Записки Ленинградского орденов Ленина и Трудового Красного Знамени горного института им. Г. В. Плеханова т. L, вып. 3, 1970 г.

О КАЛИБРОВКЕ КАТАРОМЕТРА ПРИ ОПРЕДЕЛЕНИИ УДЕЛЬНОЙ ПОВЕРХНОСТИ ТВЕРДЫХ ТЕЛ ХРОМАТОГРАФИЧЕСКИМ МЕТОДОМ ТЕПЛОВОЙ ДЕСОРБЦИИ

Р. Л. Дубровинский, И. С. Красоткин

При определении удельной поверхности твердых тел газохроматографическим методом тепловой десорбции сравниваются площади десорбционного градуировочного пиков.* Калибровка катарометра обычно производится введением газа-адсорбата в основной поток. Для этой цели можно применить и другой газ, например воздух. При одинаковых объемах различных калибрующих газов и постоянной скорости газового потока отношение площадей градуировочных пиков S_1 и S_2 определяется только разностью коэффициентов теплопроводности основного газового потока $\lambda_п$ и газов, дополнительно вводимых для калибрования, λ_1 и λ_2

$$\frac{S_1}{S_2} = \frac{\lambda_п - \lambda_1}{\lambda_п - \lambda_2} = K_п. \qquad (1)$$

Зная величину $K_п$, можно пересчитывать площади пиков от введения воздуха на соответствующие площади для газа-адсорбата.

Коэффициент перехода $K_п$ от аргона к воздуху в качестве калибрующего газа при изменении состава смеси газа-носителя (гелия) с адсорбатом (аргоном) меняется незначительно.

* Буянова Н. Е., Карнаухов А. П. Определение удельной поверхности твердых тел хроматографическим методом тепловой десорбции аргона. Изд-во Наука, 1965.

Расчет по уравнению (1) для крайних пределов состава обычно применяемых гелий-аргоновых смесей (4 и 8% аргона) дает величины $K_п$, соответственно равные 1,072 и 1,077.

Экспериментальные измерения проведены с использованием стандартного хроматографа УХ-1. Газовые смеси готовили из гелия марки ВЧ и аргона марки А. Скорость газового потока поддерживалась постоянная, равная 50—60 *мл/мин*. Площади пиков определяли планиметром ПК-3. Катарометр калибровали введением в газовый поток равных количеств аргона и воздуха. Затем измеряли площади пиков S_1 и S_2 и рассчитывали коэффициент $K_п$. За эталон принято значение $K_п' = 1{,}100$, вычисленное по 30 измерениям при введении по 1 *мл* аргона и воздуха в газовую смесь, содержащую 4% аргона. Экспериментальное значение $K_п'$ отличается от расчетного на 2,5%.

Приводим значения $K_п$ (среднее по трем измерениям) для гелий-аргоновых смесей различного состава:

Содержание аргона в смеси, %	0	4,0	4,0	4,0	4,0	5,8
Вводимые объемы аргона и воздуха, *мл*	5	2	3	4	5	5
$K_п$	1,107	1,085	1,117	1,106	1,105	1,100
Отклонение $K_п$ от $K_п'$, %	+0,64	−1,36	+1,55	+0,55	+0,45	0,00

Эти данные подтверждают предположение о практическом постоянстве значения $K_п$. Предлагаемый способ калибровки катарометра воздухом упрощает определение удельной поверхности твердых тел хроматографическим методом тепловой десорбции.