**测氢仪工作原理及维护方法**

**测氢仪程序控制原理**

测氢仪全过程采用微电脑单片机控制，测氢仪接通电源后，通过键盘，键入日期，试样重量和氢空白值及分析试样的水份值，按一下测氢键，电机正转，带动送样棒向前推进试样，推进到300℃处时，测氢仪微电脑使电机停转，并延时30秒，然后进到500℃处，微电脑使电机停转，并延时2分钟，然后单片机发出信号，使电机正转带动送样棒继续向前推进试样，推进到850℃处，微电脑使电机停转，并延时10分钟，然后发出信号，使电机反转，带动送样棒将盛放试样的盘拉出到原来的位置后，电机停转，报警器报警提示，以表示测试的全过程结束，打印机打印出测试数据。

**测氢仪工作原理**

煤样在850℃高温条件下于净化过的氧气流中燃烧分解，使氢转化为水，碳转化为二氧化碳，反应式如下：


将燃烧生成的水和二氧化碳在氧气流的吹动下通过涂有五氧化二磷的铂内壁式电解池，在无水分气体通过时，电解池内阻近无穷大，正负极之间呈开路状态无电流通过。当含有水份的气体通过电解池时，水立即被五氧化二磷吸收，生成偏磷酸，方程式如下：

H2O＋P2O5───→ 2HPO3

这时电解池内阻减小，流过电解池的电流逐渐增大，通过电解产生反应如下：

阳极：2PO3 ---- 2e ─→ P2O5＋O2↑

阴极：2H＋+2e ─→ H2↑

流过电解池的最大电流不得小于600mA。随着电解进行，偏磷酸越来越少，电解电流也随之下降，降到终点电流(70mA)时，表示电解已结束，测得电解过程中所消耗电量，应用法拉弟定律，可计算出被测定物质的质量W。

W＝ ∫0t idt

式中：F：为法拉弟定律数数值为96487库仑；
M：为被测物质的摩尔质量数：
n：为参加电极反应物质的电子转移数；
i：为电解电流
t：为电解时间。
由于该仪器以法拉弟定律为设计原理依据，利用库仑积分仪，采用定量量化技术和微电脑单片机控制等先进技术可直接显示氢的质量毫克数，打印机打印出三种氢值，若试样重为G(mg)，可按下式计算出各种氢值的百分含量：


式中：W：仪器氢显示数；(mg)
G：试样重量；(mg)
G1：测定出的氢的空白值；(mg)
Mad：分析煤样的水份值；%
0.1119，将水折算成氢的系数。

**测氢仪实验前的准备工作**

分别将不锈钢燃烧管、瓷舟、干燥瓶等器具清洗干净。

（2）分别装入适量的试剂，向其中一根玻璃净化瓶中装入变色硅胶，瓶口处留有约20-30mm的余量装脱脂棉，盖橡皮塞，对其它二根干燥瓶分别装入
碱石棉和无水高氯酸镁，对药品的要求：变化硅胶（工业品），碱石棉化学纯；无水高氯酸镁二级，粒度1-3毫米，化学纯。然后向不锈钢管内装入线装氧化铜（HG3-1288）二级，装入量约200mm，应在炉子800度的部位，二端用石英毛或硅 酸铝纤维棉堵住，另一端（进气）且带有进气管的橡皮塞 塞好，燃烧管内装入高锰酸银的热解产物、装入量约140mm长，位置在转化炉的后部，靠近接电解池出口端。附高锰酸银热解产物的制法，称取100克高锰酸钾（分析或化学纯）溶于2升蒸馏水中，另取107.5克硝酸银（分析纯或化学纯）先溶于约50ml蒸馏水中，在不断搅拌下，倾入沸腾的高锰酸钾溶液中，搅拌均匀，逐渐放冷，静止过夜则生成具有光泽的深紫色晶体，用蒸馏水洗涤数次，在60℃-80℃干燥4小时，取少量晶体放在瓷器中，在电炉上缓缓加热至骤然分解，得疏松银灰色残渣，收集在磨口瓶中备用，未分解的高锰酸银不宜大量贮存，以免受热分解，不安全。
（3）将仪器所用引线连接好，接好气路和电源，经检查无误的情况下，可开启电源开关，待炉温升至温度时，即可做样品分析。

**测氢仪操作步骤:**
1.开启测氢仪电源开关，使高温炉升温。
2.打开氧气开关，使流量控制在80ml/min，注意：氧气压力不要调的过大，以免瓶塞崩开。
3.待燃烧炉温升至500℃时，按下“涂膜”键，观察电解电流的变化。
4.待电解电流降至70mA以下后，按“返回”键，若不能快速降低应重新按“涂膜”键。
5.测氢仪在做正式样之前，先做一至二个废样，以平衡电解池状态。
6. 废样做完后，做氢空白实验，方法是：在瓷舟内加入与做样品时相当数量的三氧化钨，并按动空白键，九分钟后瓷舟自行拉出，记下第一个空白值，再做第二个，仍记下值。直至相邻二个空白值相差不超过0.05mg,并取该二次的平均值作为当天的氢空白值。
7.做正式样：
a:按“年”键，按入四位数年份；
b:按“月、日”键，按入四位数月份和日期；
c:按“水”键，按入分析煤样的水份值（%）；
d:按“空白”键，按入四位数的空白值，并再次按“空白”键；
e:按“返回）键，按入试样重量三位数；
f:打开送样口，将称好的试样放入，并关闭送样口；
g:按“氢”键，即可；
h:试样燃烧分析完毕后，仪器自动拉出瓷舟并打印结果；
i:作下一试样只需按入重量，按“氢”键即可；
j:若更换煤样，需重新按入水份值，按“水”键，按入新的水份值即可。
8.实验完毕后，关闭测氢仪电源、气源和电解池未端封闭管。

**测氢仪电解池的处理**

电解池作过一至二百个样品后，应重新处理，否则将直接影响氢值的分析结果，使氢值偏低，处理方法如下：
(1)卸下电解池；
(2) 清洗电解池：首先用自来水将其冲洗，然后用小软毛刷沾上洗衣粉，慢慢向左向里旋动毛刷，注意旋动到引线即可，再慢慢地向右向外旋动毛刷退出，用水冲洗，看铂丝是否洗亮，如发现有黑处，可重新用毛刷刷洗直到洗净，最后用蒸馏水冲洗干净，再用丙铜冲洗一下，完毕后，用电吹风(热风
档) 吹干，接着用万用表电阻挡(2K) 量电解池两极，内阻应量无穷大，表明清洗完好，否则重新清洗。
(3)配电解液：取10ml或15ml的小量筒，按体积比先盛入3份磷酸(优级纯)，再盛入7份丙铜，轻摇量筒，筒底应有热量散发。
(4)涂膜;将洗清好的电解池粗端倾斜向上，把配好的电解液向电解池内倒，第一次到至电解池长度的1/2 (若电解液还向下流，应将其放平，用滤纸擦净流过来的电解液),然后用冷风吹干，第二次倒至电解池全部 (注意不要流过两极) ，再用冷风吹干，第三次倒入一半，用冷风吹干，然后用万用表(1Ω挡)量两极，如有一定的阻值(几欧或几十欧)，则涂膜正常，否则重涂。
(5) 装上涂膜好的电解池，并将冷却套装上，使电解池细端略微向上倾斜。
(6)电解：打开气路，流量计显示80mL／min，开启电源，按下涂膜键，60分钟后电解至终点，可再按涂膜键，继续涂膜，直到终点(电解流≤70mA)，到达终点后，可按“月、日”键，分别按入单数和双数，再按返回键使电解电流能快速降至终点，如此反复多次，即可使用。至此电解池处理完毕，做正式样前先分析两个废样以平衡系统。

**测氢仪注意事项**

(1) 将盛有试样的瓷舟放入石英托盘上后，一定要将锥管盖拧紧，以防漏气，影响测试结果。
(2) 检查系统的气密性时，堵口时间不可过长，以免内部气压过大，而引起崩塞现象。
(3)如需将试样提前拉出时，只须按一下返回键即可，若打印结果需要多份时，可在第一次打印完毕后，按一下打印键，便可再得到一份打印结果。
（4）打印结果格式： 年 月 日、重量 、 空白、 水分、 显示H值、 总氢值、 分析基氢值、 干基氢值、 序号 。
（5）清洗电解池时，毛刷一定不要刷过两极引线，以免使电解池损坏。
（6）控制器供电电压，若出现过大波动时，可能会干扰程序运行，当显示器出现异常显示时，可先按清零键清除，若清除不掉，应关闭电源开关，稍后再重新启动。
（7）实验完毕后，仍须将送样锥管拧紧，并将电解池未端封闭，以防止潮湿空气进入。

**测氢仪日常维护**

1、仪器应防止灰尘及腐蚀性气体，并应置于干燥环境中使用。
2、仪器搬动时应小心轻放，以防振动损坏。
3、注意电解池的保护与清洗，如发现系统氢值偏低，若其它无误时，应处理电解池。
4、定时更换硅橡胶管和垫。
5、长时间不用，再用时应对电解池进行处理，并用标样校验，一般情况每月用标样校验一次。
6、应经常检查系统的气密性。
7、注意检查各种药品的失效情况。

**测氢仪常见故障及排除方法**

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| 故障现象  | 产生原因  | 排除方法  |
| 不升炉温  | 电炉丝不通或保险管烧断  | 更换电炉丝，更换保险管  |
| 升温不止  | 固态继电器击穿  | 更换固态继电器  |
| 温度不显示  | 热电偶开路， 电偶线不通  | 更换电偶，重新接电偶线  |
| 显示跳动  | 电源电压波动太大  | 查电源是否正常  |
| 予分解 1 和予分解 2 不停  | 干簧管损坏或磁铁位置不对  | 更换干簧管，调整磁铁位置  |
| 计数不正常  | 程序受干扰死机或 8155 分颁部分不起作用  | 重新开机或更换 8155  |
| 测氢测碳不能运行  | 操作不对或键盘接触不良  | 先按3位重量值再按“氢”键查键盘接线 |
| 氢值偏高  | 干燥剂失效氧化铜失效  | 更换干燥剂更换氧化铜  |
| 氢值偏低  |  |  |