

Определение примеси воды в процессе получения высокочистого аммиака

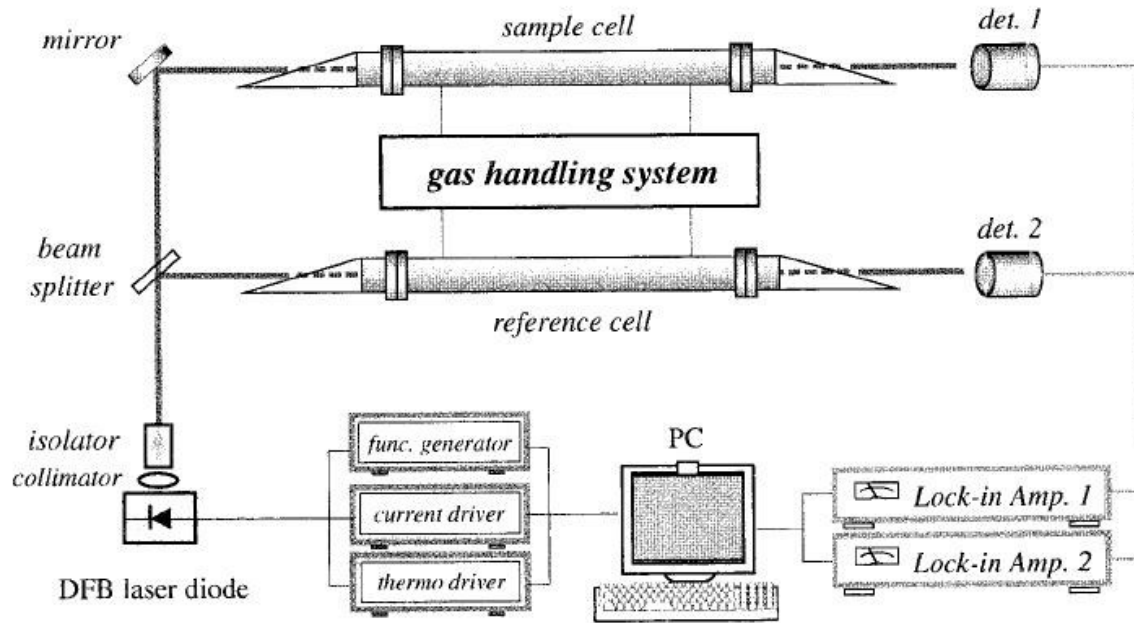
А.И. Скосырев

А.П. Котков, Н.Д. Гришнова, О.С. Аношин,
ОАО «НПП «Салют», Н.Новгород

А.И. Надежденский, Я.Я. Понуровский, И.П. Попов,
Ю.П. Шаповалов

Отдел ДЛС Института общей физики
им. А.М. Прохорова РАН, Москва

Литературные данные по измерению содержания воды в аммиаке методом ДЛС



**Shang-Qian Wu, Jun-ichi Morishita, and
Tetsuya Kimishima.
Analytical Chemistry, 1998, 70, 3315-3321**

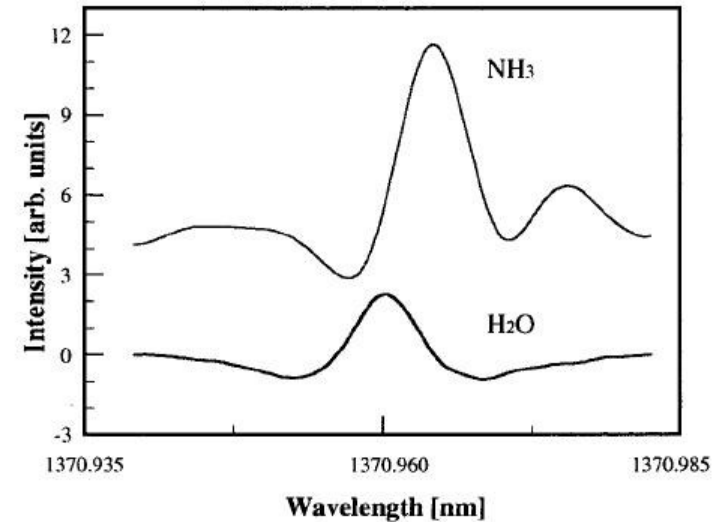
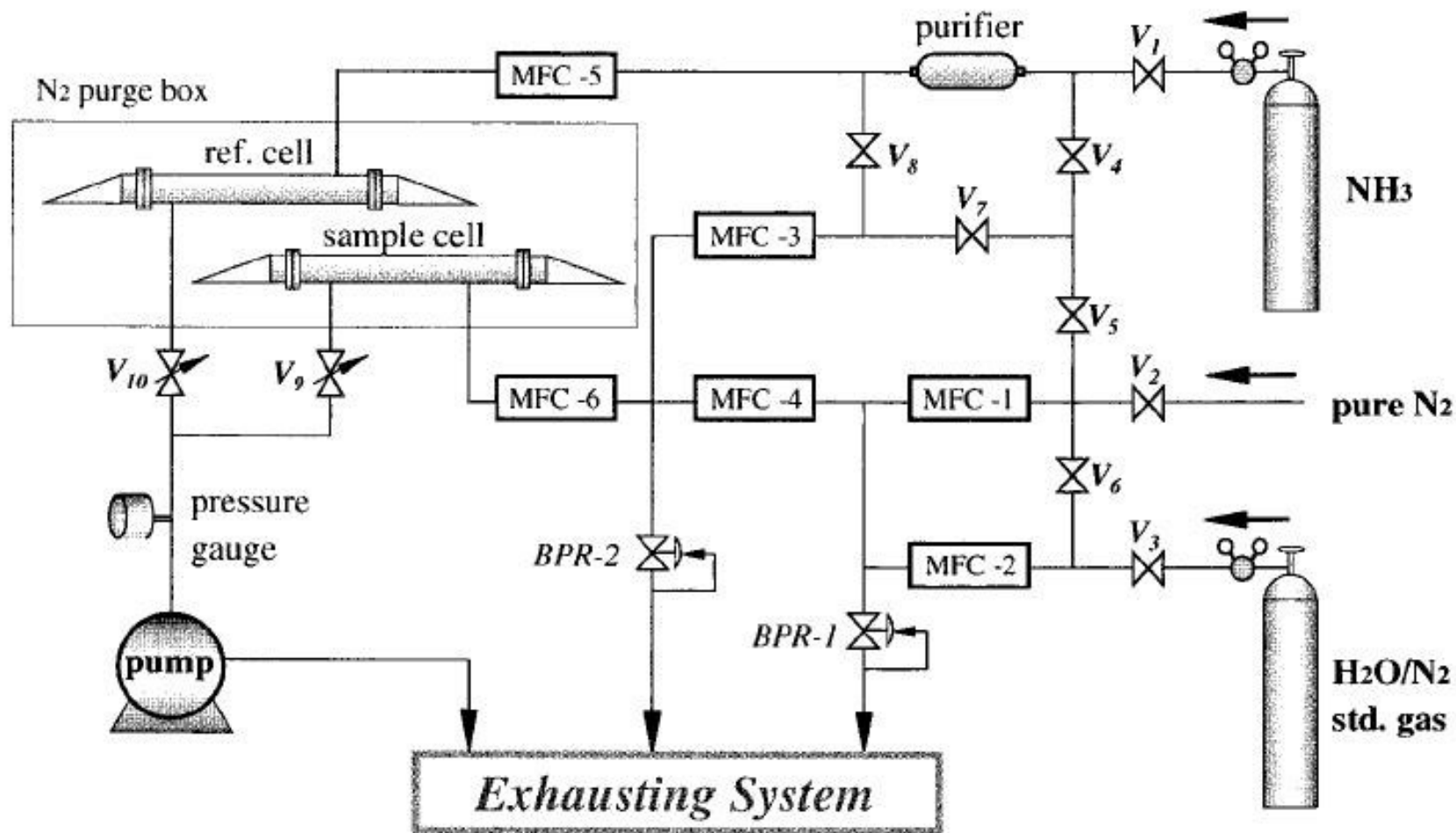
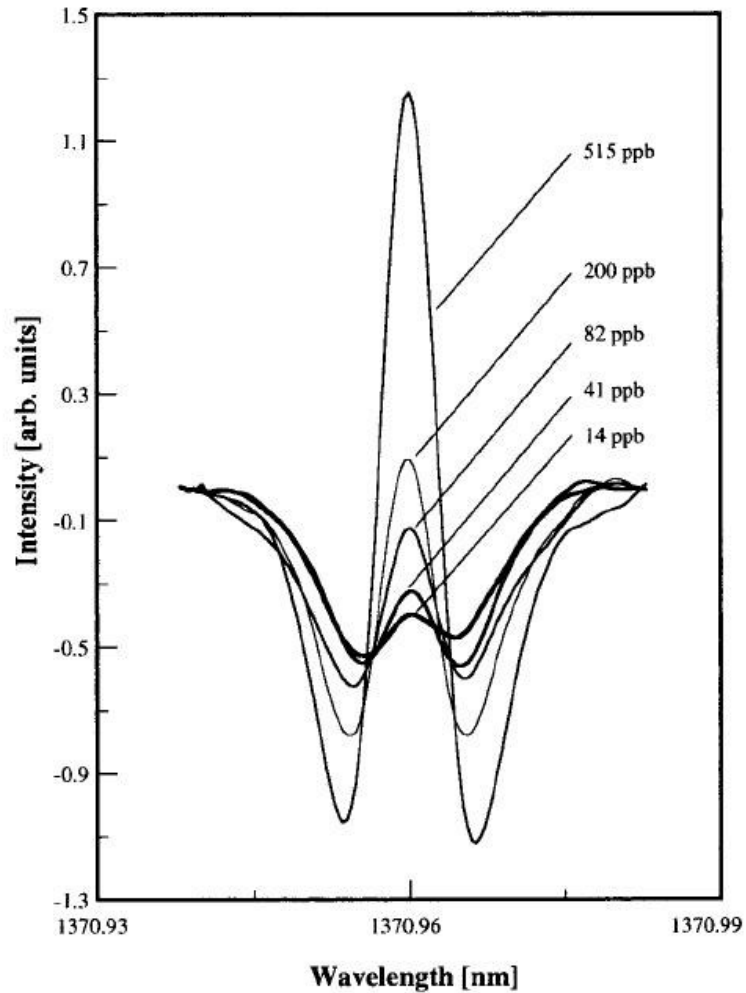


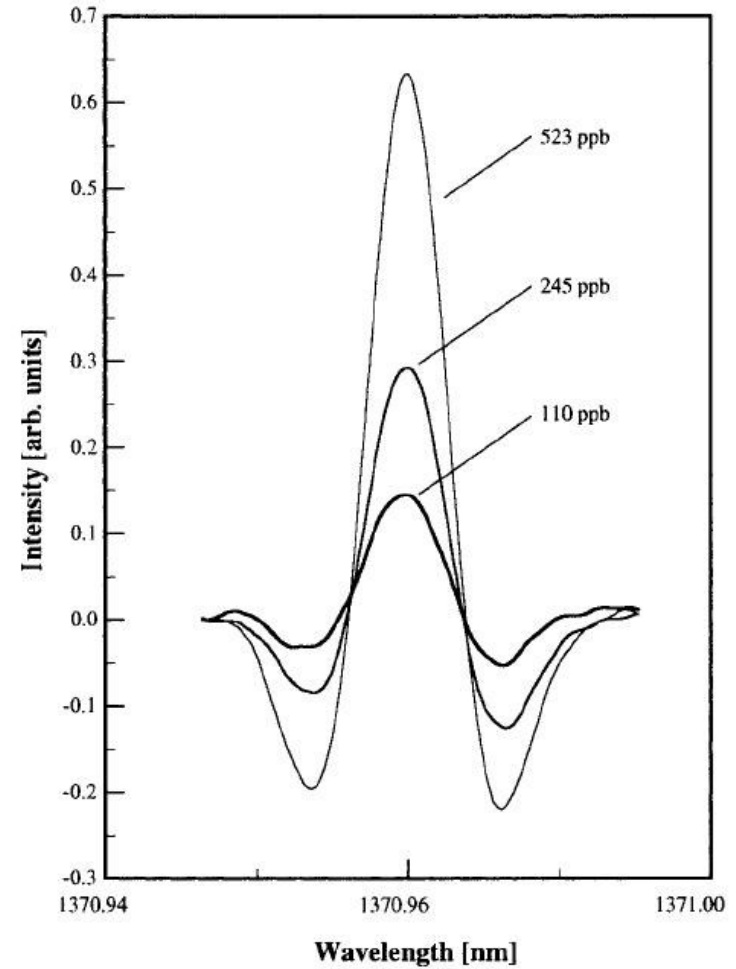
Схема калибровки и измерения воды в азоте и аммиаке



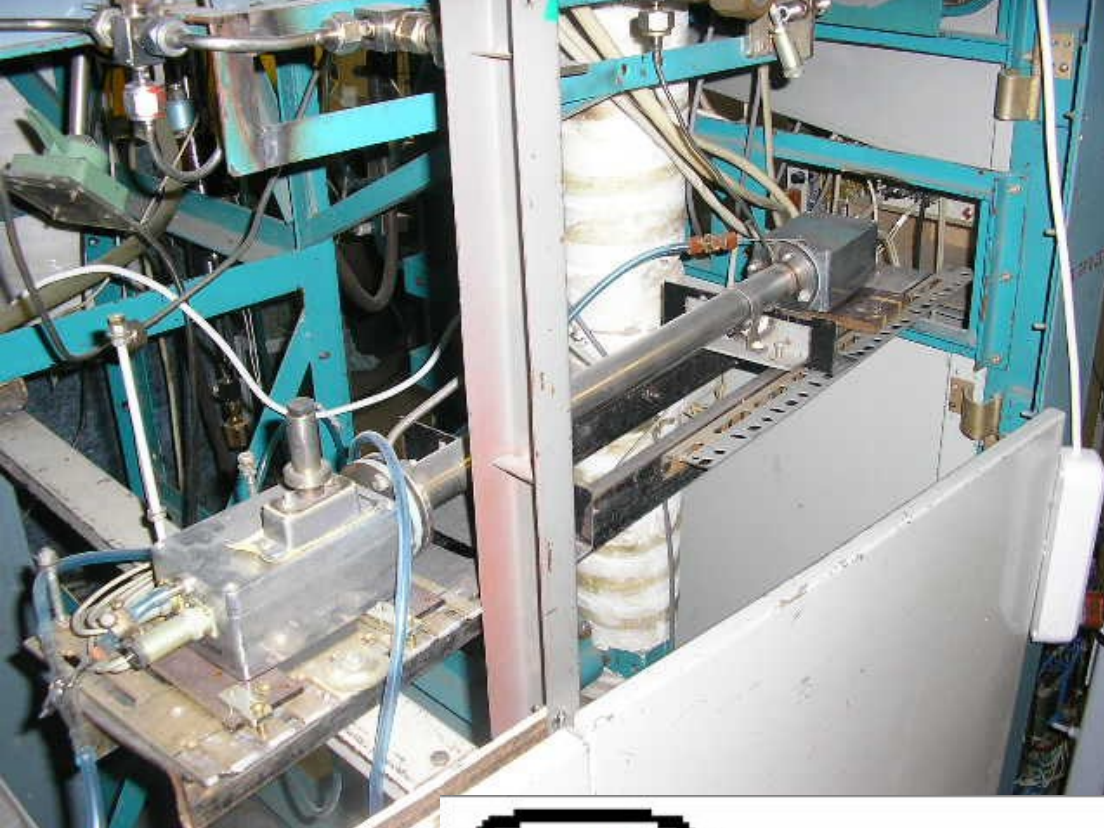
Результаты измерения содержания воды. Калибровка.



(а) в азоте

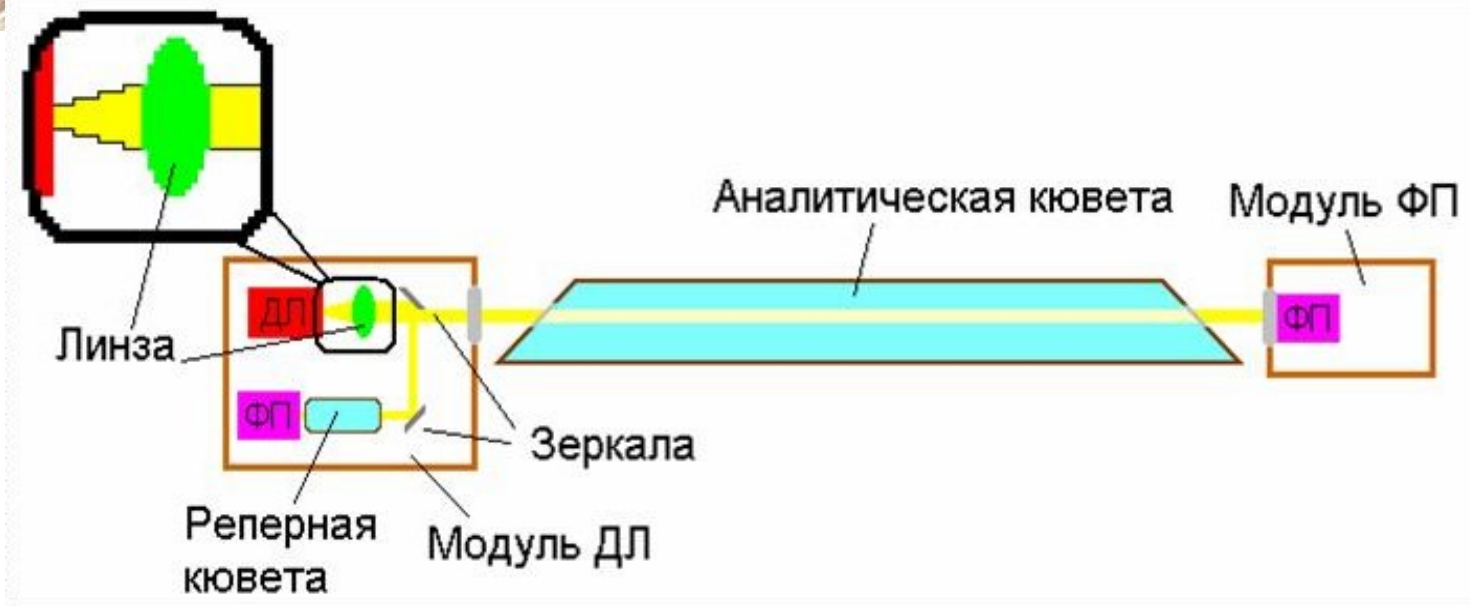


(б) в аммиаке



Прибор для
измерения
содержания воды
в аммиаке
(2004-2006 г)
ИОФ РАН
ФГУП «НПП «Салют»

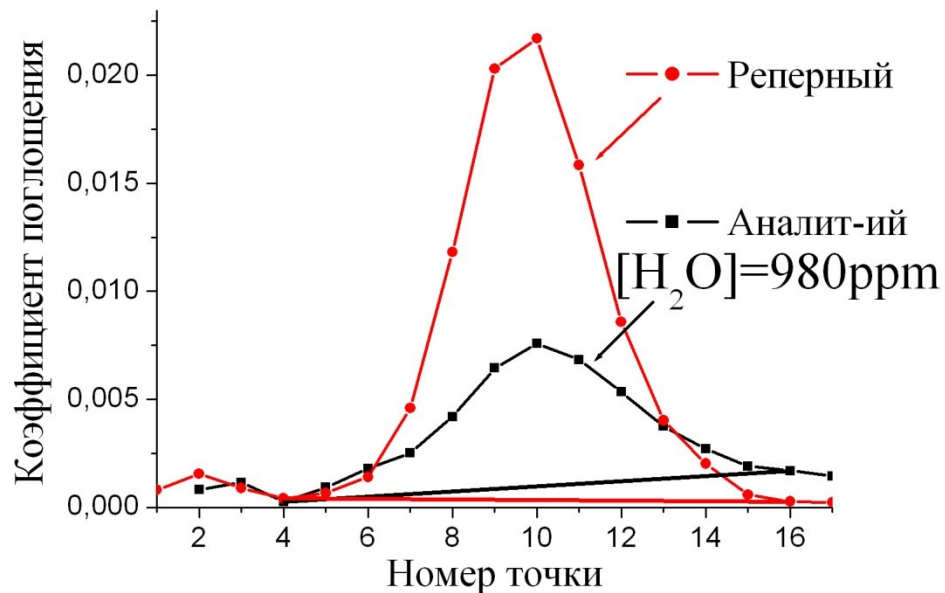
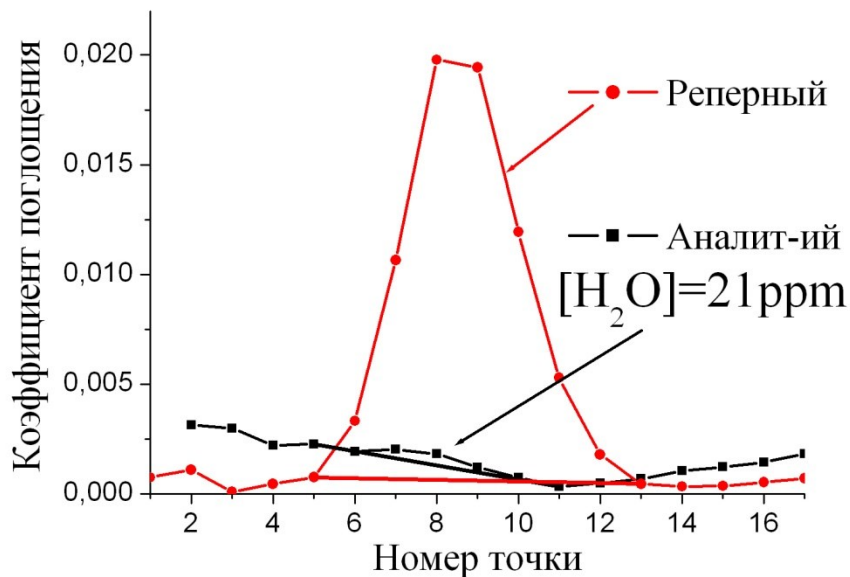
Оптическая
схема



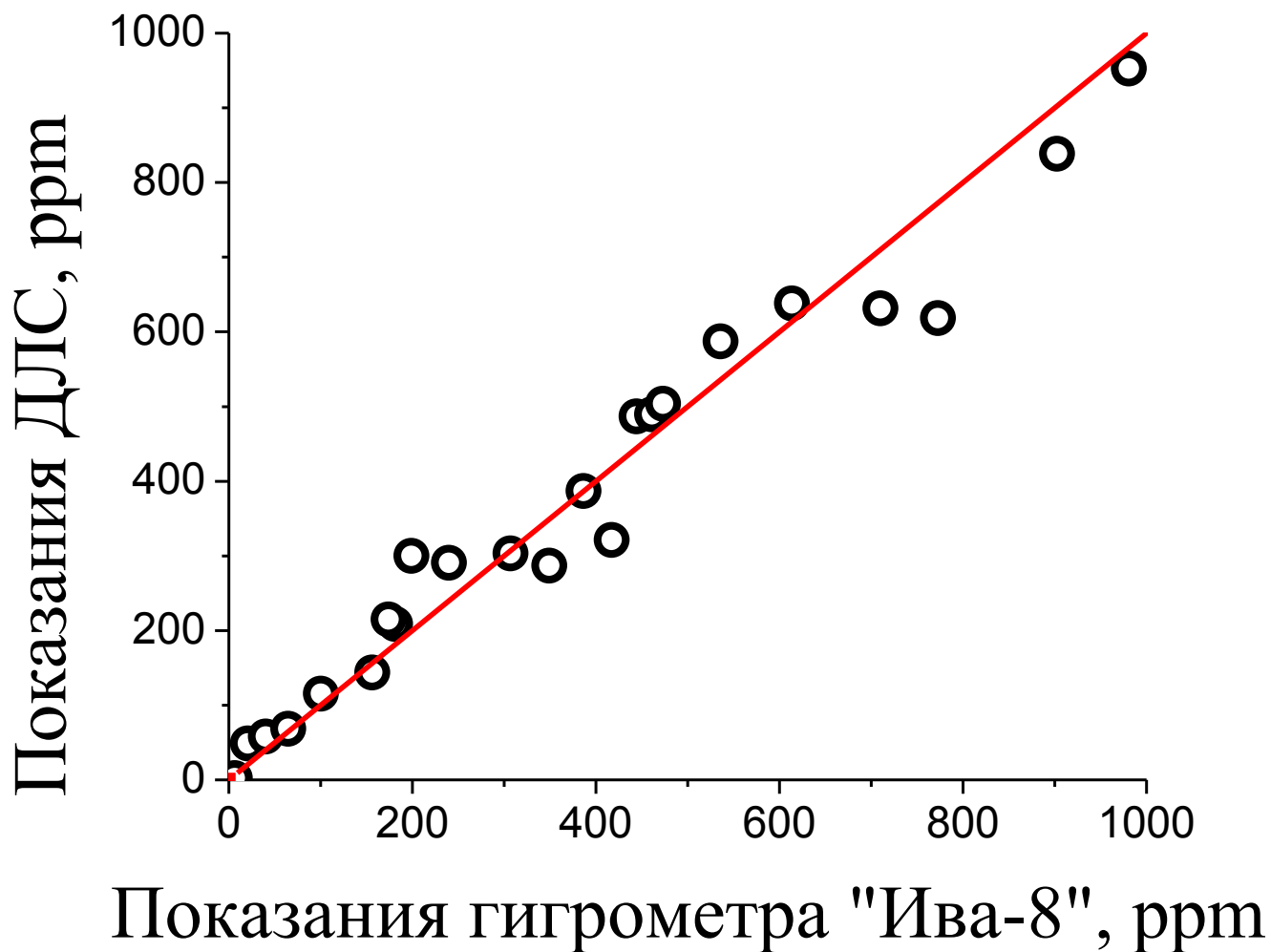
Изменение формы линии поглощения от концентрации воды в смеси “азот - вода”

$P = 48$ торр

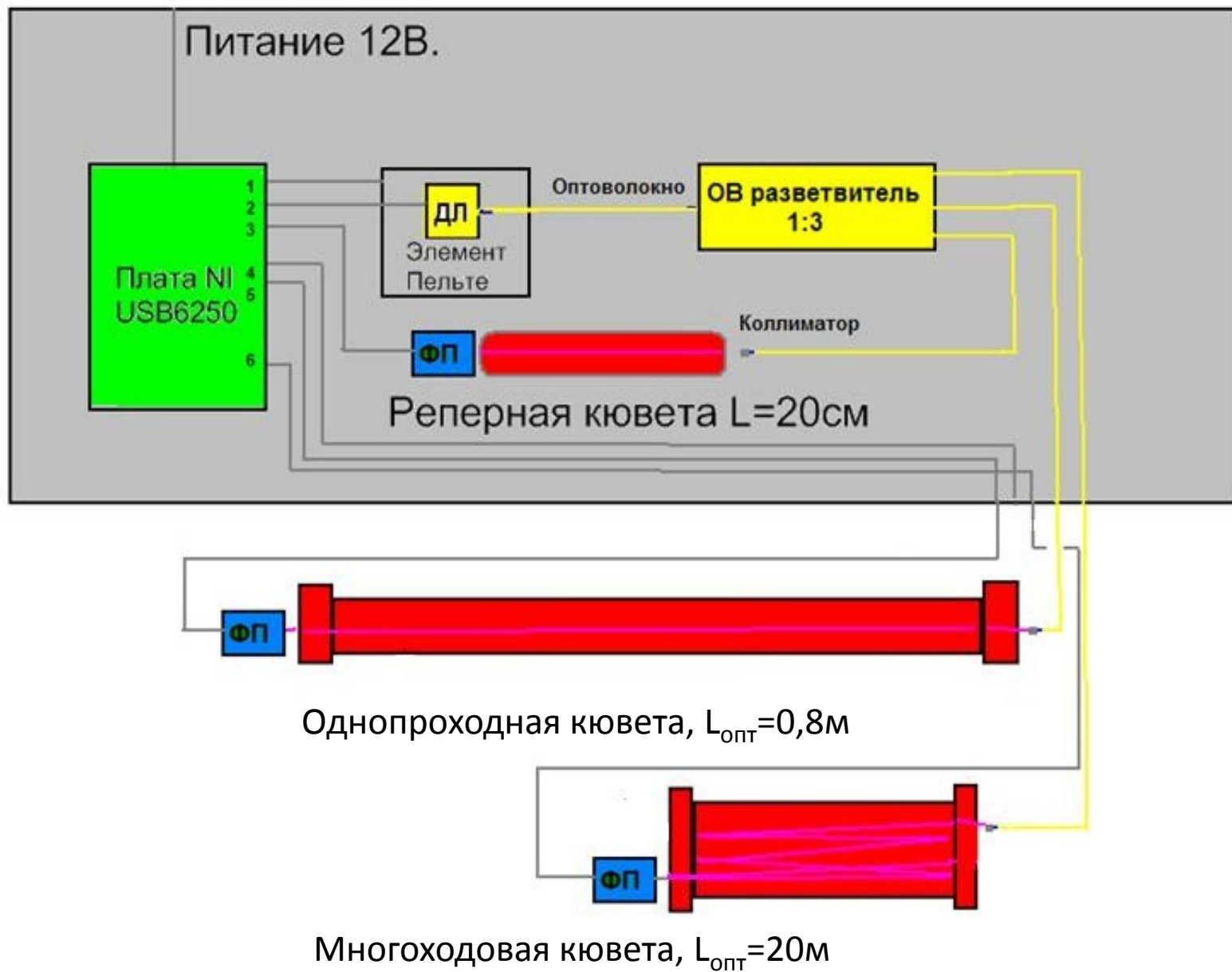
$$C_a = \frac{S_a L_p C_p P_p}{S_p L_a P_a}$$



Сопоставление показаний ДЛ спектрометра и гигрометра «Ива – 8»



Блок-схема многоканального диодно-лазерного спектрометра



Расчет концентрации воды

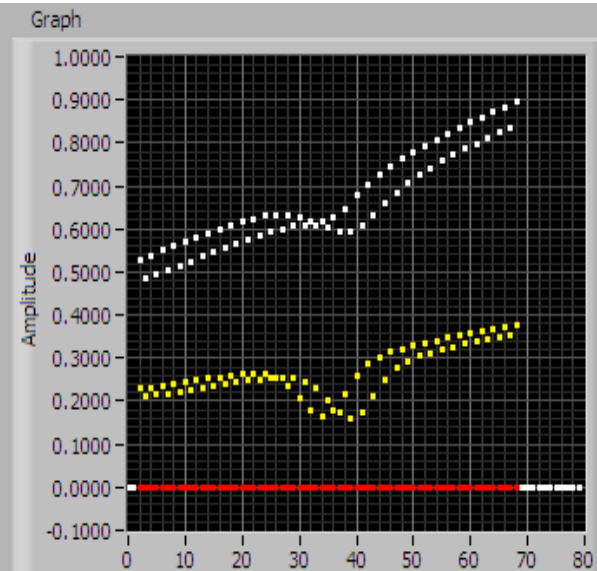


Рис. 1

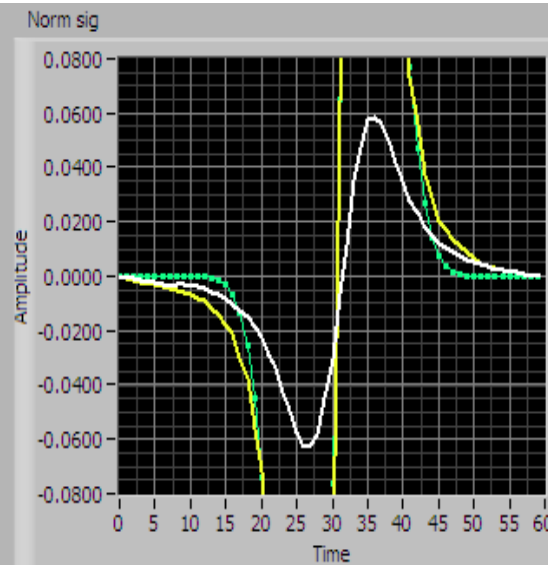


Рис. 2

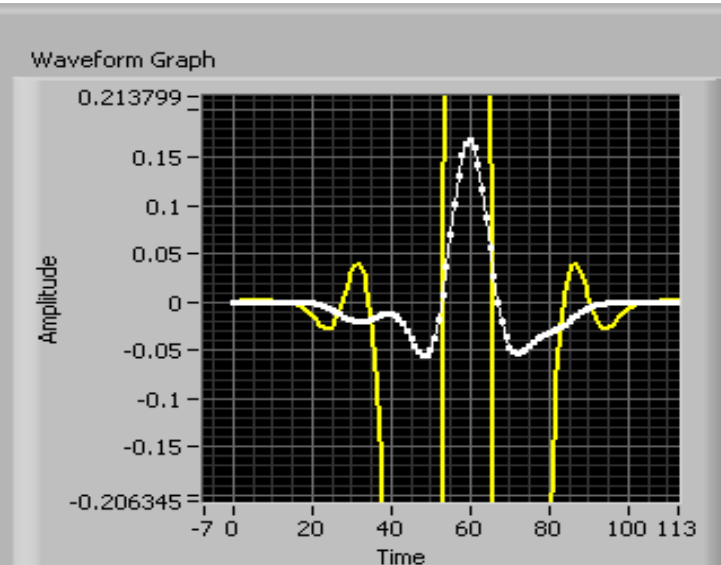


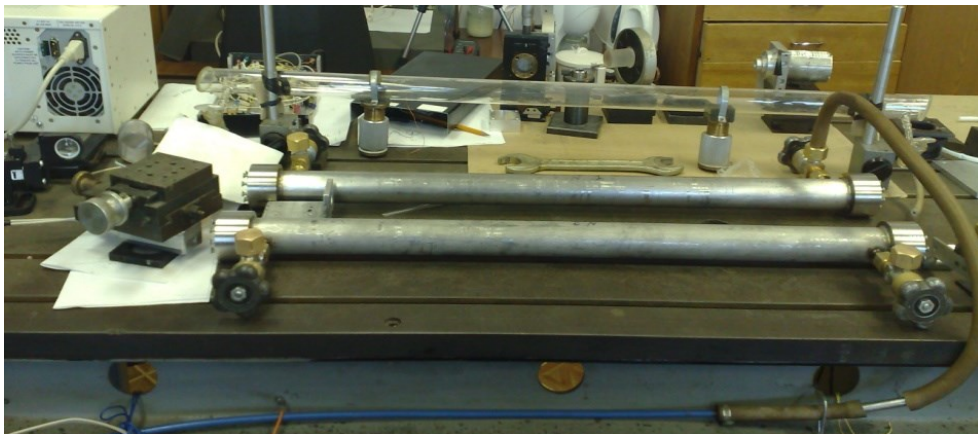
Рис. 3

$$P_a = \frac{L_p \cdot P_p}{L_a} \cdot \alpha$$

$$C(H_2O) = \frac{P_a}{P_{\text{общ}}} \cdot 100\%$$

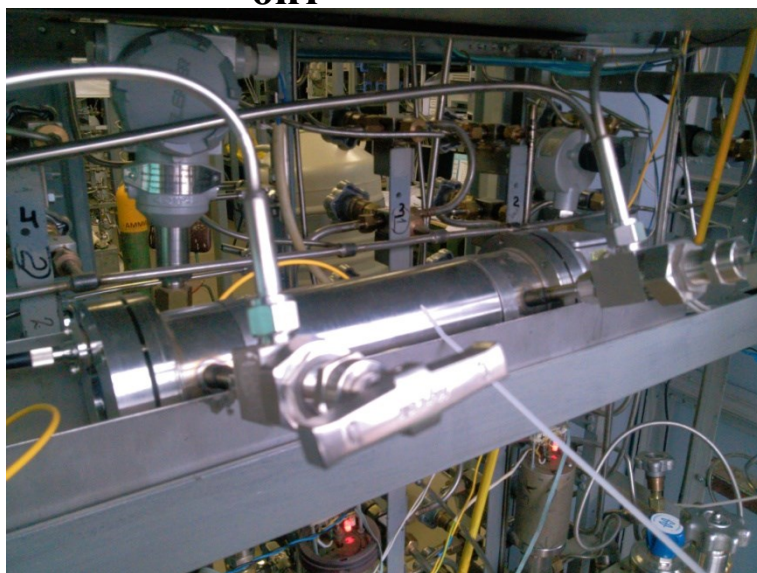
α - коэффициент
корреляции

Газовые кюветы для ДЛ спектроскопии



Однопроходная кювета

$$L_{\text{опт}} = 0,8 \text{ м}$$

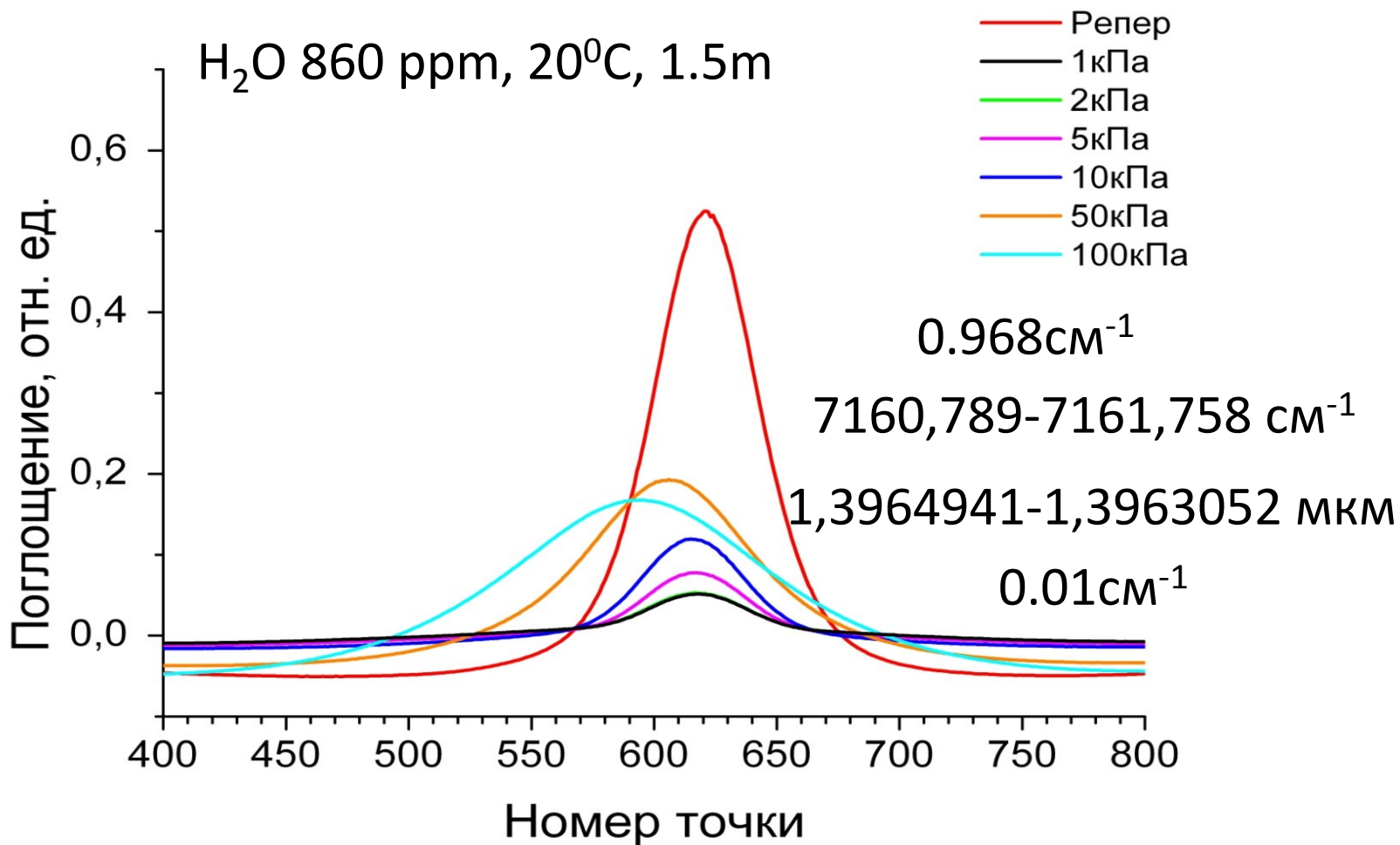


Многоходовая кювета

$$L_{\text{опт}} = 22 \text{ м}$$



Изменение формы линии поглощения воды от общего давления смеси “аргон – пары воды”



Оптимальные условия проведения анализа

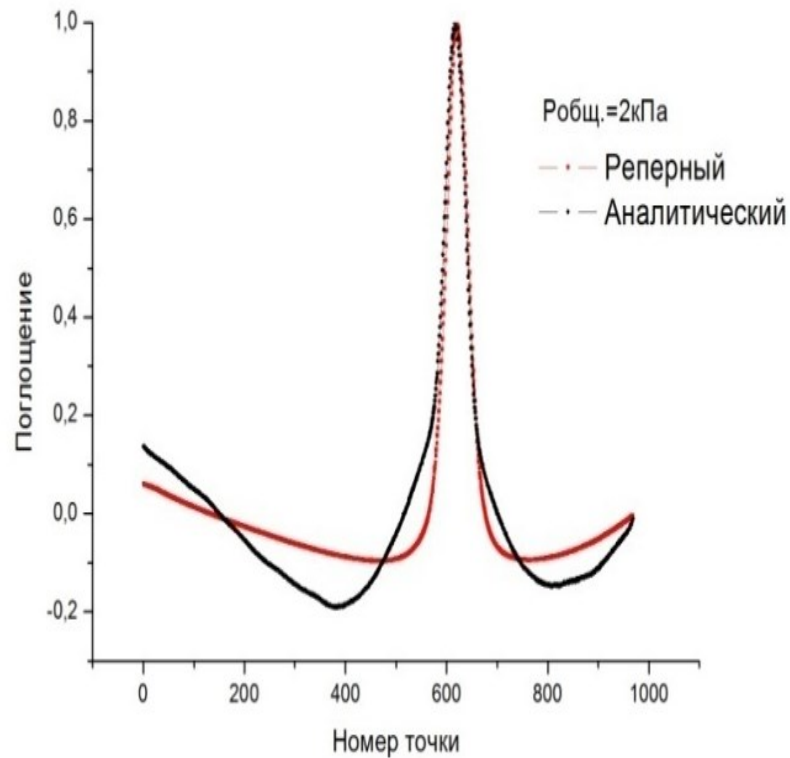
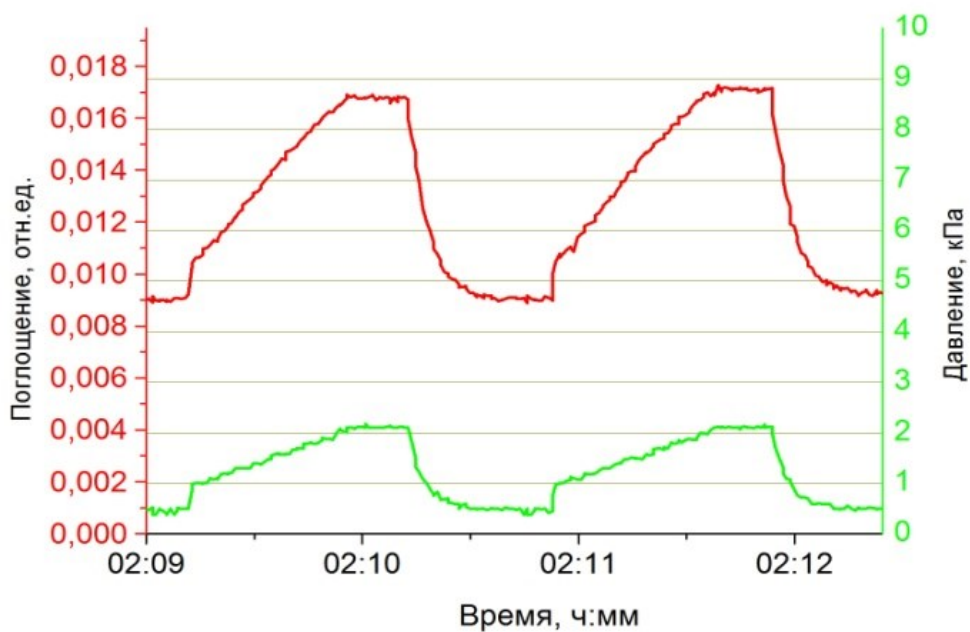
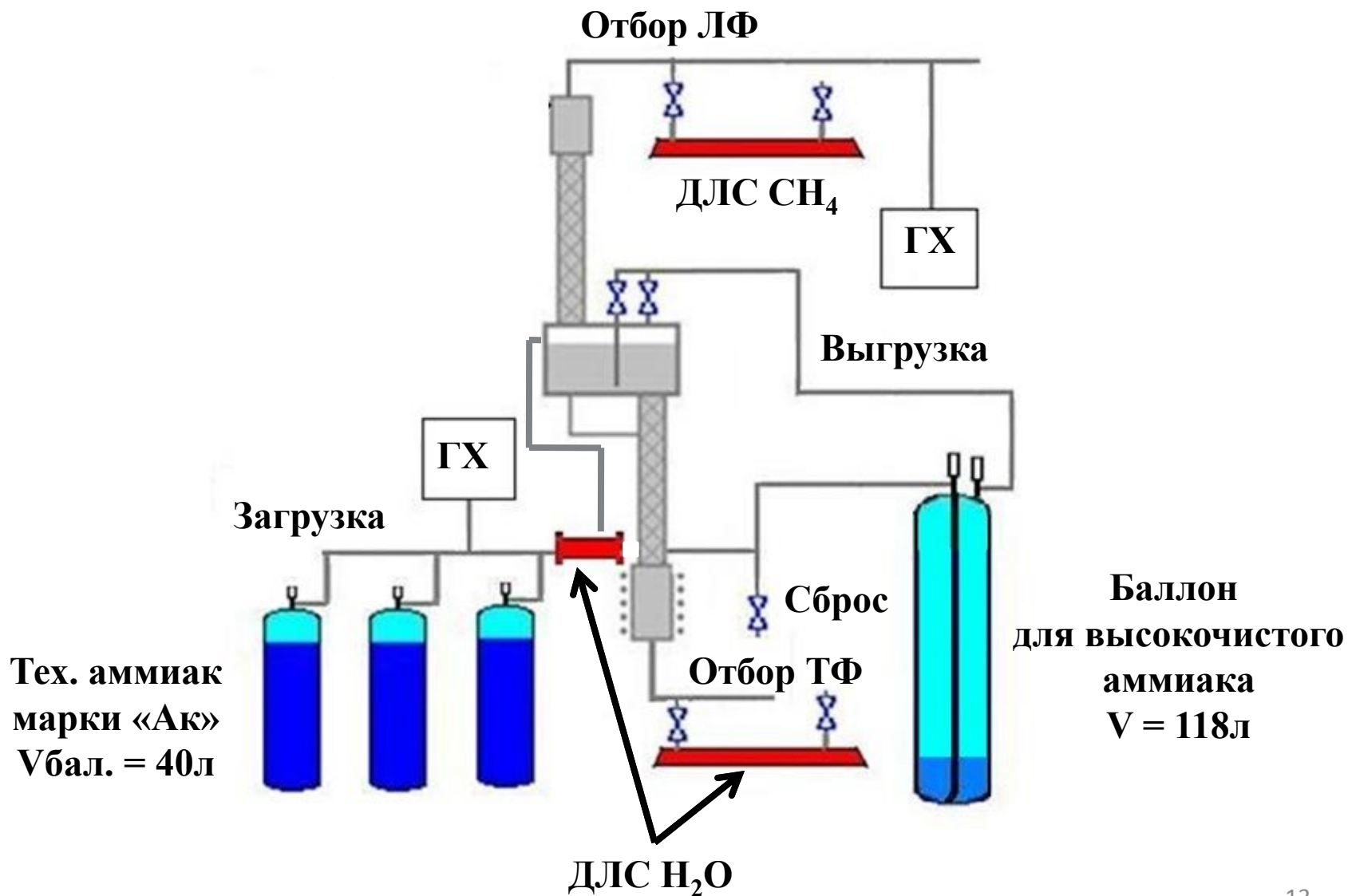
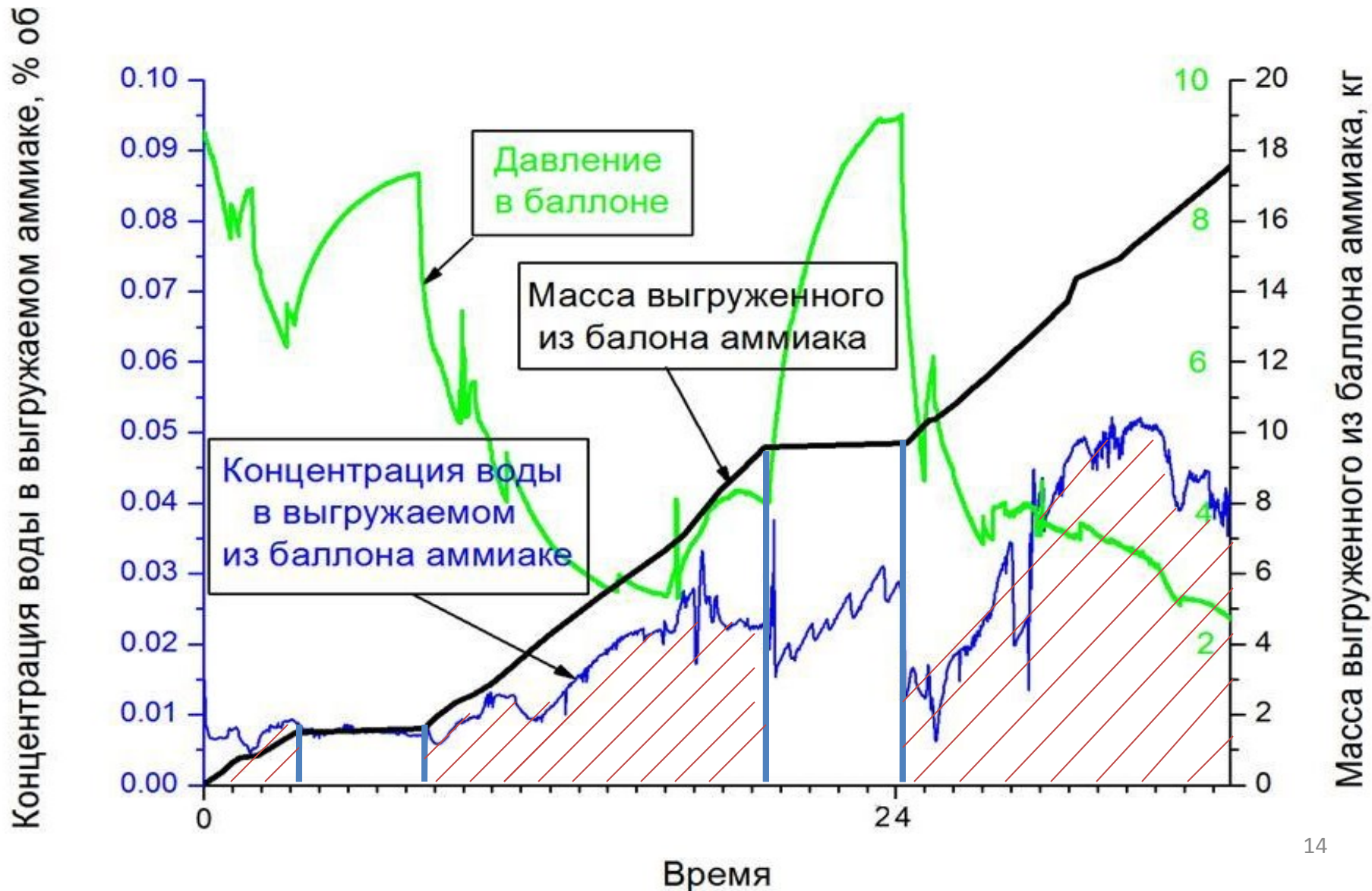


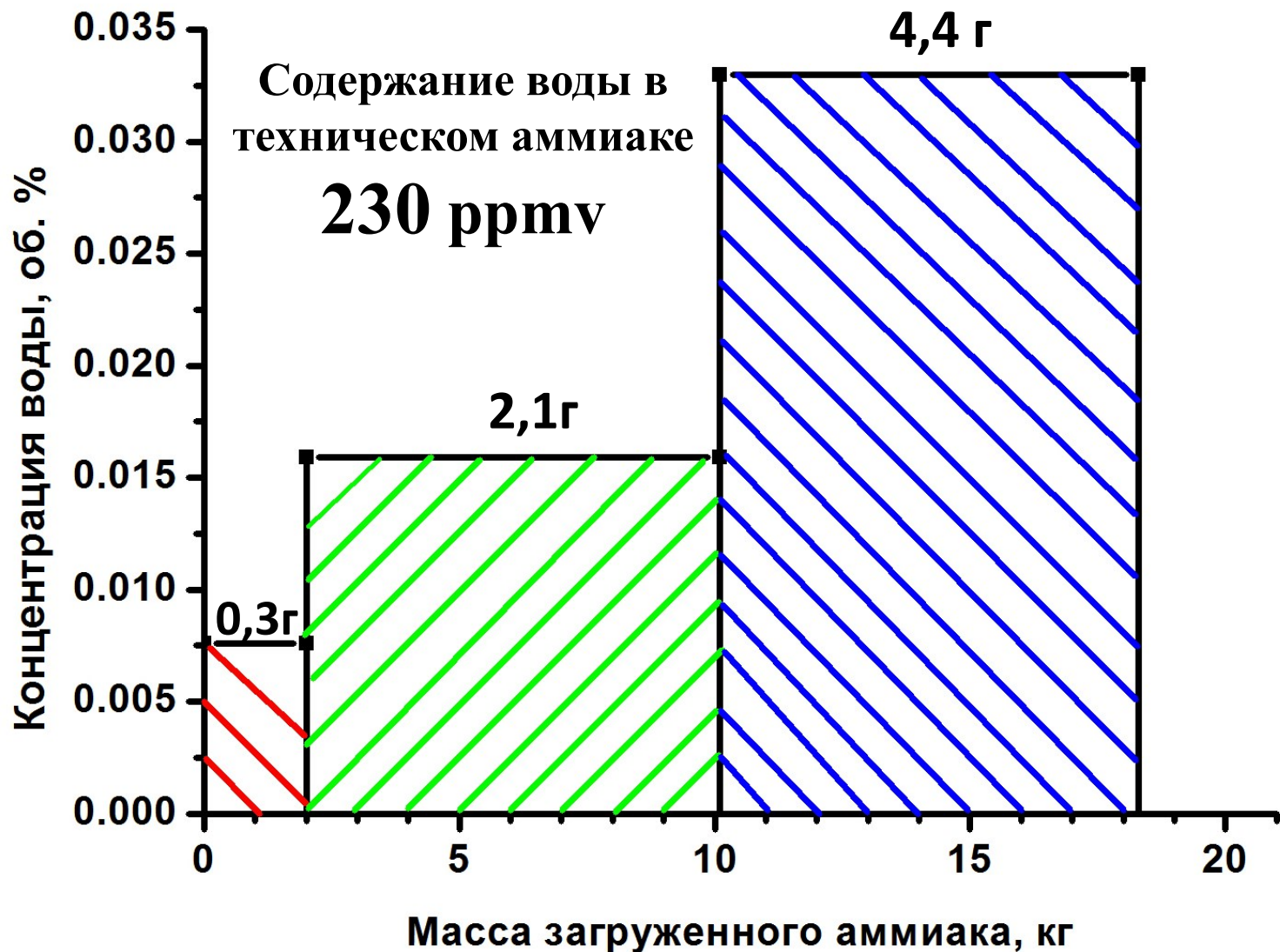
Схема установки очистки аммиака



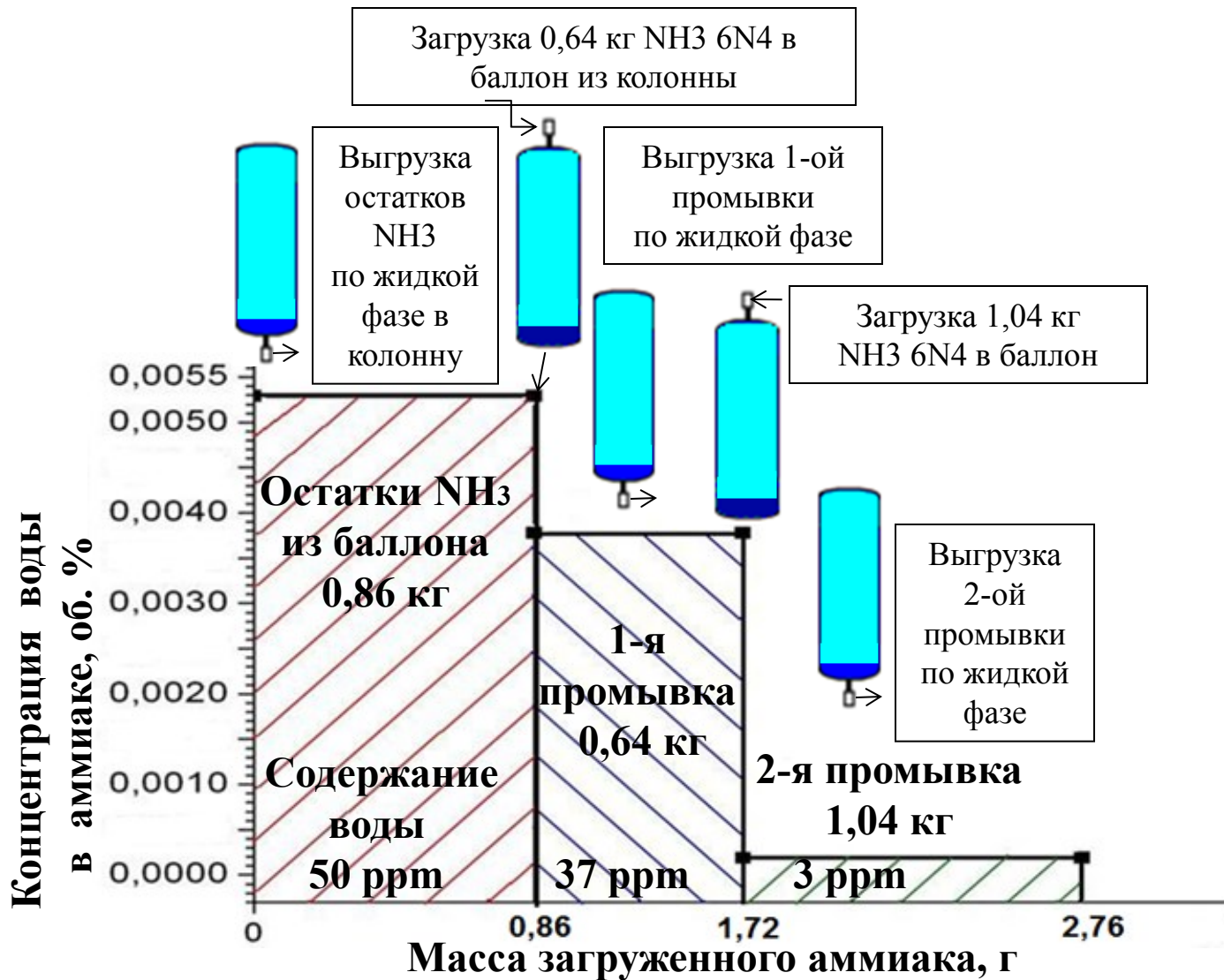
Изменение содержания воды в техническом аммиаке марки «Ак», загружаемом из баллона (40л) в колонну



Содержание воды в трех последовательных загрузках технического аммиака из одного баллона

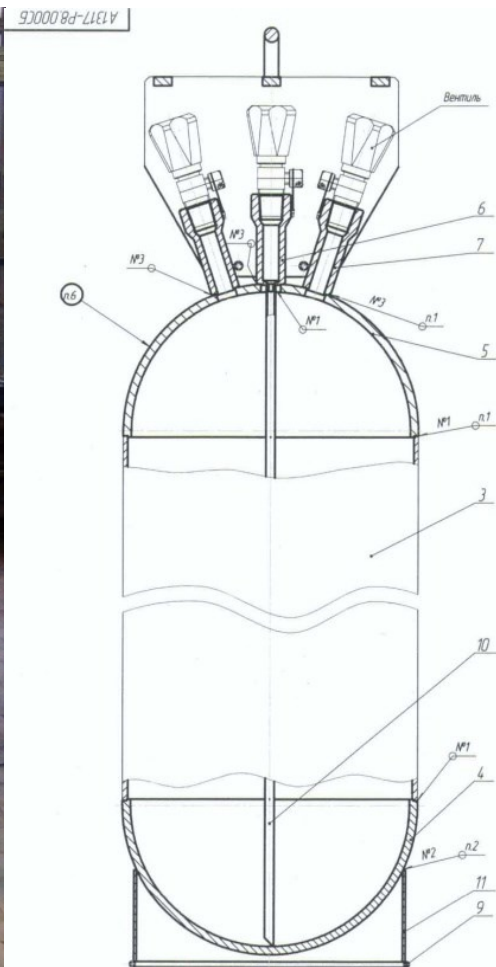


Промывка баллона с остатками аммиака

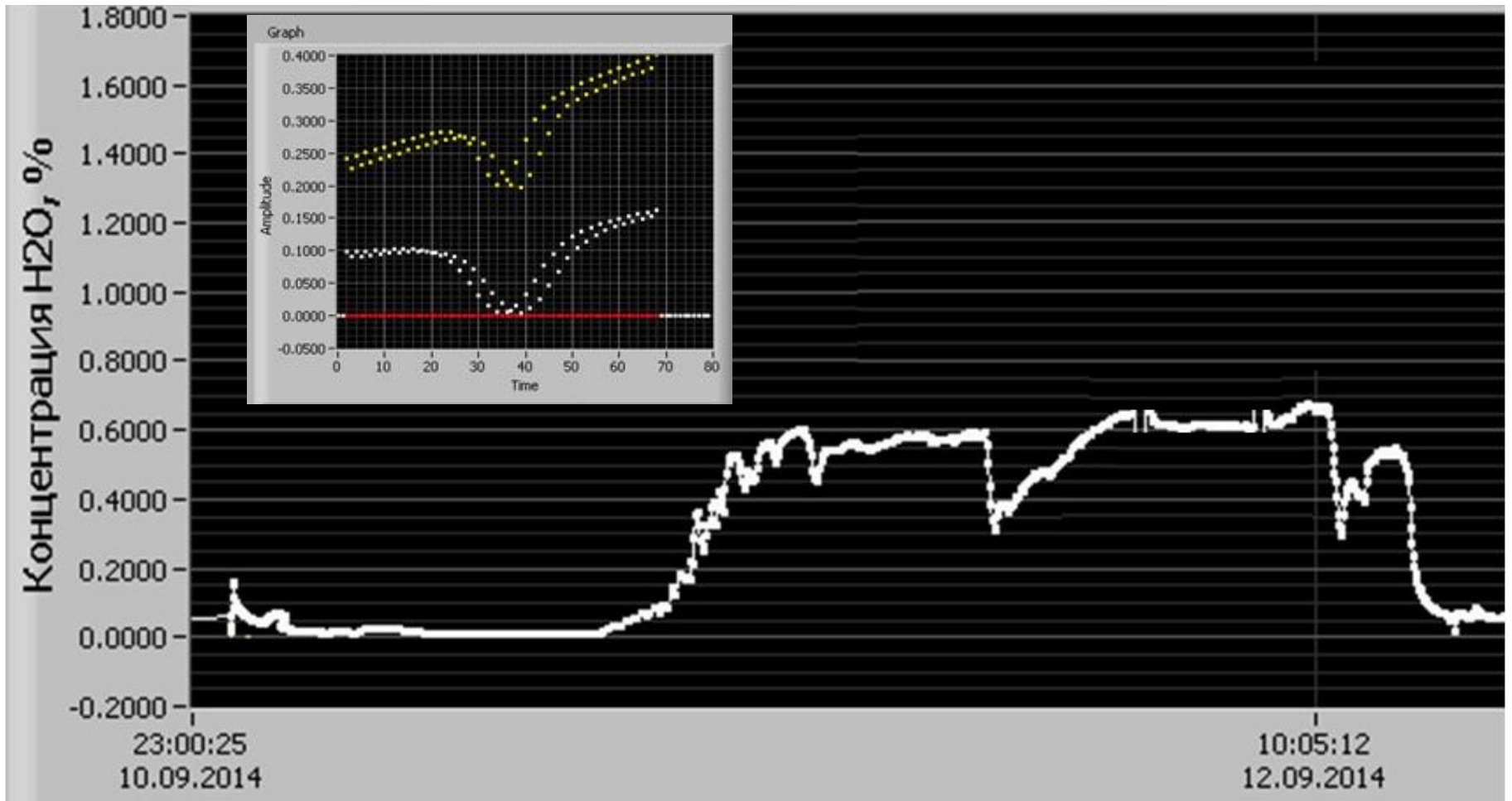


По результатам промывки установлено, что исходное содержание воды в баллоне при начальной загрузке 22 кг находилось на уровне 4 ppm

Баллон под особо чистый аммиак емкостью 110 литров и его схема



Изменение содержания воды в «тяжелой фракции» при загрузке баллона с техническим аммиаком



Влияние атмосферы на фон оптических кювет

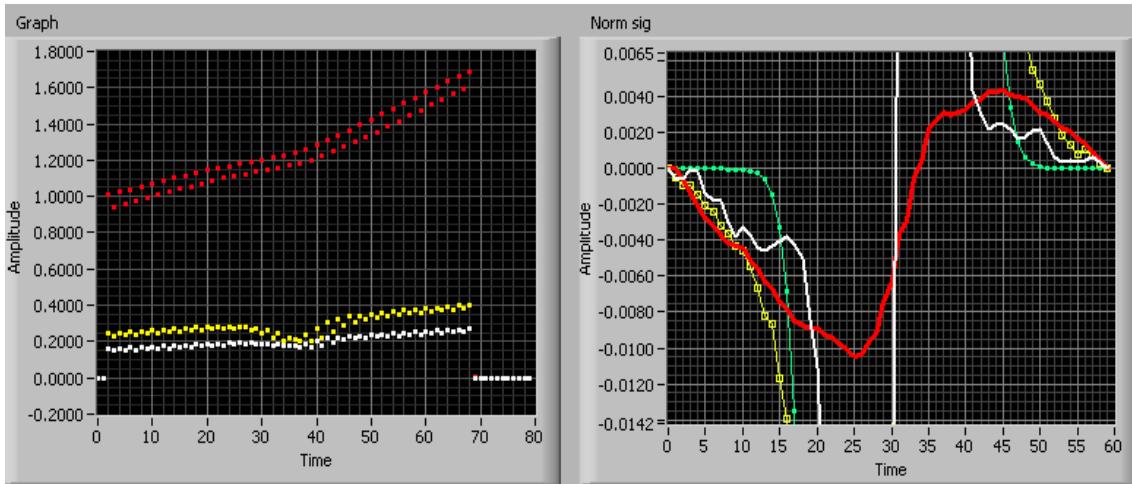


Рис. 1

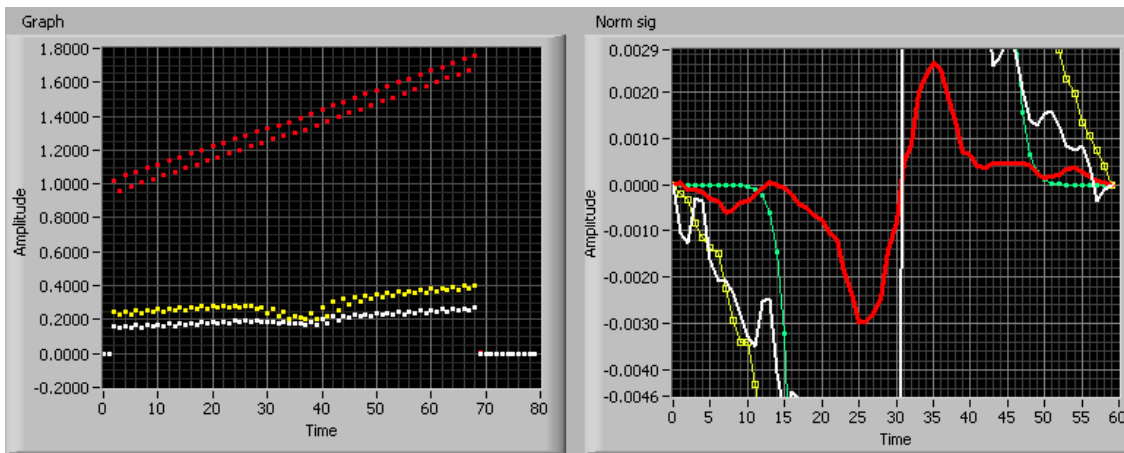


Рис. 2

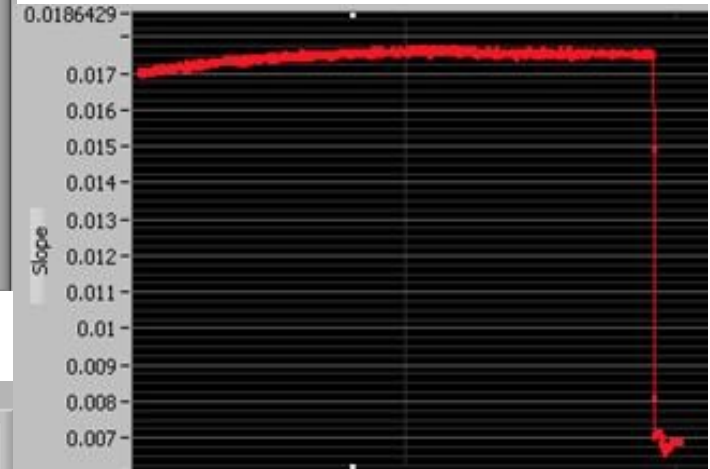
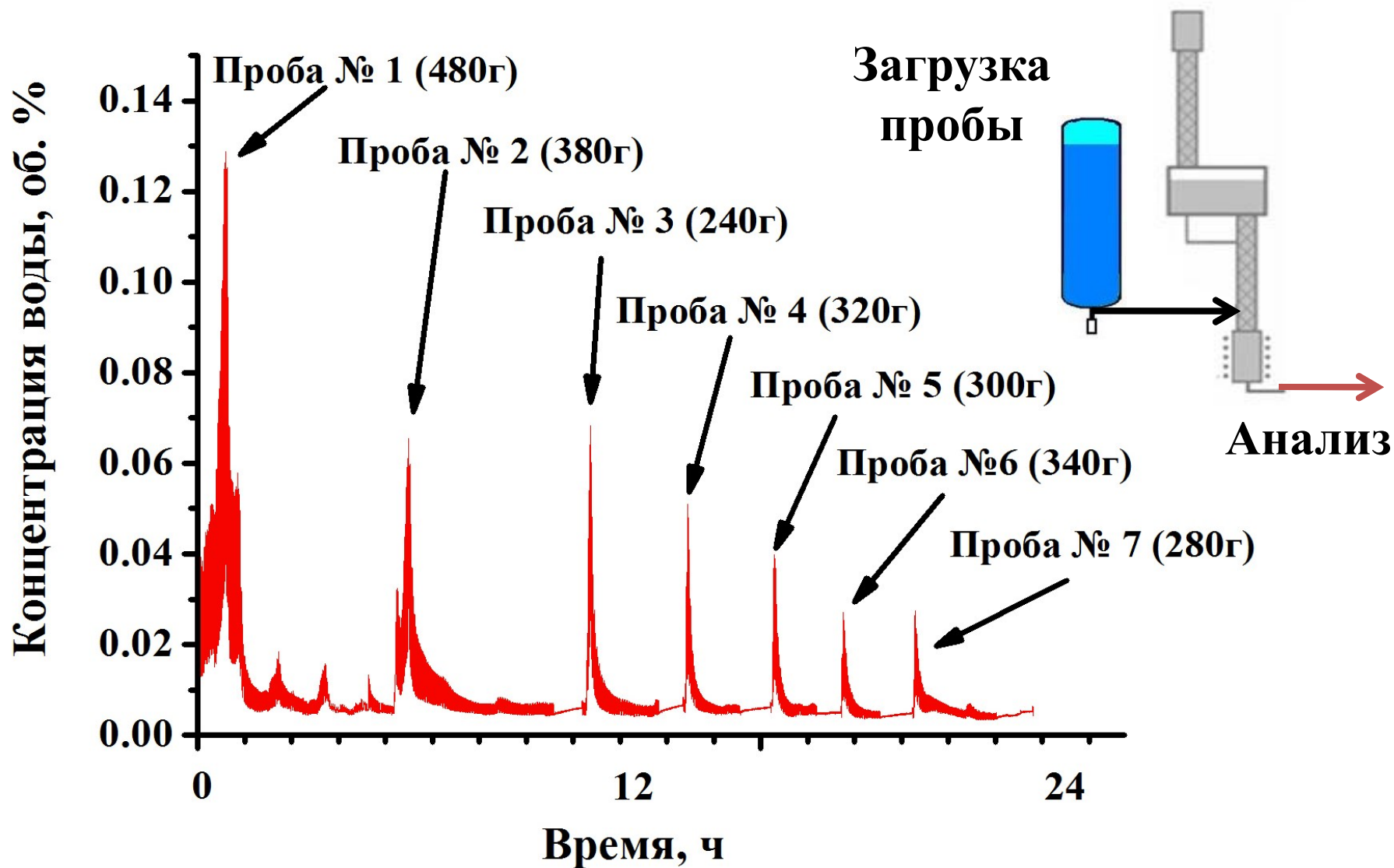


Рис. 3

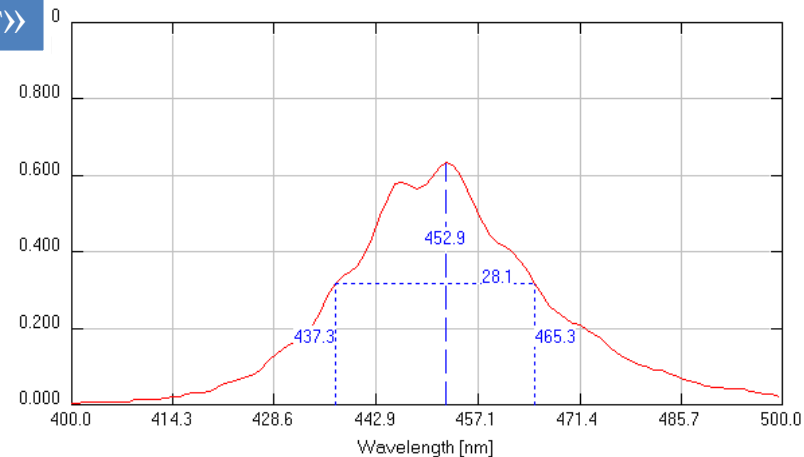
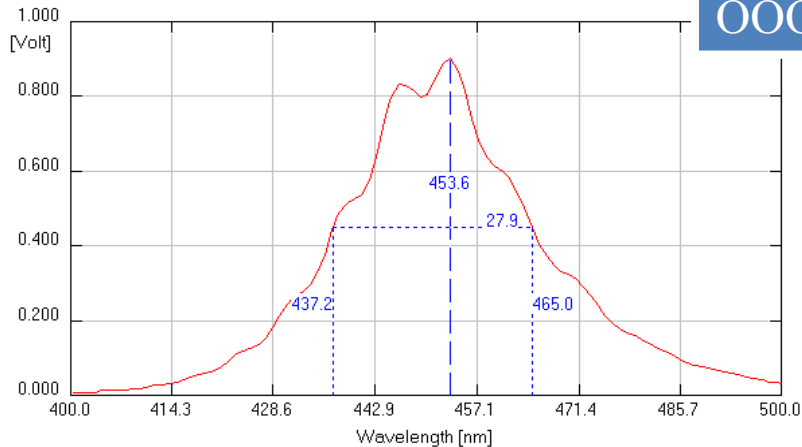
Анализ высокочистого аммиака на содержание воды



Содержание воды составило 0,1 ppm

Сопоставление спектров фотолюминесценции светодиодных гетероструктур на основе GaN, выращенных из разных образцов аммиака (Данные предоставлены ООО «Сигм Плюс»)

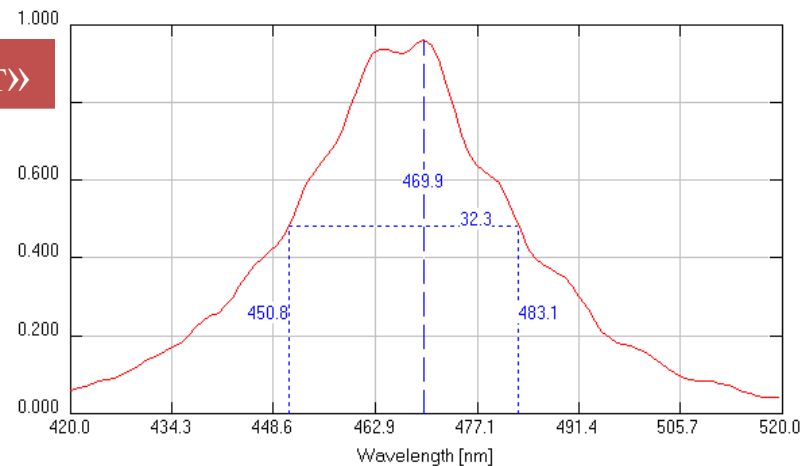
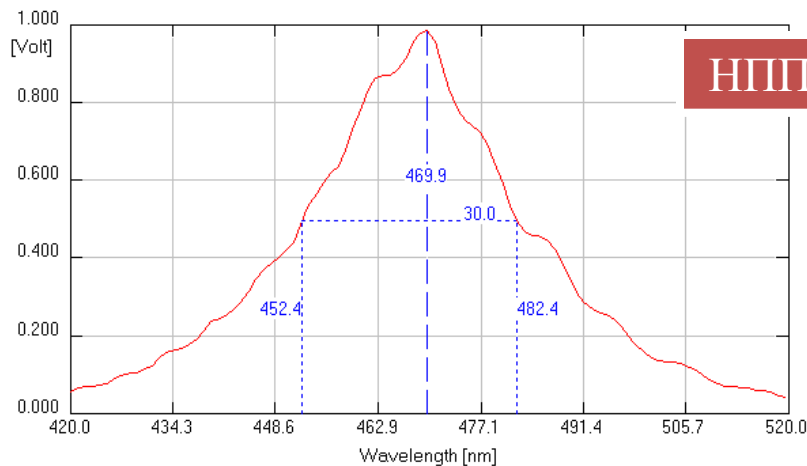
ООО «Хорст»



Баллон заполнен на 100%

Баллон израсходован на 50 %

НПП «Салют»



Баллон заполнен на 100%

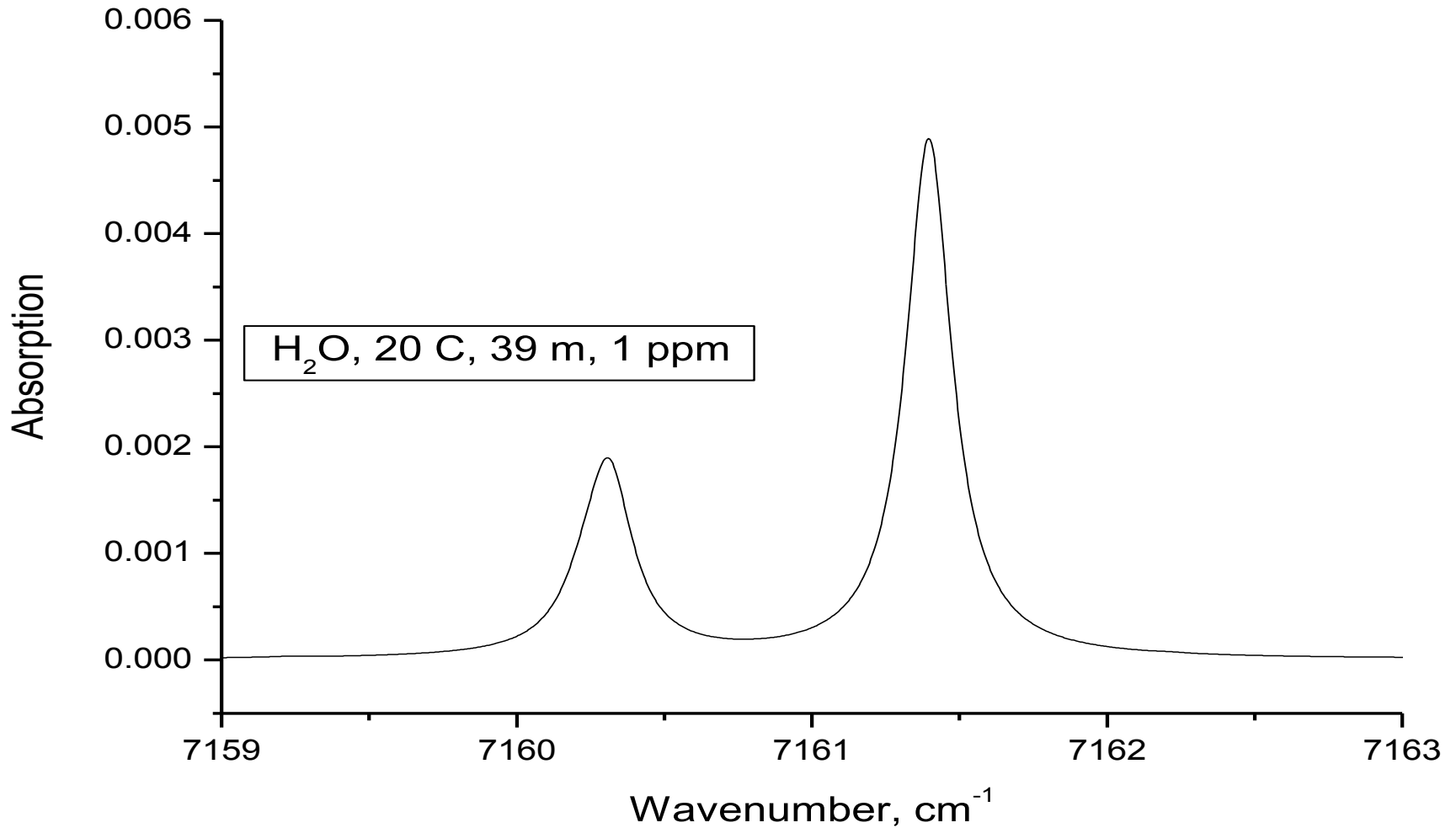
Баллон израсходован на 70 %

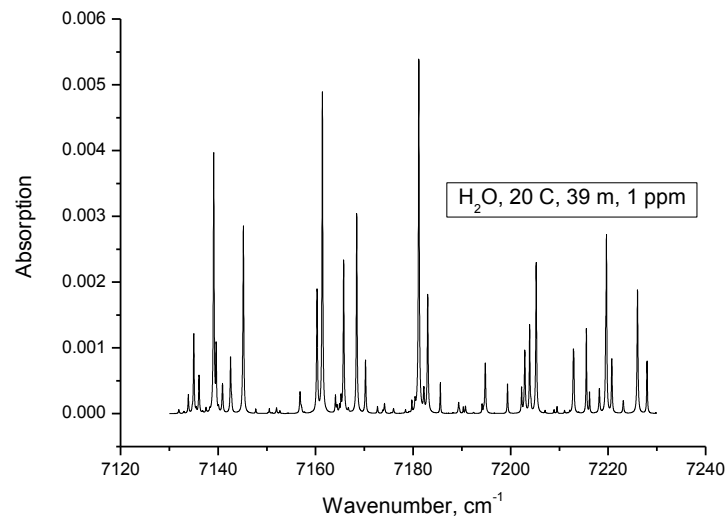
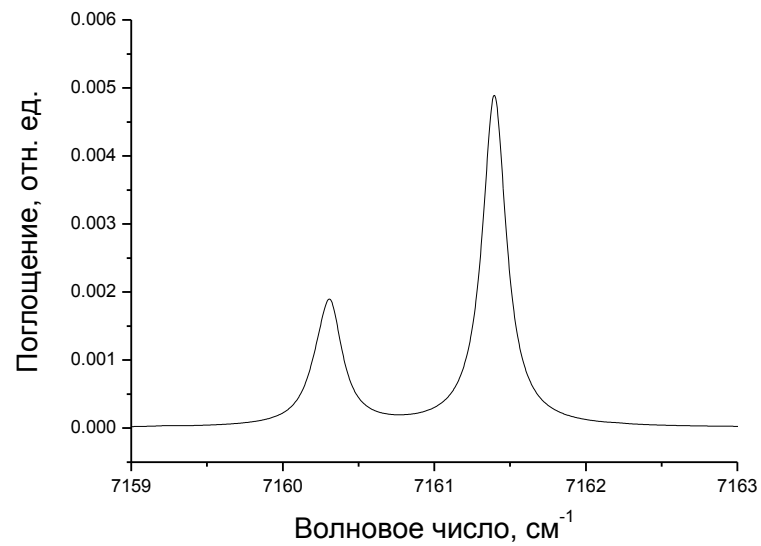
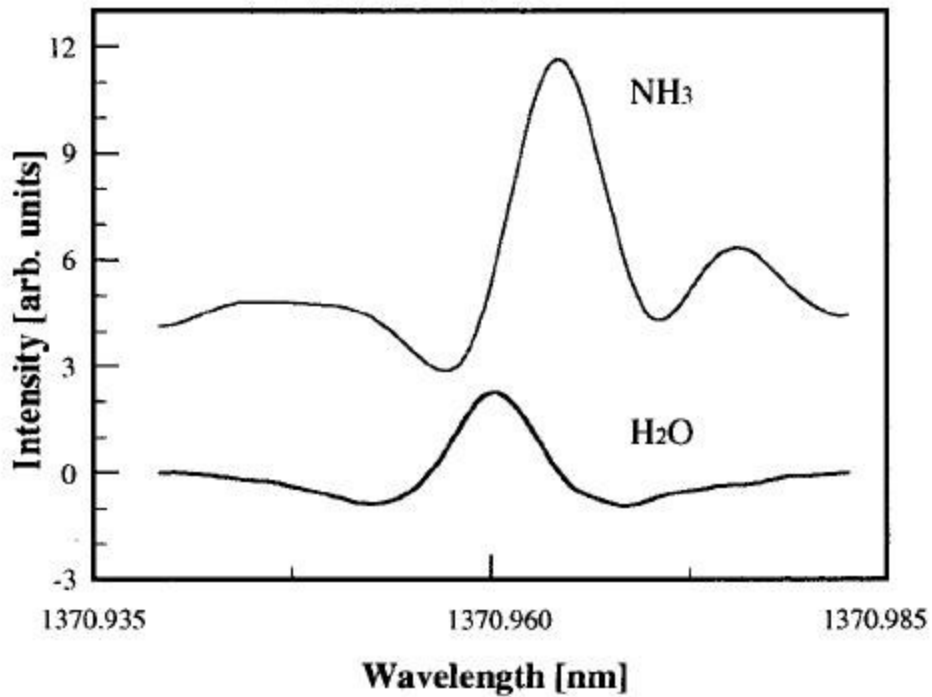
Выводы

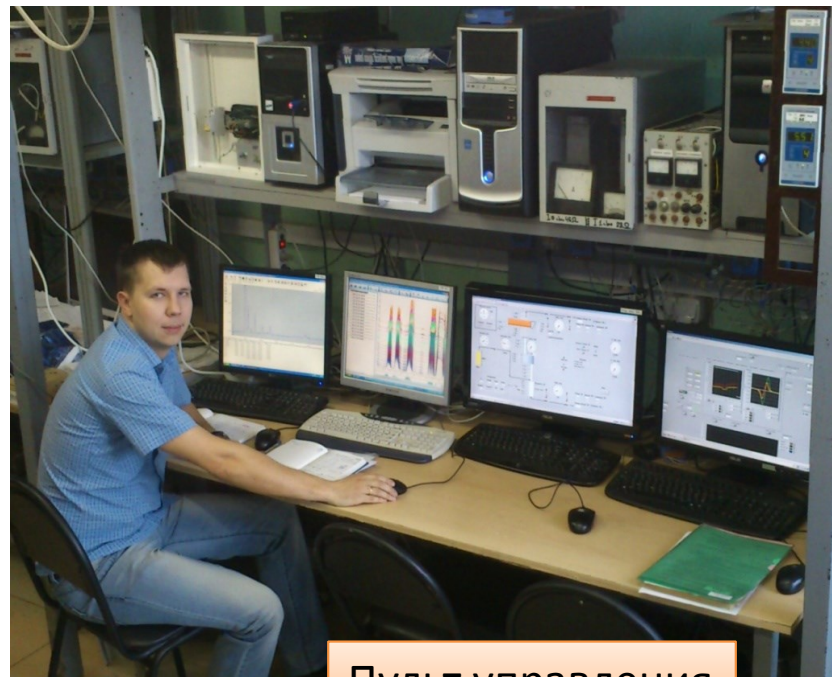
- Проведены экспериментальные исследования возможности применения метода диодно-лазерной спектроскопии для анализа воды в ходе очистки аммиака.
- В ходе проведенных испытаний подобраны оптимальные условия проведения анализа.
- Разработали методики анализа аммиака на содержание воды
- Проведена оценка содержания воды в различных образцах аммиака.
- Получен высокочистый аммиак с использованием диодно-лазерной спектроскопии для анализа аммиака на содержание воды.

Спасибо за внимание!

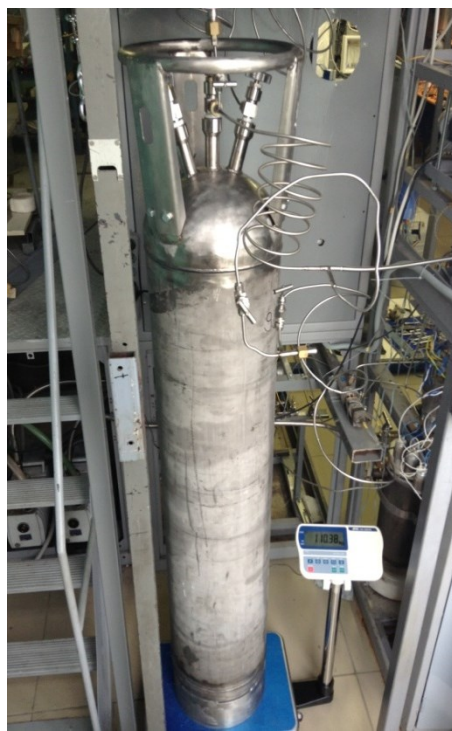
Спектр пропускания молекулы воды вблизи 1,396 мкм (7162 см⁻¹)





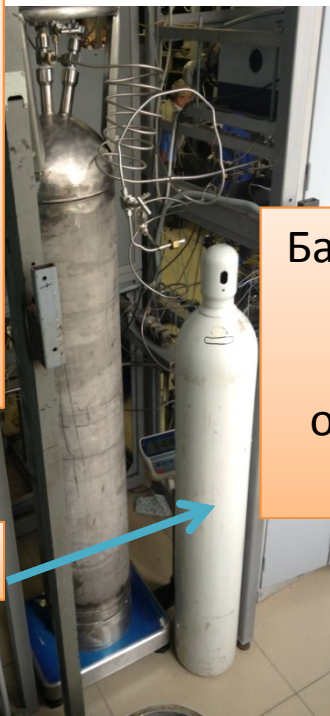


Пульт управления

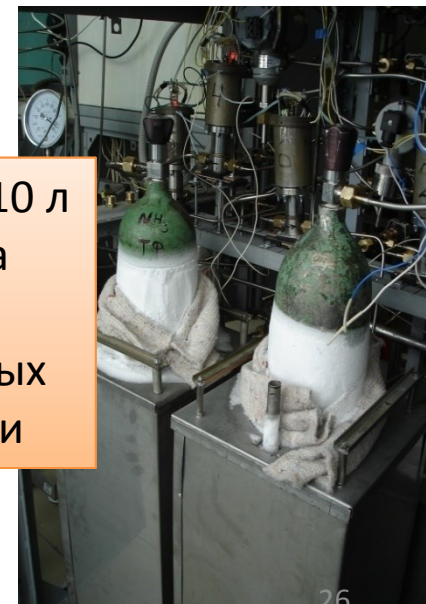


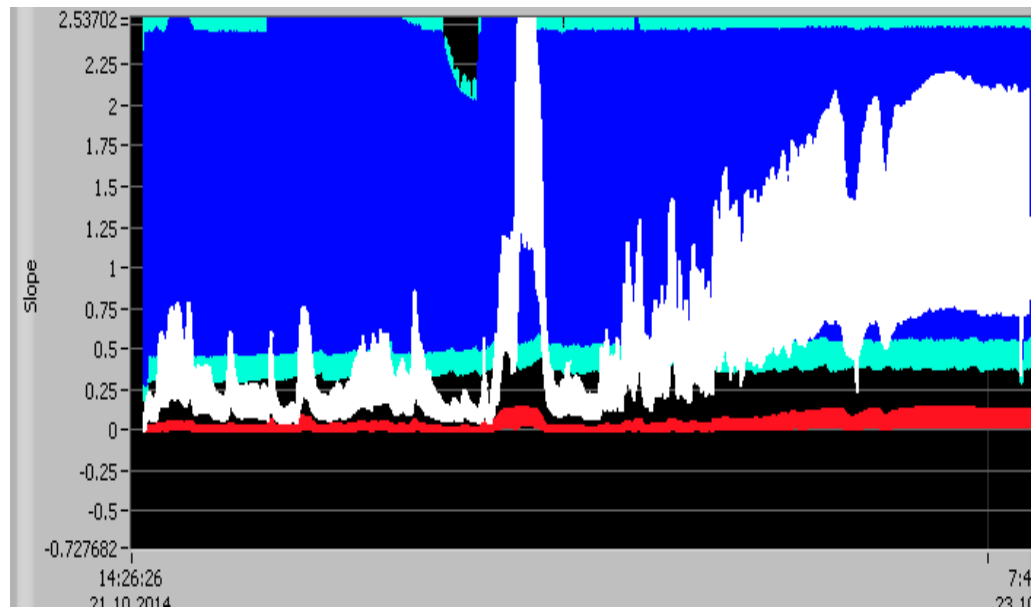
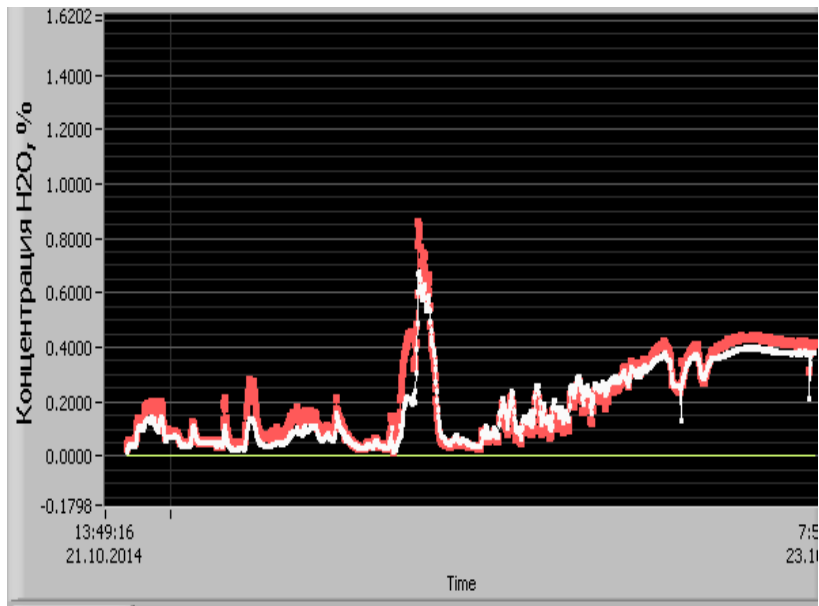
Узел выгрузки
высокоочищенного
аммиака;
Баллон
 $V=118$ л
производства
НПП «Салют»

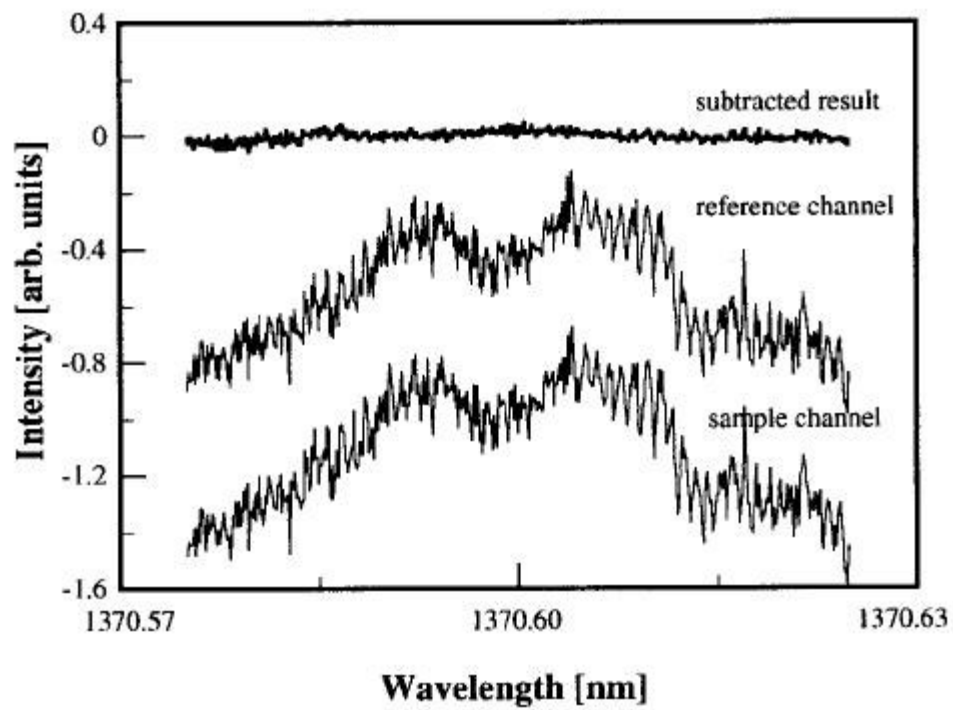
Баллон $V=47$ л

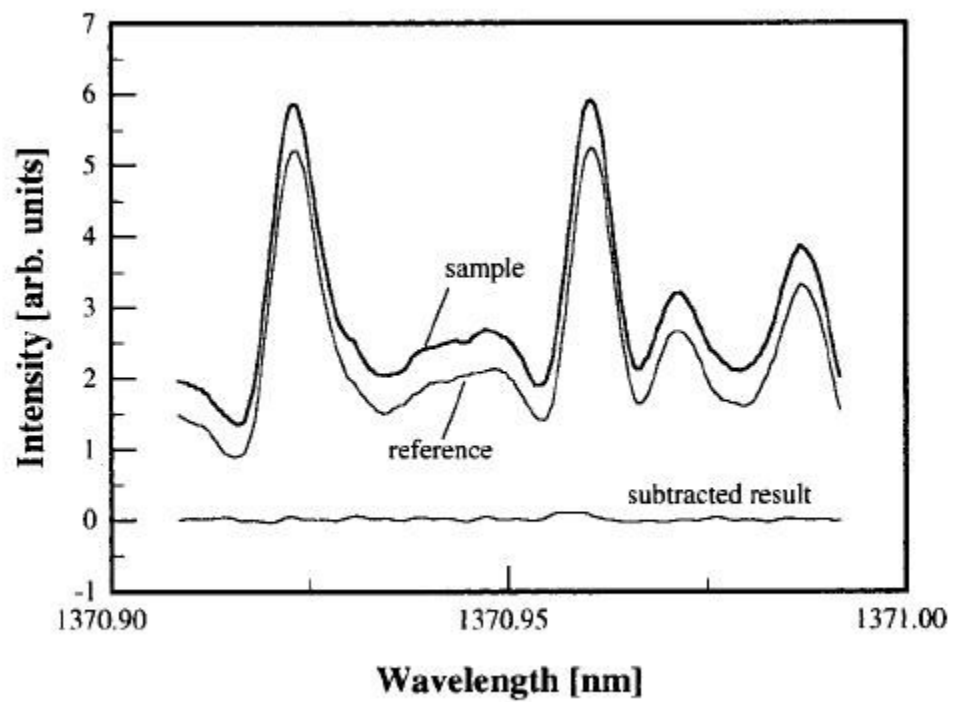


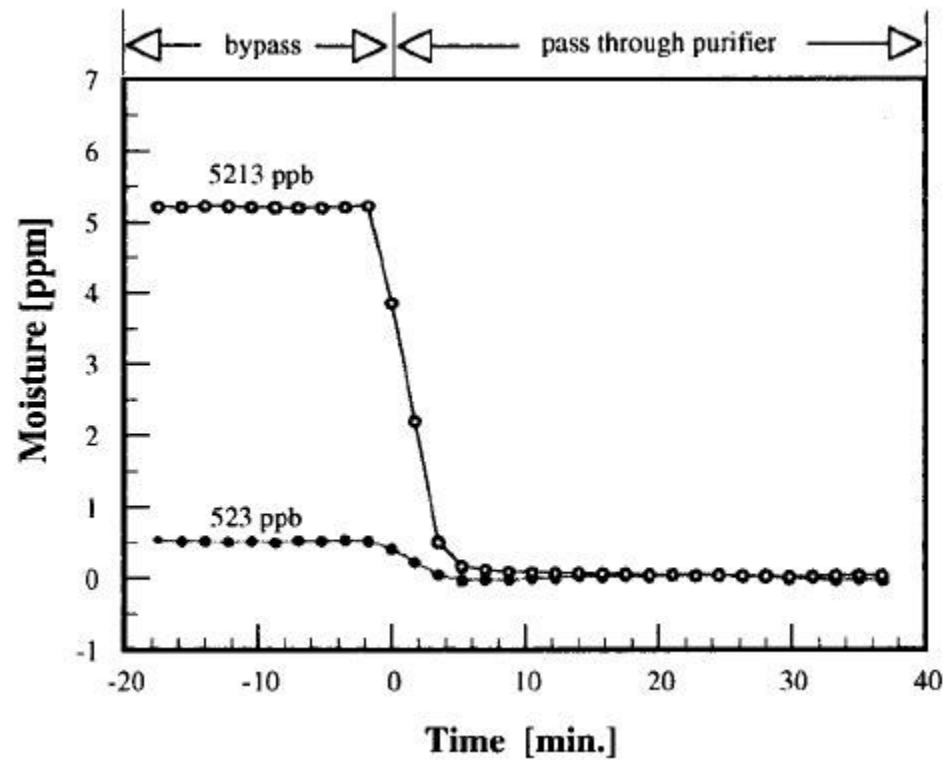
Баллоны $V=10$ л
для сбора
фракций
обогащенных
примесями











Содержание примесей в высокочистом аммиаке отечественного и импортного производства

Примесь	«НПП «Салют»	AIR PRODUCTS
	6N4	BLUE 6N4
Водород (H ₂)	-	≤ 0.1 ppmv
Азот (N ₂)	≤ 0.1 ppmv	-
Кислород (O ₂)	≤ 0.02 ppmv	≤ 0.1 ppmv
Двуокись углерода (CO ₂)	≤ 0.1 ppmv	≤ 0.1 ppmv
Окись углерода (CO)	≤ 0.1 ppmv	≤ 0.05 ppmv
Метан (CH ₄)	≤ 0.05 ppmv	≤ 0.05 ppmv
Углеводороды C ₂ -C ₆	≤ 0.05 ppmv	≤ 0.05 ppmv
Вода (H₂O)	≤ 0.1 ppmv	≤ 0.2 ppmv

Calibration of H₂O in NH₃

