

几种自动化学分析仪简介

太原化工厂中央試驗室 著

(內部資料·注意保存)

化学工业出版社

前 言

化学分析工作是化工生产的眼睛，是化工生产上不可缺少的环节。任何一种化工产品的生产，都不能离开分析而单独进行，必须在分析的指导下才能合理地使用原料、控制反应，从而保证生产的顺利进行。近年来，随着我国国民经济建设的新高涨，化学工业已有了飞跃的发展，特别是今年大搞以“四化”为中心的技术革新和技术革命运动以来，化工生产已经走向根本性革命的新阶段。化工生产的新工艺和新技术已在全国化工生产上遍地开花。在这样的形势下，如何把指导生产的眼睛——分析工作，从旧的手工操作的圈子里跳出来，实现自动化分析，以适应当前化工生产的需要，是一个极为重要的问题。

我们在向“四化”进军的战斗中，在化学分析自动化方面取得了显著的成就，研究成功了几种自动化分析仪器，从而有力地推动了生产，改变了分析落后于生产的面貌，使化学分析工作进入了一个新的阶段。

为了交流经验，推广技术革命运动中的新成就，特将研究成功的几种自动化分析仪器编写成小册子，以使技术革命之花开遍全国。

这个小册子共包括六种自动分析仪器，每一种都作了较详细的介绍。由于化学分析自动化还是一个新问题，加之我们缺乏经验和水平不高，不妥之处一定很多，希各地读者热诚提出宝贵意见，以便修正补充。

太原化工厂中央试验室

目 录

前言

一、159-1型多能气体自动分析仪	1
二、159-2型多能气体自动分析仪	8
三、自动滴定仪	13
四、201-1型多能液体自动分析仪	19
五、201-2型液体自动分析仪	23
六、极谱自动分析仪	25

一、159-1型多能气体自动分析仪

I. 用途

利用这个仪器，能自动分析多种工业气体中某成分的含量。如硫酸車間炉气中的二氧化硫，轉化器各层气体中的二氧化硫和三氧化硫（測定轉化率），食盐电解車間的氯气純度，合成盐酸車間的氯气、氯化氢气純度，氧气車間的氧气純度及含氮量，煤气中一氧化碳、二氧化碳、甲烷和氢气的含量，以及某些有机不饱和烴气体如乙烯等，均可用本仪器或 159-2 型多能气体自动分析仪进行分析。

在分析不同的气体时，只須将吸收瓶中的相应吸收剂更换一下就可以了（各种吸收溶液的配制，从略）。

I. 分析原理

在恒温（20°C）下，使被测定气体以不变的压力通入測定装置（分析不同气体时，压力可为 5、10、15、20……毫米汞柱），經吸收溶液吸除被测成分后，測量余气的流量。根据微压計指示的余气流量的大小，确定被测成分的含量。仪器須預先用手工分析法进行校正。

II. 仪器的装配

仪器的装配见图 1。

分析时仪器的工作过程如下：当电钟 5 的长針与鑲在钟盘上的銅片相接触时，电路接通，由于上部电磁鉄 7 的磁力作用，将鉄心活塞 8 吸起，这时被测定气体由化工管路 9 經過恒温水浴內蛇形管 13 进入气体緩冲瓶 6 中。恒压器 14、U-形管压力計 10、气体緩冲瓶 6、下部电磁鉄 7 及鉄心活塞 8 这五个部件，組成仪器的恒压系

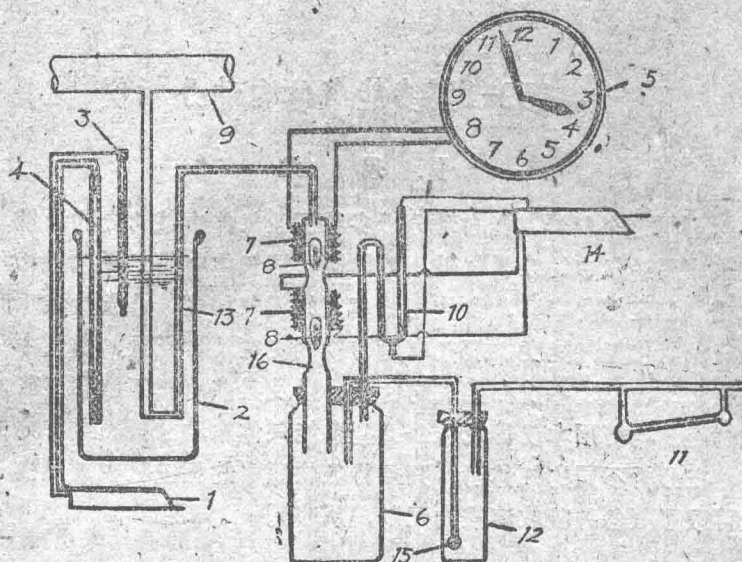


图 1 159-1型多能气体自动分析仪

1—恒温器；2—水浴；3—温度计；4—加热管；5—电钟；6—气体缓冲瓶；7—电磁铁；8—铁心活塞；9—气体管路；10—U—形管压力计；11—微压计；12—吸收瓶；13—玻璃蛇形管；14—恒压器；15—玻璃鼓泡器；16—玻璃弯管

統，控制被测定气体以固定压力进入气体吸收瓶12中。吸收后的余气由吸收瓶12进入玻璃微压計11。由微压計內水銀柱的高度，得到被测成分的含量。

整个仪器可分为下列几个基本部件。

1. 定时自动开关 由电钟5，上部电磁铁7和铁心活塞8組成。准备几个长约20毫米、寬約10毫米的薄銅片，銅片的表面应非常光滑，在銅片的背面焊上一个螺絲釘，根据工艺要求的分析時間（如每1小时分析一次，或每半小时分析一次等），将銅片擰入鐘盘的适当刻度上。擰入后，在鐘盘背面露出的螺絲釘头上焊上导綫，将各个螺絲釘头上的导綫連結在一起，成为一条导綫，在电钟的

軸上焊上另一條導線，這兩條導線通過電源分別與上部電磁鐵7的兩極連接。當長針滑動至與銅片相接觸時，電路接通，鐵心活塞由於受電磁鐵的磁力綫作用，在玻璃彎管16內被吸到上方。這時被測定氣體就自動從氣體管路進入裝置。當長針從銅片上脫落時，鐵心活塞自動降落，堵住氣體的進路，分析結束。

2. 自動訊號 自動訊號是一個電鈴（在圖1中沒有畫出）。

將電鈴的一條導線焊接在一個長約70毫米、直徑約10毫米的鐵棒上，另一條導線經過彈簧與長約5毫米、直徑約10毫米的鐵餅連接。將鐵棒垂直放入上部電磁鐵7內，鐵餅垂直吊在鐵棒的上方，使兩者距離約2~3毫米。開始分析時，由於電磁鐵的磁力作用，鐵棒將鐵餅吸住，電鈴的電路接通，電鈴就響了。自動訊號的作用是告訴崗位操作工人來讀取分析結果。自動訊號的裝配見圖2。

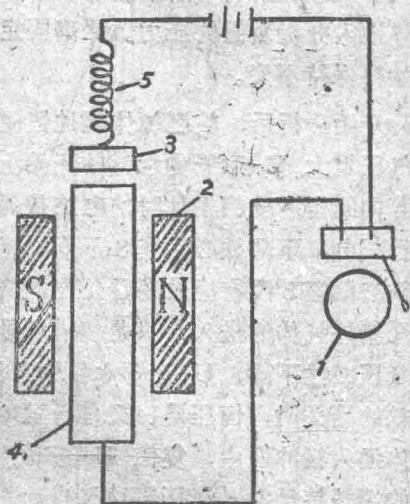


圖2 自動訊號

3. 恆溫器 當被測定氣體的溫度改變時，分析結果必須加入溫度補正值。為了消除這個操作，我們用恆溫水浴使被測氣體在進入分析裝置前得到溫度調節，這樣進入分析裝置的氣體就能保持恆溫。我們用的是普通實驗室用恆溫水浴。在圖1中恆溫水浴是由恆溫器1、水浴2、溫度計3、加熱管4和玻璃蛇形管13組成的。

4. 恆壓裝置 在圖1中，恆壓裝置由恆壓器14、氣體緩衝瓶6、下部電磁鐵7、鐵心活塞8和U-形管10所組成。因為生產時

气体管路内气体的压力经常波动，所以必须使进入分析装置的气体保持恒压，才能进行测定。将恒压器（就是电子自动恒温器，这里我们用它控制恒压，所以叫恒压器）的二根导线中的一根与U-形管下部的金属丝连接，另一根与长约50毫米的细金属丝连接。将金属丝插入U-形管中，使其端头与U-形管内水银面有一定的距离。距离的大小，根据分析不同气体的具体情况而定。我们分析硫酸车间炉气中 SO_2 含量时，采用距离为10毫米。这个距离就是所要控制的气体进入分析装置的压力。距离固定以后，仪器在使用过程中距离应始终保持不变。

开始分析后，被测气体经过恒温装置进入气体缓冲瓶6，使瓶内气压增大，U-形管内水银柱开始上升。当水银面上升至与插入U-形管内的金属丝相接触时，电路接通。由于恒压器14的功能，此时自行断电，下部铁心活塞8下落，堵住气体的进路（实际上由于下部铁心活塞8没有经过磨砂处理，表面粗糙，虽然它下落，但并未完全堵住气体的进入，只是使进气量少一些）。此时气体缓冲瓶内的气压必然下降，U-形管水银面开始下落，当水银面刚刚离开金属丝的端头时，恒压器14又自行送电，下部铁心活塞又立刻上升，气体通入缓冲瓶中，复使U-形管内水银面上升。当水银面与金属丝的端头接触时，恒压器14又自动断电……。这样反复的作用，使进入分析器的气体。压力总保持一个定值，达到恒压的目的。

5. 吸收装置 由吸收瓶12和鼓泡器15组成。吸收瓶内盛有适当的吸收剂。吸收瓶可采用玻璃圆筒或锥形瓶。应该注意，吸收瓶内吸收溶液应永远保持一定的量，可在吸收瓶外表面适当高度上划出标线，吸收瓶内溶液的表面总处在标线上。另外，伸入吸收溶液内的玻璃管鼓泡器，应保持一定的伸入深度。以上两点是为了使被测气体进入装置的压力保持恒定。

6. 玻璃微压计 由微压计11组成。这种微压计是锐孔式玻璃气体流速计的一种形式。从吸收瓶排出的余气经微压计放入大气

中，由微压計指示的差压，直接讀出气体中被測成分的百分含量。

IV. 几个部件的制作方法

1. 玻璃弯管(图 1 中16) 我們使用的玻璃弯管的形状和尺寸如图 3。

玻璃弯管是我厂玻璃工自己制作的。上部鉄心活塞经过磨砂处理，下降后应完全封闭气路；下部鉄心活塞不必经过磨砂处理。

2. 玻璃 U-形管(图 1 中10) 规格如图 4。

玻璃 U-形管用內径 2~3 毫米的厚壁毛细管制作。金属絲 2 是直径 1 毫米、长约 50 毫米的铁絲，将它插入 U-形管的下部，并与玻璃烧熔在一起。导线連接的金属絲在正常工作情况下，亦固定在玻璃管上，以便使金属絲端头与水銀面保持不变的距離。

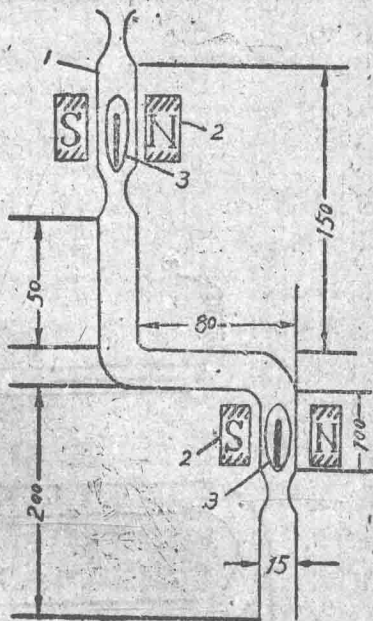


图 3. 玻璃弯管

1—玻璃弯管；2—电磁鉄；3—鉄心活塞

3. 玻璃鼓泡器(图 1 中15) 如图 5。

用內径 3 毫米的玻璃管制作。下端球的直径的 11—13 毫米，球的表面有很多小孔。

4. 玻璃微压計(图 1 中11) 如图 6。

整个微压計用內径 2~3 毫米的厚壁玻璃毛细管制作。根据具

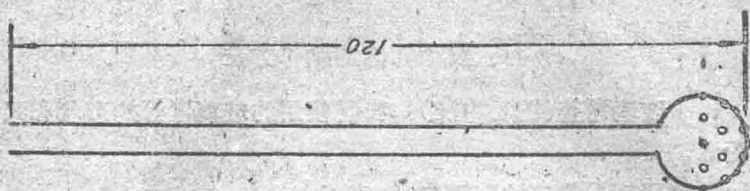


图 5 玻璃鼓泡器

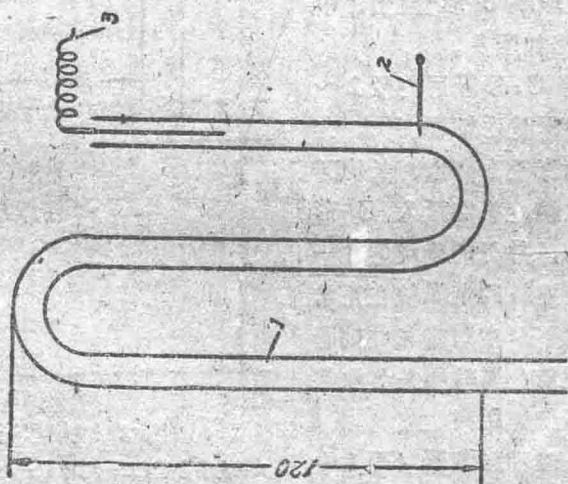


图 4 玻璃 U-形管

1—玻璃 U-形管；2—金属丝；3—导线连接的金属丝。

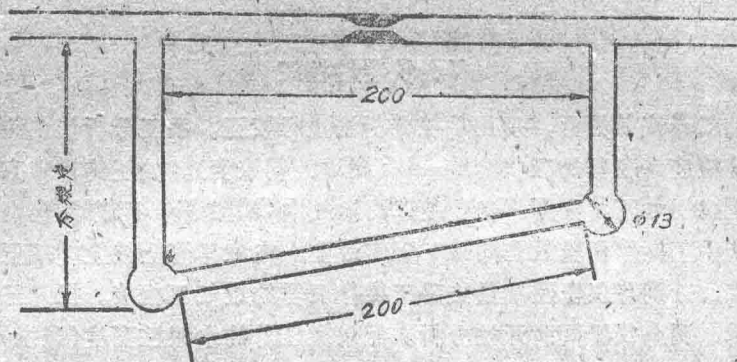


图 6 玻璃微压计

体测定的需要，制造时主要应注意两个问题：锐孔（上部横管的毛细孔）的大小和下部倾斜管的角度。当被测气体的余气量很大时（如硫酸车间炉气中二氧化硫的测定，其中 SO_2 含量在 7 % 左右，余气量在 90 % 以上），锐孔的直径可作得大一些，在 0.8 ~ 1.0 毫米之间，下部倾斜管的角度也大一些，在 $30 \sim 45^\circ$ 之间；当被测气体的余气量较小时（如合成盐酸车间氯气纯度测定， Cl_2 含量在 70 % 左右，余气量约为 30 %），锐孔的直径可作得小些，在 0.05 毫米左右，下部倾斜管的角度在 $10 \sim 20^\circ$ 之间。总之，锐孔的直径和倾斜度，要根据实际情况来调整。调整的目的是当气体的被测成分由最高含量变化到最低含量时，倾斜管内水银柱的移动距离要大一些（我们控制水银柱的移动距离为 0 ~ 200 毫米），这样才能得到较高的分析准确度。例如，测定硫酸车间炉气中 SO_2 浓度时，正常的工艺条件 SO_2 含量是 7 %。但有时 SO_2 含量可能增至 9 %（最高），有时可能下降至 5 %（最低）。就是当 SO_2 含量由 9 % 变化到 5 % 时，倾斜管内水银柱由零升至 200 毫米，即含量每改变 1 %，水银柱升高（或降低）50 毫米；含量每改变 0.01 %，水银柱升高（或降低）0.5 毫米。在标尺上 0.5 毫米的距离是能够读出的，所以分析的准确度是 0.01 %（万分之一）。

V. 仪器的校正

仪器安装好后，須用手工分析法进行校正。手工分析使用的吸收溶液应与仪器的吸收溶液一样(同質、同浓度)。校正的操作方法举例說明如下：如是測定硫酸車間炉气中 SO_2 含量，可将仪器与碘量法手工操作仪器放在同一个工作台上，在取样管上接上玻璃三通旋塞，分別与仪器及碘量法手工操作仪器的进气口相接。扭开三通旋塞，两个仪器同时开始分析。記錄微压計的水銀柱高度(毫米)和手工操作的分析結果($\text{SO}_2\%$)。将气体中 SO_2 含量由 9 % 变化到 5 % (用冲淡法)，每变化 0.5 % 进行上述操作一次。最后将得到的数字对比，作出微压計的标尺(用坐标紙作)，将 SO_2 百分含量直接写在相当的水銀柱差压上。

VI. 注意事項

1. 仪器安装好以后，要检查仪器的气密性，方法如下：在微压計出口接上橡皮管，并用螺旋夹将橡皮管挟住，将取样管与真空泵的出气孔連接，开动直空泵打入空气(或用咀吹气)，使U-形管内水銀面升到一定高度，关闭真空泵，立即用螺旋夹挟住取样管。经过少許时间，看U-形管内水銀面是否有变化。

2. 电針盘上鑲入的銅片，应与长針的电刷接触良好，以防接触时冒火花。

3. 吸收溶液可配得浓些，以免經常更换溶液。最好在吸收瓶上作加料口和出料口，以免添換溶液时經常打开吸收瓶塞。

二、159-2型多能气体自动分析仪

上述159-1型多能气体分析仪虽然具有很多优点，但設備比較复杂，并且其中某些部件(如电子自动恒温器，电磁鉄等)不易买

到，所以这个仪器在小型实验室（如車間實驗室）內推广时，会遇到一定的困难。另外 159-1 型多能自动气体分析仪应用于测定純度較高的气体（如氧气）时，准确度不够高。根据上述情况，我們又設計出 159-2 型多能气体自动分析仪。这个仪器所需要的材料比較簡單，普通試驗室都可以解决，在应用于較高純度的气体分析时，也能有足够的准确度。

I、原 理

用采气管量取一定体积的被测气体，經吸收溶液吸除被测成分后，用量气管测量余气的体积，根据余气体积的大小确定被测成分的含量。

I、装置及測定操作簡述

整个装置图如图 7。

測定操作如下：当电钟长針滑动至銅片 2 时，中間继电器 5 自动把活塞 8 打开，被测气体由化工管路进入采气管 12 中，将采气管中原有的水（或其它液体）排入水套 11 中。长針自銅片 2 上脫落时，活塞 8 关闭。长針与銅片 3 接触时，中間继电器 6 将活塞 9 打开，采气管中气体由于水柱的压力，逐渐排入吸收瓶中。然后活塞 9 自动关闭。当被测气体由采气管排入吸收瓶时，被测成分被吸收溶液吸收，余气自吸收瓶排入量气管 17 中，使量气管內的水（或其他液体）排入水套 16 中。余气的体积由量气管的刻度讀出。当长針滑动到銅片 4 时，中間继电器 7 把活塞 10 打开，量气管內余气排入大气中，使量气管內充水至原来位置。

以上是每一小时測定一次的情况，如果需要半小时或若干分鐘測定一次，則在钟盘的相当刻度处，再按設一組（三个）銅片。

II、仪器各部件的規格及制法

1. 定时器 与 159-1 型多能自动气体分析仪的定时自动开关

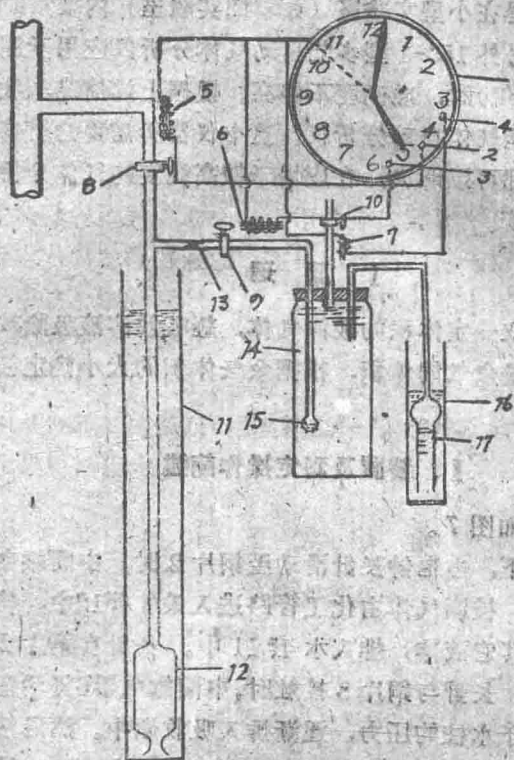


图 7 159-2型多能气体自动分析仪

- 1—定时器；2,3,4—铜片；5,6,7—中间继电器；8,9,10—玻璃旋塞；11—
16—水套；12—采气管；13—玻璃锐孔；14—吸收瓶；15—鼓泡器；
17—气体量管；18—气体管路

相似，是以一个电钟经改装后制成的。在电钟盘的相当位置上按上铜片（见前），将三个铜片分别用导线与相应的中间继电器连接，把三个中间继电器的输出电路合并为一条导线，通过电源与电钟的轴连接。

2. 中间继电器 我们用的是市售的东北阿城继电器厂出品的中间继电器，电压220伏或380伏。

3. 采气管部分 在图7中包括11、12、8、13、9、15。规格见图8。

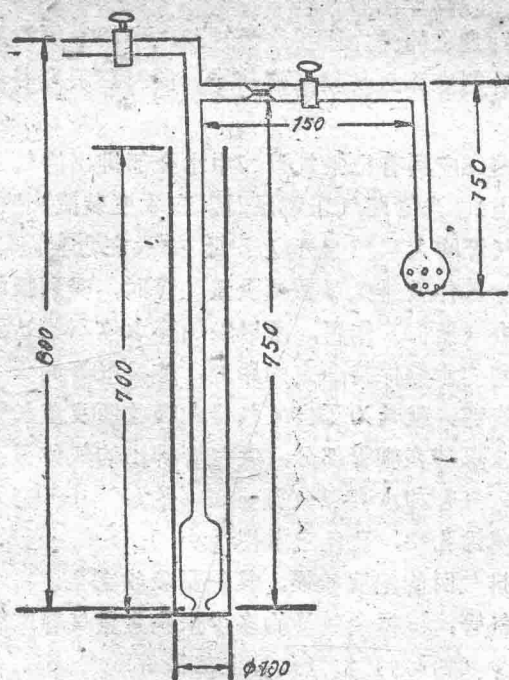


图 8 采气管部分

采气管12是用100 毫升的移液管烧制的。其它的細玻璃管的外径約6 毫米。

4. 吸收部分 吸收瓶为 1000、500毫升錐形瓶或相当容积的試剂瓶。內盛吸收溶液，用插有三支玻璃管的橡皮塞封閉之。

5. 量气管部分 在不同情况的具体測定中，使用不同形式和规格的量气管(见下)。

IV、几个应注意的问题

1. 整个仪器要绝对气密。

2. 电钟盘上的铜片不要作得过长，根据我们的试验，铜片只有钟盘一分钟刻度那么长就足够用了。同时必须使长针与铜片接触良好。

3. 管路18应具有把采气管12中水全部排出的气压(大约在700毫米水柱以上)。当管路气压不足时，应改变装置(改变法从略)。

4. 采气管的大容积部分应尽量安设在水套底部，因为考虑到当采气管中气体被排入吸收瓶及量气管时，受到吸收瓶及量气管内液柱的阻力(压力)作用，所以采气管水位不能达到水套11的水位，而与水套内水位保持一定的距离。使采气管的大容积部分尽量处在水套的底部，就是为了当采气量向吸收瓶及量气管排气时，使采气管内水位保持在细管部分，采气管排出的气体就有足够大的体积，这也是采气管和水套11做得很长(约700~800毫米)的原因。

5. 玻璃锐孔13，孔径应做得很小(0.3~0.5毫米)，这样采气管向吸收瓶排气时的速度较慢，能保证吸收完全。

6. 量气管：根据余气量的多少来确定量气管的容积。当被测成份含量较少(如7%)时，量气管上部最好做成球形，使球的容积在80毫升左右。因采气量约100毫升，吸收后还有约90多毫升余气，这样使量气管内液面处在刻度范围内，以便于读数。另外，由于量气管上部是球形的，整个管的长度不必做得太长，使采气管排气的阻力减小。若余气的量很少时(如测定氧气时，每100毫升被测气体只有约0.2~0.5毫升余气)，可将量气管做成毛细管。此时虽然余气量很小，但在量气管中仍显示出足够的高度，提高分析准确度。用橡皮塞将量气管固定在水套内。(我厂分析纯氧气不直接采用这个仪器，把仪器加以改装)。

7. 仪器的校正：与“159-1型多能气体分析仪”一样，仪器在

使用前必須加以校正。校正方法与“159-1型多能气体分析仪”校正方法相似。

8. 仪器一經校正后，水套11、16及吸收瓶內的液面就要求永远保持在校正时的位置上（可在容器外部划出标綫以記之）。因为某一个容器內液面改变时，必将导致整个系統的压力与校正时不一样，得不到准确的分析結果。

三、自动滴定仪

1、用途

自动滴定仪的应用范围較广，如酸碱滴定、氧化还原滴定、絡合物滴定等，凡是以溶液顏色改变来控制滴定終点的滴定操作，均可应用自动滴定仪。我們知道，滴定操作对任何化学試驗室都是最經常的工作之一，所以使滴定操作能自动进行，将节省很多劳力，而大大提高工作效率，特别是对于經常进行成批分析的試驗室。

II、原理

滴定至当量点时，操作溶液的顏色发生突变，利用突变光电流自动終止滴定。

III、裝置及各部件的說明

裝置图见图9。

各部件的规格及制作方法：

1. **电压稳定器** 我們用的是51型电压稳定器。型式为磁飽和式，輸入电压为160~250伏，輸出电压为220伏，功率为50伏安，周率5000。家和电工社出品。

2. **光电池** 上海創造仪器厂制，二級。

3. **变阻器** 16661电阻箱，全阻11111欧姆。

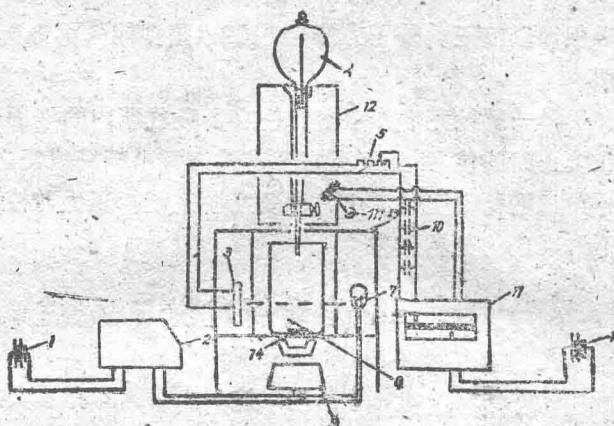


图 9 自动滴定仪

1—电源；2—电压稳定器；3—光电池；4—自动滴定管；5—变阻器；
6—1 II—中间继电器；7—光源；8—滴定槽；9—电磁搅拌器；10—电
容器；11—终点控制器；12—自动闪光记录和加标准溶液部分（见图
11、12）；13—暗箱；14—搅拌棒

4. 中间继电器 见前。

5. 光源 交流220伏，15瓦灯泡。

6. 电磁搅拌器 实验室用电磁搅拌器，220伏。

7. 电容器 由四个日光灯电容器串联组成，每个日光灯电容器的规格是：交流220伏，50周/秒，4.75微法拉，40瓦。并联于线路中。

8. 终点控制器 就是“电子自动恒温器”，因为我们用它控制滴定终点，所以叫终点控制器，最大负载4仟瓦，相电压220伏。环球标准仪器社制造。

9. 自动滴定管 市售的容量50毫升自动滴定管。上部盛标准溶液的大瓶为2升。但在自动滴定管下部活塞附近需进行玻璃加工。加工前后对比见图19。

10. 搅拌棒 将长约25毫米、直径2.5毫米的铁丝，放入长30