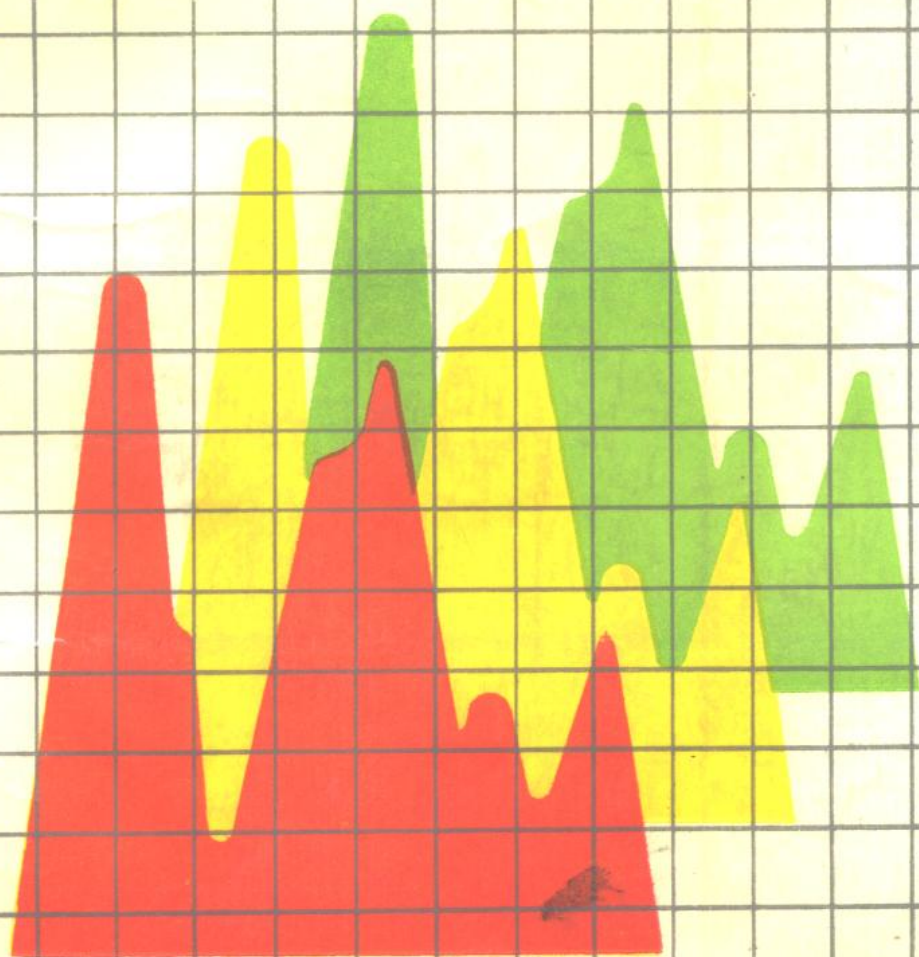


气相色谱仪维修技术

刘仲明 编

QIXIANG SEPUYI WEIXIU JISHU



DE47/13
气相色谱仪维修技术

刘仲明 编

化学工业出版社

内 容 简 介

本书是一本专门介绍气相色谱仪维修技术的书。它以检修程序与故障实例的方式。系统地叙述了气相色谱仪故障的检修方法。全书共十章。第一章论述了故障检修的基本方法。第二章至第八章分别给出了气路、温控、预调、基线、灵敏度、峰形畸变及记录仪故障的检修程序。第九章介绍了微型计算机在色谱仪故障诊断中的应用。第十章选列出色谱仪故障83例。

本书系在气相色谱仪维修讲座基础上整理而成,适合从事色谱仪维修及操作人员阅读。为便于自学,每章后面都附有复习自测题。相应的参考答案列在书末附录中。

气相色谱仪维修技术

刘仲明 编

责任编辑:徐蔓

封面设计:许立

化学工业出版社出版发行

(北京和平里七区十六号楼)

化学工业出版社印刷厂印刷

化学工业出版社印刷厂装订

新华书店北京发行所经销

开本 $850 \times 1168^{1/2}$ mm 印张 $10^{1/2}$ 插页2 字数285千字

1990年9月第1版 1990年9月北京第1次印刷

印 数 1—2,220

ISBN 7-5025-0704-3/TQ·413

定 价7.00元

前 言

随着气相色谱仪种类的增加及应用范围的扩大,各行各业对色谱仪的应用依赖日益增强,需求量也在不断增长。因此,确保色谱仪正常有效地工作已成为一个越来越重要的课题。本书正是为了解决这一课题而编写的。

以什么方法编写一本有关色谱仪维修技术方面的书才能更好的适合中国的具体国情呢?《电子报》编辑部在1984年曾对部分读者作了一次“读者调查”。归纳起来意见如下:

一、文字叙述和章节安排必须适合自学,不能与一般教科书雷同。

二、不希望用很大篇幅去详细介绍与维修关系不大的数学公式、设计原理。

三、希望“单刀直入”,在介绍一些必要的基本原理与概念后,便立即转入“实战”。

四、并不希望一下成为“维修专家”,而是希望尽快学会能排除一般常见故障的技术。

五、故障现象、原因分析、排除方法要简而活,既能“按图索骥”又能“触类旁通”。

六、尽可能有一些资料性或手册性的附录。

这一调查结果对形成本书编写的主导思想甚有裨益。编写本书有两个目的。一是能为色谱仪维修和操作使用人员提供一个最需要的、切实可行的排除故障的对策。当色谱仪发生故障时,查询这种故障对策就可以从中迅速地获得解决实际问题的具体方法,这比之通常将仪器原理和一大堆罗列的诊断资料一统交给读者去分析的做法可能更为实用,更为读者所接受。本书的另一目的是提供一种较严格的程序框图,从而使在仪器维修领域中便于应用微机技术。在

这种框图的基础上可进一步编排出能为微型机所接收的语言形式，即计算机故障诊断软件。当前，微机技术已进一步向仪器维修行业渗透，涌现出了一系列带有自诊断和辅助诊断功能的新型色谱仪（如美国瓦端安公司的色谱仪3400）。从这一角度来看，本书正可为仪器维修技术的这一变革作一点努力。

为了达到上述目的，本书在各章节的编排次序上采用了适于故障对策的检索方式。这样各章节的编排目录也便成为故障对策检索的一部分。读者可针对实际操作中所出现的故障现象，有顺序地查到与此相应的诊断和修理方法。

由于笔者的水平知识所限，书中必然存有片面和错误之处。望读者多加指正。

刘仲明

目 录

前言

第一章 基本检修方法与工具	1
1.1 概述	1
1.2 故障的定义	1
1.3 故障检修的基本方法	4
1.3.1 串级尝试法与逐级逼近法	4
1.3.2 人工直观法与仪器测试法	6
1.3.3 网点测试法与部件更换法	8
1.3.4 故障诊断的程序化	10
1.4 检修方法的评选	15
1.5 最优检修方法	20
1.5.1 串级尝试中的时概比法	21
1.5.2 最大信息率法	26
1.5.3 概率均分法	31
1.5.4 部件平分法	32
1.6 三类检修工具及备件	33
1.6.1 执行工具	34
1.6.2 测试工具	36
1.6.3 智能工具	37
1.6.4 备品、备件	38
1.7 复习自测题	39
第二章 气路故障的诊断与排除	41
2.1 概述	41
2.2 流量调节故障	43
2.2.1 流量调不上去	43
2.2.2 流量太大调不小	46
2.2.3 流量漂移故障	47

2.3 气路泄漏的检查与排除	48
2.4 气路部件的清洗	50
2.4.1 气路管路、进样器、注射器的清洗	51
2.4.2 检测器的清洗	52
2.4.3 流量计及阀件的清洗	54
2.5 复习自测题	55
第三章 温度控制系统故障	56
3.1 概述	56
3.2 风扇电机系统故障	56
3.2.1 风扇不能启动	61
3.2.2 风扇噪声太大及反转故障	64
3.3 柱室温控故障	66
3.3.1 柱室不升温故障	66
3.3.2 柱室温度失控	74
3.3.3 柱室升温慢且升不到高温	76
3.3.4 柱室温控精度差	79
3.4 检测室温控故障	83
3.5 气化室温控故障	83
3.5.1 气化室不升温故障	83
3.5.2 气化室温度失控	88
3.5.3 气化室温度升不高	89
3.5.4 气化室温度变动过大	90
3.6 温度测量指示故障	90
3.6.1 温度指示误差太大	90
3.6.2 反打、满量程、无反应故障	93
3.7 复习自测题	94
第四章 预操作故障	96
4.1 概述	96
4.2 热导预操作故障	96
4.2.1 桥电流调不到预定值	96
4.2.2 热导调零故障	100
4.3 氢焰预操作故障	102
4.3.1 点火前不能调零	103

4.3.2 点火故障	109
4.3.3 点火后不能调零	111
4.4 电子捕获系统不能调零故障	114
4.5 火焰光度系统预操作故障	116
4.5.1 火焰光度检测器不能点火故障	116
4.5.2 火焰光度系统不能调零故障	116
4.6 复习自测题	120
第五章 基线噪声与漂移故障	121
5.1 概述	121
5.2 热导检测器基线噪声与漂移	122
5.3 氢火焰检测器基线噪声与漂移	135
5.4 电子捕获检测器基线噪声与漂移	148
5.5 火焰光度检测器基线噪声与漂移	156
5.6 复习自测题	162
第六章 峰形畸变与保留时间不重复	164
6.1 概述	164
6.2 峰形畸变	164
6.2.1 阶梯峰	165
6.2.2 抖动峰	165
6.2.3 负向峰	165
6.2.4 漂移峰	166
6.2.5 平顶峰	167
6.2.6 圆头峰	167
6.2.7 拖尾峰	168
6.2.8 前延峰	169
6.2.9 重叠峰	169
6.2.10 双向峰	169
6.2.11 鬼峰	171
6.3 保留时间不重复	173
6.4 复习自测题	175
第七章 灵敏度低与定量重复性差故障	177
7.1 概述	177
7.2 不出峰与灵敏度太低	177

7.3 定量重复性差	190
7.4 复习自测题	192
第八章 记录仪故障的检修	193
8.1 概述	193
8.2 无反应故障	197
8.3 不灵敏区太大	202
8.4 可逆电机单向运转	205
8.5 记录笔抖动	208
8.6 记录笔反应迟钝	210
8.7 走纸机构故障	212
8.7.1 记录纸停走	214
8.7.2 记录纸倒转	217
8.7.3 记录纸脱齿、突跳或齿孔损伤	217
8.7.4 不收纸或收纸无力	218
8.7.5 走纸机构噪声	218
8.8 墨水记录系统故障	219
8.8.1 记录笔不下水	219
8.8.2 记录笔下水太多	220
8.8.3 记录笔迹不清晰	221
8.9 记录仪照明系统故障	221
8.10 复习自测题	222
第九章 微型计算机在仪器故障诊断中的应用	223
9.1 概述	223
9.2 微型计算机的自诊断与扩展功能	223
9.2.1 数字领域中的诊断	224
9.2.2 模拟领域中的诊断	225
9.3 3400系列色谱仪的故障诊断功能	228
9.4 色谱仪故障的计算机辅助诊断	234
9.5 人工智能中的专家系统	241
9.6 复习自测题	247
第十章 色谱仪故障的统计与举例	249
10.1 概述	249
10.2 气相色谱仪故障统计	249

10.3 色谱仪典型故障83例	262
10.3.1 温度控制 (恒温)	263
10.3.2 温度控制 (程序)	272
10.3.3 基线稳定性 (TCD)	275
10.3.4 基线稳定性 (FID)	280
10.3.5 基线稳定性 (ECD)	284
10.3.6 基线稳定性 (FPD)	285
10.3.7 桥电流太小	285
10.3.8 热导不能调零	286
10.3.9 放大器不能调零	287
10.3.10 点火后不能调零	289
10.3.11 进样无反应	290
10.3.12 灵敏度低	291
10.3.13 定量重复性差	292
10.3.14 峰形畸变	293
10.3.15 记录仪反应迟钝	295
10.3.16 点火故障	296
10.3.17 气路堵塞	297
10.3.18 记录仪走纸故障	298
10.3.19 记录笔迹不清晰	299
10.3.20 记录仪照明故障	300
10.3.21 其它故障	300
10.4 复习自测题	301
参考文献	301
附录	303
附录1 复习自测题参考答案	303
附录2 火焰离子化检测器基线不稳定性故障判别图表	307
附录3 四种检测器的电路原理图	307

第一章 基本检修方法与工具

1.1 概 述

一台仪器在使用中发生了故障需要检修，则检修者将依照一定的次序对仪器进行一系列诊断测试。此测试过程一直延续到故障原因被找出为止。在这个过程中，所有按次序排列的诊断语言的集合被称为故障诊断对策。本书的中心任务正是要研究与探讨这一对策。

与建立对策有关的几个问题是：

- (1) 诊断测试的基本方法是什么？
- (2) 哪种诊断方案最好？
- (3) 最优诊断方案有哪些？
- (4) 检修用的工具和备件有哪些？

本章将逐个讨论上述问题并分别给出相应的解答。

1.2 故障的定义

人们通常认为，故障就是出了问题或出了毛病。这是对的。但在实际检修工作中，这还不够准确，不够严密，尚需充实和发挥，进一步具体化和严密化，务求得到一个实用的科学概念。作为一个科学概念至少应具有以下两个特征：(1)在语言表达上应当是严谨的；(2)可以通过有限的方法而得以证实。根据这两个特征，我们可以对“故障”一词给出下述两种不同的解释。

第一种解释认为，故障是在对仪器功能的测试中才被人发现的。一个仪器发生了故障就是指该仪器的性能偏离了仪器出厂时的正常允许范围。因仪器的性能指标往往不只一项，可将仪器各功能的检验排成一个有序的过程，此过程常被称为仪器出厂校验程序。故障可以这样定义：凡不能使仪器出厂校验程序进行到底的一切现

1106686

象皆为故障。反之，如果仪器的校验程序可以全部通过，则可认为该仪器是合格的。例如，有一台收音机，假设它出厂时只作三项指标检查。这三项指标分别为A：灵敏度测试，B：选择性测试，C：失真度测试。一台收音机只有在A、B、C三项测试都通过时才能被认为是合格的产品；而只要A、B、C三项测试中有一项不能通过，就可以断定该收音机发生了故障。色谱仪也是这样。如果色谱仪的出厂试验方法已有明确规定，那么，只要这些规定中的某一项没有通过，即可认为该色谱仪出了故障。由此可见，故障这一概念是与仪器的测试检验程序密切相关的，因此在测试程序明确规定之后，故障的概念也便获得了定义。下面是一个建立在《实验室气相色谱仪试验方法》基础之上的故障定义。该方法为国家仪表总局标准（ZBY105-82）已于1983年1月1日起实施。

试验方法分为总则、主机性能试验、检测器性能试验和仪器环境性能试验四章。这四章可分别称为A、B、C、D测试。这样“凡不能通过下叙四条标准测试的实验室气相色谱仪皆认为发生了故障”这四条测试分别叙述如下。

A. 仪器的成套性及仪器在规定环境条件下的启动时间检查。

B. 主机性能试验。这包括气路密封性试验；温控系统中色谱仪柱恒温箱、检测室恒温箱及汽化室温箱等各项温度指标试验；交流电路与外壳间绝缘电阻试验和绝缘强度试验；以及仪器的外观质量检查。

C. 检测器性能试验。这包括热导、氢火焰离子化、电子捕获和火焰光度四种检测器的灵敏度、稳定性、启动时间、重复性及线性等的具体测试。

D. 仪器的环境性能试验。这包括高温、低温、湿度及运输颠簸四项试验。

第二种解释认为，故障是在仪器的使用操作中发现的。当仪器不能正常操作使用时，就认为该仪器发生了故障。由于仪器的操作是由许多人工步骤构成的，因此一个仪器操作步骤的有序排列就组成了仪器的操作程序。凡不能使正常操作程序进行到底的一切现

象，皆为故障。反之，如可以使正常操作程序进行，则认为仪器正常。显然，在这种对故障的解释之下，故障概念的精确化依赖于操作程序的严密化。下面将介绍一个建立在《实验室色谱仪操作规程》之上的故障定义。在《规程》中假设色谱仪仅使用热导检测器，而且对仪器的常规操作进行了一定的整理和扩充。于是，“凡不能通过下叙八条操作规程的色谱仪皆认为是有故障色谱仪”。这八条操作是：

（1）流路控制操作。这包括钢瓶、减压阀、稳压阀、针形阀、稳流阀的启动。

（2）温度控制操作。这包括柱室、检测室和汽化器的温度设定及调节。

（3）桥电流操作。将桥电流调到预定值。

（4）电气调零操作。这包括热导调零和记录调零的旋钮操作。

（5）基线稳定性观察操作。这包括噪声和漂移两种指标的观察。

（6）灵敏度及重复性观察操作。这包括灵敏度、衰减精度、重复性的观察。

（7）峰形观察操作。这包括判定出峰是否有异常的出峰观察操作。

（8）线性范围观察操作。

分析上述两种解释可以看出，两种定义中分别指定的校验程序和操作程序都有自己的内部顺序和严格规定，可以认为：建立在该种程序之上的故障定义在语言表达上是严谨的，也就是说它们可以满足科学概念的第一个特征。同样，校验程序与操作程序皆可通过有限的步骤在实验中而得以证实。因此这两个解释也能满足科学概念的第二个特征。可以得出这样的结论即它们都是科学概念。

在使用中应当注意这两种故障定义的不同之处。其一是：前者主要从生产厂家的角度考虑问题，后者则侧重于仪器用户的使用过程。另外一个差别，也是本书中特别注重的差别是操作程序较校验

程序要简单和直观。因而对于同一仪器故障而言,所花费的证实时间也就少一些。比如说,一台收音机的操作比之它的出厂校验要容易得多。色谱仪的操作使用也比它的出厂校验方便。鉴于上述差别,并考虑到本书的主要读者对象是仪器的使用者及维修者,全书选取了第二种故障定义,也就是以操作程序为依据的故障概念来作为获得色谱仪故障对策的主要思想。

1.3 故障检修的基本方法

故障检修方法的发现与总结一直是所有仪器维修者最感兴趣的课题。在同一个现场的待修仪器面前,由于对待和处理故障的方式不同便形成了不同的检修方法。通常,故障检修的具体方法是因人而异的。即使是同一个人不同时期,处理同一故障的方法也有很大差别!如果再考虑到检修工具及环境条件的变化,这个检修过程就更为多变和复杂了。但这是否就说明仪器的故障检修没有共同规律可循呢?不。实际上,从事仪器修理的工作人员在其多年维修工作中通过经验逐渐发现在仪器故障检修方面也还存在许多普遍规律可借鉴。本章正是准备探讨并表述这些规律。

在精心地阅读和仔细地分析每一个仪器维修者作为经验结晶的著作和论文后,可以发现下面三对相互独立的技巧是故障检修的基本方法。这三对基本方法分别是:

- (1) 串级尝试法与逐级逼近法;
- (2) 人工直观法与仪器测试法;
- (3) 网点测试法与部件更换法。

上述方法虽然不能包括所有实用的检修方法,但当仪器维修者掌握了它们并能较好地处理这三者间关系的时候,就同时了解了一个相当系统、相当完整的有关检修技术的概况。下面将依次介绍这些方法。

1.3.1 串级尝试法与逐级逼近法

故障诊断的中心内容是故障定位,即确定故障是由哪一具体部位的元器件损伤所引起。在这种故障定位过程中存有两种不同的诊

断方法。一种是通过严密地测试判断来逐步稳定地缩小故障发生区域，最终查到有故障的元器件。此种方法被称作“逐级逼近法”，也叫作“逐步逼近法”。

逐级逼近法的优点是诊断测试与定位判断之间具有明确而严格的逻辑关系。诊断测试步骤清晰明了，对实际问题的解决办法是“步步逼近”。采用此方法时仪器维修者只需把精力集中于有限的几个功能关键测试点即可。逐级逼近法比较适用于对部件较多的系统进行诊断。当系统元件个数及相互联接点迅速增加时，更加显示出此法的优越之处。逐级逼近法的缺点是在制定此方法时维修者必须对仪器有相当全面和清晰的了解。当一个待诊断的仪器系统是一个维修者首次遇到的或结构不详的系统时，欲建立系统的逐级诊断方法不仅是相当困难，甚至是不可能的事情。

与逐级诊断法不同的另一种方法是在确切的测试判别没有进行或没有获得之前，就提出一系列试验性假设。按此假设进行测试后，若实际结果证实了此假设，则诊断定位到此结束。若实际结果否定了原假设，则再按新的假设进行下一步试验。进一步证实或否定之后再决定后一步的安排。这样一直进行下去。直到确定了故障的明确位置为止。后一种方法通常被称为“尝试法”。又由于各尝试是一步接一步进行的，所以又称为“串联尝试法”。

尝试法的优点是方法简便、直接。对实际问题的解决方法是“单刀直入”。与逐级逼近法不同，采用此方法时，维修者对仪器的详细结构可容许暂时很少或完全不了解。

采用尝试法的缺点是不大适用于多个故障怀疑点。当多个故障发生的假设都为检查所否定时，不但要作进一步的尝试，而且往往要耗费较多的时间。当元件的个数及相互间联接点迅速增加时，逐个穷举式的检查渐渐为时间和精力所不容许，甚至成为不可能。

由上面叙述可见，两种方法优点和缺点虽然各不相同，但却恰好相互弥补。在实际维修工作中，有时两者单独使用，有时两者交叉使用，甚至融为一体。人们在大量的亲身实践中逐渐感到：有必要总结出一种两者适当结合的诊断方法，它具有普遍的指导意义。

这种方法通常可用下述称之为“五步法”的步骤得以表述。这种方法包括：（1）证实故障；（2）熟悉仪器；（3）将故障缩小到级；（4）将故障进一步缩小到各个元器件或零件；（5）更换损伤部分，并对整机进行复查。

各步骤的意义如下。

（1）证实故障包括重新校对用户对故障现象的叙述，详细记录和发现更多更具体的故障现象，检查电源的输入输出情况以及实行对仪器设备的外观检查。在此过程中要重新检查仪器操作是否正常，许多纯粹由于操作者操作步骤不对而产生的被误认为仪器故障的情况，可以因此而排除。

（2）熟悉仪器包括要较好地了解仪器的整体和各部件的功能。最好能建立一个仪器系统功能方框图。每级的输入、输出测试数据都应详细地标注在功能方框图上。另外，了解各仪器的具体构造分布也是很重要的。显然，若维修者对所诊断的仪器早已了解和熟悉了，就可直接转入下一步骤。

（3）将故障以整机缩小到某一级时，需要利用对各个测试关键点的知识。当发现到某一关键点处的测试有异常时，须将此级与下级隔离后再测试一次。如异常再次出现，即可将故障缩小到此一级。否则，可能是下一级或两级的联接处发生故障。

（4）进一步的测试可使用象电压表、示波器一类的测试仪器或者将元器件更换。在故障区域最终明确到某一个具体元器件或零件时，故障定位的任务可告结束。

（5）第五步工作是拆除掉诊断故障的元器件或零件，检查分析其损伤原因。然后再用新元件替换损伤的元件。最后的也是最重要的一步是对整机进行一次功能复查。直到仪器的整机功能合乎要求后，检修工作才告结束。否则，还要进一步重复上述的检查步骤。

1.3.2 人工直观法与仪器测试法

人们要想了解某一仪器的实际功能，无论采取什么方式，最终一定要通过感官的感觉到才能得以实现。当仪器的故障现象直接被

人们的感官所感知时，称之为直接观察法或“人工直观法”。

人工直观法的优点是简便、快速、多变、获取的信息多样而且丰富。直到目前为止，用人们感官所直接感受到的信息还远远不能完全被仪器所取代。在检测的范围方面，人工直观法包括了多方面的信息。在视觉信息方面，包括仪器外观、图形颜色、焊点开裂、接线脱落、烧焦变色、元器件定位；在听觉信息方面，包括电路振荡声、漏气声、马达转动声及各种异常噪声；在触觉信息方面，有元件是否装好、接插是否可靠、有否异常发热；在嗅觉信息方面，可判断有无烧焦味、电火花臭氧味等等。由于在人工直观法进行时，不光单纯是人们的感官起作用，而且人们的大脑也随时给以配合和控制。因此，此种方法远较测试仪器要灵活和多变。在实际的检修工作中，所有正常的检修者都具备上述的信息感受能力。能否充分恰当地运用直观法来获取仪器故障的信息，往往是判定一个检修人员维修经验是否丰富的重要标志。

直观法的缺点是对于许多重要测试物理量如电压、电流、电阻、流量、压力等不能直接定量感觉，必须使用相应的仪器作为媒介。这就在一定程度上限定了直观法的应用范围。

直观法的另一个缺点是主要以直观法构成的检修程序比较难于实现自动化。所以，它多用于人工诊断和计算机辅助诊断，而不大适于自动诊断。有关计算机的仪器故障诊断方法将在本书的第九章中详细叙述和说明。

仪器测试法是指人们以各种测试仪器为媒介来间接获取仪器系统故障信息的测试方法。测试仪器包括万用电表、信号发生器、示波器、兆欧表、特征信号测试仪、逻辑分析仪等。

仪器测试法的优点是准确可靠、重复性强以及能获取人们感官无法获得或不能精确获得的许多重要物理量，它的客观性较强。仪器法的测试范围包括电压、电流、电阻、波形、流量、压力、温度等重要测试参量。由于上述检测量对于判定仪器故障具有决定性的作用，所以能否熟练地应用各种仪器和测试设备是仪器维修者必须掌握的一项重要技能。仪器法的另一个优点是便于实现诊断自动；