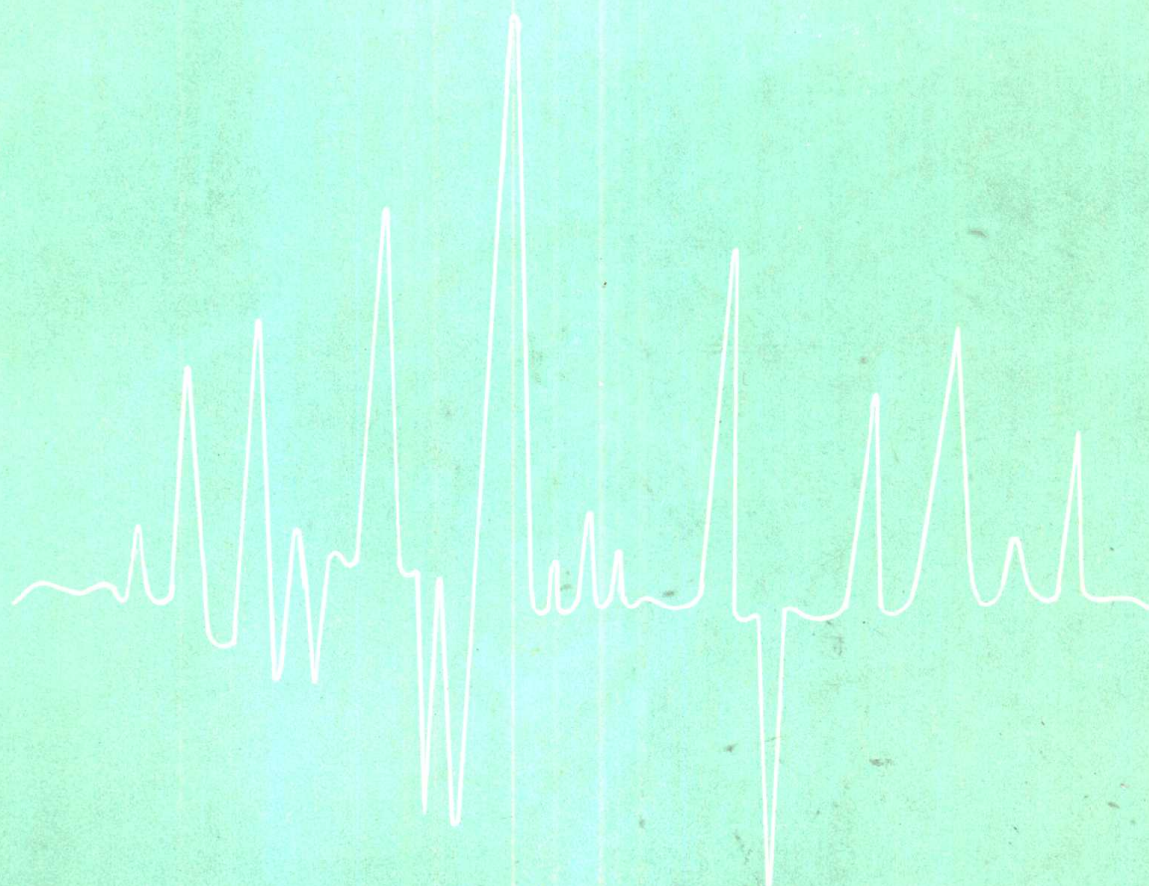


气相色谱分析

(1974年会议资料选编)



原子能出版社

气 相 色 谱 分 析

(1974 年会议资料选编)

《气相色谱分析》编辑组

原 子 能 出 版 社

内 容 简 介

这是 1974 年召开的气相色谱分析会议资料的选编。其中,有报告 13 篇,小结和简报 6 篇,共 19 篇。

本选编介绍了核燃料生产工艺中 UF_6 , ClF_3 , BrF_3 , HF 和 F_2 等腐蚀性气体的气相色谱分析方法,而这些方法都已应用于生产实践。同时,还介绍了氢、氧、氮、惰性气体中的杂质,二氧化铀中的碳,锆合金中的氢以及工业废水中的仲醇、煤油的气相色谱测定的研究工作所取得的进展。对于氟溴油固定液,色谱-质谱联用以及氦电离监测器的基础研究工作,也作了一定的介绍。

本选编可供生产和科研战线上从事分析工作的工人、干部和科技人员参考。

气 相 色 谱 分 析

(1974 年会议资料选编)

《气相色谱分析》编辑组

☆

原子能出版社出版

北京印刷一厂印刷

新华书店北京发行所发行·新华书店经售

(限国内发行)

☆

开本 $787 \times 1092^{1/16}$ · 印张 8 · 字数 192 千字

1976 年 10 月北京第一版·1976 年 10 月北京第一次印刷

印数 001—8500 · 定价: 0.75 元

统一书号: 15175 · 067

毛主席语录

阶级斗争是纲，其余都是目。

无产阶级必须在上层建筑其中包括各个文化领域中对资产阶级实行全面的专政。

鼓足干劲，力争上游，多快好省地建设社会主义。

中国人民有志气，有能力，一定要在不远的将来，赶上和超过世界先进水平。

自力更生为主，争取外援为辅，破除迷信，独立自主地干工业、干农业，干技术革命和文化革命，打倒奴隶思想，埋葬教条主义，认真学习外国的好经验，也一定研究外国的坏经验——引以为戒，这就是我们的路线。

前 言

在无产阶级文化大革命和批林批孔运动的推动下，在毛主席的“独立自主，自力更生”方针的指引下，气相色谱分析技术已愈来愈广泛地应用于原子能工业核燃料生产工艺的控制分析中，它具有设备简单，操作方便，高效分离，测量快速，便于远距离控制等优点。这些优点对于具有强腐蚀性、活性、放射性的金属氟化物和无机卤化物的分离分析是有利的。目前，自制的几台色谱仪，经过长期生产实践考验，已在不同的工艺回路或样品分析中对不同组分进行了检测，并取得了一定效果。用于腐蚀性气体的色谱分离柱迄今多采用氟氯油和全氟油作固定液，聚三氟氯乙烯粉为担体，聚四氟乙烯管和镍、铜、不锈钢管为柱子。低配比短柱对重组分 UF_6 , ClF_3 和轻组分 HF , F_2 能分离。对于混合样品中轻组分 H_2 , N_2 , O_2 和 F_2 ，尽管采用高配比固定液的长柱，对 N_2 - O_2 有一定分离度，但对于 F_2 - O_2 分离仍然很困难。近来由于进样分析系统的改进，即采用十二通阀切换、三通和六通阀的联用，在色谱柱中采用串联、并联、串并混合联，以及采用双路切换进样，基本上解决了轻、重组分 UF_6 , ClF_3 , Cl_2 , SiF_4 , BrF_5 , F_2 , HF , N_2 , O_2 , H_2 的分离分析问题，而且方法的重现性和可靠性均较好。对于一些新的耐腐蚀固定液如氟溴油的分离效应，也进行了研究，它是一种颇有前途的固定液。

在 UF_6 生产工艺回路上采用色谱分析技术可以达到远距离控制自动分析的效果，这对于指导工艺运行，控制产品质量，改善劳动条件，节省人力物力，提供了新的途径。

核工业用的惰性气体中痕量气体杂质和水分，二氧化铀中微量碳和锆合金中氢等组分，已广泛地应用气相色谱法进行分析。工业废水中仲醇、煤油等有害物质，近年来也采用气相色谱法进行分析。

对于微量成分的测定，一般的热导池鉴定器不能满足要求。所以，近来对色谱-质谱法联用中的过渡装置钽合金管分离器作了研究，结果，解决了压差大、载样扩散分离的问题。对放射性氦电离鉴定器也进行了基础研究。这些新鉴定器的研制工作，对提高仪器灵敏度，检测痕量未知组分，都将有助于色谱分析技术的发展。

编 者

1975年3月

目 录

六氟化铀生产工艺的自动色谱分析·····	(1)
六氟化铀生产工艺中氟, 氟化氢, 六氟化铀的气相色谱监测·····	(10)
气液色谱法流线监测六氟化铀·····	(15)
氟化氢和五氟化溴的气相色谱分析·····	(21)
耐腐蚀担体和固定液的气相色谱分离效应试验·····	(28)
含卤素腐蚀性无机气体的气相色谱分析·····	(33)
流化床尾气中氢, 氧, 氮, 一氧化碳, 二氧化碳的气相色谱分析·····	(47)
惰性气体中微量水的色谱分析·····	(52)
真空热提取气相色谱法测定铈-2 及铈-4 合金中的氢 ·····	(58)
气相色谱法测定工业废水中的混合仲醇·····	(63)
用气相色谱法测定工业排水中微量煤油·····	(68)
采用钽合金管分离器的气相色谱-质谱法 ·····	(76)
流线分析用的耐氟磁氧仪·····	(84)

工作小结和简报

F-6 型色谱仪的改进和调试·····	(93)
工艺生产中氢、氧、氮的气相色谱分析·····	(99)
二氧化铀中微量碳的色谱测定·····	(102)
氮中氢的热导法流线分析·····	(107)
放射性氮电离鉴定器初探·····	(111)

六氟化铀生产工艺的自动色谱分析

雷光富 陈应禹 崔占洲 王兴民
高秀玲 刘永贵 陈亚辉 张淑英

一、引言

六氟化铀生产工艺过程中急需一种自动快速的控制分析仪器测定 F_2 及 UF_6 ，以作为生产的耳目。我们在进行了一些调查研究的基础上^[1]，经过反复实践，完成了 UF_6 ， F_2 ， HF ， N_2 ， O_2 和 H_2 等气体的分析工作，并试制出一台自动色谱仪。

二、仪器结构与特点

1. 仪器概况

本仪器分为控制测量与样品分析两大部分。两者之间用电缆连接，见图 1。

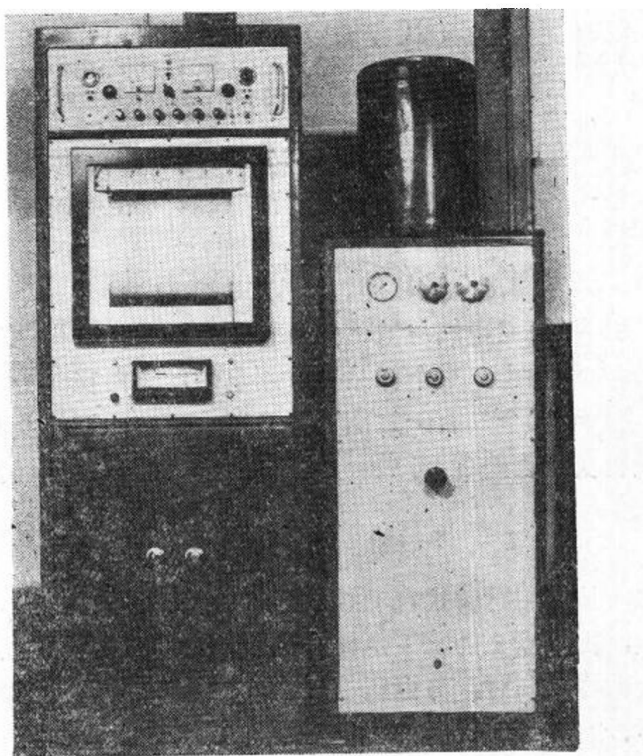


图 1 自动色谱仪

样品分析部分包括载气系统，真空取样系统，分析系统。

控制测量部分由记录仪、取样进样控制装置、恒温控制装置、恒压控制装置、衰减控制装置、自动控制装置、以及热导池电源和压力指示的一次仪表电源等八个单元组成。

2. 气路系统

气路系统包括载气系统与样品系统，见图 2。

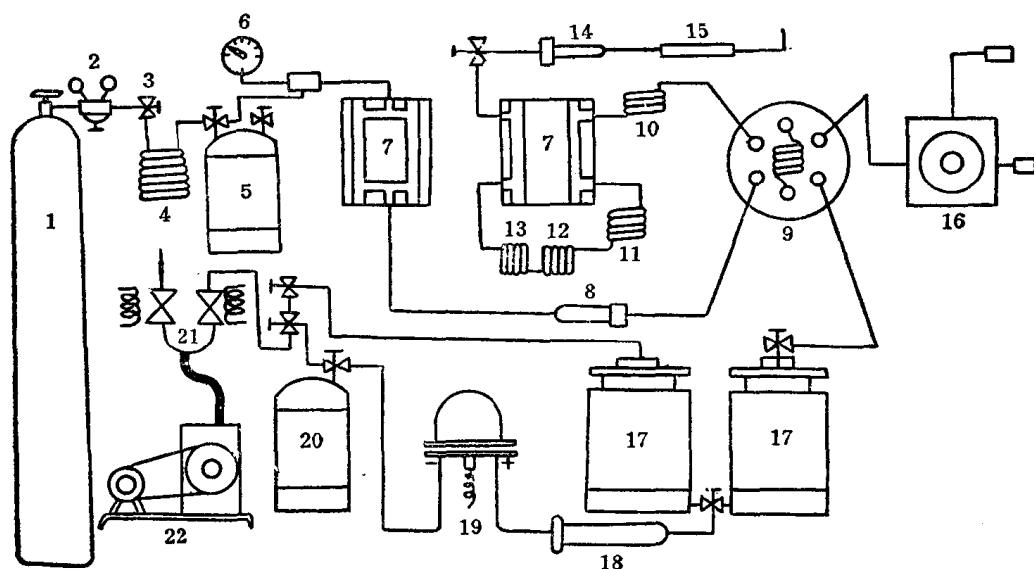


图 2 气路系统

1——氩气瓶；2——减压阀；3——稳压阀；4——脱水柱；5——稳压罐；6——压力表；7——热导池；8——二次脱水管；9——六通阀；10——柱 1 (2* 全氟油/聚三氟氯乙烯 = 50%，0.5 米)；11——柱 2 (1 米银柱)；12——柱 3 (2 米 Al_2O_3 柱)；13——柱 4 (1 米 5 A 分子筛柱)；14——吸收管；15——皂沫流速计；16——平面三通阀；17——吸收罐；18——Mc 保护管；19——压力变送器(Mc)；20——零位罐；21——电磁阀；22——真空泵。

在载气系统中，采用氩气作载气，用减压阀加毛细管进行压力调节，对载气进行两次脱水处理，然后进入色谱柱。由于采用负压进样，在载气系统中另加稳压阀和稳压罐，保证系统压力不变。

系统中的热导池，六通阀，色谱柱等恒温在 $50 \pm 0.5^\circ C$ 。

在样品系统中，采用平面三通阀与工艺样品管道相连进行取样，多余样品经装有碱石灰的吸收罐吸收后，由真空泵抽走。整个样品管道用电炉丝保温在 $60-70^\circ C$ ，以保证样品不冷凝。现已在工艺管线上找到二个具有一定压差并且压力恒定的取样及回流点，这样就不会有多余的样品需要用碱石灰吸收处理，可进一步完善流线分析，也可取消吸收罐及抽空设备。

3. 控 制 程 序

本仪器的自动化，是利用时钟式自动控制装置实现的。它由一小型同步电机，经变速箱减速后，带动转盘，由转盘上的上下两排触点按选定的时间分别触动两个微动开关，使两个步进选择器依次动作；同时，与恒压控制装置、衰减控制装置相配合，达到自动取样、自动恒压、自动进样、自动衰减的目的。输出信号用 XWG-100 A 型自动平衡记录仪记录下来。每周期为 10 分钟。

各控制装置的电器线路见图 3。

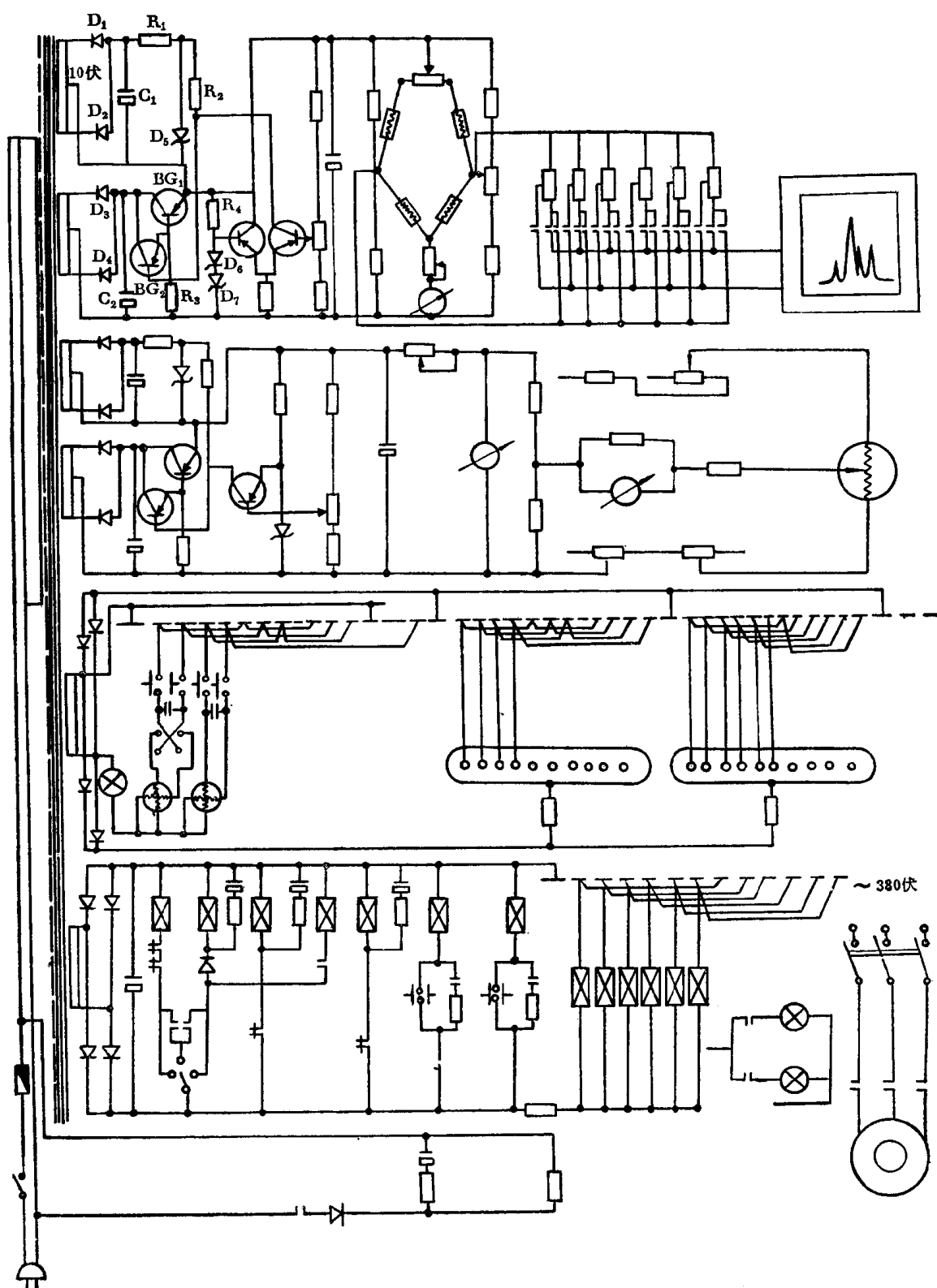


图 3 自动色谱仪电器原理图

4. 仪 器 特 点

1) 本仪器采用两单元组合式, 分析部分与工艺管线接通, 控制测量部分放在远离反应炉的控制室。

2) 由于仪器在取样控制部分装有选择开关, 所以, 在一定条件下, 可以做到一机多点控制分析。

3) 分析及时。仪器采用短柱(0.5 米)进行样品分离, 如果用手动操作, 6 分钟可以完成一个分析周期。

4) 由于采用归一化衰减峰高单点定量法, 各组分除 F_2 以外, 都可直接读数。

三、方 法 原 理

根据工艺的具体情况, 采用了负压进样, 四柱串联, 归一化衰减定量法。从图 2 可以看出, 当样品进入柱 1 时, $F_2(H_2 O_2 N_2)$ 与 HF, UF_6 分离, 对 HF, UF_6 进行定量, 然后进入柱 2 以除去 F_2 。 UF_6 在柱 3 上被吸收, HF 在柱 3 上反应所生成的 H_2O 也被吸收, 剩余 H_2, O_2, N_2 经柱 4 分离并定量。

四、实 验 部 分

1. F_2, HF, UF_6 的分离及分析条件的选择

(1) 分离柱的选择

六氟化铀生产过程中混合气体的分析, 由于它的腐蚀性和放射性, 因此, 给选择一个好的分离柱造成了较大的困难。我们在现有条件下, 做了如下实验。

(i) 采用 $\phi 4 \times 1000^*$ 毫米紫铜管, 内装涂 2* 全氟油 (北京产品) 的 60—80 目聚三氟氯乙烯担体。

实验条件: 电流 110 毫安; 流速 30 毫升/分; 柱长一米; 柱温 $50 \pm 0.5^\circ C$ 。结果见表 1 和图 4。

表 1 F_2, HF, UF_6 分离情况

固 液 配 比	F_2 与 HF 分离, %	F_2 与 UF_6 分离
100:5	14	完全分离
100:30	22	完全分离
100:40	58	完全分离
100:50	83	完全分离

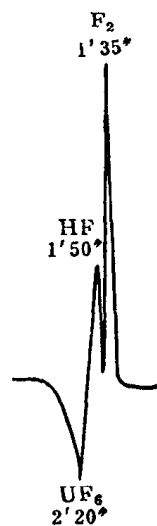


图 4 配比为 100:50 的 F_2, HF, UF_6 的分离峰

* 本选编中柱管均用内径 $\times$ 管长表示, 如 $\phi 4 \times 1000$ 毫米即是柱管内径 4 毫米, 柱长 1000 毫米。——编者注

(ii) 采用 $\phi 4 \times 1000$ 毫米及 $\phi 4 \times 500$ 毫米的紫铜管, 内装涂 2[#] 全氟油 (重庆产品) 60—80目聚三氟氯乙烯担体。

实验条件: 电流 110 毫安; 流速 20 毫升/分; 柱温 $50 \pm 0.5^\circ\text{C}$; 固液配比为 100:50。结果见表 2、图 5 和图 6。

表 2 F_2 , HF , UF_6 的分离情况

柱 长, 米	F_2 与 HF 分离	F_2 与 UF_6 分离
1	完全分离	完全分离
0.5	完全分离	完全分离

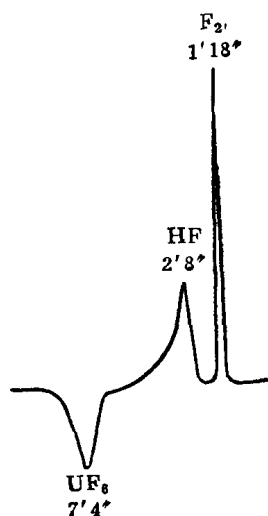


图 5 1 米铜柱
 F_2 , HF , UF_6 的分离峰

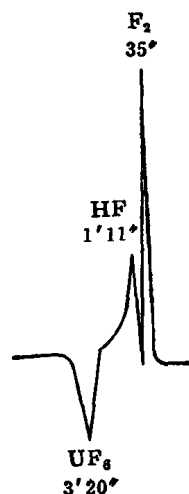


图 6 0.5 米铜柱
 F_2 , HF , UF_6 的分离峰

综合上述情况, 在考虑 F_2 - HF - UF_6 分离和峰形较好的情况下, 我们选择分离柱为 $\phi 4 \times 500$ 毫米紫铜管, 内装涂 2[#] 全氟油 (重庆产品) 的 60—80 目聚三氟氯乙烯担体, 固液相配比为 100:50。

(2) 分析条件的选择

为了选择最佳的分析条件, 以达到满意的分析结果, 在分离柱确定以后, 对操作条件进行选择。

(i) 柱温的选择 实验条件: 电流 110 毫安; 流速 20 毫升/分, $\phi 4 \times 500$ 紫铜管柱; 配比为 100:50。结果见表 3。

从表 3 可以看出, 在柱固定以后, 柱温的变化对柱的分离效能有较大的影响, 随柱温的升高 UF_6 峰形变好。在考虑分离和峰形及保证 UF_6 不冷凝的情况下, 选择柱温为 $50 \pm 0.5^\circ\text{C}$ 。

(ii) 载气流速的选择 实验条件: 其它条件同(1), 改变流速。结果见表 4。

从表 4 可以看出, 流速的变化对鉴定器的灵敏度影响较大, 鉴定器的灵敏度随流速的减小而提高, 同时, 分离效能也有一定的增加。在考虑分离效能和灵敏度的基础上, 并配

表 3 不同柱温下 UF_6 的出峰情况

温 度, $^{\circ}\text{C}$	出 峰 时 间	峰 高, 毫米	半高峰宽, 毫米	进样量, 毫米汞柱
40	2'46"	165	3.5	30
50	1'53"	172	3.0	30
60	1'47"	185	2.8	30

表 4 不同流速下 UF_6 的出峰情况

流 速	出 峰 时 间	峰 高, 毫米	半高峰宽, 毫米	进样量, 毫米汞柱
10 毫升/20 秒	1'19"	150	2.0	30
10 毫升/30 秒	1'30"	203	2.5	30
10 毫升/40 秒	1'53"	240	2.5	30

合自动分析周期的情况下, 选择流速为 20 毫升/分。

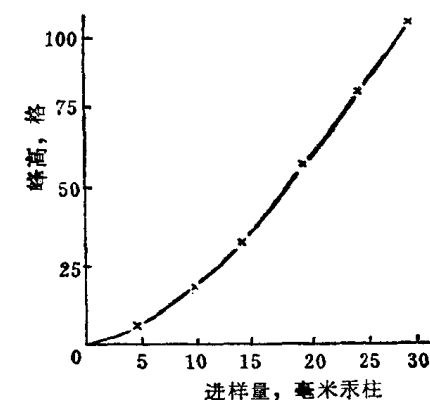
(iii) 电流的选择 在实际工作中, 我们在稳定基线的情况下, 选择电流为 110 毫安。

2. $\text{N}_2, \text{O}_2, \text{F}_2, \text{HF}, \text{UF}_6$ 的定量

(1) $\text{N}_2, \text{O}_2, \text{F}_2, \text{HF}, \text{UF}_6$ 的定量校正曲线

为了选择适合现场的简易定量方法, 在实验室对 $\text{N}_2, \text{O}_2, \text{F}_2, \text{HF}, \text{UF}_6$ 的定量校正曲线进行了反复实验, 其结果是: 除 HF (见图 7) 以外, $\text{N}_2, \text{O}_2, \text{F}_2, \text{UF}_6$ 的峰高与进样量 (浓度) 都呈线性关系。这样, $\text{N}_2, \text{O}_2, \text{UF}_6$ 的含量可事先由纯样品 (100%) 校正后直接读数; 而 F_2 可在已知 O_2, N_2 的基础上计算出来。

(2) $\text{F}_2\text{-N}_2, \text{F}_2\text{-UF}_6$ 二元混合物的配气与定量

图 7 HF 定量校正曲线

为了适应工艺气体的分析, 在做好了 $\text{F}_2, \text{N}_2, \text{O}_2, \text{HF}, \text{UF}_6$ 的定量校正的基础上, 对它们的二元混合物进行了配气和分析, 其结果如表 5、6 所示。

表 5 $\text{F}_2\text{-N}_2$ 配气与分析结果

编 号	1			2			3			4		
	F_2	N_2	总量	F_2	N_2	总量	F_2	N_2	总量	F_2	N_2	总量
配 气	1.7	98.3	100	5.0	95.0	100	9.8	90.2	100	27.4	72.6	100
分 析	1.5	98.8	100.3	4.5	95.7	100.2	9.2	90.7	99.9	26.3	73.2	99.5
相 差	-0.2	+0.5	+0.3	-0.5	+0.7	+0.2	-0.6	+0.5	-0.1	-1.1	+0.6	-0.5

从表 5、表 6 可以看出, $\text{F}_2\text{-N}_2, \text{F}_2\text{-UF}_6$ 二元组分的配气与分析结果, 最大偏差在 2%

以内。

表 6 F_2 - UF_6 配气与分析结果

编 号	1			2			3			4		
组 分, %	F_2	UF_6	总 量	F_2	UF_6	总 量	F_2	UF_6	总 量	F_2	UF_6	总 量
配 气	97.2	2.8	100	90.6	9.4	100	79.0	21.0	100	55.5	44.5	100
分 析	97.0	2.5	99.5	90.8	8.5	99.3	79.2	19.9	99.1	55.5	44.5	100
相 差	-0.2	-0.3	-0.5	+0.2	-0.9	-0.7	+0.2	-1.1	-0.9	0	0	0

(3) F_2 的定量

(i) F_2 与 N_2 , O_2 的校正系数 由于 F_2 , O_2 , N_2 的热导系数不同, 所以灵敏度也不一样, 在一定的条件下, 它们之间有一固定的峰高差。如在上述条件下, F_2 在柱 1 上峰高为 100 格, 而 O_2 则为 90 格, N_2 只有 75 格, 这一峰高差用于计算时, 我们称为校正系数(或校正因子)。当然, 随着试验条件的改变, 校正系数也发生变化。

(ii) F_2 的计算

$$F_2\% = \frac{h_{混} - C_{N_2} \cdot f_{N_2} - C_{O_2} \cdot f_{O_2}}{h_{F_2}}$$

式中, $h_{混}$ ——混合峰高;

C_{N_2} —— N_2 的含量(%);

f_{N_2} —— N_2 的校正系数;

C_{O_2} —— O_2 的含量(%);

f_{O_2} —— O_2 的校正系数;

h_{F_2} ——纯 F_2 峰高。

五、方法可靠性的考查

1. 峰高单点定量校正法分析配气各组份的误差

用于现场分析时, 能否真实地反映工艺情况, 这是非常重要的。在实验室, 我们进行了混合气体的配制和分析, 对方法的准确度进行了考查, 结果列于表 7。

从表 7 可以看出, 对 UF_6 , F_2 , N_2 用减压压力配气法配得已知样的分析结果, 它们的误差一般都在 1% 以内, 最大也不超过 2%。

2. 峰高归一化衰减定量法的重复性

分析结果是否重复, 在一定程度上反映了方法的准确性。本方法的重复性(以绝对差的平均值表示)均在 1% 以内。实验结果列于表 8。

3. 与其它方法的对照

在实验室工作的基础上, 结合生产的实际情况, 我们把色谱法与已用于生产的化学法

进行了对照分析, 结果列于表 9。从表 9 可以看出, F_2 浓度在 5—15% 范围内, 两者结果基本相符; 但当 F_2 浓度 $>15\%$ 时, 色谱分析的结果较化学分析的高, 而 F_2 浓度 $<5\%$ 时, 则较低。

表 7 峰高单点定量校正法分析配气的误差

分析对象	项 目	结 果, %					
UF_6	配 气 组 成	50.0	40.0	30.0	22.0	8.6	3.9
	分 析 结 果	50.8	40.0	30.5	22.5	8.8	3.8
	误 差	+0.8	0	+0.5	+0.5	+0.2	-0.1
N_2	配 气 组 成	90.9	70.0	50.0	30.0	23.0	10.0
	分 析 结 果	90.5	69.7	50.4	29.1	22.8	10.3
	误 差	-0.4	-0.3	+0.4	-0.9	-0.2	+0.3
F_2	配 气 组 成	96.1	91.4	78.0	70.0	60.0	50.0
	分 析 结 果	96.2	91.2	77.5	69.5	59.3	49.2
	误 差	+0.1	-0.2	-0.5	-0.5	-0.7	-0.8

表 8 峰高归一化衰减定量法的重复性

配 气		分 析 结 果, %					重 复 性, %
编 号	组 分	一 次	二 次	三 次	四 次	平 均	
1	F_2	4.5	4.5	4.5	4.3	4.5	± 0.1
	O_2	5.2	5.5	5.0	5.5	5.4	± 0.2
	N_2	90.2	90.2	90.5	89.7	90.2	± 0.2
2	F_2	16.9	18.8	17.8	17.0	17.6	± 0.9
	N_2	81.5	80.0	80.0	81.5	80.8	± 0.6
3	F_2	55.0	56.0	55.8	55.0	55.4	± 0.5
	UF_6	45.0	44.0	45.0	45.0	44.7	± 0.4
4	F_2	90.8	90.5	90.8	90.6	90.7	± 0.1
	UF_6	8.7	8.4	8.5	8.5	8.5	± 0.1

表 9 色谱分析结果与化学分析结果的对照

样品编号 分析方法	结 果, %													
	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14
化 学	0.9	1.6	4.8	4.8	5.1	6.2	8.6	8.8	10.0	10.8	12.1	13.8	16.3	19.3
色 谱	0	1.4	2.6	4.1	5.1	3.7	8.2	8.4	9.8	9.7	11.9	12.0	17.6	20.0

4. 现场实验结果

我们在工艺管线上, 进行了两个周期的连续实验, 分析了样品近 15000 个, 从分析结果来看, 完全反映了生产工艺的情况。

六、结 论 与 讨 论

1. 采用氩气做载气, 负压进样, 四柱串联, 归一化衰减峰高单点定量法, 完全可以满足 UF_6 生产的工艺控制分析, 其最小检知浓度为:

H_2 0.1%;	UF_6 1%;
O_2 0.5%;	F_2 1%;
N_2 0.5%;	HF 5%。

2. 实践证明, 色谱法用于 UF_6 生产的监测分析, 其主要优点是测量迅速, 测定组分多。特别是当工艺出现不正常时, 可以给工艺及时提供数据。

3. 采用色谱自动分析, 可以远距离操作, 改善了工作条件, 减轻了体力劳动, 节省人力。

4. HF 含量在 5% 以下时, 定量发生困难, 需进一步改进。

参 考 资 料

- [1] 中国科学院化学研究所, 中国科学院化学物理研究所, N_2 , F_2 , HF , UF_6 四元组分混合物的气相色谱分析及自动分析仪, 1966 年 (内部资料)。

六氟化铀生产工艺中氟，氟化氢， 六氟化铀的气相色谱监测

龙威远 文元富 陈士安 袁文亮等

一、引言

本工作是在自制的气相色谱仪上进行 HF 、 F_2 、 UF_6 的定量分析^[1]，并同配样法和 $\phi\text{A}-5$ 物化法进行了比较，能满足 UF_6 生产中控制分析的要求。其中 F_2 最小检测浓度为 1%， HF 最小检测浓度为 3%。由于工艺上对 O_2 、 N_2 无分析要求，因此采用 N_2 作载气，从而简化了仪器结构，操作简单，计算简便，分析时间缩短。

二、色谱仪结构

色谱仪流程如图 1 所示。

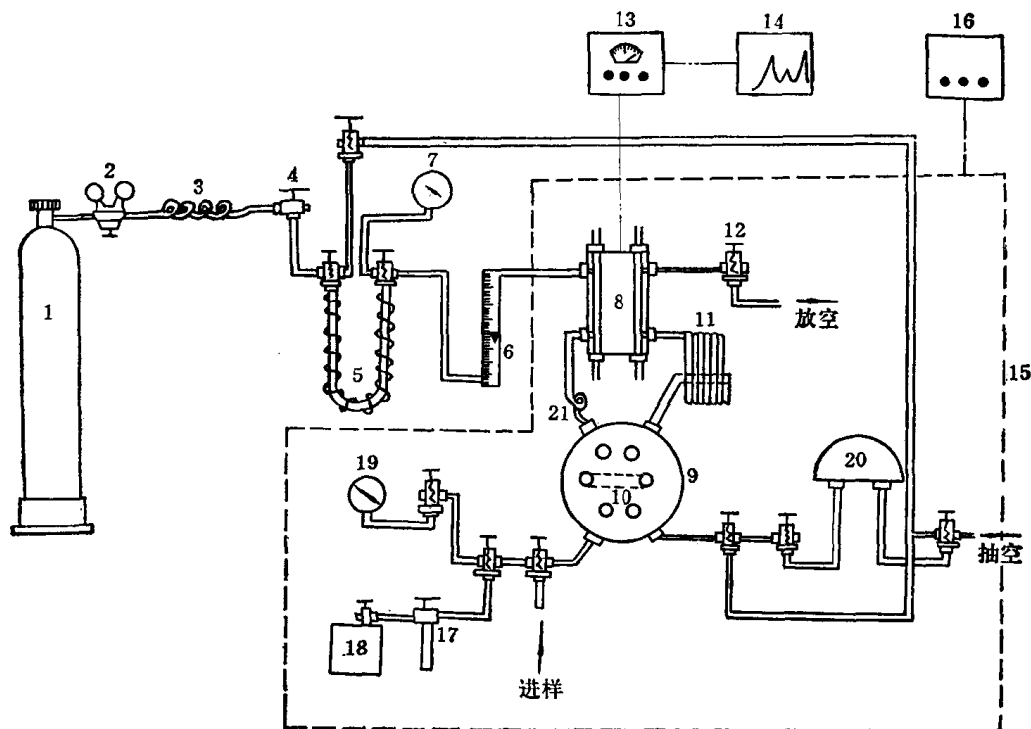


图 1 色谱仪流程图

1——氮气钢瓶；2——减压阀；3——毛细管；4——流量控制器；5——分子筛干燥管；6——转子流量计；7——压力表；8——热导池；9——六通阀；10——定量管；11——色谱柱；12——放空阀；13——稳压电流；14——记录仪；15——保温箱；16——恒温器；17—— UF_6 校正样；18—— F_2 校正样；19——真空表；20——Mc 压力变送器；21——二次干燥管。

此流程与一般色谱流程基本相同。载气经二次脱水处理。干燥用的分子筛管，可在设备流路上不取下而进行活化处理。取样压力可由真空表及 Mc 压力变送器指示。仪器校正装置由 F_2 罐、 UF_6 校正杯及 $\phi 3$ 阀组成，可在仪器运行中作校正用，同时，还可作配样用。热导池采用四臂直通式，热丝为弓形镍丝，其电阻为 34 ± 1 欧。采用硅控恒温器时，精度为 $\pm 0.5^\circ C$ ，恒温箱上下最大温差 $5^\circ C$ 。

三、实 验

1. 操作条件实验

(1) 温度

因为工艺气体的压力是稳定的，接近常压，为了简化手续，我们采用与工艺气体等压力进样的方法，这样可避免控制进样压力所带来的麻烦，同时便于搞自动进样。但 UF_6 易于凝固，所以凡是工作气体经过的管线和部件，都必须进行严格的保温。

恒温箱内温度的波动对分析气体各组份的影响由表 1 列出。

表 1 温度对分析气体各组份的影响

温 度, $^\circ C$	UF_6 峰高, 毫伏	F_2 峰高, 毫伏	HF 峰高, 毫伏
58	出峰无规律	2.0	2.3
65	3.5	2.0	2.4
70	4.0	2.1	2.4

从表 1 可看出恒温箱温度对 F_2 、HF 的定量影响不大，但对 UF_6 峰高的影响很大，同时，随温度升高，峰形拖尾严重。为使 UF_6 不冷凝又尽可能采用较低的恒温温度，选择了 $65 \pm 0.5^\circ C$ 。

(2) 电流

为了让仪器在较稳定状态下工作，并考虑到 F_2 的灵敏度问题，采用 100 毫安热导池电流，仪器基线的稳定性小于 0.05 毫伏/小时。实验证明，当电流改变 1 毫安时，影响峰高 2.7%，仪器电源稳定性优于 0.2%，可满足要求。

(3) 流量

实验证明，流量对灵敏度的影响较大，考虑到各组分分离效果与分析时间，选择流量为 30 毫升/分。

(4) 进样体积

当进样体积分别为 1 毫升和 2.5 毫升时，进样量和峰高的关系如图 2 所示。

从图 2 看出，当进样量等于 1 毫升时，进样量和峰高呈线性关系。本方法采用 1 毫升

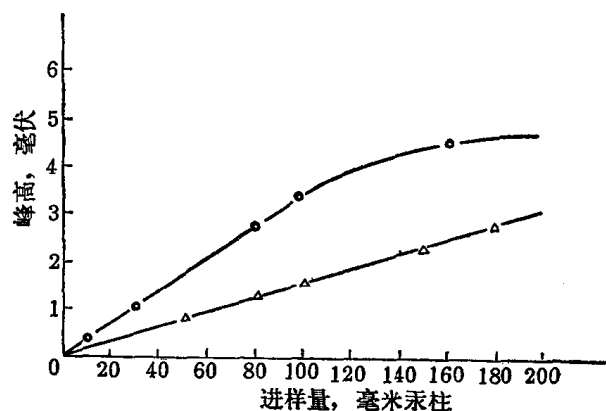


图 2 进样量和峰高的关系

实验条件：流量 45 毫升/分；电流 100 毫安；温度 $65^\circ C$ 。

○——1 毫升；△——2.5 毫升。