

变压器油中溶解气体的 色谱分析实用技术

● 徐康健 孟玉婵 编著



中国质检出版社
中国标准出版社

变压器油中 溶解气体的色谱分析实用技术

● 徐康健 孟玉婵 编著

中国质检出版社
中国标准出版社
北京

内 容 简 介

本书以提高专业人员的分析能力和试验质量为宗旨,系统介绍了气相色谱分析的基本知识及原理、定性定量分析、气相色谱仪的常见气路流程及色谱仪的维护与故障排查;根据现行GB/T 7252和GB/T 17623等相关标准内容,重点介绍了变压器油中溶解气体含量的检测及根据检测结果对电力设备的故障诊断等相关知识;同时列举了大量应用色谱分析结果诊断不同类型电气设备故障的实例。

本书内容翔实,条理清晰,见解新颖,通俗易懂;特别注重理论联系实际,其中很多内容,来自于作者的研究成果或工作经验,具有实用性和可操作性强的特点。本书适合变压器类充油电力设备制造、运行中从事色谱分析、设备检修、电气试验等相关人员学习、参考,可作为新从事油中溶解气体分析研究人员的入门读物,也可作为电力行业色谱分析人员培训教材。

图书在版编目(CIP)数据

变压器油中溶解气体的色谱分析实用技术/徐康健,

孟玉婵编著. —北京:中国标准出版社,2011

ISBN 978-7-5066-6462-2

I. ①变… II. ①徐… ②孟… III. ①油浸变压器-溶解气体-气相色谱 IV. ①TM411

中国版本图书馆CIP数据核字(2011)第251618号

中国质检出版社 出版发行
中国标准出版社

北京市朝阳区和平里西街甲2号(100013)

北京市西城区三里河北街16号(100045)

网址:www.spc.net.cn

总编室:(010)64275323 发行中心:(010)51780235

读者服务部:(010)68523946

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷

各地新华书店经销

*

开本 787×1092 1/16 印张 11.75 字数 274 千字

2011年12月第一版 2011年12月第一次印刷

*

定价 40.00 元

如有印装差错 由本社发行中心调换

版权专有 侵权必究

举报电话:(010)68510107

前 言

气相色谱法于1952年由马丁(A·J·P·Martin)、辛格(R·L·M·Sngge)及詹姆斯(A·T·James)等人首先建立。至今虽仅有半个多世纪的历史,由于其具有分离效能高、分析速度快、定量结果准、易于自动化等特点,已经成为举世公认的重要近代分析手段之一。随着色谱理论、色谱技术、色谱仪器以及色谱试剂的发展和进步,特别是色谱与质谱、红外光谱、电子计算机系统联用后,色谱分析更成为石油、化工、医药、卫生、食品、环保、农林、燃料及原子能等诸多领域科研、生产所必不可少的重要分离、分析手段。

我国电力系统于20世纪60年代中期开始将色谱分析技术用于电力设备的故障诊断,1973年后应用范围迅速扩大,迄今已遍及全国。在此之前,电力设备的故障检测主要依靠电气试验方法,大多需要设备停电,而且很难发现某些局部故障和缺陷。利用气相色谱法分析绝缘油中溶解气体组分含量一般不需要设备停电,而且对发现电力设备内部故障的早期诊断非常灵敏、有效,这正好弥补了电气试验方法的不足。特别是在当前电力系统实行对电力设备少停电的检修状态下,气相色谱法在保障电力设备的安全运行上正发挥越来越大的作用。当前,绝缘油中溶解气体组分含量测定的气相色谱法和变压器油中溶解气体分析和潜伏性故障诊断导则已作为行业标准和国家标准(GB/T 17623、GB/T 7252、DL/T 722)在全国推广实施。色谱分析技术已成为变压器类充油电气设备生产、运行监督的首要项目,人们正在利用其技术开展在线检测,使该项技术的应用得到了进一步的扩展。

本书作者多年从事电气设备用绝缘油中溶解气体组分含量的现场分析和故障诊断及技术研究工作,积累了一些实际分析和诊断电气设备故障的经验,相继参加、负责起草了GB/T 17623等国家标准和部分电力行业标准,参加过DL/T 722和GB/T 7252的修订,并进行过解



析宣贯。参编了应用气相色谱分析绝缘油中溶解气体组分含量和水分检测、油中溶解气体分析与故障诊断等电力行业培训教材,组织过行业的色谱分析技术培训,参与过脱气装置研制、专用气相色谱分析仪改进工作。

为进一步推广色谱分析技术在电气设备运行监督中的应用,更合理、正确地使用、维护气相色谱仪,解决分析工作中常见的一些问题,我们将在绝缘油中溶解气体组分含量分析和故障诊断中的工作经验作一总结,结合相关的标准编写了此书。编写中注重理论与实际相结合,以自身的学习理解和工作体会为基础,重点突出了实用性,介绍了色谱基础知识、解析变压器油中溶解气体分析步骤以及诊断技术,列举了大量分析诊断不同设备故障的实例,以供读者工作中参考与借鉴。

全书共十二章,从内容上可分为三个方面,第一方面(第一章~第六章)为气相色谱分析法的基本知识,第二方面(第七章~第九章)是变压器油中溶解气体的检测,第三方面(第十章~第十二章)是根据检测结果对电力设备内部故障的判断。第一方面中的内容有较强针对性,在涉及色谱理论方面,遵循通俗浅显的原则,尽量做到让普通读者能看得懂。第二方面,结合有关标准将作者多年总结出的经验奉献给读者,其中许多内容是同类书籍中所没有的。在第三方面中,分类列举了许多实际案例,通过对这些案例的分析,使读者容易掌握故障诊断这项较复杂的技术;同时还对许多影响故障诊断的因素及非故障引起的产气原因提出了独特见解。为方便读者应用,本书还将涉及色谱分析的部分相关资料列入附录。

在本书编写过程中,查阅、参考了许多文献资料,特别是一些案例多取之于公开发表的论文,在此谨向这些文献作者表示衷心的感谢!在本书的编写过程中得到过一些同事的帮助,在此一并致谢!

本书作者力求理论与工作实际相结合,将本书编写好。但限于水平,书中错误与不足之处在所难免,还望读者批评指正。

编 著 者

2011年7月26日

目 录

第一章 气相色谱法的一般知识	1
第一节 气相色谱概述	1
一、色谱法的产生及发展	1
二、色谱法的分类	2
三、气相色谱法的特点	3
第二节 气相色谱仪与工作原理	4
一、气相色谱仪的构成	4
二、气相色谱分离原理	5
三、气相色谱仪工作过程	6
第三节 气相色谱基本理论	6
一、色谱图上的术语	6
二、常用的保留值	7
三、塔板理论	8
四、速率理论	10
五、色谱分离条件	13
第二章 气相色谱柱	16
第一节 基本概念	16
一、气液色谱与气固色谱的比较	16
二、术语	17
第二节 气液色谱固定相	18
一、固定液	18
二、担体	19
三、固定液的涂渍	20
第三节 气固色谱固定相	22
一、吸附剂的特性	22

二、几种常用的吸附剂	23
三、高分子多孔小球	25
第四节 色谱柱的制备	27
一、柱子(柱管)	27
二、固定相的粒度	27
三、柱子的填充	28
四、柱子的老化或活化	28
第五节 色谱柱的操作条件	28
一、柱温选择	29
二、载气选择	29
三、进样操作	30
第三章 气相色谱检测器	31
第一节 检测器的一般概念	31
一、检测器的分类	31
二、对检测器的一般要求	32
三、检测器的性能指标	32
第二节 热导检测器	36
一、工作原理	36
二、热导池的构成	38
三、操作条件及影响	39
第三节 氢火焰离子化检测器	40
一、工作原理	40
二、氢焰离子室的构成	42
三、操作条件及影响	43
第四章 气相色谱定性与定量	45
第一节 定性分析	45
一、绝对保留值定性	45
二、相对保留值定性	46
三、注意事项	46
第二节 峰面积的测量	47
一、对称峰的测量	47
二、不对称峰的测量	48
三、在大峰上小峰的测量	48

四、基线漂移时峰的测量	49
五、未全分离峰的测量	49
六、剪纸称重法	49
第三节 定量分析	49
一、定量依据与方法	49
二、被测物与外标物为相同物质	50
三、被测物与外标物不是同一物质	51
四、影响定量的因素	52
第五章 色谱仪气路与气路流程	54
第一节 气源	54
一、气源用途及要求	54
二、常用气体性质	54
三、气体纯度	55
四、气体净化	56
第二节 气路中的主要部件	56
一、气阻	56
二、开关阀	56
三、针形阀	57
四、稳压阀	57
五、稳流阀	57
六、压力表与流量计	57
七、进样器与六通切换阀	58
八、镍触媒转化器	58
第三节 常用的气路流程	58
一、二次进样双柱双气路流程	58
二、一次进样单柱单气路流程	59
三、一次进样双柱并联分流流程	59
四、一次进样双柱串联切换流程	60
五、三柱三检测器流程	60
六、一次分流双柱三检测器流程	61
第六章 色谱仪维护及故障排查	62
第一节 仪器日常维护	62
一、维护与保养	62

二、仪器使用中应注意的事项	64
第二节 气路故障	64
一、气路泄漏检查与处理	64
二、流量难以调高	65
三、流量不稳定	65
第三节 电路与温控故障	66
一、主机不能启动	66
二、鼓风机扇故障	66
三、温度无指示	67
四、温度控制故障	67
第四节 检测器故障或信号异常	68
一、热导检测器	68
二、氢焰检测器	69
三、仪器信号异常	71
第七章 油(气)样采集	75
第一节 对取样的一般要求	75
一、取样容器	75
二、取样部位	76
三、特殊情况下的取样	76
四、取样(检测)周期	77
第二节 取油样	78
一、取样量	78
二、取样操作	79
三、注意事项与实例分析	80
第三节 取气样	81
一、取样容器及取样量	81
二、取样操作	81
三、注意事项	82
第八章 油样脱气	83
第一节 脱气方法的研究与应用	83
一、脱气方法的发展	83
二、机械振荡法和真空全脱气法的研制	84
三、与国外其他方法的比较	86

第二节 机械振荡法脱气	87
一、脱气原理	87
二、脱气操作	87
三、要注意的一些问题	88
四、油样二次脱气的应用	91
第三节 真空全脱气法脱气	92
一、原理与装置	92
二、操作步骤	93
三、注意事项	93
第九章 气样分析	94
第一节 仪器标定与进样操作	94
一、标准气	94
二、进样操作	95
三、注意事项	95
第二节 分析结果计算	98
一、振荡脱气法的计算	98
二、真空全脱气法的计算	100
三、自由气体的分析计算	101
第三节 对分析结果的要求	101
一、最小检测浓度	101
二、精密度	102
三、准确度	102
第十章 充油设备故障诊断基础知识	106
第一节 变压器油中特征气体的产生	106
一、变压器油的分解与产气	106
二、固体绝缘材料的分解与产气	109
三、绝缘材料热分解产气的模拟试验	109
第二节 气体在油中溶解传质过程	111
一、气体在油中的溶解与平衡	111
二、油中气泡的运动与交换	112
三、油中溶解气体的损失	112
四、油中气体的隐藏与重现	113



第三节 正常运行下油中溶解的气体	113
一、油中溶解空气	113
二、新油和投运前后的油	113
三、正常状态下的运行油	114
四、国内外一些统计数据	114
第四节 故障类型与产气特征	115
一、过热性故障	115
二、电弧放电故障	116
三、火花放电故障	117
四、局部放电故障	117
五、各类故障的比较	118
第十一章 检测结果分析与故障诊断	119
第一节 新设备投运前的分析	119
一、对新设备气体含量的要求	119
二、分析目的	119
三、分析中常见的问题	120
第二节 运行设备的故障诊断	124
一、故障诊断的依据及方法	124
二、有无故障的识别	125
三、故障类型的判断	129
四、瓦斯气的分析与判断	133
第三节 容易引起误判的因素	135
一、油的脱气处理	135
二、潜油泵故障或油流静电	137
三、有载调压开关油污染	139
四、大修中的一些因素	139
五、非故障下的高含量氢	141
六、非故障引起的高含量甲烷	143
第十二章 故障诊断案例	148
第一节 过热故障	148
一、过热故障例一	148
二、过热故障例二	149
三、过热故障例三	150

四、过热故障例四	150
五、过热故障例五	151
六、过热故障例六	152
第二节 电弧放电故障	153
一、电弧放电故障例一	153
二、电弧放电故障例二	154
三、电弧放电故障例三	154
四、电弧放电故障例四	155
五、电弧放电故障例五	155
六、电弧放电故障例六	156
第三节 火花放电故障	157
一、火花放电故障例一	157
二、火花放电故障例二	158
三、火花放电故障例三	158
四、火花放电故障例四	159
五、火花放电故障例五	159
六、火花放电故障例六	160
第四节 局部放电故障	161
一、局部放电故障例一	161
二、局部放电故障例二	162
三、局部放电故障例三	163
四、局部放电故障例四	164
五、局部放电故障例五	164
六、局部放电故障例六	165
第五节 非故障引起的气体组分异常	166
一、潜油泵故障	166
二、有载开关渗油	167
三、取样不当	168
四、变压器氢气含量异常	169
附录一 高压气瓶的颜色和标识	171
附录二 常用检测器和气体在气相色谱分析中的应用	171
附录三 气相色谱分析常用载气	172

第 一 章

气相色谱法的一般知识

第一节 气相色谱概述

色谱又称色层析,层析是一种分离技术。当这种分离技术应用于分析化学领域中,并与适当的检测手段结合在一起,就成了色谱分析法。气相色谱法(GC)与色谱法是两个不完全相同的概念,气相色谱法是色谱法中最重要的一个分支,它是一种以气体为流动相,采取冲洗法的柱色谱分离检测技术。

气相色谱法是 1952 年才发展起来的一种新的分析技术,20 世纪 60 年代得到迅速发展,目前无论在理论上还是在仪器上都已相当成熟。在近代分析工作中,气相色谱仪的地位如同经典分析化学中的天平,生化研究中的显微镜一样重要。它不仅能分析气体和可气化的液体、固体,还可通过各种手段分析不挥发固体,进而用于物化常数研究。迄今,气相色谱分析已广泛应用于石油、化工、环保、电力、医药、食品、材料科学,甚至于宇宙研究等方面。

一、色谱法的产生及发展

1903 年,俄国植物学家茨维特在波兰华沙大学研究植物的绿叶成分时,用了许多方法来分离植物叶色素都遭失败。后来他竖立一根充满碳酸钙颗粒的玻璃管,然后将植物绿叶的浸取液加到柱的顶端,浸取液中的色素就吸附在碳酸钙上,再以纯净的石油醚加以冲洗,结果在玻璃管内植物叶色素被分离成几个不同的色带。由此,茨维特就把这种分离方法命名为色谱法,并把这根玻璃管称作色谱柱。

一根简单的色谱柱加上冲洗剂,竟能轻而易举地完成在当时认为难以分离的工作,确是一个重大的发现。但在此后一个相当长的时期,这一方法并没引起人们特别重视。其原因是当时采用的液-固色谱法的色谱柱内径较大(一般大于 1 cm),填料颗粒直径也较大(一般大于 100 μm),流动相(液体)一般依靠重力从柱子顶端向下流过柱子。因而,柱效低、分离速度慢、柱子重现性不好,操作起来极其费时费力。

直到 1941 年,英国生物化学家马丁等人在进行液-液分配色谱的研究中,使用了吸附在硅胶上的水作固定相,用氯仿为流动相成功地分离了某些乙酰化的氨基酸。他还巧妙地把分馏过程的塔板理论引入到色谱过程中并获得很大成功。这大大促进了液相色谱的发展,并为气相色谱的产生奠定了基础。马丁等人也因此获得了诺贝尔奖。

1952 年,马丁等人发表了气相色谱的第一篇论文,研究成功了一种崭新的气-液色谱法,用以分析脂肪酸、脂肪胺等混合物。可以说气相色谱法的诞生是色谱法的一项革命性进展,从此使色谱法得到了迅速发展。

1954 年,瑞依把热导检测器用于气相色谱仪,并对仪器装置作了重大改进,为仪器的商



品化生产创造了条件。1955年第一台商品仪器问世,为普及该项分析技术提供了物质保证。

1956年,荷兰学者范第姆特等人总结了前人的研究成果,提出了气相色谱的速率理论,从而为气相色谱法奠定了理论基础。同年,美国工程师戈雷研究出一种效能极高的毛细管色谱柱。随后几年,澳大利亚学者墨克威廉又发明了高灵敏度的氢火焰离子化检测器;英国学者劳夫劳克研制出电子捕获和氩离子化等高灵敏度、高选择性的检测器。1966年,美国学者 Brody 又研制出对有机硫和有机磷化合物选择性很高的火焰光度检测器,从而把色谱柱的分离效能和检测器的灵敏度又大大提高了一步。

20世纪70年代,高效液相色谱法的崛起,克服了气相色谱法不能直接用于分析难挥发、热不稳定及高分子化合物的弱点,大大扩展了色谱法的应用范围。在这时期,随着电子技术的发展,把微处理机这种新型的电子产品引入了色谱分析,从而使色谱法进入智能化时代。

20世纪80年代出现了超临界流体色谱法,这种方法兼有气相色谱法和高效液相色谱法的优点。同时迅速发展起来的还有毛细管电泳法,也非常引人注目。

经过许多色谱工作者的多年努力,至今色谱分析技术在各方面都取得了很大的发展,虽然色谱分离对象早已不限于有色物质了,但“色谱”这个名词却一直被沿用下来。作为色谱柱也已不限于管状柱,还发展了平面的纸色谱和薄层色谱,这是一种不用柱管而在两维空间上进行分离的色谱方法。冲洗剂也不仅限于液体,气体也被用来作冲洗剂;于是除了液相色谱外,又发展了气相色谱。至于色谱柱中的填料,最初只有几种吸附剂,如今液体也可作固定相,能作固定相的物质已扩展到千种以上。最初鉴别物质的分离情况主要靠肉眼观察,而今这项工作已由具有高灵敏度的检测器来担任,性能优良的检测器能检测无色、痕量组分,从而大大扩展了色谱分析的适用范围。

二、色谱法的分类

1. 按两相状态分类

色谱法中共有两相(相就是系统中的某一均匀部分),即固定相和流动相。如果流动相是气体就是气相色谱,流动相是液体就称为液相色谱。同样固定相也有两种状态,即固体吸附剂和载体涂固定液。这样按两相状态可将色谱分为四类:在气相色谱中,包括了气-固色谱和气-液色谱;在液相色谱中,包括了液-固色谱和液-液色谱。

2. 按固定相性质分类

1) 柱色谱:柱色谱又分为两大类,一类是固定相装在一根玻璃管或金属管内,称为填充柱色谱;另一类是将固定相附着在一根细管内壁上,管中心是空的,叫开管柱色谱或毛细管柱色谱。如果把固定相装到玻璃管内,再拉成毛细管,就叫填充毛细管柱色谱。

2) 纸色谱:纸色谱也叫纸层析,就是利用滤纸作固定相,把试样点到滤纸上,用溶剂将其展开,然后根据其在滤纸上斑点的位置和大小进行鉴定和定量分析。

3) 薄层色谱:薄层色谱也叫薄板层析,就是将吸附剂涂成或压成薄膜,然后用与纸色谱类似的方法进行操作。

3. 按分离原理分类

1) 吸附色谱:吸附色谱是利用吸附剂对不同组分在吸附性能上的差别而进行分离,包



括气-固吸附色谱和液-固吸附色谱。

2) 分配色谱:分配色谱是利用不同组分在气液两相分配系数上的差别而进行分离,包括气-液分配色谱和液-液分配色谱。

4. 按动力学分类

1) 冲洗法:冲洗法是色谱中最常用的一种方法。先将试样加到色谱柱的首端,然后用冲洗剂(液体或气体)冲洗柱子。冲洗剂在固定相上的吸附或溶解能力要比试样组分弱得多。由于各组分在固定相上的吸附或溶解能力不同,于是被冲洗剂冲洗出来的先后顺序也不同,从而使各组分彼此分离。

2) 顶替法:顶替法也叫排代法,将试样加到色谱柱的首端,然后加入一种对固定相的吸附或溶解能力比所有试样中组分都强的顶替剂,将各组分依次顶替出色谱柱,吸附或溶解能力弱的组分先流出色谱柱,强的后流出,从而达到分离作用。

3) 迎头法:迎头法又称前沿法,将试样混合物连续通过色谱柱,吸附或溶解能力弱的组分首先以纯物质的状态流出色谱柱,其次则是吸附或溶解能力比前者较强的第二组分和前一组分的混合物流出色谱柱,余者类推。此方法适用于含有微量杂质而本身含量很高物质的提纯,不适于进行完全的分离和分析。

三、气相色谱法的特点

1. 应用范围广

气相色谱法不但适用于对气体的分析,而且对易挥发或能转化为易挥发的液体和固体,只要在操作温度下不分解也能分析。

2. 分离效能高

气相色谱可以分析非常复杂的混合物,例如毛细管柱可达 $10^5 \sim 10^6$ 块理论板,因而可以分析沸点十分相近的组分。在石油产品的分析中,毛细管柱一次可以分离轻油中的 150 多个组分。

3. 选择性高

气相色谱法可以分离化学结构极为相似的化合物,例如,二甲苯的三个异构物、苯和甲苯的硝基衍生物的异构物,用其他方法分离相当困难,但用气相色谱法则比较容易实现。

4. 灵敏度高

气相色谱法可以分离和测定出痕量的物质,一般的检测器能分辨出 10^{-6} g 物质,若使用高灵敏的检测器甚至可以分辨出 10^{-9} g~ 10^{-13} g 物质。

5. 分析速度快

气相色谱的分析速度较快,一般完成一个样品分析的时间短者只需几十秒,长者也不过是几分钟或几十分钟。

6. 分离和测定一次完成

与其他分析方法相比,气相色谱分析有一个更为优越的特点是分离和测定同时完成。

7. 样品用量少

由于色谱法配有灵敏度极高的检测器可供选择,因此,需要的样品用量极少。



8. 定性重复性好、定量精度高

当温度和流量稳定时,定性重复性好,保留时间可以精确到毫秒级;定量精度取决于操作技术、检测器、数据处理方法和样品浓度。用记录仪记录色谱图,手工测算的相对标准偏差可精确到1%~2%,采用色谱数据处理系统时可优于1%。

第二节 气相色谱仪与工作原理

一、气相色谱仪的构成

气相色谱仪,主要由分析单元、显示记录单元和数据处理系统构成(见图 1-1)。分析单元包括:载气系统、进样系统、柱(色谱柱)恒温箱和检测系统;显示记录单元包括:温度控制系统、电源及信号放大系统和信号显示记录系统;数据处理系统:主要由计算机进行控制的数据处理系统。

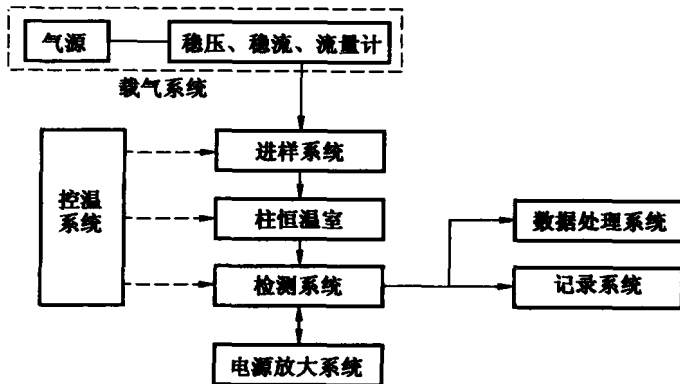


图 1-1 气相色谱仪方框图

1. 载气系统

载气是气相色谱仪的血液和动力,它主要担任输送样品及在色谱柱中对样品进行分离时的冲洗任务。常用的载气有氮气、氢气、氦气或氩气。气源一般为高压气瓶,氮气和氢气也可以用氮、氢发生器提供。载气从高压气瓶或发生器出来后,必须经过净化器净化才能进入色谱仪。

为了得到满意的分离和测定结果,载气的流量必须保持稳定,所以从气瓶减压阀出来的载气需要通过稳压阀和稳流阀,并用压力表或流量计测量压力或流量,经过这一系统处理后载气才进入气化室和色谱柱。

2. 进样系统

进样系统是样品的入口,可用注射器或六通阀把样品注入色谱系统。气体样品可用六通阀进样,也可以用注射器进样。液体或固体样品(要溶于溶剂后)用注射器进样,样品进入进样器(气化室)气化后再进入色谱柱。气化室有加热和控温元件,以保证气化室温度的可控性。



3. 柱恒温箱

柱恒温箱(也称柱室或色谱炉)为色谱柱提供了一个均匀、恒定的温度或按程序改变的温度环境,以保证仪器性能的稳定和分析数据的准确。这就要求柱箱温度梯度小,保温性能好,控温精度高,升温、降温速度快。

现代气相色谱仪的柱恒温箱温度可在数 $10\text{ }^{\circ}\text{C}$ ~ $400\text{ }^{\circ}\text{C}$ 之间改变,控温精度可达 $\pm 0.1\text{ }^{\circ}\text{C}$,一般用电炉丝加热,采用风扇进行热空气循环。

4. 检测系统

经色谱柱分离开的组分进入检测器,由检测器测定其含量的多少。所以,检测系统是色谱仪的核心。常用的检测器有热导检测器、氢火焰离子化检测器、电子捕获检测器、火焰光度检测器等。对温度十分敏感的检测器(如热导检测器)必须放置在一个控温精度较高的恒温箱中。

5. 记录系统

从检测器得到的信号,要用适当的仪器记录下来,一般常用电子电位差计,即 1 mV ~ 10 mV 记录仪。现代气相色谱仪已逐渐采用数据处理装置(或色谱工作站)代替记录仪。

6. 数据处理系统

将检测器输出的信号直接引入计算机数据处理系统,由数据处理系统对分析结果进行各项运算和处理,并打印出结果。与人工数据处理相比,利用计算机对色谱分析数据进行自动快速处理,可显著缩短数据处理时间,提高定量计算精度和工效。

7. 控温系统

由于进样系统、柱恒温箱、检测器恒温箱都要求有较高的温度控制,所以,一般的气相色谱仪必须有一套对这三个系统进行温度控制的系统。

8. 电源及放大系统

热导检测器的热丝需要稳定的直流电源,氢火焰离子化检测器需要稳定的直流高压电源,其他检测器也都同样需要稳定的电源,所以在气相色谱仪中需要有能适用于各种检测器的电源。

为了能记录下检测器输出的微弱信号,必须通过微电流放大器把信号放大,以便能在记录系统中记录、并在数据处理系统中进行运算和处理。

二、气相色谱分离原理

气相色谱的分离过程是色谱分析中的一个关键环节。气相色谱分析首先要求把样品混合物中的各组分彼此分离,然后才能对分离后的单个组分进行定性、定量分析。样品组分的分离工作是由色谱柱来完成的,样品在色谱柱中的分离情况可以用以下形象化的比喻来描述:

许多运动员(相当于样品中的多个组分)将在一条有障碍物的跑道上(相当于色谱柱)进行比赛,信号枪响后(相当于打进样品),运动员从同一起跑线上开始起跑(即样品进入色谱柱),由于各运动员的体力和越过障碍的技术不同,因而各人的速度也不同(各组分的沸点、极性不同,在色谱柱中的运动速度也不同)。经过一段规定的距离(一定的柱长),运动员们到达终点的时间(组分的保留时间)就不同,从而分出运动员的先后名次(各组分的出峰顺序和保留时间的长短)。

实质上气相色谱分离是利用了样品中各组分在色谱柱中的流动相和固定相之间的分配