

化工工人技术理论培训教材



化工分析仪表(二)

化学工业部人事教育司 组织编写
化学工业部教育培训中心

化学工业出版社

化工工人技术理论培训教材

化 工 分 析 仪 表 (二)

化学工业部人事教育司
化学工业部教育培训中心 组织编写

化学工业出版社

· 北 京 ·

(京) 新登字 039 号

图书在版编目 (CIP) 数据

化工分析仪表 (二) / 化学工业部人事教育司, 化学工业部教育培训中心组织编写. —北京: 化学工业出版社, 1997

化工工人技术理论培训教材
ISBN 7-5025-1804-5

I. 化… II. ①化… ②化… III. 化工仪表: 分析仪器-技术教育-教材 IV. TQ056.1

中国版本图书馆 CIP 数据核字 (96) 第 22065 号

化工工人技术理论培训教材

化工分析仪表 (二)

化学工业部人事教育司 组织编写
化学工业部教育培训中心

责任编辑: 刘 哲

责任校对: 麻雪丽

封面设计: 于 兵

*

化学工业出版社出版发行

(北京市朝阳区惠新里 3 号 邮政编码 100029)

新华书店北京发行所经销

北京市通县京华印刷厂印刷

三河市欣荣装订厂装订

*

开本 850×1168 毫米 1/32 印张 11³/₄ 插页 2 字数 356 千字

1997 年 3 月第 1 版 1997 年 3 月北京第 1 次印刷

印 数: 1—5000

ISBN 7-5025-1804-5/9·463

定 价: 21.00 元

版权所有 盗印必究

凡购买化工版的图书, 如有缺页、倒页、脱页者, 请与本社发行部调换。

前 言

为了适应化工系统工人技术等级培训的需要,提高工人的技术理论水平和实际操作技能,我们依据《中华人民共和国工人技术等级标准》和《化工系统工人技术理论培训教学计划 and 教学大纲》的要求,组织有关人员编写了这套培训教材。

在教材编审过程中,遵循了“坚持标准,结合实际,立足现状,着眼发展,体现特点,突出技能,结构合理,内容精炼,深浅适度”的指导思想,以“等级标准”为依据,以“计划和大纲”为蓝图,从有利于教师教学和方便工人自学出发,力求教材内容能适应化工生产技术的发展 and 现代化生产工人培训的要求。

按照“中华人民共和国工人技术等级标准”规定的化工行业 168 个生产工种的有关内容,在编制教学计划和划定大纲时,在充分理解等级标准的基础上,吸取了国外职业教育的成功经验,对不同工种、不同等级工人围绕技能所要求掌握的技术理论知识进行分析和分解,作为理论教学的基本单位,称之为“单元”。在计划和大纲中,168 个工种按五个专业大类(及公共课)将不同等级的全部理论教学内容分解为 301 个教学单元。为了方便各单位开展培训教学活动,把教学计划中一些联系较为密切的“单元”合在一起,分成 112 册出版。合订后的全套教材包括以下六部分。

无机化工类单元教材共 25 册:《流体力学基础》、《管路的布置与计算》、《物料输送》、《气相非均一系分离》、《液相非均一系分离》、《物料混合》、《固体流态化与应用》、《加热与冷却》、《蒸发》、《结晶》、《浸取与干燥》、《制冷》、《焙烧与工业炉》、《粉碎与筛分》、《电渗析》、《吸附分离》、《离子交换》、《常见的无机化学反应》、《电解及其设备》、《物料衡算与热量衡算》、《合成氨造气》、《合成氨变换》、《合成氨净化》、《合成氨压缩》和《氨的合成》。

有机化工类单元教材共7册：《吸收》、《蒸馏》、《萃取》、《有机化学反应（一）》、《有机化学反应（二）》、《有机化学反应（三）》和《化学反应器》。

化工检修类单元教材共43册：《电镀》、《腐蚀与防护》、《机械传动及零件》、《液压传动与气功》、《金属材料热处理知识》、《机械制造工艺基础》、《化工检修常用机具》、《工程力学基础》、《测量与误差》、《公差与配合》、《化工机器与设备安装》、《化工压力容器》、《展开与放样》、《化工管路安装与维修》、《钳工操作技术》、《装配和修理》、《钢材矫正与成型》、《电工材料及工具》、《焊工操作技术》、《焊接工艺》、《阀门》、《化工用泵》、《风机》、《压缩机》、《化工分析仪表（一）》、《化工分析仪表（二）》、《化工测量仪表》、《电动单元组合仪表》、《化工自动化》、《集散系统》、《仪表维修工识图》、《仪表常见故障分析与处理》、《过程分析仪表》、《化工检修钳工工艺学》、《化工检修铆工工艺学》、《化工检修管工工艺学》、《化工检修焊工工艺学》、《化工防腐橡胶衬里》、《化工防腐金属喷涂》、《化工防腐金属铅焊》、《化工防腐钢板衬里》、《化工防腐塑料》以及《化工防腐玻璃钢》。

化工分析类单元教材6册：《化学分析的一般知识及基本操作》、《化学分析》、《电化学分析》、《仪器分析》、《化验室基本知识》和《有机定量分析》。

橡胶加工类单元教材共11册：《橡胶、配合剂与胶料配方知识》、《再生胶制作机理、工艺及质量检验》、《橡胶加工基本工艺》、《轮胎制造工艺方法》、《力车胎制造工艺方法》、《胶管制造工艺方法》、《胶带制造工艺方法》、《橡胶工业制品制造工艺方法》、《胶鞋制造工艺方法》、《胶乳制品制造工艺方法》和《炭黑制造工艺方法》。

另外还有公共课及管理课类单元教材共20册：《电工常识》、《电工基础》、《电子学一般常识》、《电子技术基础》、《机械识图》、《机械制图》、《化工管路识图》、《工艺流程与装备布置图》、《工厂照明与动力线路》、《电气识图与控制》、《电机基础及维修》、《工厂电气设备》、《工厂电气技术》、《安全与防护》、《三废处理与环境保护》、《化工计量常识》、《计算机应用基础知识》、《化工应用文书写》、《标准化基础知

识》和《化工生产管理知识》。

按照“单元”体系组织编写工人培训教材，尚是一种尝试，由于我们经验不足和教材编审时间的限制，部分教材在体系的合理性、内容的先进性、知识的连贯性和深广度的准确性等方面还不尽如人意，为此建议：

一、各单位在组织教学过程中，应按不同等级的培训对象，根据相应的教学计划和教学大纲的具体要求，以“单元”为单位安排教学。

二、工人技术理论的教学应与操作技能的培训结合起来。技术理论的教学活动除应联系本单位生产实际外，还应联系培训对象的文化基础、工作经历等实际情况，制订相应的教学方案，确定相应的教学内容，以提高教学的针对性和教学效率。

三、在教学过程中发现教材中存在的问题，可及时与我们联系，也可与教材的编者或出版单位联系，使教材中的问题得到及时更正，以利教学。

本套教材的组织编写，得到全国化工职工教育战线各方面同志的积极支持和帮助，在此谨向他们表示感谢。

化学工业部人事教育司

化学工业部教育培训中心

1996年3月

内 容 提 要

本书是气相色谱仪单元。全书共分十一章。第一章气相色谱仪的气路组成，由宫国华编写。第二章热导检测器，由牛天兰编写。第三章氢焰检测器，由吴迪编写。第四章电子捕获检测器，由安克勇编写。第五章火焰光度检测器，由安克勇编写。第六章恒温控制器，由张雷鸣编写。第七章程序控温的基本原理及其方法，由张雷鸣编写。第八章记录仪，由朱睿编写。第九章数据处理装置，由安克勇编写。第十章常用测试仪器，由洪权编写。第十一章气相色谱仪检定规程，由宫国华编写。

本书可供仪表维修工学习使用。

目 录

气相色谱仪 (检 054)	1
绪论	2
第一章 气相色谱仪的气路组成	11
第一节 气路的基本构成	11
第二节 压力流速的指示与测量	13
第三节 气体压力与流速的控制	18
第四节 气路系统的故障检修	30
第二章 热导检测器及其电路	36
第一节 热导检测器	36
第二节 热导检测器相关电路分析	42
第三节 热导检测器的使用与维修	61
第三章 氢焰检测器及其电路	69
第一节 氢焰检测器	69
第二节 氢焰检测器电路分析	76
第三节 氢焰检测器的使用和故障排除	107
第四章 电子捕获检测器及其电路	120
第一节 电子捕获检测器	120
第二节 电子捕获检测器电路分析	126
第三节 电子捕获检测器的使用 and 维修	138
第五章 火焰光度检测器及其电路	148
第一节 火焰光度检测器	148
第二节 火焰光度检测器电路分析	156
第三节 火焰光度检测器的使用和维修	165
第六章 恒温控制器及其电路	179
第一节 恒温控制的基本原理	179
第二节 可控硅相关电路	184
第三节 常用气相色谱仪的温控电路分析	191

第四节 恒温控制器的使用和维修	215
第七章 程序控温的基本原理及其方法	235
第一节 程序控温的基本原理	235
第二节 实现程序控温的基本方法	236
第三节 实际电路分析举例	237
第八章 气相色谱仪用记录仪及其电路	261
第一节 电子电位差计的工作原理	261
第二节 记录仪用的微电机	264
第三节 常用记录仪电路分析	274
第四节 记录仪的维修	288
第九章 气相色谱仪的数据处理装置	295
第一节 色谱数据处理机的工作原理	295
第二节 典型仪器电路原理介绍	299
第三节 处理机的使用和维修	316
第四节 新型数据处理装置介绍	322
第十章 常用测试仪器介绍	325
第一节 基本测试仪器	325
第二节 示波器	333
第三节 晶体管特性图示仪	341
第四节 智能化数字集成电路在线测试仪	345
附录 1 气相色谱仪检定规程	353
附录 2 微量注射器的校准	362
附录 3 用标准气体进行灵敏度、检测限及线性范围检定	363
附录 4 载气流速的校正	365
附录 5 检验证书和检定结果通知书	366

气 相 色 谱 仪

(检 054)

吉林化学工业公司研究院 张雷鸣 主编
吉林化学工业公司研究院 阎尔治 审

绪 论

色谱又名色层析，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，并与适当检测手段结合起来，就是色谱法。气相色谱法是色谱法中最重要的分支之一。气相色谱仪是实现气相色谱法的有效装置。气相色谱法具有高效能、高选择性、高灵敏度、分析速度快、样品用量小、设备简单、投资小、应用范围广等优点。我国大约有五万台各类色谱仪在运行之中。在近代分析工作中，气相色谱的地位如同经典分析化学中的天平、生物化学中的显微镜一样重要。它不仅能分析气体和可汽化的液体、固体，还能通过各种手段，分析不挥发固体，进而用于物化常数的研究。色谱分析已广泛应用于石油化工、有机合成、环保、医药、卫生、食品、材料科学、甚至于宇宙研究等方面。

一、色谱法的产生及其发展

色谱法是本世纪初(1903年)由波兰植物学家茨维特所创建的。他在分离植物叶色素时，竖立一根充满碳酸钙颗粒的玻璃管，然后将植物叶色素的浸取液放到柱的顶端，再用石油醚加以冲洗，结果在玻璃管内植物叶色素被分成几个不同的色带。他将这种分离方法命名为色谱，把这根玻璃管称为色谱柱。

几十年来，经过许多色谱工作者的努力，色谱技术在各方面都有了很大的发展，虽然分离对象早已不限于有色的物质，但色谱这个名称却保留了下来。作为色谱柱也不只限于管状柱，还发现了平面的纸色谱和薄层色谱，这是不用柱管而可在两度空间上进行分离的色谱方法。冲洗剂也不限于液体，气体也用来作冲洗剂了。于是除了液相色谱外，还产生了气相色谱。至于色谱中的填料，最初仅有少数几种吸附剂，如今液体也可作固定相了，作固定相的物质已扩展到千种以上。

最初鉴别物质分离情况主要靠肉眼观察，而今这项工作已由具有

极高灵敏度的检测器来担任。现代的检测器能将含量仅 1×10^{-9} 的组分转变为电信号，并由专用仪器记录下来，或由计算机自动处理打印，使色谱法和色谱仪成为分析工作中的强有力的工具。

二、气相色谱法的工作原理

当一种不与被分析物质发生化学反应，被称为载气流动相的永久性气体（如 H_2 、 N_2 、 He 、 Ar 、 CO_2 等），携带样品中的若干组分，通过装有固定相的色谱柱时，由于各组分分子与固定相分子间发生吸附或溶解或离子交换等物理化学过程，使那些性能结构相近的组分由于各自的分子在两相间反复多次分配，产生很大的分离效果，从而使混合样品中各组分得到完全分离。例如一个样品由 A 和 B 两种组分混合而成，已知 B 在固定相中的分配系数比 A 大（如图 1 所示），经过相当的时间，由于分配系数的不同，A 和 B 得到了完全分离。两组分先后离开色谱柱，进入检测器转成电信号，由记录仪按流出的先后记录成色谱图。

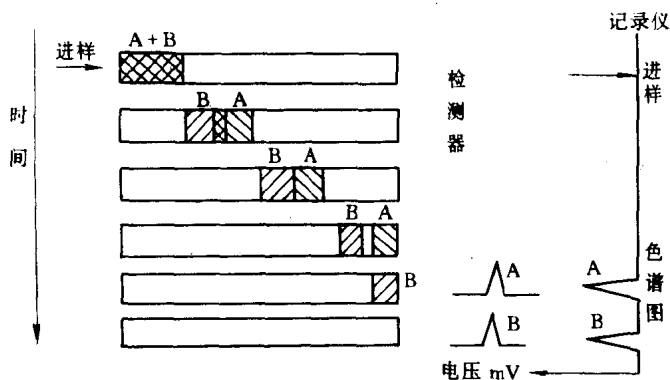


图 1 气相色谱法分离检测原理示意图

三、色谱图及其术语

检测器的响应信号与流经检测器的被分析组分的质量或其在载气中的浓度成正比。对积分型检测器，信号呈阶梯状，阶高正比于组分质量；对于微分型检测器，信号近似于正态分布曲线（称色谱峰），色

谱峰面积正比于组分质量。一系列表示组分性质、含量的信号-时间曲线就是色谱图。由于积分型检测器缺点较多,目前,商品化气相色谱仪中很少采用。以下只讨论微分型检测器。色谱图是气相法定性定量的依据,同时也是衡量检测器和整台仪器好坏的依据。下面定义色谱图中有关技术术语。

1. 基线

理论上是一水平直线,但在高灵敏度量程时,基线常有一定的噪音和漂移。它表示只有纯载气经过检测器时或组分的变化不能为检测器所检出时,记录仪所记录的检测器输出信号-时间曲线,如图 2 中 Oa 及 RA 段。

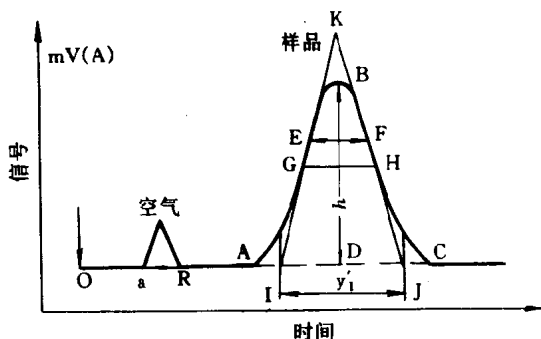


图 2 微分型检测器典型色谱图

2. 峰

当载气带着样品组分经过检测器时,检测器输出的信号-时间曲线如图 2 的 $AGBHC$ 曲线。理想的色谱峰为高斯分布函数(即正态分布函数),其峰形是对称的。

3. 峰底

在峰下面的基线延伸部分为峰底。如图 2 中的 aR 和 AC 间的横虚线。

4. 峰高

峰的最高点至峰底的垂直距离如图 2 中的 BD , 一般用 h 表示。

$\frac{1}{2}h$ 表示半峰高。常用单位为 cm、mV 或 A。

5. 峰宽

在峰的两侧拐点所作切线与峰底交于 I、J 两点，IJ 两点间距离 Y' 为峰宽。

6. 半峰宽

半峰宽又称半宽度，即取峰高 h 的中点，再从中点作基线的平行线，与峰交于 G、H 两点，如图 2 所示，G、H 的距离即半峰宽，常用 $Y_{\frac{1}{2}}$ 表示，单位常用距离 (cm)、时间 (min、s)、体积 (mL) 表示。

$$Y_{\frac{1}{2}} = 2 \sqrt{2 \ln 2} \delta \approx 2.354 \delta$$

式中 δ ——标准偏差。

7. 峰面积

指流出曲线 AGBHC 与基线所构成的面积，常用 A 表示。其单位采用 cm^2 、 $\text{mV} \cdot \text{s}$ 、 $\text{A} \cdot \text{s}$ (库仑) 或 $\text{mV} \cdot \text{mL}$ 等表示 (视检测器的响应特性而定)。

$$A = 1.065h \times Y_{\frac{1}{2}}$$

面积计算常用近似的算法处理，即 $A = h \times Y_{\frac{1}{2}}$ 。

8. 拐点

拐点或称扭转点，是流出曲线上二阶导数等于零的点。如图 2 的 E、F 点。根据计算，拐点位于 $0.607h$ 处，两拐点的距离用 Y_i 表示，即三角形 IKJ 之半高宽：

$$Y_i = 2\delta$$

四、气相色谱仪的组成

气相色谱仪是实现气相色谱法的装置，因此，它是一种多组分混合物的分离分析工具。虽然仪器的型号繁多，功能相差很大，但构成仪器的基本部分是相同的。图 3 是气相色谱仪基本流程示意图。习惯上把气相色谱仪分成主机、电气部分、数据处理等三大部分，见表 1。

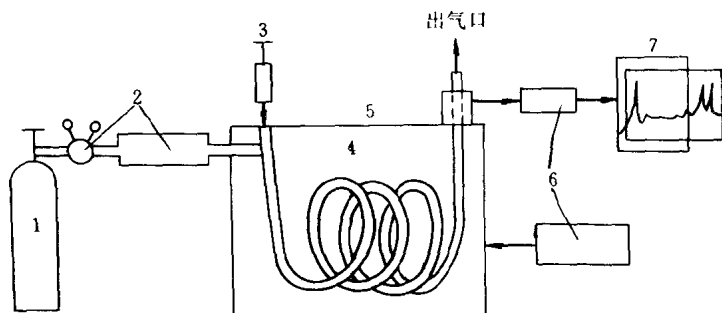


图3 气相色谱仪组成流程图

1—气源；2—压力与流量控制；3—样品注入入口；4—色谱柱；

5—检测器；6—电子设备；7—记录

各部分功能介绍如下。

1. 气源

气相色谱仪气源主要由下列几部分构成：高压气体钢瓶（氮、氢、氮、氧、氩、空气等）、气体发生器（氢气发生器、氮气发生器）、空气压缩泵、空气、氢气净化储气装置、减压阀等。

2. 净化过滤器

包括总机过滤器、捕氧过滤器、管路过滤器、金属粉末烧结颗粒过滤器。

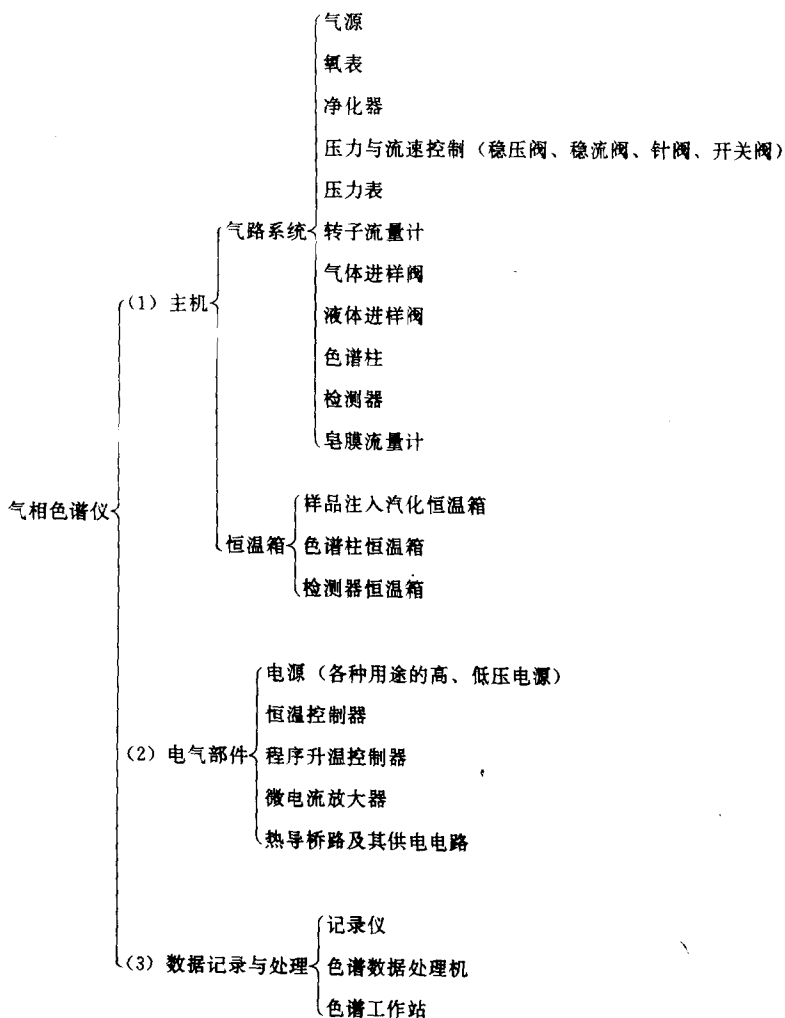
3. 气路部件

气路中主要包括压力与流速控制，由开关阀、针形阀、稳压阀、稳流阀、单向阀等组成；压力、流速的指示与测量，由压力表、转子流量计、皂膜流量计等组成。

4. 进样系统

进样系统根据使用色谱柱特点主要分成填充柱和毛细管两大类。填充柱进样又分自动和手动进样。自动进样中又分气体、液体或固体进样等；手动进样分气体进样（液化气、常压气体、浓缩气、样品顶空气等）、液体进样（快速汽化：一般带玻璃插件，带清洗气路；柱头

表 1 气相色谱仪组成



进样：加热或不加热）、固体进样（直接进样；溶解后进样；不挥发性固体：转化后进样、裂解后进样）。

毛细管进样主要分成气体和液体进样。毛细管柱进样又分成分流进样、不分流进样、直接进样、柱头进样等四种。

5. 色谱柱系统

色谱柱主要分成填充柱（金属、塑料、玻璃）、毛细管柱（金属、玻璃、弹性石英玻璃等）和制备柱。

气相色谱恒温箱 M 温度控制范围分成：室温十几度 $\sim$ 450 $^{\circ}\text{C}$ 左右；低于室温 $\sim$ 450 $^{\circ}\text{C}$ 左右（用液氮制冷一般为 -100°C 左右，用液体二氧化碳制冷一般为 50 $^{\circ}\text{C}$ 左右）。

流程型式有单气路、补偿双气路（多气路）、程序升压控制、多柱切换、多检测器切换、预切、反吹、反应转化、柱流分流器等。

6. 检测器

检测器常用的有四种：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。

7. 电器部件

恒温控制器从控制原理分成比例控制、比例加积分控制。

程序升温控制器根据结构主要分成机械式、机电混合式、电子式等。电子式又可分为固态集成电路和微型计算机控制。

微电流放大器除包括核心部分——放大器外，还有许多辅助电路（自动调零、自动衰减、输出开方、线性化输出等）。

电源主要有稳压电源（低压电源、高压电源）、稳流电源、脉冲电源等。

8. 数据处理与记录

采用电子平衡式记录仪，常用的有大型长图式（单笔或双笔）和台式记录仪（单笔或双笔、单量程或多量程）。

微型计算机数据处理系统配有外部设备，如软盘驱动器、CRT 终端显示和通用 ASCII 键盘等。

五、气相色谱仪的分类

气相色谱仪可广泛用于各个行业。各行业的分析对象不同，对仪器要求也不同。习惯上常把气相色谱仪按其用途或适用范围来分类。表 2 给出了气相色谱仪按用途分类简表。