

在线色谱仪技术改造方案

Technical Research of the Online Chromatography

米秀河 崔丽珍

内蒙古科技大学信息工程学院 (内蒙古包头 014010)

摘 要 科技的快速发展与创新对分析仪器提出了越来越高的要求,传统实验室用分析检测仪器并不适应现场和在线分析检测要求。结合在线色谱仪改造的现场实际,介绍一种实验室气相色谱仪通过改装系统气路、设计软硬件的方法来实现在线连续取样分析,从而完成了色谱仪的技术改造。

关键词 :气相色谱仪 平面六通阀 单片机

Abstract: Higher demands of analytical instruments are required with the rapid development and innovation of science and technology. The traditional laboratory testing equipment can't meet requirements of continuous analysis. In this paper a method of modifying gas path system and designing hardware and software are introduced on the basis of the actual scene. Then continuous analysis is realized. Finally, the technological transformation of the chromatography is finished.

Key words: GC Plane six-way valve SCM

1 引言

近年来,工业对能够适应现场和在线分析检测的仪器需求量大大增加,要求分析仪器适应现场的复杂及恶劣环境,实现快速、准确,并可遥控遥测的分析检测任务。实验室气相色谱仪只能用来间断工作,难以达到现场连续分析工作的要求。要实现连续在线取样分析还需要一定的改造措施。在线色谱仪在化工生产中有着广泛的应用,它是可连续、自动、分析多组分样品的在线分析仪器,它比实验室气相色谱仪资源利用率高,最大程度上挖掘了仪器潜力,在线色谱仪的应用能力直接决定了分析工作的效率和效益。

本文结合在线色谱仪的改造项目现场实际,着重介绍了在线色谱仪的改造技术。改造主要包括气路改装、电气改造、硬件软件设计等内容。

2 实验室气相色谱仪气路改装

从取样方式来讲,气相色谱仪可分为两大类:实

验室气相色谱仪和在线气相色谱仪。前者为间断式取样分析,分析样品可以是气体或液体样品,采用气体平面六通进样阀或注射器柱头进样器进样。后者在线连续取样分析,有较完善的单路或多路自动控制预前处理进样系统,包括各种电磁阀、净化、干燥处理装置,分析样品为气体;大多数实验室气相色谱仪,一般只装有一只气体进样六通阀,有的甚至没有气体进样阀,只有柱头进样器。对于气体分析工作者来说,这样单一化的分析进样条件对于提高分析效率特别是复杂的多组分混合气体的分析是远远不够的。

2.1 实验室气相色谱仪载气气路系统

气路流程如图1所示。图中所用的是氢火焰离子检测器(FID)。气相色谱仪载气气路系统针对不同的检测器也有不同的形式;对于TCD检测器,一般为双流路载气系统;对于FID、FPD检测器可分别采用双流路或者单流路系统;对于ECD检测器,一般采用单流路系统。

2.2 实验室气相色谱仪气路改装

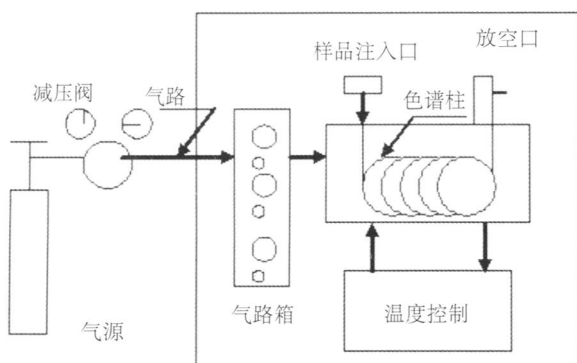


图1 气相色谱仪载气气路系统

连续取样分析意味着进样系统工作的连续性，主要通过仪器进样系统气路改装的方法来达到该目的。

经分析论证采取如下气路改造方案：在载气进入两个进样器前同时加装2只平面六通气体进样阀，如图2所示，这样可以同时利用两根不同的色谱柱分析不同的气体组分。

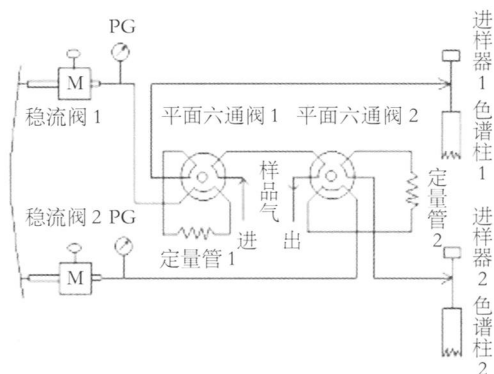
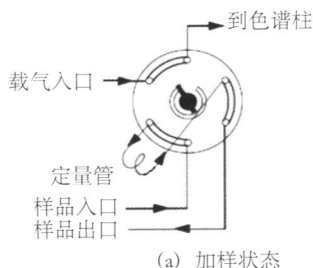
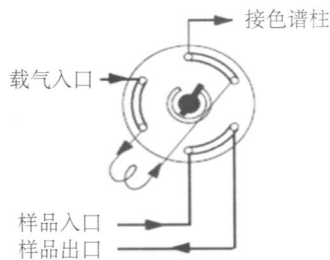


图2 双六通阀进样气路系统

该系统的工作原理是利用单片机、电磁阀、平面六通阀逐级控制的原理来实现的。利用单片机通过驱动电路控制电磁阀，再利用电磁阀控制气路的通断进而控制气动平面六通阀的连接状态，完成气路切换。气路切换状态如图3所示。处于加样状态时用样品气流充满定量管。载气通过色谱柱；处于进样状态时，将充满的定量管切入载气流，样品注入色谱柱。



(a) 加样状态



(b) 进样状态图

图3 气路切换示意图

3 电路硬件部分设计

项目改造的指导原则是在现有设备的基础上提高资源利用率，挖掘仪器潜力。气相色谱仪的控制核心是16位单片机 Intel 8098，主电路板在当初设计时就已经考虑了该功能的扩展并预留了电路空间。电路原理图如图4所示。

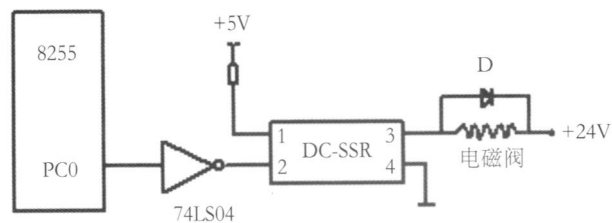


图4 硬件结构原理图

当芯片8255的I/O口输出一个正脉冲信号时，反向器74LS04输出低电平脉冲信号，在+5V电源驱动下，固态继电器接通，电磁阀通电开始运行。电磁阀的动作属于开关量，主要用于实时控制。单片机8098通过I/O口或其扩展芯片8255中一个端口的状态来控制电磁阀。控制端口通过输出不均匀的方波等一系列高低电平来控制电磁阀的开启或关闭。

电磁阀有交流电磁阀和直流电磁阀两种：交流电磁阀使用方便，但容易颤动，启动电流大，电磁部分会引起发热；直流电磁阀工作可靠，但需专用的直流电源，实现起来比较麻烦。结合改造中现场实际，由于色谱仪本身有变压器以及整流滤波装置，容易获得直流电源，若采用交流电磁阀，启动频率高、通电时间长时，电磁阀很容易烧毁。

综上本项目采用直流电磁阀，其本身所需直流电压为24V，为了避免电源间相互干扰，输出信号需要

经过光电隔离器、驱动电路进入电磁阀。由于电磁阀通常是线圈做的，为电感性负载，电磁阀开关时，线圈中产生非常高的反向电压（称为浪涌电压），这种电压很容易损坏驱动装置。所以还应加二极管作为续流电压，使电磁阀关断时有释放回路。直流电磁阀一般采用固态继电器来驱动。

4 软件设计

4.1 算法

由 8255 芯片输出不规则的方波信号，程序控制 DC 电磁阀反复进行 ON 和 OFF 动作。

可从键盘对阀进行控制，采取如下控制方式：主菜单下设有各部温度、各部检测、图谱显示、程序升温和外控事件等 5 个子菜单。利用外控事件控制电磁阀，其下设 ON 和 OFF 两个子菜单。ON 代表电磁阀开启状态，OFF 代表电磁阀处于关闭状态。从控制面板上可以设定开启和关闭两个状态的运行时间，以分为单位。时间控制可将其作为时钟或运行时间程序的一部分。阀的开和关可由运行时间或时钟时间表编程来命令。

必须注意的是：运行时间程序旋转平面六通阀，在运行结束时，它不能自动返回其初始位置。必须编辑复位操作程序。

4.2 软件结构与程序

软件设计框架如图 5 所示。ON 和 OFF 两个运行状态运行完毕之后，显示的运行时间为 XXX 分。该显示将被保持，直到使用者选择另外的操作动作时为止。

5 应用

变压器油中气体的在线监测由于具有实时性和连续性特点，对监测的设备能及时发现存在的故障，一直受到人们的重视。色谱在线监测装置已在电力部门投入使用。可在线监测变压器油中永久性气体和 CH_4 ， C_2H_4 ， C_2H_6 ， C_2H_2 ， H_2 和 CO 等 11 种烃类气体组分的含量变化，自动化程度高、分析速度快、准确性和稳定性符合有关标准。

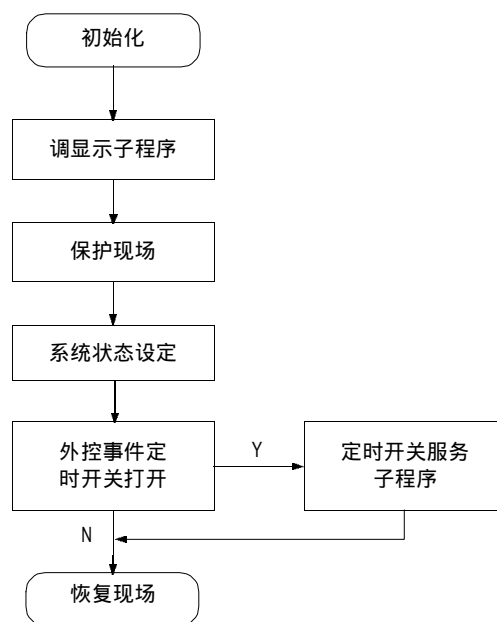


图 5 程序流程图

其气路系统均采用双柱并联双气路流程，TCD 和 FID 检测器串联，甲烷转化炉， N_2 作载气。一路分析 H_2 组分，然后切换四通阀，在另一路上分析其它组分从而使 CO 和 CO_2 经转化器转化成甲烷后由 FID 检测获得很高的灵敏度。大大提高了分析效率，节约了分析时间。

6 结束语

现场和在线分析仪器在技术上是属于高难度的设备，必须综合运用现代设计理念、最新科技成果、性能优异的零部件和特殊的制造工艺才能进行研发和制造。

作者根据色谱专家多年气相色谱分析实践的经验总结，通过对现有气相色谱仪气路的改装以及电气改造，充分发挥了仪器的各种优良性能，方便了分析者，提高了分析工作的效率，从而达到挖掘仪器潜力，提高经济效益的目的。

参考文献

- 1 孙志华. 气体分析 - 实验室气相色谱仪气路改装.
- 2 谢宜仁主编. 单片机实用技术问答. 人民邮电出版社, 2003:282.