

气相色谱仪在线负压气体进样系统的高真空控制解决方案

High Vacuum Control Solution for On-Line Negative Pressure Gas Sampling System of Gas Chromatograph

摘要：针对目前大多数气相色谱仪负压进样系统中存在的无法控制微量进样和真空度无法准确控制的问题，本文在发明专利“CN111239308A 一种在线高真空负压气体进样系统及方法”基础上提出了改进的解决方案。解决方案通过采用电容真空计、皮拉尼真空计、电控针阀和双通道真空度控制器组成的控制装置，可实现高真空范围内的任意设定点下的真空度快速和精密控制，使在线负压形式的微量气体进样方法真正能转化为实用的工程化仪器。

1. 问题的提出

现有的气相色谱仪分析气体样品时，均采用正压进样、常压进样或者持续负压抽样，这种进样的方式，对样品需要总量远大于进样分析实际消耗量，这些进样方式往往不能满足科研机构或院校的分析需求。特别是在微量样品情况下，在样品具有放射性、有毒情况下，若采用上述常规进样方式，样品进样量过多，不仅不能很好的进样分析，污染环境、危害人体健康，还会因为空气干扰造成数据不准确，所以需要一种在线负压微量气体进样方法及系统来解决上述问题。

为了实现气相色谱仪的高真空微量气体进样，很多机构开展了大量研究工作，比较典型的是常州磐诺仪器有限公司提出的专利“CN111239308A 一种在线高真空负压气体进样系统及方法”，其工作原理是以定量环为中间载体对样品进行微量提取和输送，具体过程分为三个步骤：先将定量环抽取高真空，然后通过压差将样品气体吸入定量环，最终将定量环中的样品气体送入外接的色谱柱中进行分析。三个步骤的具体细节如下：

(1) 定量环真空抽取和控制：两个六通阀全都处于关闭状态，整个气路处于图1所示结构，此时定量环处于真空抽取状态，真空回路如图中红线所示，控制定量环内的真空度达到设定值并稳定。样品进气和载气则处于图中蓝线和黄线所示的各自独立气路状态。

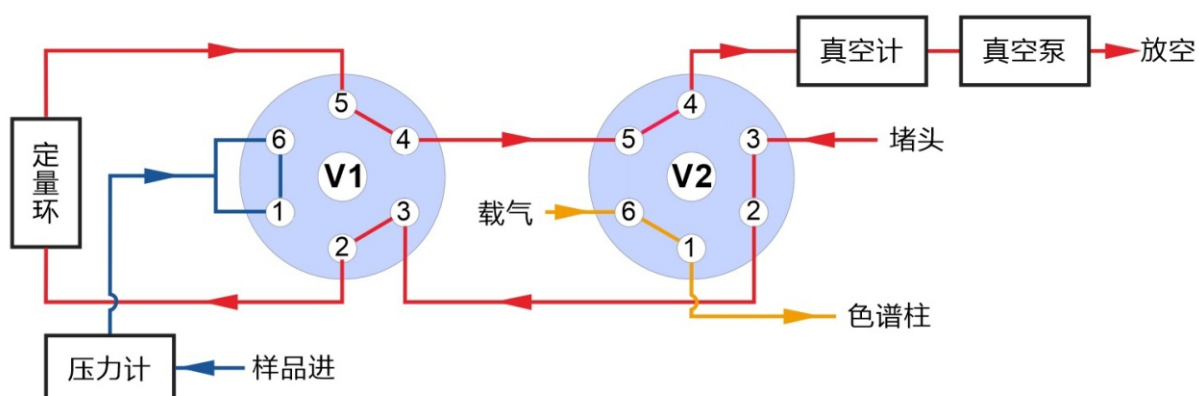


图1 六通阀V1关闭、六通阀V2关闭状态下定量环抽真空结构示意图

(2) 定量环提取气体样品：使六通阀V1打开和六通阀V2仍处于关闭，整个气路处于图2所示结构，此时在压差作用下样品气体进入定量环，提取气路如图中蓝线所示。真空回路和载气回路则处于图中蓝线和黄线所示的各自独立气路状态。

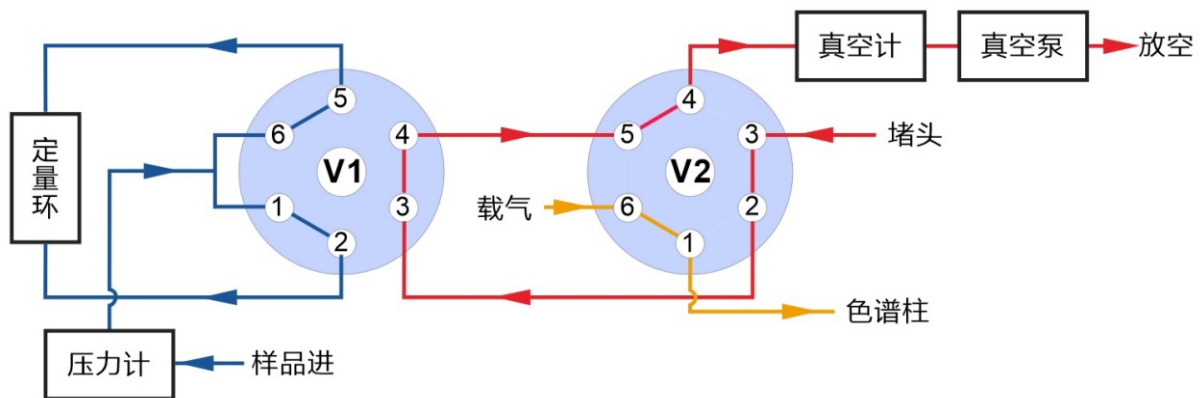


图2 六通阀V1打开、六通阀V2关闭状态下定量环进样结构示意图

(3) 定量环输送气体样品：使六通阀V1关闭和打开六通阀V2，整个气路处于图3所示结构，此时在载气作用下定量环内的样品气体输送到外部色谱柱，样品输送气路如图中黄线所示。真空回路和样品气体加载回路则处于图中红线和蓝线所示的各自独立气路状态。

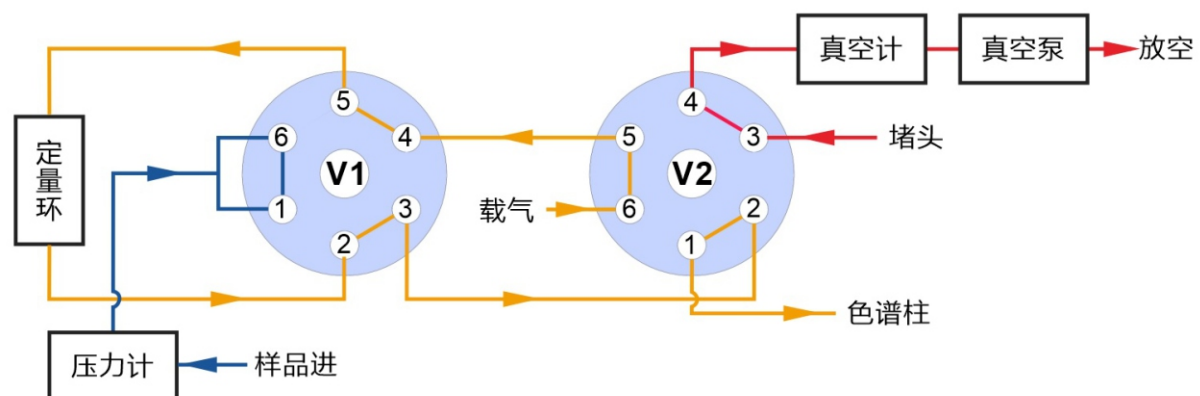


图3 六通阀V1关闭、六通阀V2打开状态下定量环中样品送入色谱柱结构示意图

通过上述负压气体进样系统结构和工作过程可以看出，管路中的真空度并未采取任何控制措施，仅是通过真空泵来进行抽气，在实际应用中仅靠简单的真空泵抽取很难快速达到真空度稳定状态，这使得定量环的进气压差并不稳定和重复性差，势必会造成进样量的严重误差。为了解决此问题，本文提出了相应的解决方案，通过增加真空度控制装置使得定量环的每次进样都压差都保持准确恒定，从而使这种负压进样方法真正达到实用要求。

2. 解决方案

在气相色谱仪气体样品进样系统中，一般要求定量环真空度要具有达到绝对压力为1Pa的高真空，并在高真空范围内任意设定点下能实现恒定控制，由此来实现每次进样或重复性检测进样时具有很好的重复性。为此，本文提出了如下解决方案的真空度精密控制装置，真空度控制装置结构如图4所示。

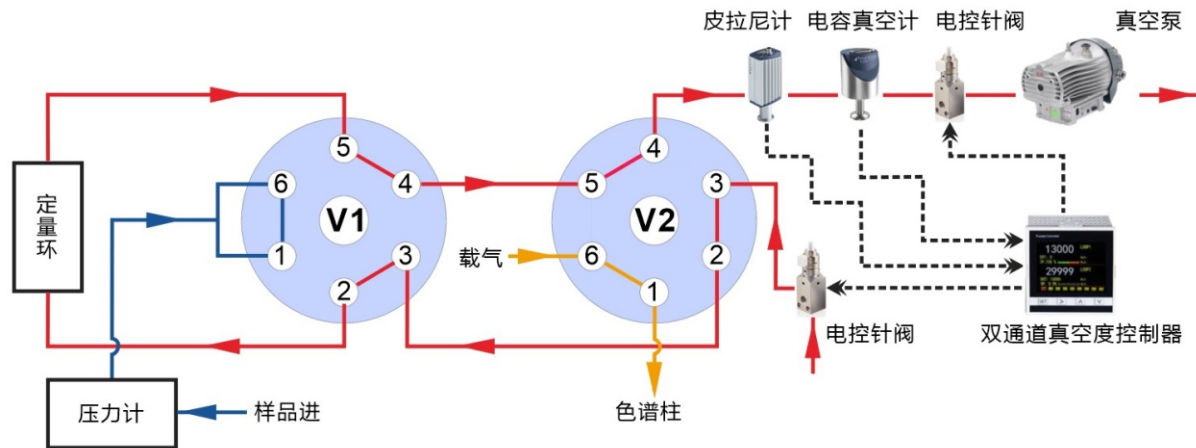


图4 负压进样系统及其高真空度控制装置结构示意图

在图4所示的高真空度控制装置中，采用了动态平衡控制方法，即控制进气和排气流量达到某个平衡状态来实现不同真空度的准确恒定控制。由此，在控制装置中分别在进气和排气端配置了相应的电控针阀，分别用于调节进气和排气流量。电控针阀具有小于2%的线性度，重复精度可达到0.1%，非常适用于气体进样系统的微小空间的真空度控制。

为了在高真空范围内进行测量，装置中配备了一只精度可达0.25%、量程为1Torr的电容真空计。为了保证控制精度，装置中配备了一个高精度真空度控制器，控制器具有24位AD、16位DA和0.01%最小输出百分比。

通过上述硬件配置可以很容易的实现小于1%的真空度控制精度。另外，为了监测真空泵抽气过程的真空度变化，装置中还串接了一个测量精度较差的皮拉尼真空计，以用来监测管路中气压从一个大气压到高真空的变化过程。为此，真空度控制器特意配备了一个双通道控制器，第一通道接电容真空计用来进行高真空度区间的控制，第二通道连接皮拉尼计用来进行全负压区间的监测。此真空度控制器具有RS485通讯接口和相应的随机控制软件，可外接计算机进行远程调控。

3. 总结

综上所述，通过此解决方案所使用的真空计、电控针阀和真空度控制器，可很方便的按照设定值对定量环中的真空度进行快速和准确控制，可有效保证微量气体进样的准确和快捷，另外所用的各个部件体积小巧，结合六通阀和其他管路部件，很容易集成为独立的负压气体进样系统。