

使用说明书

HDSC-501 SF₆ 气体色谱仪

武汉恒电高测电气有限公司

WuHan HengDian GaoCe Electric Co., Ltd



目录

| | |
|------------------------------|----|
| 一、概述 | 2 |
| 二、技术指标 | 2 |
| 三、仪器工作原理 | 3 |
| 3.1 测量基本原理 | 3 |
| 3.2 工作流程 | 5 |
| 四、仪器结构 | 6 |
| 4.1 色谱柱 | 6 |
| 4.2 热导检测器 (TCD) | 7 |
| 4.3 六通阀 | 7 |
| 4.4 电子流量计 | 8 |
| 4.5 稳流阀 | 8 |
| 4.6 压力表 | 8 |
| 五、仪器安装调试 | 9 |
| 5.1 仪器安装 | 9 |
| 5.2 仪器调试 | 9 |
| 六、分析操作 | 10 |
| 6.1 开机 | 10 |
| 6.2 样气分析 | 10 |
| 6.3 SF ₆ 分析 | 11 |
| 七、色谱工作站使用说明 | 11 |
| 7.1 色谱工作站软件的启动 | 11 |
| 7.2 选项介绍 | 12 |
| 7.3 功能介绍 | 16 |
| 八、TCD 使用注意事项 | 22 |



一、概述

HDSC-501 色谱仪是我公司研发制造的电力系统专用于 SF₆ 电气设备气体分析的气相色谱仪。

该仪器可直接在现场对 SF₆ 新气进行检测；可直接与 SF₆ 电气设备连接，检测设备在运行中 SF₆ 气体杂质及其分解产物 SO₂ 的含量；检测 GIS（Gas Insulated Switchgear，即气体绝缘金属封闭开关设备）内泄露的 SF₆ 在空气中的含量；也可以代替大型色谱仪用于实验室对 SF₆ 气体质量进行检验。

该仪器用安全可靠的小钢瓶充装载气，同时配套手提式电脑，内装专用的 SF₆ 色谱工作站。色谱工作站是色谱仪的数据处理中心，HDSC-501 型色谱工作站是具有典型 WINDOWS 操作风格的纯 32 位应用软件。其核心采用多线程处理模式，使得数据的采集、分析、处理及同时运行其他应用软件都将互不干扰，系统的稳定性获得了极大地提高。该色谱工作站采用全新的色谱数据处理方法，力求将需要用户的谱图数据处理知识减至最少。在界面布局上简明紧凑，并提供诸如自动保存、谱图处理、打印等能够提高分析工作效率的功能。这几个方面构成了功能丰富却方便易用的特色。

HDSC-501 色谱工作站基于谱峰智能辨识技术，最大程度地精简用户需要设置的谱图处理参数；基于独有的高保真数字滤波算法，能够检测出与基线噪声同级的弱小峰，可实现增加峰、删除峰、调整峰的起点顶点和终点的功能，能够处理任何复杂的谱图。而且参数设置简单易懂，数据分析快速高效。整套仪器体积小、重量轻、便于携带，耗气量极少，是理想的现场测试仪器。

二、技术指标

1. 主要检测指标

SF₆: 0~99.999%;

CF₄: 0~5000μl/l;

Air: 0~5000μl/l;

SO₂: 0~200μl/l;



H₂S: 0~200μl/l;

CO: 0~1000μl/l。

2. 检测器灵敏度

S 值≥7000mv.ml/mg

空气、四氟化碳<0.001%

3. 稳定性

基线漂移≤0.16mv/30min

基线噪声≤0.08mv

4. 稳定时间≤1 小时

5. 样品耗气量: 5ml/次

6. 载气种类: 氢气或氦气, 30ml/min

7. 工作条件

环境温度 -20~45℃

相对湿度≤85%

电源交流 220V±10% 50±0.5HZ

8. 仪器尺寸: 510×390×200

9. 主机重量: 5.5Kg

三、仪器工作原理

3.1 测量基本原理

便携式 SF₆ 色谱仪的检测器采用热导检测器 (TCD), TCD (Thermal Conductivity Detector) 是利用被测组分和载气的热导率不同而响应的浓度型检测器, 有的亦称热丝检测器 (HWD) 或热导计、卡他计 (katherometer 或 Catherometer), 它是知名的整体性能检测器, 属物理常数检测方法。不仅适于作常量分析, 也可直接作 ug/g 级的痕量分析。它在 TCD 的流路形状、池体积、热丝材料、电桥检测、温度控制精度、灵敏度和采样速度方面均作了改进和提高, 其工作原理示意图如图 3-1 所示。

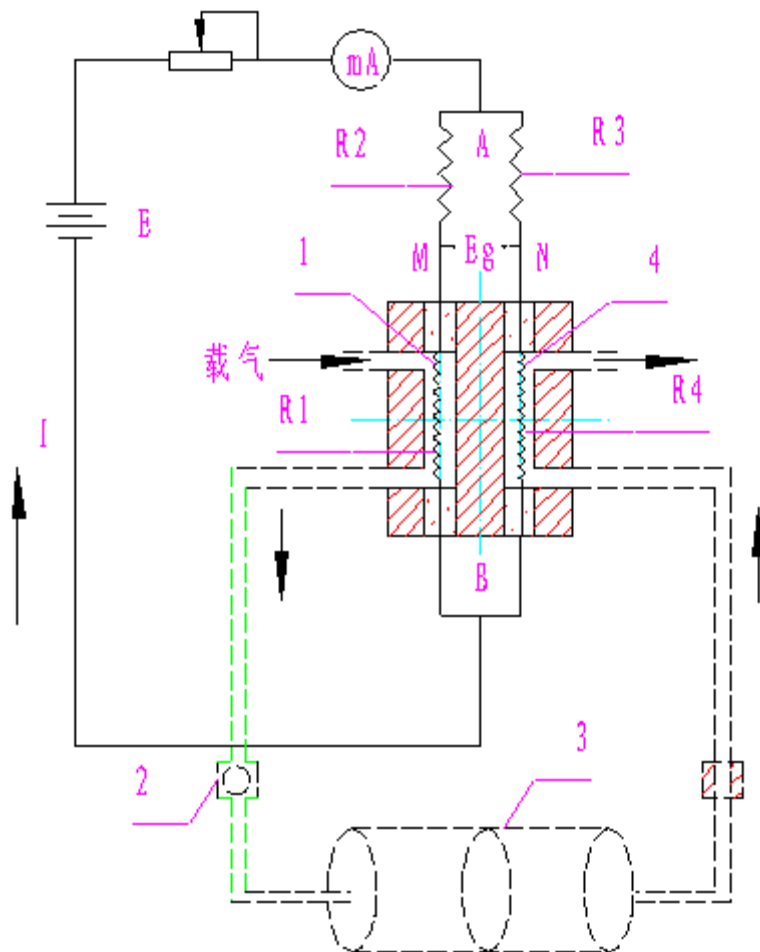


图 3-1 TCD 工作原理图示意图

其中：1.参考池腔 2.进样器 3.色谱柱 4.测量池腔

图中，下部为热导池与进样器及色谱柱连接的示意图，载气流经参考池腔、进样器、色谱柱，从测量池腔中排出；中上部为惠斯顿电桥检测电路，R2、R3 为固定电阻，R1、R4 分别为测量臂和参考臂热丝。当调节载气流速、桥电流及热导池温度至一定值后，TCD 处于工作状态。

理论和实验均表明，热传导式散热的比例越大，TCD 的性能越好。一般用 H₂、氦气等轻载气灵敏度最高。

HDSC 系列便携式 SF₆ 色谱仪由气路控制系统、进样系统、色谱柱、温度控制系统、检测器及其电气线路、数据记录和处理系统等组成。其基本组成方框图如图 3-2 所示。

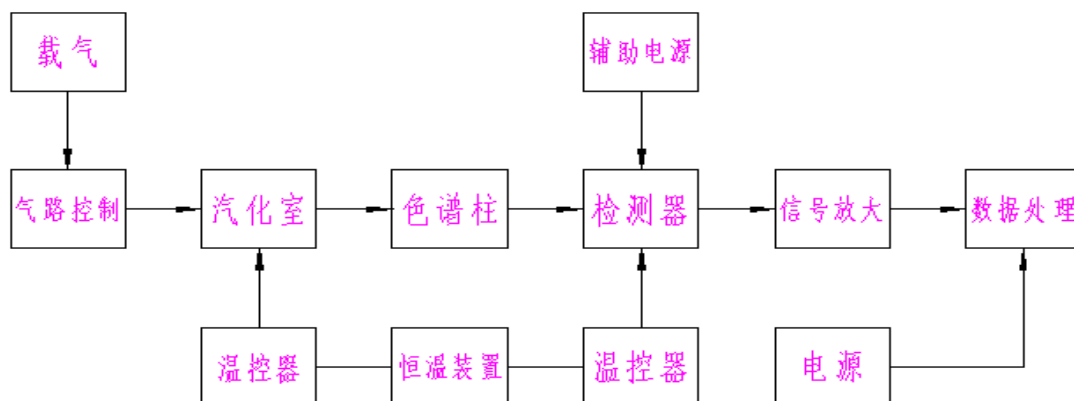


图 3-2 SF₆ 色谱仪基本组成方框图

3.2 工作流程

该仪器主要包括三部分：载气系统，色谱柱和检测器。仪器流程原理图如图 3-3 所示。

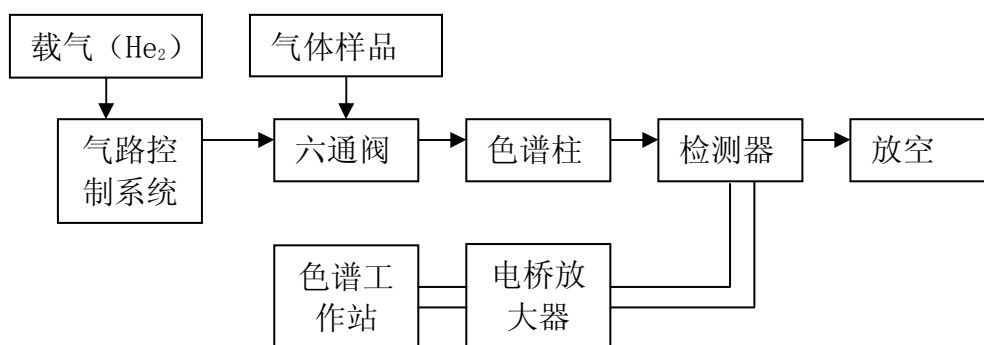


图 3-3 仪器流程原理图

来自高压气瓶的载气首先进入气路控制系统，把载气调节和稳定到所需的流量和压力后，通过六通阀，把进样品带入色谱柱。分离的各个组分依次进入检测器，经检测器放空样品组分及浓度在检测器中被转化为相应的电信号，经放大后送到色谱工作站，记录各个组分的色谱峰，然后进行定性定量分析。



四、仪器结构

HDSC-501 便携式 SF_6 色谱仪是整体式机型。整机结构由三大部分组成：右面部分是气路控制系统，包括六通阀，稳流阀，压力表，电子流量计；中间部分是柱炉，装有检测器及色谱柱；左面是气体进出口和液晶显示屏等。仪器的前面板示意图如图 4-1 所示。

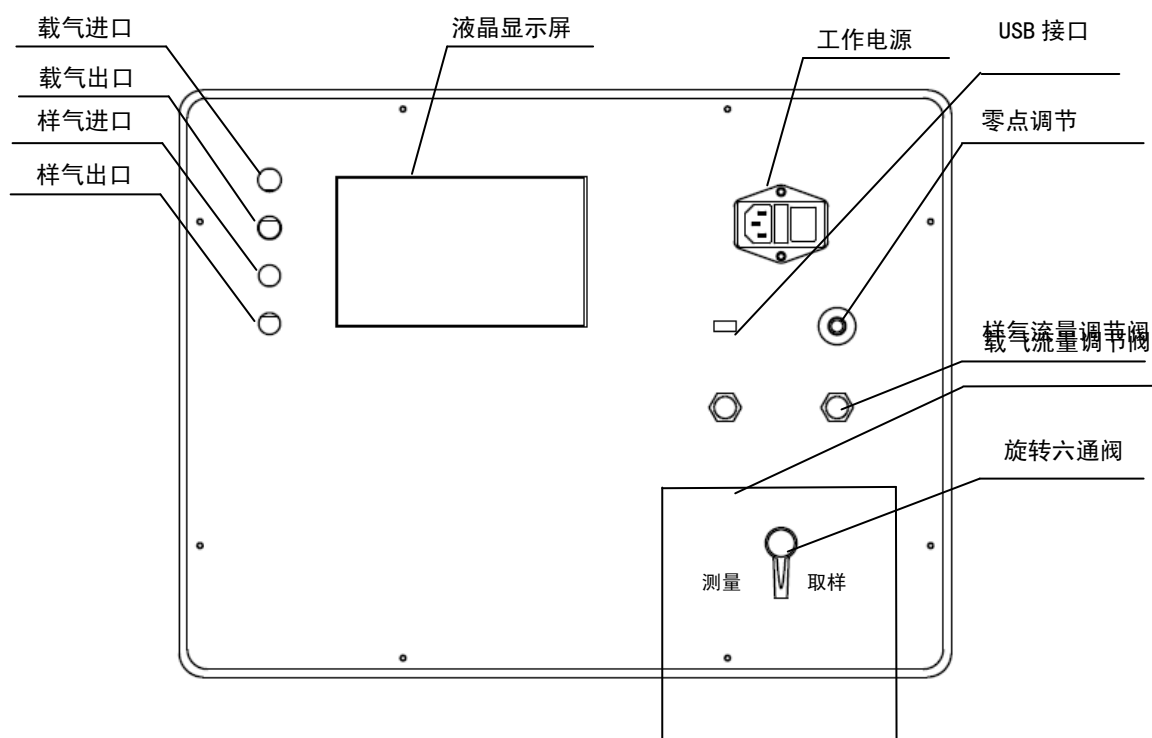


图 4-1 仪器前面板示意图

4.1 色谱柱

色谱柱可以说是气相色谱仪中的心脏，它的质量好坏直接影响仪器的分离度及灵敏度。柱子材质、长短、孔径及内装的固定相的颗粒大小，装柱技术，老化技术等都对色谱柱质量有很大的影响。该仪器选用长度为 2 米，内径为 2 毫米的不锈钢管，内装固定相为 Porapak-Q，可分离空气、 CF_4 、 CO_2 、 SF_6 及其分解产物。



4.2 热导检测器 (TCD)

热导检测器是由热导池和电气线路所组成的。热导池本身又由敏感元件和金属池体所构成，其敏感元件采用原装进口的小型热敏材料，其灵敏度高，体积小，使用寿命长，不怕振动，而且不会因载气中断而被损坏。

热导检测器的工作原理如图 4-2 所示。

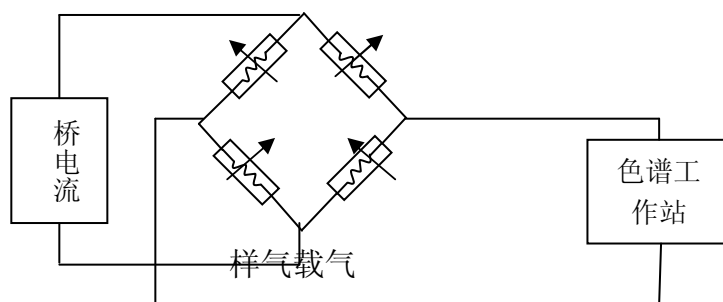


图 4-2 TCD 工作原理图

热导检测器是根据载气中混入其它气态物质时热导率发生变化的原理而制成的。

当热导检测器的参考池与测量池同时通入恒定的工作电流和恒定流量的载气时，敏感元件的发热量和载气所带走的热量也保持恒定，故使敏感元件的温度恒定，其电阻值保持不变，从而使电桥保持平衡，此时无信号输出；当被测样品组分与载气一道进入热导检测器的测量池时，由于混合气体的热导率与纯载气不同，因而带走的热量也不同，使得敏感元件的温度发生改变，其电阻值也随之改变，故使电桥产生不平衡电位，有信号输出，这个信号与被测气体浓度成一定的函数关系，并由色谱工作站记录。

4.3 六通阀

六通阀是色谱仪上安装的一种用于分析气体样品的进样装置，它不但操作简便，而且重复性好。该阀是平面六通阀，它主要由阀室和阀盖两部分组成，阀座上有 6 个孔分别由阀盖上三个弧形槽将相邻两孔连通。平面六通阀结构见图 4-3。图 4-3 中虚线表示取样位置，当阀盖转动 60° 时，弧形槽又将另外相邻两孔连通，此时样气通过取样管，而载气直接由载气入口到载气



出口；图 4-3 中实线表示进样位置，此时载气通过取样管，将其中的样气带入色谱柱，而样气直接由样气入口到样气出口。

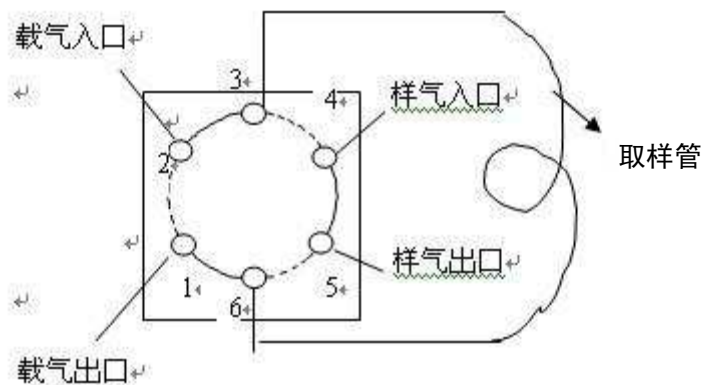


图 4-3 平面六通阀结构图

4.4 电子流量计

电子流量计的作用是利用流量传感器将气体流量转变成与流量成正比的电信号，送入放大器并输入到微机控制系统，通过面板上的液晶屏幕显示气体的准确流量。电子流量计显示直观、精度高、方便操作。

技术指标：

流量范围：0~100ml/min

工作压差范围：0.01mPa

准确度：±1.5%

耐压：3mPa

4.5 稳流阀

稳流阀又称流量控制器。当气体入口与出口压力恒定时，出口流量保持恒定，而不受出口阻力的影响。

技术指标：

最大输入压力：0.35mPa

输出流量：0~250ml/min

稳流精度：±1%

4.6 压力表

压力表主要用于指示气体的压力，在柱温恒定时，此压力表的压力指示为柱前压力。



五、仪器安装调试

5.1 仪器安装

1. 电源要求：交流 $220V \pm 10\%$ 50HZ
2. 安装场所：避免有腐蚀性气体及影响电系统工作的电场和磁场存在，避免阳光直射。
3. 外接气路连接：
 - (1) 被测样气与仪器上样气入口接头的连接管道必须用 $\phi 3$ 不锈钢或聚四氟乙烯（塑料王）气路管，严禁用其它材料管道代替。其它连接管道可用聚乙烯软管。
 - (2) 气源各接头（包括仪器内的气路接头）必须检漏，保证整个气路的气密性。（仪器出厂前所有气路均进行了严格的气密性检查。）
4. 电路连接：将色谱仪输出的信号与工作站输入的信号接头连接，所有信号接头不能松动。

5.2 仪器调试

仪器出厂前，本公司将最佳条件调试好，用户对操作条件一般不需要修改。



六、分析操作

6.1 开机

- 1.将各处接气路管道及色谱工作站的信号线分别与仪器的对应接头连接好。
- 2.打开载气气瓶总阀，将减压阀压力调至 0.3MPa。
- 3.打开仪器电源开关，调节稳流阀至分别所需流量。
- 4.温度设置：TCD50℃、柱炉 40℃，分别由温控 I、温控 II 设置（设置的参数，已调整到最佳工作状态，无须重新设置）。

注意：温控 I、温控 II 的所有参数均不建议更改。否则会影响仪器的正常工作。

- 5.加热：只要打开仪器的电源开关，当前的实际温度同时可以在屏幕显示。
- 6.打开桥流：按下“桥流”开关，指示灯亮，表示桥流被接通。
- 7.待温度恒定后，打开工作站电源，进入工作站系统（操作参考色谱工作站使用说明）。
- 8.观察工作站信号输出基线情况，待基线平稳后调“调零”旋钮，将基线调整到“零”位附近。

6.2 样气分析

- 1.将待测样气用取样管道与仪器面板上的“样气入口”连接。
2. 旋转六通阀至“取样”位置，使样气进入取样管。待被测样气将管道残存气体（主要是空气）冲洗干净后，此时样气已经被采样至采样管。
 - （1）将旋转六通阀旋至“测量”位置，同时单击色谱工作站“开始采样”按钮，样气即被带入 TCD 检测器。
 - （2）观察色谱工作站，被测组分的色谱峰将自动定性，然后参照色谱工作站使用说明进行后续操作。
3. 关机
 - （1）关闭 TCD：按下“桥流”开关，指示灯灭。
 - （2）关闭电源开关。



(3) 关闭载气钢瓶总阀。

(4) 退出工作站，关闭计算机和显示器电源。

6.3 SF₆ 分析

1. 将载气管道与仪器面板的“载气进口”连接。


2. 打开载气瓶，打开开关阀，调节针形阀至转子流量计的流量为 30ml/min 左右。同时观察 SF₆ 显示为“0”PPM（若 SF₆ 显示窗口的值不为“0”，是因为设备作了校正处理，不会影响测量结果）。

3. 将样品取样管道与“样气进口”连接；打开开关阀，待 SF₆ 显示值稳定后关闭开关阀。

注意：每次测量样气之前，先通载气清洗至 SF₆ 为“0”PPM 左右，测完后也要用载气清洗。其他如（H₂S、SO₂、CO）等分解产物气体测量方法同上。

七、色谱工作站使用说明

7.1 色谱工作站软件的启动

双击色谱工作站文件夹里的  WorkStation.exe 图标，打开如图 7-1 所示的窗口。色谱工作站软件系统会自动检测串口设置。

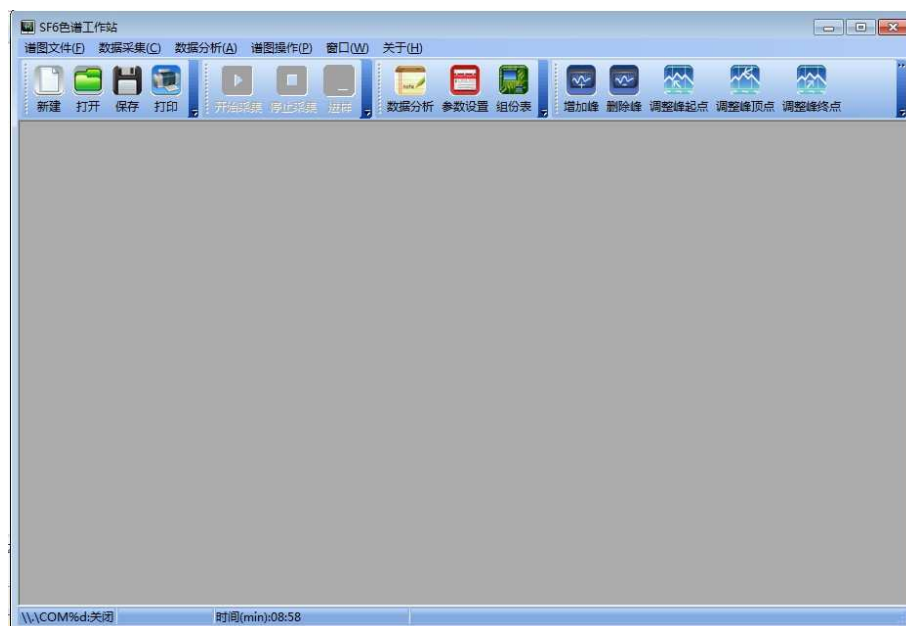


图 7-1 色谱工作站窗口



此时，用户会发现【开始采集】、【停止采集】和【采样】的图标都是灰色的，即不能选中。点击图 7-1 中的【新建】按钮，会出现如图 7-2 的界面，并且【开始采集】的图标变亮。

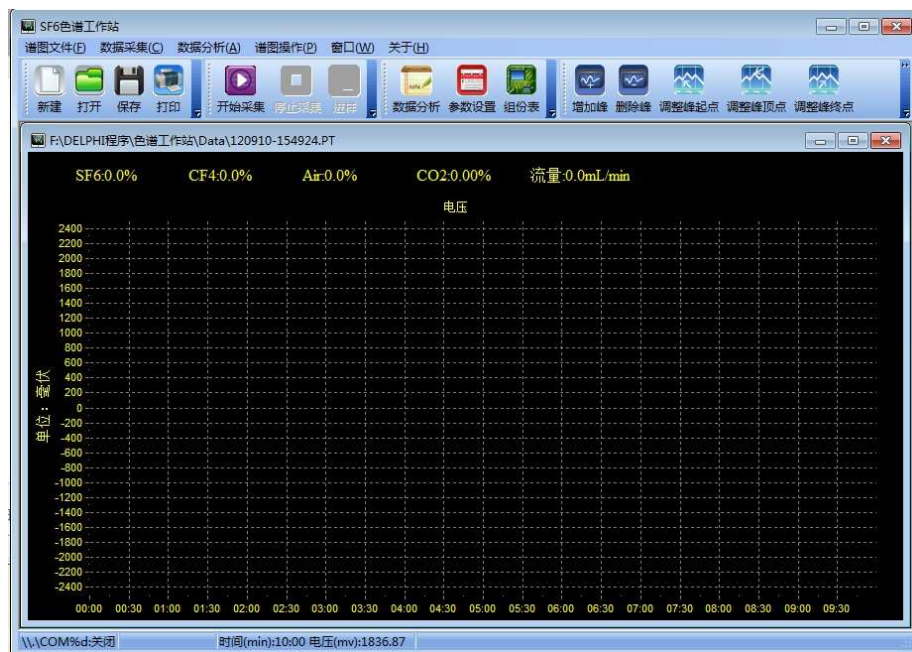


图 7-2 新建色谱图

7.2 选项介绍

7.2.1 谱图文件

如图 7-3 所示，谱图文件选项的下拉菜单中有 7 个选项，分别为【新建】、【打开】、【重新打开】、【保存】、【另存为】、【打印】和【退出】。其中，【新建】、【打开】、【保存】和【打印】与主界面上的【新建】、【打开】、【保存】、【打印】功能是一致的。

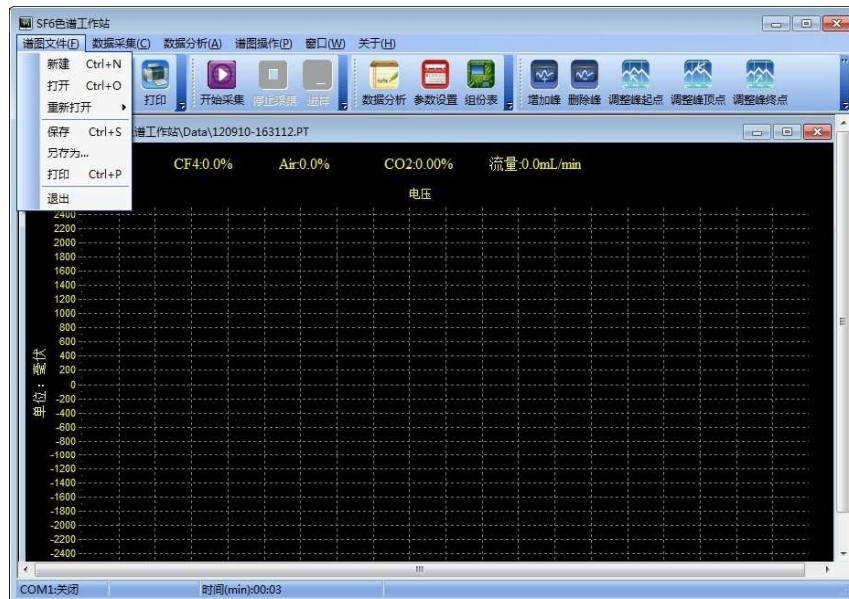


图 7-3 谱图文件

7.2.2 数据采集

如图 7-4 所示，数据采集选项的下拉菜单中有两个选项，分别为【开始采集】和【停止采集】。这与主界面上的【开始采集】和【停止采集】的功能是一致的。

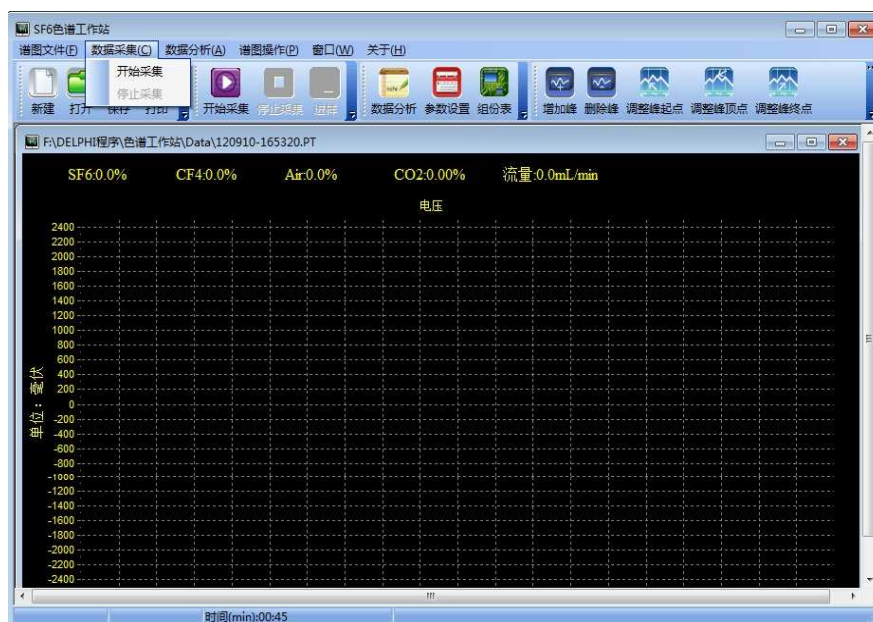


图 7-4 数据采集

7.2.3 数据分析

如图 7-5 所示，数据分析选项的下拉菜单中有三个选项，分别为【数据



分析】、【组分表】和【参数设置】。这与主界面上的【数据分析】、【组分表】和【参数设置】的功能是一致的。

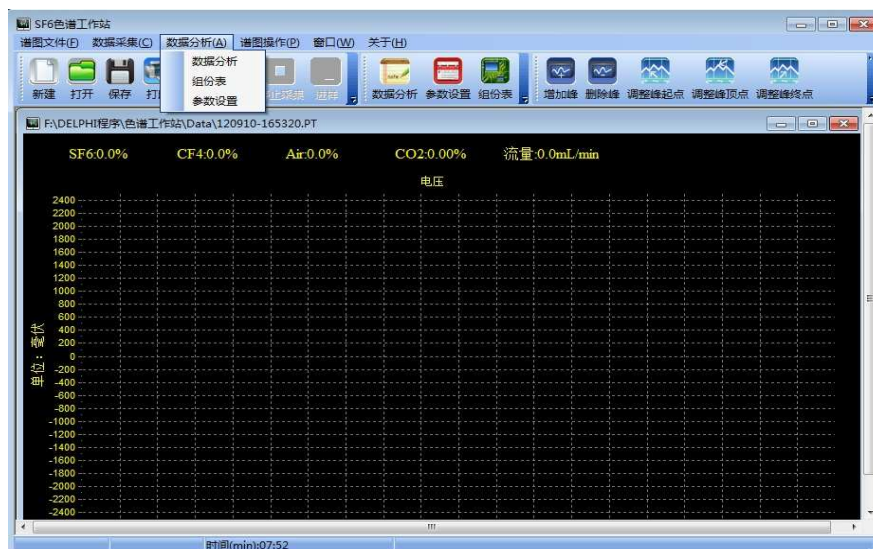


图 7-5 数据分析

7.2.4 谱图操作

如图 7-6 所示，谱图操作选项的下拉菜单中有六个选项，分别为【增加峰】、【删除峰】、【调整峰的起点】、【调整峰的终点】、【调整峰的顶点】和【更新分析结果】。其中，【增加峰】、【删除峰】、【调整峰的起点】、【调整峰的终点】和【调整峰的顶点】与主界面上的【增加峰】、【删除峰】、【调整峰的起点】、【调整峰的终点】、【调整峰的顶点】的功能是一致的。



图 7-6 谱图操作



7.2.5 窗口

如图 7-7 所示，窗口选项的下拉菜单中有三个选项，分别为【水平平铺】、【垂直平铺】和【窗口层叠】。同时，下拉菜单中还会显示当前所打开的色谱图，文件前面的黑色圆点表示当前选中。

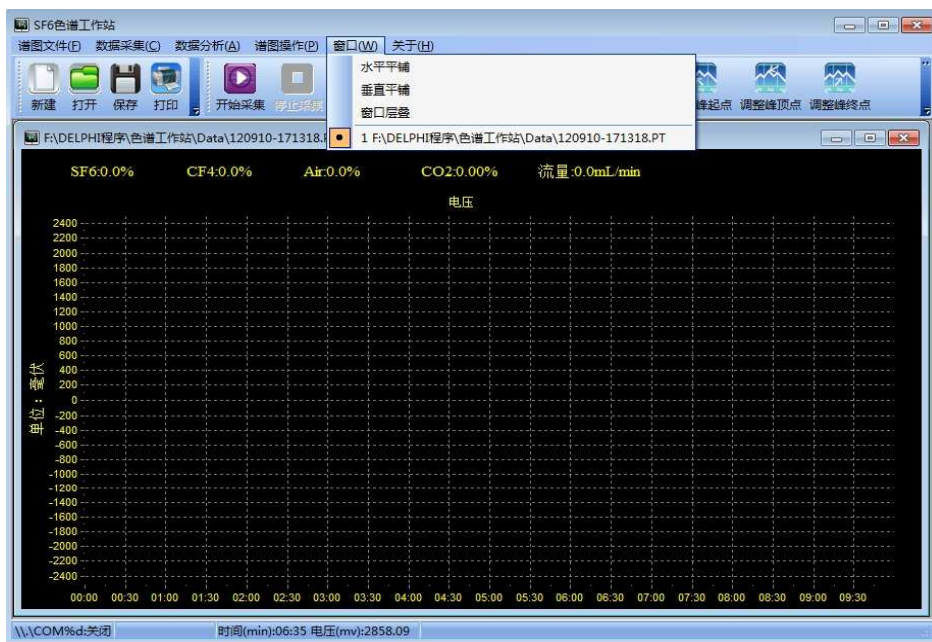


图 7-7 窗口

7.2.6 关于

如图 7-8 所示，窗口选项的下拉菜单中只有一个选项，即【关于】。

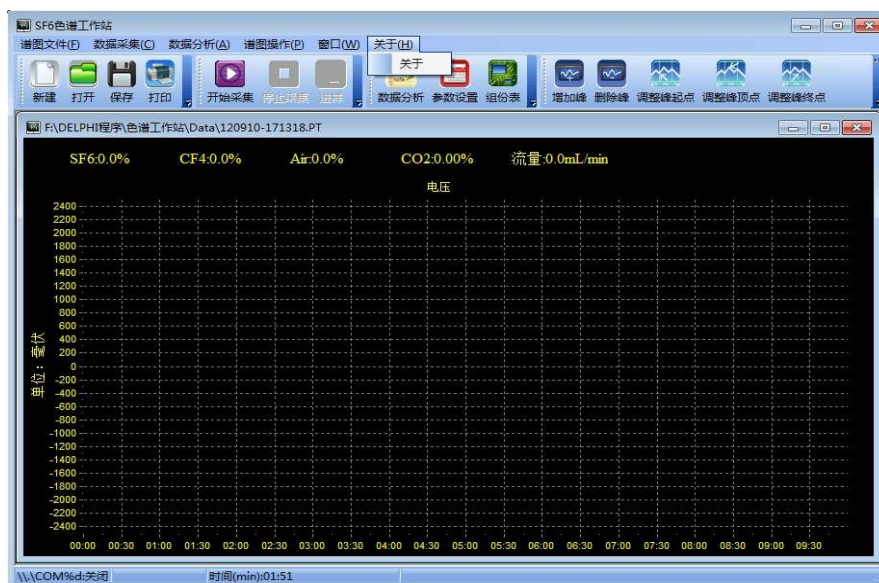


图 7-8 关于



鼠标左击【关于】选项，会出现如图 7-9 所示的界面。点击【关闭】退出。



图 7-9 关于软件

7.3 功能介绍

1. 【新建】可以新建一个色谱图；【打开】可以打开之前保存过的色谱图；【保存】可以保存当前色谱图；【打印】可以自动生成一个在 word 里的可编辑的分析报告，如图 7-10 所示。

| SF6 测试分析报告 | | | |
|------------|----------|-------|-----------|
| 编号: | | | |
| 单位名称 | | | |
| 设备名称 | | | |
| 试验日期 | 2012/9/9 | 报告日期 | 2012/9/11 |
| 试 验 结 果 | | | |
| 气 体 组 份 | | 测 量 值 | |
| SF6(%) | | 22.20 | |
| CF4(%) | | 1.04 | |
| Air(%) | | 1.12 | |
| 露点℃ | | -80.0 | |
| ppmy | | 0.5 | |
| H2S(uL/L) | | 0.0 | |
| SO2(uL/L) | | 0.0 | |
| CO(uL/L) | | 0.0 | |
| 分 析 意 见 | | | |

图 7-10 分析报告



2. 通入样气，点击【开始采集】按钮。此时【开始采集】的按钮变灰，同时【停止采集】和【进样】的按钮变量，如图 7-11 所示。

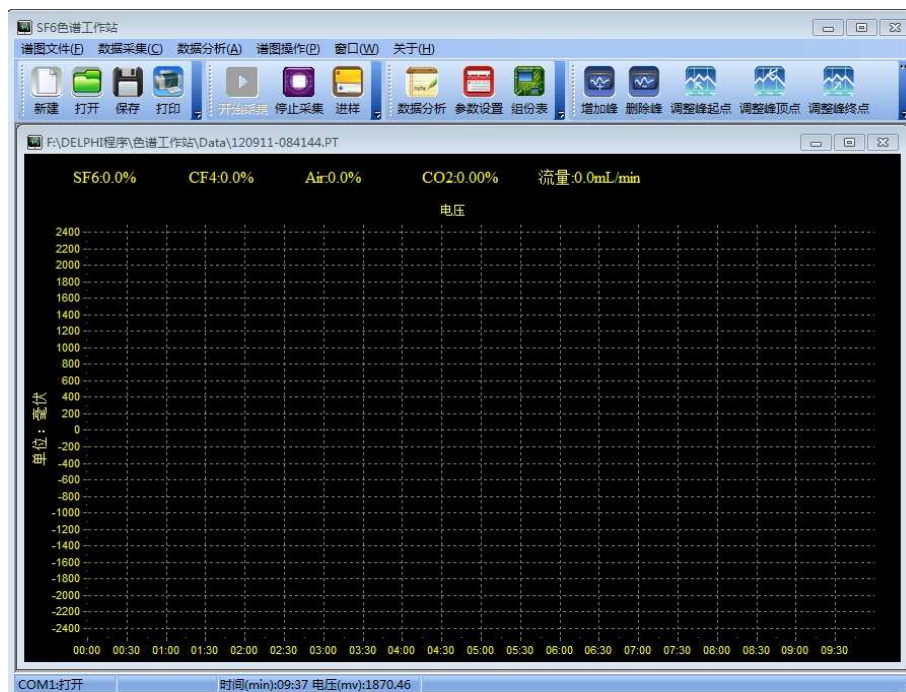


图 7-11 开始采集

待被测样气将管道残存气体冲洗干净后，将旋转六通阀由【取样】位置旋到【测量】位置，同时点击【进样】按钮。观察色谱工作站，被测组分的色谱峰将自动定性。

注意：每次测量样气之前，先通载气清洗至样气为“0”PPM 左右，测完后也要用载气清洗。

色谱图绘制完成后，点击【停止采集】按钮，图谱将呈现如图 7-12 的状态，即峰值均为未知，各组分的显示值也均为 0。

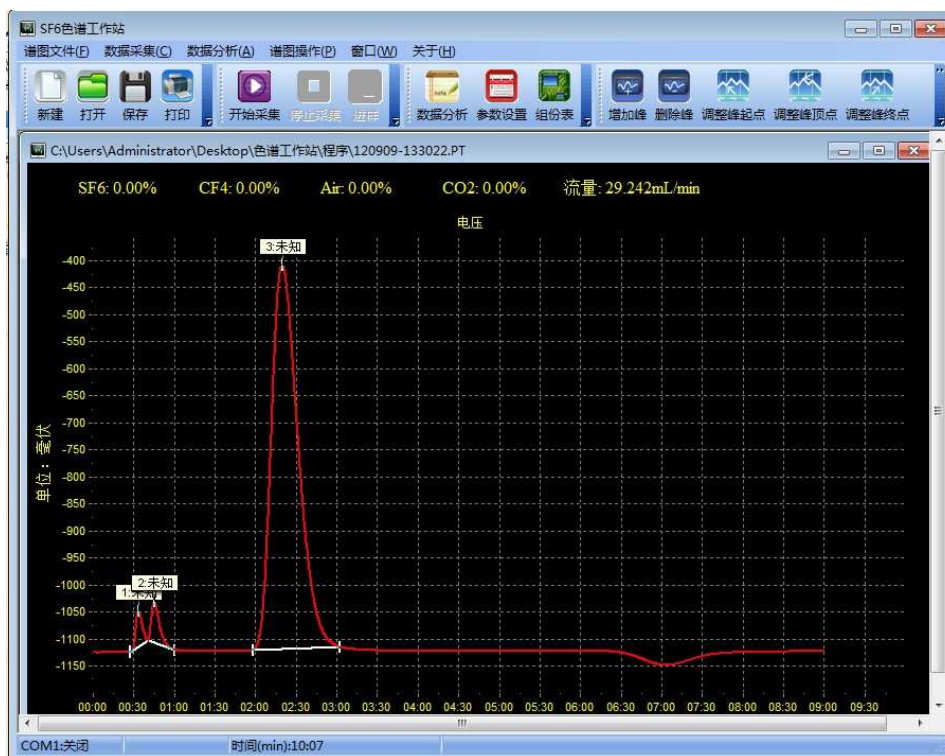


图 7-12 数据分析前的色谱图

3.(1)点击【数据分析】，会跳出提示窗口，如图 7-13 所示。点击【确定】按钮，开始数据分析。

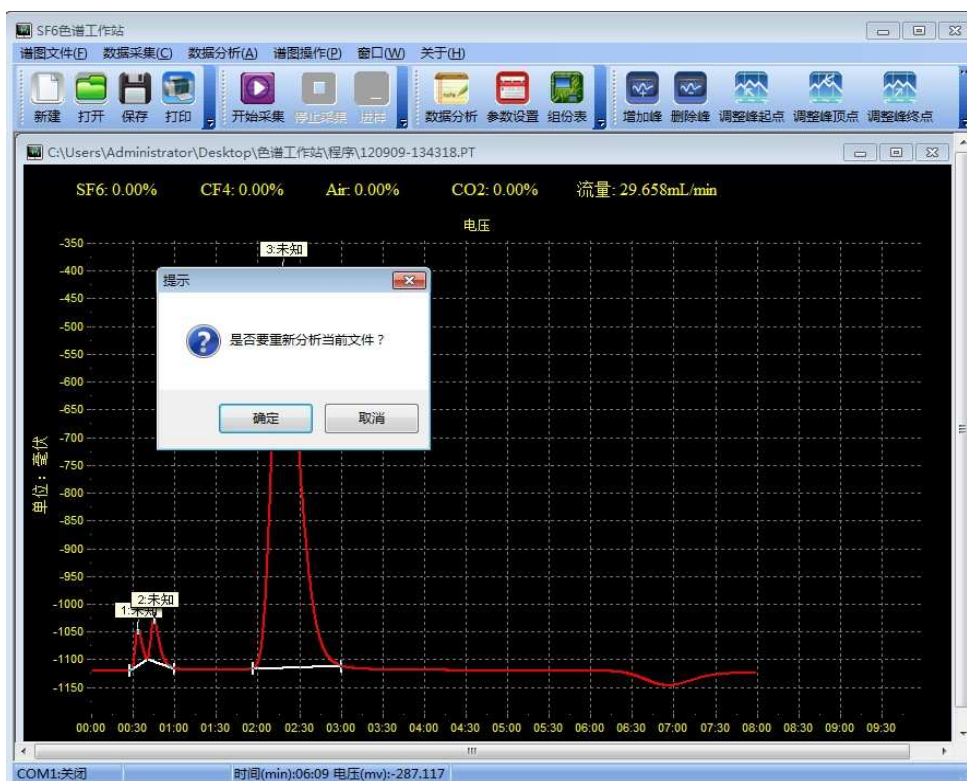


图 7-13 分析数据的提示窗口



数据分析完毕后，会出现如图 7-14 所示的界面。每个峰值所对应的气体被标出，同时各气体的组分也被计算出来。图 7-14 中被标出的气体有空气、CF₄和 SF₆。

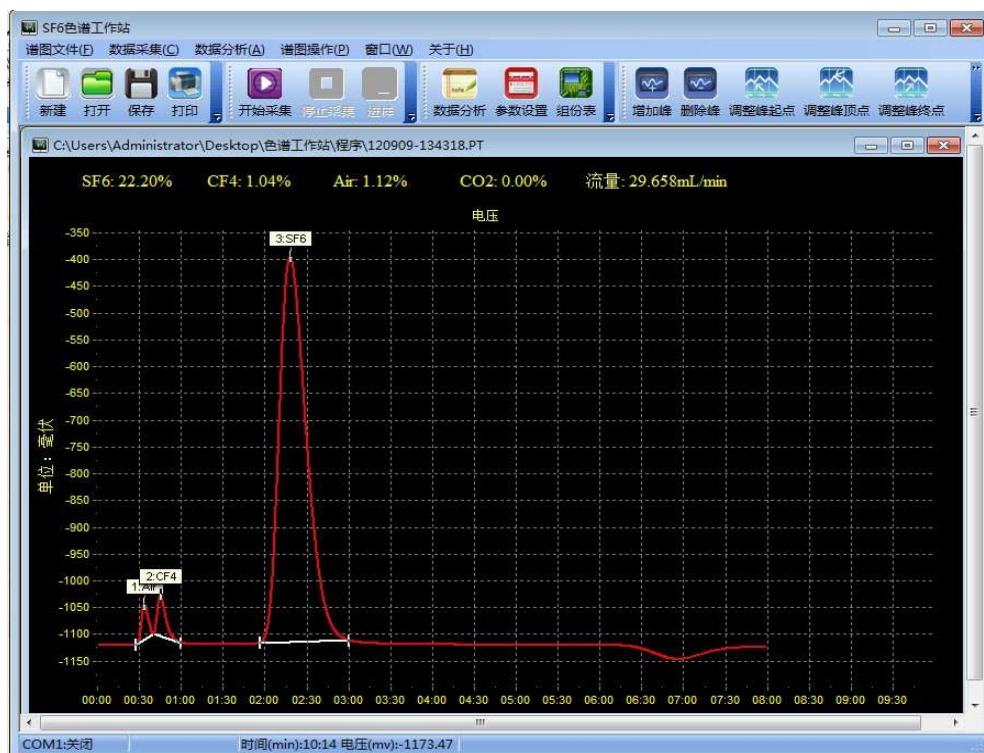


图 7-14 数据分析后的色谱图

各气体组分的浓度计算的原理是：每种气体的保留时间是固定的，根据样气色谱的峰面积与标气中各气体的峰面积的比例来计算各气体的浓度百分比。

(2)点击【参数设置】，会出现如图 7-15 的界面，即会弹出参数选项的设置窗口。用户可以根据自己的需求对参数进行设置。

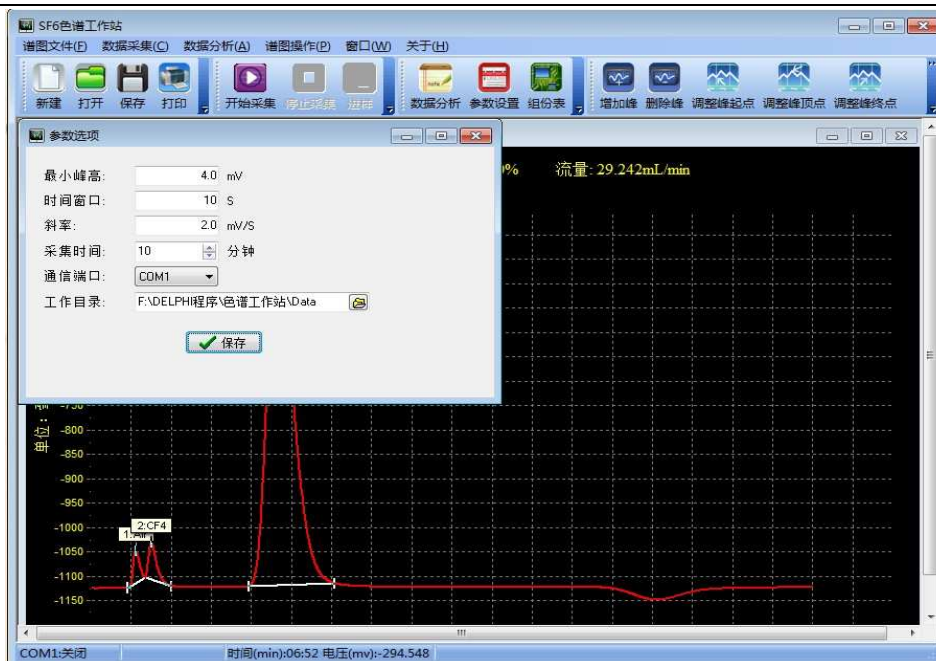




图 7-15 参数设置

在【参数选项】的窗口里可以进行【最小峰高】、【时间窗口】、【斜率】、【采集时间】、【通信端口】的设置，同时点击【工作目录】后面的  按钮，可以改变色谱图保存的路径。设置完毕后点击【保存】按钮  即可。

(3)点击【组分表】，会出现如图 7-16 所示的界面，即样气的组分表。

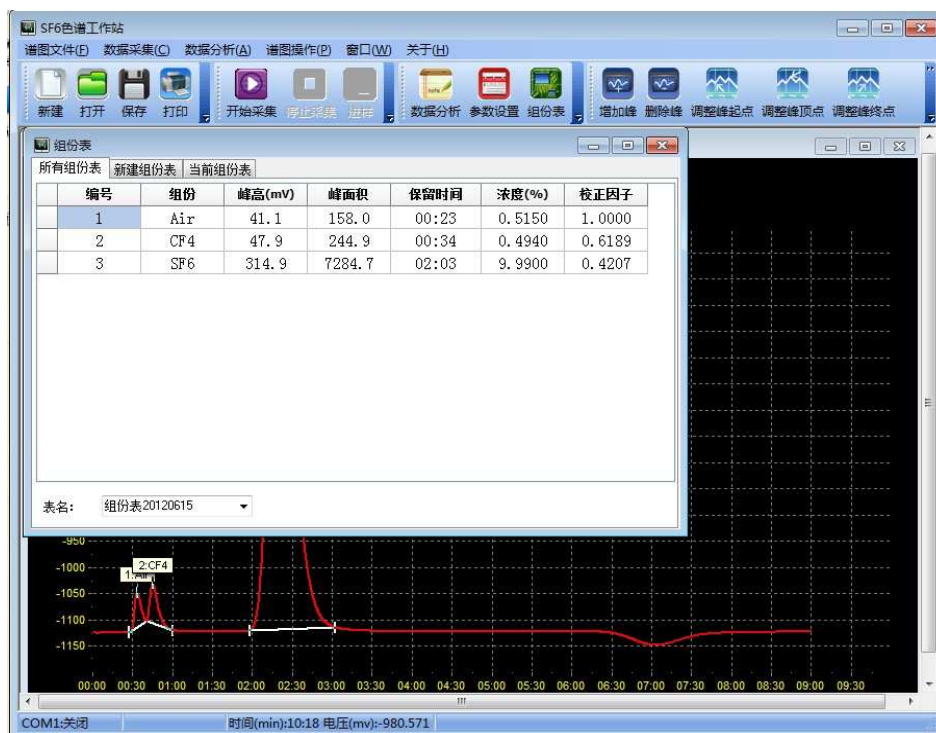


图 7-16 组分表



4. (1)点击【调整峰起点】的按钮，会弹出如图 7-17 中的提示窗口，提示用户直接在谱图上移动峰起点位置，然后更新分析结果，点击【确定】。那么用户直接在谱图上移动峰起点位置，然后更新分析结果即可。

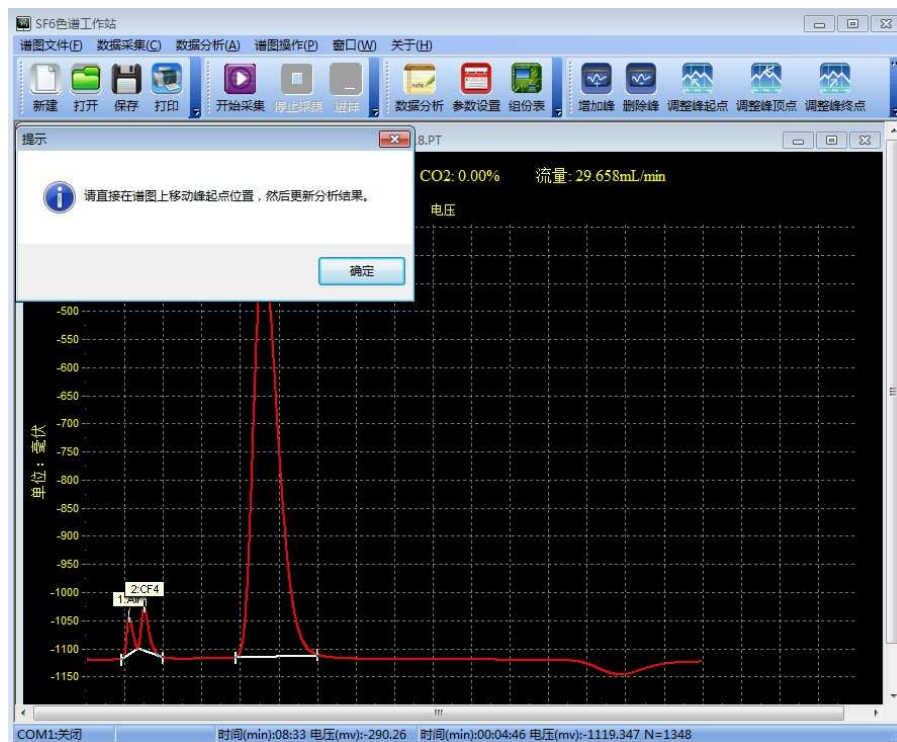


图 7-17 调整峰起点

另外，“调整峰定点”和“调整峰终点”与“调整峰顶点”操作一样，调整完毕更新分析结果即可。

(2) 增加峰：点击【增加峰】按钮，在色谱工作站窗口的最下端会提示“请设置峰起点”，如图 7-18 所示。



图 7-18 设置峰起点

峰起点设置好之后，色谱工作站窗口的最下端会依次提示“请设置峰顶点”和“请设置峰终点”。按照提示设置好后，会出现一个新的峰。

(3)删除峰：首先选中一个峰，点击【删除峰】按钮，会弹出一个提示框，如



图 7-19 所示。点击【确定】，则选中的峰被删除。

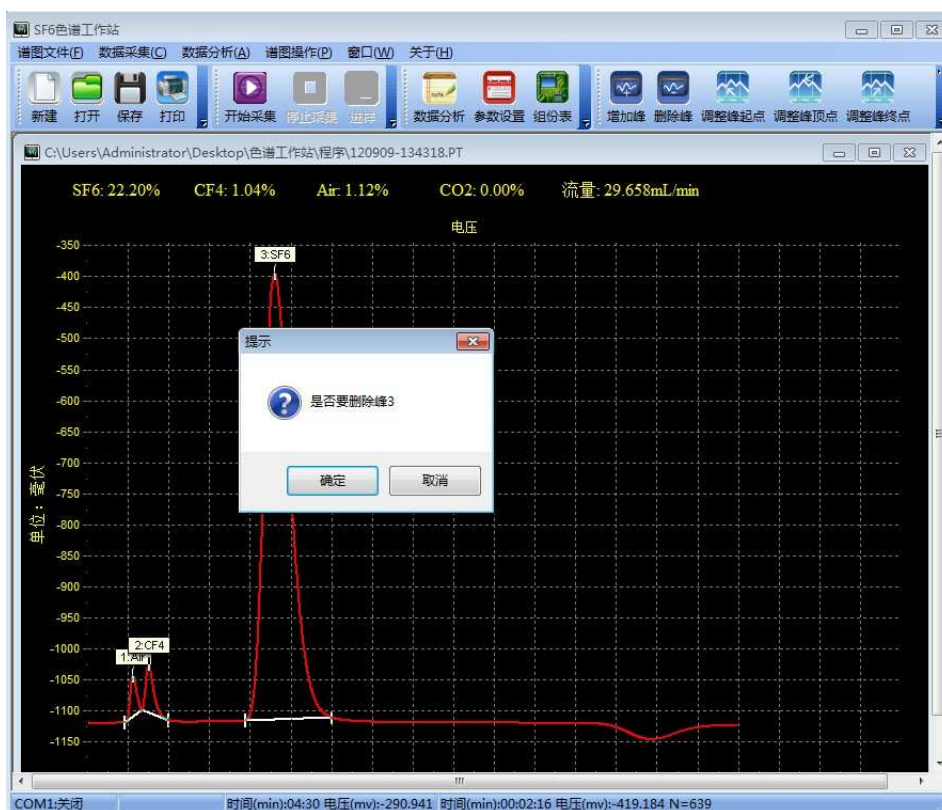


图 7-19 删除峰

八、TCD 使用注意事项

1. 确保热丝不被烧断！在检测器通电之前，一定要确保载气已经通过了检测器，否则，热丝可能被烧断，致使检测器报废！同时，关机时一定要先关检测器电源，然后关载气。任何时候进行有可能切断通过 TCD 载气流量的操作，都要关闭检测器电源。这是 TCD 操作必须遵循的规则！
2. 确保载气净化系统正常：载气中若含氧，将使热丝长期受到氧化，有损其寿命，故通常载气和尾吹气应加净化装置，以除去氧气。而且不要使用聚四氟乙烯作载气输送管，因为它会渗透氧气。载气净化系统使用到一定时间，即因吸附饱和而失效，应立即更换之，以确保正常净化。如未及时更换，此净化系统就成了温度诱导漂移的根源。当室温下降时净化器不再饱和，它又开始吸附杂质，于是基线向下漂移。当室温升高，净化器处于气固平衡状态，向气相中解吸杂质增多，于是基线向上漂移。



3. 载气种类对 TCD 的灵敏度影响较大。原则上讲，载气与被测物的传热系数之差越大越好，故氢气或氦气作载气时比氮气作载气时的灵敏度高。当然，要测定氢气时就必须用氮气作载气。