

大型仪器功能开发(063~071)

便携式气相色谱仪共用开发平台中多功能一体化控制器模块的研制

陈 莲, 肖 滢, 刘崇丽

(中国政法大学 科学技术教学部, 北京 102249)

摘要: 基于整体便携式气相色谱仪共用开发平台的设计理念, 研制出了多功能一体化控制器模块。模块包括控制器、功率驱动组件和信号采集组件, 直接嵌入到便携式气相色谱仪中。经试验考核, 色谱柱温度波动不高于 $\pm 0.1\text{ }^{\circ}\text{C}$, $60\text{ }^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 速率升温波动的 RSD 低于 0.15%, 进样口和检测器温度波动不高于 $\pm 0.1\text{ }^{\circ}\text{C}$, 柱压不高于 $\pm 0.16\text{ KPa}$ 。以浓度为 $1\text{ mg}/\text{m}^3$ 的苯标准样品连续 6 次自动抽取 1 mL 样品进样分析, 定性和定量重复性偏差 RSD 分别为 0.1% 和 4.6% (峰高), 温湿度试验为 $0\sim 40\text{ }^{\circ}\text{C}$ 和 95%, 振动试验(无运输包装)位移为 25.4 mm、加速度为 1.5 g, 以频率 $5\sim 200\sim 5\text{ Hz}$ 正弦波振动与 XYZ 轴向振动, 试验结果正常。模块应用到 3 种新型仪器中效果理想, 满足现场及野外应用要求, 具有通用、坚固、体积小和功耗低等特点。

关键词: 便携; 色谱; 可编程控制器; 模块化; 一体化

中图分类号: O657.32

文献标志码: B

文章编号: 1006-3757(2017)02-0063-09

DOI: 10.16495/j.1006-3757.2017.02.001

Design and Implementation of a Multifunctional Integrated Controller Module in Shared Development Platform of Portable Gas Chromatograph

CHEN Lian, XIAO Ying, LIU Chong-li

(*Department of Science and Technology Teaching, China University of Political Science and Law, Beijing 102249, China*)

Abstract: Based on the design concept of a shared development platform, we developed a multi-functional all-in-one controller module, consisting of a programmable logical controller (PLC), a driver module, and a signal acquisition system. Our module can be integrated directly into portable gas chromatographs (GC). Through evaluation, it was confirmed that the chromatography temperature fluctuation was $\leq \pm 0.1\text{ }^{\circ}\text{C}$. The fluctuation RSD of $60\text{ }^{\circ}\text{C}/\text{min}$ warming-up was $< 0.15\%$. The temperature fluctuation in the sampler inlet and detector was $\leq \pm 0.1\text{ }^{\circ}\text{C}$ and the RSD of qualitative and quantitative repeated deviation were 0.1% and 4.6% (peak height) respectively. The temperature and humidity range in which the device works were $0\sim 40\text{ }^{\circ}\text{C}$ and 95% respectively. The module successfully passed the tests of sine wave and XYZ direction vibration of 25.4 mm displacement, 1.5 g acceleration and $5\sim 200\sim 5\text{ Hz}$ frequency. The application of the module to 3 new types of analytical instruments achieved desirable results. The module meets the demand of on-site and field application and features versatility, sturdiness, small volume and low power consumption.

Key words: portable; GC; PLC; modularity; all-in-one

近年来, 国外用于现场快速分析与检测的便携式色谱仪发展速度很快, 涌现出了大量商品化的产品, 如便携式 GC、IMS、GC/MS 和 FT-IR 等^[1~11]。动

用了几乎现代所有的测试技术和手段, 从实验室迅速转移到现场, 并且最成熟、应用最多的是便携式气相色谱仪。

收稿日期: 2017-04-16; 修订日期: 2017-05-22.

基金项目: 教育部人文社会科学研究青年基金项目资助(批准号: 12YJC880123)

作者简介: 陈莲(1962-), 女, 硕士, 研究方向: 计算机技术、分析仪器, Tel: 13911670866, E-mail: cupl_cl@126.com.

国内亟待出现性能优异、价格便宜、附属设备少且适合我国国情的便携式现场快速检测仪,目前已有一些产品推出^[12],但与国外产品整体上还有一定的差距。其中,仪器控制系统的性能也是重要因素。因此,高性能的便携式气相色谱仪控制系统的研发具有重要意义和广阔的应用前景。

整体便携式气相色谱仪的研发是基于平台化和模块化设计理念进行的,其基本思路是将已研发出的多种便携式气相色谱仪的功能模块、控制模块、数据处理软件模块和辅助部件等构建起一个共用的开发平台。通过模块组合和重组的集成手段,探索便携式色谱仪的多样化、多品种、系列化快速研发的新思路与新方法^[13]。

本文重点研究了共用开发平台中多功能一体化控制模块的构建,通过对控制器、功率驱动组件和检测器信号采集组件的一体化集成设计,研制出一个适应现场和野外恶劣环境的“通用”、“兼容”和“标准”的多功能核心模块。该模块可快速嵌入到新系统中以拓展出新的仪器和新的产品。目前该设计思路与方法,国内外未见相关公开报道。

1 试验部分

1.1 仪器与试剂

MGC-5803 便携式气相色谱仪(太极计算机公司),嵌入了多功能一体化控制模块;WGD705 高低温交变试验箱;ES-50 振动台(电子集团第十五研究所)。

标准样品:苯;样品浓度:1 mg/m³(北京海普气体公司)。

1.2 色谱条件

色谱柱:DB-1, 10 m×0.53 mm×0.5 μm;柱温:55 ℃;柱前压:0.03 MPa;检测器:PID。

1.3 试验方法

1.3.1 温度测试和柱前压测试

将多功能一体化控制器模块与便携式色谱仪器的进样口、色谱柱和检测器的测温热电阻以及加热组件连接构成温度闭环调节控制回路,压力检测传感器与比例阀连接构成压力闭环调节控制回路。在共用开发平台上设置各温度和压力目标数值,并启动加温和压力控制,观测实际温度变化和波动。当温度到达目标温度后,每5 s自动测定一次当前记录值,通过连续5次的自动记录判定出最大温度波动数值。柱前压测试的压力为10~60 KPa,设定值以每10 KPa递增,方法同温度测试。

对于色谱柱模块程序升温控制采用两种方法:一种方法是设置3个程序升温段,升温速率为30 ℃/min,保持时间2 min,待温度稳定后每5 s自动测定一次当前值,通过连续5次的记录判定出最大波动温度数值;另一种方法是将色谱柱模块初始温度设置为40 ℃,终止温度设置为160 ℃,升温速率为60 ℃/min,每20 s自动提取当前温度值来考察控制器模块的追踪特性。

1.3.2 环境适应性测试

将嵌入了多功能一体化控制模块的MGC-5803便携式色谱仪放入高低温交变试验箱中做环境温度试验。低温储存与工作:设置高低温交变试验箱温度为-20 ℃,保持24 h,然后设置温度为0 ℃,平衡2 h,加电工作1 h。高温储存与工作:设置温度为50 ℃,保持48 h,将温度设置为40 ℃,平衡2 h,加电工作1 h。湿热储存与工作:设置温度为30 ℃、湿度为95%,保持24 h后在常温下工作1 h。

将便携式色谱仪(无运输外包装箱)固定在振动台上做振动试验,振动频率范围:(1) 5~5.5 Hz位移为25.4 mm;(2) 5.5~200 Hz加速度为1.5 g。扫描方式:(1) 正弦波5~200~5 Hz为1个循环(12 min);(2) XYZ每个轴向2个循环(24 min)。

1.3.3 样品测试

通过实际标准样品,连续6次自动抽取1 mL(定量环)样品进样分析,考核进样定性和定量的重复性指标。

2 结果与讨论

2.1 平台控制系统模块的总体设计

共用开发平台设计包含以下几个组成部分:(1) 色谱仪部件:微小型进样口、色谱柱、检测器、吸附浓缩/热解吸、压力流量、六通阀、电磁阀、真空泵和降温风扇等功能模块与组件。(2) 仪器控制系统:即多功能一体化控制模块,包括控制器、驱动组件和数据采集组件,实现底层的直接控制与数据采集功能。(3) 集中管理和数据处理系统:分为上下二层,下层为嵌入式触摸屏电脑,用于特殊环境使用;上层为笔记本电脑,用于综合管理和数据应用分析。(4) 辅助部件:气瓶和电池等组件。

便携式色谱仪结构如图1所示。本设计方法是将仪器的控制组件、功率驱动组件和检测器信号采集组件进行一体化结构设计,形成一个“通用”、“兼容”和“标准”的多功能一体化控制模块,如图1虚

线部分所示. 将多功能一体化控制模块、色谱功能模块、辅助部件、嵌入式计算机和数据处理软件系统构建起一个便携式色谱仪的开发平台,以此进行仪器的设计与研发. 多功能一体化控制模块有两种方

式嵌入到目标机中,一种是直接嵌入,模块从平台上卸下直接嵌入到目标便携式色谱仪中;另一种是将模块中的程序上载提取,然后下载写入到另外一个新模块中,嵌入目标机.

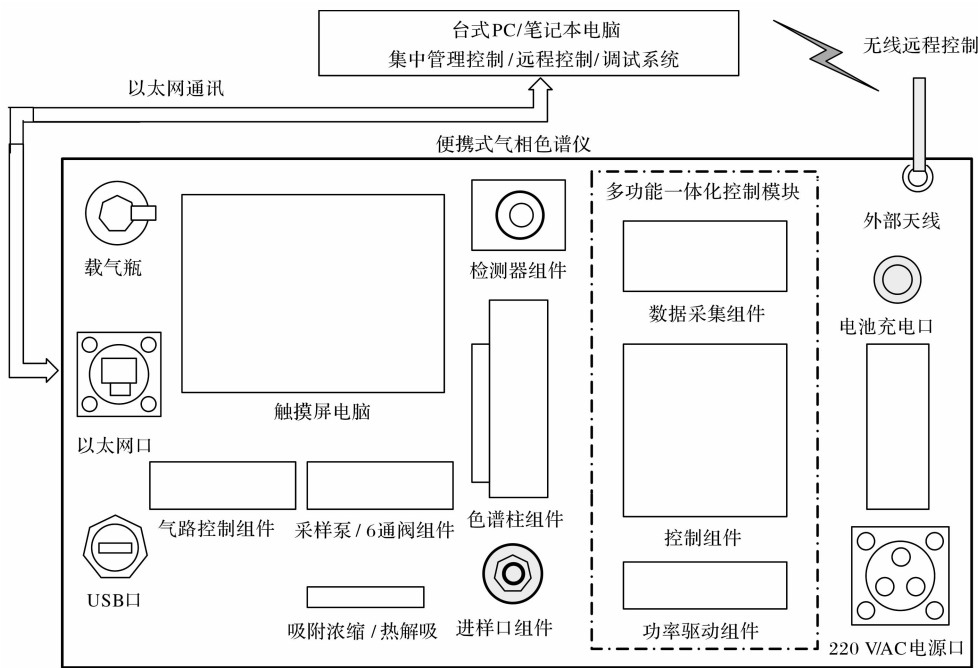


图 1 便携式色谱仪结构示意图
Fig.1 Schematic diagram of portable GC

通过模块组合和重组的集成手段,探索便携式色谱仪的多样化、多品种和系列化的快速研发新思路与新方法. 模块可快速嵌入到新的系统中,拓展出新的仪器和新的产品,如图 2 所示.

2.2 多功能一体化控制模块的设计

便携式气相色谱仪的研发需要考虑及解决的问题很多,如:(1) 携带性. 要求体积小、重量轻;(2) 低物耗. 载气、试剂和耗电等;(3) 快速分析. 快速检测结果,为分钟级的检测;(4) 智能化. 全自动过程;(5) 操作特性. 易于掌握;(6) 连续工作. 4 ~ 8 h;(7) 野外环境. 适应恶劣环境,可抗振动、挤压、磕碰、电磁、粉尘、潮湿和高低温等.

控制系统模块中最为关键的问题是适应野外恶劣环境,同时还应具有通用、紧凑、坚固、小体积、电池供电、低功耗和稳定可靠等性能.

仪器分为闭环控制和数字开关量控制两种方式. 前者一般需要进行精密调节控制,将传感器检测元件、控制部件和执行机构组件一起构成 PID 控制算法的闭环回路,依据给定值与检测反馈值的偏差进行精确调节控制,如进样、色谱柱、检测器组件

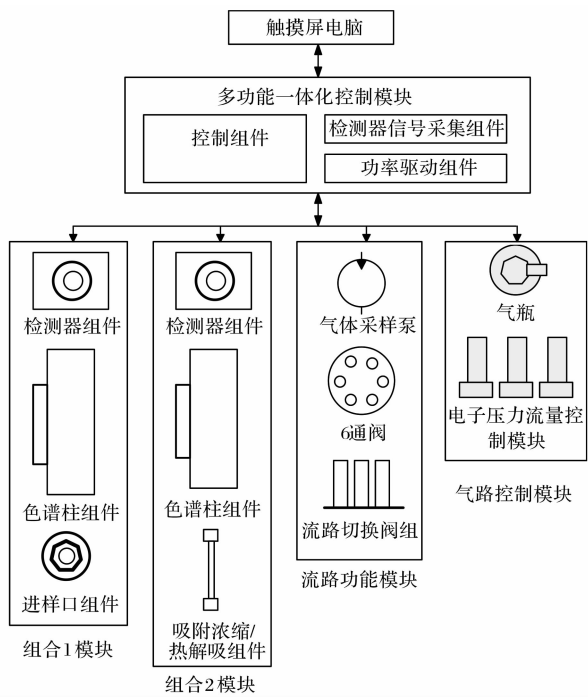


图 2 模块组合构成新的仪器示意图
Fig.2 Schematic diagram of new instrument composed of modules

的温度控制,柱流量、载气、辅助气分流等压力流量控制。数字开关量控制包括数字开关量输入(DI)/数字开关量输出(DO),通常是流程与状态有关的变换控制,执行机构接受控制部件发出控制信号进行各种状态的改变,如六通阀、电磁阀、真空泵和降温风扇的切换、位移、打开和关闭等动作的控制。

多功能一体化控制模块设计的核心是控制器。考虑到共用开发平台的通用性,系统的资源应尽可能地丰富和最大化。控制器模块的通用性也存在一定的问题,如“过度”配置的问题,换句话说就是以“最大化”资源为代价换取“通用”。但对于小批量、多品种的研发,并且需要快速推出新产品来讲是有益的,可减少再次重复设计的资源耗费。“通用”、“兼容”和“标准”能够提高效率,降低研发、生产和维护成本。最大优势是温度和压力流量控制算法已事先固化在控制器中,可简化编程,安装调试便捷,大大提高了研发生产周期。

2.2.1 设计原则

总体设计原则是一体化嵌入式多功能控制模块,核心组件微小型化和标准化,实现通用与兼容。

首先,设计定型的控制器模块应是工业级的控制器,这里强调“工业级”是按照工业级标准的规范设计,完全能符合现场和野外环境要求。其次,应是一种功能和容量“最大化”的通用型控制器,目的是为了满足不同便携式气相色谱仪所需的硬件和软件资源。在开发平台中“开发机”已集成了常用的温度、压力流量和流程控制的程序模块,使用时只需要与仪器功能模块(包含硬件和软件模块)组合就可开发出新的产品。

2.2.2 可编程控制器

可编程控制器(PLC)包括闭环控制和状态控制。仪器整体的控制要求为闭环精密调节控制。依据仪器基本功能组件与配置,需要精密控制的有温度与压力流量两大部分。温度控制为进样口、色谱柱、检测器、吸附浓缩/热解吸和六通阀5个控制回路。压力流量控制为柱流量、分流流量、氢气、空气和尾吹流量(FID检测器)5个控制回路。温度与压力流量控制的10个回路基本能满足应用要求,当然,实际研发中可做相应的调整。状态控制是指DI/DO控制,当前与前次状态的变换控制,包括六通阀(电动或气动)、3个电磁阀、真空泵和2个降温风扇(柱箱和热解吸),计算7~8控制点。

具体设计中,温度调节控制回路由温度传感器

Pt100、控制器、直流固态继电器和加热组件组成。温度传感器 Pt100 使用控制器模拟量输入(AI)端口,控制采用 PID 算法,调节输出由控制器 DO 端口输出 PWM 波控制直流固态继电器实现反馈闭环温度控制,温度控制要求精度要低于或等于 $\pm 0.2\text{ }^{\circ}\text{C}$ 。压力流量调节控制回路由压力流量传感器、控制器、电流驱动电路和比例电磁阀组成。压力流量传感器使用控制器 AI 端口,控制采用 PID 算法,由控制器模拟量输出(AO)端口输出 0~5 V 电压信号,控制电流驱动电路,调节比例电磁阀的开度,实现反馈闭环压力流量控制,压力控制精度要求要低于或等于 $\pm 2\text{ KPa}$,压力与流量控制通过数学换算获得。

固化基本算法是将温度、压力流量的线性化及 PID 控制等算法设计成标准指令块,直接使用,开发更为简单。控制器应具有标准的以太网口和 RS-485 等通讯接口,方便使用与扩充。

根据上述分析,控制器的 AI 端口为 10 个点,用于温度、压力流量传感器的输入;AO 端口为 5 个点,用于压力流量控制;DO 端口 16 个点,其中 5 个是温度控制,状态控制为 8 点,备用 3 个点。DI 端口为 6 个点用于仪器状态检测、安全保护与仪器外部的同步触发。

控制器的设计有许多复杂的技术问题,从性能、体积和价格等因素看,目前国内商品化产品不多,有些进口产品基本满足要求,但功能上缺乏灵活性,且体积偏大价格较高。

据此,控制器的设计确定在 PLC 产品上进行定制研发^[14-17]。PLC 是国际工业标准的工业自动控制装置,技术与工艺成熟,具有较高的可靠性和稳定性。现代的 PLC 已具有逻辑判断、定时、计数、记忆和算术运算、数据处理和闭环调节控制等功能,PLC 最大的优势是工业级产品能满足现场和野外工作环境要求。

设计中仪器的控制器基于 PLC 定制研发,采用 PHILIPS 公司(NXP)的工业级 32 bit 微处理器(LPC2378FBD144)芯片,配置 10 路 AI 和 5 路 AO、6 路 DI 和 16 路 DO。配备了以太网、RS-485、 I^2C 和 SPI 多种接口。

各输入输出端口、通讯接口和电源等采用全隔离设计,固化了温度、压力流量传感器的线性化及 PID 控制等算法,可在 9~30 V/DC 宽范围的工作电压下工作。

仪器的控制程序是写在 PLC 控制器中的,通过

以太网接口与中间层的触摸屏电脑或上层笔记本电脑相连,实现集中控制与管理. PLC 编程语言采用功能块语言编写程序. PLC 控制器还具有 3 个 I²C 和 1 个 SPI 总线接口,可用于扩展霍尼韦尔 ASDX 系列硅压力传感器和霍尼韦尔 HAF 系列数字气体流量传感器.

2.2.3 检测器信号采集组件

设计中沿用上述已开发的实验室气相色谱仪信号采集组件,信号动态范围 10⁶. A/D 转换芯片采用美国 ADI(AnalogDevicesInc) 公司的 AD7710AR,它是一种采用 Sigma-Delta 转换技术的 24 位无失码、非线性度为±0.001 5% 的高精度芯片. 前级采用 ADI(AnalogDevicesInc) 公司 AD8221 芯片,是一款增益可编程高性能仪器放大器. 其突出优点是其优异的共模抑制能力,输入具有差分式、低电压失调、低漂移和高增益精度等特点. 采集组件的微处理器采用 AT89C2051(ATMEL 公司) 芯片,完成数据处理与计算,实现校准、启动、停止和传输等功能,并与 PLC 控制器的 RS485 接口连接,完成多路系统并联实时传输.

2.2.4 驱动组件

沿用上述已开发出的驱动组件,驱动组件由直流固态继电器、电流驱动电路和常规继电器 3 个部分组成.

直流固态继电器采用 IRF540N 器件与光耦 P521 组成的带隔离的直流 24 V/30 A 大电流驱动电路,并与 PLC 控制器和温度检测元件(Pt100) 热电阻和加热元件一起构成闭环的温度控制回路,通过 PLC 控制器输出的 PWM 波经直流固态继电器实现高精度的温度控制.

电流驱动电路由 LM358 和 TIP120 器件构成, PLC 控制器输出的 0 ~ 5 V/DC 控制信号经电流驱动电路实现 VSO 比例电磁阀(美国 Parker 公司) 的调节控制,与 Honeywell 高精度硅压阻压力传感器 HSC 和 AWM 流量传感器及 PLC 控制器组成闭环调节控制回路,实现压力流量的精确控制.

常规继电器,定制的直流 24 V/3 A 微型接点继电器组,用于六通阀、电磁阀、真空泵和降温风扇等组件的控制驱动.

2.2.5 一体化控制模块设计

将 PLC 控制器、功率驱动组件和检测器信号采集组件一体化设计,结构分为上下两层. 控制器位于上层,功率驱动组件和采集组件为下层,整体用铝

合金壳体封装,模块紧凑、坚固,抗冲击和挤压. 一体化模块与外部上位计算机之间通过以太网接口互联通讯. 一体化模块内部,检测器信号采集组件与 PLC 控制器经 RS485 接口互联,控制器定时读取采集数据,并与温度、压力流量检测信号、仪器状态等信息统一上传发送到上位计算机. 多功能一体化控制模块示意图如图 2 所示.

2.2.6 开放式架构与集成环境

支持多方产品配置,允许不同厂家模块与附加产品实现第三方的控制模块配置到系统之中,如图 3 所示.

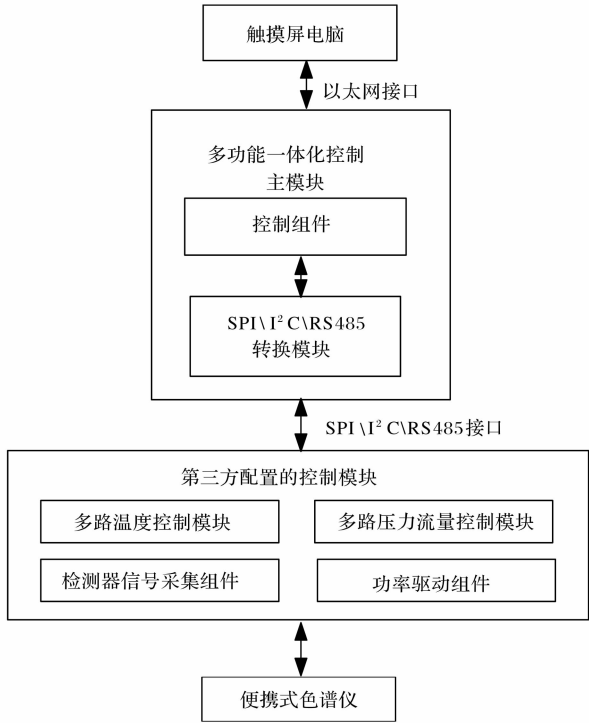


图 3 开放式架构与集成环境示意图
Fig.3 Schematic diagram of open architecture and integrated environment

2.3 仪器控制系统性能评估

2.3.1 温度控制测试

柱箱恒温控制试验如表 1 所列. 柱箱 3 段程序升温试验:初温 40 ℃,升温速率 30 ℃/min,从 40 ~ 150 ℃,每段保持 2 min,如表 2 所列. 线性升温试验:从 40 ~ 160 ℃,升温速率 60 ℃/min,如表 3 所列. 进样口试验如表 4 所列. 检测器组件的温度试验如表 5 所列. 测试结果表明,均满足实际应用要求.

MGC-5803 便携式色谱仪连续 6 次自动进样结果如表 6 所列.

表 1 色谱柱组件温度测试
Table 1 Temperature test for GC column

序号	40 ℃	80 ℃	120 ℃	150 ℃
1	40.03	80.05	120.00	149.91
2	39.97	79.98	120.01	149.95
3	39.98	79.99	119.99	149.97
4	40.01	80.01	119.95	150.02
5	39.99	80.03	119.94	150.09
最大波动	0.03	0.05	0.06	0.09

表 2 色谱柱组件升温速率测试*
Table 2 Temperature rising rate test for GC column**

段号	设定值/℃	1 次	2 次	3 次	4 次	5 次	最大波动/℃
1	40	40.03	39.97	39.98	40.01	39.99	0.03
	80			保持 2 min			
2	80	80.05	79.98	79.99	80.01	80.03	0.05
	120			保持 2 min			
3	120	120.01	119.99	120.05	119.95	119.94	0.06
	150			保持 2 min			
	150	149.91	149.95	149.97	150.02	150.10	0.09

* :30 ℃/min,保持时间为 2 min. * * :30 ℃/min, holding time is 2 min.

表 3 色谱柱组件升温速率测试(60 ℃/min)
Table 3 Temperature rising rate test for GC column(60 ℃/min)

抽样时间/s	目标温度/℃	1 次	2 次	3 次	最大波动	RSD/%
0	40					
20	60	59.85	59.82	59.91	0.18	0.11
40	80	79.92	79.83	79.79	0.21	0.12
60	100	99.88	99.92	99.75	0.25	0.13
80	120	119.87	119.81	119.77	0.23	0.06
100	140	139.90	139.73	139.62	0.38	0.14
120	160	159.67	159.73	159.52	0.48	0.10

表 4 进样口组件温度测试
Table 4 Temperature test for Inlet

序号	80 ℃	120 ℃	200 ℃
1	79.96	119.98	200.05
2	79.98	119.95	200.02
3	80.04	120.06	199.91
4	80.05	120.03	199.98
5	79.95	120.06	119.93
最大波动	0.05	0.06	0.09

表 5 检测器组件温度测试
Table 5 Temperature test for detector

序号	60 ℃	100 ℃	150 ℃
1	40.07	79.99	119.90
2	40.04	79.96	120.09
3	39.96	79.91	120.05
4	40.02	80.06	119.96
5	39.99	80.07	119.98
最大波动	0.07	0.09	0.10

表 6 苯样品自动进样重复性测试($n=6$)
Table 6 Sampling repeatability test with benzene($n=6$)

进样序号	保留时间/min	峰高/ μ V
1	0.815	483 877
2	0.803	503 745
3	0.801	485 510
4	0.818	484 258
5	0.803	497 120
6	0.939	480 995
RSD/%	0.1	4.65

2.3.2 压力测试

KPa 递增,连续 3 次测试,结果如表 7 所列.

柱前压为 10 ~ 60 KPa 测试,设定值以每 10

测试结果,压力波动低于或等于 ± 0.16 KPa.

表 7 柱前压测试
Table 7 Pressure test for column

目标压力/KPa	1 次	2 次	3 次	最大波动/KPa	RSD/%
10	10.16	9.87	9.91	0.16	
20	19.87	19.95	20.15	0.15	0.11
30	30.11	29.87	30.07	0.13	0.12
40	39.93	40.13	39.87	0.13	0.13
50	50.12	50.09	49.89	0.12	0.06
60	59.89	60.12	60.08	0.12	0.14

2.3.3 实际样品测试

以苯为分析样品,针对便携式气相色谱自动连续 6 次抽取样品进样,考察 1 mL 进样体积的进样重复性. 定性重复性偏差(保留时间)RSD 为 0.1%,定量重复性偏差(峰高)RSD 为 4.6%^[18].

2.3.4 环境适应性测试

对 MGC-5803 便携式色谱仪进行环境适应性测试. 低温储存与工作:温度降至-20 ℃后,保持 24 h,然后设置温度为 0 ℃平衡 2 h,加电工作 1 h. 高温储存与工作:温度设置为 50 ℃,保持 48 h,然后设置温度为 40 ℃,平衡 2 h,加电工作 1 h. 湿热储存于工作:温度为 30 ℃,湿度为 95%,保持 24 h,常温加电工作. 振动测试:频率范围分别为 5 ~ 5.5 Hz,位移为 25.4、5 ~ 200 Hz,加速度为 1.5 g;扫描方式

分别为正弦扫描,从 5 ~ 200 Hz 为一个循环、XYZ 每个轴向二个循环. 上述各种测试结果正常^[19].

2.4 技术讨论与延伸

为了试验验证多功能模块的通用性和兼容性,改变控制流程和调整硬件的控制端口,将多功能一体化控制模块嵌入到便携式快速毒剂/爆炸物检测仪、多组分烃类快速检测仪和多功能车载空气质量(VOC)检测仪中验证其性能.

2.4.1 便携式快速毒剂和爆炸物检测仪

试验条件:色谱柱 SE-54(12 m×0.32 mm×0.5 μm);进样口温度 70 ℃;柱温 50 ℃;柱压 0.07 MPa;检测器 mECD;检测器温度 100 ℃;补充气流量 80 mL/min;分流比 250 : 1;分流流量:450 mL/min.

以标准样品氯仿(国家标准物质中心提供)进行试验,样品质量浓度为 10.6 mg/L,进样体积为 1 mL,连续 6 次进样,试验结果如表 8 所列.

表 8 氯仿样品进样重复性测试 (n=6)
Table 8 Sampling repeatability test with chloroform(n=6)

进样序号	保留时间/min	峰高/μV	峰面积/(μV·sec)
1	0.639	1 288	13 880
2	0.658	1 295	13 333
3	0.655	1 297	13 527
4	0.657	1 238	13 325
5	0.656	1 210	13 451
6	0.653	1 228	13 127
RSD/%	1.08	3.05	1.89

2.4.2 便携式多组分烃类快速检测仪

试验条件:色谱柱 DB-1(12 m×0.32 mm×0.5 μm);进样口温度 40 ℃;柱温 35 ℃;柱压 0.01 MPa;检测器 mFID;检测器温度 100 ℃;补充气压

力:0.03 MPa;分流流量:60 mL/min.

标准样品:甲烷、乙烷、丙烷(国家分析仪器监督检验中心提供),样品浓度:各组分浓度均为 100 mg/m³,试验结果如表 9 所列.

表 9 甲烷样品进样重复性测试 (n=6)
Table 9 Sampling repeatability test with methane(n=6)

进样序号	保留时间/min	峰高/μV	峰面积/(μV·sec)
1	0.616	1434	15614
2	0.601	1370	14974
3	0.606	1381	15130
4	0.608	1404	15283
5	0.610	1382	15026
6	0.607	1393	15323
RSD/%	0.81	0.63	1.54

2.4.3 多功能车载有机挥发物检测仪

试验条件:色谱柱 DB-1(15 m×0.53 mm×0.5 μm);柱温为初温 40 ~ 120 ℃、升温速率 50 ℃/min;柱压 0.03 MPa;检测器 PID;配吸附浓缩/热解吸进

样组件.

考核标准苯气体样品,浓度 1 mg/m³,连续 6 次自动进样结果如表 10 所列.

表 10 苯样品进样重复性测试($n=6$)
Table 10 Sampling repeatability test with benzene($n=6$)

进样序号	保留时间/min	峰高/ μV	峰面积/($\mu\text{V} \cdot \text{sec}$)
1	0.815	483 877	44 975 315
2	0.803	503 745	46 978 421
3	0.801	485 510	45 134 400
4	0.818	484 258	45 154 138
5	0.803	497 120	46 354 298
6	0.939	480 995	44 914 514
RSD/%	0.94	1.85	1.90

由表 10 可见,试验数据良好,定性(保留时间)重复性 RSD 为 0.94%,峰高定量重复性 RSD 为 1.85%,峰面积定量重复性 RSD 为 1.90%。

3 结论

基于共用开发平台的设计思路,研制出了多功能一体化的控制模块。该模块符合工业标准,具有通用、可互换和可扩展的功能,结构紧凑、坚固,且体积小、重量轻、功耗低。

多功能一体化控制模块可应用在多种便携式色谱仪器中,易于组合集成,装配简单。经试验验证,性能良好,满足现场和野外环境的工作需求。实现了同一平台下的多样化、多品种和快速研发的应用目标,为中小批量产品的研发与生产制造探索出了一种新的思路和方法。

参考文献:

[1] Lu Yibing, SUN Xiaohui, FU Qiang. Veracity on determination of volatile organic compounds in the air by portable gas chromatography-mass spectrometry[J]. 色谱, 2010, 28(5):470-475.

[2] 吕天峰,许秀艳,梁宵,等. 便携式 GC-MS 在挥发性有机物应急监测中的应用[J]. 分析测试学报, 2009, 28(1):116-119.

[3] 关亚风. 微型气相色谱的研究进展[J]. 色谱, 2009, 27(5):592-597.

[4] 李晓鸥,张云,景士廉. 各种便携式气相色谱仪特点[C]. Bceia 分析仪器应用技术报告会, 2005.

[5] 夏青,刘志红,齐文启. 现场监测仪器在环境应急监测中的应用[J]. 现代科学仪器, 2013(4):30-32.

[6] 于冀芳,周友亚,谷庆宝,等. 便携式气相色谱法测定土壤中的苯系物[J]. 中国环境监测, 2011, 27(3):28-31.

[7] 王金辉. 便携式气相色谱仪在环境应急监测中的应用解析[J]. 中国新技术新产品, 2016(13):135-136.

[8] 王卫国,梁茜茜,程沙沙,等. 离子迁移谱检测痕量爆炸物新技术和应用[J]. 科学通报, 2014, 59(12):1079-1086.

[9] 李海洋,王卫国,张骧. 离子迁移谱及其在毒剂检测方面应用进展[C]. 全国危险物质与安全应急技术研讨会, 2011.

[10] 藏春华,纪红刚,韦洋. 便携式 FT-IR 分析仪器在环境应急监测中的质控方法探讨[J]. 中国计量, 2013(4):77-78.

[11] 毕勇. 便携式傅里叶变换红外气体分析仪及其在环境应急监测中的应用[J]. 现代仪器, 2011(4):90-92.

[12] 傅若农. 近两年国内气相色谱的进展[J]. 分析试验室, 2011, 30(5):88-122.

[13] 陈莲,肖滢,陈世斌,等. 气相色谱仪的两种液体样品自动进样器的兼容设计与研制[J]. 分析化学, 2016, 8(44):1308-1313.

[14] 周志敏,纪爱华. PLC 控制系统设计和工程应用[M]. 北京:化学工业出版社, 2013.

[15] 曾海燕. 基于西门子 PLC 的结构化 PID 控制器设计与实现[J]. 国内外机电一体化技术, 2011(2):18-20.

[16] 王淑云,闫少雄. 基于专家 PID 的西门子 PLC 控制器设计[J]. 机电一体化, 2008, 14(10):64-66.

[17] 凌云志,李晓东. 基于 IEC61131-3 标准的 PLC 编辑模块设计与实现[J]. 国防技术基础, 2014(2):25-29.

[18] 国家分析仪器质量监督检验中心. MGC5803 便携式色谱仪检验报告[R]. 0909-Y-003-01 号.

[19] 中国电子科技集团公司第十五研究所. MGC5803 便携式色谱仪环境试验报告[R]. 2009. 10.