

第 2 部分 分离工程模块

教学目标

完全互溶系的气液平衡在化工生产中具有很重要的意义,通过气液平衡实验得到所研究体系的气液平衡数据依然是分离工程学科中最重要的研究方法之一。精馏是分离液体混合物的典型单元操作,在化学工业中的应用十分广泛,其历史也最为悠久,也是分离(传质)过程中最重要的单元操作之一。

精馏是气液两相间的传质过程,常用组分在两相中的浓度(组成)偏离平衡的程度来衡量传质推动力的大小,而传质过程是以两相达到相平衡为极限的。由此可见,气液相平衡关系是分析精馏原理和进行设备计算的理论基础。

通过对本部分实验内容的学习,学生能够从掌握气液平衡数据的测定方法入手,结合当前化工热力学研究的一些成果,将实验测定的有限数据进行关联,回归模型参数,进而进行精馏过程的模拟,并通过精馏实验验证一系列内容,完成一次从课堂教学到实验验证的实践。

实验内容

第 2 部分包括 2 个实验。首先研究乙醇-水-乙二醇(KAc)拟三元体系气液平衡关系,以及复合萃取剂乙二醇(KAc)对气液平衡关系的影响,在此基础上,通过实验研究和计算机流程模拟对萃取精馏分离乙醇-水的精馏操作条件以及工艺过程进行验证和研究。

实验 5 乙醇-水-乙二醇拟三元体系常压气液平衡实验及 Wilson 模型参数回归

实验 6 萃取精馏制取无水乙醇及其流程模拟

为达到某种目的而选择分离方法并选取最佳的分离路线,是化学工业加工中常见的问题。分离过程一般用分离剂来实现,分离剂是为了实现分离过程而加入到过程中的物料流或能量流。由于分离与混合正好相反,而混合是不可逆过程,所以要有目的地设计分离过程,并且使能量消耗最低。

分离过程可分为平衡过程和速度控制过程。平衡过程分离通过被分离的两组

分达到平衡后,分布在两相的组分彼此不同而实现。速度控制过程则根据不同的物质经过同一介质的传递速率不同而实现,此介质常常是进料和产品的间隔物。分离过程还可以按分离剂的类型进行分类,可分为应用溶剂或其他物料流的质量分离剂过程(如吸收和萃取)和供给热、冷或压缩功的能量分离剂过程(如蒸馏和结晶)。

分离过程的传质推动力是由相应的物理化学性质的差别而产生的,这些差别是由分子性质的不同引起的,所以通过判断分子的性质可以事先评价一个分离过程,如果被分离物质分子性质的差别最大,则该过程多半会产生最有利的传质推动力。各种分离过程都有一定的固有特征,它对将此过程用于工业规模的操作带来有利或不利的影晌。有些过程对大规模操作特别合适,有些过程只适合小规模操作;某些分离过程对间歇操作比对连续操作更合适。

在分离过程的选择上要关注 5 个方面的因素:①选择最大的传质推动力;②选择适合的规模和操作方式;③避免要求苛刻的操作条件;④取消超过最低要求的多余的分离步骤;⑤不轻易放弃可靠而准确的经验方法。

思考题:工业生产上希望得到质量百分数为 99.5% 以上的乙醇产品,如何设计其分离过程?

实验 5 乙醇-水-乙二醇拟三元体系气液平衡实验及 Wilson 模型参数回归

1. 实验目的

- (1) 观察三元体系的气液平衡实验现象;
- (2) 掌握常压下互溶体系气液平衡数据的测定方法;
- (3) 掌握利用有限的实验数据回归 Wilson 模型参数,并预测全浓度范围的气液平衡过程;
- (4) 掌握用 Herrington 面积法对该体系所测定的气液平衡数据进行热力学一致性检验的方法。

2. 实验原理

乙醇-水体系是一种完全互溶的正偏差非理想溶液体系,它具有最低恒沸点,是化工生产中常见的均相互溶体系。由于乙醇-水体系具有恒沸点,为了得到更高组成的乙醇产品,通常要采用恒沸精馏和萃取精馏。恒沸精馏由于恒沸剂用量大、能耗高,其经济技术指标一般不如萃取精馏。找出萃取剂的性质与乙醇-水气液平衡变化的关系,对于萃取精馏过程中的萃取剂的选择,具有重要意义。

根据平衡物系的 Gibbs 自由能为最小的原则导出相平衡的条件为:“各相的温度相同,压力相等,每一组分在各相的化学势也相等。”对于由 C 个组分, P 个相构成的平衡体系,上述平衡条件可用数学式表示为

$$\mu_i^1 = \mu_i^2 = \cdots = \mu_i^P \quad (i = 1, 2, \dots, C) \quad (2-1)$$

对于一般的中低压(1500~2000kPa),且只要还没有接近临界压力,通常可以假设 Poynting 因子等于 1,同时可以假设活度系数与压力无关。如果在常压条件下,气相可以当作理想气体处理,气液平衡的计算公式可进一步简化为

$$Py_i = x_i \gamma_i p_i^{\text{sat}} \quad (2-2)$$

式中: P 为总压强; y_i 为组分 i 的气相摩尔分数; x_i 为组分 i 的液相摩尔分数; γ_i 为组分 i 的活度系数; p_i^{sat} 为组分 i 的饱和蒸气压。

液相各组分的活度系数可根据有限的实验数据求出,由于 γ 与 x 的关系是非线性的,故要做出 γ - x 曲线需要大量的实测数据。随着热力学在理论和实践上的

不断发展,现在已经出现了很多半理论半经验的方程式来关联 γ 和 x 。由于多元体系 Wilson 方程提供了由二元体系气液平衡数据推算多元体系气液平衡数据的可能性,故本实验通过气液平衡实验测定有限个数据点,回归出 Wilson 方程的配偶参数,就可以较准确地计算全浓度范围内的气液平衡数据,为工艺计算提供重要的基础数据。

用热力学的普遍关系式来校验实验数据的可靠性是气液平衡数据测定工作中的重要内容之一,如果测定的气液平衡数据能够符合热力学普遍规律,则这套数据符合热力学一致性要求,可以应用于具体体系的工艺计算和设备设计。本实验采用 Herrington 的半经验方法来检验二元等压数据热力学一致性。首先根据求得的全浓度范围的数据以

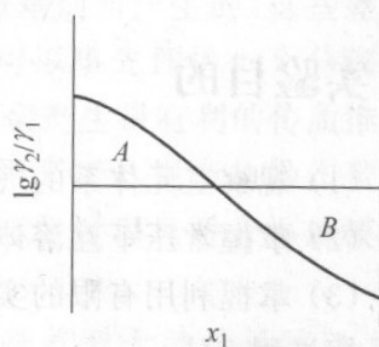


图 2-1 气液平衡数据校验图

$\lg \frac{\gamma_2}{\gamma_1}$ 对 x_1 作图,如图 2-1 所示,然后计算偏差 D :

$$D = \left| \frac{\text{面积 } A - \text{面积 } B}{\text{面积 } A + \text{面积 } B} \right| \times 100\% \quad (2-3)$$

将 D 与另一量 J 进行比较, $J = 150 \frac{\theta}{T_m}$, 对于乙醇-水体系来说, θ 为最低沸点温度与水的沸点差的绝对值, T_m 为 $x_1 = 0$ 至 $x_1 = 1$ 之间的最低沸点。采用的判别标准为: 若 $(D - J) < 10$, 一般认为该数据是符合热力学一致性的。这种判别标准虽然是近似的,但仍然是很有用的经验方法而被广泛采用。该法对数据进行的是整体检验而非逐点检验,不仅需要整个浓度范围内的数据,而且有可能因为实验误差的相互抵消造成面积检验虽然符合要求,但数据并非热力学一致的情况。对此,可以采用微分检验法(逐点检验法)克服这一缺点,对于此方法,感兴趣的同学请参阅相关参考书。

对于乙醇-水-乙二醇(KAc)体系,涉及 4 种组分,为简化后续的实验数据处理,实验安排和设计中存在以下假设:

- (1) KAc 为不挥发物质,因此,本实验中四元体系可看作拟三元体系;
- (2) 乙二醇的饱和蒸气压很高,并与乙醇、水的饱和蒸气压差别比较大,气相组成中一般不含有乙二醇;
- (3) 气液平衡釜的体积比较大,液相量大,气相取样量很少,对釜中液相组成影响很小,因此简化实验数据测试,只测定气相组成,液相组成不变。

本实验在常压(1atm)条件下,当温度稳定时,利用气相色谱测定平衡时的气相组成。

3. 实验药品和仪器

实验药品：无水乙二醇(KAc)(分析纯)、无水乙醇(分析纯)、蒸馏水。

实验仪器：Othmer 气液平衡仪(见图 2-2)、气相色谱、可调压电热套、250mL 量筒、100mL 量筒、5mL 移液管、1mL 移液管、25mL 移液管、洗耳球。

Othmer 气液平衡仪使用介绍

Othmer 气液平衡仪是目前在科研单位广泛使用的气相单循环式气液平衡测定装置,具有平衡快(约 40min)、取样方便等特点。取样时,用 1mL 的移液管插入冷凝器上口,迅速地从气相冷凝液积存处吸取少量液体后拔出,将液体挤入样品瓶中即可。

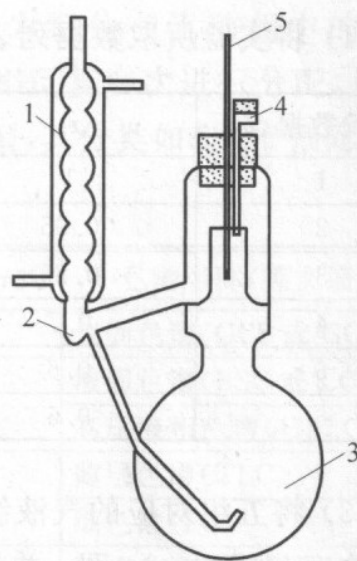


图 2-2 简易 Othmer 气液平衡仪

1—冷凝器; 2—气相取样处;

3—气液平衡釜; 4—加料口; 5—温度计

4. 实验步骤

(1) 在气液平衡仪内加入 100mL 无水乙二醇;

(2) 用量筒准确量取 250mL 分析纯的无水乙醇,加入到气液平衡仪中;

(3) 用移液管准确量取 4mL 蒸馏水,加入到气液平衡仪中;

(4) 加入适量干燥过的沸石,并加热至沸腾;

(由于时间关系,以上操作步骤可由指导教师完成)

(5) 读取温度计温度后,取①样,然后加入 9.7mL 蒸馏水,记录时间并分析样品;

(6) 40min 后,第二次读取温度,取②样,加入 19.2mL 蒸馏水,记录时间并分析样品;

(7) 40min 后,第三次读取温度,取③样,加入 18.6mL 蒸馏水,记录时间并分析样品;

(8) 40min 后,第四次读取温度,取④样,加入 25mL 蒸馏水,记录时间并分析样品;

(9) 40min 后,第五次读取温度,取⑤样,停止加热,分析样品;

(10) 关闭冷凝水,完成实验。

5. 数据处理与模型关联

(1) 将实验所取数据列表；

实验数据点	x_1	y_1	T	γ
1	1	1	78.34	—
2	0.95			
3	0.85			
4	0.7			
5	0.6			
6	0.5			

(2) 将五组对应的气液组成数据代入 Wilson 方程, 计算出方程参数 $\Lambda_{ij}\Lambda_{ji}$, 绘制全浓度范围的 x - y 图; 并将此图与标准的乙醇-水的 x - y 图对照。此处, P_i^{sat} 采用 Antoine 方程计算:

$$\ln P_i^{\text{sat}} = A - \frac{B}{T + C} \quad (2-4)$$

式中: P_i^{sat} 为温度 T 时 i 组分的饱和蒸气压, mmHg。

乙醇和水的 Antoine 常数取自表 2-1。

表 2-1 乙醇和水的 Antoine 常数

Antoine 常数	A	B	C
乙醇	18.9119	3803.98	-41.68
水	18.3036	3816.44	-46.13

(3) 采用 Herrington 面积法对方程拟合的全浓度范围的气液平衡数据进行热力学一致性检验。

附 1 气相色谱原理

1) 色谱分离原理及其分类

色谱分离是一种物理化学分离方法, 样品分离是在互不相溶的两相即固定相和流动相中进行的。样品随流动相进入固定相, 由于各组分物化特性的不同, 它们与固定相之间的相互作用力存在差异, 在两相中具有不同的分配系数, 在平衡状态下, 可以用下式表示:

$$K = \frac{C_L}{C_G} \quad (2-5)$$

式中：K 为分配系数，表示在一定温度下达到平衡时，组分在固定相和流动相中的浓度比； C_L 为组分在固定相中的浓度，g/mL； C_G 为组分在流动相中的浓度，g/mL。不同的组分之间只要 K 值有微小差别，在两相反复多次进行分配，均能得到分离。色谱法依据其分离原理不同可分成各种类型，其分类如表 2-2 所示。

表 2-2 色谱分类

分离原理	流动相类型	固定相充填方式	色谱名称(英文缩写)
组分在流动相与固体固定相之间吸附竞争	气体	柱	气固色谱(GCS 或 GC)
	液体	柱	液固色谱(LSC 或 LC)
			高压液相色谱(HPLC)
		平板	薄层色谱(TLC)
组分在流动相与固体固定相之间分配竞争	气体	柱	气相色谱(GLC 或 GC)
	液体	柱	液液色谱(LLC 或 LC)
			高压液相色谱(HPLC)
组分在流动相与固体固定相之间离子交换竞争	特定离子水溶液	柱	离子色谱(IC)
	液体	柱	离子交换色谱(IEC)
	离子对试剂	柱	离子对色谱(IPC)
在化学惰性的固定相中，组分流体力学体积的差异	液体	柱	尺寸排阻色谱(SEC)
	水	柱	凝胶过滤色谱(GFC)
	有机溶剂	柱	凝胶渗透色谱(GPC)
在两相中组分亲和力不同	液体	柱	亲和色谱(AC)
临界温度及临界压力以上的高密度气体作为流动相		柱	超临界色谱(SFC)

2) 气相色谱法与气相色谱仪

(1) 气相色谱仪的组成

气相色谱仪的种类很多，形式也不一样，但主要由 4 个部分组成。

① 气源和流量调节系统：提供适当的载气，保证载气处于最佳的工作状态。

② 分离系统：包括进样气化和色谱柱，是色谱仪的核心，其中色谱柱又分为以下 3 种：

a. 分析用填充柱：内径 2~5mm，通常长度为 1~3m，用于分析不太复杂的化合物；

b. 制备用填充柱：内径 8~10mm，长 1~10m，主要用于分离提纯样品；

c. 毛细管柱：内径 0.1~1mm,长 10~50m,用于分析复杂混合物。

③ 检测系统：用于测定柱后流出组分的浓度或质量随时间的变化。常用气相色谱检测器的检测原理及性能如表 2-3 所示。

表 2-3 常用气相色谱检测器的检测原理及性能

检测器	敏感度	线性范围	检测原理	适用范围
热导检测器(TCD)	10^{-6} mg/mL	$10^4 \sim 10^5$	利用载气和样品组分热导系数的不同,当它们通过热敏组件时,阻值出现差异而产生电信号	通用型检测器,选用 H_2 及 He 作载气为佳
火焰离子化检测器(FID)	10^{-12} g/s	$10^6 \sim 10^7$	利用有机物在氢火焰中燃烧时生成的离子,在电场作用下产生电信号	选择性检测器,测定有机碳氢化合物
电子俘获检测器(ECD)	10^{-14} mg/mL	$10^2 \sim 10^4$	载气分子在 3H 和 ^{63}Ni 放射源的 β 粒子作用下离子化,并在电场中形成稳定基流,当含电负性基团样品通过时,俘获电子,使基流减小而产生电信号	选择性检测器,组分的负电性越强,灵敏度越高,以选用 N_2 或 $Ar+5\%CH_4$ 作载气为好
火焰光度检测器(FPD)	10^{-11} g/s	10^4	利用含硫或含磷的化合物在富氢火焰中会产生特征波长光,然后再转化为电信号	选择性检测器,适宜测定含硫或含磷化合物
碱性火焰离子化检测器(AFID)	10^{-11} g/s	10^3	在 FID 的喷嘴附近放置金属化合物,使含氯或含磷化合物离子增加,从而使电信号增强	选择性检测器,适宜测定含氯或含磷化合物

④ 其他辅助系统：包括温控系统、数据处理系统和样品收集器等。

(2) 气相色谱固定相

在气相色谱分析中,一组混合组分能否完全分离开,在很大程度上取决于色谱固定相选择得是否合适。一般在气相色谱中所用的固定相大致可分为以下四种。

① 吸附剂：具有吸附活性,一般用于分析永久性气体和一些低沸点物质。常用的吸附剂有硅胶、氧化铝、活性炭和分子筛等。

② 固定液：指涂渍在多孔的惰性载体表面上起分离作用的物质,在操作温度下是不挥发的液体,是气相色谱中使用最多的固定相。

③ 化学键合固定相：这是一种新型固定相,用化学反应在载体表面键合上特定基团的固定相。比物理涂渍法得到的固定相热稳定性好,液相传质阻力小,柱效高。

④ 高分子多孔小球：苯乙烯和二乙烯苯的共聚物或其他共聚物的多孔小球,可以单独涂渍固定液后作为固定相。一般认为组分在其表面既存在着吸附作用又存在溶解作用。在低温时,可能以吸附为主,在高温时以分配为主。表 2-4 为几种聚合物固定相的商品名及其特性。

表 2-4 几种聚合物固定相的商品名及其特性

商品名	化 学 组 成	密度 /(g/mL)	比表面积 /(m ² /g)	极性	最高使用 温度/℃
GDX-1 系列	二乙烯苯、苯乙烯共聚	0.18~0.46	330~630	很弱	270
GDX-2 系列	二乙烯苯、苯乙烯共聚	0.09~0.21	480~800	很弱	270
GDX-301	二乙烯苯、三氯乙烯共聚	0.24	460	弱	250
GDX-4 系列	二乙烯苯、含氮杂环单体共聚	0.17~0.21	280~370	中等	250
GDX-5 系列	二乙烯苯、含氮极性单体共聚	0.33	80	较强	250
GDX-601	含强极性基团聚二乙烯苯	0.3	80	强	200
TDX-01	碳化聚偏氯乙烯	0.60~0.65	800	无	>500
Chromosorb-104	丙烯腈、二乙烯苯共聚	0.32	100~200	强	250
Chromosorb-105	聚芳香族高聚物	0.34	600~700	中等	250
Porapak-P	苯乙烯、二乙烯苯共聚	0.32	120	弱	250
Porapak-Q	乙基乙烯苯、二乙烯苯共聚		600~840	很弱	
Porapak-S	苯乙烯、二乙烯苯、极性单体共聚	0.35	470~536	中等	300

固定液的选择并没有严格的规律可循,可依靠操作者的实际经验,并参考有关文献资料来选择。在实际工作中依据“相似相溶”的规律来选择固定液,表 2-5 列出几种常用固定液。

表 2-5 几种常用固定液

名 称	商品名	最高使 用温度/℃	可用溶剂	参 考 用 途
角鲨烷	SQ	150	甲苯	气体烃及轻馏分液体烃
硅橡胶	SE-30	300	氯仿	适用于各种高沸点化合物
含苯基的聚甲基 硅氧烷	OV-17	300	丙酮、氯仿、 二氯甲烷	适用于各种高沸点化合物,与 QF-1 配合使用可以分析含氯农药
三氟丙基甲基硅 氧烷	QF-1	250	丙酮、氯仿、 二氯甲烷	分析含卤素化合物、甾类化合物;能从烷烃、环烷烃中分离芳烃和烯烃,从醇分离酮
聚乙二醇-20M	PEG-20M	>200	丙酮、氯仿、 二氯甲烷	含氧和含氮官能团及氧和氮杂环化合物;对脂肪烃能分离正构和支链烷烃及环烷烃
聚乙二 醇 丁 二 酸酯	DEGS	220	丙酮、氯仿、 二氯甲烷	脂肪酸酯及其他含氧化合物;分离对、邻和间位苯二甲酸酯,饱和及不饱和脂肪酸
β'-氧二丙腈	ODPN	70	丙酮、氯仿、 二氯甲烷、甲醇	低级含氧化合物、伯胺、仲胺、不饱和烃、环烷烃和芳烃

在选择固定液时,所选择的固定液与样品的化学结构相似,极性相似,则分子之间的作用力就强,选择性就高。在气相色谱手册中可以查到各种固定液的性质、最高使用温度、极性指针以及可以分离哪种类型的样品。

(3) 色谱谱图解析

把样品注入色谱仪,随着柱后样品流出浓度(或质量)的不同,通过检测系统可以转化成电信号,得到一张如图 2-3 所示的色谱图。

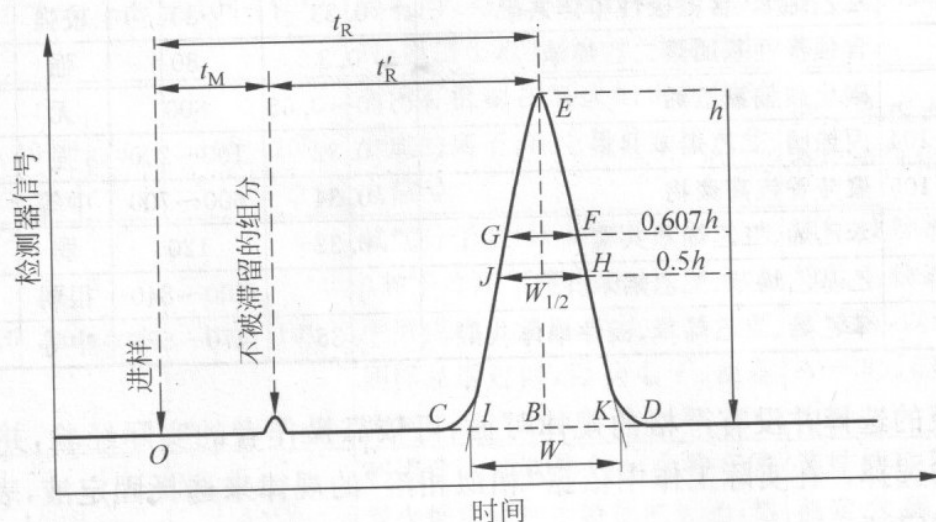


图 2-3 色谱图

利用色谱流出曲线可以解决以下问题:

- ① 根据色谱峰的位置可以进行定性分析;
- ② 根据色谱峰的面积或峰高可以进行定量检测;
- ③ 根据色谱峰的位置及其宽度,可以对色谱柱分离情况进行评价。

(4) 定性与定量分析

① 色谱定性

色谱定性主要依据的是组分的保留值,也就是说当色谱条件一定时,组分的保留值是不变的。因此最简便又可靠的方法是在相同色谱条件下(包括进样量也相近),将已知组分和未知组分的保留值相对比,若不一致,可以肯定它们不是同一组分;若一致,就说明它们有可能是同一组分。为使定性结果更充分,一般应使用两种(极性、非极性)或三种(极性、非极性、氢键)柱来定性。严格地讲,依照保留值来定性的方法,只是必要条件而并不充分。

另一种方法是利用气相色谱仪与其他分析仪器如质谱、傅里叶红外光谱等联用进行定性。这样既可以发挥气相色谱法对复杂化合物分离能力强的特点,又能弥补其难以对每个未知组分定性鉴定的缺点。这种定性方法比较可靠,但仪器设备及操作比较复杂。

② 色谱定量

色谱法用于定量分析既准确又方便。定量分析是依据色谱峰的峰高或峰面积来判断分析物的含量。但是由于同一检测器对不同物质具有不同的相应值,使含量相同的两种组分在通过同一检测器时,所得到的信号可能不相同,因此在进行定量分析时,必须引入相应值或校正因子(f)进行校正。

定量计算方法很多,目前最广泛应用的有下述四种。每种方法都有其特定的应用条件和对仪器的特殊要求,应根据不同的分析对象选用不同的方法,或互相配合使用。

a. 归一化法

使用前提: ①试样中全部组分都显示出色谱峰; ②每个组分相应的校正因子都知道。

计算公式:

$$x_i = \frac{f_i A_i}{\sum (f_i A_i)} \times 100\% \quad (2-6)$$

特点: 此方法简便、准确,测定结果受操作条件(如进样量、载气流速等)影响较小。

b. 内标法

使用前提: 试样组分不能完全从色谱柱流出或某些组分在检测器上没有信号。

计算方法: 在已知量的试样中加入能与所有组分完全分离的已知量的内标物,用相应的校正因子校准待测组分的峰值并与内标物质的峰值进行比较,用下列计算公式求出待测组分的百分含量:

$$x_i = \frac{m_s A_i f_{si}}{m A_s} \times 100\% \quad (2-7)$$

式中: f_{si} 为组分 i 与内标物质相比的校正因子; m, m_s 分别为试样和内标物的质量。

特点: 测定结果受色谱操作条件影响较小,但内标物加入量要准确。

c. 外标法

在相同的操作条件下,分别将等量的试样和含待测组分的标准试样进行色谱分析。

计算方法:

$$x_i = E_i \times \frac{A_i}{A_s} \quad (2-8)$$

式中: x_i 为试样中组分 i 的含量; E_i 为标准试样中组分 i 的含量; A_s 为标准试样中组分 i 的峰面积。

特点: 不必加入内标物,不要求校正因子,分析结果的准确性取决于进样的准

确程度和操作条件的稳定性。

d. 叠加法

测出试样中待测组分及一邻近组分的峰值后,在已知量的试样中加入一定量的待测组分,再测出此两组分的峰值,按下式求出待测组分的百分含量:

$$x_i = \frac{m_i A_i A'_i}{m (A'_i A_j - A_i A'_j)} \times 100\% \quad (2-9)$$

式中: m 和 m_i 分别为试样质量和加入组分 i 的质量; A_i 和 A_j 分别为试样中组分 i 和邻近组分 j 的峰面积; A'_i 和 A'_j 分别为试样中加入待测组分之后,组分 i 和 j 的峰面积。

特点: 要求有纯的待测组分,且加入量必须准确。

(5) 通常情况下色谱分离条件的选择

① 载气及其流速的选择

对于一定的色谱柱和试样,有一个最佳的载气流速,此时的柱效最高,一般来讲,对于填充柱, N_2 的最佳实用线速为 $10 \sim 12 \text{ cm/s}$, H_2 为 $15 \sim 20 \text{ cm/s}$; 若色谱柱内径为 3 mm , N_2 的流速一般为 $40 \sim 60 \text{ mL/min}$, H_2 的流速为 $60 \sim 90 \text{ mL/min}$ 。

② 柱温的选择

- 柱温不能高于固定液的最高使用温度,否则固定液挥发流失;
- 在使最难分离的组分有尽可能好的分离的前提下,尽可能采取较低的柱温,但以保留时间适宜、峰形不拖尾为度。

③ 柱长和内径的选择

- 一般填充柱的柱长为 $1 \sim 5 \text{ m}$, 柱内径常用 $3 \sim 6 \text{ mm}$;
- 一般毛细管柱的柱长为 $20 \sim 300 \text{ m}$, 柱内径一般为 $0.20 \sim 0.35 \text{ mm}$ 。

④ 担体以及固定液的选择

- 对于 $3 \sim 6 \text{ mm}$ 的填充柱,担体颗粒的粒径一般为 $60 \sim 100 \text{ 目}$;
- 固定液的选择依据“相似相溶”的原则。

(6) 微处理机在色谱数据处理中的应用

① 微处理机技术在色谱数据处理中的应用

- 数据处理;
- 自动控制色谱操作条件;
- 人工智能色谱。

② 色谱峰的检测

- 依照信号斜率的变化检测信号;
- 依照积分面积检测峰信号。

③ 数据采集

描述一个色谱峰,一般至少需要 10 个采样资料,才能比较真实地模拟原色谱峰,在色谱处理机中参照最窄峰的半峰宽决定采样周期。

④ 基线校正和重叠峰的分离

⑤ 色谱定量计算

a. “时间窗”(Time Windows)法

b. “时间带”(Time Band)法

(7) 色谱柱

① 填充柱

常用的填充柱管一般有玻璃管和不锈钢管两种,其中固定相的制备可以采用蒸发法、过滤法、柱内涂渍法、气相涂渍法和化学交联法等多种方法。

② 填充柱的填充和老化

通常情况,装填填充柱时需要注意将固定相填充均匀、紧密,减少空隙和死空间,注意不得敲打过猛,以免造成载体机械粉碎,致使柱性能变坏。填充时可采用抽真空装柱法。填充完毕的色谱柱需要通过“老化”方式除去管柱内剩余的溶液、固定液的低沸程馏分及易挥发的杂质。