

图1

不断地自动进行，节约了一个劳动力。

### (三) 溶剂回收器

从岩石中抽提出沥青来，并进行分析，需要消耗大量各种不同的溶剂。把这些溶剂回收回来，是一项很大的节约。“石油地质实验”66年第一期曾刊登了他们去年的革新成就，现在他们又作了进一步的革新，操作安全方便，提高了效率。

溶剂回收器分二种，一种是大容量溶剂回收器(图2)特点是容量大，一次回收废溶剂2000毫升；二是不用明火加热，不易失火，蒸馏器放在盛水的铝锅中，通过一铜管加热，温度由变压器来调节，一天可回收十升溶剂。

另一种是为了回收烧杯中的溶剂而设计的。以往25毫升烧杯中的溶剂都是放在水浴上蒸发消耗掉的，这不但浪费而且占污空气影响健康。现利用两孔水浴锅，加上铜盘和密封

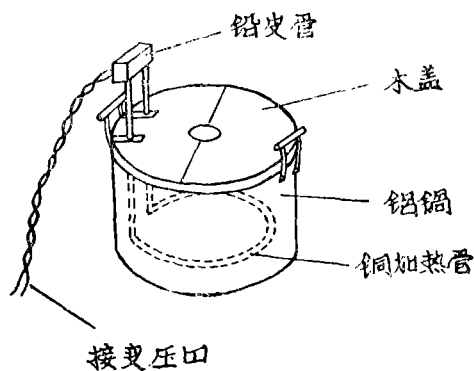


图2

的玻璃罩，可放入25ml烧杯30只左右，变成了回收器。(图3)

使用以上二种回收器，可从每个样品分析回收200ml氯仿，100ml苯，100毫升石油醚，计值人民币10元左右。

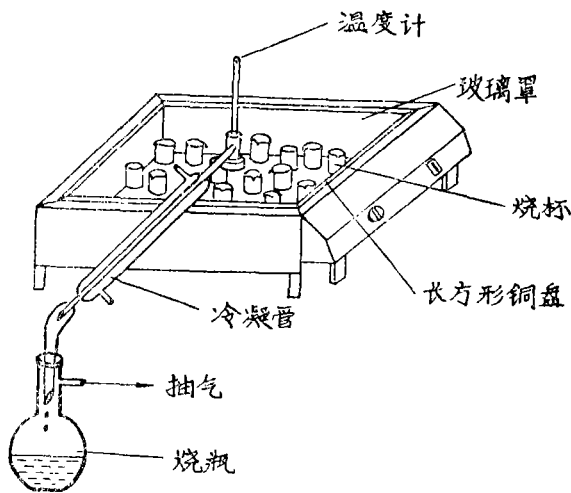


图3

## 简易金属热导池的试制

中心实验室 油气组

### 绪言

当前，气相色谱分析中用金属热导池作为鉴定器是较常见的，简便的方法。制造一台高

灵敏度的金属热导池必须要具有较精密的加工条件，以保证池的对称性；便于热丝安装与更换，使仪器有良好的绝缘性能和恒温设备等。因此，制造中对热丝的焊接，接头，绝缘等问

题都较难解决。如果能在一般实验室的条件下,来试制金属热导池就具有更现实的意义。

试制了一种金属钨丝热导池。其结构如(图一)所示。

我们用一般的设备,用简易的加工方法,

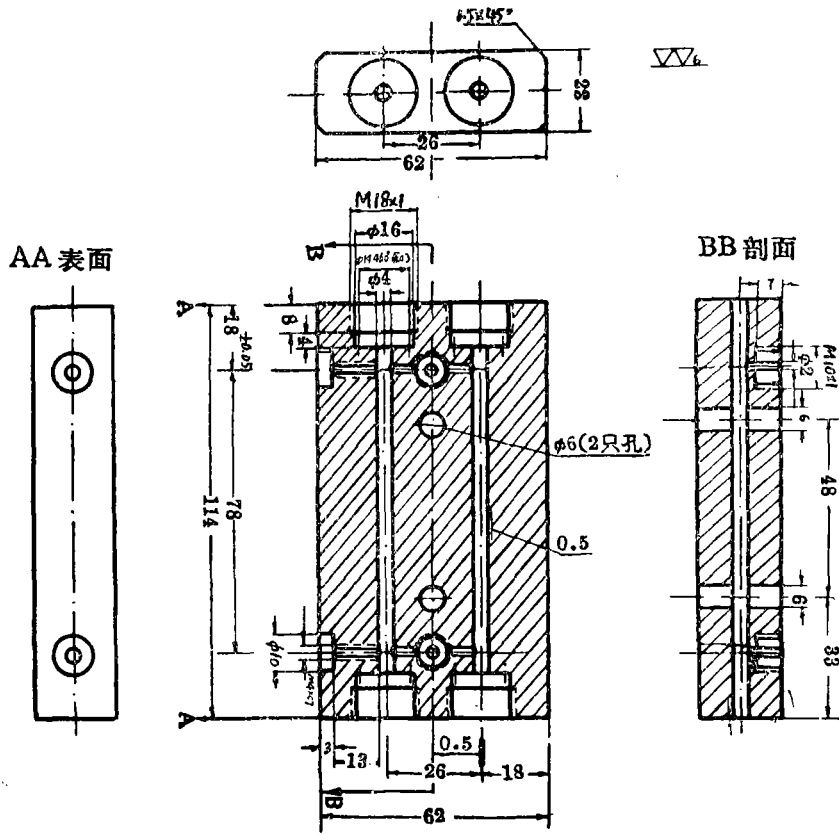


图1

### 制作方法

#### 1. 钨丝的制作,

从灯泡厂购置 220 伏, 25 瓦灯泡钨丝的半成品(未经高电流老化)用放大镜观察其外形, 挑选出螺旋形正常, 无污物沾附的丝作为原材料。

将 18 号漆包线(或  $\phi = 1\text{mm}$  左右的铜丝)截成 8 厘米左右长短的小段, 刮去外面的绝缘层, 将其一头敲扁, 并打穿一小孔。如(图二)所示。

在小孔附近, 先镀上一层焊锡(不要堵塞小孔), 将钨丝的一端穿入小孔, 在(图二)中虚线所示处弯过  $180^\circ$  并用钳子夹紧, 再用热熔

铁(尽量少沾焊锡以免沾污钨丝)烫一下接头, 切勿使焊锡等杂物沾污钨丝的螺旋纹。这种接头法即可保证钨丝处于电极的正中, 同时使接头处不受氧化。

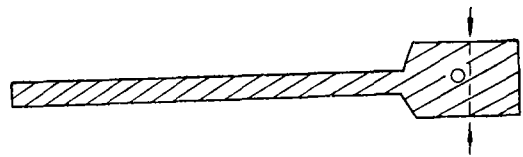


图2

在精密电桥中测出钨丝的阻值截取一定电阻值的钨丝, 将其另一端用同样方法接上另一根漆包线作为电极。

如此制取的钨丝还不能保证阻值均相等,

故必须在较多的制品中挑选出四根阻值尽量近似相等的丝(差值在 0.5 欧姆之内)作为一组热丝,再依次用 1:1 盐酸,蒸馏水,酒精清洗、凉干,备用。

## 2. 内孔的加工:

热导池的内孔由于孔径较小(4 毫米),长度较长(114毫米)。同心度,偏差,光洁度要求较高,所以加工有一定困难。现有一简单方法,提供参考:

将热导池的本身夹在高转速车床上,校正中心,另用手电钻装上一根 100 毫米长的钻头,使手电钻和车床以相反的转向,向热导池打孔,这样即可提高转速,又可减少偏差。加工而得的内孔同心度可达 20 丝左右。

## 3. 绝缘材料:

可用有机玻璃,硅橡胶,聚四氟乙烯等作为绝缘材料。我们在室温(15°C)下对气体样品进行分析时,用有机玻璃作为绝缘材料,其绝缘性能,密封,机械强度等性能,都能得到满意的结果。

## 4. 安装方法:

将备用的钨丝一头穿过有机玻璃引线座垫(图三)再穿过黄铜引线头,根据热导池内孔的长度,选用一定长度的电极,将电极和引线头焊死。另一端穿过热导池内孔,再加上有机玻璃垫圈用螺帽将其固定于热导池。细心地将钨丝拉至一定长度,使钨丝与电极棒的接头正处在气流出入口部位,(图四)再用焊锡将电极与引线头焊死。

## 试验结果

我们用这一自制的热导池对氢、氧,二氧化碳,甲、乙、丙烷,烯烃等气体样品进行了试验,得出以下结果:

工作条件:载气:氮气。

固定相:色谱专用硅胶。

流量:60 毫升/分

柱子:长:2.8 米。内径,4 毫米,压力:0.3 大气压

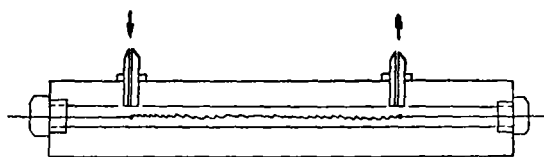


图3

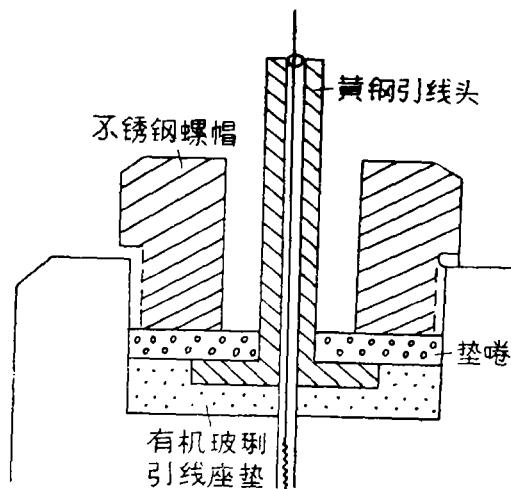


图4

直流电源: 24 伏

工作电流: 120mA

柱温: 15°C 左右。

记录仪: EWC 型自动电子电位差计。量程: 0~5 毫伏。钨丝阻值: 100 欧姆。

实验结果: 对  $H_2$ 、 $CH_4$ 、 $C_2H_6$ 、 $C_3H_8$ 、 $C_3H_6$  的分析曲线如(图五)所示,发现在同一进样情况下,重复性能良好。

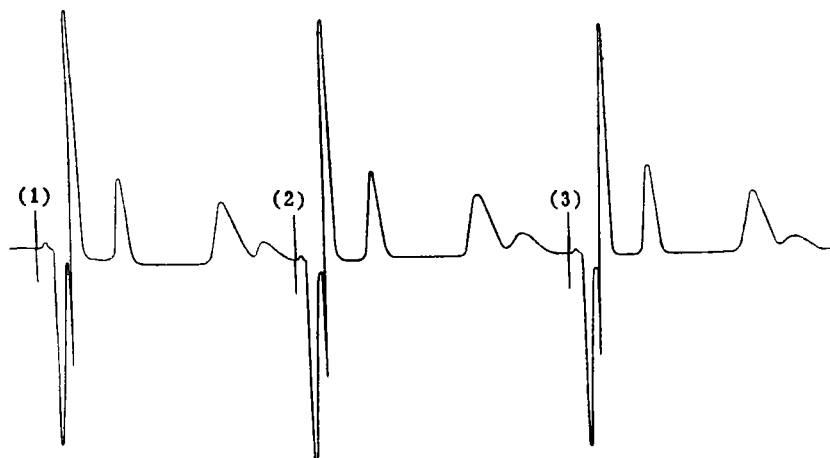
灵敏度:  $S_{CH_4} = 3.9 \times 10^4 \text{mlmv/mg.}$

最低检出含量  $CH_4 = 0.01\%$ 。(体积比例含量)。

## 存在问题

1. 热导池的体积仍较大,加工不方便,且较笨重。
2. 气体进出口宜用铜焊焊死,以防漏气。
3. 上述方法对阻值的选取不够精确,对仪器的性能有一定影响。以上方法是不成熟的,仅供参考。

操作条件	柱温: 室温(20℃左右)	流速: 50 毫升/分钟
	柱压: 0.2 公斤/厘米 <sup>2</sup>	纸速: 720 厘米/小时
	柱长: 2.5 米	电流: 130 毫安
	柱内径: 6 毫米	样品: C <sub>1</sub> -C <sub>4</sub> 混合物
	载气: 氮气	试样: 甲、乙、丙烷、丙烯
	固定相: 色谱专用硅胶	



操作条件	柱温: 室温(20℃左右)	流速: 50 毫升/分钟
	柱压: 0.2 公斤/厘米 <sup>2</sup>	纸速: 720 厘米/小时
	柱长: 2.5 米	电流: 130 毫安
	柱内径: 6 毫米	样品: C <sub>1</sub> -C <sub>4</sub> 混合物
	载气: 氮气	试样: 甲、乙、丙烷、丙烯
	固定相: 色谱专用硅胶	

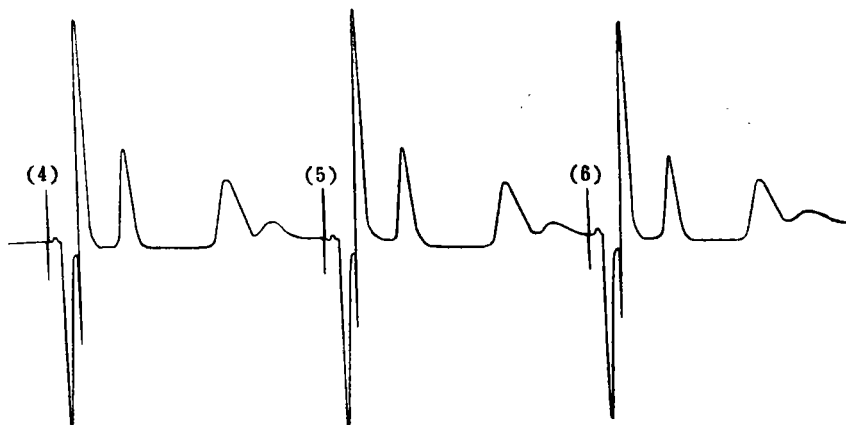


图 5