

一、概 述

ZDS-型荧光硫测定仪是采用紫外荧光法原理与计算机控制技术相结合研制开发新一代测定液体、固体、气体物料中硫元素含量分析系统。仪器采用新型电子元件设计微电流放大器和微机控制数据采集与解决及紫外荧光分析系统构成。该仪器具备敏捷度高，噪音低，线性范畴宽、抗干扰能力强以及操作简便、性能稳定等长处，广泛应用于石油、化工、电力、环保及其他有关领域科研单位和生产单位，是当前国内最先进紫外荧光定硫分析系统。

仪器重要由主机（数据采集、控制系统）、裂解炉、自动进样器、计算机（含操作软件）、打印机等部件构成，其构造示意图如图 1.1 所示：

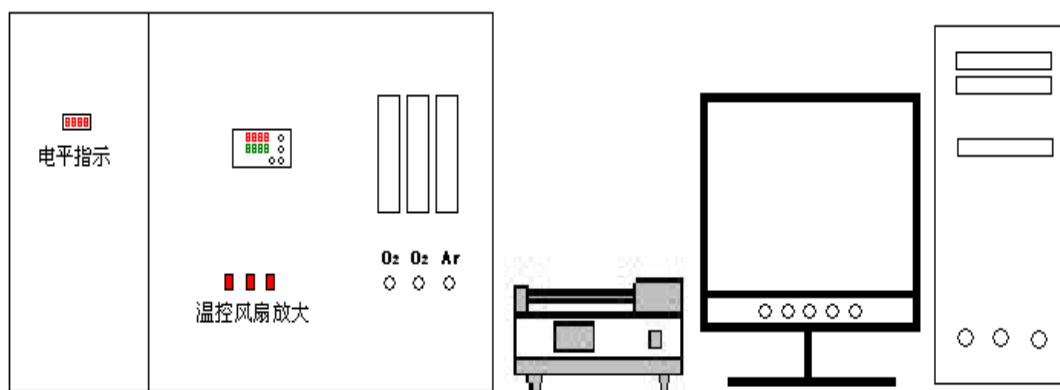


图 1.1

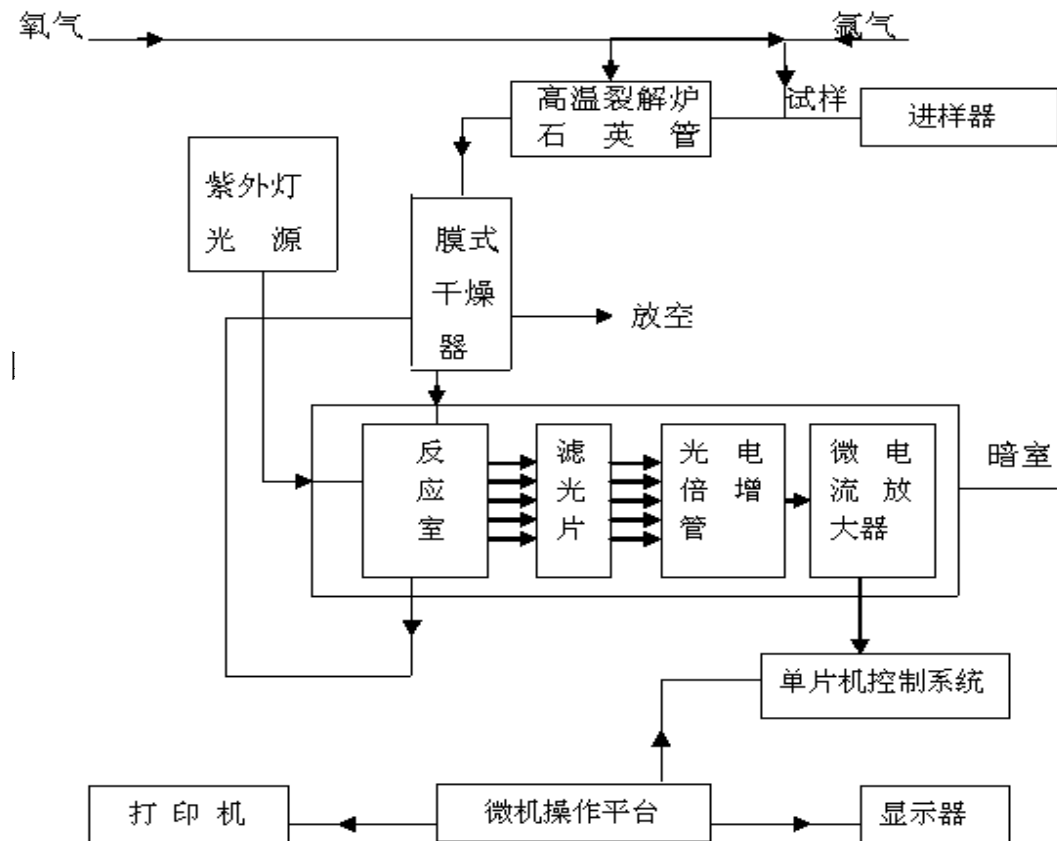
二、工作原理

ZDS-型荧光硫测定仪采用紫外荧光法测定原理。试样直接进入裂解管或进样舟中，由进样器将试样送至高温燃烧管，在富氧条件中，硫被氧化成二氧化硫（ SO_2 ）；试样燃烧生成气体在除去水后被紫外光照射，二氧化硫吸取紫外光能量转变为激发态二氧化硫（ SO_2^* ），当激发态二氧化硫返回到稳定态二氧化硫时发射荧光，并由光电倍增管按特定波长检测接受，发射荧光对于硫来讲完全是特定并且与原样品中硫含量成正比。再经微电流放大器放大，计算和数据解决，即可转换为与光强度成正比电信号。

使用该仪器对样品进行分析时，一方面用硫原则样品作出相应原则曲线，调用相应原则曲线进行样品分析，就可测出未知样品中硫含量。

警告：接触过量紫外光有害健康，实验者必要避免直接照射紫外光以及次级或散射辐射光对身体各部位，特别是眼睛危害。

ZDS-型荧光硫测定仪工作原理及气路流向如图 2.1：



2.1 ZDS-型荧光硫测定仪框图

三、技术参数

3.1、测试办法：紫外荧光法

3.2、可测样品状态：固体、液体、气体，。

3.3、测量范畴：1.0mg/L~10000mg/L （液体）

3.4、温度范畴及控温精度：室温~1200℃ 0.5%±1℃

3.5、PMT 高压范畴：DC400V~700V, 依照测量试样浓度高低，通过操作系统设立所需值。

3.6、电源:220V±22V，50Hz±1Hz

3.7、功率：≤3KW

3.8、外形尺寸：550mm×500mm×400mm

3.9、重量：40Kg

3.10、重复性误差： 1.0mg/L， ±0.2mg/L

1.0mg/L<X≤100mg/L， $C_v \leq 10\%$

100mg/L<X≤10000mg/L， $C_v \leq 5\%$

四、仪器构成及构造

ZDS-型荧光硫测定仪由计算机系统（含操作软件）、打印机、主机（含温度控制器）、进样器等四大某些构成，系统构成图如图 1. 1

4. 1 主机及温度流量控制器

主机可进行数据信号采集、放大、背面板有电源插座、接地线柱、电扇和 232 串行口。温度流量控制器由一高温裂解炉及相应控制电路和气体流量控制装置构成。前面板上涉及电平显示、控温表头、裂解氧、进口氧和氩气三个流量计及其相相应控制气体流量大小针形阀，同步背面板上还涉及氩气、氧气进气口、电源、保险丝座、进出口水嘴和电扇，如图 4. 2

主 机 及温控器前
面板图, 如 图 4. 1 所示

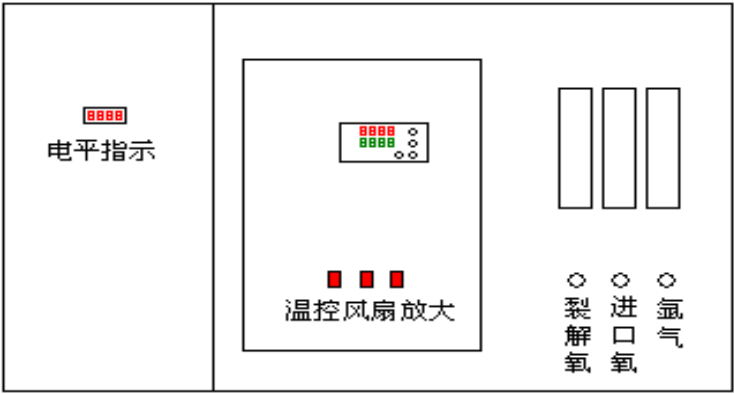
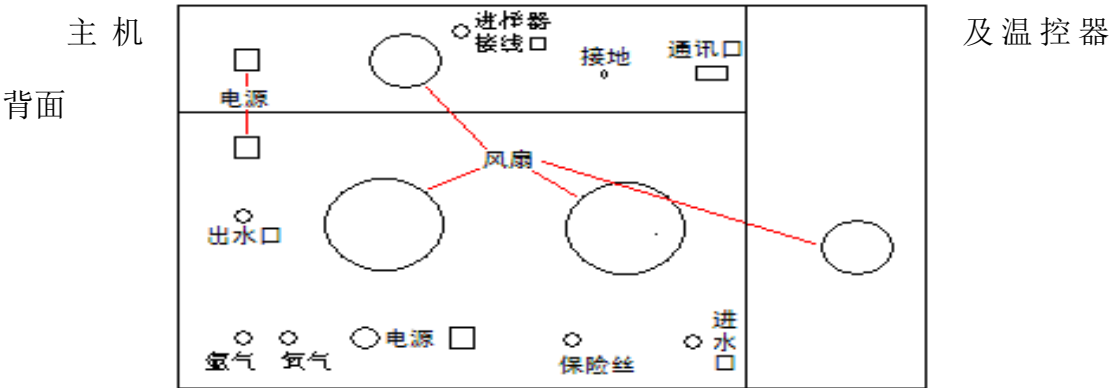


图 4. 1 主机及温控器前面板图



板图, 如图 4.2 所示

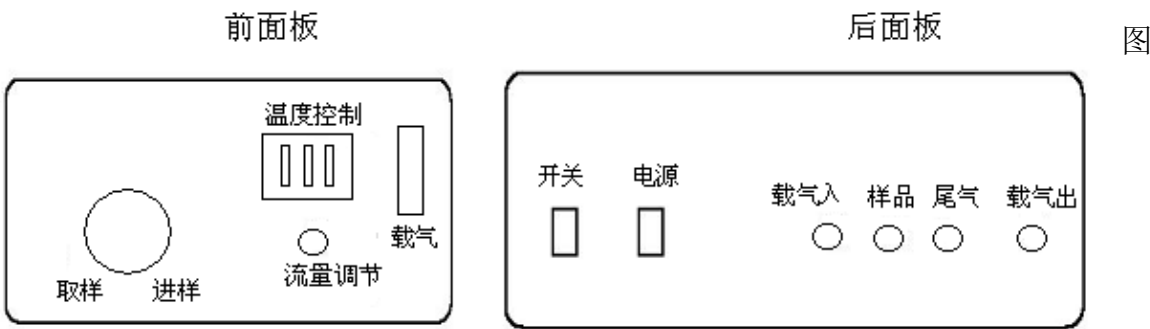
图 4.2 主机及温控器背面板图

4.2 液体进样器

液体进样器由单片机控制步进电机来带动丝杆推动进样针迈进和后退. 当进样(按迈进键)完毕后, 丝杆自动后退, 通过调节两组拨盘开关来设定丝杆进程和速度。进程和速度可依照详细规定进行设定。ZDS-型荧光硫测定仪可实现液体进样器自动进样。

4.3 气体进样器

气体进样器是在一室温度下将样品完全汽化, 使气体样品汽化后进入定量管, 并在载气带动下进入裂解管。



4.3 气体进样器构造示意图

气体进样器按如下环节操作：

- (1) 打开气体进样器电源开关。
- (2) 将温控仪拨至设定，调节设定旋钮，普通温度预定为60℃～120℃左右。

(3) 将温控仪拨至测量，气体膨胀室加热至预定温度，至少需稳定20分钟才干达到平衡。

(4) 以顺时针和逆时针方向重复转动平面六通阀几次，以保证阀门开、关灵活。

(5) 把六通阀转动至取样位置，用样品气吹扫六通阀至少 15 秒以上方可进样。

(6) 把六通阀迅速转至进样位置。

(7)如需持续测量则重复(5)、(6)两个环节，否则关闭样品气，结束测量。

4.4、固体进样器：

对于固体和高沸点粘稠液体试样不适当用注射器进样时，可使用带样品进样舟固体进样器。进样时先运用推动棒将样品送到裂解管预热部位，待 5 秒左右，再将进样舟推至加热部位让样品进行裂解，裂解产物由载气带入石英管。然后将进样舟拖出裂解管入口附近冷却，再进行第二次样品测定。

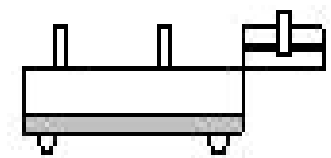


图 4.4 固体进样器构造示意图

4.5、膜式干燥器

试样通过高温裂解管燃烧产物通过膜式干燥器，以除去进入检测器前反映产物中水蒸气，见图 4.6。

情谊提示：为保证膜式干燥器脱水效果，建议两次进样之间需间隔 2 分钟左右。

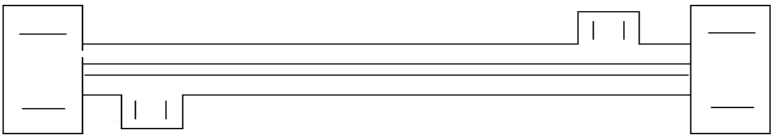


图 4.5 膜式干燥器构造示意图

4.6 石英裂解管

4.6.1 轻质油石英裂解管

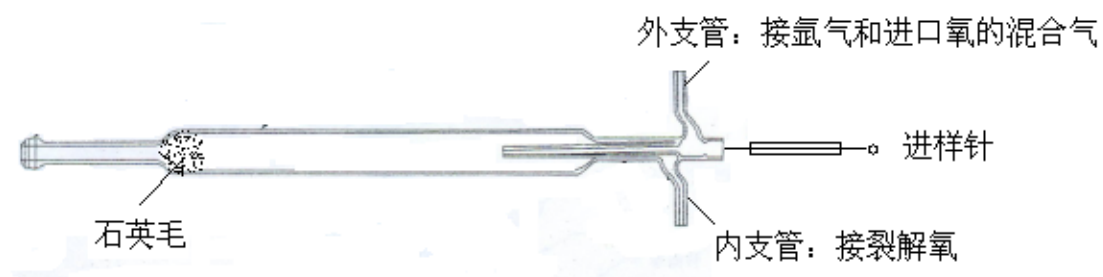


图 4.6 轻质油石英裂解管构造示意图

4.6.2 重质油石英裂解管

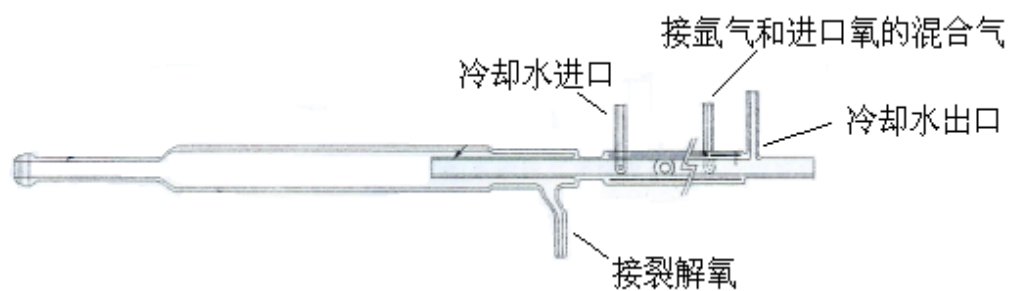


图 4.7 重质油石英裂解管构造示意图

五、仪器安装

5. 1 安装环境及顾客自备材料

5.1.1、环境温度： $5^{\circ}\text{C} \sim 35^{\circ}\text{C}$ ；

5.1.2、相对湿度： $\leq 85\%$ ；

5.1.3、周边应避免温度急剧变化和阳光直射；

5.1.4、周边无强烈振动、灰尘、腐蚀性气体、强电场或强磁场干扰；

5.1.5、电源：交流电压： $220\text{V} \pm 22\text{V}$ 、 $50\text{Hz} \pm 1\text{Hz}$ ，功率： $\geq 3\text{KW}$ 。最佳能配备功率不不大于 500WUPS（供应计算机和测定仪主机控制某些）；

5.1.6、仪器主机与温控电源需分相，安装应避免同大功率高频电子设备接在同一电源上；

5.1.7、仪器安装应有良好地线，其对地电阻应不大于 5Ω ；

5.1.8、高纯氧气：纯度 $\geq 99.995\%$ ；含水量 $\leq 5\text{ppm}$ ，另备一氧气减压阀。

注意：为使分析系统长期稳定工作，建议使用空调房间。

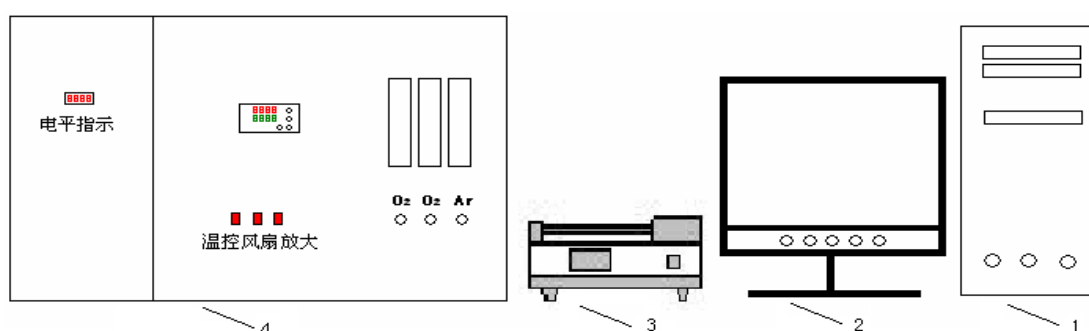


图 5.1 仪器正常安装位置

1——计算机

3——液体进样器

注：此安装位置便于单人操作该仪器

5.3 安装注意事项

仪器必要安装在无可燃性气体存在环境中。

5.3.3、在连接好各路气体管线、打开气瓶后来方可打开电源。

、在分析易挥发性样品或可燃性气体（例如液化石油气，烃类气体）时，必须保证样品被引入分析系统之前空气畅通，否则整个分析系统应当被放置在通风橱内。

5.4 气路安装及泄露检查

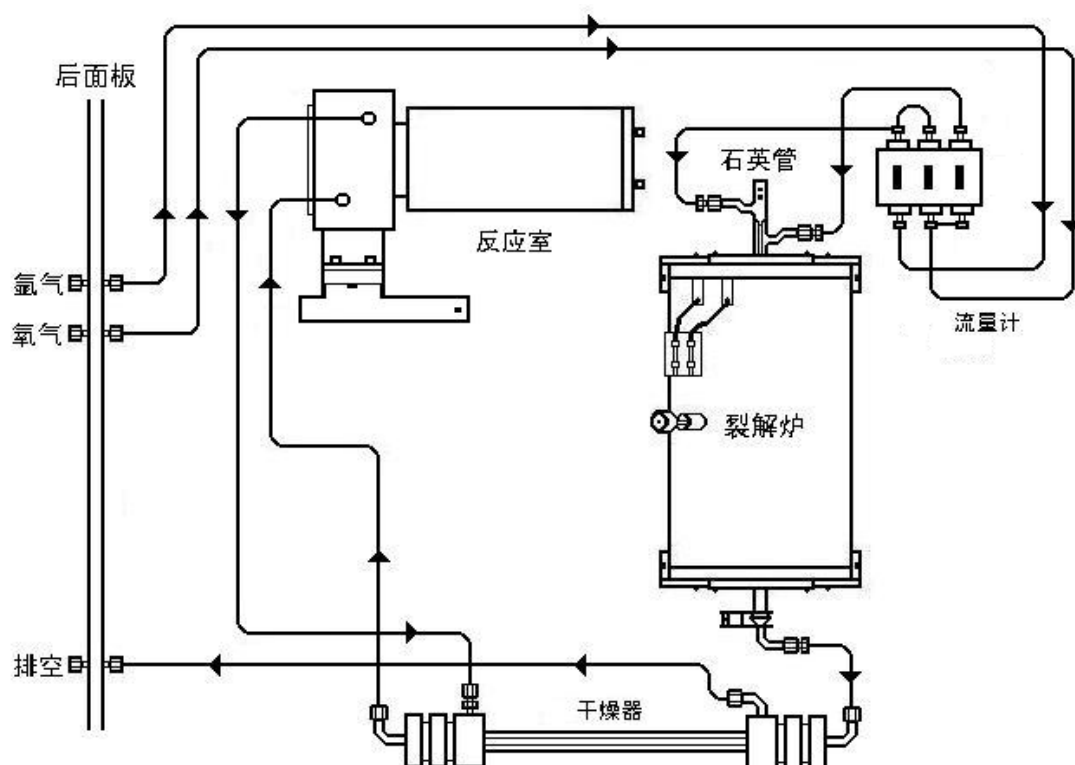


图 5.2

依照图 5.2，对的地连接各气路管线。

所有气源（载气和氧气）都应通过干净干燥铜或不锈钢管线来输送。这些管线都应通过仔细冲洗和干燥以保证气体不受污染。清洗新管线时，先用三氯甲烷或三氯乙烷，然后用甲醇或丙酮，最后用空气干燥。可以溶解油或油脂其他溶剂也可使用。所有溶剂都应是试剂级或质量更好溶剂。

所有气源都应是高纯气体，其纯度必要达到系统规定规定。每一种钢瓶都需配备一种两级压力调节器，以使将气瓶压力降到所规定工作压力。连接好所有

气体接头后来，应仔细检查系统有无泄漏，保证气路系统完好性。

5.4.1 气源泄漏检查：

先切断主机、温控器电源。打开气瓶上主阀并将气源压力调节到 4.0Pa (60psig)。

将各气源两级压力调节器分压控制手柄返回原位，监测分压表，10 分钟之内压力应没有明显下降。如果有泄漏，应仔细检查各气路管线接头，并找出泄漏位置。泄漏接头只要上紧到足以制止泄漏即可。上得过紧会损坏套圈和接头。

注意：检测气路与否泄漏时，应注意不要弄潮湿任何电气或电子部件，否则会严重损坏部件。

5.4.2 内部泄漏检查：

系统内部气体连接管线在仪器出厂前都作过仔细检查和泄漏实验。如果系统未作任何升级改动或维修，普通不需检查泄漏。

顾客在安装流量系统关于部件（如石英裂解管）时，必要严格按照本阐明书中关于章节规定操作环节进行。只要对的安装这些部件，普通不必检查泄露。

5.5 石英裂解管安装

裂解管由石英制成，它作用是将样品中有机硫样品被完全汽化并发生氧化裂解，其中硫化物定量地转化为二氧化硫。其安装环节如下：

5.5.1 拆下主机两侧活动挡板：

5.5.2 裂解管出口端放入少量石英毛（详见图 4.6），同步装上新硅胶垫，然后用棉花沾取少量酒精或丙酮等溶剂将管外壁擦干净，以清除上面污垢和手印；

5.5.3、小心将裂解管放入裂解炉中，使进样口处在炉子右端；

5.5.4、将裂解氧气管线与石英管裂解氧气进口相连，载气管线与裂解管载气进口相连；

5.5.5

、用四个半圆形保温陶瓷环（裂解管固定夹）将裂解管左右两端固定好；

注意：应使石英裂解管尽量与裂解炉内腔同轴，以保证管子受热均匀！

5.5.6、用磨口弯头将石英裂解管尾端与仪器内部样品气进口相连，并用管接头夹子将接头和裂解管尾端夹紧；

注意：要保证裂解管与球型磨口接头之间不漏气！

5.5.7、将主机两侧活动挡板装好。

六、仪器软件操作简介



打开计算机，双击界面图标浮现如下欢迎界面（图 6.1），点击欢迎界面进入主界面(图 6.2)



图 6.1 欢迎界面

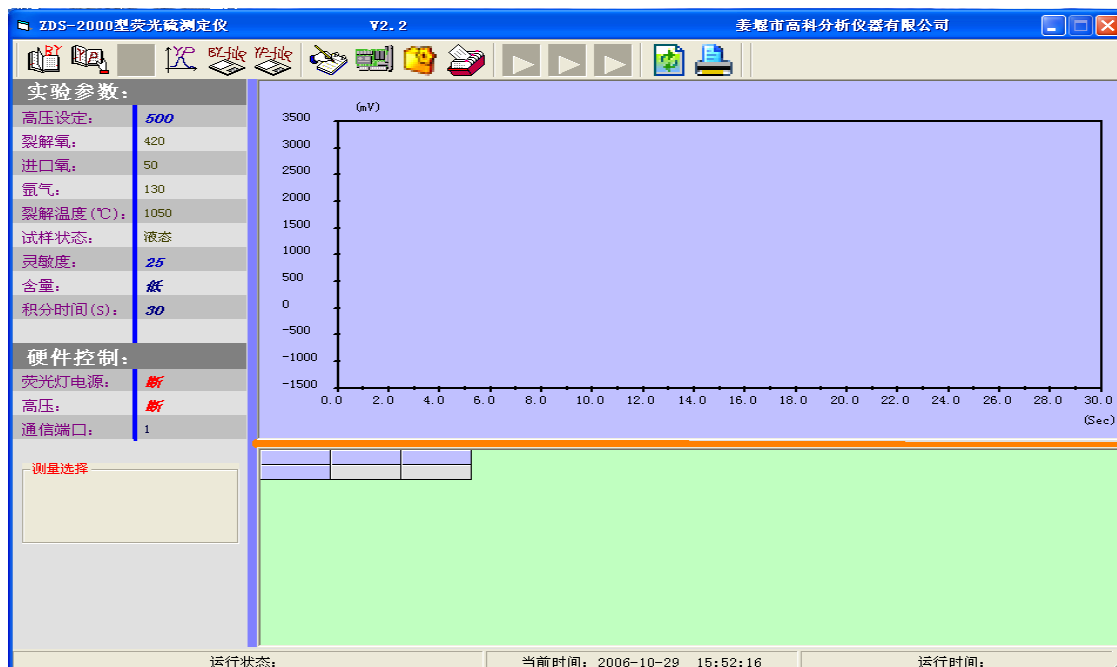


图 6.2 主界面

软件操作阐明是依照系统主菜单顺序简介。

6.1 系统文献解决

6.1.1. 打开标样文献：用鼠标单击“打开标样文献”图标，显示如图 6.3，标样曲线文献名由制作曲线年、月、日和时间并加上标样两个字母构成 14 位字符，例如:BY 表达 11 月 04 日 10 时 11 分 09 秒制作，BY 表达制作是标样曲线，打开该文献浮现如图 6.4 所示。

图中曲线区域内一条直线表达由数据区域内三组不同标样积分数据制作而成原则曲线，直线附近数据表达该曲线有关系数。

“测量参数”表达制作原则曲线工作条件。

单击“打印”键可以打印出该原则曲线及其工作条件，以便备案保存。

按“退出”键即可进行原则曲线重新制作或样品分析。

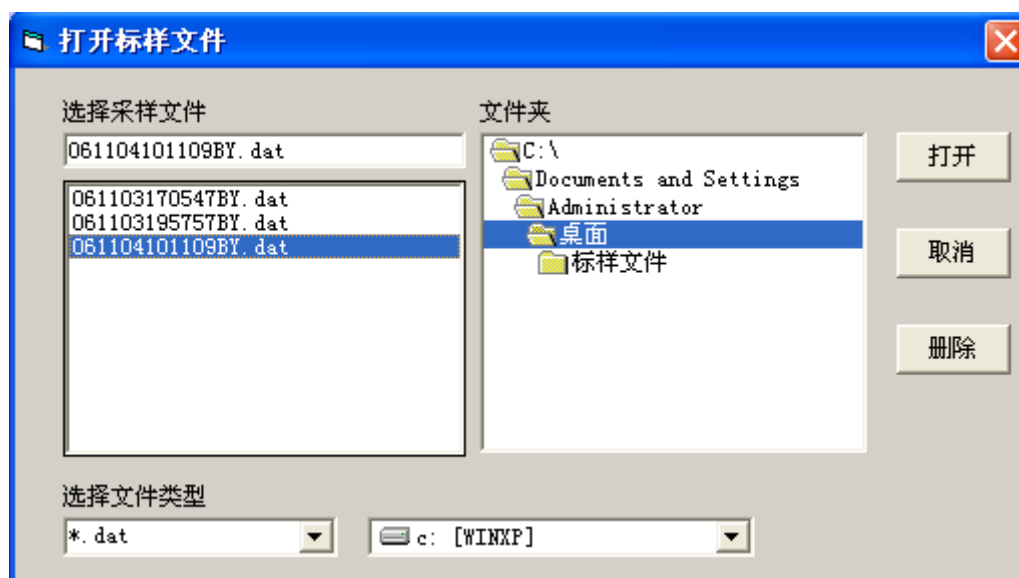


图 6.3 “打开标样文献”窗体

6.1.2. 打开样品文献：点击“打开样品文献”菜单打开需要查询样品文献。用鼠标单击“打开样品文献”图标，显示如图 6.5 样品文献名，样品文献名由 14 位字符构成，涉及年、月、日和时间，例如：表达 11 月 4 日 09 时 25 分 28 秒。

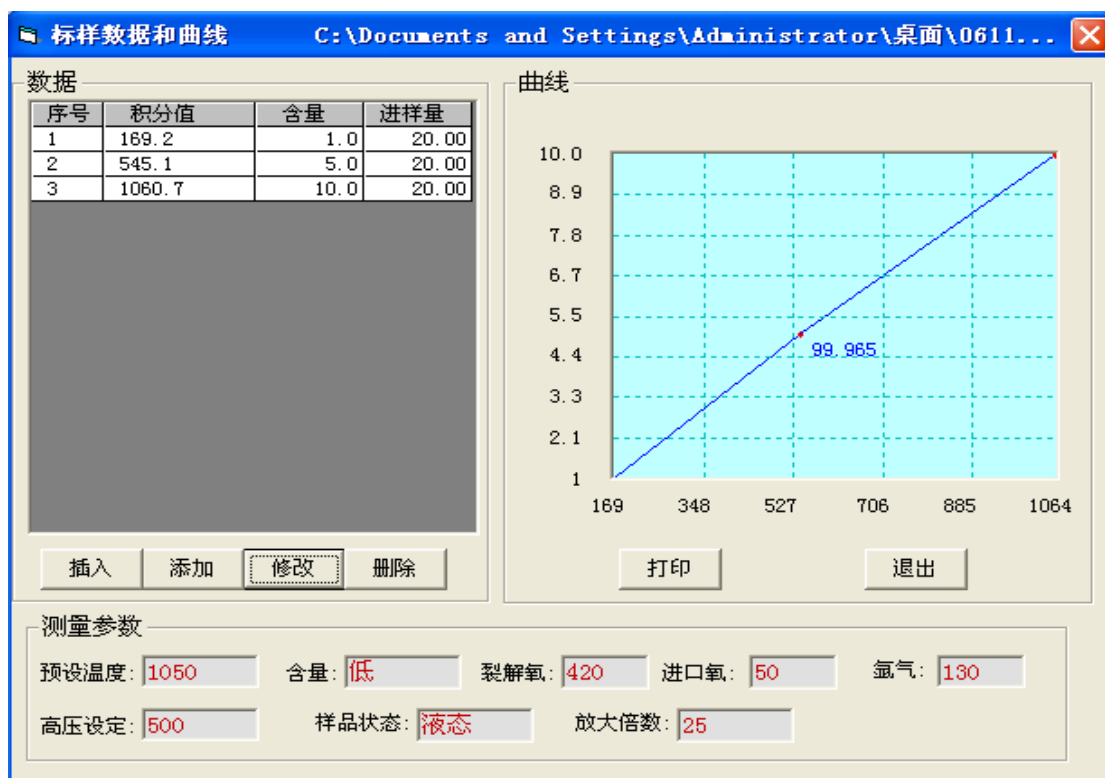


图 6.4 “标样数据和曲线”窗体

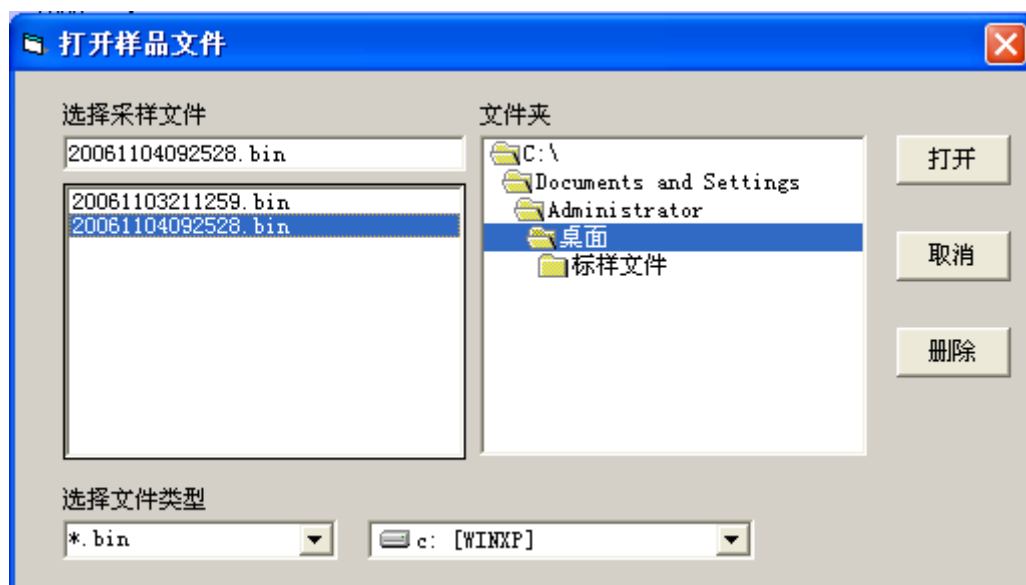


图 6.5 “打开采样数据文献”窗体

点击样品文献名，打开用鼠标点击样品序号，按“求平均”键，算出其平均值，如图 6.6 所示。（注：最多可选 6 个样品进行求平均值）。单击图 6.6 “确”，显示如图 6.7 所示曲线。

选择样品 C:\Documents and Settings\Administrator\桌面\2006110409252...

* 每次最多可以选中六个样

	序号	浓度	进样量	积分值	实验时间
☐	1	1	20	409.0	2006-11-04
☐	2	1	20	415.0	2006-11-04
☐	3	1	20	325.0	2006-11-04
☐	4	1	20	380.0	2006-11-04
☐	5	1	20	595.0	2006-11-04
☐	6	1	20	572.0	2006-11-04
☐	7	10	20	858.0	2006-11-04
☐	8	10	20	916.0	2006-11-04
☐	9	10	20	811.0	2006-11-04
☒	10	10	20	1223.0	2006-11-04
☒	11	10	20	1236.0	2006-11-04
☒	12	10	20	1247.0	2006-11-04
☐	13	10	20	905.0	2006-11-04
☐	14	10	20	1195.0	2006-11-04
☐	15	10	20	1132.0	2006-11-04
☐	16	10	20	1136.0	2006-11-04
☐	17	10	20	1134.0	2006-11-04

确定

清除

取消

求平均

含量: 积分值: 求平均

图 6.6 “选取样品”窗体

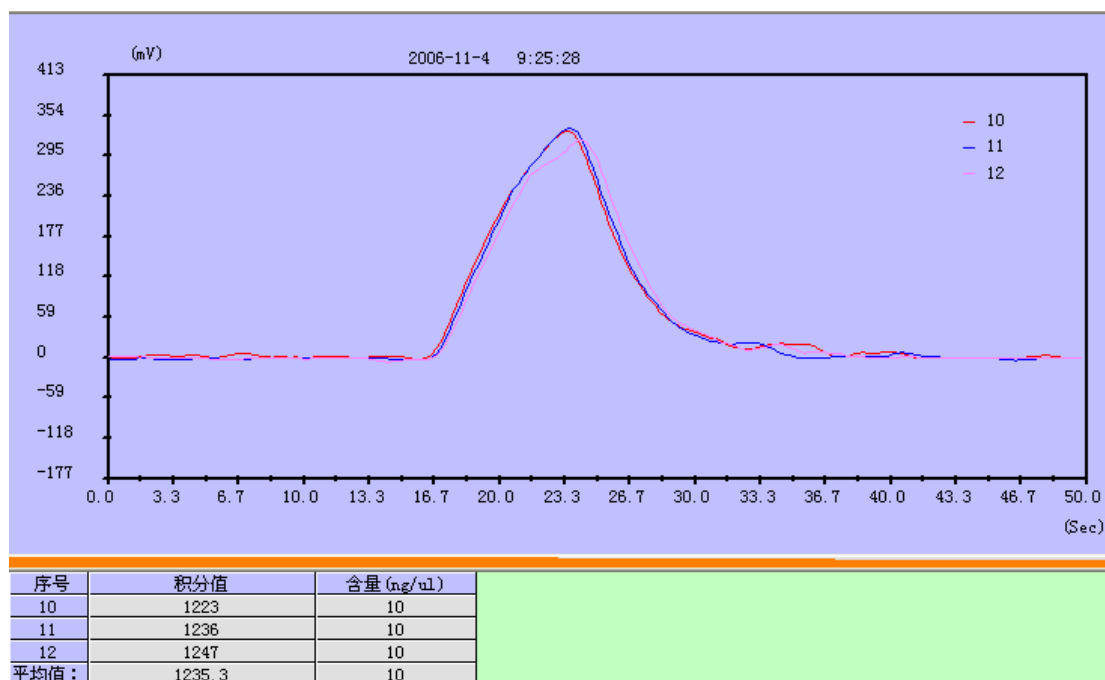


图 6.7 样品测量数据峰形

以上内容仅为本文档的试下载部分，为可阅读页数的一半内容。

如要下载或阅读全文，请访问：

<https://d.book118.com/545231101202011143>