

# 稳流分部收集器

陈燕平 陈齐良 李昶熹 由文取

本文叙述了一种稳流分部收集器的工作原理及使用结果。收集器采用定容积式的取样方式；设计了蠕动泵使液体流过的速度维持稳定。本收集器特别适于作各种色层分离流洗之用，使化学分离自动进行成为可能。

随着化学实验技术的发展，各种色层分离流洗技术的应用极为广泛，各国化学工作者和仪器制造部门制造了各种型式分部收集器，为化学实验者充当流洗液体取样操作的机器人，也可作为医疗研究机构及药物和食品制造等部门的得力助手。

分部收集器按取样方式可归纳为下列四种类型<sup>[1]</sup>：

(1) 定时间取样；(2) 定滴数取样；(3) 定重量取样；(4) 定体积取样。

采用定时间取样时，由于色层分离柱内部阻力和流洗液粘度等变化，难于维持恒定的柱液流速，如不及时调节流速，流出液的体积变化极大，导致实验误差，甚至不能使用。

当柱液流速较慢时，选用定滴数取样<sup>[2]</sup>可获得较准确的取样体积。但由于每滴溶液的体积与其表面张力有关，后者又受到流洗液浓度及温度等波动的影响，故定滴数并不完全等于定体积。

采用定重量取样法<sup>[4]</sup>必须严格要求收集容器有相同的重量。当流洗液浓度或比重发生变化时，定重量也不等于定体积。

为了获得取样体积的较高准确性并考虑到仪器制作上的方便，我们选择了定体积的取样方法<sup>[1,3]</sup>。

已知的各种分部收集器，皆未见有稳定柱液流速的装置。这些仪器只能作简单的流洗液取样操作。本文设计的收集器（图 1）由于安装了一台蠕动泵，使柱液流速自动获得稳定。此外在阀开放的同时，由于泵的自动停止，取样漏斗上面交换柱中的流洗液可停止滴出，提高了取样体积的准确性。这些特点是一般同类仪器所不具备的。

## 收集器的自动操作程序

根据流洗实验的实际要求，选用了可变阻容充电式闸流管延时继电器来控制执行继电器，使用者能根据不同的收集体积和柱液流来调整收集器，以获得最紧凑

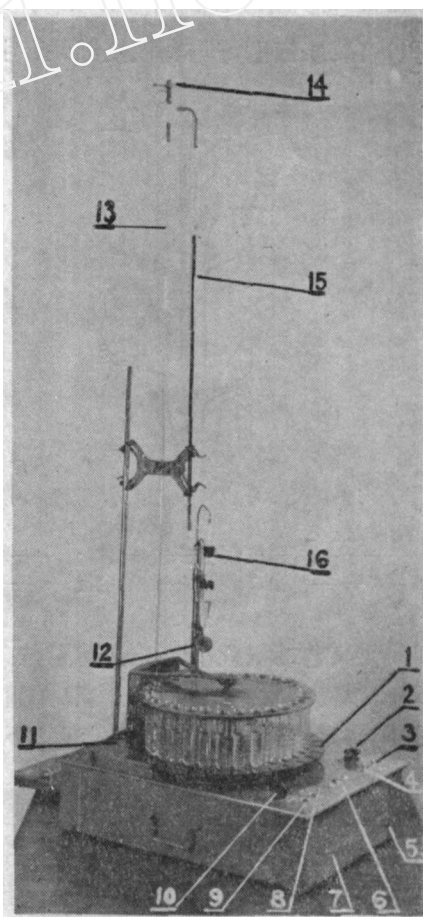


图 1 应用于离子交换分离中的  
稳流分部收集器全貌图

1—转盘；2—泵流量调节；3—“盘”开关；4—“泵”开关；5—泵最小流量调节；6—指示灯；7—阀灵敏度调节；8—“阀”开关；9—电源开关；10—阀延时调节；11—凸轮机构外壳；12—阀；13—玻璃细管；14—三通阀；15—色层分离柱；16—取样漏斗。

的自动操作程序。

收集器整个自动操作程序见图2。

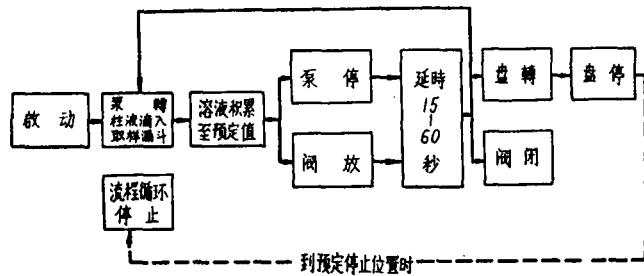


图2 收集器自动操作程序图

器,溶液表面刚好与电极接触,此时閘流管继电器立即动作,控制连接泵电动机的执行继电器

收集器启动以后,泵电动机立即开始转动,旋动面板右面的“泵流量调节”电位器可调整其转速,使柱中的流洗液按预定的流速滴入取样漏斗(图3)。

漏斗下面的閘(图4)在平时紧闭,故流洗液可逐渐在漏斗中积累,调节漏斗顶部接触电极的高度,使漏斗中的溶液积累到预定的收集容

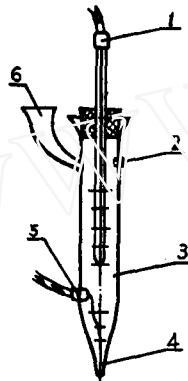


图3 取样漏斗

- 1—铅丝电极; 2—安全出口; 3—玻璃外壳;
- 4—滴出口; 5—铅丝电极; 6—入口。

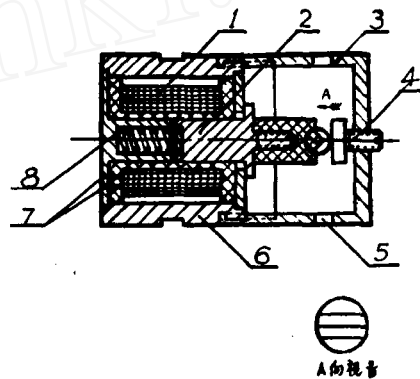


图4 閘

- 1—线圈; 2—拉杆; 3—塑料外壳; 4—
- 调节螺絲; 5—胶管导孔; 6—铁外壳; 7—
- 线圈引线; 8—弹簧。

器,使泵电动机立即停止转动。与此同时,閘开放,使收集漏斗中已积累起来的流洗液全部漏入閘下面的收集试管中。待取样漏斗中的溶液完全漏完后,閘流管继电器还原,此时閘立即关闭,转盘电动机开始转动,直到下一个空试管正确地移到閘下面时方才停止。在閘关闭的同时,泵电动机又开始转动,于是又重复开始收集下一个试样。当转盘上的最后一个空试管移到閘下面时,转盘边上凸出的止动螺钉将连接在泵电动机控制绕组线路中的微动开关按下,使泵立即停止转动,停止整个重复循环的自动操作程序。

閘流管控制的继电器线路,从动作开始到还原的一段延时时间,可以根据收集容积及流洗液的流动性大小进行调节。这个线路的延时不可避免地有一些误差。为了获得既可靠又紧凑的自动操作程序,必须将面板左面的“閘延时调节”旋钮选择一个适当位置,使继电器线路作用的持续时间等于取样漏斗中的溶液完全漏完所需要的時間再多五秒钟。

### 收集器的手动操作

在修理、调整收集器或发生特殊事故时,往往要使用手动操作使收集器恢复到正确的工作状态。

将閘开关拨向“放”,此时閘将始终处于开放状态,漏斗中的溶液由閘中流出。将泵开关拨

向“停”，則無論繼電綫路处于何种工作状态，泵不轉动。由此可方便地处理交換柱和連接管道中的某些故障。將盘开关撥向“轉”，轉盘电动机將不停地轉动，这样我們在开始实验時就可以將盘旋轉，使盘边上的止动螺釘停止在預定的起始位置上，然后再將此开关撥向“自动”，使最后一个空試管轉到閥下面时，收集器將自动停止循环操作。

在进行手动操作时，如果要使某一个試管正确地停止在閥下面，只要在試管的中心接近閥下面时将盘开关撥向“自动”。此后盘將繼續自动轉动，直到試管对准着中心位置时方才停止。

### 綫路結構及調整

图 5 表示了收集器全部电路图。为了获得柱液流速及閥流管繼電綫路工作的穩定性，收集器内部装有一个串联諧振鉄磁飽和穩压器，当电源电压在 220 伏上有  $\pm 10\%$  变化时，保證了收集器能連續不断地正常工作。

將开关  $S_1$  撥至“开”的位置后，如果收集器处于自动工作状态，执行繼电器  $R_{L3}$  的綫圈是断开的，其常閉接点接通了泵电动机，使柱中的溶液滴出。

閥流管用的直流电是由  $V_1$  即 6Z4 (6 II 4 II) 整流供給。为了使輸出直流电压不受負荷变化影响，再接入一个  $V_2$  即 WY-1 (СГIII) 穩压管。調整綫繞电阻  $R_4$  使得流过  $V_2$  的电流約为 20 毫安左右。  $V_3$  即 MTX-90 冷阴极閥流管的点火分压器是由  $R_5$ 、 $C_6$  和  $R_6$ 、 $C_8$  二个积分綫路所組成的， $C_8$  值选得較太以防止附近強大高频干扰信号引起  $V_3$  点火。

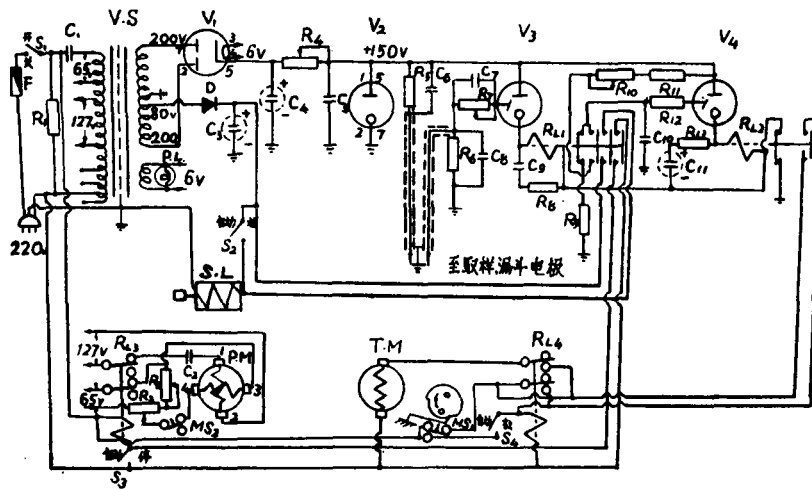


图 5 穩流分部收集器电路图

此外，連至漏斗电极接点的引綫最好选用屏蔽綫。

并联在控制繼电器  $R_{L1}$  綫圈两端的  $C_9$ 、 $R_8$  是为了使  $R_{L1}$  在断电还原时，在它两端不致产生振蕩的高电压而使  $V_3$  重新点火。  $V_3$ 、 $V_4$  点火栅极中串連的电阻是为了保証它們能可靠动作。对于同型号的各个閥流管，点火栅极的控制特性亦有些不同，因此这些电阻必須經過适当挑选。

当取样漏斗中的溶液表面与其上部的接触电极相接触时，有一百多伏的直流电压加在  $V_3$  的点火栅极上，于是  $V_3$  的阳极与阴极之間就放电，使  $R_{L1}$  吸合。它又使执行繼电器  $R_{L3}$  吸合，泵电动机立即停止轉动。同时，它又接通了螺綫管綫圈  $S.L$  使閥开放。这个綫圈的直流电是由  $\Delta 7 \Gamma$  ( $\Delta \Gamma \Pi - 24$ ) 半导体二級管整流供給。

另一方面,  $R_{L1}$  的吸合使  $C_{10}$  通过  $R_{11}$ 、 $R_{10}$  充电。为了使  $R_{L1}$  的吸合时间可以在较大的范围内调整, 因此  $R_{10}$  选了一个高电阻的可变电位器。当  $C_{10}$  充电到  $V_4$  即 MTX-90 的点火电压时, 由于  $V_4$  的放电使控制继电器  $R_{L2}$  吸合, 接通了执行继电器  $R_{L4}$  的线圈。因为  $R_{L1}$  和  $R_{L2}$  的线圈均有一根连接  $R_{L2}$  常闭接点的公共接地线, 因此  $R_{L2}$  的吸合立即使  $V_3$ 、 $V_4$  灭火, 随后  $R_{L1}$  和  $R_{L2}$  释放, 使整个闸流管继电器线路恢复到原来不导电的状态, 以等待下一个重复过程。由于  $R_{L4}$  本身有自锁接点, 因此它一经吸合, 不管  $R_{L2}$  以后处于何种工作状态, 总是能接通转盘电动机, 使它启动凸轮(图 5) 旋转, 依靠它上面的二个拨锁来拨动转盘。凸轮的两个半周采用了不同的直径和曲线, 使得当凸轮每旋转半周就使微动开关  $MS_1$  处在断开的中间位置一次, 以达到使  $R_{L4}$  还原的目的。由于选择的转盘电动机 T. M 的功率仅 10 瓦左右,  $MS_1$  一旦断开, 凸轮靠惯性旋转的角度很小, 因此  $MS_1$  按钮的位移也极其微小, 此外, 仔细观察微动开关  $MS_1$  的动作情况, 可以发现在按下微动开关  $MS_1$  时, 它不易停留在断开的中间位置; 然而放开  $MS_1$  时, 如果这个动作足够小, 就很容易使它处于断开的中间位置, 使  $R_{L4}$  的下次吸合造成

困难。因此凸轮的设计制造必须注意, 使得按下微动开关的动作可以比较缓慢, 而释放微动开关的动作必须十分迅速。

在  $R_{L2}$  线圈的两端并联有相互串连的  $R_{13}$  和  $C_{11}$ 。依靠  $V_4$  导电瞬间在  $C_{11}$  中所充的电荷, 使  $R_{L2}$  在  $V_4$  熄火以后的短时间内仍然保持吸合的状态, 以保证  $R_{L4}$  有足够的进行动作。

在调整的过程中发现, 如果执行继电器  $R_{L4}$  的衔铁弹簧调整得不够紧, 会延长它的释放时间, 以致  $MS_1$  的快速释放动作会使  $R_{L4}$  的自锁接点没有来得及脱开又再合上, 使凸轮一连把盘拨了二次以后方才停止。但是如果  $R_{L4}$  的衔铁弹簧调得太紧, 在电源电压较低时接通  $R_{L4}$  线圈, 它的衔铁将发生不应有的抖动。在进行此项调整

时, 可将仪器接到交流 185 伏的电源, 调整  $R_{L4}$  的衔铁弹簧, 直到使它和凸轮相互协调的动作完全可靠为止, 最后加以锁紧。

$R_{L1}$  释放以后,  $C_{10}$  上的电荷通过  $R_9$  放电, 使下一次  $C_{10}$  的充电仍然从零伏开始, 以保证继电器线路延时的稳定性。

转盘电动机 TM 采用 CJ-02 同步电动机, 端电压为交流 220 伏。泵电动机 PM 采用伺服电机 PJ-09, 主绕组中串以 1 微法的电容器, 接至稳压器 127 伏的端钮上, 以获得与控制绕组不同相位的电压。控制绕组上的电压取决于泵流量调节电位器  $R_2$  的旋转位置,  $R_2$  的位置不同, 可获得不同的电动机转速。考虑到以后收集器中泵转动时的阻力不完全一样, 为使  $R_2$  放在起始位置上都能获得预定的最低柱液流速, 在  $R_2$  线路中接入一千欧的线绕电位器  $R_3$ , 每当泵换新胶管时必须重新调整  $R_3$ 。串连在 P. M 控制绕组中的微动开关  $MS_2$ , 是为了使转盘转动整整一周时将这个控制绕组的线路切断, 使泵电动机停止转动。

如果拨动开关  $S_2$ 、 $S_3$  或  $S_4$  时引起  $V_3$  点火, 则可在开关两端并联一个 0.01 微法耐压 400 伏的纸质电容器, 以减少开关动作时的火花。

在收集器按装完毕后, 用强光照射  $V_3$ 、 $V_4$  的阴极, 引起它们点火, 因此最好把  $V_3$ 、 $V_4$  按装在不受外界光线照射的地方, 在制造时应予注意。

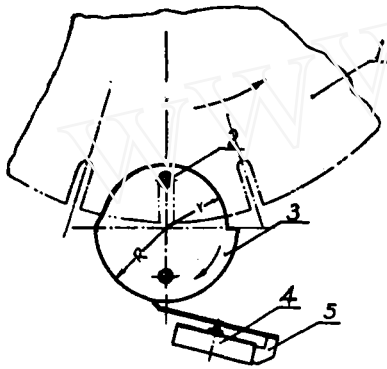


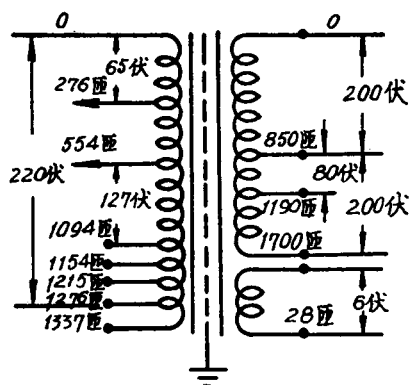
图 6 凸轮示意图

- 1—转盘; 2—拨锁; 3—凸轮;  
4—微动开关; 5—弹簧片。

稳流分部收集器电路零件表

标号	名称	型号	数据	备注
S <sub>1</sub>	“电源”开关	单刀单掷	250伏, 3安	
S <sub>2</sub>	“阀”开关	单刀单掷	250伏, 3安	
S <sub>3</sub>	“泵”开关	单刀单掷	250伏, 3安	
S <sub>4</sub>	“盘”开关	单刀单掷	250伏, 3安	
MS <sub>1</sub>	微动开关	开利单刀双掷		
MS <sub>2</sub>	微动开关	开利单刀双掷		
F	保险丝	玻璃管式	220伏, 0.5安	
V <sub>1</sub>	整流管	6Z4(6U4Π)		
V <sub>2</sub>	充气稳压管	WY-1(CT1Π)		
V <sub>3</sub>	冷阴极闸流管	MTX-90		
V <sub>4</sub>	冷阴极闸流管	MTX-90		
D	半导体二级管	Д7Г(ДГП-2Г)		
R <sub>L1</sub>	控制继电器	阿城DZ-15改制	线圈电阻 12千欧(直径0.05毫米漆包线)三个常开接点, 一个常闭接点	
R <sub>L2</sub>	控制继电器	阿城DZ-15改制	线圈电阻 12千欧(直径0.05毫米漆包线)一个常开接点, 一个常闭接点	
R <sub>L3</sub>	执行继电器	614型双刀双掷	交流 220伏	
R <sub>L4</sub>	执行继电器	614型双刀双掷	交流 220伏	
R <sub>1</sub>	炭膜电阻	RT-0.5	510千欧±10%, 0.5瓦	
R <sub>2</sub>	“泵流量调节”电位器	绕线电位器	1.5千欧, 3瓦	
R <sub>3</sub>	“泵最小流量调节”电位器	绕线电位器	1千欧, 3瓦	
R <sub>4</sub>	可变抽头电阻	绕线	3千欧, 5瓦	
R <sub>5</sub>	炭膜电阻	RT-0.5	1兆欧±10%, 0.5瓦	
R <sub>6</sub>	炭膜电阻	RT-0.5	10兆欧±10%, 0.5瓦	
R <sub>7</sub>	“阀灵敏度调节”电位器	WTH-I	1兆欧	
R <sub>8</sub>	炭膜电阻	RT-0.5	3.2千欧±10%, 0.5瓦	
R <sub>9</sub>	炭膜电阻	RT-2	100欧±10%, 2瓦	
R <sub>10</sub>	“阀延时调节”电位器	WTH-I	3.9兆欧	
R <sub>11</sub>	炭膜电阻	RT-0.5	1兆欧±10%, 0.5瓦	
R <sub>12</sub>	炭膜电阻	RT-0.5	1兆欧—3兆欧±10%, 0.5瓦	调整时决定
R <sub>13</sub>	炭膜电阻	RT-0.5	1.1千欧±10%, 0.5瓦	
C <sub>1</sub>	油浸密封低质电容器	CZM-L	2微法±10%, 600伏	
C <sub>2</sub>	油浸密封低质电容器	CZM-L	1微法±10%, 400伏	
C <sub>3</sub>	密封电解电容器	CD-1W-N	10微法, 150伏	
C <sub>4</sub>	密封电解电容器	CD-1W-N	20微法, 450伏	
C <sub>5</sub>	密封低质电容器	CZM-J1	0.1微法±10%, 400伏	
C <sub>6</sub>	密封低质电容器	CZM-J1	0.1微法±10%, 400伏	
C <sub>7</sub>	小型瓷质电容器	CCD-G	115微微法±10%, 250伏	
C <sub>8</sub>	密封纸质电容器	CZM-C	4700微微法±10%, 600伏	
C <sub>9</sub>	密封纸质电容器	CZM-W	0.5微法±10%, 200伏	
C <sub>10</sub>	金属膜低质密封电容器	CZJ-b	10微法±10%, 400伏	
C <sub>11</sub>	密封电解电容器	CD-1W-N	10微法±10%, 300伏	
S.L	螺线管线圈		2.2千欧(直径0.07毫米漆包线)	自制
P.L	指示小灯泡		6.3伏, 0.3安	
P.M	泵电动机	РД-09 伺服电机	交流 127伏, 10瓦, 3转/分—8转/分	
T.M	盘电动机	СД-02 同步电机	交流 220伏, 12瓦, 2转/分	
V.S	稳压器*			自制

\* 稳压器技术数据。



选用厚 0.5 毫米标准 III-25 矽鋼片作鉄芯, 总厚度为 35 毫米, 鉄芯截面积  $25 \times 35$  毫米<sup>2</sup>,  
初級綫径 0.7 毫米,  
次級 400 伏綫径 0.18 毫米  
次級 6 伏綫径 0.7 毫米.

## 蠕 动 泵

### 1. 工作原理与结构

(1) **工作原理** 两个滚轮紧压着固定胶管并沿着它滚动时(图7), 胶管的一端形成局部真空, 溶液被吸入; 另一端溶液被挤出。

当滚轮连续不断的滚压, 具有一定压力和流量的溶液即被连续地压出, 经连接管、交换柱滴入取样漏斗。滚轮连续不断的滚压过程即是蠕动泵的工作过程。

(2) **蠕动泵的结构** 蠕动泵的结构如图8所示: 泵壳1固定在电动机3的轴上, 而电动机3则安装在支架2上。泵壳1上开有四条长槽, 其中装有四个滚珠轴承4。为了便于调整工作, 当松开固紧螺母5后, 滚子即可从胶管6上移开。又为了便于更换滚珠轴承, 泵壳1是由壳体和端盖二部分以紧配合固定的。

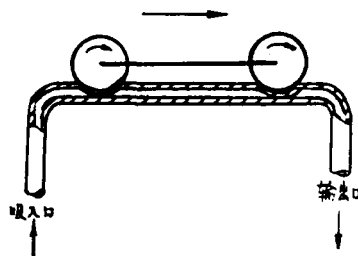


图7 蠕动泵的工作原理

工作时, 四个滚珠轴承4压紧在装于泵芯7凹槽内的胶管6上, 泵芯7利用固定螺丝8撑紧在底板9上, 若要重新安装胶管, 只须撑松此螺丝, 泵芯即可方便地沿导轨取出。泵芯与泵壳在设计时是严格保证其同心度的。这种泵的结构特点是: 完全密封、耐酸碱腐蚀和结构简单。

由于管道系统内泵用胶管和胶管接头是弹性元件, 各个滚珠轴承的尺寸误差不能完全保证纯滚动的条件等, 以致蠕动泵工作时, 随着交换柱内液阻的变化, 流量有很小的变化。但这些变化是在实验允许误差范围以内。

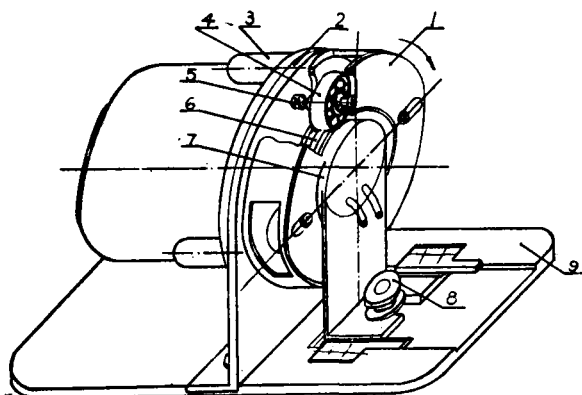


图8 蠕动泵结构示意图

1—泵壳; 2—支架; 3—电动机; 4—滚珠轴承; 5—固紧螺母; 6—胶管; 7—泵芯; 8—固定螺丝; 9—底板。

### 2. 调整和使用时的注意事项

(1) 按装胶管时, 考虑到胶管是弹性元件以及每个滚珠轴承的尺寸误差, 必须使胶管有适

当的松紧程度。否则当蠕动泵工作时易发生“皱折”情况,以致使交换柱内溶液产生较大的脉动,在滴口滴出的溶液发生“回抽”现象。

(2) 由于滚珠轴承宽度有各自的误差,所以在调整时必须检查滚珠轴承的边缘在泵芯凹槽内是否有卡住现象。

(3) 调整每个滚珠轴承对胶管的松紧程度在小范围内可以调整滴速。

(4) 必须选择壁厚大于 1 毫米的耐酸乳胶管作为胶管。

(5) 要防止有机油浸泡胶管,否则能使胶管涨大而不合使用。

(6) 电动机变速齿轮应定期加机油进行润滑,以防止过早磨损。

### 管 道 系 统

蠕动泵的出口管路中装有一个气泡收集器,防止空气泡潜入柱内影响实验的正常进行。如果在安装管道时有残留空气,也可由交换柱顶部的三通阀来排除。

为了减少在阀开放时由交换柱滴口中滴出的溶液量,整个管道应尽量采用玻璃细管。

### 实 验 结 果

收集器经最后一次调整后,经过五昼夜的连续工作,其各部分的工作情况均保持正常;当电源电压在  $220 \pm 10\%$  伏上下变化时,收集器仍能稳定工作。

流量调节范围为 0.48—1.2 毫升/分,电源电压在 180—240 伏的范围内变化时,泵流量仍能维持恒定(见图 9)。

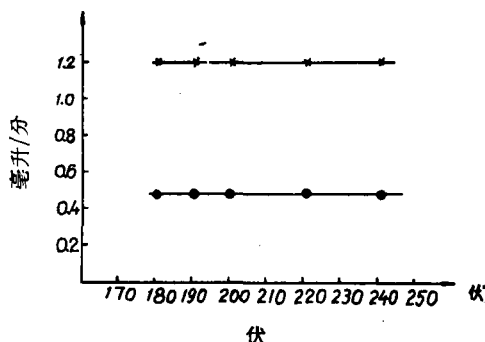


图 9 电源电压-泵流量曲线  
x——最大流量; o——最小流量。

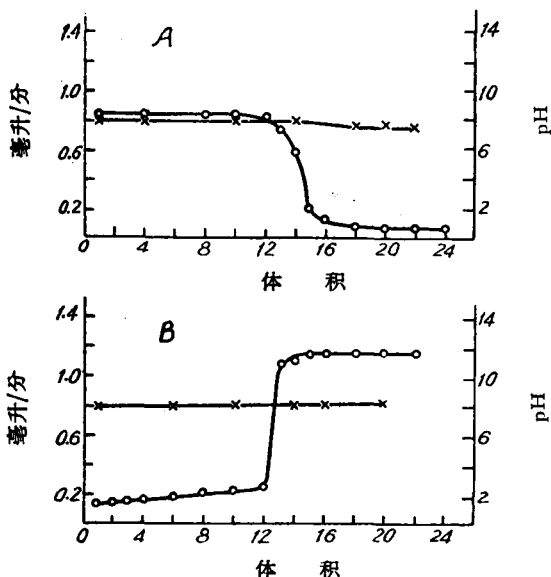


图 10 泵流速与流出液 pH 值-取样体积曲线  
x——泵流速; o——流出液 pH; 树脂:  
A——AH-2φ(OH 式), B——AH-2φ(Cl 式);  
粒度: 0.2—0.4 毫米; 体积: 20 毫升;  
流洗液: A——0.2NHCl; B——0.2NNaOH。

当色谱分离柱内装入 AH-2φ 细粒度树脂进行流洗时,由于树脂的 pH 剧烈变化,使柱内液阻变化而引起流速的变化,最大值为 2.5—5% (见图 10)。

漏斗取样体积的范围为 2—50 毫升,在避免剧烈震动,当取样体积为 25 毫升时,所测得的均方根误差小于  $\pm 0.05$  毫升。试验表明,若取样体积更小时,为获得小的体积误差,可以另外设计直径较小的漏斗。

收集器尚能适用于收集导电性较差的溶液。漏斗中溶液与部电极相接触时,电极间容许的最大电阻值为 5 兆欧。

阀开放的延时时间可在 15 秒—60 秒的范围内调节,延时误差小于  $\pm 10\%$ 。

轉盘上放着 30 个容积为 50 毫升的收集試管,更換試管的時間为 15 秒。

此項研究工作是在楊承宗先生的創議和深切关怀下进行的,在制作过程中得到了机修厂同志們的大力协作,特此感謝。

### 参 考 文 献

- [1] W. J. Wechter, J. E. McCarty and B. E. Fisher, *Analytical Chemistry*, **31**, 159 (1959).
- [2] William, H. Stein and Stanford Moore, *Biological Chemistry*, **176**, 337 (1948).
- [3] D. N. Eggenberger and E. F. Cavanaugh, *Analytical Chemistry*, **29**, 1116 (1957).
- [4] Instruction Manual of "Shandon" Fraction Collector, 1962.

(編輯部收稿日期 1964 年 1 月 9 日)

www.cnki.net