

气相色谱仪常用检测器使用注意事项

一、氢火焰离子化检测器（FID）使用注意事项

1、FID 虽然是通用型检测器，但是有些物质在此检测器上的响应值很小或无响应。这些物质包括永久气体、卤代硅烷、甲醛、H₂O、NH₃、CO、CO₂、CS₂、CCl₄ 等等。所以，检测这些物质时不应使用 FID。

2、FID 是用氢气和空气燃烧所产生的火焰使被测物质离子化的，故应注意安全问题。在未接色谱柱时，不要打开氢气阀门，以免氢气进入柱箱。测定流量时，一定不能让氢气和空气混合，即测氢气时，要关闭空气，反之亦然。无论什么原因导致火焰熄灭时，应尽快关闭氢气阀门，直到排除了故障，重新点火时，再打开氢气阀门。高档仪器有自动检测和保护功能，火焰熄灭时可自动关闭氢气。

3、FID 的灵敏度与氢气、空气和氮气的比例有直接的关系，因此要注意优化。一般三者的比例接近或等于 1: 10: 1，如氢气 30~40ml/min，空气 300~400ml/min，氮气 30~40ml/min。另外，有些仪器设计有不同的喷嘴分别用于填充柱和毛细柱，使用时要查看说明书。

4、为防止检测器被污染，检测器温度设置不应低于色谱柱实际工作的最高温度。一旦检测器被污染，轻则灵敏度下降或噪声增大，重则点不着火。消除污染的办法是清洗，主要是清洗喷嘴表面和气路管道。具体办法是拆下喷嘴，依次用不同的溶剂（丙酮、氯仿和乙醇）浸泡，并在超声波水浴中超声 10min 以上。还可使用细不锈钢丝穿过喷嘴中间的孔，或用酒精灯烧掉喷嘴内的油状物，以达到彻底清洗的目的。有时使用时间长了，喷嘴表面会积碳（一层黑色的沉积物），这会影响灵敏度。可用细砂纸轻轻打磨表面除去。清洗之后将喷嘴烘干，再装在检测器上进行测定。

二、热导池检测器（TCD）使用注意事项

1、确保热丝不被烧断！在检测器通电之前，一定要确保载气已经通过了检测器，否则，热丝可能被烧断，致使检测器报废！关机时要待热导检测器温度降至室温，然后一定要先关仪器电源，最后关载气。任何时候进行有可能切断通过 TCD 载气流量的操作，都要关闭检测器电源。这是 TCD 操作必须遵循的规则！

2、载气中含有氧气时，会使热丝寿命缩短，所以有 TCD 时载气必须彻底除氧。而且不要使用聚四氟乙烯作载气输送管，因为它会渗透氧气。

3、载气种类对 TCD 的灵敏度影响较大。原则是讲，载气与被测物的传热系数之差越大越好，故氢气或氦气作载气时比氮气作载气时的灵敏度高。当然，要测定氢气时就必须用氮气作载气。

三、氮磷检测器（NPD）使用注意事项

1、NPD 是在 FID 基础上发展起来的，它与 FID 的不同在于增加了一个热离子源（由铷盐珠构成），其用微氢焰。在热离子源通电加热的条件下，含氮和含磷化合物的离子化效率大为提高，故可选择性地检测这两类化合物。由于用氢气，NPD 的安全问题与 FID 相同。

2、热离子源的温度变化对检测器灵敏度的影响极大。温度高，灵敏度就高，但铷盐珠的寿命就会缩短。增加热离子源的电压，加大氢气流量，均可提高灵敏度。然而必须要注意，空气流量太低又会导致检测器的平衡时间太长；氢气流量太高，又会形成 FID 那样的火焰，大大降低了铷盐珠的使用寿命，而且破坏了对氮和磷的选择性响应。气体流量一般设定为，氢气 3~4ml/min，空气 100~120ml/min，用填充柱和大口径柱，载气流量在 20ml/min 左右，不用尾吹气，用常规毛细柱时，尾吹气设定为 30ml/min 左右。

3、在调节和设置热离子源的电压时，切记关闭检测器电源，以免不小心烧毁铷盐珠。

4、热离子源的活性元素（铷盐）容易被污染缩短使用寿命。

要延长其使用寿命应注意：

第一、避免 SiO₂ 进入检测器，色谱柱要很好的老化，尤其硅氧烷类固定液，其液膜要薄。还要避免衍生化后样品中有 SiO₂ 残留进入色谱柱。

第二、关闭载气（如换钢瓶或换色谱柱）前，应将热离子源的电压调为 0，否则没有载气通过，铷盐珠会在几分钟内烧毁。

第三、在满足灵敏度要求的条件下，尽可能用低的热离子源电压。

第四、仪器存放要避免潮湿，当仪器不用时，最好保持检测器温度在 100 以上（热离子源电压要关闭）。

第五、如果一段时间不进样分析（如过夜），就应该降低热离子源电压，但不要关闭。因为减低电压后铷盐珠仍是热的，再进样时升高电压很快就能稳定。如果关闭后再通电压，则检测器需要几小时的平衡时间。

四、电子捕获检测器（ECD）使用注意事项

1、防止放射性的污染。ECD 都有放射源（一般为 ^{63}Ni ），故检测器出口一定要管道接到室外，最好接到通风出口。不经过特殊培训，不要自己拆开 ECD。要遵循实验室有关放射性的管理条例。比如，至少 6 个月应测试有无放射性泄露。

2、ECD 的操作温度一般要高一些，常用温度范围为 $250\sim 300^{\circ}\text{C}$ 。无论色谱柱温度多么低，ECD 温度均不应低于 250°C 。这是因为温度低时，检测器很难平衡。

3、用 ECD 时载气一般有两种选择，一是用氮气，二是用含 5% 甲烷的氩气。前者灵敏度高一些，但噪声也高；用后者时检测限与前者基本相同，只是线性范围更宽一些。氢气也可以做载气，但是要用氮气做尾吹气。载气与尾吹气的流速之和一般为 60ml/min 。流量太小会使峰拖尾严重，而流量太大又会降低灵敏度。

4、ECD 要避免与氧气或湿气接触，否则噪声会明显增大。因此载气和尾吹气要求很好地净化。此外，检测器污染测试和泄漏测试都要严格按照仪器操作规程进行。

五、火焰光度检测器（FPD）使用注意事项

1、FPD 也使用氢火焰，故安全问题与 FID 相同（见上面 FID 使用注意事项）

2、FPD 的氢气、空气和尾吹气与 FID 不同，一般氢气为 $60\sim 80\text{ml/min}$ ，空气为 $100\sim 120\text{ml/min}$ ，而尾吹气和柱流量之和为 $20\sim 25\text{ml/min}$ 。