

# 气相色谱仪火焰光度检测器 (FPD) 维护和维修的注意事项

谯应召

(青岛科技大学, 山东 济南 250014)

**摘要:** 简述火焰光度检测器基本原理和维护维修中的注意事项。

**关键词:** 气相色谱仪;火焰光度检测器;维护

火焰光度检测器 (Flame photometric detector) 是气相色谱仪常用的检测器, 一般用于痕量有机硫化合物、有机磷化合物和某些特殊有机金属化合物的检测, 灵敏度和选择性较好, 属于质量型检测器。

利用富氢火焰, 使含硫、磷原子的有机物分解形成激发态分子。该分子回到基态时, 发射出一定波长的光 (S: 394nm; P: 526nm)。发光强度与被测组分量成正比。

火焰光度检测器操作简便、维护方便、运行成本较低, 低浓度范围内定量能力强, 在石油化工分析、环境监测、食品安全检测等领域应用广泛。

## 1 火焰光度检测器的维护与 维修注意事项

### 1.1 检测器系统的清洁——气路和光路

火焰光度检测器对气路系统和光路系统的洁净程度要求较高, 如果气路或者光路部分发生污染现象, 会导致检测器背景电平上升、噪声增大、色谱峰信号减小甚至发生不能出峰的问题。

火焰光度检测器对气源洁净程度的要求比较高, 尤其是氢气和空气气源。一般而言, 高灵敏度的分析要求使用高纯度的载气、氢气和空气, 如果实验室条件允许, 建议采购高纯载气、氢气、空气钢瓶, 各种气源的纯度不建议低于 99.99%。

特别需要注意空气钢瓶的选用, 市售空气钢瓶分为压缩空气和合成空气两类, 尽量选用高纯合成空气钢瓶, 某些压缩空气钢瓶含有较多有害杂质, 可能会影响检测器正常工作。色谱工作者在定制合成空气钢瓶时, 需要严格指定合成空气钢瓶中高纯氮气和高纯空气的比例, 其体积比应该为 79:21。

当色谱工作者使用氢气发生器和空气发生器作为火焰光度检测器气源时, 需要特别注意气体发生器的维护, 否则可能会导致气源中含有较多烃类杂质, 造成检测器背景电平的升高,

检测灵敏度下降。目前市售的空气发生器，很多号称“无油压缩机”，实际上压缩机输出气体部分仍旧含有油类杂质，仅靠仪器外接的净化器吸附杂质，如果吸附剂饱和失效，发生器输出气体就会携带有一定含量的有机烃类杂质。

火焰光度检测器工作时，烃类杂质燃烧的发射光谱会对有机硫、有机磷发射光谱带来一定的干扰，如图 1 所示。如果气源中含有较高含量的烃类杂质，那么会导致较高的检测器本底信号，待测物质出峰强度降低甚至不能检出。

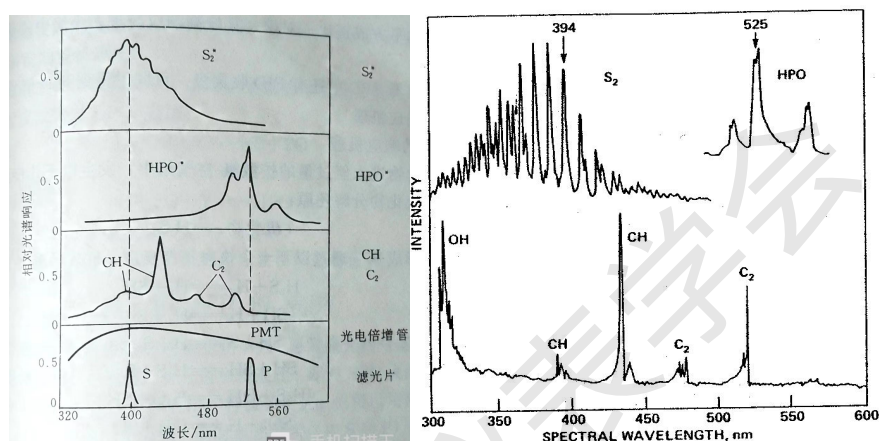


图 1 烃类杂质对火焰光度检测器的干扰

色谱工作者可以通过检测器点火之前与点火之后电平的变化，评价气源是否存在污染，以 shimadzu 的火焰光度检测器的有机硫测试条件为例，检测器点火之后的输出电平一般为 30mV 左右，如果点火之后检测器输出电平远大于 30mV，可能存在气源污染问题。

火焰光度检测器对光路系统的洁净程度比较高，由火焰光度检测器的工作原理可知，色谱系统实际上真正检测的是火焰部分的发光强度，系统光路的污染（例如滤光片、光路的透镜、火焰的石英套）会导致光强度信号减弱。色谱工作者维护检测器时，需要检查光路各个部件的透明程度，如果存在问题，建议清洁或者更换。可以使用镜头纸蘸取溶剂测试光窗、透镜或者滤光片的表面。

火焰石英套筒一般情况下表面可能会沉积白色的无机污染物，较难清洗，不建议使用坚硬的工具，避免造成擦伤，建议考虑直接更换。

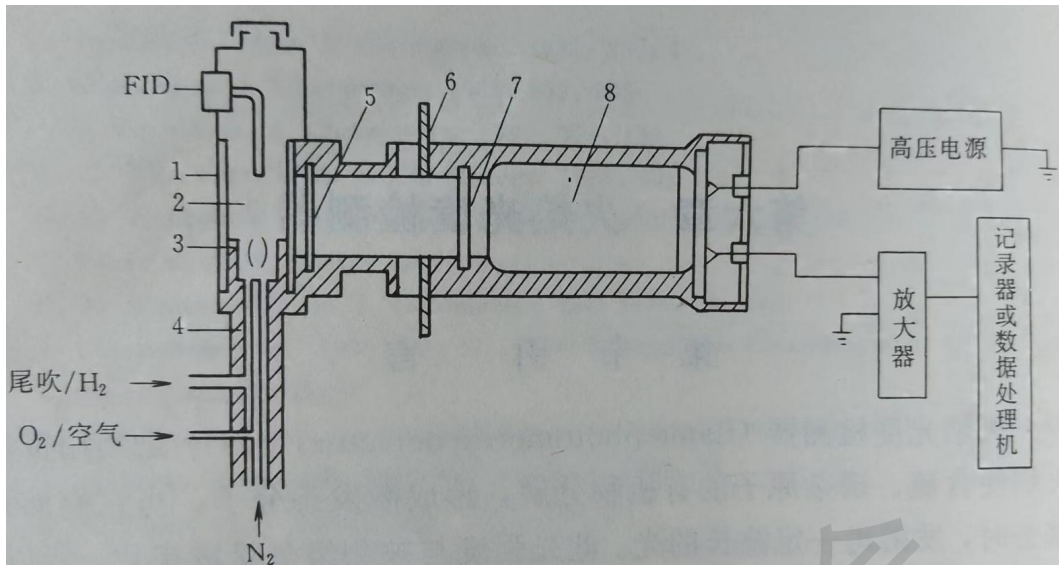


图2 火焰光度检测器的硬件结构

## 1.2 检测器系统的密封问题——光路密封和气路的密封

火焰光度检测器的光-电信号转换部件为光电倍增管，可以感知极弱强度的光信号，色谱工作者在进行检测器维护时，需要注意避免使光电倍增管受强度较大的光直接照射。维护时必须首先切断气相色谱仪电源，建议使用黑色纸张遮盖或者包裹光电倍增管。检测器检修完毕恢复初始状态时，需要保证光路的密封，确认不会产生漏光问题。

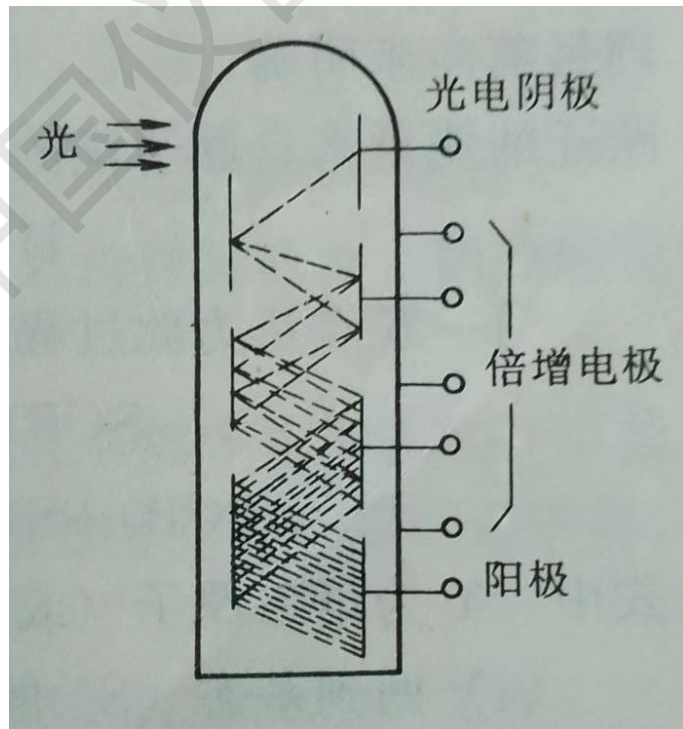


图3 光电倍增管的原理

某些厂家的火焰光度检测器对检测室的气体密封存在一定要求，检测器进行维护和检修之后，需要严格检测仪器内部的密封材料，否则可能造成火焰燃烧产生的水蒸气损伤滤光片和光电倍增管。

此外检测器的泄漏，也会干扰火焰的状态，可能导致分析灵敏度下降甚至待测物质不能出峰。

### 1.3 环境湿度的控制

光电倍增管工作时需要较高的供电电压，一般不低于 700V，如果实验室环境湿度较大，可能会造成检测器绝缘问题甚至出现放电现象。可能会导致色谱仪输出基线噪声异常增大，基线出现无规则的毛刺信号干扰，或者待测物质出峰灵敏度下降，严重情况下会导致电路和光电倍增管的损坏。

### 1.4 点火信号的考察

通过考察检测器点火前后变化的情况，可以考察气源是否存在污染，也可以考察检测器火焰状态是否正常。仍旧以 shimadzu 的 FPD-2010 为例，点火之后的基线电平值一般在 30mV 左右，如果电平值仅有数 mV，那么检测器火焰存在位置不正确的问题，可能需要检查气源流量控制和检测器漏气问题。

### 1.5 待测样品相关问题

火焰光度检测器常用于痕量有机硫化物的检测，此类物质易发生吸附和残留问题，色谱系统的进样口或者进样器需要惰性化处理，否则会造成分析灵敏度下降、检出限升高。此外分析有机硫类物质时，建议使用较低的检测器温度。

火焰光度检测器也常用于有机磷农残检测，某些有机磷农残物质化学性质不稳定，需要气相色谱系统惰性良好。分析甲胺磷、乙酰甲胺磷、乐果、氧化乐果等物质是，建议使用高惰性化衬管，减少石英棉填充量，并使用惰性良好的色谱柱。

某些样品中含有较多干扰元素，在进行有机磷农残测定时，基质出峰较多，对待测组分的干扰较为严重。常见为辛辣类植物，例如葱、姜、韭菜等植物性样品。分析此类样品的有机磷农残时，建议选择 FTD (NPD) 检测器，可以获得更好的选择性。

### 1.6 氦气的保护问题

使用氦气做载气时，微量氦气可能会渗入光电倍增管，造成光电倍增管损坏，所以要使

用氮气作为保护气体吹扫。

## 1.7 样品溶剂的选用，和溶剂峰的问题

火焰光度检测器的溶剂可能会出正峰，色谱峰响应有可能很大，也可能出现倒峰。此现象与溶剂种类和气相色谱具体条件、气源质量均有关。

溶剂中的 CH 基团、OH 基团都存在光谱发射特性，并且与有机硫或有机磷光谱谱带重叠，会产生色谱信号。

其次，溶剂中的某些杂质，会有较大的色谱信号。

再次，FPD 为富氢火焰，溶剂流过检测器燃烧时，会大量消耗氢气，造成火焰强度下降。溶剂峰同时存在信号增大和信号减弱两个现象。如果某种现象占优势，就会出现某个方向的色谱峰峰。

避免使用卤代烃类物质做样品溶剂。含卤素原子的溶剂分子在检测器燃烧会产生腐蚀性物质。造成检测器容易锈蚀。

## 1.8 注意猝灭问题

猝灭——干扰组分和待测组分一同流出时，被测组分的响应值严重下降，甚至无响应的现象。非硫磷化合物均可以造成猝灭，烃类物质的猝灭作用最强。

## 1.9 有机硫分析的非线性响应

硫元素的非线性响应，色谱工作者需要注意工作站标准曲线的制作方法。标准曲线建议采用指数或者平方方式进行拟合。

## 2 小结

火焰光度检测器的使用注意事项。