

气相色谱仪氢火焰离子化检测器的操作条件解析

气相色谱仪氢火焰离子化检测器的操作条件有毛细管插入喷嘴深度、气体种类、气体流速与纯度、检测器温度、极化电压和尾吹气影响等。

一、毛细管插入喷嘴深度：

毛细管插入喷嘴深度对改善峰形十分重要。通常毛细管插入喷嘴口平面下 1~3mm 处。若太低，组分与喷嘴表面接触会产生催化吸附，峰形拖尾。若插入太深，会产生很大噪声，灵敏度下降。

二、气体种类、流速与纯度：

1、载气：

载气不但将组分带入氢火焰离子化检测器（FID），同时又是氢火焰的稀释剂。氮气、氩气、氦气和氢气等均可作 FID 的载气。氮气和氩气作载气，灵敏度高，线性范围宽。由于氮气价廉易得，响应值大，故氮气是一种常用的载气。

FID 是质量型检测器，峰高与载气流速成正比，而且在一定的流速范围内，峰面积不变。因此作峰高定量，又希望降低检测限时，可适当加大载气流速。

2、氢气：

氢气是保证氢火焰燃烧的气体，氮气稀释氢火焰的灵敏度高于纯氢火焰。氮、氢比影响 FID 的灵敏度和线性范围。

当氮气流速相对固定时，随着氢气流量的增大，响应值也逐渐增大，增至一定值后又逐渐降低。当氮气流速不同时，最佳的氢气流速也不同，即氢气与氮气流速有一个最佳的比值。当氢气与氮气流速比最佳值时，不但响应值大，而且流速有微小变化时对信号的影响最小。一般氢气与氮气流速最佳比为 1: (1~1.5)。

3、空气：

空气作为助燃气体，并为离子化过程提供氧气，同进起着清扫离子室的作用。空气的流速也影响灵敏度，随着空气流量的增加，灵敏度也相对渐趋稳定。

空气与氢气的比约为 (10~20): 1。最好根据实际情况进行确定，一般在选定氢气和氮气流速之后，逐渐增大空气流速到基流不再增大，再过量 50 mL/min 即可。

4、载气、氢气与空气的流速比：

几乎所有能气化的有机物在 FID 上都有响应，正确控制载气、氢气与空气的流速是完成分析工作的必要条件。一般比较合适的流速比为载气：氢气：空气= (1~1.5): 1: (10~15)。

5、气体纯度：

作常量分析时，载气、氢气和空气纯度在 99.9% 以上即可。但作痕量分析时，一般要求在 99.999% 以上，空气中的总烃含量小于 0.1uL/L。

气源中的杂质会产生噪声、基线漂移、假峰、柱流失和缩短柱寿命。

通常超纯氮气发生器产生的氮气纯度可达 99.9995%，氢气发生器产生的氢气纯度可达 99.99999%。这些气源用于 FID 痕量分析，基线稳定性好。

三、检测器温度：

FID 为质量型检测器，对温度变化不敏感，但柱温变化影响基线漂移、灵敏度和噪声。

由于 FID 中氢气燃烧产生大量的水蒸气，若检测器温度太低，水蒸气不能从检测器中排出，会冷凝成水，使灵敏度下降，噪声增加。若有氯代溶剂或氯代样品时，易造成腐蚀。所以 FID 检测器温度必须在 120℃ 以上。

四、极化电压：

正常极化电压在 50~300V 范围内。

五、尾吹气影响：

- 1、加尾吹可减小峰加宽，提高柱效，同时调节 FID 灵敏度。
- 2、尾吹大，样品从毛细管到检测器速度更加快，灵敏度提高，峰形窄，但点火困难。尾吹太大，灵敏度下降。
- 3、尾吹小，拖尾，峰形变宽，灵敏度降低，但点火较容易。

来源：<http://www.fudizao.com>