

## 20KHZ 变频电路间歇停振故障对 FID 检测器灵敏度影响分析

刘廷礼 邱 琴

(山东大学实验中心 济南 250100)

**摘 要** 本文详细介绍了影响 GC-9A 气相色谱仪 FID 检测器灵敏度的诸多因素。对氢火焰离子化检测器控制电路各部分功能,特别是高压发生器电路中 DC-DC 直流变换器工作原理及故障检测方法,作了详细描述。

**关键词** FID 检测器 灵敏度 DC-DC 直流变换器

故障现象:使用 FID 检测器分析测试样品过程中,设置相同色谱条件,对同一样品重复进样,采样出峰保留时间一致,检测器灵敏度忽高忽低,记录峰高变化无规律,数据处理系统峰面积计算结果重复性差。

故障分析:FID 检测器灵敏度定义:“单位量物质通过检测器时所产生的响应值”根据灵敏度计算公式,影响灵敏度因素包括:峰面积,载气流速,样品重量,记录仪灵敏度。其中峰面积表示:每秒钟 1 克样品通过检测器所产生的电压或电流值。

影响检测器灵敏度因素较多,首先应考虑围绕色谱条件而设定的外围环节。

1. 载气:理论上质量型检测器不受载气流速影响,但流量变化超过一定量时,例如漏气现象,检测器灵敏度有明显变化。

2. 当空气流量太小时,由于氢气和样品氧化不完全导致灵敏度降低。

3. 氢气与载气流量之比影响灵敏度和线性。

4. 检查载气是否漏气,检查氢气与载气流量配比。采用压力-流量标准曲线校正氢气与载气流量,直至检测器达到最大信噪比。

5. 检测器喷嘴:检测器喷嘴严重污染、漏气使氢火焰不正常,出现扩散或低胖火苗时,检测器灵敏度严重下降,仔细检查喷嘴是否烧坏、漏气。清洗检测器喷嘴。

6. FID 检测器输出微弱离子流信号。放大器过高的输入阻抗导致静电计电路中电流与电压不成线性,输入时间常数过大,抗干扰能力降低。

信号连接传递过程中,注意检查各连接电缆及信号接口是否松动,造成接触不良。

完成上述检查后故障仍未排除,应考虑氢火焰离子化控制电路,该电路由下面三部分组成:

1. 电位计 该部分由高输入内阻 AD832 运算放大器和一个零点补偿电路组成静电计电路。其功能是放大检测器收集的离子流(大约  $10^{-9}$  -  $10^{-10}$  安培)。该离子流送入  $10^4$ M 高阻,转化成静电计输入电压。

2. 数字接口 该部分用于转换静电计高阻开关(量程开关)及高压开关(极性开关)。其电路形式由 74LS75, SN7406, 及晶体管 2SA1015 共同组成继电器控制电器。继电器 K1 - K4 控制量程开关。继电器 K5 控制极性开关。量程与极性设定由键盘操作通过计算机总线控制 74LS75 集成块实现。

3. 高压发生器 检测器工作时,样品组分由色谱柱馏出后,被测样品分子电离成正或负离子,喷嘴与收集极之间加一直流电压,即能形成电子或离子流,高压发生器电路由 +15V 电源经 DC - DC 变频转换器(工作频率 20KHZ)输出 200V 左右直流电压

故障检测:首先开机检查数字接口,键盘操作设置不同量程,观察静电计高阻切换指示,检查 K1 - K4 开关继电器工作状态。

根据仪器基线工作状态。可判断静电计各电路参数是否工作正常。基线本身由基流和电噪声两部分组成。只有载气流过检测器时产生的电流称为基流。放大器本身电子线路中产生的零飘称

