

简要介绍

检测器介绍和工作原理

PD-D-4-I-SH14-R 型检测器是一个无辐射的脉冲放电离子检测器 (PDID)，公司的 Shimadzu 14 色谱配有这种性能优异的检测器。图 1 表示了 D4 检测器的根本构造。

D4 检测器在氦气中用一个稳定的，低能耗的脉冲直流放电使氦气电离作为离子源。经过流量计、色谱柱的流出物进入到电离区域的氦气流中，被从氦电离产生的电子、高能光子等光离子化。产生的电子聚拢在由两个偏压电极组成的收集电极四周。离子化的主要模式是由双原子的 $He_2(A^1\Sigma_u^+)$ 跃迁至游离的 $2He(1S^1)$ 发生光离子化。这就是著名的 hopfield 跃迁。从 He_2 产生的光子的能量在 13.5eV 到 17.7eV 之间。

D4 检测器是一个无破坏性 (0.01-0.1%电离) 和高灵敏的检测器。其最小的检测限在皮克数量级范围，该量程内 D4 检测器对有机化合物的 5 次检测其响应值仍呈现线形关系。这个响应值对永久性气体在其检测下限 ppb 范围内呈现正的响应值 (标准电流增加)。

D4 检测器对除氦以外的全部气体都具有很好的响应值。氦具有 21.56eV 的电离电势，这个电离电势和亚稳的 He^* 的能量 (19.8eV) 接近但比从 He_2 电离产生的光子的能量大，所以氦具有很低的离子化效率，对检测器的响应值也格外低。

假设在电弧气流中掺杂入其他气体，D4 检测器会像具有选择性的光电离检测器一样并正常运行。(添加物的类别如下：掺杂 Ar 对有机化合物进展检测，掺杂 Kr 对不饱和的化合物进展检测，或者掺杂 Xe 对多聚的芳香族化合物进展检测)

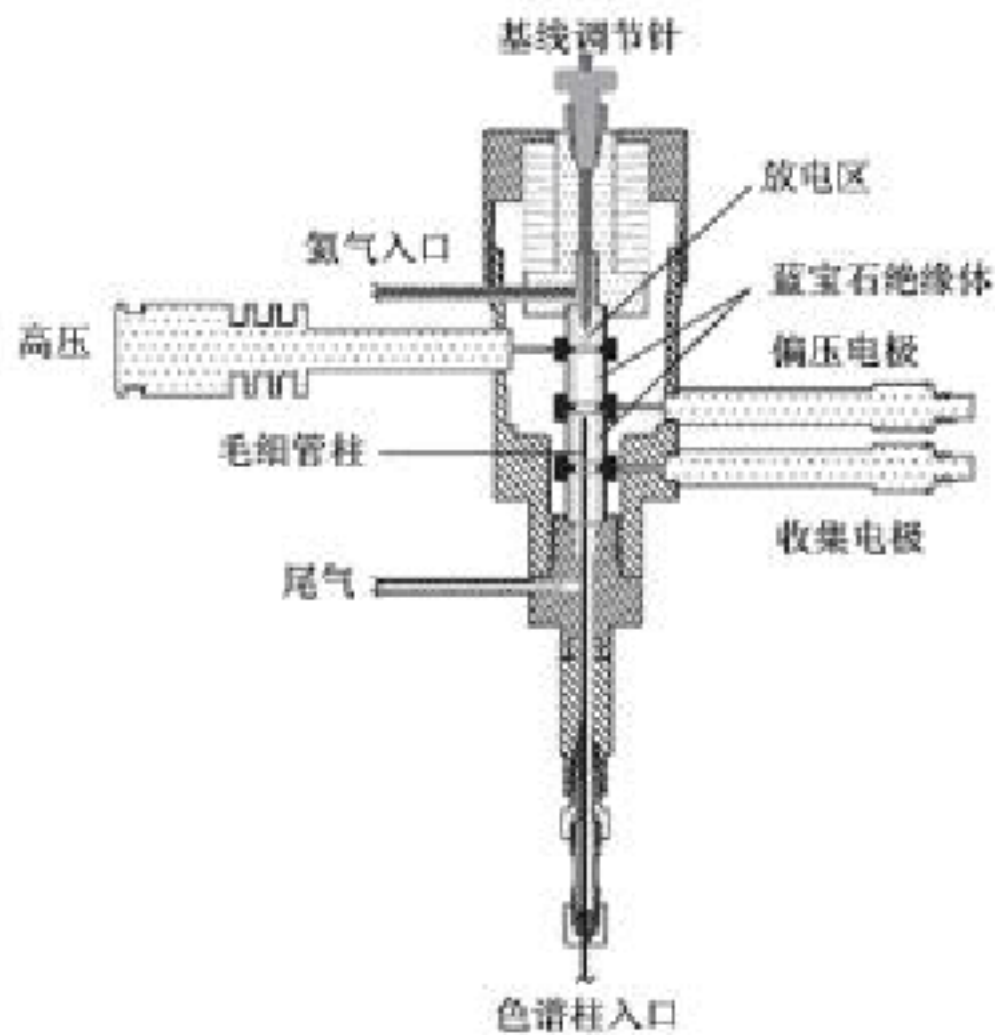


图1 D4检测器的示意图

注: 在 GC-14C 气相色谱仪上;

1. 高压进入的电线由 A/D 变压器(220 AV + VICI 的脉冲电压器组成; 仪器面板上要有个电源开关, 以掌握 A/D 变压器的电源供给.
2. 偏压电极由主板(极化电压+HV 输出接入;相当于 FID 中的极化极正电压);
3. 收集电极由 FID 电流放大板输出, 相当于到 FID 上的收集极信号线.
4. 基线调整针,
5. 氢气入口
6. 尾气流量掌握 30 ml/min;

1. 检测器的加温掌握， 单独接加热棒 **DET+Pt100** 铂电阻测温；
设定温 “**120 °C**”；

脉冲放电氦离子化 (PDHID)

PDHID 检测器是一个无破坏性 (0.01-0.1%电离) 和高灵敏的检测器。其最小的检测限在皮克数量级范围，该量程内D4 检测器对有机化合物的 5 次检测其响应值仍呈现线形关系。这个响应值对永久性气体在其检测下限 ppb 范围内呈现正的响应值 (标准电流增加)。

D4 检测器对除氦以外的全部气体都具有很好的响应值。氦具有 21.56eV 的电离电势，这个电离电势和亚稳的He*的能量 (19.8eV) 接近但比从 He₂ 电离产生的光子的能量大，所以氦具有很低的离子化效率，对检测器的响应值也格外低。

脉冲放电光离子化(PDPID)

在高纯的氦气中掺杂 Ar、Kr 或 Xe 后，转变了光子的能量，参加惰性气体产生 Ar 和 Kr 的原子共振放射和双原子连续放射。检测器的检测范围局限于样品的电离电势低于或等于掺杂气体的发散能。该检测器在这样的配置状况下，能像一个特制的光电离检测器，对脂肪类化合物，芳香类化合物和胺类化合物或者其他化合物进展选择性的检测。该检测器不需要灯丝而且没有窗口，所以灵敏度不会随着时间的变化而转变。

安全留意事项和说明



警告：在检测器运行过程中，将产生紫外辐射 (UVA,UVB)，有一局部会被放射出来。请不要在没有佩带眼睛保护设备的状况下观看电弧！

警示标记



高压区域

在该设备的几个地方存在高压电击的危急！当仪器运行后，避开接触仪器中的危急部位。不要探察仪器内的电路运行状况，更不要试图转变安全机制。

高温外表

检测器在工作时其外表温度有可能超过 250°C,请标准操作一防止烫伤。

留意事项

具体查询使用手册

接地

这个内部连接主要用于防止电击，请不要取消这个保护措施。

检测器系统的配件

该检测器的组成配件见表 1。收到货物时请检查包裹内的配件，以确保表 1 所列举的每个配件都正常。假设有任何部件遗失或者损坏，请准时和工厂联系（留意：损坏的物品必需保持其出厂时的包装以备船货公司检查）。表 2 列出了必需从岛津公司购置的附加的配件。

表 1: D4-I-SH14-R 系统的配件

种类	件数	产品编号
检测器电池, PDHID	1	PD-D4-I-RU
脉冲供给组件	1	PD-M2
使用手册	1	Man-PDD4-SH14
工具箱	1	PD-KIT-D4
工具箱内部件：1/32” 聚酰亚胺金属卡套	5	ZF.5V
1/32” 聚酰亚胺金属塞(未打孔)	1	ZF.5V

1/16" 镀金的金属卡套	5	ZF1GP
0.25-0.44 mm 聚酰亚胺金属卡套	5	FS.4
0.4-0.5 mm 聚酰亚胺金属卡套	5	FS.5
1/16" 连接体	2	ZU1
1/16" T 形座	1	ZT1
1/8"外径到 1/16"内径的转换器	2	EZR21
1/32" 外径的螺母	1	EN.5KN
熔融石英适配器 (已安装)	1	IZERA1.5
填充柱适配器	1	I-23642-D4RU
流量计, 30 cc/min @ 60 psi He	1	TGA-R-30F60P
氦气纯化器	1	HP2
静电计集成总线	1	I-23230-SH14
偏压电缆集成总线	1	I-23404-SH14
脉冲电源	1	I-23569-I
加热组件(岛津 GC14)	1	I-23911
防护盖板(岛津 GC14)	1	I-23823

表 2: 一些其他公司供给的组件(可能由公司供给)

种类	件数	产品编号
静电计(岛津 GC14, FID 检测器)	1	221-36965-91

系统要求

除检测器系统的外的系统要求

- 高纯的氦气(99.999%)和其他需要的气体
- 具有不锈钢横隔膜的超高纯度气体压力调整器
- 一些连接到气体调整器的特制的接头
- SS 管道系统为色谱供给气流
- 流量计

系统净化

载气/电离气的净化

检测器的检测性能与气流(载气、电离气或掺杂气)中杂质的含量成反比。我们推举使用高纯氦气(99.999%)或者更高纯度的氦气。气体供给商能够供给分析级别的氦气(99.9999%), 该气体中杂质的含量极低, 能够在清洁的系统中给出很好的检测结果, 但是, 即使最高纯度的氦气仍旧含有一些水蒸气和一些永久性的气体杂质; 因此, 该气路系统中包含一个氦气纯化器。电离气体**必需**通过氦气纯化器。

当时始安装或者更换气体后, 我们推举在 PDHID 模式下进展一次空白检测, 以此来检测和确定气体是否含有杂质。气体的纯化要求在下一页中将做具体说明。

气体管道的净化

在很多色谱安装中标准的气体净化程序在高灵敏的PDHID 或 PDPID 系统中不能满足气体的纯度要求。在PDHID 或 PDPID 系统中, 气体接触的全部的管道外表的材料都必需是熔融石英或者不锈钢。请不要使用铜管或者黄铜设备。全部的管道设备在使用前都必需洗涤干净并且烘干。

流量掌握器

避开在气路中使用由高聚物密封或者带润滑材料的阀或流量掌握器。

稳压阀

我们推举商业上用不锈钢横隔膜做成的超高纯度的气体调整阀。不要使用用氯丁橡胶或人造橡胶作为横隔膜的调整阀

气体规格

	检测器类型			
	PDHID	Ar-PDPID	Kr-PDPID	Xe-PDPID
电离气	氦气	氦气+2% 氩气	氦气+1.5% 氩气	氦气+0.8% 氩气

载气	氦气	*	**	**
----	----	---	----	----

* 包含 He 的任何气体都具有大于 12 eV 的电离电势

** 包含 He 的任何气体都具有大于 11 eV 的电离电势

纯度说明

氦气(电离气和载气)的纯度不得低于 99.999%，杂质氦气的含量必需低于 20 ppm。对于永久性气体的痕量分析，我们猛烈推举使用纯度为 99.9999%的氦气，且氦气的含量小于 0.5 ppm。

Ar-PDPID 型： 在 99.999%的氦气参加 2%±0.2%的氩气

Kr-PDPID 型： 在 99.999%的氦气参加 1.5%±0.1%的氪气

Xe-PDPID 型： 在 99.999%的氦气参加 0.8%±0.2%的氙气

系统安装

主要留意事项

- 在气路系统中，不要使用塑料管、高聚物管或者铜管。只能用 Valco 公司生产的镀金的不锈钢金属卡套。
- 在氦气（电离气）流过检测器前，不要开启仪器。
- 当检测器处于高温状态时，请不要关闭或切断电离气，尽管检测器已经关闭。在切断或者关闭电离气以前，关闭电流并且让检测器自然冷却。

- 不要用布料或者其他装饰物掩盖住检测器，由于这会限制空气的流通。
- 将掌握器安装在仪器后面板上适宜的地方，使主要的电闸开关能很便利的操作。

将检测器安装在色谱上

1. 移除色谱的盖板和在#4 检测器位置的绝缘部件(向右边)。移除加

热的
的
螺
丝
钉

(
留
意
:
该
检
测

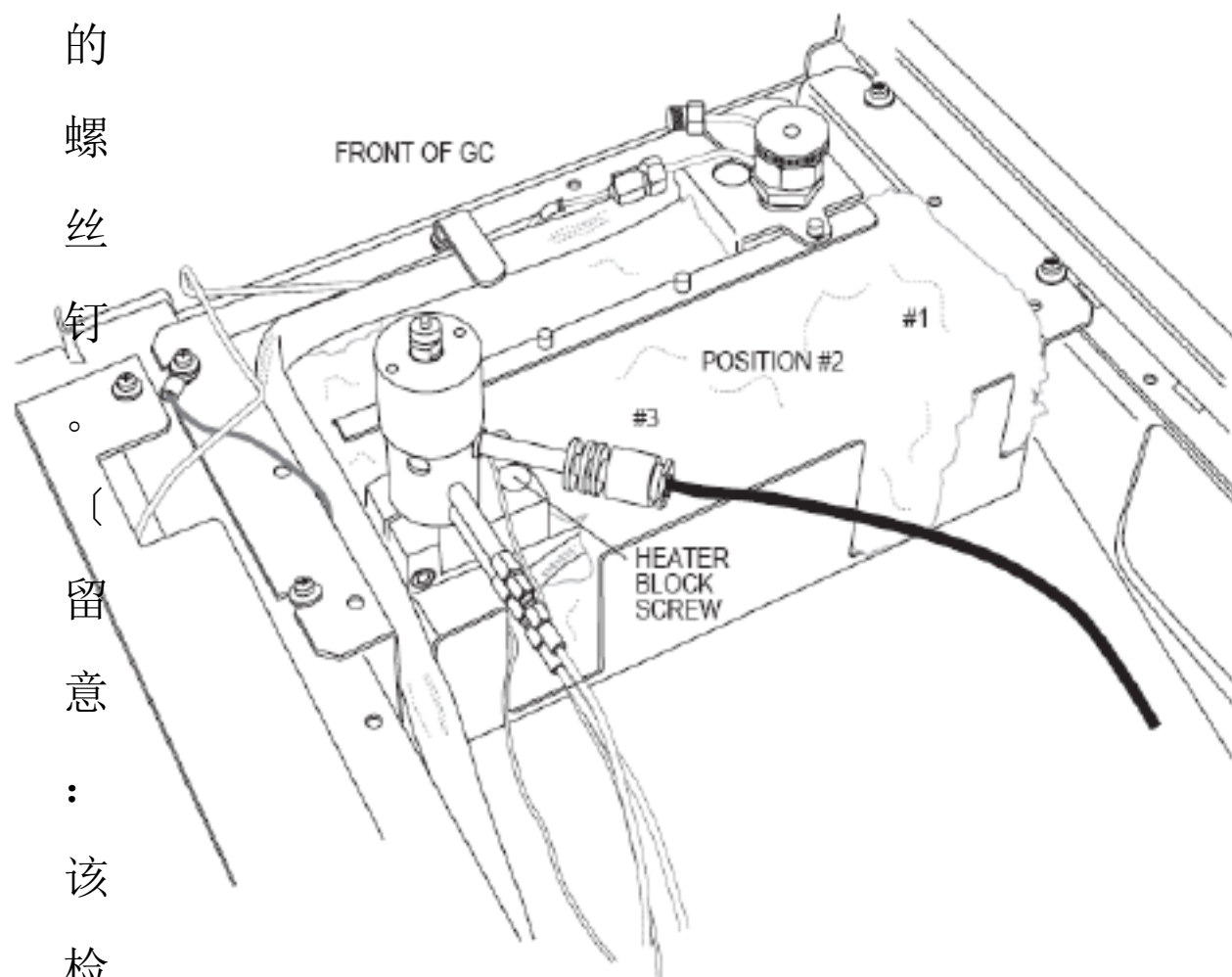


Figure 3: Mounting the detector on the GC

器同样适合于#2 位置，但是在该位色谱的盖板局部和检测器不匹配。

2. 依据图 3 所示，将检测器安放在色谱的顶部，并用加热螺丝钉固定住检测器。
3. 将 Valco 公司供给的盖板安装上。

气路连接

请牢记前面所争论的三点：（1）全部气流接触的外表必需是熔融石英或者不锈钢材质；（2）不要使用铜管或者黄铜装置；（3）全部的管道

在使用前必需完全清洗干净和烘干。以下的安装说明假设检测器的电离气由色谱四周的氦气钢瓶供给适宜纯度的气体。假设你的安装与以下说明有差异，则你需要适当地更改使用说明。为了在不同的状况下进展安装，工具箱里供给了很多 Valco 公司的标准配件。

图 4 为 D-4-I-SH14-R 检测器系统的气路连接状况。在不同安装状况下

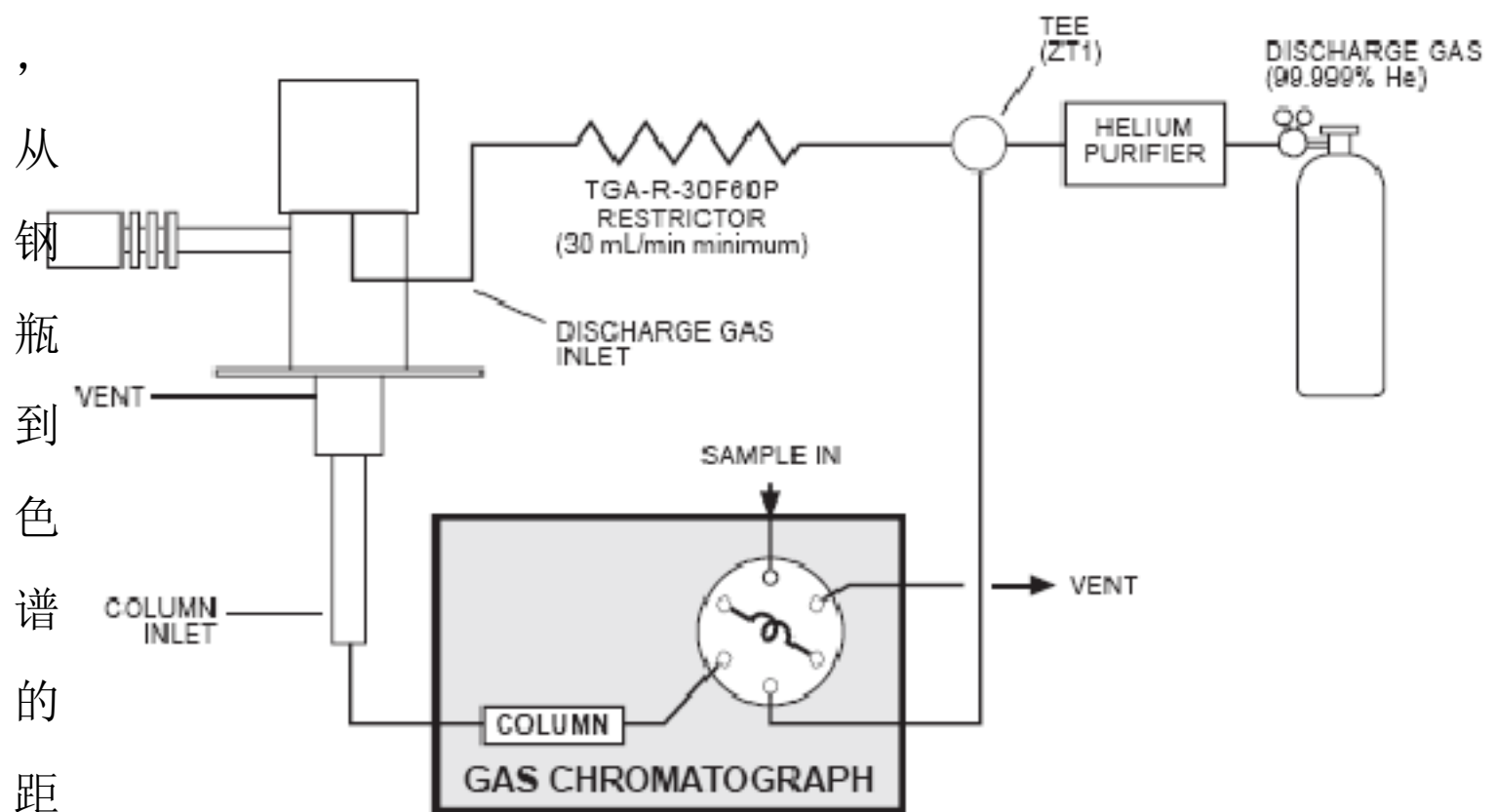


Figure 4: Gas connections for a D-4-I-SH14-R system

下，气体钢瓶到色谱的距离不一样，所以我们不供给从钢瓶到色谱的气路管道。

安装和净化气体调整阀

1. 确保氦气的总阀已经完全关闭。将调整阀上的 CGA 螺母旋转连接到氦气钢瓶上。用手拧紧，但不要完全旋紧螺母，由于净化操作需要一些气体泄露。
2. 逆时针将调整输出压力的球形捏手逆时针旋转到底。
3. 稍微翻开钢瓶的总阀，然后快速关闭。
4. 调整气体调整阀与钢瓶相连的螺丝的严密程度，使气体的压力下降速度大约为 690 kPa/sec (100 psi/sec)。对一瓶的气体，总表的量程开头的时候大约在 14 Mpa (2023 psi)

以上内容仅为本文档的试下载部分，为可阅读页数的一半内容。如要下载或阅读全文，请访问：
<https://d.book118.com/845204321112011240>