

所至。需要拆下打印机,更换新的打印片。

3.1 打印机不走纸。

这通常是打印机的塑料轮磨损严重或无供电电压两种原因造成的。

若属前一种原因,需要更换该塑料轮或整个打印机。若属后一种原因,需要检修打印机的供电电路。

3.2 打印出的字对不齐。一般是打印机的走纸速度与编码轮配合不合适引起的。通常可试调打印机的编码轮。边调边试,直至最佳。

4. 0点漂移严重,或重复性差。

4.1 光源灯发光不稳。

引起光源灯发光不稳的原因通常有二:一是灯丝受热后慢慢变形,这种情况只能更换光源灯。二是供电电压不稳。光源灯的电压正常时只在几个mV之内变化。若变化超过几十mV,便是供电电压不稳所引起的,需要检修光源灯电路。

4.2 比色皿中有气泡。这是漏气造成的,应顺着管路查找出漏气点,并将其排除。

4.3 电路故障。需要检修电路。

仪器维修二例

1. 我院引进的英国 S360 扫描电镜去年发生故障,其现象为:仪器其它工作一切正常只是最终在图像记录时,照相机成像失败。经查在成像操作时示波管无扫描线。打开仪器的示波管部分,检测不到+400V, -132V 中压,而这些电压又来自记录显示电源电路。仔细检测发现记录显示电源板上开关电源 TR2, TR3(均为 VN0206N5)D, S 极短路,用 IRF830 代替后仪器恢复正常。

2. 我院一台 SP7100 气相色谱仪出现故障:在做氢焰检测时无法点火,人工点火后无检测信号输

出。经查检测器的-300V 收集电压与点火线圈的公共地线在绝缘套管中断路。套管是用不锈钢管内填充耐高温陶瓷浇注而成,如用损坏法修复,按仪器要求则无法使用。在无备件、无法买到配件的情况下,我用下面的方法救活了这台仪器:在检测器的末端将进线进行对调,将公共地线从点火线圈引入,然后再自制一个点火器,这样既能人工给检测器点火,检测器又能产生检测电流。

(刘涛)

影响 GC/FTIR 检测因素探讨

林 林 陈 伟 徐瑾民 王永泰
(南开大学测试计算中心)

摘要:利用气相色谱的分离能力和红外独特的检测能力,对微量混合物进行分析是一种很实用的分析技术。最初的色散型仪器联机,因灵敏度低、扫描速度慢难于实现在线分析。FTIR 出现后才实现了 GC 与 IR 的在线联机分析,早期的 GC/FTIR 通常使用大体积光管与填充柱匹配。近些年由于多方技术改进,特别是小容量光管和毛细管色谱联用,检测灵敏度已达到 2ng 级。而改进的

联机技术已检测几百 pg 组分,但价格昂贵、目前大量使用的仍是光管系统。为了更好的利用 GC/FTIR 联机系统,寻找改进途径,我们对填充柱和毛细管柱联机系统的检测因素进行研究,本文仅就一些影响因素和近期改进进行一些探讨。

1. 接口的联机条件与选择

1.1 光管的选择与提高系统灵敏度的途径

在 GC/FTIR 系统中,光管是联机系统的核心部件,如何选择光管对提高灵敏度是十分重要的。

HIRSCHETLD 教授认为:⁽¹⁾灵敏度 = $H/N = (T(A) \cdot I_0 \cdot B \cdot L) / N \dots (1)$ 其中: H 是 HIRSCHETLD 信号,它是 GC 峰不在光管时测得的红外强度与 GC 峰在光管内时测得的红外强度之差; N 为噪声; L 为光管长度; B 为样品相关吸收系数; I_0 为进入光管接口的红外强度; $T(A) = \exp[AL]$, A 为光管相关吸收系数。

由(1)式可得:提高灵敏度可以从降低噪声和提高 HIRSCHETLD 信号着手,由于 FTIR 一次扫描得到上千个相关联的数据点,其值为放大的声频信号,噪声很大,任何电的或机械的装置都可制造噪声,因此,降低噪声是提高灵敏度的重要方面;在提高 H 方面, I_0 项与光管传输会聚有关,光管半径大对此有利; $T(A)$ 与光管镀层性能和管长有关,理想的是镀层反射性能愈强愈好,光管愈长愈好。另外,光管长度与色谱柱内径匹配对获得最佳分离和最大 B 值很有关系,改善光管与色谱柱的匹配程度亦是提高灵敏度的重要方面,尽管制造光管是厂方的事,但了解光管与灵敏度的关系,对我们利用好现有光管是很有用处的。

1.2 联机检测中光管对灵敏度的影响

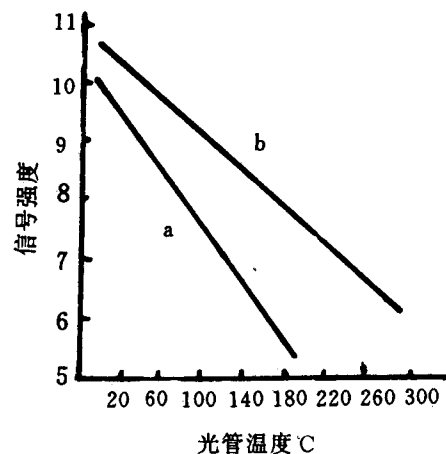
① 匹配的影响

Griffiths⁽²⁾认为:仅当光管容积(V_{LP})与 GC 峰半峰宽体积($V \frac{1}{2}$)相当时,GC/FTIR 系统才能获得最佳分辨和灵敏度。因此,对于一个固定的联机系统,光管几何尺寸一定,GC 馏分必须与光管匹配。若 $V_{LP} < V \frac{1}{2}$,则灵敏度降低; $V_{LP} > V \frac{1}{2}$,光管内可能存在两个以上的色谱峰,分辨降低,所以,对 V_{LP} 较大的光管,应选择峰容量大的填充柱色谱柱;对小体积光管,应选用峰容量小的毛细管柱色谱柱。

② 光管温度的影响

内壁镀金的光管在高温下反射性能急剧下降,吸收逐渐随温度升高而加大,在其它条件固定的情况下,联机检测信号强度与光管温度变化成反比,见图(1)曲线 a 是大体积光管,200℃时的透过光相对强度仅是室温的 50%,曲线 b 是小体积

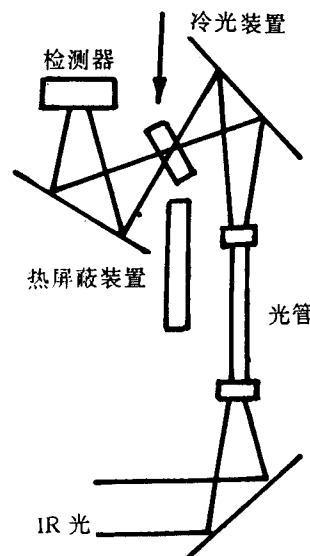
光管,200℃时相对强度是室温的 76%,300℃时仍为室温时的 60%。因此光管温度升高,将导致信噪比变小,检出灵敏度降低。但是,为了让 GC 馏分不致冷凝,通常光管温度略高于 GC 柱炉终温。小光管随温度升高减少相对少的光通量,最近代毛细管柱的联机系统灵敏度提高的一个原因。



图(1) 检测信号随温度的变化

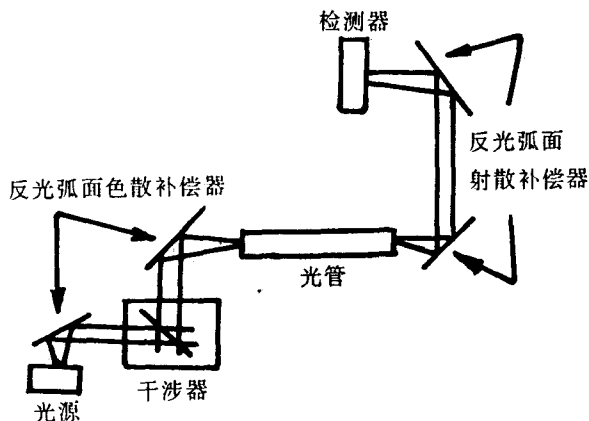
1.3 改进

① 增设防辐射热装置,高温光管对检测器的热辐射,增加了 MPT 检测器的噪声,因此在光管与检测器之间加上热屏蔽装置,见图(2)能降低噪声,提高信噪比,从而使灵敏度增加。



图(2) 防辐射热装置示意图

②反光弧面能量补偿装置,^[1]如图(3)在系统中加上反光弧面色散补偿和散射装补偿装置,有利于增大公式(1)中的 I_0 ,以及减小从光管到检测器的能量损失,提高 H ,从而提高灵敏度。



图(3) 反光弧面色散补偿和射散补偿装置

③使用新接口,^[2]其接口不是光管,而是采用低温真空腔,其内设置一镀金转盘,基体气在转盘上形成排列整齐的基体原子,试样则被基体原子所隔离,可对试样进行多次扫描,所得光谱具有极高的信噪比,但价格较贵,未能普及。

2. 色谱条件选择和提高检测灵敏度的方法。

2.1 载气流速 载气流速影响系统分辨,流速过大、传质不充分,柱效降低、匹配检出变坏。

表 1 为真充柱和毛细管柱联机系统载气流速对匹配检出的影响;表中匹配数是表示样品谱图与标准谱图相符合程度,数值愈小愈好,从表中可得出,载气流速越大,匹配检出愈坏。

表 1 载气流速对匹配检出的影响

流速 (ml/min)	样品	
	匹配数	异丁醇
20		406
30		694
60		853

流速 (ml/min)	样品	
	匹配数	丙酮
1		30
2		29
12		89

2.2 柱温的影响 柱温影响出峰时间和峰形,高温使色谱峰相对集中,变得尖而锐;低温使峰变得矮而宽。为了使谱峰与光管匹配,当样品浓度小或出峰时间较长,谱峰矮而宽的情况下应加温;反之,低温有利于检出。

2.3 提高检测灵敏度的操作技术

①程序升温 当样品浓度小或谱峰集中锐而窄或出峰时间长使谱峰宽而矮,采用色谱程序升温,用来改变峰形,使窄峰变宽,宽峰压缩变窄,很好与光管匹配。

②尾吹 极锐的色谱峰,峰浓度过大或是体积过小,都不能与光管体积匹配。可在柱后,光管前添加旁路尾吹载气稀释达到良好的匹配目的。对于毛细管柱的联机系统,当载气试样从细径毛细管柱进入粗径光管时,其平均线速度 $\bar{\mu}$ 将显著减少,使一些在柱子中分开的馏分,可能在光管中出现返混现象,导致分辨率降低。因此,也必须加尾吹,以保持 $\bar{\mu}$ 不变。③使用大容量毛细管柱 填充柱的柱容量大,但分辨较差,多用于组成相对简单的组分。细径毛细管柱,分辨率好,多用于组成复杂的混合物。但负载量小,动态范围窄,不利于痕量分析。而粗径厚膜毛细管柱,兼有两者的优点,近年来使用较多,最低检出限达到 ng 级。

④大容量进样技术^[3]采用大容量进样,使进入光管的受检试样量大为增加,信号得以加强,从而灵敏度得以提高。近年来发展的双令阱进样技术和预柱技术分别采用物理和化学的方法去除溶剂,实现大容量进样,后者可在现行仪器的基础上提高灵敏度 1-2 个数量级,利用顶空进样 GC 的富集挥发性组分的能力,可以实现大容量进样,完成对痕量挥发组分的分离鉴定。

3. 检测技术

3.1 实时分析 若要想连续观察 GC/FTIR 过程各文件区的红外光谱图,观察某一特征峰的出现和消失,可用此方法,直接从屏幕上观察其三维图(时间、谱峰位置及强度),这种方法对未知谱的特征峰很重要。

3.2 窗口检出 要想知道某一波段范围内是否有所需要的某特征峰,可设置窗口,从所得化学图上清楚看到它分布在不同数据文件的情况。

3.3 计算机全谱检索中的匹配检出 GC/FTIR 谱库检索是表明所测谱图与标准谱相似的程度,对于一个高浓度的色谱峰,头尾文件样品浓度较低能与标准谱浓度相近,匹配检出较好。而对于样品浓度低的色谱峰,则应选择中间文件进行检索,因此,检索时要注意选择适当的文件,得出最佳匹配。

3.4 扣除无用区检索 当噪声较大的谱图进行检索时,匹配检出很受影响,检出命中率不高。因此,可截去噪声大的无用区,对 CO₂ 等干扰峰,检索时也应除去,这样,命中率可提高到 70~80%。

3.5 差谱技术 利用混合峰文件组中相邻两文

件差减,或任意选择文件差减或与标准谱图差减多种方法,可以把混合峰光谱剥离,从而可能对混合峰进行完全鉴定,甚至也可能对 GC 本身未分开的峰进行剥离检定,利用差谱技术,能大大提高解谱分析能力。

4. 结论:综上所述,可以得出:

①提高系统灵敏度可从降低噪声和提高 H 信号两方面入手。

②低流速,适当的程序升温 and 尾吹技术,可以得到较好的匹配检出,使用大容量毛细管柱和大容量进样技术可提高系统的灵敏度。

③优选浓度,去噪声,差谱技术能得到较好的匹配检出。

影响联机检测的因素是多方面的,还有待于在以后的工作中进一步探讨。

参 考 文 献

(1) H · W · Harrington, R&D · , 9, 50 (1988)

(2) P · R · Griffiths, Appl · Spectrsc · , 31, 284(1977)

(3) 周文敏、孙宗光,付里叶变换红外光谱技术及应用研究会论文集,1(1987)

FLO-GARD 6200 滴定用输液泵 报警信号的排除

高 虹 陈发厚
解放军 309 医院

百特 FLO-GARD 6200 滴定用输液泵,可以用于包括血液在内的滴定治疗用的各种液体。由于它具有多种报警功能,因而被广泛用在重症病人的液体输入中。下面介绍二种常见的报警信号排除方法。

故障一:输液泵信息显示屏出现“BATTER LOW”报警信号

排除方法:当出现“BATTER LOW”报警时,首先在 STOP 方式给电池进行 12 小时左右的充电。如果报警仍持续,则表明电池盒或 DC 电源板

或电池电压检测电路有故障。

1. 检查 NO330MC PCB 上测试点 TP1 的电压,实测为 8V,说明电池盒及 DC 电源板正常,故障出在电池电压检测电路。

2. 检查电池电压检测电路,电路原理图 1 所示。用万用表测量 NO331MC PCB 上的测试点 TP6 和 TP7 的电压。正常情况下,当 TP1 的电压高于 7.5V 时,TP6 和 TP7 均为高电平;当 TP1 的电压低于 6.93V 时,TP6 和 TP7 均为低电平。而实测结果 TP6 TP3 均为低电平。断电检查 TP6、