

火焰光度检测器-FPD(SFPD 、DFPD 、PFPD)

一. 概述

1. FPD 是 1966 年问世的, 它是一种高灵敏度、高选择性的检测器, 对含磷、硫的有机化合物和气体硫化物特别敏感。
2. 主要用来检测
 - (1) 油精馏中硫醇、COS、 H_2S 、 CS_2 、 SO_2 ;
 - 0 水质污染中的硫醇;
 - (2) 空气中 H_2S 、 SO_2 、 CS_2 ;
 - 0 农药残毒;
 - 0 天然气中含硫化物气体。
3. FPD 检测硫化物是目前最好的方法, 为了提高 FPD 灵敏度和操作特性, 在单火焰气体的流路形式上作了多种尝试, 随后设计出了双火焰光度检测器 (DFPD), 但没有从根本上解决测硫灵敏度和操作特性欠佳的缺点, 最近几年在市场上又推出了脉冲火焰光度检测器 (DFPD), 无论在测硫、测磷的灵敏度和选择性都有了成百倍的提高。也可以说, 在测磷方面已没有必要再推荐氮磷检测器了, 测硫也基本上满足了当前各领域分析的要求。

二. FPD 简明工作原理

FPD 实质上是一个简单的发射光谱仪, 主要由四部分组成:

1. 光发射源是一个富氢火焰 ($H_2 : O_2 > 3 : 1$), 温度可达 $2000 \sim 3250 \text{ }^\circ\text{C}$;
2. 波长选择器, 常用波长选择器有干涉式或介质型滤光片;
3. 接收装置包括光电倍增管 (PMT) 和放大器, 作用是把光的信号转变成电的信号, 并适当放大;
4. 记录仪和其它的数据处理。

FPD 简明工作原理为: 当含磷、硫的化合物, 在富氢火焰中燃烧时, 在适当的条件下, 将发射一系列的特征光谱。其中, 硫化物发射光谱波长范围约在 $300 \sim 450\text{nm}$ 之间, 最大波长约在 394nm 左右; 磷化合物发射光谱波长范围约在 $480 \sim 575\text{nm}$ 之间, 最大波长约在 526 nm 左右。

含磷化合物, 一般认为首先氧化燃烧生成磷的氧化物, 然后被富氢焰中的氢还原成 HPO , 这个被火焰高温激发的磷裂片将发射一定频率范围波长的光, 其光强度正比于 HPO 的浓度, 所以 FPD 测磷化合物响应为线性。

含硫的化合物在富氢火焰中燃烧, 在适当温度下生成激发态的 S_2^* 分子, 当回到基态时, 也发射某一波段的特征光。它和含磷的化合物工作机理的不同是: 必须由两个硫原子, 并且在适当的温度条件下, 方能生成具有发射特征光的激发态 S_2^* 分子, 所以发射光强度正比于 S_2^* 分子, 而 S_2^* 分子与 SO_2 的浓度的平方成正比, 故 FPD 测硫时, 响应为非线性, 但在实际上, 硫发射光谱强度 (IS_2^*) 与含硫化物的质量、流速之间的关系为 $IS_2^* = I_0 [SO_2]^n$, 式中: n 不一定恰好等于 2, 它和操作条件以及化合物的种类有很大的关系, 特别是在单火焰定量操作时, 若以 $n = 2$ 计算将会造成很大的定量误差。

三. 双火焰光度检测器 (DFPD)

双火焰光度检测器 (DFPD), 克服了单火焰的响应依赖于火焰条件与样品种类的缺点, 使响应仅和样品中的硫 (磷) 的质量有关, 并在检测硫时基本遵循平方关系。DFPD 工作原理是使用了两个空气-氢气火焰, 将样品分解区域与特征光发射测量区域分开, 即从柱流出的样品组分首先与空气混合, 然后与过量的氢气混合, 在第一个火焰喷嘴上燃烧。第一个火焰将烃类溶剂和复杂的组分分解成比较简单的产物, 这些产物和尚未反应的氢气再与补充的空气相混合, 这时的氢气含量仍稍过量, 既

保证第二个火焰为富氢焰性质。在第二个火焰中,如同单火焰一样,含磷(含硫)化合物,将发射一系列特征光。切断第一火焰的空气源,DFPD可以和通常的单火焰一样操作,使某些含硫组分灵敏度有所提高。DFPD和SFPD相比主要有以下几个优点:

1. 单纯的平方响应关系, 定量简单

在单火焰中,人们一开始就发现硫化物的响应与浓度没有线性关系,虽然在双对数图上,有接近斜率为2的关系曲线(既 $n=2$),但实际上,大多数硫化物斜率受火焰条件影响很大,一般在1.5~2之间变化,此外, n 值还与火焰中硫的浓度有关,如样品中硫含量在0.2~100 μg 之间, n 接近2,当超过100 μg 时, n 会变得很小。在双火焰中,由于样品的分解与特征光发射在两个火焰中完成,因此,硫化物在第二个火焰中除非样品含量极大,都有相同的灵敏度,即响应值仅正比于含硫分子中硫的原子数质量,且 $n=2$ 。所以定量时,可以不加校正因子,对各种硫化物都可以用一条工作曲线定量,不但大大减小了工作量,还可提高了定量精度。

2. 消除了猝灭效应

在单火焰中,烃类物质本身虽然信号很小,但如果与硫化物同时进入火焰,则会使硫化物的响应大大减小,甚至没有响应,这种现象称猝灭效应。关于猝灭效应的原理:

(1) 有人认为是由于 S_2^* 与有机物或其他分解产物重新结合;

(2) S_2^* 与有机物分子碰撞失去能量使发射减少;

(3) 或认为存在有机物羟基物碎片使发射减少;

(3) 也可能是烃类燃烧使火焰温度降低不能供给分解生成 S_2^* 需要的能量,而使发射减少。

在双火焰操作中,这些现象基本不存在,如样品二硫化碳配在正丁醇中,在SFPD中 CS_2 峰没有,而在DFPD上 CS_2 可出峰正常。另外,烃类效应在一定的条件下,还会在色谱图上产生很多假的正峰,使定性工作产生困难,如在一个高含量硫化物出峰过程中,同时有烃类组分流,则会出现一个硫化物峰分成几个峰的情况,如在天然气中加入 10^{-4} 左右的 H_2S ,前后的色谱图比较,加入 H_2S 后,除得到 H_2S 峰外,还得到几个假峰,因此,在分析较复杂的化合物或色谱柱不能很好的把烃类干扰物和样品组分分开时,最好采用DFPD。

3. 消除了灭火

在单火焰中,特别是在高灵敏度操作时,1微升以上的进样量,常常引起灭火,而双火焰进样量可大于50微升。当大溶剂峰通过检测器时,第一火焰可能暂时熄灭,但第二火焰继续燃烧,在溶剂峰通过后自动能将第一火焰点燃。因单、双火焰对磷化合物检测并无多大区别,如果仅有含硫(磷)组分外,没有烃类干扰,可选用单火焰操作,这样可以提高某些硫化物的灵敏度。

四. 脉冲火焰光度检测器(DFPD)

在单火焰和双火焰光度检测器的基础上,为了进一步改善和提高检测器的灵敏度和选择性,最近几年市场上出现了PFPD,它的结构和工作原理为脉冲火焰,即间断燃烧的火焰。它把FPD传统的单一的燃烧室设计为两个燃烧室,即上室为点火室,下室为燃烧工作室,通入传统FPD的1/10流量的氢气和空气。当氢气和氧气在点火室点燃时火焰延烧至燃烧室,燃至氢气和氧气不足时,火焰随即熄灭,形成间歇性火焰激发。当氢气和氧气再次进入点火室,上述过程再次发生,周而复始。脉冲火焰一秒钟3~5次,故称之为脉冲火焰光度检测器。其检测过程为:待测分子进入燃烧室,在火焰中被分解并成为电子激发态,火焰熄灭后,待测分子的电子激发态开始放射光子回到基态,放射出的光子,因元素的不同而有特定的放射光波长,且光激发放射时间也有差异,从而可以通过调整接受信号的时间通过滤光片、光电管和微电流放大器检测出不同的元素,即通过光强度进行定量;脉冲火焰型和单(双)火焰型光度检测器相比有以下特点和优点:

1. 除能检测硫和磷外,还能检测其他26种元素,即: N_2 、As、Sn、Se、Br、Ga、Ge、Fe、Cu、In、Sb、Al、Bi、Cr、V、Eu、Fe、Ni、Rh、Ru、W、C、Mn、B、Pb、Si;其中除后8种元素外,都可作到无碳元素基体干扰的高选择性检测;

2. 灵敏度比 SFPD 和 DFPD 高出约 100 倍；
3. 基本上消除了猝灭效应，响应值和化合物的分子结构无关，提高了选择性。从另一方面也降低了对色谱柱的分离要求；
4. 不易灭火还有自清洗作用；
5. 燃烧室可设计为 30 微升的小体积，气体流量小有利于提高灵敏度外，更适合毛细管柱分析的要求；
6. 允许的进样量可大于 100 μ l，有利于小浓度样品的检测；
7. 基线稳定，噪声也比较小，有利于提高信/噪比；
8. 可采用廉价和长寿命的宽谱带玻璃滤光片，降低了成本，也有利于灵敏度的提高；
9. 鉴于 PFPD 已属于多种元素检测器，且有高灵敏度、高选择性、稳定性好、操作容易等和目前与气相色谱仪联用的多元素的检测器，如：MS、AED、SCD 等相比价格也便宜。当然，作为常规火焰光度检测器使用价格还是偏高，给推广使用带来一定影响。此外，PFPD 除作为色谱检测器特别配用外，还有可能开发普及到其他分析领域，如半导体工业的环境分析和有机合成中有机金属分析等。

五. 操作参数的选择

1. 气体的种类与纯度

FPD 常用气有氦气、氮气、氢气和空气，用 He 作载气 FPD 的性能好，用 N₂ 作载气时灵敏度略低，噪声略大。在火焰中用 O₂ 代替空气，实验表明灵敏度没有明显提高，但在双火焰中用 O₂ 代替第一火焰中的空气，对于某些化合物灵敏度将有所提高。

气体的纯度一般和 FID 所用的纯度基本相同，但在作微量分析时，视情况应注意除去空气中痕量硫（磷）化合物。

2. 气流比

在 FPD 中气流比在保证富氢火焰的前提下，单（双）火焰中各种气体的流速变化影响是不同的，如在单火焰中几乎找不到折衷的测磷和测硫灵敏度都比较高的同一气流比。

- (1) 在测磷时空气对灵敏度影响又非常大，存在有最佳值，大于或小于这个值灵敏度变化都很大，甚至没有响应，而测硫时影响又比较小，因此具体空气流量值，视检测器的结构，通过的试进样确定。
- (2) 氢气的流速实验表明在很大范围内，对响应值影响不大，但在双火焰中，可以选择到兼顾含硫、含磷化合物都比较高的响应的气流比，这时只要更换滤光片，就能得到同一含硫（磷）化合物接近的最佳响应值。
- (3) 为了提高选择性，Varian GC 配用的 PFPD，选用的滤光片中心透过波长和一般商品仪器不同，磷选用 530nm 和硫选用 365nm。

3. 检测器温度

从检测器原理中知道，S₂* 生成需要一定的温度条件，一般讲检测器温度低一些有利于提高含硫样品的灵敏度，但在双火焰中由于机理有所不同，温度影响比单火焰小得多，而 DFPD 中温度对 S 和 P 的响应都有影响，且规律复杂。但为防止湿气与污染物的污染，检测器应在色谱系统中的温度最高，通常检测器的温度应比柱温至少高 50℃，且在柱加热以前，检测器应先加热恒温。

4. 光电倍增管和供电

要使光电倍增管正常工作，必须提供一个负高压电源供电。不同型号的管子，对高压范围要求也不完全相同。因光电倍增管的暗电流和噪声将随高压供电的波动而变化，为了使仪器性能稳定并能准确地测出微弱光信号，对电源将有一定的稳定要求。

暗电流是在不点火，没有检测信号时，光电倍增管仅在供给电压时的输出电流，其值取决于管子本身结构、材料和工艺。暗电流的不稳定（即噪声）是测量微弱光子流的主要限制，通常要求越小越稳定越好。光电倍增管的暗电流、噪声和响应值与供电电压有一定关系，若用信噪

比来衡量，这当中存在一个最佳电压，由于光电倍增管的型号和批号不同，其最佳工作电压也有所不同，如 GDB-23 型光电倍增管最佳工作电压通常在 -700 ~ -800 伏之间。另外，随着管子的不断老化，最佳工作电压也随之增加。在使用过程中有时会遇到电压升高时，噪声增加很多，但信噪比减少却不明显，这时将使动态范围变窄，为此，必须调低供给高压。

光电倍增管如果没有过热，即在供电情况下过渡曝光，它的寿命会相当长，但是长期使用也会老化，使灵敏度缓慢降低，若在调高供电值补偿后，仍不能满足要求，则必须更换。为了防止通电时，光电倍增管过度曝光，有些商品仪器中设计了保护电路，即在通电情况下曝光，电路会自动把电流限制在小于 12 微安之内。另外光电倍增管表面要保持清洁，特别是阴极面不得有指印和灰尘等，如有必要，可用无绒毛棉布沾丙酮擦洗。

5. 测硫开方电路的使用

工开方电路工作时，对所有检测器输出信号都进行平方根处理，因此对基线漂移的处理和对样品峰信号的处理是一样的，即其输出信号代表样品峰高和基线漂移两个值的总和的平方根。由于这个特点，在操作中应该尽量使基线漂移过零，才能使输出的平方根仅是峰高的线性响应。为此，开方线路像大多数信号处理器一样，需要一个特定的门限制，小于此值的信号均被删除，这个值称阈值。为了尽量减小被开方电路阈值所切除的检测输出信号的百分数，除放大器输出必须注意调零外，输入放大器信号应尽量大，通常使用高量程和大衰减以便使被切除的信号小于满刻度的 1%。开放输出限制了灵敏度的提高，使线性范围变窄 (10^2)，所以开方操作仅用于几个大峰的硫化物分析以及自动硫分析，对于痕量分析一般很少采用。

六. FPD 的适应范围和选用

1. 适应范围

FPD和常用的几种检测器不同，由于SFPD、DFPD和PFPD三种工作机理和结构上有较大差别，它们的主要性能（灵敏度、选择性等）也相差很大，操作特性上也各有优缺点，因此适应范围也是不同的，选用时要依据自己的分析样品、目的、经济能力和操作水平等有针对性选择。为了更准确选用不同火焰的FPD，我们从选用的角度再强调几点。一般讲，FPD是一个高灵敏度和高选择性检测器，对含硫和磷的化合物的检测中都有能小于 10^{-12} 克/秒。PFPD除对含硫（磷）化合物灵敏外，还对As、Sn等 26 种元素有较高的灵敏度。FPD对非敏感性的化合物选择性大都在 $10^4 \sim 10^5$ ，但是：

- (1) SFPD：结构简单、操作方便价格较廉，在三种火焰光度检测器中性能较差，但作为常量或半微量分析，常规使用还是比较合适；
- (2) DFPD和SFPD比较，虽然对“S”的检测响应线性有了很大改善，但测硫的灵敏度反而不同SFPD，而对“P”的检测性能并无明显改变，就单纯测“P”的灵敏度仍比氮磷检测器测“P”低两个数量级 ($\sim 1 \times 10^{-12}$ 克/秒)，从操作特性讲，如单纯为了检测痕量“P”，从多方面分析，选用NPD更佳。DFPD最大优点是优在了操作特性，即选择最佳气流比（火焰温度）容易。另外，可以实现检磷（P）和硫（S）有一个接近最佳气流比，即在有些情况下，只要更换滤光片就能实现在高灵敏度和高选择性的测“S”和“P”。对于含“S”浓度大于 10^{-5} 时，通过优选实验条件，能获得满意的分析结果；
- (3) 就目前而言，PFPD亦较彻底的改善了前两种火焰光度检测器性能，并扩大了可检测的元素范围，完全可以满足绝大部分含“S”和“P”等的痕量分析 ($< 10^{-9}$) 方面的需求。在操作特性上，也并不比常规FPD复杂。但由于目前未见有国产商品，单靠进口价格偏高，选用时要谨慎从事。

2. FPD 选择性

在SFPD和DFPD操作时，一般在磷的工作方式下，磷对碳氢化合物选择性大于 5×10^5 ，这说明在检测中 500 微克以上的碳所产生的光，透过“P”滤光片的光强度和 1 毫微克磷所产生的光，透过“P”滤光片的光强度相等。但FPD对硫和磷均有高灵敏度，因此，又存在着磷工作方式下硫的干扰，反之亦然。再加上FPD测硫的非线性响应，说明FPD的选择性不像其他检测器那样简单。一

般讲，在硫工作方式时含磷化合物不会误认为含硫化合物，但在磷工作方式时，当硫和磷含量在100微克以上时，硫化物的响应仅是磷的几倍，这时定性峰就比较困难。因此，所分析样品，含硫和磷的浓度范围不同时，选用FPD要考虑分析时相关干扰定性问题；

3. FPD响应的规律性

在SFPD硫的工作方式中，不同化合物灵敏度不同，作定量分析时，每种组分都必须制作标准曲线。DFPD和PFPD在相同情况下，虽然理论上认为 $n=2$ ，实际上并不等于2，它和FPD的燃烧室的结构、检测温度、气流的配比和硫化物的类型等都有直接关系，因此，分析硫时，除必须用标物和被测物在相同的条件下操作外，还应随时注意操作条件有无较大变动；

4. 提高测硫的最小检测量

在SFPD和DFPD测硫工作方式时，为了尽量提高信/噪比，除选择较佳的工作条件，使其 n 接近2外，还可以在火焰中加入少量的硫，使其产生本地发射来提高测硫灵敏度。因在FPD中，硫的响应与火焰中的硫的浓度的平方近似成正比，说明本底加入的量越多，样品响应值提高得越大，因为它是按等差级数增加的。但也应注意：本底增加意味着噪声也相应增加，因此采用此方法提高测微量硫灵敏度有一定限度，实验表明一般本底硫浓度为样品浓度的2~3倍为宜；

1. 若分析需要同时检测S和P时，可以选用双通道FPD，因DFPD测S(P)时最佳气流比（火焰燃烧条件）比较接近，所以选用DFPD有利于兼顾测S和P的高灵敏度；

2. FID和FPD的复合结构

虽然FPD工作在富氢火焰状态，但有机化合物在火焰中燃烧仍有一定的电离度，若在FPD火焰的顶部加装一个收集极，就可以形成一个较低灵敏度的FID，它基本能满足常量和半微量分析。若有需要，可考虑选用带此功能的FPD。

七. FPD检测器操作 FPD注意事项

目前配用FPD的GC主要是分析含硫和磷化合物，为了获得更高的灵敏度和选择性，不断改进发展了SFPD、DFPD和PFPD三种工作模式，它们对含硫和磷的检测机理也存在很大不同。特别是对硫的检测除与检测器有关外，还和被分析的组分的类型和化学性能有很大关系等，因此，操作时要依据样品情况和选用的FPD模式，针对具体情况注意有关操作中的注意事项。

1. 测“S”对检测系统的要求

要想实现硫的微量和痕量分析，除选用一个能胜任的检测器外，还应根据含硫化物的特性，优化相关检测系统，这点和其他检测器相比显得更为重要。否则，不但重复性不好，还可能使色谱图失真，达不到最小检测浓度，甚至不能进行定量计算。

- (1) 尽量减小色谱柱的吸附性：不锈钢管吸附性最大，聚四氟乙烯管吸附性最小。实验表明，要能作 10^{-9} 含量的“S”分析，只能选用氟塑料做色谱柱材料，且与样品接触部分全部采用聚四氟乙烯为好。聚四氟乙烯这材料耐温和密封性欠佳，一般可用玻璃柱带用，但一定要经过纯化处理，当然，若样品浓度较大，定量要求精度不高，使用不锈钢柱最方便；
- (2) 微量含硫化合物，特别是低分子量的 SO_2 、 H_2S 和甲醇等，最易被固体表面吸附，选择检测系统的吸附性要更加注意；
- (3) 固定相的涂渍一定要均匀，装填时不能使固定相破损，以免表面与样品接触。实验证明：柱前端由于固定液流失，露出了少量的担体表面，测 H_2S 和硫醇等组分时，峰形变坏，更换补充新固定相后峰形立刻改善；
- (4) 常见硫化物中 SO_2 的吸附性最强，对担体要求最高，为了更进一步减小吸附性，在担体表面上予涂上少量磷酸，会使 SO_2 峰形有很大改善；
- (5) 色谱系统吸附强弱的简易判别法
 - ① 用吸附型较弱的硫化物（如甲硫醚）的峰形也不正常，保留时间随进样量的改变，灵敏度也偏低，说明系统吸附性强，不宜作微量分析；
 - ② 吸附性较强的硫醇等出峰正常，但重复性不好，连续进样时，峰高会逐渐增高形成所谓“爬

坡”，停止进样让柱吹洗一段时间后再进样，又会从头“爬坡”，这种系统虽然吸附性不强，但不适于作 10^{-9} 数量级的硫化物的定量分析；

2. FPD 的噪声来源

配有 FPD 的仪器总噪声和其他常用的几个检测器情况略有不同，主要来源有：

- (1) FPD 固有噪声；
- (2) 火焰操作条件的选择；
- (3) 光电倍增管的固有噪声和供给高压的稳定性；
- (4) 微电流放大器的噪声；
- (5) FPD 输出后滤波量（时间常数）的选择；

3. 时间常数的选用

烃类在 FPD 中响应值较小，且在噪声振幅基本是一个常数，因此，可以通过选择时间常数来提高仪器的信/噪比，为此有些仪器配置了不同时间常数挡，供不同分析时选用。在相同灵敏度的情况下，时间常数 1.2 秒的噪声，仅是 0.2 秒的四分之一，尤其在填充柱分析时，通常组分的保留时间大于 2 分钟，选用较大的时间常数，对定量精度的影响可以忽略，当然配用毛细管柱分析时，要依据出峰情况选择小一些的时间常数；

4. 保持 FPD 燃烧室的清洁

在正常操作中，燃烧室和相关连部分会受固定液流失、硅烷化试剂、过高的分子烃类溶剂及脏凝水的污染，若未能及时清理，不但灵敏度降低，有时还会影响选择性。另外石英窗、透镜、滤光片和光电倍增管的阴极等，在拆装时应避免用手直接接触，否则会减少透光率。另外清洗这些零件最好用无绒毛的面纱蘸丙酮或乙醇等溶剂擦洗；

5. 石英火焰罩的作用

- (1) 有利于火焰形状和获得一定的温度；
- (2) 减小响应时间常数；
- (3) 把燃烧产生的水蒸气尽快排出燃烧室。虽然火焰罩一般采用高纯石英制作，但也存在光透过时的损失，若被污染后这种损失更大，因此要注意定时清洗；

6. 有无猝火的判断与预防

操作 FPD 若存在猝火对分析会造成很大干扰，简单的判断有无猝火现象有两种方法：

- (1) 同一样品，加大进样体积，观察分析 FPD 响应变化情况，如果响应值随进样体积改变说明有猝火现象；
- (2) 有条件用 FID 同时监视柱流出烃类情况，如发现有较大的烃类峰，且保留时间与测 S (P) 化合物的保留时间相近，就有可能出现猝火现象。若在此情况选用 FID 与 FPD 复合 FPD 检测器的结构，更有利于实际操作。为了消除猝火造成的对分析的影响：一改善分离度；二选用不同的结构（DFPD、PFPD）的 FPD；

7. FPD 的点火

不同的 FPD 结构，点火方法也有差别，如：SFPD 点火较困难，一般需把富氢焰调为富氧焰点火后再调整气流恢复为富氢焰。DFPD 和 PFPD 按说明书要求的气流比时点火比较容易。另外，检测器的温度最好升到 120℃ 以后再点火，一则有利于点火，二则不易燃烧产物冷凝。

8. PMT 的寿命

一支质量合格的 PMT 的寿命，可安全使用几年的时间，若增加使用寿命应注意以下几点：

- (1) 寿命与使用时间成反比，因此不用时，应及时关闭 PMT 的高压供电；
- (2) 影响寿命的最大原因是在日光下曝光，因此操作中应注意：点火时应先关高压电源、观察点火或拆卸 FPD 时，一定不要忘记先关高压电源；
- (3) 检测器系统漏光操作，不但减少 PMT 的寿命，且会伴随较大的暗流和噪声，不利于小浓度样品的分析。判断系统是否漏光的简单办法是：用一块两面为红和黑布盖在 FPD 系统上，如

暗流（噪声）变化不大，说明不漏光。另外注意，FPD 安装中为了密封常常采用橡胶和塑料材料作密封件，时间长，有可能失去密封性而产生漏光；

- (1) PMT 寿命和其本身温度也有关系，除 FPD 设计制造中采取降温结构外，使用中应尽量选用较低温度；

9. 氢气安全操作

FPD 和 FID 操作不同，是在富氢焰下工作，即氢气的用量比 FID 的大得多，操作中应特别注意：不点火不开氢气和随时观察避免火焰熄灭；

10. 其它

- (1) 检查 FPD 火焰是否熄灭基本和 FID 一样；
- (2) 进样无峰应首先核对所有分析条件是否有异常，特别注意滤光片是否用错，光电管供给高压、放大器是否打开；
- (3) 检查检测系统是否有异常的方法：按下点火按键（仪器备有的情况下）2~ 3 秒钟，若基线上有一个峰，说明检测系统正常；
- (4) 有溶剂峰无组分峰时，重新调节气流比（特别是分析硫，且使用单火焰 FPD），不合适的火焰条件测硫时可能无灵敏度；