

24 氮磷检测器

概述

软件要求

NPD 气路

NPD 不能工作的状态

气体纯度

铷珠

调整补偿

停止调整补偿

关闭检测器

在时钟表设定调整补偿

平衡时间

操作步骤：改变平衡时间

溶剂峰期间关闭氢气

在运行间隙关闭氢气

铷珠电压

延长铷珠的寿命

程序升温

静电计

数据速率

操作步骤：为 NPD 设定数据速率（快速峰）

喷嘴和收集极

操作 NPD

色谱柱与净化器

气体压力

有 EPC 的操作

操作步骤：有 EPC 的 NPD 的操作

测试条件及色谱图

NPD 测试条件

典型 NPD 测试色谱图

维护氮磷检测器

氮磷检测器（NPD）部件示意

排除 NPD 硬件故障

操作步骤：更换珠组件

操作步骤：清洗检测器和收集极；更换绝缘圈和垫圈

更换或清洗喷嘴

操作步骤：取出并检查喷嘴

操作步骤：清洗喷嘴

操作步骤：重新安装喷嘴并组装检测器

氮磷检测器 (NPD)

概述

NPD 通过氢气 / 空气等离子体传送样品和载气。一个加热陶瓷源——常叫铷珠——处于喷嘴上方。低的氢气 / 空气比率不能维持火焰，使碳氢化合物的电离减至最小，而铷珠表面的碱离子促进有机氮或有机磷化合物的电离。输出的电流与收集到的离子数成正比。用静电计测量并将其转换为数字形式，传送到一个输出设备。

软件要求

以下讨论假定已经安装了下面的固件 / 软件：

产品	固件 / 软件版本
6890 GC	A. 03. 03 或更高
Agilent GC 化学工作站	A. 05. 02 或更高
Agilent MSD 化学工作站	G1701AA 或更高

版本数低于表中的固件 / 软件会降低铷珠的寿命。请参考安捷伦科技有限公司维护说明来为其升级服务。

NPD 气路

图 82. 表示 NPD 的气路图。

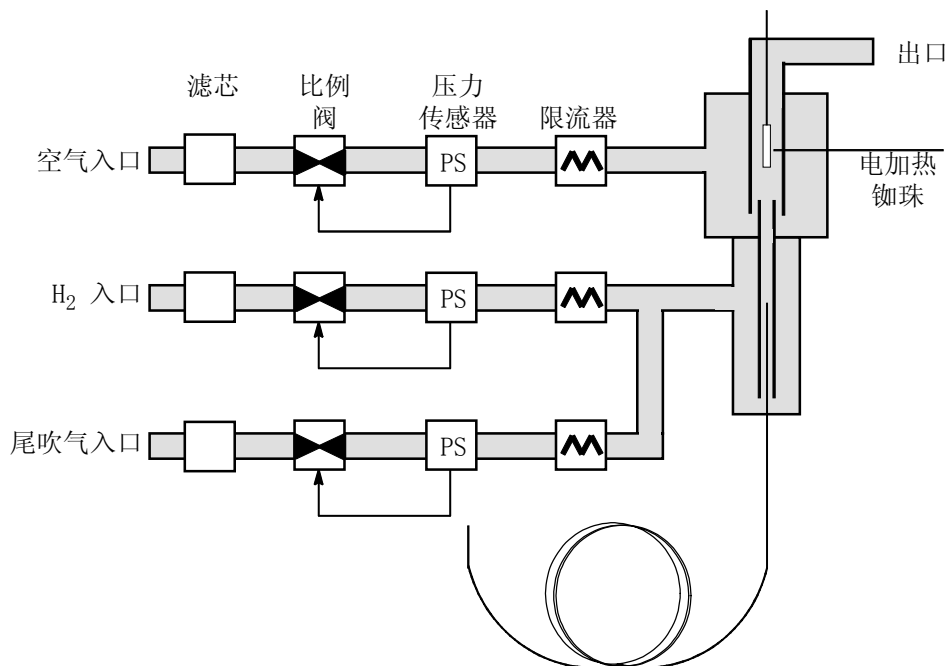


图 82. NPD 气路

NPD 不能工作的状态

- 氢气或空气设定值为 0
- 如果检测器温度低于 150 °C 或者柱箱关闭, Adjust offset 程序将不会启动。

气体纯度

由于 NPD 是高灵敏检测器，NPD 要求很高纯度的气体，我们极力建议对载气和所有控制器气体都用脱水管和烃捕集管，其中检测器气体包括氢、空气和尾气。

铷珠

铷珠是用陶瓷制成的：

铷珠颜色	部件号	优点	缺点
白色	G1530-60570	标准	磷拖尾
黑色	5183-2007	耐用，无磷拖尾	对氮灵敏度较低，约 40%

有三个与铷珠的控制相关的设定值 — Adjust offset, Bead voltage, 和 Equib time。

调整补偿

当您在此输入一个值或者按 [On] 使用储存值时，检测器流量打开，铷珠被加热，调节铷珠电压直至 Output 稳定并等于 Adjust offset 值。您可以看到下面 Adjust offset 的五种状态。

检测器关闭 当检测器关闭时，Adjust offset 和 Bead voltage 是 off，并显示初始的 Output。

按 [Front Det] [Det Control] 或 [Back Det] [Det control].

FRONT DET (NPD)	
Adjust offset	Off
Output	0.3
Bead voltage	Off

检测器打开——检测器温度低于 150 °C。当您输入一个 Adjust offset 值或按 [0n]，检测器气体关闭，如检测器温度低于 150 °C，闪烁显示如下提示：

```

FRONT DET (NPD)
Adjust offset  30
Output        0.3
Bead voltage  wait
  
```

```

FRONT DET (NPD)
Temp not ready 30
Output        0.3
Bead DetTemp  < 150
  
```

检测器打开—待柱箱和 / 或检测器达到温度设定值并且平衡。一旦检测器温度超过 150 °C，氢气及空气流打开，当柱箱与检测器温度达到设定值并平衡时，铷珠开始加热。闪烁显示：

```

FRONT DET (NPD)
Adjust offset  30
Output        0.5
Bead voltage  2.500
  
```

```

FRONT DET (NPD)
Temp not ready 30
Output        0.5
Bead voltage  2.500
  
```

检测器打开—在调整补偿及平衡期间。在检测器和柱箱温度达到设定值且已平衡时，检测器开始 Adjust offset 步骤。调节铷珠电压到输出接近 Adjust offset 值。在这点，平衡时间开始（见 [“平衡时间”](#)）。在调整补偿及平衡期间内，您可见到如下闪烁显示：

```

FRONT DET (NPD)
Adjust offset  30
Output        0.5
Bead voltage  2.500
  
```

```

FRONT DET (NPD)
Adjusting      30
Output        9.1
Bead voltage  2.750
  
```

检测器打开并就绪。当达到 Adjust offset 值并且通过平衡时间，则 Adjust offset 行显示 off，表明检测器打开并且处于就绪状态。

FRONT DET (NPD)	
Adjust offset	Off
Output	30.1
Bead voltage	2.850

当完成后显示 Off，
可能产生一些漂移。
铷珠电压不变。

停止调整补偿

当光标在 Adjust offset 行时按 [Delete]。这将在不关闭检测器气体和铷珠电压的情况下取消调节。如果希望在没到达铷珠平衡时间前开始运行，这个操作是有用的。

关闭检测器

注意

无论何时，如果将 Adjust offset 设为 [Off]，铷珠电压，氢气和空气流都随之关闭。

在时钟表设定调整补偿

您可以在一特定时间利用时钟表设置 Adjust offset 开。参阅 [“时钟时间编程”](#)。

注意

不推荐在运行中进行 Adjust offset。否则，在柱箱到达初始设定值和系统到达稳定状态之前，柱流出物和残留峰拖尾可能掩盖了稳定的基线。这增加了运行之间的时间。

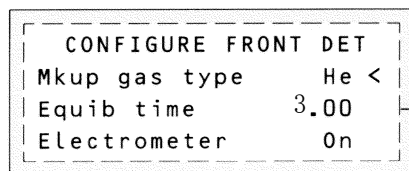
平衡时间

当 Output 接近 Adjust offset 值时，平衡时间开始。在平衡期间测定 Output 并与 Adjust offset 值比较。如果在整个平衡期间，Output 都保持接近 Adjust offset 值，那么，检测器就绪。然而，在平衡期间的任何时间，Output 值太高或太低，调整补偿过程继续，平衡时间再开始。

我们建议平衡时间为 0.0 并进行自动调整补偿，有些铷珠不能和自动调节相适应，为此我们建议从 2.0 V 开始，逐渐把电压提高，一次 10 mV，一直达到补偿为止。

操作步骤：改变平衡时间

1. 按 [Config][Front Det] 或 [Config][Back Det]:



2. 输入一个值（分钟），较长的平衡时间可减少铷珠的寿命。

溶剂峰期间关闭氢气

在使用 NPD 时，出溶剂峰后基线漂移，并要一定时间才会稳定，特别是含氯溶剂。此溶剂的影响可以通过在出溶剂峰期间关闭氢气流，而在溶剂流出后再打开，从而把此效应减到最小。用此技术，可在不到 30 秒的时间内，使基线恢复到其初始值。此技术还可以延长铷珠的使用寿命。用为运行表的一部分，氢气可以自动开或关，参阅 [“运行时间程序”](#)。

在运行间隙关闭氢气

为了延长铷珠寿命，在两次分析之间把氢气关闭，保持所有其它气流和检测器温度不变，在下一次分析时再把氢气打开；铷珠会立刻点燃，这一过程能自动地按运行表中的项目进行。

铷珠电压

Bead voltage 显示了用于铷珠加热的电压。根据 Adjust offset 值，它表示实际电压值，或者作为一个设定值输入。

因为当给 Bead voltage 输入一个设定值时不用平衡时间，您不能估计基线稳定性。建议不使用 Bead voltage 设定值作为开始值。当自动启动不能使用时，使用铷珠的电压设定值。

Bead voltage 在运行之间作小的调节是有用的。比如，如果您发现基线漂移，您可输入一个小值，一次性改变来补偿漂移而不需等待 Equip time。

对新铷珠典型的电压在 2.5 — 3.7 V 之间，高电压会缩短铷珠寿命

延长铷珠的寿命

- 使用最低的调整补偿或最低的常用铷珠电压。
- 分析清洁的样品。
- 不用时关闭铷珠。
- 检测器保持较高的温度 (320 — 335 °C)。
- 出溶剂峰期间关闭氢气。
- 如果 NPD 在高湿度的环境中长期关闭，检测器内可能积水，要蒸发出这些水份，可以：
 - a. 将检测器温度调到 100 °C，并保持 30 min。
 - b. 将检测器温度设定为 150 °C，也保持 30 min。

程序升温

NPD 对气体流量具有敏感性。如果使用程序升温，色谱柱中的阻力随温度而改变设定仪器如下：

- 设定载气为 Constant flow 状态。设定有 EPC 检测器的尾吹气为 Const makeup。
- 如果选择在恒压状态下工作，尾吹气应设定在 Col+mkup=const mode。

静电计

检测器的控制表包括静电计的 on/off 设定。在运行 NPD 时，不需要开关静电计。

注意

在运行中切勿关闭静电计，它会关闭检测器的 Output。

数据速率

NPD 的模拟输出可以两个速度给出。最快速度允许最小峰宽为 0.004 分钟，而标准速度允许峰宽为 0.01 分钟。

操作步骤：为 NPD 设定数据速率（快速峰）

如果使用快速峰特性，积分仪速度必须足够快以处理来自 GC 上的数据。积分仪带宽至少应为 15 Hz。以利于快速峰的使用：

1. 按 [Config][Signal 1] 或 [Config][Signal 2]。



2. 按 [On]。

数字输出到化学工作站的速度有 11 种，范围在 0.1 Hz 到 200 Hz，能够处理峰的宽度为 0.001 至 2 分钟。参见 [“信号处理”](#)。

快速峰 (fast peaks) 特性不用于数字输出。

喷嘴和收集极

优选毛细管柱的 NPD 仅适用于毛细管柱。它和标准的喷嘴和收集极一起装箱。

表 63. 优选毛细管柱的 NPD 喷嘴和收集极

类型	部件号	内径	一起使用
标准喷嘴	G1531-80560	0.29 mm	任一收集极
多用途喷嘴 (可选)	G1534-80580		任一收集极
标准收集极	G1534-20530	7 mm	
小内径收集极 (可选)	G1534-20660	5 mm	

带适配接头的 NPD 填充柱喷嘴可用于毛细管柱，它和毛细管柱喷嘴及标准喷嘴一起装箱。如果用填充柱则必须改变喷嘴，参见 [“更换或清洗喷嘴”](#)。

表 64. 适配 NPD 的喷嘴

类型	部件号	内径	一起使用
毛细管柱喷嘴	19244-80560	0.29 mm	任一收集极
扩大的喷嘴	G1534-80590		任一收集极
标准收集极	G1534-20530	7 mm	
小内径收集极	G1534-20660	5 mm	

扩大的喷嘴与小内径收集极一同使用，可降低样品与热的金属接触的时间，减少一些强极性组分的拖尾。

操作 NPD

当选择流量和温度时用表 65 资料。从图 83 中选一个最小气源压力。如果为 EPC 检测器，必须使气源压力比在曲线上的值增加 10 psi (60 kPa)。

表 65. 流量、温度和铷珠的资料

气体类型	推荐流量
载气 (氮气, 氢气*, 氦气)	毛细管柱, 根据柱尺寸选最佳流量。
检测器气体	
氢气	3.0 mL/min (最大流量为 5 mL/min)
空气	60 mL/min
毛细管柱尾吹气 (氮气, ** 氦气)	氮气: 5 - 10 mL/min 氦气: 小于 5 mL/min
温度 (缺省值为 250 °C, 温度范围是室温至 400 °C)。 < 150 °C, Adjust offset 步骤不能开始。 推荐用 325 °C - 335 °C 检测器温度应大于柱箱的最高温度。 对于较高的检测器温度, 则需要较小的铷珠加热电压。	
调整补偿 (缺省值为 50 pA, 建议操作范围为 30 - 40 pA, 允许范围为 10 - 99A)。 ≥ 50 pA 灵敏度增加, 但铷珠使用寿命降低。 低设定值降低灵敏度, 增加铷珠寿命, 但太低引起溶剂猝灭。 一旦调整补偿打开, 允许 20 - 60 min 为检测器作准备。	
平衡时间 (缺省值是 5 min, 范围是 0 - 999.9 min) 建议时间是 0.0 min。	
铷珠电压 (0 - 4.095 V) 用于做些微调或手动激活铷珠。 设定平衡时间 = 0.0, 且铷珠电压为 2.0, 以 0.01 V 递增电压一直到点燃铷珠。	

* 当用氢气作载气时, 流量必须小于 3 mL/min。

** 为了得到更好的峰形, 建议使用氦气。

气体压力

选定流量，找出相应的压力，并设定气源压力比此值高 10 psi (70 kPa)。

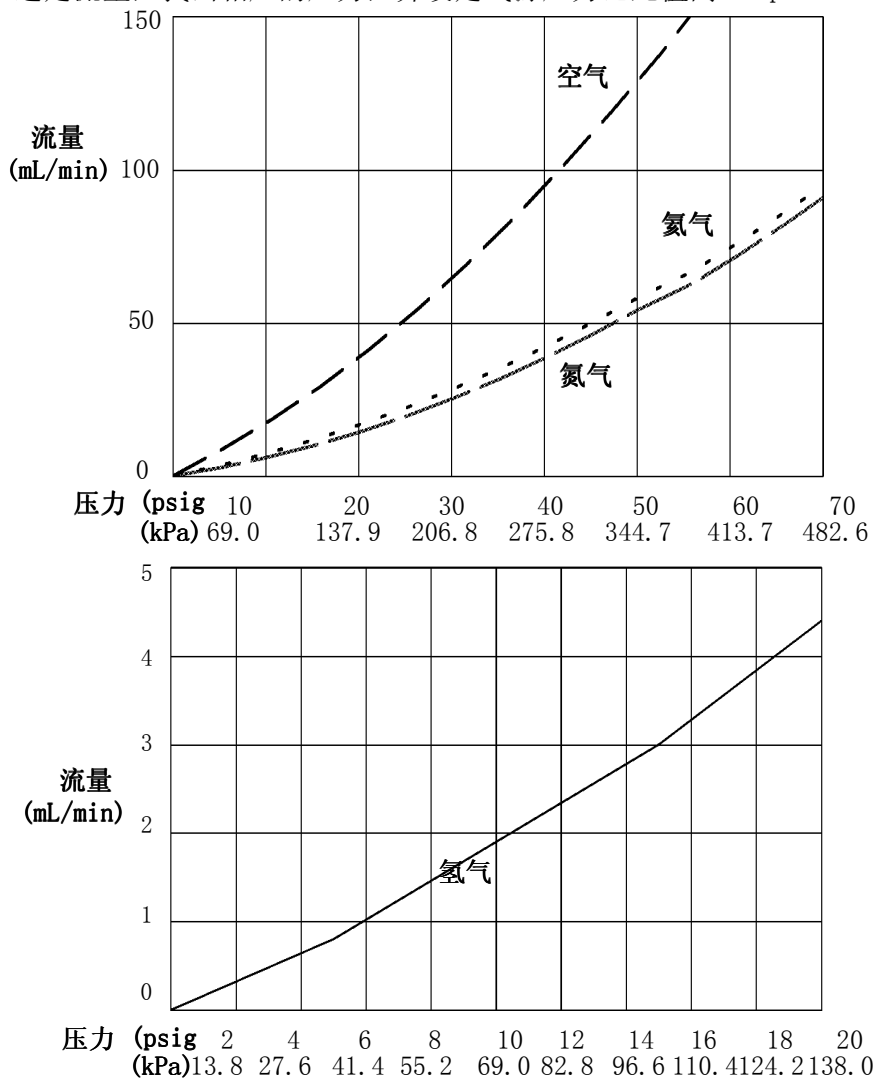
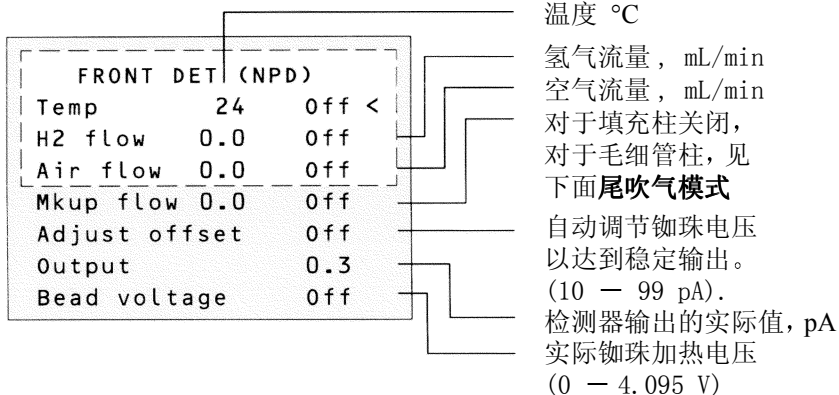


图 83. NPD 气体的压力 / 流量关系 (在 25 °C, 1 大气压)

有 EPC 的操作

按 [Front Det] 或 [Back Det].



尾吹气流量模式

如果柱尺寸已确定, 并且有一个 EPC 进样口, 那么控制表将包括下列表中的一个:

Mode: Const makeup		
Mkup flow	0.0	Off <

Mode: Col+mkup=const		
Combined flow		0.0
Makeup flow		0.0 <

要**改变尾吹气模式**, 滚至 Mode: 并按 [Mode/Type].

作出选择后, 输入适当的流量值。

F DET MAKEUP MODE		
*Const makeup flow		
Col+makeup=const		<

要**改变尾吹气类型或平衡时间**, 按 [Config][Front Det] 或 [Config][Back Det]:

CONFIGURE FRONT DET		
Mkup gas type		He <
Equib time		0.00
Electrometer		On

不必打开或关闭静电计。

按 [Mode/Type] **改变尾吹气**。

FRONT DET MAKEUP GAS		
Helium		<
*Nitrogen		

选择适当的气体。

图 84. NPD 控制表

操作步骤：有 EPC 的 NPD 的操作

在操作 NPD 前，确定检测器气体已连接，柱已安装，喷嘴已正确安装，以及系统无漏气。设定柱箱温度、进口温度和柱流量。编制控制表时使用图 84 的数据。

警告

在打开氢气或空气前确保安装了柱或堵住了 NPD 的柱接头。如果空气和氢气漏入柱箱内会引起爆炸。

1. 按 [Config][Front Det][Config] 或 [Back Det]。
 - a. 如果使用尾吹气，要确定尾吹气类型与进入仪器的相同。如需要则改变气体类型（参阅 511 页），建议使用氮气。
 - b. 检查平衡时间，建议值为 0.0。
2. [Front Det] 或 [Back Det] 打开 NPD 控制表。
3. 设定检测器温度，推荐范围是 325 - 335°C。
4. 如果需要，输入氢气流量（建议为 3.0），并按 [Off]。
5. 如果需要，输入空气流量（建议为 60），并按 [Off]。

简化操作：

（确保储存了合适的设定值）

1. 打开检测器控制表。
2. 打开温度。
3. 如需要，打开尾吹气。
4. 按 [Det Control]。
5. 按 [0n]。

如果您使用 **填充柱**，关闭尾吹气并且进行第七步。

如果使用定义的 **毛细管柱**，并连到一个 EPC 进样口，如需要，选择一个新的流量模式（参阅 511 页），并设定尾吹气流量。如果您要将柱设定在一个恒定流量模式，则选 Const mskeup。如要将柱设定为恒定压力模式，选 Col+makeup=Const。

如果柱未定义或接在一个无 EPC 的进样口，输入一个尾吹气流量。只能用恒定流量。

6. 输入一个 Adjust offset 数值，或按 [0n] 开始调节步骤。一旦检测器温度达 150 °C，氢气和空气流量将打开。

测试条件及色谱图

本节列出一个测试样品色谱图的典型示例。它可以用作仪器性能的一般性指南。

注意，操作条件所列的进样体积不必表明注射的绝对总体积。所给出的体积只是从一个标准 10 μL 注射器上读出的刻度（针芯的位置）。对于一个加热的进样口来说，真实的注射样品体积还包括 0.4 – 0.7 μL 从注射器针头内挥发的样品体积。对于专用的冷柱头进样口（未加热）来说，注射器针芯的位置比较准确的反映了实际进样体积。

同时还要注意，以下步骤和结果只是提供进样口和 / 或检测器系统正常功能的证据。不适用于检验一个超出其规格限制的系统。

NPD 测试条件

色谱柱与样品

类型	HP-5 30m \times 0.32mm \times 0.25mm 部件号 19091J-413
样品	NPD 测试样品 18789-60060
进样体积	1 μL

进样口

温度	200 $^{\circ}\text{C}$ 吹扫 / 填充或分流 / 不分流 柱温跟踪 冷柱头进样 60 $^{\circ}\text{C}$ PTV（见下面）
进样口压力	25 psi（对于用氦气有 EPC 的进样口，压力恒定）
分流 / 不分流	
模式	不分流
吹扫流量	60 mL/min
吹扫时间	0.75 min

进样口，续表

PTV	
模式	不分流
进样口温度	60 °C
初始时间	0.1 min
数率 1	720 °C /min
终温 1	350 °C
终温时间 1	2 min
速率 2	100 °C /min
终温 2	250 °C
终温时间 2	0 min
进样口压力	25 psi (对于 EPC 进样口恒定压力)
吹扫时间	0.75 min
吹扫流量	60 mL/min

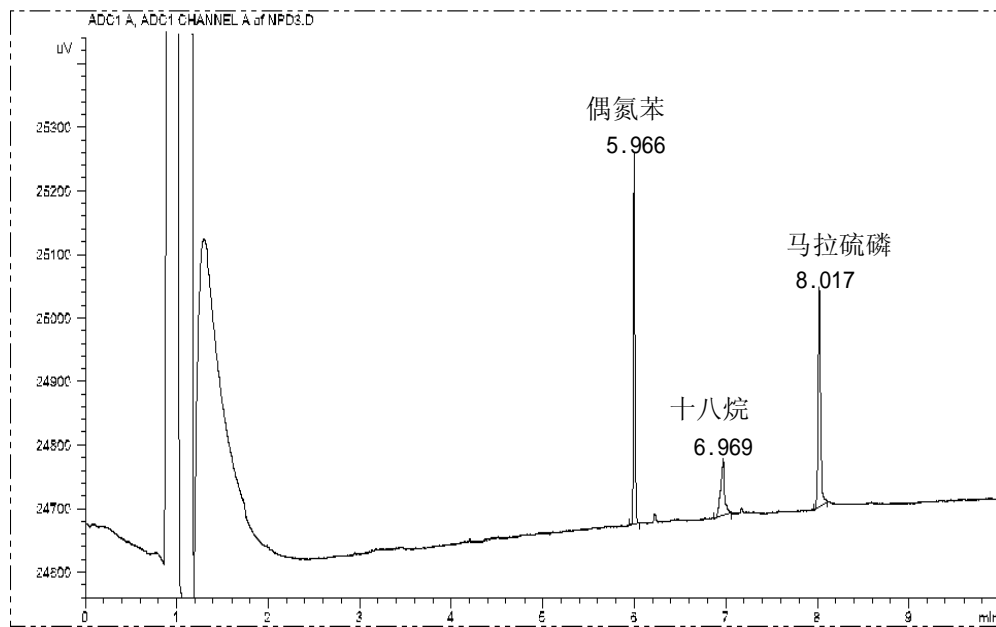
检测器

温度	300 °C (推荐为 325 - 330 °C)
H ₂ 流量	3 mL/min
空气流量	60 mL/min
尾吹气 + 柱流量	10 mL/min (推荐氮气)
补偿	50 pA (推荐 30 - 35)

柱箱

初始温度	60 °C
初始时间	0 min
速率 1	20 °C /min
终温	200 °C
终温时间	3 min

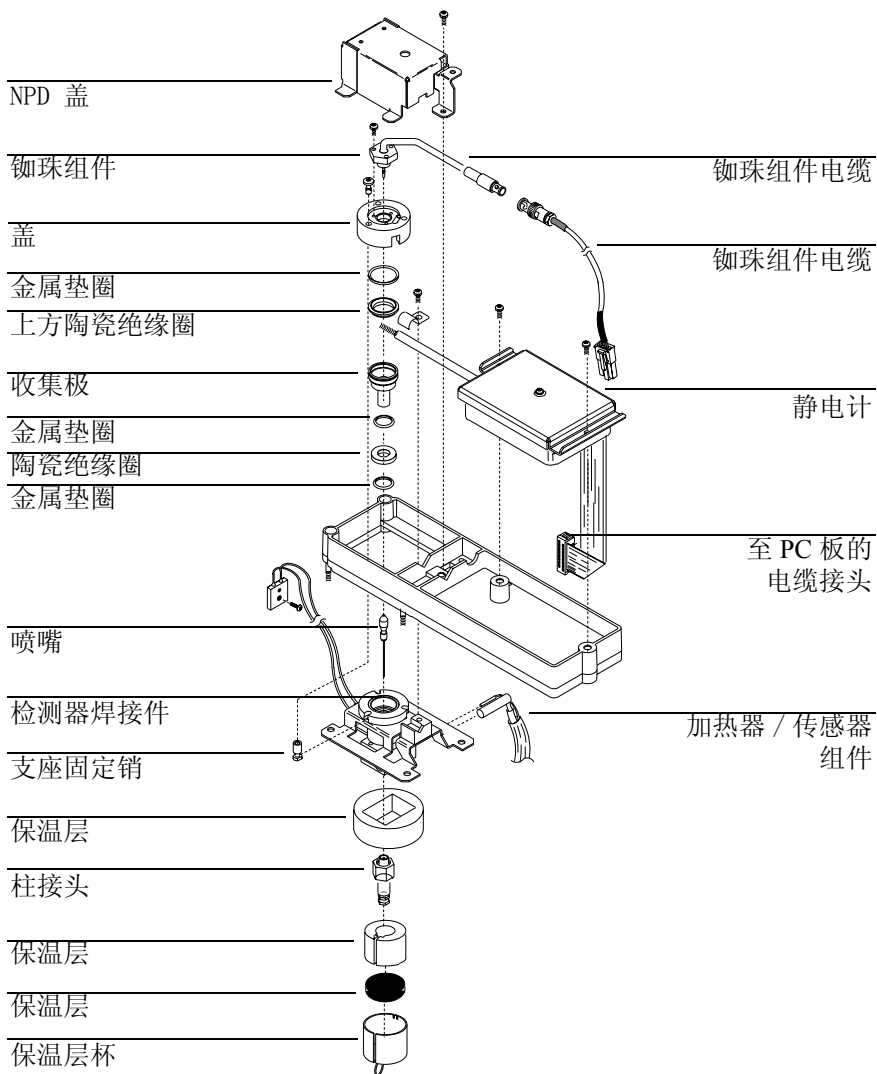
典型 NPD 测试色谱图



保留时间可以不同，但峰应当与该示例相似。

维护氮磷检测器

氮磷检测器 (NPD) 部件示意



简易操作:

(假定设定了正确的流量, 并且储存了设定值)

1. 打开检测器控制表。
2. 打开温度。
3. 如需要, 打开尾吹气。
4. 按 [Det Control]。
5. 按 [On]。

图 85. 氮磷检测器 (NPD)

排除 NPD 硬件故障

检测器对注射的样品无响应

- 高浓度的溶剂会熄灭氢气 / 空气等离子气体。增加铷珠电压。在较高补偿下 (如 40 – 50pA) 运行检测器, 或者使用流量为 5 mL/min 的尾吹气。
- 检查氢气是否流入检测器。确定氢气来自外部气源。检查流量和压力是否在键盘上打开。氢气流量应当在 1.0 和 5.5 mL/min 之间。
- 铷珠没有激活。通过检测器盖上的通风孔观察铷珠是否发出橘黄色的光。如果铷珠不发光, 检查是否有足够的电流到达铷珠。检查检测器本底信号。将铷珠电压降至 0 以建立一个参比, 然后在升高铷珠电压时可看到输出骤然增加, 这表明已点火。如果在铷珠上电压加到 4 V 还没有点火, 可能是铷珠烧断了。更换铷珠。
- 铷珠的电源线是坏的。与 Agilent 服务代理联系。
- 如果上面的陶瓷绝缘体被污染, 在铷珠关闭时就需要高的补偿 (2 – 15 pA 或更高), 这会直接影响灵敏度要更换此绝缘体

无基线: 输出信号超过 8 百万

- 静电计带状电缆与 PC 板没有连接好。如果需要重新连接电缆, 一定要先关闭 GC。如果信号降不到正常值 ($< 3\text{pA}$), 则需要更换静电计。与 Agilent 服务代理联系。
- 收集极对检测器机体短路, 检查绝缘体。

基线为 0.0

- 静电计损坏。与 Agilent 服务代理联系。

大的正基线非常缓慢地恢复到原始基线

- 溶剂中含有一定浓度的氯代烃。建立一个时间表，在进样时关闭氢气。当溶剂通过检测器后，恢复氢气流量至以前的操作水平。NPD 通常可以迅速恢复至稳定的基线。

溶剂峰后基线不能恢复

- 建立一个时间表，在进样时关闭氢气。当溶剂通过检测器后，恢复氢气流量至以前的操作水平。NPD 通常可以迅速恢复至稳定的基线。

尾吹气流速增加到 5 mL/min。

高浓度的溶剂会熄灭氢气 / 空气等离子气体。增加铷珠电压。在较高补偿下（如 40 — 50 pA）运行检测器。

调整补偿功能不正常（要么高数百 pA，要么低数百 pA）

- 在喷嘴顶部有火焰燃烧。如果氢气流量太大，喷嘴尖端的火焰将持续燃烧。完全关闭氢气流量，并降低流速。氢气流量决不能高于 4.0 mL/min。

溶剂信号大而 NPD 信号太小

- 检查氢气流速。如果太高，在喷嘴顶部有火焰燃烧。完全关闭氢气流量，并降低流速。氢气流量决不能高于 4.0 mL/min。
- 收集极可能被污染，更换收集极和绝缘体。

峰拖尾

- 确认使用的是好的衬管和色谱柱。
- 一些极性化合物与金属收集极接触，产生拖尾。建议选择扩大的喷嘴。
- 一些化合物会引起峰拖尾，特别是含磷的化合物。对含磷化合物建议选择黑色陶瓷珠

在柱箱程序升温期间基线明显漂移（向上）

- 在运行过程中，如果柱箱温度明显升高（例如，从 50 °C 至 350 °C），基线在 10-15 pA 之间变化是正常的。可是如果您觉得基线漂移过大，可以在 300 °C 以上的温度下加热进样口和柱箱 60 min，以消除柱箱程序升温期间过大的基线漂移。
- 确认检测器绝缘体没有破裂或损坏。

在室温下 GC 的检测器基线过高

- 当检测器在较低温度（如室温）下时，检测器中的湿气可导致基线为数十甚至数百 pA。在检测器通入气体时设定检测器温度为 150 °C。基线将在约十分种内降至 1 pA 以下。

在铷珠电压为 0 时，信号基线没有降至 3pA 以下

- 陶瓷绝缘圈可能脏了。为了获得满意的 NPD 性能，绝缘圈必须非常干净。参阅 [589](#) 页中“清洗收集极和检测器，更换绝缘体和圈”的清洗步骤。

操作步骤：更换珠组件

铷珠，也可称作“源”，是 NPD 的放射性部件。铷珠是一个组合件，该组件由一根终端接于接插件的电缆和一个固定陶瓷珠的金属六角组成。NPD 铷珠组件需要取下，以便于更换或者进行收集极清洗。

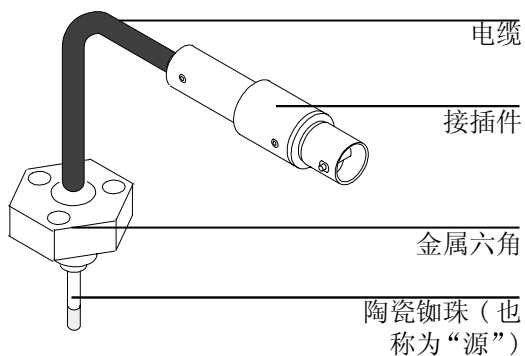


图 86. NPD 铷珠组件

注意

陶瓷珠很脆弱。注意不要将珠打碎或碰裂。当您对 NPD 进行维护时，应避免用手指碰珠，防止珠与其他表面接触。

注意

柱箱或检测器接头很热，会导致烫伤。

所需材料：

- T-10 Torx 螺丝刀
- 铷珠的盖

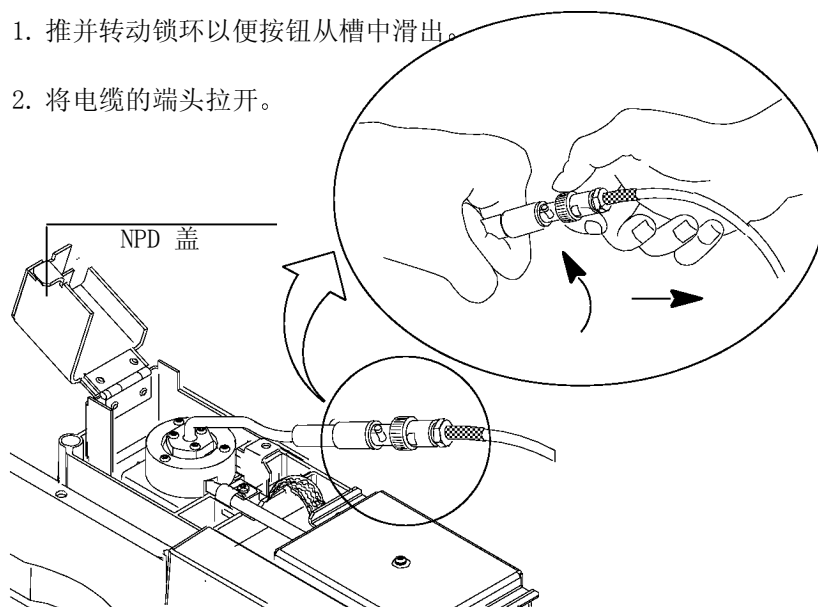
1. 完成下列预备步骤：

- 冷却检测器至 100 °C 或更低。
- 提高 GC 的顶盖并且打开 NPD 的盖，以便检测器迅速冷却。
- 关闭检测器。设定铷珠电压低于 2.0V，所有气体是打开的。
- 打开 GC 检测器盖并取下电路板顶盖。

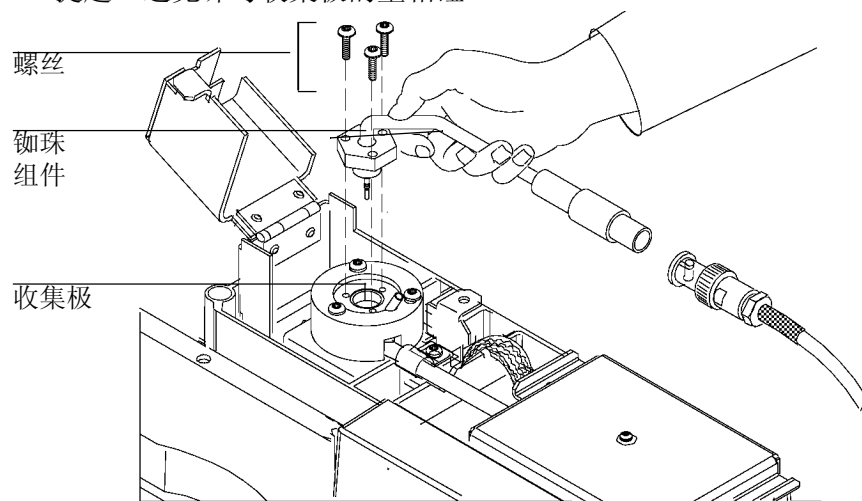
2. 断开电缆，转动环并将端头拉开。

1. 推并转动锁环以便按钮从槽中滑出。

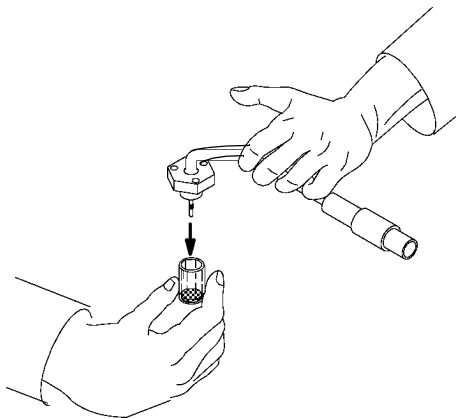
2. 将电缆的端头拉开。



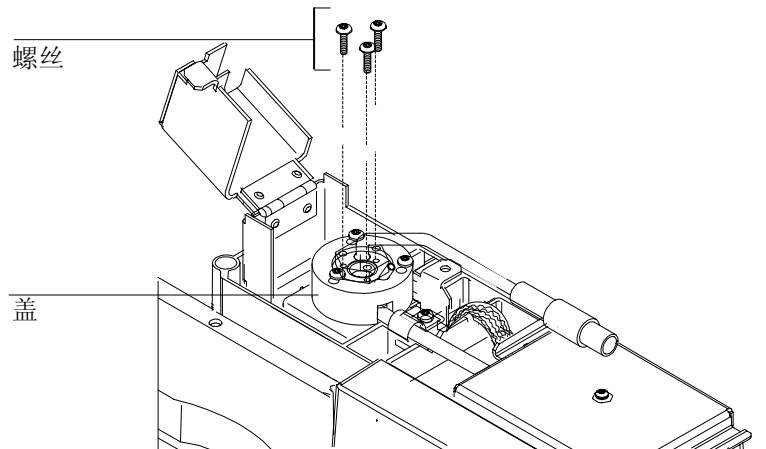
3. 使用 Torx 螺丝刀卸下珠组件上的三颗螺丝。轻轻抓住信电缆，将珠组件垂直提起。避免珠与收集极的壁相碰。



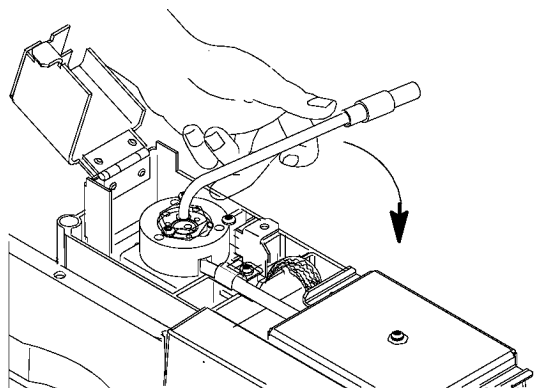
4. 将盖从电缆一边推下，打开新珠的盖。千万注意不要让珠碰到盖的壁。



5. 将新的珠组件嵌在 NPD 的盖上。小心不要让珠碰到盖或收集极的壁。把三个螺丝恢复原位。先用手拧紧第一个螺丝；再拧紧其余两个螺丝，然后再彻底拧紧第一个螺丝。



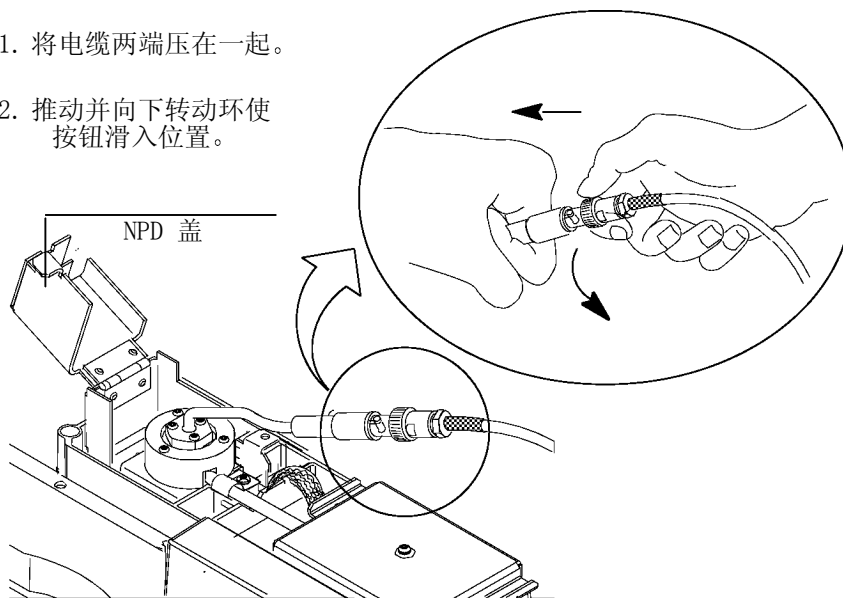
6. 小心将珠组件电缆弯 90 度。动作如下图所示。



7. 将铷珠组件电源电缆与 NPD 电源电缆重新连接起来，转动环将接口锁住。

1. 将电缆两端压在一起。

2. 推动并向下转动环使按钮滑入位置。



8. 关上 NPD 和 GC 检测器的盖。再盖上电路板顶盖。必须盖好这三层盖，才能得到稳定的 NPD 基线，也可以恢复正常操作条件。

9. 把检测器加热到 150 °C 保持 15 min，把温度提高到分析温度，（建议 325 °C—335 °C）令其平衡 15 min。

10. 设定平衡时间为 0.0，或是启动 Adjust Offset 或逐渐提高铷珠的电压，一次提高 0.01V，一直到基线增加到所希望的补偿值。

操作步骤：清洗检测器和收集极；更换绝缘圈和垫圈

经过一段时间后，铷珠或样品的残余物就会堆积在收集极中，引起基线不稳。在铷珠更换两三次后就应该清洗一下收集极。

陶瓷绝缘圈必须保持非常干净，以保证基线的稳定。因此，在处理绝缘圈时一定要带手套。干净的绝缘体不应超过 1.0 pA，一般为 0.5 pA，把氢气关闭或把铷珠电压放到 0 来进行补偿。

在每次组装和拆卸时，C 形金属垫圈都会有少量磨损。组装和拆卸几次后（五次或五次以上），垫圈就有可能密封不好，从而造成基线漂移。陶瓷绝缘圈和密封垫工具包可从 Agilent 公司购到（部件号 5182-9722），在更换密封垫和绝缘圈时一定要把检测器冷却到近于室温。

注意

小心！柱箱或检测器接头很热，会造成烫伤。

所需材料：

- T-10 和 T-20 Torx 螺丝刀
- 铷珠的帽盖
- 棉花签
- 甲醇或丙酮
- 压缩空气或氮气
- 无棉绒手套
- 镊子或小钳子
- 新的金属垫圈和陶瓷绝缘圈（工具包部件号 5182-9722）

1. 完成下列预备步骤：

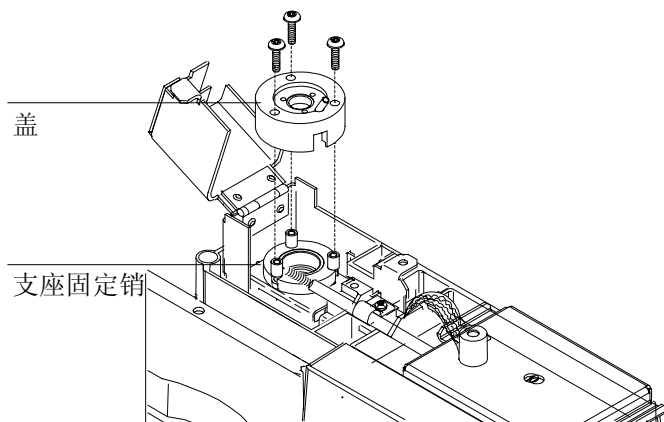
- 将检测器冷却至60℃或更低的温度。为加速冷却可提高GC检测器的盖并打开悬挂的NPD盖。
- 关闭温度、气体和铷珠电压。
- 关闭静电计；按 [Config] [Front Det] [Config] [Back Det]，滚至 Electrometer 然后按 [Off]。
- 取下电路板顶盖。

2. 在接触检测器任何部件之前，必须戴上无棉绒手套。

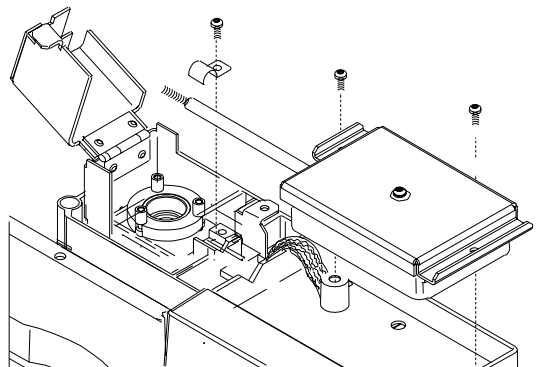
3. 参阅 [584](#) 页介绍的步骤取下铷珠。小心将铷珠盖好。

操作步骤：清洗检测器和收集极；更换绝缘圈和垫圈

4. 用 T-20 螺丝刀取下盖上的三个螺丝，然后卸下盖。金属垫圈和陶瓷绝缘圈可能附在盖上。

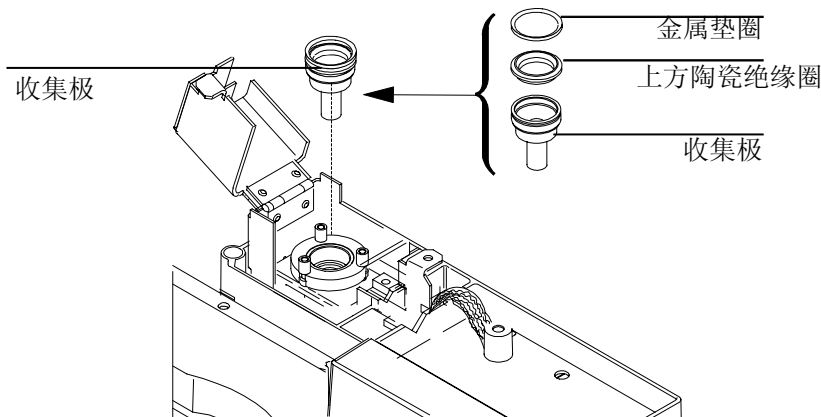


5. 取下静电计和内连接的三个螺丝。将静电计从检测器中拉出，使内接头可以活动。再将静电计转到右边，留出操作空间。

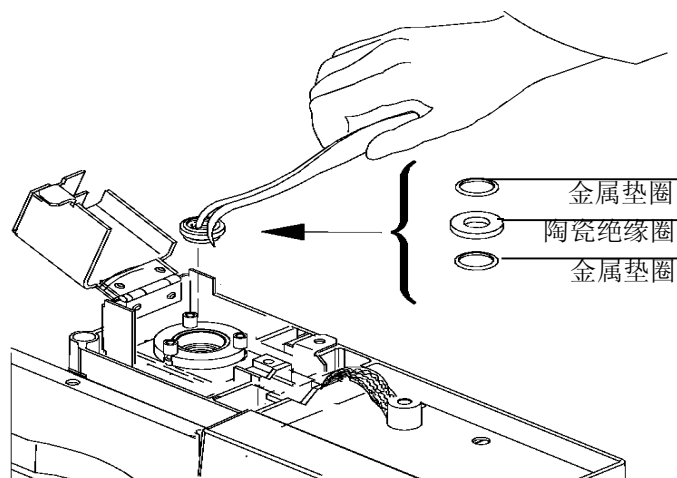


操作步骤：清洗检测器和收集极；更换绝缘圈和垫圈

6. 如果大的金属垫圈和上方的陶瓷绝缘圈没有附在盖上，先将它们取下，然后取出收集极。如果检测器温度很高，这些部件可能粘在检测器内。推动和扭动它们，会破坏其密封。

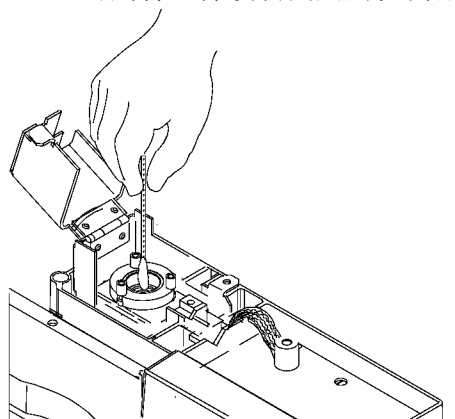


7. 用镊子取下下方的陶瓷绝缘圈及其上面和下面的两个小金属垫圈。如果这些部件粘在一起，不要将它们分离。如果没有粘在一起，记住哪个金属垫圈在绝缘圈的上面，哪个在下面！必须按原方向重新组装。



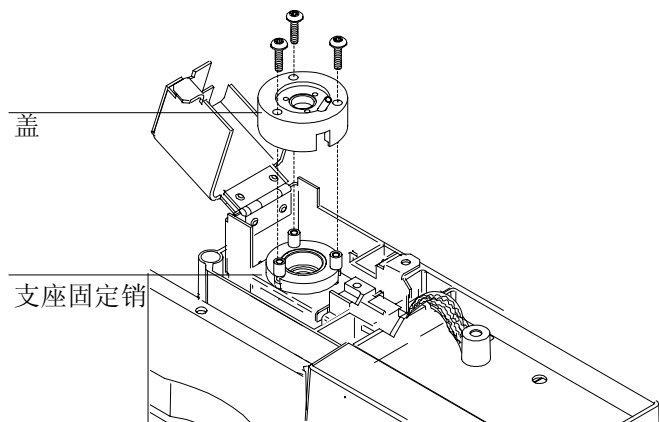
操作步骤：清洗检测器和收集极；更换绝缘圈和垫圈

8. 用棉花签沾上溶剂将残余物从收集极中清洗出来，并清洗“杯”的四周。也可用棉签擦喷嘴四周的检测器底部。



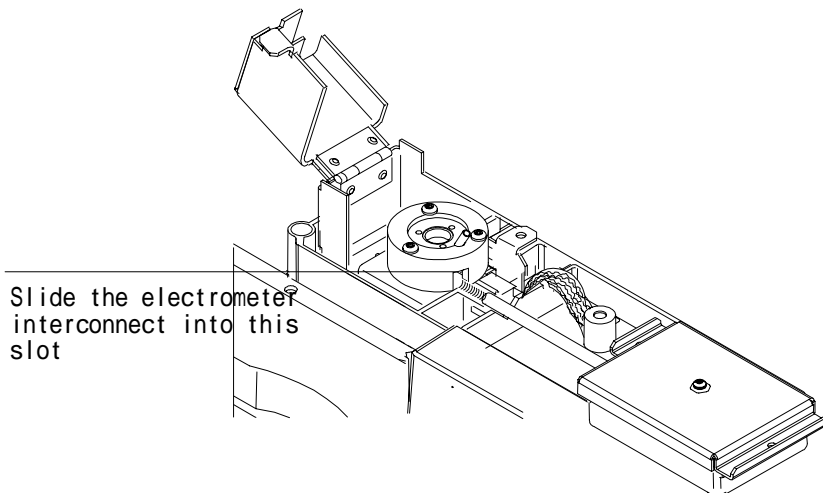
如果收集极或上面的陶瓷绝缘圈的确很脏，清洗也无济于事，就进行更换。

9. 重新安装旧的或插入新的底部金属垫圈、下方的陶瓷绝缘圈以及第二个金属垫圈。装上干净的收集极。然后再装上旧的或插入新的上面的陶瓷绝缘圈及收集极上面的大金属垫圈。
10. 再装上盖，确定三个支座固定销在其槽内。在拧紧三个螺丝时，要托住盖板。每次拧半圈，直至拧紧。

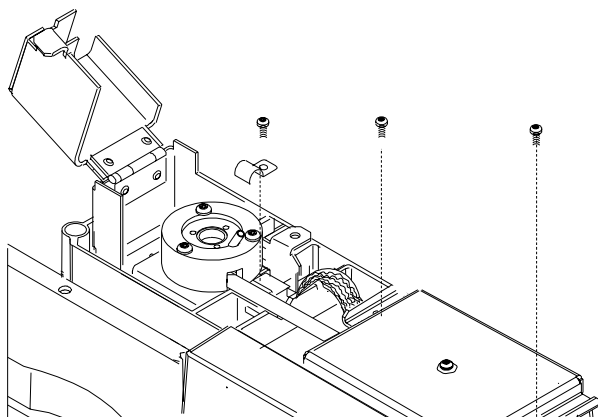


操作步骤：清洗检测器和收集极；更换绝缘圈和垫圈

11. 将静电计内连接头滑入盖的槽内。然后将静电计放入托盘。

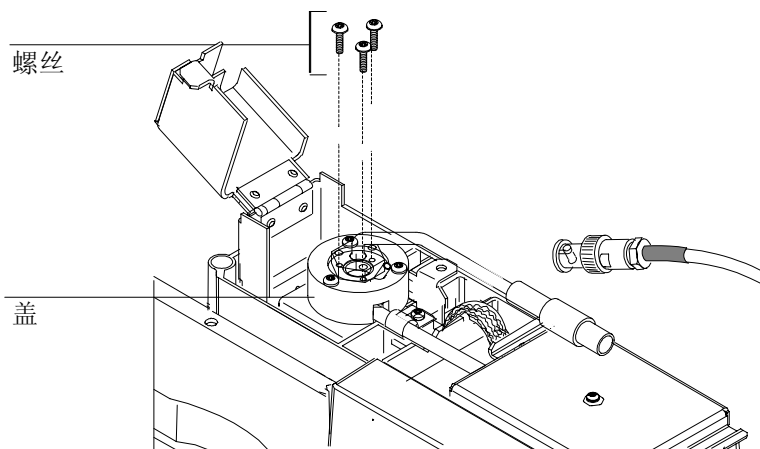


12. 重新装上托架，并拧紧三个螺丝。

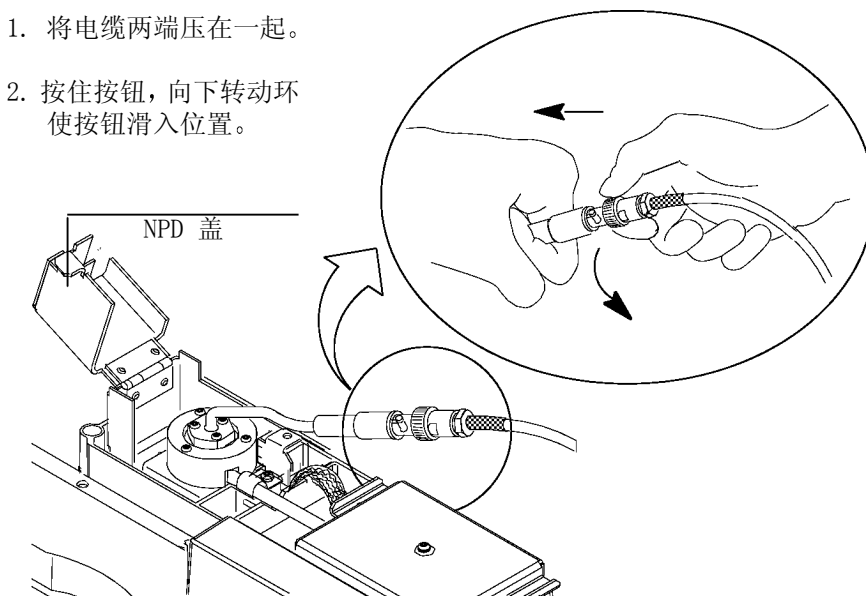


操作步骤：清洗检测器和收集极；更换绝缘圈和垫圈

13. 打开铷珠的帽盖，装上铷珠。再装上三个螺丝。先将第一个螺丝只拧至适当位置，再完全拧紧其他两个螺丝，最后再把第一个螺丝完全拧紧。



14. 重新将铷珠组件电缆与 NPD 电源电缆连接在一起，并转动环至锁定位置。
 1. 将电缆两端压在一起。
 2. 按住按钮，向下转动环使按钮滑入位置。
 闭上 NPD 和 GC 检测器的盖，然后盖上电路板顶盖。这样就可以恢复正常操作条件了。



操作步骤：清洗检测器和收集极；更换绝缘圈和垫圈

重新组装好检测器后，应该检查其操作情况。打开气源，然后打开铷珠电压使检测器恢复操作。检查补偿读数是否适合检测器，如果数值不正常，可能是静电计的弹簧与检测器接触不好，可能是柱连接漏气，或者检测器没有重新组装好。

更换或清洗喷嘴

即使正常操作，在喷嘴内也会产生沉积物（通常是由柱流失产生的白色二氧化硅或黑色含碳炭黑）。这些沉积物会降低灵敏度并引起色谱噪声和尖峰信号。虽然可以清洗喷嘴，但简单地更换一个新喷嘴通常更实际一些。如果您确实要清洗喷嘴，可使用金属丝（部件号 18765-20070），小心不要损坏喷嘴的内部。您也可以使用超声波清洗喷嘴。

[表 66](#) 列出不同色谱柱或分析所用的喷嘴。

表 66. NPD 喷嘴

类型	部件号	一起使用
标准喷嘴	G1531-80560	优化的毛细管 NPD
扩大的喷嘴 (可选)	G1534-80580	优化的毛细管 NPD
扩大的喷嘴 (可选)	G1534-80590	有适配接头的 NPD

清洗喷嘴包括四个步骤：取下喷嘴，检查损坏或磨损程度，清洗喷嘴（任选），重新安装喷嘴及组装检测器。

操作步骤：取出并检查喷嘴**所需材料：**

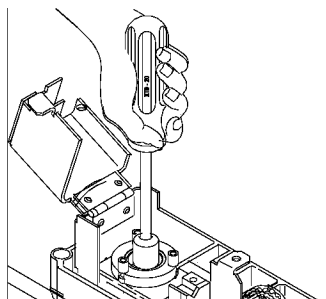
- T-10 和 T-20 Torx 螺丝刀
- 1/4-in. 六角螺丝刀
- 珠的帽盖
- 无棉绒手套
- 镊子或小钳子
- ESD 腕带

1. 完成下列预备步骤：

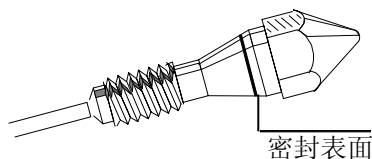
- 抬起顶盖及 NPD 盖。使检测器冷却至 60 °C 或更低。关闭进样口气体。
- 关闭温度、气体及铷珠电压。
- 关闭静电计；按 [Config][Front Det] 或 [Config][Back Det]，滚至 Electrometer 并按 [Off]。
- 冷却柱箱至室温。从检测器末端取出色谱柱并盖好检测器的柱接头。
- 打开 GC 检测器的盖，取下电路板顶盖。

2. 参阅 [589](#) 页开始的步骤，卸下收集极、陶瓷绝缘圈和金属垫圈。

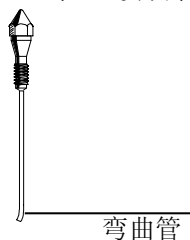
3. 用内六角螺丝刀松开喷嘴，将其从检测器中垂直拉出。可能需要用镊子把它夹出。



4. 检查喷嘴密封表面是否有划痕。密封表面周围应该有一条小环，此外不能有任何划痕。



5. 检查喷嘴管以确定没有弯曲或卷曲。



6. 将喷嘴拿到灯前，通过孔检查是否有污染物。如果没有污染物，管应该是通畅的。

注意

有适配接头的 NPD 扩大喷嘴要比优化毛细管 NPD 扩大喷嘴还要大一些，千万不要把它用在优化毛细管检测器上。

操作步骤：清洗喷嘴

通常，更换一个新的喷嘴比清洗要方便得多，特别是在喷嘴已经被严重污染的时候。

注意

如果您要清洗喷嘴，使用清洗丝时要小心，不要把喷嘴划痕，否则喷嘴将无法使用。您可以不用清洗丝而只用水浴清洗。

所需材料：

- 小的超声波清洗浴
 - 液体洗涤剂
 - Teflon 洗瓶中的 GC 级甲醇
 - 火焰检测器清洗工具（HP 部件号 9301-0985）
 - 干燥的、经过过滤的压缩空气或氮气
1. 将清洗丝穿过喷嘴，前后拉动几次，直到可以平滑地拉动。注意不要划伤喷嘴。
 2. 溶液清洗步骤：
 - a. 在超声波清洗池内加入液体洗涤剂，将喷嘴放入池中。超声波处理 5 分钟。
 - b. 用喷嘴铰刀清洗喷嘴内部。
 - c. 再用超声波处理 5 分钟。此后，只能用镊子接触部件！
 - a. 将喷嘴从池中取出，先用热的自来水冲洗，然后用少量甲醇冲洗。
 - b. 用压缩空气或氮气将喷嘴吹干，把它放在纸巾上凉干。

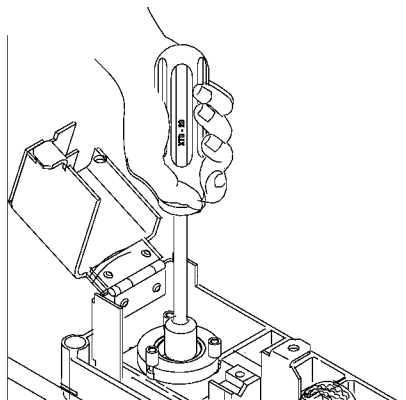
操作步骤：重新安装喷嘴并组装检测器**所需材料：**

- T-10 和 T-20 Torx 螺丝刀
- 铷珠的帽盖
- ESD 腕带
- 无棉绒手套

注意

有适配接头的 NPD 扩大喷嘴要比优化毛细管 NPD 扩大喷嘴还要大一些，千万不要把它用在优化毛细管检测器上。

1. 将喷嘴放入检测器底座，用内六角螺丝刀将其拧上。切勿拧得太紧。



2. 参阅 [593](#) 页的步骤，组装检测器。