

ALS 故障确认及日常维护



目的

- 确认自动进样器 (ALS) 硬件组成
- 确认各种部件的兼容性
- 学习进样器的常见问题
- 学习预防性维护过程

什么是自动进样器(ALS)?

一个将液体样品注射入气相色谱仪的进样口的机械装置。

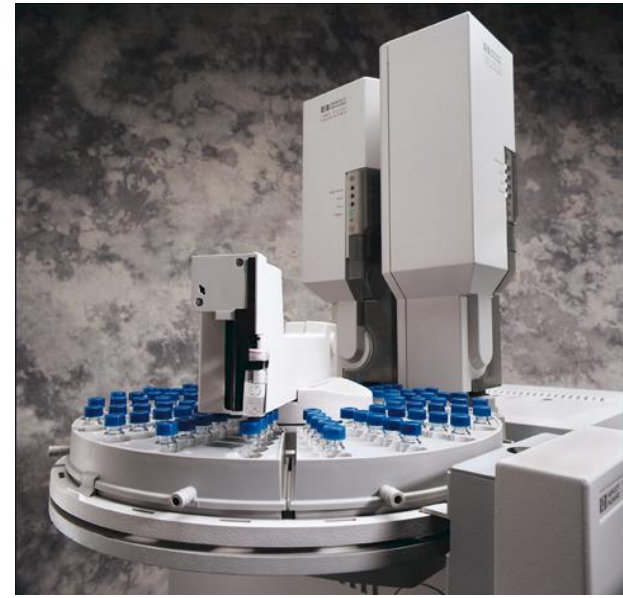
一个自动进样器可以根据程序注射一个或多个样品瓶，并可以对这些样品使用相同或不同的分析方法。

7673 与 7683 ALS硬件

7673 ALS



7683 ALS

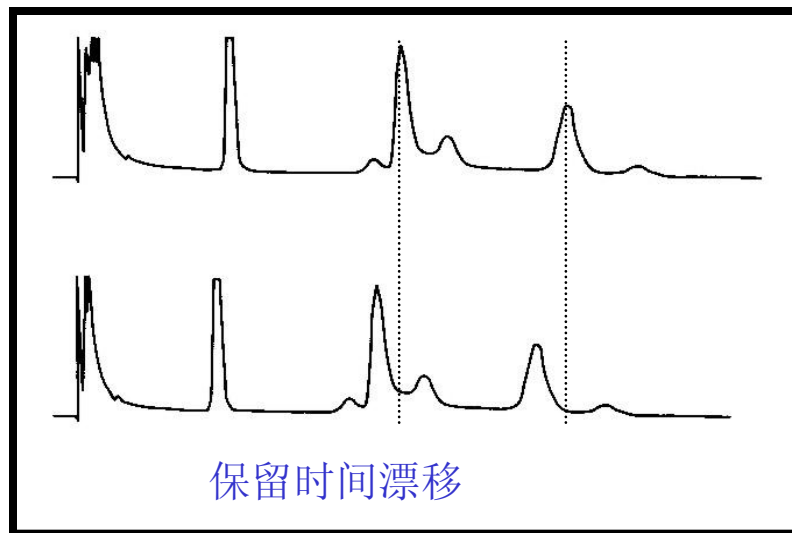


典型的ALS问题

- 峰面积变化
- 样品残余
- 峰面积歧视
- 没有信号或峰
- 污染和鬼峰

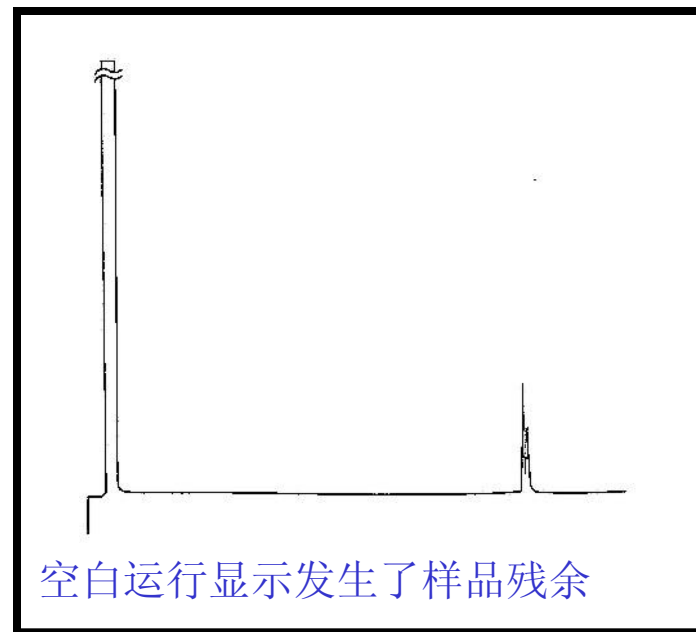
峰面积变化

- 进样垫漏
- 进样针磨损或脏了
- 进样量太低或太高
- 进样瓶盖松了
- 样品不稳定
- 样品量变化
- 进样针中有气泡



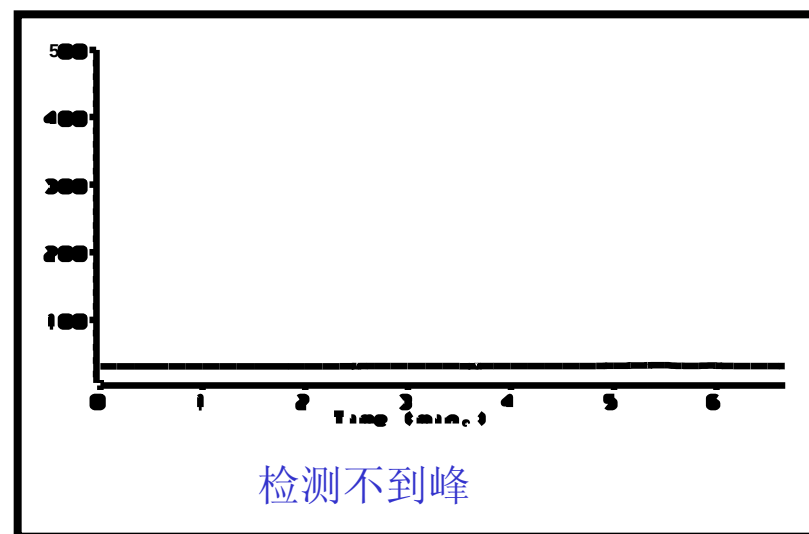
样品残余

- 清洗的类型和数量不够
- 溶剂用完了
- 进样针脏或磨损
- 样品/溶剂不相溶



没有信号或峰

- 进样针杆出现故障
- 样品瓶中的样品量太少
- 样品粘度太高



污染和鬼峰

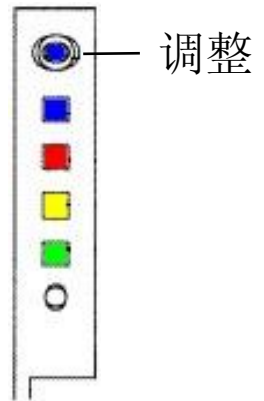
- 样品瓶盖上的隔垫被溶剂溶解
- 样品瓶被污染
- 进样口隔垫产生挥发物
- 色谱柱被污染
- 样品不稳定
- 载气中含有杂质

ALS故障确认

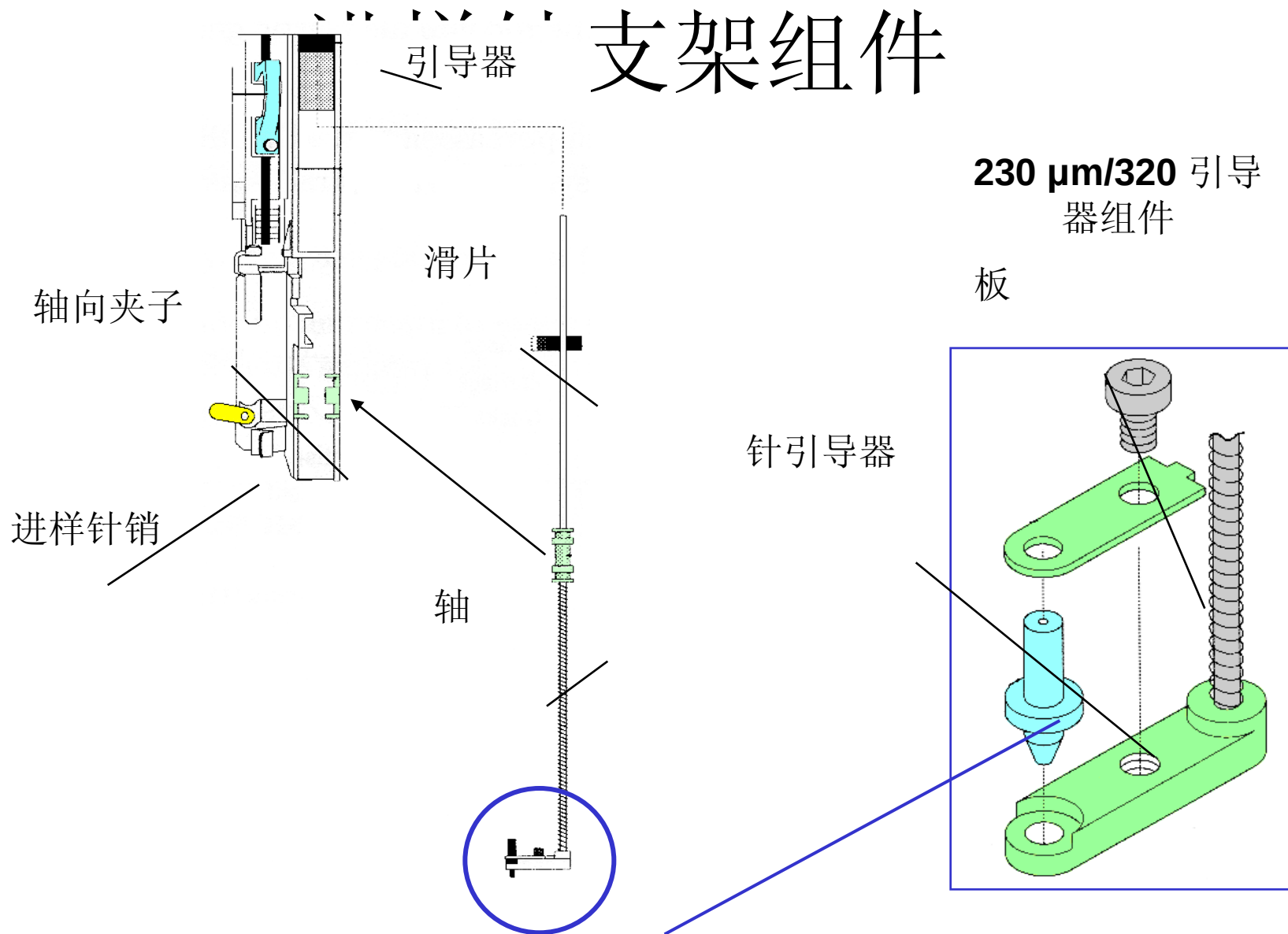
- 观察问题
 - 进样针坏了
 - 进样针弯了
 - 进样针杆螺丝松了
 - 样品瓶位置错误
 - 样品瓶Sample vials on the floor
- 色谱故障确认
- 诊断测试
- LED指示诊断测试结果

7683进样器转动架调整

- 移走进样针
- 移走进样针支架组件
- 按进样塔上凹陷的调整钮
- 转动架，进样针架和针杆会按照调整过程进行自动动作。
- 准备好LED亮指示着已经成功完成。
- 重新安装针支架组件和进样针



支架组件



ALS 日常维护

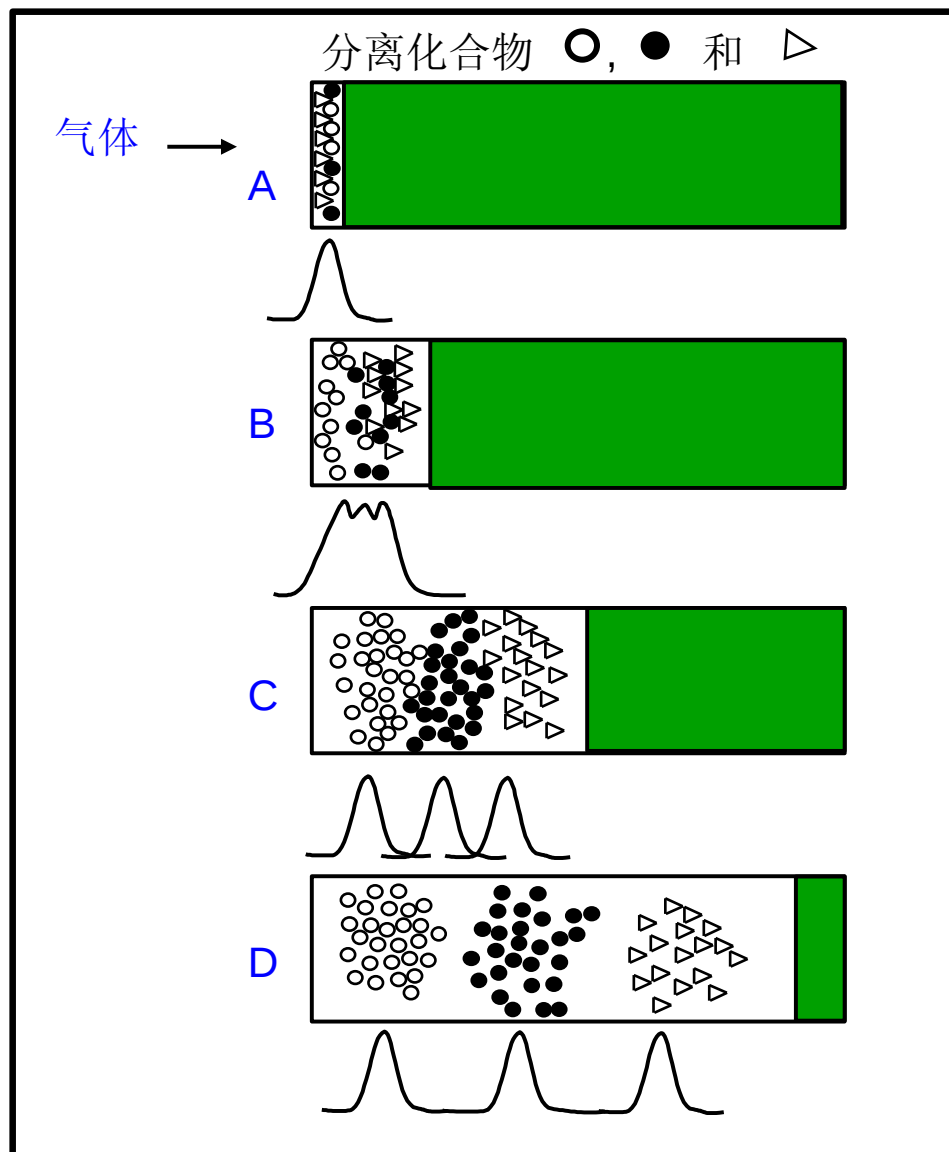
- 清洗/更换进样针
- 清洗样品盘机械臂，机械爪和盘表面
- 清洗掉针引导器和附近表面上的灰尘和污染物
- 清洁进样器表面
- 确保进样器安装杆固定好了
- 确保样品盘安装螺丝固定好了
- 确保转动架多纹螺母固定好了
- 确保进样针杆多纹螺母固定好了
- 保证所有的电缆线都连接良好

色谱柱故障确认和日常维护

目的

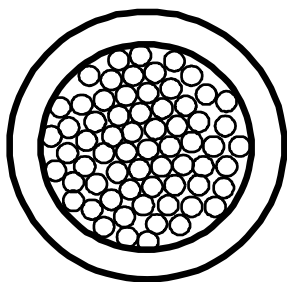
- 回顾毛细管柱操作的基本原理
- 确认常见的色谱柱问题
- 确认预防性维护过程

色谱过程示意图



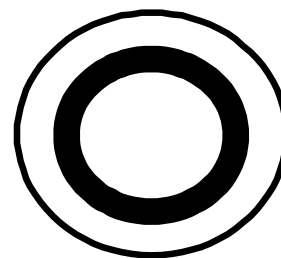
色谱柱类型

填充柱



将柱长设为0就告诉6890现在安装的是一条填充柱。

开管柱
(毛细管柱)



壁涂开管柱(WCOT) 和
多孔层开管柱 (PLOT)

	填充柱	530系列柱	细孔径柱
柱长 (米)	.5-10	5-100	5-10
I.D. (mm)	2-4	.530	.1-.32

典型的柱子问题

- 没有峰

柱子堵,或断裂.

- 响应很差

柱子的材料吸附了样品.

固定液丢失

- 一个或多个峰丢失

柱子的材料吸附了样品.

- 拖尾峰

样品被柱子填充物吸附了

柱填充技术太差

样品和柱子不匹配

- 由于脏的载气造成的柱质量下降

水或氧气污染物可能会使固定相解聚, 如carbowax, FFAP, Innowax 和SP1000.

仪器故障确认

验证柱配置参数。

色谱柱必须被正确配置，从而使**6890**可以对压力和流量进行准确计算。

仪器故障确认

验证柱配置参数。

色谱柱必须被正确配置，从而使**6890**可以对压力和流量进行准确计算。

色谱柱配置

- 配置色谱柱（柱长，内径，液膜厚度）。
- 配置载气。
- 设定柱操作模式（恒定流量或压力，程序变流或变压）。
- 设定初始流量或压力或者线速度。
- 输入其它的进样口参数。
- 输入仪器的其它参数。（检测器压力或流量设置）。

可以损坏色谱柱的因素

- 超过柱的最高温度限（特别是对极性固定相而言损伤严重）
- 在较高温度下暴露在氧气中
- 暴露在无机酸或碱中
- 由于气体质量太差或样品前处理不够而造成的污染
- 水溶液样品用于极性固定相中
- 柱表面保护层划伤

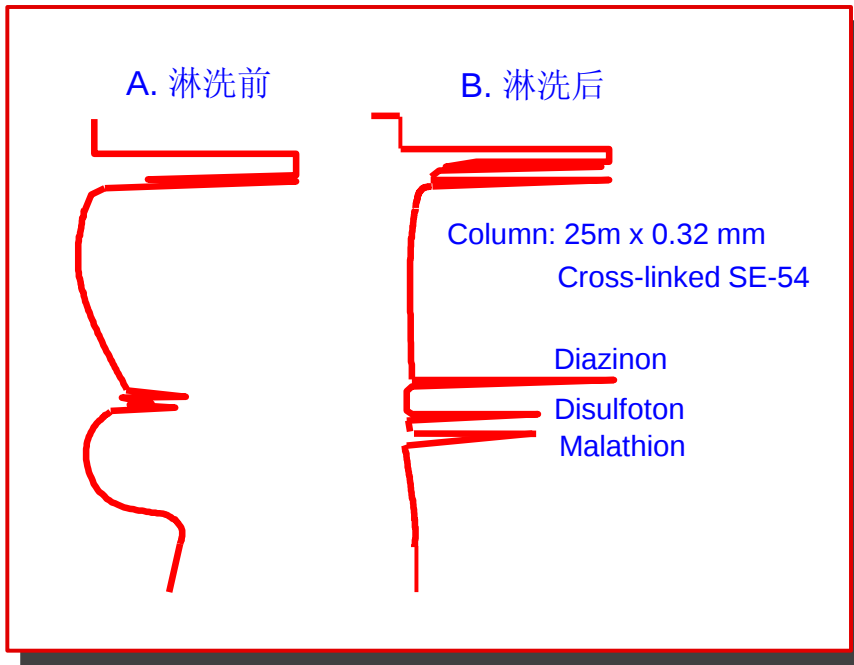
交联或键合的固定相可抵抗水或有机溶剂的损伤

色谱柱修复

- 从进样口端去掉一米或两米柱末端
- 将柱卷成圈并用气流老化过夜
- 淋洗色谱柱

柱淋洗作用

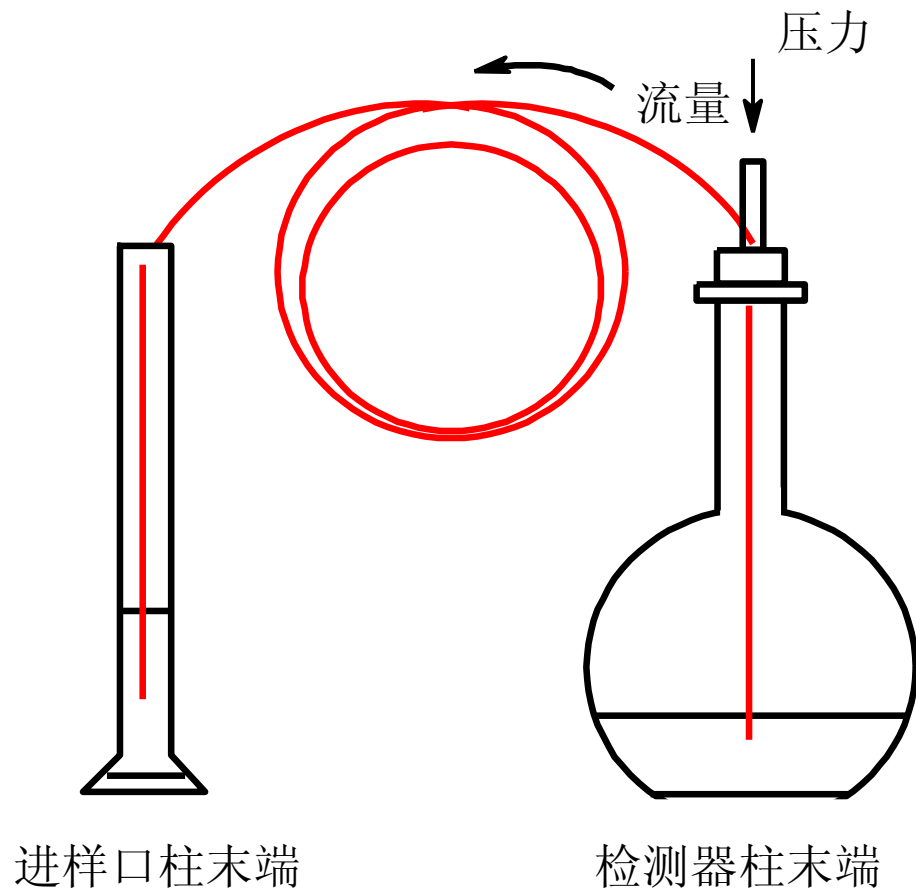
当淋洗了色谱柱后农药分析方面的作用



色谱图 A: 多次柱头进样后的农药分析。

色谱图 B: 用9/1的二氯甲烷: 甲醇淋洗后的色谱柱。

色谱柱淋洗

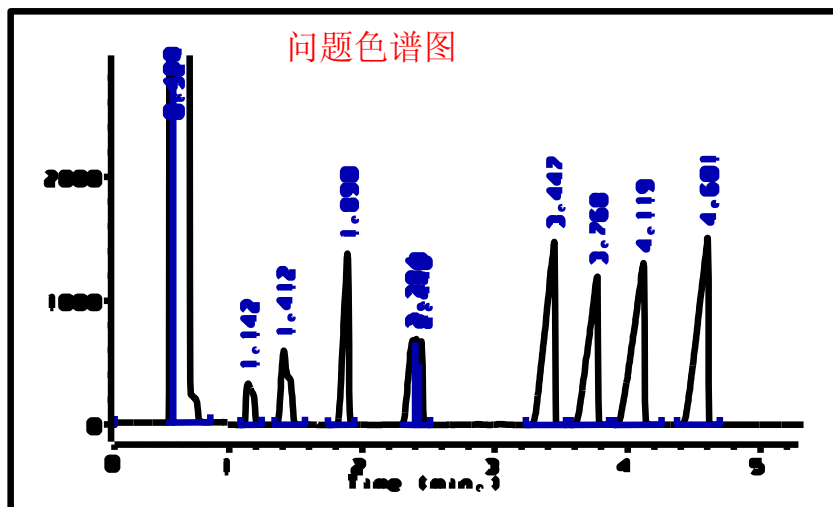
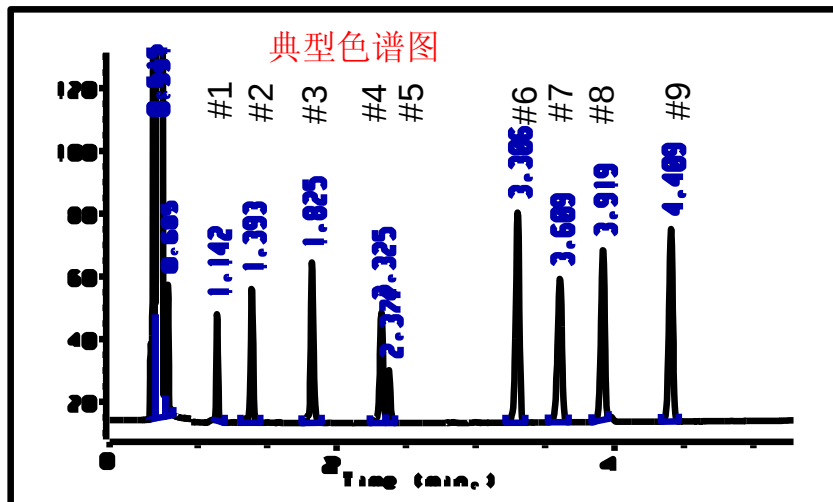


固定相（交联硅）允许你将溶剂淋洗过柱子来溶解或赶走柱中的沉积物，这些沉积物会造成峰拖尾或吸附。

色谱柱保存

- 色谱柱在不用时应安全地存放起来。
- 安全保存中有两大要点：
 - 保存柱子切勿划伤。划伤后的柱子可能由于承受压力而从划痕处断裂。
 - 堵上柱子两端以保护柱子中的固定液不被氧气和其它污染物所污染。
- 当使用熔凝硅柱时，记住这是一种玻璃材质，一定注意保护眼睛。

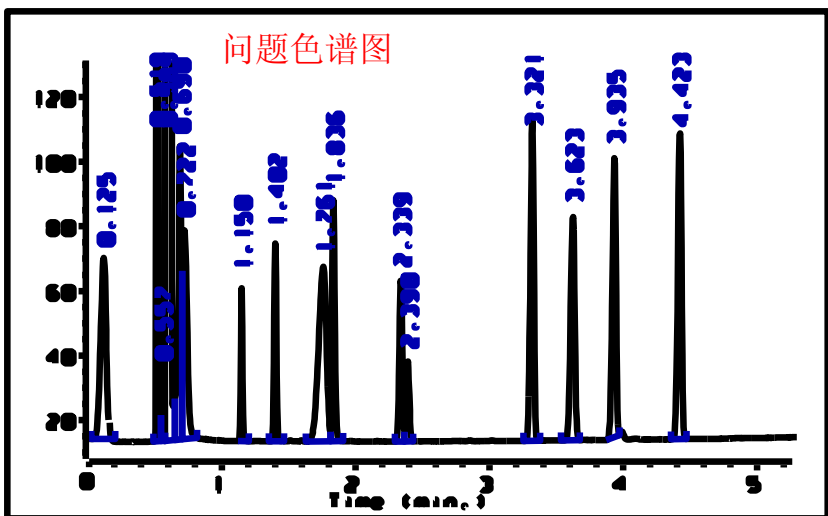
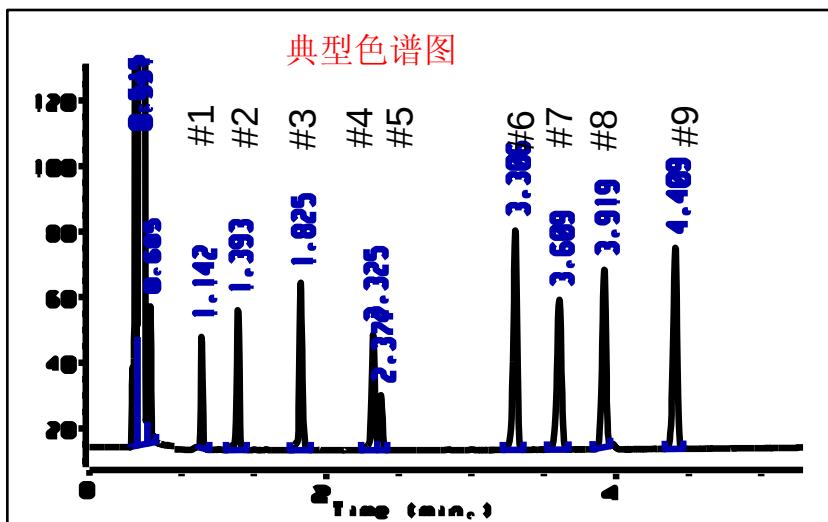
毛细管柱问题 1



Peak No.	Before Peak Width	After Peak Width	Before Area	After Area	Type
#1	0.014	0.050	288	11953	BB
#2	0.020	0.060	559	24937	BB
#3	0.022	0.046	738	37262	BB
#4	0.026	0.052	585	21148	BV
#5	0.025	0.024	267	11384	VB
#6	0.029	0.025	1231	10928	BB
#7	0.035	0.062	1010	71973	BB
#8	0.030	0.065	1041	58799	BV
#9	0.031	0.076	1195	75595	BB

RT 和面积增大.峰宽变大.后面的峰变形
柱过载.

毛细管柱问题2

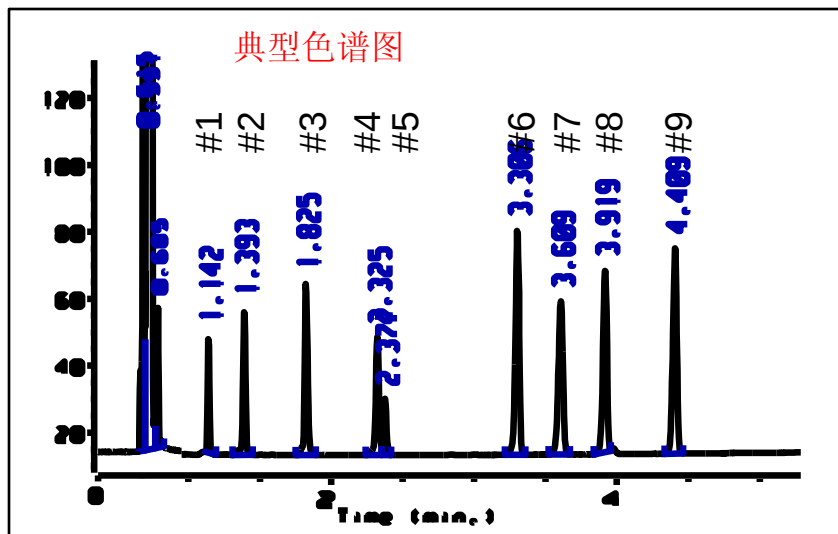


Peak No.	Before	After	Before Area	After Area	Type
	Peak Width	Peak Width			
#1	0.014	0.020	288	423	BB
#2	0.020	0.019	559	757	BB
#3	0.022	0.022	738	1023	BB
#4	0.026	0.025	585	779	BV
#5	0.025	0.025	267	386	VB
#6	0.029	0.028	1231	1754	BB
#7	0.035	0.033	1010	1453	BB
#8	0.030	0.029	1041	1596	BV
#9	0.031	0.030	1195	1798	BB

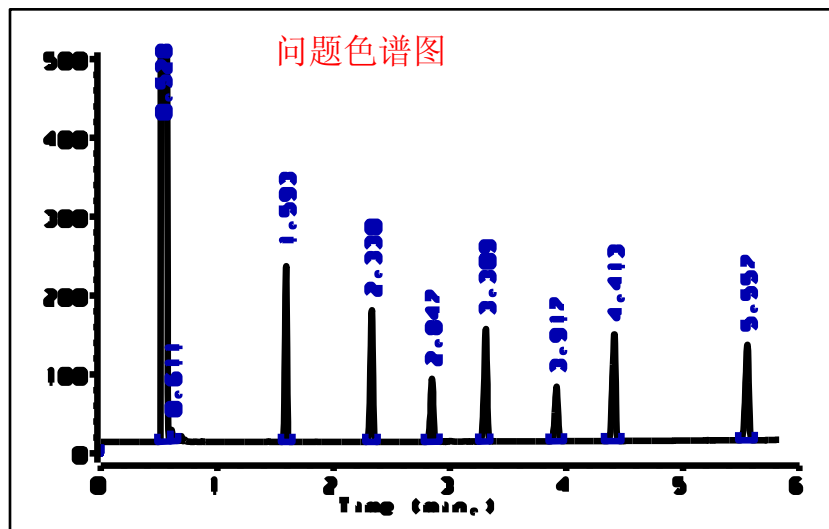
鬼峰

残留或柱污染

毛细管柱问题3



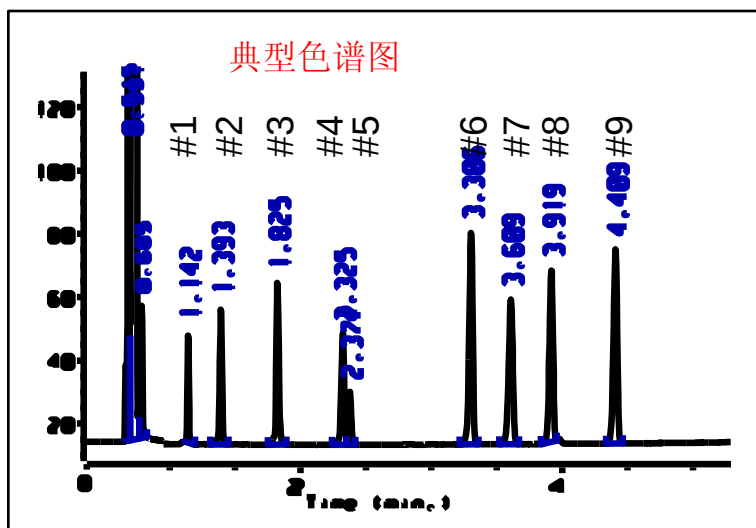
Peak No.	Peak Width	Area	Type
#1	0.014	288	BB
#2	0.020	559	BB
#3	0.022	738	BB
#4	0.026	585	BV
#5	0.025	267	VB
#6	0.029	1231	BB
#7	0.035	1010	BB
#8	0.030	1041	BV
#9	0.031	1195	BB



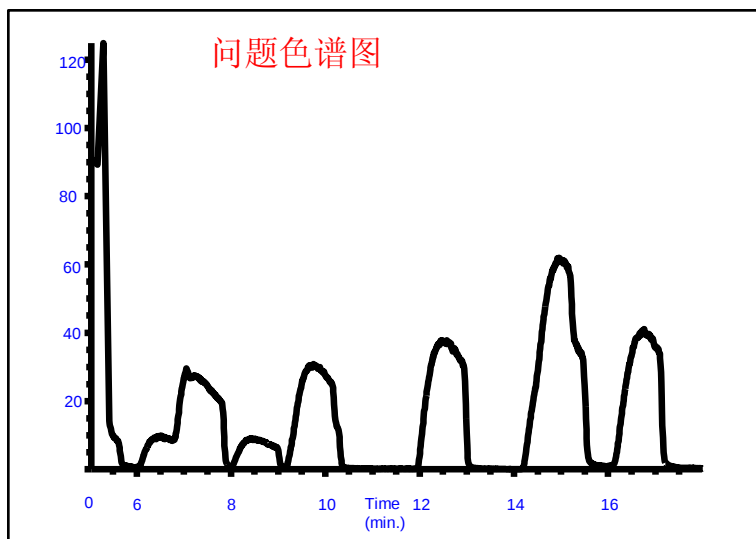
RT 和面积完全不同

用错了柱子

毛细管柱问题4



Peak No.	Peak Width	Area	Type
#1	0.014	288	BB
#2	0.020	559	BB
#3	0.022	738	BB
#4	0.026	585	BV
#5	0.025	267	VB
#6	0.029	1231	BB
#7	0.035	1010	BB
#8	0.030	1041	BV
#9	0.031	1195	BB



色谱完全变形

柱子已经被严重破坏或严重退化

检测器故障确认及日常维护

什么是GC检测器？

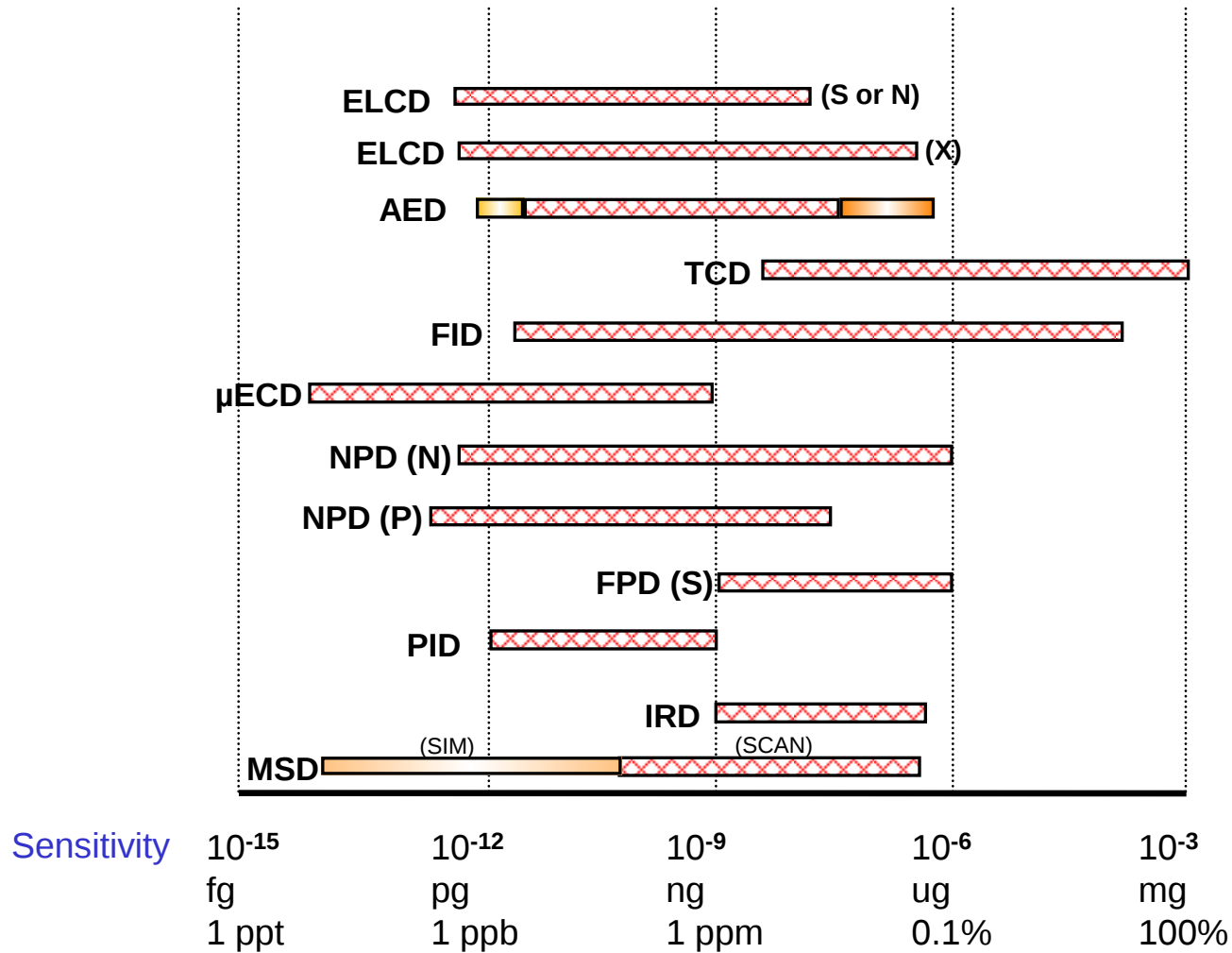
GC检测器是一种感应不同于载气的化合物存在，并将这一信息转化为电信号。

检测器类型

- 氢火焰离子化检测器 (FID)
- 热导检测器 (TCD)
- 电子捕获检测器 (ECD)
- 氮磷检测器 (NPD)
- 火焰光度检测器 (FPD)
- 光离子化检测器 (PID)
- 电导率检测器 (ELCD)
- 红外检测器 (IRD)
- 质谱检测器 (MSD)

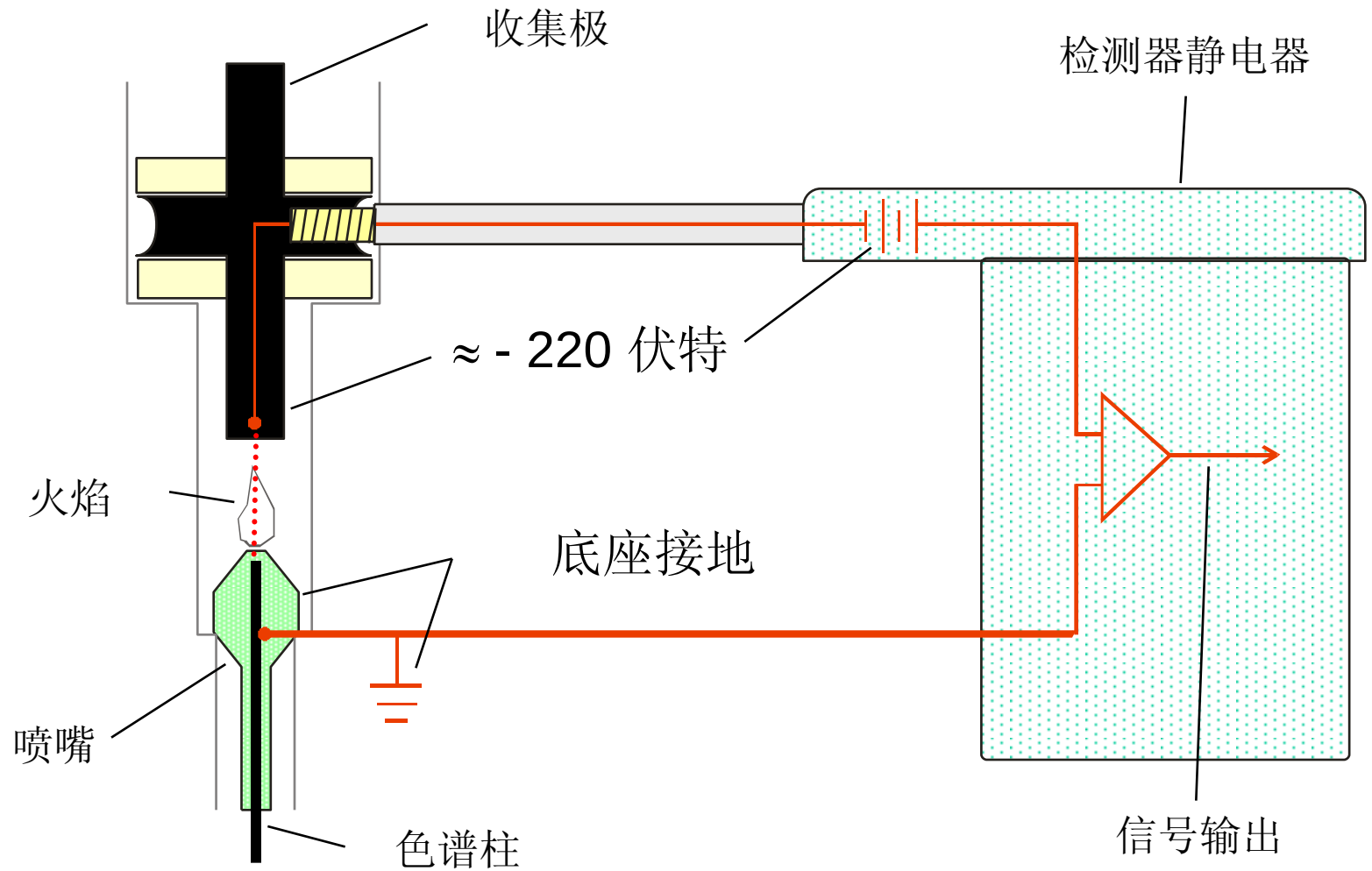
红色项目在此课中讨论

检测器灵敏度比较

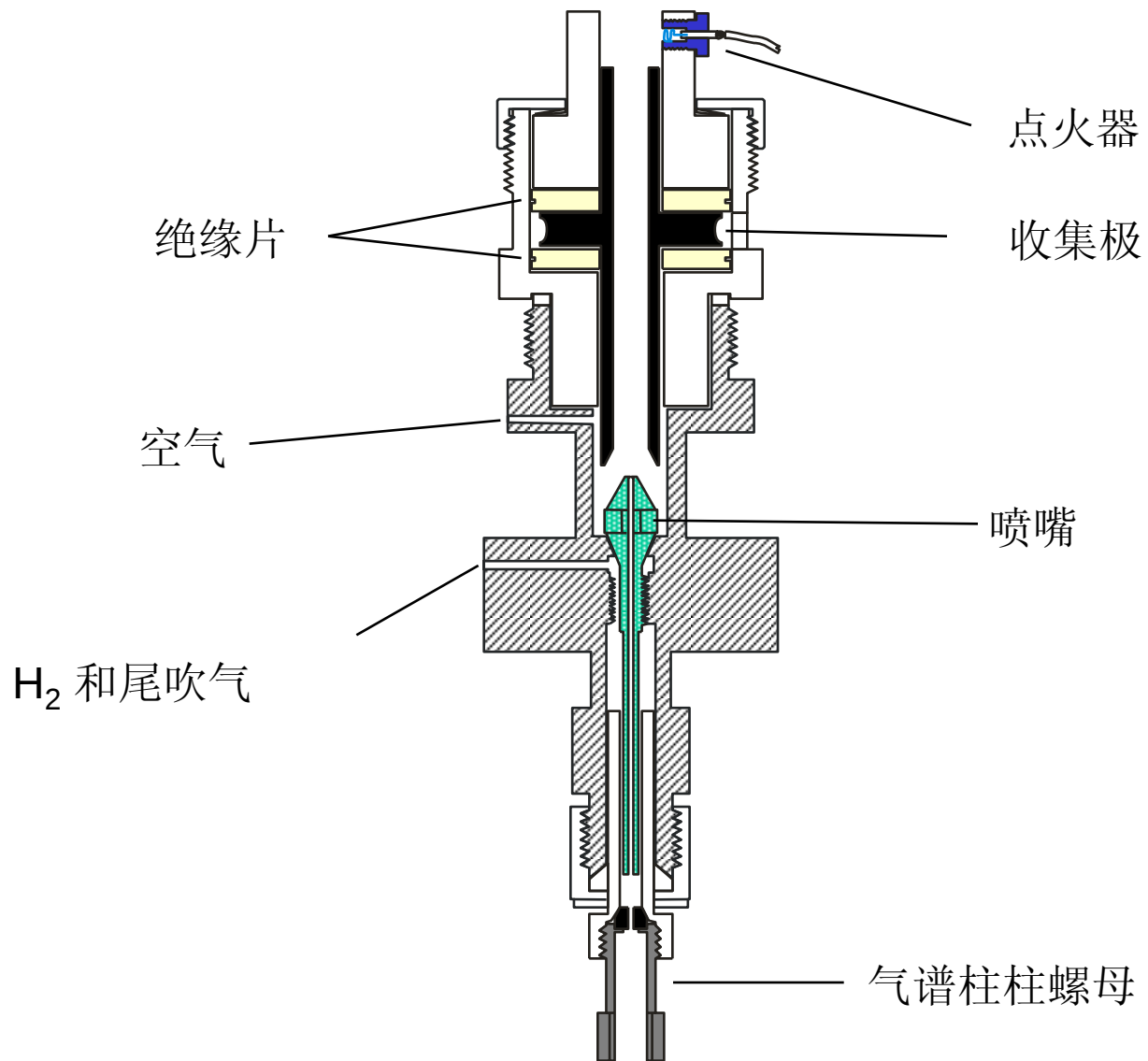


氢火焰离子化检测器 (FID)

FID 功能示意图

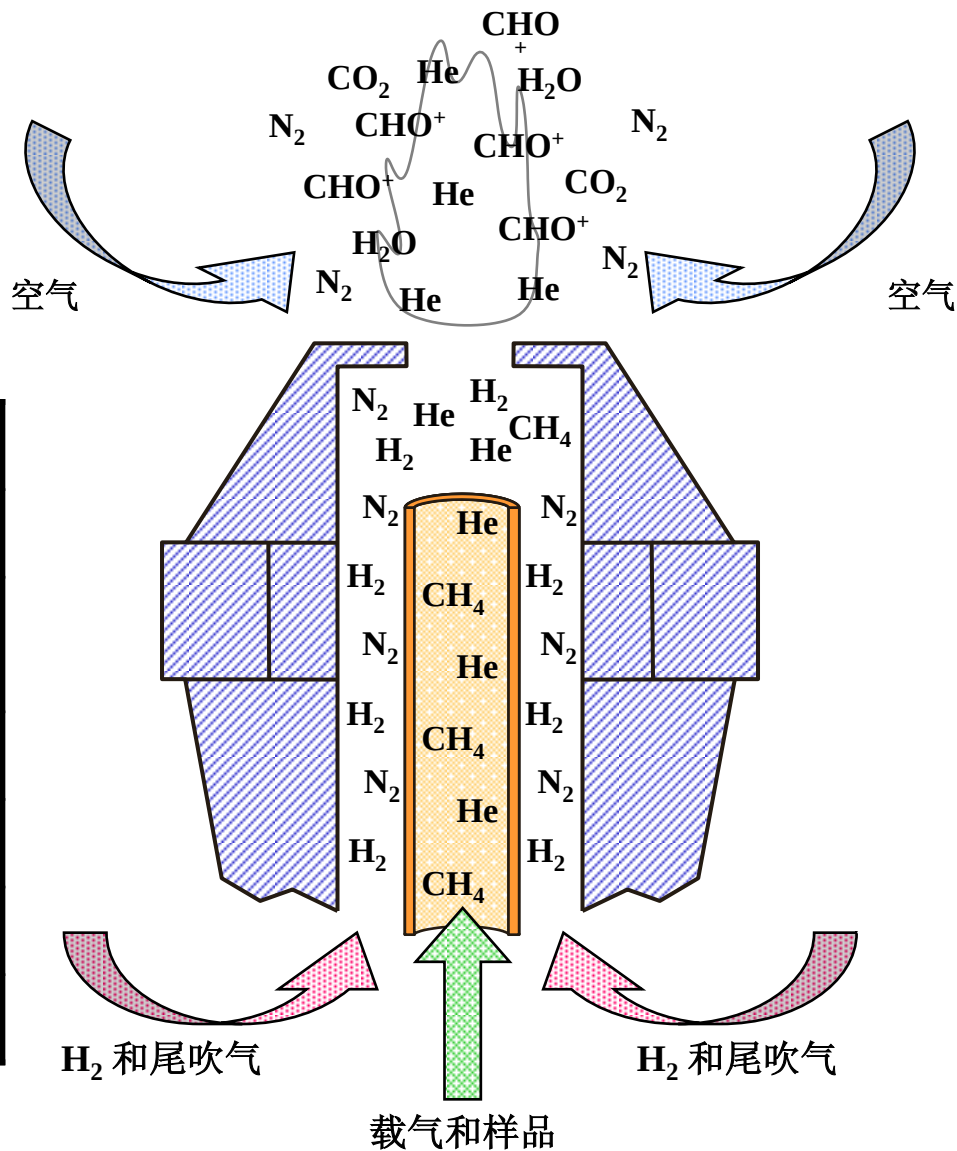


FID 检测器剖面图



FID 响应值/选择性

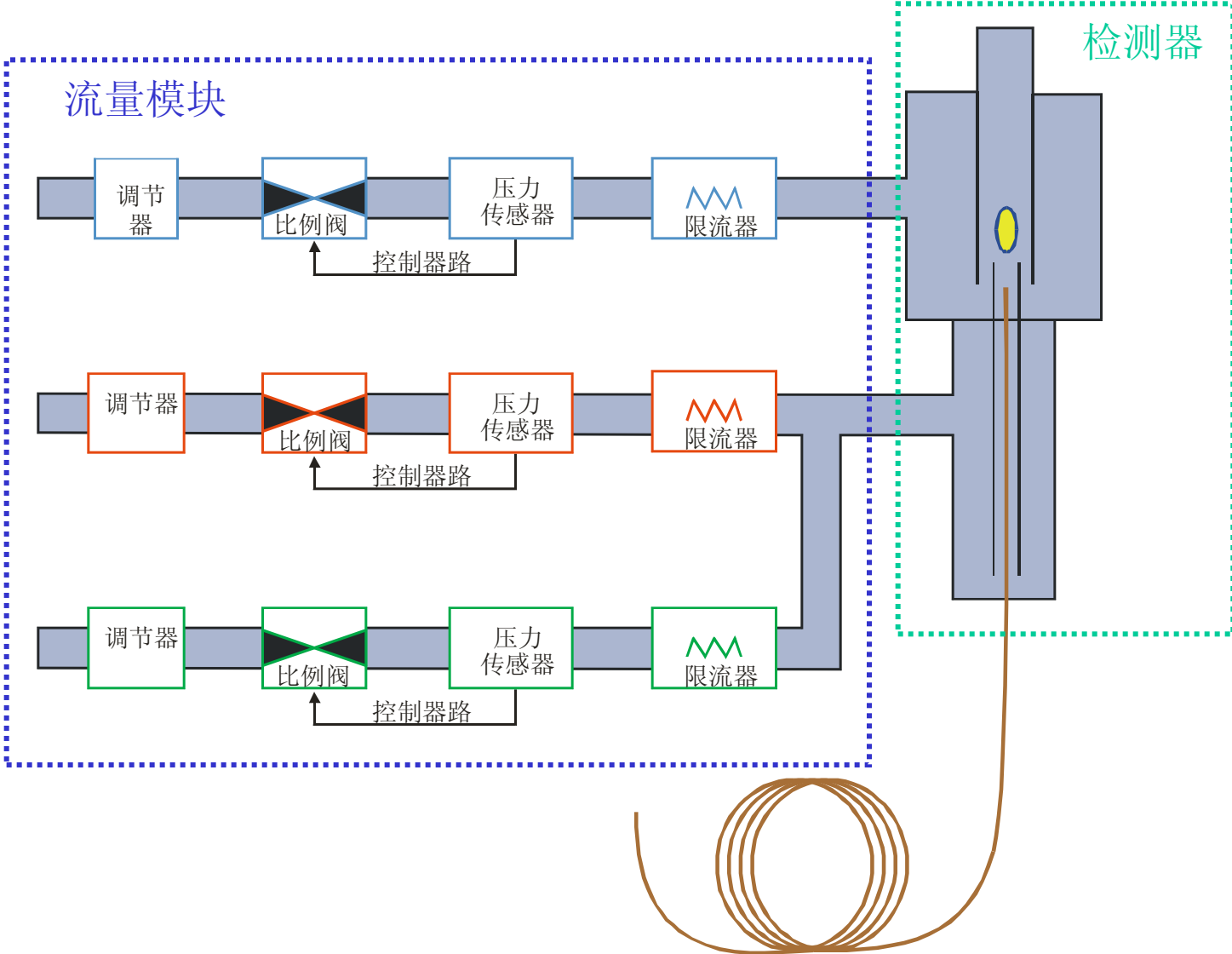
Air	FID 空气
CH₄	样品中的甲烷
CHO⁺	甲烷阳离子
H₂	FID 氢气
He	载气
H₂O	水
N₂	尾吹气



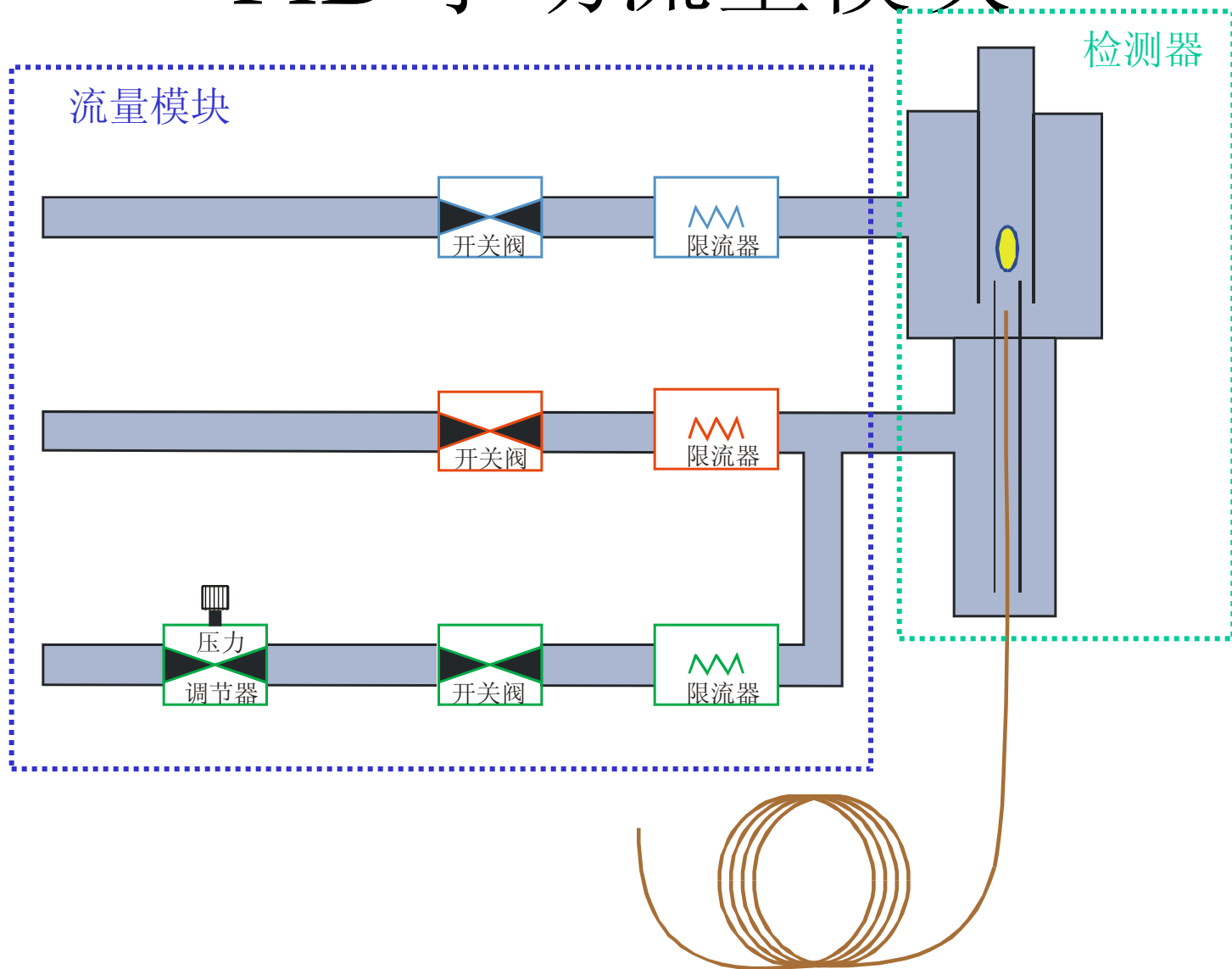
FID 不能检测的化合物

在 FID 上产生很小响应或不响应的化合物		
稀有气体	NH_3	CS_2
氮的氧化物	H_2	COS
硅的卤化物	CO	O_2
水	CO_2	N_2
全卤取代化合物	HCOH	HCOOH

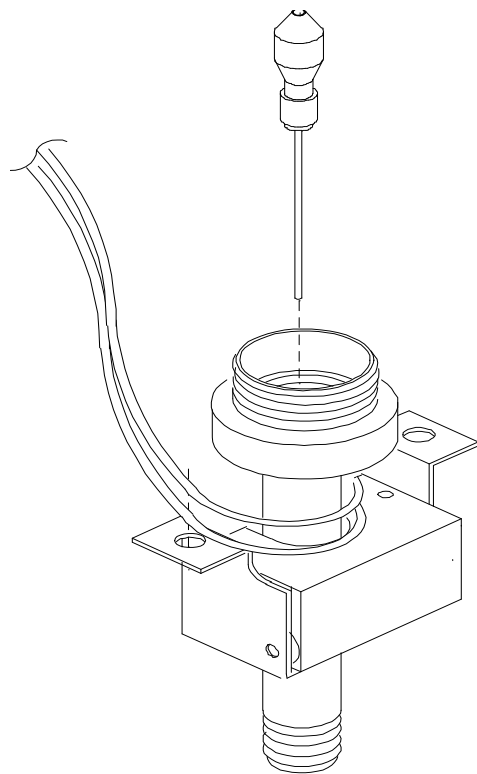
FID EPC 流路图



FID 手动流量模块

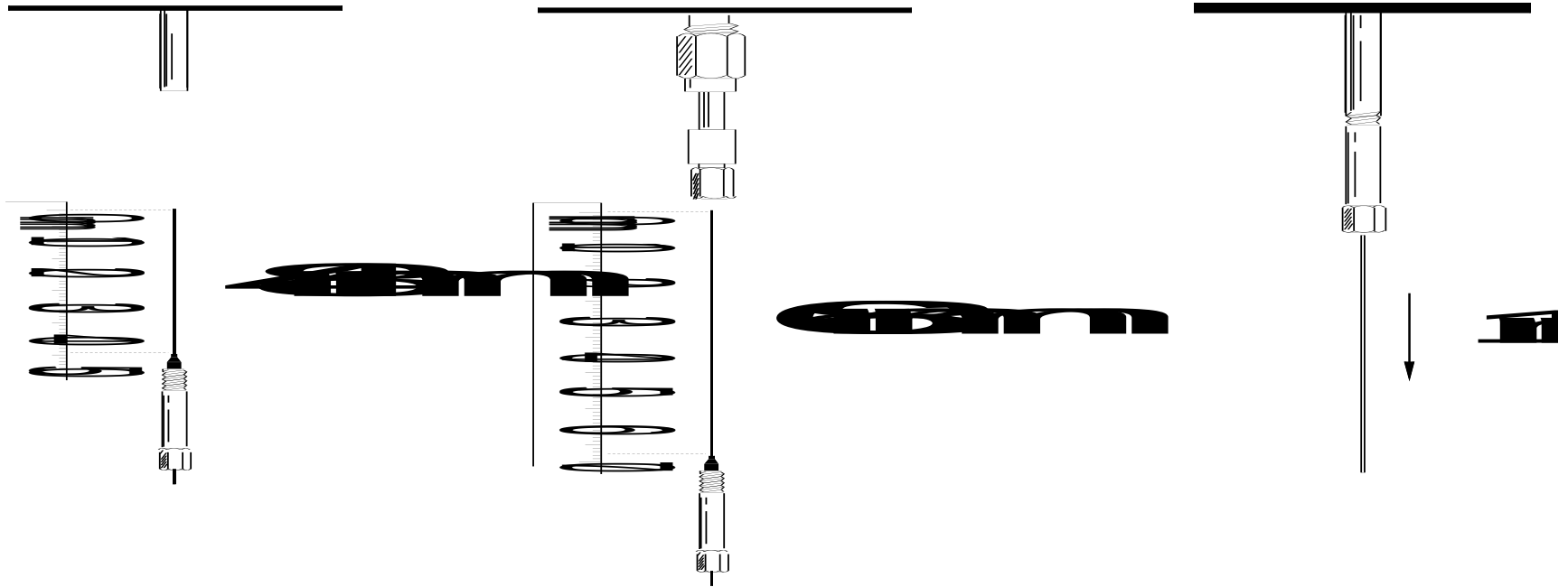


FID 喷嘴



适用 FID 喷嘴		
喷嘴类型	订货号	喷嘴径 ID
毛细管柱的	19244-80560	0.29 mm 0.011 in.
填充柱的	18710-20119	0.47 mm 0.018 in.
大孔径的	18789-80070	0.79 mm 0.030 in.
高温的	G1531-80620	0.47 mm 0.018 in.
毛细管柱适用型 FID 喷嘴		
喷嘴类型	订货号	喷嘴径 ID
毛细管柱的	G1531-80560	0.29 mm 0.011 in.
高温的	G1531-80620	0.47 mm 0.018 in.

FID 柱测量



FID 参数

FRONT DET (FID)

Temp	250	250 <
H2 flow	30.0	30.0
Air flow	400.0	400.0
Mkup	30.0	30.0
Flame	Off	
Output	0.0	

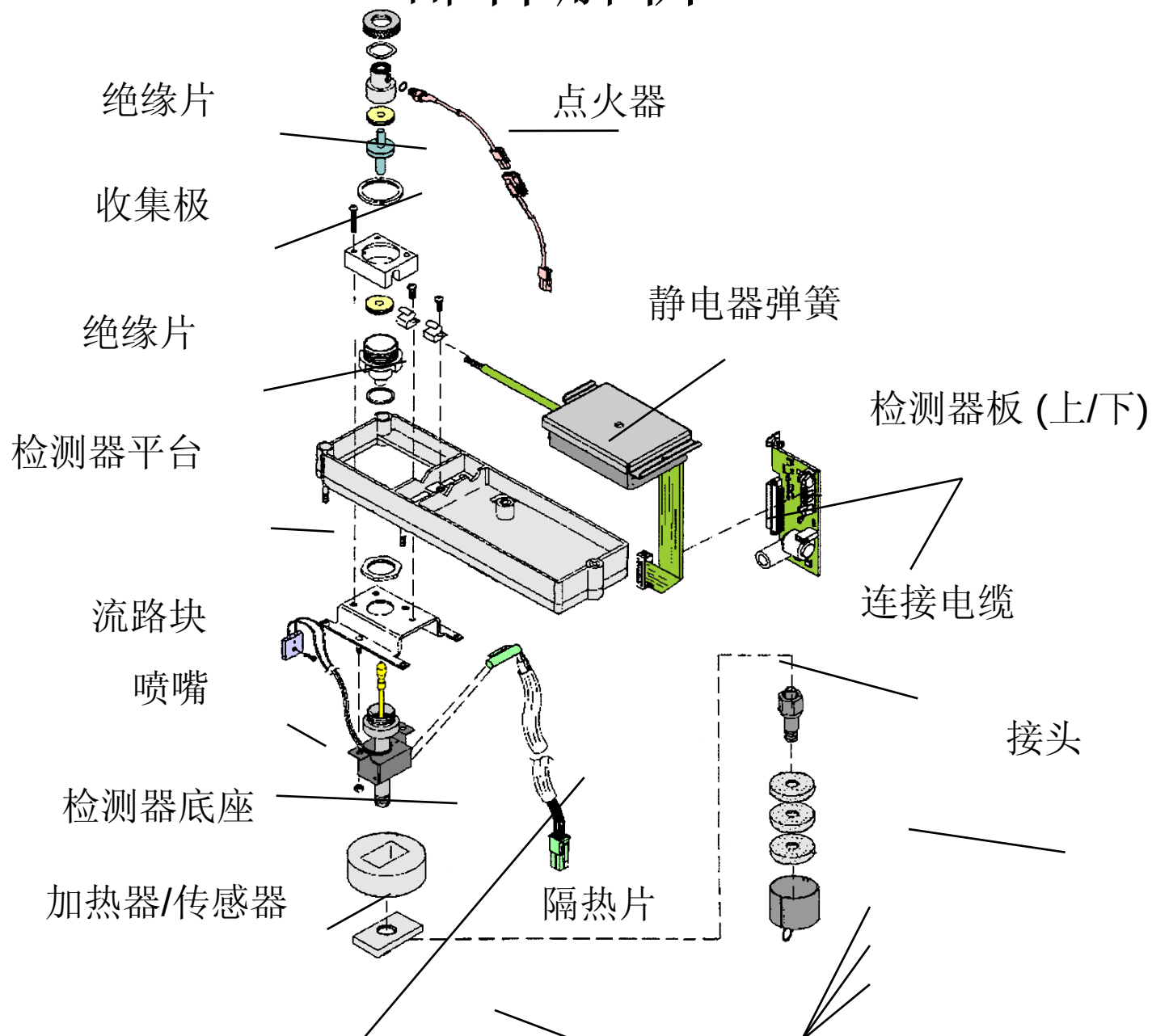
CONFIGURE FRONT DET

Mkup gas type	N2 <
Lit offset	2.0
Electrometer	On

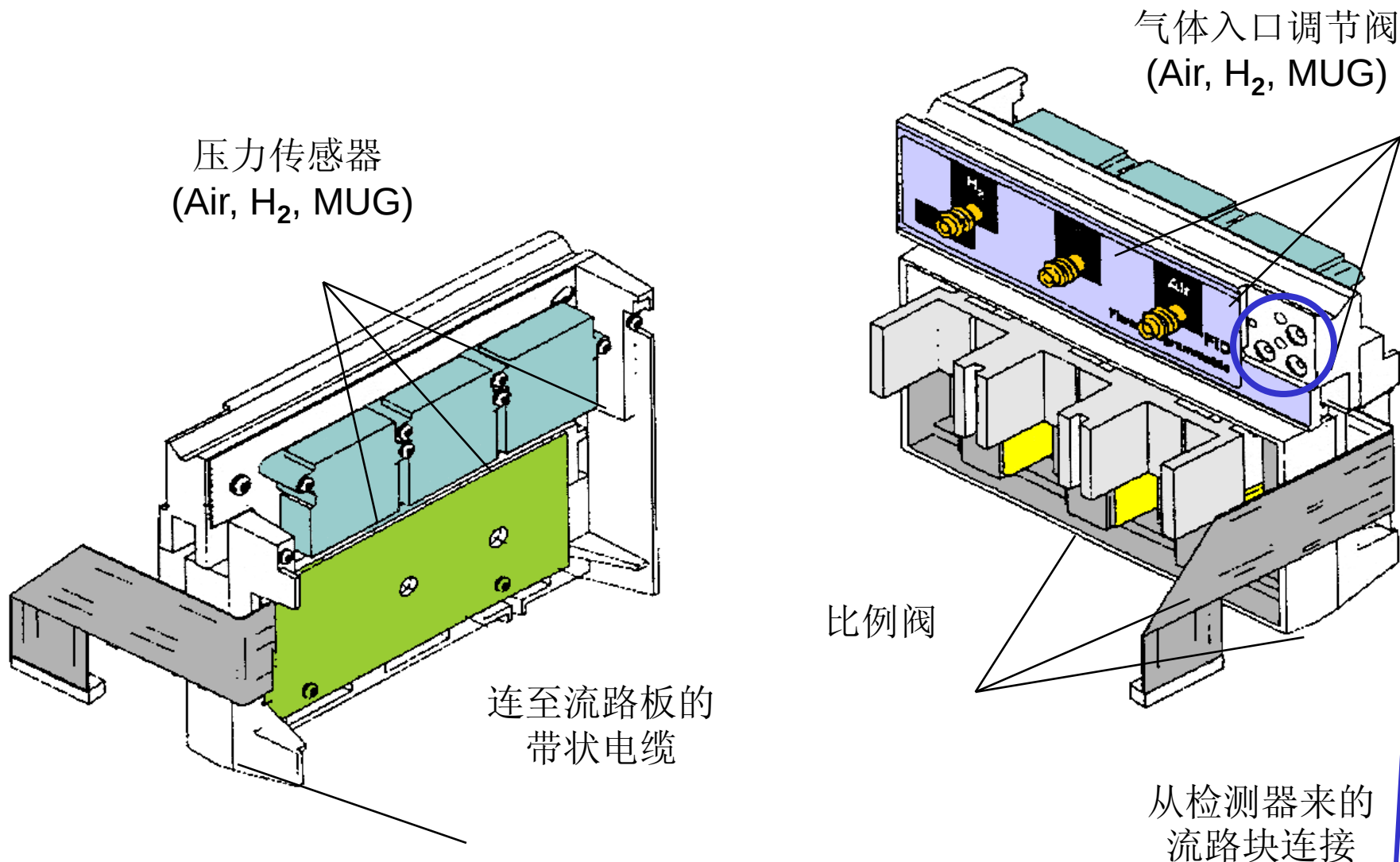
FID 流量

	气体类型	流量范围	典型流量
载气 (H ₂ , He, N ₂)	填充柱	10 – 60 ml/min	30 ml/min (1/8" 柱)
	毛细管柱	0.5 – 5 ml/min	1.5 ml/min (0.32 mm 柱)
检测器气 体	氢气	24 – 60 ml/min	40 ml/min
	空气	200 – 600 ml/min	450 ml/min
	柱 + 尾吹气	10 – 60 ml/min	50 ml/min

FID 部件解析



FID EPC 模块



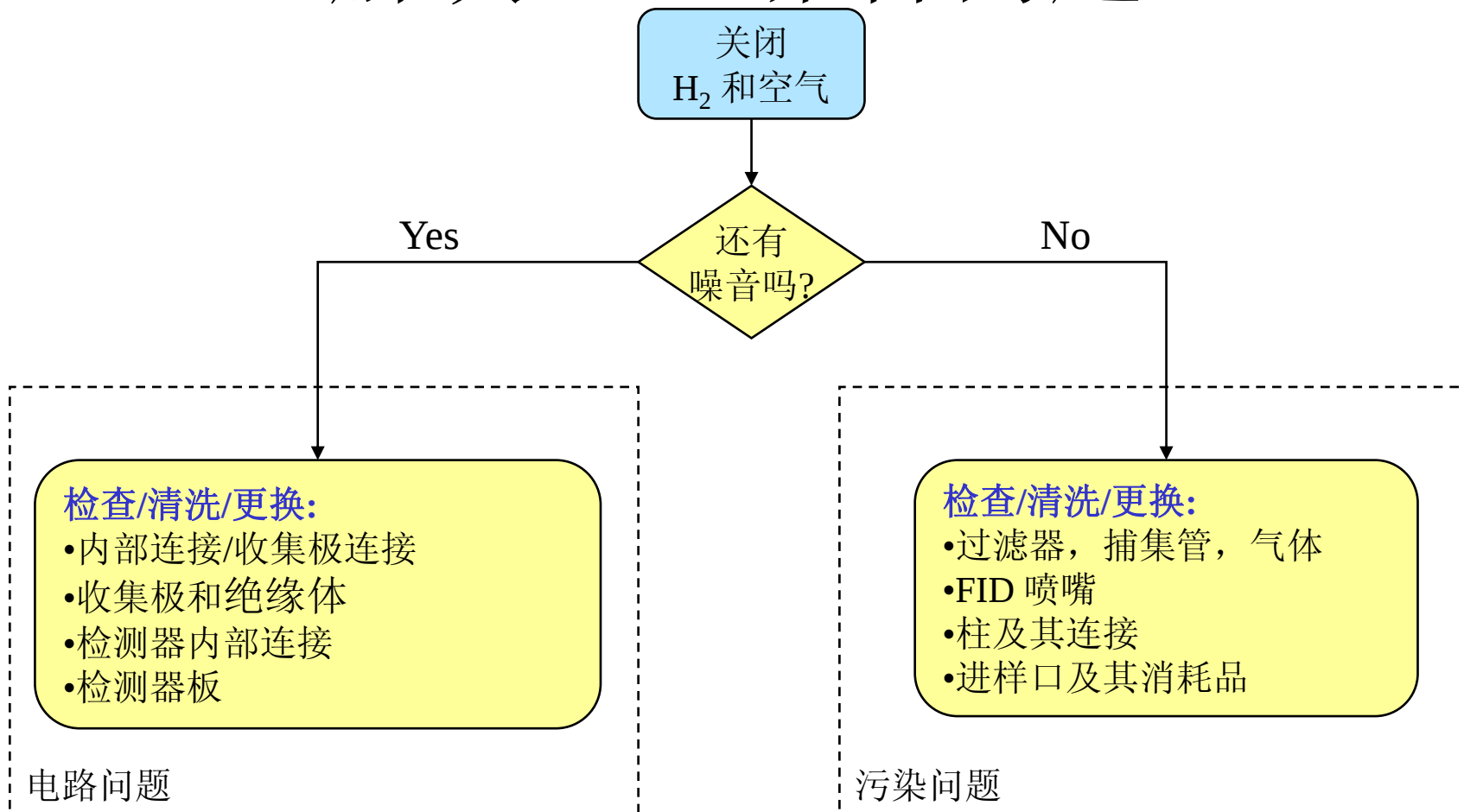
FID 典型问题

- 火焰吹息或点不着
- 出刺
- 低灵敏度
- 噪音
- 漂移

解决FID点火问题

- 检查检测器参数设置 (面板)
 - 流量
 - 火焰 ON
 - 检测器 ON
 - 点火设置
- 检查喷嘴
- 检查点火器
- 检查柱连接
- 检查气体供应压力
- 检查溶剂进样器

解决 FID 噪音问题

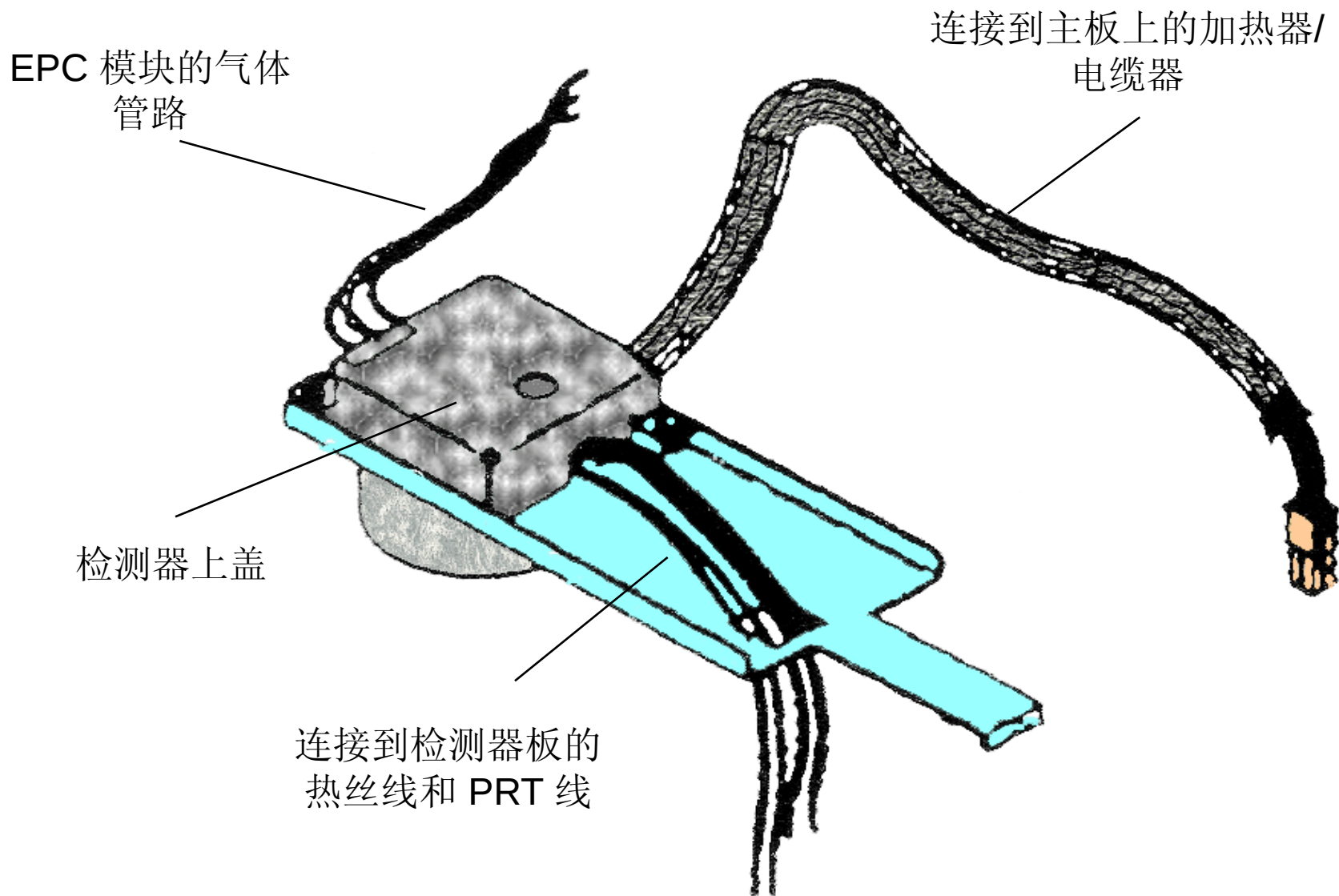


FID 日常维护

- 检测背景信号
- 检查压力/流量
- 清洗或更换喷嘴
- 检查点火组件
- 清洗收集极及组件
- 移走，切割及重新安装柱子

热导检测器 (TCD)

TCD 检测器

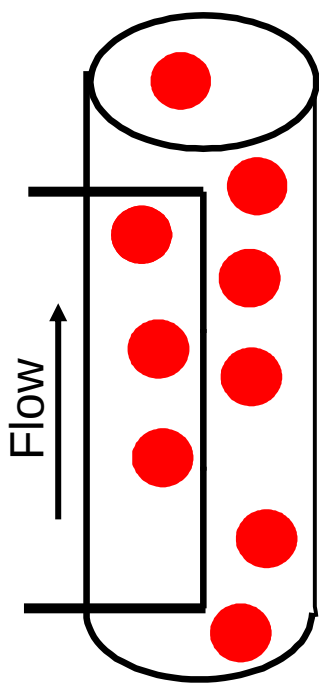


相对热导率

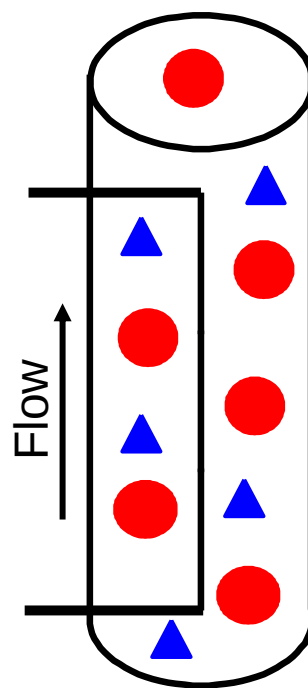
化合物	相对热导率
四氯化碳	0.05
苯	0.11
己烷	0.12
氟气	0.12
甲醇	0.13
氮气	0.17
氦气	1.00
氢气	1.28

热导基础

TCD 是一个非破坏性的浓度型的检测器，被加热的热丝由载气 ● 流量冷却。



当载气被样品 ▲ 污染时，气体的冷却效果改变。冷却量的差异产生检测器信号。



只要浓度足够高，任何区别于载气的物质都可在TCD上得到响应。

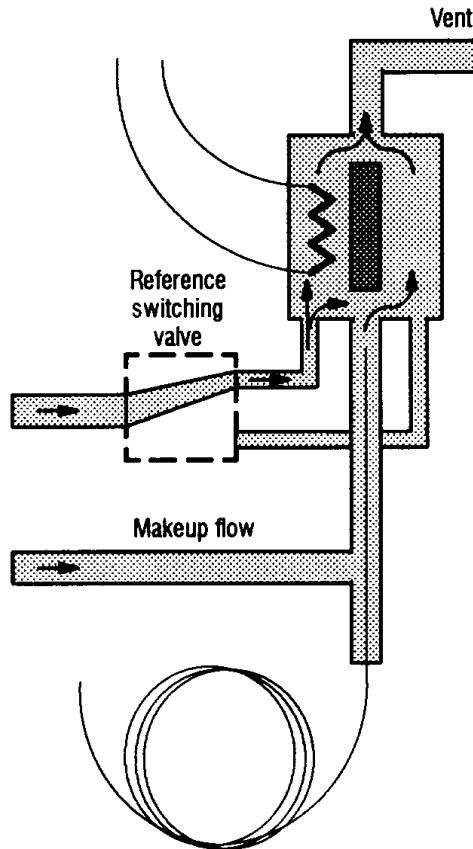
TCD 流路

参考气

柱流量是进入三个入口中的一个。

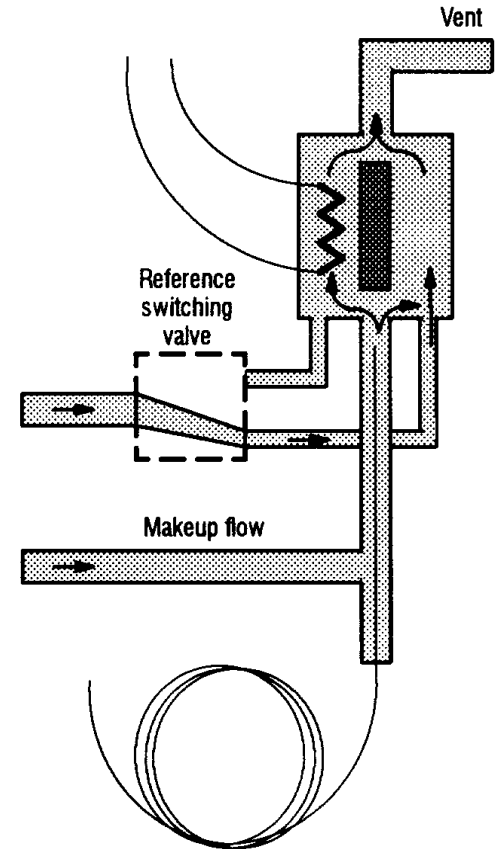
参考气被列入两个旁路之一。而进入哪一路取决于前面的切控阀。

辅加气或尾吹气，气流量通过柱外，并在柱流量进入检测器中间入口之前与之混合在一起。



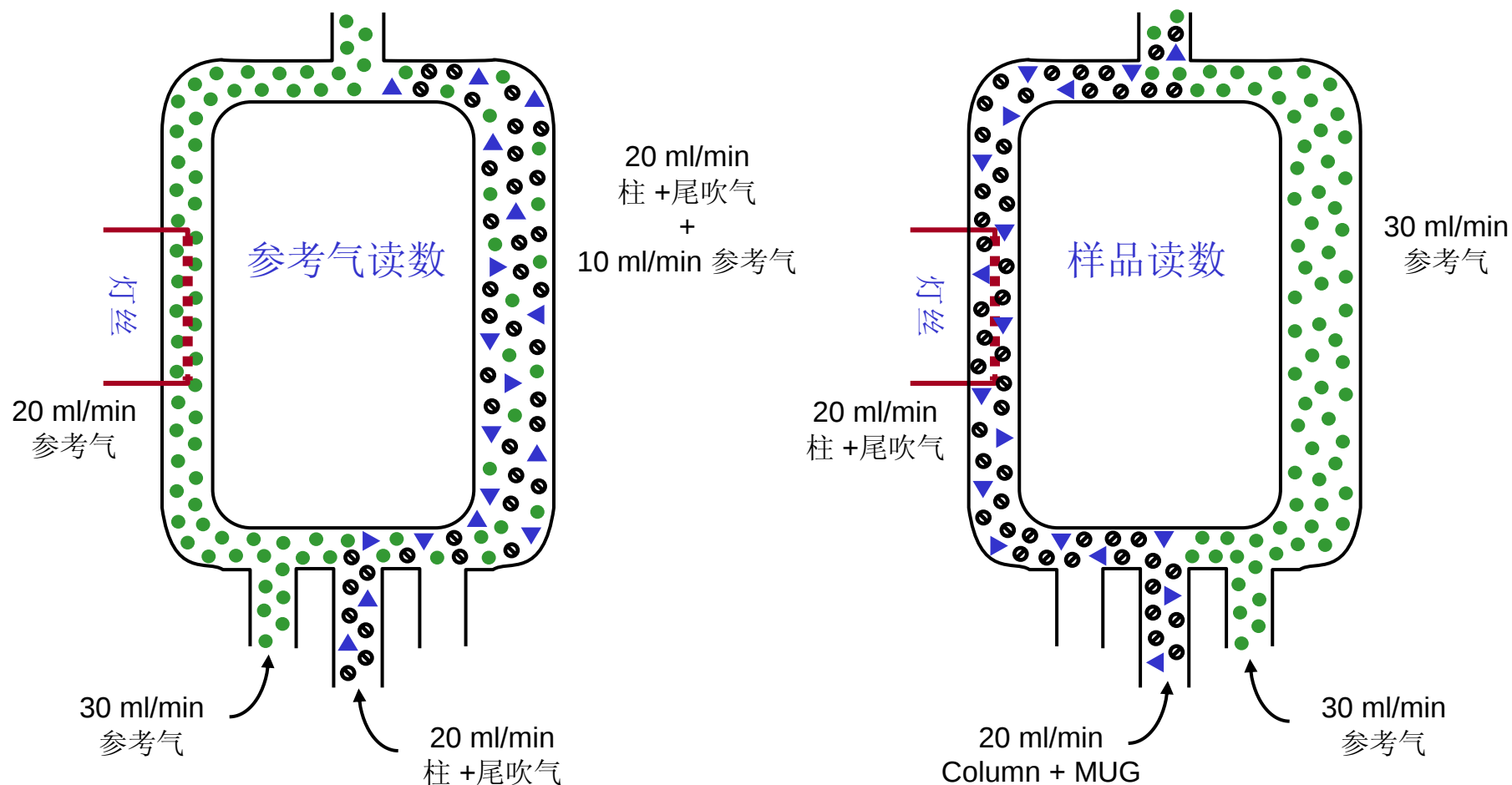
Column effluent diverted to bypass channel. Filament surrounded by reference gas.

柱/样品



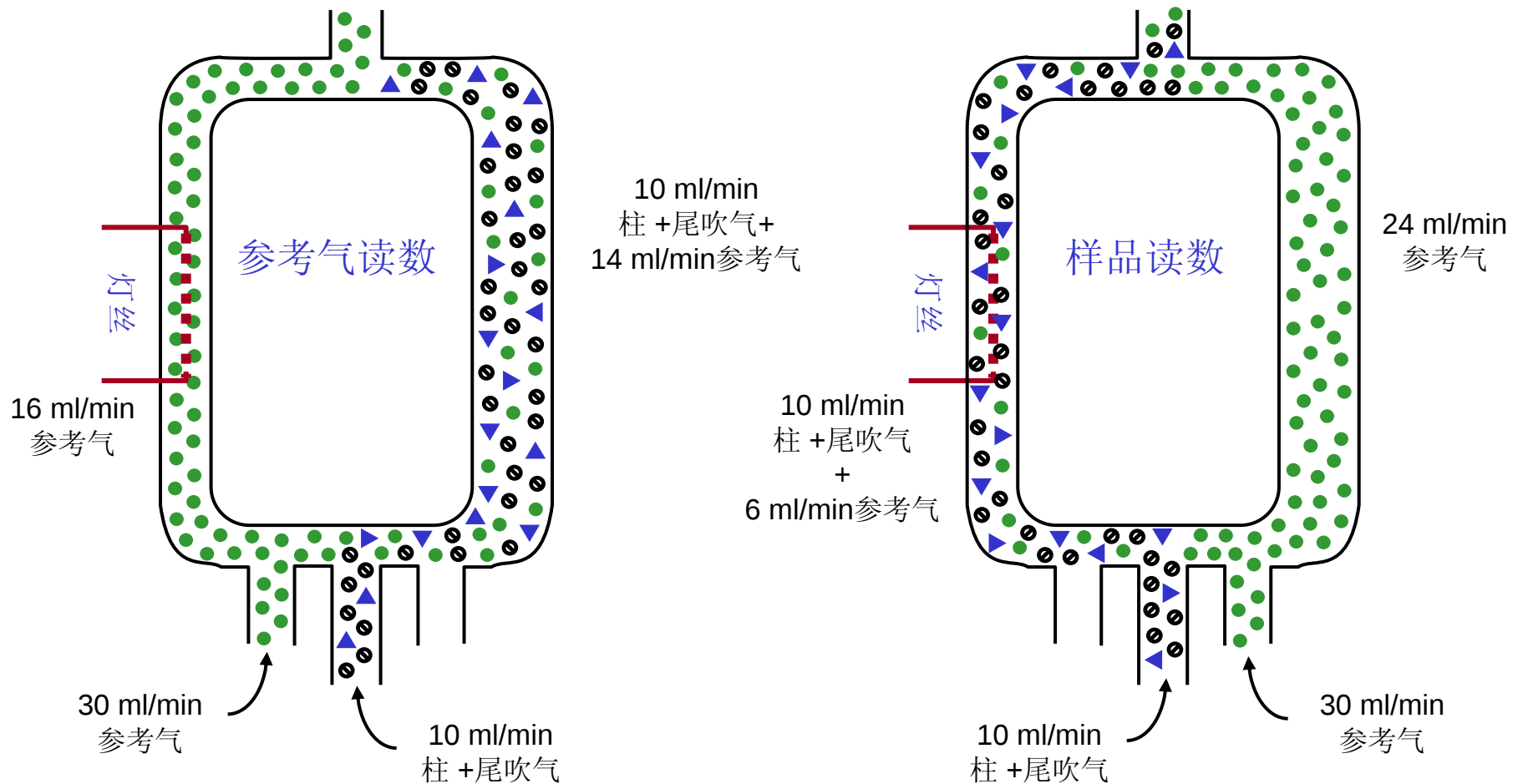
Column effluent diverted to filament channel. If sample is present, thermal conductivity rises or falls, depending on gas type.

TCD 正常流量比



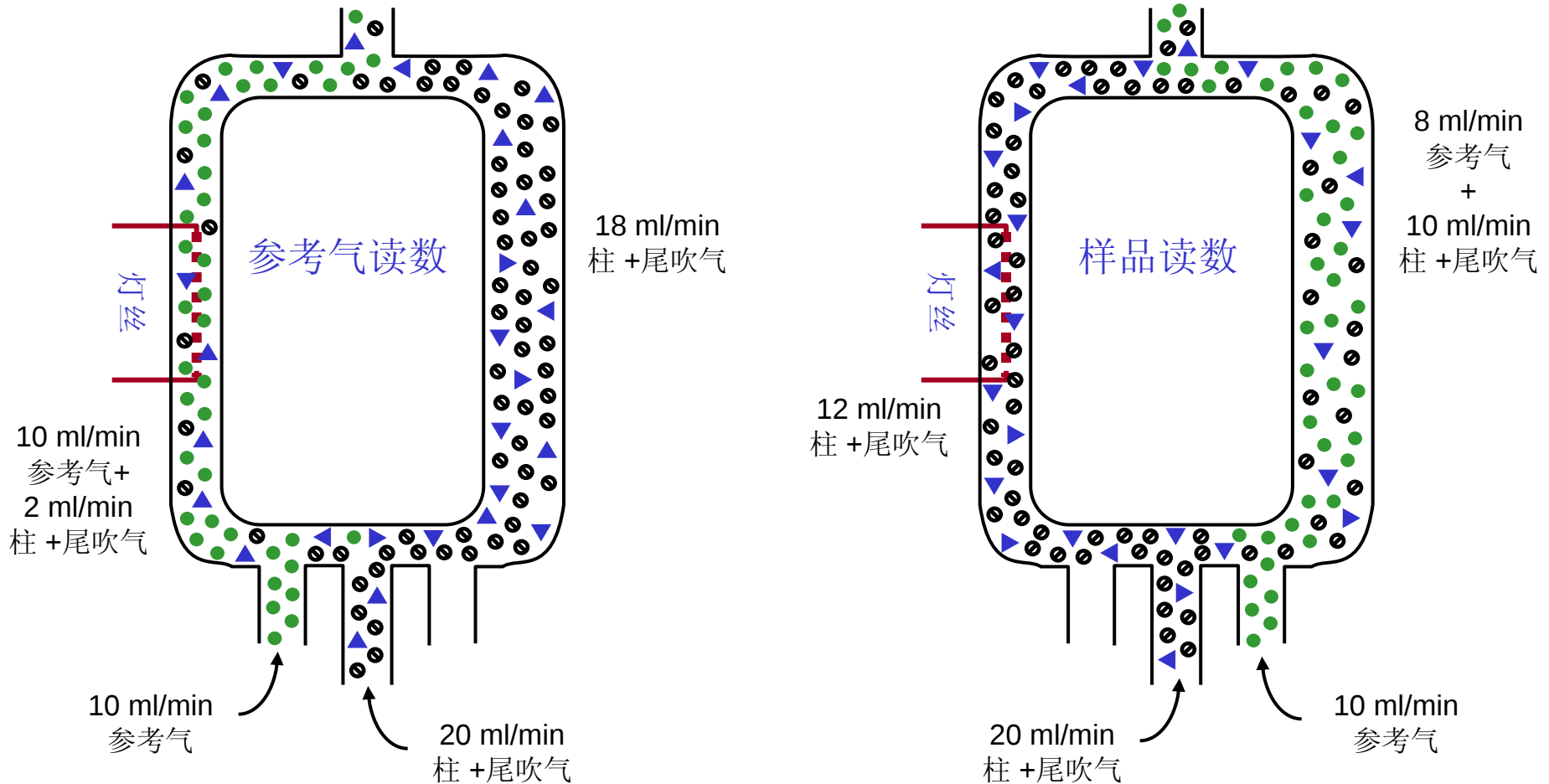
信号 (+ 极性) = 样品 - 参考气

参考气流量太高



相对于参考气太低的柱流量，就使载气被参考流量所稀释。这会降低浓度而使TCD信号减小。

参考气流量太低



从旁路通过的柱流量的丧失并不改变在灯丝通道的样品浓度。所以，样品读数无明显变化。但是参考气流量因掺杂了样品而增大了参考气读数。

TCD 参数

FRONT DET (TCD)		
Temp	55	Off<
Ref flow	0.0	Off
Mode: Col + mkup = const		
Combined flow	0.00	Off
Mkkup (He)	0.0	Off
Filament		Off
Output		0.0
Neg polarity		Off

打开灯丝或关闭之

检测器输出

1 单位 = 25uV

设置极性为 + 或 -

CONFIGURE FRONT DET	
Mkup/ref type	He <

设定参考气类型

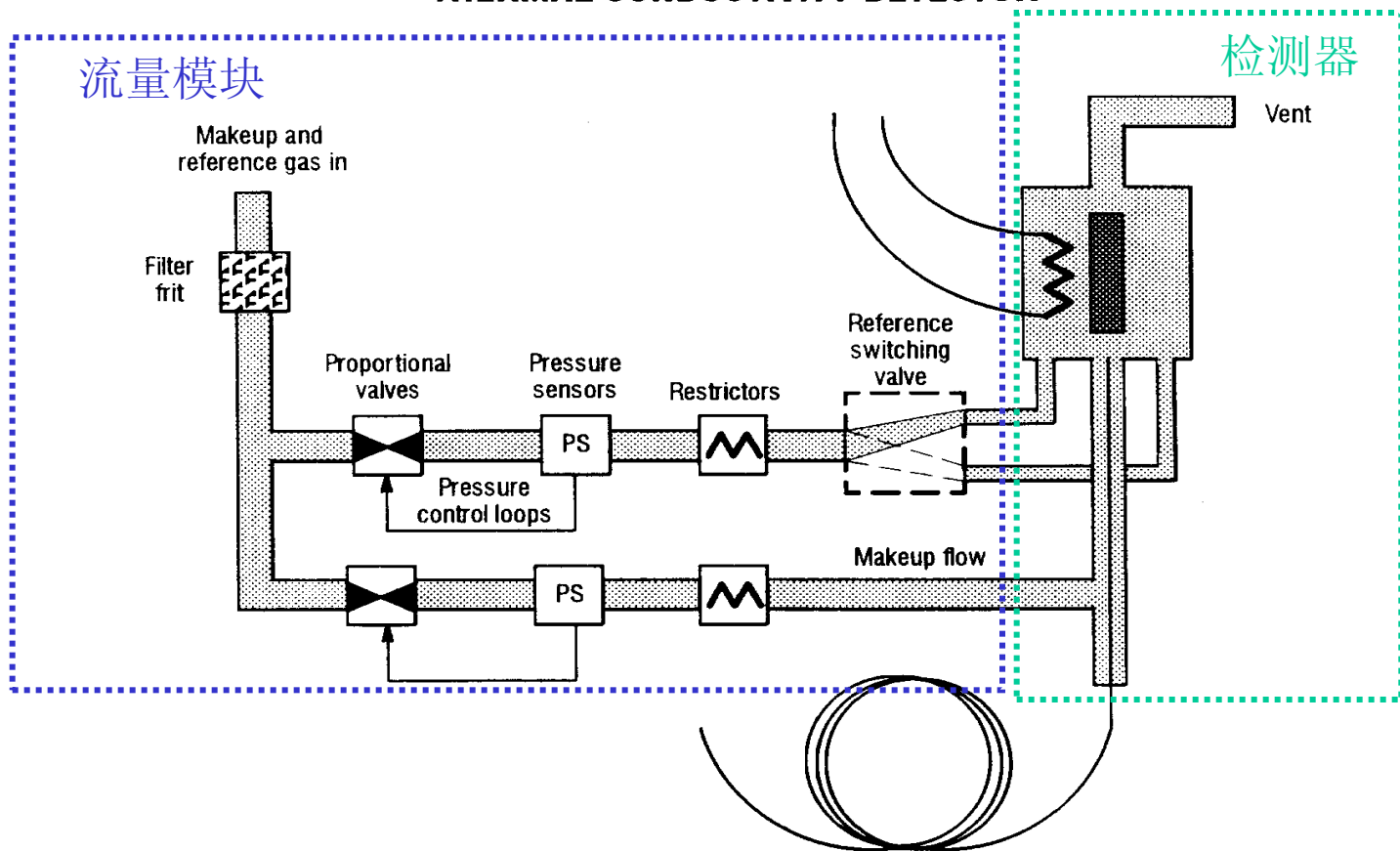
TCD 流量

	气体类型	流量范围
载气 (H ₂ , He)	填充柱	10 – 60 ml/min
	毛细管柱	1 – 5 ml/min
检测器气体 (H ₂ , He)	参考气	15 – 60 ml/min
	填充柱 MUG	2 – 3 ml/min
	毛细管柱 MUG	5 – 15ml/min

TCD EPC 流路图

EPC

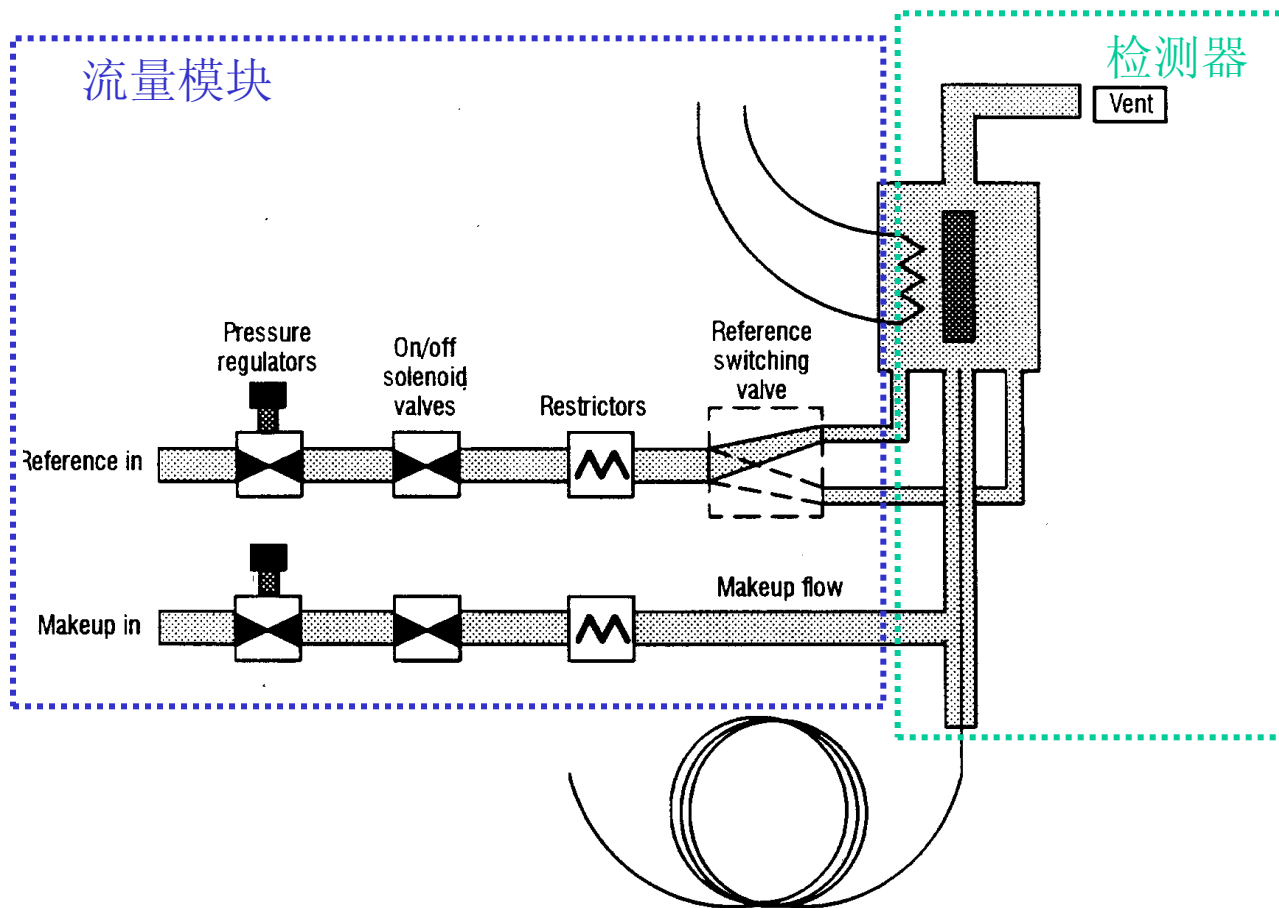
THERMAL CONDUCTIVITY DETECTOR



TCD 手动控制流路图

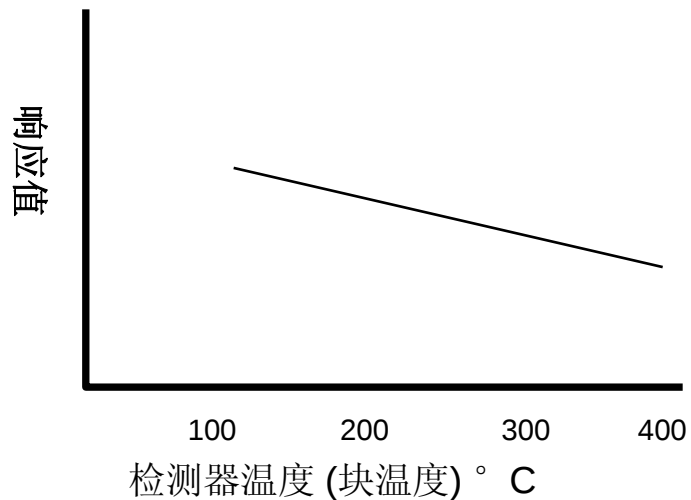
Manual

THERMAL CONDUCTIVITY DETECTOR

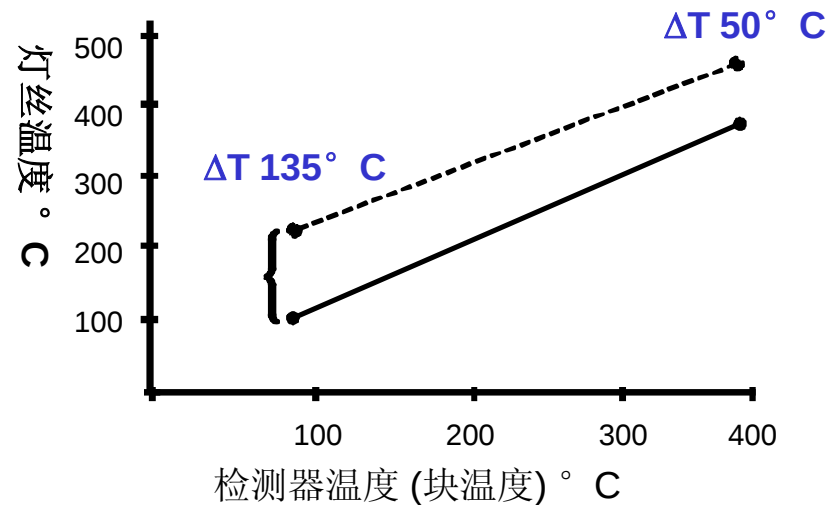


灯丝温度控制 – 新单元

检测器响应与检测器温度

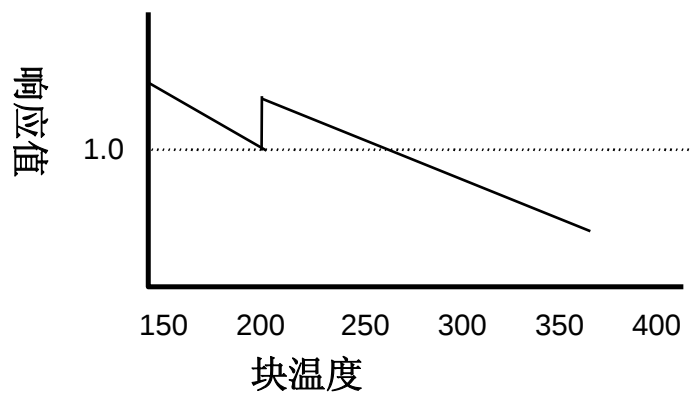


灯丝与检测器块温度的关系

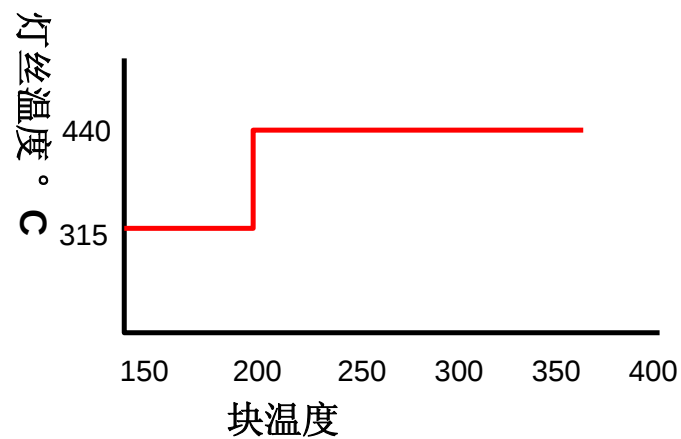


灯丝温度控制－旧单元

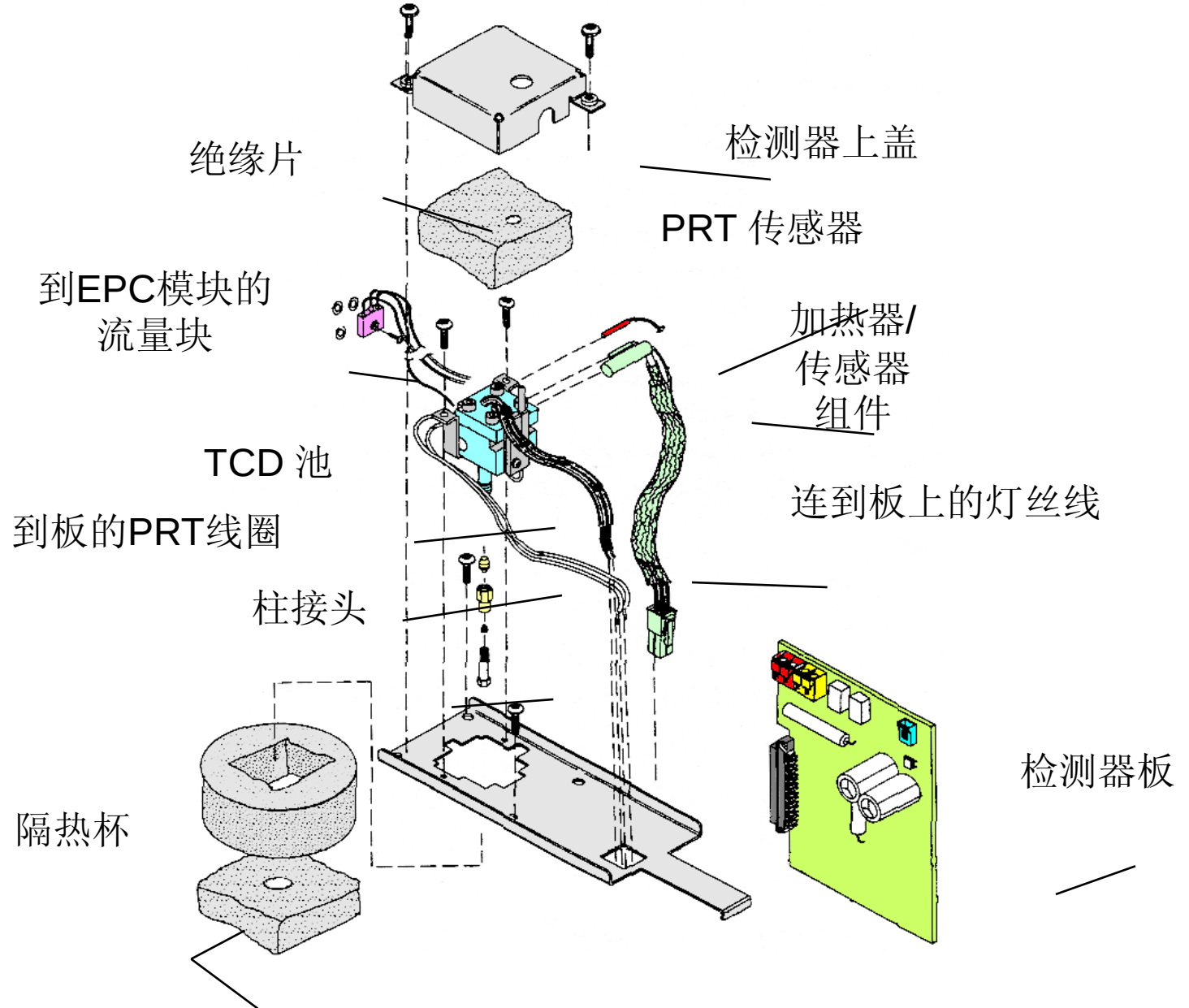
检测器响应与检测器温度



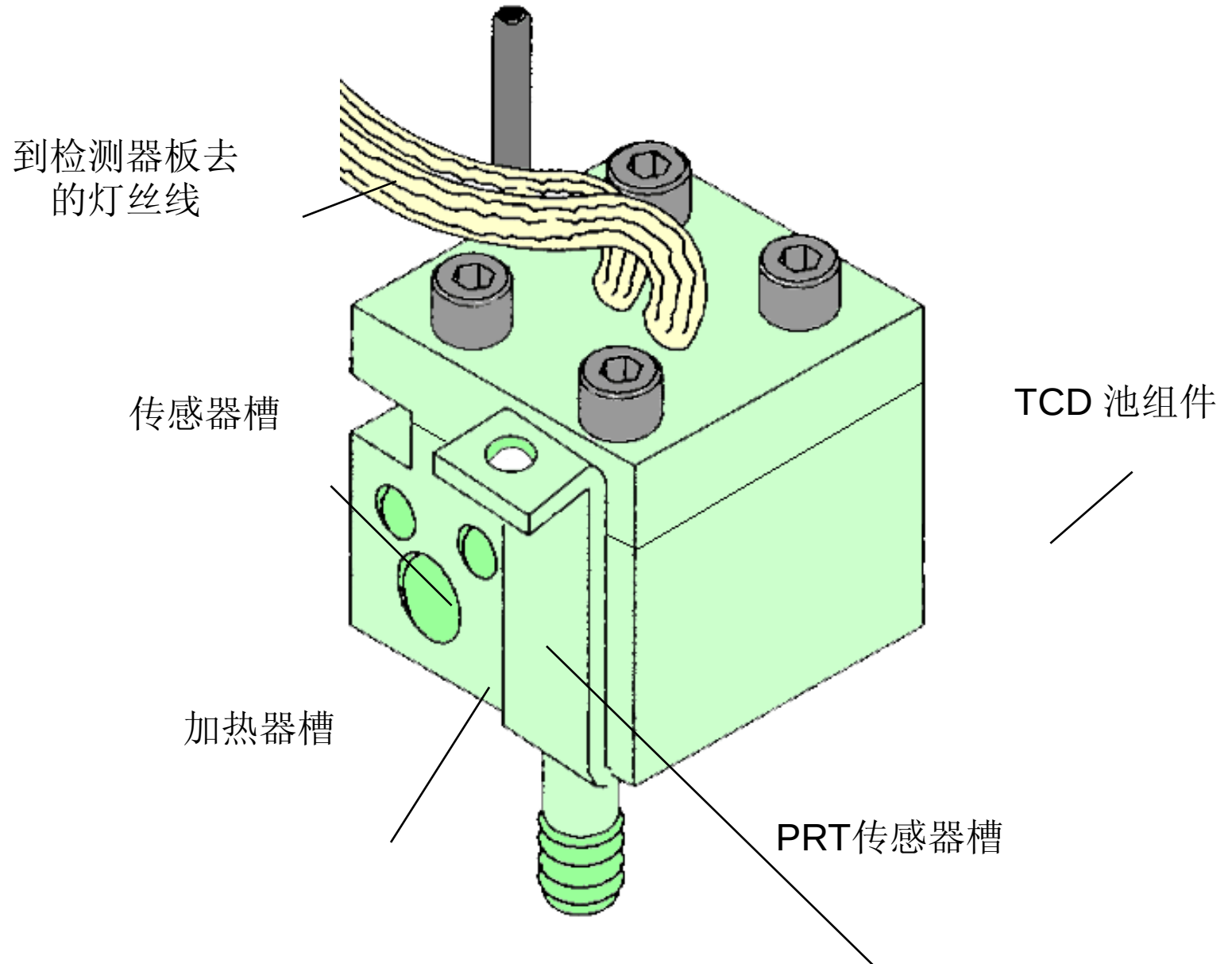
灯丝与检测器块温度的关系



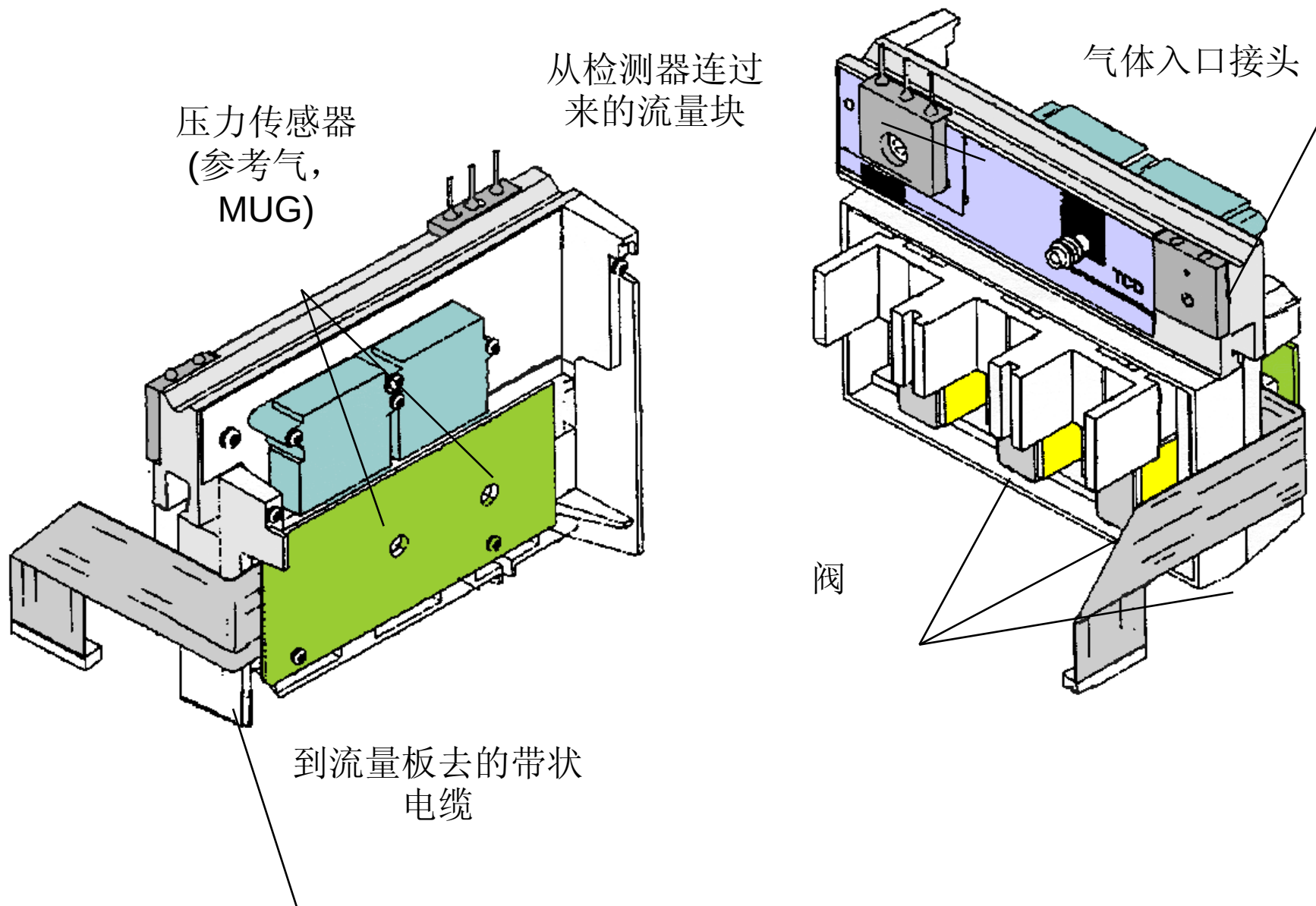
TCD 部件



TCD 池



TCD EPC 模块



TCD 典型问题

- 基线漂移
 - 程序升温分析中是正常的
 - 检查加热器/传感器
 - 用热清洗检测器清除污染物
- 低灵敏度
 - 检查气体流量
 - 检查柱安装
 - 污染 - 热清洗检测器
- 升高的背景信号或增大的噪音水平
 - 污染 – 热清洗
- 妨碍检测器操作的条件：
 - 温度低于150 ° C
 - 断开或短路的灯丝
 - 参考气流量设为 0

解决TCD问题

- 检查流量
- 检查泄漏
- 检查灯丝（测电阻）
- 热清洗
- 溶剂清洗
- 更换EPC模块（包括切换阀）
- 更换检测池

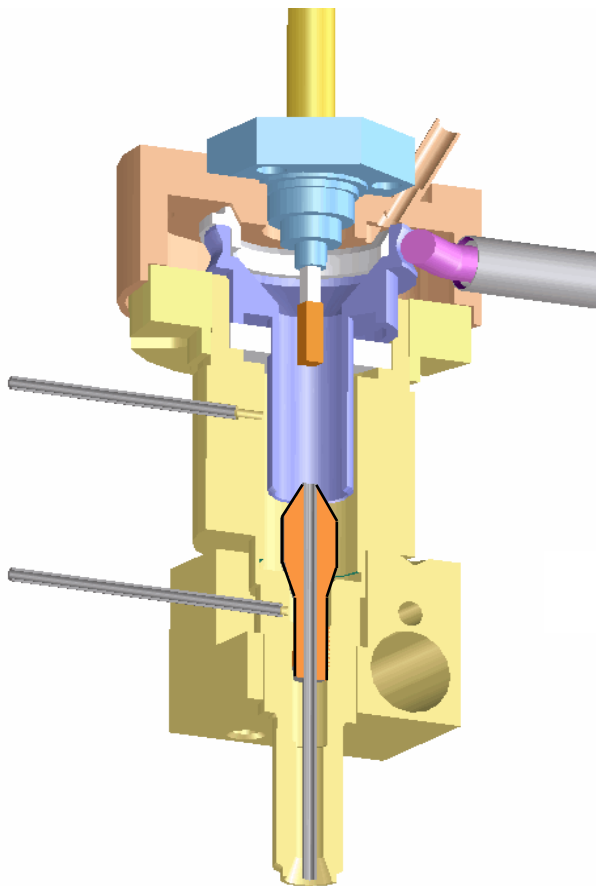
热清洗过程

- 关闭检测器
- 将色谱柱从检测器接头上拆下并盖住炉箱中的检测器端柱接头
- 将参考气流量设为20到30 ml/min
- 将检测器温度设为400 ° C
- 热清洗数小时
- 冷却到正常操作温度
- 关闭检测器并重装色谱柱
- 重将流量设为操作值

TCD日常维护

- 检查压力和流量
- 监测背景信号
- 热清洗
- 拆下，切割并重新安装柱子

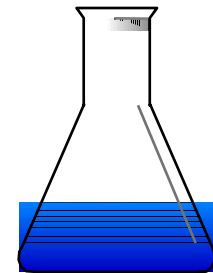
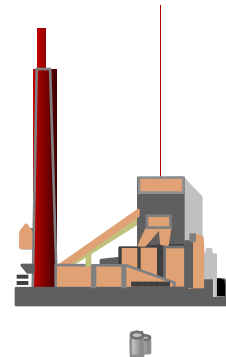
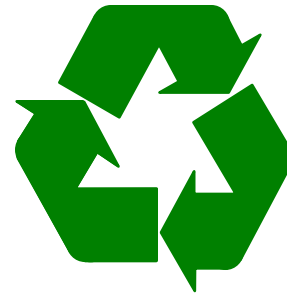
Agilent 氮磷检测器



概述

NITROGEN PHOSPHOROUS DETECTOR – 应用市场

- 环保: 水, 空气和土壤中的农药和除草剂。
- 食品药品放心工程: 蔬菜, 水果, 茶叶, 粮油和药品中的农药和除草剂。
- 法医和禁药: 运动员禁药检验。



NITROGEN PHOSPHOROUS DETECTOR – 特征

比FID有更高的灵敏度

能检测更低浓度的含磷和含氮有机物
(~0.05 ppm)

具有很好的选择性

检测含磷和含氮有机物具有最好的选择性

N - 25000:1

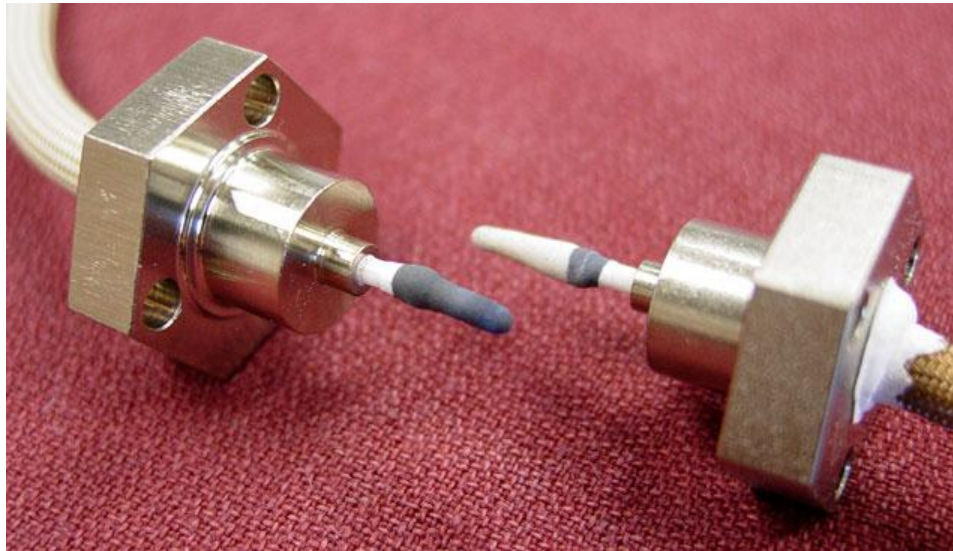
P - 75000:1

* N 必须是有机氮的形式如：N-C，对N₂或NH₃不能响应

NITROGEN PHOSPHOROUS DETECTOR

- 工作原理

- 铷珠组成:
 - 多层高温陶瓷薄膜内烧结了几种碱金属盐形成了催化活性表面--- 硫酸铷是导致N-P 选择性特征响应的主要组成。

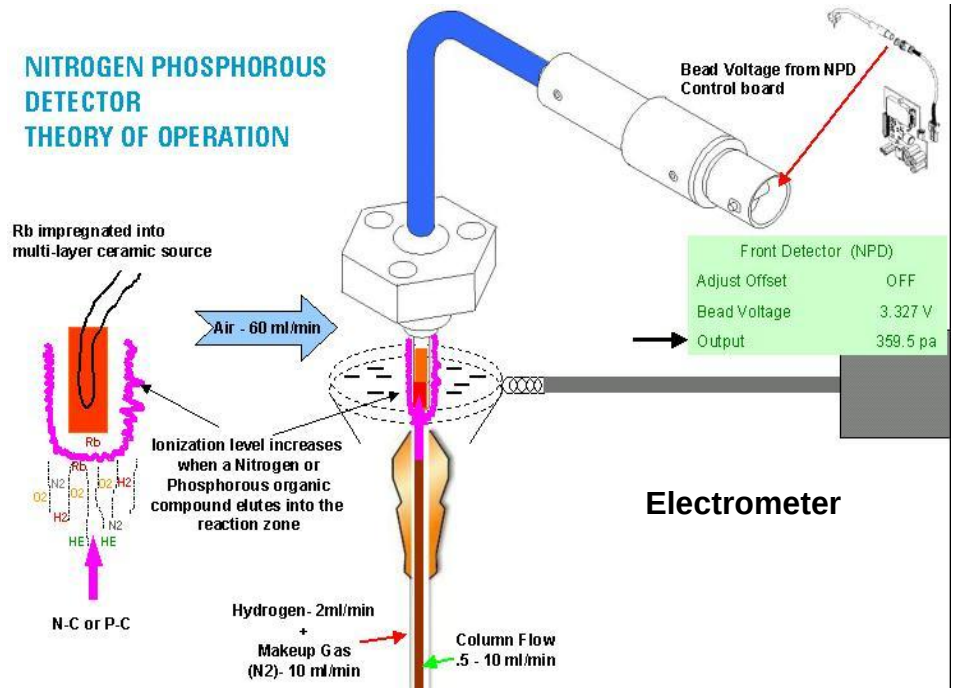


NITROGEN PHOSPHOROUS DETECTOR

- 工作原理

- N-P 有机物的检测:

- 在少量氢气和空气的存在下, NPD铷珠被电加热至600 - 800 °C --- 形成了催化活性的固体表面
- 当含磷或氮的有机物分子被导入到催化活性表面周围, 被催化离解成负离子及电子形成微电流, 并被偏置电压设定为0.6V DC的收集极收集。信号经放大处理形成色谱峰信号。

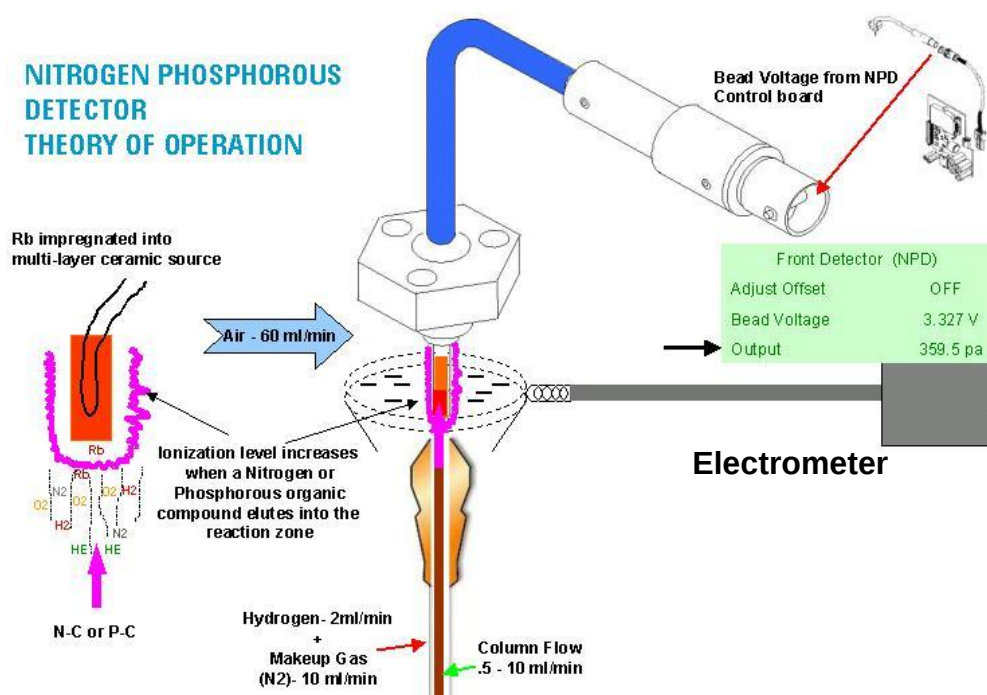


NITROGEN PHOSPHOROUS DETECTOR

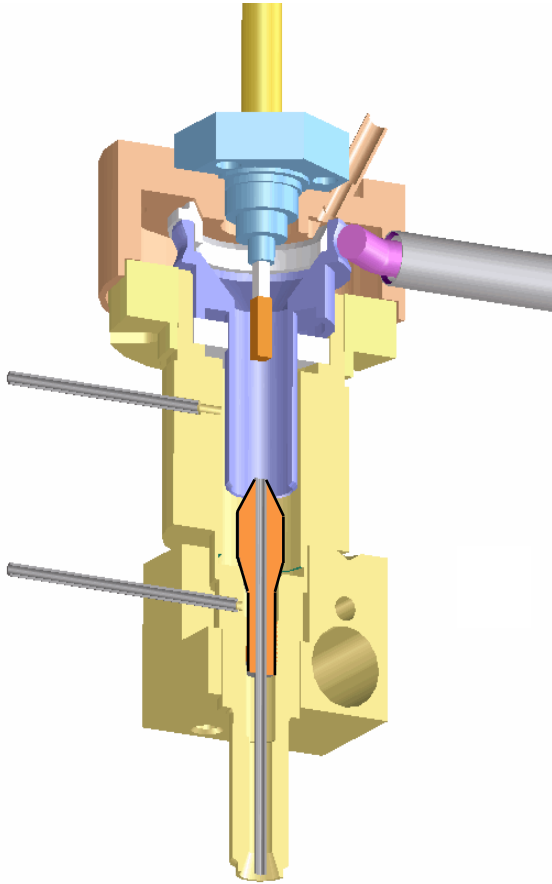
- 操作原理

- 影响NPD响应的几种因素

- 铷珠的表面组成
- 表面温度
- 铷珠表面的气体成份
- 偏置极化电压
- 检测器的干净程度
(收集极和密封绝缘件)

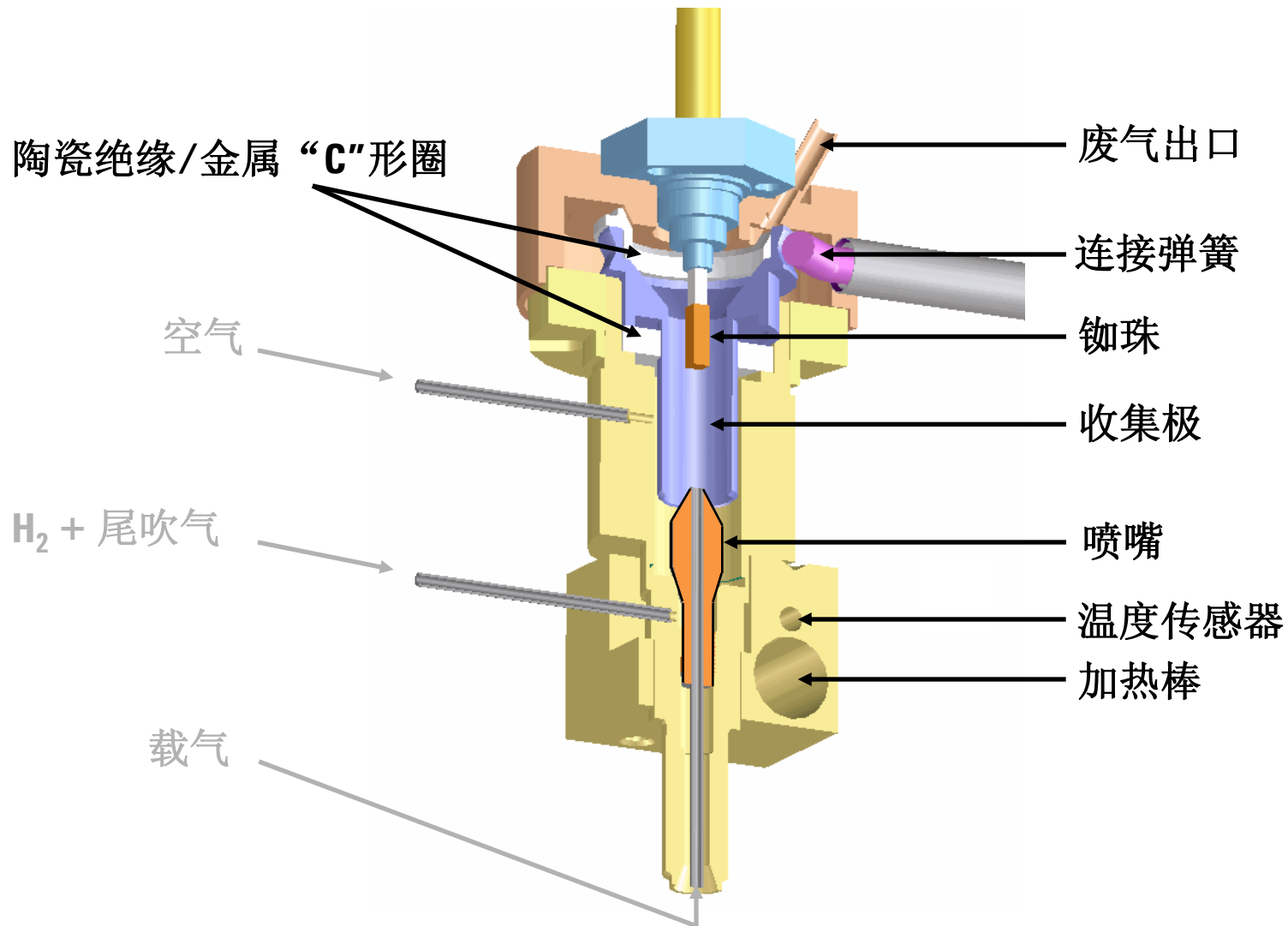


Nitrogen Phosphorus Detector

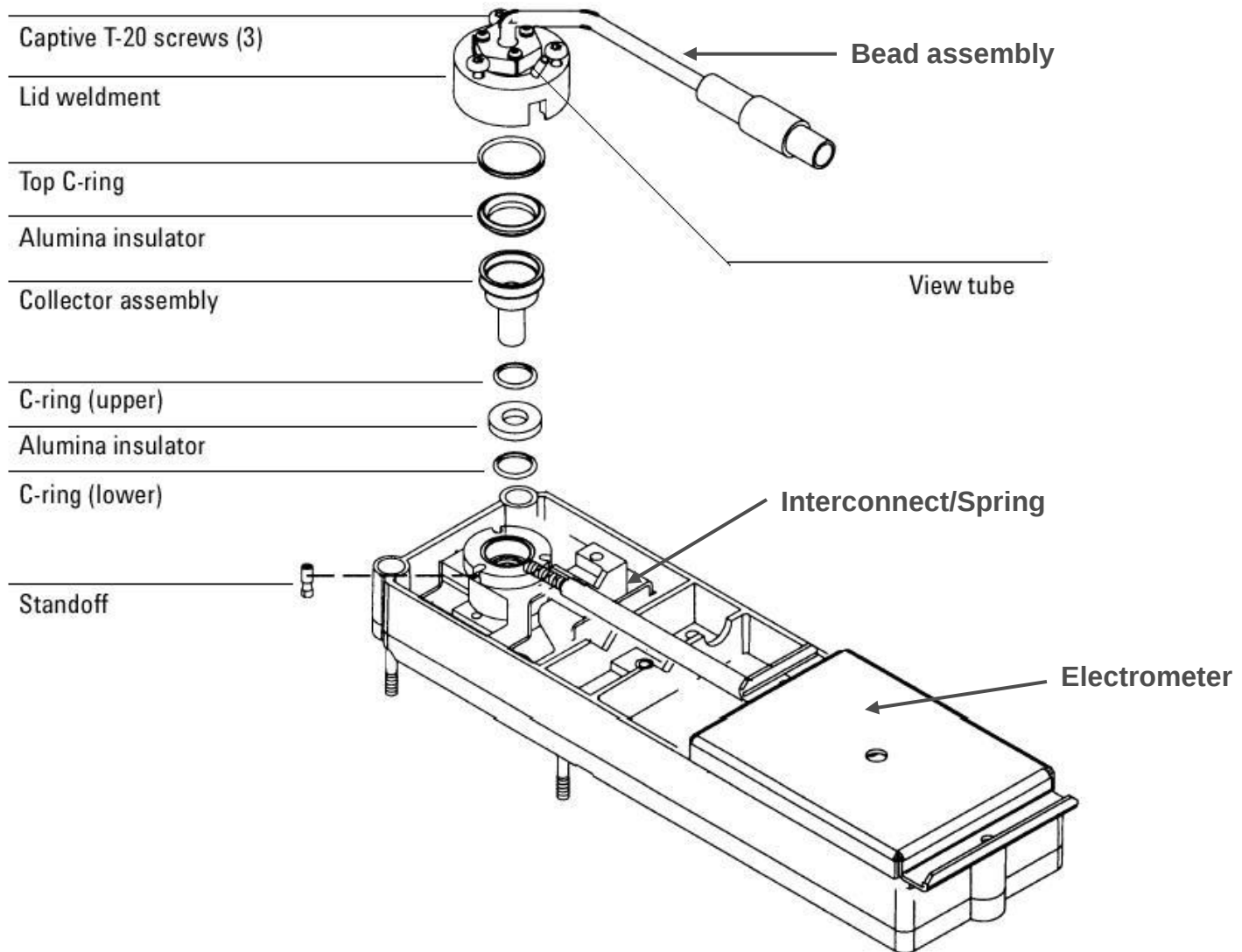


硬件配置

NPD – 剖面示意图



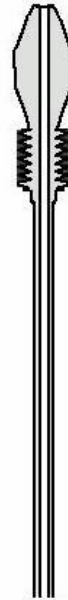
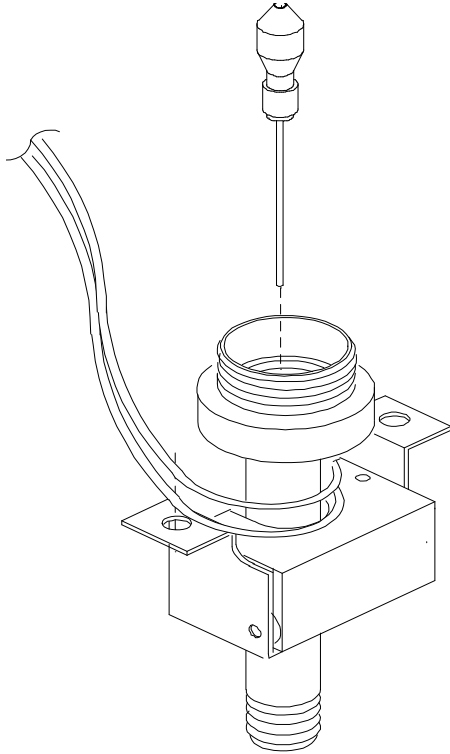
NPD 硬件 – 检测器组件



NPD Hardware – 收集极及 密封圈



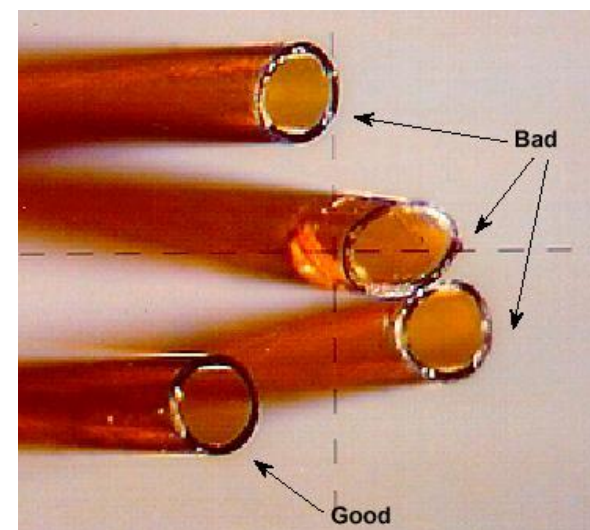
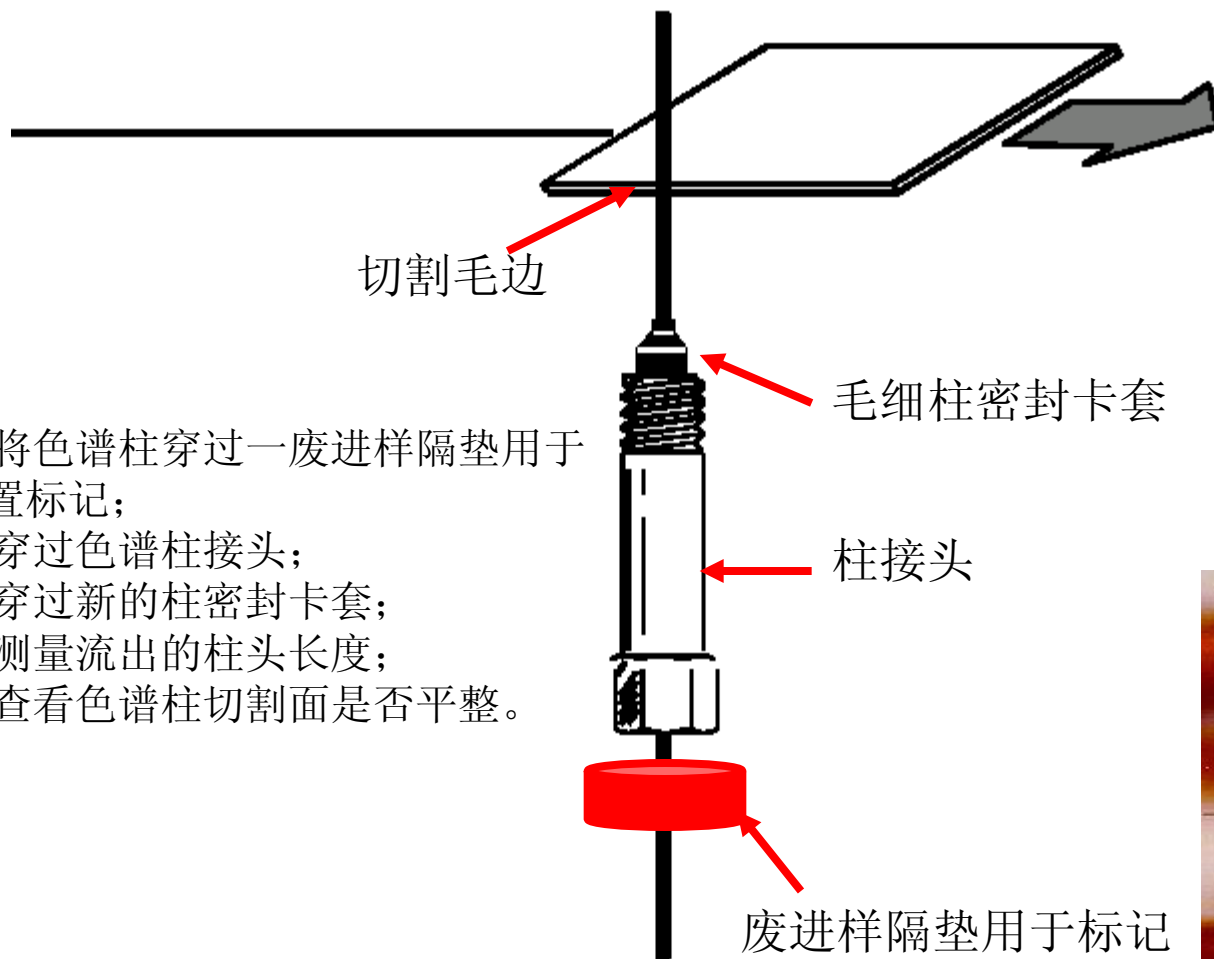
NPD Hardware – 喷嘴（标准型）



Jets for Adaptable NPD

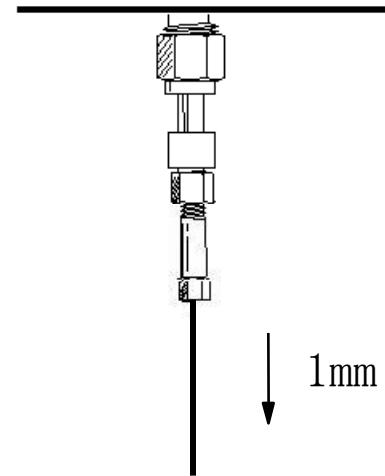
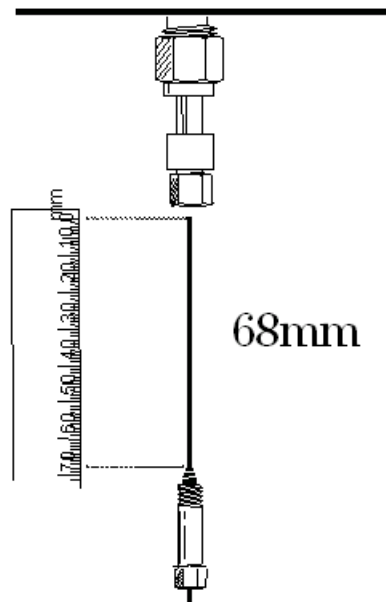
Jet Type	Part Number	Jet Tip id
Capillary	19244-80560	0.29mm 0.011"
Packed	18710-20119	0.47mm 0.018"
Wide bore Packed	18789-80070	0.030"
High Temp Capillary	19244-80620	0.47mm 0.018"

6890 NPD – 色谱柱的安装准备



6820 Setup – 色谱柱安装到NPD

Column Installation - 6820 Operating Manual



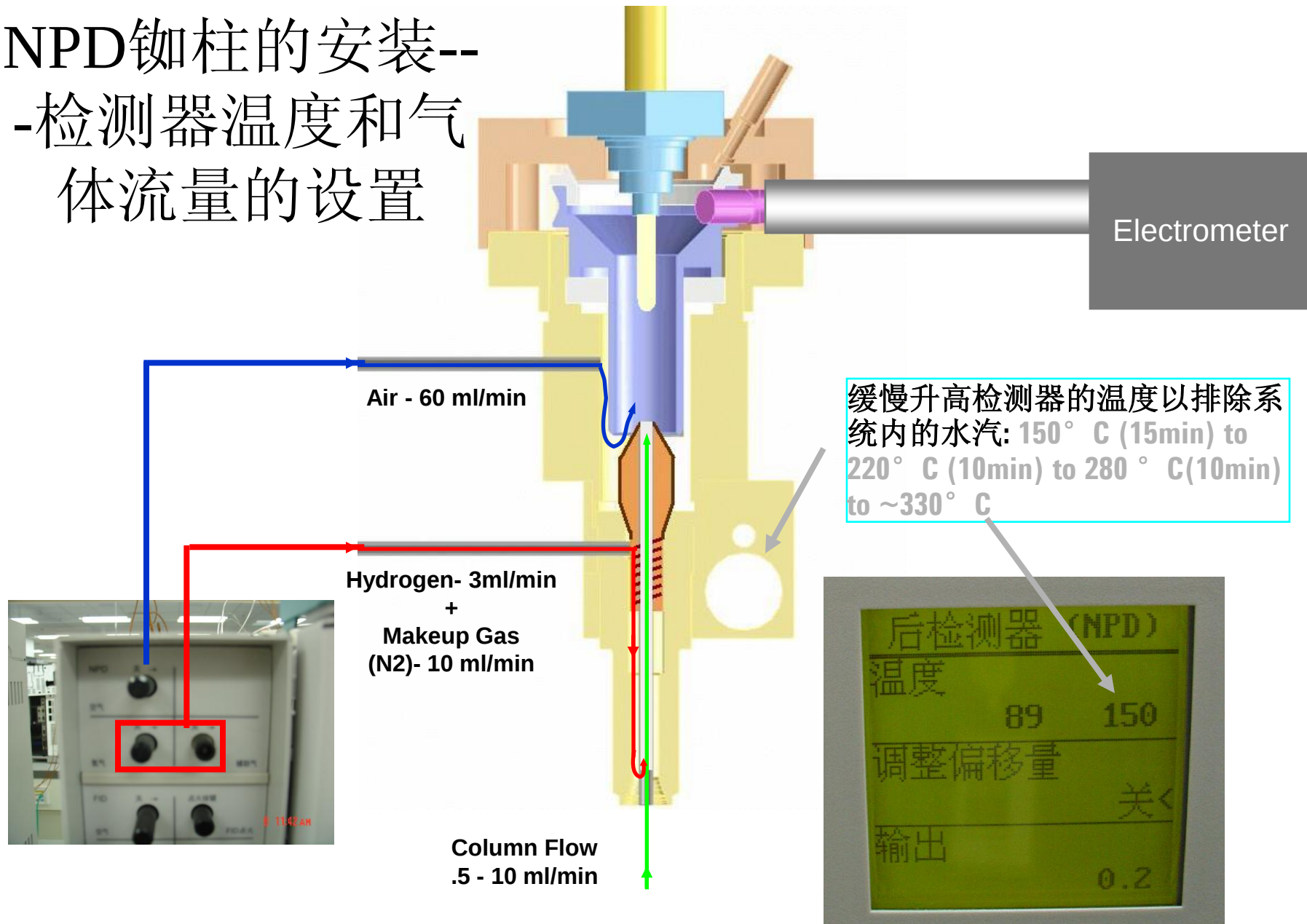
色谱柱插到顶往回拉1mm

安装NPD时注意进样口的配置

---避免很多因系统惰性差而导致的问题

- 检查是否安装了正确的衬管---去活（无填充玻璃毛）不分流衬管 (P/N 5181-3316)为NPD应用分析的推荐衬管
- 高温绿色进样隔垫 (P/N 5183-4759) 为推荐隔垫

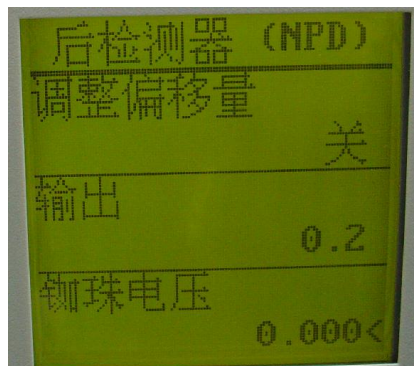
NPD铷柱的安装-- -检测器温度和气体流量的设置



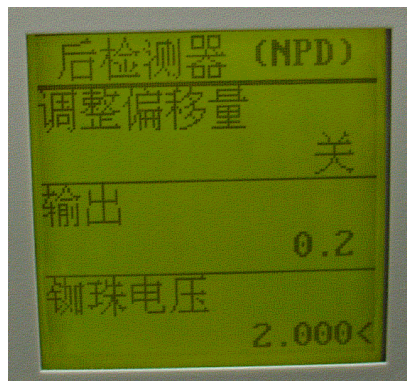
NPD检测器温度的设定

- ✓ 铷珠激发前，检测器温度缓慢升高，以去除检测器内的水汽（ 150°C (15min) to 220°C (10min) to 280°C (10min) to $\sim 330^{\circ}\text{C}$)
- ✓ NPD的使用温度建议 320°C ~ 340°C

铷珠激发 --- 手动激发 (推荐使用)



- 新铷珠的电压值为0.0V, 调整偏移量为“关”的状态, 这时信号输出值为漏电信号 0.2 pa (<0.9pA)



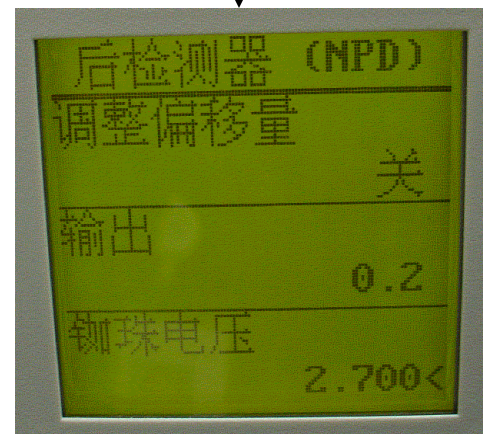
- 手动将铷珠电压设置到2.0V, **注意: 如果检测器系统没有被污染, 漏电信号应该小于0.9pA**

当铷珠电压超过2.8V, 每次增加的电压小于0.02V

直至信号突然很快升高超过50pA



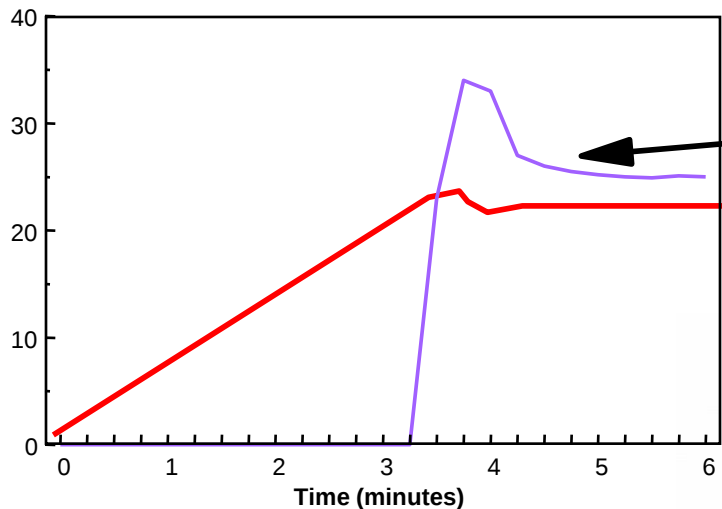
- 缓慢提高铷珠电压



铷珠激发 --- 手动激发 (推荐使用)

- 铷珠激发后，信号值会衰减下降（特别是刚安装的新铷珠）。保持激发铷珠电压老化过夜（超过12小时）
- 铷珠老化后，手动缓慢提高铷珠电压（约0.05V），保持基流输出信号30pA左右。（如果He为载气和尾吹气，基流信号15pA即可）

铷珠激发---自动调整偏移量激发（不推荐）



信号输出
铷珠电压

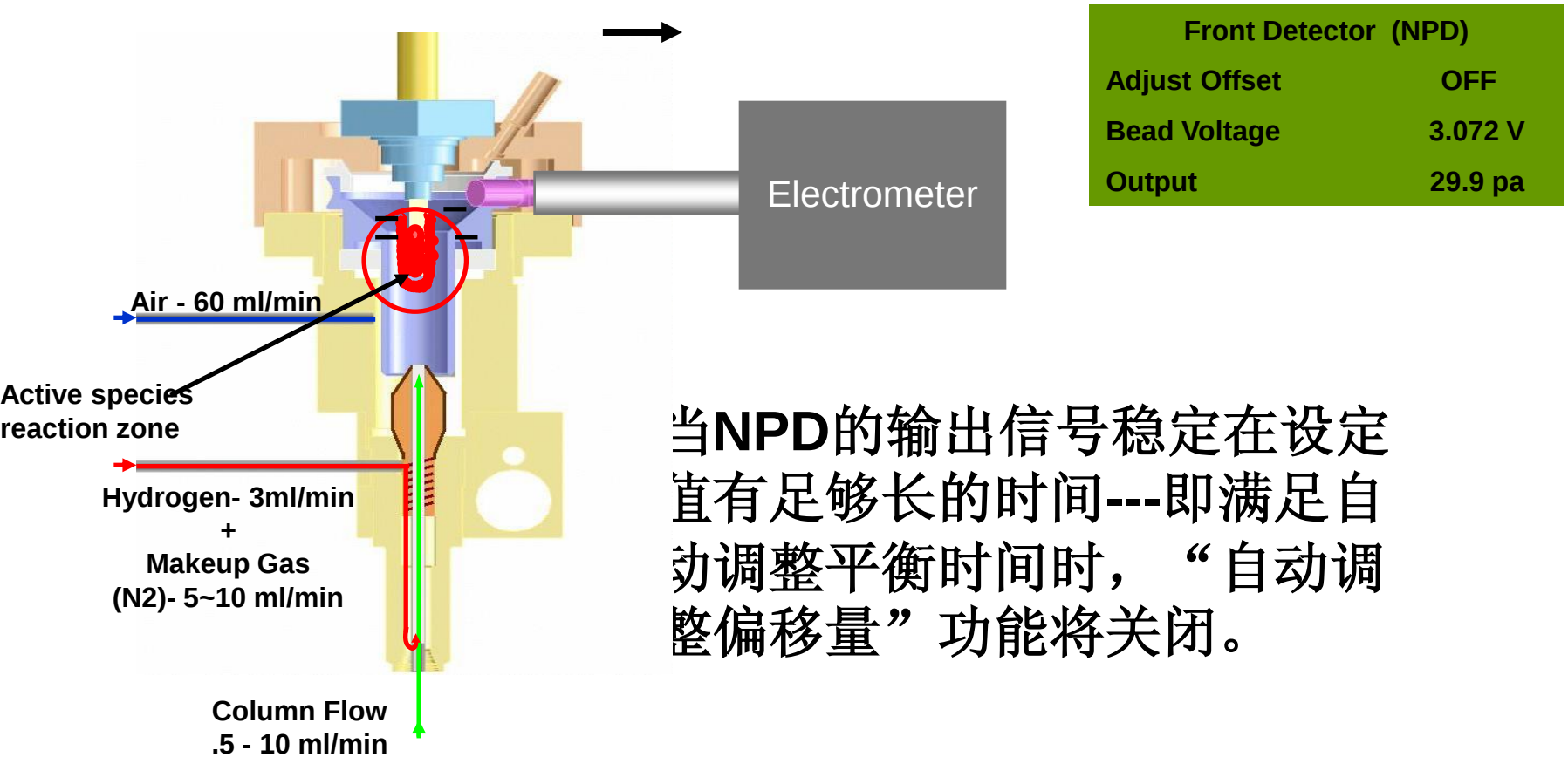
Front Detector (NPD)	
Adjust Offset	30
Bead Voltage	3.072 V
Output	32.5 pa

Electrometer

Air - 60 ml/min
Active species reaction zone
Hydrogen- 2ml/min
+
Makeup Gas (N2)- 10 ml/min
Column Flow
.5 - 10 ml/min

信号输出超出设定值

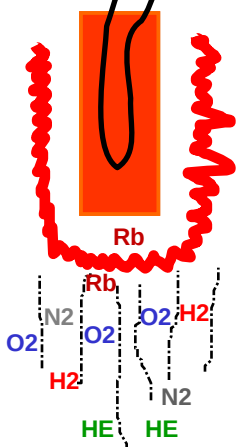
完成铷珠自动激发



当**NPD**的输出信号稳定在设定值有足够长的时间---即满足自动调整平衡时间时，“自动调整偏移量”功能将关闭。

NPD对含氮、磷有机物的检测

Rb impregnated into multi-layer ceramic source



Active species reaction zone

Air - 60 ml/min

Hydrogen- 3ml/min
+
Makeup Gas (N₂)- 10 ml/min

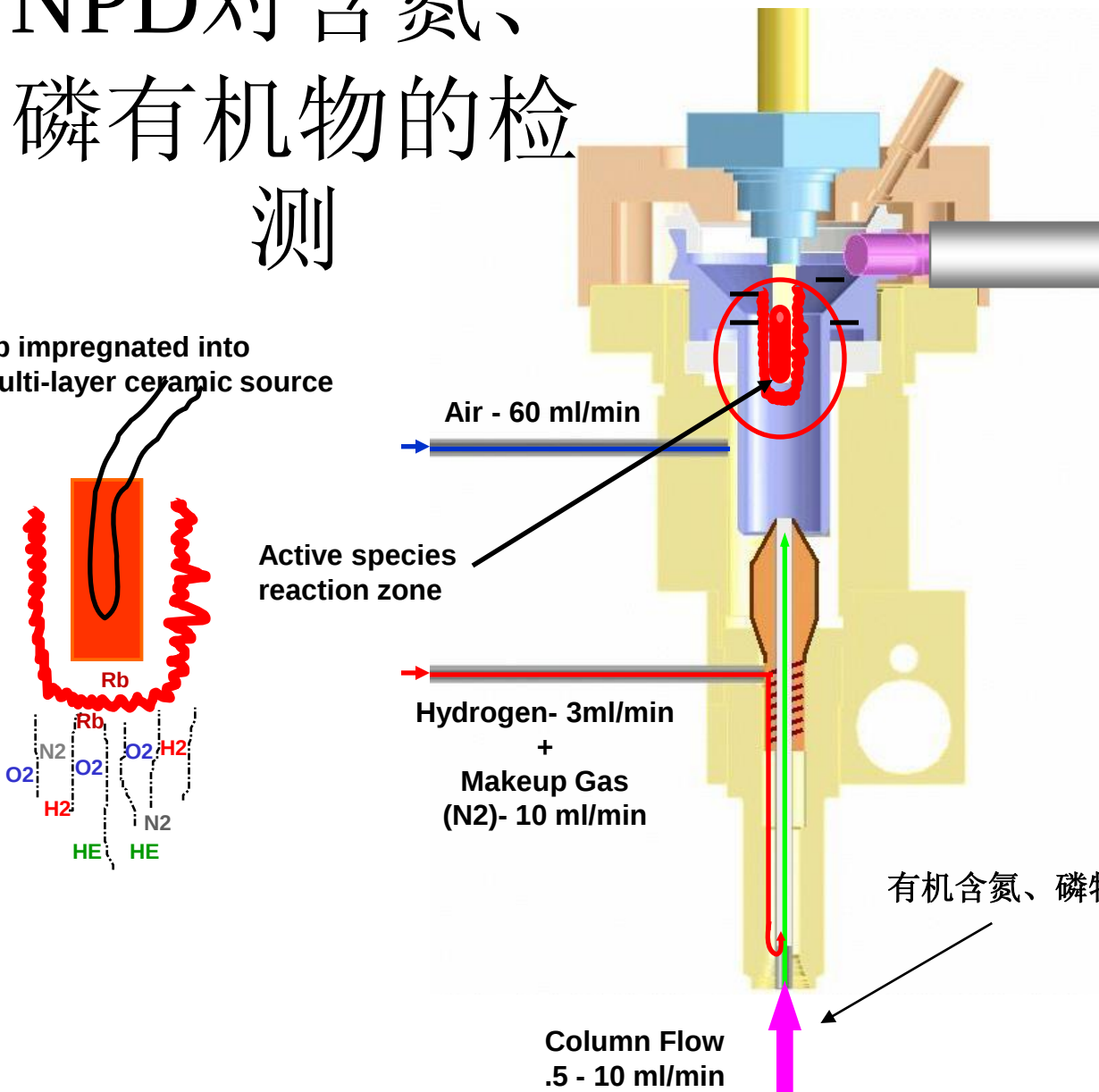
Column Flow
.5 - 10 ml/min

有机含氮、磷物质从色谱柱流出

Front Detector (NPD)

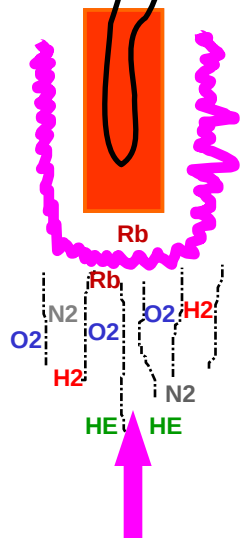
Adjust Offset	OFF
Bead Voltage	3.072 V
Output	29.9 pa

Electrometer



Nitrogen Phosphorous Detector Setup Peak Detection

Rb impregnated into
multi-layer ceramic source



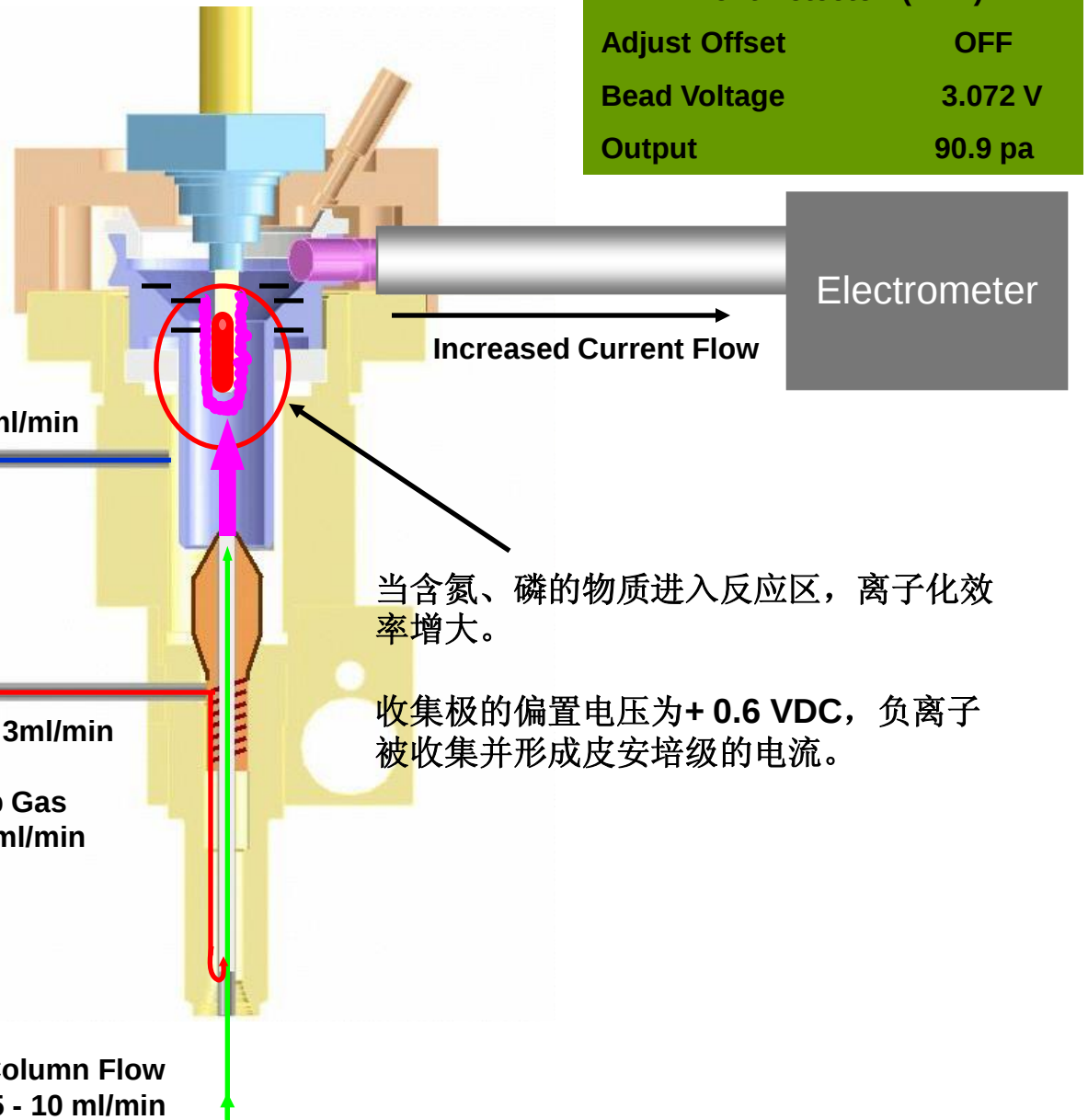
N-C or P-C

Active species
reaction zone

Air - 60 ml/min

Hydrogen- 3ml/min
+
Makeup Gas
(N₂)- 10 ml/min

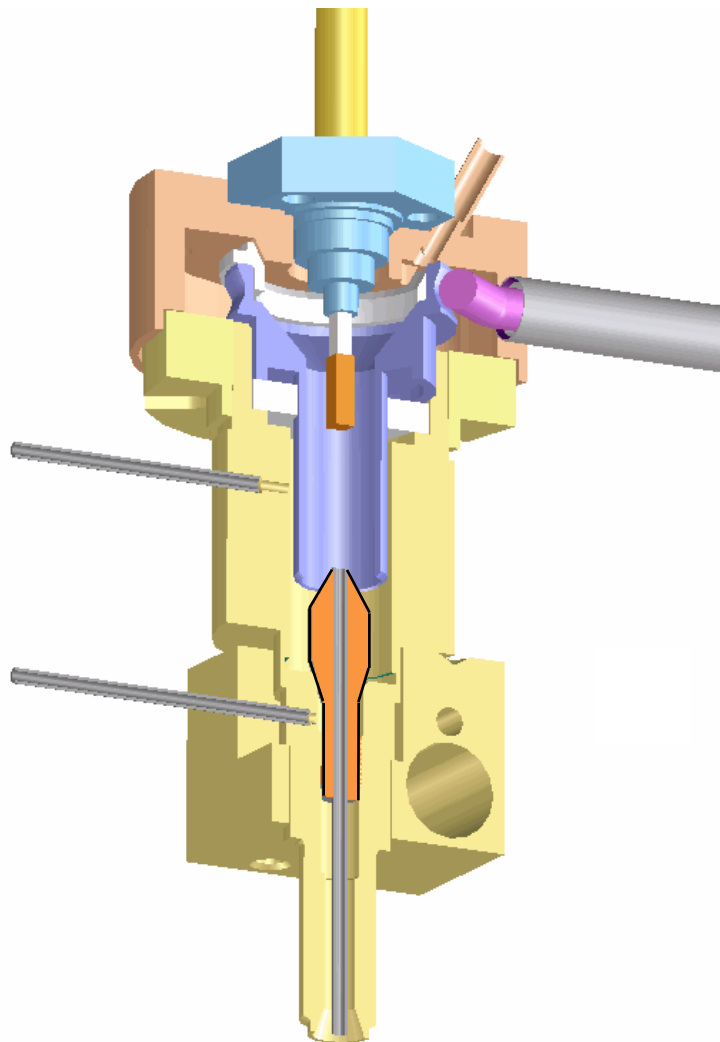
Column Flow
.5 - 10 ml/min



当含氮、磷的物质进入反应区，离子化效率增大。

收集极的偏置电压为+ 0.6 VDC，负离子被收集并形成皮安培级的电流。

6820/6890 Nitrogen Phosphorus Detector.



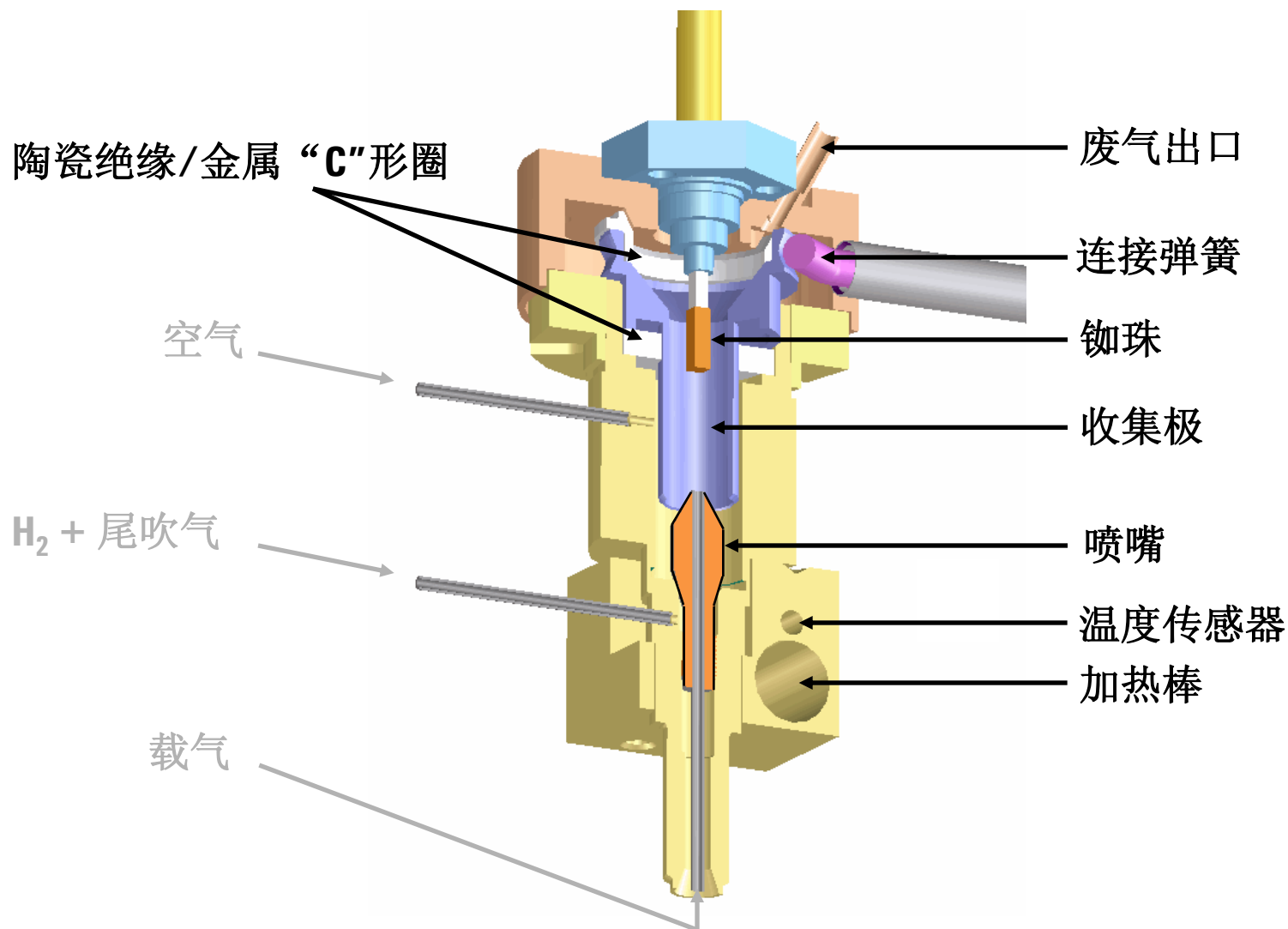
维护及维修

Agilent NPD 维护的基本原则

- ✓ 各种气体的纯度（需净化至99.9995%）
- ✓ 进样系统的维护 --- 绿色高温进样垫/干净去活的衬管 / 干净的分流盘
- ✓ 色谱柱：一定保证低流失、耐高温、高惰性色谱柱
- ✓ 对于NPD检测器本身.....

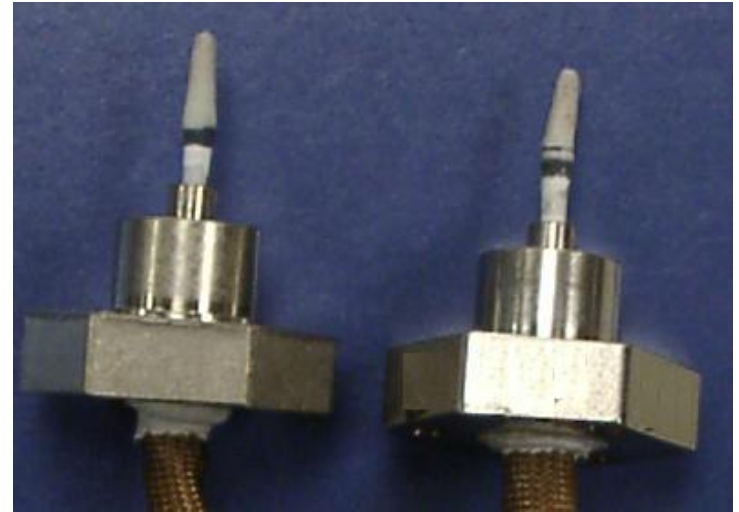
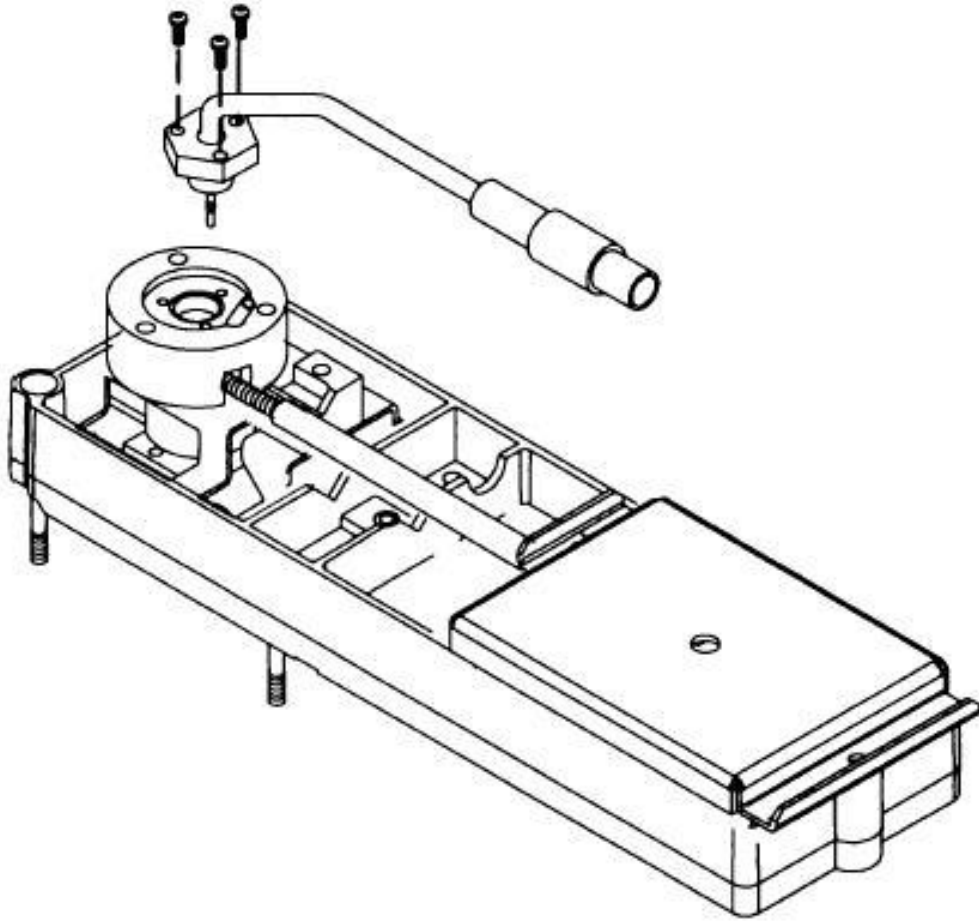
首先要清洗检测器，而不是每次都更换检测器的
铷珠

NPD - Cross Sectional View



6820/6890 NPD 维护---

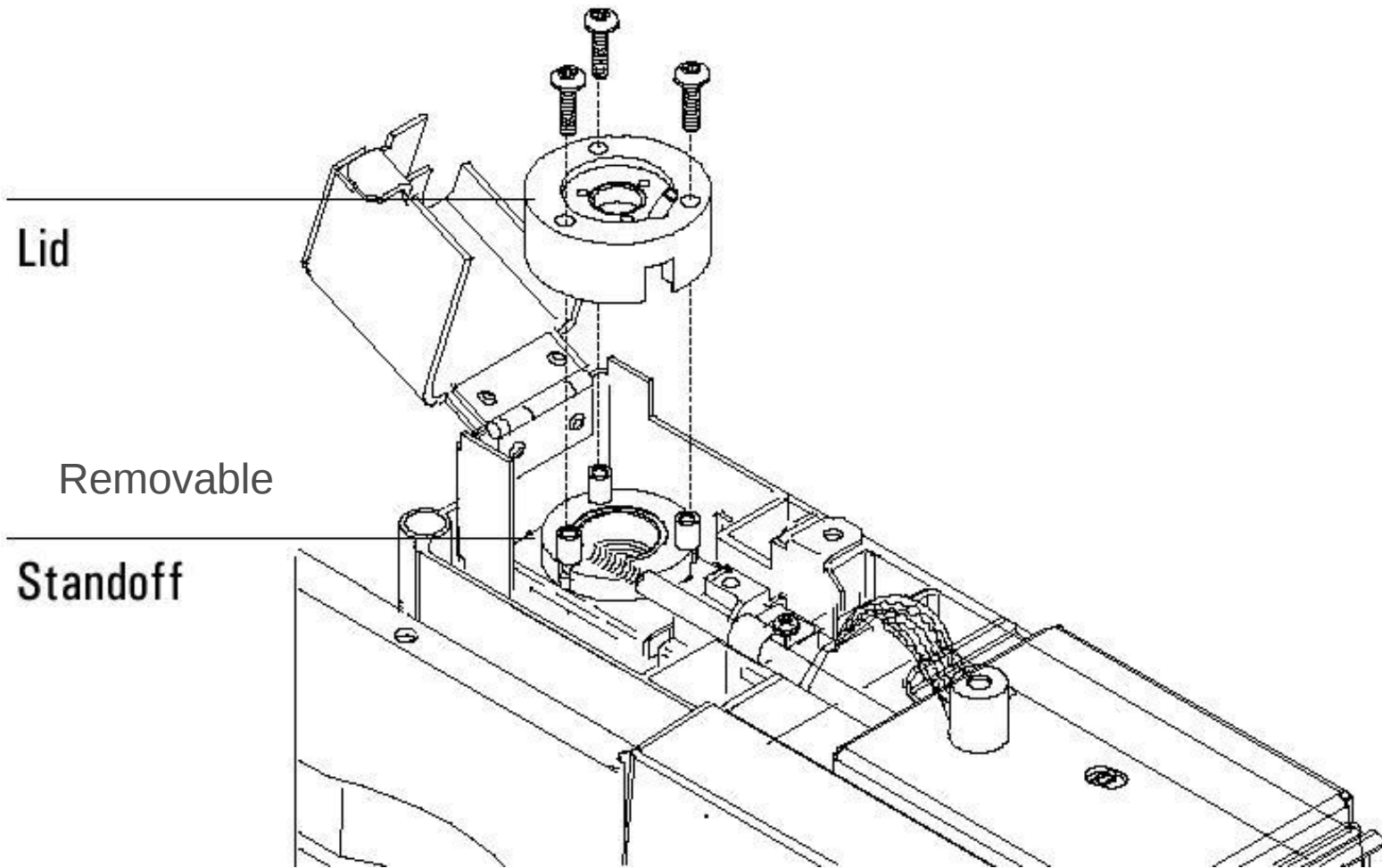
铷珠的拆卸和更换



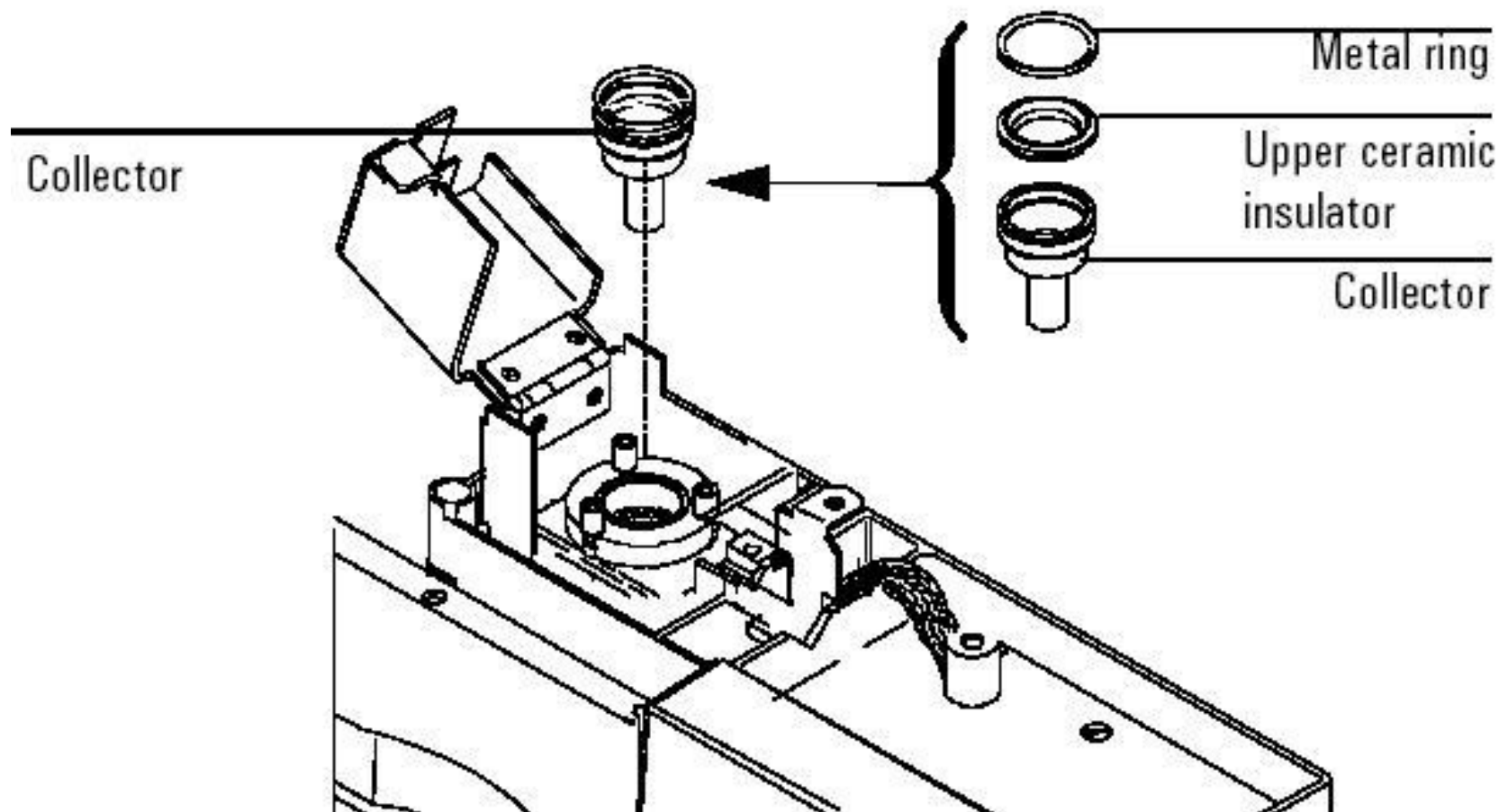
注意：铷珠的陶瓷很脆，
拆装时注意垂直取放，以
免碰断！！！！

6820 /6890 NPD 维护---

上盖的拆卸及更换



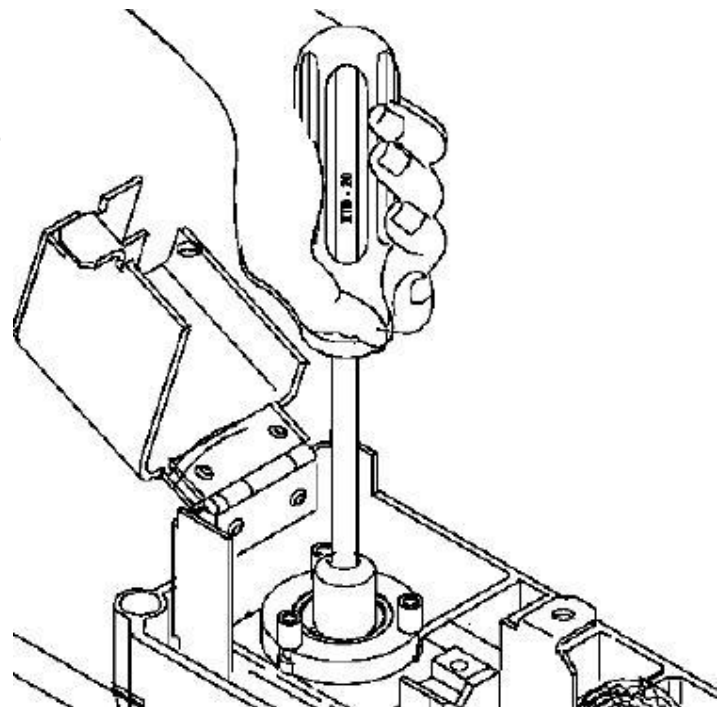
6820 /6890 NPD 维护--- 收集极的拆卸和更换



6820/6890 NPD 维护

喷嘴的拆卸及更换

1. Complete the following preliminary steps:
 - Raise the top cover and the NPD cover. Cool the detector to 60° C or lower. Turn off the inlet gases.
 - Turn off the temperature, gases, and bead voltage.
 - Turn off the electrometer; press [Config] [Front Det] or [Config] [Back Det], scroll to Electrometer and press [Off].
 - Cool the oven to room temperature. Remove the column from the detector end and cap the detector's column connection.
 - Open the GC detector cover and remove the electronics top cover.
2. Remove the collector, ceramic insulators and metal rings.
3. Using the 1/4" nut driver, loosen the jet. Pull the jet straight out of the detector. You may need to use the forceps to remove it.



6820/6890 NPD 维护---

陶瓷环及金属密封圈的拆卸和更换

KIT p/n
5182-9722

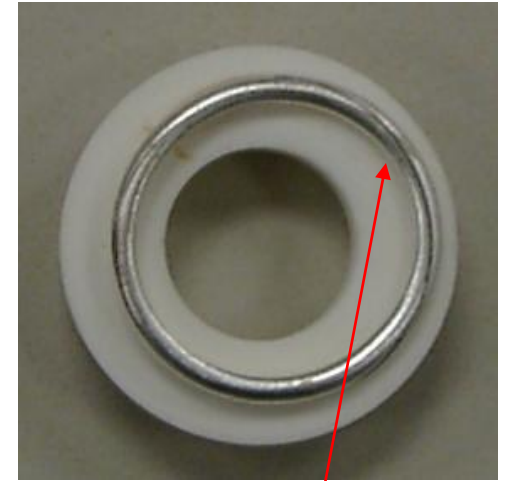
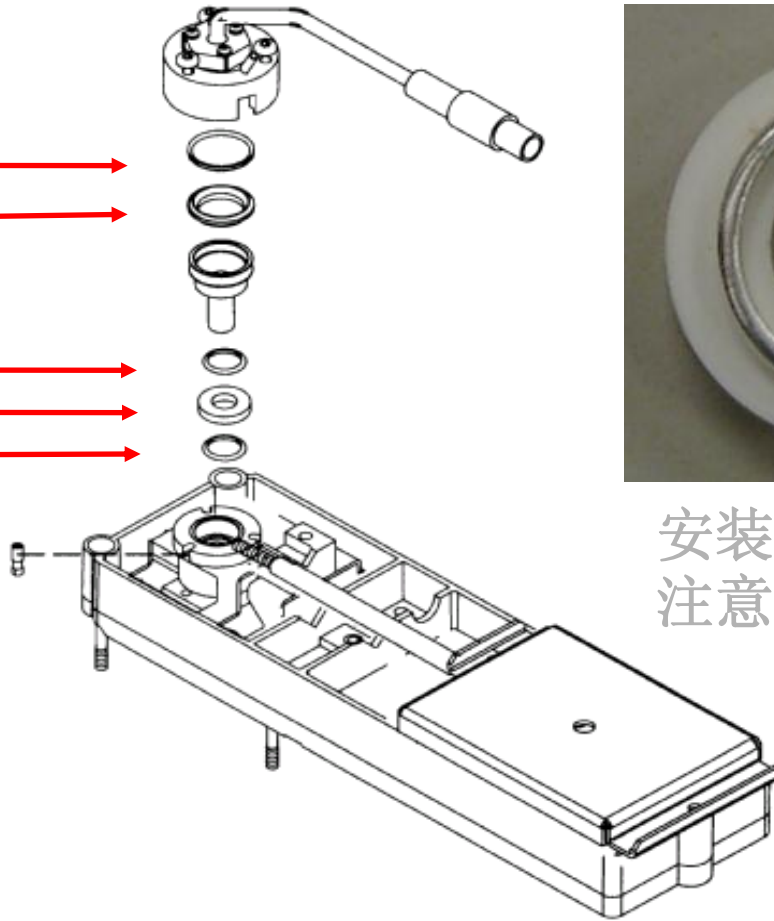
Top C Ring

Alumina Insulator

C Ring (upper)

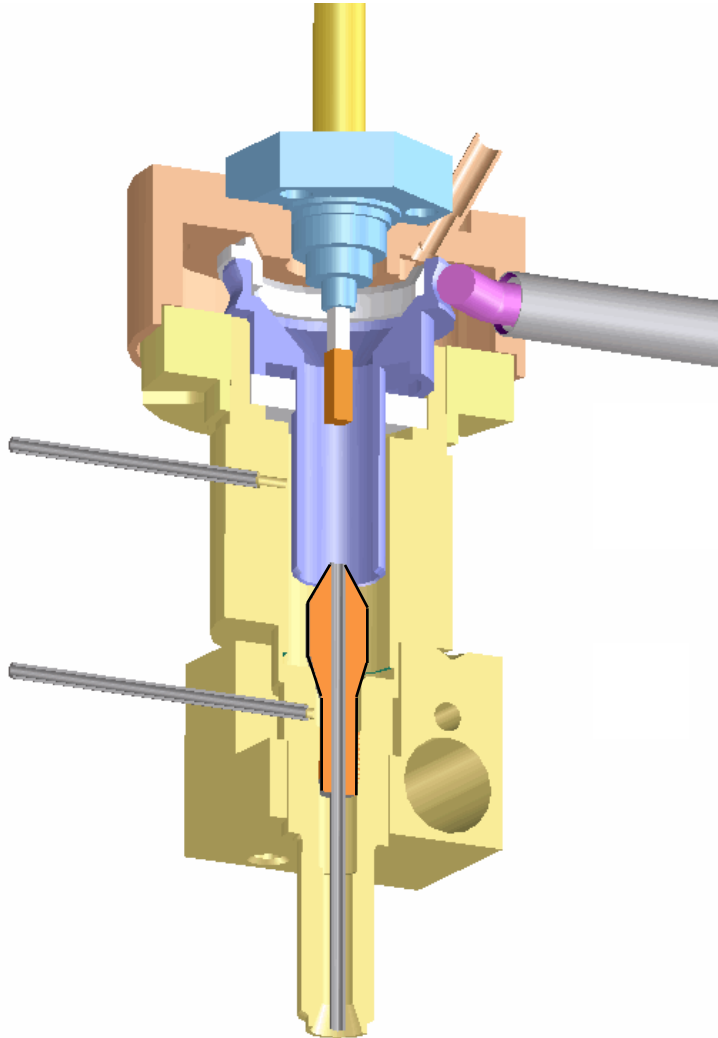
Alumina Insulator

C Ring (lower)



安装金属C圈时
注意保持同心。

Nitrogen Phosphorus Detector.



故障排除

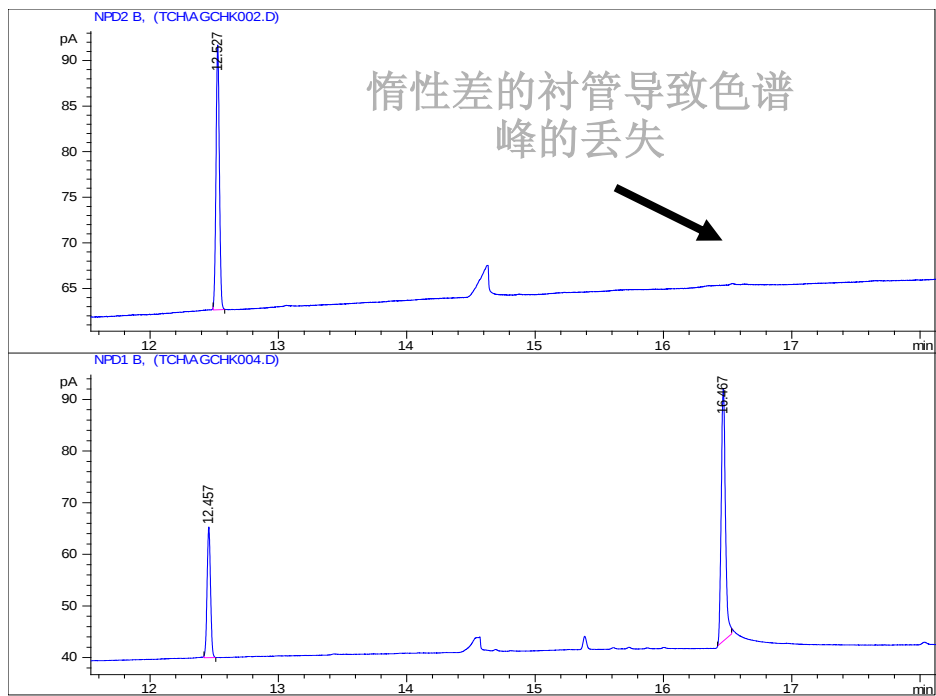
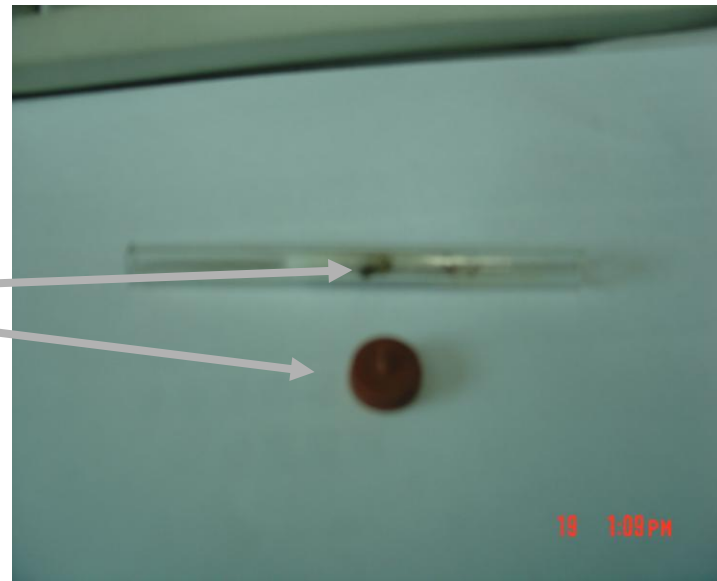
Agilent NPD 故障排除的基本原则

- 不要轻易认为所有的问题都归咎于检测器本身，这意味着你必须首先检查进样器和色谱柱是否满足系统的惰性要求。
- NPD 的诸多问题并不是铷珠的“脆弱”造成的，很多都是由于检测器的污染造成。
- 确认检测器的各种气体流量，信号放大器和铷珠电源都没有故障。

维修措施:

- 进样器 --- 衬管/进样隔垫/分流盘/测漏
- 色谱柱状况
- 检测器流量设定
- 检测温度设定

被污染的衬管及不合适的隔垫



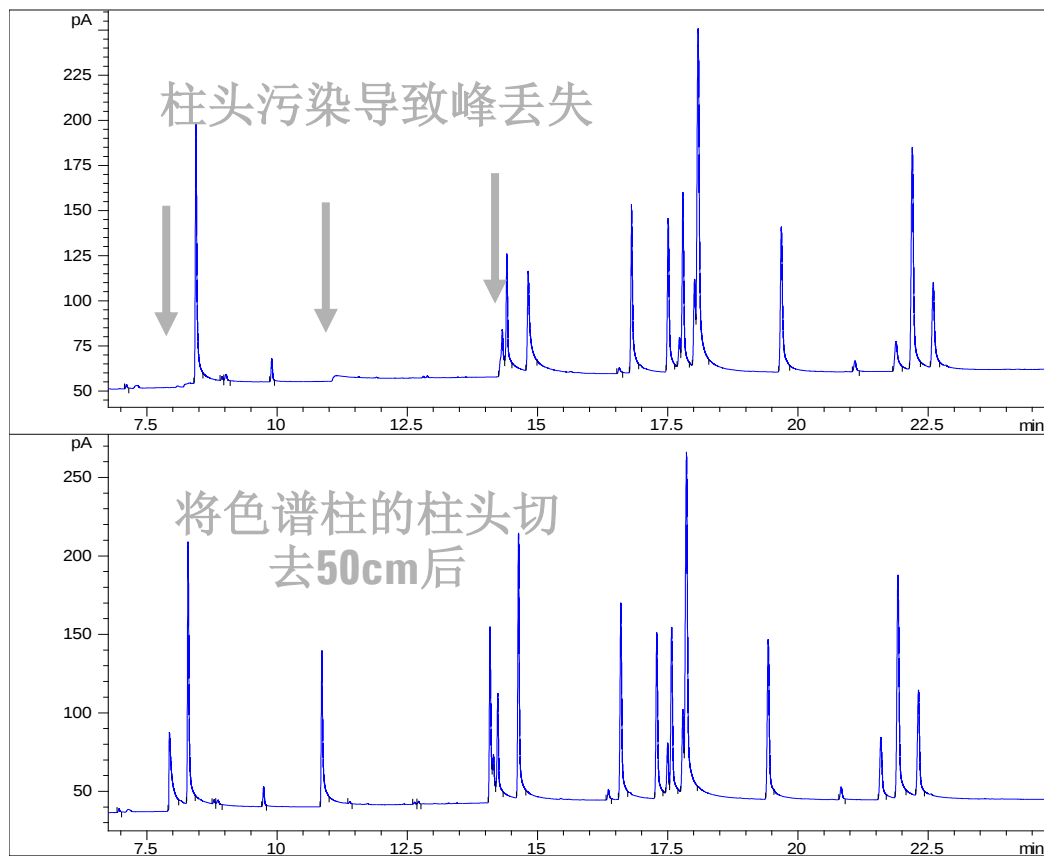
维修措施---进样口的测漏

- 进样器 --- 衬管/进样隔垫/分流盘/测漏
- 色谱柱状况
- 检测器流量设定
- 检测温度设定
- 工具：
 - 毛细管接头堵头
 - Swagelok 堵头
- 基本步骤：
 - 用毛细管柱堵头堵住分流口和隔膜吹扫口。
 - 卸下毛细柱，堵住柱进样口。
 - 将柱头压提高至25 PSI, 关闭气体流量阀
 - 观察柱头压的下降情况

维修措施

- 进样器 --- 衬管/进样隔垫/分流盘/测漏
- 色谱柱状况
- 检测器流量设定
- 检测温度设定

有机磷农残的混标



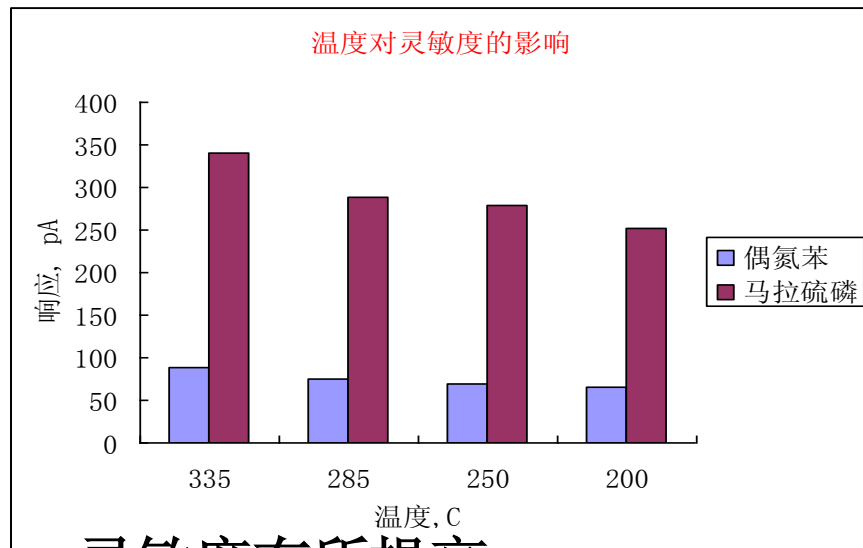
维修措施

- 进样器 --- 衬管/进样隔垫/分流盘/测漏
 - 色谱柱状况
 - 检测器流量设定
 - 检测温度设定
- 
- **H2: 3~3.5mL/min** (太高会导致铂珠寿命的缩短和检测选择性的降低; 太低会导致灵敏度的下降)
 - **Air: 60mL/min**
 - **Make-up+carrier gas: 10~15mL/min** (推荐N2为尾吹气)

维修措施

- 进样器 --- 衬管/进样隔垫/分流盘/测漏
- 色谱柱状况
- 检测器流量设定
- 检测温度设定：
NPD的使用温度应超过 320°C

铷珠可以在较低的电压下激发



灵敏度有所提高

检测器上端的绝缘环和密封圈
污染减轻

检测器系统包括废气出口
保持干净

灵敏度及选择性的变化

- 灵敏度.....
 - 衬管 / 色谱柱的维护
 - NPD的污染
 - 样品造成的污染
 - 固定相流失造成的污染
 - 上端陶瓷环的污染
 - 收集极的污染
- 选择性..... (N→C or P→C)
 - 检测器的设置，特别是H₂流量的设置
 - 铷珠的“年龄”
 - 收集极的污染



被污染的NPD收集极和密封绝缘件



由于收集极邻近铷珠反应区的污染造成绝缘，导致离子收集效率的降低。



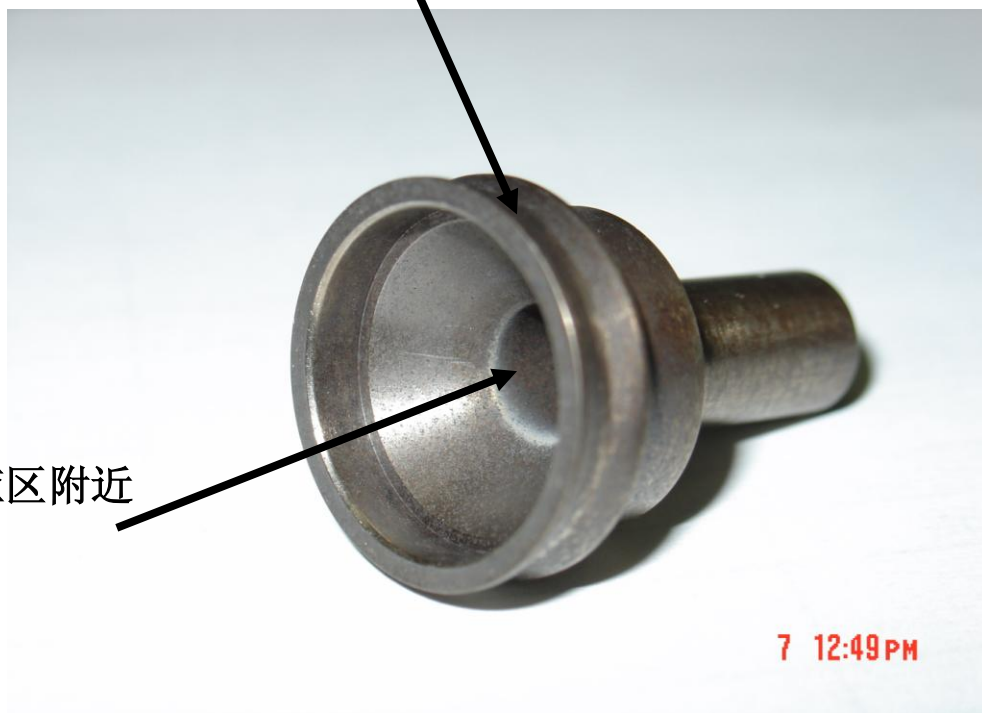
绝缘陶瓷环及金属密封圈的污染造成电信号的漏电。

定期清洗和更换收集极 ---

非常重要!!! 接触良好保证电流
信号的良好导出

- 用砂纸打磨收集极，去除收集极表面的污染物
- 打磨后，用溶剂超声清洗
- 有必要时，请更换收集极

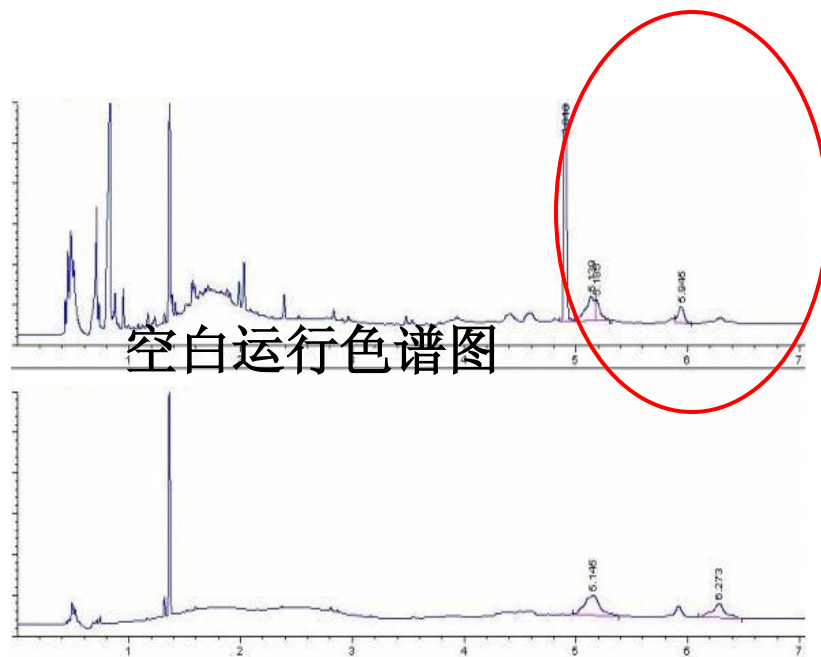
有效收集铷珠反应区附近的离子



系统污染 / 鬼峰 / 残留

- 气体污染
- 进样针污染 --- 残留（溶剂清洗不够）
- 衬管/进样系统污染
- 色谱柱污染
- 程序升温不够（高沸点物质未流出）
- 样品瓶密封垫的污染
-
- 如何判断---
 - 运行溶剂空白和不进样空白对比试验
 - 卸下色谱柱，堵住检测口运行空白试验

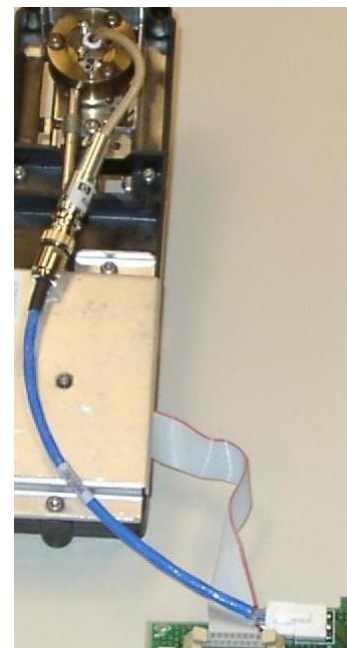
进样色谱图



NPD无信号

可能原因：

- 铷珠断裂或开路
- 铷珠电源线开路
- 铷珠电源板故障
- 信号放大器故障
- 信号传输杆或接触弹簧故障
- 接触弹簧没有接触到收集极



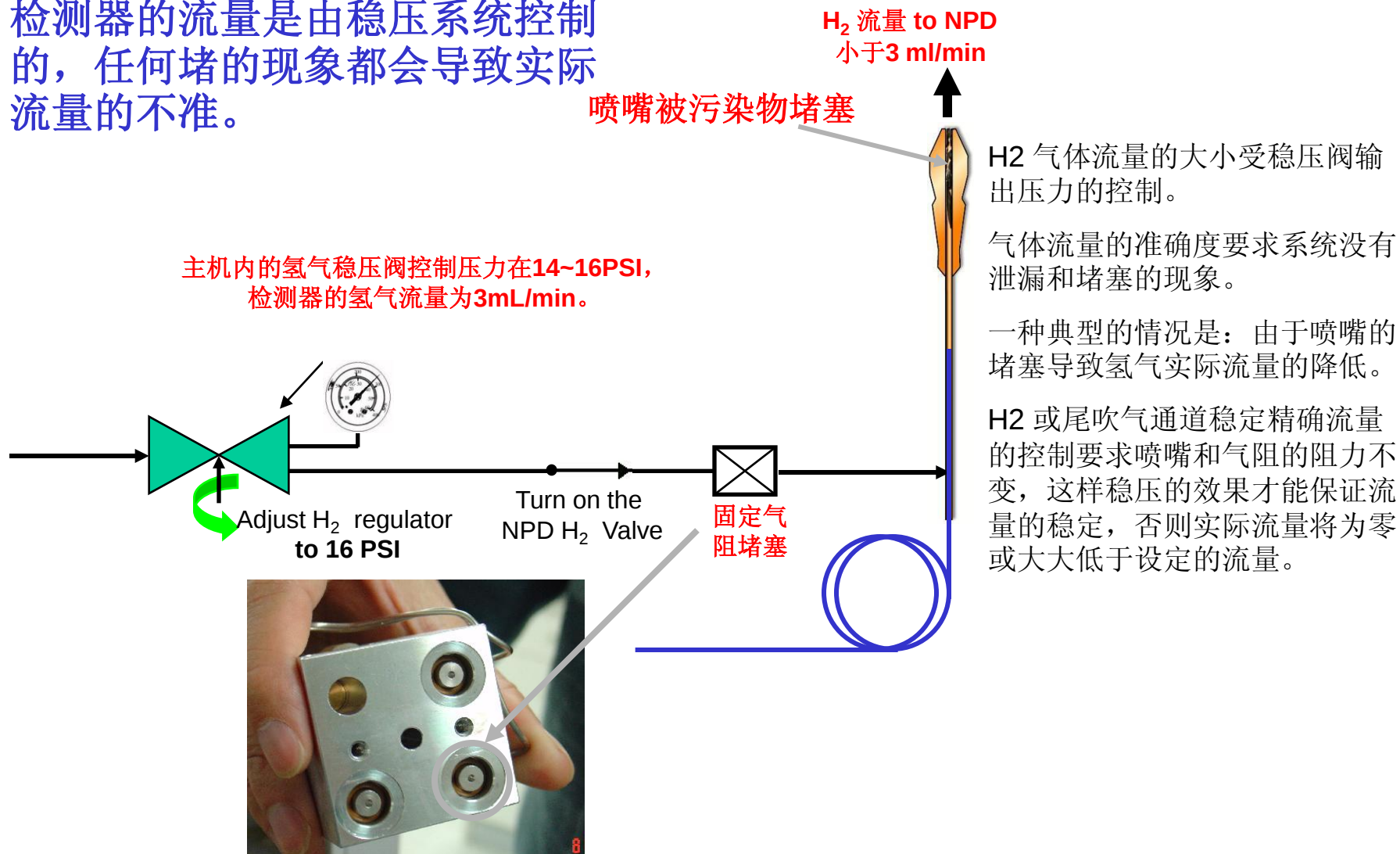
这些（红色）故障可能对铷珠造成极大伤害---加了最大电压却没有信号！！！！

故障排除程序 – NPD没信号

- 将检测器温度降到 75° C 以下；
- 取出铷珠并查看其状况；
- 将收集极和顶端的上盖短路，查看信号输出。这样可以判断信号放大板、信号输出杆及连接弹簧有无故障。
- 将H2关闭，查看状况
 - 检查检测器和色谱柱的连接
 - 更换和清洗喷嘴
 - 参考下页的流量测定

在喷嘴或气阻处发生的堵现象 --- 6820

检测器的流量是由稳压系统控制的，任何堵的现象都会导致实际流量的不准。



基线本底偏高/漏电

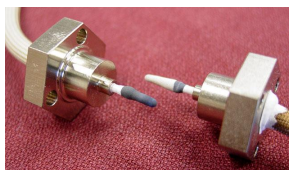
- 有部分微电流被信号放大器接收---但并不是铷珠的激发信号
 - 绝缘陶瓷环被污染
 - 信号传输杆、接触弹簧被污染
 - 信号放大器故障

Front DET (NPD)	
Adjust offset	Off
Output	8.3
Bead voltage	0.0

色谱峰拖尾/前伸

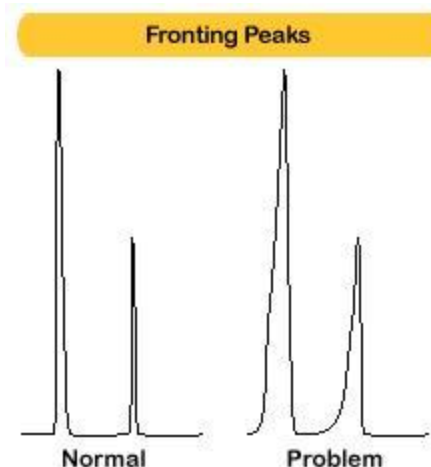
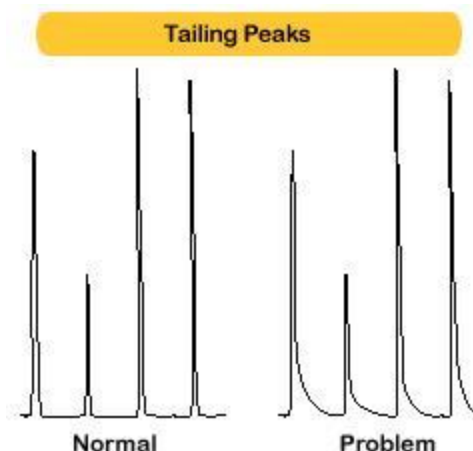
• 峰拖尾

- 进样系统/色谱柱须维护
- 死体积过大---色谱柱在进样口及检测口安装不当
- 有机磷物质在白色铂珠
 - 尝试使用黑铂珠和加长喷嘴及细内径收集极



— 峰前伸

- 样品量过载，色谱柱膜偏薄，色谱柱温度偏低



谢 谢 !

Q & A