

气相色谱氮磷检测器的使用与维护

刘臣辉¹, 殷丽荣², 刘文龙¹

(1. 扬州大学 环境科学与工程学院, 江苏 扬州 225009; 2. 仪征市卫生防疫站, 江苏 仪征 211400)

氮磷检测器(NPD)是分析微量含氮有机污染物的常用手段。关于NPD使用与维护的文献不多,不同厂家的NPD结构性能也有差异,本文以岛津色谱仪的氮磷检测器为例,依据作者使用经验,分析介绍NPD使用维护的一些问题。

1 NPD的钨珠

1.1 钨珠老化

老化过程也是钨珠损耗过程,尽量减少高温阶段老化的时间,可以减少损耗。

(1)在大部分的时间内,保持较低的老化温度和载气流量,当基线相对较为平稳时,再逐步升高温度,直至达到分析所需的温度和载气流量。(2)从老化温度接近分析所需温度时起,间断注入一些高浓度样品,有利于基线迅速平稳,缩短老化时间。

1.2 钨珠加热电流

调节氢气流量和钨珠加热电流,可以改变NPD的灵敏度,同时也影响钨珠消耗量。提高加热电流,NPD检测限可以优于厂商给出的技术指标1~2个数量级,但这是以钨珠寿命的损失为代价的,非必要不可如此。加热电流上限:从检测器上面的出气孔看到钨珠由暗红转为全部发红,就达到上限了。如果继续升高加热电流,虽然灵敏度能提高,但会大大增加钨珠消耗速度。从节省的角度,当使用NPD时,调节加热电流使灵敏度

达到基本的分析要求就可以了,不必太高。

1.3 固定相的影响

除了含氟固定液伤害钨珠,不可使用外,硅氧烷固定相流失会污染检测器,也不宜使用。在微量组分分析时,常对进样口的玻璃衬管、玻璃柱和石英棉进行硅烷化处理,以减少吸附,提高分离效果。但使用NPD时建议不要这样做,因为流失的硅烷化试剂会污染钨珠,降低NPD的灵敏度。有文献报道,色谱柱和石英棉用H₃PO₄处理,有利于NPD提高灵敏度和稳定性。

2 色谱分析系统

2.1 气路系统的稳定性

除了对气体纯度的要求之外,在高灵敏度分析时,NPD对气体流量的稳定性有更高的要求。特别要注意的一点是,有些型号的岛津色谱FID是双系统(双气化室、双检测器)结构,供气方式是两系统共用一个流量计并联供气,NPD安装在其中一个FID的基座上,使用其中一组系统。这样,另一闲置的气化室和FID检测器就成为气路系统的漏洞。解决气化室的问题很简单,将其上下端用硅胶塞和封口螺丝堵上就可以了;而闲置的FID检测器漏气的问题因与对仪器内部气路系统的了解与熟悉程度有关,常常不被注意,以致于仪器始终达不到高的灵敏度和稳定性。解决的方法也比较麻烦,要拆开仪器,将通往该检测口的气路

堵死。这一点对于 NPD 和 FID 经常要互换的仪器来说, 很麻烦, 但很重要。

2.2 分析系统的洁净

NPD 的检测限可达到 $10^{-13} \sim 10^{-14}$ g/s, 它对分析系统的洁净有更高的要求。以下几种情况影响灵敏度: (1) 高灵敏度和低灵敏度分析共用一根柱, 或者在高浓度分析后做低浓度分析。建议在被测组分浓度差异较大时, 不用同一根柱子。(2) 进样口的进样导孔、硅胶塞和气化室的污染。在分析灵敏度要求较高时, 应将进样针导孔浸泡洗净, 并更换硅胶塞, 在进样次数较多(30~50)或进了高浓度样品后再进低浓度样品, 要更换硅胶塞; 气化室可以用少量丙酮、乙醇浸湿, 用细毛刷刷洗, 注意不要伤害响应电路系统。(3) 进样针上物质残留。在达到或接近仪器检测限的时候, 进样针污染也会成为提高灵敏度的限制因素。在高灵敏度分析之前, 要彻底清洁进样针, 建议拆下浸泡洗净。(4) NPD 长期使用, 燃烧产物、高沸点成分

或难于挥发的成分在喷嘴处和检测室内残留结垢。清洁喷嘴和底座的方法是拆下检测器头, 用软毛刷刷, 再用洗耳球吹吸干净。

在清洁喷嘴和气化室时, 气路中始终要供给较大流量空气, 防止清洗过程污染或堵塞气路。

3 样品处理与分析

尽管 NPD 是选择性的检测器, 但是从防止检测器(钨珠)和色谱柱污染的角度, 在分析时还是应尽可能对样品进行净化。卤素化合物对 NPD 分析有影响, 注意如果是用氯甲烷提取样品, 在最终分析前一定要将其除尽。

和其它检测器一样, 在一段时间的分析过程中, 钨珠的响应值会有变化, 影响灵敏度和定量结果, 可采取的办法之一是样品和标样间隔进样。只要谨慎有耐心, NPD 是完全可以达到好的灵敏度与稳定性的。