

WAYEAL皖仪

股票代码: 688600

IC6300 系列智能离子色谱仪

产品说明书

Product Manual

安徽皖仪科技股份有限公司

ANHUI WANYI SCIENCE AND TECHNOLOGY CO., LTD.

说 明

此说明书之内容，修改时将不经通告。

本说明书版权归安徽皖仪科技股份有限公司所有。未经本公司事先书面许可，对此说明书的全部或部分内容进行影印、翻印、上传到互联网或译成它种语言等各种传播手段均属违法行为，本公司保留对该类行为追究法律责任的权利。

本企业对此说明书中所列材料用于其它目的的可营销性及适用性，不作任何保证，或者默许的保证。对因此引起的由于使用本材料造成的意外或导致的损坏，本企业将概不负责。

版本：V 1

目 录

目 录	III
第 1 章 安全须知	- 1 -
第 2 章 前言	- 2 -
2.1 安装位置	- 2 -
2.2 使用环境	- 2 -
2.3 用电安全	- 2 -
第 3 章 概述	- 4 -
3.1 产品特点	- 4 -
第 4 章 仪器组成与工作原理	- 6 -
4.1 仪器的总体结构及工作原理	- 6 -
4.2 仪器的主要部件的结构、作用及其原理	- 9 -
第 5 章 规格参数	- 21 -
5.1 主要参数	- 21 -
5.2 外观	- 23 -
第 6 章 安装	- 24 -
6.1 开箱及附件清点	- 24 -
6.2 安装条件	- 24 -
6.3 几种有代表性的配置	- 25 -

第 7 章 使用操作	- 28 -
7.1 使用前准备工作	- 28 -
7.2 操作规程	- 29 -
7.3 注意事项	- 41 -
7.4 常用淋洗液及试剂配制	- 41 -
7.5 关于样品、试剂的使用与保管	- 42 -
第 8 章 故障分析与解决	- 44 -
8.1 高压恒流全塑 PEEK 泵常见故障与解决方法	- 44 -
8.2 淋洗液发生器常见故障分析及解决方法	- 45 -
8.3 抑制器常见故障分析及解决方法	- 45 -
8.4 电导检测器常见故障分析及解决方法	- 45 -
8.5 安培检测器常见故障分析及解决方法	- 46 -
8.6 系统常见故障分析及解决方法	- 46 -
第 9 章 保养与维修	- 48 -
9.1 淋洗液	- 48 -
9.2 高压恒流全塑 PEEK 色谱泵	- 48 -
9.3 色谱柱的维护	- 50 -
9.4 抑制器的维护	- 52 -
9.5 淋洗液发生器的维护	- 53 -
9.6 系统连接维护	- 53 -
9.7 日常维护	- 53 -
第 10 章 售后服务	- 54 -

第 1 章 安全须知

应该保持仪器内外部及使用环境干净整洁。积灰现象严重的仪器，其性能和使用寿命也会大大降低。

仪器内部有各种电路板，对仪器内部进行清理、检修等操作，需要打开仪器盖板时，注意不要触摸电路板部分。如若用手触摸电路板或零件，可能影响仪器的性能或使用寿命。

连接管路时，应防止将 PEEK 接头过度拧紧，否则可能造成密封螺帽、管路和密封垫圈等出现咬死、损坏现象，从而容易造成泄漏并损坏管道或仪器。

请尽可能使用高纯度的流动相，如果流动相中有杂质混入，会缩短色谱柱的寿命，甚至影响分析数据的准确性。

流动相对仪器及色谱柱等有保护作用。在准备使用仪器时，应该首先让流动相进入系统；在停止使用仪器时，应该先关闭数据处理装置等其他部分，最后将色谱泵关闭。

禁止在程序运行时关闭仪器电源，否则会影响仪器使用寿命甚至导致仪器损坏。

第 2 章 前言

本手册对“IC6300 系列智能离子色谱仪”到达用户现场后进行的拆除包装、安装、使用、维护和故障排除等方面进行了介绍。

本手册适用于 IC6300 系列智能离子色谱仪,包含以下六种型号:IC6310,IC6320,IC6330,IC6340, IC6350, IC6360。

本手册的目标读者为本公司需要针对“IC6300 系列智能离子色谱仪”执行安装、使用、维护等操作的人员,本公司员工以外的客户方或第三方操作人员尤其需要仔细阅读本手册。

在操作使用仪器之前,请仔细阅读本手册,充分理解与安全相关的注意事项。

为了便于让使用者更多的了解仪器以及能够在需要时提供参照,请将本手册保管在最方便易取的场所。

2.1 安装位置

仪器在实验室的位置应该方便使用、防震,不受空气的腐蚀和化学品污染。

2.2 使用环境

a) 实验室温度应控制在 15~35℃,相对湿度控制在 45%~85%,温度波动应 $\leq 2^{\circ}\text{C}/\text{Hr}$,仪器摆放位置应避免阳光直射。

b) 电源 220V $\pm 10\%$ 、50~60Hz、 $\geq 2\text{KW}$,电源应有专用接地线,接地电阻 $\leq 3\Omega$ 。

c) 应配有光洁平整的工作台,工作台平稳,离墙距离不低于 50cm。

d) 使用易燃、有毒试剂时,应保持良好的通风条件,室内严禁有明火存在。

2.3 用电安全

a) IC6300 系列智能离子色谱仪的电源线为三线式电缆,为了确保安全,请配置使用正确接地、装有漏电保护器的专用电源。连接电网电压的电源线、接地线等工作,请委托专门的电气工程师按有关规定进行操作。

b) 配置多台仪器时,为了避免触电事故的发生,请给各台仪器均装上漏电保护器。

c) 确认提供给 IC6300 系列智能离子色谱仪的工作电源为 AC220V (50Hz 或者 60Hz),

功率为 2KW 以上。如果电源有波动，或是供电电源线上有被干扰的现象时，不仅影响仪器的正常工作，还可能造成事故。

d) IC6300 系列智能离子色谱仪使用 220V 的电源电压，电压可能会引起触电伤亡事故。连接仪器的电源线之前，请先确认电网电压的控制开关和仪器的电源开关处于关闭状态。

e) 仪器的良好接地是非常重要的。接地方式必须规范、合理，以确保人身安全和仪器的可靠运行。禁止使用煤气管、暖气管或自来水管等作为仪器的接地线，以避免爆炸或触电等事故的发生。

f) 在仪器的内部，使用有高电压电路。为了避免发生触电的危险，除了操作时允许打开的盖子以外，请不要擅自打开其他的盖子。

g) 仪器如果出现电路方面的故障，请与本公司的技术服务部门联系，请勿自行打开仪器的电路部分盖板。如果确实需要打开仪器盖板进行检查、整理时必须先关闭仪器的工作电源并拔下电源线插头，检查、整理完毕后，必须先盖上仪器的盖板，然后才能通电开机。

第 3 章 概述

IC6300 系列智能离子色谱仪是安徽皖仪科技股份有限公司推出的全新离子色谱仪产品，它综合了国内外离子色谱研究的先进成果，集高检测灵敏度，高运行稳定性和功能模块化组合的特点于一身。IC6300 系列智能离子色谱仪将离子色谱各组件为一体，用户可根据实际需要灵活配置，个性化定制，既可以实现对阴离子分析也可以实现对阳离子分析。



图 3.1 IC6300 系列外观效果图

3.1 产品特点

- a) 采用整体式外观，全塑流路，无溶出污染和完善的流路保护系统
- b) 模块化设计，多种功能个性化定制。

采用一体化设计，根据用户要求灵活配置，有效克服各部件间的相互干扰，实现电导检测器、安培检测器、实时控温、工作站（包含实时控制和数据处理）、在线脱气、淋洗液发生器等部件一体化。

- c) 内置式恒温系统，全系统高精温控

电导池、电导池体、色谱柱处于不同温控系统内，系统管路连接短，减少系统内死体积

及扩散。高性能热交换技术，温控精度高，升温快，可以消除环境温度低，温度波动大的负面影响。

d) 支持更多种类的检测器

根据客户需要，可以任意选择检测器类型如电导检测器、安培检测器等。

第 4 章 仪器组成与工作原理

4.1 仪器的总体结构及工作原理

4.1.1 仪器的总体结构

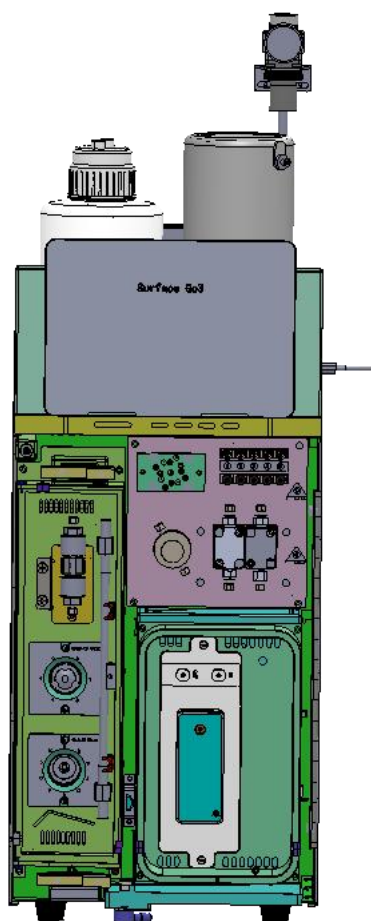


图 4.1 仪器总体结构图（可根据需要灵活配置）

（1）液体输送系统（P6300）

可以灵活配置等度淋洗或者梯度淋洗。其吸滤头可过滤淋洗液中的颗粒物，保护系统。同时高精度高压恒流全塑 PEEK 泵，可以使液体无污染。PP 材质储液瓶和全塑流路设计，无溶出污染，保证高检测精度。

（2）淋洗液发生器（EG6300）

淋洗液发生器利用电解产生高纯度淋洗液等度或梯度淋洗。淋洗液发生器能避免基线漂移，增加灵敏度，提高分离度，保证色谱峰积分良好重复性。用户可根据需要选配 KOH、 K_2CO_3 、MSA 淋洗液发生器中的任意一种，无需手动配置淋洗液，既保证了淋洗液浓度的准

确度又极大节约了人力。

（3）分离系统（DC6300）

采用离子交换（或其他分离模式）色谱柱，利用待分析离子的不同特性（如离电荷数，半径等）产生的不同移动速度，而完成分离。

（4）抑制系统（DC6300）

抑制系统是离子色谱的核心部件之一，主要作用是降低背景电导和提高检测灵敏度，抑制器的好坏关系到离子色谱仪系统的基线稳定性、重现性及检测灵敏度等关键指标。

（5）检测系统（DC6300）

采用直接电导或抑制电导检测模式，测量信号响应值，并输送到数据处理软件进行分析处理。

❖ 直接电导检测

直接以淋洗液的电导值为背景的电导检测法，不对淋洗液背景进行任何抑制处理的检测模式。

❖ 抑制电导检测

通过一定的化学或物理手段对淋洗液的背景电导值进行抑制的电导检测模式。

（6）安培检测系统（DC6300）

即在外加电压的作用下，利用待测物质在电极表面上发生氧化还原反应引起电流的变化而进行测定的一种方法。安培检测器常用于分析解离度较低，用电导检测器难以检测，同时又具有电活性的离子。

（7）数据处理系统（SmartLab 色谱工作站）

采用色谱处理软件，根据保留时间、峰高、峰面积等色谱参数进行数据分析处理，得出最终结果，实现样品的定性与定量计算。可以通过软件操作对仪器的工作参数和工作状态进行设置、更改。

（8）平板系统

智能离子色谱仪可选配平板实现远程操作，用户可在平板端进行监视、参数设置、新建序列和方法等操作。由于平板存储空间的限制，不建议在平板端进行数据处理等操作。

4.2 仪器的工作原理

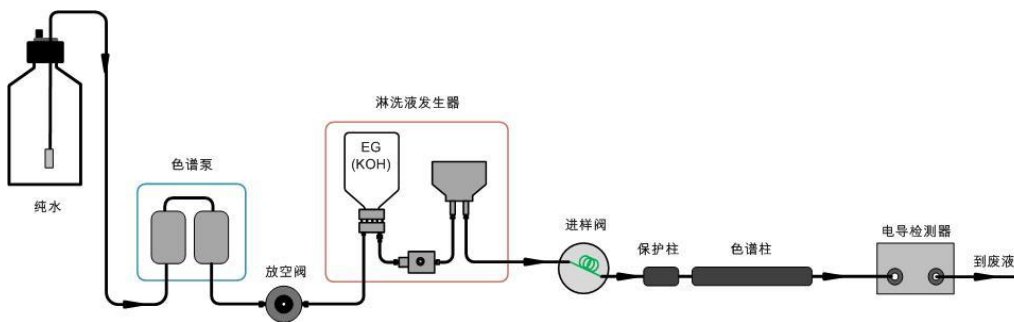


图 4.2 直接电导检测流路示意图

去离子水经色谱泵抽吸到流路，经过放空阀，流入淋洗液发生器，产生用户设定浓度的淋洗液，淋洗液经过 CRATC（或 CRCTC）可以除去其他离子污染，从 CRATC（或 CRCTC）流出的淋洗液进入脱气包进行脱气，然后进入进样阀，当进样阀处于装载位时，淋洗液直接流入保护柱，进入色谱柱，到达电导检测器，流出电导检测器的液体直接排到废液。电导检测器反馈的信号是一条具有淋洗液电导的信号线。当进样阀处于进样位时，淋洗液带着样品流入保护柱，后进入色谱柱分离，不同的组分按照保留时间不同先后从色谱柱洗脱出来，流入电导检测器，电导检测器反馈的是一条在不同保留时间出峰的电导信号线。

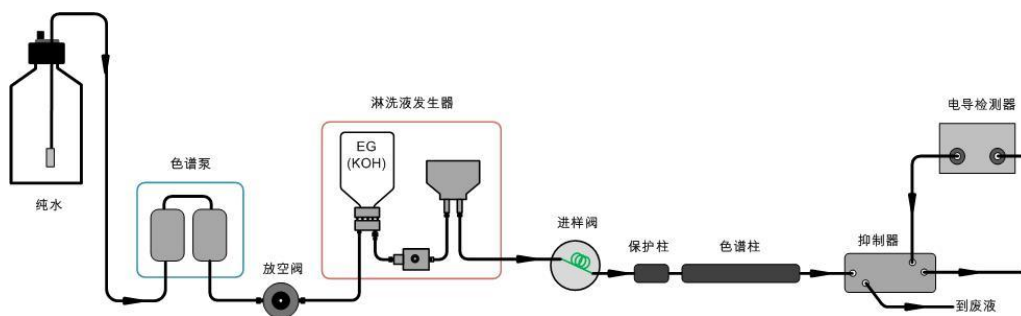


图 4.3 抑制电导检测流路示意图

去离子水经色谱泵抽吸到流路，经过放空阀，流入淋洗液发生器，产生用户设定浓度的淋洗液，淋洗液经过 CRATC（或 CRCTC）可以除去其他离子污染，从 CRATC（或 CRCTC）流出的淋洗液进入脱气包进行脱气，然后进入进样阀，当进样阀处于装载位时，淋洗液直接流入保护柱，进入色谱柱，流经抑制器到达电导检测器，流出电导检测器的液体用作再生液进入抑制器的再生液入口，经再生液出口排出到废液瓶。电导检测器反馈的信号是一条将淋洗液转化成水的背景电导信号线（此时的背景电导很低）。当进样阀处于进样位时，淋洗液带着样品流入保护柱，进入色谱柱分离，不同的组分按照顺序流入电导检测器，流出电导检测器的液体用作再生液进入抑制器的再生液入口，经再生液出口排出到废液瓶。电导检测器

反馈的信号是一条在不同保留时间出峰的电导信号线。

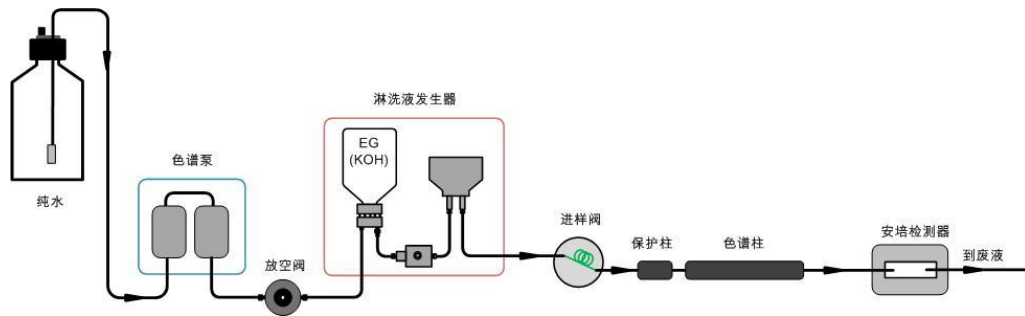


图 4.4 安培检测流路示意图

去离子水经色谱泵抽吸到流路，经过放空阀，流入淋洗液发生器，产生用户设定浓度的淋洗液，淋洗液经过 CRATC（或 CRCTC）可以除去其他离子污染，从 CRATC（或 CRCTC）流出的淋洗液进入脱气包进行脱气，然后进入进样阀，当进样阀处于装载位时，淋洗液直接流入保护柱，进入色谱柱，到达安培检测器，流出安培检测器出口的液体直接到废液瓶。当进样阀处于进样位时，淋洗液带着样品流入保护柱，进入色谱柱分离，不同的组分按照顺序流入安培检测器，产生一条在不同保留时间出峰的电化学信号线。

4.2 仪器的主要部件的结构、作用及其原理

4.2.1 泵模块-高压恒流输液泵（P6300）

色谱泵采用双柱塞杆串联泵以尽量消除流量波动和压力波动，同时采用直流电机，这种电机的转速可以很大，效率高，可以采用较大的减速比，发热量很小，很适合色谱这种长期使用的工作环境。用压力传感器进行负反馈，无缓冲器。可以很好地克服现泵的噪声大、发热大的缺点。色谱泵废液阀集成在泵内部，不是独立的一部分。

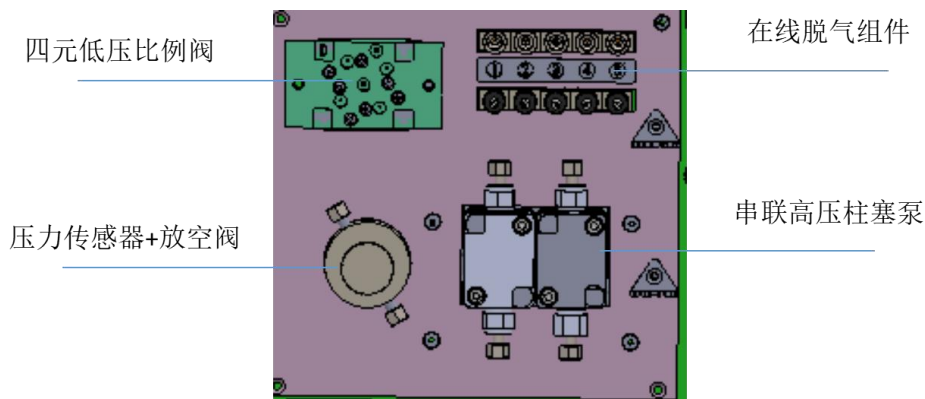


图 4.5 泵模块前面板配置示意图

溶液从淋洗液瓶抽出后经过真空腔、淋洗液阀（或比例阀）从进口单向阀进入主泵头，其柱塞向前运动的同时第二泵头的柱塞向后运动，淋洗液充满第二泵头后，其柱塞向前运动将淋洗液推出的同时主泵头的柱塞又在向后运动，抽入淋洗液，周而复始进行淋洗液输运。

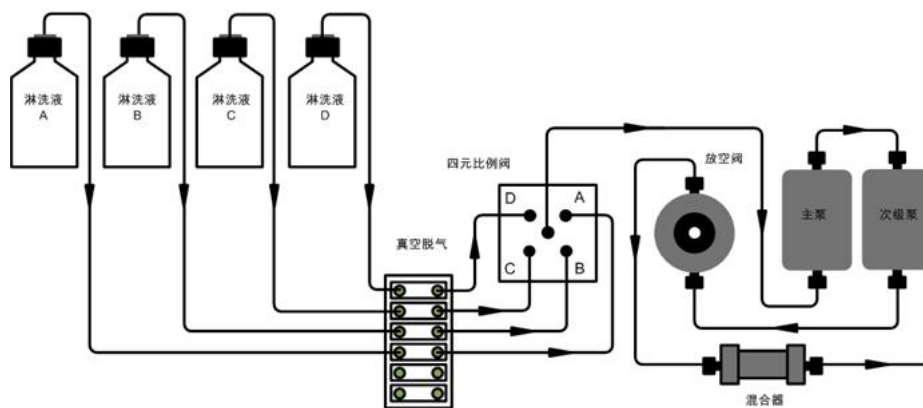


图 4.6 梯度泵流路示意图

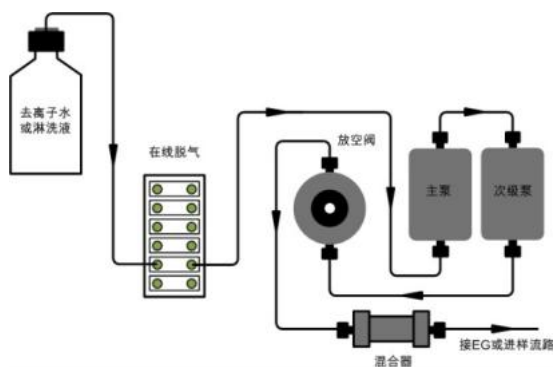


图 4.7 等度泵流路示意图

4.2.2 淋洗液发生器模块 (EG6300)

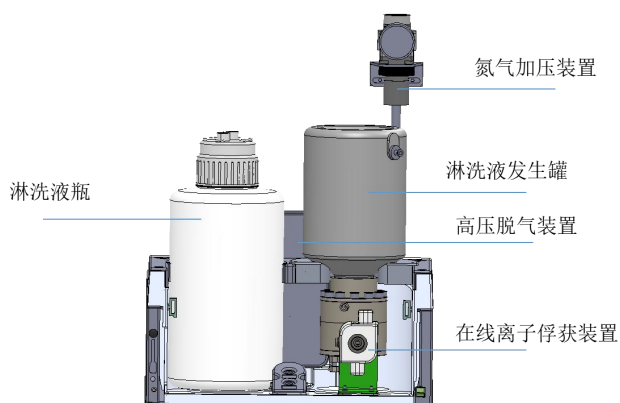


图 4.8 系统淋洗液发生装置

EG6300 淋洗液发生器（以下简称为淋洗液发生器）是基于电渗析技术，通过在线电解非在线稀释的功能，可在线将纯水转化为离子色谱所需淋洗液的装置，梯度产生为高压梯度，可有效避免由于压力过低产生气泡的问题。该型号淋洗液发生器可以根据需要配置为 KOH 淋洗液发生器、MSA 淋洗液发生器、 K_2CO_3 淋洗液发生器等。用户可以根据实际需要任意选配，极大提供了测试的便利。

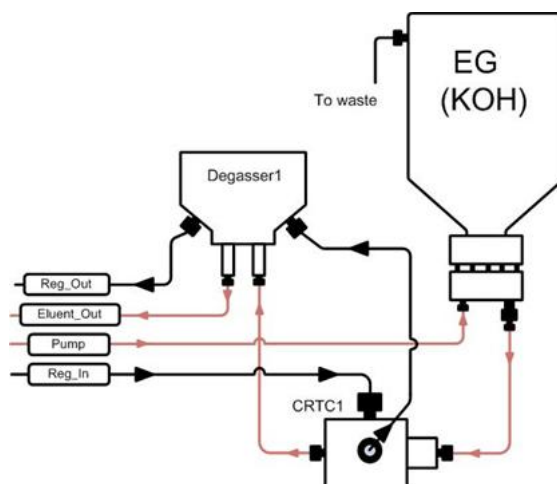


图 4.9 KOH 淋洗液发生器流路图

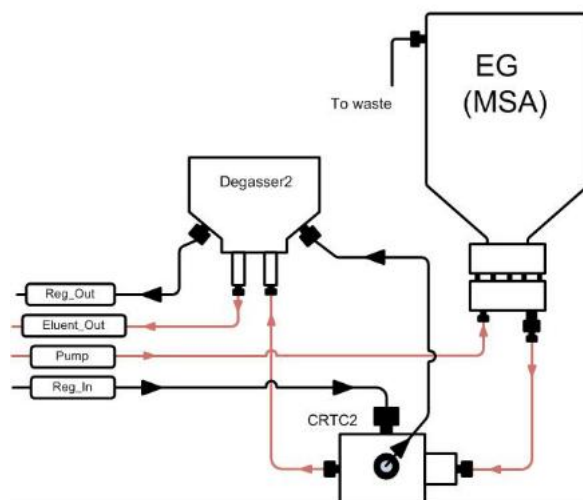


图 4.10 MSA 淋洗液发生器流路图

淋洗液发生器消除了人工配置淋洗液的麻烦和由此带来的误差，并可产生能精确控制浓度的高纯度淋洗液。EG6300 淋洗液发生器是以精密电流源和恒压源控制的电化学系统，可以通过调节电流来控制电化学过程反应强度，实现对淋洗液浓度的精确控制。淋洗液发生器可以防止基线漂移，提高检测灵敏度和色谱的分辨率，确保了色谱峰积分的一致性。

淋洗液自动发生不仅减少了传统离子色谱配制淋洗液手工处理酸和碱的麻烦，而且在全部浓度范围内轻松实现梯度淋洗和等度淋洗，比手工配制更可靠。淋洗液发生器的使用对离子色谱仪系统的整体性能带来了显著的提升。淋洗液发生器可以在极小延迟下在线产生淋洗液；另外，淋洗液发生器的使用使得色谱泵只需泵入去离子水，泵的活塞和密封圈不再受到酸、碱或盐的腐蚀，因此寿命大大增加，降低了维护费用。淋洗液储罐有 K_2CO_3 、 KOH 、 MSA 等几种。脱气盒的作用在于消除淋洗液储罐中产生的气体，避免进入色谱柱。CR-TC 的作用在于去除水中可能存在的离子污染，减少梯度淋洗时的基线漂移。如果制备 $K_2CO_3/KHCO_3$ 淋洗液，还需使用 EPM 和 EGC- CO_3 混合器，其中 EPM 要占用 EG 的第二个 EGC 电源接口。

表 4.1 淋洗液发生器类型

类型 技术指标	KOH 淋洗液发生器	K ₂ CO ₃ 淋洗液发生器	MSA 淋洗液发生器
功耗	60W	60W	60W
机箱外形尺寸 (宽*高*深)	22cm*41cm*52cm		
重量	15kg	15kg	15kg
流量范围	0.001~3.000ml/min	0.001~3.000ml/min	0.001~3.000ml/min
浓度范围	0.1~100.0mM	0.1~15.0mM	0.1~60.0mM
浓度准确度	0.1mM	0.1mM	0.1mM
电解液原始浓度	不低于22%KOH	4M K ₂ CO ₃	22% MSA
电解液体积	1000mL	1000mL	1000mL
最大工作压强	21MPa (3000psi)	21MPa (3000psi)	21MPa (3000psi)
保留时间可重复性	≤0.5%RSD	≤0.5%RSD	≤0.5%RSD
兼容有机溶剂 最大浓度	25%甲醇	25%甲醇	25%甲醇

4.2.3 检测和层析模块 (DC6300)

检测和层析模块包括柱温箱和检测器温箱，柱温箱装配色谱柱和六通进样阀，检测器温箱装配有电导检测器，安培检测器，抑制器，高压十通阀和氮气加压装置等，如下图所示。

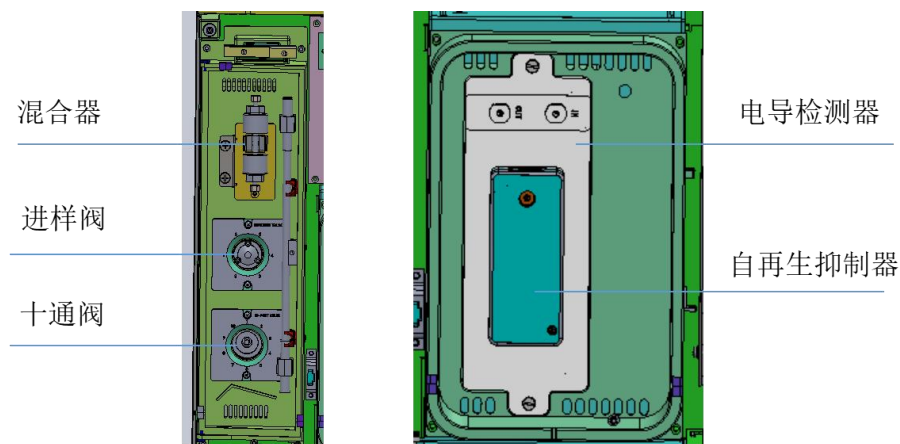


图 4.11 检测和层析模块配置和结构示意图

(1) 六通进样阀

六通阀流路连接图如下图所示，当进样阀置于“进样位置 (LOAD)”时，样品经过进样口注入到“3”，从而流进定量环内。多余的进样量经过“4”排出至废液瓶内。由于定量环的长度是固定的，所以可以保证每次进样的体积一致。而由高压恒流全塑 PEEK 泵注入的

淋洗液，则直接经过“1”，流经“6”，最后注入色谱柱内。当进样阀置于“分析位置 (INJECT)”时，由高压恒流全塑 PEEK 泵注入的淋洗液则会改为从“1”流到“2”，经过定量环后到“5”，再流经“6”，最后注入色谱柱内。这样原先保留在定量管内的样品会被带入色谱柱内，样品中所含有的不同离子在色谱柱内进行分离，从而完成进样分析。

注意：样品可以由注射器或自动进样器注入进样阀的定量环。

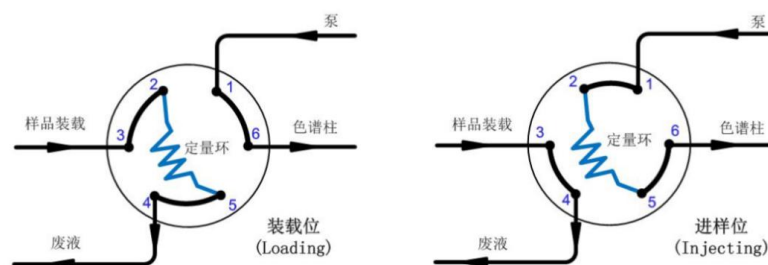


图 4.12 六通阀进样装置图

(2) 色谱柱

离子色谱分离主要以离子交换色谱为主，其原理是离子交换平衡。离子色谱中使用的固定相是离子交换树脂。离子交换树脂上分布有固定的带电荷的基团和能游动的配位离子。当样品加入离子交换色谱柱后，如果用适当的溶液洗脱，样品离子即与树脂上能游动的离子进行交换，并且连续进行可逆交换吸附和解吸，最后达到吸附平衡。

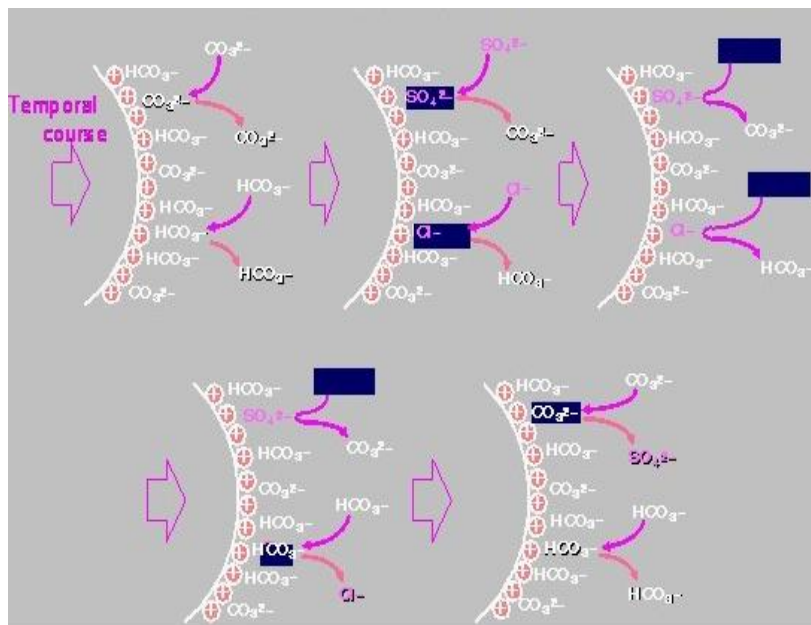


图 4.13 离子交换分离机理图

(3) 抑制器

抑制器的主要作用是降低淋洗液的背景电导和提高待测离子的检测灵敏度。以阴离子抑制器为例，第一，转变样品阴离子为相对应的酸，而由于 H^+ 的极限摩尔电导是其他阳离子的 7 倍，大大提高了所测阴离子的检测灵敏度。第二，将淋洗液离子转变为很弱的酸或水，使其检测灵敏度大大降低。以上两种作用同时改善了信噪比，使阴离子检测得到较高的灵敏度。

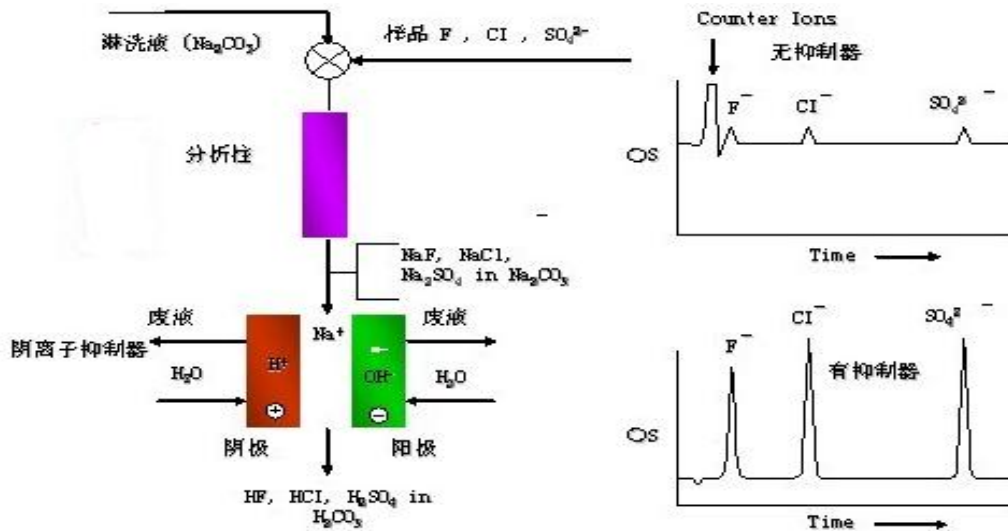


图 4.14 抑制器原理示意图

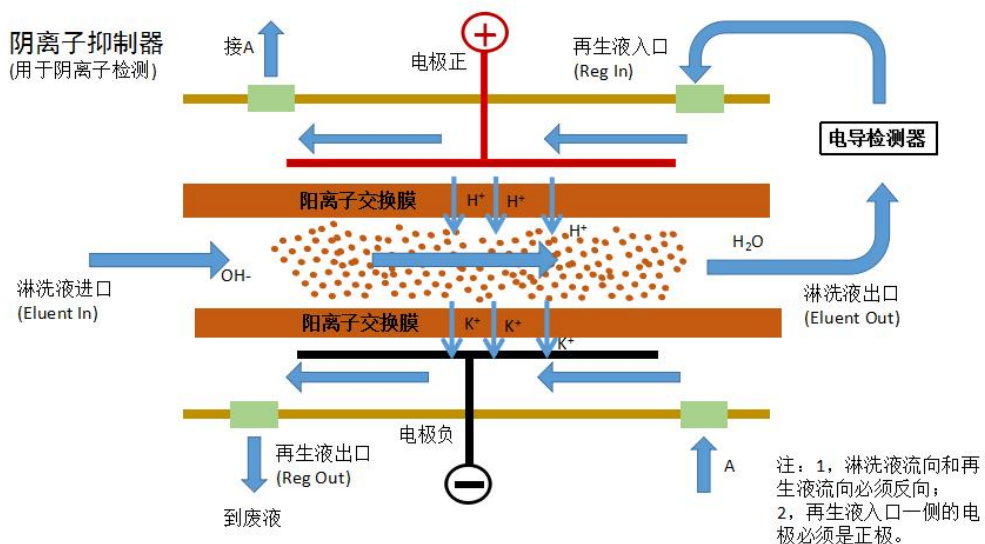


图 4.15 阴离子抑制器的工作原理

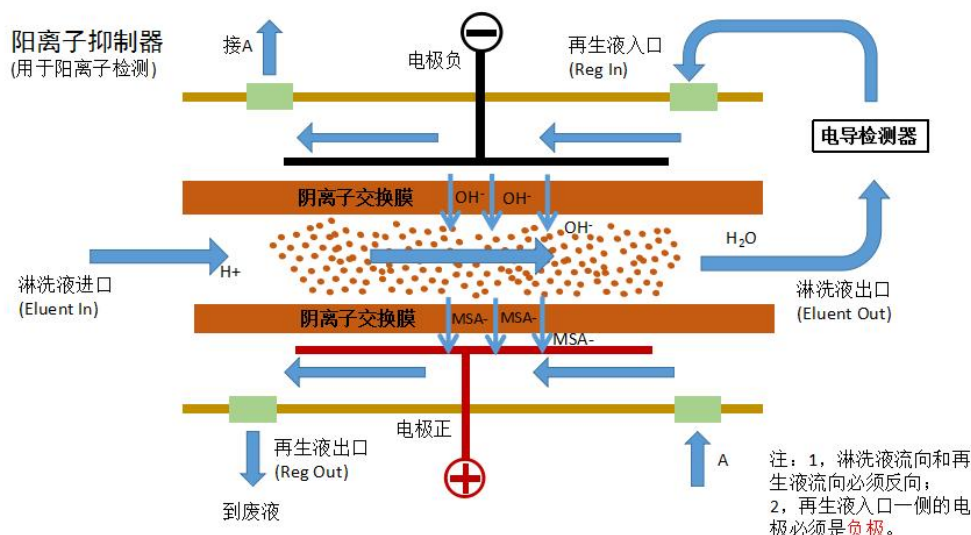


图 4.16 阳离子抑制器的工作原理

(4) 柱切换装置

柱切换技术在现代离子色谱技术中被广泛采用，他的原理是利用一个或多个多通阀的组合，通过自动或手动调节阀的状态，对色谱过程进行切换，以达到组分间分离，样品净化或富集或检测器选择的效果。

柱切换主要有三个主要用途：

- 1、在线前处理消除基体物质；
- 2、富集衡量离子扩展检测限；
- 3、快速测定强保留离子。

柱切换模块设计：

- 1、预置十通阀安装位置，三个电动低压切换阀的安装位置；
- 2、上隔层温度范围：环境温度+5℃-40℃；准确度±1℃；稳定性±0.2℃；

(5) 电导检测器

电导检测器检测进入到检测池的离子，包括有机和无机离子，最适用于强酸/碱的阴/阳离子。例如 SO_4^{2-} 、 Cl^- 、 Na^+ 、 K^+ 、三氯乙酸等。当检测弱酸/碱的离子时，检测的灵敏度主要取决于它们的 pK 值。二极脉冲电导检测器采用方波检测，在一次测量的前半周期和后半周期分别施加幅值相同，方向相反的方波信号，在此激励模式下电导池的极化现象被削弱，

通过软件处理对后半周期的末尾平坦部分信号进行测量，此时的测得值几乎只和电导池的电导线性相关。测量电路如上图所示， R_x 是待测的电导池的电阻， C_x 是极化效应产生的电容（双电层电容）， C_p 是电导池的极间电容和连接线的电容分布，通常 C_x 是 μF 级，远大于 C_p (pF 级)。

由于导线电容分布和双电层电容，正负方波的快速切换会形成电容效应，每个周期开始时， C_p 被迅速充电，致使总电流中含有非法拉第充电电流，为精确的分理处法拉第电流，数据采集时间 t 要远小于 $R_x \cdot C_x$ (时间常数)，此时落在双电层电容上的电压足够小，而 C_p 由于充电完成，没有电流流过，相当于断路，所以激励电压可以认为全部落在等效电阻 R_x 上，此时测得的瞬时电流与溶液的电导（或电阻）线性相关。

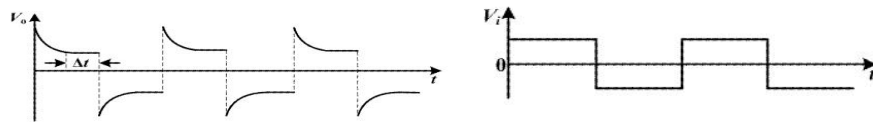


图 4.18 二极管脉冲电导检测激励方波和输出的待测信号示意图

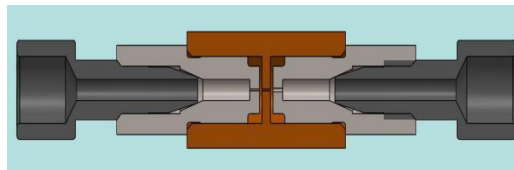


图 4.19 二极管脉冲电导检测器结构示意图

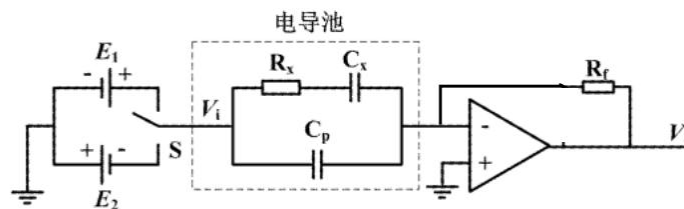


图 4.20 二极管脉冲电导检测原理示意图

(6) 安培检测器

安培检测器支持两种工作模式：直流安培，积分安培（包括脉冲安培）。安培池是三电极伏安池，由钛制对电极、工作电极和参比电极组成。它采用薄层流动设计，光滑的电极表面可以降低流动噪音。工作电极根据分析需要可以选择金(Au)、银(Ag)、铂(Pt)和玻碳(GC)电极，参比电极是饱和氯化钾银氯化银参比电极。

注意：短时间（2 天内）停用安培池时，应将其进出口用“死堵”密封；长期停用时，必须将参比电极拆下，浸泡在 1M KCl 溶液中。注意：非抛弃型电极只能承受普通的反相有

机溶剂，如甲醇和乙腈；使用可抛弃型电极时，淋洗液中甲醇的含量不能超过 30%，乙腈不能超过 10%。

a) 直流安培

直流安培检测是在工作电极上持续施加恒定电位。恒电位安培检测法具有较高的灵敏度，可以测定 pmol 级的无机和有机离子，如与环境有关的阴离子、硫化物、氰化物、砷、卤素等。

b) 脉冲安培检测法(Pulsed amperometric detection, PAD)

虽然糖可以在贵金属（金、铂等）电极上被氧化，但氧化反应的产物亦会毒化电极的表面，抑制了对被测物的进一步检测。为解决工作电极表面钝化的问题，脉冲安培检测在实验中使用三阶电位 E_1 、 E_2 和 E_3 ，每个电位需要相应的持续时间 t_1 、 t_2 和 t_3 ，见下图。

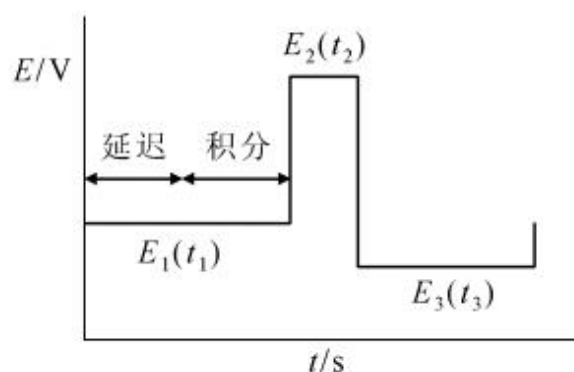


图 4.21 三电位脉冲安培检测波形

E_1 是工作电位，在该电位下测量待测物的氧化电流； E_2 为比 E_1 高的氧化清洗电位，用于完全氧化电极表面，使吸附的反应产物脱离电极； E_3 为比 E_1 负得多的还原清洗电位，使贵金属电极表面还原为金属本身。三电位连续自动循环。工作电位 E_1 下的时间 t_1 由延迟时间和测量时间两部分组成。由电位 E_3 到 E_1 的脉冲过程中，会引起电极/溶液界面的充电电流，因此，施加脉冲电位产生的电流是由电极表面的充电电流和分析物的氧化电流两部分组成，而前者是必须扣除的。在检测时，延迟一定时间检测，此时，充电电流迅速衰减为零，所测电流仅为分析物氧化电流。延迟时间一般为 0.2 s，足以使充电电流衰减为零。

最佳三阶电位 E_1 、 E_2 和 E_3 的确定比恒电位安培检测法复杂。一种比较实用的选择脉冲安培检测操作参数的方法是：先将 E_1 设定为一个小的正电位值， E_2 设定为在所用淋洗液介质中工作电极的正电位极限值左右， E_3 靠近负的极限电位，然后改变 E_1 值直至获得最佳检测信号。

脉冲安培检测法可用于糖、糖醇、醛、醇、脂肪胺和氨基糖等的检测。糖类化合物的 pK_a 值为 12~14，在强碱性介质中以阴离子形式存在，可以用阴离子交换色谱分离。因为糖的分离是在碱性条件下完成的，检测方法必须与此相匹配。用金电极的脉冲安培检测法适合于这个条件。金电极的表面可为糖的电化学氧化反应提供一个反应环境。

用脉冲安培检测法可检测 pmol~fmol 级的糖，而且不需要衍生反应和复杂的样品纯化过程。基于糖的以上两方面的特性，发展了一种分析糖的选择性好而且灵敏度高的色谱方法：高效阴离子交换色谱-脉冲安培检测法（HPAEC-PAD）。

c) 积分脉冲安培检测法(Integrated pulsed amperometric detection, IPAD)

与脉冲安培检测法相似，积分脉冲安培检测法中加到工作电极上的也是一种自动重复的电位对时间的脉冲电位波形，见图 4.22。其不同之处是：脉冲安培检测法是对每次脉冲前的单电位下产生的电流取平均值；而积分脉冲安培检测法是对每次脉冲前循环方波或三角波电位下产生的电流积分，即是对电极被氧化形成氧化物和氧化物还原为其初始状态的一个循环电位扫描过程中产生的电流积分。由积分整个高-低采样电位下的电流所得到的信号仅仅是被分析物产生的信号。在没有待测物（可氧化物）存在时，静电荷为零。积分脉冲安培检测法的优点在于通过施加方波或三角波电位消除了氧化物形成和还原过程中产生的电流。正、反脉冲方向的积分有效地扣除了电极氧化产生的背景效应，使得那些可受金属氧化物催化氧化的分子产生较强的检测信号和获得稳定的检测基线成为现实。

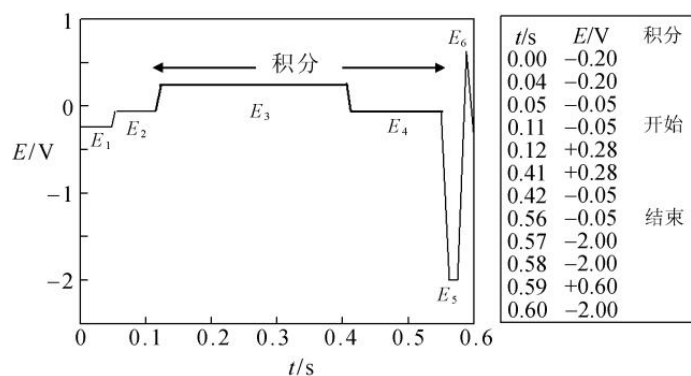


图 4.22 经过优化的氨基酸积分脉冲安培检测波形图

Clarke 等人经过对检测氨基酸的施加电位波形的优化克服了基线漂移，改进了线性、信噪比和长时间的重现性，而且降低了金工作电极的损耗。新的波形见图 4.22。首先采用较低的电位 E_1 和 E_2 为吸附/引发区，保持电极的活性。在较高的电位 E_3 和 E_4 进行积分，此时金电极表面会形成一层单分子 $AuOH$ 催化膜，可以促进氨基酸的氧化反应。 E_5 和 E_6 作为清洗

活化电位，去除金电极表面的反应产物，活化金电极。每个电位的持续时间影响氨基酸测定的灵敏度、线性范围、色谱峰对称性和基线。波形循环扫描时间为 600 ms，其中积分时间约为 450 ms。

上图 4.22 中的检测波形既可检测氨基酸，又可检测糖类化合物。若将此检测波形采样步电位（波形中 0.12~0.41s 之间电位）改为-0.05V，所得到的检测波形可选择性地检测糖类化合物。氨基酸具有两性离子结构，在碱性介质中以羧基阴离子状态存在，因此可用阴离子交换色谱分离。积分脉冲安培检测法与高效阴离子交换色谱结合是一种新的氨基酸分析方法 (HPAEC-IPAD)。此方法分析氨基酸不需要对氨基酸进行衍生化处理，可直接进行分离检测，对氨基酸的检出限可达 pmol~fmol 级。HPAEC-IPAD 除了可以分析氨基酸（包括含磷、硫氨基酸）以外，亦可以分析糖类化合物、氨基糖和糖酸等物质。

目前，安培检测法已成为离子色谱中的一种重要检测方法并得到了广泛应用。由于安培检测法的采用，使一些不能用电导法和光度法检测的极性脂肪族化合物（糖、氨基酸等）的离子色谱测定成为可能，扩大了离子色谱的应用范围。安培检测法分为恒电位安培检测法、脉冲安培检测法和积分脉冲安培检测法。三种安培检测法的差异主要在于施加电位波形的不同。通过波形的改变使电极达到清洗和活化的目的，扩大了检测物质的范围。安培检测法未来将在电极研制、检测波形优化及检测机理等方面开展深入的研究。随着安培检测技术的发展，其检测物质的种类将不断增多。

4.2.4 软件系统—数据处理系统

(1) 仪器主机软件系统

可实时的查看仪器运行状态，和修改仪器参数。

与 PC 机控制软件实时连接，所有状态实现同步。

即时谱图显示，可对谱图进行适当的操作，让分析更直观。

(2) PC 机数据软件系统

配有仪器远程控制功能，可以实现通过 PC 机对仪器的控制。

采用 24 位 A/D 采集芯片，实现数据信号的高精度采集处理。

简洁人性化的数据操作模式，强大的数据处理和数据分析功能，保证用户通过简单操作就可以实现复杂的数据的准确处理。

第 5 章 规格参数

5.1 主要参数

5.1.1 泵模块

全 PEEK 泵头压力范围：0-42MPa；压力波动<1.0%

流量设定范围：0.001-10.000mL/min；流速精密度 $\pm 0.1\%$ （1mL/min）；

流量设定误差：<0.1%（淋洗液为水，流量 1mL/min、载压 6MPa）

流量稳定性误差：<0.1%（淋洗液为水，流量 1mL/min、载压 6MPa）

梯度混合精度 $\pm 0.5\%$ （2mL/min）。

主电源：AC220V，50Hz，2.5A；

保险丝：2 个 2A； 输入功率 28W；

5.1.2 淋洗液发生器模块

淋洗液浓度范围

KOH：0.1--100mM@1mL/min；

MSA：0.1-100mM@1mL/min；

淋洗液浓度准确度：<1% F.S.

流速范围：0.1-3.0mL/min；

梯度类型：线性、前阶梯、后阶梯

最大操作压力：3000psi

梯度精度：0.15%

梯度准确度：0.15%

5.1.3 抑制器

电流范围：0-300mA

电流设定增量：1mA

电流分辨率：1mA

死体积：50uL

耐压：3MPa；

5.1.4 柱温箱

温度设定值误差：≤0.1℃

控温稳定性误差：≤0.2℃

温度显示精度：0.1℃

温度准确度：±0.05℃

变温时间：<30min

保留时间重复性误差：≤0.5%

5.1.5 电导检测器

数字式双极电导检测器

工作模式：双极脉冲驱动自动量程模式

量程范围：0-45000uS/cm

基线噪声：≤0.05%F.S.

基线漂移：≤3%F.S./30min

最低检出浓度（ug/mL）：Cl⁻≤0.001ug/mL；Li⁺≤0.00015ug/mL；

耐受最大压力：15Mpa

线性相关系数：≥0.999

定量重复性误差：≤1.0%

温度设定值误差：≤0.1℃

控温稳定性误差：≤0.1℃

温度显示精度：0.1℃

分辨率：0.00238nS/cm

5.1.6 安培检测器

量程范围：50pA-300uA（直流安培模式）；50pC-200uC（脉冲安培模式）

最大耐压：0.7MPa；

工作电极材料：金，银，铂，玻碳；

参比电极：双盐桥银氯化银参比电极；

最低检出浓度（ug/mL）：

碘离子 I⁻ ≤ 0.00095ug/mL (直流安培模式);

葡萄糖 G ≤ 0.002ug/mL (积分脉冲安培模式);

线性范围: ≥ 10²

线性相关系数: ≥ 0.999;

定量重复性误差: < 1.5%;

5.2 外观

表 5.1 一体机尺寸及重量

型号	尺寸	重量
IC6300	60cm*30cm*65cm	43kg

第6章 安装

6.1 开箱及附件清点

拆箱后请小心取出主机及附件，并把主机放在坚固、水平的桌子或台子上，同时请您仔细对照装箱单检查是否有附件遗漏，如果缺少其中一种或几种，请您尽快与安徽皖仪科技股份有限公司联系。

6.2 安装条件

- a) 接地：实验室应有良好的接地，通常情况下，接地电阻的要求 $\leq 3\ \Omega$ 。
- b) 供电：电源 220V+10%、50~60Hz、 $\geq 2\text{KW}$ 。
- c) 空间需求：应配有光洁平整的工作台，工作台平稳，离墙距离不低于 50cm。
- d) 良好通风：使用易燃、有毒试剂时，应保持良好的通风条件。
- e) 禁止明火：不要在离子色谱仪安装的场所使用明火。同样，禁止使用容易点打火的设备。备有灭火器，以防火灾的发生。
- f) 避免电磁干扰：应避免将仪器安装于强电磁场中。如果市电中有波动，应使用附加的电源噪声滤波器。
- g) 环境要求：
 - 室温应保持在 4~35℃，没有温度扰动。
 - 避免直对加热或制冷装置。
 - 避免阳光直射。
 - 避免强震动及长期的弱震。
 - 工作间的湿度应在 45~85%。

6.3 几种有代表性的配置

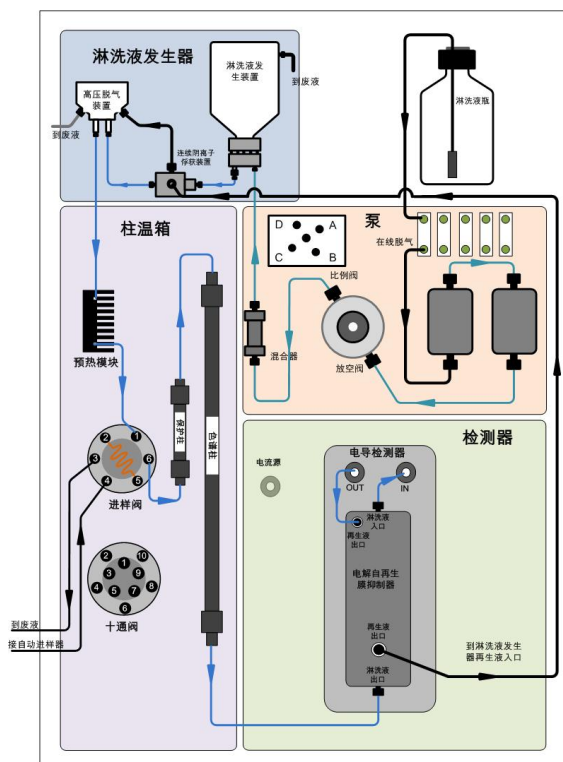


图 6.1 等度泵+淋洗液发生器+电导检测器

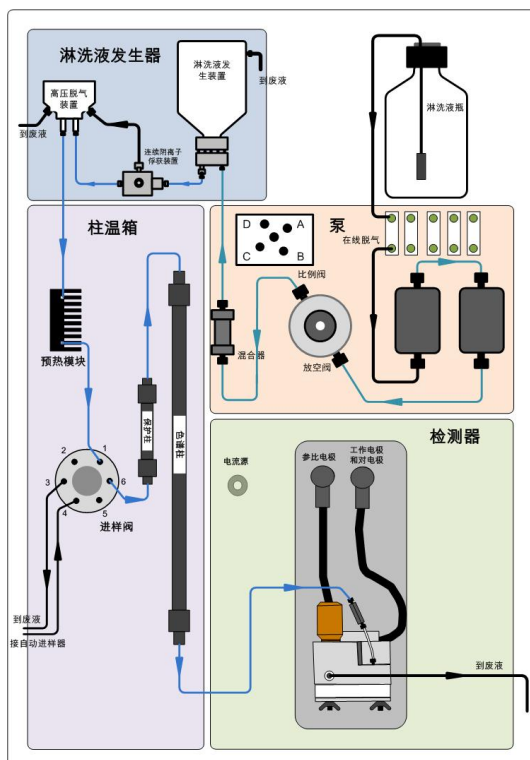


图 6.2 等度泵+淋洗液发生器+安培检测器

6.3.1 注意事项

(1) 在连接所有接头时，均以不漏液为原则，不要用力过度，以防止拧得过紧而导致管口变形，从而致使管路阻塞。如果出现封不住现象，请将旧的 PEEK 接头换掉，重新更换一个新的 PEEK 接头再安装拧紧。

(2) 为了减少样品扩散，进样阀与分离柱之间，及分离柱与检测器之间的连接管路应尽量缩短，内径不能太大。

(3) 在连接分离柱之前，应启动泵，将流速设置为：3-5mL/min，冲洗连接管道 5-10min。

6.3.2 电源线及通讯的连接

(1) 网口的连接

用附件包中配置的网线分别连接各个子设备，打开软件，通过软件读取各个子设备的网口地址，分别将对应的 IP 地址输入到软件的设备中，即可实现联机。

(2) 电源线的连接

将电源线插入仪器后面板的电源插座孔，连接 220V 电源。

(3) 预留的串口通讯线的连接

首先将多串口卡装入控制操作仪器的电脑主机内，然后用 DB9 串口线（两端母头直连 -1.5m-RS232）连接电脑主机上的多串口卡与仪器后面板上的 DB9 串口；

6.3.3 抑制器连接图

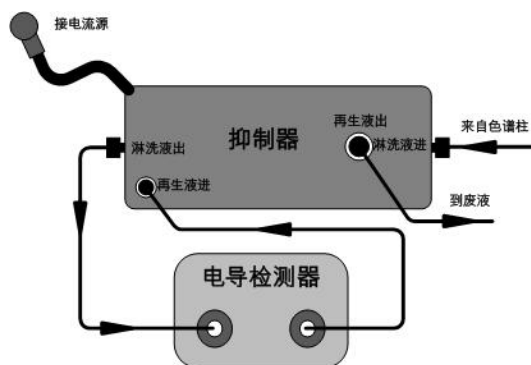


图 6.6 WAS01 抑制器流路连接图

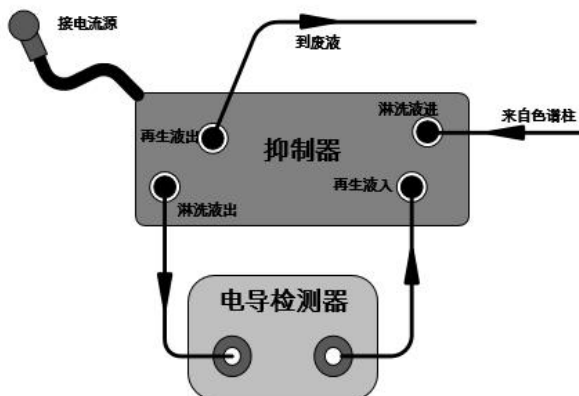


图 6.7 EARS(A)-1 抑制器流路连接图

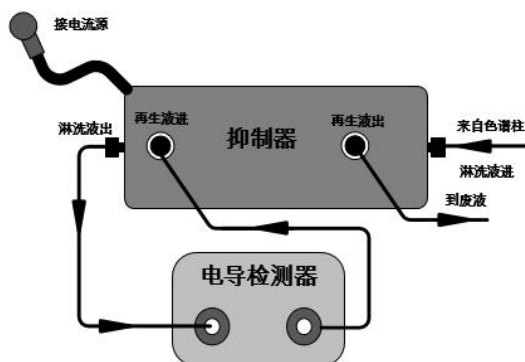


图 6.8 WAS-02 Carbonate 抑制器流路连接图

流路从色谱柱出口流入抑制器进口，从抑制器出口流出进入电导池入口，经电导池出口流入抑制器的再生液入口，再经再生液出口排到废液。皖仪科技共提供两种类型的阴离子抑制器和一种类型的阳离子抑制器，其中氢氧化根的阴离子抑制器 WAS-01 和阳离子抑制器 WCS-01 的管路连接见图 6.7，碳酸根阴离子抑制器 EARS (A)-1 及 WAS-02 Carbonate 抑制器的连接管路图见图 6.8 和图 6.9，其中 WAS-02 Carbonate 抑制器为并联流路抑制器。

6.3.4 进样器连接图

当 IC6300 系列智能离子色谱系统连接自动进样器 AS2800 进行自动进样时，原进样器的六通阀不做使用，IC6300 系列的 DC 系统的六通阀作为进样阀使用。

第 7 章 使用操作

7.1 使用前准备工作

7.1.1 人员

熟练掌握计算机基本知识，化学分析专业人员 2 名。

7.1.2 二次去离子水

电阻为 18.2 MΩ·cm 的超纯水。

7.1.3 辅助设备

(1) 真空脱气泵：淋洗液配制前，需用真空泵脱气 10~15min；采用真空泵脱气时应注意避免交叉污染。

(2) 电子天平 1 台：精确到 0.0001g。

7.1.4 所需试剂

(1) 阴离子标准溶液所需试剂（纯度要求基准试剂或优级纯）

氯化钠、氯化钾、亚硝酸钠、磷酸二氢钾、溴化钾、硝酸钠、硫酸钠、溴酸钠（或溴酸钾）。

(2) 阳离子标准溶液所需试剂（纯度要求基准试剂或优级纯）

氯化钠、氯化钾、氯化镁、氯化钙。

备注：阴阳离子标准溶液也可在国家标准物质中心自行进行购买。

(3) 玻璃器皿

表 7.1 容量瓶所需数量

规格 (mL)	100	50	1000
数量 (个)	10	10	4

表 7.2 移液管所需数量

规格(mL)	0.5	1	2	5	10	20	25	50
数量(个)	2	2	2	2	2	2	2	2

7.1.5 确认流路连接

检查流路，确认管路及各部件连接方式是否正确。

7.2 操作规程

7.2.1 去离子水

若仪器没有选配在线脱气装置或者氮气加压，配制淋洗液所需的二次去离子水需要用真空泵进行脱气，避免气泡进入泵和检测器而影响检测结果。

注意：使用超声波对去离子水进行脱气时，淋洗液瓶必须是玻璃的，塑料淋洗液瓶对超声有屏蔽作用，达不到脱气效果。

7.2.2 开机（具体参考色谱工作站说明书）

- (1) 开启仪器、电脑；
- (2) 打开 SmartLab CDS2.0 色谱工作站



双击电脑桌面上“SmartLab CDS 2.0”图标，打开色谱工作站；



图 7.1 导航界面

仪器配置

登录工作站，进入“系统管理”。首次启动工作站后，第一步是“仪器配置”，确保工作站匹配相应的仪器设备和通信端口。

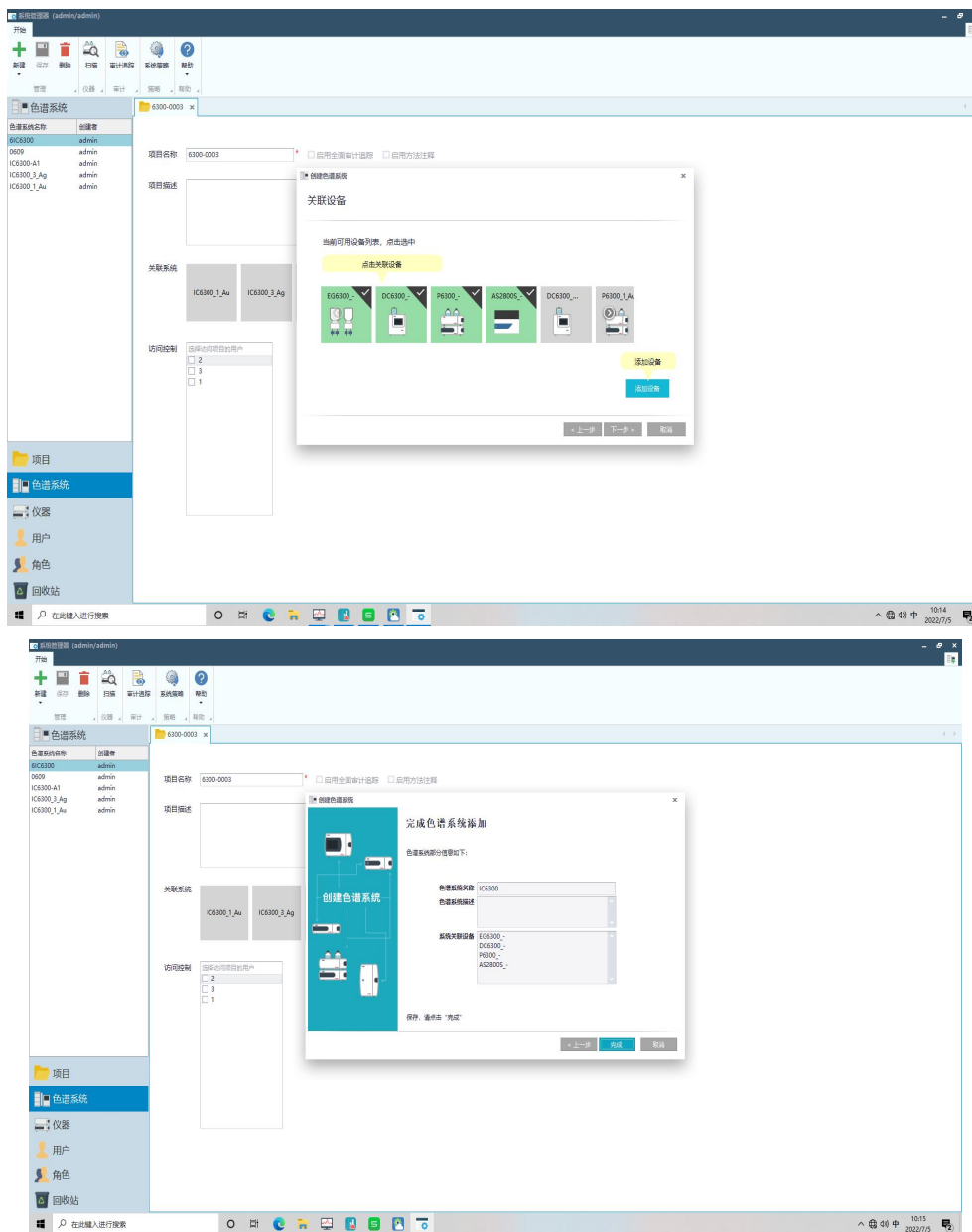


图 7.2 创建色谱系统界面

单击“新建”，弹出色谱系统新建流程，按照软件提示创建需要的色谱系统；

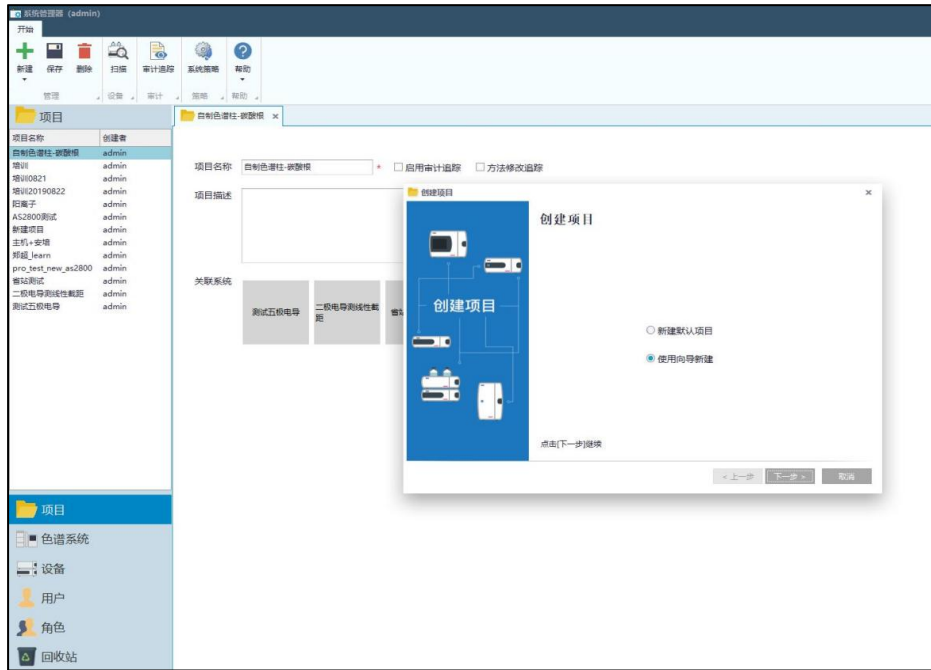
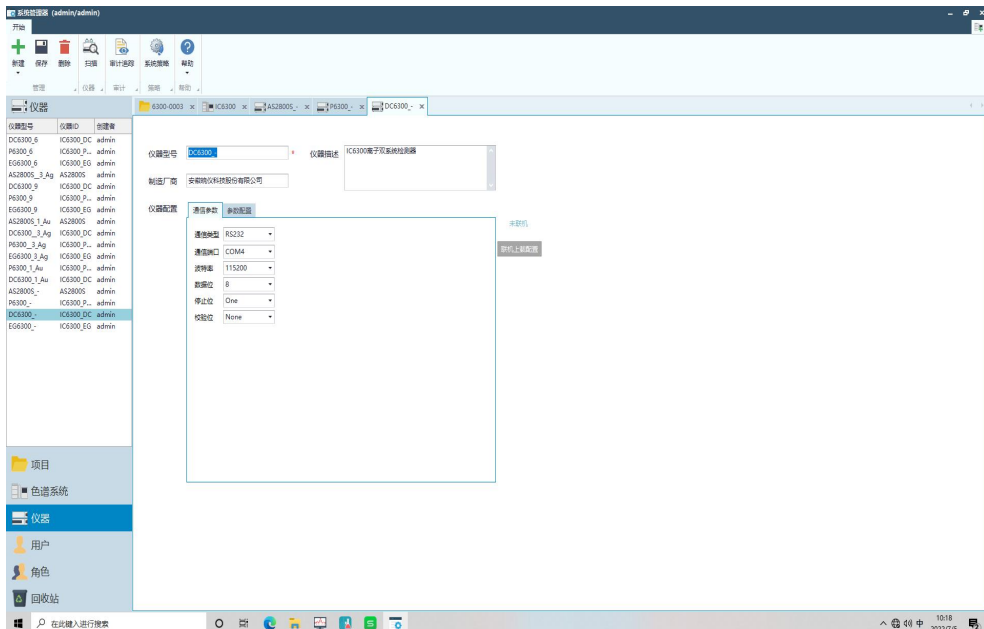


图 7.3 创建项目界面

单击“新建”，弹出项目新建流程，按照软件提示创建需要的项目并关联相应的色谱系统：



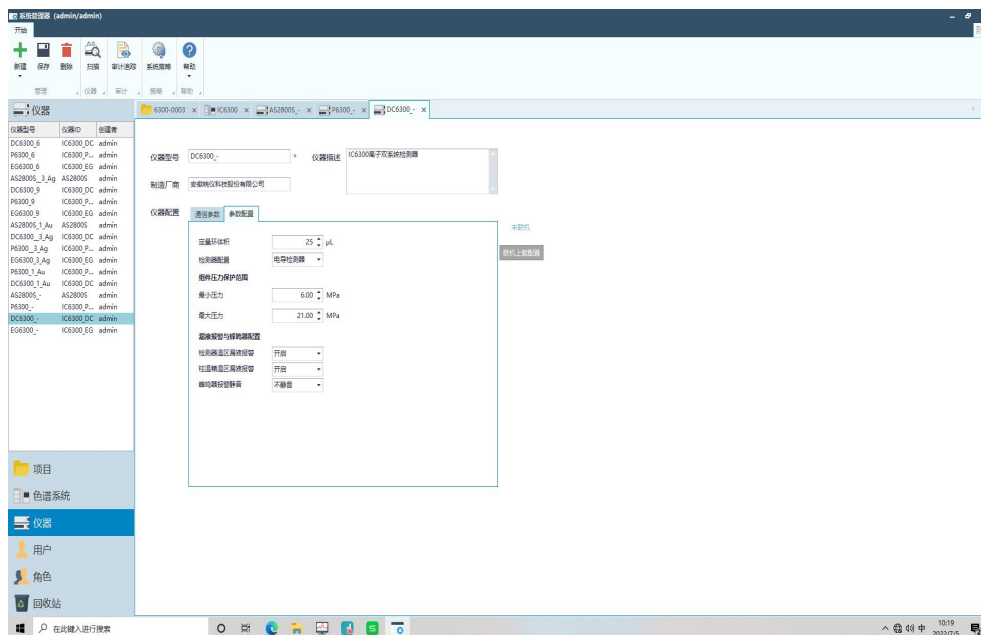
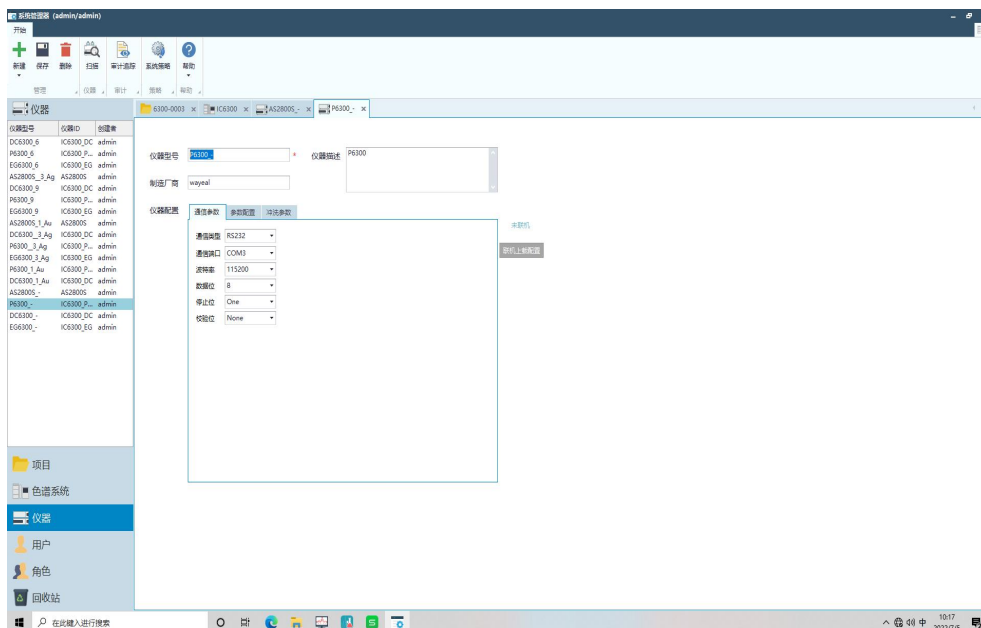


图 7.4 DC6300 配置设备参数界面



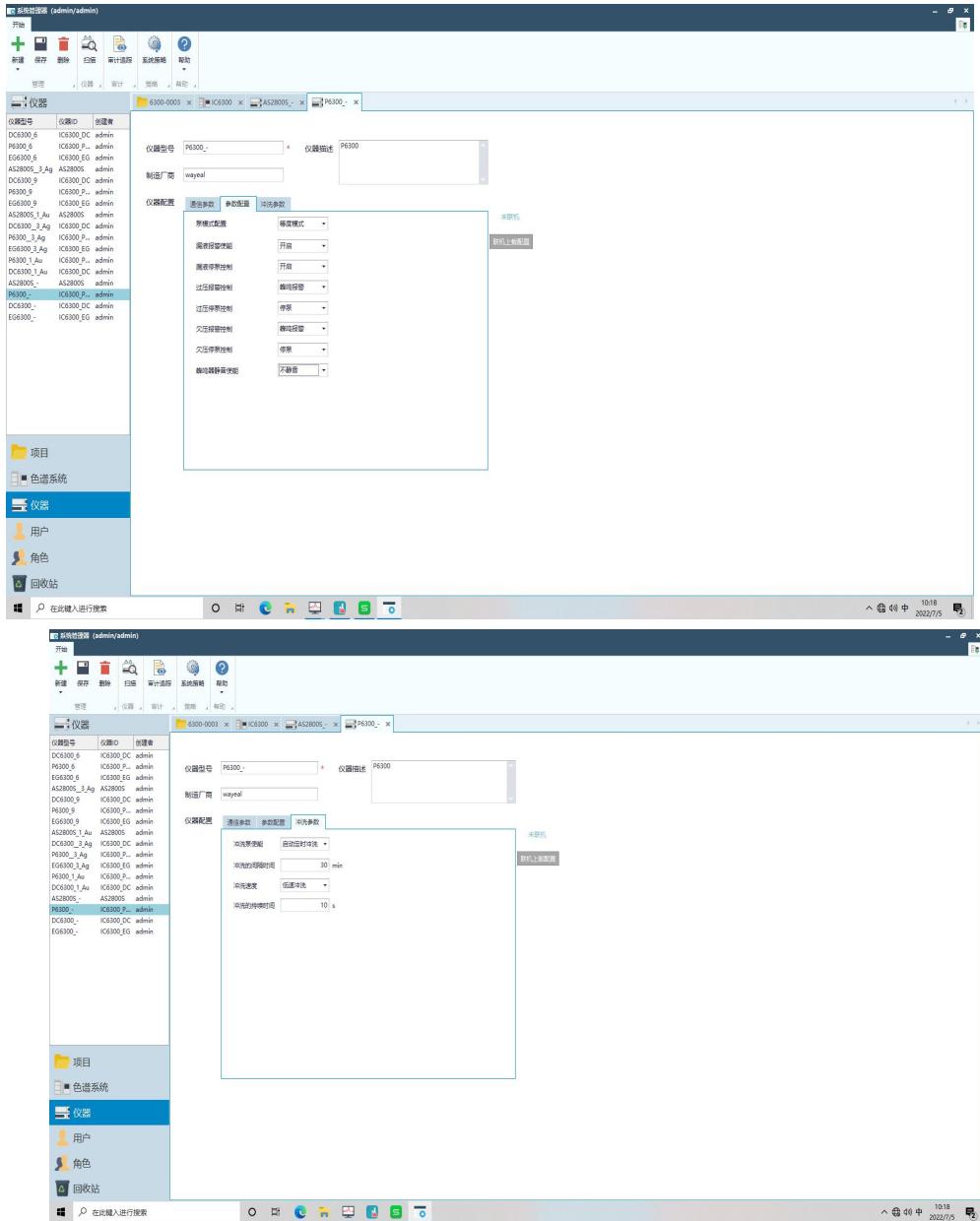


图 7.5 P6300 配置设备参数界面

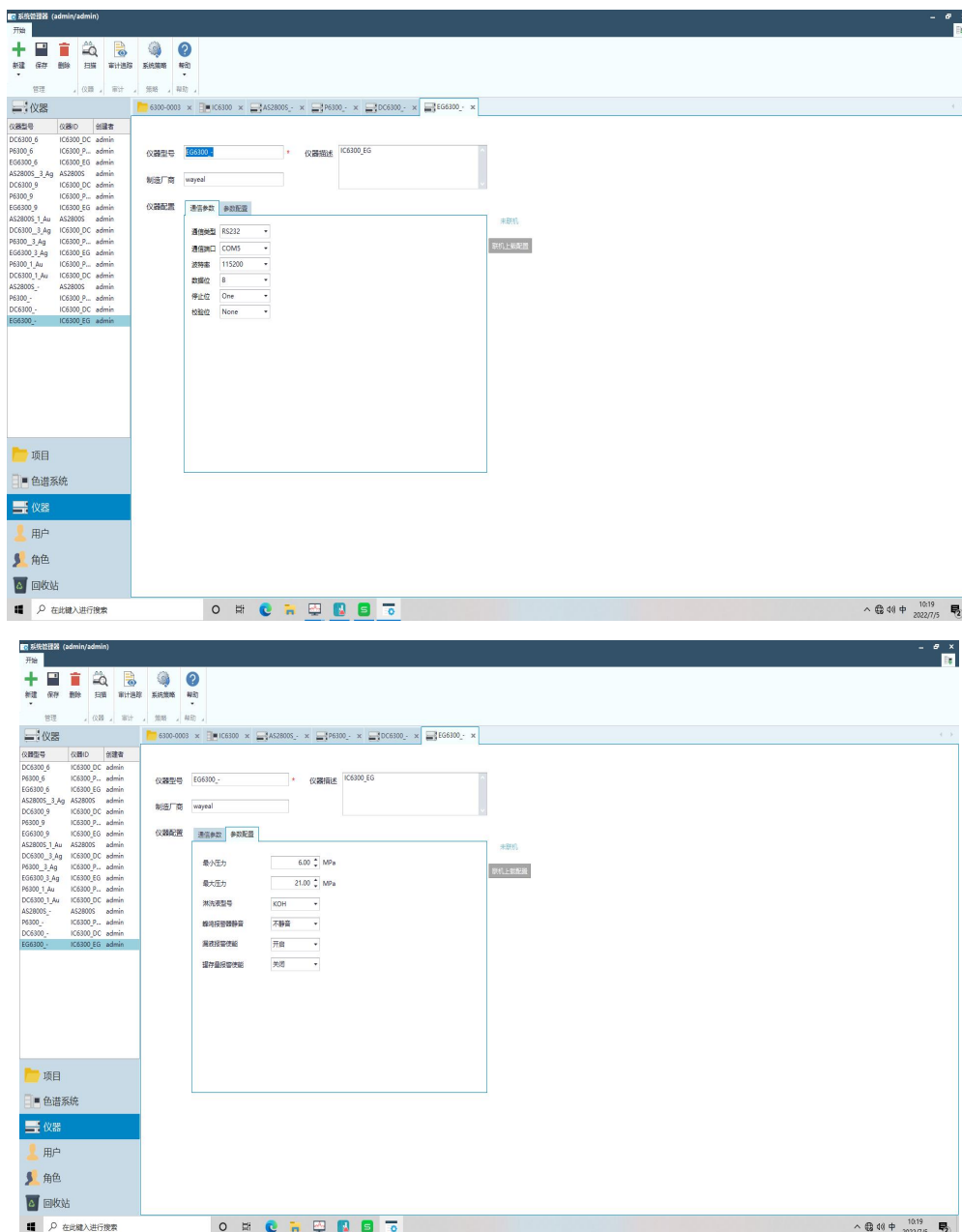


图 7.6 EG6300 配置设备参数界面

工作站界面操作

本机的所有操作都可以通过工作站控制面板来完成，在系统设置完成后，进入“采集界面”，更多参数可以在更多里设置。用户可以电极左上角“新建”按钮创建仪器方法和序列。

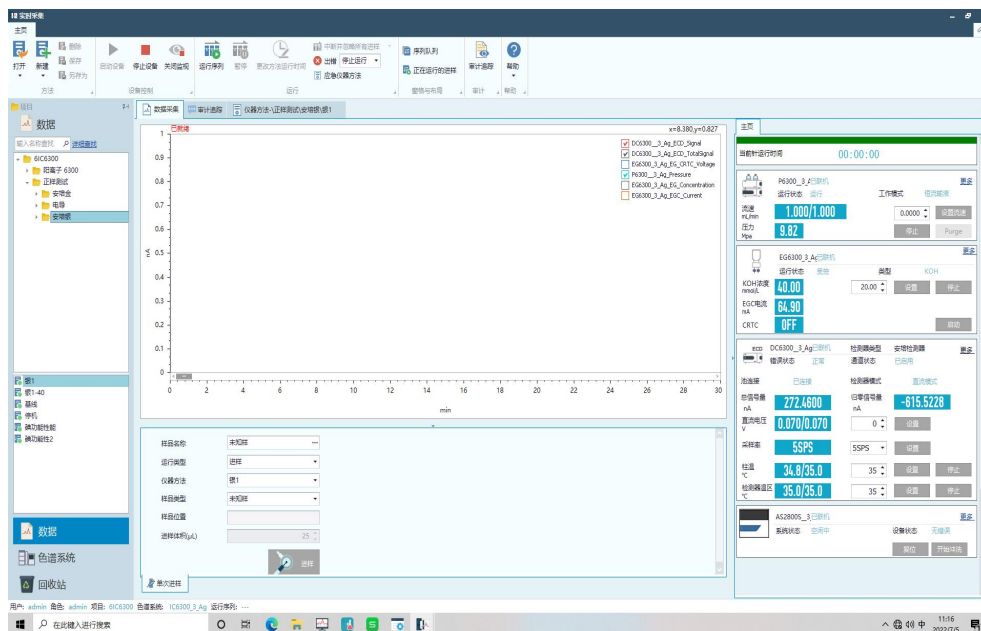


图 7.7 主软件采集界面

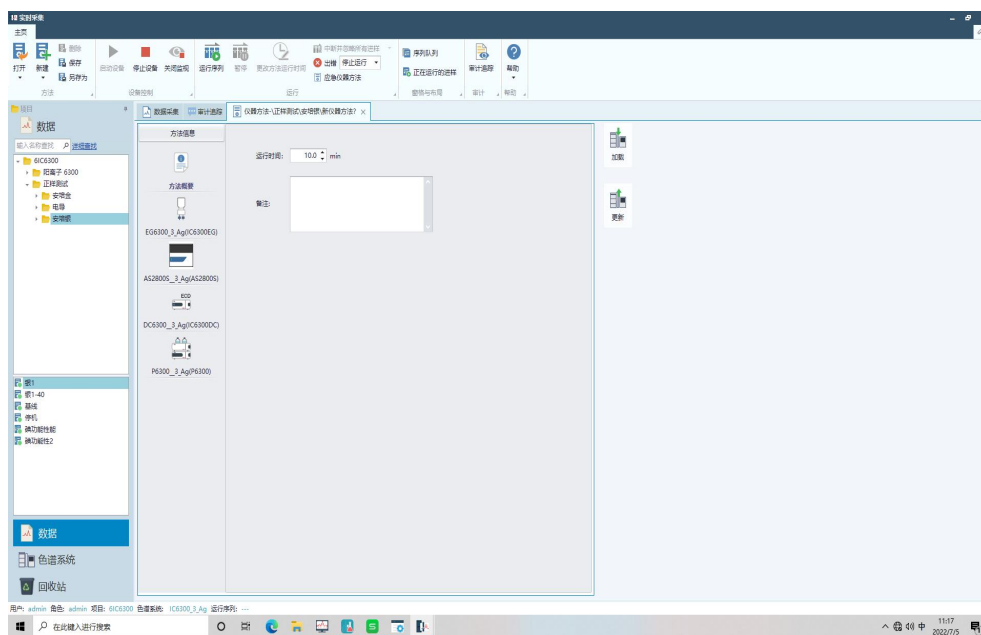


图 7.8 新建仪器方法

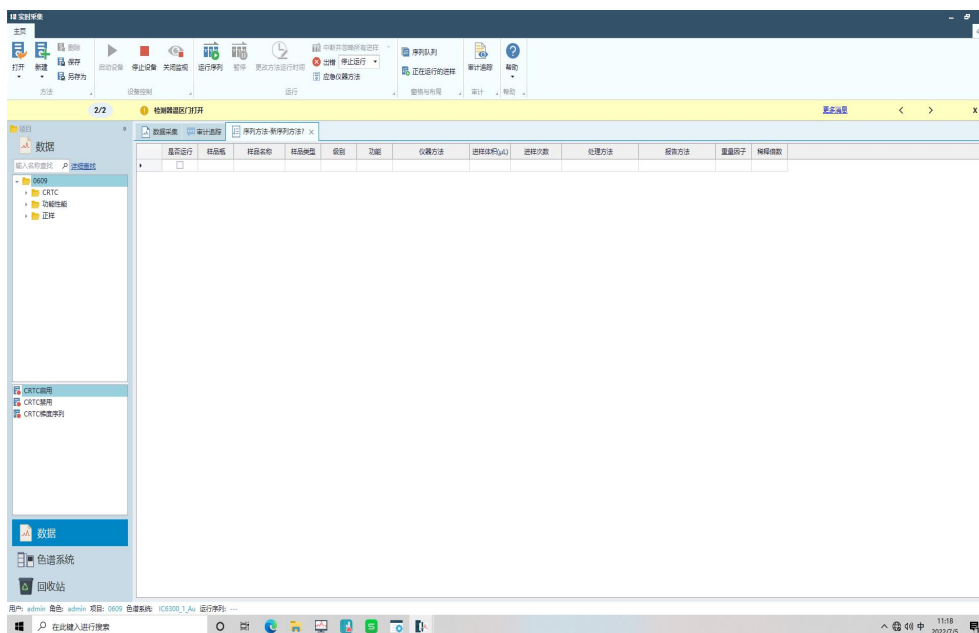


图 7.9 新建序列方法

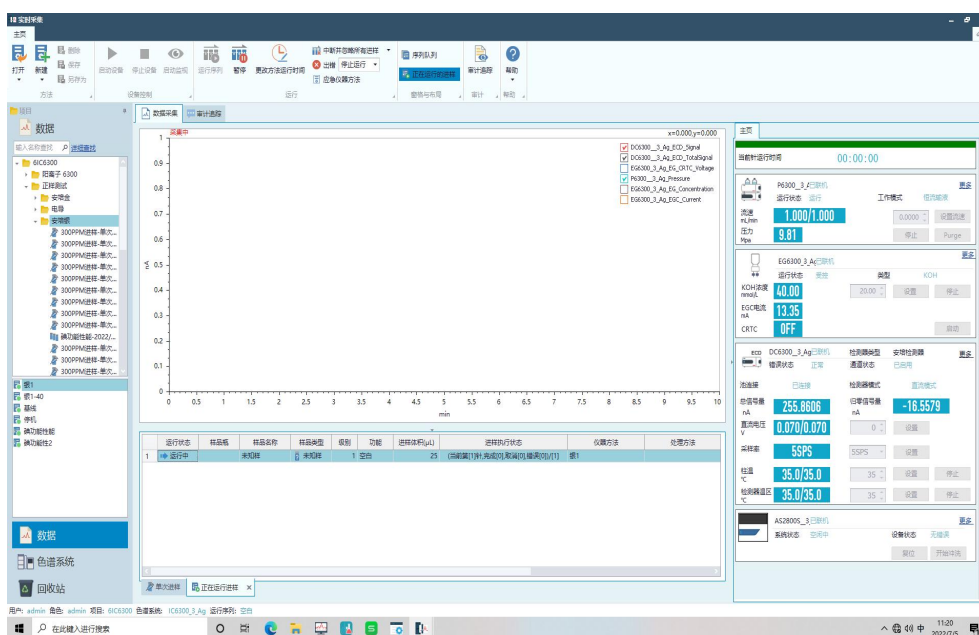


图 7.10 运行序列

7.2.3 分析过程

(1) 系统平衡

加载仪器方法，进行系统平衡。目的是为了冲洗色谱柱和更快稳定仪器。

(2) 进样分析步骤（手动进样）

用去离子水将注射器、针头清洗干净（保证没有接触污染）；

待六通进样阀处于关闭状态，用注射器吸取去离子水通过针位清洗器将进样口清洗干净；

用注射器，吸取 4~5 倍定量环体积的样品进样，重复两次，第一次视为润洗；然后点击“进样分析”，进样阀开启，完成进样；系统开始采集信号，同时可以开始数据处理工作；

待进样阀切换回后，再次处于关闭状态时，可以再次进样，用去离子水冲洗进样阀及进样口后，重复第三步的操作。

注意事项：分析样品过程中，进样顺序依据从低浓度到高浓度逐渐进样的方式。

(3) 谱图的分析处理及结果输出

详见色谱工作站使用说明书。

7.2.4 关机

点击上位机软件上的“停止”按钮，待各程序完成关闭后，关掉仪器电源。

7.2.5 平板连接

7.3.5.1 路由器设置

(1) 无线路由器拨至 AP 模式，将路由器通过网线与电脑连接，

(2) 设置电脑网络为自动获取 IP（设置-以太网-更改适配器选项-以太网右键属性-双击 Internet 协议版本 4-自动获得 IP 地址），在浏览器中输入网址：tplogin.cn；

(3) 设置管理员密码；



为保护设备安全，请务必设置管理员密码

设置密码

确认密码

注意：确认提交前请记住并妥善保管密码，后续配置设备时需使用该密码进入配置页面，如遗忘，只能恢复出厂设置，重新设置设备的所有参数。恢复出厂设置方法：在设备通电情况下，按住Reset按钮保持10秒以上。

7.11 路由器设置界面

(4) DHCP 服务器-DHCP 服务处，DHCP 服务器设置为启用，设置地址池开始地址和地址池结束地址，需避开 IC6300 系列设备的 IP，如配置为 192.168.1.110-192.168.1.199；

TP-LINK 300M 传输速率，实现无线自由连接梦想

- 运行状态
- 设置向导
- 网络参数
- 无线设置
- DHCP 服务器
 - DHCP 服务
 - 客户端列表
 - 静态地址保留
- 系统工具
- 退出登录

更多 TP-LINK 产品，请点击查看 >>

DHCP 服务

本路由器内建的 DHCP 服务器能自动配置局域网中各计算机的 TCP/IP 协议。

DHCP 服务器： 不启用 启用 自动

地址池开始地址：

地址池结束地址：

地址租期： 分钟 (1~2880分钟，缺省为120分钟)

网关： (可选)

缺省域名： (可选)

首选 DNS 服务器： (可选)

备用 DNS 服务器： (可选)

7.12 路由器 IP 设置

(5) 网络参数-LAN 口设置，设置路由器 IP 为 192.168.1.104，子网掩码为 255.255.255.0；



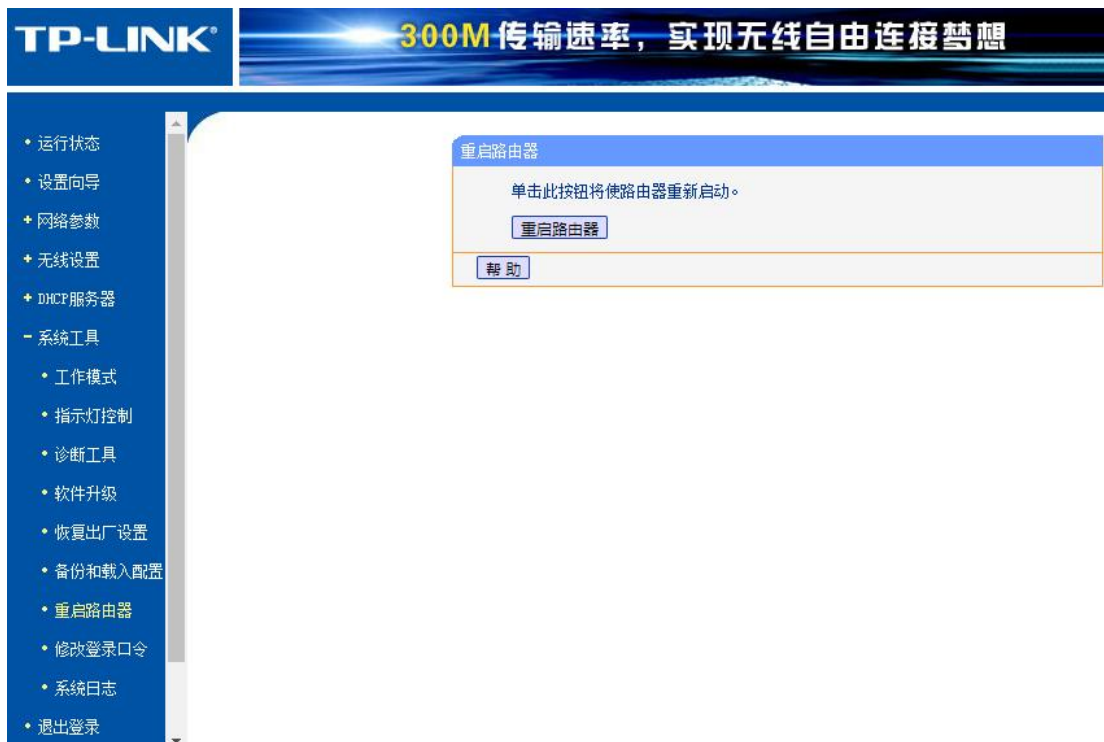
7.13 路由器子网掩码设置

(6) 无线设置-基础设置处，设置 SSID 号，如 TP-LINK_IC6300；



7.14 路由器基本参数设置

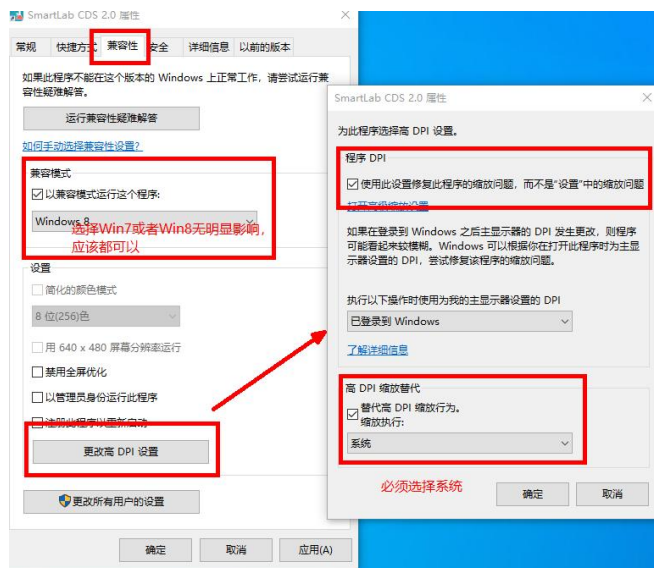
(7) 系统工具-重启路由器处，重启路由器；



7.15 路由器重启界面

7.3.5.2 电脑和平板部署步骤

- (1) 设置电脑 IP，需为 192.168.1 网段，如 192.168.1.10；
- (2) 关闭电脑端防火墙；
- (3) 电脑端和平板端安装相同版本的 SmartLab CDS 主版本和插件版本；
- (4) 平板端软件安装完成后，配置兼容性，具体配置参考下图：



7.16 平板端软件配制

- (5) 无线路由器通过网线与电脑连接，平板连接无线TP-LINK_IC6300;
- (6) 平板端登录前，需配置服务注册中心IP，平板端无须插入加密狗;



7.17 平板端配置设置界面

7.3 注意事项

一般情况下，实验结束后，如长时间不用，则必须对色谱柱和整个系统进行冲洗。

- a) 关闭抑制器的电源，并断开抑制器与色谱柱的连接，使色谱柱另一端直接连到废液。
- b) 使用 10 倍于工作淋洗液浓度的溶液，以 0.5mL/min 的流速冲洗色谱柱 30min。
- c) 用正常的工作淋洗液（不含有机溶剂），以 0.5mL/min 的流速冲洗色谱柱 30min。
- d) 连接好色谱柱和抑制器。
- e) 关闭主机电源。

7.4 常用淋洗液及试剂配制

7.4.1 阴离子分析

表 7.3 阴离子分析所需试剂

分类	淋洗液	标准溶液						
名称	根据需要设置淋洗液浓度	NaCl	KCl	NaNO ₂	KBr	NaNO ₃	NaH ₂ PO ₄	Na ₂ SO ₄
用量		0.2210g	0.2103g	0.1500g	0.1487g	0.1371g	0.1642g	0.1480g
定容体积 (mL)		100						
浓度		1mg/mL (1000ppm)						
备注		试剂均为分析纯以上级别, 最好为优级纯或基准试剂。每种离子可用相应的钾盐和钠盐来配置, 若所对应的盐与表中不符, 应重新计算重量。除 NaNO ₂ 和 NaH ₂ PO ₄ 外, 所有样品试剂中应预先放入烘箱中于 110℃ 烘干 4 小时后, 用万分之一分析天平准确称取。配制完成后, 放于冰箱贮存备用。浓度代表其对应阴离子的浓度。或采用国家标准中心的标准物质配制。						

7.4.2 阳离子分析

表 7.4 阳离子分析所需溶液及试剂

分类	淋洗液	标准溶液				
名称	根据需要设置淋洗液浓度	NaCl	KCl	NH ₄ Cl	MgO	CaCO ₃
用量		0.2541g	0.1907g	0.2972g	0.1667g	0.2502g
定容体积 (mL)		100				
浓度		1mg/mL (1000ppm)				
备注		试剂均为分析纯以上级别, 最好为优级纯或基准试剂, 若所对应的盐与表中不符, 应重新计算用量。因二价阳离子 Mg ²⁺ , Ca ²⁺ 试剂多为不溶性盐, 故在配制溶液时, 应用 4% 盐酸来溶解, 盐酸的量以刚能将盐溶解为宜。以 MgO 和 CaCO ₃ 为例: 分别准确称取 MgO: 0.1667g, CaCO ₃ : 0.2502g, 加 4% 盐酸, 待将盐溶解后, 将其定容至 100 (mL)。国家标物中心的标液是用浓酸配制, pH 值过低, 不适用于硅胶基质的色谱柱。				

7.5 关于样品、试剂的使用与保管

(1) 本仪器做日常分析时, 请用户严格按照操作规程, 正确地对所有的样品、试剂进行使用、保养及处理。

(2) 用户对各种样品、标准液等的使用、保管和废弃, 请严格按照各有关经销商供予的产品指示进行, 并对与产品相关的法律、法规进行确认。

(3) 请将样品、试剂储存于阴凉、干燥、通风处, 储存场所温度不宜超过 30℃, 应根据化学物品的性质做好标记, 进行分类存放, 并保持容器的密封性。

(4) 若发生泄漏，应先切断泄漏源，防止进入下水道等限制性空间。若有少量触及皮肤，可用大量清水冲洗。废弃时应根据化学物品的特性进行处理后，才能进行处置。

第8章 故障分析与解决

8.1 高压恒流全塑PEEK泵常见故障与解决方法

表 8.1 高压恒流全塑 PEEK 泵常见故障与解决方法

现象	原因	解决办法
无法正常启动	没有供电	检查供电
	参数设置错误（最低限压）	重新设定参数
压力波动	淋洗液瓶内无淋洗液，引起泵抽空	重新装满淋洗液，并检查淋洗液管是否插到容器的底部；排气泡
	高压密封圈泄漏	更换密封圈
	单向阀污染	清洗单向阀或更换
	泵头没有液体，或气泡过大	打开放空阀进行排气
	淋洗液或去离子水脱气不完全	重新脱气配制
	单向阀松动	用扳手小心旋紧，直至泄漏停止
	管路漏液	检查漏液原因并解决问题
	管路堵塞	由后往前排查并解决
	淋洗液瓶内的过滤头污染或堵塞造成泵的抽空	清洗或更换过滤头
	高压密封圈泄漏	检查柱塞杆的装配或更换高压密封圈
	色谱柱内有气泡存在	将色谱柱单独接泵，小流量排气
	保温电导池内有气泡	用去离子水（流速为 2 mL/min）独立排气
	色谱柱污染	按照色谱柱的说明书冲洗或更换
压力显示为零	压力传感器失灵	对压力进行重新校正或更换
	隔膜式脉冲阻尼器漏液	检查并重新安装和连接
	柱塞杆断掉	更换柱塞杆
	接头未拧紧、漏液	检查并连接拧紧
压力过大	流速设定过大	重新设定参数
	压力传感器失灵	对压力进行重新校正或更换
	流路压力过高	局部流路堵塞
	管路接口处变形	切去变形部分，重新连接管路
	淋洗液瓶内的过滤头污染	清洗或更换过滤头
	进样阀处于中间位置	将进样阀切换至正确的位置
高压密封圈漏液	密封圈磨损	更换密封圈并冲洗柱塞
	柱塞杆装配有问题	检查柱塞杆的安装或更换高压密封圈
	没有及时进行后冲洗	定时进行后冲洗

8.2 淋洗液发生器常见故障分析及解决方法

表 8.2 淋洗液发生器常见故障分析及解决办法

现象	原因	解决办法
淋洗液浓度设置失败	淋洗液发生器电源线未接或断掉	连接电源线或更换抑制器
淋洗液发生器漏液	内压增大或外部背压过大	检查各点压力，重新拧紧罐头
淋洗液发生器浓度准确度低	离子交换膜破裂	更换抑制器；浓度校准不合格；重新校准

8.3 抑制器常见故障分析及解决方法

表 8.3 抑制器常见故障分析及解决方法

现象	原因	解决办法
抑制器电流设置失败	抑制器电源线未接或断掉	连接电源线或更换抑制器
抑制器漏液	内压增大或外部背压过大	检查各点压力，必要时小流量冲洗抑制器
没有抑制能力	离子交换膜破裂	更换抑制器
抑制容量太小	淋洗液浓度过大、抑制器内有气泡 或电流过小	降低淋洗液浓度，排出气泡，增大电流

8.4 电导检测器常见故障分析及解决方法

表 8.4 电导检测器常见故障分析及解决方法

现象	原因	解决办法
显示未联机	电导池未连接上	重新用力插紧
温度设定超过允许值	平衡时间不够	再重新平衡一段时间，若仍然有问题请联系我司售后
电导信号线呈锯齿状	电导池体内有气泡	在电导池出口处接一小段背压管

8.5 安培检测器常见故障分析及解决方法

表 8.5 安培检测器常见故障分析及解决方法

现象	原因	解决办法
显示未联机	电导池未连接上	重新用力插紧
温度设定超过允许值	平衡时间不够	再重新平衡一段时间, 若仍然有问题请联系我司售后
安培信号线呈锯齿状	安培池池体内有气泡	在安培池出口处接一小段背压管
安培信号线噪声大、基线高	参比电极过电位高	更换参比电极; 工作电极表面钝化; 抛光工作电极

8.6 系统常见故障分析及解决方法

表 8.6 系统常见故障分析及解决方法

现象	原因	解决办法
背景电导值高	淋洗液浓度高	重新配制淋洗液
	淋洗液被高电导物质污染	重新配制淋洗液
	色谱柱吸附了高电导物质	高浓度淋洗液冲洗色谱柱
	电导池中有固体电解质结晶	15%硝酸冲洗电导池, 后用去离子水冲洗干净
	抑制器不工作或设置电流不当	更换抑制器或重新设置电流
	去离子水不达标	更换实验室水源
基线噪音大	电导池中有气泡	将泵与电导池直接相连, 用去离子水以 2mL/min 的流速冲洗电导池 10min
	淋洗液脱气不完全	配制淋洗液前, 二次去离子水要脱气完全
	电导池被污染	清洗电导池 (用 1: 1 硝酸冲洗电导池, 然后用二次去离子水冲洗干净)
	安培池被污染	重新抛光工作电极
	色谱泵流量不稳或有气泡	检修色谱泵或排出气泡
	仪器接地不良	提供足够的接地
	抑制器工作不正常	维修或更换抑制器
	流路漏液	解决漏液问题
基线不稳定	系统没有达到平衡	平衡系统
	检测器中有气泡, 造成基线有规律	增加废液管的长度, 以增加反压,

	的波动	消除气泡
	检测池以前的系统有泄漏发生, 基线无规律漂移	检查全部管路和接头, 拧紧 (不要过度拧紧) 或更换, 以消除泄漏
	泵头内有气泡	排气泡
	实验室温度变化较大	对电导池加温
	抑制器电流过小	加大电流
	抑制器漏液	检修抑制器
保留时间变化	淋洗液浓度	重新配制淋洗液并混匀
	色谱柱污染	再生或更换色谱柱
	泵的流速	检查色谱泵是否出现问题
	流路漏液	检查流路
峰形异常	分离度差	淋洗液浓度变化, 重新配制淋洗液
	色谱柱污染	再生或更换色谱柱
	交叉污染	重新配制溶液
	超出线性范围	更换小定量环
	样品过载	减小定量环

第9章 保养与维修

9.1 淋洗液

- (1) 配制淋洗液的化学试剂的纯度至少为“分析纯”，同时必须用高纯水稀释溶液。
- (2) 新配制的淋洗液需先透过微滤膜(0.45 μm 的滤膜)，并做脱气处理(在线脱气装置)，碱性淋洗液和低缓冲容量淋洗液必须防止 CO_2 气体的干扰(溶剂保护装置)。
- (3) 盛装淋洗液的容器须密闭，以免溶剂蒸发，特别是含有机溶剂的淋洗液(如丙酮)，蒸发会导致基线漂移。对于响应非常灵敏的淋洗液，即使一滴蒸发溶液回落到淋洗液中也会引起背景电导率明显的变化。

9.2 高压恒流全塑PEEK色谱泵

多数情况下，色谱泵的污染或高压密封圈泄漏等都会引起基线的不稳定(脉冲、流速波动)，可选择用纯水或异丙醇清洗受污染的色谱泵，重新安装清洗后的泵头时，一定要注意单向阀的安装方向。

9.2.1 单向阀的拆卸及清洁

- (1) 拆换时需在清洁的工作空间中进行，准备烧杯一只，镊子一把；
- (2) 断开色谱泵与离子色谱仪的连接，关闭色谱泵的电源；
- (3) 拆卸与泵头连接的管路；
- (4) 使用扳手将主泵泵头上下PEEK进样接头拧开，用镊子小心取出单向阀；
- (5) 单向阀分为入口单向阀和出口单向阀，拆下时做好标记以免错乱；
- (6) 将所有零件放入盛有5%—6%硝酸溶液中超声15min，取出后用去离子水超声清洗至中性；
- (7) 继续用去离子水仔细冲洗，注意某些零件可能浮于水面，谨防丢失；
- (8) 用镊子夹取零件，并在放大镜下检查是否有污损；
- (9) 将单向阀重新装好，恢复管路，接通电源，排出液路中的气泡，单向阀结构示意图参考仪器组成与原理章节中的图4.5。

注意：拆卸和重装单向阀都必须在非常洁净的环境中进行，进液单向阀和出液单向阀的内部零件是相同的，但装配方向正好相反，谨防装反。过分拧紧单向阀将会损坏泵头与单向

阀。

9.2.2 高压密封圈的更换

高压密封圈损坏将导致泵头附近及泵头输出位置产生泄漏，流速将变低且不稳定，从而使得色谱图的保留时间延长。因此要定期检查磨损程度，及时更换高压密封圈。高压密封圈具体更换步骤如下：

- (1) 用去离子水冲洗泵头；
- (2) 断开色谱泵与离子色谱仪的连接，关闭色谱泵电源；
- (3) 拆除所有与泵头连接的管路；
- (4) 使用 M4 内六角扳手，将固定泵头的四个内六角螺钉拧下（注意应交叉松动螺钉，以免折断柱塞杆）；
- (5) 小心地将泵头取出，放平后，缓慢地将柱塞杆拔出，放在干净的环境中，并用超纯水进行清洗；
- (6) 用十字螺丝刀拧开固定导向片的螺丝，取出导向片，压簧，垫片；
- (7) 用扳手将导向杆拧下，将 PEEK 高、低压腔体分开；
- (8) 从高压腔体上小心取下高压密封圈；
- (9) 检查 PEEK 高、低压腔体是否有腐蚀，并使用超纯水进行清洗；
- (10) 仔细将新的高压密封圈装入清洗后的 PEEK 高压腔体凹槽内，安装时，高压密封圈应保持平整，用拇指均匀用力平整压入 PEEK 高压腔体的凹面；
- (11) 将 PEEK 高低压腔体用固定螺钉结合在一起并拧紧，在低压腔体的凹槽处依次放入垫片、压簧、导向片，然后用螺丝拧紧固定；
- (12) 将清洗后的柱塞杆小心插入泵头内；
- (13) 将 PEEK 泵头用四个内六角螺钉重新装上，注意应对角紧固；
- (14) 接上单向阀的液路；
- (15) 接上连接有压力传感器的隔膜式脉冲阻尼器的管路接头；
- (16) 打开电源开关，重新启动色谱泵，设置流速为 3mL/min 进行冲洗 10min 左右。

9.2.3 柱塞杆的更换

PEEK 泵头的柱塞杆具体更换步骤如下：

- (1) 用去离子水清洗泵头；
- (2) 断开色谱泵与离子色谱仪的连接，关闭色谱泵电源；
- (3) 拆除所有与泵头相连接的管路；
- (4) 使用 M4 内六角扳手，将固定泵头的四个内六角螺钉拧下（注意应交叉松动螺钉，以免折断柱塞杆）；
- (5) 小心地将泵头取出，放平后，缓慢的将柱塞杆拔出，放在干净的环境中，并用超纯水进行清洗；
- (6) 如果柱塞杆断裂，替换柱塞杆及密封圈。防止断裂柱塞的碎屑损坏新的柱塞件；
- (7) 更换新的柱塞杆；
- (8) 将 PEEK 泵头利用四个内六角螺钉重新装上，注意应对角拧紧；
- (9) 接上单向阀的液路；
- (10) 接上连接有压力传感器的隔膜式脉冲阻尼器的管路接头；
- (11) 打开电源开关，重新启动色谱泵，设置流速为 3mL/min 进行冲洗 10min 左右。

9.3 色谱柱的维护

9.3.1 基本说明

每根色谱柱都有其使用期限，请在建议的时间期限内使用，延期使用可能会引起柱效降低。如果使用了不兼容的溶剂而超过色谱柱的 pH 值使用范围、频繁改变淋洗液的浓度、淋洗液和样品不经过过滤或是过滤效果差等操作，都会造成色谱柱损坏，请小心使用。

9.3.2 色谱柱保存

对于长时间不用的色谱柱必须进行保养，原则上对准备暂时不用的色谱柱，需要按照色谱柱使用说明书进行储存，封住进、出口进行密封保存；如果对库存时间大于 2 个月（夏季一个月）的色谱柱，要进行润湿保养，即连接色谱柱，用淋洗液冲洗 30min，然后再向色谱柱内注入说明书上规定的液体，用堵头将色谱柱的两端封堵保存。

9.3.3 色谱柱再生

具体色谱柱再生方法详见相应色谱柱说明书，以下给出的再生方法仅供参考（如需操作请联系售后工程师，如自行操作，后果自负）。

(1) 碳酸根色谱柱再生

当 SI-524E 色谱柱柱效下降后,可对色谱柱进行清洗,去除色谱柱中吸附的强保留组分。在维护色谱柱前必须先断开抑制器,将保护柱连接到分离柱后:

亲水性物质污染:

- a) 设置 0.3 mL/min, 采用去离子水冲洗色谱柱 20min;
- b) 设置 0.3 mL/min, 采用十倍淋洗液冲洗色谱柱冲洗 100min;
- c) 设置 0.3 mL/min, 用去离子水冲洗色谱柱 20min;
- d) 最后再用正常工作浓度的淋洗液, 冲洗色谱柱 100min;
- e) 将保护柱连接到分析色谱柱之前, 并连接好抑制器, 平衡系统, 待基线稳定后, 可以进行样品测定。

疏水性物质污染:

- a) 设置 0.3 mL/min, 采用去离子水冲洗色谱柱 20min;
- b) 设置 0.3 mL/min, 采用 5%乙腈水溶液冲洗色谱柱 100min;
- c) 设置 0.3 mL/min, 用 100%乙腈水溶液冲洗色谱柱 100min;
- c) 设置 0.3 mL/min, 用去离子水冲洗色谱柱 50min;
- d) 最后再用正常工作浓度的淋洗液, 冲洗色谱柱 100min;
- e) 将保护柱连接到分析色谱柱之前, 并连接好抑制器, 平衡系统, 待基线稳定后, 可以进行样品测定。

(2) 氢氧根色谱柱再生

再生液的选择:

对于色谱柱,不同的污染需使用不同的再生液,如去除低价亲水性污染可用 10 倍淋洗液冲洗;高价亲水性污染和其他金属离子污染可用 1~3 M HCl 进行冲洗等。在再生液中加入适量有机溶剂,还可以去除疏水性的一些污染。

常用的再生液是在 80%的乙腈中加入 200mM HCl。由于乙腈在长期存放的酸性溶液中会分解,使用前必须立即配制此溶液。在维护色谱柱前必须先断开抑制器,将保护柱连接到分离柱后,使用再生液对色谱柱进行再生需按照以下步骤进行:

- a) 对于 AS19 4mm 分析柱或保护柱,将泵流量设置为 1.0 mL/min, 或者对于 AS19 2mm 分析柱或保护柱,将泵流量设置为 0.25 mL/min。
- b) 用去离子水冲洗柱 10 分钟,然后将选定的清洗溶液泵入柱上。

- c)将清洗液泵入柱内至少 60 分钟。
- d)用去离子水冲洗柱 10 分钟，然后将洗脱液抽到柱上。
- e)用洗脱液平衡柱至少 60 分钟，然后恢复正常操作。

(3) 阳离子色谱柱再生

阳离子、酸污染以及过度金属污染，再生液选择 500mM HCl 溶液。或者可以选择 500mM 草酸也可以洗脱过渡金属污染。在维护色谱柱前必须先断开抑制器，将保护柱连接到分离柱后，使用再生液对色谱柱进行再生需按照以下步骤进行：

- a)对于 CS12A 4mm 分析柱或保护柱，将泵流量设置为 1.0 mL/min，或者对于 AS19 2mm 分析柱或保护柱，将泵流量设置为 0.25 mL/min。
- b)用 10mMHCl 溶液冲洗柱 10 分钟，然后将选定的清洗溶液泵入柱上。
- c)将清洗液泵入柱内至少 60 分钟。
- d)用 10mMHCl 溶液冲洗柱 15 分钟，然后将洗脱液抽到柱上。
- e)用洗脱液平衡柱至少 60 分钟，然后恢复正常操作。

9.4 抑制器的维护

9.4.1 基本说明

抑制器从 IC6300 系列智能离子色谱仪器上拆下来进行保存时，一定要做“活化”处理，准备 U 形连接管 1 根、针头 1 个、1mL 注射器 1 个、废液管 1 根，将抑制器上淋洗液出口与再生液入口用 U 形管相连，再生液出口连接废液管，淋洗液入口连接针头和注射器，注入 5mL 水，最后使用堵头封堵抑制器的四个接口。

9.4.2 抑制器日常维护

- (1) 夏季时，室温较高，抑制器易滋生菌类，应保证每周至少使用水或淋洗液进行冲洗一次；
- (2) 冬季时，室温较低，注意不要将抑制器放在 0℃ 以下环境中，易结冰；
- (3) 春秋季节时，应保证每两周使用水或淋洗液进行冲洗一次，以防止抑制器内离子交换膜失水干裂；
- (4) 抑制器应保存在 5~40℃ 环境中，湿度越大越好。

9.5 淋洗液发生器的维护

- (1) 夏季时，室温较高，抑制器易滋生菌类，应保证每周至少使用淋洗液发生器一次；
- (2) 冬季时，室温较低，注意不要将淋洗液发生器放在 0℃ 以下环境中，易结冰；
- (3) 确保淋洗液发生器工作时流路的流速大于 0 mL/min，避免淋洗液发生器干烧；
- (4) 确保淋洗液发生器在使用时，右侧的堵头卸掉，以保证反应产生的气体得以及时排除；
- (5) 淋洗液发生器罐内的溶液保质期为 2 年，需定期更换。

9.6 系统连接维护

进样阀、色谱柱以及保温电导检测器之间所有的连接管路必须要尽量短，死体积小，并保证绝对密封，连接 PEEK 接头时，应避免拧得过紧而导致端口变形造成液路阻塞。

9.7 日常维护

一般情况下，每天实验结束后，必须对整个系统进行冲洗，具体方法如下：

- (1) 关闭抑制器的电源，断开抑制器与色谱柱的连接，将色谱柱出液口端直接连到废液瓶中；
- (2) 采用 10 倍于工作淋洗液浓度的溶液，设置流速 0.5mL/min，冲洗色谱柱 30min；
- (3) 采用正常的工作淋洗液（不含有机溶剂），设置流速 0.5mL/min，冲洗色谱柱 30min；
- (4) 连接色谱柱与抑制器；
- (5) 关闭电源。

第 10 章 售后服务

(1) 产品出售前负责向用户介绍产品的性能、特点，提供产品样机，客户有需要可以现场观看仪器实物，并可以提供样品在本公司仪器上进行实际测试。

(2) 本公司技术人员，负责详细回答客户针对本公司仪器有关技术操作等方面的问题，并提供仪器安装对实验室的具体要求等方面的文件。

(3) 仪器售出后从安装调试之日起，一年为仪器保修期，保修期内对所有由仪器质量问题产生的故障，本公司负责免费维修。

(4) 仪器售出后，终身为客户提供免费软件升级。

(5) 对售出仪器实行免费上门安装调试服务，技术人员在现场安装调试后，对客户的仪器操作人员进行免费的技术培训。

(6) 本公司对产品实行终身维护，解除用户后顾之忧。

更可靠 共长远
More trustable With forever

400-112-0066 | wayeal@wayeal.com.cn

安徽皖仪科技股份有限公司 | ANHUI WANYI SCIENCE AND TECHNOLOGY CO., LTD.

安徽省合肥市高新技术开发区文曲路8号



官方微信



官方网站