

**SHINE 盛瀚**

# CIC-P60 便携式离子色谱仪 用户手册



青岛盛瀚色谱技术有限公司

## 目 录

引言.....	1
1 仪器简介.....	3
1.1 仪器整机示意图.....	3
1.2 仪器侧面外观示意图.....	4
1.3 仪器内部示意图.....	4
1.4 仪器部件.....	5
1.4.1 微型高压恒流泵.....	5
1.4.2 排气阀.....	5
1.4.3 电磁进样阀.....	6
1.4.4 柱温箱.....	6
1.4.5 电导检测器.....	6
1.4.6 抑制器.....	7
1.4.7 流路.....	8
2 仪器操作说明.....	10
2.1 流动相准备.....	10
2.1.1 水质要求.....	10
2.1.2 流动相的脱气.....	10
2.2 样品准备.....	10
2.2.1 样品的选择和保存.....	10
2.2.2 样品预处理.....	10
2.2.3 样品的稀释.....	11
3 工作软件.....	12
3.1 千谱工作站.....	12
3.2 反控软件.....	12
3.2.1 界面菜单功能.....	13
3.2.2 界面按钮功能.....	23
4 仪器操作及维护.....	27

4.1 开机.....	27
4.2 水质要求.....	27
4.3 检查所有连接.....	27
4.4 平衡系统.....	27
4.5 样品的制备.....	28
4.5.1 样品的选择和保存.....	28
4.5.2 样品预处理.....	28
4.5.3 样品的稀释.....	28
4.6 进样及分析样品.....	29
4.7 维护.....	29
4.7.1 随时检查.....	29
4.7.2 每周检查.....	29
4.7.3 定期检查.....	30
5 常见故障及排除.....	31
5.1 泵压力波动.....	31
5.2 频繁超压.....	31
5.3 基线噪声大.....	32
5.4 基线漂移大.....	33
5.5 背景值过高.....	33
5.6 响应值低.....	33
5.7 抑制器电流不正常.....	34
5.8 不出峰.....	34
5.9 峰拖尾.....	34
5.10 分离度差.....	34
5.11 重复性差.....	35
5.12 线性不好.....	36
5.13 输液泵产生气泡.....	36
5.14 仪器控制异常处理.....	37
6 维修.....	38

6.1 泵单向阀的清洗和更换.....	38
6.2 六通进样阀的维修.....	38
6.3 色谱柱储存和启用.....	38
6.4 更换电导池.....	39
6.5 更换抑制器.....	39
6.6 更换保险丝.....	39
6.7 更换参比电极.....	39
A. 规范.....	41
A.1 电相关.....	41
A.2 物理相关.....	41
A.3 环境相关.....	41
B. 安装.....	42
B.1 设备需求.....	42
B.2 拆箱.....	42
B.3 安装软件.....	42
B.4 连接仪器到电脑.....	43
B.5 安装色谱柱及抑制器.....	43
B.5.1 安装色谱柱.....	43
B.5.2 安装抑制器.....	44
B.6 连接废液管.....	44
B.7 安装淋洗液瓶.....	44
B.8 冲洗泵.....	44
B.8.1 冲洗泵头.....	45
B.8.2 冲洗淋洗液管路.....	45
B.9 系统平衡.....	45

## 引言

CIC-P60 便携式离子色谱仪由淋洗液存储、平流泵、进样系统、色谱柱、柱温箱、自动电解连续再生微膜抑制器、电导检测器以及数据处理系统组成。

CIC-P60 便携式离子色谱仪自身体积小，重量轻，广泛应用于野外现场、车载及实验室等不同环境条件的质量检验、化工、水质化验、进出口商检、环境保护、卫生防疫、医药生产检验等领域。

为使您能尽快熟悉该产品的操作及简单的日常维护，特提供该使用说明书。本手册是该仪器的必备文件，建议将其放置于仪器旁边以备工作人员随时查阅。为了更好的帮助您使用本仪器，请您仔细阅读本手册。本手册将详细介绍仪器的构成部件和操作并介绍常见故障的维修、仪器配件的更换等。

## ● 安全事项

CIC-P60 离子色谱仪专为离子色谱的应用而设计，不应用于其他目的。若由于用户在其他方面使用本设备而造成意外或损失，本公司不承担任何责任。如有疑问，请先致电本公司进行咨询，咨询电话 0532-68069831/68069791。

本手册包含仪器操作时的防范说明及警告等提醒，请自觉遵守。安全消息以粗体显示，并伴有图标，如下所示。



**注意**

**提醒您注意可能会对仪器造成影响但还不会造成人身伤害的环境。**



**警告**

**提醒您注意可能导致仪器严重损坏或危及人身安全的危险环境。**



**危险**

**提醒您注意可能导致立即死亡或严重伤害的危险环境。**



**电击**

**由于本仪器使用的电源电流较大，可能造成电击等人身伤害。当搬运仪器时，请先关闭仪器电源，并拔掉电源线。禁止移动仪器或电路板等带电设备的保护外壳。**

## ● 安全标志

以下安全标志出现在 CIC-P60 离子色谱仪仪器机箱或仪器组件标签上。

~ 交流电      ⊥ 接地      | 电源开启      ○ 电源关闭

## ● 超纯水指标

技术指标	
电阻率	≥18.25 MΩ·cm
TOC	<10 ppb
金属离子	<1 ppb
Pyrogens	<0.03 Eu/mL
颗粒物 (>0.2μm)	<1 unit/mL
硅胶	<10 ppb
细菌	<1 cfu/mL

# 1 仪器简介

## 1.1 仪器整机示意图



图1-1 仪器整机示意图

## 1.2 仪器侧面外观示意图

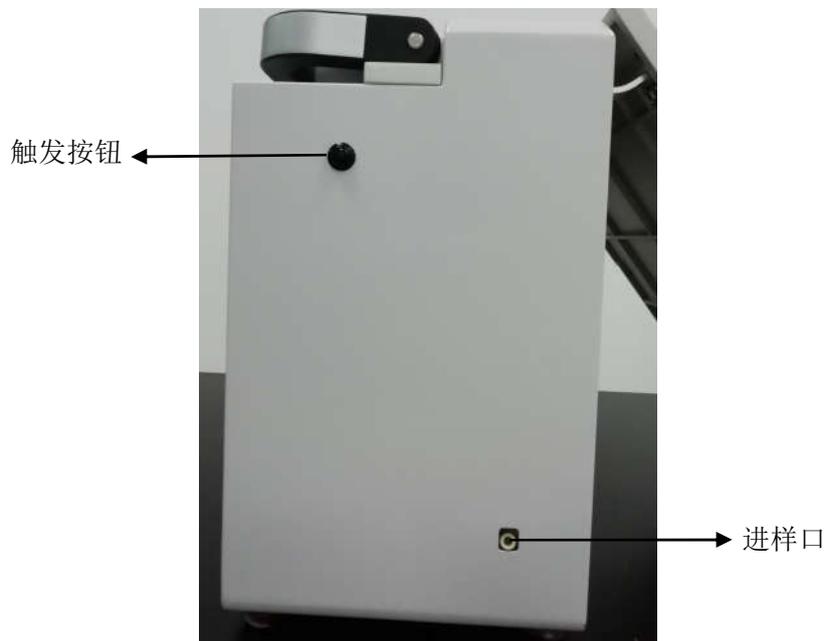


图1-2 仪器侧面外观示意图

## 1.3 仪器内部示意图



图1-3 仪器内部示意图

## 1.4 仪器部件

### 1.4.1 微型高压恒流泵

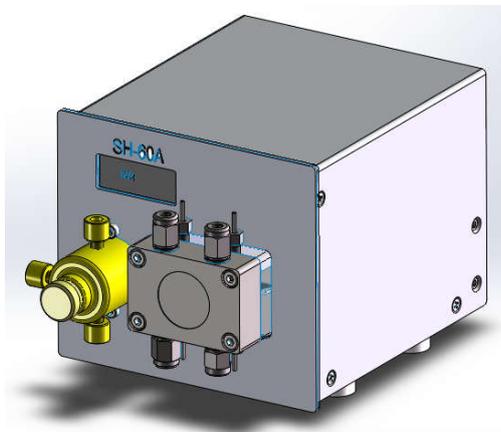


图 1-2 微型高压恒流泵

高压输液泵将淋洗液从淋洗液瓶吸出，输送到后续离子色谱系统中，包括泵头组件、单向阀组件、驱动组件等几部分组成，确保供液过程稳定可靠。

### 1.4.2 排气阀

当系统需要排气时，将排气阀逆时针旋转1/4-1/2圈，打开排气阀。排气阀开启后，流路中的淋洗液将流至此处被排出来。当要排除进到泵内的气体时，可打开排气阀，加大泵流速或使用排气针管抽取气体，排气结束后将排气阀顺时针拧紧。

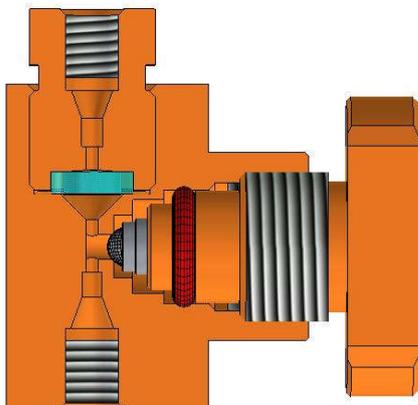


图 1-3 排气阀

### 1.4.3 电磁进样阀

电磁进样阀为PEEK材质高压电磁自动六通阀，耐压45MPa；具有信号自动采集和不断流功能；具有耐酸碱、耐腐蚀、耐磨损、耐疲劳、耐100%有机溶剂的特点。

电磁进样阀中带有两个位置：装样（Load）和分析（Inject）。装样时，淋洗液由泵流经电磁阀进入色谱柱，不通过定量环，而样品被注入定量环中并保存直到分析，多余的样品从废液管内排空。分析时，淋洗液进入定量环中，将样品带入色谱柱中进行分析。

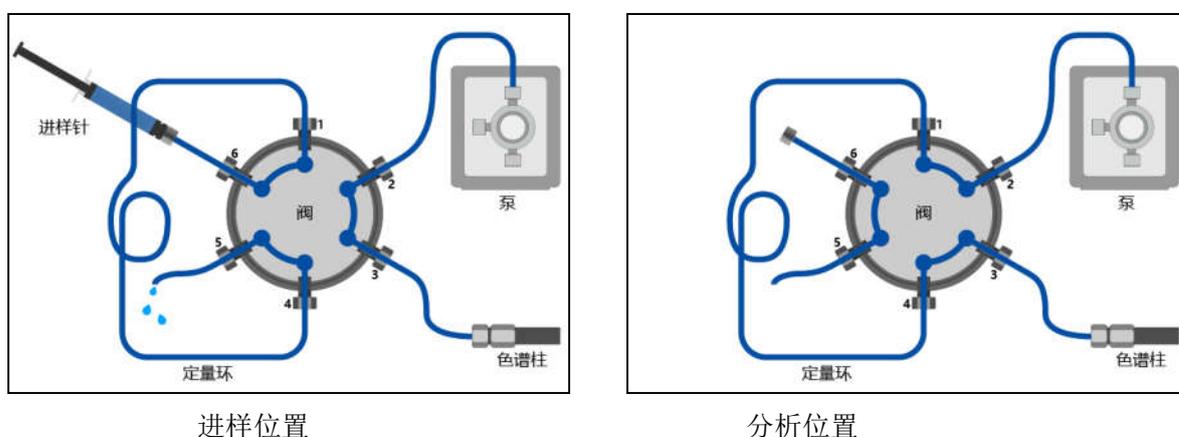


图 1-4 六通手动进样阀工作原理

### 1.4.4 柱温箱

柱温箱为保护柱和分离柱提供恒温环境，温度可以在5-45℃之间调节。最佳设置温度应为室温基础上加5℃或以所选色谱柱说明书为准。

### 1.4.5 电导检测器

电导池可定量检测经色谱柱分离后的目标离子。CIC-D160型离子色谱仪配置恒温双极电导池。池体内含有热交换器，电导池温度可以在5-60℃范围内调节。最佳设置温度应为室温基础上加5℃或以色谱柱报告为准。

双极电导池的优点：

- ① 优异的精度和线性，保证了一个较宽的工作范围；

- ② 较小的死体积和极低的扩散；
- ③ 较好的消除了电极的极化，双电层等干扰，降低了电极污染对灵敏度的影响。
- ④ 在电导检测系统，抑制器有效降低了淋洗液的背景电导值，电导池恒温进一步减小了温度对电导的影响，改善了基线的稳定性。



警告

: 插拔电导池前，请关闭电导池加热按钮及仪器电源开关，以免烧坏电路板。

## 1.4.6 抑制器

抑制器可以降低淋洗液背景电导，提高待测离子信号值，从而提高离子色谱仪的测试能力。抑制器工作原理如图 2-7 所示。使用结束后，应通超纯水 10 min(1 mL/min)除去其内残留的无机盐，后用堵头堵上四个接口，密封保存。每隔一至两周通水浸润，否则会造成抑制器压力高或漏液。

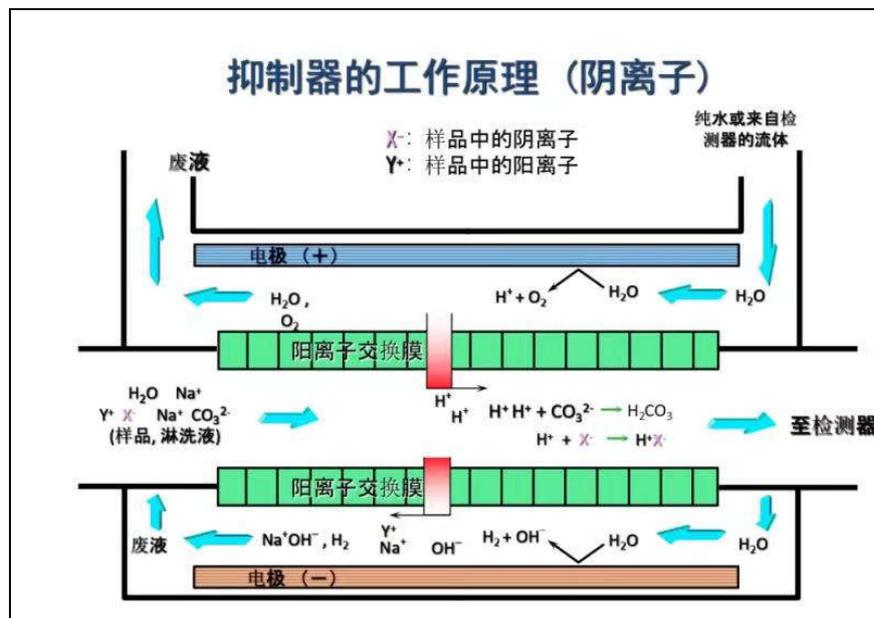


图 1-5 抑制器工作原理示意图

### 1.4.7 流路

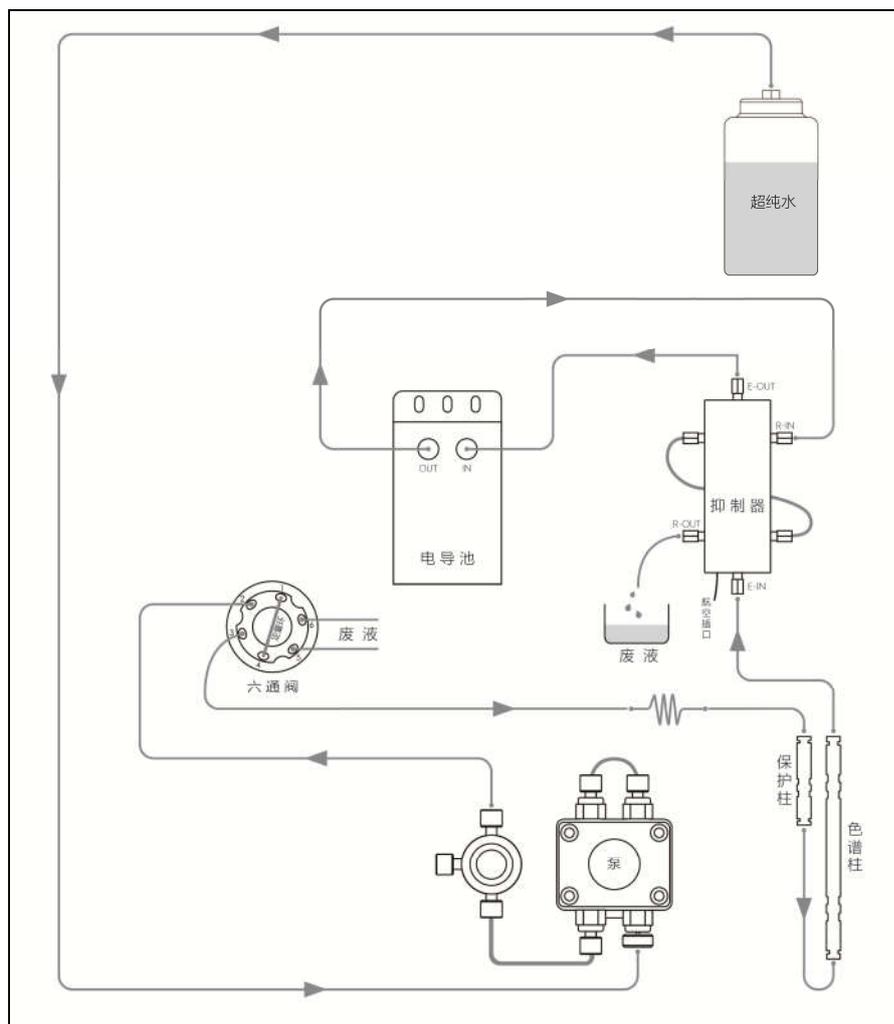


图 1-6 色谱仪流路连接示意图

色谱系统配件包括以下几个部分。

- ① 保护柱：吸附样品或淋洗液中的有害成分或颗粒物以保护色谱柱。
- ② 分离柱：分离样品组分。
- ③ 自再生抑制器：降低淋洗液背景电导；提高待测离子信号值。
- ④ 恒温电导池：检测分离的组分。

具体的色谱流路系统描述如下。

脱气后的淋洗液首先进入输液泵，由输液泵输送进入进样阀，当样品装载到定量环内后，进样阀切换到分析状态带走定量环内的样品进入流路，淋洗液与样品的混合溶液在柱温箱内经加热后依次进入保护柱、色谱柱，经色谱柱分离后进入抑制器、电导池，电导池

将会对样品进行分析，电信号转换成数字信号传送到电脑端进行分析。液体出电导池后将会循环进入进入抑制器以补充抑制器再生腔的水，最后废液进入废液瓶。

## 2 仪器操作说明

### 2.1 流动相准备

#### 2.1.1 水质要求

电导率控制 $1.0\mu\text{S}/\text{cm}$ 以下。

#### 2.1.2 流动相的脱气

将流动相按照色谱柱要求配制好后，采用真空瓶抽滤瓶脱气，

### 2.2 样品准备

#### 2.2.1 样品的选择和保存

样品保存在用去离子水清洗干净的聚四氟乙烯瓶中。不要用强酸或者洗涤液清洗该容器，以防止在该容器上残留大量阴离子，以影响分析结果的准确性。

如果样品不能在采集当天分析使用完，应用 $0.22\mu\text{m}$ 或 $0.45\mu\text{m}$ 的过滤膜过滤，否则其中的细菌可能使样品的浓度随时间而改变。即使将样品保存在 $4^{\circ}\text{C}$ 的环境中，也只能抑制而不能消除细菌的生长。

尽快分析 $\text{NO}_2^-$ 和 $\text{SO}_3^{2-}$ 样品，他们会分别氧化成 $\text{NO}_3^-$ 和 $\text{SO}_4^{2-}$ 离子。不含有 $\text{NO}_2^-$ 和 $\text{SO}_3^{2-}$ 离子的样品，可以储存在冰箱中，一个星期内阴离子的浓度不会有明显的变化。

#### 2.2.2 样品预处理

对于酸雨，饮用水和大气烟尘的滤出液等较为干净的样品可以直接进样分析。而对废水和地表水等含较多其他杂质的样品则需要根据需求对其进行预处理，然后才能进样分析。

### 2.2.3 样品的稀释

不同样品中离子浓度的差别很大，因此无法给定一个确定的稀释系数。大多数情况下，低浓度的样品不需要稀释即可进样。

## 3 工作软件

### 3.1 千谱工作站

**注意：**此部分内容仅简单介绍千谱工作站，具体操作详见**HW User Manual**。

千谱工作站需配合白色加密狗使用，与色谱仪相配套，是处理色谱仪信号数据的软件系统。本软件在界面布局上力求简明紧凑，并提供诸如联合计算、成批打印、结果汇总、连贯操作、自动保存、谱图管理等能够提高日常分析工作效率的功能。

本软件的另一大特色是与 Microsoft Office 的紧密结合，如可直接在 Word 中生成分析报告、定量结果（或多次定量结果的汇总）可通过剪贴板传送到 Excel、分析记录可直接存入 Access 数据库等，使您除了在用色谱工作站得到组份浓度之外，还可以有强大的手段完成对色谱分析结果的后续处理工作。

### 3.2 反控软件

本软件版本号为 V1.1.5，配合千谱软件使用，用于控制色谱仪，采集采样数据，适用设备型号 CIC-D160、CIC-D120、CIC-D100、CIC-P60。

## 3.2.1 界面菜单功能



图 3-1 界面菜单

主界面分为系统、功能和关于三种菜单。下面将一一说明。

### (1) 系统

系统菜单包括【参数设置】和【维护参数】两项。

#### ① 参数设置

参数设置包括设备通讯端口设置、谱图软件设置、界面样式设置及电导池常数。

### a 通讯端口设置

#### ※ 端口号

根据设备所需通讯端口设置端口号，可在操作系统的系统设备管理界面查看设备连接的串口号。



注意

：程序第一次运行将自动搜索可用端口号。对 CIC-D160、CIC-D120、CIC-D100、CIC-P60 型号为单通道，此处通道数设置为 1，对应一个通信端口。

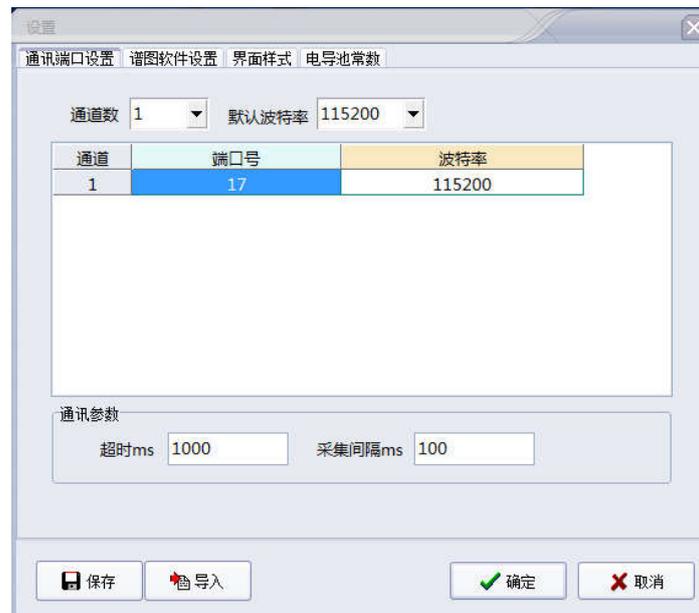


图 3-2 通讯端口设置界面



图 3-3 设备管理器界面

#### ※ 通讯波特率

此设置默认 115200，不需要修改。

### ※ 通讯参数超时

此设置默认 1000ms，不需要修改。

### ※ 采集间隔

此参数与谱图采集频率相关，此设置默认 100ms，不需要修改。

## b 谱图软件设置

设置色谱工作站软件的安装全路径文件名，用于在色谱工作站软件未启动时自动启动谱图软件。



图 3-4 谱图软件设置

### ※ 采集时间

进样采集时间超出此设定时间将自动停止谱图采集。【进样信号触发新建谱图】此项打钩后进样信号使能触发谱图开始，反之触发信号不被响应。

### ※ 通信信道

此选择对应色谱工作站软件的数据接收信道。反控软件将控制并发送数据到相对应的信道窗口。

### ※ 开机自动开启采集

此项打钩开启反控软件后自动开启数据采集并向色谱工作站软件发送数据。

## c 界面样式

此项设置是可自定义主界信息面显示框的背景颜色，字体颜色，字体名称，字体大小，字体类型。



图 3-5 界面样式

#### d 电导池常数设置

此常数一般半年校正一次。



图 3-6 电导池常数

#### ② 维护参数

此处设置专为厂家维护人员维护设备内部参数之用，需要密码权限进入。

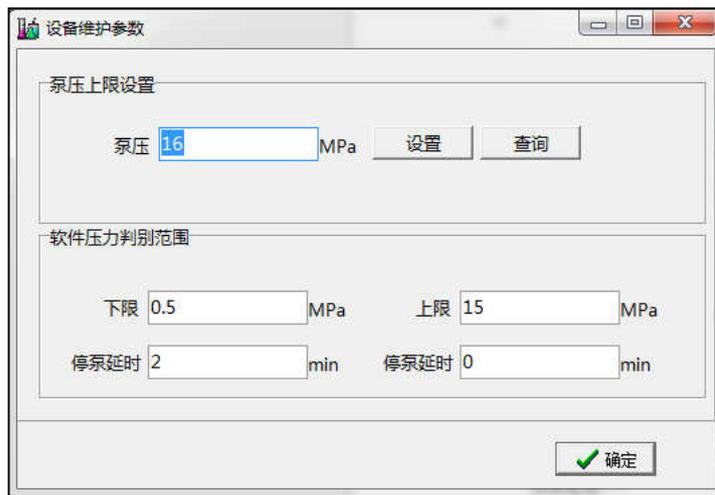


图 3-7 设备维护参数界面

当柱塞泵压力小于软件压力设置下限时，延时 2 分钟，关闭泵，抑制器电流和淋洗液电流。

当柱塞泵压力大于软件设置上限时，立即关泵，抑制器电流和淋洗液电流。

## (2) 功能

功能菜单包括启动设置、定时关机设置、隐藏信息。

### a 启动设置

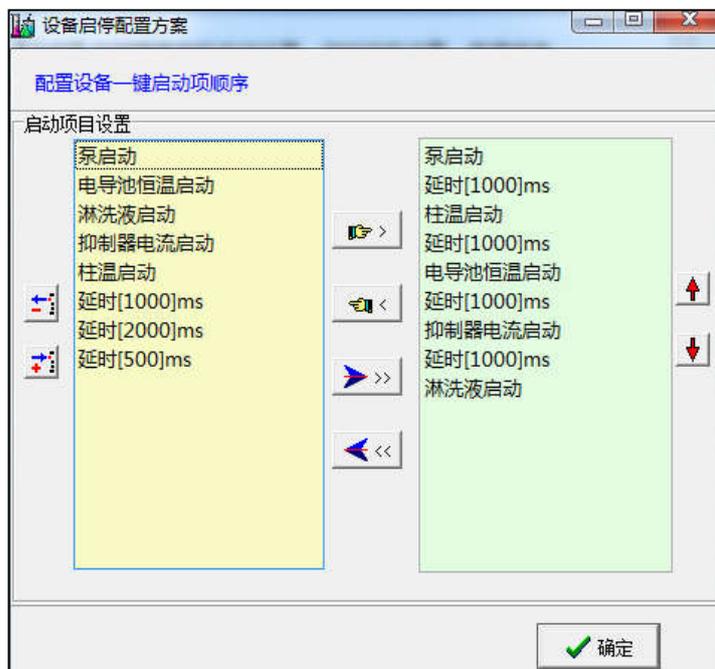


图 3-8 设备启动设置界面

此界面配置设备开机时各设备开启顺序，选中左面列表的项目，点中间右手  按

钮即可将选中项目移动到右侧。

启动顺序设置列表中，中间可加延时命令，延时可以自定义，点击左侧增加按钮, 弹出如下边新增项目窗口，选项目“延时[x]ms”,输入框自动添加此项，将中括号中 X,改为所要设置的延时时间即可。单位为 ms。

例如：延时 1 秒，设置为延时[1000]ms

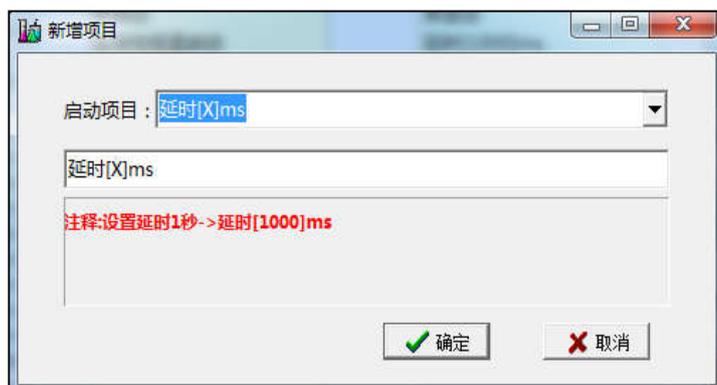


图 3-9 延时设置界面

泵流速项设置：可在开机流程中插入泵流速设置，缓慢增速。

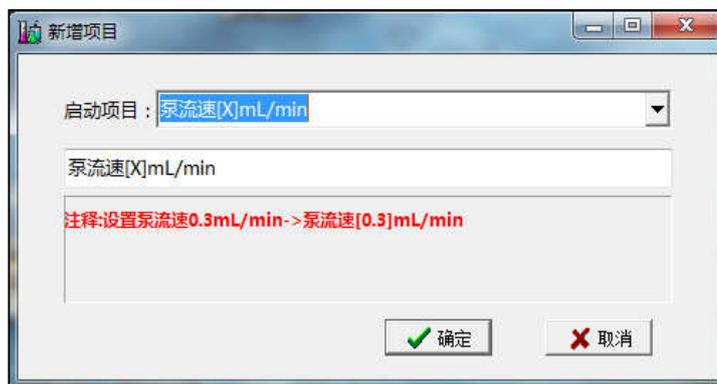


图 3-10 泵流速设置界面



窗口右方上下按钮可选中右边项目自由调整启动项顺序。

## b 定时关机设置

设置设备定时关机时限，超时设备自动启动关机进程。当勾选开启  确认后，程序开始计时，在主界面将出现倒计时提示。反之去除勾选项 , 确认后取消定时关机。若只勾选“开启”，在计时结束后，软件只关闭仪器各部件，电脑、离子色谱仪及配套设备仍然处于待机状态。

在勾选“开启”后，再勾选“退出操作系统”，确认后，程序开始计时，到时间后软

件会先将仪器各部件关闭，然后再关闭电脑，离子色谱仪及配套设备也会在约 20s 后关闭。



图 3-11 定时关机设置

### c 隐藏信息

在不需查看主界面下方监控窗时可隐藏之。再次点选将恢复显示。



图 3-12 隐藏信息界面

### d 进样序列设置

此项为预留项，暂不使用。

### e 序列进样

此项为预留项，暂不使用。

### f 自动进样

此菜单项为勾选项，针对于特定配置，常规配置无此项目。

### e 安培参数设置

当仪器连接安培检测器时，将在界面菜单上默认直流安培模式如图 3-15，点击“系统”选项将出现安培参数设置菜单，点击此选项，将弹出如下窗口如图 3-16，点击“模式选项”，将出现三种安培模式可供选择，请根据自身需要选择相应模式。



图 3-15 安培参数设置

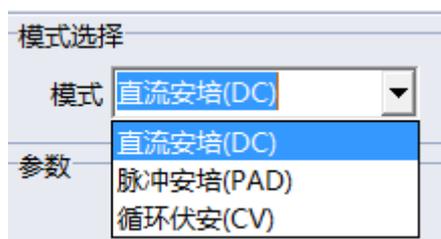
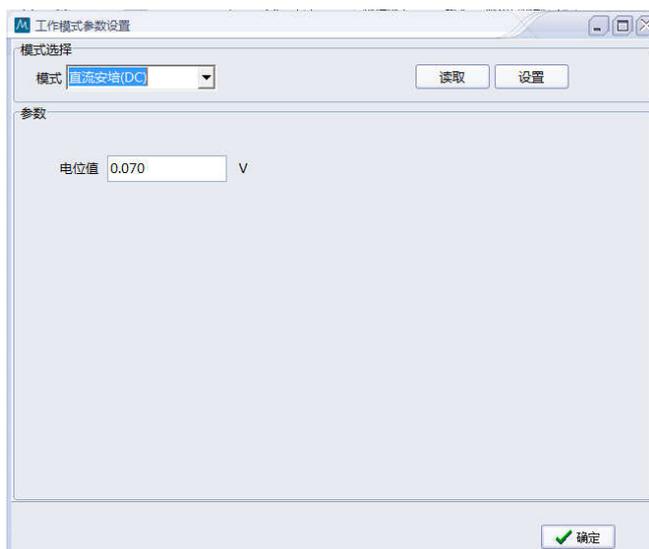


图 3-16 安培参数设置

### ※ 直流安培（DC）模式

在此模式下，输入电位值，点击设置，将完成电位设置，首次设置完成后，以后运行将默认此设置。

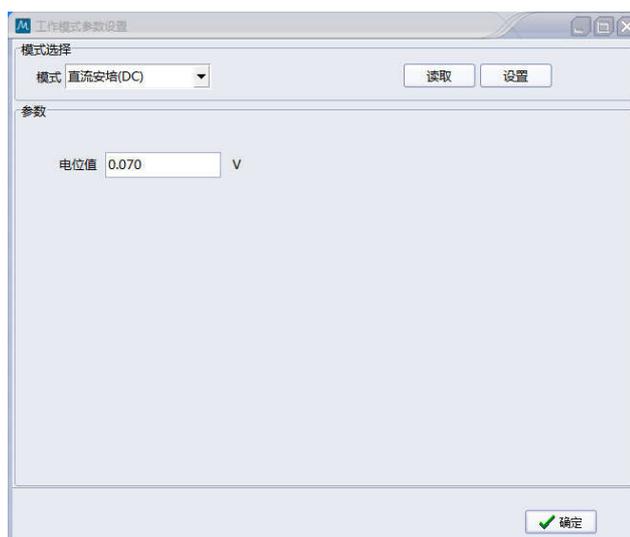


图 3-17 直流安培参数设置

### ※ 脉冲安培（PAD）模式

在此模式下，设置所需的电位数量及相应电压值、保持时间，勾选是否积分，即可根据设置运行。

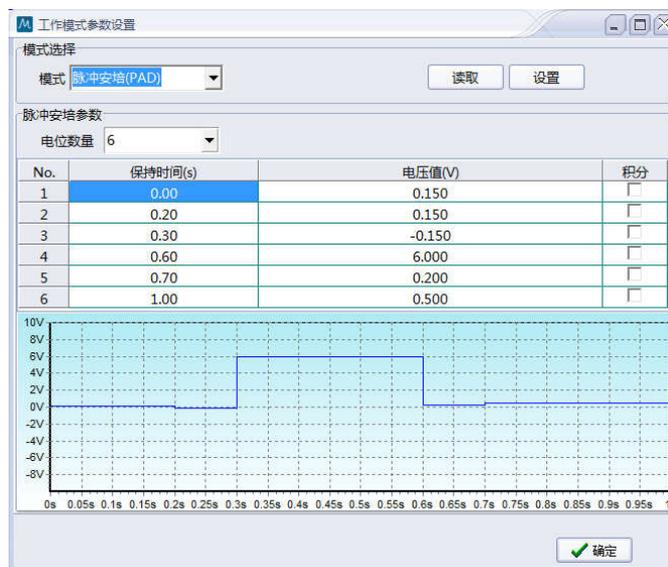


图 3-18 脉冲安培参数设置

### ※ 循环伏安 (CV) 模式

暂无此模式测试，以后将进行补充。

### (3) 关于

点击此处将显示软件版本信息和帮助文档。

#### a 信息



图 3-19 版本信息界面

#### b 帮助

打开本软件帮助文档。

### 3.2.2 界面按钮功能

#### (1) 窗体上方按钮区



图 3-20 界面按钮

#### a 顺序开机按钮

此按钮功能执行设备一键顺序开关机功能，开机顺序按主菜单中【功能】->【启动设置】中设置顺序执行。此按钮为乒乓按钮，再次按下为关机。

#### b 启动采集按钮

此按钮为开启色谱仪数据采集和谱图数据发送进程。如果在系统菜单下【参数设置】中谱图软件设置页面选中了“开机自动开启采集”选项，则程序启动将自动按下此按钮。否则需要手动启动。



注意

只有在启动采集状态下，才响应进样信号。

#### c 基线归零按钮

发送指令控制谱图软件归零一次。

#### (2) 柱塞泵区

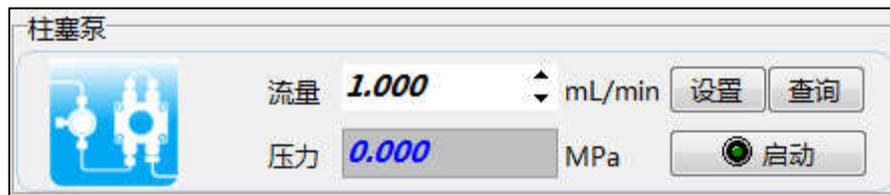


图 3-21 柱塞泵区

#### a 设置按钮

此按钮为设置柱塞泵流量。设置值为左方流量输入框中值。

#### b 查询按钮

查询柱塞泵流量设置值。查询结果显示在左方流量输入框中。

#### c 启动按钮

开启柱塞泵。此按钮也为乒乓按钮，再次按下关闭柱塞泵。柱塞泵开启后，实时压力数据将显示在按钮左边压力显示框中。

#### (3) 柱温箱区



图 3-22 柱温箱区

**a 设置按钮**

此按钮为设置柱温箱温度。设置值为左方设定输入框中值。设置范围 5-45℃。

**b 查询按钮**

查询柱温箱温度设置值。查询结果显示在左方设定输入框中。

**c 启动按钮**

开启柱温箱恒温控制开关。此按钮也为乒乓按钮，再次按下关闭恒温控制。柱温控制开启后，实时柱温数据将显示在按钮左边柱温值显示框中。

**(4) 电导池区**

图 3-23 电导池区

**a 一排设置按钮**

此按钮为设置量程。设置值为左方量程下拉框中值。仪器量程处为灰色，不可更改。

**b 一排查询按钮**

查询当前量程设置值。查询结果显示在左方量程下拉框中。仪器量程处为灰色，不可更改。

**c 二排设置按钮**

此按钮为设置电导池温度。设置值为左方设定值输入框中值。

**d 二排查询按钮**

查询电导池温度设定值。查询结果显示在左方设定值输入框中。

**e 启动按钮**

开启电导池温度控制开关。此按钮也为乒乓按钮，再次按下关闭池温控制。池温控制

开启后，实时池温值数据将显示在按钮左边池温值显示框中。

### (5) 抑制器区



图 3-24 抑制器区

#### a 设置按钮

此按钮为设置抑制器电流值。设置值为左方设定输入框中值。

#### b 查询按钮

查询抑制器电流设置值。查询结果显示在左方设定输入框中。

#### c 启动按钮

开启抑制器电流开关。此按钮也为乒乓按钮，再次按下关闭抑制器电流。抑制器电流开启后，实时电流值数据将显示在按钮左边电流值显示框中。

### (6) 淋洗液区



图 3-25 淋洗液区

当使用淋洗液发生器时，请参考以下内容进行设置。

#### a 设置按钮

此按钮在等度类型下为设置等度浓度值。设置值为左方设定浓度输入框中值。在类型为梯度情况下，此设置按钮将切入梯度界面如下图 3-18，此时接收到进样触发信号，程序将按预先设置好的梯度值运行逐级下传设定淋洗液发生器浓度值。梯度指示灯将由红色变为绿色。梯度运行完后自动回到初始浓度。再次进样触发，梯度将再次运行。如需关闭梯度运行，在主界面点击启动/停止按钮 ，类型切回等度类型即可。



图 3-26 淋洗液发生器监控信息图

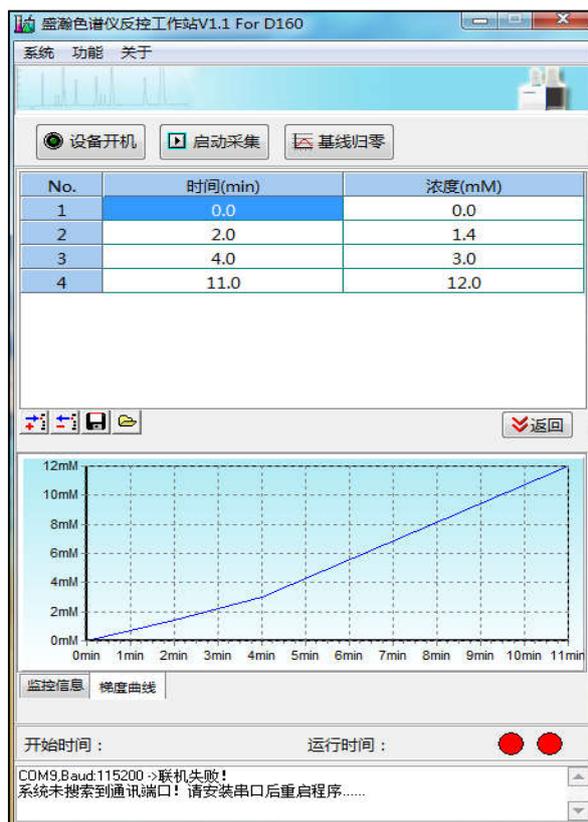


图 3-27 淋洗液发生器梯度曲线

注: 按返回按钮  可以切换回主界面。

### b 查询按钮

查询淋洗液浓度设置值。查询结果显示在左方设定浓度输入框中。

### c 启动按钮

开启淋洗液发生器开关。实际浓度值显示在左方显示框中, 此按钮也为乒乓按钮, 再次按下关闭淋洗液发生器。如在梯度类型下, 将同时结束梯度运行。如果连接的是外置淋洗液发生器, 软件启动时会自动识别, 正确识别后会在淋洗液区显示“淋洗液(外置)”。同时梯度界面中会增加一“梯度设置”按钮。

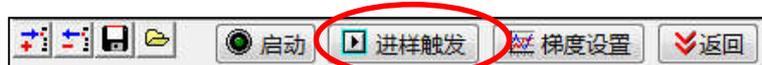


图 3-28 淋洗液发生器启动按钮

此按钮功能是将输入好的梯度数据下传至外置淋洗液发生器。下传成功后在外置淋洗液发生器液晶屏上可查询到下传的梯度数据, 点击“启动”按钮打开外置淋洗液开关, 然后点“进样触发”按钮, 启动外置淋洗液梯度进程, 并开启谱图采集。

## 4 仪器操作及维护

### 4.1 开机

打开 CIC-P60 仪器电源，此时仪器各部件状态如表 4-1 所示。启动反控软件，将淋洗液瓶装满淋洗液，排去输液泵内的气泡。

表 4-1 仪器部件状态

泵	关闭
阀	装样
电导池	关闭
抑制器	关闭
柱温箱	关闭

### 4.2 水质要求

各种溶液均用超纯水配制，水应先经蒸馏，再经纯水器处理；或用复式或混合式离子交换树脂床交换；也可用石英蒸馏器蒸馏过的双蒸水。其电阻率应在 $18.25\text{M}\Omega\cdot\text{cm}$ 以上。

### 4.3 检查所有连接

确保淋洗液瓶内充满淋洗液，各处管路接头连接紧密，抑制器电缆连接完整，废液管位于废液瓶内。

### 4.4 平衡系统

系统平衡时，检查各项参数是否正常。

1. 柱压是否正常（参阅相关色谱柱使用说明书）；
2. 系统压力波动应小于  $0.5\text{MPa}$ ；
3. 电导池池温及柱温箱温度是否达到设定值并比较稳定，变化幅度应小于  $0.4^\circ\text{C}$ ；
4. 抑制器电流是否正常，变化幅度不超过  $2\text{mA}$ 。
5. 基线噪声及漂移是否正常。根据淋洗液系统不同，参数有所变化。

## 4.5 样品的制备

### 4.5.1 样品的选择和保存

样品收集在用超纯水清洗干净的聚四氟乙烯瓶中。不要用强酸或者洗涤液清洗该容器，以防止在该容器上残留大量阴离子，以影响分析结果的准确性。

如果样品不能在采集当天分析使用，应立即用0.22 $\mu\text{m}$ 的过滤膜过滤，否则其中的细菌可能使样品的浓度随时间而改变。即使将样品保存在4 $^{\circ}\text{C}$ 的环境中，也只能抑制而不能消除细菌的生长。

尽快分析 $\text{NO}_2^-$ 和 $\text{SO}_3^{2-}$ 样品，他们会分别被氧化成 $\text{NO}_3^-$ 和 $\text{SO}_4^{2-}$ 离子。不含有 $\text{NO}_2^-$ 和 $\text{SO}_3^{2-}$ 离子的样品，可以储存在冰箱中，一个星期内阴离子的浓度不会有明显的变化。

### 4.5.2 样品预处理

对于酸雨，饮用水和大气烟尘的滤出液这类较为干净的样品可以直接进样分析。而对废水和地表水等含较多其他杂质的样品则需要根据需求对其进行预处理，然后才能进样分析。对于含有高浓度杂质的样品则应事先通过预处理柱，将杂质过滤掉。本公司配备多种SPE柱，可根据需要选择配备。

样品前处理应单独连接前处理柱（可同时接入多个前处理柱），一只手夹持处理柱，另一只手推进注射器，如发现样品推入阻力过大，应进行检查，避免暴力注入。



注意

：实验操作人员应严格按照实验室操作规范进行实验，前处理操作过程应戴护目镜、实验室手套等防护用品，避免因操作不当造成人员损伤。

### 4.5.3 样品的稀释

不同样品中离子浓度的变化会很大，因此无法给定一个确定的稀释系数。大多数情况下，低浓度的样品不需要稀释即可进样。

若使用 $\text{Na}_2\text{CO}_3/\text{NaHCO}_3$ 做淋洗液时，用其稀释样品，可有效减小水负峰对 $\text{F}^-$ 及 $\text{Cl}^-$ 的影响（当 $\text{F}^-$ 浓度小于50ppb时尤为明显），但同时要用淋洗液来配制空白和标准溶液，具

体方法是将配置 100 mL 样品时，向其中加入 1 mL 浓 100 倍的淋洗液。

## 4.6 进样及分析样品

1. 确保进样口已连接完整；
2. 确认进样阀处于进样（LOAD）状态；
3. 基线平衡后，首先使用超纯水将进样口清洗干净，然后使用附件盒内的注射器吸满样品后带上 0.22  $\mu\text{m}$  针头过滤器注入定量环内。进样量应稍大于定量环体积以保证样品充满定量环，多余样品将通过废液管排出。
4. 将注射器留在进样口端；
5. 将进样阀快速扳至分析（INJECT）状态即可启动软件进行数据采集。



注意

：扳阀时间应小于 0.1s，否则进样阀压力过大易导致管路崩开。

## 4.7 维护

为确保仪器的使用安全及使用寿命，用户自身可以进行一些必要的检查。

### 4.7.1 随时检查

1. 检查仪器流路是否漏液。
2. 检查系统压力是否正常。
3. 及时补充淋洗液。
4. 及时清空废液瓶。

### 4.7.2 每周检查

1. 检查仪器管路是否折叠、弯曲或污染。对已变形管路及时更换，以免影响流路稳定性。若管路较短，及时重置、调换管路。

2. 检查淋洗液过滤头是否需要清洗或更换。已污染过滤头的过滤作用将大大减弱，尤其是做长期实验时，应及时检查是否污染。当过滤头较新时，过滤头为纯白色，当变色时

请及时清洗或更换。

3. 仪器至少一周开机一次，使用超纯水冲洗 10-20 min。对泵头进行后冲洗操作。



：当使用水溶液作为淋洗液时，极易产生细菌从而影响实验，应及时清洗或更换已污染的过滤头。

### 4.7.3 定期检查

1. 定期更换参比电极（三个月左右）。
2. 定期更换自动进样器进样针及管路。
3. 定期对泵头进行后冲。

## 5 常见故障及排除

本章根据 CIC-P60 仪器在运行过程中可能会出现的一些问题，列举其原因，并提供较详细的解决方案。当您在使用过程中出现类似问题，可参照此章节尝试自己解决。若遇到无法解决的问题时，请致电青岛盛瀚色谱技术有限公司客服部电话 0532-68069791，您将收到更为详细的解决方案。

### 5.1 泵压力波动

#### 1. 输液泵单向阀堵塞

解决方案：更换单向阀或将单向阀放入 1：1 的纯水/硝酸溶液或无水乙醇中超声清洗。

#### 2. 六通进样阀堵塞

解决方案：按液流的方向依次排查，发现故障点并排除。

#### 3. 色谱柱滤膜堵塞

解决方案：将色谱柱取下并拧下柱头，小心取出其中的滤膜，放入 1：1 的纯水/硝酸溶液中浸泡，超声波清洗 30min 后，用超纯水冲洗后装上；或将色谱柱反接后冲洗；注意色谱柱不接入流路。

### 5.2 频繁超压

#### 1. 输液泵的最高限压设置过低

解决方案：在色谱柱工作流量下，将最高限压调至高于目前工作压力 5 MPa。

#### 2. 流路堵塞

解决方案：根据逐级排除法找出堵塞点，更换流路组件。

#### 3. 保护柱压力升高

解决办法：更换保护柱进口处的筛板。

## 5.3 基线噪声大

### 1. 仪器平衡时间较短

解决方案：通淋洗液至仪器稳定。

### 2. 流路

#### ① 输液泵中有气泡

解决方案：将排气阀打开抽气泡。

#### ② 超纯水过滤头堵塞，在吸力下产生负压产生气泡

解决方案：更换过滤头或将过滤头放入1：1的纯水/硝酸溶液或无水乙醇内超声清洗5 min。

#### ③ 主机流路中有气泡

解决方案：将色谱柱取下，通水将气泡排除。

#### ④ 色谱柱中有气泡

解决方案：用脱气后的淋洗液以低流速冲洗色谱柱，将气泡排除。

#### ⑤ 参比电极使用时间过久；使用结束后没有浸泡在饱和氯化钾溶液内

解决方案：活化或更换参比电极。

#### ⑥ 工作电极使用时间过久没抛光

解决方案：清洗、抛光或更换工作电极。

#### ⑦ 安培池进气泡排除

解决方案：手指堵住出口管路几秒，并持续几次。

### 3. 仪器

#### ① 接地不佳

解决方案：注意接地。

#### ② 电压不稳，或有干扰

解决方案：安装稳压器。

## 5.4 基线漂移大

1. 仪器预热时间不够

解决方案：延长预热时间。

2. 仪器存在渗漏

解决方案：找到渗漏处进行维修。

3. 电压不稳或静电干扰

解决方法：加稳压器和将仪器接地。

## 5.5 背景值过高

1. 抑制器未工作或施加电流过小

解决方案：检查抑制器电流是否打开或增大抑制器电流。

2. 淋洗液浓度过高

解决方案：降低淋洗液浓度。

3. 安培施加电位及积分时间不合适

解决方案：更换电位及积分时间。

## 5.6 响应值低

1. 样品浓度过低

解决方案：更换大定量环或浓缩样品。

2. 安培工作电极表面不光滑

解决方案：抛光清洁工作电极。

3. 自动进样器设置错误

解决方案：设置的自动进样器吸样体积应稍大于定量环体积。

4. 自动进样器故障

解决方案：观察自动进样器吸液量是否正常。若不正常，请联系本公司客服人员进行维修。

## 5.7 抑制器电流不正常

1. 电缆接触不良

解决方法：更换电源线或更换恒流源。

## 5.8 不出峰

1. 电导池安装不正确

解决方案：重新安装电导池。

2. 电导池损坏

解决方案：更换电导池。

3. 泵没有输出溶液

解决方案：检查压力读数，确认泵是否工作。

4. 淋洗液发生器没有工作

解决方案：查看淋洗液发生器电缆是否连接或更换淋洗液发生器。

5. 安培池没有工作

解决方案：查看安培池的进出口的连接电缆是否接入。

6. 电磁进样阀未切阀

解决方案：重启仪器。

7. 自动进样器未进样

解决方案：重启自动进样器。

## 5.9 峰拖尾

1. 样品流路死体积较大

解决办法：减小死体积。

2. 样品浓度过高，导致色谱柱过载

解决办法：降低样品浓度或更换高承载能力的色谱柱

## 5.10 分离度差

1. 淋洗液

① 淋洗液浓度不合适。

解决方案：选择合适的淋洗液浓度。

② 淋洗液流速过大

解决方案：选择合适的流速。

## 2. 样品

① 浓度过高

解决方案：稀释样品。

## 3. 色谱柱

① 色谱柱被污染，使柱效下降

解决方案：再生色谱柱或更换色谱柱。

## 5.11 重复性差

### 1. 进样

① 进样量不恒定

解决方案：超过定量环体积10倍进样，保证完全进样。

② 进样浓度选择不合适

解决方案：选择合适的进样浓度。

### 2. 干扰

① 试剂不纯净

解决方案：更换试剂。

② 超纯水含有杂质

解决方案：更换超纯水。

### 3. 流路

① 管路泄漏

解决方案：找到泄漏处，拧紧或更换泄漏部件。

② 流路被堵

解决方案：找到被堵地方，维修或者更换。

### 4. 环境温度变化

解决办法：进行实验时应尽量保持环境恒温。

#### 5. 淋洗液浓度发生变化

解决办法：不使用淋洗液发生器时，应对NaOH淋洗液添加保护装置。

#### 6. 色谱柱柱效下降

解决办法：更换新色谱柱。

#### 7. 抑制器漏液

解决办法：更换新抑制器。

## 5.12 线性不好

### 1. 溶液被污染

解决方案：重新配置溶液。

### 2. 超纯水不纯

解决方案：更换超纯水。

### 3. 线性溶液被污染，特别是低浓度的样品

解决方案：重新配置溶液。

### 4. 样品浓度过高或过低，超出仪器线性范围

解决方案：选择合适浓度范围。

## 5.13 输液泵产生气泡

### 1. 流路管中吸附气体

解决方案：通水的情况下打开输液泵排气阀，开启平流泵，同时不断震动滤头，将气体排除干净。

### 2. 室内温度过高，导致超纯水脱气不干净

解决方案：采用在线脱气装置。

### 3. 输液泵过滤头堵塞

解决方案：可将滤头取下放入1: 1的纯水/硝酸溶液或无水乙醇中超声波清洗。

## 5.14 仪器控制异常处理

### 1. 设备类型查询失败

原因：软件连接仪器成功后，首先会查询仪器的类型。如果没有收到响应，或者返回的信息不正确，会在窗口中显示此信息。

解决方案：请确认仪器是否正常开启。

### 2. 反控无法控制仪器

解决方案：重启仪器或反控软件。

## 6 维修

### 6.1 泵单向阀的清洗和更换

- (1) 关闭仪器电源。
- (2) 拆卸泵进出口管路。
- (3) 拧下上下单向阀。
- (4) 单向阀取下后，整体放入适当的清洗溶剂（如丙酮或乙醇等）中，置于超声波清洗器中超声清洗20-30分钟。
- (5) 清洗完成后，安装单向阀。
- (6) 恢复管路，接通电源，排气泡。

### 6.2 六通进样阀的维修

阀是流路转换系统中的关键部件，它的好坏直接影响仪器能否工作及性能。所以在使用过程中应能了解其结构与原理，并使其处于正常的工作状态。

在通水或淋洗液发现阀有渗漏现象时，应判断漏液位置阀接口密封处漏还是阀体本身漏。如果是阀体接口漏，可将接口接头紧固一下，如再漏，可更换密封垫；

如果是阀体本身漏，可将阀后面外部固定螺钉紧固一下，要求几个螺钉紧固程度一致，这样可保证内部阀体两个密封面平行吻合；

操作后无效，可将阀后面的内部螺钉均放松1/6丝（它的作用是保证两个密封面平行）。然后在紧固外部螺钉。

操作后无效，则将阀卸开重新修理安装或更换阀体。

阀的堵塞修理：首先检查阀进口处是否密封过紧或有堵塞物，如内部有异物，将阀卸开检查修理。

### 6.3 色谱柱储存和启用

- (1) 用淋洗液淋洗柱子 10 分钟，取下柱子，密封进出口，将一端插入水中保存。

(2) 用淋洗液冲洗柱子 30 分钟后，方可使用。

(3) 柱子在出厂时，已通入淋洗液保存，在使用前需用水洗 20 分钟，再用淋洗液平衡后使用。

## 6.4 更换电导池

(1) 关闭仪器电源。

(2) 打开仪器前门，拆除电导池进、出口的管路。

(3) 拧松固定螺丝，拔下电导池。

(4) 更换新的电导池，重新连接管路，恢复操作。

## 6.5 更换抑制器

(1) 关闭抑制电流后停泵。

(2) 打开仪器前门，拆除抑制器的连接管路。

(3) 将抑制器向上抬起，脱离安装支架，拔掉航空插头。

(4) 连接新抑制器的电缆并将其就位。

(5) 安装新抑制器。

(6) 重新连接管路，恢复操作。

## 6.6 更换保险丝

(1) 关断主电源开关，拔掉背面板的主电源线。

(2) 保险丝盒位于后面板主电源插座内，在保险丝盒两侧内凹处有锁定机构。用小改锥向中间拨动锁定销，保险丝盒会向外弹出，向外拉出即可。

(3) 取出保险丝盒内的保险丝并更换。

(4) 插回保险丝盒，用力推入使两个锁定销将其锁住。

## 6.7 更换参比电极

参比电极的使用时限大概在三个月左右，不使用时应将其浸泡在饱和氯化钾溶液中。

出现下列几种情况时，可能需要更换参比电极：

1. 基线噪音大；
2. 抛光工作电极后灵敏度依然偏低。

更换步骤：

- (1) 停机，拆卸安培池；
- (2) 旋松并取下参比电极；
- (3) 取下新参比电极的保护帽（保存好）
- (4) 用去离子水冲洗新参比电极
- (5) 打开安培池进出口接头，安装新参比电极。

## A. 规范

### A.1 电相关

主电源	DC25.2V, 3A
-----	-------------

### A.2 物理相关

尺寸（不包括淋洗液瓶及淋洗液发生器）	高*宽*深：323*218*330mm
重量	8.5kg

### A.3 环境相关

运行温度	5-30℃
湿度	5-85%相对湿度，非冷凝

## B. 安装

### B.1 设备需求

1. 环境温度：5-30 ℃
2. 相对湿度：5-85% 相对湿度，非冷凝
3. 室内应清洁无尘，通风良好；仪器应平稳放在工作台上，周围无强烈机械震动和电磁干扰源。
4. 仪器接地良好。

### B.2 拆箱

拆开仪器包装，检查设备及附件是否在运输过程中损坏，若损坏应及时向承运公司提供责任说明。

对照装箱清单检查清点物品，若有遗漏及差错请及时与我公司取得联系。



：请小心搬运仪器，搬运时抬起仪器左右两侧的底座，禁止抬前后两侧，否则会破坏前门坚固性。



：禁止接触锋利性物体，以免造成仪器表面涂层划伤。



：本仪器使用的电源电流较大，有可能造成电击等人身伤害，因此在搬运时，请先关闭电源，并拔掉电源线。当搬运仪器时，请扣好仪器外壳，禁止移动电路板等带电设备的保护壳。

### B.3 安装软件

1. 启动平板电脑；
2. 将载有软件的 U 盘插入 USB 接口；
3. 打开 U 盘，选择相应工作软件、反控软件、VCOM 软件；

4. 点击 setup 程序，选择安装地址，根据安装向导进行安装；
5. 选择是否创建快捷方式，若选中，则在桌面自动重建快捷方式；
6. 最后显示“finished”则表明已成功安装软件。

## B.4 连接仪器到电脑

CIC-P60 仪器与平板电脑之间采用 WiFi 方式连接。

1. 打开平板电脑 WiFi 设置，选择仪器发出的 WiFi 信号并连接；
2. 打开 USR-VCOM 软件，等待信号连接成功；
3. 打开反控软件，即可自动连接仪器。

## B.5 安装色谱柱及抑制器

本小节将简单地介绍如何安装色谱柱及抑制器。在开始安装前，请仔细阅读包装盒内的用户手册，详细了解色谱柱及抑制器的详细使用。开始安装前，请先打开包装盒将保护住、色谱柱及抑制器取出，并将密封堵头拆掉。

### B.5.1 安装色谱柱

1. 在管路正常流出液体的情况下，按照保护柱标注的液流方向连接保护柱；
2. 当保护柱末端液流正常后再连接分离柱，连接分离柱请按照分离柱标注的液流方向进行；
3. 连接完毕后，将保护柱及色谱柱放入卡槽；
4. 最后扣好柱温箱前盖。



注意

：安装色谱柱时应将泵流速降到  $0.3\text{mL}/\text{min}$  或以下。新分离柱初次连接到色谱系统时，请先通水和淋洗液进行冲洗并断开电导池和抑制器，以防止高电导物质或气泡等进入到电导池或抑制器。当分离柱出口末端流出清洁、无气泡的液体后，再连接电导池和抑制器。

## B.5.2 安装抑制器

1. 将从色谱柱出来的管路连接抑制器的 ELUENT IN 接口；
2. 抑制器 ENLUENT OUT 接头连接电导池的 IN 接口；
3. 电导池 OUT 接口连接捕获柱 REGEN IN 接口；
4. 捕获柱 REGEN OUT 接口连接抑制器 REGEN IN 接口；
5. 抑制器 REGEN OUT 接口连接废液管；

待所有管路连接完毕后，将抑制器 REGEN OUT 接口朝上，挂进仪器内抑制器支架上即可。

## B.6 连接废液管

CIC-P60 仪器废液管包含以下两种：

1. 进样阀废液管将进样时多余的样品排走；
2. 抑制器废液管将流路最后产生的废液排走；



注意

：为防止废液虹吸现象，请随时检查废液管是否有弯曲，挤压或升高。

## B.7 安装淋洗液瓶

1. 使用超纯水冲洗淋洗液瓶；
2. 将淋洗液装入淋洗液瓶内；
3. 将淋洗液瓶放置在 CIC-P60 仪器内部；
4. 将管路安装好过滤头后一并放入淋洗液瓶内并将淋洗液瓶盖拧紧。



注意

：CIC-P60 仪器不需要有压力保护的淋洗液瓶。但若淋洗液以人工脱气或易污染，建议配备有氮气保护的淋洗液瓶。

## B.8 冲洗泵

冲洗之前应先确保淋洗液瓶已充满淋洗液，淋洗液瓶盖已拧紧，淋洗液管路已连接，废液管已插入废液瓶内。

## B.8.1 冲洗泵头



当仪器首次使用、使用时间较长或常置不用时应将泵头冲洗干净，以免泵头内残存结晶损坏泵头。

冲洗步骤如下：

1. 将泵体的后冲洗管路接好；
2. 使用 10 mL 注射器吸满超纯水后连接冲洗管路一端，出口管路插入废液瓶内；
3. 缓缓推进注射器，清洗泵头，此操作可重复数次。

## B.8.2 冲洗淋洗液管路



当首次安装、更换淋洗液或淋洗液管路内部无液体时，需冲洗淋洗液管路。

冲洗步骤如下：

1. 将 10 mL 注射器插入排气阀旁的弯形针内；
2. 将排气阀逆时针旋转 1/4-1/2 圈，打开排气阀；
3. 抽取注射器或控制泵流速以 1 mL/min，缓缓将管路内气体或更换前的淋洗液抽光；
4. 直至抽取约 20 mL 新更换淋洗液以确保管路内气体及残存淋洗液已完全排走；
5. 最后将流速调至正常并将排气阀顺时针拧紧。

## B.9 系统平衡

1. 待泵冲洗结束，打开泵并将泵流速逐渐设置到运行速度；
2. 冲洗管路 30min 左右以平衡整个系统流路；
3. 通过查看泵视窗或反控软件监控泵的压力波动；
4. 确认淋洗液流路最终从抑制器 REGEN OUT 端流出，泵压力是否稳定；
5. 确认背景基线电导是否正常。

## 青岛盛瀚色谱技术有限公司

地址：青岛市崂山区株洲路 151 号 1 号楼 108 室

技术服务热线：0532-68069831/68069791

销售咨询热线：0532-68069793

配件耗材销售热线：0532-68069792

网址：[www.sheng-han.com](http://www.sheng-han.com)

传真：0532-68069838

邮编：266100

**全国免费客服热线：400-661-9009**

青岛盛瀚微信公众平台



青岛盛瀚用户交流 QQ 群

