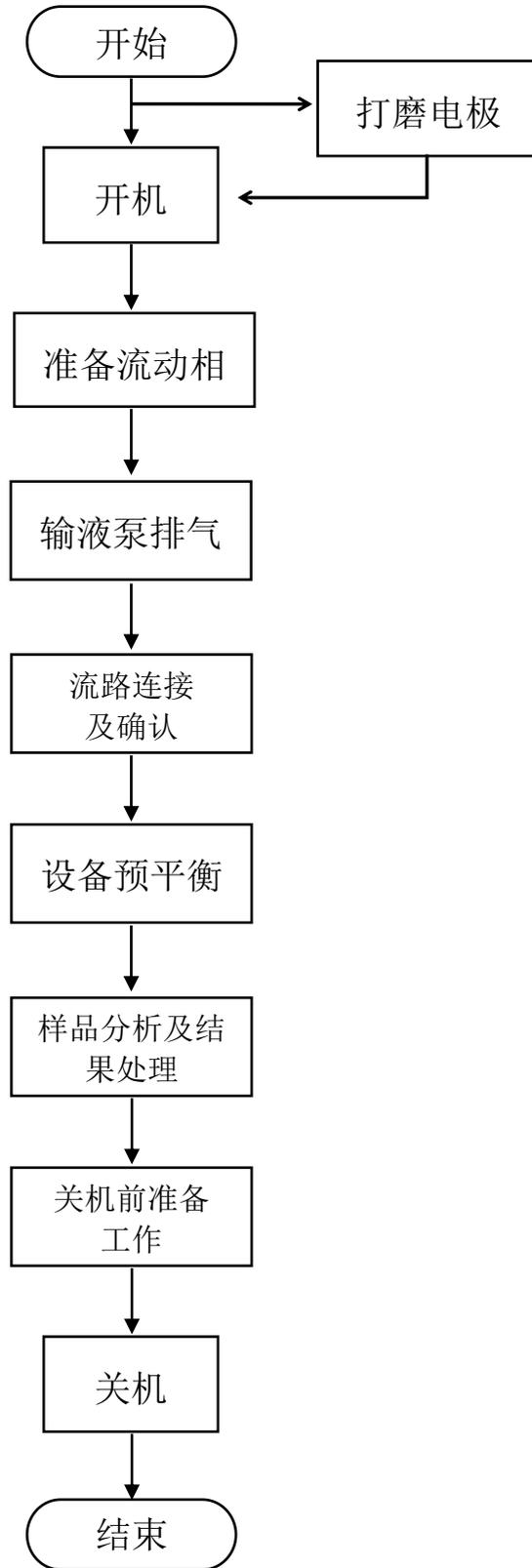
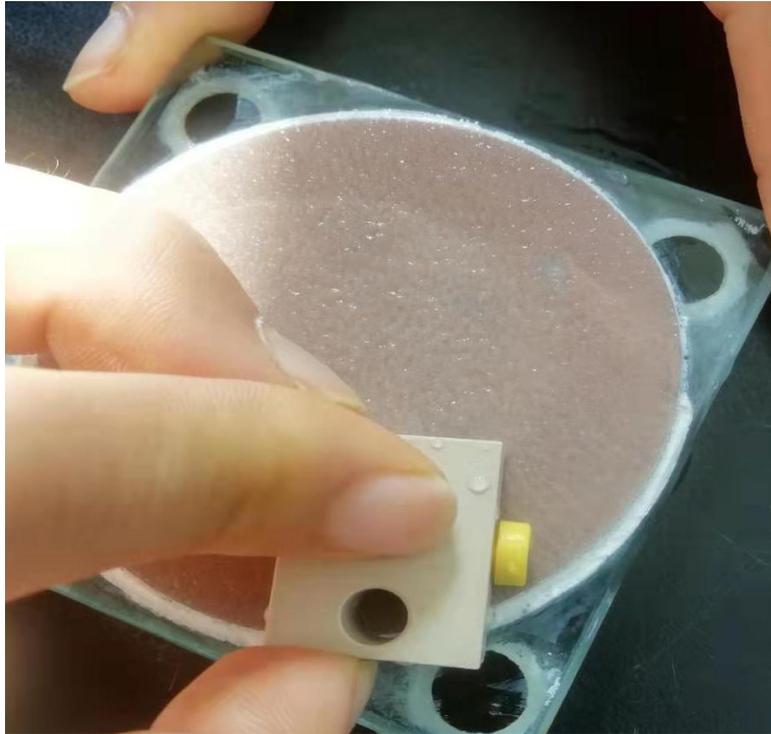


## SHE-2 系列仪器日常操作规范



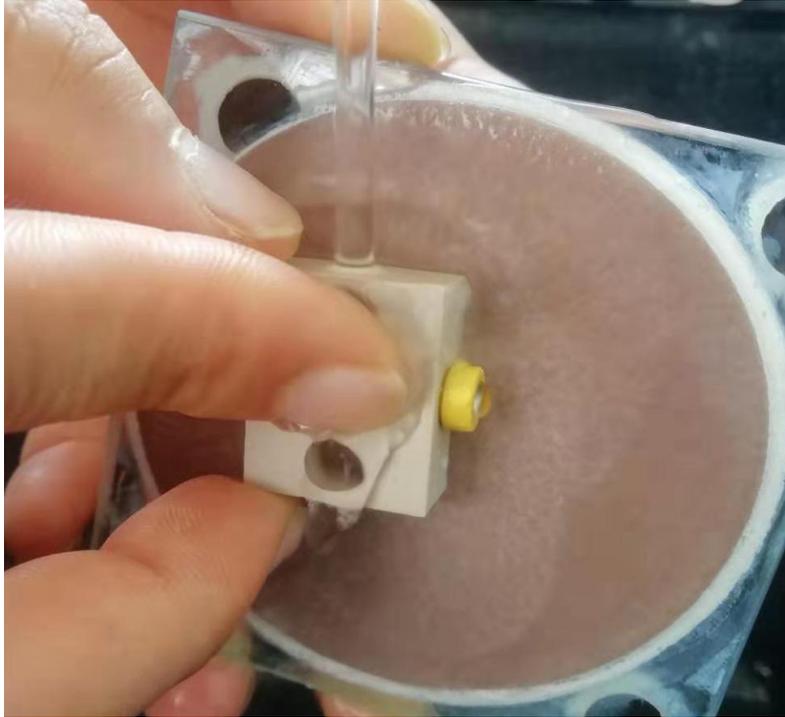
## 1 电极打磨

1) 拆下工作电极，将打磨绒布用超纯水冲洗，倒上  $\text{Al}_2\text{O}_3$  研磨粉，左手固定研磨装置，右手拿电极在绒布面上打磨（尽量绒布外圈打磨），打磨 3-5min 即可。打磨完成后一边用超纯水冲洗，一边用电极在绒布不断打磨（目的是将电极表面残留的研磨粉擦干净）。



电极沿外圈打磨





打磨完成后清洗电极表面

2) 安装工作电极，首先将电极膜放置平整，放置完成后查看中间两个进出口是否露出，将银电极面朝向电极膜面，安装平整后用螺母将电极固定并连接各电极线。



正确安装电极膜后，进出口处于露出状态

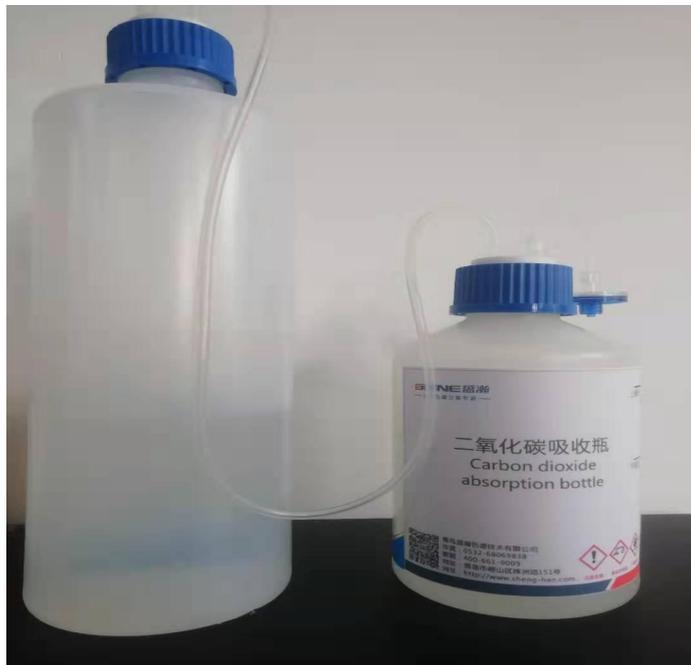


## 2 开机

- 1) 开启离子色谱开关，打开安培检测器开关，3 秒钟后关闭安培检测器开关再次打开。
- 2) 开启仪器反控，开启柱温箱至 35℃。

## 3 准备流动相

- 1) 对超纯水进行脱气。
- 2) 加入乙酸铵。
- 3) 加入所需的氢氧化钠，最后加入乙二胺定容。
- 4) 流动相需加装氢氧化钠保护装置，防止氢氧化钠过快变质。



氢氧化钠保护装置

**注意：**淋洗液做到现用现配，当做碘离子不加乙酸钠和乙二胺



## 4 输液泵排气

- 1) 淋洗液接入流路后，打开输液泵的排气阀。
- 2) 通过注射器抽气的方式对输液管路进行排气，确认输液管路中无气泡存在后，先关闭泵流速，再关闭排气阀。

**注意：**一定要先关闭泵再关闭排气阀，以防压力过大损坏设备和流路。

## 5 流路连接及确认

- 1) 根据测试需求更换或确认所使用的保护柱和色谱柱。
- 2) 根据测试需求更改或确认流路连接正确。
- 3) 参比电极暂不拧入池体，待开泵后参比电极处有液体溢出后再拧入参比电极（防止参比电极口残留气泡）。





**注意：**不同的测试需求对应不同型号的保护柱、色谱柱以及流路连接方式，一定要根据工程师培训内容确认所使用的保护柱、色谱柱及流路连接是与测试需求相对应的，否则可能会引起部件的损坏。

## 6 设备预平衡

- 1) 首先确认柱温箱温度已经达到设定温度。
- 2) 按照培训要求开启泵并将流速由低到高依次设置到测试所用的流速。
- 3) 流速设定完成后，启动直流安培电位。观察采样值是否变化。
- 4) 仪器运行正常后，需要等待一定时间使设备达到化学平衡（具体时间的长短与设备停机时间长短以及维护的有效性相关），等待平衡的过程中，操作



人员可去配制标准样品或对要检测样品进行相应的前处理。

**注意：**一定要先开泵，废液管有流动相流出后再启动电位。

## 7 样品分析及结果处理

- 1) 仪器达到平衡要求后，即可对样品进行分析测试。
- 2) 根据工程师培训的分析测试方法及数据处理方法对设备和软件进行操作处理，以及输出分析报告。

**注意：**被分析的样品一定要按照要求进行前处理，否则会损坏保护柱和色谱柱。

## 8 关机前准备工作

样品分析完成后，仪器持续运行流动相 30min。

## 9 关机

- 1) 关闭柱温箱。
- 2) 关闭直流安培的电位。
- 3) 关闭泵的流速。
- 5) 关闭仪器。
- 6) 若长时间不使用安培检测器（2 周以上），需将参比电极拧下，浸入饱和氯化钾溶液中。





**注意：**一定要先关闭电位，再关闭泵。

## 10 其他

安培检测器不同于其他检测器，因其工作原理决定，待测物质需在电极表面进行反应，所以随着仪器使用时间变长，电极表面会不断污染，导致背景值会不断上升，响应值也会有所降低，属于正常现象。

当出现下述情况需进行电极打磨：

- 1) 新仪器第一次调试使用。
- 2) 长时间做样，背景值不断升高，接近量程上限，达到 60nA。
- 3) 连续进样高浓度样品（25u1 定量环 50ppb 的氰根与硫），电极污染较严重，进标样发现峰高相对于之前降低 20%以上。



4) 长时间不使用仪器，开机启动电位后背景值长时间不稳定或噪声偏大，超过 0.01nA，（正常情况下仪器放置, 2 周后再次使用，不需要重新拆下电极打磨，直接开机 30-60min 即稳定）。

## 11 故障排除

- 1) 超出量程上下限，尝试调节电位后仍超出量程（超出量程下限可调高电位，超出上限可调低电位，电位范围 $\pm 0.6V$ ）可能原因：电极需要打磨。
- 2) 基线不稳，噪声大，可能原因：①池体污染，将电极拆下，用乙醇超声池体 30min。②电极打磨不平，需重新对电极进行打磨。③淋洗液不纯，被污染。
- 3) 基线很平，但进样不出峰，可能原因：①进样器故障，未进去样品，②基线背景值一直稳定在 0 左右，对电极或工作电极线接触不好或断开。
- 4) 进样出峰较小，相对正常情况下小一个数量级，可能原因：未加乙二胺或乙二胺过期。
- 5) 进样出峰一直偏大，不同浓度的标液出峰一样，可能原因：之前进过高浓度样品，定量换被污染。

## 12 耗材更换

- 6) 参比电极：长时间使用或保存不当会导致参比电极电位漂移，施加电位不准，建议更换周期一年。
- 7) 电极膜：正常使用时电极膜不会损坏，但在拆卸电极时要注意电极膜不要拉扯，若电极膜拉扯变形则需要更换。
- 8) 工作电极：工作电极在正常使用时，仅有打磨时微量损耗，当使用时间超过一年，磨损严重，存在较深划痕打磨不平，跑样噪声大时建议更换。



