

离子色谱仪 CIC-D300 操作手册

青岛盛瀚色谱技术有限公司

引 言

CIC-D300 型离子色谱仪是盛瀚针对目前国内外亟须解决的饮用水安全和食品安全问题而研发的通用双通道离子色谱仪，不仅为用户提供饮用水中常规无机阴阳离子和消毒副产物及食品中添加剂、溴酸盐、有机酸、胺的全套解决方案，在众多其他领域，该型号仪器同样有完备的应用支持。全塑化流路系统，双抑制模式，广泛实用的应用配套方案，配合仪器自动操控模式以及选配的双通道自动进样系统，使得 CIC-D300 型离子色谱仪不仅拥有广泛、完善、先进的应用解决能力，同时为用户带来自动化、人性化并富有乐趣的仪器应用体验。

CIC-D300 型离子色谱仪是一个将平流泵、色谱系统及采集系统集成为一体的仪器，其中色谱系统包括色谱柱及自再生抑制器，检测系统包括检测器和工作站。CIC-D300 型离子色谱仪配有双泵、双通道、双电导检测器、双淋洗液发生器，可大大提高仪器测试效率。

为了更好的帮助您使用本仪器，请您仔细阅读本操作手册。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。

目 录

一、仪器整体	1
1.1 仪器整体简介	1
1.2 仪器部件简介	2
二、管线路连接简介	6
2.1 流路连接示意	6
2.2 仪器电控连接示意	8
2.3 废液连接示意	9
三、 软件程序安装简介（使用串口时，此项不执行）	9
3.1 网口配置	9
3.2 反控软件安装简介	12
四、 操作界面简介（中英文对照）	14
4.1 仪器配置界面	14
4.2 仪器主操作界面	15
4.3 柱温箱操作界面	15
4.4 设备监视器界面	16
4.5 样品单次分析操作界面	17
4.6 样品序列分析操作界面	17
五、 仪器操作	18
5.1 流动相制备	18
5.2 样品制备	18
5.3 仪器控制	19
5.4 数据处理	19
六、 简易故障排除	19
6.1 电导高	19
6.2 压力指示异常	20
6.3 频繁超压	20
6.4 基线噪声大	21
6.5 基线漂移大	22
6.6 分离度差	22
6.7 重复性差	23
6.8 线性不好	23
6.9 抑制器电流不正常	24
6.10 恒流泵产生气泡	24

一、仪器整体

1.1 仪器整体简介



图 1 CIC-D300 主机整体外观效果图

如上图所示，仪器主体分为上、中、下三层，叠加模式收缩占台比，上层是双淋洗液发生器模块，标配是阴阳各一套，也可以根据客户定制，双阴、双阳、单阴、单阳（当客户要求单淋洗液发生器时，另一路淋洗液放置空瓶即可）。

中层是双电导检测模块，标配电导检测A（阴离子）、电导检测B（阳离子），使用我公司通用电导池和抑制器，更换方便，维护简单。

下层主要是双泵和柱温箱模块，以及一键清洗模块、低压脱气模块。漏液保护模块、指示灯模块，泵采用整体快速更换结构。

1.2 仪器部件简介

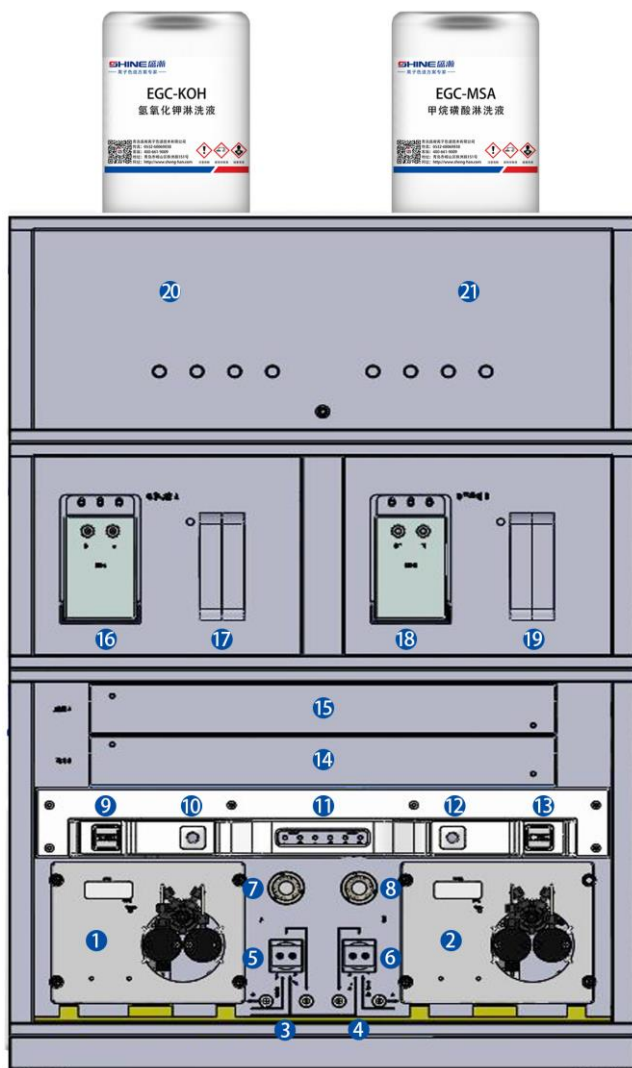


图2 CICI-D300 可视部件图

注：直视仪器，左侧为通道 A，右侧为通道 B，柱温箱位置按照丝印提示区分；上中下三层之间各使用穿线管定位（每层之间的化学管路从穿线管中通过），防止滑动偏移，每层之间使用两件，插入相应钣金孔位。

表 1 部件明细表

序号	部件名称	备注
1	泵 A	
2	泵 B	
3	低压脱气 A	
4	低压脱气 B	
5	电磁切换阀 A	
6	电磁切换阀 B	
7	六通阀 A	当客户选配自动进样器，阀 A、B 不安装
8	六通阀 B	
9	触发按钮 A	
10	进样嘴 A	管路标签 A
11	指示灯	详情见下文
12	进样嘴 B	管路标签 B
13	触发按钮 B	
14	柱温箱 B	
15	柱温箱 A	
16	电导池 A	
17	抑制器 A	
18	抑制器 B	
19	电导池 B	
20	淋洗液发生器 A	
21	淋洗液发生器 B	

注：表格所填写内容按照 CIC-D300 标准配置，A 通道是阴离子电导检测，B 通道是阳离子电导检测；也可根据客户需求，可设置 A、B 通道为双阳或者双阴检测，表格相应位置调整即可。

作为上图所示部件及描述的进一步完善，下面从客户使用角度详细介绍相关部件。

1.2.1 高压恒流泵

CIC-D300标配2台智能高压恒流泵（采用盛瀚LOGO贴膜和型号），内置式微型流压力传感器，实时进行流量监测；智能压力限制功能，有效保护色谱柱；配置最新的脉冲减量技术，提供优质的稳定性和较低的脉动，满足高效液相色谱的各种应用；具有化学惰性非金属无阻尼泵头，连接全PEEK管路，适合pH 0~14的淋洗液及反相有机溶剂；具有高稳定性和重复性；自身芯片可根据压力变化调节流量稳定性，具有超压自动报警并自行停泵自我保护等功能；此处可以根据客户要求配置国产泵，接口通用。

1.2.2 灯光指示



图3 灯光指示示意图

灯光指示（6个LED蓝光灯）在下层中间模具件上，可通过灯光指示了解运行情况，泵A和温控A等常亮，代表A通道相应关键部件运行正常；同理，泵B和温控B灯常亮代表B通道相应关键部件运行正常；电源指示灯常亮，代表仪器上中下三层电源系统完备并处于开启状态；故障灯则为长灭状态，仪器在启动时，会短暂闪烁2~5S，如果仪器正常运行过程中出现闪烁，则系统出现故障，应配合反控相应提示做出检查和修正。

1.2.3 色谱系统

色谱系统采用国际先进的双极电导检测系统，配件有：

保护柱：保护色谱柱，吸附样品或淋洗液中的有害成分或颗粒物。

分离柱：分离样品组分。

自再生抑制器：降低淋洗液背景电导；提高待测离子信号值。

恒温检测器：检测分离的组分。

1.2.4 电磁进样阀（手动进样）

电磁进样阀为PEEK材质高压电磁自动六通阀，耐压7000psi；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：进样（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，流动相进入定量环中，将样品带入色谱柱中进行分析。当客户选配自动进样器时，此处2件电磁阀不需要安装。

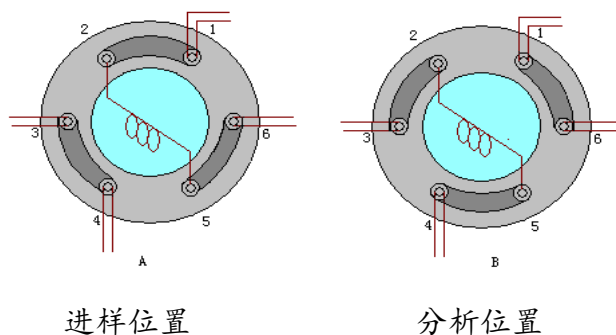


图 4 六通阀工作原理

1.2.5 检测器

CIC-D300型离子色谱仪恒温电导检测器

电导池用PEEK材料与两个316不锈钢电极组合而成；

双极电导池的优点：

优异的精度和线性，保证了一个宽的工作范围；

很小的死体积和极低的扩散效应；

很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。

在电导检测系统，抑制器有效降低了淋洗液背景电导值，电导检测器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。

二、管线路连接简介

2.1 流路连接示意

双通道在标配情况下,定义A通道为阴离子电导检测,化学流路示意图如下图所示:

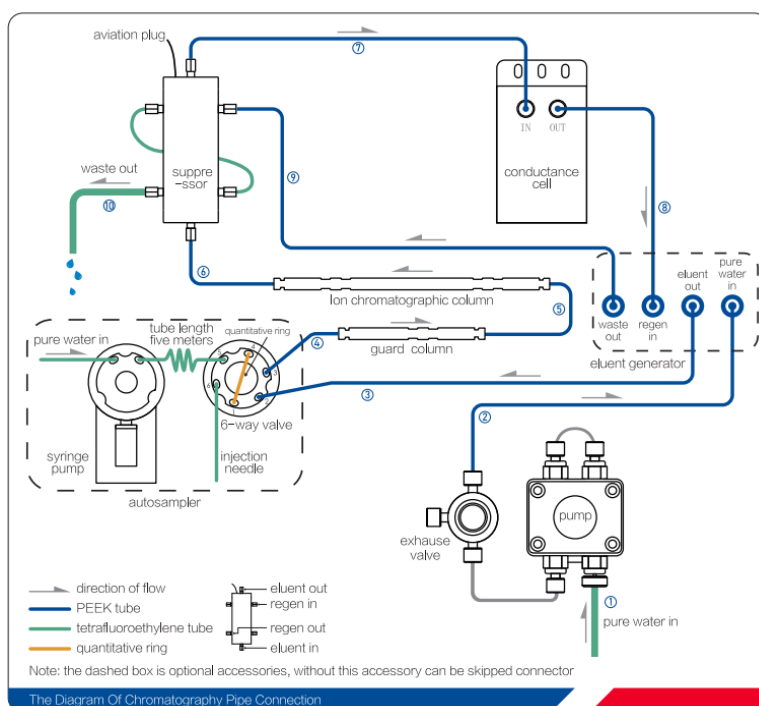
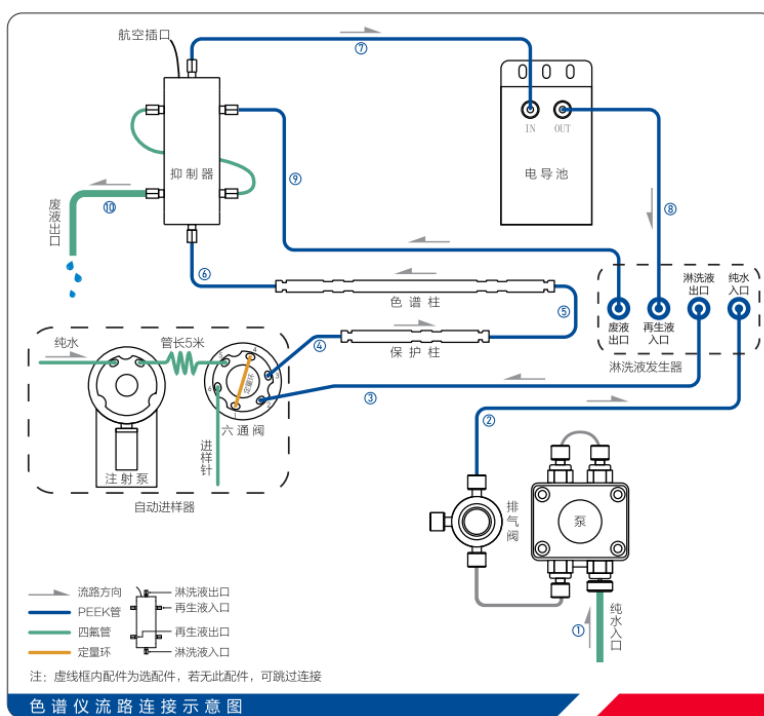


图 5 电导检测模式阴离子流路示意图 (中英文对照)

B 通道为阳离子电导检测

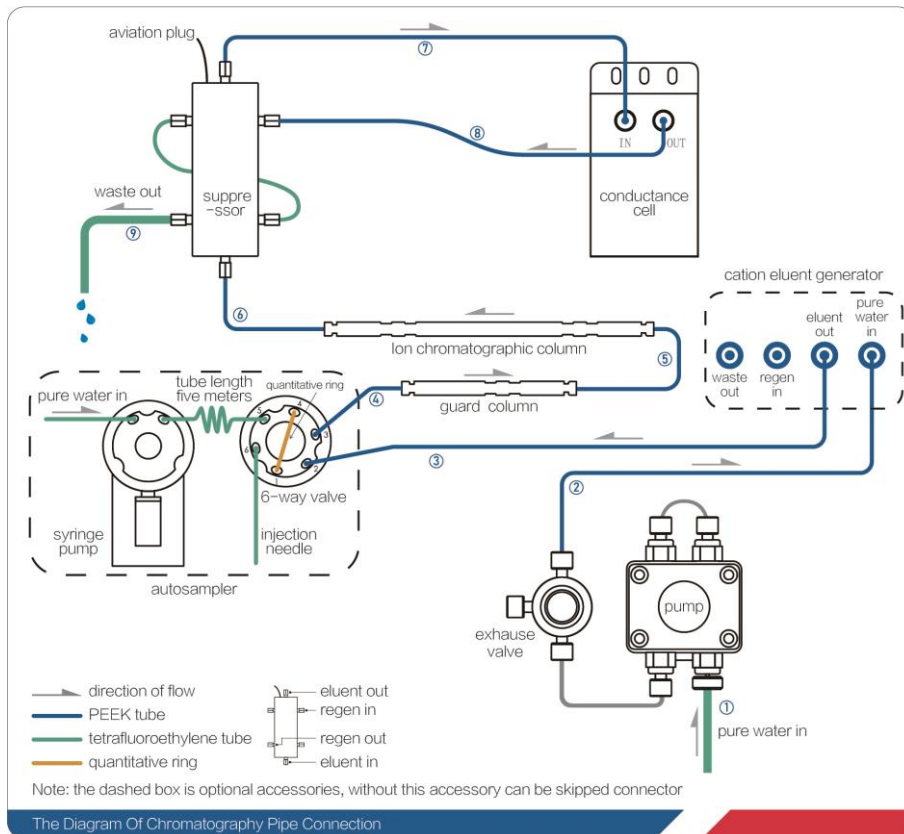
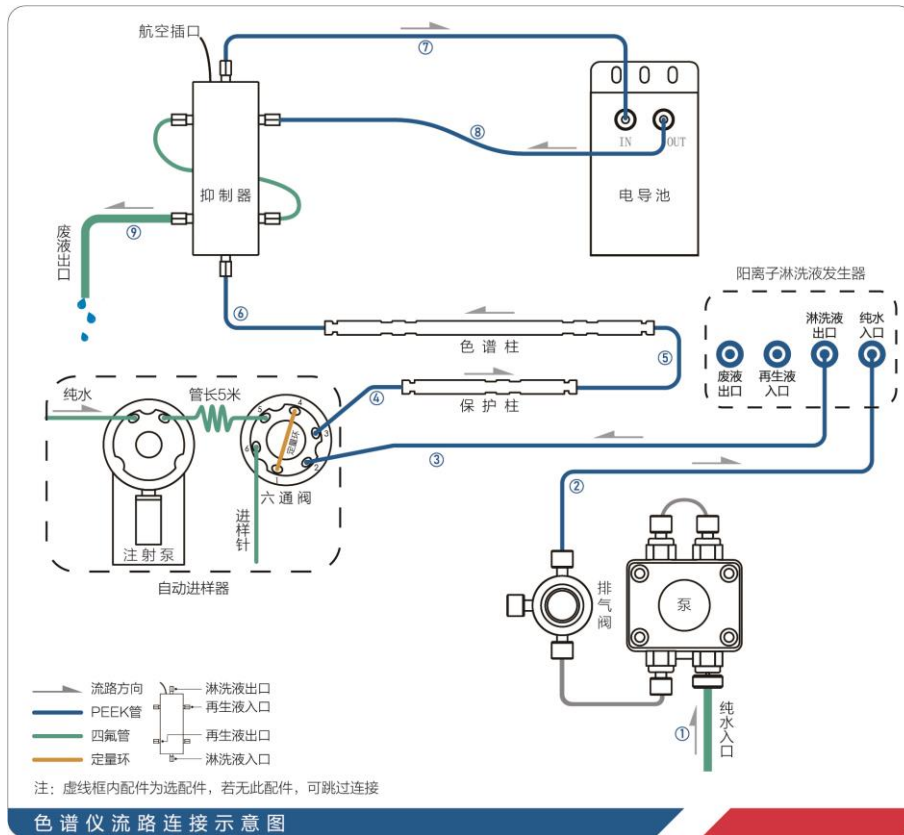


图 6 电导检测模式阳离子流路示意图（中英文对照）

图 5 和图 6 中使用通用标签管路代号，使用标签粘附在相应管路上，方便使用现场连接；CICI-D300 双通道根据使用情况增加相应贴纸应用在化学管路和电路上（淋洗液发生器）。具体如下，进样嘴 A 和 B 连接的手动进样管路到六通阀是通过同一个孔位，使用相应的 PEEK 管 A 和 B 标签纸区分，方便连接操作；两个淋洗液发生器也分为 A 和 B 通道，发生器罐体底部有流路管路接口 2 个，分别定义为 A1、A2 和 B1、B2，相应 PEEK 管也粘附相应标签，方便连接操作；此时阴离子淋洗液发生器需要两个电控航空插口（结构外形相同，一路连接发生器，一路连接捕获柱），用标签 A 定义发生器电控接口两端线，简化连接；阳离子淋洗液发生器未使用捕获柱，用标签 B 来定义发生器电控接口两端线即可。

2.2 仪器电控连接示意

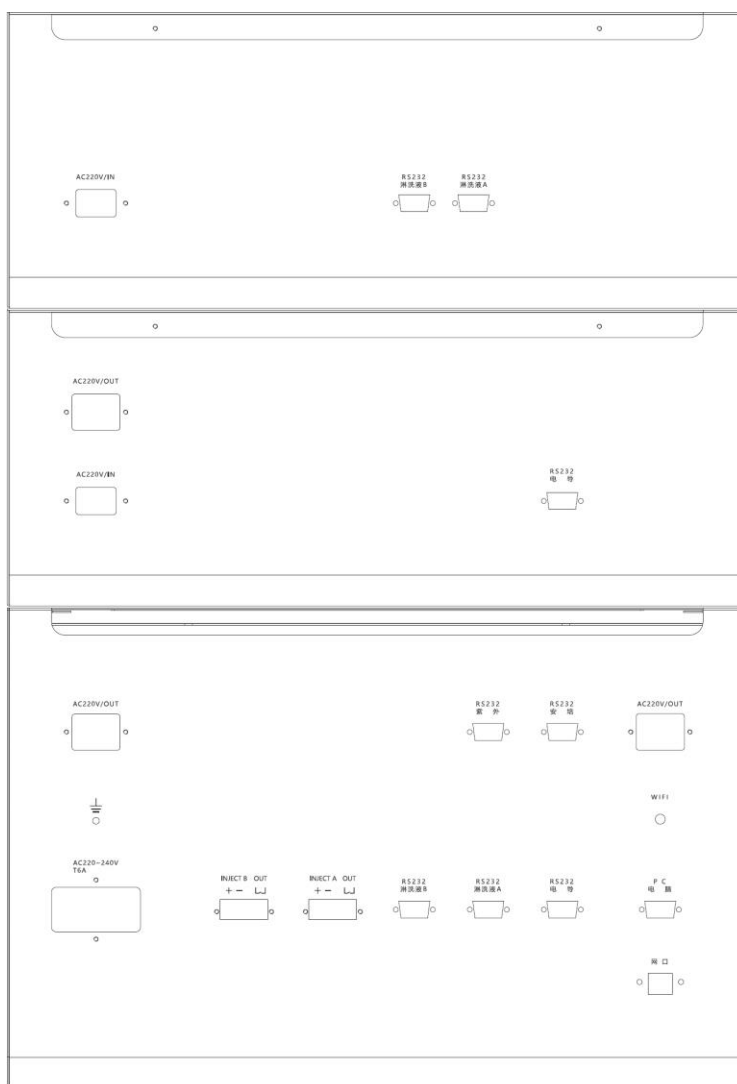


图 7 CICI-D300 电控接口示意图

如上图所示，仪器开关在下层后板右下侧，220V 供电，开关滤波器一体；，使用 PDU 服务器电源线逐层转接 220V 供电，实现一按开机；仪器与 PC 采用网线连接实现反控，仪器还具有 WIFI 升级接口；下层和上层电导检测采用 RS232A/B 接口，使用通用 RS232 转接线连接即可(A、B 电导检测公用此接口实现信号传输)；下层和上层信号接口分别为 RS232A 和 RS232B 分别标准线对接，实现对淋洗液发生器 A、B 通信。

2.3 废液连接示意



图 8 淋洗液发生器机箱贴膜提示图

正视仪器前方，左侧下方有漏液保护接口，请接上内径 $\phi 6$ 硅胶管，连接废液桶，保持硅胶管下端在废液桶液面上方，防止形成气封；另外上层淋洗液发生器机箱前面有废液接口，因淋洗液有一定危险性，请务必连接废液管后进行操作，连接形式同废液管。

三、软件程序安装简介（使用串口时，此项不执行）

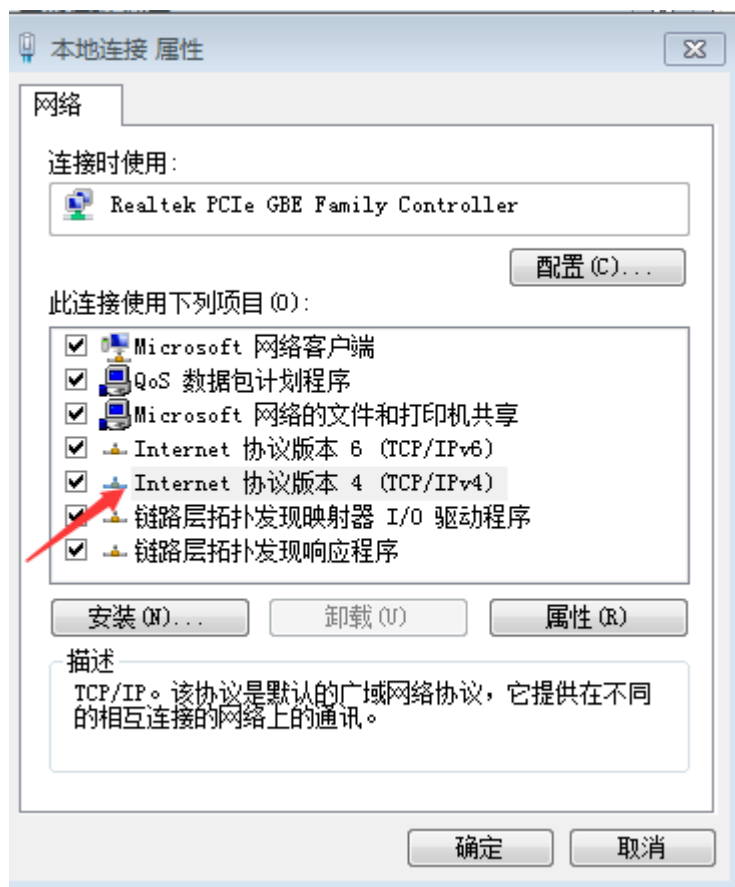
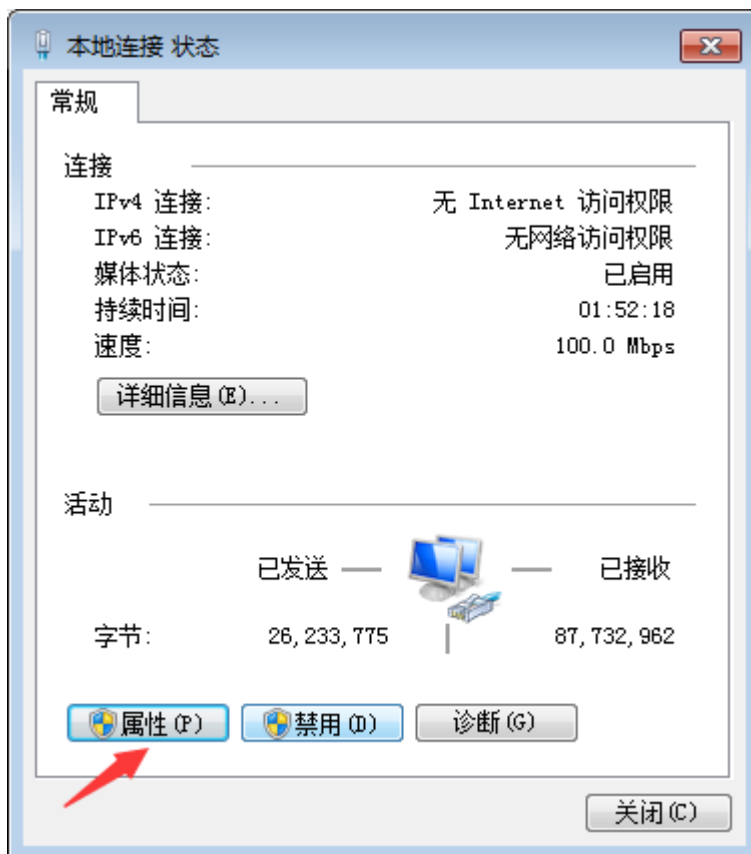
3.1 网口配置

3.1.1 连接仪器和 PC

使用网线连接仪器和 PC，安装 USB-VCOM 软件，默认配置，一直到安装成功；

3.1.2 配置网络

开 D300 电源，约一分钟后，点击“控制面板” -> “网络和共享中心” -> “本地连接” -> “属性”按下图配置



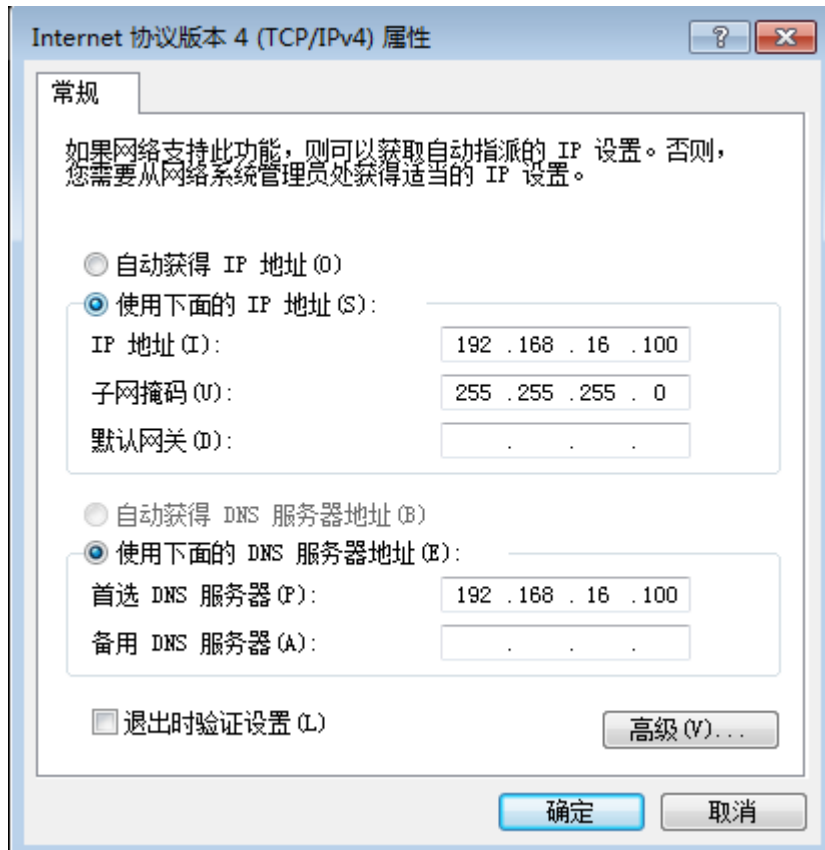


图 9

3.1.3 添加虚拟串口（1 个虚拟串口）

网口模块的默认 IP 为 192.168.16.254.

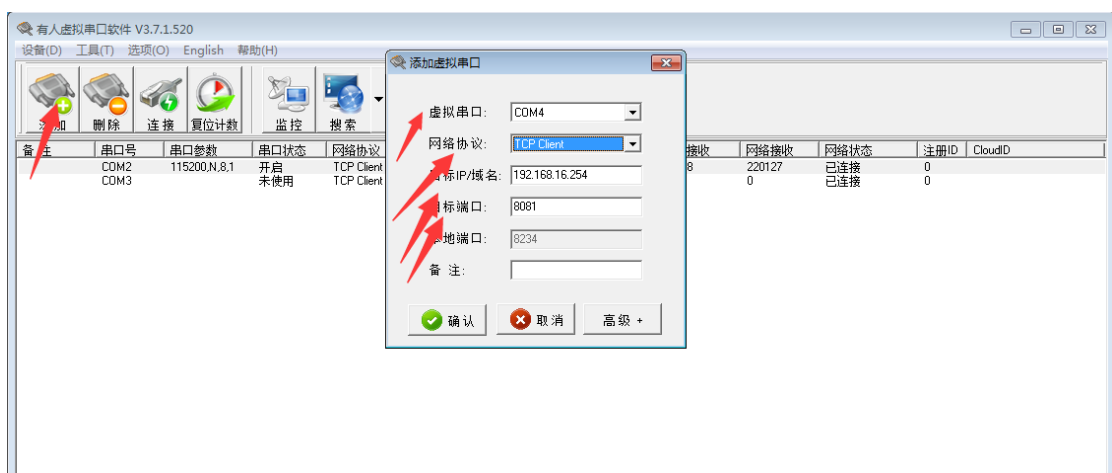


图 10

3.1.4 配置虚拟串口

打开浏览器，输入“192.168.16.254”，用户名和密码都是 admin，按下图配置。

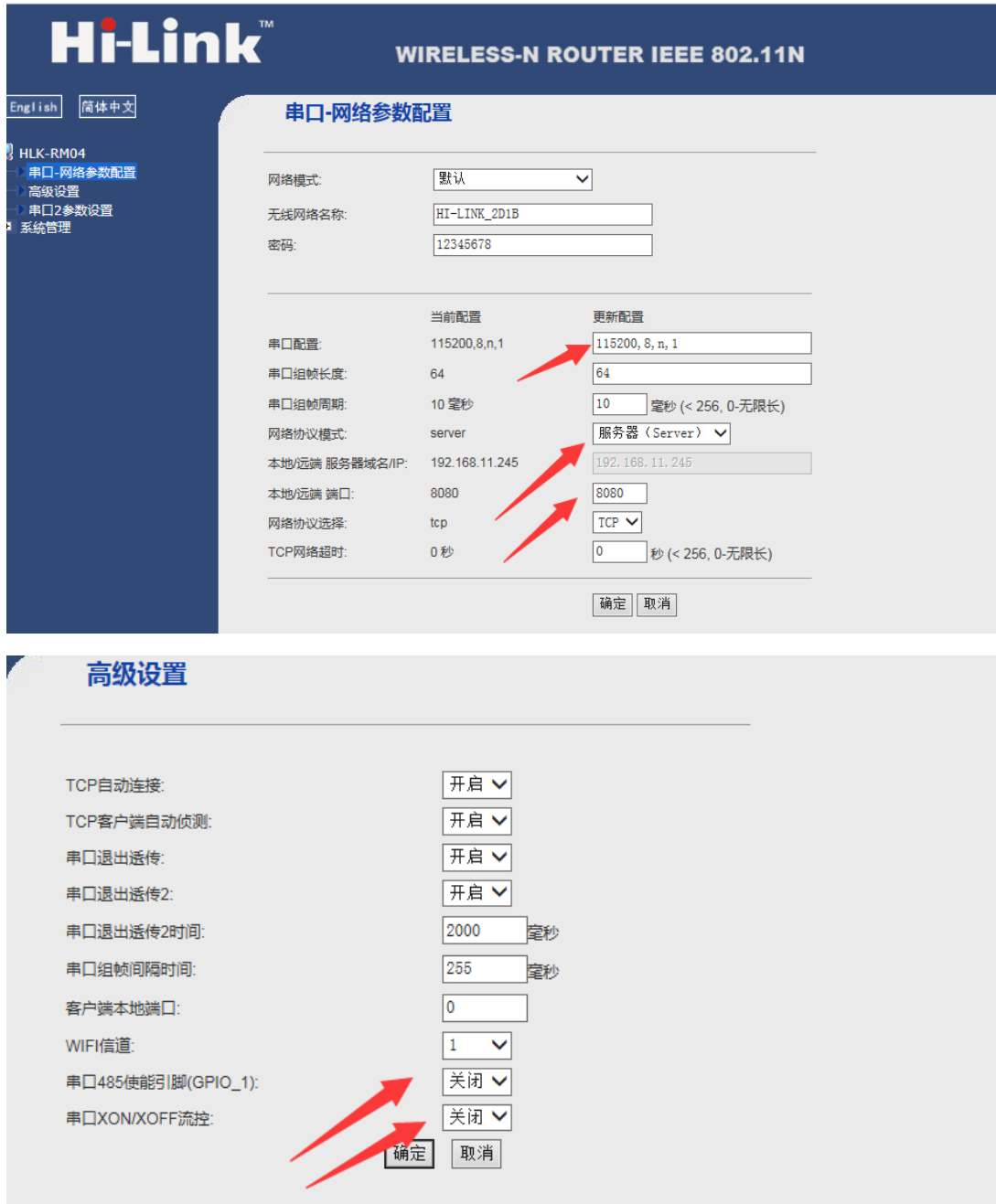


图 11

3.1.5 OK

3.1.6 连接确认

PC 显示器右下方网络显示连接上后（不再转圈），打开反控软件，根据反控界面显示连接仪器提示：连接 CICI-D300 成功提示来确认是否连接上仪器。

3.2 反控软件安装简介

3.2.1 安装位置

选定安装文件位置，选中，开始安装。

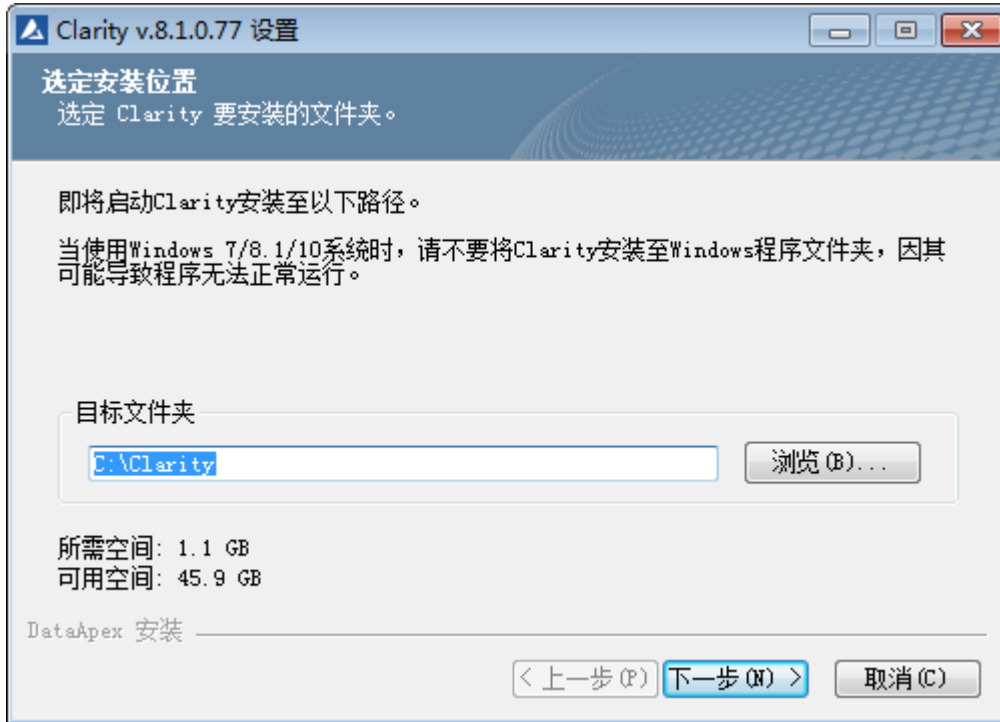


图 12

3.2.2 安装确认

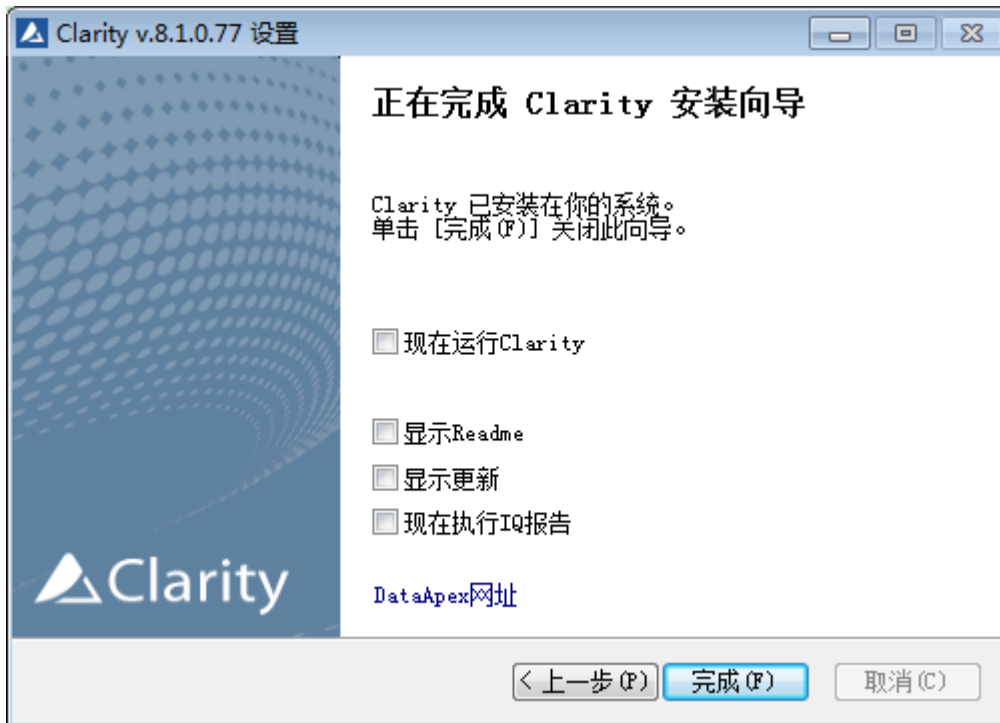


图 13

3.2.3 打开文件

确认仪器和 PC 连接后打开 C 盘里的 Clarity.exe 可执行文件。

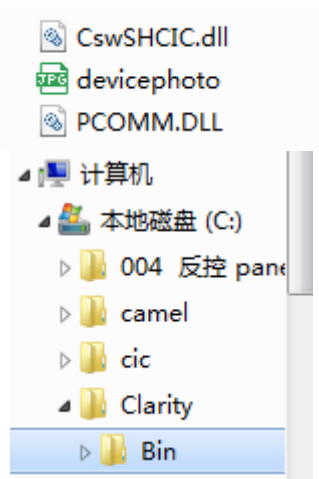


图 14

四、操作界面简介（中英文对照）

4.1 仪器配置界面

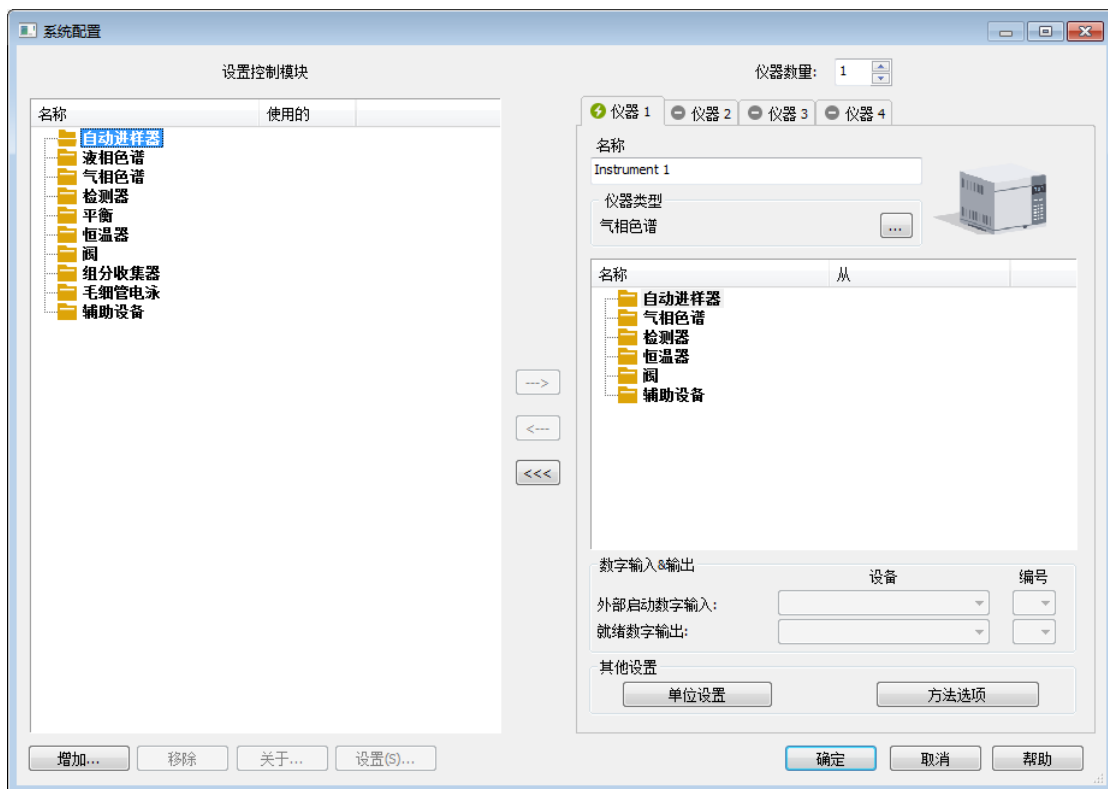


图 15

对话框的左边部分用于配置工作站设备，而右部为分配给设备的各种仪器。

设置控制模块：列出已配置的设备(例如用于数据采集的内部或外部 A/D 转换器、直接控制色谱仪、自动取样器、LC 泵等)。

4.2 仪器主操作界面

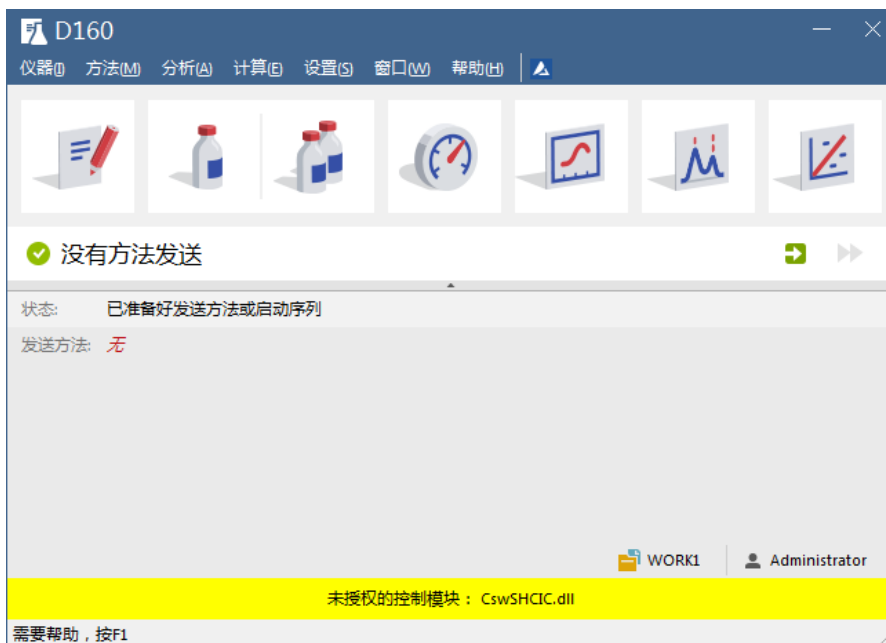


图 16

4.3 柱温箱操作界面

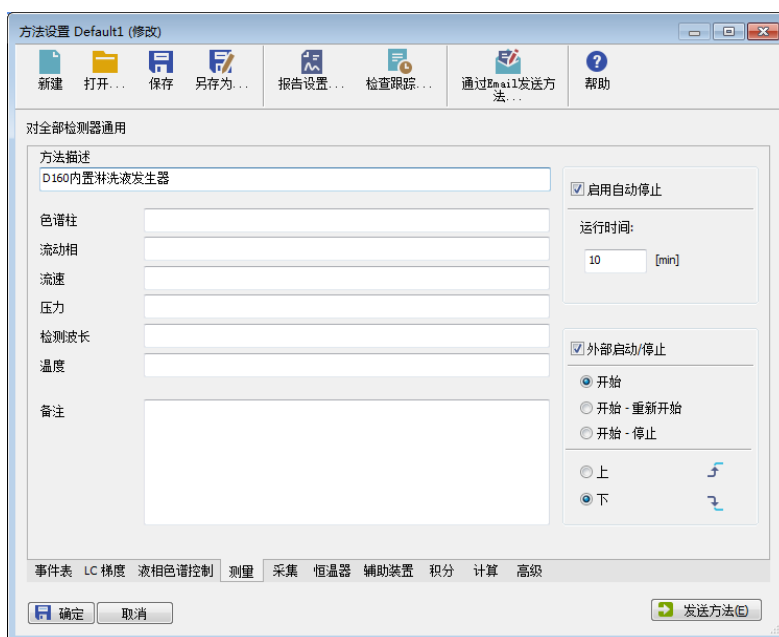


图 17


4.4 设备监视器界面

显示直接控制色谱仪和其他控制模块的当前状态。调用此命令将打开设备监视器窗口，该窗口容纳来自多个设备的监视器。



图18

4.5 样品单次分析操作界面

准备并运行单个分析。调用此命令将打开单个分析对话框，该对话框也可以使用“工具”窗口中的图标  打开。对话框提供用于控制测量及其基本描述的命令。它包含各个部分的标签：

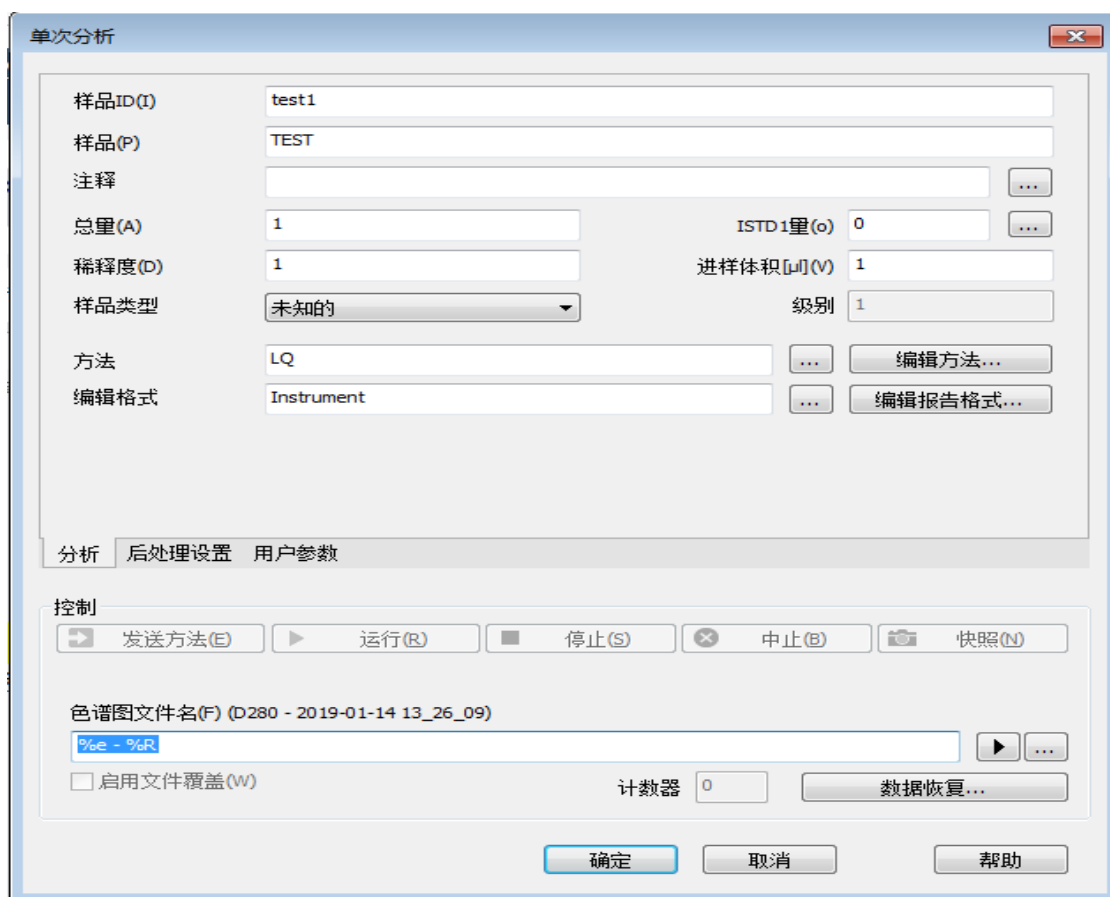



图19

4.6 样品序列分析操作界面

用于连续测量多个样本的窗口。使用工具窗口中的图标  或分析序列命令打开窗口。



五、仪器操作

5.1 流动相制备

5.1.1 水质要求

各种溶液均用去离子水配制，水应先经蒸馏，再经高纯水器处理；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；其电导率控制 $1.0 \mu\text{S}/\text{cm}$ 以下。

5.1.2 流动相的脱气

CIC-D300型离子色谱仪配有双通道在线脱气装置。配备脱气装置后，只需将流动相按照色谱柱要求配制好，直接存放在流动相瓶中，直接运行即可。

5.2 样品制备

5.2.1 样品的选择和保存

样品收集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剂清洗该容器，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。

如果样品不能再采集当天分析使用，应立即用 $0.45 \mu\text{m}$ 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°C 的环境中，也只能抑制而不能消除细菌的生长。

尽快分析 NO_2^- 和 SO_3^{2-} 样品，他们会分别氧化成 NO_3^- 和 SO_4^{2-} 离子。不含有 NO_2^- 和 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。

5.2.2 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。

5.2.3 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。

5.3 仪器控制

CIC-D300型离子色谱仪采用自动控制模式

软件启动后,会自动加载系统存储的参数。第一次使用本软件,软件会自动加载出厂默认值。启动后界面如上图。联机成功后,可依次设置泵参数、电导检测器及温控参数,将相应的参数发送至仪器。发送过程中,信息栏会有相应提示。

仪器参数设定范围:

电流的有效参数范围为0-300;

流量的有效参数范围为0.01-9.99;

检测器的温度有效范围为0-99

色谱柱的温度有效范围为0-99

5.4 数据处理

请按HW-2000色谱工作站使用手册操作!

六、简易故障排除

6.1 电导高

6.1.1 电导池

含有高电导结晶。

解决方案:用1:1硝酸清洗电导池后,换去离子水冲洗。

6.1.2 溶液

淋洗液不纯。

解决方案：更换淋洗液。

6.1.3 色谱柱

色谱柱中吸附高电导物质。

解决方案：用淋洗液和水反复更换冲洗。

6.1.4 量程选择不对

如进行阳离子分析时，因淋洗液背景电导过高，选择较低的量程档位，将显示过高的电导值。重新选择量程即可。

6.2 压力指示异常

6.2.1 色谱柱

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的硝酸中浸泡，超声波清洗30min后，用去离子水冲洗后装上；或将色谱柱反接后冲洗；注意色谱柱不接入流路。

6.2.2 六通进样阀

流通进样阀堵塞。

解决方案：按液流的方向，依次排查，发现故障点并排除。

6.2.3 恒流泵单向阀

单向阀堵塞。

解决方案：更换单向阀或将单向阀放入1:1的硝酸溶液中超声波清洗。

6.3 频繁超压

6.3.1 恒流泵

恒流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5MPa。

6.3.2 流路

流路堵塞。

解决方案：根据逐级排出法找出堵塞点，更换。

6.4 基线噪声大

6.4.1 运行

仪器运行不够时间。

解决方案：通淋洗液至仪器稳定。

6.4.2 流路

恒流泵中有气泡。

解决方案：将色谱柱取下，通水将气泡排除。

恒流泵进水管过滤头堵塞，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 1M硝酸溶液中，超声波清洗5 min。

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。

色谱柱中有气泡。

解决方案：用脱气去离子水配制的淋洗液以低流速冲洗色谱柱，将气泡排除。

6.4.3 仪器

接地不佳。

解决方案：注意接地。

6.4.4 电压

电压不稳，或有干扰。

解决方案：安装稳压器。

6.5 基线漂移大

6.5.1 仪器

仪器预热时间不够。

解决方案：延长预热时间。

6.5.2 渗漏

仪器存在渗漏。

解决方案：找到渗漏处，维修好。

6.5.3 电压

电压不稳或静电干扰。

解决方法：加稳压器和将仪器接地。

6.6 分离度差

6.6.1 淋洗液

淋洗液浓度不合适。

解决方案：选择合适的淋洗液浓度。

淋洗液流速过大。

解决方案：选择合适的流速。

6.6.2 样品

浓度过高。

解决方案：稀释样品。

6.6.3 色谱柱

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。

6.7 重复性差

6.7.1 进样

注入的样品量不恒定。

解决方案：超过定量环体积10倍进样，保证完全进样。

进样浓度选择不合适。

解决方案：选择合适的进样浓度。

6.7.2 干扰

试剂不纯净。

解决方案：更换试剂。

去离子水含有杂质。

解决方案：更换去离子水。

6.7.3 流路

流量发生改变。

解决方案：找到变化的原因，调整为原来的条件。

流路被堵。

解决方案：找到被堵地方，维修或者更换。

6.8 线性不好

溶液被污染。

解决方案：重新配置溶液。

去离子水不纯。

解决方案：更换去离子水。

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。

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。

6.9 抑制器电流不正常

电极接触不良。

解决方法：更换电源线或更换恒流源。

6.10 恒流泵产生气泡

6.10.1 流路管中吸附气体。

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

6.10.2 室内温度过高，导致去离子水脱气不干净

解决方案：采用在线脱气装置。

6.10.3 恒流泵过滤头堵塞

解决方案：可将滤头取下放入1:1的HNO₃溶液中超声波清洗10min。

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

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

