



CIC-D150 型离子色谱仪 用户手册



青岛盛瀚色谱技术有限公司

版本 01

2020.04

声 明

©2018 由青岛盛瀚色谱技术有限公司版权所有。

本出版物受版权法保护。不得复制、分发、传播、转录、在检索系统储存、或以任何形式或途径翻译成其他国家语言或计算机语言。未经青岛盛瀚色谱技术有限公司许可亦不得向第三方披露。

青岛盛瀚色谱技术有限公司保留修改本出版物的权利，可根据本出版物的内容随时进行修改。如有疑问，请致电我公司或我公司在各地设立的分公司和技术服务中心。

全国免费服务电话	400-661-9009
青岛总部	0532-68069791
湖北、湖南	18553217836 / 18561767856
河南、陕西	18561366282
江西、福建	18561798919
广东、广西、海南	18561510191
青、宁、甘、蒙西	18561899798
山东	18560625857
河北、天津、北京	15192531831 / 18553217710
山西、蒙中	18561506651
吉林、辽宁	1366412 6613
黑龙江、蒙东	13091869076
川、贵、云、渝	18200121343 / 15884457709
江苏、安徽	18562696950
浙江、上海	13210058660
其他区域	18553216213

目录

引言.....	1
1 仪器描述.....	6
1.1 仪器前面板.....	6
1.2 仪器顶盖.....	7
1.3 仪器组件面板.....	7
1.4 仪器后面板.....	9
2 仪器组件.....	10
2.1 输液泵.....	10
2.1.1 压力传感器.....	10
2.1.2 排气阀.....	10
2.1.3 漏液报警装置.....	10
2.2 进样阀.....	11
2.3 柱温箱.....	11
2.4 电导池.....	11
2.5 安培检测器（选配）.....	12
2.6 抑制器.....	13
2.7 淋洗液发生器（选配）.....	14
2.8 系统流路示意图.....	16
2.9 显示屏.....	17
3 工作软件.....	19
3.1 千谱工作站.....	19
3.2 反控软件.....	19
3.2.1 界面菜单功能.....	20
3.2.2 界面按钮功能.....	32
3.3 手机 APP.....	37
4 仪器操作及维护.....	38
4.1 开机.....	38

4.2 水质要求.....	38
4.3 检查所有连接.....	38
4.4 平衡系统.....	38
4.5 样品的制备.....	39
4.5.1 样品的选择和保存.....	39
4.5.2 样品预处理.....	39
4.5.3 样品的稀释.....	40
4.6 进样及分析样品.....	40
4.6.1 手动进样.....	40
4.6.2 自动进样器进样.....	40
4.7 维护.....	41
4.7.1 随时检查.....	41
4.7.2 每周检查.....	41
4.7.3 定期检查.....	41
5 常见故障及排除.....	42
5.1 泵压力波动.....	42
5.2 频繁超压.....	42
5.3 基线噪声大.....	43
5.4 基线漂移大.....	44
5.5 背景值过高.....	44
5.6 响应值低.....	44
5.7 抑制器电流不正常.....	45
5.8 不出峰.....	45
5.9 峰拖尾.....	45
5.10 分离度差.....	46
5.11 重复性差.....	46
5.12 线性不好.....	47
5.13 输液泵产生气泡.....	47
5.14 仪器控制异常处理.....	48

6 维修	49
6.1 排除堵塞单元	49
6.2 更换管路及接头	49
6.3 更换及清洗单向阀	50
6.3.1 清洗单向阀步骤	50
6.3.2 更换单向阀	51
6.4 更换密封圈或柱塞杆	51
6.5 更换电导池	52
6.6 更换安培池垫片	52
6.7 更换参比电极	53
6.8 更换抑制器	53
6.9 更换电源保险丝	54
6.10 更换淋洗液发生器储罐	55
6.11 更换捕获柱	57
A. 规范	58
A.1 电相关	58
A.2 物理相关	58
A.3 环境相关	58
A.4 泵	58
A.5 检测器	59
A.6 电导池	59
A.7 进样阀	59
A.8 柱温箱	59
B. 安装	60
B.1 设备需求	60
B.2 拆箱	60
B.3 安装软件	60
B.4 连接仪器到电脑	61
B.5 连接自动进样器到仪器（可选）	61

B.5.1	SHA-1 与仪器触发线连接步骤.....	61
B.5.2	SHA-11D 与仪器触发线连接步骤.....	62
B.5.3	SHA-15 自动进样器与仪器触发线连接步骤.....	62
B.5.4	AS-11 与仪器触发线连接步骤.....	63
B.6	连接电源线.....	64
B.7	安装色谱柱及抑制器.....	64
B.7.1	安装色谱柱.....	64
B.7.2	安装抑制器.....	65
B.8	连接废液管.....	65
B.8.1	安装废液管.....	66
B.9	安装淋洗液瓶.....	66
B.10	冲洗泵.....	66
B.10.1	冲洗泵头.....	66
B.10.2	冲洗淋洗液管路.....	67
B.11	系统平衡.....	67
B.11.1	淋洗液储罐背压需求.....	67
B.12	确认运行状态.....	68
B.13	淋洗液瓶加压（可选）.....	68

引言

感谢您选用我公司生产的 CIC-D150 型离子色谱仪，我们将竭诚为您提供优质服务。

CIC-D150 离子色谱仪采用双极恒温自动量程电导检测器，可兼顾分析样品中相差四个数量级浓度的多种离子检测，一次进样即可同时进行分离、检测，分析速度快，灵敏度高。无需手动切换不同量程及多次稀释，大大减少了人工操作及因此带来的误差。

CIC-D150 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，还可以轻松测定透析液、洗眼液等微量组分和高含量组分兼存的样品，在众多其他领域，同样拥有完备的应用支持及广泛实用的应用配套方案。配合仪器自动操控模式并随时可升级为自动进样系统，使得 CIC-D150 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。

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-D150 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。

● 具体提醒信息

1. 电相关操作注意事项



注意

电源线作为切断仪器供电的主要装置。应确保插座位于仪器附近并容易插入。请注意接地。见1.4章节。



警告

为避免触电，请使用接地插座。请勿在未接地的情况下操作仪器。见B.6章节。



电击

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。见 B.2 章节。

**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。

见2.4章节。

**注意**

抑制器电缆应注意接好，否则加不上电流。见 6.8 章节。

**注意**

请勿随意更换保险丝，如不能确认保险丝型号请联系仪器厂家。见 6.9 章节。

2. 搬运注意事项

**注意**

由于仪器较重，当需搬运仪器时，请两人或更多人一起搬运，并抬起仪器

左右两侧的底座，禁止抬前后两侧，否则会破坏前门牢固性。见 B.2 章节。

**注意**

仪器禁止接触锋利性物体，以免造成表面涂层划伤。见 B.2 章节。

3. 淋洗液发生器使用注意事项

**警告**

储液罐内为高浓度的 KOH 或 MSA 溶液，腐蚀性极强，请勿自行拆卸以防发生伤害事故。见 2.7 章节。

**警告**

使用淋洗液发生器前请确认系统压力是否在适用范围内($\leq 17\text{MPa}$)，以免损毁本设备。见 2.7 章节。

**注意**

使用淋洗液发生器前，请先开启输液泵用纯水冲洗 5min 管路，然后打开排气阀，设定浓度值开启电流；使用完本设备，关闭排气阀，关闭电流，并通纯水 $>10\text{min}$ ，对管路进行冲洗。见 2.7 章节。

**注意**

淋洗液发生器浓度范围 0-100 mmol/L，请勿在“浓度”栏输入大于 100 的数值。见 2.7 章节。

**警告**

淋洗液发生罐内为具有强腐蚀性的 KOH 或 MSA 溶液，作业时请佩戴橡胶手套及护目镜，以防烧伤。见 6.10 章节。

4. 实验操作注意事项

**注意**

只有在启动采集状态下，才响应进样信号。见 3.2.2 章节。

**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。见 4.5 章节。

**注意**

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。见 4.7 章节。

**注意**

为避免新电导池内管路有杂质，更换新电导池时需首先使用超纯水冲洗 12h 左右。见 6.5 章节。

**注意**

使用安培工作站时，为了避免污染电极，请使用无尘手套进行操作。见 6.6 章节。

**注意**

安装色谱柱时应将泵流速降到 0.3mL/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。见 B.7 章节。

**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。见 B.8 章节。

**注意**

废液瓶不得封口。仪器在运行过程中，连续自再生抑制器利用电解抑制背

景，电解过程中会产生少量的氧气和氢气。应防止气体滞留在废液瓶内以免产生静电，严重者会引起爆炸。见 B.8 章节。



注意

：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。见 B.10 章节。



警告

：更换柱塞杆时，请垂直插拔柱塞杆。任何横向运动都会导致柱塞杆断裂。

见 6.4 章节。

● 安全标志

以下安全标志出现在 CIC-D150 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 仪器描述

1.1 仪器前面板

CIC-D150 型离子色谱仪的前面板如图 1-1 所示。



图 1-1 仪器前面板

电源键

先按下仪器后面板处的滤波器开关，再按下此处电源键，仪器开启。

显示屏

仪器开机后，显示屏会显示仪器各部件状态，可手动触屏设置参数、开关设备等，更多信息请参阅 [2.9 章节](#)。

进样口

进样口为 PEEK 材质。手动将要分析的样品利用注射器通过进样口注射到定量环内。若想自动进样，则必须连接自动进样器。想要了解更多有关自动进样器的信息，请参阅 [4.6.2 章节](#)。

触发按钮

通过进样口手动进样后，按下触发按钮，电磁阀切阀，工作站开始采集谱图。

1.2 仪器顶盖

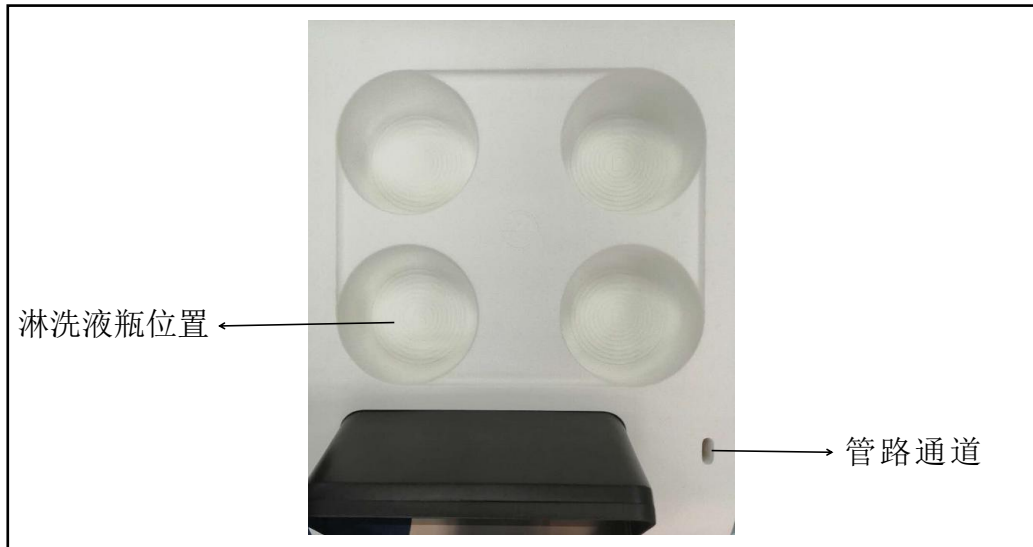


图 1-2 仪器顶盖图

1.3 仪器组件面板

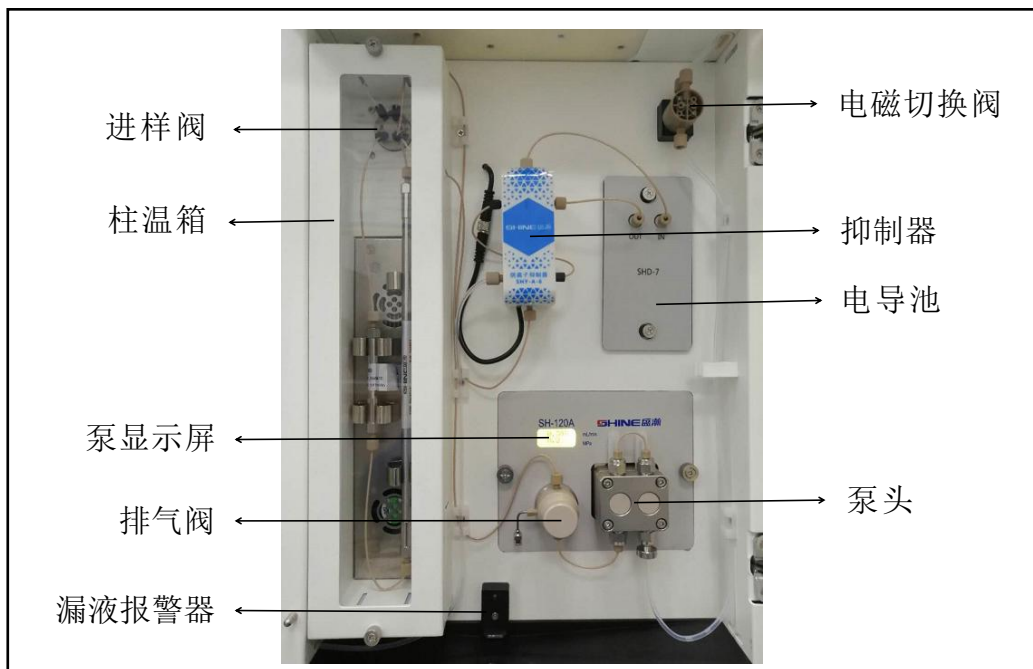


图 1-3 仪器组件面板

泵显示屏

泵显示屏显示系统运行时的压力和流速。

压力传感器

压力传感器位于排气阀后端，感应流路系统压力，数值可从泵显示屏上读取。

泵头

CIC-D150 采用双柱塞高压输液泵。流速可设置 0.001-9.999 mL/min，但为了达到最优性能，一般流速设置在 0.200-2.000 mL/min 范围内，输液泵具有高低压保护功能。有关泵的详细信息请参阅 [2.1 章节](#)。

柱温箱

用于加热保护柱和色谱柱，温度可以在5-45℃之间调节。具体设置温度以您所配置的色谱柱使用温度为准。内置淋洗液预热模块，进入色谱柱的淋洗液经过预热，减少了热冲击，提高了色谱柱内的恒温效果。

电导池

电导池检测流经池体离子的电导率。CIC-D150型离子色谱仪配置恒温双极电导检测器。池体内含有热交换器，检测器温度可以在5-45℃范围内调节。详细信息请参阅[2.4章节](#)。

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，进而得到理想检测结果。详细信息参见 [2.6 章节](#)。

进样阀

进样阀为 PEEK 材质高压电磁自动六通阀。详细信息参见 [2.2 章节](#)。

漏液报警器

当发生漏液时，报警器上指示灯亮起，并发出报警声，仪器显示屏幕上会有文字提示。详细信息参见 [2.1.3 章节](#)。

电磁切换阀

电磁切换阀上端有两个接口，里侧接口接淋洗液，外侧接口接去离子水。当需要对仪器进行清洗维护时，可以通过反控软件或仪器显示屏幕或 APP 上的智能维护开关进行操作。

1.4 仪器后面板

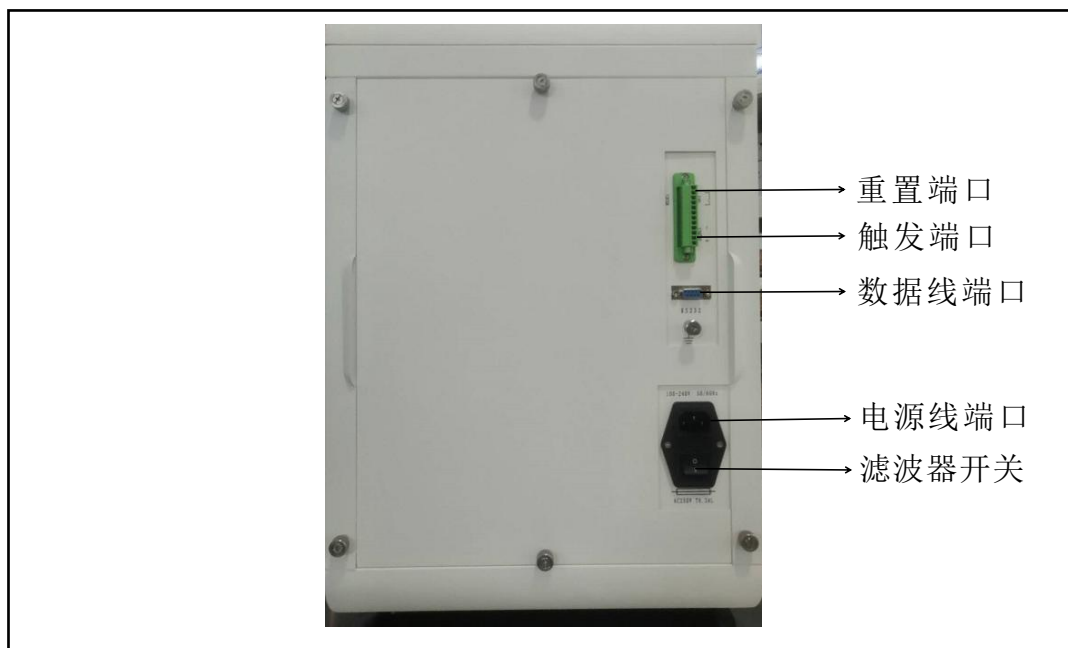


图 1-4 仪器后面板

重置端口

从接线端子从上往下 1、2 插口两个插口为重置端口，此端口通过短接可以将仪器与手机 APP 断开。

触发端口

此端口通过触发线将仪器与自动进样器连接起来，触发线触发工作软件启动采集。从接线端子下面数第3、4插口为触发端口，其中3接正极，4接负极。

数据线端口

数据线通过此端口将仪器与电脑连接，并向工作软件输出离子色谱仪检测到的信号。

电源线端口

电源线一端接仪器，另一端插入交流电源插座。



注意

：此电源线作为切断仪器供电的主要装置。应确保插座位于仪器附近并容易插入。请注意接地。

滤波器开关

滤波器开关提供仪器电源的开关控制。

2 仪器组件

2.1 输液泵

本仪器所配置输液泵是一款智能高压恒流输液泵，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，满足离子色谱的各种应用；具有化学惰性非金属无阻尼泵头，连接全PEEK管路，适合pH0~14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。压力设置可在反控软件上进行。

2.1.1 压力传感器

泵头将淋洗液输送通过压力传感器，压力传感器实时检测系统流路压力。通过泵屏显示数观察系统压力是否平稳及准确，系统压力应保持一致（前后读数之间的差异应小于3%）。

2.1.2 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。

2.1.3 漏液报警装置

输液泵下方设有漏液报警装置。当系统出现漏液情况时，将触发漏液报警装置，报警器发出蜂鸣声，反控软件会在设置的漏液报警停泵延时时间到达后自动停泵，直至将问题解除，用纸巾擦干漏液报警器处的液体，漏液报警器解除报警。

2.2 电磁进样阀

CIC-D150采用注射器通过进样口进样和触发按钮进行触发采集。装样时，淋洗液由泵流经进样阀进入色谱柱，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。触发（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。

具体流通顺序如图2-1所示：

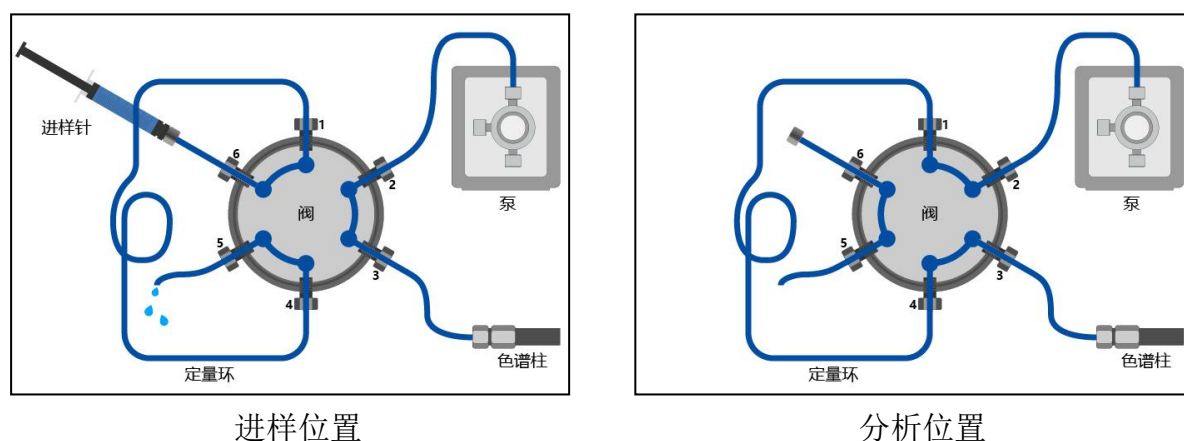


图 2-1 六通阀工作原理

2.3 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 °C-60 °C之间调节。最佳设置温度应为室温基础上加5 °C或以所选色谱柱说明书为准。柱温箱内含有柱前淋洗液预热模块，可以使测试样品在进入色谱柱前均匀升温从而减小峰扩散及峰展宽现象，可改进分离度等，使峰形对称。

2.4 电导池

电导池可定量检测经色谱柱分离后的目标离子。CIC-D150型离子色谱仪配置恒温双极自动量程电导池。池体内含有热交换器，电导池温度可以在5 °C-50 °C范围内调节。最佳设置温度应为室温基础上加5 °C或以色谱柱报告为准。

恒温双极自动量程电导池的优点：

- ① 优异的精度和线性，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。

2.5 安培检测器（选配）

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。

安培检测器如图 2-2、2-3 所示。

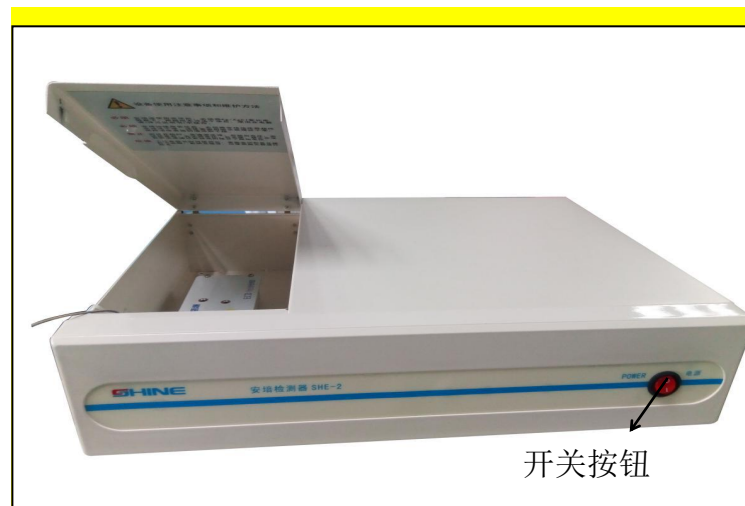


图 2-2 直流安培检测器外观及内部结构

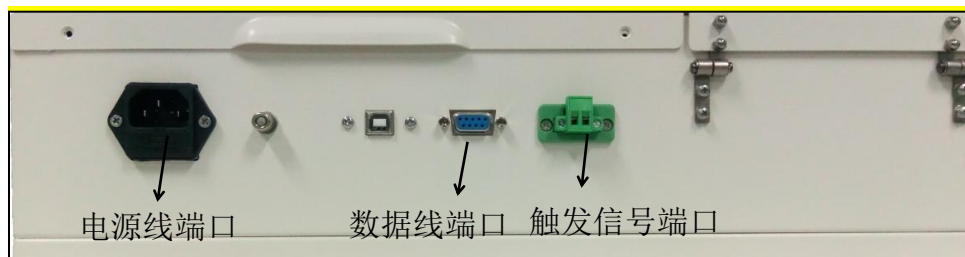


图 2-3 仪器后部接口

安培检测器由恒电位器和检测池构成。

安培检测池是三电极伏安池，由钛制对电极、工作电极和参比电极组成。采用薄层流动设计，光滑的电极表面可以降低流动噪音。

工作电极根据分析可以选用 Au、Ag、Pt、GC 电极，分别适用于不同物质的分析。

参比电极通常使用 Ag/AgCl 或饱和甘汞电极。

对电极的材料有金、铂、玻碳、钛、不锈钢等多种。

参比电极和对电极应置于工作电极的下游，以防止电极的反应产物和参比电极的泄漏对工作电极产生干扰。

电化学检测器根据施加的电位不同，支持三种工作模式：直流安培（DC）、积分安培（包括脉冲安培）和循环伏安。

直流安培检测：直流安培检测是在工作电极上持续施加电位。

积分和脉冲安培检测：积分和脉冲安培检测是在一个周期内施加一系列连续变化的电位并且重复进行，电极表面可以得到连续再生。

循环伏安安培检测：此方法是控制电位以不同的速率，随时间以三角波形一次或多次反复扫描，在工作电极表面发生氧化还原反应。

2.6 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 2-4 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。

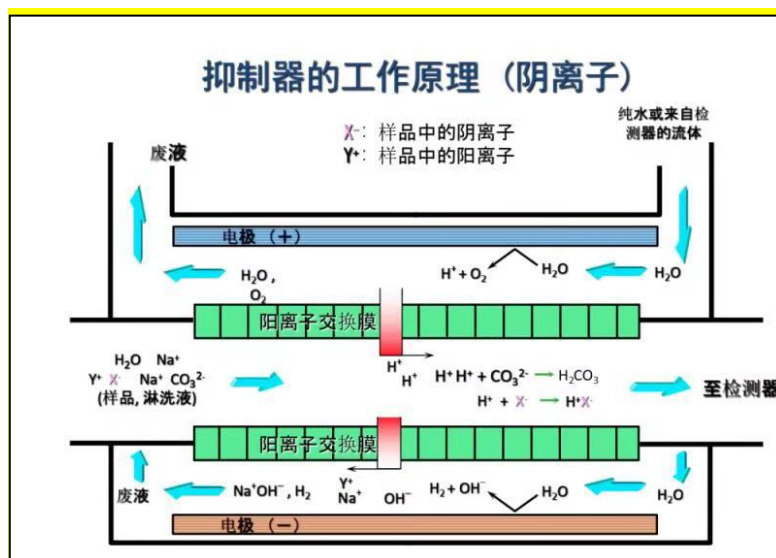


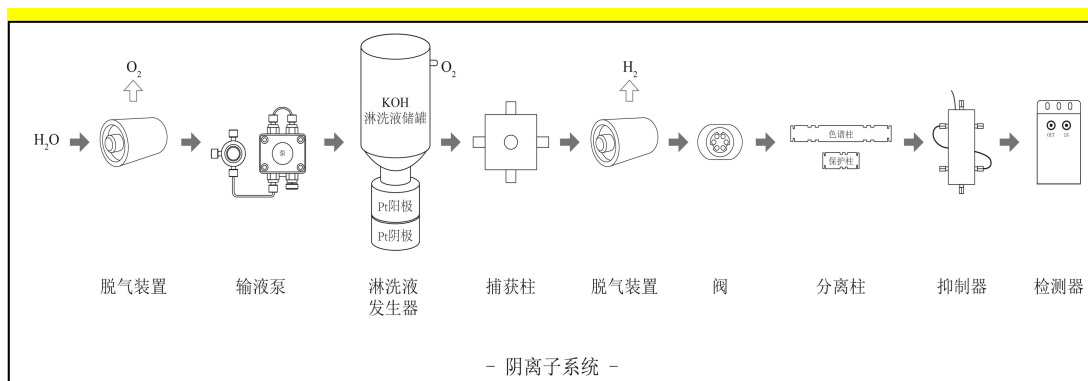
图 2-4 抑制器工作原理示意图

2.7 淋洗液发生器（选配）

淋洗液发生器是一种利用电解水原理在线自动生成淋洗液的装置。本装置由淋洗液罐、电解发生装置、脱气装置、电路控制等部分组成。淋洗液罐内盛装电阻率不小于 $18.25\text{M}\Omega \cdot \text{cm}$ 的超纯水。在使用本装置时，只需在输液泵端输入超纯水，无需操作人员再配制淋洗液，同时可降低盐溶液结晶对输液泵柱塞等的磨损，有效延长输液泵使用寿命。具体工作原理图如图 2-6 所示。KOH 淋洗液发生器生成用于阴离子交换分离的 OH 淋洗液，MSA 淋洗液发生器生成用于阳离子交换分离的甲磺酸淋洗液。更多详细信息可参照《淋洗液发生器使用手册》。



图 2-5 淋洗液发生器外观图



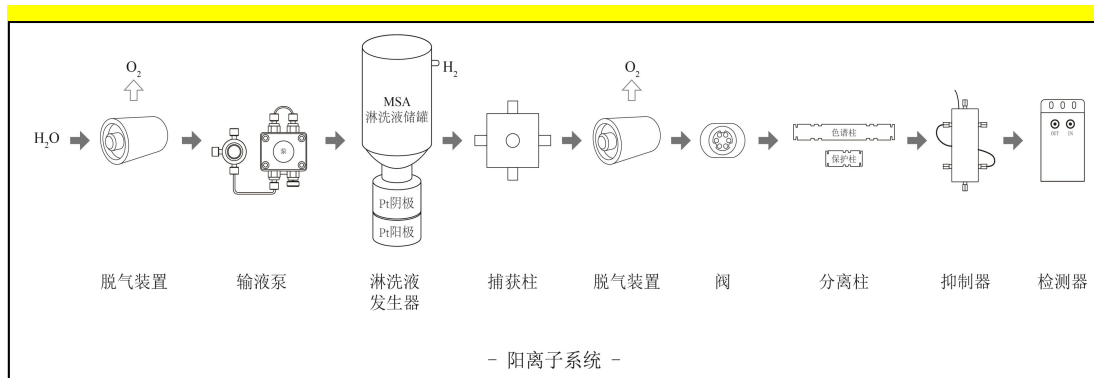


图 2-6 淋洗液发生器原理图

流路连接

淋洗液发生罐一端接输液泵输出的超纯水，另一端接捕获柱 ELUENT IN 端。两个接口不分先后，可随意连接。

排气口连接

淋洗液发生器运输过程采用堵头将排气口密封以防溶液泄漏，初次使用，先将排气口堵头取下，将带开关阀的排气管连接至瓶底排气接口。使用时将阀打开（与管顺向），使用完将阀关闭（与管垂直）。使用过程中为有效隔绝空气中二氧化碳，需将出口端沉入纯水液面以下。



图 2-7 排气口示意图

高压限制

淋洗液发生器耐压 $\leq 17\text{MPa}$ ，为保证本设备长期稳定运行，建议日常工作压力 $< 15\text{MPa}$ 。如遇系统压力过高，请仔细检查流路超压原因，及时排除问题，以防对本装置造成损毁。

低压限制

由于本装置在电解过程中产生大量的气体，这些气体需在一定渗透压下方能透过脱气膜，以达到对其完全脱除的目的。建议日常工作压力 $> 8\text{MPa}$ 。

注意事项

**警告**

：储液罐内为高浓度的 KOH 或 MSA 溶液，腐蚀性极强，请勿自行拆卸以防发生伤害事故。

**警告**

：使用本设备前请确认系统压力是否在适用范围内($\leq 17\text{MPa}$)，以免损毁本设备。

**注意**

：本设备在使用之前，请先开启输液泵用纯水冲洗 5min 管路，然后打开排气阀，设定浓度值开启电流；使用完本设备，关闭排气阀，关闭电流，并通纯水 $\geq 10\text{min}$ ，对管路进行冲洗。

**注意**

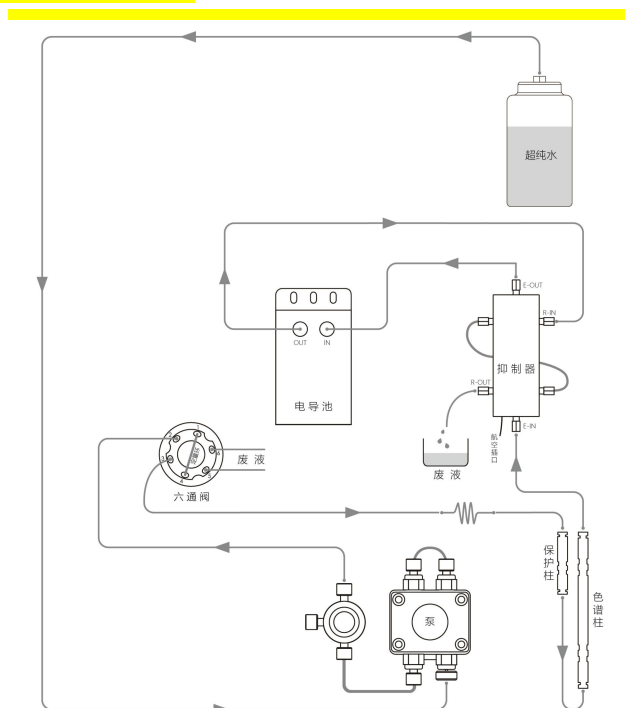
：运输或搬动本设备，请检查排气口是否封死，以防内部溶液泄漏。

**注意**

：浓度范围 0-100 mmol/L，请勿在“浓度”栏输入大于 100 的数值。

2.8 系统流路示意图

色谱系统流路示意图如图2-8所示。



— 色谱仪流路连接示意图 —

图 2-8 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过柱前预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。

2.9 显示屏



图 2-9 显示屏

显示屏包括以下几个功能：

- (1) 智能开关机：触摸智能开机，可将泵、柱温箱、抑制器、电导池加热同时开启（ON），触摸智能关机，可将以上部件同时停止（OFF）。
- (2) 智能维护：触摸智能维护开，电磁切换阀自动切换纯水进行维护；触摸智能维护关，电磁切换阀自动切回淋洗液。注意，在进行智能维护前，用户需在反控软件中设置智能维护序列菜单。

- (3) 中英文切换：触摸中文/English位置，显示屏进行中英文切换。
- (4) 仪器各模块开关：触摸ON或OFF，可单独控制泵、柱温箱、抑制器、电导池的开启或停止，并可实时显示各模块参数。
- (5) 屏幕样式切换：触摸 CIC-D150型离子色谱仪位置，屏幕切换样式。

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-D150、CIC-D160、CIC-D120 、CIC-D160V3(自动量程)、CIC-D120V3(自动量程)、CIC-D100(自动量程)。

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-D150、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 自动量程电导池常数设置

此设置只有接自动量程设备时有效。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

泵压力限设置:

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。欠压、超压保护停泵时间可根据需要修改。

漏液保护:

当漏液保护启动时，将在设置的停泵延时时间到达后发送停泵指令。

内置进样阀:

控制内置进样阀回切时间。仪器默认 2min 后进样阀自动切回原始状态。

(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

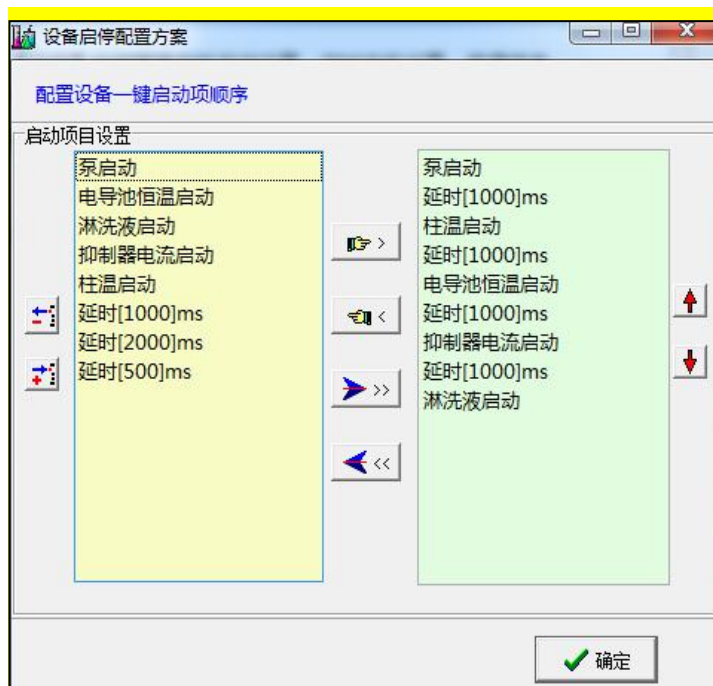




图 3-8 设备启动设置界面

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。

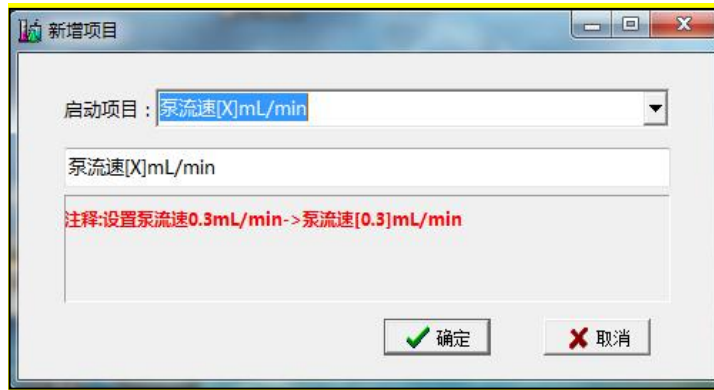


图 3-10 泵流速设置界面

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 智能维护

首先在系统设置里设置好维护流程时序。在“运行事件”列头双击可添加自定义流速和抑制器电流。总时长必须大于等于总清洗流程表的最后一行的时间。



图 3-11 流程时序

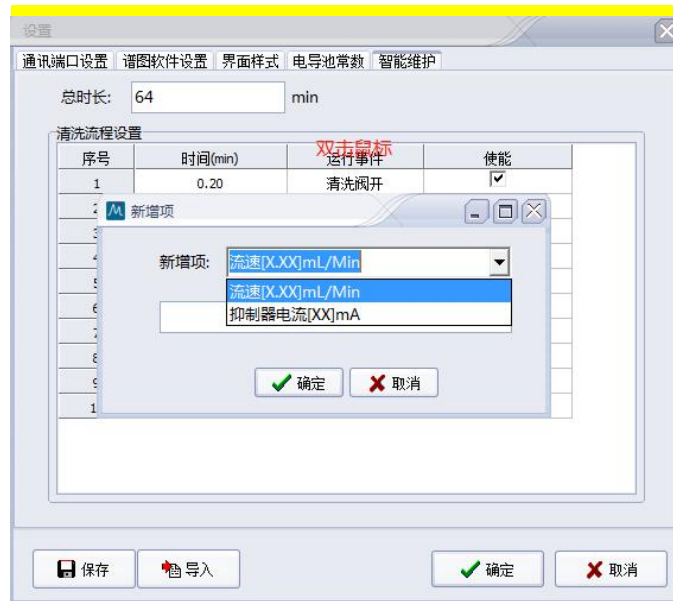


图 3-12 设置流速或抑制器电流界面

然后在功能菜单下点击“智能维护”，启动维护程序。

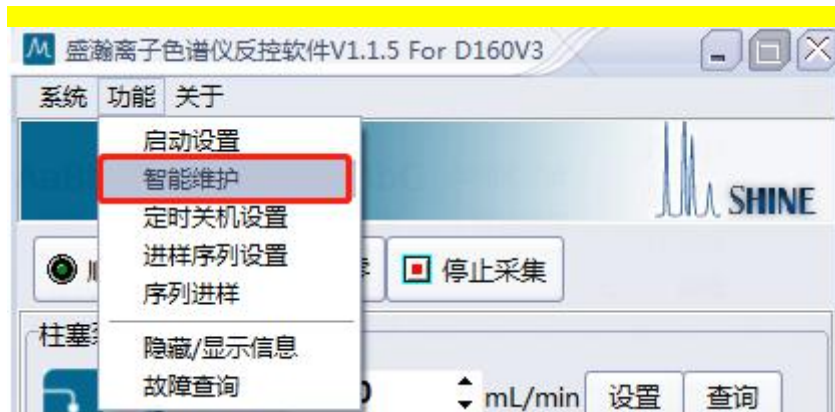


图 3-13 智能维护界面

c 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 开启 确认后，程序开始计时，在主界面将出现倒计时提示。反之去除勾选选项 开启，确认后取消定时关机。

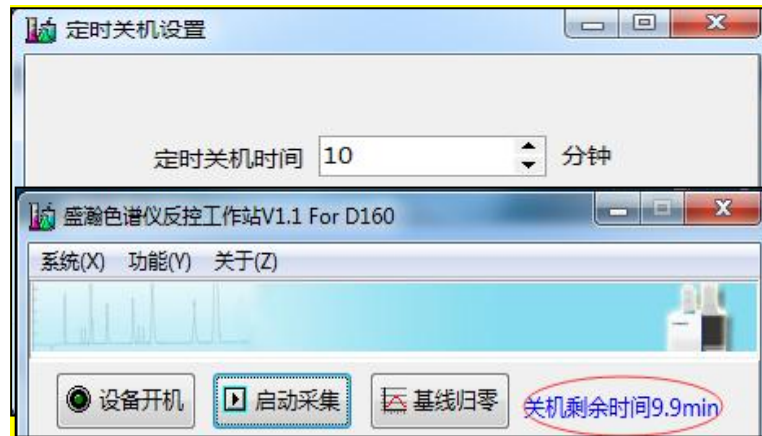


图 3-14 定时关机设置

d 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。

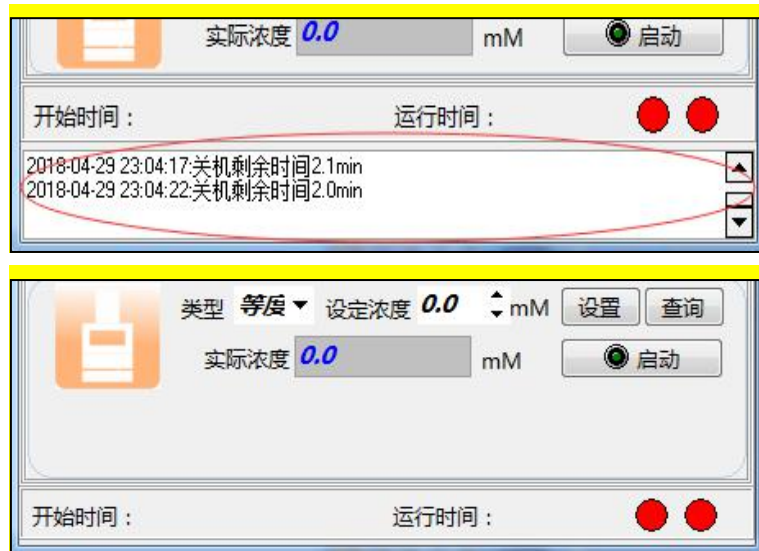


图 3-15 隐藏信息界面

e 进样序列设置

当连接自动进样器时，可预先设置每个样品谱图重命名文件名，【自动保存文件名】为空系统在谱图生成后自动回写进去。设置完毕后，在进样开始前勾选菜单【功能】->【序列进样】系统将在每次样品分析生成谱图后自动将文件名更改为预先设置的重命名文件名。文件保存位置为“谱图文件更名保存位置”所设置目录下的 calib（标样）和 data（未知）子目录里。

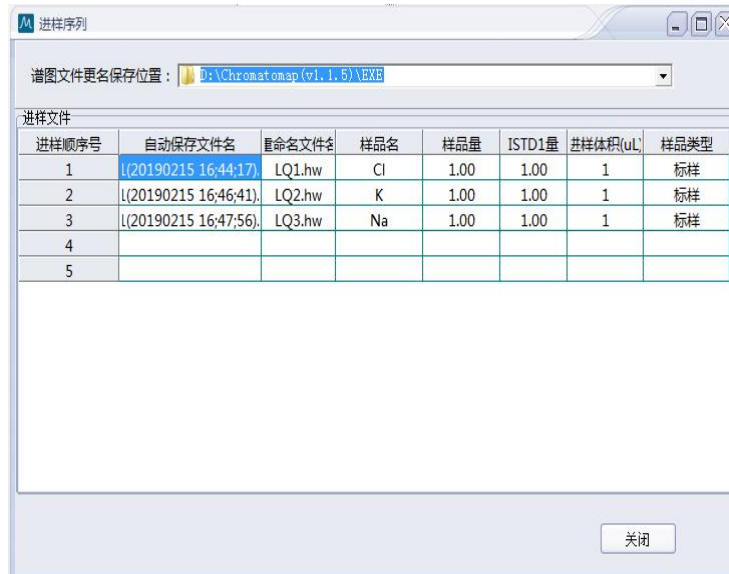


图 3-16 谱图文件更名保存位置

f 序列进样

此菜单项为勾选项，点击勾选后，每次进样生成谱图按【进样序列设置】里的重命名文件名自动更名另存。



图 3-17 序列进样

g 自动进样

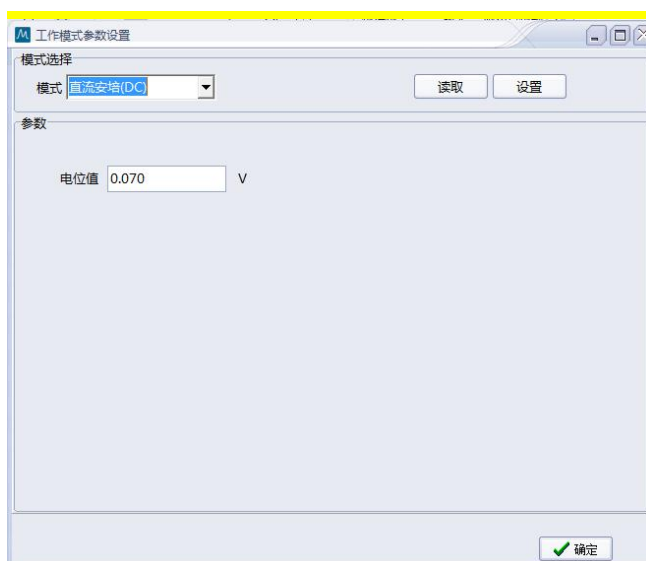
此菜单项为勾选项，点击勾选后外置进样阀控生效。再次点击取消勾选停止阀控进程。

i 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 3-18，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 3-19，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 3-18 安培参数设置



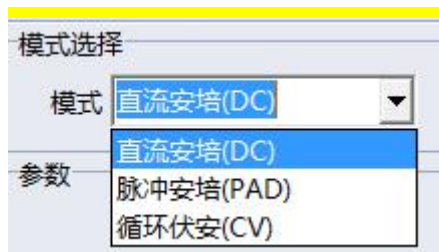


图 3-19 安培参数设置

※ 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。

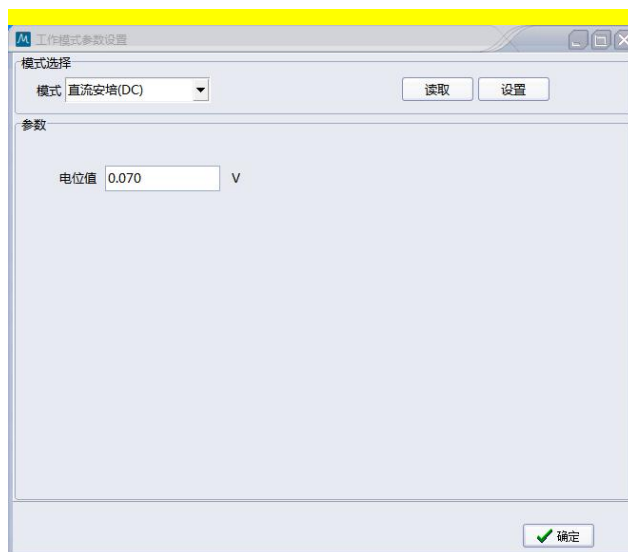


图 3-20 直流安培参数设置

※ 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。

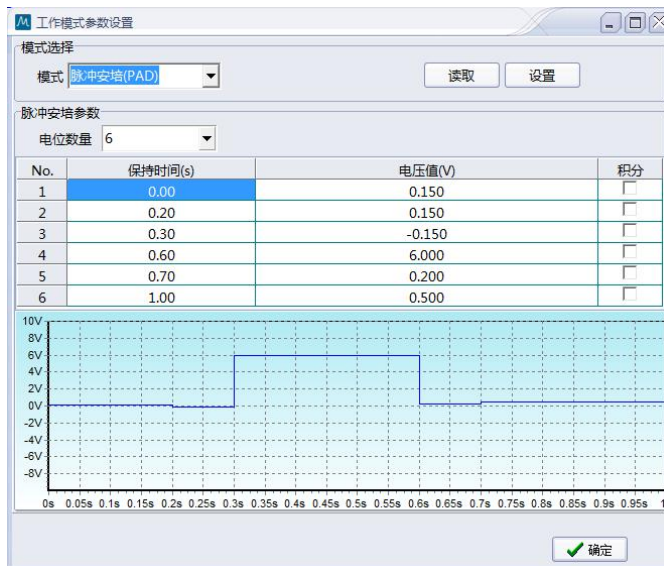


图 3-21 脉冲安培参数设置

※ 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 3-22 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

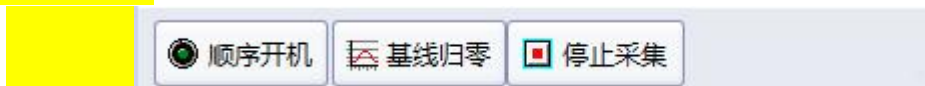


图 3-23 界面按钮

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。

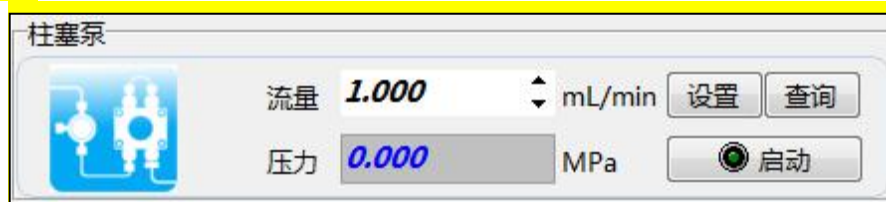
(2) 柱塞泵区

图 3-24 柱塞泵区

a 设置按钮

此按钮为设置柱塞泵流量。设置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 3-25 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 3-26 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。自动量程仪器量程处为灰色，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。自动量程仪器量程处为灰色，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 3-27 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 3-28 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 3-29，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 3-29 淋洗液发生器监控信息图

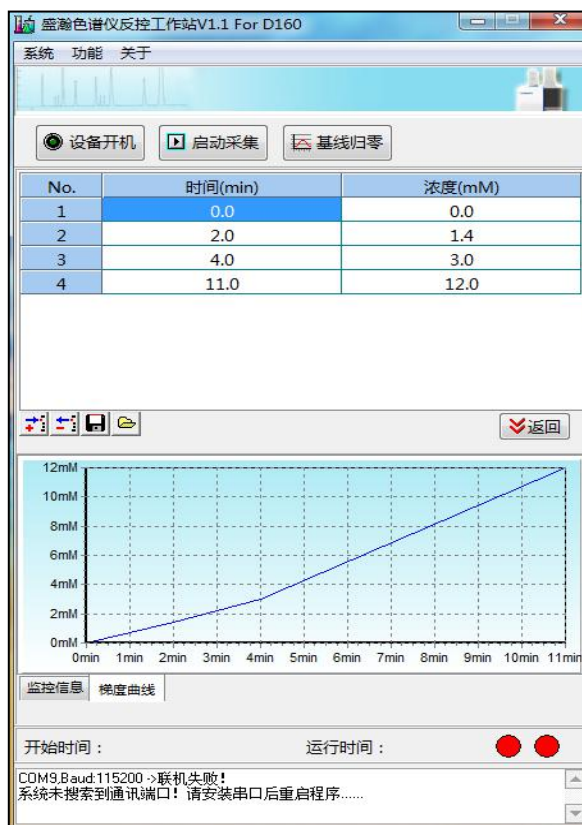
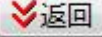


图 3-30 淋洗液发生器梯度曲线

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 3-31 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。

3.3 手机 APP

3.3.1 配网过程

(1) 根据厂家提供的二维码下载手机 APP 程序，并使用手机号码注册账号。



(2) 仪器开机，打开手机 APP，点击添加设备，保证手机连接上 2.4GHz 的 wifi 网络。

(3) 在 APP 界面输入手机连接的 wifi 网络名称及密码，D150 采用一键智能配网模式，点击确定开始连接，等待 1 分钟左右即可连接到手机，在此过程中手机要尽量靠近仪器。

(4) 连接到设备后可对设备进行重命名，同时可在任何手机能上网的地方操作仪器，包括 wifi 和数据通讯两种模式，但仪器必须通过 wifi 联网。

(5) 进入操作界面，首先打开下方的开关，界面提供了状态显示、数据设置、模块开关等按钮，可根据测样要求开启。

(6) 如果设备要更换连接的手机，点击右上角的编辑图标，滑到最下方，解绑设备，用另一台手机重新配网连接。

3.3.2 常见问题

(1) 连接不上。检查手机连接的 wifi 网络是否是 2.4G 的。若网络是 2.4G 的，还是连接不上，需要重置网络模块。在仪器后方的绿色端口处，使用镊子短接最上方的两个端口（RESET 处），可重置仪器的网络模块，再进行配网。短接后仪器在几秒内有 2 次声音提示，短声表示重置成功，长声表示一键配网模式设置成功，听到长声后可进行配网。

(2) 更换网络后（包括更改网络名称或 WIFI 密码，IP 地址等），仪器将无法连接到手机，此时需先重置仪器网络模块，再根据之前的说明进行重新配网操作。

4 仪器操作及维护

4.1 开机

打开 CIC-D150 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。

CIC-D150 型离子色谱仪可选配在线脱气机。配备有这种脱气装置后，无需脱气，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。

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 0.4MPa ；

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℃；
4. 抑制器电流是否正常，变化幅度不超过 2mA。
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0.22μm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℃的环境中，也只能抑制而不能消除细菌的生长。

尽快分析NO₂⁻和SO₃²⁻样品，他们会分别被氧化成NO₃⁻和SO₄²⁻离子。不含有NO₂⁻和SO₃²⁻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 F^- 及 Cl^- 的影响（当 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

CIC-D150 可选用两种进样方式，手动进样及使用自动进样器进样。

当使用自动进样器进样时，应将仪器与自身进样阀管路断开，从泵接入自动进样器进样阀，然后进入保护柱。根据自动进样器型号不同，与仪器的连接方式不甚相同，具体连接方式参阅 [B.5 章节](#)。

4.6.1 手动进样

1. 确保进样口已连接完整；
2. 确认进样阀处于进样状态；
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 μm 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. 按下触发按钮即可启动软件进行数据采集。

4.6.2 自动进样器进样

1. 确认自动进样器已与仪器连接完整，详细内容请参照 [B.5 章节](#)；
2. 将测试样品装进样品瓶内，并将样品瓶放入自动进样器样品托盘内；
3. 将样品托盘放入自动进样器后，设置自动进样器参数，具体操作请参阅各型号自动进样器说明书，待参数设置完成后启动自动进样器，自动进样器将按照设定的参数

开始运行，并自动触发软件进行数据采集。

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。



注意

：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洗。

5 常见故障及排除

本章根据 CIC-D150 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 排除堵塞单元

当流路出现堵塞时，系统压力将会增大，甚至超过输液泵的承受能力，导致系统不稳定或出峰异常，因此应及时排查异常单元。

当系统压力没有超过输液泵的承受能力时，可根据图 2-8 所示系统流路示意图，从抑制器 REGEN OUT 口开始依次往前拆除管路接头，观察系统压力，当系统压力骤降异常时则此处连接为管路堵塞处。

当系统压力过大而无法运行时，则必须按照流路示意图从流路系统一次连一个部件，直到压力骤升，则此部件处为堵塞处。

若堵塞处为管路或接头部分，可通过后冲洗或更换配件清除堵塞点，后冲洗操作请参阅 [B.10 章节](#)。

6.2 更换管路及接头

不同管径及材质的管路用途大致如下表所示

表 6-1 管路用途

管路型号	用途
内径 0.25mm PEEK	一般管路连接
内径 0.5mm PEEK	仪器进样口连接进样阀部分
内径 0.75mm PEEK	电导池出口进抑制器部分
内径 0.75mm 硅胶管	六通阀连接废液部分
外径 1/8 英寸四氟管	连接抑制器 REGEN OUT 端

表 6-2 接头用途

接头型号	用途
手拧 PEEK	一般管路连接
六角 PEEK	连接六通阀接口
内径 1/8 英寸 PEEK	连接抑制器 REGEN OUT 端

6.3 更换及清洗单向阀

单向阀受污染时将导致系统压力及流速不稳定，因此当出现此类情况时可以考虑清洗或更换单向阀。

6.3.1 清洗单向阀步骤

1. 关闭输液泵；
2. 使用扳手逆时针拧开泵头上进、出口单向阀不锈钢接头；
3. 将单向阀取出并置于盛有 1：1 的纯水/硝酸溶液或无水乙醇的烧杯内超声数分钟；
4. 超声结束后取出单向阀，可用洗耳球吹洗单向阀判断是否已通畅；
5. 使用超纯水清洗单向阀，确认单向阀的方向将单向阀安装回去并将接头拧紧；
6. 排除泵内气泡，开泵进行测试。

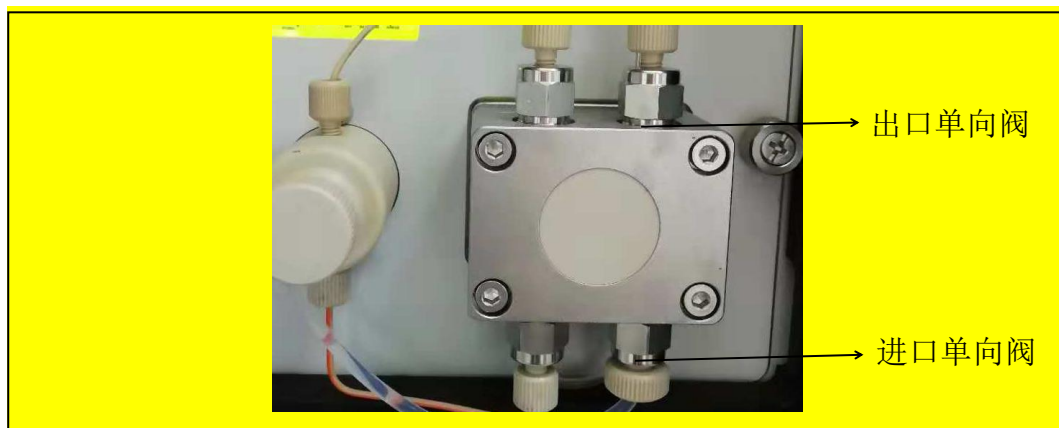


图 6-1 泵单向阀位置



图 6-2 单向阀进口方向

**注意**

只有当单向阀的方向正确时，输液泵才能带动液体流向流路，否则会吸不进液体。通畅单向阀的进口一侧有一条线圈。液体自线圈侧进，从无圈侧出。

6.3.2 更换单向阀

1. 按照清洗单向阀步骤小心将单向阀拆卸下来；
2. 新的单向阀按照清洗单向阀相关步骤安装进去，注意不要装反方向。

6.4 更换密封圈或柱塞杆

损坏的密封圈或柱塞杆会造成泵体漏液、系统流路不稳、基线噪声增大等后果。当出现此类现象时可考虑更换密封圈及柱塞杆。更换泵密封圈步骤如下：

1. 关闭输液泵，关闭仪器电源总开关；
2. 逆时针拧开输液泵四周的螺丝，将输液泵拆卸下来；
3. 逆时针拧开泵头的四个螺丝，拆下的泵头内部如下图所示，拧开之后小心轻轻拆下柱塞杆及密封圈；

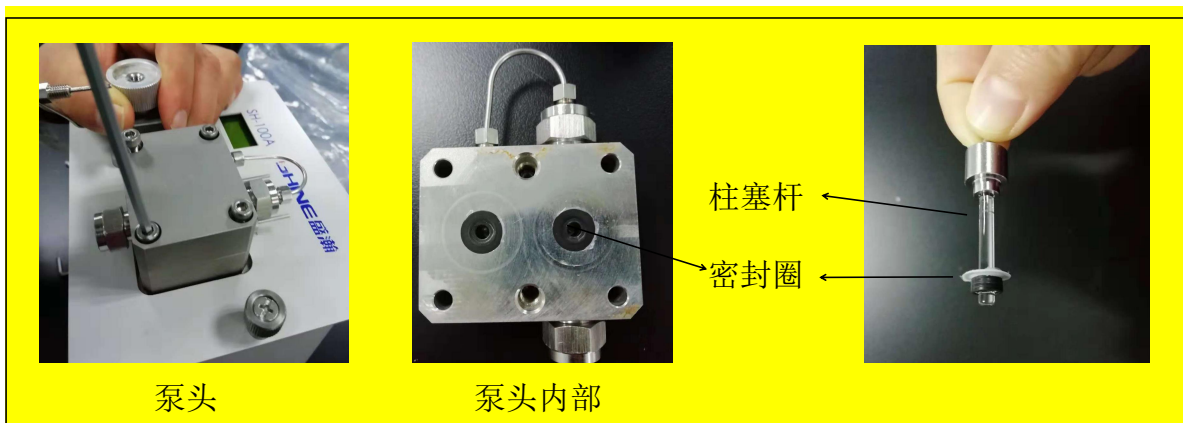


图 6-3 更换密封圈

4. 将新的柱塞杆及密封圈更换后重新组合完整即可。

**警告**

任何横向运动都会导致柱塞杆断裂。应垂直操作。

6.5 更换电导池

1. 在反控软件上关闭电导池加热按钮，停泵，关闭仪器电源；
2. 断开 PEEK 管路及接头；
3. 揭下电导池表面贴膜；
4. 使用螺丝刀卸下电导池保护壳上的四个螺钉，取下保护壳；
5. 松开手拧螺钉，取下电导池；
6. 然后将新的电导池对准 DB 接头针孔进行安装；
7. 拧紧手拧螺钉，装上保护壳，拧紧保护壳上的四个螺钉，最后贴膜；
8. 仪器重新上电，开泵冲洗电导池，恢复操作。



图 6-4 更换电导池

**注意**

为避免新电导池内管路有杂质，新电导池需首先使用超纯水冲洗 12h 左右。

6.6 更换安培池垫片

当配置安培检测器时，更换安培池垫片如下：

1. 关掉安培池，停泵，关闭仪器电源；

2. 拆除安培池进出口的连接管路和电极连接电缆；
3. 向前拔出安培池；
4. 拧松工作电极的固定旋钮，夹住工作电极电位定位块两侧的卡销将其拖出定位孔，小心取下工作电极；
5. 用镊子将旧的垫片从池体剥离；
6. 用清洁、潮湿、无纤维的软布擦拭池体；
7. 安装新的垫片，仔细检查垫片是否平整并与 PEEK 池体贴合，并确保两流路孔在流通槽中心对称位置，确保垫片没有褶皱和气泡；
8. 重新安装工作电极固定块，拧紧旋钮；
9. 将安培池复位，连接电缆和管路；
10. 开泵，待压力稳定后再接通安培池电源。

**注意**

：为了避免污染电极，使用无尘手套进行操作。

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。

当出现噪声大或抛光工作电极后响应灵敏度依然较低时，可考虑更换参比电极。

操作步骤如下：

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. 用超纯水冲洗新参比电极；
5. 打开安培池进出口接头，安装新参比电极。

6.8 更换抑制器

新抑制器或长时间（一周以上）未使用的抑制器应首先进行活化处理。

活化步骤：

1. 用泵出口直接与抑制器 REGEN IN 口相连，REGEN OUT 口直接接入废液瓶，以 0.3 mL/min 流速通去离子水 10 min，然后用堵头密封；
2. 用泵出口直接与抑制器 ELUENT IN 口相连，ELUENT OUT 口直接接入废液瓶，以 0.3 mL/min 流速通去离子水 10 min，然后用堵头密封；
3. 密封后，放置活化时间不少于 30 分钟。活化完成。

更换抑制步骤步骤：

1. 关闭抑制器电流，停泵；
2. 断开抑制器电缆，拆掉抑制器上的管路接头；
3. 将抑制器取下；
4. 将新抑制器安装进支架（淋洗液出口向上）；
5. 将电缆连接好，重新将所有管路连接好。
6. 开泵，恢复操作。

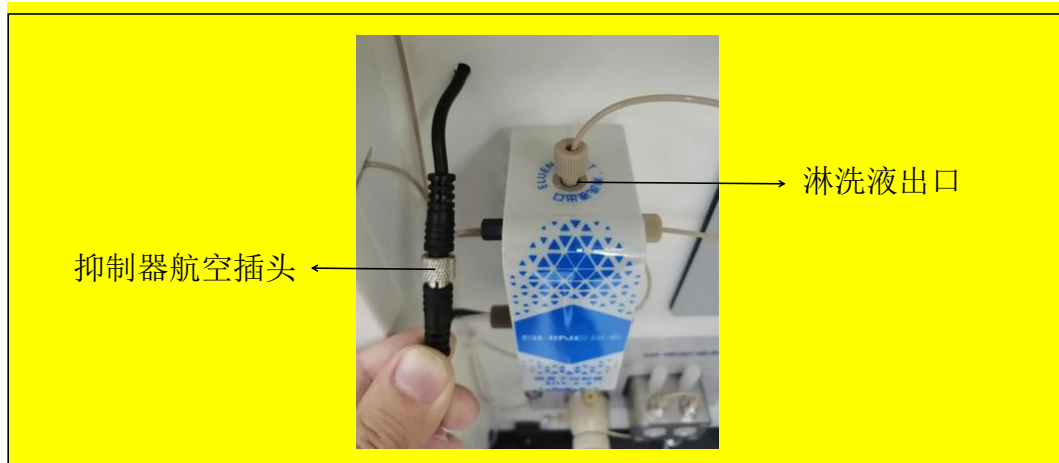


图 6-5 更换抑制器



注意

抑制器电缆接头应注意接好，否则加不上电流。

6.9 更换电源保险丝

1. 关闭仪器电源总开关，并拔下仪器后端“品”字电源插头；
2. 使用平口螺丝刀或其他工具轻轻将保险丝固定卡从仪器上取下；
3. 从固定卡上取下保险丝，在光线较好处观察玻璃壳内保险丝是否断裂；

4. 如保险丝断裂，请更换同型号、规格保险丝；



注意

：请勿随意更换其他型号保险丝，如不能确认保险丝型号请联系仪器厂家。

5. 更换的新保险丝除规格型号相同在，应保证玻璃壳内保险丝完好，两端金属外壳无生锈情况；

6. 安装时保证保险丝在固定卡中间位置后推入原位置；

7. 连接仪器“品”字电源插头；

8. 打开仪器电源开关；

9. 使用软件或面板查看仪器是否恢复正常工作；

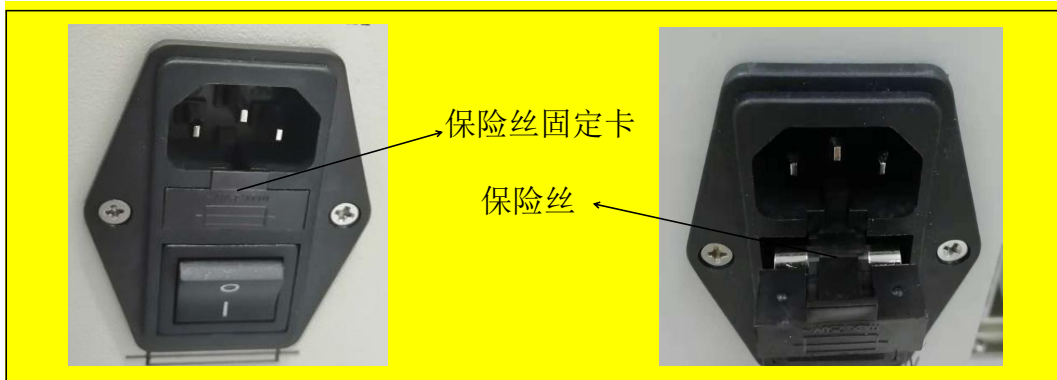


图 6-6 更换保险丝

通过以上操作如恢复正常工作，更换保险丝工作完成，如没有正常工作，请查看仪器其他可能导致非正常工作的原因。

6.10 更换淋洗液发生器储罐

当仪器配置淋洗液发生器时，需要更换淋洗液发生器储罐时的操作如下：

1. 停泵，关闭仪器电源；
2. 将淋洗液发生罐上方排气口处的管路拆掉，并将此排气口密封；
3. 将淋洗液发生罐慢慢举起，断开电缆及连接的管路；



图 6-7 淋洗液发生罐管路连接

4. 将新淋洗液发生罐的两个堵头打开并连接上管路，两个接头不分进出，可随意连接；



图 6-8 淋洗液发生罐堵头及电缆

5. 将淋洗液发生罐的电缆连接完整；

6. 将淋洗液发生罐慢慢倒转放置发生罐支架内，将排气口处的密封盖打开，打开时排气口应面向无人的方向，以免运输过程中液体晃动产生的气体冲出瓶体。最后将排气管路连接完成，并沉入水面以下。

**警告**

：淋洗液发生罐内为具有强腐蚀性的 KOH 或 MSA 溶液，作业时请佩戴橡胶手套及护目镜，以防烧伤。

6.11 更换捕获柱

1. 关闭仪器电源；
2. 将淋洗液发生管缓缓举起，露出下面的捕获柱；
3. 将捕获柱的电缆断开，并拆掉四周的管路；

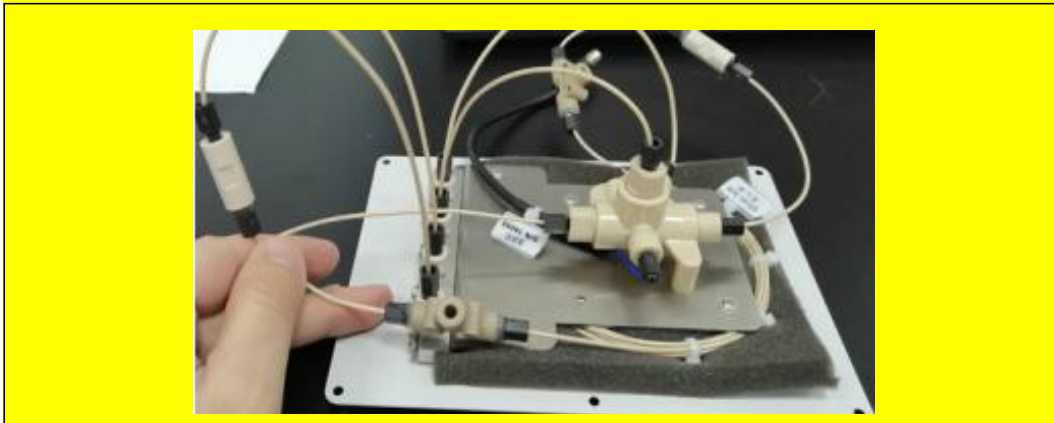


图 6-9 捕获柱管路连接

4. 连接捕获柱管路及电缆，可参照《外置淋洗液发生器用户手册》；

化学流路：纯水入口--淋洗液发生瓶--捕获柱 IN--捕获柱 OUT--脱气管--淋洗液出口；

再生液入口--捕获柱 RIN--捕获柱 ROUT--废液出口；

5. 将淋洗液发生罐复原即可；
6. 仪器重新上电恢复操作。

A. 规范

A.1 电相关

主电源	AC110-240V、50Hz/60Hz、150W
保险丝	5*20mm, 6A

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：650*336*458mm
重量	25.5kg

A.3 环境相关

运行温度	5-40℃
湿度	5-95%相对湿度，非冷凝
运行压力	≤25MPa

A.4 泵

型号	双柱塞，高液压泵
流速	0.0-5 mL/min
泵流速稳定性误差	≤1%
泵流量设置值误差	≤1%
运行压力	≤25MPa

A.5 检测器

线性	相关系数>0.999
稳定性	≤3%

A.6 电导池

池体材料	PEEK
电极材料	316 不锈钢
运行温度	5-50℃
承受压力	≤4MPa

A.7 进样阀

进样阀	PEEK 材质，六孔
压力	≤20MPa

A.8 柱温箱

运行温度	5-60℃，根据所选色谱柱要求的温度设置
------	----------------------

B. 安装

B.1 设备需求

1. 环境温度：5-40 ℃。
2. 相对湿度：5-85 %。
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。



注意

：由于仪器较重，当需搬运仪器时，请两人或更多人一起搬运，并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。



注意

：禁止接触锋利性物体，以免造成仪器表面涂层划伤。



电击

：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. 启动电脑；
2. 将附件盒内的光盘放入电脑光驱内；

3. 打开光盘，选择相应工作软件及反控软件；
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-D150 仪器与电脑之间通过数据线连接。

1. 将仪器附件盒内的数据线取出；
2. 将数据线 DB 接头端接入仪器后面板 DB 插口内，USB 端接入电脑端 USB 插口内。

B.5 连接自动进样器到仪器（可选）

本公司生产的四款自动进样器的与仪器管路连接方式大致相同。与不使用自动进样器相比，只需将捕获柱出口的管路接入自动进样器进样阀阀口 2，阀口 3 接入保护柱入口即可，其余管路与不接自动进样器时的连接相同。

B.5.1 SHA-1 与仪器触发线连接步骤

1. 取出仪器附件盒内的触发线；
2. 将触发线一端连接到自动进样器触发端口内，另一端与仪器自动进样器端口连接；
3. 将触发线凹口处朝上，对准触发端口，接上后可感知凹槽卡进去即完成连接操作。

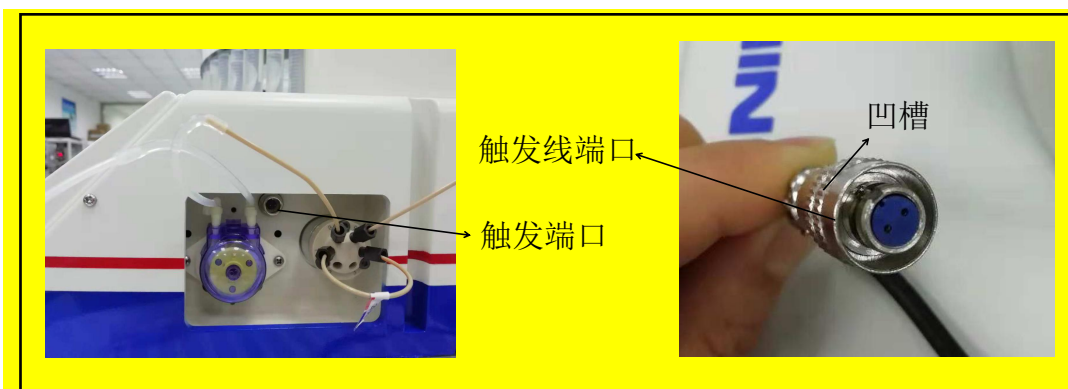
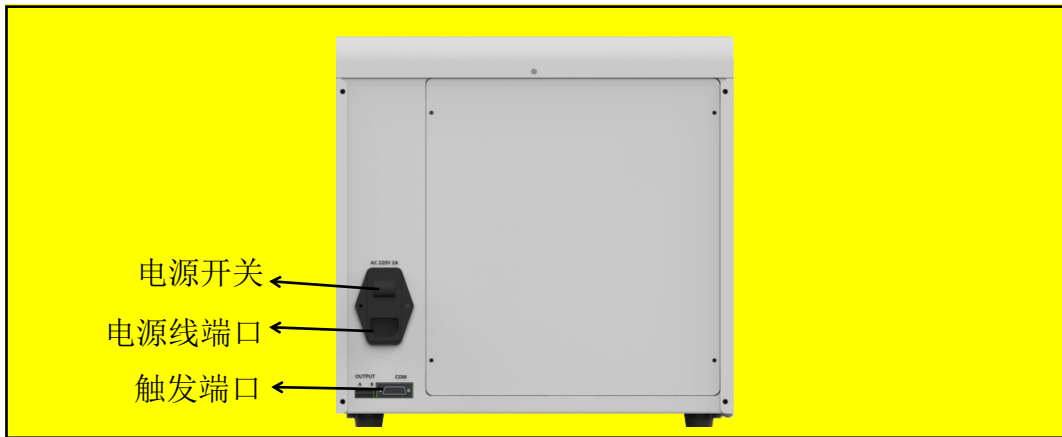


图 B-1 SHA-1 触发端口

B.5.2 SHA-11D 与仪器触发线连接步骤

将触发线一端插入自动进样器后面板的通讯线接口，另一端连接仪器通讯线接口，并插接牢固。后面板如下图所示。



图B-2 SHA-11后面板



注意

: 双通道连接时，蓝色信号线接A通道，绿色信号线接B通道。

B.5.3 SHA-15 自动进样器与仪器触发线连接步骤

SHA-15 自动进样器使用全反控工作站，工作时需与仪器、电脑都要连接，与电脑相连时可使用 RS232 或 USB 串口线。

自动进样器与电脑的连接方式见下图。

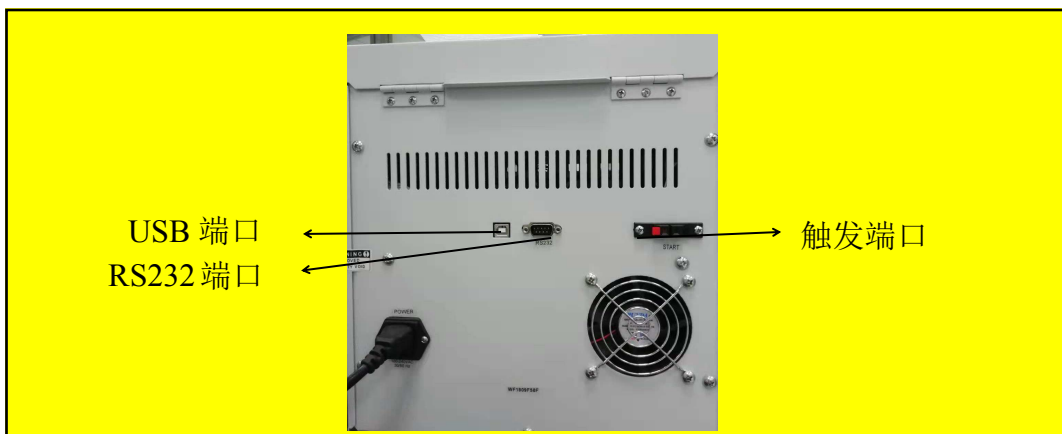


图 B-3 SHA-15 后面板

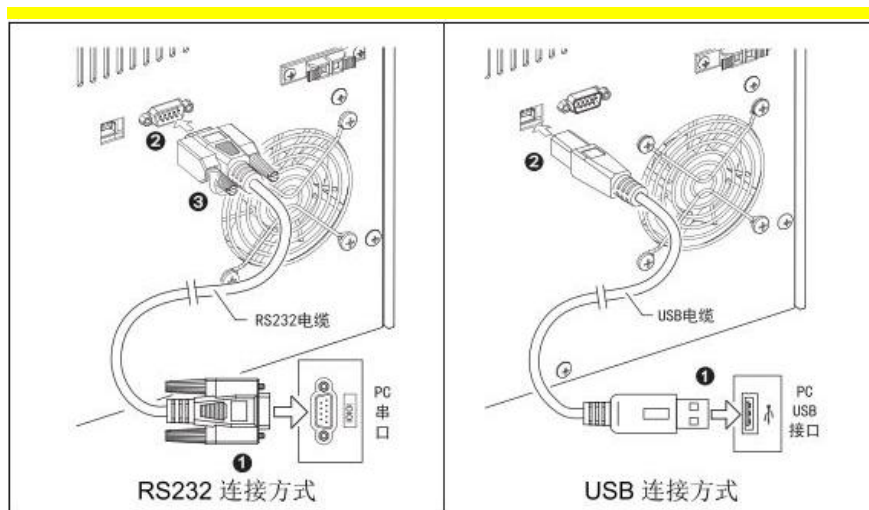


图 B-4 SHA-15 反控连接图

自动进样器与仪器的连接方式：

1. 将启动信号线接自动进样器 start 位置。安装时将端口的按钮往两侧按压，绿线接红色端，黑线接黑色端；
2. 另一端连接至仪器自动进样器接口；
3. 自动进样器取样后，通过启动信号线将开始采集信号送到反控工作站。

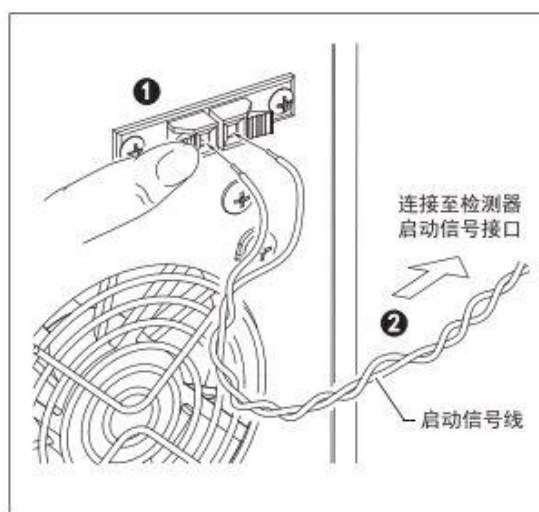


图 B-5 SHA-15 自动进样器连接图

详情请参阅 SHA-15 型自动进样器用户手册。

B.5.4 AS-11 与仪器触发线连接步骤

1. 将仪器附件盒内的触发线取出；
2. 将触发线端子一端接入自动进样器 OUT PUT 端口最左侧 1.2 两个端口；



图 B-6 AS-11 后面板连接

3. 将触发线另一端连接到仪器自动进样器接口端即可。具体位置请参阅 [1.4 章节](#)。

想要了解更多请参阅《AS-11 自动进样器用户手册》。

B.6 连接电源线

从仪器后面板的主电源插座连接电源线到接地电源，仪器电源是自动感应的，所以选择线路电压不需要调整。



警告

：为避免触电，请使用接地插座。请勿在未接地的情况下操作仪器。

B.7 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.7.1 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 0.3mL/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.7.2 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 接口连接抑制器 REGEN IN 接口；
4. 抑制器 REGEN OUT 接口连接捕获柱 REGEN IN 接口；
5. 捕获柱 REGEN OUT 接口连接废液管；
6. 待所有管路连接完毕后，将抑制器 ENLUENT OUT 接口朝上，挂进仪器内抑制器支架上即可。

B.8 连接废液管

CIC-D150 仪器废液管包含以下四种：

1. 平流泵的后冲洗废液管将冲洗泵头的废液排走；
2. 进样阀废液管将进样时多余的样品排走；
3. 抑制器废液管将流路最后产生的废液排走；
4. 淋洗液发生器废液管将淋洗液发生罐内产生的气体排走。

**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.8.1 安装废液管

1. 将仪器各处管路连接完毕；
2. 将所有废液管路汇集到一个较粗的管路内；
3. 将汇集后的废液管放入废液瓶内。



注意

：废液瓶不得封口，因为仪器运行过程中，连续自再生抑制器利用电解抑制背景，电解过程中会产生少量的氧气和氢气。应防止气体滞留在废液瓶内以免产生静电，严重者会引起爆炸。

B.9 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-D150 上端淋洗液托盘内；
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-D150 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.10 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.10.1 冲洗泵头



注意

：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.10.2 冲洗淋洗液管路



注意

：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.11 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。

B.11.1 淋洗液储罐背压需求

为脱除淋洗液发生器产生的电解气，淋洗液发生器后端系统压力要求在 8-17MPa（包含保护柱，色谱柱，抑制器，电导池整体压力）范围内。若功能部件压力不足 8MPa，可在淋洗液发生器出口至进样阀前位置增加背压管，使系统压力增至合适值。淋洗液发生器后端系统压力 $\leq 8\text{MPa}$ 时，气体脱除不完全，易造成基线波动；后端系统压力 $\geq 17\text{MPa}$ 时，

易造成脱气装置破裂。

B.12 确认运行状态

当系统平衡后，通过泵显示屏或反控软件上的泵压力示数确认泵的实际压力。记录泵的实时压力，变化幅度应小于 0.4MPa。

B.13 淋洗液瓶加压（可选）

CIC-D150 仪器不需要配备有压力保护的淋洗液瓶。但若淋洗液已人工脱气或易污染，建议配备有氮气保护的淋洗液瓶。

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

