



ICS-5000 离子色谱系统 操作手册

戴安中国有限公司
技术服务中心

目录

| | |
|------------------------|-----|
| 1 简介..... | III |
| 1.1 系统组成..... | 1 |
| 1.2 仪器控制..... | 3 |
| 1.3 说明..... | 5 |
| 1.4 安全标志..... | 5 |
| 1.5 去离子水要求..... | 6 |
| 2 仪器描述..... | 7 |
| 2.1 前面板..... | 7 |
| 2.2 内部结构..... | 8 |
| 2.3 流路图..... | 10 |
| 2.4 后面板..... | 11 |
| 2.5 淋洗液瓶..... | 12 |
| 2.6 前面板..... | 13 |
| 2.7 内部结构..... | 13 |
| 2.8 后面板..... | 16 |
| 2.9 流路图..... | 17 |
| 2.10 前面板..... | 18 |
| 2.11 内部结构..... | 19 |
| 2.11.1 毛细管 IC..... | 19 |
| 2.11.2 IC 立方..... | 20 |
| 2.11.3 常规 IC..... | 22 |
| 2.12 DC 的温度..... | 23 |
| 2.13 进样阀..... | 23 |
| 2.14 CD 电导检测器..... | 25 |
| 2.15 ED 电化学检测器..... | 27 |
| 2.16 后面板..... | 28 |
| 2.17 自动管理站 AM..... | 28 |
| 2.18 电化学检测模式..... | 33 |
| 2.18.1 直流安培检测..... | 33 |
| 2.18.2 积分和脉冲安培检测..... | 33 |
| 2.18.3 循环伏安检测..... | 35 |
| 2.18.4 波形..... | 35 |
| 2.18.5 安培数据的保存和处理..... | 38 |
| 3 配置..... | 42 |
| 4 开机..... | 49 |

| | | |
|-------|--------------------|----|
| 4.1 | EG 的注意事项 | 49 |
| 4.2 | 安培池使用的注意事项 | 49 |
| 4.3 | 操作前的准备工作 | 51 |
| 4.3.1 | 样品的收集和保存 | 51 |
| 4.3.2 | 样品预处理 | 52 |
| 4.3.3 | 样品稀释 | 52 |
| 4.4 | DP/SP 的启动 | 52 |
| 4.5 | 设置淋洗液的浓度 | 55 |
| 5 | 操作 | 57 |
| 5.1 | 手动进样 | 57 |
| 5.2 | 自动进样 | 58 |
| 6 | 关机 | 59 |
| 7 | 维护 | 61 |
| 7.1 | 每日维护 | 61 |
| 7.2 | 每周维护 | 61 |
| 7.3 | 定期维护 | 61 |
| 8 | 故障指南 | 62 |
| 8.1 | Audit Trail 中的错误信息 | 62 |
| 8.2 | 基线噪音 | 62 |
| 8.3 | 保留时间重复性差 | 62 |
| 8.4 | 保留时间提前或拖后 | 63 |
| 8.5 | 不出峰 | 63 |
| 8.6 | 峰拖尾 | 63 |
| 8.7 | 压力低 | 63 |
| 8.8 | 压力高 | 63 |
| 8.9 | 响应值低 | 64 |
| 8.10 | 背景值高 | 64 |
| 8.11 | 无溶液流动 | 64 |
| 8.12 | DP/SP 的错误信息 | 64 |
| 8.13 | 液体泄漏 | 68 |
| 8.14 | EG 的错误信息 | 68 |
| 8.15 | EG 报警灯亮 | 70 |
| 8.16 | EG 不工作 | 70 |
| 8.17 | DC 的错误信息 | 70 |
| 8.18 | pH 读数异常 | 73 |
| 9 | 维修 | 75 |
| 9.1 | 清洗淋洗液瓶 | 75 |

| | |
|--------------------------|-----|
| 9.2 排除泵的气泡..... | 75 |
| 9.3 更换单向阀..... | 76 |
| 9.4 更换柱塞及密封圈..... | 77 |
| 9.5 更换清洗软管..... | 79 |
| 9.6 更换废液阀密封圈..... | 81 |
| 9.7 更换保险丝..... | 82 |
| 9.8 更换淋洗液储罐..... | 82 |
| 9.8.1 毛细管 IC..... | 82 |
| 9.8.2 常规 IC..... | 84 |
| 9.9 更换 CR-TC..... | 87 |
| 9.9.1 活化毛细管 CR-TC..... | 87 |
| 9.9.2 活化常规 CR-TC..... | 89 |
| 9.10 更换泄漏传感器..... | 90 |
| 9.11 更换高压（进样）阀..... | 91 |
| 9.12 更换毛细管柱..... | 92 |
| 9.13 校正电导池..... | 93 |
| 9.14 更换抑制器..... | 94 |
| 9.15 拆卸 CD..... | 94 |
| 9.16 更换安培池的垫片..... | 95 |
| 9.17 抛光工作电极..... | 96 |
| 9.18 更换参比电极..... | 97 |
| 9.19 校正参比电极..... | 98 |
| 9.20 安装毛细管 IC 的参比电极..... | 99 |
| 9.21 安装常规 IC 的参比电极..... | 101 |
| 9.22 更换参比电极的 O 型圈..... | 101 |
| 9.23 安装 PdH 型参比电极..... | 101 |
| 9.24 更换 ED..... | 103 |
| 附录. 技术指标..... | 104 |

1 简介



图 1-1. ICS-5000 外型图（配备 RFIC 双系统）

- ① ICS-5000 双泵
- ② ICS-5000 淋洗液发生器
- ③ ICS-5000 检测器/色谱单元

1.1 系统组成

ICS-5000 有两种配置方案：毛细管 IC 用于小直径色谱柱（0.4mm）和低流速（0.005 ~ 0.02mL/min）；分析型 IC 用于常规色谱柱（2 或 4mm）和正常流速（0.25 ~ 1.5mL/min）。

双泵（DP）和单泵（SP）

SP 泵有三种类型：等浓度微流量泵；等浓度分析泵；四元梯度分析泵；DP 泵可以将以上三种泵的任意两种进行组合，以满足不同用户的多种需要。其中等浓度泵只能输送一种淋洗液，四元梯度泵支持线性/非线性混合。

微流量泵的流速范围 0.0001 ~ 4.0mL/min，最大操作压力 35MPa（5000psi）。

分析泵的流速范围 0.001 ~ 10.0mL/min，最大操作压力 35MPa（5000psi）。

淋洗液发生器（EG）

EG 用于将去离子水在线生成高纯度的酸/碱淋洗液，包含高精度可编程电源和高压脱气装置。EG 可以配置成单通道/双通道，淋洗液罐（EGC）和连续再生捕获柱（CR-TC）均有微流量型和常规分析型可供选择。

淋洗液组织器（EO）

在 DC 的顶部最多可以放置两个 EO，每个 EO 容纳 4 个 1L/2L 或两个 4L 的淋洗液瓶。压力表可以同时为 4 个淋洗液瓶加压。

检测器/色谱单元（DC）

DC 内部采用模块化设计，可以容纳以下组件：

电导检测器（CD）：信号范围 0 ~ 15000 μ S（支持非抑制型应用）

电化学检测器（ED）：可以配备 Ag、Pt、Au 和 GC 电极

进样阀/柱切换阀

保护柱/分析柱/抑制器

电磁阀/反应管

IC 立方：用于毛细管 IC，包含进样阀、柱加热器、碳酸根去除装置（CRD），抑制器、保护柱、分离柱和 EG 脱气盒。

自动进样器（AS）

AS 支持以下几种工作方式：

浓缩进样 —— 必须使用超低压浓缩柱

同步进样 —— 同时向两个进样阀输送同一个样品

顺序进样 —— 在不同时间向两个进样阀输送不同的样品

顺序浓缩进样 —— 在不同时间向两个安装超低压浓缩柱的进样阀输送不同的样品

1.2 仪器控制

ICS-5000 可以用 Chromeleon 7.0 SR1 或者 Chromeleon 6.80 SR9 控制，Chromeleon 是基于 Windows XP/Vista 操作平台的色谱数据处理系统，具备强大的数据采集和处理功能。

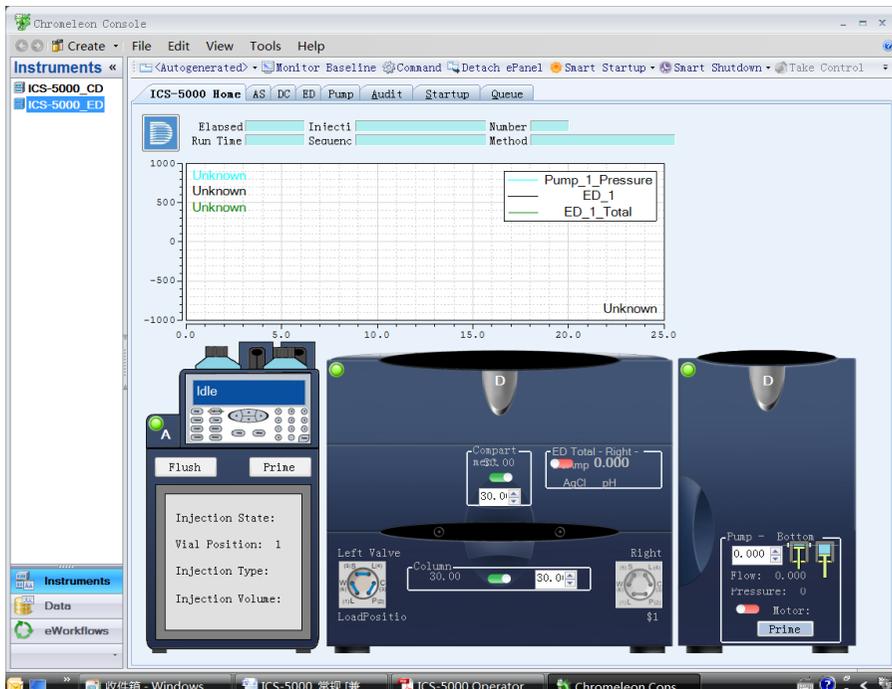


图 1-2. Chromeleon 7 的控制界面

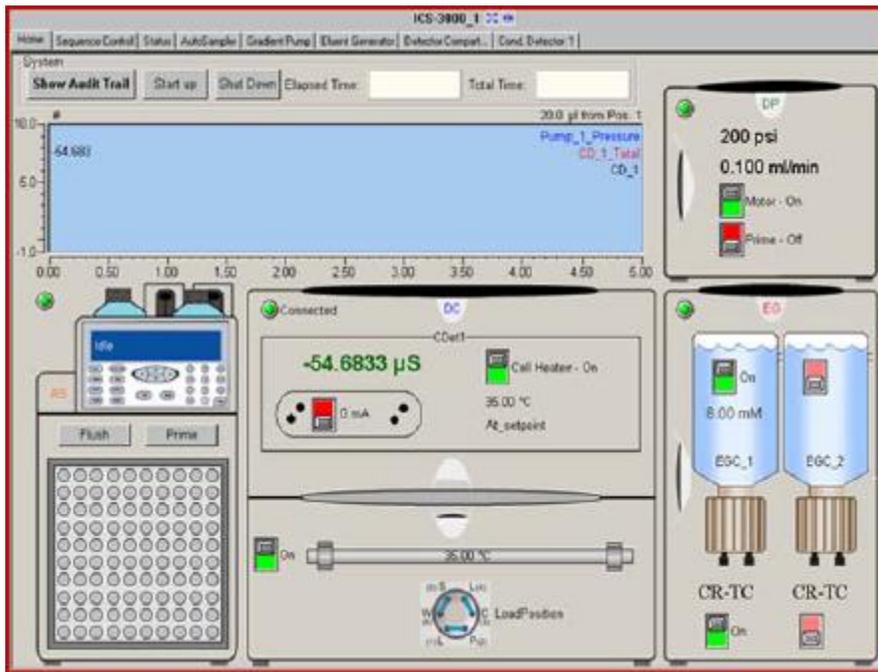


图 1-3. Chromeleon 6.8 的控制界面

1.3 说明

第一章《简介》介绍了操作书册的使用和安全注意事项。

第二章《仪器描述》介绍了 ICS-5000 各个模块的操作特性、系统组成和 Chromeleon 的用户界面。

第三章《配置举例》介绍了 ICS-5000 的几种典型配置。

第四章《开机》介绍了开机的基本步骤。

第五章《操作》介绍了各个模块的使用方法。

第六章《关机》介绍了关机的基本步骤。

第七章《维护》介绍了 ICS-5000 日常保养的注意事项。

第八章《故障指南》介绍了常见故障的现象和处理方法。

第九章《维修》中介绍了日常维修的步骤和易损件的更换。

附录《技术指标》列出了 ICS-5000 的技术指标和所需条件。

注意： 在本手册中约定凡标有引号的英文字母均为屏幕显示的字母。

1.4 安全标志

ICS-5000 按照《测量、控制和实验室电子仪器安全要求》IEC1010 的要求设计。使用中潜在的危险在此节中都给出警告提示和明显标志。所有的操作和维修人员均应注意使用。



表示存在一个潜在的危险。它可能会损坏仪器或其它设备。例如过份拧紧阀的螺丝可能会造成螺纹的损坏。



表示存在一些潜在的危险，可能会造成一些损坏危及人

身安全。虽然这些危险的地方被拦网等隔开，但在维修、安装和保养时可能仍会触摸到。常见的如表面过热、机壳带电等。



表示如不回避将会立即造成严重的损坏或危及生命。这些地方只有维修人员才可触摸或更换，如更换电源供电电路等。

1.5 去离子水要求

技术指标：

电阻率： > 18MΩ

TOC： < 10ppb

金属离子： < 1ppb

Pyrogens： < 0.03Eu/mL

颗粒物 (> 0.2μm)： < 1unit/mL

硅胶： < 10ppb

细菌： < 1cfu/mL

2 仪器描述

DP/SP

2.1 前面板



图 2-1. DP 的状态条



图 2-1. SP 的状态条

| 按键/指示灯 | 指示灯亮 | 指示灯闪 |
|---------------------------------|-----------------|------|
| CONNECTED | 与 Chromeleon 连接 | |
| ALARM | 超出压力极限或泄漏等故障 | |
| PUMP 1 FLOW* PUMP 2 FLOW** | 开泵 | |
| PUMP 1 PRIME* PUMP 2 PRIME** | | 清洗泵 |
| POWER*** | 按住 2 秒钟关机 | |

* PUMP 1 是 DP/SP 下部的泵

** SP 没有此按键

*** SP/DP 的主电源开关在仪器后面板

2.2 内部结构

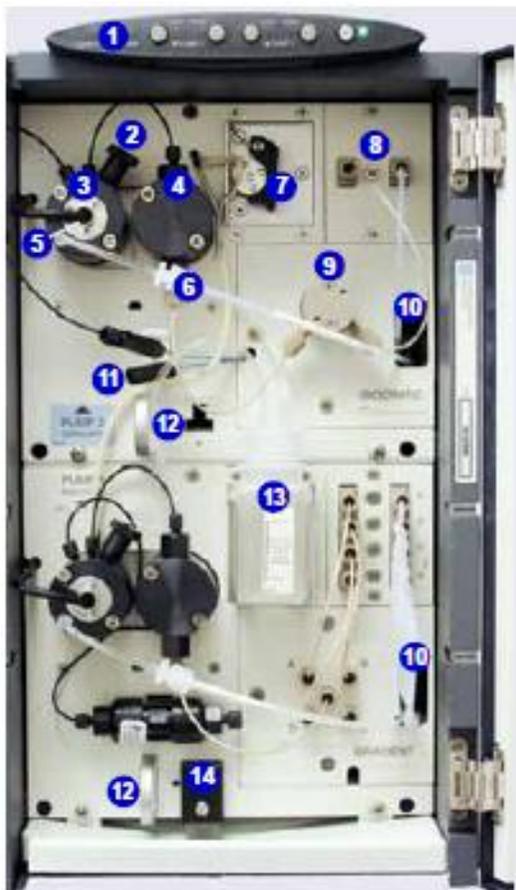


图 2-3. DP/SP 的内部结构

(Pump 1 是常规分析梯度泵, Pump 2 是微流量等度泵)

| | | | |
|----|-------|-----|--------------|
| 1. | 状态条 | 8. | 真空脱气腔 |
| 2. | 启动阀 | 9. | 淋洗液阀 |
| 3. | 平衡泵头 | 10. | 管线收纳槽 |
| 4. | 主泵头 | 11. | 阻尼器出口 (微流量泵) |
| 5. | 压力传感器 | 12. | 手柄 |
| 6. | 废液管 | 13. | 柱塞清洗瓶 |
| 7. | 蠕动泵 | 14. | 泄漏传感器 |

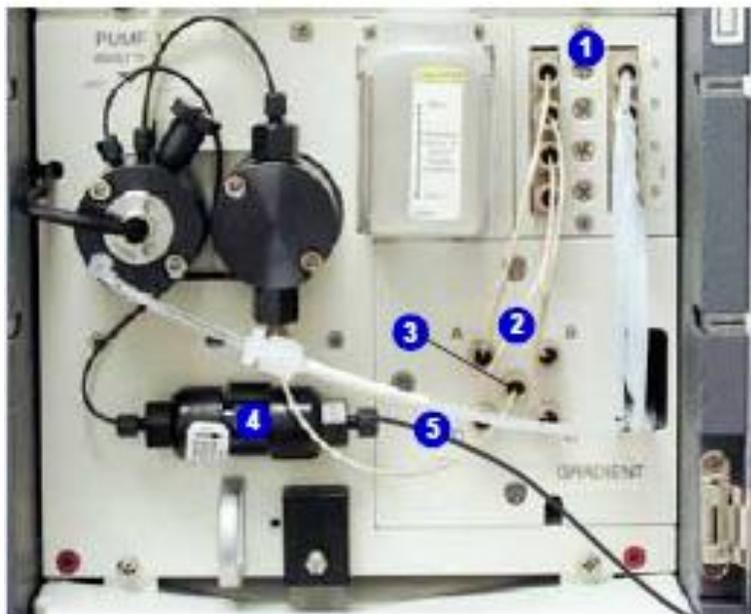


图 2-4. 常规分析梯度泵的内部结构

| | | | |
|----|-------|----|---------------|
| 1. | 真空脱气腔 | 4. | 混合器 |
| 2. | 比例阀进口 | 5. | 连接 EG 或进样阀的管路 |
| 3. | 比例阀出口 | | |

DP/SP 是串联式柱塞泵，电子补偿功能将脉动减至最小。主泵头按照自下向上的方向将溶液以设置流速输送至第二泵头，单向阀可以有效防止回流。

安装在第二泵头的压力传感器用于测量系统压力，由此控制马达的转速从而保持稳定的流速，超过所设定的高/低压极限时，自动停泵并报警。

比例阀（仅梯度泵有）可以按照设定的参数输出不同通道的溶液。

真空脱气模块可以在线连续脱气以防止淋洗液中的气泡进入

泵头。它有单通道/四通道两种，每个通道的容积是 670 μ L。DP/SP 的电源接通后，真空脱气模块自动工作，约 10 分钟后进入最佳状态。控制真空脱气模块时可以在 Chromeleon 中依次点击 Control 和 Command (F8)，从泵的命令集中选择 Degasser，点击 Off 和 Execute 即关闭真空泵；点击 On 和 Execute 即打开真空泵。

柱塞清洗系统是用蠕动泵将去离子水注入泵头后部清洗淋洗液的结晶以延长柱塞及密封圈的使用寿命。

注意：DP 的柱塞清洗系统出厂时安装在 pump 1 上。

静态混合器安装在梯度泵中可以提高不同通道淋洗液的混合效果，在等浓度泵中可以减小溶液的脉动。GM-3 用于 4mm 系统（600 μ L），GM-4 用于 2mm 系统（380 μ L）。

2.3 流路图

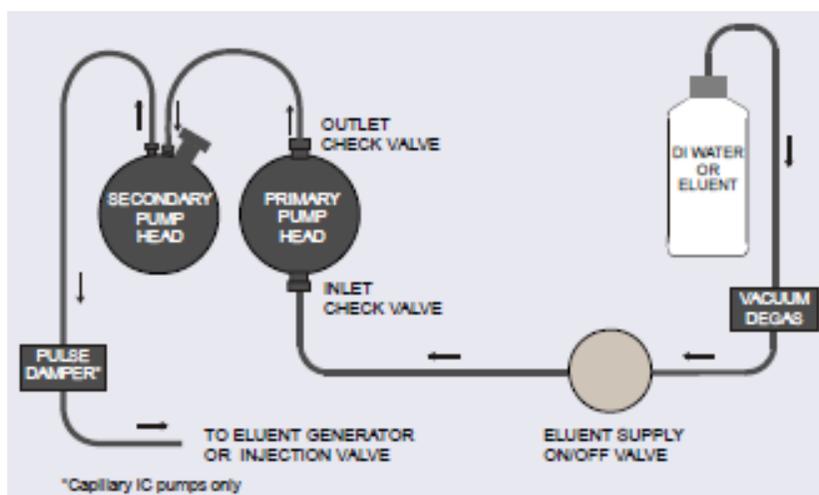


图 2-5. 等浓度泵流路示意图

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



图 2-7. DP/SP 的后面板

2.5 淋洗液瓶

P/N 063291 1L 塑料瓶 (P/N 063291)

P/N 062510 2L 塑料瓶 (P/N 062510)

P/N 063292 4L 塑料瓶 (P/N 063292)

注意：塑料淋洗液瓶不能用于真空或超声波脱气。

塑料淋洗液瓶加压不能超过 10psi。

EG

2.6 前面板



图 2-8. EG 的状态条

| 按键/指示灯 | 指示灯亮 | 注释 |
|--------------------|-----------------|-----------------------------|
| CONNECTED | 与 Chromeleon 连接 | |
| ALARM | 淋洗液储罐未连接 | |
| EGC 1 EGC 2 | 淋洗液储罐在工作 | EGC 1 在左侧， EGC 2 在右侧 |
| CR-TC 1 CR-TC 2 | CR-TC 在工作 | CR-TC 1 在左侧， CR-TC 2 在右侧 |
| POWER | 按住 2 秒钟关机 | 主电源开关在 EG 后面 |

2.7 内部结构

淋洗液储罐有 K_2CO_3 、 KOH 、 MSA 等几种，单通道 EG 的淋洗液储罐放在 EG 的左侧。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。

注意：使用 EGC II K_2CO_3 时不能使用 CR-ATC。



图 2-9. EG 的内部结构
 (毛细管 IC, 脱气盒装在 DC 中)

| | | | |
|----|----------------|----|-------|
| 1. | 淋洗液储罐 (毛细管 IC) | 4. | 泄漏传感器 |
| 2. | 电缆接口 | 5. | 托盘 |
| 3. | CR-TC | 6. | 拉手 |



图 2-10. 常规 IC 的 EG 内部结构

| | | | |
|----|-------|----|-------|
| 1. | 淋洗液储罐 | 4. | CR-TC |
| 2. | 脱气盒 | 5. | 托盘 |
| 3. | 电缆接口 | 6. | 拉手 |

P/N 072078 连续再生阴离子捕获柱（毛细管型）

P/N 072079 连续再生阳离子捕获柱（毛细管型）

P/N 060477 连续再生阴离子捕获柱（常规型）

P/N 060478 连续再生阳离子捕获柱（常规型）

2.8 后面板



图 2-12. EG 的后面板

| | | | |
|----|----------|----|------------|
| 1. | 冷却风扇 | 5. | 电源插座（含保险丝） |
| 2. | 废液管 | 6. | 通气管 |
| 3. | USB 输出端口 | 7. | 管线收纳槽 |
| 4. | USB 输入端口 | 8. | 废液管 |

2.9 流程图

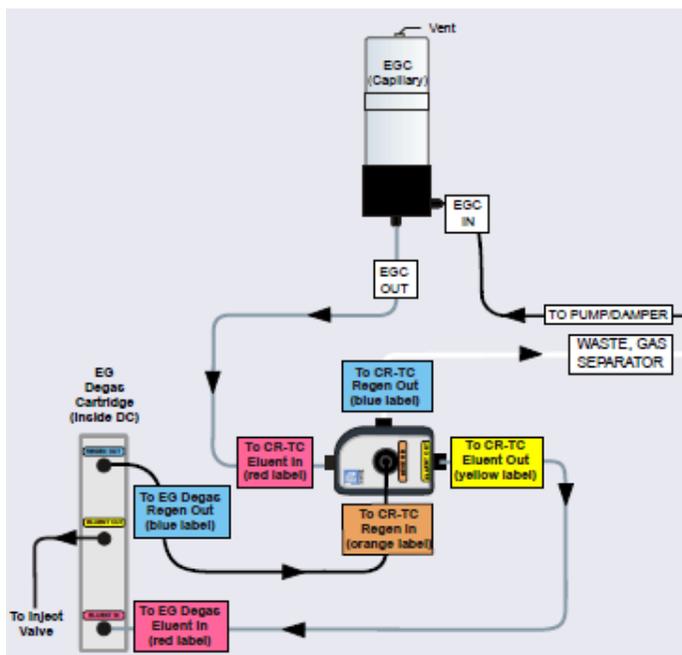


图 2-13. 毛细管 IC 的 EG 流程图

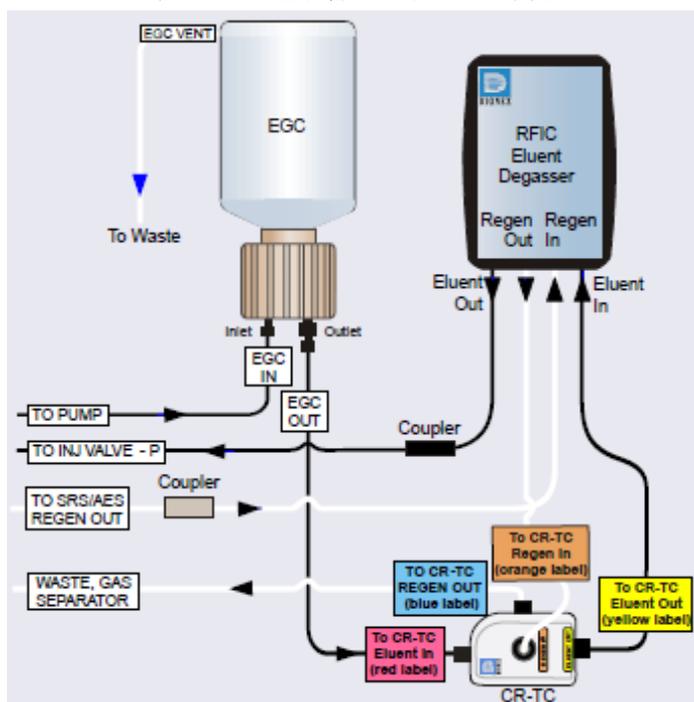


图 2-14. 常规 IC 的 EG 流程图

DC

2.10 前面板



图 2-15. DC 的状态条

| 按键/指示灯 | 指示灯亮 | 指示灯闪 |
|--|---|--------|
| CONNECTED | 与 Chromeleon 连接 | |
| ALARM | 发生泄漏等故障 | |
| SUPPRESSOR 1 SUPPRESSOR 2 | 抑制器在工作 | |
| OVEN UPPER | 上层柱箱达到设置温度 | 未达设置温度 |
| OVEN LOWER | 下层柱箱达到设置温度 | 未达设置温度 |
| VALVE 1 LOAD VALVE 2 LOAD VALVE 1 INJECT VALVE 2 INJECT | 按钮 VALVE 1 和 VALVE 2 可以手动切换进样阀，LED 指示其位置。 | 进样阀故障 |
| POWER* | 按住 2 秒钟关机 | |

* DC 的主电源开关在后面板



图 2-16. 手动进样口

2.11 内部结构

DC 内部可以容纳 1-2 套毛细管 IC 或常规 IC 的组件,或两者各一。

2.11.1 毛细管 IC

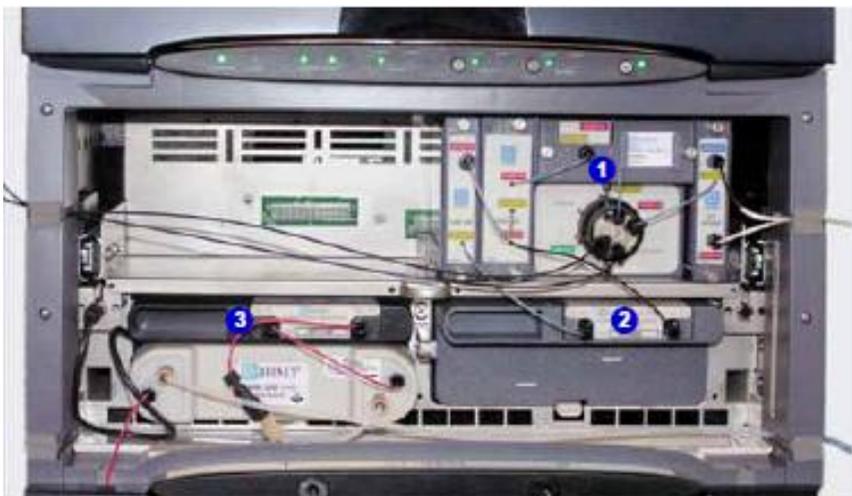


图 2-17. 配置毛细管 IC 的 DC 的内部结构

| | | | |
|----|------------------|----|----------|
| 1. | IC 立方 (系统 2) | 3. | 常规型电导检测器 |
| 2. | 毛细管型电导检测器 (系统 2) | | |

2.11.2 IC 立方

IC 立方包括进样阀, 柱加热器和四个组件支架用于安装碳酸根去除装置 (CRD), 抑制器, 保护柱和分离柱、脱气盒。



图 2-18. IC 立方

| | | | |
|----|------|----|-----|
| 1. | CRD | 4. | 脱气盒 |
| 2. | 抑制器 | 5. | 进样阀 |
| 3. | 柱加热器 | | |

CRD 200 (毛细管型, P/N 072056) 安装在抑制器和电导池之间, 可以去除样品中的 CO_3^{2-} , 拆卸后必须用专门的旁路管线连接系统。

如果不使用 ACES 300 (P/N 072052) 和 CCES 300 (P/N 072053), 必须用专门的旁路管线 (P/N 072055) 连接系统。

柱加热器的温度范围是从高于 DC 设置温度 5°C 至 80°C 。

毛细管 IC 使用的脱气盒 (P/N 072540) 与常规 IC 不一样,

它安装在微流量模块中，管线走向请看下图。

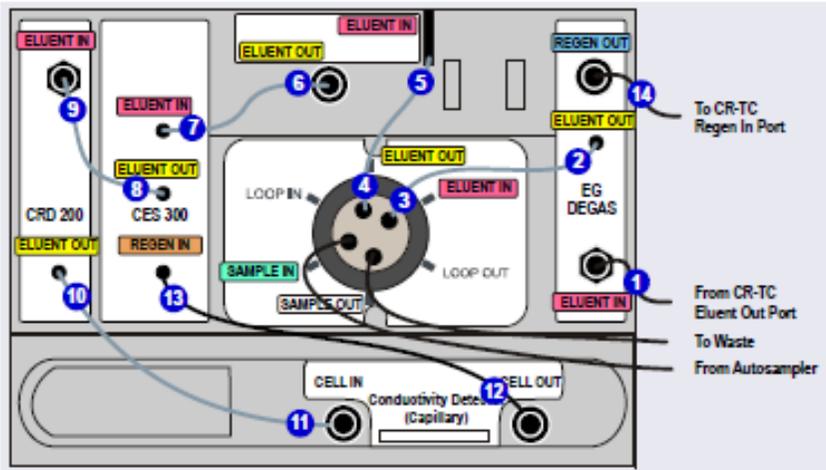


图 2-19. IC 立方电导检测流路图

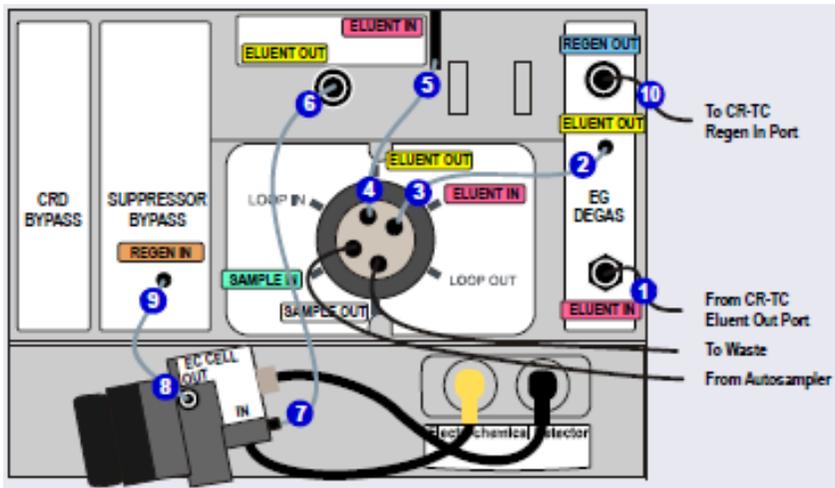


图 2-20. IC 立方电化学检测流路图

2.11.3 常规 IC

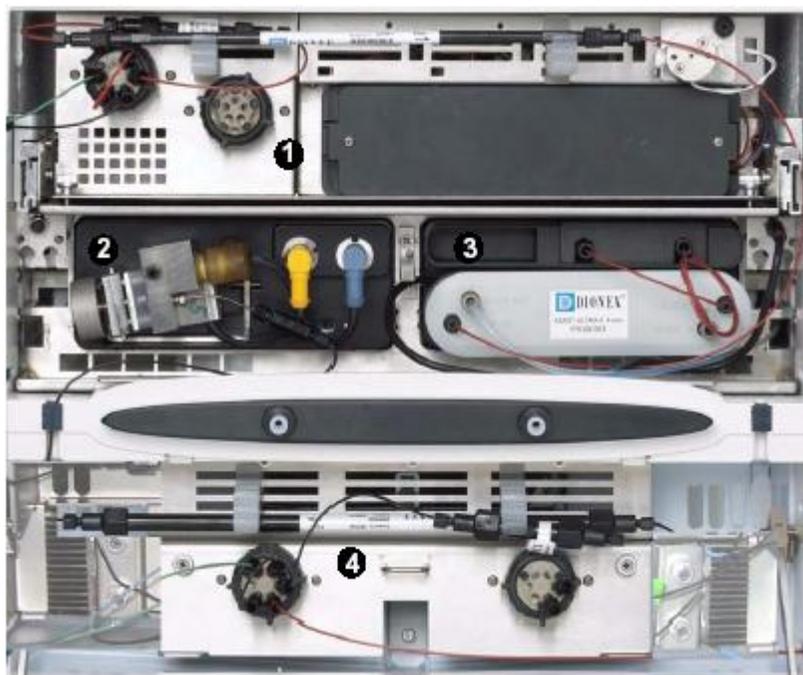


图 2-21. DC 的内部结构

| | | | |
|----|----------|----|--------|
| 1. | 阀切换组件 | 3. | 电导检测器 |
| 2. | 电化学检测器/池 | 4. | 柱箱/进样阀 |

DC 分为上、中、下三部分。上部根据用户需要可以安装基体消除用的切换阀、柱后衍生的反应管等部件；中层安装电导检测器（CD）或电化学检测器（ED）；下层是柱温箱，可以容纳直径 1 ~ 9mm，柱长 100 ~ 250mm 的色谱柱。为了方便操作，柱安装架可以向前抽出一段距离。

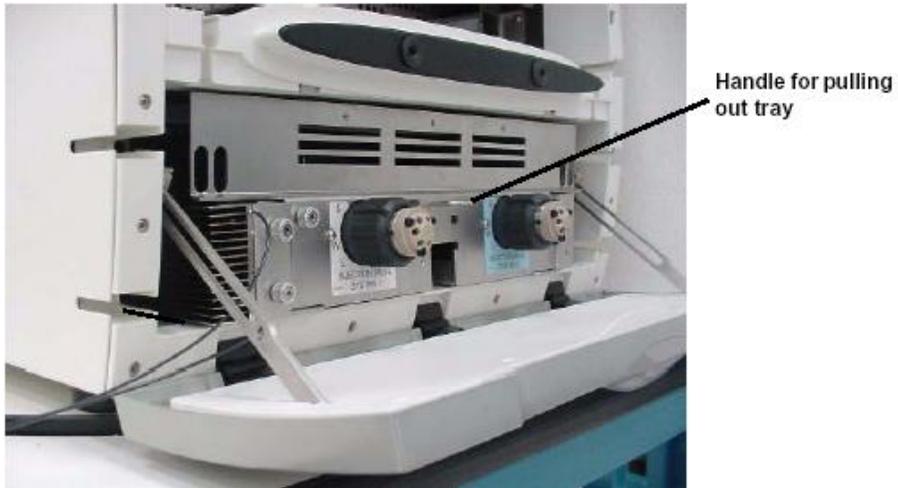


图 2-22. DC 下层抽拉示意图

2.12 DC 的温度

DC 有单温、双温两种型号：前者，DC 内部的温度范围均在 15 ~ 40℃；后者，上、中层也是 15 ~ 40℃，下层即柱温箱是 10 ~ 70℃。

安装 CD 后，电导池的温度范围从高于 DC 设置温度 5℃ 至 60℃。

RCH-1 反应管加热器的设置温度从高于 DC 温度 5℃ 至 80℃。

受制冷能力的限制，上、中层的实际最低温度只能比环境温度低 10℃（如果 RCH-1 或电导池处于最高温度时，只能低 5℃），下层柱温箱可以低 15℃。

2.13 进样阀

在 DC 中可以安装一至两个进样阀。规格如下：

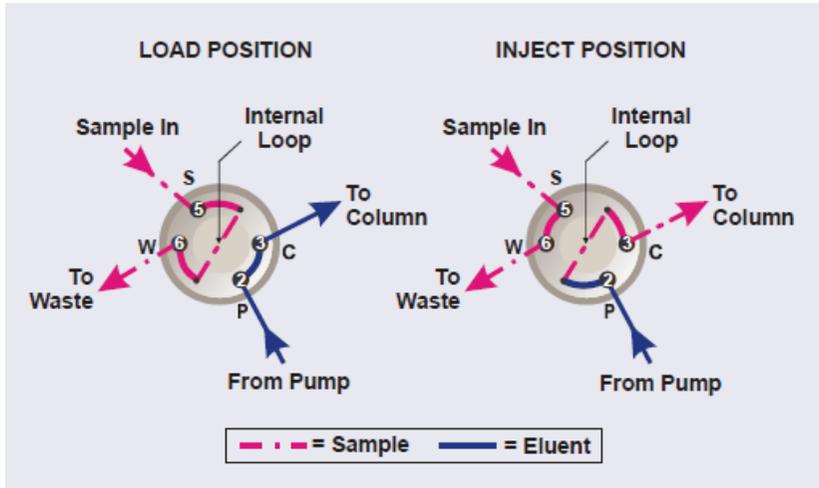


图 2-23. 四通阀流路图

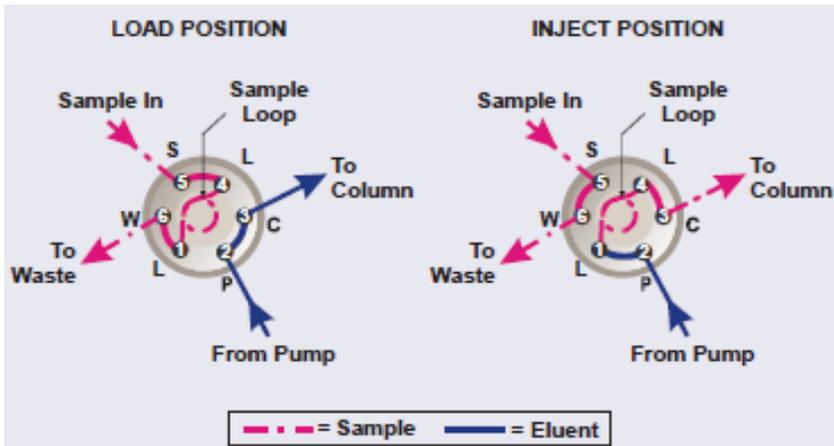


图 2-24. 六通阀 (P/N 061961) 流路图

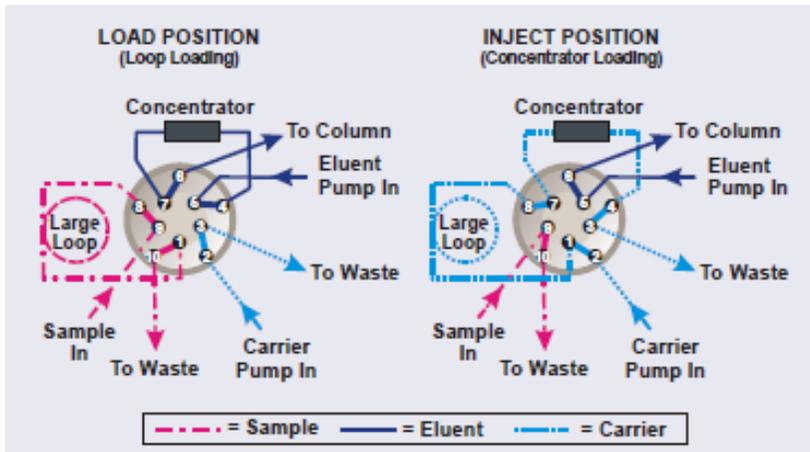


图 2-25. 十通阀 (P/N 061962) 流路图

2.14 CD 电导检测器

DC 中可以安装一个或两个 CD。有两种型号：毛细管 CD(P/N 072041) 使用 ACES 300 和 CCES 300；常规 CD (P/N 061716) 使用 SRS、AES 和 MMS III。电导池具有温度控制和温度补偿的功能，设置温度应高于环境温度 5℃，最高 60℃；温度补偿系数可以在 0 ~ 3.0%/℃之间调节，默认设置 1.7%/℃。



图 2-26. 常规型电导检测器和抑制器安装示意图

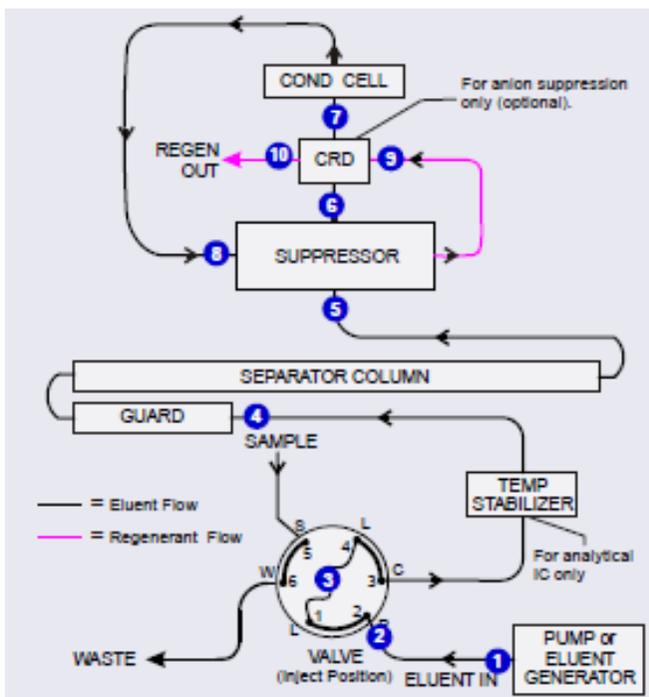


图 2-27. 电导检测流路示意图（自身抑制）

淋洗液从泵^①进入进样阀^②，样品注入定量环^③后进样阀切换至 INJECT 位置，淋洗液/样品流经保护柱、分离柱^④和抑制器^⑤进入 CRD^⑥和电导池^⑦；电导池流出的废液作为抑制器再生的水源又流回抑制器^⑧，最后经过 CRD^⑨进入废液^⑩。

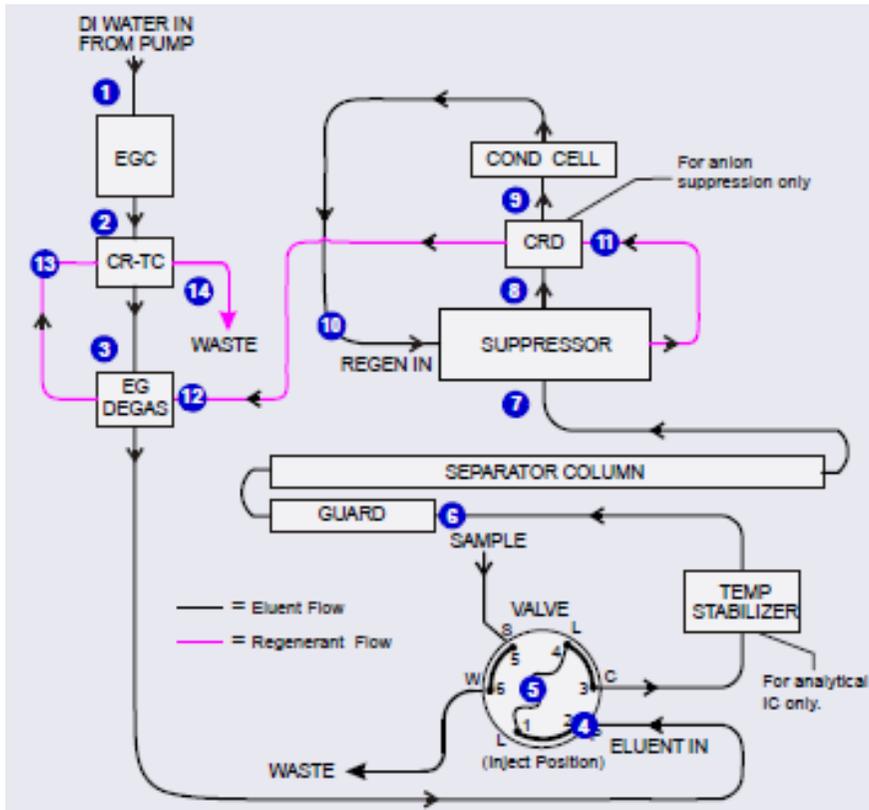


图 2-28. 使用 EG 的电导检测流路示意图（自身抑制）

去离子水从泵^①进入 EGC，所产生的淋洗液经过 CR-TC^②进入脱气盒^③，从进样阀^④将注入定量环的样品送入保护柱、分离柱^⑥和抑制器^⑦；经过 CRD^⑧和电导池^⑨；流出的废液作为抑制器再生的水源又流回抑制器^⑩，最后经过 CRD^⑨、脱气盒^④和 CR-TC^②进入废液^⑭。

2.15 ED 电化学检测器

电化学检测器支持三种工作模式：直流安培，积分安培（包括脉冲安培）和循环伏安。

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 Au、Ag、Pt 和 GC 电极。

参比电极是 pH-Ag/AgCl 复合型电极，当金属电极表面发生氧化-还原反应时，pH 每变化一个单位，电位将变化-0.059V。例如：pH=7 时，pH 半池与 Ag/AgCl 半池的参比电位相同；pH=12 时，pH 半池的参比电位比 Ag/AgCl 半池低 0.295V，因此 Ag 参比转换成 pH 参比时，施加在工作电极上的电位将增加约 0.3V。



图 2-29. 安培池

注意：短时间（2 天）停用安培池时，应将其进出口用“死接头”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%。

2.16 后面板



图 2-30. DC 的后面板

| | | | |
|----|------------|----|------------------|
| 1. | 管线收纳槽 | 6. | USB 输入端口 |
| 2. | 电源输出接口 | 7. | 低压阀接口 |
| 3. | 电源插座（含保险丝） | 8. | TTL/Relay 接口（选配） |
| 4. | 外置低压阀安装孔 | 9. | 废液管 |
| 5. | USB 输出端口 | | |

2.17 自动管理站 AM

AM 具有基体消除、大体积预浓缩、柱后衍生等功能。它有

以下几种配置选择：

- ① 两个高压十通阀和两个低压三通阀（P/N 061738）；
- ② 一个高压十通阀和一个低压三通阀（P/N 061736）；
- ③ 一个高压六通阀和一个低压三通阀（P/N 061740）；
- ④ 一个高压十通阀和自动样品制备定量环（P/N 066343）；
- ⑤ 没有安装阀（P/N 061734）；

注意：IC 立方与 AM 不能同时安装。

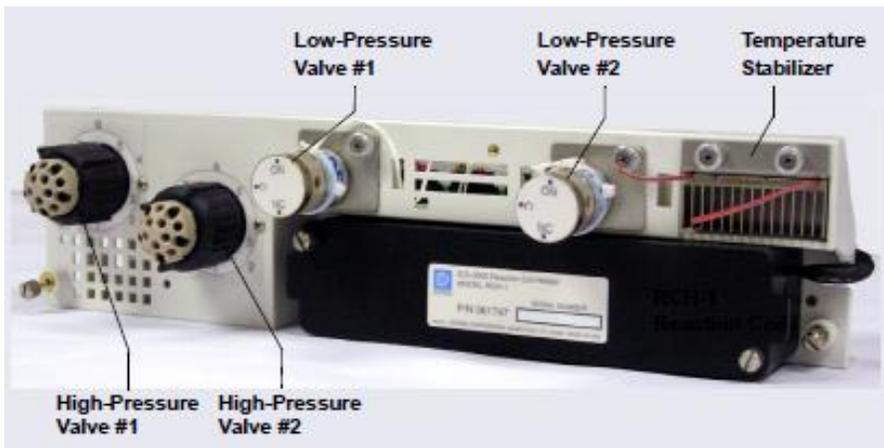


图 2-31. 自动管理站

高压切换阀有六通（P/N 061961）和十通（P/N 061962）两种，均是电驱动、双位置转换阀。

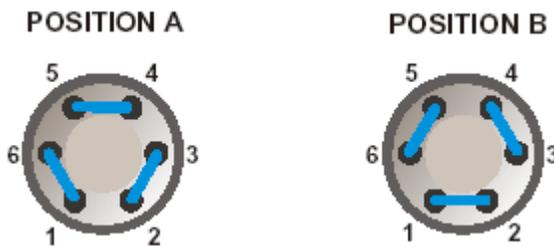


图 2-32. 六通阀流路图



图 2-33. 十通阀流路图

低压切换阀有二通（P/N 061745）和三通（P/N 61746）两种。二通阀提供流路的开/关，三通阀提供流路的转换。

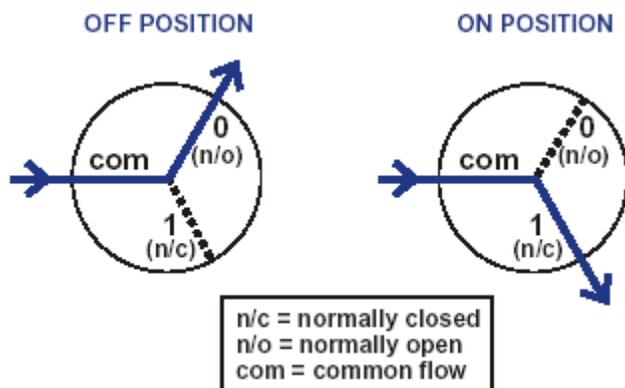


图 2-34. 三通阀流路图

高压阀和低压阀均可以通过编程或者 Chromeleon 面板控制。

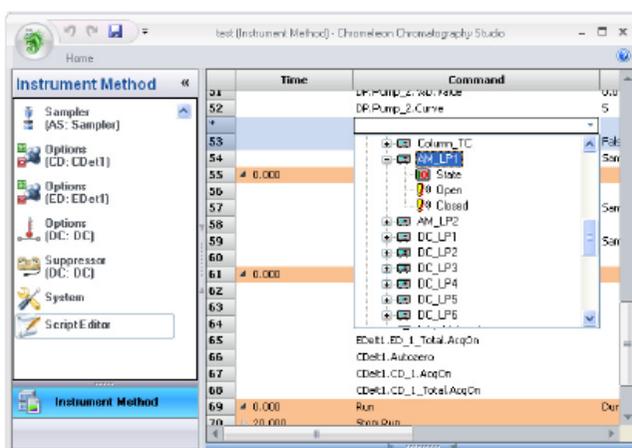


图 2-35. Chromeleon 7 中 AM 的编程向导界面

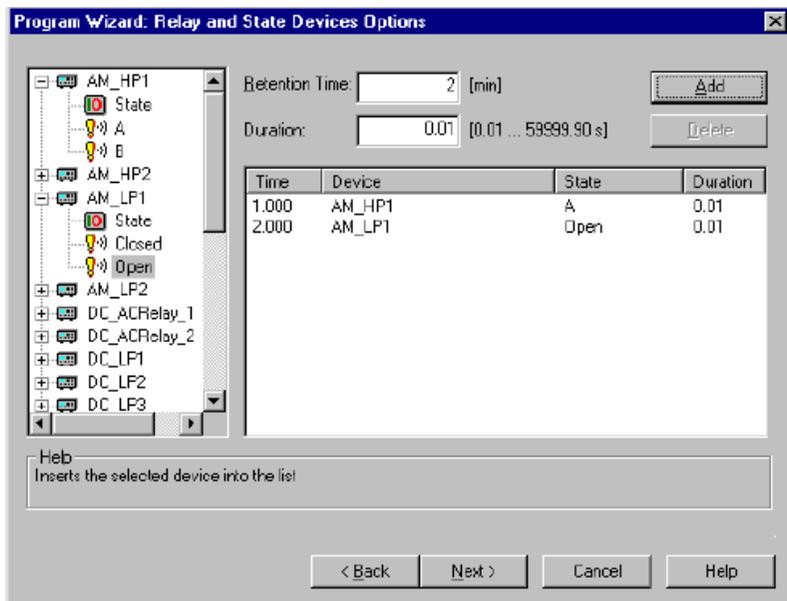


图 2-36. Chromeleon 6.8 中 AM 的编程向导界面

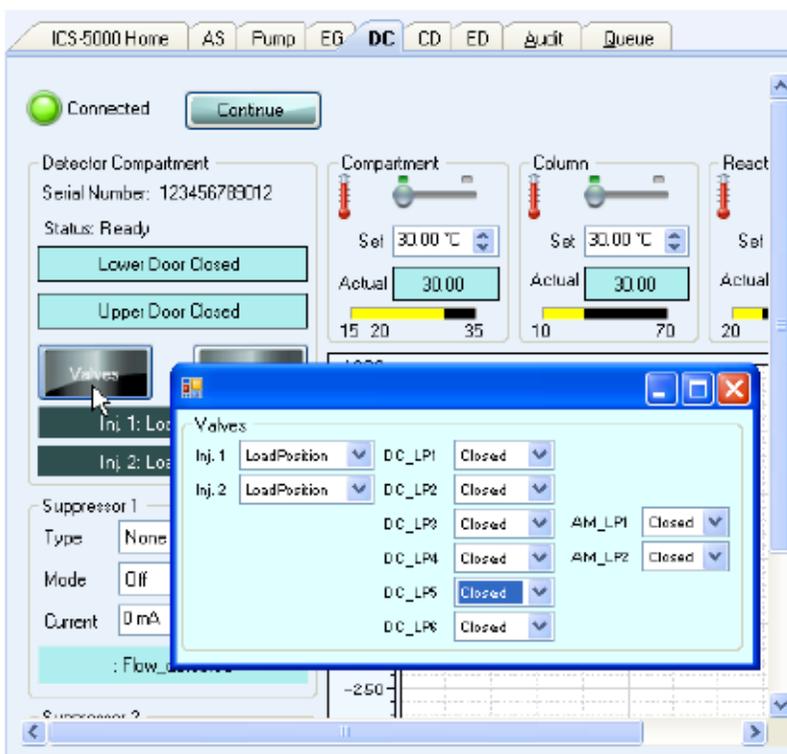


图 2-37. Chromeleon 7 中 DC 的控制面板

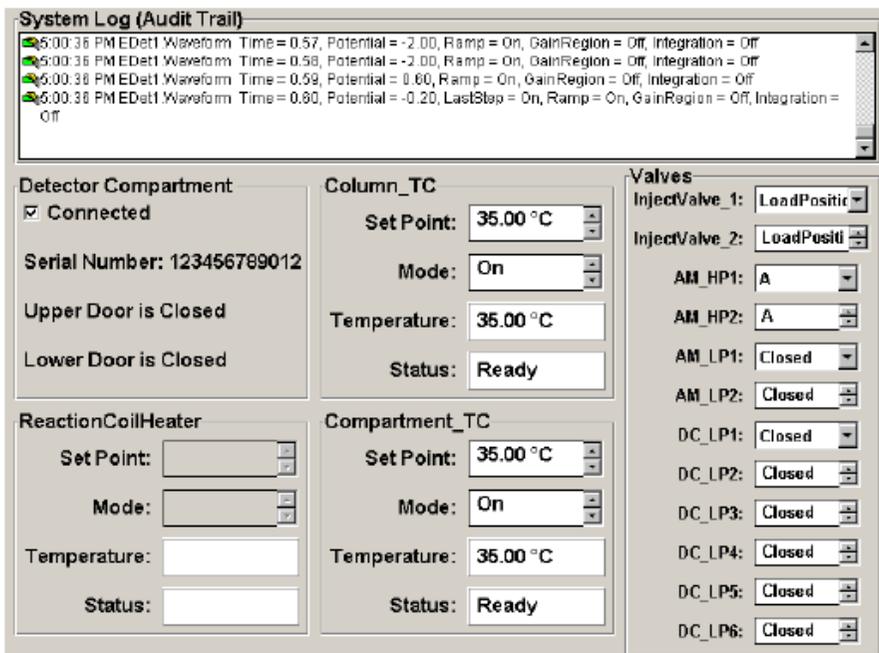


图 2-38. Chromeleon 6.8 中 DC 的控制面板

RCH-1 反应管加热器 (P/N 061476) 可以容纳两个反应管，同样可以编程或面板控制。

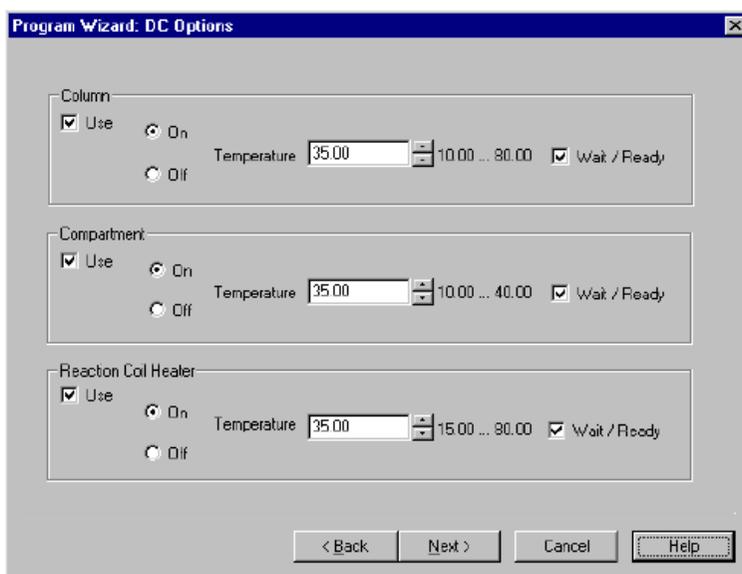


图 2-39. Chromeleon 6.8 中 RCH-1 的编程向导界面

2. 18 电化学检测模式

2. 18. 1 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，每个程序最多可以改变 10 次电位。实际情况取决于分析时间和采样速率。

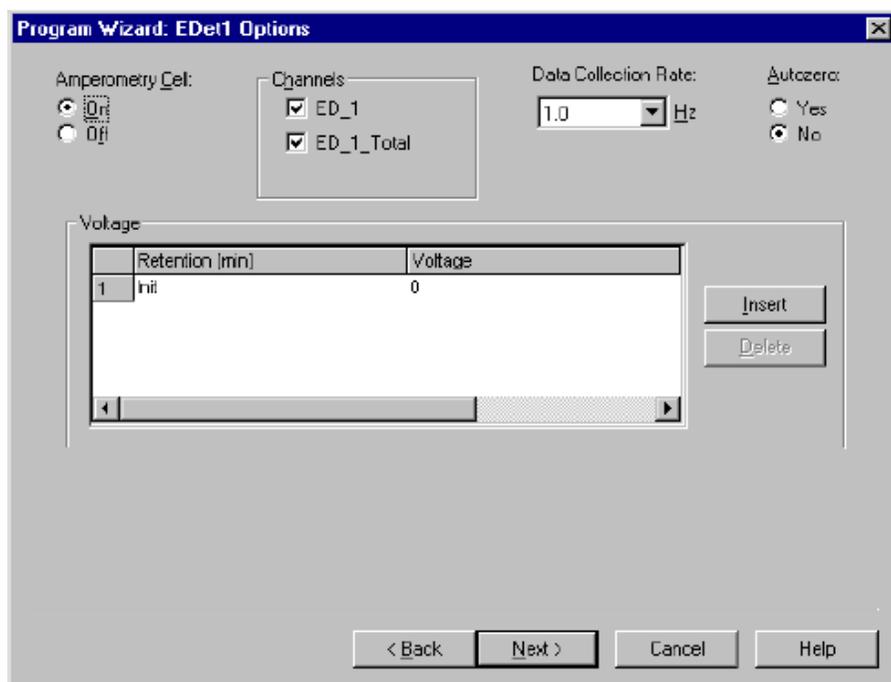


图 2-40. 直流安培编程界面

2. 18. 2 积分和脉冲安培检测

积分和脉冲安培检测是在一定周期内施加一系列连续变化的电位并且重复进行，因此电极表面可以得到连续再生。

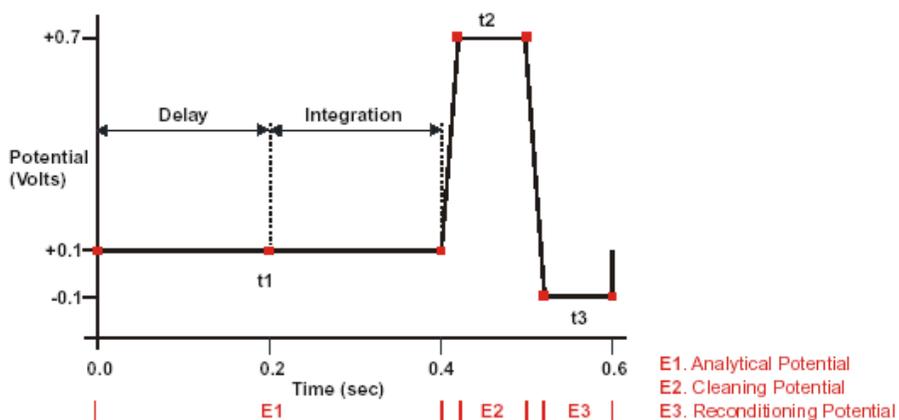


图 2-41. 脉冲安培波形示意图

在脉冲安培检测中，施加电位 E1 时间是 t_1 。其信号在指定时间内被记录下来。在 t_2 和 t_3 时，清洗电位 E2 和 E3 加入波形并重复至采样结束。

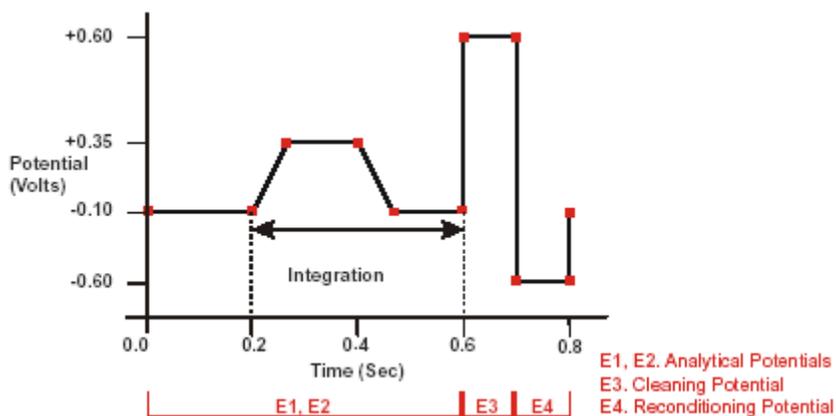


图 2-42. 积分安培波形示意图

积分安培检测中，交替施加氧化电位和还原电位并重复至采样结束，此举有利于减小基线漂移。

2. 18. 3 循环伏安检测

循环伏安检测用于确定氧化-还原反应的最佳电位。电压先向一个方向扫描，再反方向扫描并在起点终止，测量频率达 1KHz，但数据在储存前被压缩至 20Hz。

2. 18. 4 波形

波形是电位-时间坐标中一系列步骤对应的数据点，在循环伏安和积分安培模式中尤为重要。

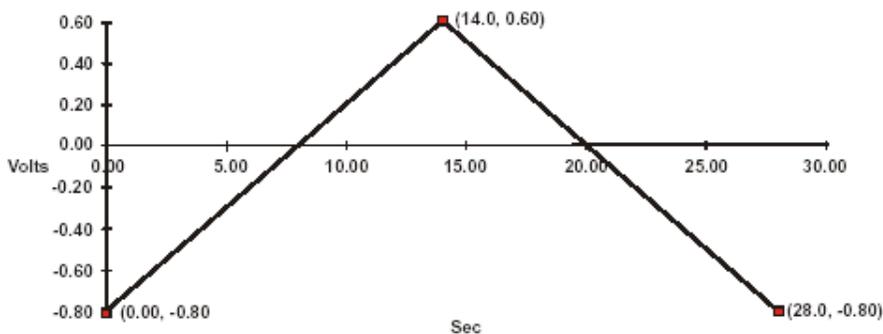


图 2-43. 循环伏安波形示意图

循环伏安的波形包括三个步骤，第一和第三步的电位相同。在图例中，电位在-0.80V 与+0.60V 之间变化，循环时间 28 秒，由以下公式计算得出扫描速度：

$$\frac{\text{Total Voltage Scanned}}{\text{CV Cycle Time}} = \text{Sweep Rate}$$

$$\frac{2.8V}{28s} = 0.1 \frac{V}{s}$$

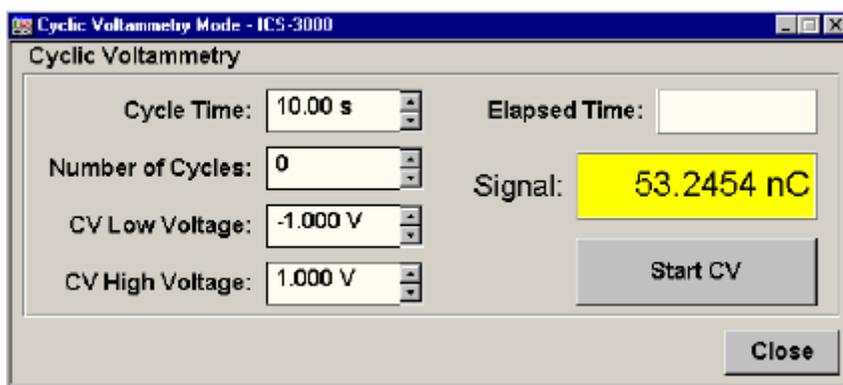


图 2-44. 循环伏安的控制面板

点击 CV Mode 按钮，可以在 Chromeleon 中设定循环伏安的波形；积分安培的波形可以在程序文件中编辑，它具备以下特征：

- ① 一个波形的持续时间在 0.05 ~ 2.0s 之间，每步不能小于 10ms，波形变化不能多于 100 步；
- ② 波形每循环一次生成一个数据点，因此采样频率是波形循环时间的倒数；
- ③ 每次运行最多可以变换 15 个波形，但它们必须具有相同的循环时间；

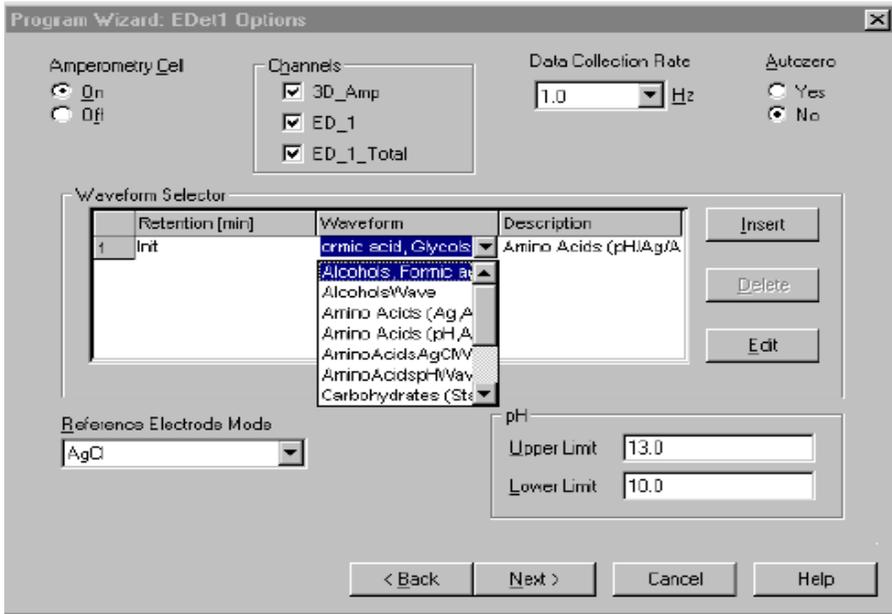


图 2-45. CM6.8 的波形设置界面

用户既可以在波形设置界面中选择一种波形，也可以在波形编辑界面中创建新的波形。

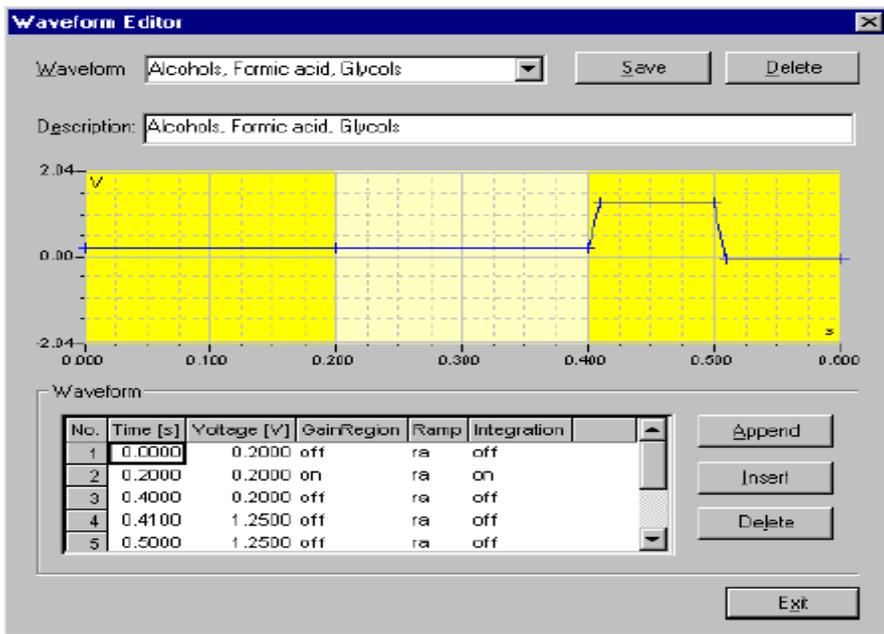


图 2-46. CM6.8 的波形编辑界面

2. 18. 5 安培数据的保存和处理

对于 2D 的脉冲安培/积分安培数据，Chromeleon 可以保存每次波形循环时的检测器响应值，生成保留时间（X 轴，min）-检测器响应值（Y 轴，nC）曲线，既色谱图。

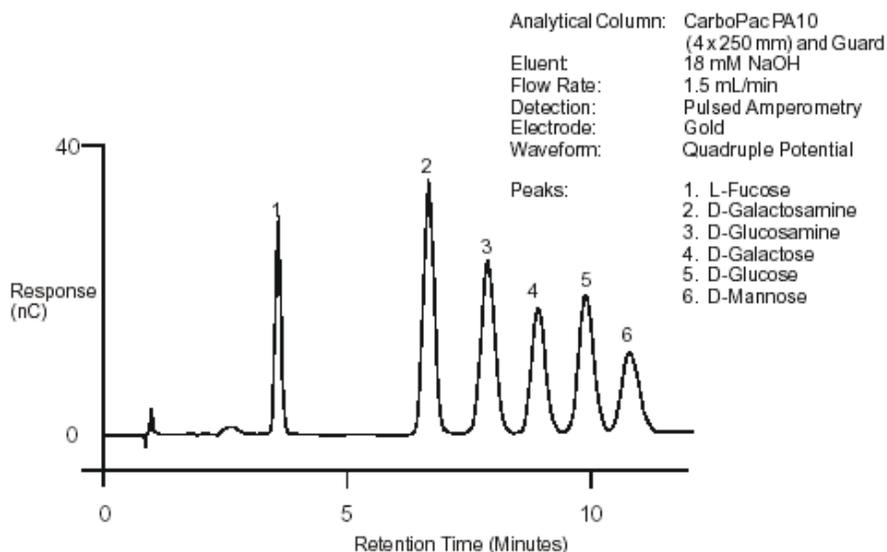


图 2-47. 脉冲安培检测结果

Chromeleon 以 1KHz 的频率收集 3D 的数据，就是在某一保留时间和某一波形时间下记录检测器电流。即将 2D 的结果（保留时间 - 积分电流）扩展至 3D（波形时间），其数据对于完整的波形周期而言没有积分间隔。

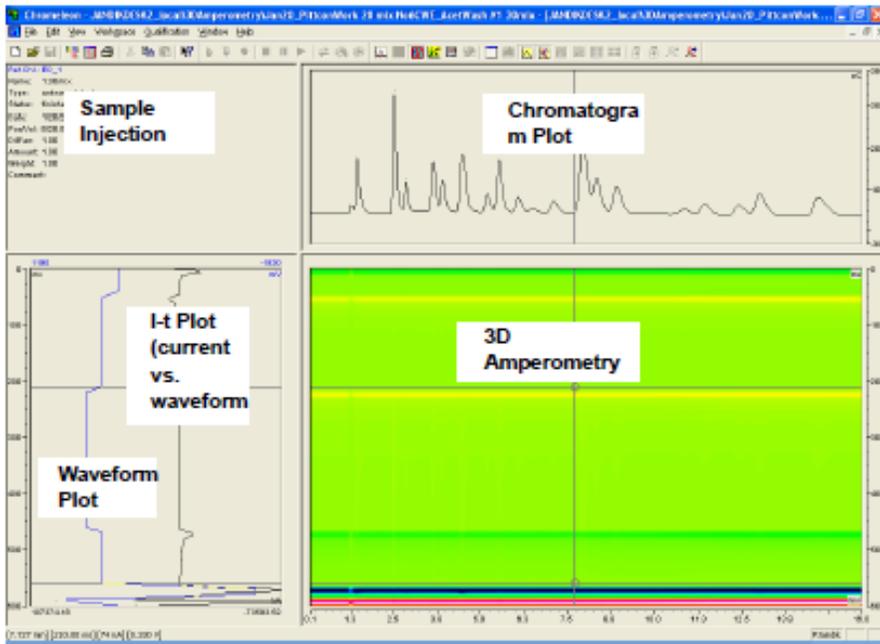


图 2-48. CM6.8 中 3D 安培的视窗

如图 2-48 所示，右下方是 3D 的原始数据；右上方显示色谱图；左下方以电流 - 波形时间显示所收集的数据；左上方显示样品的有关信息。

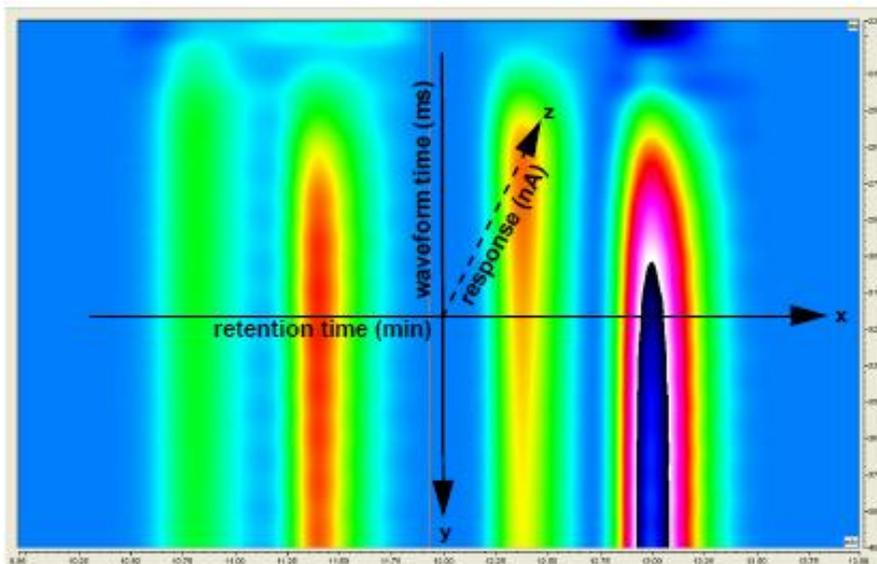


图 2-49. CM6.8 中，等高线方式显示 3D 安培的结果

3D 的数据以等高线方式显示时，X 轴是保留时间（min），Y 轴是波形周期（ms），Z 轴是响应值（nA），虽然无法显示，但不同颜色代表了响应值的范围。3D 视图则可以更直观的以峰高方式显示结果。

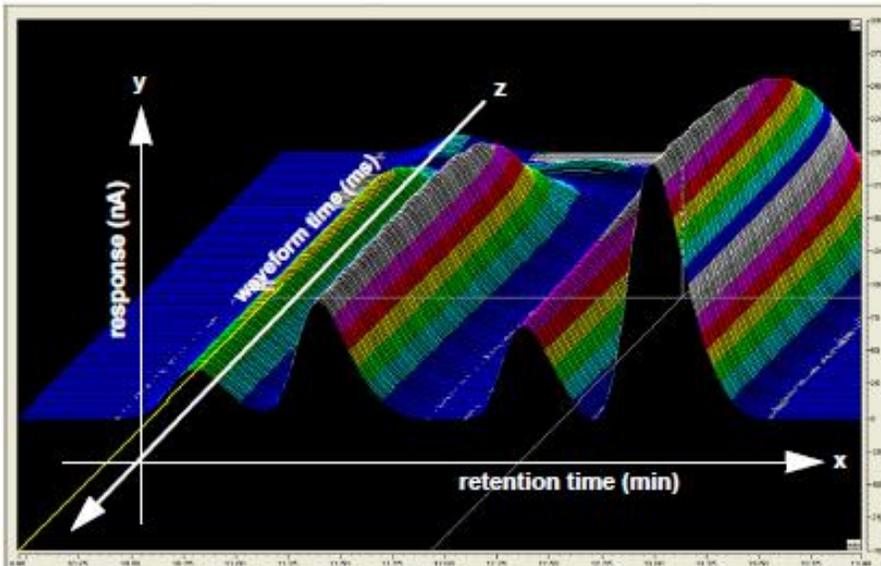


图 2-50. CM6.8 中，立体方式显示 3D 安培的结果

根据采集谱峰的运算法则，Chromeleon 可以计算每个数据点在“电流-时间”坐标中的响应值。用 3D 的安培数据减去该值，那么在不出峰时，3D 的数据是零。

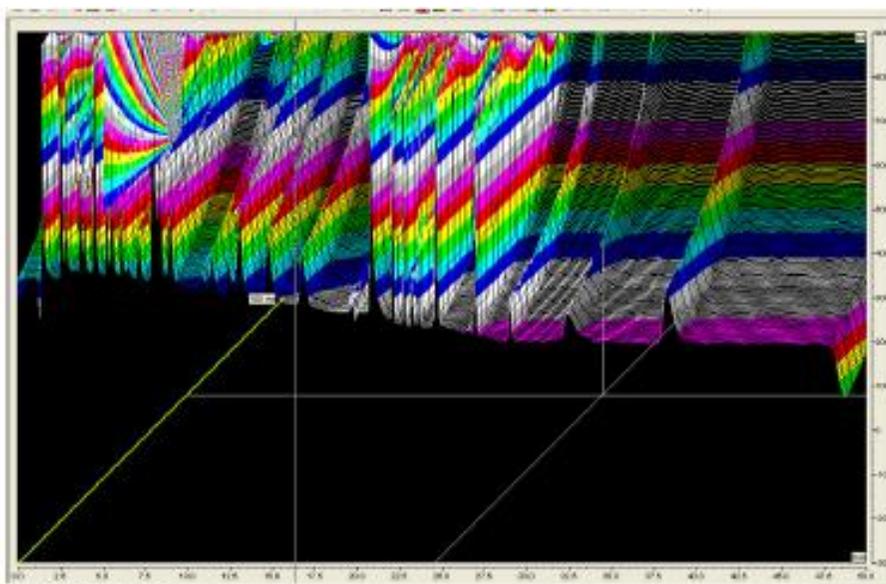


图 2-51. 基线修正前的 3D 数据

打开 3D Amperometry Decoration 对话框，从 General 中选择 Baseline correction 即可进行 3D 数据的基线修正。

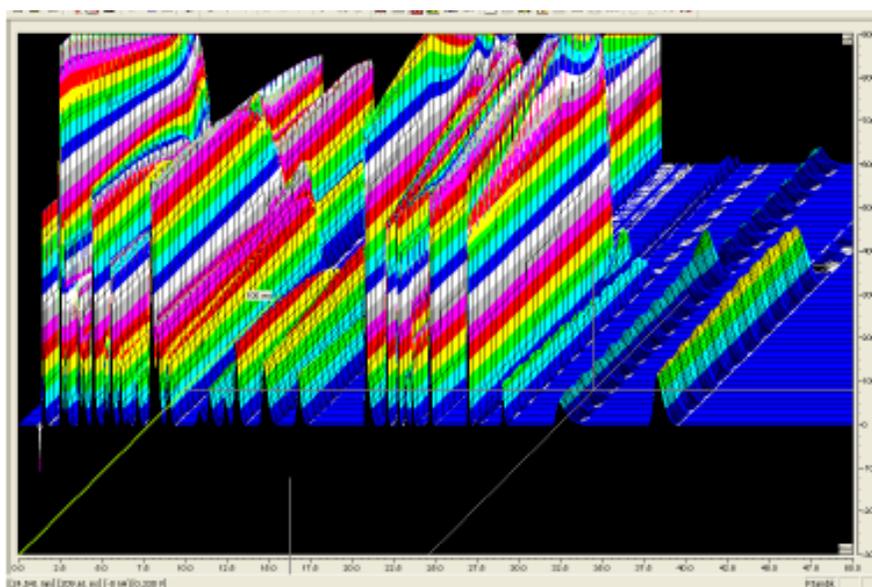


图 2-52. 基线修正后的 3D 数据

3 配置

本章举例介绍了几种有代表性的 ICS-5000 配置情况。

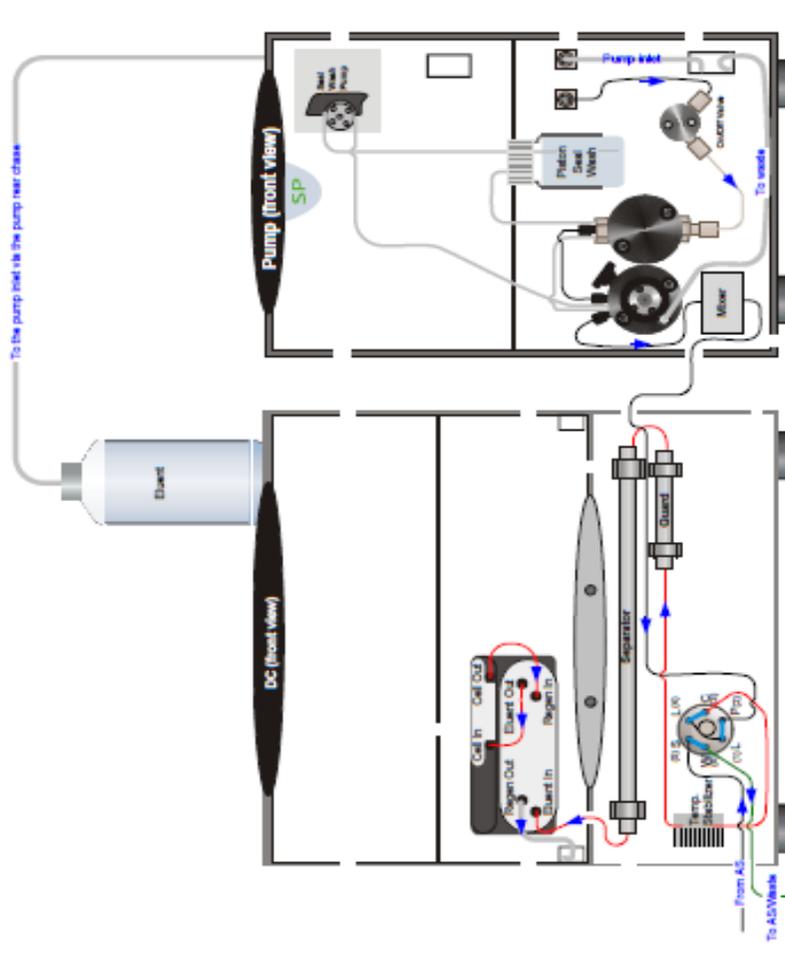


图 3-1. 单泵/单柱/电导系统

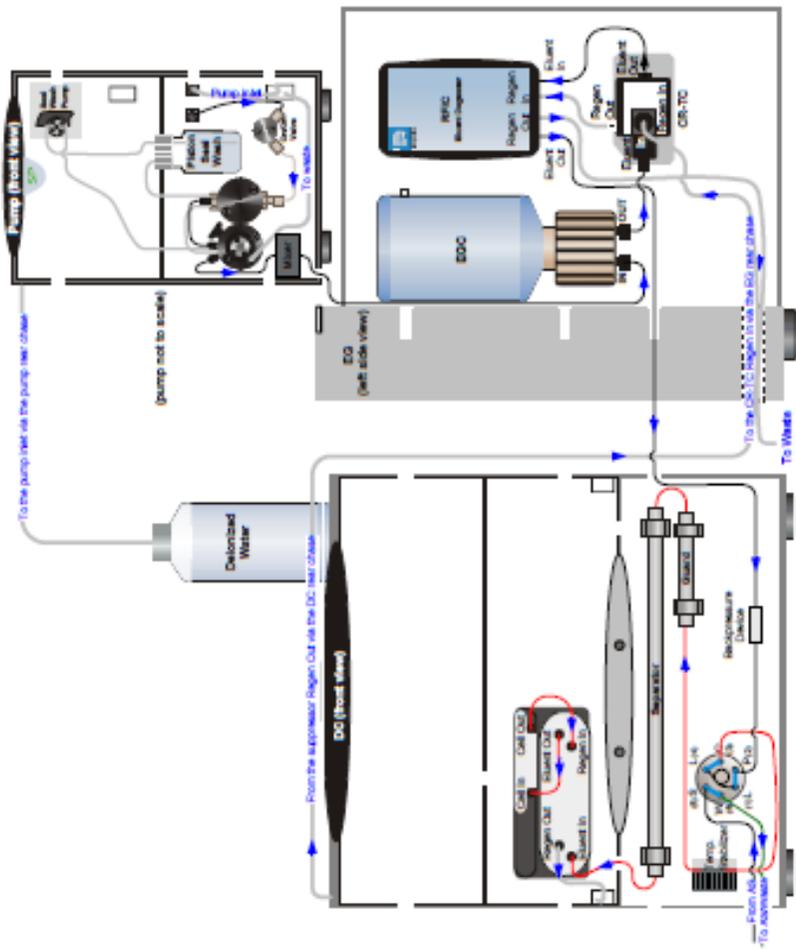


图 3-2. 单泵/单柱系统 (RFIC, CD 检测器)

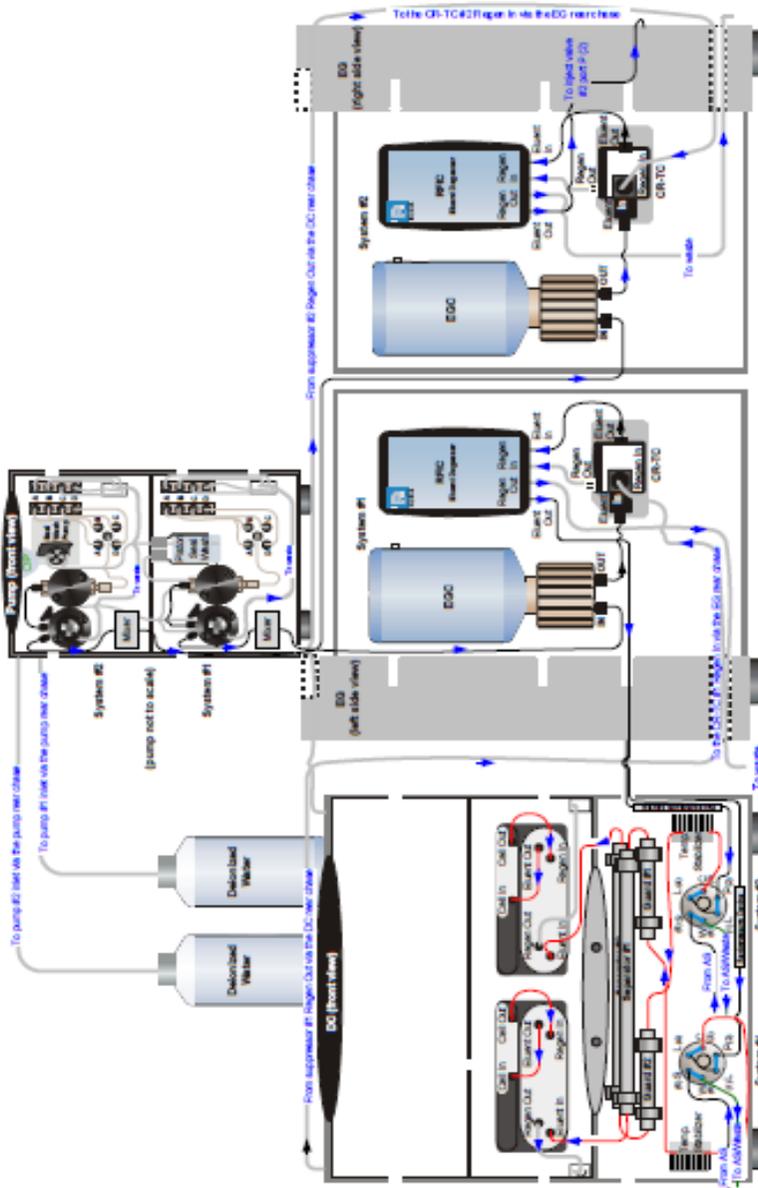


图 3-3. 双泵/双柱系统（RFIC，双 CD 检测器）

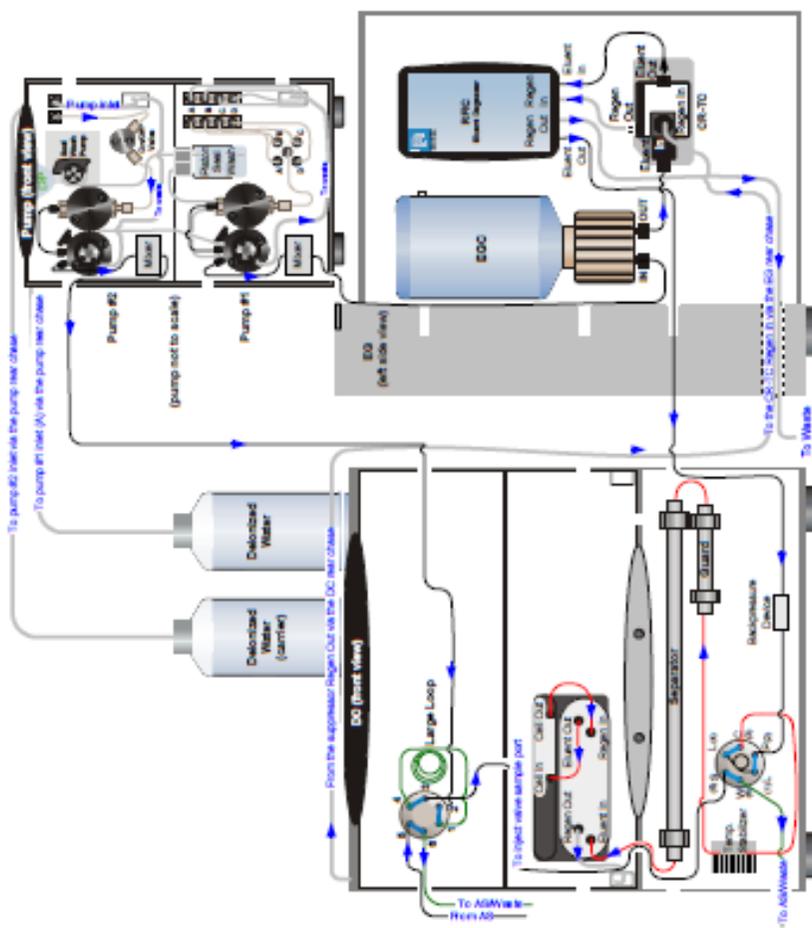


图 3-5. 双泵，单柱，RFIC，六通阀基体消除

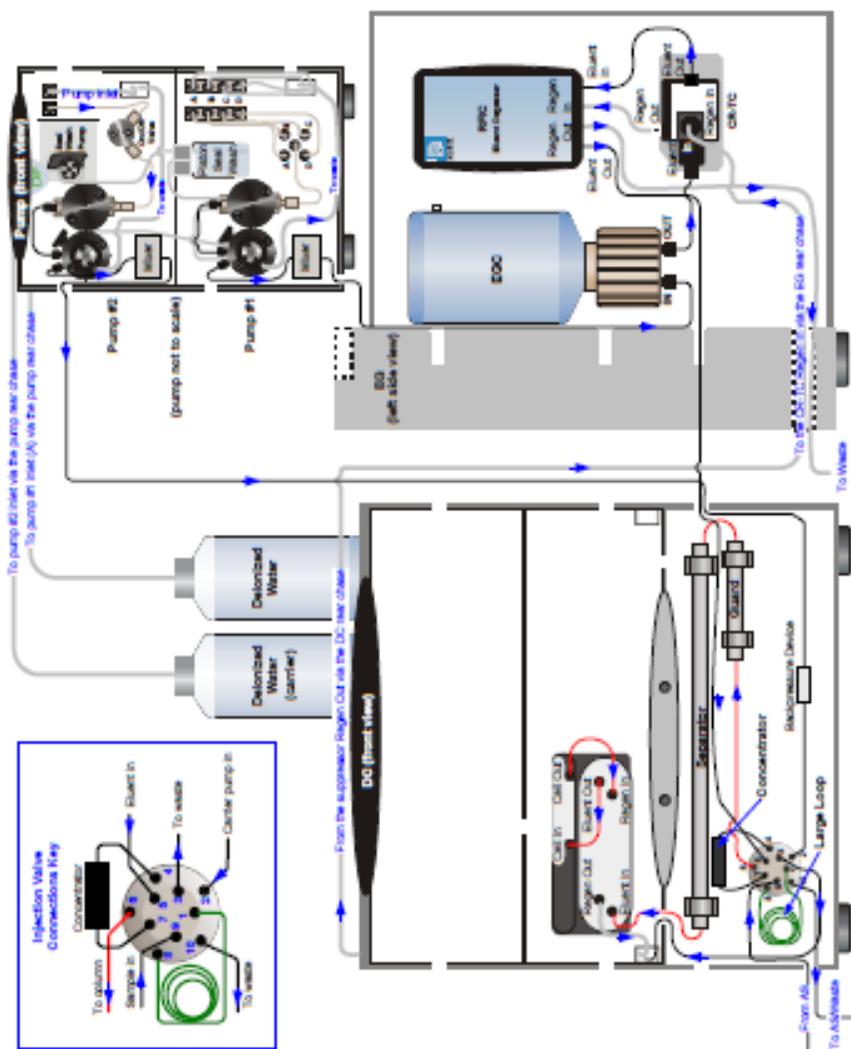


图 3-6. 双泵，单柱，RFIC，十通阀基体消除

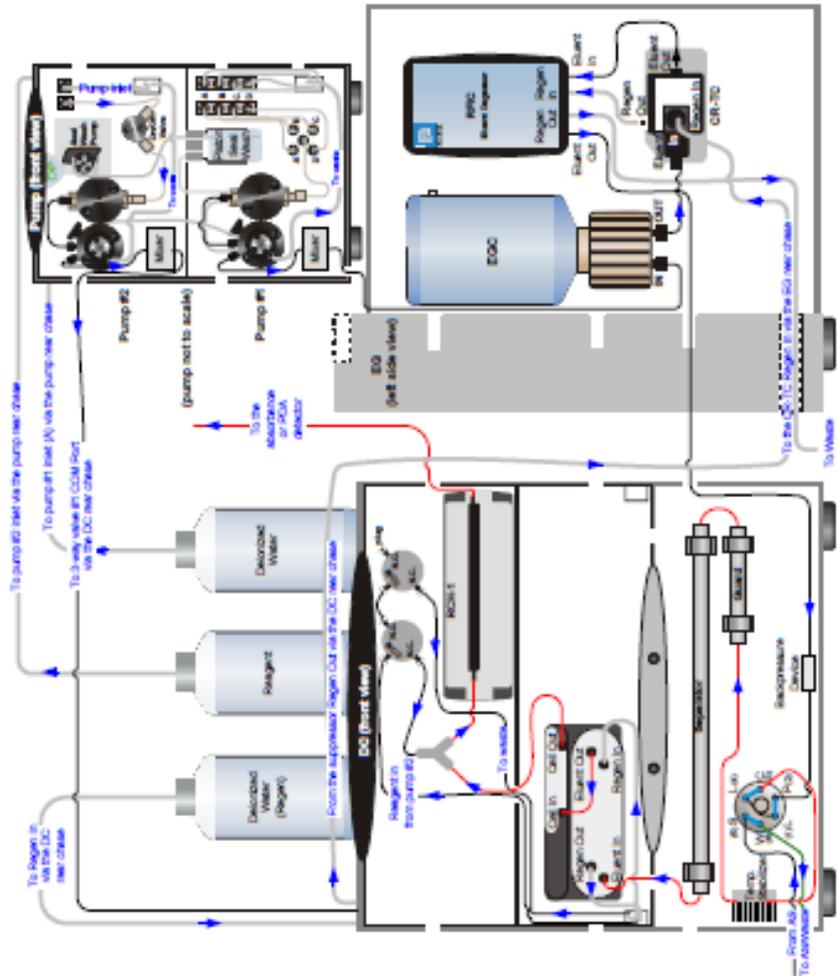


图 3-7. 双泵，单柱，RFIC，柱后衍生

4 开机

4.1 EG 的注意事项

为了保证较好的脱气效果，可以在进样阀前增加反压管以调节操作压力至 2000psi 左右。

4.2 安培池使用的注意事项

- ① 样品必须过滤；
- ② 使用高纯去离子水；
- ③ 没有溶液流经安培池时不要施加电位；
- ④ 避免使用错误的淋洗液造成安培池污染；
- ⑤ 短时间停用安培池时应密封进出口；
- ⑥ 保持池体表面的清洁和干燥；
- ⑦ 非抛弃型电极长时间使用后会凹陷，应使用抛光粉抛光。
- ⑧ 经常查看 pH 读数以便监控参比电极的状态；

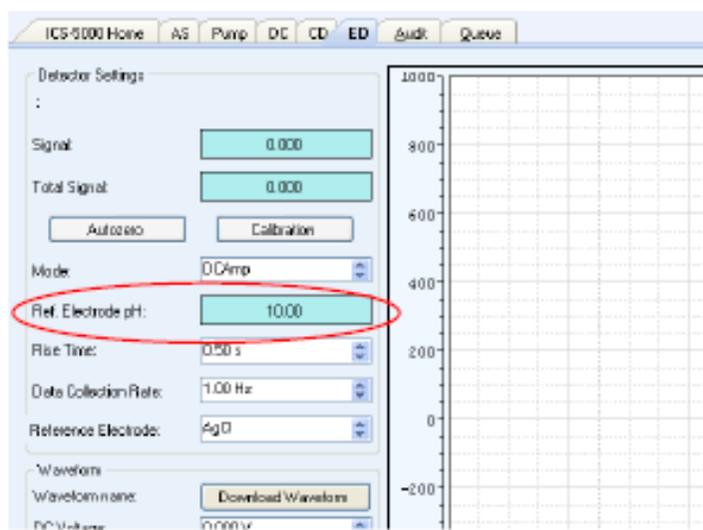


图 4-1. Chromleon7 中显示安培池的 pH 值

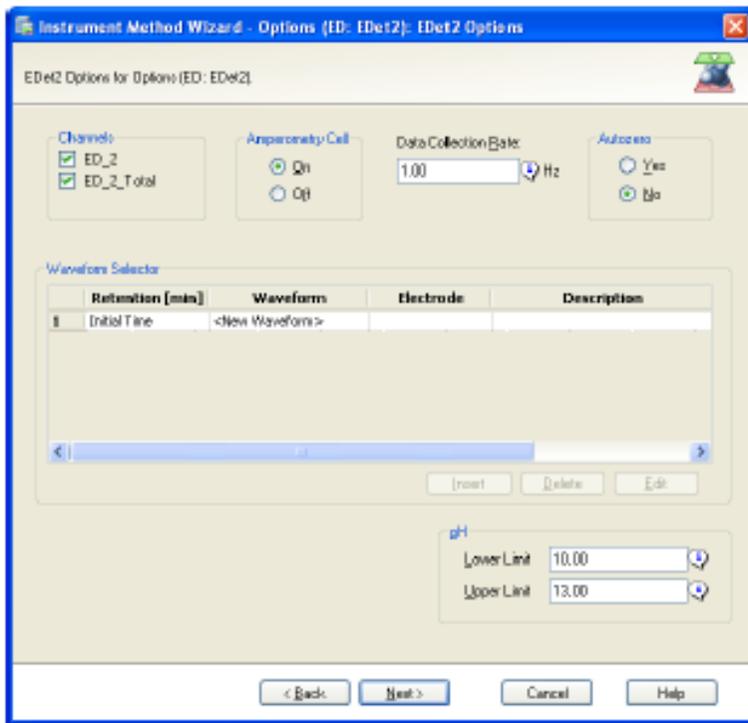


图 4-2. Chromeleon7 中设置安培池的 pH 值上下限

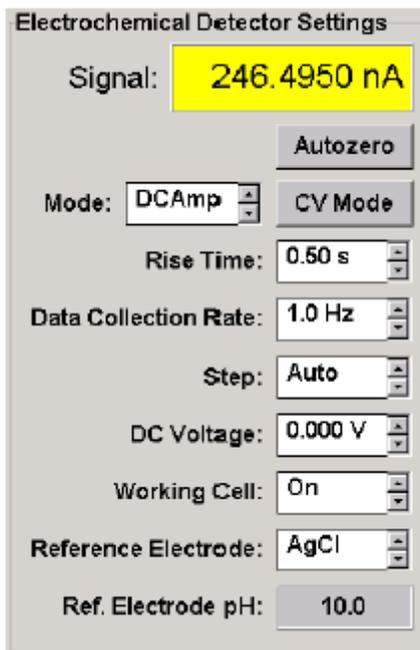


图 4-3. Chromeleon6.8 中显示安培池的 pH 值

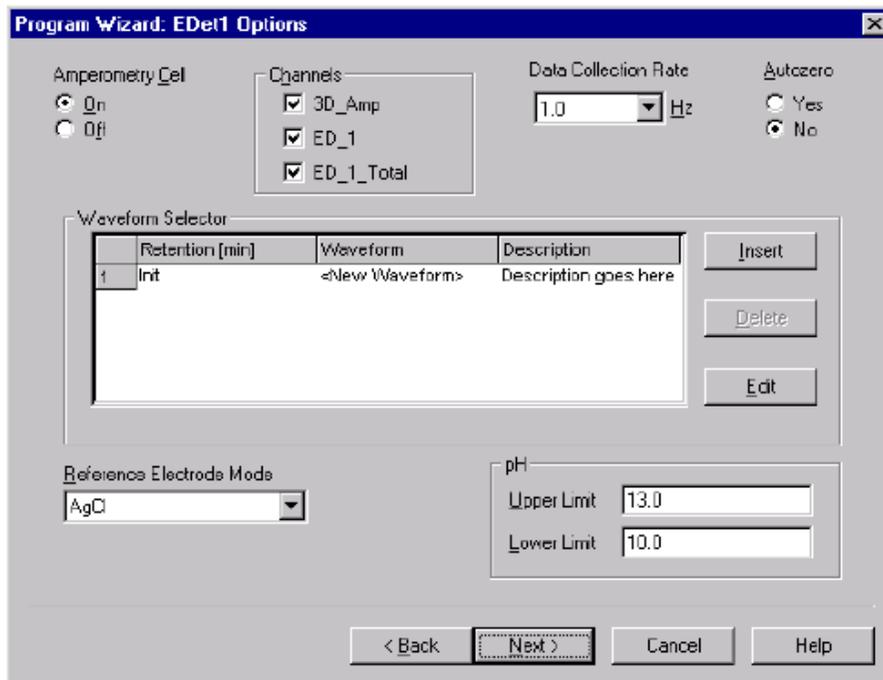


图 4-4. Chromeleon6.8 设置安培池的 pH 范围

4.3 操作前的准备工作

4.3.1 样品的收集和保存

样品收集在用去离子水清洗的高密度聚乙烯瓶中。不要用强酸或洗涤剂清洗该容器，这样做会使许多离子遗留在瓶壁上，对分析带来干扰。

如果样品不能在采集当天分析，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浓度随时间而改变。即使将样品储存在 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-} ，它们会分别氧化成 NO_3^- 和 SO_4^{2-} 。不含有 NO_2^- 和 SO_3^{2-} 的样品可以储存在冰箱中，一星期内阴离子的浓度不会有明显的变化。

4.3.2 样品预处理

对于酸雨、饮用水和大气飘尘的滤出液可以直接进样分析。对于地表水和废水样品，进样前要用 $0.45\mu\text{m}$ 的过滤膜过滤；对于含有高浓度干扰基体的样品，进样前应先通过 Dionex 公司的 OnGuard™ 预处理柱。

4.3.3 样品稀释

不同样品中离子浓度的变化会很大，因此无法确定一个稀释系数。很多情况下，低浓度的样品不需要进行稀释。

$\text{NaHCO}_3/\text{Na}_2\text{CO}_3$ 作为淋洗液时，用其稀释样品，可以有效地减小水负峰对 F^- 和 Cl^- 的影响（当 F^- 的浓度小于 50ppb 时尤为有效），但同时要用淋洗液配制空白和标准溶液。稀释方法通常是在 100mL 样品中加入 1mL 浓 100 倍的淋洗液。

4.4 DP/SP 的启动

在淋洗液管路的顶端安装过滤头（P/N 045987），注意不能暴露在液位之上。DIONEX 公司出厂时将密封清洗系统安装在 DP 的“pump 1”上，如果需要同时清洗“pump 2”，可以使用 External Seal Wash Kit（P/N 065318）。

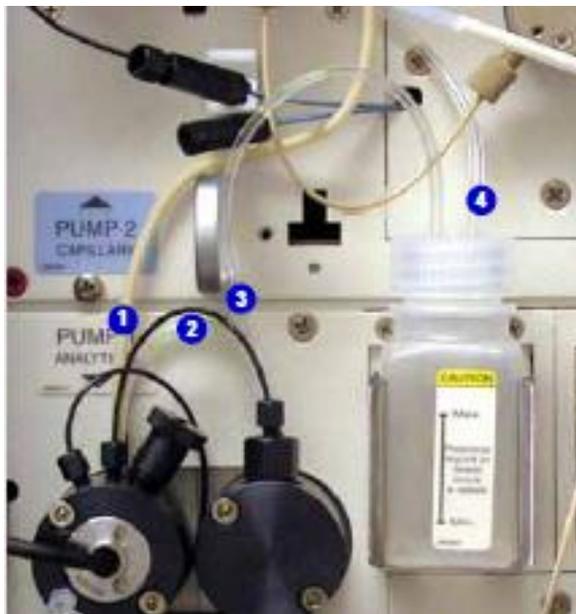


图 4-5. 连接清洗柱塞管路示意图

| | | | |
|----|-------------|----|--------|
| 1. | 蠕动泵到副泵头的连接管 | 3. | 清洗瓶入口管 |
| 2. | 泵头之间的连接管 | 4. | 清洗瓶出口管 |

清洗瓶中装入去离子水（**注意液位，不要太满!**），拧紧瓶盖，放在支架上，检查输液软管是否夹在转子和压杆之间（见图 4-6）。在 Chromeleon 中依次点击 Command, Control, 选择泵的名称，寻找 RearSealWashSystem 中 Interval 的命令，按 Execute 键执行。

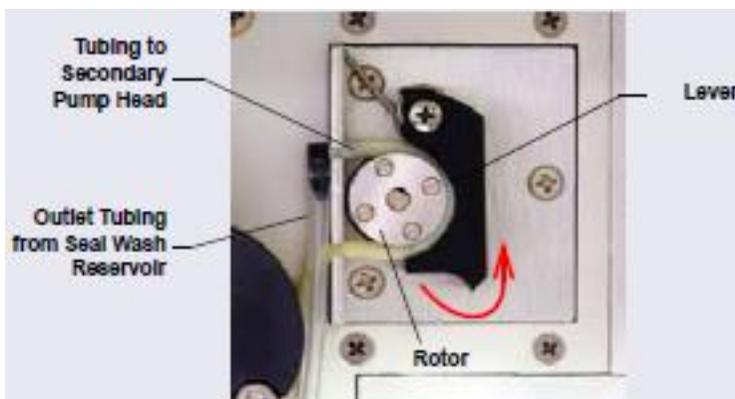


图 4-6. 蠕动泵示意图

打开 DP/SP 的电源开关，进入 ICS-5000 的控制面板，再点击 pump 的命令条，进入泵的控制面板，输入流速，选择淋洗液通道，设置高低压界限（使用 EG 时，自动设为 200 ~ 3000psi）。

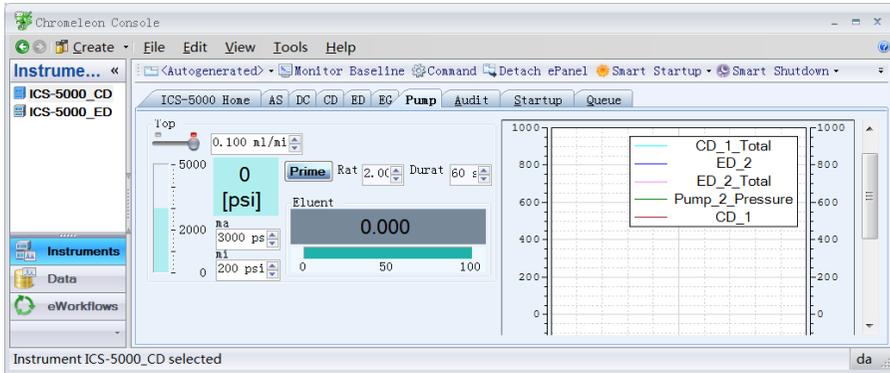


图 4-7. CM7 中泵的控制面板

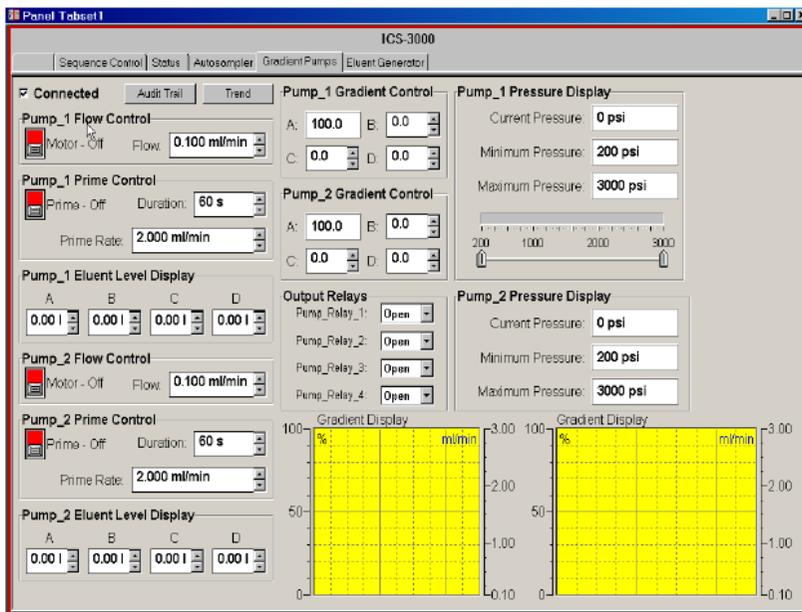


图 4-8. CM6.8 中泵的控制面板

4.5 设置淋洗液的浓度

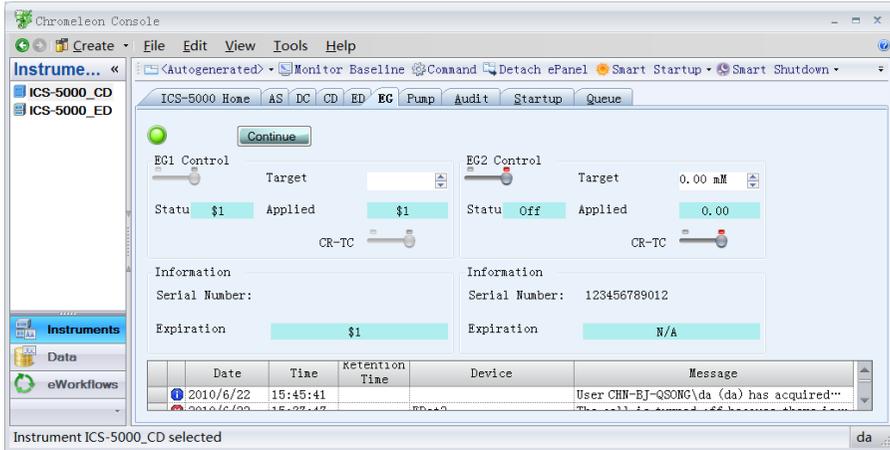


图 4-9. CM7 中 EG 的控制面板

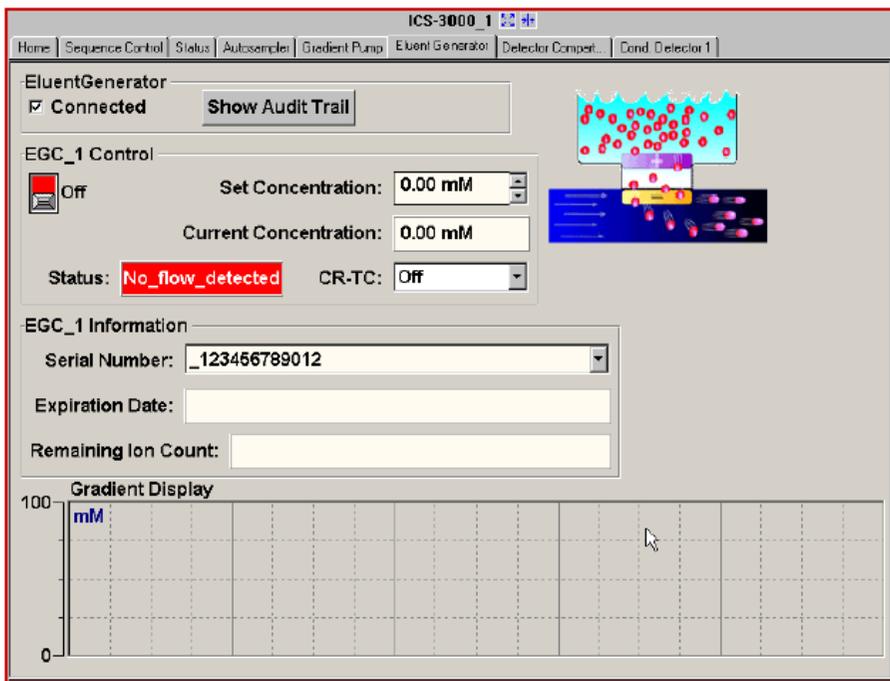


图 4-10. CM6.8 中 EG 的控制面板

淋洗液的浓度与流速、抑制器类型、淋洗液储罐的种类有关，设置时请参考下表：

| 淋洗液储罐 | 流速范围 (mL/min) | 浓度范围 (mM) |
|---------------------------------|---------------|--------------|
| Na ₂ CO ₃ | 0.1 ~ 1.0 | 0.1 ~ 15 |
| | 1.0 ~ 2.0 | 0.1 ~ 15/流速 |
| KOH | 0.1 ~ 1.0 | 0.1 ~ 100 |
| | 1.0 ~ 3.0 | 0.1 ~ 100/流速 |
| MSA | 0.1 ~ 1.0 | 0.1 ~ 100 |
| | 1.0 ~ 3.0 | 0.1 ~ 100/流速 |

5 操作

5.1 手动进样



图 5-1. 手动进样口位置示意图

样品可以由注射器或自动进样器注入进样阀的定量环。手动进样时既可以用注射器吸取样品后注入进样阀；也可以截短进样阀 6 号孔的管线后插入样品瓶中，从进样口用空注射器将样品抽入定量环。

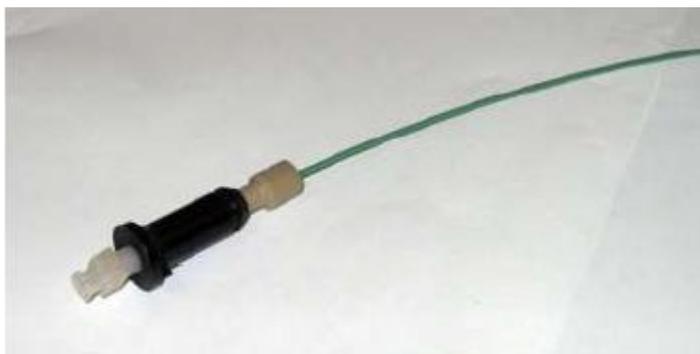


图 5-2. 进样口管线连接示意图

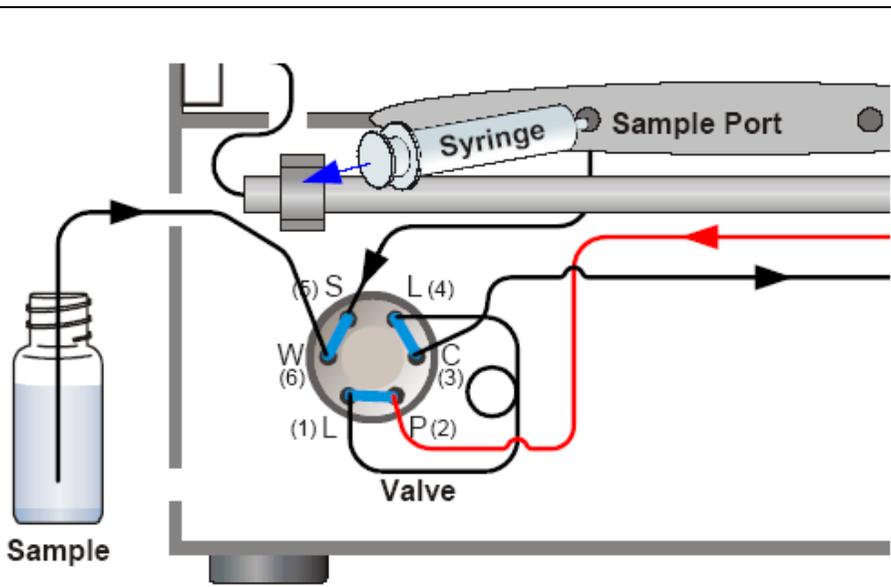


图 5-3. 抽取样品示意图

5.2 自动进样

使用 AS 自动进样器的命令：

```

0.000 Load ;Switch the valve to Load.
      Wait CycleTimeState ;Wait for cycle time (if any).
      Inject ;Switch the valve to Inject.
      Wait InjectState ;Wait for injection to complete.
      CDet1.Autozero ;Zero the baseline.
      CD_1.AcqOn ;Start data acquisition.
14.000 CD_1.AcqOff ;Stop data acquisition.

```

6 关机

停泵时间超过 1 周时，建议先用去离子水冲洗 DP/SP 的流路 10min，再用甲醇或异丙醇冲洗 10min；还应将卡在蠕动泵中的清洗液输送软管取出（见图 6-1），恢复操作时再放回。

注意：恢复操作时，必须先用去离子水冲洗 DP/SP 流路 10min。

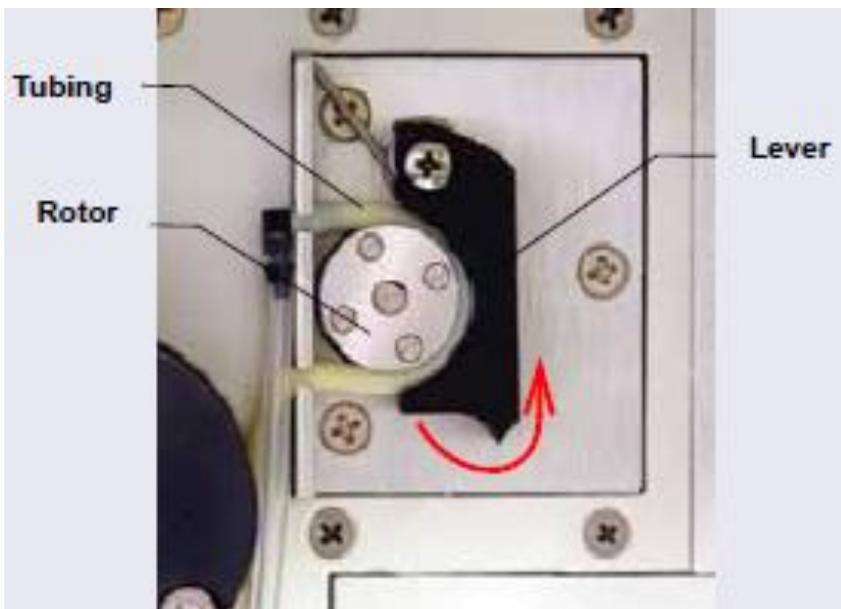


图 6-1. 取出蠕动泵软管

如果短时间（3 个月内）不使用 EG，关闭其电源即可；恢复操作时，需要活化抑制器；长时间不用时，可以将淋洗液储罐和 CR-TC 从 EG 中取出并密封保存。恢复操作时，应分别活化淋洗液储罐、CR-TC 和抑制器。

如果短时间（2 天内）不使用安培池，可以在去离子水清洗后用“死接头”密封；超过 2 天时，应卸下参比电极，如图 6-2 所示，浸泡在 1M KCl 溶液中



图 6-2. 保存参比电极示意图

7 维护

7.1 每日维护

- ① 检查以下部件有无泄漏：

比例阀、真空腔、淋洗液瓶

发现泄漏应及时排除并擦干，特别是泄漏传感器。

- ② 补充淋洗液；
- ③ 倒空废液；
- ④ 检查清洗液瓶的液位是否符合要求；
- ⑤ 用去离子水冲洗淋洗液瓶。

7.2 每周维护

- ① 更换或清洗淋洗液过滤头；
- ② 检查管路有无堵塞；
- ③ 更换清洗液。

7.3 定期维护

- ① 更换柱塞密封圈（6~12个月）；
- ② 更换定量环（6个月）；
- ③ 签订维护合同，由 DIONEX 工程师进行专业维护。

DP 维护包（P/N 061794）

SP 维护包（P/N 061795）

DC 维护包（P/N 061796）

AS 维护包（P/N 060581）

8. 故障指南

8.1 Audit Trail 中的错误信息

| 图示 | 功能 | 描述 |
|---|---------|--------------------|
|  | Warning | 警告但不停止运行 |
|  | Error | Ready Check 时不开始运行 |
|  | Abort | 退出运行 |

8.2 基线噪音

- ① 更换过滤头或新鲜的淋洗液；
- ② 排除泵内气泡；
- ③ 适当增加反压（反压过高将造成检测池或抑制器泄漏！）；
- ④ 消除流路泄漏；
- ⑤ 改变抑制器的工作方式；
- ⑥ 排除电导池中的气泡 —— 打开出口接头冲洗几分钟；
排除安培池中的气泡 —— 用手指堵住出口管路几秒钟并重复几次。
- ⑦ 活化或更换参比电极（P/N 061879）；
- ⑧ 清洗、抛光或更换工作电极。

8.3 保留时间重复性差

- ① 管路泄漏；
- ② 更换淋洗液后没有置换完全；

-
- ③ 比例阀堵塞；
 - ④ 混合器失效。

8.4 保留时间提前或拖后

- ① 检查淋洗液浓度；
- ② 调节泵的流速；

8.5 不出峰

- ① EG 没有运行；
- ② 安培池没有工作；

8.6 峰拖尾

- ① 死体积大；
- ② 样品浓度高，色谱柱过载；

8.7 压力低

- ① 流路泄漏；
- ② EG 的脱气盒漏液。

8.8 压力高

- ① 流速过高；
- ② 管路堵塞；
- ③ 更换保护柱进口处的垫片。

8.9 响应值低

- ① 增加定量环长度或样品浓度；
- ② 清洗或抛光工作电极。

8.10 背景值高

- ① CR-TC 被污染；
- ② 淋洗液浓度高；
- ③ 检查参比电极的 pH 读数；
- ④ 抑制器没工作或电流设置不当；
- ⑤ 检查施加电位和积分时间是否合适；
- ⑥ 清洁工作电极。

8.11 无溶液流动

- ① 流速设为零；
- ② 没有淋洗液；
- ③ 启动阀或废液阀没有拧紧。

注意：不能过度拧紧启动阀或废液阀！

8.12 DP/SP 的错误信息

 **A program with this name already exists.**

保存新程序时所用文件名在 Chromeleon 中已经存在。

 **Abnormal drive current for x.x seconds.**

串联泵头之间的连接管堵塞。



Camshaft index too early.

Camshaft index too late.

泵内部错误, 如果 DP/SP 重新开机后故障依旧, 请与 DIONEX 维修中心联系。



Camshaft sensor always alight.

Camshaft sensor missing or dark.

泵内部错误, 如果 DP/SP 重新开机后故障依旧, 请与 DIONEX 维修中心联系。



Degasser malfunction.

检查真空脱气模块的管路是否泄漏或松动, 如果 DP/SP 重新开机后故障依旧, 请与 DIONEX 维修中心联系。



Excessive drive current. Camshaft x.x.

泵头连接管堵塞, 检查接头和管路是否需要更换。



Invalid flow value.

流速设置超出允许范围 (0.001 ~ 10.0mL/min)。



Leak detected.

泄漏传感器发出报警的同时停泵, 请擦干漏液, 检查并排除泄漏后即可恢复运行。

● **Left-hand pump block carryover pressure is too high.**

Right-hand pump block carryover pressure is too high.

泵头连接管堵塞，检查接头和管路是否需要更换。检查出口单向阀是否堵塞，必要时进行清洗或更换。

● **Motor malfunction.**

泵内部错误，如果 DP/SP 重新开机后故障依旧，请与 DIONEX 维修中心联系。

● **Motor position error. The motor is overloaded.**

泵头连接管堵塞，检查接头和管路是否需要更换。

● **Pressure fallen below lower limit.**

检查淋洗液是否够用；

检查淋洗液瓶中的过滤头（P/N 045987）是否堵塞，必要时进行清洗或更换；

检查淋洗液施加的气压是否维持在 3 ~ 6psi 之间；

检查管路有无泄漏；

检查单向阀是否堵塞。

● **Real- seal wash system has run out of wash solution**

检查清洗瓶的液位，及时补充或更换清洗液；

检查流动清洗液的软管是否堵塞或泄漏。

● **The maximum purge pressure was exceeded.**

冲洗泵头时没有完全打开废液阀，致使压力超过 725psi，停泵报警。

● **The pressure in the left-hand working cylinder exceeded the safety limit.**

● **The pressure in the right-hand working cylinder exceeded the safety limit.**

● **The system pressure exceeded the safety limit.**

管路发生堵塞，逐段检查管路、接头、进样阀、保护柱等，更换堵塞的部件，如垫片等。

● **The real-wash leak count is x.x(counted drops) and has exceeded the limit of y.y (leak detection threshold).**

柱塞或密封圈损坏，造成泄漏。更换损坏的柱塞或密封圈。如果调整报警值，可以采取以下步骤：

- ① 在 Chromeleon 中依次点击“Control”和“Command”；
- ② 在“Pump”中选择“RearSealLeakCounter”；
- ③ 输入一个稍大的新值，按“Execute”。

● **The real--wash leak sensor is malfunctioning.**

清洗瓶中的传感器太脏，需要清洗。

● **This function cannot be adjusted by user.**

请与 DIONEX 联系。

8.13 液体泄漏

- ① 泵头泄漏 —— 更换柱塞密封圈和柱塞冲洗密封圈。
- ② 管路泄漏 —— 确定泄漏位置后停泵，打开接头，重新用手拧紧或更换新接头；
- ③ 检测池泄漏 —— 减小反压或更换检测池；
- ④ 抑制器泄漏 —— 减小反压或更换抑制器。

8.14 EG 的错误信息

● **CR-TC1 over current.**

● **CR-TC2 over current.**

- ① 检查 CR-TC 的电缆连接；
- ② 检查溶液是否正常流过 CR-TC。

● **CR-TC1 stopped due to zero flow.**

● **CR-TC2 stopped due to zero flow.**

泵非正常停止时（超压、泄漏等）出现此信息。

● **EG1 cartridge disconnected.**

● **EG2 cartridge disconnected.**

检查淋洗液储罐的电缆连接。

● **EG1 invalid concentration.**

● **EG2 invalid concentration.**

淋洗液浓度设置超过允许范围（0.10 ~ 100mM）。

 **EG1 invalid flow.**

 **EG2 invalid flow.**

淋洗液流速设置超过允许范围（0.01 ~ 3.00mL/min），推荐值
0.4 ~ 2.00mL/min。

 **EG1 invalid flow rate-concentration.**

 **EG2 invalid flow rate-concentration.**

淋洗液浓度与流速的比例不合适。

 **EG1 over current.**

 **EG2 over current.**

- ① 检查淋洗液储罐的电缆连接；
- ② 检查溶液是否正常流过淋洗液储罐。

 **EG1 over power.**

 **EG2 over power.**

更换淋洗液储罐。

 **EG1 over voltage.**

 **EG2 over voltage.**

- ① 检查淋洗液储罐的电缆连接；
- ② 检查溶液是否正常流过淋洗液储罐。

 **Leak sensor wet**

检查 EG 中的部件有无泄漏并消除。

8. 15 EG 报警灯亮

- ① 液体泄漏 —— 拧紧或更换接头；
- ② 废液管堵塞 —— 疏通或重新连接废液管；
- ③ EGC 泄漏 —— 更换淋洗液储罐；
- ④ 脱气盒泄漏 —— 更换脱气盒；
- ④ EGC 开路 —— 连接 EGC 电缆或更换 EGC；
- ⑤ EGC 短路 —— 更换 EGC；
- ⑥ 电路故障 —— 请与 DIONEX 联系。

8. 16 EG 不工作

- ① DP/SP 不工作 —— 开泵；
- ② 压力不符合要求 —— 检查系统压力是否在 200~3000psi 之间
(最佳范围 2000~2300psi)；
- ③ 流速不符合要求 —— 在 0.1~3.0mL/min 之间设置流速；
- ④ EGC 过期 —— 更换 EGC；
- ⑤ 通讯故障 —— 检查 USB 电缆或 Chromeleon 设置。

8. 17 DC 的错误信息

CD cell option disconnected.

电导检测器没有安装到位。



图 8-1. 电导检测器安装示意图

● **CD cell over safe temperature.**

电导池温度设定超过允许值，或者环境温度超过允许值（40℃）。

● **Column temperature open circuit.**

请与 DIONEX 维修中心联系。

● **Column over safe temperature.**

柱温箱设定超过允许值，或者环境温度超过允许值（40℃）。

● **Compartment temperature open circuit.**

请与 DIONEX 维修中心联系。

● **Compartment over safe temperature.**

温度设定超过允许值，或者环境温度超过允许值（40℃）。

● **ED cell option disconnected.**

安培检测器没有安装到位。



图 8-2. 安培检测器安装示意图

● **ED cell 1 working electrode disconnected.**

工作电极的电缆没有连接。

● **High pressure valve 1 error.**

● **High pressure valve 2 error.**

● **High pressure valve 3 error.**

● **High pressure valve 4 error.**

Valve 1 是 DC 下层左侧的进样阀；Valve 2 是 DC 下层右侧的进样阀；Valve 3 是 DC 上层左侧的切换阀；Valve 4 是 DC 上层右侧的切换阀。重新启动 DC 后，如果故障仍未排除，请与 DIONEX 维修中心联系。

● **Lower door opened.**

确认 DC 下层的门是否关闭。

● **Lower leak sensor wet.**

检查 DC 中的部件有无泄漏并消除。

● **Reaction coil open circuit.**

检查加热器的连接电缆是否插好。

● **Reaction coil over safe temperature.**

温度设定超过允许值，或者环境温度超过允许值（40℃）。

● **Suppressor over-current.**

抑制器被污染或其控制电路故障。

● **Suppressor over-power.**

降低流速，活化或者更换抑制器。

● **Suppressor over-voltage.**

检查抑制器的连接电缆是否插好，或者更换抑制器。

● **Suppressor open circuit.**

检查抑制器的连接电缆是否插好。

● **Upper door opened.**

确认 DC 上层的门是否打开，

8.18 pH 读数异常

- ① 检查参比电极的电缆连接；
- ② 用 1M KCl 溶液浸泡参比电极；
- ③ 校正参比电极；
- ④ 参比电极泄漏 —— 更换参比电极密封圈；

⑤ 更换参比电极。



图 8-3. 安培池电缆连接示意图

9 维修

9.1 清洗淋洗液瓶

- ① 用 18M 的去离子水清洗淋洗液瓶；
- ② 用异丙醇或甲醇清洗瓶内壁；
- ③ 如果瓶中有细菌滋生形成的粘膜还需用消毒剂清洗；
- ④ 用 18M 的去离子水清洗淋洗液瓶。

9.2 排除泵的气泡

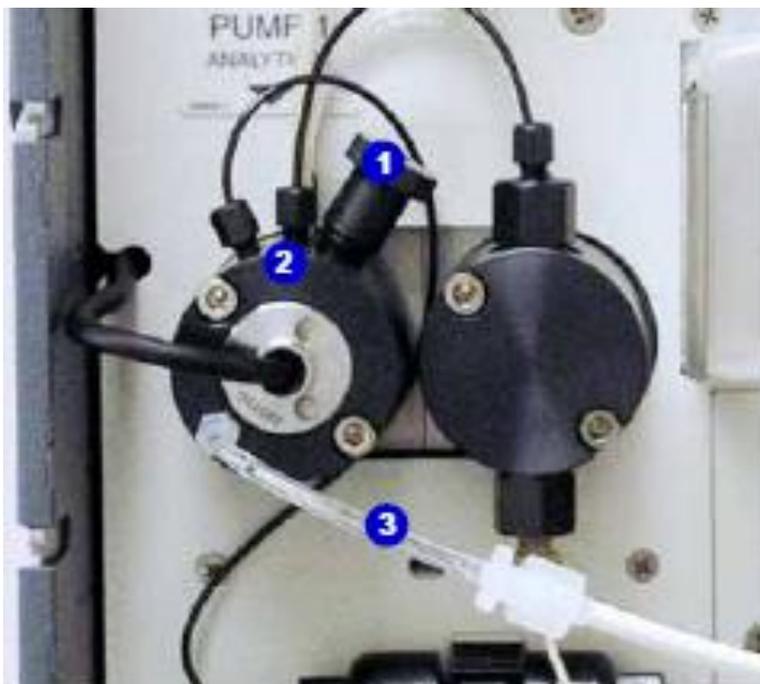


图 9-1. DP/SP 的废液阀示意图

| | | | |
|----|-----|----|-----|
| 1. | 启动阀 | 3. | 废液管 |
| 2. | 副泵头 | | |

- ① 选择需要排除气泡的通道设为 100%；
- ② 逆时针旋松第二泵头上的废液阀；
- ③ 按 DP/SP 的“PUMP PRIME 1”键，泵以<3.0mL/min 的流速将混有气泡的淋洗液排出废液管；
- ④ 等待废液管中没有气泡时再按“PUMP PRIME 1”键，停泵，关闭废液阀。

注意：排气泡时过分拧松废液阀将会吸入气泡；

不能过度拧紧废液阀；

在停泵状态下拧紧或拧松废液阀。

9.3 更换单向阀

| P/N | 描述 |
|--------|-----------|
| 044541 | 毛细管型进口单向阀 |
| 044540 | 毛细管型出口单向阀 |
| 045722 | 分析型进口单向阀 |
| 045721 | 分析型出口单向阀 |

- ① 停泵，等待压力降至最低时中断与软件的连接，关闭泵电源；
- ② 打开 DP/SP 的前门，拆除连接单向阀的管路；
- ③ 用扳手拧松单向阀，取出阀芯，再用去离子水清洗阀体；
- ④ 将新的阀芯装入阀体（见图 81）；
- ⑤ 重新安装单向阀，连接管路；
- ⑥ 排除气泡，恢复操作。

注意：单向阀不要拧得太紧！

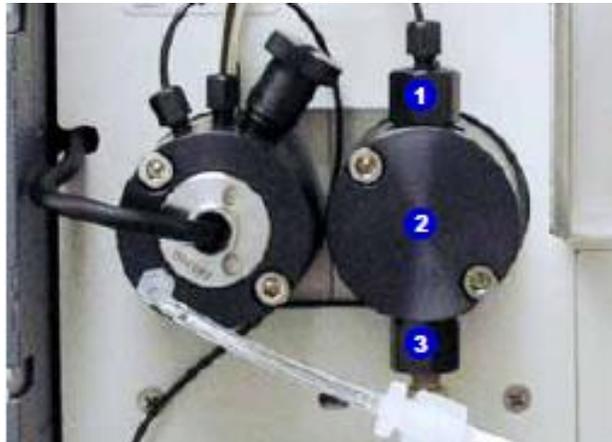


图 9-2. DP/SP 的单向阀示意图

| | | | |
|----|-------|----|-------|
| 1. | 出口单向阀 | 3. | 进口单向阀 |
| 2. | 主泵头 | | |

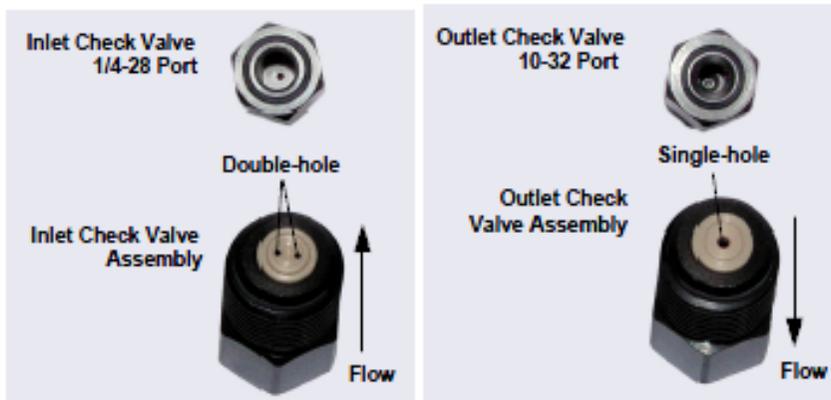


图 9-3. 进出口单向阀示意图

9.4 更换柱塞及密封圈

- ① 停泵，等待压力降至最低时关闭电源；
- ② 打开 DP/SP 的前门，拆除连接泵头的管路；
- ③ 拧松固定泵头的螺丝，依次拆除泵头、清洗环和柱塞；
- ④ 用水或甲醇超声清洗柱塞；

- ⑤ 用“死接头”密封泵头的进出口，注入去离子水，插入柱塞(P/N 062082)，重复几次后，密封圈(P/N 062077)在水的反作用力下弹出；
 - ⑥ 拆除清洗环的O型圈(P/N 062080)和定位环(P/N 062092)，用柱塞从O型圈的方向小心插入，顶出清洗密封圈(P/N 063382)；
 - ⑦ 将清洗环平放在干净的工作平台上，用柱塞尾部把清洗密封圈压入清洗环的孔中(注意方向!)，重新安装O型圈；
- 注意：柱塞密封圈和O型圈最好同时更换；**
- 柱塞密封圈有弹簧的一侧背对清洗环。**
- ⑧ 拆除泵头的密封接头，用清洗环将柱塞密封圈压入泵头，缓慢插入柱塞，尾部大约保留6mm；
 - ⑨ 重新安装泵头，恢复操作。

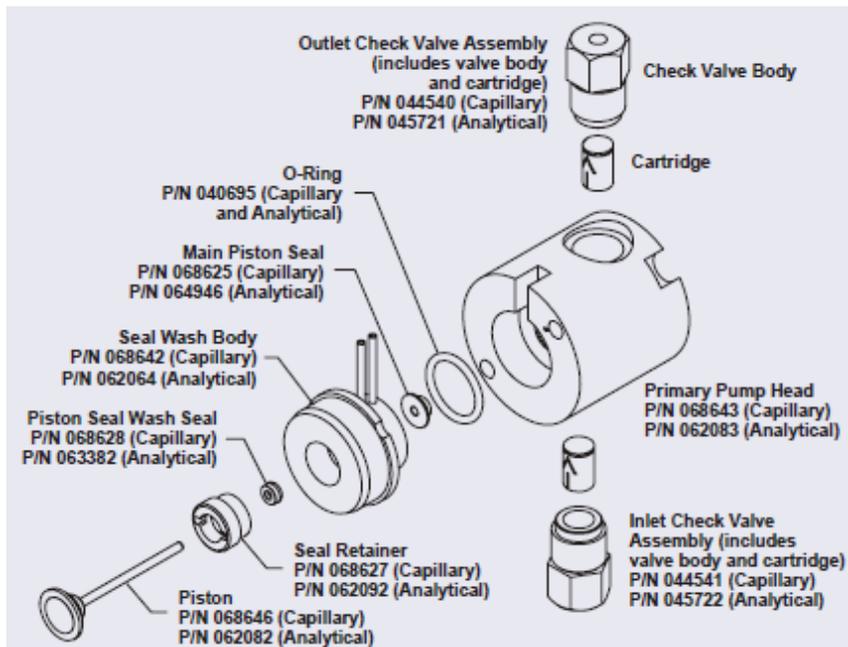


图 9-4. 主泵头示意图

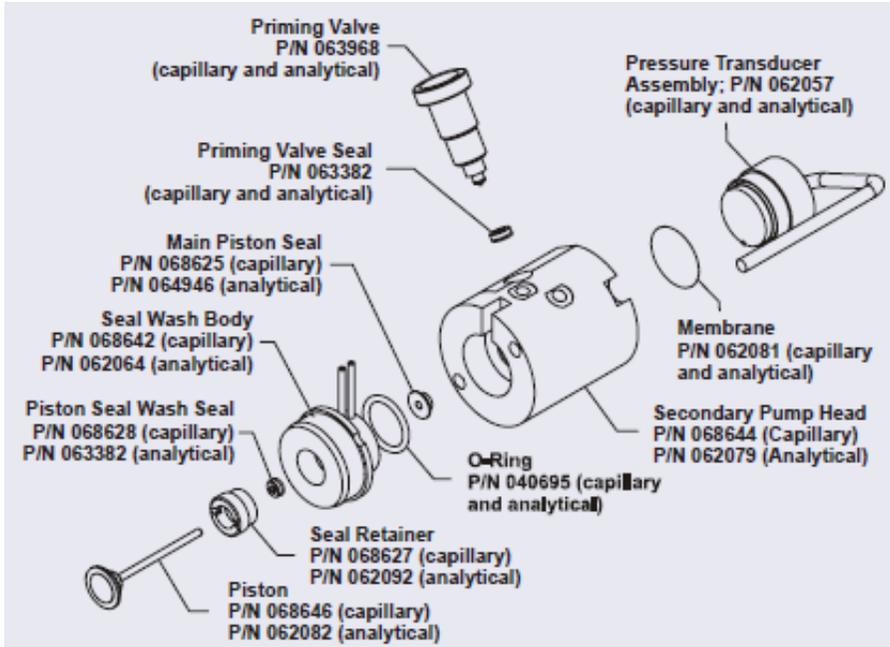


图 9-5. 第二泵头示意图

9.5 更换清洗软管

- ① 停泵，打开 DP/SP 的前门；
- ② 抬起蠕动泵的连杆，取出压在中间的软管；
- ③ 更换损坏的软管；
- ④ 还原管路，恢复操作。

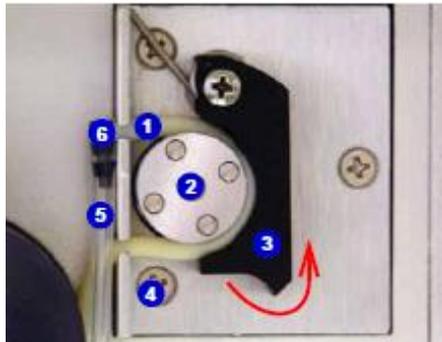


图 9-6. 蠕动泵示意图

| | | | |
|----|------------------|----|------------------|
| 1. | 黄色软管(P/N 063268) | 4. | 安装支架 |
| 2. | 转子 | 5. | 透明软管(P/N 064079) |
| 3. | 连杆 | 6. | |

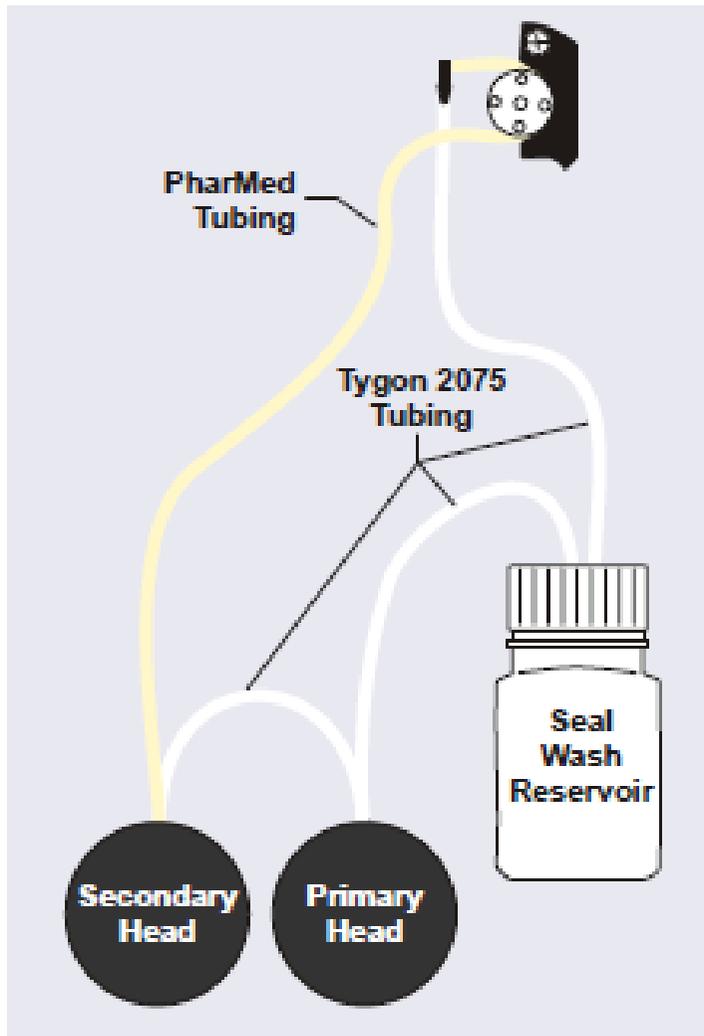


图 9-7. 密封圈清洗管连接示意图

PharMed Tubing: 黄色软管; Tygon Tubing: 透明软管

9.6 更换废液阀密封圈



图 9-8. DP/SP 的废液阀

| | | | |
|----|-----|----|-----|
| 1. | 废液阀 | 2. | 副泵头 |
|----|-----|----|-----|

- ① 停泵，等待压力降至最低时关闭 DP/SP 的电源；
- ② 反时针旋废液阀的旋钮直至取下；
- ③ 从旋钮上取下 O 型圈；
- ④ 安装新的 O 型圈 (P/N 063382)，注意有凹槽的一面背对旋钮；
- ⑤ 顺时针旋紧启动阀或废液阀的旋钮；
- ⑥ 恢复管路，接通电源，排气泡。

警告：安装时不要使用镊子等工具，以免划伤 O 型圈；

启动阀或废液阀的旋钮不要旋得太紧，以免造成损坏。

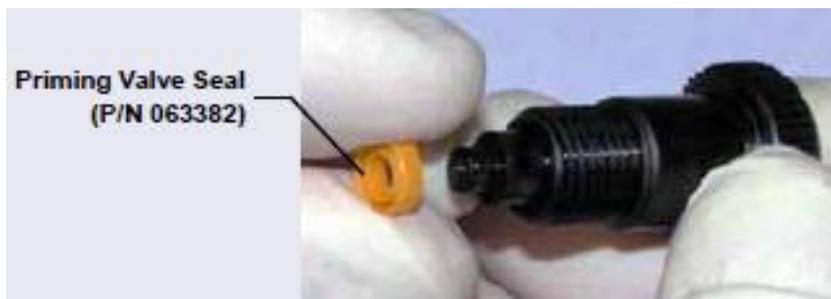


图 9-9. 更换废液阀密封圈示意图

9.7 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的电源开关和电源插座之间，用小改锥拨开锁定销，保险丝盒向外弹出（见图 48）；
- ③ 更换保险丝盒内的两个保险丝；
- ④ 插回保险丝盒，用力推使锁定销将其锁住。

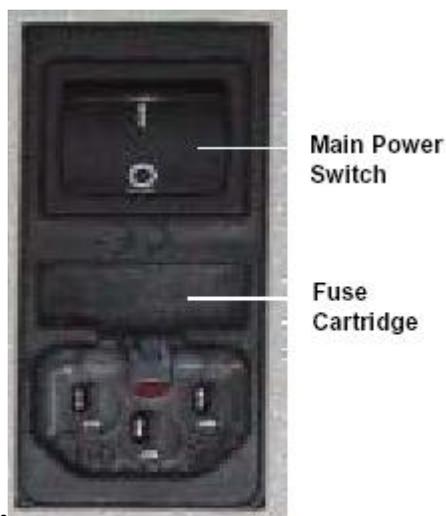


图 9-10. 保险丝位置示意图

9.8 更换淋洗液储罐

9.8.1 毛细管 IC

- ① 停泵，打开 EG 的前门，按下固定销，向前拉出托盘和支架；
- ② 拆除旧淋洗液储罐的电缆和放气管；
- ③ 用“死接头”密封放气孔，拆除旧淋洗液储罐的进出口管路；

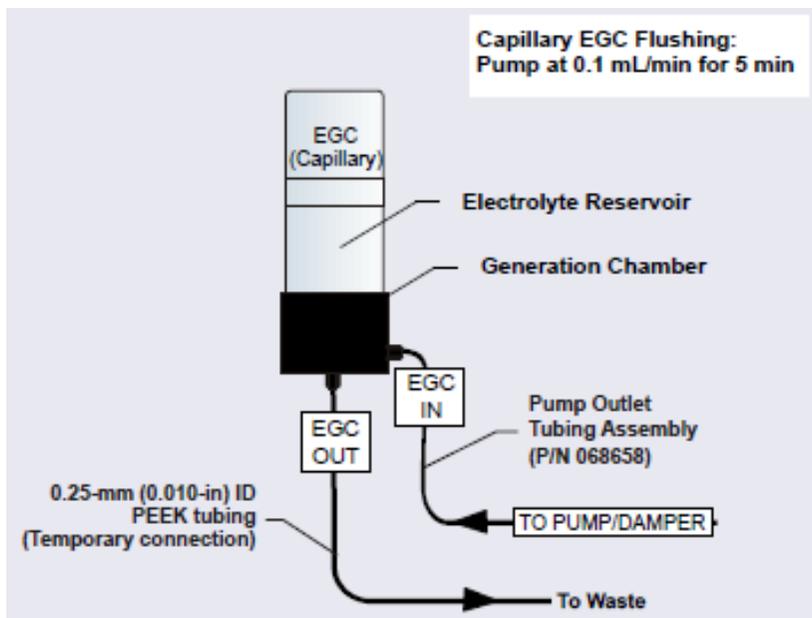


图 9-11. 清洗毛细管 EGC 的流路示意图

- ④ 如图 9-10 所示，在新淋洗液储罐的出口安装黑色 PEEK 管，打开放气口，用去离子水以 0.1mL/min 冲洗 5 分钟；

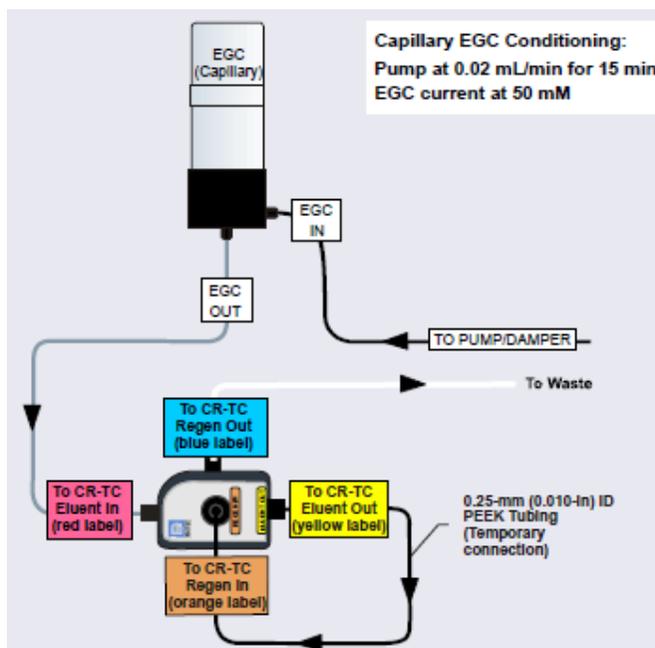


图 9-12. 活化毛细管 EGC 的流路示意图

- ⑤ 如图 9-12 所示连接管路，以 0.02mL/min，50mM 冲洗 15 分钟（接通 CR-TC 电源）；

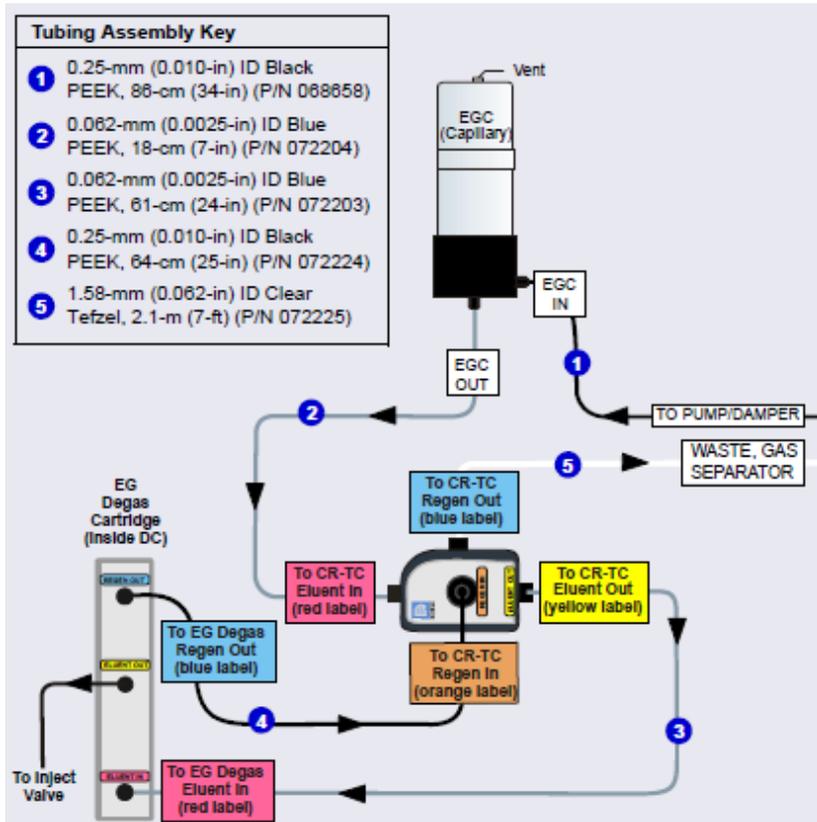


图 9-13. 毛细管 IC 的 EG 流路示意图

- ⑥ 关闭 EGC 和 CR-TC 的电源，停泵，按照图 9-13 连接管线。

9.8.2 常规 IC

- ① 如图 9-14 所示，拆除旧淋洗液储罐的电缆和放气管；
- ② 如图 9-15 所示，拆除旧淋洗液储罐的进出口管路，并用“死接头”密封放气孔；
- ③ 如图 9-16 所示，在新淋洗液储罐的出口安装不低于 200psi 的反压管；

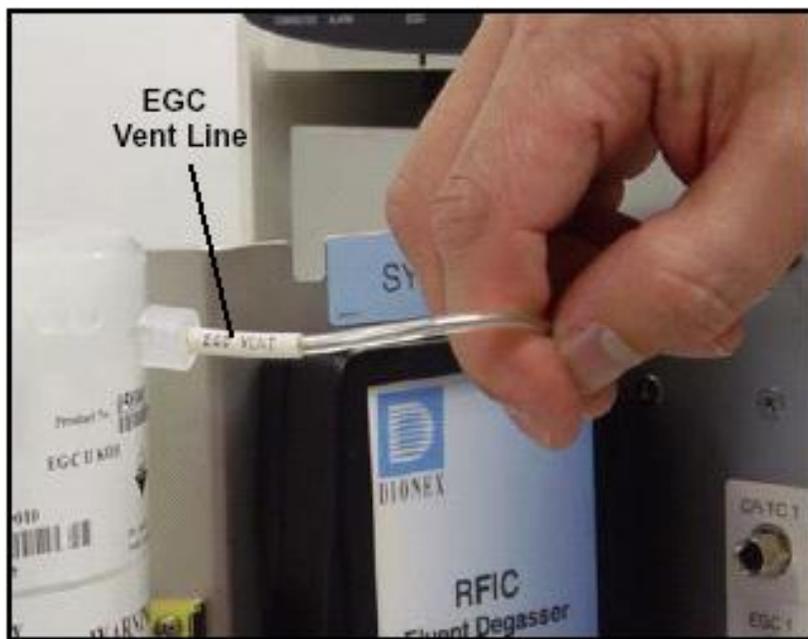


图 9-14. 拆除淋洗液储罐的放气管

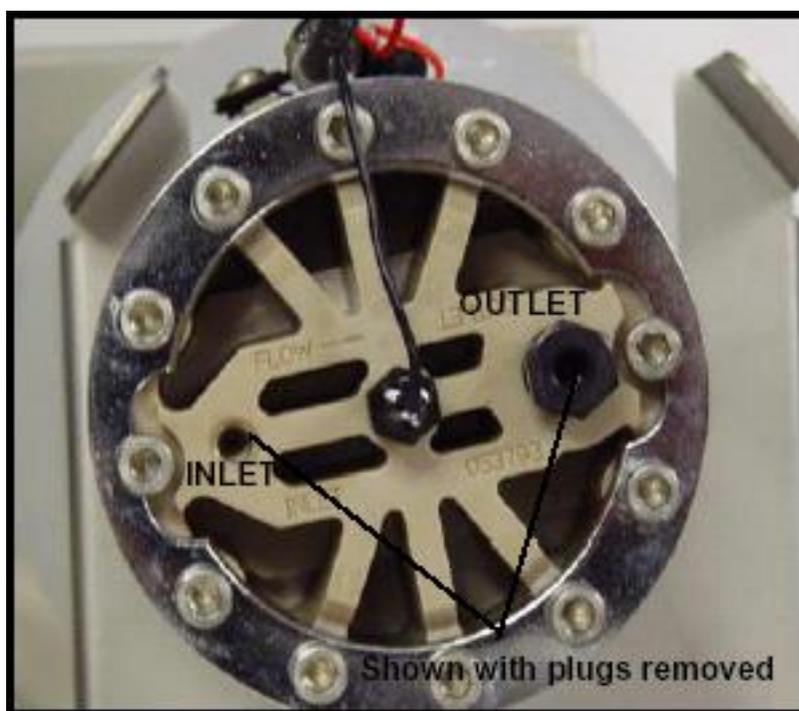


图 9-15. 淋洗液储罐的进出口

-
- ④ 在 Server Configuration 中输入新淋洗液储罐的 S/N;
- ⑤ 开泵, 流速设置 1.0mL/min, 浓度 50mM, 活化新淋洗液储罐 30min;
- 注意: 确认此时的 SRS 和 CR-TC 处于 OFF 状态。**
- ⑥ 停泵, 拆除反压管, 连接淋洗液储罐出口的管路, 恢复操作。

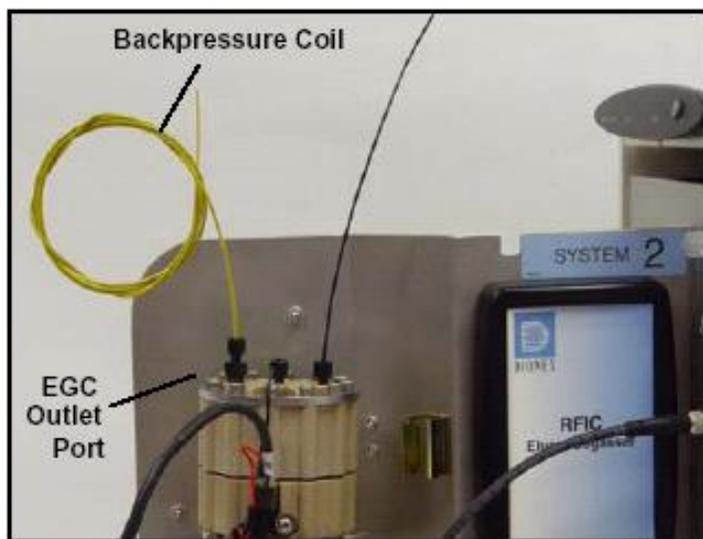


图 9-16. 安装反压管



图 9-17. 连接电缆

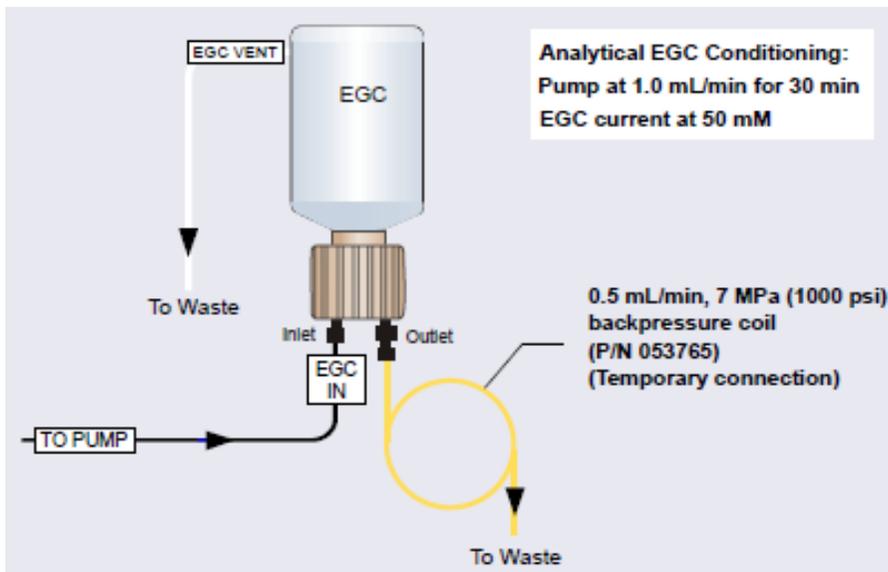


图 9-18. 活化分析型 EGC 示意图

9.9 更换 CR-TC

- ① 停泵，打开 EG 的前门，按下固定销，向前拉出托盘和支架；
- ② 拆卸有 TO INJ VALVE IN – P 和 TO SRS/AES REGEN OUT 标签的管路；
- ③ 拆卸 CR-TC 的电缆和四个接口的管路，取出 CR-TC。

9.9.1 活化毛细管 CR-TC

如图 9-19 所示，连接新的 CR-TC，用去离子水以 0.1mL/min 活化 CR-TC 约 3min，如图 9-20 恢复工作流程。

注意：确认此时的 SRS 处于 OFF 状态。

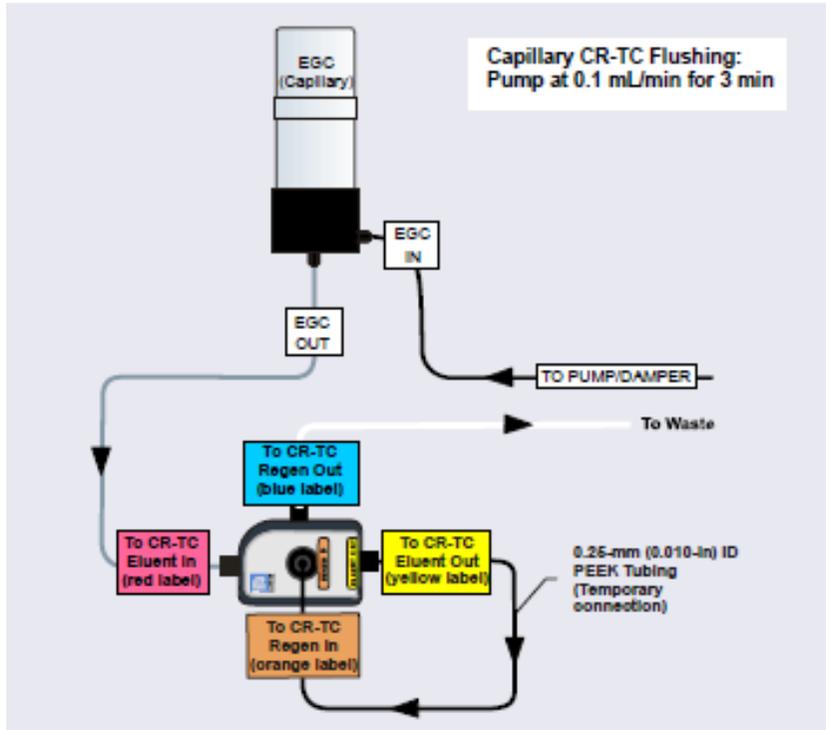


图 9-19. 活化毛细管 CR-TC 的流路示意图

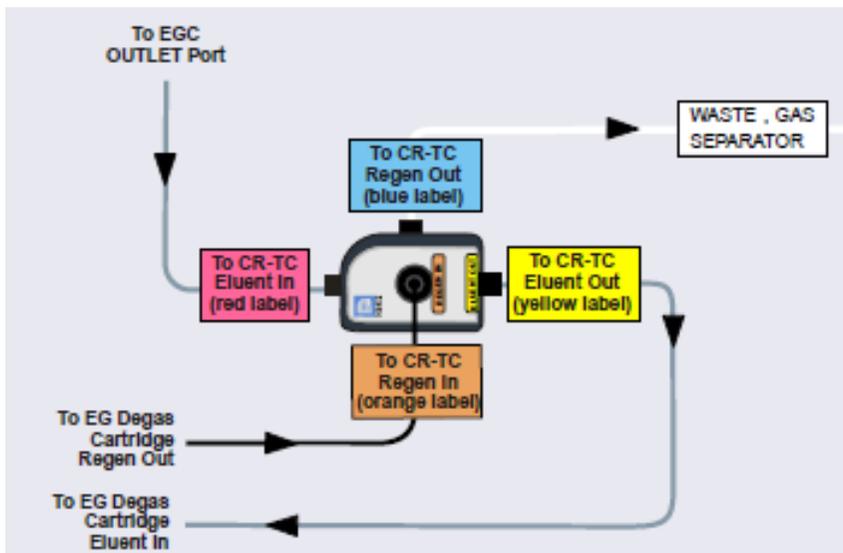


图 9-20. 毛细管 CR-TC 的工作流路示意图

9.9.2 活化常规 CR-TC

如图 9-21 所示，连接新的 CR-TC，用去离子水以 1.0mL/min 活化 CR-TC 约 10min，如图 9-22 恢复工作流程。

注意：确认此时的 SRS 处于 OFF 状态。

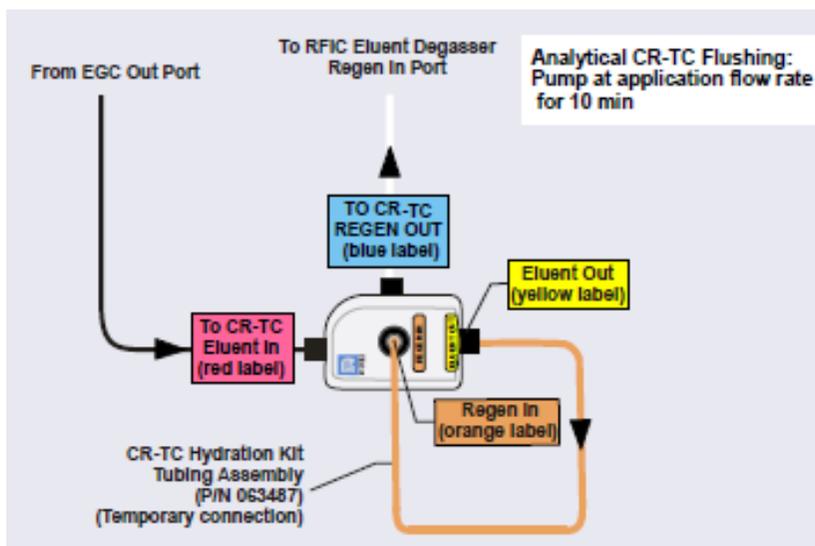


图 9-21. 活化分析型 CR-TC 示意图

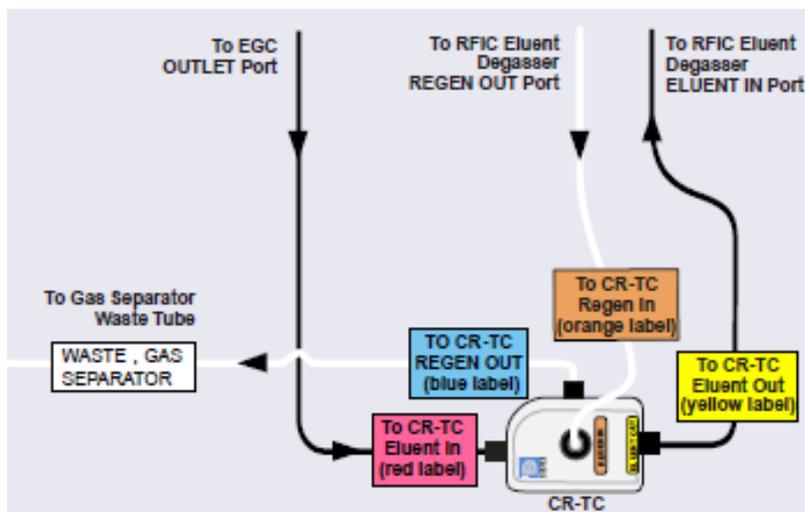


图 9-22. 分析型 CR - TC 工作流程示意图

9.10 更换泄漏传感器

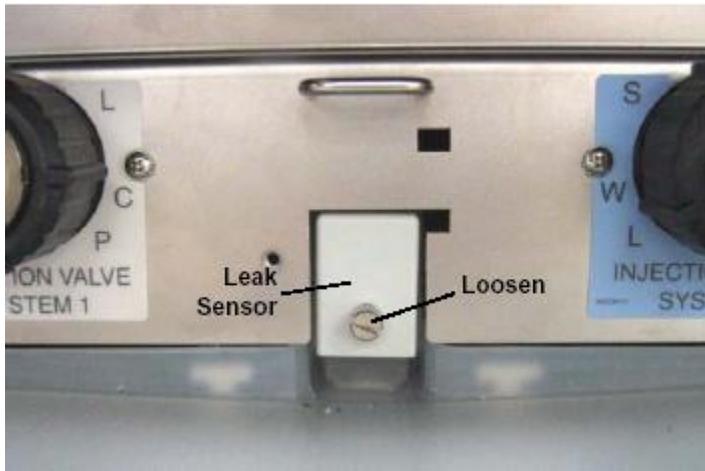


图 9-23. 泄漏传感器

- ① 关闭 DC 的电源，打开下层门；
- ② 拧松泄漏传感器（P/N 062437）的固定螺丝；
- ③ 拆除泄漏传感器，向前拉出直至看见电缆接头；
- ④ 拆开电缆接头；
- ⑤ 安装新的泄漏传感器，连接电缆；
- ⑥ 将新的泄漏传感器复位，并用螺丝固定；
- ⑦ 确认泄漏传感器底部没有与漏液收集盘接触。

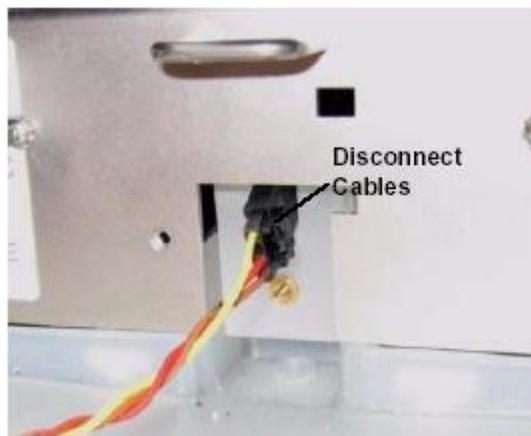


图 9-24. 泄漏传感器的电缆

9.11 更换高压（进样）阀



图 9-25. 进样阀位置示意图

- ① 关闭 DC 的电源，打开下层门；
- ② 拆除进样阀上的接头和管路；
- ③ 逆时针旋下黑色固定环，向前抽出阀体；
- ④ 对准阀体的凹槽，插入新阀；
- ⑤ 重新安装固定环、接头和管路，恢复操作。

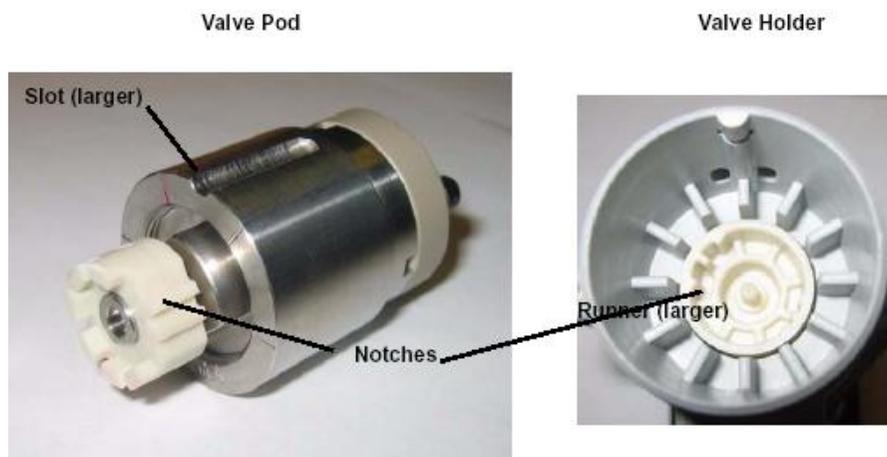


图 9-26. 进样阀体的细节

9.12 更换毛细管柱



图 9-27. 拆卸毛细管示意图

- ① 停泵，打开 DC 上层门；
- ② 拆除进样阀上 ELUENT OUT 的接头和柱盒上 ELUENT OUT 的接头（见图 9-27）；
- ③ 拧松 IC 立方上的固定螺丝，向前抽出柱盒；
- ④ 参照图 9-28 安装毛细管柱及连接管路；
- ⑤ 关闭柱盒，插回 IC 立方，恢复管路。

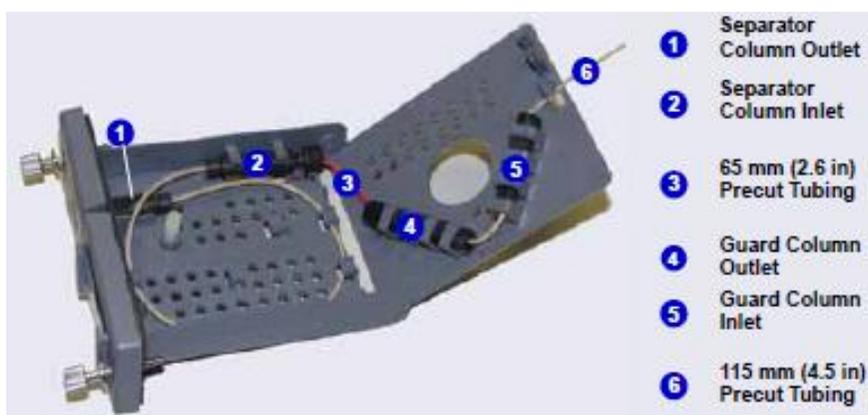


图 9-28. 拆卸毛细管示意图

注意：为了保证优异的色谱峰型，毛细管柱的连接管有固定的规格和程度，不能随意截取，如果需要替换，请订购 IC 立方管路套件：

9.13 校正电导池

- ① 进入 Chromeleon 的 Wellness 面板，在 External Conductivity Cell Calibration 中点击 Instruction，了解操作过程；
- ② 将泵的出口与电导池进口用至少 1000psi 的反压管连接；
- ③ 在 External Conductivity Cell Calibration 中点击 Cell 35C 的命令，等待电导池升温并稳定至少 5min；
- ④ 以 1.0mL/min 的流速注入 0.001M KCl (0.07456g KCl 定容至 1L) 校正溶液；
- ⑤ 等待电导值稳定后（至少 15 分钟）执行 Calibrate 命令；
- ⑥ 电导值应是 $147 \pm 2 \mu S$ ；
- ⑦ 点击 Log，储存新的校正值；
- ⑧ 用去离子水清洗电导池至电导读数接近于零后停泵；
- ⑨ 将管路恢复原状。

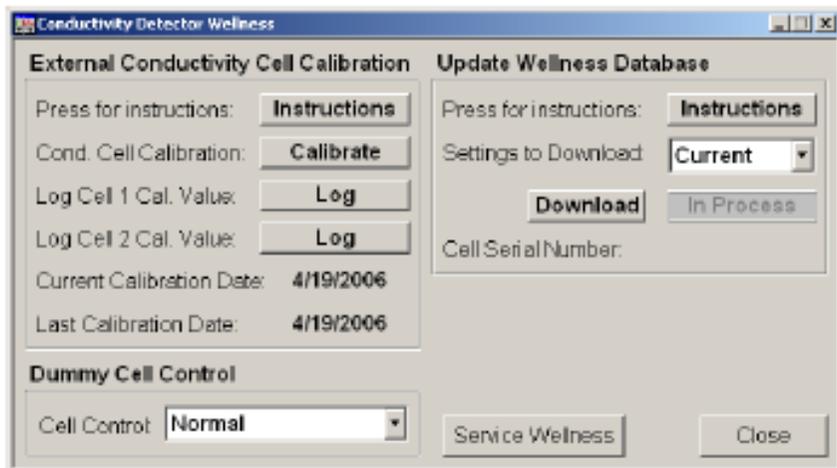


图 9-29. 电导检测器的 Wellness 面板 (CM 6.8)

9.14 更换抑制器

- ① 停泵，关闭 DP/SP 和 DC 的电源；
- ② 打开 DC 上层门，拆除抑制器的连接管路和电缆；
- ③ 按照先向左再向外的顺序拆除抑制器；
- ④ 安装活化好的抑制器；
- ⑥ 重新连接管路和电缆，恢复操作。

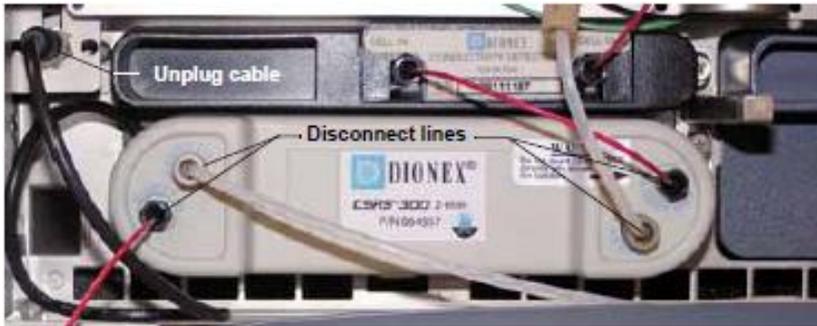


图 9-30. 更换抑制器

9.15 拆卸 CD

- ① 停泵，关闭 DC 的电源，打开 DC 前门；
- ② 拆除 CELL IN 和 CELL OUT 的连接管路；
- ③ 按照先向左再向外的顺序拆除抑制器；
- ④ 按住检测器下方的固定销，向前取出检测器。



图 9-31. 拆卸 CD

9.16 更换安培池的垫片

注意：为了避免污染电极，建议戴手套进行此项操作。



图 9-32. 拆卸安培池

- ① 关掉安培池，停泵，关闭 DC 的电源，打开 DC 前门；
- ② 拆除安培池进出口的连接管路和两条连接电缆；
- ③ 向前拔出安培池；

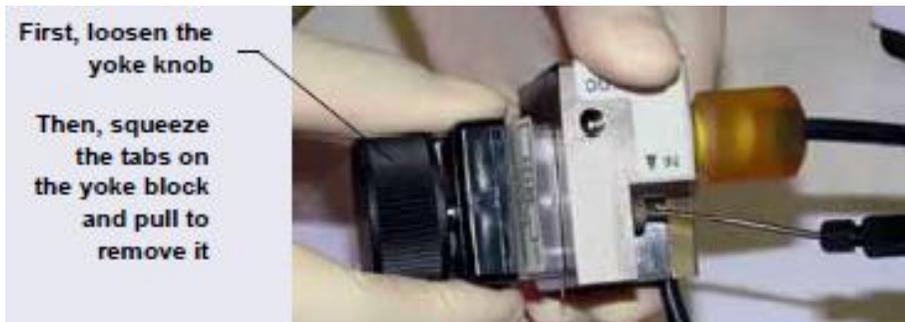


图 9-33. 拆卸安培池

- ④ 拧松工作电极固定旋钮，夹住工作电极固定块两侧的卡销将其拖出定位孔后，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（注意：垫片的一端露出池体），仔细检查垫片是否平整的与池体贴合，没有皱摺或气泡；

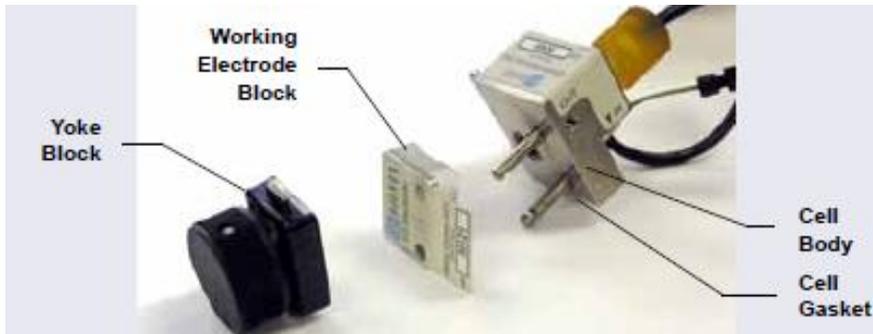


图 9-34. 安培池部件的分解图

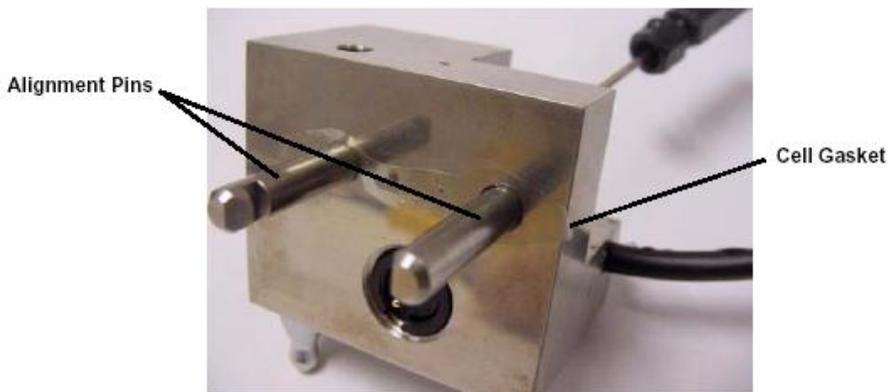


图 9-35. 安装安培池的垫片

- ⑧ 重新安装工作电极固定块，拧紧旋钮时听见“咔嗒”声即可；
- ⑨ 将安培池复位，连接电缆和管路；
- ⑩ 开泵，等待压力稳定后再接通安培池电源。

9.17 抛光工作电极

注意：为了避免污染电极，建议戴手套进行此项操作；

AAA 电极（P/N 055832）初次安装前不需要抛光；

必须使用专用工具（P/N 036313）抛光电极；

粗（coarse）、细（fine）抛光粉必须分别使用两块抛光板；

初次安装前使用细抛光粉；

灵敏度下降时先使用粗抛光粉，再使用细抛光粉。

不同类型的电极不能使用同一块抛光板。

- ① 拆卸并分解安培池，取下工作电极；
- ② 将抛光板的皮面向上放在平整的工作台上；
- ③ 在抛光板上倒少许抛光粉，用去离子水混合成糊状；
- ④ 用手按住工作电极，在抛光板上划“8”字；
- ⑤ 用去离子水冲洗工作电极（不必清洗抛光板）；
- ⑥ 用清洁、潮湿、无纤维的软布擦干工作电极；
- ⑦ 重新安装安培池，恢复操作。

9.18 更换参比电极

参比电极（P/N 061879）的使用时限大约在3个月左右，不使用时应将其浸泡在1M KCl溶液中。出现以下几种情况时，可能需要更换参比电极：

- ① pH 读数不正常；
- ② Ag/AgCl 参比电位漂移；
- ③ 基线噪音大；
- ④ 抛光工作电极后灵敏度依然偏低。



图 9-36. 拆卸参比电极

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并校正（见 9.19）；
- ⑤ 打开安培池进出口的接头，安装新参比电极。



图 9-37. 保存参比电极

注意：参比电极的 O 型圈用于安培池的密封，保护帽的 O 型圈用于保存参比电极的密封。

9.19 校正参比电极

- ① 停机，拆卸安培池，旋松并取下参比电极；
- ② 用去离子水冲洗参比电极顶端的空腔；
- ③ 重新连接参比电极的电缆后进入 Chromeleon 的 Wellness 面板（见图 9-37）；
- ④ 将参比电极浸入 $\text{pH} = 7$ 的缓冲溶液中，等待 pH 稳定后点击“**pH 7**”；
- ⑤ 取出参比电极洗净、擦干，再浸入第二种缓冲溶液中，等待

pH 稳定后点击“2nd buffer”；；

- ⑥ 打开安培池进出口的接头，安装参比电极；
- ⑦ 重新安装安培池，恢复操作。

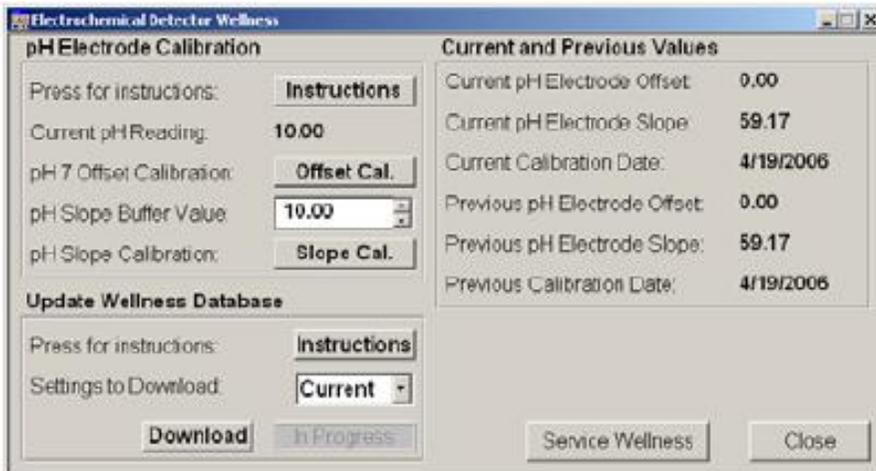


图 9-38. 校正参比电极

9.20 安装毛细管 IC 的参比电极



图 9-39. 参比电极的 O 型圈

- ① 拆卸安培池进出口的密封接头；
- ② 用镊子取下参比电极顶部的 O 型圈；
- ③ 用镊子将毛细管 IC 专用垫圈放入安培池底部（见图 9-39）；
- ④ 仔细检查垫圈不要挡住安培池的进、出口（见图 9-40）；
- ⑤ 将去除 O 型圈的参比电极装入安培池。

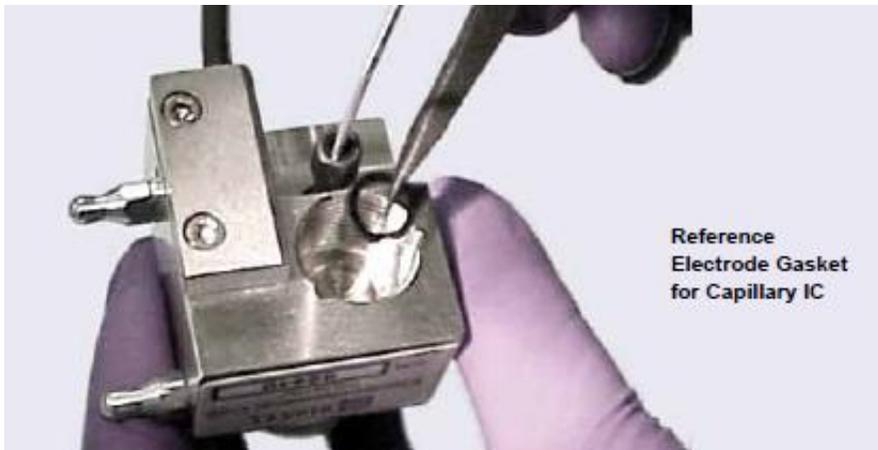


图 9-40. 参比电极的 O 型圈



图 9-41. 参比电极的 O 型圈



图 9-42. 安装参比电极

9.21 安装常规 IC 的参比电极

- ① 拆卸安培池进、出口的密封接头；
- ② 将含有 O 型圈的参比电极装入安培池；
- ③ 重新连接进、出口的管线；
- ④ 开泵，待压力稳定后打开安培池开关。

9.22 更换参比电极的 O 型圈

- ① 停机，拆卸安培池；
- ② 旋松并取下参比电极；
- ③ 用去离子水冲洗参比电极顶端的空腔；
- ④ 拆除参比电极底部的 O 型圈；
- ⑤ 安装新的参比电极 O 型圈（P/N 014067）；
- ⑥ 打开安培池进出口的接头，安装参比电极；
- ⑦ 重新安装安培池，恢复操作。

9.23 安装 PdH 型参比电极

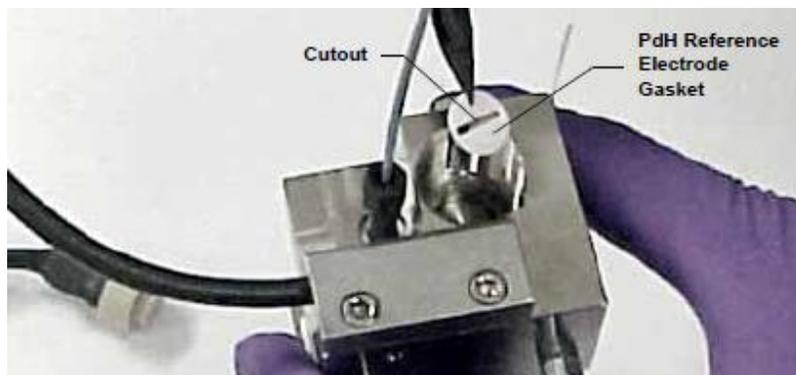


图 9-43. 安装 PdH 参比电极垫片



图 9-44. 垫圈的狭缝需要与安培池进、出口对齐

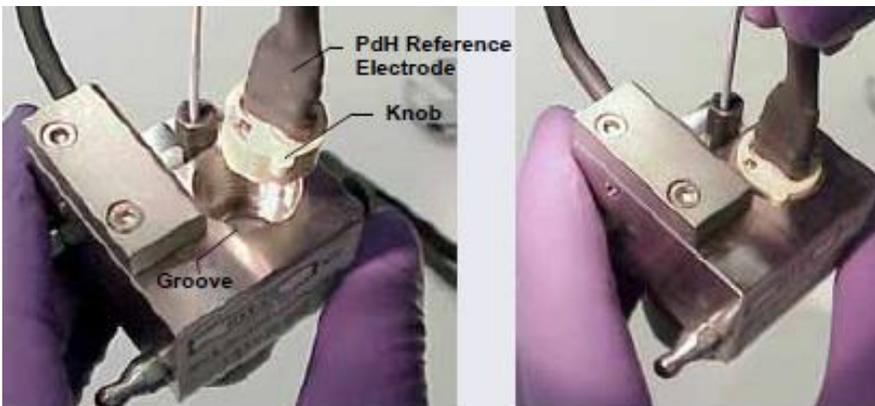


图 9-45. 安装 PdH 参比电极



图 9-46. 拧紧固定螺帽

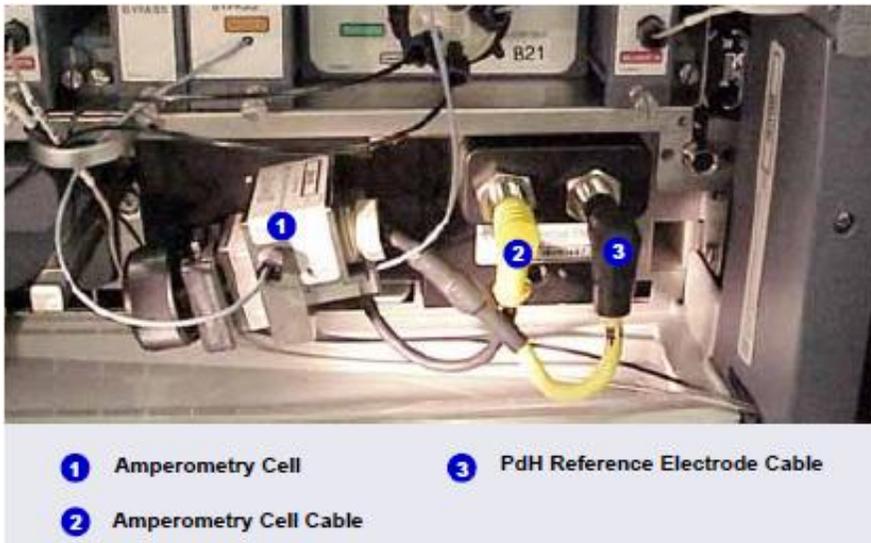


图 9-47. 安装安培池

完成以上操作后，设置泵流速 0.01mL/min，EG 浓度 100mM，将参比电极的类型选为 PdH，冲洗 1 小时。

9.24 更换 ED

- ① 停泵，关闭 DC 的电源，打开 DC 前门；
- ② 拔掉电缆，拆除安培池；
- ③ 按住检测器下方的固定销，向前取出检测器。

附录. 技术指标

DP/SP

| 技术指标 | |
|------------|---|
| 类型: | 串联双柱塞 |
| 结构: | 化学惰性流路 (PEEK), 耐受 pH0 ~ 14 电解质溶液和反相有机溶剂 |
| 压力: | 0 ~ 5000psi |
| 流速 (常规型): | 0.0 ~ 10.000mL/min 改变量 0.001mL/min (无需改变泵头) |
| 流速 (毛细管型): | 0.000~ 3.000mL/min 改变量 0.0001mL/min (典型工作范围 0.005 ~ 0.020mL/min) |
| 流速精确度: | < 0.1%(毛细管型和常规型皆可达到) |
| 流速精密度: | < 0.1% |
| 压力波动: | < 1.0%(1.0mL/min) < 0.25%(0.01mL/min, 使用阻尼器) < 1.0%(0.01mL/min, 不使用阻尼器) |
| 真空脱气机: | 内置单通道 (常规型等度泵) 内置四通道 (常规型梯度泵) 可选单通道 (毛细管型) |
| 密封圈清洗系统: | 标准配置, 自动运行 |
| 梯度混合方式: | 低压四元梯度 (常规型梯度泵) 高压淋洗液发生器 |
| 梯度变化方式: | 支持线性/非线性梯度 (常规型) |

| | |
|------------------|--|
| 梯度混合精度 (常规型): | ±0.5%(2.0mL/min) |
| 泄漏传感器: | 光学, 标准配置 |
| 物理参数 | |
| 电源: | 90 ~ 265V, 47 ~ 63Hz 自动感应式电源无需手动调节电压。 |
| 输入功率: | 28W |
| 外形尺寸: | 21×36×48cm(宽×高×长) |
| 重量: | 24.1kg(DP) 20.4kg(SP) |
| 环境要求 | |
| 工作温度: | 4 ~ 40°C |
| 环境湿度: | 5 ~ 95% (相对湿度) |

EG

| | |
|------------------|---|
| 技术指标 | |
| 浓度范围: | 0.1 ~ 100mM (常规型) 0.1 ~ 200mM (毛细管型) |
| 淋洗液类型: (毛细管型) | KOH MSA |
| 淋洗液类型: (常规型) | KOH, LiOH, NaOH MSA |
| 最大操作压力: | 3000psi (常规型) 5000psi (毛细管型) |

| | |
|-----------|----------------------|
| 有机溶剂兼容能力: | 25% 甲醇 (阴离子) |
| 物理参数 | |
| 电源: | 90 ~ 265V, 47 ~ 63Hz |
| 外形尺寸: | 23×41×56cm(宽×高×长) |
| 重量: | 25kg |
| 环境要求 | |
| 工作温度: | 4 ~ 40℃ |
| 环境湿度: | 5 ~ 95% (相对湿度) |

DC

| | |
|--------|--|
| 技术指标 | |
| 温度范围: | 10 ~ 70℃ (下半区) |
| (分区控温) | 15 ~ 40℃ (上半区) |
| 温度准确度: | ±0.5℃ |
| 温度稳定度: | ±0.2℃ |
| 温度精度: | ±0.2℃ |
| 进样阀: | 1 ~ 2 个六通或十通电动阀 |
| 柱直径: | 1 ~ 9mm |
| 柱长: | ≤ 250mm |
| 泄漏传感器: | 光学, 标准配置 |
| 抑制器 | |
| 容量: | ASRS 300 (4mm) — 200µeq/min CSRS 300 (4mm) — 110µeq/min ASRS 300 (2mm) — 50µeq/min |

| | |
|-------|---|
| | CSRS 300 (2mm) — 37.5 μ eq/min AMMS 300 (4mm) — 150 μ eq/min CSRS 300 (4mm) — 150 μ eq/min AMMS 300 (2mm) — 37.5 μ eq/min CMMS 300 (2mm) — 37.5 μ eq/min AAES — 25 μ eq/min CAES — 25 μ eq/min ACES(0.4mm) — 2.0 μ eq/min CCES(0.4mm)— 1.5 μ eq/min |
| 死体积: | SRS 300 (4mm) < 50 μ L SRS 300 (2mm) < 15 μ L MMS 300 (4mm) < 50 μ L MMS 300 (2mm) < 15 μ L AMMS ICE 300 (4mm) < 50 μ L AMMS ICE 300 (2mm) < 15 μ L AAES < 35 μ L CAES < 35 μ L ACES(0.4mm) < 1.0 μ L CCES(0.4mm) < 1.0 μ L |
| 物理参数 | |
| 电源: | 90 ~ 265V, 47 ~ 63Hz |
| 外形尺寸: | 42×44.5×57cm(宽×高×长) |
| 重量: | 38kg |
| 环境要求 | |

| | |
|---------------|-------------------------------------|
| 工作温度: | 4 ~ 40°C |
| 环境湿度: | 5 ~ 95% (相对湿度) |
| 电导检测器 | |
| 电路: | 微处理器控制的数字信号, 自动调节量程 |
| 池驱动: | 8kHz 方波 |
| 线性: | 1% |
| 分辨率: | 0.00238nS/cm |
| 模拟输出范围: | 0 ~ 15000μS |
| 数字输出范围: | 0 ~ 15000μS |
| 电噪音(湿池): | < 0.2nS(23μS/cm) < 0.1nS(1μS/cm) |
| 响应时间: | 0 ~ 10s (可编程控制) |
| 采样频率: | 1 ~ 100Hz (设置或自动) |
| 电导池温度: | 高于柱箱温度 5°C (最高 60°C) |
| 池温稳定性: | < 0.001°C |
| 温度补偿: | 0.0 ~ 3.0%/°C (默认值 1.7%/°C) |
| 最高压力: | 1500psi |
| 池体积: | 0.7μL (常规型), 0.02μL (毛细管型) |
| 电极: | 316 型不锈钢电极(兼容 MSA) |
| 电导池材料: | 化学惰性材料 |
| 热交换器 (常规型) | 曲折流路, 低轴向扩散 |
| 外形尺寸: | 16.7×6.9×9.9cm(宽×高×长) |
| 重量: | 400g |
| 电化学检测器 | |

| | |
|----------|---|
| 电路: | 微处理器控制的数字信号 |
| 输出范围: | 50pC ~ 200 μ C (积分安培) 5pA ~ 74 μ A (直流安培) |
| 电位范围: | -5.0 ~ 5.0V (0.001V 增量) |
| 电噪音(湿池): | < 50pC(10mM KOH, 直流安培, GC 电极) |
| 响应时间: | 0 ~ 10s (可编程控制) |
| 池体材料: | 钛 |
| 工作电极: | 金、银、铂、玻璃/碳 |
| 参比电极: | pH-Ag/AgCl 复合电极 (常规型/毛细管型) Pt/Pd 复合电极 (毛细管型) |
| 最高压力: | 100psi |
| 池体积: | 0.2 μ L |
| 外形尺寸: | 16.7 \times 6.9 \times 9.9cm(宽 \times 高 \times 长) |
| 重量: | 400g |