

FT2301 维护和保养

1、 试验操作

1.1 溶液配制

1)、氢氧化钠溶液

10g/L (10g 优级纯氢氧化钠溶于 1000mL 水中)。

2)、硝酸溶液

1+2 (V+V) (150mL 优级纯硝酸加入 300mL 水中混匀)。

3)、总离子强度调节缓冲溶液

称取 294g 分析纯柠檬酸三钠和 20g 优级纯硝酸钾溶于约 800mL 水中,用硝酸溶液(1.2)调节 PH 值为 5.5 (调 PH 时,可以使用酸度计,可以使用仪器自带的 PH 电位测试功能:即将 PH 电极和双盐桥甘汞电极插入溶液测试,测试时点开“系统调试”,点击“J3”,再点击“执行”,即可打开 PH 电位测试,PH 电位调节到 85mV),再用水稀释到 1L。贮于塑料瓶中备用。

4)、氟标准溶液

称取预先在 120℃干燥约两小时的优级纯氟化钠 1.1051g 于烧杯中,加水溶解,用水洗入 1000mL 容量瓶中并稀释到刻度,摇匀,贮于塑料瓶中备用。此溶液浓度为 500ug/mL。

5)、双盐桥饱和甘汞电极内充液

a) 内盐桥溶液

将足够量优级氯化钾溶于 500mL 水中,继续加入氯化钾直至不再溶解。

b) 外盐桥溶液

将足够量优级纯硝酸钾溶于 1000mL 水中,继续加入硝酸钾直至不再溶解。

6)、盐桥制作

加热溶解 5g 硝酸钾和 0.75g 琼脂粉于 25mL 水中,煮沸并除掉气泡,立即注入 U 形玻璃管内(在短边套上塑胶管)。冷却 U 形管至管内的琼脂变成白色,盐桥做好后浸泡在饱和硝酸钾溶液中(同第 5 项的外盐桥溶液)。

注: 以上配制均需电阻率大于 3MΩ 的去离子水。

1.2 分析操作流程

1)、气源检查

每天实验前都须检查氧气减压阀的读数，氧气出口压力为 0.1MPa，总压力表的压力不得低于 1MPa。此项检查须强制执行，以免损坏仪器。

2)、加热参数设置

点击设置->参数设置，将高温炉设置成 1100℃，制冷水箱温度设置成 10℃，此时氧气阀自动打开，调节氧气流量计的流量至 400mL/min。

在定义方法中定义好样品的浓度、定容体积等（方法中定义好了后，不能轻易改变）。

3)、初始化滴定系统

单击“测试 F 初始化”，初始化测氟管路（每天只需做一次，如果上下午间隔时间久，下午上班时也需做一次）。

4)、活化测量系统

添加两个“Fk”项目，并在滴定池相应位置插好氟电极、参比电极、PH 电极。点击“开始滴定”。点击分析->自动滴定，点击“开始滴定”（若没有勾选“自动滴定”，第一个 Fk 滴定完成后，第二个 Fk 需手动触发）。

注：参比电极为单盐桥甘汞电极。单盐桥甘汞电极插入前需保证内盐桥溶液里有少许晶体，若内盐桥里没有结晶了，须用镊子加入 KCl 颗粒。

5)、系统跑空样

待高温炉温度达到 1100℃后，执行“分析”菜单中“分解预处理”对分解通道预通蒸汽浸润处理。

6)、集液杯初始化

待 Fk 和系统跑空样分解全部完成后，单击“集液杯初始化”，清洗集液杯。

7)、称取样品并放入放样盒

称取 0.5g 左右的煤样，记录样重精确至 0.0001g。再在煤样上均匀地加入 0.5g 石英砂，用回形针拌匀，再在煤样上覆盖一层薄薄的石英砂。称好煤样后用镊子将瓷舟放入石英舟中。

8)、添加样品信息

添加两个“F”试验项目，并将称好的样品重量、水分等信息依次输入（前面的样品对应内通道瓷舟，后面的样品对应外通道瓷舟）。

9)、开始分解

单击“开始分解”按钮，弹出“分解完成是否自动进行试液分析”的对话框，若选“是”，则样品分解完成自动完成试液分析，若选“否”，样品分解完成后需手动点击“开始滴定”，触发单个样品分析。在系统提醒盖上放样盒盖子时，盖上并锁紧放样盒盖子。

10)、试液分析

系统报讯时，煤样分解完成，自动进行氟试液分析。若点击开始分解时，在选择“分解完成是否自动进行试液分析”，选择了“否”，则需手动进行单个试液分析。若分解完成后，还有样品需进行分解，则转至7)依次进行操作。

11)、试验后维护

试验完成后，下班前的处理：

S1：将电极拿出来用超纯水清洗，将氟电极、玻璃电极用滤纸轻轻吸干水后，套好电极保护套，装入电极盒子保存，将参比电极外盐桥溶液倒掉并清洗，内盐桥套上黑色保护套，装入电极盒保存（若第二天接着测氟，则此步不用做）。

S2：清洗各种溶液管路：（此步需每天做）。

用纯水替换标准溶液瓶，在硬件调试界面，将抽液的次数设置为“40”，点击“抽液”即可触发微量泵抽液40次；

2、日常维护

2.1 送样机构

1)、送样杆

送样杆属于耗材，送样杆一般不会损坏，若出现损害，请联系售后进行更换。

2)、石英舟

石英舟属于耗材，为了使石英舟的使用寿命更长，请务必在退样之前将放样盒的积水擦拭干净。石英舟出现掉皮，断裂现象时，请先将炉子降温。温度降下来后，将冷凝管和高温燃烧管的固定夹取下，用硅胶管将脱落的大碎片推到放样盒然后清理干净。

对于小碎片，可考虑用氧气进气管朝燃烧管出口吹走（减压阀出口压力调至 0.2MPa 左右）。此方法亦可用来处理洒落的石英砂、煤灰。

2.2 蒸发炉

若进入冬季，实验室放假无人维护，且实验室温度得不到保障时，请参考 3.2.3 水蒸气调试章节，直到系统提示缺水为止，即将蒸发瓶的水位降至最低水平，以免结冰而损坏蒸发瓶。

若仪器很久不用，请参考 3.2.3 蒸发瓶加水调试章节，加水调试 10min 以上，使蒸发瓶的水质清洁。

2.3 高温炉

1)、燃烧管维护

燃烧管属于耗材，发现冷凝液量明显偏少时，请联系售后进行更换。

若出现样品爆燃、喷煤现象，将冷凝管和高温燃烧管的固定夹取下，再用氧气进气管朝燃烧管出口吹走（减压阀出口压力调制 0.2MPa 左右）煤灰。

2)、连接管维护

连接管属于耗材，一般不会损坏，但同其发生关系的密封圈需要定期进行维护，若发现气密性检查通不过，或者发现冷凝液量明显偏少时，请联系售后进行更换。

2.4 冷凝管

冷凝管属于耗材，一般不会损坏。若出现破裂情况，请联系售后更换。

若出现样品爆燃、喷煤现象，若冷凝管被污染，将冷凝管固定夹取下。轻度污染时，用直接用洗瓶冲洗冷凝管内管。若出现重度污染，冷凝管壁的煤焦油清洗不干净时，或者沾在冷凝管内管里的样品清理不干净时，可联系售后，将冷凝管整体拆下，放入马弗炉里以 900 灼烧 30min 即可。

冷凝管里所填充的高温棉需视情况进行更换，当发现高温棉变黑时，需要及时更换，更换后需保证两边的冷凝液量基本一致。

2.5 集液池

若出现样品爆燃、喷煤现象，需检查集液池是否被污染，若出现污染，需用移液管对集液池进行清洗。

2.6 滴定池

滴定池是需要特别关注的地方，尤其是滴定池的搅拌速度。搅拌速度影响着测量的稳定性，需要定期关注。

若发现滴定池搅拌速度异常（不搅拌或者搅拌速度不均匀），请联系售后进行维护。

2.7 电极相关

1)、银电极

银电极若很久不用，需要用细砂纸将其裸露的银丝打磨光滑。

2)、氟离子选择性电极

氟离子选择性电极为精密元件，使用时应特别小心。不用时，用超纯水清洗干净，再用滤纸将其检测头的水轻轻吸干，套好保护套。

3)、参比电极

参比电极在不使用时，应用纯水冲洗干净，并套上保护套。

4)、PH 电极

PH 电极为玻璃外壳，使用时应特别小心。不用时，应将其检测头套好保护套。

5)、U 形盐桥

盐桥制作好后一般浸泡在饱和硝酸钾溶液溶液中。若发现盐桥两端琼脂软化，则需重新制作。

2.8 标准溶液室

标准溶液室在试验时可打开，可实时观察试剂瓶里的溶液剩余量。每天试验后，需清洗相关管路，尤其是缓冲溶液试剂瓶。清洗办法参考 4.2 下班后维护章节。