

实验室仪器使用培训-离子色谱仪

汇报人：贾伟

时 间：2018-3-16

离子色谱发展史



- 1975年，H. Small先生发表的第一篇抑制型离子色谱的文章。
- Dow公司率先提出了离子色谱的概念。
- Durrum仪器公司从Dow化学公司在上世纪七十年代购买了其有关离子色谱的专利权。
- Durrum公司开始正式生产商品化的离子色谱仪，第一台10型离子色谱仪诞生。
- 1975年，Dionex Corporation (Dow Ion Exchange) 戴安公司正式成立。
- 2003年，淋洗液在线发生器获匹兹堡展会金奖

离子色谱在中国的发展



1999年国际离子色谱成果奖

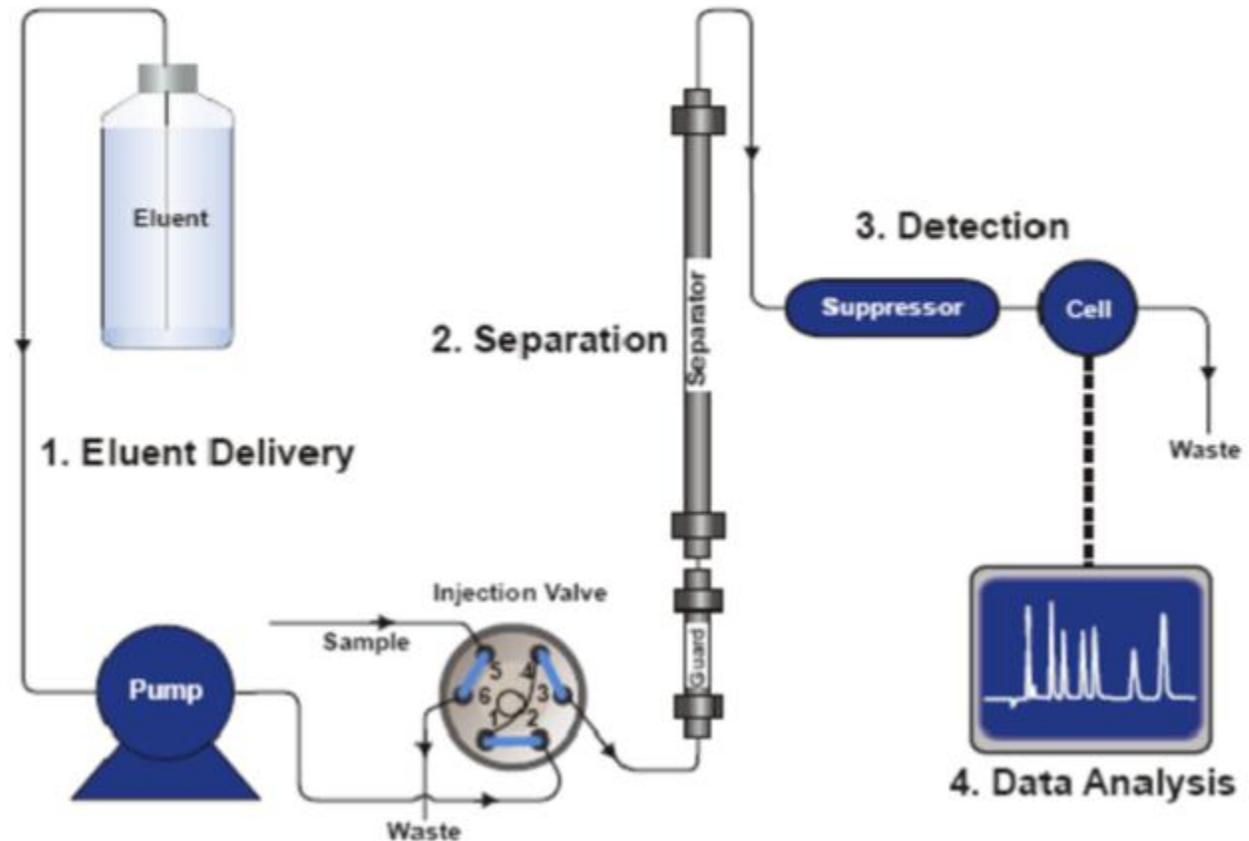
- ❖ 牟世芬教授发表了第一篇有关离子色谱的中文文章。
- ❖ 1985年，牟世芬教授将离子色谱最先进的理念引入到中国。
- ❖ 同年戴安公司开始在中国的业务
- 2001年，戴安中国有限公司正式成立。
- 全国离子色谱使用者中，80%以上为戴安公司的客户。

离子色谱的应用范围

1. 阴离子分析：首推和首选的方法
2. 阳离子分析：铵根离子，金属元素多价态分析

离子色谱在广义上是高效液相色谱的一种，是分析阴离子和阳离子的一种液相色谱方法。

狭义而言，离子色谱法是以低交换容量的离子交换树脂为固定相对离子型物质进行分离，用电导检测器连续检测流出物电导变化的一种色谱方法。



离子色谱的工作原理

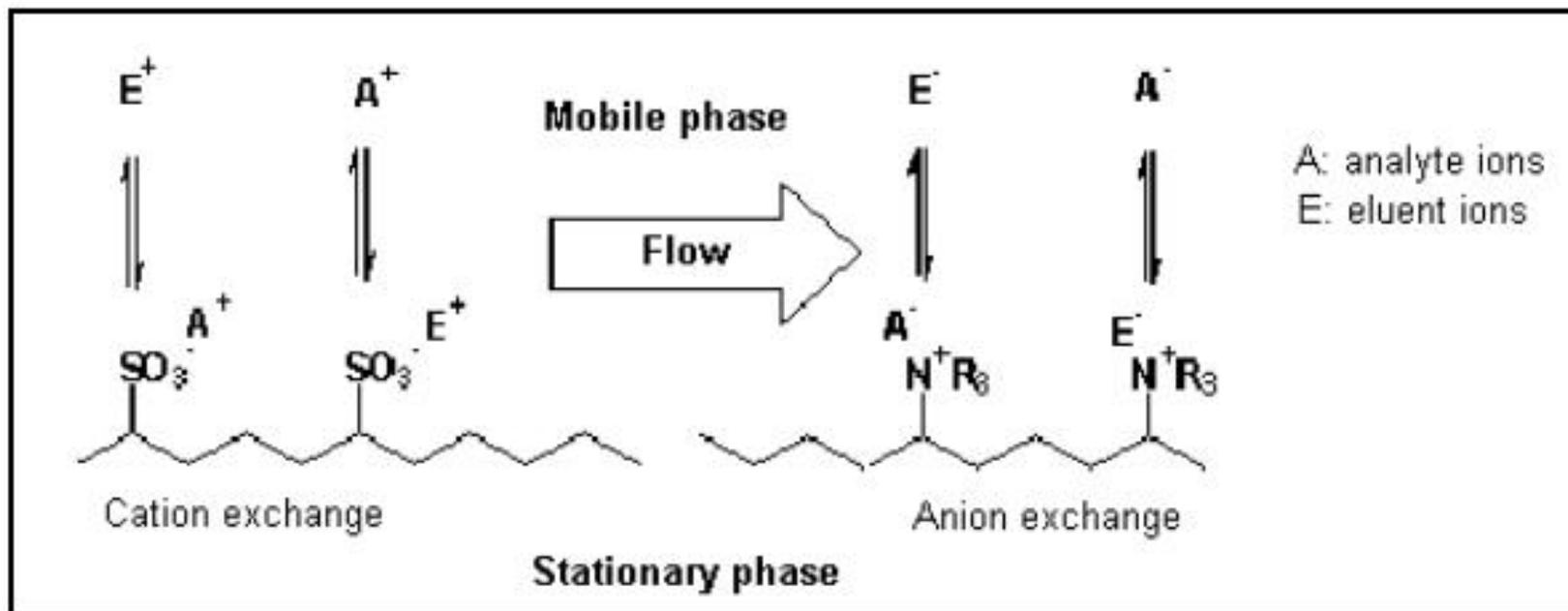
离子色谱的分离机理主要是离子交换，目前有三种分离方式，分别是离子交换色谱、离子排斥色谱和离子对色谱。

离子交换色谱

高效离子交换色谱，应用离子交换的原理，采用低交换容量的离子交换树脂来分离离子，这在离子色谱中应用最广泛。其主要填料类型为有机离子交换树脂，以苯乙烯二乙烯苯共聚体为骨架，在苯环上引入磺酸基，形成强酸型阳离子交换树脂，引入叔胺基而成季胺型强碱性阴离子交换树脂。

此交换树脂具有大孔或薄壳型或多孔表面层型的物理结构，以便于快速达到交换平衡，离子交换树脂耐酸碱可在任何pH范围内使用，易再生处理、使用寿命长，缺点是机械强度差、易溶易胀、受有机物污染。

离子色谱的工作原理



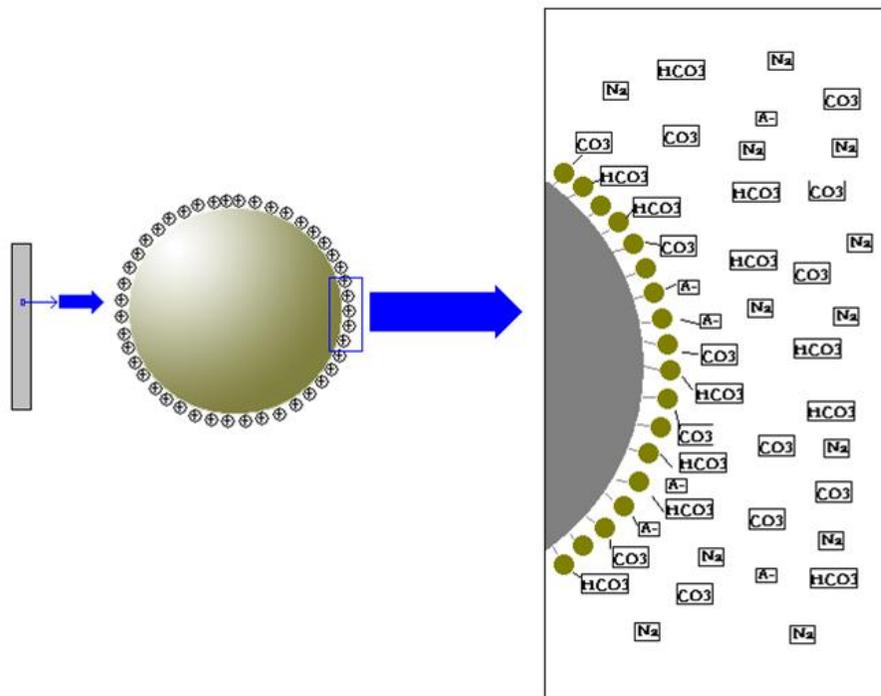
离子色谱中离子交换过程示意图。左边：阳离子交换，右边：阴离子交换

离子色谱的工作原理

以阴离子交换为例：

右图所示为阴离子色谱柱中填充附聚型阴离子交换树脂。

在流动相碳酸盐体系中发生离子交换的过程。由于离子和树脂的亲合力不同，在大量淋洗离子的作用下，发生反复解吸/吸附过程，从而产生分离。



离子色谱的使用介绍

- ❖ 准备工作
- ❖ 手动进样
- ❖ 运行记录
- ❖ 数据处理

离子色谱的使用介绍

- ❖ 淋洗液的配制：
- ❖ 常配置的流动相
 - ❖ ➤ 阴离子：碳酸氢钠+碳酸钠；
 - ❖ ➤ 阳离子：甲基磺酸
- ❖ 储液罐
 - ❖ ➤ 储液罐的材质为聚四氟乙烯
 - ❖ ➤ 淋洗液需超声或者加压脱气

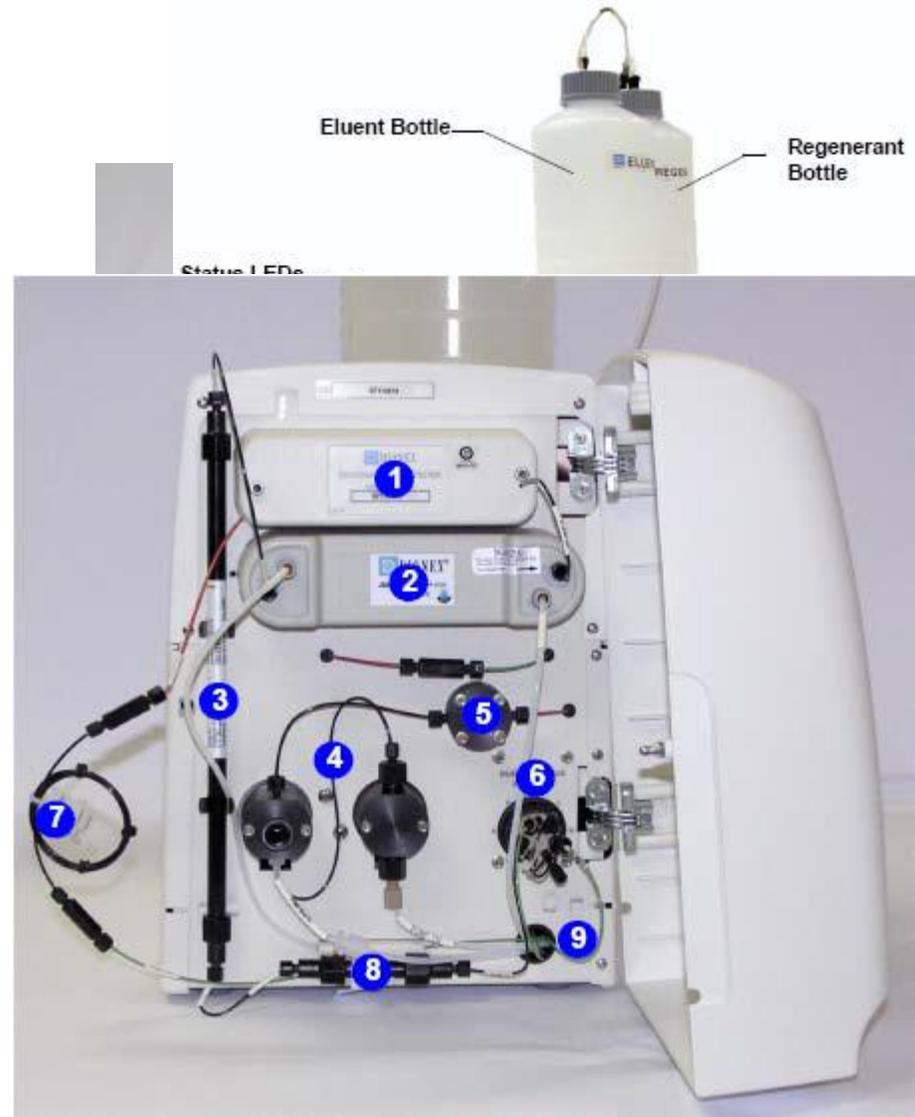
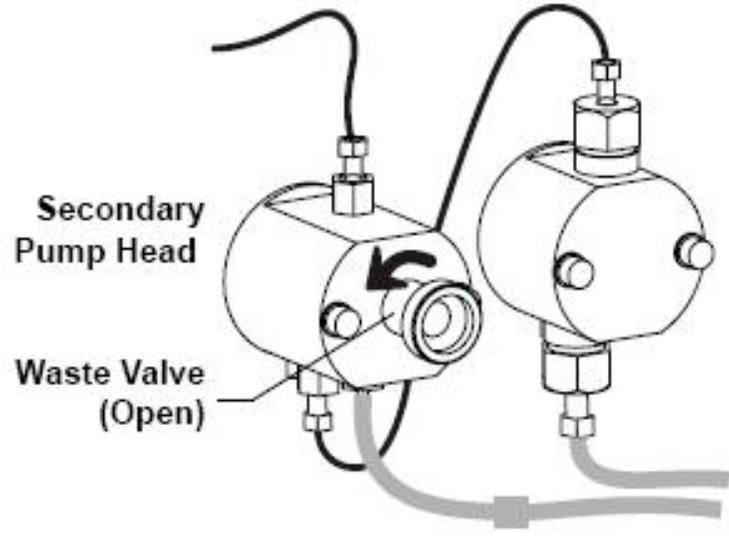


离子色谱的使用介绍

将压缩气瓶的输出压力调节至**0.2Mpa**，
淋洗液瓶的压力调节至**5psi**。

打开离子色谱电源开关，启动电脑，进入
chromel 操作软件和操作面板。

逆时针旋松左侧泵头的废液阀；开泵，以
工作流速冲洗至泵头下方废液管没有气泡；
缓慢旋紧废液阀（不要太紧！），待压力
上升时立刻停止。



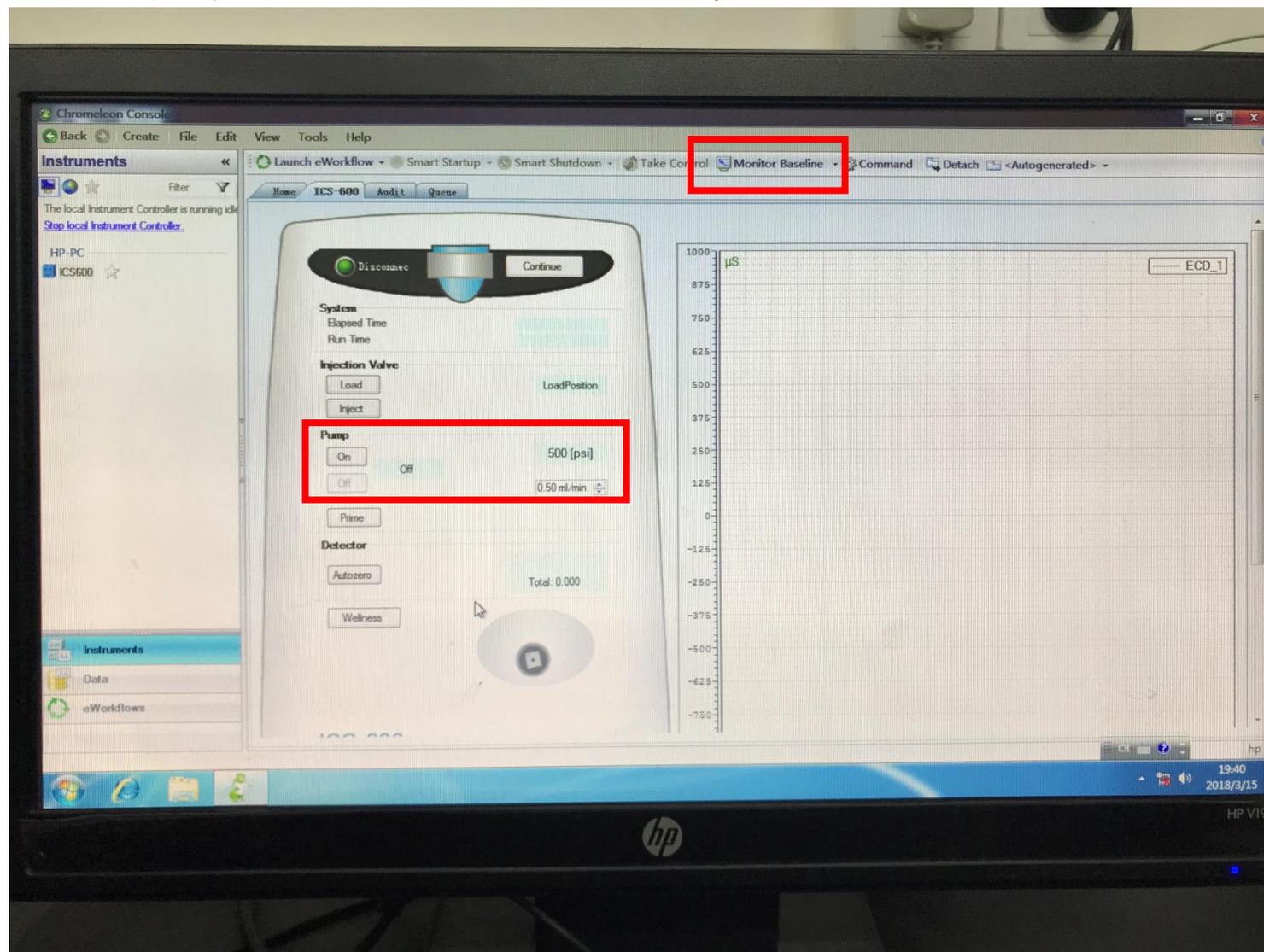
离子色谱的使用介绍

点击控制面板上的 Pump (泵) 上 On (开), 启动泵, 使流速1.0 mL/min

待压力上升为 **1000 psi** 以上后 打开抑制器电源。

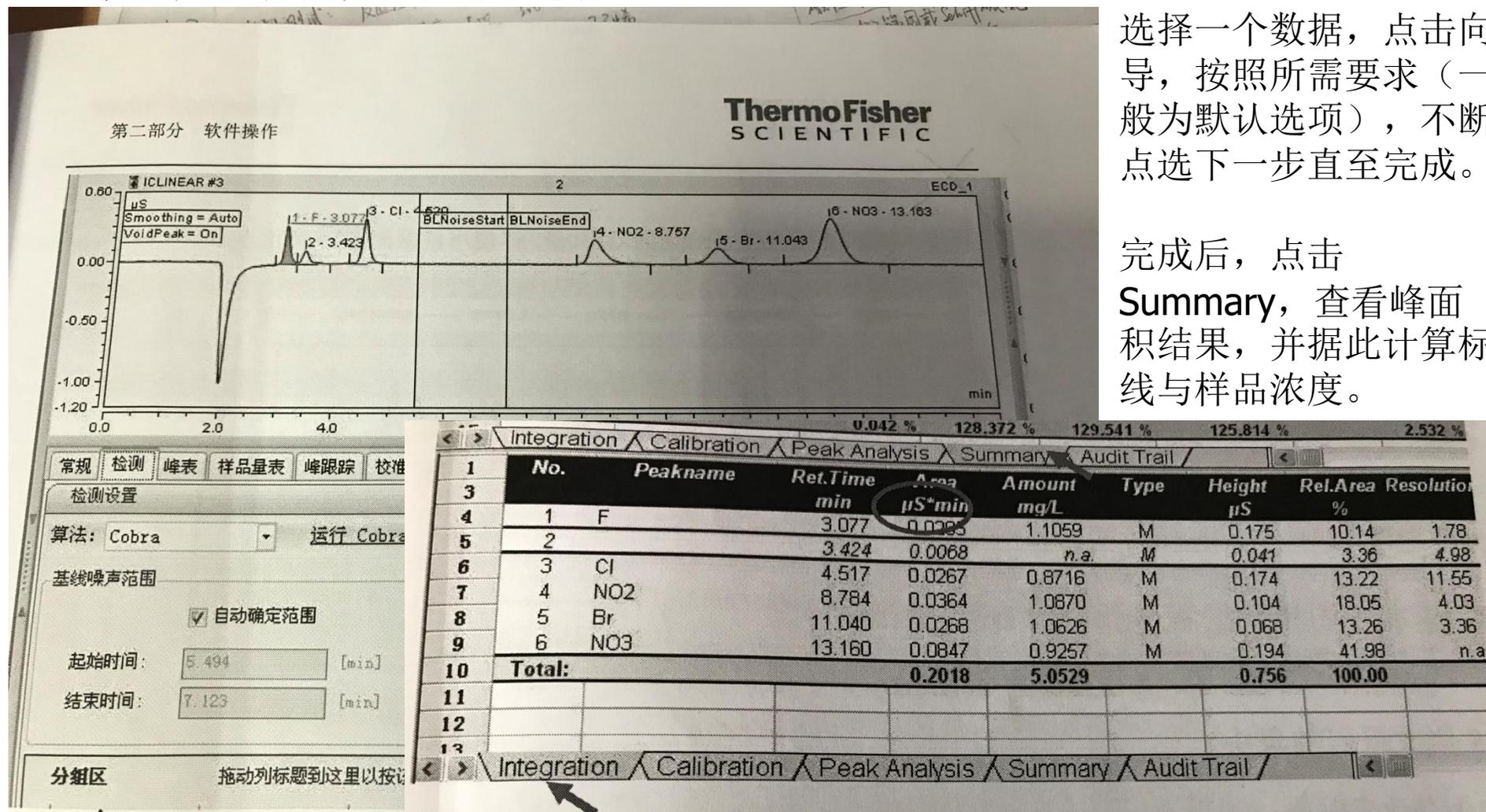
待仪器参数稳定后 开始运行基线。

待基线平整后开始 进样。



离子色谱的数据处理

主要依照产品手册第104页方法进行。



选择一个数据，点击向导，按照所要求（一般为默认选项），不断点选下一步直至完成。

完成后，点击 Summary，查看峰面积结果，并据此计算标线与样品浓度。

❖ 关机与仪器维护

关机

试验结束后，首先关闭抑制器电源，然后关闭Pump（泵），使pump（泵）处于off（关），关闭软件和电脑，关闭离子色谱电源开关，关闭氮气瓶主阀，释放余压。

ICS-600离子色谱操作注意事项

- 更换阴、阳离子系统时，必须取下保护柱、分析柱和抑制器，连接全部管路，冲洗相应的酸和碱溶液。
- 不能让碱性溶液进入到阳离子保护柱、分析柱和抑制器。不能让酸溶液进入阴离子保护柱、分析柱和抑制器。
- 离子色谱仪器最好一周运行一次，若超过1个月未用，抑制器必须活化，取下抑制器后从四个小孔中用高纯水注入10~30mL，放置30min后，重新连接后再使用，否则，容易损坏抑制器。
- 若柱压超过正常值200~300psi，则有可能管路及柱堵塞，取下抑制器，分别依次从保护柱接头开始，断开各接头，冲洗管路、柱及检测器进出口，检查堵塞之处。
- 若抑制器漏液，有可能连接电导检测器进口或出口管堵塞，使液体流不出去，撑破抑制器从而漏液。应立即取下抑制器，短接管路，观察电导检测器进口或出口管是否通畅出液，反之，更换管路和疏通。然后再连接抑制器。