

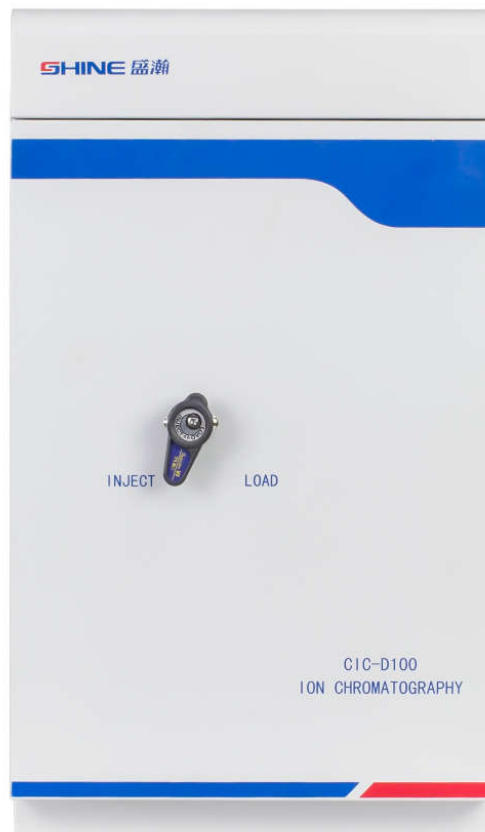
SHINE 盛瀚

离子色谱方案专家



鲁制 02000044 号

CIC-D100 型离子色谱仪 用户手册



青岛盛瀚色谱技术有限公司

版本 V2.0

目 录

引言.....	1
执行标准.....	2
1 仪器简介.....	3
1.1 仪器整机示意图.....	3
1.1.1 前面板.....	3
1.1.2 顶部.....	3
1.1.3 内部组件面板.....	4
1.1.4 后面板.....	4
1.2 仪器部件.....	5
1.2.1 平流泵.....	5
1.2.2 进样阀.....	5
1.2.3 色谱柱.....	5
1.2.4 柱温箱.....	6
1.2.5 电导检测器.....	6
1.2.6 抑制器.....	6
1.3 流路.....	6
2 仪器操作说明.....	8
2.1 流动相准备.....	8
2.1.1 水质要求.....	8
2.1.2 流动相的准备.....	8
2.2 样品准备.....	8
2.2.1 样品的选择与保存.....	8
2.2.2 样品预处理.....	8
2.2.3 样品的稀释.....	8
2.3 仪器控制.....	9
2.3.1 软件主界面.....	9
2.3.2 菜单栏.....	9
2.3.3 配套设备.....	10

2.3.4 配置.....	11
2.3.5 仪器管理.....	12
2.3.6 工具栏.....	12
2.3.7 主部件.....	13
2.4 数据处理.....	15
3 仪器操作规程.....	15
3.1 开机.....	15
3.2 设置操作条件.....	15
3.3 平衡系统.....	15
3.4 进样分析.....	16
3.5 关机.....	16
4 常见问题与解决方法.....	16
4.1 电导响应值高.....	16
4.2 压力波动.....	16
4.3 压力大.....	17
4.4 基线噪声大.....	17
4.5 基线漂移大.....	18
4.6 分离度差.....	18
4.7 重复性差.....	18
4.8 杂质峰.....	18
4.9 不出峰.....	19
4.10 线性不好.....	19
4.11 仪器控制异常处理.....	19
5 维修.....	20
5.1 泵单向阀的清洗和更换.....	20
5.2 进样阀的维修.....	20
5.3 色谱柱的储存和启用.....	20
5.4 更换电导池.....	20
5.5 更换抑制器.....	21
5.6 更换保险丝.....	21

附录1 仪器使用环境参数.....	22
附录2 溶液的配制.....	23
附录3 常见样品的预处理.....	25

引 言

CIC-D100 离子色谱仪以 PEEK 平流泵为动力，将淋洗液与试样送入色谱分析系统，根据试样中各组分在色谱柱中分配系数不同，依次从色谱柱中被分离出来，再经自动电解连续再生微膜抑制器和恒温电导检测器进行检测，并使用高性能 USB 与电脑通讯，利用仪器反控在线设置仪器参数，最后利用工作站采集、分析和处理数据，进而完成试样的精确分析。

它不仅具有一般仪器的灵敏度进行常规离子的检测，而且具有高灵敏度档位，直接进行低浓度样品的分析。它应用不同类型色谱柱可分析多种阴阳离子，对于阴离子除可检测常规的 F^- 、 Cl^- 、 NO_2^- 、 Br^- 、 NO_3^- 、 $H_2PO_4^-$ 、 SO_4^{2-} 外；还可检测 ClO_2^- 、 ClO_3^- 、 BrO_3^- 、 TeO_4^{2-} 、 SeO_4^{2-} 、 AsO_4^{2-} 、 CO_3^{2-} 、 HCO_3^- 、 $C_2O_4^{2-}$ 、 Ac^- 、 For^- 等。对于阳离子除可分析检测常规的 Li^+ 、 Na^+ 、 NH_4^+ 、 K^+ 、 Mg^{2+} 、 Ca^{2+} 、 Sr^{2+} 、 Ba^{2+} 外，还可一次进样同时分析检测甜菜碱、 Li^+ 、 Na^+ 、 NH_4^+ 、 K^+ 、氯化胆碱；分析检测有机物如一甲胺、二甲胺、三甲胺、季胺等离子；电导法进样直接检测过渡金属离子如 Ni^{2+} 、 Zn^{2+} 、 Co^{2+} 、 Mn^{2+} 、 Cd^{2+} 、 Fe^{2+} 、 Fe^{3+} 等离子。对于多数样品不用进行预分离，一次进样即可同时进行分离、检测，分析速度快，灵敏度高。

目前，高效离子色谱（HPIC）分析技术已应用于环境监测、卫生防疫、药物、化工冶金、地质、水文、农业、饲料、电子工业、电力、原子能、食品饮料、饮用水、科研、教学等各个领域。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。

● 执行标准

中华人民共和国国家计量检定规程： JJG823-2014 离子色谱仪检定规程

青岛盛瀚色谱技术有限公司企业标准： Q/0212 SSJ005-2014 CIC 系列离子色谱仪

● 产品型式评价

本仪器依据上述执行标准取得型式评价证书。证书编号为：**2016C687-37**

1 仪器简介

1.1 仪器整机示意图

1.1.1 前面板



图1 CIC-D100前面板示意图

1.1.2 顶部

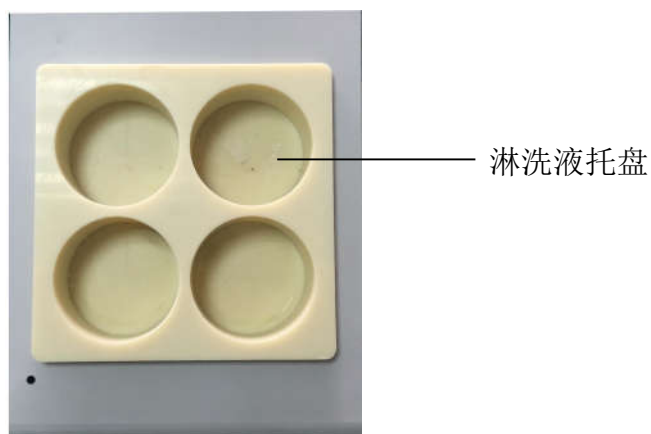


图2 CIC-D100顶部示意图

CIC-D100顶部淋洗液托盘可容纳4个1L或2L的淋洗液瓶。

1.1.3 内部组件面板

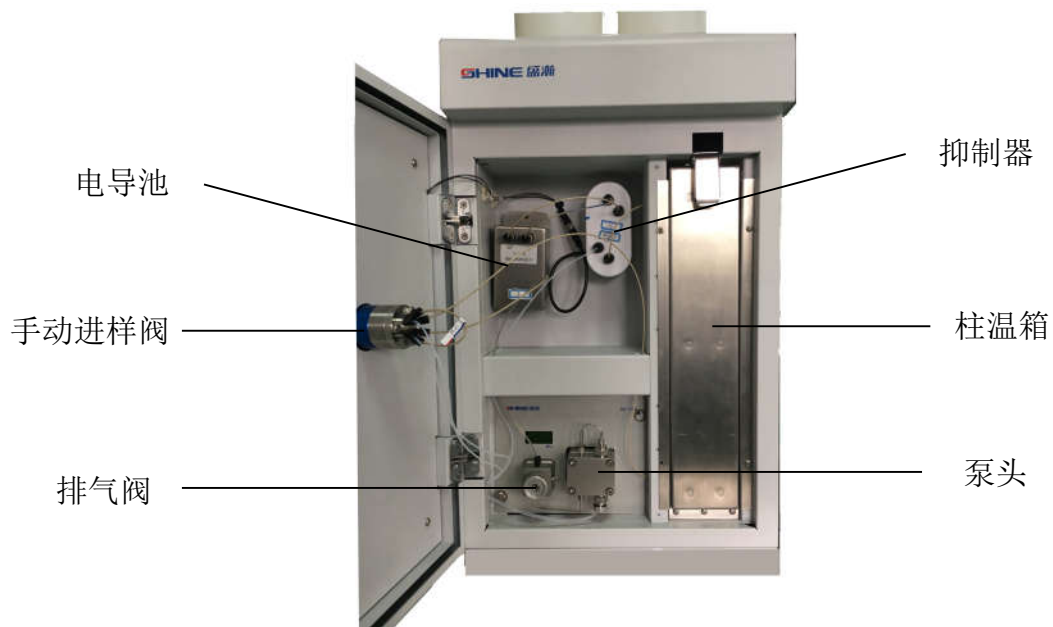


图3 CIC-D100内部组件面板示意图

1.1.4 后面板

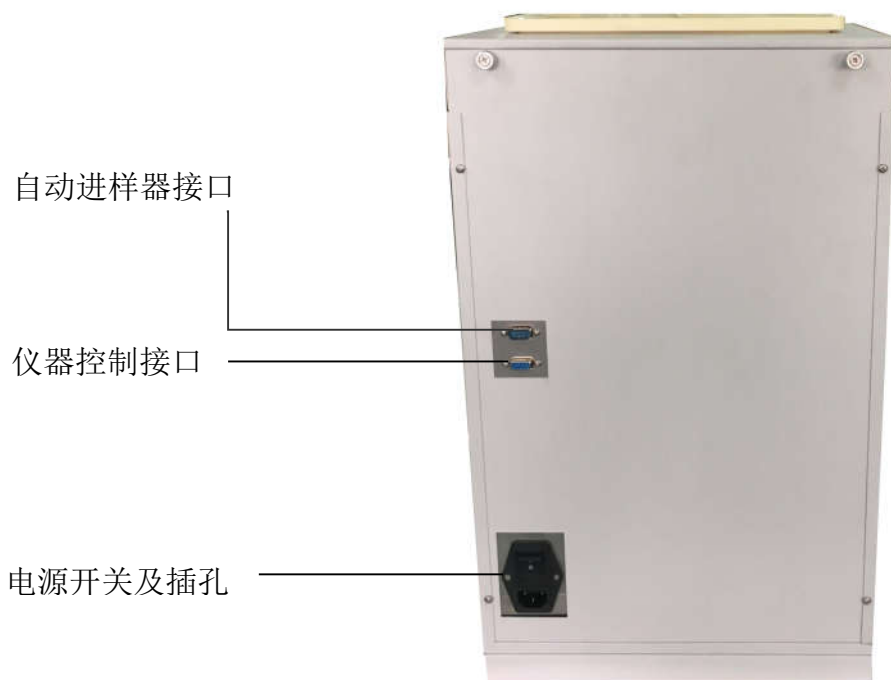


图4 CIC-D100后面板示意图

1.2 仪器部件

1.2.1 平流泵

CIC-D100配备优联双柱塞串联式往复泵，采用了先进的电子脉动抑制技术，很大程度上消除了凸轮脉动对输液泵流量的影响，极大地保证了流量的准确性和稳定性；内置微型压力传感器，实时进行系统压力监测；智能压力限制功能，有效保护色谱柱；同时满足高效液相色谱的各种应用。泵输送的流动相可能会使用有机酸、有机碱、无机酸和无机碱等腐蚀性液体，为避免次生杂质对分析带来的影响，设计中尽多采用惰性材料，如：经钝化处理的316不锈钢、PTFE、PEEK等。

1.2.2 进样阀

CIC-D100采用手动注射器和六通手动进样阀手动进样，六通手动进样阀预装25 μ L定量环，进样阀有两个位置：**装样 (Load)** 和**分析 (Inject)**。装样时，淋洗液由泵流经进样阀进入色谱柱，不通过定量环，而样品被手动注射进入定量环中并保存直到分析，多余的样品从废液管内排空。分析时，淋洗液流入定量环中，将样品带入色谱柱中进行分析。

具体流通顺序如下图：

序号	连接方式
1	定量环
2	泵
3	保护柱
4	定量环(针道)
5	废液管(针道)
6	废液管

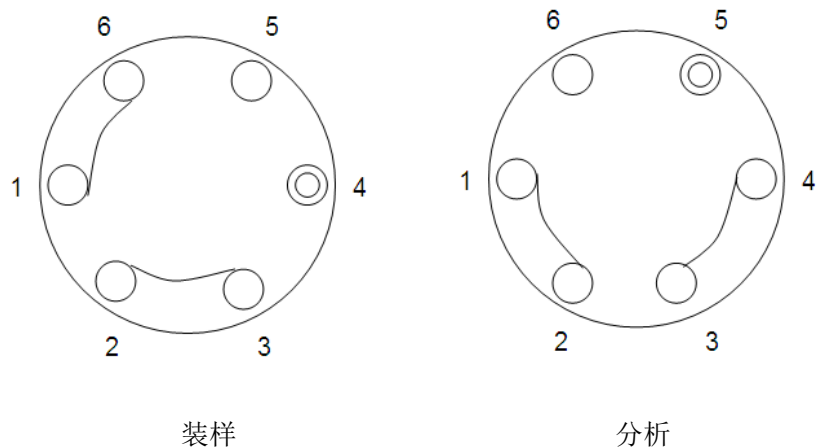


图5 六通手动进样阀工作原理

1.2.3 色谱柱

CIC-D100应用不同类型色谱柱可分析多种阴阳离子。对于阴离子除可检测常规的 F^- 、 Cl^- 、 NO_2^- 、 Br^- 、 NO_3^- 、 $H_2PO_4^-$ 、 SO_4^{2-} 外，还可检测 ClO_2^- 、 ClO_3^- 、 BrO_3^- 、 TeO_4^{2-} 、 SeO_4^{2-} 、 AsO_4^{2-} 、 CO_3^{2-} 、 HCO_3^- 、 $C_2O_4^{2-}$ 、 Ac^- 等，对于阳离子除可分析检测常规的 Li^+ 、 Na^+ 、 NH_4^+ 、 K^+ 、 Mg^{2+} 、 Ca^{2+} 、 Sr^{2+} 、 Ba^{2+} 外，还可一次进样同时分析检测甜菜碱、 Li^+ 、 Na^+ 、 NH_4^+ 、 K^+ 、氯化胆碱；分析检测有机物如一甲胺、二甲胺、三甲胺、季胺等离子，电导法进样直接检测过渡金属离子如 Ni^{2+} 、 Zn^{2+} 、 Co^{2+} 、 Mn^{2+} 、 Cd^{2+} 、 Fe^{2+} 、 Fe^{3+} 等。对于多数样品不用进行预分离，一次进样即可同时进行分离、检测，分析速度快，灵敏度高。

1.2.4 恒温柱温箱

用于加热保护柱和分离柱，温度可以在 $25^{\circ}C$ ~ $45^{\circ}C$ 之间调节。

1.2.5 电导检测器

电导池用聚合性材料和316不锈钢电极组合而成。其优点是：优异的精度和线性，保证了一个宽的工作范围；很小的死体积和极低的扩散；很好的消除了电极的极化，双电层等干扰，降低了电极污染对灵敏度的影响。在电导检测系统中，抑制器有效降低了淋洗液的背景电导值，提高了检测离子的信号值。

1.2.6 抑制器

抑制器作用是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。

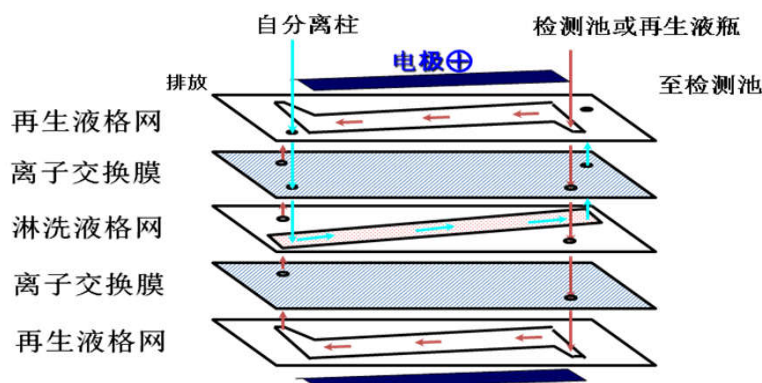


图6 抑制器工作原理示意图

1.3 流路

流动相从淋洗液瓶 → 泵 → 进样阀 → 定量环 → 保护柱 → 分离柱 → 抑制器 → 电导池 → 抑制器 → 废液瓶

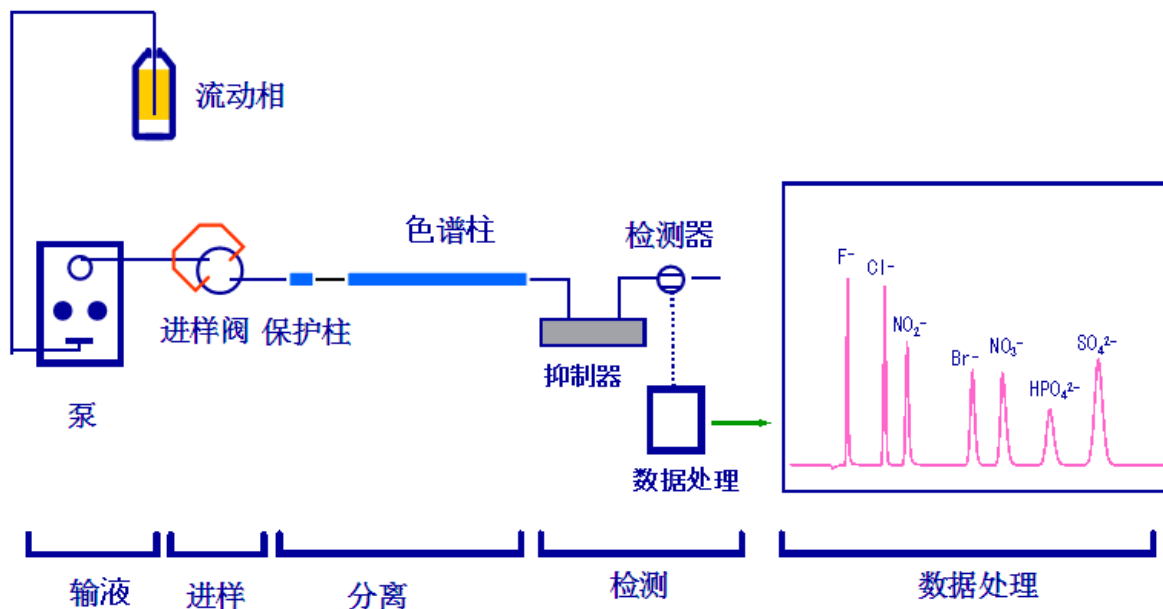


图7 电导检测模式阴离子流路示意图

2 仪器操作说明

2.1 流动相准备

2.1.1 水质要求

电导率控制 $1.0 \mu\text{S}/\text{cm}$ 以下。

2.1.2 流动相的脱气

CIC-D100型离子色谱仪可选配在线脱气机。配备有这种脱气装置后，只需将流动相按照色谱柱要求配制好，直接存放在流动相瓶中，直接运行即可。

2.2 样品准备

2.2.1 样品的选择和保存

样品保存在用去离子水清洗干净的聚四氟乙烯瓶中。不要用强酸或者洗涤液清洗该容器，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完，应用 $0.22 \mu\text{m}$ 或 $0.45 \mu\text{m}$ 的过滤膜过滤，否则其中的细菌可能使样品的浓度随时间而改变。即使将样品保存在 4°C 的环境中，也只能抑制而不能消除细菌的生长。

尽快分析 NO_2^- 和 SO_3^{2-} 样品，他们会分别氧化成 NO_3^- 和 SO_4^{2-} 离子。不含有 NO_2^- 和 SO_3^{2-} 离子的样品，可以储存在冰箱中，一个星期内阴离子的浓度不会有明显的变化。

2.2.2 样品预处理


对于酸雨，饮用水和大气烟尘的滤出液等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。

2.2.3 样品的稀释

不同样品中离子浓度的差别很大，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。

2.3 仪器控制

2.3.1 软件主界面

双击桌面快捷图标后，启动软件，软件会自动连接仪器，如图8所示。仪器连接成功后，可以通过软件对仪器的各部件进行操作，操作结果显示在信息窗口中，如图9所示。

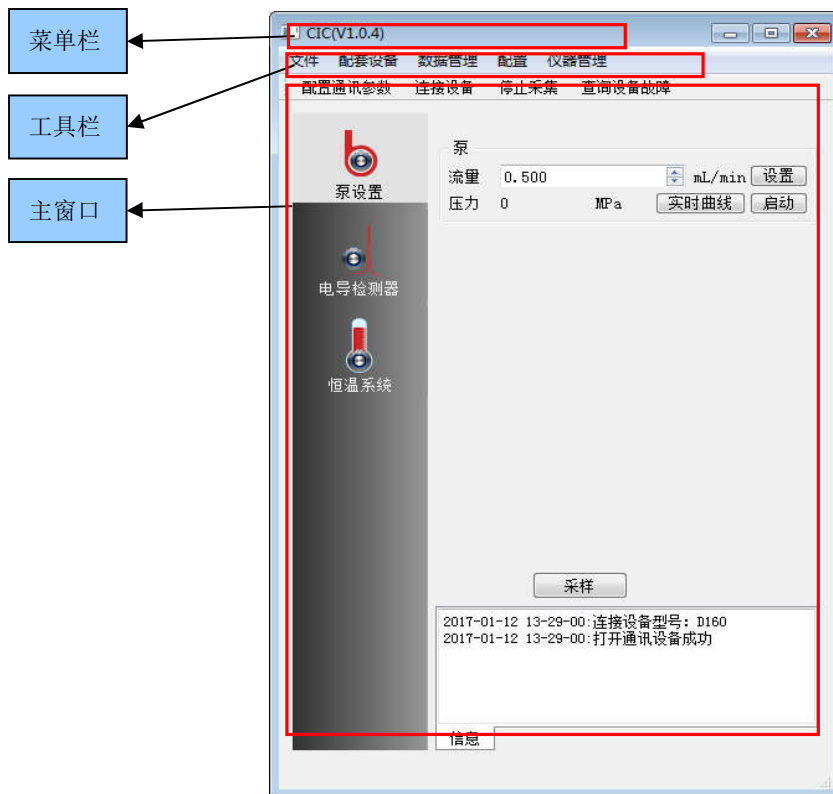


图 8 软件主界面

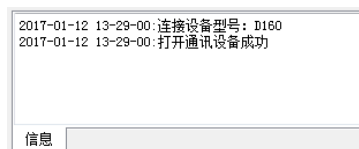


图 9 信息窗口

2.3.2 菜单栏

菜单栏中包含“文件”、“配套设备”、“数据管理”、“配置”、“设备管理”菜单。

菜单“文件”中包含子菜单“退出”，如图 10 所示。点击“退出”，弹出“提示”对话框，如图 11 所示，点击“是”，退出程序。



图 10 文件菜单

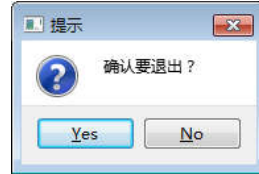


图 11 退出程序

2.3.3 配套设备

菜单“配套设备”中包含子菜单“淋洗液发生器”和“自动裂解吸收装置”，如图 12 所示。点击“淋洗液”，会弹出“淋洗液发生器”类型选择对话框，如图 13 所示，可根据配备的淋洗液发生器设备类型选择“自主研发版本”和“第三方版本”，选择后，点击“设置”按钮即可。选择“第三方版本”点击“设置”按钮后，“淋洗液发生器”按钮会出现在主窗口左下方，选择“自主研发版本”点击“设置”按钮后，工具栏中会出现“淋洗液发生器自主研发版”快捷键图标，如图 14 所示。



图 12 配套设备菜单



图 13 淋洗液发生器类型选择

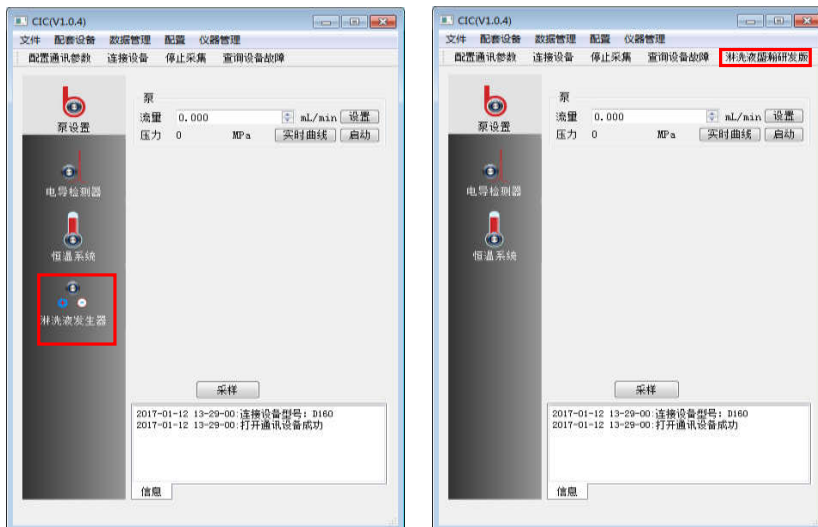


图 14 “淋洗液”子菜单效果

菜单“数据管理”中包含子菜单“工作站数据传输”、“保存泵的压力”、“保存电导池温度”、“保存抑制器电流”、“保存通讯报文”、“保存恒温系统温度”，通过点击子菜单来选中或不选中该项，如图 15 所示。选中“工作站数据传输”，则开始采样后，反控软件会将采集数据传输给千谱工作站用于处理数据，默认选中；选中“保存泵的压力”，泵的压力值会保存在安装目录下 pressure.txt 文件中；选中“保存电导池温度”，电导池的温度值会保存在安装目录下 temp.txt 文件中；选中“保存抑制器电流”，抑制器的电流值会保存在安装目录下 current.txt 文件中；选中“保存恒温系统温度”，恒温系统的温度值会保存在安装目录下 ConstantTemp.txt 文件中。



图 15 数据管理菜单

2.3.4 配置

菜单“配置”中包含子菜单“配置通讯参数”、“设置采样频率”、“设置检测器信号精度”，如图 16 所示。点击“配置通讯参数”，弹出“配置窗口”对话框，可进行应用设置和通讯设置，如图 17、18 所示；通讯设置中，通讯方式可选择“网络”或“串口”，如图 18、19 所示。

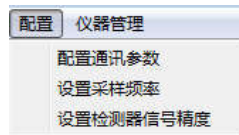


图 16 配置菜单



图 17 应用设置 图 18 通讯设置/网络 图 19 通讯设置/串口

点击“设置采样频率”，弹出“采样频率”对话框，用于设置采样频率，如图 20 所示，输入值后，点击“OK”按钮；点击“设置检测器信号精度”，弹出“信号精度”对话框，用于设置数值小数点后的位数，如图 21 所示，输入值后，点击“OK”按钮。

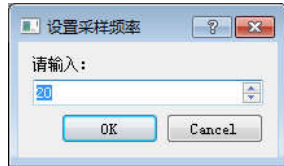


图 20 电导系数

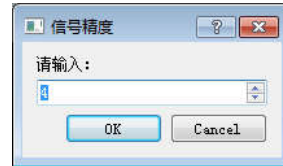


图 21 信号精度

2.3.5 仪器管理

菜单“仪器管理”中包含子菜单“定时关机”，如图 22 所示。点击“定时关机”，弹出“定时关机”对话框，可对关机时间进行设置，设置完成后，点击“设置”；可点击“取消设置”按钮来取消“定时关机”功能。



图 22 仪器管理菜单



图 22 定时关机

2.3.6 工具栏

2.3.6.1 配置通讯参数

操作同“2.4 配置”中“配置通讯参数”。

2.3.6.2 连接设备

点击该按钮，软件会使用已保存的参数自动连接仪器，连接成功后，信息窗口会显示仪器型号。

2.3.6.3 停止采集

点击该按钮，反控软件将不再向千谱工作站传输采集数据，千谱工作站停止数据采集。

2.3.6.4 查询设备故障

点击该按钮，弹出“设备查询”对话框，如图 23 所示，可查看设备状态。

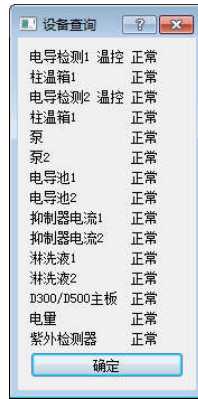


图 23 设备状态查询

2.3.7 主部件

2.3.7.1 泵设置

点击“泵设置”按钮，主窗口会显示和泵操作相关的界面，如图 24 所示。

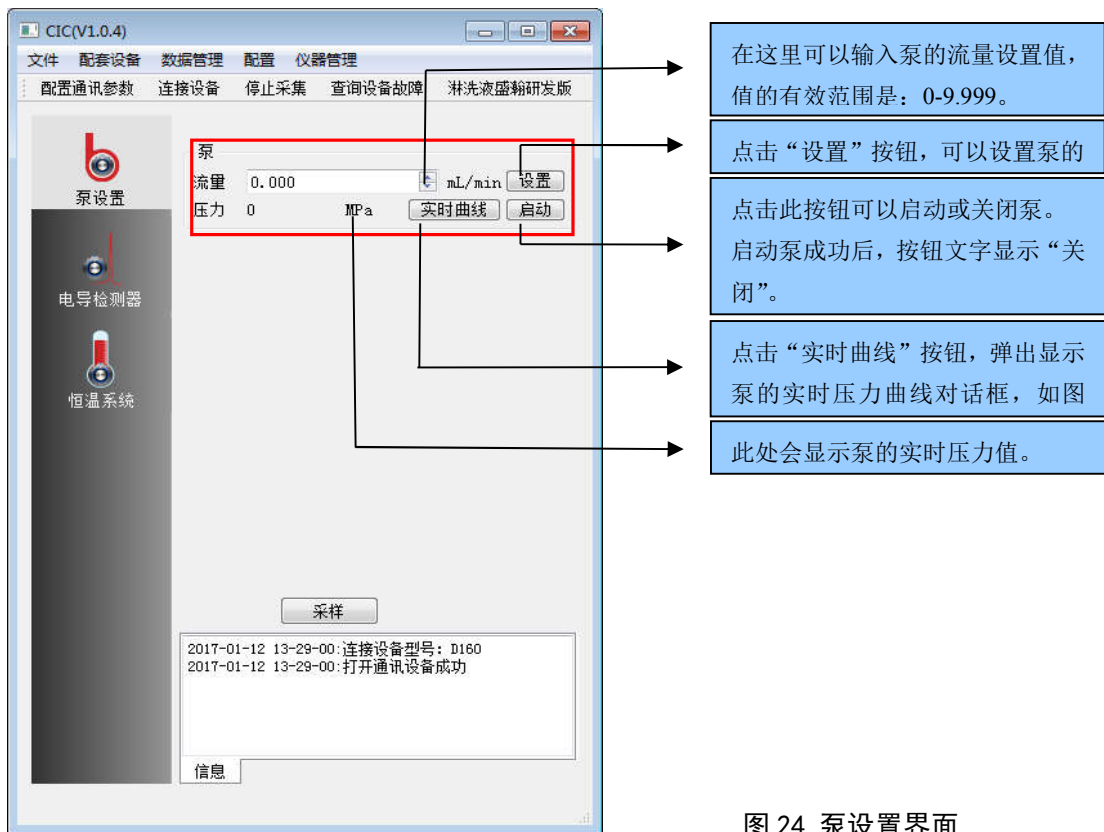


图 24 泵设置界面

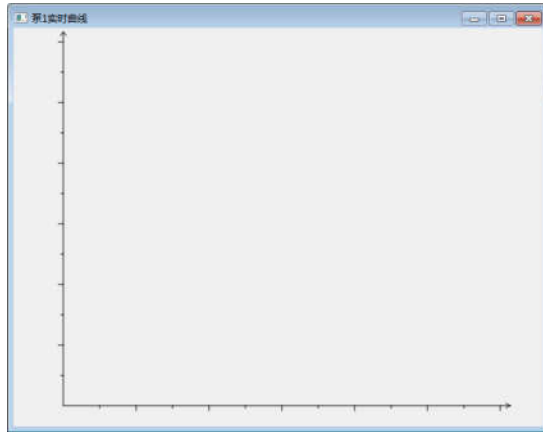


图 24 泵的实时压力曲线

2.3.7.2 电导检测器

点击“电导检测器”按钮，主窗口会显示和电导检测器操作相关的界面，如图 25 所示。

可以从下拉列表中选择量程。

此处会显示检测器的实时信号值。

可以输入设置的温度值，有效范围 10—70。

此处会显示电导池实时温度值。

可以输入设置的电流值，有效范围：0—200。

此处会显示抑制器实时电流值。

点击，可以设置选择的量程。

点击，可以使检测器输出归零。

点击，可以设置输入的温度。

点击，可以启动或关闭电导池恒温。启动后，按钮文字显示“关闭”。关闭后，按钮文字显示“启动”。

点击，可以设置输入的电流值。

点击，可以启动或关闭抑制器电流。启动后，按钮文字显示“关闭”。关闭后，按钮文字显示“启动”。

图 25 电导检测器界面

2.3.7.3 恒温系统

点击“恒温系统”按钮，主窗口中会显示和柱温箱恒温系统操作相关的界面，如图 26 所示。

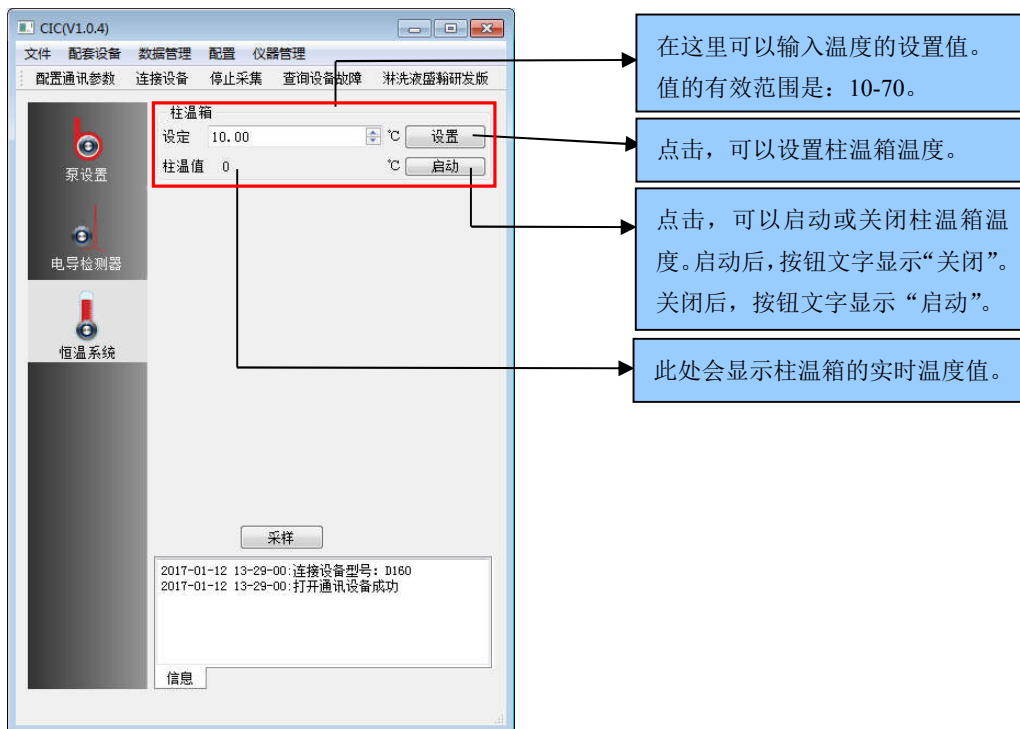


图 26 恒温系统界面

2.4 数据处理

请按HW-2000色谱工作站使用手册操作！

3 仪器操作规程

3.1 开机

接通CIC-D100型离子色谱仪电源，打开电源开关。然后打开电脑显示器和主机，启动反控软件和千谱HW-2000色谱工作站软件，点击反控软件上的连接。

3.2 设置操作条件

在反控软件上设置好柱温、池温、电流等条件，并启动柱温与池温。

3.3 平衡系统

将泵流量调节为0.3mL/min，开启泵，打开电流开关，等柱温和池温上升到所需条件后慢慢将流量调至额定的流量，单击千谱工作站工具栏中的“谱图采集”按钮，让工作站采集信号，通淋洗液直到基线稳定（大约需要40-60min）。系统平衡期间，要检查各项参数是否正常。

注：先开泵后开电流，关机时先关电流后关泵。

3.4 进样分析

待基线平衡后，停止基线采集，将进样阀置于“LOAD”位置，用注射器将样品注入进样阀的定量环内。将进样阀切换至“INJECT”位置，此时工作站自动开始采集信号，分析完成后保存分析数据。不同样品按照顺序依次进样分析。

注：更换不同样品时需要用超纯水将进样器和进样口清洗三次，再将进样针用样品润洗三次。

3.5 关机

所有样品谱图采集完毕后，将流量慢慢调低，然后停泵，并将色谱柱取下密封保存。将滤头置于去离子水中，启动泵，以1mL/min流速通超纯水30分钟后停泵，关闭离子色谱仪的电源开关，关闭电脑，拔掉电源。

4 常见问题及解决方法

4.1 电导响应值过高

(1) 抑制器没工作。

解决方案：检查抑制器电流是否打开。

(2) 电导池内含有高电导物质。

解决方案：用1:1硝酸清洗电导池后，换去离子水冲洗。

(3) 色谱柱中吸附高电导物质。

解决方案：用淋洗液和水反复交替冲洗。

(4) 样品浓度太高。

解决方案：稀释样品。

4.2 压力波动

(1) 泵头内有气泡。

解决方案：逆时针旋松泵的放泄阀，进行排空。

(2) 单向阀污染或损坏。

解决方案：更换或清洗单向阀。

(3) 由于淋洗液容器内的过滤头污染或堵塞造成泵的抽空。

解决方案：更换过滤头。

(4) 淋洗液脱气不充分。

解决方案：更换新的淋洗液。

4.3 压力大

(1) 色谱柱滤膜堵塞。

解决方案：将色谱柱取下并拧下柱头，小心取出其中的滤膜，放入1:1的硝酸中浸泡，超声波清洗30min后，用去离子水冲洗后装上；或将色谱柱反接后冲洗。

(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) 恒流泵单向阀堵塞。

解决方案：更换单向阀或将单向阀放入1:1的硝酸溶液中超声波清洗。

(4) 流路堵塞。

解决方案：根据逐级排出法找出堵塞点。

(5) 流速过大。

解决方案：将泵调节至合适的流速。

4.4 基线噪声大

(1) 仪器运行时间不够。

解决方案：通淋洗液至仪器稳定。

(2) 泵中有气泡。

解决方案：逆时针旋松泵的放泄阀，进行排空。

(3) 恒流泵进水管过滤头堵塞，在吸力下产生负压产生气泡。

解决方案：更换过滤头或将过滤头放入1:1硝酸溶液中，超声波中清洗5 min。

(4) 流路中有气泡。

解决方案：将色谱柱取下，通水将气泡排出。

(5) 色谱柱中有气泡。

解决方案：用脱气去离子水配制的淋洗液以低流速冲洗色谱柱，将气泡排出。

(6) 电导池中有气泡，造成基线有规律的抖动

解决方案：冲洗电导池，排出气泡

4.5 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) 流路漏液。

解决方案：拧紧接头至不泄漏，如不能解决，更换接头。

(3) 电压不稳或静电干扰。

解决方法：加稳压器并将仪器接地。

4.6 分离度差

(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。

(3) 样品浓度过高。

解决方案：稀释样品。

(4) 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。

4.7 重复性差

(1) 注入的样品量不恒定。

解决方案：注入超过定量环体积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。

(3) 流量发生改变。

解决方案：找到变化的原因，调整为原来的条件。

4.8 杂质峰

(1) 试剂不纯净。

解决方案：更换试剂。

(2) 去离子水含有杂质。

解决方案：更换去离子水。

4.9 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。

4.10 线性不好

(1) 标液被污染，特别是低浓度的样品。

解决方案：重新配置标液。

(2) 去离子水不纯。

解决方案：更换去离子水。

(3) 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。

4.11 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：请确认连接的仪器是否正确。

(2) 无法装载规约解释器

原因：针对不同类型的仪器，会有不同的通讯规约解释器。出现该提示信息，说明对应的仪器没有和软件的版本不匹配。

解决方案：升级软件。

5 维修

5.1 泵单向阀的清洗和更换

- (1) 关闭仪器电源。
- (2) 拆卸泵进出口管路。
- (3) 拧下上下单向阀。
- (4) 单向阀取下后，整体放入适当的清洗溶剂（如丙酮或乙醇等）中，置于超声波清洗器中超声清洗20-30分钟。
- (5) 清洗完成后，安装单向阀。
- (6) 恢复管路，接通电源，排气泡。

5.2 六通进样阀的维修

阀是流路转换系统中的关键部件，它的好坏直接影响仪器能否工作及性能。所以在使用过程中应能了解其结构与原理，并使其处于正常的工作状态。

在通水或淋洗液发现阀有渗漏现象时，应检查是阀接口密封处漏还是阀体本身漏。如果是阀体接口漏，可将接口接头紧固一下，如再漏，可更换密封垫；如果是阀体本身漏，可将阀后面外部固定螺钉紧固一下，要求几个螺钉紧固程度一致，这样可保证内部阀体两个密封面平行吻合，如果紧固后还是漏，可将阀后面的内部螺钉均放松1/6丝（它的作用是保证两个密封面平行）。然后在紧固外部螺钉。如果还是漏的话，则将阀卸开重新修理安装或更换阀体。

阀的堵塞修理：首先检查阀进口处是否密封过紧或有堵塞物，如内部有异物，将阀卸开检查修理。

5.3 色谱柱储存和启用

- (1) 用淋洗液淋洗柱子 10 分钟，取下柱子，密封进出口，将一端插入水中保存。
- (2) 用淋洗液冲洗柱子 30 分钟后，方可使用。
- (3) 柱子在出厂时，已通入淋洗液保存，在使用前需用水洗 20 分钟，再用淋洗液平衡后使用。

5.4 更换电导池

- (1) 关闭仪器电源。
- (2) 打开仪器前门，拆除电导池进、出口的管路。
- (3) 拧松固定螺丝，拔下电导池。
- (4) 更换新的电导池，重新连接管路，恢复操作。

5.5 更换抑制器

- (1) 关闭抑制电流后停泵。
- (2) 打开仪器前门，拆除抑制器的连接管路。
- (3) 将抑制器向上抬起，脱离安装支架，拔掉航空插头。
- (4) 连接新抑制器的电缆并将其就位。
- (5) 安装新抑制器。
- (6) 重新连接管路，恢复操作。

5.6 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主电源插座内，在保险丝盒两侧内凹处有锁定机构。用小改锥向中间拨动锁定销，保险丝盒会向外弹出，向外拉出即可。
- (3) 取出保险丝盒内的保险丝并更换。
- (4) 插回保险丝盒，用力推入使两个锁定销将其锁住。

附录1 仪器使用环境参数

- (1) 环境温度：（15~30）℃。
- (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。

附录 2 溶液的配制

2.1 试剂准备

无水碳酸钠与碳酸氢钠为优级纯或基准试剂，氟化钠，氯化钠、氯化钾、亚硝酸钠、磷酸二氢钠、溴化钠、硝酸钠、硫酸钠、氯化铵、硼酸为分析纯以上。

2.2 淋洗液的配制

分别配置 0.24mol/L 的碳酸钠和 0.3mol/L 的碳酸氢钠水溶液作为储备液，然后根据色谱柱谱图条件配置所需的淋洗液。（注：碳酸钠称取 25.4 克、碳酸氢钠称取 25.5 克，用去离子水配置成 1000mL 的溶液）。

2.3 1000mg/L 标准溶液的配制

序号	名称	浓度	配置方法	备注
1	F ⁻ 标准溶液	1000mg/L	称取 0.2210g 氟化钠用离子水定容 100mL。	用聚乙烯瓶冰箱保存备用
2	BrO ₃ ⁻ 标准溶液	1000mg/L	称取 0.1180g 溴酸钾用去离子水定容至 100mL。	用聚乙烯瓶冰箱保存备用
3	Cl ⁻ 标准溶液	1000mg/L	称取 0.1651g 氯化钠用去离子水定容至 100mL。	用聚乙烯瓶冰箱保存备用
4	NO ₂ ⁻ 标准溶液	1000mg/L	称取 0.1500g 亚硝酸钠或用去离子水定容至 100mL。	用聚乙烯瓶冰箱保存备用
4-1	NO ₂ ⁻ -N 标准溶液	1000mg/L	称取 0.4929g 亚硝酸钠用去离子水定容至 100mL。	用聚乙烯瓶冰箱保存备用
5	Br ⁻ 标准溶液	1000mg/L	称取 0.1287g 溴化钠用去离子水定容至 100mL	用聚乙烯瓶冰箱保存备用
6	NO ₃ ⁻ 标准溶液	1000mg/L	称取 0.1371g 硝酸钠用去离子水定容至 100mL	用聚乙烯瓶冰箱保存备用
6-1	NO ₃ ⁻ -N 标准溶液	1000mg/L	称取 0.6071g 硝酸钠用去离子水定容至 100mL	用聚乙烯瓶冰箱保存备用
7	H ₂ PO ₄ ⁻ 标准溶液	1000mg/L	称取 0.1237g 磷酸二氢钠用去	用聚乙烯瓶冰箱保存备用

	液		离子水定容至 100mL	
8	SO ₄ ²⁻ 标准溶液	1000mg/L	称取 0.1480g 硫酸钠用去离子水定容至 100mL	用聚乙烯瓶冰箱保存备用
9	Na ⁺ 标准溶液	1000mg/L	称取 0.2541g 氯化钠用去离子水定容至 100mL	用聚乙烯瓶冰箱保存备用
10	NH ₄ ⁺ 标准溶液	1000mg/L	称取 0.2972g 氯化铵用去离子水定容至 100mL	用聚乙烯瓶冰箱保存备用
11	K ⁺ 标准溶液	1000mg/L	称取 0.1907g 氯化钾用去离子水定容至 100mL	用聚乙烯瓶冰箱保存备用
12	Mg ²⁺ 标准溶液	1000mg/L	称取 0.1667g 氧化镁，用 4% 盐酸刚好溶解，用去离子水定容至 100mL	用聚乙烯瓶冰箱保存备用
13	Ca ²⁺ 标准溶液	1000mg/L	称取 0.2502g 碳酸钙，用 4% 盐酸刚好溶解，用去离子水定容至 100mL	用聚乙烯瓶冰箱保存备用

附录3 常见样品的预处理

3.1 液体样品

3.1.1 高F⁻样品。

对于高F⁻样品可通过羟基磷灰石预处理柱后将其中的F⁻吸附掉。具体装置如下图：

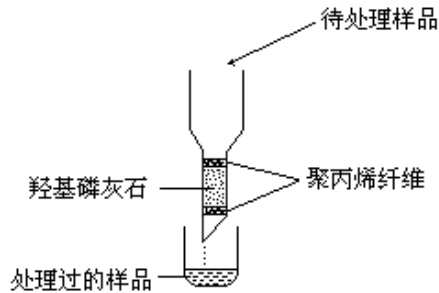


图12：高F⁻样品预处理装置示意图

羟基磷灰石为 $3\text{Ca}_3(\text{PO}_4)_2 \cdot \text{Ca}(\text{OH})_2$ ，能和样品中的F⁻或Cl⁻形成 $3\text{Ca}_3(\text{PO}_4)_2 \cdot \text{CaF}_2$ 或 $3\text{Ca}_3(\text{PO}_4)_2 \cdot \text{CaCl}_2$ 的形式而从样品中吸附掉。上述装置的羟基磷灰石两端应加少许聚丙烯纤维，防止将树脂漏出或在加入样品时将树脂冲起以降低处理效果。取一定量的要处理样品（一般为1ml），加入后，再用5倍预处理床体积的去离子水冲洗并收集滤出液体，合并两份滤液后定容测定即可。

3.1.2 高Cl⁻样品。

在实际的分析工作中，最常见的是样品中的Cl⁻很高而其他离子的浓度很小，特别是NO₂⁻离子，大量的Cl⁻往往干扰NO₂⁻的测定，最好的解决方法是采用UV检测器检测，但UV对其他的离子又不灵敏，采用电导检测器时就得将其中的Cl⁻处理掉后才能测定。下图为处理高Cl⁻样品的装置：

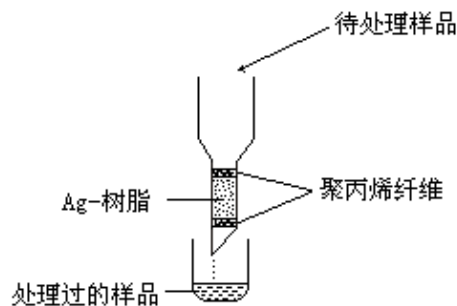


图13：高Cl⁻样品预处理装置示意图

Ag-树脂的制备方法：取一定量的阳离子交换树脂，要求为80-120目的粒度，先按照阳离子交换树

脂的一般处理方法处理干净，然后用酸洗转化为H型，用去离子水冲洗干净，再按上面的方式装柱，用4%的 AgNO_3 淋洗至 Ag^+ 穿过（用 Cl^- 检验），用去离子水冲洗至没有 NO_3^- 离子为准。

使用方法：取一定量的待处理样品，（根据树脂床的体积确定，一般在内径1cm高度为1cm的树脂床体积上采用1ml样品，树脂床体积太大处理样品速度太慢）加入，用5倍树脂床体积的去离子水冲洗后收集滤液，定容后测定。

3.1.3 高 F^- 、 Cl^- 样品。

同时处理高 F^- 、 Cl^- 的样品可采用下面的装置：

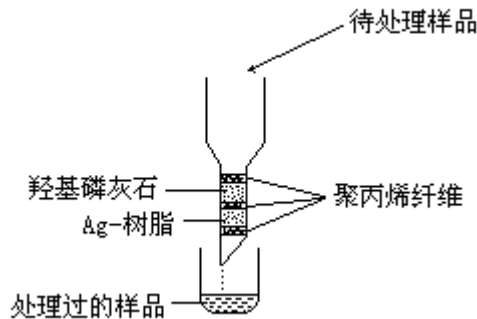


图14：同时处理高 F^- 、 Cl^- 样品装置

3.1.4 高 SO_4^{2-} 样品。

对于高 SO_4^{2-} 样品，可采用三种方法处理，第一采用两根分离柱进行分离，不过这种方法将使分析时间变的很长；第二采用滴加 $\text{Ba}(\text{OH})_2$ 沉淀的方法处理；第三采用Ba-树脂处理。

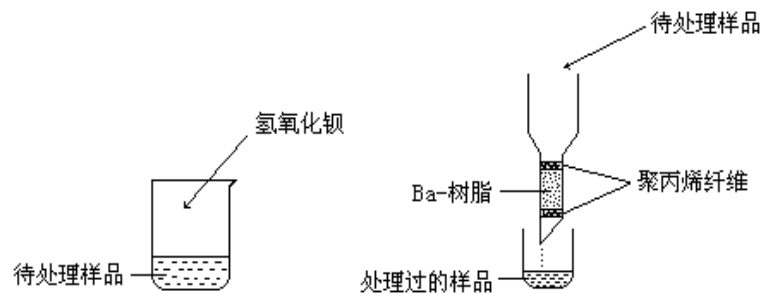


图15：处理高 SO_4^{2-} 样品装置示意图

Ba-树脂的合成方法同Ag-树脂的合成方法一样，只不过是将 AgNO_3 改成 BaCl_2 进行淋洗；用 $\text{Ba}(\text{OH})_2$ 沉淀的方法进样时一定要将样品进行过滤处理，否则容易堵塞色谱柱。

3.1.5 高过渡金属阳离子预处理。

实际样品中特别是工业废水中都含有很多的过渡金属阳离子或其基团，如果要测定其中的阴离子，必须将其中的过渡金属阳离子处理掉，因为过渡金属阳离子在中性或弱碱性条件下容易水解成为不溶物堵塞色谱柱或吸附在色谱柱上降低柱效；有一些过渡金属形成的酸根阴离子也能强烈的保留在色谱柱上面，占据树脂的交换基团降低柱效。关于它们的预处理方法下面举例说明。

(1) 高 $\text{Fe}(\text{CN})_6^{4-}$ 样品。

因为 $\text{Fe}(\text{CN})_6^{4-}$ 和 Cu^{2+} 可形成 $\text{Cu}_2\text{Fe}(\text{CN})_6$ 沉淀物，故可合成Cu-树脂进行预处理，如果采用直接滴加 Cu^{2+} 的方法，容易带入其他的阴离子污染，如采用 CuSO_4 或 CuCl_2 ，容易引入 SO_4^{2-} 或 Cl^- 等阴离子，测定其中的阴离子时致使定量不准确。Cu-树脂的合成方法同Ag-树脂一样，即先将阳离子交换树脂处理成H型后装柱，然后可以采用0.1M的可溶性铜盐进行淋洗使 Cu^{2+} 穿过，再用去离子水冲洗干净至没有阴离子为止。

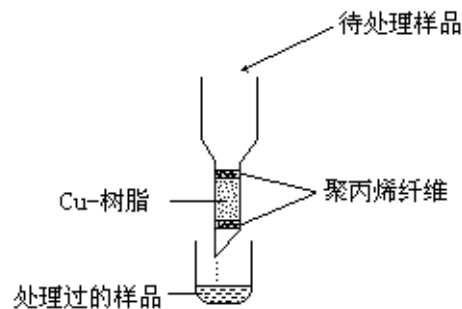


图16：处理高 $\text{Fe}(\text{CN})_6^{4-}$ 装置示意图

(2) 高 Cu^{2+} 或高 Ni^{2+} 样品。

对于一般的单纯的过渡金属阳离子样品，可先采用 $\text{NH}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$ 沉淀后再取上层清液通过阳离子交换树脂的方式来处理：

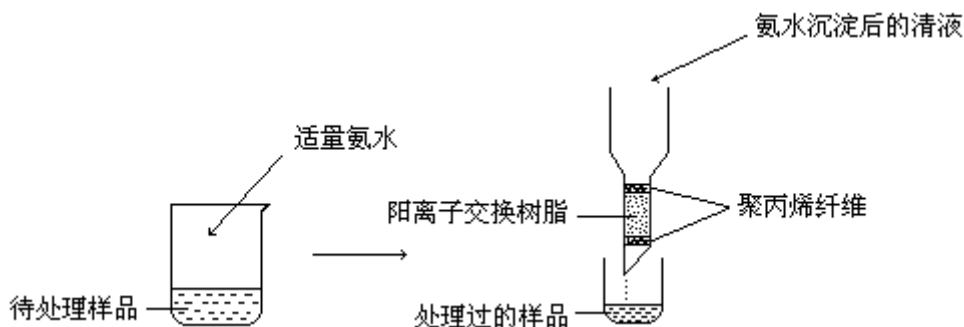


图17：处理过渡金属阳离子装置

3.1.6 工业循环冷却水的预处理。

测定工业循环冷却水中的阴离子可采用下面的三步方法处理：

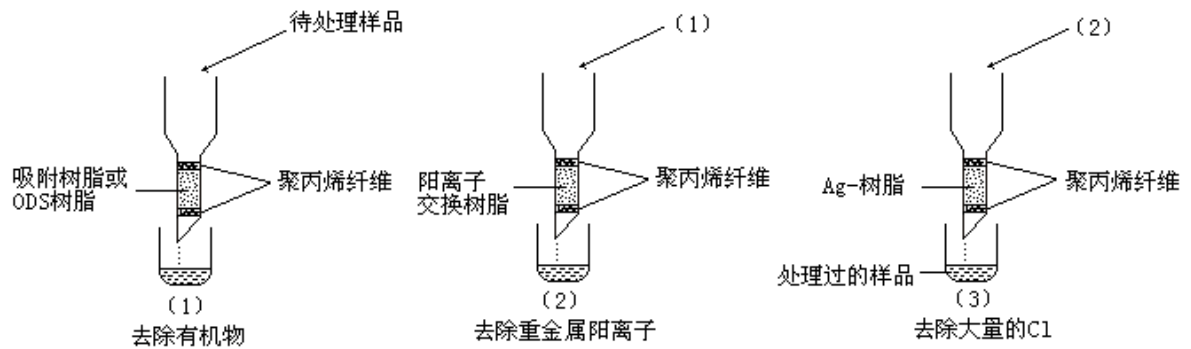


图18：工业循环冷却水预处理

3.1.7 总磷、总氮、总硫的测定。

总磷、总氮和总硫的测定在很多方面都是一个很重要的测试项目，如在工业循环冷却水中要求测定总磷；在地表水中经常要求测定总磷、总氮和总硫三个项目。因为在自然界中磷、氮、硫的存在形式很多，所以测定时都要将各种形式的进行转化后测定。如磷可转化为 PO_4^{3-} 、氮转化为 NO_3^- 、硫转化为 SO_4^{2-} 后，可用离子色谱进行测定。通常情况下可采用高温高压的状态下在碱性的 H_2O_2 中氧化30min，样品中的各种形态的P、N、S可被氧化为 PO_4^{3-} 、 NO_3^- 、 SO_4^{2-} 的形态，定容后离子色谱测定。

3.1.8 氧瓶燃烧法在水样预处理中的应用。

氧瓶燃烧法在离子色谱样品的预处理过程中是一个很有用的方法。很多的样品都可以采用氧瓶燃烧法进行预处理，特别是在离子色谱没有配备基体消除系统时，氧瓶燃烧对处理一些酸碱性很强的样品时显得意义重大。在实际样品的处理过程中，最好采用氧弹燃烧，但很多情况下没有氧弹，下面为自制的简易氧瓶燃烧装置，结合实际样品的预处理过程说明氧瓶燃烧法的应用。

柠檬酸离子交换溶液中痕量 Cl^- 、 SO_4^{2-} 的测定：柠檬酸在生产过程中，起离子交换溶液的酸度是很强的，如果测定其中的阴离子因为基体的酸度过大，致使测定的效果不好，采用基体消除装置可将其基体的酸降低，但对于没有此装置的仪器用户来说，简易氧瓶燃烧装置也可以准确的测定其中的阴离子。

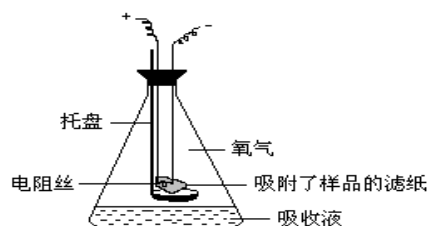


图19：简易氧瓶燃烧装置

图19即为自制简易氧瓶燃烧装置，首先吸取一定量的待测样品如10ml，缓慢滴加在滤纸上（最好采用定量滤纸），并在空气中晾干。将吸附了样品的滤纸置于托盘上并和电阻丝接触好，瓶中充满氧气，给电阻丝通电加热，当滤纸燃烧后断电，使滤纸燃烧完全。静置10min使吸收液充分吸收，取吸收液测定。

3.1.9 含油性水质的预处理。

含有油性的水若测定其中的离子成分，主要的预处理是将其中的油去除。对于含油较少的样品可将样品直接通过吸附树脂或ODS树脂进行吸附后即可进样分析；如果水样中含油较多，可先用CH₂Cl₂-活性炭萃取吸附的方法进行预处理，后用吸附树脂或ODS树脂吸附后进样分析。

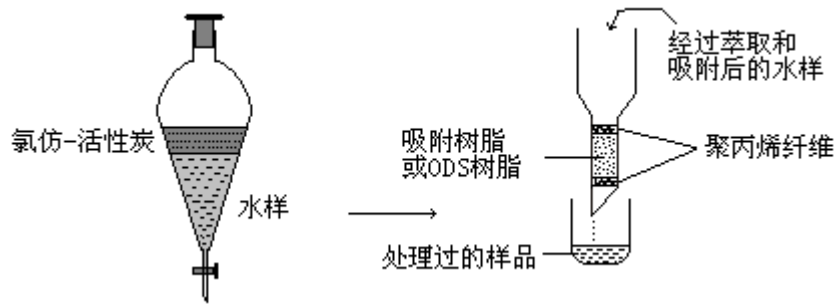


图20：萃取—吸附处理油性水质

3.1.10 水蒸气蒸馏—气提法处理工业污水。

如果要测定工业污水中的容易气化的阴离子成分，如F⁻、Cl⁻、NO₃⁻等，还可采用水蒸气蒸馏-气提法进行预处理：

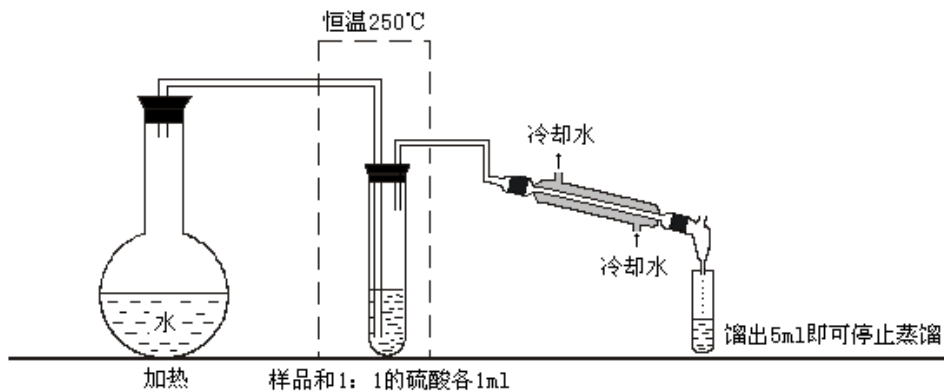


图21：简易水蒸气蒸馏-气提装置

3.1.11 浑浊、有色水样的预处理。

对于浑浊、有色的水样可采用：(1) $\text{Al}(\text{OH})_3$ 沉淀 (2) 活性炭脱色 (3) 过滤进样分析；所用的 $\text{Al}(\text{OH})_3$ 可采用下面的方法制备： $\text{KAl}(\text{SO}_4)_2 \cdot 12\text{H}_2\text{O} + \text{NH}_3 \cdot \text{H}_2\text{O} \rightarrow \text{Al}(\text{OH})_3$

3.1.12 有机氯的测定。

在用漂白粉或氯气消毒自来水的过程中，可将水中部分有机物氧化成为有机氯化物，很多有机氯化物对人体是有害的，有机氯的测定是一个很重要的方面，除常规的气相色谱法和液相色谱法外，还可采用离子色谱法来测定，即将水中的有机氯转化为 Cl^- 后测定 Cl^- 的含量以确定有机氯的含量。因为无机阴离子活性炭是不吸附的，故可采用活性炭吸附再灼烧的方法进行处理：

待测水样 $\xrightarrow{\text{活性炭吸附}}$ 高温灼烧 \longrightarrow 吸收液吸收转化 \longrightarrow 离子色谱测定

3.1.13 酸性或碱性水样的分析。

对于酸性或碱性水样中阴离子的测定可采用：(1) 基体消除技术直接进样测定 (2) 中和后进样测定，酸性水样，可用 NaOH 中和，酚酞为指示剂；碱性水样用邻苯二甲酸中和，酚酞为指示剂。

3.1.14 CO_3^{2-} 、 HCO_3^- 的测定。

实际工作中单纯测定 CO_3^{2-} 和 HCO_3^- 的意义不大，但在测定地下水中的阴离子时，采用通用型阴离子色谱柱，其往往干扰 F^- 的测定。单纯测定 CO_3^{2-} 和 HCO_3^- 的常用离子色谱法有：用去离子水为淋洗液，抑制柱为分离柱测定 CO_3^{2-} 和 HCO_3^- ，两种物质为一个峰，在根据其溶液的 PH 值换算。

3.1.15 CO_2 的脱除。

在分析实际样品时，特别是直接电导法分析阴离子时，空气中的 CO_2 往往影响淋洗液的 PH 值，而 PH 值又影响离子的分离；所以防止空气中 CO_2 的干扰很重要。下面为简易 CO_2 脱除装置：

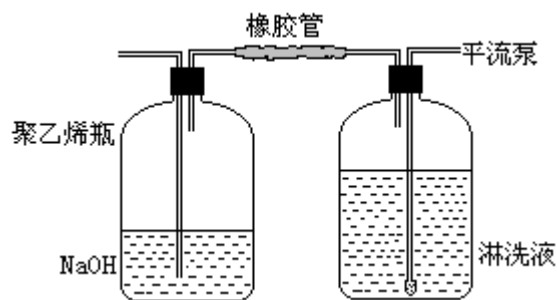


图22：简易 CO_2 脱除装置

3.2 固体样品

固体样品的一般处理原则是首先粉碎，用淋洗液或水进行提取，提取后的处理一般原则是按照液体样品的预处理原则进行，处理后可进样分析。下面结合实际样品特别说明两种常用的处理方法。

3.2.1 生活垃圾、工业废弃物。

可采用下面的管式电炉灼烧法处理：

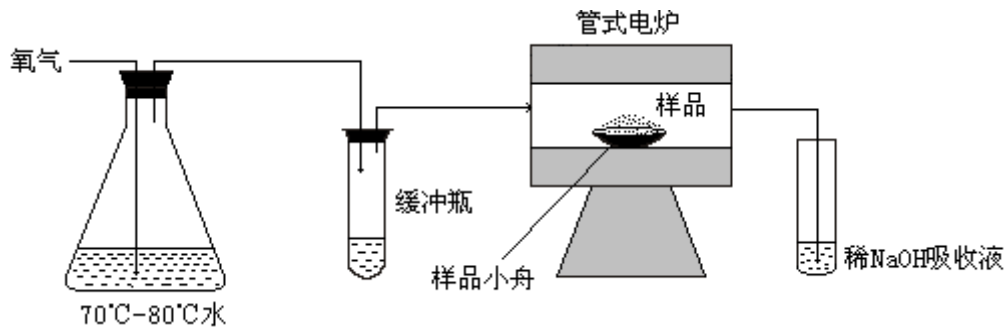


图23：管式电炉灼烧法处理固体样品

管式电炉灼烧法可处理很多的固体样品，如生活垃圾、工业污泥、废弃物等，特别是测定其中的总磷、总氮、总硫，用这种处理方法快速简单。

3.2.2 环境标志物。

环境标志物有很多，如树木、树叶、松针、植物的花朵、杂草；农作物如小麦、稻草、烟草等物品。通过测定这些物品中的离子含量可评估环境的状况。环境标志物的预处理除粉碎提取等方法外，还可采用图19的氧瓶燃烧法来处理。

3.2.3 土壤中 NH_4^+ 的测定。

土壤中 NH_4^+ 的浓度对评价土壤中有效氮的量意义重大（硝酸盐氮也是其中之一）。土壤中 NH_4^+ 的测定除了可用去离子水提出外，还可用下面的气化法来处理：

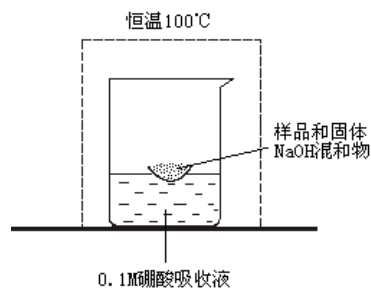


图24：土壤中 NH_4^+ 的气化法提取

3.3 特殊样品的预处理

对于生理体液等生物样品可采用下面的电渗析预处理装置。

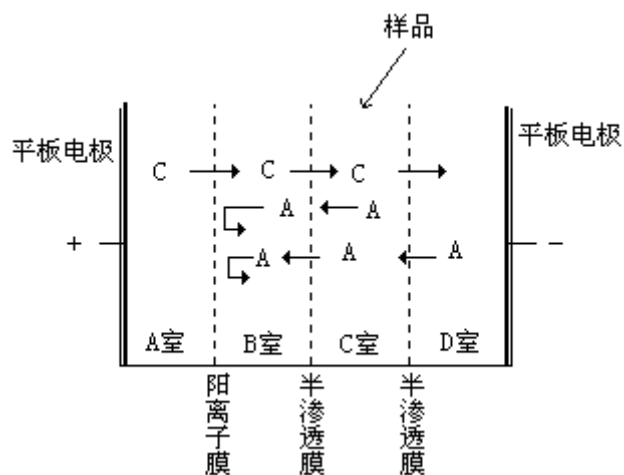


图25：电渗析预处理装置

图中C代表阳离子，A代表阴离子。其中C室注入要预处理的样品，A、B、D室均加入稀 Na_2CO_3 溶液；通电2—3分钟即可取B室样品进行测定其中的阴离子。

青岛盛瀚色谱技术有限公司

Qingdao Sheng-han Chromatography Technology Co., LTD

地 址：山东省青岛市崂山区株洲路168号海洋“+”众创空间13层

技术服务热线：0532-68069831

传 真：0532-68069838

邮 编：266101

网 址：www.sheng-han.com

青岛盛瀚微信公众平台



青岛盛瀚用户交流 QQ 群

