

离子色谱 (ICS900)

一、基本原理

离子色谱仪系统通常包含淋洗液（帮助分离样品离子的溶液）、高压泵、进样器、分析柱、检测池和数据采集系统。在运行样本前，离子色谱仪需先使用标准溶液进行校准。通过对比样品和标准溶液之间的测量结果数据，可以对样品中的待测离子进行识别和定量。数据采集系统（通常是运行色谱软件的计算机）生成色谱图（检测器输出与时间相关的图表）。色谱软件将色谱图中的每个峰值转换为样品浓度。

二、操作规程

第一步：标准样品的制备

- 1)取适量标准溶液
- 2)加入适量超神水稀释成至少四个不同浓度梯度的标准溶液

第二步：样品的制备

- 1)取适量样品粉末于烧杯中
- 2)加入适量超神水稀释至无色（理想进样范围：0.5~50mg/L）
- 3)若有重金属离子和有机小分子，进样前需先经过 Na 柱和 RP 柱净化。

第三步：分析前仪器准备（一）

- 1)检查罐内超神水是否充足，不得少于一半
- 2)N₂总阀开至最大，减压阀调至 0.2 左右
- 3)打开仪器电源
- 4) 打开电脑，启动“Chromeleon”软件，并确认已与仪器连接

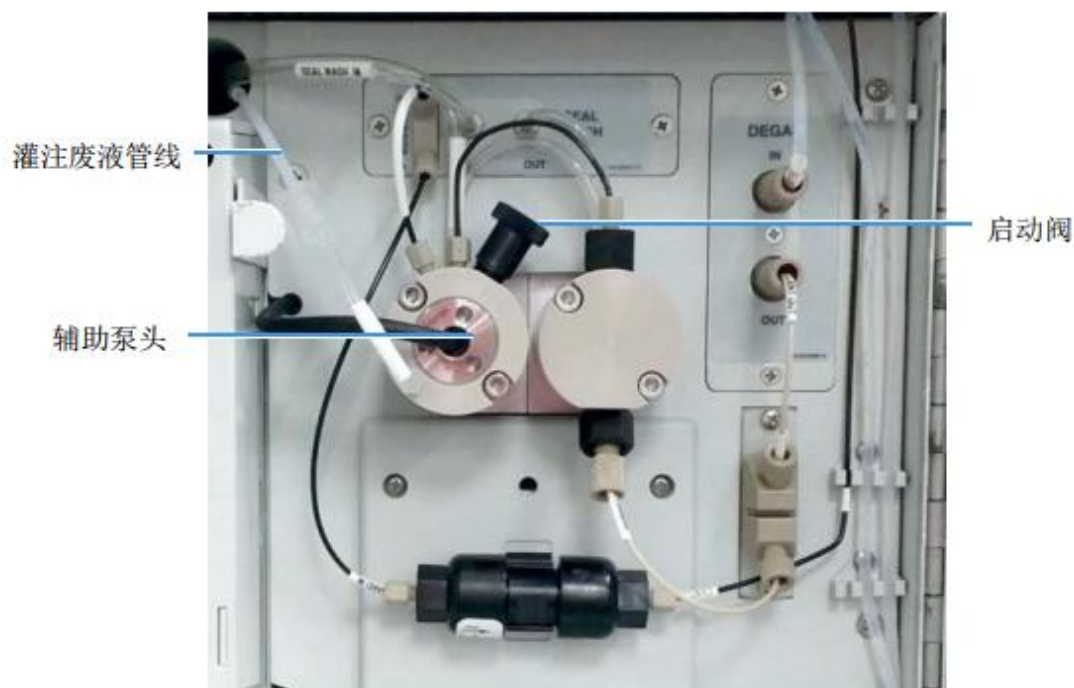
第三步：分析前仪器准备（二）

- 1)确认系统压力确认系统压力小于 0.7 MPa (100 psi)。将“启动阀”逆时针转动旋钮半圈。
- 2)在操作系统上，单击“灌注”
- 3)确认“启动阀”已打开，单击“执行，忽略警告”
- 4)灌注泵，直到无明显气泡排出，单击“停止”并将“启动阀”用手拧紧

5)启动泵，等待泵压力至 1000psi 以上，再按顺序开启 ect, crtc, 抑制器，柱温度，检测器温度，调整淋洗液浓度 23mmol/L, 对应电流为 57mA

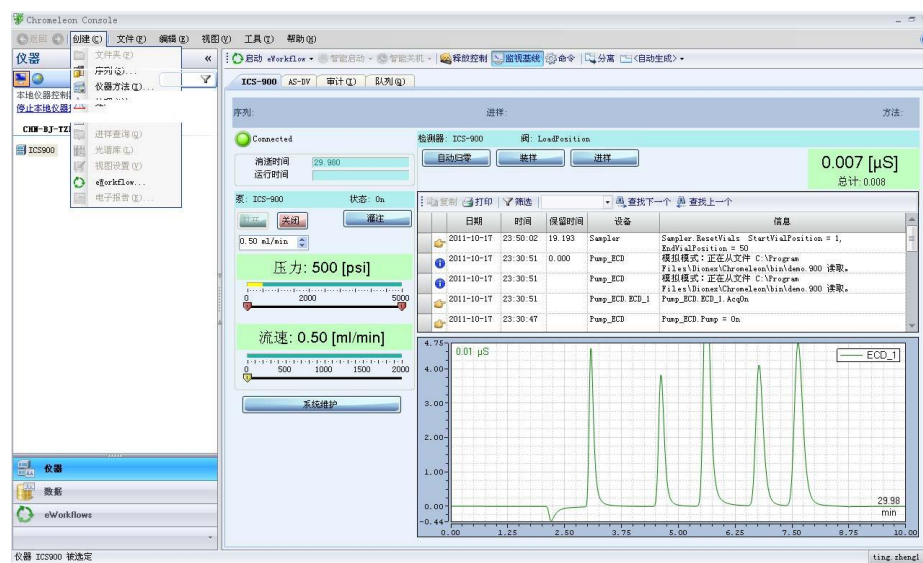
注意：若仪器超过两周以上未开机使用，切勿启动 ect, crtc, 抑制器，保持泵运转半小时，将离子交换膜润湿。

6)打开系统监视器，监视基线至电信号平稳（大概半小时左右），方可进行实验



第四步：分析（一）——仪器方法

1)点击建立(Create)，选择仪器方法(Instrument Method)。



2) 进入向导，输入运行时间（Run Time），点击下一步（Next）。

仪器方法向导 - 系统：常规设置

常规设置 for 系统.

运行时间 (R)
请指定方法的运行时间:

20.000 [0.000...100000.000 min]

诊断通道 (C)
选择要使用的诊断通道:

序号	通道

选择所有通道
取消选择所有通道

< 返回 (B) 下一步 (N) > 取消 帮助

3) 设置泵流速，设置低压限和高压限。建议低压限设为 200psi，高压限设为 3000psi，点击下一步。

仪器方法向导 - 泵 (ICS-900: Pump_ECD): 流速

Pump_ECD 流速

类型 (T): 等度

柱流速

起始 (S): 1 [0.01...5.00 ml/min]

压力限值

下限 (L): 200 [0...4900 psi]
上限 (U): 3000 [100...5000 psi]

溶剂

名称
%A %A

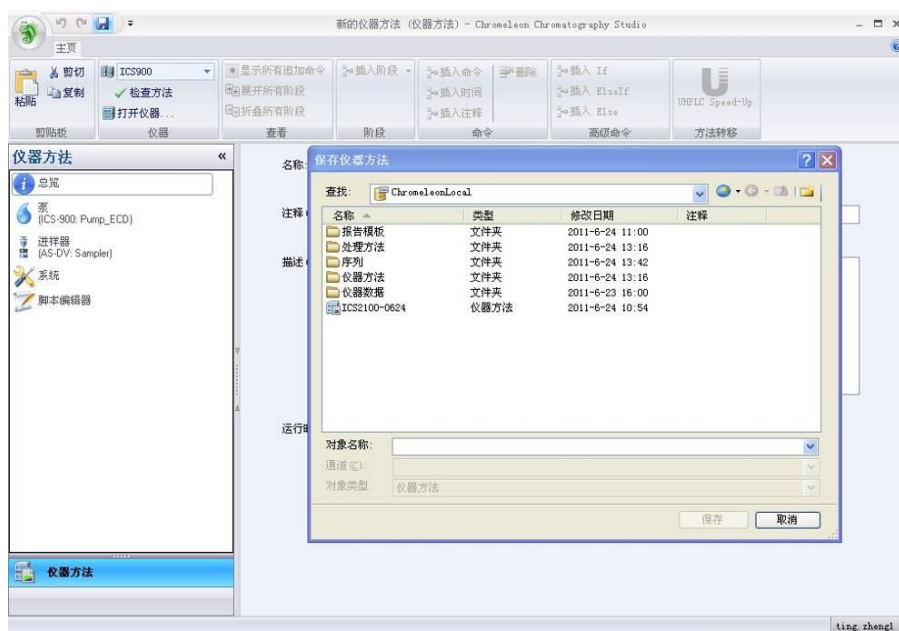
< 返回 (B) 下一步 (N) > 取消 帮助

4) 选择进样方式：手动进样。选择进样时间，建议设成 60 seconds。点击下一步。



5) 点击完成。

6) 点击保存，选择保存路径，输入方法名称，点保存



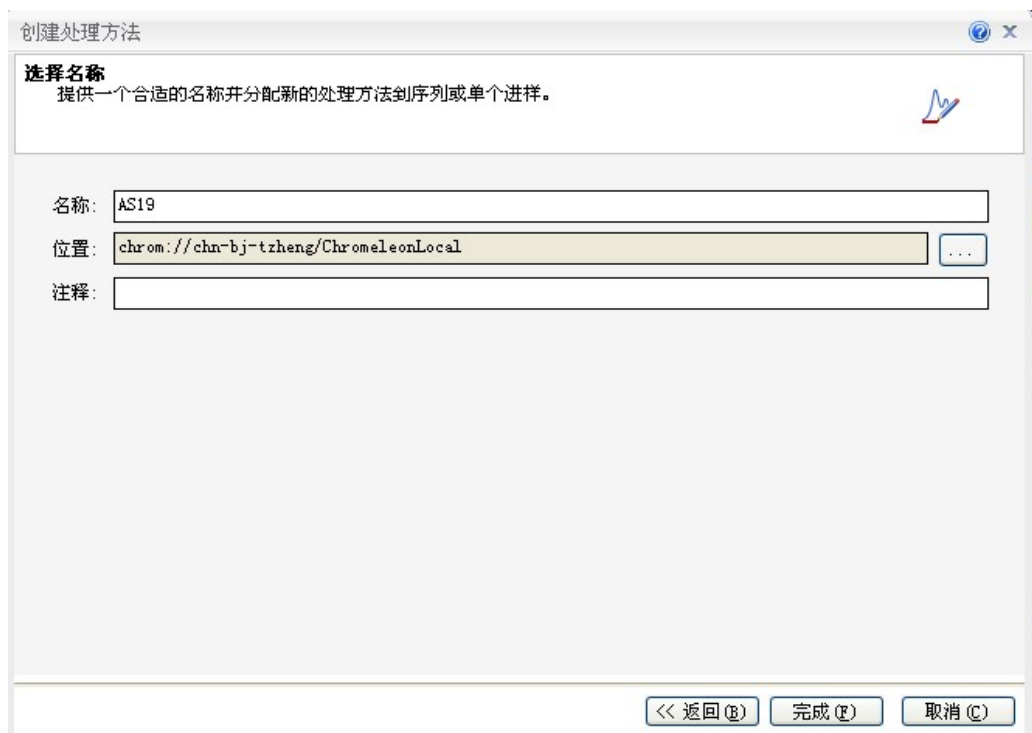
第五步：分析（二）——处理方法

1) 点击建立，选择处理方法。



2)

选择方法模板，点击下一步。



3)

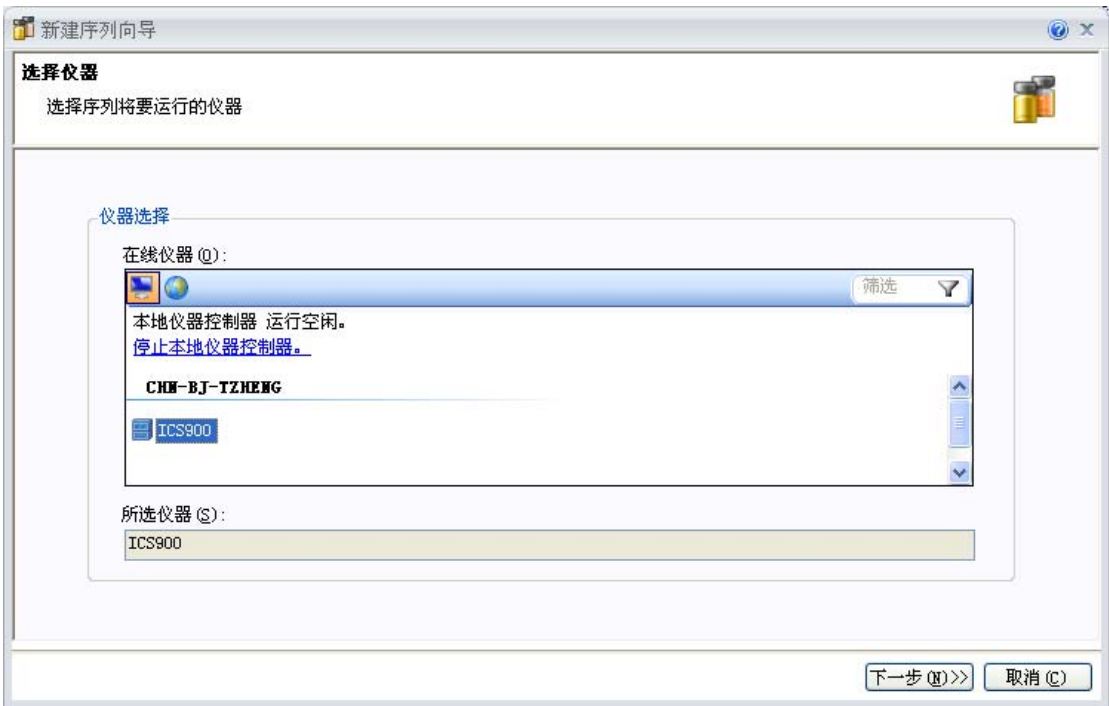
选择保存位置，输入名称，点击完成

第六步：分析（三）——报告模板

- 1) 点击建立，选择报告模板
- 2) 选择报告模板，点击下一步
- 3) 选择保存位置，输入名称，点击完成。

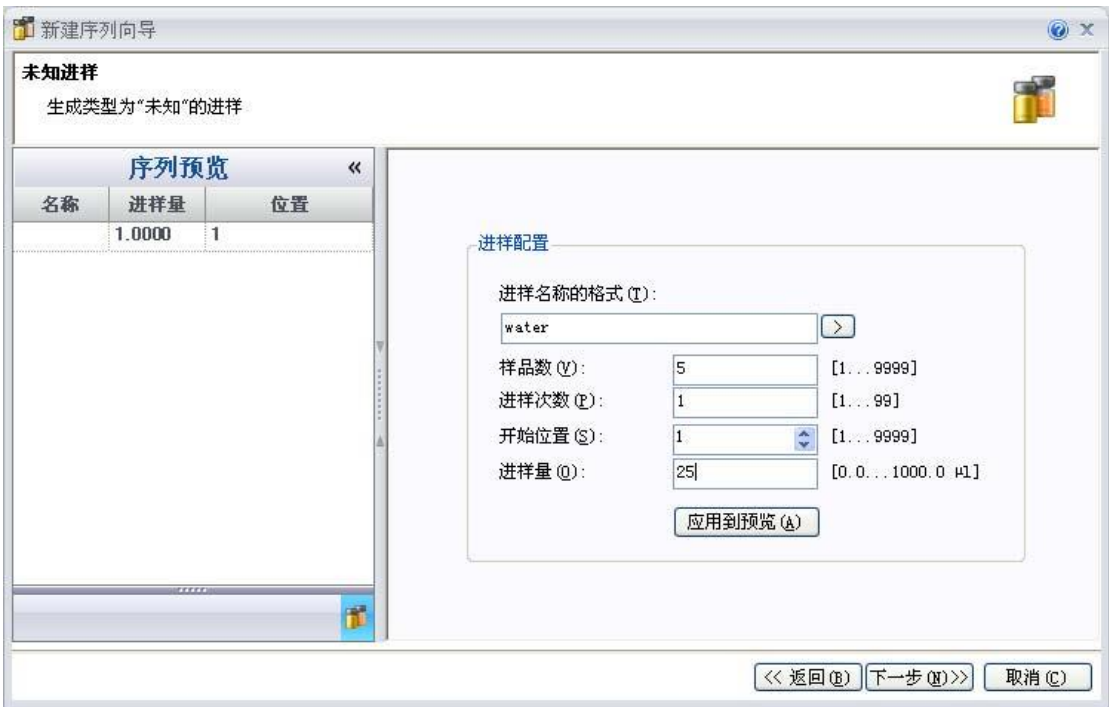
第七步：分析（四）——序列文件

1) 点击建立，选择序列



2)

选择仪器，点击下一步



3)

输入样品名、样品数和进样次数。如果有自动进样器，输入样品位置。点击下一步

4) 选择仪器方法、处理方法和报告模板。点击下一步

新建序列向导

方法和报告
指定方法和报告参数

方法选择

仪器方法 (I): chrom://chn-bj-tzheng/ChromeleonLocal/仪器方法/ICS900-1018.in 浏览

处理方法 (P): chrom://chn-bj-tzheng/ChromeleonLocal/处理方法/ICS900-1018.pr 浏览

默认

报告模板 (R): chrom://chn-bj-tzheng/ChromeleonLocal/Anion-1018.report 浏览

视图设置 (V): 浏览

通道 (H): ECD_1

<< 返回 (B) 下一步 (N) >> 取消 (C)

5)

点击完成。

6) 选择保存路径，输入序列名称，点击保存

7) 序列建立完成后，可以点击序列下方增加样品,也可以右键选择删除样品。修改样品名，修改序列后要点保存。

Chromeleon Console

数据 ICLINEAR

运行已完成

#	ECD_1	名称	类型	级别	位置	进样量 [μL]	仪器方法	处理方法	状态	进样
1	0	空白	未知	01	100	20.0000	linear	ICS2100-0624	已完成	200
2	20	未知	未知	01	100	20.0000	linear	ICS2100-0624	中断	200
3	2	校准标准品	02	100	20.0000	linear	ICS2100-0624	已完成	200	200
4	4	校准标准品	03	101	20.0000	linear	ICS2100-0624	已完成	200	200
5	6	校准标准品	04	102	20.0000	linear	ICS2100-0624	已完成	200	200
6	20	校准标准品	05	103	20.0000	linear	ICS2100-0624	已完成	200	200
7	未知	未知	01	1	20.0000	linear	ICS2100-0624	已完成	200	200
8	2	校准标准品	01	2	20.0000	linear	ICS2100-0624	已完成	200	200

单击这里以添加新的进样

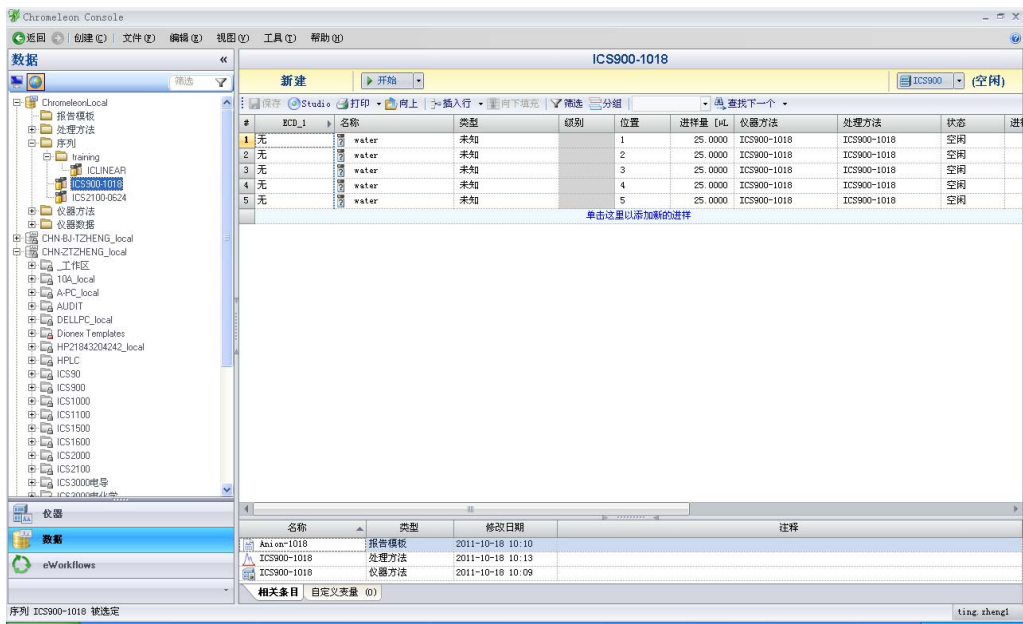
打开 (O) 复制 (C) Ctrl+C 粘贴 (V) Ctrl+V 插入 (I) Insert 删除 (D) Delete 向下填充 (F) F9 撤销 (Z) Ctrl+Z 恢复 (Y) Ctrl+Y 打印 (P) Ctrl+P 导出 (E) 显示数据跟踪 (Q) 相关条目 自定义变量 (O) ting.zhengl

第八步：开始序列

1) 序列建立完成后，点击开始

手

2) 手动注射样品后，点击仪器，在黄色提示区域处点击确定

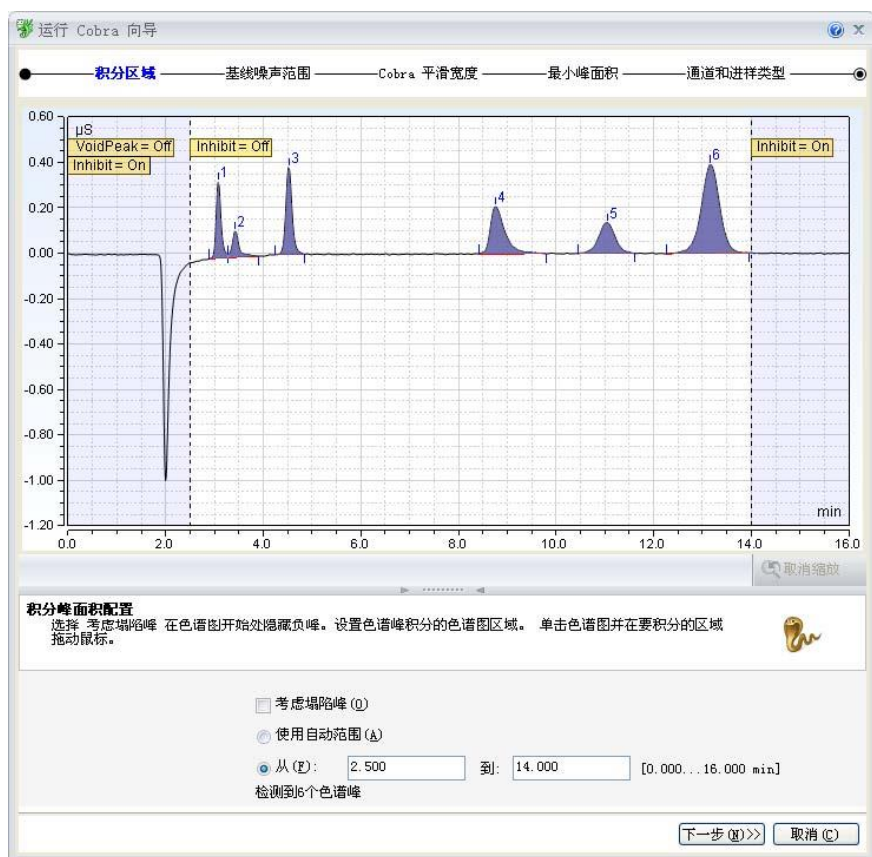


3) 开始进样分析。分析结束后进行下一个样品分析，直到整个序列所有样品都完成

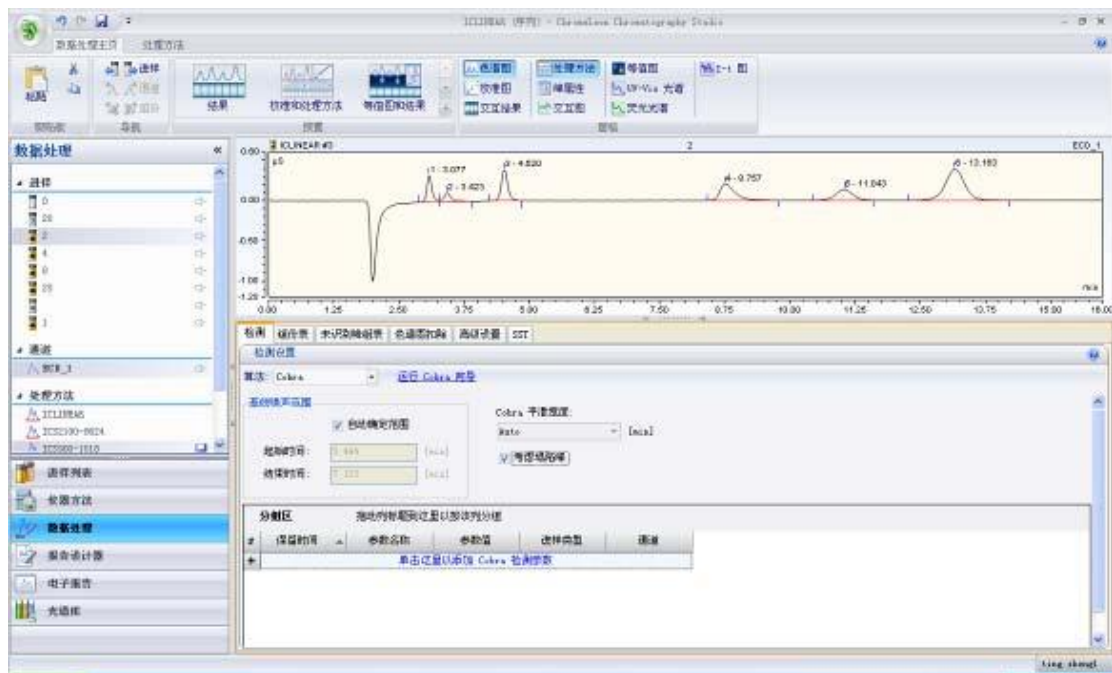
第九步：数据处理

1) 在左侧选择仪器数据，在浏览界面选择样品表，比如本例中 iclinear。当点击 iclinear 样品后，在右边的工作区显示样品表中所有样品的信息。双击其中的一个标准，打开色谱工作区。

2) 点击检测，点击运行向导。如果有水负峰，建议选上考虑塌陷峰



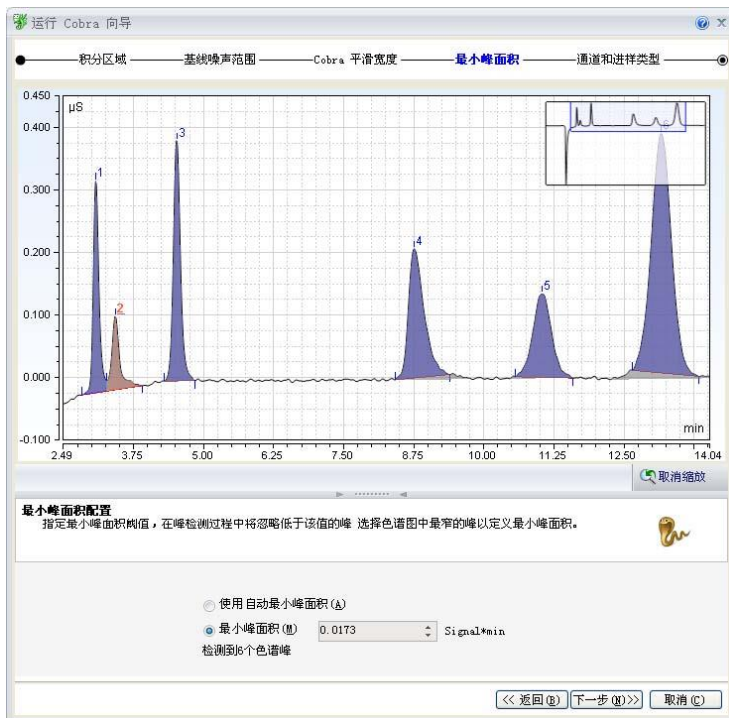
3)



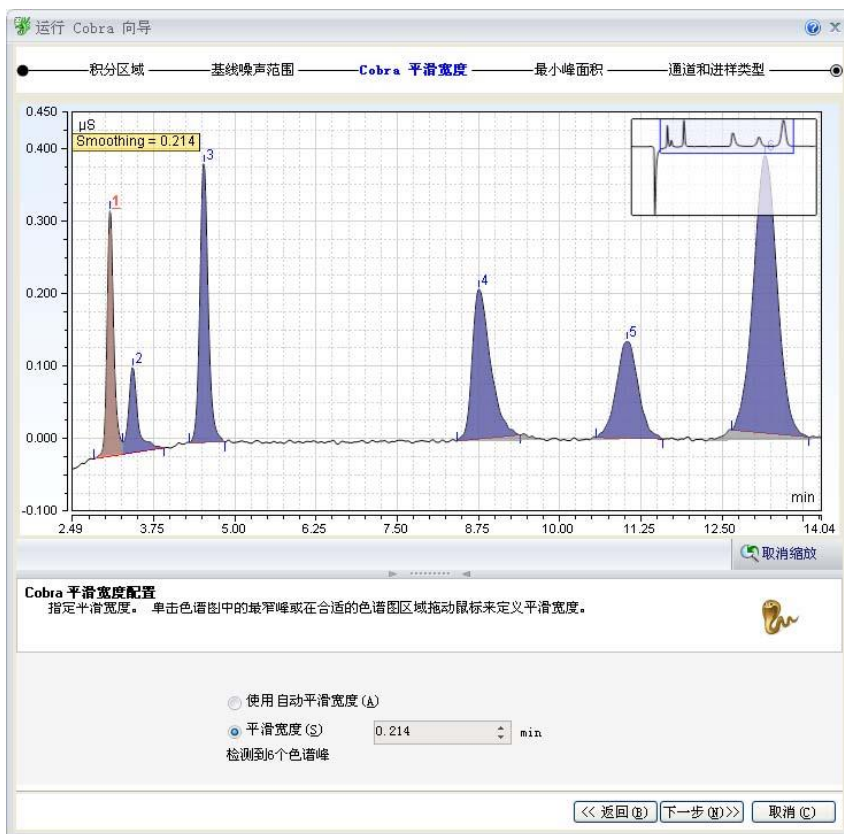
光标在色谱图上拖出一个积分区域，点击下一步

4) 直接点击下一步。

5) 在色谱图上点击一个最窄的峰，一般是第一个峰。点击下一步



6)

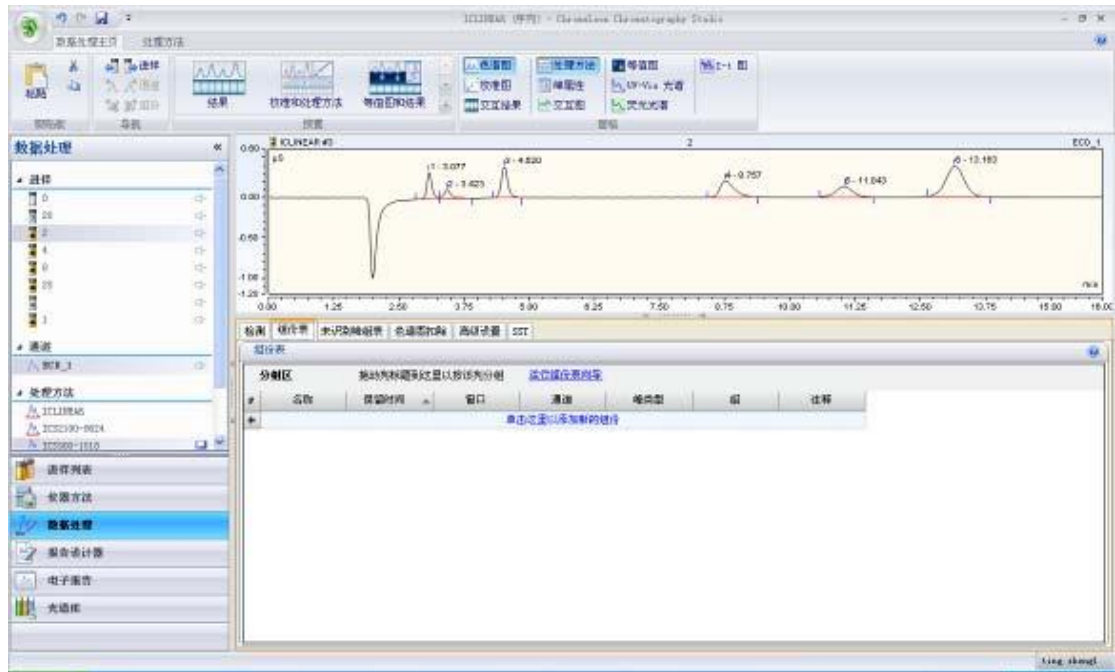


在色谱图上点

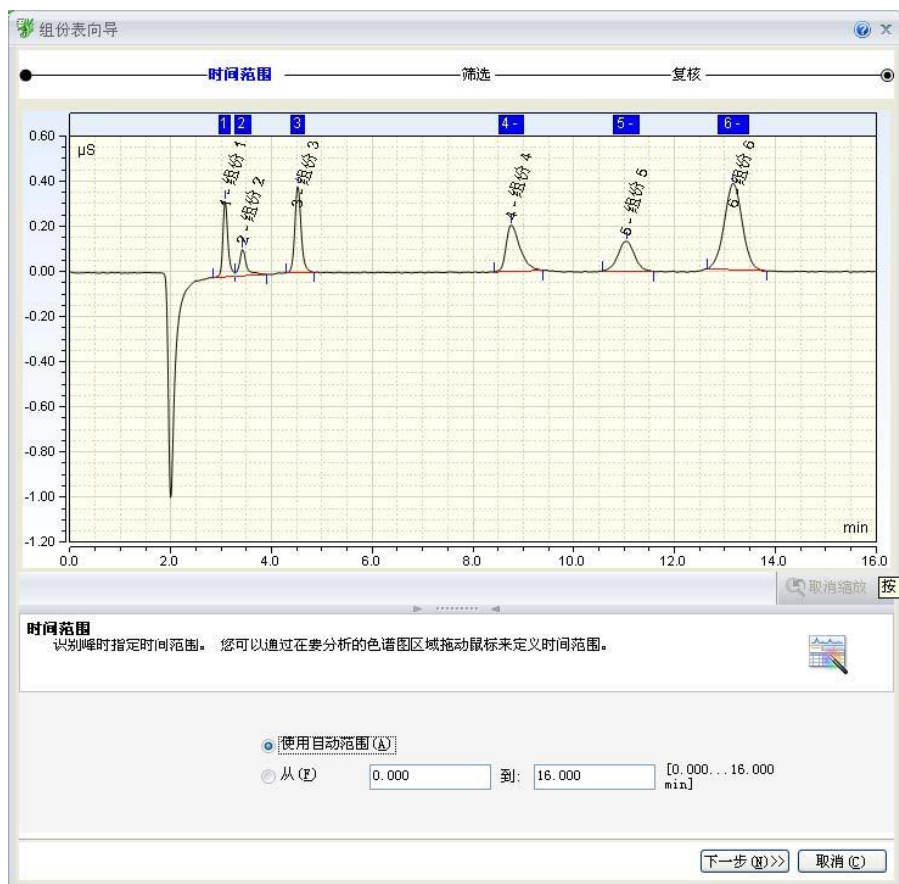
击一个面积最小的标准物质的峰，小于这个面积的峰都不积分，最小峰面积设置为所选峰峰面积的 90%。点击下一步

7) 直接点击完成

8) 点击组分表 (Component Table)，点击运行向导



9) 直接点击下一步



10) 直接点击下一步。

11) 点击完成



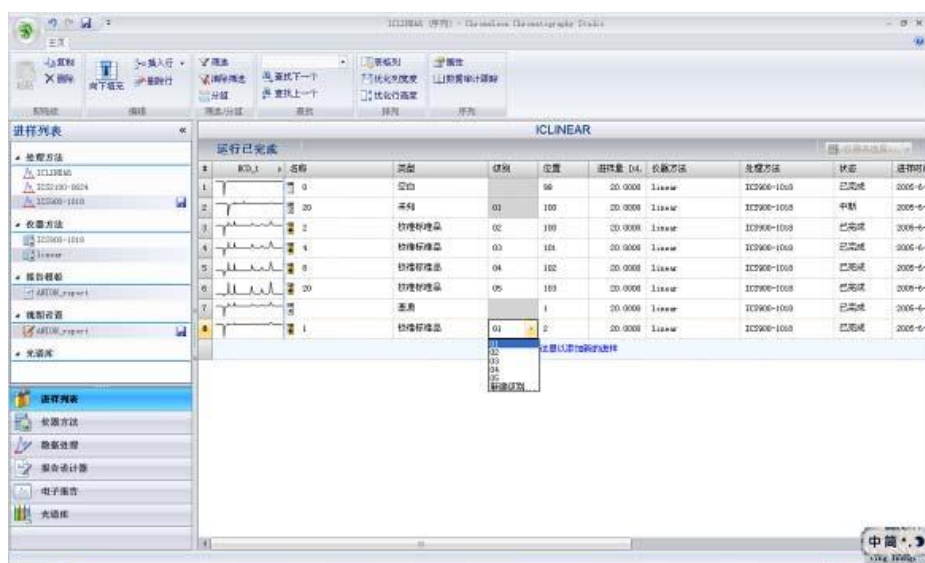
12)

输入峰名称，双击窗口

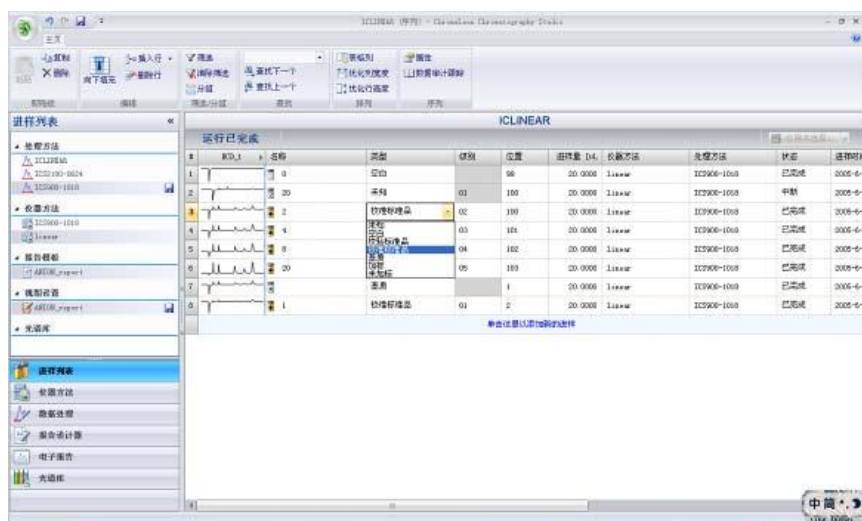
13) 选择相对的，窗宽处输入 5，点击 OK，点击 F9。或者右击，选择向下填充。



14) 点击进样列表，点击类型，选择标准

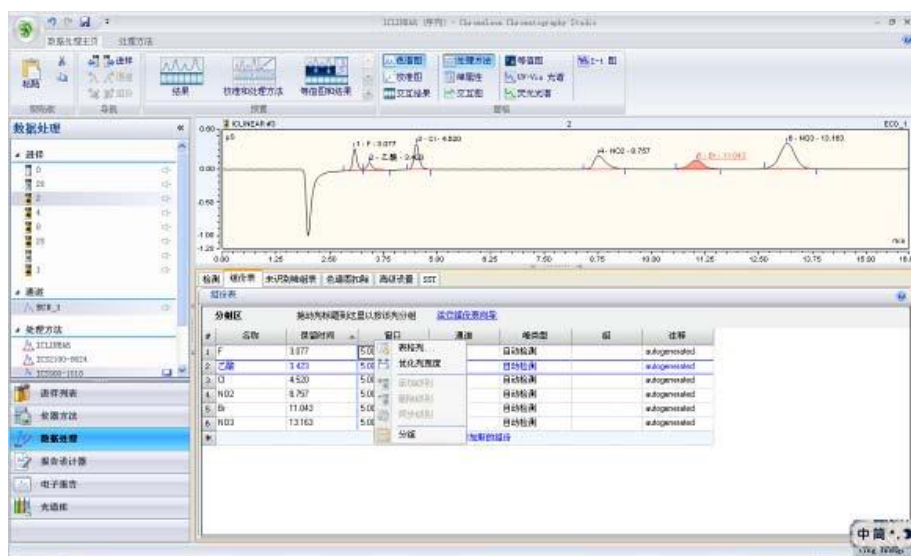


15)



点击等级，点击

建立新等级。根据标准浓度的不同，建立相对应的等级，点击数据处理。



16)

右键单击，

点击表格列



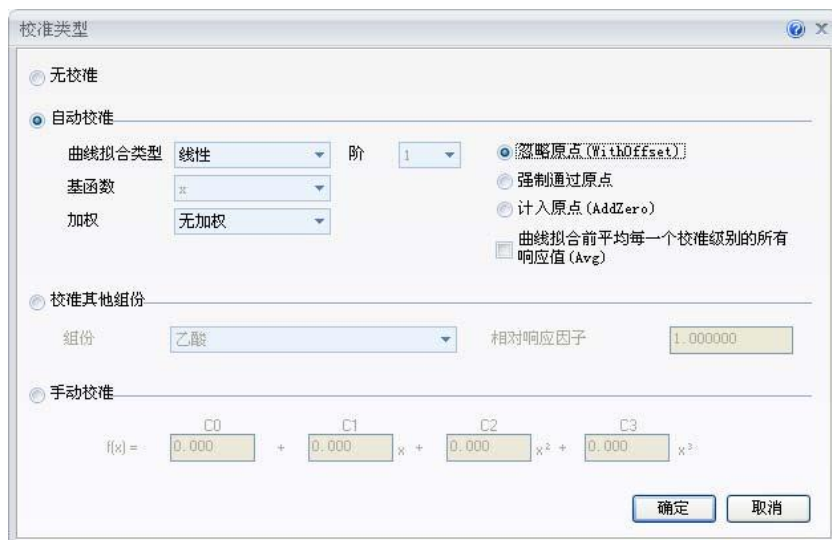
- 17) 光标将校准等
级、校准类型和浓度单位托至顶，点击确定



- 18) 依次

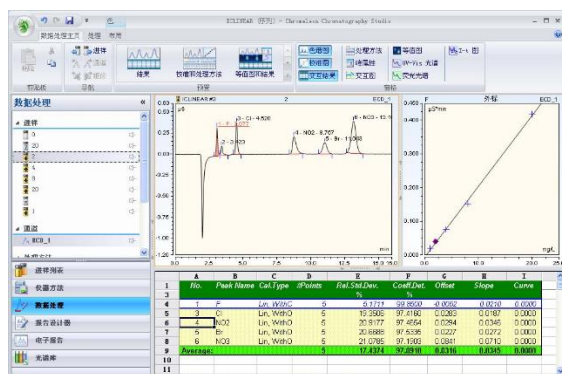
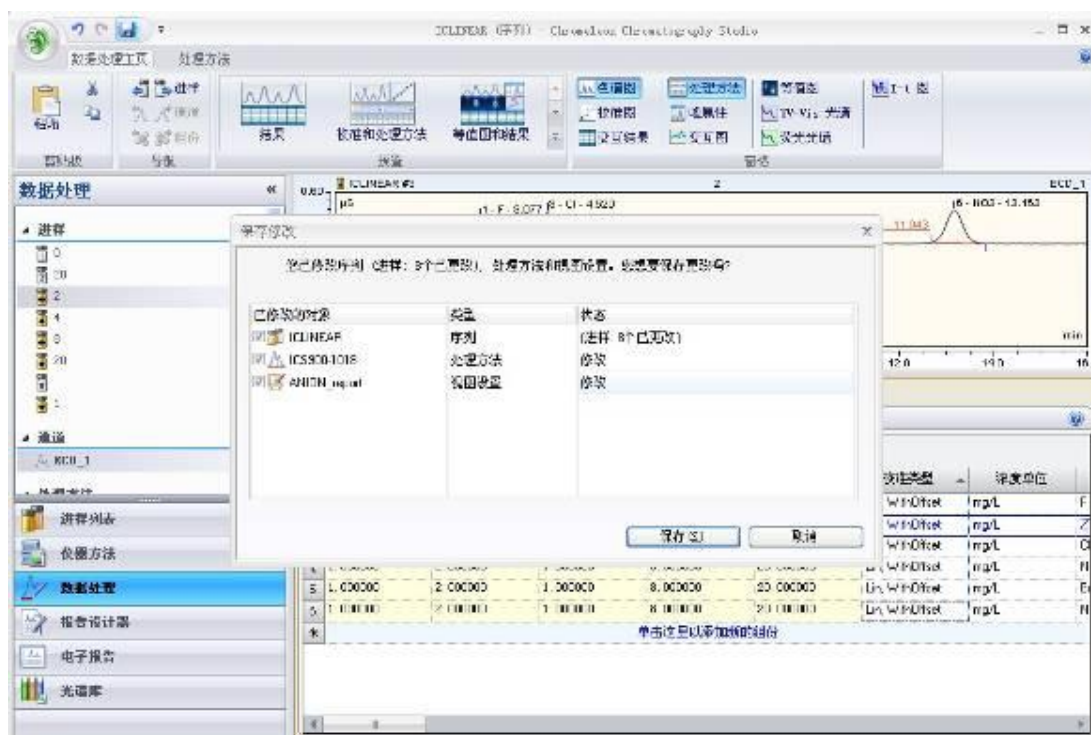
输入标准的浓度和浓度单位，双击校准类型进行多点校准。

- 19) 选择不过原点 (Ignore Origin)，点击 OK，点击 F9。或者右击，选择向下填充



20) 数据处理完成，点

击保存。



21) 查看校准曲线，点击结果和校准曲线图。

点击校准，可以查看线性相关系数 R2、截距和斜率。

22) 点击报告设计器，导出报告。

第十步：关机

- 1) 系统上点击抑制器，使其关闭
- 2) 待废液管不再出气泡时，继续依次点击 **crtc**、**ect**、泵
- 3) 将 N_2 总阀旋紧关闭
- 4) 关闭电脑和仪器。
- 5) 和同学们比较相关的样品是制备方面的操作，可加入该部分内容。我们实验室的样品主要有无机/金属材料、含碳材料（包碳材料和电极刮下来的材料）、电解液中的金属离子、膜材料（燃料电池中 **Nafion** 膜上的催化剂）。可以无机/金属材料写一下，其他样品列出注意事项。

三、注意事项

1、测试样品

测试样品必须使用超纯水稀释至无色，浓度不宜过高，不宜含有过量有机物和重金属离子，以免损坏色谱柱

2、离子类型测试

阴离子：F, Cl, NO_3 , SO_4 等，阳离子：Li, Na, K, NH_4 等

（原则上仪器默认测量阴离子，阳离子的测试需另外对仪器进行调试）

3、测试过程

- 1) 开泵前需开启动阀并灌泵
- 2) 长时间未启动仪器需让泵保持运转，使得交换膜充分润湿
- 3) 测试前需耐心等待基线平稳
- 4) 进入测试序列时需耐心等待序列完整运行，以免影响其他样品出峰

四、日常维护

1、仪器室环境的维护

非仪器工作期间，有专门人员定期擦拭仪器，维护仪器清洁。使用后，将废液桶倒空清理干净，用抹布擦拭溅出的液滴，防止腐蚀仪器面板。

仪器的使用环境维护要求：

- （1）温度稳定且防尘（防止进样口污染）温度为 $25^{\circ}C \pm 2^{\circ}C$ ；
- （2）配备空调机、温湿度计，湿度需小于 60%；
- （3）仪器室与前处理室隔离，并保持仪器室清洁卫生；

2、仪器色谱柱和抑制器维护

每周需让仪器保持运转半小时以上，以免抑制器内的离子交换膜损坏。

五、异常情况应对

1. 柱压升高或降低

系统存在堵塞、漏液、流速设定不正确，需联系工程师

2. 电导值异常

长时间未开机或超神水质量有问题，根据情况更换超神水滤膜或者重新稀释样品

六、仪器故障实例

暂无

七、维修日志

暂无（保修至 2024 年）

八、联系方式

屈工：15221606236

仪器厂家：赛默飞