

离子色谱仪关键参数解析

山东省计量科学研究院

许爱华

2016. 05 青岛

离子色谱仪定义

- **离子色谱**是高效液相色谱的一种---分析**阴阳离子**的一种液相色谱方法。通过不同离子在色谱柱**固定相**和**流动相**间分配和吸附特性的**差异**来进行分离，即用流动相把样品中不同离子带入色谱柱进行分离，使待测离子按先后次序进入检测器，通过**保留时间**进行**定性**分析，通过**信号强度**进行**定量**分析。
- **特点**：**选择性好、灵敏、快速、简便**等，可**同时**测定**多种**组分。

离子色谱仪用途

- 无机阴离子的分析、有机酸的分析、碱金属、碱土金属和铵离子的分析、脂肪胺类化合物的分析过渡金属离子的分析、芳香胺类化合物的分析、糖类及相关化合物的分析和氨基酸的分析。
- 离子色谱仪是近年来主要在**环境保护、水质分析、食品安全、医疗卫生、半导体和发电厂**等领域实验室中逐渐普及的检验仪器之一，在离子检验中起着重要的作用。
- 离子色谱**联用**技术是离子色谱发展的一个方向。联用技术的发展，使得离子色谱分析技术的应用范围和检测灵敏度有了很大的提高。

离子色谱仪标准部件

吉祥

- 输液泵系统
- 自动样品进样器
- 电磁六通进样阀
- 恒温箱：
保护柱、分析柱、抑制系统、检测器
- 数据处理与控制

吉祥

吉祥

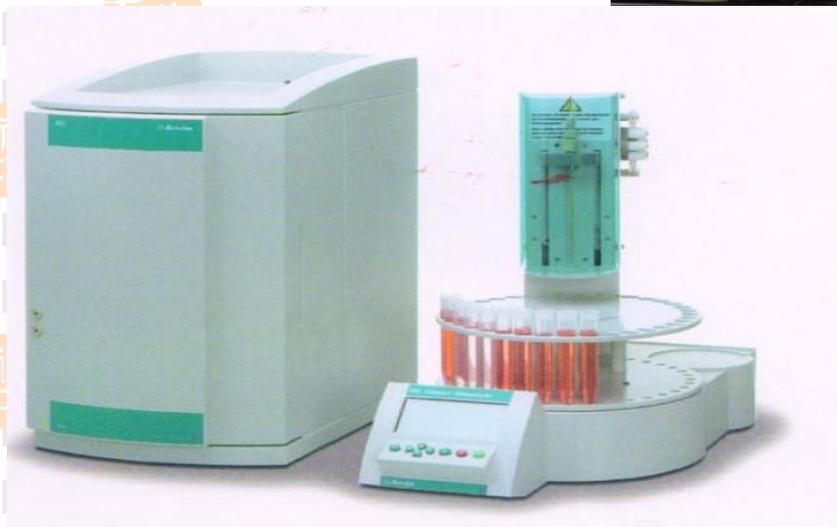
吉祥

吉祥

吉祥

离子色谱仪图片

吉祥



吉祥

吉祥

吉祥

离子色谱仪图片

青
島
普
仁



仪器信息网
www.instrument.com.cn

青
島
普
仁

青
島
普
仁

青
島
普
仁

离子色谱仪技术参数



■ 技术参数

类型：串联式往复泵，微处理器控制定冲程，可变速度

结构：化学惰性，无金属PEEK泵头和流路 PH 0—14水溶液和反相溶剂兼容

最大操作压力：35Mpa(5000psi)

压力波动：<1.0%

流速范围：0.00—5.0mL/min以0.01的增量

流量精度：<0.1%

流量准确度：<0.1%

活塞密封清洗：双泵头，连接洗涤液时连续清洗

压力范围：上限0—35Mpa或0—5000psi；可设置上下限报警功能

真空脱气（选配件）：单通道，自动



离子色谱仪技术参数



■ 电导检测电路和流动池

类型：微处理-数字信号控制处理器；

检测频率：100HZ、

分辨率：0.00238nS；

满刻度输出范围：0—15000 μ S

温度补偿：具有温度补偿功能；

温度范围：环境+7 $^{\circ}$ C到55 $^{\circ}$ C

电导池温度稳定性： $\leq 0.01^{\circ}$ C；

池电极：钝化316不锈钢

电导池体材料：化学惰性聚合材料；

电导池体积： $< 1\mu$ L

池加热交换器：低差量；

最大池操作压力：10MPa(1500psi)

■ 抑制器控制

AES, 0—150mA, 1mA增量；

SRS, 0—500mA, 1mA增量

柱加热（选配件）

操作温度范围：环境+5 $^{\circ}$ C到60 $^{\circ}$ C；

温度稳定性： $\pm 1^{\circ}$ C

温度精度：40 $^{\circ}$ C时外接标定温度计为 $\pm 2^{\circ}$ C



离子色谱仪技术参数

吉祥

■ 物理规格

电源：(100—240V)交流，50/60Hz (自动感应和调节)

电压范围：(90—265)V交流，(47—63)Hz

操作温度：(4—40)°C /(40—104)°F

操作湿度范围：5—95%相对湿度，无冷凝

控制模式：变色龙软件控制，可选择TTL或延迟开关。

两个延迟输出，两个TTL 输出，四个可编程输入

USB通讯口：一个输入，两个固定USB 输入口

漏液检测：内置，光学传感器

吉祥

吉祥

吉祥

吉祥

吉祥

离子色谱仪的组成:

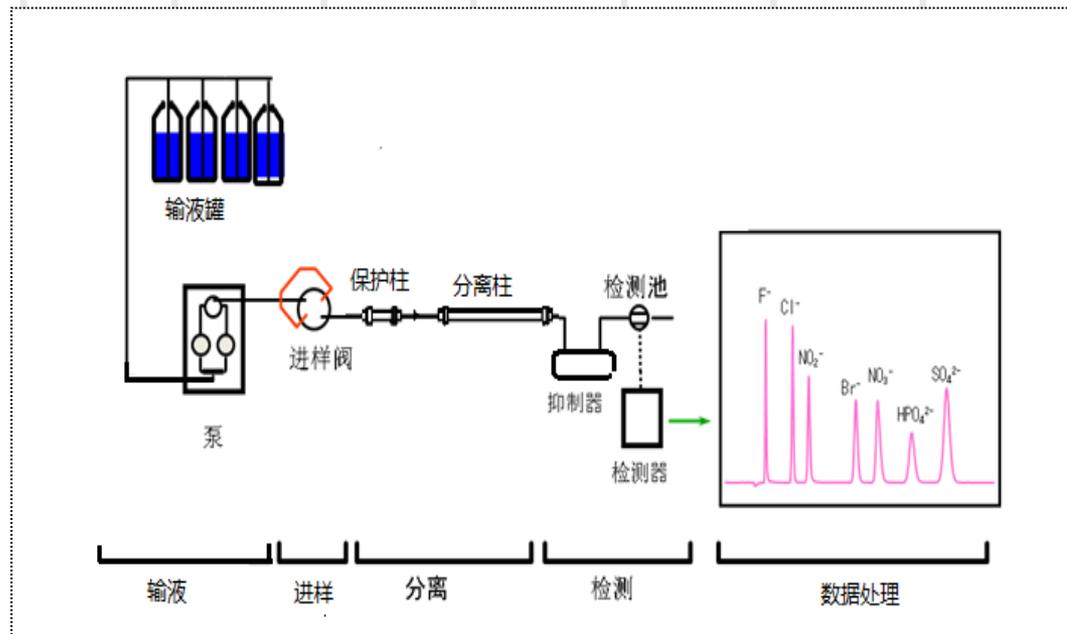
输液系统

进样系统

分离系统

检测系统

数据处理系统



性能要求

➤ 输液系统

- 输液管路及接口紧密牢固，在规定的允许压力范围内无泄漏。

表1 流量设定值误差 S_S 和稳定性 S_R 要求

流量设定值/ mL/min	0.2~0.5	0.5~1.0	大于1.0	
测量次数/ n	3	3	3	
收集时间/ min	20~10	10~5	5	
允许误差	S_S	±5 %	±3 %	±2 %
	S_R	3%	2%	2%

注:①最大流量的设定值可根据用户使用情况而定。

②对特殊的、流量小的仪器，流量的设定可根据用户使用情况选大、中、小三个流量，流动相的收集时间则根据情况适当缩短或延长。

性能要求



➤ 柱温箱

- 柱温箱温度设定值允许误差: $\pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ 。
- 柱温箱温度稳定性: 不大于 $1\text{ }^{\circ}\text{C/h}$ 。

➤ 检测器---离子色谱仪检测器的主要性能指标

项目 \ 检测器	电导检测器	紫外可见检测器	电化学检测器
基线噪声	$\leq 0.02\text{ }\mu\text{S}(0.005)$ 或 $\leq 2\% \text{F}\cdot\text{S}$	$\leq 0.5\text{ mAU}$	$\leq 0.2\text{ nA}$ (直流安培)
基线漂移	$\leq 0.10\text{ }\mu\text{S}/30\text{ min}$ 或 $\leq 20\% \text{F}\cdot\text{S}/30\text{min}$	$\leq 5\text{ mAU}/30\text{ min}$	$\leq 2\text{ nA}/30\text{ min}$
最小检测浓度	$\leq 0.02\text{ }\mu\text{g/mL}$	$\leq 0.02\text{ }\mu\text{g/mL}$	$\leq 0.02\text{ }\mu\text{g/mL}$
仪器线性	0.995	0.995	0.995
波长示值最大允许误差	/	2nm	/
波长重复性	/	$< 2\text{nm}$	/

性能要求

▶ 整机性能

仪器的整机性能用定量重复性、定性重复性来表示。

- 定性重复性：不大于1.5%。
- 定量重复性：不大于3%。



参数一览表

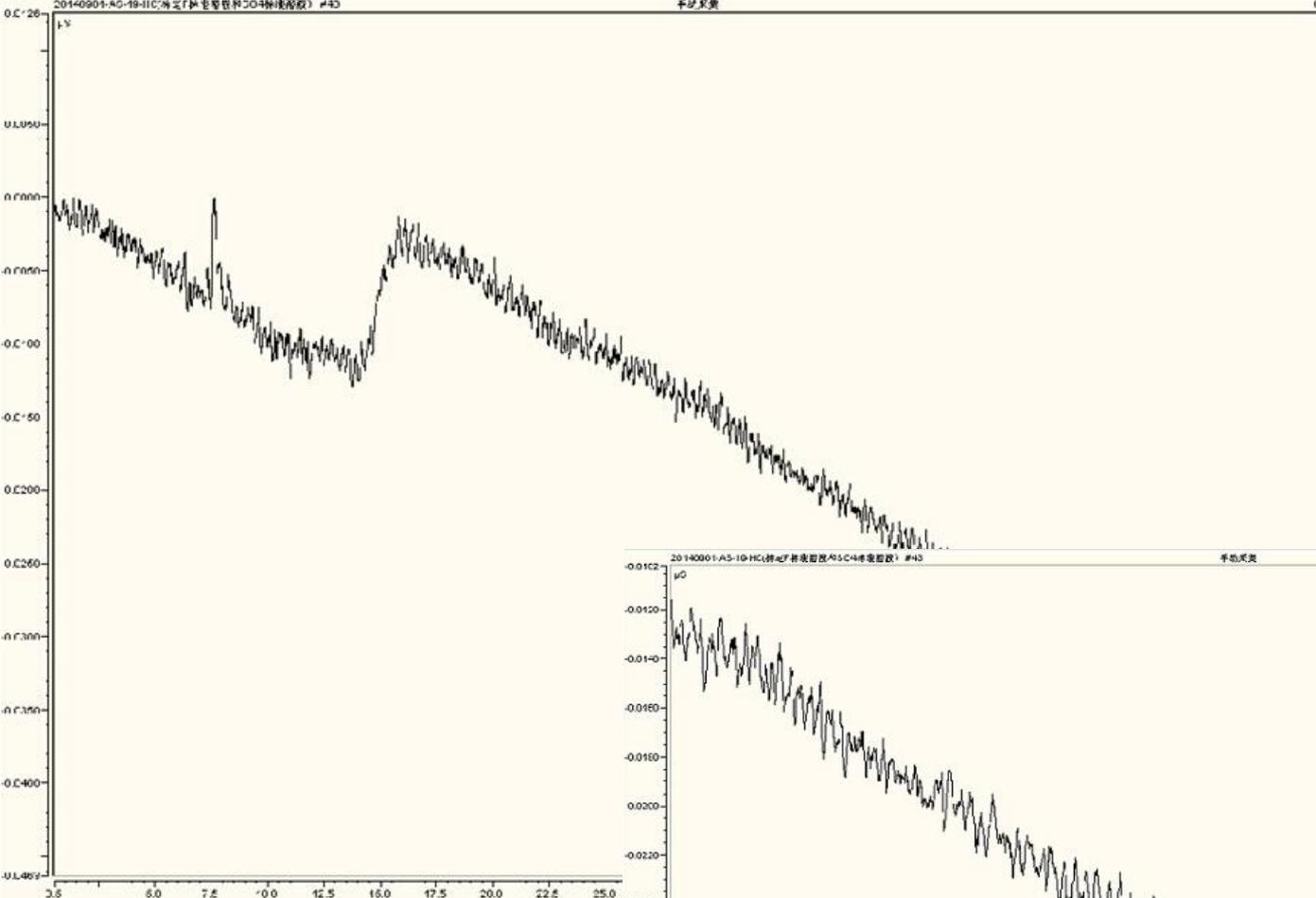
- 输液系统
- 柱箱温度设定值误差和控温稳定性
- 基线噪声和基线漂移
- 最小检测浓度
- 定性重复性
- 定量重复性
- 仪器线性

吉
祥
意

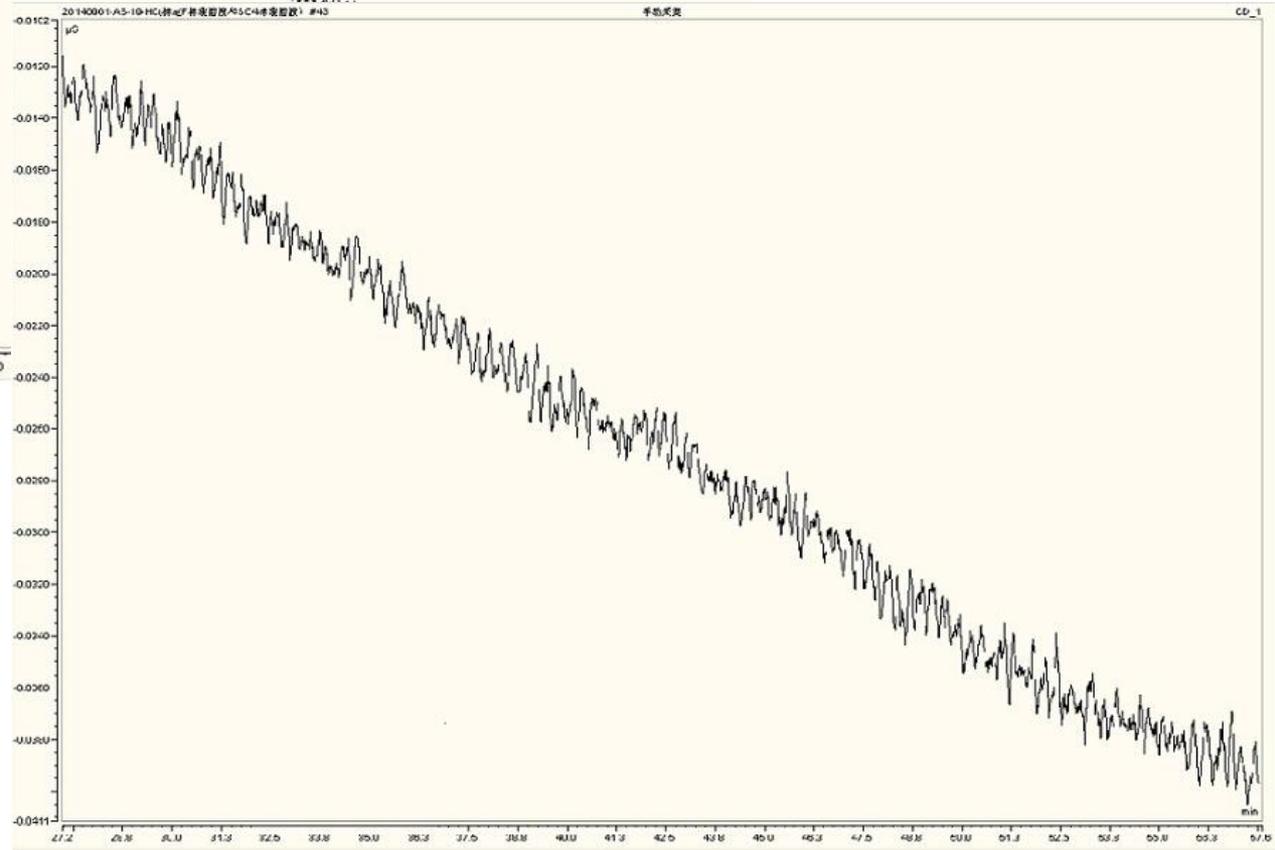


一、基线噪声和基线漂移

- **基线噪声**为30min基线中噪声最大峰-峰高对应的信号值。
- **基线漂移**用30min内基线偏离起始点最大信号值表示。
- **注:**若电导检测器不能输出电导值,就以相当25 μ L定量环仪器的0.5 μ g/mL Cl^- 或0.2 μ g/mL Li^+ 的峰高为满刻度,上述测得基线噪声值和基线漂移值除以该满刻度即为仪器的基线噪声和基线漂移。



吉祥

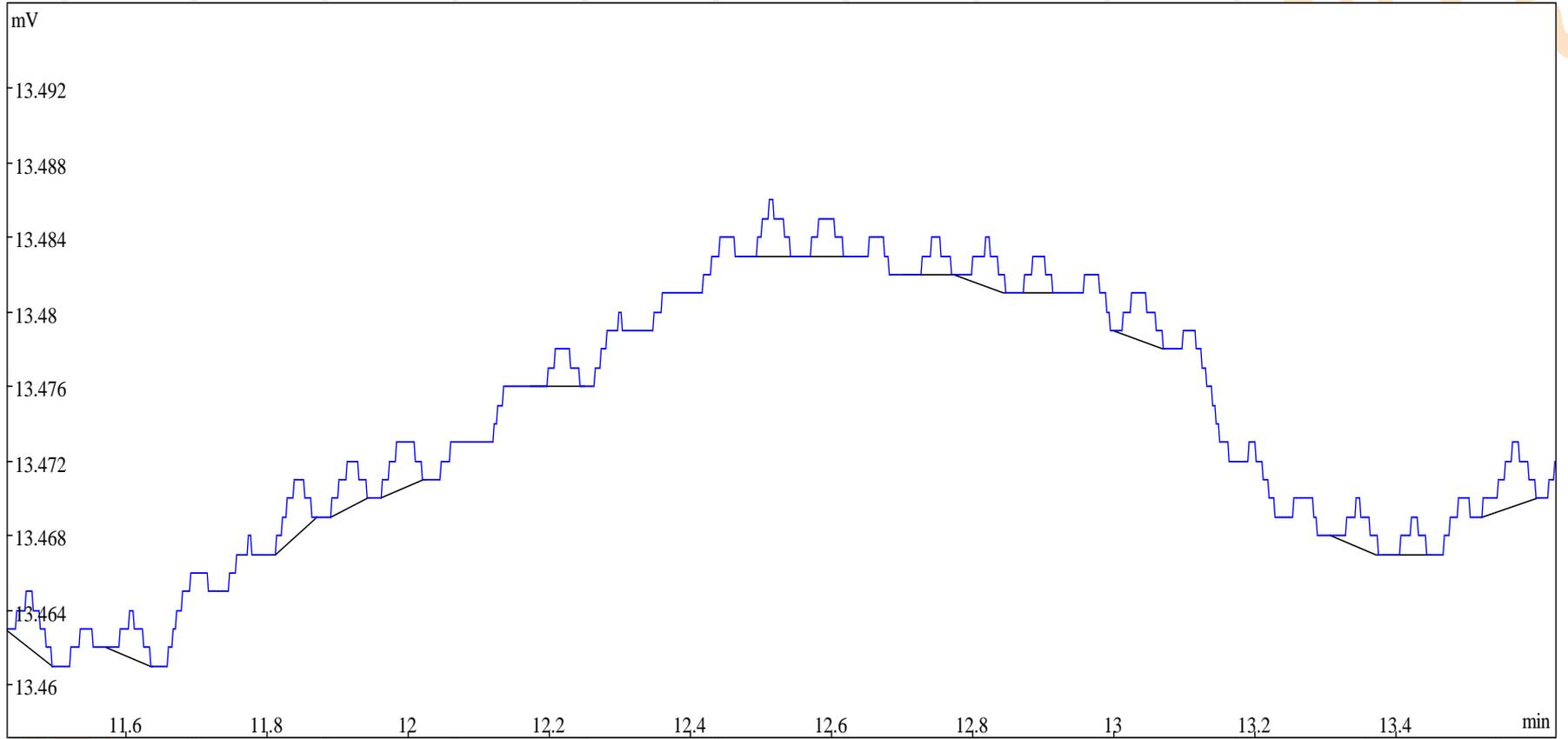


吉祥

吉祥

吉祥

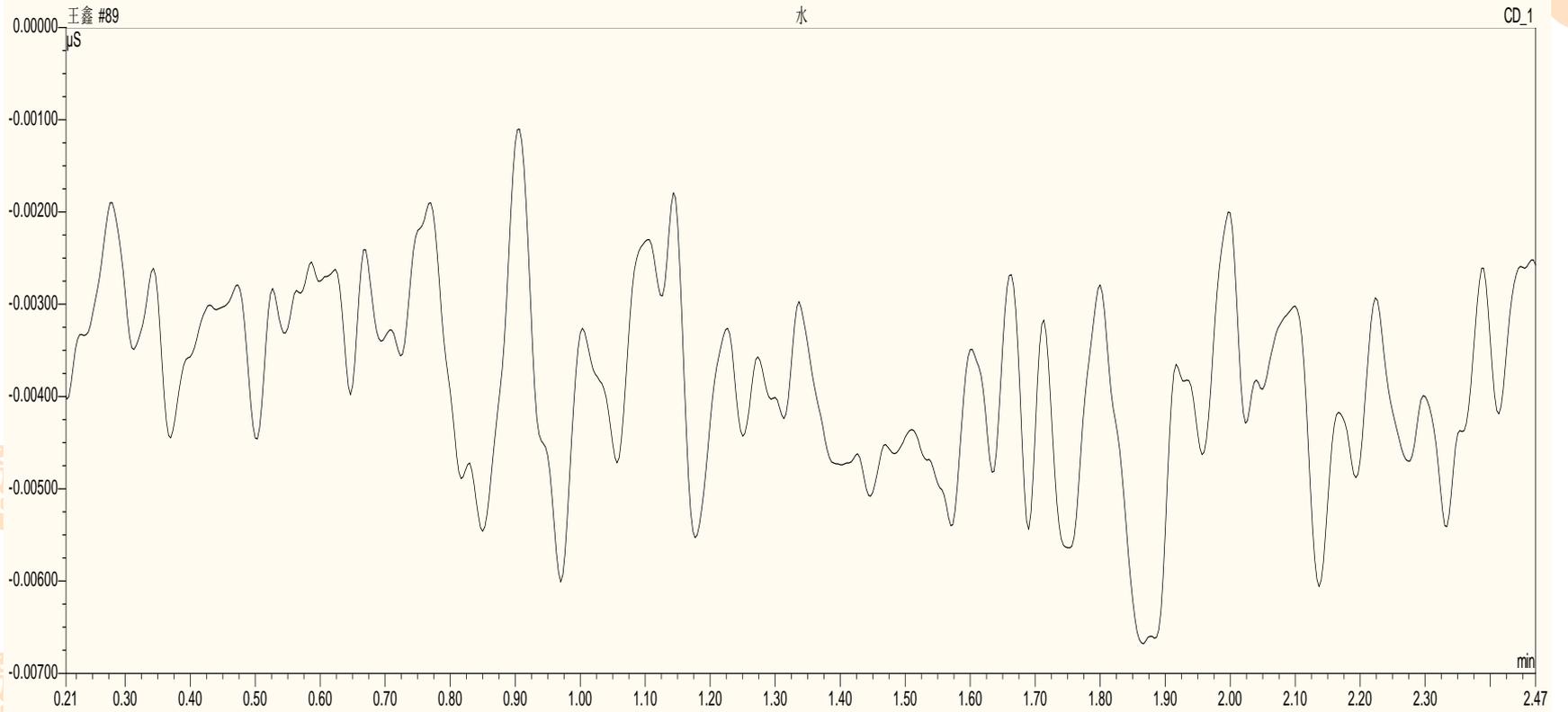
吉祥如意



吉祥如意

吉祥如意

吉祥如意



吉祥

吉祥

吉祥如意

吉祥如意

二、最小检测浓度

➤ 以电导检测器为例

- 选取相应的检测离子浓度 $\text{Cl}^- - 0.5 \mu\text{g}/\text{mL}$ ，记录色谱图，由色谱峰高和基线噪声，按下式（1）计算最小检测浓度（按 $25 \mu\text{L}$ 进样量计算）。

- 计算公式如下：

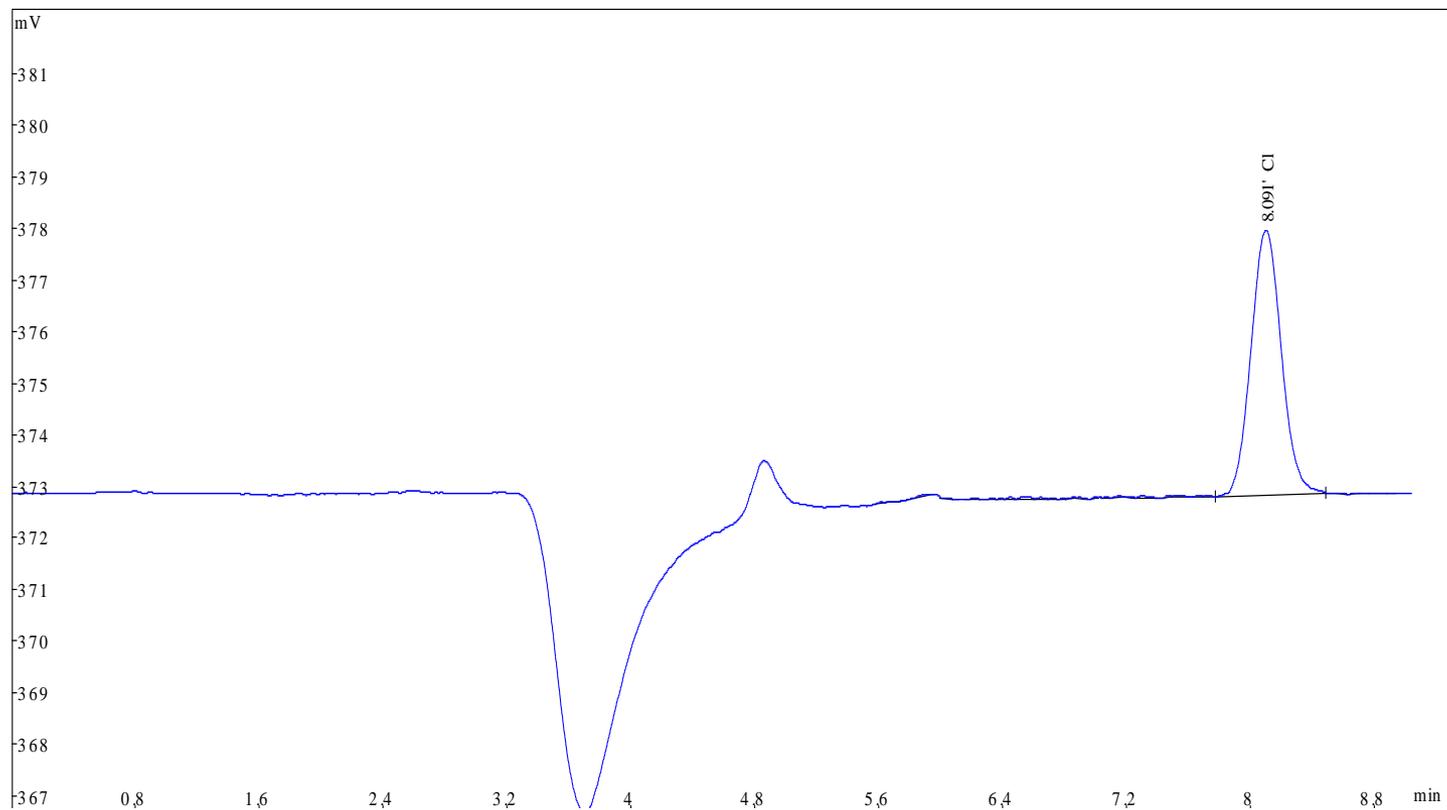
$$C_{\min} = \frac{2H_N c \times V}{25H}$$

- 式中：

- —— 最小检测浓度，单位为 $(\mu\text{g}/\text{mL})$ ；
- —— 基线噪声峰高，单位为 $(\mu\text{S}\cdot\text{cm}^{-1}$ 或 $\text{mV})$ ；
- —— 标准溶液浓度，单位为 $(\mu\text{g}/\text{mL})$ ；
- —— 标准溶液的色谱峰高，单位为 $(\mu\text{S}\cdot\text{cm}^{-1}$ 或 $\text{mV})$ ；
- —— 进样体积，单位为 (μL) 。

最小检测浓度： 0.0012 μ g/mL

吉
祥
知
道



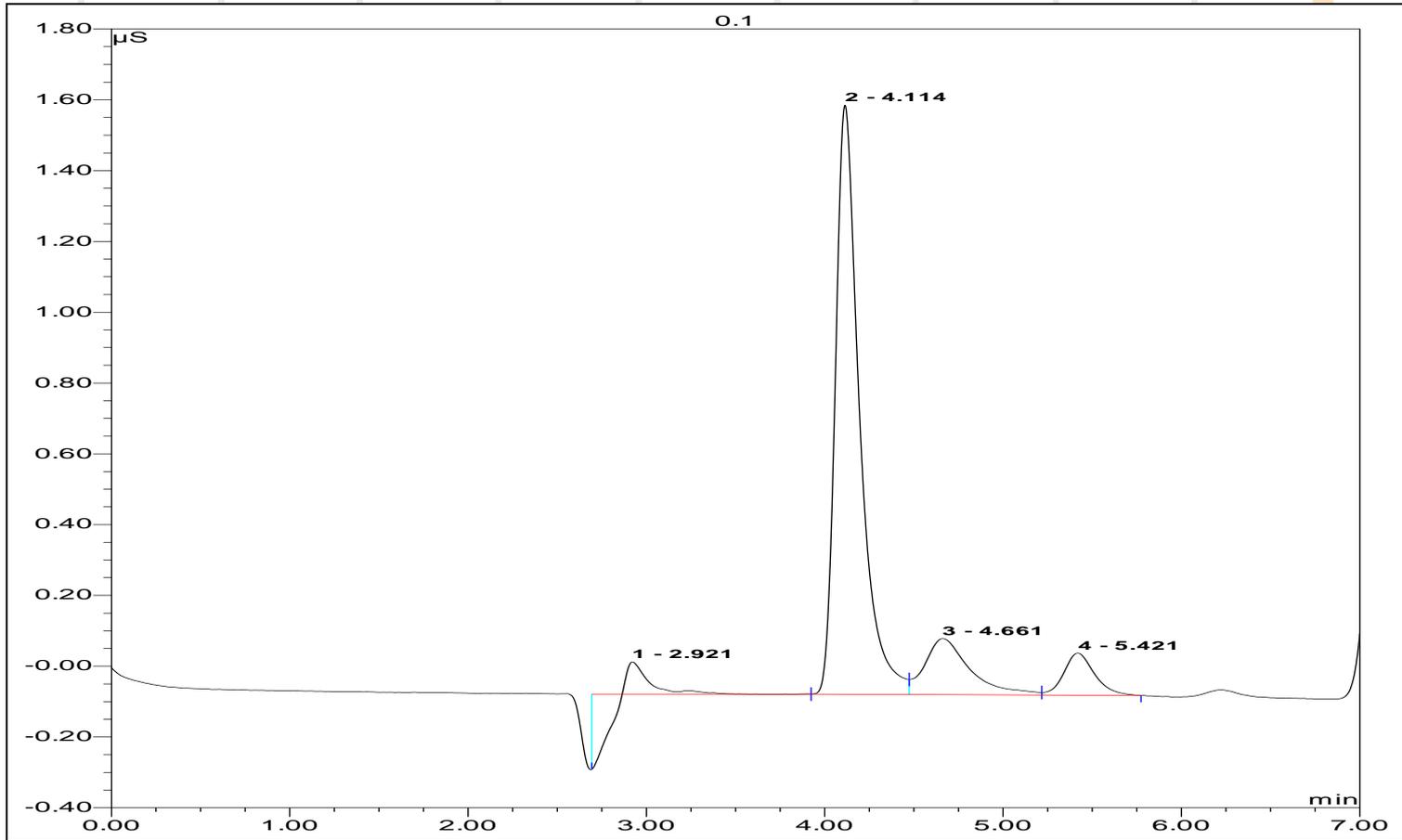
吉
祥
知
道

吉
祥
知
道

吉
祥
知
道

最小检测浓度: 0.0011 μ g/mL

吉
如
祥



吉
如
祥

吉
如
祥

吉
如
祥

三、定性和定量重复性

- 待仪器稳定后，按不同检测器选取不同检测离子（见下表）进行测量，连续进样6次，记录色谱峰的保留时间和峰面积或峰高，按下式计算相对标准偏差 RSD_6 。
- 保留时间的相对标准偏差为定性重复性。
- 峰面积的相对标准偏差为定量重复性。

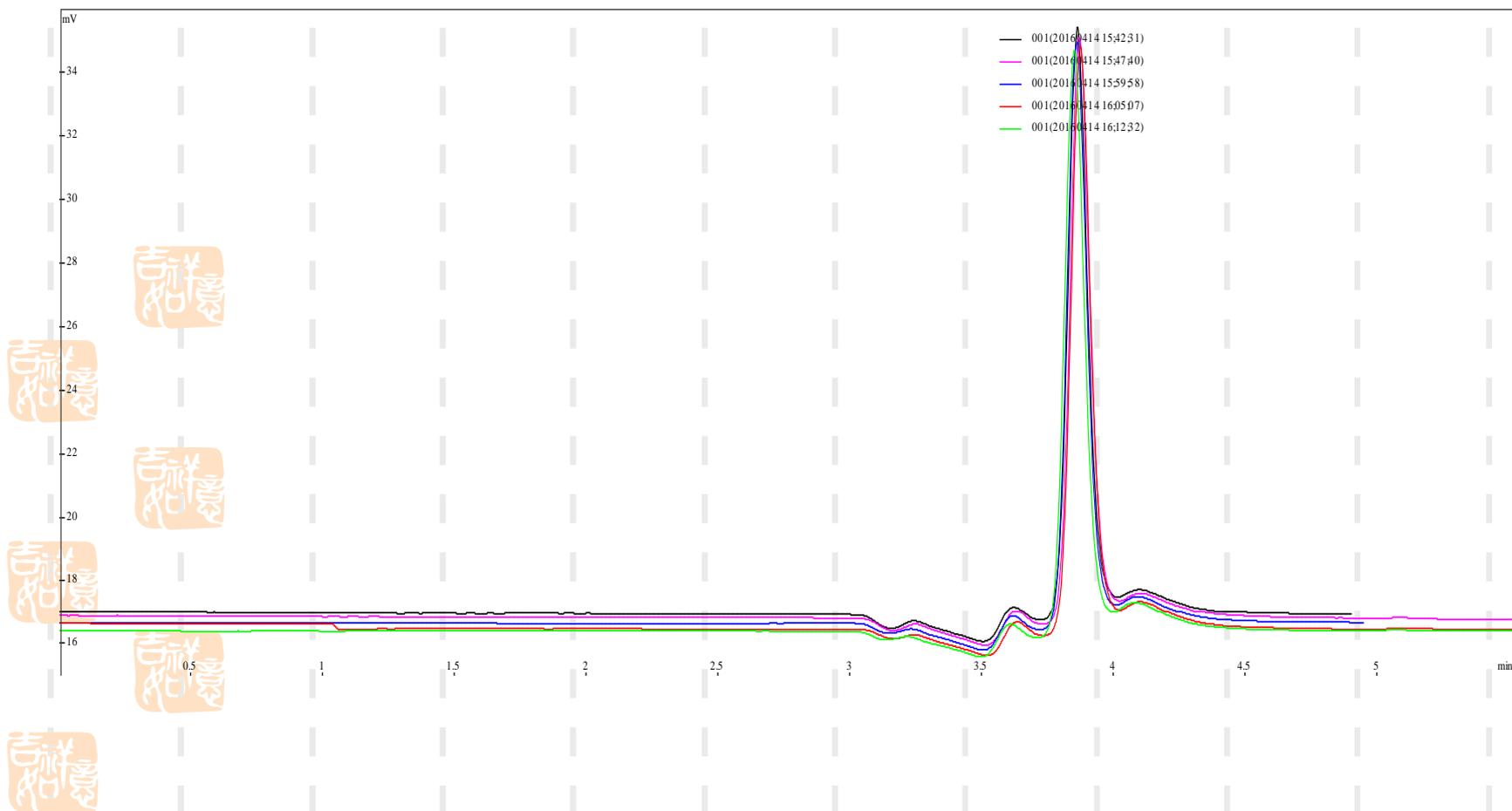
$$RSD_{6\text{定性(定量)}} = \frac{1}{\bar{X}} \times \sqrt{\sum_{i=1}^6 \frac{(X_i - \bar{X})^2}{(6-1)}} \times 100\%$$

不同检测器对应的检测离子浓度

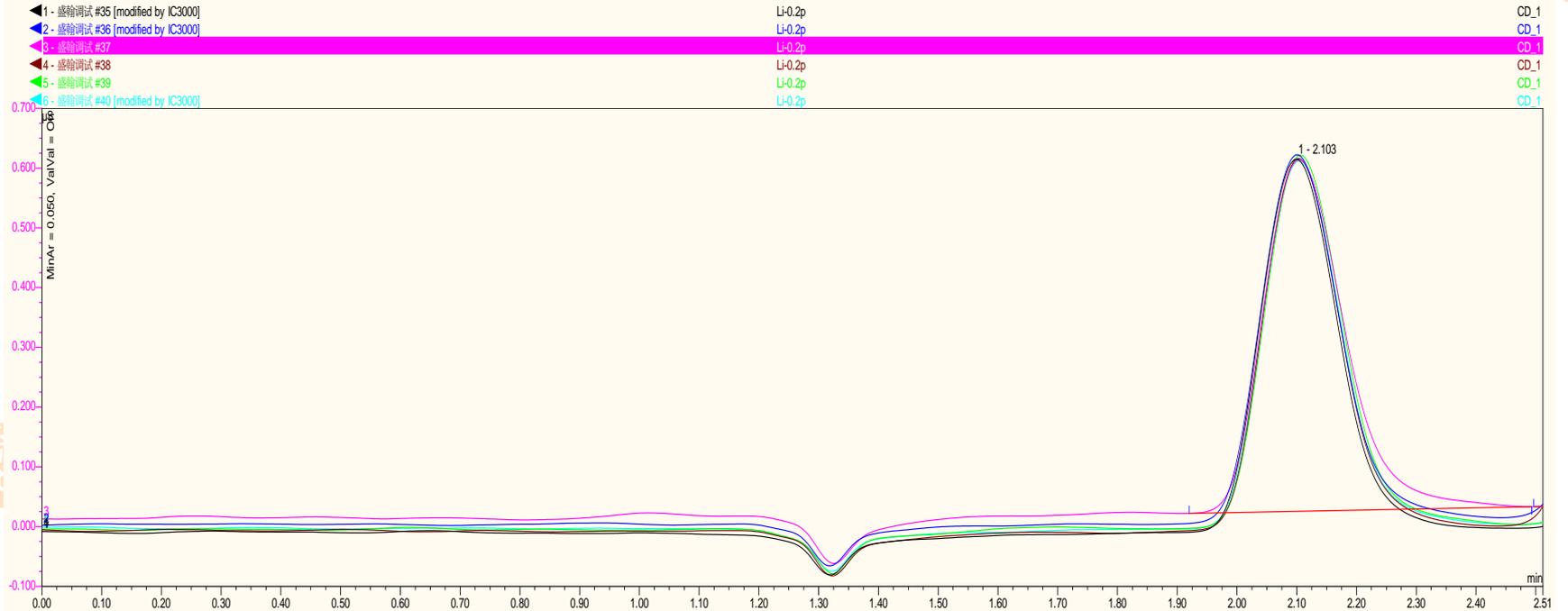
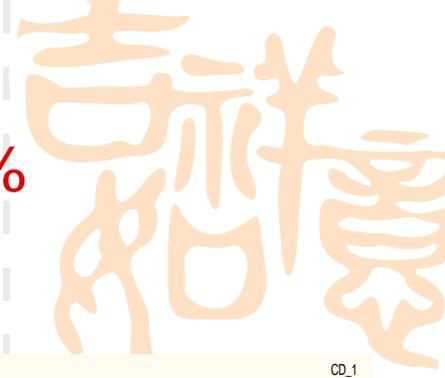
检测器	离子	浓度（ $\mu\text{g/mL}$ ）
电导检测器	Cl^- 或 Li^+	$0.5 \mu\text{g/mL}$ 或 $0.2 \mu\text{g/mL}$
紫外检测器	NO_2^-	$1.0 \mu\text{g/mL}$
电化学检测器	I^-	$0.5 \mu\text{g/mL}$

定性重复性=0.2%； 定量重复性=0.8%

吉祥



定性重复性=0.1%； 定量重复性=0.4%



四、仪器线性



- 选择在两个数量级范围内，均匀分布的用水稀释的5个浓度的Cl⁻或Li⁺系列标准溶液进行测量，每个浓度点重复测量三次取平均值，并与标准溶液的标准值做线性回归。
- $r=0.9999$
- $r=0.9996$



电磁兼容性



- 按照标准GB 4824-2013，应满足标准GB 4824-2013中6.2.2.3要求。

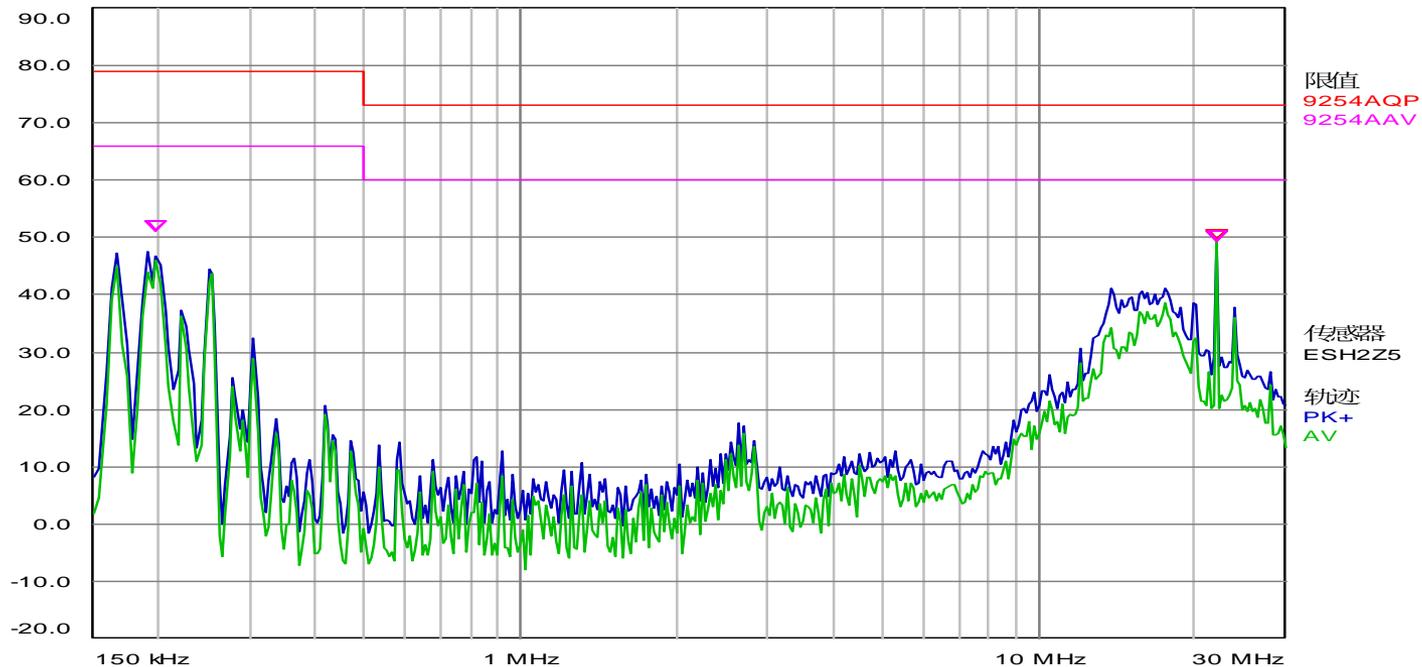
- 检验项目：电源端骚扰电压

- Scan Settings (1 Range)

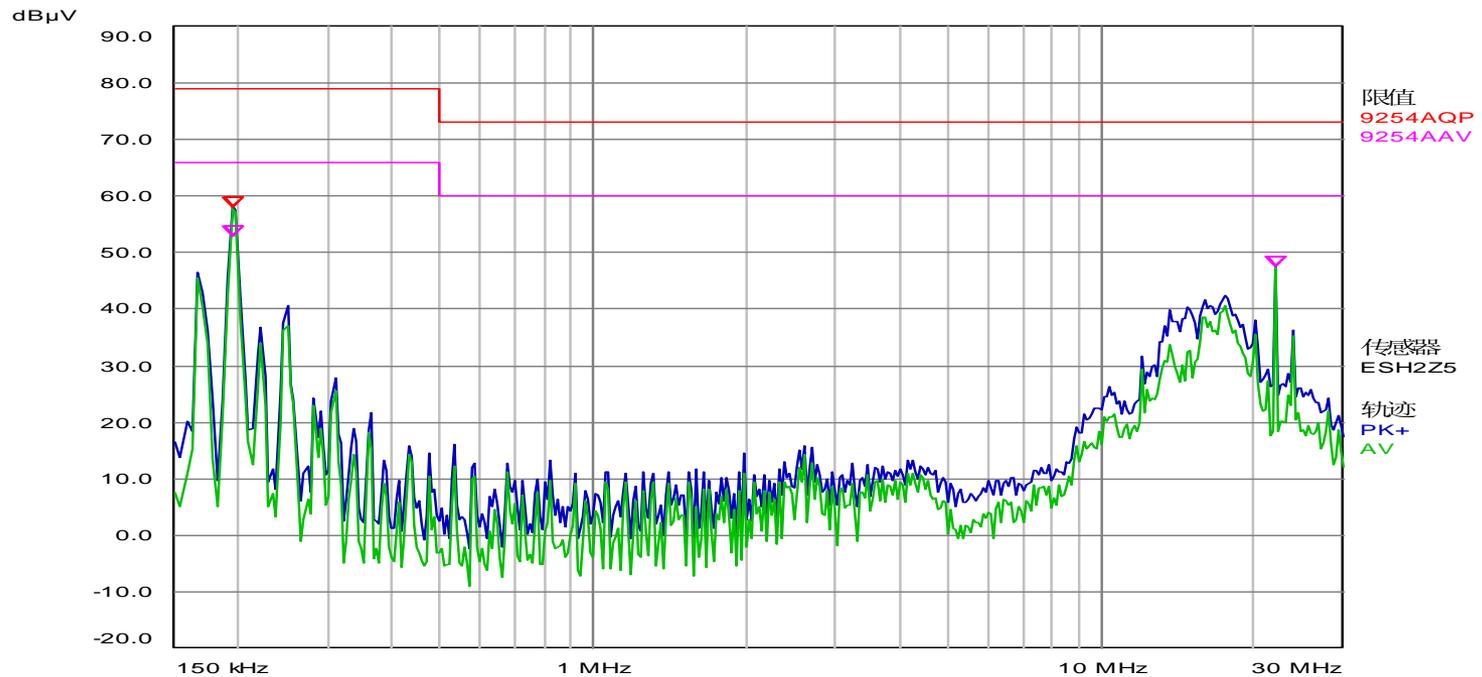
- |----- Frequencies -----||----- Receiver Settings -----|

- Start Stop Step IF BW Detector M-Time Atten Preamp

- dB μ V



- 检验项目：辐射骚扰
- No. 14309
- GB9254_Strength_3m_Stand



吉祥

■ 谢谢大家！

吉祥

吉祥

吉祥

吉祥

吉祥

吉祥