

日常分析的留意点.....离子色谱仪编

近年来，离子色谱仪在环境保护领域及其他的广泛领域中使用，这种离子色谱仪在日常使用上，与 HPLC 一样，有许多注意的问题。本篇讲解离子色谱仪的特有的污染和分离柱的操作。

<污染>

离子色谱仪的目标成分，如氯离子、钠离子在环境中大量存在，为排除它们的影响，进行高灵敏度分析时包括对试样的转移必须谨慎小心。在试验室使用超纯水制造装置取得的水是几乎不含无机离子的 18MΩ 以上的超纯水，但是，即使用这样的水进行分析，仍然会因氯离子等的污染检测出数 μg/L 程度。

色谱图上检测的 1ppb (1μg/L) 的峰，相当于在 1mL 的试样瓶中为 10⁻⁹g 级的污染！

污染有以下两方面：

- 1) 试样的污染
- 2) 进样装置的挟带。

更换试样瓶若有变化，那是因试样转移中的污染。

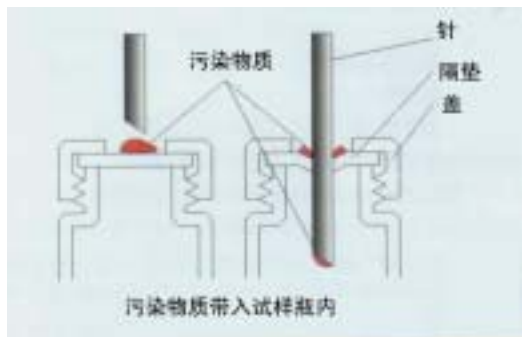
检测氯离子、钠离子时注意人为的污染。在样品瓶和隔膜上，注意下述各点，可防止污染。

1) 隔膜不要用（出汗的）不带手套的手触摸。

2) 试样瓶内部用超纯水清洗，用试样共洗。

采用上述 1)、2) 后仍得不到改善时.....

3) 清洗隔垫的外侧。



另外，进行试样前处理时，必须做空白。也可以找到，来自使用的试剂类的意想不到的污染。检测出意料之外的峰时，考虑是多大程度的污染量很重要。

<柱的操作>

用于分离离子的色谱柱，其固定相使用修饰离子交换基的填充材料，与反相分析中使用的 ODS 系的柱要比，具有亲水性高的特性，但是，在重复分析中，分析试样中的疏水性物质在柱内部积蓄，有时造成坏的影响。另外，在使用中的洗脱液（流动相）中也存在未洗脱的多价离子（价数大的离子）。在柱的操作说明书中记载有洗脱疏水物质和多价离子的清洗方法，但不能说清洗就可以改善状态。

多价离子的清洗，可提高洗脱液的浓度，但有时会产生高浓度后试剂不能溶解。这时，改变组成比提高洗脱力。羧酸与碱相组合的流动相中碱浓度的提高，促进羧酸的离解，增强洗脱力。这种方法也可用于流动相的配置。

离子交换柱，由于表面是亲水性，吸附亲水性物质也可使用低浓度的有机溶剂清洗。分析试样千差万别，也包括使用离子色谱仪不能检验的各种物质。为避免清洗液中的有机溶剂变性不能从柱出来的情况，对使用的有机溶剂也必须注意。

洗脱力的调整

碱的增加
 $R-COOH \rightarrow R-COO^-$ 竞争离子数目的增加
 促进羧基的离解 (洗脱力的增大)



请注意，也有柱清洗后反而状况变坏的情况。

另外，柱的清洗时期一般是在：

- 1) 柱压增高时
- 2) 峰形改变时

但这都是由于用户方的管理基准所致。

因基线变动大而清洗.....常常会听到这样的说法，但监控电导率的离子色谱仪上因柱污染而使基线变动大的情况并不太多。这是由于离子性物质从柱连续不断洗脱的原故。基线变动多为因电极污染而导致电导率混乱和温度变化的原因，拆下柱，使用有机溶剂清洗流路后得到改正的也很多。

峰完全分成 2 个或形成肩峰时，有可能是柱内部出现间隙。这时，即使清洗也不能恢复。给予柱冲击，或急剧的压力变化或高压时会发生柱子的恶化。未知试样注入时有可能暂时压力上升，务请注意。使用输液泵的限压功能可以保护柱，请务必使用。

