青岛盛瀚色谱技术有限公司

色谱柱用户手册

SH-AC-8 型阴离子色谱柱

青岛盛瀚色谱技术有限公司
2018/11/1

目　　录

前言
1．简介
2．规格
3．色谱柱的使用
3.1．拆包
3.2．淋洗液的配制
3.2.1．水质的要求
3.2.2．试剂的要求
3.2.3．淋洗液的配制
3.3．保护柱
3.4．连接色谱柱
4．注意事项
5．样品简易前处理
6．色谱柱的清洗
6.1．分离柱的清洗
6.2．保护柱的清洗
7．色谱柱的拆除和保存
8．附录
8.1．分析示例
8.1.1．常见八种阴离子标准分析
8.2．色谱柱性能测试

前言

感谢您选择青岛盛瀚色谱技术有限公司的色谱柱产品！

青岛盛瀚色谱技术有限公司的系列阴阳离子色谱柱均是自主研发的产品！相信有一款适合您的分析需求。青岛盛瀚色谱技术有限公司的色谱柱形式多样，从类型分有离子交换型，离子排斥型和离子对型；从功能分有阴阳离子色谱柱；从规格分有标准孔、细孔和微孔色谱柱。每一款您选择的产品均有详细的用户手册以供参考，请在使用之前详细阅读本手册。

我公司保留对用户手册做出修订的权利，修订后请恕不另行通知，如有需要请致函我公司索取最新版本。

如有疑问，联系我公司或我公司在各地设立分公司和技术服务中心：

全国免费服务电话	4006-619-009
青岛总部	0532-68069791
湖北、湖南	18553217836 / 18561767856
河南、陕西	18561366282
江西、福建	18561798919
广东、广西、海南	18561510191
青、宁、甘、蒙西	18561899798
山东	18560625857
河北、天津、北京	15192531831 / 18553217710
山西、蒙中	18561506651
吉林、辽宁	13664126613
黑龙江、蒙东	13091869076
川、贵、云、渝	18200121343 / 15884457709
江苏、安徽	18562696950
浙江、上海	13210058660
其他区域	18553216213

再次感谢您的惠顾。

青岛盛瀚色谱技术有限公司

1.简介

离子色谱柱是离子色谱仪的核心部件，主要起分离作用。离子色谱柱一般可以分为三种类型：离子交换色谱柱、离子排斥色谱柱和离子对色谱柱。目前应用最为广泛的一类是离子交换型色谱柱。按所分离的离子可分为：阴离子色谱柱和阳离子色谱柱。阴离子色谱柱填充阴离子交换树脂，主要分离阴离子。按照目前最为广泛的抑制电导检测所用的分离所用体系不同又可以简单分为碳酸根体系和氢氧根体系。

离子色谱柱的选择性主要由树脂的组成、离子交换功能基的位置和类型以及结构等因素决定，树脂床的形态也会影响交换与分离。阴离子色谱柱中最常用强碱性阴离子交换树脂作为填料，其离子交换功能基均为季铵盐型，按照键合的官能团不同可以分为烷基季铵盐型和烷醇基季铵盐型。

SH-AC-8 型色谱柱是青岛盛瀚色谱技术有限公司开发并生产的一种附聚型阴离子色谱柱，烷基季胺基质，碳酸盐分离体系，抑制电导检测。可在较短时间内分离溴酸盐分析及常见阴离子。

2.规格

表 1

型号	柱尺寸（mm）	理论塔板数/米	粒径	应用
SH-AC-8	250×4.6ID	＞15000（SO_4^{2-}）	8μm	常见八种阴离子分析

表 2

名称	SH-AC-8 型阴离子色谱柱
柱管材质	不锈钢
推荐淋洗液	2.4mM Na_2CO_3 +8.0$NaHCO_3$(可根据色谱柱使用报告适度调整)
最大允许流量	2.5 mL/min（基于系统耐压能力和分离度）
最大耐受压力	30MPa
适用 pH 范围	pH 0-13
适用温度范围	20℃-50℃（推荐 35℃或以出厂报告为准）
有机溶剂兼容性	50%乙腈或甲醇（详见 6.1 条款）

3.色谱柱的使用

3.1 拆包

拆开包装取出色谱柱时，请先仔细检查外包装是否有破损，如果有破损导致色谱柱损坏（漏液或堵头折断等），立即联系通知运输方，并且联系公司技术服务部或直接联系公司在当地的办事处以便进行后续处理。

注意：取出色谱柱时请拿稳，防止色谱柱跌落导致堵头折断或树脂床损伤；切不可猛烈敲击色谱柱，以防止破坏色谱柱树脂床均一性！

3.2 淋洗液的配制

3.2.1 水质的要求：所有经过色谱柱的水（含配制淋洗液用水）均要求使用经过灭菌灭藻处理的超纯水，电导率 0.1μs/cm 以下（电阻率大于 10MΩ），最好为 0.055μS/cm（电阻率 18.2MΩ）；或按照试验室水质 33087-2016 的各项要求进行，超纯水要现取现用。

3.2.2 试剂的要求：所有配制淋洗液所用的化学试剂均要求采用优级纯或以上级别的试剂，最低要求不得低于分析纯。

注意：严禁使用分析纯以下级别试剂，严禁使用不知名小公司产品

3.2.3 淋洗液的配制：使用万分之一精度分析天平准确称取优级纯无水碳酸钠（Na_2CO_3）含量 100%试剂和碳酸氢钠（$NaHCO_3$）含量 100%试剂 0.2544 克和 0.6721 克于小烧杯中用超纯水小心溶解后转移至 1000mL 容量瓶中，小烧杯用超纯水洗涤三次将洗涤液转移至容量瓶中，用超纯水定容至 1000mL，此为 2.4mmol/LNa_2CO_3+8mmol/L$NaHCO_3$ 的使用淋洗液。

配制好的淋洗液在使用之前需经过 0.22μm 或 0.45μm 的滤膜抽滤以除去其中可能存在的固体颗粒物等杂质，防止出现由于流动相不洁净而导致的基线不稳或出现杂峰等。使用前需对淋洗液进行充分的脱气处理。可选用真空脱气或超声脱气，或按公司推荐的脱气方法进行。

注意：所有经过柱子的溶液都要求经过严格过滤，否则会降低色谱柱使用寿命或堵塞系统，推荐使用以下装置经过 0.22μm 滤膜抽滤。

3.3 保护柱

保护柱是离子色谱分析系统的重要组成部分。这是因为它对于色谱柱和色谱系统的保护起着重要的作用。不但可以吸附淋洗液中的污染物，还可以对样品中未处理干净的藻类、菌类和蛋白质、腐殖质进行再次吸附，延长色谱柱的使用寿命，并对柱后系统其保护作用。所以保护柱的使用是必要的。

注意：保护柱顾名思义起保护作用，因此必须安装在色谱柱之前。保护柱是消耗品，在使用过程中压力会逐渐升高，这是因为吸附了淋洗液和样品中的固体颗粒物所致，所以是正常现象。压力升高后可按照后面的处理方法进行处理，但不会一劳永逸，建议定期更换。

3.4 连接色谱柱

在将色谱柱装到色谱仪上之前，请确保整个流路是经过清洗且是洁净的。如不能确定整个流路是洁净的，请用超纯水和使用淋洗液清洗整个管路 30 分钟。

将泵流速降低到 0.3mL/min 或以下，在管路正常流出液体的情况下，按照保护柱标注的液流方向连接保护柱；当保护柱末端液流正常后再连接分离柱，连接分离柱请按照分离柱标注的液流方向进行。

注意：请一定按照色谱柱上标识的液流方向安装色谱柱！另外新分离柱初次连接到色谱系统测试或使用时，请先通过水和淋洗液的冲洗，冲洗色谱柱时色谱柱出口请放空，这样可以防止高电导物质或气泡等进入到检测器或抑制器。当分离柱出口末端流出清洁、无气泡的液体后，再连接抑制器和电导池。

色谱柱、抑制器和检测器之间的连接管路应尽可能短。推荐使用 0.25mm 内径的 PEEK 管线（蓝色），并按照仪器用户手册规定的规格进行，请勿任意更换规格，以尽量减少对峰扩散的影响。

检查保护柱和色谱柱连接处无泄漏后，打开柱温开关调节到规定的色谱柱温度，逐渐增加流速到色谱柱额定工作流速。

用水或洗脱液冲洗色谱柱，注意柱中不能进入气泡。如果确定柱中已经混入气泡，断开末端连接，用严格脱气的超纯水冲洗，确定系统所有管路的气泡被排净后重新正确的连接柱子。

注意：在断开流路冲洗色谱柱时，请务必关闭抑制器电流，防止在没有液体通过时损坏抑制器！

4．注意事项

（1）必须在色谱仪的流路管线完全充满超纯水或淋洗液后才能将色谱柱连接到色谱仪上。

（2）请按照色谱柱上标识的液体流向连接色谱柱。

（3）淋洗液中可添加适量的有机溶剂进行改性（通常低于 50%乙腈或甲醇等）。

（4）推荐使用柱温是 35℃，建议配备柱温箱使用。温度与各离子的洗脱时间有一定相关性，温度改变，离子的洗脱时间会有所变化，请务必在实际使用中注意。

（5）开泵后保持流量低于 0.3 mL/min，之后逐渐增加流量至工作流量；SH-AC-8 阴离子色谱柱推荐的标准流速为 1.5mL/min。

（6）含有有机物和杂质的样品，请先对样品进行预处理后再进样分析。

（7）为了保护色谱柱性能、延长使用寿命，强烈建议使用保护柱并定期更换！

（8）请不要随意拆装柱头，容易导致分离柱树脂床变化而降低色谱柱性能。

（9）请轻拿轻放，不要随意丢弃碰撞，并防止高处跌落。

（10）色谱柱长时间不用时（两周以上），请将色谱柱从仪器中取下，两端密闭置于阴凉干燥处保存。

（11）本色谱柱只适应于碳酸根体系分离常见八种阴离子，严禁采用氢氧根体系淋洗，将导致损伤。

（12）虽然仪器本身具备完备的高压报警保护和低压报警保护功能，请在运行过程中注意检查压力的变化情况：低压意味着流路有气泡或泄露，高压意味着流路堵塞，尤其注意关注保护柱的压力变化，并定期更换。

注意：SH-AC-8 为碳酸根淋洗体系阴离子色谱柱，严禁使用氢氧化钠或氢氧化钾做淋洗液，这将导致色谱柱性能的下降！

5.样品简易预处理

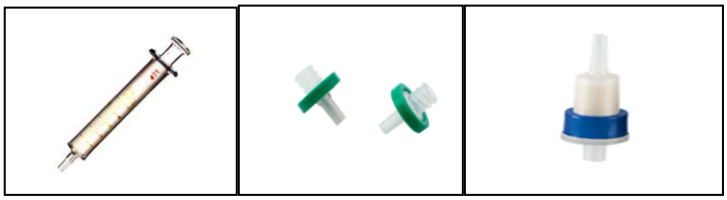
进入色谱柱的样品需经过严格的前处理，尤其是环境污水样品。详细的前处理方案请参考仪器用户手册进行，简易前处理方案请按以下原则进行：

（1）沉淀和粗过滤的样品经过 0.22μm 滤膜过滤去除杂质，澄清的样品用紫外灯照射，并经过至少 1:199——1:9 的稀释后才可以进样分析，推荐进样体积 25μl。

（2）含有蛋白质的样品，需先经过沉淀蛋白质后，再经 OnGuard C18 柱去除残存的微量蛋白质，经过合适的稀释（1:9——1:199）后才可进样分析。

（3）含有有机物物的样品，必须以固相萃取柱去除有机物后方可进样；大量的有机物需先经过有机溶剂（如氯仿等）萃取再过固相萃取柱后，然后经过 1:9——1:199 稀释后进样分析。

推荐使用以下前处理耗材：



6.色谱柱清洗

6.1 分离柱的清洗

原因	冲洗过程

亲水性离子污染	按以下步骤冲洗（流量 0.5 mL/min） 1、25 分钟：去离子水 2、100 分钟：10 倍淋洗液浓度的溶液 3、25 分钟：去离子水 4、100 分钟：淋洗液
油性物质污染	按以下步骤冲洗（流量 0.5 mL/min） 1、25 分钟：去离子水 2、20 分钟：10%乙腈/水 3、20 分钟：20%乙腈/水 4、100 分钟：50%乙腈/水 5、20 分钟：20%乙腈/水 6、20 分钟：10%乙腈/水 7、50 分钟：去离子水冲洗 8、100 分钟：淋洗液平衡

注意：

（1）再生时请反接色谱柱，且一定要将抑制器从流路中断开，避免损伤抑制器。

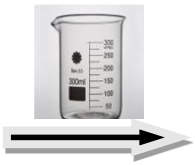
（2）藻类、菌类的滋生和蛋白质、腐殖质等污染再生效果不佳。

（3）色谱柱污染程度不同，清洗和再生效果不同，严重不可逆污染再生效果不佳。

（4）色谱柱的自然降解（季铵盐的 Hofmamn 降解反应）导致的分离变差不能再生。

6.2 保护柱的清洗

保护柱在使用过程中以牺牲自己保护分离柱，所以往往在使用一段时间后压力会有升高现象，如果要延长保护柱使用寿命，请予以清洗：打开保护柱入口柱头，将污染的筛板小心取下，请借助镊子进行，置小烧杯中加入 1:1 的甲醇水溶液没过筛板，于超声波中清洗 15 分钟后,然后用清水超声清洗 15 分钟，小心装回。



7.色谱柱的拆除和保存：

（1）将泵流量减小到 0.3mL/min 或以下，关闭柱温加热系统。在此流速下继续以淋洗液冲洗色谱柱直至柱温降至室温。

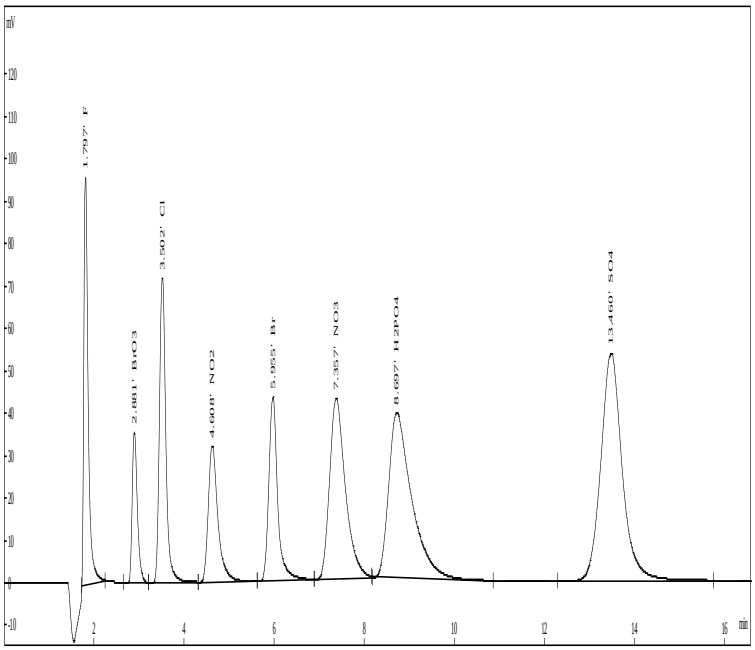
（2）关闭输液泵将色谱柱从仪器上拆下来。

（3）将色谱柱两端封闭置阴凉干燥处保存；同时将仪器流路用二通连接器连接，如长时间不用，请将仪器流路（抑制器除外）灌注 40%异丙醇。

8．附录:

8.1 分析示例

8.1.1 八种阴离子标准溶液分析



分析条件：

分离柱：SH-AC-8

流速：1.5mL/min

淋洗液：2.4mM Na_2CO_3 +8.0mM $NaHCO_3$

样品：标准溶液

进样体积：25μl

进样浓度：F^-: 2.0 BrO3-:5.0 Cl^-:3.0 NO_2^-:5.0 $H_2PO_4^-$:10.0 Br^-:10.0 NO_3^-:10.0 SO_4^{2-}10.0（mg/L）

检测方法：抑制电导法

8.2 色谱柱性能测试

由于季铵盐的性质所决定，色谱柱在贮存过程中随着存储时间的延长，会有微量的季铵盐分解导致性能的下降；在使用过程中此过程依然存在，并且使用过程中会导致一定量的污染，因此色谱柱在使用一段时间后，要对柱性能进行测试，以达到最佳分析效果。

色谱柱性能测试请按以下步骤进行：

8.2.1 标准溶液：

请配置以下浓度标准溶液

F^-: 2.0 BrO_3^-:5.0 Cl^-:3.0 NO_2^-:5.0 $H_2PO_4^-$:10.0 Br^-:10.0 NO_3^-:10.0 SO_4^{2-}：10.0（单位：mg/L）

8.2.2 使用淋洗液：请按色谱柱出厂是提供的分离条件配制使用淋洗液或配制：

使用万分之一精度分析天平准确称取优级纯无水碳酸钠（Na_2CO_3）含量 100%试剂和碳酸氢钠（$NaHCO_3$）含量 100%试剂 0.2544 克和 0.6721 克于小烧杯中用超纯水小心溶解后转移至 1000mL 容量瓶中，小烧杯用超纯水洗涤三次将洗涤液转移至容量瓶中，用超纯水定容至 1000mL，此为 2.4mmol/LNa_2CO_3+8mmol/L$NaHCO_3$ 的使用淋洗液。

8.2.3 请按照仪器用户手册的标准操作流程运行仪器至平稳后，进样上述浓度的标准溶液 3 次，测定 SO42-柱效（理论塔板数）和 Br^-/NO_3^-分离度，其中柱效按照：

$N=5.54（t_R/W）^2$计算，硫酸根柱效应该≥15000/米

分离度：Br^-/NO_3^-≥1.5

如果测定的数据小于上述要求，通过调整淋洗液浓度或比例使之达到上述要求；通过调整淋洗液也不能达到上述要求，则请更换色谱柱。