

SH-CC-2B型阳离子色谱柱性能研究

王金平 崔成来

(青岛盛瀚色谱技术有限公司,青岛 266101)

摘要 对SH-CC-2B型阳离子色谱柱的性能进行了研究。结果表明,SH-CC-2B型阳离子色谱柱作为常规分析具有优良的性能,它可同时分离碱金属和碱土金属离子,且具有较高的峰分离度。稳定性试验表明:有机溶剂在1%~10%范围内,SH-CC-2B型阳离子色谱柱可连续运行100 h以上,色谱分析性能保持不变。

关键词 阳离子色谱柱 性能 指标 稳定性

数年前,国内已能初步制成阳离子色谱柱^[1],但一、二价阳离子同时分离型色谱柱的分析效果不理想,至今未能正规投入生产。目前国产离子色谱柱仅有一、二价阳离子单独分离类型的色谱柱可投入使用,全分析仍需使用进口阳离子色谱柱进行测定。

阳离子色谱柱在国内已有进一步研究试制^[2-4],但投入生产使用的较少,其性能如柱容量、响应值和应用方面等与国外柱存在许多差异,需要不断改进和开发有效基料、接枝附聚等,以提高色谱分析性能^[5-7]。笔者对此进行了许多实验研究,制备出具有实用价值的SH-CC-2B型阳离子色谱柱,并对其进行了性能测试。

1 实验部分

SH-CC-2B型阳离子色谱柱可同时分离一价和二价阳离子,经过近一段时间的分析、测试和运作,对其基本分析性能方面进行了大量、较全面的试验分析。对于SH-CC-2B型阳离子色谱柱的各项性能,如检出度、线性范围、检测灵敏度、误差范围及重现性进行了测试。

1.1 主要仪器与试剂

离子色谱仪: CIC-100型,配置电导池检测器、SH-CC-2B阳离子色谱柱,青岛盛瀚色谱技术有限公司;

超纯水机: UPT型,成都超纯科技有限公司;

在线脱气机: SHT型,青岛盛瀚色谱技术有限公司;

Li^+ 、 Na^+ 、 NH_4^+ 、 K^+ 、 Mg^{2+} 、 Ca^{2+} 离子标准储备液: 质量浓度均为1000 $\mu\text{g}/\text{mL}$, 国家标准物质研究中心;

硝酸: 分析纯, 国药集团化学试剂有限公司;

淋洗液: 精确配制1.0 mol/L的硝酸储备溶液,使用时,取一定量在容量瓶中,用去离子水配制成所

需浓度;

实验用水为超纯水机制备的去离子水(电阻率不低于18.3 $\text{M}\Omega \cdot \text{cm}$)。

1.2 色谱分析条件

色谱柱: SH-CC-2B-0049#; 淋洗液: 8.0 mmol/L HNO_3 ; 进样量: 50 μL ; 流量: 1.0 mL/min; 检测器: 直接电导。

1.3 色谱图

按1.2色谱条件,取标准样分析,色谱图如图1所示,分析条件及测试结果见表1。

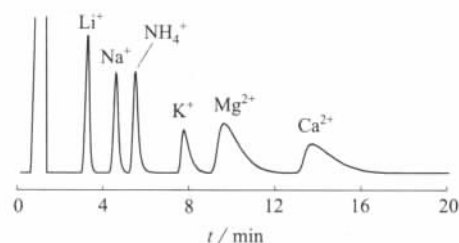


图1 标准样品色谱

表1 分析条件与测试结果

离子	保留时间/min	分离度	标准样浓度/ $\mu\text{g} \cdot \text{mL}^{-1}$	曲线方程	相关系数
Li^+	3.243	3.43	2.0	$Y = -2347 + 29750X$	0.9994
Na^+	4.552	2.05	5.0	$Y = 7649 + 9399X$	0.9988
NH_4^+	5.442	3.78	5.0	$Y = -2586 + 11120X$	0.9995
K^+	7.696	1.39	10.0	$Y = 237 + 5115X$	0.9993
Mg^{2+}	9.568	1.82	10.0	$Y = -6127 + 15670X$	0.9994
Ca^{2+}	13.698	0.00	10.0	$Y = -3251 + 9563X$	0.9996

2 结果与讨论

2.1 检测限

为检测本色谱柱的灵敏度,配制了最低浓度样品供试验分析。在保证仪器基线稳定,低噪音的情况下,进样检出最低浓度组阳离子,分析可检出最小浓度。根据JJG 823-1993^[8],检测限按式(1)计

算:

$$c_{\min} = \frac{2H_n}{H} c_s \quad (1)$$

式中: c_{\min} ——检出限, $\mu\text{g}/\text{mL}$;

c_s ——检测离子浓度, $\mu\text{g}/\text{mL}$;

H_n ——基线噪声, μV ;

H ——检测离子峰高, μV 。

按照 1.2 色谱条件进行测试。将离子色谱仪通淋洗液,运行至基线稳定后,进最低可检浓度的样品进行分析,结果见表 2。

表 2 最小检出浓度

检测离子	检出限/ $\mu\text{g} \cdot \text{mL}^{-1}$	检测离子	检出限/ $\mu\text{g} \cdot \text{mL}^{-1}$
Li^+	0.015	K^+	0.237
Na^+	0.038	Mg^{2+}	0.225
NH_4^+	0.064	Ca^{2+}	0.172

2.2 线性检测范围

首先试验可检的线性范围,反复试验确定采用表 1 浓度组测定线性范围,即对常见的 6 种阳离子样品按表 3 所列,稀释成 5 种浓度(稀释倍数分别为 1、2、10、50、100 倍),分别进样测定。

表 3 试验用标准样品浓度范围

离子类别	离子浓度/ $\mu\text{g} \cdot \text{mL}^{-1}$				
Li^+	20	10	2	0.4	0.2
Na^+	50	25	5	1.0	0.5
NH_4^+	50	25	5	1.0	0.5
K^+	100	50	10	2.0	1.0
Mg^{2+}	100	50	10	2.0	1.0
Ca^{2+}	100	50	10	2.0	1.0

对表 3 中 6 个组分 5 种浓度分别进样测定、计算,得本色谱柱各种组分的线性检测范围、回归方程和相关系数如表 4 所示。

2.3 准确度试验

按 1.2 色谱条件对标准样品进行测定,结果列于表 5。由表 5 可知,用该色谱柱测定标准样品的结果准确、可靠。

表 7 色谱柱稳定性试验结果(峰面积)

项目	有机溶剂为 0.0%		有机溶剂为 3.0%		有机溶剂为 5.0%		有机溶剂为 10.0%		有机溶剂为 15.0%		有机溶剂为 30.0%	
	Na^+	Ca^{2+}	Na^+	Ca^{2+}	Na^+	Ca^{2+}	Na^+	Ca^{2+}	Na^+	Ca^{2+}	Na^+	Ca^{2+}
甲醇	172 093	267 284	172 096	267 285	172 092	267 278	172 096	267 289	173 149	256 857	156 899	223 538
乙睛	172 083	267 287	172 099	267 278	172 099	267 290	172 109	267 296	174 935	276 542	147 499	237 856
空白	172 090	267 288	172 095	267 279	172 089	267 287	172 093	267 284	172 098	267 292	172 087	267 287

将制备的第一根 SH-CC-2B 型阳离子色谱柱,通淋洗液连续运行 4 整天(96 h)后,连续进样分析,分析结果列于表 8。由表 8 可以看出,其峰面积未发现有大变化,说明 SH-CC-2B 型色谱柱稳定

表 4 线性检测范围

离子	线性范围/ $\mu\text{g} \cdot \text{mL}^{-1}$	回归方程	相关系数
Li^+	0.2 ~ 20.0	$Y = -2347 + 29750X$	0.9994
Na^+	0.5 ~ 50.0	$Y = 7469 + 9399X$	0.9988
NH_4^+	0.5 ~ 50.0	$Y = -2586 + 11120X$	0.9995
K^+	1.0 ~ 100.0	$Y = 237.1 + 5115X$	0.9993
Mg^{2+}	1.0 ~ 100.0	$Y = -6127 + 15670X$	0.9994
Ca^{2+}	1.0 ~ 100.0	$Y = 3252 + 9563X$	0.9996

表 5 某标样比对测定结果

离子	标准值/ $\mu\text{g} \cdot \text{mL}^{-1}$	测定值/ $\mu\text{g} \cdot \text{mL}^{-1}$	绝对偏差	相对偏差/%
Li^+	2.00	2.021	0.021	1.05
Na^+	5.00	5.004	0.004	0.08
NH_4^+	5.00	4.997	0.003	0.06
K^+	10.00	10.011	0.011	0.11
Mg^{2+}	10.00	9.989	0.011	0.11
Ca^{2+}	10.00	10.032	0.032	0.32

2.4 精密度与分离度试验

对某标准样品连续进样测试 6 次,保留时间 R_t 的相对标准偏差、标准样品测定结果的相对标准偏差与分离度列于表 6。

表 6 精密度与分离度结果($n=6$)

离子	R_t 相对标准偏差/%	测定结果的相对标准偏差/%	峰分离度
Li^+	0.12	3.95	3.43
Na^+	0.07	5.23	2.05
NH_4^+	0.10	5.60	3.78
K^+	0.25	4.88	1.39
Mg^{2+}	0.49	5.82	1.82
Ca^{2+}	0.46	8.00	0.00

2.5 色谱柱的稳定性试验

将 Na^+ 、 Ca^+ 离子混合标准样品(浓度分别 15、20 $\mu\text{g}/\text{mL}$),加入不同有机溶剂量,按 1.2 色谱条件测定峰面积,测定结果见表 7。结果表明:有机溶剂含量在 1% ~ 10% 之间,对测试结果无影响;有机溶剂含量大于 10% 时,对组分的保留值和响应值有一定的影响。

可靠。

3 结语

研究的 SH-CC-2B 型阳离子色谱柱具有较好的线性和较宽的线性范围,精密度与准确度较高,对

表8 耐久性试验数据

时间	峰面积					
	Li ⁺	Na ⁺	NH ₄ ⁺	K ⁺	Mg ²⁺	Ca ²⁺
第1天	63604	172822	199488	161423	379591	273251
第2天	63609	172825	199487	161431	379589	273259
第3天	63611	172830	199479	161419	379569	273249
第4天	63601	172819	199485	161429	379587	273260

常见阳离子如Li⁺、Na⁺、NH₄⁺、K⁺、Mg²⁺、Ca²⁺具有较好的分离度。本色谱柱适用于工业和商业及环保行业一、二价阳离子检测化验,具有操作简便、样品无需大量稀释的特点。

参考文献

- [1] 夏炎,杨万龙,左育民. 硅胶基质阳离子色谱柱填料的制备[J]. 分析化学,2006,34(4):511-513.
- [2] 陈永欣,施青红,叶明立,等. 自制阳离子色谱柱测定有机胺[J]. 浙江大学学报(物理版),2005,32(4):11-13.
- [3] 杨瑞琴,蒋生祥,刘霞,等. 聚马来酸包夹硅胶基质单柱弱阳离子色谱柱填料[J]. 分析化学,1998,26(2):151-153.
- [4] 宁君,邢颖,候小平,等. 表面附聚薄壳型单分散高效阳离子色谱柱填料的研制及其色谱性能[J]. 色谱,2002,20(6):530-533.
- [5] 郭龛茹,朱岩,叶明立. 新型弱酸性阳离子色谱柱的制备及抑制型离子色谱法电导检测[J]. 浙江大学学报(物理版),2007,34(2):212-213.
- [6] 郑德民. 有机酸淋洗液的非抑制型离子色谱法测定有机胺[J]. 哈尔滨师范大学自然科学报,2002,18(4):67-69.
- [7] 杨春霞,贾磊娜,龚波林,等. 亲水单分散聚合物基质阳离子色谱柱的制备及其应用[J]. 分析化学,2009,37(8):1113-1118.
- [8] JJG 823-1993 离子色谱仪检定规程[S].

RESEARCH ON PERFORMANCE OF SH-CC-2B CATION CHROMATOGRAPHIC COLUMN

Wang Jinping, Cui Chenglai

(Qingdao Shenghan Chromatographic Technology Co. Ltd., Qingdao 266101, China)

ABSTRACT The performance of SH-CC-2B cation chromatographic column was researched. The results showed that the column had good performance, and could simultaneously separate alkali metal ion and alkaline earth cation ion with high separation degree. Stability experiment showed that in the range of 1% - 10% for organic solvent the column could run for 100 h continually with constant performance.

KEYWORDS cation chromatographic column, property, index, stability

反式脂肪酸检测分析技术通过鉴定

不久前,由福建省粮油质量监测所承担完成的福建省科技计划项目——粮油食品中反式脂肪酸的检测分析通过省级验收。

该项目建立了微波辅助合成/萃取-毛细管气相色谱测

定反式脂肪酸的分析方法,实现样品脂肪酸的提取、甲酯化及萃取的同步进行,对7种顺反式脂肪酸甲酯进行了有效分离,并应用于植物黄油等多种粮油食品中反式脂肪酸的分析。(中国化工报)

《宇航计测技术》简介

《宇航计测技术》创刊于1981年,是国家科委批准的国家级技术性刊物。《宇航计测技术》曾荣获国家、北京市和航天系统优秀科技期刊奖;为我国首批中文核心期刊、计量核心期刊和国家统计用刊;目前,本刊已成为《中国学术期刊》(光盘版)、《中国导弹与航天文摘》(CAMA)与《中国期刊网》全文收录用刊。

中国标准刊号为ISSN1000-7202/CN11-2052/V,全国各地邮局均可订阅,邮发代号18-123。

广告经营许可证:京丰工商广字第0013号。

主编:周谦 电话:010-68383695 传真:010-68383627

通信地址:北京市9200信箱24分箱 《宇航计测技术》编辑部 邮编:100076

《宇航计测技术》2010年第6期目次

激光位移传感器高速数据采集与处理系统设计
星载铷原子钟物理部分热设计
基于双响应波段工作的红外热像仪测温原理与误差分析
数字温度二次仪表检定装置的测量不确定度评定
一种基于流量法的大型贮罐容积标定系统
FWD与贝克曼梁在路基路面弯沉检测中的相关性分析
高速摄像三维图像分析技术与应用
一种高性能跳频信号源的设计与实现

星间链路天线相对姿态的地面模拟
空间粒子探测器中一种微电流测量电路设计
非金属管状材料表面电阻率测试研究
静电电荷衰减试验仪校准装置建标研究
基于数据挖掘技术的液体火箭发动机试验数据分析和处理
阿基米德螺线在线性补偿应用中的原理误差分析
计量管理信息平台的设计与展望