

本步骤针对 CIC-D160 离子色谱仪手动进样检测阴离子

一 配制阴离子色谱柱储备液和淋洗液

根据色谱柱分析报告的建议淋洗液浓度配置淋洗液：取 0.3816g 的 Na_2CO_3 固体用去离子水溶解定容到 1000mL 容量瓶(注意：定容淋洗液之前,必须把超纯水脱气处理，目的是排除水里的气泡)，装入阴离子淋洗液瓶中，滤头浸到液面之下。

二 仪器操作步骤

1.开启电脑显示器、主机、离子色谱仪的电源开关（注意：不打开离子色谱仪无法正常运行色谱工作站）。



2.开启电脑中的离子色谱工作站，反控软件，先点**联机**，将**量程**设置为 **1**，将柱温箱的温度设为 **45℃**，点击“确定”；待温度升至 **45℃**后，将流量设置为 **0.3ml / min**，点击“确定”，开泵，待压力稳定后电流设置为 **10mA**，**一分钟**后将流量调为 **0.5ml / min**，点击“确定”；再**一分钟**后将流量调为 **0.7ml/min**，点击“确定”，梯度提升流速到 **0.7ml/min**（此步骤的目的是避免色谱柱遭受大流速冲洗造成填料塌陷）。

3.在色谱工作站单击工具栏中的“谱图采集”按钮，让工作站采集信号，通淋洗液直到基线稳定（大约





需要 60min，仪器使用频率高，需要稳定的时间相对要短)。

4.样品检测：工作站停止采集信号, **点击电平值输出回零**，在 E 盘中建立文件夹， **选项-操作-保存时的特定目录选择此文件夹**，完成设置保存目录。用注射器吸取 1ml 样品，从进样口注入样品，切阀，此时工作站开始自动采集信号，分析完成后存盘保存样品分析数据。其它样品按照浓度顺序依次进样分析(**不同的标样之间需要用去离子水将进样口清洗三次，样品润洗，标准曲线样品除外**)。

5. 分析完毕，关闭电流，将**流量设置为 0.5ml/min**，点击“确定”；一分钟后将流量调为 **0.3ml/min**，点击“确定”；再过五分钟后关闭电流，关闭泵，关闭色谱柱温度，脱机，关闭工作站，关闭离子色谱仪的电源，关闭电脑。

三 标准曲线

多点校正操作规程

1. 配置标准曲线：将各个标准样品按照浓度由低到高的顺序一次进样，同时在各样品的“定量组份”中输入各组分的套峰时间、组分名称及浓度，同时在“定量方法”中选择“标准样品（计算校正因子）”，谱图出完后停止采集信号并保存。
2. 检测样品：将样品依次进样，谱图出完后停止采集信号并保存。
(注：每更换一种样品，都需要用去离子水将进样口清洗三次)
3. 制作标准曲线：将标准曲线的谱图全部打开，然后按照一定次序



分别单击各谱图的“定量结果”中的“当前表存档”并确定，就将各谱图存档了，然后单击“定量方法”中“工作曲线”里的“计算”按钮，则标准曲线计算成功，此时可以在“显示”中看各组分的标准曲线。

4. 计算样品：将样品谱图打开，在“定量方法”中选择“多点校正（基于工作曲线）”，然后单击“工作曲线”中的“计算”按钮，然后再单击工具栏中的“计算”按钮，此时“定量结果”中就会显示样品中各组分的浓度。
5. 生成报告：样品计算完成后，单击工具栏中的“打印”按钮，就会以写字板的形式生成报告，然后打印报告，检测完毕。

单点校正操作规程

1. 标准样品的测定：将标准样品进样后，工作站会自动开始采集信号，此时在标准样品的“定量组份”中输入各组分的套峰时间、组分名称及浓度，同时选择“定量方法”中的“标准样品（计算校正因子）”按钮，谱图出完后停止采集信号并保存。
2. 样品的检测：将样品进样后，工作站开始采集信号，此时在样品的“定量组份”中输入各组分的套峰时间及组分名称，谱图出完后停止采集谱图，然后将标准样品的“定量结果”中的“校正因子”复制到样品的“定量组分”中的“校正因子”栏中，然后在



“定量方法”中选择“单点校正（基于校正因子）”，然后单击工具栏中的“计算”按钮，“定量结果”中就会显示样品中各组分的浓度；单击工具栏中的“打印”按钮，谱图及结果就会在写字板中显示出来，将报告打印出来，检测完毕。