

# 自制阳离子色谱填料性能评价

陈永欣,叶明立,朱 岩

(浙江大学 化学系,浙江 杭州 310028)

**摘要:** 分别碱金属及碱土金属离子对用该填料制成的色谱柱的色谱性能进行了测试,结果表明该柱填料对常见阳离子具有很好的分离效果、良好的重现性和低的检测限。

**关键词:** 阳离子色谱柱;填料;评价

**中图分类号:** O658      **文献标识码:** A      **文章编号:** 1671 - 8798(2003)S0 - 0122 - 02

1975 年 Small 等发展了离子色谱技术(IC)。随着离子色谱的发展,离子色谱填料的研究也在不断地更新与深入。在离子色谱中应用最广泛的柱填料是由苯乙烯-二乙烯基苯共聚物制得的离子交换树脂<sup>[1~3]</sup>。我们研制成功了单分散新型弱阳离子色谱柱填料,分别用碱金属、铵和碱土金属离子对其色谱性能进行了测试,并采样分析,结果较为满意。

## 1 实验部分

### 1.1 仪器与试剂

YSB - 2 型平流泵,dionex ASRS - ULTRA(4 mm)自再生抑制器,dionex 2010i 电导检测器

### 1.2 色谱条件

色谱柱为 250 mm × 4.6 mm i.d. 不锈钢管,用匀浆法在 40 MPa 的压力下填充,流动相为 3.5 mmol/L 硫酸溶液,进样体积为 25 μL。流速为 1 mL/min。

## 2 结果与讨论

### 2.1 色谱填料评价

苯乙烯-二乙烯基苯作为基球,采用化学接枝法植被的弱阳离子色谱填料经调查是国内首次研制成功。基质填料具有很好的单分散性,粒度均匀且粒径在 6 μm 左右。

### 2.2 对常规的碱金属、铵和碱土金属等离子的分离

对 Li<sup>+</sup>,Na<sup>+</sup>,NH<sub>4</sub><sup>+</sup>,K<sup>+</sup>,Mg<sup>2+</sup>,Ca<sup>2+</sup>,Sr<sup>2+</sup> 7 种阳离子进行重复性测定,重复进样 8 次,考察其重现性,标准样品图谱见图 1,测试结果表明:它们保留时间的变异系数分别为 1.161%,1.125%,1.219%,2.392%,3.097%,2.795%,3.648%,7 种离子的重现性较好。

### 2.3 检测限

在采用梯度淋洗的测定条件下,Li<sup>+</sup>,Na<sup>+</sup>,NH<sub>4</sub><sup>+</sup>,K<sup>+</sup>,Mg<sup>2+</sup>,Ca<sup>2+</sup>,Sr<sup>2+</sup> 的检测限分别为:0.0048,0.0144,0.0205,0.0184,0.0168,0.0241,0.0468 μg/mL。

收稿日期: 2003-09-30

作者简介: 陈永欣(1978—),男,在读研究生,主要从事离子色谱分析方法研究。

#### 2.4 稳定性实验

用上述7种阳离子标样进样200多次,发现柱效、分离度等没有改变,说明该色谱填料具有良好的稳定性。

#### 2.5 有机溶剂兼容性实验

色谱柱采用20%(*v/v*)乙腈溶剂冲洗1 h后,用标准淋洗液冲洗,进样后色谱图与有机溶剂冲洗前一致,反复多次,表明该色谱柱具有优良的有机溶剂兼容性。

#### 2.6 样品测定与回收率实验

对杭州雨水用离子色谱法直接进行测定,测得的结果见表1,样品图见图1。

表1 雨水中阳离子的测定

Table 1 detection of cation in rainwater

试样	雷雨雨水中含量 / $\mu\text{g}\cdot\text{mL}^{-1}$	加入标样量 / $\mu\text{g}\cdot\text{mL}^{-1}$	加标后总含量 / $\mu\text{g}\cdot\text{mL}^{-1}$	回收率 %
$\text{Na}^+$	2.979	3.000	5.855	95.84
$\text{NH}_4^+$	15.182	3.000	20.380	114.48
$\text{K}^+$	4.82	5.000	9.733	98.21
$\text{Mg}^{2+}$	0.831	3.000	3.716	86.15
$\text{Ca}^{2+}$	7.92	6.000	15.332	117.83

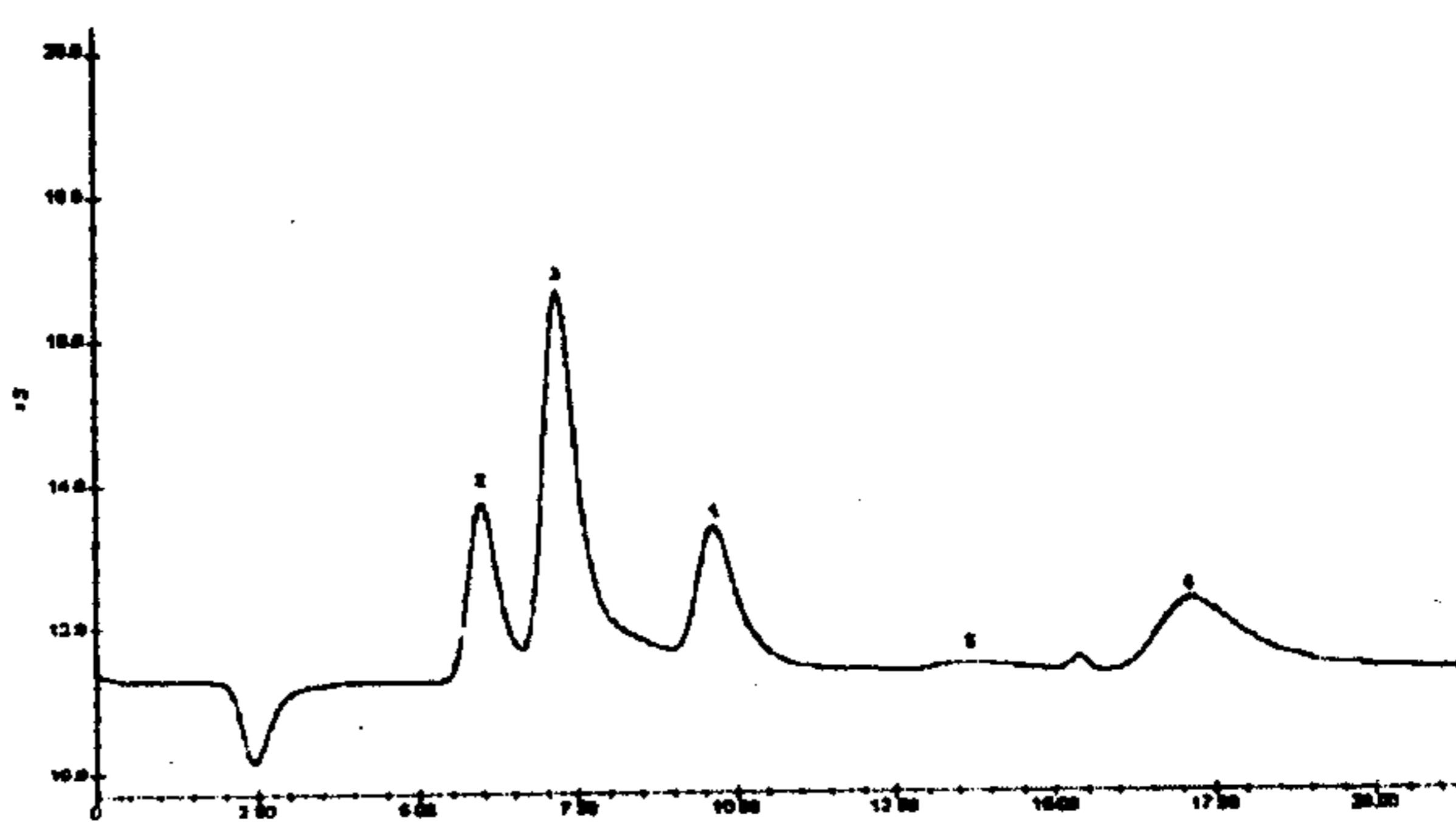


图1 雨水中阳离子色谱图

Figure 1 Chromatogram of cations in rainwater

### 3 结论

采用表面接枝的单分散的聚合物微球制备的阳离子色谱填料,可以在同等淋洗条件下一次性分离碱金属、铵离子和碱土金属离子,表明色谱填料能对常见阳离子具有很好的分离效果。

#### 参考文献:

- [1] Fritz J Z, Gjerde D T, Becker R M—Anal Chem., 1980, 52: 1519 – 1522.
- [2] Stevens T S, Small H, J Liq Chromatogr., 1978, 12: 123 – 125.
- [3] 宁君,邢颖,侯小平,等. 表面附聚薄壳型单分散高效阴离子色谱柱填料的研制及其色谱性能, 2002, 20(6): 530 – 533.

## The Charateristis evaluation of self made ionic chromatographic statonary phae

CHEN Yong-xing, YE Ming-li, ZHU Yan

(Dept of Chemistry, Zhejiang University, Hangzhou, 310028; China)

**Abstract:** The chromatographic properties of new chromatographic stationary phase were evaluated by using alkali metals alkaline, ammonium and earth metals. The results show the chromatographic stationary phase is good resolution, low detection limit and good separation repeatability for common cations.

**Key words:** cation column; stationary phase; evaluation