

無機陰陽離子分析(IC)

Ion Chromatography


Dionex

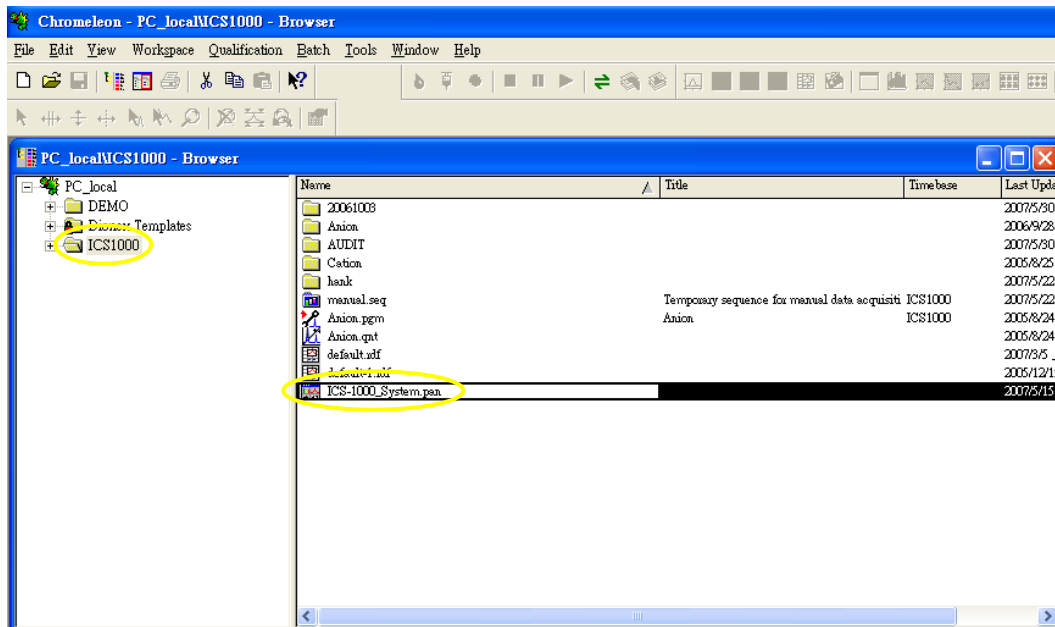
Model: ICS-1000

操作流程

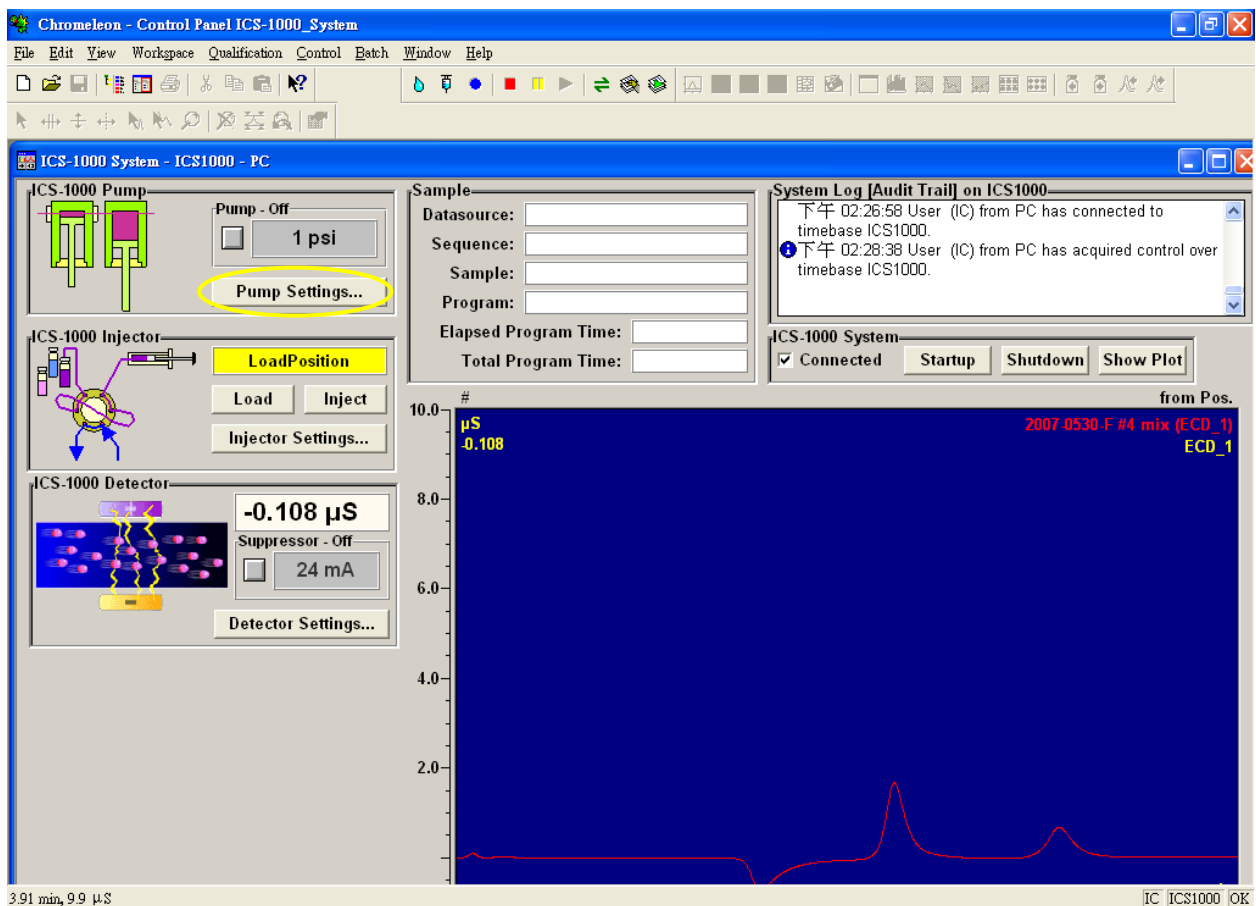
將電腦及滴定儀電源打開。

一、開啟軟體

1. 點選桌面 Chromeleon 程式 ，則會出現下列視窗。
2. 在視窗中點選 ICS1000 資料夾，視窗右邊最下方即會出現 ICS-1000.System.pan。

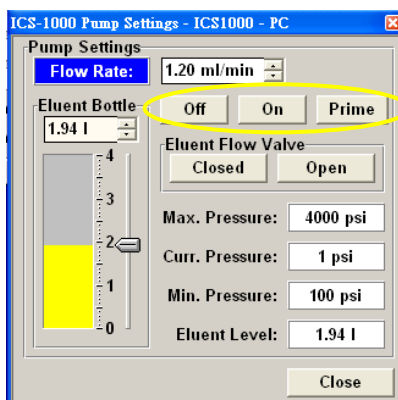


3. 再點選 ICS-1000.System.pan，則會出現下列視窗(為本實驗操作介面)。



二、清除氣泡

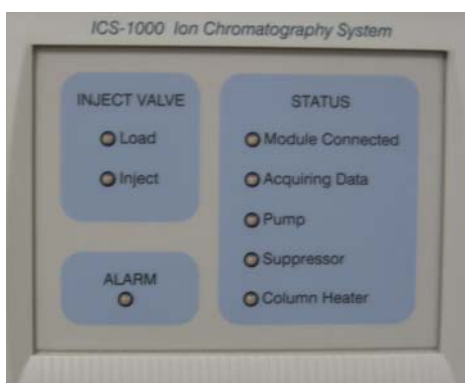
1. 按下 **Pump Settings...**(如上圖所示)，則會出現 **ICS-1000 Pump Settings...**視窗。
2. 將儀器左邊黑色旋鈕打開，再按下 **prime**，讓機器以壓力進行除氣，直至管柱中 (pump waste)無氣泡出現，再按下 **off** 鍵。最後將旋鈕旋緊。完成除氣動作。



若上右視窗中 Flow rate 與 Eluent Bottle 呈現 0 時，即代表電腦與儀器連線失敗。(也可從儀器面板上 Modulus Connection 的指示燈確定是否連線成功。)則重新開啟儀器及電腦。

※1.開儀器。2.開電腦。3.點選 Chromeleon 程式進入操作介面。

儀器面板



INJECT VAVLE

顯示 VAVLE 狀況

- Load
- Inject

ALARM

問題指示燈

STATUS

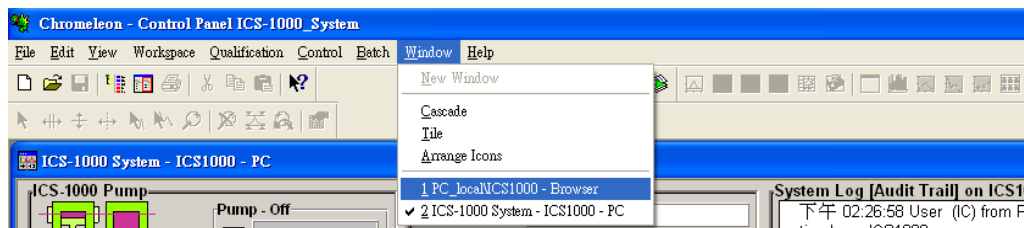
顯示狀態

- Module Connected
- Acquiring Data
- Pump
- Suppressor
- Column Heater

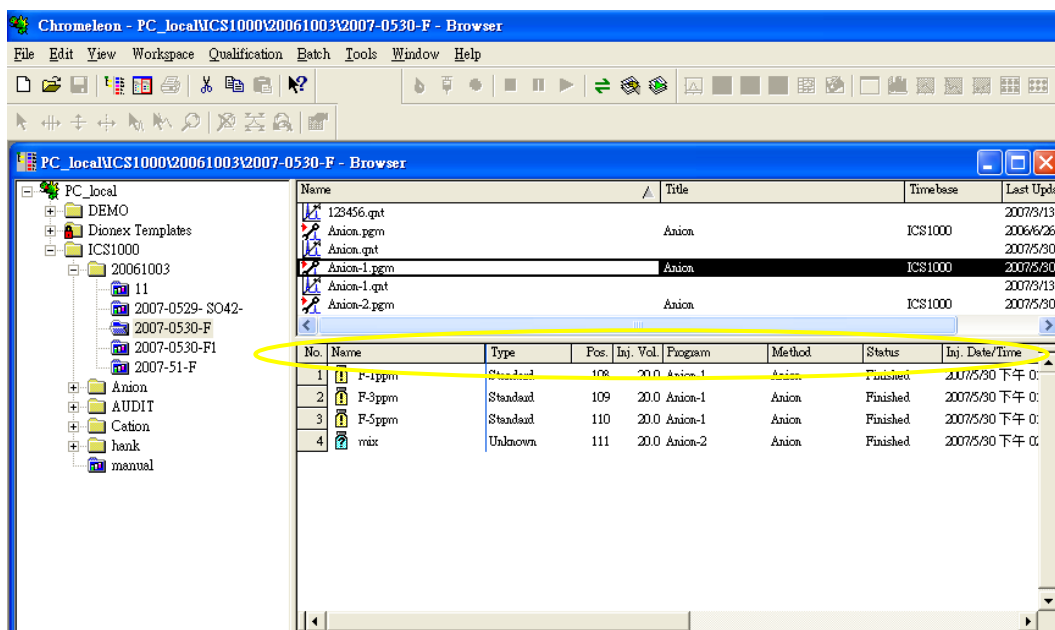
儀器與電腦連線情形
儲存層析資料
幫浦
抑制器
層析管柱加熱

三、層析方法設定

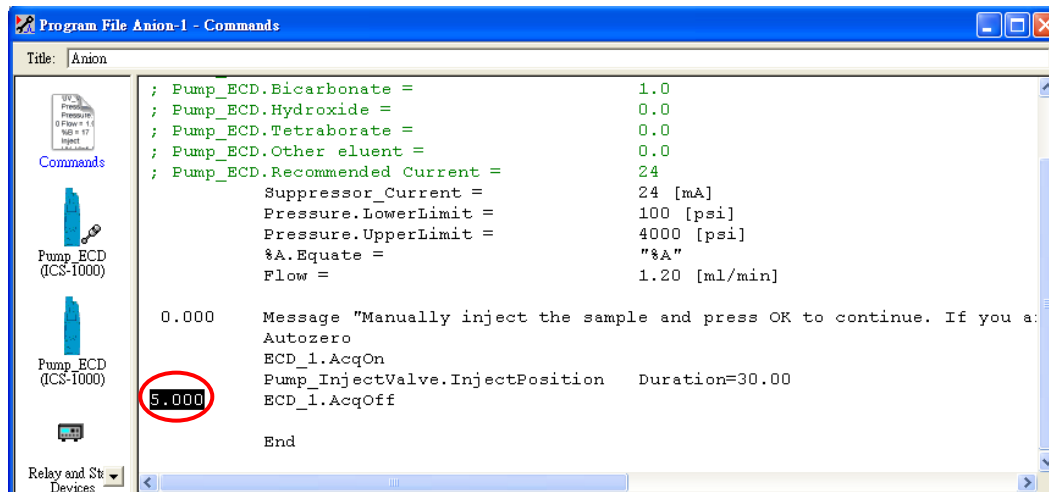
1. 將View轉換至 **1 PC_local ICS1000-Browser**。(操作如下)



2. 在 ICS1000 資料夾中之子資料夾中選取一方法檔，再去修改內容。



- Name : 輸入分析離子及濃度，例如 F-1 ppm
- Type : Standard (!), unknown (?)
- Program : **Anion-1.pgm (standard), Anion-2.pgm (unknown)**-位於視窗上方。點選兩下可進入更改 Program。(如下圖所示，更改時間；在時間上的設定，須先去評估分析物譜峰滯留時間為何，再預估多久可以跑完。)



Standards: F⁻: ~ 2.8 min, Cl⁻: ~ 3.8 min, NO₃⁻: ~ 6.6 min,
HPO₄²⁻: ~ 8.2 min, SO₄²⁻: ~ 10 min

Unknown: 含各式 standards ~ 15 min

※欲選取不同方法檔進行新的離子層析時，應注意 program 時間是否有更換至合適時間。

- Method : **anion**, cation
- Status : **Single** (表示未完成), Finished

※選取分析陰離子方法前，應將 status 全部設定為 Single (表示未完成)

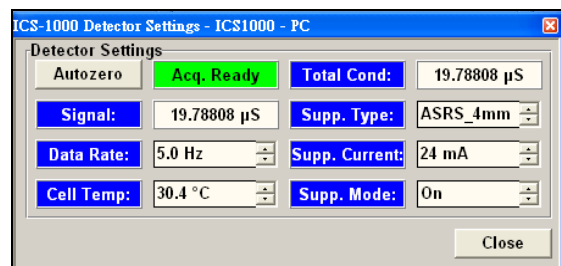
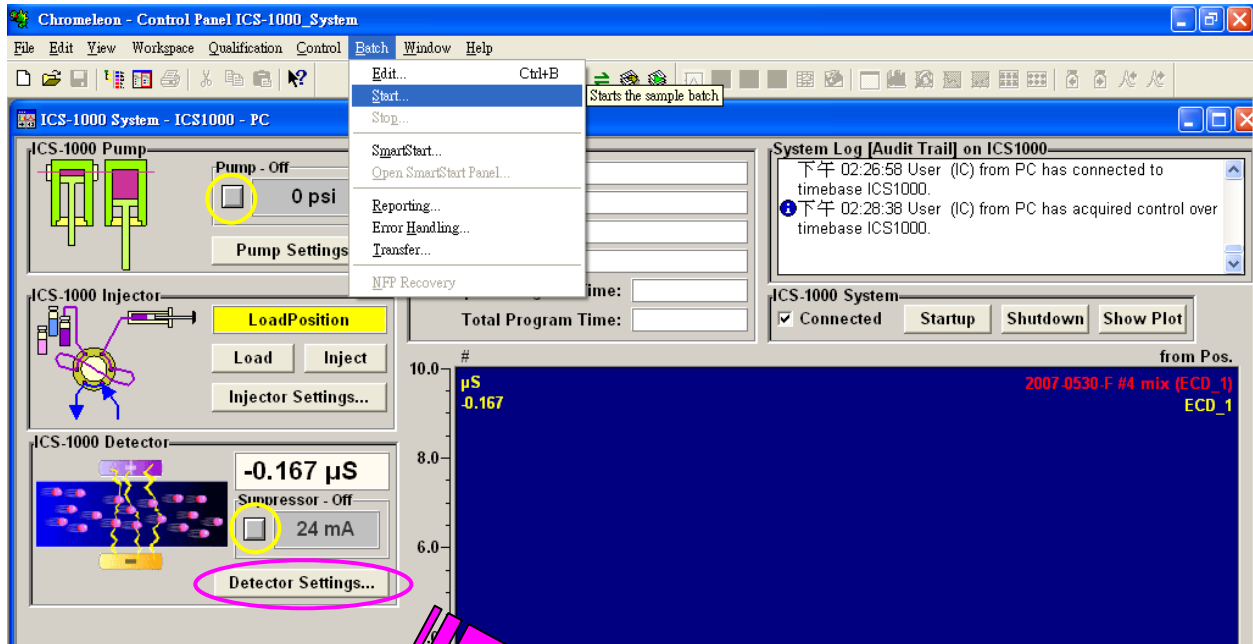
3. 方法設定完成後，至功能列 file 將方法 save as。

四、執行

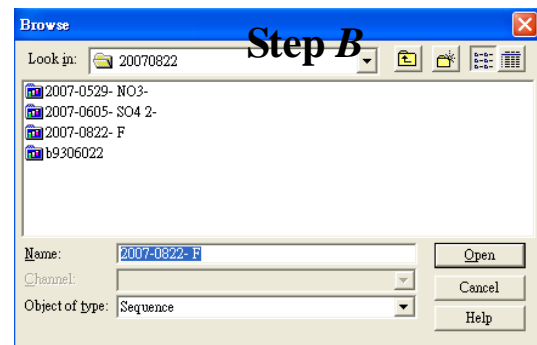
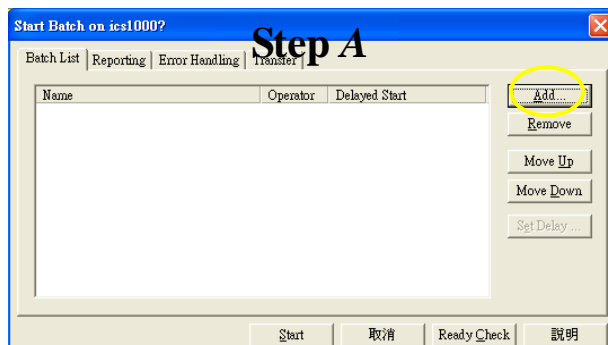
1. 回復至**2 ICS-1000 System – ICS1000 - PC**視窗，將**Pump**及**Suppressor**電流開關打開(使框格反黑)，如下圖所示。待pump壓力穩定後，始可進行下一步。

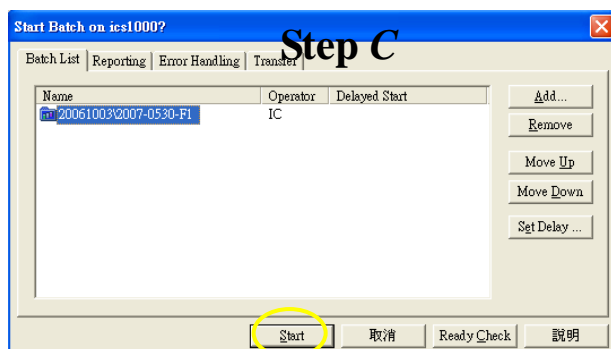
壓力值約在 1400~1500 psi 左右。

2. 點選功能列中 Batch → Start

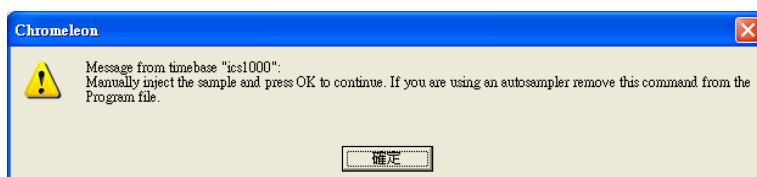


3. 選取欲執行之方法檔，再按下 start 鍵。

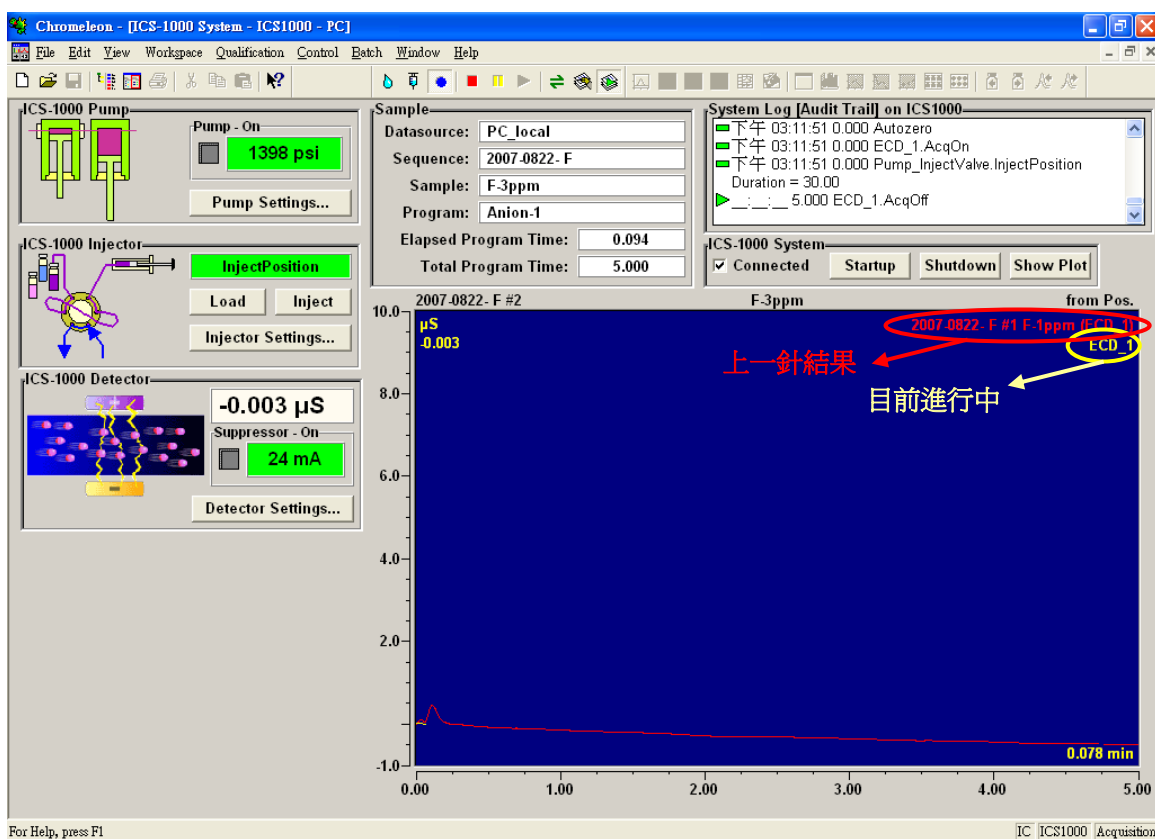




4. 按下 start 鍵後，則會出現下列視窗，要求注入樣品。注入樣品後，再按下確定鍵。開始執行離子層析。



5. 注入樣品，按下確定鍵後，即可於 2 ICS-1000 System – ICS1000 - PC 視窗中即時觀察層析結果。



ICS-1000 Pump

呈現當時管路壓力。

ICS-1000 Injector

注入樣品，按下確定鍵後，經一段時間，狀態會由 InjectPosition 轉變成 LoadPosition。此時才可打入下一針。

ICS-1000 Detector

呈現偵測端導電度。

Sample

Sequence

使用之方法

Sample

目前正在進行分析之樣品

Program

Anion-1.pgm (standard), Anion-2.pgm (unknown)

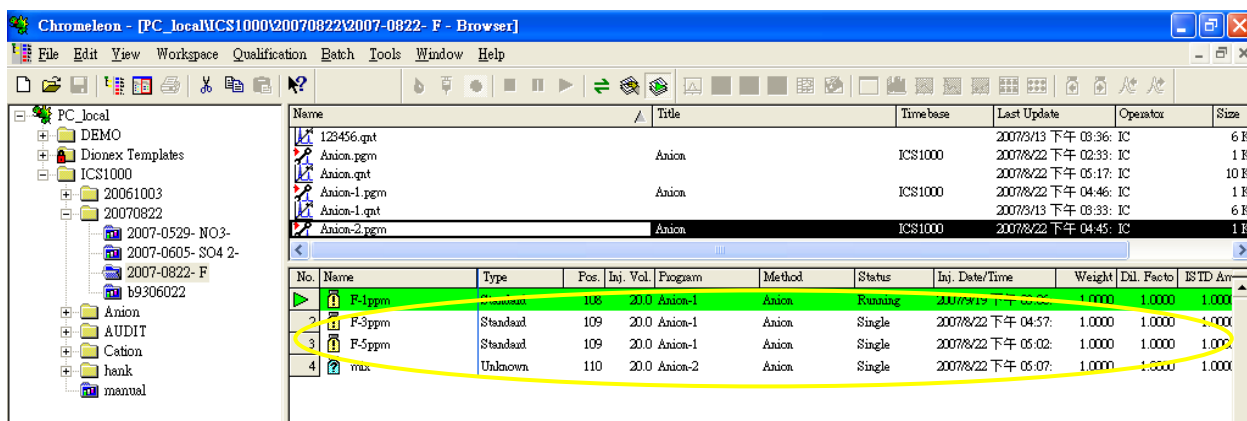
Elapsed Program Time

目前這一針已完成時間

Total Program time

目前這一針完成所需總時間

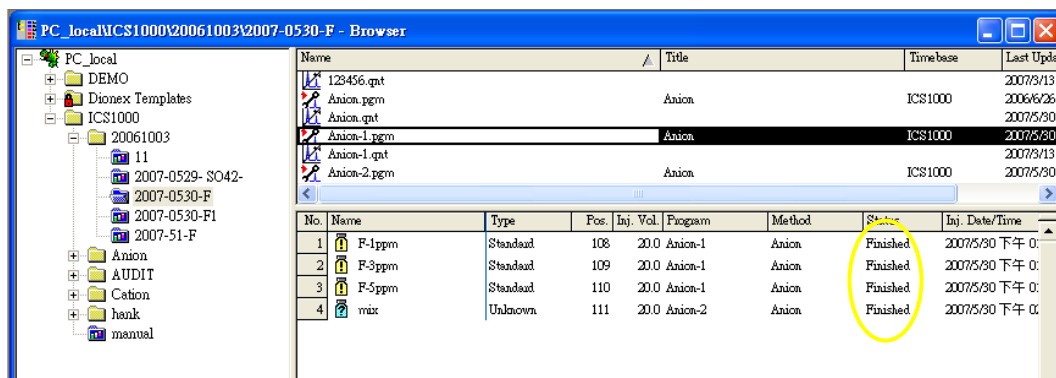
6. 同樣的，亦可於 **PC_local ICS1000-Browser** 視窗中了解目前分析進度為何。(進行之序列，status會呈現Running；完成後會呈現Finished。)



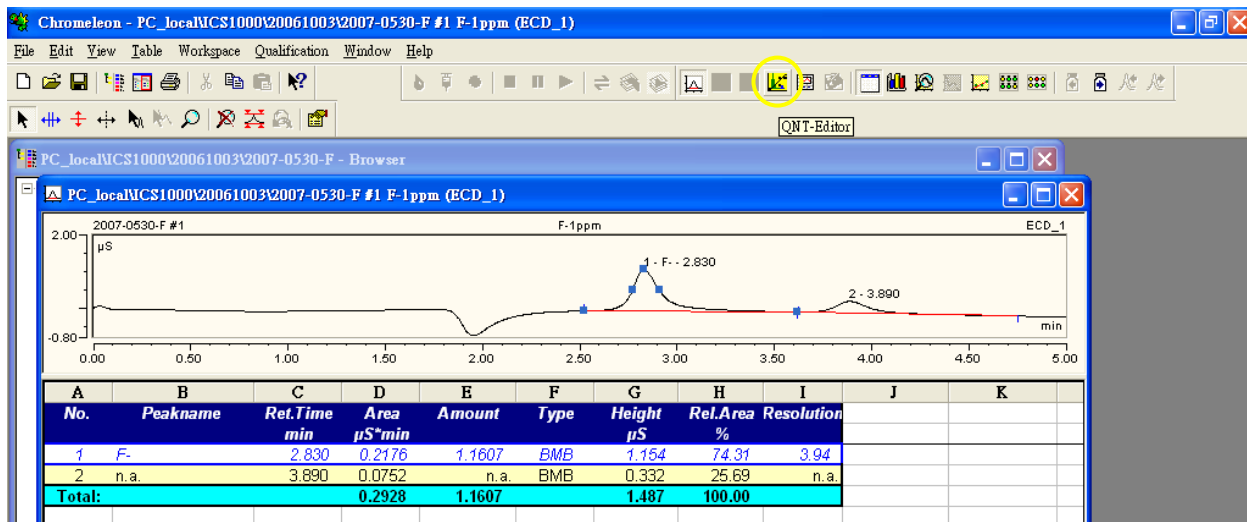
7. 之後每一針跑完欲進行下一針時，都會跑出步驟四-4 視窗，要求注入樣品後按下確定鍵。直至完成選取方法中序列進度。

五、數據處理

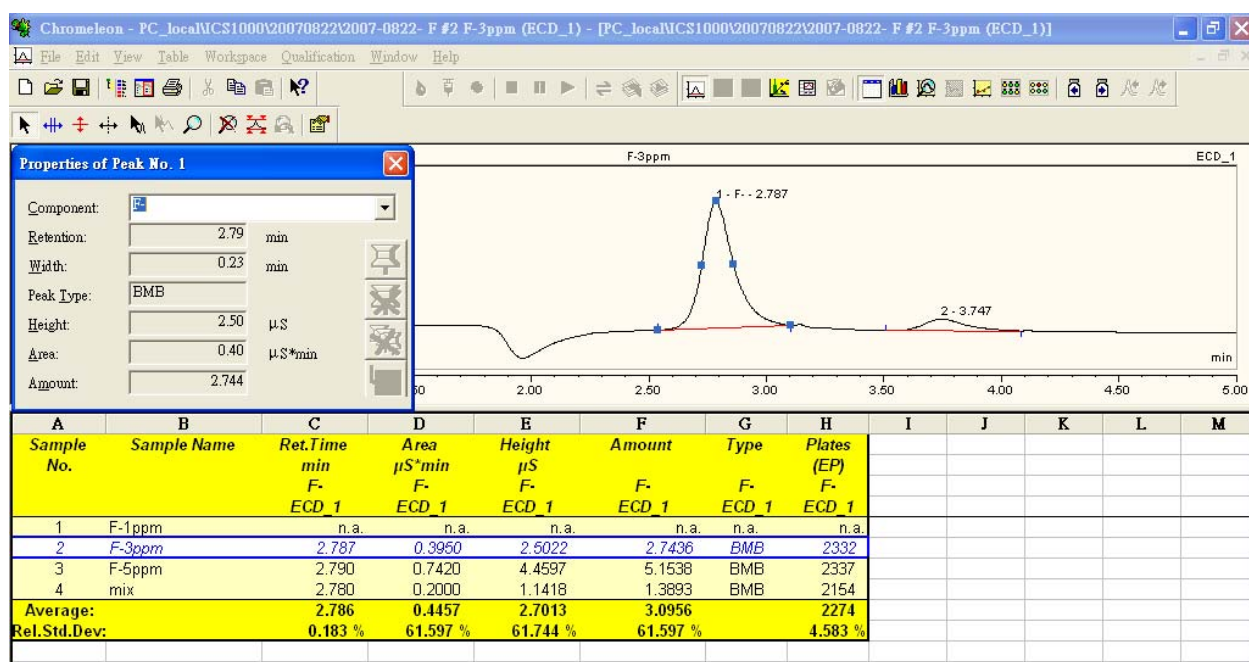
1. 完成執行後，在 status 欄，會由 single 轉換成 finished。



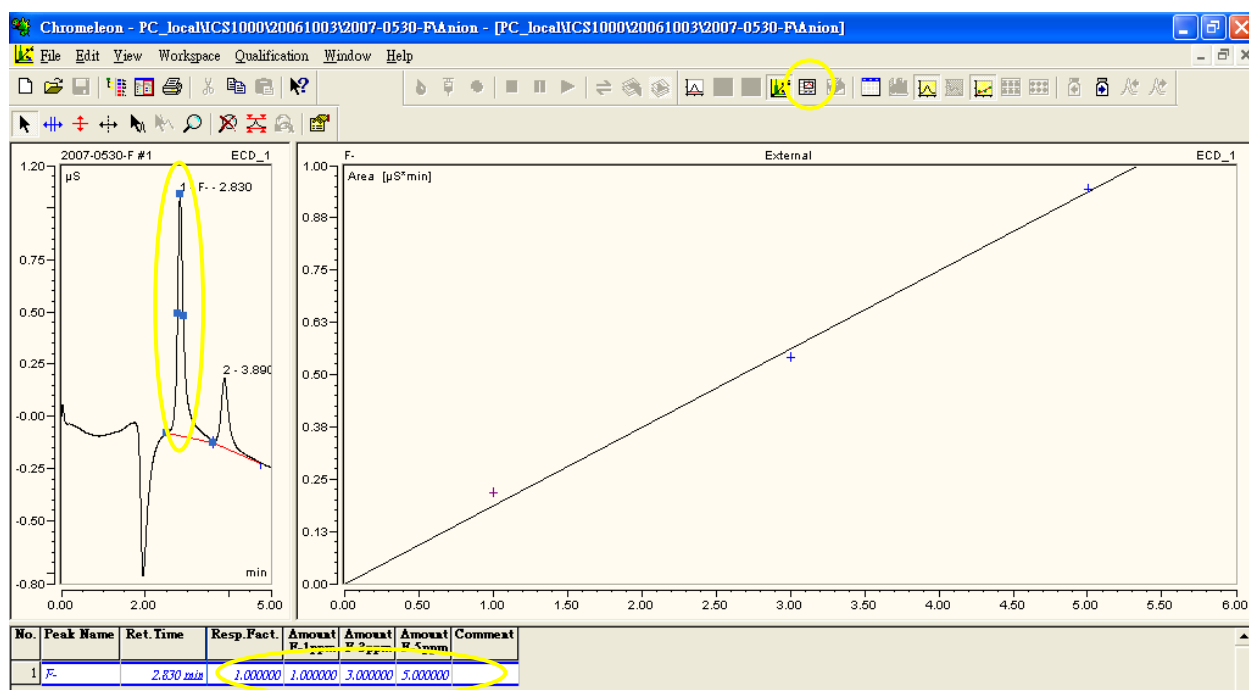
2. 點選其中一標準品(Standard)，則可進入以下視窗(以 1 ppm 為例，peak 1 : F⁻；peak 2 : Cl⁻)



- 將游標移置標準品(Standard)的層析圖形位置上，按下滑鼠左鍵兩次，則會出現以下視窗，要求對此譜峰進行標定。樣品 1-3(Standard)標定完成後。進入下一步。

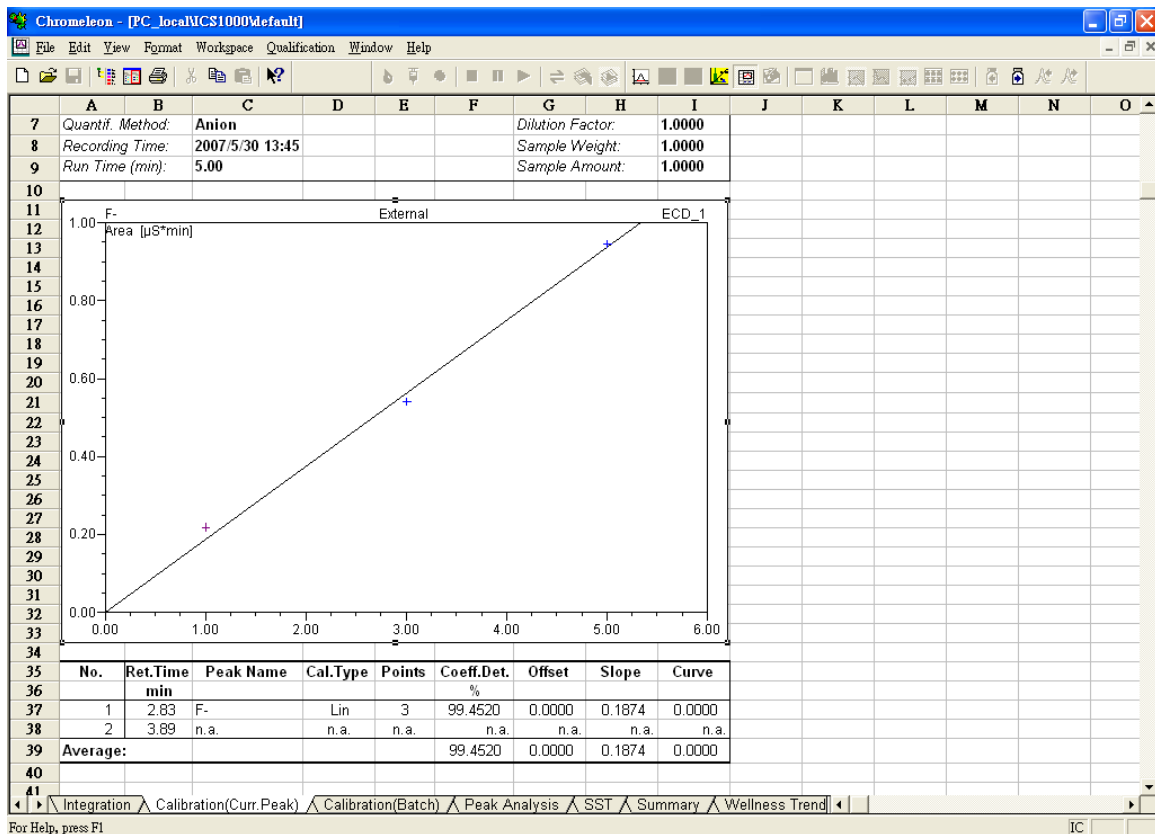


- 再點選視窗上方工具列 **QNT-Editor**(做檢量線用)→**Auto Generate**→**Apply** 後，則會進入以下視窗：



- 點選欲分析之譜峰兩下(peak 1)，更改譜峰名稱(做為區別用)，再輸入其他檢量線每點濃度。則可於右上方觀察到檢量線圖形。
- 確定數入數值正確後，再按下視窗工具列 **Printer layout**，則會出現下列視窗-檢量線資料。確定無誤後，則可將結果列印出。並將結果儲存。

對於不同的方法(Sequence)執行完畢後，於步驟五-3 要進行數據處理時，可能會出現已經標定完成狀況，此時直接進入步驟五-5、6。



7. 儲存結果後，再次回到步驟五-1 之視窗，點選 unknown 兩下，即會出現下列視窗。
 由於檢量線已制定完畢，依據檢量線結果，會出推出未知混合物中 F 濃度為何。
 確定無誤後，可將結果列印出。

若沒有的話，可對未知物重新進行標定動作。完成後，再重複步驟五-7。

