

# Ion Chromatography 사용 설명서

이온크로마토그래피가 처음이라구요!



작성 19기 김지성 19/01/13

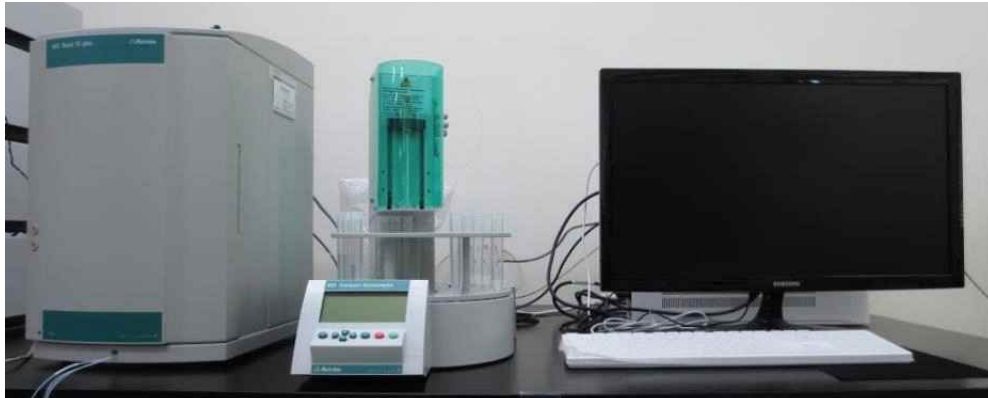
오타와 오류를 발견하신 분은

[alvin2373@gmail.com](mailto:alvin2373@gmail.com)으로 연락해 주세요.

## <제목 차례>

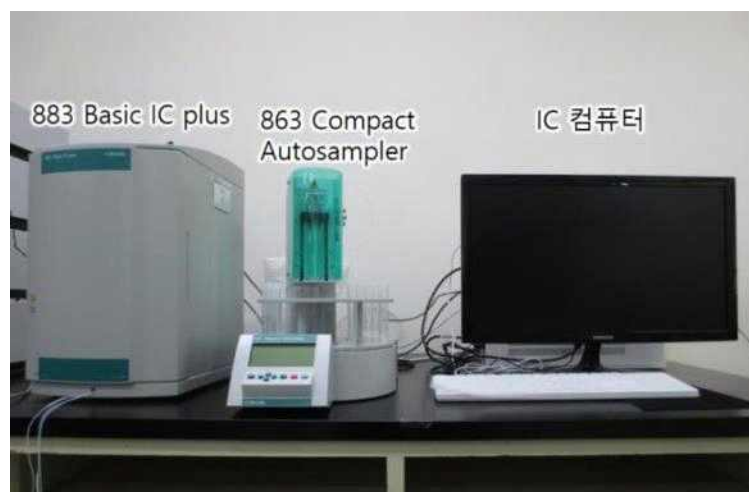
1. 기자재 구성 .....	3
2. 장비 구성 .....	4
가. 원리 .....	6
3. 실험 전 준비 사항 .....	8
4. 연결 방법 .....	9
5. MagIC Net 사용하기 .....	13
6. Method 작성하기 .....	14
7. 실험 시작하기 .....	17
8. 분석 데이터 확인하기 (검량선 작성) .....	18
9. 엑셀로 데이터 출력하기 .....	19

## Ion Chromatography



기자재 위치 : 제주과학고등학교 첨단기자재실, 지구과학실

### 1. 기자재 구성



883 Basic IC plus : 이온 크로마토그래피, 분석용 기기

863 Compact Autosampler : 샘플 보관, 자동 주입

컴퓨터 : 실험 세팅, 분석 결과 확인

tip) IC가 연결이 원활히 연결되어있는데도 불구하고 연결이 되지 않았다고 뜰 때가 있다. 이럴 때는 연결 상의 문제일 수도 있으므로 컴퓨터 본체에 연결된 USB포트를 바꾸어주면 된다. 그래도 잘 되지 않는 것 같다면 시작(윈도우 그려진 버튼)을 왼쪽 클릭하여 장치 관리자>범용 직렬 버스 컨트롤러>USB 루트 허브(USB 3.0)>전원관리 탭에 들어가 '전원을 절약하기 위해 이 장치를 끌 수 있음' 문항의 체크를 풀자. (일반 USB 허브 또한 체크 해제하는 것도 나쁘지 않다.)

행사 등을 이유로 IC기기를 옮겨야 할 때가 있다. 그때는 IC와 autosampler에 연결된 시료

주입 관을 분리하고, 분리된 선들을 각각 3차 증류수를 담은 비커에 넣어준다. 그 채로 여러 명이 합심하여 IC를 옮기고, autosampler를 옮기고 다시 한 번 1)3차 증류수에 세척하여 라텍스 장갑을 낀 채로 연결해준다. 그렇게 하지 않으면 안정화 과정 중에서 원인 모를 피크가 나올 수도 있다. (두 기기를 분리하지 않고 바로 이동하는 방법이 가장 좋다.) 그 후 안정화를 돌리는데, 그 때는 그래프가 x축에 평행하게 때까지 돌려주어야 한다.

IC 결과에 영향을 미칠 수 있는 요인들은 모두 3차 증류수로 세척하여, 라텍스 장갑을 낀 채로 처리하도록 한다.

IC를 하기 전에 반드시 준비해야 할 두가지 책이 있습니다. 한 개는 학교 선배들이 만든 IC 설명서, 나머지 하나나는 '이온 크로마토그래프 유저 세미나'라는 이름을 가진 이 기기의 회사에서 만든 책입니다. 실험은 학교 선배들이 만든 설명서에서 시작하되, 오류가 나타나면 이온 크로마토그래프 유저 세미나를 참고하여 나타난 오류 케이스와 비교하여 해결 방법을 찾는 게 좋습니다. 이 두 책은 반드시 잘 보관하여야 합니다.

tip)

---

1) 3차 증류수 = 초순수

## 2. 장비 구성

### 1) Column

	Metrosep C4	Metrosep A Supp 5 (2.0)
크기	50/100/150/250 * 4.0mm	150/250 * 2.0mm
물질	Silica gel with carboxyl groups (실리카겔 - 카복실기)	Polyvinyl alcohol with quaternary ammonium groups (폴리비닐 알코올 - 4차 암모늄기)
Standard flow	0.9mL/min	0.18mL/min
최대 유속	2.0 mL/min	0.21mL/min
최대 압력	2.0MPa	20MPa
Organic modifier	0...100% (No Methanol)	0...100% Acetone, Acetonitrile, Methanol
pH 범위	2...7	3...12
온도 범위	20...60 °C	20...60°C
특이 사항	<ul style="list-style-type: none"> <li>• 일반 양이온 분석</li> <li>• 아민류 분석</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>• 일반 음이온 분석</li> <li>• 맑은 물 분석에서의 높은 검출 감도</li> <li>• IC/MS coupling 용이</li> <li>• 용리액 사용 최소화와 빠른 분석 시간</li> </ul>



좌: 분석 Column, 우: Guard Column

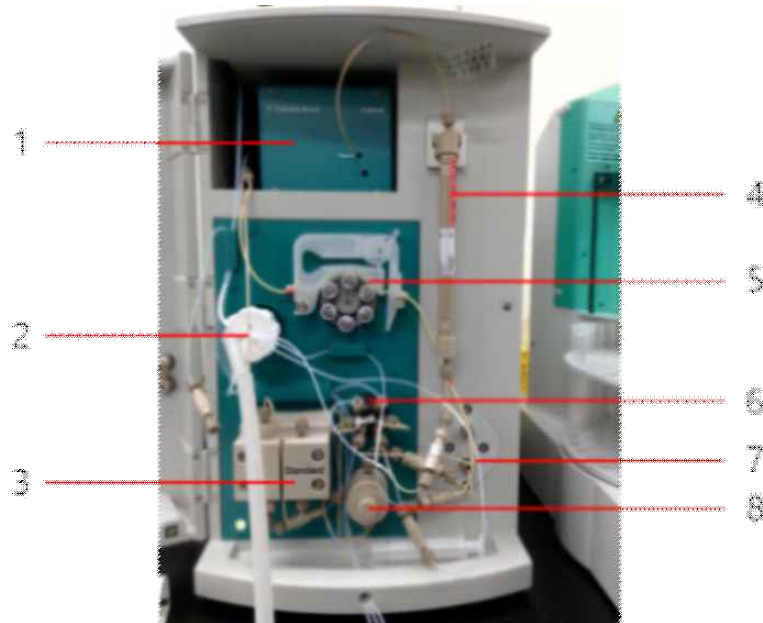
Column은 분석에 있어서 굉장히 중요하기 때문에 먼저 Guard Column을 연결하여 보호해 주어야 한다. Guard Column은 Column 보호의 역할 외에도 성능을 향상 시켜 주기 때문에 꼭 연결하도록 하자. 연결할 때는 시료가 가드 컬럼을 먼저 통과하도록 연결해야 한다. 너무 당연한 소리

컬럼 같은 경우 오래 사용한다면 컬럼에 시료를 들어가는 입구에 입자들이 끼어 잘 안되는 경우가 있다고 한다. 그럴 때는 선생님과 기기 관계자분과 상의해서 새 컬럼을 구매하는 것이 좋다.

위에 표에서 알 수 있는 것처럼 양이온과 음이온을 분석하는 데 사용되는 Column의 종류가 다르기 때문에 실험 전 분석하려는 이온과 실험 기기 세팅에 맞춰 연결되어있는지 확인하자. 잘못된 연결(음이온 분석 방법 - 양이온 Column 연결, 또는 그 반대)은 컬럼의 수명을 단축

하고 정확한 분석 결과를 볼 수 없기 때문에 분석에 앞서 꼭 확인해야 한다. 한 번쯤 잘못 해 보면 이렇게까지 강조하는 이유를 알 것이다. 하지만 확인해 보는 것은 좋지 못한 생각이다. 수습하는데 굉장히 오랜 시간이 걸리며 Column을 교체해야 하는 상황이 올 수도 있다. 컬럼 별 연결 방식 또한 다르다. 이는 분석 이온에 따라 기기 세팅이 다르기 때문인데 조금 뒤에서 자세하게 설명하겠다.

## 2) 883 Basic IC plus



1	Detector	5	Peristaltic pump
2	MSM suppressor	6	Injection valve
3	High pressure pump	7	Pulsation damper
4	Column	8	Purge valve

1. Detector : 액체의 전도도를 측정함.
2. MSM suppressor(Metrohm Suppressor Module) : 3개의 서프레서 유닛으로 구성됨.
3. High pressure pump : 액체를 계속 공급함. 작업시간이 저장되는 기능을 가지고 있음.
4. Column : 위에서 설명했으니 가볍게 지나가자
5. Peristaltic pump : 서프레서 재생 용매를 공급함. 함께 있는 장치는 물리적으로 유속을 조정.
6. Injection valve : 용매와 샘플을 연결함.
7. Pulsation damper : 용매이동의 맥동을 줄임.
8. Purge valve : 탈기 시킬 때 이용함

tip) 관 사이사이에 필터들이 있습니다. inline 필터라고 하는데, 작은 원형 모양의 PP 재질의 필터입니다.

## 3) 863 Compact Autosampler

Autosampler는 빨간색 전원 버튼을 꾸우우욱 누르면 켜진다. 켜진 후로 만질 이유는 없다. 분석할 시료를 올려놓을 때 정도 밖에 없다. 켜진 후로는 시료를 몇 번 째 칸에 넣었는지만 기억하면 나머지는 컴퓨터로 분석 방법을 짤 때 도움이 된다. 머리를 너무 믿지는 말자. 라벨링을 하는 것을 추천한다. 사실 라벨링은 생명이다. 연구에서 ~~몇 번 혼란이오면 그제야 정신을 차린다.~~

## 가. 원리

각각의 용액이 어떤 역할인지 궁금한 사용자가 있을 것 같아 잠시 간단하게만 적어보겠다. 실험에 급하게 사용해야 하고 내용이 궁금하지 않다면 이 페이지는 그냥 넘어가자.

크로마토그래피에서 이동상이 고정상과 접하면서 이동하는 과정을 전개라고 하는데 이온교환 크로마토그래피에서는 이 전개를 용리라고 하며, 사용하는 용매를 Eluent 즉, 용리액이라 부른다.

서프레스 용액은 시료의 짝이온을 수소이온이나 수산화이온으로 치환시키는 역할을 한다. 서프레스 용액은 일반적으로 음이온 분석에서만 이용되는데 이는 용리액의 양이온을 수소이온으로 치환시켜 용리액중 수소이온과 결합하여 물을 만들어 바탕전도도 값이 낮아지고 분석하는 이온 성분은 전도도 값이 높은 수소이온과 결합하여 전도도 값을 증가시켜준다. 이는 S/N을 높여 측정을 더욱 정확하게 할 수 있도록 도와준다. 한 줄로 요약하자면 서프레스 용액은 수소이온을 제공해준다고 보면 된다.

스탠다드 용액은 대부분의 분석기기에서 굉장히 중요하다. 시료에 대한 결과 값을 바탕으로 분석할 때에 기준을 정해주는 역할을 한다. 먼저 농도를 알고 있는 스탠다드 용액을 만들어 먼저 데이터를 얻어 기준을 세워두는 것이다. “이 농도에서는 이 정도의 전도도를 보인다”라고 기기에게 얘기를 해주는 것이다. 그러니까 눈금 없는 자에 길이가 1cm라고 알고 있는 막대기로 눈금을 그려 넣는 것과 비슷한 작업이다.

그럼 왜 3개를 만들어야 할까?

한 좌표 평면에 두 점을 찍으면 두 점을 지나는 직선은 유일하다. 3번째 점은 그 직선으로부터 어느 정도 떨어져 있느냐 즉 정확도를 보겠다는 것이다. 이 작업이 검량선을 작성하는 작업이다. 서프레스 재생용액을 질산으로 사용하여 실제로 실험을 진행해 보면 플루오린의 경우에는 검량선에서 조금 떨어져 있는 것을 확인할 수 있다.

전기전도도 검출은 어떻게 이루어 질까?

전기 전도성 검출 방법이 이온 크로마토그래피 55%정도의 점유율 차지하고 있을 정도이다.

다음은 수식적인 설명이다.

수용액 전해질이 이온 크로마토그래피 이동상으로 자주 이용되는데 검출기는 분석물의 이온에 의한 용리액의 총 전도도의 작은 변화에도 반응할 수 있어야 한다. 위에서 언급한 서프레스션 방법의 사용으로 특정 용리액의 고유의 전기전도도를 극적으로 줄일 수 있다.

$$k = \frac{L}{A \cdot R} \quad (k : \text{전기전도도}, A : \text{단면적}, R : \text{저항}, L : \text{거리})$$

(i) 상기 복수의 종의 각 이온 종의 몰 전도도를 하기 식에 의해 계산하는 단계,

$$\Lambda = \Lambda^{\infty} - K\sqrt{c}$$

( $\Lambda$  : 당량 전기전도도,  $\Lambda^{\infty}$  : 한 희석(infinite dilution)에서의 당량 전기전도도,  $K$  : 콜라우시 계수(Kohlrausch coefficient),  $c$  : 이온 종의 농도)



(ii) 각 이온 종의 전도도( $\kappa$ )를 하기 식에 의해 계산하는 단계: 및

$$\kappa = c \times \Lambda$$

( $\Lambda$  : 당량 전도도,  $k$  : 전기전도도,  $c$  : 용액의 농도)

(iii) 단계 (ii)에서 결정된 상기 상이한 이온 종들의 전도도를 합산하여 상기 액체 용액의 예측 전도도를 수득하는 단계.

바람직한 실시예에서 데이터 세트는 복수의 상이한 이온 종 농도 및 상이한 pH 값, 및 선택적으로 상이한 온도에서의 상기 이온 종들을 함유하는 용액의 전도도를 측정하고, 산출된 데이터를 상기 단계 (ii)의 식에 피팅하여  $K$ 를 구함으로써 수득된 콜라우시 계수( $K$ ) 값을 포함한다.

데이터 세트에서  $\Lambda_0$  값은 문헌 값과 같은 기 공지된 값, 및/또는 피팅에 의해 수득된 값을 포함할 수 있다.

콜라우시 계수는 통상적으로  $K = A + B \times \Lambda_0$ 로 나타내어지며, 식 중  $A$  및  $B$ 는 온도-의존성 상수이며,  $\Lambda_0$ 는 상기 정의된 바와 같다. 상술한 피팅에서  $K$ 를 바로 수득하는 것보다는,  $A$  및  $B$  값을 피팅에서 수득한 다음, 그로부터  $K$ 를 계산할 수 있다.

이와 달리, 콜라우시 계수는  $K = A + B + w \times \Lambda_0$ 로 나타낼 수 있으며, 식 중  $A$  및  $B$ 는 온도-의존성 상수이며,  $w$ 는 온사거 인자(Onsager factor)이고,  $\Lambda_0$ 는 상기 정의된 바와 같다. 이어서 피팅에 의해  $A$ ,  $B$  및  $w$  값을 수득하고 그로부터  $K$ 가 계산된다.

현재 작성중에 있습니다.

그럼 실험을 시작해보자

### 3. 실험 전 준비 사항

tip) IC를 진행하기 전에 시료주입기(auto sampler)의 관이 노랗게 물들지는 않았는지 반드시 확인해야 합니다. 이는 시료를 오염시킬 가능성이 있습니다. (하나의 큰 연구를 진행하게 되면 색깔이 물들지 않아도 바꾸는 것을 추천합니다.) 만약 오염되었다면, 선배나 선생님께 말씀드리고 그 관을 새 부품으로 바꾸도록 합니다. 방법이 어려워 이 곳에는 적어놓지 않았습니다.

#### 1) Eluent의 준비

(1) 음이온 분석\_ A Supp 5컬럼 사용시

3.2 mM Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> + 1 mM NaHCO<sub>3</sub>/ 1L DIW

1000mL 부피 플라스크에 DIW를 반정도 담고, 0.339 g Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>와 NaHCO<sub>3</sub> 0.084 g를 넣어 완전히 녹인 후 표시선까지 물을 채운다

tip) 학교에 있는 구매해서 사용하는 용액(사용자들이 편리하게 시료를 제작할 수 있게 하는 배합이 완료된 용액)은 기본적으로 농도가 20배이다. (64mM Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>와 20mM NaHCO<sub>3</sub>/1L DIW) 따라서 1/20으로 희석해주면 되는데, 1000mL 용량플라스크를 사용하여 50mL를 넣고 나머지를 증류수로 채워주면 된다.

(2) 양이온 분석\_ C4 컬럼 사용시

1.7 mM HNO<sub>3</sub> + 0.7 mM PDCA/ 1L DIW

70% HNO<sub>3</sub> 용액을 1M 로 희석 한다. 1000mL 부피 플라스크에 DIW를 반 정도 담고 1M HNO<sub>3</sub> 1.7mL를 취하여 넣고 뒤, PDCA 0.118g을 완전히 녹인 후 표시선까지 물을 채운다.

하지만 여기까지는 구매해서 사용한다. 구매하는 용매는 20배 희석하여 사용한다. 생각보다 비싸다. 한 번 농축액을 그대로 돌리면 바탕전도도가 6000을 넘는 기적을 볼수 있다.

tip) 학교에 있는 구매해서 사용하는 용액(사용자들이 편리하게 시료를 제작할 수 있게 하는 배합이 완료된 용액)은 기본적으로 농도가 20배이다. (34mM HNO<sub>3</sub> + 14mM PDCA/ 1L DIW) 따라서 1/20으로 희석해주면 되는데, 1000mL 용량플라스크를 사용하여 50mL를 넣고 나머지를 증류수로 채워주면 된다.

#### 2) 서프레스 용액 준비

(1) 서프레스 재생용액\_ 100 mM H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>

1000mL 부피 플라스크에 DIW를 반정도 담고, 98%의 H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 용액을 5.43mL 취하여 넣은 후 표시선까지 물을 채운다.

ex.  $0.1 \text{ mol/L} \times 1\text{L} \times 98 \text{ g/mol(몰분자량)} / 1.84 \text{ g/mL(밀도)} \times 100/98(\text{순도}) = 5.43 \text{ mL}$   
황산수용액 사용을 기본으로 하지만 상황에 따라 질산 수용액을 사용할 수 있다. 하지만 플루오린의 경우 결과가 달라질 수 있다.

서프레스 재생용액과 용매의 경우는 몰농도로 농도를 계산한다.

tip) 선생님과 같이 해야하며, 이건 구매해서 희석해서 쓰는 게 아니라 보통 황산용액을 직접 배합한다. 농도 계산에 자신이 있더라도 꼭 선생님과 상의 후에, 계산 후에 서프레스 재생용액을 만들도록 하자. 질산을 사용할 수는 있으나 정확한 결과를 위해서라면(R&E 연구활동이나) 황산을 써야 한다. \*2018년 말에 질산 용액에서 황산 용액으로 바꾸었음

(2) 서프레스 세척용액\_ DIW (resistivity 18.2 MΩ.cm)

3) 스탠다드(standard) 용액 준비

측정하고자 하는 목적 성분에 맞는 표준용액을 준비하여 최소 3개 이상의 농도로 희석하여 제조

ex) 1ppm, 5ppm, 10ppm

최소 3개 이상은 만들어야 한다. 검량선 작성에 중요한 역할을 한다.

스탠다드 용액의 농도는 ppm 단위로 계산한다. (1ppm = 1mg/1L)

구매한 스탠다드 용액이 100μg/mL라면 100ppm이다. 100mL의 부피 플라스크에 10mL를 넣고 3차 증류수로 부피플라스크에 나머지를 채우면 10배 희석된 10ppm 스탠다드 용액을 만들 수 있다.

tip) 계산식 정리

스탠다드 용액 당 1ppm/5ppm/10ppm을 맞춰야 함(양이온, 음이온 여부 상관 없음)

1ppm = 1mg/1L = 1μg/mL

학교에서 가지고 있는 농축 용액 = 100μg/mL

1ppm 스탠다드 용액을 100mL 제작할 때 시료 1mL + 초순수 99mL를 배합하면 된다. (용량 플라스크를 사용하여 정확히 맞추면 된다.) nppm 100mL를 제작할 때 시료 nμL + DIW (100-n)μL

하지만 스탠다드 용액은 한 번 제작하고 사용하면 다시 사용하기까지 텀이 길어 재사용이 불가능하므로(매번 새로 제작해주어야 함) 되도록 10mL로 만들어 사용하자. (10mL로 제작할 때는 위에서 구한 값들에서 1/10배를 해주면 될 것이다.)

스탠다드 용액을 포함해서 IC에 들어가는 어떤 시료/용매/보조용액... 들은 모두 초순수를 사용해야 한다. 또한 농도 계산은 다시 한 번 확인해보는 게 좋다.

IC는 standard를 이용한 정량분석을 하는 기기이므로 기준이 되는 standard가 없으면 분석이 불가능합니다. 관련 연구를 준비할 학생은 자신이 분석할 이온을 미리 조사하고, 그 이온이 들어가 있는 standard를 구매해야 합니다. (가격이 많이 나가므로, 선생님과 미리 상의해주세요.)

4) Auto Sampler의 special beaker를 새로운 초순수로 갈아준다.

#### 5) 샘플 준비



- (1) 측정하고자하는 샘플을 분석 용도에 맞게 준비한다. 샘플은 무색에 부유물 및 입자가 없어야 하며, 농도가 진할 경우 희석을 하여 측정한다.
- (2) 정보를 알 수 없는 미지의 샘플은 Filtering 후 최소의 1000 배 이상 희석하여 측정한다.

tip) 하지만 그 과정 중에 전기전도도가 엄청나게 상승하거나 선이 끊어져 보이는 현상이 나타난다면 그 즉시 기기 사용을 중단하고 안정화를 돌리자.(용액의 농도가 너무 높으면 이러한 현상이 나타난다.) 또한, 10~100배정도 더 희석하여 측정하여야 한다.

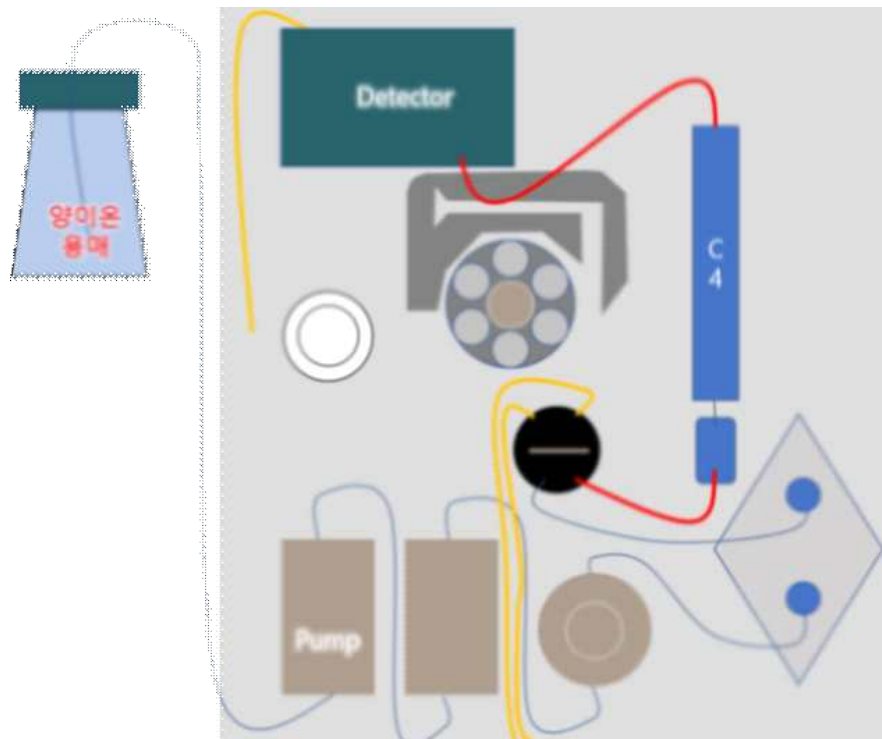
#### 4. 연결 방법

연결할 때 절대로 끊어져 있는 곳이 있어선 안 된다. 끊어져 있는 경우에는 관 내부 압력이 원활하게 잡히지 않아 정확한 결과를 얻지 못할 수 있다. 그래서 잘 연결이 되었는지 확인하는 작업은 필수적이다.

분리할 때 이 모양을 참고하면 다시 연결할 때 편하게 할 수 있다.

	
음이온 가드 칼럼 MSM의 out 양이온 가드 칼럼	Injector valve Detector의 Eluent in MSM의 in Detector의 Eluent in

#### 1) 양이온 검출





폐수통과 연결(waste)



C4 - Detector의 Eluent in, Guard Column - Injection valve

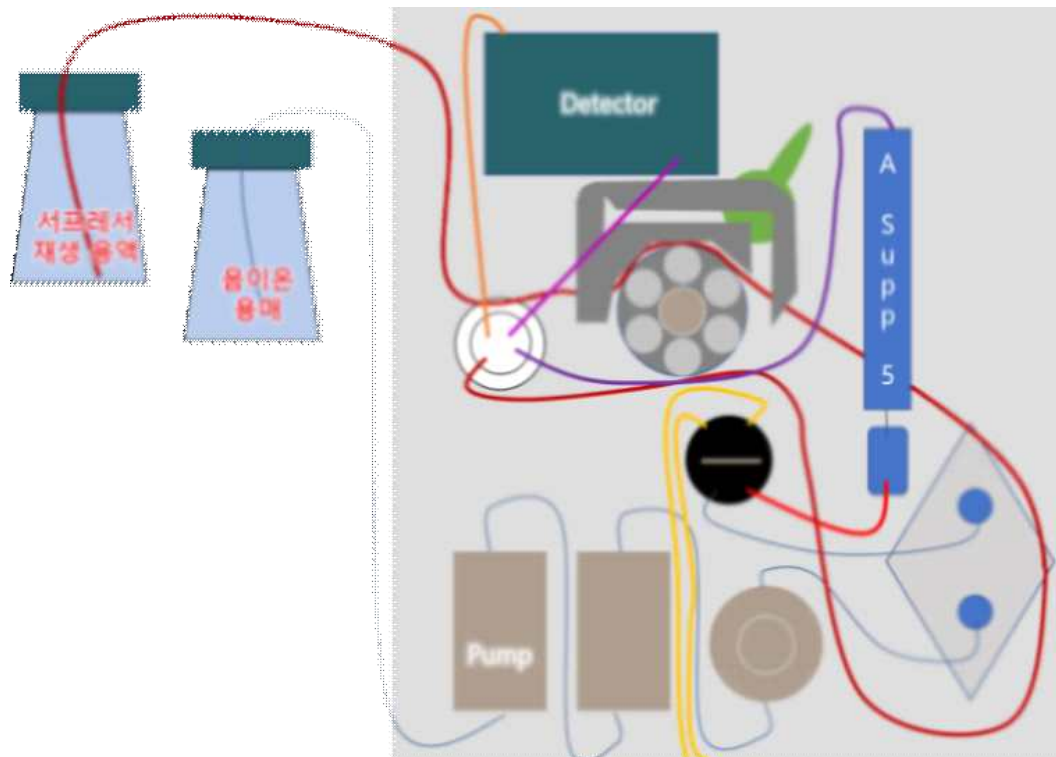
양이온 용매 사용

MSM -> MSM에 in과 out을 연결



양이온 분석시 연결

## 2) 음이온 검출



서프레스 재생용액 - Regenerant

폐수통과 연결

Gaurd Column - Injection valve

MSM의 out - Detector의 Elunent in

Detector의 Eluent out - Rinsing

Peristaltic pump에 레버를 선보다 한칸 위로 올려야한다. (물리적인 유속 조정)

음이온 용매, 서프레스 재생용액 사용

tip) 페리스텔틱 펌프의 레버를 꼭 확인해주세요. 풀려있는 경우가 많습니다.

tip) 서프레스 용액이 나오지 않는 경우, 페리스텔틱 펌프를 조금 더 조여주세요. 조여도 서프레스 용액이 나오지 않는다면 페리스텔틱 펌프가 누르고 있는 고무관이 노후되어 그럴 가능성이 있습니다. 선배에게 말해 페리스텔틱 펌프의 관을 교체하거나 관의 위치를 다른 부분으로 옮겨주세요. (이 부분은 복잡하므로 반드시 선배나 선생님께 말하고 진행하기 바랍니다.)

적당한 조치를 취한 후에는 waste가 나오는 큰 호스에 있는 작은 3개의 호스 중에 waste rins와 waste reg를 잠시 꺼낸 후, 안정화를 돌리는 상태에서 용액이 나오는 지 확인합니다. 용액이 나온다면, waste reg(서프레스 용액이 나오는 곳)이 1방울 떨어질 때 waste rins(일반 용매가 나오는 곳)이 2~3방울 떨어진다면 맞게 된 것이니 안심하고 연구를 진행하면 됩니다.






음이온 분석시 연결






## 5. MagIC Net 사용하기

다음 설명은 IC로 음,양이온 분석을 기초로 한다.

1) IC 장비 뒤의 전원을 먼저 켜고, 장비에 전원이 들어온 것을 확인하면 바탕화면에 설치된 MagIC Net 아이콘을 ()더블클릭하여 실행한다.

2) 실행된 MagIC Net 왼쪽의 메뉴 바에서 Configuration을 () 선택하여 Devices 창에서 사용하고자 하는 IC와 컴퓨터의 연결을 확인한다. 연결이 된 경우, Status란에 초록색으로 OK라고 표시된다. (Column 창에 인식된 칩 종류의 Column이 뜬다.)

Devices							
	Device name A	Device type	Device serial n...	Status	Set to work	Next GLP test	Remarks
▶ 1	863 Compact Aut...	863.0010 Compact Autosa...	33148	ok	2017-12-20		
2	883 Basic IC plus 1	883.0020 Basic IC plus	60027	ok	2017-12-20		

Columns							
	Column name A	Column type	Connection	Maximum pres...	Precolumn type	Determinations	Operating hours
▶ 1	Anion	Metrosep C 4 - 1...	883 Basic IC plus...	25.00		1	0

3) Cofiguration에서 Devices창 이외에도 Column, Eluent, Accessory 등을 등록하고 관리할 수 있다. 이 창들은 상단의 Change view layout and content 메뉴를 통해 관리할 수 있다.

※주의! 기기가 켜져 있는 상태에서 USB연결선을 해체 하지 말기

## 6. Method 작성하기



1) 왼쪽의 메뉴 바에서 Method를 (  ) 선택한다.

File > New > Empty method를 클릭하여 새로운 Method를 작성한다.

2) Devices창에서 Edit > Add > Device를 통해 사용할 장치를 추가한다.



Configuration에서 인식된 장비의 이름과 추가하고자 하는 장비의 이름이 동일한지 확인한다.

3) 첫 번째로 IC를 추가하면 아이콘이 생성된다. 아이콘 내의 장치들을 직접 클릭하거나 아래 탭에서 클릭하여 관련 설정을 변경할 수 있다.

4) Pump 탭에서 Flow를 변경한다.

Start-up time을 설정해두면 입력된 시간 동안 유속이 천천히 증가한다.

(Start-up time설정은 펌프 수명 연장에 도움이 된다.)

5) Peristaltic MSM 탭에서 On으로 체크해 주고, Rate는 3으로 설정한다. 양이온 실험을 할 경우에는 Active 체크 표시를 해제한다.(일반적으로 음이온 분석 flow는 0.7 ml/min , 양이온 분석 flow는 0.9ml/min)

6) MSM 탭에서 “Automatic stepping to next position during equalibration”에 체크를 해주고 Interval은 10min 으로 해준다.

양이온 분석을 하는 경우에는 Active 체크 표시를 해제한다.

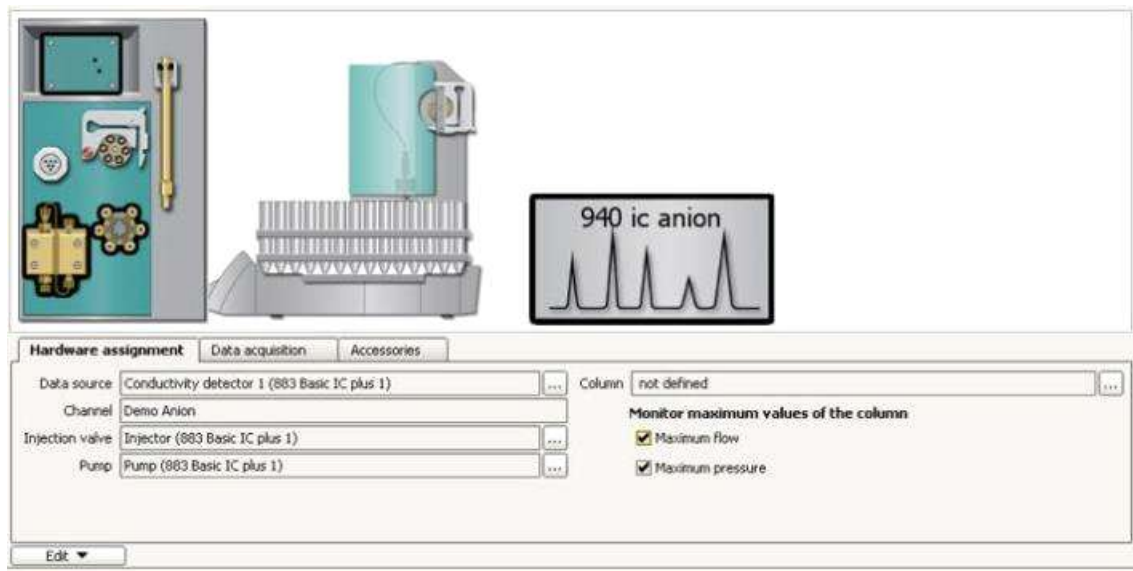
7) MCS 설정에서 음이온 분석을 하는 경우 Active, 양이온 분석을 하는 경우 Active의 체크를 해제한다.

8) Thermostat 설정에서 컬럼 오븐을 사용하는 경우엔 On을 체크하고 Temperature값을 컬럼, 분석 방법에 따라 상이하므로 참고하여 입력한다. Monitor temperature stability를 체크할 경우 입력한 값에 정확하게 도달, 유지될 때까지 실험이 시작되지 않는다.

9) IC를 추가했던 것처럼 Edit > New > Device에서 Sample processor를 추가한다.

10) Edit > New > Analysis를 선택하여 추가한다.

## IC (이온크로마토그래피) 사용 설명서



### 11) Hardware assignment

- ▶ Data source : 분석에 해당하는 Detector 선택
- ▶ Injection valve : IC의 Inject valve 선택
- ▶ Pump : IC의 펌프 선택
- ▶ Column : IC와 연결하여 사용하는 컬럼 선택

12) Data acquisition > Recording time에서 분석하고자 하는 시간 값을 입력한다.  
(Workplace에서도 분석 도중 시간 변경이 가능하다.)

13) Time program창의 일반적인 음이온 분석 Time program은 다음과 같다.

Main program							
Time	Device	Module	Command	Parameter	Comment	No.	
0.0	883 Basic IC plus 1	MSM	Step			1	
	863 Compact Autosampler 1	Tower	Move (Rack)	Sample position		2	
	863 Compact Autosampler 1	Tower	Lift	Work position		3	
0.0	883 Basic IC plus 1	Injector	Fill			4	
0.0	863 Compact Autosampler 1	Peristaltic	On/Off	On, Rate=3		5	
2.0	883 Basic IC plus 1	Injector	Inject			6	
2.0	863 Compact Autosampler 1	Peristaltic	On/Off	Off		7	
2.0	anion		Start data acquisition			8	
	863 Compact Autosampler 1	Tower	Move (Rack)	Sample position		9	
	863 Compact Autosampler 1	Tower	Lift	Work position		10	
0.0	863 Compact Autosampler 1	Peristaltic	On/Off	On, Rate=3		11	
1.5	863 Compact Autosampler 1	Peristaltic	On/Off	Off		12	
	863 Compact Autosampler 1	Tower	Lift	Work position		13	

14) 일반적인 양이온 분석 Time program은 다음과 같다.(N0 번호에 주의할 것)

Main program							
Time	Device	Module	Command	Parameter	Comment	No.	
0.0	863 Compact Autosampler 1	Peristaltic	On/Off	On, Rate=1		1	
	863 Compact Autosampler 1	Tower	Move (Rack)	Sample position		2	
	863 Compact Autosampler 1	Tower	Lift	Work position		3	
0.0	883 Basic IC plus 1	Injector	Fill			4	
0.0	863 Compact Autosampler 1	Peristaltic	On/Off	On, Rate=3		5	
2.0	883 Basic IC plus 1	Injector	Inject			10	
2.0	863 Compact Autosampler 1	Peristaltic	On/Off	Off		6	
2.0	Cations		Start data acquisition			7	
	863 Compact Autosampler 1	Tower	Lift	Shift position		8	
0.0	863 Compact Autosampler 1	Peristaltic	On/Off	On, Rate=3		9	
0.1	863 Compact Autosampler 1	Peristaltic	On/Off	Off		11	

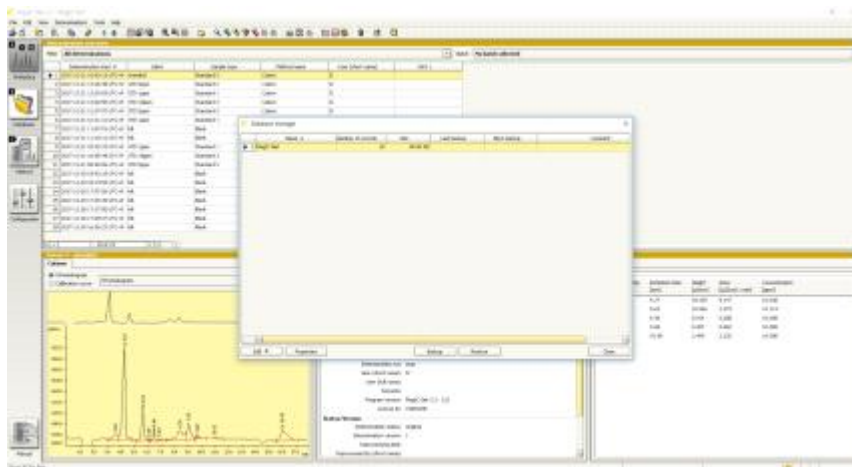
15) Devices, Time program까지 작성을 마친 뒤, 상단에 있는 Test method for plausibility를 눌러 오류가 없는지 확인한다.

16) Evaluation > Integration > Peak detection에서 음이온 분석을 하는 경우에는 Polarity를 +로, 양이온 분석을 하는 경우에는 -로 설정한다.

17) Evaluation > Components에서 분석할 이온들을 추가한다.  
Window(%)는 기본 5로 설정한다. (양이온 분석 시 Ca와 Mg의 Window는 10%로 설정한다.)

18) Evaluation > Standards에서 칸을 더블 클릭하여 해당 스탠다드의 농도 값을 입력한다.  
(농도 입력 시 아무칸에 입력하고 Filling 버튼을 누르면 자동으로 동일한 값이 입력된다.)

19) Evaluation > Result > Database에서 분석 결과가 어디로 저장되는지 수정 또는 확인할 수 있다.



20) Method를 작성하거나 수정한 다음에 저장하지 않으면 변경사항이 적용 되지 않으므로 반드시 저장하도록 한다.

## 7. 실험 시작하기

Run : 기기 Start/Stop

Time program : Method상의 분석 순서

Live display : 현재 분석 진행 중인 크로마토그램이 보여진다.

Watch window : 기기의 상태 표시 (유속, 압력, 전도도, 온도 등)

※Eluent 교체 및 Air bubble 유입시

장비의 purge vlave를 시계반대 방향으로 돌린다.

실린지로 약 10~20ml의 용리액을 빼내어 Bubble제거 작업을 수행한다.



1) 왼쪽의 메뉴 바에서 Workplace를 (  ) 선택한다.

2) 상단 메뉴의 Change view layout and content에서 각각의 창을 관리할 수 있다.

3) Run > Equalibration에서 분석에 필요한 Method를 불러온 후, Start HW를 클릭하여 IC를 가동시키고 안정화한다.

4) Run > Single determination은 Auto sampler를 사용하지 않고 Manual로 주입 시 사용된다.

5) Auto sampler를 사용하는 경우 Determination series에서 목록을 작성하여 순차적으로 실험을 진행할 수 있다. 비어있는 목록을 더블클릭하면 작성 가능하다.

> Method : 분석에 사용할 Method 선택

> Ident : 분석 성분의 이름을 입력

> Sample type : 스탠다드인 경우엔 스탠다드로 설정하고 이외의 경우엔 샘플로 설정

> Position : 분석하고자하는 샘플의 rack위치를 입력

> Injections : 시료 주입 횟수를 입력

> Volume : 루프 사이즈를 입력

> Dilution : 희석 배수를 입력

> Sample amount : powder 시료나 희석시 측정 시료 무게 입력

> Info 1 : 기타 필요한 시료에 대한 정보

> Batch name : Batch를 이용하여 데이터를 정리 할 때 사용, 새로운 Batch를 생성하고 싶을 때는 원하는 이름을 넣고 enter키를 누르면 새로운 Batch가 생성됨과 동시에 데이터가 해당 Batch로 이동한다.

※ Info 1 , Batch name빼고는 전부 입력해야한다.

tip) 보통 일반적인 분석을 진행할 경우에는 injection 1, dilution 1, volume 20, sample amount 1로 입력한다. 만약 정량적인 실험을 진행한다면 다 맞게 써야한다.

기타 샘플 테이블 작성에 도움 되는 메뉴

Duplicate: 셀복사

Filling: 상단 셀의 내용을 빈 셀에 채워 넣기

Increment: 숫자가 1씩 증가(Sample position을 수정할 때 용이)


6) 샘플 테이블까지 작성을 완료하고 상단의 >Start 버튼을 누르면 분석이 시작된다.

7) Live display에서 분석 크로마토그램을 실시간으로 볼 수 있다. Live display의 배경이 하얀색일 때는 분석 중이 아니며 노란색일 때는 분석 중인 것으로 모든 분석이 끝나면 자동으로 Database에 저장된다.

8) 분석 도중에도 하단의 Recording time을 통해 분석 시간을 변경할 수 있다.

#### 8. 분석 데이터 확인하기 (검량선 작성)



1) Database에서 (  ) 분석한 데이터들을 확인 할 수 있다.

2) 먼저 스탠다드를 분석한 데이터들을 이용하여 검량선을 작성하기 위해선 스탠다드 데이터들을 선택 후, 상단의 Reprocess selected determinations를 클릭한다.

검량선 작성을 위해서는 샘플 타입이 Standard인 최소 3개 이상의 데이터 필요

3) Reprocessing table에서 화살표를 이용하여 스탠다드 순서대로 배열한다.

4) Evaluation parameters > Components에서 스탠다드 성분별 임의로 지정된 Time을 수정한다.

먼저 Component table에서 해당 성분을 선택한 후, Chromatograms에서 해당 성분의 피크를 클릭하여 파란선이 피크의 가운데에 정확히 위치했을 때 Update retention time을 누르면 해당 피크의 retention time이 수정된다. 수정 도중 아래의 Update를 눌러 변경된 사항을 적용 및 저장할 수 있다.

5) 스탠다드 데이터의 Retention time 설정이 끝나면 하단의 Reprocessing 버튼을 클릭한 후, From standards of reprocessing table을 선택하고 OK버튼을 누른다.

Database에서 가장 마지막 스탠다드를 클릭 후, Curves창의 Calibration curve를 클릭하여 검량선의 정확도를 확인 수, 하단의 OK버튼을 눌러 Reprocessing 작업을 완료한다.

또한, 수정된 내용을 method에 저장하려면 하단 좌측의 Method... > Save as에서 해당 method에 저장하면 된다.

7) Database 목록에서 보정할 샘플과 Reprocessing을 완료한 마지막 스탠다드를 복수 선택하여 Reprocessing selected determinations를 클릭한다.

8) 스탠다드를 클릭 후, 하단의 Reprocessing버튼을 누른 후, From selected determination을 선택하고 OK버튼을 누른다.

9) Database에서 원하는 데이터를 선택 후, Determinations > Export/Import를 사용하면 데이터를 파일로 저장 또는 불러오기가 가능하다.

10) Export시 Export template을 선택하여 저장가능하다.

11) Tools > Templates > Export template > New에서 새로운 템플릿 작성이 가능하다. Target directory에서 저장경로를 설정하고 File type에서 저장할 확장자를 설정해준다. 저장하는 File type에 따라 파일 사용이 다르다.

- \*.idet : MagIC Net에서 불러오기 가능 / \*.slk : 엑셀로 불러오기 가능

12) File > print > report 메뉴를 사용하면 분석 데이터를 레포트로 작성하여 pdf로 저장하거나 바로 출력할 수 있다.

Report Template

- ▶ Result : 분석 시료의 크로마토그램과 결과 확인
- ▶ Result and calibration : 크로마토그램 및 검량선 확인
- ▶ Summary report, Anion 3 per page : 한 페이지당 3개씩 요약된 결과 확인
- ▶ Output target : 바로 프린트로 출력할지, PDF로 저장할지 결정할 수 있다.

File

- ▶ Fixed file name : 파일 이름을 직접 설정할 수 있다.
- ▶ Target directory : 저장경로를 설정할 수 있다.

## 9. 엑셀로 데이터 출력하기

1) Database에서 분석한 샘플에 적용한 스탠다드 값을 선택한다.

2) Tools > Templates > Export templates... > New를 선택한다.

3) Name에 이름을 적고, Target directory에 저장 위치를 지정한뒤 File type을 \*.slk(SLK format)으로 선택한다.

4) Select fields를 선택하여 Available fields > Result > Anion > Fluoride > Concentration을 선택하여 Select field로 이동시킨다. 다른 이온의 농도 및 넓이 등 출력할 항목을 선택하여 위와 같은 작업을 계속한다.

5) File name의 Fixed file name(append data)를 선택한 뒤 파일명을 적어준다. OK를 누른 뒤 창을 닫는다.

6) 엑셀 파일로 출력하고 싶은 데이터를 선택한 후, Determination > Export... > Export



template을 위에서 생성한 'excel export'로 선택한다.

7) 파일이 저장된 폴더로 이동하면 엑셀 파일이 생성된 것을 확인 할 수 있다.

8) 엑셀 파일 확인 후 다른 이름으로 저장, excel result 파일을 삭제한다.

※ 참고문헌

[1] [https://www.nacalai.co.jp/global/cosmosil\\_kr/PDF/Technical\\_Notes6\\_KR.pdf](https://www.nacalai.co.jp/global/cosmosil_kr/PDF/Technical_Notes6_KR.pdf)

(2019.01.15) 카드 칼럼의 효과

[2]

<https://www.metrohm.com/en/products/ion-chromatography/930-compact-ic-flex/28830020> (2019.01.15.)

※ 수정 로그

수정하는 경우 작성자, 수정 내용, 년도 를 기입해 주십시오

작성자	수정 내용	년도
20기 김채린	농도 계산에 어려움을 느낄 수 있는 후배분들을 위해서 tip을 추가하여 부연설명을 더했음. 또한 양이온과 음이온 타임테이블 사진을 추가하였음.	19/03/19
20기 김채린	IC 교원원수 봉사활동을 하며 기기 강사분이 설명하신 내용을 더 추가함. IC가 포트 연결이 잘 안되어 연결문제가 생기는 경우가 많아, 그에 대한 주의사항도 추가하였음. (직접 해본 경험을 바탕으로 tip을 더 세세하게 추가했습니다.)	19/04/07
20기 김채린	IC 수리 부분의 내용을 추가하였습니다.	19/10/22