

Dionex ICS-1600型离子色谱仪操作规程

一、操作步骤

1、开机

- 1) 先确认仪器的电源开关连接正常。
- 2) 将淋洗液罐装满 2L 淋洗液，阴离子淋洗液为超纯水，阳离子淋洗液为 20mmol/L 甲基磺酸。
- 3) 打开氮气瓶总阀，调节减压阀出口压力约为 0.2Mpa 左右，将淋洗液瓶上的压力表调到 3-6psi 左右。
- 4) 打开仪器（ICS1600、AS-DV 和 RFC-30：仅针对阴离子检测）背面的电源开关，打开电脑。
- 5) 打开软件

双击打开电脑桌面的“Chromleon 7”变色龙软件，进入软件界面，启动本地仪器控制器，并分别点击 ICS1600 及 AS-DV 界面的“Disconnect”，使其变为“Connect”，此时主机及软件连接成功。

2、排管路气泡

打开仪器正门，拧松泵头的 purge 阀，打开软件界面的泵，排气泡 4~5 分钟后，拧紧 purge 阀。注意：如果实验室温度较低，应等待柱温升至 30℃后再开泵。

3、设置参数

待压力上升到 1000psi 以上时，在软件“仪器模块”里面设置参数。

- 1) 淋洗液填充液位：改为 2L。注意：仪器测试期间，该数值可能为 0L，但要确保淋洗液罐淋洗液不能低于 200mL。
- 2) 抑制器类型：阴离子为 ASRS 4mm；若阳离子，则为 CSRS 4mm。
- 3) 流速：设定为 1mL/min。
- 4) 抑制器电流：阴离子梯度分析时，电流 112mA；做阴离子等度分析时，电流 35mA；阳离子分析时，电流 59mA。
- 5) 阴离子分析时，还需打开 EGC 和 CR-TC，打开淋洗液发生器。

4、监测基线

点击“监测基线”，待基线稳定，电导值小数点后一位不变化，即可分析待测样品。

5、标准曲线配制

使用标准溶液配制阴离子或阳离子的标准曲线，至少 5 个浓度点。

6、样品编辑及测试

- 1) 打开创建，选择序列，选择 ICS-1600，点 2 次下一步，设置样品数，设置每个样品进样次数，设置未知样开始位置，进样体积为 50 μ L，最后点击下一步，以日期命名保存。
- 2) 输入样品编号、样品位置、稀释倍数等。

3) 样品准备：使用 0.45 μm 的水系滤膜过滤水样（超纯水、标准曲线及标准样品不需要滤膜过滤）。将标准曲线、标准样品、实验样品装入样品瓶，放入进样盘，注意检查，确保软件界面输入样品位置与所放样品位置一致。

4) 样品测试：打开队列，删除以往序列，添加创建的序列，点击开始，则仪器开始测试样品。

7、数据处理

在数据中，处理标准曲线后，查看结果。在报告设计器中保存数据。

8、关机

1) 首先关闭仪器工作站面板中的抑制器电流开关、淋洗液开关和 CR-TC 开关，再关闭泵，然后点击 ICS1600 及 AS-DV 界面的“Connect”，使其变为“Disconnect”，此时主机及软件断开连接，关闭软件。

2) 关闭仪器主机及进样盘背部的电源。

二、阴阳离子系统更换

1、阴离子系统更换为阳离子系统：短接 KOH 淋洗液发生器进出管线，具体如下：a. 拆下六通阀 P 处管线（红色）；b. 将和淋洗液发生器进口相接的管线（绿色）拆下；c. 将 P 处管线（红色）接头和淋洗液发生器进口管线对接。将原系统（保护柱，分析柱，抑制器）卸下。将淋洗液瓶盖管路放入盛有去离子水的容器中，开泵冲洗，用 pH 试纸检测绿色管线流出的溶液至中性，关泵再将淋洗液瓶盖管路放入所要更换的淋洗液瓶中，将绿色管线接到六通阀的 P 处。接阳离子系统（保护柱，分析柱，抑制器），并开泵冲洗。

2、阳离子更换为阴离子系统：a. 拆下六通阀 P 处管线（绿色），将淋洗液瓶盖管路放入盛有去离子水的容器中，开泵冲洗，用 pH 试纸检测绿色管线流出的溶液至中性；b. 拆下 KOH 淋洗液发生器进出口对接的出口管线（红色），将其接至六通阀 P 处；c. 将六通阀 P 处管线（绿色）和 KOH 淋洗液发生器进口管线对接。将原系统（保护柱，分析柱，抑制器）卸下。接阴离子系统（保护柱，分析柱，抑制器），并开泵冲洗。设置所需的抑制器电流，淋洗液浓度和 CR-TC 开关。

3、阳离子的淋洗液为 20mmol/L 甲基磺酸（2.6ml 到 2000ml），阳离子抑制器电流为 59mA。

三、仪器维护

1、阴阳离子系统更换后，换下的保护柱，分析柱，抑制器和淋洗液发生器都用堵头封住放于阴凉避光处保存（保存时间不超过一个月）。

2、一周至少开机一次，不少于 1 小时，未使用的抑制器每周需用超纯水润湿保养一次。

3、若样品浓度可能很高，至少稀释 100 倍后进样。

4、样品进样前要使用 0.45 μm 或 0.2 μm 的水系滤膜过滤。

四、注意事项

1、抑制器电流开关在泵打开后压力到 800Psi 以上时才能打开，关闭时，应先关闭抑制器电流开关，再关闭泵。

2、仪器测试期间，观察淋洗液罐的淋洗液体积，不能少于 200mL。打开淋洗液罐添加

淋洗液后，须拧紧盖子以防氮气泄露。

3、氮气若使用完毕，需及时更换。

4、未经实验室仪器管理员许可，禁止自行更换仪器阴阳离子系统，或擅自更改仪器参数。