

文件编号：WU-ISCMS-QM ××××××××

版本号：V2.0

受控状态：

分发号：

分子科学公共实验平台

质量管理文件

离子色谱仪 Thermofisher ICS6000 标准操作规程

2021 年 05 月 01 日发布

年 月 日实施

分子科学公共实验平台 发布

修订页

修订日期	版本号	修订说明	修订	审核	批准
2021.05.01	V1.0	发布试行	黄钰	卢星宇	卢星宇
2022.05.15	V2.0	修订安全及操作规范	陈银娟	陈银娟	卢星宇

分子科学公共实验平台

目 录

1. 目的.....	1
2. 范围.....	1
3. 职责.....	1
4. 质谱实验室安全管理规范.....	2
4.1. 进入或离开实验室规定.....	2
4.2. 实验操作规定.....	2
4.3. 气瓶使用规定.....	3
5. 质谱实验室仪器设备管理规范.....	4
5.1. 离子色谱预约与使用.....	4
5.2. 预约制度.....	4
5.3. 培训考核制度.....	5
6. 实验内容.....	6
6.1 样品要求.....	6
6.2 实验前准备.....	7
6.3 阴离子模式.....	7
6.3.1 阴离子系统检查.....	7
6.3.2 仪器准备.....	8
6.3.3 开机及系统平衡.....	10
6.3.4 编辑序列.....	12
6.4 阳离子模式.....	20
6.4.1 阳离子系统检查.....	21
6.4.2 仪器准备.....	21
6.4.3 开机及系统平衡.....	23
6.4.4 编辑序列.....	25
6.5 糖模式.....	33
6.6 数据处理.....	33
6.7 报告输出.....	36
6.8 关机.....	38
6.9 实验结束处理.....	38

7. 相关/支撑性文件.....	38
8. 记 录.....	38
9. 附 件.....	38
附录一：阴离子模式管路连接及软件切换.....	39
附录二：阴离子模式管路连接及软件切换.....	41

分子科学公共实验平台

1. 目的

建立离子色谱仪 (ICS 6000) 使用操作规程, 使其被正确、规范地使用。

2. 范围

本规程适用于所有使用离子色谱仪的用户。

3. 职责

3.1. 用户: 严格按本程序操作, 发现异常情况及时汇报实验室技术员。

3.2. 实验室技术员: 确保操作人员经过相关培训, 并按本规程进行操作。

3.3. 文章致谢格式:

根据学校指导意见, 使用各校级平台仪器设备表征产生的科研成果必须致谢平台。如果您在文章成果中使用了光谱、色质谱、磁共振波谱以及其他属于分子科学平台的仪器设备, 请务必在文末致谢分子科学公共实验平台。

英文文章致谢:

① Acknowledgement: The author thanks (Dr. XXX from) Instrumentation and Service Center for Molecular Sciences at Westlake University for (the assistance/discussion/supporting in) ... measurement/data interpretation.

② Coauthorship on the resulting publications would be appreciated if our staff make technical contributions (including but not limited to critical sample preparation, novel experiment designation and comprehensive data analyzation).

Affiliation address: "Key Laboratory of Precise Synthesis of Functional Molecules of Zhejiang Province, School of Science, Instrumentation and Service Center for Molecular Sciences, Westlake University, 18 Shilongshan Road, Hangzhou 310024, Zhejiang Province, China."

中文文章致谢:

① 致谢: 感谢西湖大学分子科学公共实验室平台 XXX 博士(或者 XXX 老师)在.....表征或数据分析上提供的帮助。

② 共同作者: 如果分子科学平台老师在您课题组样品表征或文章发表上有重要技术贡献(包括但不限于关键样品制备、新型实验设计和深度数据分析), 我们感谢您将相

关老师列为共同作者, 作者单位地址如下: 西湖大学, 分子科学公共实验平台, 功能分子与精准合成浙江省重点实验室, 杭州, 310030, 浙江。

4. 质谱实验室安全管理规范

4.1. 进入或离开实验室规定

- 4.1.1. 进入实验室之前必须通过学校、中心和平台的安全考试或考核, 严格遵守本实验室的各项安全警示标识。
- 4.1.2. 进入质谱实验室, 请仔细阅读本实验室的安全管理规定。
- 4.1.3. 进入实验室需穿戴实验服, 严禁穿拖鞋、高跟鞋进入实验室, 长发请束发。
- 4.1.4. 进入实验室应了解消防器具与紧急逃生通道位置, 实验室通道及消防紧急通道必须保持畅通。
- 4.1.5. 严禁将自己授权的门卡转借他人, 一旦发现将进行禁用处理。
- 4.1.6. 禁止将实验无关人员带入实验室。
- 4.1.7. 严禁在实验室饮食、吸烟或随意走动。
- 4.1.8. 夜间实验, 需两人在场。
- 4.1.9. 为保持实验室内环境温度及湿度稳定, 进入实验室后保持实验室门窗关闭。实验结束后, 实验人员必须进行清场。最后离开实验室人员需检查水、电、门窗等。
- 4.1.10. 严禁戴手套接触门把手或电梯。禁止随意丢弃实验废弃物。
- 4.1.11. 实验室应保持整洁, 严禁摆放与实验无关的个人物品。
- 4.1.12. 空压机及 UPS 所处房间应使用空调, 要保持室内空气干燥, 在潮湿的季节应该除湿。至少每周一次检查除湿机有无积水。

4.2. 实验操作规定

- 4.2.1. 实验室内均为大型科研设备, 有专人负责管理, 未经培训人员, 不得擅自上机使用。
- 4.2.2. 送样或自主上机的用户, 均需使用大仪系统进行系统。
- 4.2.3. 请严格按送样要求进行制样。由于样品问题造成色谱柱损坏或仪器配件更换, 无论独立上机或是委托测试, 费用将由用户所在课题组承担;

- 4.2.4. 请严格按仪器操作规程进行操作。实验过程中有任何不确定必须联系技术员，自主上机因操作错误造成设备或色谱柱等损坏的，该用户课题组也需承担相关费用。
- 4.2.5. 实验过程中如发现仪器设备发生异常状况、仪器报错、报警等，务必立即联系仪器负责人严禁擅自处理、调整仪器主要部件，凡自行拆卸者一经发现将给予严重处罚。
- 4.2.6. 色谱类仪器，必须根据样品分离方法和要求，选择合适的色谱柱或设置洗脱梯度、进样盘等，因用户本人选择色谱柱或梯度设置错误，导致仪器故障或色谱柱耗材损坏的，所有费用由课题组全权负责。
- 4.2.7. 仪器均为高压设备，使用仪器需严格遵守用电安全规定，严禁擅自更改电路或切断仪器电源等相关危险操作。
- 4.2.8. 实验室内的药品、试剂必须存放药品柜，并做好使用登记。
- 4.2.9. 使用化学试剂或药品前，必须了解其物理化学性质、毒性及防护方法，使用时必须配戴护目镜、手套等，做好个人防护。
- 4.2.10. 非常规实验测试须技术员同意并指导方可进行。实验数据须通过学校数据中心进行下载，禁止将个人 U 盘、移动硬盘等易带入病毒的存储设备与各色质谱仪器工作站连接拷贝数据。
- 4.2.11. 垃圾、废液必须严格按标识进行分类，禁止将锐器、玻璃丢弃在常规垃圾箱中。
- 4.2.12. 自主上机用户须在预约时间内须使用本人的账号登陆基理系统进行仪器使用；使用结束应做好仪器使用等级，如实记录仪器使用状态。

4.3. 气瓶使用规定

- 4.3.1. 首次使用实验室气瓶，须经实验室技术员培训指导。
- 4.3.2. 请按实验室气瓶标识选择正确的气源。
- 4.3.3. 打开气瓶，先确认管路已连接稳妥，禁止未接气路或气路未连接稳妥，开气瓶减压阀。
- 4.3.4. 更换气瓶，首先确保减压阀关闭，且管路中气压排空归零，先用扳手拧松后，再用手旋下管路。换气瓶，确认气瓶螺纹吻合后，先手紧气体管路，再用扳手拧 1/8 圈左右。
- 4.3.5. 开气瓶或更换气瓶，禁止站在减压阀出气口正前方。

4.3.6. 测试过程中, 请根据需要及时更换气瓶。使用者应根据气瓶使用情况, 变更气瓶使用牌状态“满瓶”“使用中”“空瓶”等。

4.3.7. 气瓶应保持正立并固定。

5. 质谱实验室仪器设备管理规范

5.1. 离子色谱预约与使用

该仪器遵从学校“科研设施与公共仪器中心”对大型仪器设备实行的管理办法和“集中投入、统一管理、开放公用、资源共享”的建设原则, 面向校内所有教学、科研单位开放使用; 根据使用机时适当收取费用; 并在保障校内使用的同时, 面向社会开放。

该仪器的使用实行预约制度, 请使用者根据样品的测试要求在学校“大型仪器共享管理系统”(以下简称大仪网)进行预约, 并按照要求登记预约信息。根据预约制度可登陆大仪网站即时预约机时, 包括周末; 寒暑假及国庆假期将另行通知。

1. 委托测试

- ① 送样前与仪器负责人沟通样品信息。
- ② 请在大仪网进行送样预约并将制备好的样品交给仪器负责人。
- ③ 测试结果请通过数据中心进行下载。
- ④ 样品如需回收请在测试后尽快取回, 一周未取回平台将作化学废弃物处理。

2. 自主上机

- ① 质谱仪器培训至少需要两小时, 申请培训前先与仪器负责人联系。
- ② 请在大仪网预约培训机时, 培训时请携带纸质版仪器培训申请表。
- ③ 技术员进行现场培训。
- ④ 培训后两周内, 用户可在技术员指导下用实际样品进行上机测试, 并按自主上机计费; 根据自身掌握情况, 用户需在两周内进行上机考核, 考核通过的用户即获得自主上机权限, 原则上一星期复考; 未考核或考核不通过的用户, 需重新接受培训。

5.2. 预约制度

为充分利用仪器效能、服务全校科研工作, 根据测试内容与时间的不同, 实验室仪器需进行网上预约制度。离子色谱使用涉及流动相更换, 自主上机用户需根据预约制度登陆大仪共享网站最少提前 30 分钟预约机时, 包括周末; 寒暑假及法定节假日请关注实验室实时通知。

请严格遵守预约时间使用仪器, 以免浪费机时。如需调换时间段, 在技术员同意下可与其他使用者协商。因故不能在预约时间内测试者, 请提前 30 分钟取消预约并通知技术员。恶意预约机时或有多次无故不遵预约时间的用户, 实验室将进行批评教育、通报批评或取消上机资格等处罚。

预约时段		预约时间	测试内容
周一至周日	09:00 至 22:00	不限制	阴阳离子分析 糖分析

- (1) 校内使用者须经过技术员的实验操作培训, 考核合格后方可上机使用;
- (2) 实验开始时务必在实验记录本上登记, 结束后如实记录仪器状态;
- (3) 严禁擅自处理、拆卸、调整仪器主要部件。使用期间如仪器出现故障, 使用者须及时通知技术员, 以便尽快维修或报修, 隐瞒不报者将被追究责任, 加重处理;
- (4) 因人为原因造成仪器故障的(如硬件损坏), 用户课题组须承担维修费用;
- (5) 本实验室所有原始数据不允许在仪器工作站上删改, 尤其不允许用 U 盘与移动硬盘直接拷贝。用户应根据要求通过科研仪器网/数据服务器传送下载原始数据至本地电脑, 以保存并做数据处理; 实验数据在本实验室电脑中保留 2 年。
- (6) 用户应保持实验区域的卫生清洁, 测试完毕请及时带走样品, 技术员不负责保管。

使用者若违犯以上条例, 将酌情给予警告、通报批评、罚款及取消使用资格等惩罚措施。

5.3. 培训考核制度

校内教师、研究生均可提出预约申请, 由技术员安排时间进行培训, 培训内容包括仪器使用规章制度、送样须知及安全规范、基本硬件知识、标准操作规程(自主测试)及相应数据处理。

培训结束后, 两周内培训者需管理人员监督下进行 5 次左右操作, 培训者根据自己的掌握程度, 联系技术员进行上机考核。初级考核合格后, 可在管理人员监督下上机操作, 一周后复考;

实验室技术员认为培训者达到独立操作水平后, 给予培训者授权在所允许的可操作实验范围内独立使用仪器。如果因为人为操作错误导致仪器故障者, 除按要求承担

维修费用之外, 给予重考惩罚、培训费翻倍。

对接受培训人员的核心要求:

- (1) 了解离子色谱仪的基本原理及其应用的多学科背景知识;
- (2) 熟练掌握 Chromeleon 软件使用, 严格按照标准操作规程操作, 防止因人为操作不当造成仪器故障, 认真做好仪器的使用及故障记录。

6. 实验内容

6.1 样品要求

- (1) 溶剂: 水, 禁止含有机溶剂。

IC 去离子水要求: 生成淋洗液或手动配制淋洗液时, 需使用符合表 6-1 中所列规格的去离子水;

表 6-1

污染物	规格
离子 - 电阻率	>18.0 (兆欧·厘米)
有机物 - TOC	<10 ppb
铁/过渡金属*	<1 ppb
热原	<0.03 (Eu/mL)
颗粒物 > 0.2 μm	<1 (单位/mL)
胶体 - 二氧化硅	<10 ppb
细菌	<1 (cfu/mL)

- (2) 浓度: 标样及实际样品浓度不可超过 5 ppm。高浓度样品, 上机前务必稀释。
- (3) 样品测试前应过 0.22μm 滤膜;
- (4) 样品不能含有大分子化合物, 如蛋白质、聚合物等;
- (5) 若样品中含有大量有机小分子, 上机前应过 RP 柱去除小分子有机物;
- (6) 禁止含重金属离子或过渡金属离子, 如有, 上机前应过 Na 柱去除过渡金属。
- (7) 含高浓度酸碱溶液不可上机, 否则对系统酸碱度产生扰动, 导致离子无法定性。
- (8) 样品量: 0.5-1.5 ml (2 ml 样品瓶); 10 ml (10 ml 样品瓶);
- (9) 请使用玻璃样品瓶, 预开口的样品盖 (严禁人为手动开口)

补充说明: 样品溶液须过滤澄清, 严禁含有不可溶性颗粒或含有蛋白质、核酸、多糖等大分子; 生物样品、微生物培养液等样品, 必须经过去除蛋白质、脂类和多糖的操作, 然后用流动相溶解; 不得含有表面活性剂; 不得含有机或无机强酸强碱、三氟乙

酸等。送样需说明样品保存条件、稳定性、溶解性、毒性、余样是否需要取回等信息。

重要提醒: 1) 送样人员必须对测试样品的合法性负责, 未注明合法性和物理化学性质的样品不予测试。如测试过程中发现样品含毒品类非法样品, 送样人将负法律责任。

2) 因送样溶液不符合要求而导致管道堵塞或对仪器造成损坏的, 根据情节严重情况进行通报批评、禁用或赔偿等处罚。

注意: 由于用户的样品问题导致仪器异常或配件更换, 所有责任将由用户及所在课题组或单位承担。

6.2 实验前准备

检查流动相、洗针液等溶液的成分和体积, 确保可以完成测试:

(1) **阴离子模式:** 更换流动相瓶中的水 (2号泵-A)

洗针液: 水

Seal wash 溶液: 水

(2) **阳离子模式:** 按要求准备甲基环酸溶液(手动配制, 咨询仪器技术员)

洗针液: 水

Seal wash 溶液: 水

(3) **糖模式:** 按要求准备氢氧化钠溶液(手动配制, 咨询仪器技术员)

洗针液: 水

Seal wash 溶液: 水

6.3 阴离子模式

注意: 本仪器有三种工作模式, 阴离子模式 (2号系统-电导检测器)、阳离子模式 (1号系统-电导检测器)、糖模式 (1号系统-电 化学检测器)。三种模式, 均涉及仪器硬件及软件更换, 实验前务必提前联系技术人员进行切换。

阴离子模式在新建 **Sequence** 或者仪器方法, 系统为 **ICS6000(CD)**

6.3.1 阴离子系统检查

(1) 硬件液体流路: 六通阀→预柱-分析柱→抑制器→检测器→抑制器→CR-TC→Waste

检测器入口

检测器出口,
至抑制器

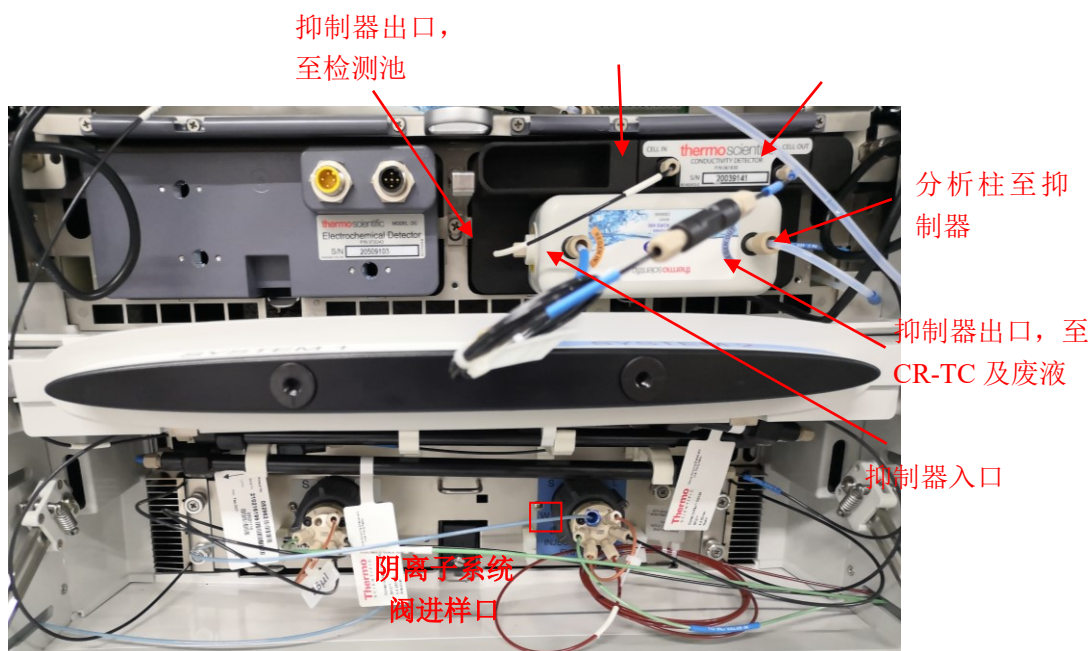


图 6-1

(2) 软件系统: ICS6000 (CD)

(3) 软件显示:

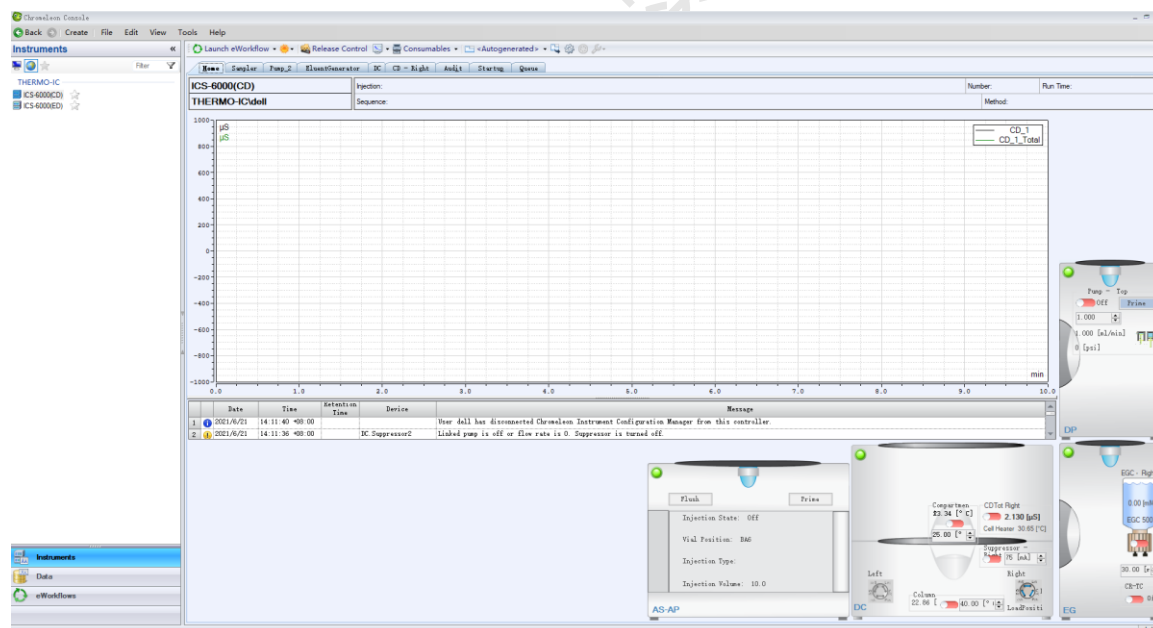


图 6-2

6.3.2 仪器准备

打开变色龙软件, 加载**ICS-6000(CD)**系统。如图6-3所示, 在Home界面检查各模块通讯连接是否正常, 若通讯未连接, 点击连接按钮即可。

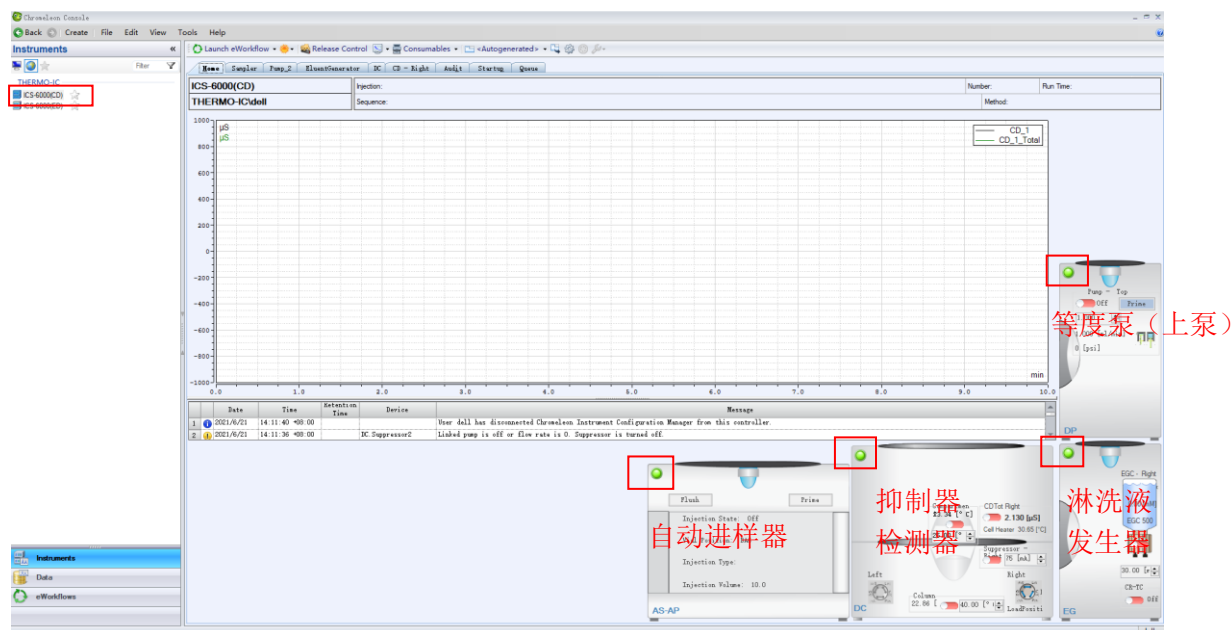


图 6-3

6.3.2.1 灌注

如图6-4所示，首先旋松Pump2泵头的旋钮（逆时针），然后在仪器控制界面DP模块点击Prime按钮，在确保泵头旋钮旋松的前提下点击Execute despite移除系统警告后流动相灌注。灌注结束后，旋紧旋钮，勿过渡用力。

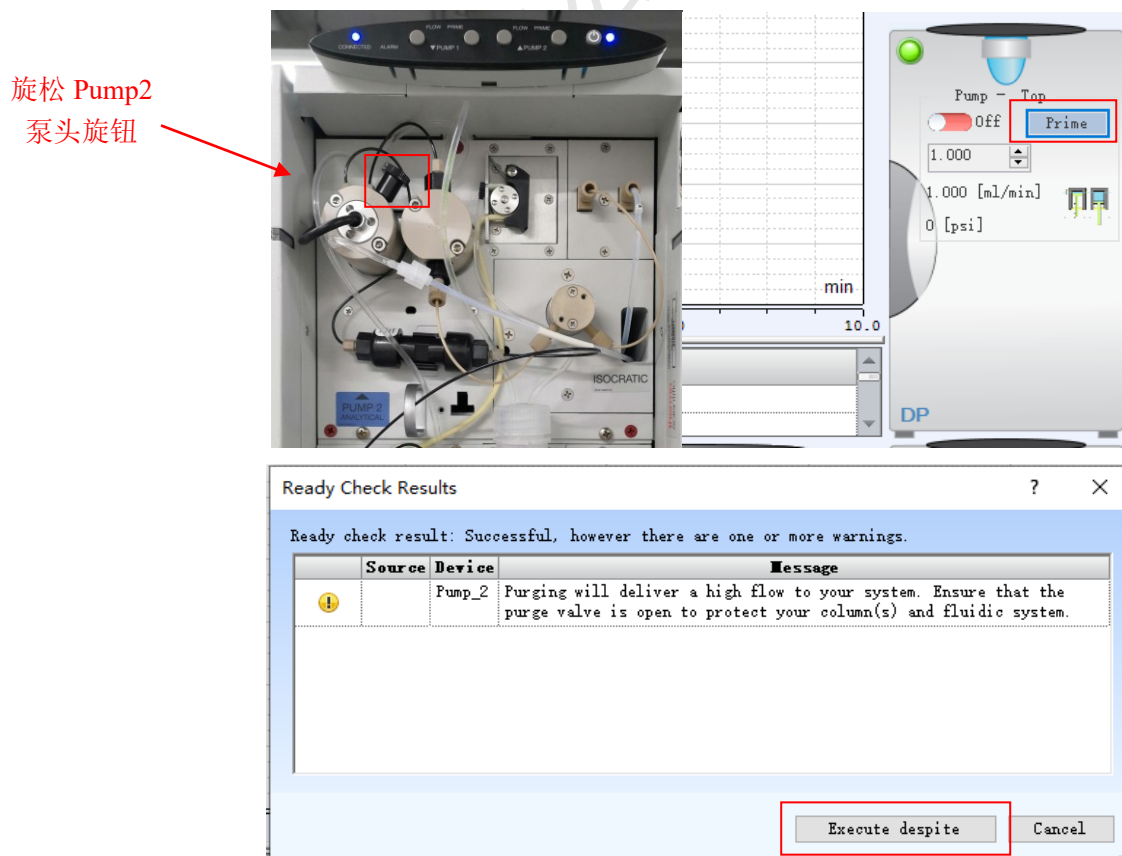


图 6-4

6.3.2.2 洗针

点击菜单栏Sampler按钮，进入自动进样器界面，依次点击Prime Syringe、Wash Needle and Fluidics以及Wash Sample Loop，逐一进行注射器、进样流路、样品环清洗。

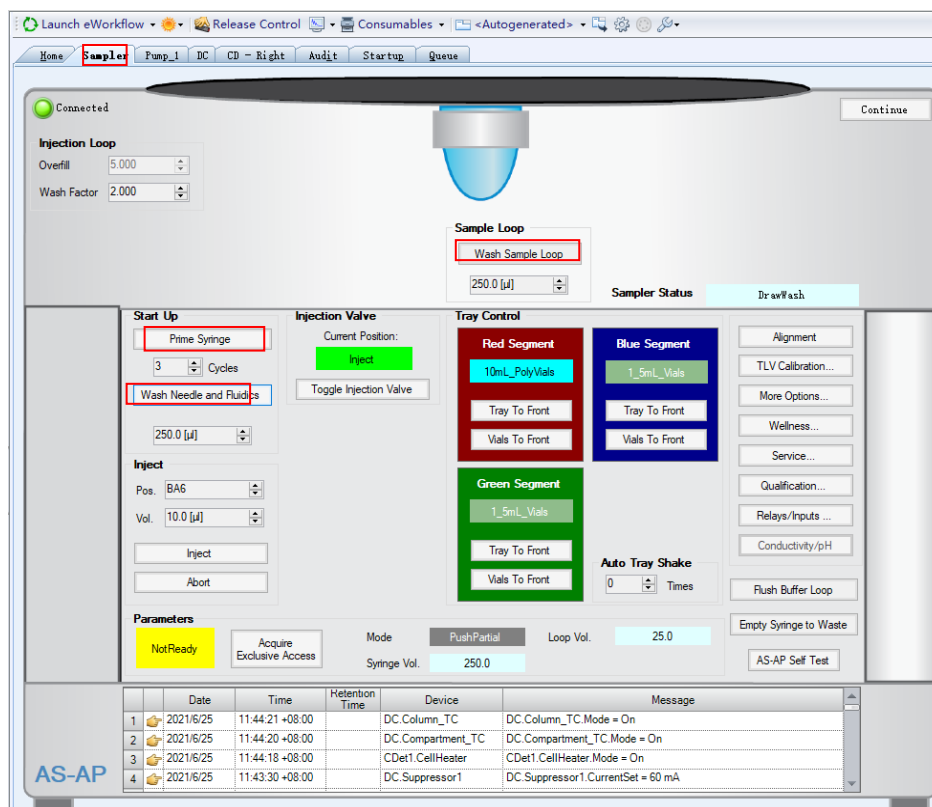


图 6-5

6.3.3 开机及系统平衡

开机：如图6-6所示，灌注结束后，按以下顺序开机：

Pump2---EGC---CRTC---Suppressor right--- CDTot Right;

按实验需求，设备柱温箱及检测器温度，并打开温度开关。

系统平衡：开机结束后，点击Monitor Basline按钮，勾选CD_1和CD_1_Total信号通道，监测系统基线。当信号值达到0.5左右时，达到系统平衡。

注意：(1) 开机过程中，需逐渐增加泵流速。

比如目标流速为1.0 ml/min，请先设置为0.2 ml/min，开启后续模块。待系统压力稳定后，增加到0.4 ml/min，待系统压力稳定后，增加到0.6 ml/min，待系统压力稳定后，增加到0.8 ml/min，待系统压力稳定后，增加到1.0 ml/min。

(2) 建议按自己的实验方法的开始状态进行系统初始态平衡。

The screenshot displays the ICS6000 software interface. At the top, a chromatogram shows a baseline at 0.35 min. Below it, the hardware status is shown with various components and their parameters:

- Pump - Top:** On (checked), 1.000 [mL/min], 1622 [psi].
- AS-AP:** Injection State: Off, Vial Position: BA6, Injection Type: , Injection Volume: 10.0.
- DC (Left):** Compartment 25.07 [°C], 25.00 [°C].
- DC (Right):** CDTot Right 9.074 [µS], Cell Heater 35.00 [°C], Suppressor - 75 [mA], Column 40.03 [°C], 40.00 [°C].
- EG (Right):** EGC - Right 30.00 [mM], EGC 500, CR-TC 30.00 [r], On (checked).

The bottom section shows the software navigation and monitoring configuration:

- Navigation: Home, Sampler, Pump_2, EluentGenerator, **DC - Right** (selected), Audit, Startup, Queue.
- System: ICS-6000(CD), THERMO-ICVdell.
- Monitoring Graph: Shows µS vs Time (min). A red arrow points to the **Monitor Baseline** button in the software toolbar.
- Select Channels to Monitor** dialog box:
 - CD_1
 - CD_1_Total
 - Pump_2_Pressure
 - Reset Retention Time
 - Buttons: Select All, Clear All, **OK** (highlighted), Cancel.
- Log Table:

	Date	Time	Retention Time	Device	
1	2021/6/21	14:28:27 +08:00		DC.Column_TC	DC.Column_TC.Mode = On
2	2021/6/21	14:28:26 +08:00		DC.Compartment_TC	DC.Compartment_TC.Mode = On

点击 Monitor Baseline 按钮, 勾选 CD_1 和 CD 1 Total 信号通道, 监测系统基线

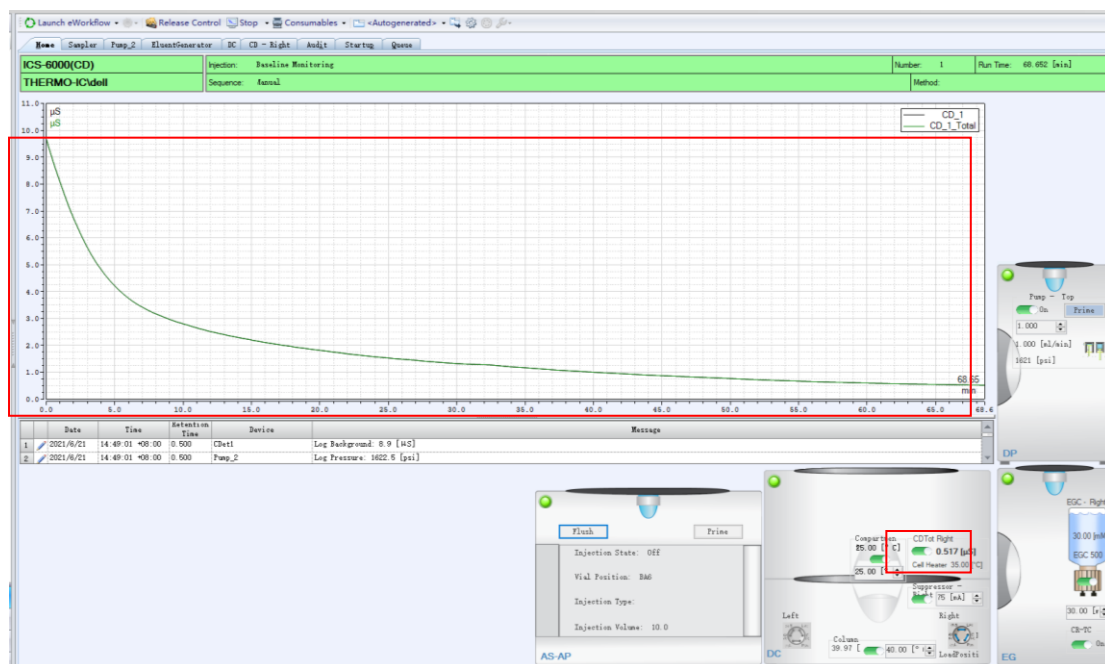


图 6-6

6.3.4 编辑序列

6.3.4.1 样品放置

请根据自己的样品瓶类型选择合适的样品盘。目前支持 2 ml 标准样品瓶（蓝色和红色长方形样品盘）

如图 6-7 所示，选择菜单栏点击 Sampler 模块，点击 Tray To Front 将相应样品盘移动至进样器前端后取出，放置样品瓶。（切记：千万不可用手掰动样品盘）

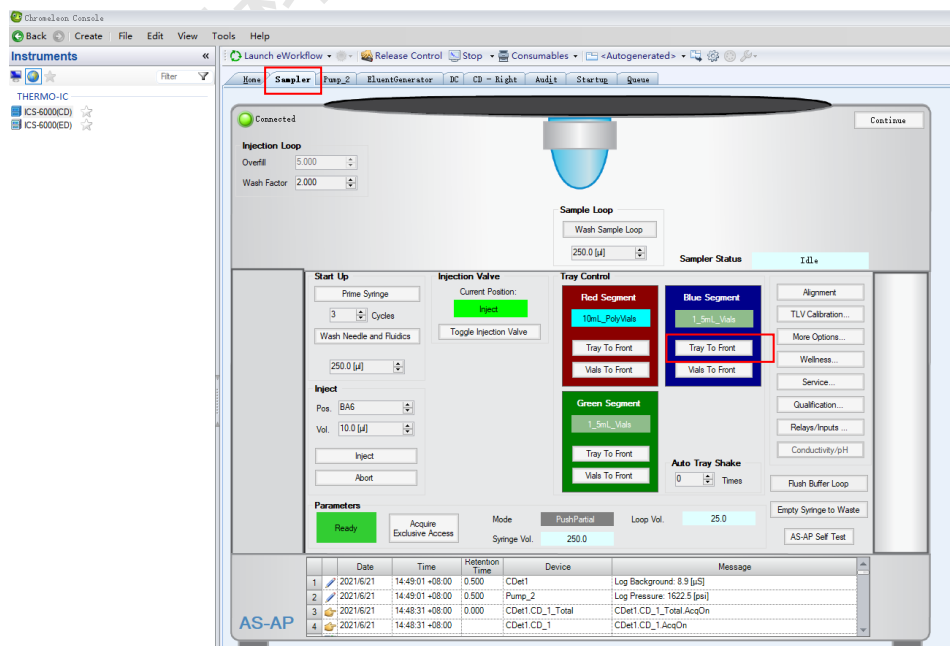


图 6-7

6.3.4.2 编辑采样序列

如图 6-8, 在软件主页面, 选择 Data, 找到 PI 课题组文件夹下的个人文件夹, 点击 Create→Sequence, 然后根据序列向导新建采样序列 (图 6-9)。

Sequence 命名规则: 日期_模式

比如: 20220604_Anion

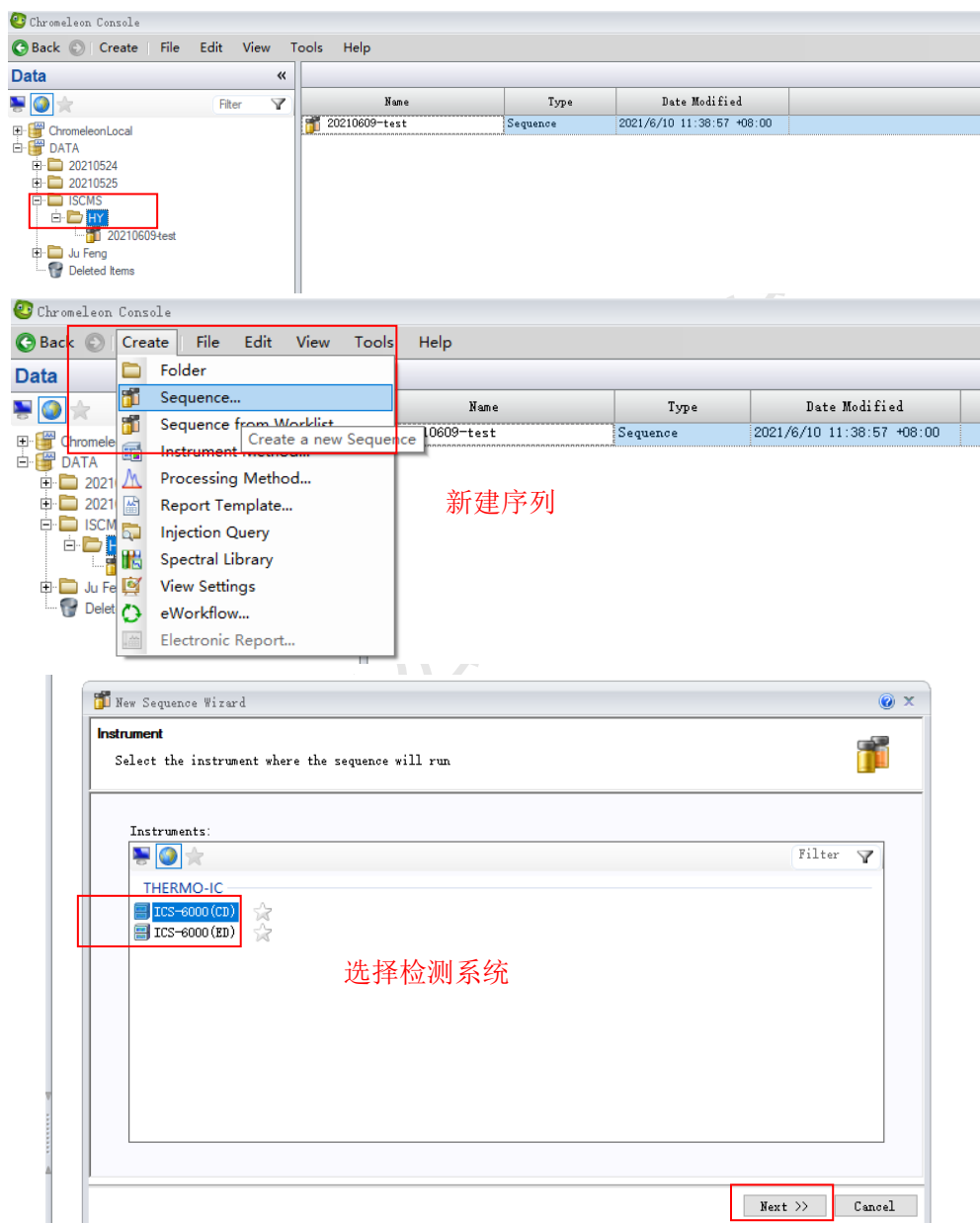
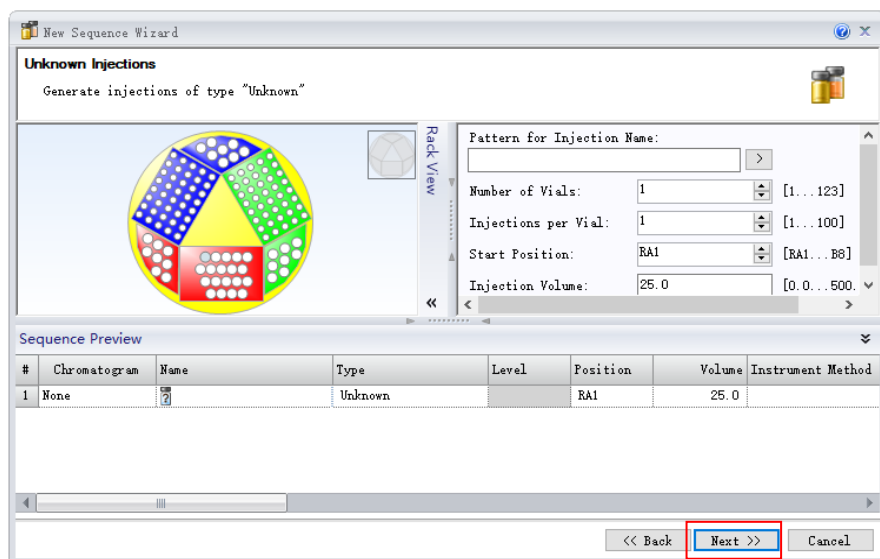
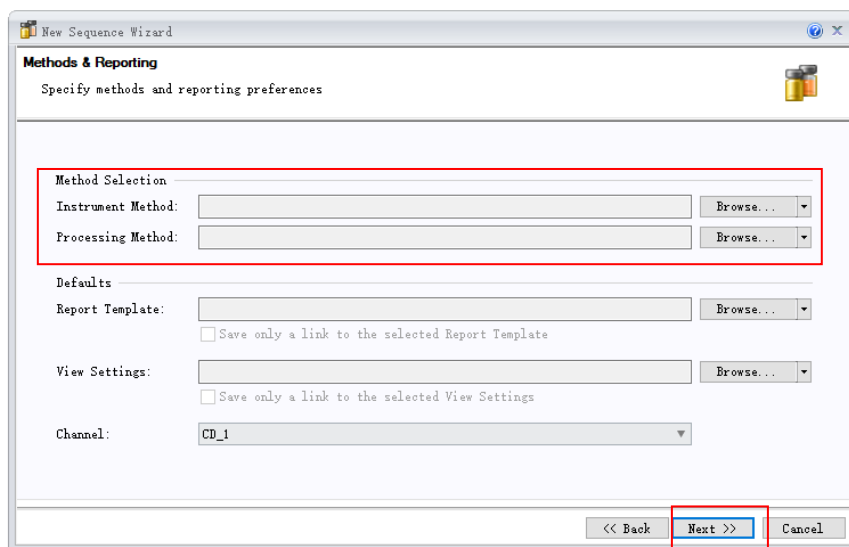


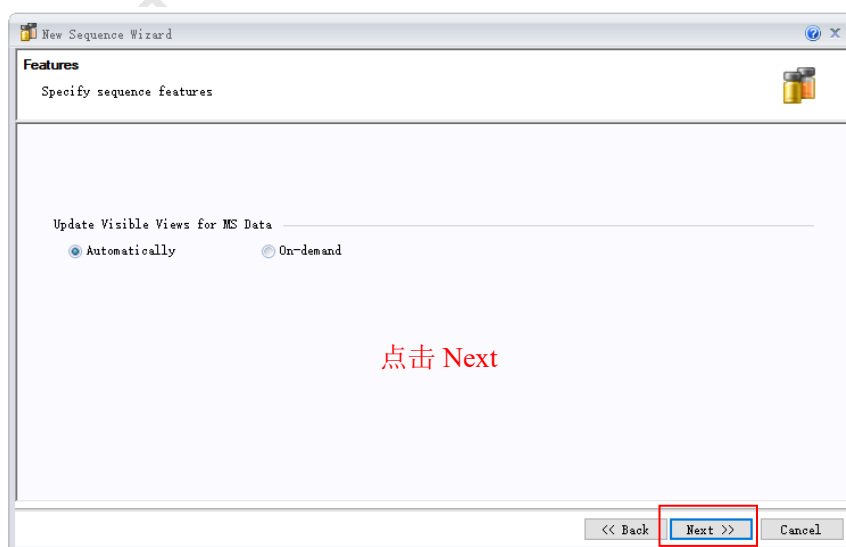
图 6-8



样品盘位置，此处无需设置



仪器方法及数据处理方法：若已有方法，可直接调用；若无方法，此处无需设置，直接在 7.3.3 步骤中新建。



点击 Next

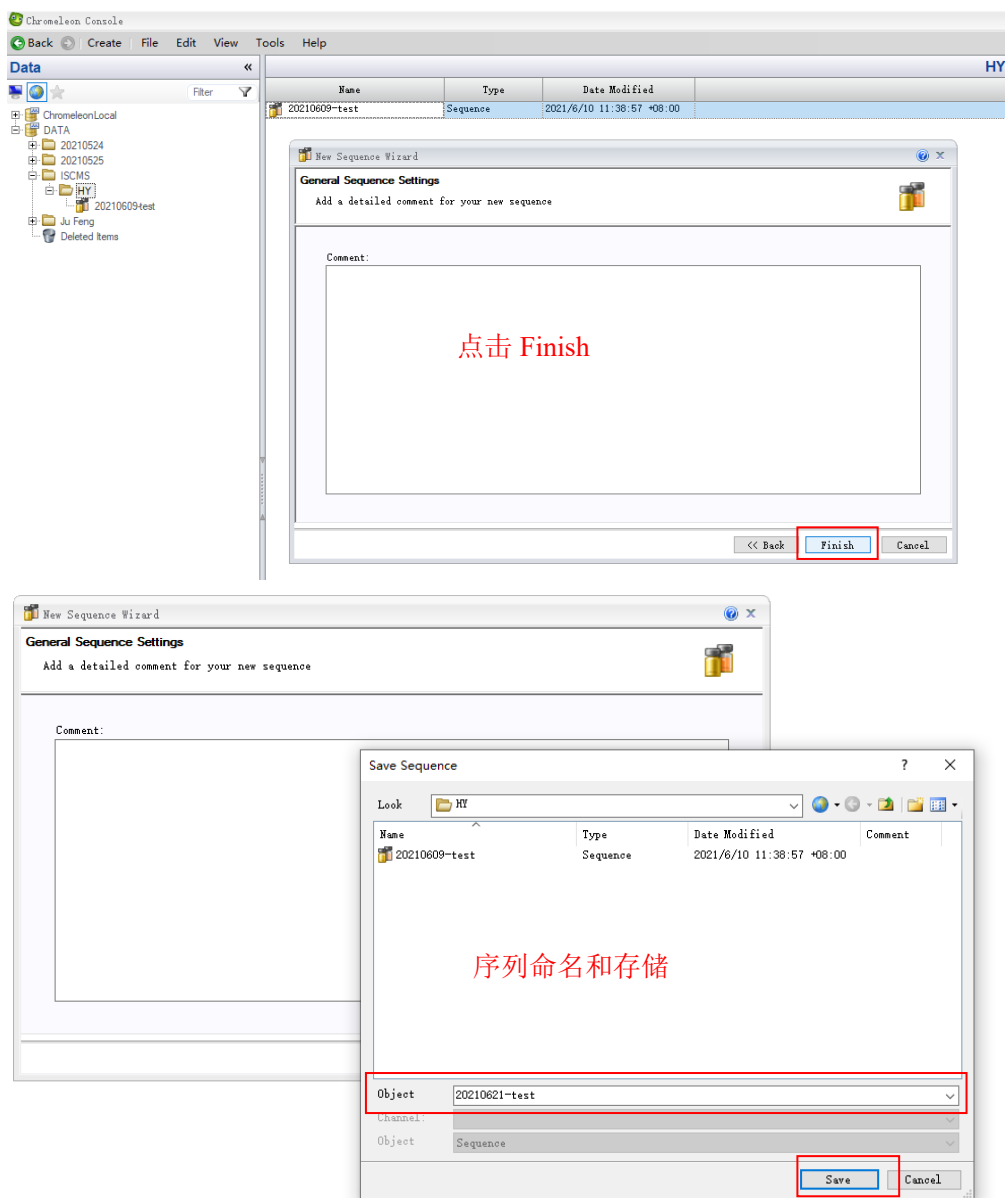
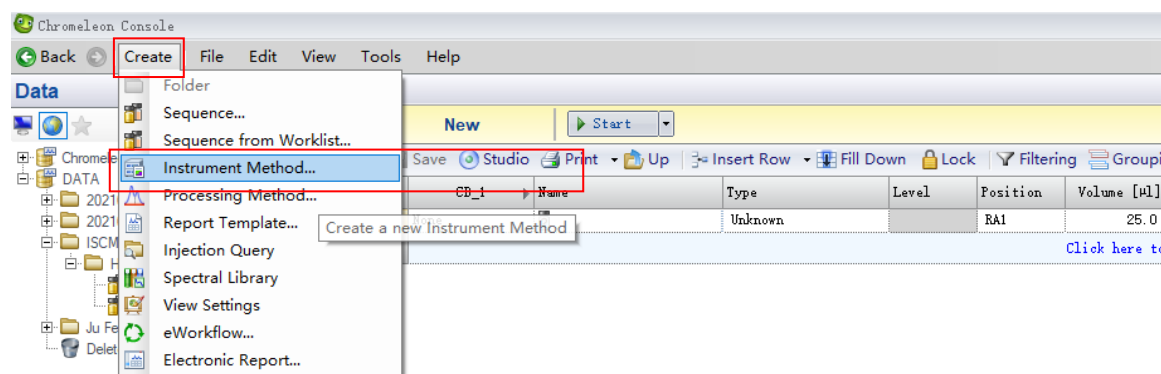


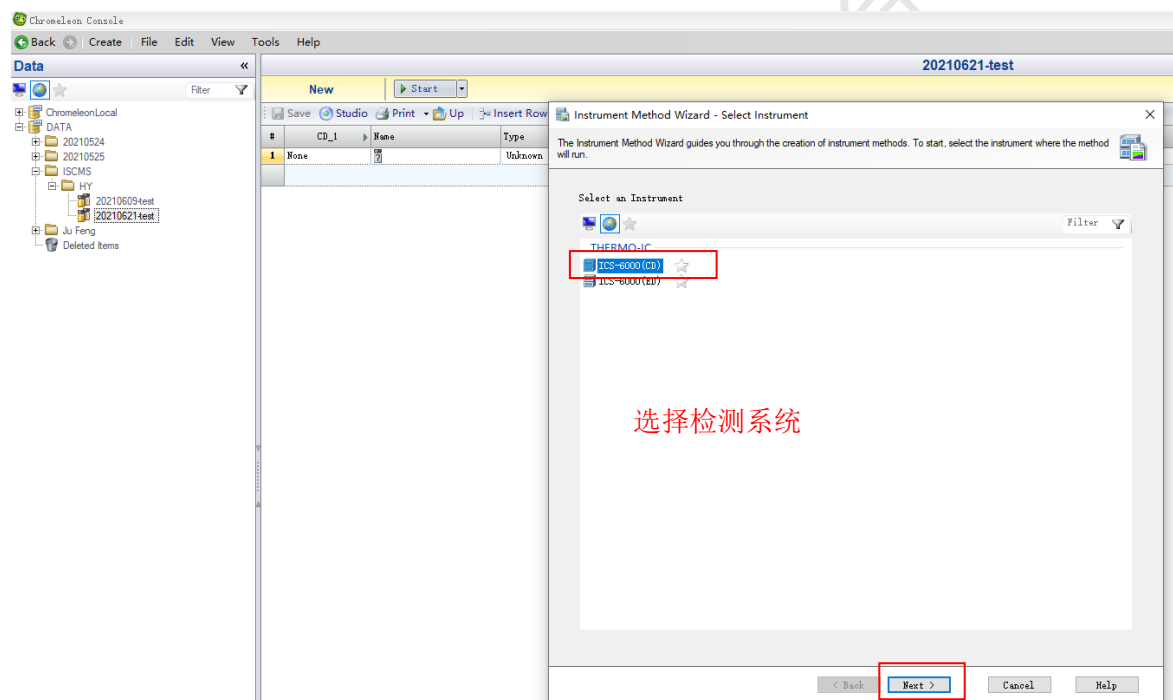
图 6-9

6.3.4.3 新建仪器方法

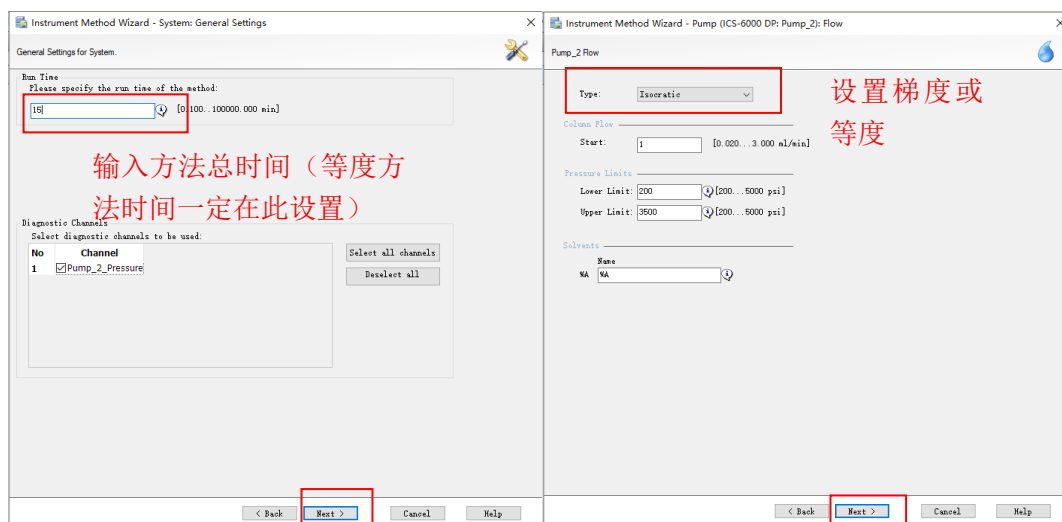
如图 6-10, 右键选中 6.3.4.2 中新建的采样序列, 点击 Create→Instrument Method, 然后根据向导创建仪器方法。



新建仪器方法

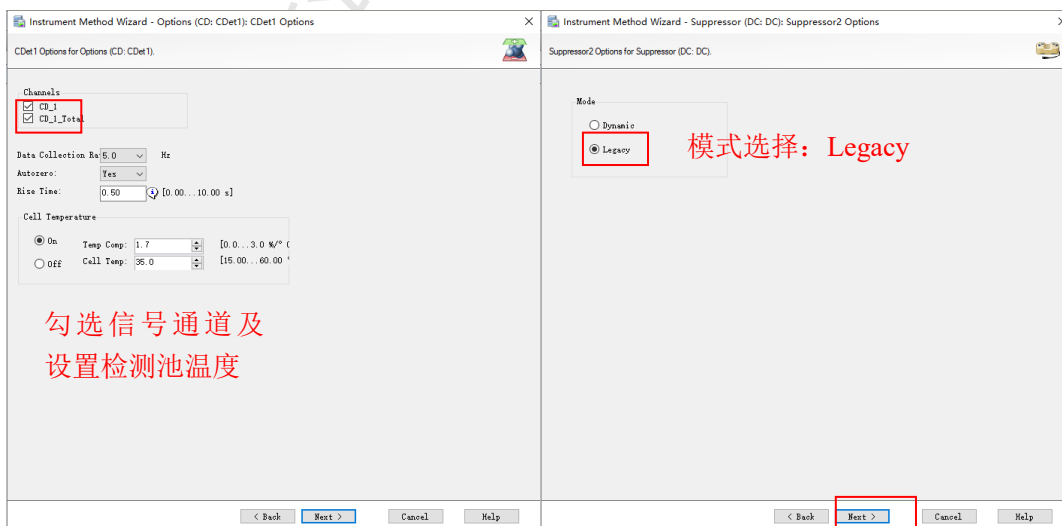
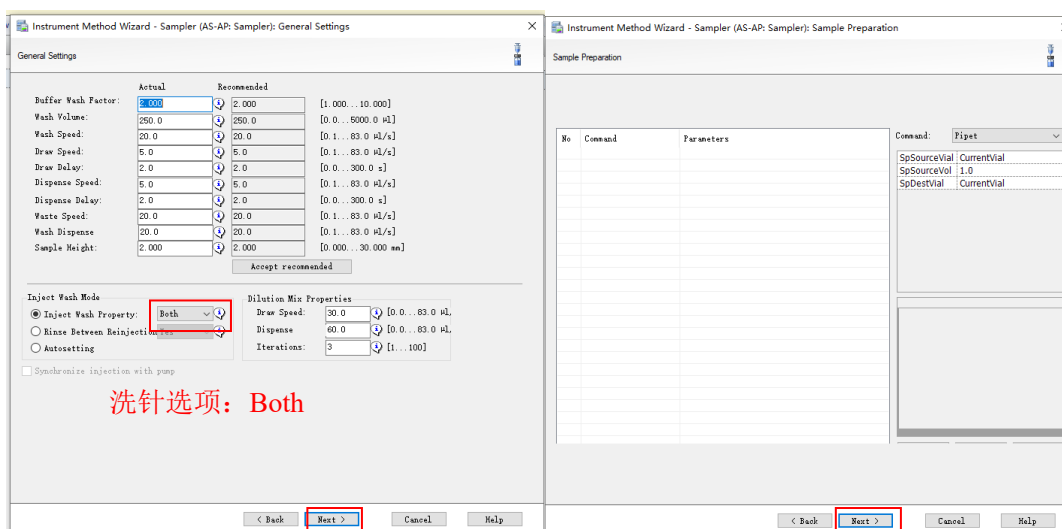
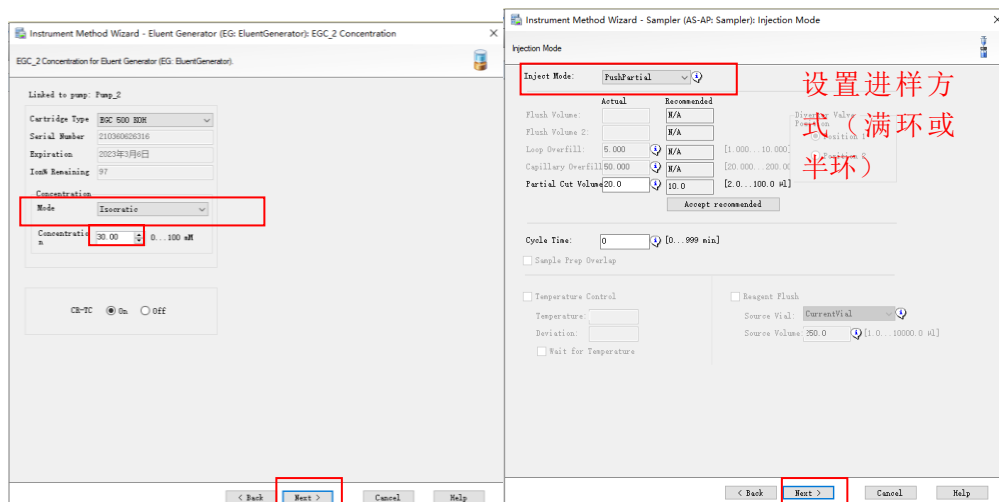


选择检测系统



输入方法总时间（等度方法时间一定在此设置）

设置梯度或等度



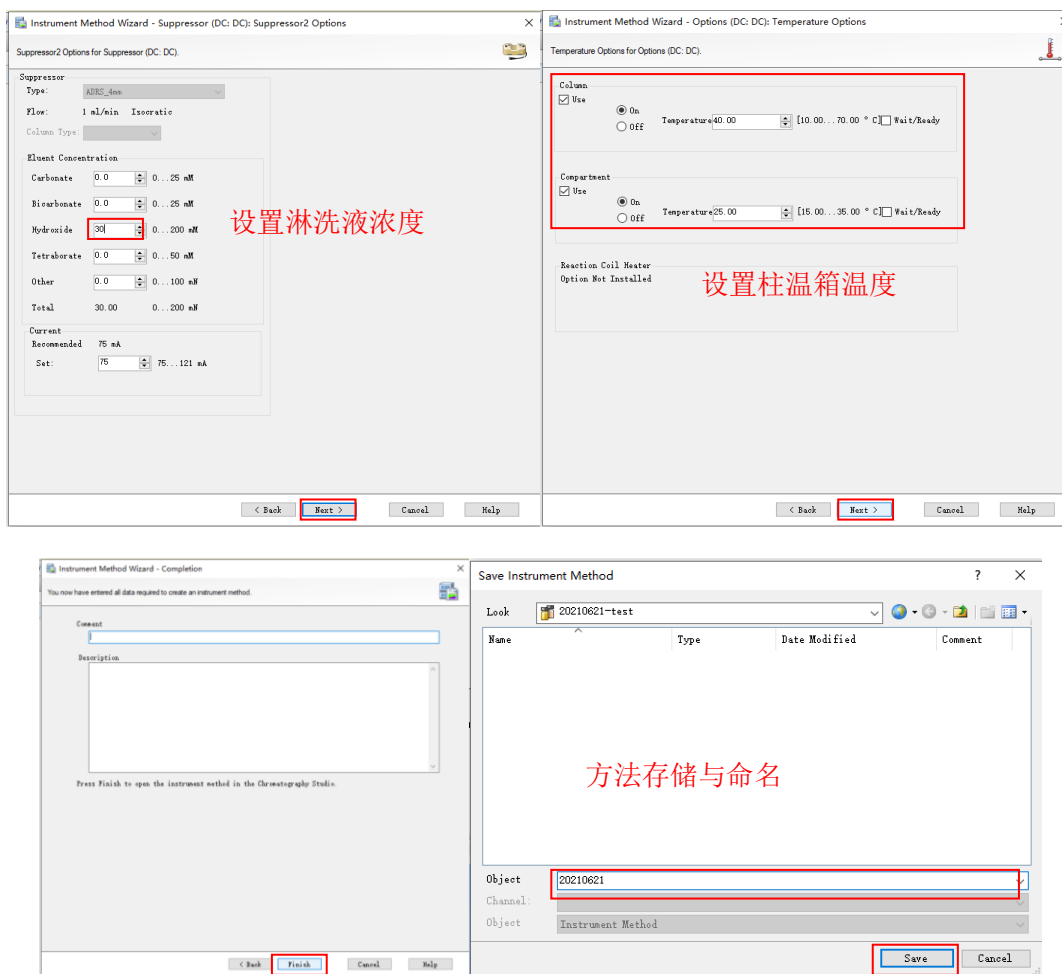
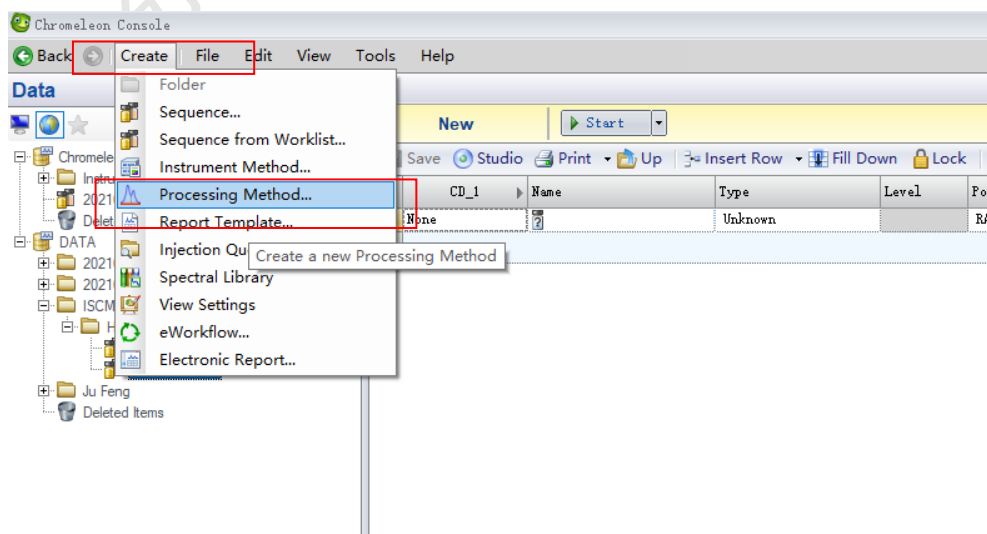


图 6-10

6.3.4.4 新建处理方法

如图 6-11, 选中 6.3.4.2 中新建的采样序列, 点击 Create→Processing Method, 然后根据向导创建数据处理方法。



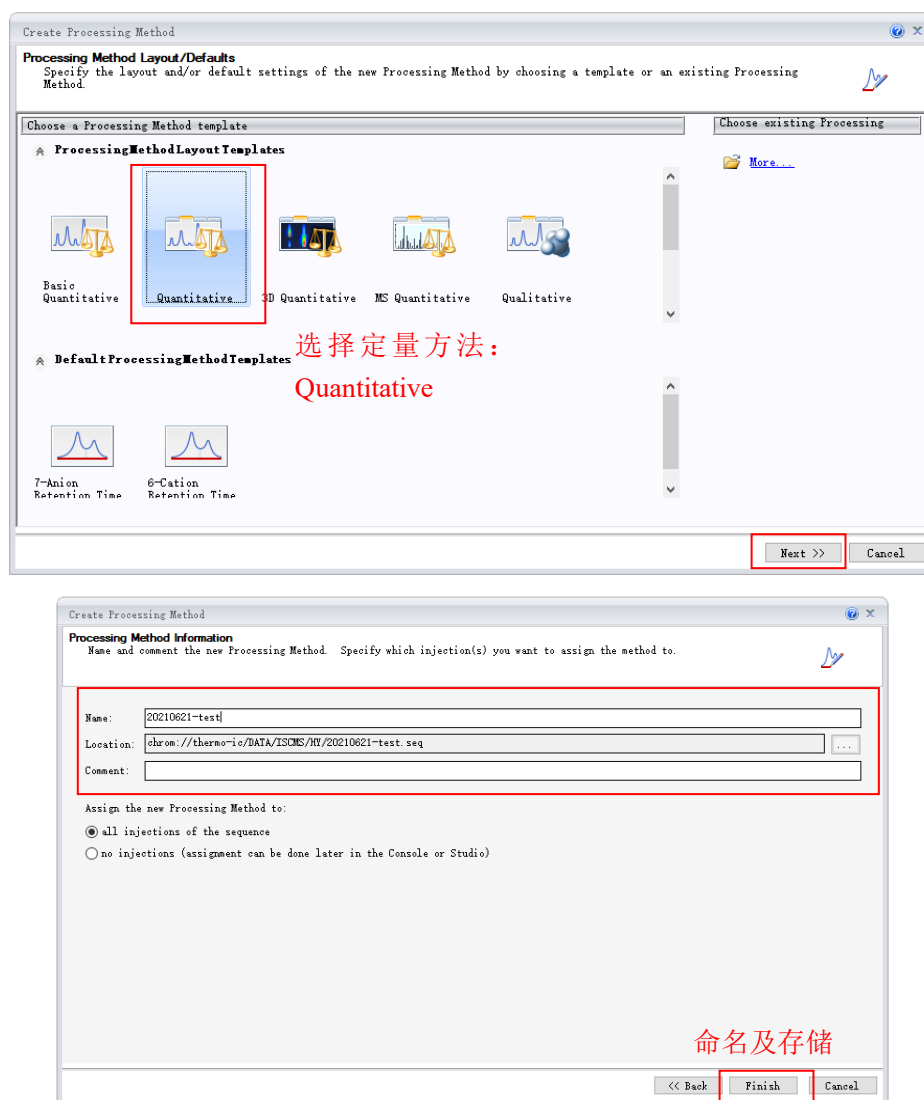


图 6-11

6.3.4.5 运行采样序列

如图6-12所示, 编辑好样品名称(Name)、样品类型(Type)、样品位置(Position)、进样体积(Volume [ul])、仪器方法(Instrument Method)、处理方法(Processing Method)等样品信息。点击Start下拉菜单中的Add to Queue, 将序列发送至队列中。

- ① Name: PI_用户_日期_样品(浓度)_次数; 比如ZYY_WRY_20220604_BK_01;
- ② Type: 运行样品所有都选择为unknown;
- ③ Position: GA1, BA1 (颜色+字母行标+数字列标, 以此类推);
- ④ Volume [ul]: 以方法为准, 半环进样10ul以内, 满环进样25 ul;
- ⑤ Instrument Method: 下来选择6.3.4.3的仪器运行方法;
- ⑥ Processing Method: 下来选择6.3.4.4的数据处理方法。

注：进样顺序为空白（1-2针）-标品（从低浓度到高浓度）-空白-样品-空白（1-2针）

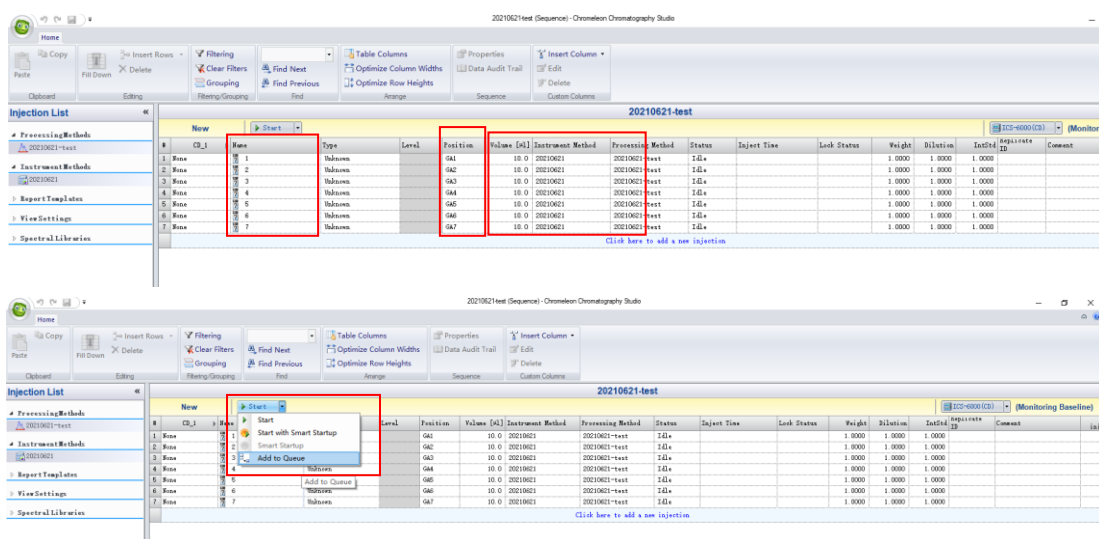
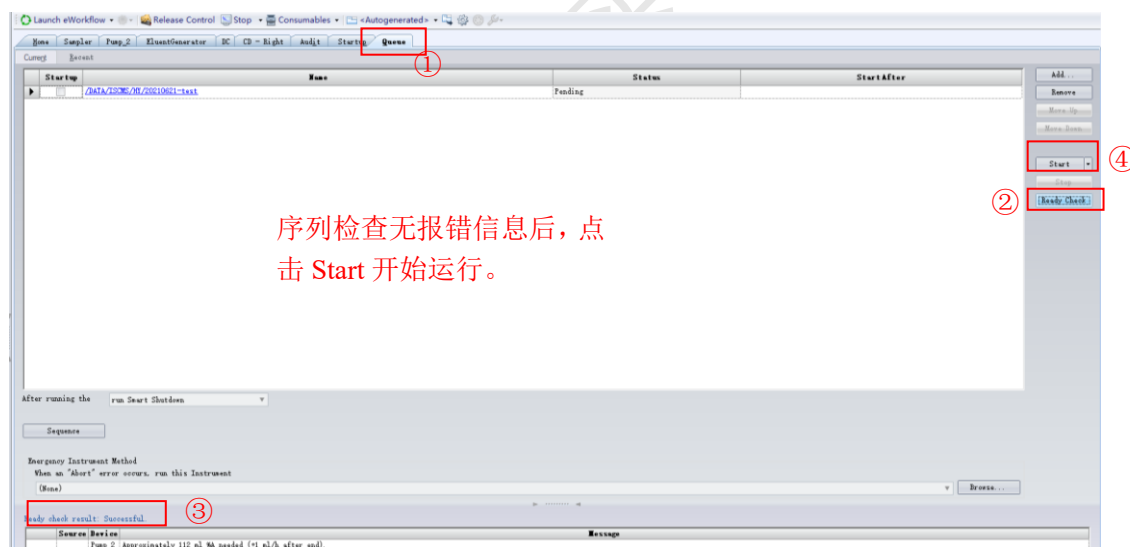


图6-12 编辑样品序列

如图6-13, 回到Instrument主界面, 点击Queue菜单中的Ready Check检查序列编辑是否有错误。当Ready check result显示为Successful, 点击start按钮即开始运行序列。

注：过夜实验, 应选择由此Options---run Smart Shutdown.



序列检查无报错信息后, 点击 Start 开始运行。

图 6-13

6.4 阳离子模式

注意：本仪器有三种工作模式，阴离子模式（2号系统-电导检测器）、阳离子模式（1号系统-电导检测器）、糖模式（1号系统-电 化学检测器）。三种模式，均涉及仪器硬件及软件更换，实验前务必提前联系技术人员进行切换。

阳离子模式在新建 Sequence 或者仪器方法，系统为 ICS6000(ED)

6.4.1 阳离子系统检查

(1) 硬件液体流路: 六通阀1→预柱-分析柱→抑制器→检测器→Waste

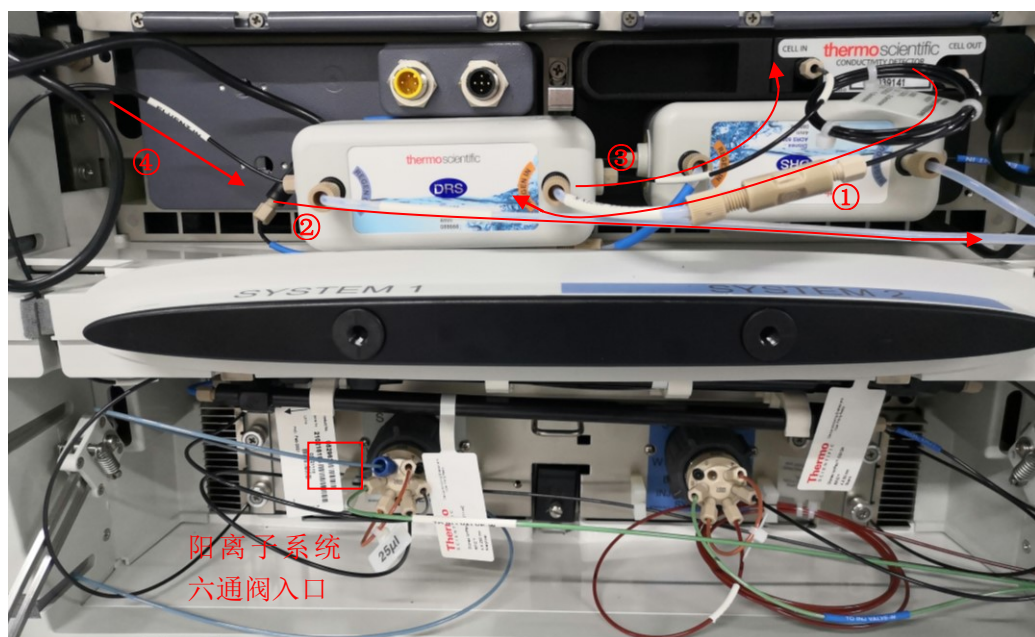


图 6-14

(2) 软件系统: ICS6000 (ED)

(3) 软件显示:

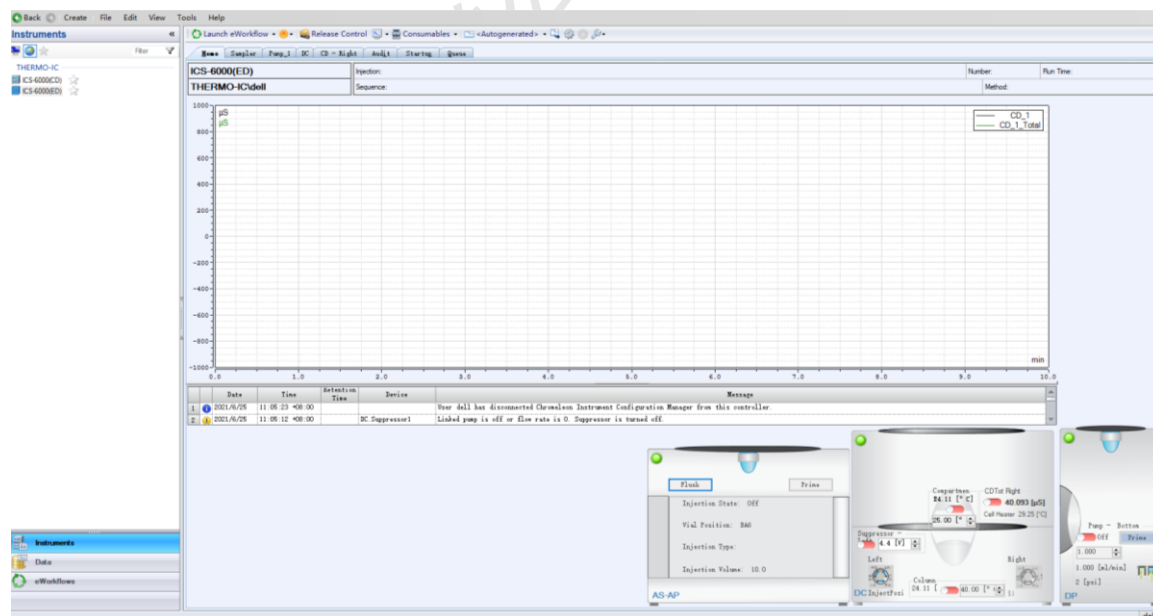


图 6-15

6.4.2 仪器准备

打开变色龙软件, 加载**ICS-6000(ED)**系统。如图6-16所示, 在Home界面检查各模块通讯连接是否正常, 若通讯未连接, 点击连接按钮即可。

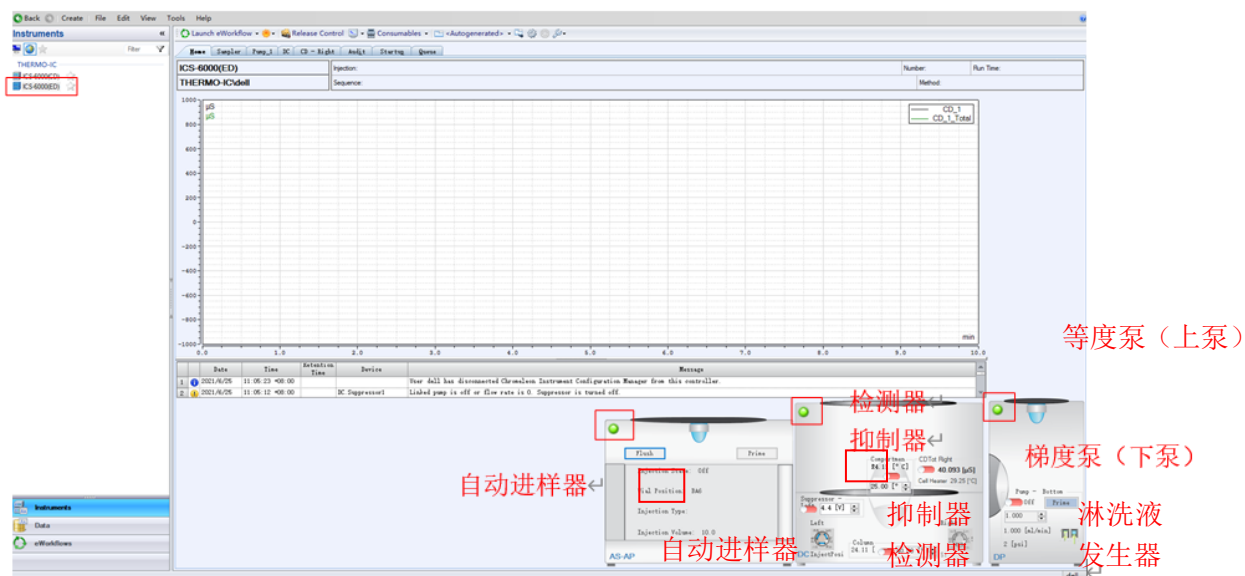


图 6-16

6.4.2.1 灌注

如图6-17所示，首先旋松Pump1泵头的旋钮（逆时针），然后在仪器控制界面DP模块点击菜单栏Pump_1按钮，进入泵1界面。在更换流动相后，依次将需要使用的流动相（如A相、B相或C相等）设置为100%，分别进行灌注。灌注结束后，旋紧旋钮，勿过渡用力。



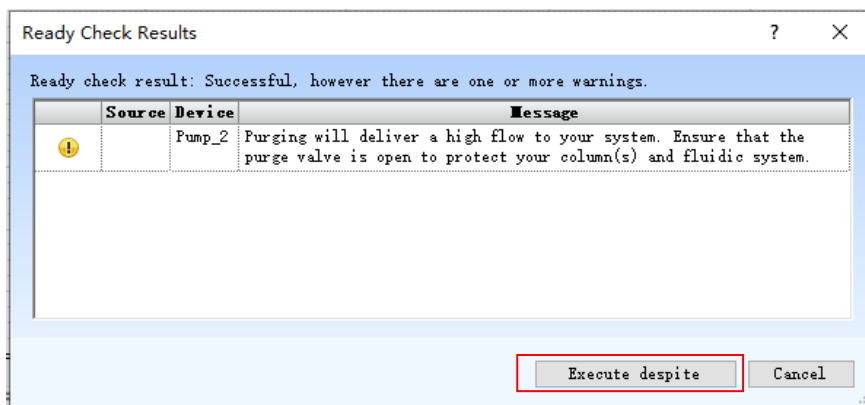


图 6-17

6.4.2.2 洗针

点击菜单栏Sampler按钮，进入自动进样器界面，依次点击Prime Syringe、Wash Needle and Fluidics以及Wash Sample Loop，逐一进行注射器、进样流路、样品环清洗。

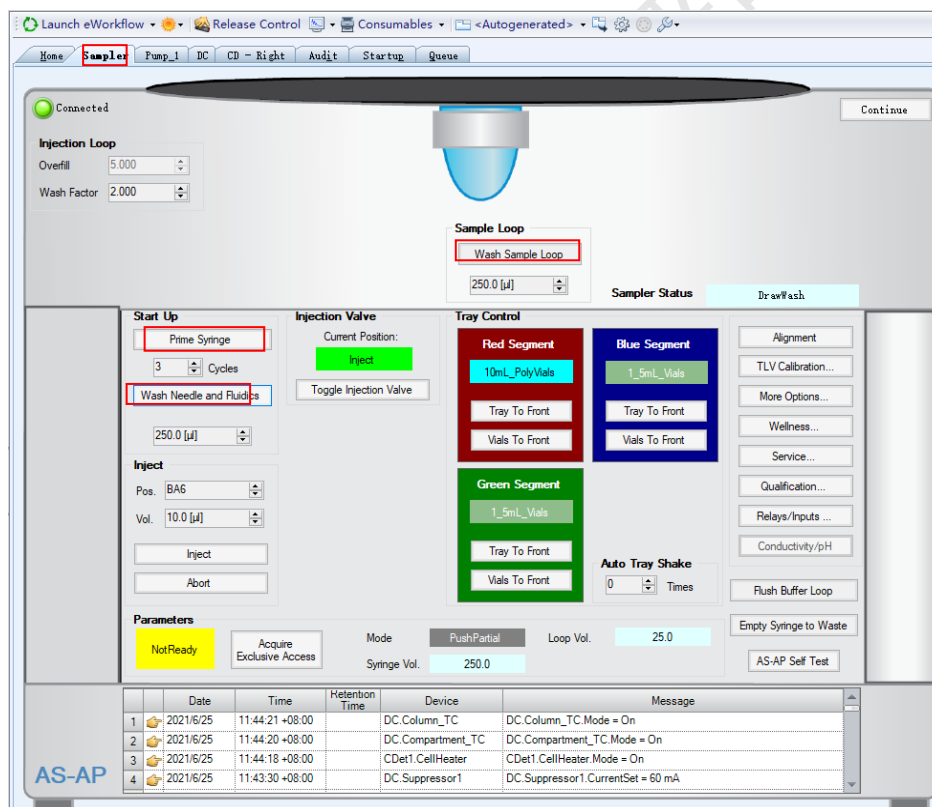


图 6-18

6.4.3 开机及系统平衡

开机：如图6-19所示，灌注结束后，按以下顺序开机：

Pump2 ---Suppressor left--- CDTot Right;

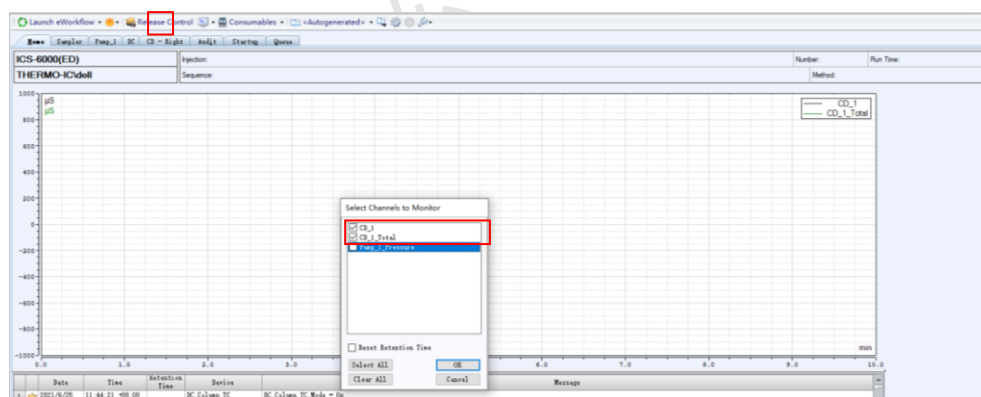
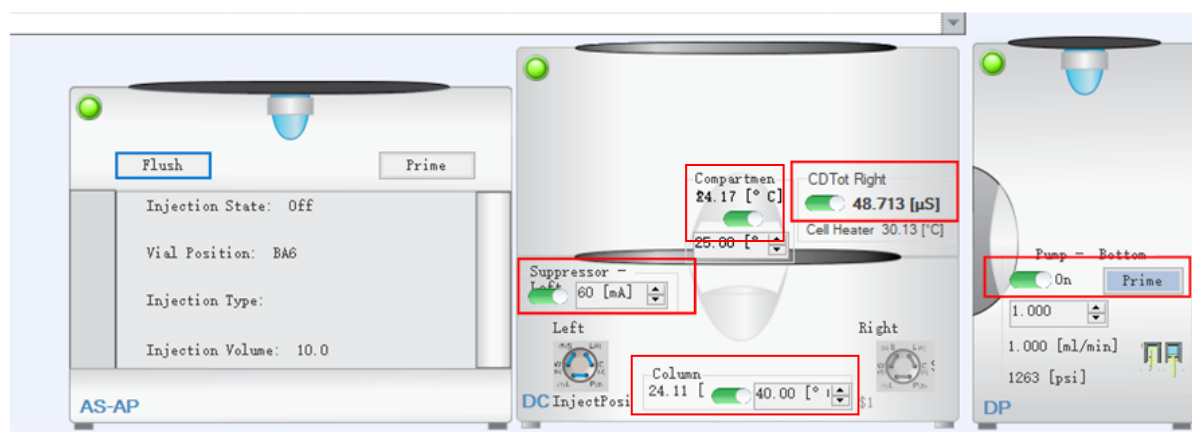
按实验需求，设备柱温箱及检测器温度，并打开温度开关。

系统平衡：开机结束后，点击Monitor Baseline按钮，勾选CD_1和CD_1_Total信号通道，监测系统基线。当信号值达到1.0左右时，达到系统平衡。

注意：（1）开机过程中，需逐渐增加泵流速。

比如目标流速为1.0 ml/min，请先设置为0.2 ml/min，开启后续模块。待系统压力稳定后，增加到0.4 ml/min，待系统压力稳定后，增加到0.6 ml/min，待系统压力稳定后，增加到0.8 ml/min，待系统压力稳定后，增加到1.0 ml/min。

（2）建议按自己的实验方法的开始状态进行系统初始态平衡。



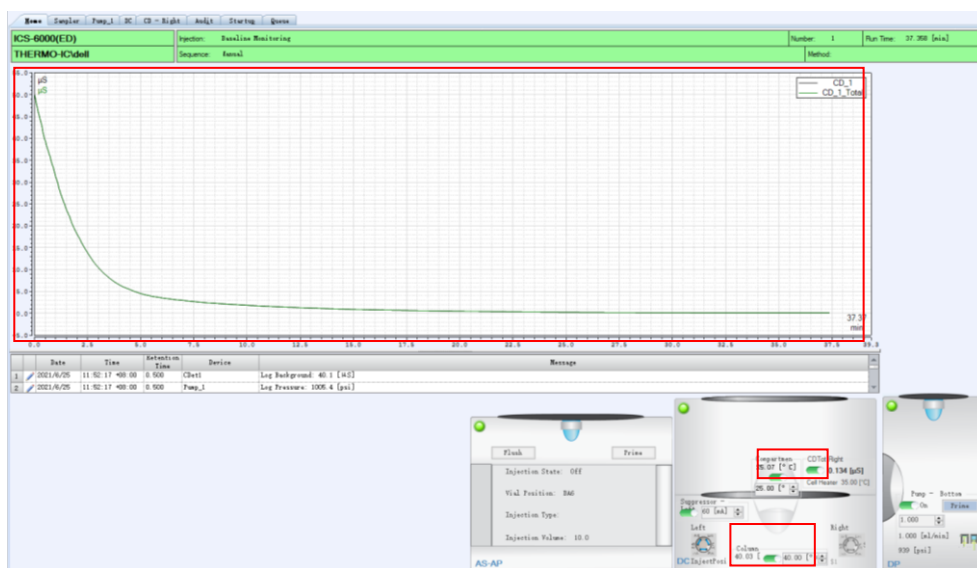


图 6-19

6.4.4 编辑序列

6.4.4.1 样品放置

请根据自己的样品瓶类型选择合适的样品盘。目前支持 2 ml 标准样品瓶（蓝色和红色的长方形样品盘）

如图 6-20 所示，选择菜单栏点击 **Sampler** 模块，点击 **Tray To Front** 将相应样品盘移动至进样器前端后取出，放置样品瓶。（**切记：千万不可用手掰动样品盘**）

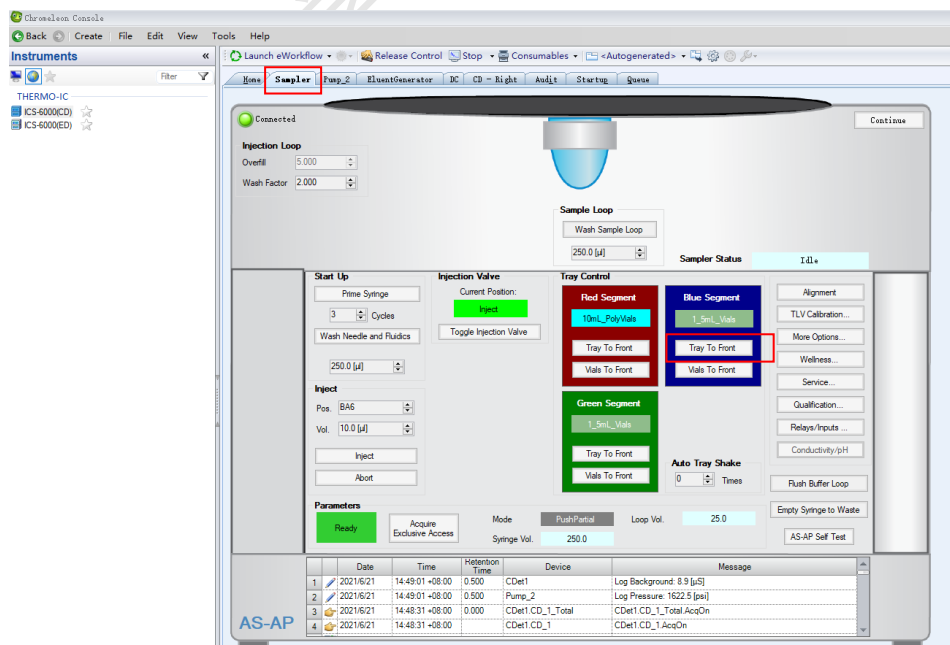


图 6-20

6.3.4.2 编辑采样序列

在软件主页面, 选择 Data, 如图 6-21, 找到 PI 课题组文件夹下的个人文件夹, 点击 Create→Sequence, 然后根据序列向导新建采样序列 (图 6-22)。

Sequence 命名规则: 日期_模式

比如: 20220604_Cation

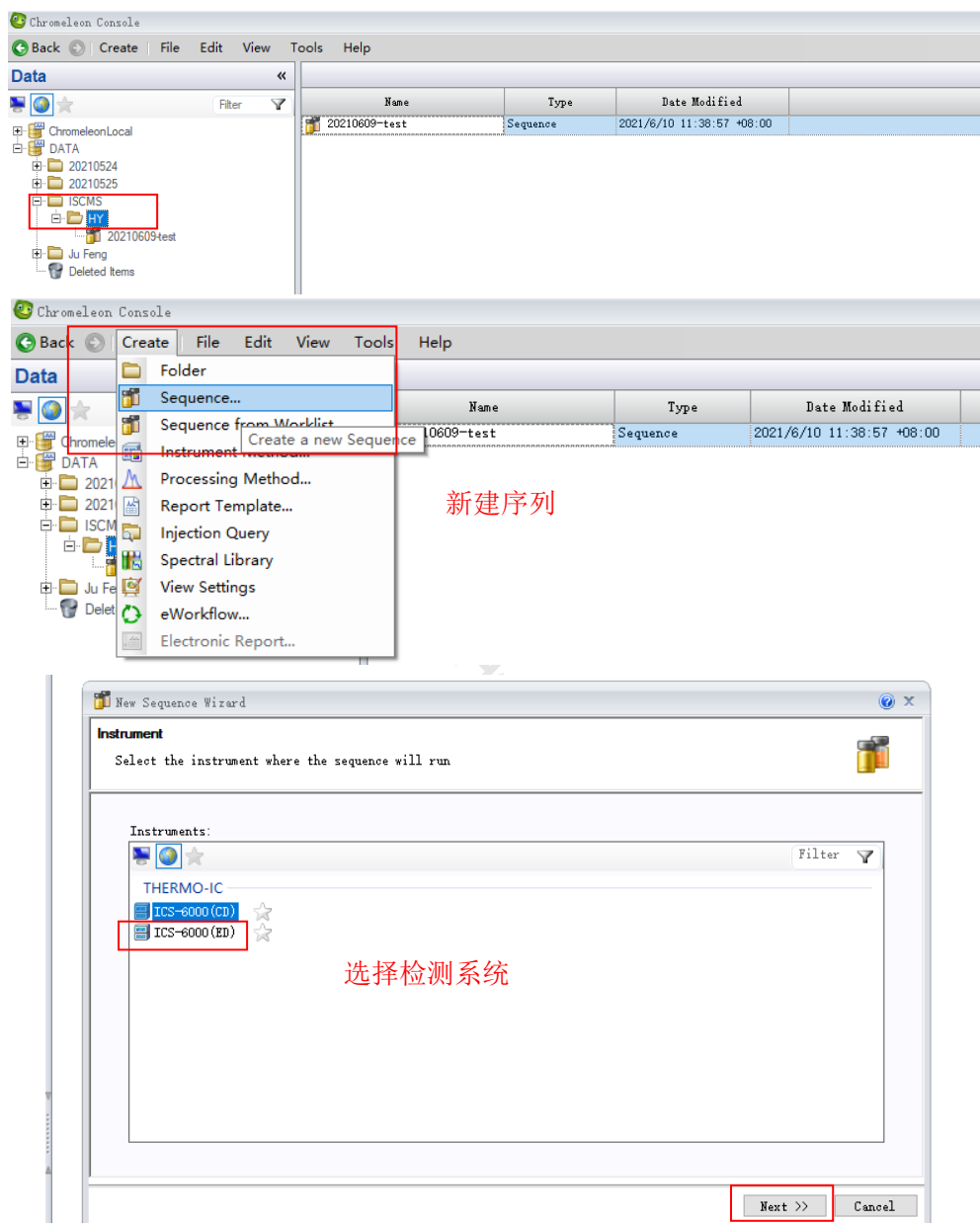
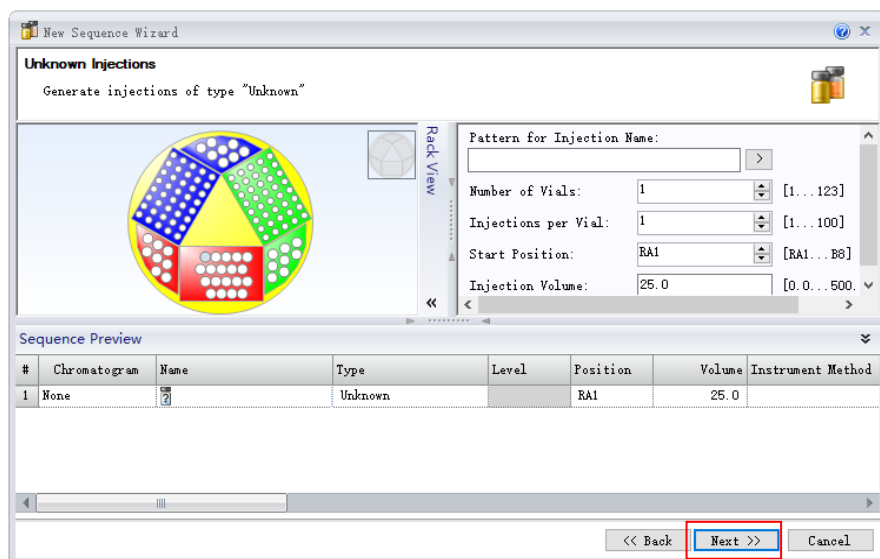
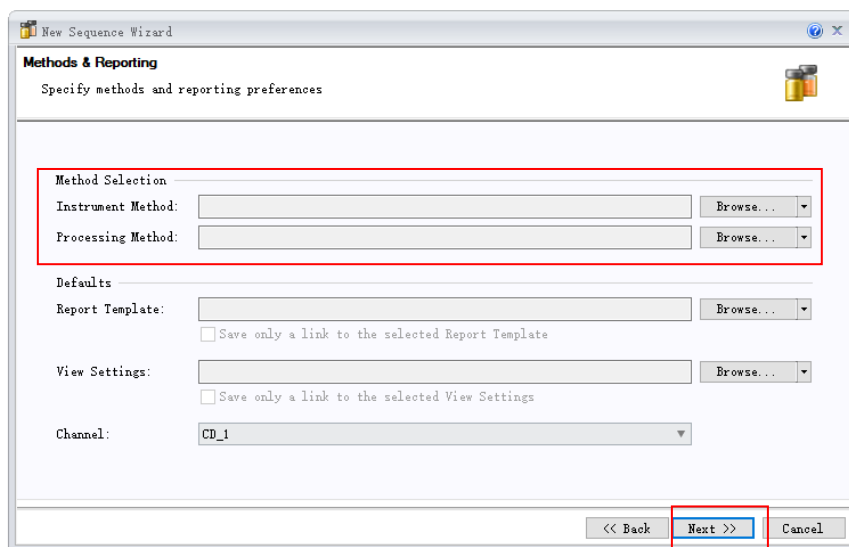


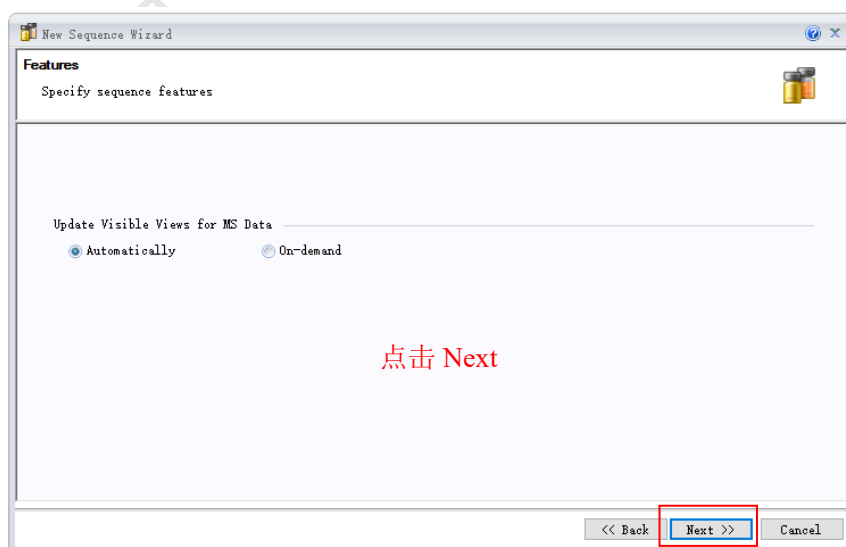
图 6-21



样品盘位置，此处无需设置



仪器方法及数据处理方法：若已有方法，可直接调用；若无方法，此处无需设置，直接在 7.3.3 步骤中新建。



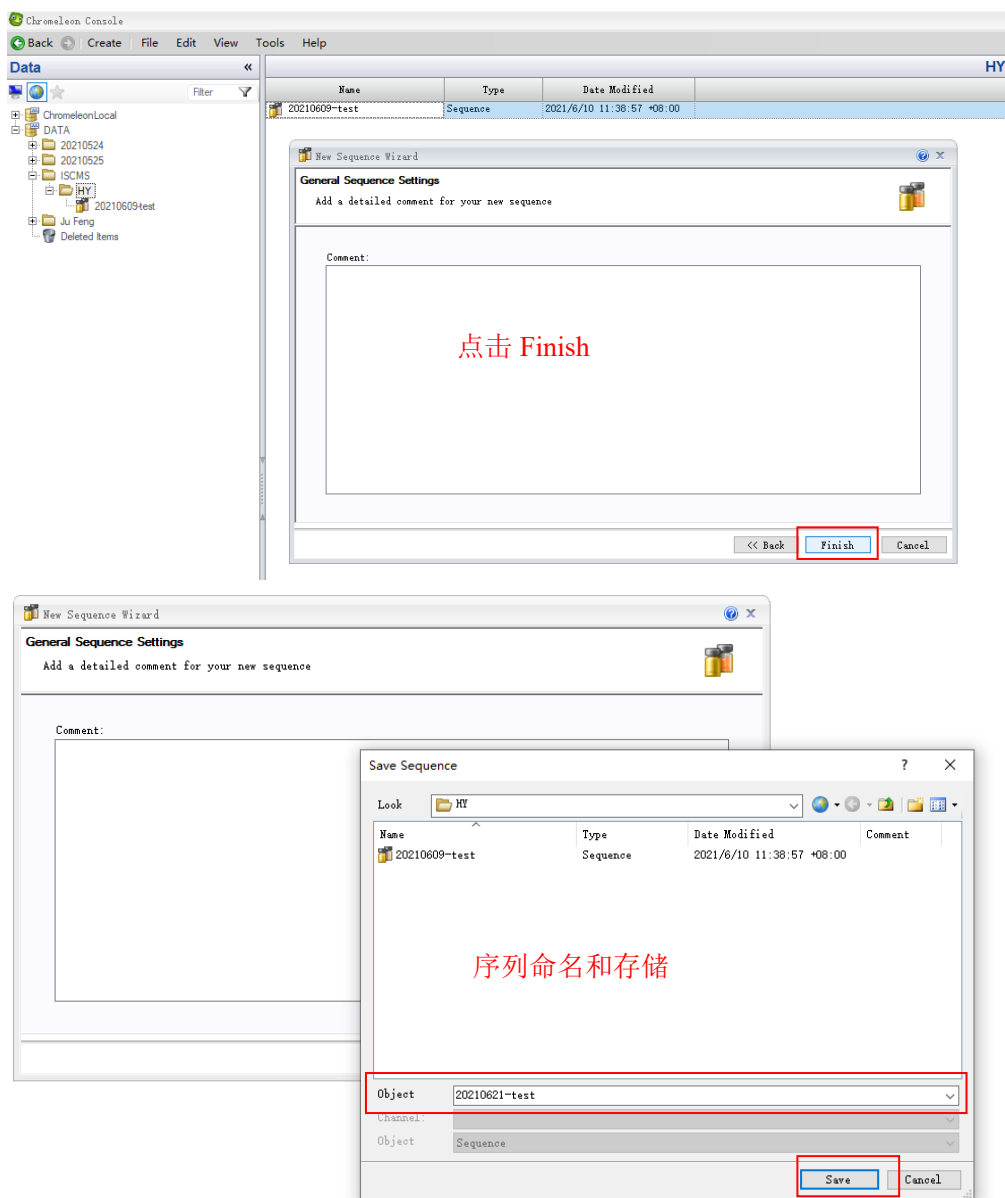
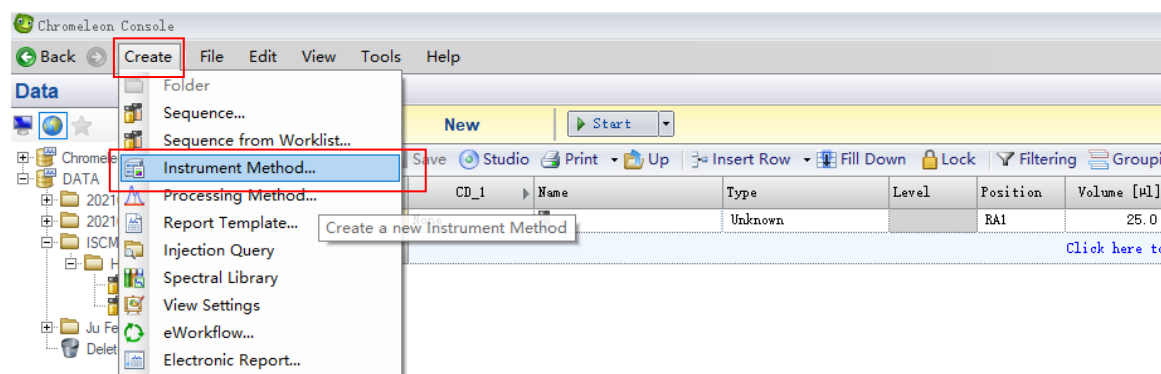


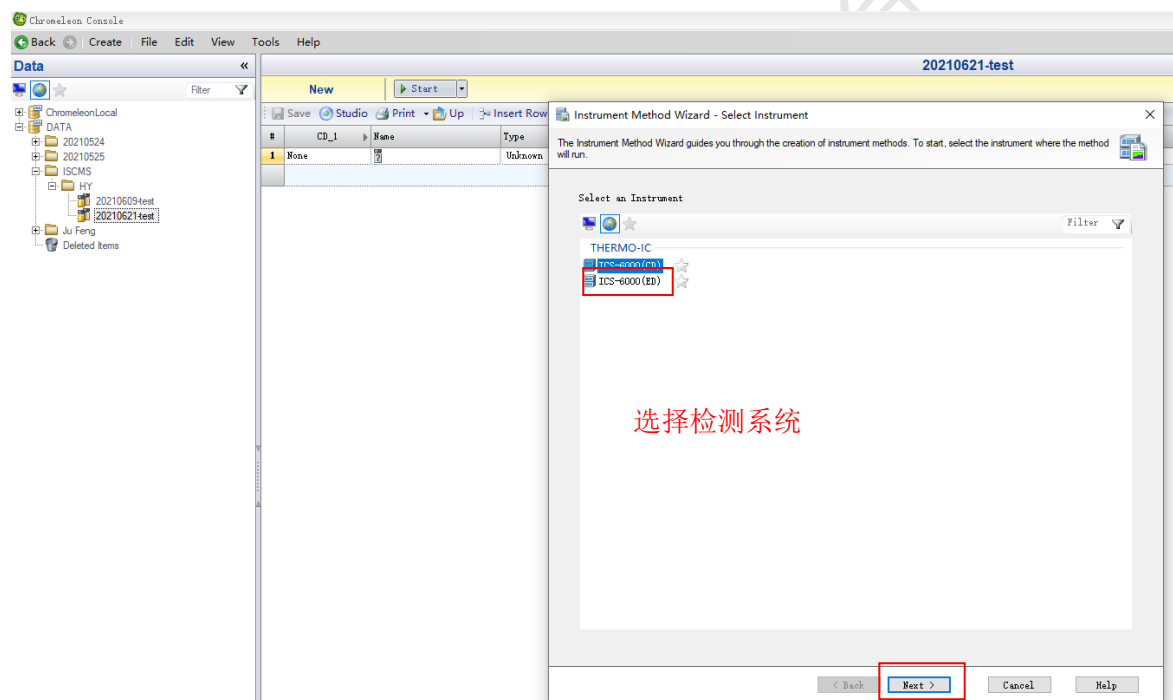
图 6-22

6.4.4.3 新建仪器方法

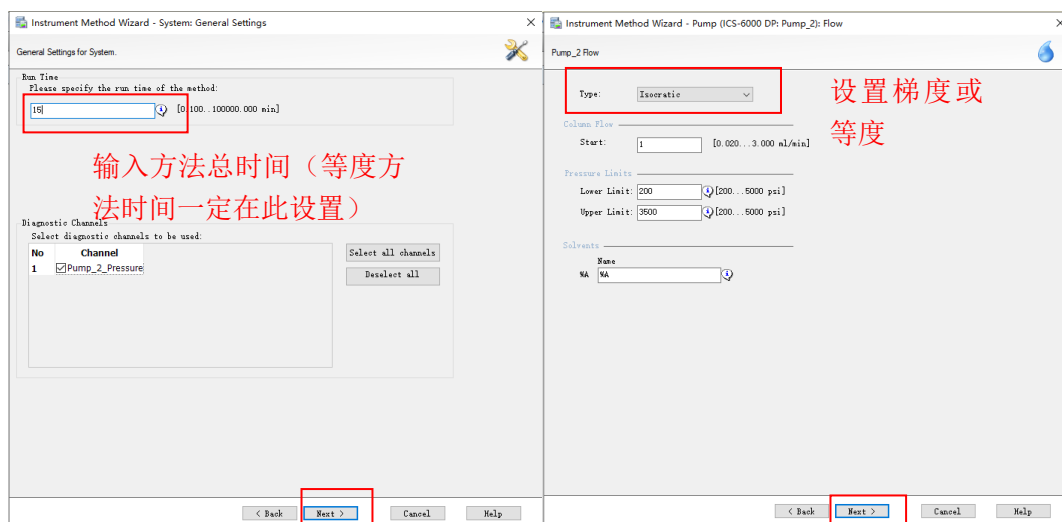
如图 6-23, 右键选中 6.4.4.2 中新建的采样序列, 点击 Create→Instrument Method, 然后根据向导创建仪器方法。



新建仪器方法

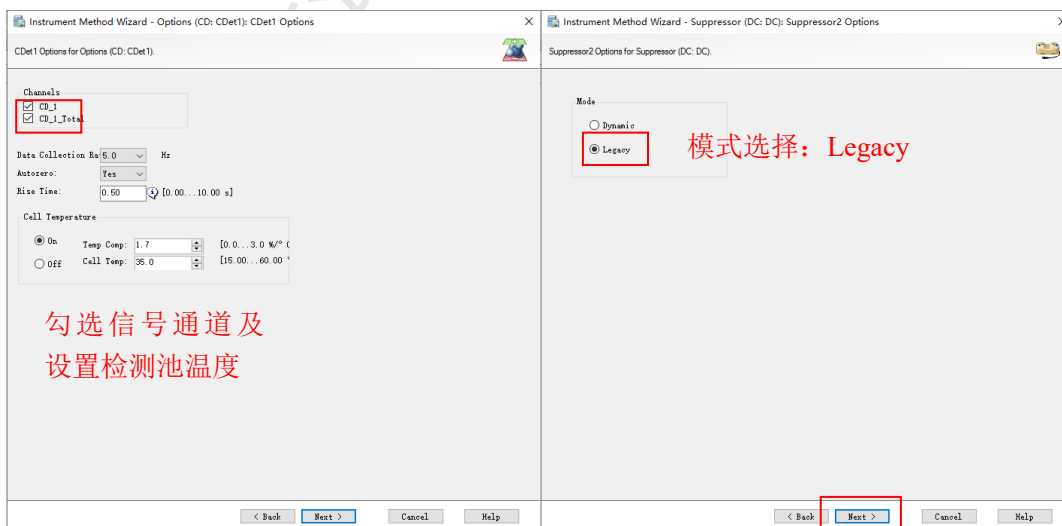
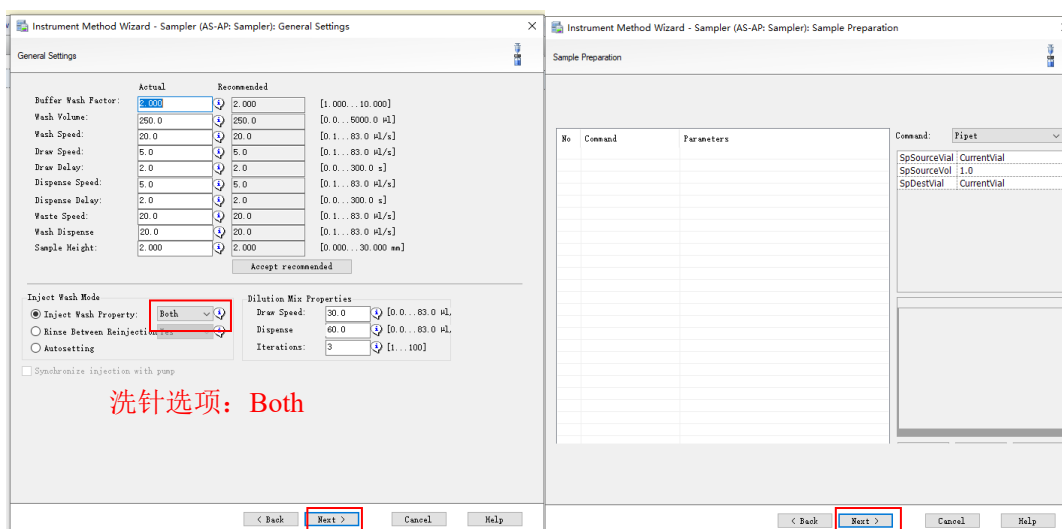
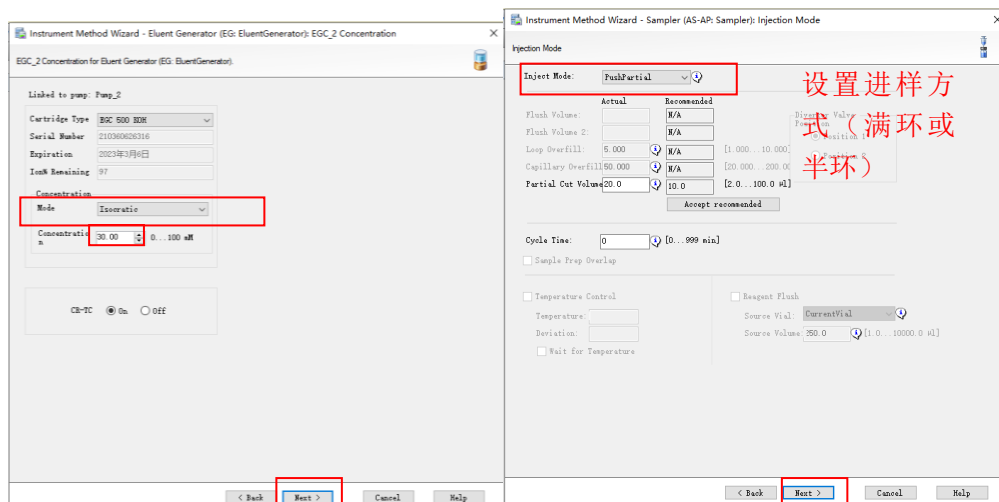


选择检测系统



输入方法总时间（等度方法时间一定在此设置）

设置梯度或等度



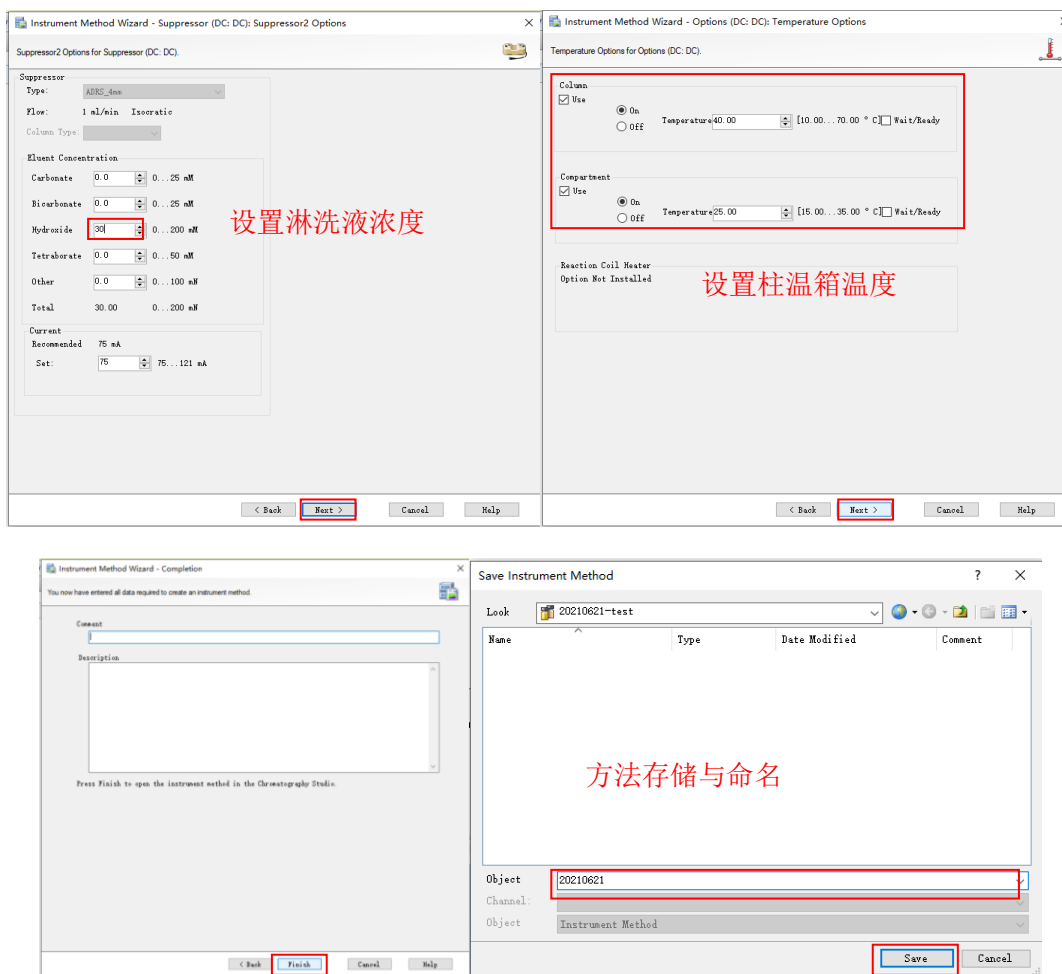
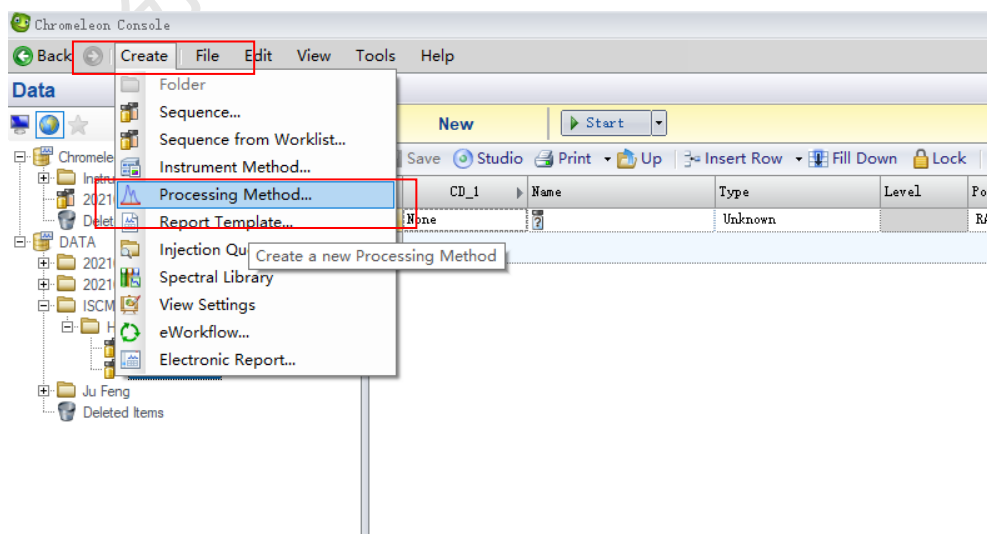


图 6-23

6.4.3.4.4 新建处理方法

如图 6-24，选中 6.4.4.2 中新建的采样序列，点击 Create→Processing Method，然后根据向导创建数据处理方法。



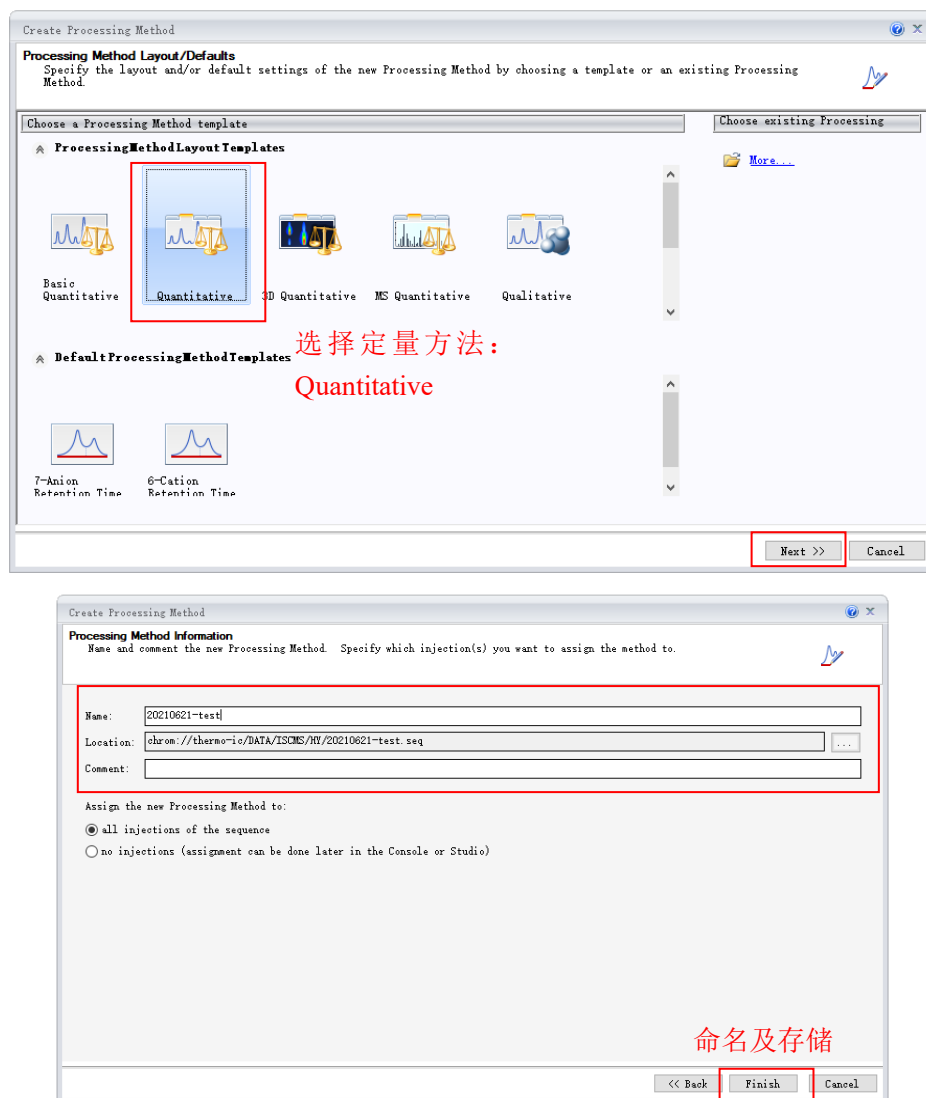


图 6-24

6.4.4.5 运行采样序列

如图6-25所示, 编辑好样品名称(Name)、样品类型(Type)、样品位置(Position)、进样体积(Volume [ul])、仪器方法(Instrument Method)、处理方法(Processing Method)等样品信息。点击Start下拉菜单中的Add to Queue, 将序列发送至队列中。

- ① Name: PI_用户_日期_样品(浓度)_次数; 比如ZYY_WRY_20220604_BK_01;
- ② Type: 运行样品所有都选择为unknown;
- ③ Position: GA1, BA1 (颜色+字母行标+数字列标, 以此类推);
- ④ Volume [ul]: 以方法为准, 半环进样10ul以内, 满环进样25 ul;
- ⑤ Instrument Method: 下来选择6.3.4.3的仪器运行方法;
- ⑥ Processing Method: 下来选择6.3.4.4的数据处理方法。

注：进样顺序为空白（1-2针）-标品（从低浓度到高浓度）-空白-样品-空白（1-2针）

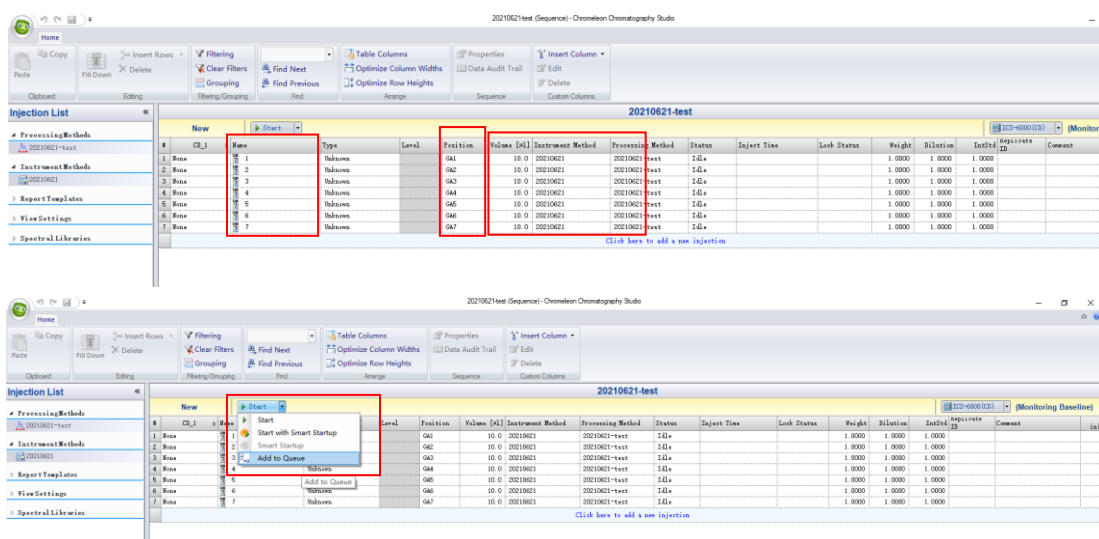
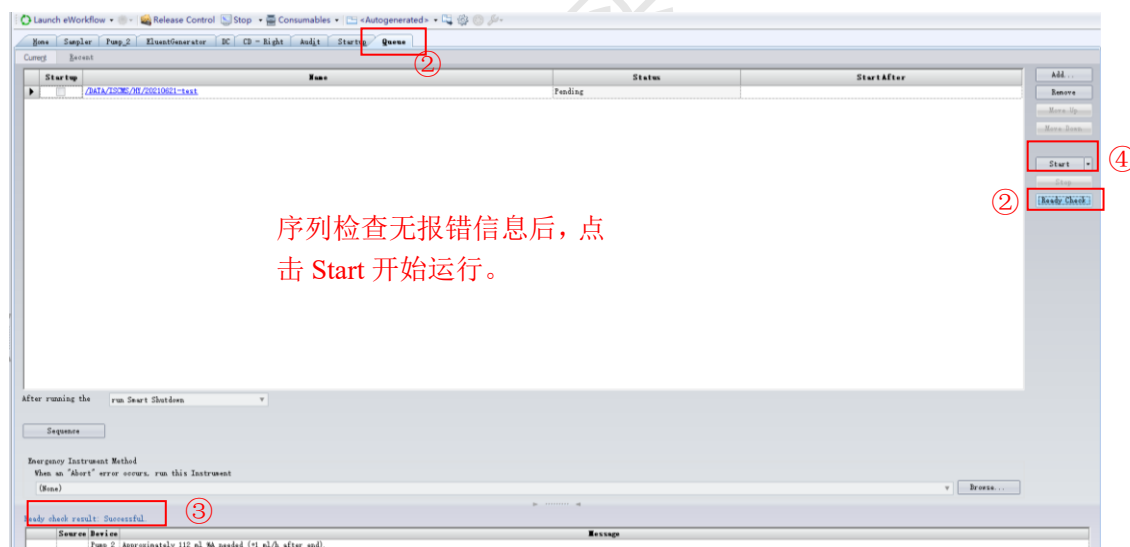


图6-25 编辑样品序列

如图6-26, 回到Instrument主界面, 点击Queue菜单中的Ready Check检查序列编辑是否有错误。当Ready check result显示为Successful, 点击start按钮即开始运行序列。

注：过夜实验, 应选择由此Options---run Smart Shutdown.



序列检查无报错信息后, 点击 Start 开始运行。

图 6-26

6.5 糖模式

糖模式测试请参照阴阳离子模式, Options选择保持运行。

6.6 数据处理

6.5.1 积分设置

如图6-27, 打开数据, 选中菜单栏中Processing Method, 然后如图6-28和6-29所示设置Detection、Component Table参数, 对样品进行定性和定量分析。

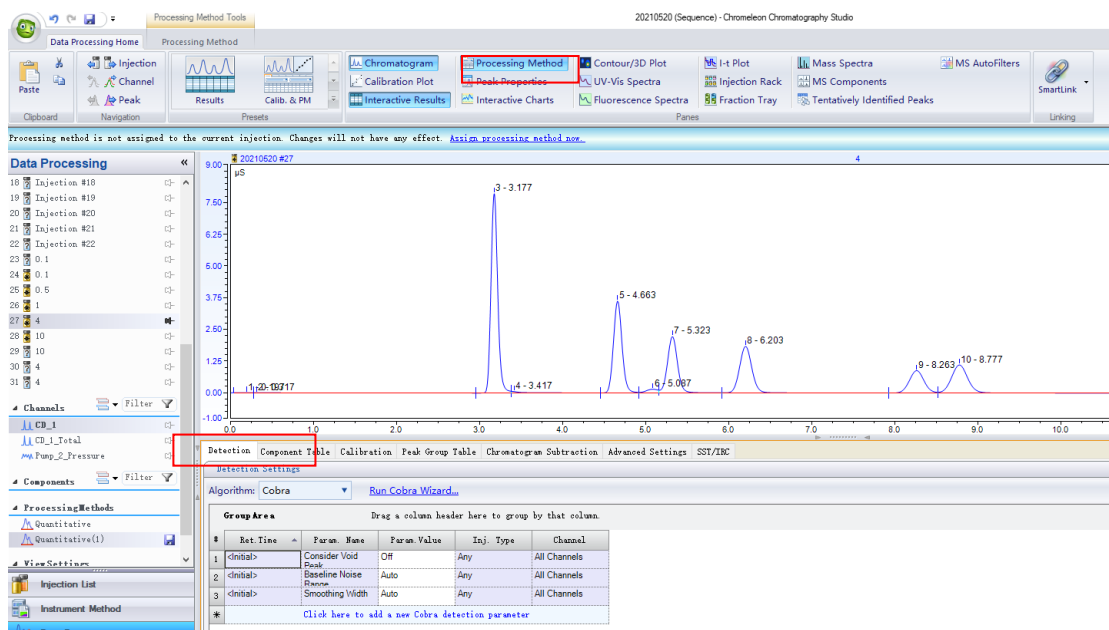
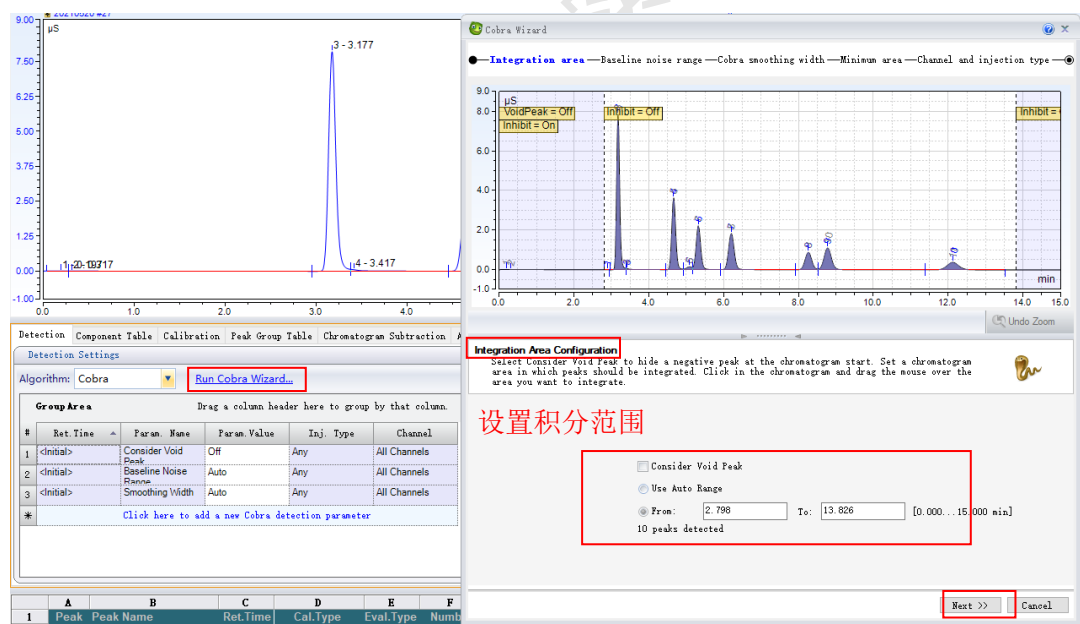


图 6-27

Detection参数设置：如图6-28所示，点击Run Cobra Wizard，根据积分向导，设置积分时间、基线、最小峰面积等参数。



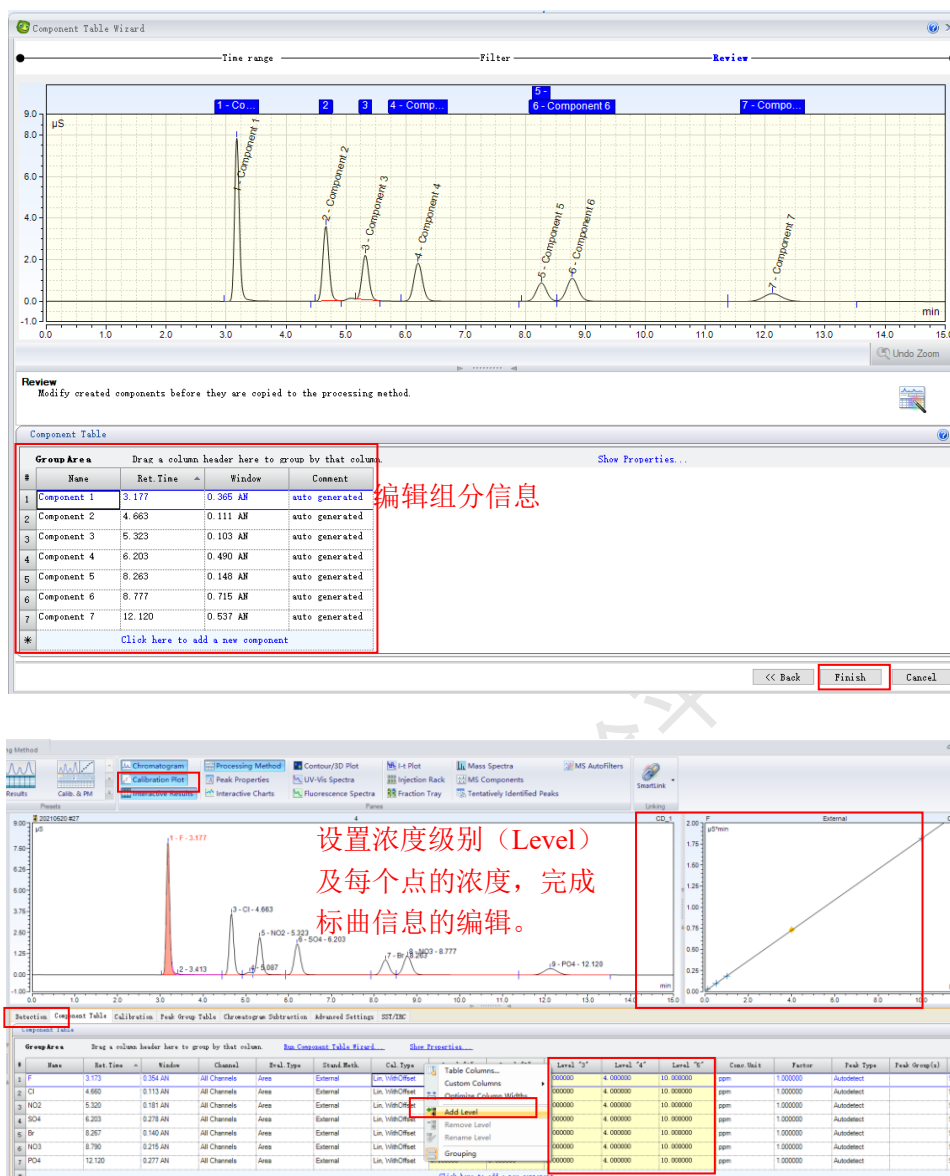
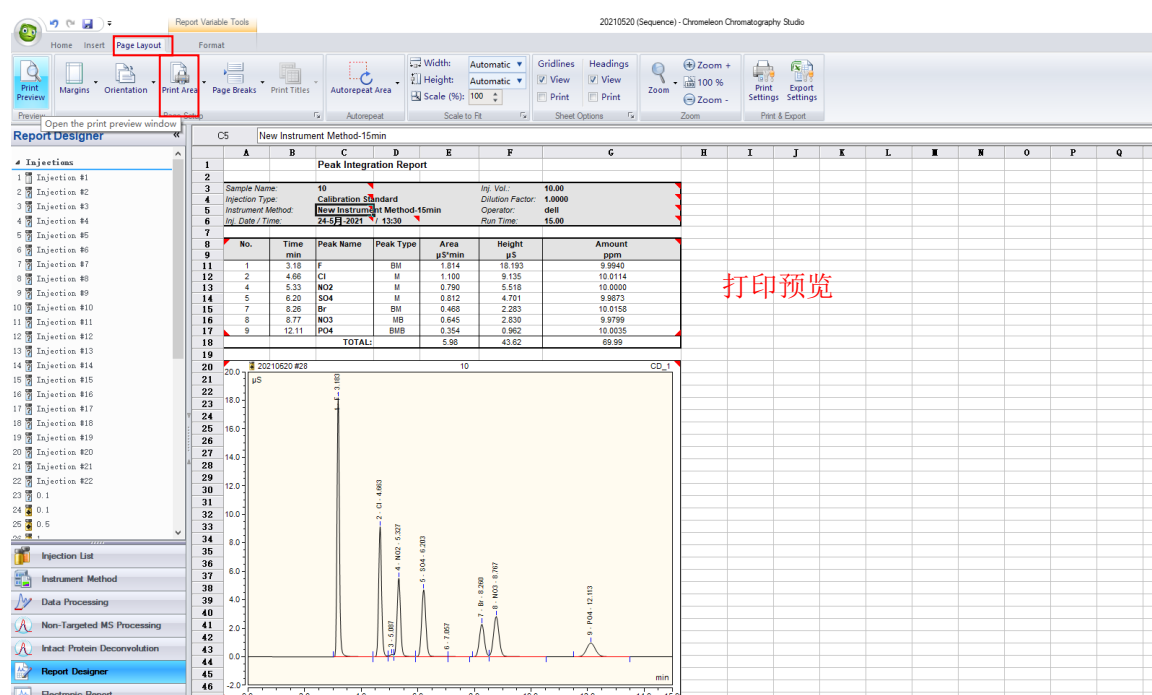
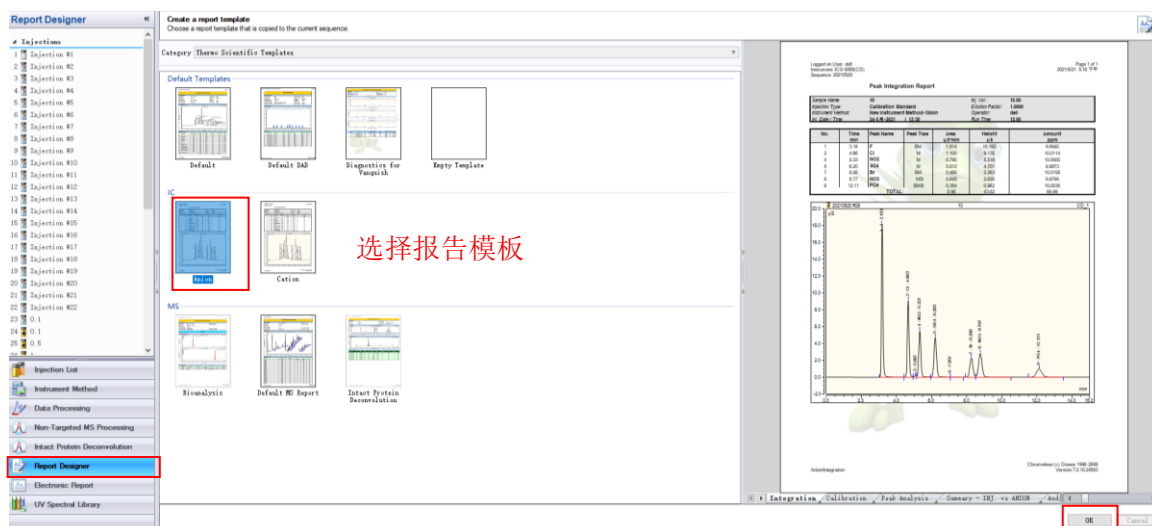


图 6-29

6.7 报告输出

如图6-30, 点击Report Designer, 在IC中选择Anion (阴离子) 模板或Cation (阳离子) 模板, 点击OK, 即可生成报告。点击Page Layout→Print Preview, 即可预览报告打印模式。点击Print, 选择Microsoft Print to PDF, 输出PDF报告。



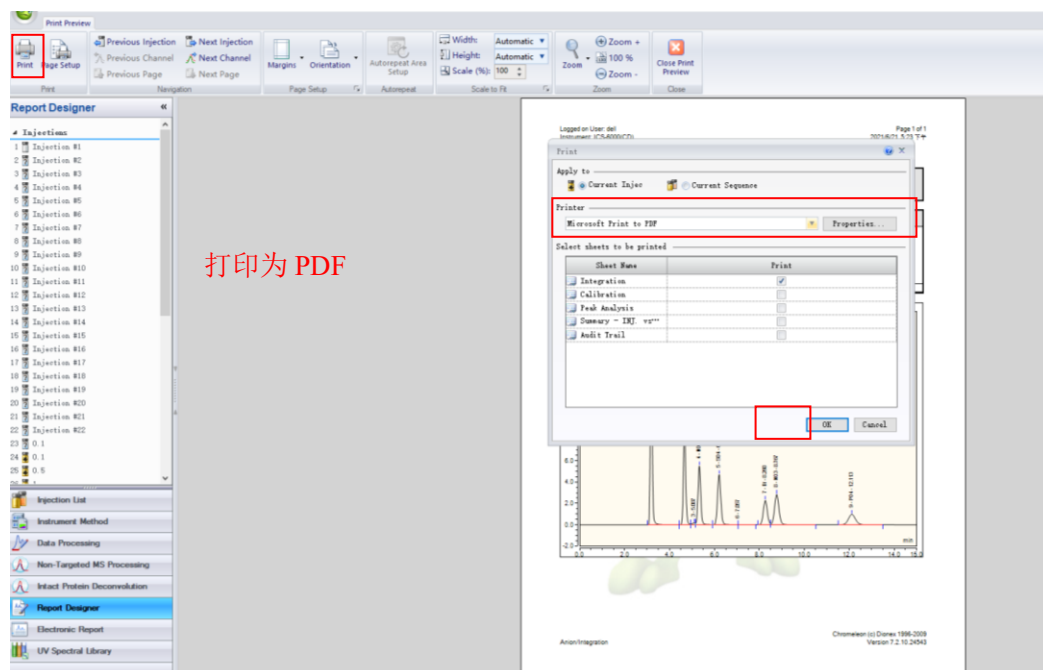


图 6-30

6.8 关机

回到Instrument主界面，依次关闭CDTot Right---Suppressor ---CRTC---EGC---Pump2；
关柱温箱及检测器温度
关N₂

6.9 实验结束处理

- 退出大仪网系统登录
- 实验结束，请整理实验桌，并将自己的测试样品带出实验室。

请注意：使用前先检查仪器状况流动相体积，尤其确保水相为新鲜，一切正常方可操作；一旦开始实验，默认为使用前仪器状况良好；使用过程中出现故障须立即联系技术员；测试后请及时取回样品。

7. 相关/支撑性文件

Q/WU FLHR001 文件编写规范

8. 记录

离子色谱仪使用记录表。

9. 附件

附录一：阴离子模式管路连接及软件切换；

附录二：阴离子模式管路连接及软件切换。

附录一：阴离子模式管路连接及软件切换

1. 管路连接

如图1所示，连接阴离子系统进样口、抑制器及检测器管路。

液体流路：六通阀→预柱-分析柱→抑制器→检测器→抑制器→CR-TC→
Wast

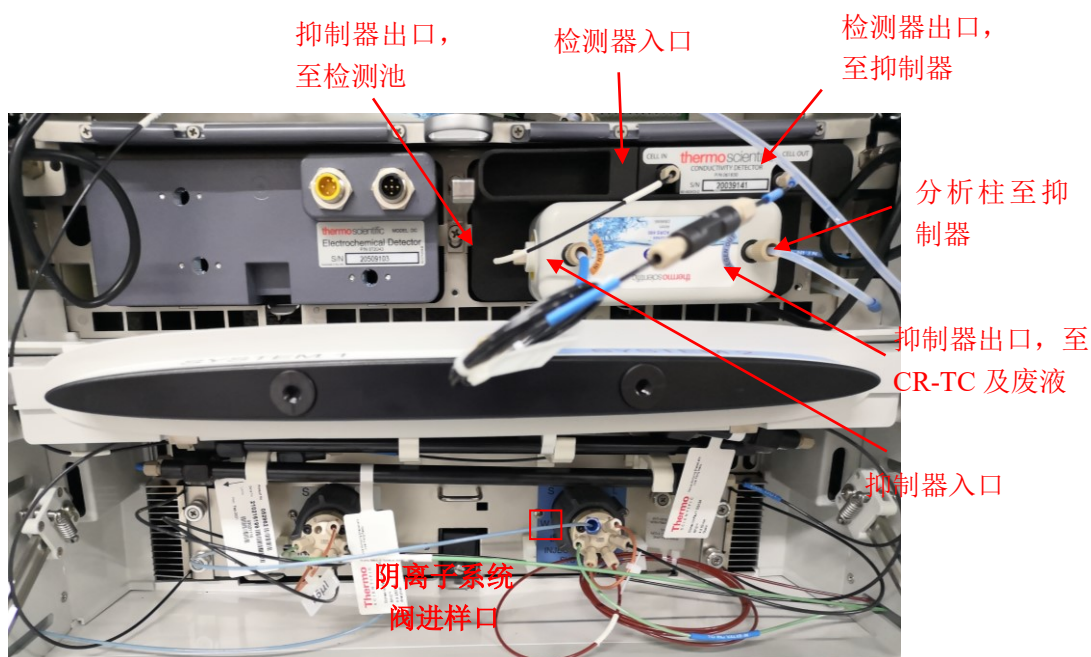


图 1 阴离子系统管路连接

2. 系统配置

Step1. 如图2所示，点击电脑右下角变色龙图标，点击Configure instruments进入仪器配置界面。

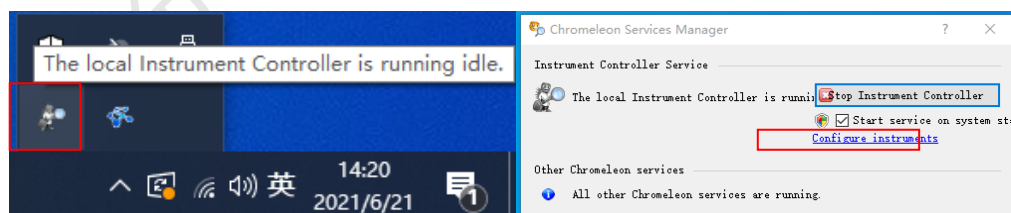


图2 变色龙系统配置图标

如图3所示，右键单击ICS6000(CD)系统，选择Add Module, 在IC-6000 System安装 DC Detector模块。

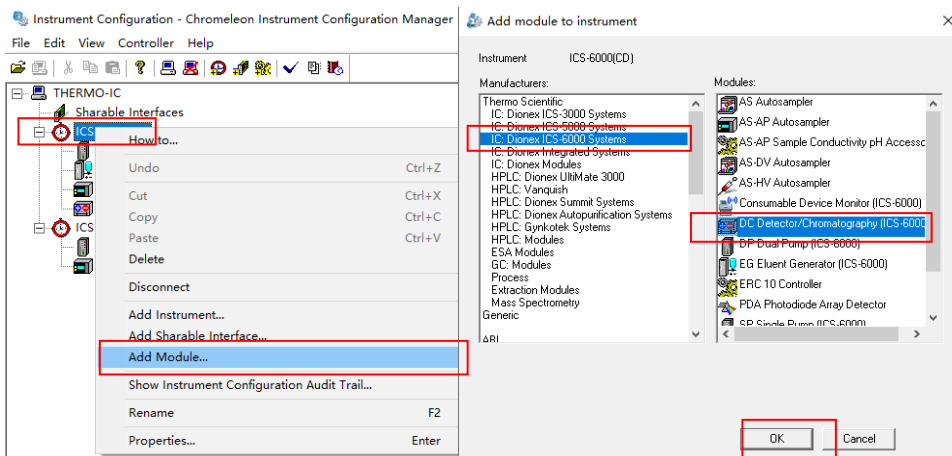


图3 配置DC Detector检测器模块

Step2. 如图4, 设置检测器参数: ①General: Device name: DC, Module Serial选择: 21036101; ②Detectors:勾选CDet1; ③High Pressure Valves: 勾选InjectValve_2; ④Suppressor: 勾选Suppressor 2。至此, 阴离子模式的检测器模块配置完成。

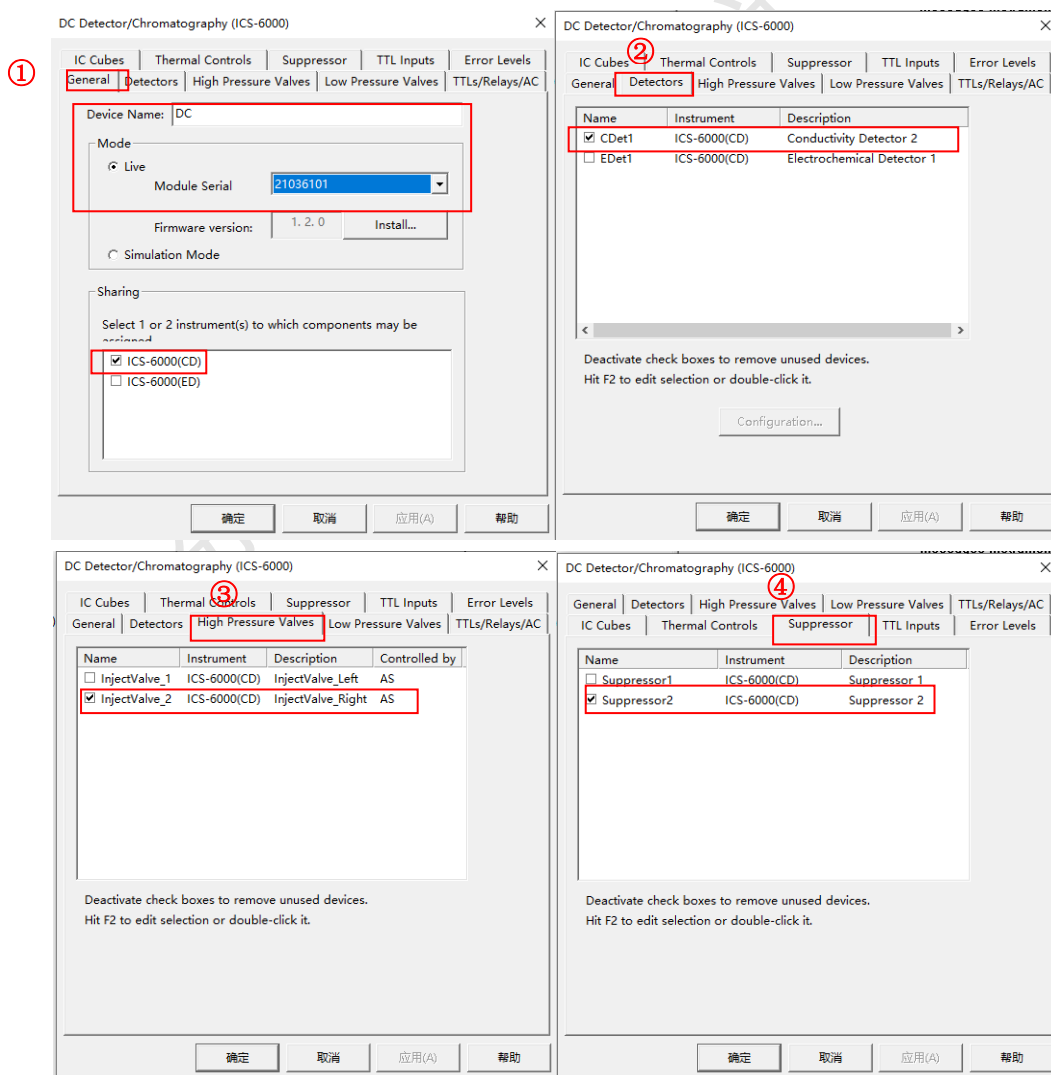


图 4 设置 DC Detector 参数

附录二：阴离子模式管路连接及软件切换

1 管路连接

如图1所示，连接好阳离子系统进样口、抑制器及检测器管路。液体流动方向如图所示所示。

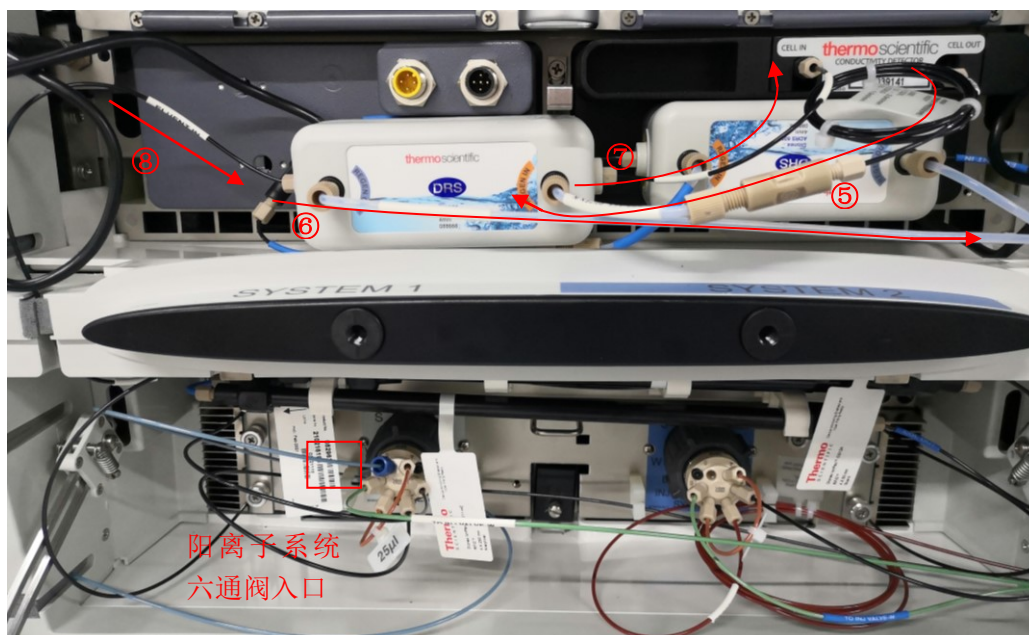
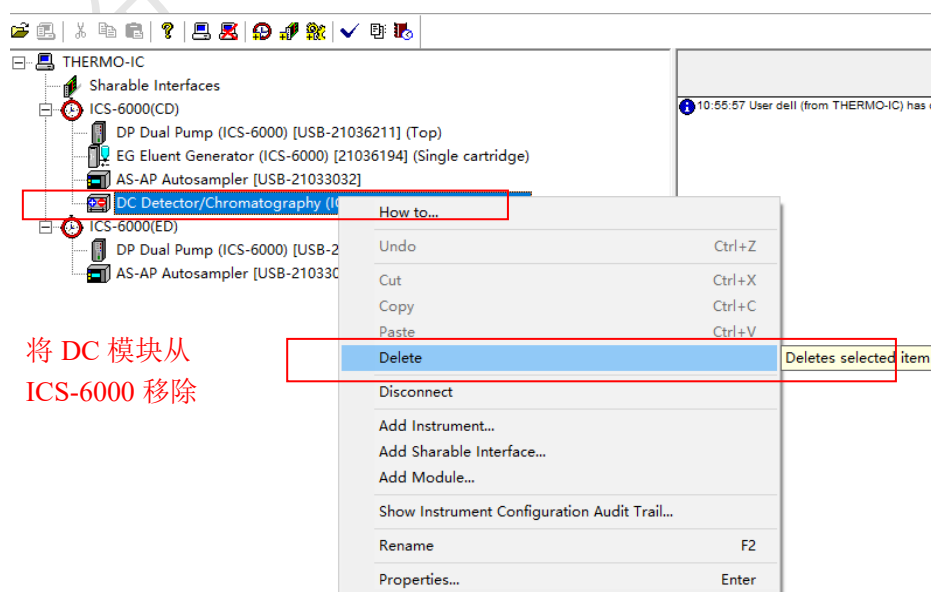


图 1 阳离子系统管路连接

2 系统配置

与阴离子模式相同，首先点击Configure instruments进入仪器配置界面。

Step1. 如图2，若CD检测器配置在ICS-6000（CD）系统中，则首先删除该系统中的CD Detector模块。随后，在ICS-6000(ED)系统中配置DC Dector模块。



将 DC 模块从 ICS-6000 移除

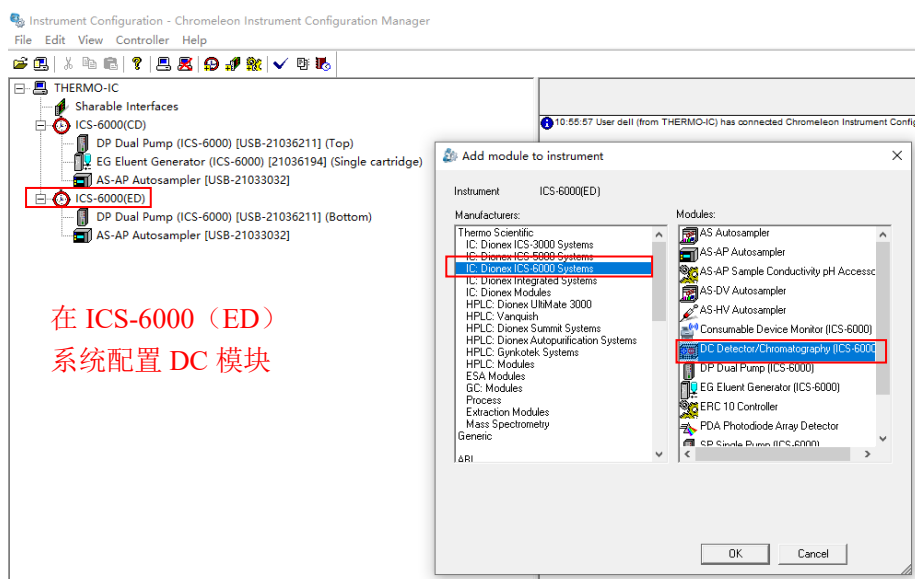


图 2 阳离子系统DC Detector配置

Step2. 如图3, 设置检测器参数: ①General: Device name: DC, Module Serial选择: 21036101; ②Detectors:勾选CDet1; ③High Pressure: InjectValve_1; ④Suppressor: 勾选Suppressor 1。至此, 阳离子模式的检测器模块配置完成。

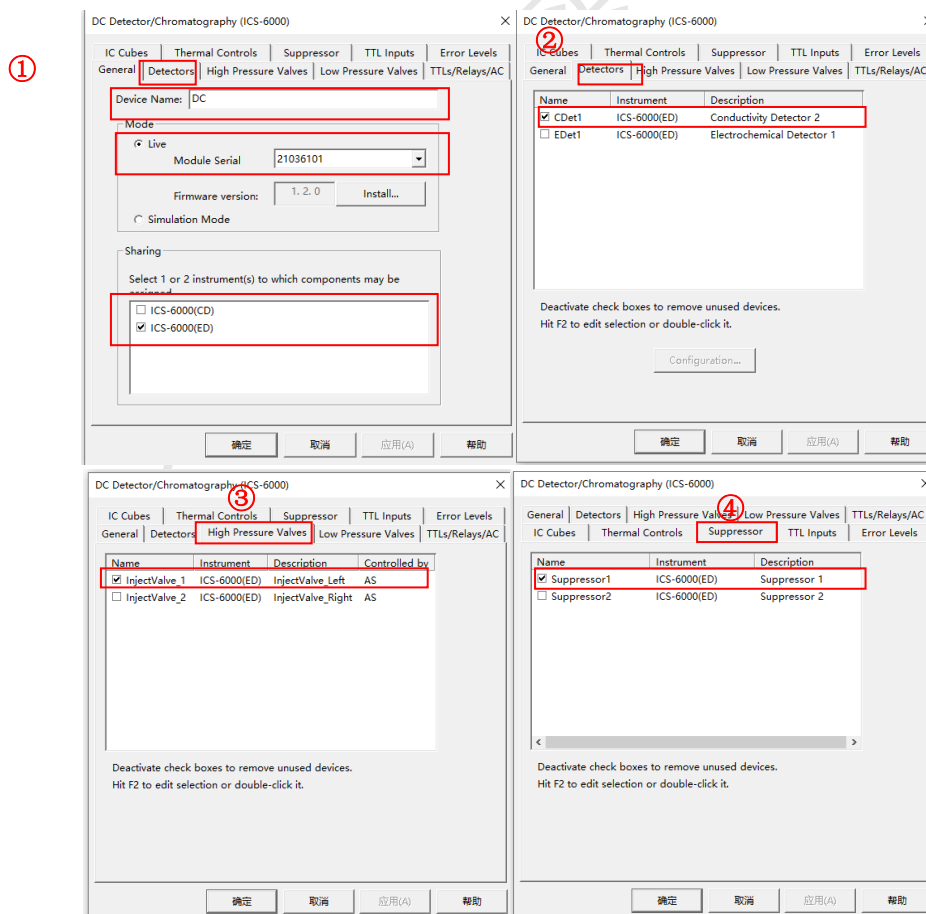


图 3 阳离子系统检测器参数设置

色质谱实验室仪器使用记录													仪器名： <u>离子色谱仪 (ICS6000)</u>	
日期 月.日	使用人	课题组 导师	测试离 子	检测模式 (√)			检测方式 (√)		样品数	文件数据存储 文件夹/序列名称	仪器状态		备注	
				电导 (阴离子)	电导 (阳离子)	电化学	送样	自主			正 常	报 错		
2021.01.01	张三	李四	F、Cl					√	3		√			

**请注意：使用前先检查谱仪状况，一切正常方可操作；一旦开始实验，默认为使用前谱仪状况良好；使用过程中出现故障须立即联系技术员；测试后请及时取回样品。