

Sykam S 150 Plus Ion Chromatography

# 이온크로마토그래피 사용 설명서

GUIDE TO SYKAM ION CHROMATOGRAPHY S 150 PLUS

Ver 1.4

APPLICATION NOTE ANI-01

본 문서는 (주)아주과학에서 공급하는 Sykam S150 Plus 계열의 이온크로마토그래피 작동법을 소개하는 문서입니다.

이온크로마토그래피 사용법 목차는 아래와 같습니다.

1. 기기 전원 인가
2. 이동상 준비
3. 이동상 퍼징 및 서프레스 가동
4. 분석 메소드 설정
5. 시퀀스 작성 및 분석 시작
6. 데이터 처리
7. 장비 종료
8. 양이온 분석 전환
9. Trouble Shooting

위 항목을 반드시 올바른 절차대로 시행해야 합니다.

만약 이러한 절차를 따르지 않고 사용자의 임의 조작 및 분해로 인해 발생한 장비 오작동 및 고장은 전적으로 사용자에게 책임이 있습니다.

따라서 반드시 위 항목들을 숙지하시어 이상 없는 분석 절차를 밟으셔야 합니다.

#### GUIDE TO SYKAM ION CHROMATOGRAPHY

TEL: 031 8086 0688

Email: Info@ajoo.or.kr

## 0. 소개

(주)아주과학에서 공급하는 Sykam S150 Plus IC 의 모식도와 부위별 명칭은 아래와 같습니다.

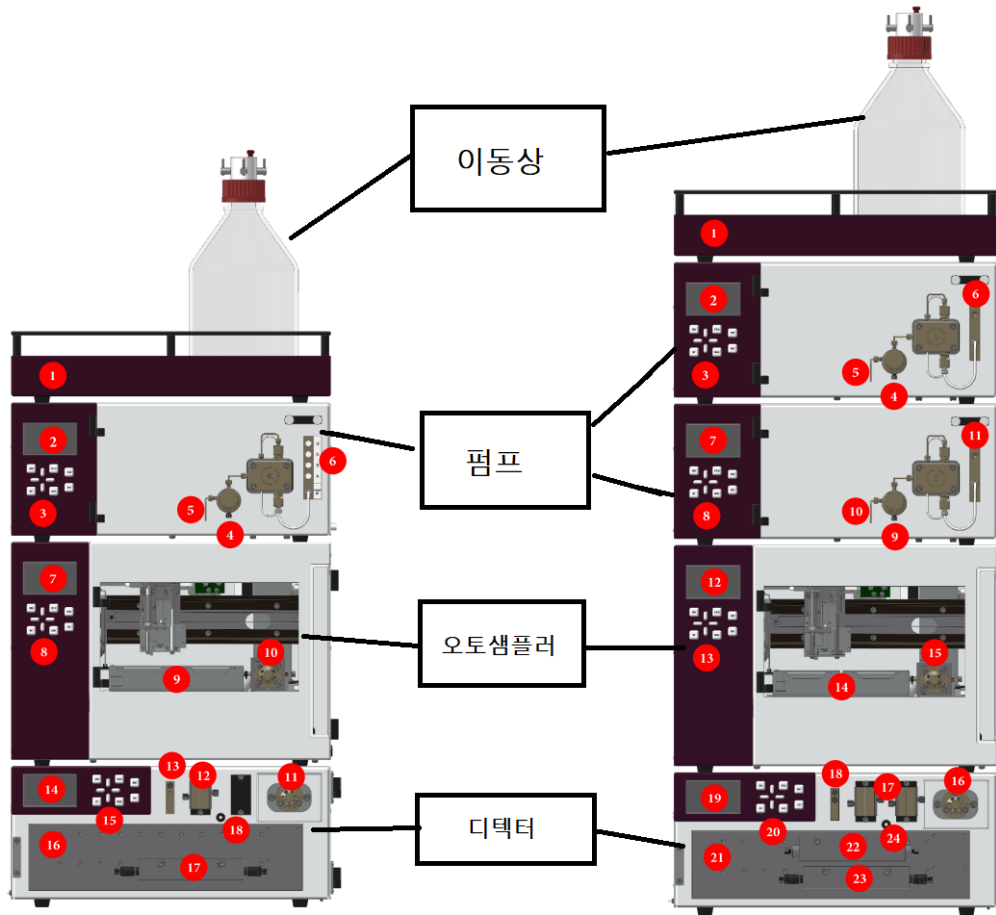


Figure 14: IC System S151+AG/S152+AG Front View

Figure 16: IC System S153+A Front View

좌: S151(S152) 우: S153

S151 혹은 S152는 음이온(양이온) 단일 이온 분석을 위한 장비며

S153은 음이온 양이온 동시 분석을 위한 장비입니다. S153의 경우 펌프가 2개이며 디텍터 채널이 두개 입니다. 각 장비의 부위별 명칭을 이해해야 합니다.

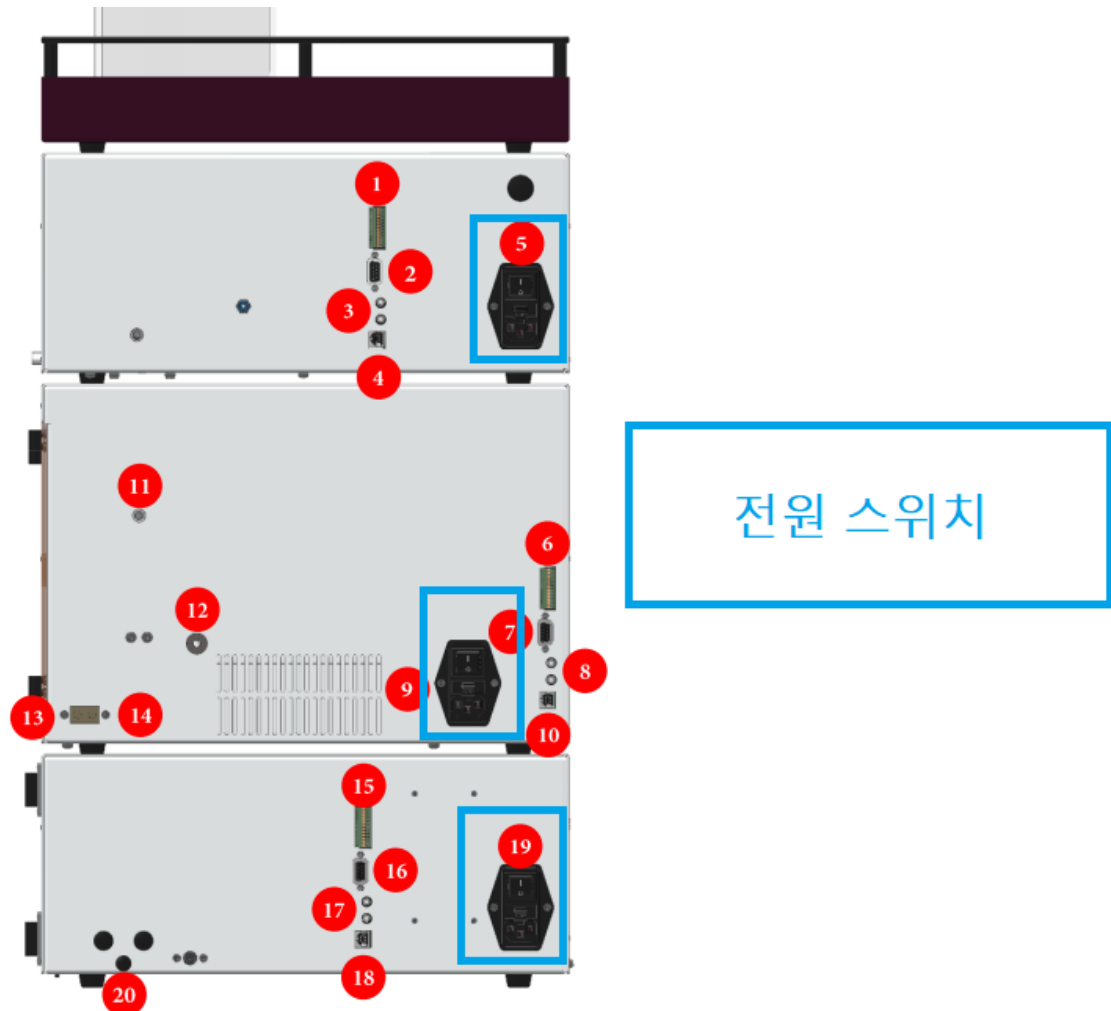
### GUIDE TO SYKAM ION CHROMATOGRAPHY

TEL: 031 8086 0688

Email: Info@ajoo.or.kr

## 1. 장비 전원 인가

먼저 장비의 전원이 꺼져있다면 다음과 같이 기계 뒷면의 스위치를 켜 모든 장비의 전원을 켜줍니다.



전원 스위치를 켜면 장비의 앞쪽 화면이 켜지며 정보가 나오게 됩니다.

## 2. 이동상 및 워싱 용매 준비

이동상의 순도는 분석에 있어 큰 영향을 줄 수 있습니다.

특히 대기 중의 이산화탄소가 이동상에 녹아들기 때문에 가스 압력의 도움을 받지 않는 한 이동상은 최대 2일까지만 사용해야 합니다.

이동상은 항상 분석 조건과 컬럼에 맞는 이동상을 준비해야 합니다.

컬럼의 이름은 컬럼에 붙어있는 스티커에서 확인 가능합니다.



기본적으로 (주) 아주과학에서 공급하는 컬럼별 이동상 조건은 다음과 같습니다.

종류	컬럼 이름	서프레스서 유무	이동상 조건
음이온 분리컬럼	Sykam Ion A01	사용	4mM Na2CO3 + 25 uM NaSCN
음이온 분리컬럼	Sykam Ion A07	사용	4mM Na2CO3 + 25 uM NaSCN
음이온 분리컬럼	Shodex SI-52 4E	사용	3.2 mM Na2CO3
양이온 분리컬럼	Shodex YS-50	병행 가능	4mM MSA
양이온 분리컬럼	Sykam Ion C06	사용	5mM MSA
양이온 분리컬럼	Sykam Ion C01	미사용	1.5mM MSA + 1.0 mM Oxalic Acid +100mg/L 18-crown-6-ether
양이온 분리컬럼	Sykam Ion C07	병행 가능	2.0 mM Oxalic Acid + 2.0 DPA 서프레스서 사용시: 5 mM MSA
참고사항			
* MSA : MethaneSulfonic Acid, 메탄술폰산 CAS No.: 75-75-2			
Oxalic Acid Cas No.:144-62-7		18-Crown-6-ether Cas No.:17455-13-9	
Na2CO3: 탄산나트륨 CAS No.:497-19-8			
모든 이동상 제조에 사용되는 물질은 HPLC Grade 이상이어야 함. 이동상 제조에 사용되는 증류수는 항상 18.2 Mohm 이상이어야 함. 모든 이동상은 제조 후 0.45 um 이하의 멤브레인 필터로 여과돼야 함.			

실험실 내 이동상 제조에 어려움을 겪으시는 경우 (주)아주과학에서 구매 가능합니다.

워싱 용매의 경우 오토샘플러 워싱 용매이며 오토샘플러 뒷면의 Wash 포트에 연결됩니다.

오토샘플러 뒷면에 연결된 작은 유리병이며 유리병에 "AutoSampler Washing Solution"이라고 적혀 있습니다. 이 병은 매일 증류수로 충분히 라인이 잠길 정도로 절반 이상으로 갈아줍니다.

### GUIDE TO SYKAM ION CHROMATOGRAPHY

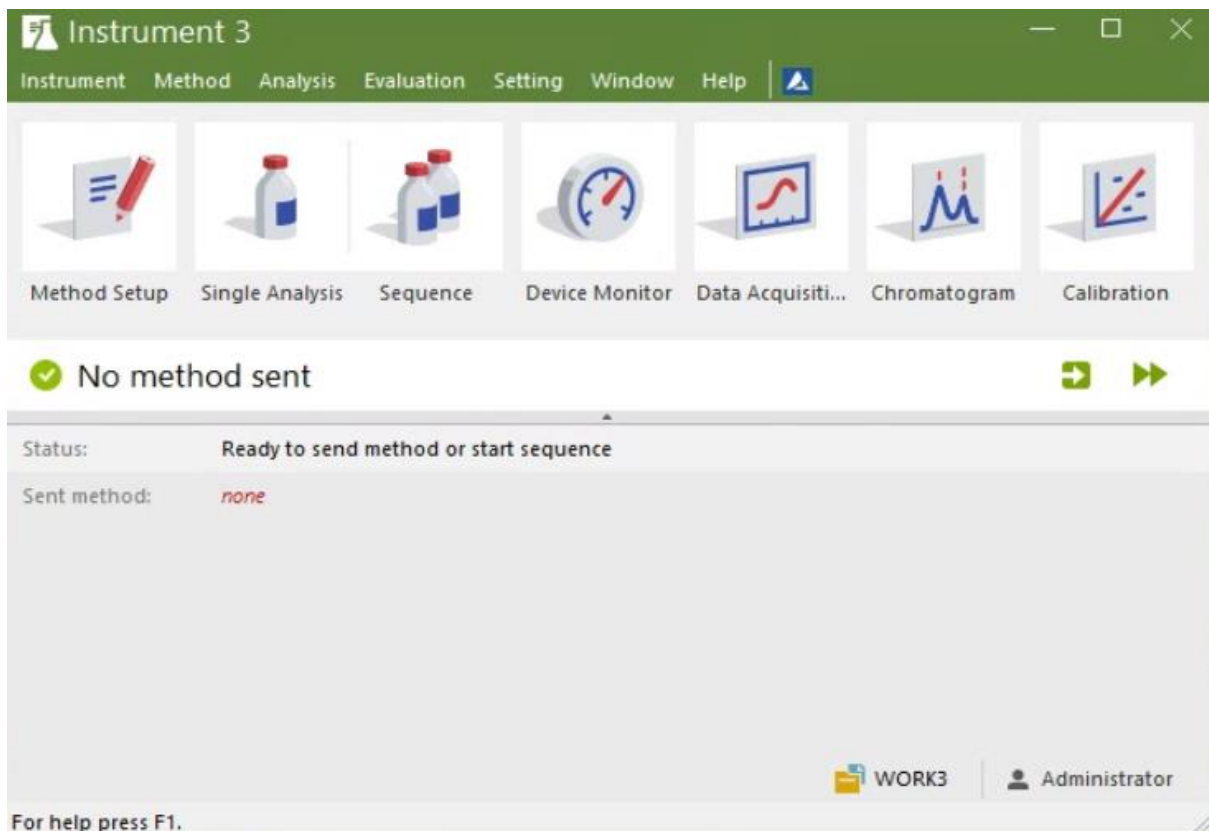
TEL: 031 8086 0688

Email: Info@ajoo.or.kr

### 3. 이동상 퍼징 및 서프레서 가동

이동상을 새로 제조하여 기계에 비치했다면 이제 이동상과 이동상 라인 내의 기포를 빼줘야 합니다. 이러한 과정을 '퍼징' 이라고 합니다.

먼저 컴퓨터의 'Clarity' 소프트웨어를 연 뒤 로그인 해줍니다.



이 중 Device Monitor 를 클릭하여 엽니다.

#### GUIDE TO SYKAM ION CHROMATOGRAPHY

TEL: 031 8086 0688

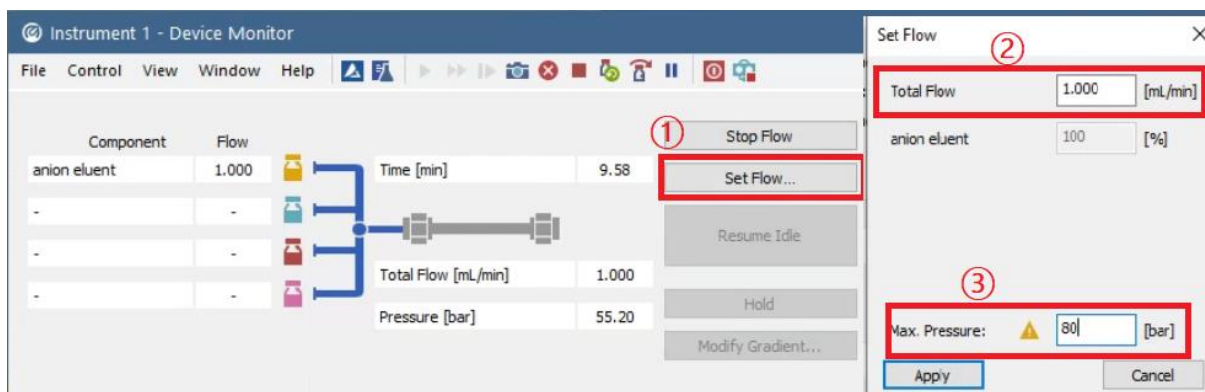
Email: Info@ajoo.or.kr

이제 다시 펌프로 이동해 펌프의 드레인 밸브(Drain Valve)를 반시계 방향으로 두바퀴 돌려 열어줍니다.



드레인 밸브를 열어준 후 Device Monitor 에서 아래와 같이 이동상을 1ml/min 으로 설정합니다.  
혹은 장비 키보드에서 Start + Stop 버튼을 동시에 눌러 Purge 합니다.

이때 반드시 드레인 밸브가 열려있어야 합니다!



이제 드레인 밸브의 왼쪽 라인에서 이동상이 나오는 것을 확인합니다.

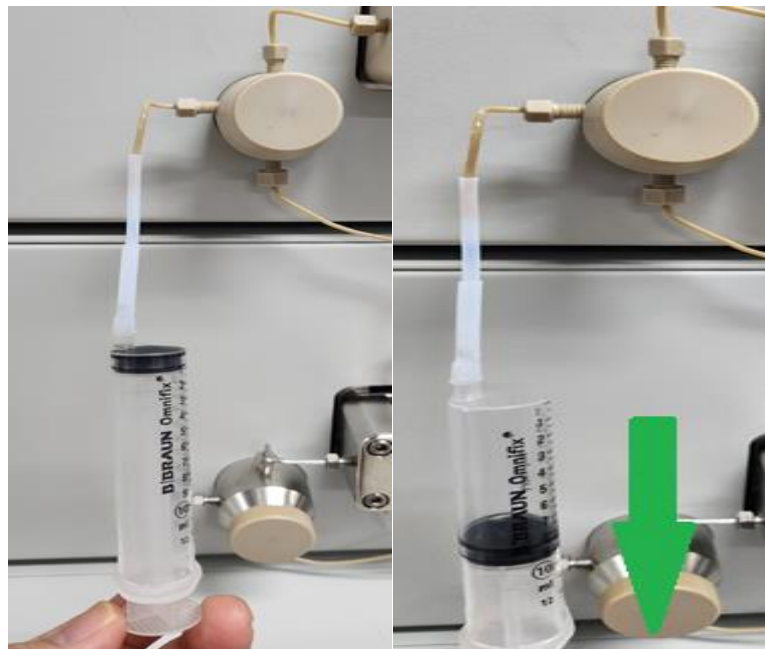
이때 이동상이 나오지 않거나 일정하게 나오지 않고 거품이 끼는 경우 제공된주사기를 이용해야 합니다.

## GUIDE TO SYKAM ION CHROMATOGRAPHY

TEL: 031 8086 0688

Email: Info@ajoo.or.kr

주사기를 아래 사진과 같이 라인에 연결 한 뒤 주사기를 당겨줍니다. 이때 주사기를 당길 때 압력이 느껴져야 합니다.



주사기를 당기면 라인에 잡혀있던 공기방울이 빨려나오게 됩니다.

약 20초 정도 이 상태를 유지해 라인 내의 공기를 충분히 빨아들여 라인 내 기포를 제거했다면 **펌프를 정지시키고** 드레인 밸브를 시계방향으로 돌려 닫습니다.

용액의 퍼징을 완료했다면 이제 Device Monitor 의 Stop Flow를 눌러준 뒤 드레인 밸브를 시계방향으로 돌려 완전히 잠궜습니다.

이후 column에 맞는 flow를 설정한 뒤

### 1. 압력이 일정하게 유지되는지 (최소 30 bar)

-압력의 편차는 1.5 bar 이내여야 합니다. ex) 29.5 ~ 30.3 bar

- 적정 압력의 경우 사용하는 컬럼과 분석 조건에 따라 상이합니다.

### 2. 드레인 밸브에서 새는 곳은 없는지를 반드시 확인합니다.

새는 곳이 없다면 정상적으로 Detector Waste 라인에서 이동상이 나오는 것을 볼 수 있습니다.

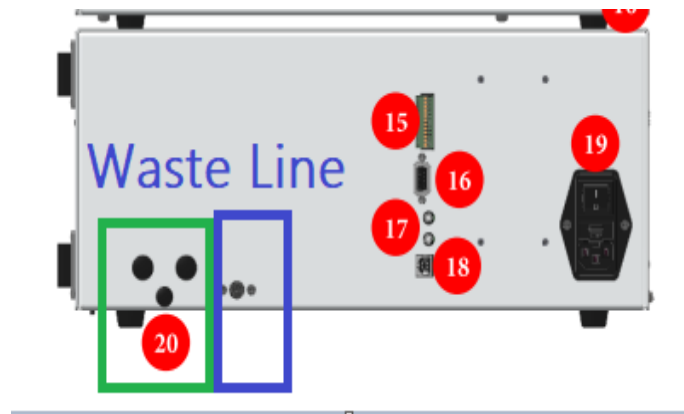
Waste Line의 경우 하단 사진과 같이 디텍터의 뒤쪽에 있으며 라인으로 폐액통으로 연결됩니다.

## GUIDE TO SYKAM ION CHROMATOGRAPHY

TEL: 031 8086 0688

Email: Info@ajoo.or.kr





이때 장비를 2주 이상 사용하지 않았을 경우, 서프레스의 안정화 작업이 필요합니다.  
만약 장비를 자주 가동하는 경우 4. 분석 메소드 설정 항목으로 넘어갑니다.

LC Monitor

No method sent

Component	Flow
A	1.000
B	0.000
C	0.000
D	0.000

Time [min]

Total Flow [mL/min] 1.000

Pressure [bar] 51.20

Stop Flow

Set Flow...

Resume Idle

Hold

Modify Gradient...

**압력이 제대로 걸리는지 확인!!**

S3120 Anion (SN 030523)

Not Ready (Method has not been sent)

Channel-1

Signal: 8.234  $\mu\text{S}/\text{cm}$

Conductivity: 34.899  $\mu\text{S}/\text{cm}$

Autozero

Channel-2

Signal: 277.957  $\mu\text{S}/\text{cm}$

Conductivity: 279.634  $\mu\text{S}/\text{cm}$

Autozero

S3120 Thermostat 1 (SN 030523)

Not Ready (Method has not been sent)

Temperature: 39.89 / 40.0  $^{\circ}\text{C}$

Start Oven

Stop Oven

S3120 Auxiliary 1 (SN 030523)

**서프레스 가동**

Not Ready (Method has not been sent)

Anion Suppressor

Current: - mA

Start

Stop

Cation Suppressor

Current: - mA

Start

Stop

Organic Acid Suppressor

Speed: N/A rpm

Start

Pressure: N/A bar

Stop

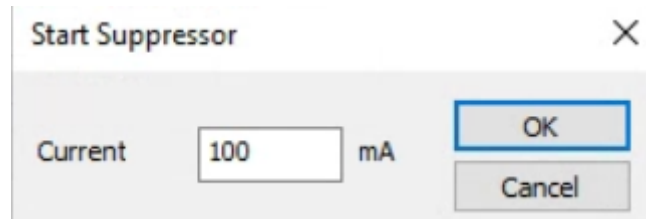
압력과 새는 곳이 없는지 확인 후 사용하는 장비 종류에 맞는 서프레스를 켜줘야 합니다.

## GUIDE TO SYKAM ION CHROMATOGRAPHY

TEL: 031 8086 0688

Email: Info@ajoo.or.kr

서프레스의 'start' 버튼을 누르면 다음과 같이 전류 값을 설정하는 창이 뜹니다.



이때 전류값은 아래를 참고해 입력합니다.

1. A07을 사용하는 음이온 분석의 경우 250 mA
2. C06을 사용하는 양이온 분석의 경우 100 mA

두 값 모두 기본 전류값의 5배값들이며 2시간 동안 안정화 작업을 거칩니다.

이때, 서프레스에 전류가 흐르게 되면 waste 라인에서 기포가 보이게 됩니다.

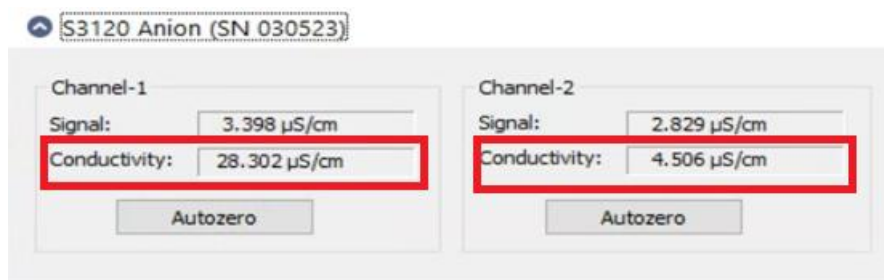


왼쪽의 사진과 같이 라인에서 기포가 보이기 시작합니다. 만약 20초 이내로 기포가 나오지 않을 경우, 그 즉시 서프레스 가동을 중단한 뒤

3. 이동상 퍼징 항목의 처음부터 다시 점검해야 합니다.

Waste 라인에서 정상적으로 기포가 나오고 있다며 정상적으로 서프레스가 가동되고 있음을 의미합니다.

1~2 시간의 시간이 지났다면 이제 다시 일반 전류 값으로 설정합니다. 음이온의 경우 50mA, 양이온의 경우 20 mA 입니다.



음이온의 경우: 채널의 Conductivity가 20~28 uS/cm 이하로 떨어질 때 까지

양이온의 경우: 채널의 Conductivity가 700 nS/cm 이하로 떨어질 때 까지

장비를 자주 사용할수록 보다 빠르게 떨어집니다.

## GUIDE TO SYKAM ION CHROMATOGRAPHY

TEL: 031 8086 0688

Email: Info@ajoo.or.kr

이동상 종류 및 유속 별로 최적의 서프레스서 전원 값은 아래와 같습니다.

음이온: 전류값(mA) =  $\sum[\text{배위수} \times \text{농도(mM)}] \times \text{유속}^2 \text{ (ml/min)} \times 3 + 10$

양이온: 전류값(mA) =  $\sum[\text{배위수} \times \text{농도(mM)}] \times \text{유속}^2 \text{ (ml/min)} \times 3 + 5$

만약 음이온 이동상을 4 mM 탄산나트륨, 1 mM 중탄산나트륨 용액 1.500 ml/min으로 사용한다면

$[2 \times 4 + 1 \times 1] \times 1.5 \times 1.5 \times 3 + 10 = 70.75$ , 약 70 mA 를 설정하면 됩니다.

만약 양이온 이동상으로 5 mM MSA 용액을 0.8 ml/min으로 사용한다면

$[1 \times 5] \times 0.8 \times 0.8 \times 3 + 5 = 14.6$  약 15 mA 를 설정하면 됩니다.

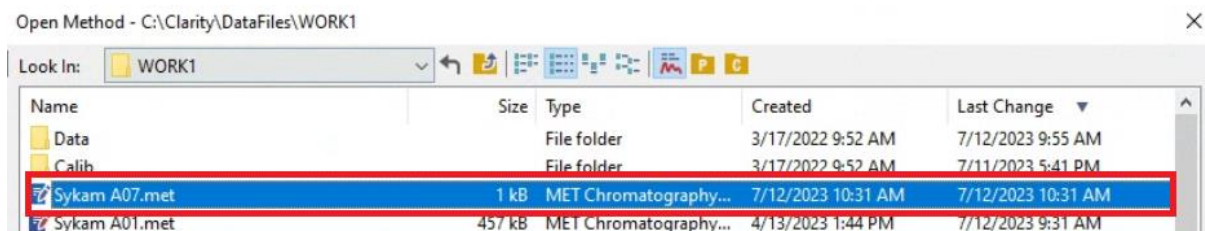
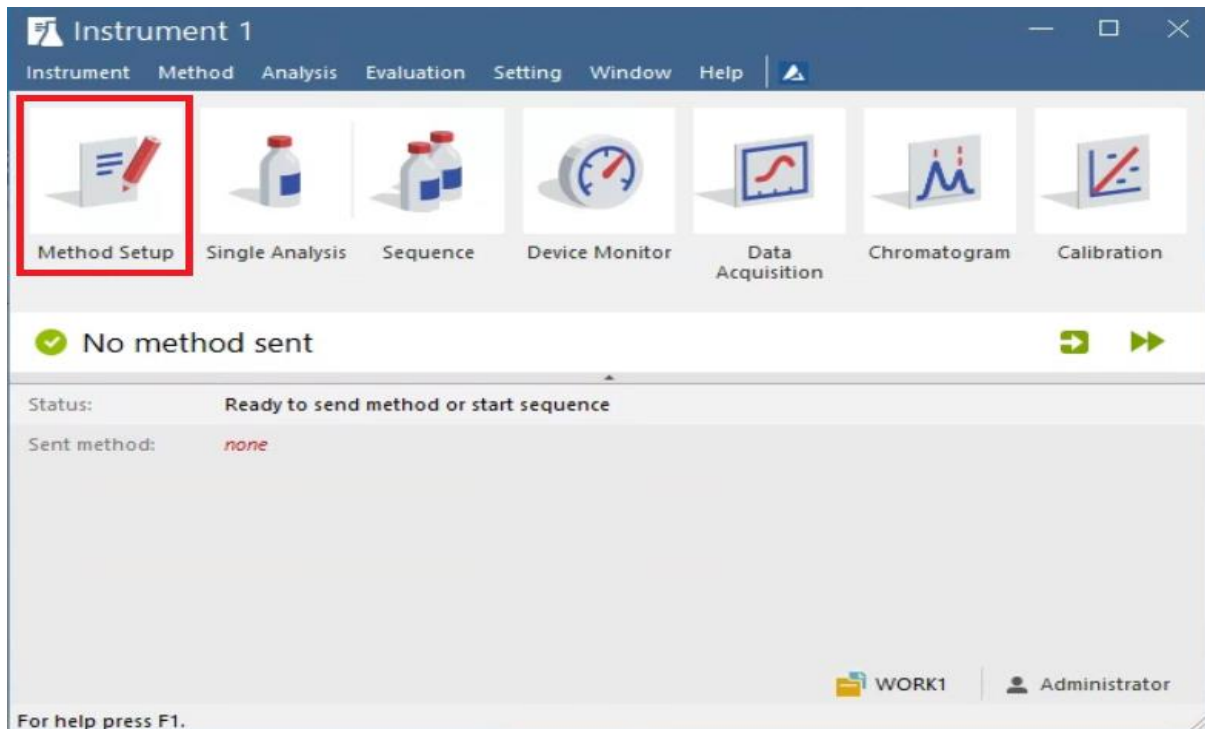
해당 공식은 단순한 참고사항이며 5~ 10 mA 정도의 변화는 분석 결과에 큰 문제가 생기지 않습니다. 일반적으로 최적값보다 5 ~ 10 mA를 올려 사용하는 것이 분석 내 발생할 수 있는 불순물에 의한 베이스라인 흔들림을 방지해줍니다.

만약 극미량 ( 100 ppb 이하)의 높은 정확성, 정밀성이 필요하다면 전류값을 낮추는 것이 도움될 수 있습니다.

만약 수산화 용리액을 이동상으로 사용하는 경우, 보다 높은 전류값이 도움될 수 있습니다.

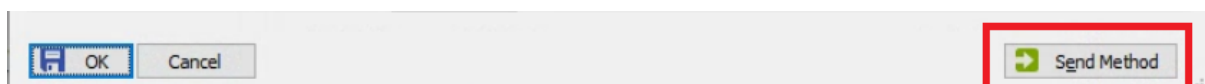
#### 4. 분석 메소드 설정

만약 기계를 자주 사용해 3번 항목의 서프레스서 가동을 하지 않았거나 서프레스서 가동 후 충분히 안정적이고 낮은 Baseline Conductivity를 얻었다면 이제 분석에 사용될 메소드를 불러와야 합니다.



Instrument Window에서 “method setup” 을 누른뒤 Open을 눌러 알맞은 메소드를 불러옵니다.

이때 항상 컬럼과 분석 조건에 맞는 메소드를 불러와야 합니다.



메소드를 불러온 뒤 하단의 “Send Method,,” 를 눌러 장비로 메소드를 보내줍니다.

만약 적합한 메소드가 없거나, 메소드 수정이 필요한 경우  
전문가에게 상담하는 것을 추천드립니다.

#### GUIDE TO SYKAM ION CHROMATOGRAPHY

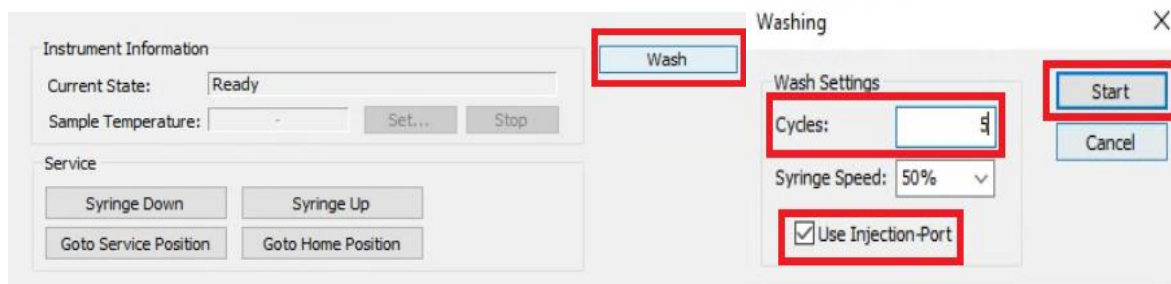
TEL: 031 8086 0688

Email: Info@ajoo.or.kr

## 5. 분석 시퀀스 작성 및 분석 시작

먼저, 오토샘플러 워시를 시작합니다.

Device Monitor의 S5300 항목에서 Wash 버튼을 누른 뒤 아래와 같이 설정하여 시작합니다.



워싱이 시작되면 Washing Solution 유리병 옆에 Drain 유리병에 있는 라인 끝에서 물방울이 일정하게 똑똑 떨어져야 합니다. 그렇지 않다면 워시를 더 진행하고, 워시를 반복해서 진행해도 물방울이 떨어지지 않는다면 전문가에게 도움을 요청해야 합니다.

오토샘플러 워싱이 완료됐다면 이제 분석 시퀀스를 작성할 차례 입니다.

시퀀스란 진행할 분석이 어떤 순서로 어떻게 진행될지를 결정하는 단계입니다.

Instrument Window 에서 시퀀스를 눌러 시퀀스창을 불러옵니다.

Status	Run	SV	EV	I/V	Sample ID	Sample	Sample Amount	ISTD 1 Amount	Sample Dilut.	Inj. Vol. (μL)	File Name	Sample Type	Lvl	Method Name	Report Style	Open	Open Calib.	Print
1	<input checked="" type="checkbox"/>															<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>

Run을 체크하여 1번을 활성화 해줍니다.

Status	Run	SV	EV	I/V	Sample ID	Sample	Sample Amount	Inj. Vol. (μL)	File Name	Sample Type	Lvl	Method Name
1	<input checked="" type="checkbox"/>	1		1	1		0.000	0.000	%q_%R_%3n	Unknown		Noname
2	<input type="checkbox"/>											

Sequence 항목에서 중요한 것들은 다음과 같습니다.

SV(EV) : Start Vial, 몇번 바이알을 분석 할지

I/V: 해당 바이알을 몇번 반복 분석 할지

Sample(Sample ID): 샘플 이름

Inj.Vol.: 샘플 주입량 ( 샘플 루프 용량의 1.5배로 설정, 샘플 루프의 용량이 20ul 일 경우 30ul)

File Name: 분석 결과 크로마토그램이 저장될 형식을 지정

Sample Type: 샘플의 종류 결정(Bypass의 경우 인젝션 안 함)

### GUIDE TO SYKAM ION CHROMATOGRAPHY

TEL: 031 8086 0688

Email: Info@ajoo.or.kr

## Method Name: 분석에 사용될 메소드 지정

위와 같은 점을 참고하여 아래와 같이 분석 시퀀스를 작성할 수 있습니다.

Method Name

C:\Clarity\WDataFiles\W...

Noname

Noname

메소드의 경우 왼쪽과 같이 아래 화살표를 누르면 불러올 수 있습니다.

Status	Run	SV	EV	I/V	Sample ID	Sample	Inj. Vol. [μL]	File Name	Method Name	Sample Type
1	<input checked="" type="checkbox"/>	1	1	5	bypass		50.000	%q_%R_%3n%i	Sykam A01	Bypass
2	<input checked="" type="checkbox"/>	2	2	3	blank		50.000	%q_%R_%3n%i	Sykam A01	Unknown
3	<input checked="" type="checkbox"/>	3	3	3	std	10 ppm	50.000	%q_%R_%3n%i	Sykam A01	Unknown
4	<input checked="" type="checkbox"/>	4	4	3	std	8 ppm	50.000	%q_%R_%3n%i	Sykam A01	Unknown
5	<input checked="" type="checkbox"/>	5	5	3	std	4 ppm	50.000	%q_%R_%3n%i	Sykam A01	Unknown
6	<input checked="" type="checkbox"/>	6	6	3	std	2 ppm	50.000	%q_%R_%3n%i	Sykam A01	Unknown
7	<input checked="" type="checkbox"/>	7	7	2	sample	1	50.000	%q_%R_%3n%i	Sykam A01	Unknown
8	<input checked="" type="checkbox"/>	8	8	2	sample	2	50.000	%q_%R_%3n%i	Sykam A01	Unknown
9	<input type="checkbox"/>									

위와 같은 시퀀스 작성을 예시로 들 수 있습니다.

시퀀스를 어떻게 작성하나는 전적으로 사용자가 어떻게 분석할지에 달려있습니다.

교정 파일(Calibration)작성을 위한 분석 역시 자신이 수행하려는 공정서에 맞게 설정해야 합니다.

분석 준비가 됐다면 상단의 파란색(초록색) 화살표를 눌러 분석을 시작합니다.

이제 분석이 시작되어 오토샘플러가 움직이시 시작하면 결과를 실시간으로 확인합니다.

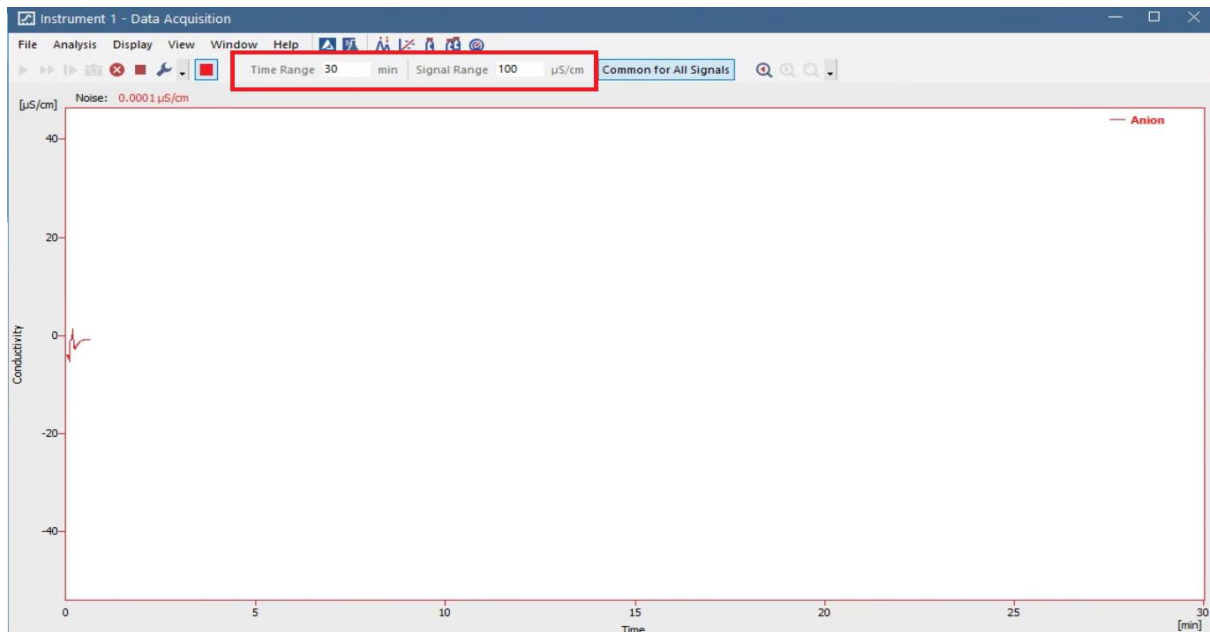
먼저 Instrument Window 에서 "Data Acquisition,, 으로 이동합니다.



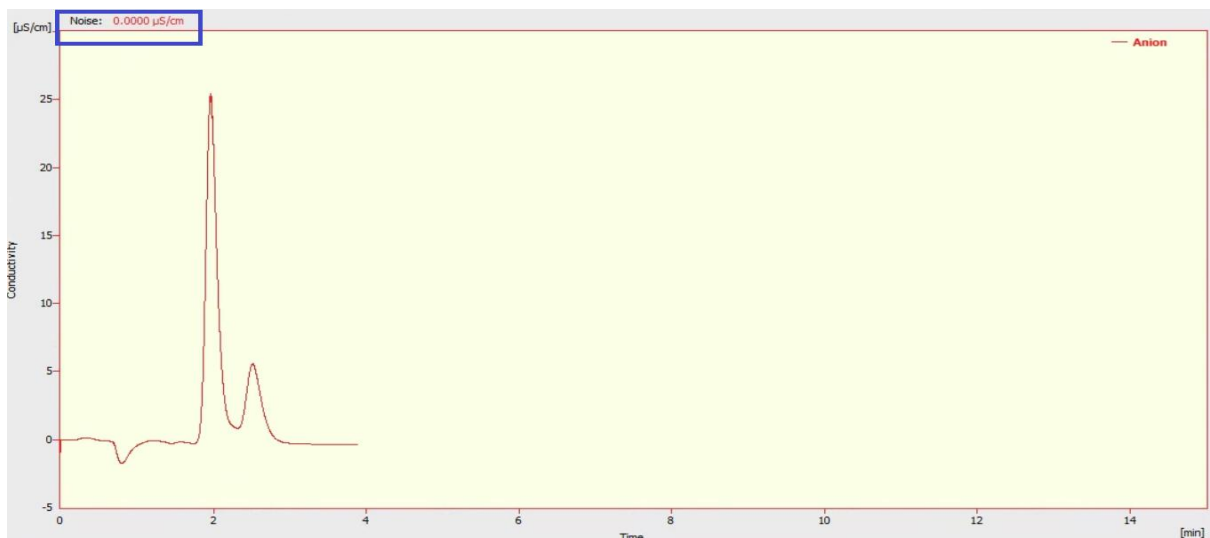
## GUIDE TO SYKAM ION CHROMATOGRAPHY

TEL: 031 8086 0688

Email: Info@ajoo.or.kr



위 사진과 같이 Data Acquisition은 실시간으로 장비의 신호(디텍터 시그널)를 확인할 수 있습니다.  
 위 빨간색 박스 안의 부분은 데이터의 X축, Y축의 크기(Scale)를 결정할 수 있습니다.



분석이 시작되면 위와같이 배경 화면이 노란색으로 바뀝니다.



분석중이면 Instrument Window에서 위와 같은 창을 볼 수 있습니다.

## GUIDE TO SYKAM ION CHROMATOGRAPHY

TEL: 031 8086 0688

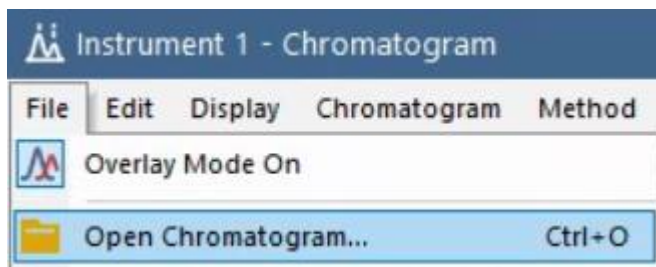
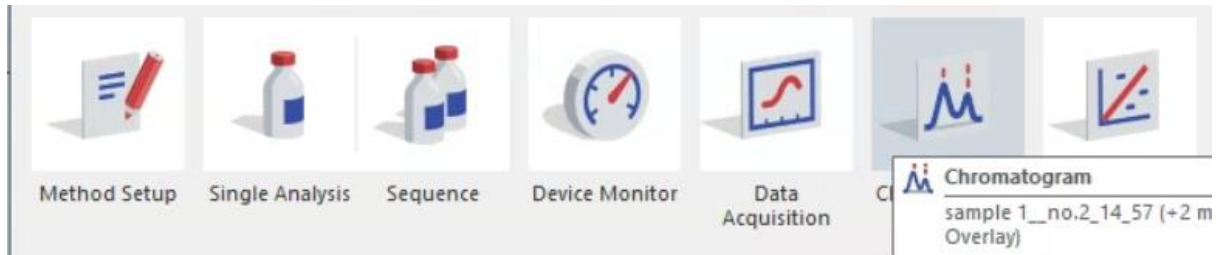
Email: Info@ajoo.or.kr



## 6. 데이터 처리

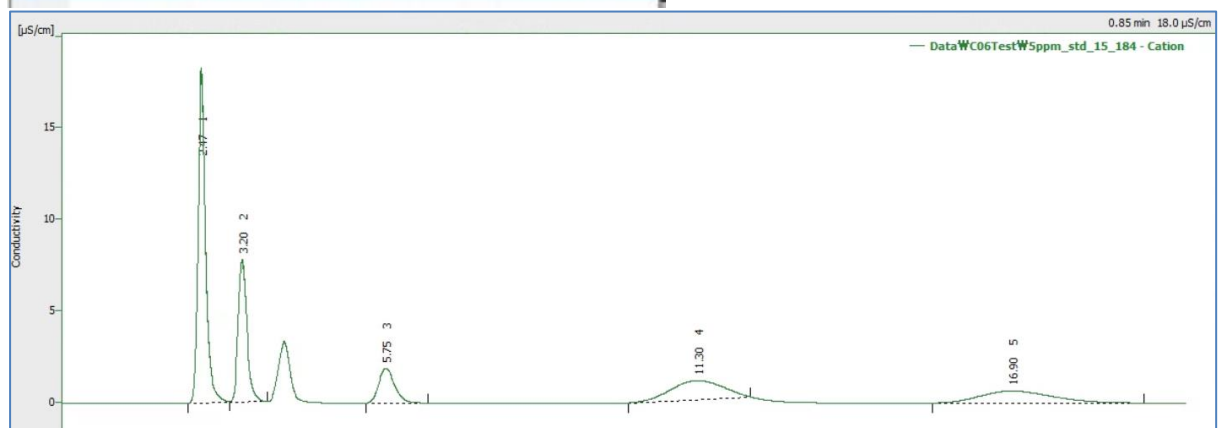
이제 분석이 끝났다면, 분석 결과 크로마토그램 데이터를 가공해야 합니다.

먼저 Instrument Window 에서 “Chromatogram,, 을 클릭합니다.



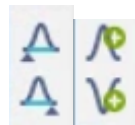
좌측 상단의 File -> Open Chromatogram 으로 분석 크로마토그램을 불러옵니다.

먼저 표준품 크로마토그램을 불러옵니다.



위 그림과 같이 각 Peak 들의 적분이 제대로 되지 않았다는 것을 확인할 수 있습니다.

이 경우 각 Peak 들의 적분선을 제대로 정해줘야 합니다.



이 경우 왼쪽 메뉴의 아이콘을 이용해 피크의 적분을 수정할 수 있습니다.



는 피크의 시작점을,



는 피크의 끝점을 설정합니다.



의 경우 피크를 추가할 수 있으며



는 피크를 삭제할 수 있습니다.

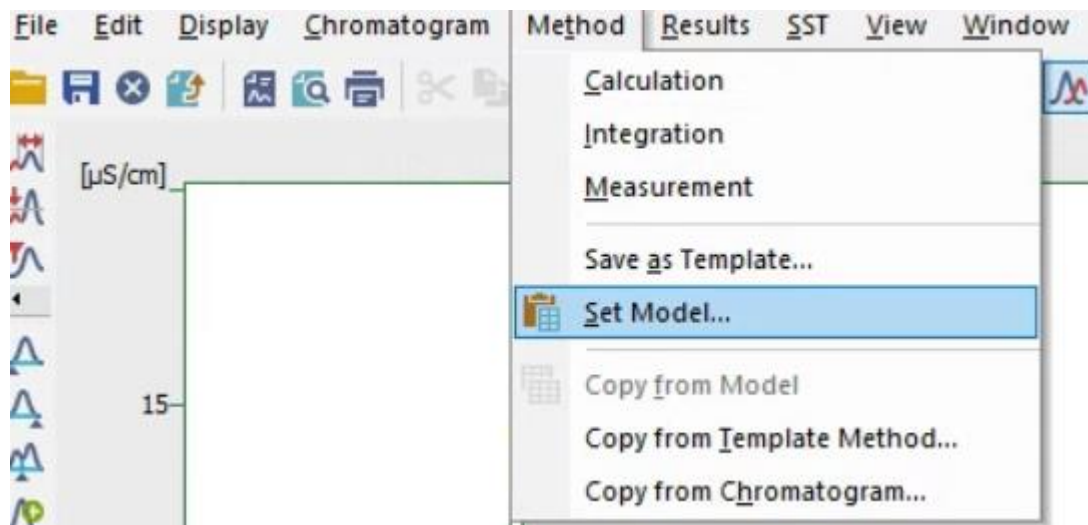
### GUIDE TO SYKAM ION CHROMATOGRAPHY

TEL: 031 8086 0688

Email: Info@ajoo.or.kr

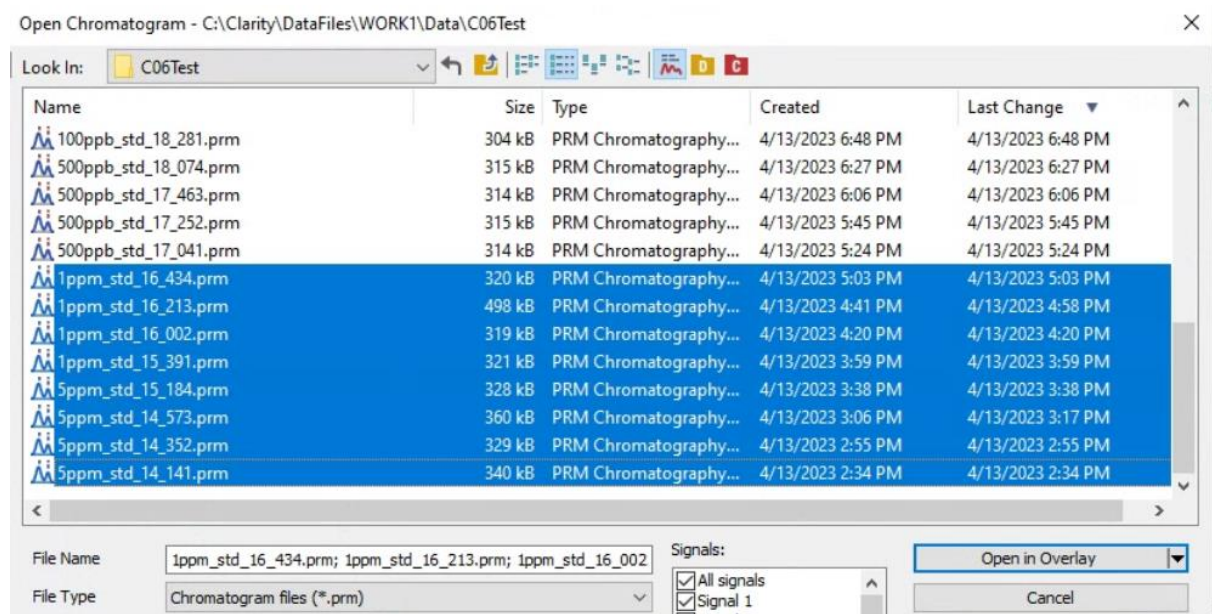


이제 적분을 완료했다면 동일한 적분을 분석된 모든 크로마토그램에 적용할 필요가 있습니다.  
이 방법의 경우 여러가지 방법이 있는데, 가장 간단한 것부터 알아보겠습니다.



먼저 적분이 끝난 크로마토그램을 연 뒤 상단 메뉴바에서 Method -> Set Model을 클릭합니다.  
그 뒤 좌상단의 File 을 눌러 “Overlay Mode on” 을 클릭합니다. 이는 여러 개의 크로마토그램을 겹쳐서 볼 수 있게 해주는 기능입니다.

이제 분석된 표준품(Std) 크로마토그램을 모두 불러옵니다

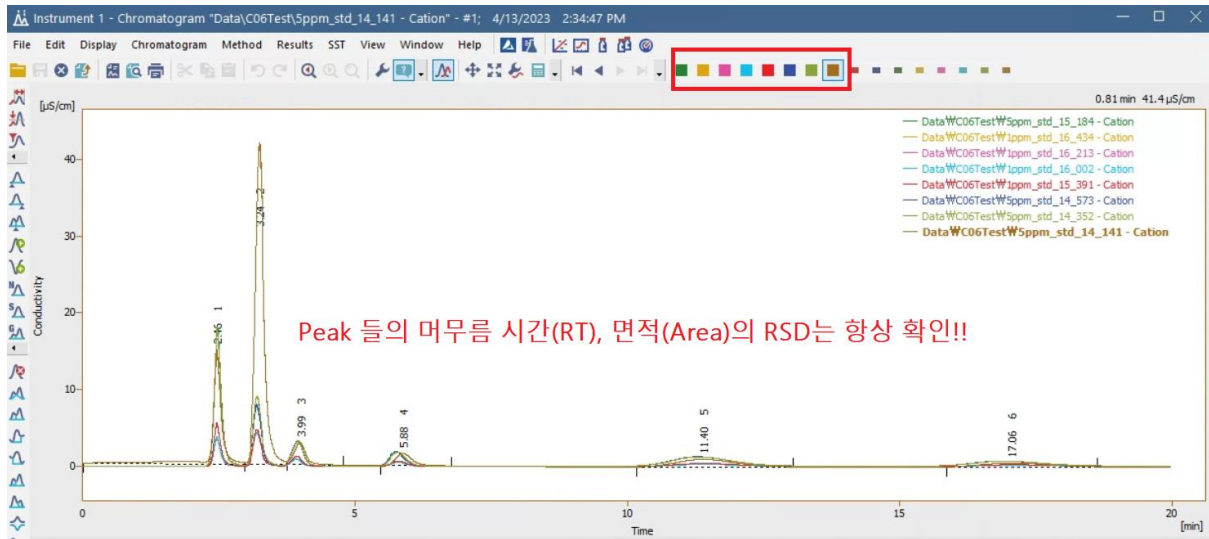


크로마토그램을 불러오면 오버레이모드로 다음과 같이 나타납니다.

## GUIDE TO SYKAM ION CHROMATOGRAPHY

TEL: 031 8086 0688

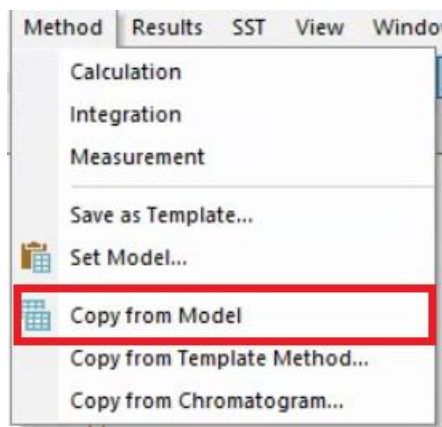
Email: Info@ajoo.or.kr



위와 같이 여러개의 크로마토그램을 볼 수 있는데, 이때 항상 Peak들이 일정하게 겹치는지 확인해야 합니다. 만약 피크의 RT 값(끝 봉우리 시간값)이 흔들린다면 좀 더 많은 안정화 시간을 가지거나 분석시간을 늘려야 합니다.



확인을 했으면 이제 상단의 의 색칠된 네모박스를 클릭합니다.  
클릭할경우 해당 색에 맞는 크로마토그램이 열립니다.



이후 상단 메뉴에서 Method -> Copy From Model을 누릅니다. 이것을 누르면 방금 적분을 끝냈던 크로마토그램의 적분 정보가 복사 -> 붙여넣기가 됩니다.

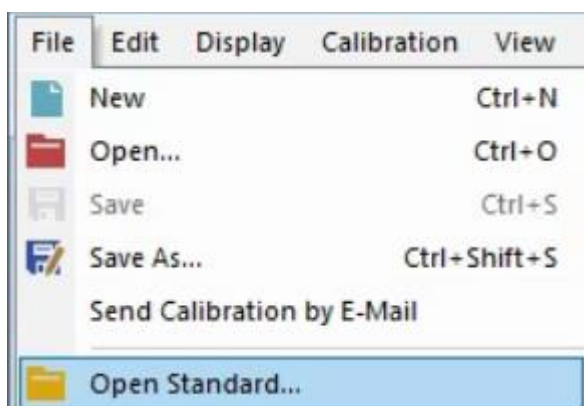
같은 방법으로 분석된 샘플, 표준품 크로마토그램을 모두 적분해줍니다.

## GUIDE TO SYKAM ION CHROMATOGRAPHY

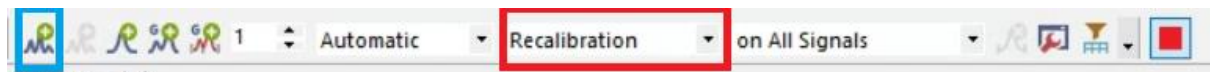
TEL: 031 8086 0688

Email: Info@ajoo.or.kr

적분이 끝났다면 이제 검량선 작성(교정; Calibration)을 할 차례입니다.  
Instrument Window 에서 **"Calibration,,** 을 클릭합니다.



좌측 상단에서 File -> Open Standard를 클릭하여  
표준품 크로마토그램을 불러옵니다.



이때 같은 농도의 표준품을 반복 분석 했을 경우 상단 빨간색 박스 부분을 Recalibration로 바꿔줍니다.그 뒤 왼쪽 파란색 박스 부분인 "Add All" 아이콘을 클릭합니다.

Recalibration: 새로 불러온 피크 정보를 동일한 Table(Level)에 저장

Calibration: 새로 불러온 피크 정보를 새로운 Table(Level)에 저장

## GUIDE TO SYKAM ION CHROMATOGRAPHY

TEL: 031 8086 0688

Email: Info@ajoo.or.kr

	Used	Compound Name	Reten. Time	Left Window	Right Window	Peak Color	Manual Resp. Factor	Response	Level 1 Amount	Resp. Fact
1	<input checked="" type="checkbox"/>	Lithium	2.473	0.200 min	0.200 min		0.0000	171.4733	5.000	0.0292
2	<input checked="" type="checkbox"/>	Soidum	3.197	0.200 min	0.200 min		0.0000	85.3062	5.000	0.0586
3	<input checked="" type="checkbox"/>	Ammonium	3.947	0.200 min	0.200 min		0.0000	48.3513	5.000	0.1034
4	<input checked="" type="checkbox"/>	Potassium	5.755	0.200 min	0.200 min		0.0000	37.2029	5.000	0.1344
5	<input checked="" type="checkbox"/>	Kalsium	11.297	0.200 min	0.200 min		0.0000	88.4239	5.000	0.0565
6	<input checked="" type="checkbox"/>	Magnesium	16.897	0.200 min	0.200 min		0.0000	58.3762	5.000	0.0857
	<input type="checkbox"/>									

이제 해당 피크의 물질명과 함량을 기입합니다.

만약 동일한 농도의 크로마토그램이 또 있다면 같은 방법으로 불러와 Add All 을 합니다.

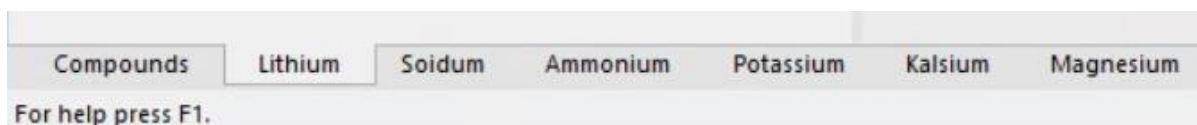
한 농도의 교정이 완료됐으면, 이제 다른 농도의 표준품 크로마토그램을 불러옵니다.



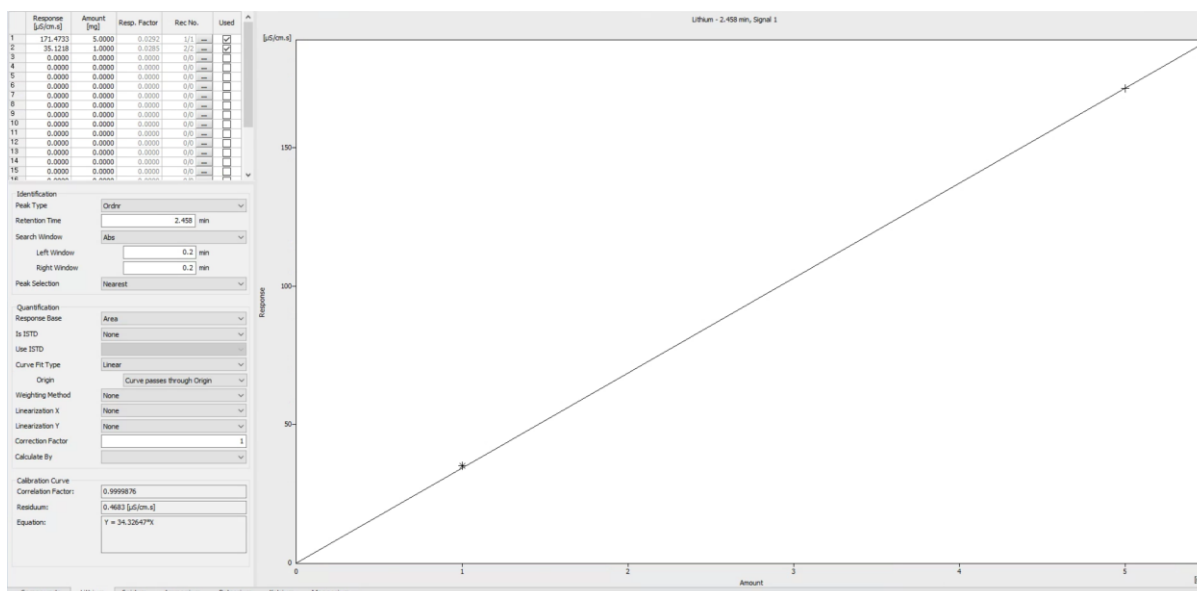
불러온 후 상단 메뉴바에서 빨간색 박스 부분의 화살표를 이용해 Level을 2로 만들어 줍니다.

이후 동일한 방법으로 Add All을 누른 뒤 농도를 기입합니다.

같은 방법으로 모든 농도의 표준품 크로마토그램을 이용해 교정을 완료했으면 하단 메뉴에 물질명의 탭이 생긴 것을 알 수 있습니다.



하단의 물질명 탭을 클릭하면, 각 물질별 상세 검량선(교정곡선)을 보여줍니다.



여기서 가장 중요한 부분은 아래와 같습니다.

## GUIDE TO SYKAM ION CHROMATOGRAPHY

TEL: 031 8086 0688

Email: Info@ajoo.or.kr

Quantification

Response Base: Area

Is ISTD: None

Use ISTD:

Curve Fit Type: Linear

Origin: Curve passes through Origin

Weighting Method: None

Linearization X: None

Linearization Y: None

Correction Factor: 1

Calculate By:

Calibration Curve

Correlation Factor: 0.9999876

Residuum: 0.4683 [μS/cm.s]

Equation: Y = 34.32647\*X

### Correlation Factor(상관계수, R<sup>2</sup>):

이 값은 모든 물질들이 항상 0.999 이상이어야 합니다.

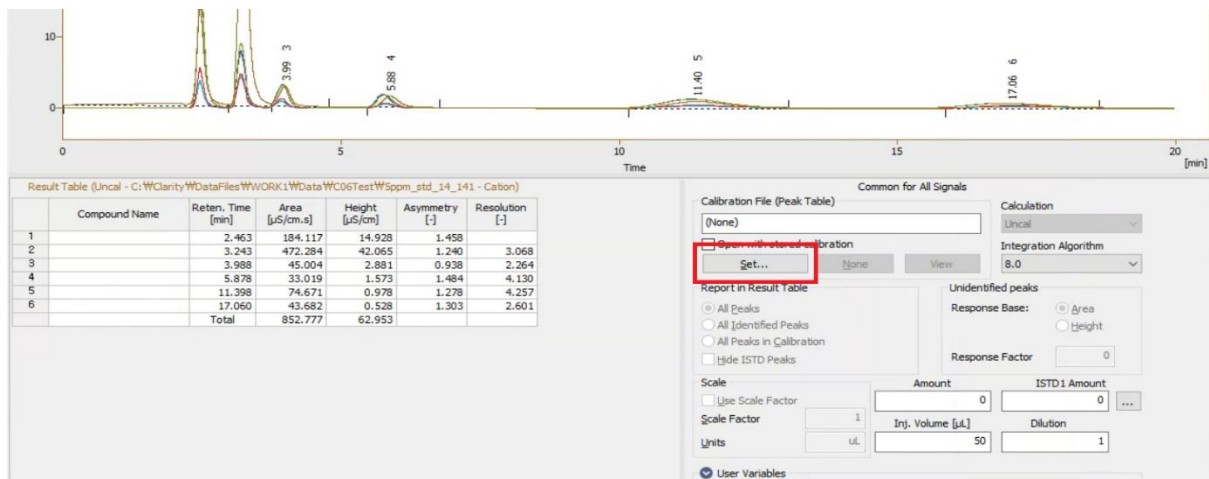
만약 그렇지 못하다면 이는 표준품 제조가 잘못됐다는 것을 의미합니다.

표준품 제조를 반복적으로 했는데도 동일한 증상이 있다면 오토샘플러의 문제를 의심해볼 수 있습니다.

**Origin:**검량선이 원점을 지나는지 안 지나는지를 결정합니다.

만약 샘플을 희석하는데 사용된 증류수에 Chloride, Sodium 함량이 높다면 "ignore Origin," 을 선택해 Correlation Factor의 값을 올릴 수 있습니다.

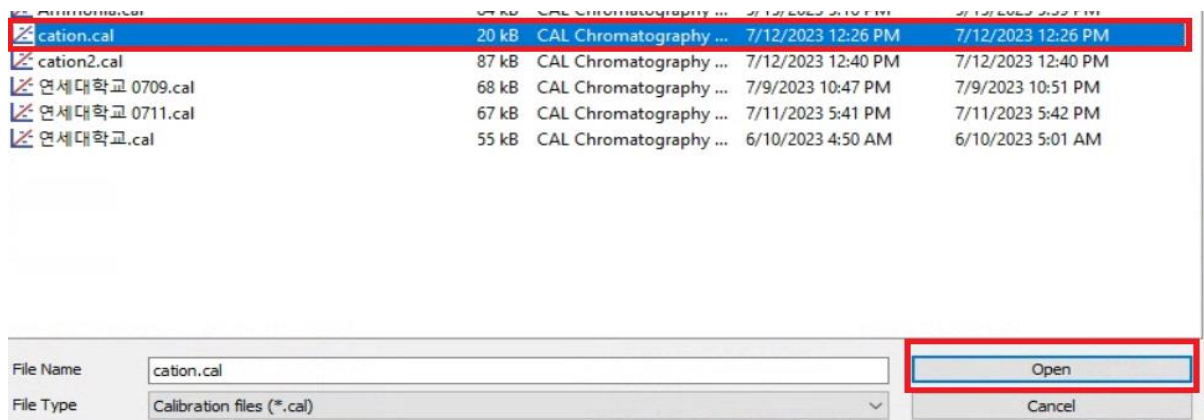
이제 교정 파일 작성이 완료됐으면 저장한 뒤 다시 크로마토그램창으로 옵니다.



## GUIDE TO SYKAM ION CHROMATOGRAPHY

TEL: 031 8086 0688

Email: Info@ajoo.or.kr



이제 크로마토그램 창의 우측 하단의 Calibration 영역에서 Set 버튼을 클릭해 방금 저장한 교정 파일을 불러옵니다.

그 뒤 우측 하단의 Scale Factor를 체크한 뒤 Units 에 ppm을 적습니다.

※ ppb 혹은 ppt 단위를 사용하신다면 해당 단위를 적으시면 됩니다.

정상적으로 불러 왔다면 아래와 같이 우측 하단 창에 물질 이름과 함량이 나오게 됩니다.

	Compound Name	Reten. Time [min]	Response	Amount [ppm]	Asymmetry [-]	Resolution [-]
1	Lithium	2.463	184.117	5.364	1.458	
2	Sodium	3.243	472.284	25.887	1.240	3.068
3	Ammonium	3.988	45.004	4.587	0.938	2.264
4	Potassium	5.878	33.019	4.373	1.484	4.130
5	Calcium	11.398	74.671	4.209	1.278	4.257
6	Magnesium	17.060	43.682	3.718	1.303	2.601
		Total		48.136		

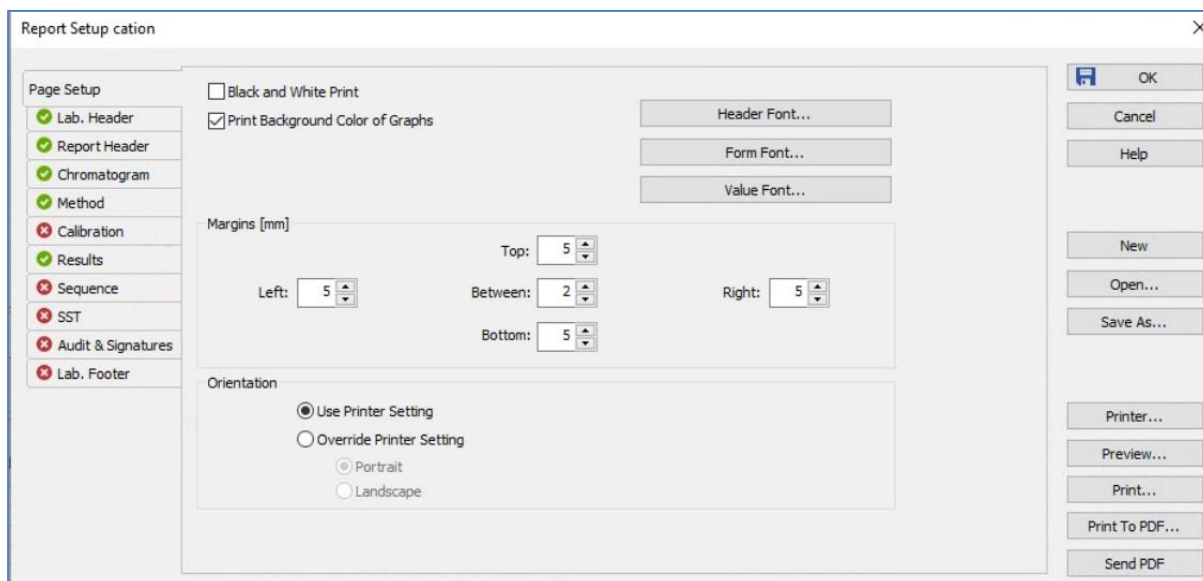
이제 결과를 출력하고 싶다면 좌측 상단 메뉴에서 File -> report Setup을 클릭합니다.

## GUIDE TO SYKAM ION CHROMATOGRAPHY

TEL: 031 8086 0688

Email: Info@ajoo.or.kr

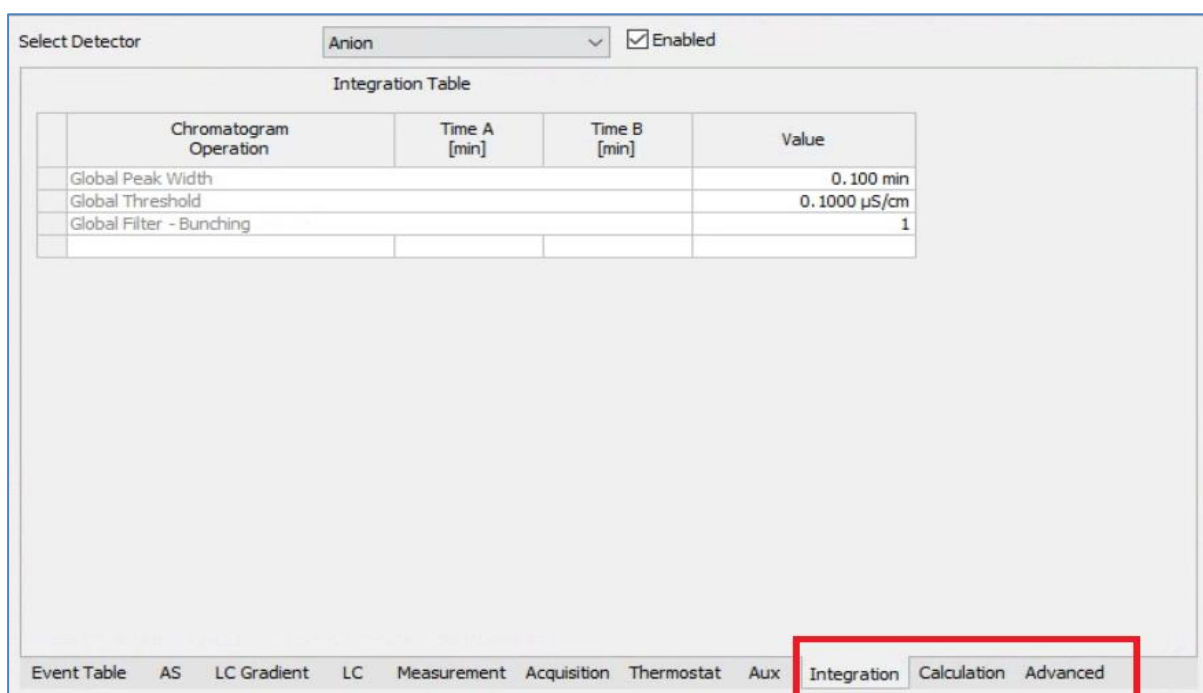




해당 창에서 여러분의 기호에 맞게 설정하신 뒤 좌측 하단의 Print를 누르시면 결과물이 출력됩니다.

이제 이러한 과정을 다음 분석에 자동으로 적용하는 것은 다음과 같습니다.

먼저 Instrument window에서 Method setup을 클릭한 뒤 사용할 method를 불러옵니다.

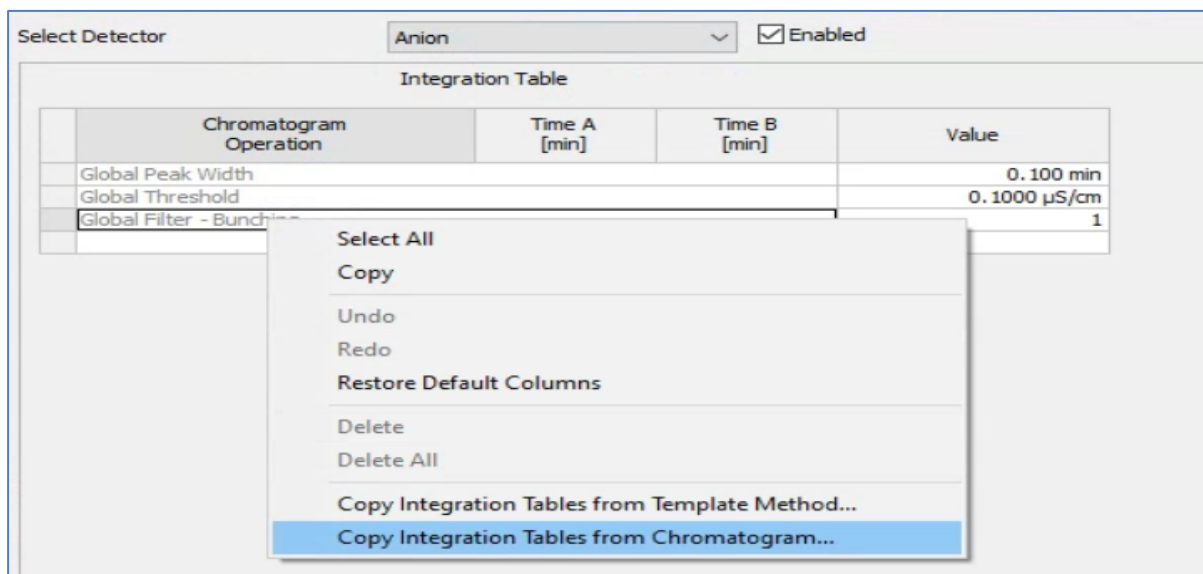


하단의 Integration 탭을 클릭합니다.

## GUIDE TO SYKAM ION CHROMATOGRAPHY

TEL: 031 8086 0688

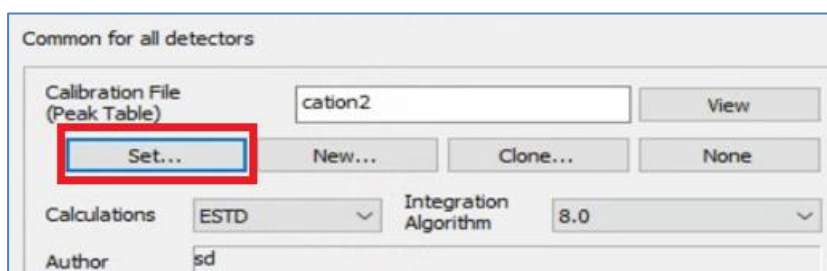
Email: Info@ajoo.or.kr



이제 마우스 우클릭 -> Copy Integration Tables from Chromatogram을 클릭한 뒤  
방금 적분을 끝낸 크로마토그램을 불러옵니다.

	Chromatogram Operation	Time A [min]	Time B [min]	Value
	Global Peak Width			0.100 min
	Global Threshold			0.1000 $\mu$ S/cm
	Global Filter - Bunching			1
	Peak - Start	2.473	-1.623	
	Baseline - Lock	3.653	4.449	
	Peak - End	11.297	0.928	
	Peak - Add positive	3.635	4.376	
	Peak - End	11.297	1.525	

성공적으로 해당 적분 정보가 불러와졌습니다. 같은 방법으로 Calibration 탭에서 Set을 통해  
작성된 교정 파일을 불러와주시면 됩니다.



SV	EV	I/V	Sample ID	Sample	Inj. Vol. [μL]	File Name	Method Name	Sample Type	Report Style	Open	Open Calib.	Print
2	2	1			50.000	%q_%R_%3n	dual analysis A07 C06	Unknown		<input checked="" type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	<input checked="" type="checkbox"/>
8	8	1			50.000	%q_%R_%3n	Sykam A07	Unknown		<input checked="" type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	<input checked="" type="checkbox"/>

이후 프린트까지 자동으로 원한다면 시퀀스 작성시 우측에 Open 과 Print를 체크해줍니다.

## GUIDE TO SYKAM ION CHROMATOGRAPHY

TEL: 031 8086 0688

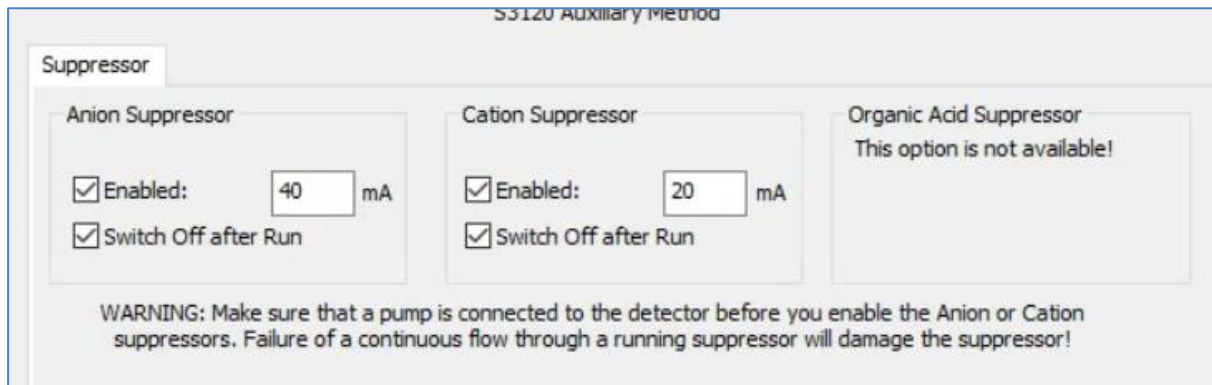
Email: Info@ajoo.or.kr



## 7. 분석 후 장비 종료

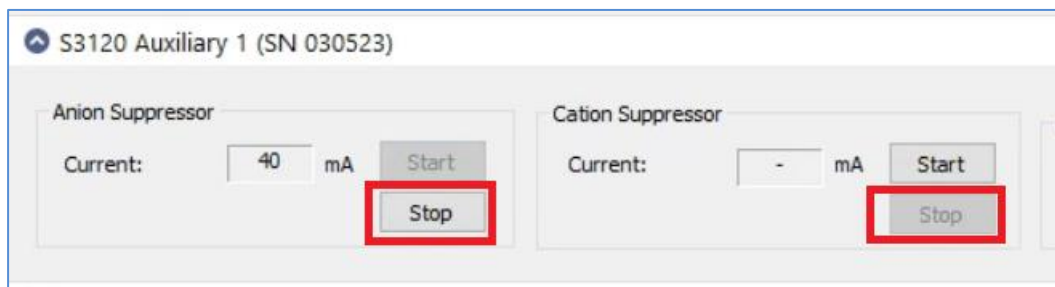
분석이 끝나고 장비 사용이 끝났다면 반드시 서프레서를 종료해야 합니다.

정상적인 메소드를 사용한다면, 분석이 끝남과 동시에 서프레서 꺼지게 설정 돼 있습니다.



해당 설정의 유무는 Method -> Aux 탭에서 확인하실 수 있습니다.

반드시 장비를 종료하기 전에 "Device Monitor,,에서 서프레서가 꺼져있는지 확인하고 꺼야 합니다.



서프레서가 꺼진 것을 확인했다면 Clarity를 종료한 뒤 장비의 전원을 끕니다.

## 7.1. 장비 장기관 미사용시

장비 및 컬럼을 분석 후 4주 이상 사용하지 않을 예정인 경우 다음과 같은 절차를 통해 장비 및 컬럼을 보관 및 보호해야 합니다.

### 1. 컬럼

SYKAM 이온 교환 컬럼은 하기표를 참고해 보관해주세요.

이때 이동상의 유속은 기존 유속의 40%로 15분 흘려주세요.

이때, 메탄올을 사용할 경우 반드시 컬럼의 outlet을 비커에 대야 합니다.

※절대 서프레스로 메탄올이 들어가는는 안 됩니다.

컬럼 종류	세척 및 보관 용액	참고사항
A01, A02, A03, A07, A08, A09	30% MeOH / 70% DW	Column을 서프레스와 절대 연결하지마세요.
A04, A05, A06, A10	기존 이동상	
C01, C02, C05	기존 이동상	
C06, C07, C08	54mM MSA	Suppressor current 30 mA

### 2. 장비

컬럼의 세척 및 보관 처리가 끝났다면 컬럼을 유니온 컬럼(공컬럼)으로 교체한 뒤 이동상을 전부 증류수로 교체합니다.

이후 flow 를 0.5 ml/min, Suppressor는 종료한 뒤 약 10 ~ 15분 흘려줍니다.

이후 펌프를 종료하여 장비의 세척을 마무리합니다.

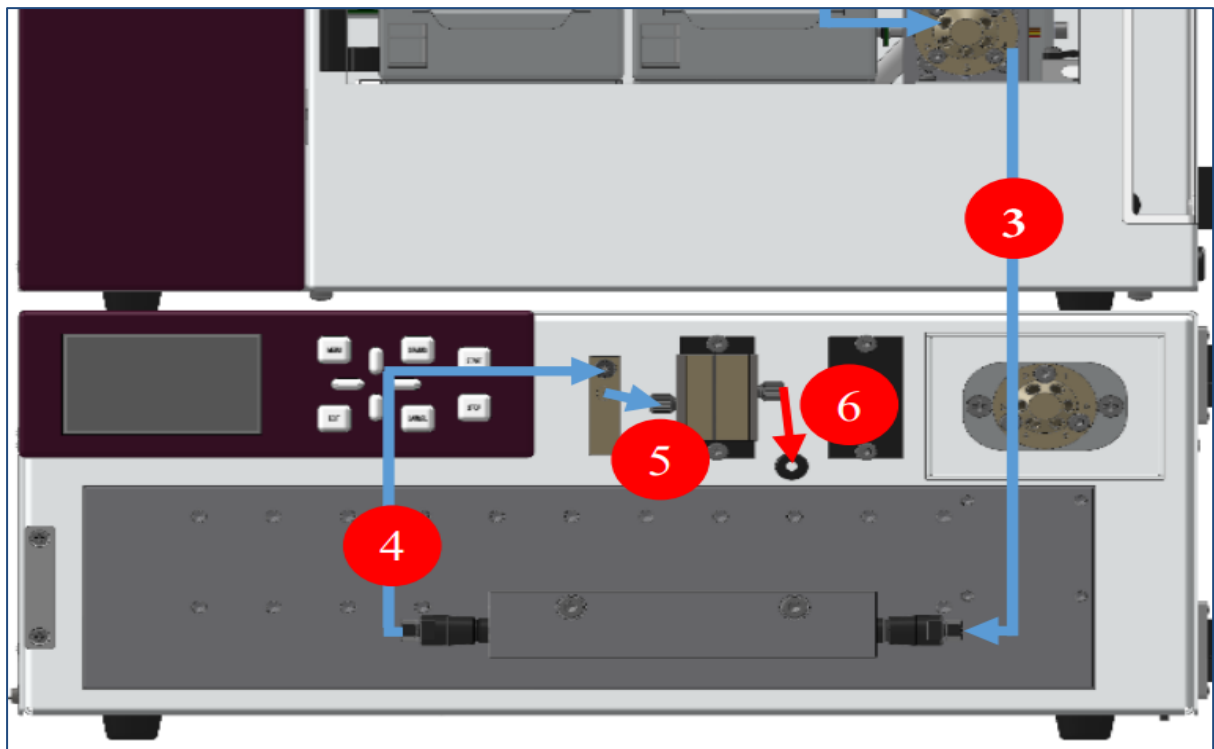
## 8. 양이온 분석으로의 전환

음이온 서프레스를 사용하여 음이온 분석을 하는 Sykam S 151의 경우, 선택에 따라 양이온 분석으로 시스템을 전환할 수 있습니다.

양이온 분석의 경우 서프레스를 사용하지 않고 분석이 가능하므로 Direct Conductivity Detection이 가능한 Sykam C01, C04, C07 컬럼을 소유 중이라면 아래와 같은 절차를 통해 양이온 분석이 가능합니다.

먼저 분석이 끝난 상태의 음이온 분석 시스템의 경우 7.1. 장비 장기간 미사용시 항목을 참고하여 컬럼과 서프레스를 적절한 보관 상태로 만들어 줍니다.

그 뒤 컬럼에 알맞은 이동상을 준비한 뒤 아래와 같이 컬럼의 연결을 변경해야 합니다.



기본적인 음이온 분석을 위한 컬럼 연결은 위 사진과 같습니다.

펌프 -> 컬럼 in -> 컬럼 out -> 서프레스 이동상 채널 in -> 서프레스 이동상 채널 out  
-> Cell in -> Cell out -> 서프레스 재생 채널 in -> Waste

**GUIDE TO SYKAM ION CHROMATOGRAPHY**

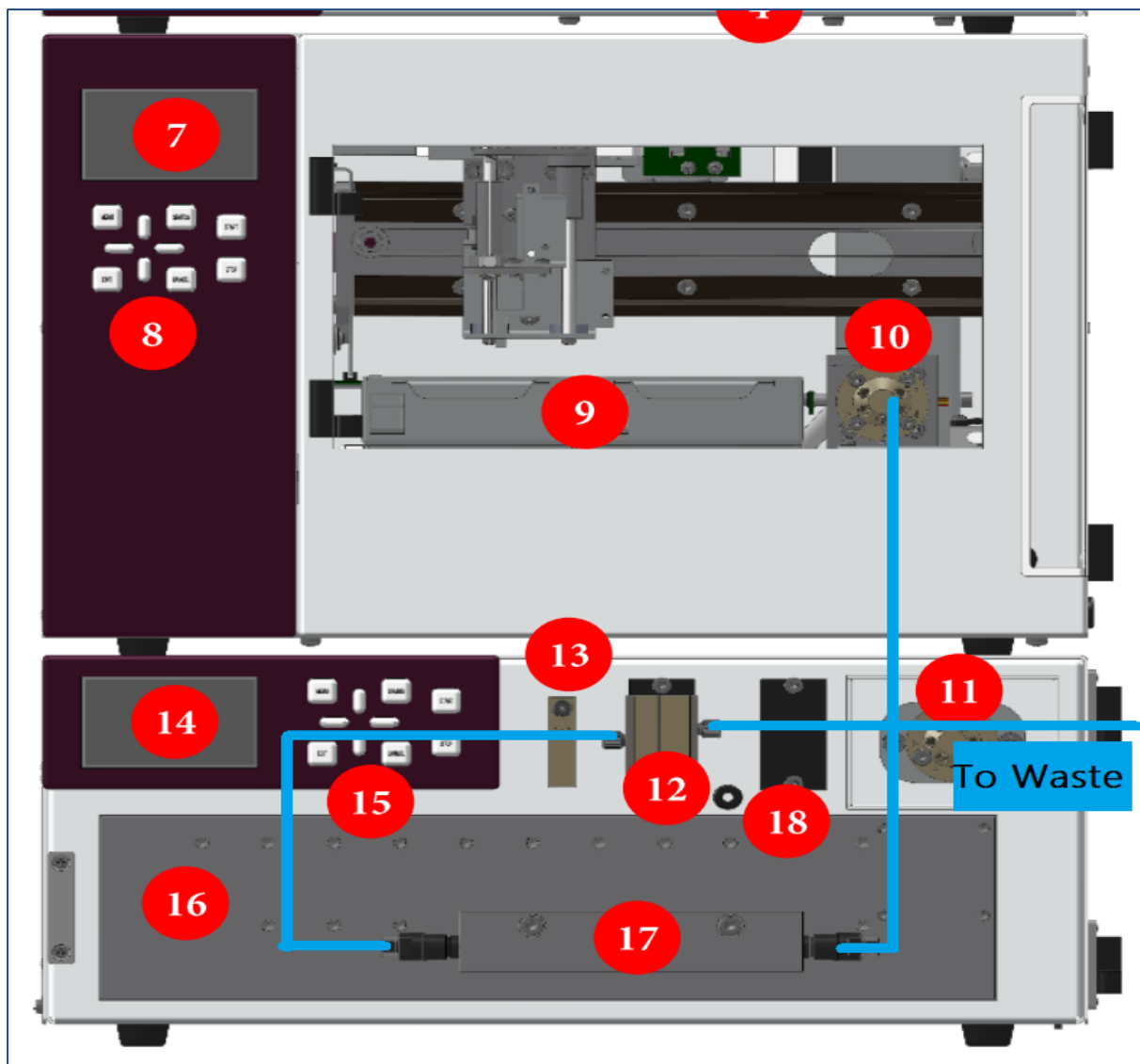
TEL: 031 8086 0688

Email: Info@ajoo.or.kr

하지만, 양이온의 경우 서프레서로 들어가면 사라지기 때문에 반드시 서프레서를 통과시키지 않아야 합니다.(Bypassing the Suppressor)

또한 전류가 흐르지 않을 때 서프레서 재생 채널로 이동상이 흐르게 되면 멤브레인에 스트레스를 줄 수 있습니다.

따라서 연결은 아래와 같이 변경되어야 합니다.



“ 펌프 -> Column in -> Column out -> Cell in -> Cell out -> Waste ” 순서대로 연결합니다.

이때 반드시 서프레서에 어떠한 연결과 전류값도 흐르면 안 됩니다.

#### GUIDE TO SYKAM ION CHROMATOGRAPHY

TEL: 031 8086 0688

Email: Info@ajoo.or.kr

## 9. TROUBLE SHOOTING

하기 항목은 분석 중 대표적으로 발생하는 문제에 대한 대처법입니다.

자세한 내용은 [저희 \(주\)아주과학 홈페이지 게시판](#) 혹은 [ANI-02 Trouble Shooting](#) 을 참고해주세요.

하기 항목 확인 후 조치를 해도 증상 호전이 없거나 문의사항이 있는 경우 전문적인 엔지니어에게 진단 및 수리를 받아야 합니다

증상명	증상	대표원인	확인	조치	참고사항
No Peaks	피크가 검출되지 않는 경우	샘플 인젝션 안 됨	<div>Washing Bottle 확인</div> <div>Wash 중 Drain에서 물이 나오는지 확인</div> <div>컬럼 압력 확인</div>	<div>증류수 교체 후 needle wash</div> <div>니들 워시 3회 이상</div> <div>Leak 확인 및 Purging</div>	washing 용매는 매일 교체하는 것을 추천
Poor Peak Resolution	분리능이 낮은 경우	컬럼 수명	<div>이동상 제조일자</div> <div>이동상 농도</div> <div>컬럼 시리얼 넘버</div>	<div>이동상 재 조제 후 PES 0.45 um 필터링</div> <div><b>컬럼 교체</b></div>	<div>이동상의 농도를 낮추면 부분적 분리능 향상 가능</div> <div>샘플 전처리 재검토</div>
High pressure	압력이 너무 높은 경우	<div>high flow</div> <div>Column clogging</div>	<div>실제 유속 확인</div> <div>컬럼 제거 후 압력확인</div>	<div>적정 flow로 flow 조정</div> <div><b>컬럼 교체</b></div>	가드컬럼의 경우 제거
Unstable Pressure	압력이 일정하지 못한 경우	<div>Purging</div> <div>Leaking</div> <div>degasser</div>	<div>Purging</div> <div>전체 라인 누출 확인</div> <div>디게서 작동/압력 확인</div>	<div>purging</div> <div>ferrule, fitting 재결착</div> <div><b>서비스콜</b></div>	<div>라인을 밀어 넣으며 결착</div> <div>*최적값은 가이드 참고</div>
Baseline Noise	ASTM > 50 nS/cm Drift > 100 nS/cm/h	<div>Electric Supp.</div> <div>Chem. Supp.</div> <div>이동상</div> <div>SYKAM A01</div>	<div>서프래서 전류 확인</div> <div>서프래서 재생주기 확인</div> <div>이동상 순도</div> <div>SYKAM A01 컬럼</div>	<div>최적값으로 조정</div> <div>서프래서 재생 시도</div> <div>이동상 재조제 후 필터링</div> <div>A07 컬럼으로 교체</div>	<div>*Ion Transfer Solution 구매</div> <div>PES 0.45 um 필터링 추천됨</div> <div>개봉후 2년이 지났을 경우</div>
No suppression	High Baseline Conductivity	<div>Chem. Supp.</div> <div>Electric Supp.</div> <div>Electric Supp.</div>	<div>서프래서 재생주기 확인</div> <div>서프래서 Leak 확인</div> <div>Leak가 아닐 경우</div>	<div>서프래서 재생 시도</div> <div><b>서프래서 교체</b></div> <div><b>Electric regeneration 시도</b></div>	<div>*Ion Transfer Solution 구매</div> <div>단 한번의 잘못된 서프래서 사용으로도 영구적 손상 가능</div>