

Flash2000简易操作规程

1. CN soil 模式时打开氦气和氧气钢瓶（压力均为 0.30~0.40Mpa），按照下表将仪器上的 He 和 O₂ 调节阀调整到规定的值。

模式	气体压力 (kpa)	
	氧气 O ₂	氦气 He
CN soil	300	250

2. 打开仪器电源，打开操作软件：点击Eager Xperience图标，选择analysis#1分析图标。

点击  Edit Elemental Analyzer，将载气和参比气流量设定至规定值：

CN soil 模式： 载气 (Carrier)：140ml/min 参比(Reference)：100ml/min

***炉温 furnace 和检测器 Detector 此时要处于关闭状态。**

点击 send 传送到仪器，

***升温前先进行 leak test 测试仪器密封性，方法见附录。**

3. **Leak test**通过之后，仪器不存在漏气，点击  Edit Elemental Analyzer，按下表设定好温度参数，点击Send传送到仪器。仪器将升温，并且流量达到设定值。

CN soil 模式：

项目	设定值	项目	设定值
左炉(Left Furnace)	950	右炉(Left Furnace)	840
柱温(Oven)	50	载气 (Carrier)	140
参比(Reference)	100	氧气 (Oxygen)	250
分析时间 (run time)	400	进样延迟 (Sampling delay)	12
进氧时间 (oxygen injection end)	10		

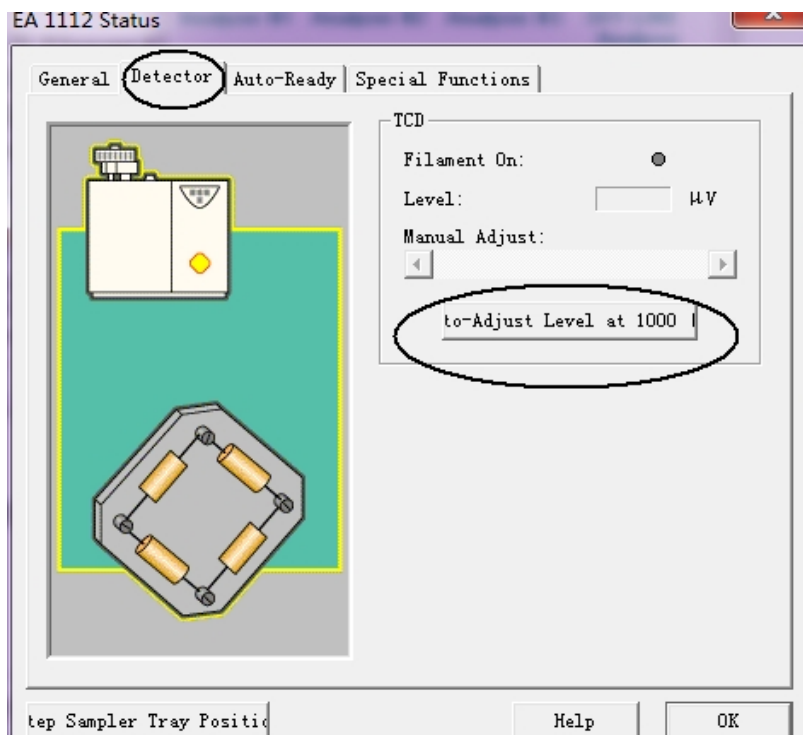
4. 点击图标  View Elemental Status 查看仪器状态，仪器达到设定值时，点

击图标  点击 Detector,将 Filament On 点上“√”点击“Send”发送给仪器。

*** 检测器打开后，需要等待 45—60min，稳定后方可做样品。**

***当仪器达到设定温度，绿色的 ready 灯会亮起。**点击图标 ，出现下图。

在 detector 里点击 auto adjust level to 1000 microvolts。观察数分钟，待 Level 数值基本稳定不变，此时 TCD 检测器已经稳定，可以开始测试。



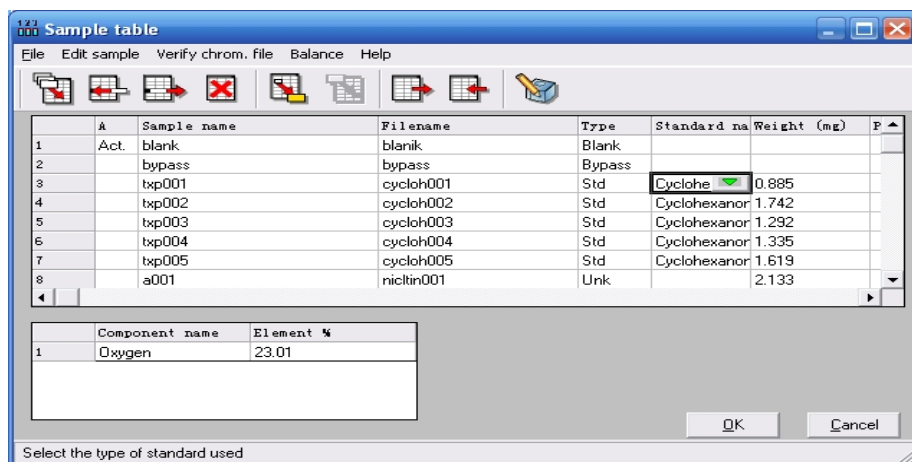
5. 准备样品，称取标准样品（天冬氨酸）在 5mg 左右。参比土样在 60~80mg 左右，样品重量按大概含氮、碳量而定。称样顺序一般为 bypass 2 个→blank 2 个→std 3 至 5 个→样品。

注意：

- *称量样品时不要将样品洒落在称量器皿上，不要洒在天秤里。
- *包样品时注意不要拿镊子尖触碰锡杯，以防将样品包漏。



6. 称取样品后，点击图标 编辑样品表（依照称取样品顺序）。如下图：



添加多个样品时可点击图标 对样品进行添加。如下图：

Sample name:样品名称

File name:文件名称

注：样品名可重复，但是文件名不能重复。建议使用[样品名+年月日]方式命名，以防止重复。例如：

Sample name: cystine20120101 **File name:** cystine20120101

Unknown, Standard: 选择样品类型，此处只能选择待测和标准，其他类型要在样品列表里修改。

No. samples: 添加样品数，测试几个样品就填写几。

Sample name idx, Filename idx: 在样品名和文件名后追加的序号，数值可随意，注意不要造成与以前文件名重复。

设置完成后点击 **Replace**，添加样品

样品表编辑完成后点击图标  将样品表保存为永久性文件。

*下图为一个典型的校正曲线测试列表

Sample table							
File Edit sample Verify chrom. file Balance Help							
	#	Sample name	Filename	Type	Standard na	Weight (m)	Protein F.
1	Act.	Blank_20120101001	Blank_20120101001	Blank			
2		Blank_20120101002	Blank_20120101002	Blank			
3		Bypass_20120101003	Bypass_20120101003	Bypass			
4		standard sample_20120101004	standard sample_20120101004	Std	Methionine	2.011	
5		standard sample_20120101005	standard sample_20120101005	Std	Methionine	2.477	
6		standard sample_20120101006	standard sample_20120101006	Std	Methionine	2.521	
7		check standard_20120101007	check standard_20120101007	Unk		3.004	
8		check standard_20120101008	check standard_20120101008	Unk		2.516	
9		sample1_20120101009	sample1_20120101009	Unk		1.998	
10		sample1_20120101010	sample1_20120101010	Unk		2.369	
11		sample1_20120101011	sample1_20120101011	Unk		2.412	
12							

Blank: 空的锡或银囊。空白样品建立校正的基线。如果空白的N峰特别高，应停

本操作规程为简易操作说明，仅供参考，如有疑问请以原版英文说明书为准。

止分析并按照操作手册进行故障分析和排除。

Bypass: 锡或银囊，包一些标准样品，不需要准确称重。可做出一个色谱图以便调整保留时间设定，并且可以在测试校正样品前判断色谱图是否正确。

Standard: 称量好的有已知可靠标准含量值的样品。标准样品是校正的依据。

Check Standard: 将一个标准样品当作unknown未知样品来进行分析，以检查校正是否正确。

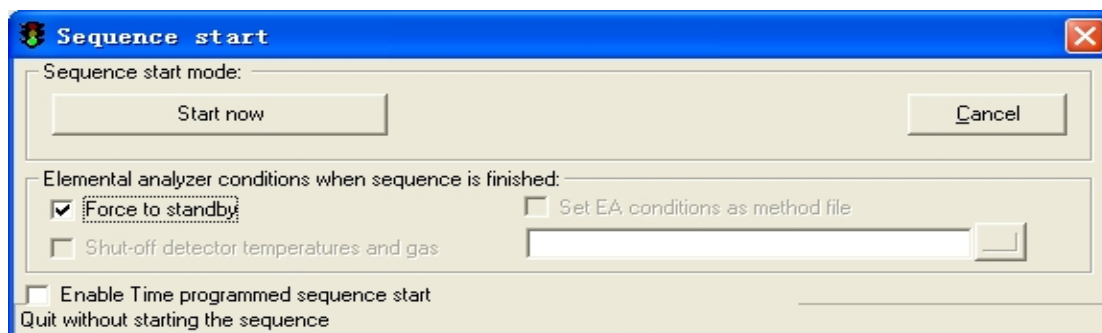
UNK (Unknown) : 待测样品。未知含量的样品。

* 保存数据方法详解见附录

* 可以在 **bypass, blank and calibration series** 每一步中间添加一个空白行，这样中途可以使测试序列在中途停下以便检查每一步是否正确。

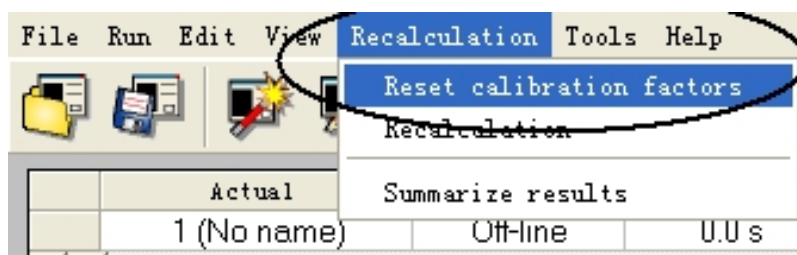
* 测试过程中推荐每隔10-20个样品，添加一个**check standard**检验仪器是否工作正常，校正曲线是否仍可使用。

8. 点击图标，然后点击“Start Now”开始分析样品。

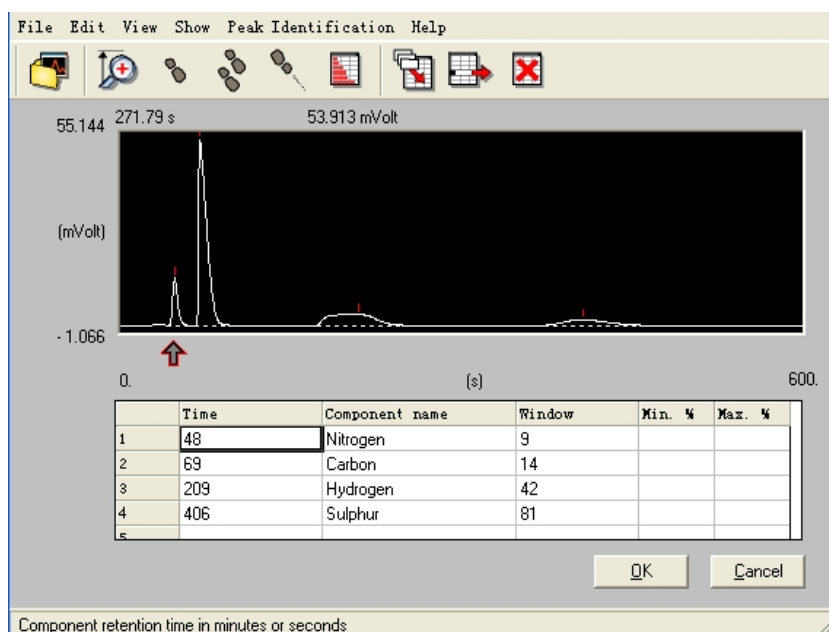


如需要做完样品后待机，请将“Force to standby”前选择“√”，如不需要待机请取消“√”。

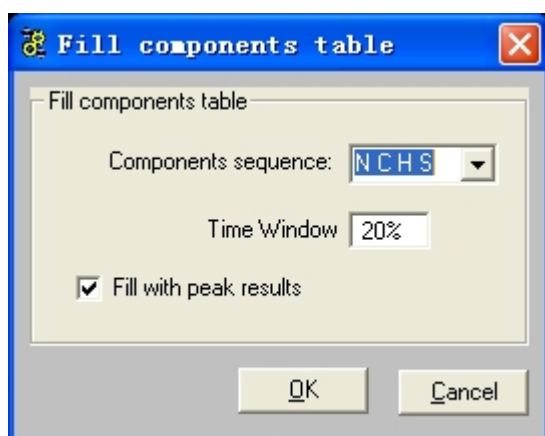
9. 分析结束后，进行数据处理。点击 Recalculation → reset calculation factors, 点击3次 OK，清除之前的校正因子。如下图所示。



10. 分析结束后，点击图标，设置成份表。如图：



点击图标，选择对应的元素，CHNS 模式选 NCHS，Oxygen 模式选择 O，如下图：点如下图，点击 OK。



色谱图保留时间表设置如下图所示：（可根据实际情况修改）
CHNS 模式

	Time	Component name	Window	Min. %	Max. %
1	42	Nitrogen	8.399		
2	65	Carbon	13		
3	220	Hydrogen	80		
4	470	Sulphur	94		
5					

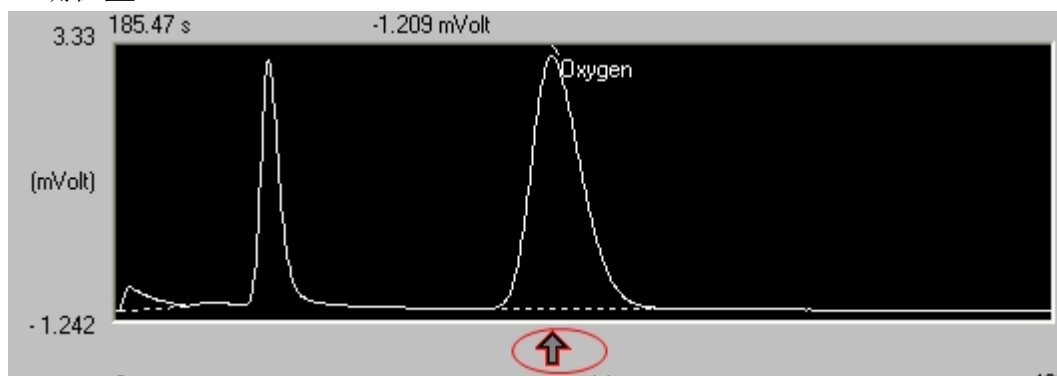
CHN 模式

	Time	Component name	Window	Min. %	Max. %
1	51	Nitrogen	10.199		
2	66	Carbon	13.199		
3	226	Hydrogen	45.2		
4					

Oxygen 模式

	Time	Component name	Window	Min. %	Max. %
1	180	Oxygen	36		

如果峰位置偏移，可点击该行后，在色谱图对应峰的下方鼠标点击，将箭头移到正确位置



点击  peak identification, 确定
可见峰上出现对应的峰名称，表示峰已正确识别。OK, 确定。

11. 点击图标  进入样品表，查看“STD”是否有数值，如下图左下角图示：

Sample table

File Edit sample Verify chrom. file Balance Help

A	Sample name	Filename	Type	Standard na	Weight (m)	Protein F.	Category	Sample Vial	Humidity %
1		d:20110218001	Bypass						0
2	457002	d:20110218002	Bypass						0
3	457003	d:20110218003	Unk		1				0
4	000004	d:20110218004	Blank						0
5	000005	d:20110218005	Blank						0
6	457006	d:20110218006	Std	Methionine	0.539				0
7	457007	d:20110218007	Std	Methionine	1.352				0
8	457008	d:20110218008	Std	Methionine	2.272				0
9	457009	d:20110218009	Std	Methion	3.196				0
10	SAMPLE001	d:20110218010	Unk		1.255				0
11	SAMPLE002	d:20110218012	Unk		2.281				0
12	cyst013	d:20110218013	Unk		1.393				0
13	cyst014	d:20110218014	Unk		1.731				0
14	bbo015	d:20110218015	Unk		2.346				0
15	Act. bbo016	d:20110218016	Unk		1.686				0
16									
17									
18									
19									
20									
21									

	Component name	Element %
1	Nitrogen	9.35
2	Carbon	40.26
3	Hydrogen	7.37
4	Sulphur	21.46

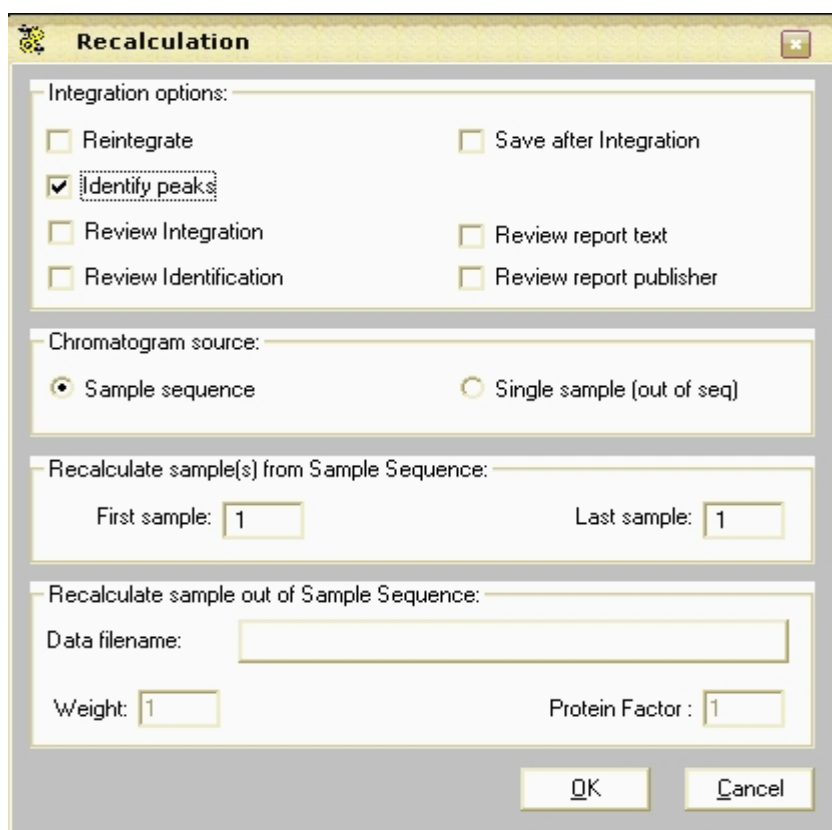
OK

Cancel

Select the type of standard used

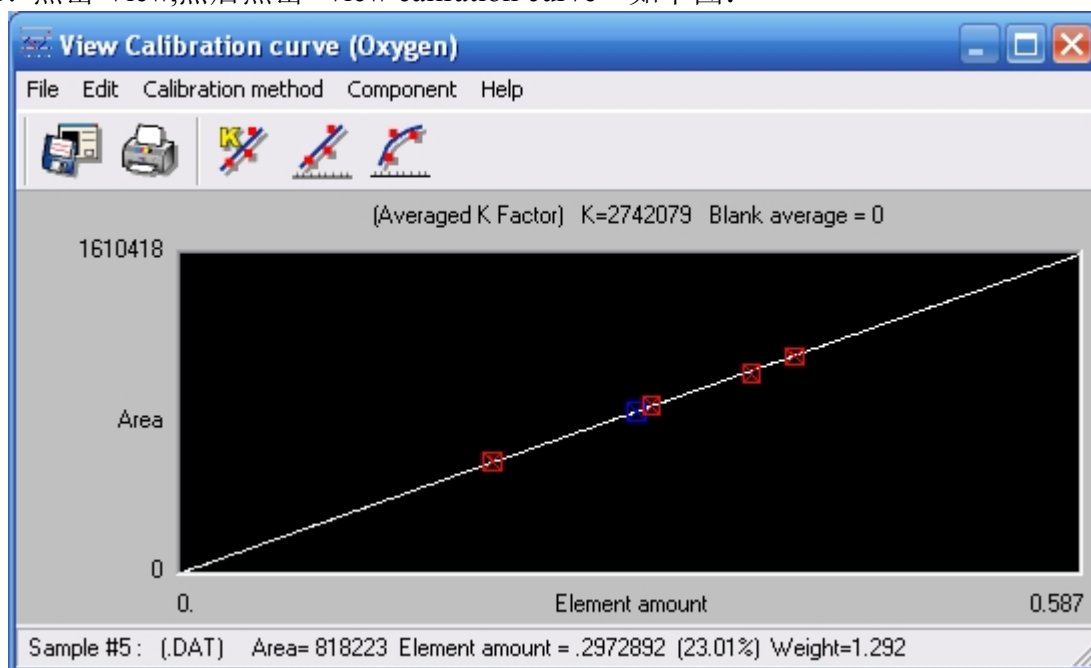
如果没有数值，要重新选择标准样品名称。

12. 点击图标  对样品进行计算。如下图：



计算从 1 到最后一个样品。

13. 点击 View,然后点击“view calibration curve” 如下图:



注释：红色点：选取的校准点，蓝色点：去除的校准点。

去除偏离值较大的校正点，如果使用线性回归方程，可查看 $CF \geq 0.999$ 。

*** 校准曲线如有改动，重复第 12 步，只计算 Unk 样品。**

14. 点击图标  查看结果。

本操作规程为简易操作说明，仅供参考，如有疑问请以原版英文说明书为准。

*如果结果有异常怀疑是积分问题时，需要重新手动进行积分。方法见附录。

手动积分后，重复第 12 步，计算修改后的 Unk 样品。

* 如果结果异常怀疑存在峰识别问题，按照第 10 步里的方法，打开有问题的色谱图，重新进行峰的识别，修改后要重新按 12 步计算修改后的 Unk 样品。

打印组：在“group”中添加组名称，如 1, 2 等等数字，然后选择“print”，再选择“print results of all group”，点击“OK”即可。

导出 excel 文件：



导出整个序列的数据：点击图标 ，将整个表格的结果导出为 excel 文档。

导出单个数据组的数据：将数据组名称编辑好之后，点击该组中的数据，点击图



标 ，显示该组数据的单独结果表，然后点击图标 ，将该组数据导出到 excel 文档。



15. 关机：点击图标  将温度、气流量和检测器上的“√”取消掉，点击 send

发送到仪器。**注意：关闭气体的时候一定要关闭检测器，以保护检测器。**

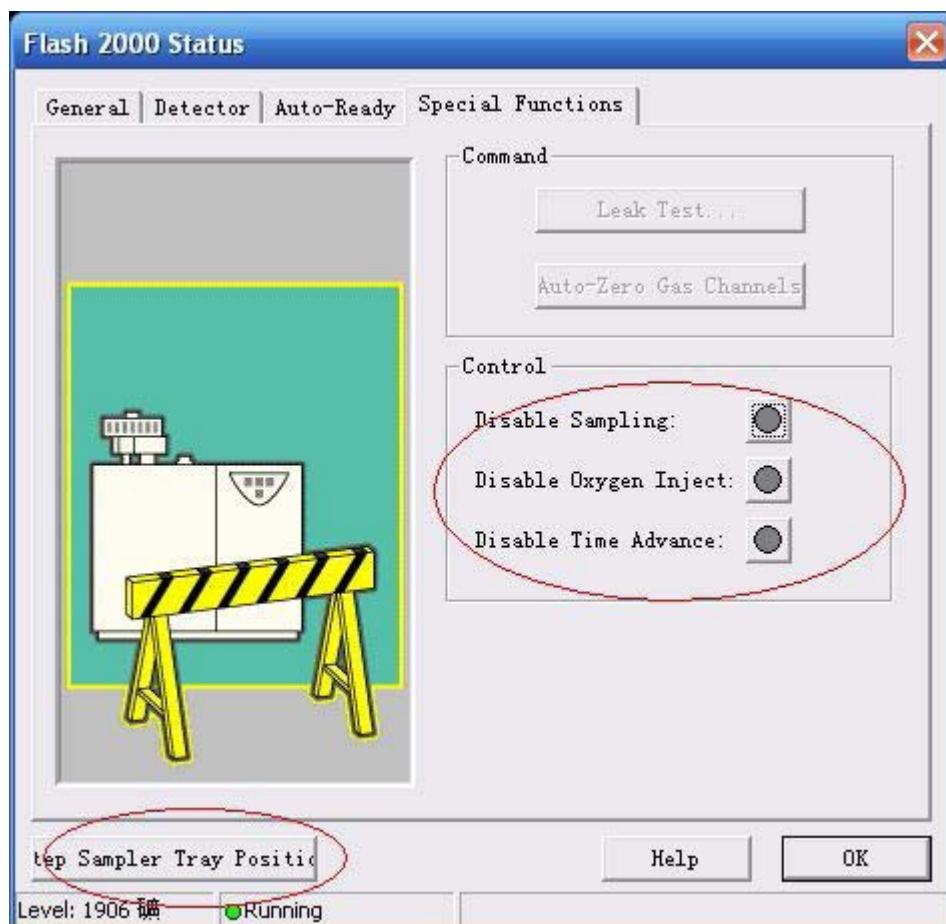
推荐待温度降到 200℃ 以下时，关闭软件、计算机、仪器电源和气源。

附录

1. 特殊功能：

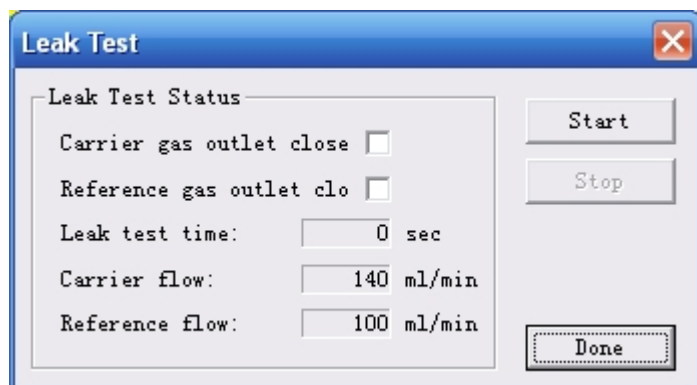


点击图标 ，点击“special functions”，出现下图。



***Leak test 仪器测漏:**

点击“Leak Test”，如下图：



点击“start”开始实验，要求载气（carrier flow），参比（reference flow）在 300s 内达到小于等于 5ml/min。

点击“start”开始实验，要求载气（carrier flow），参比（reference flow）在 300s 内达到小于等于 5ml/min。

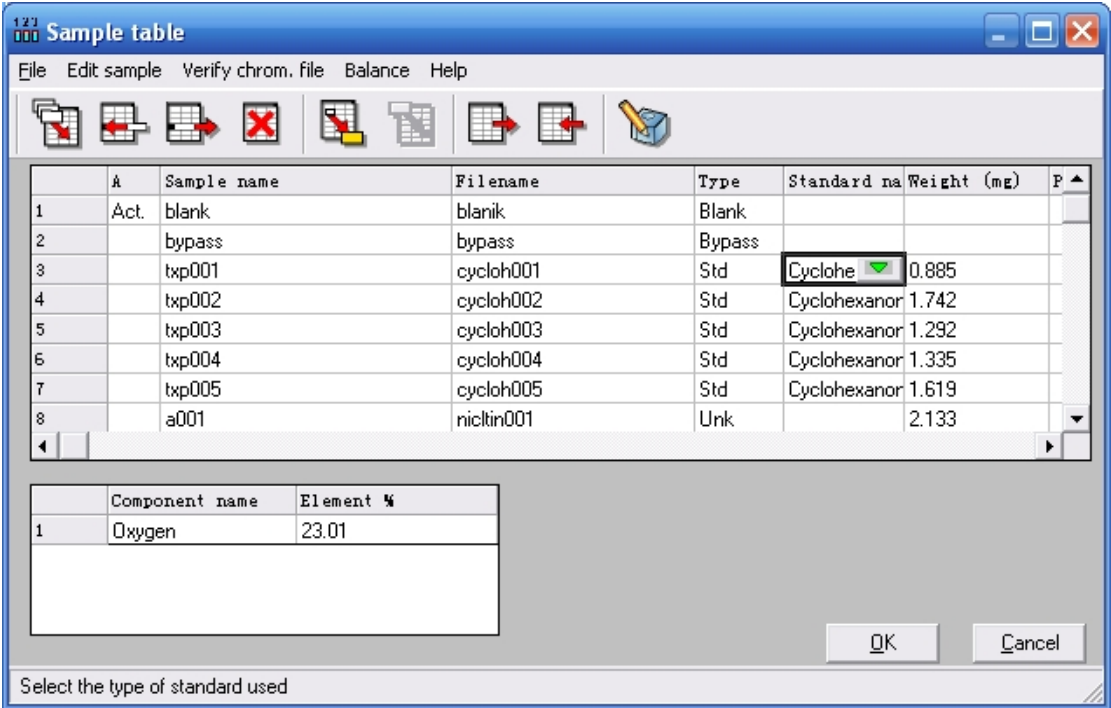
*左下方按钮 **tep sampler tray position** 用于弹出自动进样器活塞以便清理，在打开自动进样器前盖后，点击此按钮活塞自动弹出。

2.数据保存

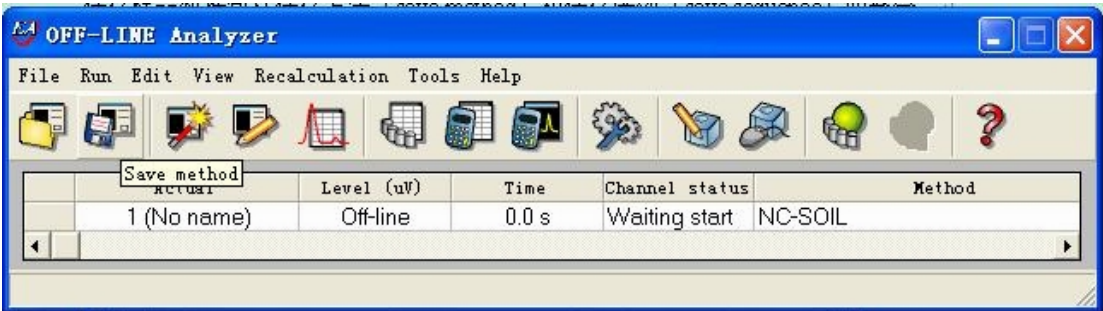
保存样品数据包括保存方法（save method）和保存序列（save sequence）两部分。

本操作规程为简易操作说明，仅供参考，如有疑问请以原版英文说明书为准。

保存方法：
首先建立好样品列表，如下图



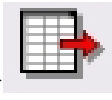
点击 OK，回到主界面如下。

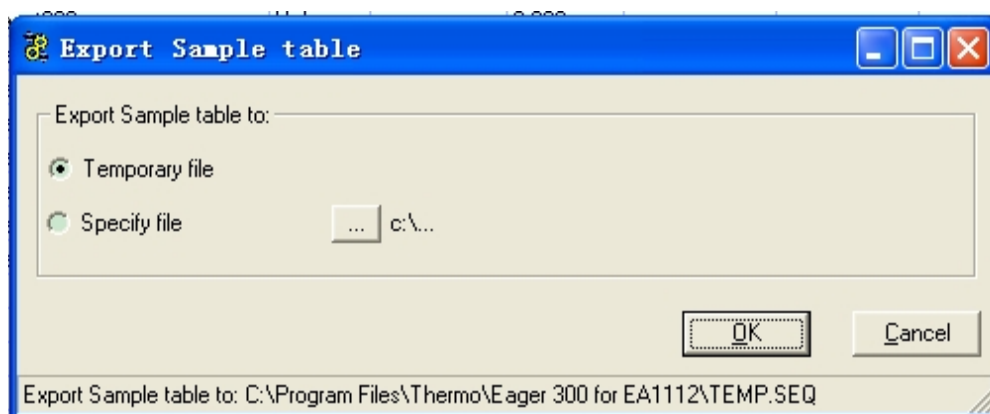


点击save method 图标  ，按提示将方法保存在指定位置并将原有方法覆盖。

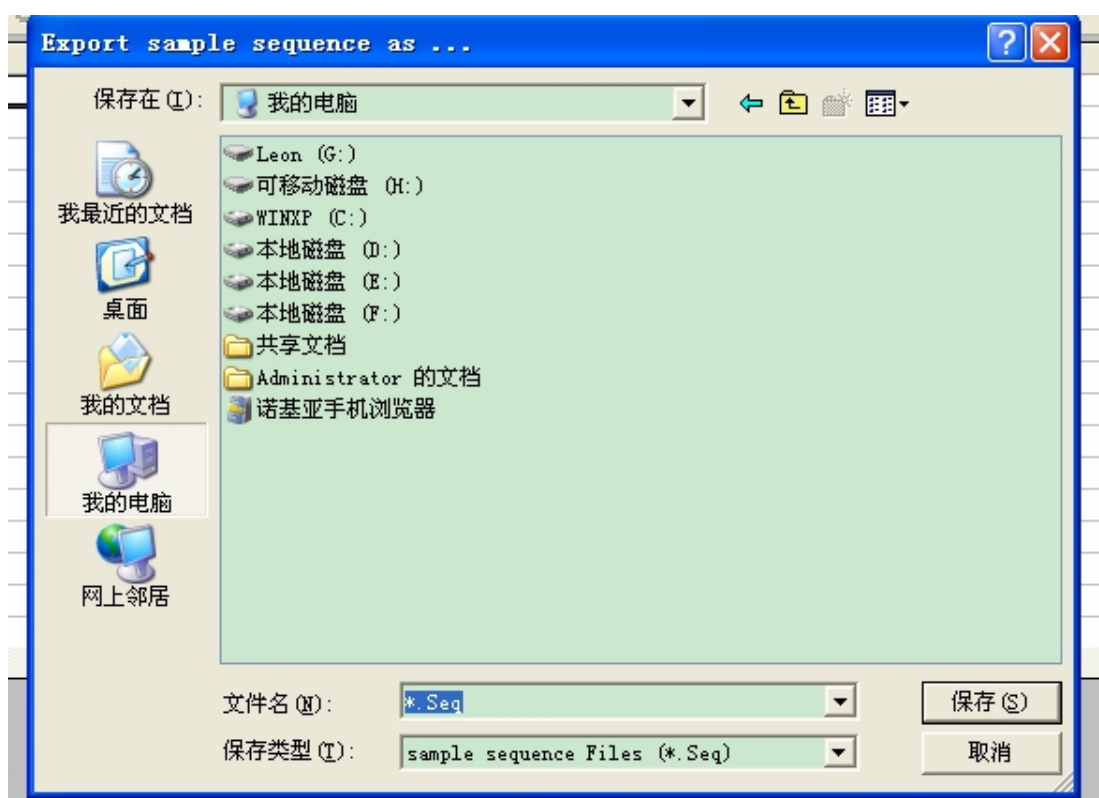
保存序列：

建 立
样 品

列表之后，点击  ，弹出如下对话框



选择 specify file, 点击  c:\..., 弹出如下对话框



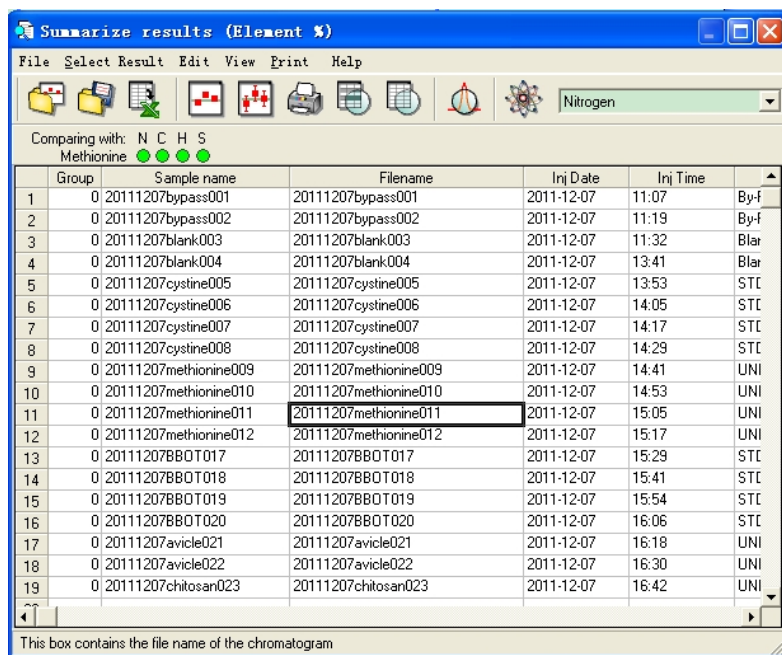
给队列命名后存入指定路径, 即可保存序列。

***序列文件和方法文件需保存在同一文件夹内。**

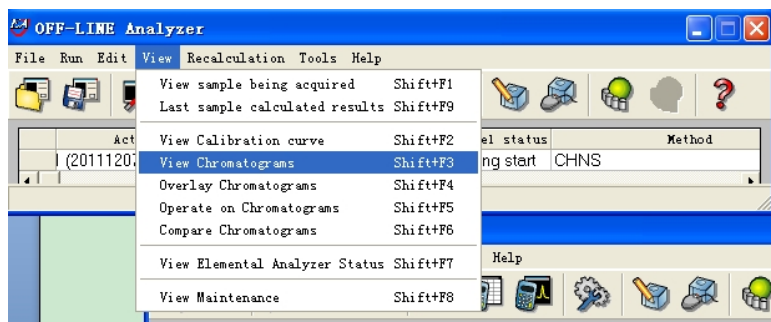
3. 手动积分方法

首先打开色谱图, 可以从下图中选中要查看的样品文件, 点击 , 即可打开色谱图。

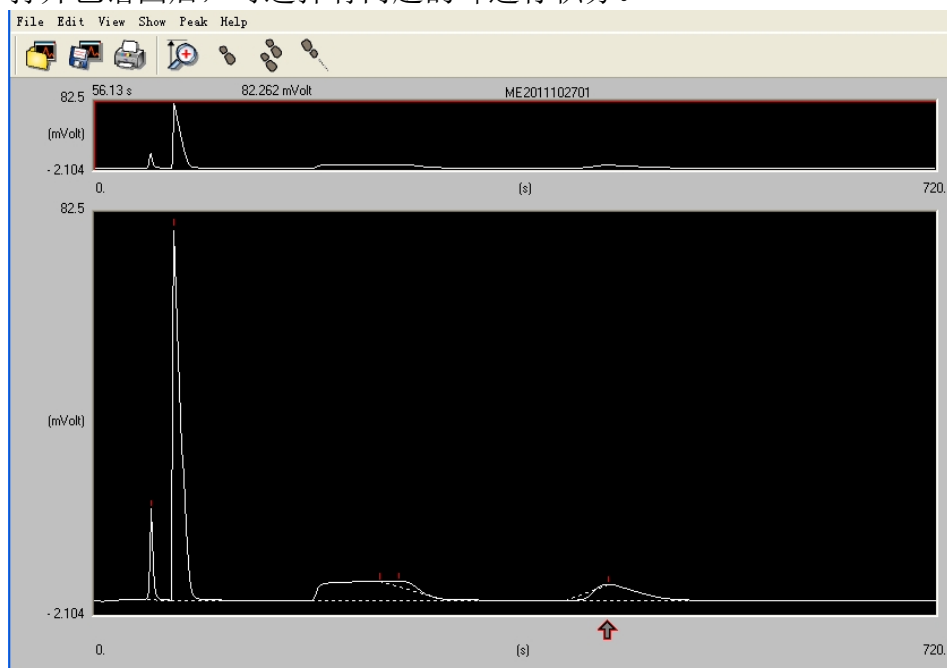
本操作规程为简易操作说明, 仅供参考, 如有疑问请以原版英文说明书为准。



也可以从主界面 view——view chromatogram 打开色谱图，如图



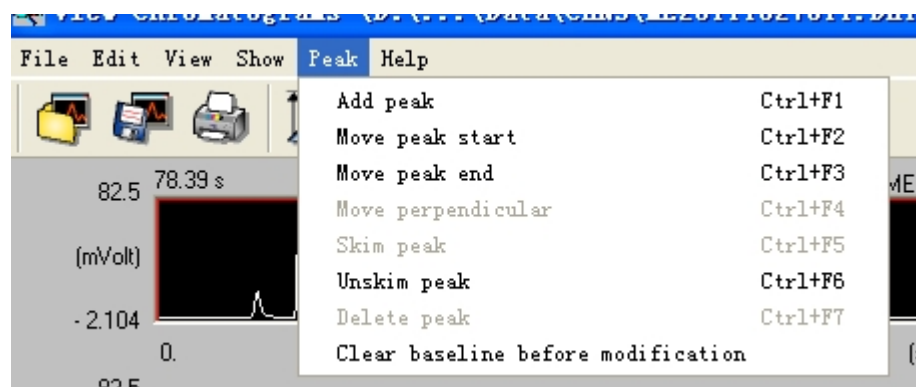
打开色谱图后，可选择有问题的峰进行积分。



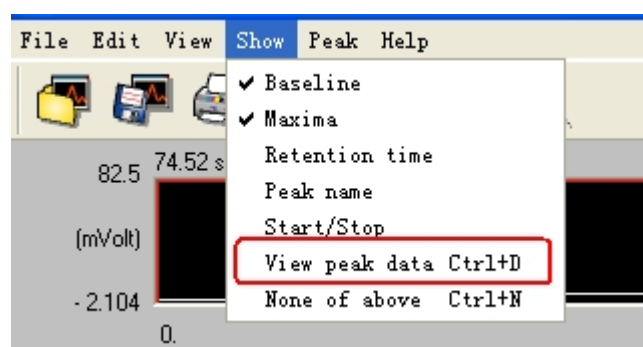
鼠标左键点击横坐标下方可挪动小箭头到想要修改的峰处，选择 Peak 菜单里的

本操作规程为简易操作说明，仅供参考，如有疑问请以原版英文说明书为准。

选项可对该峰进行积分修改。

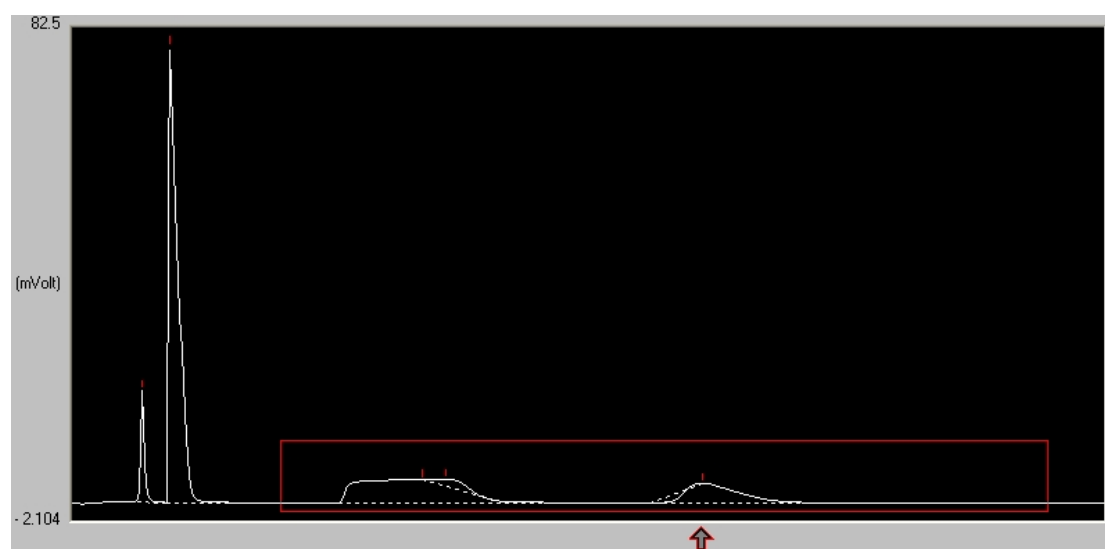


点击 show 菜单里的 view peak data，可以查看峰的详细参数，移动横坐标下方的小箭头可以指向想要查看的峰，可以查看峰参数。



点击  可以将色谱图恢复到适应界面大小的尺寸。

左键在图中拖动覆盖部分区域，可以将色谱图部分放大以便查看修改。



4.软件初始设置 Initial Set-up:

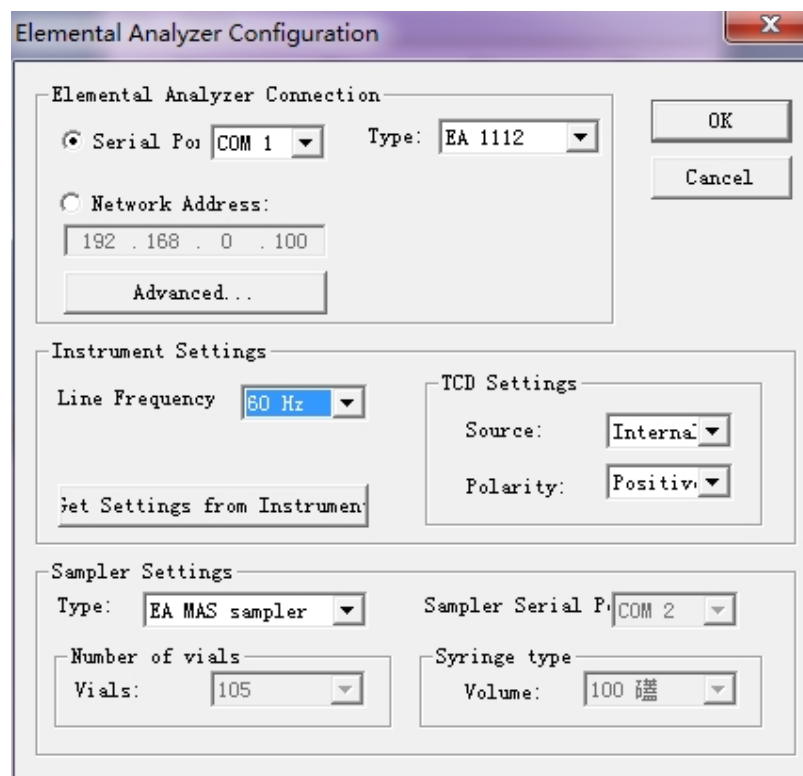
1. 在File下拉菜单里，选择Instrument Name and Configuration

本操作规程为简易操作说明，仅供参考，如有疑问请以原版英文说明书为准。

2. 点击Elemental Analyzer Setup。

在Serial port选择正确对应的com端口，Type选择仪器对应的型号如EA2000。
TCD settings里source选择internal，*Polarity选项在进行氧含量测试的时候选择negative, 其他选positive。*

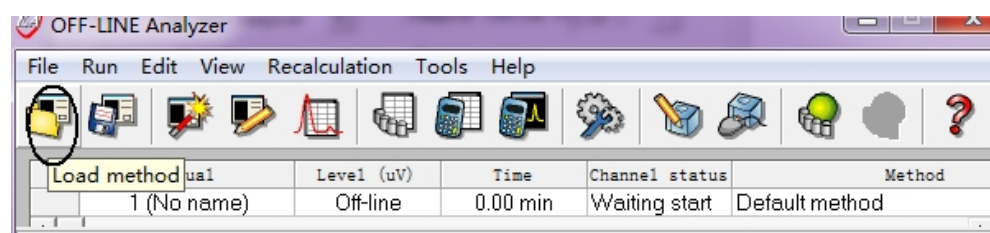
将Line Frequency频率改为50Hz, 在Sampler setting选择对应的进样器类型如EA MAS sampler，如使用液体自动进样器，则需选择对应的Sampler serial port, Number of vials以及Syringe type。设置完毕点击OK。



3. 在 Analytical Instruments Configuration 中选择测试的名称，例如CHNS

4. 点击OK，此时系统准备好加载默认方法进行分析。

5. 点击load method，加载对应的测试方法，例如CHNS。



6. 此时仪器开始升温，气体流量调节器开始控制气体流动。此时要阻止仪器升

温，点击  Edit Elemental Analyzer，关闭furnaces, oven, flows, and detector, 然后点击“Send”。

7. 按照操作手册填装并安装好反应管和干燥管等。

8. 打开Edit Elemental Analyzer，将气体流量设定到方法要求的值，点击send传送到仪器。