

Flash2000简易操作规程

1. CHNS 和 CHN 模式时打开氦气和氧气钢瓶（压力均为 0.30Mpa），Oxygen 模式只将氦气压力表调节为 250Kpa，不开氧气。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
CHNS/O ——CHNS	250	250
——O	0	250

2. 打开仪器电源，打开操作软件：点击Eager Xperience图标，根据想要测试的模式，选择相应的CHNS / Oxygen分析图标。

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

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

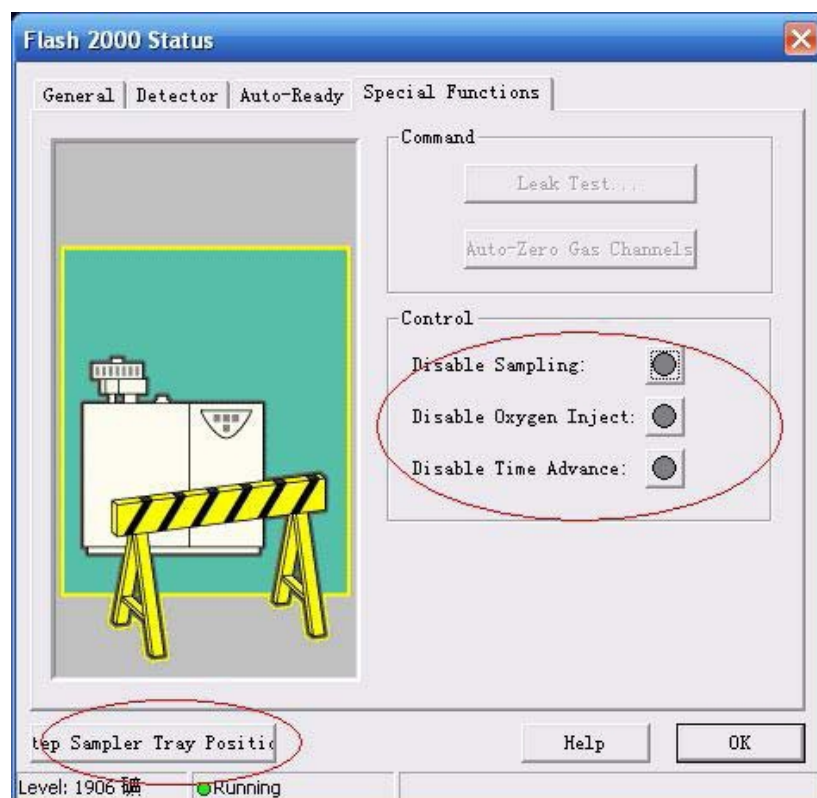
O 模式： 载气 (Carrier)：100ml/min 参比(Reference)：100ml/min

***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。**

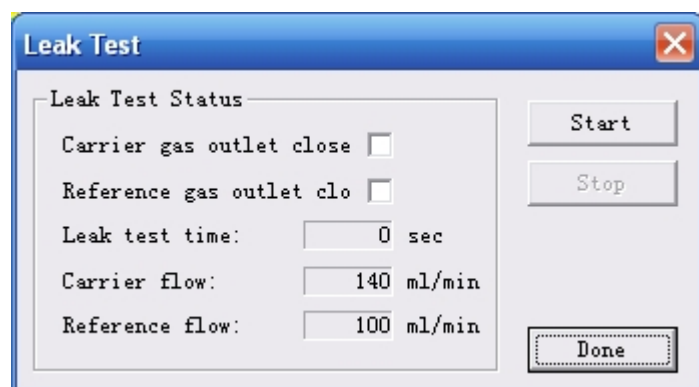
点击图标 ，点击“special functions”，出现下图。



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。

***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。**

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。

①CHNS/O模式：

①CHNS模式：

项目	设定值	项目	设定值
左炉(Left Furnace)	950	右炉(Left Furnace)	/
柱温(Oven)	65	载气 (Carrier)	140
参比(Reference)	100	氧气 (Oxygen)	250
分析时间 (run time)	720	进样延迟 (Sampling delay)	12
进氧时间 (oxygen injection end)	5		

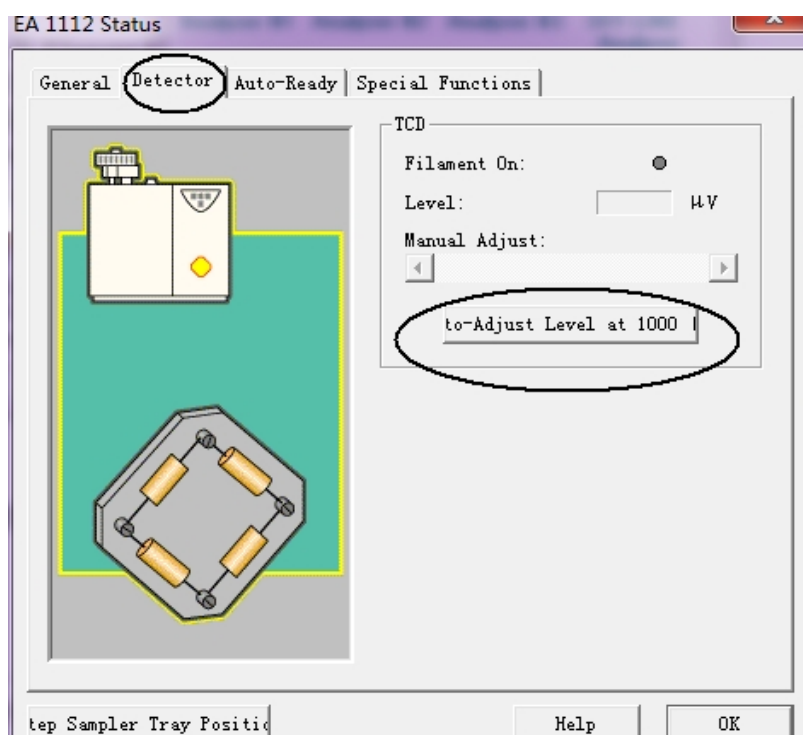
②Oxygen模式：

项目	设定值	项目	设定值
左炉(Left Furnace)	/	右炉(Left Furnace)	1060
柱温(Oven)	65	载气 (Carrier)	100
参比(Reference)	100	氧气 (Oxygen)	0
分析时间 (run time)	400	进样延迟 (Sampling delay)	0
进氧时间 (oxygen injection end)	0		

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。

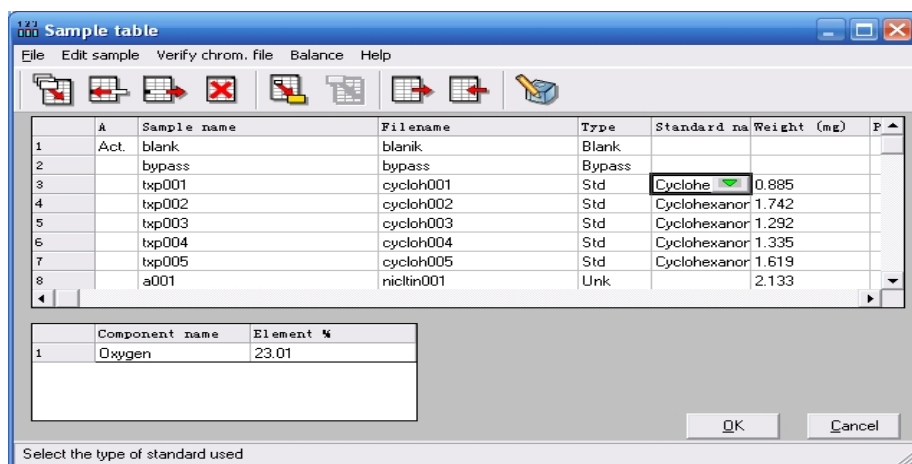


5. 准备样品，称取样品或标准样品在 2 到 5mg.。

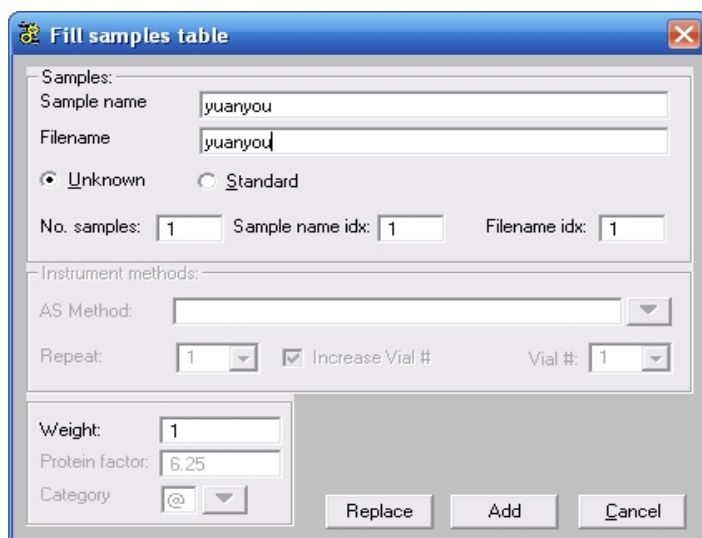
注意：

- * 称量样品时不要将样品洒落在称量器皿上，不要洒在天平里。
- * 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

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。

Sample table							
File Edit sample Verify chrom. file Balance Help							
	A	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。

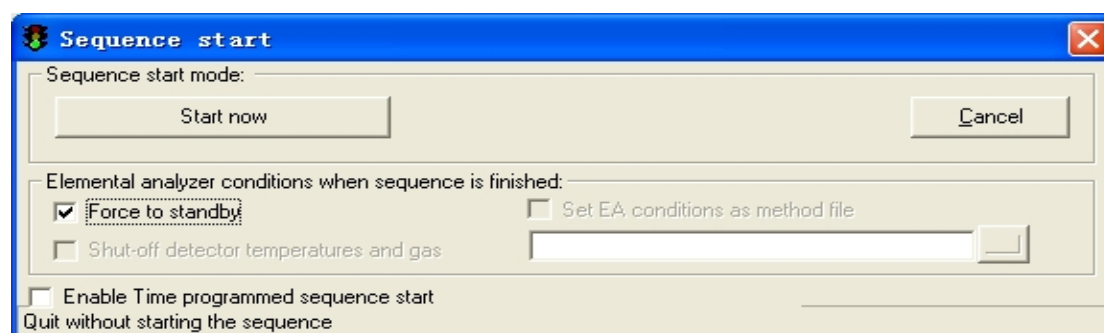
UNK (Unknown) : 待测样品。未知含量的样品。

* 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。

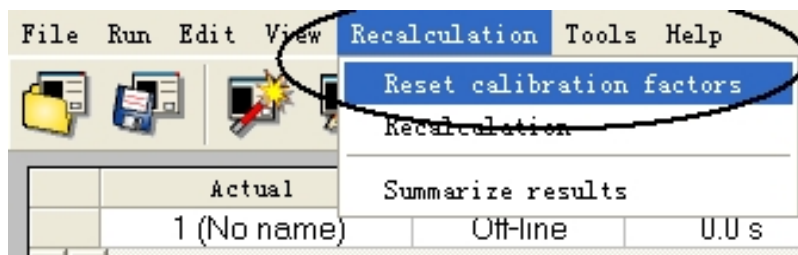
8. 点击图标 , 然后点击“Start Now”开始分析样品。



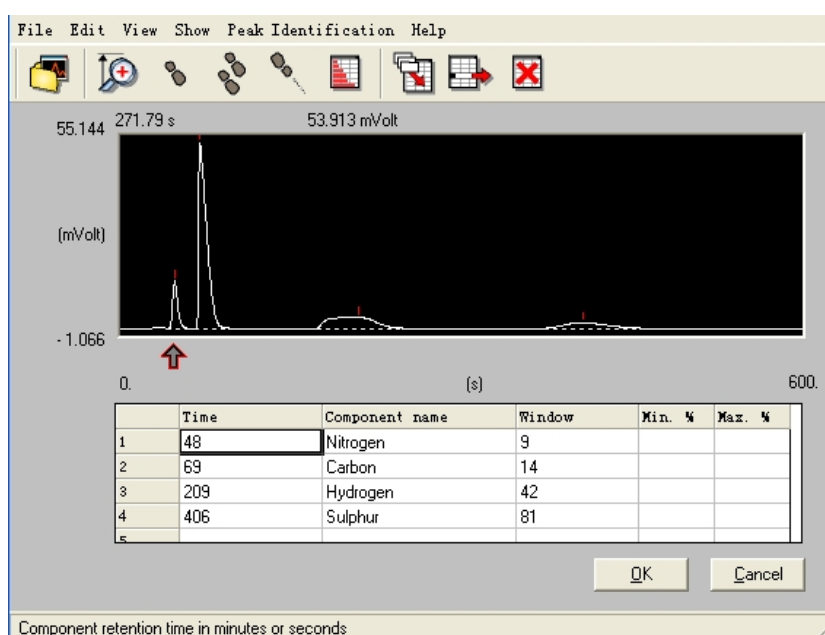
如需要做完样品后待机，请将“Force to standby”前选择“√”，如不需要待机请取消“√”。

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。

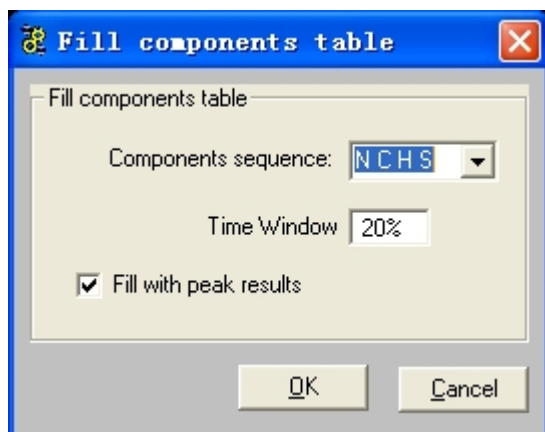
9. 分析结束后，进行数据处理。点击 Recalculation → reset calculation factors, 点击 3 次 OK，清除之前的校正因子。如下图所示。



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）

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。

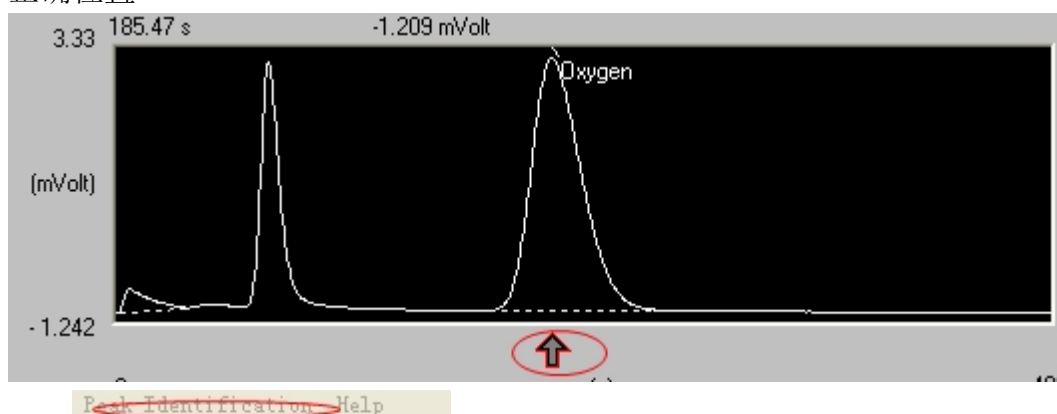
CHNS 模式

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

Oxygen 模式

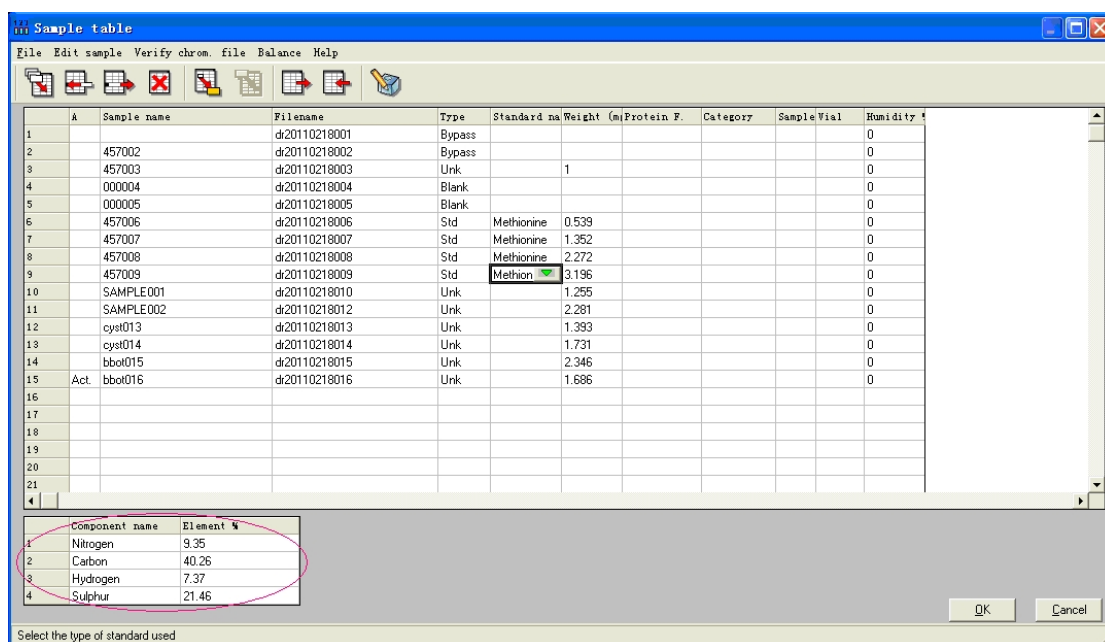
	Time	Component name	Window	Min. %	Max. %
1	180	Oxygen	36		

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



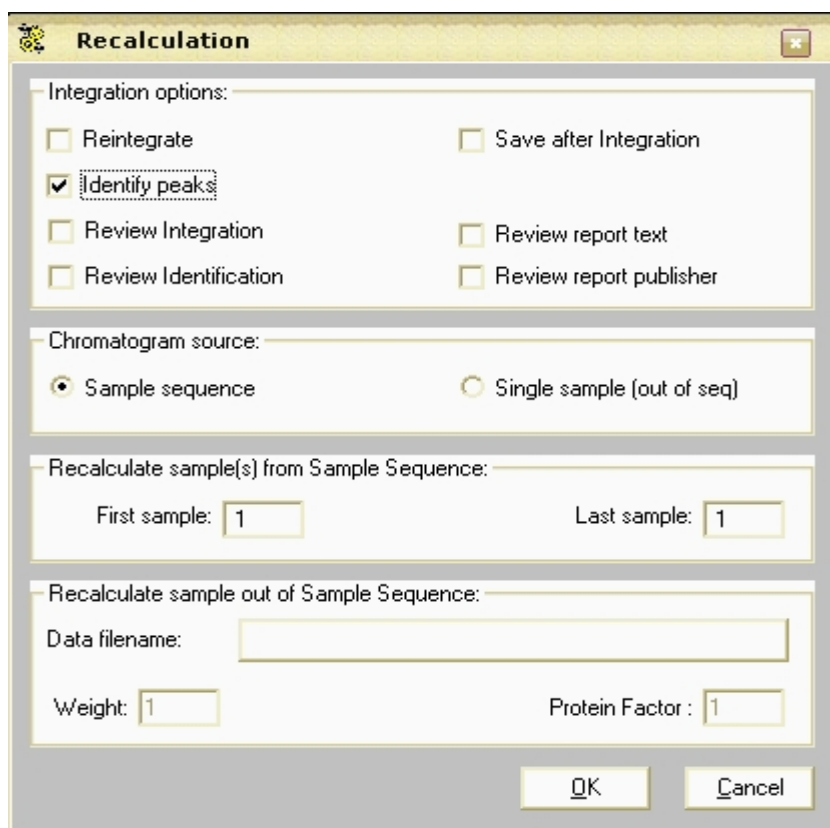
点击  peak identification, 确定
可见峰上出现对应的峰名称，表示峰已正确识别。OK, 确定。

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：



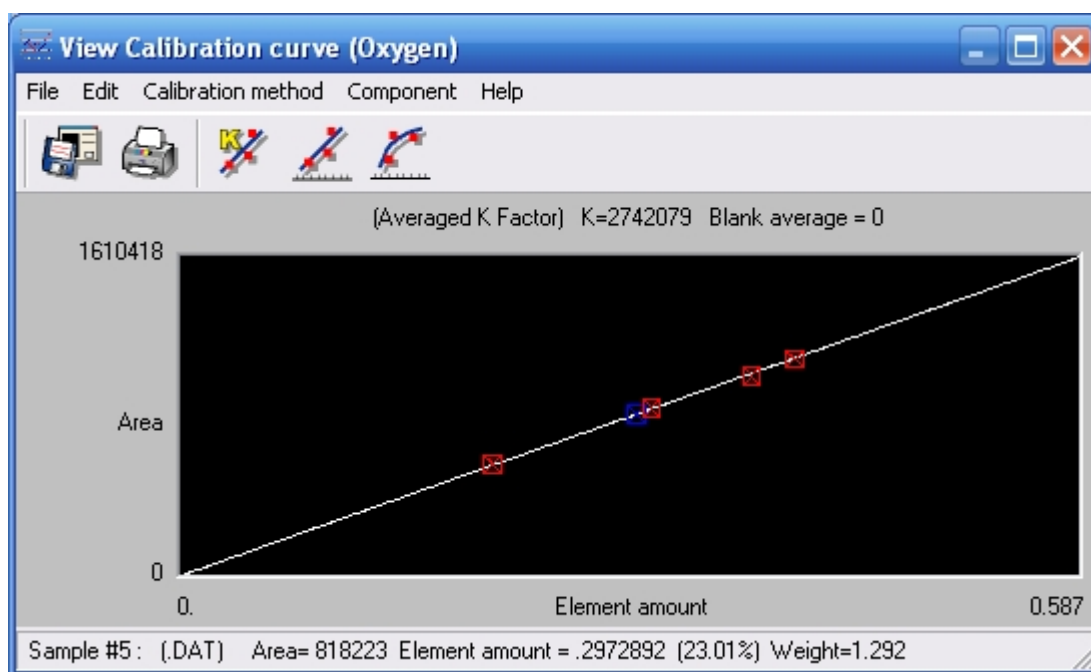
如果没有数值，要重新选择标准样品名称。

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。

***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。

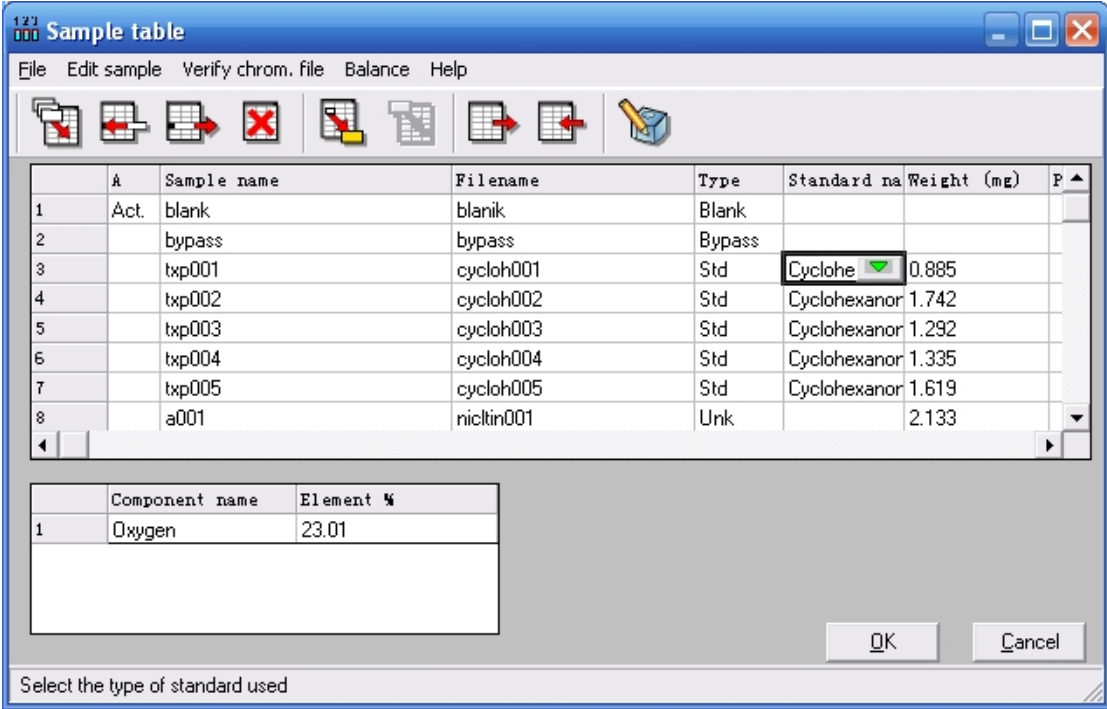
附录

1. 特殊功能:

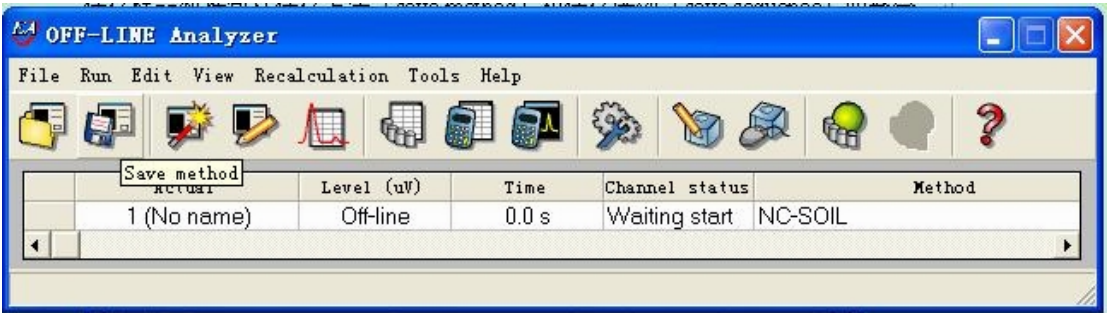
2.数据保存

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

首先建立好样品列表， 如下图

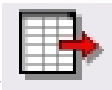


点击 OK，回到主界面如下。



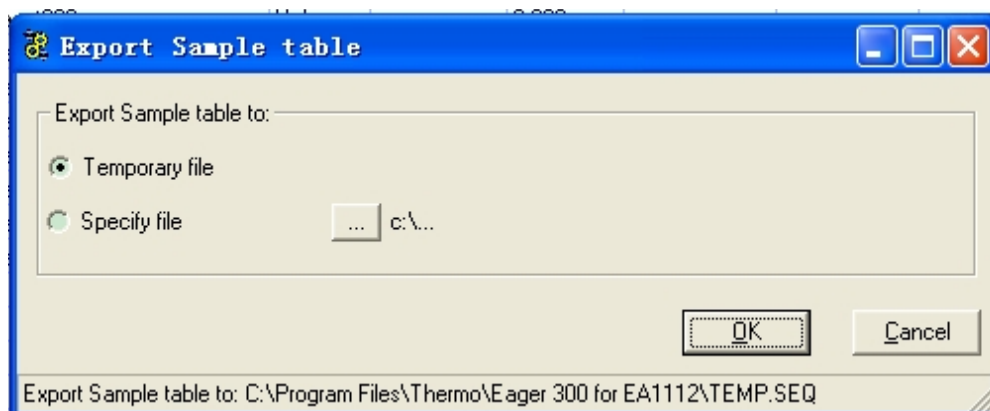
点击save method 图标，按提示将方法保存在指定位置并将原有方法覆盖。

保存序列：

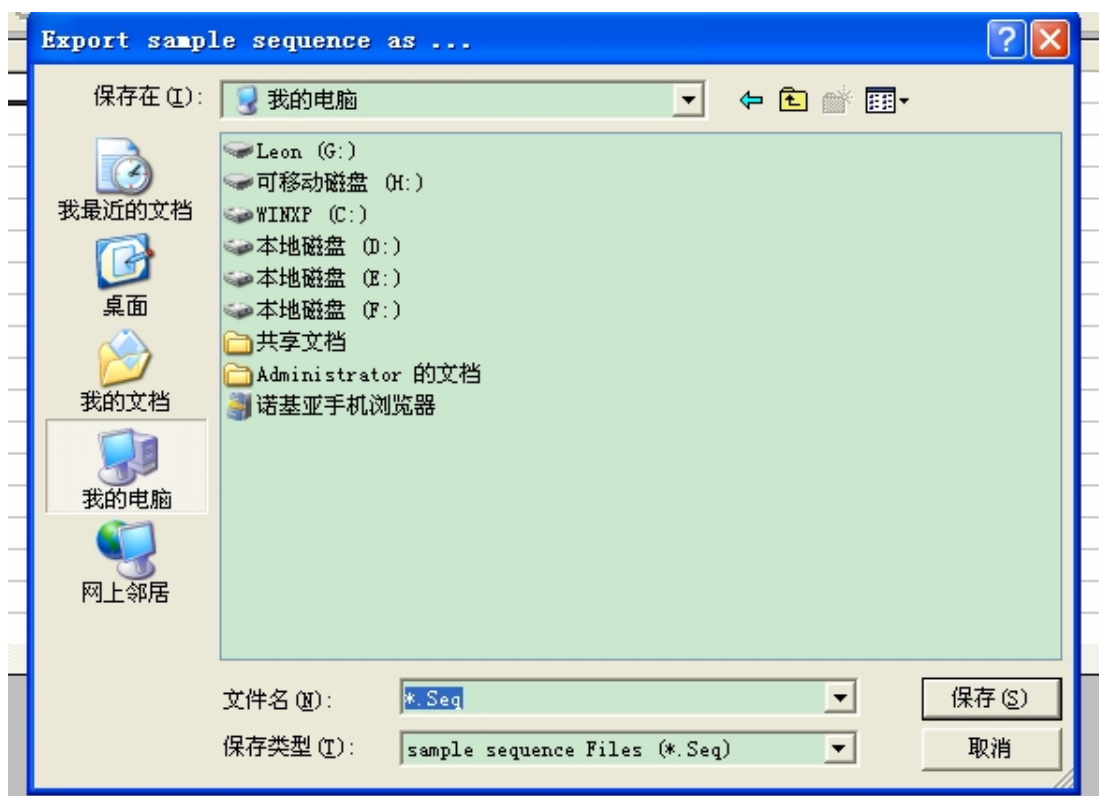


建立样品列表之后，点击，弹出如下对话框

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。



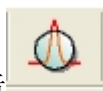
选择 specify file，点击  c:\..., 弹出如下对话框



给队列命名后存入指定路径，即可保存序列。

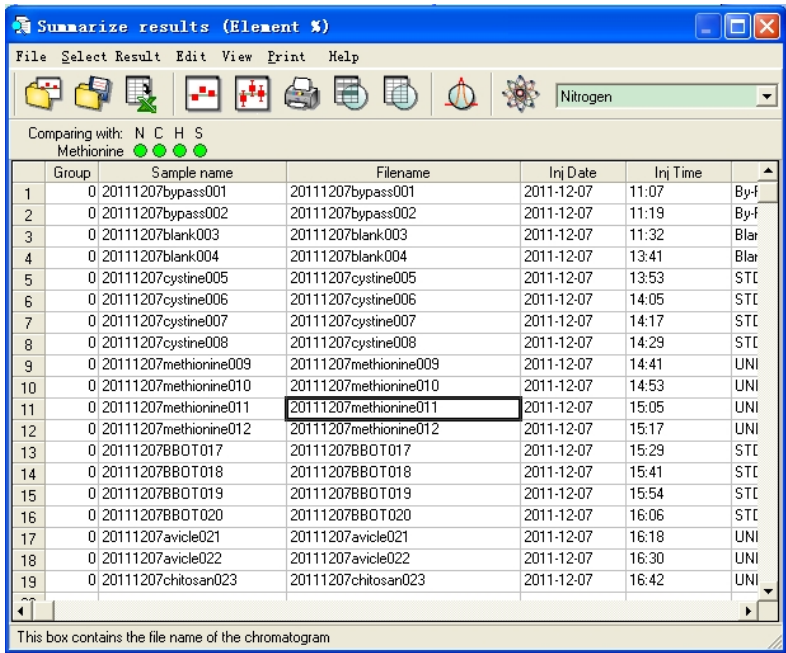
***序列文件和方法文件需保存在同一文件夹内。**

3. 手动积分方法

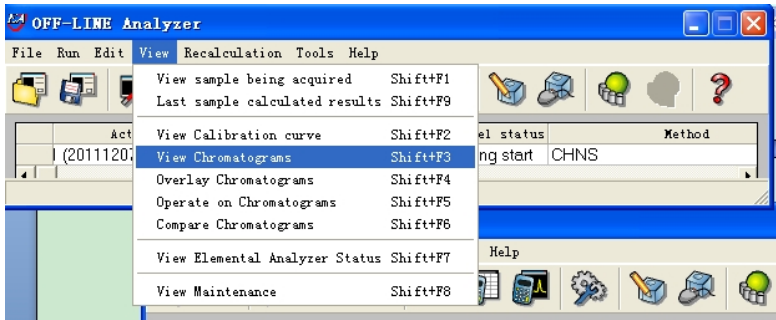
首先打开色谱图，可以从下图中选中要查看的样品文件，点击 ，即可打

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。

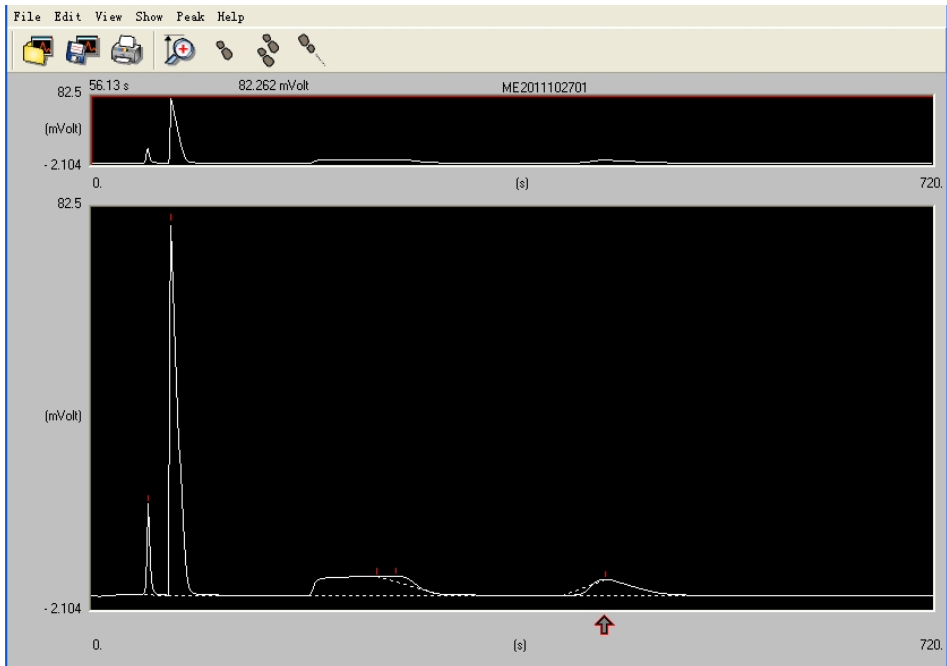
开色谱图。



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

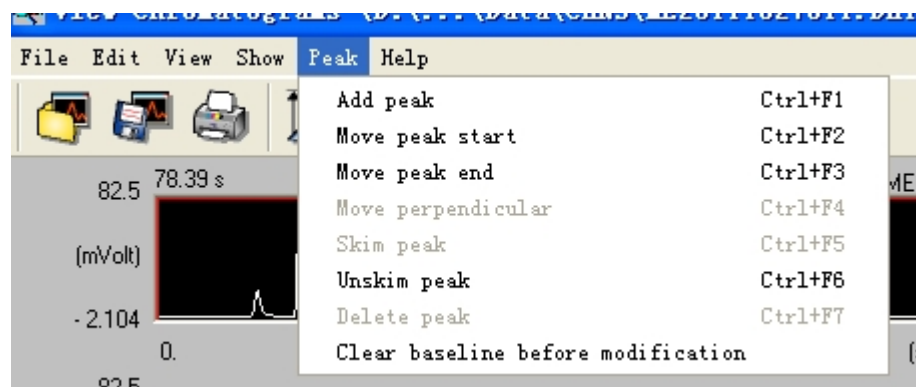


打开色谱图后，可选择有问题的峰进行积分。

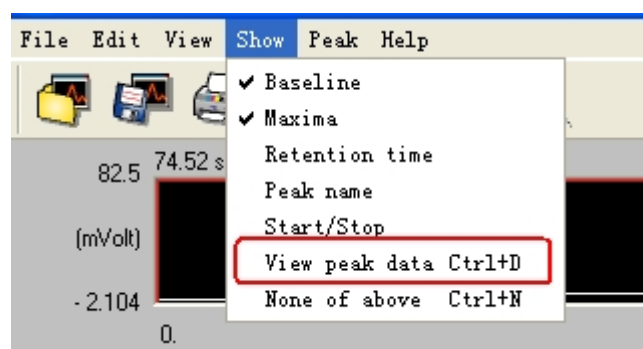


本操作规程为简易操作说明，仅供参考，如有疑问请以原版英文说明书为准。

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。

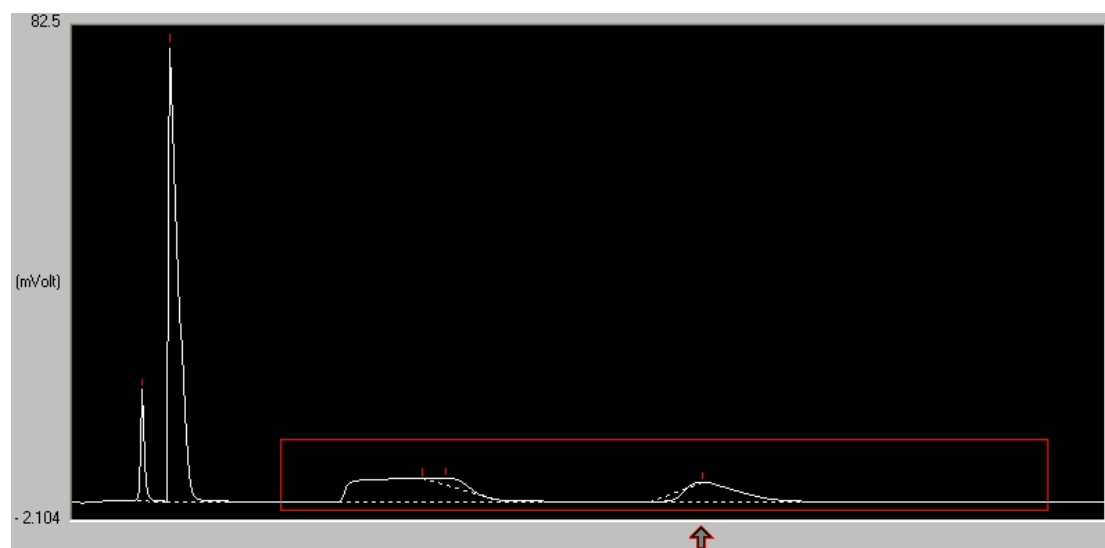


点击 show 菜单里的 view peak data，可以查看峰的详细参数，移动横坐标下方的小箭头可以指向想要查看的峰，可以查看峰参数。



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:

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。

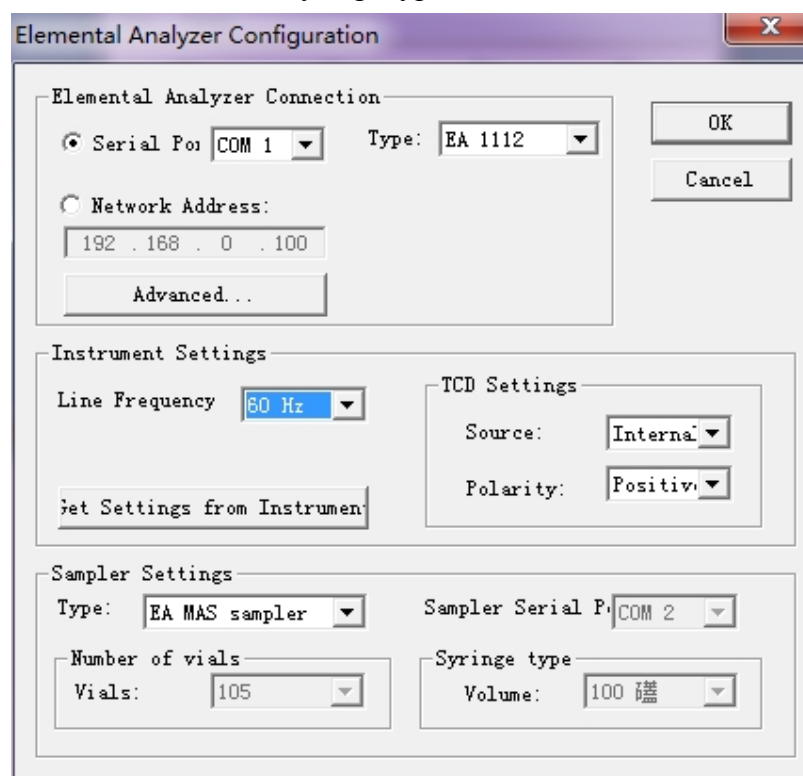
1. 在File下拉菜单里，选择Instrument Name and Configuration

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。*

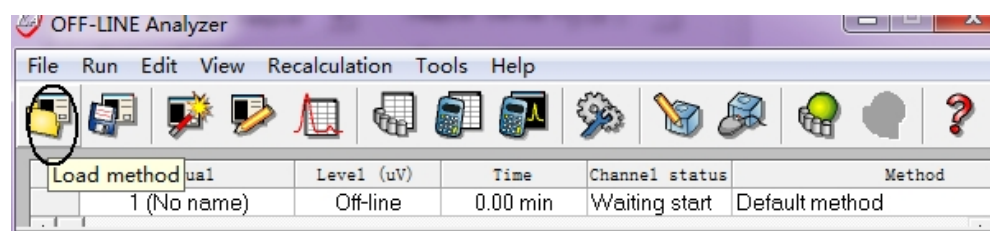
将Line Frequency频率改为50Hz, 在Sampler setting选择对应的进样器类型如EA MAS sampler，如使用液体自动进样器，则需选择对应的Sampler serial port, Number of vials以及Syringe type。设置完毕点击OK。



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。