

PRIMACS100 系列分析仪

用于检测 TN / TC 和 IC

用户手册



Skalar(中国)公司

销售中心电话: 020-38878523 手机: 13802539413

技术服务中心电话: 020-38878523



PRIMACS100 系列分析仪

用于检测 TN/TC/IC

SNACCESS 版本 1.0.19 及以上

电源

220-250V/ 50 或 60Hz

Publication No: 0301060A.US
Issue date: March 2015

© Copyright Skalar B.V.
P.O Box 3237
4800 DE Breda
the Netherlands
Tel: +31 (0)76 5 486 486
Fax: +31 (0)76 5 486 400
E-mail: info@skalar.com
Internet: <http://www.skalar.com>

欢迎使用 PRIMACS100 系列分析仪

在安装及使用该仪器之前，请仔细阅读该操作手册，由其要注意第 1.3 章节的安全防范及相关内容。

本手册将引导您完成系统的完整的定义，以帮助您快速获得必要的知识和信心，达到使用 PRIMACS100 型分析仪的最佳效率。

该手册共分为 11 章：

1. 简介。
2. 开箱和安装。
3. 操作。
4. 软件介绍。
5. 系统安装。
6. 分析。
7. 分析之后。
8. 维护。
9. 故障排除。
10. 技术信息。
11. 备品及备件。

假如，该操作手册提供的信息还不能解决您的问题或疑问。不要犹豫，请致电当地 Skalar 售后服务中心或 Skalar 总公司。

Analytical B.V.
P.O. Box 3237
4800 DE BREDA
The Netherlands

Tel:	+31 76 5 486 486
Fax:	+31 76 5 486 400
E-mail:	info@skalar.com
Internet:	http://www.skalar.com

Skalar(中国)公司
销售中心电话：020-38878523 手机：13802539413
技术服务中心电话：020-38878523 手机：13678788713

目录

1. 简介	9
1.1 一般准则	9
1.2 电气安全	9
1.3 操作安全	9
1.4 维护安全	10
1.5 符号	10
1.6 分析方法介绍	10
1.7 定义	10
1.8 工作原理	11
1.9 仪器类型	12
1.10 保修登记表	12
1.11 客户验收报告	12
2. 拆箱及安装	14
2.1 开箱说明	14
2.2 地点	14
2.3 安装要求	14
2.3.1 实验室要求	14
2.3.2 所需化学试剂:	14
2.3.3 仪表要求:	14
2.3.4 计算机要求:	15
2.4 硬件安装	15
2.4.1 填充双区炉子催化剂和还原 Cu	16
2.4.2 填充吸附剂	17
2.4.3 放置陶瓷球	18
2.4.4 废液泵和酸泵	19
2.4.5 进气口, 酸口及废液口的连接	20
2.4.6 电缆连接	20
2.5 软件安装	20
3. 操作	22
3.1 标准和样品预处理	22
3.1.1 标准制备	22
3.1.2 清洁坩埚和支持托盘	22
3.1.3 采样和一般前处理	22
3.1.4 品质管制	22
3.2 硬件操作	22
3.2.1 常规的启动和关闭程序	22
3.2.2 扩展操作说明	23
3.2.3 关闭程序	24
3.2.4 进样和启动	24
4. 软件简介	29
4.1 主页	29
4.2 显示	31
4.2.1 仪表盘	31
4.2.2 用户管理	39

4.2.3	事后分析.....	40
4.3	设置.....	42
4.3.1	主题.....	42
4.3.2	应用程序设置.....	42
4.3.3	计量单位 - 测量单位.....	45
4.3.4	数据库备份.....	46
4.3.5	数据库补丁.....	47
5	系统设置.....	51
5.1	安装方法.....	51
5.1.1	新建方法.....	51
5.1.2	打开方法.....	58
5.1.3	删除方法.....	58
5.1.4	重命名方法.....	58
5.1.5	导入方法.....	58
5.2	表设置.....	58
5.2.1	新建表格.....	59
5.2.2	编辑表格.....	61
5.2.3	删除表格.....	61
5.2.4	重命名表格.....	61
5.2.5	导入表格.....	61
5.2.6	导出表格.....	62
5.2.7	打印表格.....	63
5.3	模板.....	65
5.3.1	标准.....	65
5.4	发送方法.....	66
6	分析.....	69
6.1	开始分析.....	69
6.2	暂停/继续分析.....	70
6.3	停止分析.....	70
6.4	恢复崩溃的运行文件.....	70
6.5	仪器信息.....	71
6.5.1	温度测量仪.....	71
6.6	查看传入结果.....	71
6.6.1	即时结果.....	72
6.6.2	结果.....	76
6.6.3	校准曲线.....	83
6.6.4	建立方法.....	87
6.6.5	表设置.....	87
6.6.6	过滤器设置.....	87
6.6.7	重新计算.....	87
7	事后分析.....	89
7.1	主屏项目.....	89
7.1.1	输入.....	89
7.1.2	输出.....	90
7.1.3	删除.....	91
7.1.4	Run 文件管理.....	91

7.1.5	重命名.....	92
7.1.6	用户评论.....	92
7.2	结果.....	93
8	维护.....	95
8.1	日常维护，基于的时间.....	95
8.2	详细保养.....	95
8.2.1	更换陶瓷球（燃烧炉）.....	95
8.2.2	更换双区炉箱中的还原剂 Cu.....	96
8.2.3	更换吸附剂.....	98
8.2.4	更换泵管.....	100
8.2.5	更换夹紧阀管.....	100
8.2.6	更换取样抓手.....	100
9	故障排除.....	102
9.1	更换分离器的过滤盘.....	102
9.2	更换燃烧炉的陶瓷管.....	105
9.3	低峰.....	106
9.4	高峰.....	106
9.5	改变基线高度之后运行开始.....	106
9.6	峰形拖尾.....	107
9.7	重复性不好.....	107
9.8	气体输入压力过低.....	108
9.9	错误消息和处理.....	108
10	技术信息.....	112
10.1	Primacs100 技术规格.....	112
10.2	硬件.....	112
10.2.1	对于 TN / TC 的分析方法.....	112
10.2.2	对于 TC 直接分析方法.....	113
10.2.3	对于 IC 的直接分析方法.....	113
10.2.4	自动进样器系统.....	114
10.2.5	燃烧反应炉.....	114
10.2.6	双区反应炉.....	115
10.2.7	IC 反应器.....	115
10.2.8	冷凝水装置.....	116
10.2.9	半导体冷却器.....	117
10.2.10	吸附器.....	118
10.2.11	泵.....	119
10.2.12	分离器.....	119
10.2.13	收集容器.....	120
10.2.14	杯高度探测器.....	120
10.2.15	夹管阀.....	121
10.2.16	阀门.....	121
10.2.17	红外探测器.....	122
10.2.18	TCD 检测器.....	122
10.2.19	显示.....	123
10.3	流程图.....	125
10.3.1	IC-直接分析周期.....	126

10.3.2	TC-直接分析周期.....	129
10.3.3	TN-TC 分析周期.....	132
11	部件和附件.....	137
11.1	SN100 分析仪工具包.....	137
11.1.1	子工具包.....	137
11.2	1000 个样品工具包.....	139
11.2.1	1000 个样品子工具包.....	140
11.3	4000 样品工具包.....	140
11.4	反应器和吸附器组件.....	141
11.5	其它.....	141

附录

检索

PRIMACS100 系列分析仪

第 1 章：简介

前言：

本章包括安全防范知识和安全符号介绍，以及操作规范讲解.



1. 简介

1.1 一般准则

- 务必仔细阅读本仪器的用户手册，并遵守安全防范措施的指示。
- 该仪器专为实验室使用；切勿将其用于其它领域。
- 未经授权的人员不得驻留在仪器的附近。
- 切勿在仪器上放置任何物品。
- 始终使用仪器上规定的部分。

1.2 电气安全

- 将仪器连接到电源并打开，检查是否是所需电压（在仪器背面的标牌有指示）对应的线电压。
- 仪器电源线必须只能插入带有保护接地（大地）线电源插座，如果延长线时，请确保保护线不中断。
- 连接电源后打开仪器，可以带电测量仪器部件的承载电压。但是在修理时拆卸仪器的部件或有零件的变化前的任何服务，该仪器必须断开电源。
- 应避免在打开电源时进行仪器服务和维修工作，合格的维修人员，应该知道这项工作的危害，必须杜绝。
- 当对电子元件进行修理或更换时，服务工程师需要佩戴腕带为防止静电。

1.3 操作安全

你注意以下的安全事项有助于确保分析仪的持续安全运行。

- 仪器只能放在一个有适当高度、平整、清洁、干燥和坚固的实验台上的，所留空间要便于安装仪器和维修。
- 切勿将仪器放置在高温、潮湿或有腐蚀性物质的地方。
- 使用该仪器时，始终穿着适当的个人保护装置。
- 只有合格的人员才能操作仪器，或进行维修设备。
- 在开始操作仪器前，运营商需要有仪器的安全操作知识，在有任何疑问请立即联系相关负责人。
- 使用仪器前检查所有功能的工作状况，有任何疑问必须及时咨询专业人员。
- 仪器可能无法开机不正确的屏蔽。
- 确保使用仪器时有一个很好的了解。
- 在分析过程中，不要打开门。
- 报告仪器的任何不安全状况给专家及时处理。
- 如果有误操作造成仪器受损，必须将仪器的仪表不正常状况告诉维修人员。
- 更换部件时，必须使用原厂配件。
- 维修时确保双手不要佩戴饰品，发型要便于维修。
- 不要拆除用于固定盖子的螺丝，没有配件，要保持后面这些盖的正常使用。

1.4 安全维护

- 不要将与分析仪无关的文档用于维护程序。
- 不要使用喷雾清洁剂，始终使用指定的清洁剂和材料清洗仪器。
- 按照当地规定，妥善处置废弃物。

不遵循 Skalar 操作手册，造成仪器的不正确使用所产生的损失由用户承担责任。

Skalar 仪器公司不接受当仪器发生故障时，不通报 skalar 工程师的情况下，客户单方面对仪器进行修改造成的损害和其他方面的伤害的责任。只接受 Skalar 管理的事先书面批准的修改所产生的人身伤害的责任。

1.5 符号

 注：说明包含有关文本的更多信息。

 注意事项：在开始操作之前，请指示。

1.6 分析方法介绍

Primacs100 系列分析仪是专为分析样品中的总氮/有机碳/无机碳而设计的，应用领域包括：土壤和植物固体、化肥，麦芽和食品等。

方法是基于杜马斯燃烧法，此方法由杜马斯于 1826 年提出，将样品通过受控供氧，供热和催化燃烧装置氧化成 NO_x 和 CO₂。

在 1883 年凯氏开发了另一种方法，这种方法将有机氮和无机氮转化为氨盐，多年来这种方法得到了进一步发展，成为一个被广泛接受的方法，现今许多凯氏方法的衍生方法被使用。

凯氏方法一直存在着争论，试验中涉及使用不同的催化剂和条件，众所周知，凯氏方法不能将硝酸盐和亚硝酸盐，以及亚硝基，偶氮及重氮化合物转换为氨离子，同时也有潜在的危险和有毒试剂的使用，这会对环境造成污染。

由于这些事实，注意力已集中在仪表，这依赖于杜马斯化学燃烧原理。

1.7 定义

总氮(TN)

样品中的 TN，这包括有机和无机氮。TN 被表示为每个样品中含氮的总质量。

总碳 (TC)

样品中的 TC，这包括有机和无机碳。TC 被表示为每个样品中含碳的总质量。 (TC = TOC + IC)

总有机碳(TOC)

TOC 被定义为样品中的有机物氧化后转化为二氧化碳中的碳。TOC 是 TC 和 IC 之间的差。TOC = TC - IC.

无机碳 (IC)

酸化后，变成二氧化碳的无机碳含量，对于土壤中的 IC 部分主要是与碳酸盐矿物有关。 (IC = TC - TOC).

1.8 工作原理

Primacs100 系列分析仪提供了 10 种不同的布局，根据不同的要求，该分析仪提供快速，可靠，准确的总氮和碳分析结果，称重 100mg - 1000mg (max.3000mg)。最大直至 100mg 净 N 和 200mg 净 C。一个自动取样器被集成在仪器中，一批可以自动分析 100 个样品，预先称重，如果样品超过 100 个，在分析过程中可以添加。

TC/TN

将样品燃烧之前要经过几个步骤，Primacs100 有一个开放的喷射系统，因此各种气体从空气可能进入喷射系统。这就是为什么 Primacs100 要用氧气先吹扫喷射系统，然后将喷射系统封闭，然后吹扫整个系统。

随后，样品被自动推入燃烧炉中在 950℃—1100℃燃烧氧化，通过加入过量的氧气，在短时间内将氮化合物氧化成 NO_x，陶瓷片在炉的顶部填充同时陶瓷球提供充分的燃烧条件。在燃烧过程中样品被泵循环在一个封闭的系统，气体混合物首先通过铁丝吸附器吸收酸蒸汽，气体混合物然后通过一个电磁冷却器去除 H₂O，黄铜纤维吸附更多的酸蒸汽和卤素。然后将混合物通过泵和三个阀（用于压力和流量的稳定），再进入燃烧氧化区。

通过切换阀（之间的黄铜丝吸附器和泵）系统被打开和氮气混合，通过红外检测器，氮氧化物的浓度过高，这里仅通过气流的 1/80；其余由木炭吸附除去。

该混合气体物被收集在铜收集容器中，当收集完成阀再次切换氮气将气体混合物带入双区炉中（750 和 600℃）进行氧化和还原，炉（在 750°C）内的管的下部填充有氧化铜催化剂，（在 600℃）上有纯铜还原剂，其中 NO_x 被还原成 N₂。所形成的 CO₂ 在红外检测器检测。此后 CO₂ 和 H₂O 从通过吸附器的气体流进行过滤。

所形成的 N₂ 通过热导检测器（TCD），其中所述样品流和载气流分别引导通过所述检测器。通过测量在入口和出口处的气体的温度，传热可以计算出来。在参考气体和样品气体之间的热传递的差为 N₂ 的样品中的浓度的量度。两个探测器，以及在分离器和延迟容器，被放置在恒温环境（40℃）。

来自检测器的信号被传输到 PC 为进一步计算由软件完成。



TC

检测 TC 时催化剂放置在炉箱的顶部，燃烧部分 TC / TN 是一样的，样品也在泵封闭的系统中。在燃烧的结束后阀切换，气体混合物直接导入 IR 检测器，样品未通过分离器，所以这种设计特别适用于低含量 TC 检测。

IC

集成电路可以作为在 DIN 方法的一部分，样品加热到 110℃时被酸化后进行测量。在 IC 从样品中释放绕过 TC 反应器，并直接经过铁丝吸附器，电磁冷却器，铜/纤维丝吸附器和延时器只到通过红外探测器进行检测。

1.9 仪器类型

Primacs100 系列有 6 种不同的仪器类型：

- | | |
|---------------------|----------------|
| ● PrimacsATC100: | 只有 TC 测量 |
| ● PrimacsATC100-IC: | TC 和 IC 的测量 |
| ● PrimacsAIC100: | 只有 IC 测量 |
| ● PrimacsSNC100: | TN 和 TC 测量 |
| ● PrimacsSN100: | 只有 TN 的测量 |
| ● PrimacsSNC100-IC: | TN, TC 和 IC 测量 |

本手册包括所有类型的仪器，请参阅您的仪器类型章节，在说明中具体列出。

1.10 保修登记表(略)

1.11 客户验收报告(略)

PRIMACS100 系列分析仪

第 2 章：拆箱及安装

前言：

本章给出了详细的开箱和安装说明，首次操作仪器之前请仔细阅读。



2. 在拆箱及安装

2.1 开箱说明

拆箱后不要丢弃任何包装材料，直到所有部分都被解开，并核对装箱单，以确保所有部件齐全。如果任何物品缺失，首先检查包装，如果仍然无法找到，请记下部件号立即通知供应商（见交货条件）。检查包装后，给予它清晰的情况描述，即使你认为所有的部件已到齐。

如果有任何损坏或破损的部件，恢复原包装，并立即通知和转发给供应商等着给进一步的指示。如果货物退还供应商，原包装材料必须用于退运，除非有更好的可用。

2.2 位置

必须选择没有可燃性气，电力供应稳定和废物处理设施齐全的实验室，提供清洁，干燥，无粉尘和耐酸碱，防火板材质的实验台。

必须保持 5℃—40℃ 之间的环境温度，必须保持在 20%—80% 之间的相对环境湿度。

不要将仪器：

- 让阳光直射。
- 放置于过度振动的区域。
- 靠近空调或正对着吹风机。
- 靠近热源或冷源。
- 附近有设备产生强磁场或电场。
- 附近有设备产生高频声波。
- 附近有腐蚀性物质和易挥发的物质。

2.3 安装要求

安装 Primacs100 分析仪的一些要求，必须由客户单独提供。

2.3.1 实验室要求

- 氧气，超纯级，99.995% 及以上纯度。（建议使用梅塞尔）
- 氦气，无氮，超纯级，99.99% 及以上纯度。（建议使用梅塞尔）
- 零级空气，没有二氧化碳零排放和有机污染物或氧气排放（用于测量范围 <1% 的碳）。
- 减压阀的最大量程在 300KPa（3bar）以上。（建议购买上海减压器的产品）
- 废物处理设施。

2.3.2 必需的化学试剂：

请参阅 Primacs100 分析仪附带方法所需的化学。



注：Skalar 不承担任对使用的化学试剂质量问题的任何责任。

2.3.3 仪器要求：

A. 燃烧气体：由氧气提供，确保氧气供给压力在 3bar- 5bar（300 - 500KPa）在气瓶减压阀上显示（消耗 ±200-1200ml/min，根据于分析状态 ）。。

载气：由氦气提供，确保氦供给压力在 3bar- 5bar（300 - 500KPa）在气瓶减压阀上显示（消耗±270 ml/min）

连接管：（硬质 PVC 或 PU）气体输入管 OD 6 mm, ID 4 mm, cat no. 90041092）（提供给分析仪）。

B. 电源：连接电缆之前，检查电源电压是否正确（220V / 50 Hz 或 240V/ 50 Hz），见仪器背面的标签，该仪器电源线只能连接到有接地保护（地线）的电源上，如果延长导线要确保接地保护线不会中断，功耗依赖于分析仪的配置，最大功耗：1800 VA。

C. 电源插座：（电流 16 A）至少需要 5 个插口，独立的电源连接所需要的：

- Primacs100 分析仪。
- 打印机。
- 电脑主机。
- 显示屏。
- 分析天平精度 0.1mg 及以上（不包括在分析仪购买中，用户自己提供）。

D. 安装空间：分析仪尺寸(H x D x W) 103 x 52 x 90 cm

2.3.4 计算机要求：

最低要求：

Processor	4000 MHz
RAM memory	4 GB SDRAM
Video memory	128 MB
Hard disk drive	100 GB
Available space	100 MB at least
COM port	2 x RS232 (9 pins)
USB port	2.0
Parallel port	1 x (or printing on network)
CD ROM drive	1 x (32 speed)
Display monitor	17" TFT flat screen
Display resolution	1024 x 768 x 256
Mouse, keyboard and printer	
Operating system	Windows™ 7 ultimate, Windows™ 8 pro

2.4 硬件安装

实验台的后方必须预留一定的空间（50cm），方便仪器安装和维护。

2.4.1 填充双区炉箱内的催化剂和铜还原剂

(仅适用于 Primacs100-TN 分析仪)

1. 打开左上侧门，炉子在左前侧。

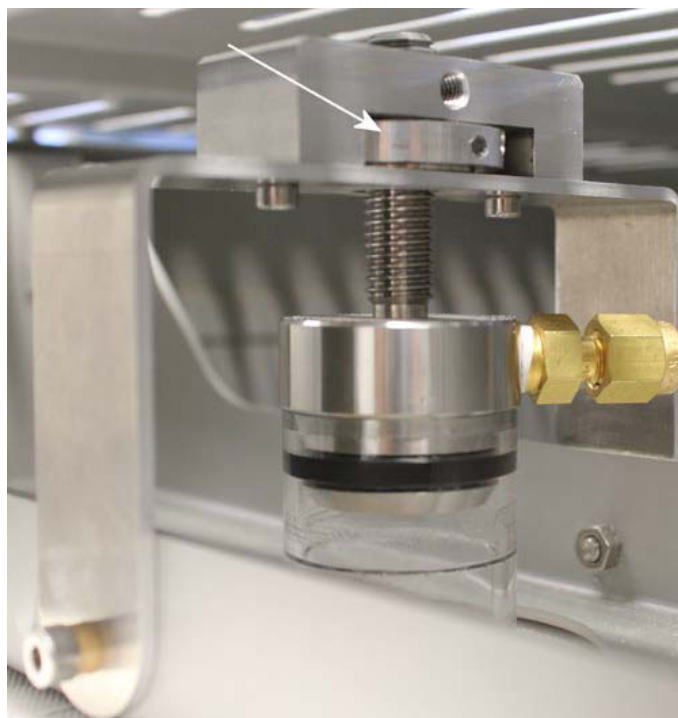
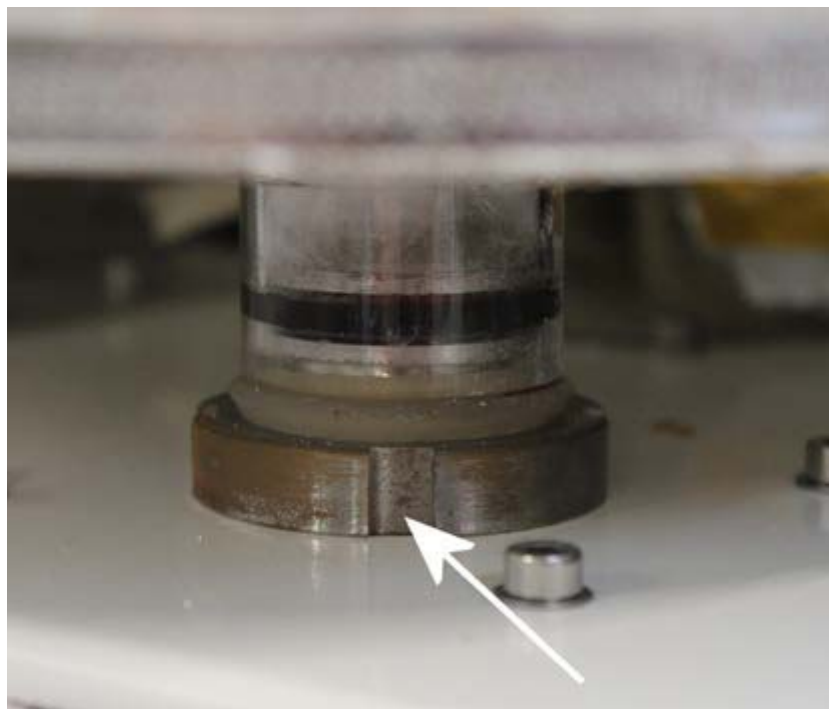


Figure 2-1

2. 拆下仪器的顶盖。
3. 如图 2 -1 所示，松开反应管支架的旋盘。
4. 使用钩扳手 (SN100399) 逆时针转动螺母底部，从底部 O 形环上 (图 2-2) 松开管子，然后将其取出反应炉，反应管底部需垫石英棉约 2cm (货号 2CA10359)，填充 CuO 约 5cm (货号 2SN20352)，其余部分用 350g 纯铜 (货号 SN20357) 填充，离反应管的顶部约 4-5cm 的距离。
5. 用乙醇清洁石英反应管的外部。

**Figure 2-2**

6. 将底部顺时针转动直到拧紧连接，小心将反应器管穿过炉箱和推环底部，并放下顶部支架连接。
7. 并拧紧螺丝放回支架。
8. 安装仪器顶盖。

2.4.2 填充吸附剂

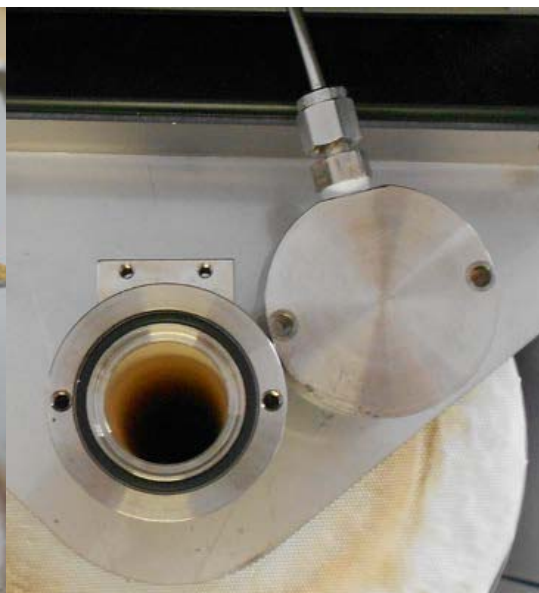
1. 打开分析仪的左前门。
2. 拆下吸附管。
3. 找到相应的吸附材料填充。（见图 2 -3）：
 - 1) NO_x 氮氧化物吸附剂用活性炭。
 - 2) 黄铜丝/纤维素吸附剂。
 - 3) 铁丝吸附剂。
4. 分别对应吸附器 1, 2 和 3，小心将三根吸附管装上套紧。
5. 1 号为氮氧化物吸附器：填充氮氧化物吸附材料（货号 2SN20356）。
- 2 号铜/纤维素吸附器：撕裂两张 A4 大小的纤维素纸，将其填充在（约 1/3 管）底部，然后填满黄铜丝。货号 90050628（黄铜丝）和 90050630（纤维素纸）
- 3 号铁丝绒吸附器：填满铁丝绒（货号 90050629）。

**Figure 2-3**

6. 在上下支撑件的 O 形圈上略涂润滑脂（2010）。
7. 将吸附管先将上方 O 形圈连接，然后将管向下推至底部。
8. 通过拉动柄打开下方的前面板，这里是 CO₂/H₂O 吸附器（见图 2-3）。
9. 小心地将管子从支持架上拆下。
10. 将一端用石英棉塞上（货号 2SN20351）再填充吸水物质约管长的一半（高氯酸镁，货号 2SN20354）。再放置一石英棉塞上，并填充二氧化碳脱除剂（1: 1 氢氧化钠和碱石灰混合物，货号 2SN20355），在顶部放置石英棉塞。
11. 将吸附管连接好。
12. 装上前面板。
13. 关闭左前门。

2.4.3 填充陶瓷球

1. 卸下顶盖。
2. 拆下炉箱顶部的两颗内六角螺栓（见图 2-4），卸下散热板和顶部的连接，并将其掰开放在一旁（见图 2-5）。

**Figure 2-4****Figure 2-5**

3.将陶瓷内插管插入（货号 2SN22254），拆开包装，将陶瓷球（货号 2SN22318）填充在陶瓷内插管里,其余空间填充陶瓷碎片（货号 90035200），完成后塞入 1-2cm 石英棉。

**Figure 2-6**

- 4.将 O 形圈（货号 90039583）套在内插管上再插入炉箱中。
5. 确保将陶瓷内插管插入时与金属圈边沿对正（见图 2-6），确保 O 形圈到位。
- 6.重新装上散热器并拧紧内六角螺栓，务必拧紧，防止泄露。
- 7.装上顶盖。

2.4.4 废液泵和酸泵

泵装置在仪器的左侧背面。

1. 松开面板上的四颗螺丝，卸下面板。
2. 找到泵（见图 8-8）：上方的泵用于排废液，下方的泵用于加酸，将四根泵管压在上方的泵上，泵顺时针旋转。

3. 搬运仪器前拆下泵盖。
4. 使用前将泵盖涂上润滑脂（SA 2010），抓住手柄将泵盖锁定在适当的位置。

2.4.5 进气口，酸口及废弃物的连接

A. 进气口连接

必需用气管来连接：

使用 PE 气管，货号 90041092(OD x ID 6 x 4 mm, 黑色)

1. 气管的一端连接到氧气供给减压阀上，另一端连接在 Primacs100 右侧的氧气入口。
2. (仅适用于 Primacs100-TN 分析仪)
气管的一端连接到氮气供给减压阀上，另一端连接在 Primacs100 右侧的氮气入口。
3. 检查减压阀压力表上供气压力是否为 3-5bar (300-500KPa)，如若不是则进行调整。
4. 用洗涤剂在连接处检查是否有漏气，如出现漏气现象则重新进行连接。

B. 酸入口连接

(仅适用于 Primacs100-IC 分析仪)

将插着酸入口管的磷酸瓶放置于分析仪旁相应位置。

C. 废物连接

把从 Primacs100 排出的废液导入废液处理设施中。确保排废管畅通且不能脱开。

 **警告：**废液中含有酸，只能连接到相应设施中。

2.4.6 电缆连接

位于分析仪右边：电源开关 On / Off 和 4 个 RS232 连接口 (见图 2-7)。

所需的组件：

Primacs100 分析器与计算机连接串口线 (RS232)，货号 90015028。电源线，货号 90015001。

- 将 RS232 线一端连接到 Primacs100 (PC 接口) 上，另一端连接到计算机的第一 COM 口上。
- 先连接 RS232 信号线再连接电源线。



Figure 2-7

2.5 软件安装

请参阅单独的安裝說明。

PRIMACS100 系列分析仪

第 3 章：操作

前言：

本章介绍了常规和详细的硬件操作说明。



3. 操作

3.1 标准和样品预处理

3.1.1 制备标准

标准的制备依赖于所使用分析仪的类型和分析范围。

请参阅仪器的流程图参与仪器的方法表。

3.1.2 清洁坩埚和吸附垫

新的坩埚和吸附垫（货号 90035227，用于液体样品检测）在使用前必须清洗，消除潜在的污染物。

清洗是将坩埚和吸附垫顶入 1100 摄氏度的马弗炉中至少 30 分钟，还可以将坩埚和吸附垫作为空白用仪器清洗。

注意：清洗仅适用于检测 TC / TN 的坩埚，IC 的坩埚不必清洗。

3.1.3 样品和一般前处理

选取样品必须具有代表性，因此样品必须混合均匀。采集到的样品应放置在一个干净的玻璃瓶中，遵循 ISO 11464 和 11465 规定，实验样品先进行研磨直到能通过一个 250um 孔径的筛，在研磨过程中避免过热。标准不需要预处理，可直接进行分析。

称量样品直接放入坩埚中，用精度为 0.1mg 的分析天平称取，分析天平连接到计算机上，重量可直接导入到模板。将坩埚放置在自动进样器的相应位置。

3.1.4 质量控制

为了确保获得可靠结果，需要每次分析质量控制样品。编制样品的质量标准在最先分析。

根据测试样品误差允许的浓度：

1 to 10 mg N/C.	± 5 %
>10 mg N/C	± 3 %

要减小误差，要经过多次分析，请按照下列故障排除步骤来解决问题：

- 分析所需部件在与样品直接接触前是否清洁。
- 检查系统上的液体/气体是否有泄漏。
- 检查系统上的温度精度

3.2 硬件操作

3.2.1 日常启动和关闭程序

初次操作者请参考说明书

启动步骤：

- 打开气阀（调节减压阀到合适压力）在气体瓶上（两个）。
- 打开 Primacs100（仪器背面和前面开关）电源开关。
- 启动电脑，打印机和显示屏。
- 启动软件程序并登录。
- 选择的方法，发送至仪器，炉箱开始加热，开启气流。
- 等到炉温升到设定温度 让分析仪稳定（1 个半小时）。
- 检查显示器和分析仪上的气流表。
- 运行基线。
- 现在该系统已经准备好运行分析。

关闭程序：

- 关闭软件程序。
- 关掉 primacs100，计算机和打印机。
- 关掉气体供应。

- 关闭分析天平。



注意：如果次日还要使用仪器，选择待机状态。



重要的是：先关闭仪器开关和总开关，再关闭气瓶总阀和放松减压阀。

3.2.2 扩展操作说明

A. 气体供给和气瓶

打开气瓶总阀，调节减压器在设置压力。气体压力必须是 3bar (300 kPa)，在仪器上氧气压力为 250 kPa，氮气压力为 200 kPa。

氧气（或空气）载气流量(200 ml/min.)，冲洗时氧气流量（(1000 ml/min)；作为参照的氮气体流量（90 ml/min.）和氮气载气流量（200 ml/min.）。

B. 仪器开关

1. 先打开 primacs100 分析仪主电源开关前，检查仪器侧面的电源连接线，激活 TCD 检测器（再次使用仪器不超过 5 天，可以不关闭主电源）。
2. 打开分析仪前面开关，自动进样器开始初始化（机械手移动到样品盘的 1 号位，显示指示灯亮起信息，在当前状态下（=空闲）仪表没有显示。
3. 开启电脑（和打印机）。
4. 开启分析天平。
5. 双击桌面图标打开软件。
6. 用你的用户名和密码登录。
7. 选择“设置”/‘Settings’图标。
8. 选择方法在左面板中打开“方法”/‘Methods’窗口。
9. 将选择的分析方法“发送”到仪器，炉箱开始升温到所需温度。你可以查看半导体制冷器温度，燃烧炉和还原炉温度，TCD 和红外信号，流量显示在前面的分析仪和软件（在屏幕）上。

下面的启动延迟时间应考虑

从最初的启动，到仪器已完全关闭：

——燃烧炉	off（关闭）
——双区炉箱	off（关闭）
——气体流氮断	off（关闭）
——气氧流量	off（关闭）

稳定时间：1 个半小时

部分关闭，炉箱温度降低至最初和气体流量开关闭：（待机模式设置）

——燃烧炉	on（开启）
——双区炉	on（开启）
——气体流氮断	off（关闭）
——气氧流量下	off（关闭）

稳定时间：1 小时



注意：氧气开启或关闭跟仪器启动到稳定的时间无关。

3.2.3 关闭程序

当第二天还使用分析器：

1. 通过设置软件程序，将炉箱冷却到设定的待机温度和流量设为待机关闭。在这种情况下，不要关掉电源开关和气阀。
2. 关闭软件程序。
3. 关掉电脑和打印机。
4. 关闭分析天平。

当三天内不再使用分析仪：

1. 关闭软件程序。
2. 先关闭分析仪前面的电源开关，两秒后再关闭仪器主电源开关。
3. 关掉气瓶。
4. 关掉电脑和打印机。
5. 关闭分析天平。

3.2.4 启动取样



注：本程序可以假定为分析仪的分析方法，需要设置和发送（参见第 5.1 章的方法设置）。

分析中可以包含空白，标准，质量控制，未知样品。质控样品用于检查分析仪的性能，通常放在开始和结束分析，当没有标准进行分析时，调用以前的分析校准方法（参阅第 6.6.3.3 章节）对样本进行计算。

这里描述的是将样品全部放置于进样器后在开始分析，需要插入样品分析请查阅第 6.6.5.1 章节。



注：每个分析开始需设一个合理的高标准和空白，在表格中设置为“未知”类型，这两个样品可以识别“示踪剂”和“空白”。

取样程序

1. 如第 3.2.2 章节描述的启动分析仪和软件。
2. 从样品盘上拆下盖子，放在附近的抽屉里。
3. 选择“设置分析”图标，随后选择在窗口左侧的“表格设置”图标（见图 3-1）。
4. 这将打开“表格设置”窗口。



Figure 3-1

5. 点击“新建”，打开“方法窗口”，选择所需的方法，点击“继续”（见图 3-2）。

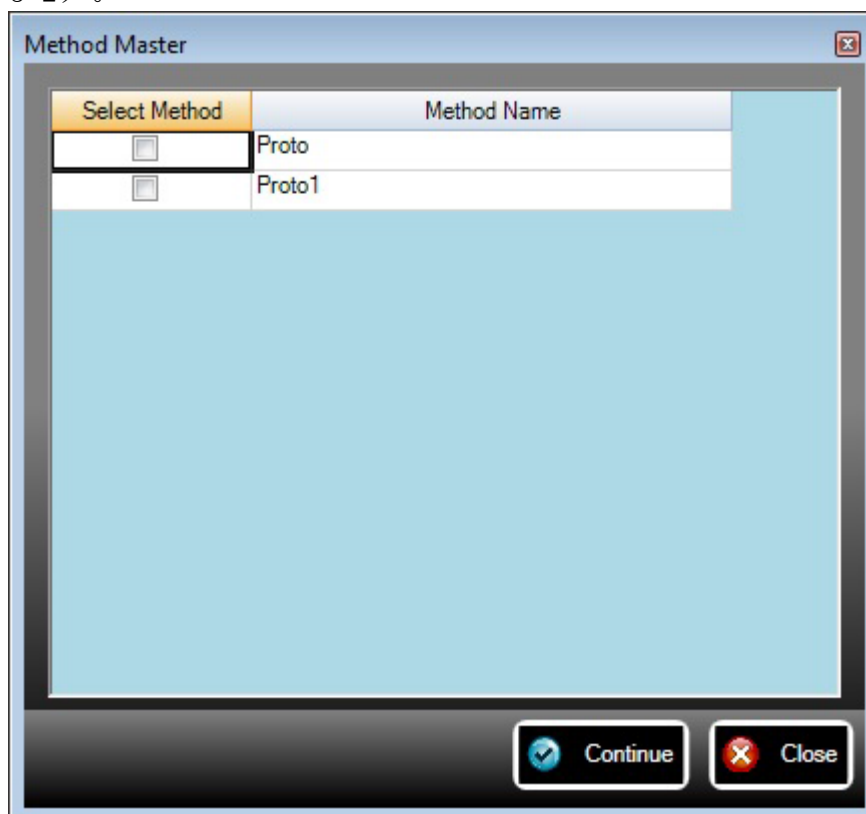


Figure 3-2

6. 此事“表格”窗口打开。
7. 输入一个位置，类型选择“未知”为识别样品请标注为“示踪样品”类。
8. 用镊子将空坩埚放在天平上调零，操作者手指不要碰到坩埚。
9. 称取得（或移液管）标准量在（含 3-5mg N 或 30-40 mg C）会产生相当高的峰值。
10. 该重量或体积为示踪剂样品。
11. 将坩埚放置在表格设定相应样品盘位置。
12. 点击下一行输入位置。
13. 选择“未知”样品类型，标记为‘空白’样品。
14. 将空坩埚放在样品盘的“1 号位”（软件不接受 0 号位）。
15. 点击下一行然后点击“工具”菜单中的“校正”图标。
16. 打开“校准”窗口，选定可用的标准方法。
17. 选择将标准“插入”之前的表格中，关闭“校准”窗口，所有标准都会增加。
18. 在天平上称量（或移液管）均匀的标准量（参阅第 3.1.2 章节）根据身份输入到表格中。
19. 将坩埚放在样品盘的相应位置。
20. 按照 18 - 20 个标准来衡量，至少让一条校准曲线（最好有 5 点）在要求的范围内（S）。可以创建不同的校准曲线（如 1-10mg 和 10-25mg）。分组将校准曲线（输入表格分组）输入表格。
21. 点击下一行输入位置。
22. 选择样品的类型（未知）并做标记。

23. 在天平上称量（或移液管吸取）适量样品放入坩埚。
24. 将坩埚放在样品盘相应位置在表格中输入重量或体积。
25. 根据步骤 22-25 个待测样品（样品盘最多 100 个位），示例如图 3-3 所示。



Figure 3-3



注意： 在分析过程中可以插入和替换已经被测了的样品，在表格中添加新样品（不超过 100 号位），再次使用 A1—A100 的取样位置。

26. 检查表，是否正确填写所有样品。
27. 选择“保存”图标，并在表中输入一个名称。
28. 单击保存，将显示一条消息，该表保存成功，单击确定关闭该消息。
29. 关闭表格。
30. 将样品盘放回分析仪，确保正确放置，盖上罩子。



注意： 样品盘放置不到位分析不能启动。

启动程序（参阅第 6 章）

1. 点击主屏幕上的“分析”图标。
2. 选择连接方法在窗口左边。
3. 在对话框中输入分析名称，然后单击 OK（“运行数据库引用名称”不能更改），见图 3-4。该对话框关闭，一个新的对话框打开选中表格。
4. 选择刚刚从列表中创建的示例表，在表格中创建了分析方法显示在右侧窗口（见图 3-5）。

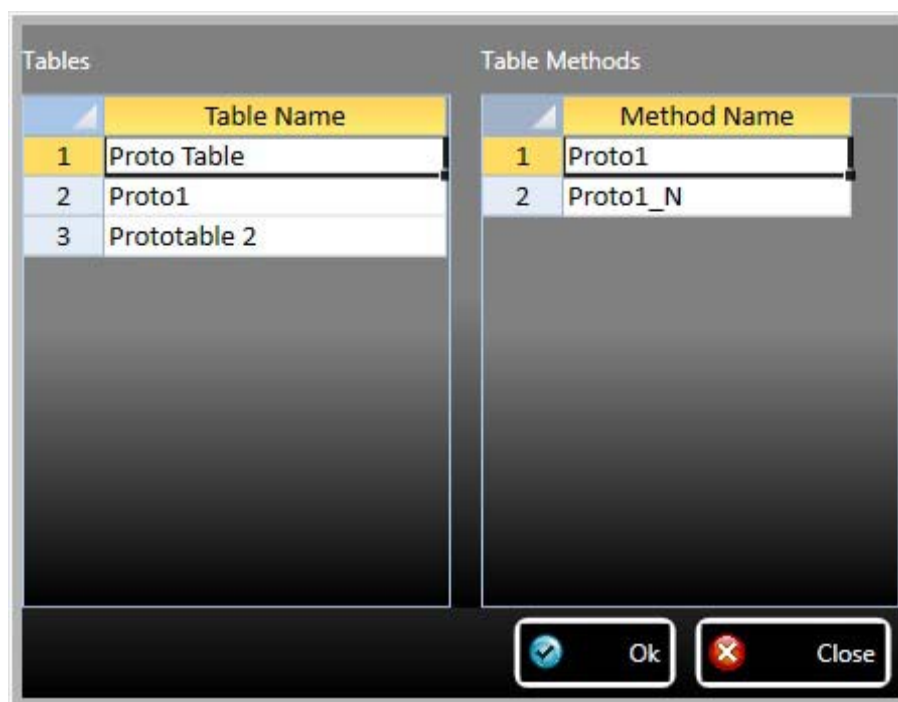


Figure 3-5

5. 单击确定，该对话框关闭。
6. 在左窗格中选择开始分析按钮，分析开始运行。
7. 选择“结果”在左窗格中，打开一个新的窗口，其中一个选择，可查看实时传入的结果或峰值，当所有的标准测定完成，可查看校准曲线。



注意：当进行分析时，气体输入压力低于 1.5bar 时，分析停止，运行自动保存，错误信息在屏幕上显示，仪器顶部气体流量过低（红色）指示灯亮起。

8. 当表格中所有样品测量完毕，分析屏幕上会弹出消息“分析完成”，成功保存运行结果。
9. 单击确定关闭该消息，该数据现在可以被处理，打印，重新计算并导出。



注：可以在“表格设置”中添加样品（见 6.6.5.1 章节），在样品盘上插入样品。然而，只有按下“暂停”按钮，将罩子移除后才能添加（或停止后分析）。

该按钮变成一个箭头，等到分析仪显示该分析暂停，将罩子取下，把分析样品放入样品盘。插入后，将样品罩盖上，再次按下“暂停”键，分析继续进行。



警告：只能非常熟练的操作员，才能使用本功能。

PRIMACS100 系列分析仪

第 4 章：软件介绍

前言：

本章介绍的常规设置作为参照，并对颜色设置和用户管理进行描述。。



4. 软件介绍

4.1 主界面

该软件被安装在“程序文件”目录，并自动放置在开始菜单中。另外一个快捷方式图标放置在桌面上。

选择开始/所有程序/ SNAccess X.XX 启动软件或双击桌面上的快捷方式图标。

显示的登录界面（见图 4-1）。

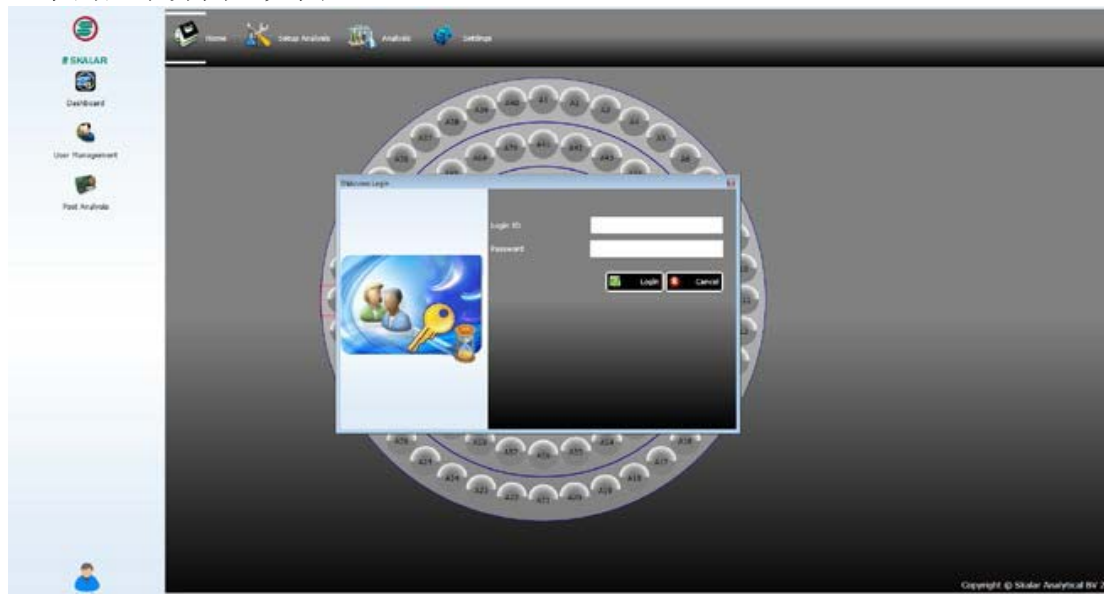


Figure 4-1 Login screen

Login ID 输入“Administrator”，password 输入“admin”密码。只有 Login ID 输入，更改密码按钮出现（见图 4-2）。

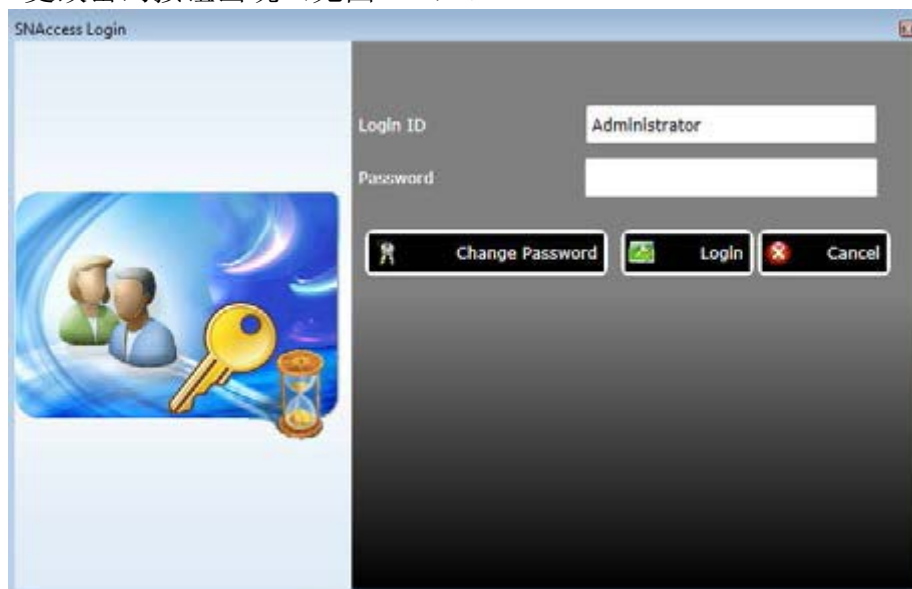


Figure 4-2

密码必须立即更换。

1. 更改密码如下图所示（见图 4-3）。

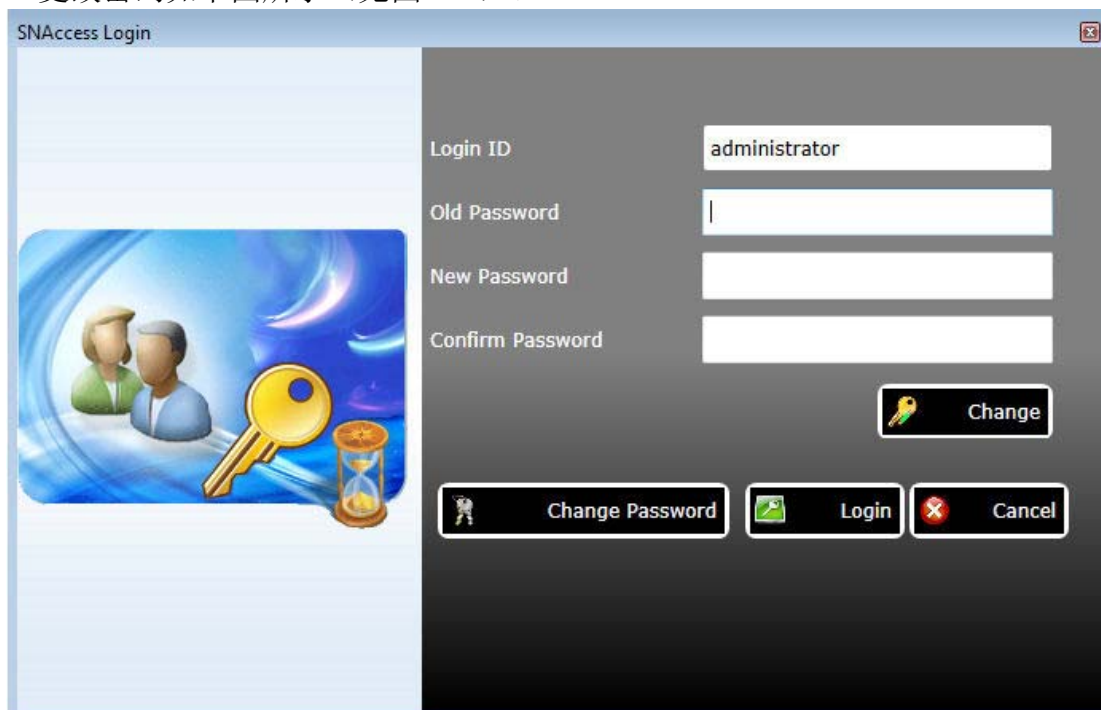


Figure 4-3

2. 输入“管理员”的旧密码。
3. 输入新密码，密码必须有至少 4 个字符，包含大写字母，符号和数字。
4. 确认新密码。
5. 按登录，如果新密码符合规定，将显示一条消息，该密码保存成功。

注意：如果密码不符合规则，将显示一条消息，该密码是无效的。该消息也将报告哪些校正必须应用到密码中的字符。

管理员具有完全访问权限，是不能被删除的用户。管理员能够添加新用户与他们的访问级别方案（见 4. 2. 2 章节）。

当正确登录的，将显示以下屏幕（参见图 4-4）。

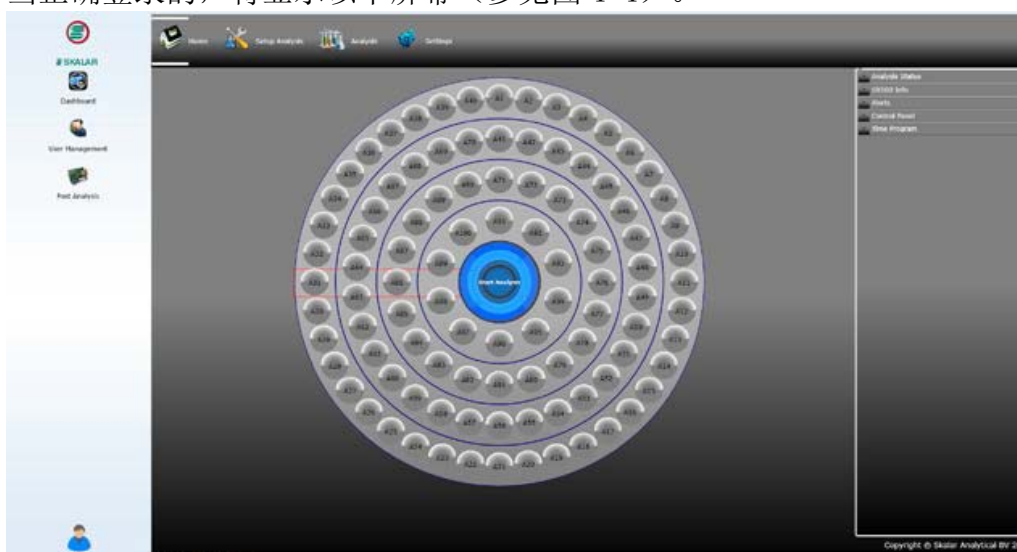


Figure 4-4 Main screen

当首次登录，必须检查显示应用程序路径设置的信息（见图 4-5）。



Figure 4-5

这些路径的设置设置在设置>应用程序设置>应用程序设置中找到（参考错误提示！未找到引用源）。按 OK 键关闭窗口。一旦路径设置正确，则不再显示此消息。

窗口显示四个主要图标：返回主页，安装分析，分析，设置。

4.2 主页



“Home”图标是默认激活的显示在屏幕左侧，仪表盘（默认为有效）在屏幕右侧显示，窗口中心显示样品盘。

点击 Skalar 图标（见图 4-6）在上部左侧窗口中显示帮助，关于，最小化和退出选项（见图 4-7）。

在关于选项显示已安装的系统软件版本和仪器硬件版本，帮助选项打开用户手册的数据拷贝，当选择了退出选项，软件会要求确认离开程序。

日志进出图标位于左侧窗口底部（见图 4-8）。请注意，只有一个人可以登录日志。



Figure 4-6



Figure 4-7



Figure 4-8

当选择登录图标，当前用户会被注销变为文本登录。新用户现在可以登录，选择“SNAcess 登录”对话框。

4.2.1 仪表



打开仪表盘程序选项，显示在右窗口中，打开后选择另一个项目。

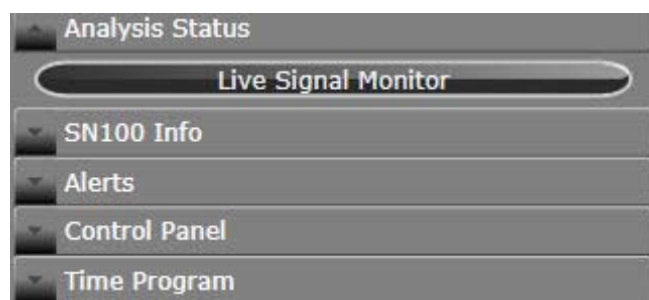


Figure 4-9

该仪表盘包含以下项目：

- 分析状态
- SN100 信息
- 警报
- 控制面板
- 时间程序

4. 2. 1. 1 分析状态

分析状态的在线监控信号可显示（见图 4-9）。

4. 2. 1. 2 SN100 信息

显示有关分析仪（连接时）实时状态的信息。

在运行过程中会显示有关运行分析（见图 4-10）中的所有信息。

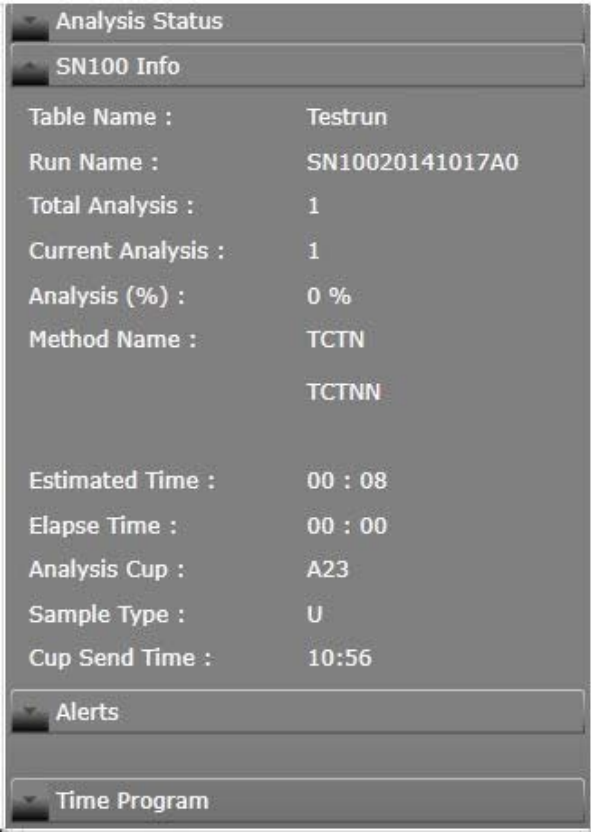


Figure 4-10

4.2.1.3 警报

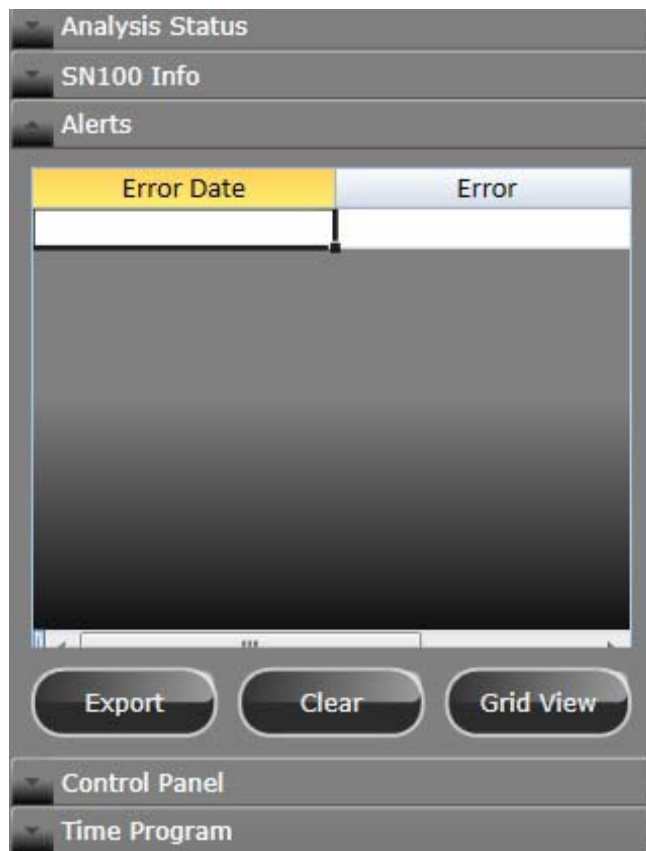


Figure 4-11

“提醒”运行软件的错误日期。

按“导出”按钮，导出文件“路径设置”，错误输入文件名将不能保存，该文件保存后可以在 Excel 中打开.csv 文件。

按 Clear 按钮删除列表中所有错误。

选择网格视图按钮来显示所有警报信息。

4.2.1.4 控制面板

通过控制面板，可以查看分析前后的各个控件。

 **注：**分析开始后此选项不可再用。

控制面板分为几个部分：单击图标在左侧显示单独的部分。

a. 系统（见图 4-12）

信息开关 ON / OFF:

按下按钮停止实时信息屏幕的显示，再次按下恢复实时信息显示。

泄漏测试:

运行系统气密性检验。

部分选择:

选择一个特定部分进行气密性试验。

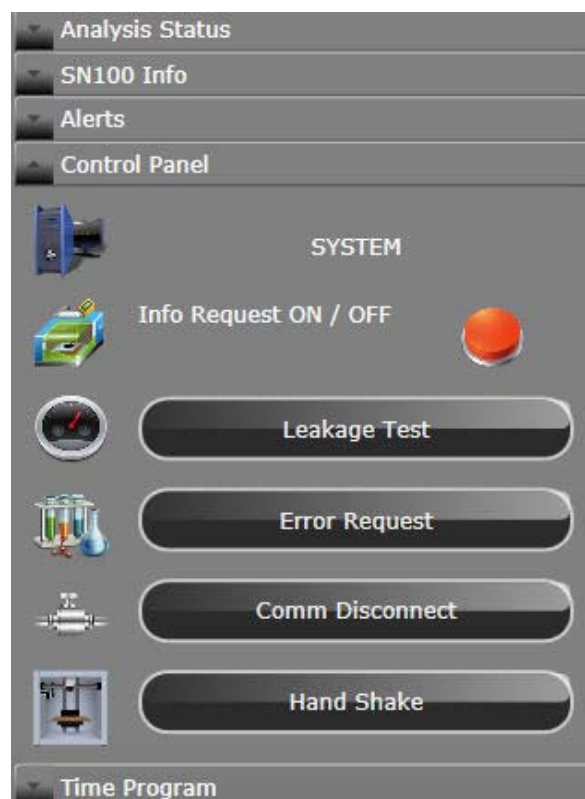


Figure 4-12

- Section 1
检查燃烧循环
- Section 2
检查 IC 回路
- Section 3
检查氦气循环

停止泄漏试验: 选择停止按钮停止泄漏试验
错误提示: 当按钮被按下时“提醒”屏幕显示。
通信断开: 断开分析仪和软件，如突然间分析仪被关闭，同时软件还开着。
手动: 将分析仪连接，再使用上面的按钮。

b. 取样器（见图 4-13）



转到: 输入一个“捷径”位置号码，点击按钮后样品盘转到设定位置。

当前位置: 当按下时显示采样器的当前位置。
复位采样: 当按下采样器返回到位置 1。
检查封面: 此选项能够检查盖子是否正确地放置在仪器上。
检查氦和氧: 当选择此选项能够检查系统连接到氦气和氧的供应。

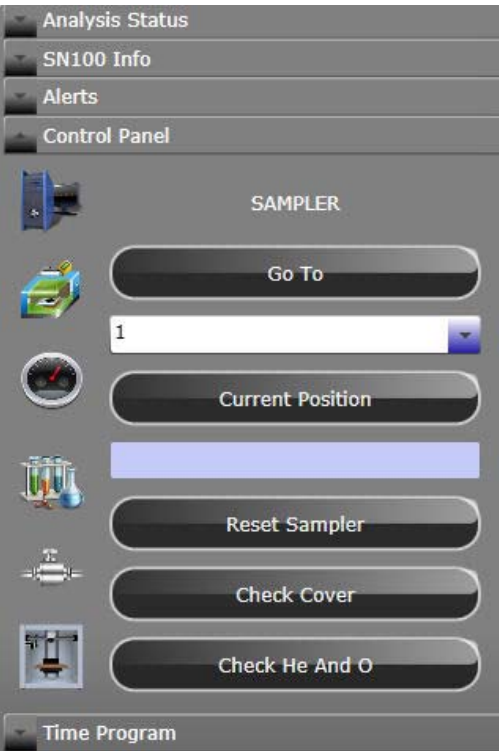


Figure 4-13

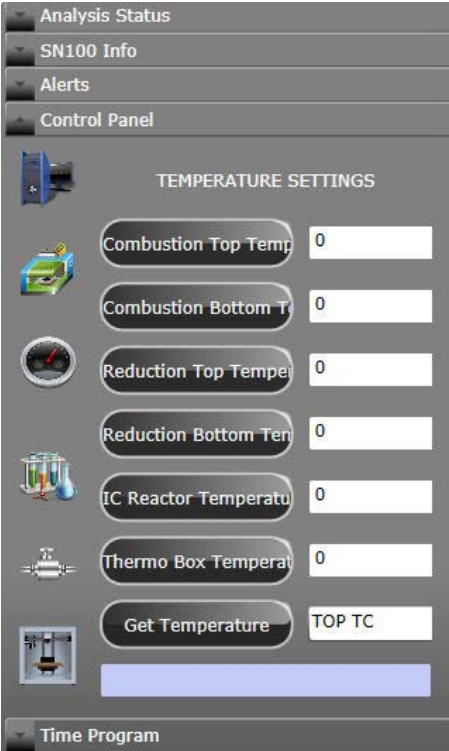


Figure 4-14



c. 温度设置（见图 4-14）
输入所需要的温度，然后按下按钮。所选炉箱部分将预热或冷却到设定温度。



d. 分析（见图 4-15）

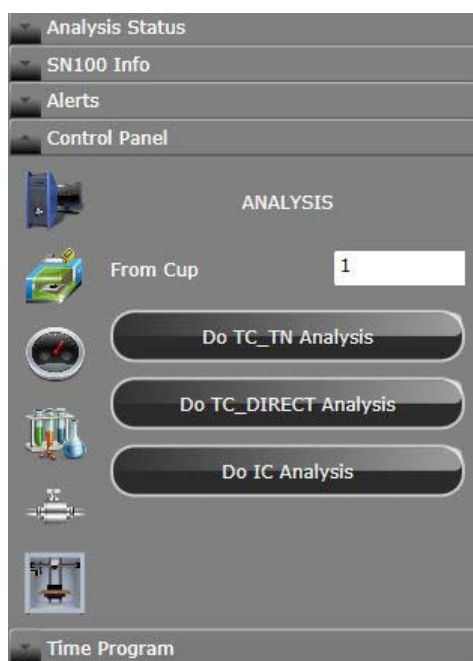


Figure 4-15

杯位: 输入用于分析杯的位置。

做 TC_TN 分析: 按按钮来执行这种类型的分析。

做 TC_DIRECT 分析: 按下按钮来执行这种类型的分析。

做 IC 分析: 按按钮来执行这种类型的分析。

e. 阀门 (见图 4-16)

流量:

流开/关: 按该按钮可打开或关闭所选类型的阀门, 打开=绿色, 关闭=红色。

状态类型: 不同类型的流量开启或关闭切换方法, 用鼠标点击下拉菜单, 选择。

测试状态: (仅用于维修目的) 这个命令是为了检查阀切换所必需的。

状态类型: 该方法用鼠标点击下拉菜单进行选择。

状态: 输入一个数字 (1—8), 然后按下按钮, 检查分析所需的状况 (阀门状态), 状态的数量指的是在该方法的一个时间设置。

循环泵: 按按钮来切换循环泵开或关, 开启=绿色, 关闭=红色。

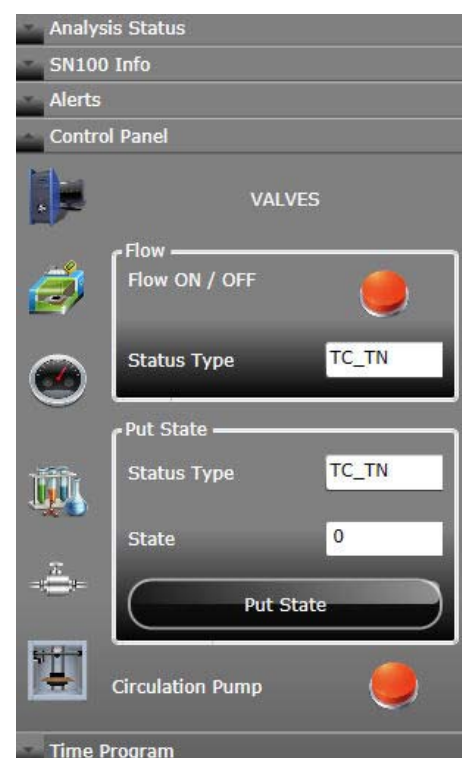


Figure 4-16



f. 泵（见图 4-17）

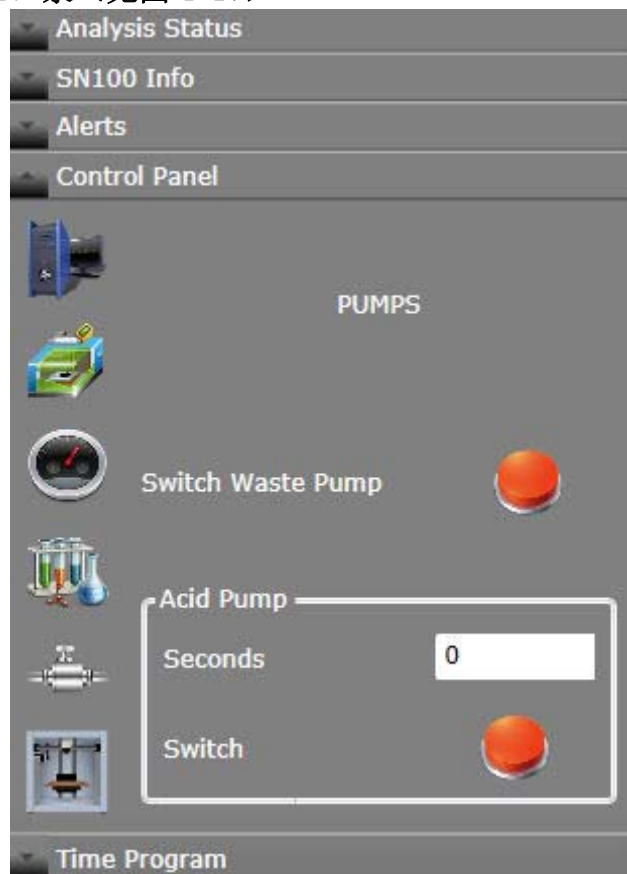


Figure 4-17

废液泵开关：按下按钮切换废液泵，开启=绿色，关闭=红色。

酸泵：按下按钮，输入时间几秒后酸泵切换。

当按下该按钮从绿色变成红色时，设定的时间已经过去。

4.2.1.5 时间程序

在这里，集合了“待机”和“在线”（唤醒）的信息显示，以及发生的时间变化（见图 4-18）。

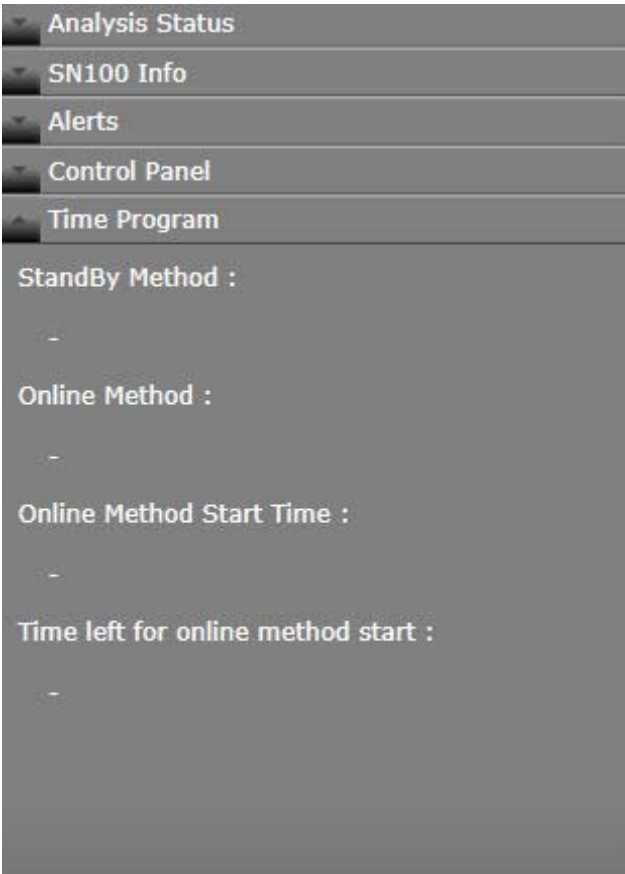


Figure 4-18

4. 2. 1. 6 结果

在分析过程中，可能查看采样器上一个样品的峰形值，点击样品分析盘杯位（暗红色）查看峰值（见图 4-19）。

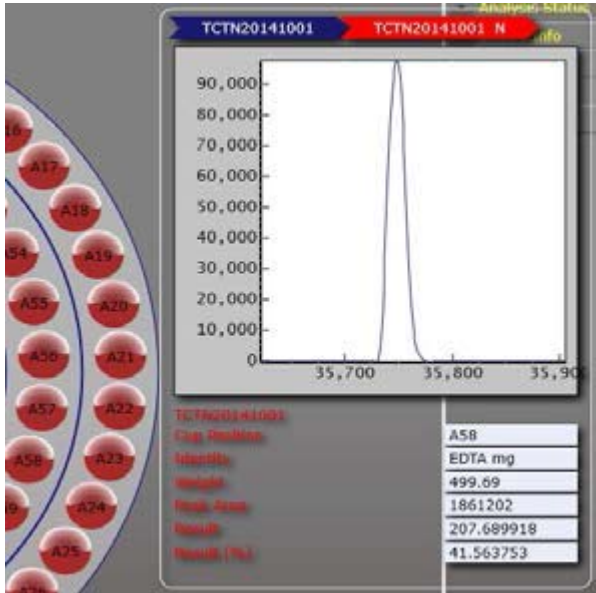


Figure 4-19

只有先得到校准曲线和峰面积，才能计算出所测样品的结果。
当 TC-TN 同时分析，通过点击顶部的图标，在两个不同的信道之间切换。

4.2.2 用户管理



只能由管理员打开用户管理选项，添加管理用户。

4.2.2.1 用户信息

当打开以下窗口（见图 4-20），显示用户的详细信息（现有用户组和其它用户组）。

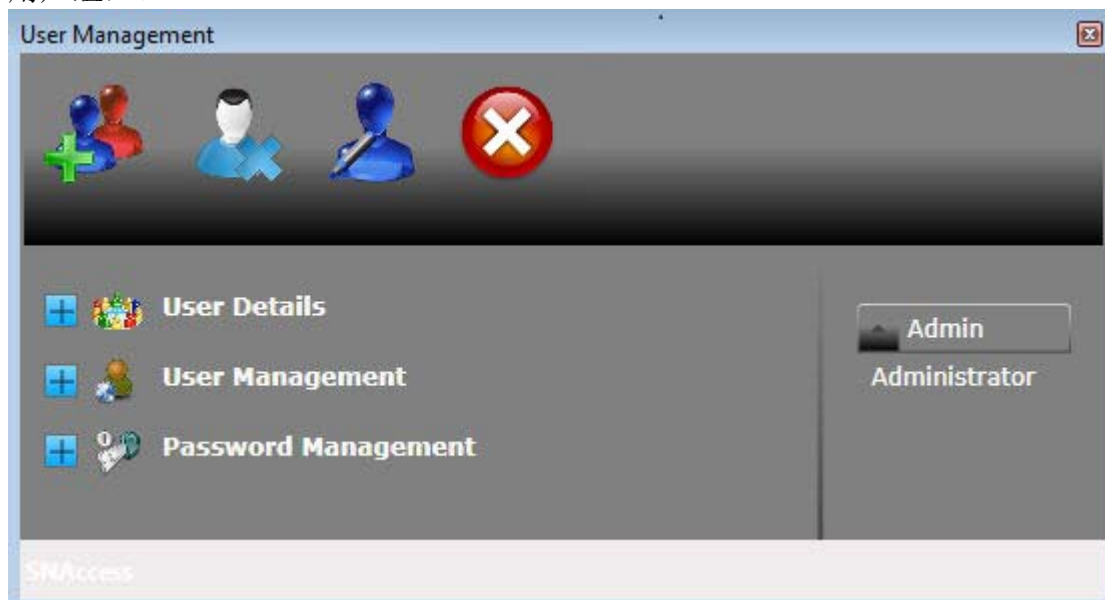


Figure 4-20

在用户管理窗口中管理员可以：

添加，编辑和删除用户组，以及设置用户组权限。

用户详细信息可以被扩展，以及查看每个用户的所有信息。

添加用户

1. 选择工具栏中的“添加用户”图标，输入新用户的所有信息（见图 4-21）。

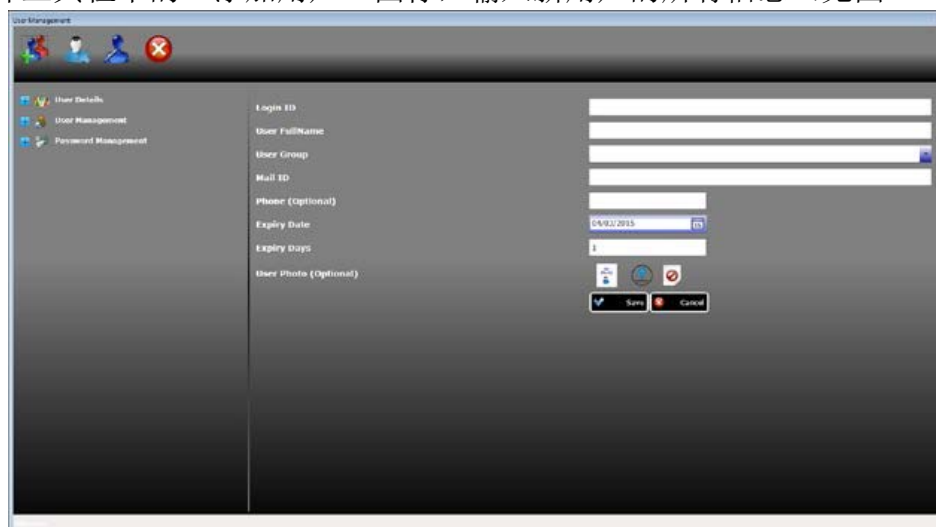


Figure 4-21

2. 输入登录 ID，用户名和用户组，密码使用到期时间选择，可以输入电子邮件地址，电话号码和照片。保存设置，将显示一条消息，该用户成功保存。

3. 在窗口左侧添加更多的新用户，用户信息将显示在屏幕上。

删除用户

- 1. 在屏幕左侧打开“用户信息”。
- 2. 打开在用户组中的用户名。
- 3. 选择用户名，细节将在合适的位置显示。
- 4. 选择“删除用户”图标。如果你真想删除用户中的消息，按确定。
- 5. 关闭用户管理界面，重启后用户已经消失了。

编辑用户

- 1. 在屏幕左侧打开“用户信息”。
- 2. 打开在用户组中的用户名。
- 3. 选择用户名，细节将在合适的位置显示。
- 4. 选择“编辑用户”图标。
- 5. 按要求更改细节，然后按保存，按确定键，成功保存。
- 6. 关闭屏幕，启动界面显示“用户详细信息”。

4.2.2.2 用户管理

用户管理分为两个选项：权限控制和群控。

权限控制

单个用户和用户组使用权限设置程序（见图 4-22）。

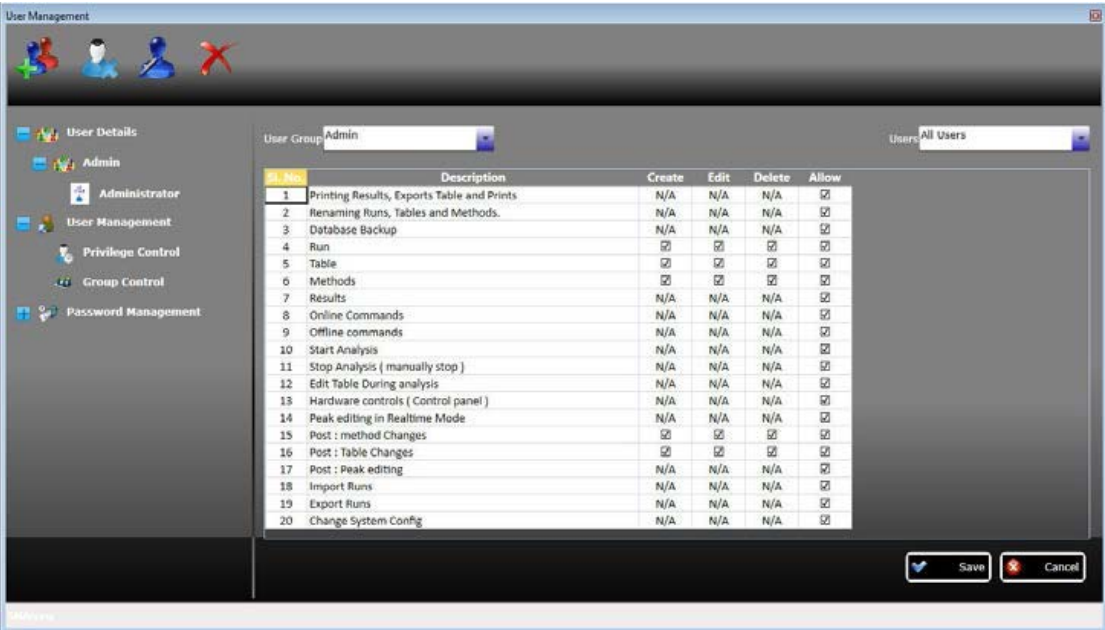


Figure 4-22

- 1. 选择用户设置其使用权限。
- 2. 选择的用户名对其进行权限设置或选择“所有用户”设置该组中的所有用户。
- 3. 检查允许该用户或组权限选项，然后按保存，提示保存成功。

群控

当选择时，显示下面的屏幕（见图 4-23），在这个屏幕组可以添加和删除。

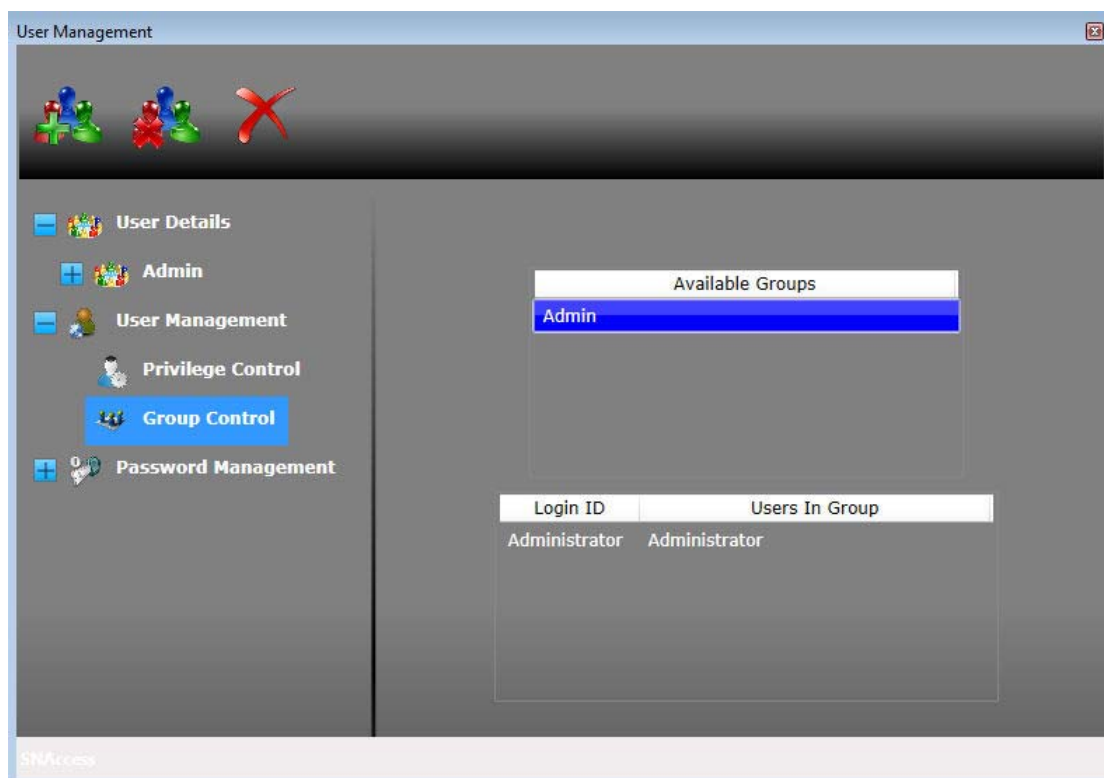


Figure 4-23

添加组

1. 按工具栏上的“添加组”图标。
2. 在显示领域添加一组名称，然后按保存，新组将被添加到组列表中。

删除组

1. 选择被删除组。
2. 按下工具栏上的“删除组”图标，如果你真的想删除的组，单击 Yes 确认删除。

4.2.2.3 密码管理

密码管理分为两个选项：密码设置和重置密码。

在这里，可以设置密码为默认密码，所有用户可以重新设置密码。

当选择“密码设置”，显示如下界面（见图 4-24）。

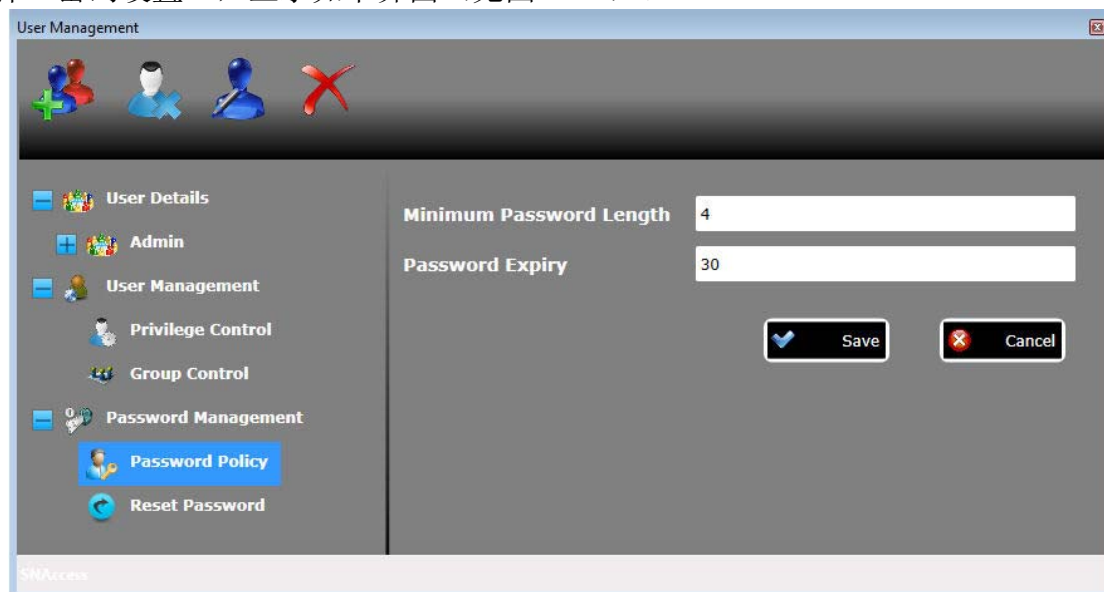


Figure 4-24

- 默认密码的最小长度是 4 个字符组成，密码必须包含字符，数字和符号。
- 密码默认使用期为 30 天。

当选择“重置密码”，所有组和所选组的用户都显示（见图 4-25）。

当所有的密码都要重置：选择全部重设。

当只有一个密码重置：选择组中的用户，消息提示该用户密码已被更改，说明该密码已成功重置。

当用户的名称被重置将变为无效，用户必须再次通过的“修改用户，并再次保存用户设置装置激活。

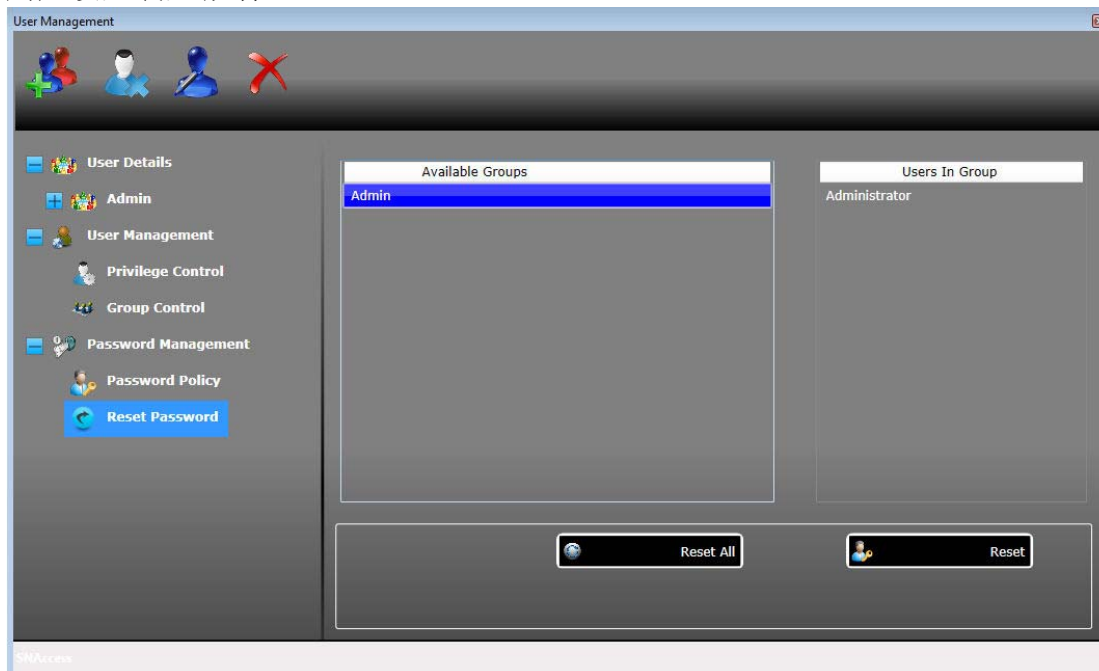


Figure 4-25

4. 2. 2. 4 登录用户增加

选择“登录图标”，在屏幕左侧打开 SNAccess 登录窗口（图 4-26）。输入新添加的用户登录 ID 和选择登录按钮，输入新密码和确认密码，选择确定完成登录。

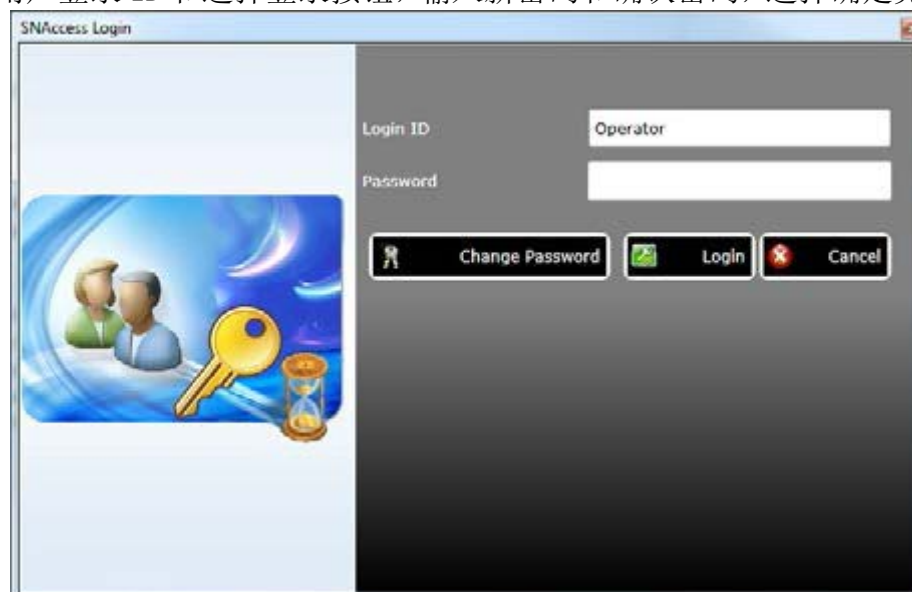


Figure 4-26

4.2.3 事后分析



事后分析选项在第 7 章有详细的描述。

4.3 设置



“设置”图标显示以下五个选项在主屏幕的左侧。

主题，应用程序设置，计量单位，数据库备份和数据库修补程序。

4.3.1 主题



此选项在左侧窗口中，当“设置”图标被激活，“主题”是用来改变程序的配色方案。

选择主题，以显示“主题”屏幕（见图 4-27）。

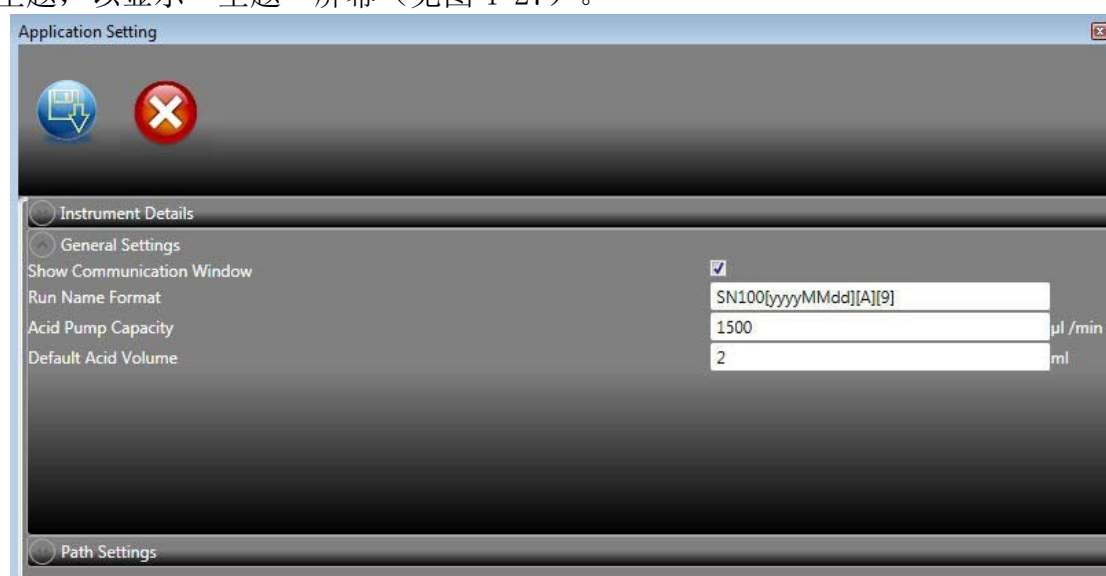


Figure 4-27

这里可以根据需要改变背景和字体颜色，所显示颜色是默认颜色。当选择一个新的配色方案按下应用按钮，这时没有出现新的颜色。当颜色被换了，可以按默认返回到默认颜色。

退出程序并再次启动以显示新的配色方案。

4.3.2 应用程序设置

当“设置”工具栏被激活，此选项可以在左侧窗口中找到。

在“应用程序设置”（图 4-28）包含两个选项：

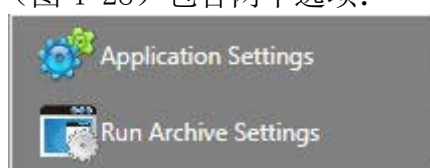


Figure 4-28

应用程序设置：为路径设置

运行存档设置：归档文件通过运行计数或运行时间，设置归档路径。

4.3.2.1 应用程序设置

当选择此选项会显示出下面的屏幕（见图 4-29）。

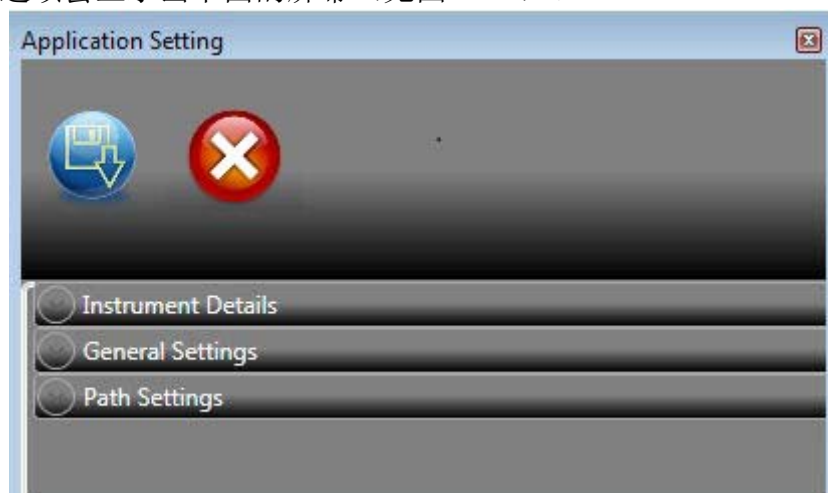


Figure 4-29

有三个选项可供选择：仪器细节，通用和路径设置。

仪器细节

在这里可以输入一个仪器名称（图 4-30）。

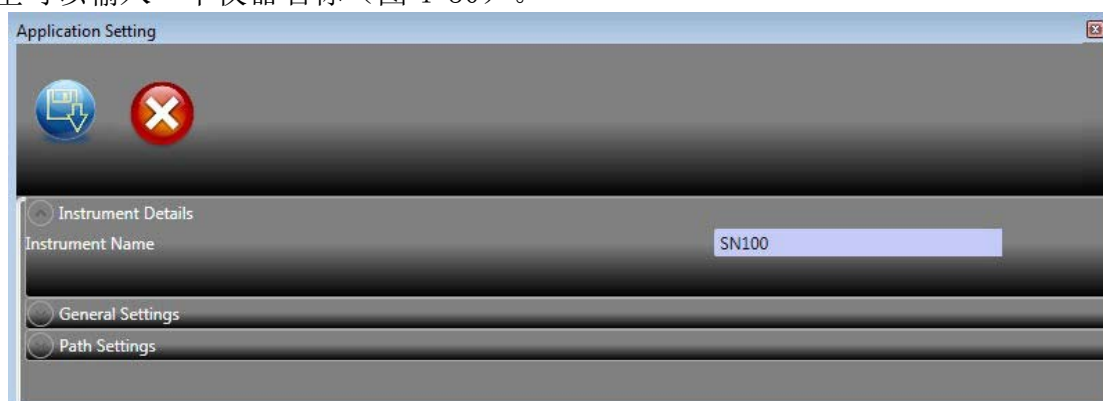


Figure 4-30

一般

这里用于分析运行的文件名称格式被设置，默认格式显示（见图 4-31）。

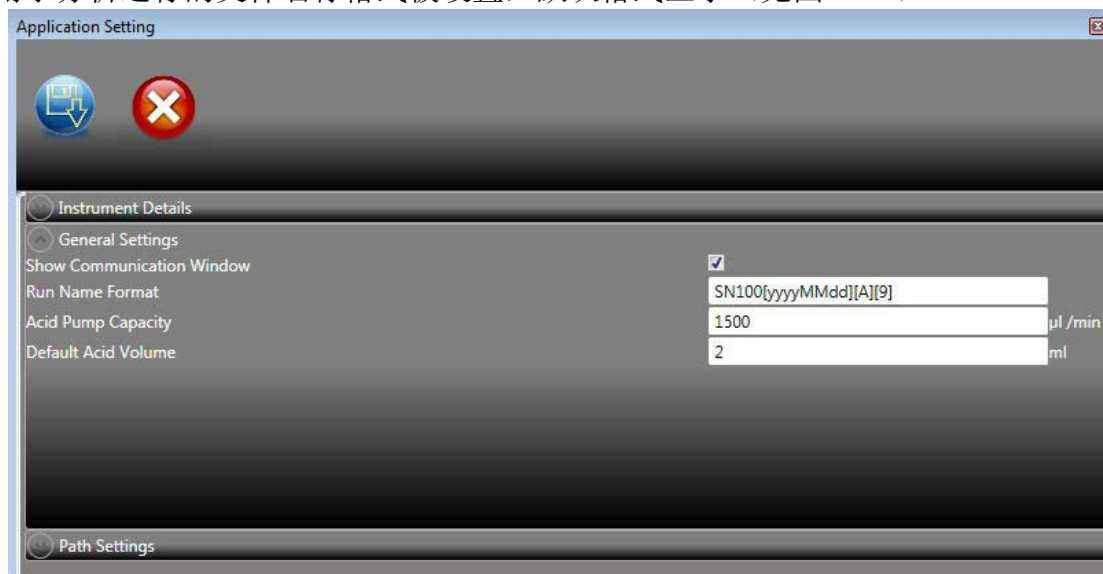


Figure 4-31

酸泵流量：泵每分钟的输出量，使用 SA3035 泵管正常情况下 1500 µl/min。

酸阀容量：每次添加到 IC 样品中酸的实际容量。

路径设置

用于存储分析数据，日志文件，导入和导出分析文件的路径设置（见图 4-32）。

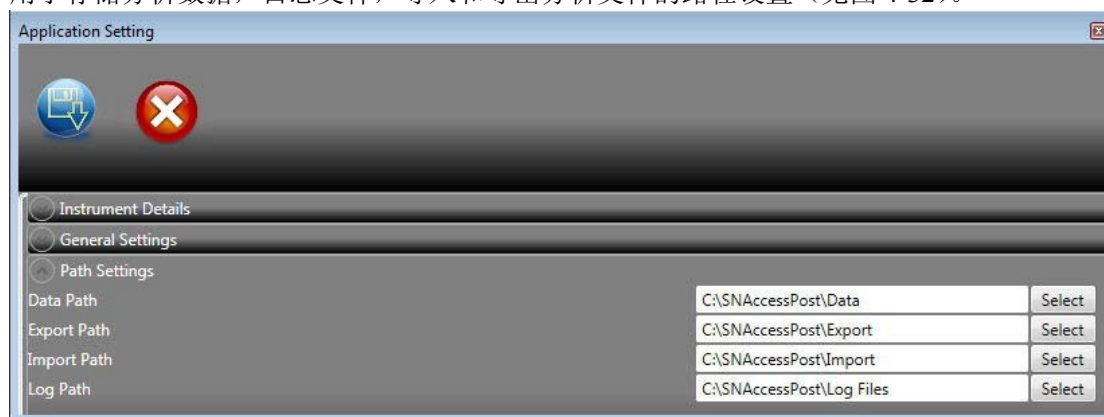


Figure 4-32

在第一次打开程序，会提示检查（和设置）这些路径设置，默认的路径是 C:\SNAccessData\，但这是可以改变的，因为我们通常会将数据存储到另一个磁盘中。

4. 3. 2. 2 运行存档设置

- 选择自动备份运行在“运行存档设置”窗口（见图 4-33），仪器将自动备份运行文件。
- 选择运行次数或运行天数，来自动备份仪器运行文件。
- 设置路径来定义要备份并保存的文件。
- 这可以点击右键直接粘贴路径或单击图标（右下角）来选择“文件”保存路径。

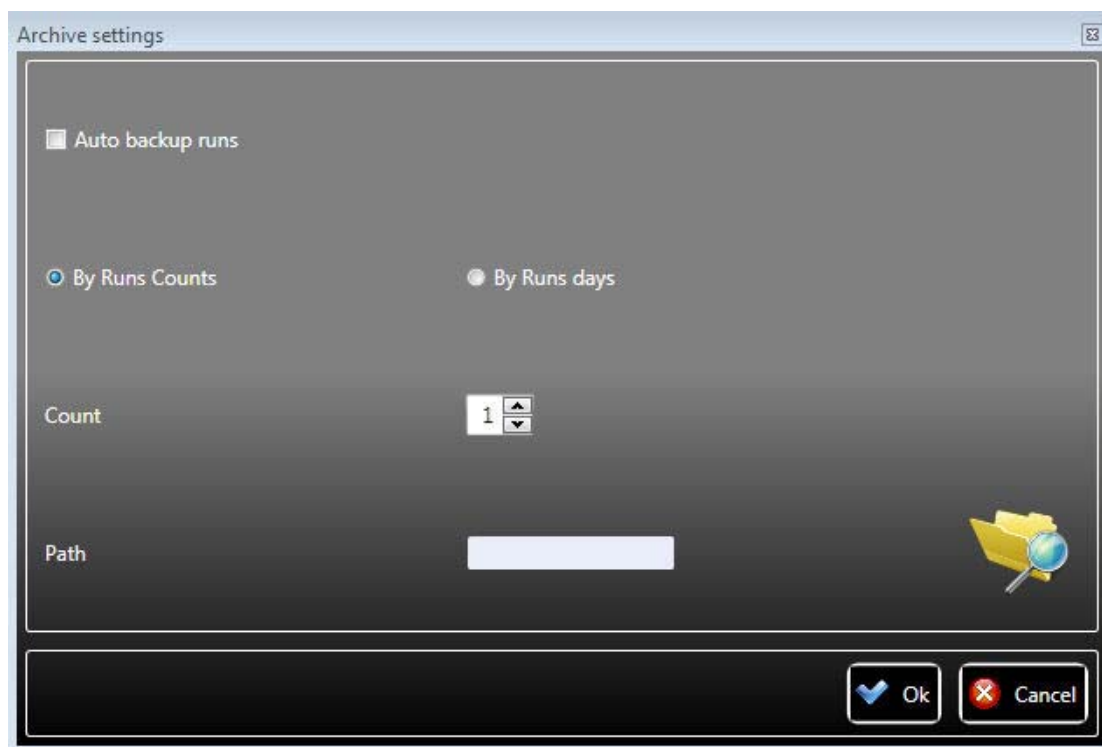


Figure 4-33

4.3.3 计量单位 - 测量单位



该选项允许用户添加或删除测量单位，如%，mg/kg, g/kg。计量单位可以通过在测量计量单位窗口中输入（见图 4-34），选择计算类型和计量单位并保存。

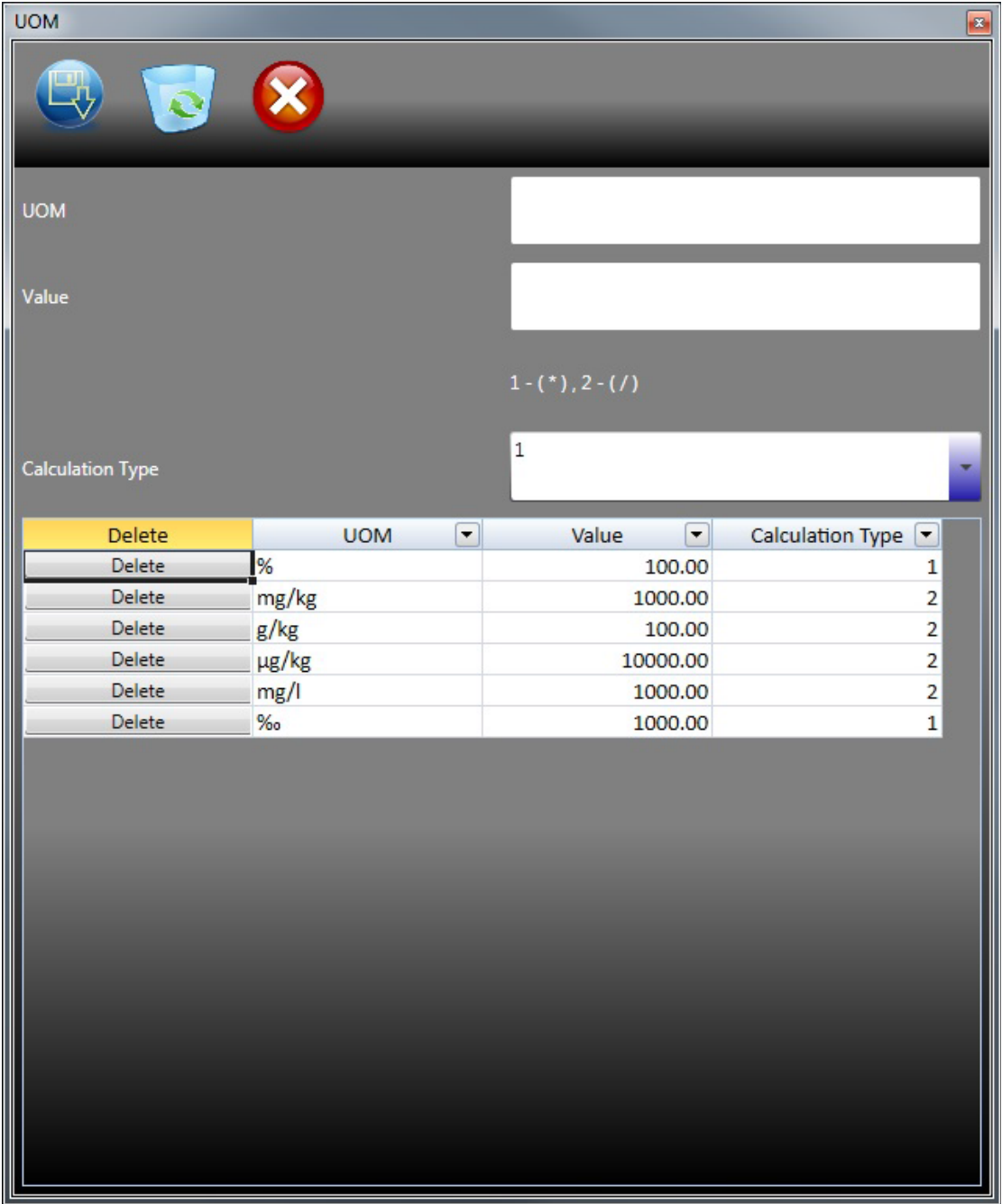


Figure 4-34

根据所选择的计算类型，其结果将被乘以（1）或除以（2），这由所选择的值来决定。

4.3.4 数据库备份

 数据库备份选项，在下面的屏幕中显示（见图 4-35）。

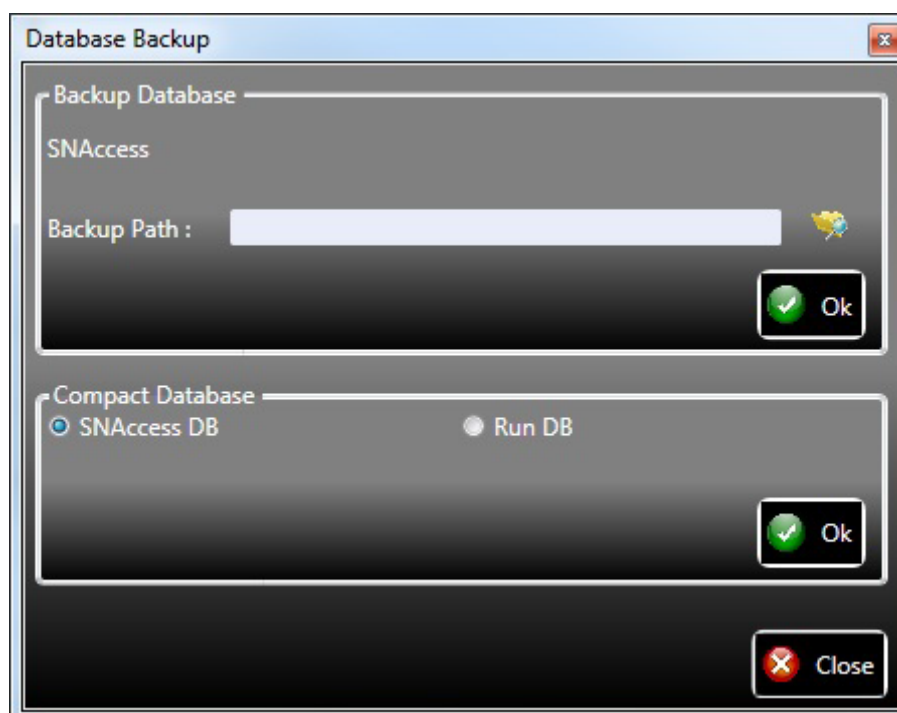


Figure 4-35

备份数据库：

在路径设置状态栏中选择数据库备份的保存位置。

按 OK 键备份数据库。

压缩数据库：

选择完整的 SNAcess 数据库或运行数据库，然后按 OK 键。

备份完成后关闭屏幕。

4.3.5 数据库修补程序

更新 SNAcess 软件时，仅安装数据库相关补丁。

在“数据库更新”后，仍然可以打开和读取以前版本 SNAcess 的运行文件。

1. 单击数据库修补选项，打开下面的屏幕（见图 4-36）。

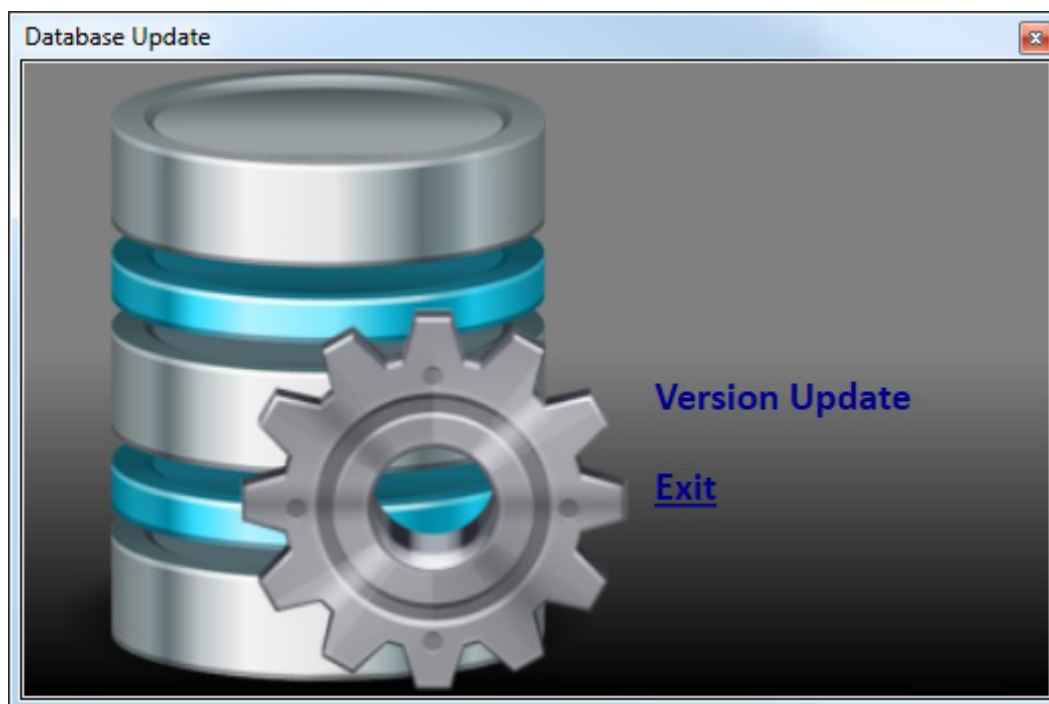


Figure 4-36

2. 选择更新版本，下面是“序列号”屏幕显示（见图 4-37）。

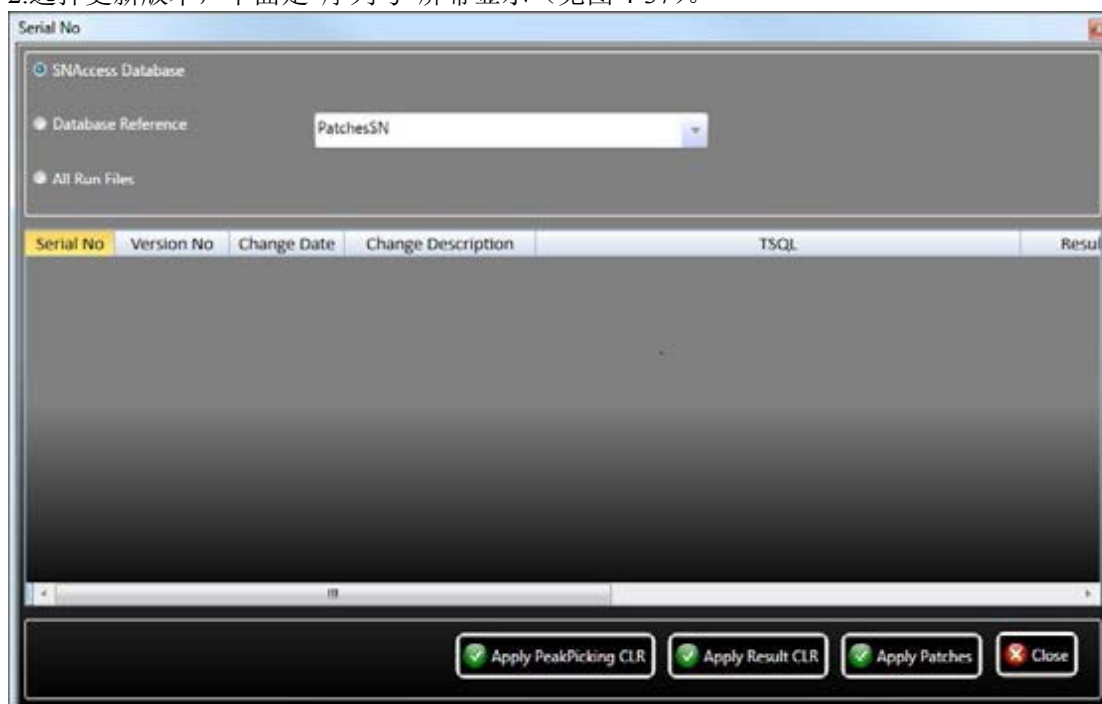


Figure 4-37

3. 选择 SNAcces 数据库（以前的版本），然后单击应用修补程序。

该数据库将被更新（在列“结果”更新将显示），将显示该版本成功更新的消息。

4. 接下来，选择打开 **Apply Result CLR** 选项，在图4-38的画里，选择“SNAccesResultCLR.dll”文件。

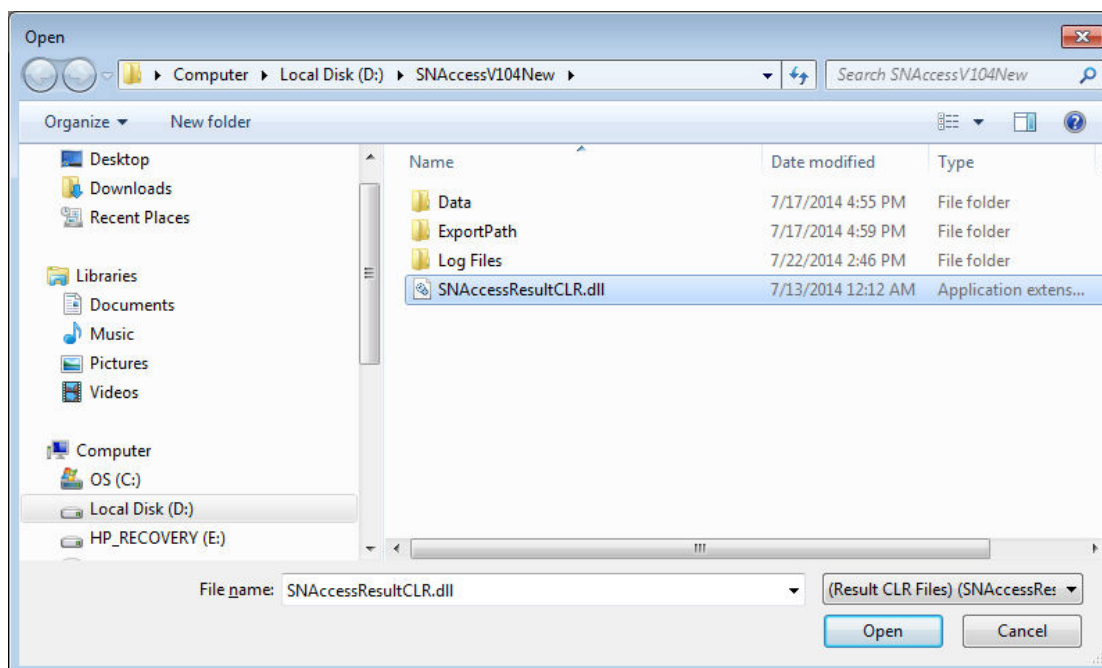


Figure 4-38

5. 单击打开，然后确认更新，将显示一条消息，CLR更新成功。
 6. 选择ApplyPeakPicking CLR选项，在打开屏幕中选择“SNPeakPickingCLR.dll”文件。
 7. 单击打开，然后确认更新，将显示一条消息，CLR成功更新。
- 修补单个数据库的运行文件，选择“数据库引用”，并从列表中选择所需的修补文件。选择修补“所有运行文件”，按照相同的步骤，如上所述。
 - 以同样的方式修补以前版本的运行文件。
 - 当按退出键后返回到图4-36，再次按下退出后返回到主屏幕。

PRIMACS100系列分析仪

第5章：系统的设置

前言：本章提供设置分析方法和表格说明。



5. 系统的设置

本部分描述方法和表格的设置，设置取决于 Primacs100的类型，多一种类型的分析，可以执行，因此一个以上的方法类型和表格可以被认定。



点击“安装分析”图标，应用方法设置和表格设置选项。

这部分程序显示的是下列活动：方法设置，表格设置，标准和方法的发送。
分析仪要设置（如炉箱温度，采样时间，阀门设置等）进行分析被执行类型。这意味着，分析仪需要设置其中用于分析类型的所有方法属性。

5.1 安装方法

选择方法设置，显示如下界面（见图5-1）。

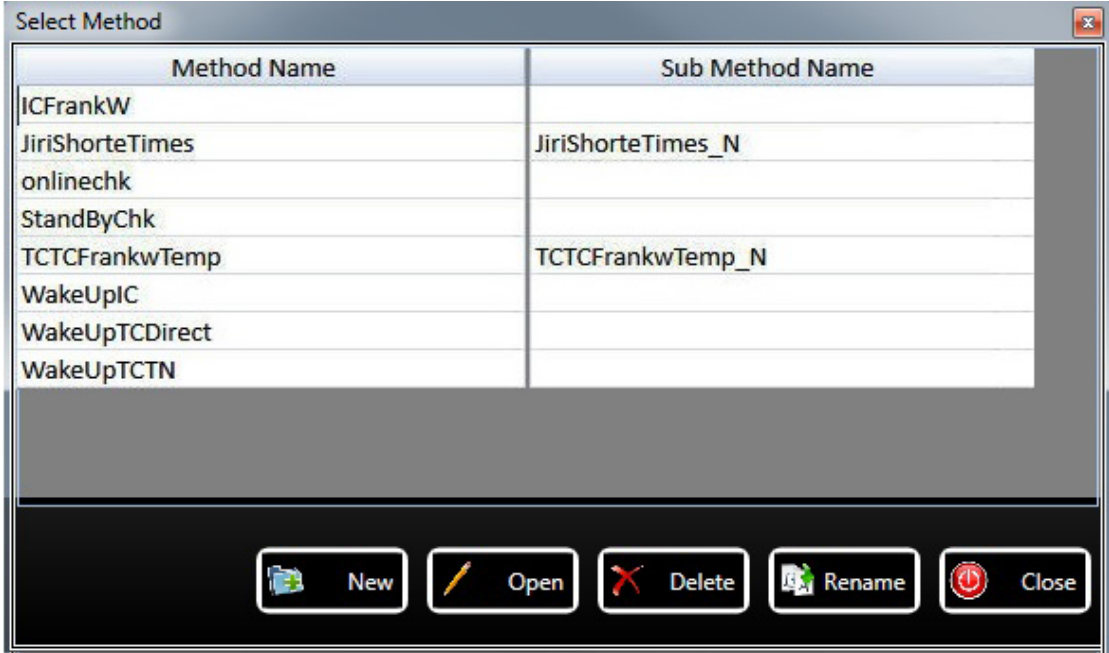


Figure 5-1

此处显示了一些默认方法，选取方法取决于 Primacs100，例如 PrimacsSNC100-IC-E 将需要比 PrimacsATC100跟多的方法，另外一个默认的待机方法和在线方法都存在。
每种类型的方法可以被设置，现有的方法可以打开，编辑，删除，重命名和输入。

5.1.1 新建方法

选择新建，设置新的方法（见图5-2）。

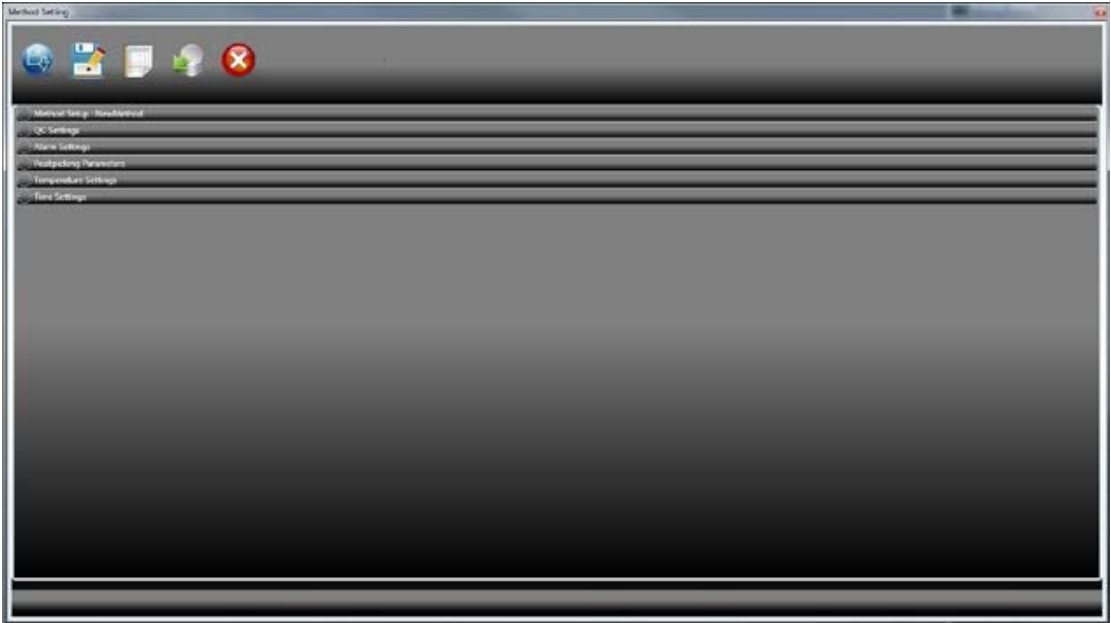


Figure 5-2

方法需要设置的所有内容都显示在这里，点击一个项目将其打开，另一个项目打开时，本项目自动关闭。

方法设置（见图5-3）



Figure 5-3

方法类型：从下拉菜单中选择方法。



注意：当选中“在线”和“待机”图标时，屏幕上的所有选项将发生改变。本章后

面将对这些方法类型进行详细介绍。

校准类型：在下拉菜单中选则校准类型。

设置进样高度：设置样品进入燃烧炉中的所需高度（最大高度206mm）。

标准：点击“选择标准”图标查看分析类型的可用标准，所需的校准标准如图5-4所示。

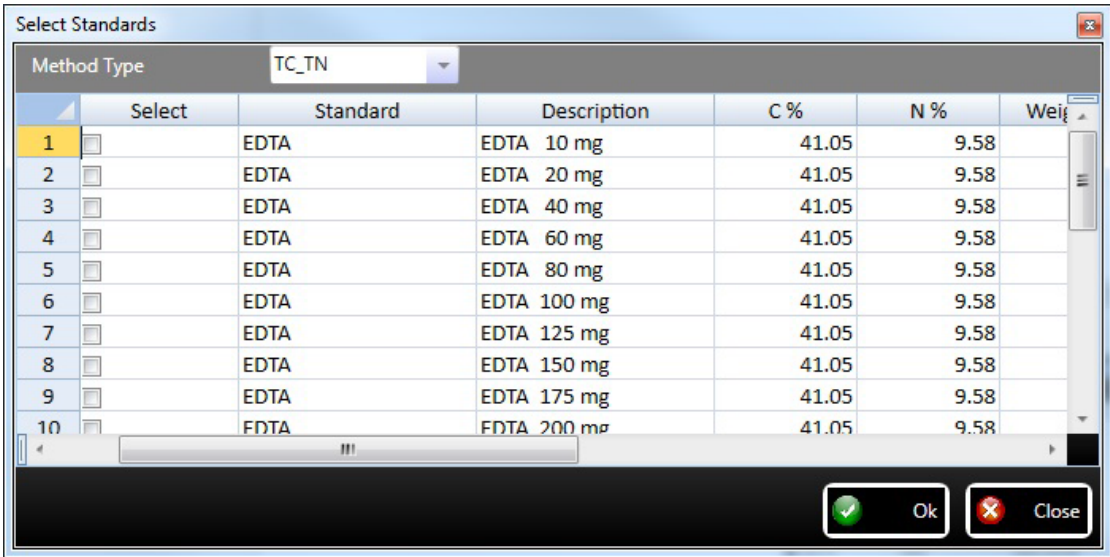


Figure 5-4

点击**确定**。现在所选择的标准显示在屏幕上（参见图5-5）。



Figure 5-5

 注意：当选择 TC_TN 方法时，TN'项目的“峰值采集参数被添加到列表中，以便显示两个通道。

QC 设置（见图5-6）



Figure 5-6

在 QC 设置中输入方法中使用的 QC 样品浓度，选择的百分比浓度必须在上/下限浓度范围内。
根据输入样品的浓度，来选择上限和下限浓度值。

报警设置（见图5-7）



Figure 5-7

报警设置选项用于界定上限和下限：

- 燃烧炉温度
- 双区炉箱温度
- 半导体冷却器温度
- 气体流量值

对于每一个动作的参数可以在下拉菜单中选择，设定在超过上限时采取报警提示。

流动操作可用：

- 警告 当预先设定的超出限制，运行继续和错误看在仪表上是否有警报提示。
- 暂停消息 当开始运行超出预先设定的界限，消息提示为超出设置界限。如果设置为禁止运行超出界限，有报警提示后运行暂停，当运行在设置范围内可以再

次启动。

•关机 分析已停止，分析数据被保存，仪器进入待机模式。

•报警忽略 分析仪超过预先设定的限制不采取报警提示。

采集峰高参数（见图5-8）

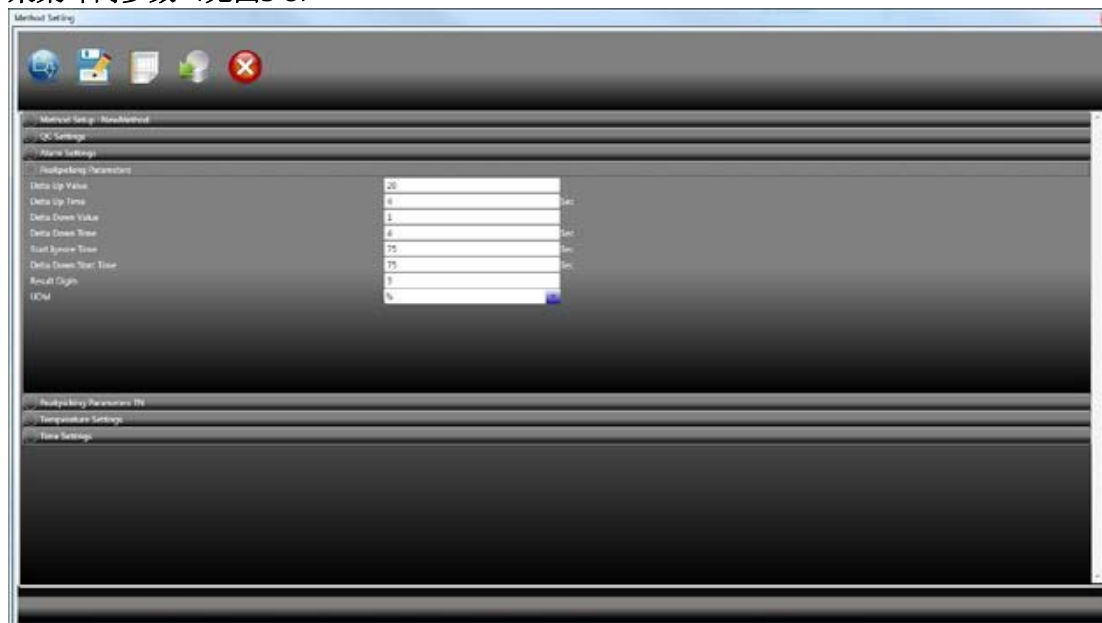


Figure 5-8

在此处设置采集碳或氮的峰高参数。当选择 TC_TN 方法，需要设置分别采集碳和氮两个峰高参数。

Delta up value: 开始出峰的起始值，即‘Delta up time’开始计时时的信号值。

Delta up time: 开始出峰时间，即一个峰开始到下一个峰开始两个测量点之间的时差。

Delta down value: 出峰结束值，即‘Delta down time’停止计时时的信号值。

Delta down time: 出峰结束时间，即一个峰结束到下一个峰结束两个测量点之间的时差。。

Start ignore time: 起始忽略时间，程序等待收集碳的测试数据之前的时间。这个时间设置为300s，以避免检测到不必要的峰值。

Delta Down start time: 积分时间，这是峰的最小积分时间。

Result Digits: 设置结果的数位（最多6位）。

UOM: 设置结果测量单位。

温度设置（见图5-9）

双区炉箱的温度都在这里设置。

TC top temperature: TC 顶部温度，即 TC 和 TN 燃烧炉顶部温度，默认为1100℃。

TC bottom temperature: TC 底部温度，燃烧炉下部温度（在测量 OC 和 EC 时使用）。

Red top temperature: 还原炉顶部温度，即双区加热炉将 NO_x 样品气体还原成 N₂ 的上部，默认为600℃。

Red bottom temperature: 双区加热炉的下部温度，即放置 CuO 是为让混合气体更好的氧化。默认为750℃。

Thermobox temperature: 分离器和检测器放置在仪器箱的温度，默认值为40℃。



Figure 5-9

时间设置（见图5-10）

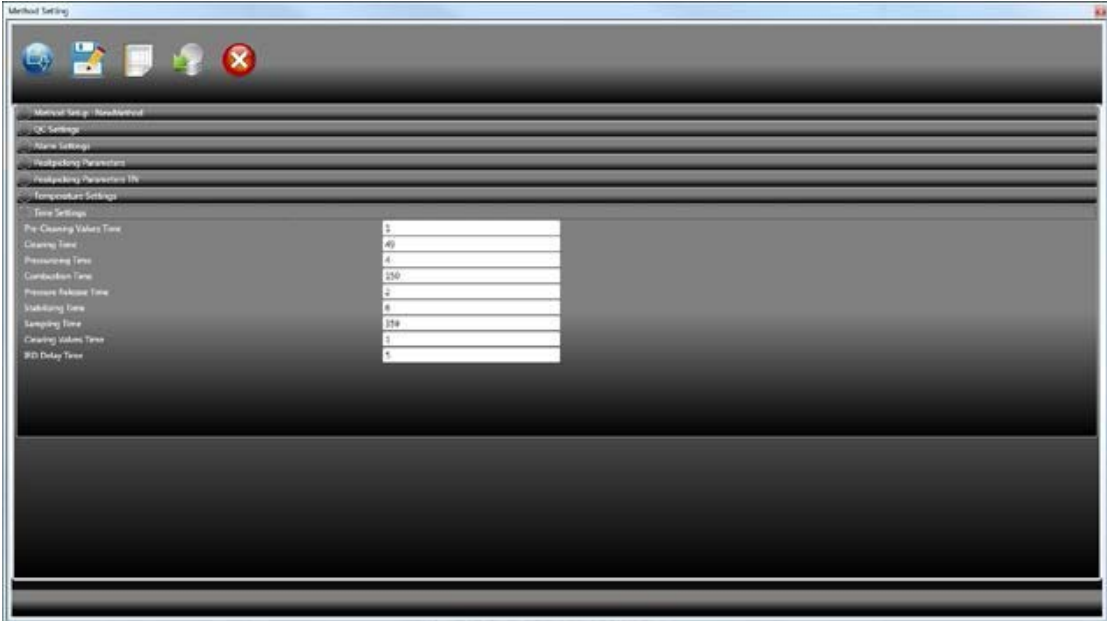


Figure 5-10

分析过程中不同阶段的时间，以及 IRD 延迟时间在里被设置。

分析被分为不同的阶段，以秒为单位。在每个阶段中，某些阀打开或关闭，来执行所需的分析，多达8个阶段，必须在对 TC/TN 分析情况下。必须预先做好设定，才能保证最佳的分析状态。在直接对 IC 或 TC 分析时，减少分析阶段时必要的。该方法类型没有对'在线'和'待机'做时间设置。

假如有必要的话，可以改变这些设置，务必小心行事。

用户“如果需要”，只需更改清洗时间，燃烧时间，采样时间。

Clearing time（清洗时间）：该时间段是氧气将该系统中的空气排除。

Combustion time（燃烧时间）：样品在燃烧炉的时间。该系统是封闭的，而燃烧产物被泵抽送到各个系统。

Sampling time（采样时间）：阀3的打开时间，燃烧气体被收集在铜收集管内。

IRD 延迟时间

红外检测器有两个流通池，能够测量不同的范围。IRD 延迟时间校正第一（最高范围）流通池和第二流通池之间的电位差（其它范围）所需的时间。

 **注意：**在没有咨询 Skalar 工程师的情况下，不建议改变预先设定值，因为这将改变峰的出现。只有在 Skalar 工程师的同意下才能改变 IRD 延迟时间，当流孔之间的距离被改变，就需要改变操作流程。

通过选择“另存为”图标或“保存”图标，并输入方法名称保存新方法。这个方法（如适用）自动获得同名_N（见图5-11）。

按保存。将显示一条消息，该方法被成功保存。按 OK 键关闭屏幕。

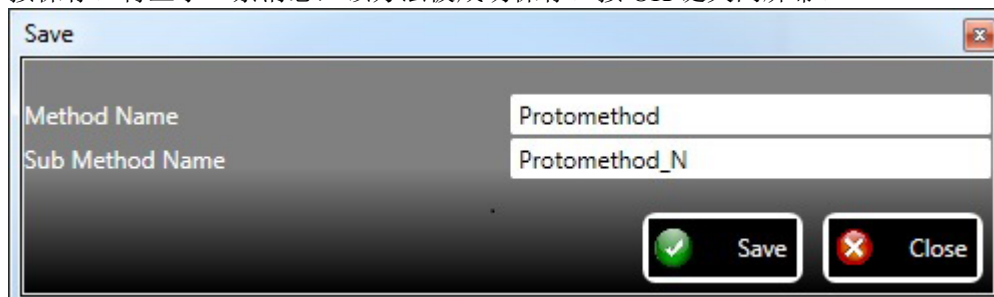


Figure 5-11

方法类型‘在线’和‘待机’

当选择了“在线”或“待机”的方法，在“方法设置”屏幕上看起来不同（见图5-12）。

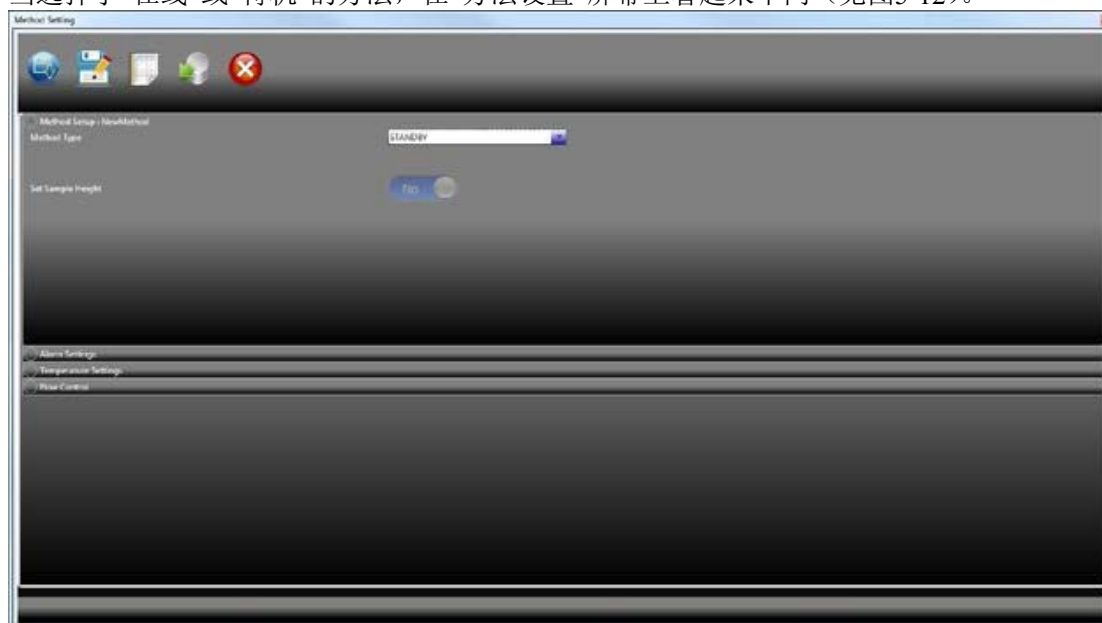
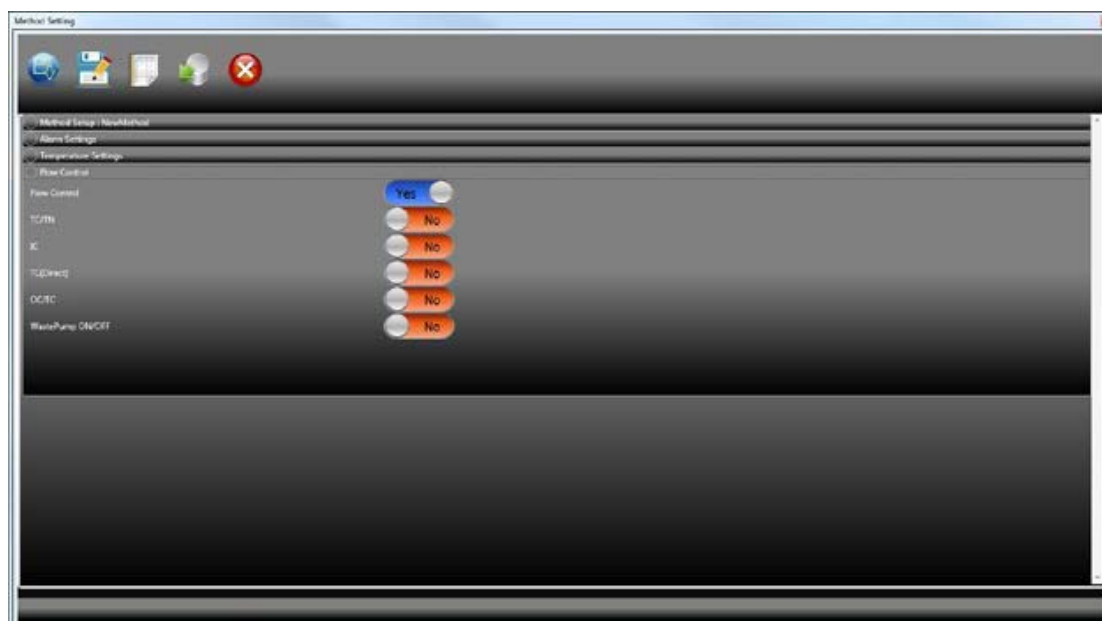


Figure 5-12

只有“报警设置”，“温度设定”和“流量控制”选项（见图5-13）。

**Figure 5-13**

在“在线方法设置”这些选项中，如设置使启动分析器在一个预选时间，通过预加热炉子和打开气流，分析仪可以开始准备某种类型的分析。

在“待机方法设置”这些选项中，用于设定分析完成后切换气流和炉温到一个较低的状态。可以设置用不同的方法类型来“开启”流量或只可以用一种方法类型来打开流量。

5.1.2 打开方法

选择打开方法在图5-1。

选择打开。显示的方法，可以被编辑作为现在的“新方法”。

通过选择“另存为”或“保存”按钮更改保存方式。

5.1.3 删除方法

选择要删除的方法在图5-1。

选择删除。将显示一条消息，如果是你想要删除的方法。

选择确认删除。

5.1.4 重命名方法

选择要重命名方法在图5-1。

选择重命名。显示一个对话框，里面显示旧方法名(S)和空白区域显示需要输入新名称(S)。输入一个新方法名称，然后点击 OK 确认。

5.1.5 导入方法

选择此选项，导入方法。

输入所需文件夹的路径，选择所需的文件，然后选择打开导入方法文件。

5.2 表格设置



为了能够执行分析，通过样品的信息来编辑表格是必要的。

样品表格需要相关的分析方法类型。这个信息保存在方法里。这意味着每个实验都与方法链接。

选择左窗口中的“表格设置”图标。打开“表格”屏幕，呈现现有的表格（见图5-14）。

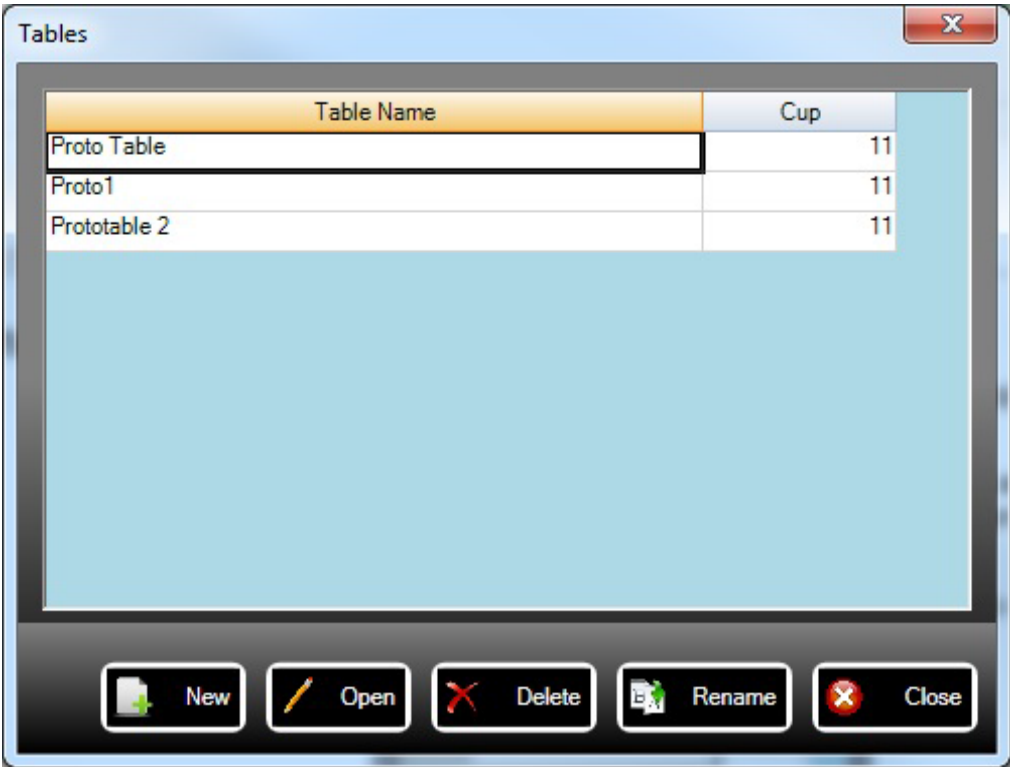


Figure 5-14

可以创建新表格，也可以对现有的表格编辑，删除，重命名。

5.2.1 新建表格

选择创建一个新表格。“方法显示”新建方法和现存的方法（见图5-15）。

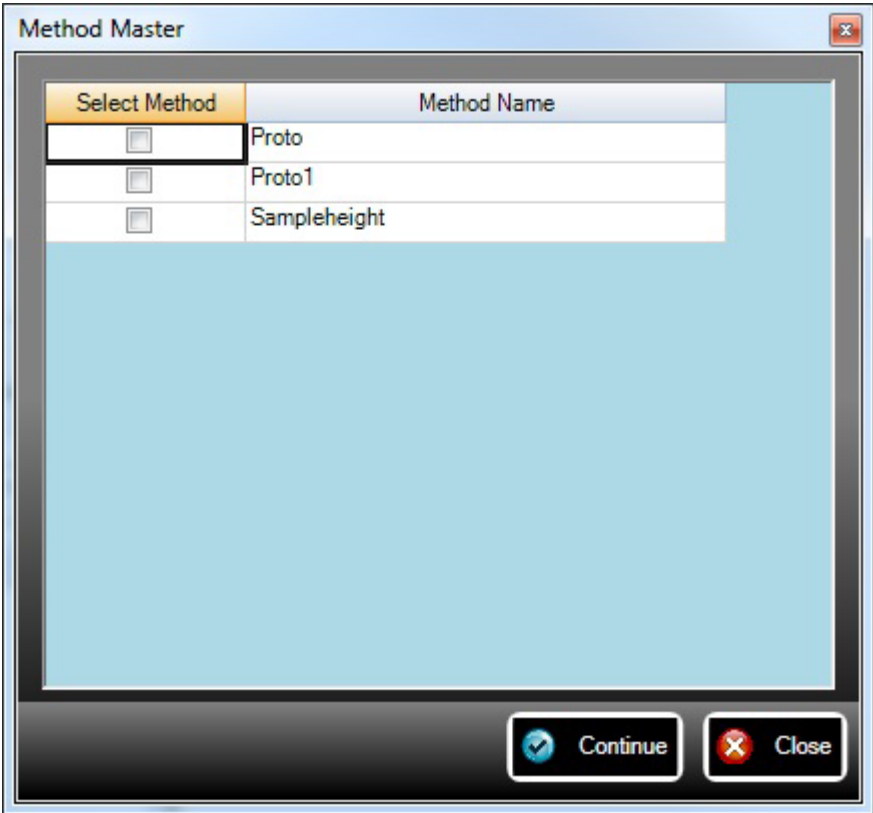


Figure 5-15

 注：对于样品的正确分析，一定要选择合适的方法链接到样品表格。当不能确定新建的方法是否链接到样品表格，选择“方法设置”来进行检验。

选择所需的方法，然后单击继续。通常这将是刚刚创建的方法。“表格”屏幕被打开（见图 5-16）。在此屏幕的示例表格创建方法，请参考第 3.2.4 章节的表格设置要求。

 注：当进样高度选项在方法设置中激活（参见第5.1.1章节），样品进入燃烧炉的高度将在表格窗口里输入（最大高度206mm）。

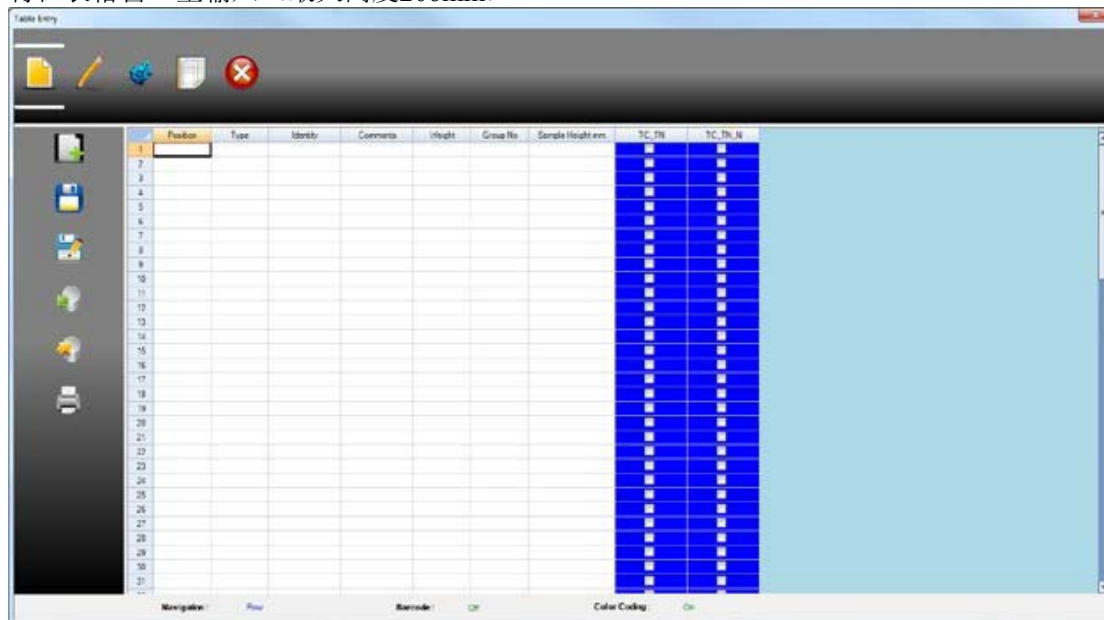


Figure 5-16

这里有五个图标在“表格”屏幕顶部。当图标处于激活状态，活动图标的工具被显示在屏幕左侧。

当打开“文件”图标屏幕是激活的，并显示保存，导入，导出并打印表格选项。

当“铅笔”图标被激活可用于表格的剪切，复制，粘贴，清除，插入行和删除行操作。自编号用于位置和身份。

当“**设置**”图标是激活的，显示的放大镜图标可以搜索表格，并通过导航图标来选择表格行或列之间是否进行导航。还可以设置颜色编码和条形码的开/关。由箭头图标装置，所选择行被上下移动。

 **注意：**也可以点击鼠标右键来显示导航选项的菜单，这是独立的活动工具。

当“校准”图标被激活时，显示校准方法插入的可用标准屏幕（见图5-17）。



Figure 5-17

插入标准到表中。做好准备后关闭“校准”屏幕。选择的标准将自动添加到表格中，计算在标

准示范围内的样品。
表格是根据样品放入进样器的位置要求准备，选择保存或另存为。请在弹出的对话框中输入名称，然后按保存。显示一条消息，该表格保存成功，按确定。
表格的一个例子显示在图5-18。



Figure 5-18

5.2.2编辑表格

从列表选择一个表格作为显示如图5-14所示。
按下开启按钮，编辑表格。该表格保存名称可以同名或输入其它名称（使用“另存为”）。

5.2.3删除表

从列表中选择所需的表格作为显示如图5-14所示。
按 Delete 键删除该表格，显示确认对话框，按是确认删除，然后关闭“表格”屏幕。

5.2.4重命名表

从列表中选择所需的表格作为显示如图5-14所示。
按重命名按钮。一个对话框将显示表格当前的名称。根据当前的名称表输入一个新的名称，然后按保存。将显示一个对话框，该名称更改成功。按确定，关闭“表格”屏幕。

5.2.5 导入表

表格可以从文本文件或 Excel 文件导入。
从文本文件导入：
1. 在表格窗口中点击“导入”图标，选择输入“文本”，然后按确定。
2. 转到资源管理器找到所需文件的所在位置，选中该文件，然后按打开。在“分隔符设置”屏幕显示（见图5-19）。

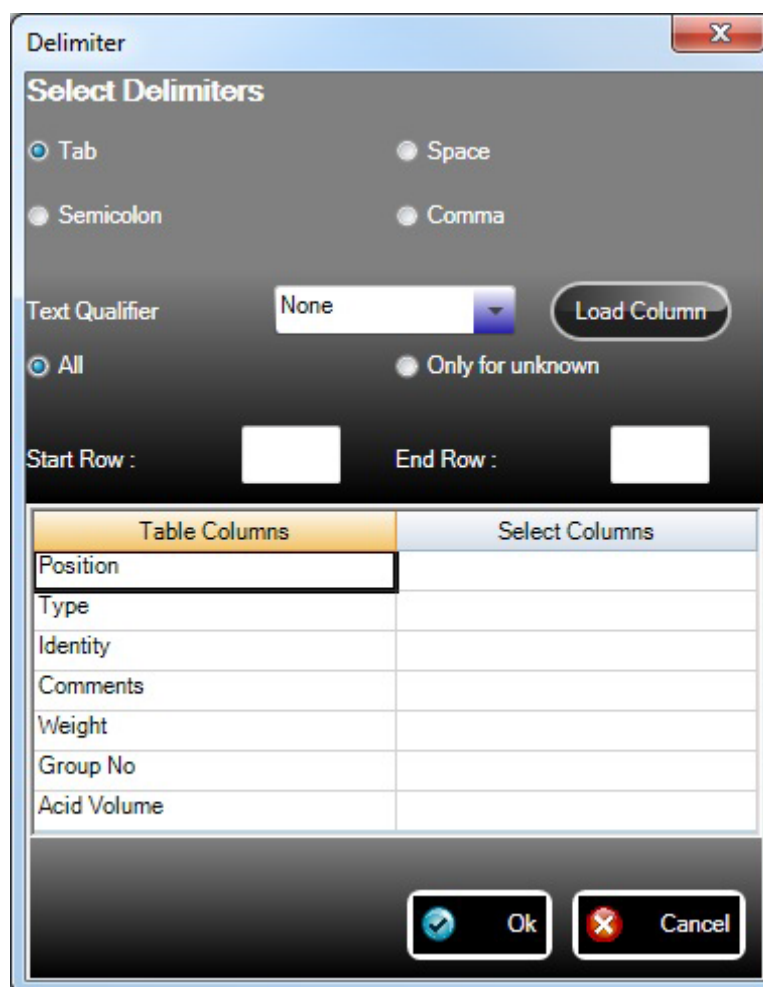


Figure 5-19

3. 在文本文件中使用分隔符。
4. 输入起始行和结束行，假如不是所有的行都要导入，然后按负载栏。
5. 单击“选择列”背后“位置”，在下拉菜单中显示文本文件列的数目。
6. 选择文本文件的列数用于定位。其它项目用同样的方法，然后单击确定，该文件导入，并在表格中显示。
7. 显示消息，该文件已成功导入。单击确定关闭此对话框。
8. 从“文件”菜单，选择“另存为”，键入表格的名称。

从 Excel 文件导入：

1. 在表格窗口中选择“导入”图标，选择“Excel”，选择“简单”，如果 Excel 表格的布局匹配，然后按确定。
2. 转到资源管理器中找到所需文件的所在位置，选中该文件，然后按打开。
3. 导入文件，并显示在表格中。
4. 显示一条消息，该文件已成功导入。单击确定关闭此对话框。
5. 从“文件”菜单中选择“另存为”，键入表格的名称。



注意：如果导入的所需文件布局与表格不匹配，选择“高级”。在“分隔符”（见图5-19）被显示出来，按照导入文本文件的步骤3-8。

5.2.6 导出表

表格可以导出为文本或 Excel 文件。

1. 在表中选择输入窗口中的“导出”图标，并选择文本或 Excel，这将显示一个默认目标位置 C: \Program Files (x86) \SNAcess (图5-20)。

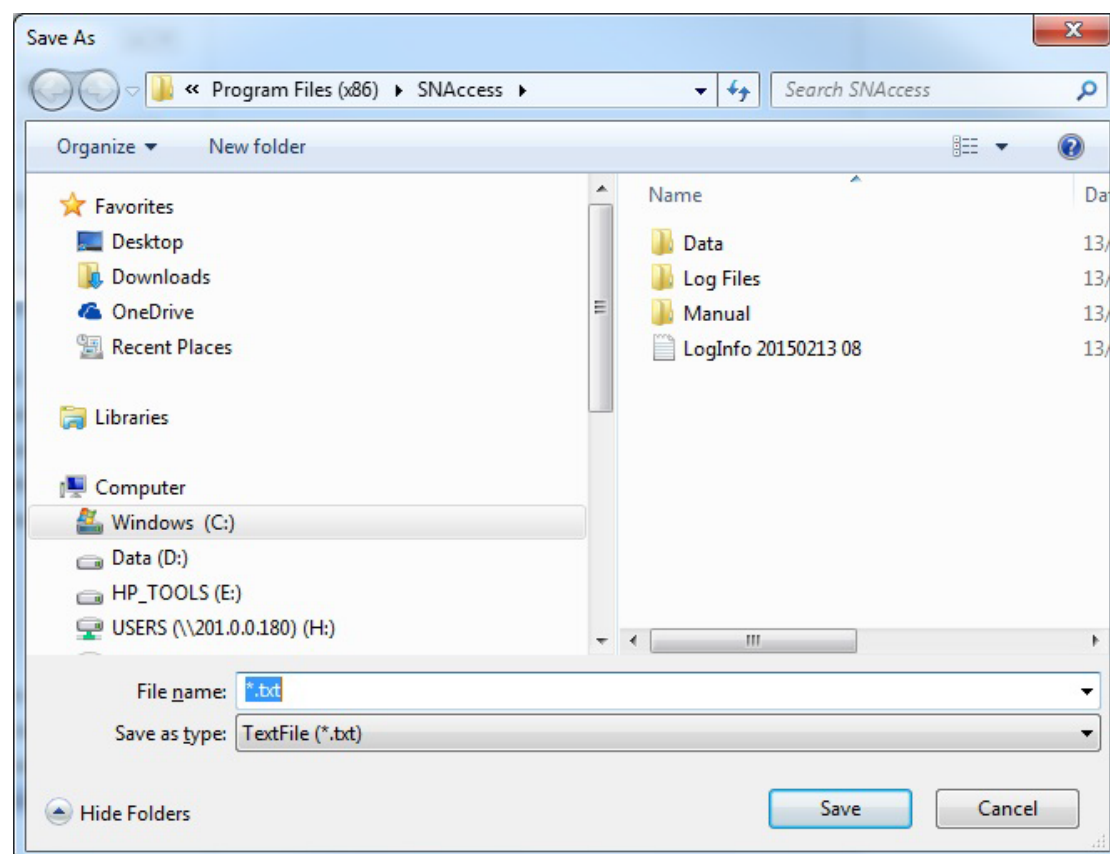


Figure 5-20

2. 接受位置或移动到另一个位置。
3. 键入表格名称，然后按保存，表格被导出。

5.2.7 打印表

该表格可以打印。

可以选择要打印的信息。

1. 在左窗口中选择打印，将显示一个对话框（见图5-21），可以取消其中列的打印。另外，页边距可以在这里进行设置。

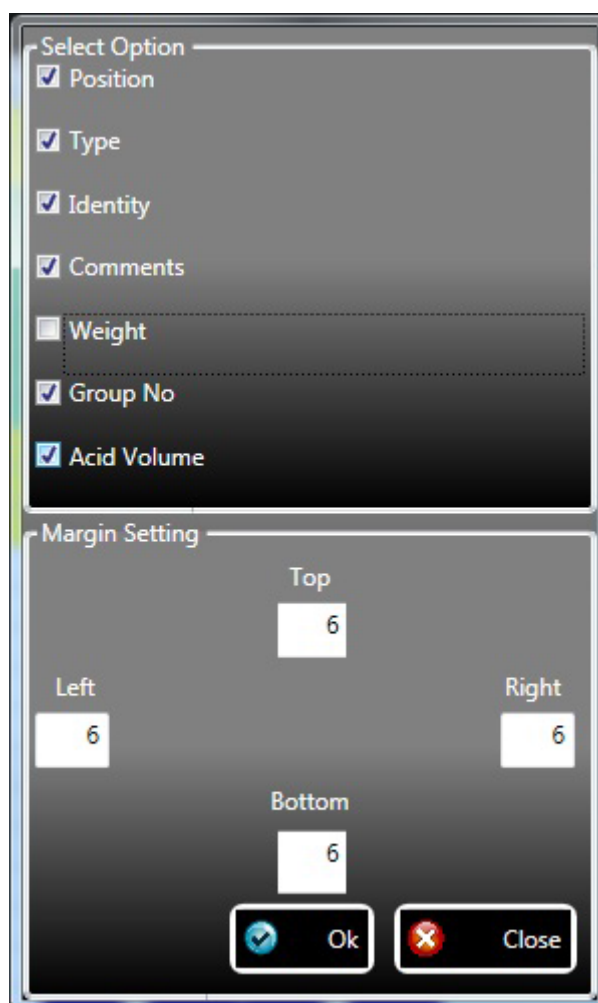


Figure 5-21

2. 进行选择，然后按 OK。在显示的“打印”对话框中选择打印机（见图5-22）。

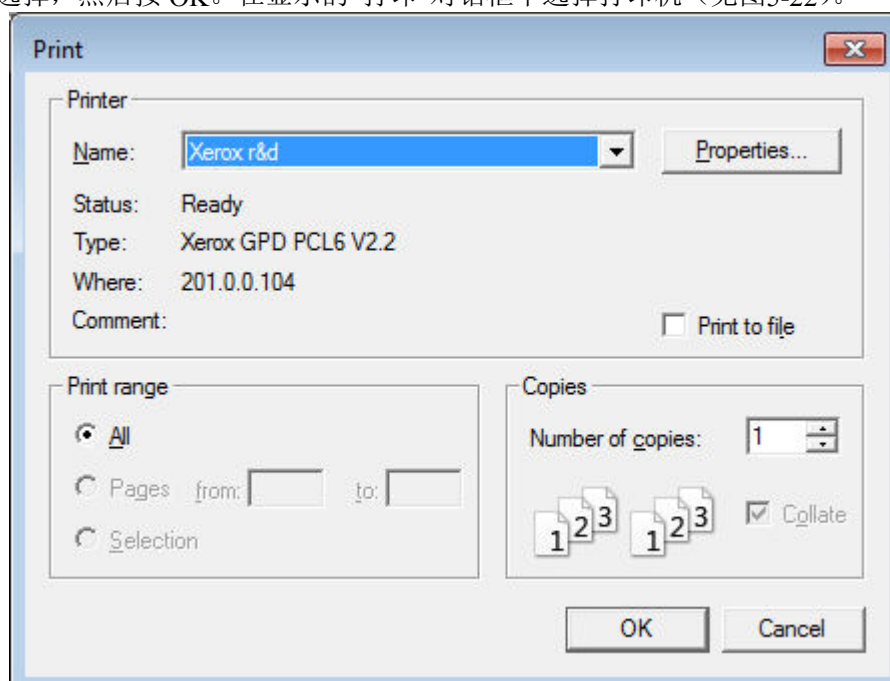
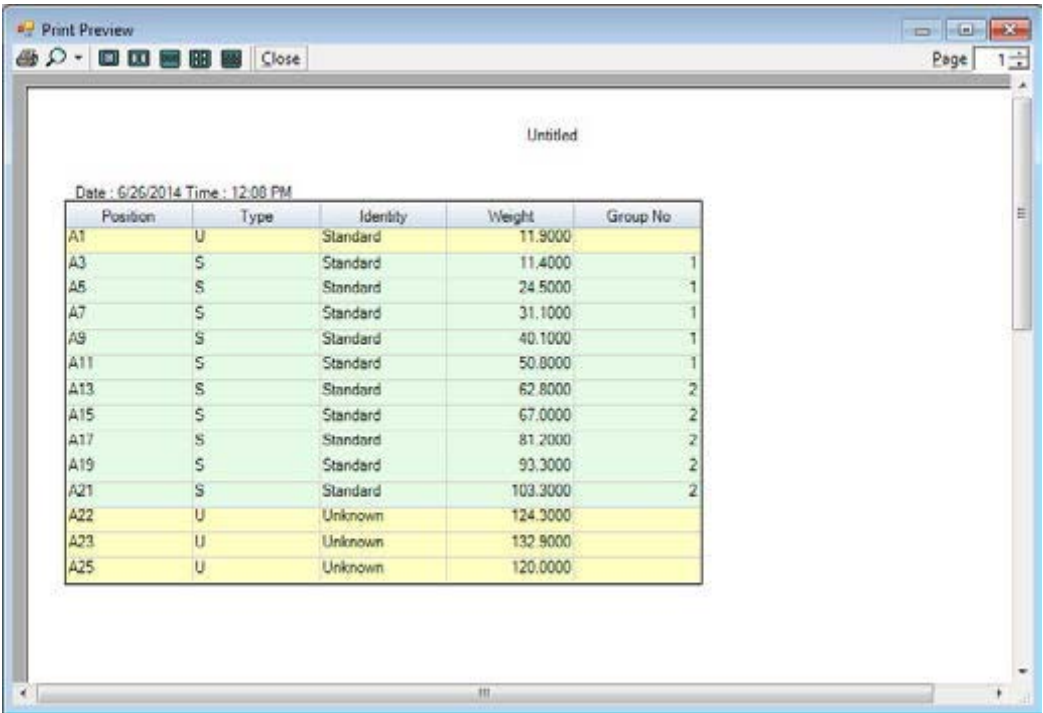


Figure 5-22

3. 选择使用的打印机，然后单击确定。打印预览画面显示（见图5-23）。
4. 如果预览根据您的意愿，按“打印”图标打印。如果你想进行更改，检查表格。



Print Preview

Close

Page 1

Untitled

Date : 6/26/2014 Time : 12:08 PM

Position	Type	Identity	Weight	Group No
A1	U	Standard	11.9000	
A3	S	Standard	11.4000	1
A5	S	Standard	24.5000	1
A7	S	Standard	31.1000	1
A9	S	Standard	40.1000	1
A11	S	Standard	50.8000	1
A13	S	Standard	62.8000	2
A15	S	Standard	67.0000	2
A17	S	Standard	81.2000	2
A19	S	Standard	93.3000	2
A21	S	Standard	103.3000	2
A22	U	Unknown	124.3000	
A23	U	Unknown	132.9000	
A25	U	Unknown	120.0000	

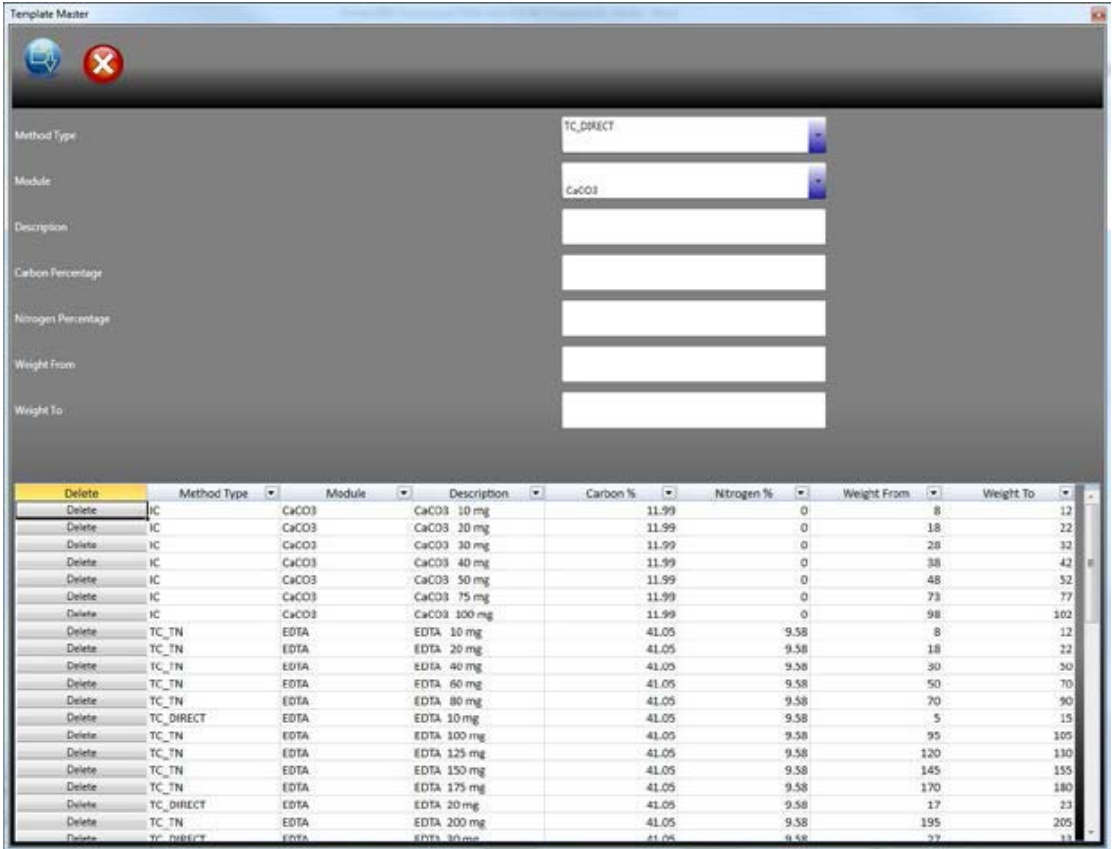
Figure 5-23

5.3 模板

5.3.1标准

该模板包含用于 Primacs100系列标准（见图5-24）。默认情况下会显示所有类型的方法标准。该标准定义了一个方法类型（IC，TC，TN TC_TN&RP），并显示该方法设置作为该方法类型的可用标准。

新的标准在这里被定义，可以在这里被删除。



Template Master

Method Type: TC_DIRECT

Module: CaCO3

Description:

Carbon Percentage:

Nitrogen Percentage:

Weight From:

Weight To:

Delete	Method Type	Module	Description	Carbon %	Nitrogen %	Weight From	Weight To
Delete	IC	CaCO3	CaCO3 10 mg	11.99	0	8	12
Delete	IC	CaCO3	CaCO3 20 mg	11.99	0	18	22
Delete	IC	CaCO3	CaCO3 30 mg	11.99	0	28	32
Delete	IC	CaCO3	CaCO3 40 mg	11.99	0	38	42
Delete	IC	CaCO3	CaCO3 50 mg	11.99	0	48	52
Delete	IC	CaCO3	CaCO3 75 mg	11.99	0	73	77
Delete	IC	CaCO3	CaCO3 100 mg	11.99	0	98	102
Delete	TC_TN	EDTA	EDTA 10 mg	41.05	9.58	8	12
Delete	TC_TN	EDTA	EDTA 20 mg	41.05	9.58	18	22
Delete	TC_TN	EDTA	EDTA 40 mg	41.05	9.58	30	30
Delete	TC_TN	EDTA	EDTA 60 mg	41.05	9.58	50	70
Delete	TC_TN	EDTA	EDTA 80 mg	41.05	9.58	70	90
Delete	TC_DIRECT	EDTA	EDTA 10 mg	41.05	9.58	5	15
Delete	TC_TN	EDTA	EDTA 100 mg	41.05	9.58	95	105
Delete	TC_TN	EDTA	EDTA 125 mg	41.05	9.58	120	130
Delete	TC_TN	EDTA	EDTA 150 mg	41.05	9.58	145	155
Delete	TC_TN	EDTA	EDTA 175 mg	41.05	9.58	170	180
Delete	TC_DIRECT	EDTA	EDTA 20 mg	41.05	9.58	17	23
Delete	TC_TN	EDTA	EDTA 200 mg	41.05	9.58	195	205
Delete	TC_DIRECT	EDTA	EDTA 30 mg	41.05	9.58	27	33

Figure 5-24

5.3.1.1添加标准

- 1.选择方法类型添加标准。
 - 2.键入标准的名称，如果尚未出现，从模块列表中选择名称。
 - 3.键入一个标准的描述（如重量）。
 - 4.输入标准碳的百分比。
 - 5.输入标准氮的百分比（如适用）。
 - 6.输入标准允许的最小和最大重量。
 - 7.单击保存。新的标准将添加到列表中。
 - 8.重复步骤1 - 7添加每个标准到列表中。
- 当准备完成后关闭模板主屏幕。

5.3.1.2删除标准

- 1.按 Delete 键后标准被删除。将显示一条消息以确认删除。
- 2.然后按确定，该标准被删除。

5.3.1.3编辑标准

- 1. 双击标准进行编辑。
- 2.根据需要来编辑标准，然后按保存。

5.4 发送方法

此选项会显示两个项目：发送方法和设置为默认方法（见图5-25）。

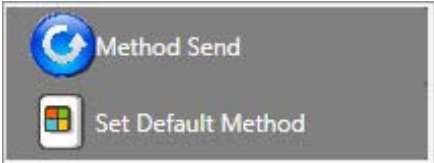


Figure 5-25

'方法发送'用于将该方法发送给分析仪，仪器开始打开气流、炉箱升温根据所选择的方法进行分析。

- 1.按**方法发送**。该“方法”屏幕显示（见图5-26）。

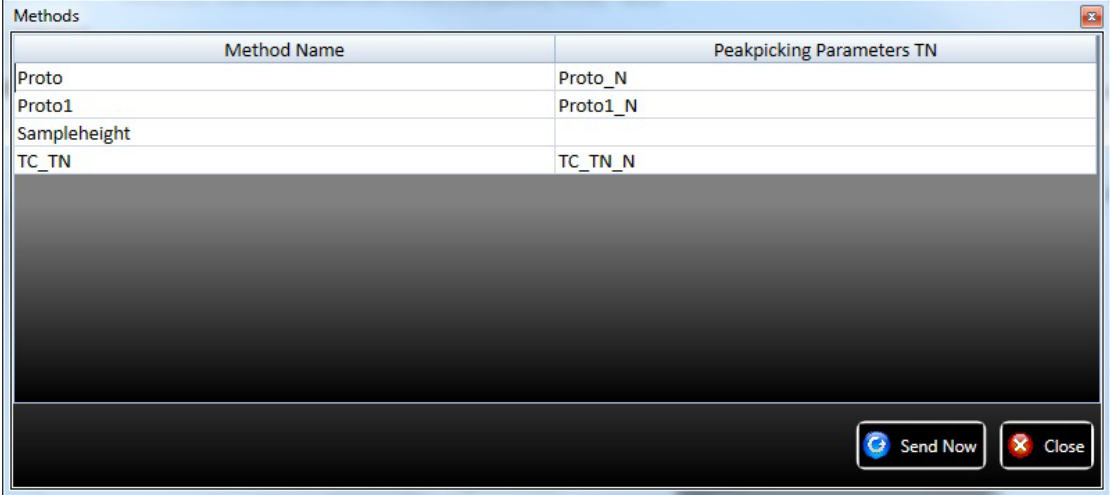
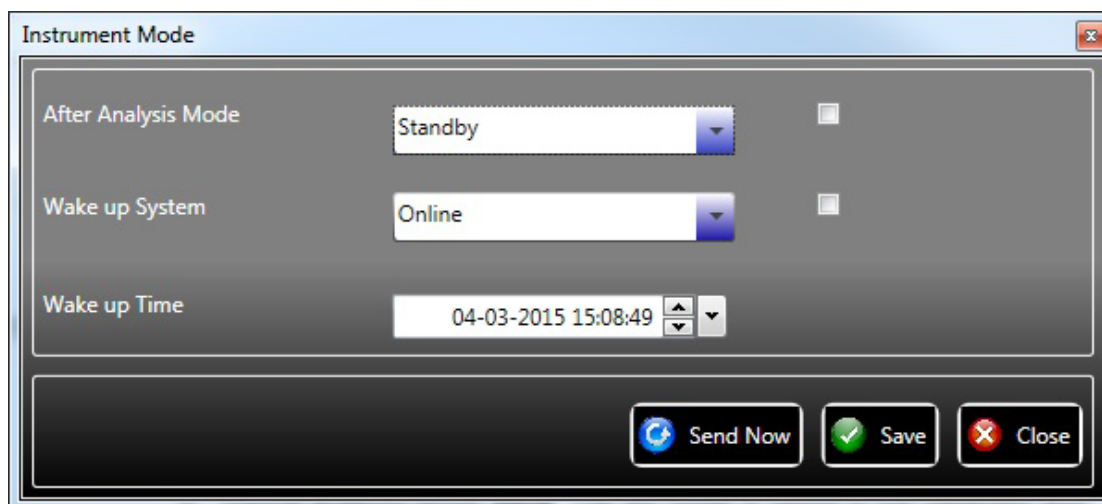


Figure 5-26

- 2.选择所需的方法，然后按**发送**。该分析仪根据所选择的方法开始准备进行分析。分析仪遵循的状态显示在屏幕上，预热时间取决于所选择的方法。
- “设置默认方法”用于：
- 分析仪分析完成后进入“待机”模式。
 - 直接或在预先设定时间模式，把分析器 “唤醒”。
- 1.按设置默认方法。显示“仪器模式”屏幕（见图5-27）。

**Figure 5-27**

2.检查仪表是否有被设置为待机模式或联机模式。当检查分析仪'叫醒'模式时间到了，开始进入联机模式。

3.在分析过程中按保存。设定的模式被保存在数据库中，将被执行，或者分析后（待机），或在设定的时间（唤醒）。该方法可直接按发送。

这是唯一可能让仪器不运行分析的方法。

PRIMACS100系列分析仪

第6章：分析

前言：本章给出了分析的各个方面的描述。



6. 分析

当用于分析仪分析所选择的方法和表格准备好以后，可以启动分析。

从工具栏中选择分析。显示下面的屏幕（见图6-1）。窗口左边显示分析的所有选项。

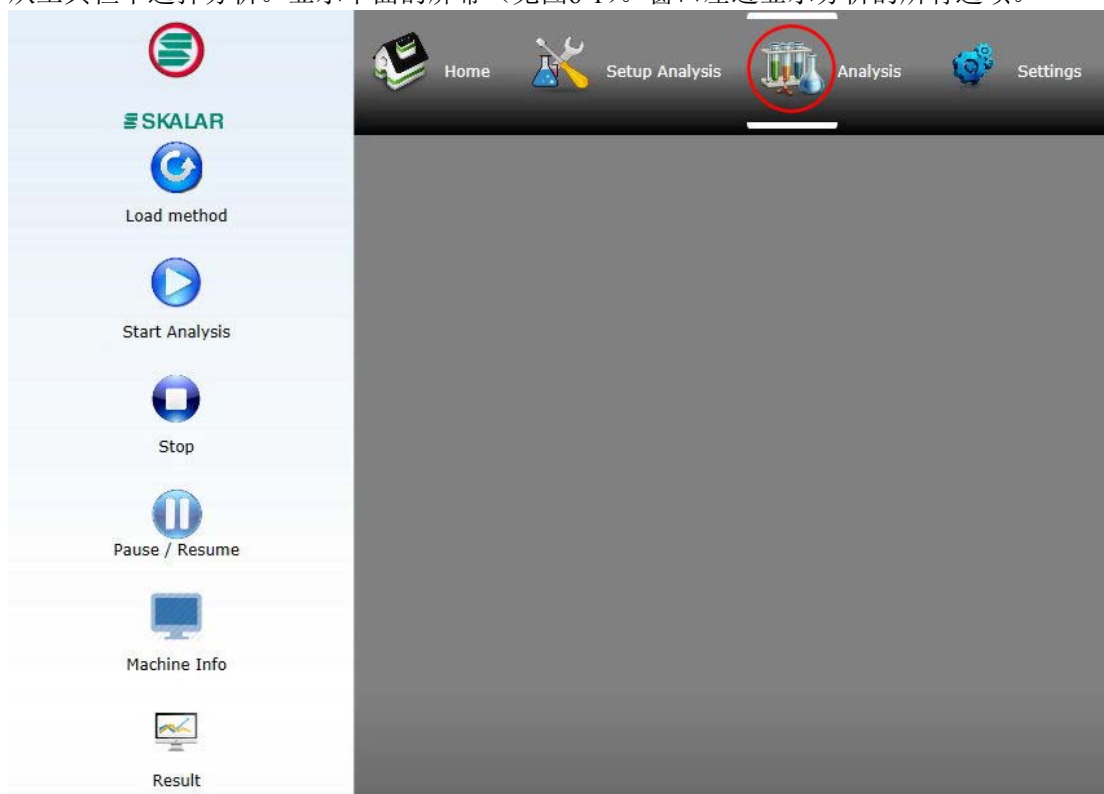


Figure 6-1

6.1 开始分析

按开始分析。显示自动生成运行名（根据在应用程序设置/其它设置/常规设置）和数据库名称屏幕（见图6-2）。

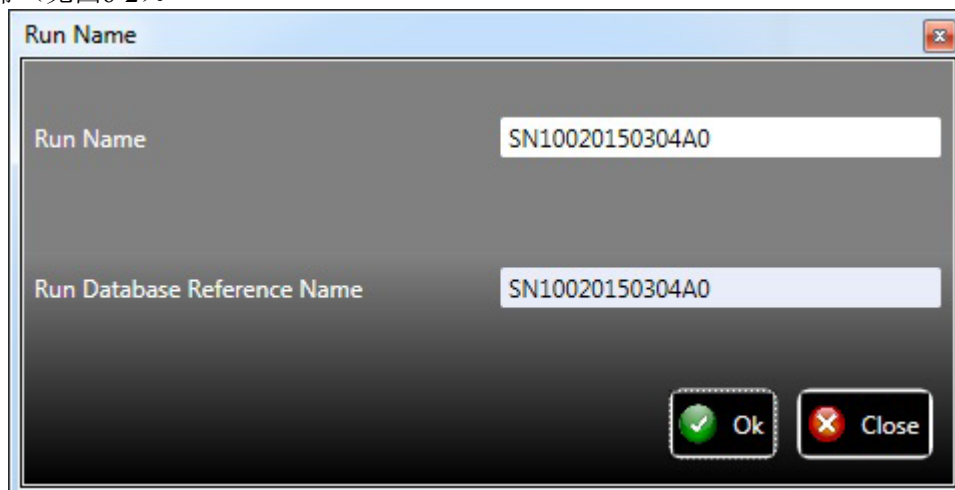


Figure 6-2

接受运行显示名称或将其重命名，然后按 OK。将显示以下屏幕（参见图6-3），其中所需的表格必须选择该方法。

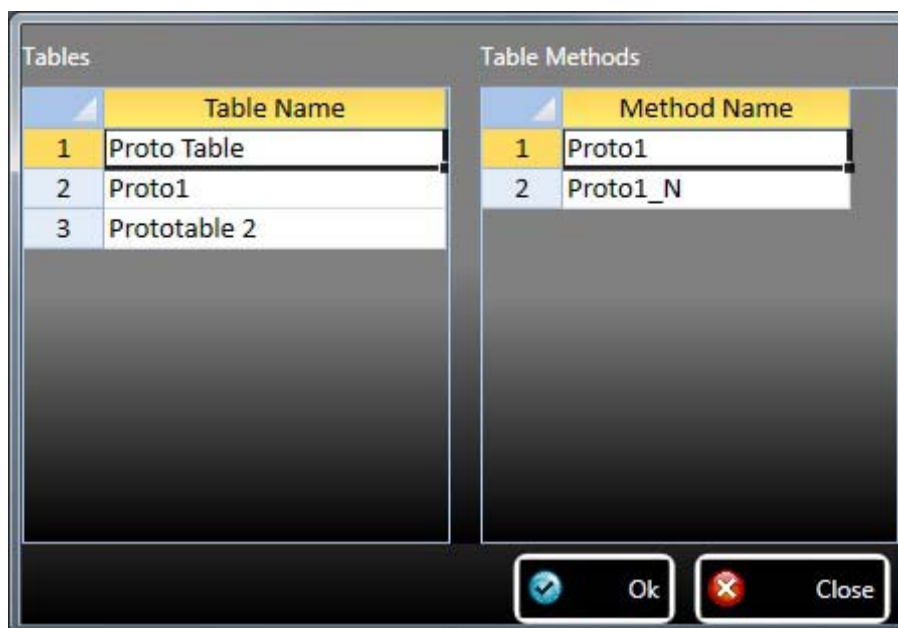


Figure 6-3

一旦表格被选择，则该方法与该表格链接，显示在右窗格中。

检查是否与发送方法匹配，然后按确定，关闭屏幕。

按开始分析在左窗口，开始进行分析。

6.2 暂停/继续分析

分析可以暂停和恢复。按下暂停按钮。该按钮变成一个箭头。在这种情况下，分析仪完成当前样品分析，然后停止。

当“分析暂停”文字显示在软件样品盘中心（“主页”的工具，参见图6-7），只要当前样品返回到样品盘，当恢复分析（按箭头）分析仪继续处理下一个样品。

6.3 停止分析

当分析被停止，分析仪立即停止分析，将样品返回到样品盘（分析器不会进入待机状态）。

分析保存。它会显示在“事后分析”的运行列表中（见第7章）。

6.4 恢复崩溃的运行文件

如果由于某种原因，PC 在运行过程中死机，仪器中止分析。运行文件，在 PC 死机前的那一段可以检索到，通过重新打开 SNAcess 完成。消息提示会立即出现，是否拾起运行（见图6-4）。

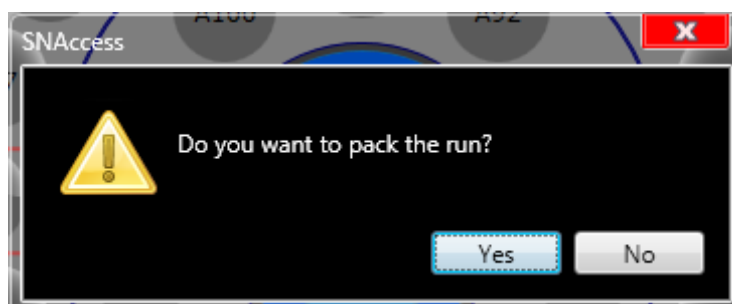


Figure 6-4

选择“是”，会出现在“运行名称”窗口（见图6-5）。

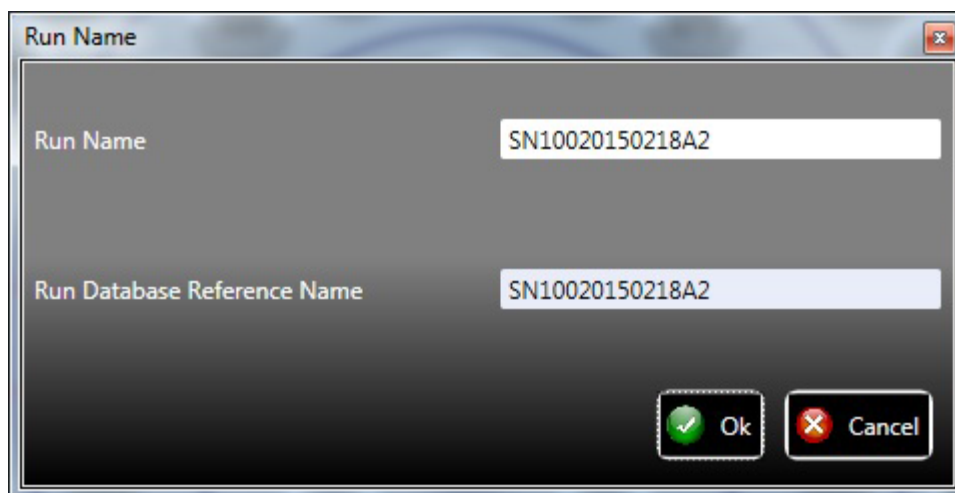


Figure 6-5

保留原始文件名或重新命名文件，选择“确定”完成保存运行文件。显示“运行成功恢复”的消息。现在运行的文件可以在后期分析中打开。

6.5 设备信息

当选择该选项，屏幕将显示所有关于炉子和热箱的温度信息（见图6-6）。



Figure 6-6

当“结果”画面关闭将返回到“主页”屏幕，分析仪的状态也可以被查看（见图6-7）。作为定位样品盘的样品（在表）和样品类型被显示。分析了的样品是暗红色，目前分析的样品是红色的。

交替测量的杯数，总杯数，完成的百分比和估计完成分析的时间显示在样品盘中心。当单击已经被分析样品位置，有关样品信息显示在右侧窗格中，“结果”被激活。

6.5.1 温度仪表

此选项允许用户调整屏幕上所显示的仪器仪表刻度信息。

6.6 查看来电结果

在左窗口中选择结果，打开结果分析模式。默认的“实时”屏幕被打开（参见图6-8），其中可以查看正在进行分析的峰。

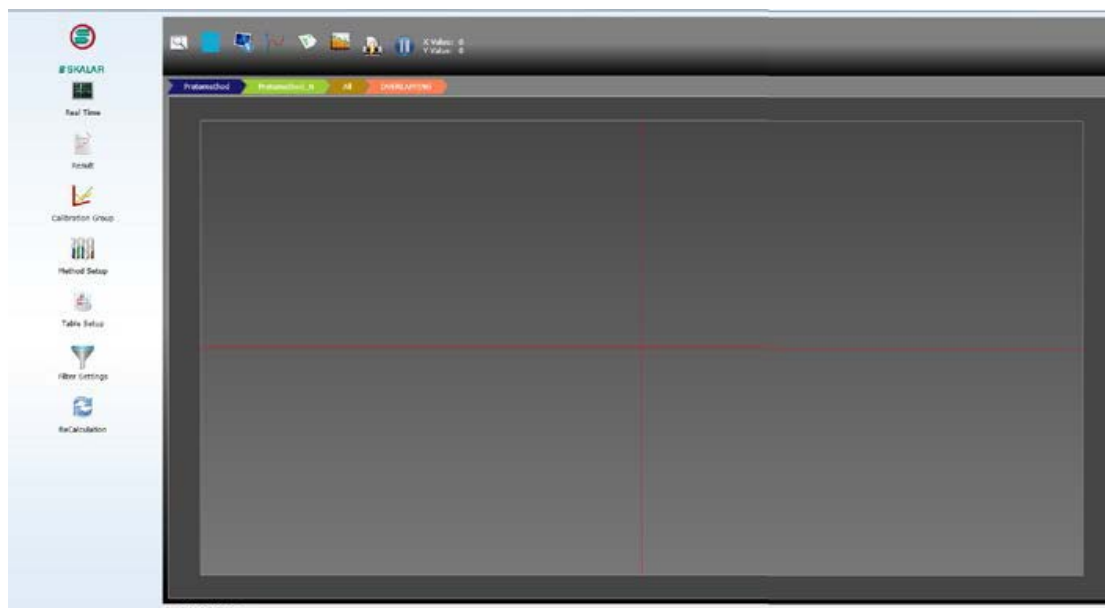


Figure 6-8

6. 6. 1实时

当分析发出峰值时，如图6-9所示。该视图显示它们的身份识别和在 TC_TN 分析中碳的峰值（绿色标签被激活，颜色取决于颜色设置）。

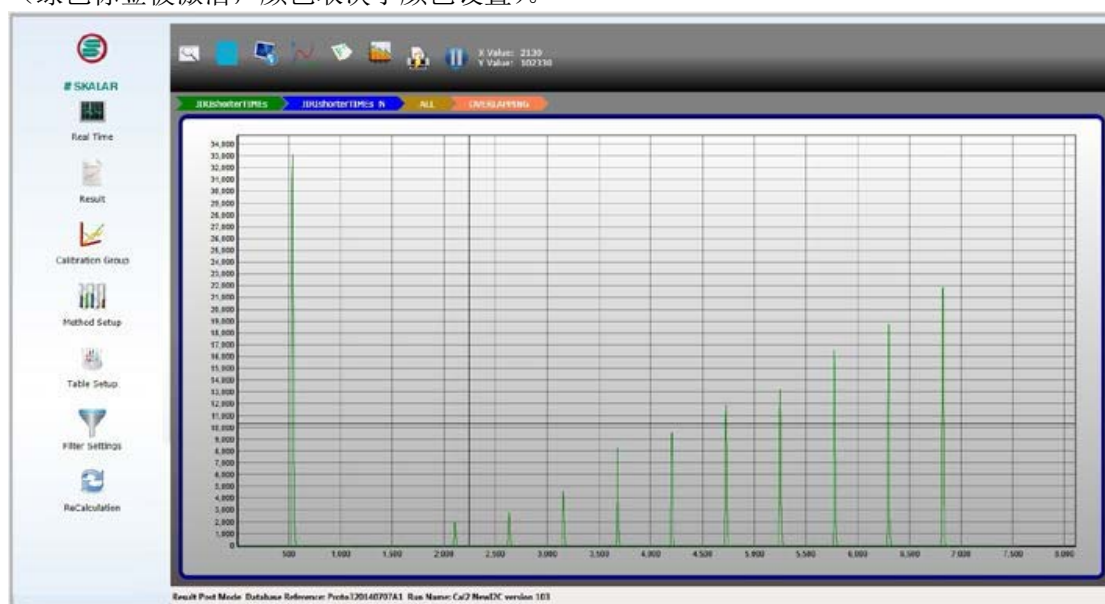


Figure 6-9

选择查看氮的峰标签为蓝色（见图6-10）。

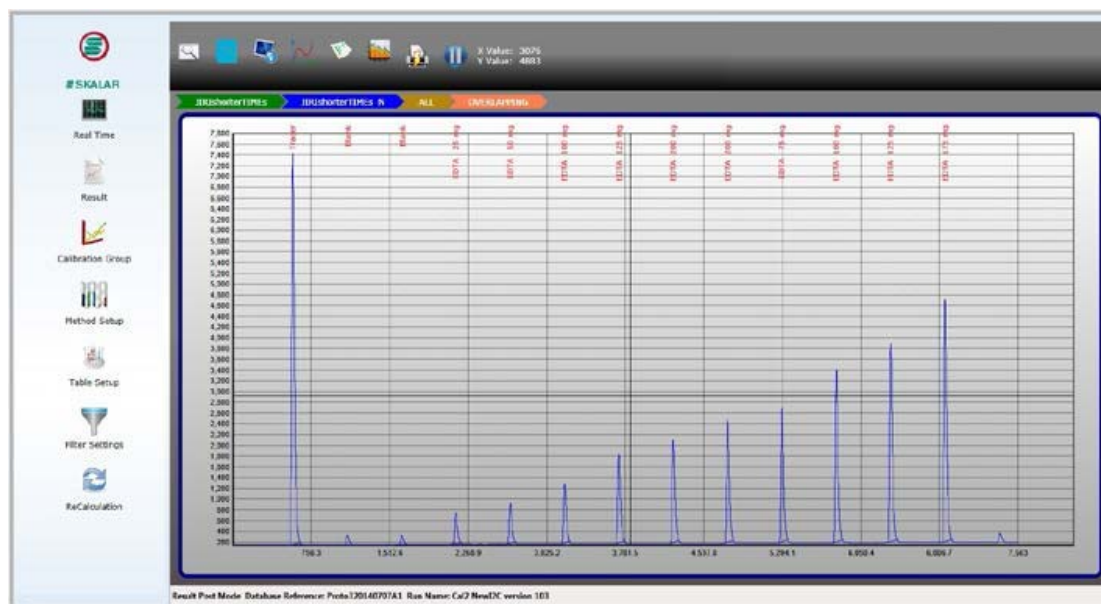


Figure 6-10

在这两个窗口中工具栏中的图标是激活的，可以用来改变视图。

Zoom (放大)

Zoom in 放大 使用鼠标左键从左上角到右下角平移

Zoom out 缩小 按下工具栏上的“缩放”工具

Auto Y on/off 自动缩放 Y 开/关

点击该图标将自动调节 Y (调节高峰)。该设置被保存，当运行后重新打开时，视图是在相同的模式下打开。

Peak info show on/off 峰值信息显示开/关

当打开时，双击一个峰的最高点，来显示峰值信息 (参阅6.5.1.1章节，图6-11)。该屏幕还可以编辑峰高。

XY Guide on/off XY 做标开/关

默认情况下，显示做标，选择图标，把它关闭。

Display peak labels 显示峰标签

选择此图标来选择峰标签 (见图6-13)。

Display properties 显示属性

选择此图标更改视图的属性 (见图6-14)。

Pause panning 暂停平移

如果你想暂时停止视图做平移，以便能够放大峰形选择此图标。

6. 6. 1. 1 峰值信息和编辑



注意： 在 XY 引导显示时峰值信息只能被显示。

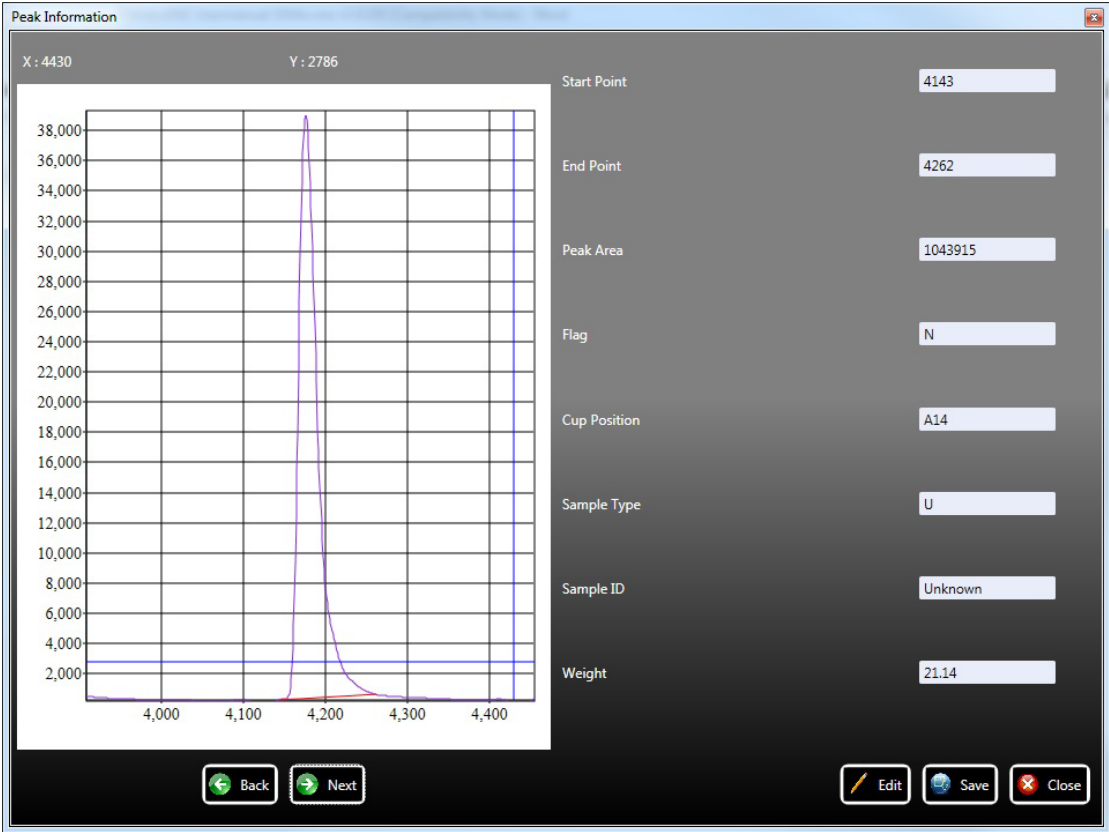


Figure 6-11

随着箭头“返回”和“下一步”人们可以切换峰值信息。

关于该峰的所有相关信息（如开始和结束时间，该区有标志），关于样品的信息（类型，位置，ID 和重量）被显示。

如果峰值被错误地测量它是可以编辑的。

显示峰值进行编辑，然后按编辑。移动峰的开始和结束标记（见图6-12）。峰开始和结束是根据“方法设置”中设置来计算的。

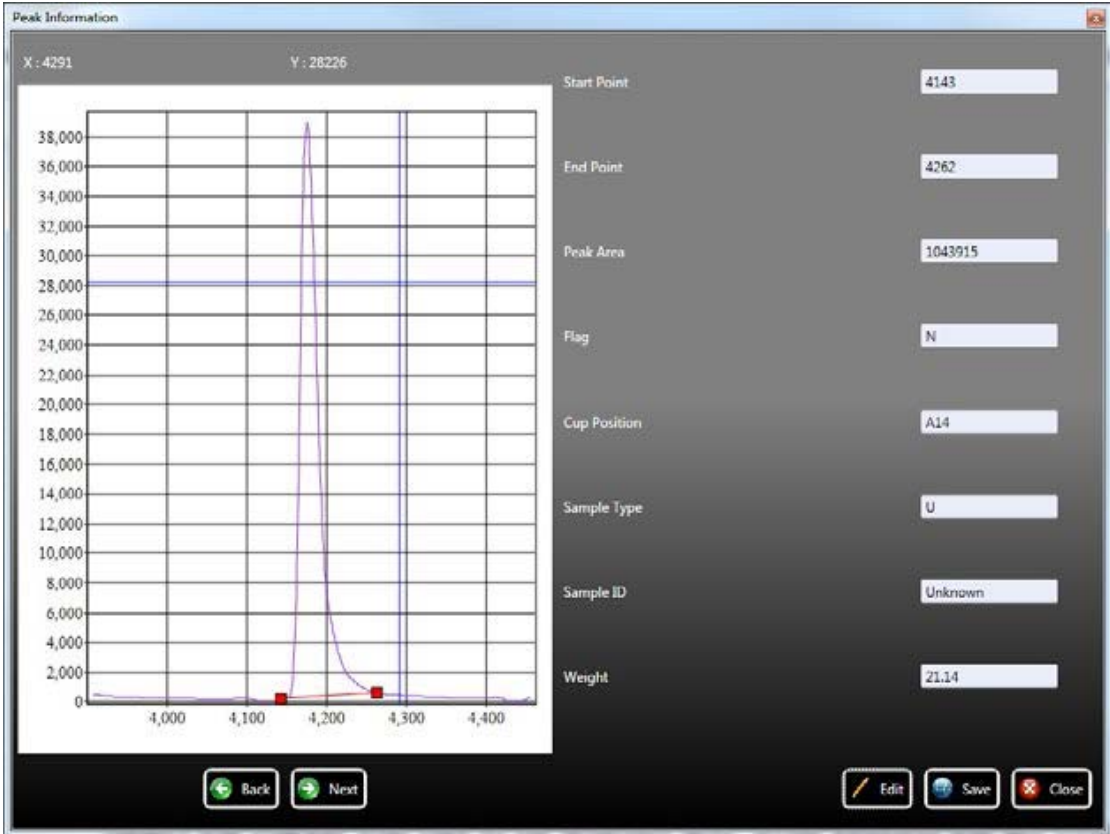


Figure 6-12

选择需要修改的标记，并保持长按鼠标左键，拖动标记到所需位置。按保存更改，将显示一条消息，该峰成功编辑，单击确定关闭该消息。

下一次该峰被打开，并切换到该峰时视图显示红色的峰值已经被编辑。显示一个额外的按钮“恢复”。当按下此按钮，峰值重置为初始设置和“峰值信息”屏幕关闭。

6. 6. 1. 2 峰标签

按显示对话框的图标（参见图6-13）。

根据需要进行选择要显示的标签，然后按保存。对话框是关闭，并显示所选择的标签。

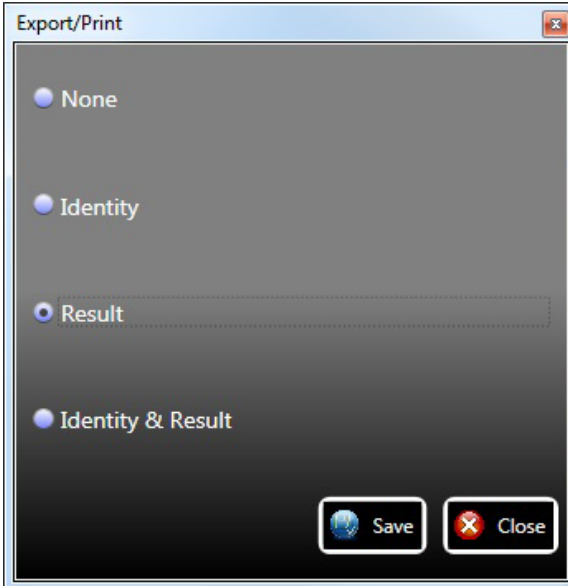


Figure 6-13

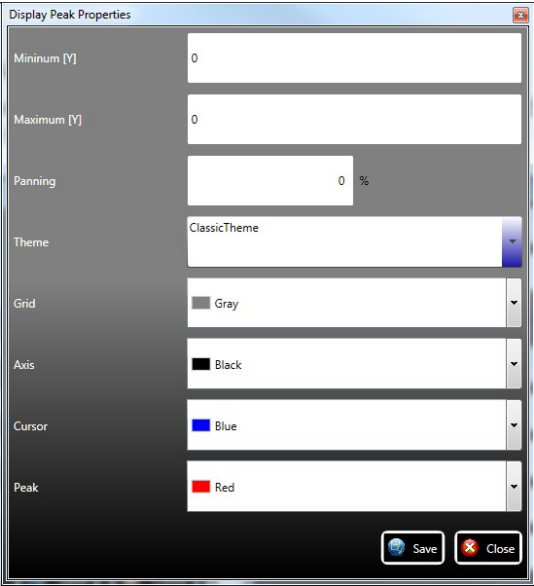


Figure 6-14

6. 6. 1. 3显示属性

选择“显示峰属性”图标（参见图6-14）。

这里的 X 轴和 Y 轴可以适当平移峰形的百分比（当峰上升到达屏幕端部）。

背景，网格，轴，光标和峰的颜色可以根据需要改变。

通过选择选项卡可以将“全部”峰和参数都显示在一个屏幕里（见图6-15），并可以选择“重叠”这两个参数都重叠在一起显示（见图6-16）。

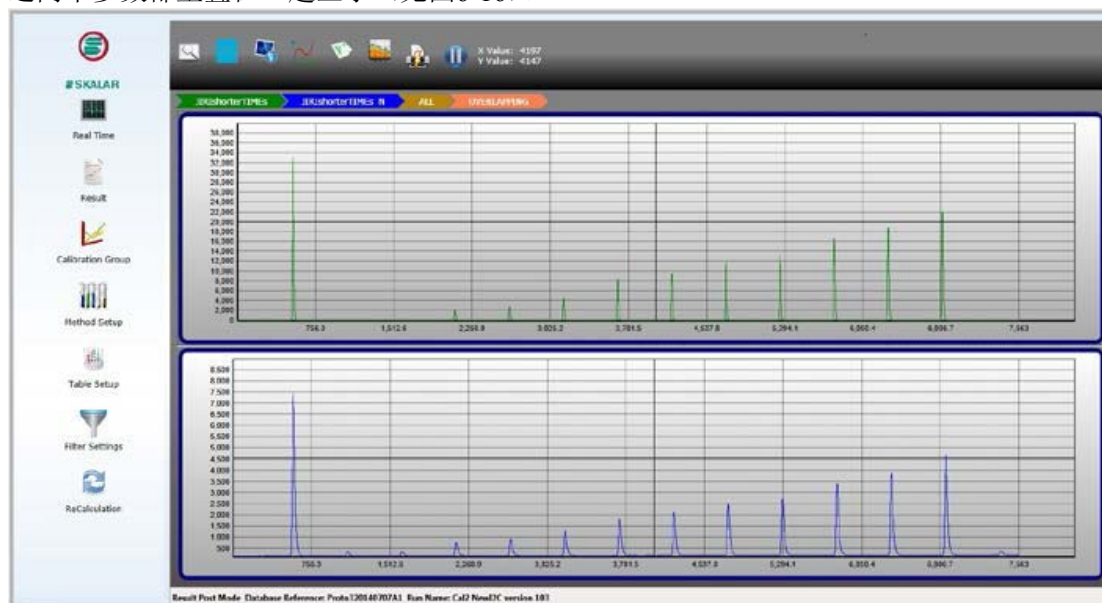


Figure 6-15

在'全部'和'重叠'模式工具图标中不可用。

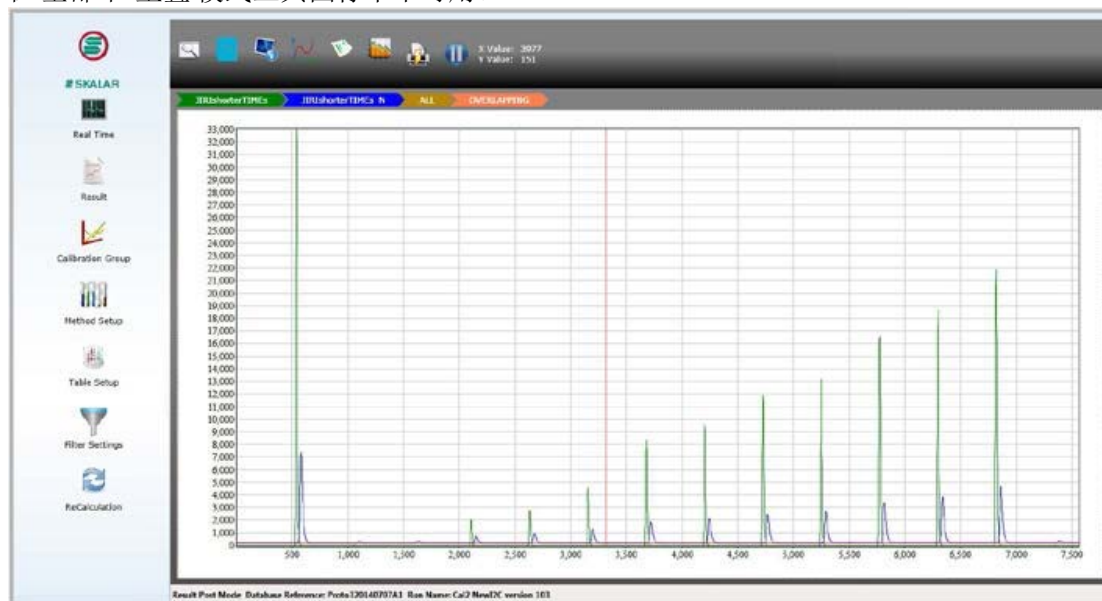


Figure 6-16

6.6.2结果

在左窗口中选择结果将看到传入的结果（参见图6-17）。

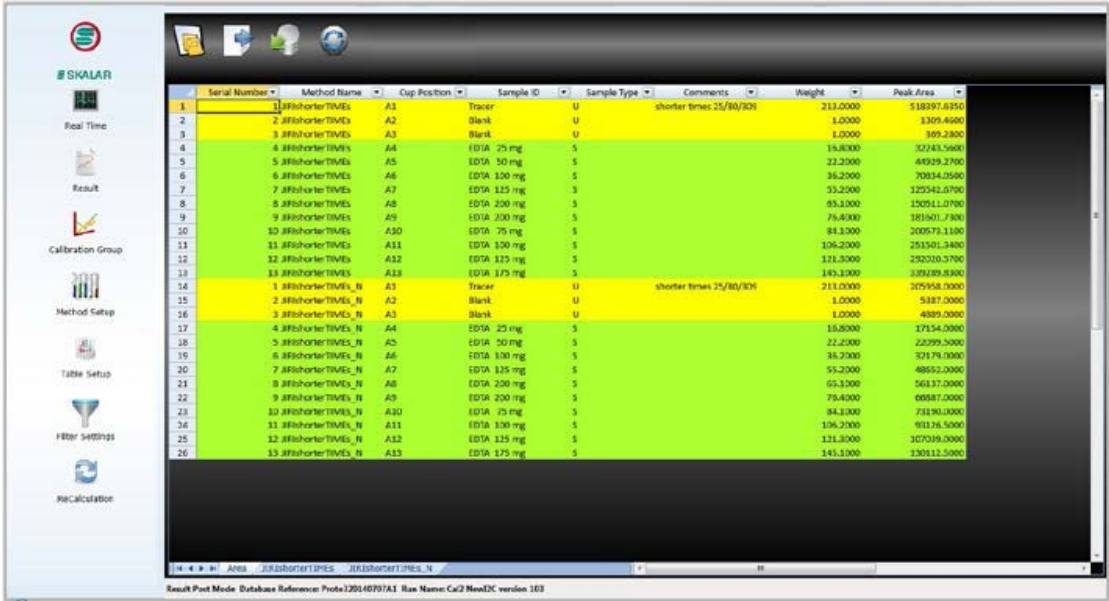


Figure 6-17

第一个选项卡“面积”表示样品出峰的测量面积。
另外两个选项卡显示相同的信息加上计算结果（见图6-18）。

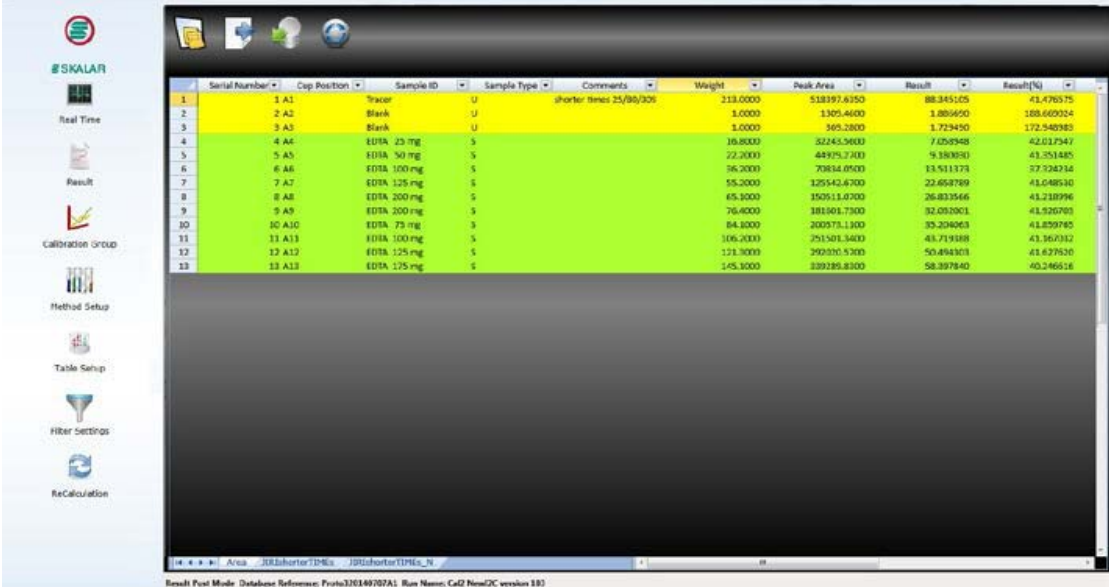
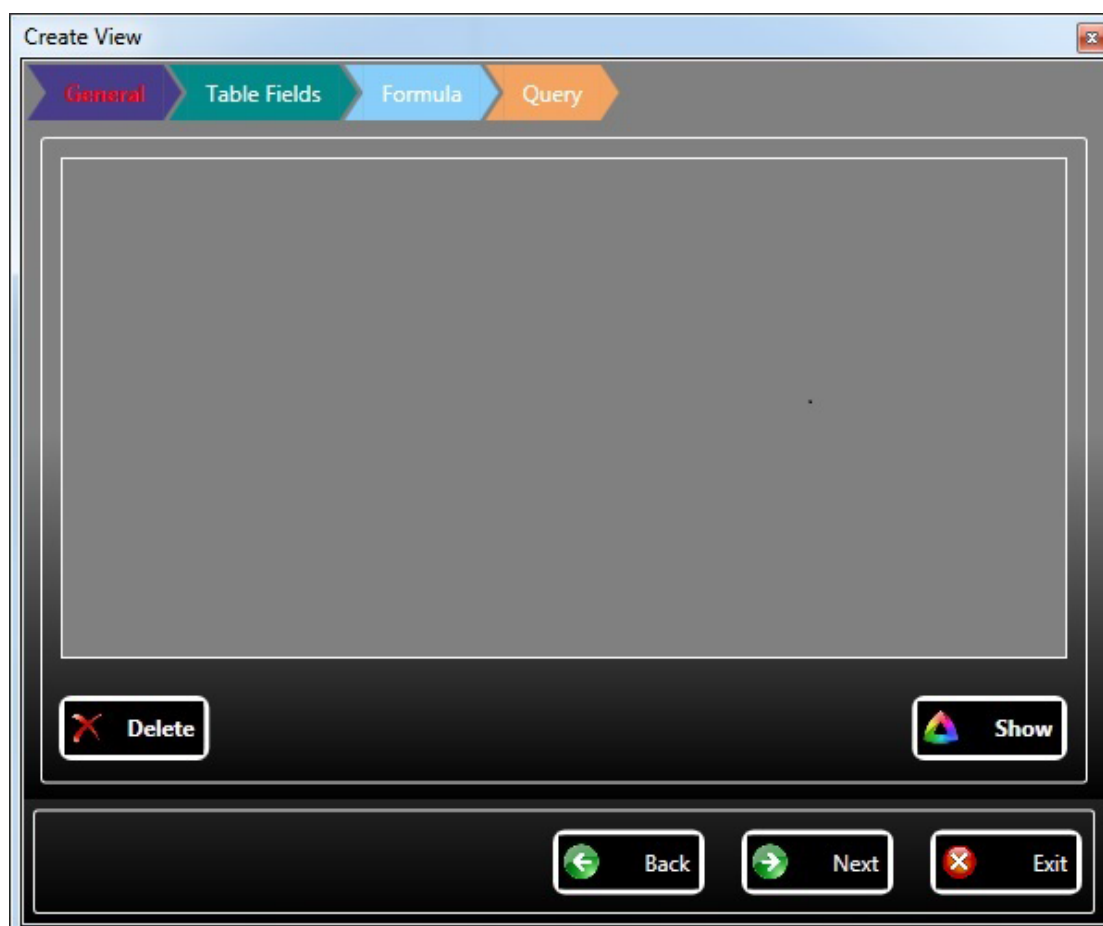


Figure 6-18

结果的视图可以被编辑并且可以将结果输出。

6.6.2.1 自定义视图

按工具栏上的“格式”图标。显示“CreateView”屏幕（见图6-19）与“常规”激活选项。

**Figure 6-19**

在这里，显示创建自定义视图。

要显示自定义视图：从列表中选择，然后按显示图标显示视图。

要删除自定义视图：从列表中选择视图，然后按 Delete 删除。

创建视图

1. 按下一步。将显示“字幕表”选项卡（见图6-20）

**Figure 6-20**

2. 选择左侧区域的项目，然后按箭头放置在正确的领域。
3. 所有的必选的项目通过自定义视图重复选择，然后单击下一步。显示在“公式”选项卡（见图6-21）。
4. 左侧字幕显示所选项目的自定义视图。如果需要创建的话，输入一个名称，添加到上方窗口中。

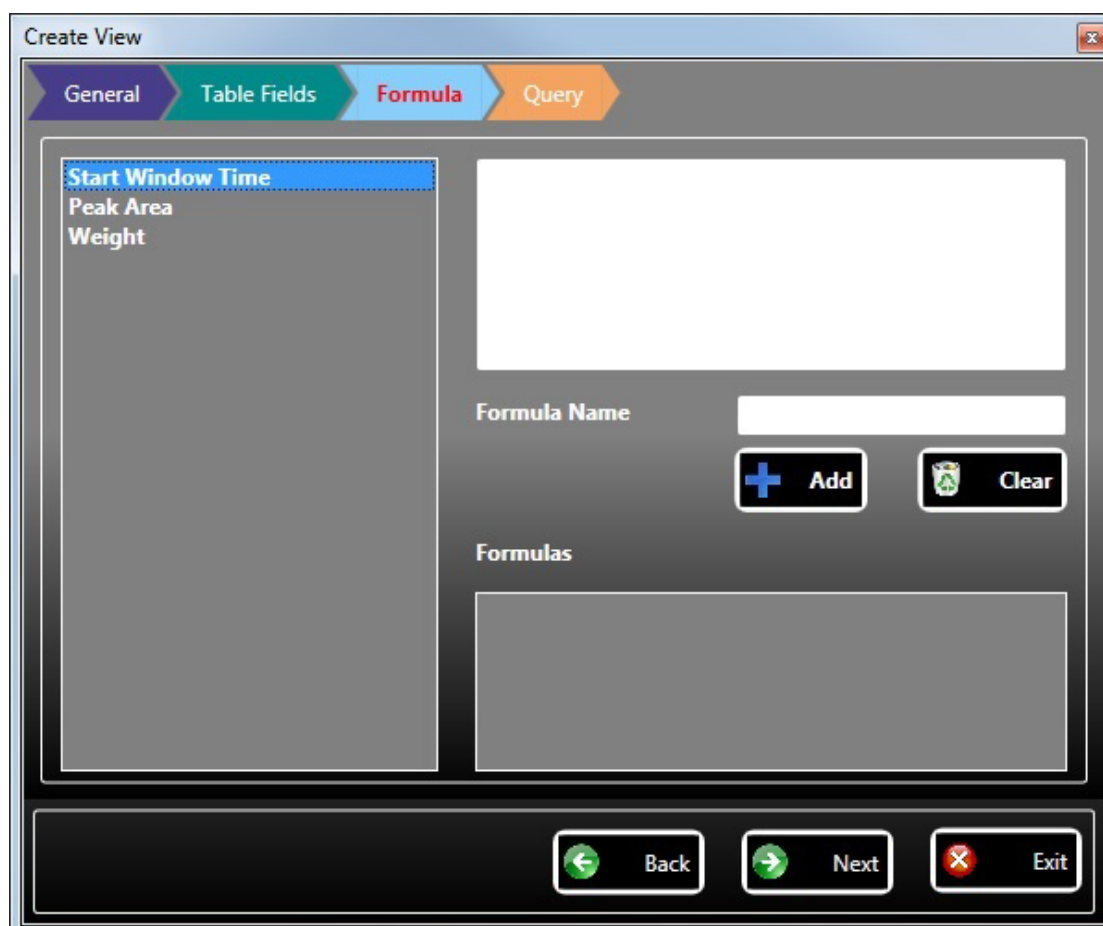


Figure 6-21

5. 单击添加。公式将显示在下面字幕中和与公式的名称将被添加到所创建的自定义视图中。
6. 单击下一步。在“查询”选项卡中显示（见图6-22）。

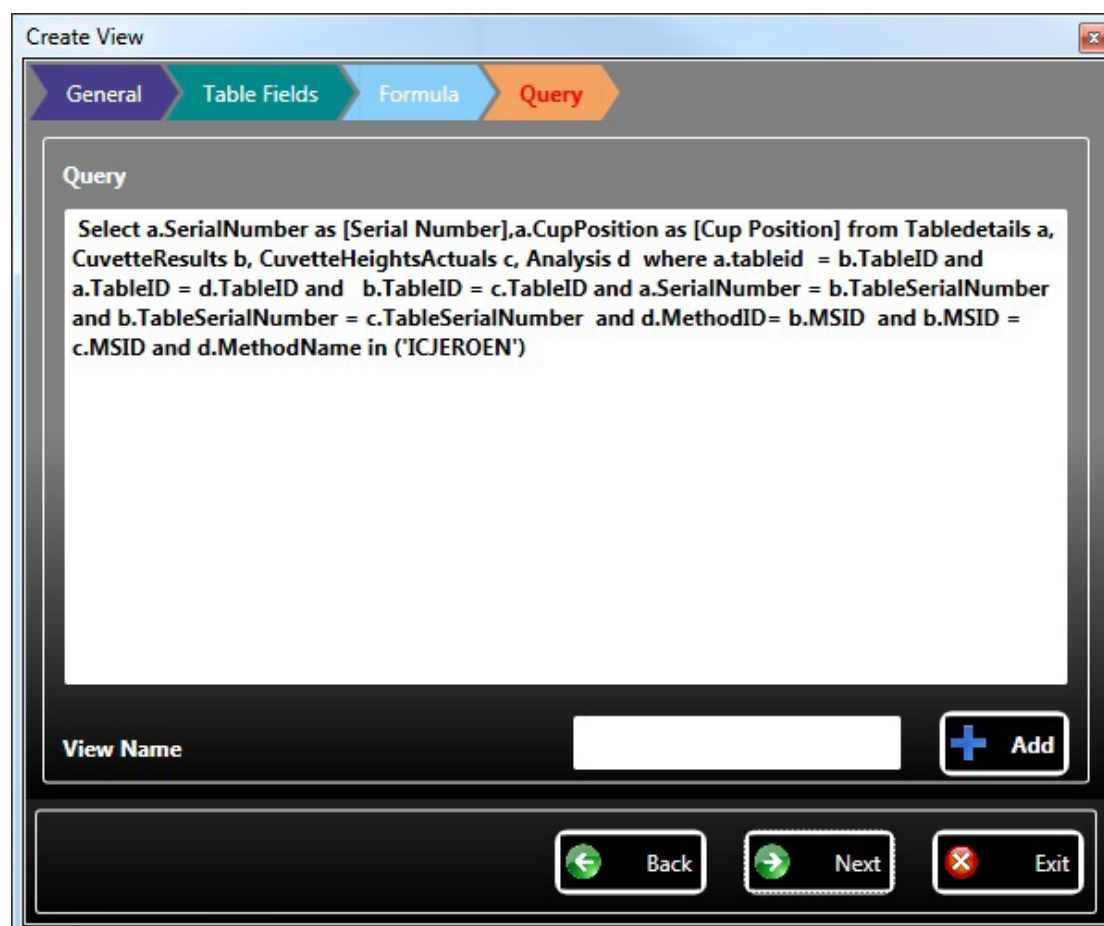


Figure 6-22

7. 键入创建自定义视图名称，然后单击添加。显示一条消息，该视图创建成功。
8. 单击确定。
9. 单击退出关闭“FCreateView”。
10. 再次打开屏幕，选择在该区域创建的视图，然后单击显示。所选的自定义视图将显示，一个额外的标签显示在“结果”屏幕的底部。

删除视图

按工具栏上的“格式”图标。显示“FCreateView”屏幕（见图6-19）与激活的“常规”选项卡。选择要删除的自定义视图，然后按'Del'按钮，自定义视图将被删除。

6.6.2.2 导出到 Excel

按导出按钮结果可以直接导出为 Excel。（见图6-23）。

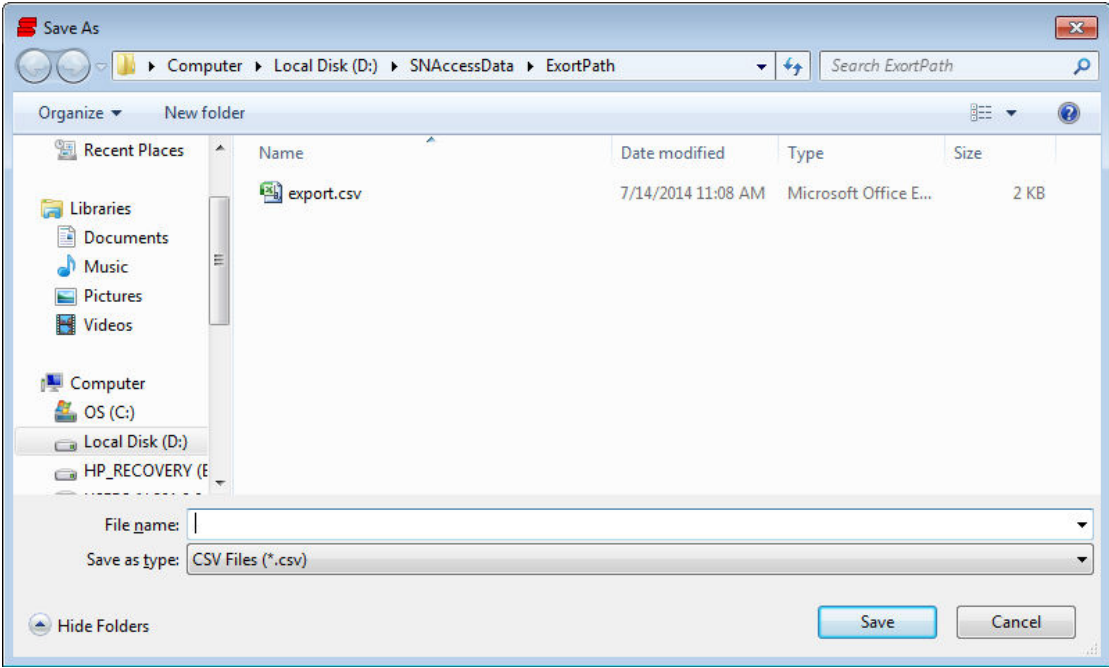


Figure 6-23

如果需要，更改该文件要保存的名称。
键入文件名，然后单击保存，该文件可以在 Excel 中打开。

6. 6. 2. 3 导出和打印

使用“导出和打印”按钮，结果可以导出和打印所需的列。如图6-24所示的画面显示。
双击该项目，显示在您导出或打印的项目列表中。
使用分隔符来区分 “封闭”和“记录结束”选择的行数。
选择导出，自动选择的 ExportPath 目录显示，接受名称自动给出口文件（.txt）或更改名称，
然后单击保存，将显示一条消息，该文件已成功导出。
当选择打印。按保存，文件被保存并打印。

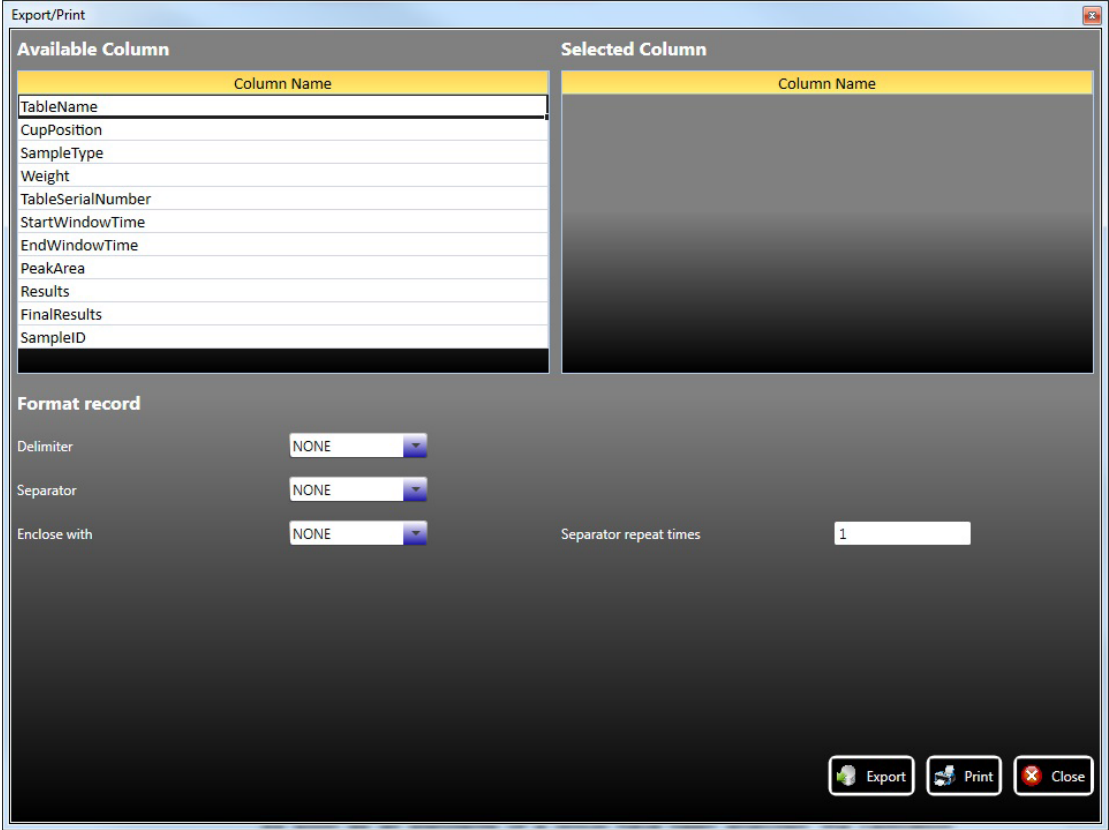


Figure 6-24

6. 6. 2. 4恢复原运行

当编辑了峰的实时画面，可以恢复原来的运行。选择“实时”画面按钮，运行成功还原。

6. 6. 3标定组

只要将一组标准分析完成，校准曲线可以显示（见图6-25）。

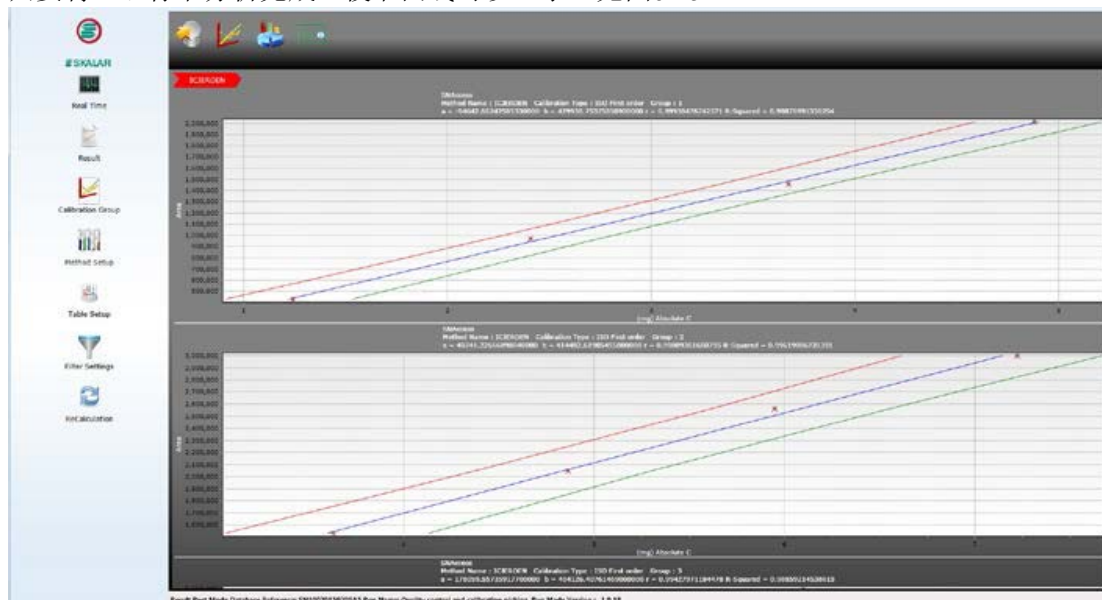


Figure 6-25

当执行 TC/总氮分析时，显示两个选项卡（用于 TN 和 TC），可以在曲线之间切换。

该工具栏显示两个工具：导入现在校准曲线和导入原有标准曲线（见6.5.3.3）。

当双击曲线按钮，显示的曲线，该命令可以选择/更改一个对话框（见图6-26）。



Figure 6-26

6. 6. 3. 1删除校准曲线的点

在这个对话框里可以选择用于校准曲线“去除点”（见图6-27）。如果需要，取消标准点，并点击保存，将显示一条消息，该修改已成功保存并关闭对话框。

Table Details

Serial No	Position	Type	Identity	Weight	Peak Area	Select
2	A2	S	CaCO3 10 mg	10.3600	429883.1950	☒
3	A3	S	CaCO3 20 mg	20.0800	967904.7300	☒
4	A4	S	CaCO3 30 mg	30.6300	1456864.0050	☒
5	A5	S	CaCO3 40 mg	40.7000	2012985.9700	☒

Save

Close

Figure 6-27

6. 6. 3. 2打印校准曲线

可以打印校准曲线。当按下打印“打印预览”屏幕打开（见图6-28）。选择“打印”图标，显示“打印”对话框中，选择打印机，按打印以打印校准曲线。

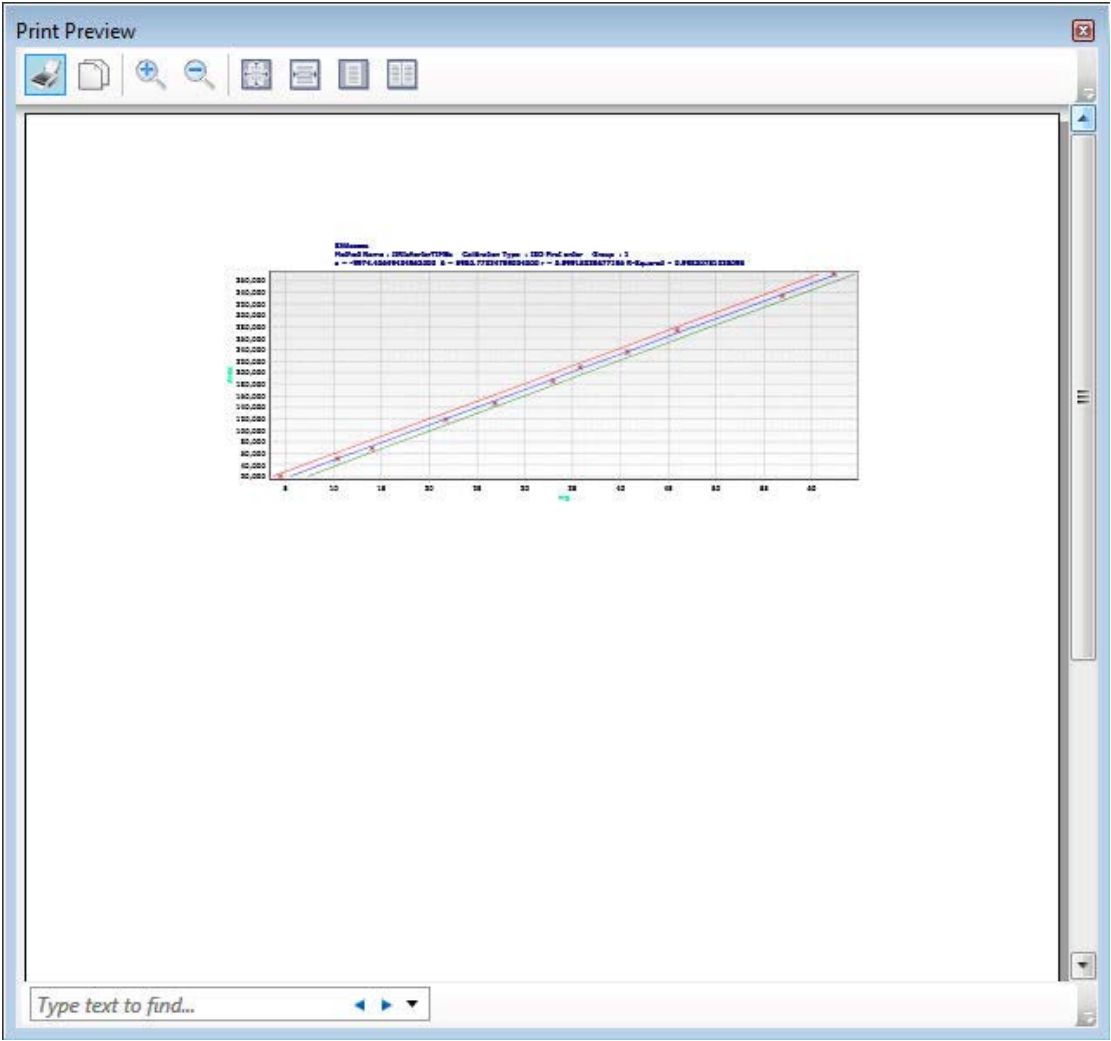


Figure 6-28

6. 6. 3. 3导入校准

按“导入校准”工具导入其它运行的校正曲线（见图6-29）。



Figure 6-29

按搜索查找可用的校准曲线（见图6-30）的运行。



Figure 6-30

可用的运行显示在左侧窗口中，在右窗口中显示所选运行的标准曲线，同时在中窗口显示曲线信息，检查所述的曲线是否可导入。当有多于的校准曲线可以运行，这是根据信息（例 1/4）显示。人们可以通过单击“下一步”和“上一步”切换运行曲线。

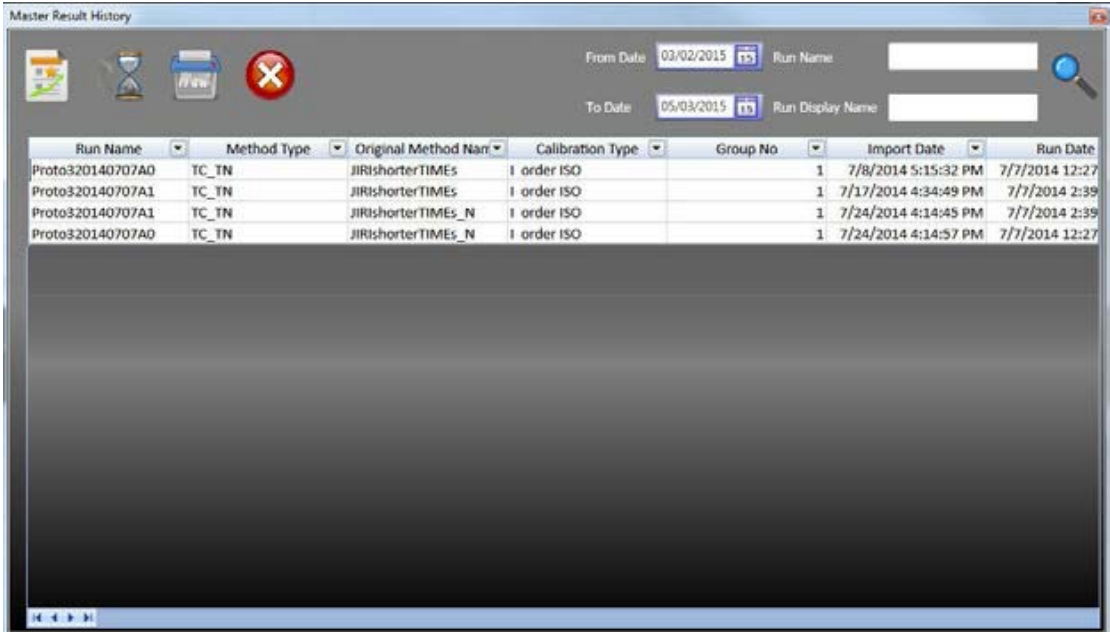


Figure 6-31

点击导入将曲线。导入的曲线名称可以选择为主校准，可查看。
导入多条曲线显示在主校准列表中，选择如图6-30，要么导入相同的的多条运行曲线（如果可用）或选择其它校准曲线，它们都添加到主校准列表里（见图6-31）。
选择重新计算，重新计算出结果。如果找到一个更好的校正曲线，重新计算的结果将最佳拟合曲线。
导入的运行校准曲线可以被观看。
按“导入校准”图标选择作为显示如图6-25，导入的校准曲线被显示。

6.6.3.4 导入校准

此图标显示导入校准曲线。

6.6.3.5 QC

显示分析 QC 样品的曲线图，在设定范围内 QC 值是显示绿色。当 QC 值超出限制的曲线图颜色显示为红色。

6.6.3.6 校准常数

选择此图标显示校准曲线的统计信息。

6.6.4 安装方法

该方法的设置可以在分析过程中进行，当选择此选项显示屏幕如图5-1。

可以创建一种新的方法，方法可以进行编辑，删除，重命名第5.1章有解释。正在进行分析使用的方法不能被删除，只能编辑部分内容，例如发送的温度和时间设置不能改变，但可以修改高峰采摘参数。

6.6.5 格表设置

选择表安装程序，查看示例表（见图6-32）。

Position	Type	Identity	Comments	Height	Group No	TCTM result	TCTM result_R
1	A1	Standard		11.3000	1	12	12
2	A3	Standard		11.4000	1	12	12
3	A5	Standard		24.8000	1	12	12
4	A7	Standard		31.1000	1	12	12
5	A9	Standard		40.1000	1	12	12
6	A11	Standard		50.8000	1	12	12
7	A13	Standard		62.8000	2	12	12
8	A15	Standard		67.0000	2	12	12
9	A17	Standard		67.2000	2	12	12
10	A19	Standard		65.3000	2	12	12
11	A21	Standard		103.3000	3	12	12
12	A23	Unknown		104.3000	3	12	12
13	A25	Unknown		102.9000	3	12	12
14	A27	Unknown		106.9000	3	12	12
15							
16							
17							
18							
19							
20							
21							
22							
23							
24							
25							
26							

Figure 6-32

样品表格显示样品已经发送到分析仪（显示灰色）。一旦开始运行6个样品被立即发送。随后每次采样完成后一个新的样品发送和变为灰色。

6.6.5.1 在分析过程中编辑表格

可在分析过程中进行编辑的示例表格。样品可以添加到表格或从表中删除，但只适用于尚未发送到分析器的样品。

该表格可以从已经发出位置的下面至少2个取样位置进行编辑。最好是在编辑之前暂停分析，当样品添加到表格中，当样品放入样品盘时，分析正好暂停。

根据需要添加/插入样品编辑表格，按保存并关闭表格。

6.6.5.2 打印表

参考第5.2.7章节。

6.6.6 过滤器设置

过滤器允许用户设置过滤 IRD 值和过滤 TC 值，得到平滑的峰值结果。

6.6.7 重新计算

重新计算结果的这个选项，只有某些东西被编辑的情况下才需要使用。

PRIMACS100系列分析仪

第7章：事后分析

前言：

本章对事后分析选项进行介绍。

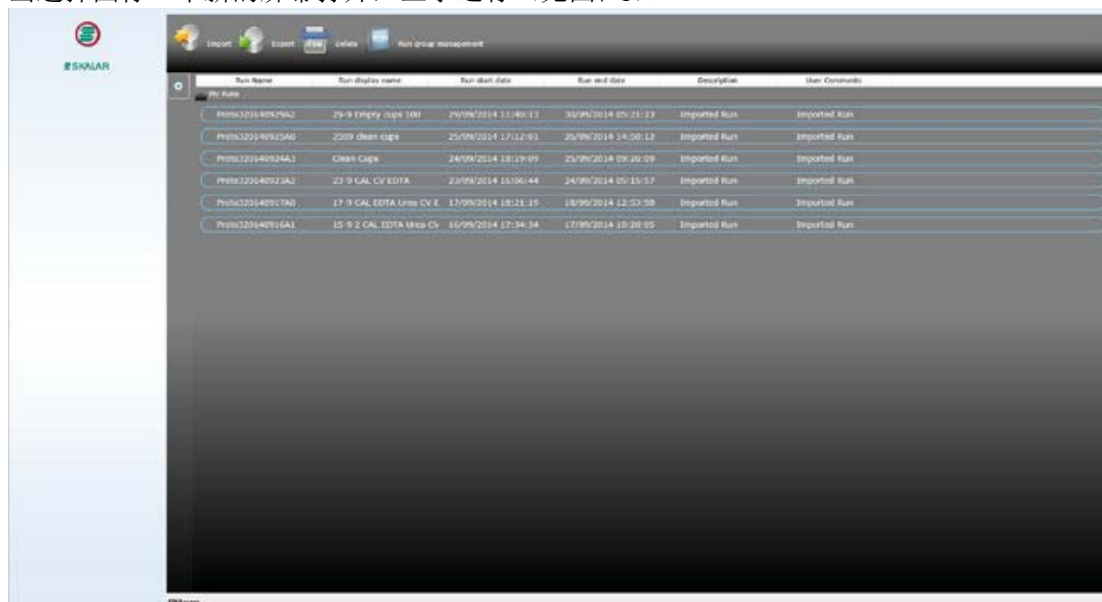


7. 事后分析

这一部分包含了计划的创建并保存运行。

在“主页”屏幕中选择事后分析

当选择图标一个新的屏幕打开，显示运行（见图7-1）。



The screenshot shows the 'Post Analysis' screen of the Primacs100 software. It features a table with columns: Run Name, Run display name, Run start date, Run end date, Description, and Run Commands. The table lists several runs, including '29-9 Empty Supa 300', '2009 Clean Cigs', 'Clean Cigs', '22-9 CAL CV EDTA', '17-9 CAL EDTA Urin CV E', and '15-9 2 CAL EDTA Urin CV'. Each row has a corresponding 'Imported Run' in the 'Run Commands' column. The interface includes a sidebar with the 'SKALAR' logo and a top navigation bar with icons for 'Import', 'Export', 'Values', and 'Run group management'.

Run Name	Run display name	Run start date	Run end date	Description	Run Commands
PRIM32014012962	29-9 Empty Supa 300	29/09/2014 11:00:13	30/09/2014 05:21:23	Imported Run	Imported Run
PRIM32014012960	2009 Clean Cigs	25/09/2014 17:12:01	26/09/2014 14:30:12	Imported Run	Imported Run
PRIM32014012961	Clean Cigs	24/09/2014 18:19:09	25/09/2014 09:40:09	Imported Run	Imported Run
PRIM32014012963	22-9 CAL CV EDTA	23/09/2014 15:06:44	24/09/2014 05:15:17	Imported Run	Imported Run
PRIM32014012967	17-9 CAL EDTA Urin CV E	17/09/2014 18:23:15	18/09/2014 12:53:58	Imported Run	Imported Run
PRIM32014012961	15-9 2 CAL EDTA Urin CV	16/09/2014 17:34:34	17/09/2014 10:26:05	Imported Run	Imported Run

Figure 7-1 Post Analysis screen

7.1 主屏项目

在该视图中显示所有运行。

在运行中显示它们的数据库名称（格式中设置的“设置，附录设置”），显示它们的名称（设置运行启动时），运行的开始时间，结束的日期，状态描述和注释（可选）。

该工具栏的运行文件可以另一个地方导入，导出到外部磁盘和删除。

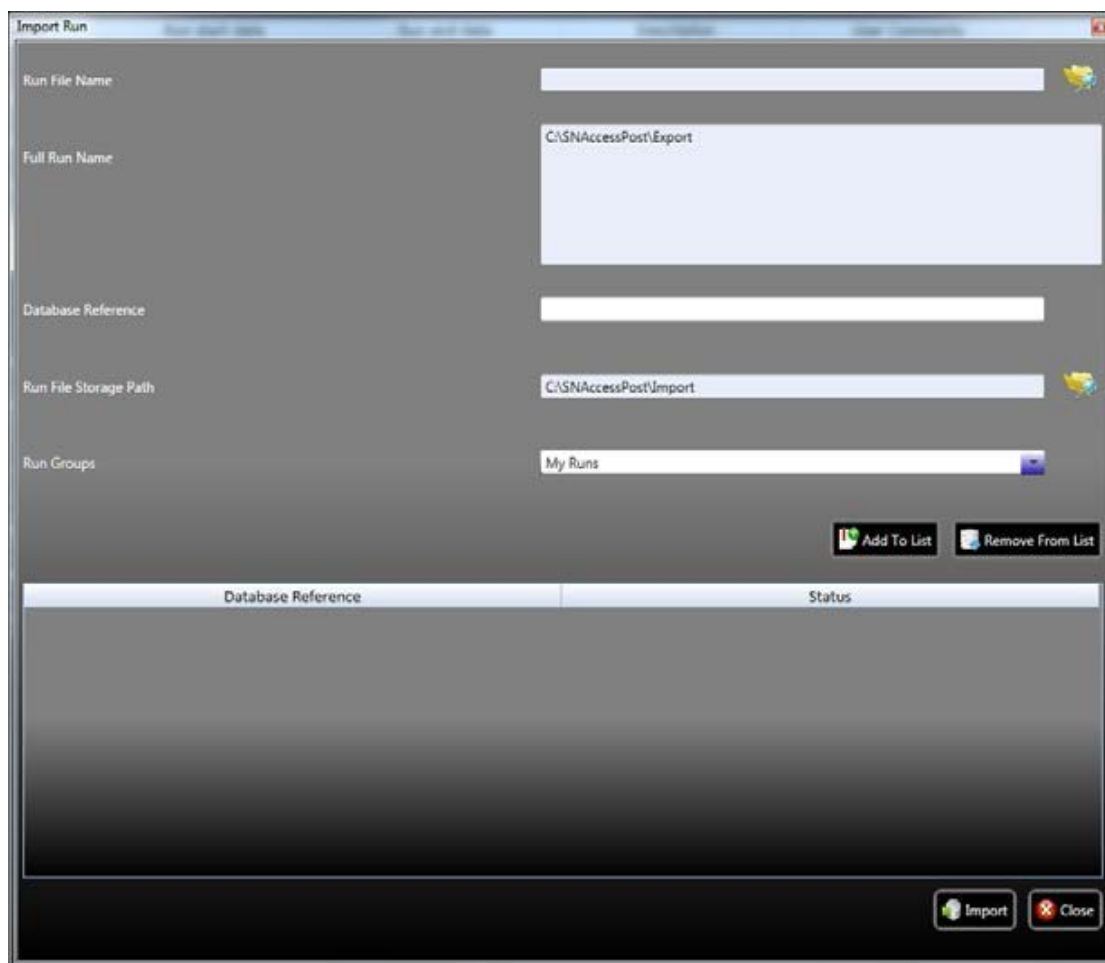
运行可以划分几个组来进行，当运行被分为不同的组，选择'+'所有组，以显示不同运行组（如果存在的话）。可以创建新的运行组，运行组之间可以移动。

在屏幕上使用鼠标右键，显示两个选项：“删除运行”和“用户评论”。通过选择“Skalar”图标，然后选择“关闭”关闭。

7.1.1 导入

运行文件可以导入另一个 Primacs100分析软件中进行事后分析查看。

- 1.单击鼠标右键选择导入或单击显示屏幕上的“导入运行”。
- 2.选择“浏览”按钮，并找到运行文件所在的目录。
- 3.选择运行文件，然后单击打开。
- 4.通过“浏览”按钮来选择运行文件的存放路径。
- 5.运行文件必须放置在下拉列表中，然后单击添加到列表，该文件然后在列表中显示要导入（见图7-2）。

**Figure 7-2**

6.单击导入。显示关闭“运行成功导入”的消息后，该文件显示在运行文件列表。

注意：可以通过按 Ctrl+ F12键选择所需的文件，并点击合并按钮，合并运行文件出现在“导入运行”窗口的左下角。

7.1.2 导出

1.要导出文件运行，选择文件（S）要导出，然后单击导出图标或单击鼠标右键，然后从显示的选项中选择导出运行，“导出运行”屏幕打开（见图7-3）。

这也可以从列表中拖动运行文件并把它放在一个特定的位置。

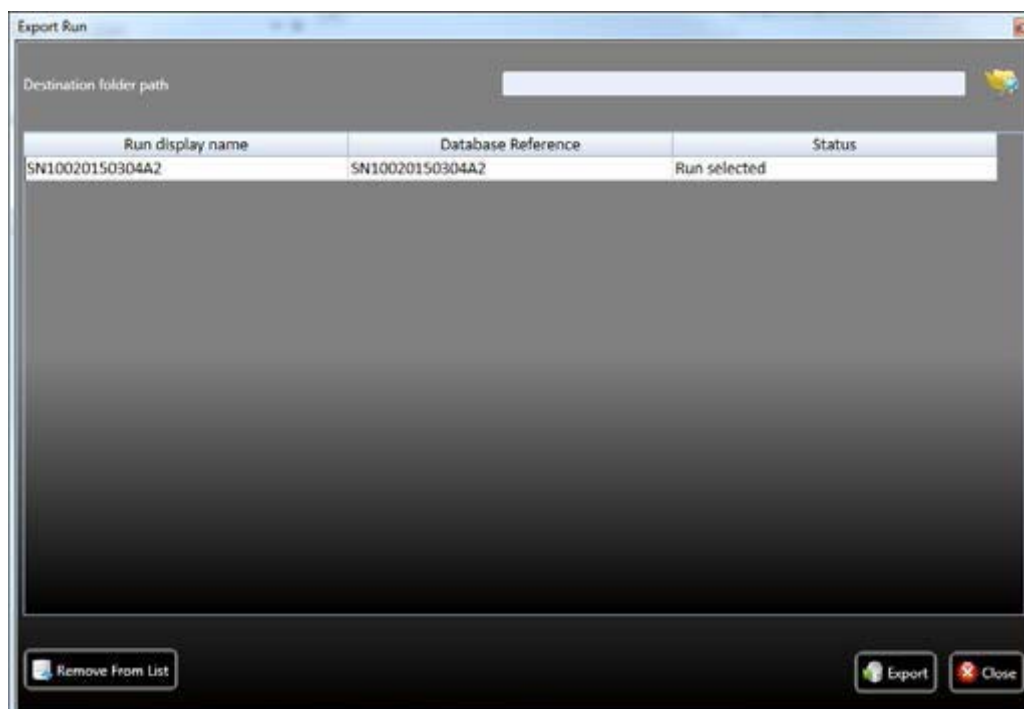


Figure 7-3

2. 选择“浏览”按钮并设置目标文件储存路径。
3. 单击导出。将显示一条消息，该文件已成功导出。单击确定关闭该消息。
4. 关闭“导出运行”屏幕。

7.1.3 删除

从列表中删除运行文件：

1. 选择所需删除的文件（S）。
 2. 单击删除图标或点击鼠标右键并选择删除运行选项，这将打开“删除运行”窗口。
 3. 要从删除列表中删除文件，选择所需的文件，然后按从列表中删除按钮，显示“删除运行”窗口。
 4. 按“删除运行”窗口中的删除按钮，文件从列表中删除。
- 将显示一条消息，该文件已被成功删除。单击确定关闭该消息。
5. 关闭“删除运行”屏幕。

7.1.4 运行管理

运行文件可以通过使用“运行组管理”选项进行组织。

通过划分在不同组的运行文件（例如，一个组可以代表一个特殊类型的分析），他们可以更容易地被检索。

1. 从菜单中选择运行组管理。
2. 在显示的屏幕上输入一个新的运行组名称，然后按保存，新的运行组将显示（见图7-4）。

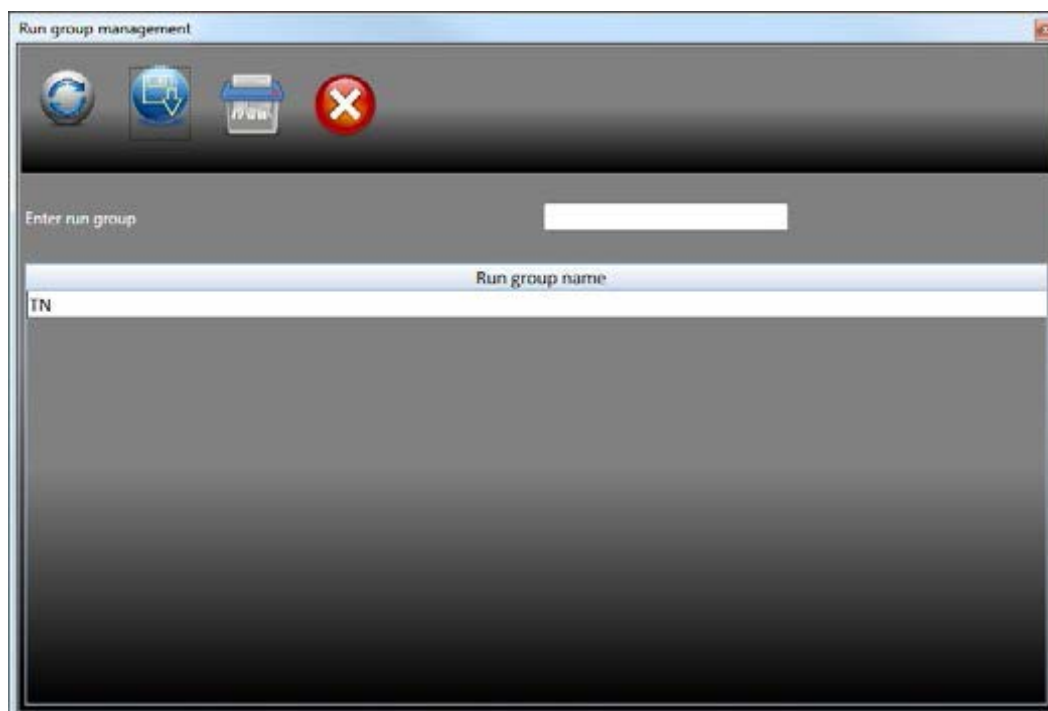


Figure 7-4

3. 关闭屏幕。
4. 选择在分析后需要将文件进行分组。
5. 单击鼠标右键以显示选项。
6. 选择“更改运行组”选项，以显示可用的运行组（S）。
7. 单击所需的运行组将运行文件移动到新组。

7.1.5 重命名

要重命名运行文件：

1. 从列表中选择运行文件，按下鼠标右键，选择“重命名”选项。



Figure 7-5

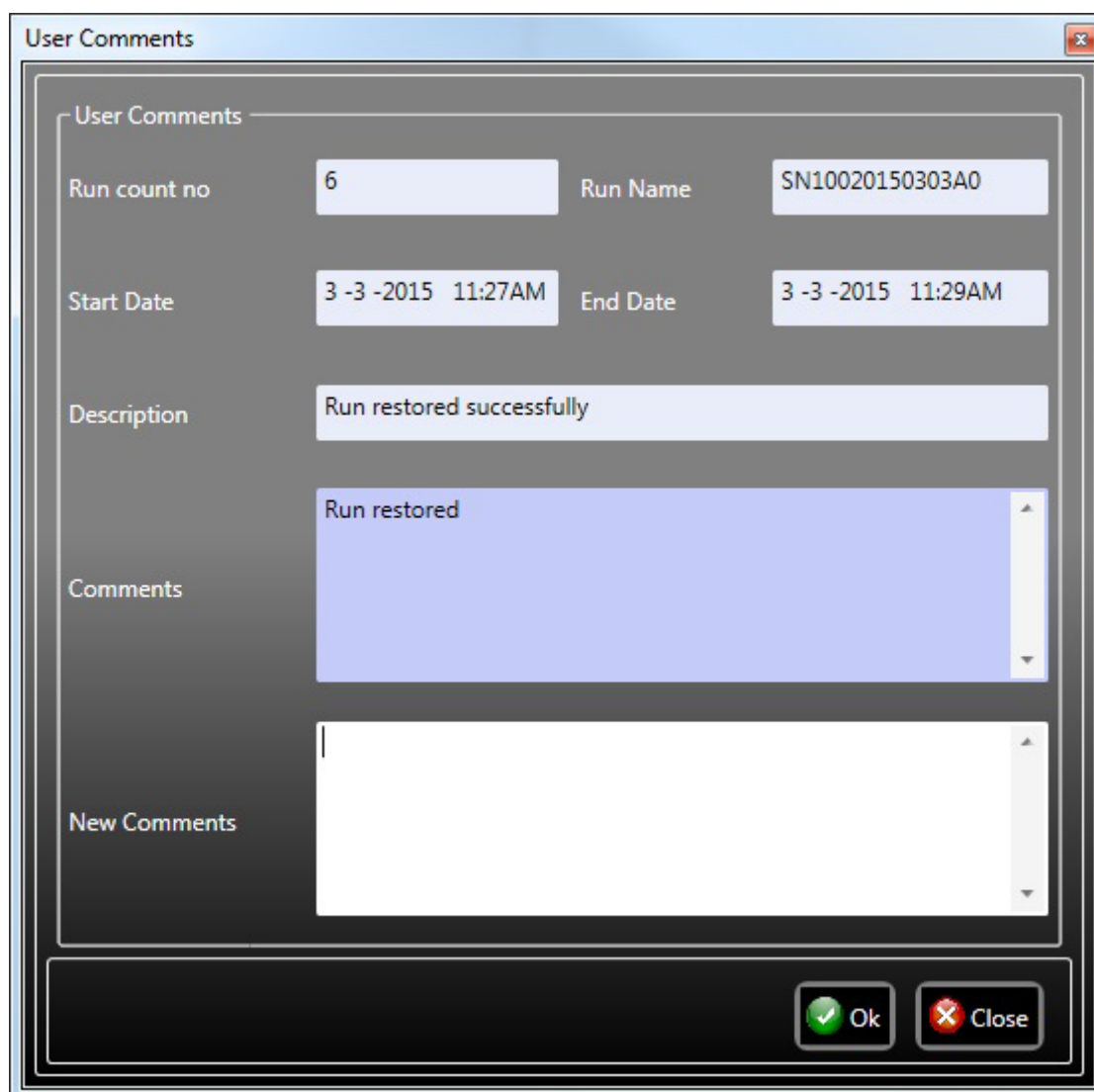
2. 在弹出的对话框中输入一个新的名字（见图7-5），然后单击确定。

7.1.6 用户评论

要添加用户评论：

从列表中选择所需的运行，按下鼠标右键并选择用户评论选项。“用户评论”屏幕显示（见图7-6）。

输入注释，然后按 OK。



The image shows a 'User Comments' dialog box with a light blue title bar and a close button. The main area has a dark grey background. It contains several input fields: 'Run count no' with the value '6', 'Run Name' with 'SN10020150303A0', 'Start Date' with '3 -3 -2015 11:27AM', and 'End Date' with '3 -3 -2015 11:29AM'. Below these is a 'Description' field with the text 'Run restored successfully'. A 'Comments' section features a blue-shaded text area containing 'Run restored'. At the bottom is a 'New Comments' text area. The dialog concludes with 'Ok' and 'Close' buttons.

User Comments	
Run count no	6
Run Name	SN10020150303A0
Start Date	3 -3 -2015 11:27AM
End Date	3 -3 -2015 11:29AM
Description	Run restored successfully
Comments	Run restored
New Comments	

Figure 7-6

7.2 结果

双击分析运行文件，打开并查看结果。'结果'屏幕显示在分析过程中。有关这些选项的说明，请参见第6章。

PRIMACS100分析仪系列

第8章：维护

前言：

本章对仪器日常保养进行了详细介绍，请按照下列步骤，让您的仪器处于最佳工作状态。



8. 维护

8.1 基于日常维护的时间



注意：下面给出持续时间间隔是根据仪器平均使用情况；确切的持续时间取决于样品的数量和仪器的使用频率。假设上面提到的时间是仪器一天使用8小时，一个星期使用5天，一年使用50周。当更换材料的同时也要换 sibril 棉（货号2SN20351）或石英棉（货号2CA10359）。

A. 每天

- 检查泵盖上的硅脂是否够量。如果不够，必须添加润滑脂。
- 检查废物处理设施是否有冷凝水流出。
- 检查样品盘是否清洁，否则用卫生纸擦净灰尘。
- 检查启动软件中的铜还原剂使用状态（在仪器前端的左炉，如果超过700次进样，还原铜的颜色较暗，这时需要更换纯铜还原剂（货号2SN20357）。
- 检查气瓶的压力量。必须保证压力在30bar 以上。
- 打开右侧门检查氧压表压力为250KPa 和氮压表压力为200KPa。
- 测量标准来检查校准曲线的有效性，与以前运行文件进行对照。

B. 每周

- 执行日常检查。
- 检查 CO₂ / H₂O 吸附器（参见第8.2.3章节）。CO₂吸附材料看起来是否更白（参照原始材料），如果更白更换 CO₂吸附材料（货号2SN20355），如果 H₂O 吸附材料（货号2SN20354）已经无效，你会发现吸附管顶部发白。两个吸附器每个月至少更换一次吸附材料，即使不使用分析仪。
- 检查钢丝绒吸附材料。有一半看起来锈迹斑斑时更换，更换方法见第8.2.3章节（货号90050629，约5g），两个星期至少更换一次。
- 用镊子夹住扭动吸附管，将无效的钢丝绒去除。

C. 每月

- 执行每日和每周的检查。
- 检查燃烧炉内插管内的陶瓷球（右炉箱）。如果该材料的结构发生了变化或者变黑需要更换（参考原始材料）。
- 检查黄铜丝/纤维素纸吸附剂。如果黄铜丝超过2/3变成深色（货号号90050628，约10g）需要更换同时也要更换纤维素纸（货号90050630，2张 A4纸大小，撕成碎片），至少每两个月更换一次。
- 检查泵管（3个月至少更换一次）。

D. 半年

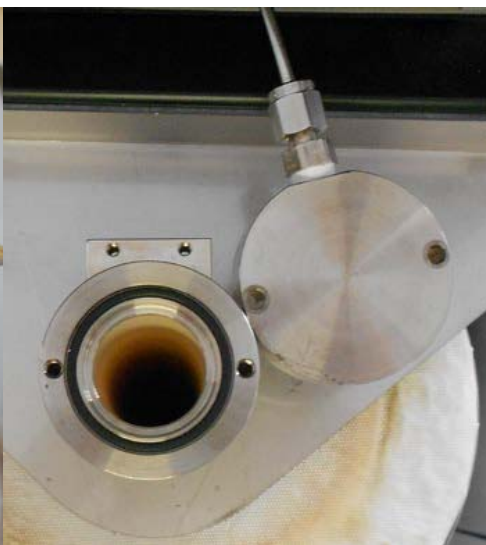
- 执行每日，每周和每月检查。
- 更换燃烧管（货号2SN22100）和 O 形密封圈。
- 更换燃烧炉的热电偶（货号2SN22039）（需要服务工程师）。
- 更换氮氧化物吸附材料（货号2SN20356）。
- 更换吸附器的 O 形圈。
- 更换所有的泵管。
- 检查适当的信号响应，用校准标准物质（EDTA），校准相关 R =0.999或更高。

8. 2详细的维护

8. 2. 1更换陶瓷片和陶瓷球（燃烧炉）

步骤：

1. 关闭电源开关，在分析仪的前面，并关闭气源。
2. 让炉子冷却至少一小时。
3. 打开左上角的前门，卸下顶盖。
4. 找到燃烧炉。
5. 拆除燃烧炉顶部的两个六角螺栓（见图8-1），并拆除炉箱顶部的散热器和燃烧管顶盖轻轻的放在一边（见图8-2）。

**Figure 8-1****Figure 8-2**

6.小心将陶瓷插入管陶取出，同时空出管内的瓷片和陶瓷球（见图8-3）

**Figure 8-3**

- 7.从充填插入管。检查陶瓷管是否有裂纹，如果有需要更换新的陶瓷管（货号2SN22254B）。
- 8.取足够的陶瓷片（货号2SN22318）填充在该管锥体部，其余部分填充陶瓷球顶部塞入约1-2cm 的石英棉。
- 9.将此管插入陶瓷反应管内，确保外 O 形圈与金属边对正（货号90039583，氟橡胶25x2）。确保 O 形圈（货号90039549，硅32x2）连接到位密封顶部（参见图8-3和图8-2）。
- 10.装上燃烧管顶盖与散热器，并拧紧燃烧炉的连接螺丝。请务必拧紧，以防止泄露。
- 11.关闭顶盖。
- 12.打开供气。
- 13.打开电源开关，启动软件。选择“方法来发送”选项，选择所需的方法，然后按发送。

8.2.2 更换双区加热炉中的 CuO 和 Cu

- 1.将分析仪设在待机模式。
- 2.关闭供气。

3. 电源开关关闭。
4. 让炉冷却至少一小时。
5. 打开左前门，卸下顶盖，炉子在左前侧。
6. 松开反应管支架上的旋盘，显示在图8-4。

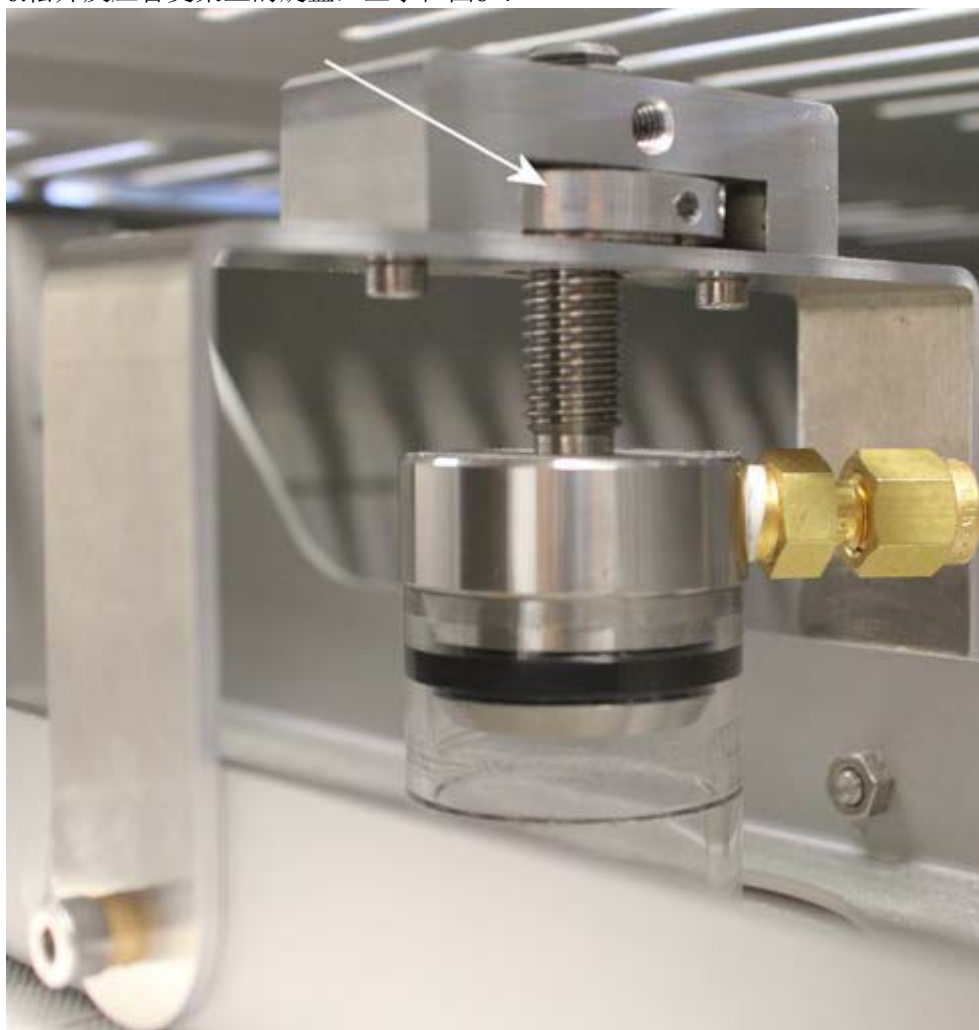


Figure 8-4

7. 使用钩扳手 (SN100399) 逆时针将螺母底部解除, 放松底部 O 形圈 (见图8-5)。然后从炉箱中取出反应管。在管的底部塞入约2厘米石英棉 (货号2CA10359)。填充氧化铜 (货号2SN20352) 约4厘米, 再填充1cm 石英羊毛。
8. 轻轻把反应管取出炉。检查 Cu 的填充, 当 Cu 顶部3 - 4厘米已经变暗, 需填充铜 (货号2SN20357)。如果旧填充在管内粘在一起, 使用长金属销来 (货号2SN22051) 释放填充。
9. 在管的底部塞入约2厘米的石英棉 (货号2CA10359), 底部填充约5厘米的氧化铜 (货号2SN20352), 见图8-6。
10. 用大约350g 铜填充管的其余部分, 距管顶部约4~5厘米。参见图8.6

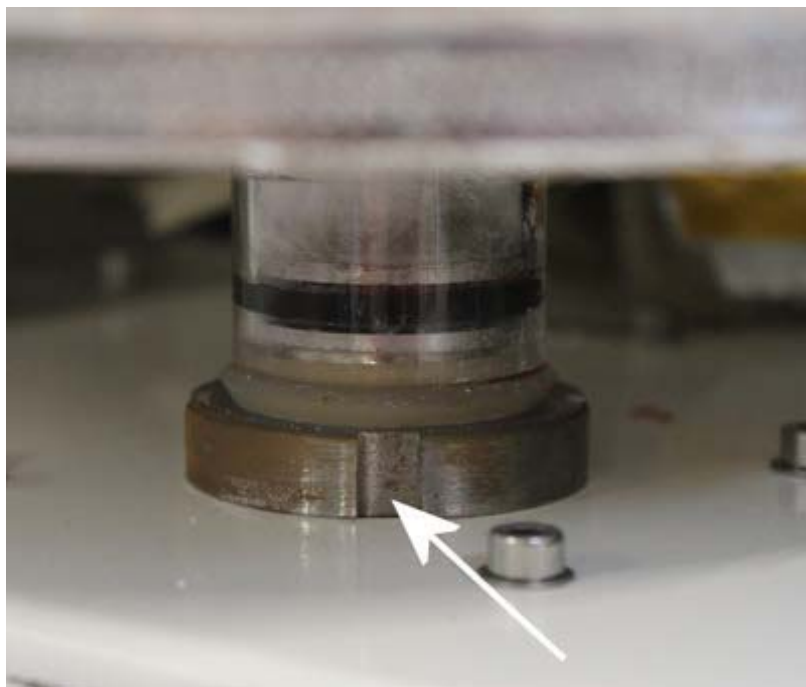


Figure 8-5

- 11.用乙醇清洁石英反应管外部。
- 12.顺时针方向转动螺母直至拧紧。
- 13.小心地将反应管放回炉箱，并将它套入底部密封圈，并放置管上方的盖。
- 14.重新装上反应管连接支架，更换并拧紧支架上的螺丝。
- 15.打开前面的电源开关，启动软件，选择“方法来发送”选项，选择所需的方法，然后按发送。
- 16.检查气流。（检查气再次流入炉箱时达到的温度）。
- 17.关闭左前门和装上顶盖。

8.2.3 更换吸附剂

洗涤剂放在左前门后面，按照第8.2.2章中步骤1-4，然后继续：

- 1.打开分析仪的左前门。
- 2.找到洗涤剂，更换其中所述的吸附剂。（见图8-7）：
 - 1) 氮氧化物洗涤剂充满了木炭
 - 2) 黄铜丝/纤维素纸吸附剂
 - 3) 钢丝绒吸附器

**Figure 8-7**

3. 吸附器1, 2, 3: 通过逆时针旋转吸附器与下部支持架脱开, 再将吸附管从顶部往下拔离。
对于氮氧化物吸附器: 更换填充, 货号2SN20356。
对于铜/纤维素纸吸附器: 更换黄铜丝货号90050628 (约10g) 和货号90050630的纤维素纸 (2×A4尺寸纸张撕成碎片)。
对于钢丝绒吸附器: 更换钢丝绒货号90050629 (约5g)。
4. 检查 O 型圈 (货号90039579), 并在必要时更换, 涂一点润滑脂在 O 型圈上。
5. 首先将管套入顶部, 然后将管向下推至底部支架 (检查 NO_x 吸附器有没有 sibral 棉在玻璃管与 O 形圈之间, 否则必须清除)
6. 卸下热箱的有机玻璃前板。左侧是样品混合气体洗涤器; 右侧是参考气体洗涤器。
7. 通过逆时针旋转吸附器与下部支持架脱开, 再将吸附管从顶部往下拔离。
8. 取出填充和 sibral 棉。
9. 在管的底部塞入 sibral 棉再填充 H₂O 吸附材料 (高氯酸镁, 货号2SN20354) 占管的一半。
10. 在 H₂O 吸附材料的顶部塞入 sibral 棉再填充二氧化碳吸附材料 (1: 1的氢氧化钠和生石灰混合物, 货号2SN20355), 塞入 sibral 棉塞在二氧化碳吸附材料的顶部。
11. 检查 O 型圈 (货号90039579) 的状态, 并在必要时更换, 涂一点润滑脂在 O 型圈上。

12. 首先将管套入顶部，然后将管向下推至底部支架。
13. 装回有机玻璃前板，关上门。

8.2.4 更换泵管

泵被放置在左侧面板的后面。按照第8.2.2章中的步骤1-4，然后继续：

1. 松开左下方盖的四个螺丝，取下盖子
2. 找到泵（见图8-8）：废物泵在上方，加酸泵在下方。四根泵管被放置在泵上，该泵是顺时针旋转。
3. 掰起泵盖把手将其取下。
4. 按顺序更换泵管。
5. 取出新的泵管（货号3035），并把它卡在泵上。
6. 重新连接管，检查泵管连接是否是正确的方向。
7. 当更换完所有的泵管，稍微涂一点硅脂 SA2010在泵盖上，套上泵盖手柄往下放。
8. 按照同样的程序更换下泵的泵管。
9. 装上前面板并拧紧螺丝。

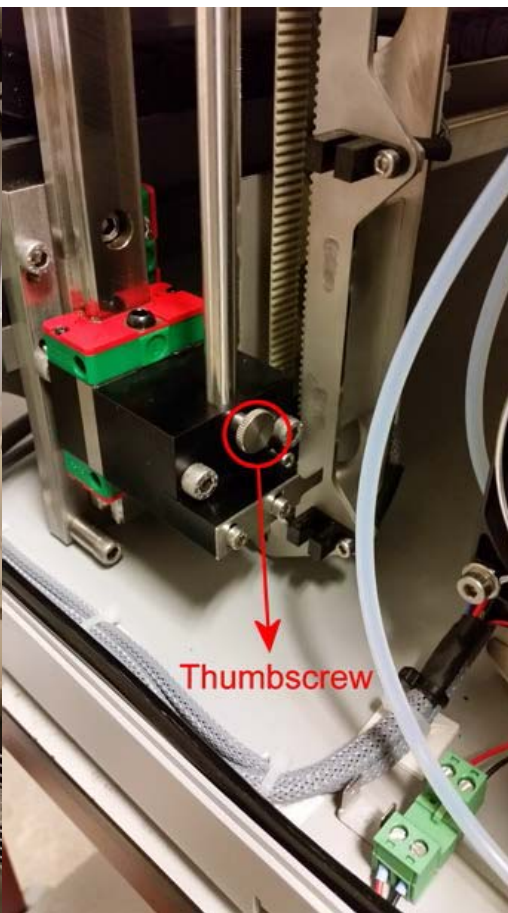
8.2.5 更换夹紧阀管

夹紧阀被放置在左侧面板的后面，按照第8.2.2章中的步骤1-4。然后继续：

1. 松开左下方盖的四个螺丝，取下盖子。
2. 夹紧阀位于泵上方（参见图8-8）。
3. 从阀上拉出一根管道和从 Y 型件上松开，切断在另一侧连接管上的连接。
4. 取新管（货号 SA3032）并将其连接到连接管和到 Y 型件上，将管道推入阀中。
5. 用同样的方法更换另一根管，一一更换管是防止混淆。
6. 装上面板并拧紧螺丝。

8.2.6 更换采样爪

1. 关闭分析仪，关闭气源。
2. 将仪表拆下离开面板。
3. 拉向服务位置采样（见图8-9）。

**Figure 8-9****Figure 8-10**

4. 松开指旋螺丝松开采样爪的底部（见图8-10）。
5. 取出采样爪，并确保不会丢失黑色的小 O 型圈（货号90039558）。
6. 将新的采样爪拧紧到位。
7. 确保落捕手在正确的位置（见图8-11），以避免阻碍采样运动。



Figure 8-11

8.完成采样爪更换后将左面板盖好。

注意: 进样器臂包含3个 O 形圈, 顶部“红”O 型圈(货号90039563), 在采样臂(货号90039561)和进样器臂(90039558)内的硅胶 O 形圈。

PRIMACS100分析仪系列

第9章：故障排除

前言：

本章将帮助您分析解决有针对性的问题。



9. 故障排除

9.1 更换分离器的过滤盘

如果二氧化碳吸附剂失效速度非常快，重复性差或者当空白结果高，这时必须检查分离器中的过滤盘将其更换，分离器位于热箱内。

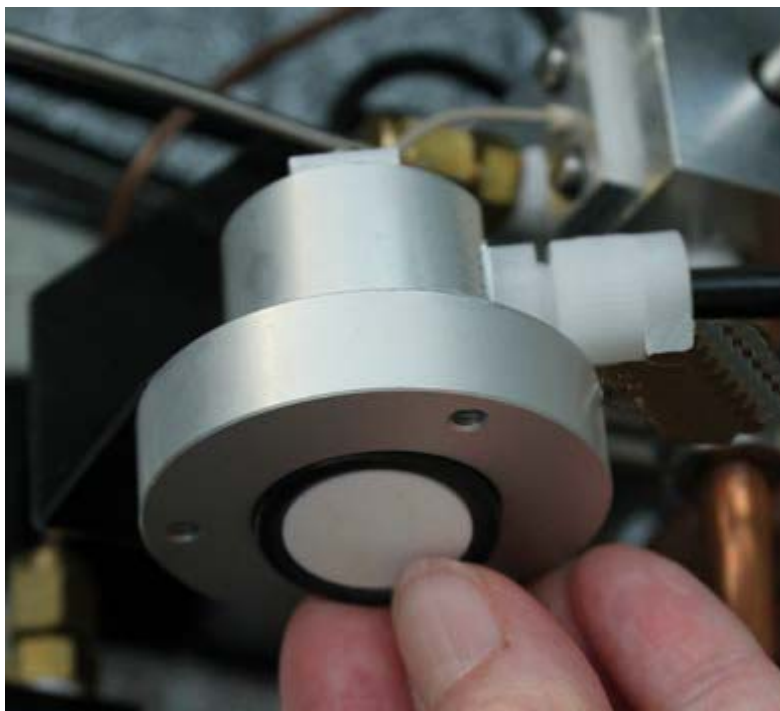
步骤：

1. 关闭分析仪侧面的主电源。
2. 关闭供气。
3. 打开前门。
4. 拧下热箱金属盖板上的5颗螺丝，卸下面板。
5. 找到分路器（见图9-1的红圈中）。



Figure 9-1

6. 松开并卸下分离器上的三个六角螺丝（见图9-1）。
7. 卸下分离器盖（见图9-2）。

**Figure 9-2**

8.检查并清洁 O 型圈（货号90039578），必要时更换（见图9-3）。需要注意的是2个过滤盘和2个 O 形圈都要存在。

**Figure 9-3**

9.如果需要更换过滤盘（货号90035252），通常只有内盘需要更换。

10.装上分离器盖，拧紧螺丝。

11.重新装上金属盖板，并拧紧螺丝。

12.开启气体供应。

13.开启主电源，启动软件程序，选择“发送方法”，选择所需的方法启动，然后按发送。

9.2 更换燃烧炉陶瓷管

1.按照第8.2.1'章节的步骤1 – 5更换燃烧炉内的陶瓷内插管。

2.小心地将陶瓷内插管插入陶瓷反应管。

- 3.用一张纸放在活塞上，以防止灰尘落入活塞空间。
- 4.通过钩扳手（在工具包中）松开装置上的螺母，（见图9-4）在炉子的底部。



Figure 9-4

- 5.通过炉子小心拉起陶瓷管（与顶部管一起）。
- 6.用钩扳手松开顶部螺母直至管子可以从顶部抽出。确保去除所有障碍，防止管被打破。
- 7.取一个新的管（货号2SN100086），然后将两个新的 O 型圈（货号90039508）套在管的顶端，并拧紧螺母。
- 8.检查有没有残骸留在底部螺帽。通过炉箱放置反应陶瓷管（注意热电偶），并套两个新的 O 型圈（货号90039508）在管的底部。将管插入螺母的底部，拧紧螺母。
- 9.将陶瓷球放入内插管内，再将内插管插入陶瓷反应管，并确保'挂'在正确的边缘。
- 10.拧紧连接。
- 11.关闭顶盖。
- 12.打开供气。
- 13.开启主电源，启动软件程序，选择“发送方法，从列表中选择，然后按发送所需的方法。

9.3 低峰

如果在测量过程中获得低峰值，可以进行以下检查：

- 检查炉箱温度。
- O₂气在流路中泄漏可能会出现低峰，检查 O₂气流路是否泄漏。
- 检查分离器中的 O 型圈和周围的分离元件。如果有必要，更换为新的元件。
- 检查毛细管。有可能被污染和堵塞。如果有必要，将它更换为新的。
- 也许新的分离元件是比较清洁的，分离样品到废液的比利比旧的要精准（较好的分离效果）。

9.4 高峰

- 检查还原炉中的铜还原剂。当顶部 Cu 有3-4厘米已经变成暗色，这时需要去除暗色 Cu 填充新的 Cu 来替代。
- 检查二氧化碳吸附剂。当超过半数的填充比原来的更白，更换填充。

9.5 开始运行后基线不稳定

分析过程中基线不稳定，当一次增大到最大值，运行停止或空白测量时基线缓慢下降到正常状态。

这是因为：

- 1.水吸附剂完全饱和。更换水吸附材料（高氯酸镁）填充。
- 2.在水吸附剂完全饱和（虽然只是更换填充）。确保水吸附材料妥善保存，密封不好，高氯酸镁会在一段时间后达到饱和。
- 3.煤粉高氯酸镁的水吸附剂。粉状材料是不正常的水吸附剂，检查后填充吸附材料在吸附器内时不要有粉末状的材料（通常在包装瓶的底部）。

图9-5是显示不稳定基线的一个例子，当 H₂O 吸附材料（货号2SN20354）需要更换时，这是一种常出现的现象。



Figure 9-5

9.6拖尾峰

显示图9-6峰拖尾现象，表明 CO₂吸附材料（2SN20355）需要更换。

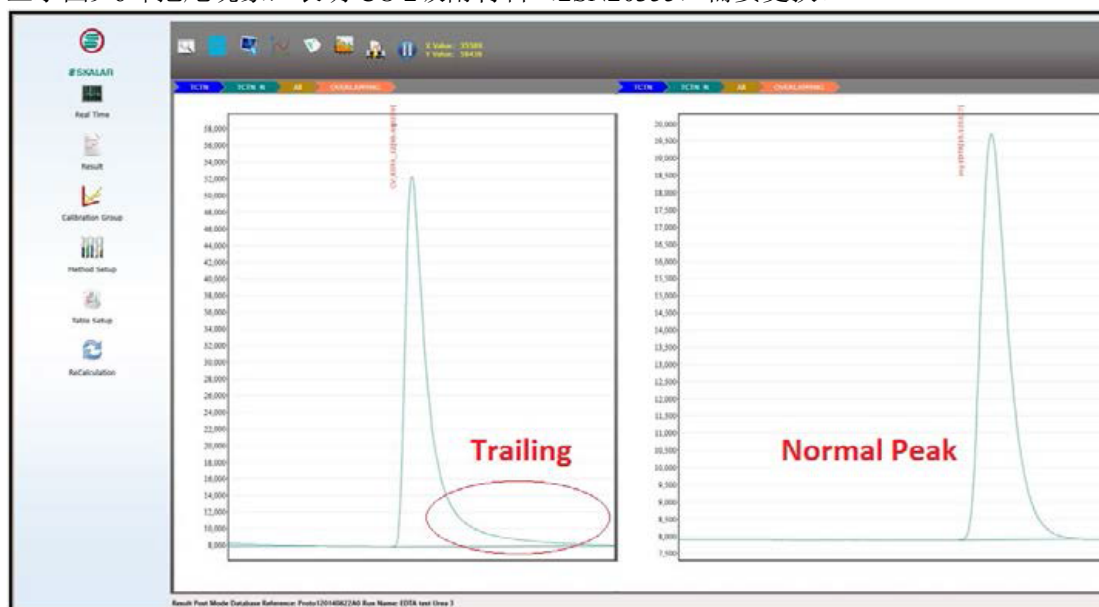


Figure 9-6

9.7重复性不好

这是由于：

- 系统泄漏。按照第4.2.1.4章节的描述来检查系统运行中是否泄漏。
- 炉子温度不正确。检查显示并检查炉箱的“分析设置”设置，如果设置都 OK，则需要进行维修。

•错误的稀释比例:

- 低 QC 样品的峰面积, 检查毛细管是否堵塞, 在必要时更换 (见9.3)。
- 高 QC 样品的峰面积, 检查分离元件是否有灰尘, 必要时更换过滤盘 (见9.4)。

9.8 气体输入压力过低

当气体输入压力低于1.5bar, (氧气/氦气) 压力表红色 LED 灯亮起报警。将显示一条消息“样品杯达到不了”, 并自动关闭分析。

通过检查压降解决:

- 1.检查气瓶压力。
 - 2.检查输入连接是否有泄漏现象。
 - 3.检查供气管是否有泄漏现象。
- 报警 LED 灯关闭时表明问题得到解决。

9.9 错误消息处理

下面的列表显示了可能发生的初始化和分析错误描述及处理。

初始化错误:

错误代码	描述	在软件中显示	在触摸屏上显示	系统操作	需要采取行动
50	样品盘参考传感器错误	x	-	已暂停	服务工程师
51	样品盘编码错误	x	-	已暂停	服务工程师
52	X 移动参考传感器错误	x	-	已暂停	服务工程师
53	X 移动编码错误	x	-	已暂停	服务工程师
54	Z 移动参考传感器错误	x	-	已暂停	服务工程师
55	Z 移动中途传感器误差	x	-	已暂停	服务工程师
56	密封传感器误差	x	-	已暂停	服务工程师
57	坩埚高度传感器错误	x	-	已暂停	服务工程师
58	复位期间抓坩埚	x	x	消息: '空位置 100, 然后按继续'	从位置 100 中取出坩埚。
错误代码	描述	在软件中显示	在触摸屏上显示	系统操作	需要采取行动
80	选择无效的系统类型	x	-	停止	服务工程师
81	没有连接采样盘	x	-	停止	服务工程师
82	PID 板没有连接	x	-	停止	服务工程师
83	流量板没有连接	x	-	停止	服务工程师
84	阀板不连接	x	-	停止	服务工程师
85	触摸屏没有连接		-	继续	服务工程师
86	红外探测器没有连接	x	-	停止对 C 分析	服务工程师
87	N 检测单元没有连接	x	-	停止对 N 分析	服务工程师
70	TC 最高温度传感器故障	x	-	停止	服务工程师
71	TC BOT 温度传感器故障	x	-	停止	服务工程师
72	CU 顶部温度传感器故障	x	-	停止	服务工程师
73	CU 底部温度传感器故障	x	-	停止	服务工程师

	障				
74	IC 温度传感器故障	x	-	停止	服务工程师
75	Thermobox 温度传感器故障	x	-	停止	服务工程师
76	半导体温度传感器故障	x	-	停止	服务工程师

分析错误:

错误代码	描述	在软件中显示	在触摸屏上显示	系统操作
00	采样未定义错误	x	停止, 复位采样	服务工程师
01	样品盘移动误差, 不能达到的位置	x	PausedSampler 复位消息'请检查是否有障碍物 “	取下障碍物, 继续恢复按钮
错误代码	描述	在软件中显示	在触摸屏上显示	系统操作
02	X 移动的误差, 无法到达的位置	x	PausedMessage'请检查是否有障碍物'	取下障碍物, 点击继续恢复按钮
03	Z 移动误差, 无法到达的位置	x	PausedMessage'请检查是否有障碍物 “	取下障碍物, 点击继续恢复按钮
04	密封错误, 无法到达的位置	x	PausedSampler 复位消息'请检查是否有障碍物 “	取下障碍物, 点击继续恢复按钮
05	错误抓坩埚	x	停一下, 等待继续下一个样品。	继续下一个坩埚
10	无气流	x	停止时, 提示 “请检查供气”	检查或更换供气, 若无流量, 然后请求服务工程师
11	没有氧气压力	x	停止时, 提示 “请检查供氧”	检查或更换氧气供应。如果还是没有压力的话, 需要维修工程师
12	没有氦气压力	x	停止时, 提示 “请检查氦气源”	检查或更换氦气供应, 如果还是没有压力的话, 需要维修工程师
13	没有空气压力	x	停止时, 提示 “请检查供气”	检查或更换空气供应。如果还是没有压力的话, 需要维修工程师
--	TC 顶部温度过低或过高	x	用户自定义	如果温度不能在设定的限制调节, 维修工程师需要。
--	TC 底部温度过低或过高	x	用户自定义	如果温度不能在设定的限制调节, 维修工程师需要。
--	CU 顶部温度过低或过高	x	用户自定义	如果温度不能在设定的限制调节, 需要服务工程师
错误代码	描述	在软件中显示	在触摸屏上显示	系统操作
--	CU 底部温度过低或过高	x	用户自定义	如果温度不能在设定的限制调节, 需要服务工程师

--	IC 温度过低或过高	x	用户自定义	如果温度不能在设定的限制调节，需要服务工程师
--	热箱温度过低或过高	x	用户自定义	如果温度不能在设定的限制调节，需要服务工程师
--	半导体制冷温度过低或过高	x	用户自定义	如果温度不能在设定的限制调节，需要服务工程师
20	在分析过程中误将保护盖取下	x	停顿了一下，消息“放回取样盖并按继续或中止”	将盖盖好并按下继续或中止，根据需要
99	未知的系统错误	x	关闭	服务工程师

PRIMACS100分析仪系列

第10章：技术信息

前言：本章介绍硬件的细节。



10. 技术信息

操作的重要部分，指示，控制元件的主要功能部件的大致布局可以在本章中找到。

10.1 Primacs100技术规范

框架：不锈钢材料和板材料

外形尺寸：(H x D x W) 103 x 52 x 90 cm

重量：120千克

AC 线电压：220-240 V, 50-60 Hz

保险丝：10 A

最大功耗：1800 W，取决于仪器类型

载气：高纯氧气（二氧化碳含量少于20ppm），高纯氮气，合成气体

流量：200 ml/min 氧气流，在分析样品时。

1000 ml/min 氧气冲洗流

1000 ml/min 的额外氧气流

200 ml/min 氮气流，在分析样品时。

70 ml/min 氮气流量，作为参照。

燃烧炉：900-1200°C

底炉：300°C

双区炉箱：750°C和600°C

红外检测器：

默认测量范围：0.1-200 C abs

线性：2%

重复性：在满量程时为1%

环境温度：-5°C 至+ 45°C

预热时间：约15分钟

TCD 检测器：

测量范围：0.1-100 N abs

保险丝：0.5 A

线性：2%

重复性：在满量程时为0.5%

环境温度：-5°C 至+ 45°C

预热时间：约1-2小时

10.2 硬件

10.2.1 TN/ TC 的分析方法

1. 氧气进入分析仪后导入右侧的一个气压稳定器中，其输入压力稳定在250 KPa。
2. 气体被划分为几个方面，专门用于采样系统的气动。其余气体传递到分流器，第一个气体流量限制在1000 ml/min，第二个为1000 ml/min，第三个为200 ml/min，最后一个气流被用作载气。
3. 氮气进入分析仪后导入右侧的两个气压稳定器中，其中输入压力稳定在200 KPa。第一稳定器的气流分成两个部分，第一部分气体方式传递到一个压力补偿器，其中所述气流被调整到200 ml/min，第二部分气体流被用作载气，其它气流（参比流）被调整至90 ml/min，并通过CO₂/H₂O洗涤器，然后直接通过TCD检测器。第二稳定器的气体流导入一个限制器，其中所述气流被调整到400 ml/min，这种气体流用于将燃烧过的样品推到分离器。
4. 将样品用外围的分析天平称重，并放置在样品盘。当开始分析时样品盘转动到正确的位置，样品被致动器移动到燃烧炉下部，致动器被密封到炉箱。然后该系统将被氧气流1200 ml/min清洗，（阀4和13打开，阀11和12关闭）。
5. 在这套'清洗'时间的方法中，信息交换流动停止，并且系统被关闭（阀4关闭，

阀门11和12打开)和样品向上推入燃烧炉并燃烧在900-1200°C,在设定的'燃烧'时间的方法。在最初的几秒钟氧的额外流量(1000 ml/min, 阀2打开)被添加到载气流量。在燃烧中氮被氧化成NO_x的,样品流被泵循环在封闭系统中。

6. 气流通过一个钢丝绒洗涤器捕获酸蒸气后通过半导体冷却器,在那里气流被冷却,冷凝物被除去。

7. 气流穿过一个黄铜丝/纤维素纸洗涤器再次除去酸蒸气和卤素。

8. 在“燃烧”后第一时打开阀3, 阀11和12。然后阀14打开氮气添加一个额外的流动,推动样品流通过一个分离器(恒温40°C时),其中仅样品的1/80被允许通过,而其余的除去通过木炭洗涤器,样品气体混合物被收集在铜收集容器。

9. 收集样品时间结束后,阀3关闭,这时进样推杆放下开封,该系统返回到待机情况,新的样品可以被抓起进入分析等待状态。

10. 在收集容器中的气体混合物现在加入氮载气流量。

11. 气体混合物通过氧化/还原炉(750/600°C)填充有铜氧化物和纯铜,将氮氧化物还原为N₂,然后通过IR检测器,其中二氧化碳被测量,其中气体混合物经过一个CO₂/H₂O吸附剂;以除去CO₂和H₂O。

12. 气体混合物通过一个热导检测器(TCD),其中该气体混合物通过氮气参考气流来衡量,存在热传递的差异来对样品中的氮进行测量。

10.2.2 TC 的直接分析方法

1. 氧气进入分析仪后导入右侧的一个气压稳定器中,其中输入压力稳定在250 KPa。

2. 气体被划分为几个方面;专门用于采样系统的气动。其余气体传递到分流器,第一个气体流量限制在1000 ml/min,第二个为1000 ml/min,第三个为200 ml/min,最后一个气流被用作载气。

3. 氮气被关闭(如果在系统中存在)。

4. 将样品用外围的分析天平称重,并放置在样品盘。当开始分析时样品盘转动到正确的位置,样品被致动器移动到燃烧炉下部,致动器被密封到炉箱。然后该系统将被氧气流1200 ml/min 清洗,(阀4和13打开,阀11和12关闭)。

5. 20秒钟后,信息交换流动停止,并且系统被关闭(阀4关闭,阀门11和12打开)和样品向上推入燃烧炉并在1100°C时燃烧,“燃烧的时间作为设定的方法。在最初的几秒钟氧的额外流量(1000 ml/min, 阀2打开)被添加到载气流量。在燃烧中的氮被氧化成 NO_x,样品流被泵循环在封闭系统中。

6. 气流通过一个钢丝绒洗涤器捕获的酸蒸气和珀尔帖冷却器,在那里的流动被冷却,冷凝物中除去。

7. 气流穿过一个黄铜丝/纤维素纸洗涤器再次除去酸蒸气和卤素。

8. 样品燃烧后 V11, V12, V17, V18 和 V19 (如果在系统中存在)被切换和气体流被直接导入到 IR 检测器来进行测量。

9. 集'取样的时间的阀被切换后,将样品从炉箱中取出并放在样品盘,该系统返回到待机的情况。

10.2.3对于 IC 直接分析方法

1. 氧气进入分析仪后导入右侧的一个气压稳定器中,其中输入压力稳定在250 KPa。

2. 气体被划分为几个方面;专门用于采样系统的气动。其余气体传递到分流器,第一个气体流量限制在1000 ml/min,第二个为1000 ml/min,第三个为200 ml/min,最后一个气流被用作载气。

3. 氮气被关闭(如果在系统中存在)。

4. 将样品用外围的分析天平称重,并放置在样品盘。当开始分析时样品盘转动到正确的位置,样品被致动器移动到 IC 反应器下方,样品管被向上推到 IC 反应器中,但尚未密封。然后该系统将被清洗,200ml/min 的氧气流量(阀13打开,阀11和12关闭)对系统进行清洗。

5. 如在方法中设置了“清洗”时间,清洗流动停止,并且系统被封闭(阀13关闭,阀17, 阀

18和19打开)和样品向上推,并密封到IC反应器,设定的“采样的时间,将一定量的酸加入到样品管中,二氧化碳从样品逸出加入气流。

6. 气流通过一个钢丝绒洗涤器捕获的酸蒸气和珀尔帖冷却器,在那里的流动被冷却,冷凝物中除去。

7. 气流穿过一个黄铜丝/纤维素纸洗涤器再次除去酸蒸气和卤素。

8. 气体流被直接导入到IR检测器进行测量。

9. 在该组“采样”时间,阀17, 18和19被切换(如果在系统中存在),将样品从IC反应器中除去,该系统返回到待机情况。

10.2.4 采样系统

PRIMACS100分析仪采用坩埚和IC管自动采样的垂直系统(见图10-1),这种独特的系统适用于快捷操作极热的坩埚。操纵器移动到样品盘中,燃烧炉和IC反应器之间是在一条线上。

将坩埚放入样品盘,其可在两个方向转动。该样品盘1-100号位置,其可以用于坩埚(TC/TN)以及试管(IC)。该分析仪具有定位“零”传感器总是将样品盘初始位置定位为1号(=1)。样品盘很容易被移除(例如,用天平称样品时)。在分析过程中,样品盘被罩子罩住起光学保护作用,这意味着当样品盘的罩子被去除分析停止。

当样品盘已经移动到适当的样品位置(由传感器检查),操纵器移动到样品板下方。金属叉机械手解除样品拿起。

它抬起样品一下,样品落入机械手中。操纵器移动与样品移动到燃烧炉(TC/TN测量)或IC反应器(IC测量)下方。在燃烧炉中的操纵器是密封环密封的,炉的底部是气动装置。电动机致动器设置有利于推坩埚进入反应器,在IC反应器中的机械手是不密封的,但IC试管在IC反应器中是密封的。



Figure 10-1

10.2.5 燃烧反应器

燃烧反应器(见图10-2)被放置在致动器移动线之上,在分析仪背面的上前门中。该反应器由两个区组成上部燃烧炉被加热到的温度高达1200℃,下部蒸汽炉被加热到300℃,这部分特别用于OC/EC中燃烧。陶瓷反应管与陶瓷插入管陶瓷球置于其中发生燃烧,为更好的燃烧气体混合物。当测量OC/EC样品逐步升入炉箱产生了不同形式的碳,利于样品的燃烧。

插入管陶瓷球是“挂”在陶瓷反应管内部在炉箱的顶部。更换内插管,另见第8章维护。对于更换陶瓷管,见第9章故障排除。

陶瓷管在1200℃的高温下进行分析,陶瓷管上放置有散热器,两端通过螺母与O形圈密封。顶部(带O形环密封)被用作在反应管的气体输出。炉箱的温度由炉内的热电偶来控制。



Figure 10-2
Combustion oven

10.2.6 双区反应堆

双区反应器在分析仪的上部左侧（见图10-3），它被用于氧化剩余的 CO 转化成 CO₂，并还原氮氧化物为 N₂。该反应管由石英制成，管底部填充有一层约5厘米的 CuO（对 CO 氧化成 CO₂），其余用纯 Cu 填充（用于还原）。炉箱底部加热至750℃（用于氧化），上部加热至600℃（用于还原），这两部分的温度由热电偶控制。



Figure 10-3

10.2.7 IC 反应器

IC（无机碳）反应器见图10-4。它位于分析仪的上部在 Cu 还原器后面。这个反应器由 IC 进样口和反应器本身构成。

试管将被操纵器从样品盘中取出向上推入反应器中，直到试管口被密封在反应器中，顶部是加酸和载气的出口。

该反应直接在试管中加酸后进行，反应空间被加热到20 - 100℃。加热温度足以让试管中的测试液体与酸反应过程中沸腾，酸通过蠕动泵在反应过程中连续的加入（约一分钟），此过程还使用了加酸毛细管，在反应器的同一轴线上相同的毛细管被用作氧气输入，氧气被用作吹扫混合气体，它是通过酸与固体粉末（或液体）样品的反应产生的气体，该气体携带反应产物流出后通过电磁冷凝器后（见章节10.2.8）到阀5，此后样品气体的流向与测量 TC 时相同。（见章节10.2.8）所述的安全容器可防止在堵塞的情况下，载气先进入 IC 反应器之后在加入酸。

**Figure 10-4**

10.2.8 冷凝排水装置

从 TC 反应器或 IC 反应器中输出的样品混合气体进入冷凝管（见图10-5），这些冷凝管是 TC 或 IC 样品混合气体的第一次冷凝（主要）部分。在 TC 反应器中进行分析的样品，这可能产生高达1ml 的冷凝水，载气下降通过腔室，在此之后，气体上升随着液体被排出，蠕动泵将废液排除。位于冷凝排水装置旁边的安全容器如果捕捉到酸的情况下，说明气流向 IC 容器的管路堵塞（参照图）。

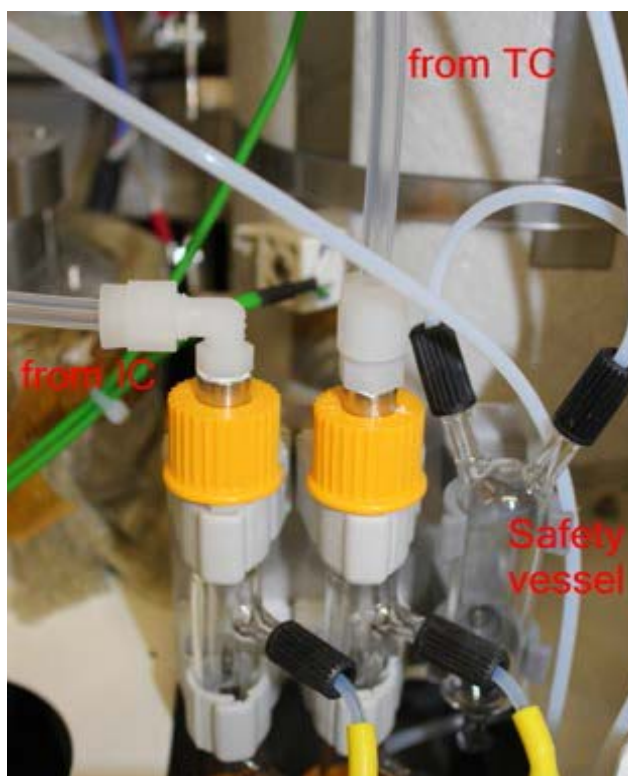


Figure 10-5

10.2.9 半导体冷却器

半导体冷却器（见图10-6）用于降低载气的温度同时除水，防止水在过程中导致负面的影响。将温度设定在4℃，这由一个 LM-35恒温器控制，冷凝物通过蠕动泵排除，以2ml/min 的恒定速度。半导体冷却器位于吸附器后面，并且可以从左侧面板看到。



Figure 10-6

10.2.10 吸附器

气体混合物通过气路上的4根玻璃管吸附器到达检测器。吸附器放在后面的左前门内（见图10-7）。



Figure 10-7

第一个吸附器填充钢丝绒（在图10-7,3）,这个吸附器是用来捕获酸蒸汽,吸附器放置在燃烧炉后面。

第二个吸附器填充铜丝/纤维素纸（图10-7,2）。这个吸附器中的黄铜丝是用来捕获酸蒸汽,纤维素纸用来捕获 SO_3 ,该吸附器在气路中设置在半导体冷却器后,吸附器管下部填充约三分之一的纤维素纸，然后填充黄铜丝在顶部。

第三个吸附器填充有活性炭（图10-7,1），它是用来吸收从分离器传来过量样品流中的 NO_x 。 $\text{CO}_2/\text{H}_2\text{O}$ 吸附器放置在氦气流中，它们放置在仪器后面的有机玻璃盖热盒中。

H_2O 吸附器用于除去气体混合物中的水， H_2O 吸附材料底部放置石英棉塞再填充高氯酸镁水合物材料。

CO_2 的气体混合物可能会干扰检测器中氮气信号。 CO_2 吸附材料与 H_2O 吸附材料之间放置石英棉塞顶部填充氢氧化钠和生石灰的混合物(1:1)，再放石英棉塞。

关于吸附器的详细信息，请参考第2.4.2和8.2.3章节。

10.2.11 泵

两个泵位于半导体冷却器上方（见图10-8），该泵是顺时针旋转。



Figure 10-8

- 上部泵用于从安全容器吸取从半导体冷却器和两个冷凝管中可能产生的酸水缩合物，将废液排除，最多放置4根泵管。

- 下部泵抽取酸液加成到 IC 反应器中。

有关维护的信息描述，请参考第8.2.4章节。

10.2.12 分配器

该分配器（见图10-9）被放置在“thermobox”箱中恒温在 40°C 。分配器是一个圆筒形壳体，里面有两个玻璃材料滤盘，在这里将样品气体流划分。入口 A 和毛细管出口 B 被放置在滤盘之前，进入的样品气流与滤盘碰撞其中一小部分过压的样品气体通过毛细管（1/80）输出，而大部分通过滤盘从出口 C 排出，再通过填充有活性炭的环境空气洗涤器，木炭洗涤器放在后面的左前门里（见第10.2.10章节）。



Figure 10-9

10. 2. 13收集容器

来自 A 口的样品混合气体经分配器后经 B 口通过内径为 $3\mu\text{m}$ 的毛细管进入螺旋形铜管收集容器收集样品气体。收集容器（见图10-10）设置在热箱内，目前在收集容器内的氦气被排出（见流程图），而样品气体混合物在分析过程中进入收集容器，在分析周期结束后阀关闭和氦载气进一步输送气体混合物。



Figure 10-10

10. 2. 14杯高度探测器

杯子高度探测器位于取样手和样品盘下开口之间（见图10-11），固定在样品盘下方。该传感器的目的是检测是否有一个高（IC 试管）杯子存在，这是一个内置的安全功能，以避免在抓空/ TC 杯或 TC/ TN 杯时错误将酸液注入 IC 反应器。



Figure 10-11

10.2.15 夹管阀

夹管阀用于 IC 和 TC/TN 分析之间的气流切换，夹管阀后的气流沿着相同的路径，夹管阀位于泵的上方。



Figure 10-12

10.2.16 阀门

在系统进行分析中由电磁阀提供所需的气体流，最多有21个阀存在，这依赖于分析仪的配置。阀2，11，12，13和14被安装在同一条气路上。

- **阀门1**（当没有激活， 闭合）为 IC 的测量提供气动。
- **阀门2**（当没有激活 ，打开）阀被激活时对燃烧炉提供额外的氧气流量（1000 ml/min ）。
- **阀门3**（当没有激活， 闭合）阀被激活时，提供在分析过程中的样品气体流至收集容器的通路。
- **阀门4**（当没有激活， 闭合）阀被激活时，打开系统与空气接通，这个阀提供清除系统中空气的出口。
- **阀门4**（常开）用于关闭分离器的废物出口。
- **阀门5** 是用于在IC和TC / TN气体的方式（参见第10.2.14）相结合的夹管阀。
- **阀门6**（当没有激活， 闭合）提供对样品杯的密封。
- **阀门7**（当没有激活， 闭合）被用来接通和切断氧气流。
- **阀门8**（当没有激活， 闭合）被用来接通和切断氦气流。
- **阀门9**（常开）被用于检查系统中氦气气流是否泄漏。
- **阀门10**（常开）被用于检查系统中氦气气流是否泄漏。
- **阀门11和阀门12**（当没有激活， 打开）总是在同一时间打开或关闭系统。
- **阀门13**（当没有激活， 闭合）用氧气清洗系统时，用来提供该系统的回流。
- **阀门14**（当没有激活， 闭合）在激活时用于提供额外的氦气作为样品气流的载气。
- **阀门15**（常开）被用于检查系统中的氦气气流是否泄漏。
- **阀门16**（常开）被用于检查系统中的氦气气流是否泄漏。
- **阀门17** 当没有测量 TN 时，用来直接切换气流排出。
- **阀门18** 如果没有 TN 测量，用于截取气流并排除分离器。
- **阀门19** 如果没有 TN 测量，用于截取气流并排除分离器。
- **阀门20** 是循环泵（放置在右侧隔室），用于分析的一个阶段将气流循环在封闭系统中。
- **阀门21**（当没有激活， 闭合）用来接通和切断合成空气流（用于 OC / EC 分析）。

10.2.17 红外检测器

原理

IR 检测器的光学系统是基于非分散红外线吸收法。气体与分子组成不同的原子具有在红外波长范围内的特定吸收带。当光束通过红外活性的气体分子，则这些气体分子吸收的特征波长占总光量的比例与混合气体的浓度有关。检测器使用干涉滤光片获得光照过需要气体成分的特定波长，检测透射光率。作为这种类型的检测器仅检测交流光信号，脉冲光源固定后使用，第二检测器内具有干涉滤光片，只有光的发出，没有气体成分的影响，此参考检测器用于控制光学元件的光路，并有助于更高的稳定性。

光束，来自脉冲光源。它具有更好的集束光束照到反射面，光通过四个流池的红外检测器与干涉滤光片获得特定的波长，测量气体流过流动池吸收一部分光。

所述 IR 检测器（参见图10-13）被放置在一个温控环境，以保持滤光片和检测器的温度恒定。

检测器的输出的电信号经预放大，整流，再放大后得到0-1 V DC 输出。



Figure 10-13

10.2.18 TCD 检测器

TCD 测量所产生的 N₂。 TCD 通过比较样品与参考气体的热导率（对于 Primacs100是氮）。

固定速度的样本气体通过一个灯管加热，样品池和电流通过控制元件必须保持恒温。参考单元和样品气流单元安装在一个桥式电路上，以便产生电阻变化作为样品热导率的变化量度（见图10-14）。基准气体的热导率和样品气体热导率之间的差为样品中 N₂浓度的量度。

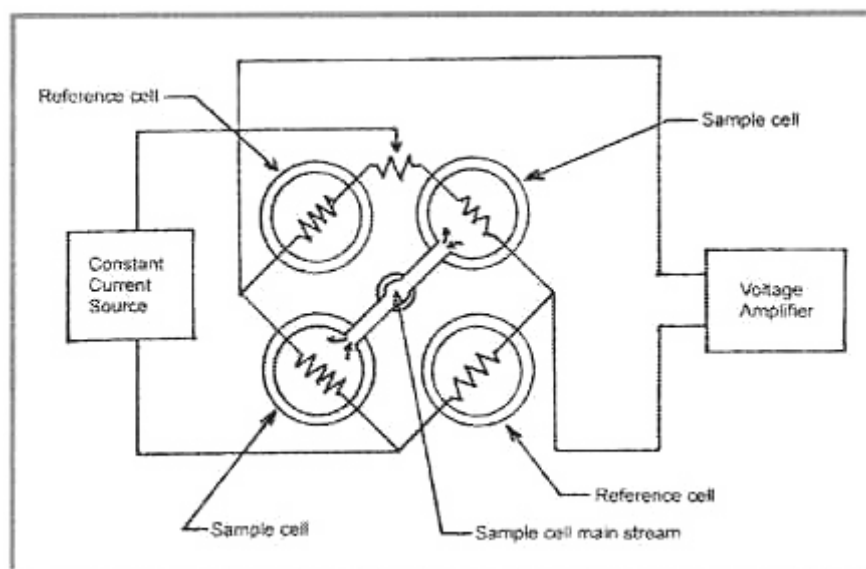


Figure 10-14

TCD 检测器位于 IR 检测器下方，在分析仪的恒温热箱中（见图10-15）。

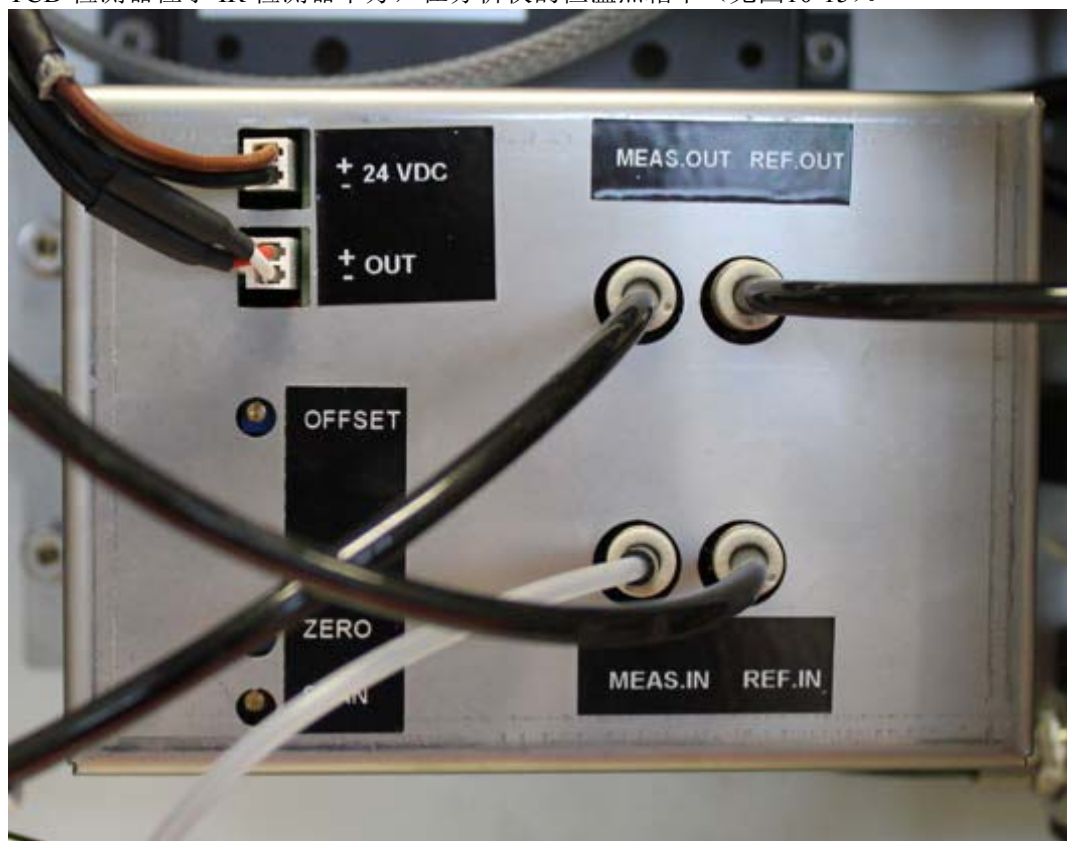


Figure 10-15

10.2.19 显示

该分析仪具有触摸屏显示器。该显示器拥有四种可选屏幕。箭头指示的活动画面。可以通过按左侧的工具图标切换屏幕，最下边图标为关闭显示器。

在屏幕的底部显示了分析仪所有（空闲，取样，分析等）的当前状态。



显示器1（见图10-16）表示有关各种分析的各方面的，像取样位置，阶段样品和相对于样品总数目的样本数信息。

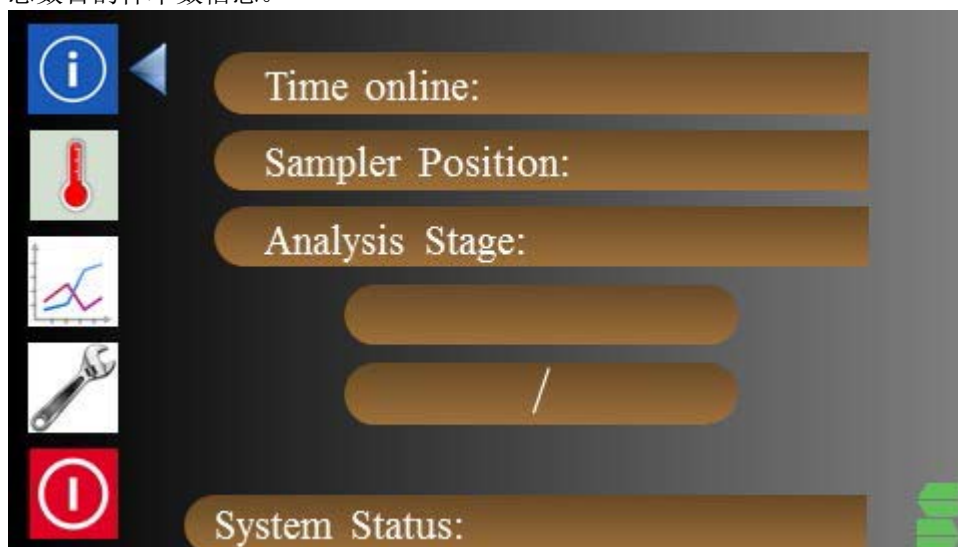


Figure 10-16



显示2（见图10-17）显示的是当前的温度，以及炉箱（或冷却器）是否正在升温或降温的信息。

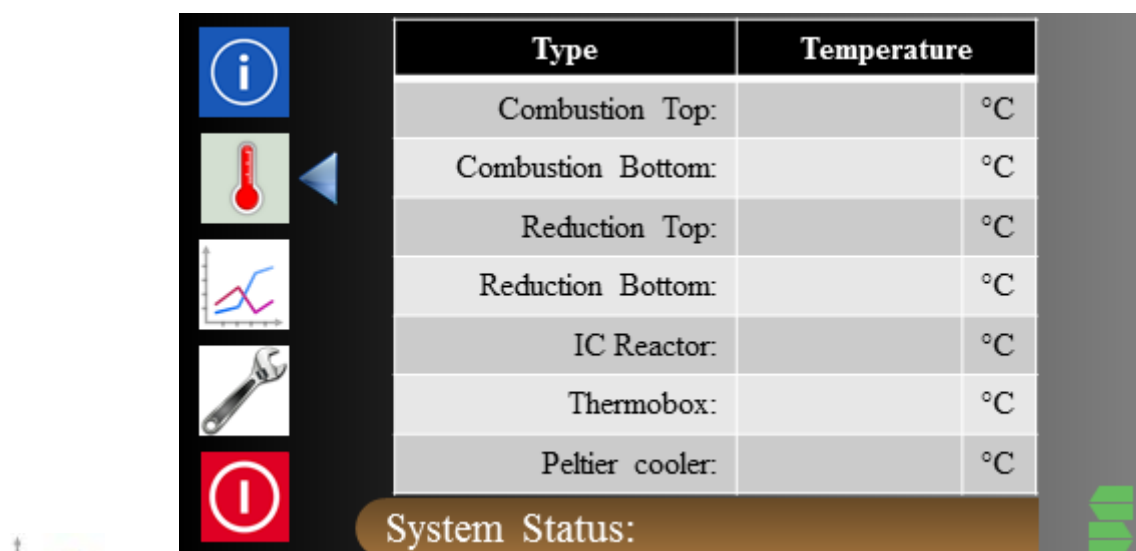
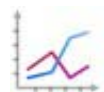


Figure 10-17



显示3（见图10-18）表示有关碳和氮的样品信号和气体流量信息。

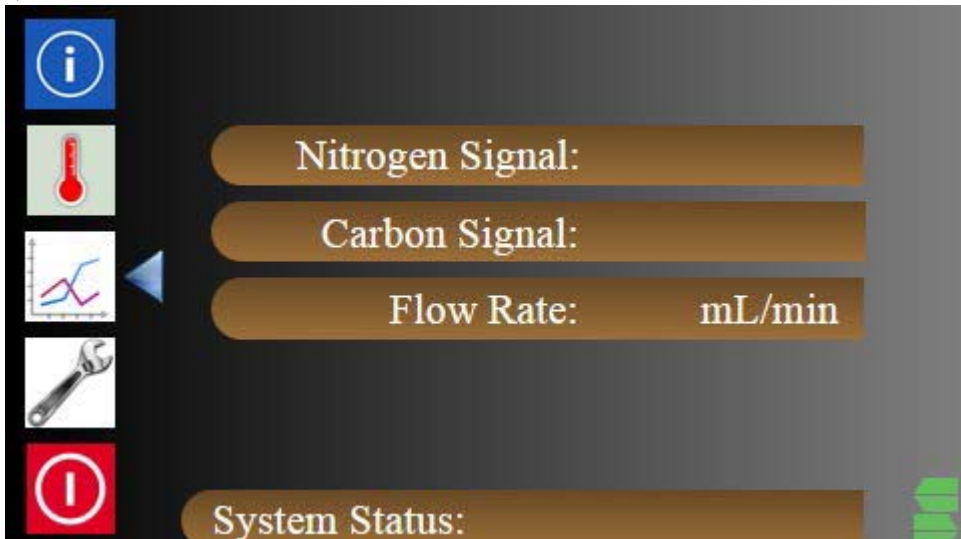


Figure 10-18



显示4（见图10-19）

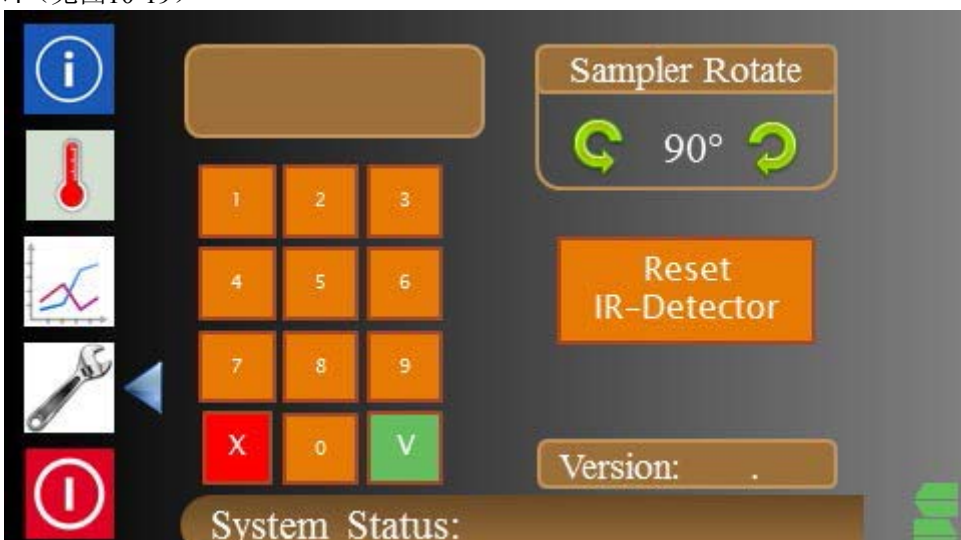


Figure 10-19

该键盘可用于的服务功能。

按下“取样器旋转”命令图标样品盘要么逆时针或顺时针旋转。

按下按钮“重置 IR-Detector”重置基线检测为零。

10.3流程图

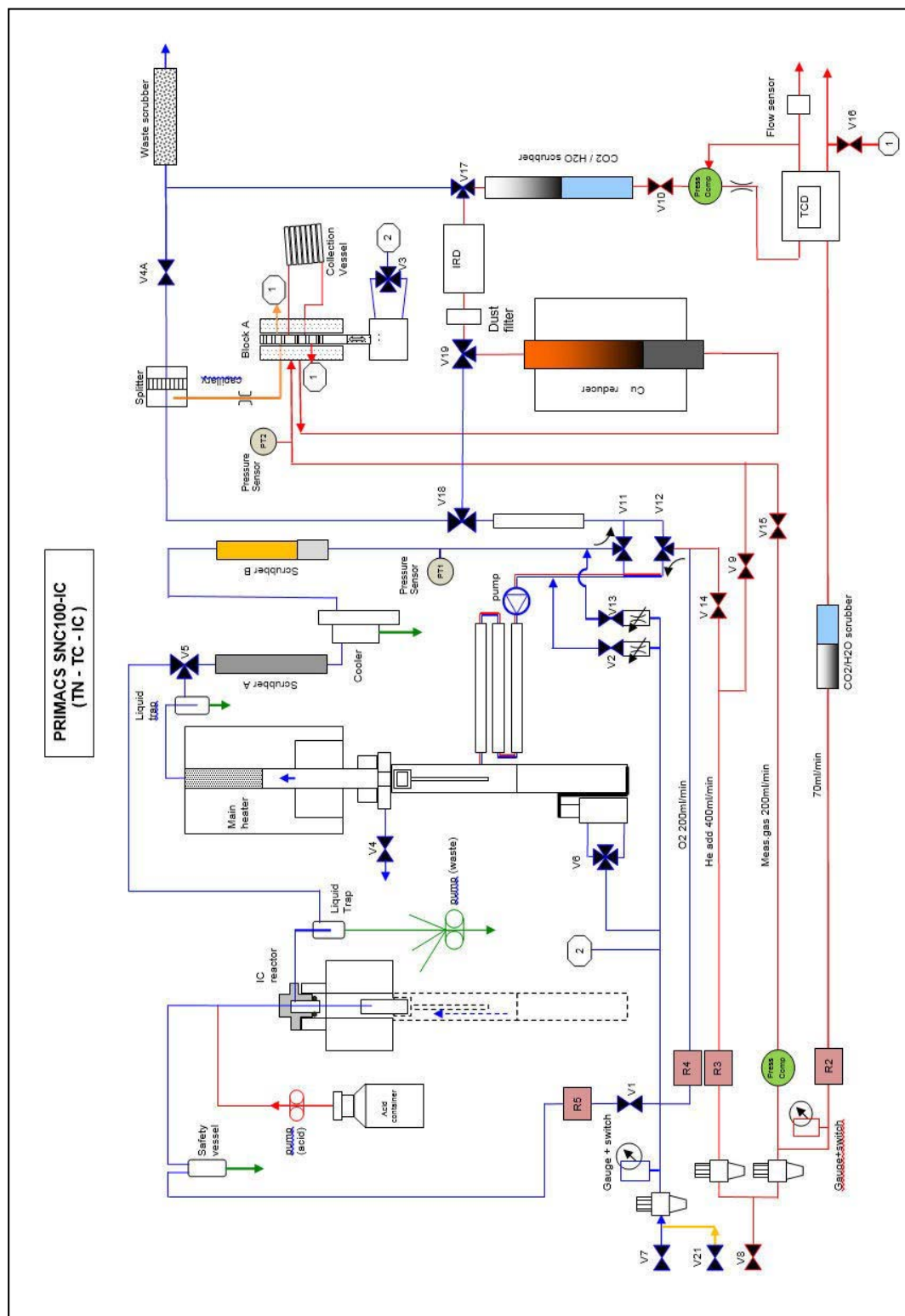


Figure 10-20

上面显示的流程图只是一个例子。Primacs100配置的流程图根据客户所选配置来决定，包括相应的方法表。

10.3.1 IC 直接分析周期

情况1:

氧气经由阀门7, 阀门1和阀12至 IC 反应器中以除去反应器中的环境二氧化碳。

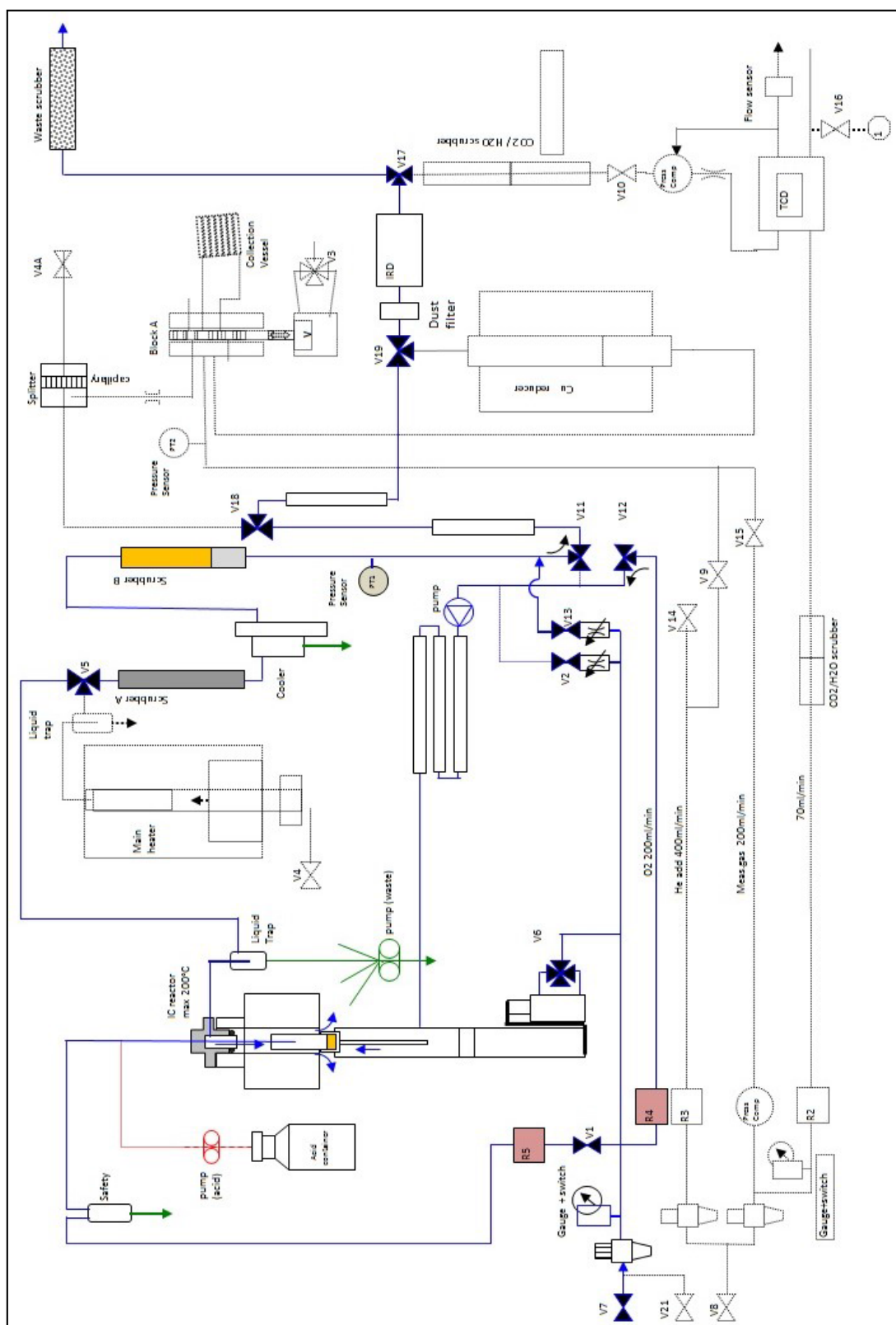


Figure 10-21

情况2:

把 IC-杯向上推与 O 形圈在 IC 反应器中密封，往样品里加酸，然后加热以释放二氧化碳含量。

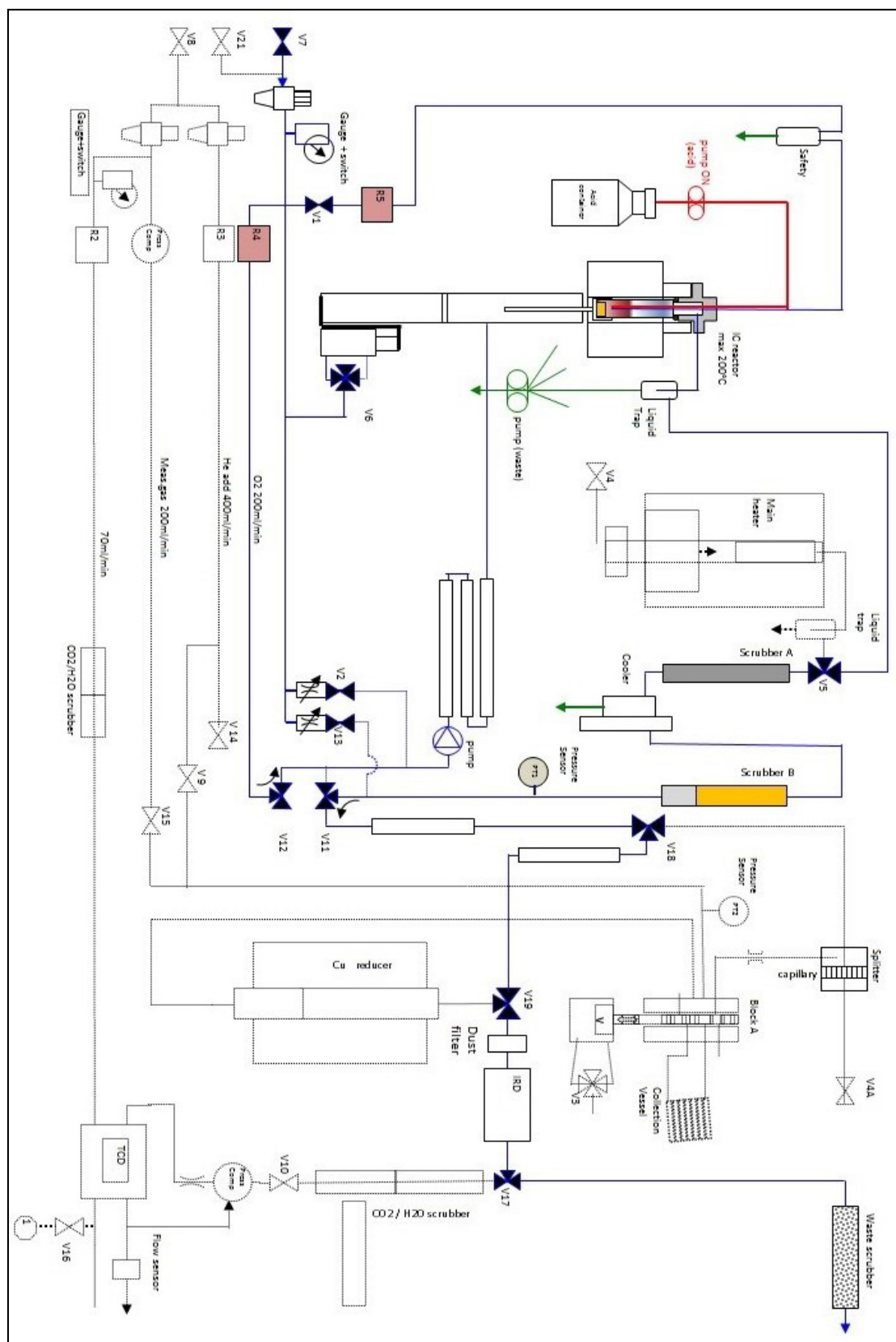


Figure 10-22

情况3:

反应后，阀5被打开，样品气体被导入钢丝绒洗涤器，半导体冷却器和纤维素值/黄铜丝洗涤器。此后，气体经由阀门11，阀门18和阀门19到 IR 检测器测量。

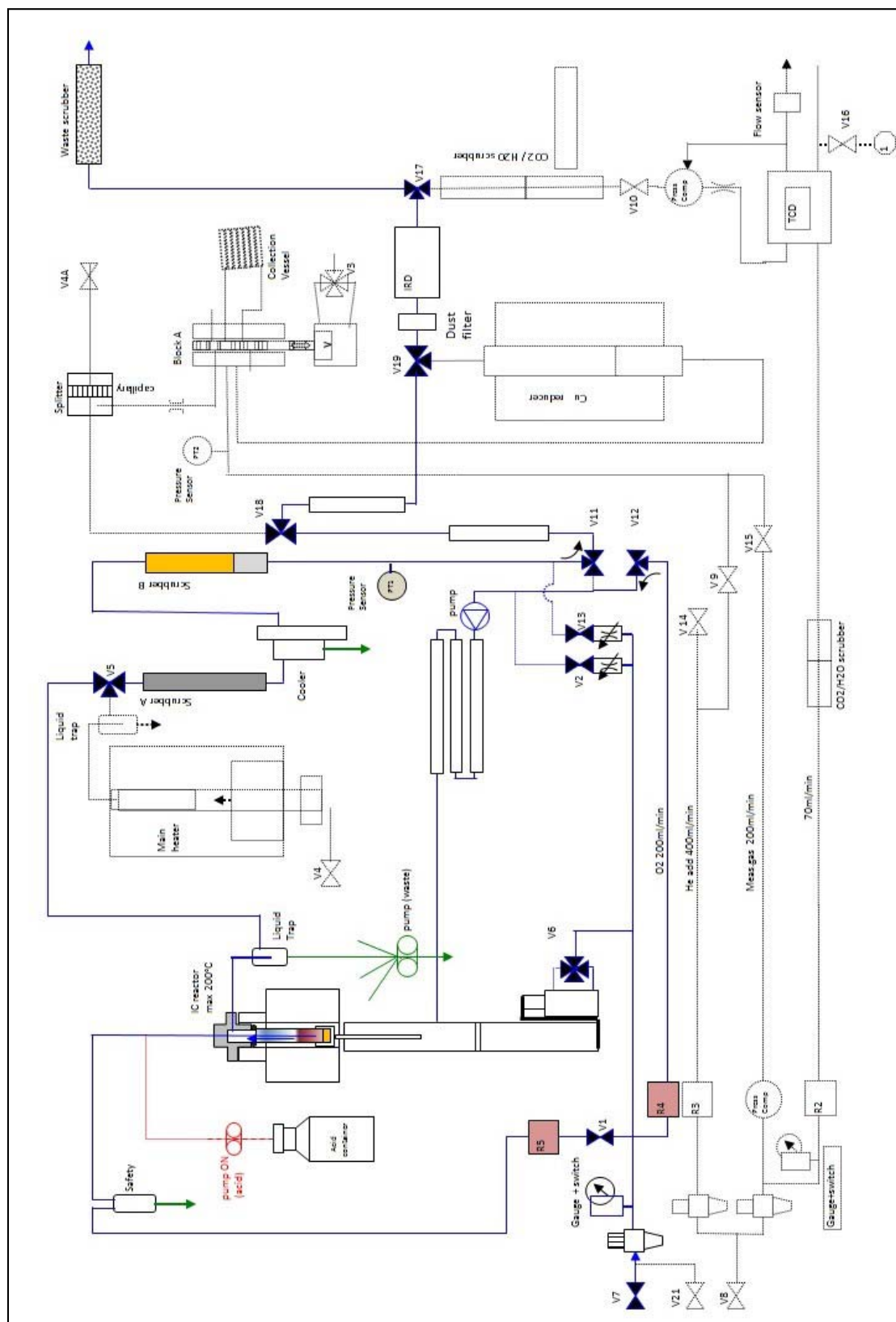


Figure 10-23

10.3.2 TC-直接分析周期

情况1

氧气经由阀门7, 阀12, 13和阀5至主反应器中清除环境中的 CO_2 , 二氧化碳通过阀4排出。

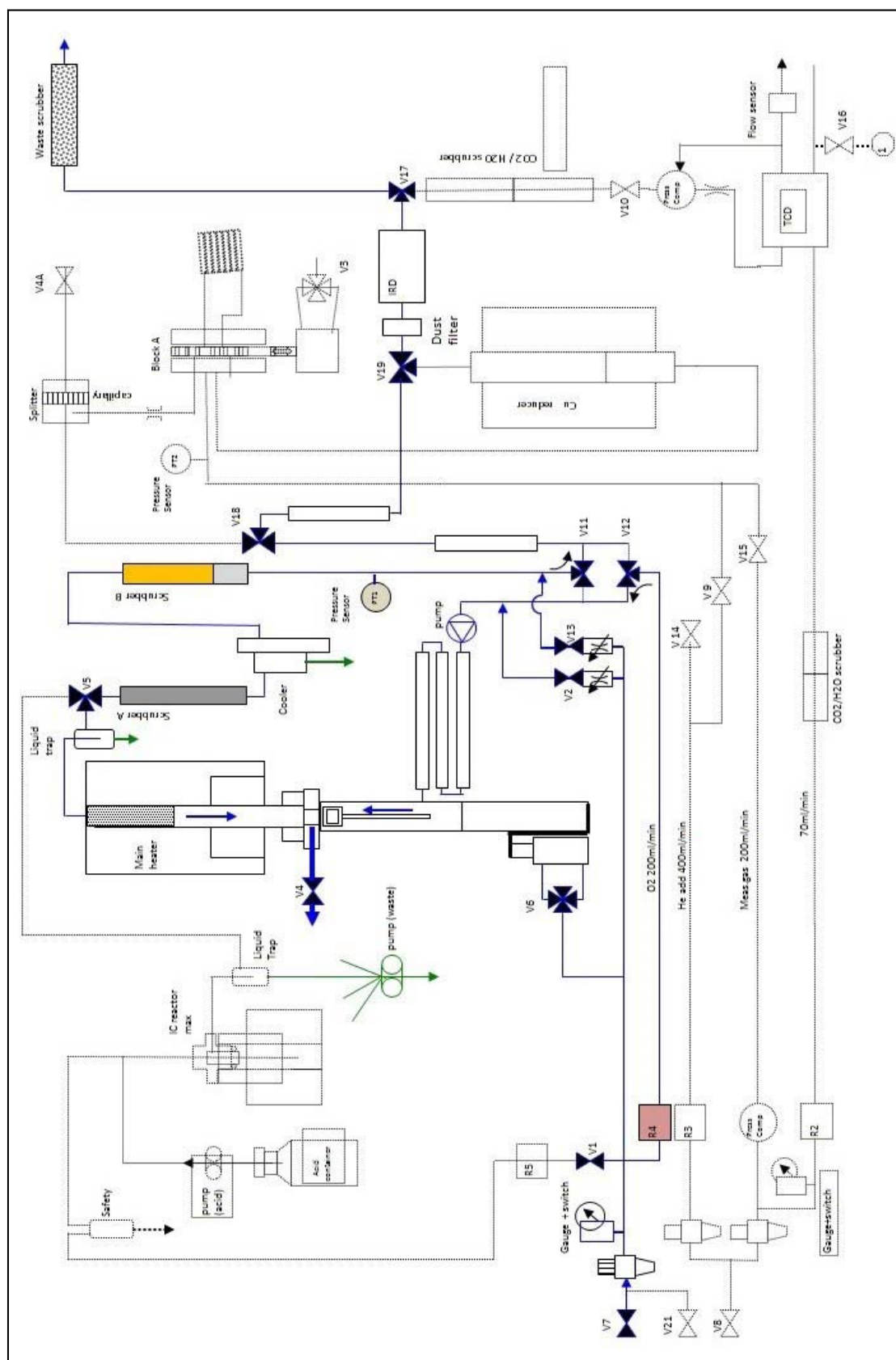


Figure 10-24

情况2

杯被密封并将样品推入主反应器中燃烧。通过该系统几次，显示在下面的示意图氧气 LED（看到蓝色突出显示的部分），这是优化燃烧条件。

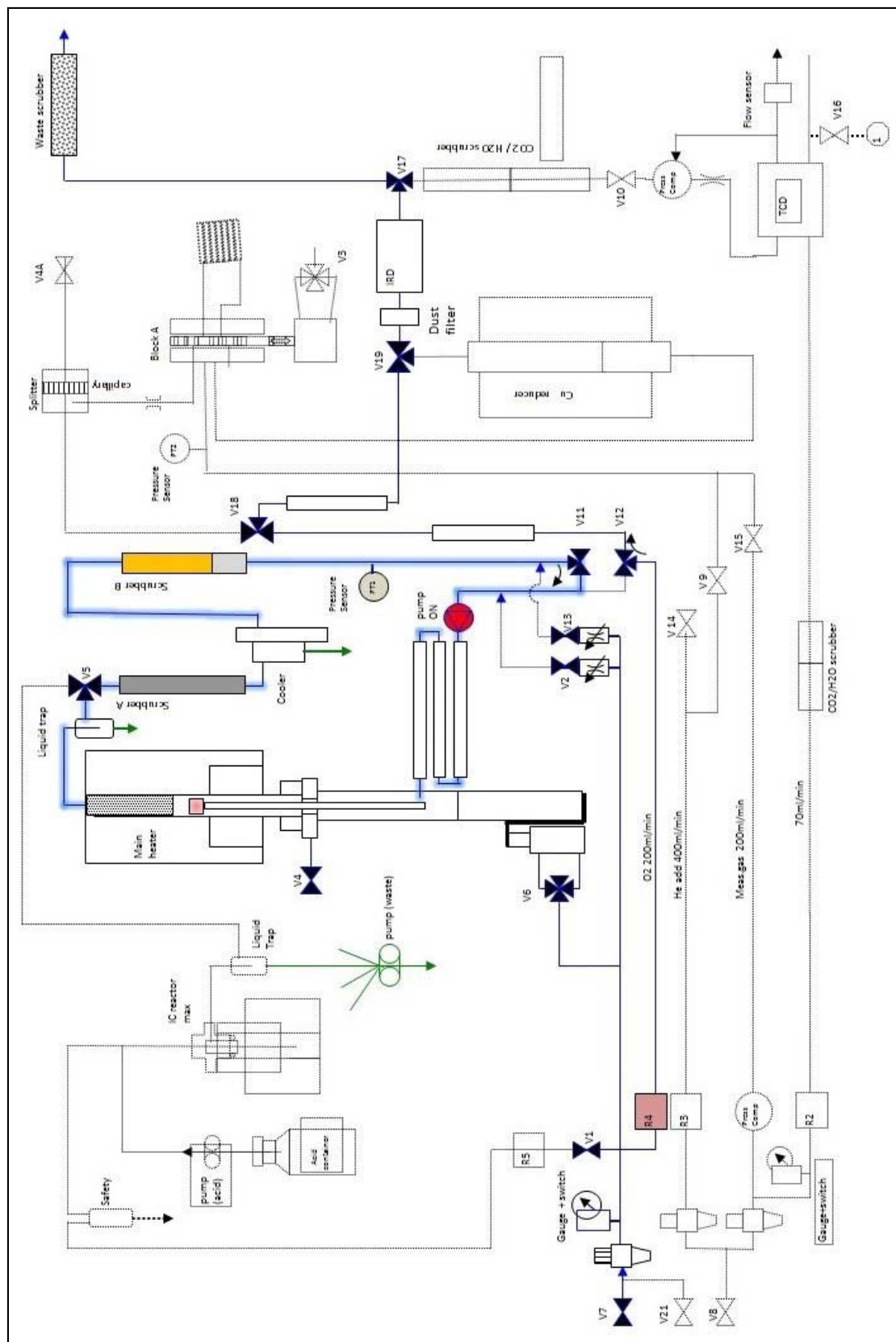


Figure 10-25

情况3

反应后，阀5被打开，样品气体导入钢丝绒洗涤器，半导体冷却器和纤维素纸/黄铜丝洗涤器。此后，气体经由阀门11，阀门18和阀门19到达 IR 检测器。

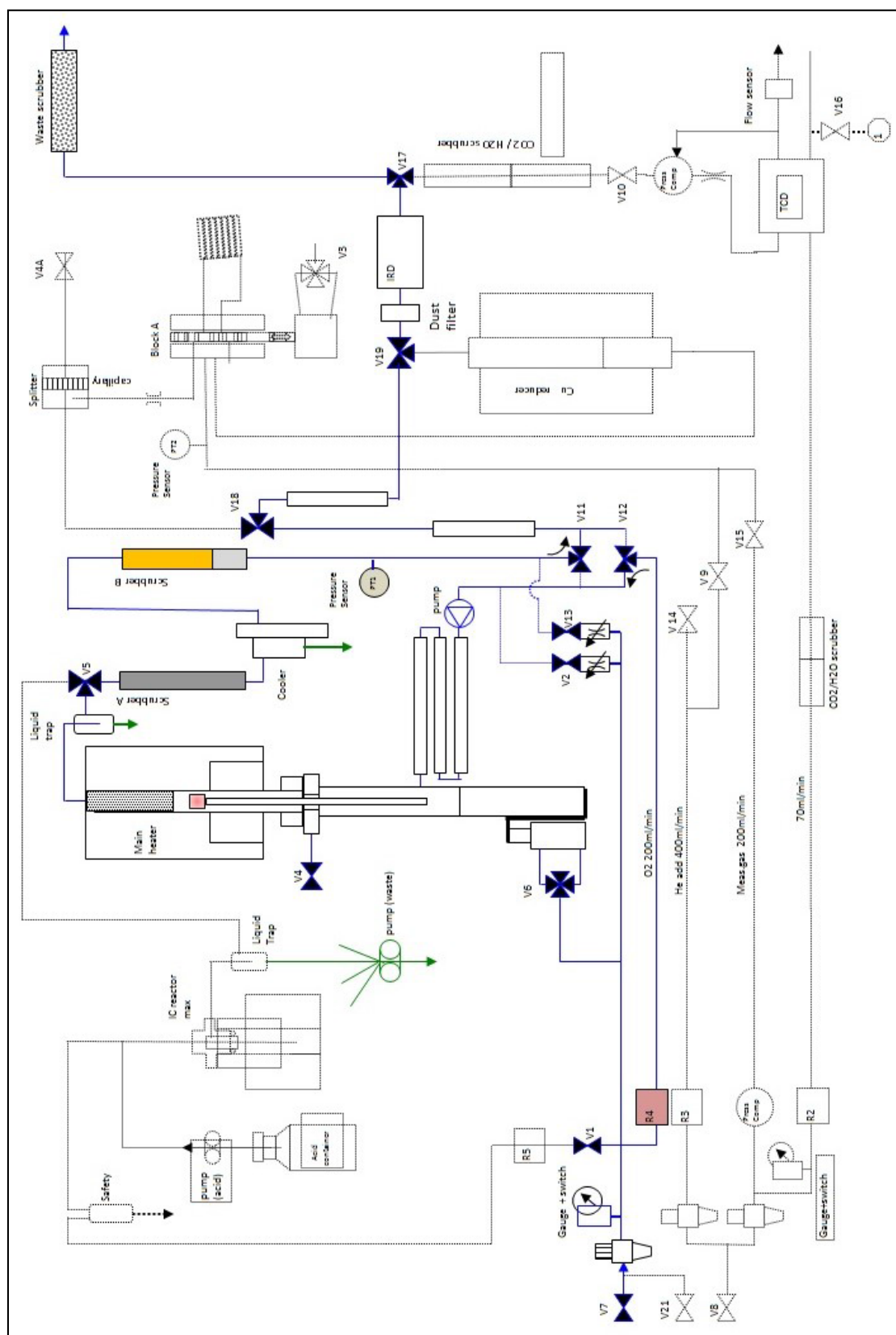


Figure 10-26

10.3.3 TN-TC 分析周期

情况1

该系统是用氧气（见蓝线）吹扫如先前在 TC 中所述，和用氦气（见红色线）。

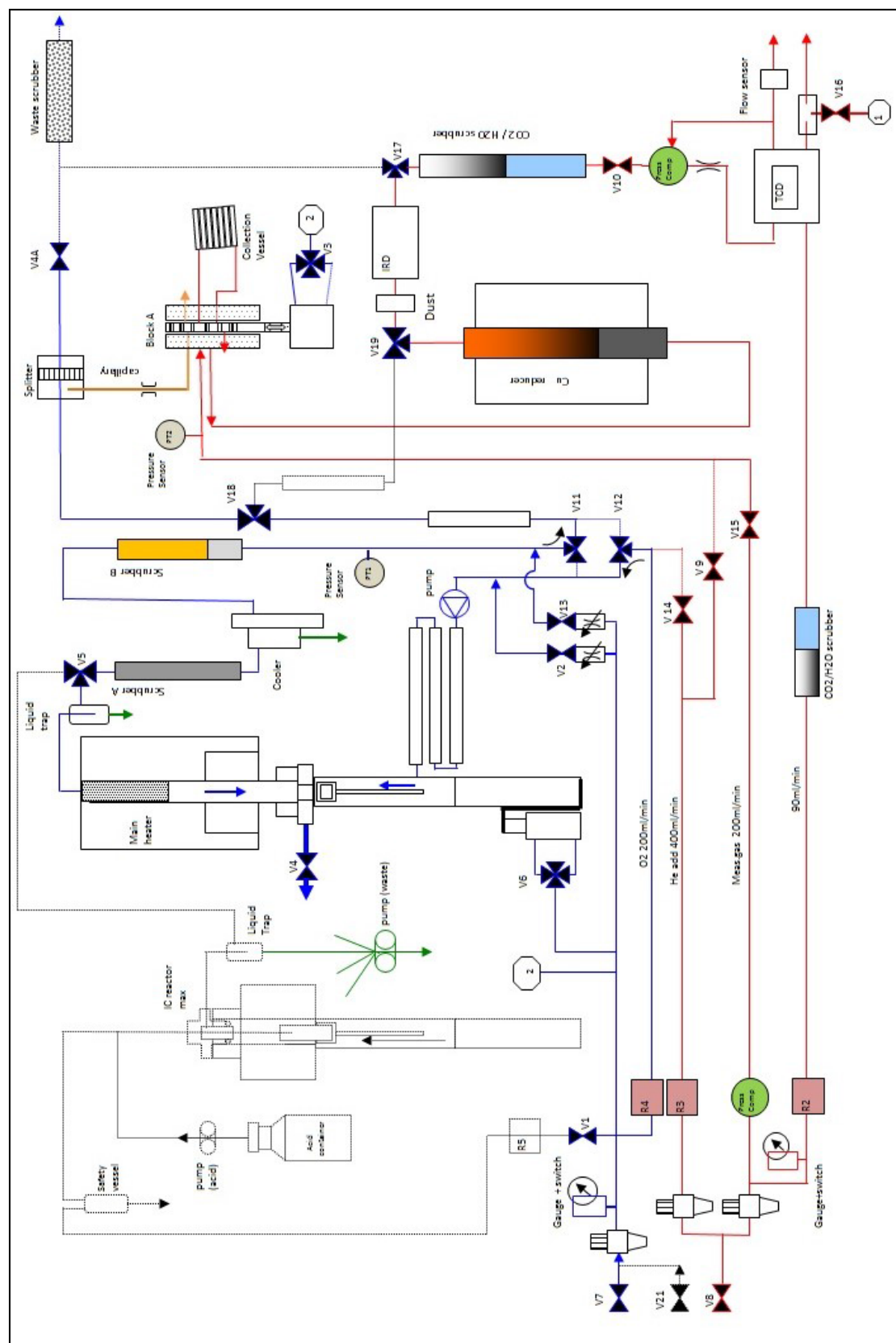


Figure 10-27

情况2

样品在主反应器中燃烧，并通过蓝线引导通过几次系统显示在下面的示意图。这样做是为了优化样品的燃烧条件。

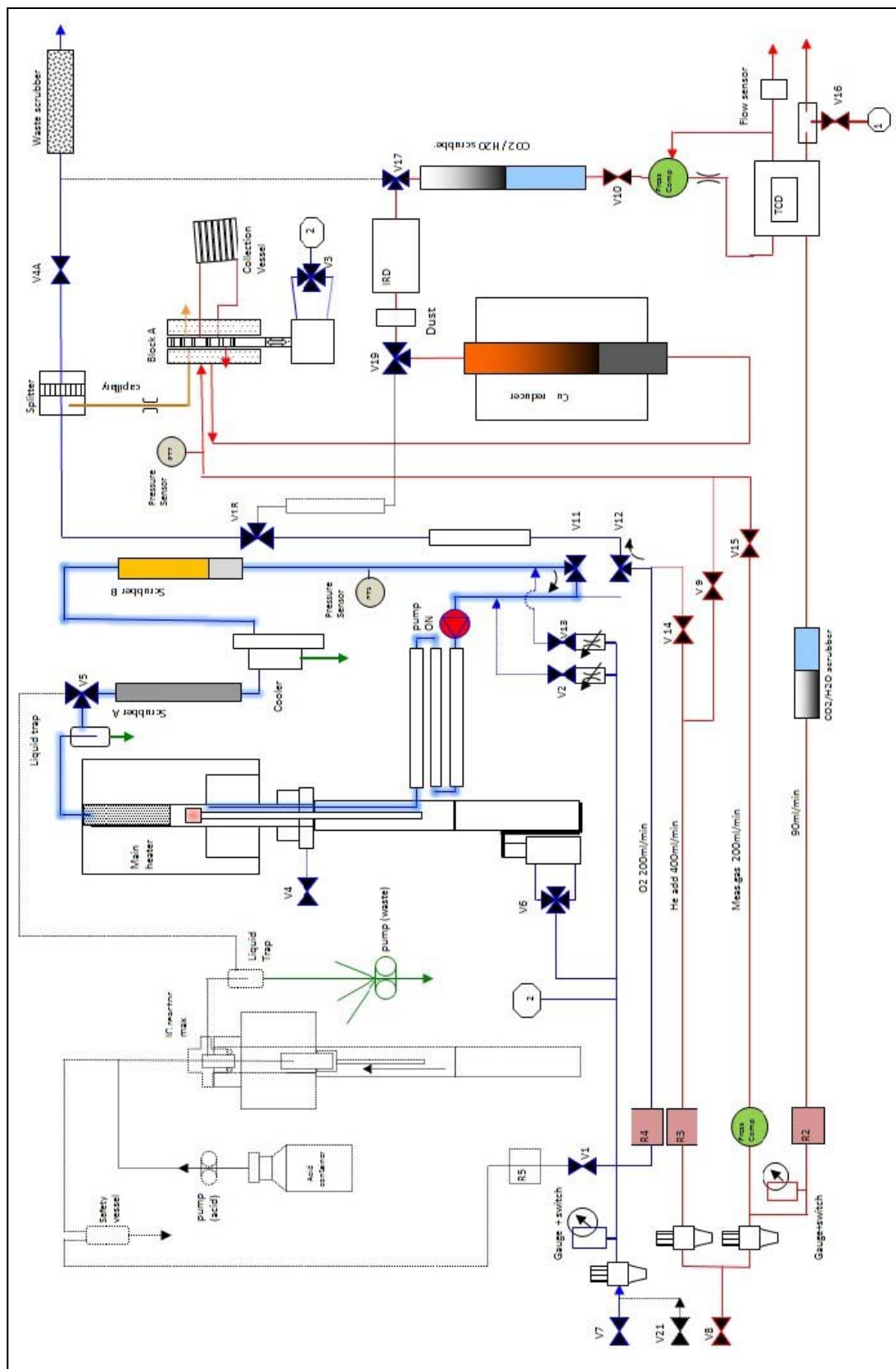


Figure 10-28

情况3

燃烧后的样品气体通过钢丝绒洗涤器，半导体冷却器导入（见蓝色/红色系）分离器分离后进入收集容器。

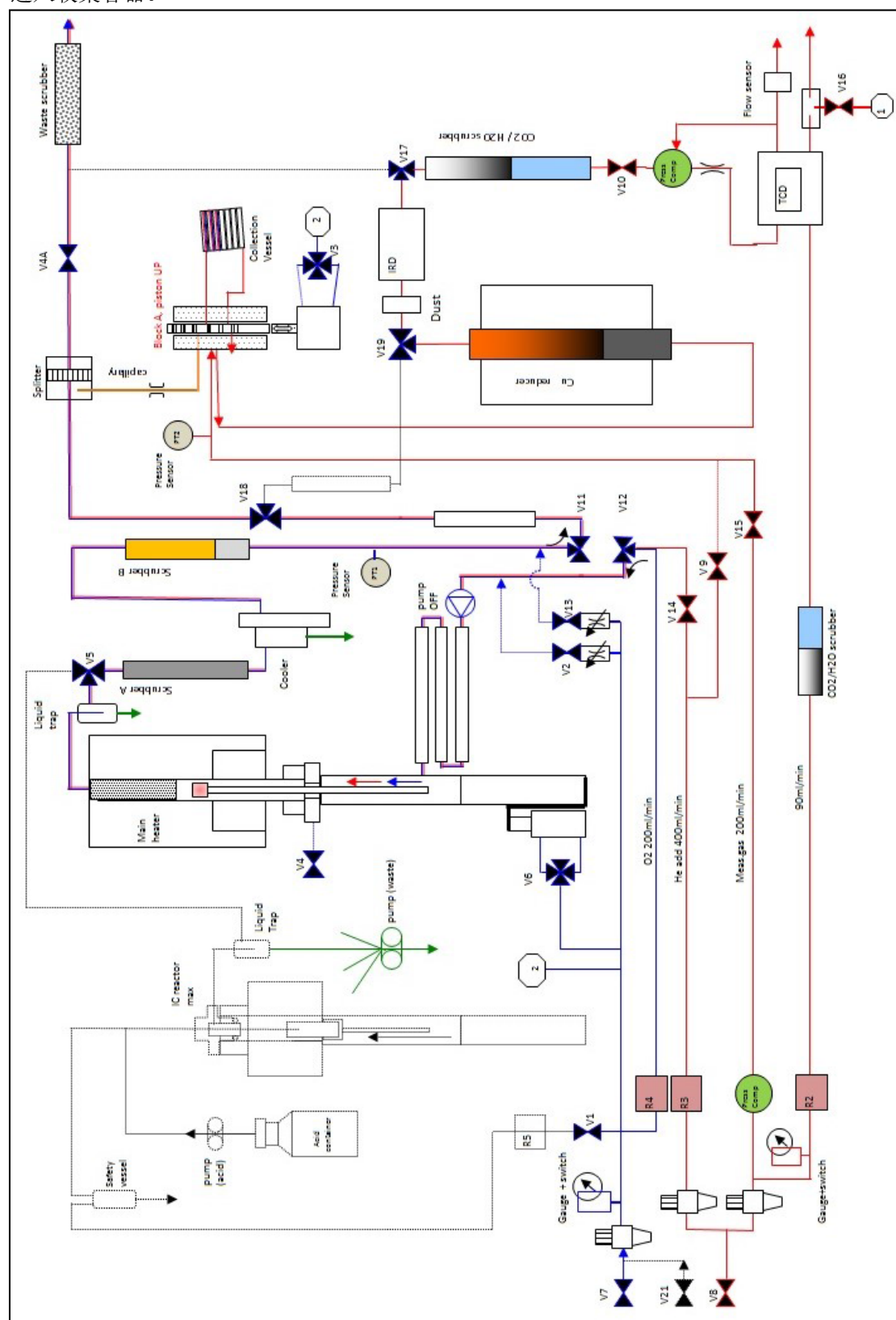


Figure 10-29

情况4

样品气体被收集后，A 关闭样品气体引导至铜还原炉。阀19打开，样品被引导至 IR 检测器，经由阀17的样品气体通过 H₂O / CO₂吸附器到达 TC 检测器。

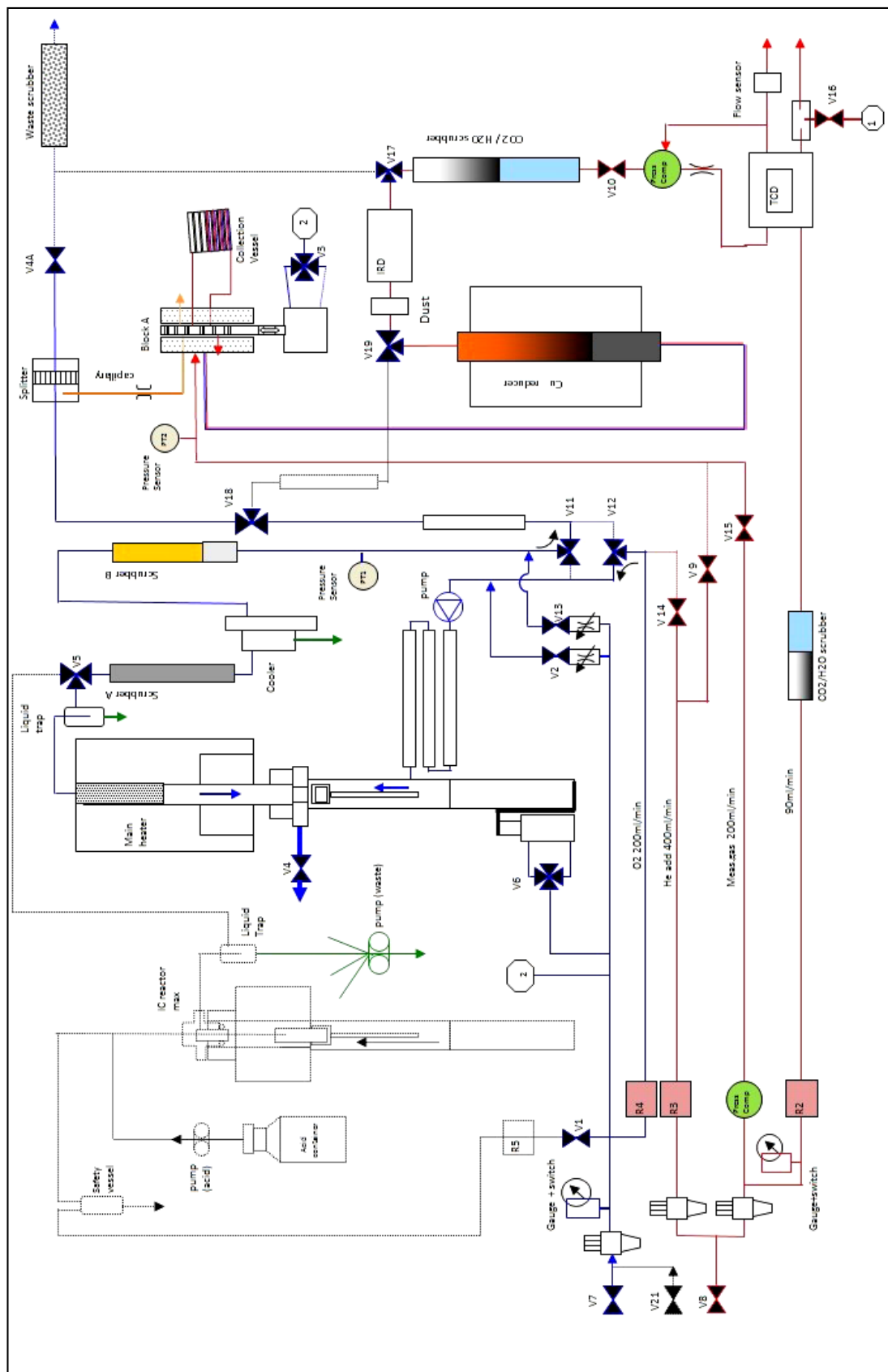


Figure 10-30

PRIMACS100系列分析仪

第11章：部件和附件

前言：

本章介绍了可用于 Primacs100分析仪的全部部件。



11. 部件和附件

11.1 SN100分析仪工具包

跟随 SN100分析仪的工具包有两个或有更多的子工具包。见子工具包的内容描述第11.1.1节。

分析工具包		子工具包
PrimacsATC100	2SN100450	• Toolkit basic SN100 • Kit.TC
PrimacsATC100-E	2SN100452	

PrimacsATC100-IC	2SN100451	• Toolkit basic SN100 • Kit.TC • Kit. IC
PrimacsATC100-IC-E	2SN100453	

PrimacsAIC100	2SN100454	• Toolkit basic SN100 • Kit. IC
注意： 黄铜丝（90050628）液体和样品吸附棉（90035227）不在基本工具包，因为 PrimacsAIC100 分析仪不需它们。		

PrimacsSNC100	2SN100455	• Toolkit basic SN100 • Kit. TC • Kit. TN
PrimacsSN100	2SN100456	
PrimacsSNC100-E	2SN100458	

PrimacsSNC100-IC	2SN100457	• Toolkit basic SN100 • Kit. TC • Kit. TN • Kit. IC
PrimacsSNC100-IC-E	2SN100459	

11.1.1子工具包

SN100 基本工具包 2SN100460		
号码	描述	数量
2010	Grease for pump decks 硅油	1
5401	Sleeve, Tygon 2.4mm ID 聚乙烯管	1
5415	Sleeve, Acidflex 2.5mm ID, set 抽酸泵管	1
5455	Nipple polyethylene N6 软聚乙烯管	1
5554	Connection nipple ventilation 乳头连接的通风管	2
2CA14321	Sleeve Norprene 6.4x3.2 mm	1
90012304	Socket head wrench 2.5 mm 六角扳手	1
90012305	Socket head wrench 3 mm 六角扳手	1
90012306	Socket head wrench 4 mm 六角扳手	1
90012310	Forceps 镊子	1

90012343	Spatula small 185 x5 mm 药勺	1
90012370	Paint brush da Vinci serie 8740 刷子	1
90028823	Fuse slow 5 x 20 mm VDE 3.15A 保险丝	2
90028826	Fuse slow 5 x 20 mm VDE 6.3A 保险丝	4
90029058	Fuse slow 6.3 x 32 CSA 10A 保险丝	4
90035227	Support discs sibril wool 18 mm	2
90035252	Filter disk Ø 20mm /2.5mm Por 4 过滤盘	2
90036116	Extra Key 钥匙	1
90037861	Gas Entry Connector 进气接头	2
90037896	Male Connector, 1/8 in. Tube OD x1/8 in	2
90037917	Ferrule 6mm SS 插芯	2
90039558	O-ring Kalrez 8 x 1.9 mm	2
90039561	O-ring silicone 18.77 x 1.78 mm	1
90039563	O-ring silicone 28.17 x 3.53 mm	1
90039579	O-ring 10 x 3.5 mm Viton	10
90040320	Coupling M-5H-6	2
90041094	Tube pneumatic 4 x 2.5 气动管	2 m
90041097	Tubing ID x OD 4 x 6 mm black long coil tubing 黑色的长管	2 m
90041422	Tubing Tygon 2.4 x 4.0	1
90041453	Tubing 4.0 x 1 mm PTFE	2
90041468	Tubing 5.0 x 8.0 mm SR10H Silicon	1 m
90041480	Tubing PFA 6 x 1	1 m
90042815	insert 110 x 80 x 45 mm	2
3035	Pump tubing green 2.00 ml / min (12 pcs)绿泵管	1
5154	Tubing for waste organic solvents (3 m)	1
2SN20330	Pressure meter	1
号码	描述	数量
2SN20356	NOx Absorber 吸附剂	1
90035254	Dust / disc filter 0.1µm 1/8 粉尘/盘式过滤器	1
90041092	Tubing pneumatic 60 x1.0 mm black (1 m) 气动管	15
90041460	PU tubing Ø 6 mm (1 m)	2
90050628	Brass wool 黄铜丝	1 pack
90050629	Steel wool 钢丝绒	1 pack
90050630	Cellulose paper (25 gr) 纤维素纸	1 pack

Kit. TC		2SN100461
Number	Description	Quantity
2SN22254	Insert combustion oven 陶瓷内插管	1
2SN22318	Ceramic balls for insert 50 gr.陶瓷球	1
2SN100086	Main reactor Ceramic tube L=380 主反应器陶瓷管	1
2SN100370	TC test tube 20 pcs TC 试管	5
2SN100399	Wrench 扳手	1

90035200	White Al ₂ O ₃ Powder	50
90035227	Support discs Sibril wool 18 mm 吸附棉	2
90039549	O-ring 32 x 2 Silicone	1
90039583	O-ring 25 x 2 Viton	10
90039598	O-ring Viton 33 x 4 mm (TC oven)	2

Kit. TN 2SN100462		
Number	Description	Quantity
13919	EDTA Std for TN/Protein 9.58 % N 标准	1
2CA10359	Quartz wool (10 g) 石英棉	1
2SN20351	Sibril wool (50 g) 硅棉	1
2SN20352	Catalyst CuO (200 g) 氧化铜	1
2SN20354	H ₂ O Absorber (200 g) 水吸附剂	1
2SN20355	CO ₂ Absorber (200 g) 二氧化碳吸附剂	1
2SN20357	Copper reductor (350 g) 纯铜还原剂	2
2SN22051	Reductor reactor tool 还原炉工具	1
2SN100099	Quartz tube Cu reductor 还原炉反应管(石英管)	1
SN100152	Capillary PEEK Ø 0.25-80 mm 毛细管	1
90012323	Combination spanner 7/16 inch 组合扳手	1
90012327	Hook wrench 勾扳手	1
90039563	O-ring silicone 28.17 x 3.53	2
90039574	O-ring vito 21 x 4 mm	1

Kit. IC 2SN100463		
Number	Description	Quantity
2SN100483	IC test tube 20 pcs IC 试管	5
2CA50254	O-ring 25 x 2 mm Silicone	1
90039599	O-ring Viton 16 x 3 mm (IC reactor)	1

11.2 1000个样品工具包

1000样品的两个基本工具箱取决于分析仪配置或更多个子工具包。请参见11.2.1章节1000样子工具包的内容描述。

1000 samples Toolkit		Sub Toolkits
PrimacsATC100	2SN100470	1000 samples, basic SN100 1000 samples, TC
PrimacsATC100-E	2SN100472	
PrimacsATC100-IC	2SN100471	1000 samples, basic SN100 1000 samples, TC - IC test tubes 20 pcs
PrimacsATC100-IC-E	2SN100473	
PrimacsAIC100	2SN100474	1000 samples, basic SN100 - IC test tubes 20 pcs

PrimacsSNC100	2SN100475	1000 samples, basic SN100 1000 samples, TC 1000 samples, TN
PrimacsSN100	2SN100476	
PrimacsSNC100-E	2SN100478	
PrimacsSNC100-IC	2SN100477	1000 samples, basic SN100 1000 samples, TC 1000 samples, TN - IC test tubes 20 pcs

11.2.1 1000个样品子工具包

1000 samples, basic SN100 Toolkit 2SN100480		
Number	Description	Quantity
3035	Pump tubing green 2.00ml/min 绿泵管	1
2CA10359	Quartz wool 石英棉	1
2SN20351	Sibral wool 硅棉	1
2SN20354	Water absorber 水吸附剂	1
2SN20355	Carbon Dioxide absorber 二氧化碳吸收剂	1
2SN20356	N0x absorber N0x 吸收剂	1
90035254	Dust / disc filter 0.1 μ m 1/8 粉尘/盘式过滤器	2
90035252	Disc filter 20mm / 2.5mm, Por 4 盘式过滤器	2
90050628	Brass wool 黄铜丝	1
90050629	Steel wool 钢丝绒	1
90050630	Cellulose paper (25 gr) 纤维素纸	1

1000 samples, TC Toolkit 2SN100481		
Number	Description	Quantity
2SN22254	Insert combustion oven 燃烧炉陶瓷内插管	1
2SN22318	Ceramic balls for insert 50 gr.陶瓷球	1
2SN100370	TC test tube 20 pcs TC试管 20 pcs.	1

1000 samples, TN Toolkit 2SN100482		
Number	Description	Quantity
2SN22254	Catalyst Copper Oxide 催化剂	1
2SN20357	Copper reductor 纯铜还原剂	2

IC Test Tube 2SN100483		
Number	Description	Quantity
2SN100149	IC Test Tube 20 Pcs. IC试管	1

11.3 4000 样品工具包

4000 samples Toolkit	
PrimacsSN100	2SN100495
PrimacsSNC100	2SN100496

Number	Description	Quantity
2SN20352	Catalyst CuO 催化剂	2
2SN20357	Copper reductor (350 g) 纯铜还原剂	8
2SN22254	Insert combustion oven 燃烧炉陶瓷内插管	1
2SN22318	Ceramic balls for insert 50 gr. 陶瓷球	2
2SN100370	TC test tube 20 pcs TC 试管	4
2SN100480	1000 samples, basic SN100 1000 个样品工具箱	2

11.4 反应器和吸附器组件

Number	Quantity	Description
2SN100099	1 pc.	Quartz tube Cu reducer 还原反应管（石英）
2SN100144	1 pc.	Scrubber vessel for Charcoal 活性炭吸附器
2SN100062	1 pc.	Scrubber vessel for steel wool 钢丝绒吸附器
2SN100061	1 pc.	Scrubber vessel for brass wool/cellulose 黄铜丝/纤维素纸吸附器
2NC22140	1 pc.	CO ₂ /H ₂ O scrubber Tube 吸附管
2NC22141	1 pc.	He. Ref. scrubber Tube (CO ₂ /H ₂ O, small) 吸附管
2SN22318	1 pc.	Ceramic balls insert 50 gr 陶瓷球
2SN100009	1 pc.	Pusher 22 mm cups 石英坩埚
2SN22254	1pc.	Insert combustion oven 陶瓷内插管
2SN100086	1 pc.	Main reactor ceramic tube L = 380 主反应陶瓷管
2SN20357	1 bottle (350 g)	Cu reductor 纯铜还原剂
2SN20356	1 bottle (100 g)	NO _x Absorber NO _x 吸附剂
2SN20355	1 bottle (200 g)	CO ₂ Absorber 二氧化碳吸附剂
2SN20354	1 bottle (200 g)	H ₂ O Absorber 水吸附剂
2SN20351	1 pack (50 g)	Sibral Wool 硅棉
2CA10359	1 pack	Quartz wool 石英棉
90050628	1 pack	Brass wool 黄铜丝
90050629	1 pack	Steel wool 钢丝绒
90050630	1 pack	Cellulose paper 纤维素纸
90035227	1 pc.	Support disks 18 mm (pack of 10) 样品托盘
90035254	1 pc.	Dust / Disc filter 0.1 μm 1/8 粉尘/盘式过滤器
13919	1 pc. (25 g)	EDTA Std for TN/Protein 9.58% N 标准

11.5 其它

Number	Quantity	Description
90029058	1 pc.	Fuse, slow 6.3 x 32 CSA 10A) 保险丝
5554	1 pc.	Connection nipple ventilation 乳头通风连接头
90037861	1 pc.	Gas entry connector 进气接头
2SN100170	1 pc.	TC Test tube R1.5 (Ceramic) TC 试管
2SN100149	1 pc.	IC Test tube IC 试管
2NC22204	1 pc.	Capillary PEEK 毛细管
90035252	1 pc.	Filter disk Ø 20 mm/2.5 mm, Por 4 过滤盘
3035	1 set (12 pcs.)	Pump tubing green 2.00 ml/min 绿泵管
90041092	1 m	Tubing Pneumatic 6.0 x1.0 mm black 气动管

90041091	1 m	Tubing Pneumatic 4 x 1 mm black 气动管
2CA50254	1 set (10 pcs.)	O-ring Silicone 25 x 2 mm
90039549	1 set (10 pcs.)	O-ring silicone 32 x 2 mm
90039561	1 pc.	O-ring silicone 18.77 x 1.78 mm
90039563	1 pc.	O-ring silicone 28.17 x 3.53 mm
90039574	1 pc.	O-ring vito 21 x 4 mm
90039583	1 pc.	O-ring 25 x 2 mm Viton
90039579	1 pc.	O-ring 10 x 3.5 mm Viton
90039558	1 pc.	O-ring Kalrez 8 x 1.9 mm
90039598	1 pc.	O-ring Viton 33 x 4 mm (TC oven)
90039599	1 pc.	O-ring Viton 16 x 3 mm (IC oven)
2SN20330	1 pc.	Pressure meter 压力表
2SN100877	1 pc.	Cable RS232 IR detector 串口线
2010	1 pc. (50ml)	Grease for pump decks 润滑脂
90012330	1 pc.	Screwdriver M2.5 螺丝刀
90012310	1 pc.	Forceps 镊子
90012343	1 pc.	Spatula small 185x5 mm 药勺
90036116	1 pc.	Extra Keys 钥匙
90012304	1 pc.	Socket head wrench 2.5 mm 六角扳手
90012305	1 pc.	Socket head wrench 3 mm 六角扳手
90012306	1 pc.	Socket head wrench 4 mm 六角扳手

附录(略)

检索(略)