

文件编号: WU-ISCMS-QM ××××××××

版本号: V2.0

受控状态:

分发号:

分子科学公共实验平台

质量管理文件

燃烧离子色谱仪 Thermofisher AQF-2100H-Aquion RFIC 标准操作规程

2023 年 02 月 15 日发布

年 月 日实施

分子科学公共实验平台 发布

目 录

分子科学公共实验平台

目 录

1. 目的	1
2. 范围	1
3. 职责	1
4. 色谱实验室安全管理规范.....	2
4.1. 进入或离开实验室规定.....	2
4.2. 实验操作规定.....	2
4.3. 气瓶使用规定.....	3
5. 色谱实验室仪器设备管理规范.....	4
5.1. 燃烧离子色谱预约与使用.....	4
5.2. 预约制度	4
5.3. 培训考核制度.....	5
6. 实验内容	6
6.1 仪器组成	6
6.2 样品准备	6
6.2.1 裂解样品准备.....	6
6.3 仪器运行基本操作.....	7
6.3.1 离子色谱灌注与基线平衡.....	8
6.3.2 燃烧炉开机.....	15
6.4 测试思路	20
6.4.1 液体样品.....	20
6.4.2 固体样品.....	20
6.5 运行序列	21
6.5.1 NSX-21001x 软件使用	21
6.5.2 燃烧离子色谱液体样品测试.....	26
6.5.3 燃烧离子色谱固体样品测试.....	39
6.6 数据处理	46
6.7 报告输出	49
6.8 关机	50
6.9 实验结束处理.....	50

7. 相关/支撑性文件	50
8. 记 录	50
9. 附 件	51
附录一： Syringe 与 Chuck 切换	52

分子科学公共实验平台

1. 目的

建立燃烧离子色谱仪(AQF-2100H-Aquion RFIC)使用操作规程, 使其被正确、规范地使用。

2. 范围

本规程适用于所有使用燃烧离子色谱仪的用户。

3. 职责

3.1. 用户: 严格按本程序操作, 发现异常情况及时汇报实验室技术员。

3.2. 实验室技术员: 确保操作人员经过相关培训, 并按本规程进行操作。

3.3. 文章致谢格式:

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

英文文章致谢:

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

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

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

中文文章致谢:

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

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

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

4. 质谱实验室安全管理规范

4.1. 进入或离开实验室规定

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

4.2. 实验操作规定

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

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

4.3. 气瓶使用规定

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

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

4.3.7. 气瓶应保持正立并固定。

5. 色谱实验室仪器设备管理规范

5.1. 燃烧离子色谱预约与使用

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

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

1. 委托测试

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

2. 自主上机

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

5.2. 预约制度

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

日请关注实验室实时通知。

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

预约时段		预约时间	测试内容
周一至周日	09:00 至 22:00	不限制	卤素及硫元素定量

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

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

5.3. 培训考核制度

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

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

实验室技术员认为培训者达到独立操作水平后, 给予培训者授权在所允许的可操

作实验范围内独立使用仪器。如果因为人为操作错误导致仪器故障者, 除按要求承担维修费用之外, 给予重考惩罚、培训费翻倍。

对接受培训人员的核心要求:

- (1) 了解燃烧离子色谱仪的基本原理及其应用的多学科背景知识;
- (2) 熟练掌握 Chromeleon 软件及 NSX-2100 软件的使用, 严格按照标准操作规程操作, 防止因人为操作不当造成仪器故障, 认真做好仪器的使用及故障记录。

6. 实验内容

6.1 仪器组成

燃烧离子色谱 (Combustion Ion Chromatography) 仪器共包含四部分, 自右向左: 自动进样器-加热炉-气体吸收装置-离子色谱。除此之外还包括电脑和气瓶。

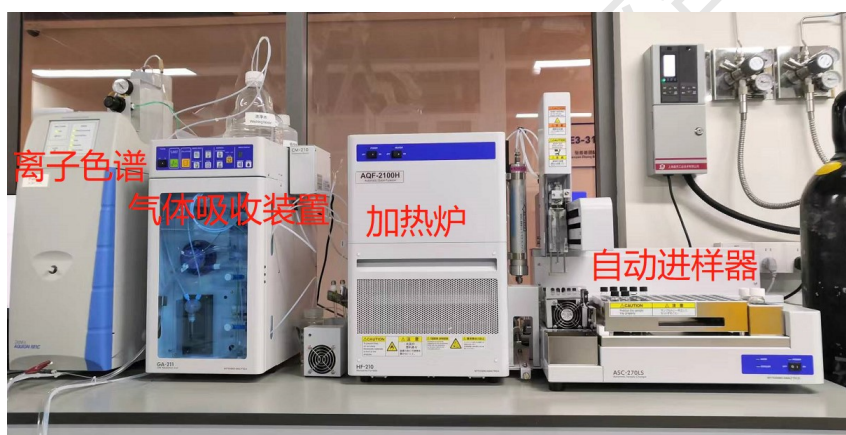


图 6-1

6.2 样品准备

6.2.1 裂解样品准备

6.2.1.1 标准溶液

- (1) 无机盐标样: NaF, NaCl, KBr, KI, Na₂SO₄
- (2) 有机物标样, 参见下表

标准物质选择

物质	分子式	分子质量	目标物占比	称量多少 g 定容至 100ml 配置 1000ppm
二苯并噻吩	C ₁₂ H ₈ S	184.26	17.40% S	0.5748 g
氟苯	C ₆ H ₅ F	96.10	19.77% F	0.5059 g
氟苯甲酸	C ₇ H ₅ O ₂	140.11	13.56% F	0.7375 g
三氯苯酚	C ₆ H ₃ Cl ₃ O	197.46	53.87% CL	0.1856 g
氯苯	C ₆ H ₅ CL	112.56	31.50% CL	0.3174 g

注: 有机物标样, 请常温保存即可, 或者 20 °C 环境保存, 以免低温结冰导致标样浓度不准。

(3) 标样浓度: 0.1-5.0 ppm 之间 (微克/克, 元素质量浓度)

(4) 水作为溶剂, 可以是有机溶剂。

(5) 4 ml 样品小瓶 (捷安伦货号: 13090222) + 样品盖 (捷安伦货号: 13150456)

注: 进样小瓶和样品舟可重复使用, **禁止**用其他常规样品瓶和盖子。

6.2.1.2 液体样品

- 浓度、溶剂、小瓶可参见上述标准样品;
- 要求为溶液状态 (非悬浊液);
- CIC F/Cl/Br/I/S 元素定量标曲溶液范围: 0.1 ppm-5 ppm。

6.2.1.3 固体样品

- 浓度: 5 ppm 以内;
- 粉末: 200 目;
- 重量: 50 mg 以内; 未知样品 10-20 mg 之间。

注: 称样前, 请先进样样品舟预烧 (1000 °C 以内, 用 CIC 燃烧程序即可; 马弗炉预烧, 1000 °C 保温时间应在 20-30 min)

6.3 仪器运行基本操作

- (1) 确认仪器状态正常及气体剩余量---准备样品和样品舟 (包括烧舟);
- (2) 更换离子色谱流动相, 平衡基线;
- (3) 更换吸净水、加湿水、洗针液;
- (4) 开气瓶---软件开气--软件加热;
- (5) 编辑燃烧炉进样表, 编辑 IC 进样表;
- (6) 运行燃烧炉和 IC: 测试中务必补水;
- (6) 运行降温后关气体, 关仪器。

基理登陆

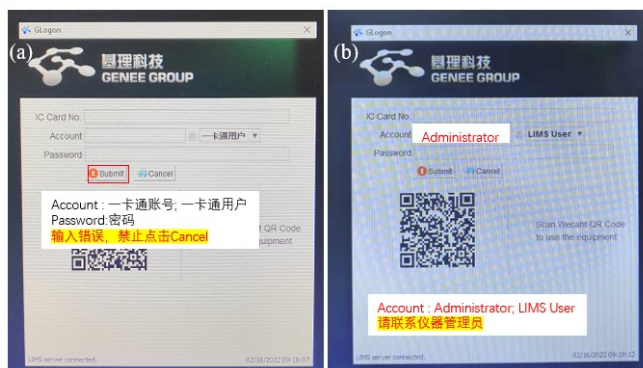
接入大仪网的仪器操作电脑均需要登陆基理锁屏界面。

- (1) 如图(a), 如界面显示 “一卡通用户”, 请在 Account 输入预约者的一卡通账户, Password 栏输入相应账户密码, 点击 Submit;

注意: 如账号或密码输入错误, 请按键盘 Delete 键进行删除, 再重新输入; **禁止**点击

Cancel, 否则仪器会自行关机。

(2) 如图(b), 如界面显示“LIMS User”, Account 显示 Administrator, 请与相关老师联系。



6.3.1 离子色谱灌注与基线平衡

➤ 开机准备

打开高纯氮气, 出口压力调至 0.3 MPa; 将仪器使用 N₂ 压力归零, 更换超纯水并开气体流量计。

注:

- ✓ 操作过程中戴手套;
- ✓ 流动相管路禁止放在桌上, 可以悬空或放于干净的自封袋;
- ✓ 剩余的超纯水倒净, 用新鲜的超纯水刷洗 2-3 次, 根据自己的实验所需加超纯水至一定体积。

➤ 灌注

Step1. 双击桌面 Chromeleon7 软件, 打开离子色谱软件;

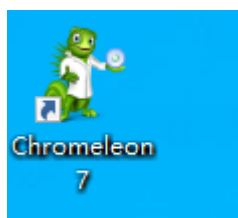


图 6-2

软件右下角显示 Instrument, Data 和 eWorkflows 三个选项。点击 Instrument, 显示仪器操作界面。

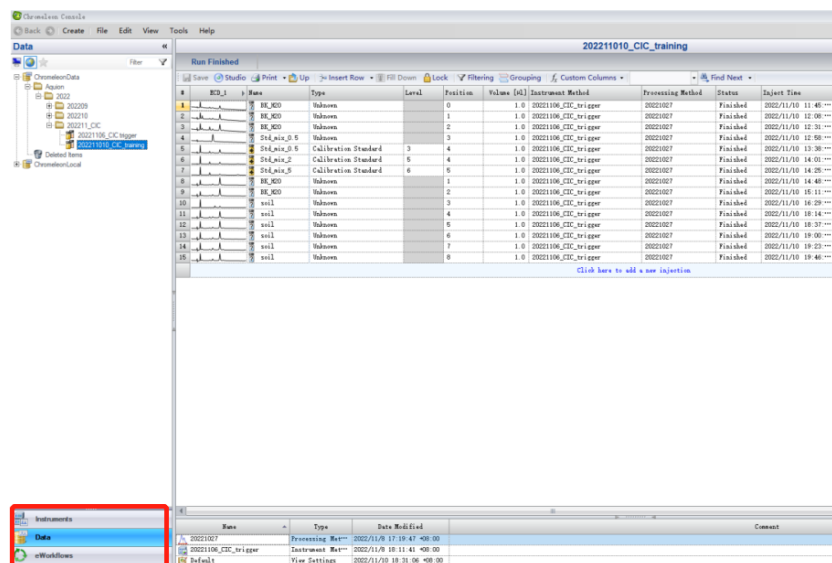


图 6-3

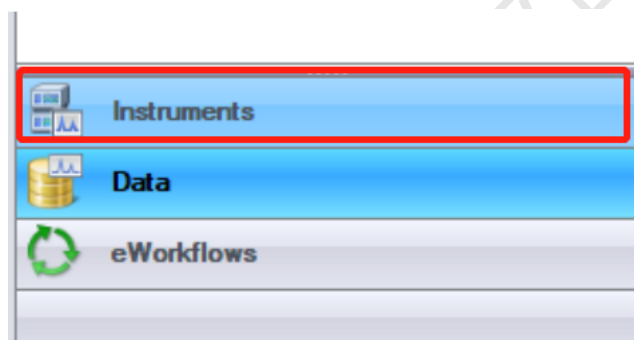


图 6-4

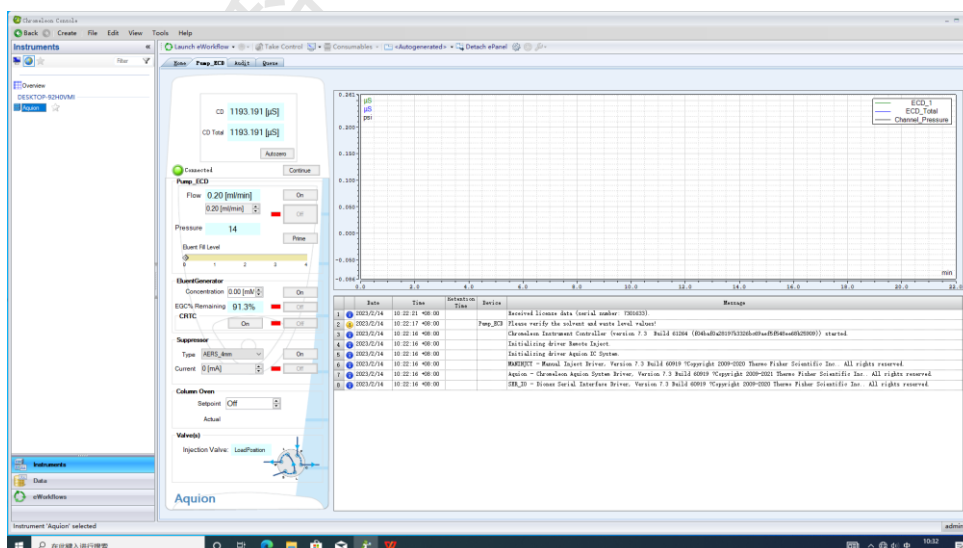


图 6-5

Step2. 打开仪器前面板，如图 6-6，逆时针旋转排空阀 3 圈，在软件上选择 Pump-ECD 模块，点击 Prime 进行充分灌注，灌注流速为 3 ml/min，一定要拧开排空阀，灌注时间

建议在 3-5 min。灌注结束，请参照图 6-6，顺时针拧紧排空阀。

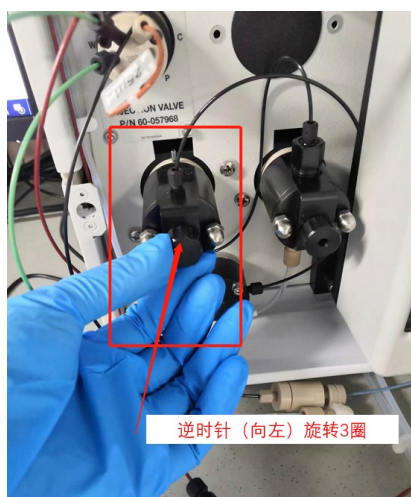


图 6-6

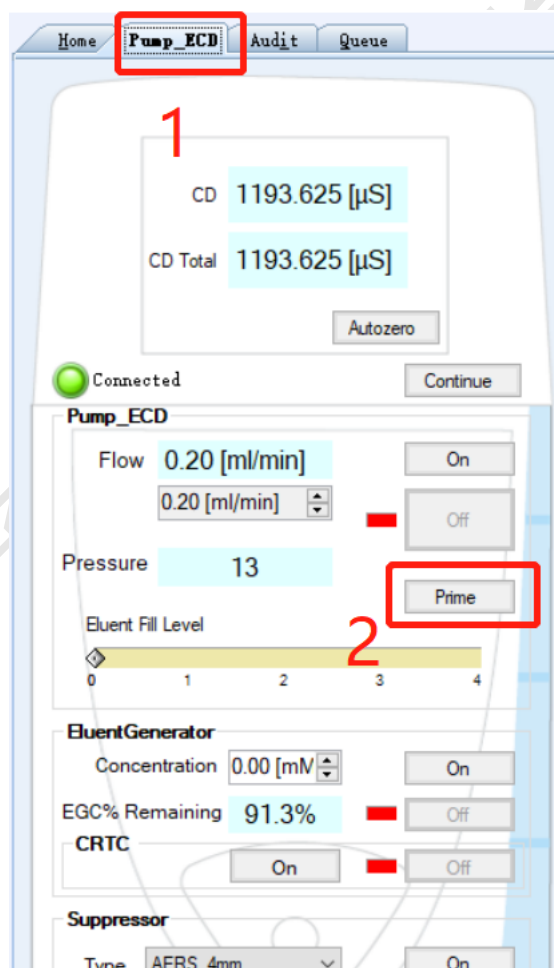


图 6-7

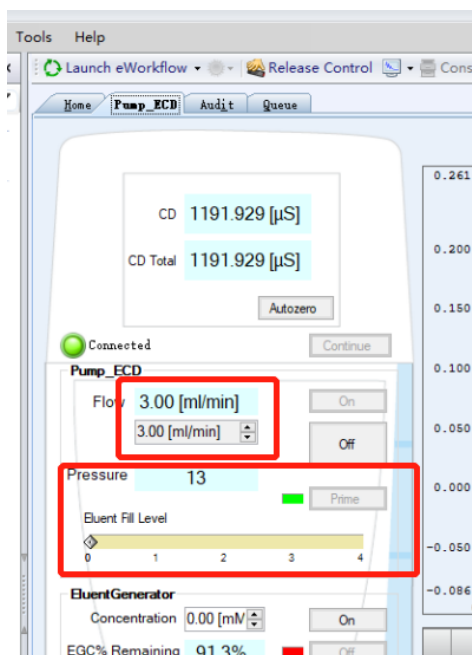


图 6-8

注意：点击 Prime 后，如软件弹出【Please open the waste valve and press OK to continue】警示，请确认排空阀已开，点击 OK 确认。

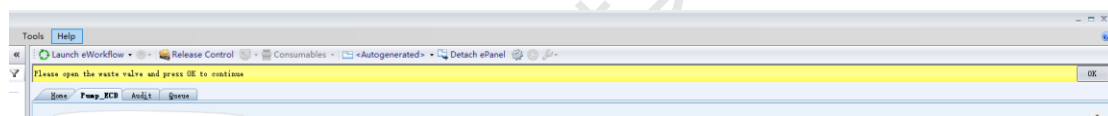


图 6-9

➤ 开机平衡基线

Step1. 如图 6-10，依次开流速、淋洗液发生器、CRTC、抑制器和柱温箱。

注：

- (1) 请注意初始泵流速，以免直接点击 On，超压；
- (2) 液相泵流速应该逐渐增加，比如 0.2 ml/min，压力稳定，升到 0.5ml/min，压力稳定后，设定为 1.0 ml/min；
- (3) 根据方法设定 KOH 溶液浓度，默认方法为 38 mM,点击 On;
- (4) 点击 CRTC 【On】开关；
- (5) 选择抑制器类型为 **AERS_4mm**，根据方法设定抑制器电流，38 mM KOH，抑制器电流为 95 mA，点击 On；
- (6) 设置柱温箱温度。

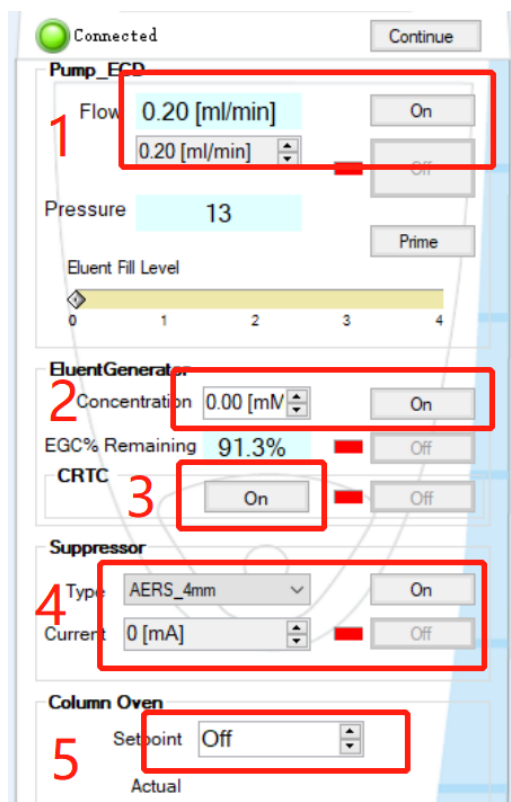


图 6-10

Step 2. Home 界面，点击 Monitor 按钮，检测仪器基线。当背景基线漂移在 0.1%即可运行设备。

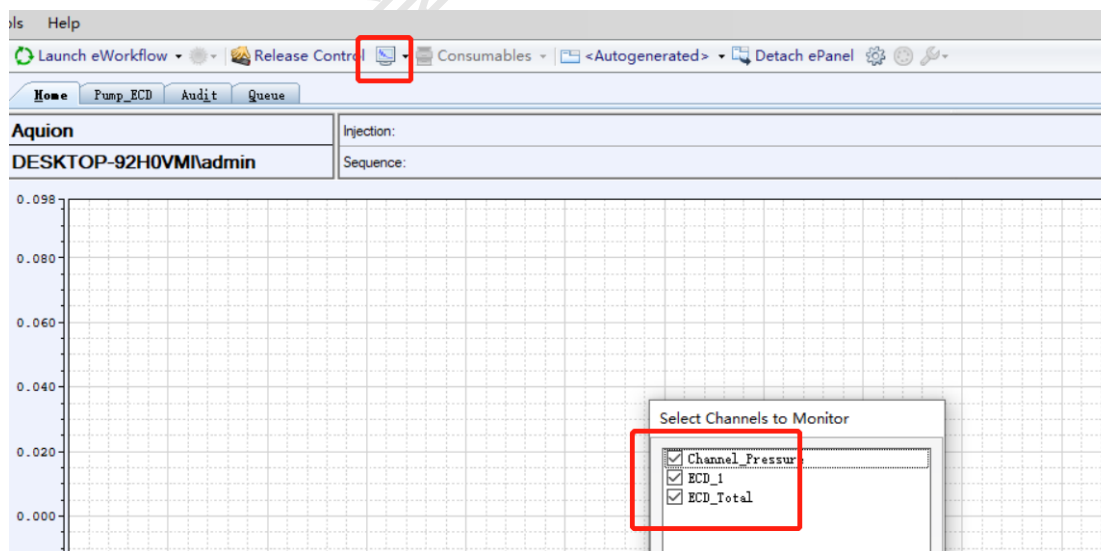
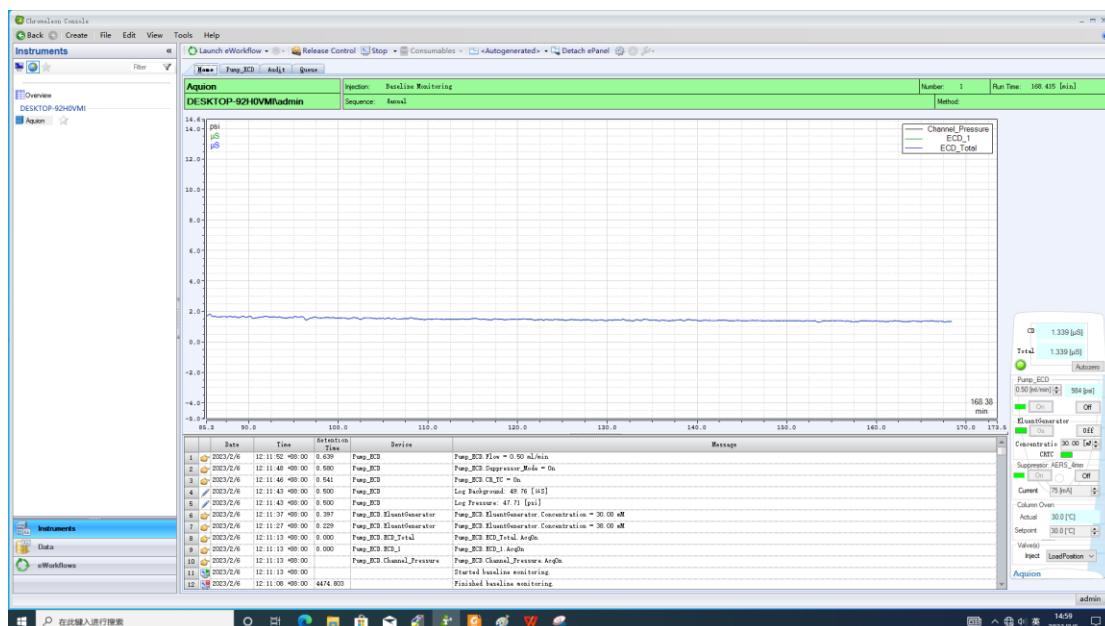


图 6-11



分子科学公共实验平台

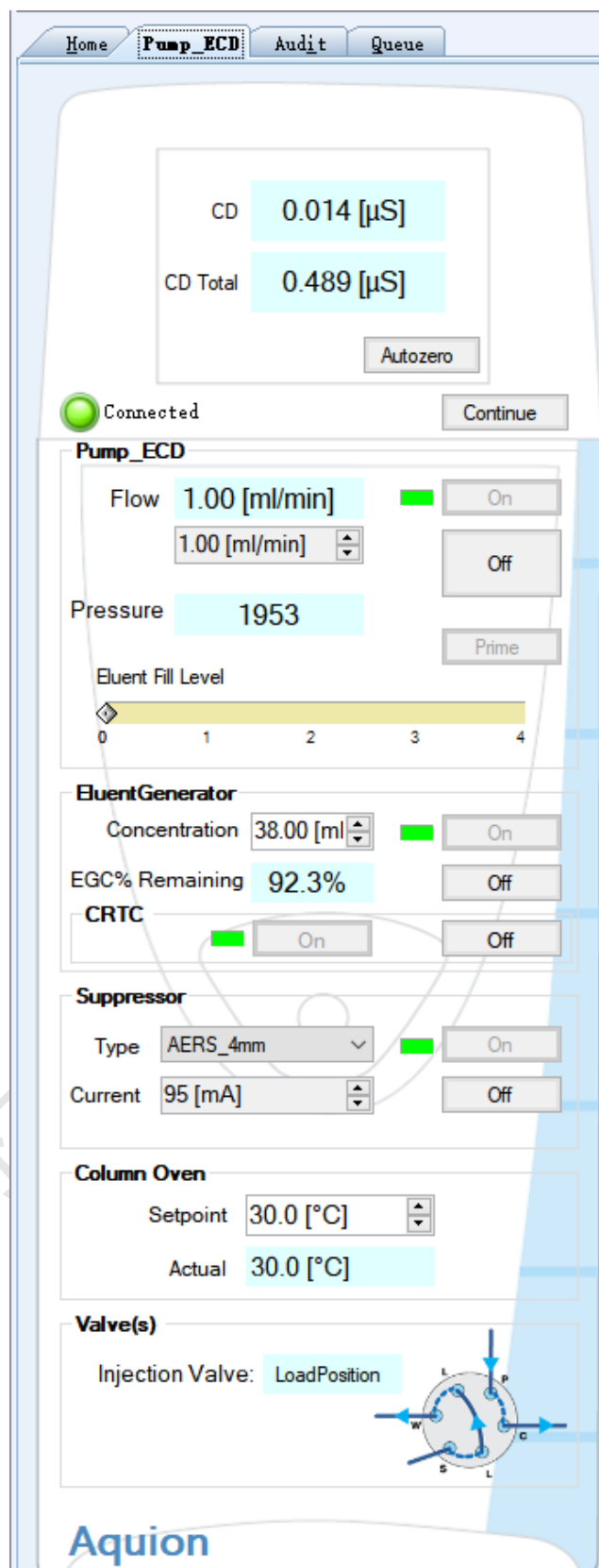


图 6-12

6.3.2 燃烧炉开机

6.3.2.1 换水-开气操作

Step1. 开机前请确认气体充足, 并及时更换洗净水、纯水及洗针溶液(纯水);

Step2. 开气路, 分压表调为 $0.3 \pm 0.1 \text{MPa}$.

- 气体要求: 高纯 Ar 气 (>99.99% 纯度 4 个 9 以上), O₂ (>99.9%, 3 个 9 以上)
- 压力: 0.2-0.4 MPa
- 气体作用: Ar 载气; O₂: 燃烧
- 气体用量: Ar 300 ml/min; O₂ 400 ml/min



图 6-13

6.3.2.2 开机

Step1. 开硬件电源(Power 按钮): HF-210 (Horizontal furnace) ---GA211(Gas Absorption Unit)---ABC270LS(automatic sampler changer)

注: 禁止点击 GA211 其他面板开关, 以免系统内无气体, 水体倒灌至加热炉。

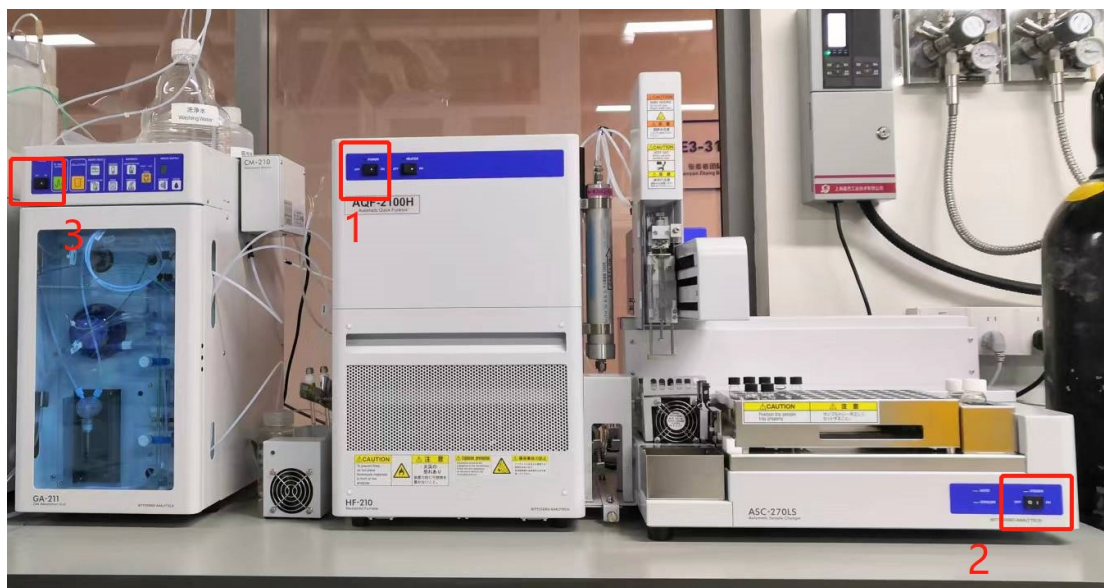


图 6-14

Step2 开软件

备注：软件一般为常开待机状态，如需打开，可联系管理员。

- 双击软件（NSX-21001x）图标,软件初始化，弹出密码输入窗口；

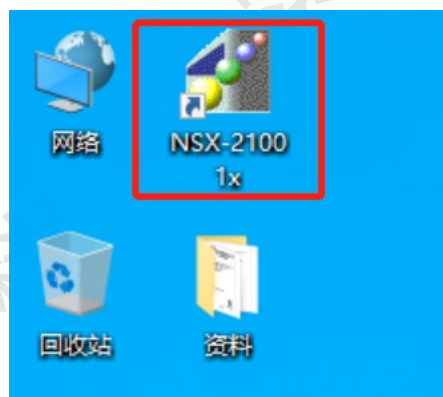


图 6-15

- 选择 User ID:Administrator→Password:0000，→Connected to NSX-2100 前方框选上勾→点 OK；

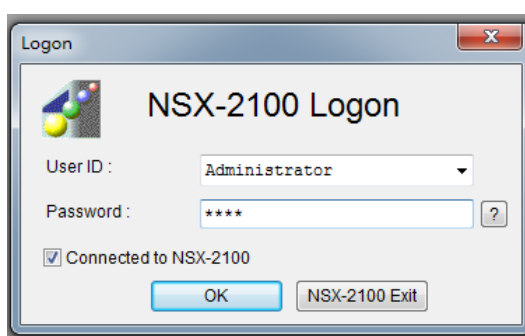
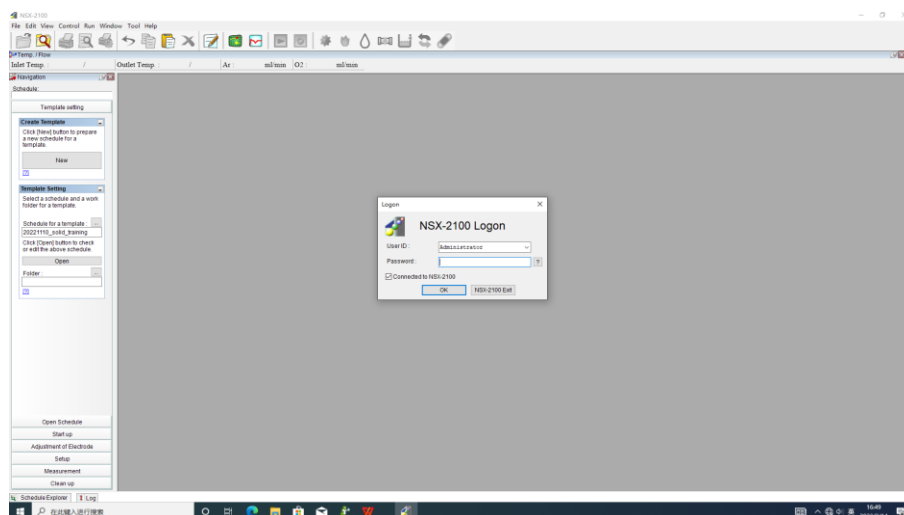


图 6-16

- 点击 OK 后，等待 1-2 min，开始进行设备联机，自动进样器会进行自检，软件显示正常，如下图

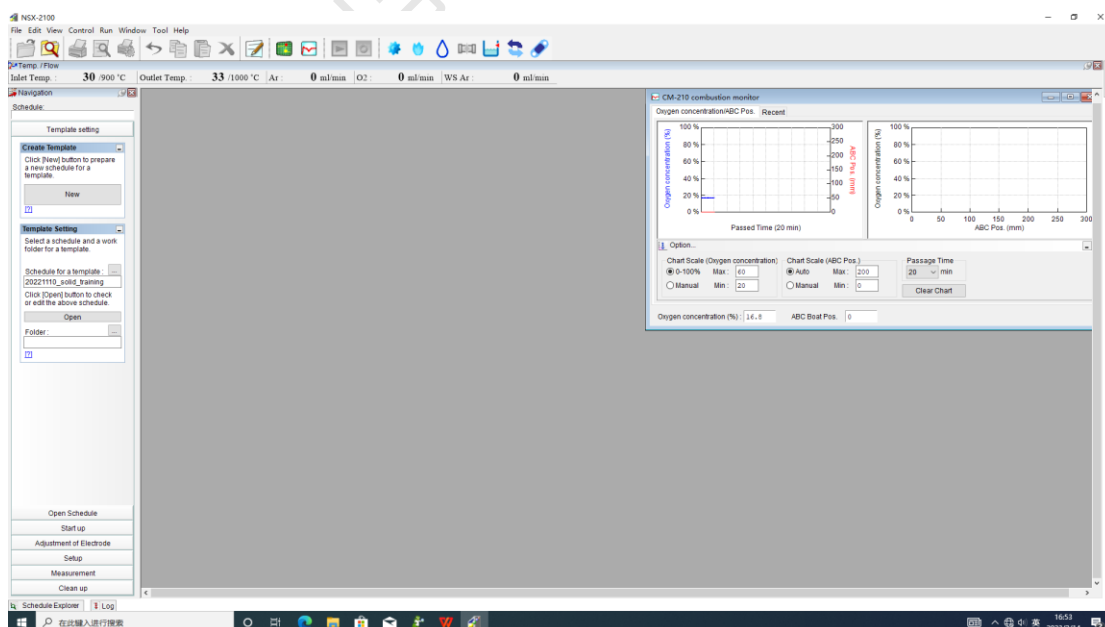


图 6-17

注意：如果出现仪器脱机情况，进入系统后，点击 File→Connect...→选中所安装的仪

器型号→OK, 可连接未连接模块单元。

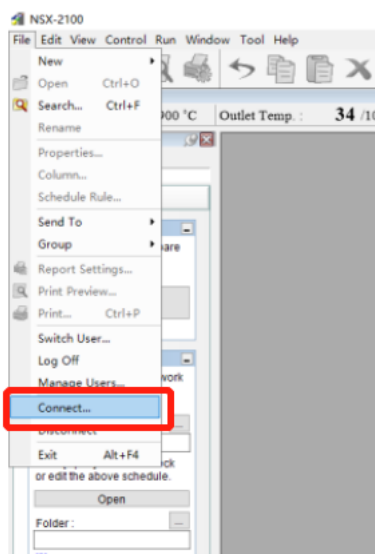


图 6-18

Step 3. 软件界面

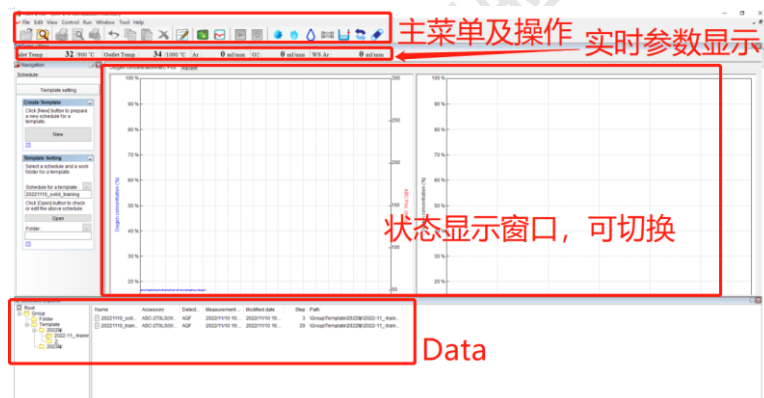




图 6-19

6.3.2.3 燃烧炉准备

Step1. 载入气体

点击菜单栏上的  蓝色图标, 使之成为如下状态图标 。然后观察监视条框中, 气流显示是否正常。气体用量: Ar 300 ml/min (200 ml/min+100 ml/min); O₂: 400 ml/min。

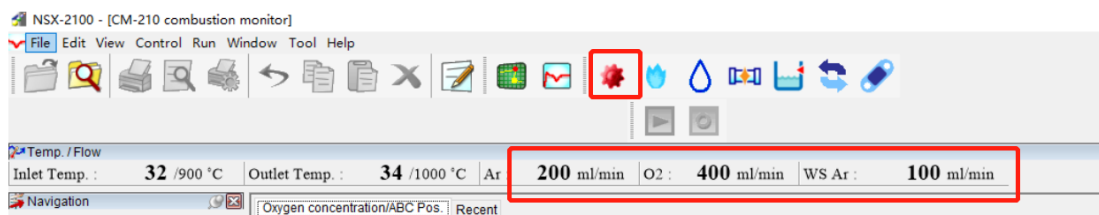






图 6-20

 : 设备气路阀控制按钮, 点击即开气/关气;

 : 燃烧炉加热控制按钮, 点击即开始加热/停止加热;

Step 2. 开温度

打开 HF-210 加热开关, 点击温度开关, 弹出对话框【Do you turn on the heater switch?】, 点击【是】, 进行确认。待气体流量稳定后, 点击菜单栏上的蓝色图标, 使之成为如下状态图标。然后观察监视条框中, 温度显示是否正常, 待温度升到设定值 (大约 30-40 min), 可开始测试。

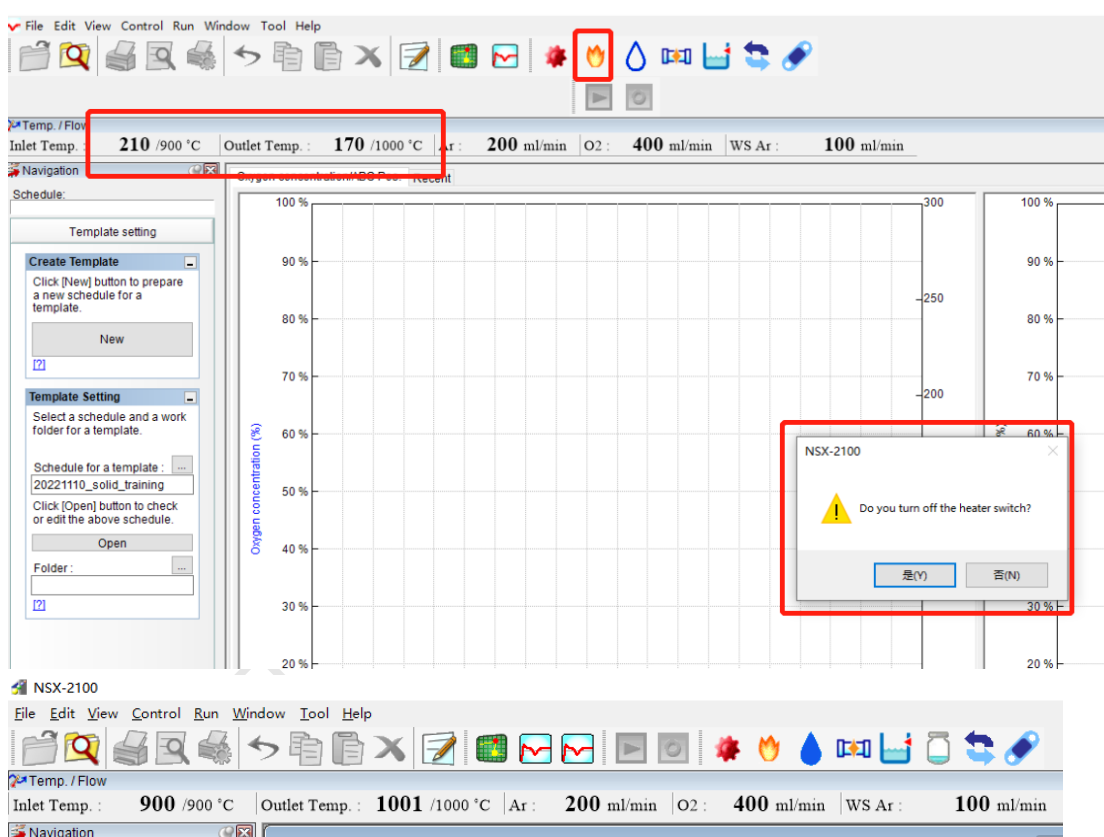


图 6-21

注: 如 HF-210 面板加热开关 (HEATER)为关闭状态, 设备会进行开机提醒。此时, 请开启加热开关 (HEATER), 点击提醒框【确定】, 再次点击加热开关。

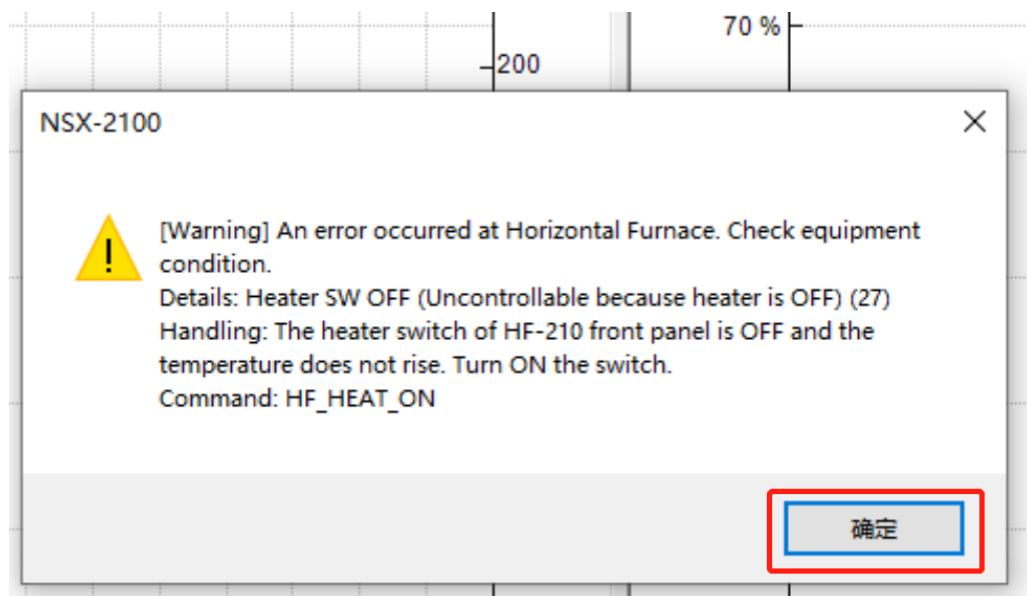


图 6-22

注意：先开气体，确认气体正常后，再加热。

6.4 测试思路

6.4.1 液体样品

➤ 燃烧炉序列（液体进样器）：

样品舟空白---Blank（至少三针，以离子色谱 blank 信号为准）---标准溶液（从低浓度到高浓度，最低浓度跑两针）---Blank（至少三针，以离子色谱 blank 信号为准）---样品溶液（可能需要进行预实验进行评估，有高浓度样品，需要插入 Blank）---Blank（多针，至 IC 信号至测试初始状态，保证裂解管寿命，降低系统空白）---standby（降温，气体待机，wait 60 min, 关气）

➤ 预实验：

（1）未知浓度的样品，可降低进样体积 20 ul，与 STD 对比，预估样品浓度应在 STD 定标范围内；

（2）高浓度样品，参考（1）；

（3）低浓度样品：多次进样燃烧，一次定容到 IC 进行检测（注意定容体积，加湿水）。

6.4.2 固体样品

➤ 燃烧炉序列（液体进样器--固体进样器--液体进样器）：

1. 液体进样器：样品舟空白---Blank（至少三针，以离子色谱 blank 信号为准）---标准溶液（从低浓度到高浓度，最低浓度跑两针）---Blank（至少三针，以离子色

谱 blank 信号为准);

2. **固体进样器**: 固体样品 (可能需要进行预实验进行评估, 有高浓度样品, 可以加空样品舟)

3. **液体进样器**: Blank (多针, 至 IC 信号至测试初始状态, 保证裂解管寿命, 降低系统空白) ---standby (降温, 气体待机, wait 60 min, 关气)

➤ 预实验:

(1) 未知浓度的样品, 可降低进样质量 10-20 mg, 与 STD 对比, 预估样品浓度应在 STD 定标范围内;

(2) 高浓度样品, 参考 (1);

(3) 低浓度样品: 多次进样燃烧, 一次定容到 IC 进行检测 (注意定容体积, 加湿水);

(4) 固体样品裂解效果不佳, 可加助燃剂 WO_3 和 V_2O_5 (1:1), 助燃剂放样品舟内部平铺, 上层加样品。

6.5 运行序列

6.5.1 NSX-21001x 软件使用

6.5.1.1 工作模板的使用

(注: 管理员操作)

① 工作模板的文件夹归属, 删除, 复制方法介绍。

➤ 点击 View→Explorer→Schedule, 让 Schedule 显示于软件窗口

➤ 选中 Template 右键→New→Folder (此步骤为建立 Template 文件夹下的子文件夹)

***注意不要选择 New 中的 Group。**

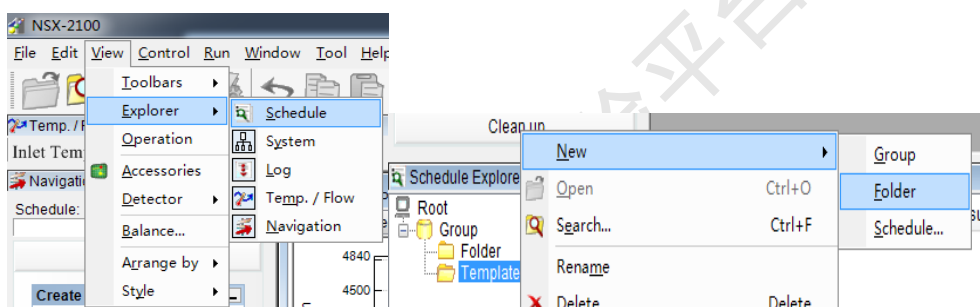
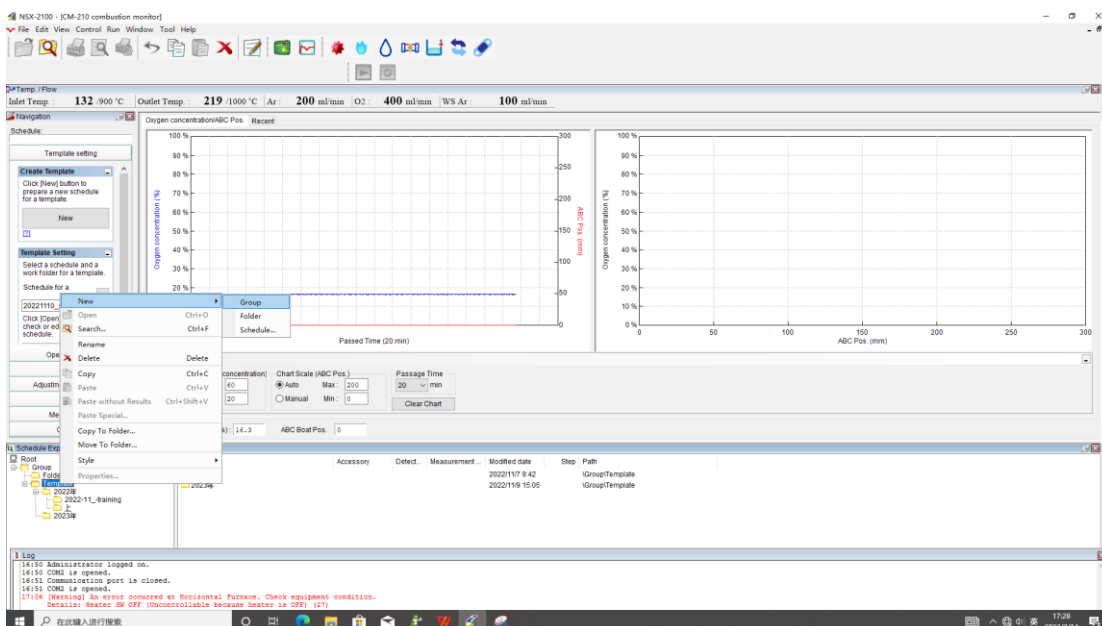


图 6-23

- 建立完子目录以年份命名，之后每年建立一次子目录，以相应年份命名，将该年建立的工作模板存入相应的文件夹，便于数据管理。

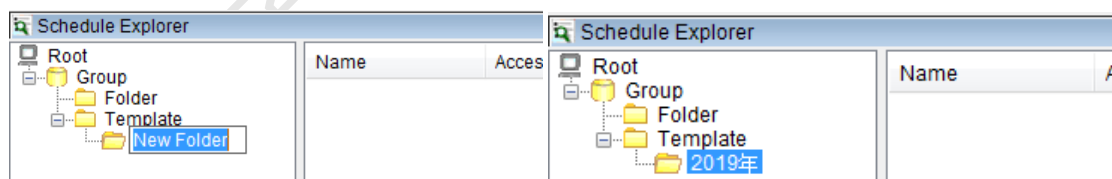


图 6-24

做完 6.5.1.1 之后，关掉 Schedule Explorer 界面，回到主界面。

6.5.1.2 建立工作模板

Step1. 点击 New→弹出对话框，选择 6.1 中建立的相应年份文件夹→OK。

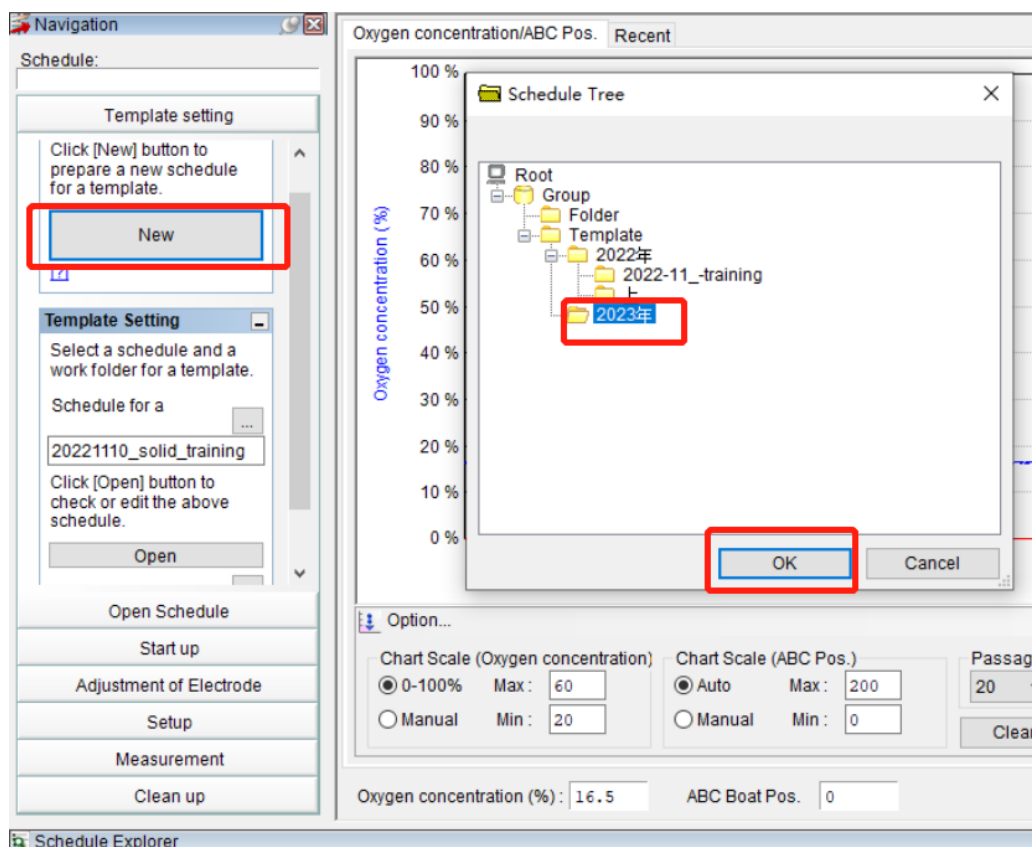


图 6-25

Step 2. 弹出对话框中 Schedule Name: 输入建立日期 (或其他自己便于分别的模板名称)。其余部分按照图中所选, 依次选择所要使用的模块。

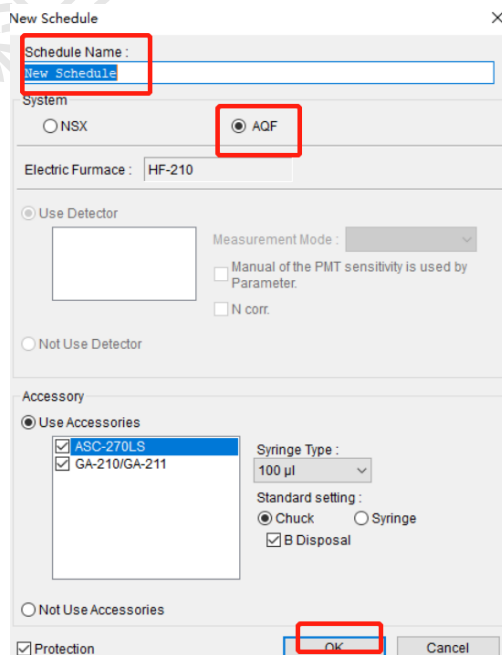


图 6-26

* 左下角 Protection 意思为保护模板数据不可更改删除, 正常情况, 建议不予打勾。

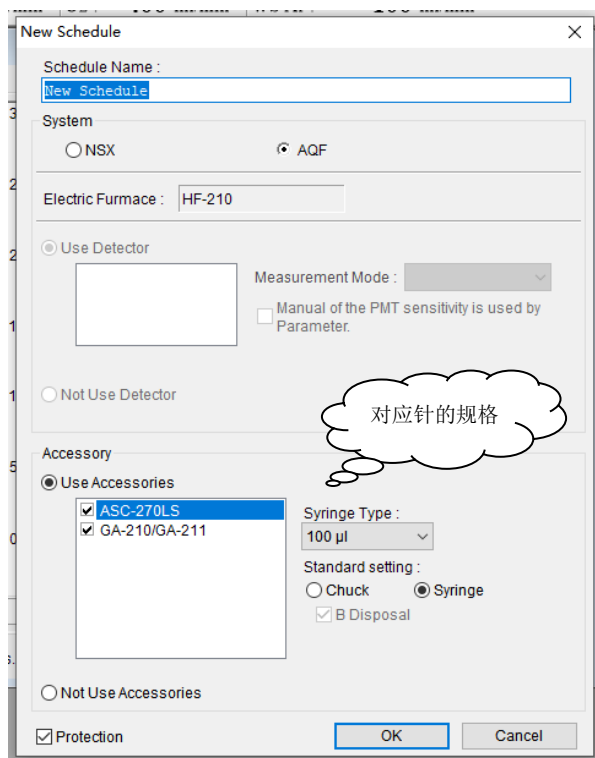


图 6-27

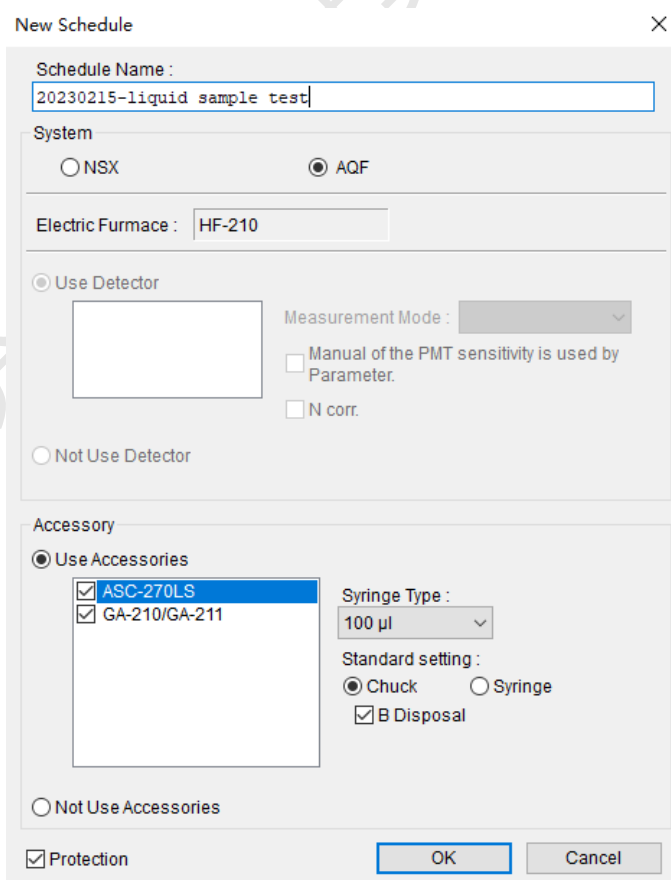


图 6-28

Step 3. 选择好配置, 点击 OK, 即可弹出工作模板, 如下。

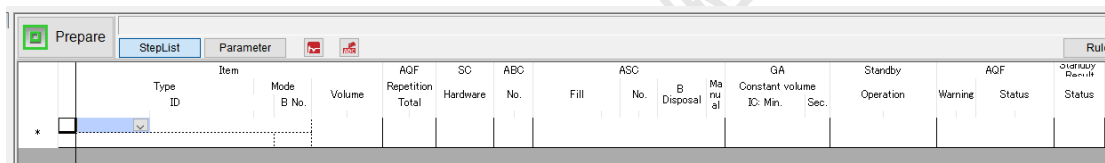
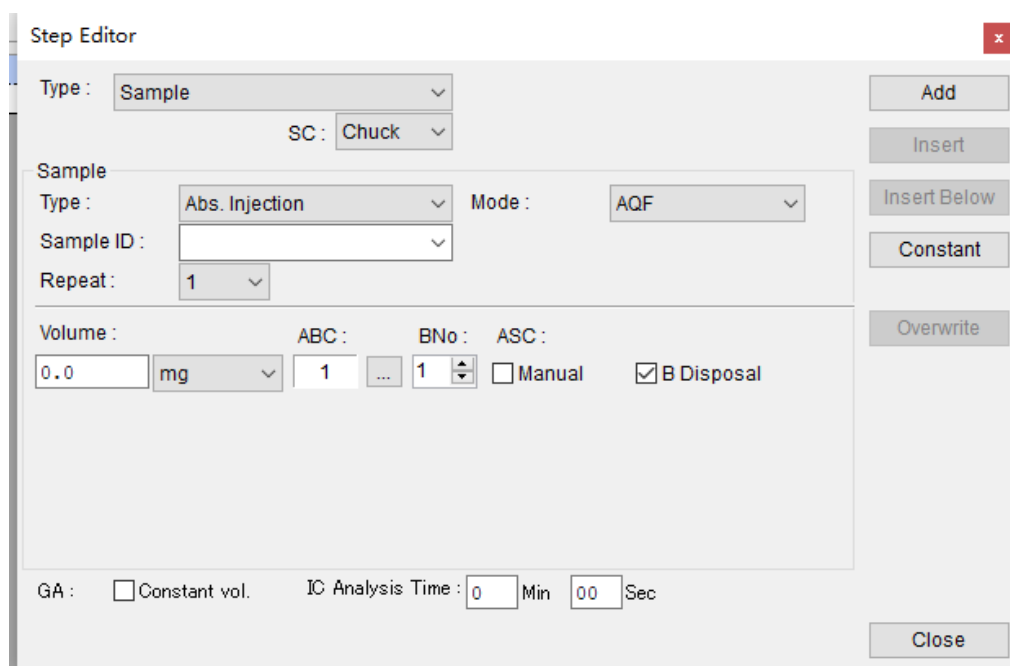


图 6-29

* 一个工作模板可储存 999 个数据, 不需要每天建立, 次日可直接打开之前建立好的工作模板。

Step 4. 更改 GA-210/211 参数

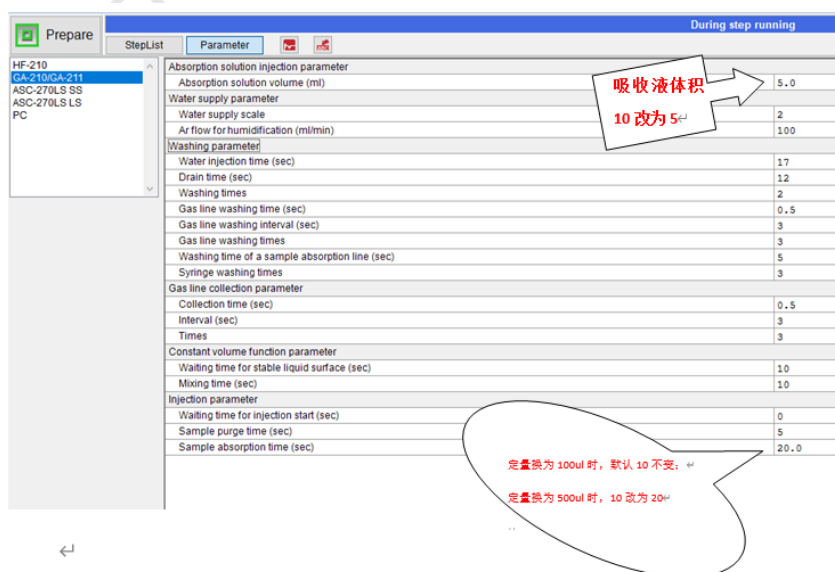


图 6-30

6.5.1.3 建立工作模板

➤ 打开工作模板

点击 Template Setting 下的第一个 Schedule for a template: [...] 中灰色框→弹出对话框, 选择 6.5.1.2 中建立的相应年份文件夹中要使用的工作模板→OK→模板名字显示在 Schedule for a template: [...] 下面的框里→点击下方的 Open。

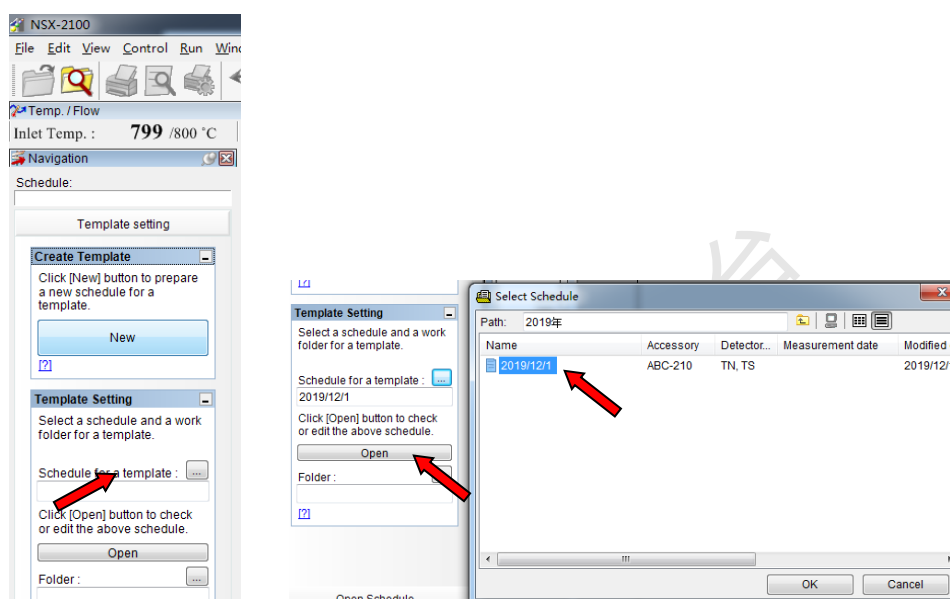


图 6-31

6.5.2 燃烧离子色谱液体样品测试

注意：溶液样品

6.5.2.1 液体样品表编辑序列

➤ 燃烧炉序列：

样品舟空白---Blank（至少三针，以离子色谱 blank 信号为准）---标准溶液（从低浓度到高浓度，最低浓度跑两针）---Blank（至少三针，以离子色谱 blank 信号为准）---样品溶液（可能需要进行预实验进行评估，有高浓度样品，需要插入 Blank）---Blank（多针，至 IC 信号至测试初始状态，保证裂解管寿命，降低系统空白）---standby（降温，气体待机，wait 60 min, 关气）

➤ 预实验：

（1）未知浓度的样品，可降低进样体积 20 ul，与 STD 对比，预估样品浓度应在 STD 定标范围内；

（2）高浓度样品，参考（1）；

(3) 低浓度样品：多次进样燃烧，一次定容到 IC 进行检测（注意定容体积，加湿水）。

6.5.2.2 液体样品表编辑

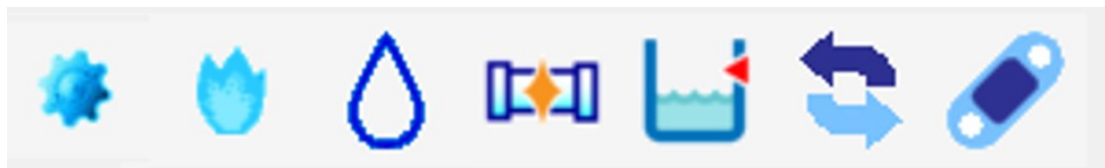


图 6-32

图标自左向右：



：开/关气体；



：开/关炉子；



：Water pump on by click(温度和气体均需达到目标设定)；



：Wash all（务必确认气体已加入再点击清洗操作，或者将管路断开）；



：chuck/syringe change head replace:更换固体或者液体机械臂；



：Boat setting:

➤ 样品行顺序

- (1) 样品舟空白
- (2) Blank（至少三针，以离子色谱 blank 信号为准）
- (3) 标准溶液（从低浓度到高浓度，最低浓度跑两针）
- (4) Blank（至少三针，以离子色谱 blank 信号为准）
- (5) 样品溶液（可能需要进行预实验进行评估，有高浓度样品，需要插入 Blank）
Blank（多针，至 IC 信号至测试初始状态，保证裂解管寿命，降低系统空白）
- (6) standby(降温，气体待机，wait 60 min, 关气)

Prepare		Ready															
StepList		Parameter															
Item	Type	Mode	Volume	AQF	SC	ABC	ASC			GA	Standby		AQF		Standby Result		
	ID	B No.		Repetition Total	Hardware	No.	Fill	No.	B Disposal	Manual	Constant volume	IO: Min.	Sec.	Operation	Warning	Status	
1	Standby	Boat Prebake															
2	Sample	Abs. Injection	100 µl	1	Syringe	1	100										
3	Sample	Abs. Injection	100 µl	1	Syringe	1	100										
4	Sample	Abs. Injection	100 µl	1	Syringe	1	100										
5	Sample	Abs. Injection	100 µl	1	Syringe	1	100										
6	Sample	Abs. Injection	100 µl	1	Syringe	1	100										
7	Sample	Abs. Injection	100 µl	1	Syringe	1	100										
8	Sample	Abs. Injection	100 µl	1	Syringe	1	100										
9	Sample	Abs. Injection	100 µl	1	Syringe	1	100										
10	Sample	Abs. Injection	100 µl	1	Syringe	1	100										
11	Sample	Abs. Injection	100 µl	1	Syringe	1	100										
..	Sample	Abs. Injection		1													

图 6-33

➤ 样品列说明:

在燃烧炉纵向包括 Item, AQF, SC, ABC, ASC, GA, Standby, AQF, Standby 等

(1) Item:

➤ ID---Standby (烧舟/关机) 或者 Sample (测样, 包括空白、标品和样品)

ID--- Boat Prebake 烧舟程序; Abs Injection: 测样, 包括空白、标品和样品

下层备注样品名称

ID---Heater Off: 停止加热, 将炉温, 一般测样结束后, 与 Standby 同时使用;

ID---Gas Standby: 保持气体, 一般 Heater Off 之后, 与 Standby 同时使用;

ID---Wait: 气体等待, 一般在 Gas Standby 之后, 与 Standby 同时使用;

ID---Gas Valve Off: 关气体, 一般在 Wait 之后, 与 Standby 同时使用。

	Item			Volume
	Type	Mode	B No.	
	ID			
1	Standby	Boat Prebake	1	
2	Sample	Abs. Injection	AQF	100 µl
	BK H2O		1	
3	Sample	Abs. Injection	AQF	100 µl
	BK H2O		1	
4	Sample	Abs. Injection	AQF	100 µl
	BK H2O		1	
5	Sample	Abs. Injection	AQF	100 µl
	Std mix 0.5		2	
6	Sample	Abs. Injection	AQF	100 µl
	Std mix 0.5		2	
7	Sample	Abs. Injection	AQF	100 µl
	Std mix 2		3	

图 6-34

➤ Mode: B No

Standby 烧舟: 下拉设置为 1

Sample 程序: mode 选择 AQF, B No 代表 ASC-270LS 进样瓶的位置;

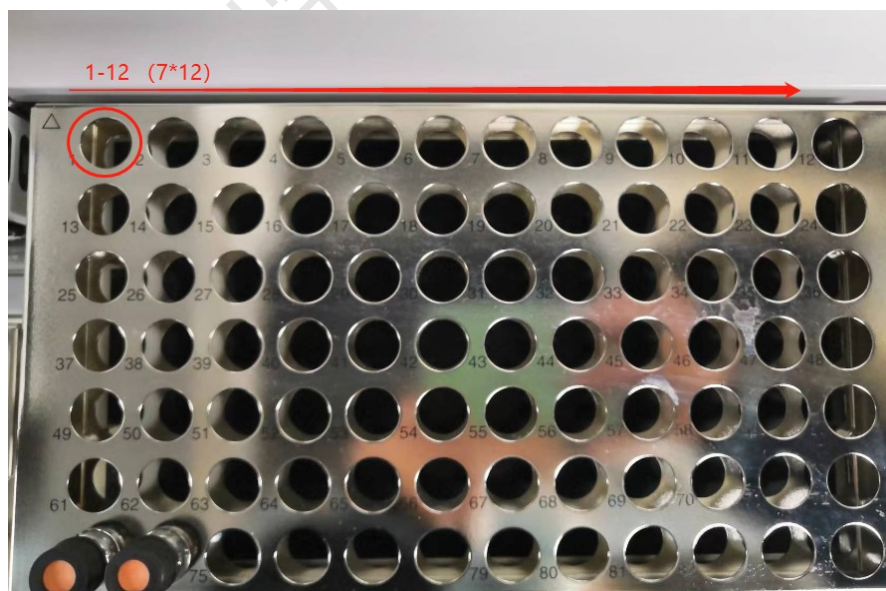


图 6-35

➤ Volume: ASC-270LS 进样器液体进样体积;

	Item			Volume
	Type	Mode	B No.	
	ID			
1	Standby	Boat Prebake	1	
2	Sample	Abs. Injection	AQF	100 µl
	BK H2O		1	
3	Sample	Abs. Injection	AQF	100 µl
	BK H2O		1	
4	Sample	Abs. Injection	AQF	100 µl
	BK H2O		1	
5	Sample	Abs. Injection	AQF	100 µl

图 6-36

(2) AQF 列: Repetition/Total

- Repetition: **进样次数** (常规样品 1 次, >1 次, 通常用于低含量样品浓缩富集)
 - 1: 代表 1 次燃烧, 再定容;
 - 2: 代表 1 次燃烧+1 次燃烧, 再定容。最多燃烧 5 次
- Total: 总的进样量: 100 ul。

AQF	
Repetition	
Total	
1	100
1	100
1	100

图 6-37

(3) SC/Hardware 列: 液体进样选择 Syringe; 固体进样:chuck

SC
Hardware
Syringe
Syringe
Syringe

图 6-38

(4) ABC/No.

(非常重要, 切勿选错)选择燃烧程序:

液体选择 1

固体选择 2

粘稠状未知样品选择 3;

烧舟选择 10

ABC
No.
10 ...
1 ...
1 ...

图 6-39

(5) ASC: Fill/No./B Disposal/ Manual

ID 为 Standby: 不用填写;

ID 为 Sample: Fill 108 ul; No.: 进样/推样速度, 进样针清洗次数, 通常选择 1

B Disposal/ Manual: 不设置;

Manual: 自动不进样, 不勾选。

ASC			
Fill	No.	B Disposal	Manual
		<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>
108 / 110ul ...	1 ...	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>
108 / 110ul ...	1 ...	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>
108 / 110ul ...	1 ...	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>
108 / 110ul ...	1 ...	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>
108 / 110ul ...	1 ...	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>

图 6-40

(6) GA: Constant volume/IC: min/sec

Enable: 定容; Disable: 不定容; 需要选择定容 Enable;

IC: min 离子色谱运行时间, 查看离子色谱运行方法确认;

Sec: 缓冲时间, 设置为 30 s

GA	
Constant volume	
IC: Min.	Sec.
Enable	22:30
Enable	22:30
Enable	22:30
Enable	22:30

图 6-41

(7) 根据需要设置完整的进样列表(到气体阀关闭止), 并检查样品序列。

6.5.2.3 离子色谱样品表编辑

Step1.在 Data 界面, 点击 Aquion---课题组---用户文件夹, 自主上机的用户, 无此路径, 请联系仪器管理员。

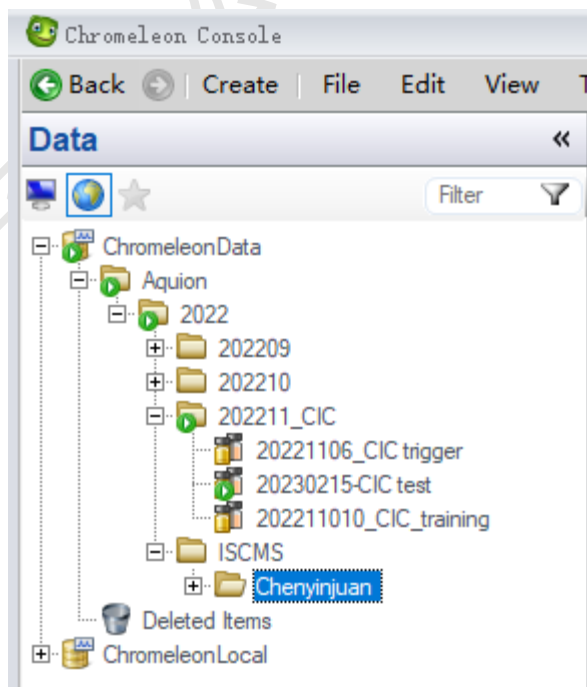


图 6-42

Step 2. 新建 Sequence 序列

选中文件后, 点击 Create---Sequence..., 并按向导操作, 在 Method & Processing 步

骤, 务必选择 202211-CIC 路径下的方法文件 and 数据处理文件, 最后点击 Finish 确认, 并以日期-CIC 进行命名保存。

方法: 必须调用 20221106_CIC_Trigger 方法文件, 如果方法需要修改, 在此方法文件上进行修改, 另存, 并加入 trigger 字符, 用于区分燃烧炉触发进样。

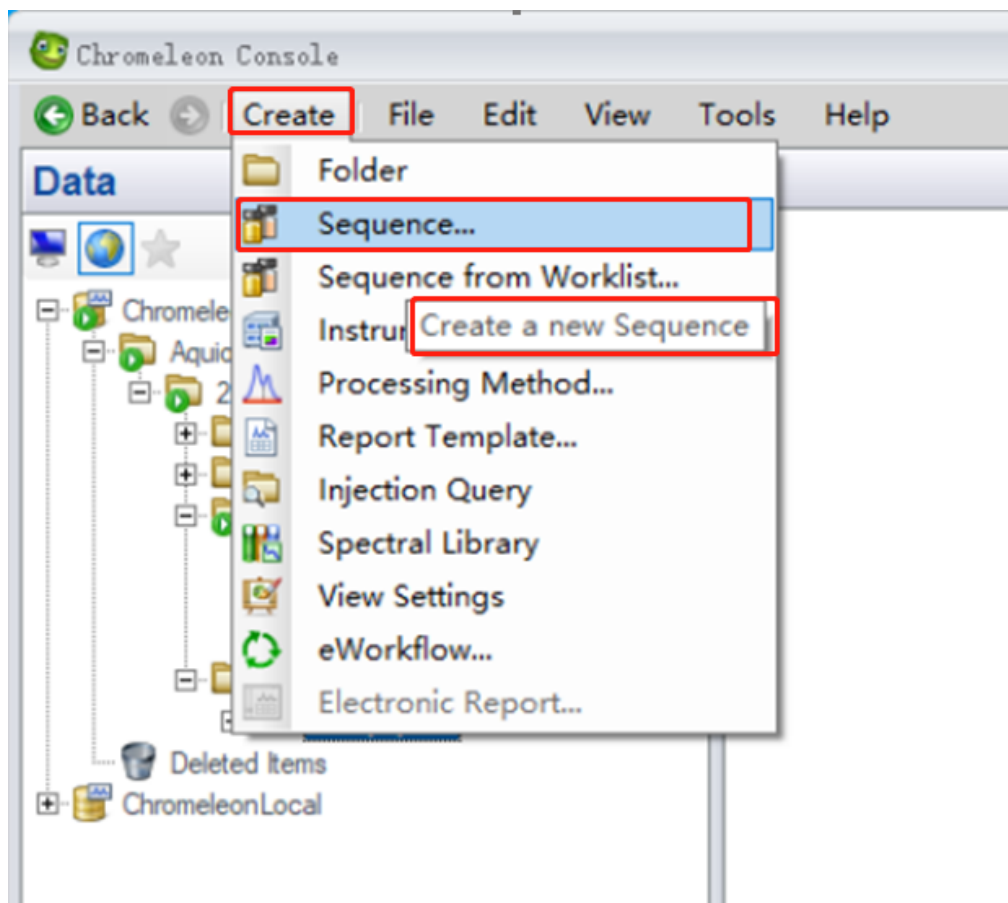


图 6-43



图 6-44

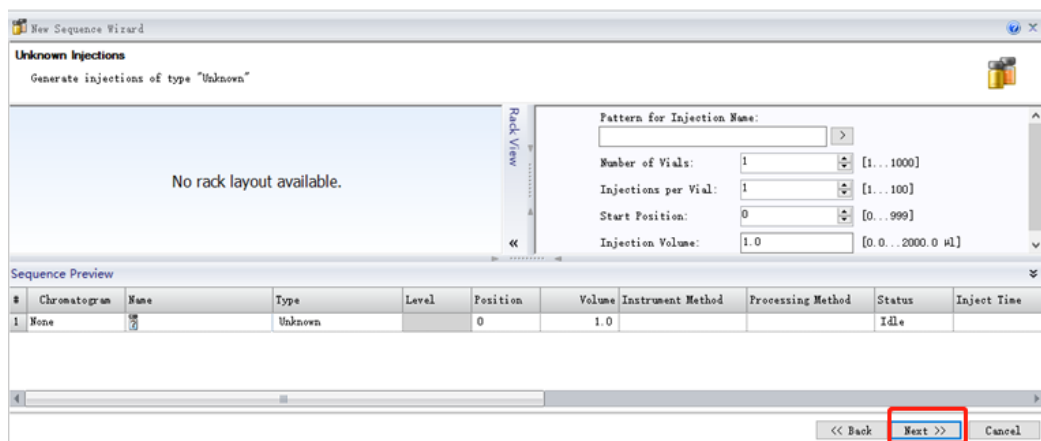


图 6-45



图 6-46

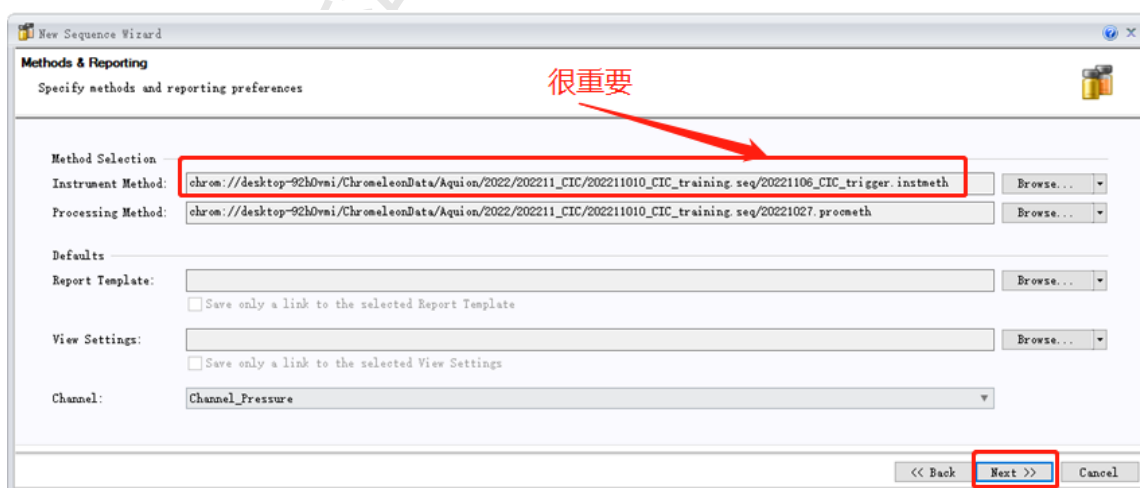


图 6-47



图 6-48

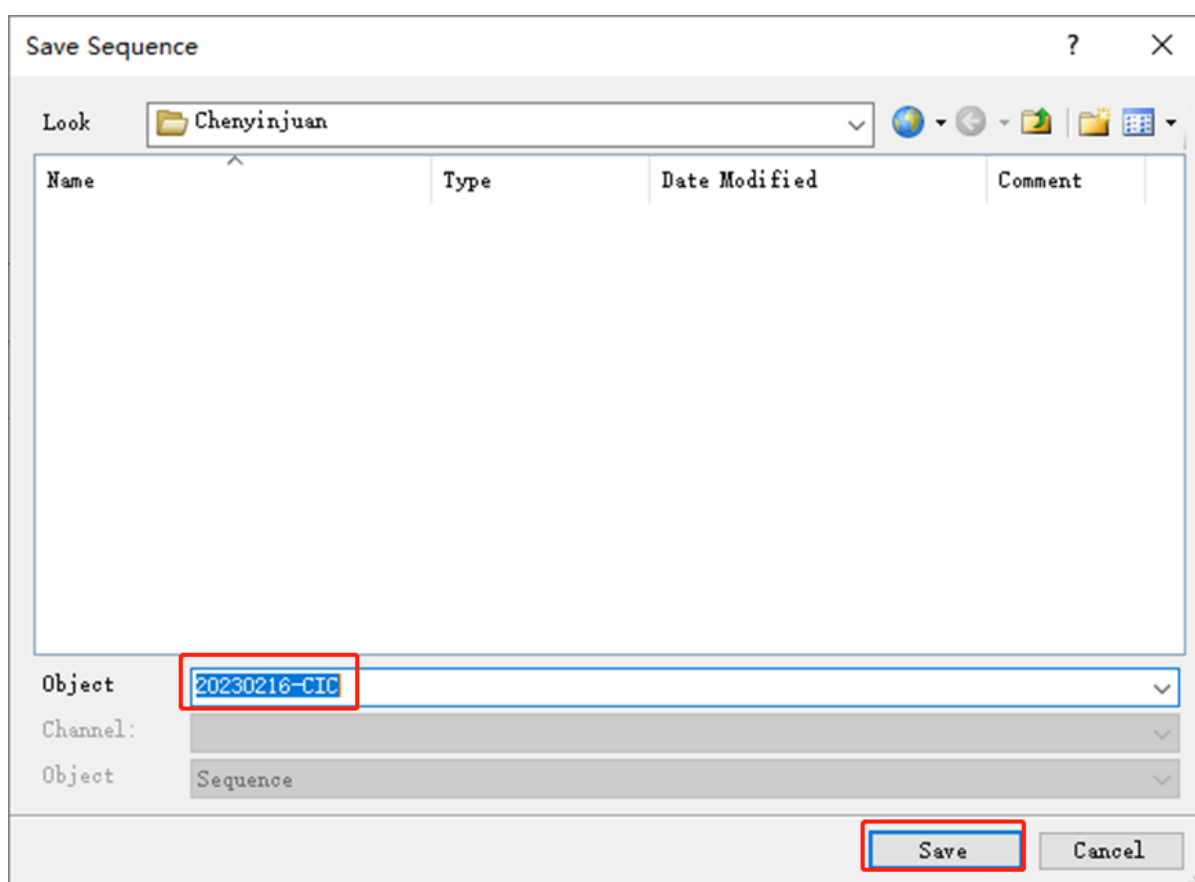


图 6-49

Step 3. 编辑 IC 进样列表

编辑好样品名称(Name)、样品类型(Type)、仪器方法(Instrument Method)、处理方法(Processing Method)等样品信息。点击Start下拉菜单中的Add to Queue, 将序列发送至队列中。

- Name: (与AQF-2100 Steplist中样品名称一致) 比如ZYY_WRY_20230216_BK_01;

- Type: 运行样品所有都选择为unknown/standard/blank 请根据需要选择;
- Instrument Method: 下来选择CIC的仪器运行方法;
- Processing Method: 下来选择程序默认的数据处理方法。
- 点击 Insert Row, 增加新的样品行;
- 行数: 与 AQF-2100 steplist 中, sample 行总数相同 (即扣除 standby 以外); 所有编辑好后保存。



Volume [μL]	Instrument Method	Processing Method	Status
1.0	20221106_CIC_trigger	20221027	Finished
1.0	20221106_CIC_trigger	20221027	Finished
1.0	20221106_CIC_trigger	20221027	Finished
1.0	20221106_CIC_trigger	20221027	Finished
1.0	20221106_CIC_trigger	20221027	Finished
1.0	20221106_CIC_trigger	20221027	Finished
1.0	20221106_CIC_trigger	20221027	Finished
1.0	20221106_CIC_trigger	20221027	Finished
1.0	20221106_CIC_trigger	20221027	Finished
1.0	20221106_CIC_trigger	20221027	Finished
1.0	20221106_CIC_trigger	20221027	Running

Click here to add a new injection

图 6-50

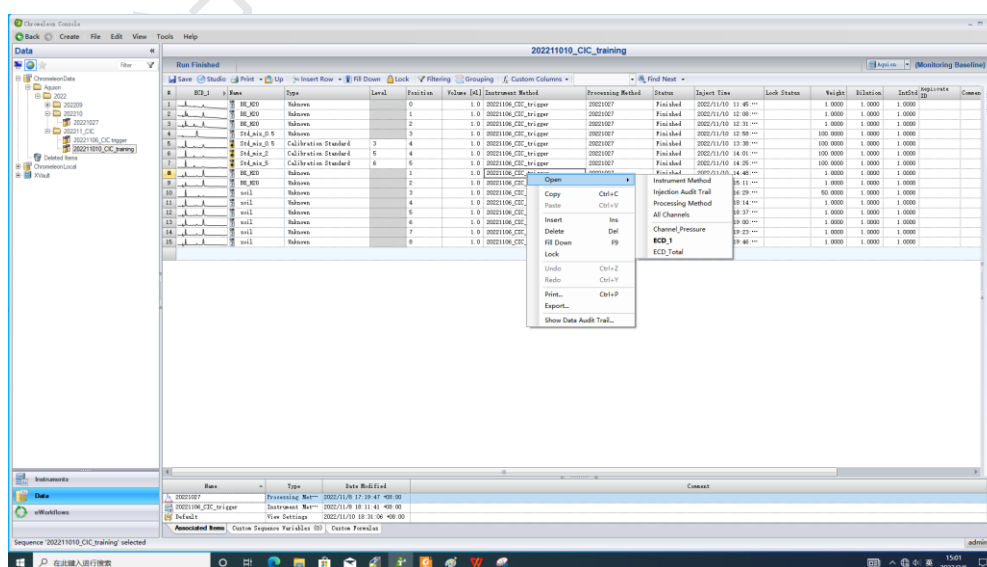


图 6-51

6.5.2.4 运行

Step1. 提交离子色谱运行。回到Instrument主界面, 点击Queue菜单中的Ready Check检查序列编辑是否有错误。当Ready check result显示为Successful, 点击Start按钮即开始运行序列。

注: 应选择由此Options---run Smart Shutdown.

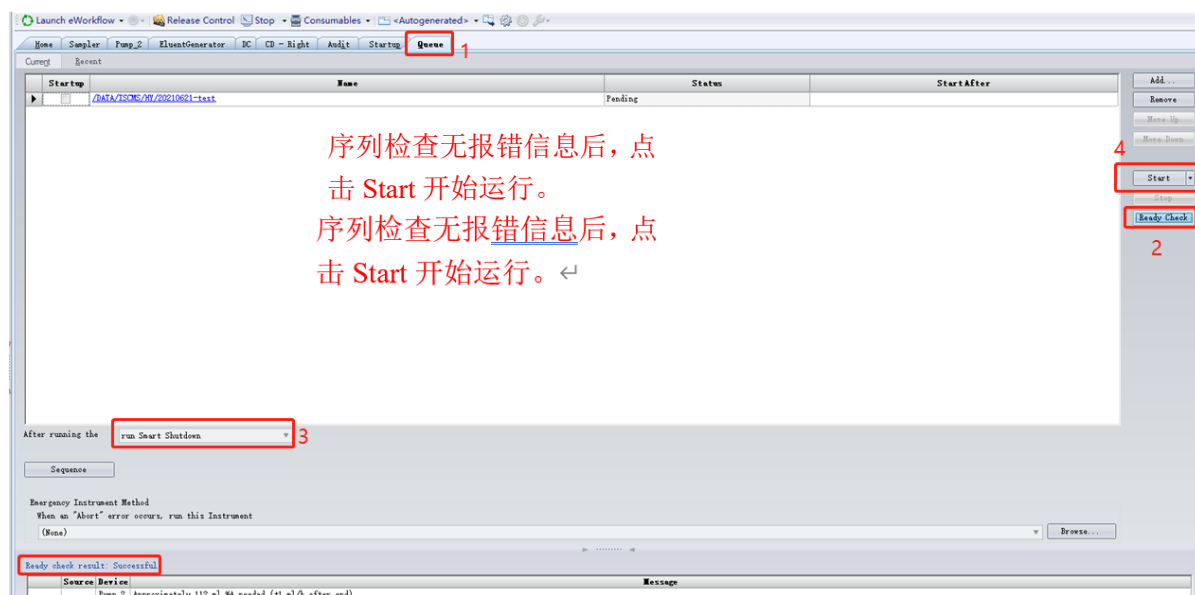


图 6-52

Step 2 提交燃烧炉序列运行。

点击“Prepare”准备, 点击 Start 开始运行序列。此时自动进样器, 弹出液体进样舟提醒(图 6-54)。操作者应按向导进行液体空白样品舟(含石英棉)的检查: 点击【Cover Open】, 液体自动进样器移开, 进样样品舟窗口弹出; 如进样仓内无空样品舟, 请放置样品舟, 如有, 即可点击【Cover Close】, 自动进样器关闭进样仓, 最终点击 Finish, 等待窗口关闭。之后仪器开始按序列进行烧舟、测试以及关机程序运行。(注意 CIC 测试过程中务必及时补充稀释水和加湿水)

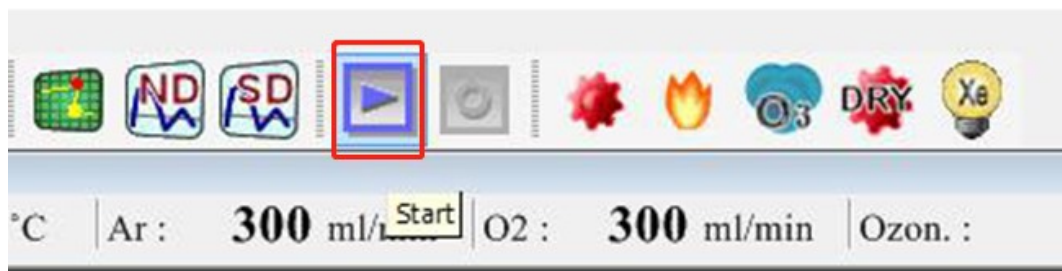


图 6-53

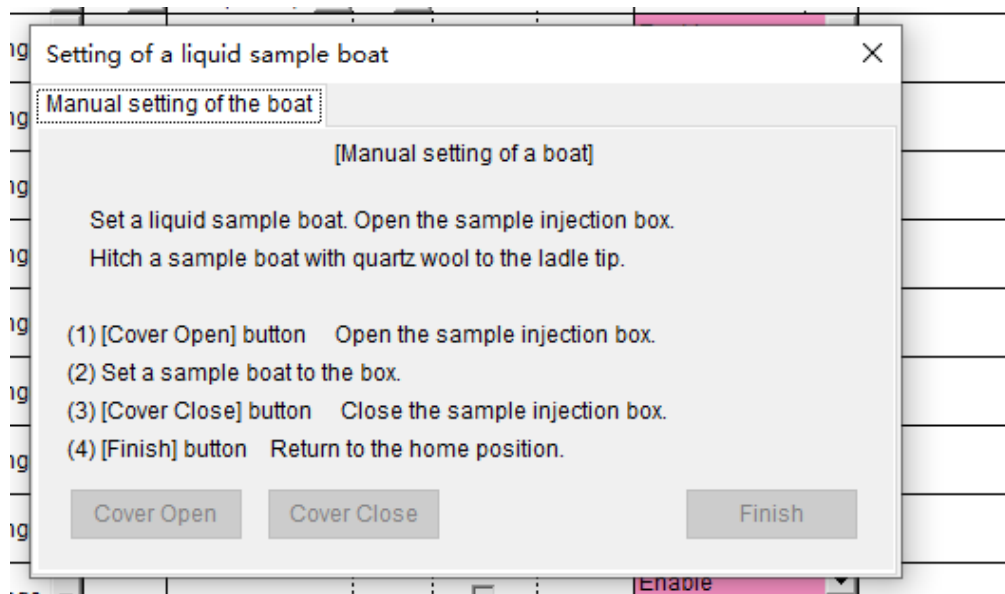


图 6-54

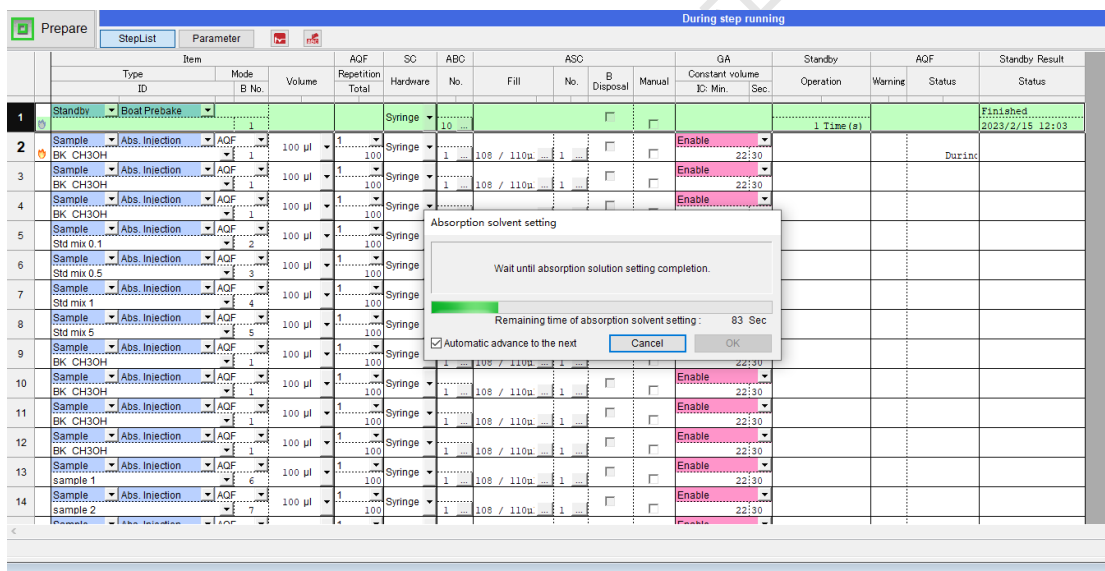


图 6-55

注意事项:

1. 样品针 (Syring & chuck)
2. 设备运行过程中, 发现未知错误, 需要先进行降温;
3. 关闭 NSX-2100 软件, 关闭 HF-210(燃烧炉) 和 ASC-270LS (自动进样器) 的面板电源;

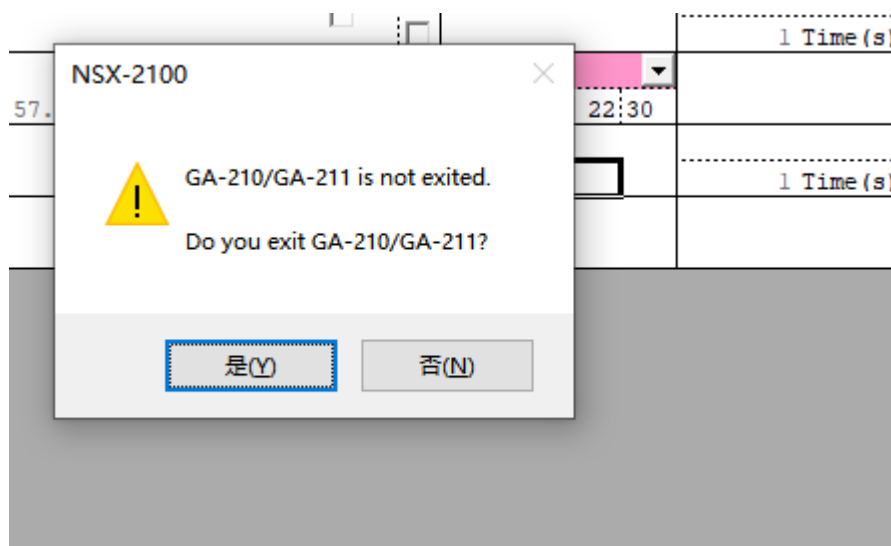


图 6-56

点击 No(不进行清洗, 以免溶液进入炉内)

4. 断开 ASC-270LS 后面板通讯线, 并将 HF-210 模块的通信线 (以面向主机, 最右边) 接入到 ASC-270LS;

5. 打开 ASC-270LS 的前面板电源

6.5.3 燃烧离子色谱固体样品测试

CIC测固体, 离子色谱部分操作完全一样, 燃烧炉模块硬件和软件有切换。

6.5.3.1 燃烧炉固体样品序列

先回顾下固体样品的测试思路: 燃烧炉序列 (液体进样器--固体进样器--液体进样器):

1. 液体进样器: 样品舟空白---Blank (至少三针, 以离子色谱 blank 信号为准)---标准溶液 (从低浓度到高浓度, 最低浓度跑两针)---Blank (至少三针, 以离子色谱 blank 信号为准);

2. 固体进样器: 固体样品 (可能需要进行预实验进行评估, 有高浓度样品, 可以加空样品舟)

3. 液体进样器: Blank (多针, 至 IC 信号至测试初始状态, 保证裂解管寿命, 降低系统空白)---standby (降温, 气体待机, wait 60 min, 关气)

对于 1,3 液体进样器序列表的填写, 与 6.5.2 燃烧离子色谱液体样品测试一致。中间涉及 1-2 阶段 syringe-chuck 的切换。具体切换方式参见附件 1。

Prepare		No gas flow																
StepList		Parameter																
No.	Type	Item		Volume	AQF Repetition Total	SC Hardware	ABC No.	ASC			B Disposal	Ma nu al	GA		Standby Operation	AQF Warning	AQF Status	Standby Result
		ID	Mode					Fill	No.	Constant volume IC: Min. Sec.								
1	Standby	Boat Prebake	1	100 µl	1	Syringe	10								1 Time (s)			
2	Sample	Abs Injection	AQF	100 µl	1	Syringe	1	108 / 110u	1				Enable	22:30				
3	Sample	Abs Injection	AQF	100 µl	1	Syringe	1	108 / 110u	1				Enable	22:30				
4	Sample	Abs Injection	AQF	100 µl	1	Syringe	1	108 / 110u	1				Enable	22:30				
5	Sample	Abs Injection	AQF	100 µl	1	Syringe	1	108 / 110u	1				Enable	22:30				
6	Sample	Abs Injection	AQF	100 µl	1	Syringe	1	108 / 110u	1				Enable	22:30				
7	Sample	Abs Injection	AQF	100 µl	1	Syringe	1	108 / 110u	1				Enable	22:30				
8	Sample	Abs Injection	AQF	100 µl	1	Syringe	1	108 / 110u	1				Enable	22:30				
9	Sample	Abs Injection	AQF	100 µl	1	Syringe	1	108 / 110u	1				Enable	22:30				
10	Sample	Abs Injection	AQF	100 µl	1	Syringe	1	108 / 110u	1				Enable	22:30				
11	Sample	Abs Injection	AQF	100 µl	1	Syringe	1	108 / 110u	1				Enable	22:30				
12	Sample	Abs Injection	AQF	100 µl	1	Syringe	1	108 / 110u	1				Enable	22:30				

图 6-57

➤ 固体样品列说明:

在燃烧炉纵向包括 Item, AQF, SC, ABC, ASC, GA, Standby, AQF, Standby 等

(8) Item:

➤ ID---Standby (烧舟/关机) 或者 Sample (测样, 包括空白, 标品和样品)

ID--- Boat Prebake 烧舟程序; Abs Injection: 测样, 包括空白, 标品和样品

下层备注样品名称

ID---Heater Off: 停止加热, 将炉温, 一般测样结束后,与 Standby 同时使用;

ID---Gas Standby:保持气体, 一般 Heater Off 之后, 与 Standby 同时使用;

ID---Wait: 气体等待, 一般在 Gas Standby 之后, 与 Standby 同时使用;

ID---Gas Valve Off:关气体, 一般在 Wait 之后, 与 Standby 同时使用。

	Item			Volume
	Type	Mode	B No.	
	ID			
1	Standby	Boat Prebake	1	
2	Sample	Abs. Injection	AQF	100 µl
	BK H2O		1	
3	Sample	Abs. Injection	AQF	100 µl
	BK H2O		1	
4	Sample	Abs. Injection	AQF	100 µl
	BK H2O		1	
5	Sample	Abs. Injection	AQF	100 µl
	Std mix 0.5		2	
6	Sample	Abs. Injection	AQF	100 µl
	Std mix 0.5		2	
7	Sample	Abs. Injection	AQF	100 µl
	Std mix 2		3	
	Sample	Abs. Injection	AQF	

图 6-58

➤ Mode: B No

Standby 烧舟程序: 下拉设置为 1

Sample 程序: mode 选择 AQF, B No 代表 ASC-270LS 样品舟的位置;

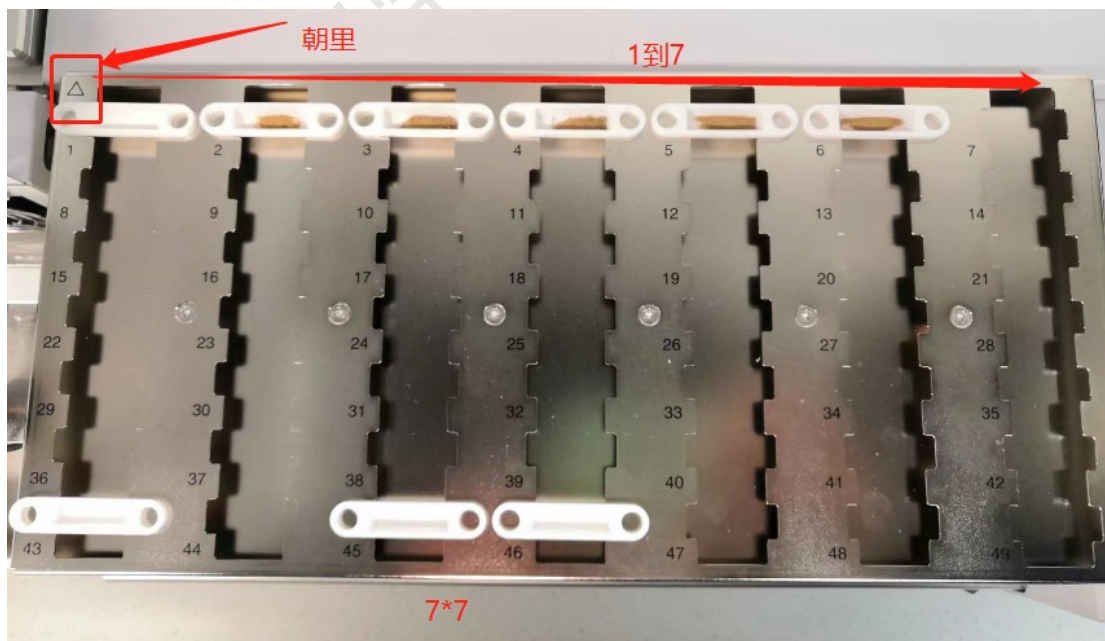


图 6-59

➤ Volume: ASC-270LS 进样器固体样品质量 (精准称量质量);

Sample	Abs. Injection	AQF	50 mg	1	50	Chuck	2	...
solid sample1		1						
Sample	Abs. Injection	AQF	45 mg	1	45	Chuck	2	...
solid sample2		2						
Sample	Abs. Injection	AQF	49 mg	1	49	Chuck	2	...
solid sample3		3						
Sample	Abs. Injection	AQF	45.5 mg	1	45.5	Chuck	2	...
solid sample4		4						
Sample	Abs. Injection	AQF	0 mg	1	0	Chuck	2	...
blank boat		5						
Sample	Abs. Injection	AQF	0 mg	1	0	Chuck	2	...
blank boat		5						
Sample	Abs. Injection	AQF	0 mg	1	0	Chuck	2	...
blank boat		5						
Sample	Abs. Injection	AQF	0 mg	1	0	Chuck	2	...
blank boat		5						
Standby	Heater Off							

图 6-60

(9) AQF 列: Repetition/Total

- Repetition: 进样次数 (常规样品 1 次, >1 次, 通常用于低含量样品浓缩富集)
 - 1: 代表 1 次燃烧, 再定容;
 - 2: 代表 1 次燃烧+1 次燃烧, 再定容。最多燃烧 5 次
- Total: 总的进样量: 总的燃烧质量。

AQF	50 mg	1	50	Chuck	2	...	5
1							
AQF	45 mg	1	45	Chuck	2	...	5
2							
AQF	49 mg	1	49	Chuck	2	...	5
3							
AQF	45.5 mg	1	45.5	Chuck	2	...	5
4							
AQF	0 mg	1	0	Chuck	2	...	8
5							
AQF	0 mg	1	0	Chuck	2	...	8
5							
AQF	0 mg	1	0	Chuck	2	...	8
5							
AQF	0 mg	1	0	Chuck	2	...	8
5							

图 6-61

(10) SC/Hardware 列: 固体进样:chuck

g	1	Chuck	2	58 / 110ul	1
g	1	Chuck	2	53 / 110ul	1
g	1	Chuck	2	57 / 110ul	1
g	1	Chuck	2	53.5 / 110ul	1
g	1	Chuck	2	8 / 110ul	1
g	1	Chuck	2	8 / 110ul	1
g	1	Chuck	2	8 / 110ul	1
g	1	Chuck	2	8 / 110ul	1

图 6-62

(11) ABC/No.

(非常重要, 切勿选错) 选择燃烧程序:

固体选择 2

粘稠状未知样品选择 3;

烧舟选择 10

0	Chuck	2	58 / 110ul	1
5	Chuck	2	53 / 110ul	1
9	Chuck	2	57 / 110ul	1
5	Chuck	2	53.5 / 110ul	1
0	Chuck	2	8 / 110ul	1
0	Chuck	2	8 / 110ul	1
0	Chuck	2	8 / 110ul	1
0	Chuck	2	8 / 110ul	1

图 6-63

(12) ASC: Fill/No./B Disposal/ Manual

ID 为 Standby: 不用填写;

ID 为 Sample: Fill 110 ul; No.: 进样/推样速度, 进样针清洗次数, 通常选择 1

B Disposal/ Manual: 不设置;

Manual: 自动不进样, 不勾选。

2	58 / 110ul	1	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	Enable	22:30
2	53 / 110ul	1	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	Enable	22:30
2	57 / 110ul	1	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	Enable	22:30
2	53.5 / 110ul	1	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	Enable	22:30
2	8 / 110ul	1	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	Enable	22:30
2	8 / 110ul	1	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	Enable	22:30
2	8 / 110ul	1	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	Enable	22:30
2	8 / 110ul	1	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	Enable	22:30

图 6-64

(13) GA: Constant volume/IC: min/sec

Enable: 定容; Disable: 不定容; 需要选择定容 Enable;

IC: min 离子色谱运行时间, 查看离子色谱运行方法;

Sec: 缓冲时间, 设置为 30 s

GA	
Constant volume	
IC: Min.	Sec.
Enable	22:30
Enable	22:30
Enable	22:30

图 6-65

(14) 根据需要设置完整的进样列表(到气体阀关闭止), 并检查样品序列。

13	Sample solid sample1	Abs. Injection 1	AQF	50 mg	1	Chuck	2	58 / 110ul	1	Enable	22:30
14	Sample solid sample2	Abs. Injection 2	AQF	45 mg	1	Chuck	2	53 / 110ul	1	Enable	22:30
15	Sample solid sample3	Abs. Injection 3	AQF	49 mg	1	Chuck	2	57 / 110ul	1	Enable	22:30
16	Sample solid sample4	Abs. Injection 4	AQF	45.5 mg	1	Chuck	2	53.5 / 110	1	Enable	22:30
17	Sample blank boat	Abs. Injection 5	AQF	0 mg	1	Chuck	2	8 / 110ul	1	Enable	22:30
18	Sample blank boat	Abs. Injection 5	AQF	0 mg	1	Chuck	2	8 / 110ul	1	Enable	22:30
19	Sample blank boat	Abs. Injection 5	AQF	0 mg	1	Chuck	2	8 / 110ul	1	Enable	22:30
20	Sample blank boat	Abs. Injection 5	AQF	0 mg	1	Chuck	2	8 / 110ul	1	Enable	22:30
21	Standby	Heater Off									
22	Standby	Gas Standby									
23	Standby	Wait								Min	Sec
										60	00
24	Standby	Gas Valve Off									
25	Standby	Heater Standby									

图 6-66

6.5.3.2 运行

注意：燃烧炉序列提交后，系统会自动弹出样品舟提醒，液体进样时进样仓内须有带石英棉的样品舟；固体进样，务必取出样品舟（chuck 会将内部液体的石英棉样品舟取出放在固体进样器 49 位）。

参见液相样品测试，提交离子色谱序列和燃烧炉序列。

注意事项：

1. 样品针（Syring & chuck）
2. 设备运行过程中，发现未知错误，需要先进行降温；
3. 关闭 NSX-2100 软件，关闭 HF-210(燃烧炉) 和 ASC-270LS（自动进样器）的面板电源；

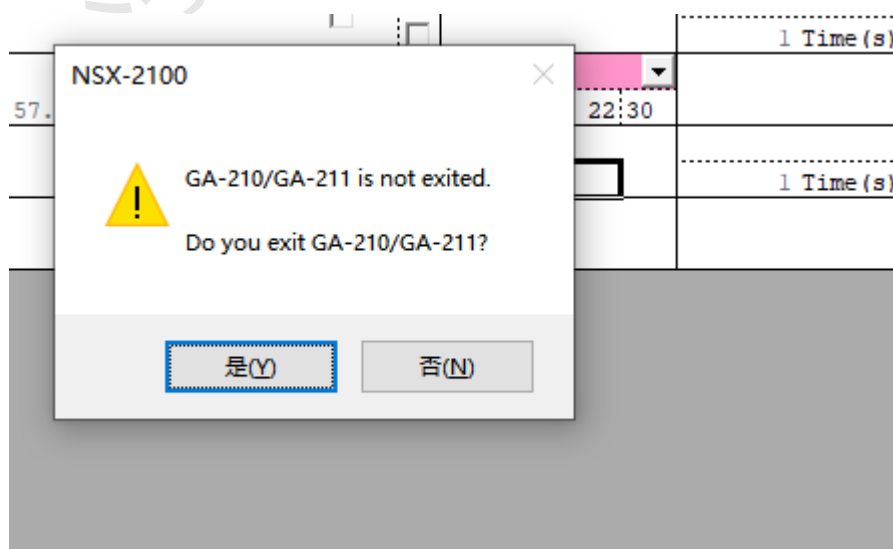


图 6-67

点击 No(不进行清洗, 以免溶液进入炉内)

4. 断开 ASC-270LS 后面板通讯线, 并将 HF-210 模块的通信线 (以面向主机, 最右边) 接入到 ASC-270LS;
5. 打开 ASC-270LS 的前面板电源

6.6 数据处理

6.6.1 积分设置

如图6-68, 打开数据, 选中菜单栏中Processing Method, 然后如图6-69和6-70所示设置Detection、Component Table参数, 对样品进行定性和定量分析。

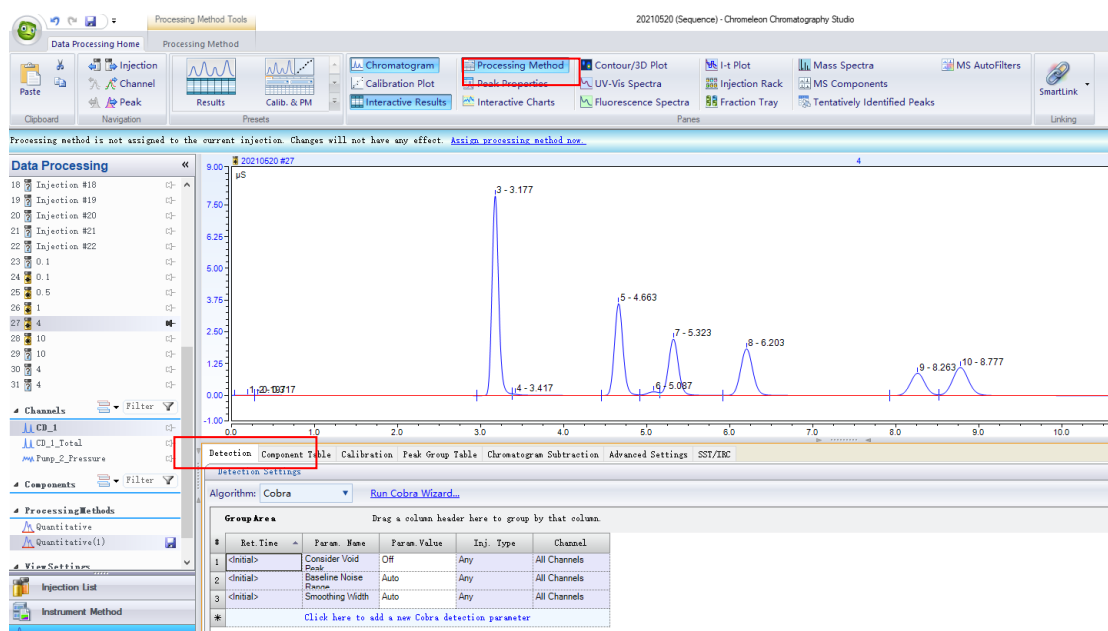


图 6-68

Detection参数设置: 如图6-69所示, 点击Run Cobra Wizard, 根据积分向导, 设置积分时间、基线、最小峰面积等参数。

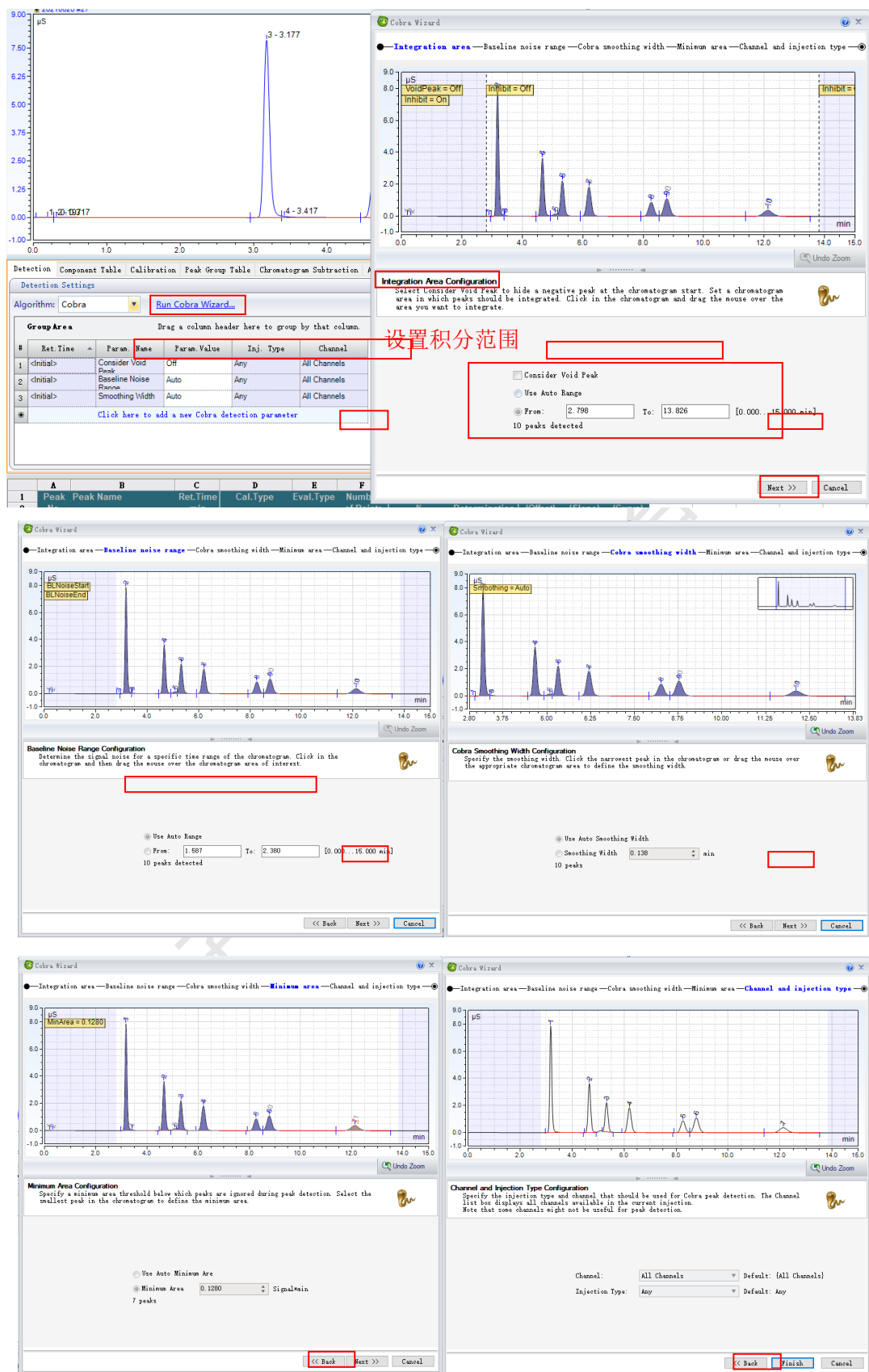


图 6-69

Component Table参数设置：如图6-70，点击Run Component Table Wizard，根据积

分向导，将6-69中识别的目标峰进行定义。然后在化合物列表中输入各组分的名称。在Component菜单栏任一列抬头单击右键，然后单击Add Level设置标准曲浓度。此时，标准曲线编辑完成。

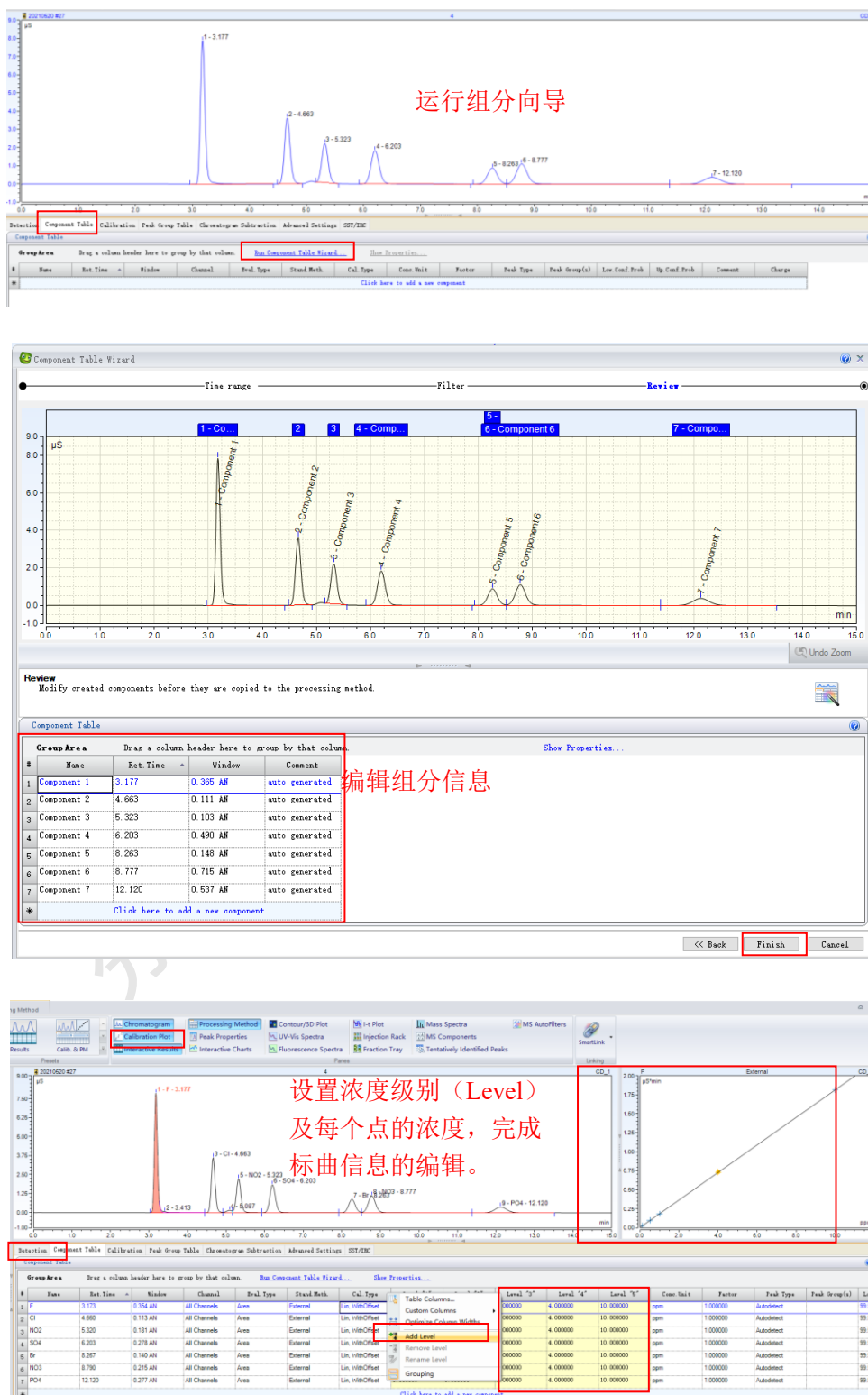
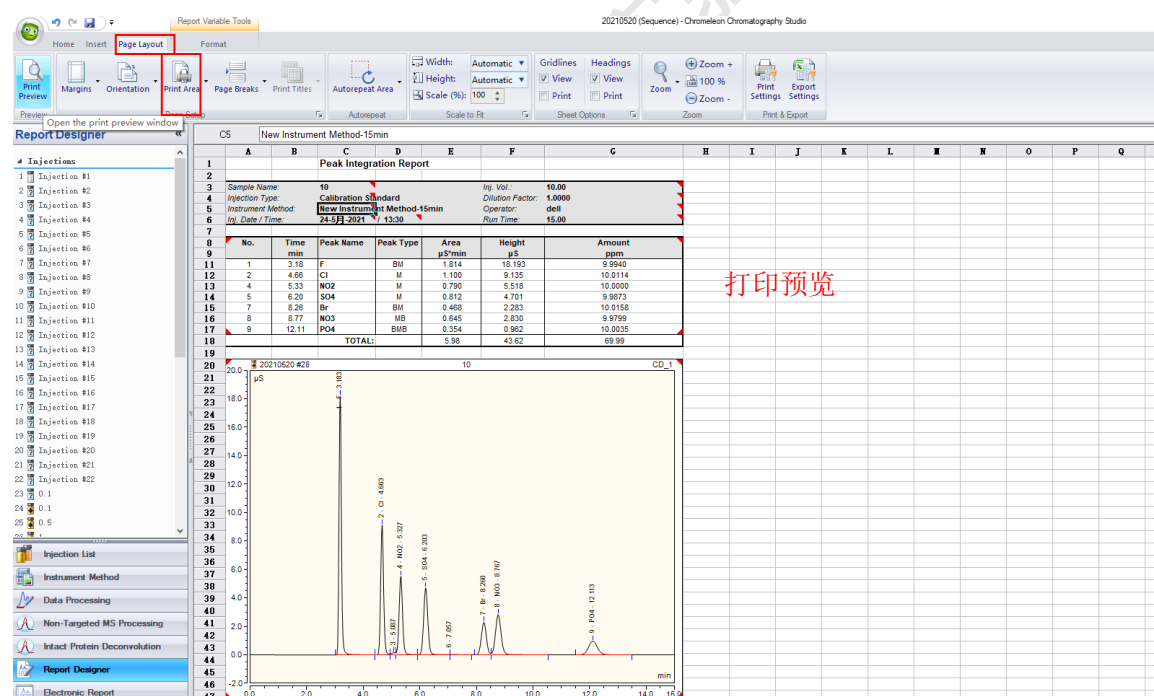
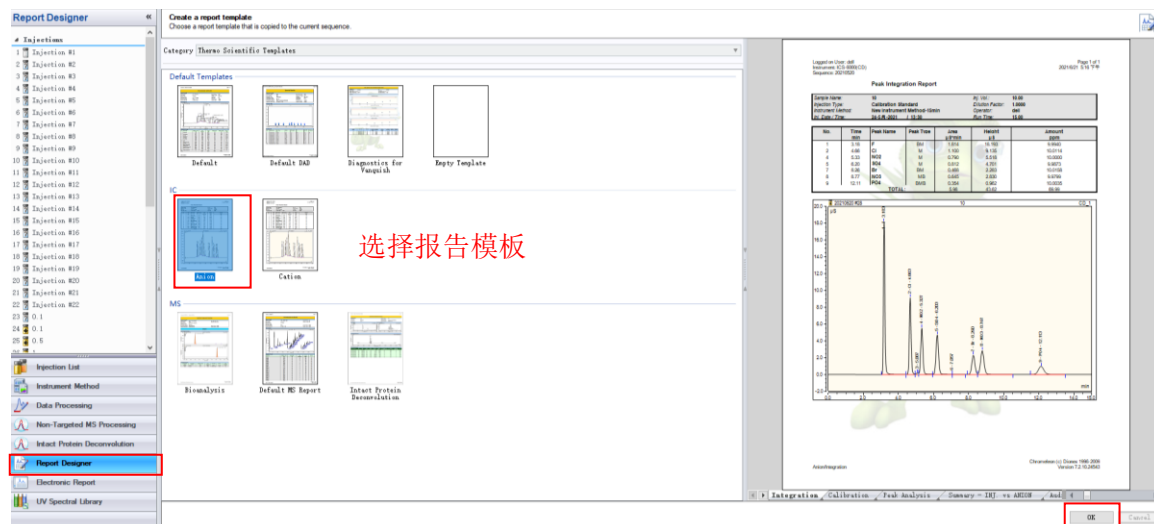
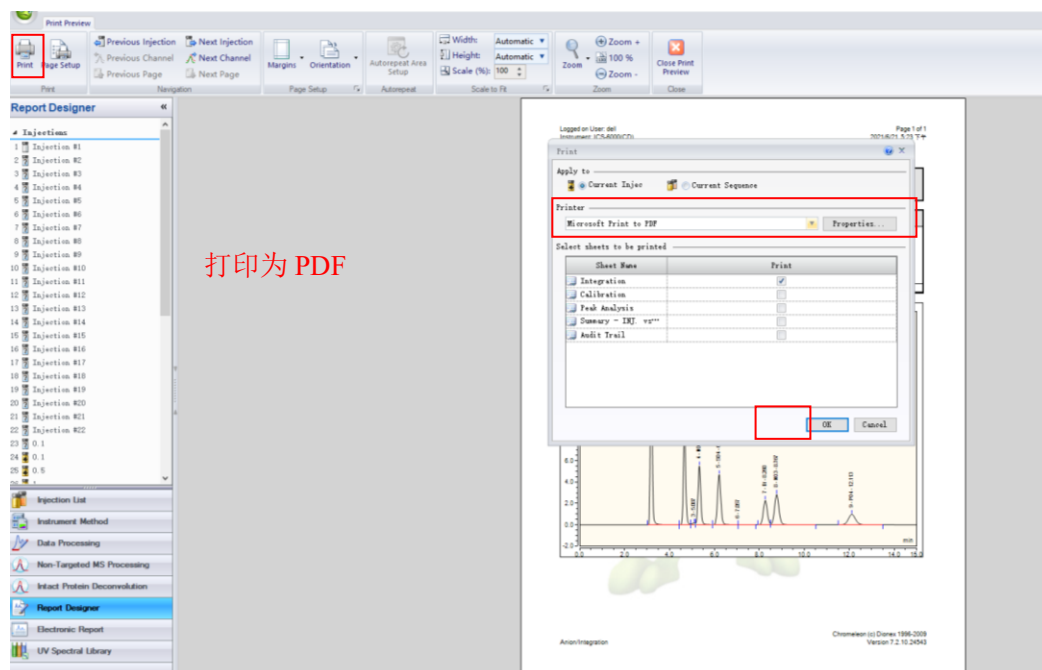


图 6-70

6.7 报告输出

如图6-71, 点击Report Designer, 在IC中选择Anion (阴离子) 模板或Cation (阳离子) 模板, 点击OK, 即可生成报告。点击Page Layout→Print Preview, 即可预览报告打印模式。点击Print, 选择Microsoft Print to PDF, 输出PDF报告。





打印为 PDF

图 6-71

6.8 关机

CIC 运行完，燃烧炉部分会根据程序设置进行降温、停气并进入待机。

- (1) 检查燃烧炉降温停气状态；
- (2) 实验结束，检查燃烧炉已完成所有 Standby 程序（出现运行时间），温度降低，气体停止后，关闭硬件燃烧炉前面板的 Heater 开关；
- (3) 关闭氩气和氧气气瓶减压阀及气瓶总阀；
- (4) 关闭离子色谱：依次关闭 CDTot Right---Suppressor ---CRTC---EGC---Pump 流速。

6.9 实验结束处理

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

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

7. 相关/支撑性文件

Q/WU FLHR001 文件编写规范

8. 记录

燃烧离子色谱仪使用记录表。

9. 附件

附录一：syringe 与 chuck 切换

分子科学公共实验平台

附录一: Syringe 与 Chuck 切换

固体液体不同点:

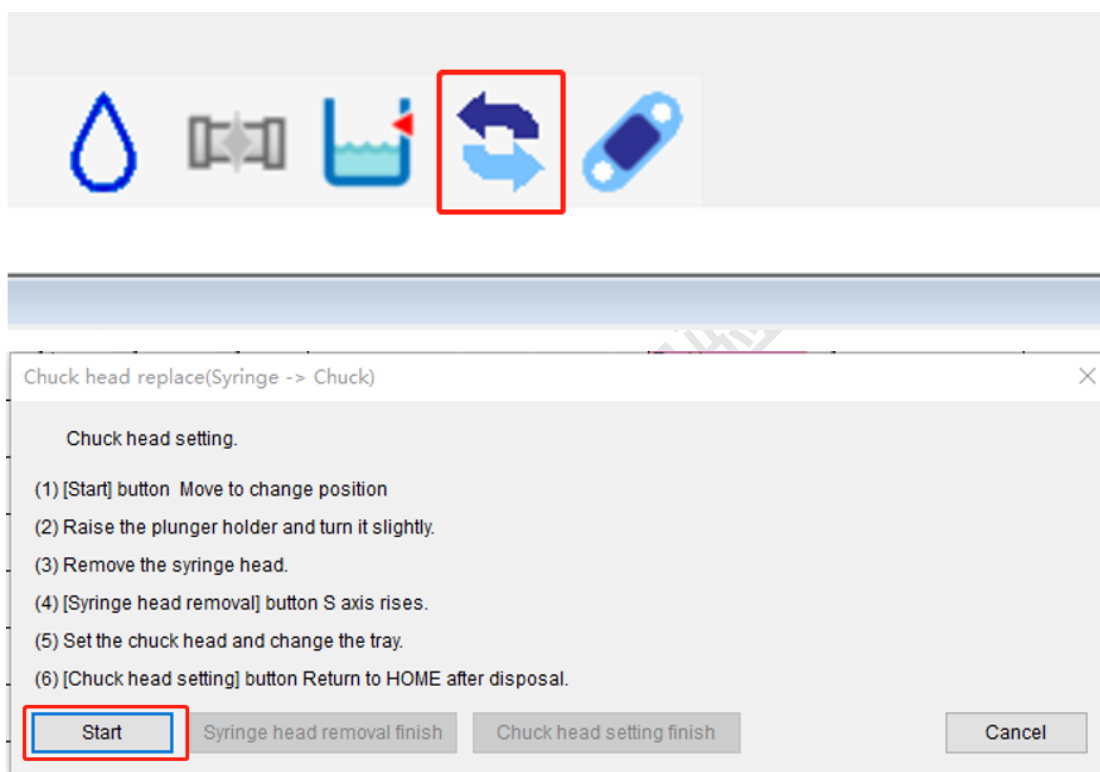
液体: syringe, 液体进样小瓶, 液体进样盘+内部有带石英棉的陶瓷样品舟;

固体: chuck, 陶瓷舟进样, 固体进样盘, 内部禁止再人为放入样品舟。

软件切换

Step1.

点击主界面 Syringe&chuck change 图标, 弹出对话框, 点击 Start



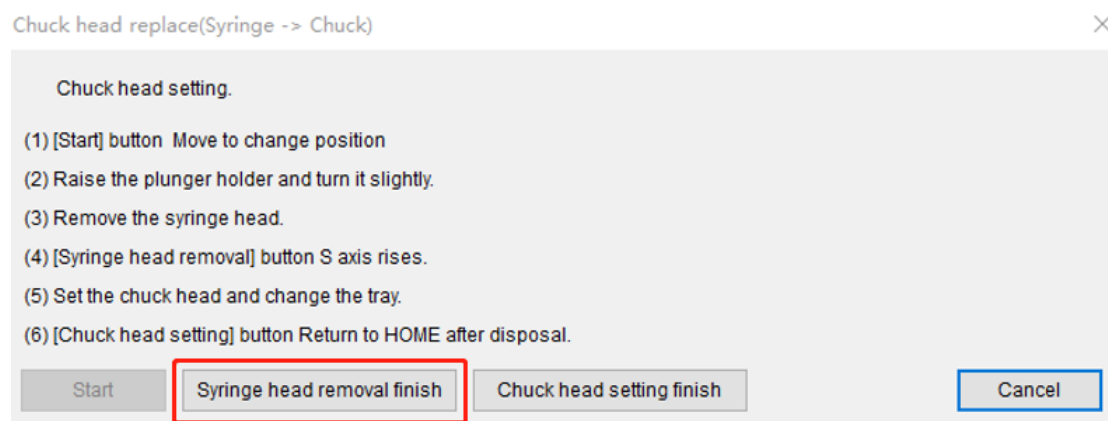
Step2. 向外拉开 Syringe/chuck 外侧玻璃门

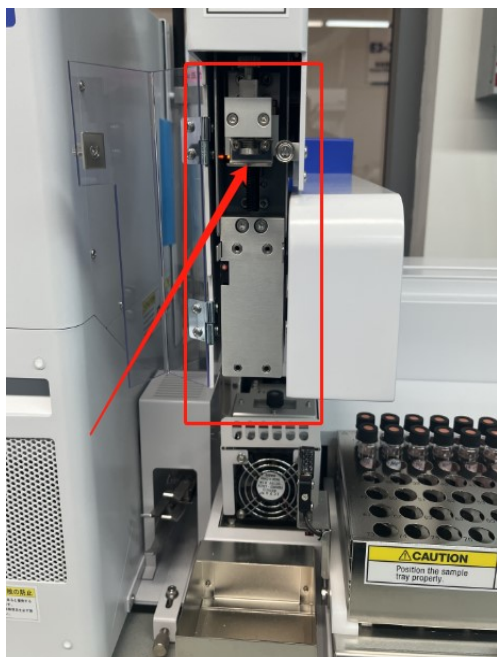


Step3. 松动 Syringe 正面的两个螺丝（手松动，不需要工具），然后将 Syringe 取出，用锡箔纸包好，放入抽屉；

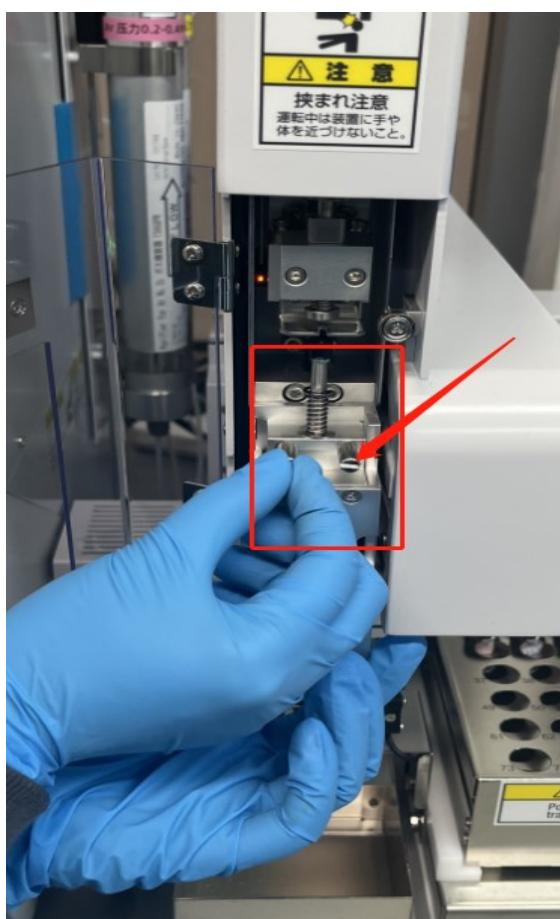


Step4. 回到软件窗口，点击 Syringe head removal finish 按钮，此时机械臂注射器顶部螺杆会自动上移，**严禁手动调节螺杆**；





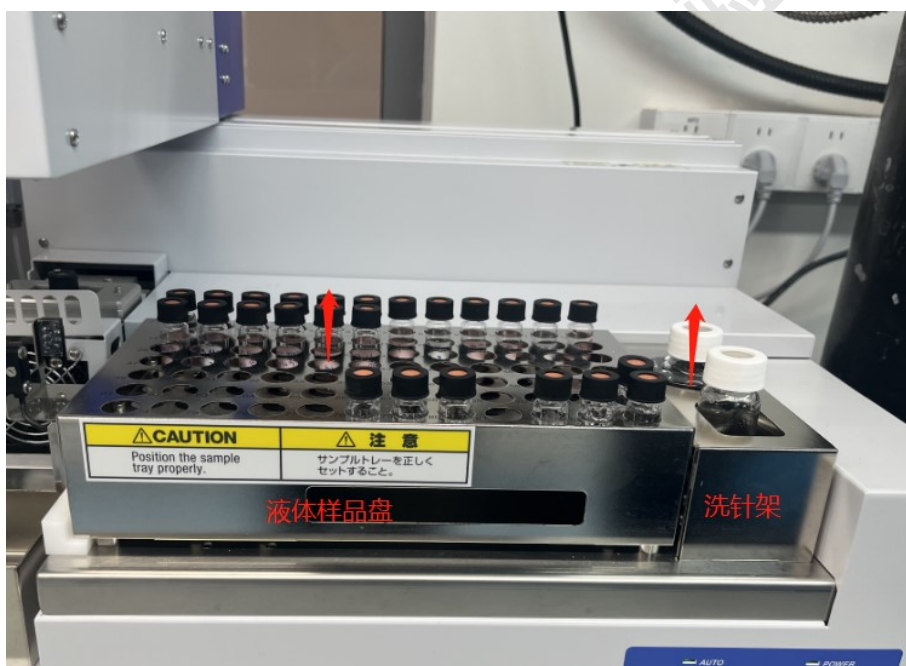
Step5. 将 chuck 沿手臂轻轻推入卡槽，并手动旋紧双螺丝，安装结束如右图所示；



Step6. 向右关闭 chuck 外侧玻璃门



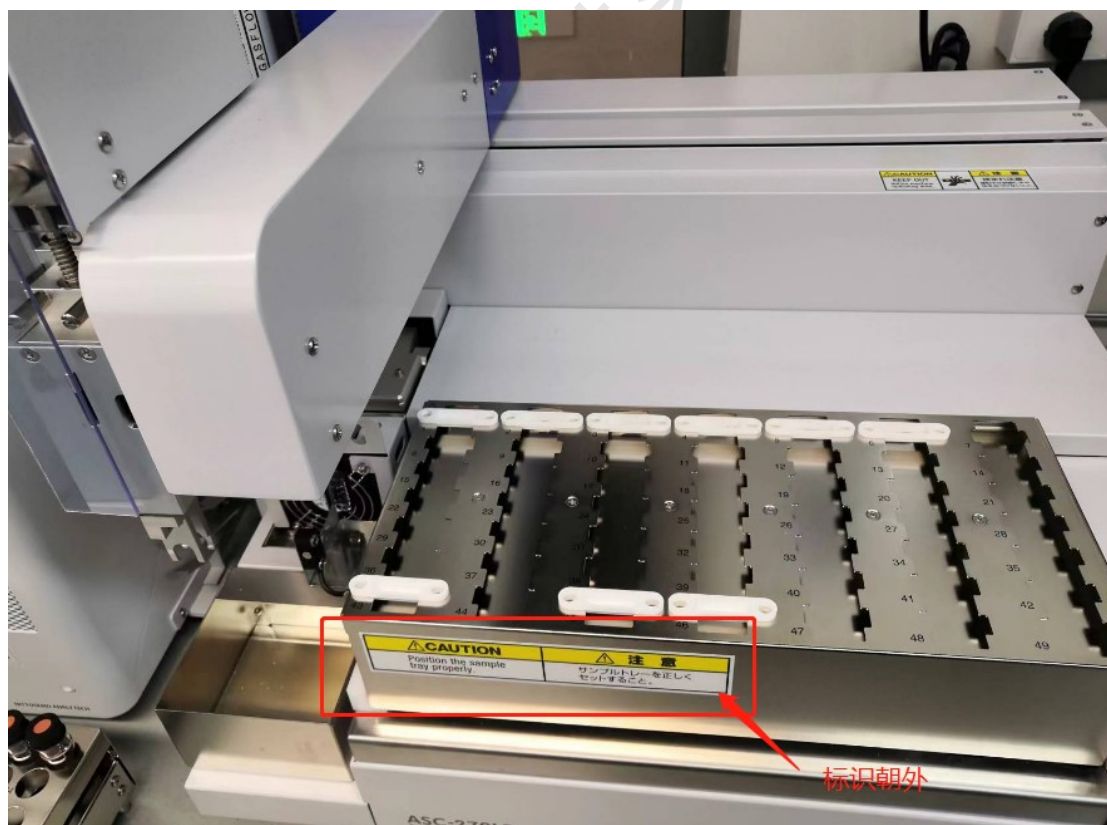
Step7. 用双手分别向上提起液体样品盘及洗针架，取下液体自动进样系统；

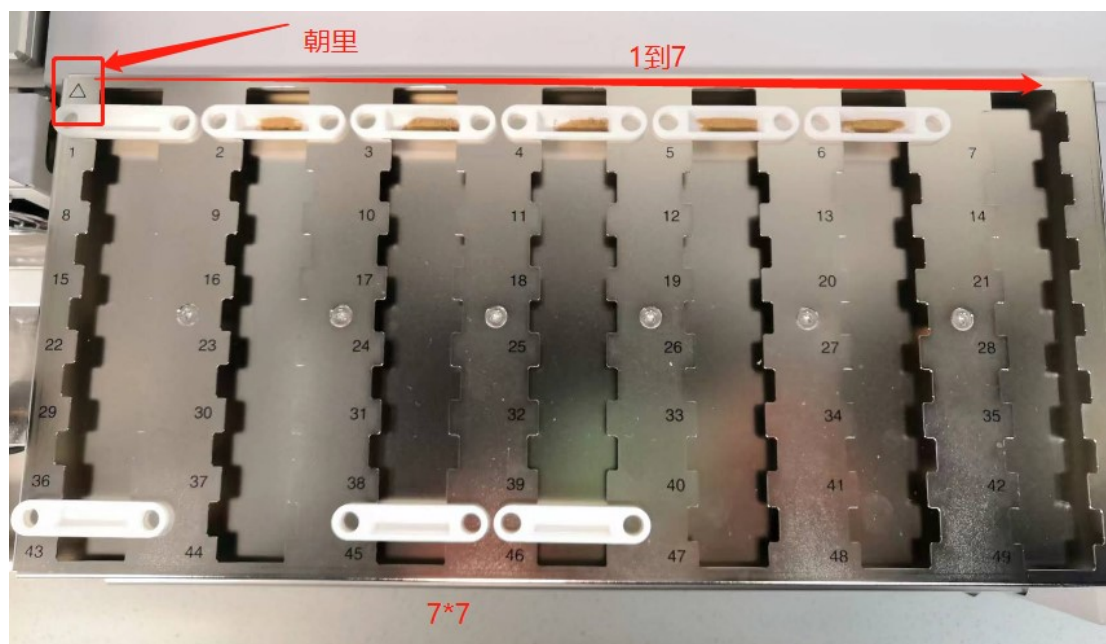




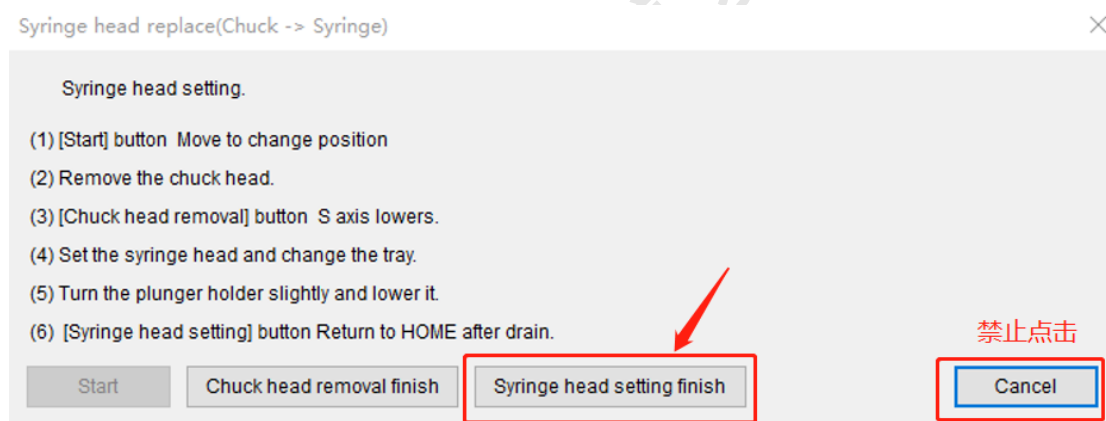
Step8. 用双手提起固体样品盘，如图放置到自动进样器上

注意事项：样品盘标识朝外；样品盘底部有定位螺杆，将螺杆插入到进样系统的孔即可。





Step9. 完成以上操作后, 回到电脑端, 点击 Syringe head setting finish, 系统会自动关闭弹出窗口, **禁止点击 cancel**。



Step10. 请将 Syringe 及其样品盘、洗针架收纳于实验桌抽屉内, 盖上铝箔纸。

<div style="display: flex; justify-content: space-between;"> 质谱实验室仪器使用记录 仪器名: <u>燃烧离子色谱仪 (AQF-2100H-Aquion RFIC)</u> </div>												
日期 月.日	使用人	课题组	测试离子/元素	模式 (√)		液体方式 (√)		样品数	文件数据存储 文件夹/序列名称	仪器状态		备注
				液体	固体	送样	自主			正常	报错	
2023.07.25	张三	李四	F	√			√	3		√		

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