

# Elementar 德国元素分析系统公司

More than 100 years experience in elemental analysis



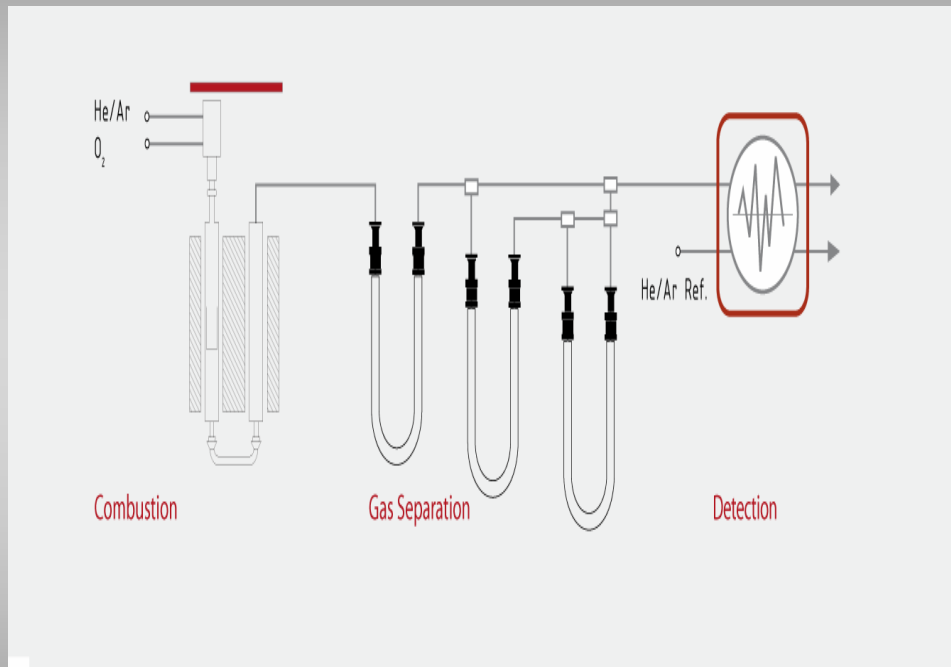
## varioMACRO cube 元素分析仪的操作和维护

叶昌强, Elementar Shanghai

# Elementar 不同型号的元素分析仪

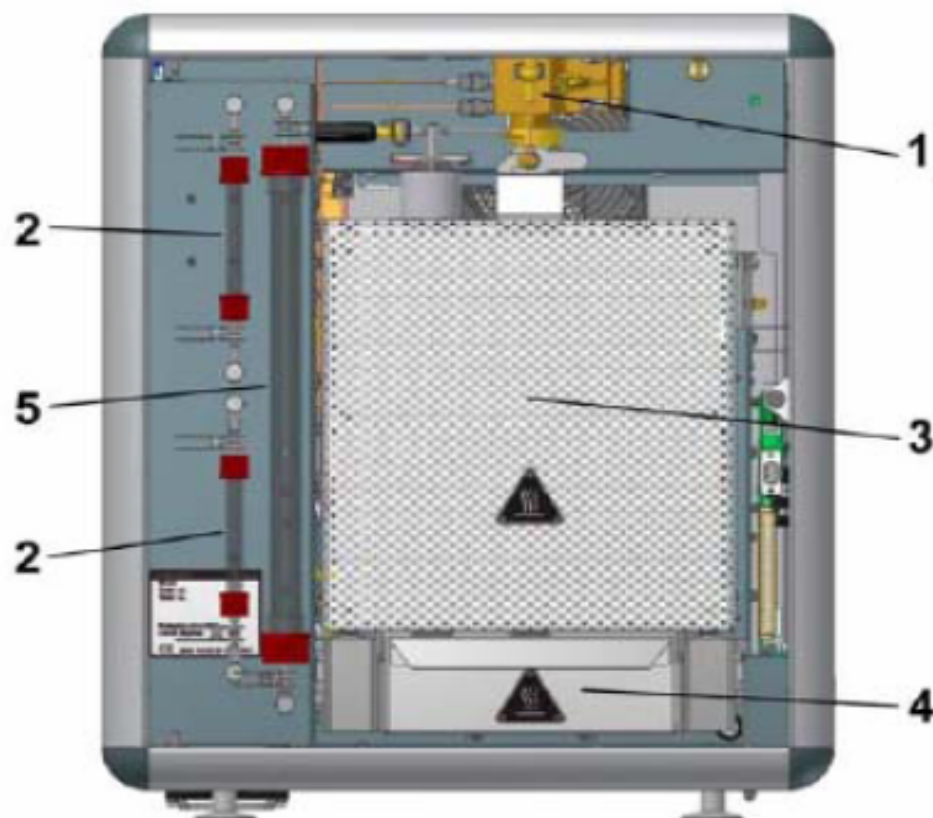


# vario MACRO cube



# Vario MACRO cube – 前视图

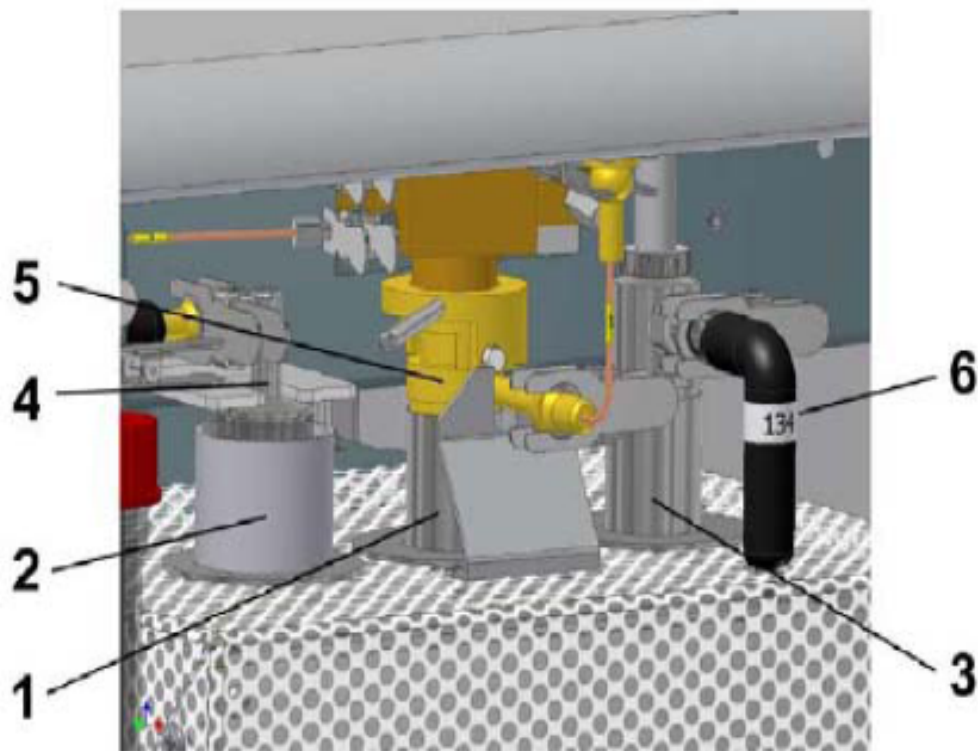
1. 前视图（打开门后）



- 1. 球阀
- 2. 干燥管
- 3. 加热炉
- 4. 石英桥和保温罩
- 5. 缓冲管/干燥管

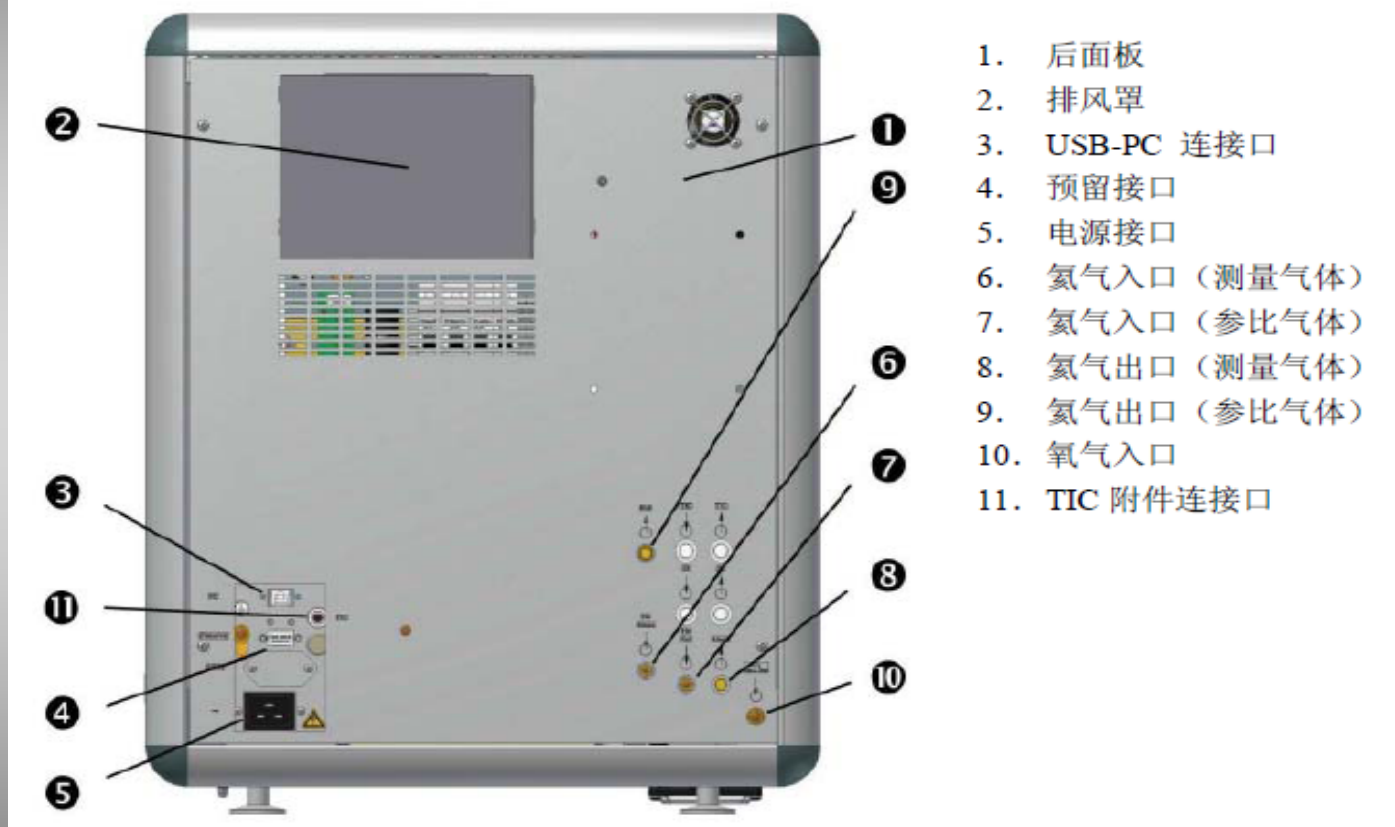
# vario MACRO cube –加热炉部分

## 2. 加热炉部分



# vario MACRO cube – 后视图

## 3. 后视图



## vario MACRO cube – 右侧视图 1

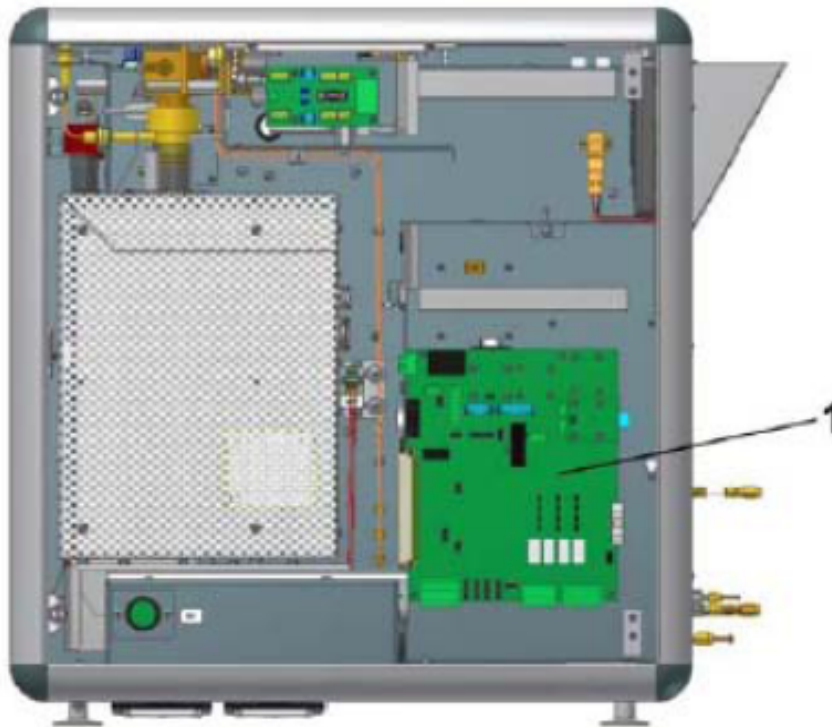
### 4. 右侧视图



- 1. 右侧面板
- 2. 主电源开关

## vario MACRO cube – 右侧视图2

5. 右侧视图（打开面板）

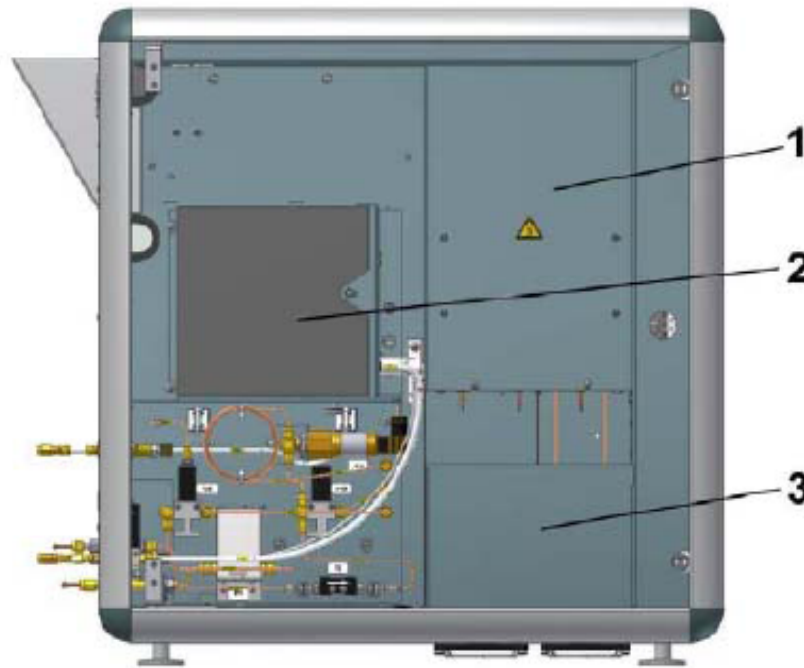


1. 控制电路板



## vario MACRO cube – 左侧视图

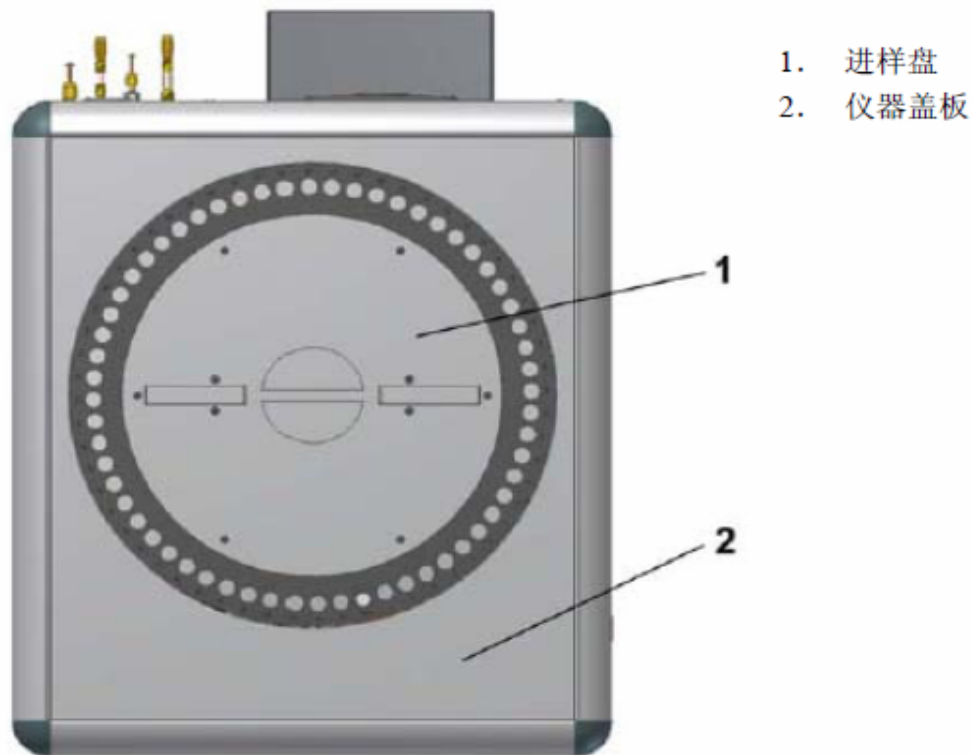
### 6. 左侧视图（打开面板）



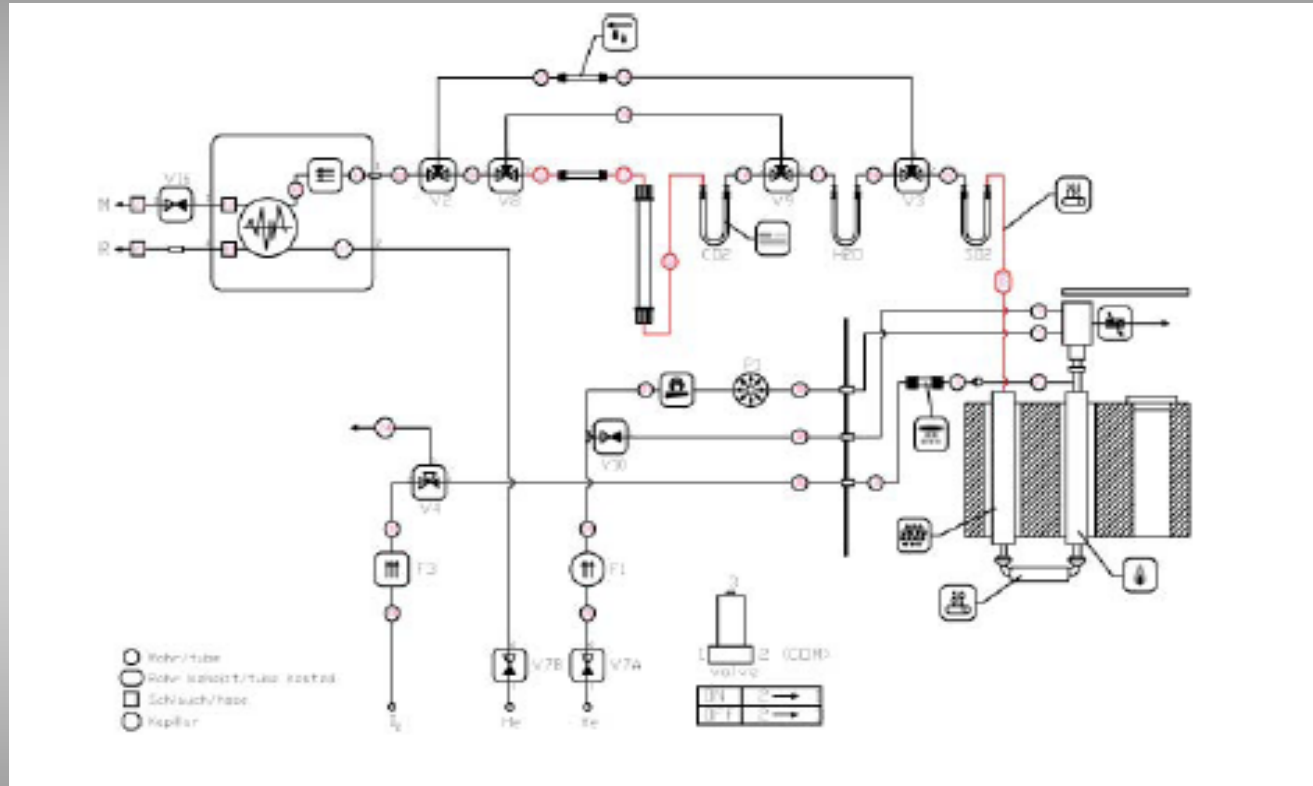
- 1. 电磁阀组件盖板
- 2. TCD（热导检测器）
- 3. 吸附柱盖板

## vario MACRO cube – 俯视图

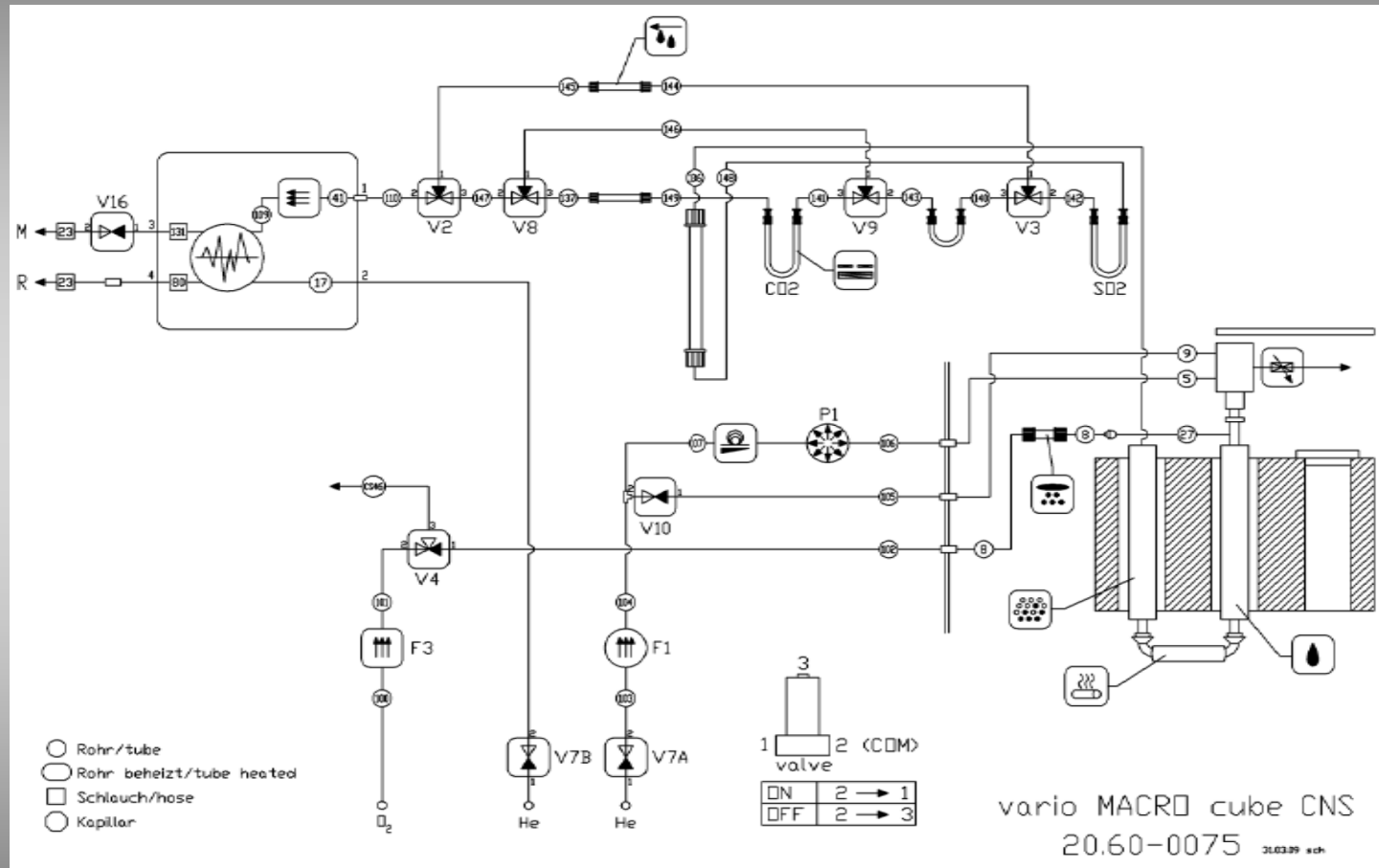
7. 俯视图（打开面板）



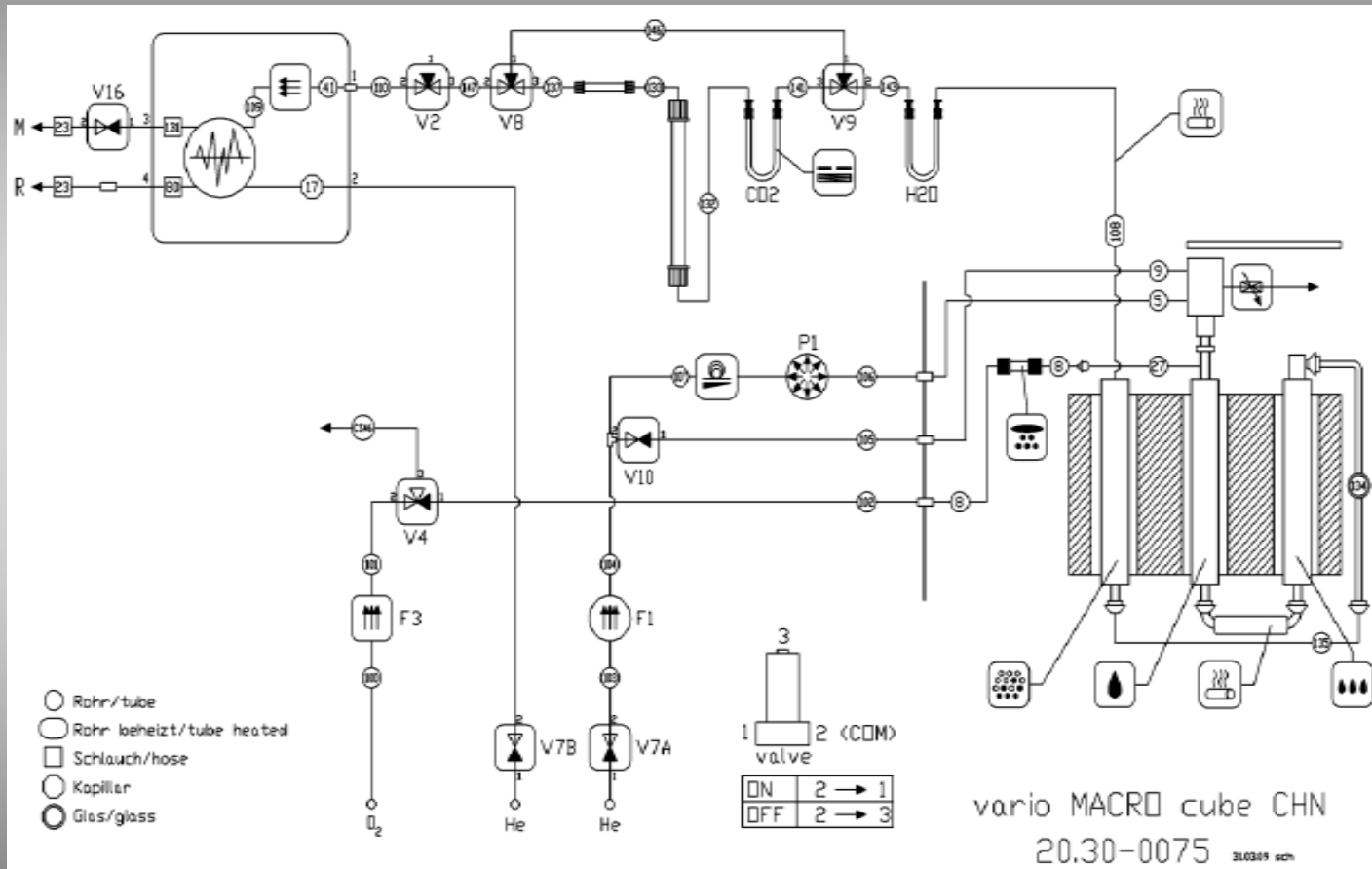
# vario MACRO cube – CHNS模式流程图



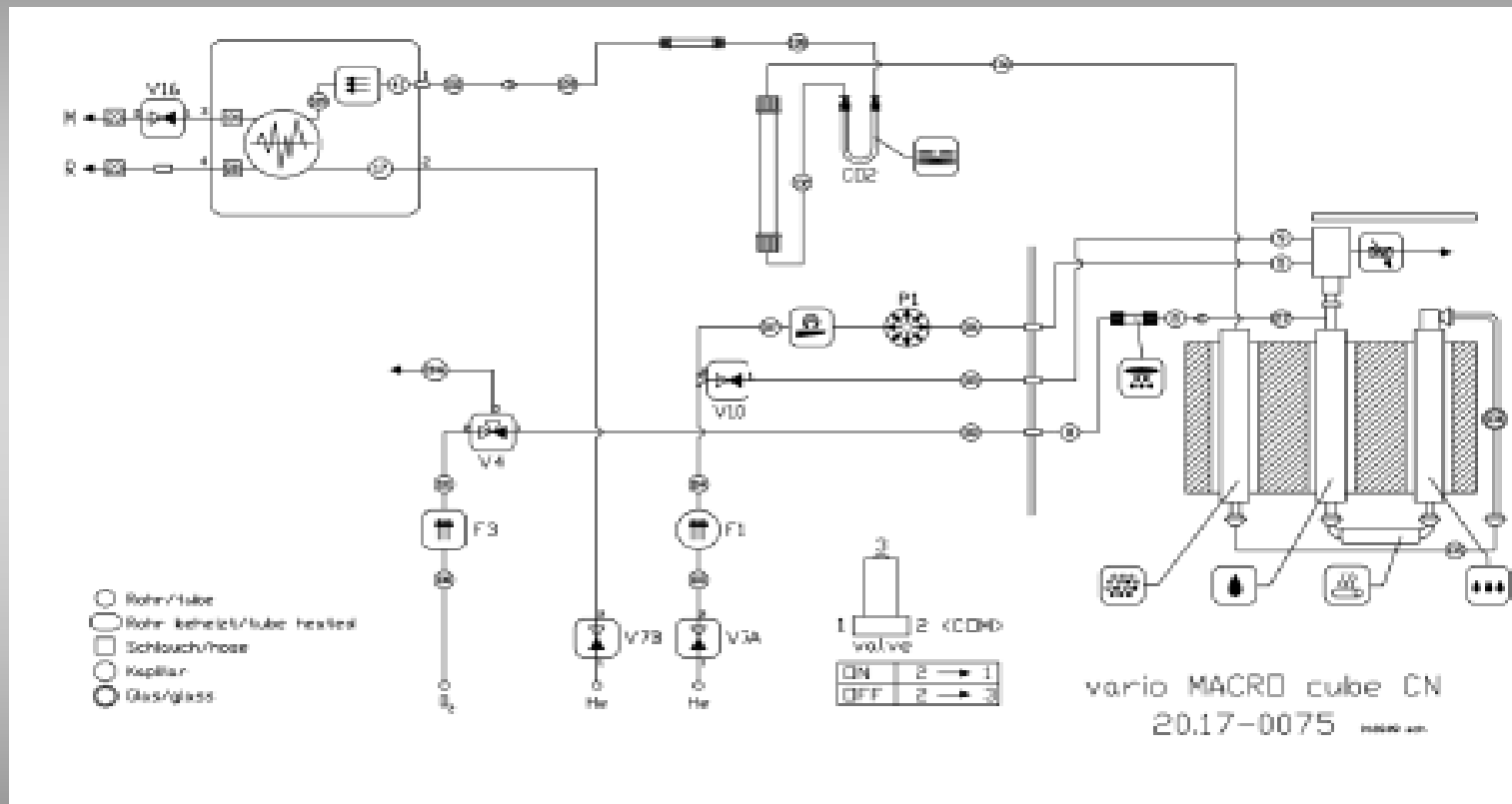
# vario MACRO cube – CNS模式流程图



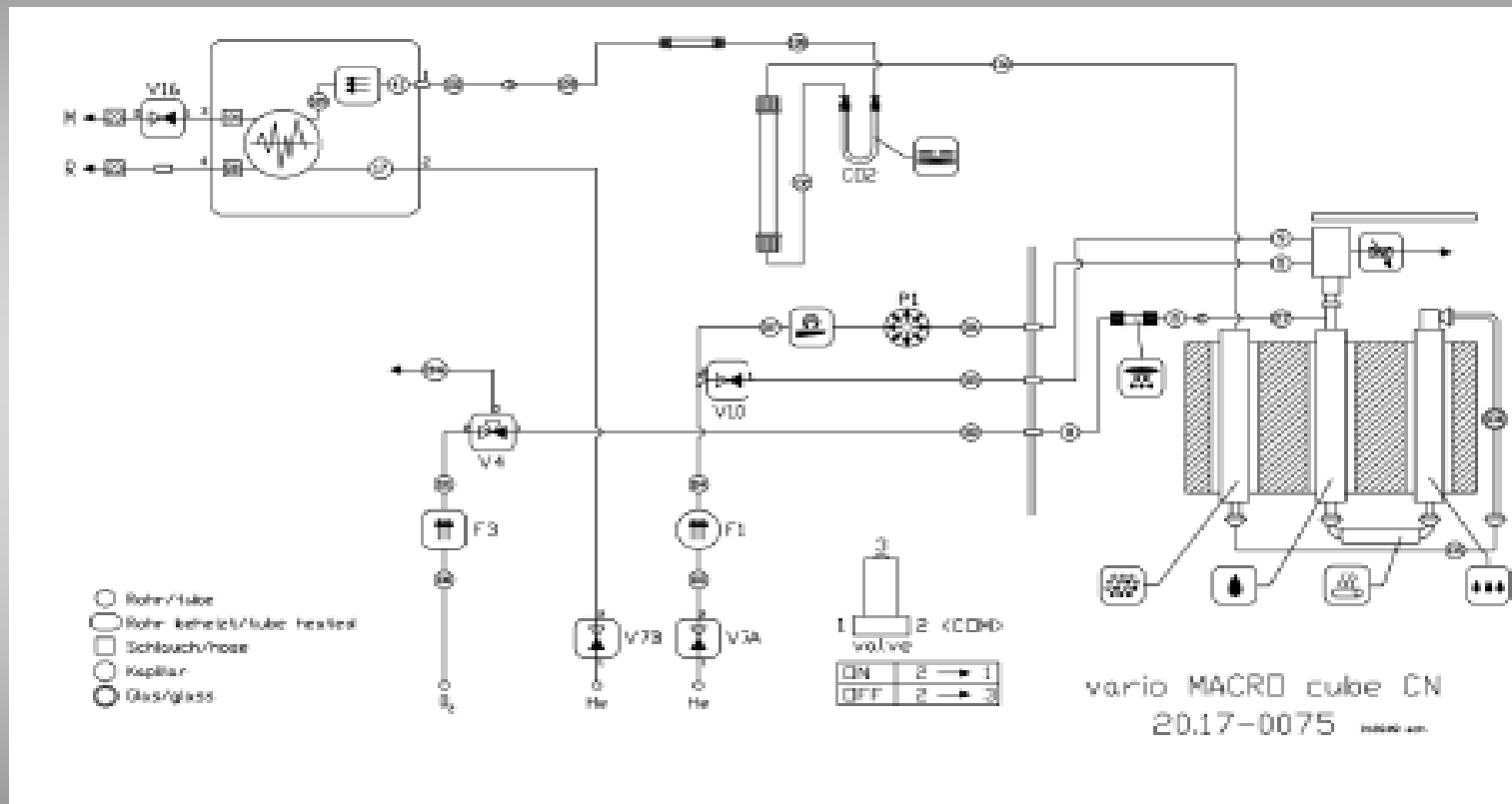
# vario MACRO cube – CHN模式流程图



# vario MACRO cube – CN模式流程图



# vario MACRO cube – CN模式流程图



# vario MACRO cube – 进样系统

## I: 样品的进样系统（进样盘、球阀）

| 步骤 | 介绍                |
|----|-------------------|
| 1  | TCD 对测量信号（基线）的调零  |
| 2  | 开始加氧              |
| 3  | 球阀转动 180 度接受样品    |
| 4  | 进样盘转动，进入一个样品      |
| 5  | 球阀转动 90 度，关闭进样口   |
| 6  | 氢气吹出进样所带入的空气      |
| 7  | 球阀转动 90 度，样品落入燃烧管 |
| 8  | 积分器重设为零，N 峰开始积分   |



# Vario MACRO cube

## II: 燃烧和反应部分（加热炉、燃烧管、还原管和坩埚）

- P1, 燃烧: 含有 C, H, N, O, S, Cl 元素的有机物在高温和高纯氧的条件下生成.



- P2, 次级燃烧: 将不完全氧化的气体转换稳定的气体



CN模式:  $\text{SO}_2$ 、 $\text{H}_2\text{O}$ 通过吸收去除

CNS模式:  $\text{H}_2\text{O}$ 通过吸收去除

# Vario MACRO cube

## III: 混合气体的分离部分（吸附柱、吸收管）

### 1. 不同模式的测定

| 测定气体             | CHNS 模式 | CNS 模式                           | CHN 模式 | CN 模式                            | N 模式                             |
|------------------|---------|----------------------------------|--------|----------------------------------|----------------------------------|
| N <sub>2</sub>   | +       | +                                | +      | +                                | +                                |
| CO <sub>2</sub>  | +       | +                                | +      | +                                | 碱石棉吸收                            |
| H <sub>2</sub> O | +       | P <sub>2</sub> O <sub>5</sub> 吸收 | +      | P <sub>2</sub> O <sub>5</sub> 吸收 | P <sub>2</sub> O <sub>5</sub> 吸收 |
| SO <sub>2</sub>  | +       |                                  |        |                                  |                                  |

# Vario MACRO cube

## 2. 混合气体的分离

- P3, 还原: 将  $\text{NO}_x, \text{SO}_3$  还原成稳定的气体



P4: 干扰气体的去除: 通过银丝除去  $\text{Cl}$ ,  $\text{Cl}_2, \text{ClX}$  (卤化银)

CHN 模式: 钨与硫在  $\sim 880^\circ\text{C}$  形成硫化物, 去除 S 的干扰。

反应生成的混合气体  $\text{CO}_2 + \text{H}_2\text{O} + \text{N}_2 + \text{SO}_2$  经过吸附柱的分离, 逐一进入 TCD 检测器进行检测出 C、H、N、S%

# vario MACRO cube –操作参数的设定和检查 1

1.加热炉温的设定: Options> Settings > Parameters>Temperatures

| Mode | Combustion tube | Reduction tube | Post combustion tube |
|------|-----------------|----------------|----------------------|
| CHNS | 1,150°C         | 850°C          | -                    |
| CNS  | 1,150°C         | 850°C          | -                    |
| CHN  | 960°C           | 830°C          | 900°C                |
| CN   | 960°C           | 830°C          | 900°C                |
| N    | 960°C           | 830°C          | 900°C                |

## vario MACRO cube –操作参数的设定和检查 2

2.吸附柱温度的设定: Options> Settings > Parameters >Temperatures

| 操作参数                       | 厂家设定   |
|----------------------------|--------|
| CO <sub>2</sub> 吸附柱（准备状态）  | 0      |
| H <sub>2</sub> O 吸附柱（准备状态） | 0      |
| SO <sub>2</sub> 吸附柱（准备状态）  | 110 °C |
| SO <sub>2</sub> 吸附柱（解吸状态）  | 130 °C |

## vario MACRO cube –操作参数的设定和检查 3

### 3.分析时间的设定: Options> Settings > Parameters>Time value

| 操作参数                             | 介绍              | 厂家设定 |
|----------------------------------|-----------------|------|
| Flusing time                     | 吹出进样时带入球阀内的空气   | 10S  |
| Integrator reset dalay<br>Peak N | N 出峰之前, 积分器重设为零 | 1S   |
| Integrator reset dalay<br>Peak C | C 出峰之前, 积分器重设为零 | 1S   |
| Integrator reset dalay<br>Peak H | H 出峰之前, 积分器重设为零 | 15S  |
| Integrator reset dalay<br>Peak S | S 出峰之前, 积分器重设为零 | 1S   |

## vario MACRO cube –操作参数的设定和检查 4

### 4.加氧时间的设定: Options> Settings > Parameters>O<sub>2</sub> dosing

| 操作参数                               | 介绍         | 厂家设定 |
|------------------------------------|------------|------|
| O <sub>2</sub> delay               | 延时加氧, 等待进样 | 25S  |
| Maximum O <sub>2</sub> dosing time | 最大加氧时间     | 300S |

### 4.加氧时间的设定: Options> Settings > Parameters>O<sub>2</sub> dosing

# vario MACRO cube — 操作程序 1A

## 1. 开机顺序

- 1) 开启 PC 和打印机
- 2) 拔掉主机尾气的堵头
- 3) 开启 varioMACRO 主机电源, 等待仪器球阀和进样盘初始化结束
- 4) 打开氦气和氧气, 将气体减压阀的出口压力调至: He: 0.12 MPa ; O<sub>2</sub>: 0.20 MPa
- 5) 启动 varioMACRO cube 操作软件, 设定进样盘到初始位置 (0)



# vario MACRO cube – 操作程序 1B

## 3. 关机顺序

- 1) 分析结束后, 主机自动进入睡眠 Options → Sleep/Wake up 状态, 等待三个炉降温至 100 °C 以下
- 2) 退出操作软件
- 3) 关闭计算机
- 4) 关闭氮气和氧气
- 5) 将主机尾气的出口堵住

# vario MACRO cube – 操作程序 2

## 2. 测定样品前检查

### 1) 气体压力和流速

- Press.: 1200–1250 mbar.
- MFC TCD : approx. 600 ml/ min.
- MFC O<sub>2</sub>: 0 ml/min
- Flow He: approx. 600 ml/ min

# vario MACRO cube – 操作程序 3

## 2) 加热温度检查

| Mode | Combustion tube | Reduction tube | Post combustion tube |
|------|-----------------|----------------|----------------------|
| CHNS | 1,150°C         | 850°C          | -                    |
| CNS  | 1,150°C         | 850°C          | -                    |
| CHN  | 960°C           | 830°C          | 900°C                |
| CN   | 960°C           | 830°C          | 900°C                |
| N    | 960°C           | 830°C          | 900°C                |

# vario MACRO cube – CHNS / CNS

## 1. CHNS 普通样品测定

| 数量 | 样品名称                 | 称量/mg       | 方法              | 备注             |
|----|----------------------|-------------|-----------------|----------------|
| 1  | blank                | 10          | Blank with O    | 系统空白, 去除加氧管路空白 |
| 1  | blank                | 10          | Blank without O | 系统空白           |
| 3  | Run in, 磺胺           | 20mg+/- 1mg | Sulf 1          | 用于仪器的条件化       |
| 3  | Sulfanilamide,<br>磺胺 | 20mg+/- 1mg | Sulf 1          | 用于日校正因子        |
| 60 | 样品                   | 根据选定方法的称重   | 根据样品种类          | 实际样品测定         |
| 3  | Sulfanilamide        | 20mg+/- 1mg | Sulf 1          | 用于日校正因子        |

# Vario MACRO cube – CHN / CN

## 3. CHN 普通样品测定

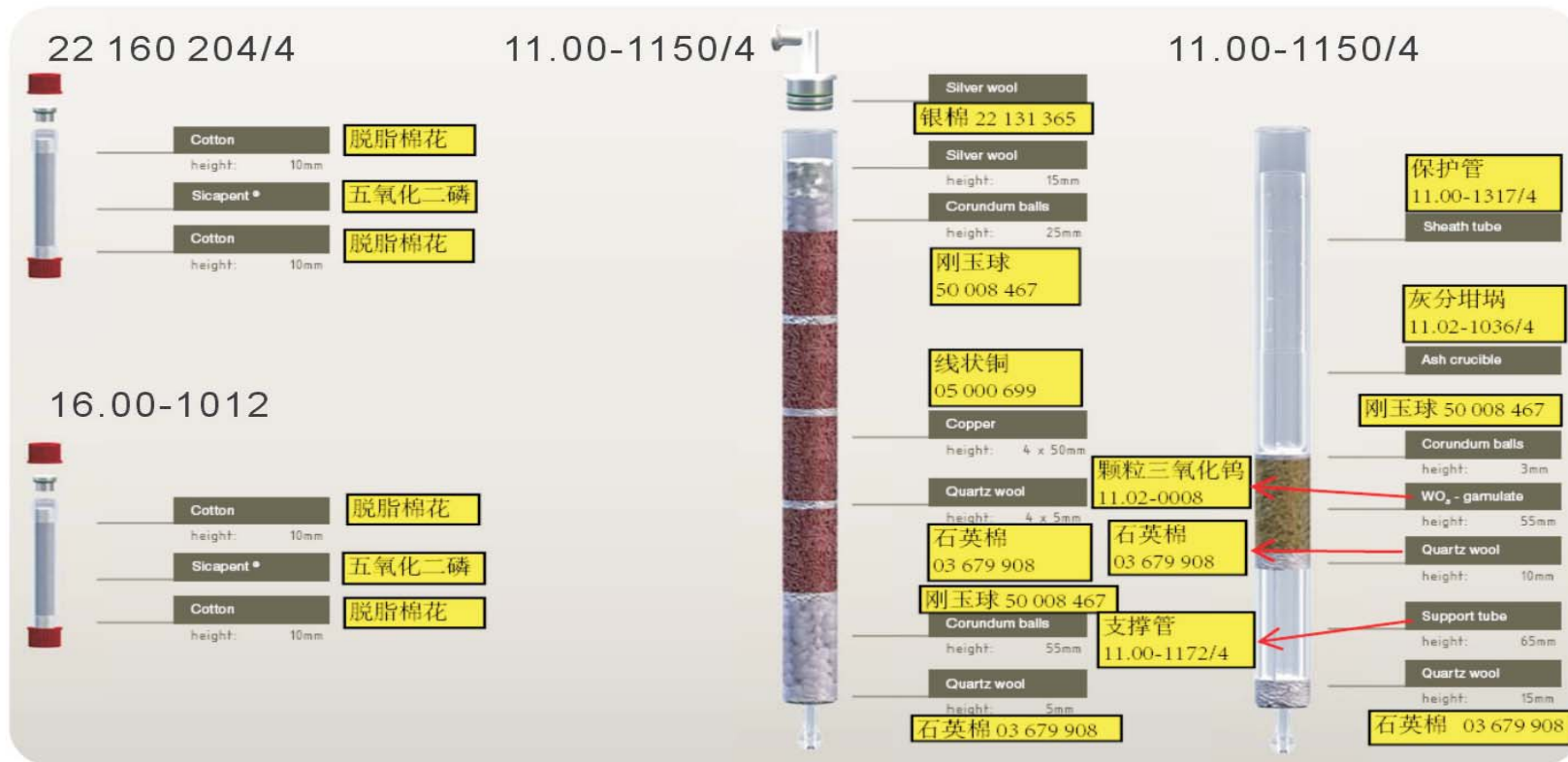
| 数量 | 样品名称                   | 称量/mg         | 方法              | 备注             |
|----|------------------------|---------------|-----------------|----------------|
| 1  | blank                  | 10            | Blank with O    | 系统空白, 去除加氧管路空白 |
| 1  | blank                  | 10            | Blank without O | 系统空白           |
| 3  | Run in, 苯丙氨酸           | 50mg+/- 1mg   | phenyl3         | 用于仪器的条件化       |
| 3  | phenylalanine,<br>苯丙氨酸 | 50mg+/- 1mg   | phenyl3         | 用于日校正因子        |
| 60 | 样品                     | 根据选定方<br>法的称重 | 根据样品的种类         | 实际样品测定         |
| 3  | phenylalanine          | 20mg+/- 1mg   | phenyl3         | 用于日校正因子        |

# Vario MACRO cube CHNS /CNS 燃烧管/还原管的填充

干燥管 CHNS/CNS 模式

还原管 CHNS/CNS模式

燃烧管 CHNS/CNS模式

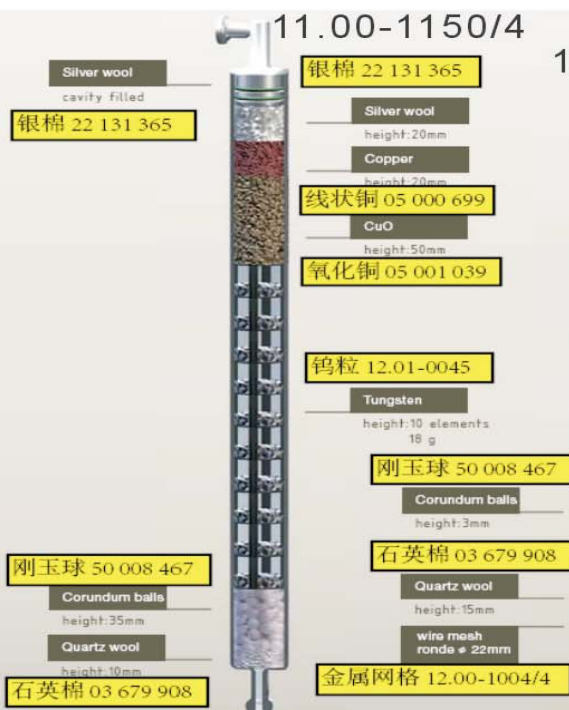


# Vario MACRO cube CHN/CN 燃烧管/还原管的填充

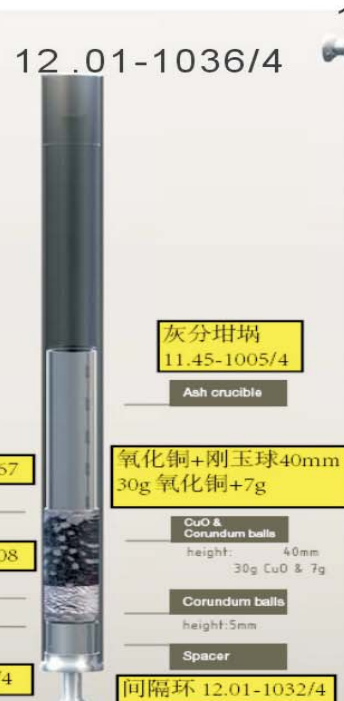
干燥管  
CHN/CN/N 模式



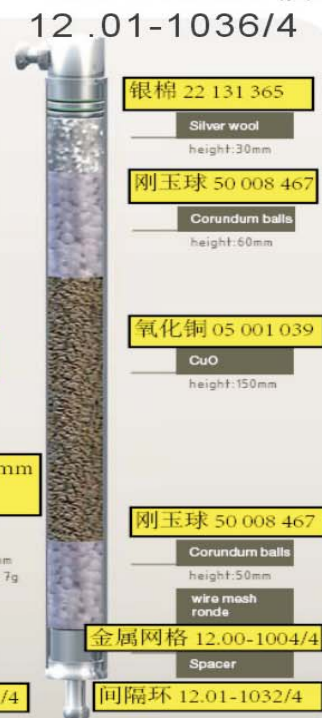
还原管  
CHN/CN/N 模式



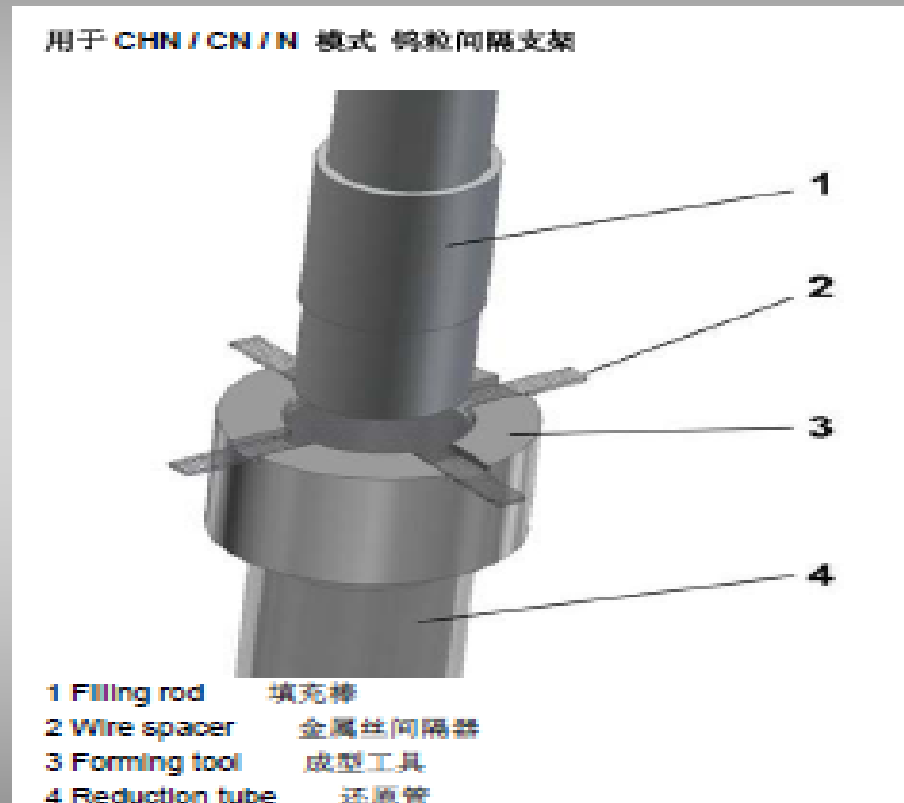
不锈钢燃烧管  
CHN/CN/N 模式



不锈钢  
二级燃烧管  
CHN/CN/N 模式

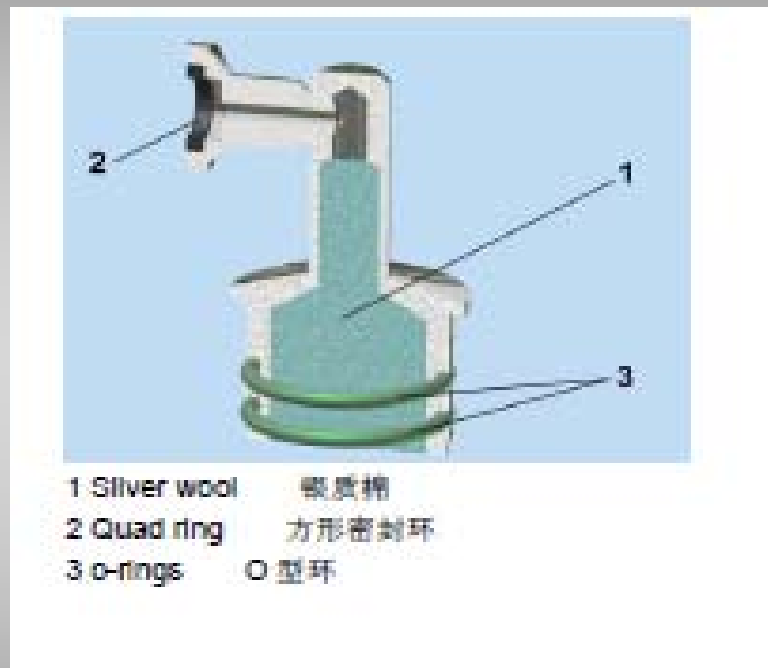


# vario MACRO cube CHN/CN 还原管的钨粒间隔支架





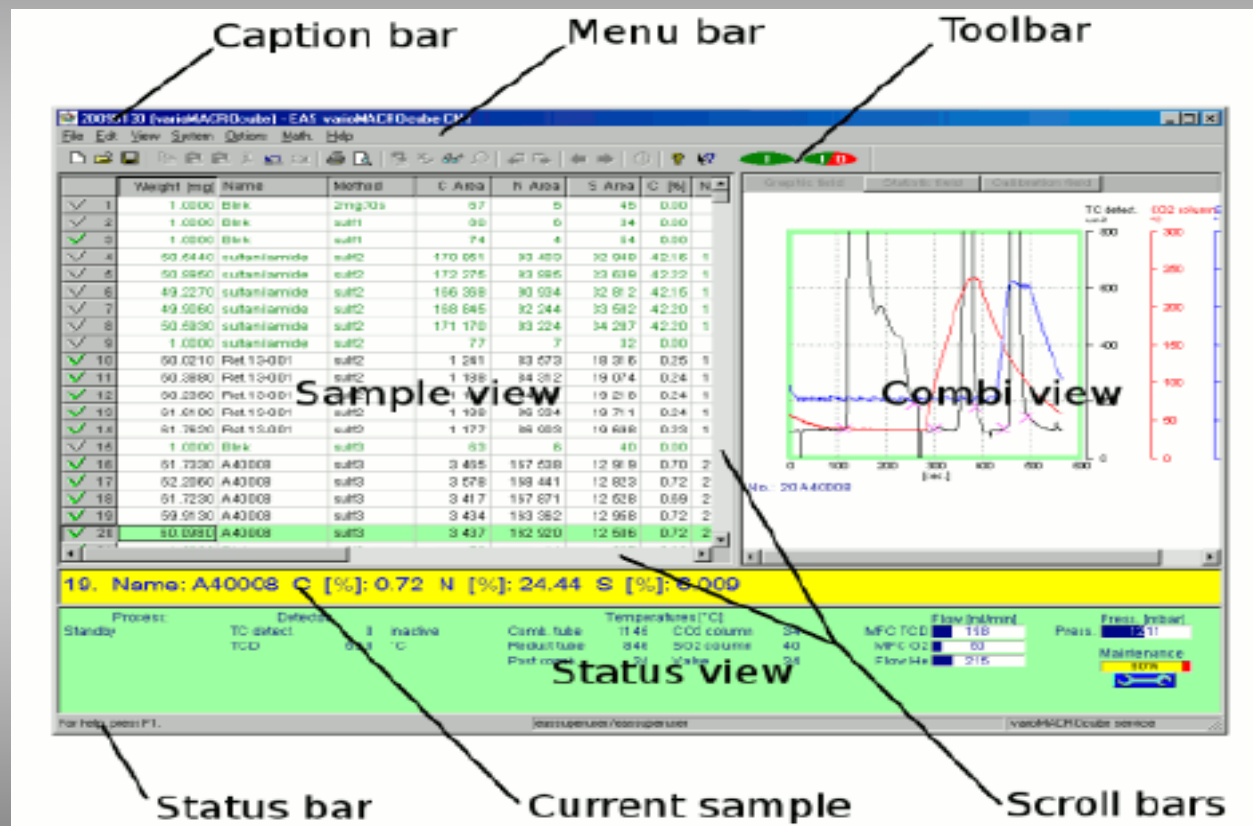
# Vario MACRO cube 还原管出口连接塞子



# vario MACRO cube 软件介绍 1







## 1. 主菜单

**Caption:** 标题栏 (文件名) **Menu:** 菜单 **Tool bar:** 工具栏



# vario MACRO cube 软件介绍 2

## 2. 序列号栏中符号

| 符号  | 介绍                         |
|---|----------------------------|
|  | 样品尚未检测，已输入样品分析方法和重量        |
|  | 样品尚未检测和输入分析方法和重量           |
|  | 样品已检测，无错误信息，有效的测定时间信息      |
|  | 样品已检测，无有效的测定时间信息           |
|  | 样品已检测，出现非临界错误（中断分析）或超出校正范围 |
|  | 最后一个样品测定                   |

## 3. Status bar 状态栏

| Process | Detector              | Temperatures (°C) |              |           |          | Flow (ml/min) | Press. (mbar)  |
|---------|-----------------------|-------------------|--------------|-----------|----------|---------------|----------------|
| Standby | TC detect. 0 inactive | Comb. tube 0      | CO2 column 0 | MFC TCD 0 | Press. 0 |               |                |
|         | TCD 0 °C              | Reduct tube 0     | H2O column 0 | MFC O2 0  |          |               |                |
|         |                       |                   | SO2 column 0 | Flow He 0 |          |               | Maintenance 0% |
|         |                       |                   | Valve 0      |           |          |               |                |

绿色状态栏：操作软件已连接主机；粉红色：操作软件未连接主机

Process: 测定步骤: Standby: 准备状态

Detector: 检测器: TCD detect: 热导检测器 0 inactive 停止 active: 工作状态

Temperature: 温度; Com.tube: 燃烧管温度; Reduct tube: 还原管温度

CO2 column: CO<sub>2</sub> 柱温; H2O column: H<sub>2</sub>O 柱温

SO2 column: SO<sub>2</sub> 柱温; Valve: 电磁阀温度

Flow(ml/min): MFC TCD: 进入热导检测器时质量流速控制器 (MFC) 的流速

MFC O2: 加氧时质量流速控制器 (MFC) 的流速

Flow He: 系统载气 (He) 的流速

Press. mbar: 系统气体压力 1bar=0.1Mpa

Maintenance: 维护 显示绿色: 维护计数提醒<80% 正常; 黄色: 80-99%; 红色: >99%

# vario MACRO cube 软件介绍 3

## 4. Tool bar 工具栏

快捷键表:

| 符号   | 介绍                        |
|--|---------------------------|
|   | New: 建立一个新文件              |
|   | Open: 打开一个已存的文件           |
|   | Save: 更新现已打开的文件           |
|   | Delet line: 删除被选定的一栏      |
|   | Copy: 复制                  |
|   | Paste: 粘贴                 |
|   | Insert line: 在选定位置上, 插入一栏 |
|   | Undo: 取消前一次输入             |
|   | Redo: 恢复前一次输入             |
|  | Print: 打印                 |

| 符号  | 介绍                                    |
|---|---------------------------------------|
|    | Group: 选择一组数据用于统计                     |
|    | Include/exclude: 选择/删除 一个数据用于校正曲线和统计  |
|    | Tool bar view: 选择工具栏显示峰型图/统计/校正       |
|    | Zoom: 图像的放大                           |
|    | Previous: 返回<br>在校正曲线计算中返回前一个元素的计算    |
|    | Next: 下一个<br>在校正曲线计算中进行下一个元素的计算       |
|    | Go back: 前一个点<br>在校正曲线图上移动到前一点        |
|    | Go Next: 下一个点<br>在校正曲线图上移动到下一点        |
|    | Wake Up: 唤醒<br>将已进入睡眠的仪器恢复正常工作状态      |
|    | About varioMACRO<br>显示仪器软件的版本和其他硬件的信息 |
|    | Help: 帮助文件<br>选定此符号移动到选了解的命令后, 显示解释   |
|  | Auto: 自动分析                            |
|  | Single: 单次分析                          |

# vario MACRO cube 软件介绍 4

## 5. varioMACRO 的软件说明

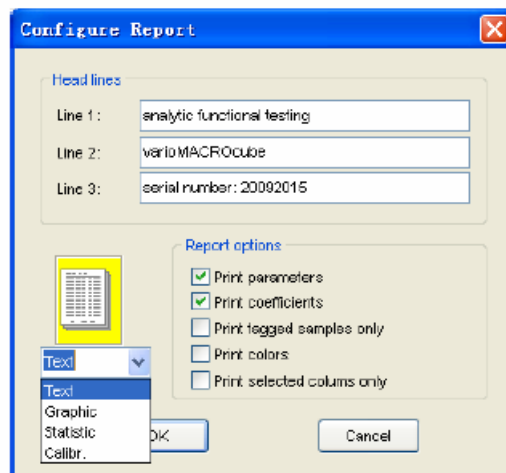
### 1 File 文件

|  |                                       |
|--|---------------------------------------|
| <a href="#">File&gt;New</a>                  | 建立一个新文件.                              |
| <a href="#">File&gt;Open</a>                 | 打开一个已存的文件                             |
| <a href="#">File&gt;Save</a>                 | 更新现已打开的文件                             |
| <a href="#">File&gt;Save As</a>              | 将已打开的文件另存到新的文件名                       |
| <a href="#">File&gt;Delete</a>               | 删除已打开的文件                              |
| <a href="#">File&gt;export to AQS---</a>     | 将样品数据传送到 <a href="#">AQS 软件</a> .     |
| <a href="#">File&gt;export to LIMS---</a>    | 将样品数据传送到 <a href="#">LIM System</a> . |
| <a href="#">File&gt;export Graphics</a>      | 导出样品的峰型图谱                             |
| <a href="#">File&gt;Report configuration</a> | 打印报告的格式                               |
| <a href="#">File&gt;Print</a>                | 打印 (见附图 1)                            |
| <a href="#">File&gt;Print Preview</a>        | 打印预览                                  |
| <a href="#">File&gt;Printer Setup</a>        | 打印机设定                                 |
| <a href="#">File&gt;Export</a>               | 从数据库中导出数据 mdb 或 excel 格式 (见图 2)       |
| <a href="#">File&gt;import</a>               | 导入数据 mdb 格式                           |
| <a href="#">File&gt;Database</a>             | Backup 备份, clean 清除, restore 恢复       |
| <a href="#">File&gt;User Logon</a>           | 用户登入或用户改变                             |
| <a href="#">File&gt;Exit</a>                 | 退出软件                                  |

注:

1. AQS 是一独立的软件, 可提供质量-相关性计算并检验方法的正确性vario EL(MACRO,MICRO,MAX)软件可以和AQS链接, 并将其数据送入AQS软件进行在质量系统的计算和评估 Analytical Quality Assurance program (AQA).

2. LIMS: Laboratory data Information and Management System 实验室数据信息管理系统



① Line1,2,3 打印报告的抬头, 可任意输入所需的中英文信息

② 打印出操作参数诸如温度, 流速等

③ 打印出标准曲线的系数

④ 仅打印有标记的样品

⑤ 打印出彩色页面(需配置彩色打印机)

机)

⑥ 印选项(样品名, 重量, 峰面积等)

打印 Text 数据文件, 或 Graphic 峰型图或 Statistic 统计数据 或 Calibr. 标准曲线

# vario MACRO cube 软件介绍 5

File>Database>backup 图解:

将C盘数据库数据备份到其他硬盘, 防止因C盘损坏而丢失数据

User name: easadmin

Backup Configuration

Backup directory

D:\varioMACRO 数据备份 Browse

Hold the 0 most recently created backup files

Start backup

☒ Never

☐ Daily 0:00:00

☐ Each 0 minutes

☐ One-time 1900-1-1 0:00:00

Backup now

Next backup: 1899-12-30 0:00:00

Backup directory:

在其他硬盘如D盘上建立一个用于备份数据的文件, 然后通过Browse 选定指定的文件夹

Hold the ? most recently created backup files:

保留最近备份文件的数目, 假如输入7, 则仅保留最近7次备份数据, 当备份新的数据时, 7份数据以前所备份的数据自动被删除。

Never: 从不自动备份数据 Daily: 按选定的时间, 每天自动备份数据

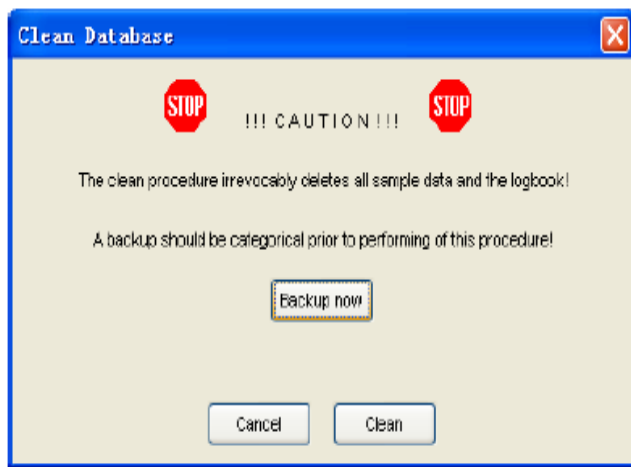
Each: 按照设定, 每隔几天或小时或分钟进行数据备份

One time: 安装设定时间进行一次备份

# vario MACRO cube 软件介绍 6

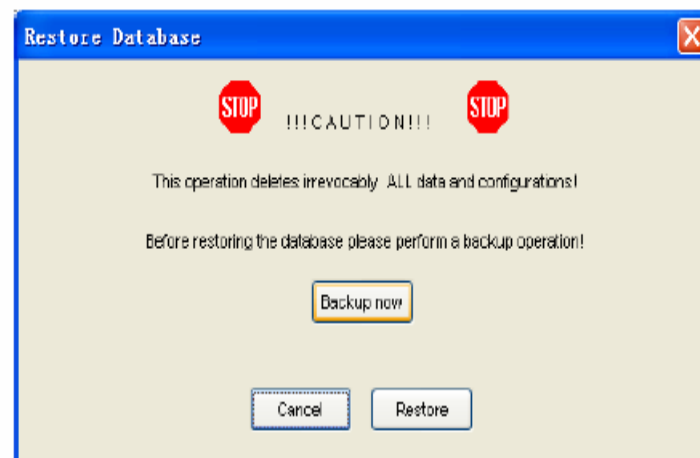
File>Database>Clean 图解:

首先必须将原数据库的数据进行备份, 然后清除原数据库内数据, 否之原数据库数据无法恢复



File>Database>Restore 图解:

首先必须将原数据库的数据进行备份, 然后将原备份的数据重新装入数据库, 否之原数据库数据将丢失后无法恢复



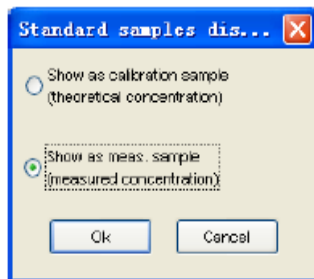
# vario MACRO cube 软件介绍 7

## 2. Edit 编辑

|   |                          |
|---|--------------------------|
| <a href="#">Edit &gt; Restore</a>               | 重复执行上一步执行过的命令.           |
| <a href="#">Edit &gt; Undo</a>                  | 撤消上一步执行的命令.              |
| <a href="#">Edit &gt; Cut</a>                   | 剪切样品数据.                  |
| <a href="#">Edit &gt; Copy</a>                  | 复制样品数据.                  |
| <a href="#">Edit &gt; Paste</a>                 | 粘贴接受过剪切或复制命令的样品数据.       |
| <a href="#">Edit &gt; Insert Line</a>           | 在指定位置插入一行新的样品数据.         |
| <a href="#">Edit &gt; Delete Line</a>           | 删除制定位置整行的样品数据.           |
| <a href="#">Edit &gt; Swap sample</a>           | 将选定的两个样品交换, 先测量后者.       |
| <a href="#">Edit &gt; Include/Exclude</a>       | 将一个样品数据加入或删除(统计/校准计算).   |
| <a href="#">Edit &gt; Include/Exclude value</a> | 将一个样品中的数值加入或删除(统计/校准计算.) |
| <a href="#">Edit &gt; Modify</a>                | 更改未测定的样品的信息(名称、重量).      |

注:

1. Standard sample display 窗口中, 可以选择将显示的标样作为校准样品或者是测量样品.



标准样品用作工作曲线(显示含量理论值)

标准样品用于日校正因子(测定含量)

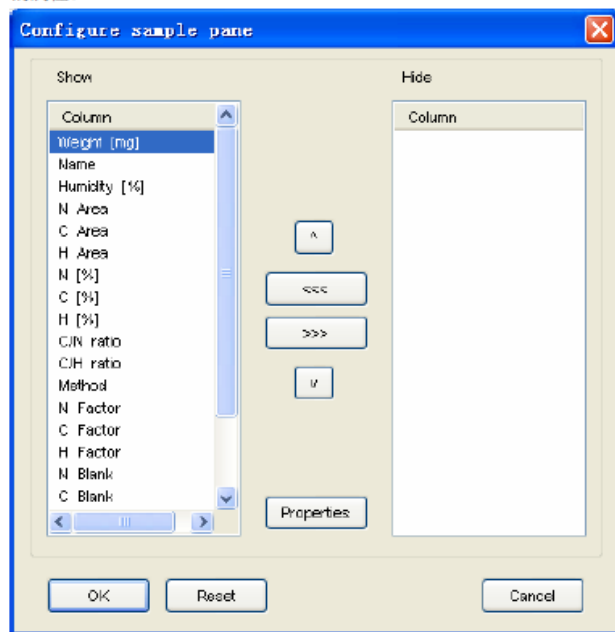
## 3 View 视图

|  |                                |
|--|--------------------------------|
| <a href="#">View &gt; Toggle</a>                   | 选择工具栏显示: 峰型图/统计/校正             |
| <a href="#">View &gt; Next</a>                     | 显示下一种元素的校准曲线.                  |
| <a href="#">View &gt; Previous</a>                 | 显示前一种元素的校准曲线.                  |
| <a href="#">Zoom in/out graph</a>                  | 将校正图表放大或者缩小.                   |
| <a href="#">View &gt; Next sample</a>              | 选择下一个样品.                       |
| <a href="#">View &gt; Previous sample</a>          | 选择上一个样品.                       |
| <a href="#">View &gt; Toolbar</a>                  | 显示或者隐藏工具栏.                     |
| <a href="#">View &gt; Standard samples display</a> | 显示 <b>标样</b> .                 |
| <a href="#">View &gt; Weight window</a>            | 显示最近的五个样品的重量.                  |
| <a href="#">View &gt; Configure view</a>           | 显示 <b>设置窗口</b> .               |
| <a href="#">&gt; Column properties</a>             | 设置 <b>Configure</b> 窗口左右区域的属性. |
| <a href="#">&gt; Configure graph view</a>          | 对图谱视图进行设置.                     |
| <a href="#">&gt; Configure statistics view</a>     | 显示或隐藏某个元素的统计值设置.               |
| <a href="#">Save views</a>                         | 保存进行的视图设置.                     |
| <a href="#">Load views</a>                         | 读取已保存的视图设置, 但是只能读取最近的一次设置.     |
| <a href="#">Delete views</a>                       | 删除视图设置.                        |
| <a href="#">View &gt; Auto align</a>               | 自动优化样品和图表的视图.                  |



# vario MACRO cube 软件介绍 8

2. 在 Configure sample pane 窗口中, 左侧区域是显示在软件中的标签, 如果需要隐藏标签, 选中该标签, 然后点击“>>>”, 使得标签进入右侧区域。点击“Properties”设置“Column”的属性。



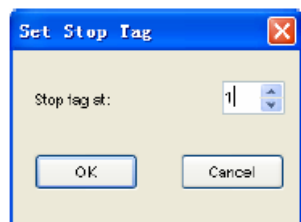
## 4 System 系统

|  |                     |
|--|---------------------|
| <a href="#">System &gt; Auto</a>             | 使系统自动开始进行测量分析.      |
| <a href="#">System &gt; Single run</a>       | 使系统只做单次分析.          |
| <a href="#">System &gt; Stop</a>             | 使系统停止分析.            |
| <a href="#">Adjust carousel position</a>     | 调整进样盘的位置.           |
| <a href="#">System &gt; Autozero</a>         | 将 TCD 或 IR 检测器自动调零. |
| <a href="#">Set stop tag</a>                 | 设置停止样品分析的标记.        |
| <a href="#">Adjusting the current sample</a> | 调整当前的样品.            |
| <a href="#">Set current weighed sample</a>   | 设置当前的样品重量.          |
| <a href="#">System &gt; Wake-up</a>          | 唤醒仪器.               |
| <a href="#">Analysis mode</a>                | 更改分析模式.             |

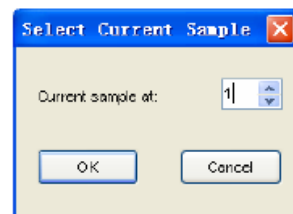
# vario MACRO cube 软件介绍 9

注:

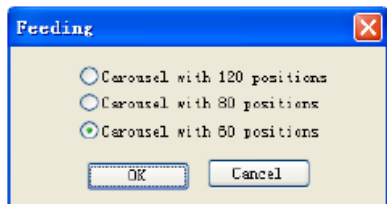
1. 在 Set Stop Tag 窗口中, 数字表示当仪器分析到这个编号之前的样品为止, 然后仪器便停止分析。



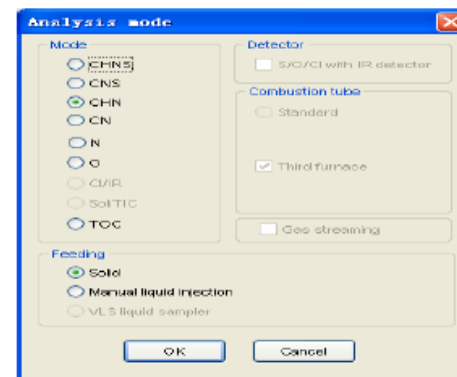
2. 在 Select Current Sample 窗口中, 数字表示你所选中的样品编号, 当前的样品是指最近一次已分析的样品或下次将分析的样品。当停电后重启仪器后, 需通过此程序设定当前需分析的样品并与样品盘的样品系列号相匹配



3. 在更换进样盘时, 选择合适的样品孔位, 所选择的样品孔位应该和进样盘上面的最大数字相对应。



4. 可以通过点击 System > Mode, 打开此窗口, 更改操作模式。



# vario MACRO cube 软件介绍 10

## 5 Options 操作

|  |  |
|--|--|
| <a href="#">Maintenance internals</a>                            | 显示消耗品的剩余使用次数.  |
| <a href="#">Replace part</a>                                     | 更换部件之 (关闭载气) .   |
| <a href="#">Adjusting the ball valve</a>                         | 调整球阀中球的密封度.  |
| <a href="#">Heat out column</a>                                  | 当新的吸附柱使用前, 需活化此柱. 活化时柱子的出口端需要打开放空.   |
| <a href="#">Leak test dialog</a>                                 | 打开 <a href="#">检漏对话框</a> .   |
| <a href="#">System test</a>                                      | 将仪器中所有的部件分别进行检测..  |
| <a href="#">Error buffer</a>                                     | <a href="#">提示错误</a> .   |
| <a href="#">Error display</a>                                    | <a href="#">显示错误</a> .   |
| <a href="#">Options &gt; Diagnostics &gt; Baseline recording</a> | 检查检测器的基线.  |
| <a href="#">Input options</a>                                    | 设置输入的方式  |
| <a href="#">Standard samples</a>                                 | <a href="#">新建</a> , <a href="#">删除</a> , <a href="#">查看</a> , <a href="#">复制</a> , <a href="#">更改标样</a> . |
| <a href="#">Keywords</a>   | 定义条件化样品或空白样品能被系统识别的 <a href="#">关键词</a> .  |
| <a href="#">Acoustic signals</a>                                 | 开启或关闭 <a href="#">声音提示</a> .   |
| <a href="#">Configure Calculations</a>                           | 选择 <a href="#">日校正因子</a> 和空白值的 <a href="#">计算方法</a> .  |
| <a href="#">LIMS settings</a>                                    | 选择需要 <a href="#">传输至LIMS中的数据</a> .   |
| <a href="#">Instrument parameters</a>                            | 设置 <a href="#">仪器参数</a> .  |
| <a href="#">Method</a>   | 设定 <a href="#">操作方法</a> .  |
| <a href="#">Error handling</a>                                   | 设置操作软件在 <a href="#">系统遇到检测器出现错误时</a> 的 <a href="#">反应</a> .  |
| <a href="#">Sleep / Wake up functions</a>                        | <a href="#">睡眠/唤醒仪器</a> .  |
| <a href="#">Monthly logbook</a>                                  | 查看以往的使用记录.   |
| <a href="#">Select period</a>                                    | 选择一段时间, 查看这段时间内的使用记录.  |
| <a href="#">Configure vario MACRO cube</a>                       | 设置 vario MACRO cube.   |
| <a href="#">Configure key value</a>                              | 设置关键数据.  |

Options> Maintenance 图解: (仪器的维护)

1) maintenace intervals:

Event: 消耗品选项 Intervals: 设定使用次数 Standing: 当前使用次数

# vario MACRO cube 软件介绍 11

注意:

## 1) combustion tube / post combustion tube

燃烧管、次级燃烧管内填充剂通常可使用 1000 次（取决于样品的性质）通常测定标准物质判断是否需要更换。假如测定的标准物质测定值的平行性 $<0.3\%$ ,则可继续使用。可以适当延长 **interval** 的设定值。另外：假如在测定过程中发现石英管破裂，原管内的填充剂可以填充到新的管内继续使用。

## 2) reduction tube

还原管内的填充剂使用次数取决样品和加氧的方式 (Method)

CHN 模式：钨粒 CHNS 模式：线状铜（可再生）

空白测定选用的方法：Method: blank without O

否则，多余的氧气会消耗还原剂，减少还原剂的使用次数

选择合适的样品分析方法，否之多余的氧气会消耗还原剂，减少还原剂的使用次数

## 3) ash crucible (quartz /Steel /Ceramic)

石英坩埚：用于普通化学品测定

不锈钢坩埚：用 CHN 模式

陶瓷坩埚：在 CHNS 模式下：用于煤、土壤、塑料盒和厨余垃圾等特殊样品测定（

# vario MACRO cube 软件介绍 12

## 6 Math 计算

|   |                                 |
|---|---------------------------------|
| <a href="#">Math &gt; Calibration coefficients</a>        | 计算校准系数.                         |
| <a href="#">Math &gt; Configure calibration</a>           | 设置每个元素的校准方法.                    |
| <a href="#">Specify lower and upper calibration range</a> | 定义校准范围.                         |
| <a href="#">Math &gt; Statistics &gt; Via names</a>       | 统计拥有相同名称的样品                     |
| <a href="#">&gt; Group</a>                                | 将选定的样品进行统计.                     |
| <a href="#">&gt; Sort group</a>                           | 将进行统计计算的样品组分类.                  |
| <a href="#">&gt; Delete group</a>                         | 删除准备进行统计计算的样品组.                 |
| <a href="#">&gt; Clear statistic</a>                      | 将所有的统计数据彻底清除.                   |
| <a href="#">Math &gt; Blank Value &gt; Compute</a>        | 有计算机计算空白值.首先数据中必须要有空白值样品的数据.    |
| <a href="#">Blank values</a>                              | 如果你知道空白值的具体数值,可以手动输入,也可以由计算机计算. |
| <a href="#">Math &gt; Factor</a>                          | 计算每天的误差因子.                      |
| <a href="#">Math &gt; Recalculate</a>                     | 重新计算所有的样品数据.                    |
| <a href="#">Define type of peak</a>                       | 定义峰值曲线的显示类型.                    |
| <a href="#">Area assignment</a>                           | 选择需要计算的峰值面积的类型.                 |
| <a href="#">Define peak start/end</a>                     | 定义峰值曲线的起始和终止点以及基线的高度.           |

Meth>Calibration coefficients 图解:

Calibration coefficients

N C M S

Lower range: Upper range:

Coefficient a: +2.756338e-003 +1.184934e-003

Coefficient b: +8.714111e-005 +9.413571e-005

Coefficient c: -2.075723e-010 -5.082423e-011

Coefficient d: +0.000000e+000 +1.577298e-014

Coefficient e: +0.000000e+000 +0.000000e+000

Min: 838 9178

Max: 9178 131317

Date of: 1970-1-1 8:00:00

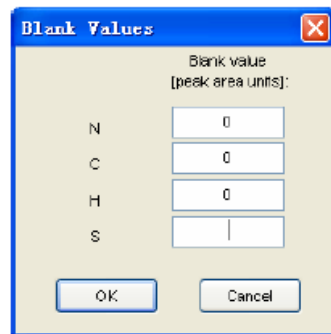
确定 取消 帮助

非线性曲线方程:  
 $Y=a+bx+cx^2+dx^3+ex^4$   
 y:元素的绝对含量 mg  
 x: 峰面积值  
 abcde:校正系数  
 Lower range:曲线的低范围  
 Upper range:曲线的高范围  
 Min: 最小峰面积分值  
 Max: 最大峰面积分值

# vario MACRO cube 软件介绍 13

Meth>Calibrate 工作曲线计算图解

Blank values: 系统空白值。

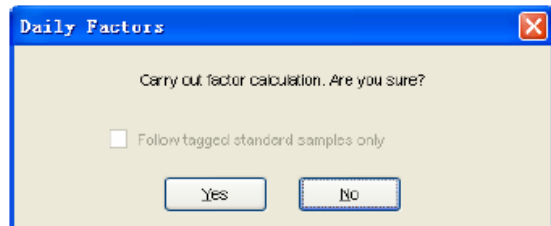


Blank Values dialog box. It has a title bar 'Blank Values' with a close button. Inside, there's a label 'Blank value [peak area units]:'. Below it are four input fields for N, C, H, and S, each containing the value '0'. At the bottom are 'OK' and 'Cancel' buttons.

通常系统不加氧的空白峰面积测定值:  
C、N、S<100, H<500  
这时的空白值可以被忽略。

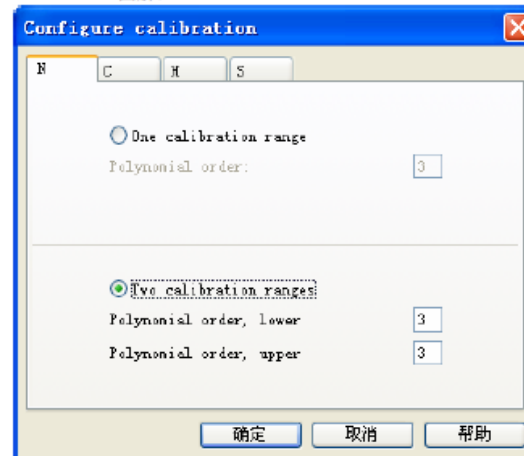
Math>Factor 计算日校正因子

Follow tagged standard samples only: 对被选择的标准样品进行计算



Daily Factors dialog box. It has a title bar 'Daily Factors' with a close button. Inside, there's a message 'Carry out factor calculation. Are you sure?'. Below it is a checkbox labeled 'Follow tagged standard samples only'. At the bottom are 'Yes' and 'No' buttons.

Calibration 图解:



Configure calibration dialog box. It has a title bar 'Configure calibration' with a close button. Inside, there are tabs for N, C, H, and S. The 'One calibration range' radio button is selected. Below it, 'Polynomial order:' is set to '3'. The 'Two calibration ranges' radio button is also visible. At the bottom are '确定' (OK), '取消' (Cancel), and '帮助' (Help) buttons.

One calibration range  
一次校正范围

Polyomial order  
设定曲线的多次方程  
设定值: 3  
 $y=a+bx+cx^2+dx^3$

Two calibration range:  
2 次校正范围  
Lower: 小称量的标样  
Upper: 大称量的标样

通过出厂的标准曲线的系数判断 2 次范围

例: P1 范围: N; 峰面积 836-9176

P2 范围: 峰面积值: 9176-131317



Help 帮助

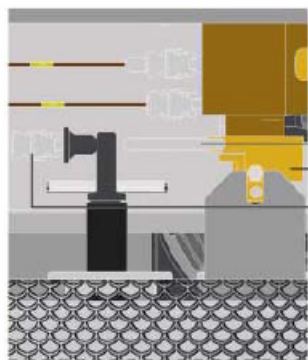
|  |                          |
|--|--------------------------|
| <a href="#">Help &gt; Contents</a>               | 打开帮助目录.                  |
| <a href="#">Help &gt; Search</a>                 | 帮助搜索.                    |
| <a href="#">Help &gt; Context-sensitive help</a> | 周围环境的帮助.                 |
| <a href="#">Elementar GmbH on the WEB</a>        | 在网上寻求 Elementar 公司的在线帮助. |
| <a href="#">Product registration</a>             | 产品注册.                    |
| <a href="#">Help &gt; About vario MACRO cube</a> | 了解 vario MACRO cube.     |



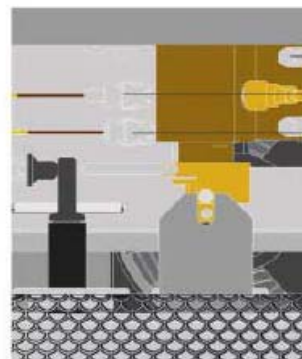
elementar

# vario MACRO cube 球阀维护 1

## 6. vario MACRO 仪器维护：球阀拆洗



- 1, 松开燃烧管和球阀的连接锁住的螺杆
  - 2, 将燃烧管和球阀的连接件放置正确位置, 使燃烧炉方便拉出而不损坏燃烧管
  - 3, 松开还原管出口的连接夹子
- 拉出加热炉



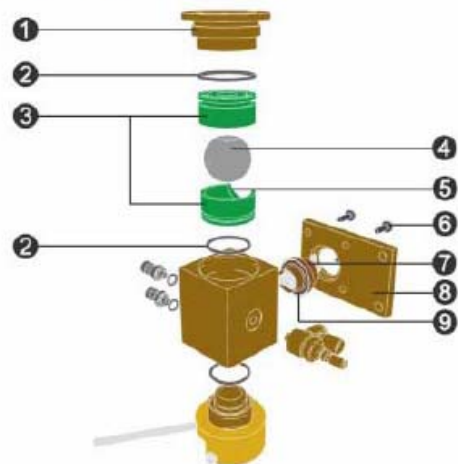
- 1, 松开球阀的吹扫气体的连接夹子
  - 2, 松开载气的连接夹子
  - 3, 拧开固定球阀的 2 个螺帽
- 取出球阀



- 1, 推开仪器右侧边门, 使之容易操作

# vario MACRO cube 球阀维护 2

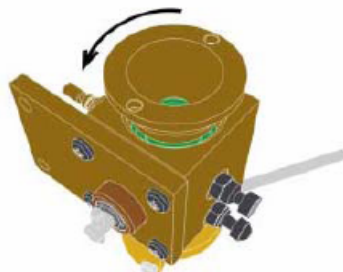
球阀分解部件图:



图示 1

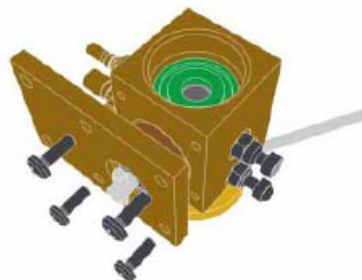
球阀拆卸步骤

1, 用专用工具拆开, 见图示 1



图示 2

2, 卸开 4 个螺丝, 取出挡板。见图示 2

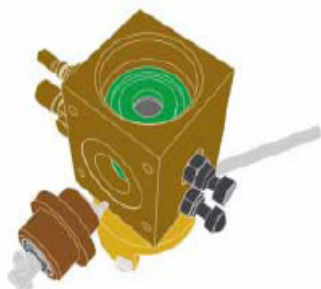




# vario MACRO cube 球阀维护 3

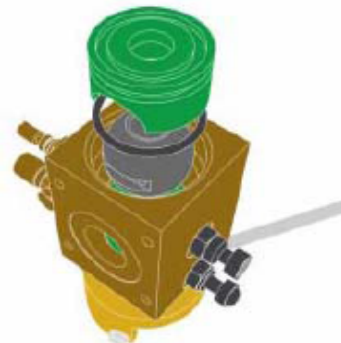
图示 3

3, 取出转动轴, 见图示 3



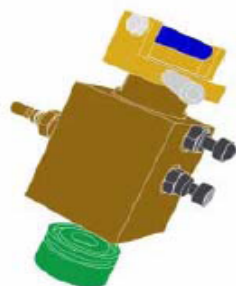
图示 4

4, 取出固定球的垫圈, 见图示 4



图示 5

5, 取出另一侧的垫圈, 见图示 5



## vario MACRO cube 球阀维护 4

重新装配球阀后，开机，用下列程序检查球阀：  
Options > Maintenance > adjust ball valve

**Adjust Ball Valve**

108[mA]

0[mA] 200[mA]

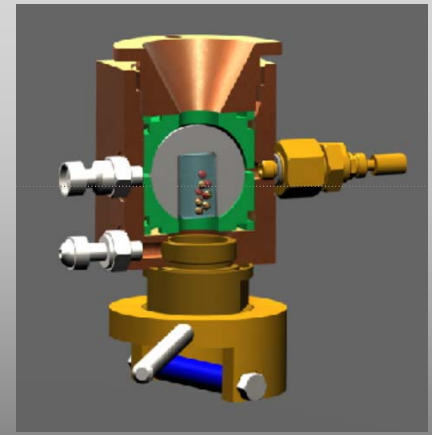
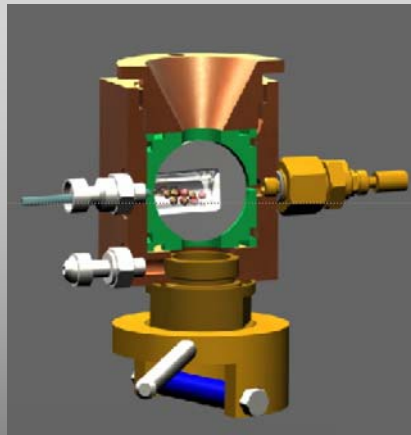
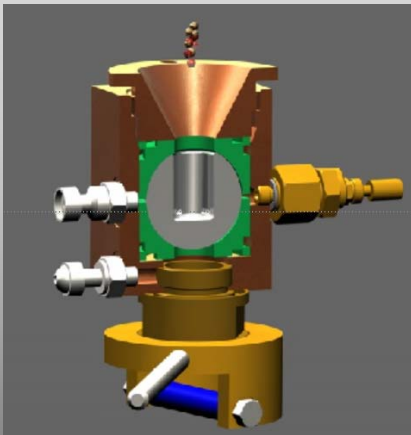
- Too slight, tighten wheel flange
- Wheel flange correct adjusted
- Too tight but still tolerable, loosen wheel flange
- Too tight, clean ball valve and re-adjust it

Note:  
For further information see operating instructions!

OK

● 太松，按顺时针方向紧固球阀上的轮缘  
● 正常  
● 太紧，但还在允许值之内，松一下轮缘  
● 太紧，需要清洗球阀和再次调节

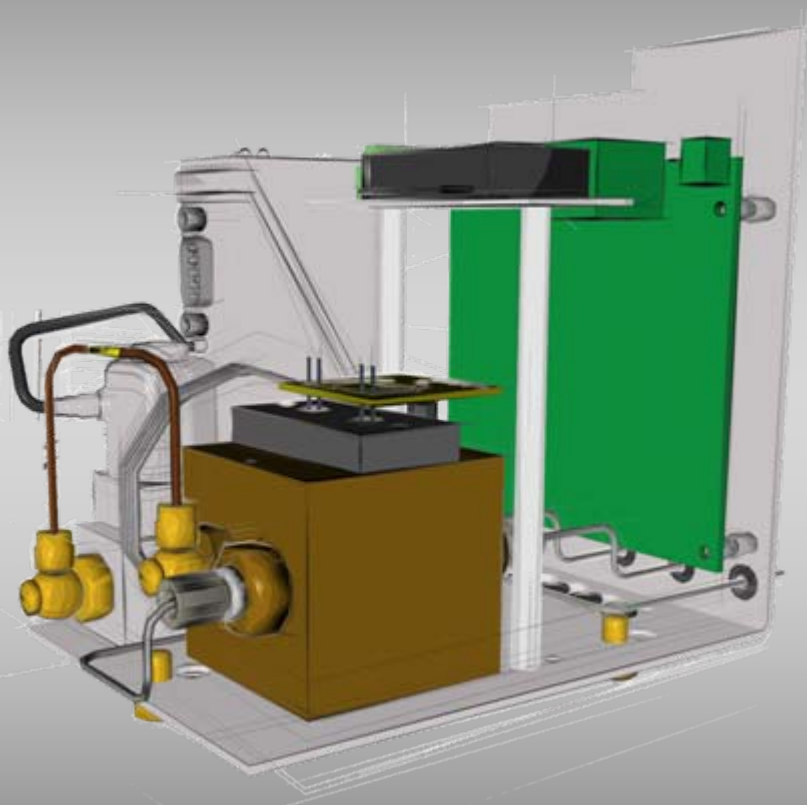
# vario MACRO cube 球阀维护 5



## vario MACRO cube 吸附柱介绍



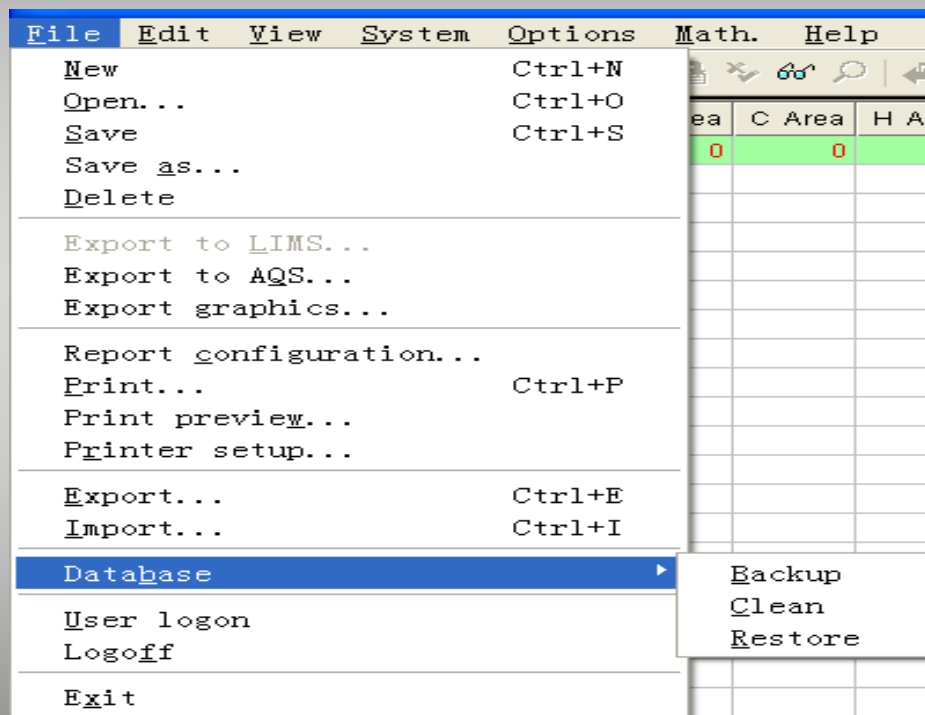
# vario cube 系列的热导检测器 TCD



- 自我研发
- 不易毁坏的热导检测器 TCD
- 对氧的侵扰不敏感
- 低噪音基线
- 用于小于100 ppm到100%的检测

# vario MACRO cube 软件部分 P1

## 1. 数据库备份: File>Database



# vario MACRO cube 软件部分 P2

## 2. 数据文件路径:

C:\ Documents and Settings\ All Users \Application Data \  
Elementar \ vario EL \ data \ vario EL. mdb

注意： 在隐藏文件和文件夹中选择显示所有的文件夹

## 3. 数据文件的导出:

File > Export (选定需导出的文件) OK

导出后数据不能存入到子文件夹内，可以直接存入根目录如  
D:>; 然后将其移入指定的文件夹

# vario MACRO cube 错误信息

## 仪器出错信息查询

**1. Info:** 在软件菜单**info** 一栏直接显示提示: 举例: **No** 或 **Nu**

**N:** 氮 **o:** over range **No** 的峰面积超出N的标准曲线的最大峰面积  
减少样品的称样量, 满足于标准曲线的要求

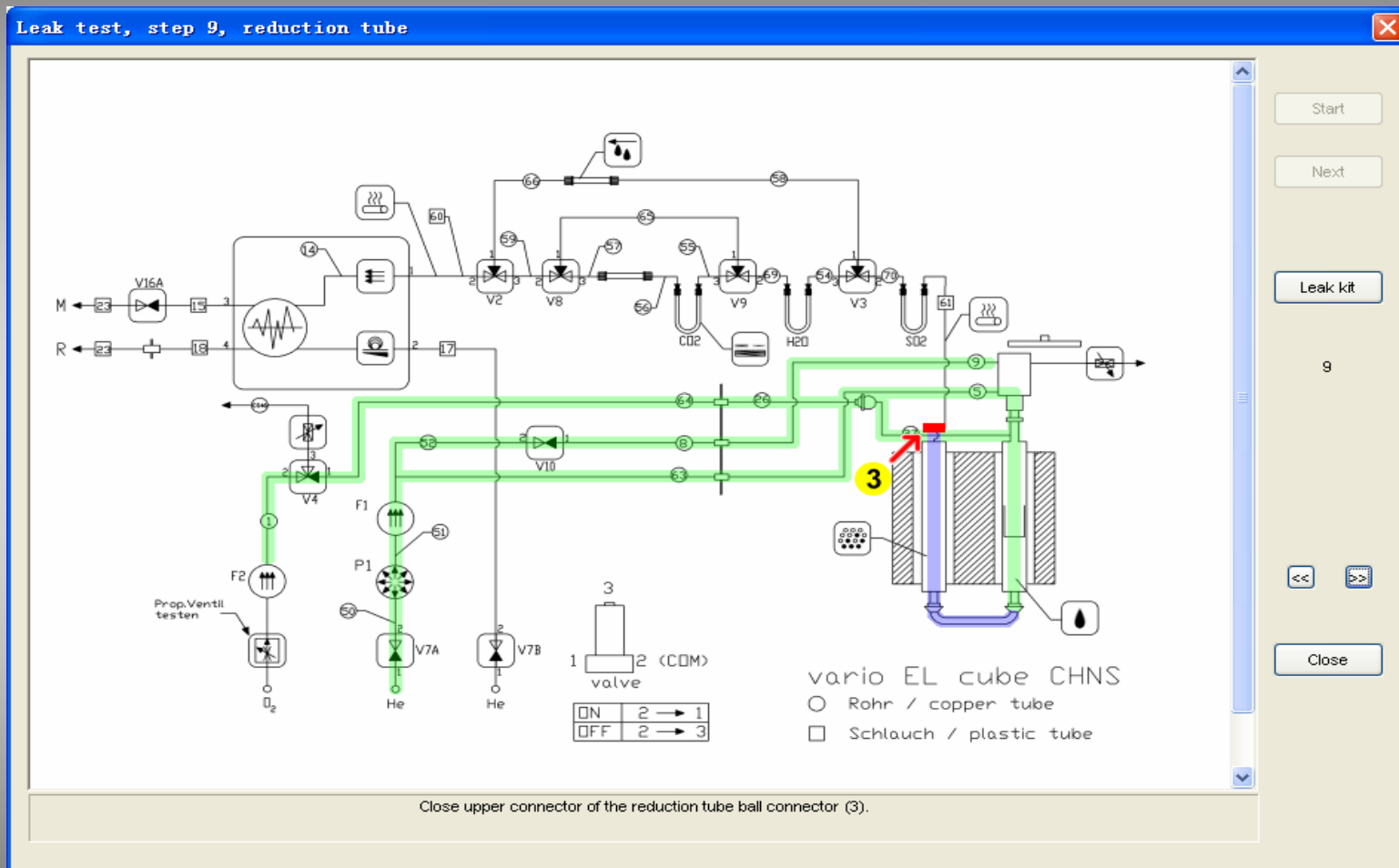
**Nu:** under N 的峰面积值小于标准曲线的最小峰面积值  
增加样品的称样量, 满足于标准曲线的要求

**2. Options > error buffer**

记录出错的时间和代码, 双击此代码可进入错误的索引(**error index**), 显示错误内容



# vario MACRO cube 系统检漏



# vario MICRO/EL/MACRO cube 系统检漏



# 仪器系统空白的原因 N

N空白: < 100 检查仪器的泄漏

1. 更换燃烧管/还原管、灰分管带入氧气管路的空气  
测定2个加氧空白，将N的空白迅速降低
2. 氧气纯度的问题  
测定加氧和不加氧的N的空白峰面积值进行判断
3. 还原剂失效 (N<sub>2</sub>+NO双峰)  
更换新的还原剂

# 仪器系统空白的原因-C

C 空白:  $< 100$  检查不完全的燃烧

样品的燃烧不完全

- 加氧的方法选择问题
- 加氧管的堵塞
- 氧气不纯
- 氧化剂失效

# 仪器系统空白的原因- H

H 空白: < 500

- 新换的还原剂（线状铜),在加热过程中产生水
- 氧气不纯
- 氧化剂失效

# 仪器系统条件化- run in

S 空白: < 100 检查系统的平衡

- 3-4个run in 含S的标准物质, 使系统SO<sub>2</sub>柱达到动态平衡
- 将已知含S的样品变成一组连续测定
- varioMICRO 需注意不要称量过大, 引起S柱过载

# FAQ-仪器维护时间的提示 1

## Maintenance Intervals

仪器维护时间间隔的提示，这是不同消耗品使用次数的计数器，当其使用到设定的次数时，软件会提示是否应该更换消耗品。

| Process: | Detector   |   |           | Temperatures [°C]: |   |            |   | Flow [ml/min] | Press. [mbar]                 |
|----------|------------|---|-----------|--------------------|---|------------|---|---------------|-------------------------------|
| Standby  | TC detect. | 0 | In active | Comb. tube         | 0 | CO2 column | 0 | MFC TCD       | 0                             |
|          | TCD        | 0 | °C        | React. tube        | 0 | H2O column | 0 | MFC O2        | 0                             |
|          |            |   |           | Post comb.         | 0 | Valve      | 0 | Flow He       | 0                             |
|          |            |   |           |                    |   |            |   |               | Maintenance<br>reduction tube |

Maint.: OK

Furnaces: 0000° C 0000° C 0000° C

Columns (H/C/S): 000° C 000° C 000° C

For help, press F1

## FAQ-仪器维护时间的提示 2

**Maintenance intervals**

combustion tube  
post combustion tube  
reduction tube  
ash crucible (quartz)  
ash crucible (steel)  
large drying tube  
small drying tube top  
small drying tube bottom  
ball valve  
ash crucible (steel) for TOC  
drying u-tube  
absorption tube  
small drying tube top for O  
small drying tube for CN gas-streaming  
reduction tube for N/CN gas-streaming

Total: 0

Event: 0

Interval: 1000

Standing: 0

combustion tube

Made assignments

- ☒ CHNS
- ☒ CNS
- ☒ CHN
- ☒ CN
- ☒ N
- ☒ O
- ☒ C/N R
- ☐ TIC/Solid
- ☒ TOC
- ☒ CHNS/liquid

If becoming due:

☒ Indication only

☐ Indication and abort the auto run

New Delete Save Close



# FAQ-仪器维护时间的提示 3

左框图可选择当前仪器使用的消耗品的种类

**Event:** 选用的消耗品的序列，从编号0递增

**Event** 的下框是选用的消耗品名称

**Interval** 设定该消耗品使用次数，到设定数值后进行更好提示

**Standing** 当前使用的次数

**Mode assignments** 选择仪器使用的模式

**If becoming due:** 选择Indication only (仅显示计数)；选择Indication and abort the auto run 当计数超过设定值时，仪器自动中断运行。

**New** 建立新的消耗品计数

**Delete:** 删除某一消耗品计数

**Save** 保存所设定新消耗品计数

**Close** 关闭维护提示的对话框

**注意：**

当重新更换消耗品后，需将standing 计数清零

石英燃烧管/还原管（不包括填充剂）可以使用到到破损后才更换

# FAQ-灰分管 / 灰分坩埚的选用

CHN/CN/N模式：石英灰分管、石英坩埚、陶瓷坩埚、不锈钢坩埚

CHNS/CNS模式：石英灰分管、石英坩埚、陶瓷坩埚

仪器型号 varioMICRO、varioEL

石英灰分管应用普通的化学样品的测定，进样量较小。

仪器型号 vario MACRO / varioMAX

陶瓷坩埚应用于特殊样品的测定如煤、塑料、土壤、植物  
洁净燃料（厨余垃圾）等

不锈钢坩埚由于会与硫反应，仅适用于CHN/CN/N模式

# FAQ-灰分管 / 灰分坩埚的使用

## 灰分管 / 坩埚和石英燃烧管的粘结问题的因素

- 1) 灰分坩埚的底部破裂和刚玉球的粘结
- 2) 坩埚内样品燃烧的微粒吹出坩埚，使坩埚和燃烧管缝隙粘结

## 解决粘结的方法

- 1) 将燃烧管氧化剂的上部将填充的刚玉球改为5-10mm的石英棉
- 2) 在坩埚内填充至少3mm 高度的石英棉或用刚玉球铺一层。  
这样可防止坩埚底部破裂后与催化剂烧结在一起。也可方便取出坩埚后清除灰分。
- 3) 换还原剂时，将坩埚取出会提一提，这样可以去掉坩埚外壁和燃烧管之间的灰分
- 4) 经常去除坩埚内的灰分，可以防止粘结

# FAQ-加氧时间和流速的设定

## 有关氧气加入量介绍

1. 假如氧气加入量不足，样品的燃烧使之氧化铜被还原，影响其使用寿命。未完全燃烧的样品残渣保留在灰分管内，其将影响下个样品的测定。
2. 假如氧气加入量过度，样品燃烧后的富余的氧气将和还原管的铜反应，使铜氧化成氧化铜，其将影响还原管内铜的使用寿命。
3. 假如测定同类样品，将选择最优的加氧量，从而节省分析费用。

# FAQ-加氧时间和流速的设定 varioMACRO

## for CHN mode:

| sample matrix<br>样品矩阵  | dosing time<br>定量给料时间<br>stage 1<br>[s] | dosing flow<br>定量给料流量<br>stage 1<br>[ml/min] | dosing time<br>定量给料时间<br>stage 2<br>[s] | dosing flow<br>定量给料流量<br>stage 2<br>[ml/min] | sample weight<br>样品重量<br>[mg] |
|------------------------|---|--|---|--|-------------------------------|
| Phenylalanine<br>苯基丙氨酸 | 30                                      | 30   | 150                                     | 110  | 100                           |
| Coal 煤                 | 30                                      | 30   | 200                                     | 130  | 100                           |
| Oil 油                  | 90                                      | 100  | 2                                       | 10   | 50                            |

## for CHNS mode:

| sample matrix          | dosing time<br>stage 1<br>[s] | dosing flow<br>stage 1<br>[ml/min] | dosing time<br>stage 2<br>[s] | dosing flow<br>stage 2<br>[ml/min] | sample weight<br>[mg] | method name |
|------------------------|-------------------------------|------------------------------------|-------------------------------|------------------------------------|-----------------------|-------------|
| Sulfadiazin<br>磺胺嘧啶    | 30                            | 30                                 | 90                            | 100                                | 40                    | std-CHNS    |
| plant material<br>植物原料 | 50                            | 30                                 | 100                           | 60                                 | 100                   | plant100    |
| Coal<br>煤              | 30                            | 30                                 | 200                           | 130                                | 100                   | coal CHNS   |

# FAQ-加氧时间和流速的优化

- 相似种类样品的氧气优化法的调节可以延长还原管的使用次数。
- 对于种类差异很大的样品，优化的可能性是有限的。

优化步骤：

1. 相同样品重量的多次称重
2. 选择仪器提供的分析方法
3. 假如不出现峰拖尾的现象，在“dosing flow stage 2”减少10%

**注意：**在改变方法时，在每个样品插入不放入样品的空燃烧。加氧时间同上一个样品，假如这个空燃烧的C积分值符合空白要求，则可以判断燃烧优化条件没问题。



# FAQ-液体样品测定 2

液体封口器有高纯氧（99.995%）连接管用于吹扫锡杯内的空气，这主要目的是用高纯氧置换锡杯内的空气，否之则会影响N的空白值，这主要是空气中含有约79%N<sub>2</sub>，假如一时无法增已瓶高纯氧气，则可以用一下方法：

1, 将分析纯的乙醇注入一个空锡杯（相等样品的注入体积），然后用密封器封口,输入一假设重量,用仪器测得空白N的峰面积.然后测定液体样品时减去此N 空白峰面积.

2, 在被所测的液体样品,输入N的Blank一栏,输入注入分析纯的乙醇锡杯所测的N峰面积. 所测液体样品会自动被修正.

3, 称样：先将锡杯去皮重，然后用注射器注入液体样品后封口，随后测定实际重量



# FAQ-植物样品测定 1

## 1. 坩埚使用

CHN/CN/N模式：不锈钢坩埚

CHNS/CNS模式：

陶瓷坩埚用于煤、塑料、土壤和洁净燃料（厨余垃圾）等

**注意：**在坩埚内填充一些的 $\text{WO}_3$  或者2mm 高度的  
石英片（或石英棉）

这样可防止坩埚底部破裂后与催化剂烧结在一起。

这样可以方便取出坩埚后清除灰分。

# FAQ-植物样品测定 2

1. 植物样品：树叶、豆类、蔬菜、藻类
2. 称量：约50mg
3. 方法：Options>Setting>Plant2 根据称量选择

# FAQ-土壤样品测定

1. 土壤样品
2. 称量：约200mg
3. 方法：Options>Setting> Soil

# FAQ-煤样品测定 1

## 2.. 坩埚种类

CHN/CN/N模式：不锈钢坩埚

CHNS/CNS模式：

陶瓷坩埚用于煤、塑料、土壤和洁净燃料（厨余垃圾）等

**注意：**在坩埚内填充一些的 $\text{WO}_3$  或者2mm 高度的石英片（或石英棉），  
这样可防止坩埚底部破裂后与催化剂烧结在一起。  
这样可以方便取出坩埚后清除灰分。

# FAQ-煤样品测定 2

陶瓷加氧管至少插入坩埚内5-10mm  
标准陶瓷加氧管的长度:

CHNS/CNS 模式: 140 mm

CHN/CN/N 模式: 170 mm

**注意:** 随着坩埚内的灰分增加, 有可能将加氧管出口堵塞, 可以准备2根不同长度的加氧管备用。一根标准长度140mm用于新的坩埚。另一根截短些。当灰分增加时改用短的陶瓷加氧管。

# FAQ-煤样品测定 3

煤测定结果修正方法如下：

1. 研磨后的煤样（空气干燥基）的称重 例如：100mg 煤样  
通过加热炉的干燥，测定样品中的H<sub>2</sub>O
2. 将样品从加热炉取出放入干燥器，避免煤样再次吸水  
将放入干燥器内的样品冷却到室温，然后再次称重  
假如称重为90mg, 则此煤样失去10%的重量，湿度为10%  
将10%输入操作软件菜单中humidity一栏
3. 在操作软件菜单上，输入的重量应是为烘干前的空干基煤的称重  
输入水分因子后，测定结果是煤空干基中CHNS%，在CHN模式：CHN%

解释：输入水分校正后CHNS%也就是等于煤干基测定结果。

# FAQ-煤样品测定 4

## 基的换算

将有关数值代入下表所列的相应公式中，再乘以已知基表示的某一分析值，即可求得用所要求的基表示的分析值。

### 不同基的换算公式

| 已知基 \ 要求基       | 分析基<br>ad                    | 收到基<br>ar                    | 干基<br>d               |
|-----------------|------------------------------|------------------------------|-----------------------|
| 分析基<br>ad       |                              | $\frac{100-Mar}{100-Mad}$    | $\frac{100}{100-Mad}$ |
| 收到基<br>ar       | $\frac{100-Mad}{100-Mar}$    |                              | $\frac{100}{100-Mar}$ |
| 干基<br>d         | $\frac{100-Mad}{100}$        | $\frac{100-Mar}{100}$        |                       |
| 干燥无灰基<br>daf    | $\frac{100-(Mad+Aad)}{100}$  | $\frac{100-(Mar+Aar)}{100}$  | $\frac{100-Ad}{100}$  |
| 干燥无矿物质基<br>dmmf | $\frac{100-(Mad+MMad)}{100}$ | $\frac{100-(Mar+MMar)}{100}$ | $\frac{100-MMd}{100}$ |

注：M-水分  
A- 灰分



elementar

# FAQ-氧的测定 1

## 条件化方法1

裂解管填充的颗粒碳需在高温1150 ° C加热2小时，随后测定10个称量在10mg左右的苯甲酸用于裂解管的条件化，去除颗粒碳所吸附的空气。

1. 氦气钢瓶减压阀的出口压力 0.5 bar，减少氦气的消耗
2. 打开裂解管和U形管（P2O5/碱石棉）的连接口，使裂解管加热后释放的气体放空。
3. 2小时后连接上裂解管和U形管的连接口,将氦气钢瓶减压阀的出口设定 0.2Mpa
4. 随后测定10个称量在10mg左右的苯甲酸
5. 测定空白，当空白峰面积值<500,随后测定RUN IN 和日校正因子

## 条件化方法2

1. 裂解管填充的颗粒碳需在高温1150 ° C加热2小时
2. 氦气钢瓶减压阀的出口压力 0.5 bar，减少氦气的消耗
3. 打开裂解管和U形管（P2O5/碱石棉）的连接口，使裂解管加热后释放的气体放空。
4. 2小时后连接上裂解管和U形管的连接口,将氦气钢瓶减压阀的出口设定0.2Mpa
5. 测定空白，当空白峰面积值<500,随后测定RUN IN 和日校正因子

氧裂解管的条件化所需时间：方法1 < 方法2，  
但方法2可以节省标准物质和减少灰分管的清除



# FAQ-氧的测定 2

难分解样品的氧测定：

- 1) 含有碱土类物质测定时，需在样品上需覆盖10-20mg 的乌洛托品,环六亚甲基四胺/ 氯化铵的混合物。氯化铵容易吸水，需干燥后并在干燥环境中使用
- 2) 添加物需测定空白，进行空白校正（减去氧空白峰面积值）
- 3) 含氟样品在高温下于石英管发生反应，生成四氟化硅和氧气,并生成CO，影响氧的测定。

# FAQ-仪器维护-冲洗流速的调节 1

冲洗流速的调节:

1. 当样品带入空同时进入球阀后，当球阀转到90度是有短暂的停留，此时氦气通入球阀，将带入的空气冲洗掉，然后球阀在转到90度，将样品落入燃烧管。
2. 排除仪器系统泄漏之后，当发现还有残留的N空白 $>100$ 峰面积值，此时，可以考虑增加冲洗的流速，加大氦气的流量有利于排空球阀内的空气。排空的流速将通过一针型阀控制。

# FAQ-仪器维护-冲洗流速的调节 2

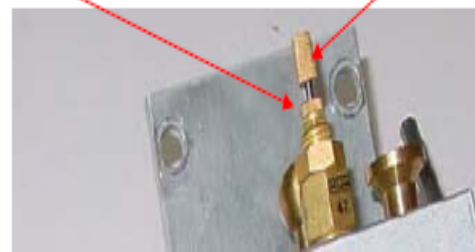
球阀示意图



针型阀示意图

操作步骤

1. 松开固定针型阀调节钮的小螺帽 旋动调节螺帽，逆时针方向旋转增大流速，反之减少。



注意：小心旋转，避免折断调节螺杆。

# FAQ-仪器维护-新换还原铜 1

问题：当使用新装的还原铜后，出现短暂的流速波动和不稳定

原因： $\text{CuO} + 2\text{H} = \text{Cu} + \text{H}_2\text{O}$

制备线状铜时，会在铜的孔径内残留水分，当加热时，水分随载气一起吹出，大量水分会引起气路的短暂堵塞，当载气通过有水分的气路会引起流速的波动

解决方法：（标准的方法）：

将还原管的出口打开，调节钢瓶减压阀的出口压力为0.05Mpa，观察仪器软件显示FM约50ml左右，（当还原管的出口打开，MFC已无法控制流速，仅能通过钢瓶减压阀调低流速）

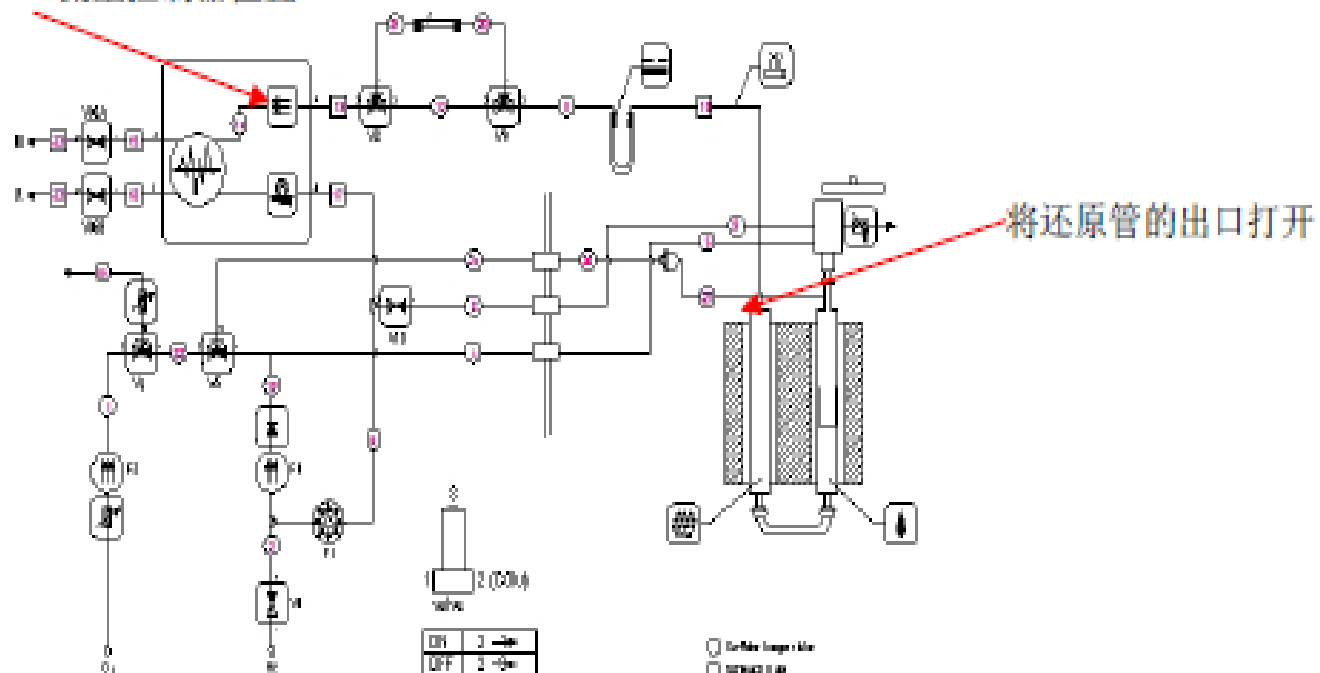
当仪器加热至设定的操作温度后半小时，将还原管重新连接上，将减压阀调整到指定的工作压力。

其他方法

不采用标准方法的步骤，通过连续做不加氧的空白，逐渐将水分去除。由于大量水分进入吸附柱，所以用测定空白方法去除水分的时间较长。

# FAQ-仪器维护-新换还原铜 2

MFC 流量控制器位置



# FAQ-仪器维护-保险丝的更换 1

打开仪器的左侧旁板，用万用表检查保险丝是否导通。

| Table of the vario EL fuses |                                 |                |
|-----------------------------|---------------------------------|----------------|
| F1                          | furnace 1                       | 42 V AC; 15 A  |
| F2 + F3                     | furnace 2, furnace 3            | 42 V AC; 10 A  |
| F4                          | adsorption columns              | 42 V AC; 10 A  |
| F5                          | heater for the tubes            | 13 V AC; 10 A  |
| F6                          | 24 VDC card                     | 18 V AC; 10 A  |
| F7                          | TCD-heater                      | 24 V AC; 6 A   |
| F8                          | Haltec power supply IR-detector | 230 V AC; 2 A  |
| F9 + F10                    | furnace transformer             | 230 V AC; 15 A |
| F11 + F12                   | electronic-transformer          | 230 V AC; 6 A  |

# FAQ-仪器维护-保险丝的更换 2

出错代码:

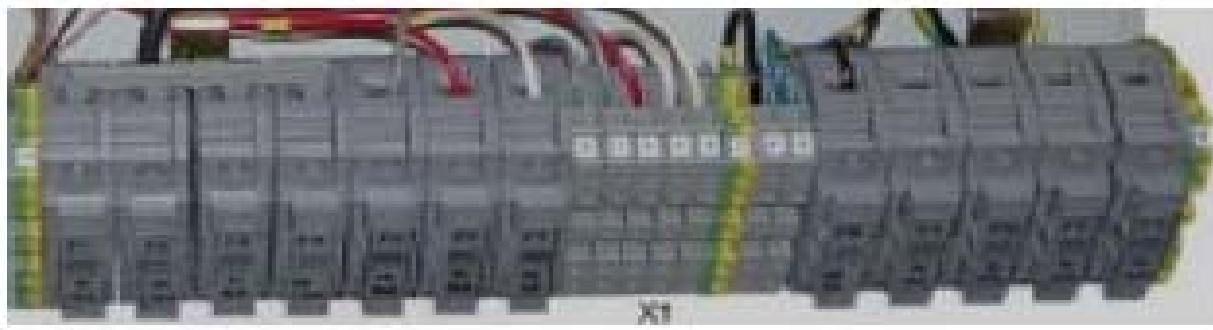
COM 000D, Time-Out和Fumace6 请检查F4 10A 保险丝

ME 0010, TCD-heater 请检查F5 10A 保险丝

燃烧炉故障, 请检查F1, 15A

其他方面: 请逐一检查各保险丝。

保险丝上有编号和注明 A 值:



# FAQ-仪器维护-计算机和仪器的连接

PC 部分:

- 1, 我的电脑>鼠标右击, 点击属性
- 2, 点击硬件下的设备管理器
- 3, 查看端口USB COM Serial Port编号

仪器操作软件部分:

- 1, Options>configurations>user easadmin
- 2, 查看仪器连接的端口编号: Analyze Port
- 3, 假如与PC显示的端口不符, 将此value 改成同PC一致的端口编号



# Elementar 技术服务中心联系方式

Elementar EA QQ 用户群: 84146917 (共享文件有应用资料)

叶昌强                      13901881752    cqye@elementar.de    QQ: 765275005

邓好(EA/IRMS) 13621797532    deng@elementar.de    QQ: 414254566

牟志峰(EA)                13816652355    mou@elementar.de    QQ: 289116711

何斌 (IRMS)              13636670336    he@elementar.de    QQ: 1838854951

杜安旒 (消耗品供应) 021-6878 5128 anni.du@elementar.de    QQ: 723411827