

稳定同位素质谱仪操作指南

- 1. 检查:** 打开 He、CO₂ (不测 C 不打开)、O₂、N₂ 钢瓶总阀, 检查空压机表盘是否打开 (表盘有示数)。
- 2. 检查软件设置:** 打开 Acquisition 软件, ConFlo IV Interface 中设置 Sample dilution 为 98%; Flash IRMS 中检查 Right Furnace、Oven、Carrier、Reference 等是否处于关闭状态; 检查 MS 中 HV 是否为 0, 电流为 0。检查针阀是否关闭。
- 3. 反应管装填和安装:**

石英棉(20 mm) —— Ag-Co₂O₃(30 mm) —— 石英棉(10 mm) —— 铜(70 mm) —— 石英棉(10 mm) —— Cr₂O₃(75 mm) —— 石英棉(15 mm),

取反应管, 按如上顺序装填填料, 用卫生纸将反应管表面擦干净; 将反应管上端套上密封圈, 放入右炉, 下端用扳手拧紧, 上端手拧紧。

注: 石英棉用工具压实, 密封圈注意方向, 顶端的密封圈半径小的一侧朝上, 底端的安装方向相反。
- 4. 更换吸附剂:** 测 N 元素时安装 CO₂ 吸附剂 (可同时吸水和 CO₂), 查看吸附剂是否变紫, 变紫需更换; 若测 C 元素, 装填水吸附剂 (高氯酸镁), 装填完毕, 安装回仪器。

注: 植物样品 C、N 元素含量相差较大, 不可同时测。
- 5. 检漏:** 设置 carrier 和 reference 流速分别为 70mL/min 和 70 mL/min。在 Flash IRMS 板块, 右击选择 Flash Status, Special Functions, 单击 Leak Test, start, 查看 carrier 和 reference 是否能在 180 s 内降到 5 mL/min 以下 (5 mL/min 的要求不是绝对, 需加上流速设置为 0 时仪器显示的背景流速)。若能, 说明气密性良好; 若不能检查反应管、吸附剂及自动进样器处是否漏气。
- 6. 监测质谱稳定性:** **先打开针阀, 再打开离子源 (顺序不可颠倒)**, 此时真空度由 10⁻⁷ 变至 10⁻⁶, 电压电流有数值。打开已存在序列, 另存为新序列, 以“日期-姓名”命名。提交序列若干行 on-off 序列, 单击 start, 监测仪器稳定性。¹³C 或 ¹⁵N 连续 10 个脉冲的 d15N/14N 值的 Std.Dev 小于 0.06‰, 说明稳定性良好 (Isodat workspace-双击打开 on-off 结果-选中 d¹⁵N/¹⁴N 列/右击 caculate/查看 Std.Dev)。
- 7. EA 反应炉升温 (可与步骤 6 同时做):** 采用 400°C-700°C-960°C 梯度逐步升温。在 Flash IRMS 板块, 右击选择 Flash Method, 勾选 **right Furnace**, 输入 400 °C, 勾选 Oven, 输入 45°C, send, 反应炉实时温度可在 Flash Status 查看。温度到达 400 °C 后, 相同步骤分别升至 700 °C 和 960 °C 升温。
- 8. 检测样品:** 待反应炉温度升至 960 度、质谱 on-off 稳定之后, 编辑序列: 打开一已存在的序列, save as 新序列, 名称为“日期-姓名”; 按 blank-标样-样品顺序编辑序列, 样品中间需穿插标样和 on-off 监测仪器稳定性。**运行序列:** 选中 blank, 单击 start, 查看结果, 如果没有杂峰, 再放置样品并提交对应序列, 若有杂峰, 需走多针 blank 直至杂峰基本消失, 亦可参考如下注意 (5) 解决 (用时较短)。常关注 CO₂ 吸附剂的颜色, 若变质, 参考注意 (6) 更换。

Amount	Type	EA Method	Identifier 1	Identifier 2	Method
*** 单位 □ g	Blank Reference Sampe	EA-CN.eam	20201127 (日期)	样品名称	N_Test.met

注意：

- (1) blank 走完证明仪器没问题可以测样时再将样品放到样品盘中；
- (2) 走 blank 和样品时关注两个标气的 $d^{15}N/^{14}N$ 值，相差 0.1 为正常，太大则不稳定，需走 on-off。标样的 $d^{15}N/^{14}N$ 值相差不超过 0.5，视为稳定。
- (3) 样本/标样测得的信号大于 1000mv 才准确。
- (4) 每天要走 on-off 至 Std.Dev 小于 0.06‰。
- (5) 走 blank 时如有 N_2 峰，说明系统内进了空气，可通过模拟进样方法排空气，具体方法如下：
 - a. 打开 Instrument Control 软件：option 设置 1000s，单击 strat scan；
 - b. 回到 Acquisition 软件，Flash IRMS，右击选择 Start Flash，样品盘会移动一位，模拟进样；
 - c. 在 Instrument Control 观察实时信号，200s 内如有峰出现，结束此次模拟进样 (Acquisition/Flash IRMS/Stop Flash)，并再次模拟进样 (重复步骤 b)，直至没有峰出现或该峰信号低于 100mv。
 - d. Instrument Control，单击 stopscan，Acquisition 软件，Flash IRMS，右击选择 Stop Flash。
- (6) 测 N 时要常关注 CO_2 吸附剂，若变紫，需更换，更换方法如下：
 - a. 停止正在走的序列，Sample dilution 设置为 98%
 - b. 关闭离子源，关闭针阀
 - c. 拆下 CO_2 吸附柱，更换全新吸附剂，原石英棉可重复使用，安装回仪器
 - d. 走 on-off 至 Std.Dev 小于 0.06‰，可以继续走样品。

9. 关机：序列运行完毕，Sample dilution 设置为 98%，carrier 和 reference 分别设置 50 和 10 mL/min，关闭离子源，关闭针阀，反应炉降温：采用 960 °C -700 °C -400 °C 梯度逐步降温，Oven 设为 off，待降至 400 度后，Right Furnance 设为 off，Carrier 和 Reference 流速设为 10 和 10 mL/min，待右炉恢复室温后，Carrier 和 Reference 关闭流速。关闭所有钢瓶总阀，空压机不用关。

10. 数据处理

- (1) 标样校正标气 $d^{15}N/^{14}N$ ：打开 Isodat workspace 软件，打开标样结果，Edit Methods/Evaluation@N2/，分别输入 Ref.time 126 (N_2 的出峰时间)， $d^{15}N/^{14}N$ 理论值 (小麦粉为 2.85)，ok，单击 Start Re-Evaluation，得到标气的 $d^{15}N/^{14}N$ 数值。同样的方法，计算其他 3 个标样的标气 $d^{15}N/^{14}N$ 数值，取接近的几个数值计算平均值，作为标气的 $d^{15}N/^{14}N$ 数值。
- (2) 选中要导出的数据，右击，pre-process, edit, evaluation@N2，输入 ref.time 92 (标气的出峰时间) 和步骤 (1) 得到的 $d^{15}N/^{14}N$ 值，单击 ok，File name 处选择保存位置 (C/Data/实验室文件夹/自己文件夹) 和名称，单击 Add，选择 N-data_export.wke，单击 ok。数据需用格式化 U 盘拷贝。