

# 液态水稳定同位素分析仪操作及注意事项



- LICA International Group Ltd.
- Los Gatos Research Inc. USA





## IWA-45EP 激光水同位素分析仪

( $\delta^{18}\text{O}$ ,  $\delta^{17}\text{O}$ ,  $\delta^2\text{H}$ ,  $\text{H}_2\text{O}$ )

液态水测量速度：**800注入/天，130个样品，**  
其中包含**110个未知样品。**

精度： **$\delta^2\text{H} < 0.5\text{‰}$**

**$\delta^{18}\text{O} < 0.1\text{‰}$**

**$\delta^{17}\text{O} < 0.1\text{‰}$**

1. 分析仪与自动进样器开机；
2. 安装进样口隔膜，每1-2天连续测量后需要更换一个隔膜（更换程序见附件）；
3. 预热3-6小时；
4. 润针：润滑剂润洗进样针（30-50次上下），去离子水润洗进样针（30-50次上下）；
5. 安装进样针；
6. 样品前处理：过滤、真空蒸馏或其他处理；
7. 样品放置（每瓶放置标样或样品各1 ml）；

## 操作步骤

- 在Configure菜单中的Sample List中，设置样品测量顺序，并按→把其转入Run List中；
- 在Injection per Sample中，设置为6次；
- 在Configure菜单中的Standard List中，设置样品测量顺序，并按→把其转入Standard Set up中；
- 在下拉菜单中，Start With选择Standard，Run After选择数字为3
- Standard Interleave Type选择One Standard per Sample Set
- 点击Make Run按钮，生成测量序列；
- 按屏幕底部的Run按钮，转入运行菜单；
- 检查设置是否正确，无误后按 ，开始运行测量，并同时观察数据和进样量的稳定性以便随时调整

## 操作步骤

- 测量完成后，按屏幕底部的File Transfer按钮，根据屏幕提示插入U盘，进入资源管理器；
- 选中左边窗口前缀包含F的txt的文件，此文件为数据文件，按→按钮把数据复制到U盘中；
- 按Exit按钮退回到主菜单；
- 拔出U盘，并复制到用户的计算机使用；
- 在主菜单下的Exit按钮，关机，约需要3分钟，直到Power down显示，关闭分析仪后部电源开关。
- 卸下进样针，润针，同步骤4，之后放回进样针的盒子中；
- 关闭进样器开关。

## 操作步骤

Data File Path:

C:\Users\Administrator\Desktop

Current Data Filename:

lwia26Sep2013\_f0004.txt

Injections Per Sample 6

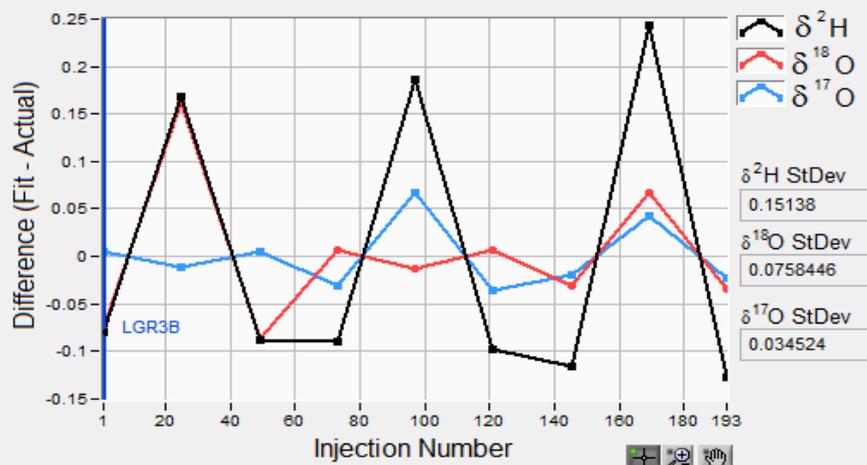
List of Unique Samples

IsStd?	Name	Actual $\delta^2\text{H}$	Actual $\delta^{18}\text{O}$	Actual $\delta^{17}\text{O}$
<input checked="" type="checkbox"/>	LGR3B	-97.60	-13.47	-7.08
<input type="checkbox"/>	JJK-1	-	-	-
<input type="checkbox"/>	ZG	-	-	-
<input type="checkbox"/>	CLT-4	-	-	-
<input checked="" type="checkbox"/>	LGR4B	-51.80	-8.02	-4.17
<input type="checkbox"/>	HH	-	-	-
<input type="checkbox"/>	GA-2	-	-	-
<input type="checkbox"/>	HJ-1	-	-	-
<input checked="" type="checkbox"/>	LGR5B	-9.57	-2.89	-1.43
<input type="checkbox"/>	YC	-	-	-
<input type="checkbox"/>	SJK-	-	-	-

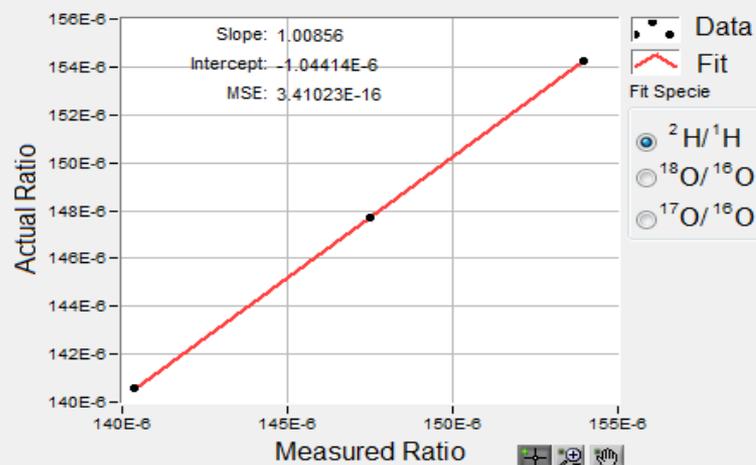
Loaded Data

Rm?	Inj #	Name	H <sub>2</sub> O [N/cm <sup>2</sup> ]	<sup>2</sup> H/ <sup>1</sup> H	<sup>18</sup> O/ <sup>16</sup> O	<sup>17</sup> O/ <sup>16</sup> O	Processed $\delta^2\text{H}$	Processed $\delta^{18}\text{O}$	Processed $\delta^{17}\text{O}$	Flag
<input checked="" type="checkbox"/>	1	LGR3B	3.9095E+16	1.4037E-4	1.9799E-3	3.7713E-4	-97.680	-13.545	-7.075	ignr
<input checked="" type="checkbox"/>	2	LGR3B	3.9192E+16	1.4038E-4	1.9801E-3	3.7713E-4	-	-	-	ignr
<input type="checkbox"/>	3	LGR3B	3.9072E+16	1.4037E-4	1.9801E-3	3.7714E-4	-	-	-	norm
<input type="checkbox"/>	4	LGR3B	3.9228E+16	1.4041E-4	1.9800E-3	3.7709E-4	-	-	-	norm
<input type="checkbox"/>	5	LGR3B	3.9357E+16	1.4040E-4	1.9799E-3	3.7711E-4	-	-	-	norm
<input type="checkbox"/>	6	LGR3B	3.9293E+16	1.4038E-4	1.9800E-3	3.7708E-4	-	-	-	norm
<input checked="" type="checkbox"/>	7	JJK-1	3.9416E+16	1.4727E-4	1.9911E-3	3.7819E-4	-50.647	-7.409	-3.818	ignr
<input checked="" type="checkbox"/>	8	JJK-1	3.9237E+16	1.4761E-4	1.9915E-3	3.7820E-4	-	-	-	ignr
<input type="checkbox"/>	9	JJK-1	3.9119E+16	1.4762E-4	1.9913E-3	3.7823E-4	-	-	-	norm
<input type="checkbox"/>	10	JJK-1	3.8943E+16	1.4765E-4	1.9914E-3	3.7819E-4	-	-	-	norm
<input type="checkbox"/>	11	JJK-1	3.8956E+16	1.4767E-4	1.9913E-3	3.7819E-4	-	-	-	norm

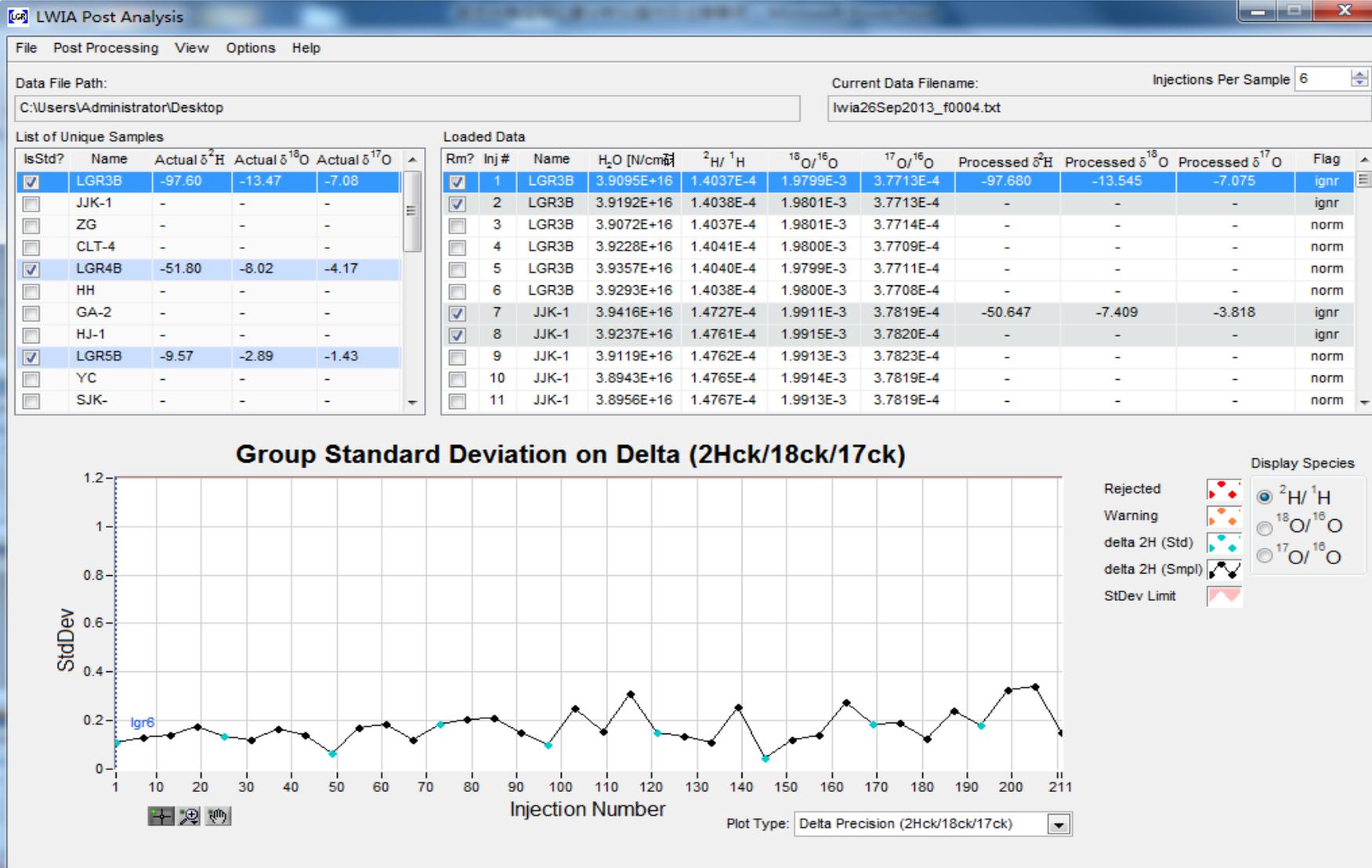
Processed Standards: Fit - Actual Deviation



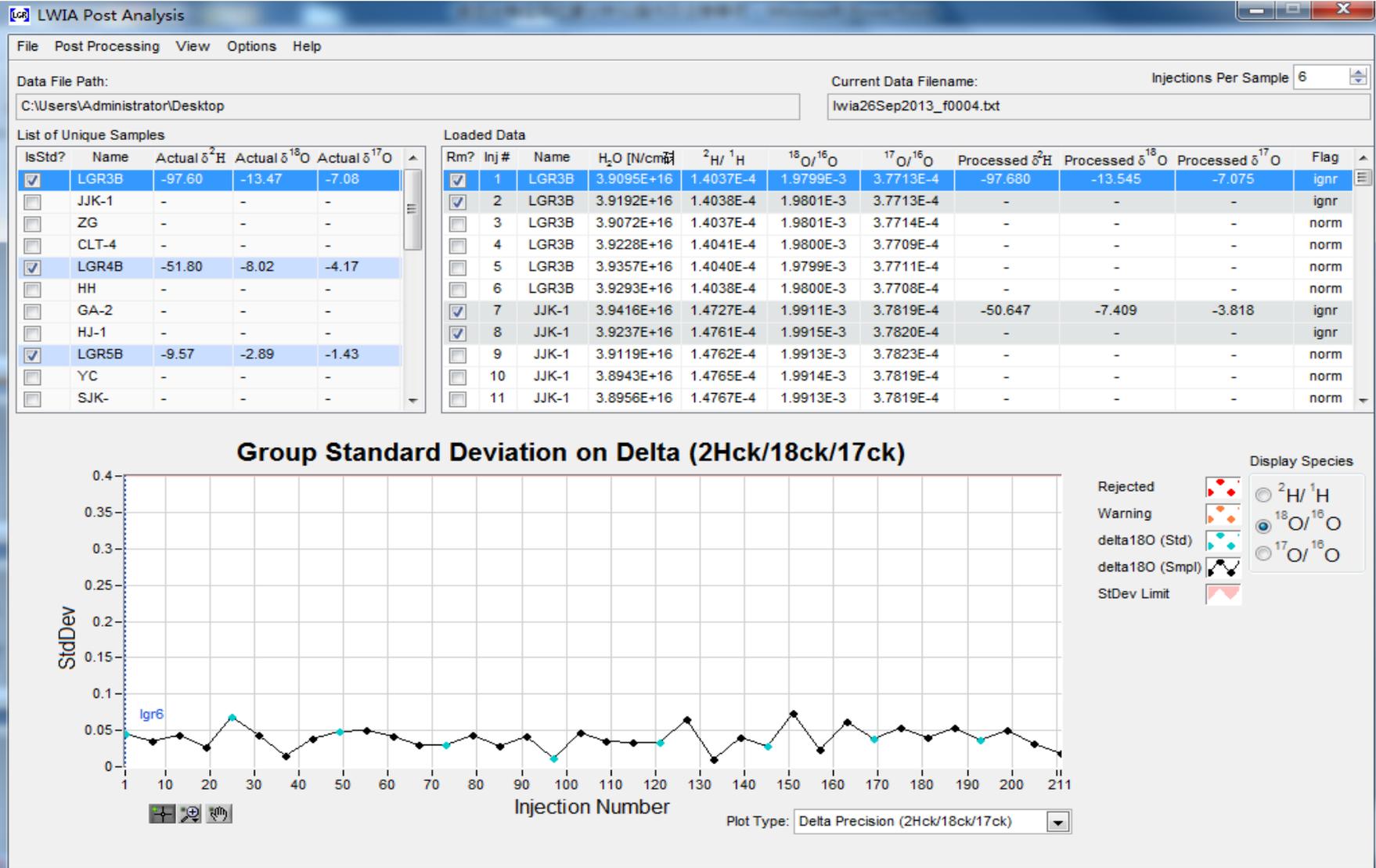
Fit to Standards: <sup>2</sup>H/<sup>1</sup>H Ratio



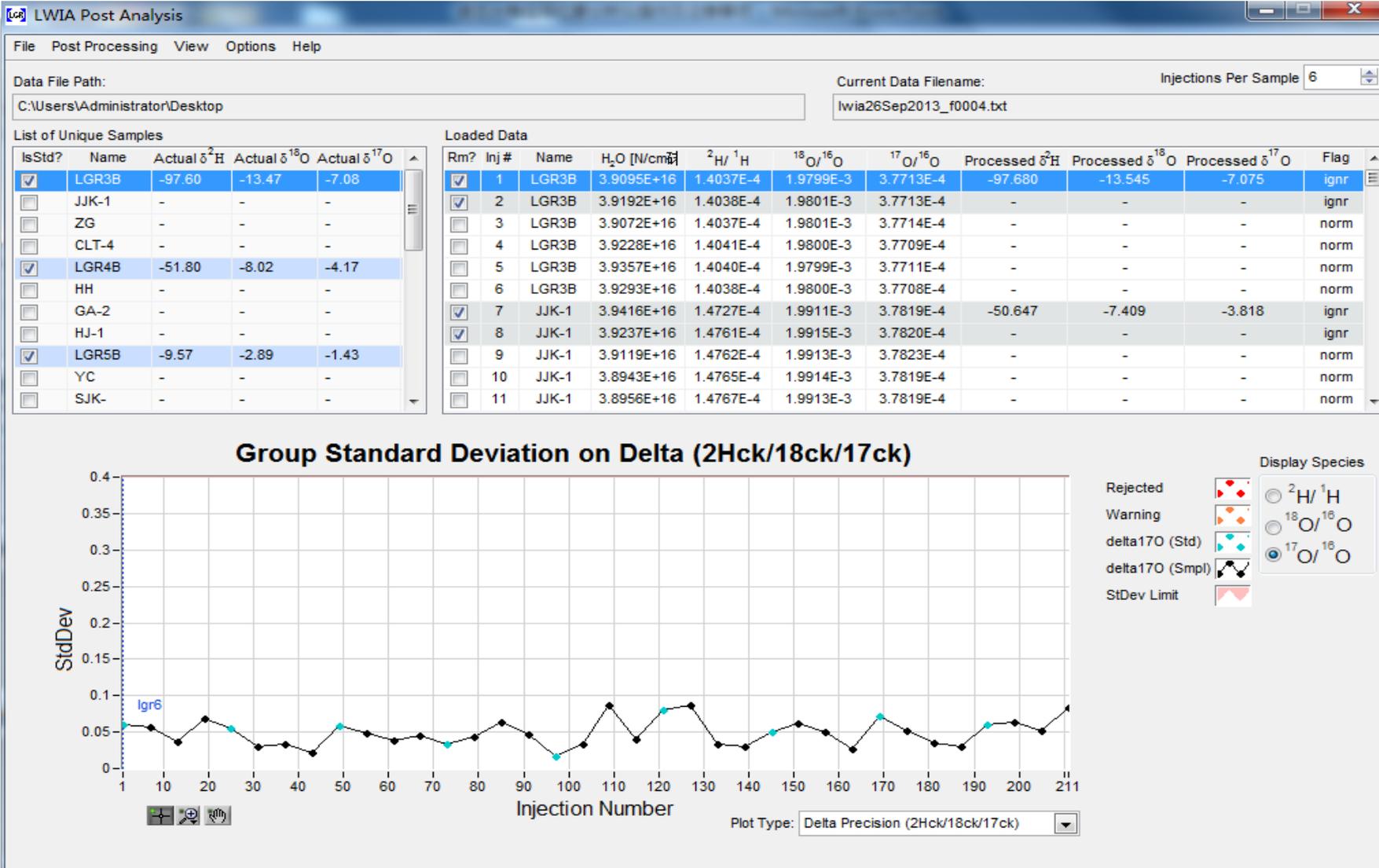
分析与校准软件



分析与校准软件



分析与校准软件



分析与校准软件

## 1. 样品的采集:

- ✓采用具有密封性能的瓶子收集样品，保持瓶子装满；
- ✓旋紧密封盖子；
- ✓利用封口膜密封瓶口
- ✓短时间储存，建议冷藏；
- ✓长时间存储，建议冷冻，但要注意瓶子的冻裂问题。

# 样品的采集方法

## 2. 样品的前处理:

- 请采用0.45 um孔径、13 mm直径的针头过滤器（水系）过滤样品；
- 该过滤器和1或2 ml医用针应该一次性使用；
- 样品中含有油脂等污染性物质的，建议采用有机系过滤器或Teflon过滤器；
- 经典的方法是加入分析纯的活性炭，静置24小时后过滤，可有效滤除许多杂质。

## 3. 特殊样品的处理

- 部分样品中包含比较高的盐份，有的甚至可以达到10%-20%；
- 这样的样品不适合直接测量，将会严重污染进样针、管路、汽化室和过滤器；
- 一些用户采用去离子水1：10稀释的方法，并把测量结果按稀释比例重新计算；注意：稀释的方法的问题在于保证稀释比例的准确性，因此要特别小心。
- 稀释的方法也可以用于降低其他污染物质对测量准确性的干扰。

# 样品前处理

# LI-2000植物土壤水真空蒸馏抽提系统



- 我们推荐使用Hamilton生产的1.2 ul高精度自动进样针，它的特点是：
  1. 无死体积；
  2. Teflon内芯，降低磨损，耐腐蚀和耐锈蚀；
  3. 内芯弹性好、抗弯曲；
  4. 记忆效应小。
  5. 也可以采用其他品牌的进样针，甚至是5ul的进样针，缺点是记忆效应大、含死体积，容易折断等。建议在使用前注意测试其稳定性、寿命和记忆效应。

## 进样针的选择

- 天然样品即使经过过滤，也会存在例如盐份、钙质、油脂等杂质存在，这些杂质会沉积在进样针中，并使得进样针在使用后，放置一段时间，针的内芯会粘住，无法拔开。解决的方法是针的整体在去离子水中浸泡4个小时以上，就可以拔开了。
- 为了避免出现上述的情况，务必在使用前和使用后，仔细地用去离子水和润滑剂润洗针，以保证其稳定性，并提高其使用寿命。
- 注意：要使用去离子水，而不是蒸馏水
- 润滑剂：NMP(1-methyl-2-pyrrolidinone 1-甲基-2-吡咯烷酮)
- 针的状态检查：手动抽拉的时候感觉有明显阻力，但无粘滞感，无强的摩擦感。感觉平滑、圆润。

## 进样针的维护

1. 我们推荐采用美国Microliter公司生产的2 ml微量瓶， 上有刻度；
2. 瓶盖内隔膜是双层Teflon膜， 优点是稳定性好、延展性好， 不易掉碎屑；
3. 其他品牌的往往是单层Teflon， 稳定性一般、易于掉碎屑， 不耐穿刺， 易于导致分馏；
4. 其他品牌往往无明显刻度， 不易于确定加入样品的量；
5. 使用其他品牌： 注意保证其高度与我们推荐的瓶子一致， 这是因为进样针插入液位的深度是预先设置好的， 如果瓶子比推荐瓶子明显矮的话， 易于导致进样针插到瓶子的底部， 从而损伤进样针， 导致进样量的不稳定。 如果确实要使用的话， 要注意调整进样针的插入深度。

## 样品瓶的选择

1. 瓶盖不要旋的过紧，以轻轻带上为宜；
2. 样品量统一加到1ml；
3. 样品加入前应该确保其温度与当前室温一致：如果是从冰箱内拿出的，应该等其与室温平衡后再加样品。原因是避免水气在密封的微量瓶内蒸发或冷凝后产生正压或负压，从而严重影响进样量的稳定性。
4. 微量瓶尽量一次性使用，如确实需要反复利用，那么一定要用去离子水超声洗净后，彻底烘干后使用。
5. 瓶的隔膜必须一次性使用，因使用过的隔膜容易产生分馏现象。

## 样品瓶的注意事项

以下为美国LGR公司生产的工作标样，所有数值都是基于IAEA的VSMOW。用户可选择采用IAEA标样制作自己的工作标样、或者购买各研究所制作的标样。也可选择LGR生产的以下标样：

型号	$\delta D$ 真值	$\delta^{18}O$ 真值	$\delta^{17}O$ 真值
LGR 1B	-154.42‰	-19.77‰	-10.37%
LGR 2B	-123.86‰	-16.35‰	-8.62%
LGR 3B	-97.60‰	-13.47‰	-7.08%
LGR 4B	-51.80‰	-8.02‰	-4.17%
LGR 5B	-9.57‰	-2.89‰	-1.43%

## 标样的选择

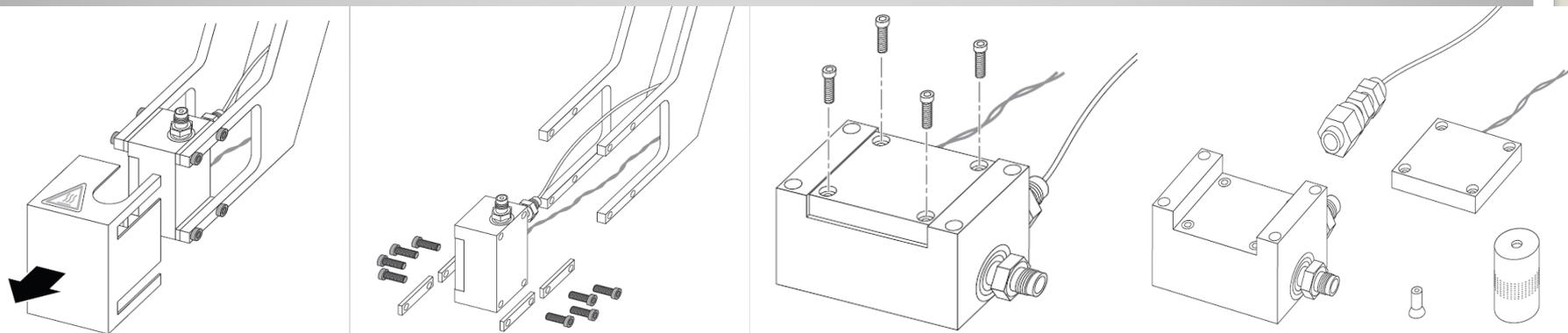
- 标样的选择非常重要，以下是其基本原则：
- 校准标样建议选择3种（含3种）以上标样；
- 要确保样品的数值位于3种标样之中；
- 当待测样品间差异比较大的时候，建议根据其数值大小分成不同批次测量；
- 样品与标样的设置顺序举例：
  - **LGR1B**, S1, S2, S3, **LGR2B**, S4, S5, S6, **LGR3B**, S7, S8, S9, **LGR1B**。 . . . .
- 以上从S1-S9等9个样品共用1条校准曲线（LGR1B, 2B, 3B生成）
- 样品数值的估计方法：
  - 上机每样品测量1针以估计其大小；
  - 根据样品来源分组；

## 校准设置

- 进样管的成分是Teflon，因此对水分没有吸附或最小化；
- 样品中存在的杂质（无法过滤掉的部分），以及隔膜碎片（包含来自于进样口和瓶盖的）等，可能会残留在汽化室接口处**2-3厘米**处。这些物质会吸附水气，导致汽化速度降低甚至残留；
- 清理的方法包括两种：
  1. 关机状态下，拧开管路两端的螺丝，使用压缩空气罐从连接分析仪一端向连接汽化室一端吹；
  2. 由于时间长，粘滞等原因，可能有部分吹不走，可以放置在超声清洗机中，利用去离子水清洗**30分钟**以上。
- 洗后，注意用压缩空气把其中水气充分吹走；重新安装固定螺丝。

## 进样管的维护与清理

1. 盐分与小块隔膜会累积在进样口中。在1-2个月的连续使用后(15000–20000个注入)，应进行清理。
2. 关机后，取下进样口兰色盖子。注意温度，请使用绝热手套。等一段时间以确保加热块冷却。
3. 使用9/64 螺丝刀取下8个黑色的螺丝。
4. 使用3/32螺丝刀继续拧开下图所示的四个螺丝。
5. 使用9/16” 扳手拧开加热块与管路的连接。



## Injection Block (汽化室) 的清理与维护

1. 超声清洗加热块1个小时，溶液采用脱钙溶液(饮水机水垢清洗剂溶解于清水中)。
2. 继续使用清水来清洗加热块。
3. 用中性洗涤溶液清洗加热块(例如超声清洗剂或洗碗用的洗涤剂)1个小时。
4. 使用清水继续清洗加热块。
5. 清水超声清洗1个小时。使用清水彻底清洗加热块。
6. 用去离子水超声清洗加热块1个小时。
7. 使用干空气罐的干空气来反复冲洗加热块，并去掉所有水分。
8. 175° C烘烤加热块整个晚上，至少4个小时。等待其完全冷却。
9. 重新连接管路，手动旋紧后，用扳手再紧1/4到1/2圈。
10. 固定好加热块螺丝。注意不要过度旋紧绝缘的尼龙螺丝；放回兰色的盖子；
11. 放置隔膜；管路连接；插好加热器连线；确认放好新隔膜；打开仪器；检查隔膜进样口位置；
12. 进样口加热块至少加热1小时，以达到100° C，现在可以继续测量样品了。

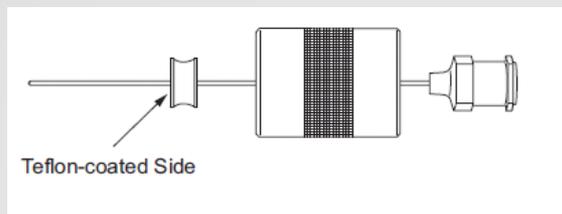
## **Injection Block (汽化室) 的清理与维护**

- 清洗的方法见汽化室的方法；
- 注意拧开分析仪端的过滤器后，必须立即用随机的螺丝帽封闭进气口，以防止空气中的灰尘污染光路

**10 um过滤器的清理与维护（一般情况下不用清洗，每年可更换一个过滤器）**

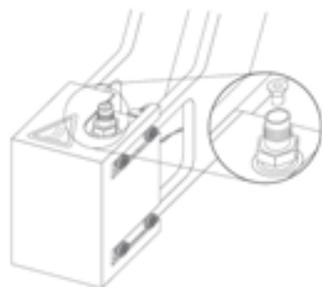
注意：隔膜更换频率是750–1000次注入更换1次。

1. 启动仪器，显示运行配置屏幕；
2. 点Setup进入设置模式；
3. 点Change Septum来准备隔膜更换；该菜单显示如图：
4. 点Initiate按钮：仪器开始进气。这将消耗大约180秒来达到环境气压。完成后，Ready for New Septum 菜单开始闪烁。
5. 使用手套拧开隔膜螺丝。警告：由于隔膜加热块加热到几乎100 ° C，无论什么时候接触隔膜附近时，都要使用这个手套。
6. 使用隔膜去除器从螺丝中取掉隔膜。
7. 使用22-gauge 的针穿过螺丝和隔膜，隔膜的Teflon涂层面应该面向远离螺丝的一侧。

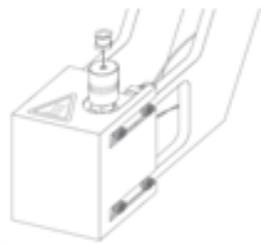


## 进样口隔膜的更换

8. 确保黑色的隔膜固定片放在进样口的 block 内。↵



9. 把整个针连同螺丝等一起放入 Block 并手动旋紧隔膜螺丝。↵



10. 手握这个针头上下移动 5 次，以确保隔膜准备好进样针的进入，避免针头插弯。↵

11. 从螺丝中拔除这个针头。↵

12. 隔膜更换完成后，点 Septum Changed 按钮。测量室将抽气 120 秒。完成后，Septum Change Complete 菜单将显示。↵

13. 点 OK 来退回到 Setup 模式，进一步退出到 Run Configuration 屏幕。↵

## 进样口隔膜的更换

中国代理商： **LICA International Group Ltd.**

联系方式：

联系人： 邢友武 李晓波

电话： 010-51292601 13801094045 13911060702

传真： 010-82899770

电子邮件： [xing@li-ca.com](mailto:xing@li-ca.com) 或 [lixiaobo@li-ca.com](mailto:lixiaobo@li-ca.com)

网站： [www.li-ca.com](http://www.li-ca.com)

**期待您的来电或邮件咨询！！**