

# 快速萃取仪操作规程

## 1 运行前准备

### 1.1 选择和准备萃取溶剂

### 1.2 灌注溶剂瓶

### 1.3 样品制备

### 1.4 选择萃取池

可选用以下规格的不锈钢萃取池：22 mL，66 mL。另外有两种规格的铝材质萃取池可以使用（66 mL 和 100 mL）。

### 1.5 安装萃取池的滤膜

在样品装填入萃取池前要在萃取池底部装入一片抛弃型过滤膜。

### 1.6 装填萃取池

采用 ASE 350 启动包中随配的漏斗工具小心装填萃取池。（可选）为了减少萃取过程中的溶剂用量，将装好样品后的萃取池内的剩余空间用惰性材料如 Ottawa sand（Fisher S23-3）填满。用软毛刷或布轻轻擦去螺纹处的残留物。将顶端池帽和池体用手拧紧。检查萃取池两端帽上的 O-型圈是否处于原位且状态完好。

### 1.7 装载萃取池至托盘

1. 请按顺序将装填好的萃取池装载到萃取池托盘的空位上。装载萃取池时，务必保证池在托盘卡槽中上下垂直且顶端朝上（顶端是没有放纤维素或玻璃纤维过滤膜的一端）。

2. 检查冲洗管的两端的 O-型圈，

确保其在正确的位置上且状态完好，否则请更换新圈。如果 O-型圈的孔径小于 0.5mm，或者白色的 Teflon O-型圈变色，请更换新圈。

3. 在萃取池转盘的 6、7 位之间和 18、19 位之间的孔中装载冲洗管。

### 1.8 装载收集瓶至收集瓶托盘

### 1.9 冲洗/排空系统

按 Rinse 键启动手动冲洗循环，在冲洗循环过程中，萃取池托盘转到最近的冲洗管，收集瓶托盘转至冲洗位，溶剂被泵入整个系统中，最后会有 60 秒的氮气吹扫过程。

### 1.10 样品之间的自动冲洗

ASE 350 上可以设置每个萃取样品之间系统自动冲洗。

在方法模式下设置自动冲洗：确保指定位上有冲洗管；确保指定位上放有空的冲洗液收集瓶。按 Menu 键显示主菜单界面，然后按 5 键调出 SYSTEM SETUP 界面，将光标移动到 METHOD RINSE 区，按 Select 键切换到 YES。按 Enter 键或光标移动键确定。将光标移动到 RINSE VOLUME 区，按数字键指定冲洗时冲洗溶剂的体积。按 Enter 键或光标移动键确定。

## 2 方法和序列

### 2.1 创建方法

按 Menu 键显示主菜单，按 3 键进入 METHOD EDITOR 方法编辑界面。如果想显示系统的默认参数值，你可以将光标移至 METHOD EDIT #区，然后输入 0。要创建新方法，将光标移到每个可编辑区并改变其中的数值。每输入一个新值后，通过按 Enter 键或光标箭头键将其保存。保存设好的方法参数后，将光标移至 METHOD SAVE TO 区。输入一个新（未使用）的方法编号，或者按 Select Δ 键

自动输入尚未使用的数字。按 **Enter** 保存方法。

## 2.3 创建序列

按 **Menu** 进入主菜单，按 **4** 进入 **SEQUENCE EDITOR**（序列编辑）界面。创建序列。

## 3 运行方法和序列

### 3.1 在方法控制下操作

调出默认参数，检查是否已将选用溶剂的溶剂瓶装载溶剂瓶托盘上。加载新的方法。按 **Start**，仪器开始运行。当加热炉的实际温度和设定温度温差在  $1\text{ }^{\circ}\text{C}$  以内时，萃取池托盘和收集瓶托盘旋转至初始位置，ASE 350 开始运行第一个样品。在方法控制模式下，ASE 350 顺序运行样品直至检测到一个空萃取池或收集瓶空位，或收集瓶托盘上的收集瓶全部盛满液体

### 3.2 在序列控制下操作

按 **Menu** 键进入主菜单，按 **1** 展开 **LOAD METHOD/SEQUENCE** 界面。按 **Select** 键将 **LOAD** 区选择为 **SEQUENCE**。将光标移动到 **NUMBER** 区，然后输入要运行的序列的编号，按 **Enter** 键或光标箭头键确定，同时退出 **LOAD METHOD/SEQUENCE** 界面回到 **SYSTEM STATUS** 界面。在 **SYSTEM STATUS** 界面显示了方法编号以及反应 ASE 350 的操作参数。按 **Start**，键，仪器开始运行。

#### 3.4.3 结束运行

按 **Stop** 键，可以将当前运行暂停。此时所有的阀门关闭，流路关闭。按按钮选择以下操作：**1** 继续执行中断功能，**2** 完成当前运行后停机。

## 4 萃取完毕后续步骤

### 4.1 清洗萃取池

### 4.2 处理萃取液

### 4.3 及时清空废液瓶。

### 4.4 及时清空两个冲洗液收集瓶。

## 5 关机

如果使用 **100%** 有机溶剂萃取，萃取完毕后，可直接关机，同时关闭氮气和压缩空气气源。

如果萃取试剂中使用了含酸、碱或缓冲盐的溶液，请在关机前，采用纯净水或 **100%** 极性有机溶剂（例如丙酮、甲醇等）对整个系统进行冲洗。。同时关闭氮气和压缩空气源。

#### 注意事项：

1. 如果使用了酸、碱或缓冲盐等试剂做萃取试剂。萃取结束后请使用浓度 **100%** 的极性有机溶剂（如丙酮、甲醇）或蒸馏水对系统进行清洗。
2. 在连接时先连接溶剂接口，再连接气体接口。断开连接时顺序反过来。这样可以避免溶剂意外流出。
3. 向萃取池中装填样品前，请确保池体螺纹干净，以免螺纹污染缩短萃取池寿命。
4. 向萃取池中装填样品前，请确保池体两端和池帽两端密封圈表面干净，如果有杂质残留，会损坏萃取池体并导致萃取时液体泄漏。
5. 不要在萃取池外贴任何标签，标签会造成萃取池不能很好的贴合于加热炉上而产生误差。另外，在萃取的高温条件下，标签会被损坏。如需要做记号，可以使用记号笔。