



Catalog Number DOC022.53.00714

**IL550 TOC-TN和IL530 TOC-TN  
分析系统**

用户手册  
2005年11月, 第1版

© 哈希公司, 2005. 版权所有



# 目录

第 1 章 产品规格.....	10
第 2 章 概述.....	12
2.1 安全信息.....	12
2.1.1 危险信息的使用.....	12
2.1.2 预防标签.....	12
2.2 产品和功能概述.....	12
2.3 系统构造.....	13
2.3.1 IL530 TOC-TN 的构成.....	13
2.3.2 IL530 TOC-TN 的构成图.....	13
2.3.3 IL550 TOC-TN 的构成图.....	14
2.4 进样部分.....	16
2.4.1 有进样垫的进样口.....	16
2.4.2 无进样垫的进样口（只在 IL550 TOC-TN 中使用）.....	16
2.4.3 气动/管路系统.....	16
2.4.4 燃烧系统.....	21
2.4.5 干燥和纯化测定用气体.....	21
2.4.6 检测器.....	23
2.4.7 连接显示和操作元件.....	24
2.4.8 电子元件.....	26
2.4.9 附件.....	26
2.4.10 附加设备.....	26
第三章 安装.....	28
3.1 安装要求.....	28
3.2 测试仪的拆箱.....	28
3.2.1 移动测试仪.....	28
3.3 包装清单.....	29
3.3.1 仪器配置和附件.....	29
3.3.2 消耗品.....	30
3.3.3 空间要求.....	30
3.4 测试仪的组装.....	30
3.5 测试仪的连接.....	32
3.5.1 电源的连接.....	32
3.5.2 气源的连接.....	32
3.5.3 附件的连接.....	32
第 4 章 系统启动.....	34
4.1 系统的标准启动.....	34
第 5 章 操作.....	36
5.1 测量过程概述.....	36
5.2 OmniToc 控制和评价软件.....	36
5.2.1 安装 OmniToc 软件.....	36
5.2.2 卸载 OmniToc 软件.....	37
5.2.3 更新测试仪中的 OmniToc 软件.....	37

5.2.4 更新电脑中的 OmniToc 软件.....	38
5.2.5 安装打印机.....	38
5.2.6 OmniToc 和其它应用程序 .....	38
5.3 启动 OmniToc .....	38
5.3.1 首次启动程序.....	38
5.3.2 用标准启动方法启动 OmniToc.....	39
5.4 使用 OmniToc 软件 .....	39
5.4.1 菜单栏.....	39
5.4.2 工具栏.....	40
5.4.3 System State (系统状态) 窗口 .....	40
5.4.4 主窗口的按钮.....	41
5.5 软件菜单.....	41
5.6 使用程序菜单.....	43
5.6.1 更换用户登陆.....	43
5.6.2 关闭 OmniToc 软件 .....	43
5.7 方法的使用.....	43
5.7.1 创建新的方法.....	44
5.7.2 复制当前载入的方法.....	47
5.7.3 载入一个方法.....	47
5.7.4 导入方法.....	48
5.7.5 编辑当前载入的方法.....	48
5.7.6 打印当前载入的方法.....	49
5.7.7 输出当前载入的方法.....	49
5.8 进行测量.....	49
5.8.1 手动进样下的测定.....	49
5.8.2 自动进样器进样下的测定.....	50
5.8.3 增加和删除样品.....	54
5.8.4 确定稀释空白值.....	54
5.8.5 测定试剂空白值.....	55
5.8.6 测定燃烧舟空白值.....	56
5.9 标定.....	56
5.9.1 标定的准备和启动.....	56
5.9.2 显示标定结果.....	58
5.9.3 编辑当前的标定.....	59
5.9.4 选定标定参数.....	60
5.9.5 打印标定数据.....	60
5.9.6 输出标定数据.....	61
5.9.7 固体测试的标定.....	61
5.9.8 确定日因子.....	61
5.10 数据评价.....	63
5.10.1 分析报告.....	63
5.10.2 显示测量结果.....	63
5.10.3 更改分析报告.....	64
5.10.4 输出分析报告.....	65

5.10.5	打印分析报告	65
5.10.6	打开分析表	65
5.10.7	显示分析表	66
5.10.8	输出分析数据	67
5.10.9	打印分析表	67
5.10.10	标定报告	67
5.10.11	查看标定报告文件	68
5.10.12	打印标定报告	68
5.11	设置仪器参数	68
5.11.1	设备控制	68
5.11.2	自动进样器调准	69
5.11.3	系统参数	69
5.11.4	组件测试	70
5.11.5	阀	70
5.11.6	系统信息	71
5.11.7	待机	71
5.12	获取质量保证数据	71
5.13	配置和系统选项	72
5.13.1	用户注释	76
5.13.2	导入/输出	77
5.13.3	语言	78
5.13.4	接口	78
5.13.5	修改密码	78
5.13.6	用户管理	78
5.13.7	服务设置	80
第 6 章	维护	81
6.1	维护时间间隔	81
6.1.1	维护信息概述	81
6.2	清洁测试仪	82
6.3	更换保险	82
6.4	调整和调节	82
6.4.1	调整自动进样器	82
6.4.2	调整载气流	84
6.4.3	调节 NPOC 吹扫流	85
6.5	更换水捕集器	86
6.6	更换卤素捕集器	86
6.7	再生 TIC 反应器	87
6.7.1	再生 TIC 反应器 (IL530 TOC-TN)	87
6.7.2	再生 TIC 反应器 (IL550 TOC-TN 或带 TIC 模块的 IL530)	87
6.8	清洗 TIC 冷凝器	88
6.8.1	信息概述	88
6.8.2	清洗 IL530 TOC-TN 的 TIC 冷凝器	88
6.8.3	清洗 TIC 冷凝器 (IL550 TOC-TN)	89
6.9	取出和更换泵管	89

6.10 更换管子接头.....	90
6.11 检查是否漏气 ( 只对 IL550 TOC-TN ) .....	91
6.12 更换进样垫.....	91
6.13 测试仪的运输.....	92
6.13.1 测试仪运输前的准备.....	92
6.13.2 在实验室移动测试仪.....	93
6.14 测试仪的储存.....	93
第 7 章 故障检修.....	94
7.1 概述.....	94
7.2 OmniToc 的错误信息 .....	94
7.3 状态错误：System State ( 系统状态 ) 窗口的错误信息 .....	97
7.4 测试仪的错误和分析中的问题.....	99
第 8 章 更换零件和附件.....	104
第 9 章 有限保证.....	106
第 10 章 认证.....	107
附录 A 操作理论.....	109
A.1 测试仪的工作原理.....	109
A.2 测试方法.....	110
A.2.1 TC 分析.....	110
A.2.2 TOC 分析.....	111
A.2.3 TIC 分析 .....	111
A.2.4 NPOC 分析.....	111
A.2.5 用 NPOC 附加方法分析 NPOC.....	111
A.2.6 TN <sub>b</sub> 分析.....	112
A.3 催化剂.....	112
A.4 标定.....	112
A.4.1 标定方法.....	112
A.4.2 日因子.....	113
A.4.3 OmniToc 标定步骤.....	113
A.4.4 TN <sub>b</sub> 标定.....	115
A.4.5 过程参数.....	115
A.4.6 其它计算.....	116
A.5 空白值.....	117
A.5.1 水的空白值.....	117
A.5.2 试剂空白值.....	118
A.5.3 燃烧舟空白值.....	118
附录 B ASX60 自动进样器.....	119
B.1 规格.....	119
B.2 安全信息.....	119
B.2.1 预防标签.....	119
B.2.2 安全指示.....	120
B.3 仪器的拆箱.....	120
B.3.1 组件清单.....	121
B.3.2 组件构成图.....	122

B.4 自动进样器的安装.....	123
B.4.1 安装注射器.....	123
B.5 电线连接.....	124
B.6 自动进样器的调整.....	126
附录 C 化学发光检测器 (CLD) .....	127
C.1 规格.....	127
C.2 概述.....	128
C.2.1 安全信息.....	128
C.2.2 危险信息的使用.....	128
C.2.3 预防标签.....	128
C.3 产品和功能总览.....	129
C.3.1 操作理论.....	129
C.3.2 数据处理和评估.....	130
C.3.3 CLD 结构.....	130
C.3.4 组件构成.....	131
C.4 安装和试用.....	132
C.4.1 CLD 的拆箱.....	132
C.4.2 化学发光检测器的连接.....	132
C.5 装配 CLD.....	134
C.6 启动 CLD.....	134
C.6.1 关闭化学发光检测器.....	135
C.7 检查与标定.....	135
C.7.1 检查.....	135
C.7.2 标定.....	136
C.8 数据传输.....	138
C.8.1 接口.....	138
C.8.2 通讯.....	138
C.9 维护.....	139
C.9.1 清洁 CLD.....	139
C.9.2 更换保险.....	139
C.10 故障检修.....	139
C.10.1 臭氧的味道.....	139
C.10.2 数据传输状态信息.....	140
附录 D 双炉固体测定模块.....	141
D.1 规格.....	141
D.2 概况.....	141
D.2.1 组件和附件.....	141
D.3 技术描述.....	142
D.3.1 进样组件.....	142
D.3.2 燃烧系统.....	143
D.4 安装.....	143
D.4.1 填充和安装反应管.....	143
D.4.2 安装固体测定模块前测试仪的准备.....	145
D.4.3 安装双炉固体测定模块.....	146

D.4.4 移除固体测定模块 .....	147
D.5 操作 .....	148
D.5.1 测量前的准备 .....	148
D.5.2 进行分析 .....	149
D.5.3 调整双炉固体测定模块 .....	150
D.6 维护 .....	151
D.6.1 维护间隔 .....	151
D.6.2 耗材和备用组件 .....	151
附录 E 高温模块 HSC1300 .....	153
E.1 规格 .....	153
E.2 安全信息 .....	154
E.2.1 危险信息的使用 .....	154
E.2.2 预防标签 .....	154
E.2.3 安全信息概述 .....	155
E.3 概述 .....	156
E.3.1 产品总览 .....	156
E.3.2 前视图和侧视图 .....	157
E.3.3 进样组件 .....	157
E.3.4 流量调节组件 .....	157
E.3.5 燃烧系统 .....	158
E.3.6 气体干燥和清洁组件 .....	158
E.3.7 显示和操作元件连接 .....	160
E.3.8 附件 .....	162
E.4 操作原理 .....	162
E.4.1 测量方法 .....	162
E.5 安装 .....	163
E.5.1 仪器包装拆除 .....	164
E.5.2 电源供应 .....	165
E.5.3 运输 .....	165
E.5.4 储存 .....	166
E.5.5 运输或储存后的重启 .....	166
E.5.6 固体测定模块的连接 .....	167
E.6 启动 .....	169
E.6.1 启动固体测定模块 .....	169
E.7 测量 .....	170
E.7.1 测量概述 .....	170
E.8 维护 .....	171
E.8.1 维护间隔 .....	171
E.8.2 固体测定模块清洁 .....	172
E.8.3 调节设置 .....	172
E.8.4 更换卤素捕集器 .....	173
E.8.5 更换干燥剂 .....	174
E.8.6 反应管的拆卸和填充 .....	175
E.8.7 灰尘捕集器的清理 .....	177



E.8.8 检查气体泄漏 .....	178
E.9 故障检修 .....	178
E.9.1 仪器错误和测试问题 .....	178

## 第 1 章 产品规格

该产品规格可不经事先通知而更改

性能指标	
消解原理	热催化氧化
消解温度	最高达 950 (1742 )
催化剂	
对液体样品	Pt/Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>
对固体测定模块 ( 内部 )	CeO <sub>2</sub> ( 专用催化剂 )
测量方法	TC, TIC, TOC ( 差值法 ), NPOC, TNb ( 可选 ) 遵照 : TOC: DIN EN 1484, ISO 8245, EPA 415, ASTM D2579, DIN 38409 H3 TNb: DIN 38409 Part 27, DIN EN 12660
碳检测	NDIR ( 在 IL550 TOC-TN 中同 VITA <sup>®</sup> 方法耦合 )
氮检测	CLD, ECD
样品体积	50~500 μL
颗粒允许度	执行DIN EN 1484标准 只对可进颗粒的注射器
进样 :	
对IL550 TOC-TN	通过无进样垫的进样口直接进样
对IL530 TOC-TN	通过有进样垫的进样口直接进样
气源 ( 载气/进样口的 NPOC 辅助气 )	合成空气或氧气 ( 至少 99.995% ) 允许压力 4~6 个大气压
气体消耗 :	
总气体流速	约 15L/h, 根据测量方式的变化而有所变化
测定用气体 <sup>1</sup> 流速	160±3 mL/min
吹扫气体流速	约 50~160 mL/min
内部固体测定模块 ( 可选 ) 的测定用气体	400±3 mL/min
控制/评价 ( OmniTOC 控制和评价软件 )	实时成图, 分析过程中的状态显示, 测量结果的图像表征, 结果的打印输出
物理和环境规范	
长	512 mm
高	540 mm
宽	530 mm
重	28 kg
操作要求	温度 : 10~35 °C ( 50~95 °F ); 最大湿度 ( 非冷凝 ) : 90% 相对湿度

<sup>1</sup> Measurement gas 整篇文章都翻译为“测定用气体”, 不知是否合适, 若修改的话可以把“测定用气体”全部替换

储存要求	温度5~55 °C (41~131 °F), 湿度 : 10~30% (使用干燥剂)
气压	0.7~1.06个大气压
附加技术数据	
电源要求(两种规范 ,用户不可调)	115 V, 50/60 Hz 或 230V, 50/60 Hz
安装类别	II
污染级别	II
保险	<b>115 V</b> : 50/60 Hz: T, 10A H, 250V (2) 或 <b>230 V</b> : 50/60 Hz: T, 6.3A H, 250V (2)
平均能源消耗量	1000 VA
与电脑的接口	RS232
干扰抑制 (电磁兼容性)	干扰抑制符合EN 55022 A级和BMPT Vfg. 243/1991的标准

## 第 2 章 概述

### 2.1 安全信息

在拆箱、安装、操作该设备之前请务必认真阅读整篇手册。尤其注意所有标有“危险”和“警告”的说明。否则可能会导致对操作人员的严重伤害和对仪器的严重损伤。

为确保设备本身提供的保护不被损坏，请勿用非本手册所说明的方法使用或者安装此设备。

#### 2.1.1 危险信息的使用

##### **危险**

**表示潜在的或者紧急的危险状态，如不可避免将造成死亡或重伤。**

##### **警告**






**表示潜在的的危险状态，可能造成轻微或中等程度的伤害。**

**特别注意：**需要特别注意的信息

**注意：**补充正文的信息。

#### 2.1.2 预防标签

仔细阅读设备上粘贴的所有标签。若不注意可能造成个人伤害或设备损害。设备上标识的任何一个符号都会包含在此使用手册中的“危险”或“警告”声明中。

	如果设备上有此标志，请参考使用手册中相应的操作和/或安全信息
	有此标志的电力设备于 2005 年 8 月 12 日之后不能于欧洲公众垃圾系统抛弃。按照欧洲地方和国家的规定 (EU Directive 2002/96/EC)，现在欧洲电力设备使用者必须将旧的或者废弃的设备归还给生产者处理且无需交纳任何费用。 <b>注意：</b> 为了再生利用，请联系设备生产者或者供应商获取如何归还废弃设备、电子配件和所有附件的信息以正确处置。
	若产品的外围或外屏障处有此标志表明存在电击和/或电死的可能。
	若产品有此标志，表明被标记处可能很烫不能在无保护的情况下触摸
	若产品有此标志，表明有强腐蚀性的或其它危险的物质存在从而形成一定的化学伤害风险。只有合格的且经过化学物质使用培训的人员才能进行与此设备相关的化学品输送系统的化学物质处理或设备维护。

### 2.2 产品和功能概述

IL550 TOC-TN和IL530 TOC-TN测定水样的总碳含量和总氮含量。样品在专用催化剂存在的条件

下经热催化高温氧化而消解。

通过集成型固体测定模块的帮助或者通过与外部的固体测定模块的连接,测试仪还可测定少量固体样品的总碳含量。

测定仪可用于如下的场合:

- 水处理
- 环境监测
- 发电站
- 废物和土壤
- 研究和培训

## 2.3 系统构造

IL530 TOC-TN和IL550 TOC-TN测定仪是小型的台式仪器。其主要组件永久的集成在仪器本体中。**测试所需的附件和药剂或者连接到仪器本体或者可被仪器本体利用。**

测试仪的控制以及测量数据的评价通过安装于外部电脑的OmniToc控制和评价软件而实现。

测试仪在操作或维护过程中需要使用的所有组件都可以通过位于测试仪前面的两个门、左边的可移动侧面板或上面左边的面板而获得。

测试仪包括以下主要组件:

- 进样部分
- 气动/管路系统
- 燃烧系统
- 测定用气体的干燥和纯化部分
- 检测器
- 包括接线在内的显示和操作元件
- 电子元件
- 附加模块

### 2.3.1 IL530 TOC-TN 的构成

### 2.3.2 IL530 TOC-TN 的构成图

图1~图3为IL530 TOC-TN的构成图



图1 IL530 TOC-TN的前视图

1 TIC冷凝模块	4 调节NPOC吹扫流的针阀
2 卤素捕集器	5 调节载气流的针阀
3 水捕集器	6 冷凝泵



图2 IL530 TOC-TN的左视图（去掉侧面板后）

1 气源的气动部件	3 集成型固体测定模块的固定器（可选）
2 燃烧系统（竖直或水平操作可选）	4 旋管冷凝器

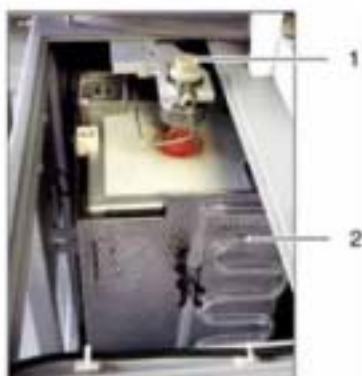


图3 IL530 TOC-TN的顶视图（去掉上面板后）

1 TC进样口	2 旋管冷凝器
---------	---------

### 2.3.3 IL550 TOC-TN 的构成图

图4~图6为IL550 TOC-TN的构成图



图4 IL550 TOC-TN的前视图（门打开）

1 冷凝泵	5 磷酸泵
2 卤素捕集器	6 磷酸试剂瓶
3 调节NPOC吹扫流的针阀	7 收集盘
4 水捕集器	



图5 IL550 TOC-TN的左视图（去掉侧面板后）

1 气源的气动部件	3 TIC冷凝模块（旋管冷凝器位于其后）
2 燃烧系统	



图6 IL550 TOC-TN的顶视图（去掉上面板后）

1 TIC进样口	2 TC进样口
----------	---------

## 2.4 进样部分

### 2.4.1 有进样垫的进样口

TIC进样口采用进样垫，IL530 TOC-TN中的TC进样口也采用进样垫。标准进样垫（绿色）耐高温并且可多次进样。

### 2.4.2 无进样垫的进样口（只在 IL550 TOC-TN 中使用）

IL550 TOC-TN的TC进样口不需进样垫，因此对颗粒物的允许度高且带出物很低。

气动开合装置将TC燃烧器的入口打开。

在进样过程中进样口和注射器之间系统的密闭性由注射器上的气密密封保证。

在自动进样模式下进样口自动打开和关闭。在手动进样模式下通过转换进样口左侧的开关来打开或者关闭进样口（见图7）。

手动转换开关的方法：

- 将开关扳到前面将关闭TC进样口。
- 将开关扳到后面将打开TC进样口。

#### 2.4.2.1 微量注射器

通过微量注射器进样。进样体积50~500 $\mu$ L。进样体积为微量注射器的体积的50~100%时，测量结果最优。提供一系列不同体积的注射器（见第8章）。注射器上的进样针可调换。

当分析含有颗粒的样品时请使用内径较大的进样针。

自动进样器采用的是NPOC测量模式下的带有气体配件的专用微量注射器。这些注射器没有刻度因此不能在手动进样模式下采用。



图7 无进样垫的进样口的手动转换开关

### 2.4.3 气动/管路系统

#### 2.4.3.1 管路图

单个组件通过带标记的管子相连。管路图中带圈的数字和字母与测试仪中相应的管子上的标志一致。（图8和图9）



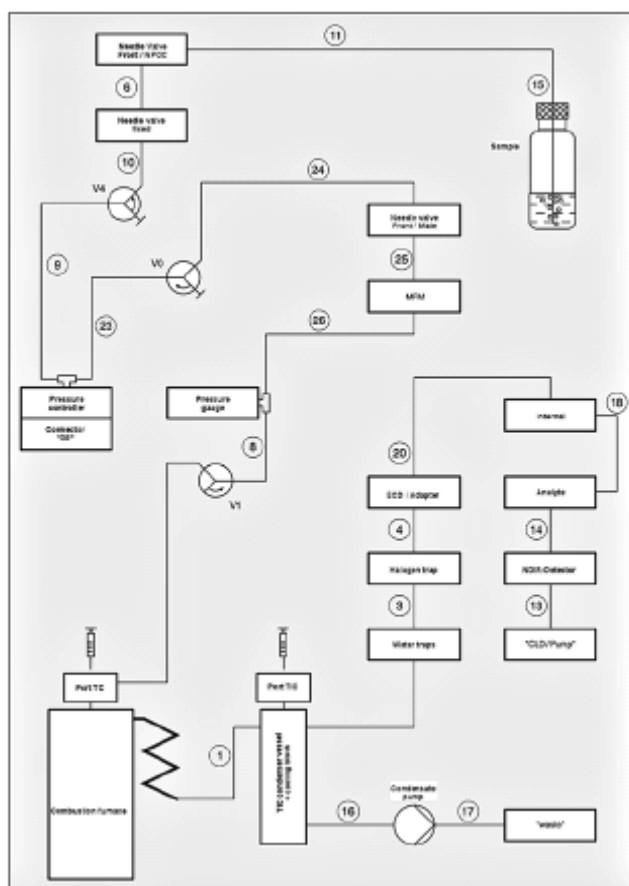


图8 IL530 TOC-TN的管路图

- Needle Valve : 针阀
- Front/NPOC : 前/NPOC
- Needle valve : 针阀
- Fixed : 固定的
- Sample : 样品
- Needle valve : 针阀
- Front/Main : 前/主要的
- MFM
- Pressure controller : 压力控制器
- Connector "O2" : 氧气连接
- Pressure gauge : 压力表
- Internal : 内部的
- ECD/Adapter : ECD/转接器
- Analyte : 被分析物
- Halogen trap : 卤素捕集器
- NDIR-detector : NDIR检测器
- Water traps : 水捕集器
- "CLD/Pump" : "CLD/泵"
- Port TC : TC进样口
- Port TIC : TIC进样口
- Combustion furnace : 燃烧炉

TIC condenser vessel + cooling block : TIC冷凝管 + 冷却块

Condensate pump : 冷凝泵

“waste” : 废液

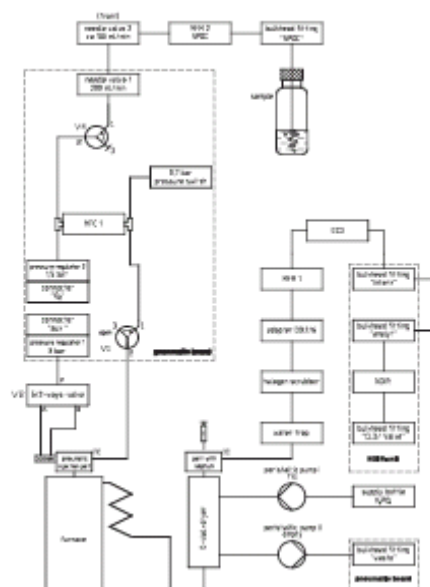


图9 IL550 TOC-TN的管路图

( front ) : ( 前侧 )

Needle valve 2 : 针阀2

ca 100mL/min : 流量 100mL/min

MFM2

NPOC

bulkhead fitting : 压紧接口

“NPOC”

Needle valve 1 : 针阀1

200mL/min

Sample : 样品

0.7 bar : 0.7个大气压

Pressure switch : 压力开关

MFC1

Pressure regulator 2 : 压力调节器2

1.5 bar : 1.5个大气压

Connector “O2” : “氧气连接

Connector “aux” : 辅助气体连接器

Pressure regulator 1 : 压力调节器1

3 bar : 3个大气压

Open : 打开

ECD

MFM 1

Adapter D3.2/6 : 调节器D3.2/6

Halogen scrubber : 卤素脱除器

Water trap : 水捕集器

Bulkhead fitting : 压紧接口  
 “intern” : 内部的  
 Bulkhead fitting : 压紧接口  
 “analyt” : 被分析物  
 NDIR  
 Bulkhead fitting : 压紧接口  
 “CLD/Valve” : “CLD/阀”  
 NDIR-unit : NDIR单元  
 5/2 – ways –valve : 5/2阀  
 Cylinder : 气缸  
 Pneumatic injection port : 气动进样口  
 Port with septum : 有进样垫的进样口  
 Furnace : 炉子  
 IC-vial. + dryer : IC瓶 + 干燥剂  
 Peristaltic pump 1 : 蠕动泵1  
 Fill : 满  
 Peristaltic pump 2 : 蠕动泵2  
 Empty : 空  
 Supply bottle : 补给瓶  
 H3PO4 : 磷酸  
 Bulkhead fitting : 压紧接口  
 “waste” : “废液”  
 Pneumatic Board : 气动板

#### 2.4.3.2 气流调节组件

##### IL 530 TOC-TN的气流调节

在IL530 TOC-TN测试仪中，冷凝泵上方设有两个针阀（图10）。载气流的调节使用下面的针阀。流入的气体通过质量流量计（MFM）测定并显示在OmniToc System State（系统状态）窗口上。因为仪器出口气体的质量流量没有进行测量，所以不能进行气体流量的自动控制。NPOC吹扫流的调节通过上面的针阀。

**注意：**NPOC吹扫流不在OmniToc System State（系统状态）窗口显示。



图10 IL530 TOC-TN的针阀

1 调节NPOC吹扫流的针阀	2 调节载气流的针阀
----------------	------------

##### IL 550 TOC-TN的气流调节

在IL550 TOC-TN测试仪中，载气自动调节，流入的气体通过质量流量控制器（MFC）进行调节。载气流在仪器出口通过MFM测定，也就是说，可以进行气体的自动控制。结果在OmniToc System

State (系统状态) 窗口上显示。

NPOC吹扫流 (图11) 通过位于冷凝泵 (图14) 上的针阀进行调节。NPOC吹扫流通过MFM测定并在OmniToc System State (系统状态) 窗口上显示。



图11 IL550 TOC-TN的针阀

### 2.4.3.3 连接

手紧接头 (1/8"和1/16") 用于连接测试仪中的管路 (图12)。无凸缘接头包括一个螺母和一个套圈。管路连接的密闭性通过手动拧紧塑料螺母达到。



图12 手紧接头

1 螺母	2 管	3 套圈
------	-----	------

专门的**专利接头**<sup>2</sup> (图3) 和手紧接头用于将管子连接到TIC冷凝器、旋管冷凝器和水捕集器。专利接头由3部分组成。

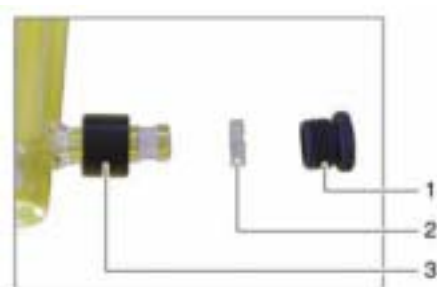


图13 专利接头

1 螺母	2 锁紧圈	3 接头体
------	-------	-------

### 2.4.3.4 蠕动泵

#### 冷凝泵

每次测定之后蠕动泵自动从TIC测定部分将冷凝物或废液排出。冷凝泵 (图14) 位于右侧门的后面的卤素捕集器旁。

<sup>2</sup> Patent fitting 都翻译为“专利接头”了，推测是哈希自己的专利



图14 冷凝泵

### 磷酸泵 (IL550 TOC-TN ; 带TIC模块的IL530)

磷酸泵将稀磷酸送入TIC冷凝器。磷酸泵 (图15) 位于右侧门后面的右上方



图15 磷酸泵

## 2.4.4 燃烧系统

燃烧系统位于测试仪的左侧面板之后。燃烧炉(图16)是绝热垂直炉,消解温度可达 $950^{\circ}\text{C}$  ( $1742^{\circ}\text{F}$ )。同时还可加入一个可选的组合燃烧炉进行垂直和水平操作(见附录D)。反应管为石英玻璃制,装有催化剂和辅助材料。如果催化剂的效率下降,必须重填反应管(见第7章)。进样口固定于反应管口。在底部,反应管通过接头夹连接到旋管冷凝器上。



图16 IL550 TOC-TN燃烧炉

## 2.4.5 干燥和纯化测定用气体

### 2.4.5.1 旋管冷凝器

玻璃旋管冷凝器通过两个夹子固定于反应炉右侧附近(图17)。测定用气体在旋管冷凝器中迅速冷却，其中的水蒸气冷凝。测定用气体和水的混合体通过管路进入TIC反应器。



图17 旋管冷凝器（上面板打开）

#### 2.4.5.2 TIC冷凝模块

##### IL530 TOC-TN的TIC冷凝模块

TIC冷凝模块包含TIC反应器。这里是进行气液分离以及干燥测定用气体的地方。在IL530 TOC-TN内，TIC冷凝模块位于左门后的前面(图18)。测定用气体和水的混合体通过与顶部横向接头相连的管路进入。

测定TIC时，需要用到磷酸。用40%的磷酸实现手动再生。样品通过前面横向的有进样垫的进样口进入。测定用气体通过顶部的连接流出TIC冷凝器。每次TIC测定之后产生的冷凝物或废液经泵通到玻璃管底部横向出口。浓缩泵将冷凝物通过顶部的连接抽出去除。

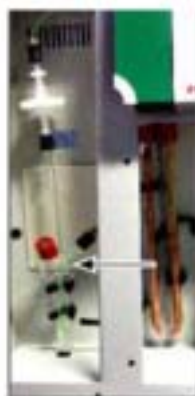


图18 IL530 TOC-TN TIC冷凝模块

##### TIC冷凝模块（IL550 TOC-TN；带TIC模块的IL530）

在IL550 TOC-TN和带TIC模块的IL530中，TIC冷凝模块位于左侧面板之后，包括TIC冷凝管和在顶部环绕玻璃管的冷却块(图19)。

测定用气体和水的混合体从下面进入。管子底部集成有**烧结块**<sup>3</sup>保证有效排出产生的二氧化碳。进行TIC测量的样品通过TIC进样口从上部进入。每次测定中，10%的磷酸自动通过玻璃管顶部横向连接进入。

测定用气体在冷却块进行冷冻干燥。干燥的测定用气体通过TIC进样口的横向连接流出TIC冷凝器。测定用气体的干燥不需维护。每次TIC测定之后产生的冷凝物或废液经泵通到玻璃管底部横向出口。

<sup>3</sup> Frit 都翻译为烧结块了

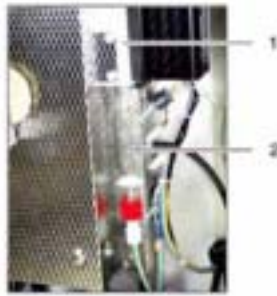


图19 IL550 TOC-TN TIC冷凝模块

1 冷却块	2 TIC冷凝管
-------	----------

### 2.4.5.3 水捕集器

两个位于左侧门后的水捕集器集成到测试仪中以去除测定用气体中的干扰性物质保护检测器(图20)。水捕集器防止冷凝水在离开TIC冷凝管之后进入测定用气体管路。较大的水捕集器(TC预滤器)用于阻挡气雾,较小的水捕集器(单向止水过滤器)用于阻挡上升水。

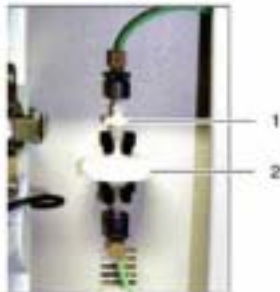


图20 水捕集器 (IL550 TOC-TN)

1 单向止水过滤器	2 TC预滤器
-----------	---------

### 2.4.5.4 卤素捕集器

一个卤素捕集器(U形管)集成到测试仪中的TIC冷凝管和水捕集器下游用于去除测定用气体中的干扰性物质保护检测器及流量计。它位于一个与门垂直的板子之后(图21)。U形管中装填有作为指示物的专用铜绒和黄铜绒。当黄铜绒开始变黑时必须更换卤素捕集器内的装填物(更多信息参考6.6)。



图21 卤素捕集器 (IL550 TOC-TN)

## 2.4.6 检测器

### 2.4.6.1 NDIR 检测器

NDIR检测器(非色散红外吸收检测器)位于测试仪的右侧面板之后。气体中含有不同类型原子的分子在红外光谱中有特异的吸收带。如果样品室中的气体具有红外活性,当一束光通过时,气

体将吸收总光束中特定波长的光，而且吸收量同其在气体混合物中的浓度成比例。NDIR检测器的光接收器对二氧化碳具有选择性。两个测量通道平行测定。根据测定气体中二氧化碳的含量，测量范围动态调整。

#### IL550 TOC-TN采用VITA方法处理测量数据

只要NDIR检测器的样品室里有二氧化碳，二氧化碳分子就会被测定。在二氧化碳测定过程中测定用气体流量的波动（如，液体样品进样时的蒸发和冷凝）偶尔会导致二氧化碳分子的光谱测定时间变长（气体流速较低时）或变短（气体流速较高时）。

VITA方法（保留时间耦合积分的TOC分析）在测量NDIR信号时平行测量测定用气体的流量。气体流量的波动通过NDIR信号的计算机辅助标准化加以补偿。NDIR信号标准化之后进行积分。为了达到这一目的在NDIR检测器的旁边装有高精密度的数字流量计。

#### 2.4.6.2 电化学NO检测器（ECD，可选）

电化学NO检测器可以用来测定总结合氮（TN<sub>b</sub>）。NO检测器位于测试仪右侧面板之后。NO检测器测定载气中一氧化氮（NO）的含量。样品热氧化形成的测定用气体进入检测器，之后气体中的一氧化氮通过高选择膜扩散进入电化学测定室。一氧化氮在阳极被氧化，导致正负电极之间电流的变化。这种变化与一氧化氮的浓度成比例。通过测定电流的变化来测定样品中氮的含量（测定TN<sub>b</sub>）。测定室中的电解液是一种催化剂不会被消耗。电化学NO检测器需要供应一定的电压。备用电压（由一个U9VL Ultra life电池提供）用来维持测定间歇（测试仪关闭）时ECD的内部平衡。电池位于测试仪右侧。

#### 2.4.6.3 化学发光检测器（CLD，可选）

TN<sub>b</sub>还可以通过在测试仪中连接化学发光检测器来进行测定。CLD是外部附加元件，位于测试仪的右侧。（见附录C化学发光检测器）

样品热氧化形成的测定用气体经过干燥后进入化学发光检测器的反应室，在这里TN<sub>b</sub>被测定。测定用气体中的一氧化氮被臭氧氧化成二氧化氮。激发态的二氧化氮分子在回到能量较低的状态时发出光量子（发光）。所发出的光在光电倍增管的帮助下进行测定，而且同一氧化氮的浓度成比例。因此可以用于测定样品中的总氮含量。反应室维持在负压状态下从而抑制淬灭效应。

### 2.4.7 连接显示和操作元件

#### 2.4.7.1 LED显示器

测试仪右门的绿色LED表明仪器在控制和评价软件安装之后准备就绪。右门后的LED状态条表明测试仪不同的状态和错误等（图22）

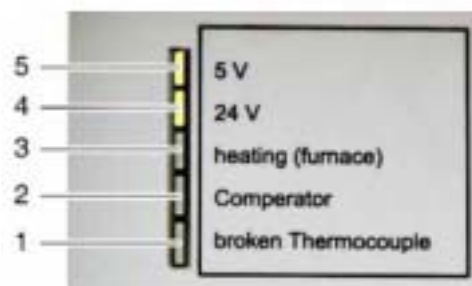


图22 LED状态条（右门打开）

1 破坏的热电偶显示	4 24V电压显示
2 检定器警报显示	5 5V电压显示
3 加热显示	

#### 2.4.7.2 电源转换端口



在仪器的前面，测试仪电源（开/关）转换位于后面板的右上方。在开/关转换旁边是电源插槽和保险。RS232端口用于仪器和控制电脑（电脑端口）、自动进样器（自动进样器端口）、附件CLD/外部HSC1300固体测定模块（CLD/HSC端口）的连接。见图23。

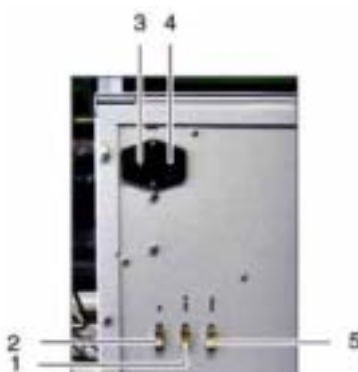


图23 控制连接——后面板

1 CLD/HSC端口	4 电源插槽和保险
2 电脑端口	5 自动进样器端口
3 电源开关	

#### 2.4.7.3 气、液连接

在测试仪的前面，载气（oxygen）、用于操作气动端口的辅助气（aux），NPOC吹扫气和废液（waste）的接口都位于后面板的左下方（图24）。

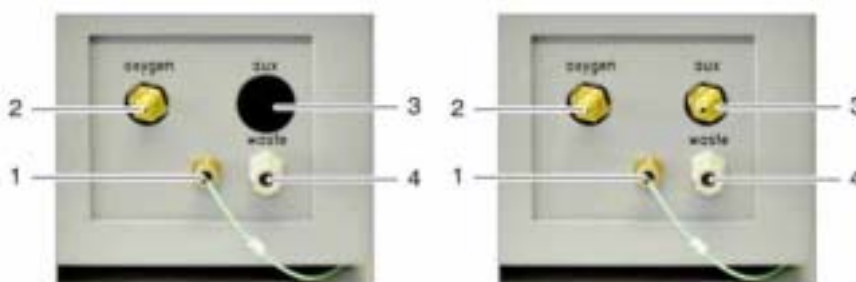


图24 气、液连接（后面板）

1 NPOC吹扫气接口	3 IL550 TOC-TN（右图所示）中用于气动端口的辅助气（aux） IL530 TOC-TN，遮光帽（左图所示）
2 载气接口（oxygen）	4 废液接口（waste）

在测试仪的前面，用于固体测定模块（HSC）或化学发光检测器（CLD）的气体接口位于后面板的右下方。测试仪在交货时，内部（intern）接口和被分析物（Analyt）接口通过一根管子相连（图25），连接固体测定模块时需首先去掉此连接管（图25第1项）。更多信息参考附录D双炉固体测定模块。化学发光检测器连接到CLD/泵（CLD/Pump）的接口。



图25 用于HSC1300固体测定模块或化学发光检测器的气体接口

1 被分析物接口	3 管子（交货状态）
2 CLD/泵接口	4 内部接口

### 2.4.8 电子元件

电子元件位于测试仪右侧面板的后面。电源、单个组件的控制、与电脑的通讯、以及连接的附加设备都通过电子元件进行控制。

### 2.4.9 附件

为了使测试仪进行测量需要下列附件：

- 连接用电缆和管子
  - 废液罐
  - 对于IL550 TOC-TN和带TIC模块的IL530——磷酸（ $H_3PO_4$ ，250mL）试剂瓶和收集盘
- IL550 TOC-TN和带TIC模块的IL530中的试剂瓶必须置于右门后的收集盘中。试剂瓶的标签有安全符号及内容物的名称。用户需将10%的磷酸装入试剂瓶。

### 2.4.10 附加设备

#### 2.4.10.1 自动进样器

ASX60自动进样器（图26）通过四个六角螺丝<sup>4</sup>固定于仪器主体。可以用于含颗粒的均一或非均一样品的测定（附录B ASX60自动进样器）。每个样品可以在测定前单独搅拌。搅拌速度可手动选择。在NPOC模式下，样品可以自动酸化。

<sup>4</sup> Hexagon-socket screws 都翻译为六角螺丝了，socket 没有翻译出来



图26 带自动进样器的测试仪

#### 2.4.10.2 集成型固体测定模块

专门的反应器和手动进样端口可以集成到测试仪的燃烧系统中从而测定少量的固体样品(图27)。消解温度最高可达950°C (1742 °F)。消解在催化剂存在的状态下发生(附录D 双炉固体测定模块)。



图27 带集成型固体测定模块的测试仪

#### 2.4.10.3 外部固体测定模块

外部HSC固体测定模块可以连接到测试仪中从而使固体样品在温度可达1300°C的条件下消解(附录E 高温模块HSC1300)。

## 第三章 安装

### 危险

只有合格人员才能进行本章所述的操作

#### 3.1 安装要求

- 保持环境温度在10~35°C之间（50~95°F之间）。
- 保持相对湿度在30°C（86°F）时小于90%；避免仪器上冷凝水的形成。
- 保持大气压力在0.7~1.06个大气压之间。
- 上部和所有侧面留出至少15cm（6英寸）的空间用于空气流通。
- 实验室的空气不能含有有机碳、氮、灰尘和腐蚀性气体。
- 测试仪放置于耐热耐酸的表面。
- 不要将测试仪置于门或窗旁边。
- 不要将测试仪置于电磁干扰源附近。
- 避免将测试仪直接暴露于阳光或热（如辐射）之下。
- 避免其它仪器或物体挡住仪器的门、左侧面板或通气缝。

**特别注意：**避免测试仪受到包括加热器、直接日晒和其他热源在内的温度过高物的影响。



#### 3.2 测试仪的拆箱

### 危险

只有现场服务人员可以安装IL530 TOC-TN或IL550 TOC-TN测试仪。对测试仪进行未经授权的操作可能伤害到用户或者仪器的安全机能，且不能获得保证中的完全担保。

**注意：**请保留运输用的原纸板箱。返修时必须用原纸板箱运输。

##### 3.2.1 移动测试仪

### 警告

**抬起测试仪或移动测试仪时需两个人**

1. 确保测试仪前面的敏感部分被关闭的门所保护。
2. 两个人各位于测试仪的一边，双手放于测试仪下面，同时抬起测试仪。
3. 将测试仪放置到不会受到太阳直晒的平面。

**注意：**不要在测试仪下放松软的物体

4. 核对包装清单（3.2）上的所有项目，检查是否有破损。如果某些项目缺失或损坏，立即联系生产商或销售代表。

### 3.3 包装清单

#### 3.3.1 仪器配置和附件

名称	IL530 TOC-TN	IL550 TOC-TN	带TIC模块的IL530
带珀耳帖元件的燃烧炉		X	
燃烧炉	X		
反应管	X	X	X
带烧结块和O形环的TIC冷凝管		X	X
带手动TIC进样口的TIC冷凝管	X		
冷凝单元，包括： 旋管冷凝器 冷凝器和管路之间的接头 接头夹	X	X	X
水捕集器，包括TC预滤器或可更换的过滤器	X	X	X
水捕集器，通过管子和卤素捕集器相连	X	X	X
带收集盘的磷酸试剂瓶		X	X
注射器（500 $\mu$ L），带刻度	X	X	X
3个可更换进样针	X	X	X
带进样针的注射器（5 $\mu$ L），磷酸用	X		
废液瓶	X	X	X
电源线	X	X	X
气管（OD 6 x ID 4），3m	X	X	X
气管的T形连接，完全		X	
排水管（OD 6 x ID 4）1m	X	X	X
连接仪器主体和电脑的数据线	X	X	X
OmniToc光盘（测试仪的控制和评价软件）	X	X	X
评价和控制单元，包括： 电脑，带电源线和软件包 监控器，带电源线及连接电脑和监控器的数据线 打印机，带电源线及连接电脑和打印机的数据线 鼠标 键盘	X	X	X
使用手册	X	X	X
最终检验报告	X	X	X
包装清单	X	X	X

### 3.3.2 消耗品

名称	IL530 TOC-TN	IL550 TOC-TN	带TIC模块的IL530
填充反应器的材料 Pt催化剂，用于N/C 碎玻璃（石英） 玻璃棉（石英） 高温垫	X	X	X
进样垫 带狭缝（D=11 mm） D=12.5 mm TIC	X X	X	X

### 3.3.3 空间要求

**注意：**化学发光检测器（CLD）置于测试仪右边。自动进样器置于测试仪上方。其他元件可根据空间自由安排。

测量地点所有的测量组件决定了所需要的空间。提供足够的空间放置电脑、监控器、打印机和其它的附加设备。

### 3.4 测试仪的组装

**特别注意：**下列步骤需由技术支持人员或在技术支持人员的指导下进行。这些步骤不是足以安装测试仪的所有步骤；部分任务必须由合格的服务人员完成。

**特别注意：**在安装之前确保切断电源

1. 从运输包装中小心的取出测试仪、附件和附加设备。不要破坏或丢弃运输包装。
2. 将测试仪放在长椅或桌子上。
3. 将顶盖的胶带撕开，然后去掉顶盖打开门。
4. 打开左侧面板，将面板的地线断开，然后把面板放在一边。
5. 去掉其它所有的胶带和保护性塑料。
6. 如果仍然连接，将仪器顶部TC和IC进样口的载气连接断开。
7. 如果仍然稳固，将支撑TC和IC进样口的六角螺丝拧开，将TC和IC进样口从仪器顶部移除。仍同自动进样口的驱动气体线路连接的TC进样口可以暂时放在仪器顶部，但不要挡住上面板的通路。
8. 安装燃烧炉时，首先将机器左侧底部用来支撑燃烧炉的四个凸边螺丝拧开。
9. 将燃烧炉放在合适的位置，将帕尔帖冷却器放到仪器的前面。
10. 将凸边螺丝拧回，再将燃烧炉和帕尔帖冷却器的两条电缆连接到相应的位于内隔壁右侧底部的端口。
11. 燃烧管的填装
  - a. 将约500mg的石英玻璃棉放入反应管中。用玻璃棒将其压实到管子底部，但不要太实以免阻碍气体流过。玻璃棉的厚度约1cm。
  - b. 小心的把20g铂催化剂放到石英玻璃棉上方，厚度约4cm。
  - c. 用1cm厚的500mg石英玻璃棉将催化剂完全盖住。将其压实在催化剂层上，但不要太实以免

- 阻碍气体流过。
- d. 加入1cm厚的6g碎石英玻璃。
  - e. 用一块高温纤维垫将碎玻璃层盖住。
12. 将燃烧管置于燃烧炉中，使其底部的球形接头朝下。
  13. 依次放置密封螺母（带螺纹的一面朝上），金属压力环（带斜边的一面朝上），三个带护皮的O形环于燃烧管的上部瓶颈处。
  14. 将TC自动进样口的盖子至于燃烧管的上方，然后将六角螺丝放在合适的位置上，但不要完全拧紧这些螺丝。
  15. 通过将金属压力环和O形环密封在密封螺母中来关闭燃烧管的上部。如果必要，请从燃烧炉底部支撑起燃烧管。
  16. 拧紧TC自动进样口的六角螺丝使其固定在仪器的上部。将载气线重新连接到TC进样口的一侧。
  17. 将旋管冷凝器接到燃烧炉的前方，调整其方向使玻璃球形接头插口靠近燃烧管的底部。先不要将旋管冷凝器和燃烧管相连。
  18. 取出IC冷凝器，然后将废液管（16#）插入底部的横向接口至少1cm。
  19. 将磷酸管（21#）置于IC冷凝器侧面的专利接头。
  20. 小心的向上滑动IC冷凝器的开口端将其接到位于燃烧炉前方的帕尔帖冷却块。
  21. 现在将IC冷凝器摆到帕尔帖冷却块的上面，依次将O形环、密封螺母（带螺纹的一面朝上）、金属压力环（带斜边的一面朝上）和三个带护皮的O形环于IC冷凝器的上部瓶颈处。第一个O形环用于物理支撑，而其它的用于密封冷凝器。
  22. 摆好IC冷凝器，将上面的IC进样口推进到有螺纹的O形环和金属压力环内。拧紧密封螺母。
  23. 摆好IC冷凝器，用六角螺丝将上面的IC进样口重新连接到仪器的上方。如果可能，通过拧动密封螺母和六角螺丝来轻轻的调整磷酸接口的方向使其离开帕尔帖冷却块的底部。
  24. 将IC冷凝器底部的管子（1）接到冷凝器旋管底部的专利接头。将载气管重新接到到上部IC接口的侧面。
  25. 将外部废液管连接到位于仪器后面的相应端口处，将废液管的另一端放于废液接收器中。  
**注意：保证废液接收器的高度等于或低于仪器底部以顺利排出废液。**
  26. 在前盖内侧，将卤素捕集器安装到白色/红色接头，将从仪器的内部出来的4#管子连接到有铜绒的一端上。
  27. 将其它的白色/红色接头（管子#3）接到捕集器的另外一端，然后将捕集器固定在仪器内侧前部的夹子上（6.5）。
  28. 将管子#3和IC进样口的载气管接到水捕集器上，然后将捕集器固定在仪器的内侧前部（6.5）。
  29. 在仪器的后面，连接电源线和到电脑的传输线以及气线。进入仪器的气体压力为4~6个大气压，氧气纯度达99.995%。
  30. 旋管冷凝器仍然不要和燃烧管底部相连。打开测试仪（第4章）。
  31. 在系统状态窗口，因为没有和燃烧管底部相连，MFM1的读数应该保持很低，但MFC的读数应该正常（160mL）而且燃烧炉的温度应该开始升高至800°C。如果不是这样，请参考5.13.1检查燃烧炉的设定温度。如果MFC没有达到理论读数请参考第7章。
  32. 让燃烧炉在800°C下保持1小时，同时气体通过燃烧管烘烤各组件。之后，在Exit（退出）窗口选择Switch Off Analyzer（关闭测试仪）退出程序。
  33. 等待燃烧炉和燃烧管降温。用叉钳夹紧球形接头和球形接头插口的玻璃连接将冷凝管旋管与燃烧管底部相连。
  34. 初始化测试仪。保证System State（系统状态）窗口的读数正常（5.4.3）。再生IC冷凝器（5.11.1），执行标准启动步骤。

### 3.5 测试仪的连接

#### 3.5.1 电源的连接

**特别注意：**在进行系统组件到IL530 TOC-TN或IL550 TOC-TN的电路连接时保证关闭测试仪。在插电源线之前检查测试仪后的开关处于关闭状态。

**注意：**当测试仪运行时，冷凝物和温度差异可能破坏单个测试仪组件。安装之后让测试仪稳定一小时候再运行。

**注意：**只能使用配备的仪器用**冷电缆**进行电源连接（VED电缆，1.5m长）。不要使用延长线。

1. 将电源线插到位于测试仪后面的电源插槽（图28）。
2. 将电源线的另外一头插入到三项插座中。根据仪器铭牌上标明的产品额定电压选择合适的带地线的插槽。仪器内配的和运输的是115V或者230V，50/60 Hz的产品。



图28 电源插槽（仪器的后面）

#### 3.5.2 气源的连接

气源及其相关连接和减压阀由用户提供。气体连接管（外径6mm，内径4mm，长3m）同测试仪一起由厂家提供。如果需要其它的长度，请联系客户服务。

##### 连接载气源（IL530 TOC-TN）

**注意：**气体连接由用户提供。检查减压阀处的允许压力调节为4~6个大气压之间。

1. 把厂家提供的连接管同气源的减压阀和位于测试仪后面的氧气接口相连（图24）。
2. 设置减压阀的允许压力在4~6个大气压之间。

##### 连接载气和辅助气体源（IL 550 TOC-TN）

1. 连接气源接线到T形接头。
2. 连接T形接头到测试仪的“oxygen”和“aux”气体接口。
3. 连接气体连接管的另外一端到减压阀。

#### 3.5.3 附件的连接

连接反应瓶和附件：

1. 将废液罐置于测试仪的左侧。
2. 将废液管一端连接到位于测试仪后面的废液接口，然后将其另外的自由端放到废液罐中。确



保废液罐不高过仪器底部。打开测试仪门。

3. 在IL550 TOC-TN中：

- a. 将磷酸 ( $\text{H}_3\text{PO}_4$ ) 试剂瓶放到收集盘中。
- b. 将管子 (22) 连接到磷酸 ( $\text{H}_3\text{PO}_4$ ) 反应瓶中。

## 第4章 系统启动

### 4.1 系统的标准启动

#### 警告

**测量过程中会用到浓磷酸。同磷酸接触可能导致对皮肤和眼睛的严重伤害。使用浓硫酸时请戴好防护手套和眼罩。**

**特别注意：**当卤素捕集器中的铜绒耗尽时，光学和电子组件（检测器、流量传感器）可能会被侵蚀性的燃烧产物破坏。所以当看到铜绒中的一半变色时，请重填卤素捕集器。更多信息见6.6。

打开测试仪时前检查下列各项

- 废液管接到废液罐中，且流出畅通，废液罐的剩余体积充足。
- 气源正确连接，入口压力为4~6个大气压。
- 试剂瓶中有足够的磷酸（每次TIC测定需0.5mL）。
- 卤素捕集器正确连接，且充满干净的铜和铜黄铜。
- 测试仪中的管路正确连接且状态良好。

如果必要，请检查其他的可选组件是否正确安装和连接：

- 自动进样器
- 化学发光检测器
- 固体测定模块

按如下步骤准备样品打开测试仪：

1. 打开气源的减压阀。
2. 打开电脑。
3. 打开其他的组件。

- 自动进样器
- 化学发光检测器
- 固体测定模块

4. 打开测试仪主开关。右侧门的绿色LED灯约30秒后亮起。

5. 打开电脑上的OmniToc控制和评价软件登陆进入（5.3.2）。

**注意：**在IL550 TOC-TN中，控制和评价软件自动打开（5.2.1）。

6. 如果必要，点击YES(是)确认测试仪窗口的初始化。登陆完成之后将开始组件的初始化。

**注意：**在初始化过程中，没有启动好的组件将在屏幕中显示红色。在预热过程中，程序的所有外部通讯都是封锁的。单个组件有不同的预热时间：NDIR检测器 - - 大约15分钟；燃烧炉 - - 大约10分钟；CLD - - 大约20分钟。测定用气体流量达到设定值（ $160 \pm 3 \text{ mL/min}$ ）需1-2分钟。

7. 如果测试仪在30分钟后仍然没有启动成功（系统状态中有一个或几个组件仍然是红色），请检查管路连接寻找问题原因（详见第7章）。

8. 在Omni软件中载入一个方法（5.7.3）或者创建一个方法（5.7.1）。

**注意：**基于要进行的测定可能需要其它的启动过程，某个组件的维护或更换之后也可能需要其它的启动过程。

9. 每次更换注射器和对进样口进行操作（如催化剂的更换以及维护）之后请确认自动进样器是否正确调整（见6.4.1）。

10. 每次更换注射器之后，重设注射器体积（见5.13）。

11. 如果必要，调节载气流量（见6.4.2，只对IL530 TOC-TN）。

12. 如果必要，调节NPOC吹扫气流量（见6.4.3）。

**注意：***NPOC吹扫气流量预设为100mL/min。这个流量适于自动进样器进样和人工进样。根据要进行的测定，NPOC吹扫气流量可以增加或降低。*

13. 如果必要，再生TIC反应器（6.7）。

**注意：***在TIC模式下工作时，TIC反应器每天或每个样品架的样品测定结束之后都需再生。*

## 第 5 章 操作

### 5.1 测量过程概述

- 如果可能，在测定含盐的强酸性样品前请将其稀释（如1：10）。在测定含盐的强酸性样品时在TIC冷凝管中可能形成水滴。卤素捕集器会很快被堵塞，捕集能力会很快耗尽。因此两个组件都需要经常更换。
- 如果形成大量的水滴，测试仪立刻被内置的水滴捕集器（水捕集器）所保护，同时载气源被阻止。此外，请将连接水捕集系统到TIC冷凝管外部的管子从水捕集器接口处断开。（6.5和6.6）
- 酸化样品时只能使用由分析纯浓盐酸（HCl）和TOC水配置的浓度为2mol/L的稀盐酸溶液。
- 为了测定TIC，只能使用由分析纯的浓正磷酸（H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub>）和TOC水配置的稀正磷酸溶液：自动配置时使用10%的磷酸，手动配置时使用40%的磷酸（IL530 TOC-TN）
- 最大进样体积为500μL。样品只能在OmniToc软件出现对话框之后在给定的时间间隔内进入。
- 只能使用干净的、无颗粒的玻璃容器（测定瓶，样品瓶）来准备和保存样品。
- 当准备和保存浓度小于1mg/L的样品时，请特别小心以防止样品浓度受到实验室中的气体（CO<sub>2</sub>，有机蒸气）的影响，注意以下事项：
  - 液体上方的体积尽可能小
  - 用箔片（不同形式）遮住样品盘。
  - 将有机气体源转移

### 5.2 OmniToc 控制和评价软件

Omni软件控制IL550 TOC-TN和IL550 TOC-TN测试仪并评价所得的数据。

OmniToc在Microsoft Windows2000和XP操作系统下运行。由于操作系统和Windows版本的差异，本手册中所示的软件界面可能同屏幕中的显示不同。软件更新可以在OmniToc光盘上找到。

OmniToc软件安装于测试仪和电脑中。如果电脑同测试仪一起提供给用户，则当前的OmniToc版本已经安装于电脑中。

如果电脑没有同测试仪一起提供给用户，则当前的OmniToc版本在随机附带的CD-ROM中以压缩格式提供。光盘包括控制和评价软件以及大量的目录：

```
...\Acrobat Reader  
...\Mozilla FireFox web browser  
...\Start-up Manufacturer's final control data
```

#### 5.2.1 安装 OmniToc 软件

在用户自己提供的电脑上安装OmniToc软件时，硬盘上至少需有100M的剩余空间以保证程序的运行。

所有的软件模块在安装过程中都存储于专门的程序目录下。在Windows系统文件中不能进入。

1. 打开电脑等待Windows启动。
  2. 将OmniToc光盘放入驱动器中。安装程序自动启动。  
*注意：如果安装程序没有自动启动，选择Start>Run>Browse（开始>运行>浏览），选择CD-ROM中的“install.exe”文件点击OK（确定）开始安装程序。*
  3. 在第一个列表框中选择需要的语言种类（图29）。
  4. 在第二个列表框中选择控制和评价软件“OmniTocX.xx”（图29）。
  5. 点击INSTALL SOFTWARE（安装软件）按钮，按屏幕提示进行操作。  
*注意：使用推荐的目标路径（C:\Program\toctn\OmniToc）进行安装。如果不确定安装哪些组件请选择Typical（典型）安装模式。*
- 安装程序将在指定的路径写入程序文件，在桌面创建程序图标，同时在Windows启动菜单中加入该程序。



图29 安装程序

### 5.2.2 卸载 OmniToc 软件

1. 从电脑上卸载OmniToc软件时，使用Windows **Control Panel**（控制面板）中的**Add or Remove Programs**（增加或删除程序）。如果用户专用文件不在OmniToc程序路径，请将其手动删除。
2. 删除C盘的**Program Files**（程序文件）里的“toctn”文件夹。

### 5.2.3 更新测试仪中的 OmniToc 软件

**特别注意：**在OmniToc的更新中，先更新测试仪中的OmniToc软件，再更新电脑中的OmniToc软件。

更新测试仪中的OmniToc：

1. 关闭测试仪和电脑。
2. 在磁盘驱动器中插入更新盘或者将USB棒插入USB端口。
3. 打开电脑。程序“intersvr.exe”自动启动。这个程序将把数据从更新盘中传输到测试仪中。
4. 打开测试仪。数据传输进程在电脑监视器的状态栏中显示。
5. 数据传输完成时，移走更新盘或USB棒。
6. 打开电脑。

## 5.2.4 更新电脑中的 OmniToc 软件

更新电脑中的OmniToc软件：

1. 将OmniToc光盘插入CD-ROM驱动器。安装程序自动启动。

*注意：使用推荐的路径 (C:\Program\toctm\OmniToc) 进行安装。如果不确定安装哪些组件请选择Typical (典型) 安装模式。*

2. 在第一个列表框中选择需要的语言。

3. 点击INSTALL SOFTWARE (安装软件)。

4. 按屏幕提示进行安装。

*注意：安装类型选择最小化安装。*

5. 当数据传输完成，从CD - ROM驱动器中取出光盘。

## 5.2.5 安装打印机

OmniToc软件可以使用所有与Windows兼容的图形打印机。在Windows下安装打印机驱动的最新版本。

## 5.2.6 OmniToc 和其它应用程序

IL550和IL530TOC-TN总参数测试仪的控制电脑只能单独用于控制这些仪器及其测量过程。但是，电脑上还可以安装和使用其它的应用程序——尤其是用于手动记录和评价测量过程的程序。如果在其它应用软件运行时OmniToc在后台运行，应用软件可能会导致键盘输入的延迟。

## 5.3 启动 OmniToc

### 5.3.1 首次启动程序

在安装或者更新之后首次启动OmniToc控制和评价软件时：

1. 选择Start>Programs>OmniToc>OmniToc (开始>程序> OmniToc>OmniToc) 或者双击桌面上的OmniToc图标

2. 在下一个窗口，选择语言或者确定默认语言。

*注意：选择的语言可以之后通过菜单Configuration>Language (配置>语言) 进行修改。语言的改变只有在重启程序之后才能生效。*

3. 在下一个窗口，在Instrument Number (仪器编号) 一栏输入仪器编号，在Key-Code (密码) 一栏输入密码然后确定。

*注意：仪器编号和密码在测试仪的最终检验报告和OmniToc光盘中给出。当测试仪配置有所增加或者更改时，为了在软件中实现这些功能，也需要输入仪器编号和密码。*

4. 确定用户数据保存于程序目录下还是其它目录下。

*注意：用户文件和数据的保存路径可以自由选择。用户文件的保存路径可以在之后通过菜单Configuration>Options>Files and Directories (配置>选项>文件和路径) 进行更改 (5.13.1)。*

5. 作为管理员在登陆窗口登陆，在编辑和密码栏都输入“Admin”然后确定  
管理员通过指定用户名和相应的密码设定新用户。

6. 在下一个窗口，选择连接到测试仪的电脑接口（连接零调制解调器电缆和9针插头）

**注意：**之后需要改变接口时，进入Configuration>Interface（配置>接口）。

7.按屏幕提示进行操作。

**注意：**测试仪在程序启动后进行初始化和自检。在此期间，启动信息于屏幕上显示。

### 5.3.2 用标准启动方法启动 OmniToc

OmniToc可以通过以下方式启动：

- 采用标准启动
  - 从Windows启动菜单
  - 通过双击桌面上的OmniToc图标
- 采用测试仪服务的扩展功能启动

采用标准启动方法运行OmniToc：

1. 通过Windows启动菜单或OmniToc桌面图标打开OmniToc
2. 输入用户名和密码

## 5.4 使用 OmniToc 软件

**特别注意：**采用屏幕底部的EXIT（退出）按钮或菜单栏的EXIT（退出）图标或选择File>Exit（文件>退出）关闭OmniToc窗口。采用位于屏幕右上角的关闭按钮（“X”）关闭OmniToc窗口时会导致软件错误。

登陆之后主窗口将打开（图30）。



图30 OmniToc主窗口

在主窗口的下部是最常用的几个菜单项的按钮。状态栏位于屏幕的底部显示包括当前用户、当前载入的方法、日期和时间等信息。工具栏位于菜单栏之下。

### 5.4.1 菜单栏

图31显示了位于OmniToc启动窗口上方的菜单栏和工具栏。软件功能可以通过菜单选择或者双击

相应的工具图标进入（5.4.2）。



图31 OmniToc菜单和工具栏

### 5.4.2 工具栏

工具栏的工具包括了主菜单中最常用的功能。工具图标提示其功能。如果把鼠标放在一个图标上，帮助文本将自动显示提示其功能。表1列出了各工具的功能。

表1 工具栏

工具	描述	工具	描述
	关闭任务		评价分析表
	用户登陆		评价标定报告
	创建新方法		设备控制
	载入方法		自动进样器调准
	编辑方法		系统参数
	打印方法		组件检测
	开始测定		跟踪检查
	稀释空白		选项
	日因子		用户管理员
	标定		服务设置（只在服务模式下可用）
	分析报告的评价		程序信息
	帮助		

### 5.4.3 System State (系统状态) 窗口

System State (系统状态) 窗口 (图32) 在主窗口的左上方，显示各个组件的当前状态。

在Sampling (进样) 下，选择进样类型：

**Manual (手动)** ——用户在微量注射器的帮助下在得到提示后将样品注入TC或TIC反应器。

**Sampler (自动进样器)** ——通过自动进样器自动进样。样品根据样品架表的信息进行测定。





图32 System State (系统状态) 窗口

#### 5.4.4 主窗口的按钮

表2列出了OmniToc主窗口底部的按键。

表2 主窗口的按钮

按钮	功能
	开始测试仪的标定
	开始测量
	载入现有的方法
	用户登陆
	打开帮助功能
	退出控制和评价程序

#### 5.5 软件菜单

<b>PROGRAM (程序)</b>	
<b>USER LOG-ON(用户登陆)</b>	输入用户名和密码以更改当前用户
<b>EXIT (退出)</b>	设置测试仪进行反冲洗、待机或关闭
<b>METHOD (方法)</b>	
<b>NEW (新建)</b>	新建新的方法和设置参数
<b>COPY (复制)</b>	通过复制现有的方法和编辑参数来创建方法
<b>LOAD (载入)</b>	载入程序方法
<b>EDIT (编辑)</b>	编辑程序方法中的参数
<b>PRINT (打印)</b>	打印程序方法中的参数
<b>TO EXPORT (输出)</b>	输出程序方法中的参数
<b>MEASUREMENT (测量)</b>	
<b>START MEASUREMENT</b>	定义分析表ID, 打开方法

(开始测量)	
DILUENT BLANK( 稀释空白)	手动输入稀释空白值
REAGENT BLANK ( 试剂空白)	手动输入或测定试剂空白值
CALIBRATION ( 标定)	开始标定, 或查看和编辑当前载入方法的标定参数
DAILY FACTOR( 日因子)	手动输入或测定日因子值
<b>DATA EVALUATION ( 数据评价)</b>	
ANALYSIS REPORT( 分析报告)	按照类型、状态或者通过搜索样品ID打开分析报告
ANALYSES TABLE ( 分析表)	按照状态或者通过搜索表格ID打开分析表
CALIBRATION REPORT ( 标定报告)	通过参数、状态打开标定报告
<b>INSTRUMENT ( 仪器)</b>	
DEVICE CONTROL ( 设备控制)	运行所选的设备控制
SAMPLER ALIGNMENT ( 自动进样器调准)	在特定的位置进行自动进样器的调准
SYSTEM PARAMETER ( 系统参数)	查看软件版本、剩余硬盘空间、空白值( 稀释、试剂和燃烧舟)、误差报告和模拟设置
COMPONENT TEST( 组件测试)	选择NDIR或阀( 在技术支持的帮助下才能进入)
SYSTEM INFORMATION ( 系统信息)	软件版本, 仪器序列号和类型、自动进样器信息
STANDBY ( 待机)	使测试仪待机
<b>QUALITY ASSURANCE ( 质量控制)</b>	
AUDIT TRAIL ( 追踪检查)	通过事件选择和查看跟踪检查
<b>CONFIGURATION ( 配置)</b>	
OPTIONS ( 选项)	配置测试仪选项
LANGUAGE ( 语言)	选择界面语言( 重启后生效)
INTERFACE ( 接口)	选择COM接口
CHANGE PASSWORD( 更改密码)	重设用户密码
USER MANAGER ( 用户管理员)	增加、删除或编辑用户
SERVICE SETUP ( 服务设置)	只在服务模式下可用
<b>HELP ( 帮助)</b>	
PROGRAM INFO ( 程序信息)	软件版本
SEARCH ( 查找)	进入软件帮助

## 5.6 使用程序菜单

使用程序菜单更换用户和退出OmniToc

### 5.6.1 更换用户登陆

任何由管理员在程序中注册且处于激活状态的用户都可以登陆到OmniToc控制和评价程序。

1. 点击Program>User log-on (程序>用户登陆)。
2. 在Change User (更换用户)窗口,在相应栏输入新的用户名和密码。

**特别注意:** 用户名和密码是区分大小写的。

3. 点击OK (确定)

### 5.6.2 关闭 OmniToc 软件

在菜单Program (程序) 中关闭OmniToc或者使测试仪待机。

**注意:** OmniToc只能通过选择主窗口底部的EXIT (退出) 来关闭。

#### 5.6.2.1 关闭测试仪

1. 选择Program>Exit (程序>退出)。
  2. 在Exit program (退出程序)窗口,选择Switch off analyzer (关闭测试仪)并点击OK (确定)。
- 当OmniToc关闭之后,可以切断电源 (图33)。

**注意:** 如果测试仪上连有自动进样器,可以在Exit>Program End (退出>结束程序)窗口选择Reversed rinse analyzer (反冲洗测试仪)从而在测试仪关闭之前将其激活 (图33)。于是冲洗液容器中的溶液 (HCl) 会自动冲洗自动进样器。

#### 5.6.2.2 切换到待机模式

1. 选择Program>Exit (程序>退出)。
2. 在Exit program (退出程序)窗口,选择Standby analyzer (测试仪待机)。
3. 选择燃烧炉的待机温度
4. 点击OK (确定)。燃烧炉将保持在设定的待机温度下。气流将被关闭。
5. 按屏幕的提示进行操作



图33 OmniToc关闭和待机

## 5.7 方法的使用

测试仪提供广泛的用户可编参数。操作的顺序在OmniToc中称为方法。每个方法都以一个名称保存于数据库中同时与“...Method”路径中一个名为\*.ajm的文件相连。方法可以创建、载入、修改、复制、输出和打印。当前方法在主窗口底部的状态栏中显示。

### 5.7.1 创建新的方法

**注意：**不可变的方法标准确定了一般方法的类型，且一旦方法被保存就不能改变。但可变的方法标准可以在任何时间修改。

创建新的方法：

1. 进入Configuration>Options（配置>选项）选择Analyzer Components（测试仪组件）选项卡。确保燃烧炉和传感器被正确的激活/非激活（5.13）
2. 点击OK（确定）。
3. 在System State（系统状态）窗口，选择进样方法Manual（手动）或Sampler（自动进样器）。
4. 选择Method>New（方法>新建）。
5. 在Method（方法）选项卡下（图34），输入新方法的名称。
6. 在Fixed One Method Criteria（不可变的方法标准）部分，选择样品状态和参数过程（表3）
7. 在Variable Method Criteria（可变的方法标准）部分正确输入。
8. 在Process Parameter（参数设置）选项卡（图35）下，在Volume and Sample Volume（体积和样品体积）下的框中输入样品体积。
9. 在Process Parameter（参数设置）选项卡下输入其它必要信息。
10. 点击SAVE（保存）
11. 对话框“Take over the calibration data of the current method?”（“接受当前方法下的标定数据吗？”）将出现。选择：
  - Yes（是）接受现有方法的标定数据
  - No（否）设置标准标定参数
12. 在System State（系统状态）窗口，选择进样方法。
13. 按屏幕提示进行操作

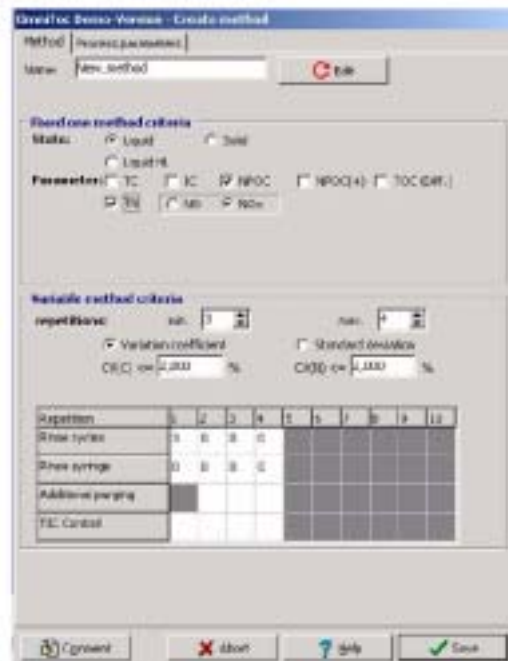


图34 Create Method（创建方法）窗口——Method（方法）选项卡

表3 Method（方法）选项卡

参数	描述
----	----

<b>Fixed One Method Criteria (不可变的方法标准)</b>	
Liquid	对于接近5g/L的中碳浓度和低碳浓度。评价NDIR通路500和1000ppm的CO <sub>2</sub>
Liquid HL	对于接近30g/L的高碳浓度和超高碳浓度。评价NDIR通路10,000ppm和10%的CO <sub>2</sub>
Solid fine	对于固体中0.5mg绝对碳的非常低的TC浓度。评价通路500和10,000ppm的CO <sub>2</sub> 。需要通过“config.exe”单独实现(只在服务功能) <b>注意:</b> 只有当菜单Options>Analyzer(选项>测试仪)中Furnace(燃烧炉)部分的External furnace(外部的燃烧炉)栏被激活或者集成的固体测定模块被选择时,Solid status(固体状态)才可以被选择。
Solid HL	对于TC浓度达到约10mg绝对碳时。评价通路10,000ppm和10%的CO <sub>2</sub>
TC	测定样品的总碳含量 <b>注意:</b> 样品的总结合氮浓度可以同总碳浓度同时测定,进行此过程时,TN过程也必须被选择(A.2.3和A.2.6)。
TIC	测定碳酸盐、碳酸氢盐、溶解性二氧化碳等总无机氮的含量(A.2.3)
NPOC	测定不可吹出有机碳(直接方法,A.2.4) <b>注意:</b> 如果样品含有挥发性有机物请不要使用此方法,因为这些物质可能同CO <sub>2</sub> 混在一起(A.2.4)。
NPOC(+)	测定总TOC浓度低、TIC浓度高的样品或者测定溶解性二氧化碳含量大的样品(A,2,5)
TOC(Diff.)	通过差分方法测定样品中的总有机碳 <b>注意:</b> 如果样品含有挥发性有机物如苯、环己胺、氯仿等时采用差分方法。如果样品的TIC含量明显超过TOC含量不要使用差分方法(A.2.2)
TNb	测定样品中的总结合氮(A.2.6)
<b>Variable Method Criteria (可变的方法标准)</b>	
min./max.(最小/最大)	平行测定次数(同一个样品容器中的样品被取出和测定的次数) <b>注意:</b> 如果输入的最大和最小测定次数不同,则根据设定的变异系数或标准偏差的标准自动筛选异常值。
Variation coefficient/ Standard deviation(变异系数/标准偏差)	如果测定次数达到最小测定次数时,样品的变异系数或标准偏差在设定范围内,则该样品不会再继续测定。否则,将继续测定直到达到最大测定次数
Rinse cycles(清洗次数)	进样之前用样品润洗注射器的次数 <b>注意:</b> 只有在使用自动进样器时润洗次数的输入值才有效(推荐设置:3/0/0/0)。在手动进样模式下阿,注射器必须手动润洗(推荐设置:0/0/0/0)。
Rinse syringe(清洗注射器)	测定之前,注射器被自动进样器的酸容器中的溶液(HCl或高纯水)清洗的次数。 <b>注意:</b> 在Sample volume(样品体积)里输入的体积是清洗用体积。只有在自动进样器模式下且有复杂的样品组时才需要对注射器进行清洗(推荐设置:1/0/0...)
2nd purge(二次吹扫)	只有手动模式下NPOC/NPOC(+)方法中才能进行二次吹扫。二次吹扫可以对每部分测量进行。
TIC control(TIC控制)	吹扫之后立即测定TIC以检查TIC是否完全吹扫干净(只在NPOC方法下) <b>注意:</b> TIC控制可以通过在一行里输入“X”从而作为单独的测试来激活。测定的TIC值只是一个控制参数,对测定结果没有影响。

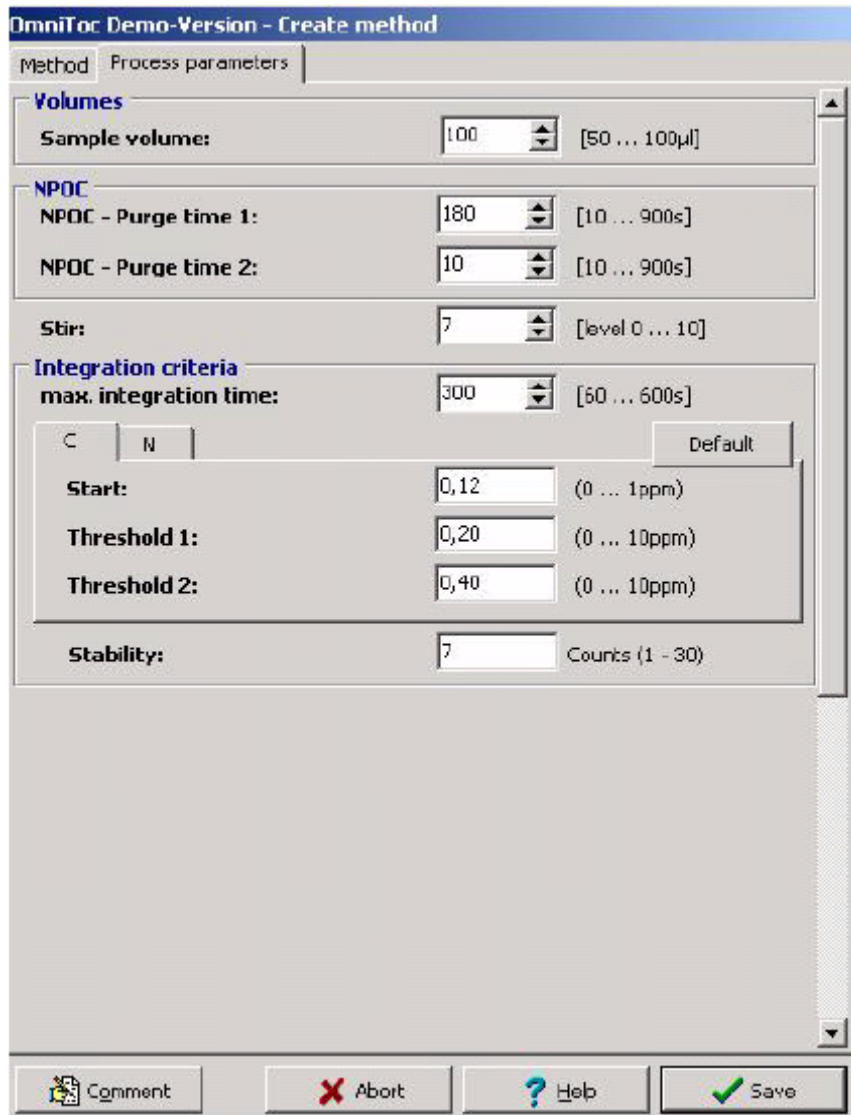


图35 Create Method (创建方法) 窗口——Process Parameters (参数设置) 选项卡  
表4 Process Parameters (参数设置) 选项卡

参数	描述
<b>Volume (体积)</b>	
<b>Sample volume</b> (样品体积)	液体样品的进样体积可在指定的范围内 (50~500 $\mu\text{L}$ ) 选择 <i>注意：最大样品体积根据注射器的大小来选择。在手动进样模式下，请注意按照方法中设定的体积进样。</i>
<b>NPOC</b>	
<b>Purge time 1 / Purge time 2</b> (吹扫次数 1 / 吹扫次数 2)	在NPOC-/NPOC(+)方法中用载气吹扫样品的次数 <i>注意：二次吹扫只能在手动进样模式下在每次平行测定之前进行。</i>
<b>Stir (搅拌)</b>	搅拌强度 (只在自动进样器模式下)
<b>Integration Criteria (积分标准)</b>	
<b>Max. integration time</b>	最大积分时间是积分开始到结束的时间。它也是一个附加的终止标准，其它的终止标准不能导致积分的结束。

(最大积分时间)	<b>注意</b> ：必要的积分时间由样品的碳或氮含量决定。最大积分时间根据预计的含量调整以保证最佳的分析时间（时间不要设定太长）。
Start（开始）	开始值用于确定积分开始时距离基线的距离。当测量值超过开始值时积分开始。 <b>注意</b> ：降低开始值提高积分开始的选择性。当浓度较低时比较有效。 但是，如果开始值过低，则基线的噪音可能导致积分的开始；如果开始值过高，则较低浓度的测量峰不能被测定。
Threshold（阈值）	当前测量值和基线的距离小于基线临近度值时寻找积分终点的程序开始。这个值可以在给定的范围内自由选择。 液体样品推荐值： Carbon——阈值1:0.2ppm，阈值2:0.4ppm Carbon HL——阈值1:0.4ppm，阈值2:0.01ppm Nitrogen——阈值0.5ppm，CLD阈值0.5ppm 固体样品推荐值： Carbon——阈值1:0.5ppm，阈值2:1ppm Carbon HL——阈值1:1ppm，阈值2:0.01ppm 注意：如果阈值太低，积分时间（分析时间）会变长。如果阈值太高，则很快达到积分终点，但是总的含量可能不能被测定。
Stability（稳定性）	反馈到程序中以确定积分终点的测量值的个数。该值对所有参数都是相同的。推荐设置：7 注意：增加该值会导致积分终点的确定性增强，但是也会导致更长的测定时间。如果减少该值，积分终点很快达到，但是总的含量可能不能被测定。

<sup>1</sup> 积分参数在Integration criteria（积分标准）部分设定。设定值的随机更改可能会导致错误的测定结果。碳和氮的积分标准可以分别设定。

### 5.7.2 复制当前载入的方法

1. 选择菜单Method>Copy（方法>复制）。
2. 在Name（名称）栏输入新的方法名称。根据需要编辑参数。
3. 点击SAVE（保存）。

### 5.7.3 载入一个方法

1. 选择Method>Load（方法>载入）。
2. 在Load Method（载入方法）（图36）数据库窗口，在一行中为Parameter Procedure（参数过程）和/或Sample State（样品状态）设置一个过滤器，则符合过滤器的方法将显示在表中。
  - Filter for Parameter Procedure（参数过程过滤器）：All（所有），TC，IC，NPOC，NPOC+，TOC，TN。
  - Filter for Sample State（样品状态过滤器）：ALL（所有），liquid（液体），solids（固体）。
3. 通过点击一系列的题头使方法在表格中按升序或者降序排列。
4. 选择要载入的方法并点击OK（确定）。于是方法将出现在Load Method（载入方法）窗口。
5. 点击OK（确认）。方法将作为当前方法载入。

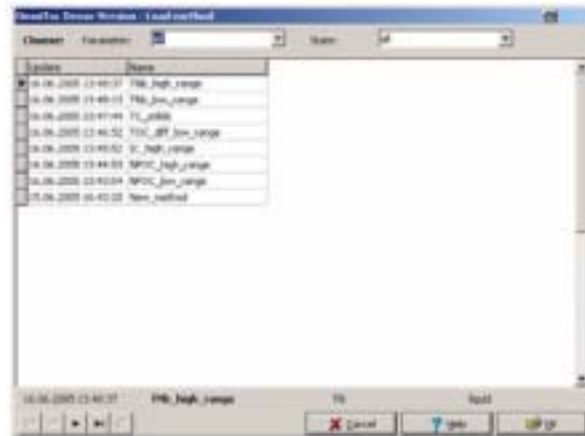


图36 载入一个方法

### 5.7.4 导入方法

扩展名为".mth" or ".ajm"的方法文件可以被导入：

1. 选择**Method>Load**（方法>载入）。
2. 在**Load Method**（载入方法）窗口，点击**CANCEL**（取消）。
3. 在**Method**（方法）选项卡，选择**Import Methods From Files**（从文件导入方法）。点击**EDIT**（编辑）。
4. 在**Open**（打开）窗口，使用**Search in field**（查找）找到含有所需方法的路径。
5. 选择所需的方法点击**OPEN**（打开）。方法被导入到数据库中。
6. 在**Load Method**（载入方法）窗口，点击**OK**（确定）。所选的方法作为当前方法载入。

### 5.7.5 编辑当前载入的方法

1. 选择**Method>Edit**（方法>编辑）。
2. 在**Edit Method**（编辑方法）窗口（图37），编辑可变的方法标准。
3. 在**Calibration Parameter**（标定参数）选项卡下，点击**EDIT**（编辑）来更改标定参数。
4. 在选定的测试通路部分手动改变标定参数。点击**OK**（确定）保存。所作更改连同日期以及更改注释一起被存储。
5. 载入附加的方法（5.7.3）按需要编辑。





图37 Edit Current Method (编辑当前方法) 窗口

### 5.7.6 打印当前载入的方法

选择Method>Print Method (方法>打印方法) 打印当前载入的方法。按照打印菜单中的提示进行操作。

### 5.7.7 输出当前载入的方法

选择Method>Export (方法>输出) 输出当前载入的方法。方法文件(扩展名为\*.ajm)保存在输出路径“...\Method”下

## 5.8 进行测量

在菜单Measurement (测量) 开始样品的测定或者测试仪的标定。另外可以输入或者测定稀释空白值、试剂空白值和日因子(表5)。

### 5.8.1 手动进样下的测定

1. 在System State (系统状态) 窗口, 在Sample injection (进样) 下点击MANUAL (手动)。
2. 如果必要, 在Configurations>Options>User notes(配置>选项>用户注释) 下输入样品信息(见User Notes (用户注释))

**注意:** 在Start Measurement (开始测量) 窗口, FreeStrings (自由串) 选项卡同Setting (设置) 选项卡都被显示。

3. 选择Measurement>Start Measurement (测量>开始测量)。
4. 在Measurement Start (测量开始) 窗口(图38), 输入样品ID, 如果必要在Measurement (测量) 部分输入Analyses Table (分析表) 的名称。

**注意:** 通过点击EDIT (编辑) 可以载入已有的分析表。

5. 在Sample (样品) 部分, 输入待测样品的稀释率, 如果可以, 输入样品类型。
6. 如果需要, 点击COMMENTS (注释) 输入有关测定的注释。
7. 点击DISPLAY METHOD (显示方法) 查看方法参数。
8. 在Measurement Start (测量开始) 窗口, 点击START (开始) 打开Measurement (测量) 窗口。
9. 在Measurement (测量) 窗口, 点击START F2 (开始F2) 按屏幕提示进行操作。测定结果在图和表中显示。当测试结束, Evaluation Analysis Report (评价分析表) 窗口打开。

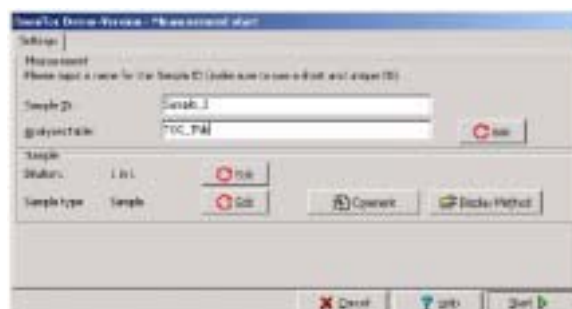


图38 Measurement Start (测量开始) 窗口

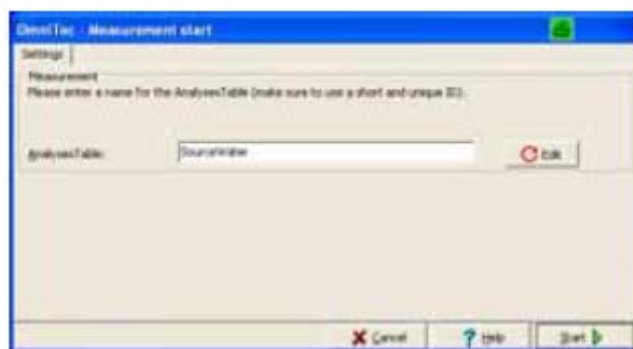
表5 Settings (设置) 选项卡

参数	描述
<b>Measurement (测量)</b>	
<b>Sample-ID (样品ID)</b>	样品ID <i>注意：样品ID可以包括字母和数字</i>
<b>Analyses table (分析表)</b>	只有同样状态(液体或固体)的测定结果可以在一个分析表中收集。
<b>Sample (样品)</b>	
<b>Dilution(稀释)</b>	手动稀释样品的稀释率
<b>Sample type (样品类型)</b>	分析测定可以分为Sample(样品), AQA standard measurement (AQA标准测量)(目前没有提供), 或Calibration measurement (标定测量)。 Sample(样品)——根据载入的方法, 用当前的标定参数, 进行分析和评价 AQA standard measurement (AQA标准测量)——AQA标准测定是标准控制溶液的测定, 然后导入AQA多重分析质量控制软件。必须在适当的参数下输入标准溶液的理论浓度。分析根据载入的方法按当前的标定参数参数进行分析。 (AQA标准测定目前不提供) <i>注意：输入较低和较高的极限数据用于检测指定的理论值。绝对值或同理论值的相对偏差可以输入。OmniToc在测定之后进行检查。如果测定结果超过公差允许范围, 相应的评价包括在分析报告中(低于或超过极限值)</i> Calibration(标定)——标定测定是标准控制溶液的测定, 然后导入当前方法的现有标定中。标准溶液的理论浓度必须在合适的参数下输入。
<b>Comments (注释)</b>	点击输入注释
<b>Display method (显示方法)</b>	点击显示方法参数

### 5.8.2 自动进样器进样下的测定

**特别注意：**如果自动进样器或测试仪刚经过维修或移动, 或者取样器之前没有进行调准, 在测定之前参考6.4.1对自动进样器进行调准。

1. 在System State (系统状态) 窗口, 在Sample presentation (样品表达) 下点击SAMPLER (自动进样器)。



2. 选择Measurement>Start Measurement (测量>开始测量)。

3. 在Measurement Start (测量开始) 窗口, 输入分析表的名称, 点击EDIT (编辑) 编辑一个现有的分析表。

**注意:** 在Load Analyses Table (载入分析表) 窗口(图39), 可以通过使用Status (状态) 和Search for fields (查找) 或者通过输入一个时间范围设置一个过滤器, 于是只列出相应的分析表格(5.7.3)。

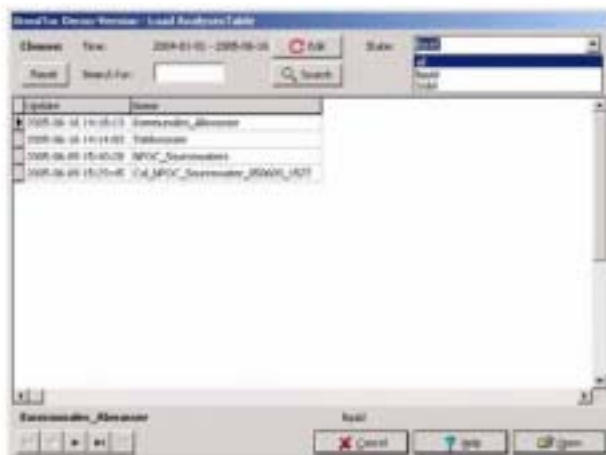


图39 Load Analyses Table (载入分析表) 窗口

4. 如果可以, 输入样品ID, 然后点击START (开始)

5. 选择Rack Table>New (样品架表>新建) 打开一个Sample Rack Table Editor (样品架表编辑器) 窗口(图40)。在Method Parameters (方法参数) 选项卡下, 选择是否所有样品都用当前方法进行处理或者用不同的方法进行处理。

在User Notes (用户注释) 选项卡下, 可以增加新的一列用于单独输入注释信息并加入到样品架表中。

6. 在Current Sample Data (当前样品数据) 窗口(图41), 在样品架表中正确输入并**放好**样品。详情见表6。

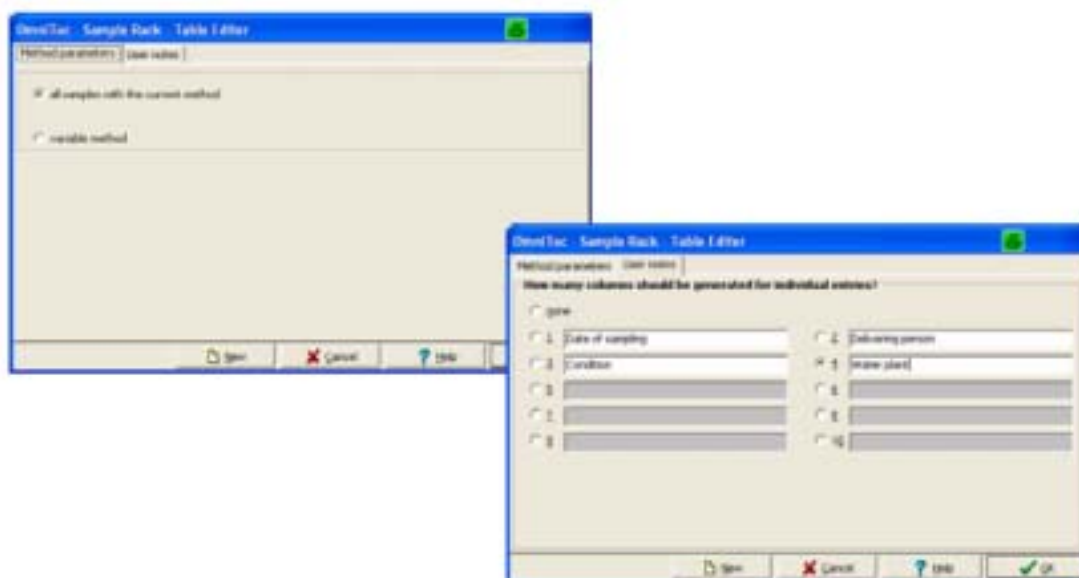


图40 Sample Rack Table Editor (样品架表编辑器)

7. 如果必要, 点击OK (确定) 保存样品架表。

8. 在Measurement (测量) 窗口(图42和表7), 点击START F2 (开始F2)。测定结果在结果

表中以图形显示。当测定完成，Evaluation analysis report（评价分析报告）窗口打开。

**注意：**在NPOC方法下，点击START F2（开始F2）键会出现对话框‘Acidify samples automatically?’（“自动酸化样品吗？”）（A.2.4）。

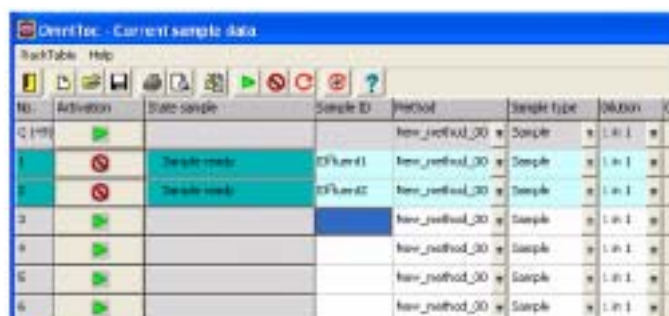


图41 Current Sample Table（当前样品表）窗口

表6 Current Sample Table（当前样品表）选项——Rack Table（样品架表）

列	描述
No.（序号）	样品架位置编号
Activation（激活）	使样品被测定。 样品可以通过点击列中的绿色箭头成为激活状态（单个激活）或者通过选择菜单Rack table>Enable all samples（样品架表>激活所有样品）或者通过点击工具栏中的相应按钮来激活。 样品可以通过点击红色符号成为非激活状态（单个非激活）或者选择菜单Rack table>Deactivate enabled samples（样品架表>使激活的样品非激活）或者通过点击工具栏中的相应按钮来非激活（所有未进行的样品或者没有ID的样品被封锁）
Sample status（样品状态）	表明样品的状态：准备就绪/测定/完成/终止
Sample ID（样品ID）	样品ID（数字或字母） <i>注意：如果有一系列的样品需要分析，样品可以通过选择Rack table&gt;Automatic sample ID（样品架表&gt;自动样品ID）或者通过点击工具栏上相应的按钮使样品具有相同的ID词根</i>
Method（方法）	将要使用的方法（双击打开）
Sample type（样品类型）	待测样品的类型（双击打开，选择Sample/AQA Standard/Calibration（样品/AQA标准/标定）） <i>注意：样品架表对标定样品自动创建。其它的样品类型不能通过样品架表进行测定。</i>
Dilution（稀释）	设定已稀释样品的稀释倍数（A.5.1.2）
Columns 8...x（列8...x）	自由进行单个输入；列数由User Notes（用户注释）中的值决定（User Notes（用户注释））。
Comments（注释）	可以输入任何注释

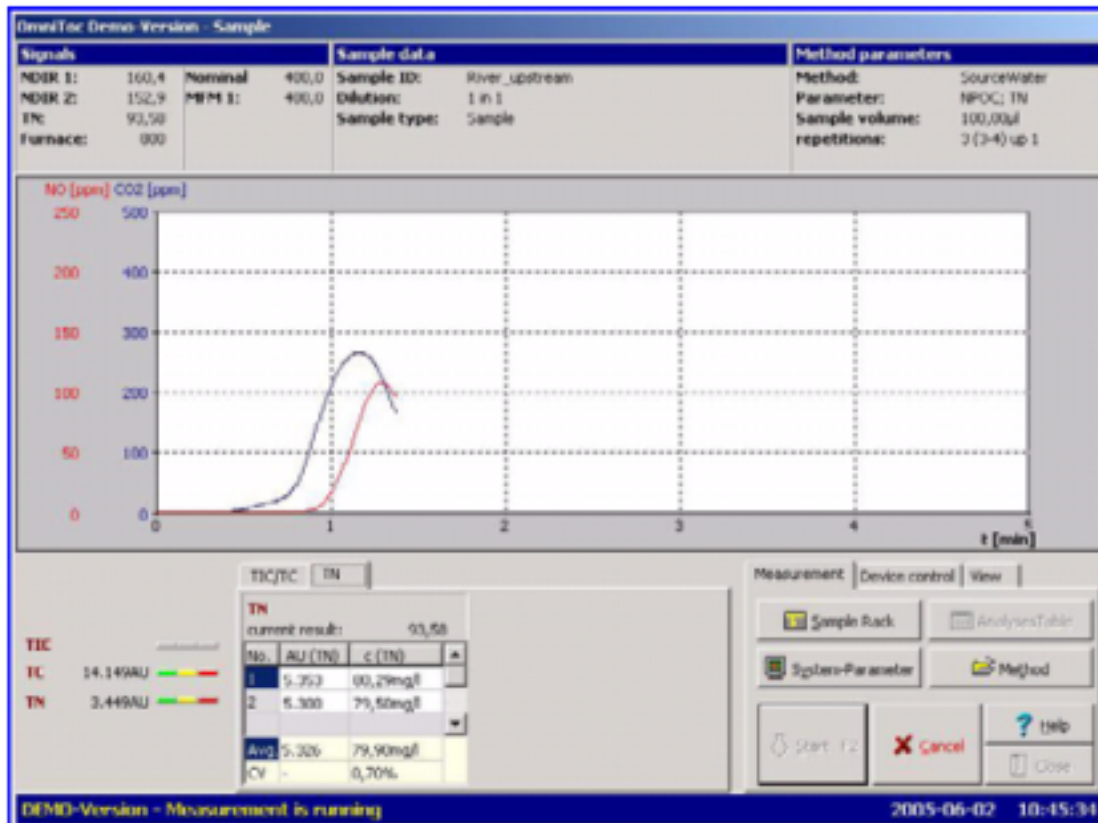


图42 Measurement (测量) 窗口

表7 Measurement (测量) 窗口

键/选项卡	描述
Start F2 (开始F2)	执行测定程序。在菜单的指示下手动进样或者在自动进样器模式下自动进样。显示测量曲线。测定结果显示于表格中。
Measurement (测量)	在Measurement (测量) 选项卡可以查看或更改不同的设定值。
sample rack (样品架)(只对自动进样模式)	在测定的过程中编辑样品架表
Analyses report (分析报告)(只对手动进样模式)	显示之前样品的数据
Analyses table (分析表)(只对自动进样器模式)	<b>注意:</b> 在测定进行当中不能显示之前的测定数据。只能查看当前的测定数据。
System parameters (系统参数)	显示系统信息。
Method (方法)	显示当前的方法参数。
View (查看)	在View (查看) 选项卡下可以查看部分Measurement (测量) 窗口。
Device control(设备控制)	在Measurement (测量) 窗口的Device Control (设备控制) 选项卡下, 为了对测试仪进行设置可以通过下拉菜单进行单个功能的设定, 但是必须在没有开始和进行任何测定之时。关于Device Control (设备控制) 的更多信息见5.11.1。

### 5.8.2.1 导入LIMS数据

数据也可以通过LIMS (实验室信息管理系统) 导入。

1. 选择菜单Configuration>Options>Import/Export (配置>选项>导入/输出) 定义导入过滤器的

结构。

2. 选择**Configuration>Options**（配置>选项），然后点击**Files and Directories**（文件和路径）选项卡设置LIMS路径。
3. 将LIMS生成的导入文件以“OmniTocImport.dat”为名称保存在“OmniToc LIMS”中。

### 5.8.3 增加和删除样品

如果需要在样品处理序列中插入一个样品，可以加入到样品架表的第一行Q行（快速位置）。而样品必须放在样品盘的最后位置，这样它将在下一个被测定。之后样品架表的处理过程将象之前一样进行。

1. 将新样品放到样品架的最后位置（如位置60）。
2. 当测定其它样品时，选择**Measurement**（测量）窗口的**Sample Rack**（样品架）。
3. 在顶行输入样品ID（如Q(60)）然后激活样品。
4. 点击**OK**（确定）。新的（刚放入的）样品将是下一个被测的样品。

在测定顺序中，可以增加样品到样品架表中，也可以删除还没被测定的样品。**样品的测定顺序按照排放顺序**。也就是说，最后增加或者**排放**的样品在其他所有的样品被测定之后才开始测定。

### 5.8.4 确定稀释空白值

如果样品必须稀释，可以对稀释用水空白值设定允许度（A.5.1.2）。稀释用水的空白值在每个稀释样品系列测定之前需重复测定，测定采用实际的稀释用水。稀释用水的空白值为标准状态下1mL稀释用水的测量值。

1. 选择菜单**Measurement>Diluent Blank**（测量>稀释空白）打开**Diluent Blank**（稀释空白）窗口。
2. 如果可以，在稀释空白值的手动输入处选择所需过程。
3. 在相应的输入栏输入稀释空白值点击**ACCEPT**（接受）。此数值整合到系统配置中用于之后所有的测定。
4. 点击**CLOSE**（关闭）退出**Dilute Blank**（稀释空白）窗口。

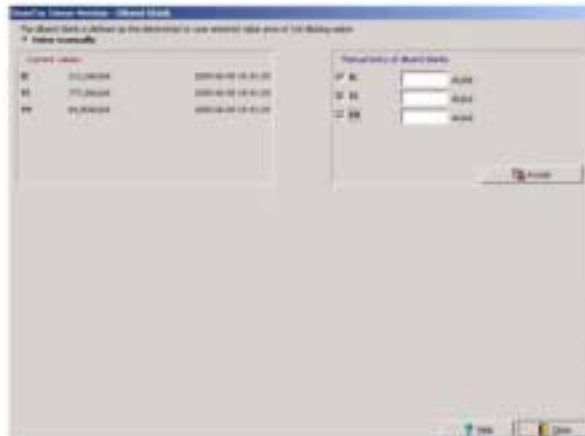


图43 Diluent Blank（稀释空白）窗口

## 5.8.5 测定试剂空白值

**注意：**只在IL550 TOC-TN中测定试剂空白值。

磷酸的试剂空白值可以单独测定然后输入OmniToc中，或者可以在每个测定系列之前自动测定。关于试剂空白的更多信息见A.5.2。在相应的输入栏输入试剂空白值。测定含低TIC的样品系列之前，需要测定当前一批磷酸溶液的试剂空白值。

1. 选择菜单Measurement>Reagent Blank (测量>试剂空白)打开Reagent Blank (试剂空白)窗口(图44)。
2. 在Reagent Blank (试剂空白)窗口，选择ENTER (输入)手动输入数值。
3. 在试剂空白值手动输入处，为所选的程序(IC)在相应位置输入试剂空白值，点击ACCEPT (接受)确定。确定的TIC空白值整合到系统配置中用于之后所有的测定。
4. 点击CLOSE (关闭)关闭Reagent Blank (试剂空白)窗口



图44 Reagent Blank (试剂空白)窗口——Manual Input (手动输入)

自动测定试剂空白值：

1. 选择Measurement>Reagent Blank Value (测量>试剂空白值)打开Reagent Blank (试剂空白)窗口(图45)。
2. 在Reagent Blank (试剂空白)窗口，点击Measure (测量)。
3. 在Measure (测量)部分，选择“IC”过程。
4. 选择平行测定的次数(1到10之间)点击Measurement (测量)。
5. 在Measurement (测量)窗口，点击START F2 (开始F2)。当测定过程结束，结果显示在Reagent Blank (试剂空白)窗口。
6. 如果必要，在Reagent Blank (试剂空白)窗口的Measurement of the reagent blank values (试剂空白值的测定)下的Choose (选择)栏激活/非激活测定值。
7. 在Save (保存)部分选择参数“IC”。

注意：点击Reagent blank analysis report (试剂空白分析报告)键可以打开分析报告。

8. 点击ACCEPT (接受)。测定的TIC空白值整合到系统配置中用于之后所有的测定。
9. 点击CLOSE (关闭)关闭Reagent Blank (试剂空白)窗口。

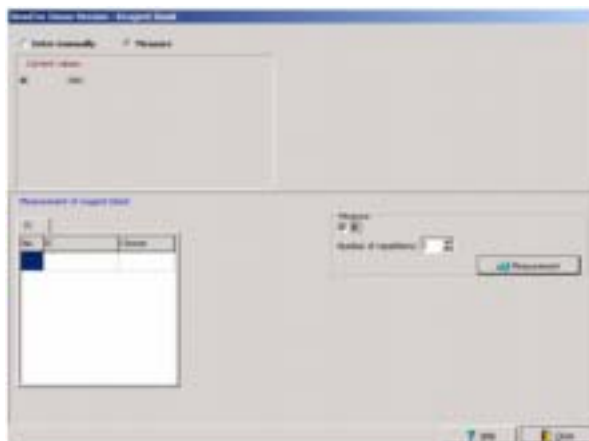


图45 Reagent Blank (试剂空白) 窗口——Automatic Measurement (自动测定)

### 5.8.6 测定燃烧舟空白值

**注意：**当有内部或者外部固体测定模块同测试仪连接，并且在不可变的方法标准下选择的方法是 *Solids* (固体) 方法时，才会需要测定燃烧舟空白值。

燃烧舟的空白值为固体样品的测定服务。燃烧舟空白值可以手动或者自动测定。

输入手动测定燃烧舟空白值。

1. 选择 **Measurement > Boat Blank** (测量>燃烧舟空白) 打开 **Boat Blank** (燃烧舟空白) 窗口。
2. 在 **Boat Blank** (燃烧舟空白) 窗口，点击 **ENTER MANUALLY** (手动输入)。
3. 在燃烧舟空白值的手动输入部分，为选定的过程输入燃烧舟空白值点击 **ACCEPT** (接受)。不同参数下所测定的值整合到系统配置中用于之后所有的测定。
4. 点击 **CLOSE** (关闭) 关闭 **Boat Blank** (燃烧舟空白) 窗口。

自动测定燃烧舟空白值。

1. 选择 **Measurement > Boat Blank** (测量>燃烧舟空白) 打开燃烧舟空白窗口。
2. 在 **Combustion Boat Blank value** (燃烧舟空白值) 窗口点击“**MEASURE**” (测量)。
3. 如果可以，在 **Measure** (测量) 部分选择过程和平行测定的次数，点击 **Measurement** (测量)。
4. 在 **Measurement** (测量) 窗口，点击 **START F2** (开始F2)。当测定结束，测定结果显示在 **Boat Blank** (燃烧舟空白) 窗口。
5. 如果需要，在 **Reagent Blank** (试剂空白) 窗口的 **Measurement of the combustion Boat Blank values** (燃烧舟空白值的测量) 下的 **Selection** (选择) 栏激活/非激活测定值。
6. 在 **Save** (保存) 部分选择合适的参数。

**注意：**点击 **Boat blank analysis report** (燃烧舟空白分析报告) 键可以打开分析报告。

7. 点击 **ACCEPT** (接受)。不同的参数下所测定的值整合到系统配置中用于之后所有的测定。

## 5.9 标定

### 5.9.1 标定的准备和启动

OmniToc软件通过方法的选择调整单个测试使之适合整个测定任务。为了在相关的方法下得到最佳的可能测定结果，需对每个分析参数和每个分析通道进行标定。待标定的方法参数可以分别定义。不必标定所有的参数。关于标定方面的详细信息参考A.4，关于方法参数的更多信息参考A.2。



可以为每个方法的每个碳参数提供两个标定函数——检测器的两个测量通道各一。标定函数自动分配。

1. 确定进样类型（手动进样或者自动进样器进样）。改变进样类型时点击System State（系统状态）窗口的相应按钮。

2. 选择菜单Measurement>Calibration（测量>标定）。

3. 选择待标定的方法（5.7.3）或者载入一个已有的标定表。按屏幕提示进行操作。当待标定的方法已经载入或者已有的标定表已经打开，Calibration - Data of new calibration（标定 新标定数据）窗口将打开（图46）。

4. 在Calibration settings（标定设置）部分，选择标定类型。

**注意：**推荐采用固定样品体积改变样品浓度的多点标定方法。方法中定义的体积自动输入Constant Sample Volume（固定的样品体积）输入框。只有当标定的体积和方法中定义的体积不同时才需要改变。采用固定样品浓度的标定方法时，必须在输入框中输入标准样的浓度。

5. 在Number of Standards（标准个数）输入框输入标定点的个数。

6. 选择待标定的测量参数（A.4.3）。

**注意：**不必标定所有的参数。标定参数TOC和NPOC(+)以及浓度大于0.5mg/L时，参数IC和TC必须单独激活。这些参数必须在创建方法时定义。只有测量的浓度范围低于1.0mg/L，才需要对TOC参数进行标定。在这种情况下，单点标定就可以满足要求（A.4.1.3）。

7. 在Preparation Blank（准备空白）部分，确定用于配置标准溶液的水的空白值：

Measure（测量）栏——在标定之前可以单独测定准备用水的空白值。为了达到这个目的，装有准备用水的容器放置于自动进样器的第一个位置。对于手动进样，提示准备用水进样的对话框将出现。

Enter（输入）栏——可以输入准备水样的空白值。

**注意：**准备用水空白值必须定容为标准状态下的1mL。如果不考虑准备用水的空白值，则在输入框中输入“0”。

8. 根据要使用的标准溶液在标定表中填入待标定的各参数。

**注意：**在方法中定义的平行测定的次数自动输入Replicates（平行）栏。如果方法中的异常值选择被激活，那么最大数值被输入。对每个单独的标准样品，平行测定的次数可以手动更改。

9. 选择Calibration Table>Save Calibration Table（标定表>保存标定表）或者Save Calibration Table As（另存标定表）保存标定表。

**注意：**标定表文件的扩展名自动生成“.kaltab”并保存于路径“...\Calibration\Tables”下。

10. 点击Measurement（测量）按屏幕提示进行操作。

**注意：**根据选择的方法和进样的类型，在Current sample data（当前样品数据）窗口会出现更多的对话框（只在自动进样器模式下）。如果可以，所有的标准样品必须在Current sample data（当前样品数据）窗口激活。

11. 当Measurement（测量）窗口打开，点击START F2（开始F2）。标定按顺序开始。

**注意：**如果在自动进样器模式下载入了NPOC-，NPOC(+)方法，对话框“Acidify samples automatically?”（“自动酸化样品吗？”）在标定开始之前出现。选择YES（是）将在标定之前自动酸化样品。

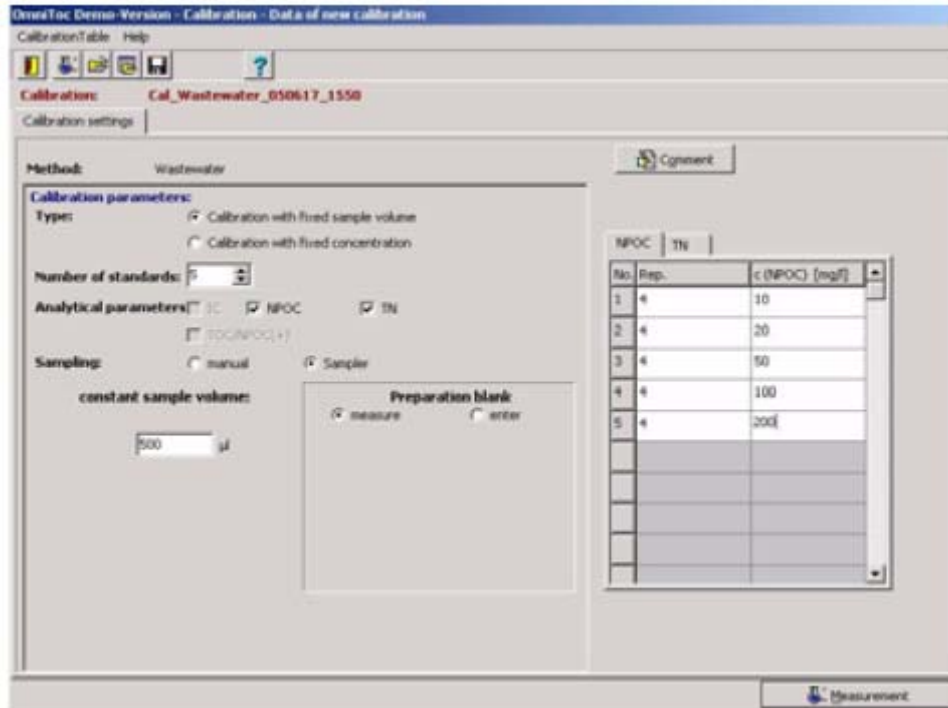


图46 Calibration–Data of New Calibration (标定 新标定数据) 窗口

### 5.9.2 显示标定结果

当所有的标定测量完成，在Calibration Settings（标定设置）窗口标定报告自动打开并可以进行编辑。标定报告也可以在之后通过选择菜单Data Evaluation>Calibration Report>Load Calibration Report（数据评价>标定报告>载入标定报告）打开。表8描述了在标定过程中采集的数据。

标定设置可以在Calibration Data（标定数据）选项卡下查看。

在Calibration Results（标定结果）选项卡下会显示每个标定的测量通道的概况（图47）。

表8 得到的标定数据

参数	描述
Channel（通道）	测量通道的选择，标定结果将显示于此
Results table（结果表）	显示如下信息： 平行测定次数 使用的标样的理论浓度（固定样品体积的情况下）。 使用的标样的标准体积（固定样品浓度的情况下）。 单个测试的平均值（标记为I-net），考虑准备用水的空白值。 在当前显示的标定系数下的计算浓度。 计算浓度同理论浓度的偏差率。
Linear Regression/ Quadratic Regression（线性回归/二次回归）	基于选择的方法，根据净积分的单个值或平均值进行回归计算和过程参数的确定。对所选的回归类型，显示标定系数和过程参数。
Calibration range covered（标定覆盖范围）	低限值： 最低测定点的平均净峰面积的 - 5%（液体）或 - 10%（固体） 高限值：

	最高测定点的平均净峰面积 + 5% (液体) 或 + 10% (固体)
Calibration graph (标定图)	根据回归, 回归图既可以用于程序内部标定系数的确定 (x轴为峰面积, y轴为质量), 也可用于过程参数的确定 (x轴为质量, y轴为峰面积)。查看方式的转变通过菜单View calibration graph (查看标定图) 实现。
Procedure characteristics (过程参数)	线性: 当评价基于至少四个标定测量点时, 才能进行线性测试。在显著性水平P = 99%的情况下进行拟合的Mandel测试。线性测试的结果(OK或FALSE)作为回归类型选择的参考; 推荐的回归显示绿色。 方差齐性: 只有当过程参数根据平均值确定时才进行方差齐性测试。另外, 只有当所选的最小和最大理论浓度的标定测量点有至少两个独立测定值时才可以进行评价。测试在显著性水平P = 99%的情况下进行。

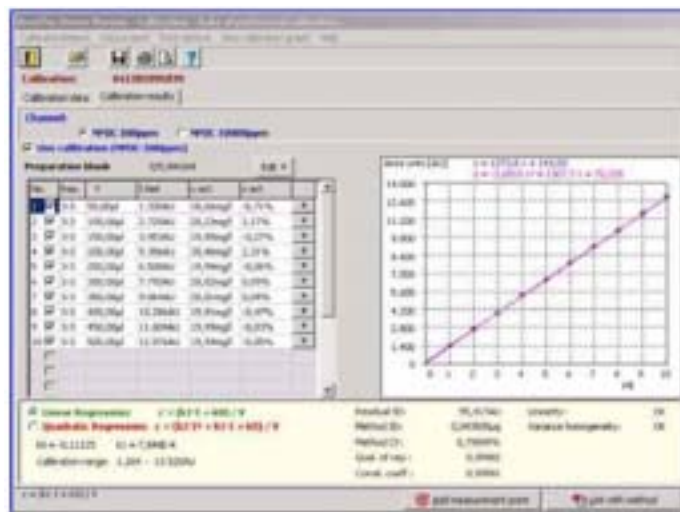


图47 标定数据

### 5.9.3 编辑当前的标定

**注意:** 每次更改后重新计算和显示标定系数, 过程参数和回归图

**注意:** 如果要编辑的标定不是现存的这个, 参考5.10.10到5.10.12

标定进行时可以对以下几点进行编辑:

- 回归类型的选择——选择线性或者二次回归。所选的回归类型的标定系数和过程参数将被显示。
- 去除单独的测量点——在结果表中No.(序号)一栏中的所有选择的测量点都将用于回归计算。通过选择No.(序号)一栏中的测量点可以将测量点移除。
- 准备空白——点击EDIT(编辑)可以改变准备空白的数值, 选择或者取消选择所需的数值然后点击OK(确定)。
- 删除单个测量值——通过点击位于结果表中测量点一行中最后的键查看单个测定结果。通过在use(使用)一栏中选择单个测定结果可以使之成为非激活状态。
- 激活/非激活准备用水空白测量值——查看样品的单个测定值或者通过查看/不查看相应的框使之成为激活或非激活状态。
- 增加测量点——增加测量点可以扩展现有的标定。使用相同的方法进行测量(以样品类型选

择标定并输入理论浓度)，通过ADD MEASUREMENT POINT（增加测量点）键选择合适的分析报告。

注意：测量点每次只能增加一个。

#### 5.9.4 选定标定参数

为一个方法选定标定参数

1. 在Calibration Settings( 标定设置 )窗口中Calibration - Data( 标定 数据 )部分 ,在Channel ( 通道 ) 选择中，激活拟采用的通道

注意：不必为方法选定所有的标定通道。

2. 可以的话，为每个将要进行的标定选择Use Calibration（使用标定）栏。

3. 点击LINK WITH METHOD（与方法相连）。

4. 回答对话框“Link with the calibration method?”（“同标定方法连接？”）

YES（是）——同刚刚被标定的方法连接（通常情况）。

No（否）——标定参数同接下来所选的方法连接。

注意：OmniToc不能确定标定参数对于选定的方法来说是否合适。

5. Link with Method（与方法相连）窗口打开（图48）。之前的标定系数和最新确定的标定系数显示并比较。

注意：分析通道的选择决定了所显示的参数。

6. 通过在Adopt Calibration Parameters（选定标定参数）下激活选择框来设置用于单个方法的标定系数的通道。

7. 点击ACCEPT VALUES（接受数值）在选择的方法下保存确定的标定参数。

**注意：选定的标定参数用于此方法下之后所有测定的计算。**



图48 Link with Method（与方法相连）窗口——Adopt Calibration Parameters（选定标定参数）

#### 5.9.5 打印标定数据

打印标定报告：

1. 在Calibration>Data of Performed Calibration( 标定>标定得到的数据 )窗口 ,选择Calibration Report>Print（标定报告>打印）。

2. 在菜单Print Options（打印选项）定义打印输出的范围。

- 打印标定图，和/或

- 打印每个标定通道的单独面积

注意：只有在Use Calibration（使用标定）下选择的标定结果才会被打印。

### 5.9.6 输出标定数据

窗口Calibration>Data of Performed Calibration(标定>标定所得的数据)的菜单Data export(数据输出)用于输出标定数据。下列标定数据输出选项可用：

- 将标定报告保存到一个输出文件中  
注意：标定报告（扩展名为“.ajc”）保存于输出路径“..\Calibration”下。
- 输出为TCF文件（\*.tcf）——电子数据表  
注意：TCF文件保存于预先定义的路径（预先定义“..\OmniToc\_TCF”）保存路径可以在菜单Options>Files and Directories>TCF files.（选项>文件和路径>TCF文件）中选择。
- 输出到临时性存储中。

### 5.9.7 固体测试的标定

只有在内部或外部固体测定模块存在或者手动处理样品的情况下才能对固体测试进行标定。标定操作步骤详见5.9。推荐的标定类型是固定浓度的标定（图46）。



图49 Calibration Data of New Calibration Window（新标定窗口的标定数据）（固体样品）

### 5.9.8 确定日因子

日因子通过标准溶液用于检查和修正标定。之后所有的测量值都乘以这个因子。日因子可以手动输入或者通过测量确定。日因子的测定采用当前载入方法的相关设置。

#### 手动输入日因子

1. 选择菜单Measurement>Daily Factor（测量>日因子）。
2. 在Daily factor（日因子）窗口（图50），选择Enter Manually（手动输入）。
3. 在Manual entry（手动输入）部分，首先激活准备输入日因子的通道，然后为所选的通道输入日因子值。
4. 点击ACCEPT（接受）。当前的日常因子显示在Current daily Factors（当前日因子）栏。

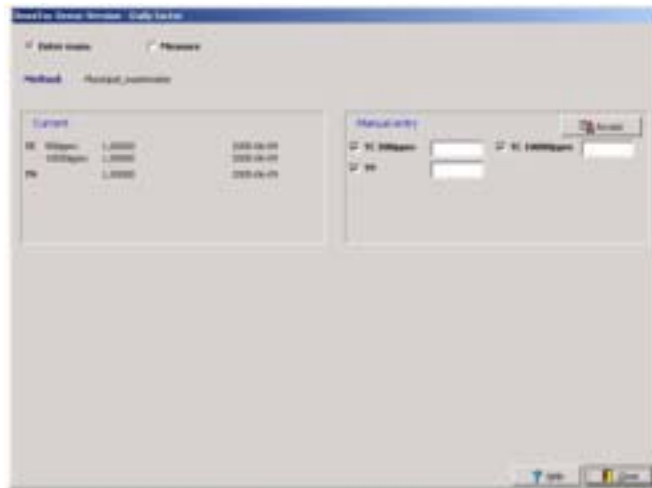


图50 Daily Factor (日因子) 窗口——Manual Input of Daily Factor (日因子的手动输入)  
通过测量确定日因子

1. 选择菜单Measurement>Daily Factor (测量>日因子)。
2. 在Daily factor (日因子) 窗口 (图50)，选择Measure (测量)。
3. 在Standard (标准) 部分，选择准备测定日因子的通道然后输入所选测量通道的理论浓度。如果需要，考虑准备标准溶液用水的空白值。  
注意；准备用水空白值 (面积) 必须输入标准条件下1mL的值。如果不考虑准备用水的空白值，请在输入框输入“0”。
4. 点击Measurement (测量)
5. 在Measurement (测量) 窗口，点击START F2 (开始F2)。
6. 将适当的标准溶液放置在样品架准备就绪，点击OK (确定) 确定对话框。测量的日因子显示在Measured (已测量) 部分。当前的日因子显示在Current (当前) 部分。
7. 点击ACCEPT (接受)，测定的日因子同当前方法相连。

**注意：**一个方法当前的日因子可以通过选择菜单Method>Edit method (方法>编辑方法) 在 Calibration Parameter (标定参数) 选项卡下查看。



图51 Daily Factor (日因子) 窗口——Measuring the Daily Factor (测定日常因子)  
注意：日因子的值应该在0.8到1.2之间。如果超过这个范围，需要进行一个完整的标定。方法的测量结果将乘以当前的日因子。每当方法被标定之后，日因子将重设为1。

## 5.10 数据评价

在菜单Data Evaluation（数据评价）可以使生成的结果显示在分析报告、分析表和标定报告中。

### 5.10.1 分析报告

打开一个分析报告

1. 选择Data Evaluation>Analysis Report（数据评价>分析报告）打开Analysis Report evaluation（分析报告评价）窗口。通过下列方法在Analysis Report evaluation（分析报告评价）窗口打开一个分析报告：

- 选择Analysis Report>Open (File)（分析报告>打开（文件）），通过旧的软件版本生成一个分析报告。
- 如果需要 选择Analysis Report>Open (Database)（分析报告>打开（数据库）），在Load analysis report（载入分析报告）窗口设置适当的过滤器以及对结果进行分类（图52）。

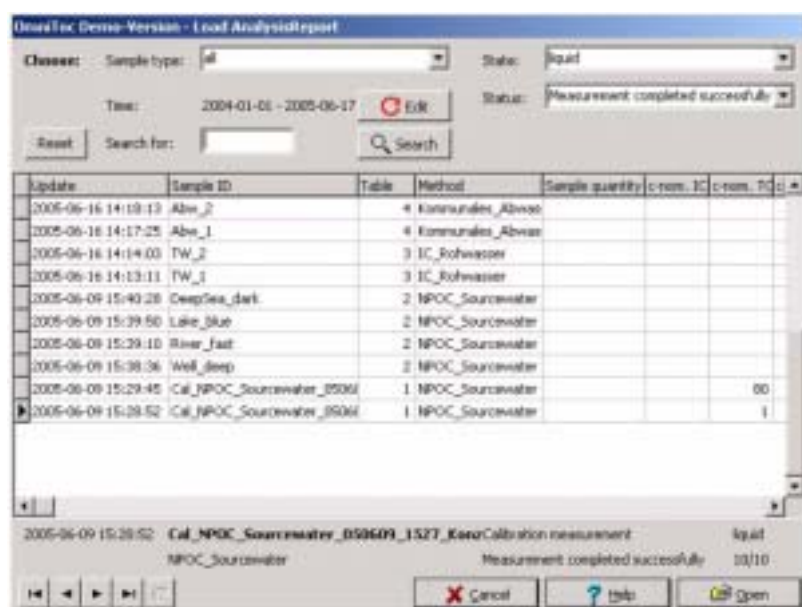


图52 Load Analysis Report（载入分析报告）窗口

### 5.10.2 显示测量结果

1. 在Load Analysis Report（载入分析报告）窗口的Analysis Parameter（分析参数）栏选择需要显示的测量通道。通过点击METHOD（方法）查看方法设置。

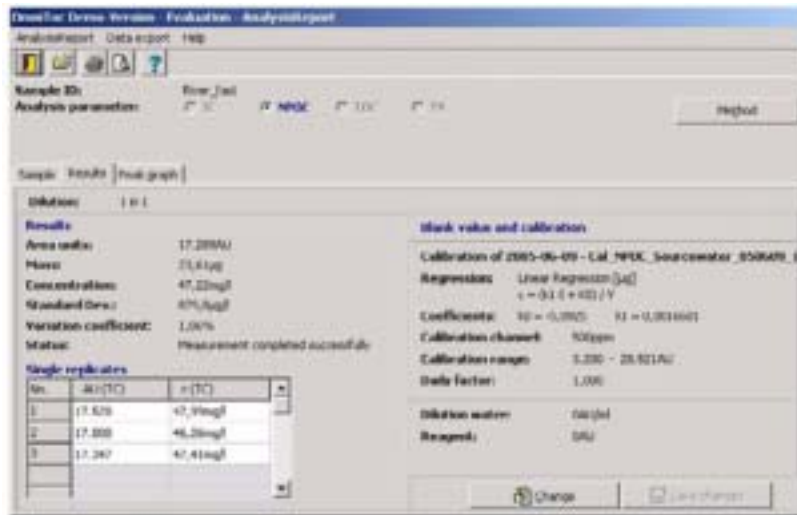


图53 Evaluation Analysis Report (评价分析报告)窗口的Results (结果)选项卡  
表9 Analysis Report (分析报告)

<b>Sample (样品) 选项卡</b>	
在Sample (样品) 选项卡中显示结果文件的日期和时间、样品ID、用户、样品类型、用户注释。	
<b>Signature key (签名键)</b>	通过点击此键可以进行电子签名
<b>Comments key (注释键)</b>	通过点击此键可以输入样品的有关注释
<b>Results (结果) 选项卡</b>	
Results 选项卡中显示每个测量通道的测量结果(图53)。转换测量通道时选择合适的测量参数。另外还显示标定参数、标定范围、稀释空白和任何其它空白值。	
<b>Peak Graph (峰图) 选项卡</b>	
在Peak Graph (峰图) 选项卡下查看测量通道的单个或所有的测量曲线。	

### 5.10.3 更改分析报告

Analysis Report evaluation (分析报告评价)窗口的Results (结果)选项卡允许对分析结果进行手动计算：

1. 点击CHANGE (更改) 键(图53) 打开Edit Results (编辑结果) 窗口(图54)。
2. 如果需要，可以改变下列参数：
  - 最小平行测定次数(用于后续异常值选择)
  - 稀释率
  - 回归类型和标定系数
  - 日因子，准备用水或稀释用水的空白值，试剂和燃烧舟的空白值。
3. 点击OK (确定) 按屏幕提示进行操作

注意：分析报告的手动编辑在Measurement Results (测量结果) 部分的状态后有注释

4. 点击SAVE CHANGES (保存更改) 保存对分析报告所作的修改。

注意：分析报告的原始数据依然保留在数据库中。在结果被编辑之后，原始的和编辑后的分析报告以相同的样品ID保存在数据库中。



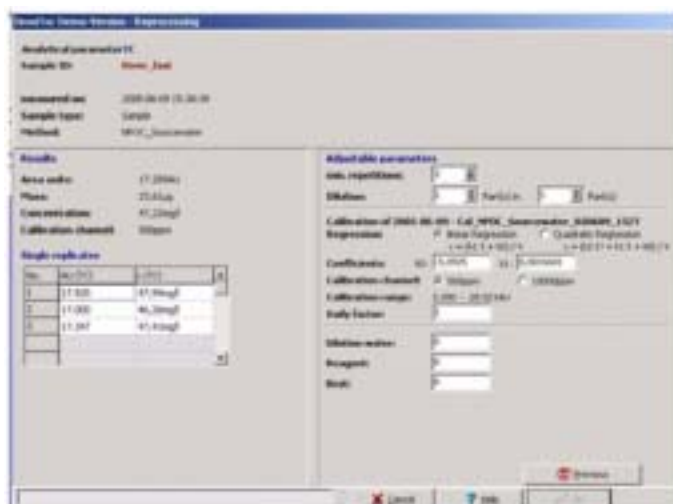


图54 Edit Results（编辑结果）窗口

#### 5.10.4 输出分析报告

在Analysis report evaluation（分析报告评价）窗口，选择菜单Data Export（数据输出）。分析报告存以扩展名".ajd" 和".int"保存于输出路径"...\Analyses"下。（5.13.1）

#### 5.10.5 打印分析报告

在Analysis report evaluation(分析报告评价)窗口选择Analysis Report>Print(分析报告>打印)，根据菜单Print（打印）的提示进行操作。

#### 5.10.6 打开分析表

1. 选择Data Evaluation>Analyses Table(数据评价>分析表)打开Analyses Table Evaluation(分析表评价)窗口和最近一次查看的分析表。通过下列步骤在Analyses Table Evaluation（分析表评价）窗口打开一个分析表：

- 选择Analyses Table>Open (File)（分析表>打开（文件）），打开旧软件版本生成的分析表
- 如果需要，选择Analyses Table>Open (analyses table database)（分析表>打开（分析表数据库））在Load analysis report（载入分析报告）窗口选择合适的过滤器以及对结果进行分类。



图55 Load analyses Table（载入分析表）窗口

### 5.10.7 显示分析表

分析表包含测得的数据：

在Load analyses Table（载入分析表）窗口按升序或降序查看测量结果（图56）：

- 选择Analyses Table>View 1... n（分析表>查看1... n）升序查看。
- 选择Analyses Table>View n... 1（分析表>查看n... 1）降序查看。

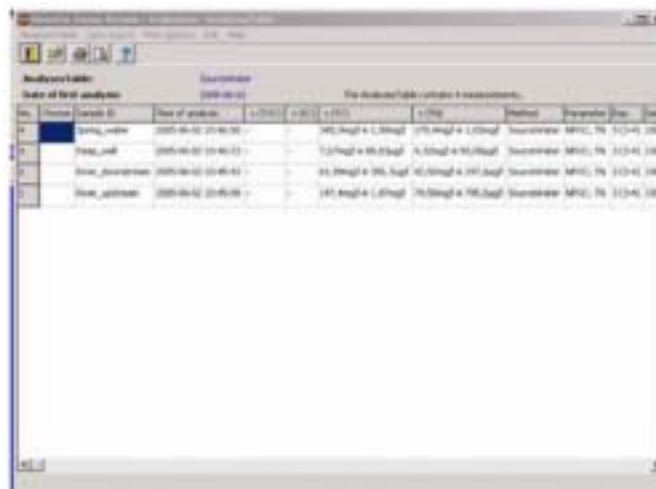


图56 Evaluation Analyses Table（评价分析表）窗口

在Evaluation Analyses Table（评价分析表）窗口查看平均值和标准偏差：

1. 点击Choose（选择）一栏对所需分析进行标记  
**注意：**点击单独一栏将激活/非激活相应的分析。点击Selection（选择）一栏的题头激活/非激活整个分析表。点击No.（序号）一栏的题头可以进行反选。
  2. 选择Analyses Table>View Average and Standard Deviation（分析表>查看平均值和标准偏差）查看选择的分析结果。
  3. 通过双击相应的一行从分析表中打开一个分析报告。  
同时编辑一个分析表中的几个分析报告：
1. 点击Choose（选择）一栏对所需分析进行标记。  
**注意：**只有由标记的第一个方法生成的分析被编辑。

2. 在Evaluation Analyses Table (评价分析表) 窗口, 选择Edit (编辑) 选择参数。

*注意: 参数只能按顺序编辑。*

3. 按5.10.3描述的方法编辑参数。

### 5.10.8 输出分析数据

从菜单Export data (输出数据) 输出分析数据:

1. 为TCF文件和LIMS传输文件定义目标路径 (5.13.1)。
2. 定义输出文件的结构 (Import/Export (导入/输出))。
3. 在分析表中的Choose (选择) 一栏标记需要输出的分析数据。
4. 从菜单Export data (输出数据) 输出分析数据到指定的路径或临时性存储中:
  - Analysis reports (分析报告) ——分析报告 (扩展名为".ajd" and ".int") 保存于输出路径 "..\Analyses" 下 (5.13.1)
  - TCF文件(\*.tcf)
  - LIMS传输文件 (OmniToc\_LIMS.dat)
  - 临时性存储

### 5.10.9 打印分析表

打印分析表:

1. 选择要打印的分析表
2. 在Evaluation Analyses table (评价分析表) 的菜单Print options (打印选项) 定义打印输出的范围:
  - Short form (短格式) ——样品ID, 分析时间, 方法, 所有参数的浓度, 进样量, 稀释率。
  - Long form without user notes (不带用户注释的长格式) ——样品ID, 分析时间, 方法, 步骤, 进样量, 平行测定次数, 稀释率, 样品类型, 所处样品架的位置, 所有参数的浓度和面积, 标定系数。
  - Long form with use notes (带用户注释的长格式) ——比Long form without user notes (不带用户注释的长格式) 多输出用户说明。
  - Averages (平均)
3. 从Analyses table>Print (分析表>打印) 打开分析表的打印菜单点击OK (确定)。

### 5.10.10 标定报告

打开标定报告

1. 选择Data Evaluation>Calibration Report (数据评价>标定报告)。
2. 在Load Calibration Report (载入标定报告) 窗口选择标定报告 (图57)。

*注意: 在Load Calibration Report (载入标定报告) 窗口, 如果需要, 可以对过滤器进行设置, 通过点击首行可以对报告进行分类。*
3. 标记标定报告, 点击OPEN (打开)。

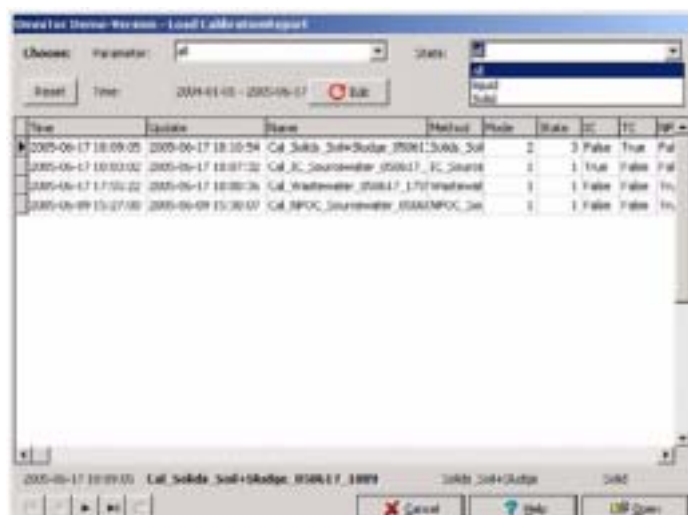


图57 Load Calibration Report (载入标定报告) 窗口

### 5.10.11 查看标定报告文件

打开可用的标定报告文件（扩展名为".kal" or ".ajc"）。

1. 选择**Calibration Report>Open (File)**（标定报告>打开（文件））
2. 标记文件并点击**OPEN**（打开）。标定报告显示在**Calibration Settings**（标定设置）窗口。作为独立于数据库之外的数据而打开的标定报告直到打开之前不会整合到数据库中。

### 5.10.12 打印标定报告

1. 在**Calibration Data of the Executed Calibration**（所得的标定数据）窗口的**Print Options**（打印选项）下定义打印输出的范围：

- 打印标定图。
  - 打印平行样**面积**。
2. 选择**Calibration Report>Print**（标定报告>打印）。
  3. 点击**OK**（确定）。

### 5.11 设置仪器参数

通过菜单**Instrument**（仪器）用户可以直接进入IL550 TOC-TN / IL550 TOC-TN的单个组件。

#### 5.11.1 设备控制

设备控制可以在测量模式之外对单独调整测试仪。

注意：如果仪器有的部分处于非稳定状态将无法进入某些**Device Control**（设备控制）设置。这将反映在**System State**（系统状态）窗口而且**Device Control**（设备控制）窗口将显示红色条而不是蓝色条。

1. 选择**Instrument>Device Control**（仪器>设备控制）。
2. 在**Device Control**（设备控制）窗口，从下拉列表中选择所需进行的设置。



### 3. 点击START F2 (开始F2)

表10 Device Control (设备控制) 选项卡

参数	描述
<b>Purging (吹扫)</b>	在选定的吹扫时间和自动进样器模式下选定的位置吹扫NPOC。NPOC吹扫流可以重设(6.4.3)
<b>Regeneration of TIC reactor (TIC反应器的再生)</b>	<p><b>有自动磷酸泵 (IL550 TOC-TN或者带TIC模块的IL530)</b>            用泵将H3PO4送至反应器            用泵抽出TIC反应器            清洗</p> <p><b>没有磷酸泵 (IL530 TOC-TN)</b>            出现注入磷酸的对话框            用泵抽出TIC反应器            清洗</p>
<b>Rinse syringe (清洗注射器) (只在自动进样器模式下)</b>	酸容器中为自动进样器准备的溶液 (HCl或者超纯水) 用于清洗注射器。清洗的体积等于当前方法下定义的样品体积。

### 5.11.2 自动进样器调准

进样口每次发生变化 (更换催化剂, 更换进样垫等) 之后以及自动进样器的位置每次发生改变之后都要对自动进样器进行调整。(6.4.1)

### 5.11.3 系统参数

从Instrument>System Parameter (仪器>系统参数) 打开System-Parameters (系统参数) 窗口 (图58)。在此窗口下可以查看如下的设置和参数:

- 在Software (软件) 选项卡下, 可以看到软件版本和硬盘上的剩余空间信息
- 在"DBV" Dilution Water Blank Value ("DBV" 稀释用水空白值) 选项卡下, 可以看到当前的稀释用水空白值。
- 在"RBV" Reagent Blank Value ("RBV" 试剂空白值) 选项卡下, 可以看到当前的试剂空白值。
- 在"BBV" Combustion Boat Blank Value ("BBV" 燃烧舟空白值) 选项卡下, 可以看到当前的燃烧舟空白值 (只对固体分析而言)
- 在Error Report (错误报告) 选项卡下, 可以看到记录文件 (7.1)。

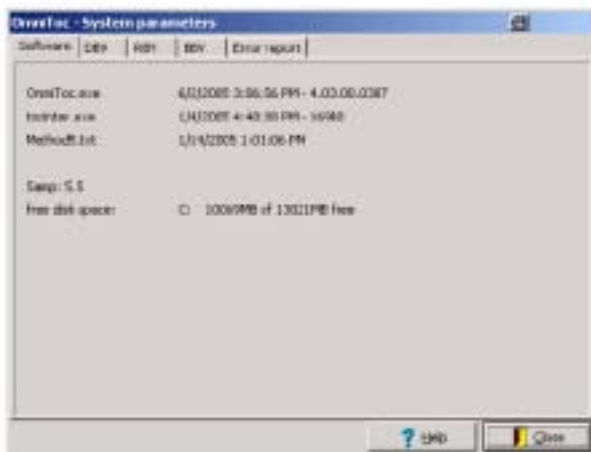


图58 System Parameters (系统参数) 窗口

#### 5.11.4 组件测试

**特别注意：**请勿在未咨询技术支持的情况下进行该部分的操作

从Instrument>Component Test (仪器>组件测试) 打开Component Test (组件测试) 窗口查看测试仪组件设置。

当前的NDR数据可以在“NDR”选项卡下看到。如果Save Value (保存数值) 框处于激活状态，NDR检测器的ADC值将记录在文件中。



图59 “NDR”选项卡下的Component Test (组件测试) 窗口

#### 5.11.5 阀

**特别注意：**请勿在未咨询技术支持的情况下进行该部分的操作

在Valves (阀) 选项卡下可以得到阀状态数据 (图60)。阀还可以单独设置。关闭窗口使其重设到标准值。



- **Event (事件)** ——在列表栏中选择特定的事件以显示
  - **Time (时间)** ——点击EDIT (编辑)。设置新的时间窗口点击”OK”(确定)
3. 通过点击一栏的题头将表中的事件按升序或降序排列。
  4. 通过选择AuditTrail>Insert Device Release (跟踪检查>插入仪器排放)或AuditTrail>Insert Daily Control (跟踪检查>插入日控制)进入**测试仪排放**和/或日常控制。
  5. 查看或打印跟踪检查报告

在Audit Trail (跟踪检查) 窗口, 下列事件连同其日期、时间、及时间发生时的登陆用户一起被记录。

- 用户的登陆和退出
- 测试仪开启和关闭
- **测试仪排放**
- 日控制
- 标定
- 方法
- 分析
- 空白值
- 编辑用户
- 选项
- 错误信息
- 维护
- 厂商的最后检查
- 数据记录缺纸

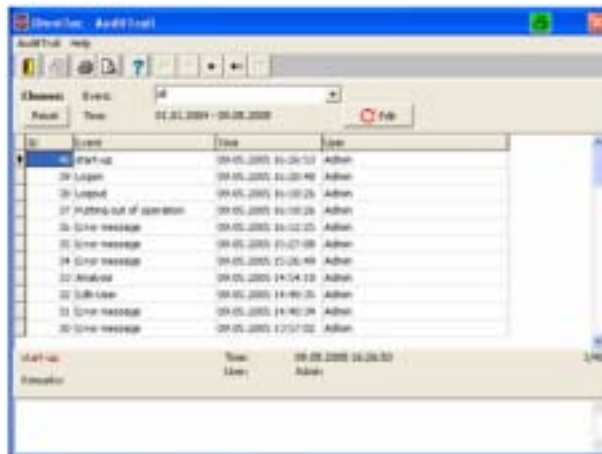


图62 AuditTrail (跟踪检查) 窗口

### 5.13 配置和系统选项

在菜单Configuration (配置) 进行仪器的配置和系统选项。这同时也是用户管理菜单。表11描述了Options (选项) 窗口中的参数。

表11 Options (选项) 窗口

<b>Files and Directories (文件和路径) 选项卡 (图63)</b>	
<b>File Management (文件管路) 部分</b>	
<b>Program files (程序文件)</b>	含过程文件的路径



Database files (数据库文件)	含数据库文件的路径 <i>注意：当程序开始以后可以更改数据库路径 (5.3.1)</i>
User files (用户文件)	含用户文件的路径 <i>注意：通过 EDIT (编辑) 键可以选择一个不同的路径</i>
TCF files (TCF文件)	含TCF文件的路径 <i>注意：通过EDIT (编辑) 键可以选择一个不同的路径</i>
Export files (输出文件)	含输出文件的路径 <i>注意：目前此路径不可修改</i>
<b>Laboratory Information Management System (实验室信息管理系统) 部分</b>	
LIMS directory (LIMS路径)	OmniToc控制和评价软件的数据可以同LIMS相连(用于输出和输入数据)。用于数据传输的LIMS路径存在于OmniToc控制和评价软件中。 <i>注意：通过EDIT (编辑) 键可以选择一个不同的路径</i>
AQA program diectory (AQA程序路径)	存有多重AQA的路径 <i>注意：通过CHANGE (更改) 键可以选择一个不同的路径</i>
<b>Analyzer components (测试仪组件) 选项卡 (图64)</b>	
<b>Furnace (燃烧炉) 部分</b>	
Display fields (显示栏)	显示维修审查间隔,当前的进样次数和维修审查前的燃烧次数
Furnace temperature (炉温)	选择燃烧炉的操作温度
External furnace and Internal furnace (外部炉和内部炉)	内部燃烧炉: 激活内部固体测定模块 外部燃烧炉: 激活外部固体测定模块
Suggested m maintenance review( 推荐的维修审查)	提示燃烧管需要检查之前的所需进行的总测量次数
Number of injections counter (进样次数)	燃烧管实际进样次数
Combustions until maintenance review (维修审查前的燃烧次数)	提示燃烧管需要检查之前的剩余进样次数
Charge Catalyst (装填催化剂)	输入催化剂的批号
<b>Sampler (自动进样器) 部分</b>	
Rack size (样品架大小)	输入进样架的位置数 (60个位置)
<b>Syringe (注射器) 部分</b>	
Syringe size (注射器大小)	输入注射器大小 (同注射器所刻大小一致)
<b>Sensors (传感器) 部分</b>	
C measurement active and/ or N measurement active (激活碳测量和/或激活氮测量)	激活/非激活内部和外部连接的传感器 (如CLD)
<b>Process Control (过程控制) 选项卡 (图65)</b>	
<b>Program Start (程序开始) 部分</b>	
Automatic initialization at program start (程序开始时自动初始化)	如果此处被激活,在输入正确的密码后测试仪在程序开始时自动初始化。
<b>Print (打印) 部分</b>	
Print analysis report after each	如果此处被激活,每次测量之后将自动打印分析报告。

analysis( 每次测量后打印分析报告 )	
Print Analyses table after rack was processed ( 每次样品架测定后打印分析表 )	如果此处被激活, 整个样品架的样品测定结束后将自动打印分析表。
<b>Export Files ( 输出 ) 部分</b>	
Automatically store image of analyses table in TCF file ( 在TCF文件中自动保存分析表 )	如果此处被激活, 在分析过程中, 相应的文件自动生成并保存于指定的路径中。
Automatically store the analysis in OmniToc-LIMS.dat ( 在OmniToc-LIMS.dat中自动保存分析 )	如果此处被激活, 在分析过程中, 相应的文件自动生成并保存于指定的路径中。
<b>End of Measurement ( 测量结束 ) 部分</b>	
Standby after run completion and Standby after manual measurement ( 样品架测定或手动进样测定结束后待机 )	如果此处之一被激活, 测试仪在整个样品架的样品测定结束或手动进样测定结束后转到待机模式。燃烧炉的温度降低到设定的待机温度, 气流关闭。
Switch off carrier gas after sampler processing ( 样品架测定结束后关闭载气 )	如果此处被激活, 样品架测定结束后载气将自动关闭。
<b>Calculation ( 计算 ) 选项卡 ( 图66 )</b>	
<b>Calibration ( 计算 ) 部分</b>	
Use average and use replicates( 使用平均值和使用单个值 )	如果此处之一被激活, 回归计算和过程参数的确定使用净峰面积的平均值或者单个值进行计算。
<b>Result Calculation ( 结果计算 ) 部分</b>	
Calculation from average replicates and from single replicates(采用平均值和采用单个值计算)	浓度可以通过两种给定的参数之一进行计算。如果标定采用线性回归, 两种计算方式得到的计算结果相同。
<b>Extras ( 其它 ) 选项卡 ( 图67 )</b>	
<b>Print ( 打印 ) 部分</b>	
String in report heading line ( 报告题头的文字 )	报告题头总是显示的文字 ( 如分析实验室的名字 )。
Print current user name ( 打印当前用户名 )	如果此处被激活, 用户名将在分析表和标定报告的题头显示。
Print time in header ( 在题头打印时间 )	如果此处被激活, 打印时间将在分析表和标定报告的题头显示。
Print analyses table in long version ( 在长格式中打印分析表 )	如果此处被激活, 分析表将在长格式中打印
Print user notes in long version of the analyses table ( 在长格式中打印分析表中的用户注释 )	如果此处被激活, 用户注释将在长格式中打印。此选项只有当选择分析表的长格式打印状态下才能选择。
Print total average and standard deviation of analyses table ( 在分析表中打印总平均和标准偏差 )	如果此处被激活, 分析表中所有结果的平均值和标准偏差将被打印。
Print calibration graph in the	如果此处被激活, 标定报告中将打印标定图。

calibration report (在标定报告中打印标定图)	
Print replicate area units in the calibration report (在标定报告中打印平行样面积)	如果此处被激活, 平行样的单个面积在标定报告中打印。
<b>User Notes (用户注释) 选项卡 (图68和5.13.1)</b>	
Fields (栏数)	选择用户注释用栏数
<b>Import/Export (导入/输出) 选项卡 (图69和5.13.2)</b>	
<b>Define LIMS Import .dat File (定义LIMS导入.dat文件)</b>	
Configure OmniToc_Import.dat (配置OmniToc_Import.dat)	允许定义OmniToc_Import.dat的内容
<b>Define LIMS Export .dat File (定义LIMS输出.dat文件)</b>	
Configure OmniToc_LIMS.dat (配置OmniToc_LIMS.dat)	允许定义OmniTocLIMs.dat的内容
<b>Define Export in TCF File (定义TCF文件的输出)</b>	
Configure TCF file (定义TCF文件)	允许定义TCF文件的内容

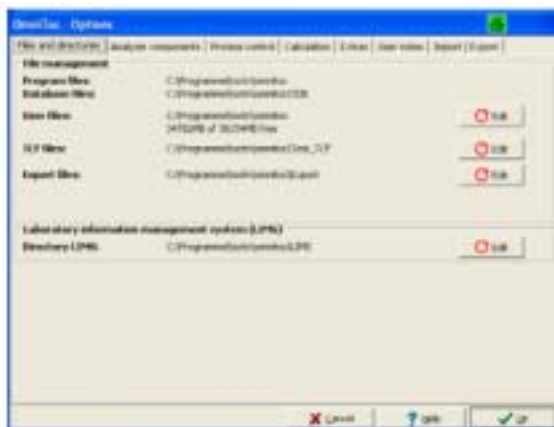


图63 Options (选项) 窗口——Files and Directories (文件和路径) 选项卡



图64 Options (选项) 窗口——Analyzer Components (测试仪组件) 选项卡

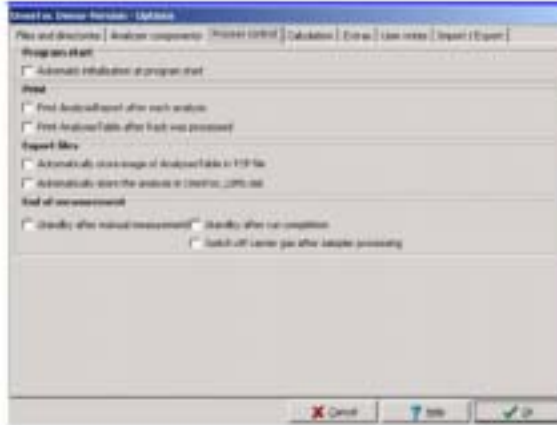


图65 Options（选项）窗口——Process Control（过程控制）选项卡

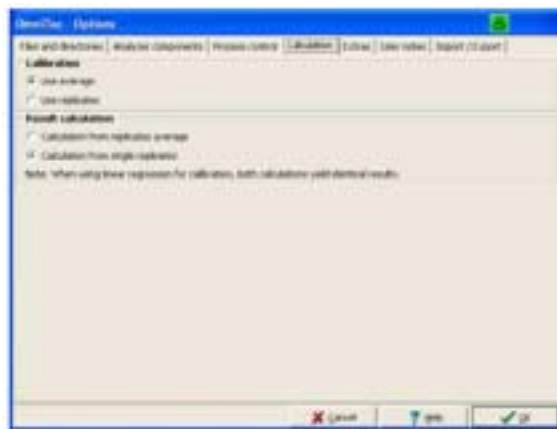


图66 Options（选项）窗口——Calculation（计算）选项卡

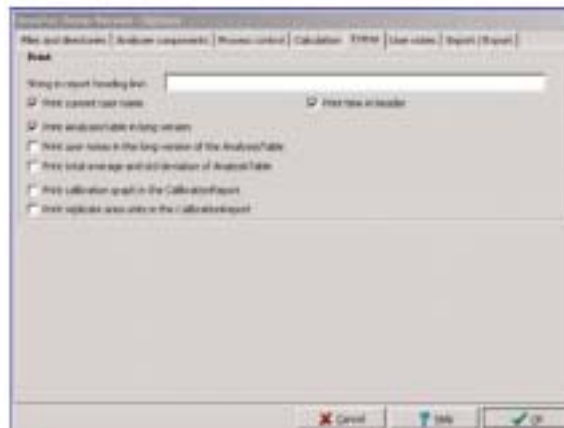


图67 Options（选项）窗口——Extras（其它）选项卡

### 5.13.1 用户注释

1. 选择Configuration>Options（配置>选项）点击User Notes（用户注释）选项卡

2. 对于手动测量，定义单个输入的栏数，并且给每栏命名。

注意：使用自动进样器时，在样品架表定义用户注释。选择Configuration>Options（配置>选项）后在User Notes（用户注释）选项卡下提供的信息作为表格编辑的信息。

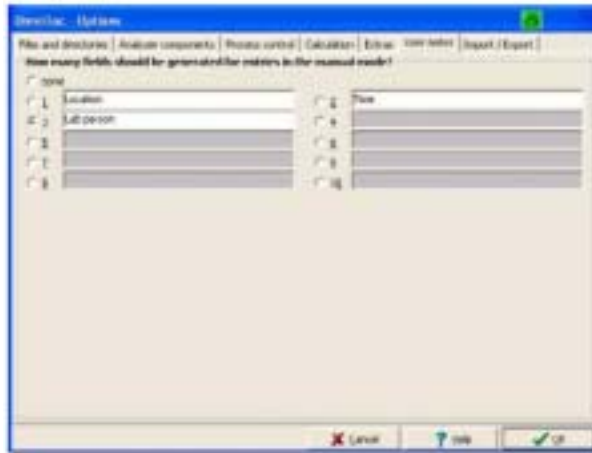


图68 Options (选项) ——User Notes (用户注释) 选项卡

### 5.13.2 导入/输出

定义导入和输出文件的自由结构：

1. 选择**Configuration>Options** (配置>选项)，在**Options (选项)**窗口选择**Import/Export** (导入/输出) 选项卡 (图69)
2. 在**Import/Export** (导入/输出) 选项卡下点击相应的键定义输入和输出文件的结构。
3. 在选项单里选择合适的栏加入到输入和输出结构中。
4. 定义隔离标志 (栏之间的隔离标志和记录之间隔离标志)
5. 点击**OK** (确定)

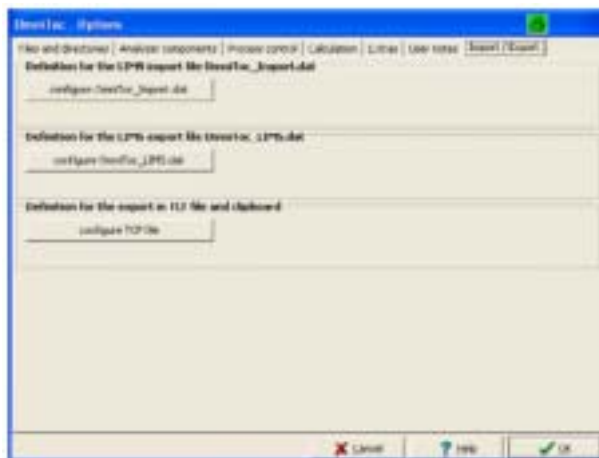


图69 Options (选项) ——Import/Export (导入/输出) 选项卡

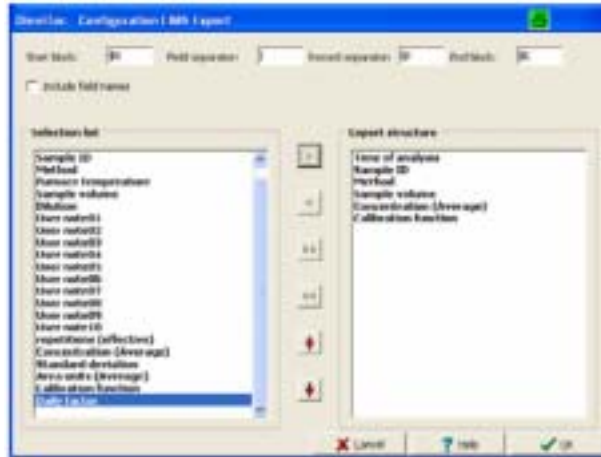


图70 Options (选项) ——LIMS Export (LIMS输出) 配置

### 5.13.3 语言

通过选择**Configuration>Language**(配置>语言)可以改变OmniToc控制和评价软件的语言(5.3.1)

### 5.13.4 接口

通过选择**Configuration>Interface**(配置>接口)可以改变连接电脑和测试仪之间的接口(5.3.1)

### 5.13.5 修改密码

改变当前用户的密码：

1. 选择**Configuration>Change Password**(配置>更改密码)。
2. 在**Password**(密码)栏输入当前的密码点击**OK**(确定)
3. 输入新的密码两次点击**OK**(确定)

### 5.13.6 用户管理

只有具有管理者身份的用户才能进入**User Manager**(用户管理员)。程序安装后，具有管理者身份的用户登陆：

- 具有管理者身份的用户名：Admin
- 密码：Admin

在**User Manager**(用户管理员)，具有管理者身份的用户可以：

- 注册新用户
- 更改用户数据
- 定义密码限制
- 定义和更改密码
- 激活/激活在程序开始时出现在选择窗口的用户
- 定义用户访问权限

可以为每个用户创建单独的访问权限素描。这可以在程序中激活/非激活每个用户的单个权限。

### 5.13.6.1 注册新用户

1. 选择**Configuration>User Manager**（配置>用户管理员）。
2. 输入密码点击**OK**（确定）。
3. 在**User Manager**（用户管理员）窗口，点击**New User**（新用户）。
4. 在**Registration of a New User**（注册新用户）下的**Name**（姓名）栏输入新用户名。
5. 点击**PASSWORD**（密码）。
6. 输入密码两次点击**OK**（确定）。
7. 选择访问级别和密码有效期。
8. 点击**User Active**（用户激活）栏。
9. 如果需要，定义用户访问权限。
10. 点击**SAVE**（保存）。

### 5.13.6.2 更改用户数据

1. 选择**Configuration>User Manager**（配置>用户管理员）。
2. 输入密码点击**OK**（确定）
3. 在**Change Access Rights**（更改访问权限）处选择所需的用户数据并进行更改（图71）
4. 点击**SAVE**（保存）。

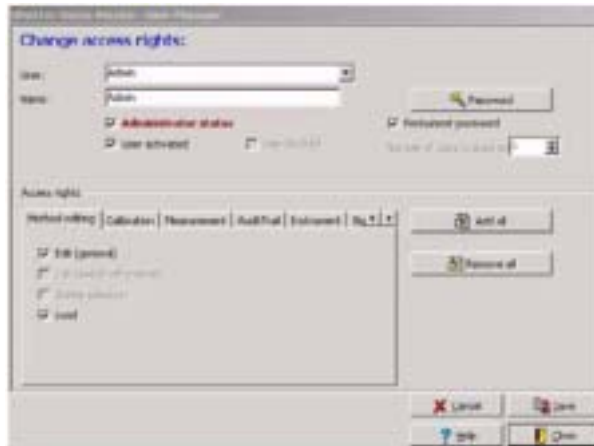


图71 User Manager（用户管理员）窗口——Change Access Rights（更改访问权限）

### 5.13.6.3 定义密码限制

1. 选择**Configuration>User Manager**（配置>用户管理员）。
2. 输入密码点击**OK**（确定）。
3. 在**User Manager**（用户管理员）窗口（图72），点击**SETUP**（设置）。
4. 在**Minimum Length of the Password**（密码最小长度）输入密码的最小长度（3到16）。
5. 在**Re-use of the Same Password**（密码重复次数）栏，输入密码可以重复使用的次数（2到10）。
6. 在**Announcing Attempts Up to the Blockage**（密码尝试次数）栏，输入登陆时密码尝试的最大次数（3到10）。
7. 点击**SAVE**（保存）。

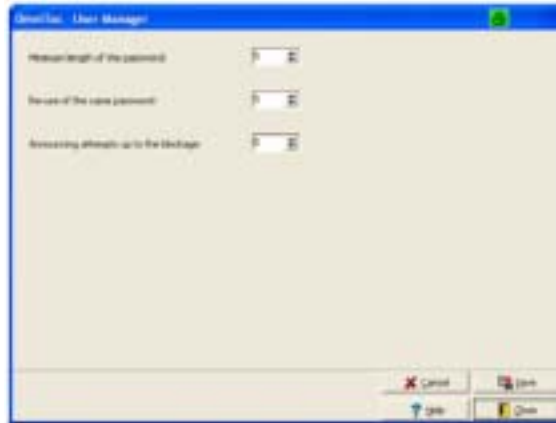


图72 User Manager (用户管理员) 窗口

### 5.13.7 服务设置

只有服务人员有权利进行服务设置。



## 第 6 章 维护



**危险**

只有合格人员才能进行本部分的操作。

### 6.1 维护时间间隔

组件	维护方式	维护时间间隔
测试仪	仪器的保养和维护	每周
	清洗收集盘和试剂瓶	每周及填充后
	检查所有的管路连接保证密闭	每月
	检查所有的螺丝保证拧紧	每月
水捕集器	检查气体流量	每天
	更换水捕集器	必要时进行，或者6个月后进行
卤素捕集器	检查黄铜绒是否褪色	每天
	更换铜绒/黄铜绒	黄铜绒的一半变黑时
反应管	检查是否有裂缝和损坏	3个月
	检查催化剂并进行必要的更换	必要时进行，或在OmniToc出现相应信息时进行
	清洗反应管	必要时进行，或者12个月后进行
TIC冷凝器	再生TIC反应器（只针对IL530 TOC-TN；IL550 TOC-TN自动再生）	每天
	检查是否有裂缝和损坏	3个月
	清洗TIC冷凝管	必要时进行，或者12个月后进行
磷酸泵	检查是否漏气	3个月
	更换有空渗水的泵管	必要时进行，或者12个月后进行
注射器	检查是否漏气	3个月
	清洗注射器	必要时进行，或者12个月后进行
进样口	检查是否漏气	3个月
	更换TC进样垫	必要时进行，或者12个月后进行
ECD（可选）	连续技术支持	12个月

#### 6.1.1 维护信息概述

**注意：**确保测试仪的门可以自由打开以进行常规检查和维护工作（如更换卤素捕集器和水捕集器，装填磷酸试剂瓶）。确保测试仪的左侧面板可以自由打开以进行常规检查和维护工作（如更换催化剂，固体测定模块的整合）

**注意：**不要将载气接口的手紧接头放在角落处

**注意：**所有的连接必须足够紧密以避免气体泄漏。接头只能手紧。

使用随机配的六角偏置螺丝刀拧紧六角螺丝。其它所有的接头都不能用工具而用手拧紧。

## 6.2 清洁测试仪

用干抹布或蘸水的湿抹布清洁IL550和IL530。不要使用溶剂清洗测试仪。

## 6.3 更换保险

### 危险

更换保险丝之前将测试仪断电

### 危险

请换上相同类型和额定功率的保险丝： $T : 10A ; H : 125V$ (对115伏的测试仪) 或者  $T : 6.3A ; H : 250V$  (对230伏的测试仪)。

**特别注意：**保险丝熔断提示有需要维修的潜在问题。请联系技术支持获得更多信息。

1. 关闭测试仪并断电。
2. 将电源线从测试仪后部的电源插槽拔开。
3. 使用小的平面螺丝起子将保险丝固定器拨开（图73）。换上相同类型和额定功率的保险。
4. 将保险丝固定器放回，把电源线插回到仪器后部的电源插槽。
5. 连接测试仪的电源。

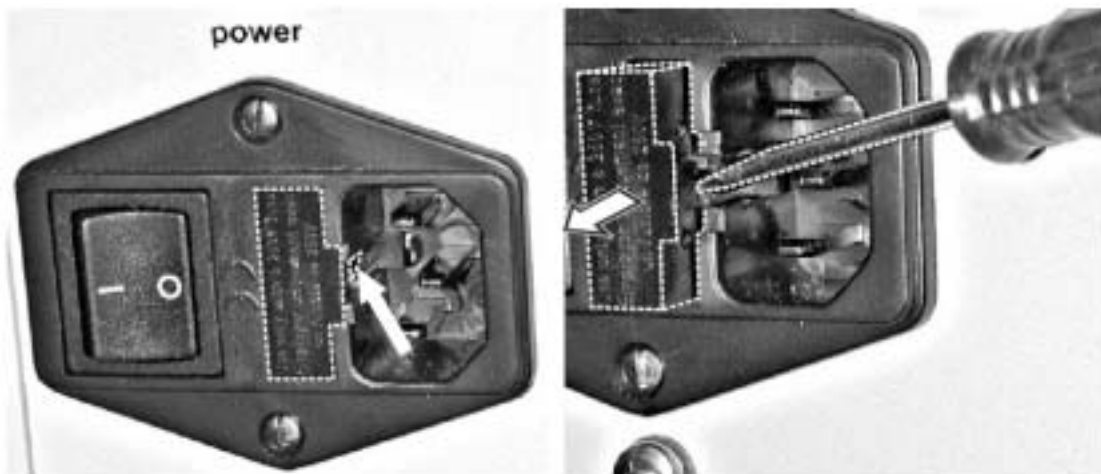


图73 保险丝固定器

## 6.4 调整和调节

### 6.4.1 调整自动进样器

- 调整自动进样器时先调整样品架的位置1然后再调整燃烧炉和TIC反应器( IL550 TOC-TN和带TIC模块的IL530 )
- 调整位置使其正好在x和y方向。进样针插入到1号位置样品容器的中部。
- 检查和调整所有这三个位置。选择IL550 TOC-TN测试仪TC反应器（无进样垫的进样口）进样针的进样深度（z方向）保证系统不漏气。

- 在System State (系统状态) 窗口监视系统是否漏气：当系统漏气时MFC1和MFM1显示相同的理论值 (160mL/min)。
- 选择反应器 (带进样垫的进样口) 进样针的进样深度 (z方向) 以保证进样口上有约3mm的针头可见。当针头在样品容器 (位置1) 的z方向调整之时，请考虑是否使用搅拌子对深度的影响。

每次更换注射器和每次对进样口进行操作 (如更换催化剂，维护工作) 之后，请检查自动进样器或者对其进行重新调整。每次测试仪运输或储存之后也需要对其进行调整。自动进样器调整的更多信息参见B.6。

#### 6.4.1.1 调整注射器位置

调整注射器相对进样口和自动进样器样品架 (位置1) 的位置。初次定位请使用表12的值。开始时请使用仪器推荐的低z值以避免自动进样器受损。

表12 注射器位置值

方向	位置1	燃烧炉	TIC
x方向	5	90	1010
y方向	1435	475	80

按如下步骤进行调整：

1. 输入注射器的体积：

- 在OmniToc控制和评价软件，选择菜单Configuration>Options (配置>选项)。
- 在Options (选项) 窗口，选择ANALYZER COMPONENTS (测试仪组件) 选项卡。
- 在Syringe (注射器) 部分，打开Syringe size (注射器大小) 列表选择注射器体积。
- 点击OK (确定) 确认

**注意：**注射器体积在注射器包装上可以找得

2. 选择菜单Instrument>Sampler Alignment(仪器>自动进样器调准))

3. 在Position Needing Adjustment (进样针位置调整) 窗口，从列表中选择需要调整的位置 (图74，图75)

● 通过以0.1mm的步长增加或者减少x，y和z的值进行调整。

- x方向：前后移动
- y方向：左右移动
- z方向：上下移动

4. 点击相应的键开始位置的调整 (如POSITION TIC REACTOR ADJUST (TIC反应器位置调整)，见图75)。

5. 当所有的注射器位置都调整之后，点击SAVE (保存)。

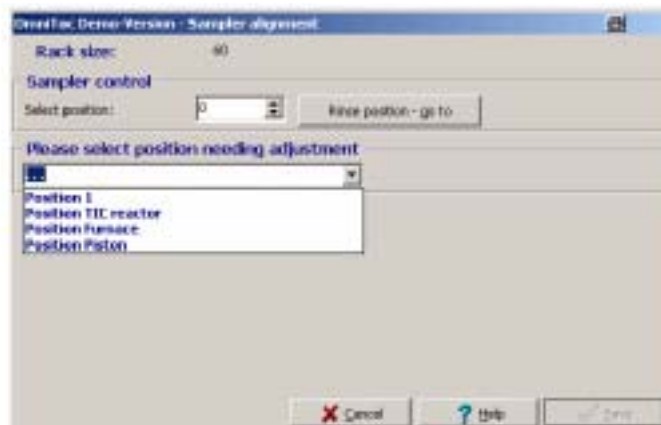


图74 Sampler Alignment (自动进样器调准) 窗口

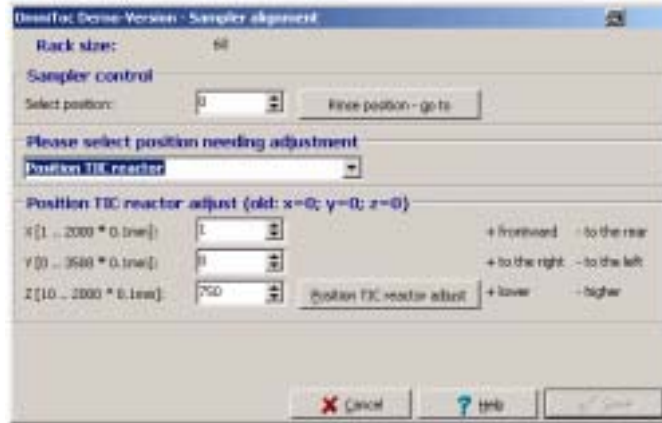


图75 Sampler Alignment (自动进样器调准) 窗口

#### 6.4.1.2 调整活塞位置

只有当自动进样器初始化后活塞不能完全降低时(如更换注射器之后)需要对注射器活塞进行调整。

在调整之前,请确认注射器安装正确而且紧固螺丝已经拧紧(图76项目1)。按如下步骤调整注射器活塞:

1. 在OmniToc控制和评价软件中选择Instrument>Sampler Alignment(仪器>自动进样器调准)。
2. 在“Sampler alignment”窗口选择Please select position needing adjustment>Position Piston(请选择进样针位置调整>活塞位置)(图74)。
3. 以0.1mm的步长增加或降低z坐标来调整活塞位置。

注意:一点一点地逐步向下移动注射器活塞直到距离接近0.5mm。不要距离太近否则NPOC吹扫流会受到影响。

4. 点击POSITION PISTON ADJUST(活塞位置调整)开始注射器活塞的调整。
5. 点击SAVE(保存)接受调整。



图76 调整注射器活塞

1 紧固螺丝	2 活塞
--------	------

#### 6.4.2 调整载气流

在System State(系统状态)窗口监控载气流。在IL530 TOC-TN中,理论流量在Nominal(理论值)后显示,实际流量在“MFM1”后显示。IL550 TOC-TN的载气流自动调整。IL530 TOC-TN的载气流按下列步骤调整:

1. 打开测试仪的右侧门,拧松针阀处的调节螺丝(图77项目2)。
2. 调整载气流量:
  - 通过向左拧针阀提高载气流量。

- 通过向右拧针阀降低载气流量。

注意：实际流量在**System State**（系统状态）窗口“MFMI”后显示。

3. 再次拧紧针阀处的调节螺丝，关闭右侧门。



图77 IL530 TOC-TN 针阀

1 调节NPOC吹扫气流的针阀	2 调节载气流的针阀
-----------------	------------

### 6.4.3 调节 NPOC 吹扫流

NPOC吹扫流预设为约100mL/min，这个流量既适合自动进样器进样也适合手动进样。根据测定任务，NPOC吹扫流可以在测试仪右侧门后的NPOC针阀的帮助下调整。（图77）

调节NPOC吹扫流：

1. 在OmniToc中选择**Instrument>Device Control**（仪器>设备控制）（图78）。
2. 在**Device Control**（设备控制）窗口，在**Device Control**（设备控制）选项卡下的列表中选择**Purging**（吹扫）。
3. 对于自动进样器进样：
  - 在**Time**（时间）栏，选择吹扫时间1到900秒。
  - 在**Rack Position**（样品架位置）栏，选择位置1到6。
  - 将含有高纯水的样品瓶放在选定的位置。

对于手动进样：

- 在**Time**（时间）栏，选择吹扫时间1到900秒。
- 将吹扫管放到装有高纯水的容器中调整吹扫流。
4. 点击**START F2**（开始F2）。
5. 打开测试仪的右侧门，拧松NPOC针阀的调节螺丝（图77）。
6. 调整NPOC吹扫流：
  - 通过向左拧针阀增加气体流量。
  - 通过向右拧针阀减少气体流量。
7. 重新拧紧针阀处的调节螺丝，关闭右侧门。



图78 Device Control（设备控制）窗口

## 6.5 更换水捕集器

**注意：**水捕集器（TC预滤器和单向止水过滤器）可以在测试仪启动后更换，但是不能在测试进行时更换。两个水捕集器总是同时更换。水捕集器必须以正确的方向按给定的顺序安装以保证正常工作。

根据样品组，6个月后按下列步骤更换水捕集器（图79）：

1. 打开测试仪的左门。
2. 拨开镗连接器从夹子中取出水捕集器。
3. 安装新的水捕集器

注意：较大的水捕集器（TC预滤器）中的“INLET”必须朝下，而较小的水捕集（单向止水过滤器）的红色文字必须朝上（图79）。

4. 将新的水捕集器放在夹子中。

注意：较大的水捕集器必须放在小的水捕集器下面。

5. 将镗连接器插到水捕集器上
6. 检查气体是否泄漏（IL550 TOC-TN）。
7. 关闭测试仪的左门。

注意：IL530 TOC-TN系统是否漏气只能通过眼睛目测。



图79 水捕集器（IL550 TOC-TN 和带TIC模块的IL530）

1 镗连接器	3 夹子
2 红色标签	4 入口标签

## 6.6 更换卤素捕集器

**注意：**当卤素捕集器中的铜绒耗尽时，光学和电子组件（检测器、流量传感器）可能会被侵蚀性的燃烧产物破坏。所以当铜绒中的一半变色或变脏时，请重填卤素捕集器。

更换铜和黄铜绒时无需关闭测试仪。更换卤素捕集器：

1. 打开测试仪的门。
2. 拧松卤素捕集器的红色接头，将U形管从夹子中取出（图80）。
3. 如果换上装填完整的卤素捕集器，跳到步骤8。
4. 用镊子或小钩子从U形管中取出用过的铜和黄铜绒。
5. 检查U形管是否有裂缝。

**注意：**除非管子非常完整，否则不要再次使用。

6. 如果必要，用高纯水清洗U形管并等待其完全干燥。
7. 用镊子或小钩子将新的铜或黄铜绒填充到U形管。

注意：更换U形管中所有的内含物。确保U形管中的铜和黄铜绒没有被压得太实，也没有大的空隙。

8. 用石英棉盖上铜和黄铜绒。
9. 小心的将U形管放到夹子中。
10. 连接管子（图80项目3）到含有铜绒的气体进口端，连接管子（图80项目4）到含有黄铜绒的气体出口端。
11. 检查气体是否泄漏（IL550 TOC-TN）。

**注意：**IL530 TOC-TN系统是否漏气只能通过眼睛目测。



图80 取出卤素捕集器的U形管

1 夹子	4 管子（4）
2 红色接头	5 U形管
3 管子（3）	

## 6.7 再生 TIC 反应器

### 6.7.1 再生 TIC 反应器（IL530 TOC-TN）

#### **警告**

**TIC反应器用40%的磷酸再生。使用浓磷酸时请戴上防护手套和眼罩。若接触皮肤请立刻用水冲洗。**

**特别注意：**如果进样针太大，可能会破坏有进样垫的端口的进样垫。因此对于使用针头进样的端口请使用外径0.6mm的针头。

**注意：**在不同的模式下工作时，TIC反应器必须每天或者每个样品架的样品测定结束后再生。TIC反应器还必须根据进入到测试仪中的样品特征而适当再生。在NPOC模式下工作时，TIC反应器不需再生。

TIC反应器用40%的磷酸再生。使用配备的带针头的磷酸注射器（5mL）。

再生TIC反应器：

1. 在OmniToc中选择**Instrument>Device Control**（仪器>设备控制）。
2. 在**Device Control**（设备控制）选项卡，从列表中选择**Regeneration TIC reactor**（再生TIC反应器）。
3. 点击**START F2**（开始F2）。
4. 对话框出现后，通过TIC浓缩器的有进样垫的进样口注入磷酸。TIC反应器的废液经泵抽走。

### 6.7.2 再生 TIC 反应器（IL550 TOC-TN 或带 TIC 模块的 IL530）

#### **警告**

**TIC反应器通过试剂瓶中的10%的磷酸再生。磷酸刺激眼睛、皮肤和黏膜。使用浓磷酸时请戴上防护手套和眼罩。若接触皮肤请立刻用水冲洗。**

**注意：**TIC反应器当TIC测量结束后自动再生。TIC反应器在长期不用后必须再生。在NPOC模式下工作时，TIC反应器无需再生。

再生TIC反应器：

1. 在控制和评价软件中选择Instrument>Device Control（仪器>设备控制）。
2. 在Device Control（设备控制）选项卡，选择Regeneration TIC reactor（再生TIC反应器）。
3. 点击START F2（开始F2）。磷酸泵送到TIC反应器。TIC反应器的废液经泵抽走。

## 6.8 清洗 TIC 冷凝器

### 6.8.1 信息概述

#### **警告**

**TIC冷凝器包含磷酸。使用浓磷酸时请戴上防护手套和眼罩。**

定期目测检查冷凝器是否有沉积物（如更换催化剂时）。当含有固体颗粒的样品在不同的模式下进行测定时会在烧结块处累积。当样品无法正常吹扫时需清洗TIC冷凝器。TIC冷凝器清洗时必须先取出。

### 6.8.2 清洗 IL530 TOC-TN 的 TIC 冷凝器

取出和清洗TIC冷凝器：

1. 关闭OmniToc控制和评价软件（5.4）。
2. 打开测试仪的门。
3. 拔出TIC冷凝器和水捕集器之间的镗接头（图81项目1）。
4. 拔出TIC冷凝器右侧连接器中的管子（1）（图81项目2）
5. 小心的将TIC冷凝器压出夹子。
6. 拔出TIC冷凝器底部连接器中的废水管（图81项目2）。
7. 检查TIC冷凝器是否有沉积物和裂缝。
8. 如果必要，用高纯水清洗TIC冷凝器。

#### 安装TIC冷凝器

1. 将废水管（16）推进到TIC冷凝器的底部横向接口至少1cm（图81项目2）。
2. 将TIC冷凝器压回夹子中使其有进样垫的进样口朝前。
3. 将管子（1）接到TIC冷凝器的右侧接口（图81项目3）。
4. 稳固TIC冷凝器和水捕集器之间的镗接头（图81项目1）。





图81 IL530 TOC-TN的TIC冷凝器

1 水捕集下的镗接头	4 夹子
2 与旋管冷凝器相连的管子 (1)	5 有进样垫的进样口的接头
3 与冷凝泵相连的废水管 (16)	

### 6.8.3 清洗 TIC 冷凝器 (IL550 TOC-TN)

1. 关闭软件和仪器。准备一个小烧杯 (100mL)。
2. 移开仪器的上面板和左面板。将地线从左面板拔出。将两个面板放到一边。
3. 将载气管从上部IC进样口的旁边移开。
4. 将废液管 (16) 和磷酸管 (21) 从IC冷凝器的旁边移开。
5. 将密封螺母从IC进样口的上部拧开。一边从底部支撑起IC管，一边拧开连接上部IC进样口到仪器顶部的六角螺母。
6. 在支撑起IC冷凝器的同时，将IC进样口从IC冷凝器顶部移开。如果仍然连接，从IC冷凝器顶部取走O形环和金属压力环。
7. 如果IC冷凝器和旋管冷凝器之间的管子 (1) 仍然连接，小心的降低IC冷凝器通过帕尔帖冷却块的底部，将其中剩余的磷酸倒入烧杯中。如果必要，打开固定旋管冷凝器到燃烧管的叉钳使活动更加自由。将磷酸在合适的接收器中处理。  
*注意：处理方法参考现行的MSDS。*
8. 将IC冷凝器的管子 (1) 移除。检查管子是否有沉积物和裂缝。如果需要，用高纯水清洗冷凝器。
9. 重新安装IC冷凝器时参考3.4的步骤18 - 24
10. 重新安装上面板和左面板，小心的把地线接到左面板。
11. 打开仪器，重启软件。确保System State (系统) 窗口的读数正常 (5.4.3)。再生IC冷凝器 (5.11.1) 进行标准启动和/或其它操作步骤。

### 6.9 取出和更换泵管

#### 警告

**泵管中含有磷酸。使用浓磷酸时请戴上防护手套和眼罩。**

每3个月且每次更换催化剂之后检查冷凝泵是否漏气。

按下列步骤取出泵管和检查其是否漏气 (图82)。

1. 打开测试仪的右门
2. 将冷凝泵的夹片推向左边 (图82项目3)。

3. 从接口中取出管子（16）和管子（17）。
4. 从泵体取出带子（图82项目4）和泵管。
5. 检查泵管和接口是否有严重的磨损和裂缝。  
*注意：如果有液体从泵管或者接口泄漏，必须更换泵管。*
6. 用高纯水清洗泵体和滚筒架。
7. 检查泵体和滚筒架是否有磨损。  
*注意：如果泵体和滚筒架严重磨损，请联系技术支持。*
8. 将泵管压回到带子中（图82）  
*注意：在更换过程中，管夹必须朝下。将管子推入带子凹槽。*
9. 将带子环绕泵体。
10. 一只手向上压带子，另一只手将夹片扳回右边锁住。
11. 将管子（16）和管子（17）压回到接口中（图82）。
12. 检查是否漏气
  - 对于IL550 TOC-TN，参看6.11
  - 对于IL530 TOC-TN，目测检查

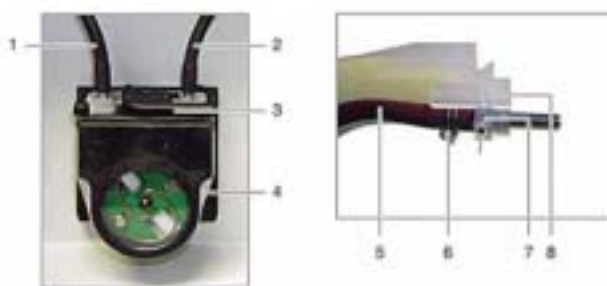


图82 冷凝泵和带子中泵管的详细视图

1 管子（16）	5 泵管
2 管子（17）	6 管夹
3 夹片	7 管子
4 带子	8 凹槽

每3个月及每次更换催化剂之后检查磷酸泵是否漏气。以与冷凝泵完全相同的方法取出磷酸泵的泵管检查是否漏气。取出泵管后，将管子（21）和管子（22）从转接器拧开，放回时再将其拧紧。

## 6.10 更换管子接头

确保管子接头处没有漏气。如果接头漏气或有裂缝，必须更换接头。按下列方法拆开管子：

1. 握住专利接头，将手紧接头从专利接头上拧开。
2. 旋开接头体（图83）
3. 推出螺母，把锁紧环压出凹槽，将二者从接头中取出。
4. 检查专利接头和手紧接头是否有损伤或者裂缝。
5. 如果必要，丢弃和更换损坏的手紧接头。  
*注意：只能使用直角切割，圆形的不歪曲的管子端来连接。将套圈推入管子上，圆锥形一端朝向螺母。套圈必须进入到管子的一端。*
6. 按图83所示组装专利接头
  - 将螺母推到接头处

- 将锁紧环放入凹槽
  - 将接头体松松的拧到螺母里
7. 握住专利接头，拧紧手紧接头
- 注意：确保螺母螺纹的位置正确（直的而不是倾斜的）
8. 检查是否漏气：
- 对于IL550 TOC-TN，参看6.11
  - 对于IL530 TOC-TN，目测检查

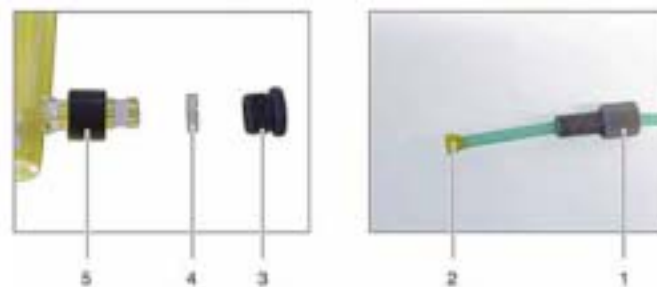


图83 专利接头（左），手紧接头（右）

1 螺母	4 锁紧环
2 套圈	5 接头体
3 螺母	

### 6.11 检查是否漏气（只对 IL550 TOC-TN）

系统在测试仪气体的出口端自动检查是否漏气

1. 打开IL550 TOC-TN测试仪。
2. 打开载气源的减压阀。
3. 启动OmniToc控制和评价软件。
4. 检查System State（系统状态）窗口的气体流量。
  - MFC（进口流量）：160mL/min
  - MFM1（出口流量）：160 mL/min (± 3 mL/min)

注意：如果出口流量明显低于进口流量（160mL/min），必须对所有的连接进行检查。

### 6.12 更换进样垫

必须定期和在系统开始漏气时更换进样垫。如果必要，更换催化剂时需更换IL530 TOC-TN的TC进样口的进样垫。

#### 注意

TC进样口可能很烫。当取出TC进样口时必须十分小心。如果必要请让测试仪先降温。

更换TIC进样口的进样垫：

1. 顺时针旋转塑料凸边螺丝打开进样口。
2. 取出旧的进样垫，换上新的进样垫。
3. 将凸边螺丝拧回，关闭端口

当通过无进样垫的进样口进样时注射器上的垫会保证系统的气密性，注射器上的垫也必须检查且

在必要时更换。

## 6.13 测试仪的运输

### 6.13.1 测试仪运输前的准备

**特别注意：**如果运输过程中测试仪中的管子是充满的，则会导致测试仪损坏。请在运输前将测试仪管子中的物质完全清空。

**特别注意：**不合适的包装材料、测量溶液和化学物质的残留会破坏测试仪的单个组件。测试仪运输时只能使用其原始包装。注意所有的运输安全保证到位而且测试仪是空的。



**卤素捕集器如果破坏可能会对人造成伤害。**

**小心的将卤素捕集器从测试仪中取出。**

测试仪运输前的准备（图84）：

1. 关闭测试仪等待燃烧炉降温到接近室温。
2. 断开气体线路、废液线路、电源和通讯连接线。
3. 将所有与化学物质容器相连的管子断开。移开、清洗和包装试剂容器和试剂盘。
4. 将测试仪的左面板和上面板移开，小心的将地线从左面板断开。将两个面板放到一边。
5. 打开测试仪的前门。小心的移动和断开卤素和水捕集器，将其分别包装。用胶带将管子2,3,4和22粘到测试仪的内侧前壁。关闭测试仪的前门。
6. 参看6.8.3取出和清洗IC冷凝器。小心的包装IC冷凝器，O形环，金属压力环，密封螺母和管子（1）。
7. 确保上部IC进样口通过六角螺丝固定到测试仪的顶部。用胶带将废液管（16）、磷酸管（21）和载气线（2）粘到测试仪的内壁。
8. 在旋管冷凝器和燃烧管之间的球形接头和球形接头接口连接处的叉钳取出。小心的从燃烧炉的侧面取出冷凝旋管，将其和叉钳包装。
9. 从TC进样口断开载气线。拧开和取出将TC进样口固定在测试仪顶部的六角螺丝。
10. 旋开燃烧管顶部的密封螺母，取出上部TC进样口。取出和包装O形环，金属压力环和密封圈。从燃烧炉中取出燃烧管。
11. 将燃烧管中的内容物清空。小心的包装燃烧管。
12. 将燃烧炉和帕尔帖线从测试仪的内隔壁断开。取出固定燃烧炉的凸边螺丝，小心的从测试仪中取出燃烧炉并将凸边螺丝拧回。包装燃烧炉。
13. 将上部TC进样口通过角螺丝固定到测试仪的顶部。将载气线连接到TC进样口的旁边。
14. 将测试仪的上面板和侧面板放回，小心的将地线接回到左面板。

测试仪现在可以包装和运输了。

**特别注意：**为了防治冷凝物的积累，在运输过程中不要将测试仪暴露在温度变化较大的环境中。



图84 运输过程中管子的保护

### 6.13.2 在实验室移动测试仪

#### **警告**

#### **抬起和移动测试仪需要两个人**

- 正确保护所有组件以避免损伤。搬动测试仪之前移开所有不牢固的组件，尤其是磷酸试剂瓶（IL550 TOC-TN）。
- 断开测试仪所有的源线和附加仪器。
- 避免健康风险：
  - 移动测试仪时必须要有两个人（一人一边）
  - 确保测试仪前面的敏感部分被关闭的门所保护。因为测试仪没有提手，所以双手从下方紧紧的拖住测试仪，同时抬起。
- 测试仪的新位置要求见3.1。

### 6.14 测试仪的储存

**注意：**环境因素和冷凝的形成会破坏测试仪的单个组件。测试仪必须放在有空调的地方。气体中没有灰尘和腐蚀性气体。

如果测试仪和附加设备在交货之后没有立即安装或者长时间不用，请将其储存在原始包装中。在包装中和仪器中放置适当的干燥剂以避免湿气的影响。

测试仪储存地点的环境条件如下：

温度范围：+5°C~+55°C

最大湿度：10%~30%

大气压：0.7~1.06个大气压

# 第 7 章 故障检修

## 7.1 概述

此部分描述了可能发生的问题和错误，其中一些可以由用户修理。如果某个问题经常出现，请联系技术支持。

一旦打开IL550 TOC-TN或IL530 TOC-TN，系统检查自动开始。如果发现错误，将会在窗口中显示，而且测量不能正常启动。

用户必须通过点击OK（确定）确认错误信息。主窗口会出现更多的信息，如果正确，还会出现INITIALIZE ANALYZER（初始化测试仪）键



流量检查在测试开始之前执行。如果流量偏离理论流量达±10mL/min以上时，流量错误立即出现。可以创建记录文件来帮助分析错误。通过咨询技术支持，此选择可以被激活以记录特定的错误。记录文件存于路径“\OmniToc\LOG”下。

下列文件可以创建和保存：

- OmniToc\_LOG.\*—错误信息的记录文件，自动创建。
- OmniToc\_COM.\*—界面命令的记录文件，通过在程序开始时命令栏参数的设置激活。
- OmniToc\_MEM.\*—监控工作用存储能力的记录文件，通过在程序开始时命令栏参数“ME”的设置激活。

**注意：**为了诊断错误，必须将整个“...\OmniToc\LOG”目录一起email给技术支持。

## 7.2 OmniToc 的错误信息

代码	错误信息	原因	修正方法
VERS	Communication error—Discrepancy between PC and instrument.	内部和外部的程序版本不一致	更新内部和外部的程序
VERS1	Communication error—Analyzer	测试仪没有打开	打开测试仪
		OmniToc打开得太快	绿色LED灯亮再打开 OmniToc
		测试仪没有同电脑连接	检查测试仪和电脑之间的连接

		电脑使用的COM接口错误	检查是否使用了正确的电脑接口 ;如果必要 ,在OmniToc的菜单 “ <b>Configuration&gt;Interface</b> ”中选择其它的接口
-6	Analyzer is busy	测试仪忙的状态持续10 min以上	初始化测试仪
-5	Communication error—Analyzer STAT, MEAS, STEP or INIT	通讯错误	初始化测试仪
-4	Communication error – analyzer	通讯错误	检查端口电缆 初始化测试仪
-3	Command from analyzer CRC error	通讯错误	初始化测试仪
-2	CRC error	通讯错误	初始化测试仪
-1	Invalid command from analyzer	通讯错误	初始化测试仪
1	Incomplete command from PC	内部和外部程序之间的连接被干扰	初始化测试仪
2	Command from PC without STX	内部和外部程序之间的连接被干扰	初始化测试仪
3	Command from PC without *	内部和外部程序之间的连接被干扰	初始化测试仪
4	Command from PC CRC error	内部和外部程序之间的连接被干扰	初始化测试仪
5	Command from PC invalid command	内部和外部程序之间的连接被干扰	初始化测试仪
6	Command from PC invalid MEAS command	内部和外部程序之间的连接被干扰	初始化测试仪
7	COM 2 not present	内部硬件出现问题	关闭/打开测试仪
8	COM 3 not present	内部硬件出现问题	关闭/打开测试仪
9	COM 4 not present	内部硬件出现问题	关闭/打开测试仪
10	Gas pressure error	测试仪系统内回压太高 : 载气源自动关闭以保护测试仪 ; MFC的流量显示约 0mL/min	确认和更换导致气压失常的组件
		水捕集器满	松开水捕集器上游的镗连接 重启测试仪 检查是否再次出现气体流量错误 ; 如果没有 , 放回水捕集器
		催化剂颗粒堵住了旋管冷凝器	切断反应管和旋管冷凝器之间的测定用气流。检查是否再次出现“Gas Pressure

			error”；如果没有，用高纯水清洗旋管冷凝器。当加入新催化剂时，确保足够的石英棉放置在第一层。
		反应管盐分过多（在测量含盐多的样品时在反应管里积累了大量的盐） 高温垫在分析含盐多的样品时耗尽	更换反应管中的高温垫和石英碎片或者更换催化剂（取决于当前催化剂的测量次数和催化能力）
		进入端口的气源受阻	清洁端口的气源管
12	Wrong version number	OmniToc版本和内部电脑的软件不匹配	进行合适的更新
13	No connection to sampler	自动进样器没有打开 连接线没有连接或者损坏	打开自动进样器初始化测试仪 检查连接线
15	no O2 pressure at HT furnace	O <sub>2</sub> 连接不存在或者损坏	将O <sub>2</sub> 连接到HT燃烧炉（检查允许压力是否为4~6个大气压）
16	Port error (pneumatic gate) TC	自动端口没有打开	检查端口的辅助气体压力（允许压力必须为4~6个大气压） 检查端口连接
20	No connection to optical system (NDIR)	通讯错误 NDIR检测器损坏	初始化测试仪 如果仍不能正常工作，联系技术支持
21	CRC error, optical system	通讯错误 NDIR检测器损坏	初始化测试仪 如果仍不能正常工作，联系技术支持
22	Status error, optical system	通讯错误 NDIR检测器损坏	初始化测试仪 如果仍不能正常工作，联系技术支持
26	Optical error; Wrong response to command	通讯错误 NDIR检测器损坏	初始化测试仪 如果仍不能正常工作，联系技术支持
24	Optical error; Analog values are off-range	检测器的相似值在工作范围之外（液体通道500/10000）	检查载气质量（需为没有碳氢的合成空气） 初始化测试仪在检验中检查相似值 如果仍不能正常工作，联系技术支持
27	Optical error; Analog value is off-range	检测器的相似值在工作范围之外（固体通道10000/10%）	检查载气质量（氧气含量需大于99.995%） 初始化测试仪在组件测试中检查相似值



			如果仍不能正常工作，联系技术支持
30	No connection to N sensor	CLD没有打开 连接线没有连接或者损坏 错误的连接	打开CLD 检查连接线 检查连接
80	No connection to temperature controller	没有连接到固体测定模块 HT燃烧炉 没有打开 错误的连接	打开固体测定模块HT燃烧炉拉 检查连接线 检查连接
81	Broken thermoelement in HSC furnace	热电偶损坏	联系技术支持
84	Communication error, temperature controller of HSC furnace	通讯错误	联系技术支持
86	No external furnace present	没有连接到固体测定模块 HSC燃烧炉	检查连接线
200	Restart the internal computer of the analyzer	重装内部电脑 过电压 短期电压损失	当绿色LED灯亮，初始化测试仪 如果此错误重复出现，观察错误出现的确切时间（观察状态行）
201	Restart the internal program	内部程序错误	初始化测试仪 如果此错误重复出现，观察错误出现的确切时间（观察状态行）
202	method.txt file not found	文件不存在	联系技术支持
203	init.cnf file not found	文件不存在	联系技术支持
MESSx	Analyzer error: MESSx measurement is terminated	仪器错误	初始化测试仪 确定错误之后观察 <b>System-Status</b> （系统状态）窗口 联系技术支持
—	Peltier temperature off-range	帕尔帖冷凝不够	联系技术支持 注意：水捕集器在修理之后需更换
—	Minimum sample volume > Vessel volume	如果用自动进样器进样： 所选的样品体积太大 测定次数太大	检查方法设置： 样品体积 调整测定次数（平行测定）、 容器体积等设定

### 7.3 状态错误：System State（系统状态）窗口的错误信息

错误信息	原因	修正方法
------	----	------

注意：在System State (系统状态) 窗口状态错误将以红色或黄色显示		
Displayed MFC flow: 160 mL/min Displayed MFM flow: < 150 mL/min	TC进样垫和/或TIC进样垫漏气(对于有进样垫的进样口)。	更换进样垫
	自动端口漏气	见6.11
	进样口螺母没有正常拧紧(更换催化剂之后)。 TC进样口气源没有正确拧紧(更换催化剂之后)。 反应管密封圈损坏(严重损坏)或者没有正确安装(更换催化剂之后)。 TIC冷凝器——密封圈没有正确安装,损坏(严重损坏),或者没有拧紧 水捕集器系统的锡连接松(在安装水捕集器、卤素捕集器之后)。	检查接头是否完整,是否损坏;如果必要,拧紧它们。 检查所有的连接(水捕集器,接头)在需要的地方拧紧(手紧)。
	旋管冷凝器或者接头没有正确拧紧。	检查反应管和旋管冷凝器之间的连接(接头夹的位置)。
	反应管损坏(裂缝、边缘有缺口) TIC冷凝器损坏(上边缘或者连接处有缺口)	检查玻璃部分如果损坏则更换
	水捕集器满	更换水捕集器
	浓缩泵管漏气	检查浓缩泵更换管
Displayed MFC flow: 160 mL/min Displayed MFM1 flow: < 150 mL/min or > 170 mL/min	MFM(质量流量计)损坏	如果可能,用外部的质量流量计检查气流确定内部MFM是否有问题;联系技术支持 检查卤素捕集器
Displayed MFC flow: < 160 mL/min or fluctuating Displayed MFM1 flow: < 150 mL/min	没有载气 管子漏气	打开载气减压阀 检查和避免漏气
	载气的允许压力太低	将载气允许压力设为4~6个大气压
	测试仪的高压开关被激活;同时在OmniToc“Gas pressure error”中显示错误信息	见“gas pressure error”(错误代码10)
	MFC损坏	联系技术支持
Displayed nominal flow: < 160 mL/min Displayed MFM1 flow: < Deviation from input flow $\pm 10$ mL/min	没有载气	打开载气减压阀
	载气源的允许压力太低	将载气允许压力设为4~6个大气压
	针阀没有正确调节	在针阀处调整流量
	MFM损坏	联系技术支持
Displayed MFC flow: 160 mL/min	帕尔帖冷凝不够,同时在“System State”窗口“Peltier	从上部开始检查TIC冷凝管确认冷凝是否发生(冷凝块上冷

Displayed MFM 1 flow: > 170 mL/min	temperature”下显示OmniToc错误信息，提示温度超出范围	凝物的形成说明冷凝器在工作)
	MFM损坏	联系技术支持
Displayed MFC flow: 0 mL/min Displayed MFM1 flow: 0 mL/min	管子阻塞	查找阻塞的管子 取出并清洗管子，然后重新装回
	没有载入方法	载入方法
Values of the NDIR detector are shown in yellow under "NDIR"	NDIR检测器的ADU值偏离理论值+150或 -400 units 声明：ADU值可以在OmniToc控制和评价软件的菜单“ <i>Instrument&gt;Component test</i> ”中“NDIR”选项卡下查看	可以进行测量，但是用户需要注意的是检测器的ADU值偏离理想范围。 检查卤素捕集器如果需要重新填充。 咨询技术支持关于复杂样品组的特殊使用规范

注意：NDIR检测器的ADU值随着正常老化会慢慢降低。如果该值在一些测定过程中降低，表明分析气体中的组分会损坏检测器。

#### 7.4 测试仪的错误和分析中的问题

错误信息	原因	修正方法
<b>注意：</b> 一些问题可能不能被系统发现，而且测试可以启动。此类错误通常因异常数据（分析问题）的出现而发现或者很容易看到发现。如果推荐的修正方法仍不能使测试仪正常工作，请联系技术支持		
Water traps full	达到服务寿命( 推荐每6个月更换一次，根据测量样品组) 测定的样品形成显著的气雾	更换水捕集器 ( 6.5 )
Scattered measurement values	反应管填充物耗尽	更换催化剂
	错误的剂量	检查剂量 检查注射器体积 ( 检查注射器所标体积和OmniToc菜单 <b>Configuration&gt;Options</b> ( 配置>选项) 的 <b>Syringe size</b> ( 注射器大小) 栏的 <b>Analyzer components</b> ( 测试仪组件) 选项卡中所输入的体积是否一致)
	进样针损坏	更换进样针 对于含有颗粒的溶液使用耐受颗粒的进样针
	非均一样品组 搅拌不充分	测量前均化样品 含有颗粒的样品需要搅拌；用自动进样器进样，调节OmniToc菜单 <b>Method&gt;Edit&gt;Process parameter&gt;Stir</b> ( 方法>编辑>过程参数>搅拌) 里的搅拌速度

	在TC区域由于进样垫颗粒造成的异常值（只对IL550 TOC-TN）	检查进样垫（裂缝）的位置 检查进样针，如果必要请更换（见 <b>Needle defective</b> （进样针损坏）） 如果可能，使用OD=0.63mm的进样针
Scattering of the measured values	敏感样品	避免环境空气中的CO <sub>2</sub> 和有机蒸气带入 用铝箔纸盖住自动进样器中的样品容器 手动测量时，将气体引入样品容器中的上空 检查环境条件 减少干扰源
	NDIR基线漂移 积分标准不合适 测量结束过早	检查设置 延长最大积分时间
Low-bias results; All areas	催化剂耗尽	更换/再生催化剂
	系统漏气	检查进样口是否漏气或者更换进样垫（7.2）
	错误的进样体积	进样时必须进入方法中所设定的样品体积（手动进样方式下）
	错误的剂量	检查剂量
	含有颗粒的样品搅拌不够或者根本没有搅拌	搅拌含有颗粒的样品
	自动进样口z坐标调节错误（系统在自动进样口进样时漏气）	检查自动进样器的调节，如果必要重新调节注射器（6.4.1）
	对于自动端口：注射器的进样垫不能密封	更换注射器的进样垫
Low-bias results for analysis involving combustion (TC, TOC, NPOC, TNb) TIC measurements are correct	催化剂耗尽	更换催化剂
	含有颗粒的样品搅拌不够或者根本没有搅拌	搅拌含有颗粒的样品
	自动TC进样口z坐标调整错误	检查注射器的调节，如果必要重新调整注射器（6.4.1）
Low-bias results for TIC measurements Analyses involving combustion (TC, TOC, NPOC) are correct	TIC反应器中的磷酸用尽（IL530 TOC-TN） 储存瓶中没有磷酸（IL550 TOC-TN）	再生TIC反应器 加入磷酸
	样品剂量错误	检查剂量
	进样垫损坏	更换进样垫
Low-bias results for TNb	催化剂耗尽	更换催化剂
	测量值在标定范围之外	考虑标定范围 使用二次标定

		<p>如果可能，基于样品组标定</p> <p>当分析未知物质时，使用较低浓度的样品或者稀释样品</p> <p>使用合成空气作为载气</p>
Peak form unusual (TC and TNb measurement)	催化剂耗尽	如果也是low bias (低偏压) 结果，更换催化剂
	剂量错误	当手动进样时注意进样量保持一致
	所选的积分标准不合适	检查积分标准
	用CLD测量TNb时，测量范围超过极限 (在测定用气体中峰高大于200ppm NO)	稀释样品
Faulty dosage with sampler	<p>进样时系统漏气</p> <p>样品含有气泡</p> <p>注射器没有完全压到底</p>	<p>检查自动进样器的位置调节</p> <p>如果必要检查自动进样器的位置调节和注射器活塞的位置调节( 6.4.1.2 )</p> <p>检查注射器</p>
Faulty manual dosage into septum-free port	<p>测定用气体不够，进样过程中系统漏气</p> <p>测定用气体不够，进样之后注射器拔出进样口太快</p>	<p>将进样垫推到进样针；注射器活塞在注射过程中同进样口密封</p> <p>在进样过程中轻轻的把注射器压向进样口，从而获得测定用气体流量 (在System State (系统状态) 窗口显示)</p> <p>在测量气体流量 (显示在System State (系统状态) 窗口) 稳定在160mL/min之前不要取出注射器</p> <p>保证所有的测试过程中注射器在进样口上停留的时间一致</p> <p>TIC测定时，如果可能，在整个积分期间，使注射器留在进样口</p> <p>注意进样时保持稳定的速率。</p> <p>不要进样太快；当样品体积增加，进样速度必须减小。</p>
	带出 (样品加到反应器壁上时)	竖直进样
Faulty manual dosage into ports with septum	剂量不均匀	<p>注意进样时保持稳定的速率。</p> <p>不要进样太快；当样品体积增加，进样速度必须减小</p>
	带出 (样品加到反应器壁上时)	竖直进样
Sample contains air bubbles	注射器漏气	检查注射器；如果漏气换新注射器
	进样针堵塞	<p>拔下进样针超声清洗</p> <p>更换进样针</p>
	注射器有润滑油	<p>清洗注射器</p> <p>用弱表面活性剂溶液清洗注射器</p> <p>暴露时间：30min</p> <p>用高纯水完全清洗</p> <p>注射器充入0.1N NaOH</p>

		暴露时间：10 min 用高纯水完全清洗 注射器充入0.1N HCl 暴露时间：10 min 用高纯水完全清洗
Carry-over	注射器清洗不够	在下次注射前用样品润洗注射器 选择菜单 <b>Method&gt;Edit</b> （方法>编辑）。在 <b>Method</b> （方法）选项卡中，在 <b>Rinse cycles for first measurement</b> （首次测量时的清洗次数）栏中输入3
	样品注入到反应器壁	竖直进样
Needle defective	进样过程中进样针被样品组或温度损坏 进样针堵塞	更换进样针 进样针的腐蚀是正常现象。当样品进样时不是连续流而是喷雾状时需要更换进样针
Faulty TNb measurement with CLD (TC measurements are correct)	在IL550 TOC-TN 或 IL530 TOC-TN 和CLD之间的气体连接错误 臭氧发生器损坏	检查真空连接是否漏气，如果必要拧紧接头 检查IL550 TOC-TN 或 IL530 TOC-TN 和CLD之间的气体连接 LCD的测定用气体流不同于IL550 TOC-TN 或 IL530 TOC-TN。T型开口管具有补偿功能不能关闭 联系技术支持
Condensate pump is leaking gas	管路连接漏气 泵管损坏	更换前盖处的泵管
The control lamps on the analyzer do not go on: 5 V, 24 V	电源或者电子元件错误	检查电连接 检查实验室电源 联系技术支持
	仪器保险损坏	联系技术支持
Control light on analyzer does not go on: green	内部程序还未开始	再次打开测试仪（打开/关闭电源按钮）
Control light on analyzer does not go on: Heating	OmniToc中错误的温度设置	在OmniToc的 <b>Analyzer components</b> （测试仪组件）选项卡的菜单 <b>Configuration&gt;Options</b> （配置>选项）中（ <b>Furnace temperature</b> （炉温）列表栏）检查温度设置
	电热偶（燃烧炉）损坏 损坏的电热偶在测试仪的LED条中有信息提示	联系技术支持
	损坏的电子元件	联系技术支持
	燃烧炉连接错误	检查燃烧炉是否正确连接
Automatic port is	自动进样口不能正常关闭	手动打开进样口（2.4.2）

leaking gas		<p>将有进样垫的手动注射器放在端口上，轻轻的向下按压检查气流</p> <p>(<b>System State</b> (系统状态) 窗口)</p> <p>检查进样口的辅助性气体气压(允许压力4~6个大气压)</p> <p>检查进样口的管路连接</p> <p>更换进样口的气密密封</p> <p>联系技术支持</p>
-------------	--	--

## 第 8 章 更换零件和附件

描述	适用对象	Cat. No.
反应管	—	LZV-402-885.010
旋管冷凝器	—	LZV-402-886.317
TIC冷凝管 IL530 TOC-TN	—	LZV-402-890.100
TIC冷凝管 IL550 TOC-TN	—	LZV-402-890.150
刻度注射器 (500 $\mu$ L) , 有用于手动进样的可更换进样针	—	LZV-402-886.311
注射器(250 $\mu$ L) , 无刻度 , 用于ASX 60 , 带NPOC连接器( <input type="checkbox"/> )	ASX	LZV-402-886.304
注射器(500 $\mu$ L) , 无刻度 , 用于ASX 60 , 带NPOC连接器( <input type="checkbox"/> )	ASX	LZV-402-886.305
浓缩泵 ( 废液 ) 管	—	LZV-402-884.005
磷酸泵管	—	LZV-402-885.011
IL550 TOC-TN的管组	—	LZV-402-890.110
IL530 TOC-TN的管组	—	LZV-402-890.111
反应管用16x3的圆套环	—	LZV-402-815.102
实验室接口 D3,2-GL14	—	LZV-402-815.058
手紧接头组 1/16-英尺 ( 用于管组 )	—	LZV-402-881.027
手紧接头组 1/8-英尺 ( 用于管组 )	—	LZV-402-881.026
管-管转接器 (OD 8 和 OD 3.2)	—	LZV-402-520.137
带有调整螺丝的接头夹KS 13/2	—	LZV-402-825.041
单向止水过滤器 ( 水捕集器 )	—	LZV-402-881.228
TC预滤器 ( 气溶胶捕集 )	—	LZV-402-881.229
卤素捕集器的填充包 ( 一包用于填充的铜/黄铜绒 )	—	LZV-402-810.050
卤素捕集器	—	LZV-402-885.019
用于N/C的Pt催化剂 ( 60g )	—	LZV-402-810.045
碎石英玻璃	—	LZV-402-881.006
石英玻璃棉	—	LZV-402-825.044
高温垫 ( 一组3个 )	—	LZV-402-885.017
进样垫, 有缝, 用于进样垫头, 直径11mm, 一组3个	—	LZV-402-886.314
进样垫, 直径12.5mm, 一组5个, 用于IL530 TOC-TN手动TIC进样口	IL530 TOC-TN	LZV-402-889.050
进样垫, 数量10个, 10mm, 用于自动进样口	IL530 TOC-TN	LZV-402-881.238
注射器进样垫, 数量1个, 自动进样器, 9.5mm	—	LZV-402-886.310
可更换进样针, 一组3个, 用于所有DA=0.63mm的注射器	—	LZV-402-823.056
可更换进样针, 一组3个, 用于所有DA=1mm的注射器	IL530 TOC-TN	LZV-402-886.306
磷酸注射器 ( 5mL )	IL530 TOC-TN	LZV-402-815.138
带有钨接头的进样针 ( DA=0.6mm ) , 用于磷酸注射器	IL530 TOC-TN	LZV-402-890.113





## 第 9 章 有限保证

哈希公司向其原始购货人担保在从发货日起一年的期间该产品没有因不合格材质或制造工艺造成的任何缺陷（产品手册中注明的除外）。

万一在担保期发现缺陷，哈希公司同意对有缺陷产品进行修理或更换或按购价退款，但不包括原始发货及装卸费用。对任何按此担保经修理或更换的产品只给予原产品担保期剩余时间的担保。该担保不适用于消耗性产品诸如化学药剂；或一个产品的消耗性部件，诸如但不限于灯和管子。与哈希公司或您的分销商联系开始担保支持。各种产品在没有得到哈希公司审批之前不要送回哈希公司。

### 限制

本担保不包括：

- 因天灾，自然灾害，劳工纷乱，战争行为（宣战或未经宣战），恐怖主义行为，内乱或任何政府权限的行为造成的损坏。
- 因滥用，疏忽，事故或应用或安装不当造成的损坏。
- 因非经哈希公司审批进行任何修理或试图修理造成的损坏。
- 没有按照哈希公司提供的说明书使用的任何产品。
- 送回哈希公司供货的费用。
- 加急或快运担保零件或产品的运费。
- 与现场担保修理有关的旅费。

该担保包括由哈希公司编写的与其产品有关的唯一担保条文。所有隐含担保，包括限制之外的内容，可销性或对于特殊用途的适用性不作任何担保。

哈希公司保证，遵守向购买哈希产品的初始用户提供的明确的书面担保。对于不在上述书面担保范围内的问题哈希不作任何担保。哈希公司对于产品的。

美国的某些州不允许拒绝隐含担保，如果在您所在的州是这样的话，上述的限制可能不适用于您。

该担保给您特殊的权力，而您可能还拥有与其它州不同的其它权利。

该担保由对担保条款的最终的，完全的，并专用的陈述所构成，任何人不得代表哈希公司编写任何其它担保或陈述。

### 对各种补偿的限制

上述修理，更换或按购货价退款的各种补偿是对不履行该担保的专用的补偿。根据严格的责任或按任何其它法律理论，在任何情况下哈希公司对任何不履行担保或疏忽造成的任何随带的或间接的各种损坏没有责任。

## 第 10 章 认证

哈希公司担保公司产品在出厂时经全面测试完全符合发布的各项规格。

**Model IL500, IL530, IL 550, CLD, ASX 60 (ASX 49) , SC1300 TOC System**经测试，完全符合以下仪器标准：

### 产品安全性

此设备适用于实验室和商业地区：

UL 61010-1 (TUV-us认证标志)

CSA C22.2 No. 61010-1 (c-TUV认证标志)

哈希公司认证符合 EN 61010-1 Amds. 1&2 (IEC1010-1) per 73/23/EEC, TUV-GS认证

### 抗干扰性

**此设备经在如实验室的控制电磁地点的电磁兼容性水平测试：**

根据89/336/EEC EMC，符合欧共体标准EN61326（对用于测量，控制及试验室用途的电气设备的电磁兼容性的多项要求）。支持试验由CE-LAB GmbH AM, Hammergrund,记录在案(报告编号：D-98693-1)，并由哈希公司确认符合标准。

#### 标准包括:

国际电工委员会标准IEC1000-4-2 1995（欧共体标准EN61000-4-2 1995）静电排放（标准B）

国际电工委员会标准IEC1000-4-3 1995(欧共体标准EN61000-4-3 1995)辐射射频电磁场(标准A)

国际电工委员会标准IEC1000-4-4 1995（欧共体标准EN61000-4-4 1995）电气快速瞬变/突发（标准B）

国际电工委员会标准IEC1000-4-5 1995（欧共体标准EN61000-4-5 1995）电涌（标准B）

国际电工委员会标准IEC1000-4-6 1995（欧共体标准EN61000-4-6 1995）由射频电场感应的自电源线来的各种干扰（标准A）

国际电工委员会标准IEC1000-4-11 1995（欧共体标准EN61000-4-11 1995）电压骤降/断流和变异（标准B）

### 辐射

此设备的电磁波辐射如下：

根据89/336/EEC EMC：EN61326：1998（对用于测量，控制及试验用途的电气设备的电磁兼容性要求）“A”级辐射限制。支持试验由CE-LAB GmbH，Hammergrund，记录在案（报告编号：D-98693 1），并由哈希公司确认符合标准。

#### 标准包括:

欧共体标准EN 61000-3-2由电气设备造成的谐波干扰

欧共体标准EN 61000-3-3由电气设备造成的电压波动（闪烁）干扰

#### 其它辐射标准包括:

欧共体标准EN 55011 (CISPR 11)，A级辐射限制

### 加拿大对造成干扰的设备的规定，IECS-003，A级

支持试验由CE-LAB GmbH，Hammergrund，记录在案（报告编号：D-98693 1），并由哈希公司确认符合标准。

该A级数字设备符合加拿大致干扰设备规范中的所有要求。

Cet appareil numérique de la classe A respecte toutes les exigences du Règlement sur le matériel brouilleur du Canada.

### **美国联邦通讯委员会(FCC)规定的15部分，“A”级限制**

支持试验由CE-LAB GmbH, Hammergrund, 记录在案(报告编号: D-98693 1), 并由哈希公司确认符合标准。

该设备符合FCC规则中第15部分的相关规定。操作隶属于下列两种情况:

(1) 该装置不会造成有害干扰, 及(2) 该设备接受所受的干扰, 包括会导致不正常操作的干扰。对该装置所做的未经负责单位确认的变动或修改会使用该设备的授权变得无效。

该设备已被证明符合A级数字设备的限制条件和FCC规则第15部分的要求。这些限制条件用于确保设备在商业环境中操作时不会产生有害的干扰。该设备会产生, 使用和辐射电磁波, 如果不按照指导手册进行使用和安装可能会对电磁波通讯产生干扰。在居民区使用该设备可能会导致有害干扰, 在该情况下用户需自行解决干扰问题。以下技术较易减少设备的干扰问题:

1. 断开TOC测试系统电源以确定是否是其产生干扰。
2. 如果TOC测试系统和受干扰的设备使用的是同一电源插座, 请使用另一个插座。
3. 将TOC测试系统搬离受干扰的设备。
4. 调整受干扰设备的接收天线。
5. 综合尝试以上方法

## 附录 A 操作理论

### A.1 测试仪的工作原理

IL530 TOC-TN/IL550 TOC-TN 测试仪 (图 85) 是一种体积小功能强的测定液体样品中总碳或总氮含量的仪器。

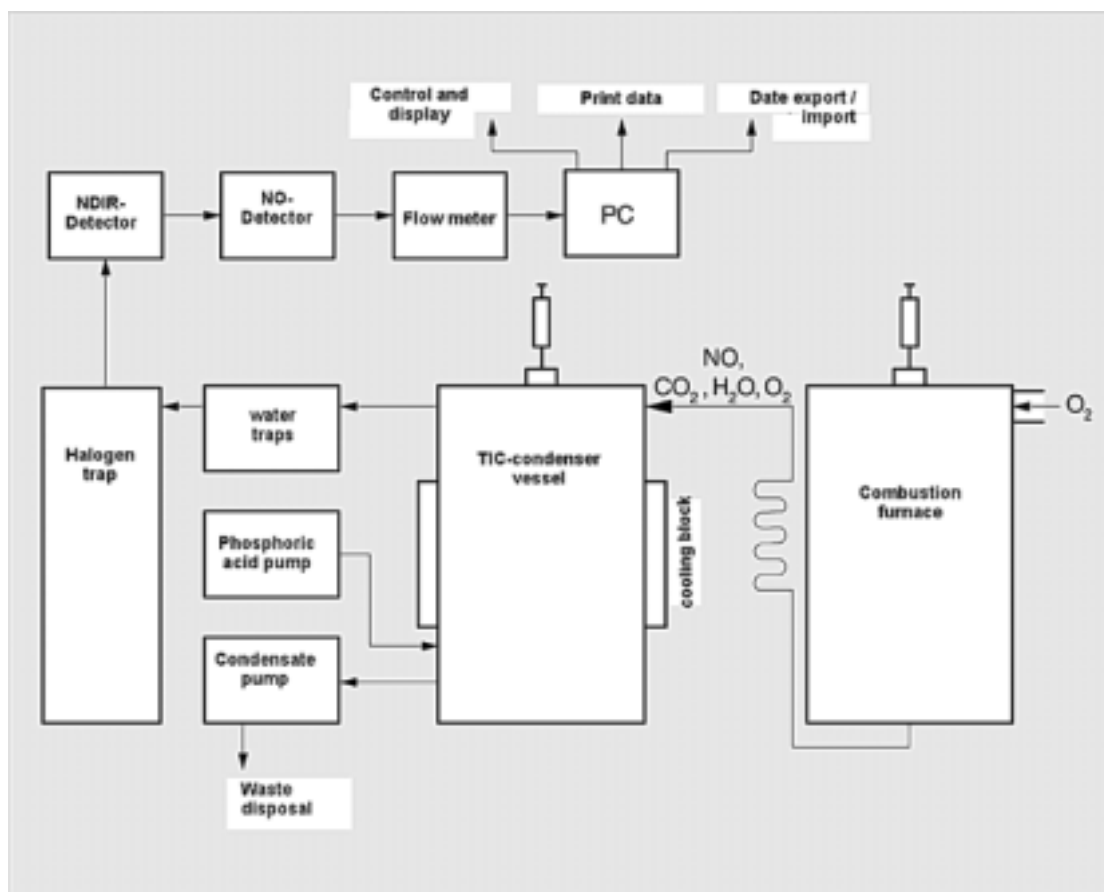


图85 测试仪的工作原理

control and display: 操作和显示

print data: 打印数据

data export/import: 数据输出/导入

NDIR Detector: 非散射红外线检测器

NO detector: 一氧化氮检测器

Flow meter: 流量计

Halogen trap: 卤素捕集器

Water traps: 水捕集器

Phosphoric acid pump: 磷酸泵

Condensate pump: 冷凝泵

Waste disposal: 废弃物处置

TIC-condenser vessel: TIC 冷凝管

Cooling block:冷却块

Combustion furnace: 燃烧炉

在专用催化剂存在的条件下，通过热催化高温氧化反应进行消解反应。这样即使非常稳定、复杂的含碳或氮的化合物都可以在一定数量上被消解。样品直接进入已填充的反应管中的高温区。在这个区域中样品在载气流中发生高温催化氧化反应（例如：反应式（1）-（3）），载气同时也是氧化剂。



其中，R 代表含碳的物质

经高温分解的气体在一个旋管冷凝器中冷却，冷凝的水在接下来的 TIC 冷凝管中与测定用气体分离。进一步干燥并去除腐蚀性气体之后，CO<sub>2</sub> 测定用气体通过 NDIR（非散射红外检测器），NO 测定用气体通过 NO 检测器（CLD 或者 ECD）。

样品注入到含酸的 TIC 反应器且产生的二氧化碳被吹扫出来之后，NDIR 检测器测定无机碳。

二氧化碳或者氮氧化物的浓度每秒被测定几次，于是可以得到信号随时间变化的峰图。峰面积与测试溶液中碳或者氮的浓度成比例。通过使用先前确定的标定方程可以计算样品中碳或者氮的含量。

## A.2 测试方法

下面这些总量参数可以用测试仪进行测定：

TC 总碳

TOC 总有机碳

TIC 总无机碳

NPOC 不可吹出有机碳

DOC 溶解性有机碳（样品经0.45μm的滤膜过滤后测得的TOC）

TN<sub>b</sub> 总结合氮

可以结合使用 OmniToc 控制和评价软件确定以上几种参数。

### A.2.1 TC 分析

TC测量样品中碳的总含量，如有机碳、无机碳和元素碳等。样品自动进入到反应管中发生消解反应，生成的二氧化碳被检测。TN<sub>b</sub>可以和TC同时测定。

### A.2.2 TOC 分析

TOC 测定样品中的总有机碳含量。这里使用的是差值法，如下面的式（4）所示。

$$(4) \text{ TOC} = \text{TC} - \text{TIC}$$

其中，

TOC = 总有机碳

TC = 总碳

TIC = 总无机碳

同一个样品按顺序测定 TIC 和 TC，两者的差值就是 TOC。两种不同的方法都可测定挥发和非挥发的有机碳化合物。

当样品中含有易吹出的有机物质如苯、氯仿等，就要进行 TOC 分析。如果样品中 TIC 含量要远高于 TOC，不能进行 TOC 分析。TN<sub>b</sub> 可以和 TC 同时测定。

### A.2.3 TIC 分析

TIC 分析测定碳酸盐、碳酸氢盐和溶解的二氧化碳中的总无机碳，不测定氰化物、氰酸盐、异氰酸盐和碳颗粒物中的碳。

为了测定无机碳（TIC），样品进入 TIC 反应器并进行消解，生产的二氧化碳被吹出和测定。

### A.2.4 NPOC 分析

NPOC 分析测量样品中不可吹出的有机碳成分。

样品在进入测试仪前，先用 2N HCl (PH 2) 进行酸化，并吹出产生的二氧化碳，之后剩余的碳通过燃烧法来进行测定。TN<sub>b</sub> 可以与 NPOC 同时测定。易挥发性的有机化合物与二氧化碳一起被除去。对含有易挥发性有机物质的有机物不能进行 NPOC 分析。

### A.2.5 用 NPOC 附加方法分析 NPOC

这种方法特别用于 TIC 很高而 TOC 很低（比如饮用水）的样品，或者溶解的二氧化碳比例很高的样品。总的来说，对于这种类型的样品推荐采用 NPOC 分析。但是，如果样品中 TIC 含量很高或者 TIC 的成分未知，测试将花费很长的时间（大于 10 分钟）来完全吹出二氧化碳。

NPOC 附加方法在测定程序上是将 NPOC 和差值方法结合起来。在 NPOC 测试中，样品在注入测试仪前先用 2N HCl (PH 2) 进行酸化，在样品测试前大部分二氧化碳在外部已经被吹出了。用这种方法处理过的样品中的总有机碳（TOC）之后再用差值方法确定。

用这种方法确定的总无机碳是一个数字结果，**并且没有其它的分析方法可以做对比**。TN<sub>b</sub> 可以与 NPOC 同时测定。易挥发有机物在第一个步骤中随二氧化碳一起被吹出，不会被测量。

### A.2.6 TN<sub>b</sub> 分析

与所有涉及高温燃烧的测量同时，还可以测量总结合氮 TN<sub>b</sub>。TN<sub>b</sub> 的测定可以作为单一的参数方法。热催化氧化反应生成的氮氧化物可以通过外部的化学发光检测器 (CLD) 或者电化学检测器 (ECD) 来进行测定。

## A.3 催化剂

很多种固体适合作为催化剂或者氧气的载体。它们可以帮助样品中的组分在 700 至 950 范围间燃烧。在反应温度 800 时推荐使用“用于 N/C 分析的铂催化剂”。这种催化剂是专门研制的，在测试仪的整个工作范围内用于总碳和总氮分析。因为其空白值很低，所以在样品中碳或者氮的含量很低时，也能得到可信和精确的测量结果。在污染程度比较高的污水分析中，测试结果也保持稳定。此外，在反应温度为 850 时还可以使用“用于 N/C 分析的专用催化剂” (CeO<sub>2</sub>)。

## A.4 标定

### A.4.1 标定方法

#### A.4.1.1 体积固定的多点标定

在大多数情况下都使用体积固定、浓度变化的标定方法。在标定范围内准备一系列不同浓度的溶液，并用所选的方法进行测量。浓度范围应该涵盖待测样品浓度的预期值。采用此方法对测试仪进行标定时，浓度范围可以很广。

#### A.4.1.2 浓度固定的多点标定

也可以使用浓度恒定、体积变化的标定方法。准备测定范围内的标准溶液，然后用所选的方法测定不同体积的标准溶液。

应该注意的是因为试剂体积很小 (50-500 μL)，所以采用此方法对测试仪进行标定时，范围很小。

标定过程应该使用另外一种单独准备的标样来检验，以防止标准溶液配置过程中可能出现的错误。

在测定低浓度样品 (<1mg/L) 时，必须确定试剂空白 (TIC 分析) 和准备用水空白的允许值。

#### A.4.1.3 单点标定

在 TOC 值很低的情况下可以使用单点标定；仪器的空白值低，且 NDIR 检测器是线性的。可以得到一条经过原点的直线。



推荐按照以下过程来减少单点标定时因配制标样中出现的错误。  
相同的浓度配制 3 个标样；  
测定标样；  
使用 3 个标样测量值的均值来绘制标定曲线。  
当使用单点标定时，必须确定试剂空白和准备用水空白的允许值。

#### A.4.2 日因子

日因子用于通过标准溶液检查和修正标定。之后的所有检测结果都乘以这个因子。  
日因子的计算使用式 (5)

$$(5) F = \frac{c_{\text{实际}}}{c_{\text{理论}}}$$

#### A.4.3 OmniToc 标定步骤

每个方法参数都可以被标定 (见 5.7.1 部分)。待标定的方法参数可以单独定义。不必标定所有的参数。

每种碳测量参数可以储存两个标定方程，即每个检测器测量通道一个，而且是自动分配的。标定方程的确定同每次进样的质量 (m) 相关。通过按式 (6) 和 (7) 进行回归计算确定线性和二次方程。

$$(6) c = (k_1 \times I_{\text{net}} + k_0) / V$$

$$(7) c = (k_2 \times I_{\text{net}}^2 + k_1 \times I_{\text{net}} + k_0) / V$$

其中：

c = 标样的理论浓度

V = 样品体积

$I_{\text{net}}$  = 净峰面积

$k_0, k_1, k_2$  = 标定系数

净峰面积可以通过用准备用水修正原始峰面积值得到。回归的类型 (线性或者二次) 可以由用户来确定。单个测试点或数值可以从标定中删除 (人工选择异常值)。此外，如果必要的话单个标样可以再次分析，或者可以结合其它的标定测试点。

标定的数据点最多 20 个。每个标定点最多可以平行测定 10 次。确定标定方程时可以使用重复测定的平均值或者使用单个测定值。

用户可以选择最合适的标定方法。

##### A.4.3.1 TC/NPOC

通过对 TC 通道的标定可以确定直接 TC 参数和“吹出后的 NPOC”参数。

可以通过式 (6) 和 (7) 确定标定方程，其中：

$$(8) c_{TC} = f(I_{TC})$$

确定的参数将出现在 TC 测试通道的程序方法中。依照确定的标定方程计算分析结果。

#### A.4.3.2 TIC

可以对 TIC 通道进行标定。使用式 (6) 和 (7) 来确定标定方程，其中：

$$(9) c_{TIC} = f(I_{TIC})$$

确定的参数将出现在 TIC 测试通道的程序方法中。依照确定的标定方程计算分析结果。

#### A.4.3.3 TOC(差值法)

OmniToc 为差值法提供两种类型的标定方法。

##### 浓度>0.5mg/L (标样)

一般来说，当浓度大于 0.5mg/L 时，依照式 (6) 和 (7)，TC 和 TIC 通道有独立的标定方程。式 (8) 和 (9) 也适用。分析结果可以依照 TC 和 TIC 标定方程来进行计算。TOC 的值可以由式 (10) 得到。

$$(10) c_{TOC} = c_{TC} - c_{TIC}$$

确定的参数出现在 TIC 和 TC 分析通道的程序方法中。标准步骤采用混标（例如碳酸盐/碳酸氢盐和邻苯二甲氢酸钾或蔗糖）同时进行 TIC 和 TC 标定。TIC 和 TC 通道的标定也可以用不同的标样分别进行。如果 TC 和 TIC 标定的范围不同，就需要分别进行标定。

##### 浓度<0.5mg/L

如果样品浓度非常低，配制和使用 TIC 标样非常困难。只能用 TOC 标样确定 TOC 参数的标定方程。

- 确定 TOC 标样的 TIC 和 TC 峰面积
- 根据式 (11) 计算 TOC 的积分

$$(11) I_{TOC} = I_{TC} - I_{TIC}$$

- 按照式 (12) 确定标定方程

$$(12) c_{TOC} = f(I_{TOC})$$

使用这种方法进行测定，TOC 的峰面积可以用 TIC 和 TC 的积分计算得到。然后根据标定方程从 TIC 积分来计算 TOC 含量。

这种方法的前提是仪器 TIC 和 TC 测量部分的敏感度和仪器空白值都是相似的。如果需要标定的 TOC 范围较大，并且空白值不能忽略，测量则有可能出现问题（TIC 结果错误）。

#### A.4.3.4 NPOC 附加方法

NPOC 附加方法可以通过两种方法来标定，方法的选择取决于测量的范围和样品组。两种情况下 TIC 都必须吹出到需要使用差值法的程度。

#### TOC (差值法)的 标定, 浓度>0.5mg/L(标样) :

- 分别标定TIC和TC通道 ;
- 浓度>1mg/L ;
- 测定样品, 计算分析结果 ;
  - 吹扫酸化的样品 (3-5分钟)
  - 确定残余TIC含量 ; 浓度由标定曲线确定
  - 确定TC含量 ; 浓度由标定曲线确定
  - 使用式(10) 根据浓度差确定TOC的含量

#### TOC (差值法) 标定, 浓度<0.5mg/L

- 除差值法以外, 在确定TIC的积分前先对溶液进行吹扫 :
  - 用TOC标样 (如邻苯二甲氢酸钾或蔗糖) 标定TC通道
  - 用pH为2的2mol/L的HCL酸化标样, 然后吹扫 (3~5分钟)
  - 测定经此处理后的标样的剩余TIC和TC的含量
  - 用式 (11) 就算TOC的积分
  - 用式 (12) 确定标定方程
- 测定样品并计算测量结果。
  - 吹扫酸化的样品 (3~5分钟)
  - 确定剩余TIC和TC的含量
  - 从测得的峰面积 (式 (11)) 和TOC含量的标定曲线计算TOC的AU值 (AU是面积的单位)。

这种方法的前提是仪器 TIC 和 TC 测量部分的敏感度和仪器空白值都是相似的。如果需要标定的 TOC 范围较大, 并且空白值不能忽略, 测量则有可能出现问题 (TIC 结果错误)。

*注意 : 可能有必要进行基于样品组的标定。这种标定通过增加与待测样品浓度接近的一系列碳酸盐标样而实现。这和NPOC 附加方法的原理很接近。*

*注意 : 以上这些标定必须是在浓度范围低于1.0mg/L 的情况下进行。在这种情况下, 单点标定通常就能够满足要求了 (A.4.1.3)。*

#### A.4.4 TN<sub>b</sub> 标定

TN 通道需要标定。根据式 (6) 和 (7) 确定标定方程, 其中 :

$$(13) c_{TN} = f(I_{TN})$$

测定的参数出现在 TN 测量通道的程序方法中。

#### A.4.5 过程参数

##### 残余标准偏差

残余标准偏差 (残余方差) 表示的是峰面积值在回归函数值 (回归精度) 周围的分散程度。

### 方法的标准偏差

方法的标准偏差以明确的、有效的方式描述标定质量。方法的标准偏差用于标定的明确的质量评价。

### 方法的方差系数

方法的方差系数（相对方法标准偏差）用来比较不同标定范围下的标定过程。

### 相关系数

相关系数比较回归方程的标定测量点的分散程度和整个标定总的分散程度。如果所有测量点都在确定的回归函数线上，则相关系数是 +1 或 -1。如果相关系数是正值，回归方程递增；如果是负值则递减（原文是 rises 递增，按前后文推断是递减）。

### 决定系数

相关系数的平方值被称之为决定系数。

### 线性

OmniToc 控制和评价软件通过曼德“拟和优度测试”确定回归函数的线性。当使用二次回归时，用这种方法检验残余方差的减少。

### 方差齐性

如果标准偏差与浓度无关，也就是说在整个标定范围内方差是一个常数，则存在方差的齐次性。OmniToc 控制和评价软件在标定范围的极值（浓度或体积的最大或最小值）处检验标准偏差。

如果线性和方差的齐次性都存在，则可以假设回归是线性的。在这种情况下，可以决定标定过程的识别、检测和量化的极值。OmniToc 控制和评价软件采用 DIN 32645（标定要求）计算规范。

### 鉴定极限

标定中的鉴定极限指的是标定过程中在给定的概率下可以从 0 被定性鉴别出的最低浓度。鉴定极限应该总是小于标定检测点的最小值。

### 检测极限

标定中的检测极限指的是一种物质在给定概率下能被确认的最低浓度。

### 定量极限

标定中定量是在给定概率下可以从 0 定量鉴别出的最低浓度。

## A.4.6 其它计算

对于所有有平行进样的测量过程，计算和显示平均值（MV），标准偏差（RSD）和变分系数（VC）。每个样品最多可以测定十次。

## 异常值的选择

OmniToc 控制和评价软件提供自动筛选异常值的功能。用户可以输入最大变异系数或标准偏差的最大绝对值。

当完成所给定的测量最小次数之后，如果测量值的分散程度超过了预设的限度（RSD 或 VC），则相同的样品还要再次进样，直到达到给定的最大测量次数。

每次测量后，计算所有测量组合的变异系数。如果有一个组合的变异系数小于给定的最大变异系数值，则不再继续测量，变异系数最小的测量组合用作结果的计算。没有使用的测量值作为异常值被忽略。

如果总碳和总氮平行测定，则每个参数的异常值选择是独立进行的。

## 均值

在去除异常值以后，根据单个测量的浓度值确定最终结果的平均值。

## A.5 空白值

### A.5.1 水的空白值

#### A.5.1.1 配置标准溶液的水（准备用水空白值）

在测定低TOC（ $\mu\text{g/L}$ 量级）的样品时，用于配置标准溶液的水中的TOC含量就不能忽略了。标样中的TOC和准备用水中的TOC往往在一个量级上。标定中可以确定此空白值的允许度。

配置水中的 TOC 含量在标定前单独测定。标定时，每次测得的峰面积（总峰面积）应该减去空白水样的平均峰面积。

$$(14) I_{\text{净}} = I_{\text{总}} - I_{\text{准备用水}}$$

标定方程由净峰面积确定。从数学上来说，这相当于将标定曲线进行一个平行的位移。

#### A.5.1.2 稀释样品的水（稀释用水空白值）

如果样品需要在测量前进行稀释，在某些情况下就需要考虑这部分用于稀释的水的空白值。这个值能单独测定并将输入 OmniToc 软件。这个值可能始终在变化，所以在每个测量系列开始测定前需再次测量。否则将使用最近一次的输入值。OmniToc 中输入的稀释用水空白值为标准状态下 1mL 稀释用水的测量值。

### 使用稀释用水空白值

每次测量中都会根据样品的体积和稀释比例计算实际的稀释用水的峰面积（式(15)），并从试验测得的原始积分（式（16））中减去这部分。每次测量中得到的原始峰面积通过稀释空白值来修正。

$$(15) I_{DBV} = VDBV \times (V_{\text{sample}} - \frac{\text{原始样品体积}}{\text{稀释后样品体积}} \times V_{\text{sample}})$$

$$(16) I_{\text{eff}} = I_{\text{raw}} - I_{DBV}$$

其中

DBV = 稀释空白值

$V_{\text{sample}}$  = 样品体积

$I_{\text{eff}}$  = 有效峰面积

$I_{\text{raw}}$  = 原始峰面积

$I_{\text{DBV}}$  = 稀释用水峰面积

### 稀释程度的表示方法

原始样品在总溶液中所占的份数（比如每 100 份中占 10 份）指 10mL 原始样品用水稀释至 100mL。如果稀释比例为 1:1，那么稀释用水的峰面积为 0（ $I_{\text{DBV}}=0$ ）。

### 样品浓度的计算

用样品体积和稀释比例根据式（17）可计算得到样品的浓度（ $c$ ）。

$$(17) \quad c = \frac{m}{V_{\text{sample}}} \times \frac{\text{稀释后样品体积}}{\text{原始样品体积}}$$

通过线性标定方程（式（6））可得到式（18）。

$$(18) \quad c = \frac{k_1 \times I_{\text{eff}} + k_0}{V_{\text{sample}}} \times \frac{\text{稀释后样品体积}}{\text{原始样品体积}}$$

样品的峰面积值可用于浓度的插值计算。如果原始样品经过了稀释，把稀释比输入 OmniToc 软件，分析报告将给出原始样品的浓度。

### A.5.2 试剂空白值

在测量低 TOC 的样品时，不能忽略磷酸中（TIC，TOC）的空白值。在所有的测量中，必须考虑这个空白值（TIC 空白）。

可以单独测定试剂的空白值，并将其输入 OmniToc 控制和评价软件；或者可以在对系列样品进行测定前自动测量这个空白值。

试剂空白值的测定值最后手动输入。测定的试剂空白值（面积单位=AU）和加入的磷酸的量直接相关。当加入新批次的磷酸时试剂空白值应再次测定，否则将使用最近一次的输入值。

### A.5.3 燃烧舟空白值

燃烧舟空白值测定时或者将空的燃烧舟放入燃烧炉，或者将含有样品添加剂的燃烧舟放入燃烧炉。

燃烧舟空白值可以单独测定然后输入 OmniToc 控制和评价软件。这个值可能随时间变化，所以在每次测量前必须再次确定，否则将使用最近一次的输入值。

## 附录 B ASX60 自动进样器

### B.1 规格







本产品规格可不经事先通知而更改

自动进样器规格	
注射器插孔	用于最大体积 500 $\mu$ L 的专用注射器
样品瓶	9 mL 小瓶，直径 18mm $\times$ 高 50mm
行程	主轴 Y：340mm X 臂：92mm 注射轴 Z：60mm 注射器活塞行程：70mm
增量	Y：0.25mm X：0.03mm Z：0.0785mm
样品架	60 个位置（10 $\times$ 6），直径 18mm
清洗	带排水管的聚四氟乙烯管
搅拌功能	使用电磁搅拌器搅拌样品（通过操作界面设置搅拌速度）。当注射器推进器移出样品槽以外，搅拌器会自动旋转。
物理和环境特性	
长	500 mm
高	500 mm
宽	380 mm，包括 X 臂和搅拌器的行程
重	9 kg
附加技术数据	
电源要求（两种规范，非使用者可调）	100-240V, 50/60 Hz 长期短路保护
安装类别	II
污染级别	II
额定电压	24VDC，1.25A
通讯端口	RS232

### B.2 安全信息

#### B.2.1 预防标签

阅读设备上粘贴的所有标签。若不注意可能造成个人伤害或设备损害。

	如果设备上有此标志，请参考使用手册中相应的操作或安全信息
	有此标志的电力设备于 2005 年 8 月 12 日之后不能于欧洲公众垃圾系统抛弃。按照欧洲地方和国家的规定 (EU Directive 2002/96/EC)，现在欧洲电力设备使用者必须将旧的或者废弃的设备归还给生产者处理且无需交纳任何费用。 <b>注意：</b> 为了再生利用，请联系设备生产者或者供应商获取如何归还废弃设备、电子配件和所有附件的信息以正确处置。
	若产品的外围或外屏障处有此标志表明存在电击和/或电死的可能。
	若产品上有此标志，说明接地保护（地线）的位置。
	若产品上有此标志，说明仪器对静电敏感，需要采取措施保护静电对设备的危害。
	若产品有此标志，说明操作有可能会对手造成伤害。

## B2.2 安全指示

### **危险**

**确保液体没有进入电线的连接处或电器内部（电击危险）。**

### **危险**

**在打开设备前先拔出电源线（电击危险）。**

### **警告**

**在操作玻璃制部件时，注意安全操作规程。**

### **警告**

**在臂的行程范围内移动套管要小心，操作中有可能发生伤害或事故。**

**特别注意：**在实验室桌上安装设备时，要注意仪器的移动范围，保证仪器的后方有充足的活动空间。

## B.3 仪器的拆箱

从包装中取出仪器和附件，去除运输保护材料。去除搅拌器和注射器顶端的红色泡沫。



不要抛弃包装材料。如果需要售后服务，建议使用仪器的原始包装材料确保运输过程中不造成损害。

### B.3.1 组件清单

表 13 中的各项都应包含再 ASX 60 自动进样器中。如果任何一部分缺失，请立即联系供应商。

表13 ASX自动进样器组件清单

名称	数量
ASX 60 自动进样器	1
外接电源组，台式设备	1
接口电缆	1
样品瓶，9mL，直径 18mm × 高 50mm	125
样品架，60 个位置，直径 18mm	1
排水管，聚硅氧烷，内径 8mm，外径 11mm	1m
磁力搅拌棒，长 15 × 直径 6mm	60
酸容器（PE 瓶，50mL）和酸容器支架	1
六角螺丝扳手，间距：2.5mm	-
六角螺丝扳手，间距：3 mm	-
螺丝刀 DIN 912 M4x16 A2	-
注射器 500μL	-

### B.3.2 组件构成图



图86 ASX60 自动进样器（前视图）

1 酸容器支架	6 废水收集器
2 基座支架	7 样品架
3 仪器主体	8 样品瓶
4 X 导引臂	9 酸容器
5 注射器的进样驱动器	10 基座



图87 ASX60 自动进样器（背面）

1 排水管	6 电源组接口（见图 90）
2 制动轴	7 RS232 接口
3 搅拌棒	8 搅拌盘接口
4 调节螺丝，搅拌盘臂	9 排水管架
5 电源开关	

#### B.4 自动进样器的安装

按下面步骤将自动进样器连接到测试仪

1. 将自动进样器放置在测试仪上。确保测试仪后有足够的空间。自动进样器的臂操作时在测试仪后部上方移动，必须能够在自动进样器宽度范围内移动。
2. 使用六角扳手用提供的六角螺丝将自动进样器固定在 IL530 TOC-TN/IL550 TOC-TN 测试仪顶部。
3. 如图 87 所示将导管穿入仪器底部的导管架。将导管与自动进样器的冲淋管和测试仪的废水容器连接。保证导管有一个足够往下的坡度，不会被扭结或挤压。
4. 如图 88 所示将酸容器支架安装在自动进样器底座的左侧 将底座上的销插入支架的孔中。在支架上放置酸容器。
5. 将样品架放在自动进样器底座上，使底座中央的销（黑色塑料）插入架子底端的孔。确保面对设备时能读出样品瓶的数量。



图88 酸容器

#### B.4.1 安装注射器

1. 从包装中取出合适的注射器，注射器无刻度，带 NPOC 气体接口。

**注意：**注射器的体积标在其包装上，之后必须在 OmniToc 程序中菜单 Configuration>Options (配置>选项) 的 Analyzer components (测试仪组件) 选项卡的 Syringe (注射器) 部分的 Syringe size list (注射器体积列表) 栏选择相应的注射器体积。

2. 将注射器连接到 NPOC 管。

**IL550 TOC-TN:** 将附带的进样垫推到注射器进样针上，直到接触螺母。隔垫保证在进样时无进样垫的进样口不漏气。

3. 将注射器安置在注射器基座 (如图 89)。用锁定柄固定注射器的针筒，用锁定螺丝固定活塞。

**特别注意：**如果注射器磁力固定装置意外脱落，活塞可能会损坏。

4. 合拢紧固杆，使其从下部轻轻压在注射器固定装置上。

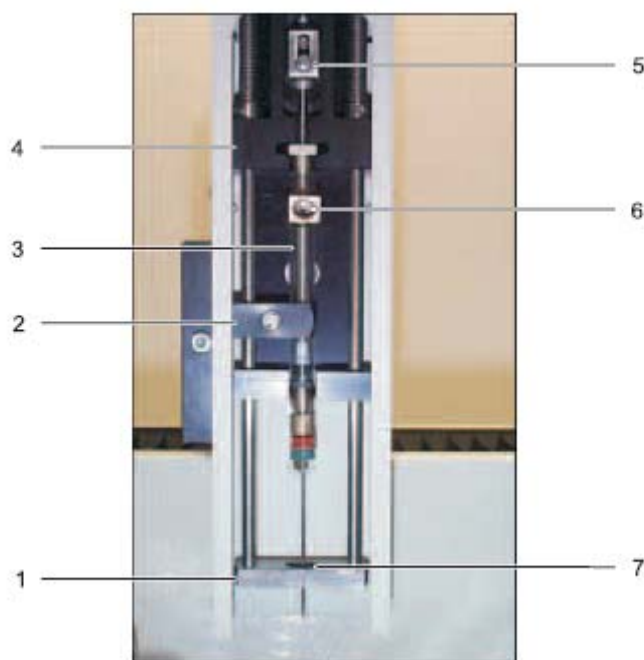


图89 注射器固定装置

1 套管架	5 锁定螺丝，注射器活塞
2 锁定柄	6 NPOC 气体端口 (吹洗)
3 定量注射器	7 密封装置
4 注射器插槽	

## B.5 电线连接

### **危险**

**连接电线前断开所有仪器组件的电源线。**

按照下列步骤连接数据通讯和电源线：

1. 断开测试仪的电源。此时不要将自动进样器连接电源。
2. 连接 RS232 线至自动进样器后部的 RS232 接口。(图 90)
3. RS232 线的另一端插入测试仪后部的接口。(图 91)

4. 将振荡器与自动进样器后部的相应接口连接。(图 90)

**注意：**此过程中不会用到标有“Dosierer”的接口。

**注意：**拧紧螺丝紧固 Sub-D 接口。

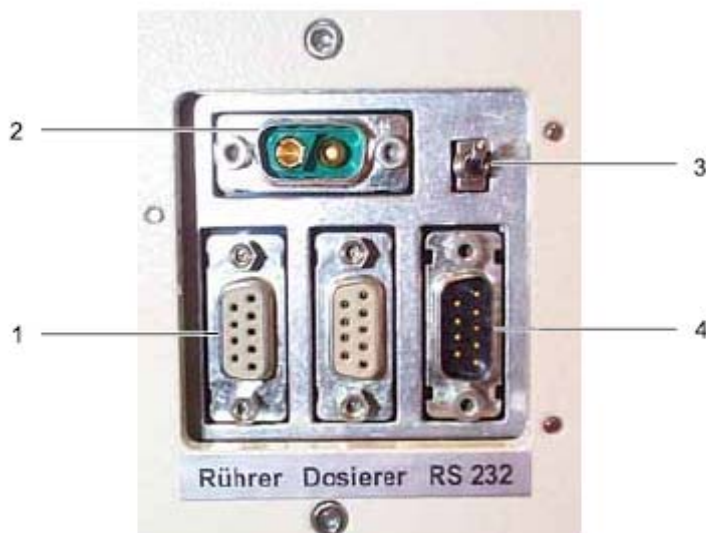


图90 自动进样器接口

1 搅拌器接口	3 电源开关
2 24 VDC 接口	4 RS232 接口

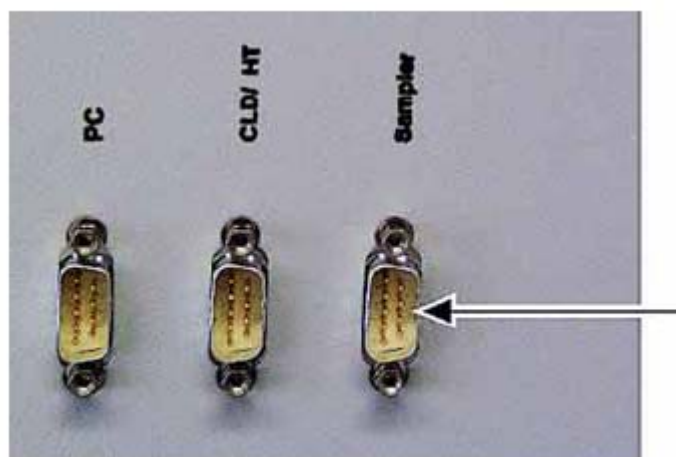


图91 测试仪后部的自动进样器RS232接口

5. 通过把电缆的接头插入测试仪的扁型接口将地线（绿/黄）连接至测试仪。(图 92)

**特别注意：**绿/黄地线若没有连接，使用环境中可能出现的电磁干扰会影响仪器的性能。

6. 将电源组中的 24VDC 接口与自动进样器后部接口连接。(图 90)

7. 将提供的电源线（或者合适的用户提供的替代电线）插入电源组，然后将电源线插入插座。电源组可在 100-240V 之间，50 或 60Hz 的电压下工作。

8. 按下自动进样器后部的电源开关启动自动进样器。正面的绿色 LED 灯会亮，仪器进行重启。注射器的推进装置回到原位。自动进样器现在可以接收测试仪发出的控制命令了。

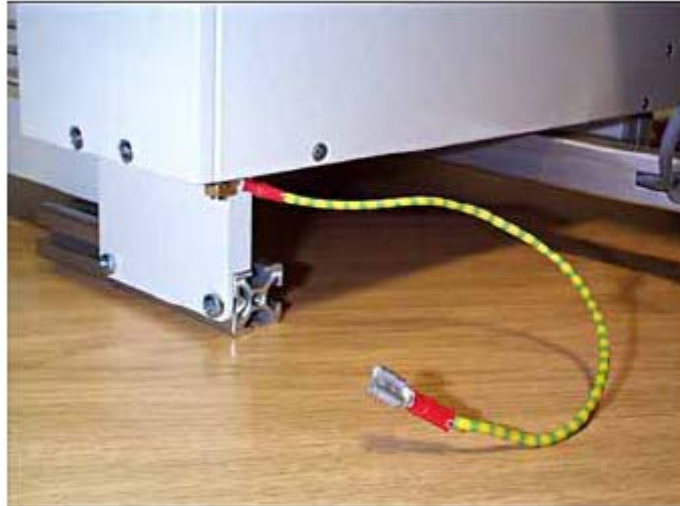


图92 地线

## B.6 自动进样器的调整

自动进样器第一次注射前，必须先对 IL530 TOC-TN / IL550 TOC-TN 测试仪进行调节。在 OmniToc 软件菜单 **Instrument>Sampler Alignment**（仪器>自动进样器调准）中进行调节。始终要调节 TIC 反应器，燃烧炉和样品架的位置 1。自动进样器调准的操作步骤在 6.4.1 部分有详细描述。

如果在自动进样器初始化后，活塞没有完全降到底部，则调整活塞位置。

如果操作过程中搅拌盘与样品架的底部摩擦，用六角螺丝钳（间距 2.5mm）调整搅拌盘的高度。松开固定搅拌盘臂的两个螺丝垂直调节搅拌盘位置。达到合适位置后拧紧螺丝。

## 附录 C 化学发光检测器 (CLD)

### C.1 规格

该产品规格可不经事先通知而更改

性能规格	
量程 事先设定, 可以根据用户要求更改	0-200ppm
信号噪声	<量程上限值的 1%
最低检测限	0.2ppm
交互敏感度: 水蒸气 CO <sub>2</sub> 氨 NH <sub>3</sub> 最高至 19ppm	<测量值的 4% (根据气体样品的干燥程度) <CO <sub>2</sub> 测量值的 1% 测量值的 9ppm
基线漂移	每 6 个小时 <1%(自量程范围的上限)
空转时间 开机时间 (0-90%) 关机时间 (0-90%)	<2 秒 <1.5 秒 (没有数字过滤器) 1-32 秒 (Flt0-Flt5)
线性偏离度 (量程范围内)	<量程上限的 1%
臭氧发生器预备后可开始进行操作时间	立即
臭氧破坏装置	有化学催化剂, 室温
反应室的压强	200 mbar, 绝对值
进气压力的范围 (气体样品和标定气体)	800-1200 mbar, 绝对值
流量 (气体样品和标定气体)	130-180mL/min
流量 (臭氧)	130-180mL/min
空气消耗量	140-180mL/min
物理和环境特性	
长	445mm
高	140mm
宽	260mm
重	7kg
操作要求	10-35
相对湿度	5-95%, 无凝结水
附加技术数据	
电源要求	115V 和 230B ± 10%, 50-60 Hz
安装类别	II
污染级别	II
保险	<b>115V</b> : 50/60 Hz: T, 1.6A H 250V (2), OR <b>230 V</b> : 50/60 Hz: T, 1.0A H 250V (2)
电源 VA	20

接口	RS232
模拟输出	可选
生成臭氧所用的空气	环境空气

## C.2 概述

### C.2.1 安全信息

在拆箱、安装、操作该设备之前请务必认真阅读整个附件。尤其注意所有标有“危险”和“警告”的说明。否则可能会导致对操作人员的严重伤害和对仪器的严重损伤。为确保设备本身提供的保护不被损坏，请勿用非本手册所说明的方法使用或者安装此设备。

### C.2.2 危险信息的使用

#### **危险**

**表示潜在的或者紧急的危险状态，如不可避免将造成死亡或重伤。**

#### **警告**




**表示潜在的危險状态，可能造成轻微的或中等的伤害。**

**特别注意：**需要特殊注意的信息。

**注意：**补充正文的信息。

### C.2.3 预防标签

仔细阅读设备上粘贴的所有标签。若不注意可能造成个人伤害或设备损害。设备上标识的任何一个符号都会包含在此使用手册中的“危险”或“警告”声明中。

	如果设备上有此标志，请参考使用手册中相应的操作和/或安全信息
	有此标志的电力设备于 2005 年 8 月 12 日之后不能于欧洲公众垃圾系统抛弃。按照欧洲地方和国家的规定 (EU Directive 2002/96/EC)，现在欧洲电力设备使用者必须将旧的或者废弃的设备归还给生产者处理且无需交纳任何费用。 <b>注意：</b> 为了再生利用，请联系设备生产者或者供应商获取如何归还废弃设备、电子配件和所有附件的信息以正确处置。
	若产品的外围或外屏障处有此标志表明存在电击和/或电死的可能。





若产品有此标志，表明被标记处可能很烫不能在无保护的情况下触摸

### C.3 产品和功能总览

#### **危险**

仪器在制造地装配，只能由制造商进行安装或维修。任何未经授权的操作可能会危害用户和仪器的安全，不能获得保证中完全的担保。

仪器的电源线在连接电源插头时不能使用延长装置。提供的用于连接外接设备的电线不能使用延长装置。

#### **危险**

紧急状况下，关闭化学发光检测器后部的电源开关，关闭真空泵。停止进气。

#### **危险**

用于标定和检测的气体储存在高压气瓶或者由当地的压缩气体系统供应。

必须制定详细的关于使用压缩气瓶或其它设备的安全条例和指南。

使用的任何加压管或减压阀应和气体相使用。

供气管道，螺丝连接处和减压阀必须不能粘有油脂。

定期检查所有连接处以防气体泄漏。

**特别注意：**确保化学发光检测器和附属仪器上的所有的通风装置都工作正常。堵塞通风栅缝可能导致错误的操作或对仪器的损害。

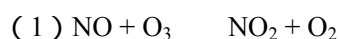
**特别注意：**仪器服务、维护或维修前的打开只能由生产厂商进行。

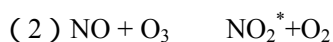
**特别注意：**当组件连接到化学发光检测器，它们处于“关”的状态。当其它组件之间进行连接时这一原则同样适用。

化学发光检测器是用作确定气体样品或分析用气体中氮含量的专门仪器。化学发光检测器运用了某些化学反应能产生特定频率的光波的原理。光波在仪器中被检测、放大，然后通过模拟或数字处理用于分析。

#### C.3.1 操作理论

空气中的氧在高压下生成  $O_3$ ，反应气体样品中的  $NO$  与  $O_3$  反应生成  $NO_2$  (反应式 1)。其中一部分  $NO_2$  是激发态的，记作  $NO_2^*$  (反应式 2)。激发态的  $NO_2^*$  回到其稳定状态，放出电磁波 (反应式 3)。波长范围内 (约 1200nm) 最大的发光强度由仪器以光电信号记录并确定。如果有足够多过量的臭氧，化学发光法的结果会与分析气体中的  $NO$  浓度成比例。





如果其它分子与激活态氮氧化物碰撞 ( $\text{NO}_2^*$ ), 则大部分激活态氮氧化物损失且没有光波放出 (反应式 4)。为了更好的利用光波, 需降低反应器内的压强。压强的降低会直接影响到光波利用的比例。这种效果被称为淬灭效应, 它的效果取决于与激活态氮氧化物碰撞的分子种类。 $\text{H}_2\text{O}$  和  $\text{CO}_2$  比  $\text{N}_2$  和  $\text{O}_2$  有更强的淬灭效应。



其中 M 是任何种类的分子。

### C.3.2 数据处理和评估

光电倍增器接收化学反应产生的光波强度并放大产生的电流。电压放大然后通过模拟处理用于更进一步分析。

标准程序中电压图在 CLD 内部处理, 通过接口输出作为直接的结果。数据可以用已有的计算机程序进行处理或者在终端, 如 Windows-Hyper 终端等程序进行察看或保存。

但是, 这意味着 RS232 生成的电子数据以与 CLD 的配置兼容的方式处理。

- 标定的进行和分析图的评价与之相关;
- 可以安装与程序相适应的结果筛选软件;
- 为光电倍增器预先设置合适的放大倍数。

### C.3.3 CLD 结构

化学发光检测器之间的结构差异很小。根据要求所做的调整一般是针对组件的位置或次序进行的。这些调整不会影响仪器的流程 (见图 93) 和功能。

在这个附录中未描述对仪器 (如转炉) 进行的可能调整。

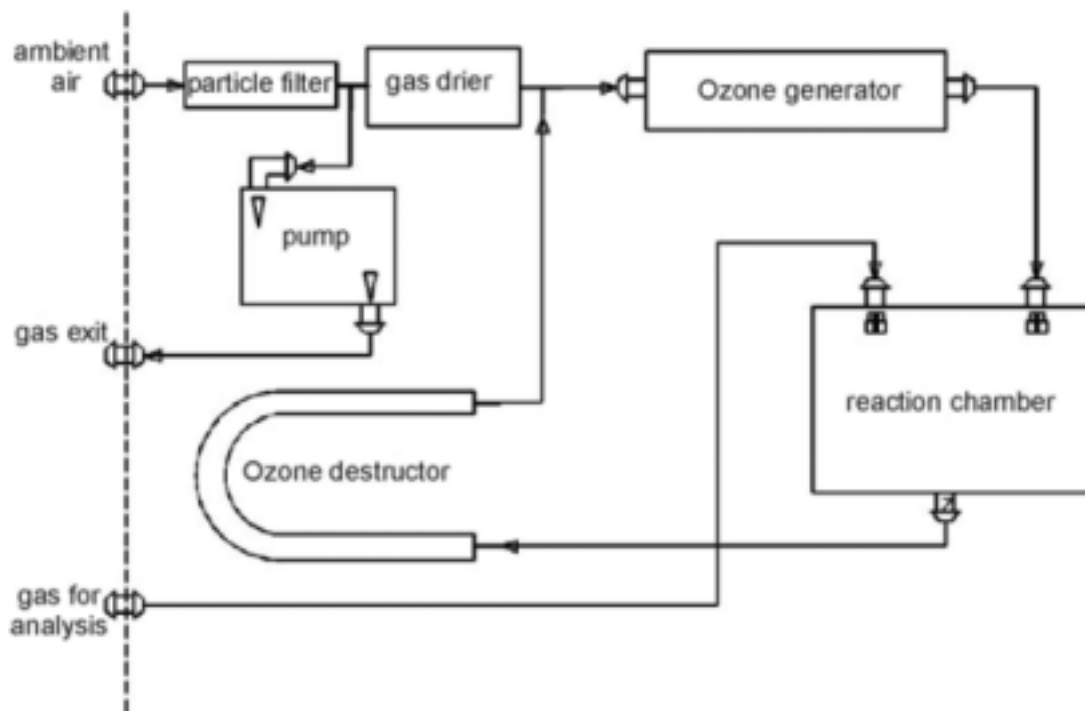


图93 CLD 流程图（示意图）

ambient air 环境空气  
 particle filter 颗粒过滤器  
 gas drier 气体干燥器  
 ozone generator 臭氧发生器  
 pump 泵  
 gas exit 气体出口  
 reaction chamber 反应器  
 ozone destructor 臭氧破坏装置  
 gas for analysis 分析用气体

### C.3.4 组件构成

#### C.3.4.1 检测器

检测器包括气体入口，反应器，高敏感度的光检测器（PMT - 光电倍增管）和收集数据的PCB。

**注意：**因为化学发光检测仪器对质量流量敏感，化学反应（如发光）取决于进入仪器的分子数。为了保持气体样品的质量流量恒定，安装具有一定内径的湍流气体喷嘴。

#### C.3.4.2 臭氧发生器

化学反应中（反应式 1 和 2）与任何氮氧化物反应都需要臭氧。

臭氧发生器使用的氧气来自环境空气中,空气先通过一个颗粒过滤器和维护需求低的空气干燥器。空气中的氧气在高电压与电磁场交互作用下通过离子化反应生成臭氧。

**注意:**为了保证在很宽的NO浓度范围内NO测定是线性的,必须持续产生过量的臭氧导入反应器。

#### C.3.4.3 臭氧破坏装置

**特别注意:**由于臭氧排放对环境的影响,只允许生成化学反应所需的臭氧,残余的臭氧应按规定安全的分解破坏。臭氧的破坏是一个常温下的化学过程。臭氧破坏的催化剂在反应中不会损耗。

**特别注意:**臭氧破坏装置的颗粒必须由生产厂商进行更换(如果能闻到臭氧的味道或操作已进行约2000小时时需更换)。联系技术支持安排现场服务。

#### C.3.4.4 附件

##### **警告**

或者为CLD排气出口配置消声器,或者连接一软管将废气导入排气装置或室外。废气需要导入排气罩。

### C.4 安装和试用

化学发光检测器在制造地装配,只能由合格的服务人员进行安装或维修。联系技术支持安排现场服务。未经授权的操作导致的损害将不能得到保证的完全担保。操作员对与除CLD运送直接相关的事务以外的其它CLD必要操作负责。

#### C.4.1 CLD的拆箱

确认仪器完整,组件完好并与随附的包装清单一致。

不要丢弃包装的纸箱。如果仪器需送回进行售后服务,必须使用原始的包装。

#### C.4.2 化学发光检测器的连接

在仪器放置在最终位置之前,先对CLD和测试仪后部进行必要连接(图94和表14)。

**特别注意:**安装仪器时,必须确保各方向都有良好的通风。通风装置不能被覆盖或者更换。

**特别注意:**化学发光检测器供电类型是单相交流电。不用对电源线和外围设备的连接线使用延长装置。

按仪器铭牌上的额定电压将仪器连接到合适的接地插座上。仪器已经在工厂已经设置好，使用电压是 115V 或 230V，50/60Hz。

用 CLD 附带的电源线将泵和 CLD 连接。

参照仪器操作指示连接化学发光检测器。

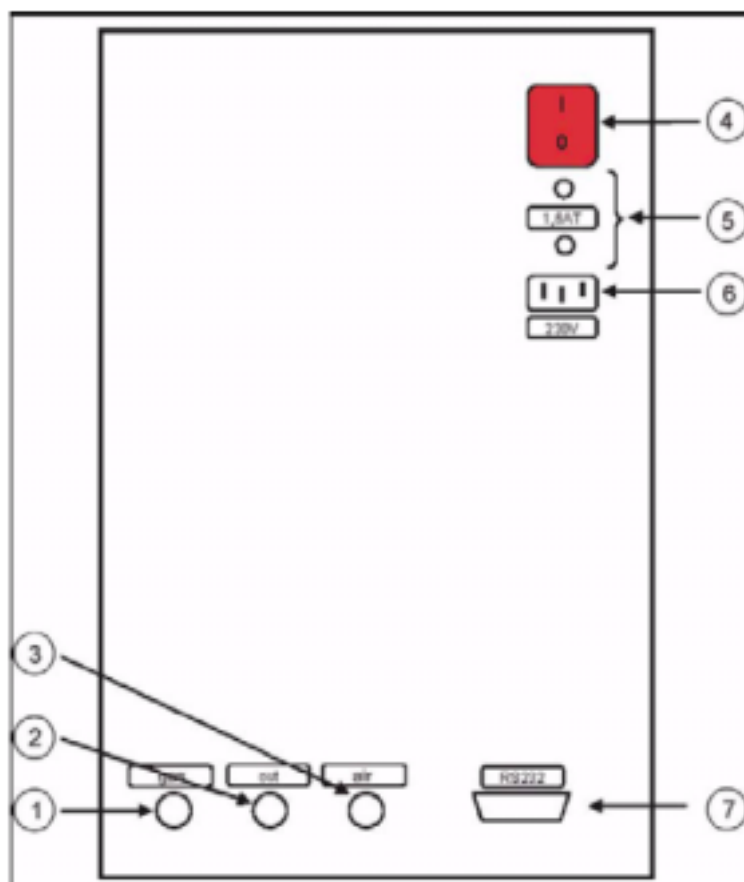


图94 CLD连接

1 样品/分析用气体连接	5 保险 T, 1.6A, 250V (2)
2 气体出口连接 (图中无连接)	6 电源线插口
3 空气入口连接 (图中无连接)	7 数字接口 - RS232
4 电压开关	

#### C.4.2.1 连接

**特别注意：**在把仪器连接到 IL530 TOC-TN /IL550 TOC-TN 之前将电源关闭。

**特别注意：**在安装时参考 CLD 和 IL550/IL530 测试仪的安装说明书。

表 14 是关于 CLD 的接口说明。

表 14 CLD 的连接

115V 或 230V (取决于型号)	连接仪器电线的电源连接口
RS232	传输电子数据到外部电脑或测试仪的接口 (需要接口线)
空气	臭氧生成过程中吸入外部空气的进口

气体出口	连接消声器或导出气体用的软管或抽气装置
分析用气体	气体样品的入口：之前先通过颗粒过滤器防止系统被污染

#### C.4.2.2 操作显示

CLD 前面的两个 LED 灯在仪器电源打开时会变亮。

### C.5 装配 CLD

将化学发光检测器连接到测试仪上：

1. 将化学发光检测器放置在测试仪的右边。
2. 连接进气装置。

**注意：**CLD 和测试仪的气体连接装置是一个带有特殊支路的管道。这个管道是 CLD 仪器附带的。用这个管道将测试仪后的 CLD/Pump 接口（图 95 中 1）与 CLD 的样品接口连接。

3. 将 CLD 和测试仪的电源关闭。将测试仪后部（图 95 中 2）的接口（CLD/HT）与化学发光检测器的 RS232 接口连接。



图95 化学发光检测器的接口

1 气体接口	2 数据线终端（CLD/HT 口）
--------	-------------------

### C.6 启动 CLD

**特别注意：**在仪器适应操作室环境之前请不要打开化学发光检测器的开关。仪器搬到操作室后需放置约 1 小时。

开启前先确认：

- 样品气入口的管道连接紧密；
- 数据传输接口已连接到进行结果评价的组件。

**特别注意：**分析用气体或空气都在样品气入口被吸入。注意在提供分析用气体的组件（测试仪或装有要标定气体的压力瓶）和检测器气体入口之间总存在一个开口（最好是有旁路的短管），这样可以避免过压或负压对仪器造成的损害。

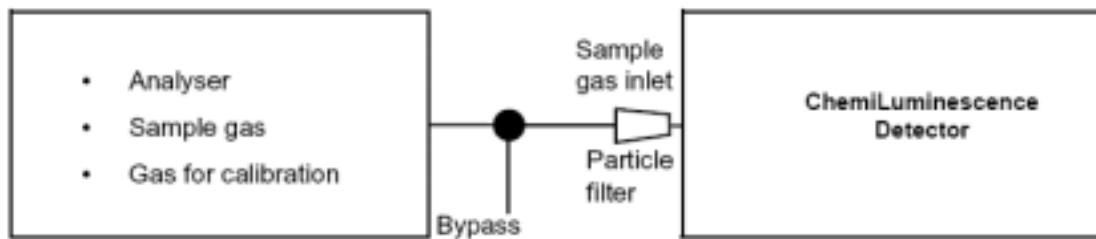


图96 样品气源与化学发光检测器之间的连接

Analyser 测试仪

Sample gas 样品气

Gas for calibration 标定用气体

Bypass 旁路

Sample gas inlet 样品气入口

Particle filter 颗粒过滤器

ChemiLuminescence Detector 化学发光检测器

**特别注意：**总是确保样品气入口前安装有颗粒过滤器。即便没有样品气只有环境空气进入仪器时也要安装这个过滤器。

在检测器开启前，确认：

- 电源线连接正确
  - 所有化学发光检测器所需的组件（样品气供应、数据传输线）都已连接
1. 打开化学发光检测器后部的电源开关（图 94）；仪器前面的电源灯变亮
  2. 等待仪器的预热阶段完成；（C.6.1 部分）
  3. 当用户软件通过串口发出的“×1”指令结束，就可以开始对仪器进行操作
  4. 打开 OmniToc 软件。化学发光检测器会显示环境空气的当前分析结果或偏移值。

现在可以开始对进入化学发光检测器（进行标定的气体或由测试仪提供的用于分析的气体）的样品气进行分析。检测器或者连续向数据传输端口传输分析结果，或者通过评价程序的通讯系统在指定间隔时间输出详细结果。可以通过评价程序或外置的计算机来进行分析。

### C.6.1 关闭化学发光检测器

可以在任何时候关闭仪器，即便是在分析过程中。

## C.7 检查与标定

### C.7.1 检查

一段时间后，PMT 前的光学过滤器上可能会有沉积物。当浓度测试结果下降显著时，这些沉积物就变得很明显了。如果用户不确定结果产生漂移的原因，可以使用能反应当前范围内

预期浓度的测定用 NO 气体来检查已经保存的标定结果。



**警告**

**氮氧化物是有毒的。在测量过程中室内应保持良好通风，或者使用实验室抽风机。**

1. 将**标定用气体**<sup>5</sup>与样品气入口连接。

**特别注意：**连接管必须有一个通道或旁路，将气体引到室外或抽风系统（图 96）。避免过压和负压的情况出现。压力不正常可能导致管道爆裂或从接口处裂开。

2. 启动 OmniToc 软件。
3. 打开已知浓度的一个气瓶。

**注意：**NO 测定用气体必须过量。在通过旁路时总有一些气体损失。过量 NO 可以保证进入反应器的气体不会稀薄。

4. 等待直至结果稳定。
5. 把测试结果与标定用气体的已知浓度进行比较。根据化学发光检测器的目前的使用情况确定变异度是否可以接受。联系技术支持。

**注意：**当化学发光检测器用来进行相对分析时，可能可以接受更高的误差允许度（至 20%）也就是说，化学发光检测器所接受的待测气体来自外部测试仪，检测结果也返回外部测试仪，最后通过该外部测试仪自己的标定系统根据检测结果计算样品值。在这种情况下，只需要关心该测试仪的标定是否始终稳定，或者是否需要在每次测定之前进行新的标定。如果的确发现测试仪不稳定那么问题可能来自于化学发光检测器的稳定性。化学发光检测器测量的是绝对值（像用于环境方面的检测或废气的检测），可接受的误差程度必须保持很低。如果有偏差，请联系技术支持。

### C.7.2 标定

化学发光检测器的标定由计算机程序进行。在微软 Windows 操作系统下，HyperTerminal 程序用于此用途。

根据传输端口的规格和通讯协议来配置 HyperTerminal 程序。

**注意：**如果仍对 Terminal 程序的设置有疑问，请咨询生产商。

#### C.7.2.1 CLD 标定指令

标定指令由表 15 所示。

表 15 CLD 标定指令

CXnm xxxx<CR>	给 AD counter 提供已知浓度标定用气体的状态	
CYnm yyyy<CR>	输入已知浓度标定用气体的浓度[ppm]	
	n:	测量范围[0...3]
	m:	数值组[0;1]
	xxxx:	AD counter 状态[0...4095]
	yyyy:	标定用气体的浓度
C<CR>	输出所有测试范围内的数值组	
	结果	CX00 xxxx<CR>

<sup>5</sup> 本节中的 testing gas 或 test gas 都翻译为标定用气体



		CY00 yyyy<CR>
		...
		CX31 xxxx<CR>
		CY00 yyyy<CR>

### C.7.2.2 标定 CLD

校准或确认已安装的标定程序：

1. 将电脑和化学发光检测器连接。
2. 将标定用气体连接到化学发光检测器上，保证管道系统有开口。
3. 开启电脑上的 Terminal 程序，进行设置。
4. 输入[X1<CR>]命令开启臭氧发生器。
5. 输入命令[D3<CR>]启动化学发光检测器至电脑的数据自动传输。屏幕上每一行会有三个数值：AD Counter 状态，计算得到的分析结果、错误代码或状态字节。
6. 因为在特定测试范围内化学发光检测器很大程度上与 NO 的浓度呈线性关系，所以两点标定就足够了。
  - 零点 (0ppm，无测试气体)；
  - 标定用气体的浓度范围和待测样品浓度范围一致。
7. 检查 CLD 使用的是哪条测试通道，输入命令[M<CR>]。CLD 的反馈将是 Mn。
8. 记录化学发光检测器使用的通道，估计检测结果的范围。可能只需要标定特定的通道。

n :	测量范围：	标定用气体 (取决于样品种类)
0	0-2ppm	1-2ppm
1	0-20ppm	10-20ppm
2	0-200ppm	100-200ppm
3	0-2000ppm	1000-2000ppm

9. 标定前，需保证化学发光检测器应已运行 1.5 至 2 小时。这能避免可能出现的零点轻微漂移。
10. 观察零点 (无测试气体) 时的 AD counter 10-15 秒，以 CXn0 xxxx (n 是测量范围) 的方式记下近似的均值 (xxxx)。零点的相关结果是 0，即 CYn0 0。  
**注意：**在第二个测量范围 (0...500ppm) 零点的数值组示例：CX20 10; CY20 0。
11. 标定用气体进入化学发光检测器。  
**特别注意：**安装旁路或者使用 T 型接头在输送待测气体或标定用气体的管路中形成开口防止过压或负压。(见图 94 和图 96)
12. 等待结果稳定。
13. 记录 AD counter 的 CXn1 xxxx 值和标定用气体浓度的 CYn1 yyyy 值。  
**注意：**标定用气体 (0...500ppm) 在测量范围 2 的数值组示例：CX21 1850; CY21 100。
14. 关闭进气。
15. 样品组作为 Terminal 程序的命令输入使之保存在化学发光检测器的软件中：

[CXn0 xxxx<CR>]	例	[CX20 10ENTER]
[CYn0 yyyy<CR>]		[CY20 0ENTER]
[CXn1 xxxx<CR>]		[CX21 1850ENTER]
[CYn1 yyyy<CR>]		[CY21 100ENTER]

n : 标定的测量范围 ;

xxxx : AD counter 状态 ;

yyyy : 标定用气体浓度 ;

16. 用命令[S<CR>]保存新的标定结果 ;( 输入 S 然后 按 ENTER )

**注意 :** 记住使用 S 和 ENTER 进行保存。否则当化学发光检测器关闭时会丢失标定图。

17. 只需对测量范围进行标定。如果还需要使用其它测量通道 , 就应对其它通道进行检查和标定。

## C.8 数据传输

化学发光检测器内部的计算机将参数设置进行储存 , 以对数据进行传输和评价。计算机监控检测器的所有过程和模块的功能 , 输出详细信息至数字接口 , 使用合适的软件通过数字接口可将详细信息显示在外置的计算机上。

由单个组件问题导致的化学发光检测器故障可以被定位。

### C.8.1 接口

#### C.8.1.1 规格

类型	RS232
波特率	9600
启动比特	1
数据比特	8
奇偶性	无
停止比特	1
信号水平	± 10VDC

#### C.8.1.2 终端电线布局

零	调制解调器	线
Pin	2	RxD
Pin	3	TxD
Pin	5	GND

### C.8.2 通讯

#### C.8.2.1 通讯协议

化学发光检测器通讯的原则是计算机是“主机设备”。检测器的计算机只是根据命令向外部计算机输出数据。数据以 ASCII 的形式传输。

## C.9 维护

### **危险**

只有合格的人员才能进行本章中的以下操作。

### C.9.1 清洁 CLD

化学发光检测器的外部只能用湿布（不能滴水）擦拭。**不要**使用化学溶剂清洁 CLD。



### C.9.2 更换保险

#### **危险**

**更换保险丝之前将CLD和测试仪断电**

#### **危险**

**请换上相同类型和额定功率的保险丝：T, 1.6A, 250V (对115V 测试仪) 或者 T, 6.3A, 250V (对230V 测试仪)**

**特别注意：**保险丝熔断提示有需要维修的潜在问题。请联系技术支持获得更多信息。

1. 关闭 CLD，断开电源。
2. 使用螺丝起子将固定保险的螺丝拧松，把保险从固定器（见图 94）中拔出。换上相同类型和额定功率的保险。
3. 把保险固定器放回仪器并固定。
4. 连接 CLD 的电源。

## C.10 故障检修

化学发光检测器是一种可以在多种气体中检测 NO/NO<sub>x</sub> 的测试仪器。

和其它各种测试仪器一样，耗材和可更换组件的使用寿命有限，需要对其进行日常的维护和更换。联系技术支持。

### C.10.1 臭氧的味道

#### **警告**

**暴露在臭氧中会刺激人体的呼吸系统，造成头昏、头疼和疲劳等症状。参考现行的 MSDS 获得臭氧安全暴露水平和操作实践。**

如果催化剂耗尽或者泵的震动导致臭氧破坏装置的管道松懈，CLD 可能会排放出臭氧。臭氧有一种与众不同的味道（像暴风雨中的气味），带甜味和刺激性。如果闻到臭氧的味道请联系技术支持。

### C.10.2. 数据传输状态信息

表 16 状态字节

CLD-E 状态字节 (使用 E<CR> 获取)							
比特	7	6	5	4	3	2	1
电可擦除只读存储器 (EEPROM) 检查合计	预留	预留	无分析 (X0 关闭臭氧发生器)	反应室的 阈值 温度 过高	故障代码		
					0	无故障	
					1	阻塞	
					2	一次中命令过多	
					3	无效命令	
					4	无效操作	
					5	预留	
					6	当前模式不允许该命令	
7	预留						

#### C.10.2.1 错误记录

如果出现表 17 中所列的错误,关闭仪器并马上重启。如果仍然显示错误,请联系技术支持。如果错误代码 8 出现(反应器的阈值温度过高),检查通风是否充足。如果通风良好仍然出现此错误,请联系技术支持。

状态字节 16 不代表一个错误。这种状态说明臭氧发生器关闭。当 CLD 打开时,臭氧发生器在被“×1”命令启动之前仍是关闭的。检查命令[X1<CR>]是否已发送到 CLD。

表 17 错误信息

错误代码	描述
1	阻塞
2	一次中命令过多
3	无效命令
4	无效操作
5	预留
6	目前模式不允许该命令
7	预留
128	电可擦除只读存储器 (EEPROM) 检查合计

## 附录 D 双炉固体测定模块

### D.1 规格

该产品规格可不经事先通知而更改。

性能规格	
消解温度	最高 950 (1742 )
催化剂	CeO <sub>2</sub> (用于 N/C 分析的专用催化剂)
样品量	最大 500mg (取决于样品材料)
样品进入	燃烧舟, 通过手动进样口
载气源	氧气 (4.5~99.995%) 压力允许: 4~6 个大气压

### D.2 概况

双炉固体测定模块的用途仅限于本文所描述的功能。样品的形态是固态、粉状、糊状或液态的。如将仪器用作其它用途, 用户对造成的损失和损害担负所有责任。

双炉固体测定模块联合 IL530 TOC-TN 和 IL550 TOC-TN 测试仪可确定少量固体样品中的总碳含量。

#### D.2.1 组件和附件

- 燃烧炉(T)
- 绝缘插座
- 水平反应管
- 燃烧炉进样口固定器, 水平, 完全固定
- 用于固体的燃烧炉进样口, 完全固定
- 氧气连接管, 完整
- 气体传输管, 完整
- 镊子, 直, 钝 (145mm)
- 六角螺丝扳手, 2.5

#### 专用附件

- 固体测定模块附件箱

#### 耗材

- 填充反应器的材料
  - 用于N/C的专门催化剂 (100g)
  - 石英玻璃棉

- 进样用材料
  - 石英玻璃舟（燃烧舟 40×9），10套
  - 石英砂（10g）

### D.3 技术描述

双炉固体测定模块可以作为 IL530 TOC-TN 和 IL550 TOC-TN 燃烧系统的扩充部分对少量的固体样品进行分析（图 97）。燃烧炉的消解温度最高至 950（1742）。消解反应在催化剂的作用下进行。

双炉固体测定模块由以下主要部分构成：

- 进样组件
- 燃烧系统
- 附件

双炉固体测定模块通过燃烧炉进样口固定器上的转接器与 IL530 TOC-TN 和 IL550 TOC-TN 连接。



图 97 带双炉固体测定模块的测试仪

#### D.3.1 进样组件

燃烧炉进样口安装在反应管的横向开口。样品装在燃烧舟中进入双炉固体测定模块。最大样品量是 500mg（取决于样品材料）。燃烧舟通过燃烧炉进样口进入双炉固体测定模块。燃烧

炉进样口通过手动操作锁闭系统打开或者关闭。

### D.3.2 燃烧系统

双炉固体测定模块只能与 IL530 TOC-TN 和 IL550 TOC-TN 测试仪，通过联合燃烧炉进行垂直和水平操作。联合的燃烧炉使测试仪可以同垂直整合的反应管或水平安装的双炉固体测定模块一起工作。

水平整合的反应管用石英玻璃制成。燃烧炉手动进样口固定在反应管的横向开口处。气体传输管与反应管出口和 IL530 TOC-TN 及 IL550 TOC-TN 测试仪的螺旋冷凝器连接，由叉钳固定。

反应管装满催化剂和辅助物质。如果催化剂的效果变弱，需重填反应管。

测试仪中使用适当的可帮助样品组分燃烧的固体作为催化剂或氧气的载体。

“用于 N/C 分析的专用催化剂”(CeO<sub>2</sub>) 用于反应温度最高达 950 (1742 ) 的情况。

**注意：**标准操作温度是 900 (1652 )。

## D.4 安装

### 危险

**只有合格的人员才能进行本章中的以下操作。**

**特别注意：**进行 IL530 TOC-TN 及 IL550 TOC-TN 测试仪附加模块的电路连接前需关闭电源。关闭测试仪的电源，拔出电源插头。

只有已经安装了用于垂直和水平操作的联合燃烧炉，而且燃烧炉进样口也已经固定在测试仪框架上之后，才能安装双炉固体测定模块。

**注意：**垂直和水平操作用燃烧炉不是 IL530 TOC-TN 及 IL550 TOC-TN 测试仪的标准配置组件，但是可以进行改装。更多信息请联系技术支持。

### D.4.1 填充和安装反应管

**特别注意：**碱性的盐类(手分泌的汗液)在燃烧炉温度很高时会在石英玻璃上形成结晶。这会缩短燃烧管的使用寿命。在填充时佩带防护手套以防止手接触到清洁的反应管。填充反应管前需将其完全干燥。

填充反应管：

1. 向上拧开反应管的出口
2. 通过大的开口将玻璃棉放入反应管。使用玻璃棒小心的将玻璃棉向下压实。
3. 小心地将 60g CeO<sub>2</sub> 催化剂(用于 N/C 分析的专用催化剂)通过开口放入反应管套。
4. 用玻璃棉堵住反应管的开口。

**注意：**石英玻璃棉用于阻挡催化剂。堵住开口后可以防止催化剂进入下游的气体通路。

5. 打开燃烧炉进样口：
  - a. 往上拉锁定杆（图 98，项目 1）
  - b. 从固定端松开夹子（图 98，项目 2）
  - c. 打开燃烧炉进样口
6. 使用六角螺丝扳手将三个六角螺丝松到一半的位置（图 99），不要把螺丝完全取下。
7. 将填充的反应管往固体测定模块中的内环推，直到听到咔嚓声（图 100）。
8. 拧紧六角螺丝。

**注意：**反应管到位后才能拧紧螺丝。

9. 关闭燃烧炉进样口。

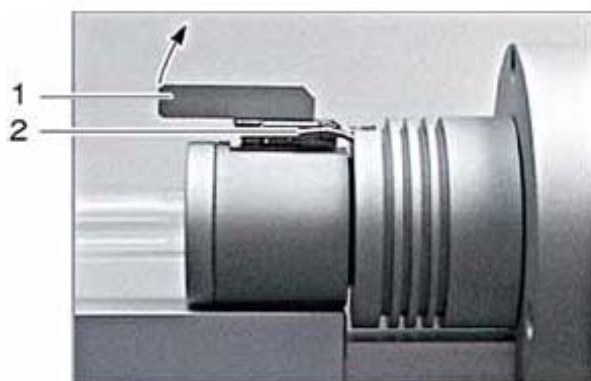


图 98 燃烧炉进样口的开口处

1 锁定杆	2 夹子
-------	------

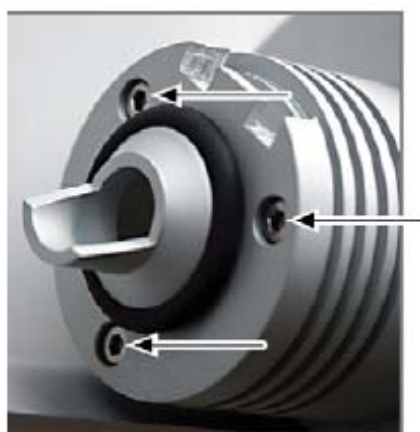


图 99 紧固反应管的六角螺丝



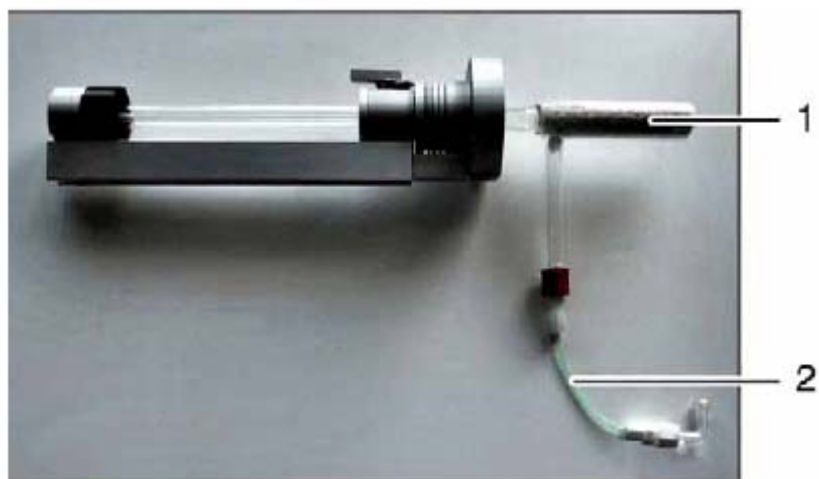


图 100 插入反应管

1 反应管	2 气体传输管
-------	---------

#### D.4.2 安装固体测定模块前测试仪的准备



**警告**  
**燃烧炉温度可能很高。在移动反应管前确保燃烧炉是冷的。为了避免气体泄漏检查时发生着火事故，在 OmniToc 软件中将燃烧炉的温度设置在 20 ，在关闭仪器前先关闭 OmniToc。**

给 IL530 TOC-TN 和 IL550 TOC-TN 测试仪安装固体测试模块前的准备：

1. 在 Options(选项)窗口选择 Configuration>Options(配置>选项)的 Instrument Components (仪器组件)选项卡。
2. 在 Furnace (燃烧炉)部分的 Furnace Temperature (燃烧炉温度)栏输入 20 。
3. 点击 OK (确定)。
4. 关闭 OmniToc。关闭固体测定模块，断开电源。



**警告**  
**燃烧炉的冷却可能需要几个小时。**



#### 5. 去除用于垂直操作反应管

- 在 IL530 TOC-TN 中妥善保管好螺母，压力环，三个密封环，进样口和进样口固定器，直到需要再次使用它们时（重新安装反应管）。
  - 在 IL550 TOC-TN 测试仪上重装无进样垫的进样口（TC 进样口），拧紧紧固螺丝。将螺母牢固的拧在进样口上。
6. 去除燃烧炉水平开口的绝缘插头，将其放置在燃烧炉垂直开口。（图 101，项目 2）。
  7. 从阀上将载气针的接头拧下（图 102，项目 2），将其妥善保管直到再次安装固体测定模块时。



图 101 反应管垂直移除

1 无进样垫的进样口 (TC 进样口)	3 载气接头
2 绝缘插头	

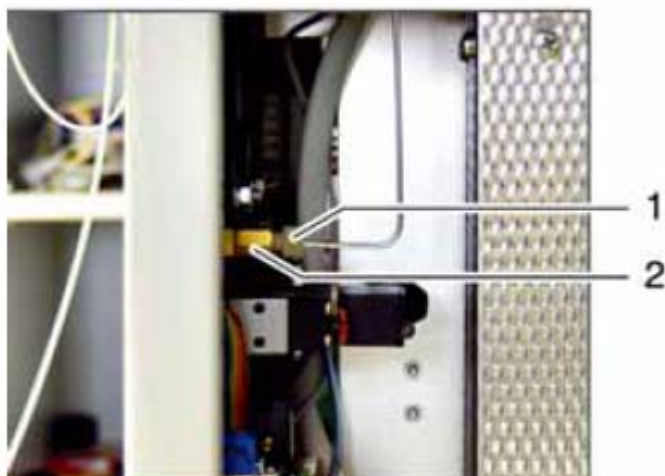


图 102 拧开载气针接头

1 载气针接头	2 阀
---------	-----

#### D.4.3 安装双炉固体测定模块

安装前, 测试仪上应已安装了用于水平和垂直操作的联合燃烧炉。确保已经去除垂直反应管, 燃烧炉进样口固定器已经安装在测试仪的框架上。

1. 关闭测试仪的主开关, 拔出电源线, 关闭气源。
2. 移开顶罩放置在旁边。打开左侧面板, 插上保护性导体终端。
3. 将连接插头与双炉固体测定模块连接。
4. 将固体测定模块插入燃烧炉横向开口的转接器。
5. 拧紧固定固体测定模块的三个六角螺丝。(图 103 中 1)
6. 轻轻将螺旋冷凝器往下推。
7. 固定燃烧管出口的气体传输管(图 103), 用叉钳固定球窝连接, 手紧凸边螺丝。

8. 将管道 (30) 与阀的接头连接 (图 104)。
9. 放回顶罩, 将保护性导体终端插入左侧面板并将面板合上。  
将管道 (30) 另一端连接到固体测定模块的接头 (图 104)。



图 103 安装固体测定模块

1 固体测定模块的三个螺丝 (图中看不见进样口后部的螺丝)	2 连接螺旋冷凝器的接头的螺丝
-------------------------------	-----------------

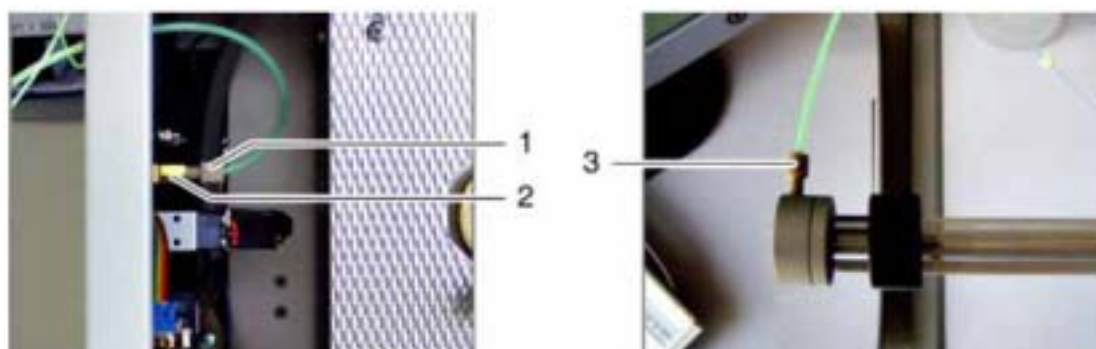


图 104 阀的导管 (30) 和固体测定模块接头

1 阀接头的导管 (30)	3 固体测定模块接头的导管 (30)
2 阀	

#### D.4.4 移除固体测定模块



**警告**  
**燃烧炉温度可能很高。在移动反应管前确保燃烧炉是冷的。为了避免气体泄漏检查时发生着火事故,在 OmniToc 软件中将燃烧炉的温度设置在 20 ,在关闭仪器前先关闭 OmniToc。**

移除双炉固体测定模块, 安装用于水平操作的反应管:

1. 在 **Options** (选项) 窗口选择 **Configuration>Options** (配置>选项) 的 **Instrument Componets** (仪器组件) 选项卡。
  2. 在 **Furnace** (燃烧炉) 部分的 **Furnace temperature** (燃烧炉温度) 栏输入 20 。
  3. 点击 **OK** (确定)。
  4. 关闭 OmniToc。
  5. 关闭测试仪的主开关, 拔出电源线, 关闭气源。
- 特别注意:** 燃烧炉的冷却可能需要几个小时。
6. 移开顶罩, 打开左侧面板, 拔出保护性导体终端, 把侧面板放在安全的地方。
  7. 拔出双炉固体测定模块的连接插头。
  8. 从固体测定模块和阀上拆除导管 (30), 将其妥善保管直到下次重新安装集成型固体测定模块时。
  9. 松开叉钳上的凸边螺丝, 移除叉钳, 分离球窝接头。
  10. 向上轻轻推螺旋冷凝器。
  11. 将气体传输管从反应管出口松开, 将其妥善保管直到重新安装双炉固体测定模块时。
  12. 松开固定双炉固体测定模块的三个六角螺丝, 不要完全取下螺丝。
  13. 通过燃烧炉侧面的开口取出双炉固体测定模块。
  14. 从燃烧炉垂直开口取下绝缘插头, 安装在水平开口上。
  15. 重新安装用于水平操作的燃烧管。见 3.4 中关于垂直燃烧管安装的部分。如果燃烧管已填充, 则按照烘烤程序进行操作。
  16. 安装阀的载气针接头。
  17. 放回顶罩, 将保护性导体终端查到左侧面板, 将侧面板合上。

**注意:** 安装完垂直反应管后, 必须对测试仪进行测试以保证系统没有漏气(见 6.11, 对 IL550 TOC-TN 只能目测检查)。安装完垂直反应管后, 必须对自动进样器进行调整。

## D.5 操作

### D.5.1 测量前的准备

**特别注意:** 双炉固体测定模块必须使用氧气 (4.5 ~99.995 %) 作为载气。

1. 打开测试仪前, 先检查双炉固体测定模块是否安装紧固连接正确 (见 D.4)。
2. 启动 IL530 TOC-TN 或 IL550 TOC-TN 测试仪。(见 4.1 部分)
3. 设置 IL530 TOC-TN 或 IL550 TOC-TN 测试仪的载气流量 (见 6.4.2 部分):
  - IL530 TOC-TN : 400mL/min。
  - IL550 TOC-TN : 自动设置载气流量。
4. 检查系统确保没有漏气:
  - IL530 TOC-TN : 目测。
  - IL550 TOC-TN : 见手册中相关部分 (见6.11)
5. 加热燃烧炉。在菜单 **Configuration>Options** (配置>选项) 中, 选择 **Instrument Components** (仪器组件) 选项卡, 在 **Furnace** (燃烧炉) 部分设定燃烧炉温度 (如 900 ), 确定已选择 **Internal furnace** (内部燃烧炉) 栏。

## D.5.2 进行分析

### D.5.2.1 准备燃烧舟和样品

燃烧舟可能被污染。在分析标样或样品之前，在燃烧炉中 900 °C 下“烘烤”燃烧舟 10 分钟。

1. 进行空白测试。在烘烤后不要用未防护的手触摸燃烧舟。使用干净的培养皿保存燃烧舟，使用干净的镊子移动燃烧舟。
2. 称量放在燃烧舟内的样品。

**注意：**在测量序列部分输入固体样品的质量，测定的浓度以重量 (mg/g) 表示。

**注意：**双炉固体测定模块只能手动进样。

做好分析前的准备，按下列指示开始测量：

1. 在菜单 **Method>New** (方法>新建) 中新建一个固体测量方法 (5.7.1)，或打开菜单 **Method>Load** (方法>选项)，在数据窗口中选择已有的固体测量方法，点击 **OK** (确定) 确认。
2. 在 **System State** 系统状态窗口中，确保气流显示为“external”(见 5.4.3 部分)。如果不是，选择 **Configuration>Options** (配置>选项) 中 **Analyzer Componets** (测试仪组件) 选项卡 (见 5.13.1) 的 **External Furnace** (外部燃烧炉)。
3. 如果必要，选择菜单 **Configuration>Options>UserNotes** (配置>选项>用户注释)，输入样品信息 (见 User Notes)。
4. 选择菜单 **Measurement>Start Measurement** (测量>开始测量)。
5. 在 **Start Measurement (开始测量)** 窗口的 **Measurement (测量)** 部分的分析表中输入样品 ID 和名称 (可选)。  
**注意：**对已有的分析表可以使用 **CHANGE (更改)** 键进行输入。
6. 在样品部分，电机 **EDIT** (编辑) 来设定待测固体样品的类型。
7. 如果必要，用 **COMMENTS** (注释) 键输入测试的相关信息。
8. 在 **Start Measurement (开始测量)** 窗口点击 **START (开始)** 打开 **Measurement (测量)** 窗口。
9. 在 **Measurement (测量)** 窗口，点击 **START F2 (开始 F2)** 键。
10. 在 **Sample (样品)** 窗口输入样品量，点击 **OK (确定)** 退出。
11. 在信息窗口的对话框出现之后，将装有样品的燃烧舟放入燃烧炉进样口：
  - a. 打开燃烧炉进样口 (图 105)。
  - b. 把燃烧舟放在燃烧炉进样口 (图 105 中的箭头)。
  - c. 关闭燃烧炉进样口。
12. 点击 **OK (确定)** 退出信息窗口。
13. 当信息窗口出现对话框，将样品推进燃烧炉。

**注意：**如果测量方法中有平行测定，测量步骤从第 10 步重复开始。

测量结果可以用图或表显示。当测量结束时，**Evaluation Analysis Report** (评价分析报告) 窗口会打开。参考 IL550/IL530 用户手册的第 5 章获取仪器操作的信息。



图 105 燃烧炉进样口打开状态的固体测定模块（箭头指的是燃烧舟）

### D.5.3 调整双炉固体测定模块

固体测定模块也可以经调整适应尺寸更长的燃烧舟。改变固体测定模块的长度：

1. 移开固体测定模块（D.4.4）。
2. 松开左侧罩的两个螺丝，取出固体测定模块的左侧罩。
3. 松开凸边螺丝（见图 106 中的箭头）。
4. 按下面步骤插入调节垫：
  - 对于大的燃烧舟，加长固体测定模块（图107）。
  - 对于小的燃烧舟，缩短固体测定模块（图108）。
5. 放回固体测定模块左侧罩，拧紧两个螺丝。
6. 拧紧凸边螺丝（图 106）。
7. 安装固体测定模块（D.4.3）

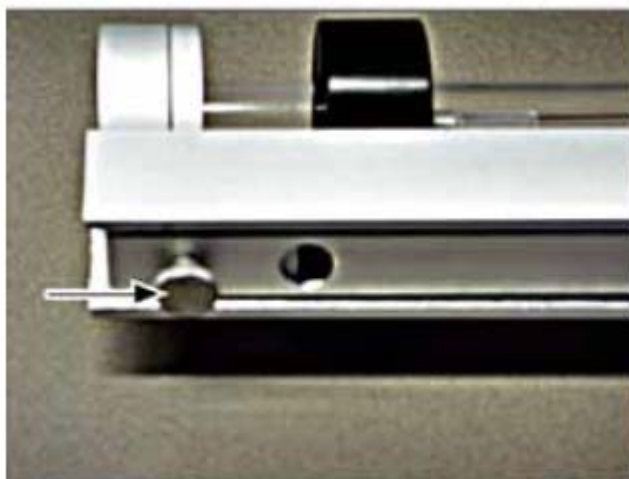


图 106 固体测定模块 - 使用凸边螺丝改变长度（如箭头所示）

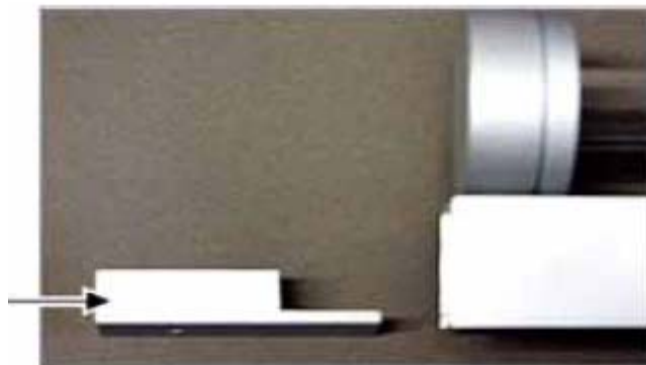


图 107 加长固体测定模块的调节垫位置



图 108 缩短固体测定模块的调节垫位置

## D.6 维护

### D.6.1 维护间隔

组件	维护行为	维护间隔
燃烧管	检查裂缝和损坏	3 个月
	检查，必要时更换催化剂	必要时或 OmniToc 显示相关信息时
	检查反应管	必要时或 OmniToc 显示相关信息时
燃烧炉进样口	检查漏气	三个月
	更换进样口的密封圈	必要时

取出反应管，检查催化剂，清洁反应管（D.4.4 部分）。必要时更换催化剂。

### D.6.2 耗材和备用组件

描述	Cat. No.
反应管，水平	LZV-402-890.104
石英玻璃燃烧舟（40×9），10 套	LZV-402-890.005
石英砂（10g）	LZV-402-890.067





## 附录 E 高温模块 HSC1300

### E.1 规格

本产品规格可不经事先通知而更改。

性能规格	
消解	氧化性燃烧
消解温度	900~1300 (1652~2372 ), 取决于应用的类型 ( 温度低一些也有可能 )
样品量	最大 3000mg
进样方法	样品称量后置于陶瓷舟
气源	氧气 ( 最少 99.5% ) , 进口压力 2~4bar
气体消耗	
总量	180L/h
测定用气体流量	2.5L/min
温度控制	内部温度控制器/外部电脑
操作准备 ( 燃烧炉预热时间 )	
至 1200 ( 2192 )	15~20min
至 1300 ( 2372 )	30~35min
物理和环境特性	
长	450mm
高	500mm
宽	550mm
重	22kg
环境状况 ( 操作 )	10-35 ( 50-95 ) , 30 ( 86 ) 时最高湿度 90% ,
环境状况 ( 储存 )	5-55 ( 41-131 ) , 最高湿度 90% ( 使用干燥剂 )
大气压强	0.7~1.06 bar
附加技术数据	
电源要求 ( 两种规范 , 非使用者可调 )	115V, 50/60 Hz 或 230V, 50/60 Hz
安装类别	II
污染级别	II
典型平均能量消耗	1000VA
端口	RS232 ( 温度控制 )
干扰抑制 ( 电磁适应性 )	干扰抑制能力符合 EN 550022 级别 A , BMPT Fag. 243/1991

## E.2 安全信息

在拆箱、安装、操作该设备之前请务必认真阅读整篇手册。尤其注意所有标有“危险”和“警告”的说明。否则可能会导致对操作人员的严重伤害和对仪器的严重损伤。

HSC1300 固体测定模块只能用于此文件中所叙述的功能，样品的形态是固态、粉状、糊状或液态的。如将仪器用作其它用途，用户对造成的损失和损害担负所有责任。

### E.2.1 危险信息的使用

#### **危险**

**表示潜在的或者紧急的危险状态，如不可避免将造成死亡或重伤。**

#### **警告**

**表示潜在的危險状态，可能造成轻微的或中等的伤害。**

**特别注意：**需要特殊注意的信息。





**注意：**补充正文的信息。

### E.2.2 预防标签

#### **危险**

**为了确保用户的安全，必须符合下面的安全要求。**

仔细阅读设备上粘贴的所有标签。若不注意可能造成个人伤害或设备损害。设备上标识的任何一个符号都会包含在此使用手册中的“危险”或“警告”声明中。

	如果设备上有此标志，请参考使用手册中相应的操作和/或安全信息
	有此标志的电力设备于 2005 年 8 月 12 日之后不能于欧洲公众垃圾系统抛弃。按照欧洲地方和国家的规定 (EU Directive 2002/96/EC)，现在欧洲电力设备使用者必须将旧的或者废弃的设备归还给生产者处理且无需交纳任何费用。 <b>注意：</b> 为了再生利用，请联系设备生产者或者供应商获取如何归还废弃设备、电子配件和所有附件的信息以正确处置。
	若产品的外围或外屏障处有此标志表明存在电击和/或电死的可能。
	若产品外围或屏障处有此标志表明存在有害或刺激性的物质。



若产品有此标志，表明被标记处可能很烫不能在无保护的情况下触摸

### E.2.3 安全信息概述

#### 危险

为了确保用户的安全，必须符合下面的安全要求。

- 固体测定模块的操作人员必须检查确保固体测定模块和它的安全装置工作状态良好。尤其在固体测定模块经过改造、扩充或维修之后，这点尤其重要。

#### 危险

为了确保用户的安全，必须符合下面的安全要求。

- 只有在所有的安全装置（如包层、侧壁）都存在，安装正确并工作良好的状态下，才能对固体测定模块进行操作。
- 必须对保护和安全装置进行定期的检查以确保它们在良好的工作状态下。出现任何问题必须马上进行纠正。
- 不能去除、改造、或在使用固体测定模块时关闭任何安全保护装置。
- 在使用过程中仪器前方的主开关必须方便进行操作。
- HSCI300 固体测定模块的通风系统必须保持在良好的工作状态下。通风系统的隔栏、细缝等若被堵塞可能会造成仪器故障，并对其造成损害。
- 在没有反应管时不能使用燃烧炉。
- 燃烧炉的操作温度最高在1300（2372）。当固体测定模块使用或刚关闭时，不能接触炙热的表面（燃烧炉、反应管、气体端口、燃烧舟）。
- 在固体测定模块第一次使用前，或在运输后再次使用时，检查石英棉是否已从干燥管中去除。（图109）

#### E.2.3.1 防火

##### 危险

不要在模块附近储存易燃材料。

不能在危险的环境下使用固体测定模块。在固体测定模块使用的环境中禁止有明火。

操作人员必须熟悉模块使用地点灭火装置所在的位置。

#### E.2.3.2 电子系统的安全

##### 危险

为了确保用户的安全，必须符合下面的安全要求。

- 只能使用制造厂商提供的固体测定模块的电子组件。
- 在进行系统组件和固体测定模块之间的电路连接或分离时，必须关闭开关。
- 所有固体测定模块内的工作只能由技术支持来进行。
- 如果一个电子组件出现故障，必须马上关闭固体测定模块的主开关（在仪器的前方）并拔出电源插头。不要试图进行维修。联系技术支持。

#### E.2.3.3 压缩气体的安全

## 危险

为了确保用户的安全，必须符合下面的安全要求。

- 载气（氧气）来源于压缩气瓶或者当地的压缩气体系统。注意保证载气达到所需的纯度要求（氧气浓度至少99.5%）
- 只有合格的人员才能操作压缩气瓶或系统。
- 在使用压缩气瓶和压缩系统的地方必须完全遵照当地的安全条例和指南。
- 配气时只能使用压力管和减压阀。
- 供气管道、螺丝连接处和减压阀不能粘有油脂。
- 必须对所有管道和螺丝连接处进行定期检查是否漏气和目测是否有外部损害。
- 泄漏和损害出现必须马上进行维修。
- 在检测、维护和维修前必须关闭阀门，固体测定模块需除气。

## E.3 概述

HSC1300 固体测定模块只能用于本文件中所述的功能，样品的形态是固态、粉状、糊状或液态的。如将仪器用作其它用途，用户对造成的损失和损害担负所有责任。

固体测定模块尤其不能用于可爆炸物质的固体或物质的燃烧。固体测定模块不能用于浓酸的燃烧。

仪器只能使用氧气作为载气。

### E.3.1 产品总览

HSC1300 固体测定模块和分析系统仪器用于测定样品中的总碳（TC）含量。HSC1300 是一个用电阻加热的水平燃烧炉。样品经过氧化反应，生成二氧化碳的量被测定。氧气是氧化剂和系统的载气。可以选择分解的温度，最高温度是 1300（2372）。样品通过气体端口进入陶瓷燃烧管，产生的测定用气体通过整合的泵送入 TOC 测试仪。在那里，NDIR 检测器进行定量分析。部分气源（氧气）通过气体端口和测量用气体一起进入测试仪。气流通过泵有效吸入。

分析开始前需等待约 15 分钟，氧气的流量（也就是气体的总流速）通过针阀设置在 2.0L/min 以达到仪器的要求。

如果 HSC1300 与 IL550 TOC-TN 或 IL530 TOC-TN 测试仪连接，吸气速率无法用电脑控制。在这种情况下，应定时检查吸气的速率。如果必要，可以使用针阀来调节。

在对气体速率进行调节前，如果测试仪前面的干燥器中的用于干燥待测气体的干燥剂已被污染或吸收了过多的水分，有必要对其进行更换。

风扇会带走高温模块内部的热量。燃烧炉的冷却是自动进行的。

HSC1300 是一个高温的燃烧炉，燃烧管内部温度可以达到 1300（2372）。直接靠近燃烧管的任何部位温度都可能非常高。

### E.3.2 前视图和侧视图

HSC1300 固体测定模块是一种小型的台式仪器。主要部件永久整合到其中。固体测定模块的有效操作还需要一些附件（燃烧舟、加载装置），在燃烧前必须将其准备好。

固体测定模块的控制和测试数据的评价由连接的测试仪的 OmniToc 软件进行。

HSC1300 由以下的主要部分构成：

- 用于进样的组件；
- 气动/管道系统；
- 燃烧系统；
- 干燥和清洁测定用气体的组件；
- 检测器；
- 显示和操作组件，连接装置；
- 电子单元。



图 109 HSC1300 固体测定模块前视图

1 主开关	5 显示元件
2 干燥器	6 卤素捕集器
3 氧气转子流量计	7 气体端口
4 吸入气体转子流量计	8 带玻璃陶瓷表面的桌子

### E.3.3 进样组件

样品放在陶瓷燃烧舟中手动进入 HSC1300 固体测定模块。固态、粉状、糊状或液态的样品的最大重量可以达到 3000mg。

载气和燃烧气体通过气体端口（图 109，项目 7）进入反应管内部。

### E.3.4 流量调节组件

用来调节气流的转子流量计位于仪器前面（见图 110）。

整合的泵和气动单元控制用于燃烧的吸入气体和通到测试仪的测定用气体的吸入泵。如果实际温度和目标温度相差 50 以上，泵会自动关闭。

如果 HSC1300 固体测定模块与 IL550 TOC-TN 或 IL530 TOC-TN 测试仪连接，没有电子装置监控吸入气体流量。必须定期检查测试仪的吸入气流。

在仪器出厂之前，吸入气流已被设定：

- IL550 TOC-TN - 1.7L/min (在转子流量计上显示)
- IL530 TOC-TN - 1.7L/min (在转子流量计上显示)

如有需要，可以使用“Analyt”转子流量计的阀（图 110，项目 2）调节吸入气流。

氧气流量必须在分析开始前 15 分钟用“Oxygen”转子流量计调至 2L/min。



图 110 转子流量计

1 调节氧气流量的阀门	3 氧气转子流量计
2 调节吸入气体流量的阀门	4 吸入气体转子流量计

### E.3.5 燃烧系统

**特别注意：**燃烧系统安装在仪器的内部，用户和操作人员无法接触。

燃烧炉是用电阻加热的水平炉，消解温度最高达 1300 。

反应管是陶瓷的，作为反应容器，在电子加热系统（温度控制器）的控制下达到设定温度。温度控制器监控燃烧炉中的温度上升，在到达设定温度时停止加热，并对加热棒的老化进行部分补偿。

反应管连接到相应的气体入口和出口管道。

气体端口安装在反应管前开口的前部。灰尘捕集器安装在反应管的另一端（见 E.3.6.1）。

风扇冷却仪器内部使温度不再上升。燃烧炉的冷却是自动的。

### E.3.6 气体干燥和清洁组件

#### E.3.6.1 灰尘捕集

灰尘捕集装置安装在固体测定模块的后部面板。灰尘捕集可减少反应管出口的测定用气体中

的大的燃烧颗粒，尤其是金属样品生成的金属氧化物。



图 111 灰尘捕集（去除保护罩）

### E.3.6.2 干燥管

干燥管（图 112）位于仪器的前方。它由一个装有专用干燥剂的玻璃管构成。通过预先过滤的测定用气体导入填充的玻璃管。干燥管在吸收水气的同时还能捕集颗粒物，所以水和灰尘都不会进入测试仪的检测系统。



图 112 干燥管

### E.3.6.3 卤素捕集器

卤素捕集（U 型管）整合在 HSC1300 固体测定模块干燥管的下游，尽可能减少测量气体中的干扰组分，保护测试仪的检测器。它位于仪器前面的面板（图 114）。U 型管中填装有专用的铜绒。当一半以上的铜绒变黑，就需要进行更换，否则保证将不会包括气雾对仪器的损害。



图 113 卤素捕集器



图 114 显示

1 检定器警报显示	2 加热显示
-----------	--------

E.3.7  显示和操作元件连接

E.3.7.1 显示元件

转子流量计上的灯指示固体测定模块的状态和波动程度（见图 115）。

E.3.7.2  主要的开关和端口

固体测定模块的主开关在仪器的前部，转子流量计下方（见图 115）。





图 115 主电源开关（箭头所示）

电源插槽在仪器的后面板（见图 116）

连接数据线到测试仪（温度控制端口）的端口在后面板的左侧（从仪器前方看时）。

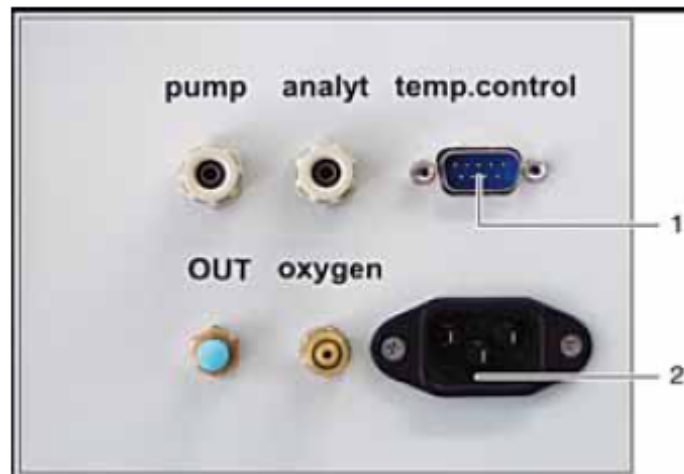


图 116 控制连接端口（后面板）

1 测试仪端口	2 电源插槽
---------	--------

### E.3.7.3 气液连接

“oxygen”、“out”、“pump”和“analyt”接口都位于仪器后面板的左下方（从仪器前面看时，图 117），其意义如下：

- Oxygen - 氧气入口（通过此入口载气流进入燃烧炉和气体端口）；
- Out - 测定用气体的出口（可以在此出口连接一个管道将气体引到抽气机或外部大气）；
- Analyt - 测定用气体连接至测试仪的“analyt”接口；
- Pump - 连接到测试仪的泵的接口（对于测定用气体）。

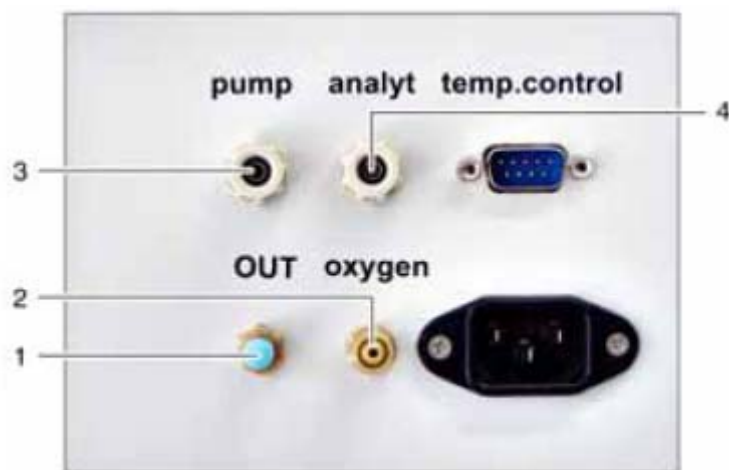


图 117 气液连接（后面板）

1 测定用气体出口（OUT）	3 连接到测试仪的“ pump ”接口
2 载气（氧气）入口接口	4 连接到测试仪的“ analyt ”接口

### E.3.8 附件

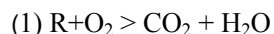
固体测定模块同分析系统的结合需要各种连接线和管道（见 E.5.1.1）

### E.4 操作原理

分析样品放在陶瓷燃烧舟中通过加载设备进入 HSC1300 固体测定模块反应管的高温区。样品在反应管中燃烧完全，生成的测定用气体  $\text{CO}_2$  由整合的泵从反应管中抽出进入连接的测试仪中。

测定用气体离开反应管后，通过灰尘捕集和颗粒过滤器去除灰尘和土。额外的清洁和干燥以及腐蚀性气体的取出都在卤素捕集中进行，然后测定用气体进入测试仪的检测器。

样品和载气在反应管中经过高温分解和氧化（反应式（1） - （2））。



其中，R 是含碳物质

HSC1300 固体测定模块是一个开放的系统，因此要排出所有生成的气体。整合的泵保证通过检测器的气流的稳定。

#### E.4.1 测量方法

HSC1300 固体测定模块可以用来测量以下参数：

- TC - 总碳
- TOC - 总有机碳

#### E.4.1.1 TC 分析

HSC1300 固体测定模块最多可以分解 3000mg 的样品，取决于样品的浓度、燃烧特征、化合物的腐蚀性和燃烧舟的尺寸。

样品的状态可以是碎片、粉状、糊状或液体态。生产厂商建议，有机碳浓度高的大量样品应用石英砂覆盖。

泵使测定用气体通过装有专用干燥剂的玻璃管。干燥管还可以截留颗粒物，所以水和灰尘都不会进入管道和检测器系统。卤素捕集器在测定用气体进入分析检测器前去除其中干扰性和有害的组分（不能捕集 HF）。

#### E.4.1.2 TOC 分析

##### 直接方法测定 TOC

通过直接方法确定 TOC 浓度时，向燃烧舟中的样品加入 10% 的盐酸以去除无机碳。盐酸逐滴滴入样品，直到观察不到有反应发生（气体生成）为止。需要的盐酸量取决于样品的数量和样品组。

为了确保反应完成，再加入 2 滴 10% 的盐酸。反应产生的大部分二氧化碳立即排入大气，剩余的二氧化碳通过将样品置于通风橱中的单独的专用干燥炉中排出。

装有样品的燃烧舟和剩下的酸在干燥炉中 115（221）放置至少 3 小时，去除过量的盐酸和水蒸气。

然后样品就可以在燃烧炉中使用通常的方法分析有机碳的含量。样品中剩余的氯化物在卤素捕集器中去除。

#### E.4.1.3 测量评价

使用连接到测定用气体的碳测试仪进行测量评价。

评价结果取决于测试仪和它的评价单元。

### E.5 安装

#### 危险

只有合格的人员才能进行本章所述的工作。



危险

于气体端口连接的燃烧管等组件在仪器工作时能达到很高的温度，是禁止触摸的。在操作和冷却过程中灰尘捕集器的温度升高。燃烧管入口的 Ceran 区的温度可能会因燃烧舟的放置而升高。



警告

燃烧舟在移出后温度可能还非常高。

### **警告**

**在冷却阶段绝对不能拨开电源 ;无电源供应会导致仪器的自动冷却过程停止 ,造成 HSC1300 长时间保持在高温的状态。**

## **E.5.1 仪器包装拆除**

### **警告**

**HSC1300 固体测定模块的移动需要两个人。**

**注意 :HSC1300 的安装必须由生产厂商来进行。对 HSC1300 的任何非授权行为可能会危害用户安全 ,造成仪器安全功能的损害 ,不能获得保证中的完全担保。**

1. 将 HSC1300 和附件从运输包装中取出。
2. 将 HSC1300 放在平面 ,确保它没有在阳光的直射下。
3. 在仪器下不要放置松软的物体 ,否则会影响仪器的稳定性。
4. 检查各个物件是否在运输过程中造成损害。
5. 检查在标准附件清单里的所有物件都包括。如果有物件缺失或者损害 ,联系生产厂商或销售代表。
6. 在返回仪器前请先联系技术支持。

### **E.5.1.1 运送清单**

- HSC1300 高温模块
- 用于高温燃烧炉的陶瓷管
- 工作台
- 玻璃陶瓷板
- 灰尘捕集器
- 防触摸装置 ,包括两个凸边螺丝
- 燃烧舟加载装置
- 10套燃烧舟
- 连接HSC1300和测试仪的电线
- 仪器用冷电缆
- “ Analyt ” 连接管 ( 6 × 1mm ) ,1m
- “ Pump ” 连接管 ( 6 × 1mm ) ,1m
- “ Oxygen ” 连接管 ( 6 × 1mm ) ,1m
- 包装清单

### **E.5.1.2 操作环境**

为使仪器有一个良好的工作状态和增长仪器寿命 ,需要遵循以下的条件 :

- 环境温度必须在10 - 35 ( 50 - 95 ) 之间。
- 30 ( 86 ) 时相对湿度低于90%。
- 上部和所有侧面留出至少15cm ( 6英寸 ) 的空间用于空气流通 ,避免电子组件过热。

**特别注意 :保留好运输包装。如果测试仪需要返回进行维修服务 ,必须使用原始的包装进行运输。**

## E.5.2. 电源供应

按仪器铭牌上的额定电压将仪器连接到合适的接地插座上。仪器已经在工厂已经设置好，使用电压是 115V 或 230V，50/60Hz。

## E.5.3 运输

### E.5.3.1 运输准备

#### **警告**

**在移动反应管和灰尘捕集器前确保固体测定模块是冷的。**

**注意：**不适当的包装材料会对固体测定模块的单个组件造成损害。固体测定模块的运输只能在原始包装中进行。注意固体测定模块的内部应该是空的，所有运输安全保障到位。

**注意：**在运输固体测定模块前，用石英棉塞满干燥器中干燥剂上方的空间。

固体测定模块的运输准备：

1. 将固体测定模块主开关关闭，关闭进气，冷却仪器。
2. 断开固体测定模块后部所有的管道和电线。
3. 松开工作台和玻璃陶瓷板之间的夹子。
4. 小心旋松红色 GL45 干燥器，从夹子中取下玻璃管。
5. 用石英棉填塞干燥剂上部空间。
6. 拧紧玻璃管底部的盖子，将玻璃管按入夹子，确保玻璃管没有扭曲。
7. 拧紧干燥管顶部的盖子。将干燥管放置在一侧作为附件独立包装。
8. 拧开固定卤素捕集器塑料管的两个浅褐色螺母，小心从仪器卸下卤素捕集器。将卤素捕集器放置在一侧作为附件独立包装。
9. 卸下固定灰尘捕集器防护装置的两个凸边螺丝，将测定用气体管从管道固定装置取出，卸下防护装置。
10. 从灰尘捕集器卸下氧气管的螺帽（图 126 中 3），断开管道和灰尘捕集器（图 126 中 2）的连接。
11. 卸下灰尘捕集器角板的十字螺丝，将反应管和灰尘捕集器仪器卸下。
12. 卸下反应管：将它和灰尘捕集器仪器垂直置于一平面。
13. 松开（不要卸下）灰尘捕集器的三个六角螺丝，小心的转动反应管把它从灰尘捕集器中拔出。
14. 将十字螺丝和凸边螺丝拧回固体测定模块的有螺纹的洞中。
15. 小心包装附件（尤其是反应管）放置破碎。
16. 重新拧紧灰尘捕集器的三个六角螺丝。
17. 用保护袋包住氧气管的开口端，用胶带紧紧粘上。（见图 119）



图 118 仪器运输时保护管路末端

### E.5.3.2 运输信息

运输固体测定模块时要尤其小心，避免震动，摇摆等对仪器的损害。固体测定模块在运输过程中所处的环境温度不能波动很大，否则会造成冷凝水的积累。

### E.5.3.3 实验室内固体测定模块的移动

**特别注意：**小心不要掉落固体测定模块，这可能会造成对仪器的损害。在实验室内移动固体测定模块时要尤其小心。需要两个人来抬起移动固体测定模块。

- 要紧固所有的组件以防止仪器损害。在移动固体测定模块时卸下所有松懈的组件。
- 从固体测定模块断开所有的管道和测试仪。
- 为了避免对健康造成危害的风险，在实验室抬起和移动固体测定模块时注意遵循下面的要求：
  - 出于安全考虑，需要两个人来移动固体测定模块（两侧各有一人）。

### E.5.4 储存

**特别注意：**环境因素和水气的凝结可能对固体测定模块的单个组件造成损害。固体测定模块必须放置在装有空调的区域。空气中不能有灰尘和腐蚀性气体。

如果交货后没有马上安装固体测定模块或很长时间不使用，固体测定模块应该储存在原始的包装中。包装中或仪器中应该放置合适的干燥剂防止湿气的影响。参考关于储存条件的规范。

### E.5.5 运输或储存后的重启

#### E.5.5.1 运输或储存后的设置

**特别注意：**没有反应管时不要操作固体测定模块。为了防止对反应管的损害，在安装反应管

时 HSC1300 必须是处于温度低的状态。

### **危险**

**爆炸危险。** 只能用玻璃棉填充反应管的末端。不能使用棉花。反应管中的石英棉能阻挡细小的颗粒物和爆炸性燃烧过程中产生的铁锈，保证它们在被抽出燃烧炉之前进行完全燃烧。

**注意：**燃烧管必须是完全清洁的。

**注意：**不要将石英棉推到反应管中部，在温度到达 1100 石英棉会成为块状。

**注意：**再次使用固体测定模块前，先去除塞在干燥器中的石英玻璃棉。

装配固体测定模块的组件：

1. 小心从运输包装中取出仪器主机和附件。不要损坏运输包装。
2. 将固体测定模块放置在指定位置上。
3. 去除所有的胶带和保护袋。
4. 在反应管出口（距边缘大约 2cm 处）塞入石英玻璃棉（大约 2.5cm）。
5. 松开灰尘捕集器的三个六角螺丝。
6. 安装反应管时将灰尘捕集器的盖子放置在水平面将其直立，将反应管安装在灰尘捕集器上。
7. 卸下固体测定模块外壳上的凸边螺丝和十字螺丝。
8. 将燃烧管推入燃烧炉，将灰尘捕集器装在固体测定模块外壳上。
9. 将氧气管与灰尘捕集器连接。
10. 将氧气管道固定装置按进防触摸装置，用两个凸边螺丝将防触摸装置紧固。
11. 小心旋松红色 GL45 干燥器，从夹子取下玻璃管，取出石英玻璃棉。
12. 拧紧玻璃管底部的盖子，将玻璃管按入夹子，确保玻璃管没有扭曲。
13. 拧紧干燥管顶部的盖子。
14. 安装卤素捕集器：将左边的塑料管装到捕集器装有铜的一侧，右边的塑料管装到捕集器装有黄铜绒的一侧。小心将捕集器插入测试仪前方的夹子上。
15. 将工作台和玻璃陶瓷板按入用夹子卡住。
16. 如需帮助请联系技术支持。

## **E.5.6 固体测定模块的连接**

### **E.5.6.1 连接电源线**

#### **危险**

**固体测定模块必须连接到与仪器铭牌上额定电压一致的合适的接地插座上。**

#### **警告**

**只能使用仪器提供的 1.5m 长电线进行电源连接。不要使用延长线。**

**特别注意：**当再次使用仪器时，水气凝结和温度的变化可能对固体测定模块的单个组件造成损害。在调试仪器后，将 HSC1300 至少放置 1 小时让其适应周围环境。

**特别注意：**电压过高或过低都可能造成对电子系统的损害。在连接电源前，确保仪器前的主开关处在“O”的位置。

1. 将电源线插入固体测定模块背后的插座里（见图 119）。
2. 将电源插头插到与仪器铭牌上额定电压一致的合适的接地插座上。

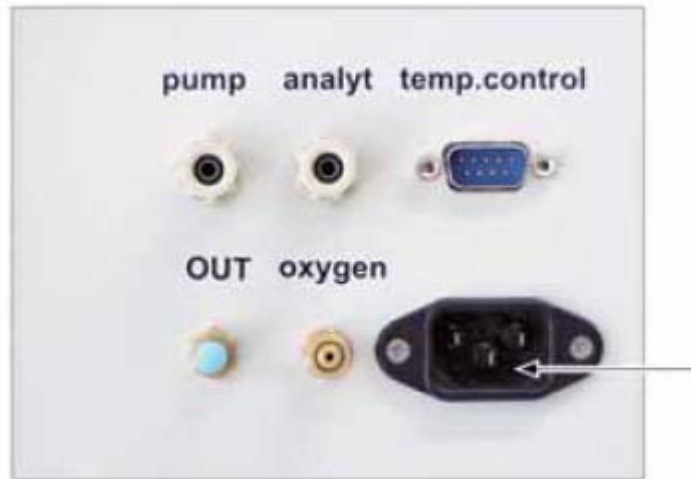


图 119 电源插头（箭头所指示）

#### E.5.6.2 连接进气

**注意：**气体连接装置是由用户提供的。检查减压阀的进气压力在 4~6 个大气压之间。

连接氧气进气：

1. 将氧气进气连接管和进气的减压阀连接，再与仪器后部的氧气端口连接（见图 120）。
2. 设置减压阀的进气压力在 2~4 个大气压之间。

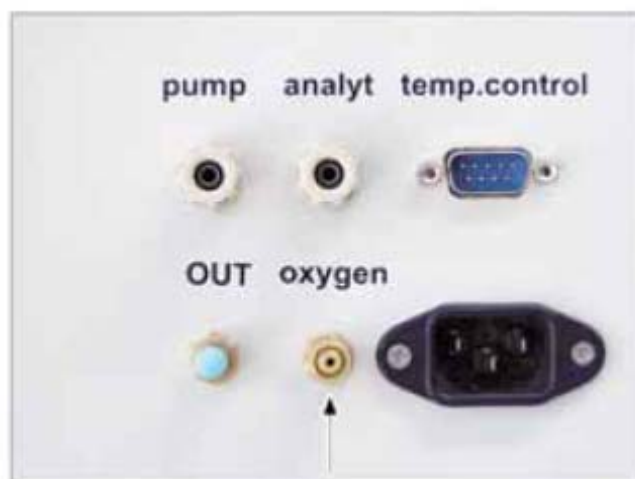


图 120 氧气端口

#### E.5.6.3 连接测试仪



将 HSC1300 和测试仪的开关都关闭，按下面指示将 HSC1300 连接线接到测试仪：

1. 将固体测定模块放置在测试仪的右侧。
2. 卸下测试仪背后 Intern 和 Analyte 的连接管。
3. 用气体连接装置连接固体测定模块和测试仪：
  - a. 将固体测定模块的 Analyte 连接器接到测试仪后部的“Analyte”(图 121 中 1)连接器上。
  - b. 将固体测定模块上的 Pump 连接器接到测试仪后部的“CLD/pump”连接器。
4. 将提供的接口数据线接到测试仪后部(图 121 中 2)的接口 (CLD/HT)。
5. 数据线的另外一端接到固体测定模块的 RS232 端口。

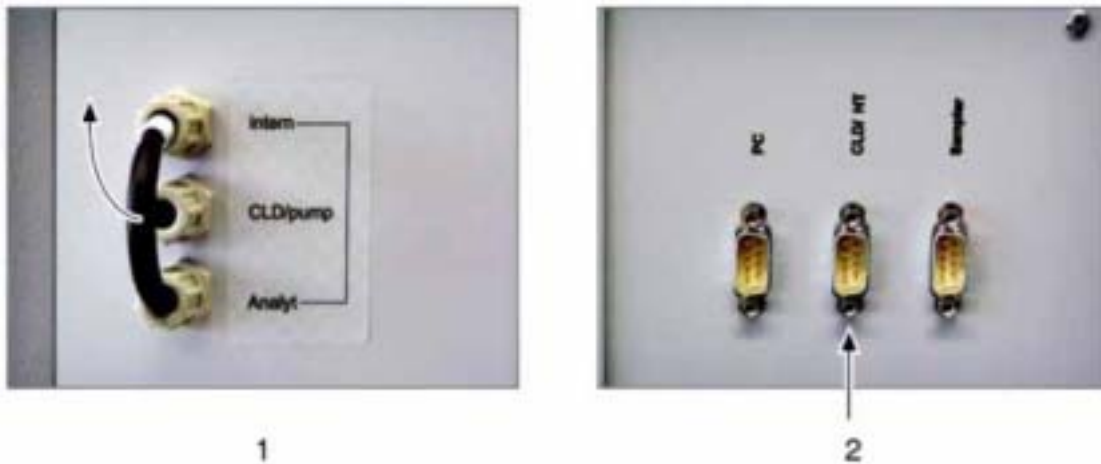


图 121 固体测定模块的连接器

1 气体连接器	2 数据线端口 (CLD/HT 端口)
---------	---------------------

## E.6 启动

### E.6.1 启动固体测定模块

**特别注意：**当卤素捕集器里的铜绒耗尽时，刺激性的燃烧产物会对测试仪的光学和电子组件（检测器，流量感应器）造成损害。只有当卤素捕集器能正常工作时才能移动固体测定模块。当有一半的铜绒变黑或得到错误结果时重新填充卤素捕集器。

**注意：**如果燃烧不完全，反应管和管道系统会被熏黑。确保氧气总是过量的。管道的污染会造成测量结果的错误。

**注意：**避免频繁开关仪器。在关闭仪器后等待 20 秒才能再次开启仪器，否则仪器的电子和机械系统可能会受到损害。

在启动固体测定模块前，检查下列事项：

- 供气装置连接正确，进气压力在2~4个大气压。
- 已连接装有铜和黄铜绒的卤素捕集器，不需要重新填充。
- 已连接装有干燥剂的干燥器，不需要重新填充。
- 固体测定模块的管道连接正确且状态良好。

- 连接至测试仪的数据线和连接管连接正确。
- 燃烧炉内有燃烧管。

如果需要，检查其它的系统组件是否正确连接。

启动固体测定模块：

1. 打开进气的减压阀。
  2. 打开固体测定模块前面板的主开关；
- 注意：风扇的开关是自动的，取决于环境温度。
3. 使用测试仪的控制和评价软件设定目标温度。
  4. 等待燃烧炉升温。
    - 至1200 （从室温，15-20分钟）
    - 至1300 （从室温，30-35分钟）
  5. 如果需要，用转子流量计调节氧气的流量。（见 E.3.6 部分）。

## E.7 测量

### E.7.1 测量概述

测量过程中：

- 每次燃烧，燃烧管中样品的最大质量是3000mg。当控制和评价软件出现相应对话框时才能进样。进样必须在给定的时间间隔内完成。
- 为了避免发生爆炸性燃烧，用石英砂覆盖有机碳浓度高的样品。
- 当使用直接方法确定TOC时，使用10%的盐酸来酸化样品，然后在105 °C下干燥至少3小时进行蒸发。

**注意：**若没进行此操作会对仪器造成损害。



**危险**

**为了避免烧伤的危险，接触灰尘捕集器和燃烧舟前必须先将其冷却足够长时间。在移动燃烧舟时应使用加载装置。**

**警告**

**在冷却阶段不要拔出电源插头；电源断开会造成自动冷却系统停止工作，使HSC1300 长时间保持在高温的状态。**

**特别注意：**在完成必要的测量操作时，只能关闭固体测定模块的主开关。在电扇运转时不要拔出仪器的插头。

**特别注意：**爆炸性的燃烧可能造成细颗粒沉积在反应管和系统的管道系统。对于有机碳浓度高的大量样品应用石英砂覆盖。

**特别注意：**拔出仪器的插头会停止系统自动冷却系统的运转。在完成必要的测量操作时，只能关闭固体测定模块的主开关。在电扇运转时不要拔出仪器的插头。

**注意：**样品的最大初始质量可以达到 3000mg。进入燃烧管的样品量应总是和程序方法设定值保持一致。

**注意：**为了节约氧气，在测量中有较长时间休息时，调节转子流量计减小氧气流量。但在下次测试至少 5 分钟前将氧气流量调至 2L/min。

**注意：**如果泵没有抽出测量时生成的气体，反应管内可能会沉积细颗粒。检查反应管，如有必要进行清洗。

1. 称量样品，放入燃烧舟。
2. 开启测试仪的测量程序（见 5.7 至 5.9 部分）。
3. 使用提供的加载装置将燃烧舟推到反应管内高温的区域，直到加载装置碰到陶瓷盘的边缘。
4. 当测量结果显示（测量完成）时，使用加载装置将燃烧舟从反应管中取出。
5. 将燃烧舟放在玻璃陶瓷面板或绝热的表面使其冷却。
6. 在完成必要的测量操作时，关闭固体测定模块的主开关。HSC1300 固体测定模块关闭后，风扇会持续运转直至仪器降到非危险的温度（大约 100 ℃）。

## E.8 维护

在正常情况下，HSC1300 超时间运转不需要进行维护。

### E.8.1 维护间隔

组件	维护方式	间隔
测试仪	清洁和维护	每周
	检查所有的管道确保连接紧密	每月
	检查所有的紧固螺丝确保是拧紧的	每月
卤素捕集器	检查黄铜绒是否变色	每天
	更换消耗的铜/黄铜绒	一半铜丝变黑时
反应管	检查裂缝和损坏	每 3 个月
	清洁反应管	必要时，但是至少在使用 12 个月以后应进行维护
干燥管	检查受潮情况，检查干燥剂的外观	每天
	更换结块或变黑的干燥剂	必要时
灰尘捕集器	检查污染情况	操作 300 小时后
	清洁灰尘捕集器	表面污染时
颗粒过滤器	联系技术支持	联系技术支持

#### E.8.1.1 维护概述

**注意：**确保固体测定模块的前面、后方和侧面的面板留有充足的空间易于进行常规检查和维护（如：更换卤素捕集器、更换干燥剂和过滤器）。

**注意：**所有的管道连接必须连接紧密以防止气体泄漏。接头只能手紧。

使用六角螺丝扳手拧紧六角螺丝，使用十字螺丝刀拧紧十字螺丝。所有其它的接头不能使用工具，只能手紧。

## E.8.2 固体测定模块清洁

用干布或者湿布来清洁 HSC1300。不要使用化学溶剂。

## E.8.3 调节设置

### E.8.3.1 氧气流量调节

在开始分析前 15 分钟，用氧气转子流量计（图 122）将氧气流量设置到 2L/min。

调节氧气流量：

- 向左转动阀门增大流量；
- 向右转动阀门减小流量；



图 122 调节氧气流量的转子流量计的阀门（箭头所示）

### E.8.3.2 吸入气流调节

必须在 Analyt 转子流量计处（图 123）定期检查泵的吸入流量（1.7L/min）。调节吸入流量：

- 向左转动阀门增大流量；
- 向右转动阀门减小流量；



图 123 调节吸入流量的转子流量计的阀门（箭头所示）

#### E.8.4 更换卤素捕集器

**特别注意：**当卤素捕集器里的铜绒耗尽时，刺激性的燃烧产物会对测试仪的光学和电子组件（检测器，流量感应器）造成损害。当有一半的铜绒变黑或得到错误结果时，重新填充卤素捕集器。更换用过的铜和黄铜绒时不需关闭固体测定模块。

更换卤素捕集器：

1. 拧松卤素捕集器的红色接头，将 U 形管从夹子中取出（图 124）。
2. 如果使用生产厂商填充的捕集器更换旧的捕集器，跳至第 7 步。
3. 用镊子或小钩子从 U 形管中取出用过的铜和黄铜绒。
4. 检查 U 形管是否有裂缝。

**注意：**除非管子非常完整，否则不要再次使用。

5. 如果必要，用高纯水清洗 U 形管并等待其完全干燥。
6. 用镊子或小钩子将新的铜或黄铜绒填充到 U 形管。

**注意：**更换 U 形管中所有的内含物。确保 U 形管中的铜和黄铜绒没有被压得太实，也没有大的空隙。

7. 用石英棉盖上铜和黄铜绒。
8. 小心的将 U 形管放到夹子中。
9. 连接管子（6）到含有铜绒的气体进口端，连接管子（7）到含有黄铜绒的气体出口端（图 124）。
10. 目测系统是否有漏气现象（E8.8）。



图 124 卸下卤素捕集器 U 型管

1 管子 (6)	4 U 型管
2 管子 (7)	5 夹子
3 红色接头	

### E.8.5 更换干燥剂

#### E.8.5.1 干燥剂使用寿命

如果干燥器中的干燥剂（高氯酸镁）效果下降，必须重新填充干燥管。必须每天对干燥剂进行检查。

干燥剂的使用寿命主要取决于样品的材料。如果样品是含水量很高的糊状物、液体或煤烟，会减少干燥剂的使用寿命。如果样品是固体则干燥剂寿命会长一些。

#### E.8.5.2 更换干燥剂

##### 危险

**不要将干燥剂（高氯酸镁）与易燃物质或氧化剂接触或储存在临近的位置。否则可能会引发火灾或爆炸。**

##### 警告

**干燥剂对眼睛、皮肤和呼吸系统有刺激性。避免吸入其粉尘。在给干燥器填充干燥剂时要佩戴合适的手套、眼睛和呼吸系统防护装置。**

**特别注意：**填充干燥管前必须保证它是完全干燥的。如有必要，首先将管子进行干燥。

**注意：**当干燥剂结块或变脏时要重新填充干燥管。在干燥剂的含水量达到 75% 之前更换干燥剂。

1. 小心拧开红色 GL45 干燥器接头。确保垫圈留在接头处。
2. 从夹子上卸下玻璃管。
3. 去除所有用过的石英玻璃棉和干燥剂。

4. 清洗玻璃管。如有必要，用水清洗玻璃管，让其完全干燥。
5. 填充石英棉和新的干燥剂（50-60g）。
6. 将玻璃管底部的接头拧紧，把玻璃管卡到夹子里，确保玻璃管没有扭曲。
7. 拧紧干燥管顶部的盖子。
8. 目测系统是否有漏气现象（E.8.8 部分）



图 125 卸下玻璃干燥管

1 带管子（5）的顶端接头	3 玻璃管
2 夹子	4 带管子（6）的底部接头

#### E.8.6 反应管的拆卸和填充



**警告**

**拆卸反应管前先让它冷却3 - 4 小时。**

**警告**

**为了避免气体泄漏测试时有烧伤的危险，在关闭OmniToc 软件前将燃烧炉温度设置在20 。**

1. 在主开关处关闭固体测定模块。
2. 使仪器冷却，然后拔出插头，关闭气源。
3. 拧下灰尘捕集器凸边螺丝，卸下防触摸装置。
4. 卸下固定角板的十字螺丝（图 126 中 1）。
5. 从灰尘捕集器卸下氧气管的螺帽，从灰尘捕集器上拆下氧气管（图 126 中 2）。
6. 小心从燃烧炉的后部抬起冷的反应管和灰尘捕集器（不要倾斜）。取出反应管时，**将其直立，灰尘捕集器的底部放在平面上。**
7. 松开灰尘捕集器的三个六角螺丝（不要卸下），小心旋转反应管，将它从灰尘捕集器中拔出（见图 127）。
8. 取出用过的石英玻璃棉。
9. 检查反应管是否有煤烟沉积、裂缝和表面损坏。



图 126 灰尘捕集器的后面板（没有外包层）

1 固定角板的十字螺丝	4 螺帽
2 固定管子的装置	5 灰尘捕集器
3 氧气管	

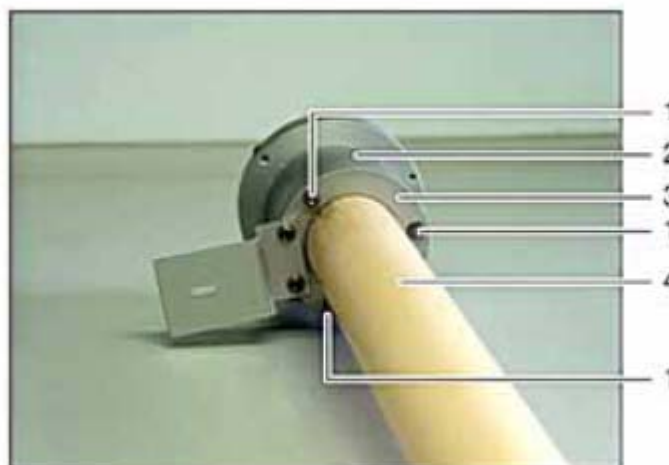


图 127 反应管出口的灰尘捕集器

1 六角螺丝	3 角板圈
2 灰尘捕集器	4 反应管

#### E.8.6.1 重新安装反应管

**特别注意：**没有反应管时不要操作固体测定模块。为了防止对反应管的损害，在安装反应管时 HSC1300 必须是处于温度低的状态。

#### 危险

**爆炸危险。**只能用玻璃棉填充反应管的末端。不能使用棉花。反应管中的石英棉能阻挡细小的颗粒物和爆炸性燃烧过程中产生的铁锈，保证它们在被抽出燃烧炉之前进行完全燃烧。

**注意：**不能再次使用未完全清洁的反应管。

**注意：**不要将石英棉推到反应管中部，在温度到达 1100 石英棉会成为块状。



1. 松开灰尘捕集器的三个六角螺丝。
2. 在反应管出口（距边缘大约 2cm 处）塞入石英玻璃棉（大约 2.5cm）。
3. 将灰尘捕集器的盖子放置在水平面上使其直立，将反应管安装在灰尘捕集器上。
4. 将角板圈（图 127 中 3）上的三个六角螺丝（图 127 中 1）拧紧，使松紧程度一致。
5. 小心将反应管和灰尘捕集器安装到燃烧炉上（不要倾斜），轻推直到听见咔嗒到位声。
6. 将氧气管（图 126 中 2）推到灰尘捕集器的测量气体接口上，将螺母（图 126 中 3）拧紧。
7. 拧紧外壳角板上的十字螺丝（图 126 中 1）。
8. 将氧气管道固定装置按到防触摸装置相应的插槽里，用两个凸边螺丝固定防触摸装置。
9. 打开气源，插上电源插头，打开固定模块的主开关。
10. 检查系统的气体泄漏状况。

### E.8.7 灰尘捕集器的清理



**拆卸反应管前先让它冷却 3 - 4 小时。**

#### **警告**

**为了避免气体泄漏测试时有烧伤的危险，在关闭 OmniToc 软件前将燃烧炉温度设置在 20 。**

**特别注意：**清洁剂会对灰尘捕集器造成损害。不要使用清洁剂或湿布清洁灰尘捕集器。

在操作进行 300 小时后（取决于燃烧样品类型），检查燃烧管出口的灰尘捕集器是否有煤烟沉积。如果在灰尘捕集器中有可见的燃烧颗粒物，检查颗粒过滤器是否被污染，如果必要进行更换。

1. 卸下固定灰尘捕集器防触摸装置的两个凸边螺丝，从管道固定装置取出测量气体管道，去除外包层。
2. 用六角螺丝螺丝刀卸下固定顶罩的六角螺丝（图 128 中 2），取下顶罩（图 128 中 3）。
3. 若有必要，用刷子清洁灰尘捕集器。

关闭灰尘捕集器：

1. 将顶罩放在灰尘捕集器上，拧紧六角螺丝，使松紧程度一致。

**注意：**更换所有破坏或磨损的垫圈。

2. 将管道固定装置按到防触摸装置相应的插槽里，用两个凸边螺丝固定防触摸装置。
3. 检查系统的气体泄漏状况（见 E8.8）。

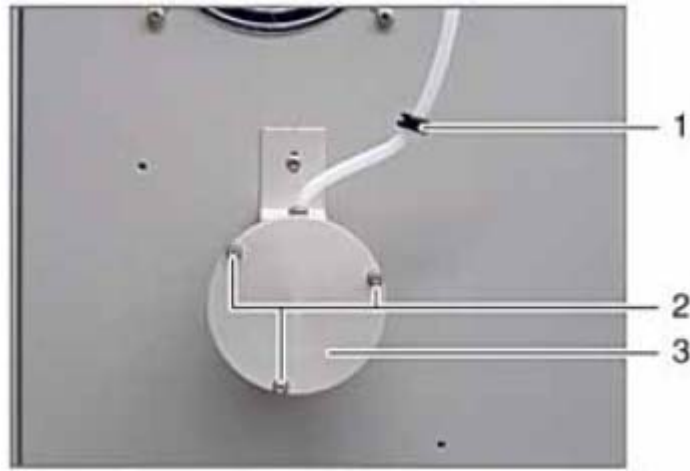


图 128 灰尘捕集器

1 管道固定装置	3 顶罩
3 六角螺丝	

### E.8.8 检查气体泄漏

1. 启动 HSC1300 固体测定模块。
2. 在减压阀打开进气。
3. 检查气体泄漏。
4. 检查气体与测试仪的连接。

**特别注意：**在进行 IL530 TOC-TN 或 IL550 TOC-TN 测试仪与附加仪器的电路连接时，关闭附加仪器。关闭测试仪的电源开关，拔出电源插头。

### E.9 故障检修

如果频繁出现仪器故障，请通知生产厂商。

测试仪的故障检修部分(第 7 部分)包括了系统记录并在控制和评价软件中显示的错误信息描述。

#### E.9.1 仪器错误和测试问题

一些问题可能不能被系统发现，而且测试可以启动。此类错误通常因异常数据(分析问题)的出现而发现或者很容易看到发现。

如果表 18 推荐的修正方法仍不能使测试仪正常工作，请联系技术支持。

表 18 错误和测试问题

错误	原因	建议的措施
燃烧炉不升温	通讯错误	检查电源线

		检查数据传输线
	控制和评价软件中设置的温度过低	检查控制和评价软件中的温度设置，必要时进行修改
<b>风扇不运转</b>	当固体测定模块内部的温度超过一定值时，风扇才会运转。 电子故障（风扇没有启动）。 风扇有故障 保险丝有故障	联系技术支持
<b>“analyt”转子流量计处无吸入气流</b>	泵没有工作	联系技术支持
	转子流量计的阀门没有打开	在阀处进行流量的相应设置
<b>测量值分散</b>	样品准备不够充分	使样品均匀 提高样品的初始质量
	氧气流不够	检查氧气流（氧气流>吸入气流），必要时进行调节
	没有考虑燃烧舟的空白值	考虑燃烧舟的空白值
<b>测量值过低</b>	干燥剂过于潮湿	检查干燥剂，如有必要进行更换
	过滤器和测量气体管道被烟污染	联系技术支持
	气体连接处漏气	检查固体测定模块与测试仪之间的气体连接。必要时对气体泄漏进行维修。
<b>基线漂移（NDIR 检测器）</b>	检测器不稳定	等待加热过程
	氧气流不充足	检查氧气流（氧气流>吸入气流），必要时进行调节
	空气进入了气体端口	避免气体端口出现湍流