

analytikjena

multi N/C 3000

中文操作手册



德国耶拿分析仪器股份公司

目录

1 简介	4
1.1 用户注意事项	4
1.2 安全注意事项	4
1.3 使用的符号	4
2 概述	5
2.1 TOC 分析仪的应用	5
2.2 扩展选项	5
3 测量方法	5
3.1TC 分析	5
3.2 TIC 分析	5
3.3 TOC 分析	5
3.4 NPOC 分析	6
3.5TNb 分析	6
3.5.1 用 CLD 分析 TNb	6
3.5.2 用 CHD 分析 TNb	6
3.5.3 用 NDIR 分析 TNb	7
4 操作原理	7
4.1 水样的消解	7
4.2 催化剂	7
4.3 干燥	7
4.4 CO ₂ 测量	7
4.5 数据处理:VITA 技术	7
5 系统设计	8
5.1 总体设计特征	8
5.2 安装要求	9
5.3 技术参数	9
5.4 材料要求	9
5.4.1 试剂	9
5.4.2 耗材和备件	9
5.5 组件的相互连接	9
5.5.1 基本单元	10
5.5.2 PC 计算机	10
5.5.3 自动进样器	10
5.5.4CLD 化学发光检测器	10
5.5.5 泵单元 (CLD)	10
5.5.6 打印机	10
5.5.7 HT 1500 高温模块	11
5.6 控制计算机	11
5.7 基本单元	11
5.7.1 基本单元的设计	12
5.7.2 计量进样泵	13
5.7.3 管路系统	14
5.7.4Multi N/C 3000 燃烧系统	15

5.7.4.1 设计和安装.....	15
5.7.4.2 燃烧管.....	15
6 启动.....	16
6.1 初始化启动.....	16
6.2 标准启动.....	16
6.2.1 打开主机.....	16
6.3 预热阶段.....	16
6.4 简单的开机程序.....	17
7 校正.....	19
7.1 固定体积不同浓度系列校正.....	19
7.2 固定浓度不同体积系列校正.....	19
7.3 单点校正（仅适用于 TOC）.....	19
8 软件操作介绍.....	19
8.1 菜单和工具条.....	19
8.2 进入和退出软件.....	23
8.3 方法.....	25
8.3.1 创建新方法.....	26
8.3.2 装载方法.....	29
8.3.3 删除方法.....	31
8.3.4 查看和编辑方法.....	32
8.4 准备和开始测量.....	33
8.4.1 手动开始测量.....	33
8.4.2 自动开始测量.....	35
8.4.3 校正.....	38
8.4.3.1 选择正确的校正方法.....	38
8.5 数据报告.....	49
8.5.1 结果文件.....	49
8.5.2 分析结果表.....	50
8.6 设备.....	50
8.7 质量保证.....	51
8.8 设置.....	52
8.8.1 选项.....	52
8.8.2 实验室操作人员姓名设置.....	54
9 HT1500 固体模块.....	55
9.1 安全.....	55
9.2 设计和操作原理.....	56
9.3 样品处理.....	56
9.3.1 Multi N/C 3000 与 HT1500 之间连接.....	56
9.4 分析物气体监测.....	57
9.5 操作步骤.....	57
10 维护指南.....	58
10.1 基本单元.....	58
10.1.1 气体颗粒捕集器的更换.....	58
10.1.2 水气捕集器的更换.....	58

10.1.3 冷凝罐的更换.....	58
10.1.4 银丝的更换.....	58
10.1.5 吸样针或吹扫针的更换.....	58
10.1.6 注射针的更换.....	58
10.1.7 注射器的更换.....	59
10.1.8 蠕动泵上的软管的更换.....	59
10.1.9 催化剂的更换.....	59
10.2 CLD 及 CHD.....	59
10.2.1 消音器的更换（在 CLD 的真空泵上）.....	59
10.2.2 CHD 的电池的更换.....	59
10.3 HT-1500 高温模块.....	59
10.3.1 灰尘捕集器.....	59
10.3.2 干燥剂.....	59
10.3.3 燃烧管的更换.....	60
11 故障查找.....	60
11.1 硬件.....	60
11.2 multiWin 软件.....	61
11.3 分析.....	61

尊敬的用户；

感谢您购买 multi N/C 3000 TOC 分析仪。您的选择是正确的。这本手册将向您介绍了 TOC 分析仪的操作和应用。

由于我们的产品不断改善和升级，我们特别地保留了更改仪器的外观、结构和设计的权利！

禁止未经 Analytik Jena AG 公司同意擅自复印，拷贝本少册全部或部分章节的行为。

1 简介

1.1 用户注意事项

multi N/C 3000 只允许看过本手册的有资格的人员操作。除非有合同许可，否则 **multi N/C 3000** 的安装由本公司的代表处执行。

本设备是有抑制噪声的装备，遵循德国的相关法规（**BMPT Vfg. 243/1991**）和欧洲标准（**EN55022 Class A**）。

1.2 安全注意事项

注意本手册中所有的安全提示和所有信息以及由控制软件界面显示的提示。

关于下列情况，制造厂商不承担任何义务和不接受任何保修期索赔：

- 1) 仪器的误操作
- 2) 非厂家的原配件的使用
- 3) 玻璃的易损品和易耗品

1.3 使用的符号

在本手册中，下列符号用于表示危险情况和在应用上有用的补充信息。



Caution!

This symbol refers to a possible risk to the device or the instrument system.



Warning!

This symbol refers to a possible risk to the operator.



Note!

Useful supplementary information and tips on application.

Caution! ---- 这个符号表示可能对设备或仪器系统有危险

Warning! ---- 这个符号表示对操作者有危险

Note! ----- 在应用上有用的补充信息和提示

2 概述

multi N/C 3000 是一款结构紧凑的仪器。能安全而精确地分析水样中的 TOC 和 TNb。由于有宽的测量量程，可变化的进样体积和有能力处理颗粒样品，故 **multi N/C 3000** 在如污染控制，工业和研究等众多领域是非常理想的分析工具。

multi N/C 3000 的操作原理是在高温条件下样品经热催化氧化成为 CO₂，然后结合高精度的 CO₂ 选择性非色散红外检测器 NDIR 和专利的 VITA 技术来测量 CO₂ 的浓度。

由于有智能化的软件和通用的硬件，该仪器能提供各种各样的分析要求：

- **multi N/C 3000** 可利用差减法或直接法（NPOC）来分析 TOC。
- 利用化学发光检测器（CLD）或电化学检测器（CHD）检测燃烧产物 NO 来实现 TNb 分析。
- 可变的进样量（0.1-1.0ml）
- 可变的燃烧温度（最高达 1000℃）确保难氧化的有机物的消解

当使用自动进样器模式时，**multi N/C 3000** 提供特别高效的测量。集成化的 multiWin 软件如加上 AOA（分析质量保证软件）将更加完善。

2.1 TOC 分析仪的应用

multi N/C 3000 基于它的宽量程提供多种用途。在环境检测和水处理领域，**multi N/C 3000** 能可靠地分析饮用水、地表水、海洋水和废水。也可以用于分析超纯水中的 TC 和 TNb，还有在医药、药品、生化技术，实验室和水电站等领域扮演着重要的角色。

2.2 扩展选项

- 53 或 100 个样品位的自动进样器可连接到 **multi N/C 3000** 上
- 对于 TNb 的检测，用户可以选择 CLD、CHD 或 NDIR 三种检测器
- 高温模块提供给固体样品消解，温度高达 1500℃

3 测量方法

3.1 TC 分析

通过高精度地注射样品到燃烧炉的高温区来执行总碳（TC）分析。在高温区，样品在催化剂和氧气蒸气氛围中被分解为 CO₂。氧气既是载气又是氧化剂。产生的分析物气体通过干燥单元被输送到 NDIR 检测器。结果以积分面积表示，利用保存在系统中的校正曲线，计算样品的浓度，单位为 ug/l 或 mg/l。

3.2 TIC 分析

对于 TIC 的测定，一定体积的样品被注入 TIC 反应罐（又起冷凝作用），反应罐里预先加入 10% 的磷酸。酸化后，样品中的碳酸盐和碳酸氢盐被转化为 CO₂ 释放出来，同时有载气吹扫样品。

如果样品中有溶解的 CO₂ 在这个吹扫过程中也被释放出来。如果样品含有氰化物，氰酸盐，异氰酸盐或碳的颗粒，无法测出 TIC 值，但 TC 能测出来。产生的 CO₂ 的检测与 TC 分析时类似。

3.3 TOC 分析

multi N/C 3000 分析 TOC，原则上采用差减法分析。这种方法由方程 1 来描述。分析时先一定体积的样品测量出 TIC 值，然后进相同的体积的样品测量出 TC 值，二者之差即为 TOC 值。

$$\text{TOC} = \text{TC} - \text{TIC}$$

其中

TOC: Total Organic Carbon
总有机碳

TC: Total Carbon
总碳

TIC: Total Inorganic Carbon
总无机碳

如果样品中含有易挥发的组分如苯、环己胺、氯仿等，差减法则有独特的优点。

注意：差减法要求消耗两倍的样品体积。TIC 测量应在 TC 之前进行。

3.4 NPOC 分析

NPOC 分析（即直接法）是测量 TOC 的又一方法。样品先在 **multi N/C 3000** 的外面用 2N 的盐酸酸化。酸化后，溶液的 $\text{PH} \leq 2$ （例如：在 100ml 的样品加入 0.5ml 的 2N 盐酸即可）。溶解的 CO_2 、碳酸盐和碳酸氢盐通过吹扫被去除，这种操作模式称为 NPOC 模式。然后，已除去无机碳的样品溶液被注入燃烧炉分析，得到的结果是有机键态的非挥发性的总有机碳 TOC。

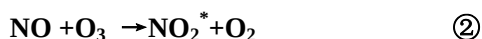
注意：这种方法适合于 TIC 的含量高于 TOC 的样品，这样可减少测量误差。

3.5 TNb 分析

multi N/C 3000 总氮的分析是和总碳分析同时进行的。经过热催化氧化后，产生的 NO 可用 CHD，NDIR 和扩展的 CLD 三种中任何一种检测器分析。

3.5.1 用 CLD 分析 TNb

用 CLD 分析总氮是基于 NO 的化学发光反应。在消解过程中，一氧化氮和臭氧反应形成激发态的 NO_2^* （方程②的 NO_2^* ）。 NO_2^* 发光并发射长波的光，同时自发地生成 NO_2 （方程③）。在优化的条件下，发射的光能量和 NO 的浓度成正比。



其中 **M** 是任意的分子。

在 TNb 分析中，总氮的产物不可能是 100% 一氧化氮，因为在燃烧气的冷却和冷凝过程中高价态的氧化氮也会产生。为了捕获所有的氧化氮，在进入化学发光测量室之前， $\text{NO}_x \rightarrow \text{NO}$ 的转换器被集成到 **multi N/C 3000** 主机中。

和反应③竞争的反应④中，由于 NO_2^* 分子之间及和其他分子之间（如： CO_2 或 H_2O ）的碰撞而产生 NO_2 ，故没有光的发射。在 CLD 的测量室的压力越低，由方程③反应所得到的光强度就越高，所以测量的结果越准确。

这就是为什么 **multi N/C 3000** 当选用 CLD 检测器时必须装备一台独立的真空泵：在 CLD 测量室中的压力约为 35mbar（1bar=0.1Mpa）。另外，一些干扰物质如水蒸气，HCL 等必须在进入测量室之前从反应混合气中除掉。

相对于电化学 CHD，CLD 具有以下优点：

- 高灵敏度：
CLD 的高灵敏度是通过多级的光电倍增管和昂贵的恒温装置实现的。
- NO 产生率接近 100%
高 NO 产生率主要是通过使用 $\text{NO}_x \rightarrow \text{NO}$ 的转换器实现的。
- 真空条件下的反应为 NO 的准确检测提供了保证。

3.5.2 用 CHD 分析 TNb

使用电化学检测器分析氧化氮，其原理是电流计法。分析过程中产生的指示电流和 NO 的浓度成正比。产生的电流信号经放大和模数转换后，由内部计算机计算后报告出结果。

相对于 CLD，CHD 有以下优点：

- 不要使用臭氧：
电化学检测法不要求使用辅助试剂如臭氧，因为臭氧是有毒和有害生态的气体。

- 简化的仪器系统

在 CLD 中过量的臭氧的分解必须增加额外的设备。而使用 CHD，就不需要附加设备。带真空泵的高性能 CLD 需要长 75 厘米的实验台，而 CHD 检测器推荐装到 **multi N/C 3000** 中。

- 性价比好

相比较 CLD，CHD 检测器设计相当简单，所以价格便宜。

3.5.3 用 NDIR 分析 TNb

NO 可用 NDIR 检测器测量。在红外区 NO 有特征吸收谱带。如果一束光通过含有 NO 的检测池，NO 分子在它的特定波长处会吸收一定比例的辐射能量。所吸收的能量是和样品混合气中 NO 的浓度成正比。NDIR 检测器被放在测量池后面，吸收特定波长的光后产生与 NO 浓度成正比的信号。由内部计算机处理完后输出结果。

4 操作原理

4.1 水样的消解

水样以高精确的体积全部被注入到燃烧炉的高温区。在高温区在催化剂的存在下，样品被分解和氧化。进样的体积从 0.1ml 到 1.0ml。

4.2 催化剂

multi N/C 3000 可使用各种各样的固体催化剂，在氧气的氛围中样品在 700℃-950℃ 被催化氧化。对于 **multi N/C 3000**，一种分析技术已被开发并测试过，即用 CeO₂ 作为催化剂，反应温度为 850℃。

4.3 干燥

分解产生的气体在冷凝单元中被冷却和预脱水。产生的溶液被收集到 TIC 和冷凝罐中并定期被排除。Peltier 单元和往后的水捕集系统可以防止冷凝水进入仪器的检测器。如燃烧气中有卤素气体，则通过银丝去除（HF 不能除掉）。随后，分析气在载气的带动下进入检测器分析。

4.4 CO₂ 测量

载气中的 CO₂ 是由 NDIR（非色散红外检测器）分析出来。操作原理是基于 CO₂ 在红外区有特征吸收带。如果含有 CO₂ 的气体滞留在 NDIR 检测器的测量池中，一束光通过测量池，则 CO₂ 在它的特定波长处会吸收一定比例的辐射能量。所吸收的能量是和样品混合气中 CO₂ 的浓度成正比。

在 NDIR 测量池中，利用干涉滤光片选择三个狭窄的波长区，以便选择合适的测量量程：

- 测量量程 1：有特别强烈的 CO₂ 特征吸收。测量范围为 0-500ppmCO₂（在载气中）。
- 测量量程 2：有较弱的 CO₂ 特征吸收。测量范围为 0-10000ppmCO₂（在载气中）。
- 测量量程 3：有非常弱的 CO₂ 特征吸收。测量范围为 0-10%ppmCO₂（在载气中）。

测量时要结合高温模块。

- 参比量程：该量程是用于辐射频率的估算。在 TOC 分析产生的气体中或单纯载气中既无 CO₂ 又无其他任何气体组分能吸收光辐射，即在测量池中光辐射不被吸收。

为了确保 NDIR 测量池的高度稳定性，这个量程被用于监测测量池的光学路径。对于可检测到的水蒸气来说，没有交叉灵敏度。

4.5 数据处理:VITA 技术

VITA（VITA=延迟时间耦合积分）技术的运用使得 NDIR 的检测信号平行于气体的流量。在流路的末端，一个高准确度的数字流量传感器被安置在 NDIR 检测器的附近。

在信号积分前，由计算机对信号进行归一化处理，这样波动极大的流量被补偿为恒定的流量。用这种技术，在 NDIR 测量池中的分析物的延迟时间被认为峰的积分时间。随后，暂时低或高的分析物气体流速导致长期或短期地检测到 CO₂ 分子的光谱信号，由于此信号在

积分前被执行过归一化，所以用对应的较低的或较高的权重进行信号积分。

这是革命化的问题解决方案：通过使用 NDIR 结合 VITA 技术，TIC，TC，TOC 和 NOPC 的分析变得安全、精确、相当可靠。

优点：

- 即使毫升级体积的样品在极短的时间内燃烧，也无任何问题。其结果是高灵敏度和高样品测量率。
- 在快速测量中分析结果的高重复性和高准确度。同时减少了基体效应：积分结果独立于短期气体流量的变化（样品的蒸发、水冷凝和流量控制系统的惯性都会导致流量变化）。所以如果不牺牲分析质量，则当样品还在注射时面积积分已经开始了。
- 气路简单：仪器不需复杂的气路，复杂的气路系统反而出错，如加很长的盘管。仪器操作变得简单而可靠。
- 校正曲线的长期稳定性和催化剂的长使用寿命：这样，长期使用后流量的变化、老化效应、流量控制器的污染、催化剂的焙烧等都不需要重新校正。同时减少催化剂更换的频率。
- 可预先设定好方法用于痕量测量
- 系统善于处理大体积的样品。

5 系统设计

5.1 总体设计特征

multi N/C 3000 是由基本单元和 PC 组成。对于特别应用，**multi N/C 3000** 也可结合自动进样器操作。对于固体样品分析，可选配 HT1500 固体模块。此外，对于 TNb 分析，**multi N/C 3000** 可选配内置的电化学检测器（CHD），外置的化学发光检测器（CLD）或 NDIR 检测器。

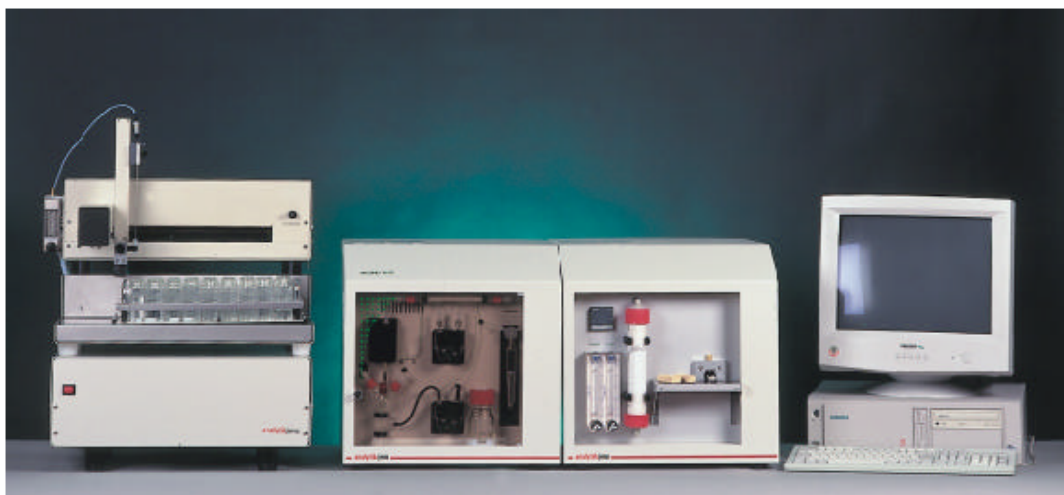


Fig. 1 Complete instrument set-up of the multi N/C 3000 with PC unit, solids module, basic unit, autosampler and CLD

图 1 完整的仪器配置：**multi N/C 3000** 主机、计算机、固体模块、自动进样器和 CLD

5.2 安装要求

实验室氛围	TOC，氧化氮和灰尘的含量尽可能低
安装地点	实验台，稳定及没有震动
尺寸（W×D×H） （长度×深度×高度）	基本单元：50cm×55cm×60cm 基本单元加 PC，显示器，打印机和自动进样器： 170cm×55cm×85cm
室温	15-35℃
空气湿度	干燥房间（相对湿度：10%≤RH≤95%）
空气压力	0.7-1.06bar
气体供给	载气纯度：≥99.995%， 2-4 bar 输入压力， 辅助气用于磷酸脱气： 惰性气体或氧气，极少的 CO ₂ ，2-4 bar 输入压力， 连接软管：外径=6mm 内径=4mm
废液排放	废液桶
电源要求	230V（+10%，-15%），50Hz

5.3 技术参数

方法	TNb	TOC		
		差减法		直接法
分析	TC		TIC	NPOC
消解原理	热催化氧化	热催化氧化	10%磷酸酸化 加上吹扫	热催化氧化
氧化剂	O2	O2		O2
燃烧温度	850℃	850℃	室温	850℃
催化剂	CeO2	CeO2		CeO2
测量原理	CLD/NDIR 或 CHD	NDIR		
测量范围	0.02-200mg/l(CLD) 0.04-100mg/l(CHD) 1-500 mg/l(NDIR)	0.05-5000 mg/l		
样品体积	0.1ml-1.0ml			
耗气量	约 12l/h			

5.4 材料要求

5.4.1 试剂

- 电导率 $<1.0\mu\text{S}/\text{cm}$ 和 $\text{TOC}<100\text{ppb}$ 的超纯水
- 10%磷酸，用分析纯磷酸和超纯水配成。
- 2N 盐酸，用于直接法（NPOC）测量 TOC。
- CeO_2 作为催化剂
- 石英碎片
- 石英棉
- 高温垫片（石英）
- 银丝
- 超纯氧（ $\geq 99.995\%$ ）
- 标准物质（邻苯二甲酸氢钾）

5.4.2 耗材和备件

- TC 预过滤器
- 除水过滤器
- TIC 和冷凝罐
- 冷凝盘管
- 吸收管
- 注射管
- 吸样针和吹扫针
- 螺丝接头
- 垫圈
- 5ml 注射器
- 蠕动泵（即磷酸泵）软管

5.5 组件的相互连接

5.5.1 基本单元

O2	载气和辅助气（样品吹扫，NPOC 模式）
辅助气	用于磷酸的吹扫。氧气或惰性气体可作为辅助气
电源及插座	电源供给
自动进氧器	连接自动进样器（1）
CLD（串联）	连接到 CLD（2）
PC	连接到 PC（3）
CLD	CLD 的分析气连接（4）
PUMP	固体模块泵的吸管的连接（5）
分析物	固体燃烧炉分析气的连接（6）

5.5.2 PC

鼠标	
键盘	
显示	显示器
COM2（串口 2）	用于连接主机（3）
LPT1（并口）	用于连接打印机（7）
电源及插座	电源供给

5.5.3 自动进样器

串口	用于连接自动进样器（1）
5 针接头	用于连接搅拌器
电源及插座	电源供给

5.5.4CLD

真空泵	用泵抽成真空（8）
样品	从主机连接分析气（4）
RS232 接口	连接到主机（2）
电源及插座	电源供给

5.5.5PUMP（CLD）

电源及插座	电源供给
管路连接	连接到 CLD（8）

5.5.6 打印机

电源及插座	电源供给
并口	连接到 PC（7）

5.5.7HT1500 高温模块

电源及插座	电源供给
分析物	连接到主机（6）
泵	连接到主机（5）
O2	连接到氧气瓶

5.6 控制计算机

multi N/C 3000 完全是由计算机控制的。根据用户的要求，操作系统可以是 Windows 98, Windows 2000, Windows NT。

在测量过程中，计算机自动控制所有的操作并提供系统所有的模块之间的通讯。显示器提供详细的分析过程的状态，以便操作者可以随时通过键盘或鼠标取消运行的分析过程。测量结果保存到硬盘或打印出来。

5.7 基本单元

基本单元包括燃烧单元、TIC 和冷凝单元、分析气干燥系统、电子系统、氧气流量控制系统、NDIR 检测器和内部计算机。

如果 **multi N/C 3000** 另外还包括 CHD 或 NDIR（测量 TNb），则这些单元也被包含到基本单元中。

5.7.1 基本单元的设计

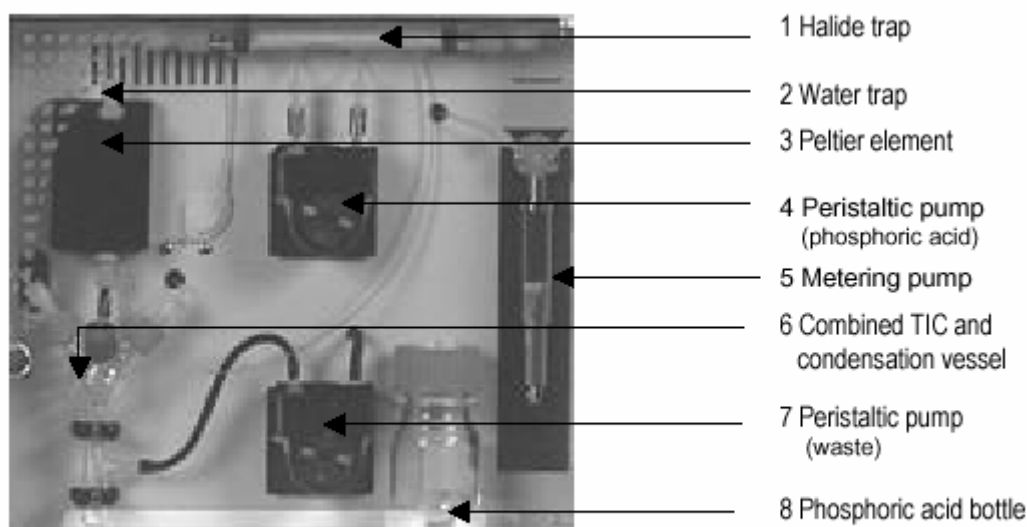


Fig. 2 Instrument set-up, front view

图 2 仪器配置，前视图

- 1、卤素捕集器
- 2、水气捕集器
- 3、Peltier 冷却单元
- 4、蠕动泵（抽取磷酸）
- 5、计量进样泵
- 6、TIC 和冷凝罐
- 7、蠕动泵（排除废液）
- 8、磷酸瓶

燃烧单元可从仪器的上盖板开口处看到，燃烧管装到燃烧炉中。在燃烧炉上面是切换阀，连接下列单元：

- | | | |
|-------------|-------|-------|
| ● 样品吸管（左边） | （AA） | 入口 |
| ● 燃烧管（底部） | （燃烧炉） | 出口 |
| ● TIC 罐（右边） | （BB） | 出口 |
| ● 计量泵（中间） | （AB） | 入口及出口 |
| ● 废液罐（上部） | （5） | 出口 |

管路的连接见图 3

5.7.2 计量进样泵

对于 **multi N/C 3000** 来说，微机控制的计量进样系统包括进样泵、连接软管和二通阀。使得进样体积可自由设定，样品分析更加灵活。计量进样泵是受计算机控制和步进马达驱动。

根据所用的测量方法，计量进样泵通过 5ml 的注射器向燃烧炉或 TIC 反应罐提供准确到微升级体积的样品注射。计量进样泵的第二个入口跟盛超纯水的定量瓶连接。这样，它负责管路和阀系统以及进样针的清洗。清洗过的水被直接排到废水桶中。

注意：定量瓶总是装着新鲜的超纯水。

为了保证仪器正常运行和确保注射器最大的服务寿命，要注意观察以下注意事项：

- 确保没有颗粒进入注射器
- 注射器活塞的密封环是非常灵敏的。如果注射器内没有任何液体，则活塞不应强行上下拉动一次或两次。
- 当用手往下拉出活塞时，不要倾斜。
- 如果活塞已被拉出注射器，重新装入之前，要用水湿润活塞的密封环。

为了获得可重复的注射，用户应注意注射器和液体输送管路不应含有大的气泡。

5.7.3 管路系统

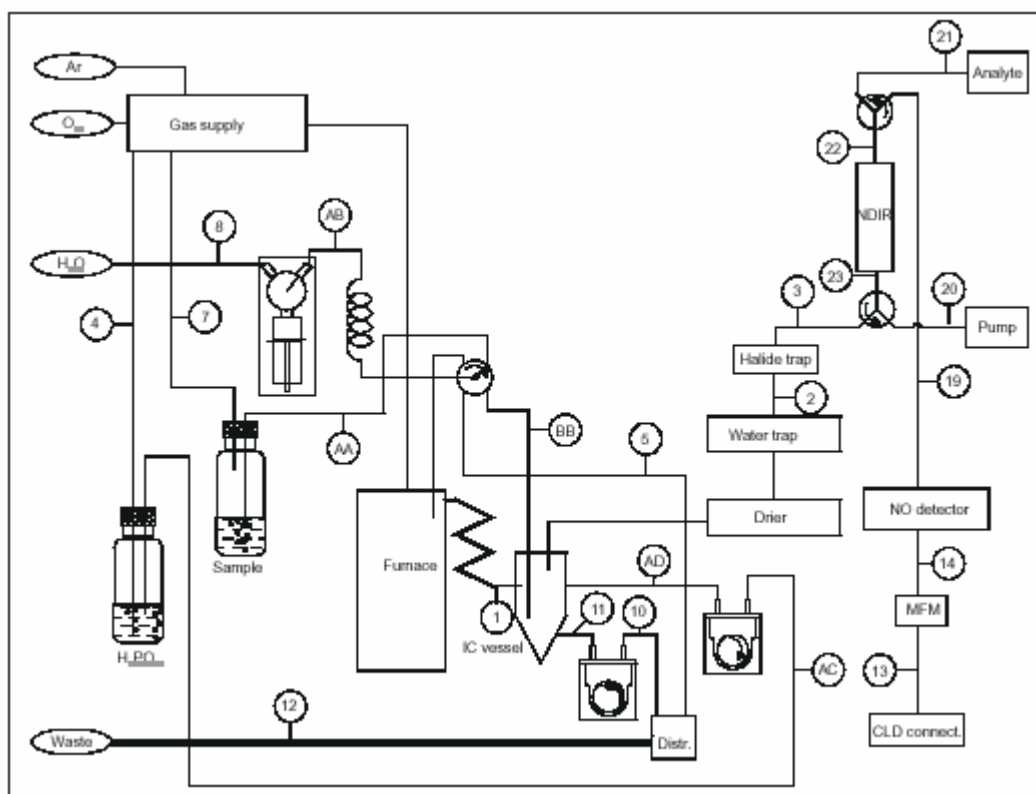


Fig.3 Schematic diagram of multi N/C 3000

图三 multi N/C 3000 的管路草图

圆圈图案和字母是和仪器上的标记相一致。

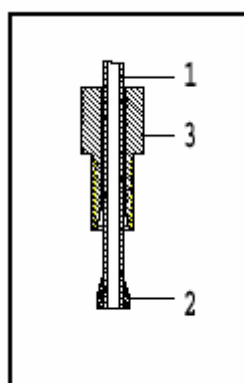


Fig. 4 Finger-tight screw joint

图 4. 手紧螺丝接头

1. 软管/针
2. 套箍
3. 空心螺丝

multi N/C 3000 的管路连接是建立在所谓的手紧螺丝接头基础之上的。

这样，所有的管路连接只需用手拧紧空心的塑料螺丝。

无凸缘的接头包括一个套箍和空心的螺丝，如图 4 所述。在 multi N/C 3000 上使用三种不同类型的手紧螺丝接头。

注意：当连接管路时，一定要注意：

- 只能使用相同尺寸的软管和手紧螺丝接头。
- 让圆锥面朝着空心螺丝的套箍沿着软管滑动。
- 只能连接垂直切割、没变形、圆形的软管末端。
- 套箍和软管末端要齐平。
- 空心螺丝要垂直插入螺纹，不应倾斜。
- 空心螺丝只能手紧，不能使用任何工具。

5.7.4 Multi N/C 3000 的燃烧系统

5.7.4.1 设计和安装

注意：只有当燃烧炉冷却时才能安装和拆除燃烧炉极其组件。特别要确保所有的管路、注射针重新安装到准确位置。否则有破坏仪器的危险。

5.7.4.2 燃烧管

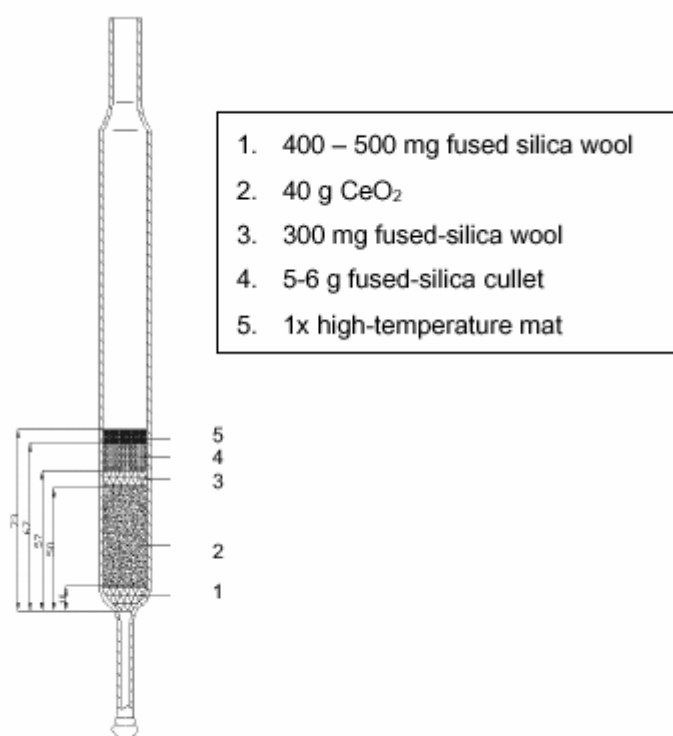


Fig. 5 Filling of combustion tube

图五 燃烧管的填充

1. 400-500mg 的石英棉
2. 40g CeO_2
3. 300mg 石英棉
4. 5-6g 石英碎片
5. 高温垫片（石英）

当催化剂失效时，应该重新填充燃烧管。

按下列顺序拆下燃烧管：

1. 拆下之前要确保燃烧管冷却。
2. 在冷却盘管底部，通过拧动锁扣螺丝松开叉形夹子。握紧冷却盘管，同时松开燃烧管和冷却盘管之间的接头。小心的拆下冷却盘管，把它放在安全地方以防止破碎（不要松开连接到 TIC 罐的接头）。
3. 关掉氧气供给。从燃烧头后面的球形磨口的接头处拆下叉形夹子。
4. 松开注射针上的手紧螺丝接头。
5. 小心地从燃烧单元中取出燃烧管。

重新填充燃烧管：

1. 当拧开注射头时，要注意不要松开三个密封圈。
2. 如果燃烧管仍可使用，即它的边缘没有损坏和没有过度的不透明，则燃烧管可以重新填充。
3. 取出失效的催化剂和石英棉。接着，用超纯水彻底地清洗燃烧管。在烘箱中烘干备用。
4. 首先放入石英棉（1）（见图五），作为燃烧管的底层，层厚约 1cm（400-500mg）。不要填充得太紧。（这层石英棉起着保持催化剂作用。注意：不要让催化剂进入下一步的分析路径中）。
5. 把一个连接胶管的漏斗放到燃烧管上，加入催化剂 40g（2）。在填加时注意不要让灰尘粘到管壁上。催化剂的填充厚度约为 4-5cm.轻轻地敲打燃烧管，使催化剂紧密。
6. 在催化剂上面覆盖一层 1cm（约 300）厚的石英棉和 5-6g 的石英碎片（3 和 4）。最后加一片高温垫片（50）。
7. 填充完后按相反的顺序安装燃烧管。把燃烧管装回到燃烧单元中。

注意：1.有必要加热催化剂到 850℃，并保持一小时。

2. 所有的接头必须是气密性的（如果有必要，当系统冷却时用肥皂泡检查）。
3. 拧紧塑料手紧接头。
4. 系统气密性在仪器的气体出口会自动监测。

6 启动

6.1 初始化启动

除非合同上约定，否则原则上初始化启动由厂家服务工程师执行。对于初次安装，要满足以下条件（参见 5.1 部分）：

- 实验室里要有足够长的实验台
- 电源插座连接（要有接地）
- 氧气供给（纯度 $\geq 99.995\%$ ）。2-4bar（0.2-0.4Mpa）的输入压力
- 试剂（参见 5.4.1 部分）
- 超纯水

6.2 标准启动

打开主机电源之前，确保下列条件已经满足：

- 磷酸瓶装满 10%的磷酸，并放到主机的磷酸瓶位置。确保吸酸管和吹扫管插入磷酸瓶。（让刚填加的磷酸脱气至少 5 分钟）。
- 废液桶是空的，并放到主机的后面或下面
- 氧气供给系统正确连接，输入压力 2-4bar（0.2-0.4Mpa）。
- 清洗瓶刚加入新鲜的超纯水。

6.2.1 打开主机

电源开关在主机的后面板上。打开开关，主机自动初始化和检测各种系统功能。当前面板的右上角的 LOCK IN 指示灯变绿时，主机就准备好操作。这时，用户可以打开计算机，进入 multiWin 3.04 软件（双击 multiWin 3.04 图标）。

自动进样器的电源开关也在设备的后面。自动进样器也是自动初始化。

检查下列几项：

- TIC 和冷凝罐以及磷酸瓶是否有气泡上升。
- 废液桶足以盛废液。
- 蠕动泵工作正常
- 吸入的样品没有气泡
- 银丝仍能使用（如果变成灰黑色，则不能使用）

6.3 预热阶段

Multi N/C 3000 的所有组件几乎同时打开。它们需要不同时间达到操作温度。

- 燃烧炉加热到 850℃： 加热时间约 10 分钟
- NDIR 检测器： 打开主机后，需要 15 分钟预热时间。如果你试着通过 multiWin 3.04 软件的测量菜单测量样品，在 NDIR 没有准备好的情况下，一个误差信息会显示在屏幕上。

6.4 简单的开机程序

- 打开 **Multi N/C 3000** 主机
- 打开自动进样器
- 打开计算机
- 打开氧气瓶（输入输入压力 2-4bar（0.2-0.4Mpa）
- 当 **Multi N/C 3000** 的 LOCK IN 指示灯变绿时进入 multiWin 3.04 软件（双击 multiWin 3.04 图标）。
- 利用密码登录系统
- 填加新鲜的超纯水
- 重新填加磷酸，如有必要，让磷酸脱气至少 5 分钟

- 检查显示状态：流量（MFC 和 MFM）约为 200ml/min.
- NDIR: OK
- 炉温达到 850℃
- 装载一个方法：

点击<Method>菜单，点击<Load>菜单，进入已保存校正曲线的方法界面。双击要选定的方法。

- 超纯水的控制测量

1. 手动测量：

- ① 把进样针插入盛有超纯水的清洗瓶
- ② 选择<by hand>选项
- ③ 点击<Measurement>, <Start measurement>
- ④ 输入样品名称和分析表名称，然后点击<Start>按钮
- ⑤ 按<F2>或<Start>按钮开始测量

2. 自动测量：

- ① 用超纯水给自动进样器上的样品瓶加样
- ② 选择<Sampler>选项
- ③ 点击<Measurement>, <Start measurement>
- ④ 输入分析表名称，然后点击<Start>按钮
- ⑤ 点击<Rack Table>按钮。选择一种或几种方法
- ⑥ 输入样品名称，点击绿箭头使自动进样器的样品孔激活，点击<OK>确认.
- ⑦ 按<F2>或<Start>按钮开始测量

- 根据上述的 1 或 2 项进行标样的控制测量。

7. 校正

用户可以在以下三种方法中选择其中一种方法执行校正。

7.1 固定体积多点浓度系列校正

多点校正作为一种传统方法常用于高浓度的样品 ($>1\text{mg/l}$)。对于低浓度样品,该方法在配置标准系列时可能会遇到困难(由于所用的玻璃器皿的污染、空气中的 CO_2 的溶解等)。所以 ppb 级的样品应采用其他的校正方法。

7.2 固定浓度不同体积系列校正

这种校正方法在 ppb 级浓度范围内提供一个替换传统多点校正法的良好方案。它是基于样品进样泵的优良的重复性和线性之上的。

Multi N/C 3000 是一款易于清洗和维护的设备。由于系统空白极低,接近于零,所以此种方法校正结束后产生的工作曲线接近通过坐标原点。

相对传统的多点校正法而言,当配置标准系列的重复性受到限制时,此种方法更准确和可靠。

为了校验这种校正方法的准确性,强烈推荐测量另一个独立配置的标准浓度点。

7.3 单点校正(仅适用于 TOC)

Multi N/C 3000 是一款易于清洗和维护的设备。由于系统空白极低,接近于零,所以在 ppb 级浓度范围内可以运行单点校正来代替第二种方法。

为此,用户要配置一个 ppb 级浓度的标样。测量后校正曲线通过坐标原点。单点校正对于低于 1ppm 的样品会取得优化的结果。所得结果免受曲线弯曲和可能是负值截距的影响。

单点校正只有下列条件具备时才采用:检测器系统绝对线性,仪器系统空白几乎是零,数学上计算所得的负截距是没有物理意义的。

同样,为了校验这种校正方法的准确性,强烈推荐测量另一个独立配置的标准浓度点。

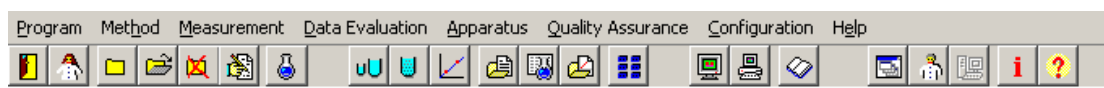
按下列程序执行单点校正:

- 1) 测量用于制备标样的超纯水的 NPOC n 次,得到的积分面积的平均值记作 $X(W)_n$ 。
- 2) 测量每个标准溶液的 NPOC 3 次。这些标准溶液必须是单独配置的且测量之前经过吹扫。比如:可以是 2 个相同浓度的标样,但单独配置的。得到的积分面积的平均值记作 $X(W)_{3,m}$ 。
- 3) 标样的净面积用下面公式计算:
$$X(\text{net}) = X(W)_{3,m} - X(W)_n$$
- 4) 标准溶液的浓度除以净面积,得到校正曲线的斜率 **Slope b**。
- 5) 由于仪器空白可以忽略,配置标样的超纯水的空白在计算中已被排除,所以校正曲线的截距 **Slope section c** 可以认为是零。
- 6) 校正获得的系数 **b** 和 **c** 输入到测量 TOC, TC 和 TIC 的方法中,即可测量样品。

考虑到单点校正的局限性,用户选择这种校正方法时要考虑是否满足自己的测量需要。单点校正的标定过程见 8.4.3 部分。

8 软件操作介绍

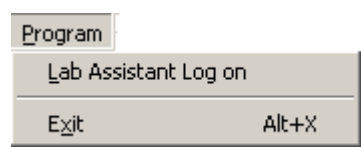
8.1 菜单项和工具条



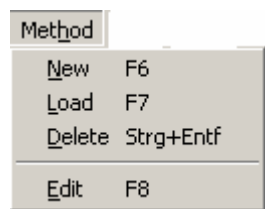
菜单项和工具条是基于 Windows 界面操作。用户可以通过键盘上的 Alt 键加上菜单名的第一个大写字母或鼠标打开菜单项。同样,用户也可以用鼠标点击工具条上的相应快捷按钮进入菜单项。

菜单项和菜单功能介绍:

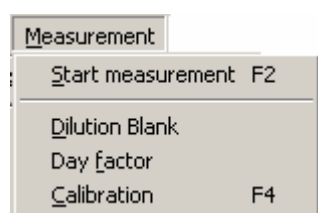
为了描述主菜单的所有结构, 下面是各菜单的功能的展开图。



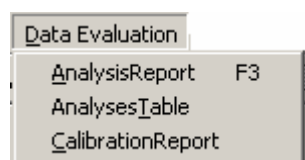
Program 程序菜单含有登录命令<Lab Assistant Logon>和退出命令<exit>



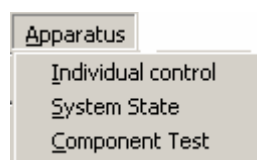
Method 方法菜单提供创建方法<New>, 装载方法<Load>, 删除方法<Delete>, 编辑方法<Edit>。同时编辑<Edit>功能还能显示当前装载方法的参数。



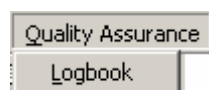
Measurement 测量菜单提供样品测量<Start measurement>, 稀释空白测量<Dilution>, 日因子测量<Day factor>, 校正测量<Calibration>。



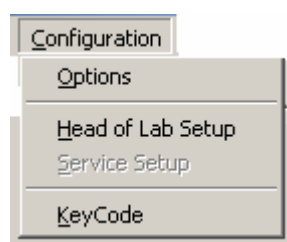
Data Evaluation 数据报告菜单提供分析结果报告<AnalysisReport>, 分析结果表<AnalysesTable>, 校正结果报告<CalibrationReport>。



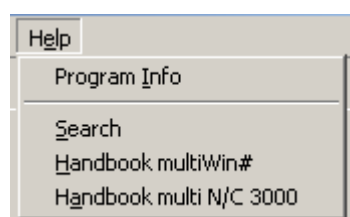
Apparatus 设备菜单提供单独控制 <Individual control>, 系统状态 <System State>, 组件测试 <Component Test>。



Quality Assurance 质量保证菜单含有记录簿<Logbook>。

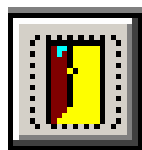


Configuration 配置菜单提供 选项<Options>, 实验室操作人员姓名设置<Head of Lab Setup>, 软件系列号<KeyCode>。



Help 帮助菜单提供程序信息<Program Info>, 查找<Search>, 软件手册<Handbook multiwin#>, 操作手册< Handbook multi N/C 3000>。

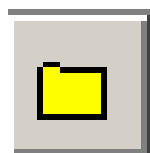
工具条和快捷按钮：



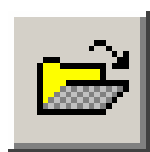
退出 multiWin 3.04 软件



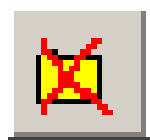
改变操作人员登录



创建新方法



装载方法



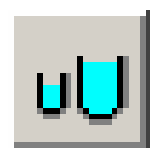
删除方法



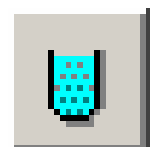
当前方法参数



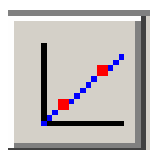
开始样品测量



稀释空白测量



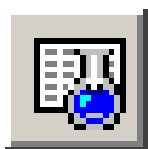
日因子测量



校正测量



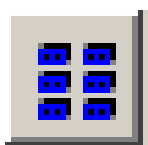
分析结果报告



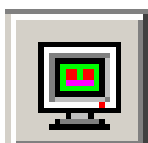
分析结果表



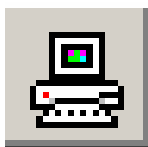
校正结果报告



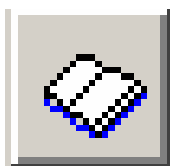
单独控制



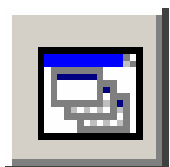
系统状态



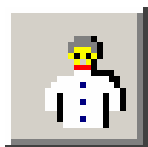
组件测试



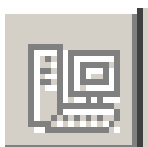
记录簿



选项



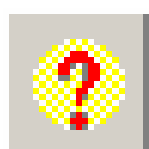
实验室操作人员姓名设置



服务系统设置



信息



帮助

8.2 进入和退出软件

1) 进入软件



Fig.6 Program icon

图六 应用软件图标

双击左图的软件图标或从 WINDOWS 的 **Start** 菜单=>**Program**=>**multiWin3.04** 进入应用软件。如果桌面上没有软件图标，可从 **Start** 菜单拷贝到桌面上。

当开始进入应用软件时，仪器会自动初始化和自检。初始化期间，启动界面出现：



Fig.7 multiWin starting screen

图 7 软件启动界面

初始化后，用户进入登录对话框，点击 **Log On** 按钮，提示登录者输入自己的密码。如

果要增加新的操作人员姓名，参见 8.8.2 部分。点击 **OK** 确认后，程序自动会把登录者的姓名和登录时间注册到记录簿。

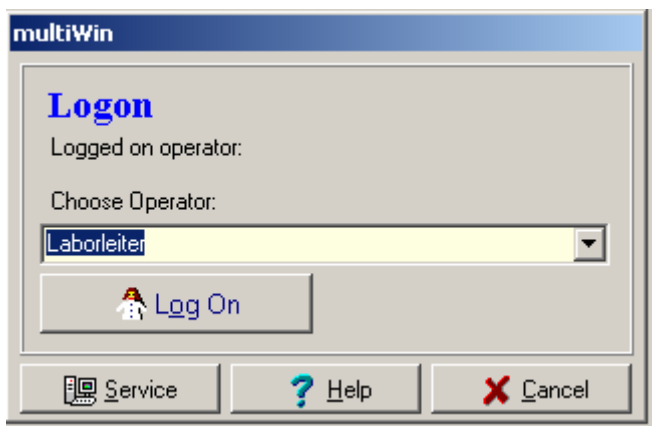


Fig.8 Logon dialog box

图 8 登录对话框

2)如果密码正确，软件与主机联机成功后就进入应用窗口界面：

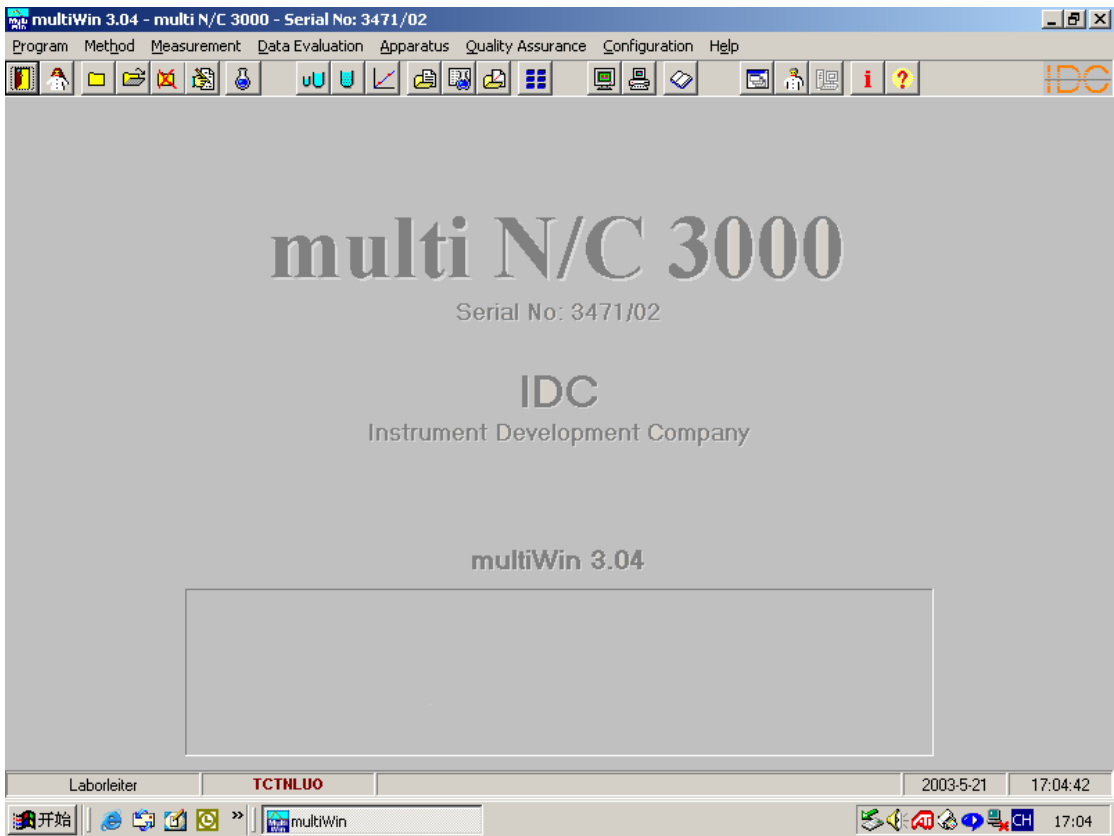


Fig.9 Application Windows of multiWin3.04

图 9 软件应用窗口界面

在应用窗口界面的左上方有一个系统状态窗口：

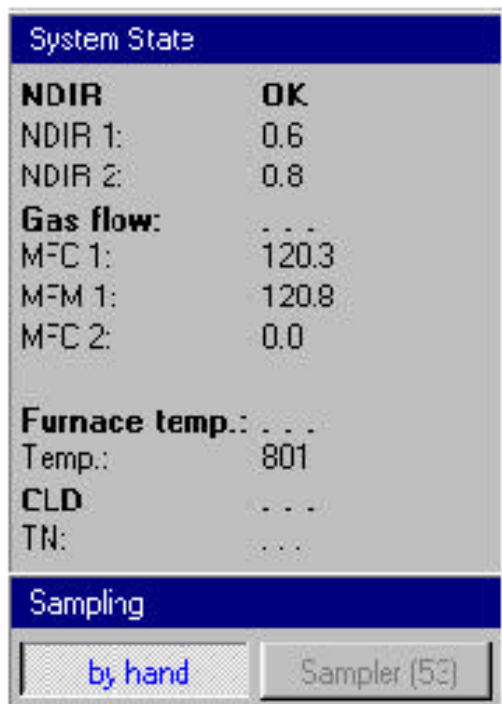


Fig.10 System status

NDIR (红外检测器):	OK
NDIR 1 (红外检测器的窄通道) (Fine):	0.6
NDIR 2 (红外检测器的宽通道) (Coarse):	0.8
Gas flow (流量):	...
MFC 1 (质量流量控制):	200.3
MFM1 (质量流量监测):	200.8
MFM2 (吹扫流量监测):	0.0
Furnace temp. (炉温):	...
Temp.:	801
CLD:	OK
TN:	OK
Sampling(进样方式)	
By hand (手动)	Samplerz(64) (自动)

图 10 系统状态

当所有的状态都如左框所示时，仪器已准备好测量样品。这个过程约需 20 分钟。

3) 有几种方式退出软件:

- 同时按下 **Alt-F4** 或 **Alt-x** 键
- 点击应用窗口右上角的“×”按钮
- 在程序菜单中点击退出命令<Exit>
- 点击工具条上的快捷按钮 (见图标解释)

8.3 方法

multi N/C 3000 结合 **multiWin3.04** 软件的灵活性可以满足不同用户的各种分析需求。

用户可以在很宽的范围内定义下列方法参数:

- 选择分析模式: TIC, TC, NPOC, NPOC(+), TOC(Diff), TNb
- 根据设定的标准偏差 (单位为 mg/l), 样品测量的最小和最大次数
- 清洗的频率和次数
- 额外增加的吹扫次数和相应的吹扫时间, 双击空白框, 出现“×”表明有此功能。
- NPOC 模式总无机碳 TIC 的控制, 双击空白框, 出现“×”表明有此功能。
- 进样体积和清洗体积
- 积分时间和起止判定原则
- 校正参数

在 **multiWin3.04** 软件里, 操作的步骤被称为“方法”:

—每个新创建的方法被存到指定名称的“方法”里

—方法保存的默认目录是程序目录中的“方法”子目录

—用户可以创建、装载、删除和编辑任何一个方法

—当前激活方法的名称显示在应用窗口的状态栏里

—如果选择手动“by hand”进样, 所有的样品分析没有样品表。这种情况下, 只能

用手把进样针放入样品瓶

—如果选择自动进样器“sampler”，被分析的样品将根据样品架表指定的参数放置，结果存入分析结果表中。

8.3.1 创建新方法

有三种方式创建新方法：

- 按键盘上的 F6 键
- 在方法菜单里点击 NEW 按钮
- 点击工具条上快捷按钮

使用任何一种方式均可进入方法对话框：

multiWin - Create method

Method | Process parameters

File name:

Directory:

State: ☒ liquid ☐ Solid

Method: ☒ TC ☐ IC ☐ NPOC ☐ NPOC(+) ☐ TOC (Diff.)

☒ TN ☒ NO ☐ NOx

Replicates: min. max.

SD (C) <= mg/l SD (N) <= mg/l

Replicate	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
Rinse cycles	1	1	1	1	1					
Reversed rinse										
2. Purging										
TIC Control										

Fig.11 Create new method dialog box(Method tab)

图 11 创建新方法对话框（方法标签界面）

在方法对话框的方法（METHOD）标签中，输入文件名（File name）；选择样品的状态液体或固体；选择测量的模式；选择测量重复次数和标准偏差；选择清洗次数等。一旦选择完毕并保存，这些参数将不会改变。以下是方法标签中各选项解释：

State: liquid（液体） solid（固体）

Method:

- **IC :** Inorganic Carbon（无机碳）
- **TC:** Total Carbon（总碳）
- **NPOC:** Non-purgeable Organic Carbon(direct method)（非吹扫有机碳）直接法

- **NPOC(+): Non-purgeable Organic Carbon plus(direct method)**
(非吹扫有机碳)(+)直接法, 此模式是在 NPOC 直接法的基础上,
再加上 TOC 差减法。样品中无机碳含量很大, 又为了节省时间时采用。
通常做法: 先吹扫样品 2-3 分钟, 然后采用 TOC 差减法。
- **TOC(Diff): Organic Carbon(differential method)** (有机碳) 差减法
- **TNb: Total Nitrogen** (总氮)
- **Replicates:** 重复测量次数
- **Rinse cycles:** 清洗次数, 每次测量之前清洗管路。
- **Reversed rinse:** 反向冲洗, 反向冲洗进样针。(仅用于自动进样器)
- **2.Purging:** 再一次吹扫样品, 双击空白框选中。用于重复测量之间的吹扫, 防止空气中 CO₂ 溶样品中。(仅用于手动进样)
- **TIC Control:** 无机碳控制, 双击空白框选中。用于检验无机碳的吹扫是否干净, 如不干净, 可以调整盐酸加入量和吹扫时间。

点击处理参数 (Process parameters), 进入参数标签:

The screenshot shows the 'multiWin - Create method' dialog box with the 'Process parameters' tab selected. The 'Method' tab is also visible. The 'Process parameters' section includes the following fields:

- Sample volume:** 500 (range: 100 ... 1000 μ l)
- Rinse Volume:** 2000 (range: 500 ... 4000 μ l)
- NPOC** section:
 - Purge time 1 (NPOC):** 10 (range: 10 ... 900 s)
 - Purge time 2 (NPOC):** 10 (range: 10 ... 900 s)
 - Flow (NPOC):** 10 (range: 10 ... 100 %)
- Max. integration time:** 300 (range: 60 ... 600 s)
- Integration parameters:**
 - C** (selected) | **N**
 - Start:** 0.12 (range: 0 ... 1.00 ppm)
 - Baseline approximation 1:** 0.20 (range: 0 ... 10.00 ppm)
 - Baseline approximation 2:** 0.40 (range: 0 ... 10.00 ppm)
 - Block:** 10 (range: 1 - 30)

At the bottom, there are three buttons: 'Abort' (red X), 'Help' (blue question mark), and 'Save' (green checkmark).

Fig.12 Create new method dialog box(process parameters)

图 12 创建新方法对话框 (处理参数)

在方法对话框的处理参数标签中, 输入样品体积、清洗体积、最大积分时间、积分参数等。

以下是处理参数标签的各选项解释：

- **Sample volume:** 进样体积 (100...1000 μ l)
- **Rinse volume:** 清洗体积 (500...4000 μ l)
- **NPOC**
 - Purge time(NPOC) 1:** 吹扫时间, 是指第一次用氧气吹扫时间 (10-900 秒)。
 - Purge time(NPOC) 2:** 吹扫时间, 再一次氧气吹扫时间 (10-900 秒), 只有在方法标签中选择此功能才有效。
 - Flow(NPOC):** 吹扫的流量 (10-100%)
- **Max. integration time:** 最大积分时间 (60-600 秒), 推荐值: 300 秒。当到达最大积分时间时, 积分结束。
- **C (碳积分参数)** 对于积分参数, 用户可以作些设定。但是要注意随意地更改积分参数会导致测量误差。
 - Start : 0.12 (0-1.00ppm) (触发积分开始)**

当测量的信号值超过 0.12 ppm 时, 触发积分开始。减少设定值会增加触发积分开始的灵敏度。当 TOC 浓度很低, 减少设定值是一种特别有用的方法。
 - Baseline approximation 1: 0.20 (0-10.00 ppm) (基线 1)**

当测量的信号值低于基线值 0.2 ppm 时, 触发积分结束。设定值越小, 积分结束的时间越长, 直到最大积分时间为止 (用于 **Fine** 通道)。
 - Baseline approximation 2: 0.40 (0-10.00 ppm) (基线 2)**

当测量的信号值低于基线值 0.4 ppm 时, 触发积分结束。设定值越小, 积分结束的时间越长, 直到最大积分时间为止 (用于 **Coarse** 通道)。
- **N (氮积分参数)** 对于积分参数, 用户可以作些设定。但是要注意随意地更改积分参数会导致测量误差。
 - Start: 0.12 (0-1.00ppm) (触发积分开始)**

当测量的信号值超过 0.12 ppm 时, 触发积分开始。减少设定会增加触发积分开始的灵敏度。当 TOC 浓度很低, 减少设定值是一种特别有用的方法。
 - Baseline approximation: 0.50 (0-10.00 ppm) (基线)**

当测量的信号值低于基线值 0.5 ppm 时, 触发积分结束。设定值越小, 积分结束的时间越长, 直到最大积分时间为止。
- **Block: 10 Counts(1-30) (延伸积分取样点数)**

“**Block**”被定义为当积分结束时参与计算平均值的测量信号的延伸取样点数。增加取样点数会使找到的积分终点更加准确和可靠。但是这会影响到分析时间。这是由于当积分结束时, 平均值的计算并未停止, 还需要增加几个取样点数参与计算以达到最终的测量结束。

当设定好方法和处理数据标签中的各选项时, 输入方法文件名如 TCTNLUO, 点击按钮<Save>保存所有设定的参数并退出方法对话框。

8.3.2 装载方法

有三种方式装载方法：

- 按键盘上的 F7 键
- 在方法菜单里点击 Load 按钮
- 点击工具条上快捷按钮

使用任何一种方式均可进入装载方法对话框：

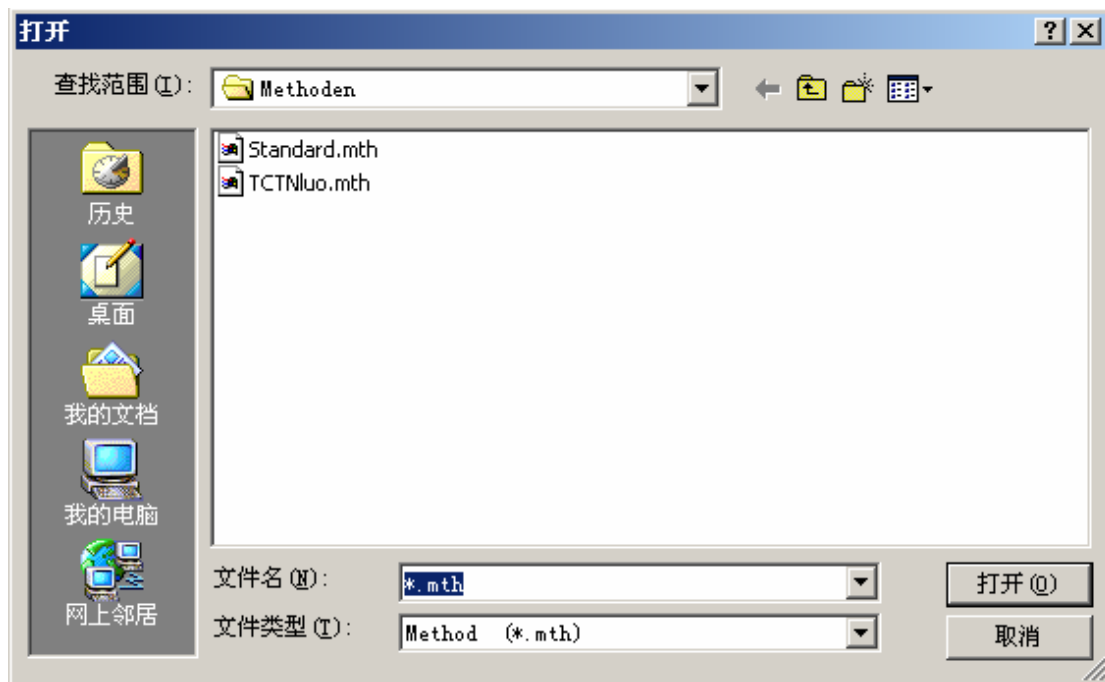


Fig.13 Method list dialog box

图 13 方法列表界面

双击要装载的方法，即可打开方法界面，同时该方法作为当前测量方法：

multiWin - Load method

Method | Process parameters | Calibration parameters

File name: TCTNluo.mth Edit

Directory: C:\Program Files\IDC\multiWin\Methoden

Comment

State: ☒ liquid ☐ Solid

Method: ☒ TC ☐ IC ☐ NPOC ☐ NPOC(+) ☐ TOC (Diff.)

☒ TN ☒ NO ☐ NOx

Replicates: min. 4 max. 5

SD (C) <- 0.500 mg/l SD (N) <- 0.500 mg/l

Replicate	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
Rinse cycles	1	1	1	1	1					
Reversed rinse										
2. Purging										
TIC Control										

Abort Help OK

Fig.14 Load method dialog box
图 14 装载方法界面

在装载方法界面中多了一项校正参数标签(Calibration parameter)。执行完校正测量后，得到的校正参数如截距、斜率、校正范围会存到此标签内。

8.3.3 删除方法

有三种方式装载方法：

- 按键盘上的 **Ctrl+Del** 键
- 在方法菜单里点击 **Delete** 按钮
- 点击工具条上快捷按钮

使用任何一种方式均可进入装载方法对话框：

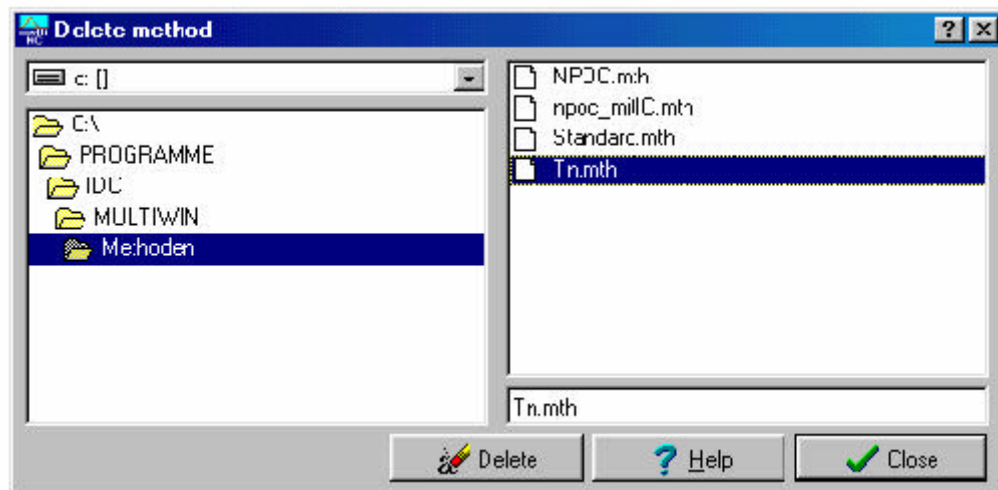


Fig.15 Delete method dialog box

图 15 删除方法对话框

如果用户不在需要某个方法，可以删除掉。在删除方法对话框中先点蓝要删除的方法，然后点击 **Delete** 按钮。程序会提示你是否确实要删除它。点击 **YES**，确认删除，则该方法再也无法恢复。另外，当前激活方法不能删除。

8.3.4 查看和编辑方法

有三种方式装载方法：

- 按键盘上的 F8 键
- 在方法菜单里点击 EDIT 按钮
- 点击工具条上快捷按钮

使用任何一种方式均可进入装载方法对话框：

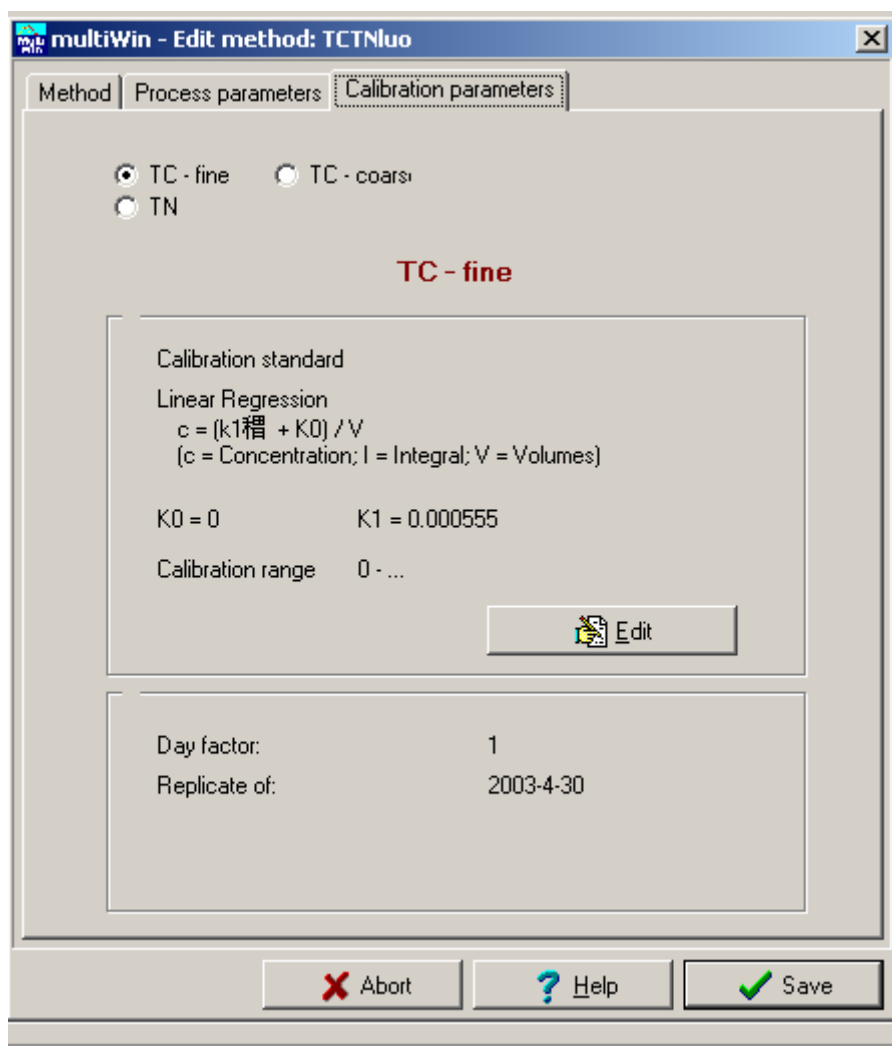


Fig.16 Editing the active method(Calibration)

图 16 编辑当前激活的方法（校正标签）

在编辑方法对话框中，和创建方法时一样所有没有被固定的参数均可编辑，但只能编辑当前激活的方法。另外，在校正标签中可以手动输入校正参数。以下是校正参数的内容解释：

- 单选框
 - TC-fine (NDIR 的细测量通道 0.05-100.0mg/L)
 - TC-coarse (NDIR 的粗测量通道 100.0-5000.0mg/L)
 - TN 总氮测量
- TC-fine 的校正参数
 - Linear Regression (线性回归)

$C=(K1*I+K0)/V$ (C—样品浓度; I—积分面积; V—进样体积; K0—截距;
K1—斜率)

- Calibration range (校正范围, 以积分面积 UA 表示, UA—Unit Area)
校正范围是由校正测量后自动产生。当某一样品的积分面积超出校正范围时, 程序将自动切换 TC-coarse 测量通道计算。点击 EDIT 按钮可以编辑校正范围。
- Day factor : 日因子 , 默认值: 1
Replicate of : 复制日期 (即获得日因子的日期)

8.4 准备和开始测量

8.4.1 手动开始测量

准备好样品后, 进入测量对话框 (三种方式):

- 按键盘上的 F2 键
- 在测量菜单里点击开始测量命令 (START MEASUREMENT) 按钮
- 点击工具条上快捷按钮

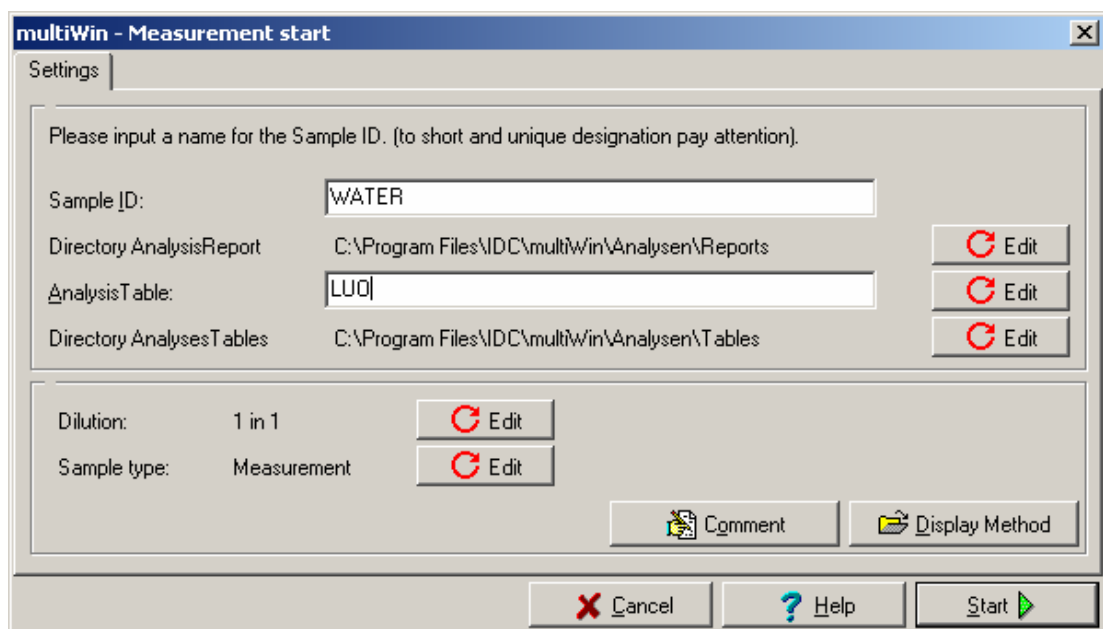


Fig.17 Measurement start dialog box

图 17 开始测量对话框

在测量对话框中, 输入样品名称 (Sample ID) 如 WATER; 输入分析结果表 (Analysis Table) 如 LUO; 点击 EDIT 可以编辑样品报告保存路径、分析结果表保存路径、稀释因子和样品测量类型。(Comment)按钮是显示样品的备注, (Display Method)是显示当前测量样品的方法对话框。

输完样品名称和分析结果表后，点击(Start)绿色箭头按钮进入测量对话框。

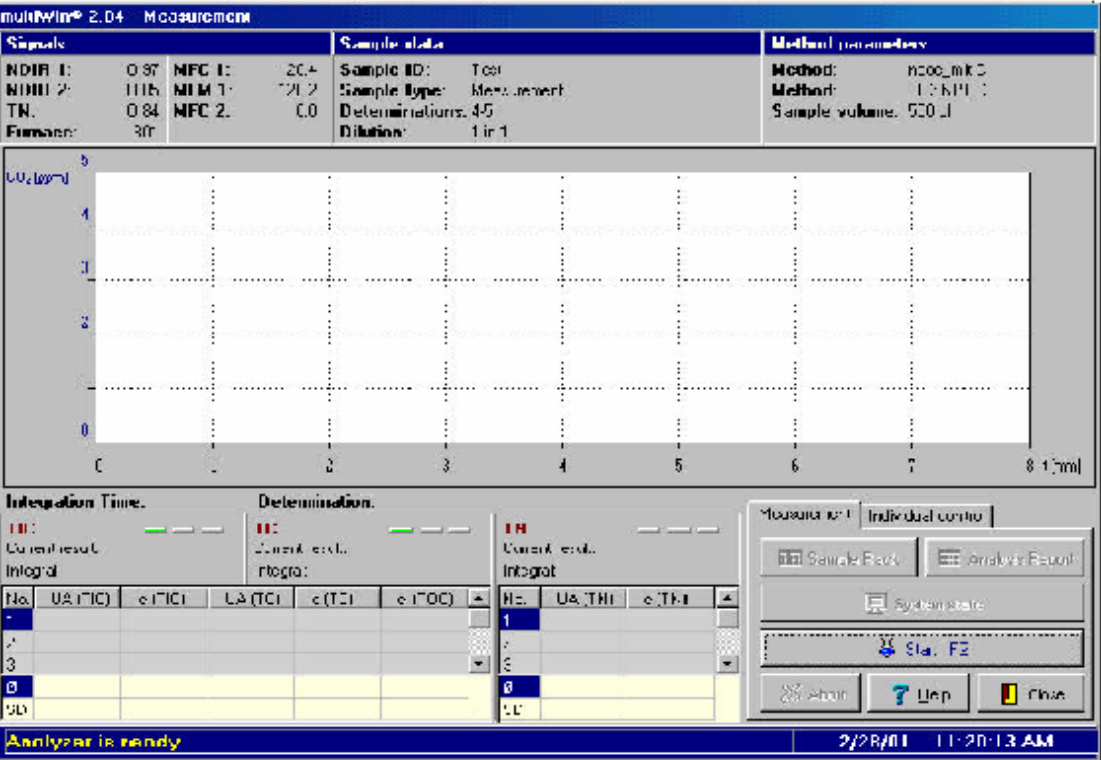


Fig.18 Measurement dialog box

图 18 测量对话框

测量对话框含有三个功能键：启动测量 (Start F2)，取消测量 (Abort)，关闭窗口 (Close)。在测量过程中这几个功能键能够操作，其它功能键禁止操作。

当底下的状态出现仪器已准备好 (Analyzer is ready) 且样品吸样针插入到样品瓶时，可以点击 **Start F2** 按钮启动测量。测量过程中当前结果、积分面积、积分时间，积分谱图等实时显示。测量对话框中坐标图的横坐标以时间表示，纵坐标以 CO₂ (ppm) 或 NO (ppm) 表示。注意：CO₂ (ppm) 或 NO (ppm) 是 CO₂ 或 NO 在氧气载气中的浓度，不是 TC 或 TN 的真实浓度。TC 或 TN 的真实浓度是在结果栏中。

在测量过程中，如果想取消测量，则可以点击 **Abort** 按钮或按键盘上的 ESC 键取消测量。测量过程将立即停止并出现取消测量的信息窗口：

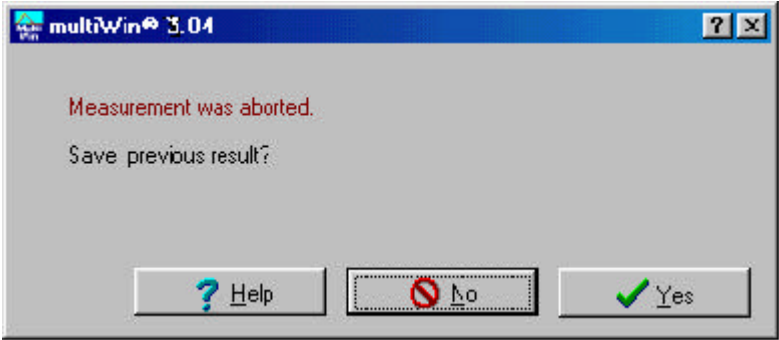


Fig.19 Message window: Abortion of measurement

图 19 取消测量的信息窗口

根据用户的意愿保存或拒绝已测量的数据。可能会出现一些误差信息，取消即可。

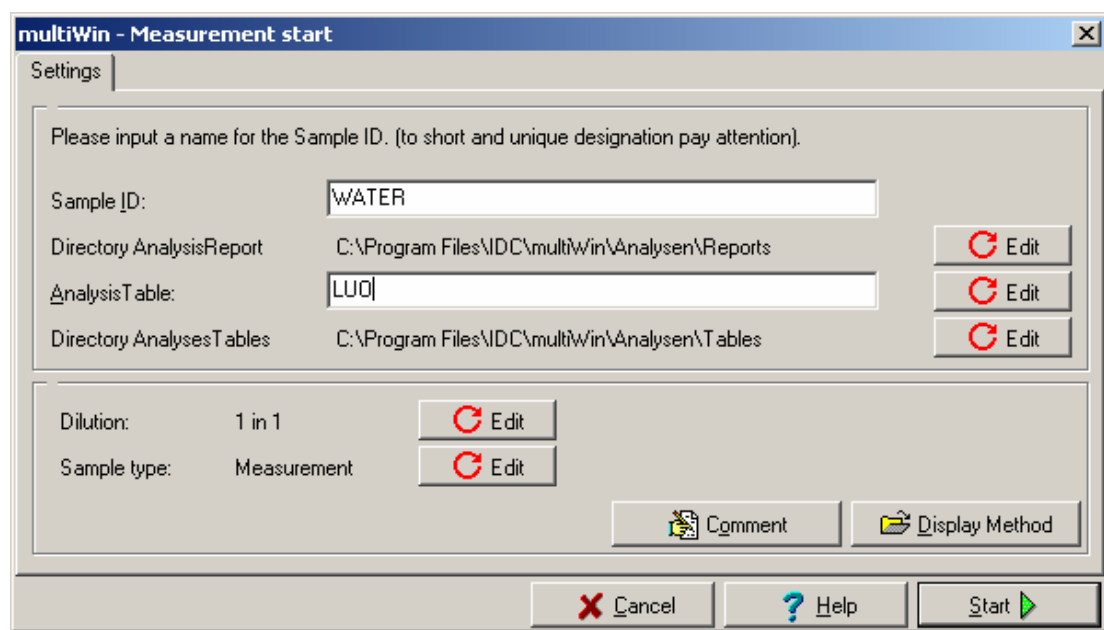
仪器会清洗管路系统，为新的测量作好准备。

8.4.2 自动开始测量

首先在系统状态对话框中选择自动进样器（Sampler），则测量界面就切换为自动开始测量界面。测量过程跟手动测量类似。

准备好样品后，进入测量对话框（三种方式）：

- 按键盘上的 F2 键
- 在测量菜单里点击开始测量命令（START MEASUREMENT）按钮
- 点击工具条上快捷按钮



- 注意：1）必须输入分析结果表名称
2）样品数据是在样品架表中输入

在自动进样器 XYZ（Sampler）的样品架上，样品位置是用数字序号标记的，默认的数字序号提供给用户设置样品位置时参考。设置完的样品表和每个样品的其他参数要保存一个文件名。

样品表中每个位置可以为不同的分析任务单独设置参数和保存。以后有同样的分析任务时可以直接调用而不须重新设置。

为了创建一个新的样品架表，用户必须先配置样品表格分布表。分布表内可以定义是否用几种方法测量一批样品或是否采用 NPOC 模式测量。

选择时注意：

- 如果选择 NOPC 或直接法，则禁止方法的混合使用，如一个样品采用 NPOC，另一个采用 TC 是不允许的。
- 如果不选择 NOPC 或直接法，则可用多种方法混合测量。

各项选择见下面对话框：

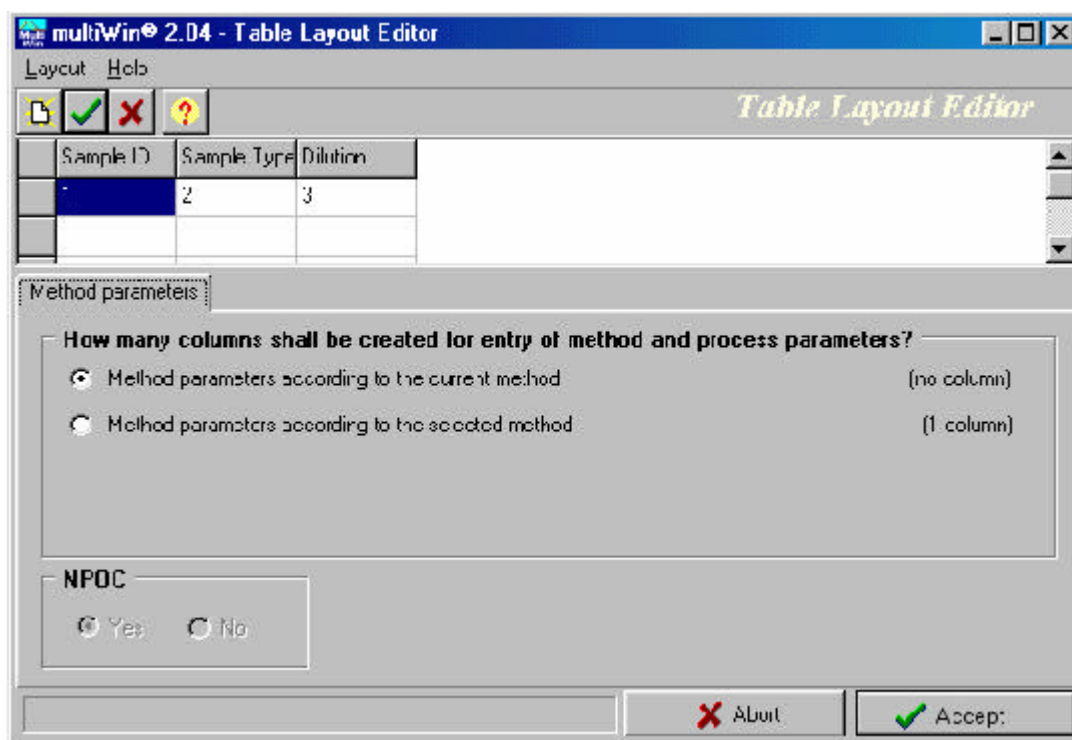


Fig.20 Table Layout Editor dialog box

图 20 样品表格分布编辑器对话框

其中样品名称 (Sample ID)、样品测量类型 (Sample Type) 和稀释因子 (Dilution) 是样品架表的三列名称。方法参数 (Method parameters) 是决定在样品架表中是否有方法这一列。

当选定后，点击接受 (Accept) 按钮进入样品架表对话框：

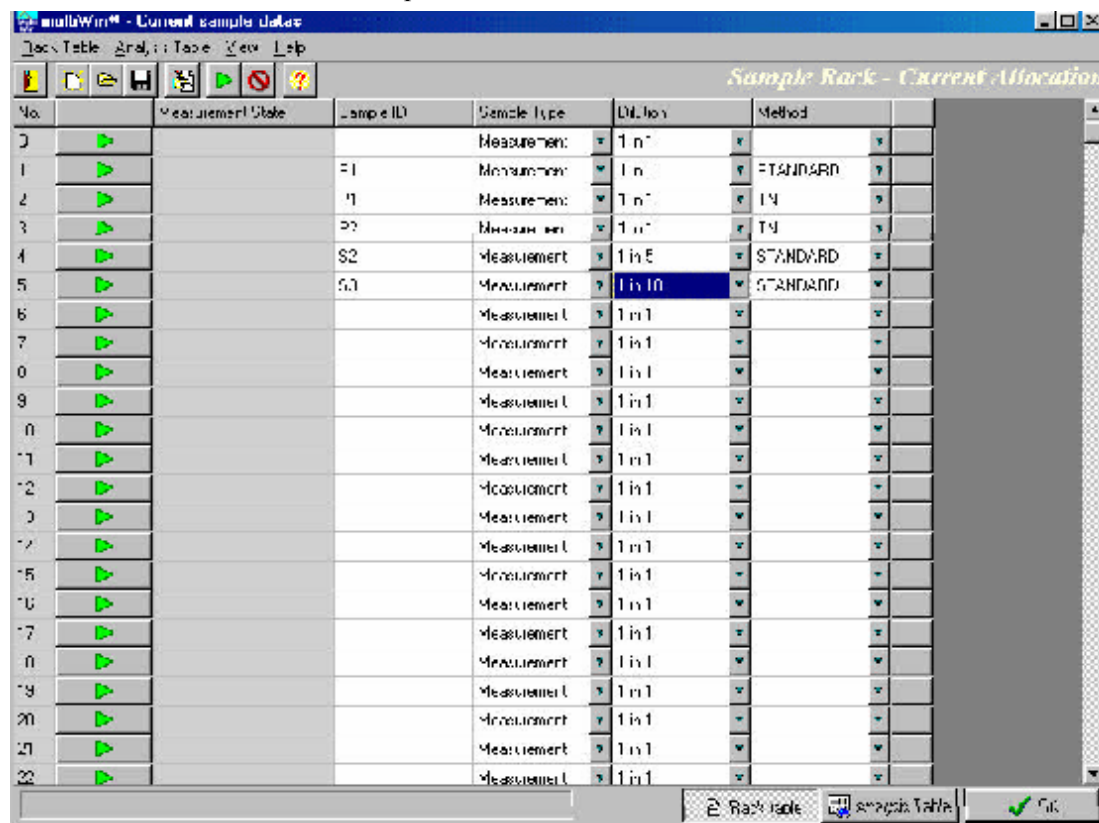


Fig.21 Sample rack table

图 21 样品架表

如果所有样品都用一种方法测量，则样品架表中只含有六列。如果使用多个方法测量，则样品架表中扩展一个方法列（即第七列）。由样品表格分布表中的方法参数（Method parameters）选项决定是否增加一列。各列解释如下：

- 第一列表示样品架上的样品摆放位置，第一列中 Q 表示快速测量（Quick），默认位置为最后一个位置。
- 第二列表示样品的测量方式：测量或禁止测量
- 第三列表示在这个位置上的样品的测量状态：是否准备好
- 第四列是定义样品名称
- 第五列表示样品的测量类型：标准校核测量(Standard)、校正测量 Calibration)或样品测量(Measurement)，可通过列表框选择。注意：校正测量和样品测量必须使用不同的样品架表。禁止在一个样品架表中同时运行校正测量和样品测量。
- 第六列表示如果样品被稀释，可以改变稀释因子。
- 第七列表示如果使用不同方法测量样品，在这一列中选择方法。

各列中的选择和名称输入完毕后，点击第二列或工具条上的绿箭头即启动测量。进入启动样品测量界面：

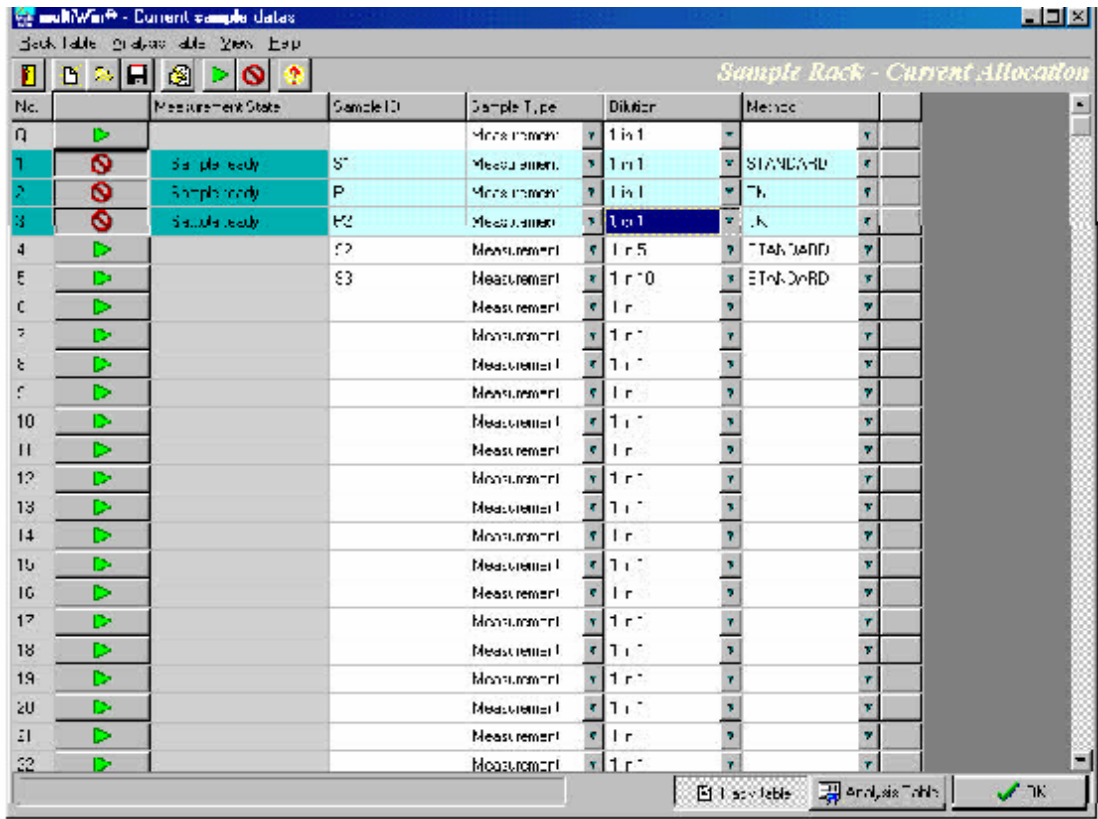


Fig.22 Releasing samples for measurement

图 22 启动样品测量界面

如果某一行的样品测量已被激活，要重新取消，则点击一下显示在第二列的红色图标即可。测量过程中在当前运行的样品架表中添加样品或删除不想测量的样品。样品名称可以复制和插入到样品架表中。

如果运行样品过程中要快速插入一个样品，可以插入到样品架表中第一列的第一行 Q 位置。但这个样品要放到样品架的最后一个位置。Q 位置的样品测完后，系统按样品架表中的原先顺序继续测量。

8.4.3 校正

8.4.3.1 选择正确的校正方法

multiWin3.04 软件提供用户通过选择正确的方法优化定制不同的分析任务。利用创建的方法优化测量样品首先要进行校正测量。校正的类型已在第七部分叙述过。

1) 手动校正测量步骤如下：

A. 点击测量菜单（Measurement）中的校正命令（Calibration），出现选择正确方法或装载校正表的对话框：

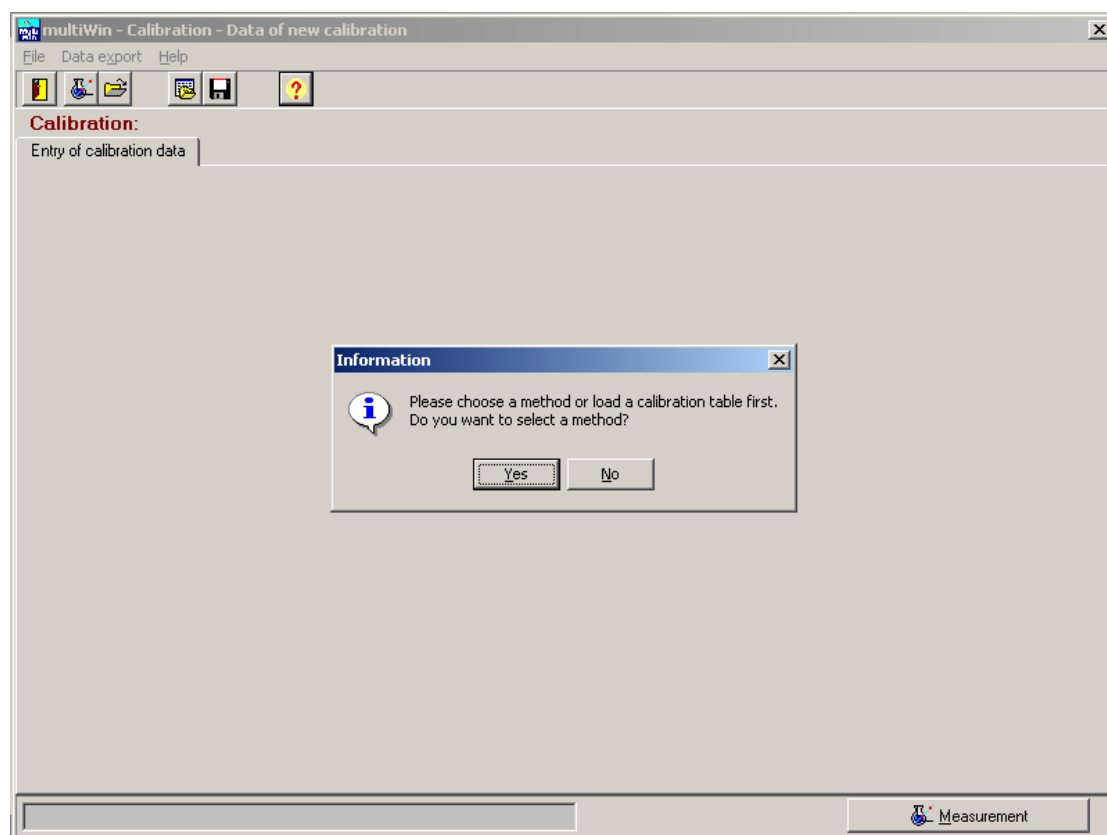


Fig.23 Selecting a method

图 23 选择一个方法

B. 点击 YES 按钮出现装载当前方法的对话框，点击 NO 按钮出现选择已存校正表的对话框，推荐操作步骤：点击 YES→点击 YES。

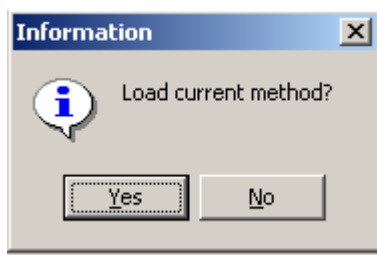


Fig.24 Loading current method

图 24 装载当前方法

C. 点击 YES 按钮出现校正表设置对话框：

multiWin - Calibration - Data of new calibration

File Data export Help

Calibration: **Kal_TCTNluo_030523_1320**

Entry of calibration data

Save as: C:\Program Files\IDC\multiWin\Kalibrierung\Calibration measurements\TCTNluo\2003\05\Kal_TCTNluo_030523_1320.kal

Method: TCTNluo

Comment

Calibration parameters:

Type: Multipoint calibration with constant sample volume

Number of samples: 6

Analytical parameters: ☐ IC ☒ TC / NPOC ☒ TN

Blank ☐ measure ☒ enter

Constant sample volume: 500 µl

Blank

IC UA/ml

TC 0 UA/ml

TN 0 UA/ml

No.	Rep.	c (TC) [mg/l]
1	3	0.10
2	3	1.00
3	3	2.00
4	3	5.00
5	3	10.00
6	3	20.00

Measurement

Fig.25 Setup of calibration data dialog box

图 25 校正数据设置对话框

选择校正的类型(Type)：固定体积多点浓度系列校正和固定浓度不同体积系列校正；选择标准浓度点数或体积点数(Number of samples)；分析模式已由创建方法时选定（这里不用选择）；空白：直接测量(Measure)或运行完超纯水后获得的积分面积手动输入(Enter)；固定进样体积(Constant)：500ul(由创建方法时设定)。空白框（Blank）中的数据手动输入，单位为 UA/ml，如果用超纯水直接测量空白，此框不会出现。TC 或 TN 框中的测量重复次数和标样浓度或体积手动输入（注：此处重复测量次数独立于创建方法时测样的重复次数）。

D. 输完浓度后，点击测量(Measurement)按钮进入测量对话框：

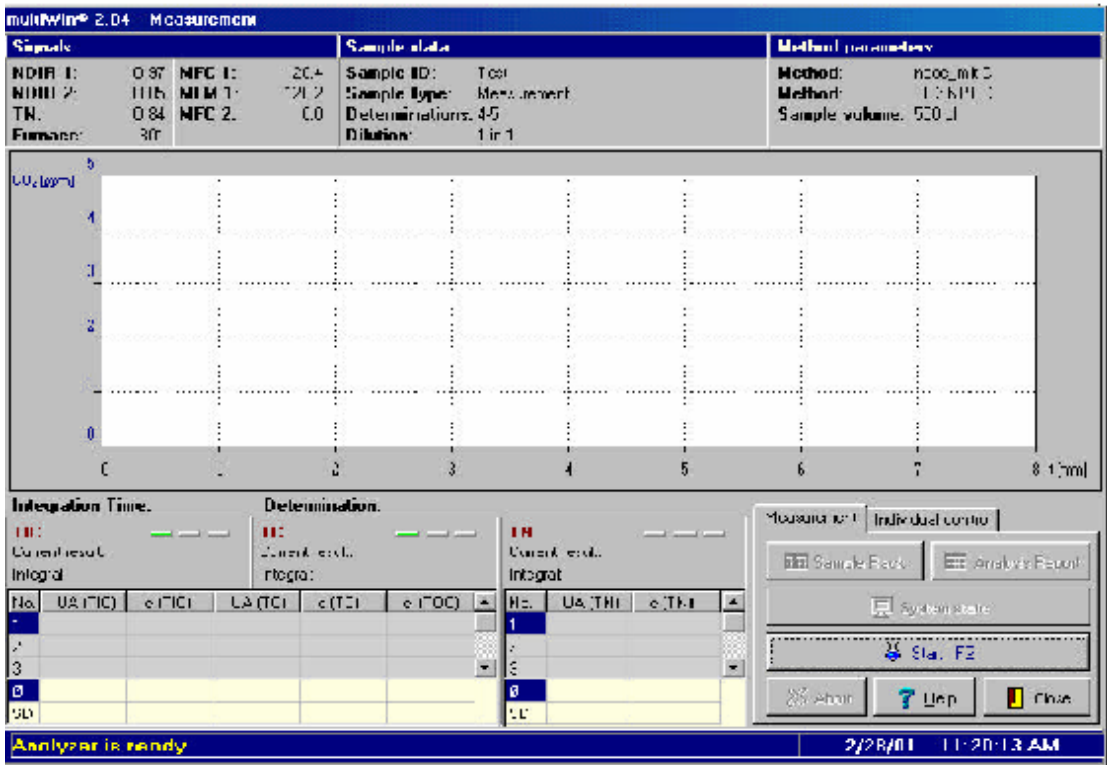


Fig.26 Measurement dialog box

图 26 测量对话框

E. 当底下的状态出现仪器已准备好（Analyzer is ready）且样品吸样针插入到样品瓶时，可以点击 **Start F2** 按钮启动测量。实时状态和样品测量时几乎一样，唯一的差别是没有浓度结果。

当测完一个标样后，会出现提示测量下一个标样的对话框，直到所有的标样测完后，出现校正数据的对话框：

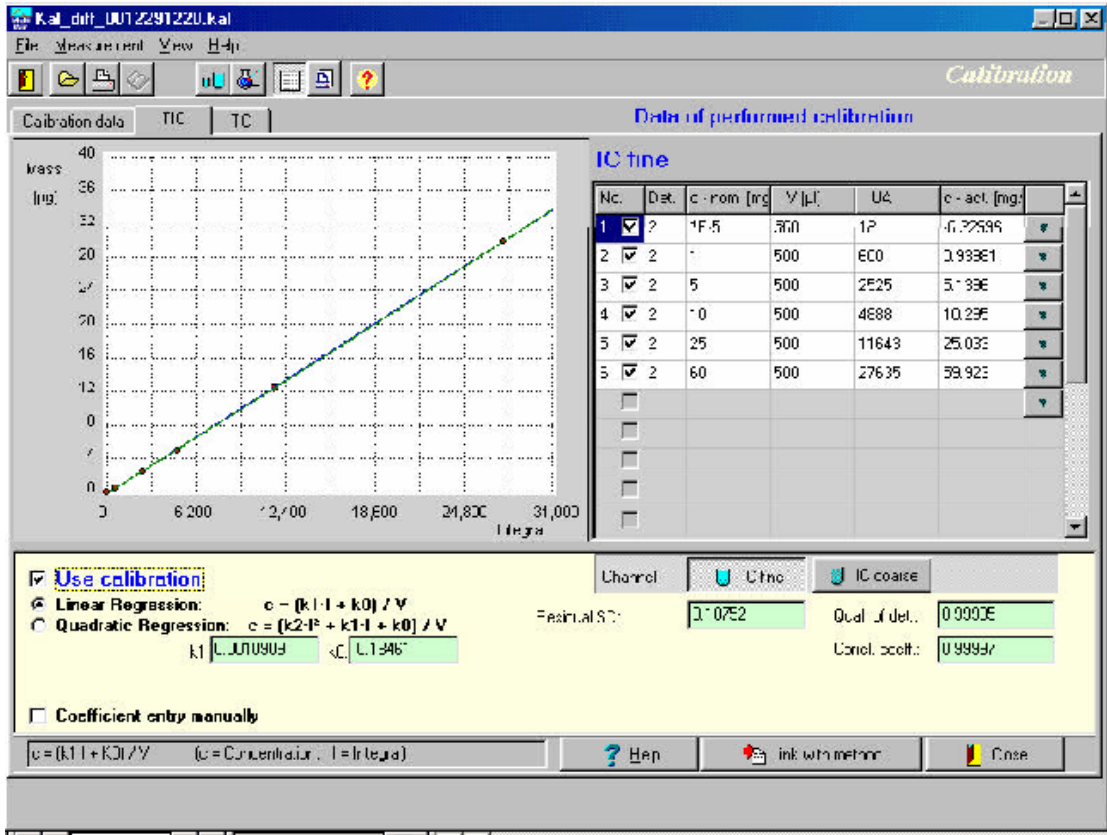


Fig.27 Calibration Data dialog box
图 27 校正数据对话框

F. 为了让校正数据和方法联系上, 选上使用校正的复选框 “Use Calibration”, 然后点击和方法联系按钮(Link with method), 校正数据的最终确认对话框出现:

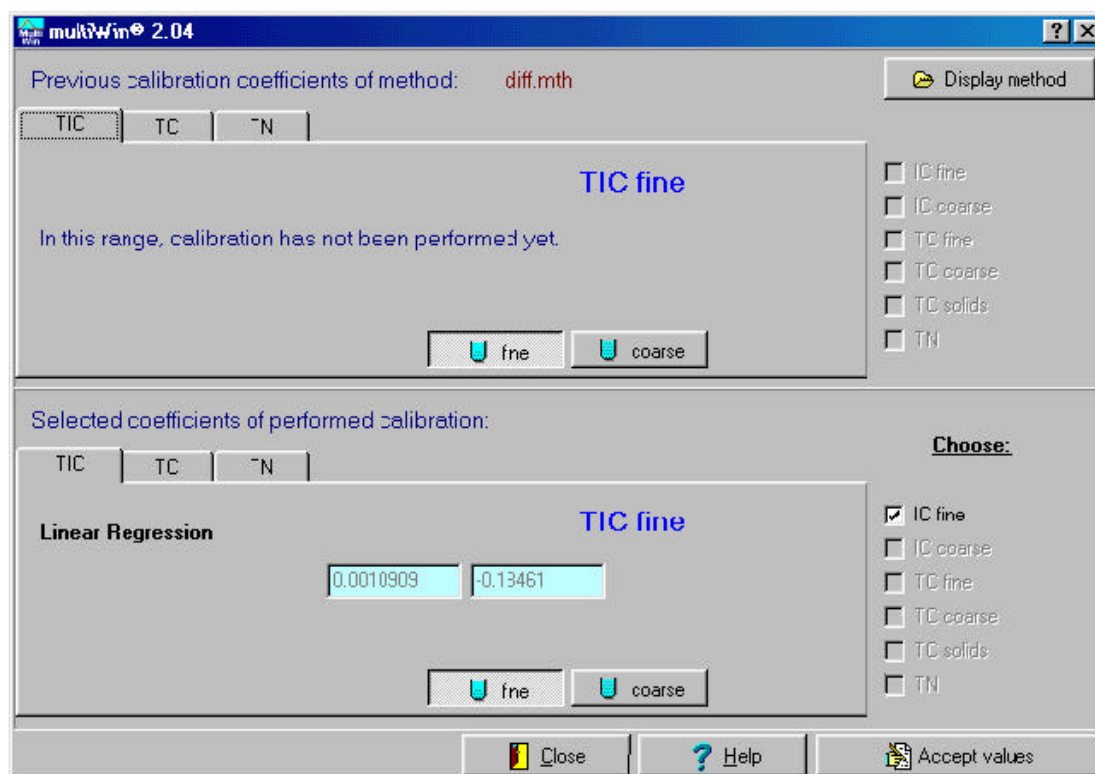


Fig.34 Final acceptance of calibration data

图 34 校正数据的最终确认界面

在这个界面有以前校正数据和当前校正数据的比较, 如果当前校正数据较为理想, 点击接受新值 (ACCEPT VALUES) 按钮, 则当前校正数据就替代以前校正数据并存入当前方法中。到此, 手动校正测量结束。可直接用当前方法测量样品, 由当前校正数据算出样品的浓度。

2) 自动校正测量步骤如下:

A. 点击测量菜单 (Measurement) 中的校正命令 (Calibration), 出现选择正确方法或装载校正表的对话框:

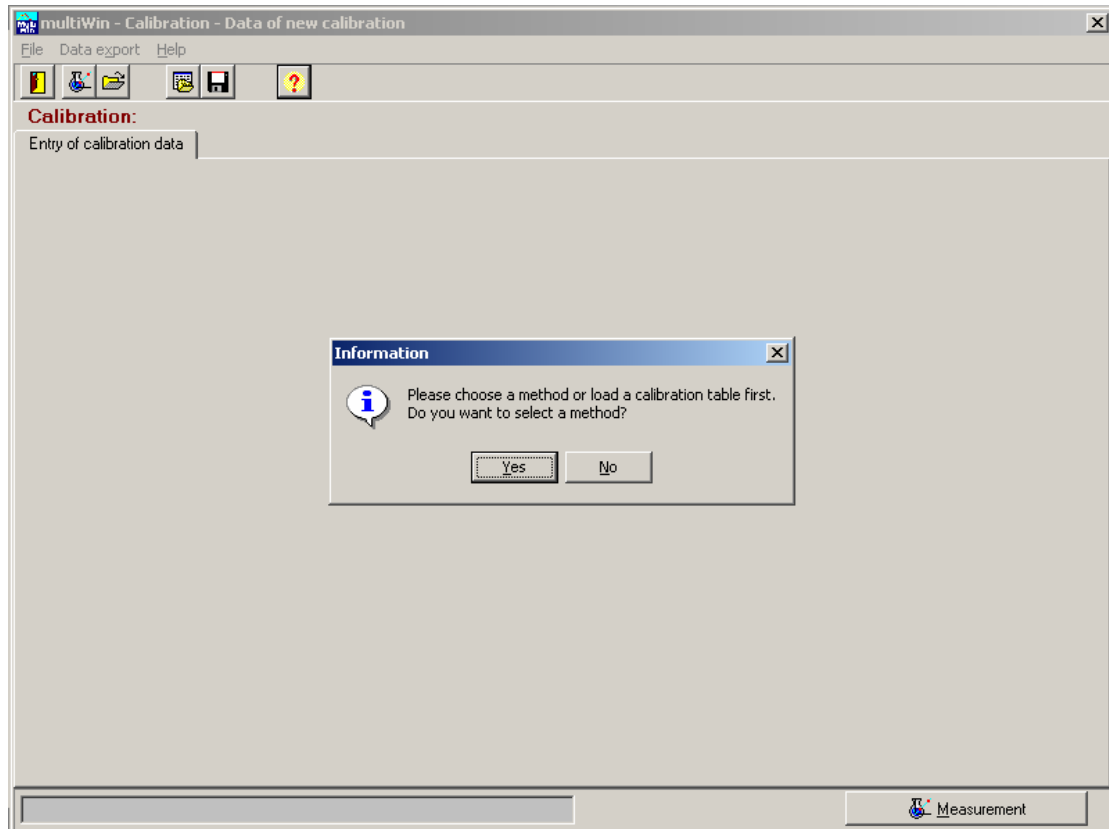


Fig.28 Selecting a method

图 28 选择一个方法

B. 点击 YES 按钮出现装载当前方法的对话框, 点击 NO 按钮出现选择已存校正表的对话框, 推荐操作步骤: 点击 YES→点击 YES。

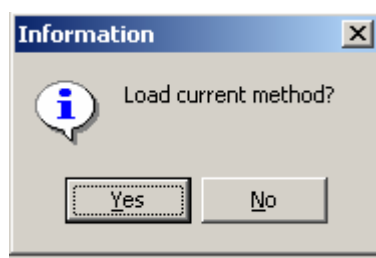


Fig.29 Loading current method

图 29 装载当前方法

C. 点击 YES 按钮出现校正表设置对话框：

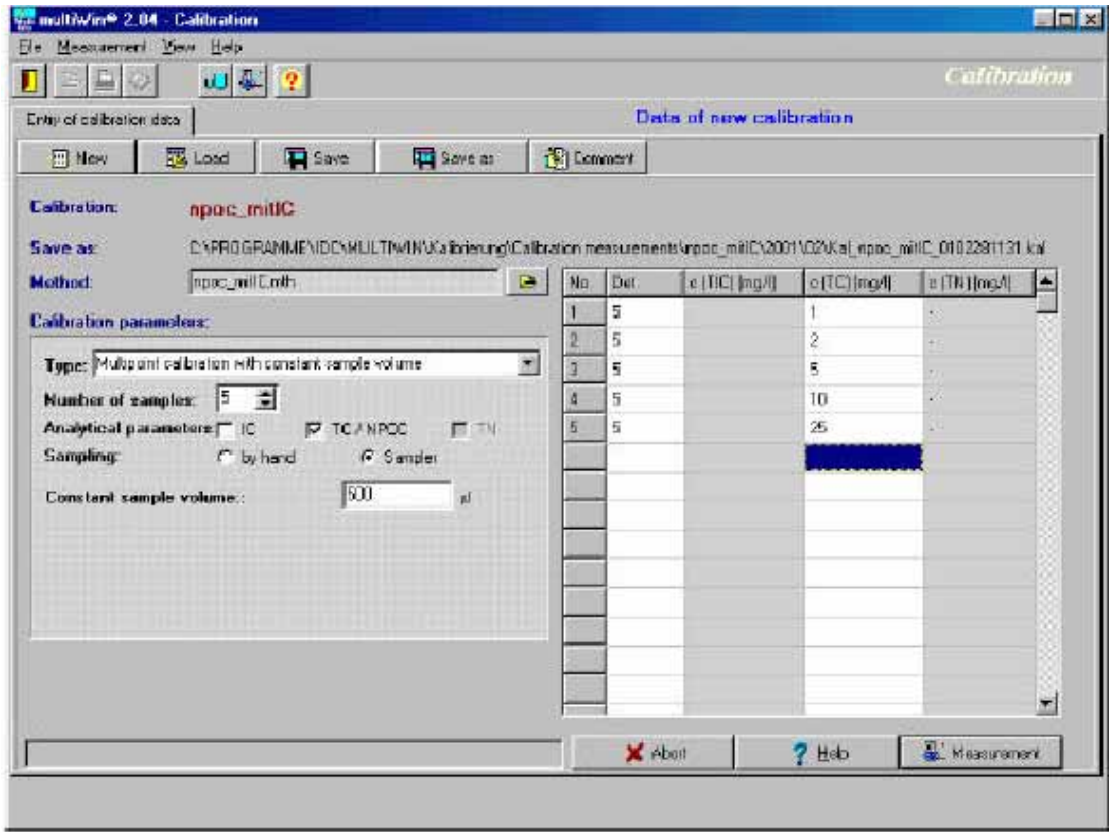


Fig.30 Setup of calibration data dialog box

图 30 校正数据设置对话框

选择校正的类型(Type)：固定体积多点浓度系列校正和固定浓度不同体积系列校正；选择标准浓度点数或体积点数(Number of samples)；分析模式已由创建方法时选定（这里不用选择）；空白：直接测量(Measure)或运行完超纯水后获得的积分面积手动输入(Enter)；固定进样体积(Constant)：500ul(由创建方法时设定)。空白框（Blank）中的数据手动输入，单位为 UA/ml，如果用超纯水直接测量空白，此框不会出现。TC 或 TN 框中的测量重复次数和标样浓度或体积手动输入（注：此处重复测量次数独立于创建方法时测样的重复次数）。

D. 输完浓度后，点击测量(Measurement)按钮进入启动样品架上的标样测量界面：

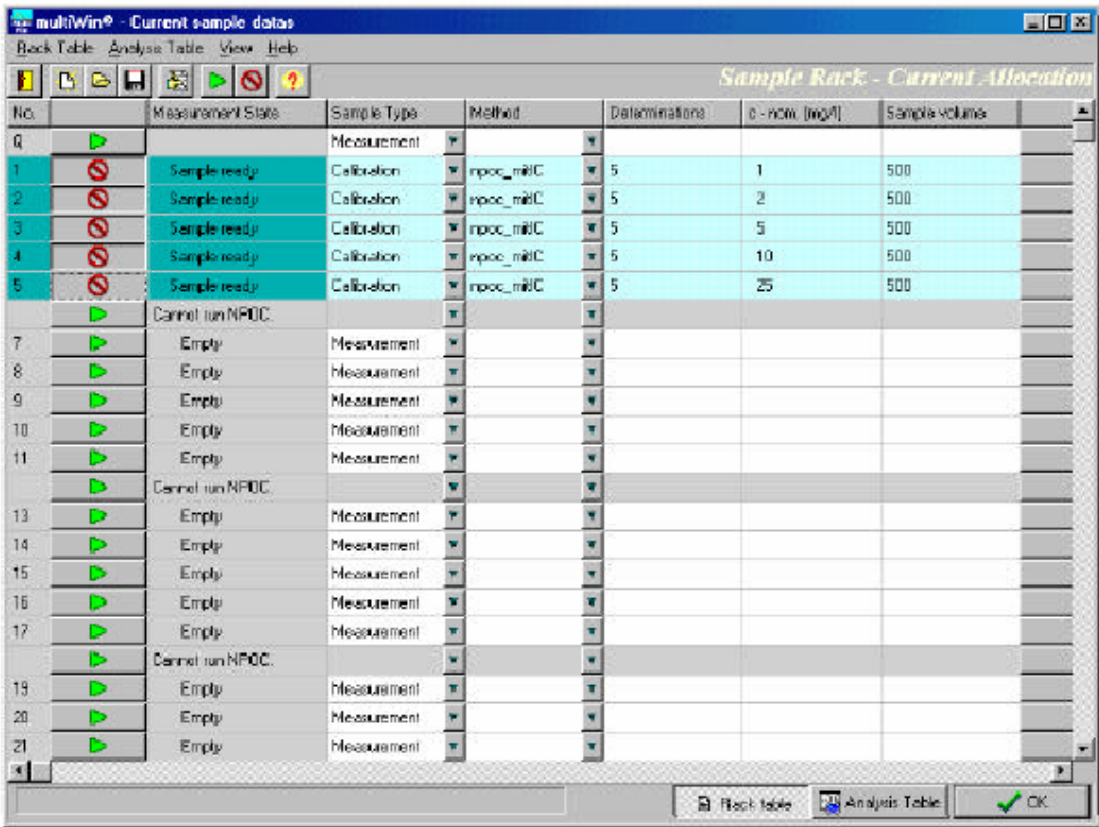


Fig.31 Releasing standards on the sample rack of analysis

图 31 启动样品架上的标样测量界面

注意：标准样品只能按顺序摆到样品架上的第一到第六个位置，不可任意放置。而测样时可以任意放置（除了最后一个位置外）。

E. 点击 OK 按钮进入测量对话框:

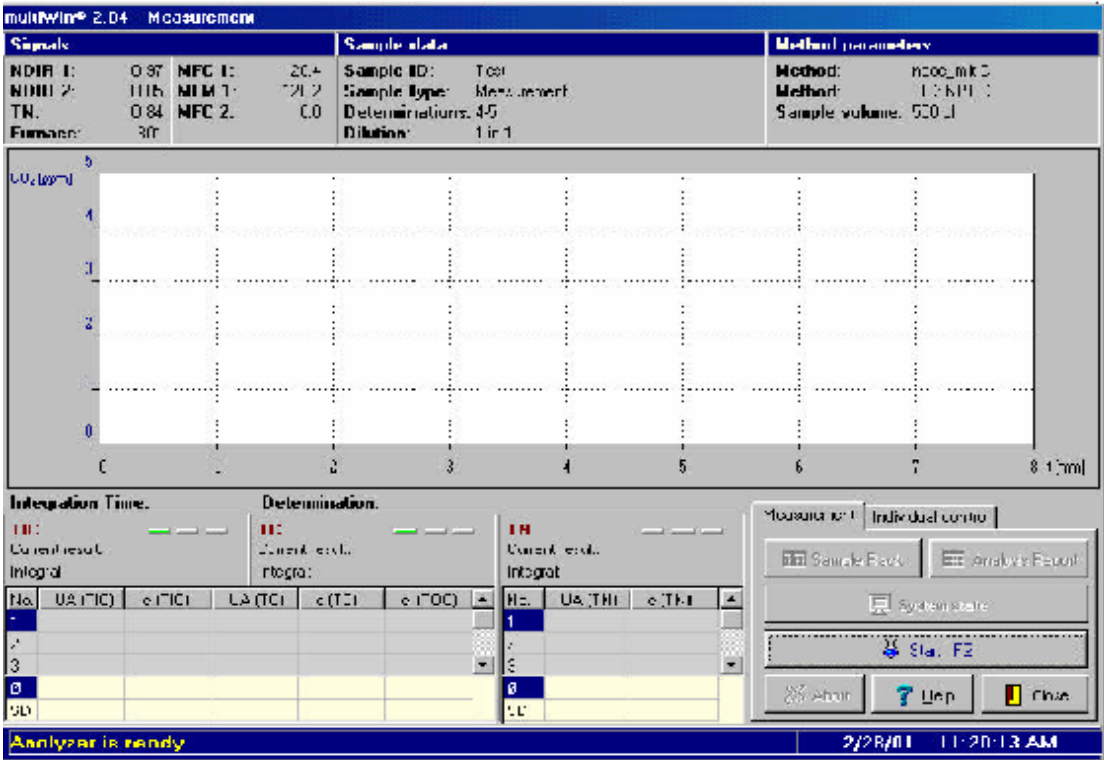


Fig.32 Measurement dialog box
图 32 测量对话框

F. 当底下的状态出现仪器已准备好 (Analyzer is ready) 且样品吸样针插入到样品瓶时, 可以点击 **Start F2** 按钮启动测量。实时状态和样品测量时几乎一样, 唯一的差别是没有浓度结果。仪器会自动地连续测量标准样品, 测完结束后, 出现校正数据的对话框:

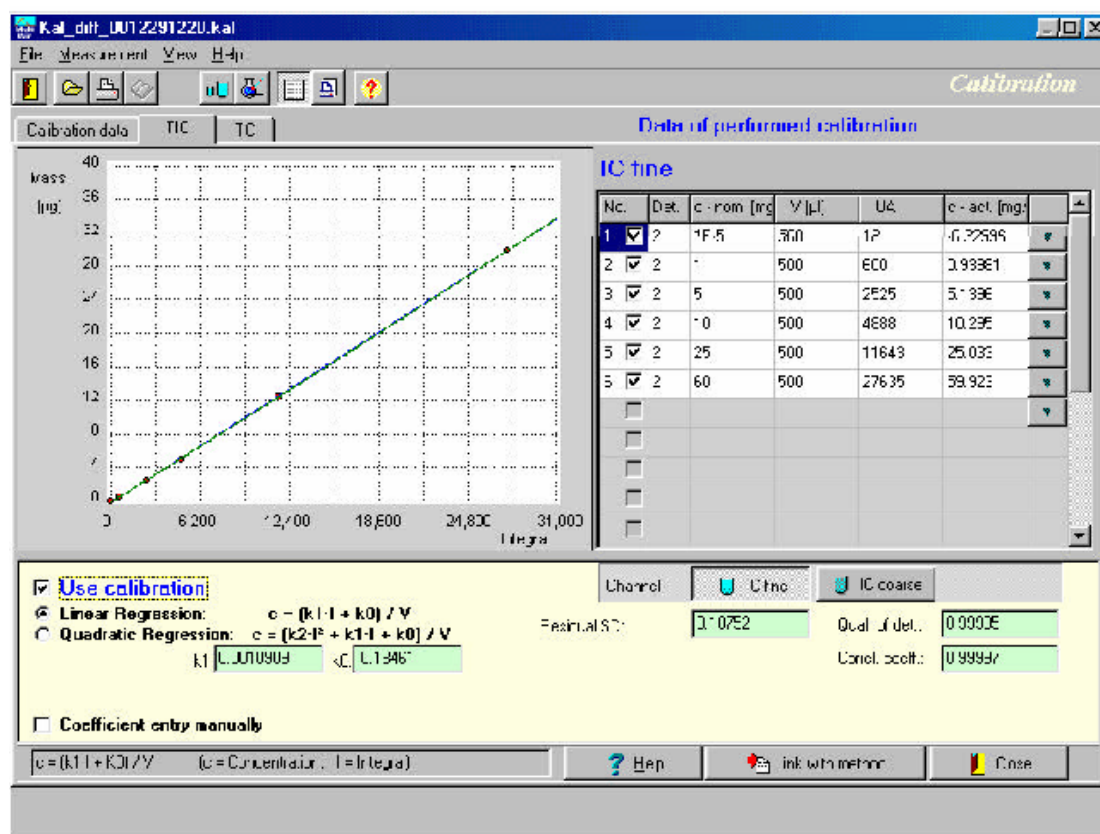


Fig.33 Calibration Data dialog box

图 33 校正数据对话框

校正数据是以“.kal”为扩展名保存在默认路径下。如果要装载已存的校正数据，点击 **File** 菜单中的打开校正文件(Open Calibration File)命令。

在校正数据表中，可以删除一些异常值；可以选择线性回归和二次方程回归。高浓度的标样软件会自动选择 NDIR 的粗通道(Coarse)校正，低浓度的标样使用 NDIR 的细(Fine)通道校正。点击 Coarse 或 Fine 相应图标，可以查看每个通道的校正数据。另外，还有校正曲线的相关系数 (R2)。由相关系数 (R2) 来判断校正曲线的好坏。

G. 为了让校正数据和方法联系上，选上使用校正的复选框 “Use Calibration”,然后点击和方法联系按钮(Link with method)，校正数据的最终确认对话框出现：

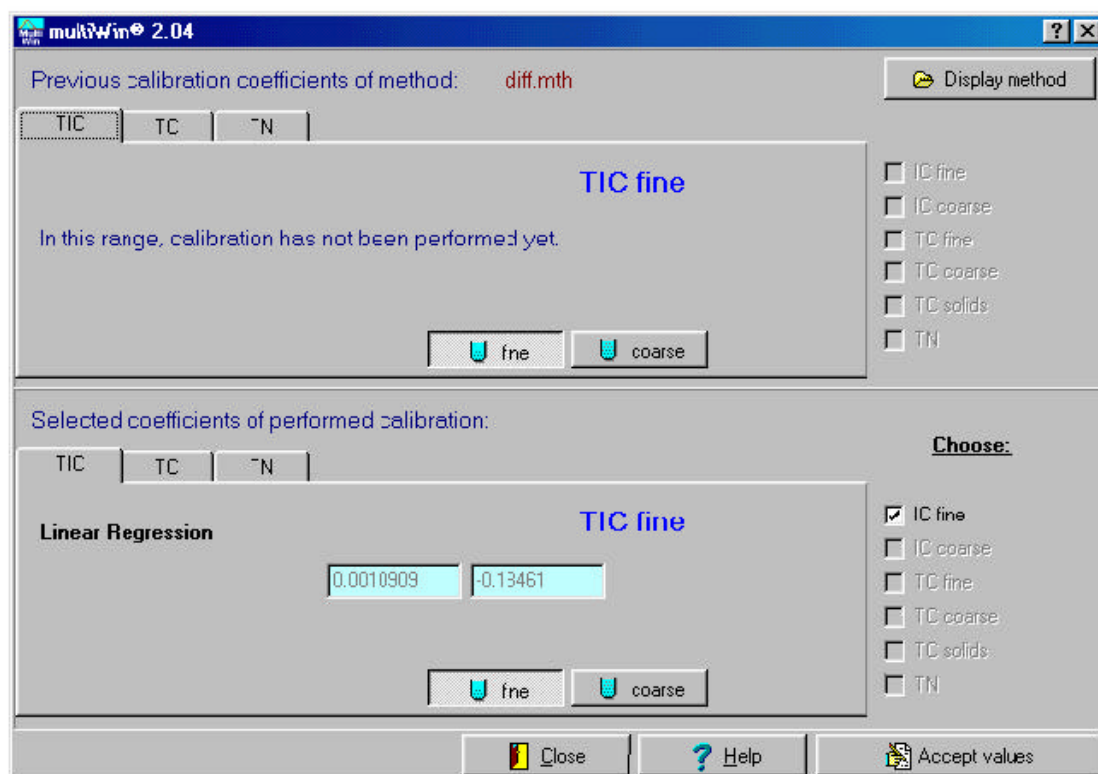


Fig.34 Final acceptance of calibration data

图 34 校正数据的最终确认界面

在这个界面有以前校正数据和当前校正数据的比较，如果当前校正数据较为理想，点击接受新值（ACCEPT VALUES）按钮，则当前校正数据就替代以前校正数据并存入当前方法中。到此，自动校正测量结束。可直接用当前方法测量样品，由当前校正数据算出样品的浓度。

8.5 数据报告

8.5.1 结果文件

点击数据报告（Data Evaluation）菜单下的分析报告命令（Analysis Report），进入分析报告界面：

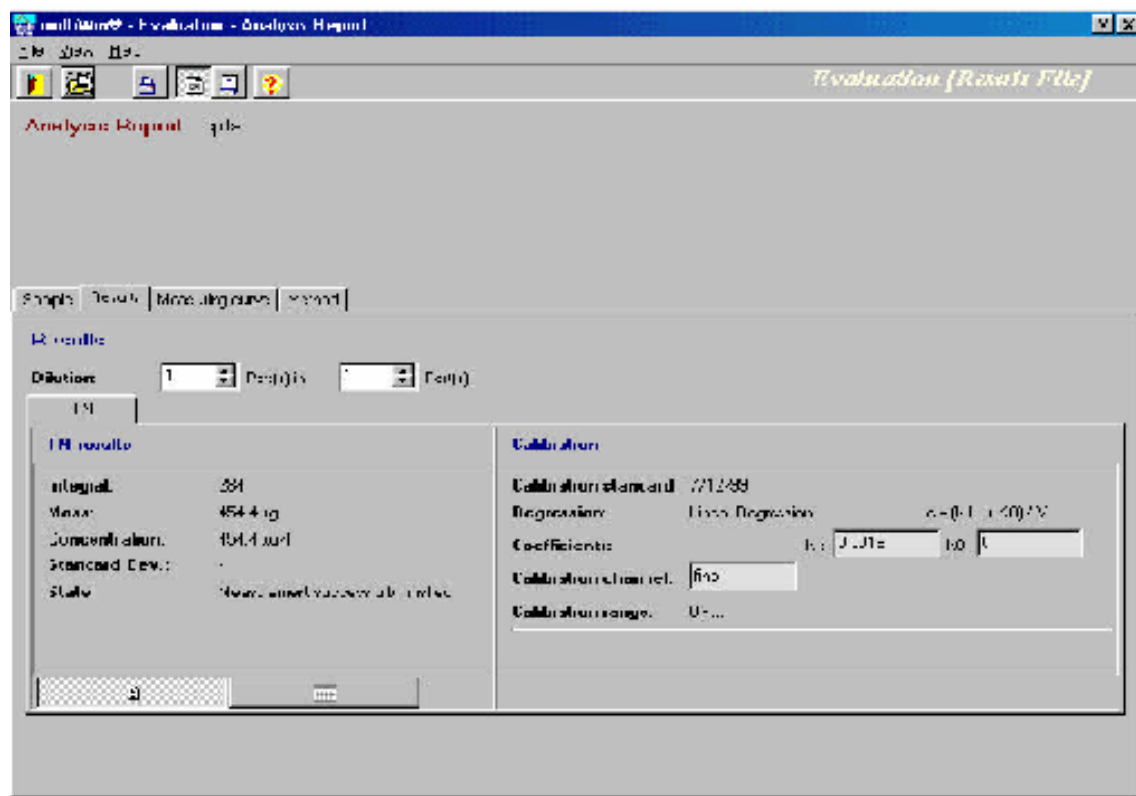


Fig.35 Analysis Report interface

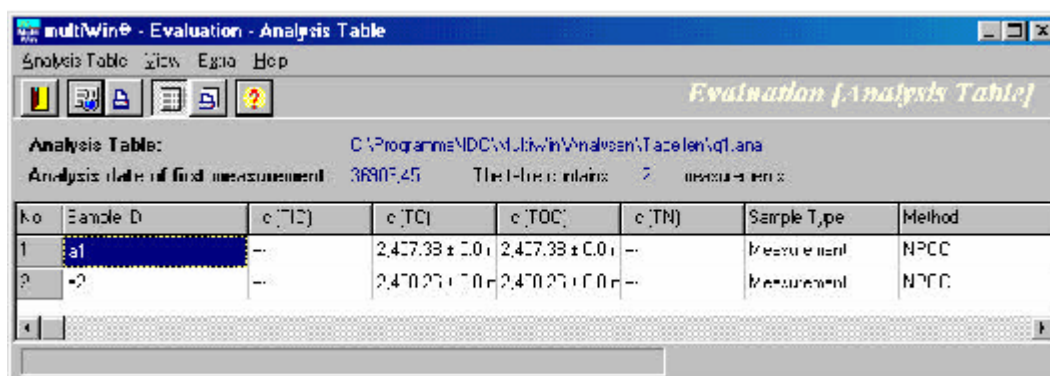
图 35 分析报告界面

所有的测量所得数据都会自动保存入分析报告默认目录中。其中包括：

- 样品信息例如：样品名称，注解等。
- 积分面积，样品浓度，所选择的参数的平均值。
- 测量曲线
- 所选择的方法和校正参以及测量时它们的设定值。

8.5.2 分析结果表

点击数据报告（Data Evaluation）菜单下的分析报告命令（Analysis Table），进入分析结果表界面：



No	Sample ID	c(TC)	c(TC)	c(TOC)	c(TN)	Sample Type	Method
1	a1	--	2.427.33 ± 0.0	2.427.33 ± 0.0	--	Measurement	NPOC
2	a2	--	2.470.27 ± 0.0	2.470.27 ± 0.0	--	Measurement	NPOC

Fig.36 Analysis Table

图 36 分析结果表

分析结果表以表格的形式显示所有已测样品的结果。用户可以查看分析结果表，也可连接打印机打印出来。详细的样品数据通过双击分析结果表的样品名称来查看和编辑。详细的数据报告如图 35 所示。

8.6 设备

设备（APPARATUS）菜单可以和系统的组件通讯。这些系统的组件控住着各种功能或显示系统和状态的信息。

- 选择单独控住（INDIVIDUAL CONTROL）命令，可以激活下列功能：
 - A. 主机的额外初始化
 - B. 外面的吹扫
 - C. 吸样系统的反向冲洗
 - D. 系统单独排放废液
- 激活系统状态（SYSTEM STATE）命令，应用软件显示仪器的系列号和重新安装软件时的系列号（KEY CODE）。
- 激活组件测试（COMPONENT TEST）命令，显示当前的检测器 NDIR 的模拟值。另外，还可以检查和调节 NPOC 的流量。如下图所示：

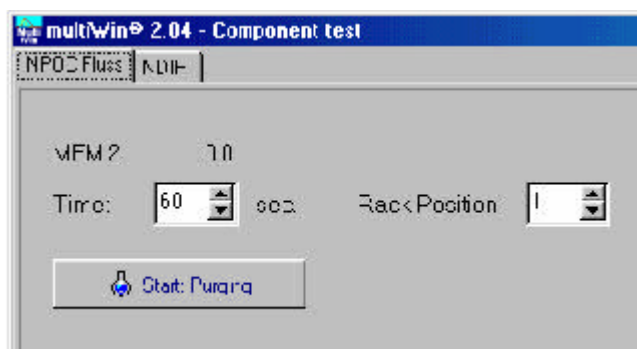


Fig.37 Component Test— Adjustment of NPOC flow

图 37 组件测试—NPOC 流量的调整

NOPC 的流量可通过仪器燃烧炉后面的气体控住系统中的针阀调节。具体调节过程如下：

- 移开上盖。
- 把吹扫针插入到样品烧杯中。
- 输入时间
- 点击 **Start: Purging** 按钮。
- 调节针阀，以调节希望达到的流量（最大：180ml/min）。

8.7 质量保证

点击质量保证（QUALITY ASSURANCE）菜单下的记录簿命令，进入每天更新的记录簿界面：

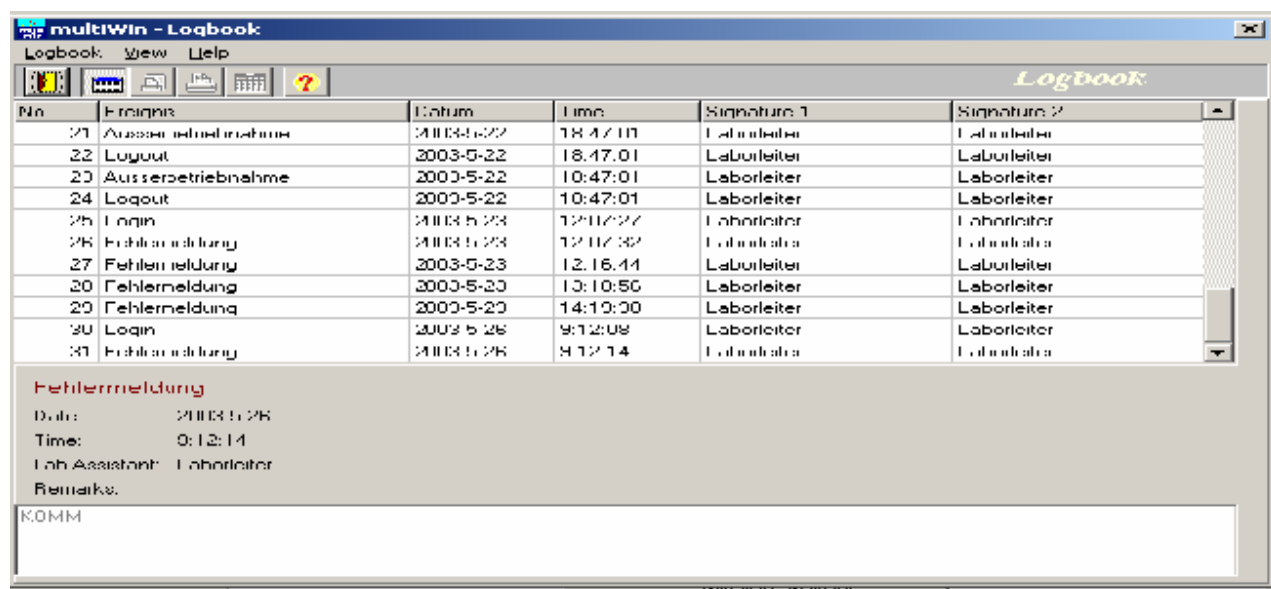


Fig. 38 Logbook

图 38 记录簿

8.8 设置

8.8.1 选项

选项（OPTION）菜单提供一些重要功能的访问：

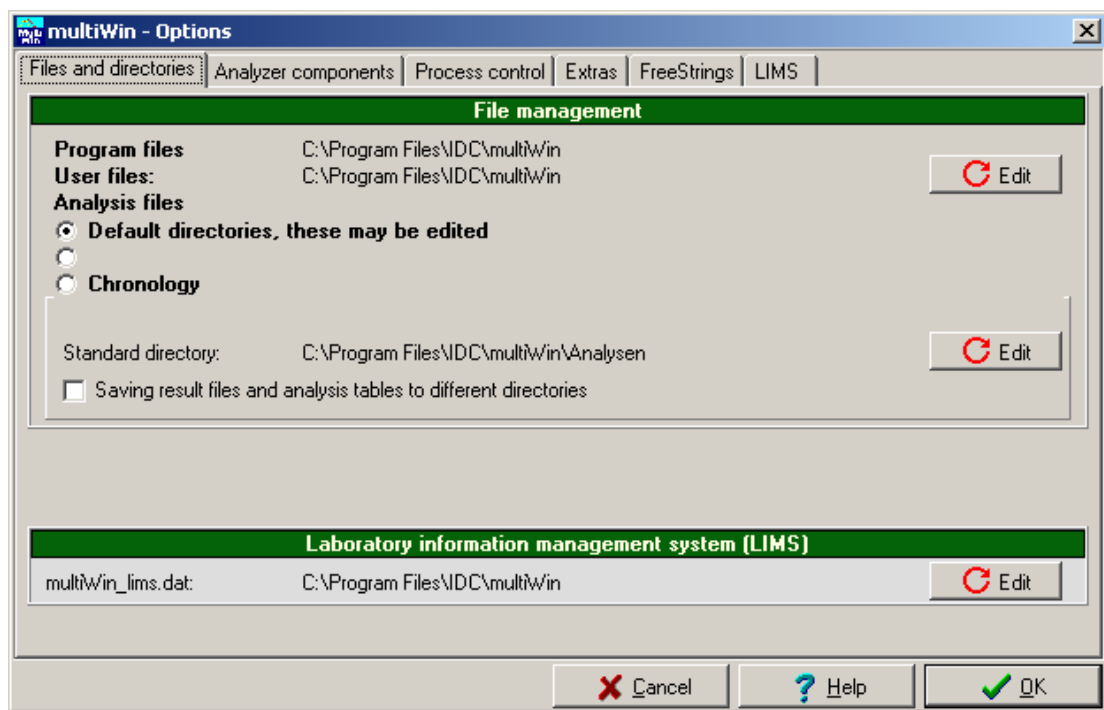


Fig.39 Options dialog box—Selection of files and directories

图 39 选项对话框—文件和目录的选择

- 用户可以选择和定义测量数据的保存的文件和目录
- 设备组件（DEVICE COMPONENT）标签提供下列选项：
 - 样品架尺寸的选择
 - 自动进样模式当样品架上的所有样品处理完时，是否关断氧气
 - 炉温的设置和燃烧炉的修正间隔（见图 40）

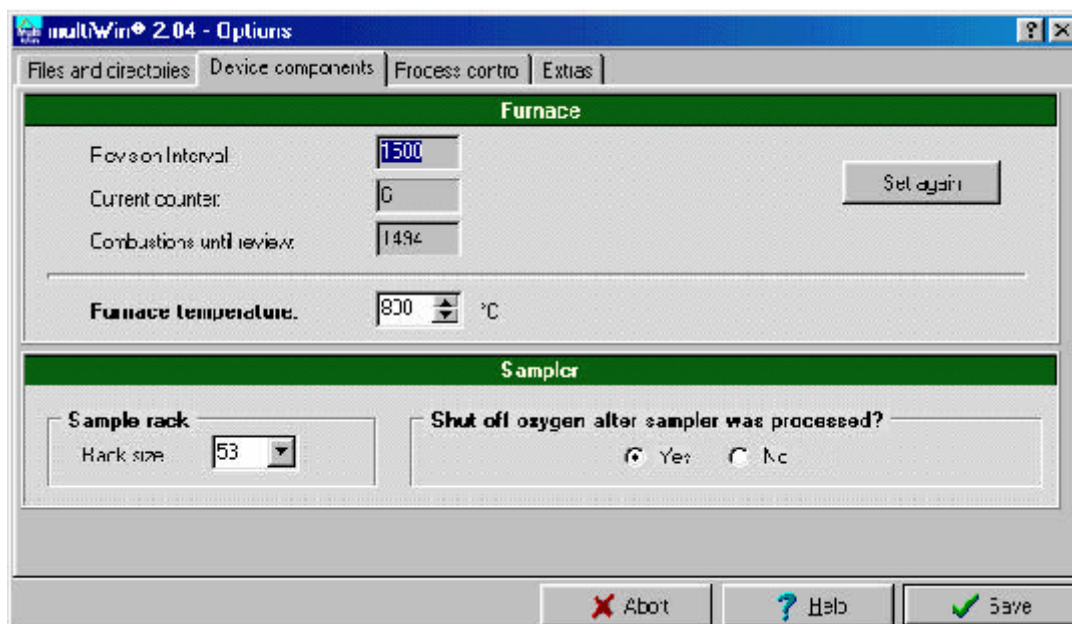


Fig.40 Options dialog box—Device Components tab

图 40 选项对话框—设备组件标签设备组件

- 处理控制（PROCESS CONTROL）标签提供结果打印和结果计算的选择（见图 41）。

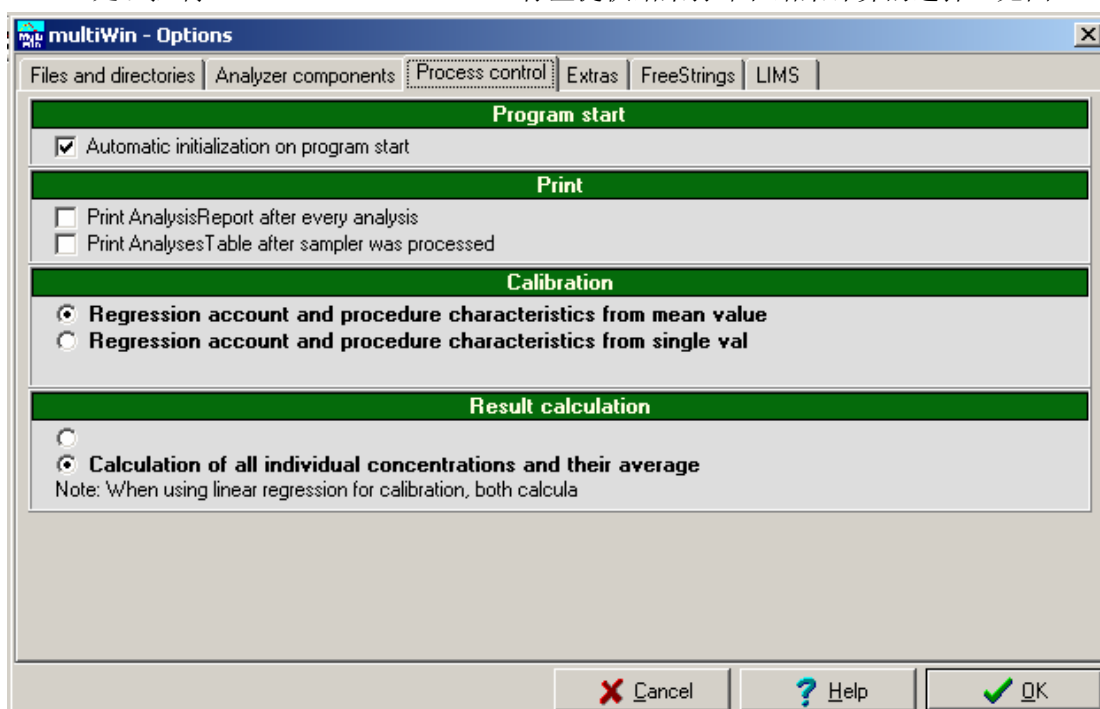


Fig.41 Options dialog box—Process Control tab

图 41 选项对话框—处理控制标签

8.8.2 实验室操作人员姓名设置

这个菜单提供负责操作 **Multi N/C 3000** 仪器的操作人员的选择。通过操作者（OPERATOR）标签创建新的操作人员姓名和密码。

创建新的操作人员姓名和密码操作步骤如下：

- A. 点击选项菜单（OPTION）下的 HEAD OF LAB-SETUP 命令，进入实验室操作人员姓名置界面：

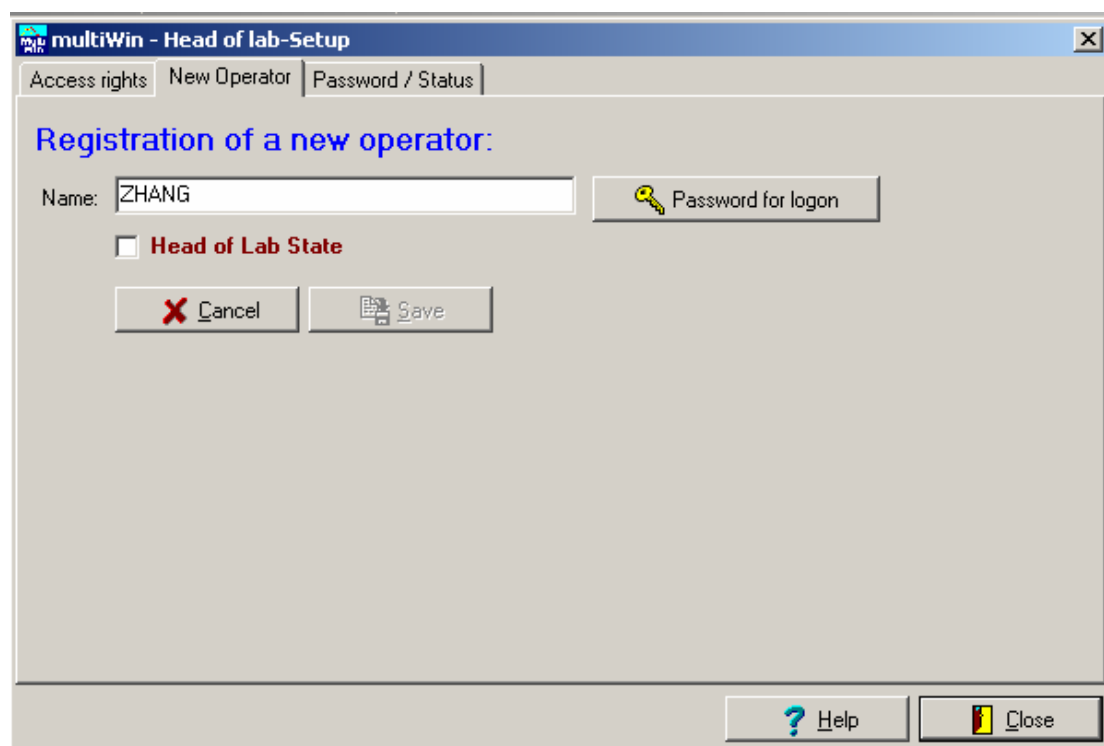


Fig.42 Head of Lab-setup

图 42 实验室操作人员姓名设置

在这个界面里输入操作人员姓名，选上复选框（Head of Lab-setup），点击登录密码（PASSWORD FOR LOGON），输入密码并确认密码（3 个字符以上），出现密码选择对话框：



Fig43 Selection of Password

图 43 密码选择

输入密码并确认密码（3 个字符以上），点击保存（SAVE）按钮则保存了新建的操作人姓名。

B. 点击访问权利（ACCESS RIGHT）标签，进入访问权利对话框：

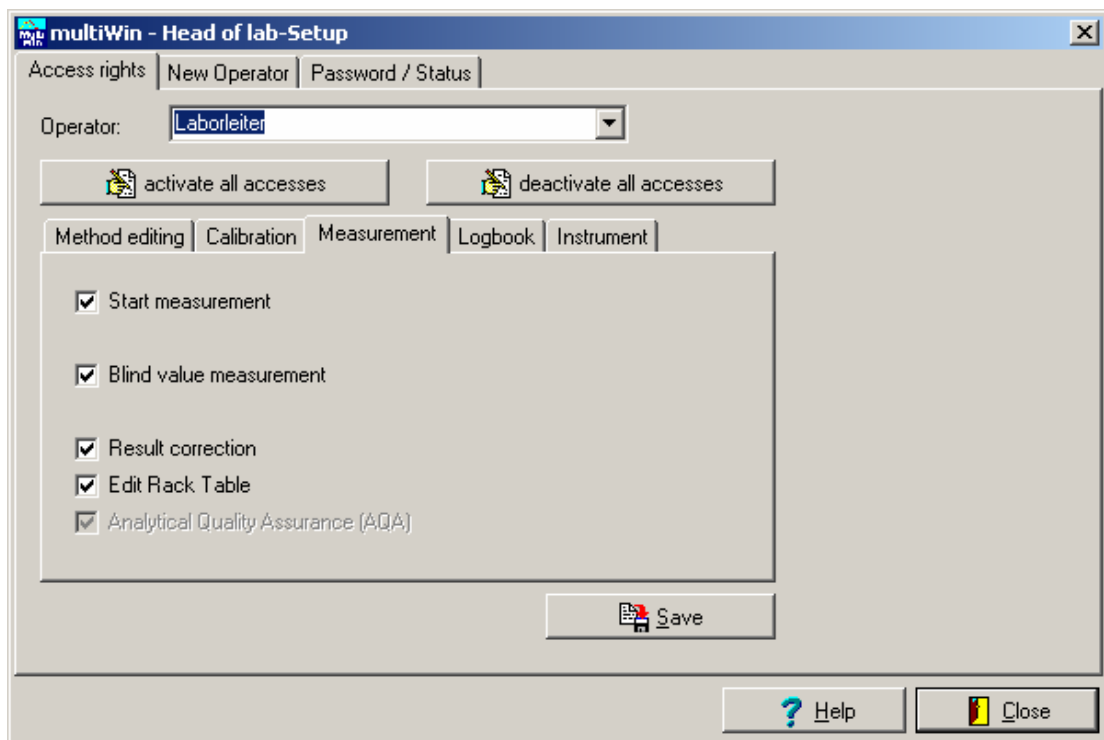


Fig.44 Access Right dialog box

图 44 访问权利对话框

点击激活所有访问权利按钮（ACTIVATE ALL ACCESSES），则该操作人员就有了方法编辑（METHOD EDITING），校正（CALIBRATION），测量（MEASUREMENT），记录簿（LOGBOOK），仪器（INSTRUMENT）等所有访问权利。点击保存（SAVE）按钮则保存了所有的设定；点击关闭（CLOSE），则结束了创建新操作人员设置的过程。以后可以新建的人员姓名和密码登录软件，操作和运行软件。

9 HT1500 固体模块

HT1500 固体模块的高温炉不包括一个标准的分析单元即 NDIR 检测器（用于燃烧气的分析）。基于复杂的设计，它可以和许多分析系统结合使用。

9.1 安全

- HT1500 是一个高温炉，最高温度可达 1500℃。燃烧管装入燃烧炉内，所以跟燃烧管直接接触的部分温度很高。
- 把 HT1500 放在通风良好的地方，以防止 HT1500 的热量的累积。
- 不能把易燃易爆的物体放在高温炉 HT1500 附近。
- 如果处理得当，HT1500 的外壳的温度很低，以致没有烧焦的危险。但燃烧管本身很高。（在气锁处，燃烧管温度：约 400℃）。在 1500℃ 高温下操作 2 小时后后面板的灰尘捕集器的温度约 165℃。
- 当把烧热的样品舟放在燃烧炉入口处的平台上冷却时，平台会变得温度很高。
- 当移走样品舟时，一定要小心！虽然表面上看着冷却了，实际上仍然很热。
- 燃烧炉满足电安全的要求，热保护的绝缘或根据设计的电绝缘是良好的。
- 即使这样，打开燃烧炉之前或维修燃烧炉之前，要确保拔下电源线和燃烧炉冷却下来。
- 当燃烧炉冷却期间，禁止拔下电源线。因为这样会切断自动冷却系统。

9.2 设计和操作原理

HT1500 内部含有两个独立的系统:

- 燃烧炉单元 (加热单元)
- 气动和电子单元 (制冷单元)

燃烧炉含有一个绝缘良好的瓷制的燃烧管。燃烧管外面缠绕着加热的碳化硅棒。根据要求燃烧管温度可加热到 1500℃。

电子系统负责监控燃烧炉的加热棒的老化过程。防止热量的累积, 燃烧炉由电风扇自动冷却。如果自动冷却系统失败, 电子系统将降低燃烧炉的温度。

一个气动泵提供通过主机的吸样流量是稳定的。分析物气体的流量 (前面板的标签: “ANALYT”) 已由工厂调节到 1.5 l/min.

经过多次测量之后, 干燥剂很可能变得坚固结实, 这样流量会轻微下降。在这种情况下, 吸样的流量可以通过冷却单元内的节流阀重新调节。

测量之前 (约 10 分钟之前), 氧气的流量 (前面板的标签: “O₂”) 应调节到 2.0 l/min. 然后, 用氧气老化连接的分析系统, 最终找到内部基线。

固体分析的方法可以在 multiWIN3.04 软件中创建 (见创建新方法)。通过装载方法, 用户可以在固体和液体模块之间切换。请注意: 方法改变时要求重新校正系统。

9.3 样品处理

HT1500 能处理固体、污泥、液体样品。进样量可达 3000mg。进样量大小取决于样品的浓度、燃烧特性、样品组分的侵犯特性和样品舟的尺寸。处理样品时, 含高碳量的样品必须在其表面盖一层石英砂。

样品还可处理碎片、粉末、糊状物和液体。请注意: 确保样品的均匀性以获得有用的结果。

9.3.1 Multi N/C 3000 与 HT1500 之间连接

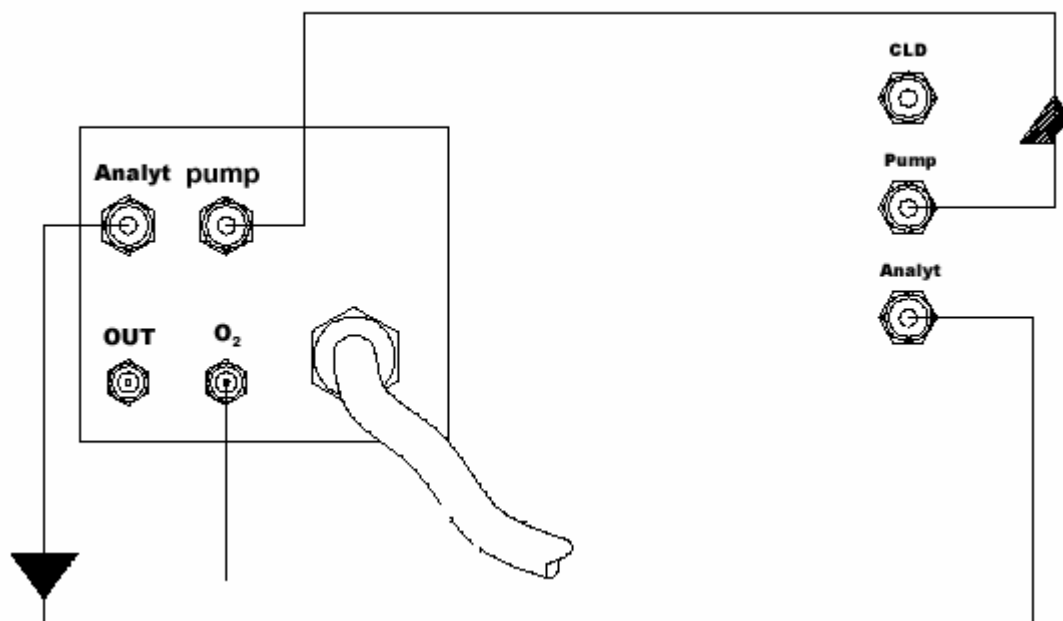


Fig.45 Connection scheme:HT1500-multi N/C3000

图 45 连接图: Multi N/C 3000 与 HT1500 之间连接

HT1500 的后面板有四个气体接头：

- O₂
- Pump
- OUT (Silencer)
- Analyst (analyst gas from furnace)

Analyst:干燥和过滤的分析物气体从燃烧炉输送到 Multi N/C 3000 主机。

Pump:气体从 Multi N/C 3000 主机的出口到燃烧炉，它是通过燃烧炉内的泵提供动力的。

O₂:氧气入口。氧气作为燃烧助燃和燃烧管入口的气锁作用。

OUT:废气出口。一根软管跟出口连接，输出来自燃烧炉的废气或往出口插入一个消音器。

注意：如果在软件里没有选择“SOLID”固体方法，Multi N/C 3000 主机和 HT1500 之间的连接软管不应连接到 Multi N/C 3000 主机上。否则，电磁阀和分析系统的错误无法排除。因为电磁阀的错误位置将导致燃烧炉被吸样泵抽成真空。

9.4 分析物气体监测

为了监测燃烧过程，一个 CO 传感器可以有选择地被放置到分析物气体流路中。如果没有 CO 产生，则可以假定燃烧是完全的（“干净的”）。然而，如果燃烧不完全，（太高浓度、太快爆燃等），必须检查和清洗过滤器、干燥器和管路系统（根据维护指南，如有必要）。

9.5 操作步骤

- 1) 立电源连接和氧气连接（电源要求：230VAC $\pm$ 10%；电流 $\geq$ 16A）
- 2) 打开燃烧炉的电源开关（前面板），观察一下泵和风扇是否正常运行。
- 3) 设定燃烧炉温度：
 - 燃烧炉温度是通过温度显示区下面的控制面板来调节。
 - 按“ENTER”键，在温度区，光标在 T_{def} 行闪动。
 - 按左箭头键，降低标称温度。
 - 按右箭头键，增加标称温度。
 - 如果光标不再 T_{def} 显示区闪动，温度已设置好，则按“ENTER”确认输入值。

注意：对于新设定的温度一定在结束时要按“ENTER”键确认。否则，燃烧炉加热系统将自动切断。

- 4) 等待加热时间（取决于电源电压 110V 或 220V）
 - 升到 1300℃ 约 40-45 分钟（从室温）
 - 升到 1450℃ 约 55-60 分钟（从室温）

5) 开始测量之前至少 10 分钟，打开燃烧炉前面板上的氧气阀并调节流量到 2.0 l/min。这段时间用于老化分析系统。

6) 测量之前要检查泵吸样流量是否是 1.5 l/min($\pm$ 0.1 l/min)。(前面板的流量计“ANALYTE”)。如果泵吸样流量已经改变或以后改变了，可以通过冷却单元内的节流阀重新调节。

- 为此，打开左边门
- 在“NALYTE”流量显示同一平面上可以看到针形阀。
- 反时针拧动针形增加流量，顺时针拧动针形阀。

如果连接的 Multi N/C 3000 主机已准备好，用户就可以开始测量。在长期的测量间歇期间，可以通过针形阀降低氧气的流量以节省氧气的消耗。

如果燃烧炉是放置在防火的实验室里，建议让燃烧炉保持在约 600℃ 过夜。这会增加碳化硅加热元件的使用寿命。只有长期不用燃烧炉测量（如周末、假期等）才关闭燃烧炉。

当关闭燃烧炉时，风扇将冷却炉温到约 100℃，然后自动关掉燃烧炉。

10 维护指南

10.1 气体颗粒捕集器的更换

气体颗粒捕集器位于 Peltier 冷却单元的上方。更换时，松开上下的插拔接头，重新换一个气体颗粒捕集器。注意：有“INLET”标记的一面朝下。用户可以在系统运行时更换气体颗粒捕集器，但在测量样品时不要更换。注意：更换之后，MFM 应重新指示 200ml/min 的气体流量。

10.1.2 水气捕集器的更换

水气捕集器位于气体颗粒捕集器的上方。更换时，松开上下的插拔接头，重新换一个水气捕集器。注意：有红色标记的一面朝上。用户可以在系统运行时更换水气捕集器，但在测量样品时不要更换。注意：更换之后，MFM 应重新指示 200ml/min 的气体流量。

10.1.3 冷凝罐的更换

冷凝罐可以拆下来清洗或更换。具体拆卸步骤如下：

- 松开 Peltier 冷却单元上的两个螺丝，拆下盖子。
- 松开连接到气体颗粒捕集器的接头（上方）。
- 松开磷酸供给软管 A0 的手紧接头（前边）。
- 松开 TIC 分析的供给软管 BB 的手紧接头（右边）。
- 松开冷凝盘管的出口软管 1 的手紧接头（左边）。
- 取下冷凝罐。

清洗完后，按相反的顺序重新安装冷凝罐。开始测量之前，要确保 MFM 的气体流量显示 200ml/min。

10.1.4 银丝的更换

卤素捕集器含有银丝。银丝起着去除卤素化合物，以免卤素化合物进入 NDIR 检测器。（主要是 HCL, HF 无法去除）。

如果银丝的颜色变为暗灰色，则银丝已耗尽，需要更换。（银丝颜色从光亮的银白色到金黄色再变为暗灰色）。

更换银丝的步骤如下：

- 松开两端的螺丝接头取出卤素捕集器。
- 称取约 2g 的银丝,重新填入银丝。
- 如果卤素含量高，可填充 4g 的银丝。
- 注意：不要填充银丝过于紧密。
- 卤素捕集器末端的玻璃棉是用于阻挡银丝颗粒，不要经常更换。

10.1.5 吸样针或吹扫针的更换

- 松开软管的接头，拆下吸样针或吹扫针。
- 当装上新针时，接头只需手紧即可，

10.1.6 注射针的更换

- 关闭主机并冷却燃烧炉到室温。
- 拆下燃烧炉的注射头如 5.3.4.2 部分所示。
- 注射针是由与软管连接的垫圈夹紧的
- 使用一字改锥逆时针旋转软管，松开注射针。
- 注意：不要让注射头和氧气入口反拧。要让针孔对准入口。
- 按相反的顺序安装注射针。

10.1.7 注射器的更换

- 让主机处于运行状态
- 松开活塞上的螺丝，仔细地从二通阀上旋出注射器。
- 安装新注射器之前，装上约四分之一的超纯水。
- 按相反的顺序安装注射器。注意：当拆卸和安装注射器时，不要倾斜。

10.1.8 蠕动泵的软管的更换

注意：请记住蠕动泵的软管里装满了 10%的磷酸。

- 在更换蠕动泵的软管之前，松开不锈钢套管的手紧接头和外连接软管。
- 轻轻地顺时针拧动蠕动泵上的黑色锁扣，使其松开。
- 先取下软管插头，接着从蠕动泵上取下软管并换上新管。
- 更换之后，重新安装软管插头和连接其他管路。

10.1.9 催化剂的更换

催化剂的更换已在 5.7.4.2 部分描述。

10.2 CLD 及 CHD

10.2.1 消音器的更换（在 CLD 的真空泵上）

- 消音器吸附 NO_x 氮氧化物和臭氧的残余物。
- 消音器使用时颜色从粉红色到褐色，最终变为白色。
- 当消音器的一半变为白色时，必须更换消音器。
- 更换时，从它的固定器上取下消音器，拧开一边的盖子，不要扔掉隔垫，重装时要用到它。

10.2.2 CHD 的电池的更换

如果测量 10mg/L 的 TN 样品，发现始终为一条基线，则表明支持电化学检测器的 9V 电池电压不足，需更换电池。（打开右侧门，下方电路板上 9V 电池，取下换新电池即可。换新电池后，要平衡一段时间，所以当发现此种情况后请马上换电池。）

10.3 HT1500 高温模块

10.3.1 灰尘捕集器

操作约 1000 小时后（取决于样品的燃烧情况），用户应该检查用于吸附燃烧炉出口颗粒的灰尘捕集器。

- 拆开外盖，如有必要，用灰尘刷清除灰尘。
- 往下拧紧盖子以确保气密性

10.3.2 干燥剂

如果前面板的玻璃管内的干燥剂明显变暗或潮湿了，则必须更换干燥剂。

- 松开玻璃管的螺丝帽。
- 取出石英棉和干燥剂。
- 重新填充玻璃管（石英棉→50-60g 的干燥剂→石英棉）。
- 拧紧玻璃管，放回原处。注意：连接的软管不能弯折。

考虑到安全因素，用户应不时地查看燃烧炉内的冷却单元的过滤器。检查之前一定要拔下电源线。如果颜色变为灰色，则更换过滤器。这个过滤器内还有额外的安全措施用于吸附颗粒（颗粒会影响分析系统）。

10.3.3 燃烧管的更换

- 从燃烧炉的后面开始更换燃烧管
- 松开螺丝后，可以和燃烧管一起拉出灰尘捕集器
- 松开延伸部分的三个螺丝，拆下灰尘捕集器
- 做上面那些动作时请注意不要松开绿色的密封圈
- 按相反的顺序安装新的燃烧管。

11 故障查找

Multi N/C 3000 特别适合于不同基体的各种样品的分析。然而，和其他任何分析仪器一样，消耗品和易损件是有一定寿命的，应定期维护和更换消耗品和易损件。如果有问题出现（如测量值波动很大），则表明最近有必要检查或更换某些消耗品如燃烧管，催化剂等。

以下列出的故障，用户可以试着查找它们的原因，发现故障并排除它。所列故障并非全部。一般来说，故障可以分为硬件故障、软件故障和分析故障。

11.1 硬件

故障：主机上的信号灯不亮（5V，24V，Lock In or Heating）。

原因：电源或电子系统有错误

措施：检查电路连接，如有必要，给厂家维修工程师打电话。

故障：注射器里有气泡

原因：注射器不紧

措施：注射器里有小气泡是正常的，一般来说不会影响分析结果。拧紧吸样针和注射器之间的所有管路的接头。也可以检查吸样针是否堵塞。如果注射器的活塞明显有间隙，注射器不再密封良好，这种情况下，必须更换注射器。如果注射器在干燥条件下（即里面无水）操作，活塞容易产生间隙。或者如果更换时活塞被倾斜地插入注射器，也容易产生间隙。所以，禁止无水操作。

故障：质量流量监视器（MFM）的流量小于质量流量控制器（MFC）的流量

原因：气路泄漏或气体流量标定错误

措施：**Multi N/C 3000** 在操作过程中，流量的波动是正常的并且用 VITA 方法补偿。在测量过程中，MFM 的流量和 MFC 的流量之差不应超过 10ml/min。如果 MFM 所显示的流量明显过低，气路系统可能有泄漏。例如：如果燃烧管最近新换的，在燃烧管注射头的接口处拧得不紧，这种情况就会发生。如果 MFM 流量低不是由于注射头的接口不紧造成的，则要把气路中所有其他接头拧紧或更换密封圈。有时有必要用流量计检查外气路的流量。如果外气路的流量和 MFM 所显示的流量不一致，气路流量必须请维修工程师重新标定。

故障：水堆积在冷凝盘管内

原因：气体流量太低或气阻太高

措施：正常操作中，冷凝盘管中的水被载气带到 TIC 和冷凝罐里。在连续的操作中，如果气体流量太低或气阻太高，可能会发生水堆积在冷凝盘管内。如果在半年到一年内没有更换过水气捕集器/气体颗粒捕集器，这种情况下则需更换。水气捕集器/气体颗粒捕集器的寿命强烈地取决于样品的基体。

故障: MFC1 和 MFM1 显示值接近零

原因: 没有气体流量

措施: 首先, 检查外气路的输入压力是否达到 0.2-0.4Mpa。如果外气路压力正常, 可能是内部的氧气供给被关闭, 由于内部系统的压力升得太快。这种情况下找出压力升高的原因(如水气捕集器堵塞, 或燃烧管内盐度太高)。如果不能找到原因, 请联系维修工程师。

故障: NDIR 的模拟值不恒定

原因: NDIR 检测器的泄漏、误调或本身错误

措施: 在 **Multi N/C 3000** 的预热期间, NDIR 检测器必须稳定。稳定时间通常是半小时。如果模拟值一小时后仍不稳定, 检查气路系统是否泄漏。如果流量正确, 请联系维修工程师。为了保护检测器, 当银丝变色时总是小心奕奕地更换它。

故障: 水或磷酸从蠕动泵泄漏出来

原因: 软管泄漏或破损

措施: 蠕动泵的软管有一定的寿命, 必须定期更换。注意: 如果其中一个蠕动泵泄漏, 则另一个泵上的软管也一起更换。

11.2 multiWin 软件

故障: 软件信息: “通讯误差: 分析仪” 或 “分析仪没有连接”

原因: 主机还没有打开电源开关, 软件启动太快或通讯线没有连接或有问题。

措施: 检查通讯线。

按以下程序开机:

- 1) 打开氧气瓶, 调好输入压力 (0.2-0.4 Mpa)。
- 2) 打开主机电源开关, 直到 “Lock In” 指示灯变绿。
- 3) 进入 multiWin 软件。

故障: 软件没有响应

原因: 电脑死机

措施: 通常情况下在每一台计算机上都会出现死机。死机的原因是很难或不可能查到的。如果电脑死机, 解决的方法是: 关掉整个系统包括主机、打印机、自动进样器和计算机。等 5 秒钟后, 重新启动系统。如果故障依然存在, 请联系维修工程师。

11.3 分析

故障: 回收率太低

原因: 注射体积不正确、催化剂失效、管路系统泄漏、注射器泄漏和不透明的燃烧管

措施: 检查分析方法中所选择的注射体积。对于低浓度的测量, 应选择大进样体积。催化剂的寿命取决于注射次数和样品的基体。如果失效, 更换催化剂。注射器泄漏也是导致低回收率的原因。这种情况下, 根据操作说明清洗注射器。如有必要, 重新做标准曲线。重新校正时, 总是使用和样品分析时一样的注射体积。如果燃烧管严重不透明, 必须更换。

故障: 极低的 TC 结果 (而 TIC is OK)

原因: 催化剂失效

措施: 更换催化剂, 重新校正系统

故障: 极低的 TIC 结果 (而 TC is OK)

原因: 磷酸瓶是空的

措施: 填加新配磷酸。检查 TIC 的曲线是否 OK。

故障: 极低的 TNb 结果 (而 TOC is OK)

原因: 真空不够 (CLD), 转换器关闭 (CLD), CLD 连接有问题, 不正确的校正 (CLD 或 CHD)。

措施: 请考虑检测器的指定的测量范围。在真空泵上, 与臭氧去除器的连接可能有故障。仔细地转动臭氧去除器且重新拧紧接头。不管哪种检测器 (CLD 或 CHD), 总是选择二次回归作为校正曲线。校正时, 总是使用和样品分析时一样的注射体积。确保方法选项的转换器设定为 “NOx”。CHD 检测器不需要 NO 转换器, 系统总是测量燃烧生成的 NO。

故障: 测量值波动极大

原因: 催化剂失效, 严重不透明的燃烧管, 注射器中有气泡, 不均匀的样品基体, 切换阀被样品颗粒堵塞, 样品不能被进样泵吸入。

措施: 更换催化剂, 检查燃烧管状态。模糊的样品峰或双峰表明催化剂失效。燃烧管破裂也会导致强烈波动的测量结果。也可以比较一下 TIC 和 TC 的重复性。如果样品含有颗粒, 有必要分析之前均化样品。

如果切换阀被样品颗粒堵塞, 激活反冲功能 (BACKWASHING): 设备 (APPARATUS) → 单独控制 (INDIVIDUAL CONTROL) → 反冲功能 (BACKWASHING)。

清洗注射器:

如果使用脱气的超纯水无法赶出注射器内的气泡, 注射器或管路系统的清洗是很有用的。使用下列任何一种清洗均可:

- 用弱的表面活性剂加到注射器里, 保持反应时间: 30 分钟
然后用超纯水清洗注射器, 至少 10 次
- 用 0.1N 的 NaOH 溶液加到注射器里, 保持反应时间: 10 分钟
然后用超纯水清洗注射器, 至少 10 次
- 用 0.1N 的 HCl 溶液加到注射器里, 保持反应时间: 10 分钟
然后用超纯水清洗注射器, 至少 10 次。

注意: 长期停机后或进入的样品不是水, 用户再次开机测量时, 应该按照上面提供的方法之一清洗注射器。

故障: 用差减法测量获得异常高的 TIC 值

原因: 样品太冷

措施: 如果在差减法中样品的 TIC 含量高于 TC, 这表明磷酸吹扫不够。如果是新配的磷酸, 开始下一个样品测量前, 至少要等 25 分钟。

故障: 基线漂移

原因: 检测器不稳定

措施: 在 **Multi N/C 3000** 的预热期间, NDIR 检测器必须稳定。这就是为什么当开始测量时会发生基线的轻微漂移。系统会自动校正由基线漂移导致的峰面积的变化。所以测量结果总是独立于基线的漂移。如果基线漂移一直往上漂或往下漂, 无法校正, 请联系维修工程师。