

ET1020A

总有机碳分析仪



上海欧陆科仪有限公司 地址:上海市金桥出口加工区金港路 501 号 电话:(021)58347460 邮编:201206 传真:(021)58545673 网址:Http://www.euro-tech.com/ E-mail : eurotech-jq.sh@euro-tech.com

目 录

第	1貢	乏 一般	介绍	3			 	 	1
1	.1 🫓	基本原理					 	 	. 1
1	.21	义器特点	i				 	 	. 2
1	.3ŧ	见格指标					 	 	. 3
	1.3	.1 性能	指标				 	 	3
	1.3	.2 普通規	观格				 	 	3
	1.3	3条件	要求				 	 	4
	1.3	.4 可选	配件				 	 	4
1	.4 🤅	主意事项	į				 	 	. 4
	1.4	.1 普通阻	防范				 	 	4
	1.4	.2 化学	防范				 	 	5
	1.4	.3 压缩	气瓶	防范 …			 	 	5
1	.57	方法 综述	<u>.</u>				 	 	. 5
	1.5	.1总碳	(TC)			 	 	5
	1.5	.2 总无相	乳碳	(TIC) .			 	 	5
	1.5	.3总有相	乳碳	(TCC).			 	 	6
	1.5	.4 非分散	汝 红:	外检测器	🖣 (NDII	२)	 	 	. 6
1	.6 =	F扰					 	 	. 6
第	2重	ううしん そうちょう しんしょう しんしょ しんしょ	介绍	3			 	 	7
2	.1 (义器正面	图.				 	 	. 7
2	.21	义器背面	图.				 	 	. 8
2	.3 🏼	内部结构	图.				 	 	. 9
第	3重	うううちょう うちょう しんちょう うちょう しんしょう しんしょ しんしょ	安装	± ₹			 	 	10
3	.13	安装准备	·				 	 	10
4	3.1	.1 环境斜	条件				 	 	10
4	3.1	.2 物品/	隹备				 	 	10
3	.27	干箱检查	i				 	 	11
3	.3 🏼	内部 连接	ŧ				 	 	11
3	.4 盾	后面板连	接.				 	 	11
3	.5 f	前面板连	接.				 	 	12
3	.6 4	 瓦路检查	i				 	 	12
第	4章	둘 软件	介绍	3			 	 	13
4	.15	安装 ETI	τΩ.				 	 	13
	4.1	.1 软硬的	牛环	境			 	 	13

4.1.2 ETTCC的安装	13
4.2 运行屏幕	15
4.2.1 标题栏	15
4.2.2下拉菜单	16
4.2.3 命令按钮	16
4.2.4 状态显示	17
4.2.5 实时数据窗口	18
4.2.6 查看窗口	18
4.2.7 实时 IR图形	20
4.3 菜单命令	21
4.3.1"文件"菜单	21
4.3.1.1 数据记录屏幕	21
4.3.1.2"退出"命令	22
4.3.2"故障诊断"菜单	22
4.3.2.1 阀门测试屏幕	22
4.3.2.2 温度设定屏幕	23
4.3.3"参数设置"菜单	24
4.3.3.1 参数设置屏幕	24
4.3.3.2 进样环标定屏幕	26
4.3.4 " 数据库设置 " 菜单	27
4.3.4.1 方法设置屏幕	27
4.3.4.2 程序设置屏幕	28
4.3.4.3 工作曲线屏幕	29
第 5章 仪器操作	31
5.1 工作原理	31
5.1.1 样品的引入	31
5.1.2 总碳(TC)的分析	31
5.1.3 总无机碳(TIC) 的分析	32
5.1.4 总有机碳(TOC)的分析	32
5.1.5 废物排放	32
5.2 操作参数	32
5.3 开启仪器	33
5.4 定义样品环数值	34
5.5 建立方法	34
5.6 建立程序	34
5.6.1 建立程序步骤	34
5.6.2 程序建立举例	36
5.6.2.1 建立清洗程序	36

5.6.2.2 建立校准程序	36
5.6.2.3 建立样品测量程序	37
5.7 运行程序	38
5.8 清洗仪器管路	39
5.9 校准仪器	39
5.10 测量样品	40
5.11 关闭仪器	41
第六章 仪器维护	42
6.1 定期维护	42
6.1.1 酸试剂瓶	42
6.1.2 清洗剂瓶	42
6.1.3 催化剂的调节	43
6.1.4 增湿器	43
6.1.5 气压	43
6.1.6 注射针	43
6.1.7 蠕动泵	44
6.1.8 渗透干燥管	44
6.2 非定期维护	45
6.2.1 校正酸泵	45
6.2.2 更换 /填充燃烧管	45
6.2.2.1 用于 680 操作	45
6.2.2.2 用于 900 操作	46
6.2.3 清洗注射针	48
6.2.4 更换样品环	49
6.2.5 系统检漏	49
第7章 故障排除	50
7.1 部件故障排除	50
7.2 运行故障排除	51
7.3 告警	52
保修服务:	53

第1章一般介绍

上海欧陆科仪有限公司生产的 ET1020A型总有机碳 (TOC)分析仪是一种可选择分析水溶液中 TC, TOC, TIC等参数的分析系统,该分析仪采用高温燃烧氧化的原理,利用非分散性红外线探测技术,可在很大的范围内有选择地进行高效分析,符合 USEPA与 ASTM及国家的技术规范。该仪器专门设计用以分析工业废水、生活污水、饮用水及海水中的含碳化合物。

上海欧陆科仪有限公司生产的 ET1020A 型总有机碳分析仪使用基于 Windows 操作系统的 ETTCC软件来进行操作。本手册从硬件与软件两个方面阐述了 ET1020A 总有机碳分析仪的使用 方法。

1.1 基本原理

毋庸置疑,所有 TOC分析仪必须完成两个步骤:有机物氧化成二氧化碳及随后二氧化碳的 监测。氧化及测定方法千差万别,因而有各自独特的风格及方法。

上海欧陆科仪有限公司生产的 ET1020A 总有机碳分析仪是一种燃烧氧化系统,水溶液 (样品)进入温度为 680 或 900 的富氧环境燃烧。水分汽化离开燃烧系统,碳元素被氧化形成 二氧化碳,二氧化碳全部被载气送至红外分析室并进行选择性分析,流经非分散红外分析室的 二氧化碳的吸收率与时间的积分值和样品中的总碳量成正比。

样品中的无机碳以 (液态) 二氧化碳、碳酸根离子、碳酸氢根离子形式存在且符合平衡方程 1.1:

 $O_2 \leftrightarrow HO_3 \leftrightarrow O_2^{2-}$ 1.1

通过酸化溶液,平衡方程向左移动,无机碳转化成二氧化碳并被载气吹扫输送到达 NDIR 检测室。

TC值减去 TIC值得到 TOC值。

NDIR是一个具有较高选择性的高莱室,包括红外光源、吸收室及传感器。 光源发出的 光在红外光谱范围内,红外光线经过测量室时被样品中的二氧化碳吸收,然后光束到达传感器, 由传感器转变为电信号,此信号经电路放大并转化为数字信号送达计算机,计算机计算后给出 测量值。 当吸收室中含有其它也能吸收红外光线的气体时,它会与二氧化碳产生迭加,导致产生干扰。选择光源的温度来控制光源波长在 4.2µm,这样可使干扰物质对检测结果的影响减小到最小(干扰物质的吸收波长一般为 2.5µm)。

1.2 仪器特点

* 在 0.1mg/L至 10000mg/L的范围之内可测定样品的 TC TIC及 TOC

* 内部样品环的进样量可以在 25µL、50µL、100µL和 200µL之间选择。

* 样品环定量进样,准确度好,重现性好。

* 吸入式进样方式,可连续分析样品。

* 燃烧温度可在 680 和 950 之间选择, 过高的温度容易降低系统的寿命。

* 分析样品包括高浓度的溶解固体,如氯化物。各种化学溶液、酸、腐蚀剂的 TOC 也均可定量测定。

* 样品中含有粒径在 400µm以下的悬浮固体时,测定 TC TIC TOC之前不用过滤。燃烧 法允许颗粒含有定量的二氧化碳,这样测定会更准确。

* 接触样品的部件全部由惰性材料制成以减少样品在吸入、消解、输送的过程中受污染, 同时又适宜多数溶剂、酸、盐。

* 非分散红外检测器的单光束测定系统可减少因检测室污染或震动引起的误差。从而比 传统的双光束分析系统具有更持久的稳定性。单光束测定系统并不需要精确的光学调节,传感 器能有效地缓减因干扰或气流中夹带杂质而导致的影响。

* 仪器在维护及使用中所用的电气与机械元件能方便地接触到。

* 仪器由电脑来控制燃烧温度、时间设定、数值计算和系统诊断。

*对于TC TIC TOC分别以mg/L C和 µg C为单位打印结果。

* 可用 2点到 10点制作校准曲线。

* 不用外部命令可自动保留分析的设定条件,包括校正曲线,操作者也可自行设定分析 条件或采用默认(缺省)值。

* 分析条件(次数、温度、体积,时间)随时在屏幕上显示。

*无人照看的情况下,样品经样品环自动进样,能重复分析样品。

* 自动进样器供无人操作的情况下分析采用。

*样品可选择不同的分析模式,比如:只分析 TC或者 TIC,同时分析 TC TIC TCC

- * 通过预先设定程序便于连续分析不同样品。
- *标准曲线和样品的序列号等可事先编程贮存。
- * 方法参数, 如试剂量、 TC和 TIC的进样时间和检测时间均可调整设定。
- * ETTOC中文软件, 功能强大, 操作方便, 界面友好, 实时图谱显示, 便于监控分析过程。

1.3 规格指标:

1.3.1 性能指标

无机碳检测示值误差:±4.0%

有机碳检测示值误差:±5.0%

无机碳、有机碳检测重复性: 3.0%

测量范围: 0.1mg/L~ 10000mg/L

注:测量范围和精度取决于样品的导入、样品量、样品容器的清洁、试剂的纯度、载气 纯度和良好的实验室操作技能等。

分析时间: TC/TIC/TCC: 4~8分钟,可自行调节 允许颗粒: < 400µm

1.3.2 普通规格

分析模式: 单独 TC, TIC分析和差减的 TOC分析

分析方法: TIG--磷酸酸化

TG-680 (有催化剂)燃烧氧化

- 900 (无催化剂)燃烧氧化
- 燃烧温度: 680 和 950 之间选择

进样方式: 吸管

- 样品环: 25µL、50µL、100µL、200µL
- 检测器: 非分散式红外检测器
- 软件:中文 ETTOC操作软件
- 传输标准: RS-232-C标准
- 尺寸: 280mm× 500mm× 360mm (面对仪器宽×深×高)

重量: 16kg

1.3.3条件要求

载气要求:含 CQ、CO及 THC小于 1mg/L的氧气,压力 50psig~60psig(345kPa~415kPa), 推荐纯度 99.9%以上

试剂要求: 5%磷酸

试剂水,应含尽量少的 TOC,推荐 TOC小于 0.1mg/L的蒸馏水或去离子水 电源要求: 交流 220V± 10% 50Hz 环境要求: 温度 10 ~ 40 、湿度 < 85%,无结露

1.3.4 可选配件

自动进样器

1.4 注意事项

ET1020A总有机碳分析仪是适合室内操作使用的,且符合国家对仪器的安全要求,使用前 请务必认真阅读本手册,使用中切实遵守仪器操作规程和有关安全规范,确认供电电源符合要 求且具有可靠接地端口,没有接地线或接地线断开将有人身伤害的危险,一旦仪器的安全性能 受到影响,应立刻断开仪器电源避免意外发生。

1.4.1 普通防范

- * 仪器上有覆盖物时不要接通交流电源。
- *不要使用老化或非额定的电源线。
- *确保电源地线接地良好。
- * 定期检查输液线与泵是否泄漏。
- * 排布好各管线,避免打结、戳破或损坏,避免连接错误。
- *用溶液流经管道来检查泄漏位置时,必须关闭电源,断开电源线。
- * 仪器底部保持通风。
- * 戴安全眼镜避免伤害。
- *不准进行不规范的维修,不能用其它部件替代公司生产的原件。
- * 在接触燃烧炉时,先让其冷却,以免烫伤。

1.4.2 化学防范

*对 ET1020A 总有机碳分析仪涉及到的有毒物质和危险品没做详细规定,但所有的试剂 和样品都应认为是有害的,尽可能少暴露、接触。实验室中在管理、使用化学药品及进行 TOC 分析时都应遵照执行国家卫生与安全管理的相关规定。

* 磷酸具有腐蚀性和毒性,在操作中应遵守国家卫生与安全管理的相关规定,且穿戴必要的防护器具。

* 邻苯二甲酸氢钾和碳酸钠对人的皮肤、眼睛具有腐蚀性,在操作中应遵守国家卫生与 安全管理的相关规定,且穿戴必要的防护器具。

* 氧气或压缩空气作为氧化剂使用,要远离火焰和易燃物,操作人员避免长时间地暴露 在高浓度的氧气中,氧气钢瓶的操作与管理也应遵守国家卫生与安全管理的相关规定。

1.4.3 压缩气瓶防范

*储存和使用压缩气钢瓶必须严格遵守有关的规程。

- *将气瓶牢固固定。
- * 垂直方向贮藏及移动气瓶。不要携带减压阀一同移动。
- * 只能采用国家认可的减压阀和连接管线。
- *连接气瓶与仪器管线的额定压力应注意要高于减压阀出口的压力。

1.5 方法综述

1.5.1 总碳 (TC)

总碳(TC)指样品中所有形态的碳,包括有机碳、无机碳和挥发性碳。通过氧化样品中的 全部碳转化成二氧化碳,产生的二氧化碳被送到非分散红外检测器(NDIR)检测。燃烧法氧化 是将样品在 680 的富氧环境下燃烧氧化(一些还需要在 900 燃烧氧化),燃烧法允许样品含 有颗粒,颗粒中的碳也被氧化,这样分析的结果会更准确。

1.5.2 总无机碳 (TIC)

总无机碳 (TIC) 指样品被酸化后能被转化成二氧化碳的那部分碳 , 一般以碳酸根离子、 碳酸氢根离子和二氧化碳形态存在。通过酸化样品降低了样品的 pH值 , 从而使碳酸根离子和 碳酸氢根离子转化为二氧化碳,经载气吹扫送到非分散红外检测器(NDIR)检测。

1.5.3 总有机碳 (TOC)

总有机碳(TCC)指样品中有机物所含的碳。通过计算总碳(TC)与总无机碳(TIC)的差 值得到。

1.5.4 非分散红外检测器 (NDIR)

非分散红外检测器(NDIR)是基于特定气体在红外区域具有独特吸收光谱的原理制作而成, 一般由红外光源、气体吸收池(检测室)和传感器及相应的电路组成。

1.6 干扰

由于碳在自然界中到处存在,试剂、水和玻璃器皿等不可能完全清洁而没有碳,所以方法 干扰(正偏差)可以由污染的气体、去离子水、试剂、玻璃器皿和样品处理设备等引起,良好 的实验技能可以减少这些干扰。此外要将干扰降低到最小,应使用高纯度的试剂、载气和水等。

非分散红外检测器(NDIR)对二氧化碳具有相当的敏感性,对其他气体(如氧气、二氧化 硫、二氧化氮等)则没有响应,可认为完全排除干扰,但水分会有干扰,保证非分散红外检测 器(NDIR)检测室的无水环境就显得相当重要,在二氧化碳到达检测室前,先通过一渗透干燥 管去除其中的水分,以消除水分的干扰和保护非分散红外检测器(NDIR),因此渗透干燥管必 须定期更换并保持流经测量室的气体流量恒定。

第 2章 仪器介绍

ET1020A总有机碳分析仪按**第 1章**所述的原理设计,由燃烧氧化系统、酸化反应池、气体输运管路及相应的泵阀、非分散红外检测器和电气控制系统等组成,一些日常维护和使用中所涉及的部件能方便地接触到。

2.1 仪器正面图

仪器的前面视图见图 2.1,可以见到在仪器的前表面上有祛卤管、增湿瓶和反应管、吸管等。



图 2.1 仪器正面图

电源指示灯:指示仪器电源的接通状况,当仪器开关打开并接通电源时,指示灯亮。 **吸管:**将样品引入仪器的导管,在进行分析时必须将其完全插入样品中。

增湿管:一玻璃瓶用来减缓气流对催化剂的压力,内盛试剂水可观察仪器载气的通、断 情况。

注意:仪器在电源接通的状况下,应始终保持该气流的通畅。

反应池:一硬质玻璃管,在 TIC分析时作为酸化样品的场所。

祛卤管:一填充有铜颗粒的吸附柱,用于祛除过量的卤化物以保护红外检测器免遭卤化 物的腐蚀。

2.2 仪器背面图

仪器的后面视图见图 2.2, 在仪器的后表面有各种电气插座和气、液管和接头等。



图 2.2 仪器背面图

电源插座:用以插入电源线将电源引入仪器,该插座内含 8A保险丝。

电源开关:用以接通和断开仪器的电源,打开时该开关上的指示灯会点亮表明仪器已通

电,同时仪器前面板上的指示灯同时点亮。

RS-232-C端口 1: 用以插入连接电缆,建立与装有 ETTCC软件电脑的联系。

RS-232-C端口 2: 用以插入连接电缆,建立与自动进样器等配件的联系。

载气入口:用以引入气瓶或其他气源输入的载气。

- **酸液引入管:**红色的惰性塑料管,用以引入 TIC分析时所需的磷酸试剂。在工作时,应 将此管始终插入在磷酸液中。
- **清洗液引入管**:蓝色的惰性塑料管,用以引入清洗液。工作时,应将此管应插入清洗液 中。

吹扫气输出管:无色的惰性塑料管,用以输出试剂的吹扫气。工作时应将此管插入清洗 液中。

废液排放管:黑色的惰性塑料管,用以将进样环中溢出的样品和经 TIC分析的废液排出 仪器。工作时,此管应放入用户自备的废液桶或排水槽中。

废气排放管: 黄色的惰性塑料管, 用以将经分析后的二氧化碳气体排出仪器。

2.3 内部结构图

卸下仪器左侧盖板顶部的两个螺钉,上提并移开左盖板,仪器的主要管路和泵、阀及燃烧 炉便能清楚见到(图 2.3)。



1......压力表 2......压力调节器 3....... 蠕动泵 4......电磁阀 5........ 管 6.......气流分配器 7....... 8......酸泵 9.....注射阀 10.....循环阀 11......样品环 12.....燃烧管帽 13......燃烧管 14......防护罩 15......燃烧炉 16......风扇

图 2.3 内部结构图

第 3章 仪器安装

ET1020A总有机碳分析仪是一个独立的分析系统,也可选配自动进样器等其他可选配件组成新的分析系统。本章仅描述仪器本身硬件的安装,其他可选配件的安装及描述均参阅各配件的操作说明书。同样使仪器正常工作必需的电脑,需参阅电脑的使用说明书,有关 ETTOC软件的安装和介绍见**第 4章**。

3.1 安装准备

3.1.1 环境条件

ET1020A总有机碳分析仪设计为在典型的实验室环境下运行工作,温度在 10 ~ 40 ,湿度 < 85%且无结露,要求尽可能靠近气源和电源,并有合适的废液排放点,如没有专门的排气 管道,则必须保持房屋内的通风良好。

ET1020A总有机碳分析仪应放置在平稳结实的工作台上,附近没有强烈的电磁干扰,供电电源具有涌浪抑制作用,并有可靠的接地。仪器本身占据面积约 28mx 50m,重约 16kg

3.1.2 物品准备

ET1020A总有机碳分析仪需要高纯度的氧气,要求含 Q、 CO及 THC小于 1mg/L的氧气, 压力 50psig~ 60psig(345kPa~ 415kPa),推荐纯度 99.9%以上。如采用压缩气瓶供气,须配有 减压阀并将气瓶固定牢固。

仪器需要有废液排放口,如采用废液桶的,需将废液桶放置在低于仪器本身的位置,并注 意定期倒空再使用。

仪器工作需要 5%磷酸和试剂水,试剂水应含尽量少的 TOC,推荐 TOC小于 0.1mg/L的蒸馏 水或去离子水。

十字螺丝刀用于装卸仪器左侧盖板及燃烧炉防护罩。

准备一个精确的气体流量计,对安装和维护仪器时检测气流量相当有用,最好是数字式的。

3.2 开箱检查

仪器在开箱前应有完整的包装,如有包装破损应立即联系运输、经销单位。仪器开箱后, 应对照仪器的装箱清单逐项检查是否有缺损,如有缺损马上联系经销商或上海欧陆科仪有限公 司。

注意: 仪器的原包装材料请保存一年,所有需要返回上海欧陆科仪有限公司保修的仪器和 部件必须带有原包装,如果没有适当的包装造成仪器在运输途中的损坏,上海欧陆科仪有限公 司将不负责此部分的维修费用。如果没有合适的包装材料,可联系上海欧陆科仪有限公司。

3.3 内部连接

按第2章2.3内部连接图所述展露出仪器左侧结构(图2.3)。

在仪器的循环阀上找到样品环,查看样品环标识的容积是否是 100µL左右,仪器出厂时安 装有名义 100µL的样品环。

如果需要使用其他容积的样品环,卸下 100µL的样品环,从仪器的附件包中找到需要的样品环,装上拧紧。详细参见**第 6章 6.2.4更换样品环**。

3.4 后面板连接

仪器的后面视图见图 2.2

1.将从气瓶减压阀上引出的管线连到仪器载气入口上,用扳手旋紧。

2.挑出黑色的排液管将其放入自备的废液桶中,废液桶位置需低于仪器。

3.在仪器附件包内找出酸液瓶和清洗液瓶,分别注入 57磷酸和试剂水。

4.挑出红色的酸液引入管,将其穿过酸液瓶盖放入酸液瓶内。

5找出蓝色的清洗液引入管,将其穿过清洗液瓶盖放入清洗液瓶内。

7 找出无色的吹扫管将其穿过试剂瓶盖放入试剂瓶内。

8.如果有排气管道,找出仪器的黄色的排气管,在气路检测完成后放入管道中。

9.在仪器的附件包中找出 RS-232通讯线,一端插在仪器后面的 RS-232-C端口 1的接口上, 另一端插到安装有 ETTCC软件的电脑上。

10.确认仪器处于关闭状态。在仪器的附件包中找出电源线将其插在仪器的电源插座上。

3.5 前面板连接

仪器的前面视图见图 2.1

1.打开仪器前面的透明罩。

2.从夹子上取下增湿瓶,旋下盖子。

3.向瓶中注入试剂水到 3/4的瓶高。

4.旋上盖子,放回到夹子上。

5.关闭透明罩,将吸管放入一自备的注满试剂水的瓶中。

3.6 气路检查

1.确认气瓶上减压阀是关闭的,打开气瓶开关。

2.调节减压阀的输出压力到 345kPa~ 415kPa之间,确认仪器内部的压力表指示在 20psig (138kPa) 左右。

3.观察增湿瓶内,应有连续不断的气泡,同时清洗液瓶内也应有气泡。

4.用流量计监测仪器排气出口的流量,没有明显的起伏变化。

5 装上仪器左侧盖板,拧上螺钉。

注:如果怀疑仪器气路有漏气,可用肥皂液检查气路的连接处。详细参见第6章6.2.5 系统检漏。

第 4章 软件介绍

ET1020A总有机碳分析仪必需在 ETTOC软件的支持下才能工作,ETTOC是一个基于 Windows XP操作系统的仪器控制和数据运算软件包。本章仅介绍 ETTOC软件的安装和 ETTOC软件的菜单、屏幕及命令等内容,有关 ETTOC软件的操作使用见**第 5章**,有关 Windows XP操作系统的介绍参考合适的 Windows资料。

4.1 安装 ETTCC

ETTOC软件的安装过程假设操作者已熟悉 Windows操作系统。关于如何使用 Windows操作系统,可查询有关 Windows文件。

4.1.1 软硬件环境

正常运行 ETTCC软件需要的最低环境条件如表 4.1所列。

硬件	建议配置
处理器/速度	Pentium [®] IV 或以上
内存	128 MB 或以上
硬盘自由空间	50 MB 或以上
光盘驱动器	VCD 或DVD
操作系统	Windows XP
显示分辨率	1024 × 768
显示器	VGA
COM端口*	RS-232

表 4.1 ETTCC软件环境条件

* 要求电脑具有一个全新的9针 RS-232 端口或 25针 RS-232端口和一个 9到 25针的适配 器。任一设备不能执行与该端口相关的中断请求,包括鼠标,调制解调器和网卡等。

4.1.2 ETTCC的安装

1打开电脑并确定没用任何应用程序正在运行。

2.从仪器附件包中取出 ETTOC软件光盘,放入电脑的光盘驱动器中。

3打开光盘文件,找到 Setup(图 4.1)。

合 G: \ET1020A软件						
文件(E) 编辑(E) 查看(V) 收;	蔵(A) 工具(T)	帮助(<u>H</u>)				
🔇 后退 👻 🕤 🖌 🏂 📔 🖓 捜索 🌘	> 文件夹 🛄 🕇					
地址 @) 🛅 G:\ET1020A软件						▼ 🔁 转到
CD 写入任务 🛛 🖇	当前在 CD .	上的文件	-	(19977)	_	
将这些文件写入 CD	InstMsiA	InstMsiW	Setup	Setup	15 Setup	
文件和文件夹任务 *						
 重命名这个文件 移动这个文件 移动这个文件 复制这个文件 将这个文件发布到 Web 以电子邮件形式发送此 文件 删除这个文件 						
其它位置						
 砂 我的光盘(G:) □ 我的文档 □ 共享文档 □ 共享文档 □ 网上邻居 						
详细信息						
类型: Windows Installer 软件包 作	者: Euro-Tech 标	题: Setup 修改	攵日期: 2006-	12-11 10:57 ;	大小: 547 KB	li.

图 4.1 光盘目录

4.双击后进入安装向导,点击【下一步】选择安装路径(图 4.2)。

帚 ETTOC_总有机碳分析仪	
选择安装文件夹	
安装程序将把 BITTOC_总有机碳分析仪 安装到下面的文件夹中。	
要在该文件夹中进行安装,请单击"下一步"。要安装到其他文件夹,说 个文件夹或单击"浏览"。	春在下面输入另一
文件夹 (Z):	
C:\Program Files\Euro-Tech\ETTOC_总有机碳分析仪\	浏览 (<u>R</u>)
	磁盘开销 (1)
为自己还是为所有使用该计算机的人安装 ETTOC_总有机碳分析仪:	
◎ 任何人 ሬ)	
● 只有我 (@)	
取消 < 上一步 (8)	下一步(11) >

图 4.2 选择安装路径

5 软件默认安装在 C: \Program Files路径下,用户也可以自己选择安装路径,按【下一步】后按系统提示按时安装,安装完毕后按【关闭】完成安装。

4.2 运行屏幕

运行屏幕显示 ET1020A 总有机碳分析仪当前操作状态的详细信息(图 4.3),包括实时条件和设置、温度警告以及 IR信号的实时显示等。

🔽 总有机碳分析仪	- [ETTOC1]								- F D
文件(王) 故障诊断 考	参数设置 数据库设置					1			
	<u></u>	1문	·止		暂停		ji	世样方式	
当前曲线	080923	程序状态	运行样品	测量总》	て数	3	设定炉	温	680
当前桯序	TCCAL	当前状态	检测试剂		<u>量</u>	3			680
	3	- 新安町间 - 剩余时间	1:08		19) 181	3:46		♪重 式 手动	
08年09月24日:	14时25分31秒	j stovas ar a				тс	CAL	4 0 [11:00	
曲线: 080923 程序: TCCAL				编号#	样品名称	使用方法	检测模式	运行类型	测量次数
│ 样品:0				1	0	方法1	TC	校准点1	3 -
方法:方法1	-			2	10	方法2	TC	校准点2	3
1: 2 cnts 2: 1 cnts				3	100	方法3	TC	校准点3	3
3: 1 cnts				4	200	方法3	TC	校准点4	3
	ī R	面积平均值 = 1 cn SD = 68.84%	ts	5	500	方法3	TC	校准点5	3
 样具,10				6	800	方法3	TC	校准点6	3 🚽
方法:方法2	1:	吴武天宝, 1011110			F程序	查看方法	查看曲线	查看	设置
				17300			10427		
2: 7067 cr	nts nts			15550					
. 0557 G	iita ī	后积平均值 = 7059	cote	13330					
	F	SD = 1.35%	ents	13800					
 样品:100						l l			
方法:方法3				12050			- I		
1: 60644 «	cnts			10200	<u> </u>				тс тс
2: 64464 0	cnts			V+) (Y-)		B +)	(B-)		(X+)(X-)

图 4.3 运行屏幕

运行屏幕的最上方是标题栏,以下依次是下拉菜单、命令按钮和状态显示区,再以下的 左侧是实时数据窗口,右侧上半部分是查看窗口,下半部分是实时 IR图形区。

4.2.1 标题栏

显示上海欧陆科仪有限公司图标和仪器名称及当前软件的名称与版本号。右侧的三个按钮 则可分别实现对当前屏幕的最小化、最大化 还原和退出操作。

4.2.2 下拉菜单

运行屏幕中有"**文件**"、"**故障诊断**"、"参数设置"和"数据库设置"四项菜单命令。各菜单下拉的下一级菜单命令如图 4.4~图 4.7,点击下一级的菜单命令可执行该命令或进入相应的操作屏幕,详细参见本章 4.3菜单命令。



4.2.3 命令按钮

运行屏幕的命令按钮有【开始】、【停止】、【暂停】和【进样方式】四个。

- 【开始】:开始运行选定的程序。该按钮只在 ETTCC 没有运行程序的时候有效,在程序 运行过程中呈现灰色。
- 【停止】:退出当前正在运行的程序。退出时系统将有序终止测量,包括排净仪器反应 管中的水。该按钮只在程序运行过程中有效,没有程序运行时呈现灰色。
- 【**暂停**】:暂停正在运行的程序。该按钮只在程序运行过程中有效,没有程序运行时呈现灰色。
- 【进样方式】:用于连接自动进样器时的进样选择。该按钮只在仪器连接自动进样器后 有效,没有连接时呈现灰色。

4.2.4 状态显示

状态显示区 (图 4.8) 分为四列,分别显示 ET1020A总有机碳分析仪当前运行的程序进程、程序状态、测量次数和参数情况等详细信息。

1								
	当前曲线	080923	程序状态	运行样品	测量总次数	3	设定炉温	680
	当前程序	TCCAL	当前状态	检测试剂	第n次测量	2	当前炉温	680
	样品总数	7	需要时间	2:00	需要时间	2:16	样品环容量	98
	第n个样品	1	剩余时间	0:48	剩余时间	0:51	进样方式	手动进样,有暂停

图 4.8 状态显示区

第一列 程序进程

〔当前曲线〕:显示当前程序所选用的工作曲线名称。

〔当前程序〕:显示当前程序的名称。

〔样品总数〕:显示当前程序所确定的需要运行测量的样品数目。

〔第 n 个样品〕:显示当前正在运行测量的样品序数。

第二列 程序状态

〔程序状态〕:显示当前程序所处的分析模式,有取记录、运行样品、停止等状态。

〔当前状态〕:显示当前程序正运行的工作状态,有吸样、进样、或检测、排液等状态。

〔需要时间〕:显示完成当前工作状态所需要的时间。

〔剩余时间〕:显示完成当前工作状态所剩余的时间。

第三列 测量次数

- 〔测量总次数〕:显示当前的样品需要重复运行测量的次数。
- 〔第n次测量〕:显示当前的样品正运行测量的序数。
- 〔**需要时间〕**:显示完成当前样品检测所需要的总时间,包括吸样、进样、检测和排液的时间。

〔剩余时间〕:显示完成当前样品检测所剩余的时间。

第四列 参数情况

〔**设定炉温〕**:显示当前程序所确定的燃烧炉温度。

〔当前炉温〕:显示检测到的燃烧炉的实际温度。当检测到的温度偏离设定温度 20 以 上时,显示格会红闪警告。

〔样品环容量〕:显示当前程序所选定的样品环。

〔进样方式〕:显示当前程序所选定的进样方式,有吸管有暂停、吸管无暂停等。

4.2.5 实时数据窗口

运行屏幕的左下侧是实时数据窗口 (图 4.9), 显示当前程序的内容和实时检测的数据。

08年09月24日14时25分31秒 曲线: 080923 程序: TCCAL	<u>^</u>
│	 模式类型:校准TC
 1: 2 cnts 2: 1 cnts 3: 1 cnts	
	面积平均值 = 1 cnts RSD = 68.84%
│	
 1: 7149 cnts 2: 7067 cnts 3: 6959 cnts	
	面积平均值 = 7059 cnts RSD = 1.35%
 样品:100 方法:方法3	 模式类型:校准TC
1: 60644 cnts 2: 64464 cnts	×

图 4.9 实时数据窗口

4.2.6 查看窗口

查看窗口(图 4.10)显示当前程序的内容和设置等。选择下面的【查看程序】【查看方法】【查看曲线】和【查看设置】按钮可以分别显示相应的内容。一般情况下系统显示当前的程序。

TCCAL							
编号#	样品名称	品名称 使用方法 检测模式		运行类型	测量次数		
1	0	方法1	TC	校准点1	3 📥		
2	10	方法2	TC	校准点2	3		
3	100	方法3	TC	校准点3	3		
4	200	方法3	TC	校准点4	3		
5	500	方法3	TC	校准点5	3		
6	800	方法3	TC	校准点6	3 🖵		
	程序	查看方法	查看曲线	查看	设置		

图 4.10 查看窗口

【查看程序】:用于查看窗口显示当前程序的内容(图 4.10), 查看窗口默认显示的是

当前程序的内容。详细内容参见本章 4.3.4.2程序设置屏幕。 【查看方法】:用于查看窗口切换显示程序中当前编号的样品所选用的测试方法(图

方法名称	方法6			
进酸体积(ul)	600			
Chase	是			
样品测完清洗	否			
TC注射时间(1 - 60秒)	5			
TC检测时间(45 — 300秒)	60			
TIC注射时间(1 — 60秒)	5			
TIC检测时间(45 — 300秒)	60			
查看程序	查看曲线查看设置			

4.11)。详细内容参见本章 4.3.4.1方法设置屏幕。

图 4.11 查看方法

【查看曲线】:用于查看窗口切换显示当前程序所选用的工作曲线(图 4.12)。图中显示工作曲线的形态和建立工作曲线的工作点及该工作曲线的相关系数、斜率、截距和模式等参数。详细内容参见本章 4.3.4.3T作曲线屏幕。



图 4.12 查看曲线

【查看设置】:用于查看窗口切换显示当前程序所选用的各种设置(图 4.13)。详细内

容参见本章 4.3.3.1 参数设置屏幕。

进样方式	手动进样 有暂停
进样环容量(ul)	97
进样时间(8-20秒)	8
进样环初始清洗时间(0-180秒)	10
	查看曲线 查看设置

图 4.13 查看设置

4.2.7 实时 IR图形

实时 IR图形区 (图 4.14)显示实时的 NDIR信号,当仪器运行程序时,该区域会显现检测的样品波形。不同的测试内容显现为不同颜色 (表 4.2),通过下面按钮可以改变图形的大小或查看图形的细节。



图 4.14 实时 IR图形

图形区中下面控制钮的功能:





(X+)(X-):在水平方向放大/缩小显示的图形。

表 4.2 颜色含义

内容	颜色
基线	白色
总无机碳 (TIC)	红色
总碳 (TC)	绿色

4.3 菜单命令

4.3.1"文件"菜单

4.3.1.1 数据记录屏幕

在运行屏幕"文件"下拉菜单中,点击"打开"出现"数据记录"(图 4.4),点击可进入数据记录屏幕(图 4.15)。只有在系统没有运行程序时命令才有效,在运行程序过程中,命令呈现灰色。

数据记录屏幕详细记载了仪器的运行记录,包括仪器运行的开始、结束时间和每次检测的内容等。按【**返回**】按钮和右上角的退出按钮可以退出数据记录屏幕。

07年06月08日10時47分04秒 标定曲线 07年06月08日09時36分37秒 检测结果 07年06月08日09時36分37秒 检测结果 07年06月08日08時47分22秒 检测结果 07年06月08日08時47分22秒 检测结果 07年06月07日11時54分39秒 07年06月07日16時40分14秒 用户共机 07年06月07日15時50分07秒 检测结果 07年06月07日15時50分07秒 检测结果 07年06月07日15時50分07秒 检测结果 07年06月07日15時46分41秒 用户开机 07年06月07日15時41分28秒 相户关机 07年06月07日15時41分28秒 标定曲线	* * * * * * * * * * * * * * * * * *
07年06月08日09时36分37秒 检测结果 曲线: 07607 07年06月08日08时47分22秒 检测结果 曲线: 07607 07年06月08日08时38分31秒 用户开机 样品: 0 07年06月07日16时40分14秒 用户关机 方法: 方法1 07年06月07日15时50分07秒 检测结果 07年06月07日15时40分14秒 用户关机 07年06月07日15时46分41秒 用户关机 07年06月07日15时46分41秒 用户关机 07年06月07日15时46分41秒 用户关机 07年06月07日15时46分41秒 用户关机 07年06月07日15时46分41秒 用户关机 07年06月07日15时46分41秒 用户关机 07年06月07日15时39分28秒 标定曲线	 类型: 校淮TC
07年06月08日08时47分22秒 检测结果 程序: TCUAL 07年06月08日08时38分31秒 用户开机 样品: 0 07年06月07日16时40分14秒 用户关机 方法: 方法1 07年06月07日15时50为07秒 检测结果 07年06月07日15时40分14秒 用户关机 07年06月07日15时40分14秒 用户关机 07年06月07日15时40分14秒 用户关机 07年06月07日15时40分14秒 用户关机 07年06月07日15时40分14秒 用户关机 07年06月07日15时40分14秒 用户关机 3: 536 cnts 07年06月07日15时30分28秒 标定曲线 BSD	 类型:校淮TC
07年06月08日08时38分31秒用户开机 样品:0 模式 07年06月07日16时40分14秒用户关机 方法:方法1 方法:5方法1 07年06月07日15时50分07秒 检测结果 1:698 cnts 07年06月07日15时46分41秒用户开机 2:594 cnts 3:536 cnts 07年06月07日15时30分28秒 标定曲线 3:536 cnts 面积	类型: 校谁TC
07年06月07日16时40分14秒 用户关机 方法:方法1 07年06月07日15时50分07秒 續通結果 1:698 cnts 2:594 cnts 3:536 cnts 07年06月07日15时40分41秒 用户关机 1:3698 cnts 2:594 cnts 3:536 cnts 07年06月07日15时30分28秒 雨户关机 3:536 cnts	
07年06月07日15时50分07秒 检测结果 07年06月07日15时46分41秒 用户开机 1: 698 cnts 07年06月07日15时41分28秒 用户关机 3: 536 cnts 07年06月07日15时39分28秒 标定曲线 面积 RSD	
07年06月07日15时46分41秒 用户开机 1: b98 cnts 07年06月07日15时41分28秒 2: 594 cnts 07年06月07日15时39分28秒 3: 536 cnts 07年06月07日15时39分28秒 面积 07年06月07日15时39分28秒 RgD	
07年06月07日15時41分28秒 3: 536 cnts 07年06月07日15時39分28秒 面积 8: S36 cnts 07年06月07日15時39分28秒 雨积 8: S36 cnts	
07年06月07日15时39分28秒标定曲线 面积 RSD	
Ran	平均值 = 609 cnts
07年06月07日15时35分45秒 检测结果	- 13.45%
07年06月07日15时27分41秒 检测结果 样品: 10 模式	 类型: 校准TC
07年06月07日15时15分39秒 检测结果 方法:方法2	
07年06月07日14时59分04秒 检测结果	
07年06月07日14时27分41秒 检测结果 2: 4619 cnts	
07年06月07日13时48分16秒标定曲线 3: 4342 cnts	
07年06月07日11时54分39秒标定曲线 面积 RSD	平均值 = 4521 cnts = 3.42%
07年06月07日11时38分32秒标定曲线	
07年06月07日10时39分01秒 检测结果 样品: 10. 模式	;类型: 校准TC
07年06月07日10时29分08秒 用户开机 万法: 方法2	
07年06月07日09时07分41秒 用户开机	
ेहि व	

图 4.15 数据记录屏幕

在数据记录屏幕的左侧列表中,用滚动条选择显示的检测结果,双击选中的检测结果,右 侧窗口则显示当时的程序内容和检测数据,这些内容和数据就是当时显示在运行屏幕实时数据

窗口中的内容和数据。双击选中的开机、关机,则右侧窗口显示当时开机、关机的信息。

4.3.1.2"退出"命令

在运行屏幕"文件"下拉菜单(图 4.4)中,点击"退出"可关闭并退出 ETTOC。当程序 正在运行时点击"退出",系统先弹出一对话框询问,得到确认后,系统将有序结束程序, 包括排出反应管内的水。

4.3.2"故障诊断"命令

4.3.2.1 阀门测试屏幕

在运行屏幕"**故障诊断**"下拉菜单(图 4.5)中,点击"阀门测试"进入阀门测试屏幕 (图 4.16)。只有在系统没有运行程序时命令才有效,在运行程序过程中,命令呈现灰色。

间门测试	X				
酸泵	选择触发次数				
CHASE	选择触发次数				
	¥				
三通阀	¥				
电炉开关	¥				
风扇	¥				
循环阀	进样状态				
注射阀	TIC状态				

图 4.16 阀门测试屏幕

在阀门测试屏幕,可以手工单个命令运转仪器的部件,操作者可藉以检查仪器部件的好坏。 按【确定】按钮和右上角的退出按钮可退出阀门测试屏幕。

【确定】:退出阀门测试屏幕。

- 〔酸泵〕:双击"选择触发次数",在出现的下拉可选项中选择期望的数值,点击绿色 区域,酸泵按选择的次数运行,同时选中的数值递减到零。
- [**O-ASE**]:双击"**选择触发次数**",在出现的下拉可选项中选择期望的数值,点击绿 色区域, O-ASE泵按选择的次数运行,同时选中的数值递减到零。

- 【**蠕动泵】**:双击"关",底色转为红色并显示"开",蠕动泵启动运行。再双击,底 色转回绿色并显示"关",停止蠕动泵运行。
- 〔三通阀〕:双击"关",底色转为红色并显示"开",电磁阀吸动。再双击,底色转回绿色并显示"关",释放电磁阀。
- 〔电炉开关〕:双击"关",底色转为红色并显示"开",燃烧炉电源接通,燃烧炉开 始加热。再双击,底色转回绿色并显示"关",切断燃烧炉电源。
- 【风扇】:双击"关",底色转为红色并显示"开",风扇转动。再双击,底色转回绿 色并显示"关",关闭风扇。
- 〔循环阀〕:双击"进样状态",底色转为红色并显示"注射状态",循环阀转动切换 到注射状态。再双击,底色转回绿色并显示"进样状态",循环阀切换回进样状 态。
- 【注射阀】:双击"TIC状态",底色转为红色并显示"TC状态",注射阀转动切换到向TC燃烧管注射的状态。再双击,底色转回绿色并显示"TIC状态",注射阀切换回向TIC反应管注射的状态。

4.3.2.2 温度设定屏幕

在运行屏幕"故障诊断"下拉菜单(图 4.5)中,点击"温度设定"进入温度设定屏幕 (图 4.17)。只有在系统没有运行程序时命令才有效,在运行程序过程中,命令呈现灰色。

温度设定			
当前使用的设定温度	680		
	588		
用户输入的实测温度	0		
PID 参	数 表		
设定温度	680		
比例 P	13		
积分时间 I	48		
微分时间 D	9		
温度偏差	-12		
	开始加温 停止加温 回		

图 4.17 温度设定屏幕

在温度设定屏幕中,可以查看温度偏差和启动燃烧炉加热,按【**返回**】按钮或右上角的 退出按钮可以退出温度设定屏幕。

【开始调校】:开始 PID调校。在调校过程中呈现灰色。

【停止调校】: 中断 PID调校。仅在调校过程中有效, 其他时候呈现灰色。

- 【**开始加温**】:接通燃烧炉电源,使燃烧炉加热到设定的温度。一般呈现灰色,仅在开 机时用于接通燃烧炉电源,启动加热。
- 【停止加温】:切断燃烧炉电源。在炉子处于加热状态时有效,炉子电源被切断后和调 校过程中呈现灰色。
- 【返回】:退出温度设定屏幕。在 PID调校过程中呈现灰色,只有待 PID调校停止后才 有效。
- **注意:**按【**开始加温**】, 接通燃烧炉电源,启动加热后,【**返回**】按钮依然呈现灰色, 需 按右上角的退出按钮退出温度设定屏幕。
 - 〔当前使用的设定温度〕:设定燃烧管温度。双击右侧"680",在出现的下拉选项中 可按需要选择680 或900 作为系统的设定温度。
 - 〔当前显示温度〕:显示仪器检测到的当前燃烧炉温度。
 - 〔用户输入的实测温度〕:输入温度偏差。双击右侧"0",待出现输入符后可输入燃 烧炉与燃烧管的温度偏差值。点击其他区域,输入的数值被系统接受并显示在下 面的〔温度偏差〕栏内。
 - 〔**设定温度〕**:显示设定的燃烧管温度。
 - [比例 P]:显示比例因子。由调校后自动产生。
 - 〔积分时间 I〕:显示积分时间。由调校后自动产生。
 - 〔微分时间 D〕:显示微分时间。由调校后自动产生。
 - 〔温度偏差〕:显示输入的燃烧炉与燃烧管之间的温度偏差。

4.3.3"参数设置"菜单

4.3.3.1 参数设置屏幕

在运行屏幕"参数设置"下拉菜单(图 4.6)中,点击"仪器设置"进入参数设置屏幕 (图 4.18)。只有在系统没有运行程序时命令才有效,在运行程序过程中,命令呈现灰色。

参數设置	×		
进样方式	手动进样 有暂停		
进样环容量(ul)	97		
进样时间(8-20秒)	8		
进样环初始清洗时间(0-180秒)	10		
确定	取消		

图 4.18 参数设置屏幕

在参数设置屏幕,可以设定分析参数。按【**确定**】和【**取消**】按钮或右上角的退出按钮 可以退出参数设置屏幕。

【取消】: 取消当前的选择和输入并退出参数设置屏幕,系统将按原来的设置运行。

〔进样方式〕:选择进样方式。双击右侧,在出现的下拉可选项中选择需要的进样方式,

点击空格外区域确认。进样方式的建立参见第 5章 5.5建立方法。

〔进样环容量(ul)〕:选择进样环。双击右侧,在出现的下拉可选项中选择需要的进 样环,点击空格外区域。样品环容量的输入参见第 5章 5.4定义样品环 数值。

- 注意:选用的进样环容量必须同仪器循环阀上安装的进样环容量一致。
 - 〔进样时间(8-20秒)〕:确定样品抽取时间。双击右侧"8",待出现输入符后输 入期望的数值,点击空格外区域确认输入。
- 注意:选用不同的样品环可以输入不同的时间,较大的数值有利于保证样品充满样品环。 系统默认为 8
 - **〔进样环初始清洗时间(0-180秒)〕**:输入进样环初始清洗时间。双击右侧"10", 待出现输入符后输入期望的数值,点击空格外区域确认。
- **注意:**选用不同的进样环应采用不同的时间,较大的数值有利于样品环得到样品的充分 冲洗。系统默认为 1Q

〔进样方式〕选项说明:

手动进样 无暂停 仪器采用吸管进样,分析完一个样品后不经暂停直接进行下一个样品的分析,直到程序确定的样品运行完毕。该选项适用于仪器的清洗。

[【]确定】:确定当前的选择和输入并退出参数设置屏幕,系统将按当前选择和输入的参数运行。

手动进样 有暂停 仪器采用吸管进样,分析完一个样品后暂停,在运行屏幕按【开始】 进行下一个样品的分析。该选项适用于仪器的样品检测,操作者可以在暂停 期间更换样品。

自动进样 仪器采用自动进样器进样。该选项只有仪器连接了自动进样器才有效。

4.3.3.2 样品环标定屏幕

在运行屏幕"参数设置"下拉菜单(图 4.6)中,点击"进样环标定"进入进样环标定 屏幕(图 4.19)。只有在系统没有运行程序时命令才有效,在运行程序过程中,命令呈现灰 色。

进样环标定	×
样品环 1 (ul)	31
样品环 2 (ul)	88
样品环 3 (ul)	211
	97
样品环 5 (ul)	400
确定	取消

图 4.19 进样环标定屏幕

在进样环标定屏幕中,可以定义各样品环的容量值,详细参见**第 5章 5.4 定义样品环数值**。点击右列数字,待出现输入符后输入各样品环的容量值。在没有输入前,系统显示"25"、"100"、"200"、"300"和"400"的名义容量值。按【确定】和【取消】或右上角的退出按钮可退出进样环标定屏幕。

注意:输入的数值必须是每支样品环已标定的真实容量。

注:ET1020A总有机碳分析仪中安装的和附件中的样品环已经上海欧陆科仪有限公司严格 标定并标记在这些样品环上。

- 【确定】:确定当前的输入并退出进样环标定屏幕,输入的数值可以在参数设置屏幕中 被选用。
- 【**取消**】:取消当前的输入并退出进样环标定屏幕,系统将按原来的数值供参数设置屏幕中选用。

4.3.4"数据库设置"菜单

4.3.4.1 方法设置屏幕

在运行屏幕"数据库设置"下拉菜单(图 4.7)中,点击"方法设置"进入方法设置屏幕 (图 4.20)。只有在系统没有运行程序时命令才有效,在运行程序过程中,命令呈现灰色。

方法设置		×
方法6	方法名称	方法6
方法5	进酸体积(ul)	600
方法4	Chase	是
方法3	样品测完清洗	否
方法2	TC注射时间(1 — 60秒)	5
方法1	TC检测时间(45 — 300秒)	60
	TIC注射时间(1 - 60秒)	5
	TIC检测时间 (45 — 300秒)	60
新建		删除

图 4.20 方法设置屏幕

在方法设置屏幕中,可以通过左侧的方法列表双击选中某一个,该方法的内容将在右侧显示出来,可以在此进行编辑修改,详细参数见**第5章5.5建立方法。按【关闭】**按钮或右上角的退出按钮可以退出方法设置屏幕。

- 【新建】:开始新建一个方法,左侧列表中显示出一新的方法名称,在没有改变右侧的 〔方法名称〕前,系统默认以"方法 1"开始的序数编号命名方法名。
- 【存储】:保存当前新建或经编辑修改后的方法。只有存储后的方法才能在建立程序时 被采用。

【删除】:删除选定的方法。

- 【关闭】:退出方法设置屏幕,当新建或编辑修改后的方法没有被保存而关闭方法设置 屏幕,则新建或编辑修改无效。
- 〔方法名称〕:显示方法的名称。双击右侧"方法 1",待出现输入符后可修改方法名称, 点击绿色区域确认。
- 【进酸体积 (ul)】:选定酸化样品所需要的酸量。双击右侧数字,在出现的下拉可旋 项中选择期望的数值。
- [Chase]: 选择是否在样品后推加试剂水。双击右侧 "否", 在出现的下拉可旋项中选

择 " **是** " 或 " **否** "。

- 【**样品测完清洗】**:选择是否在测量后加入试剂水清洗燃烧管或反应管。双击右侧"否", 在出现的下拉可旋项中选择"是"或"否"。
- [TC注射时间(1-60秒)]: 确定 TC的注射时间。双击右侧数字,待出现输入符后 输入期望的数值。
- [TC检测时间(45-300秒)]:确定TC的检测时间。双击右侧数字,待出现输入符 后输入期望的数值。
- [TIC注射时间(1-60秒)]: 确定 TIC的注射时间。双击右侧数字,待出现输入符 后输入期望的数值。
- [TIC检测时间(45-300秒)]:确定TIC的检测时间。双击右侧数字,待出现输入 符后输入期望的数值。

4.3.4.2 程序设置屏幕

在运行屏幕"数据库设置"下拉菜单(图 4.7)中,点击"程序设置"进入程序设置屏幕(图 4.21)。只有在系统没有运行程序时命令才有效,在运行程序过程中,命令呈现灰色。



图 4.21 程序设置屏幕

在程序设置屏幕中,可以双击左侧的程序列表中的某一个,该程序的内容将在右侧显示出 来,并可在此进行编辑修改。按【**返回**】按钮或右上角的退出按钮可以退出程序设置屏幕。

【新建】:开始新建一个程序,左侧列表中显示出方法名称,在没有改变右侧的程序名

称前,系统默认以"程序 1"开始的序数编号命名程序名。

【存储】:保存当前新建的或经编辑修改后的程序。只有存储后的程序才能被执行。

【删除】:删除选定的程序。

【关闭】:退出程序设置屏幕,当新建或编辑修改后的程序没有被保存而关闭程序设置

屏幕,则新建或编辑修改无效。

〔 程序 1〕:选定程序的名称。双击 ,待出现输入符后可以更改程序名称。

〔编号 #〕:待测样品编号, 最大 100 系统自动生成, 不能更改。

- 〔**样品名称〕**:命名样品的名称。双击下面的空格,待出现输入符时可以输入或更改样 品名称。
- 〔使用方法〕:选定每个样品的分析方法。双击下面的空格,在出现的下拉选项中选择 期望的分析方法。这些方法是在方法屏幕中建立并保存的在系统中的。详细

参见第 5章 5.5 建立方法。

- 〔检测模式〕:选定检测的模式。双击下面的空格,在出现的下拉选项中选择TC、TIC和TOC分析模式。
- 〔运行类型〕:选定运行的类型。双击下面的空格,在出现的下拉选项中选择"**样品**"、 "**第 1个校准点**"、……、"**第 10个校准点**"等。
- [测量次数]: 设定每个样品的重复测量次数。双击下面的空格,在出现的下拉选项中选择重复测量次数值,最多允许值为 2Q

4.3.4.3 工作曲线屏幕

在运行屏幕"数据库设置"下拉菜单(图 4.7)中,点击"工作曲线"进入工作曲线屏幕(图 4.22)。只有在系统没有运行程序时命令才有效,在运行程序过程中,命令呈现灰色。



图 4.22 工作曲线屏幕

在工作曲线屏幕中,可以查阅各种系统已保存的工作曲线和建立新的工作曲线。点击左侧的工作曲线列表中的某一工作曲线,该工作曲线的图形将显现在上半部分,当时建立工作曲线的标样及检测的积分面积值等在右侧显示出来。按【返回】按钮可以退出工作曲线屏幕。

【新建】:开始新建一条工作曲线,左侧显示出工作曲线名称,在没有改变工作曲线名

称前,系统默认以 " **曲线 1**" 开始的序数编号命名工作曲线名。

- 【存储】:保存当前新建的工作曲线。只有存储后的工作曲线才能在建立程序时被采用。
- 【删除】:删除选定的工作曲线。
- 【返回】:退出工作曲线屏幕,当新建的工作曲线没有被保存而关闭工作曲线屏幕,则 新建的无效。
- [曲线 1]:选定工作曲线的名称。双击,待出现输入符后可以更改程序名称。
- 〔编号 #〕:用于建立工作曲线的标样编号,最大 10
- 【选择】:选择确定是否将本编号的标准样品参与建立工作曲线。双击下面的空格,出现"*"后表示本编号的标准样品被选中。
- 〔标样浓度〕:建立工作曲线所需的各个标样的浓度值,双击下面的空格,待出现输入 符时输入各标样的浓度值。
- 注意:标样的浓度值只能按编号由小到大输入,不能颠倒或打乱。
 - 〔容量〕:提示建立工作曲线时所选用的样品环。系统默认为 100, 当运行校准曲线后显
 - 示当时实际选用的样品环。这些样品环数值是在样品环标定屏幕中被输入的。
 - 注意:选用的样品环数值必须同安装在仪器循环阀上的样品环容积相一致,不然会造成 测量误差。
 - **〔面积〕**:显示实际测量的样品曲线积分面积值。双击,可在出现的下拉数值项中选择, 选中的数值被用于计算工作曲线。

第 5章 仪器操作

上海欧陆科仪有限公司生产的 ET1020A总有机碳分析仪是一由仪器硬件和 ETTOC软件组成的独立的分析系统。本章仅介绍仪器的开启、关闭和 ETTOC软件的操作使用,有关 ETTOC完整的菜单、屏幕和命令见**第 4章**, ETTOC基于的 Windows XP操作系统的操作使用参考合适的 Windows资料。

退出 ETTOC操作,建议始终保持仪器载气的流动。如果仪器不是每天使用,可关闭并在需要时开启,但是每当仪器开机时,电器和检测器的稳定需要 20~ 30分钟的预热期。如果在停止使用仪器时也切断仪器载气的,在重新开启仪器前首先应打开仪器载气,确保在仪器载气流动的情况下开启仪器。

5.1 工作原理

上海欧陆科仪有限公司生产的 ET1020A总有机碳分析仪通过计算检测出的 TC与 TIC之间 的差值得到 TOC值,仪器可选择不同的分析模式,如只分析 TC TIC或 TC TIC TOC全部分 析。在分析之前必须做好 TC TIC的工作曲线。每一个分析过程都包括反应时间及测定时间, 这两个参数既可以根据情况进行优化设置,也可自动采用默认值。仪器可多次重复分析 TC TIC,最后得到 TOC

5.1.1 样品的引入

样品通过样品环进入 ET1020A总有机碳分析仪,样品环能够确保多次分析的重复性。样品 环既可与吸管相连接,也可与自动进样器连接。样品引入完成之后,便开始 TC TIC 和 TOC 的分析。

5.1.2 总碳 (TC) 的分析

总碳(TC)的分析包括两个步骤:TC的注入与TC的检测。在TC注入阶段,样品从样品 环进入燃烧炉,在那里碳元素被燃烧氧化成二氧化碳。一膨胀管可以减少由于水分的蒸发而对 气流稳定度产生的干扰,从而使气流以恒定的速度通过NDIR(非分散红外检测器)。二氧化碳 上海欧陆科仪有限公司 31 气流通过渗透干燥管除去水蒸汽,然后进入检测器。在 TC检测阶段二氧化碳通过检测器检测 后排至大气。

5.1.3 总无机碳 (TIC) 的分析

总无机碳(TIC)的分析包括两个步骤:TIC的注入与TIC的检测。在TIC注入阶段,样 品从样品环进入TIC反应室。在这里样品被磷酸酸化,从而导致方程下面的方程的平衡向右移动,使无机碳转化成为二氧化碳。

$$O_{3}^{2} + H \leftrightarrow HO_{3}$$

$$HOO_3 + H \leftrightarrow HO + OQ$$

在 TIC检测阶段,二氧化碳被从样品中吹出,然后输送至 NDIR检测室,检测后排入大气中。

5.1.4 总有机碳 (TOC) 的分析

计算 TC平均值减去 TIC平均值就得到总有机碳(TOC)值(5.1式)。 TCC=TC-TIC 5.1

5.1.5 废物排放

二氧化碳经 NDIR检测后排至大气中,水蒸汽在干燥管中被吹扫出仪器,仪器在废液排放 阶段将 TIC反应室中的剩余溶液排出并完成设定的清洗过程。

5.2 操作参数

上海欧陆科仪有限公司生产的 ET1020A总有机碳分析仪起始采用燃烧管填装催化剂在 680 燃烧氧化样品的工作条件, 默认的工作参数设置概括在表 5.1默认工作参数中。

对于难于氧化的样品可通过方法设置屏幕(图 4.20)修改这些设置。详细内容参见第 4 章 4.3.4.1方法设置屏幕和本章 5.5建立方法。

参数	默认值			
样品分析模式	TC			
标准分析模式	TC			
TC 注入时间	5			
TC 检测时间	210			
TIC 注入时间	5			
TIC 检测时间	210			
样品编号	000			
样品引入方式	吸管			
燃烧炉温度	680			
样品环容量	100 µL			
加酸量	100 µL			
每次进样后冲洗	开启			
每个样品后冲洗	关闭			

表 5.1 默认工作参数

5.3 开启仪器

1 检查仪器所有管线的连接正确无误, 仪器开关处于关闭状态。

2.检查仪器的 RS-232通讯电缆已连接到电脑上,且电脑运行在 Windows下并没有其他应 用程序在运行。

3.打开氧气瓶上减压阀,调节输出压力在 345kPa~ 415kPa之间,观察仪器前面的增湿瓶 中有气泡连续不断的冒出。

4.将仪器的电源线插到供电插座上,打开仪器电源开关,电源开关上的指示灯点亮,同时 仪器前面板上的指示灯也被点亮。

5.在电脑的桌面上寻找 🐜 , 双击进入 ET1020A总有机碳分析仪 ETTOC的运行屏幕(图 4.3)。

6.在运行屏幕中"故障诊断"的下拉菜单中选择"温度设定"进入温度设定屏幕(图 4.17),点击【开始加温】。按右上角的退出按钮退出温度设定屏幕。

7 温度恒定后运行 20~ 30分钟以保证电气和传感器的稳定。

注意: ETTOC软件在执行过程中,将会把各种检测数据和开、关机的信息等保存到 D盘根 目录下的一个以"欧陆科仪"命名的文件夹内,所以必须预先在 D盘的根目录下建立"欧陆 科仪"文件夹,该文件夹已建立在安装光盘中,操作者可以在 ETTOC 软件安装完毕后,将光 盘中的"欧陆科仪"文件夹放入 D盘根目录即可。

5.4 定义样品环值

在运行程序前,ETTQ必须先定义样品环容量值。

在运行屏幕"参数设置"的下拉菜单中点击"进样环标定"进入进样环标定屏幕,输入 仪器附件包中及仪器循环阀上的进样环上标记的容量值,所有数值输入完毕后点击【确定】。

举例:对于标记为 31µL 88µL 97µL和 211µL的样品环,分别输入 31 88 97和 211(图 4.17),点击【确定】。

5.5 建立方法

所有需要运行的程序必须选用有效的分析方法,系统存有方法名为"**方法**1"(详细参数 参见**本章 5.2操作参数**)的分析方法。操作者也可以建立自己的分析方法。

如何建立方法可参见第 4章 4.3.4.1 方法设置屏幕。各种方法的参数列表如表 5.2 各种方法工作参数。

5.6 建立程序

ETTCC通过程序将对样品的检测、仪器的校准等各种操作所需要的步骤组成一有序的操作 过程。要使仪器正常工作,必须建立程序。

5.6.1 建立程序步骤

1.在运行屏幕的"数据库设置"菜单下点击"程序设置"进入程序设置屏幕。 2.点击【新建】,程序设置屏幕左侧列表内显示出程序名。系统默认以"程序 1"开始的 序数编号命名程序名,使用者可以在右侧窗口更改程序名。如果系统内已有程序,则左侧列表 显示原有程序的名称,选中的程序显示在右侧窗口内。

3.在〔**样品名称〕**栏下各行依次双击,输入或更改样品名称。系统允许在一个程序中最 多安排 100个样品。

4.在〔使用方法〕栏下各行依次双击,下拉选择或更改分析方法(详细了解分析方法的 建立参见本章 5.5建立方法),只有被系统保存的方法能够下拉显现并被选择。没有选择分 析方法的程序不会被运行。

5.在〔检测模式〕栏下各行依次双击,下拉选择 TC TIC或 TOC的分析模式。

6.在**〔运行类别〕**栏下各行依次双击,下拉选择"**样品**"、"**第**1个校准点"、……、"第 10个校准点"等类型。

注:"样品"在检测样品时采用,其余在校准时采用。

7.在**〔测量次数〕**栏下各行依次双击,在输入符出现后输入或更改每个样品期望重复测 量的次数。系统允许每个样品最多重复进行 20次测量。

8.点击【存储】,保存所做的输入或更改。没有被保存的程序不能被运行。

9.点击【返回】退出程序设置屏幕。

参数	方法1	方法2	方法3	清洗	检测样品
样品分析模式	TC或TIC	TC或TIC	TC或TIC	TC	TOC
标准分析模式	TC或TIC	TC或TIC	TC或TIC	TC	TOC
TC 注入时间	5 s	5 s	5s	5s	5 s
TC 检测时间	120 s	180 s	210 s	120s	120s
TIC 注入时间	5 s	5 s	5 s	5s	5s
TIC 检测时间	120 s	180 s	210 s	120s	120s
样品编号	000	000	000	000	000
样品引入方式	吸管	吸管	吸管	吸管	吸管
燃烧炉温度	680	680	680	680	680
样品环容量	100 µL	100 JL	100 JL	100 JL	100 JL
加酸量	700 µL	700 JL	700 JL	700 JL	700 JL
每次进样后冲洗	关闭	关闭	关闭	关闭	关闭
每个样品后冲洗	关闭	关闭	关闭	关闭	关闭

表 5.2 各种方法工作参数

5.6.2 程序建立举例

5.6.2.1 建立清洗程序

1.在运行屏幕的 "数据库设置" 菜单下点击 "程序设置"进入程序设置屏幕。

2.点击【新建】,在右侧窗口双击更改程序名为"清洗"。

3.在〔样品名称〕栏下全部双击输入"water", 从编号 1~ 编号 100

4.在〔使用方法〕栏下全部双击下拉选择"清洗"(详细参见本章 5.5建立方法)。

5.在〔检测模式〕栏下全部双击下拉选择"TC"。

6.在〔运行类型〕栏下全部双击下拉选择"样品"。

7.在〔测量次数〕栏下全部双击输入"15"。(图 5.1)。

8.点击【存储】。

9.点击【**返回**】退出程序设置屏幕。

程序设置						1	×		
тссссссс		清洗							
程序12	编号#	样品名称	使用方法	检测模式	运行类型	测量次数			
程序11	1	water	方法6	TC	样品	15			
清洗	2	water	方法6	TC	样品	15			
zp	3	water	方法6	TC	样品	15			
程序10	4	water	方法6	TC	样品	15			
quxian	5	water	方法6	TC	样品	15			
qingxi	6	water	方法6	TC	样品	15	•		
			存储		删除				
			返回						

图 5.1 建立清洗程序

5.6.2.2 建立校准程序

1.在运行屏幕的"数据库设置"菜单下点击"程序设置"进入程序设置屏幕。

2.点击【新建】,在右侧窗口双击更改程序名为"TIC曲线"。

3.在〔**样品名称〕**栏下依次双击输入"0mg/L"、"10mg/L"、"100mg/L"、"200mg/L"、 "500mg/L"、"800mg/L"和"1000mg/L。"

4.在〔使用方法〕栏下对应" 0mg/L" 双击下拉选择"方法 1"、对应 " 10mg/L" 双击下拉选择"方法 2"、对应" 100mg/L"、" 200mg/L"、" 500mg/L"、" 800mg/L"和" 1000mg/L" 双击下拉选择"方法 3"(详细参见本章 5.5建立方法)。

5.在〔检测模式〕栏下全部双击下拉选择"TIC"。

6.在〔运行类型〕栏下依次双击下拉输入"第1个校准点"、"第2个校准点"、"第3个 校准点"、"第4个校准点"、"第5个校准点"、"第6个校准点"和"第7个校准点"。

7.在〔测量次数〕栏下全部双击输入 3(图 5.2)。

8.点击【存储】。

9.点击【返回】退出程序设置屏幕。

10.重复 1.~ 9.步骤,用 TC替换 TIC,可以建立 TC校准程序(图 5.3)。

呈序设置								×
盐水IIC			TIC曲线					
程序3	[编号#	样品名称	使用方法	检测模式	运行类型	测量次数	
洗	_	1	0	方法1	TIC	第1个校准点	3	-
TCjiance	_	2	10	方法2	TIC	第2个校准点	3	
TICjiance	_	3	100	方法3	TIC	第3个校准点	3	
TIC		4	200	方法3	TIC	第4个校准点	3	
TIC曲线		5	500	方法3	TIC	第5个校准点	3	
toc	-	6	800	方法3	TIC	第6个校准点	3	-
新延	<u></u>			存储		删除		
				返回				

图 5.2 建立 TIC校准程序

程序设置							X	
TCjiance			TCCAL					
TICjiance		编号#	样品名称	使用方法	检测模式	运行类型	测量次数	
TIC		1	0	方法1	TC	第1个校准点	3 📥	
TIC曲线		2	10	方法2	TC	第2个校准点	3	
toc		3	100	方法3	TC	第3个校准点	3	
程序1		4	200	方法3	TC	第4个校准点	3	
TCCAL		5	500	方法3	TC	第5个校准点	3	
程序4	_	6	800	方法3	TC	第6个校准点	3 🗸	
				存储		删除		

图 5.3 建立 TC校准程序

5.6.2.3 建立样品测量程序

1.在运行屏幕的 "数据库设置" 菜单下点击 "程序设置"进入程序设置屏幕。

2点击【新建】,在右侧窗口双击更改程序名为"运行样品"。

3.在〔样品名称〕栏下全部双击输入"样品",从编号 1~ 编号 10Q

4.在〔使用方法〕 栏下全部双击下拉选择"检测样品"(详细参见本章 5.5建立方法)。

5.在〔检测模式〕栏下全部双击下拉选择"TCC"。

6.在〔运行类型〕栏下全部双击下拉选择"样品"。

7.在〔测量次数〕栏下全部双击输入3(图 5.4)。

8.点击【存储】。

9.点击【返回】退出程序设置屏幕。

000	-L	toc					
程序13		编号#	样品名称	使用方法	检测模式	运行类型	测量次数
TCCCCCCC	_	1	ICOC	方法3	TOC	样品	3
程序12	_	2	ICOC	方法3	TOC	样品	3
程序11	_	3	SAMPLE	方法3	TOC	样品	3
清洗		4			TC	样品	3
dx		5			TC	样品	3
程序10	_	6			TC	样品	3

图 5.4 建立样品测量程序

5.7 运行程序

1.确认吸管已放入待运行程序指定的样品中。

2.在运行屏幕的 "数据库设置" 菜单下点击 "程序设置"进入程序设置屏幕。

3.在程序设置屏幕中左侧的程序列表中双击选中的程序,该程序内容在右侧被显示出来, 点击【**返回**】退出程序设置屏幕。

4.在运行屏幕中显示窗口点击【查看程序】, 查看程序内容无误。

5.在运行屏幕点击【开始】,系统弹出运行选择框(图 5.5)

6.在运行选择框,点击【确定】开始运行选定的程序、【取消】取消运行选定的程序。

提示:运行选择框 (图 5.5)显示默认的从"1"开始到程序中确定的样品数。在这里可

以选择起始和结束运行的样品序号。

7.需要终止程序运行时,点击【停止】,系统停止当前的分析并退出运行程序。

从 🚺	条程序开始
到 9	条程序结束
确定	

图 5.5 运行选择框

注意:停止程序运行后,点击【**开始**】,在运行选择框中输入希望开始的样品序号,点击 【确定】后系统将从该序号样品开始重新运行程序。

5.8 清洗仪器管路

在仪器建立工作曲线和进行样品检测前,清洗仪器的管路是非常重要的,清洁没有碳污染 的管路能保证工作曲线的质量和样品检测的精度。尽管仪器管路是一个几乎封闭的系统,但仪 器在关机时暴露于大气中和使用后器件的污染、老化等原因都会增加仪器被污染的风险,因此 每次开机进行操作前对管路进行清洗就非常有意义。

清洗管路的步骤:

1.用新的试剂水更换增湿瓶和仪器后的清洗液瓶中的试剂水。

2.建立一个清洗程序(详细参见本章 5.6.2.1建立清洗程序)。

3.将吸管放入盛有新试剂水的容器中,容器口用封口膜罩住以免大气中的二氧化碳进入。

4.在运行屏幕的"数据库设置"菜单下点击"程序设置"进入程序设置屏幕。

5.在程序设置屏幕中的左侧列表中找到已建立的清洗程序,双击,右侧显示清洗程序内容, 点击【返回】退出程序设置屏幕。

6.在运行屏幕的查看窗口确认当前的程序是清洗程序,点击【开始】。

7.在弹出的运行选择框 (图 5.5) 中, 点击【确定】开始运行清洗程序。

8.管路被清洗到一个可接受的水平后,可以点击【停止】终止清洗程序。当运行一次清洗程序还不能达到要求,可以再次运行清洗程序以达到要求。

注意:不同污染程度的仪器管路、试剂水和载气会有不同的清洗结果,一个较好的管路 系统用碳污染极低的试剂水清洗能够达到 NDIR信号积分面积值 100cnts以下。

5.9 校准仪器

仪器必须经校准建立工作曲线才能对样品进行检测。

校准仪器的步骤:

1.确认仪器酸液瓶中的磷酸有效,建议采用新配制的溶液。

2.准备好校准仪器所需的 TIC TC各浓度的标准样品。仪器默认的浓度值是 0mg/L 10mg/L 100mg/L 200mg/L 500mg/L 800mg/L和 1000mg/L 当然也可以使用其他浓度值。

3.确认仪器循环阀上安装的是名义 100µL的样品环。

4.建立 TIC校准程序(详细参见本章 5.6.2.2建立校准程序)。

5.在运行屏幕的 "数据库设置" 菜单下点击 "程序设置"进入程序设置屏幕。

6.在程序设置屏幕中的左侧列表中找到已建立的 TIC校准程序,双击,右侧显示 TIC校准 程序内容,点击【返回】退出程序设置屏幕。

7.在运行屏幕的查看窗口确认当前的程序是 TIC校准程序,点击【开始】。

8.在弹出的运行选择框 (图 5.5)中,点击【确定】开始运行 TIC校准程序。运行过程 中按需要分别放入不同浓度的 TIC标准样品。

9运行结束后,在查看窗口点击【查看曲线】,检验校准结果。一次好的校准其校准系数 一般在 0.999以上。

10.确认校准结果合格后,点击菜单"数据库设置"下拉的"工作曲线"进入工作曲线屏幕,命名工作曲线为"TIC校准"后点击【存储】保存TIC工作曲线。该曲线可以在以后的样品检测中被选用。

11.参照 4.~ 10.的步骤,用 TC替换 TIC,可以建立并保存 TC的工作曲线。

5.10 测量样品

仪器在经过校准后可以进行样品测量。

测量样品步骤:

1.确认样品环与校准仪器时的样品环一致。

2.建立样品测量程序(详细参见本章 5.6.2.3建立样品测量程序)。

3.将吸管放入盛有样品的容器中,容器口用封口膜罩住以免大气中的二氧化碳进入。

4.在运行屏幕的 "数据库设置" 菜单下点击 "程序设置"进入程序设置屏幕。

5.在程序设置屏幕中的左侧列表中找到已建立的样品测量程序,双击,右侧显示样品测量 程序内容,点击【返回】退出程序设置屏幕。

6.在运行屏幕的查看窗口确认当前的程序是样品测量程序,点击【开始】。

7.在弹出的运行选择框 (图 5.5) 中, 点击【确定】开始运行样品测量程序。

8.样品测量完成后运行一次清洗程序以保持仪器管路的清洁。

5.11 关闭仪器

按下列步骤关闭仪器能够保证仪器的冷却并减少系统被污染的可能。

1.在运行屏幕点击【停止】停止程序的运行。

2.在运行屏幕"文件"下拉菜单中点击"退出"关闭 ETTCC

3.关闭 ET1020A仪器电源开关。

4.用载气流动冷却仪器 10分钟以上。

5.关闭载气源(如果需要)。

第 6章 仪器维护

做好仪器维护有利于保持仪器良好的状态,保证检测的可靠性。本章就仪器维护的需要, 介绍 ET1020A 总有机碳分析仪的定期与不定期维护方法。

6.1 定期维护

建议操作人员建立一个仪器记录本以便记录仪器的使用日期和维护情况,而且可记录检修结果和所需更换的部件。

为了保证仪器性能的稳定,表 6.1列出了各部件的常规维护时间。

维护项目	时间
酸试剂瓶	需要的时候
清洗剂瓶	需要的时候
催化剂	需要的时候
增湿瓶中的试剂水	需要的时候
蠕动泵管	2000小时
渗透干燥管	12个月
祛卤管	4个月或需要的时候

表 6.1 常规维护时间表

6.1.1 酸试剂瓶

根据分析的次数和每次所需的酸量,定期检查仪器的酸液瓶中试剂(酸)量是否满足要求, 注意添加试剂。不允许在没有试剂时运行酸泵。

6.1.2 清洗剂瓶

根据分析的次数,定期检查仪器的清洗液瓶中的清洗剂量,保证能满足需要。为了避免细 菌的繁殖或藻类的生长,应每两周将瓶子清冼一次。

6.1.3 催化剂的调节

当安装新的催化剂、更换催化剂、仪器长期没有使用、曲线积分面积的数值衰减或不稳定 的时候,在分析之前首先应首先调整催化剂。

1.确认仪器 NDIR的排气口流量稳定。

2.移开左侧盖板。

3.运行清洗程序。

4.通过燃烧炉防护罩上的观察孔观察注射针状态(详细参见本章 6.1.6 注射针)。

5.观察检测值,积分面积值应稳定减小,最终将到可接受的水平。如果不能达到,则需更 换或清洗催化剂。

6.安好左侧盖板。

6.1.4 增湿器

仪器前面板上(图 2.1)有一个增湿器用来减轻气流对催化剂的压力,增湿器可肉眼观 察是否维持正常的水位,瓶中应保持 1/3~3/4容积的水。如果水量少,需要向里加水。

1打开仪器前面的透明罩,从夹子上取出增湿器。

2.旋开盖子。

3.加试剂水直到瓶子高度的 3/4处。

4.旋紧盖子。

5.把增湿器放回原处,关闭透明罩。

6.1.5 气压

气瓶的压力应定期检查,保证足够的气体来完成分析。

6.1.6 注射针

应定期检查注射针,确保能正常向燃烧管中注射样品,如果常常检测有腐蚀性的样品或海 水样品,则应每过 100小时检查一次。 1 移开左侧盖板。

2.在仪器进行 TC注射时,通过燃烧炉防护罩上的观察孔观察注射针的运行状况。

3.注射针头出来的液滴应呈现射流状态。如果不是或没有出现,注射针需要清洗(详细参见本章 6.2.3**清洗注射针**)。

4.安好左侧盖板。

6.1.7 蠕动泵

蠕动泵内部有一泵管,该泵管将日益损耗,因此每操作 2000小时后要检查。如果样品是 强酸、溶剂则更需要经常检查。

1移开左侧盖板。

2.从泵管的两端移走塑料管线。

3.用一个小螺丝批小心卸下泵管末端的固定夹。

4.在阀门测试屏幕启动蠕动泵,在泵运行后拉动泵管将其移出泵体,关闭蠕动泵。

5.检查泵管,若发现过度磨损、已经穿孔、有裂缝,就要更换。发现管子外表壁面较干或 已更换了新管,应在其外表壁涂上硅脂润滑油。

6.安装泵管的过程和拆卸步骤相反。

7装好左侧盖板。

6.1.8 渗透干燥管

在 TIC反应室和 NDIR之间连接有一渗透干燥管,这是一个同轴管道,内管是一选择性膜, 能去除混合气体中的水蒸汽。当内管内有湿气流流动,而内管外有干气流流动时,则湿气流的 水分会穿过这层膜进入干气流中被吹扫带走。

尽管这层膜对多数气体和液体有抗腐蚀能力,然而当它含有越来越多的不易挥发的液体和 盐分时,其干燥能力会下降。因此每年应更换渗透干燥管。

6.2 非定期维护

这部分介绍了仪器的各部件在更换后的安装及检验过程。

6.2.1 校正酸泵

- 1.移开左侧盖板。
- 2.松开TIC反应室上的螺母并移去TIC反应管。
- 3.确认酸液瓶和酸管内已充满酸液。
- 4.将 1/8'的红色酸管放入一测量器皿中。
- 5.在阀门测试屏幕启动酸泵运转 10次。
- 6.当泵停止后,用一个 2mL的注射器来测量容器中的溶液量。
- 7.旋松泵底部轴上的锁紧螺母。
- 8.若体积大于 1.05mL, 顺时针旋转泵底部的轴杆, 若体积小于 0.95mL, 则逆时针旋转。
- 9.重复上述 4~8步骤直到泵出的酸液体积在 0.95mL~1.05mL之间。
- 10.拧紧锁紧螺母。
- 11.重新装上 TIC反应管。
- 12.装好左侧盖板。

6.2.2 更换 /填充燃烧管

6.2.2.1 用于 680 操作

- 1.关闭仪器,直到冷却。
- 2.移开左侧盖板。
- 3.松开燃烧炉防护罩上的四个螺钉,将防护罩向上举起并移出。
- 4.脱开燃烧管底部的黑胶管。
- 5移走燃烧管顶部的燃烧管帽和注射针。
- 6 轻轻上提把燃烧管取出炉外。
- 7.倒出原来的催化剂并用试剂水洗干净燃烧管。
- 8.若管内没有铂丝网,在燃烧管底部装好铂丝网。
- 9.在铂丝网上放入石英棉,高度约 1.5mg
- 10.用填充管插入燃烧管内,并用漏斗向填充管内装 2cm高的催化剂 (见图 6.1A)。

11.慢慢抬高填充管让催化剂填充在燃烧管内(图 6.1B),并继续向管内灌入催化剂直到 其上部离燃烧管顶部相距 10cm(图 6.1C)。

12.用漏斗向催化剂层的顶面注入 10m高的石英片 (图 6.1D)。

13.确认放入燃烧管的各物位置准确 (图 6.1E)。

14.将已填充好的燃烧管从燃烧炉顶部轻轻放入燃烧炉中。

15.在黑胶管末端滴几滴试剂水,将黑胶管套入燃烧管底部 1m以上(见图 2.3)。

16.将燃烧管帽安在燃烧管顶上,旋上螺母。

17.检查注射针垂直且位于燃烧管中心,旋紧燃烧管帽与螺母。

18.安好燃烧炉防护罩,拧紧它的四个螺钉。

19 装上仪器的左侧盖板。

20.设置炉温 680 ,水洗系统至基础线稳定。



图 6.1用于 680 操作填充燃烧管

6.2.2.2 用于 900 操作

1.关闭仪器,直到冷却。

2.移开左侧盖板。

3.松开燃烧炉防护罩上的四个螺钉,将防护罩向上举起并移出。

4 脱开燃烧管底部的黑胶管。

5 移走燃烧管顶部的燃烧管帽和注射针。

6轻轻上提把燃烧管取出炉外。

7.倒出原来的石英片并用试剂水洗干净燃烧管。

8.若管内没有铂丝网,在燃烧管底部装好铂丝网。

9.将填充管插入燃烧管内,并用漏斗向填充管内装 2m高的石英片 (见图 6.2A)。

10.慢慢抬高填充管让石英片填充在燃烧管内(图 6.2B),并继续向管内灌入石英片直到 其上部离燃烧管顶部相距 10cm(图 6.2C)。

11.确认放入燃烧管的石英片位置准确 (图 6.2D)。

12.将已填充好的燃烧管从燃烧炉顶部轻轻放入燃烧炉中。

13.在黑胶管末端滴几滴试剂水,将黑胶管套入燃烧管底部 1m以上(见图 2.3)。

14.将燃烧管帽安在燃烧管顶上,旋上螺母。

15.检查注射针垂直且位于燃烧管中心,旋紧燃烧管帽与螺母。

16.安好燃烧炉防护罩,拧紧它的四个螺钉。

17 装上仪器的左侧盖板。

18.设置炉温 900 ,水洗系统至基础线稳定。



6.2.3 清洗注射针

1.关闭仪器,直到冷却。

2.移开左侧盖板。

3.松开燃烧炉防护罩上的四个螺钉,将防护罩向上举起并移出。

4.松脱燃烧管帽上面的注射进样管。(图 6.3)

5.松脱燃烧管帽侧面的载气管。

6.松开燃烧管上的螺母,取下燃烧管帽。

7.用软布擦除燃烧管帽上的污渍, 取出样品注射针, 用试剂水清洗。为避免

8.注射针有堵塞的,可用一细金属丝从针口小心插入驱除,如果还不能轻易除去堵塞物, 则需更换注射针。

9.将干净的注射针擦入燃烧管帽,拧上注射进样管,确保密封。

10.将燃烧管帽按在燃烧管上,旋上螺母,保证注射针处于燃烧管中央位置,拧紧螺母。

11.在燃烧管帽侧面拧上载气管,确保密封。

12.检查 NDIR排气管的流量,装拆前后基本没有变化,确认没有漏气。

13.确认注射针头出来的液滴呈现射流状态(详细参见本章 6.1.6注射针)。

14.安好燃烧炉防护罩,拧紧它的四个螺钉。

15 装上仪器的左侧盖板



6.2.4 更换样品环

样品环装在仪器的循环阀上。

1.移开左侧盖板。

2.找到循环阀上 2# 5#礼间的样品环。

3 旋松手紧螺母,取下样品环。

4.安装新的样品环,旋紧手紧螺母。

5 装好左侧盖板。

6.在进样环标定屏幕(图 4.17)输入样品环的数值(详细参见第 5章 5.4 定义样品 环数值)。

6.2.5 系统检漏

1 移开左侧盖板。

2.用仪器内部的压力调节器调节压力为 12psig(83kPa)。

3.找出 NDIR的排气管并用塞子堵住出口。

4.观察增湿瓶,在10分钟内气泡应减少并停止。

5 移走 NDIR排气管的塞子。

6.调节压力为 20psig(138kPa)。

7装好左侧盖板。

第 7章 故障排除

ET1020A总有机碳分析仪在使用过程中可能会发生一些故障,本章介绍仪器常见的一些症状和可能的原因及纠正的方法。在阅读本章前,操作者应首先熟悉本手册中的"仪器操作"和"仪器维护"等章节。

7.1 部件故障排除

症状	可能的原因	纠正方法
样品没有被吸入 仪器	蠕动泵管破损	更换泵管
	进样管路有泄漏	检查进样管路更换损坏的 管线
	手紧螺母没有拧紧	拧紧手紧螺母
	样品环长期未用而粘 连或堵塞	更换样品环
无响应	无气体流量	检查气源
	系统漏气	系统检漏 联系欧陆维修人员
仪器不启动	电源未接通	检查供电电源
	保险丝断了	更换保险丝
	内部电源坏	联系欧陆维修人员
与电脑联不上	连接电缆坏	更换连接电缆
	原因不明	联系欧陆维修人员

7.2 运行故障排除

症状	可能的原因	纠正方法
峰形拖尾	催化剂效能低	调整或更换催化剂
	注射针不通畅	检查并清洗注射针
重现性差	进样体积不一致	检查每次进样时样品环是 否注满
	样品环不好	检查样品环是否有泄漏或 破损
	系统有泄漏	检漏
	没有充分酸化	增加进酸量
	反应时间过少	延长反应时间
	注射针头有堵塞	疏通注射针
响应非线性	样品浓度超量程	选用合适的样品环或稀释 样品
测量值过低	校准不准确	重新校准
	样品环安装错	检查样品环并输入正确的 样品环数值
TIC值过低,TC 正常	样品过量且浓度过高	选用合适的样品环减少进 样量或稀释样品
	反应时间不够	延长反应时间
	酸试剂不正确	重新配制酸试剂
	酸泵有问题	检查并定量酸泵
	酸不够	增加进酸量
TC值过低,TIC 正常	燃烧炉未加热	诊断燃烧炉 联系欧陆维修人员
	注射针堵塞	疏通注射针
	催化剂失效	更换催化剂
TC、TIC过高	系统污染	热水清洗所有与样品接触 的表面和试剂水清洗系统
	样品环用错	检查样品环并输入正确的 样品环数值
	校准不正确	重新校准

7.3告警

警报	可能的原因	纠正方法
温度显示红闪	燃烧炉没接电	在温度设置屏幕接通燃烧 炉电源 联系欧陆维修人员
	热电偶坏	取 新 加 维 修 八 页 更 换 热 电 偶 联 系 欧 陆 维 修 人 员

保修服务:

上海欧陆科仪有限公司对每一台其生产的 ET1020A总有机碳分析仪及其附件(不包括外接电脑)在正常工作情况下保修期为一年。仪器由上海欧陆科仪有限公司派人安装调试的,保修期限从用户签字之日起算。其他附件等以发货之日起算。在保修期内,如果用户发现仪器工作异常,可以直接或通过经销单位与上海欧陆科仪有限公司联系,上海欧陆科仪有限公司可以派专人上门维修,或将仪器寄回,免费更换配件。一年以后仪器出现故障的,用户须承担一定的维修费用。

燃烧炉和易耗品如铜粒、催化剂及渗透干燥管等不在上述的保修范围内。

上述保修服务不适于由下列原因造成的损坏:

- ·买方维护或操作不正确
- · 买方自己提供的附件或消费品
- · 买方更改或滥用
- · 超出使用范围或用电规范
- ·使用前准备工作不正确或不充分
- · 买方导致的污染或试剂泄漏

2008年 10月第二版