

# 两台总有机碳测定仪操作培训教程

王联红, 王麒麟

(南京大学环境学院, 污染控制与资源化研究国家重点实验室, 江苏 南京 210023)

**摘要:** 熟悉和正确使用常规分析仪器, 有助于提高自身的科研素质和数据分析能力。为了使研究生熟悉和独立操作仪器, 作者定期进行研究生独立操作常规分析仪器的培训工作。本文将介绍重点实验室拥有的两款总有机碳测定仪的操作规程。

**关键词:** 仪器培训; 总有机碳测定仪;

国家重点实验室的运行机制是“开放、流动、联合、竞争”, 为了使实验室的仪器最大可能地实现开放, 仪器管理者编写仪器培训教程, 定期进行研究生仪器操作培训和考核工作。本室拥有两台总有机碳测定仪, TOC 5000A 总有机碳测定仪是岛津的仪器, 接管时只有一本日语说明书, 为了制作培训讲义, 去旁听了学校的日语课。多年后购置的 Aurora 1030D, 仪器公司有装机培训, 但是实际操作中的细节, 和日常使用中遇到的问题, 需要作者去归纳总结, 并整理到讲义中。本文将介绍 TOC 5000A 和 Aurora 1030D 两台总有机碳分析仪的操作培训讲义。

## 1、TOC 5000A 总有机碳测定仪操作规程

### 1.1、开机

- 1)、开启载气(氧气)钢瓶总阀门, 调节减压阀压力到 0.5MPa。(逆时针开启总阀即可)
- 2)、打开主机左后方电源开关。
- 3)、打开主机门, 调节标示 pressure 的按钮, 使压力表指示 500KPa; 调节标示 carrier gas 的旋钮, 使流量表指示 150 mL/min (此步已经调节好, 无需操作, 只需观察小球是否指示 150 mL/min 位置)。
- 4)、当显示画面为 initial start 画面时, 按 next, 进入主菜单 MAIN MENU。选择第三行 GENERAL CONDITIONS, 按 enter 键确认。
- 5)、在 GENERAL CONDITIONS 菜单中, 在第八行 FURNACE ON/OFF (总碳电炉) 行设定 1, 按 enter 键确认。
- 6)、预热时间约 30 分钟, 等面板上 READY 灯亮, 就可以进行样品的测定; 此时, 可以到主菜单 MAIN MENU 下, 选择第六行 MONITOR 监测, 按 enter 键确认, 当所有指示都是 OK 时(即 TCFURNACE TEMP: 680°C; DEHUMIDIFIER TEMP: 1.1°COK, BASELINE POSITION: OK; BASELINE FLUCTUATION: OK; BASELINE NOISE: OK), 面板上 READY 灯变亮。

### 1.2 样品测试

- 1)、在主菜单 MAIN MENU 下, 选择第 2 行 SAMPLE MEASUREMENT, 按 enter 键确认。

- 2)、在 SAMPLE MEASUREMENT/CONDITIONS 界面, 检查样品序号; 选择自己需要的标曲, 按 enter 确认。仪器现存四条标曲, 两条 TC, 两条 IC, 分别为上限 20ppm, 100ppm。1<sup>st</sup> CAL CURVE# 设定为低浓度的, 2<sup>nd</sup> CAL CURVE# 设定为高浓度的。然后, 检查其他参数设置是否正确, 一般清洗次数 (NOOF WASHES) 为 4, 进样次数 (NOOF INJECTS) 设定为 2, 最大进样次数 (MAXNO OF INJ) 设定为 3。此界面还显示预设好的标准偏差 SD 和变异系数 CV 的允许值。
- 3)、把进样针插入样品溶液中, 依次按照提示按 F1(next), F1(next), 出现 cycle mode 和 no-stop 后, 分别选 2, 1, 则 TC 测定完毕, 自动跳到 IC。当提示按 start 时, 按面板上的 start, 开始样品测定。对同一样品进行两次平行分析, 得到平均值、标准偏差、变异系数。并可自动消除异常值, 追加第三次测试, 保证了样品分析的准确性。当样品的测定值超过 1<sup>st</sup> CAL CURVE 量程 (0~20ppm) 时, 可以自动地改变测试量程 2<sup>nd</sup> CAL CURVE# (20~100ppm), 进行再测试。
- 4)、测样过程中如想进入 SAMPLE MEASUREMENT/CONDITIONS 界面检查参数设置, 可按屏幕下方 SMPL (即 F3) 可进入; 如样品浓度超标, 按 stop 停止, 然后按 ESCAPE (即 F2) 退出。
- 5)、数据打印: 按面板上 F6, 进入主菜单 MAIN MENU。在主菜单下, 选择第 5 行 DATAREPORT, 按 enter 确认; 选择要打印的页, 按 F5(print)对应的操作。(做完后, 把自己的数据删除掉)

### 1.3 关机

- 1)、在 MAIN MENU(主菜单), 选择第 7 行, STANDBY OPTIONS(待机), 进入待机菜单。
- 2)、选择 1=finish(关机), 按 enter 确认, 然后, 按下 F1, 即 standby(待机), 屏幕显示 wait 29 min to turn main switch off(等待 29 分钟后关闭电源)。观察到流量表中小球掉下来了。
- 3)、先去关闭载气, 等待 29 分钟等燃烧炉温度下降后再关闭左后方总电源。
- 4)、关机过程中, 即燃烧炉降温过程中想重新开启, 按屏幕下方 ESCAPE 对应按键, 然后根据提示操作即可。

### 1.4 注意事项

- 1)、开机后, 关机前, 请测两个空白水样。作样品, 如果浓度高于 60ppm, 请加测一个空白水样; 建议每 10 个样品间, 加测一个空白水样。
- 2)、标曲上限为 100ppm, 当样品浓度值大于 100ppm 时, 必须加以稀释。
- 3)、样品混浊且悬浮物多时, 必须加以沉淀或过滤, 用  $\leq 0.45\mu\text{m}$  滤膜过滤。
- 4)、被测样含有酸性、碱性或盐性物质时, 会缩短燃烧管和 TC 触媒寿命, 并引起检测池和管路腐蚀。所以必须尽可能的稀释和减少进样量。
- 5)、水样测定前还需调节 pH 值在 6~9 的范围内, 如果 pH 值过大或过小, 都会影响测定值, 而且对仪器的检测池和管路有腐蚀作用。
- 6)、平时不使用时, 请将进样管插入水中, 以免空气带入注射器。