

操作手册

multi EA 4000

元素分析仪

C、S 和 Cl 固体分析



制造商

耶拿分析仪器（上海）有限公司
上海市钦州北路1122号91号楼10层
电话：021-54261978
传真：021-54261977
电子邮件：info@analytik-jena.com.cn



为了正确、安全地使用本产品，请遵循说明。
保留此操作手册以备将来参考。

一般信息

<http://www.analytik-jena.com.cn>

文档编号

-

版本

C (07/2023)

技术文件的实施

Analytik Jena GmbH+Co. KG

© 2023 版权所有，Analytik Jena GmbH+Co. KG

目录

1	基本信息	5
1.1	用户手册注意事项	5
1.2	预期用途	6
1.3	保修和责任	7
2	安全说明	8
2.1	分析仪上的安全标记	8
2.2	技术条件	9
2.3	对操作人员的要求	9
2.4	安全说明、运输和调试	10
2.5	安全说明－操作	10
2.5.1	常见	10
2.5.2	安全说明－防爆和防火	11
2.5.3	安全说明－电气设备	11
2.5.4	压缩气瓶和系统的安全说明	11
2.5.5	辅助材料和操作材料的操作	12
2.5.6	安全说明：保养和维修	13
2.6	紧急情况下的行为	13
3	功能和设置	14
3.1	一般概述	14
3.2	基本设备	14
3.2.1	燃烧系统	15
3.2.2	软管系统	15
3.2.3	用于干燥和清洁测量气的组件	16
3.2.4	指示器和控制元件、接头	18
3.3	C/S 模块	20
3.4	CI 模块	21
3.4.1	库仑计组装和测量池	22
3.4.2	燃烧管和测量气干燥	24
3.4.3	测量气净化	25
3.4.4	连接	25
3.5	自动 TIC 固体模块	27
3.5.1	技术数据	28
3.5.2	布局	28
3.6	手动 TIC 固体模块	32
3.6.1	技术数据	32
3.6.2	手动 TIC 固体模块设置	33
3.7	其他可选附件	36
3.7.1	进样器	36
3.7.2	火焰传感器	36
3.7.3	量秤	36
4	测量方法	37
4.1	TC/TS 分析	37
4.2	TIC 分析	37
4.3	TOC 分析	38
4.3.1	TOC 分析的差分法	38
4.3.2	进行 TOC 分析的直接法	39
4.4	热解后碳的测定：TC-EC（可选）	39
4.5	C/S 模式下的数据分析	39
4.5.1	校准技术	39
4.5.2	日系数	40
4.5.3	方法特征	40
4.5.4	其他计算	40
4.6	CI 测定	41

4.7	CI 模式下的数据分析.....	41
4.7.1	终点滴定程序.....	41
4.7.2	使用分离系数/分裂系数进行测量.....	41
4.7.3	分析.....	41
5	调试.....	42
5.1	场地要求.....	42
5.1.1	安装条件.....	42
5.1.2	空间要求.....	42
5.1.3	电源.....	42
5.1.4	气体供应.....	43
5.2	打开分析仪包装并安置分析仪.....	43
5.3	使用各种检测器模块定位分析仪.....	44
5.3.1	确定 multi EA 4000 C/S 的位置.....	44
5.3.2	确定 multi EA 4000 CI 位置.....	46
5.3.3	确定 multi EA 4000 C/S CI 的位置.....	48
5.3.4	确定自动 TIC 固体模块的位置.....	51
5.3.5	确定手动 TIC 固体模块的位置.....	54
5.4	连接和使用自动进样器.....	57
5.4.1	安装并调整自动进样器 FPG 48.....	57
5.4.2	安装舟传感器.....	60
5.4.3	改装带有舟存放装置的进样器 FPG 48.....	61
5.4.4	使用 FPG 48 进样器时取消测量.....	63
5.4.5	使用手动进样.....	63
5.5	连接和使用外部量秤.....	64
6	操作.....	65
6.1	激活/预热阶段/设置.....	65
6.2	C/S 测量.....	66
6.2.1	准备 multi EA 4000 和 C/S 模块.....	66
6.2.2	执行 C/S 测量.....	69
6.3	热解后碳的测定.....	71
6.3.1	准备 multi EA 4000 和 C/S 模块.....	71
6.3.2	热解后测定碳.....	72
6.4	CI 测定.....	74
6.4.1	准备用于测定 CI 的 multi EA 4000.....	74
6.4.2	制备电解质溶液.....	79
6.4.3	准备测量池.....	81
6.4.4	终点滴定程序.....	82
6.4.5	进行 CI 测量.....	82
6.4.6	检查分流比.....	85
6.4.7	烧尽石英舟.....	86
6.5	使用自动 TIC 固体模块测定 TIC/TOC.....	86
6.5.1	准备用于分析的自动 TIC 固体模块.....	86
6.5.2	所需试剂.....	90
6.5.3	使用自动 TIC 固体模块测定 TIC.....	90
6.5.4	基于微分法的总有机碳测定.....	91
6.5.5	使用直接测定法测量 TOC.....	94
6.6	使用手动 TIC 固体模块测定 TIC.....	96
6.6.1	准备手动 TIC 固体模块和分析仪.....	96
6.6.2	进行 TIC 测量.....	96
7	维护和保养.....	99
7.1	基本设备 multi EA 4000.....	99
7.1.1	清洁和维护设备.....	99
7.1.2	检查管道连接.....	99
7.2	使用 C/S 模块进行操作.....	100
7.2.1	检查并更换陶瓷管.....	100
7.2.2	清洁集尘器.....	102
7.2.3	更换干燥管中的干燥剂.....	104

7.2.4	更换卤化物捕集器	105
7.3	使用 CI 模块操作	106
7.3.1	更换硫酸/清洁硫酸容器	106
7.3.2	维修/更换石英玻璃燃烧管	107
7.3.3	维修组合电极	108
7.3.4	维护测量池	110
7.3.5	更换吸附剂	110
7.4	使用自动 TIC 固体模块进行操作	110
7.4.1	清洁自动 TIC 固体模块的 TIC 反应器	111
7.4.2	清洁冷凝盘管	112
7.4.3	拆卸和更换泵软管	113
7.4.4	清洁冷凝水容器	116
7.5	手动 TIC 固体模块	116
7.5.1	清洁手动 TIC 固体模块上的 TIC 反应器	116
7.6	更换集水器	117
8	故障排除	118
8.1	一般信息	118
8.2	multiWin 中的错误消息	118
8.3	显示在设备状态窗口中	124
8.4	设备故障	125
8.4.1	基本设备	126
8.4.2	C/S 模块	126
8.4.3	CI 模块	127
8.5	设备通信故障	128
8.6	分析问题	129
8.6.1	C/S 测定	129
8.6.2	CI 测定	130
8.6.3	TIC 测定（自动 TIC 固体模块）	131
8.6.4	TIC 测定（手动 TIC 固体模块）	131
8.6.5	热解模式 (EC) 下的测量	132
9	运输和储存	133
9.1	运输	133
9.1.1	为分析仪运输做好准备	133
9.1.2	拆下加热元件和炉筒	134
9.1.3	运输注意事项	136
9.1.4	在实验室中移动分析仪	137
9.2	储存	137
10	处置	138
11	规格	139
11.1	技术数据	139
11.2	标准和指令	141

图表

图 1	multi EA 4000 基本设备的气闸和水平炉	15
图 2	multi EA 4000 基本设备的流量调节器	16
图 3	燃烧炉的集尘器	16
图 4	粉尘过滤器	17
图 5	干燥管和卤化物捕集器	17
图 6	multi EA 4000 基本设备的状态指示灯	18
图 7	multi EA 4000 前门后部的控制元件	18
图 8	multi EA 4000 右侧的接头	19
图 9	multi EA 4000 左侧的接头	19
图 10	multi EA 4000 背面的接口	20
图 11	C/S 模块的指示和接口	21
图 12	Cl 模块	22
图 13	测量池设计	23
图 14	测量池的组合电极	23
图 15	带气闸的石英燃烧管	24
图 16	用于干燥测量气的硫酸容器	24
图 17	Cl 模块中的卤化物捕集器和吸放管	25
图 18	Cl 模块接口与 C/S 模块结合使用	25
图 19	Cl 模块中用于库仑法测量池的接头	26
图 20	自动 TIC 固体模块	27
图 21	TIC 反应器	28
图 22	自动 TIC 固体模块上的软管泵	29
图 23	自动 TIC 固体模块处的测量气干燥和清洁	30
图 24	转换阀之前的粉尘过滤器	30
图 25	自动 TIC 固体模块的接头	31
图 26	手动 TIC 固体模块	32
图 27	手动 TIC 固体模块的 TIC 反应器	33
图 28	氧气流量的流量调节器	33
图 29	手动 TIC 固体模块上的酸计量泵	34
图 30	手动 TIC 固体模块的测量气干燥和清洁	35
图 31	手动 TIC 固体模块上的接头	35
图 32	multi EA 4000 C/S	45
图 33	multi EA 4000 Cl	47
图 34	用于 C/S 测量的 multi EA C/S Cl	49
图 35	用于 Cl 测量的 multi EA 4000 C/S Cl	50
图 36	自动 TIC 固体模块	52
图 37	带自动 TIC 固体模块的 multi EA 4000 C/S	53
图 38	带手动 TIC 固体模块的 multi EA 4000	55
图 39	带手动 TIC 固体模块的 multi EA 4000 C/S Cl	56
图 40	改造 FPG 48 以使用舟存放装置的套件	61
图 41	用于 C/S 测量的气体闸门	66
图 42	带集尘器和气闸的陶瓷管	67
图 43	检查卤化物捕集器和干燥管	69
图 44	带气闸的石英燃烧管	74
图 45	用于 Cl 测量的插接头元件	74
图 46	用于连接 TIC 反应器和陶瓷管的 组件	86
图 47	卤化物捕集器的螺旋接头	99
图 48	粉尘过滤器	103
图 49	夹紧泵软管	114
图 50	窗口状态分析仪	124

1 基本信息

1.1 用户手册注意事项

multi EA 4000 分析仪专为遵守本用户手册的合格专业人员而设计。

本用户手册介绍了分析仪的设计和操作，并为熟悉基本分析的人员提供了安全操作设备及其部件所需的专业知识。本用户手册还包括有关设备维护和保养的注意事项以及对故障可能原因和补救措施的说明。

约定

对按时间顺序发生的操作指令进行了编号，并按照操作单元进行组合。

警告由警告三角形和信号词表示。结合关于预防危险的注意事项，对危险的类型、来源和后果进行了说明。

控制和分析程序的标记如下所示：

- 程序用语由小写字母表示（例如，文件 菜单）。
- 按钮用方括号显示（例如，[确定]）。
- 菜单项由箭头分开（例如，文件▶打开）。

使用的符号和
信号词

本用户手册使用以下符号和信号词来表示危险或说明。警告始终置于操作之前。



警告

指示可能导致死亡或非常严重的伤害（畸形）的潜在危险情况。



小心

指示可能导致轻伤或轻微伤的潜在危险情况。



注意

提供关于可能造成的物质或环境损害的信息。

1.2 预期用途

multi EA 4000 元素分析仪是一种用于测定固体或糊状样品中总碳含量和/或总硫含量或总氯含量的设备。对样品进行适当制备后，也可以将其用于 AOX 测定。

此系统根据特定的分析要求进行配置和扩展。

由于 **multi EA 4000** 分析仪稳固的模块化设计、易于操作和扩展，使其可用于多种用途。

废物管理

multi EA 4000 特别适合用于测定废弃物中的 TIC/TOC 以及替代燃料中的总氯。

环保
监控
电厂

multi EA 4000 允许同时测定沉积物和土壤中的碳和硫。

multi EA 4000 的一个重要应用领域是测定煤炭或灰渣中的硫含量，以及检测燃烧系统灰分中的残余碳。在此用途中，测定替代燃料中的氯含量也很重要。

材料测试

multi EA 4000 可以快速测定建筑材料（例如水泥或石膏）、陶瓷材料或玻璃样品中的硫和/或碳。

研究和教学

由于有多种配置选项，因此 **multi EA 4000** 适合用于教学和研究。

multi EA 4000 分析仪仅限用于检测固体、糊状或液体样品中的总碳和/或总硫含量和/或测定总氯含量的方法。任何其他用途都不在预期范围内！仅操作人员对由此造成的任何损害负责。

特别是，禁止使用此分析仪分析易燃液体或可能产生爆炸性混合物的物质。禁止使用此分析仪分析任何浓酸。

此设备只能在氧气 2.5 和氩气 4.6 或更高等级下操作。

根据本用户手册中的信息，只有采用正确的使用方法，才能确保 **multi EA 4000** 分析仪的操作安全。预期用途还包括遵守耶拿分析仪器规定的安装要求，可从标题页上注明的客户服务地址获得这些要求。

1.3 保修和责任

保修期限和责任符合法律要求以及耶拿分析仪器的一般条款和条件中的规定。

如果偏离本用户手册中描述的预期用途，则在发生损坏时会导致保修和责任受限。易损件的损坏不包括在保修范围内。

由于以下一个或多个原因造成的人身伤害和财产损失不在保修和责任索赔范围内：

- 未按预期使用 multi EA 4000 分析仪
- 对分析仪进行不正确的调试、操作和维修
- 在未事先征求耶拿分析仪器同意的情况下对此设备进行改动
- 在安全设备发生故障或未正确安装安全保护设备的情况下操作此设备
- 未充分监测易磨损的设备部件
- 未使用原装备件、易损件或耗材
- 维修不当
- 由于未遵守本用户手册而导致的故障

2 安全说明

为了您自己的安全并确保 multi EA 4000 分析仪的无故障安全运行，请在使用本设备之前仔细阅读本章内容。

请遵守本用户手册中列出的所有安全注意事项以及显示器上 multiWin 控制和分析软件显示的所有信息。

2.1 分析仪上的安全标记

警告和信息符号已贴在分析仪和配件上，必须始终遵守其中的内容。

安全符号损坏或丢失可能导致错误操作，导致人身伤害或物质损坏！禁止移除安全标志！必须立即更换损坏的安全标志！

分析仪和配件上贴有以下安全标志：

图标	意义
	高温表面警告
	危险电压警告
	挤压造成手部受伤警告
	对身体有害物质警告
	腐蚀性物质警告
	在打开设备之前，请务必断开电源插头
	遵守操作手册
	本设备含有受控物质。耶拿分析仪器保证这些物质在以后 25 年内不会泄漏，因此，如果按预期使用设备，则在此期间不会造成任何环境危险或健康风险。

2.2 技术条件

此分析仪的设计和结构符合当前最先进的技术。通常不允许未经授权的改动或更改，尤其是在影响工作人员和环境安全的情况下。

- 禁止操作安全装置！在发生事故的情况下，操作安全设备将被认为是故意的！
- 操作人员只能在合理并可安全操作的条件下操作此分析仪。技术条件必须始终符合法律要求和规定。
- 每次使用前，必须检查此分析仪是否损坏以及状态是否完好。
- 操作人员必须立即上报任何影响此分析仪安全性的变化。
- 仅限使用专门设计的电源电缆连接设备部件。
- 所有安全设备和联锁装置都必须易于使用，并定期检查以确保正常操作。

2.3 对操作人员的要求

仅限由接受过此分析仪使用培训的合格专业人员操作 multi EA 4000 分析仪。本说明还必须包括传达本用户手册以及其他系统组件或附加设备的用户手册的内容。

如果由未经过培训的人员使用此分析仪，不正确使用或用于非预期用途，则可能造成危险。

因此，每个负责操作此分析仪的人员在执行相应任务之前，都必须阅读并理解本用户手册和任何其他设备的用户手册。如果相关人员已经使用过此类分析仪或接受过此类分析仪的培训，也适用此要求。

建议让操作人员以书面形式确认对用户手册内容的了解。应由操作人员或其授权的专业人员最终负责此分析仪的无事故运行。

除了本用户手册中的工作安全说明外，还必须注意并遵守相应国家普遍适用的安全和事故预防法规。操作人员必须确定这些法规的最新版本。

操作人员和维护人员必须随时可以拿到本用户手册！

必须遵守以下几点：

- 仅限由在技术安全方面受过指导并且经过培训的人员对此分析仪进行调试、操作和维护。
- 禁止未成年人或受到酒精、毒品或药物影响的人员操作或维修此分析仪。
- 必须确保只有经过授权的人员才能使用此分析仪工作。
- 操作人员必须熟悉测量液体所导致的危险。必须使用适当的防护设备。
- 在暂停之前或工作结束时，必须进行适当的皮肤清洁和防护操作。
- 禁止在分析仪的工作间进食、饮水、吸烟或操作明火！

2.4 安全说明、运输和调试

务必由耶拿分析仪器的客户服务部门或经过其授权和培训的专业人员安装此分析仪。禁止自行组装和安装。不正确的安装可能会造成严重的危险。

必须遵守以下几点：

- 未充分固定组件会有导致人员受伤的危险！在运输过程中，必须按照用户手册中的说明固定此设备的部件。
- 仅限使用原包装运输此分析仪！确保已安装运输保护装置并且分析仪内部是空的。
- 为防止对健康造成损害，在实验室中移动此分析仪（抬起并搬动）时必须注意以下事项：
 - 出于安全考虑，需要 2 人运送此分析仪，并且必须分别位于设备两侧。
 - 由于此分析仪没有任何手柄，因此请在底部牢牢抓住设备，并在同时抬起设备之前，确保前门关闭保护敏感的部件。
 - 在不使用辅助设备抬起和搬运重物时，必须注意并遵守指导值和法定限值。
- 除了在建筑物内移动外，必须从基本设备上拆下加热元件和燃烧炉。必须由耶拿分析仪器的客户服务部门或经过授权及培训的专业人员重新安装这些设备组件并随后进行调试。
- 清洁不当有危害健康的危险！在将本设备退还给耶拿分析仪器有限公司之前，对设备进行专业且有记录的清洁处理。注册退货时，可从维护部获得清洁报告。耶拿分析仪器有限公司必须拒绝接受遭到污染的设备。对于因设备清洁不当而造成的损坏，发货人可能要承担责任。

2.5 安全说明 – 操作

2.5.1 常见

在每次调试之前，分析仪的操作人员必须确保分析仪（包括安全设备在内）状态良好。每次改装或扩展分析仪或对其进行维修之后，尤其要注意这一点。

必须遵守以下几点：

- 仅限在所有防护设备（例如盖、用于化学品的滴水盘和门）都已存在、正确安装且可正常工作的情况下，才可以操作此分析仪。
- 必须定期检查防护和安全装置的状况。如出现任何缺陷，都必须后立即予以修复。
- 在操作过程中，禁止拆卸、改装或关闭防护和安全装置。
- 在操作过程中，必须确保可以随时触及外壳背面的电源开关。
- multi 4000 和扩展模块上的通风设备必须状态良好。被盖住的通风格栅或缝隙等可能会导致设备故障或损坏。
- 如果没有经过加热的燃烧管，则不得打开分析仪电源。

- 燃烧炉在高达 1500 ° C 的温度下工作。在分析仪运行期间或运行后，不得直接触摸高温部件（燃烧炉、气闸、集尘器、舟）。
在手动操作中，热舟必须放置在手动进料表面或其他耐热表面上。
- 在自动冷却期间，请勿中断电源。如果在运行过程中发生长时间停电，请断开电源插头并打开基本设备的侧面板，以防止因过热造成损坏。在取下侧面板时，边缘锋利的组件有致人受伤的风险。切勿触摸加热元件或高温燃烧炉！
- 使所有可燃材料远离分析仪。
- 自动进样器有破碎的危险！在激活、初始化、调整和测量操作中，自动进样器臂、夹具和舟传送带会移动。保持足够的距离，以免双手被挤伤。

2.5.2 安全说明 – 防爆和防火

禁止在爆炸性环境中操作分析仪。禁止在分析仪的工作间吸烟或操作明火！

操作人员必须熟悉分析仪工作间内消防设备的位置。

2.5.3 安全说明-电气设备

根据适用的电气工程规则，仅限由合格的电工对分析仪的电气组件进行操作。分析仪内部可能会出现致命的电压和高电流！

必须遵守以下几点：

- 在停用状态下，扩展模块或系统组件必须始终与分析仪连接或从分析仪上断开。
- 在打开分析仪之前，必须关闭设备开关，并且必须将电源接头从电源插座上拔下！
- 对分析仪内部的任何操作只能由耶拿分析仪器的客户服务人员和经过专门授权的技术人员进行。这不包括移除加热元件和炉筒以便于运输。但是，重新安装和随后的调试只能由客户服务人员和经过授权的专业人员进行。
- 必须由合格的电工定期检查电气元件。必须立即修复任何缺陷，例如连接松动、电缆故障或损坏，不得拖延。
- 如果电气组件受到任何干扰，则必须立即关闭分析仪和附加模块的电源开关，并将电线从电源上断开。

2.5.4 压缩气瓶和系统的安全说明

载气（氩气和/或氧气）来自压缩气体容器或本地压缩气体系统。必须确保气体达到所需纯度（→见"技术数据"章节第 139 页）！

压缩气瓶和系统上的工作仅限由拥有压缩气体系统方面专业知识和经验的个人进行。

必须遵守以下几点：

- 必须严格遵守适用于操作地点的压缩气瓶或压缩气体系统的安全说明和准则。

- 只能直立操作和存放压缩气体容器，并且必须固定在用于压缩气体容器的永久结构或合适的框架上。只有在将压缩气体容器固定到合适的手推车上后才能进行移动。
- 压缩空气软管和减压器只能使用指定的气体。
- 氧气管道、软管、螺旋接头和减压器必须无油脂。
- 氧气是一种强氧化剂，可显著加快燃烧速度。处理氧气容器时要小心，因为高压氧气在接触可燃材料时可能会发生严重的爆炸。
- 必须定期检查所有管道、软管和螺钉接头是否有泄漏和外部可见损坏。必须立即修复泄漏和损坏，不得拖延。
- 任何气体（氧气/空气除外）泄漏都可能导致造成窒息的缺氧。储存压缩气体容器的区域和设备周围的区域必须充分的通风，以防止形成缺氧的空气环境。
- 在检查、保养和维修之前，必须关闭阀门并放空分析仪！
- 成功维修和保养压缩空气容器或系统的组件后，在重新调试之前，必须检查分析仪是否正常运行！
- 禁止未经授权的组装和安装！

2.5.5 辅助材料和操作材料的操作

操作人员应负责选择工艺中使用的物质，并确保其安全处理。这对于放射性、传染性、有毒、腐蚀性、可燃性、爆炸性和其他危险物质尤为重要。

处理危险物质时，必须遵守当地的安全规范和准则。

以下一般说明并不能取代具体的地方法规或制造商安全数据表中有关辅助和操作材料的规定。

必须遵守以下几点：

- 在分析仪操作或维护期间使用的所有辅助和操作材料的储存、处理、使用和处置方面，必须注意并遵守制造商安全数据表中的相关规定和注意事项。
- 操作浓酸时必须特别小心，例如分析过程中使用的硫酸和乙酸以及高氯酸镁干燥剂。在氯气分析过程中还可能产生乙酸蒸气，会强烈刺激呼吸道。在制备电解质溶液时，使用对健康有害的有机物质，例如甲醇或百里酚。
- 不得将辅助材料和操作材料放在盛放食物的容器中。应使用经批准的相关材料容器。必须对加贴相应的标签。必须遵守标签上的注意事项！
- 使用石英棉时，避免产生粉尘！吸入粉尘可能会刺激呼吸道。
- 处理试剂时必须佩戴防护眼镜和橡胶手套。必须遵守标签上的注意事项。
- 必须根据有关处理传染性材料的当地指导方针处理生物样本。
- 操作石英玻璃和玻璃部件时要小心。玻璃有破碎危险，因此可能导致人员受伤！
- 不得将辅助材料和操作材料及其容器作为生活垃圾处置，也不得使其进入污水处理系统或土壤。必须严格遵守处置这些材料的适用法规。
- 确保工作间的良好室内通风。

2.5.6 安全说明：保养和维修

通常由耶拿分析仪器的客户服务部门或经过其授权和培训的专业人员安装此分析仪。

自行维修可能会误调整或损坏分析仪。因此，操作人员通常只能执行章节“维护和保养”第 99 页中列出的任务。

- 分析仪的任何保养和维修工作通常只能在关闭电源的状态下进行（除非另有说明）。
- 在维护或维修之前，必须断开电源和供气，并且必须排空分析仪！
- 仅使用耶拿分析仪器的原装配件和原装替换零件。必须遵守“维护和保养”章节中的注意事项。
- 在维护和维修工作完成后，必须立即正确地重新安装所有防护设备，并检查其运行情况！
- 关闭分析仪后，只能用潮湿的而不是滴水的布清洁分析仪的外部。
- 只有经过足够长时间的冷却之后才能执行维护任务和更换系统组件（拆除燃烧管、维修集尘器）。

2.6 紧急情况下的行为

必须关闭分析仪总开关（在 multi EA 及其模块的设备背板上），并且必须从电源插座上断开电源线，以防发生危险情况或事故。

由于在紧急情况下快速反应可以挽救生命，因此必须确保以下几点：

- 操作人员必须熟悉安全设备、事故和危险警报器以及急救和救援设备的位置及其操作。
- 操作人员负责对相关员工进行相应的培训。
- 所有急救设备（急救包、洗眼瓶、担架等）以及消防设备（灭火器）必须触手可及且易于使用。所有设备都必须处于良好状态，并应定期检查。

3 功能和设置

3.1 一般概述

multi EA 4000 分析仪采用模块化设计。根据任务可以将基本设备（带燃烧炉模块 HTS1500 的燃烧装置）与一个或多个检测器模块组合在一起：

- 基本设备
- 碳和/或硫模块（C/S 模块）
- 氯模块（Cl 模块）
- TIC 固体模块（自动或手动）

可以在不改动电气连接的情况下从 C/S 测定更改为 Cl 测定。然后用石英玻璃燃烧管代替陶瓷管。

燃烧炉的样品导入方式如下：

- 使用自动进样器 FPG 48 自动进样
- 使用手动方式进样

此设备系统可以与带有控制计算机接口的量具结合使用，控制计算机会自动传输样品体积以计算分析结果。

根据基本配置，控制电子设备位于检测器模块中：

- 如果连接了 C/S 模块，则在 C/S 模块中
- 如果分析器未与 C/S 模块组合使用，则在 Cl 模块中

通过安装在外部电脑上的控制和分析软件 multiWin® 控制分析仪并分析测量结果。

3.2 基本设备

Multi EA 4000 的基本设备由以下主要组件组成：

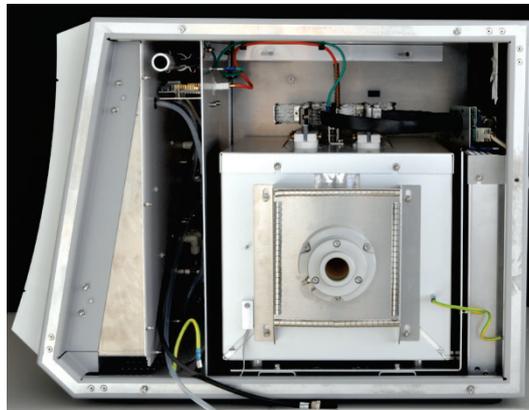
- 燃烧系统
- 软管系统
- 用于干燥和清洁测量气的组件
- 指示器和控制元件、接头

3.2.1 燃烧系统

燃烧炉是电阻加热的水平炉，燃烧温度最高可达 1500°C 。使用燃烧管作为反应器。通过打开的气阀将载体和燃烧气供应至燃烧管内部。由于载体和燃烧气的气体流量大于测量气的进气流量，因此在燃烧管入口处产生的超压可防止测量气逸出或周围空气进入燃烧管。



打开气阀



水平炉（侧面已打开）

图 1 multi EA 4000 基本设备的气阀和水平炉

用于 C/S 定的燃烧管由特殊的高温陶瓷材料（HTC-高温陶瓷）制成。这种材料特别耐用、耐腐蚀且磨损低。得益于 HTC 技术，无需催化剂即可在高达 1500°C 的温度下消化样品。对于特别难处理的基质，使用特殊聚合物（利用放热效应）可以将燃烧温度提高到 1800°C 。

石英管用作测定 Cl 的燃烧管。这是一种耐盐酸腐蚀性很强的化学物质，可在分析过程中防止出现结果偏低和记忆效应。使用石英管时，燃烧炉最高温度为 1000°C 。

燃烧系统配有温度控制器，用于监控燃烧炉的加热，将温度保持在目标值并防止过热。

3.2.2 软管系统

软管系统

基本设备的各个组件与分析模块之间是通过软管系统连接的。可以在“使用各种检测器模块定位分析仪”章节第 44 页的软管示意图中找到相应模块配置中软管系统的布局。

气体流量控制

可通过基本设备前部的手动可调流量调节器控制载气和燃烧气的气体流量。

集成吸气泵可确保测量气体稳定地流过检测器。使用流量调节器上的“泵”阀门可设定所需的进气流量。

一旦 **ultiWin** 程序启动并且燃烧炉的温度与目标温度的差值小于 50K，泵和气流就会自动启动。如果温度与目标温度差值超过 50K，则泵和气流会自动停止。

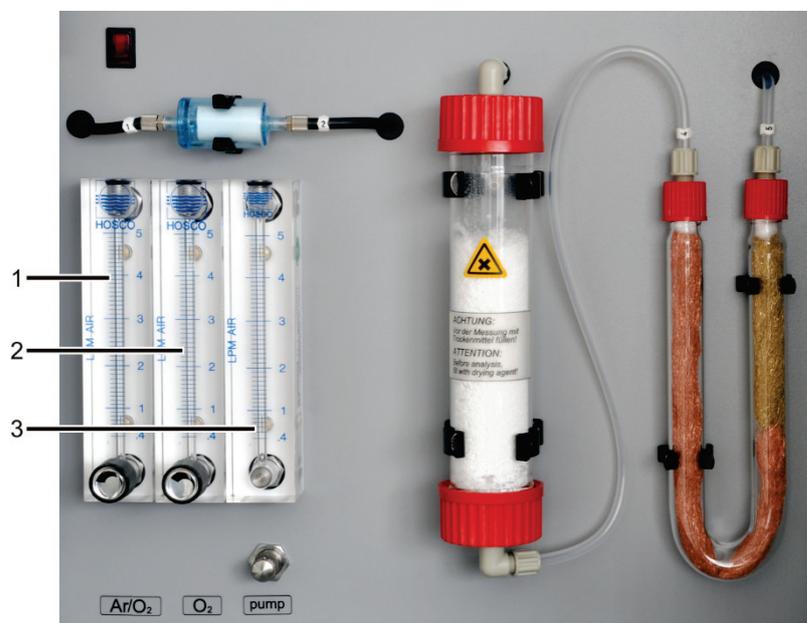


图 2 multi EA 4000 基本设备的流量调节器

1 氩气/氧气“Ar/O₂”流量调节器

3 “泵”进气流量的流量调节器

2 氧气“O₂”流量调节器

3.2.3 用于干燥和清洁测量气的组件

用于 C/S 测定的集尘器

此集尘器直接连接到陶瓷燃烧管上。燃烧粉尘在此处沉积。气流中较大的颗粒撞击到与气流方向垂直的平板上，然后下降。

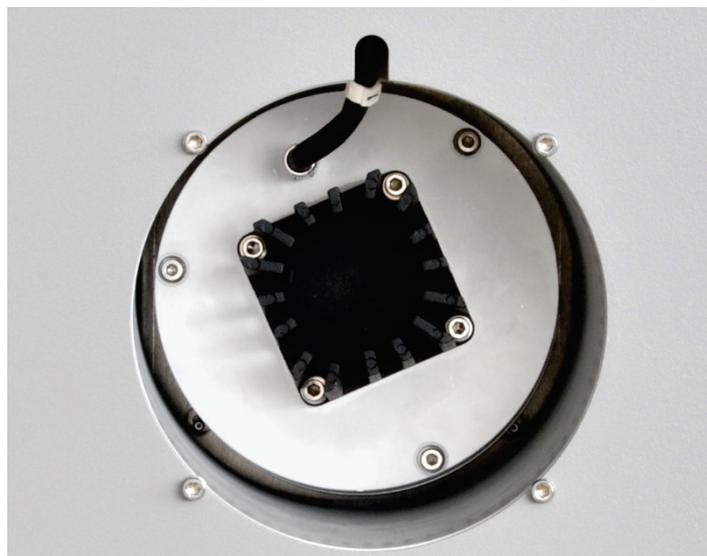


图 3 燃烧炉的集尘器

集尘器设置在设备的左侧，防触摸装置后面容易触及的地方。

粉尘过滤器

粉尘过滤器直接安装在集尘器之后的气路中。它可以挡住集尘器无法从测量气中去除的颗粒。

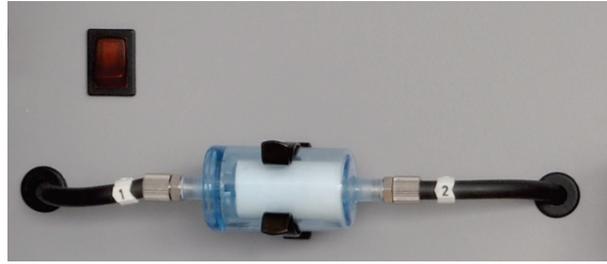
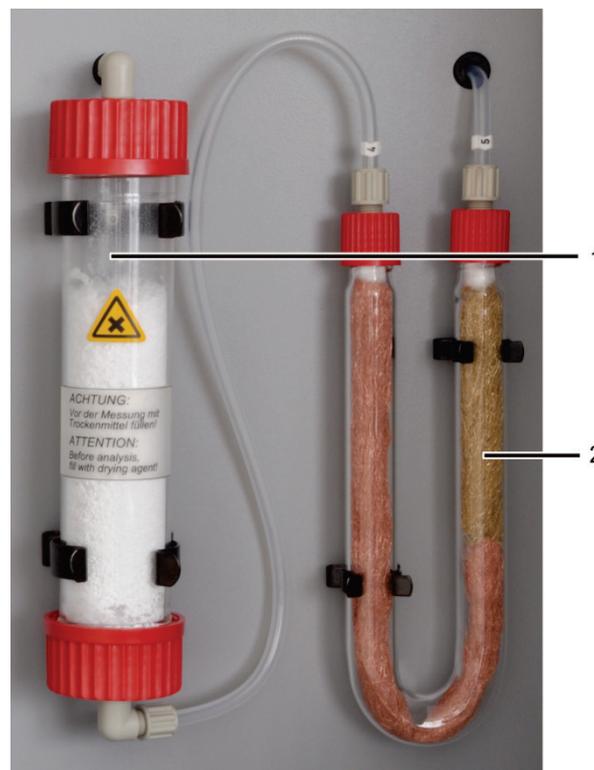


图4 粉尘过滤器

干燥管和 卤化物捕集器用于 C/S 测定

气路中已安装了装有高氯酸镁作为干燥剂的干燥管，用于在 C/S 测定过程中对测量气进行干燥。

基本设备中安装了卤化物捕集器（U 形管），用于去除测量气中的干扰物质，保护检测器和流量调节器。U 形管填充有特质的铜棉和黄铜棉。一旦一半的铜棉或黄铜棉变色，就必须更换卤化物捕集器的填充物。



- 1 含有高氯酸镁的干燥管
- 2 卤化物捕集器

图5 干燥管和卤化物捕集器

3.2.4 指示器和控制元件、接头

打开分析仪电源后，分析仪左门的绿色 LED 灯亮起。

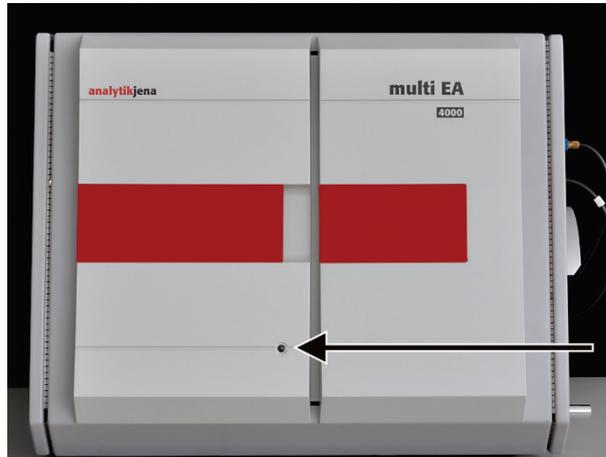


图 6 multi EA 4000 基本设备的状态指示灯

前门后面是 On/Off 关和用于手动控制气体流量的流量调节器。



图 7 multi EA 4000 前门后部的控制元件

- | | |
|--|-----------------------------------|
| 1 On/Off 开关 | 3 用于控制氧气“O ₂ ”流量的流量调节器 |
| 2 用于控制氧气或者氩气
“Ar/O ₂ ”流量的流量调节器 | 4 用于控制“泵”进气流量的流量调节器 |

右侧的接头

位于 multi EA 4000 右侧是燃烧炉的开口，带有用于氧气和氩气的气闸和气体软管。通过通道（图 8 中 4）可将测量气和旁路软管引导至 CI 模块。



图8 multi EA 4000 右侧的接头

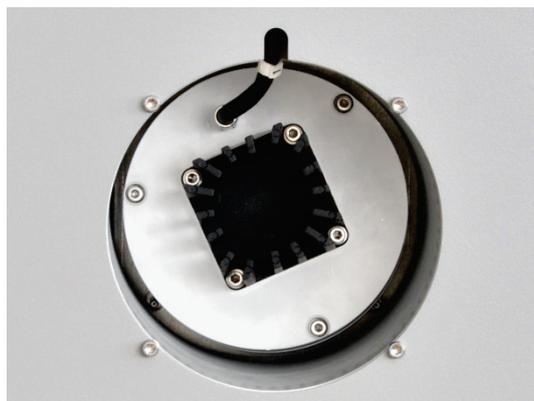
- 1 带有气闸和隔热罩的燃烧炉开口
- 2 “O₂”接头，用于连接燃烧管/气闸/TIC 反应器
- 3 “Ar”接头，用于连接燃烧管/气闸
- 4 CI 测定过程中用于测量气和旁路软管的通道

左侧的接头

防触摸装置后面的左侧是集尘器的开口，带有测量气接头。



左侧带有有集尘器防触摸装置



带测量气接头的集尘器

图9 multi EA 4000 左侧的接头

后面的接头

multi EA 4000 的背面是电源开关、用于氧气和氩气的供应入口、与 C/S 或 CI 模块的接头以及电源线。

使用电源开关，multi EA 4000 可以完全断开与电源的连接，这对于维护和维修很重要。

如果已打开电源开关，则分析仪处于待机模式。在日常操作中，通过前面的 On/Off 开关（图 7 中的 1）打开和关闭 multi EA 4000 分析仪。例如，关闭后分析仪仍处于通气状态。在持续数天的长时间测量间隔期间，必须使用电源开关断开 multi EA 4000 与电源的连接。

注意! 在操作期间，这两个开关都必须处于打开状态。

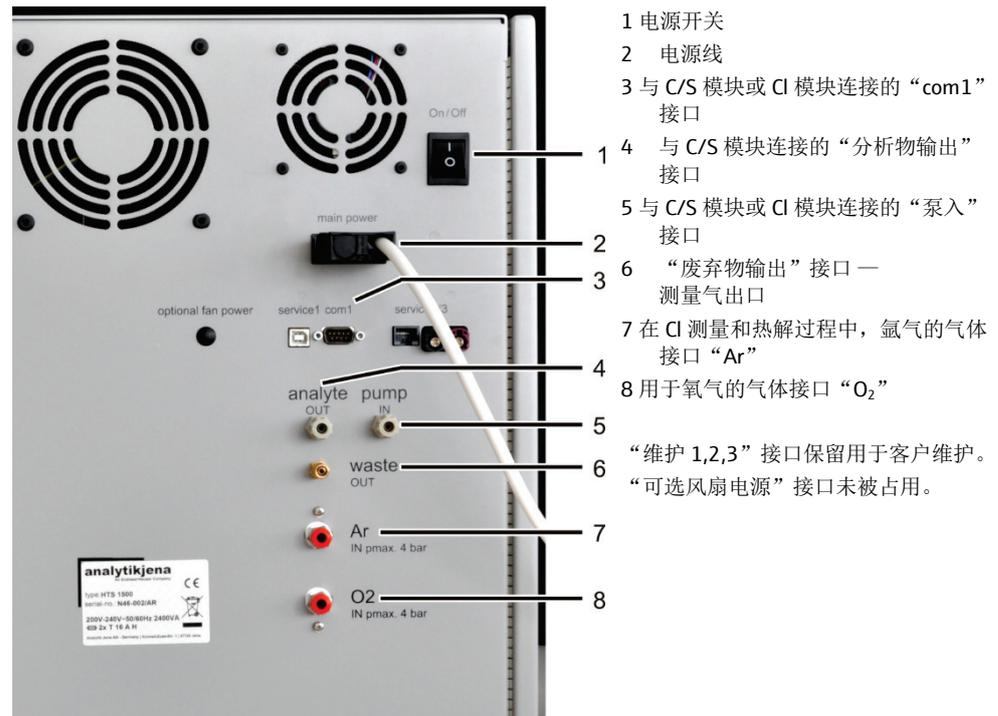


图 10 multi EA 4000 背面的接口

3.3 C/S 模块

C/S 模块的版本

C/S 检测器模块有三种版本：

- C/S 模块，带有
用于同时测定碳和硫的 CO₂ 和 SO₂ 检测器
- C 模块，带有
用于测定碳的 CO₂ 检测器
- S 模块，带有
用于测定硫的 SO₂ 检测器

控制电子设备始终位于 C/S 模块中。

检测器

NDIR 检测器（非色散红外吸收检测器）位于分析仪右背部面板后面。

当气体的分子由不同原子构成时，在红外范围内具有特定的吸收波段。当光束通过包括活性红外气体的分析池时，这些气体会吸收特征波长的光。占比与它们在混合气体中的浓度成正比。

C/S 模块中使用的检测器对于 CO₂ 和 SO₂ 是具有选择性的。

使用 VITA 方法进行测量

只要 NDIR 检测器的分析池中有 CO₂/SO₂ 分子，就可以通过测量技术对其进行检测。由于 CO₂/SO₂ 测量过程中测量气流量的波动，通过光谱法检测 CO₂/SO₂ 分子有时用更长时间（较低气流量）或更短时间（较高气流量）。

使用 VITA 方法（用于 TOC 分析的驻留时间耦合积分），平行检测测量气流量和 NDIR 信号。通过计算机控制的信号归一化，对发生的流量变化进行补偿，达到恒定的气体流量，然后才进行积分。

为此，在很靠近 NDIR 检测器的地方设置了流量调节器。

气体流量控制

流量调节器监控所需的进气流量；这些值记录在软件中。显示与允许目标值的偏差，可以在基本设备 multi EA 4000（图 7 中的 3）的流量调节器的“泵”阀上对氧气流量进行修正。在测量期间，这些值用于使用 VITA 方法进行积分修正。

连接

模块电源打开后，分析仪前面的绿色 LED 灯会亮起。背面是带有电源输入和保险丝座的电源开关、用于连接基本设备和其他附加模块的接口，以及用于测量气流动的入口和出口。

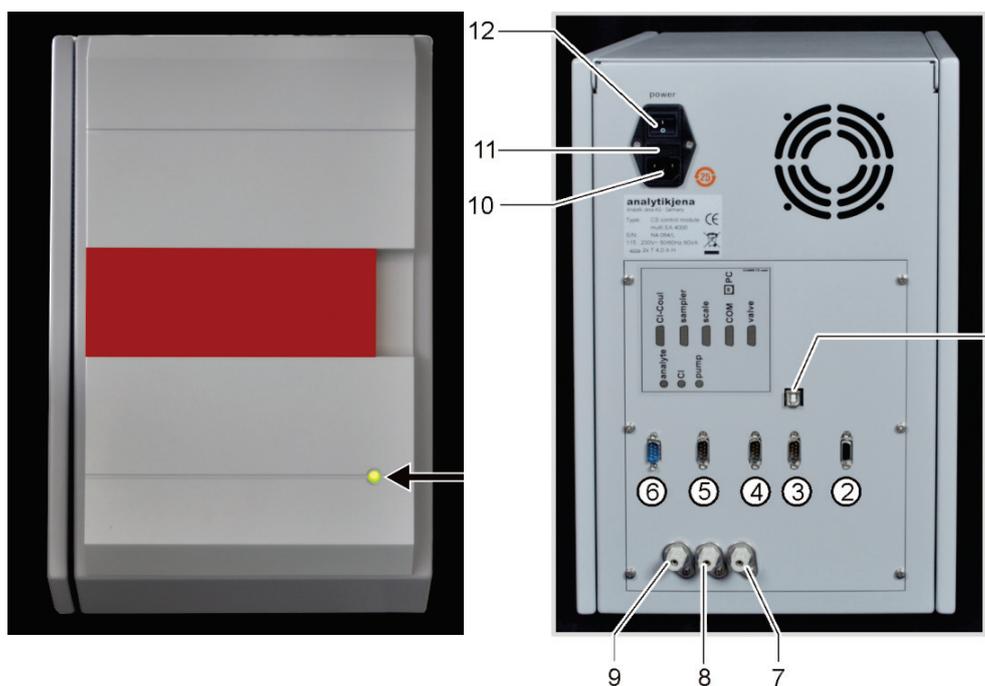


图 11 C/S 模块的指示和接口

- | | |
|--|-------------------------------------|
| 1 用于连接电脑的“PC”USB 端口 | 6 CI-Coul — 连接 CI 模块 |
| 2 “阀门”接口 — 连接火焰传感器或自动 TIC 固体模块（可选） | 7 气体出口“泵” — 连接 multi EA 4000 模块（可选） |
| 3 “COM”接口 — 连接 multi EA 4000 燃烧模块 HTS1500 或自动 TIC 固体模块（可选） | 8 气体连接“CI” — 连接 CI 模块 |
| 4 “量秤”接口 — 连接量秤 | 9 气体入口“分析物” — 测量气入口 |
| 5 “进样器”接口 — 连接自动进样器 FPG 48 | 10 电源插头接口 |
| | 11 保险丝座 |
| | 12 电源开关 |

3.4 CI 模块

CI 模块由以下主要组件组成：

- 用于电流测量的宽范围库仑计
- 用于测量池的搅拌器/冷却块
- 带有电极的测量池
- 配有分流出口和安全容器（如果适用）的硫酸容器
- 分流阀
- 作为压力补偿的缓冲容器用于补偿分流阀的开关脉冲
- 吸附管

■ 卤化物捕集器

对于 multi EA 4000 CI 分析仪，控制电子设备也安装在 CI 模块中。

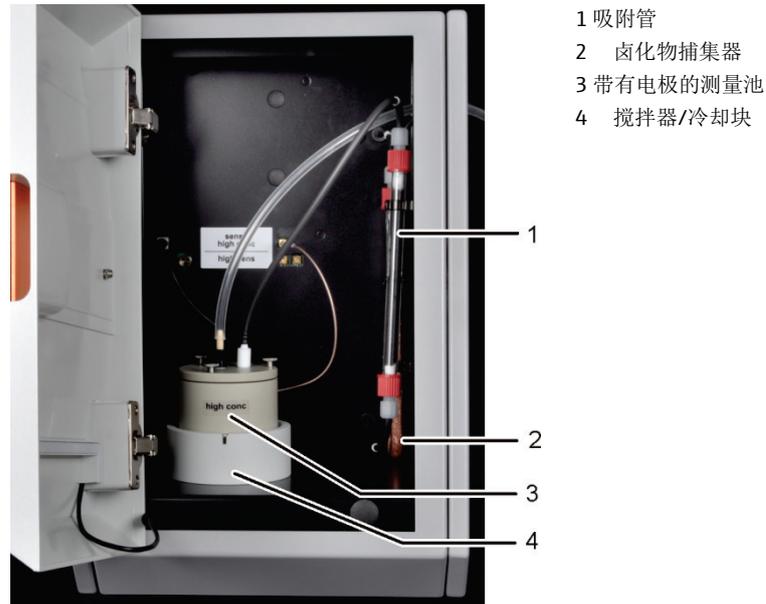


图 12 CI 模块

3.4.1 库仑计组装和测量池

测量池有 2 个版本可供选择：

	“灵敏”测量池 40 毫升	“高浓度” 测量池 150 毫升
电解质体积	约 20 毫升	约 120 毫升
测量范围 — 绝对 Cl (无测量气分流)	1-100 微克	10-1000 微克
测量范围 (带测量气分流)	1-2 毫克绝对值总氯量	10 微克 — 20 毫克绝对值总氯量
搅拌原理	磁力搅拌	磁力搅拌
指示原理	交流电双电流测量	交流电双电流测量
生成原理	阳极银溶解	阳极银溶解
发电机电流	动态电流高达 1 毫安	动态电流高达 10 毫安
温度控制至 工作温度	18-20° C	18-20° C

测量池设计

测量池由电极空间（电解质溶液）和设置在模块中的搅拌块组成。电极空间的底板是稳定银片形式的发生器阳极。磁力搅拌器在阳极上方运行。

测量池采用密封盖和三个滚花头螺钉密封。两个盖板穿孔（孔）用于安装组合电极和吸盘。带有标记的开口适用于安培计组合电极。无标记的开口用于直接注入测量池或连接真空吸盘。

当打开氯模块电源时，测量池中的磁力搅拌棒开始移动。预设的池温度为 20° C，可以在 multiWin 程序中作为方法参数进行修改。

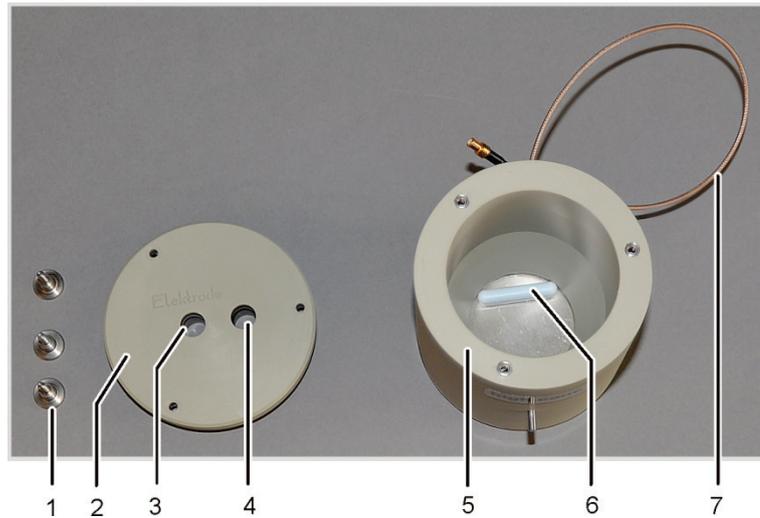


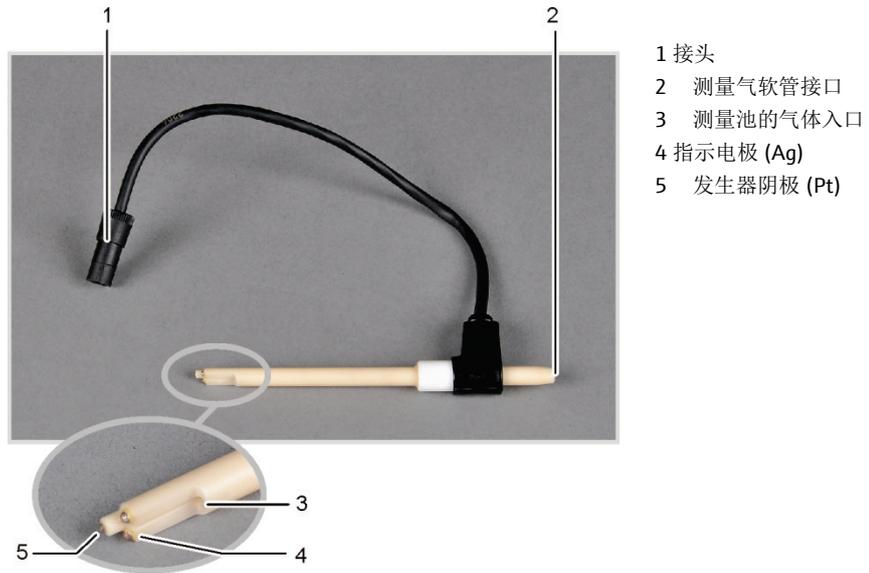
图 13 测量池设计

- 1 滚花头螺钉
- 2 盖板
- 3 电极开口（带有标记）
- 4 用于吸盘的开口，可连接抽吸软管或直接注入

- 5 带银阳极的电极空间
- 6 磁力搅拌棒
- 7 测量池的电气连接

组合电极

组合电极结合了指示电极 (Ag)、发生器阴极 (Pt) 和气体入口。发生器阳极为测量池的两个基本元件中的银色圆圈（见上文）。



- 1 接头
- 2 测量气软管接口
- 3 测量池的气体入口
- 4 指示电极 (Ag)
- 5 发生器阴极 (Pt)

图 14 测量池的组合电极

3.4.2 燃烧管和测量气干燥

石英管用作测定 Cl 的燃烧管。通过石英管中的旁路供应用于燃烧的氧气。在石英管的侧面接口引入测量气，经过干燥后输送到 Cl 模块。充满氩气的气闸可防止测量气在燃烧管入口处逸出。用石英棉密封燃烧管的末端，以防止灰尘进入 multi EA 4000 的软管系统。

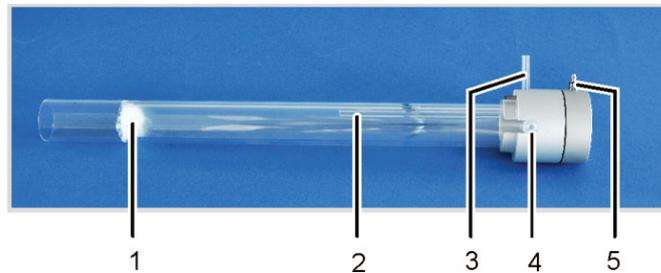


图 15 带气闸的石英燃烧管

- | | |
|-----------|---------------|
| 1 石英棉塞 | 4 带有舟接头的测量气出口 |
| 2 供氧旁路 | 5 气闸的氩气供应 |
| 3 氧气接口适配器 | |

氯化氢 (HCl) 与水具有很高的亲和力，因此可溶于冷凝水。在分析过程中，这种行为会导致结果偏低或记忆效应。为防止发生冷凝，在离开燃烧管后必须立即对测量气进行干燥。浓硫酸用作干燥剂。根据使用或不使用测量气分流的方法，使用两种特殊的硫酸容器。

如果使用带分流出口的硫酸容器，则在气路中安装一个另外的安全容器。这会捕获可能从硫酸容器中被吸出的硫酸。

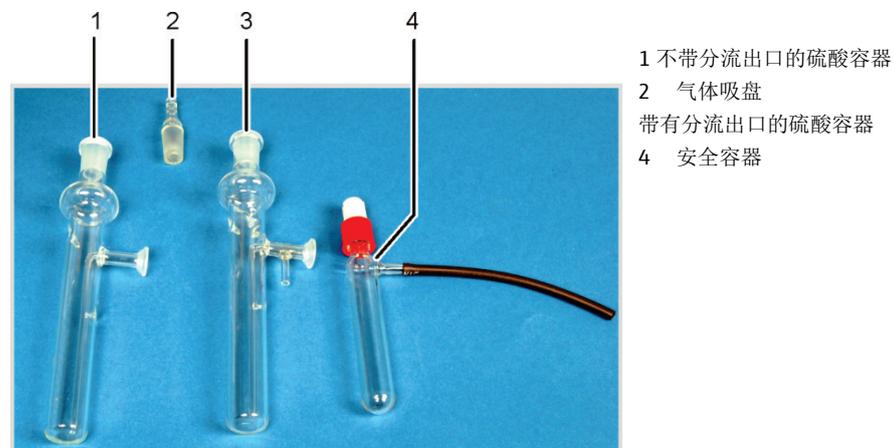


图 16 用于干燥测量气的硫酸容器

- | |
|---------------|
| 1 不带分流出口的硫酸容器 |
| 2 气体吸盘 |
| 带有分流出口的硫酸容器 |
| 4 安全容器 |

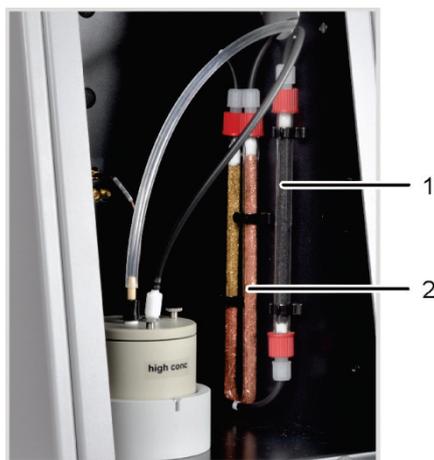
3.4.3 测量气净化

卤化物捕集器

在有分流的操作模式下，燃烧室的整个测量气体被分成规定的比例。只有部分测量气到达测量池，这样可以测定高浓度氯。测量气废弃的部分通过 CI 模块中的卤化物捕集器，以去除气流中的盐酸并保护分流阀和进气泵免受腐蚀。

吸附管

通过吸附管输送从测量池中抽出的气体。从电解质中逸出的酸性酸蒸气在此处被去除。活性炭用作吸附剂。



- 1 吸附管
- 2 卤化物捕集器

图 17 CI 模块中的卤化物捕集器和吸附管

3.4.4 连接

打开 CI 模块电源后，CI 模块正面的绿色 LED 灯会亮起。

根据 multi EA 4000 设备是否带有 C/S 模块，连接 C/S 模块或基本设备和自动进样器的接头位于后部。

用于供应测量气的软管和旁路经过基本设备的通道，通过右侧设备的开口进入 CI 模块。

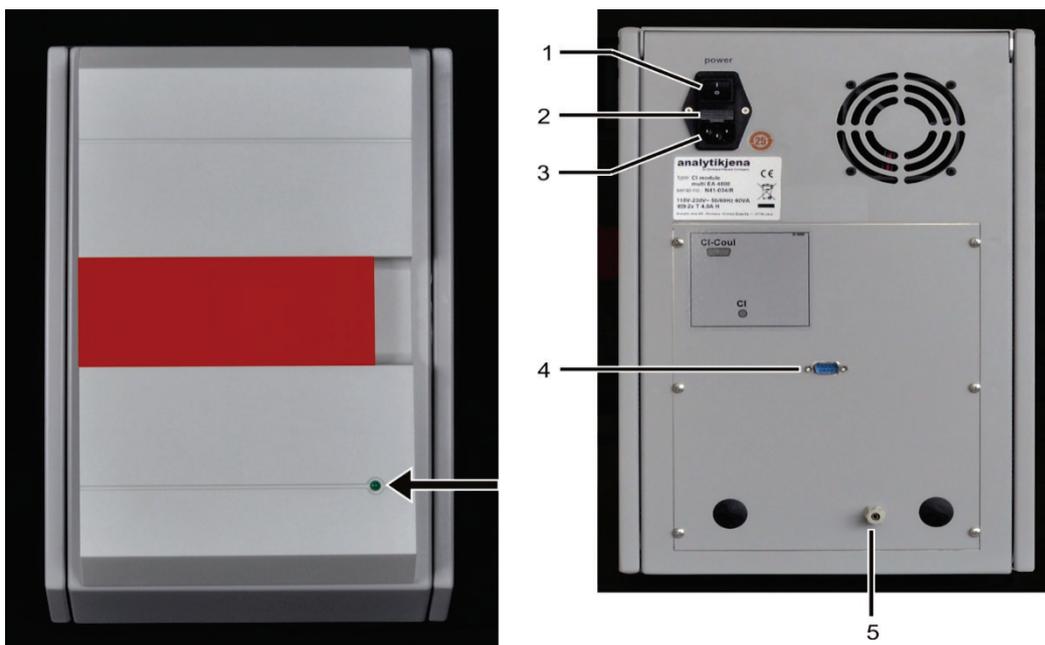


图 18 CI 模块接口与 C/S 模块结合使用

- 1 电源开关
- 2 保险丝座
- 3 电源插头接口
- 4 “Cl-Coul” 接口 — 连接 C/S 模块
- 5 气体接口 “Cl” — 连接 C/S 模块

如果未安装 C/S 模块，则 Cl 模块的背面有额外的接口用于与 multi EA 4000 和自动进样器通信。“确定 multi EA 4000 Cl 位置” 章节第 46 页描述了接口分配。

测量池和组合电极的电气连接位于设备的内后壁上。

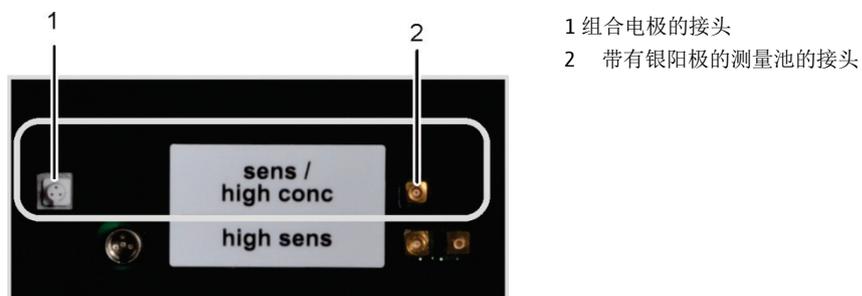


图 19 Cl 模块中用于库仑法测量池的接头

3.5 自动 TIC 固体模块

自动 TIC 固体模块是对 multi EA 4000 分析仪的补充，用于测定固体中的 TIC（TC、TOC）。通过酸化和吹洗产生的二氧化碳被转移到 multi EA 4000 的 NDIR 检测器中。以下分析模式是可能的：

- TIC 测定
- 基于微分法的总有机碳测定
- 基于直接方法的总有机碳测定

自动 TIC 固体模块仅适用于与 multi EA 4000 C 或 multi EA 4000 C/S 和自动进样器 FPG 48 组合使用时自动操作。

自动 TIC 固体模块由以下组件组成：

- TIC 反应器
- 亚磷酸泵
- 用于净化和干燥测量气的组件
- 连接

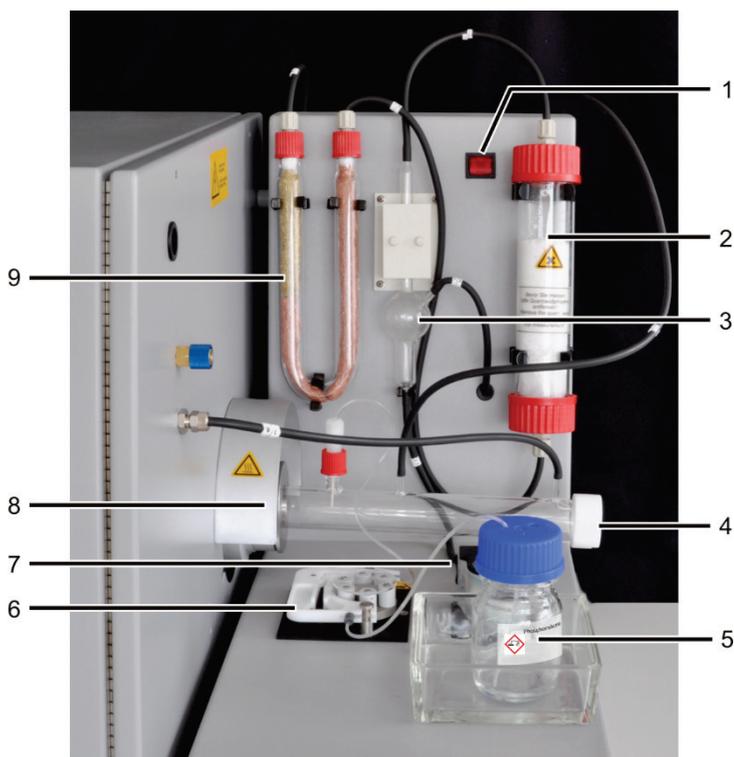


图 20 自动 TIC 固体模块

- | | |
|-----------|------------------------------|
| 1 电源开关 | 6 用于磷酸或盐酸的酸泵 |
| 2 干燥管 | 7 冷凝水泵 |
| 3 冷凝水容器 | 8 将 TIC 反应器连接到 multi EA 4000 |
| 4 TIC 反应器 | 9 卤化物捕集器 |
| 5 磷酸瓶 | |

3.5.1 技术数据

整体特点	
名称/类型	自动 TIC 固体模块
尺寸规格	300 x 470 x 550 毫米 自动进样器: 520 x 500 x 700 毫米
质量	约 5 千克
程序数据	
测量方法	TIC
检测	NDIR (与 VITA 方法相结合)
样本量	高达 3000 毫克(TC) 或 50 毫克(TIC)
电气变量	
连接	100-240 伏交流电 (±10%), 50-60 赫兹
保险丝	T 2 AH (仅使用耶拿分析仪器的原装保险丝!)
最大功耗	20 VA
与 C/S 模块的接口	RS 232

3.5.2 布局

TIC 反应器

石英管通过联轴器连接到陶瓷燃烧管上。带有螺纹的滚花圈可以撞击 TIC 反应器，并通过内密封圈上的压力来密封接头。反应器包括供应酸、测量气体出口和供应氧气的接头。反应器入口处的氧气供应采用气闸防止测量气通过开放的入口逸出。装载样品的陶瓷舟使用经过特殊改装的自动进样器 FPG 48 转移到反应器。

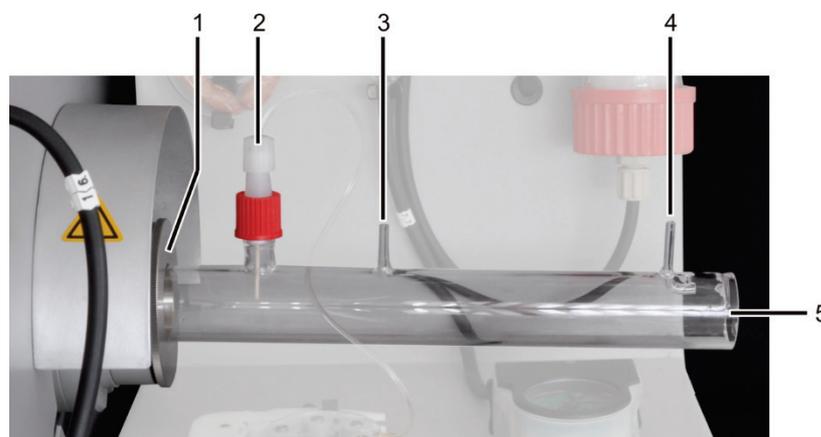


图 21 TIC 反应器

- 1 multi EA 4000 的支架
- 2 通过陶瓷套管供应酸
- 3 测量气出口

- 4 氧气供应入口
- 5 用于陶瓷舟的插件

软管系统

各个组件之间是使用带有标签的软管连接的。可在“确定自动 TIC 固体模块的位置”章节第 52 页中找到软管示意图。

为了供应磷酸并清除冷凝水，应使用软管泵。磷酸泵将 40% 的磷酸输送到 TIC 反应器。每次测量后，冷凝水泵会自动从测量气体干燥中抽出冷凝水。

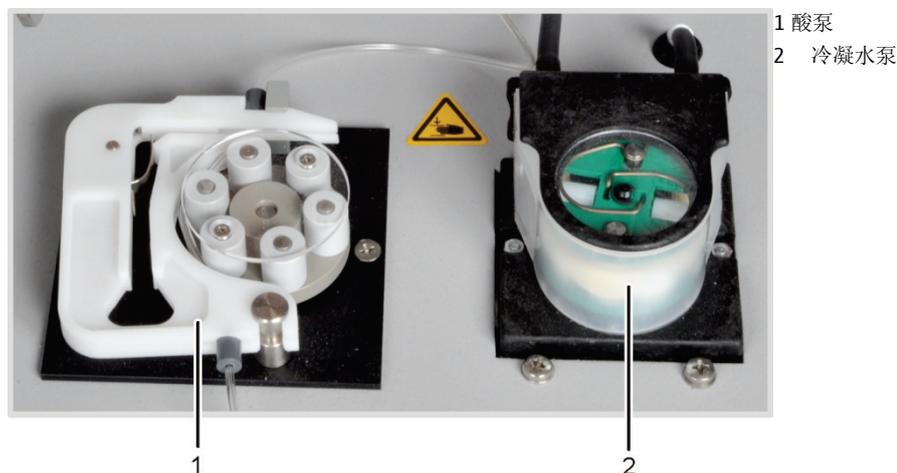


图 22 自动 TIC 固体模块上的软管泵

当自动进样器 FPG 48 不断将样品舟移向 multi EA 4000 时，磷酸会均匀地添加到样品中。

用于干燥和清洁测量气的组件

释放的测量气从反应器传送到连接在自动 TIC 固体模块背面的冷凝盘管。分析物气体在冷凝盘管中迅速冷却，水蒸气凝结。测量气/水混合物通过软管传送到气体/流体分离器，该分离器由冷凝水容器和 Peltier 冷却块组成。

测量气通过侧面入口进入冷凝水容器。通过在冷却块中冻结来干燥测量气。干燥的测量气通过顶部接口从冷凝水容器中流出。每次测量后，冷凝水泵将通过底部出口排出的冷凝水自动泵送到废物容器。

然后，测量气流经装有高氯酸镁的干燥管。这样就完成了干燥。

在气路中干燥测量气后，安装卤化物捕集器（U 管）以去除测量气中的干扰物质，并保护 C/S 模块中的检测器和流量调节器。U 形管填充有特殊的铜棉和黄铜棉。一旦一半的铜棉变色或黄铜棉变色，就必须更换卤化物捕集器的填充物。

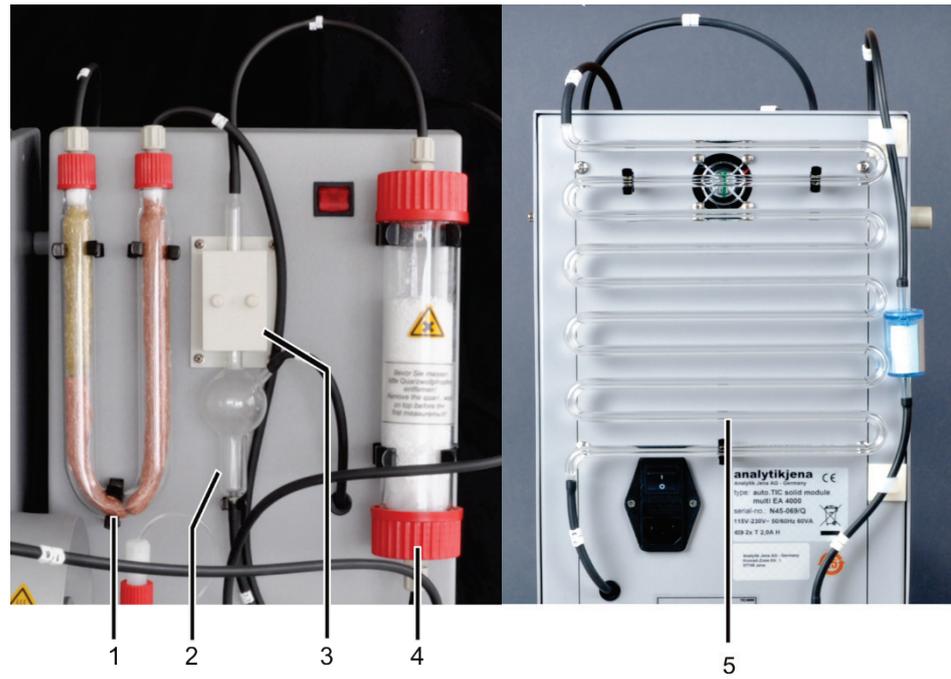


图 23 自动 TIC 固体模块处的测量气干燥和清洁

- | | |
|---------------|--------|
| 1 卤化物捕集器 | 4 干燥管 |
| 2 冷凝水容器 | 5 冷凝盘管 |
| 3 Peltier 冷却块 | |

在卤化物捕集器（图 23 中为 1）和自动 TIC 固体模块背面的转换阀之间放置了粉尘过滤器。



图 24 转换阀之前的粉尘过滤器

连接

接头位于自动 TIC 固体模块的背面。

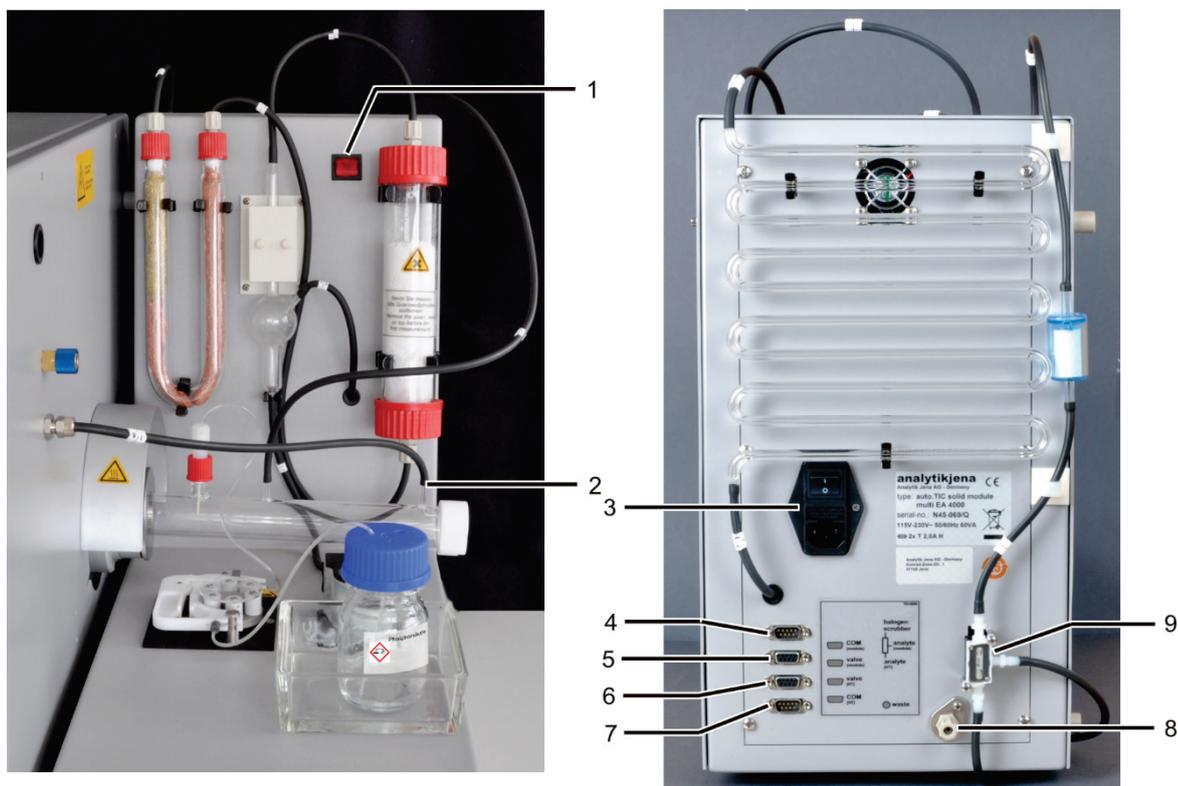


图 25 自动 TIC 固体模块的接头

- | | |
|---------------------------|---|
| 1 电源开关 | 6 “阀门 HT” 接头仍然为空 |
| 2 TIC 反应器上氧气的气体接头 | 7 “COM HT” 接头用于连接 multi EA 4000 的燃烧模块 HTS1500 |
| 3 带电源开关和保险丝座的电源输入模块 | 8 “废物” 接头用于排出冷凝水的废水软管 |
| 4 气体接头“COM 模块”用于连接 C/S 模块 | 9 切换阀 |
| 5 “阀模块” 接头，用于连接 C/S 模块 | |

自动 TIC 固体模块配有两个电源开关。由于难以触及冷凝盘管下方的电源输入模块开关，因此前面还有第二个开关。在运行期间，两个电源开关都必须处于打开状态。为停止设备，仅需使用前面的开关。

3.6 手动 TIC 固体模块

手动 TIC 固体模块可实现结合使用 multi EA 4000 C 或 multi EA 4000 C/S 以测定固体中的 TIC。样品的酸化和 TIC 的吹扫是在高温下进行的。测量气与载气一起输送到 C/S 模块的检测器。手动 TIC 固体模块专为手动供应样品而设计。无法使用自动进样器自动供应样品。

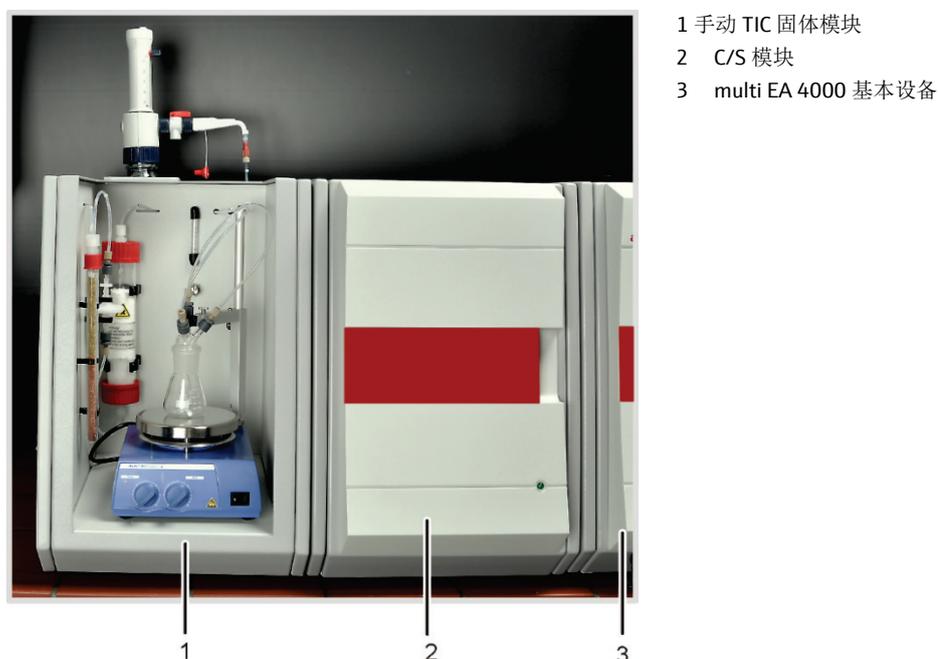


图 26 手动 TIC 固体模块

3.6.1 技术数据

整体特点	
名称/类型	手动 TIC 固体模块
尺寸规格	300 x 750 x 550 mm
质量	约 10 千克
程序数据	
测量方法	TIC
检测	NDIR（与 VITA 方法相结合）
样本量	最高 3000 毫克
气体供应	氧气含量最低 2.5 200-400 千帕（29-58 psi）
电气变量	
连接	220-240 伏交流电（±10%），50/60 赫兹 （可根据要求提供使用 100 伏交流电/115 伏交流电的型号）
保险丝	T 10 A H（仅使用耶拿分析仪器的原装保险丝！）
最大功耗	415 VA

3.6.2 手动 TIC 固体模块设置

TIC 反应室

使用 50 毫升的锥形烧瓶作为反应器，其上连接有三个接头的 TIC 头，用于供应磷酸，作为载气的氧气，测量气出口。

带有加热工作板的磁力搅拌器可确保样品与添加的酸充分混合，并稍微加热混合物以加快反应速度。

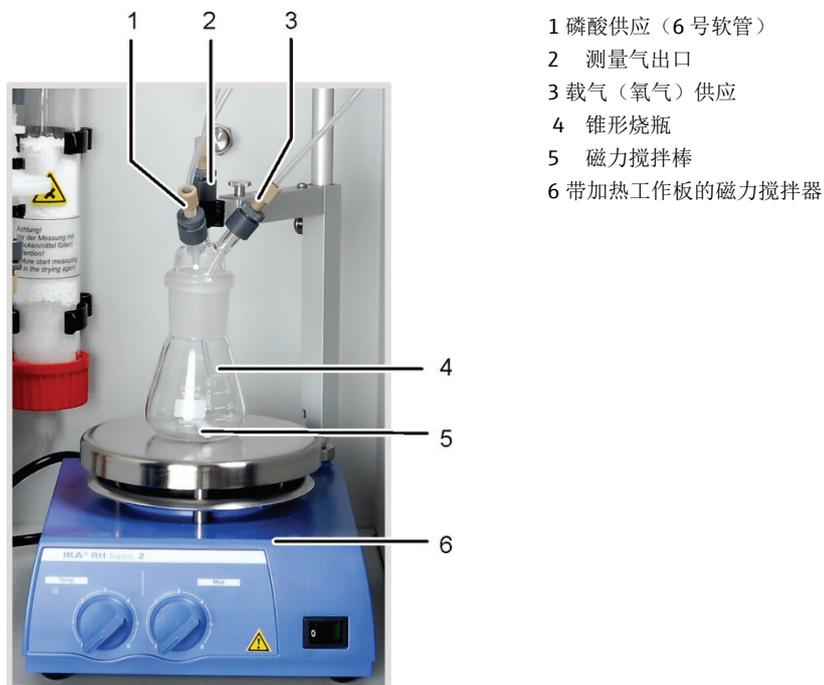


图 27 手动 TIC 固体模块的 TIC 反应器

载气的流量设置

通过“O₂”针形阀设定载气流量，手动 TIC 固体模块内壁面上有带刻度玻璃管。

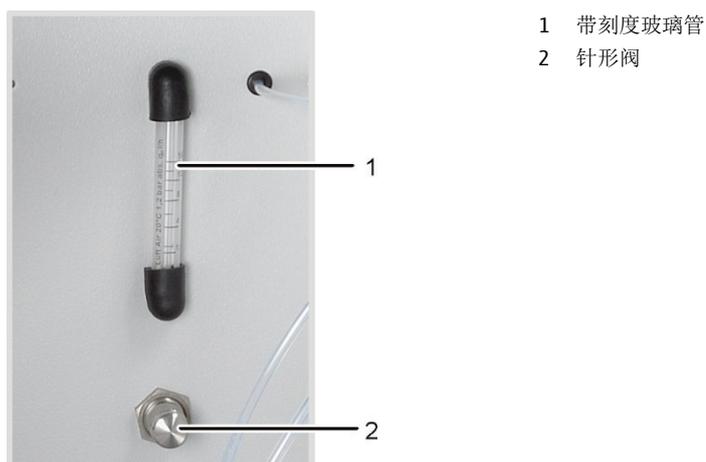


图 28 氧气流量的流量调节器

酸的供应

酸是用计量泵手动计量的。用于向反应器供应酸的软管通过阀门连接到计量泵。向反应器供应酸后，必须关闭计量泵水龙头中的阀门。这样可以防止酸被意外吸入分析仪。

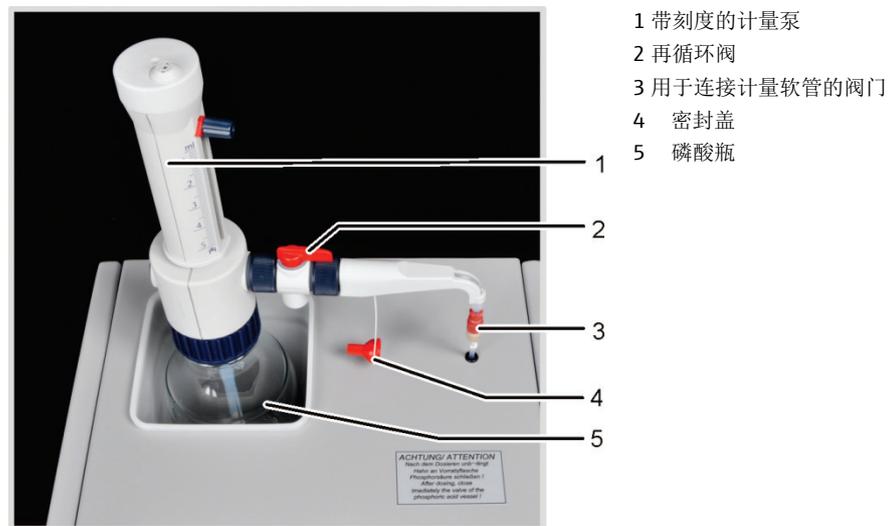


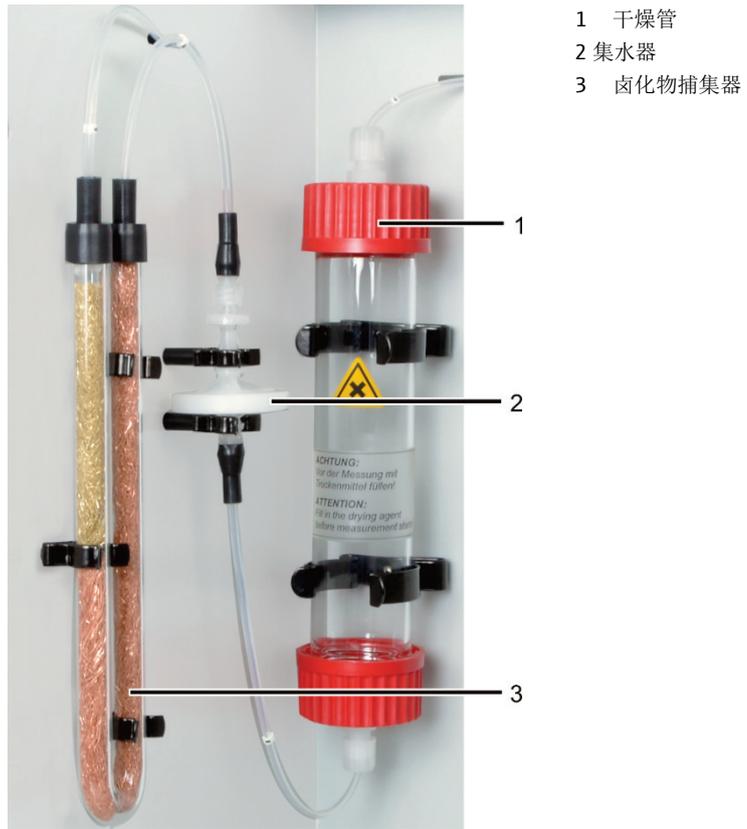
图 29 手动 TIC 固体模块上的酸计量泵

测量气的干燥和清洁

在反应器下游的气道中安装了一根干燥管，其中装有高氯酸镁作为干燥剂。

干燥剂芯后面有两个集水器。较大的集水器（TC 预过滤器）在运行过程中会截留气溶胶，较小的集水器（一次性过滤器）会截留上升的水分。

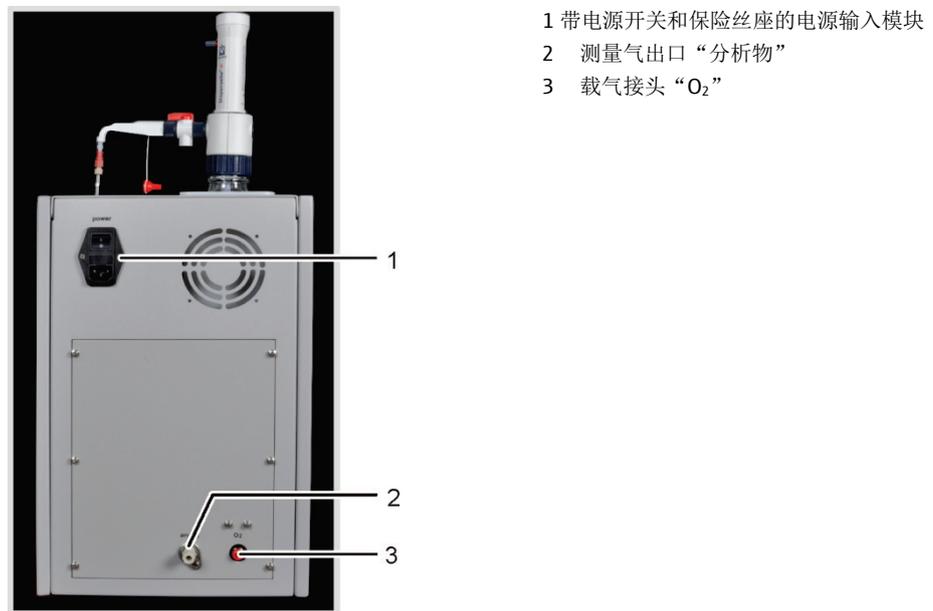
卤化物捕集器用于去除测量气中的干扰物质，以保护 C/S 模块中的检测器和流量调节器。卤化物捕集器的 U 形管填充了特殊的铜棉和黄铜棉。一旦一半的铜棉或黄铜棉变色，就必须更换卤化物捕集器的填充物。



- 1 干燥管
- 2 集水器
- 3 卤化物捕集器

图 30 手动 TIC 固体模块的测量气干燥和清洁

连接



- 1 带电源开关和保险丝座的电源输入模块
- 2 测量气出口“分析物”
- 3 载气接头“O₂”

图 31 手动 TIC 固体模块上的接头

3.7 其他可选附件

3.7.1 进样器

有两种版本的进样器可用于 multi EA 4000 的进样：

- 固体自动进样器 FPG 48
- 手动进样

自动进样器 FPG 48

FPG 48 自动进样器可容纳 48 个样品舟。会自动从托盘中取出样品舟并输送至燃烧炉。传输过程由计算机控制。测量后，样品舟会被放回自动进样器上，或者在冷却后丢弃在废物容器中，这取决于设备型号。

对于在石英燃烧管中进行的分析（CI 测量），FPG 48 可以与火焰传感器结合使用。

手动进样

手动进样是一种可靠的设备，便于陶瓷挂钩和直线对齐的样品舟进入燃烧炉。对于高反应活性样品，在手动进样中，重要的是进入燃烧管的速度必须缓慢且可控。

3.7.2 火焰传感器

可以选择将火焰传感器与自动进样器 FPG 48 组合使用以测定 CI。火焰传感器可直观地捕捉石英管中高反应活性样品的燃烧情况，并根据火焰的亮度控制样品舟的前进。随后经过优化的燃烧特性可获得精确的测量结果。

3.7.3 量秤

可以连接量秤进行自动体积传输，以计算分析结果。必须按照程序中的说明对样本进行加权。确定的权重会自动传输到样品表中。

4 测量方法

使用 multi EA 4000 分析仪确定以下参数作为加和参数。

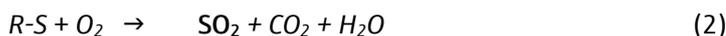
- TS — 总硫
- TC — 总碳
- TcL — 总氯
- TOC — 总有机碳
- TIC — 总无机碳
- EC — 元素碳
- TC-EC — 测定热解后的碳
- AOC — 可降解的有机碳

在控制和分析软件 multiWin 中，可以组合检测多个参数。

4.1 TC/TS 分析

带有 C/S 模块的 multi EA 4000 是一种特殊系统，用于在氧气流中使用高温氧化同时或单独测定固体和糊状样品中的总碳和总硫。

在燃烧舟中精确称重等分试样，然后全部转移到燃烧炉的热区。在那里，在高温下，样品在氧气流中被消化和氧化。



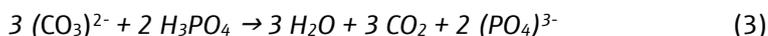
R 碳化物质

将生成的测量气干燥并去除其中所含的卤化物。使用 NDIR 检测器分析载气中的 CO₂/SO₂ 含量，NDIR 检测器可对 CO₂ 和 SO₂ 具有选择性。

4.2 TIC 分析

在 TIC 分析过程中，检测固体和粉末样品中碳酸盐和碳酸氢的无机碳总量。未检测氰化物、氰酸盐、异氰酸盐和碳颗粒。

为了测定无机碳（TIC），将酸添加到等分样品中。这会导致其中所含的碳酸盐/碳酸氢分解。吹扫并检测 CO₂。不会发生热氧化。



样品消解在 TIC 固体模块中进行。在 C/S 模块中检测测量气。

4.3 TOC 分析

在 TOC 分析过程中，检测样品的总有机碳含量。在 multi EA 4000 中，可以通过两种方式确定 TOC 含量：

- 微分法
- 直接法

当样品含有易吹扫的有机物质（例如苯、环己烷、氯仿等）时，应使用差分法。当样品的 TIC 含量明显高于 TOC 含量时，不应使用差分法。



注意

对于使用自动 TIC 固体模块进行的 TOC 分析，首选差分法。在这种情况下，燃烧管和检测器不会暴露在酸中。

4.3.1 TOC 分析的差分法

差分法可以使用自动 TIC 固体模块进行。在两个样品舟中称量样品。使用两次连续测量来测定 TIC 和 TC。计算出的差值以 TOC 的形式给出。差分法可检测挥发性和非挥发性有机碳化合物。

$$TOC = TC - TIC \quad (4)$$

TOC 总有机碳

TC 总碳

TIC 总无机碳

4.3.2 进行 TOC 分析的直接法

使用自动 TIC 固体模块，也可以直接测定 TIC 和 TOC。用盐酸净化反应器中的 TIC 并测定 TIC 含量后，样品舟被转移到燃烧管中。与 TC/TS 分析一样，样品在高温下在氧气流中被消化和氧化。

为了使用自动 TIC 固体模块测定 TOC，必须在样品中添加盐酸。因此，TOC 分析优选微分法。

为了在不使用自动 TIC 固体模块的情况下测定 TOC，将盐酸添加到燃烧舟的固体样品中，以去除无机方式结合的碳。由反应中的碳酸盐产生的 CO₂ 会蒸发。添加了酸的湿样品在 < 40 ° C 的干燥柜中干燥至少 3 小时，多余的盐酸会蒸发。然后，可以在 multi EA 4000 中检查以这种方式制备的样品中是否存在有机碳，以便进行 TC/TS 分析。

由于酸仅释放出碳酸盐和碳氢化合物中的 CO₂，因此碳化物、氰化物、异氰酸盐和硫氰酸盐中的单质碳和碳也被检测为 TOC。

4.4 热解后碳的测定：TC-EC（可选）

在可选的热解模式下，样品中碳含量的测定需要四个步骤。

原始样本在两个样品舟中称重：- 舟 1 和舟 2。

1. 舟 1 中的样品首次在氩气流中热解。在此过程中，碳化合物的挥发性部分在选定温度下逸出。理想情况下以及/或经过适当的预处理后，单质碳（EC）会残留在样品舟中。
2. 已热解样品中剩余碳（EC）的份额可通过氧气流中的燃烧测定。
3. 舟 2 中的样品被转移到氧气流中以测定总碳含量（TC）。
4. 从获得的两种测量值（TC 和 EC）的差值可以得出可降解碳或活性碳的量。

4.5 C/S 模式下的数据分析

4.5.1 校准技术

方法的每个参数（程序）都可以校准。可以单独确定一个方法要校准的参数。并非所有参数都需要校准。

对于每个参数，一个方法中最多可以存储三个校准函数。分配是自动的。

校准函数的计算与质量有关。线性和二次校准函数是按照方程 (5) 和 (6) 通过回归计算的。

$$c = (k_1 \times I_{Netto} + k_0)/m \quad (5)$$

$$c = (k_2 \times I_{Netto}^2 + k_1 \times I_{Netto} + k_0)/m \quad (6)$$

c 标准物质的目标浓度

m 样品质量

I_{net} 净整数

k_0 、 k_1 、 k_2 校准系数

可以由用户定义回归类型（线性或二次回归）。可以选择单个测量点或测量值来计算当前校准（手动选择异常值）。必要时，也可以重新检测单个标准样或在校准中添加其他测量点。

multiWin 软件提供了根据测量范围和样品基质采用适合分析任务的不同校准策略的选项。使用 multi EA 4000，可在可变样品量和恒定浓度下进行多点校准。

4.5.2 日系数

通过日系数，可以用标准样检查并修正校准。所有后续测量结果乘以此系数。根据方程 (7) 计算日系数。

$$F = \frac{C_{soll}}{C_{ist}} \quad (7)$$

4.5.3 方法特征

剩余标准差

剩余标准差（剩余方差）表示整数围绕回归函数的离散度（回归精度）。

方法标准差

方法的标准差以独特而笼统的方式描述了校准的质量。为了对质量进行唯一评估，必须使用方法的标准差。

方法变异系数

应使用方法变异系数（方法的相对标准差）来比较不同校准范围内的不同校准。

相关系数

相关系数将回归函数的校准测量点的色散与校准的总色散进行比较。如果所有校准测量点都在计算出的回归函数上，则相关系数为 +1 或 -1。使用正相关系数时，回归函数增加，系数为负时，回归函数在减少。

测定系数

相关系数的平方称为测定系数。

4.5.4 其他计算

对于所有进行多次测定的测量，都会计算并显示平均值 (AV)、标准差 (SD) 和变异系数 (VC)。对于每个样本，最多可以进行三次测定。

对于在差分法中使用自动 TIC 固体模块测量 TOC 或在热解后测定碳 (TC-EC)，只需要进行一次测定。

平均值

最终结果的平均值是根据为单个检测确定的浓度计算得出的。

舟空白

舟空白是通过将空舟或装有样品添加剂的舟引入燃烧炉并对其进行分析来确定的。

可以单独测定舟空白值，然后输入控制和分析软件 MultiWin 中。该值可能会随着时间的推移而变化，必须在每个测量序列开始之前重新测定。否则，将使用上次输入的值。

4.6 Cl 测定

待检查的样品经过打开的气闸通过石英玻璃舟送入燃烧室。样品首先在惰性气流（氩气）中热解。由此产生的热解产物在氧气流中被完全焚烧，但会稍有延迟。

该反应基于以下方程：



盐酸占比是在测量气干燥后通过库仑法确定的。在这种情况下，氯离子与电解生成的银离子充分反应形成氯化银。



从用来生成银离子的电荷来看，可以根据法拉第定律计算出氯化物的体积。

4.7 Cl 模式下的数据分析

4.7.1 终点滴定程序

在填充测量池后或每次更换电解质溶液后，必须执行终点滴定程序以确定系统的操作点。确定的指示值代表滴定的起点和终点。终点滴定程序通过 multiWin 软件启动。

4.7.2 使用分离系数/分裂系数进行测量

在有分流的操作模式下燃烧室的测量气体被分成规定的比例。仅部分反应气体到达测量池进行分析，这样也可以测定高浓度。对于 Cl 含量在较低浓度范围内的情况，不使用气体分流。所有测量气都通过干燥装置和测量池。

为使用气体分流，可以选择测量气的 10% 和 20%。可以在校准选项卡的方法窗口中输入/查看方法的当前分流系数，即日系数（菜单项 方法 ▶ 方法 - 编辑）。

创建新的分流方法时，必须首先通过手动输入来自具有相同分流比率的现有方法的分流因子。

检查当前的分流系数，并在必要时使用标准样进行校正。

4.7.3 分析

库仑法 Cl 测定是一种绝对分析方法。进行双向校准。结果在分析报告中以绝对质量 [微克] 和浓度 [微克/克] 或 [毫克/克] 表示。

5 调试

5.1 场地要求

5.1.1 安装条件

对分析仪工作间的环境条件提出了以下要求：

- 温度范围：+10° C 至 +35° C
- 最大湿度：30° C 时为 90%
- 气压：70 千帕至 106 千帕

实验室空气中应尽可能避免总有机碳和灰尘，没有风，没有腐蚀性和有机蒸汽和振动。禁止在分析仪的工作间吸烟！

对分析仪的位置有以下要求：

- 请勿将分析仪直接放置在门或窗户附近。
- 将分析仪放在耐热和耐酸的表面上。
- 请勿将分析仪放置在电磁干扰源附近。
- 避免阳光直射和加热器对分析仪的辐射。如有必要，应配备空调。
- 切勿用其他设备或家具挡住分析仪的前门、侧面板和通风槽！
- 设备的背面和右侧与其他设备或墙壁应保持至少 5 厘米的安全距离！

5.1.2 空间要求

所需的空间取决于测量所需的组件数量。为电脑、显示器、打印机和所有其他附加设备留出足够的空间。

5.1.3 电源



警告

只能根据铭牌上的电压规格将 multi EA 4000 分析仪连接到正确接地的电源插座上！

multi EA 4000 分析仪由单相交流电源供电。

如需在电源电压为 100 伏/115 伏/120 伏/127 伏的地区使用带有炉模块 (HTS1500) 的基本设备, 可以使用可选配件进行两相连接。如果需要, 请联系耶拿分析仪器。此安装只能由耶拿分析仪器的客户服务部门或由耶拿分析仪器授权和培训的专业人员执行!

实验室电气设备的安装必须符合 DIN VDE 0100 标准。连接点之后的电流必须符合 IEC 38 标准。

5.1.4 气体供应

由操作人员负责气体供应和相应的连接和减压器。

交货包装中包括外径 6 毫米和内径 4 毫米的连接软管。

在开始运行之前, 顺时针转动氩气/氧气 (Ar/O₂) 和氧气 (O₂) 流量调节器将其关闭 (图 2 中的 1 和 2, 第 16 页)。然后根据所使用的方法调整气体流量。

5.2 打开分析仪包装并安置分析仪



警告

multi EA 4000 分析仪只能由耶拿分析仪器的客户服务部门或耶拿分析仪器授权和培训的专业人员设置、组装和安装!

任何未经授权乱动分析仪都可能危及用户和设备的操作安全, 并使任何保修索赔受限或完全无效。



注意

保留运输包装! 退货时必须使用原包装。这就可以防止运输损坏。

multi EA 4000 分析仪由耶拿分析仪器的客户服务部门或经过授权和培训的专业人员拆包和组装。

在拆开设备包装时, 请根据随附的装箱单检查交货的完整性和可靠性。

组装完成后, 客户服务部门对分析仪进行测试并记录测试结果。

5.3 使用各种检测器模块定位分析仪



注意

在确定位置之前，务必关闭 multi EA 4000！

连接或断开电气插头可能会损坏 multi EA 4000 和检测器模块的敏感电子组件。

5.3.1 确定 multi EA 4000 C/S 的位置

连接

为结合 multi EA 4000-C/S 模块使用，必须具备以下接口：

multi EA 4000 接口	目标
“分析物出口”	⇔ C/S 模块 “分析物”
"O ₂ "	⇔ 氧气接口
电源电缆	⇔ 电源接口
“com1”	⇔ C/S 模块 “COM”
“泵入”	⇔ C/S 模块 “泵”
“Ar”	⇔ 氩气接口（仅在 CI 测量和测定热解后的碳时需要）
“废物出口”	⇔ 打开分析仪的排气出口
其他 C/S 模块接口	目标
“PC”	⇔ 用于连接电脑的 USB 端口
“量秤”	⇔ 外部量秤（可选）
“进样器”	⇔ 自动进样器 FPG 48 的接口
电源插头插座	⇔ 电源接口

以下软管示意图 (图 32) 也适用于可选测定热解后的碳。为了进行热解测量，在炉入口附近再连接一根取样管。

软管示意图

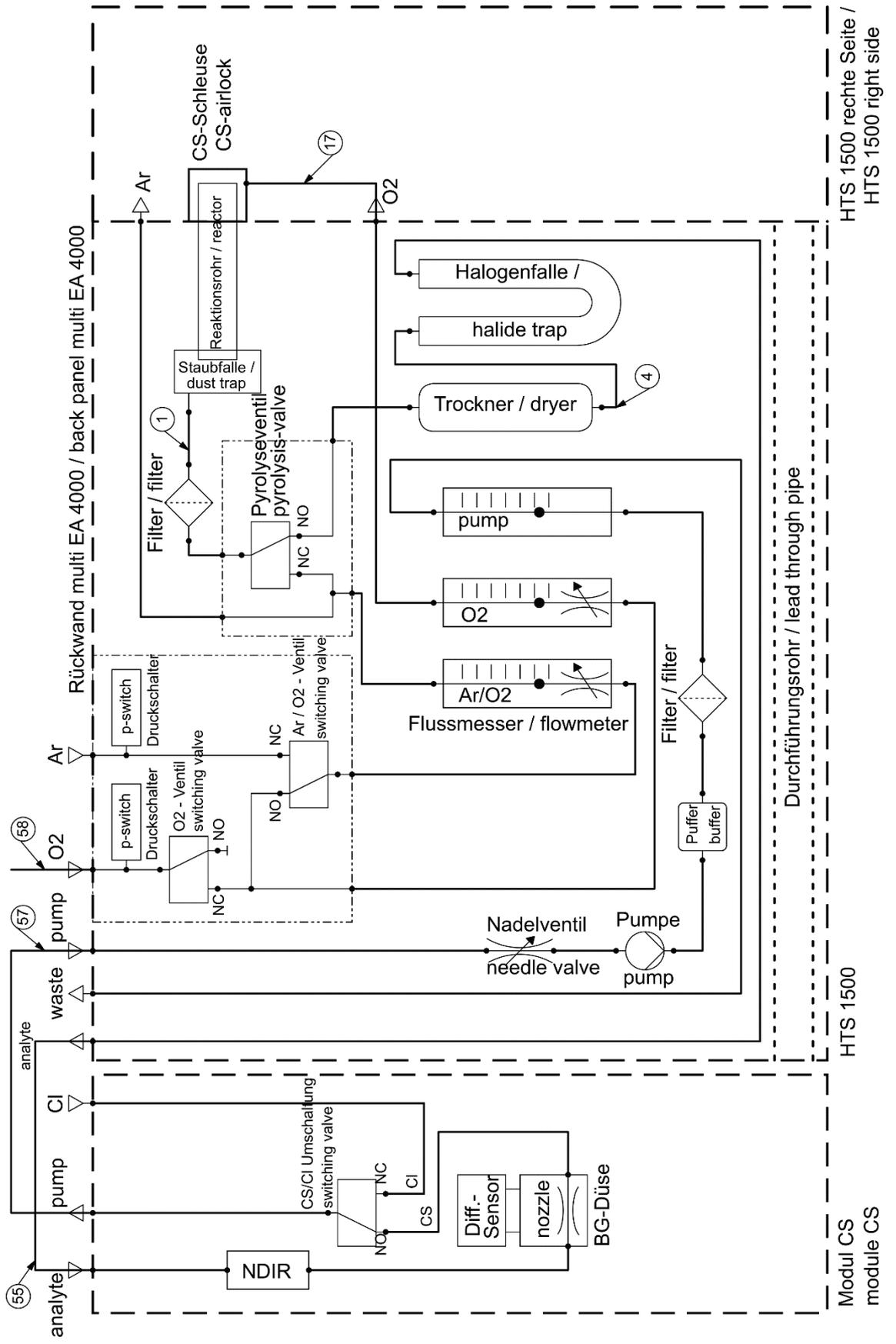


图 32 multi EA 4000 C/S

5.3.2 确定 multi EA 4000 CI 位置

连接

multi EA 4000 接口		目标
“分析物出口”	⇒	打开出口
"O ₂ "	⇒	氧气接口
“Ar”	⇒	氩气接口
电源电缆	⇒	电源接口
“com1”	⇒	CI 模块 “COM”
“泵入”	⇒	CI 模块 “泵”
“废物出口”	⇒	打开分析仪的排气出口
其他 CI 模块接口		目标
电源插头插座	⇒	电源接口
“进样器”	⇒	自动进样器 FPG 48 的接口
“PC”	⇒	用于连接电脑的 USB 端口
“量秤”	⇒	外部量秤 (可选)

软管示意图

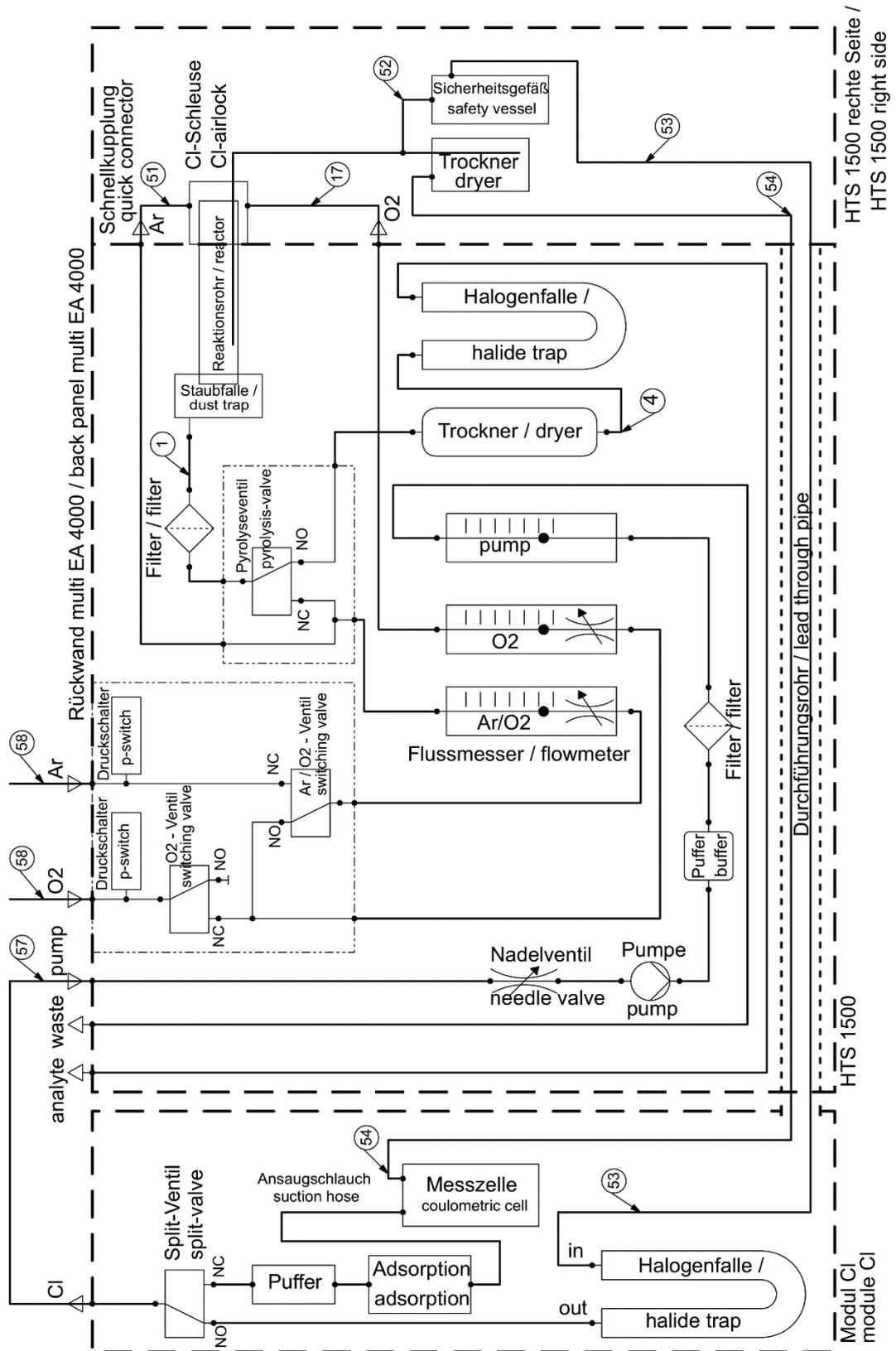


图 33 multi EA 4000 CI

5.3.3 确定 multi EA 4000 C/S CI 的位置

连接

对于组合式 multi EA 4000 - C/S 模块 - CI 模块，必须具有以下接口：

multi EA 4000 接口	目标
“分析物出口”	⇒ C/S 模块 “分析物”
"O ₂ "	⇒ 氧气接口
电源电缆	⇒ 电源接口
“com1”	⇒ C/S 模块 “COM”
“泵入”	⇒ C/S 模块 “泵”
“Ar”	⇒ 氩气的气体接口（仅在 CI 测量和热解时需要）
“废物出口”	⇒ 打开分析仪的排气出口
其他 C/S 模块接口	目标
“PC”	⇒ 用于连接电脑的 USB 端口
“CI-Coul”	⇒ CI 模块 “CI-Coul”
“量秤”	⇒ 外部量秤（可选）
“进样器”	⇒ 自动进样器 FPG 48 的接口
电源插头插座	⇒ 电源接口
其他 CI 模块接口	目标
“CI”	⇒ C/S 模块 “CI”
电源插头插座	⇒ 电源接口

以下软管示意图 (图) 也适用于可选测定热解后的碳。为进行热解测量，请在炉入口附近再连接一根取样管。

软管示意图

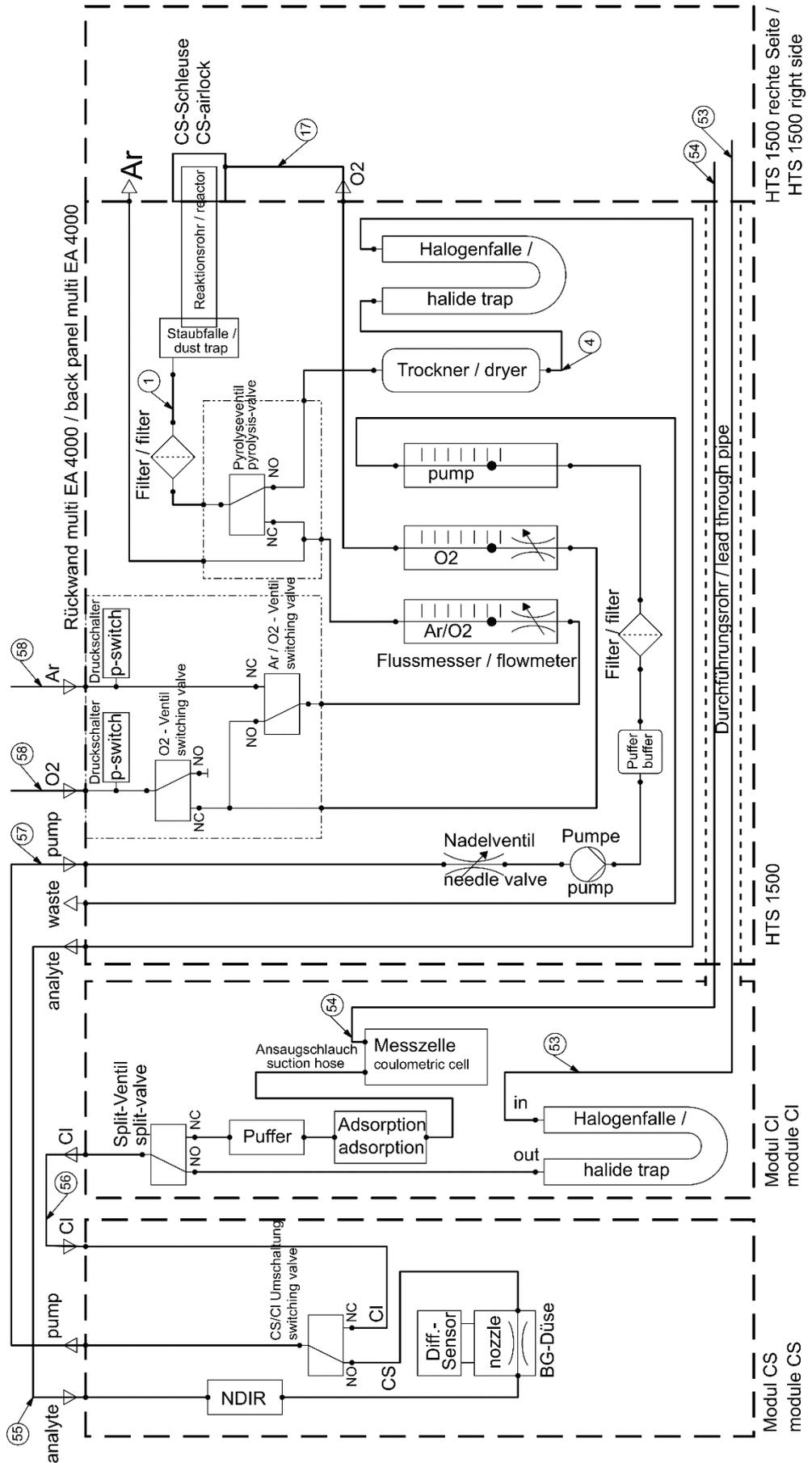


图 34 用于 C/S 测量的 multi EA C/S CI

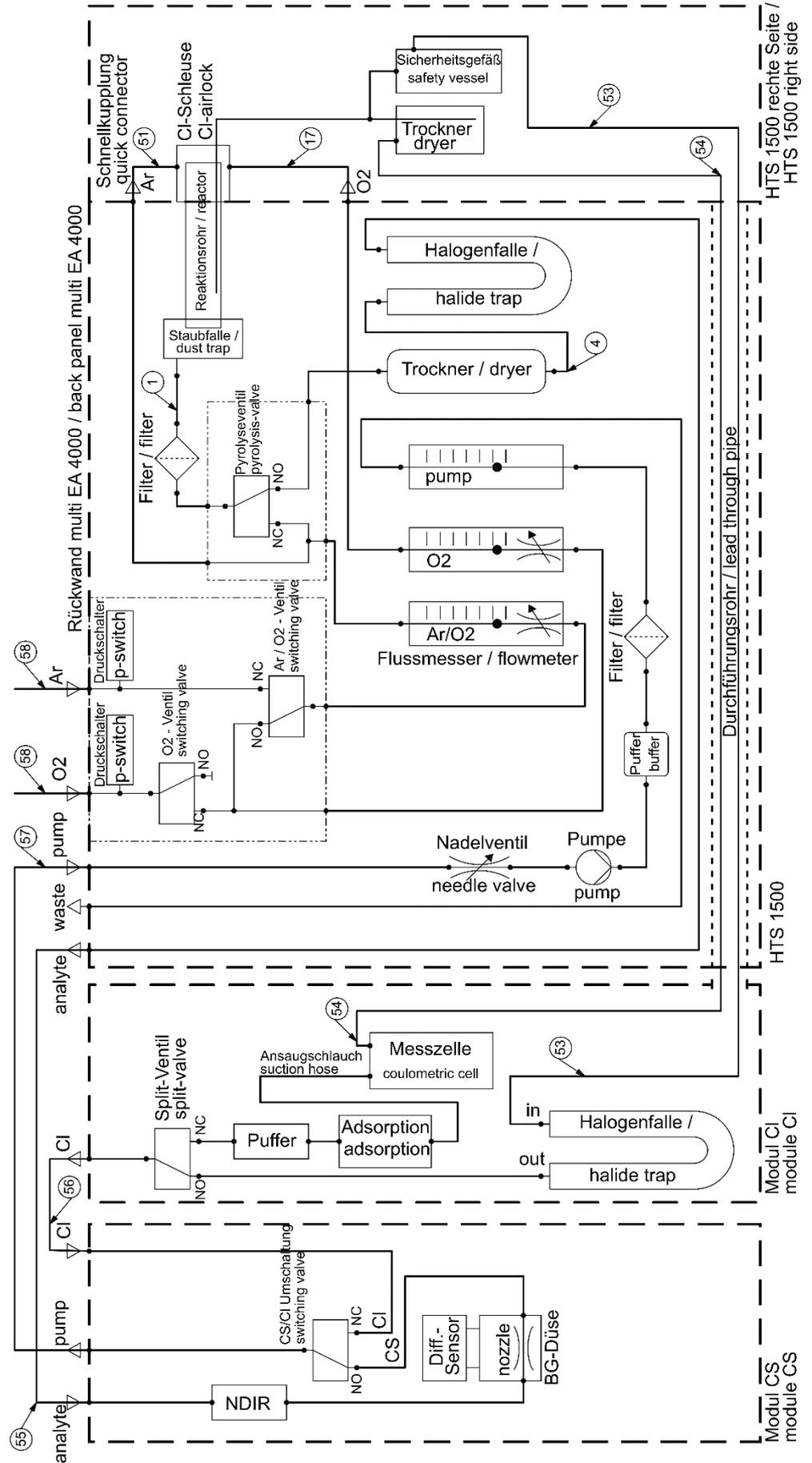


图 35 用于 Cl 测量的 multi EA 4000 C/S Cl

5.3.4 确定自动 TIC 固体模块的位置

连接

对于组合式 multi EA 4000 - C/S 模块 - CI 模块，必须具有以下接口：

multi EA 4000 接口	目标
“分析物出口”	⇨ TIC 模块 “分析物 (HT)”
"O ₂ "	⇨ 氧气接口
电源电缆	⇨ 电源接口
“com1”	⇨ TIC 模块 “COM (HT)”
“泵入”	⇨ C/S 模块 “泵”
“Ar”	⇨ 氩气的气体接口（仅在 CI 测量和热解时需要）
“废物出口”	⇨ 打开分析仪的排气出口
其他 C/S 模块接口	目标
“PC”	⇨ 用于连接电脑的 USB 端口
“阀门”	⇨ TIC 模块 “阀门（模块）”
“量秤”	⇨ 外部量秤（可选）
“COM”	⇨ TIC 模块 “COM（模块）”
“进样器”	⇨ 自动进样器 FPG 48 的接口
“分析物”	⇨ TIC 模块 “分析物（模块）”
电源插头插座	⇨ 电源接口
其他 TIC 模块接口	目标
“废物”	⇨ 用于排出冷凝水的废物软管的接口
电源插头插座	⇨ 电源接口

软管示意图

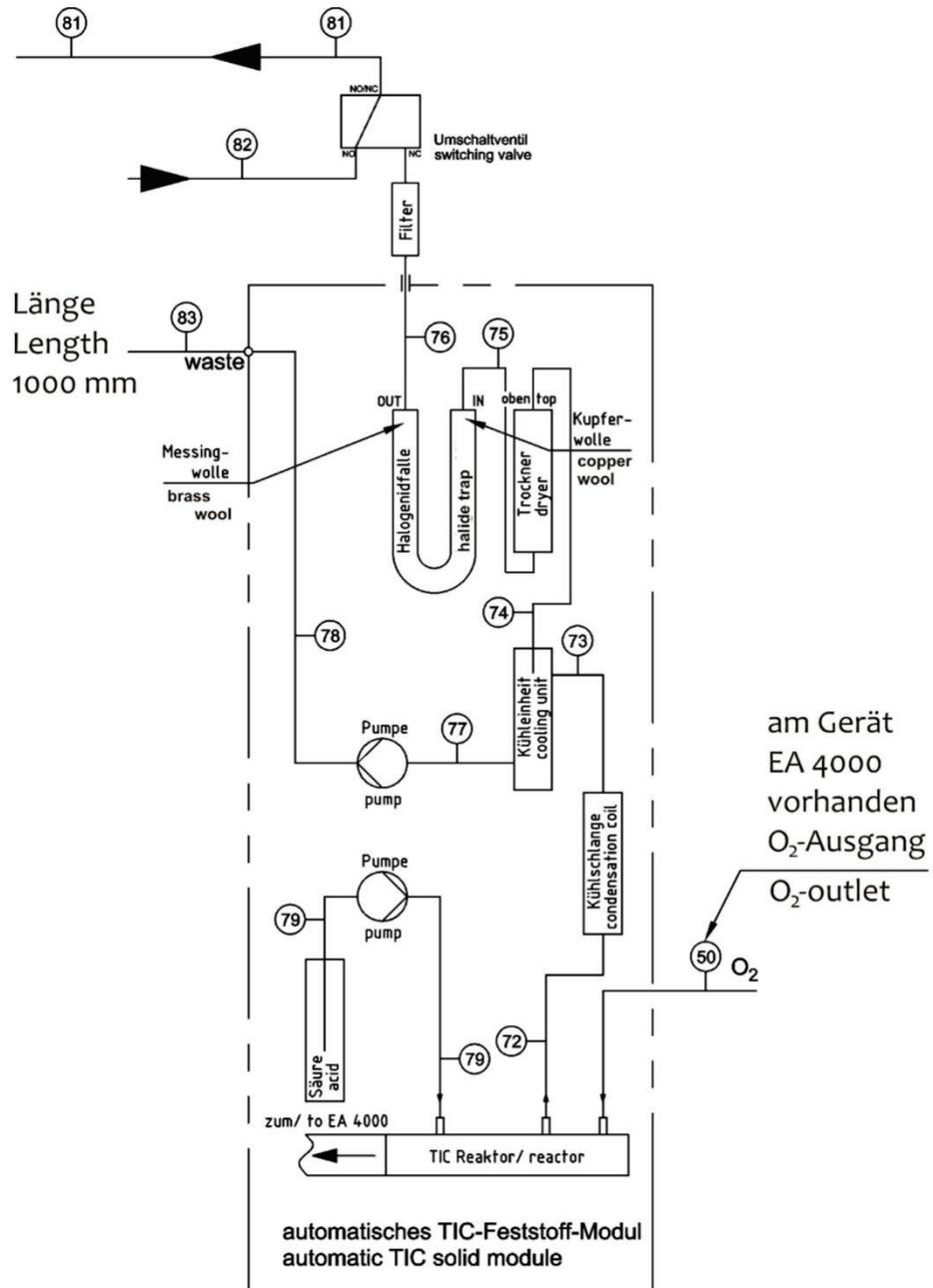


图 36 自动 TIC 固体模块

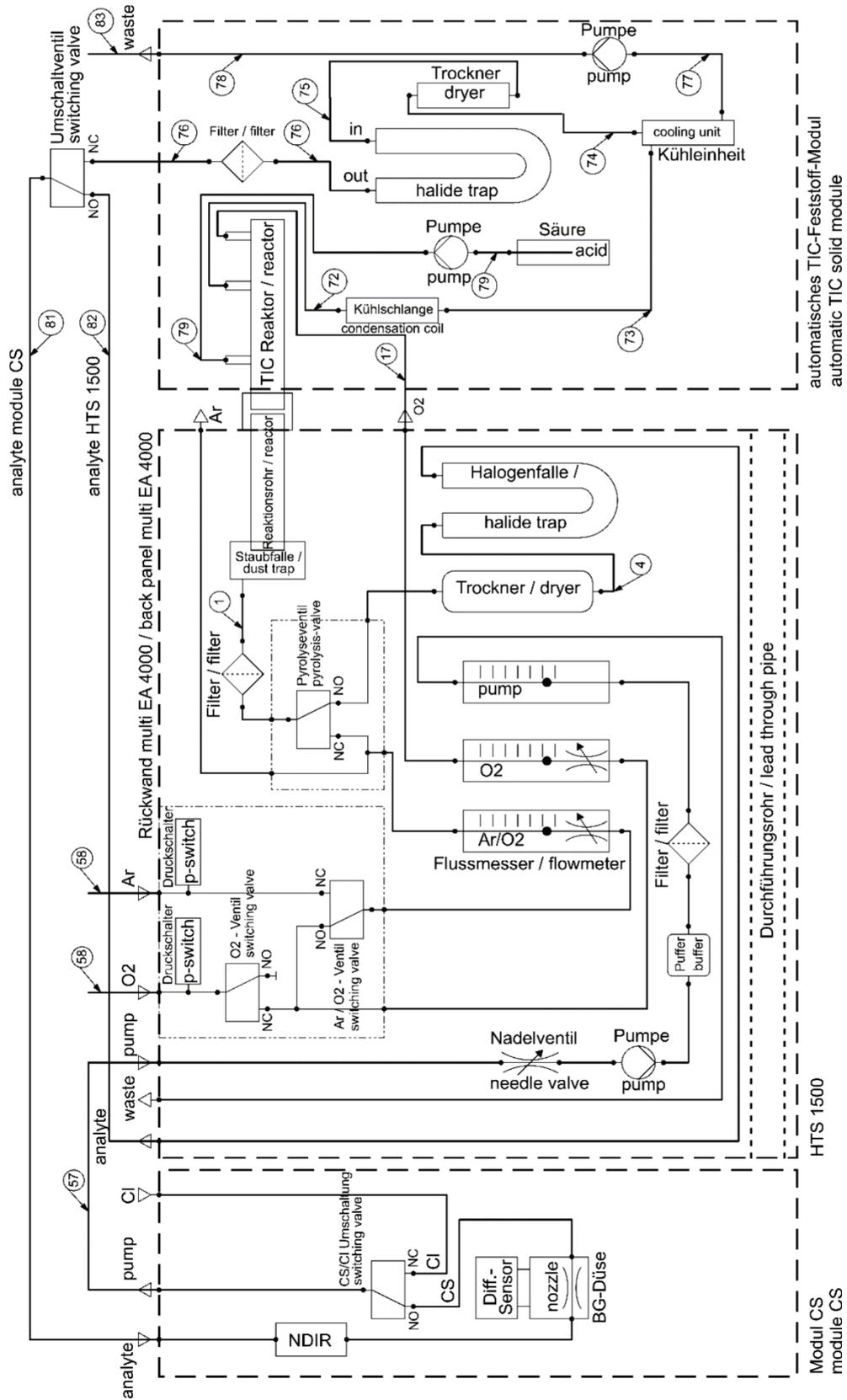


图 37 带自动 TIC 固体模块的 multi EA 4000 C/S

5.3.5 确定手动 TIC 固体模块的位置

连接

对于组合式 multi EA 4000-C/S 模块-TIC 固体模块，必须具有以下接口：

multi EA 4000 接口	目标
“分析物出口”	⇒ 打开
"O ₂ "	⇒ 氧气接口
电源电缆	⇒ 电源接口
“com1”	⇒ C/S 模块 “COM”
“泵入”	⇒ 打开
“Ar”	⇒ 氩气接口
“废物出口”	⇒ 打开分析仪的排气出口
C/S 模块接口	目标
“PC”	⇒ 用于连接电脑的 USB 端口
“量秤”	⇒ 外部量秤（可选）
“泵”	⇒ 打开
电源插头插座	⇒ 电源接口
“分析物” 接口	⇒ TIC 模块 “分析物”
其他 TIC 模块接口	
"O ₂ "	⇒ 带快拆接头的氧气接口 将氧气入口压力设置为 200 到 400 千帕 (29-58 psi)
电源插头插座	⇒ 电源接口

软管示意图

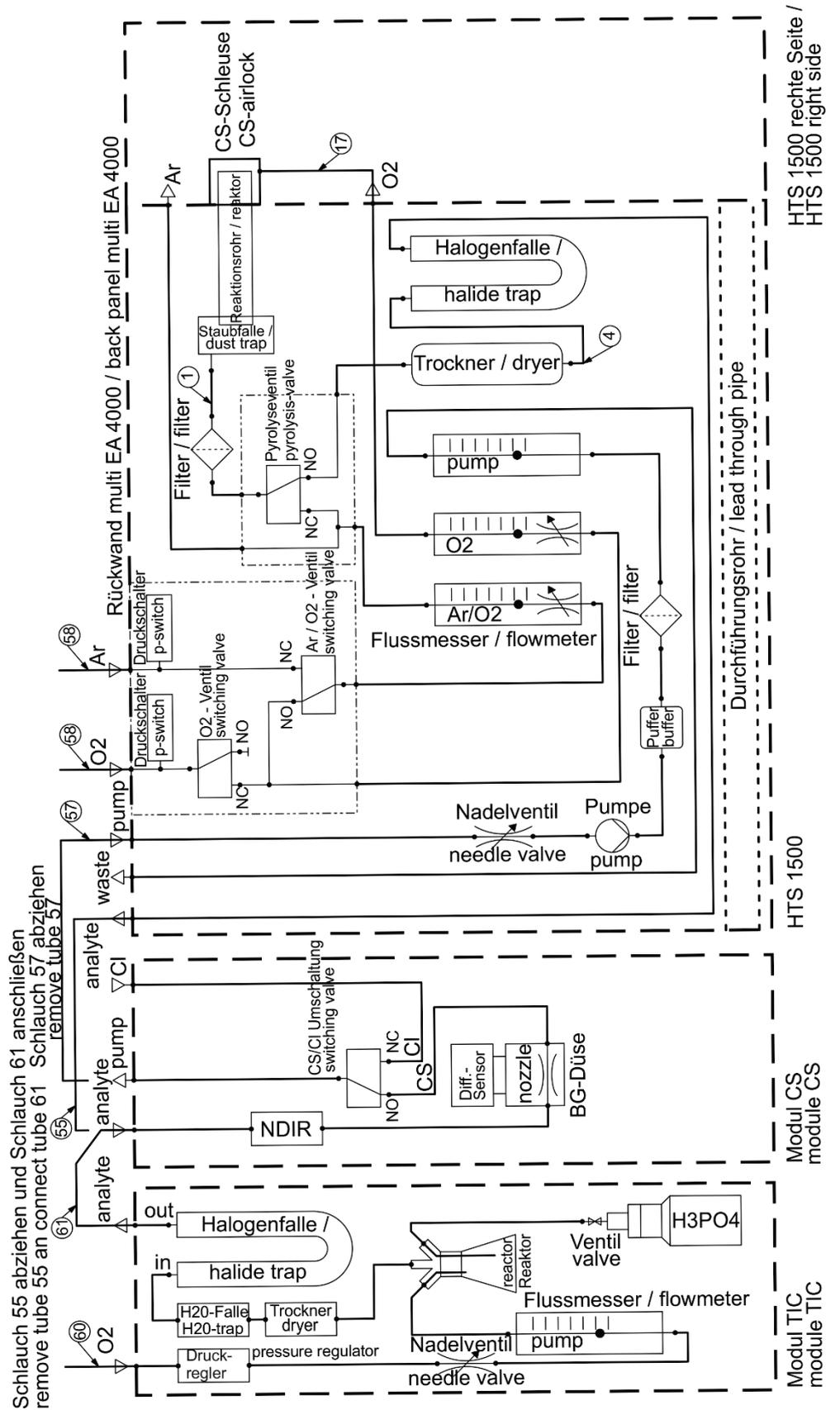


图 38 带手动 TIC 固体模块的 multi EA 4000

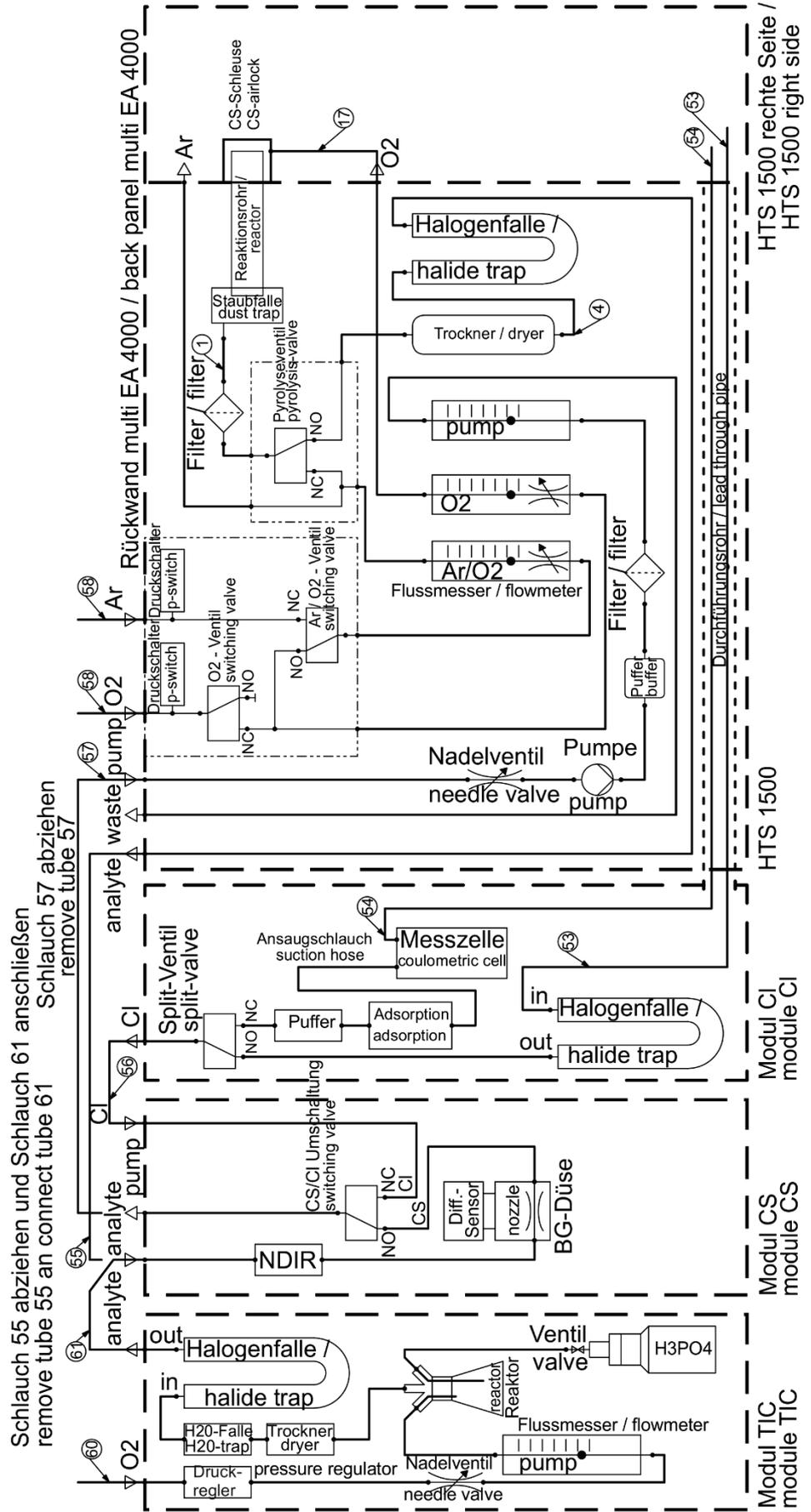


图 39 带手动 TIC 固体模块的 multi EA 4000 C/S CI

5.4 连接和使用自动进样器



小心

燃烧炉在高温下有导致烧伤的危险！在定位和对准自动进样器之前，让基本设备充分冷却！

在自动进样器操作期间，高温的舟和陶瓷钩有导致烧伤的危险！从炉中取出后，舟和钩会长时间保持高温。



小心

挤压危险！在激活、初始化、调整和测量操作中，自动进样器臂、夹具和舟传送带会移动。保持足够的距离，以免双手被挤压。



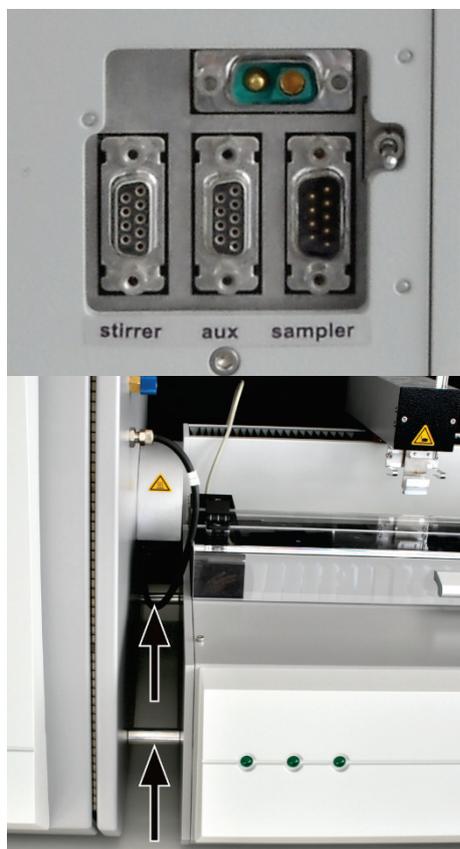
注意

仅在关闭电源状态下调整设备。否则，敏感的电子设备可能会损坏。

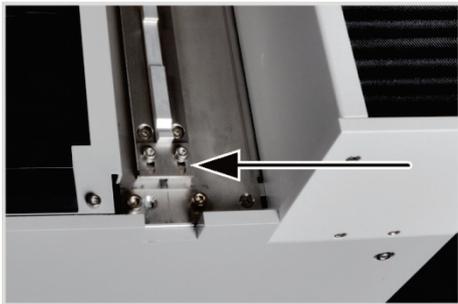
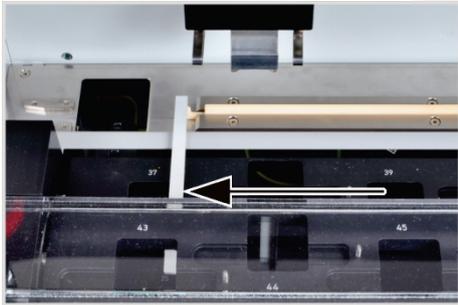
确保自动进样器与基本设备平行并与工作管保持水平！如果将样品舟与工作管成一定角度或高度不正确，则陶瓷钩可能会断裂或工作管发生损坏。

5.4.1 安装并调整自动进样器 FPG 48

按如下方式将进样器连接到分析仪：



1. 将自动进样器放在分析仪的右侧。
2. 将台面电源低压侧的电线插入自动进样器背面的接口。将电源线连接到插座。
3. 将提供的数据线连接到进样器背面的“进样器”接口。将数据线的另一端连接到带有控制单元（C/S 模块或 CI 模块）的模块背面的“进样器”接口。
4. 将舟传感器连接到进样器后部的“辅助”接口。
5. 将接地导体插入基本设备背面的接口。
6. 将自动进样器放置在与基本设备平行的位置。挂钩延伸部分必须位于气闸中心。
将自动进样器移到基本设备上，直到 FPG 48 碰到基本设备上的垫片。然后，FPG 48 和气闸之间保留 2 mm 的间隙，以补偿燃烧管的热膨胀。
7. 如有必要，使用可调节支脚校正自动进样器的高度。气闸开口的底部边缘必须与自动进样器放置表面的上边缘保持水平。



8. 将陶瓷钩放入自动进样器的导轨中。
9. 将滑杆放在挂钩上，直到销钉插入插槽。
10. 将舟放入进样装置（将舟的孔穿入挂钩），然后小心地将舟手动移入炉。确保挂钩没有被夹住或倾斜。如果不是，请更改自动进样器的位置。
11. 检查陶瓷挂钩的起始位置。挂钩必须与左侧舟位置的右边缘齐平（此处为位置 37）。
为此，靠着边缘放一条直的纸条或塑料条（例如尺子），然后将陶瓷挂钩的尖端与之对齐。
12. 如果出厂设置不正确，请松开导轨挡板上的螺钉。移动挡板，直到它碰到滑动杆的末端。用螺钉固定挡板。

注意！如果进样器电源已开启，请勿手动移动进样器杆。FPG 48 的驱动装置可能损坏。

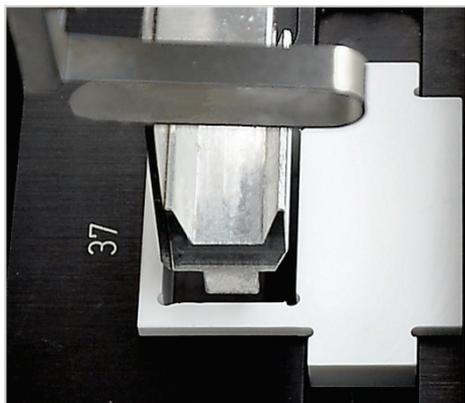
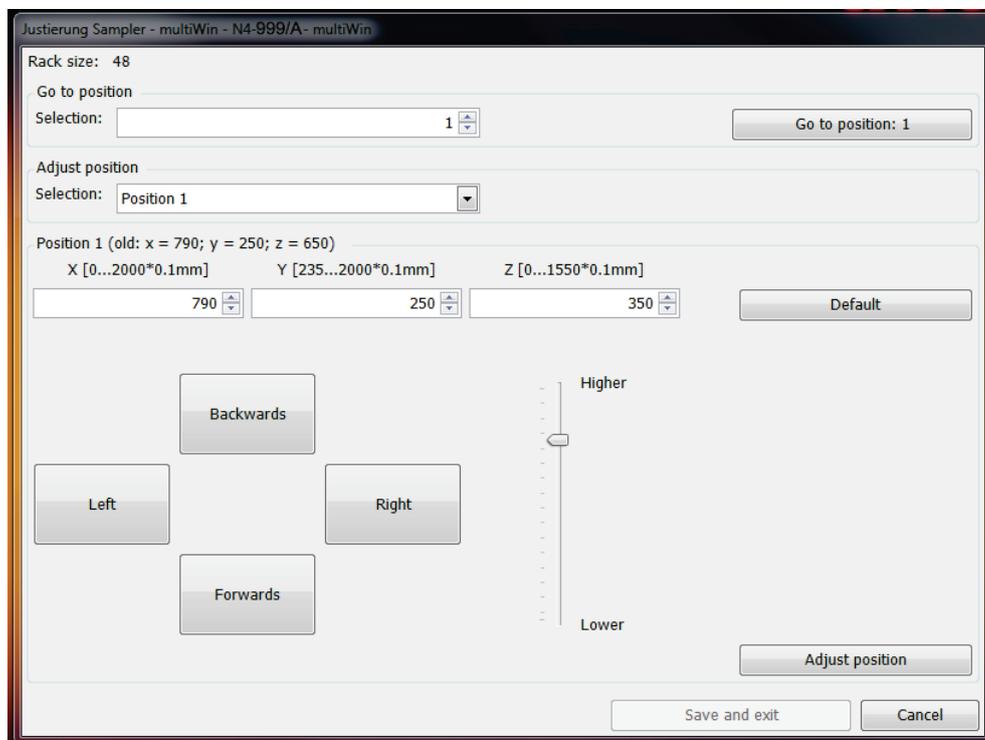
调整夹具

使用 multiWin 软件将夹具对准以下位置：

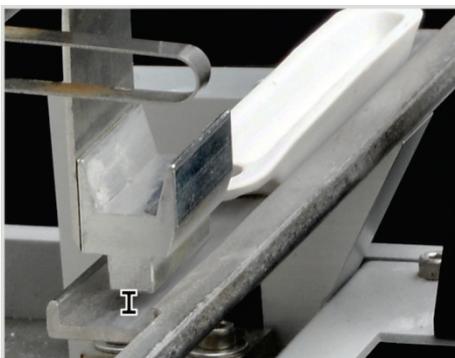
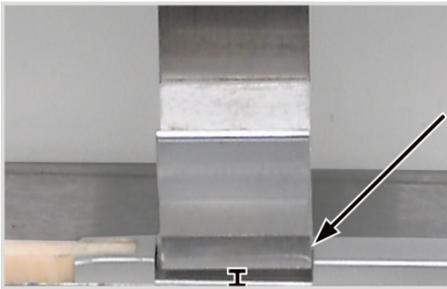
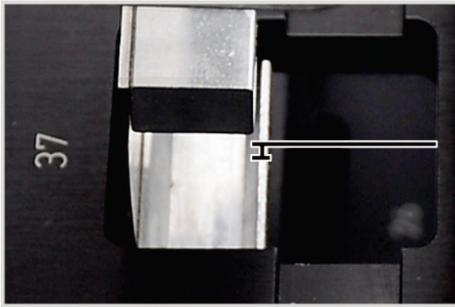
- 位置 1
- 滑动位置
- 弹射导轨（例如安装自动 TIC 固体模块后）

位置 1

1. 打开基本设备、带控制单元的检测器、自动 TIC 固体模块（如果适用）和 FPG 48 电源。启动 multiWin 软件并初始化分析仪。
2. 选择菜单命令 系统▶进样器调整。将打开同名窗口。



3. 将调整辅助装置置于架子上待调整的位置（此处为位置 37）。
4. 从列表中选择位置位置 1，然后点击[调整位置]。进样器杆在左侧舟位置上方移动。
5. 检查夹具是否位于调节辅助装置开口上方的中央，是否可以不受阻碍下进入开口。必要时使用箭头键更正 x 和 y 方向的对齐。
为进行粗调，选择 z 值为 350，对于微调，此数值为 450-550。这样可以防止自动进样器猛烈碰撞夹具。点击 [调整位置] 查看更改。
6. 调整夹具的下降深度。
再次点击 [调整位置]。当自动进样器返回其起始位置时，移除调节辅助装置。
7. 使用滑块升高/降低调整夹具的下降深度，然后点击 [调整位置] 设置新位置。



8. 重复此过程，直到夹具位于舟存放位置下方仅几毫米处。这样可以防止舟在被夹具抓住时移动。
9. 点击[保存并退出]。

滑动位置

滑动位置是陶瓷挂钩滑杆上的切口。进样器杆进入该切口并将挂钩移入炉。

1. 将陶瓷挂钩和滑杆靠在 FPG 48 的挡板上。
2. 在进样器调整窗口中，从清单中选择滑动位置，然后点击[调整位置]。

进样器杆在滑动位置上方移动。

3. 使用滑块升高/降低调整夹具的下降深度。使用按钮[左]/[右]和[向前]/[向后]调整切口中的位置。

必须将夹具调整到与切口齐平并居中。夹具必须悬停在切口上方约 1 毫米处。取样器臂不得对滑杆施加任何压力。

4. 点击[调整位置]以设置新位置。
5. 重复该过程，直到调整正确。最后点击[保存并退出]。

弹出轨道

仅当安装了舟存放装置时（例如在使用自动 TIC 固体模块时）

1. 在进样器调整窗口，从列表中选择弹出轨道，然后点击[调整位置]。

2. 使用滑块升高/降低调整夹具的下降深度。

夹具必须悬停在导轨上方约 1 毫米处，并且不得停在轨道上。

3. 将舟放在夹具旁边，检查舟在夹具下方是否无法滑动。
4. 点击[调整位置]以设置新位置。
5. 调整位置后，点击[保存并退出]。

5.4.2 安装舟传感器

舟传感器监视舟从进样器 FPG 48 到炉的转移。它检测到以下故障情况：

- 陶瓷舟破损
- 挂钩上没有陶瓷舟

如果出现其中一种故障情况，则立即取消测量。在 multiWin 软件中发出错误消息。

如果舟传感器尚未安装在自动进样器上，则可以按如下方式将其安装在自动进样器上：



1. 将舟用传感器从左滑到 FPG 48 的短导轨上。
2. 使用两个六角螺钉拧紧舟传感器。
3. 将舟传感器连接到 FPG 48 背面的“辅助”接口。

要在取消测量后恢复测量，请执行以下操作：

1. 确认软件中的错误消息。
2. 如有必要，将舟的损坏部分从炉和挂钩中取出。
3. 手动将陶瓷挂钩滑到挡板处。
4. 重新初始化设备。

5.4.3 改装带有舟存放装置的进样器 FPG 48

为使用自动 TIC 固体模块进行测量，必须转换进样器。必须改造以下组件：

- 舟存放装置（带弹出轨道的块，用于存放用过的舟）
- 带长滑杆的陶瓷挂钩
- 陶瓷挂钩和滑杆的盖子

通过舟存放装置，进样器可以将用酸浸湿的用过的舟丢弃在废物容器中。建议使用舟存放装置，以防止在送回用过的舟时，溅出的酸对舟传送带造成不必要的损坏。

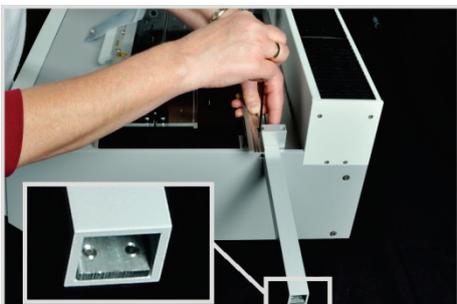
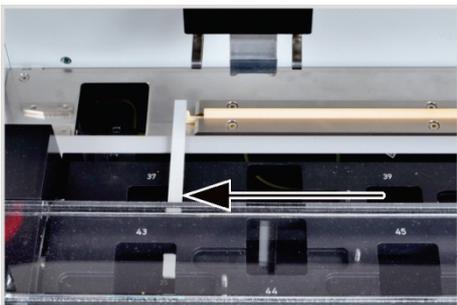
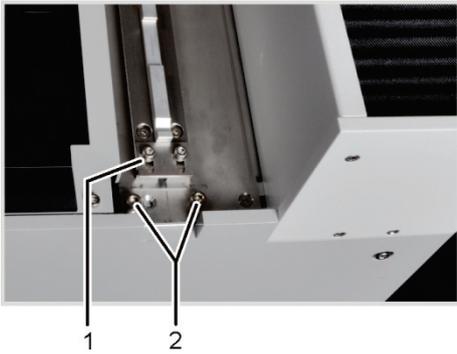
在 TOC 测定期间，需要使用陶瓷挂钩的长滑杆，使舟能够穿过 TIC 反应器移动到基本设备的炉。盖子伸出右侧的进样器外。它可以防止滑杆或陶瓷挂钩在返回过程中损坏。

这三个组件也可以单独订购。



- 1 舟存放装置
- 2 带垫圈的六角凹槽螺钉
- 3 滑杆盖

图 40 改装 FPG 48 以使用舟存放装置的套件



1. 松开导轨 (1) 挡板上的螺钉。
2. 取下两颗六角凹槽螺钉 (2)。
3. 使用提供的螺丝将舟存放装置宽松地拧到 FPG 48 上。
4. 将挂钩盖滑到方块下方。
5. 将陶瓷钩放入自动进样器的导轨中。
6. 将长滑杆放在挂钩上，直到销钉插入插槽。
7. 在起始位置调整陶瓷挂钩。挂钩尖端必须与左侧舟位置的右边缘齐平（此处为位置 37）。
靠着边缘放一条直的纸条或塑料条（例如尺子），然后将陶瓷挂钩与之对齐。
8. 移动护盖，直到滑杆的后端接触护盖末端的挡板。
（有关挡板，请参见图片部分）
9. 用手拧紧方块上的六角凹槽螺钉，从而将盖子夹在调整好的位置。
拧紧螺钉时，将舟存放装置与导轨平行对齐。

10. 启动 multiWin 软件并以管理员身份登录。
11. 选择菜单命令 设备▶设备一编辑。
将打开同名窗口。
12. 在配件模块区域勾选弹出导轨。
13. 调整夹具相对于弹出导轨的位置
（→见“安装并调整自动进样器 FPG 48”章节第 57 页）。

5.4.4 使用 FPG 48 进样器时取消测量



注意

手动测量中断或由于设备故障而导致测量中断后，将陶瓷挂钩手动移动到限位挡块，然后再恢复测量过程。

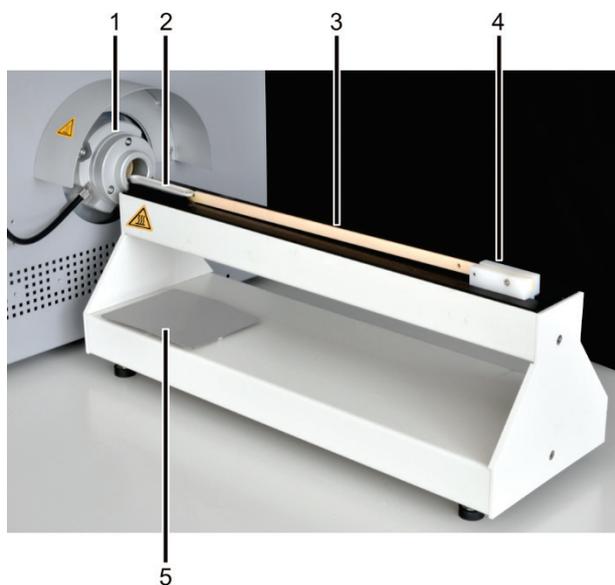
5.4.5 使用手动进样



小心

燃烧炉在高温下有导致烧伤的危险！在手动进样之前，让基本设备充分冷却！

在进样操作过程中，高温的舟和陶瓷挂钩有导致烧伤的危险！从炉中取出后，舟和钩会长时间保持高温。



- 1 气闸
- 2 陶瓷舟
- 3 陶瓷挂钩

- 4 手柄
- 5 存储区域

1. 将手动进样装置放在气闸的前面。对齐进样装置，直到陶瓷舟正好从中心移动进入气闸中。
进样装置和气闸之间的距离应约为 2 毫米。
2. 将舟的孔挂在进样装置的钩子上，然后小心地将舟手动移入炉体。

小心！只能触碰挂钩的手柄。炉体有导致烧伤的危险。
如果舟被卡住，请校正进样的位置。
3. 用钳子手动将热舟从挂钩上取下，然后将其放在存放区冷却。

5.5 连接和使用外部量秤

使用外部量秤时，样品质量可以直接传输到序列表中。

1. 将量秤连接到 C/S 模块或 CI 模块的“量秤”接口。
2. 将量秤连接到电源并打开电源。
3. 将波特率设置为 9600。
4. 如需了解更多配置，请参阅量秤文档。

如需传输样品重量，请按以下步骤操作：

5. 在输入分析序列之前开始测量。
6. 在序列表中，点击样本的重量字段。
7. 在舟上称量样品。
8. 按下[确定]传输来自量秤的数值。
 - ✓ 重量显示在输入字段中。
9. 对每个序列行重复步骤 (2)-(4)。

6 操作

6.1 激活/预热阶段/设置



小心

自动进样器 FPG 48 的挤压风险！在激活和初始化过程中，自动进样器杆、夹具和舟旋转传送带会移动。保持足够的距离，以免双手被挤伤。



注意

如果存放和安装环境之间的温差很大，请等待 multi EA 4000 适应环境温度后再进行连接，以防止冷凝水损坏设备。

在打开电源之前，请检查以下各项：

- 氧气和氩气（用于氯的测定或单质碳的测定）与入口相连，压力为 200-400 千帕（29-58 psi）。
- 在炉里插入燃烧管。
- 气体软管连接到气闸或 TIC 反应器。
- 已连接分析模块。
- 已定位和调整手动进样器或自动进样器。
- 已连接电脑并安装了 multiWin 软件。

开机顺序

1. 在减压器处打开气流（入口压力 200-400 千帕或 29-58 psi）。
2. 打开电脑电源。
3. 打开进样器 FPG 48（可选）。
 - ✓ 进样器 FPG 48 初始化。
4. 通过设备背面的电源开关和正面（门后）的 On/Off 开关打开基本设备 multi EA 4000 电源。
5. 打开分析模块电源。
 - ✓ 设备启动。基本设备和模块前面板的状态指示灯亮起。
6. 启动 multiWin 程序。
7. 以用户身份登录。

输入 ADMIN 作为用户名和密码。此用户是在初始程序安装期间安装的，具有管理员权限。
8. 点击[初始化分析仪]按钮。
 - ✓ 成功登录后，将对所有连接和已开启的组件进行初始化和自动检测。

预热和准备阶段

成功登录后，开始自动初始化和检查组件。当前值显示在状态窗口中：

- 测量气流量：在抽吸泵（100 ± 10 升/小时）激活后出现。
- 基本设备中的抽吸泵：在达到目标温度之前，泵开启 50 K。

- 炉温度：根据目标温度设定，加热持续时间约为 30-60 分钟。
- NDIR 检测器（仅限 C、S 或 C/S 测定）：C/S 模块在激活后需要大约 15 分钟的准备时间。
- 库仑计（仅限氯离子测定）：准备时间约 10 分钟

在此期间，在状态窗口中，尚未准备就绪的组件显示为红色。

6.2 C/S 测量

6.2.1 准备 multi EA 4000 和 C/S 模块



警告

电气短路的风险！在燃烧炉 HTS1500 中，尽管电压很低（最大 14 伏），但仍会产生非常高的电流。燃烧管是带电部件盖板的一部分。

只有在插入燃烧管的情况下才能打开分析仪电源！在对燃烧管或燃烧炉进行转换和维护时，务必通过设备背面的开关关闭分析仪电源。



小心

燃烧炉在高温下有导致烧伤的危险！在转换之前，让基本设备充分冷却！

用于 C/S 测量的气闸由基本元件和压力环组成。在气闸中，基本元件和压力环之间仍留有圆形间隙，以使氧气能够进入燃烧管。基本元件还用于使用自动 TIC 固体模块进行测量。

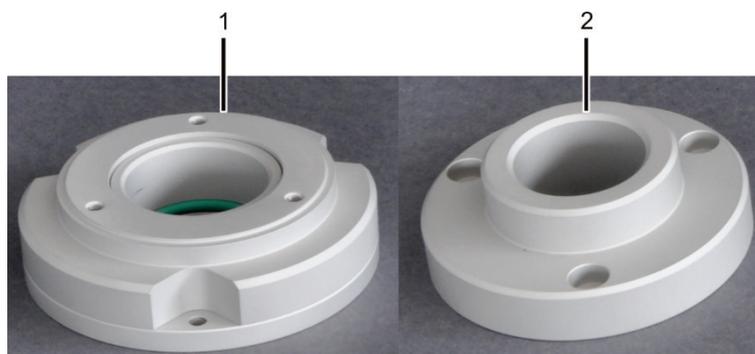


图 41 用于 C/S 测量的气体闸门

1 基本元件

2 压力环

对于 C/S 测量，使用陶瓷燃烧管。它的两端都经过倒角处理，呈对称状。燃烧管被推入气闸和倒角端的集尘器。

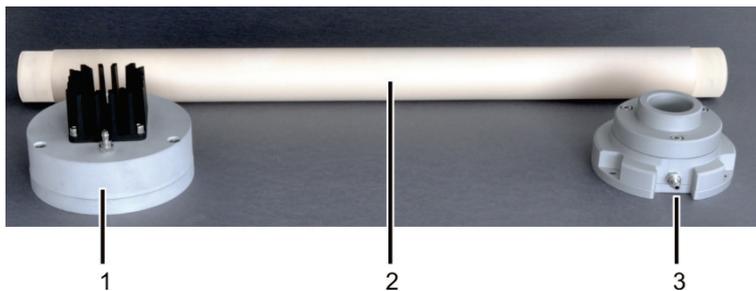


图 42 带集尘器和气闸的陶瓷管

- 1 带散热片的集尘器
2 带倒角的陶瓷管

- 3 气体接口的气闸

根据“确定 multi EA 4000 C/S 的位置”章节第 44 页的要求，检查电气连接和软管连接。



1. 组装气闸。确保正确安装密封圈（见箭头）。

使用 3 颗六角凹螺钉将基本元件和压力环拧在一起。依次均匀地拧紧螺钉。

2. 对于碳测定：用石英棉填充约 2.5 厘米厚的陶瓷管的一端。将石英棉推入陶瓷管约 2-4 厘米深的位置。

注意！不要将石英棉入陶瓷管太深，因为羊毛在高温下会结块。

陶瓷管的填充端稍后指向集尘器。



3. 将陶瓷管推入气闸直到停止。

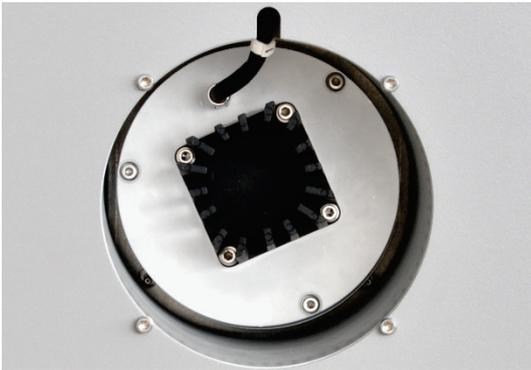




4. 将带有气闸的陶瓷管插入右侧的 multi EA 4000。如果陶瓷管卡住，请稍微旋转陶瓷管，无需施加压力，再推一推陶瓷管。
5. 用 3 个六角螺钉将气闸拧紧在基本设备上。气体接口必须指向基本设备的正面。



6. 将氧气软管（17 号软管）连接到气闸上。
为此，请将软管推到气体接口上，然后用活接螺母将其固定。



7. 从基本设备左侧的开口处拔下集尘器防触摸装置（见下图）。
8. 将集尘器放在陶瓷管上。将集尘器与气体接口朝上对齐。

通过旋转将集尘器朝向管道轴滑动到管道上，然后稍微推动，直到集尘器在管道挡片处停止滑动。

9. 为此，请将测量气体软管（1 号软管）推到气体接头上，并用活接螺母将其固定。



10. 更换集尘器防触摸装置。

如果已经安装了气闸，也可以通过集尘器的开口将陶瓷管从左侧插入基本设备中。

- 为便于操作，请先将集尘器放在陶瓷管上。
- 将带集尘器的燃烧管从左侧插入炉体。将管子向上插入气闸的密封处。

检查卤化物捕集器和干燥管

- 确保干燥管中填充了高氯酸镁，并且干燥管的下半部分有石英棉。
- 为了测定碳，在气路中安装填充了铜棉和黄铜棉的卤化物捕集器。
- 为了测定 S，请拆下卤化物捕集器，改为连接一根空的 U 形管。

卤化物捕集器会与部分硫结合。因此，为测定 C/S，必须考虑使用卤化物捕集器。在硫浓度较低的情况下，建议不要使用卤化物捕集器。浓度较高时，应将卤化物捕集器安装在气路中。

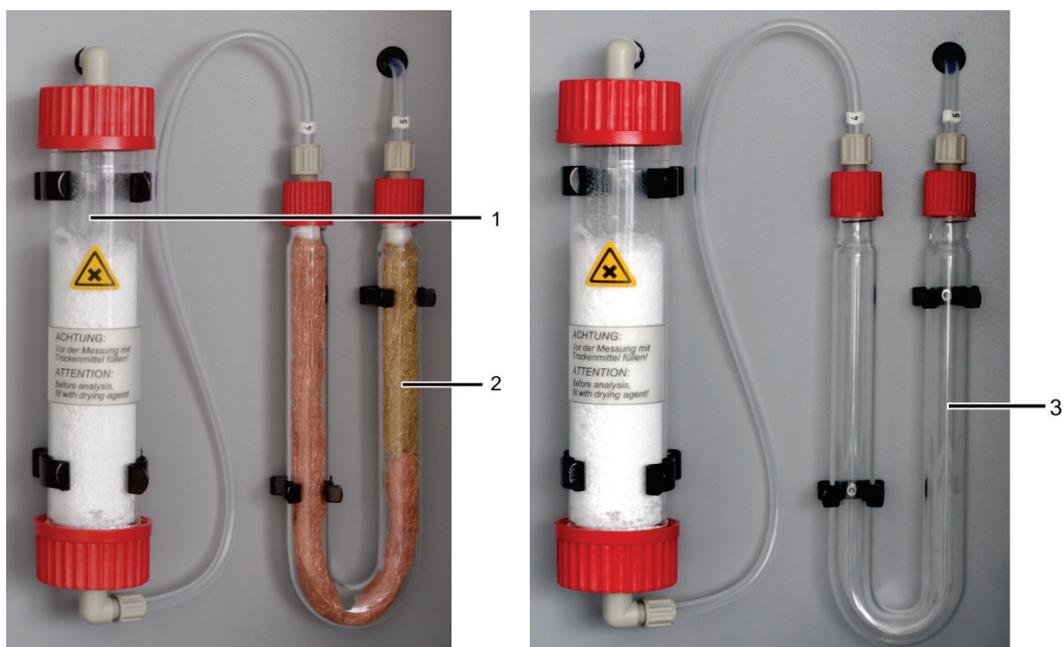


图 43 检查卤化物捕集器和干燥管

- | | |
|---|-------------------------|
| <p>1 含有高氯酸镁的干燥管</p> <p>2 带有铜棉和黄铜棉的卤化物捕集器
用于测定 C</p> | <p>3 用于测定 S 的空 U 形管</p> |
|---|-------------------------|

6.2.2 执行 C/S 测量



小心

在进样器操作和手动进样过程中，热舟和陶瓷挂钩有导致烧伤的危险！从炉体中拿出后，舟和挂钩会长时间保持高温。



小心

自动进样器有导致挤伤的危险！在激活、初始化和测量操作期间，自动进样器杆、夹具和舟传送带会移动。保持足够的距离，以免双手被挤伤。

当填充自动进样器时：只有在舟传送带不再移动时才打开盖子。

1. 打开基本设备 **multi EA 4000**、**C/S 模块**以及 **FPG 48**（如果适用）。确保同时打开背面的电源开关和前面的 **On/Off** 开关以接通基本设备的电源。

✓ 设备正面的状态指示灯亮起。

如果集成了自动 **TIC** 固体模块，也将其开启。然后需要考虑中间 **TIC** 反应器导致的舟的输送路径延长。

不要切换任何存在的 **CI** 模块。

2. 启动 **multiWin** 程序。
3. 在各种分析器模块之间切换。为此，请先激活传感器：
 - 选择菜单命令 **设备—编辑**。
 - 启用待分析的元素。
 - 如果同时启用了碳/硫和氯，请单击燃烧管燃烧管列表中的陶瓷管 (**CS**)。
 - 由于状态启用了选项固体。
4. 单击[初始化分析仪]初始化系统。
5. 加载方法（菜单项 **方法▶方法—激活**）或创建新方法（菜单项 **方法▶方法—新建**）。

可以为 **C/S** 测量选择以下参数：

- **TC**（仅测定总碳含量）
- **TS**（仅测定总硫含量）
- **TC+TS**（同时测定总碳含量和总硫含量）

6. 准备时间过后，在基本设备前面的流量调节器处设置以下气体流量（图 2 中的 1-3，第 16 页）：

泵	O ₂	Ar/O ₂
设置进气流量，直至状态分析仪窗口中显示 标称值 = 100 ± 10，对应 约 1.7 升/分钟	2.3-2 升/分钟	-

分析系统现在可以开始稳定。

如果进气流量有很大差异或后面发生变化，请在 **multi EA 4000** 的“泵”阀处重新调整进气流量。

7. 称量陶瓷舟上的样品。
8. 点击[开始测量]。
9. 创建或选择用于存储测量数据的分析组。
10. 创建分析序列。

- 使用  将所需的样本数量添加到样本表中。
- 输入以下数据：

列	描述
进样位置	仅用于使用自动进样器进行测量。样品在样品架上的位置 样品架只能用升序位置编号填充。但是，无需连续。
名称	样本 ID

列	描述
	使用  可以自动创建样本 ID。
分析类型	选择分析类型（样本、日系数测定、校准测量、AQA 测量或检测舟空白）
标称值	校准标准或 AQS 标准的目标浓度
操作对象	输入样品重量

- 填充自动进样器。使用  和  按钮将样品架移动到所需位置。
- 点击序列行中的  将其释放以进行分析。点击  可以释放所有序列行。
- ✓ 释放用于分析的序列行填充为绿色。

11. 点击[开始测量]开始测量。

对于使用手动进样的测量，在每次测量开始之前会显示一个输入窗口，以输入样品重量。

- ✓ 分析仪开始处理分析序列。测量 — 分析 窗口打开。

在长时间测量中断期间，可以在 multiWin 程序中停用氧气供应以节省氧气。但在开始测量之前，必须及时（约 10 分钟）重新启动氧气供应。

6.3 热解后碳的测定

6.3.1 准备 multi EA 4000 和 C/S 模块



小心

通过热解，挥发性碳化合物会从 multi EA 4000 中逸出。在炉体入口附近连接取样管，确保抽出热解气体。

1. 根据“确定 multi EA 4000 C/S 的位置”章节第 44 页，检查电气连接和软管连接。特别要检查 multi EA 4000 处的氩气连接。
2. 在 multi EA 4000 的右侧安装取样管以去除热解气体。
3. 按照“准备 multi EA 4000 和 C/S 模块”章节第 66 页中的描述准备分析仪：
 - 将带有气闸和集尘器的陶瓷管安装在燃烧炉中。
 - 确保干燥管已填满，卤化物捕集器中的铜棉和黄铜棉没有变色。
4. 放置进样器 FPG 48（→见“连接和使用自动进样器”章节第 57 页）。

6.3.2 热解后测定碳



小心

在进样器操作和手动进样过程中，热舟和陶瓷挂钩有导致烧伤的危险！从炉体中拿出后，舟和挂钩会长时间保持高温。



小心

自动进样器有导致挤伤的危险！在激活、初始化和测量操作期间，自动进样器杆、夹具和舟传送带会移动。保持足够的距离，以免双手被挤伤。

当填充自动进样器时：只有在舟传送带不再移动时才打开盖子。



注意

有导致炉体损坏的危险！禁止在炉体温度低于 1000 ° C 的情况下持续工作。尽可能限制热解测量的运行周期（T = 850 ° C）。

1. 打开基本设备 multi EA 4000、C/S 模块以及 FPG 48（如果适用）。确保同时打开背面的电源开关和前面的 On/Off 开关以接通基本设备的电源。

✓ 设备正面的状态指示灯亮起。

不要切换任何存在的 CI 模块。如果有，从后面的电源开关打开自动 TIC 固体模块。

2. 启动 multiWin 程序。
3. 在各种分析器模块之间切换。为此，请先激活传感器：
 - 选择菜单命令设备—编辑▶。
4. 启用待分析的元素。
 - 如果同时启用了碳/硫和氯，请单击燃烧管燃烧管列表中的陶瓷管 CS。
 - 由于状态启用了选项固体。
5. 单击[初始化分析仪]初始化系统。
6. 加载方法（菜单项 方法▶方法—激活）或创建新方法（菜单项方法▶方法—新建）。
 - 选择“EC/TC”参数在热解后测定碳。
 - 此方法配置的推荐参数（选项卡 过程）：

炉体温度	850 ° C
EC 吹扫时间	300 秒

7. 准备时间过后，设置以下气体流量：

泵	O ₂
设置进气流量，直至状态分析仪窗口中显示 标称值 = 100 ± 10，对应约 1.7 升/分钟	2.3-2 升/分钟

分析系统现在可以开始稳定。

如果进气流量有很大差异或后面发生变化，请在 multi EA 4000 的“泵”阀处重新调整进气流量。

8. 分别称量到两个陶瓷舟上的样品。
9. 点击[开始测量]开始测量。
10. 创建或选择用于存储测量数据的分析组。
11. 创建分析序列。
 - 使用  将所需的样本数量添加到样本表中。每次测量必须提供两个舟并按顺序处理。
 - 输入以下数据：

列	描述
进样位置	样品在样品架上或分析序列中的位置，以便使用手动进样进行测量。样品架只能用升序位置编号填充。但是，无需连续。
名称	样本 ID 使用  可以自动创建样本 ID。
分析类型	选择分析类型（样本、日系数测定、校准测量、AOA 测量或检测舟空白）
标称值	校准标准或 AQS 标准的目标浓度
操作对象	输入样品重量

- 填充自动进样器。使用  和  按钮将样品架移动到所需位置。
- 点击序列行中的  将其释放以进行分析。点击  按钮可以释放所有序列行。
- ✓ 释放用于分析的序列行填充为绿色。

12. 点击[开始测量]。

对于使用手动进样进行测量，在每次测量开始之前会再显示一个输入窗口，以输入样品重量。

- ✓ 分析仪开始处理分析序列。测量—分析 窗口打开。
- 在舟 1 的样品中，测定了单质碳 (EC)。在测量舟 1 之前，进气泵会自动停用，然后从氧气切换到氩气。现在将 Ar/O₂ 转子流量计的氩气流量设置为 2.3—2.5 升/分钟。此流量配置保留用于后续的热解测量。
- 等候阶段结束后舟 1 中的样品首先在氩气流中热解（用氩气冲洗燃烧管）。在此过程中，碳化合物的挥发性部分在选定温度下逸出。理想情况下以及/或经过适当的预处理后，单质碳 (EC) 会残留在样品舟中。
- 热解后，更换为氧气，进气泵再次启动。已热解样品中剩余碳 (EC) 的份额可通过氧气流中的燃烧测定。
- 舟 2 中的样品被转移到氧气流中以测定总碳含量 (TC)。
- 从获得的两种测量值 (TC 和 EC) 的差值可以得出可降解碳或活性碳的量。

在长时间测量中断期间，可以在 multiWin 程序中停用气体供应以节省氧气。但在开始测量之前，必须及时（约 10 分钟）重新启动氧气供应。

6.4 CI 测定

6.4.1 准备用于测定 CI 的 multi EA 4000



警告

电气短路的风险！在燃烧炉 HTS1500 中，尽管电压很低（最大 14 伏），但仍会产生非常高的电流。燃烧管是带电部件盖板的一部分。

只有在插入燃烧管的情况下才能打开分析仪电源！在对燃烧管或燃烧炉进行转换和维护时，务必通过设备背面的开关关闭分析仪电源。



小心

燃烧炉在高温下有导致烧伤的危险！在转换之前，让基本设备充分冷却！



注意

加热燃烧炉时，碱性盐（手部出汗）会导致石英玻璃结晶，从而缩短燃烧管的使用寿命。

尽可能不要用手触摸燃烧管。戴上防护手套将锁安装在燃烧管上。如有必要，在将燃烧管安装到燃烧炉之前，用乙醇对其外部进行清洁。

为测量 CI，使用连接气闸的石英管。石英管上没有安装集尘器。

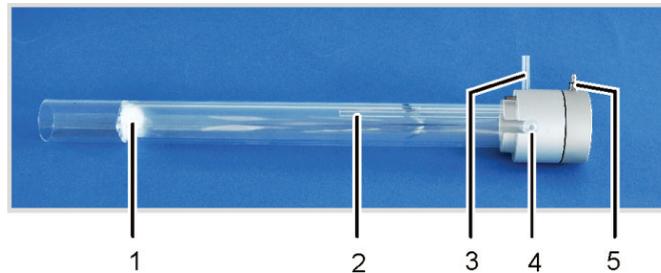


图 44 带气闸的石英燃烧管

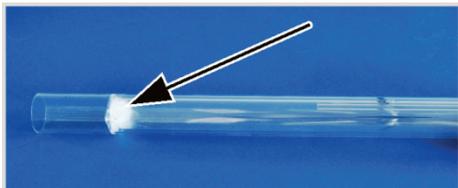
- | | |
|-----------|---------------|
| 1 石英棉塞 | 4 带有舟接头的测量气出口 |
| 2 供氧旁路 | 5 气闸的氩气供应 |
| 3 氧气接口适配器 | |

石英管可以通过插接头元件连接到 multi EA 4000。



图 45 用于 CI 测量的插接头元件

根据“确定 multi EA 4000 CI 位置”或“确定 multi EA 4000 C/S CI 的位置”第 46 页，检查电气连接和软管连接。



1. 在石英管中填充大约 2.5 厘米的石英棉，然后将棉塞推入管的末端。

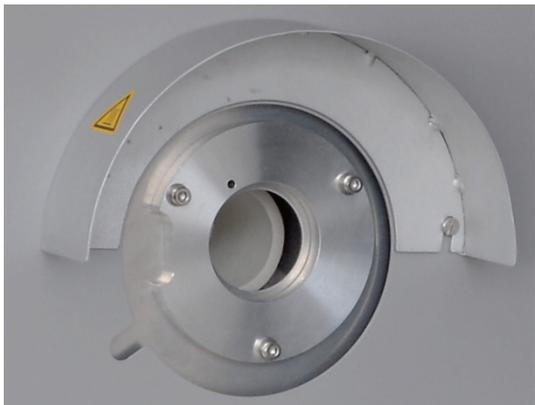
2. 将密封环放入气闸的压力环中。

3. 将石英管推入压力环，直到气体出口到达压力环的槽中。

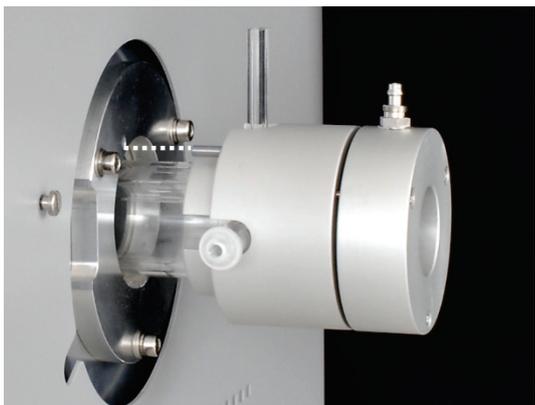
4. 用三个相应的六角凹槽螺钉固定气闸的配套部件。依次均匀地拧紧螺钉。

拧紧螺钉时，请确保石英管位于气闸的中心。

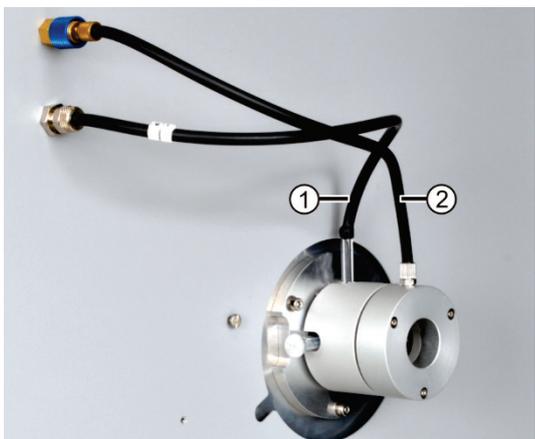
✓ 如果压力环和配套件之间的间隙均匀约为 1 毫米，则气闸的组装正确。



5. 用三颗六角螺钉将插接头元件安装在基本设备的右侧。确保导向孔位于基本设备插槽上方，凹槽指向正面。
6. 拆下隔热罩。为此，请用螺丝刀松开 2 颗开槽螺钉。



7. 将带气阀的石英管向上滑动到挡块处，进入燃烧炉。在此过程中，将导向销插入导向孔（参见虚线）。



- 1 氧气接口
- 2 氩气接口

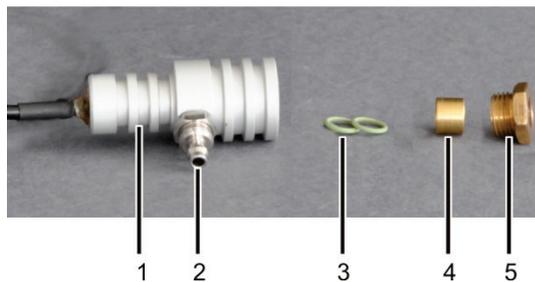
当未使用火焰传感器时：

8. 将氧气供应软管（17 号软管）推到燃烧管（1）的玻璃管上。
9. 将氩气供应软管连接到气阀（2）。

注意！软管不得打结或扭曲。

- ✓ 石英管插入 multi EA 4000 中。

连接火焰传感器（可选）



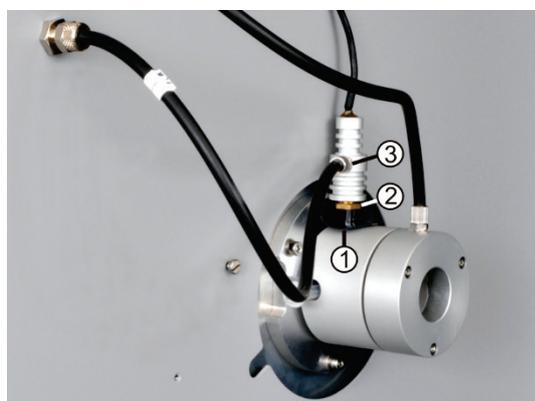
- | | |
|--------|---------|
| 1 传感器头 | 4 黄铜套管 |
| 2 氧气接口 | 5 滚花头螺钉 |
| 3 密封圈 | |

1. 组装火焰传感器：

连续将 2 个密封圈 (3) 和黄铜套管 (4) 插入传感器头 (1)。

仅将铝质滚花头螺钉 (5) 轻轻拧到传感器头上。

备注：火焰传感器附带第三个密封件作为替代。



2. 将黑色孔径盘 (1) 推到石英管的气体接头上。
3. 将氧气供应软管 (17 号软管) 连接到气体接头 (3)。
4. 将火焰传感器推到气体接头上，然后用黄铜螺钉 (2) 连接。用手拧紧螺钉。
5. 将火焰传感器的线缆连接到 C/S 模块 (或 CI 模块) 背面的“阀门”接口。

连接硫酸容器。

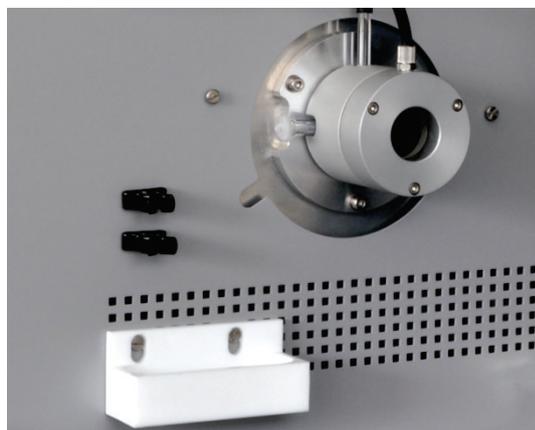


警告

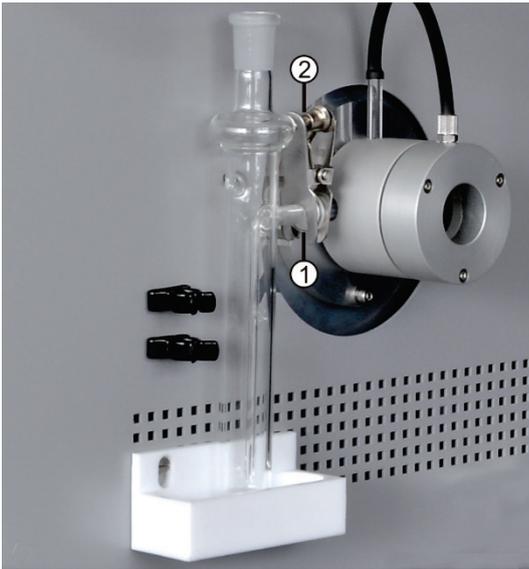
在硫酸容器中用作干燥剂的浓硫酸会导致严重烧伤！

更换硫酸时要穿上合适的防护服！遵守安全数据表中的所有规格！装填硫酸时要格外小心！

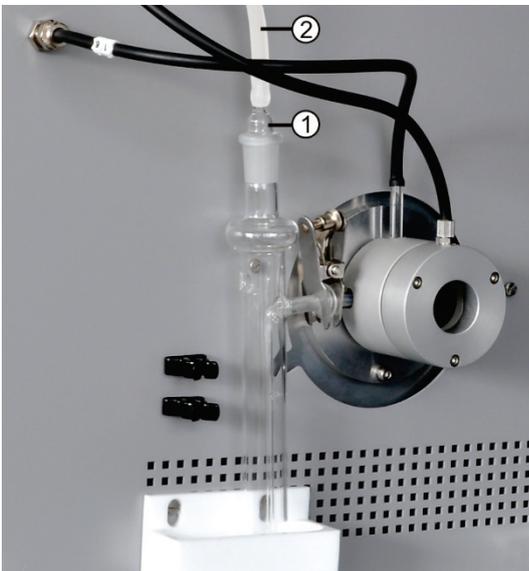
根据不同测量方法，使用带有或没有分流出口的硫酸容器。



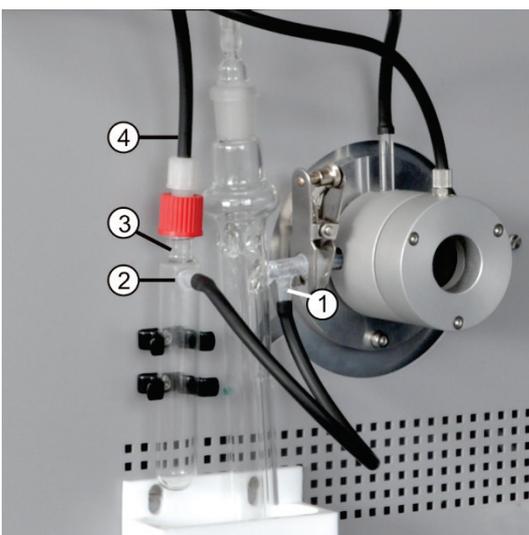
1. 如果适用，将 PTFE 托盘和安全容器的 2 个夹钳拧到基本设备上。



2. 在硫酸容器中装满 12-15 毫升的硫酸。
3. 将装满的硫酸容器放在聚四氟乙烯托盘上方。
4. 使用球形接头连接(1)将燃烧管的气体出口连接到硫酸容器的入口。
5. 使用叉形夹具 (2) 固定球形接头连接。用手拧紧滚花头螺钉即可。



6. 将测量气软管 (2, 透明) 推到气体吸盘的软管接头上。
7. 用气体吸盘 (1) 密封硫酸容器。



仅限带分流出口的硫酸容器：

8. 通过一根短的软管将硫酸容器 (1) 的分流出口连接到安全容器 (2) 的横向接头。
9. 将安全容器压入 2 个夹子中。
10. 将黑色旁路软管 (4) 连接到安全容器 (3) 的顶部。

对于没有分流出口的硫酸容器，旁路软管保持未连接状态。

1 分流出口
2 连接适配器

3 安全容器
4 排水软管



11. 将测量气体软管（透明）和旁路软管（黑色）穿过 multi EA 4000 中的通道。如有必要，用镊子将软管从通道的另一端拉出。

将软管穿过 CI 模块左侧的开口。



仅限带分流出口的硫酸容器：

12. 在 CI 模块中，将旁路软管连接到装有铜棉的卤化物捕集器的气体入口分支。

随后将测量气软管连接到组合电极（→见“准备测量池”章节第 81 页）。

6.4.2 制备电解质溶液



警告

用于制备电解质溶液的 99% 醋酸和硝酸以及百里酚会导致严重的化学烧伤！
制备电解质溶液时，请穿上合适的防护服！遵守安全数据表中的所有规格！

所需试剂：

- 200 毫升醋酸 c = 99%
- 4 毫升浓硝酸
- 4 克明胶
- 1.0 克百里酚
- 0.3 克百里酚蓝
- 500 毫升甲醇

按如下方式制备电解质溶液：

1. 解决方案 A:

将 500 毫升的超纯水装入 1000 毫升的容量瓶中，加入 4 毫升 HNO_3 （连续），小心地加入 200 毫升酸，然后填充超纯水达到标记位置。

2. 解决方案 B1:

在烧杯中混合 4 克明胶和 400 毫升超纯水，使其溶胀 3 小时，然后在加热至 35—45 ° C 的同时溶解。

3. 解决方案 B2:

在 500 毫升甲醇的烧杯中溶解 1.0 克百里酚和 0.3 克百里酚蓝。

4. 解决方案 B:

将溶液 B1 冷却至 (18—22) ° C 后，将其缓慢加入溶液 B2 中，同时搅拌、过滤、转移到 1000 毫升容量瓶中，然后装满超纯水直至标记。

5. 解决方案 C — 成品电解质:

向 100 毫升的量筒中移入 8 毫升溶液 B，然后加入溶液 A 至 100 毫升，或者向 500 毫升的量筒中移入 40 毫升溶液 B，然后加入溶液 A 至 500 毫升。

电解质溶液的存储和耐久性

- 当在 4 ± 3 ° C 的温度下储存在密封良好的瓶中时，溶液 A 和 B 可以保存大约 6 个月。
- 如果将成品电解质溶液（溶液 C）保存在密封良好的玻璃容器中，在 20-25 ° C 条件下可保存大约 30 天。

6.4.3 准备测量池



注意

如果复合电极上的电解质变干，则会损坏电极。在短暂中断运行期间（例如过夜），可将电极存放在电解质溶液中。

首次使用前，将电极在电解质溶液中放置 1-2 小时。此后才能获得可重现的值。在打开 CI 模块之前，必须将已装填的测量池和电极连接到设备。

1. 将电解质填充到测量池基本元件中（有关电解质的制备，请参见“制备电解质溶液”章节第 79 页）：
 - “敏感”池：约 20 毫升
 - “高浓度”池：约 120 毫升
2. 在测量池的底面上放置一根磁性搅拌棒。
3. 用 3 个滚花头螺钉固定测量池盖。
4. 将测量池放入 CI 模块的支架中。确保测量池的销钉指向正面并与支架的导槽接合。



- 1 组合电极的接头
- 2 组合电极上的测量气接头
- 3 带连接排气软管的吸盘
- 4 测量池接口
- 5 吸附管，填充有活性炭

5. 将组合电极和带有抽出软管的软管吸盘插入所提供的测量池盖的开口中。
6. 将组合电极和测量池连接到 CI 模块背面的接口处。
7. 将测量气软管（透明）推到组合电极的末端，约 1 厘米位置。

注意！如果将软管推到电极上太远，它会卡住。拔下软管时，电极可能会断裂。

8. 打开 multi EA 4000 及其设备组件电源（→见“进行 CI 测量”章节第 82 页）。

9. 执行终点滴定程序（→见“终点滴定程序”章节第 82 页）。

✓ 终点滴定程序完成后，系统就可以进行测量了。

10. 如有必要，使用直接法测试测量池

6.4.4 终点滴定程序

每次改变电解质后，都必须进行终点滴定程序。库仑法测量池的工作点在 1500-5000 次之间。

1. 通过菜单项系统▶终点滴定程序启动终点滴定程序。
2. 用抽水软管将吸盘从测量池的盖子中拉出。提示后，计量 HCl 溶液直接加入测量池：
 - “敏感”池：200 微升的 0.01 摩尔盐酸溶液
 - “高浓度”池：200 微升的 0.1 摩尔盐酸溶液
3. 测量后，点击[确定]立即启动终点滴定程序。

在处理过程中，状态分析器窗口中会显示终点滴定程序状态。终点滴定程序结束后，状态分析器窗口显示待命滴定和当前指示值。

✓ 系统已准备好进行测量。

在 CL-AMP 选项卡的菜单项系统▶组件测试中，显示为组合电极确定的工作点。



注意

为保护组合电极免受磨损，请注意以下几点：

- 务必在终点滴定程序之前向测量池添加新制备的电解质。
- 不要连续多次运行终点滴定程序。

6.4.5 进行 Cl 测量



小心

在进行进样器操作和手动进样过程中，热舟和陶瓷挂钩有导致烧伤的危险！从炉体中拿出后，舟和挂钩会长时间保持高温。



小心

自动进样器有导致挤伤的危险！在激活、初始化和测量操作期间，自动进样器杆、夹具和舟传送带会移动。保持足够的距离，以免双手被挤伤。

当填充自动进样器时：只有在舟传送带不再移动时才打开盖子。

1. 打开基本设备 multi EA 4000、Cl 模块、C/S 模块（仅适用于 multi EA 4000 C/S Cl）以及 FPG 48（如果适用）。确保同时打开背面的电源开关和前面的 On/Off 开关以接通基本设备的电源。
 - ✓ 设备正面的状态指示灯亮起。
2. 启动 multiWin 程序。
3. 在各种分析器模块之间切换。为此，请先激活传感器：
 - 选择菜单命令设备▶设备—编辑。
 - 启用氯作为待分析的元素。

- 如果同时启用了碳/硫和氯，请点击燃烧管列表中的石英管 (C)。
 - 由于状态启用了选项固体。
4. 单击[初始化分析仪]初始化系统。
 5. 加载方法（菜单项 方法▶方法—激活）或创建新方法（菜单项方法▶方法—新建）。

可以为 Cl 测量选择以下参数：

- Cl_AMP（测定固体中的氯含量）
 - Cl_direct_AMP（通过将标准液直接移入测量池来测试测量池）
6. 配置气流：

无需气体分流即可测量 Cl

- 在此方法中，必须在过程选项卡中选择分流 100%，才能进行不分流的操作。
- 为此，必须配置以下气流：

无需气体分流即可进行测量的气流

泵	O ₂	Ar
约 600 毫升/分钟	300- 400 毫升/分钟	300- 400 毫升/分钟

- 配置气流时应注意以下几点：

在“泵”流量调节器上设定进气流量。它必须超过氧气流量约 200 毫升/分钟。为了保证气闸的运行，氩气和氧气流量的总和必须比氧气流量至少多 200 毫升/分钟。

出现提示时，用户必须手动减少基本设备的“泵”流量调节器处的进气流量。



注意

在提示不分流的情况下进行操作时，必须减少氧气流量！否则，硫酸或电解质溶液可能会被引入软管系统和下游组件中，从而造成损坏。

使用气体分流法测量 Cl

1. 在此方法的参数配置中，在 过程选项卡中配置以下分流比（以%为单位）：

测量气	分流比
10	1: 10
20	1: 5

2. 使用测量气分流时，必须配置以下气体流量：

通过测量气分流进行测量的气体流量

泵	O ₂	Ar
最大值（约 2.5 升/分钟）	1 升/分钟	2.4 升/分钟

首先从现有方法转移分流因子，然后重新计算。

3. 称量石英舟上的样品。

在称量到石英玻璃舟时，应将样品（例如用过的油）放在退火的石英砂上，并用足够数量的石英砂覆盖。用过的油样品重量不得超过 50 毫克。

4. 点击[开始测量]开始测量。
5. 选择或创建用于存储测量数据的新分析组。
6. 创建分析序列。

- 使用  将所需的样本数量添加到样本表中。
- 输入以下数据：

列	描述
进样位置	样品在样品架上的位置 样品架只能用升序位置编号填充。但是，无需连续。
名称	样本 ID 使用  可以自动创建样本 ID。
分析类型	选择分析类型（样本、日系数测定、校准测量、AQA 测量或检测舟空白）
标称值	AQS 标准的目标浓度
操作对象	输入样品重量

- 填充自动进样器。使用  和  按钮将样品架移动到所需位置。
 - 点击序列行中的  将其释放以进行分析。点击  按钮可以释放所有序列行。
 - ✓ 释放用于分析的序列行填充为绿色。
7. 点击[开始测量]。

样品在氩气流中在 300 到 600 ° C（前炉区）之间的温度下热解。由此产生的热解产物在 1000 ° C 的氧气流中被完全氧化。

使用进样器 FPG 48

- 为进样器的几样选择合适的程序，延长在炉体入口加热区域的停留时间。
- 对于高反应活性样品，请使用可选的火焰传感器。

使用手动进样



小心

在向炉体中进样的同时监控燃烧，必须使用防护镜。

- 开始测量。然后把舟移到炉体里。
- 将舟移入燃烧管中，直至达到气闸正后方，使舟的中心位于前板的高度。让舟经过短暂加热。
- 然后小心地将舟移入燃烧炉的热区。在这样做的时候，不断监视氧气供应管的末端。一旦由于热解气体的燃烧而点亮，就将舟保持在当前位置。光亮减弱后，慢慢向前移动。当舟再次亮起时，再次停下来等，直到舟完全进入炉内（该位置以样品进给的停止为标记）。在此位置，挥发性热解产物在 1000-1100° C 的温度下经过焚烧。
- 将舟移入热区后，使用 [确定] 确认屏幕上的提示。



注意

舟的移动速度必须非常缓慢，这样才能缓慢形成并完全焚烧热解气体。如果进样速度太快，可能会导致分析系统中燃烧不完全和烟尘积聚，从而导致测量结果不准确。

- ✓ 分析仪开始处理分析序列。测量 — 分析 窗口打开。测量程序从滴定延迟开始。

6.4.6 检查分流比

在使用标准和校正任何偏差的测量序列之前，必须检查分流比设置。

建议使用以下标准浓度：

测量池	标准浓度
“高浓度”	1 摩尔盐酸
“敏感”	0.1 摩尔盐酸

1. 将舟内陶瓷垫上的 50 微升标准样转移到高温炉中。
2. 使用以下方法进行测定：

- 重复标准测量三次，然后确定平均值。
- 计算分流系数 F：

$$F = a_{soll} / \overline{a_{ist}}$$

a_{soll} 以微克为单位的预计绝对氯含量

$\overline{a_{ist}}$ 3 次标准测量获得的平均绝对氯含量

- 在校准选项卡上，将方法计算系数输入日系数的输入字段。点击[接受]以接受此数值，用于后续测量。

为了计算新的分流系数，必须使用校准选项卡上的方法将日系数设置为 1。

6.4.7 烧尽石英舟

石英舟必须烧尽

- 在首次使用之前，
- 清理重污染物后。

为此，请使用空石英舟执行测量程序。

6.5 使用自动 TIC 固体模块测定 TIC/TOC

6.5.1 准备用于分析的自动 TIC 固体模块



警告

电气短路的风险！在燃烧炉 HTS1500 中，尽管电压很低（最大 14 伏），但仍会产生非常高的电流。燃烧管是带电部件盖板的一部分。

只有在插入燃烧管的情况下才能打开分析仪电源！在对燃烧管或燃烧炉进行转换和维护时，务必通过设备背面的开关关闭分析仪电源。



小心

燃烧炉在高温下有导致烧伤的危险！在转换之前，让基本设备充分冷却！

自动 TIC 固体模块的 TIC 反应器由一根带有酸和氧气入口和一个测量气体出口的石英管组成。石英管通过联轴器连接到陶瓷燃烧管上。连接这两个管需要以下组件：

- 用于 C/S 测量的气闸的基本元件（带密封圈）
- 压力环
- 2 密封圈
- 滚花环

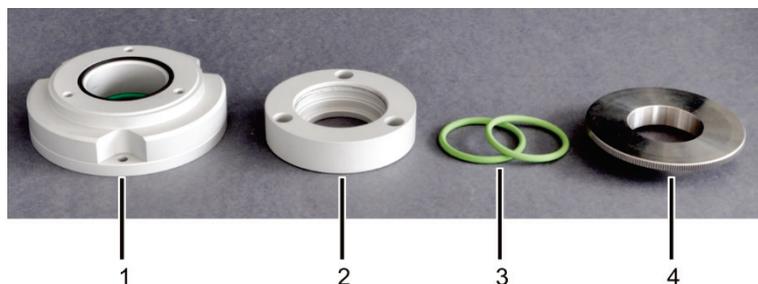
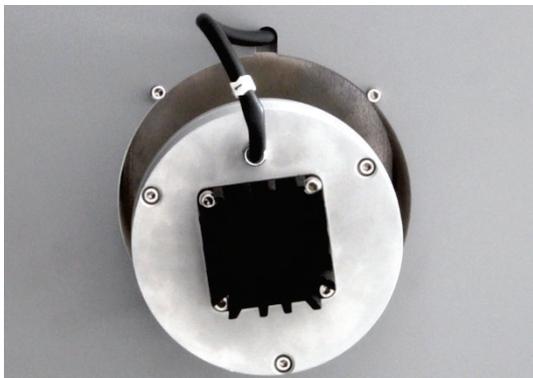


图 46 用于连接 TIC 反应器和陶瓷管的组件

- | | |
|-------------------------------|-------|
| 1 气闸的基本元件
(如图所示，压力环为黑色密封圈) | 3 密封圈 |
| 2 压力环 | 4 滚花环 |

在使用自动 TIC 固体模块进行测量期间，基本元件（图中为 1）的气体接头保持未连接状态。基本元件和压力环 (2) 用螺丝拧在一起，以防止外部空气进入系统或测量气在此处逸出。



1. 组装用于连接陶瓷管和 TIC 反应器的插接头组件。
只需稍微拧紧滚花环（图中的 4）。
2. 在 multi EA 4000 的右侧用 3 个六角凹槽螺钉安装插接头。

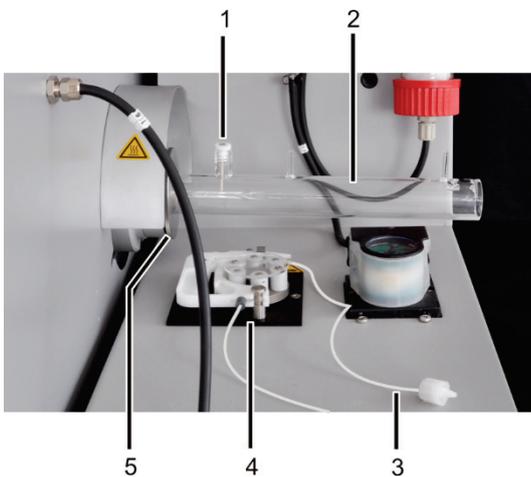
3. 将集尘器滑到陶瓷燃烧管上。通过左侧的开口将带集尘器的陶瓷管插入 multi EA 4000。
将集尘器与气体接口朝上对齐。
4. 将测量气软管（1 号软管）连接到集尘器。

如果陶瓷管卡住，请稍微旋转陶瓷管，无需施加压力，再推一推陶瓷管。将陶瓷管牢固地插入气闸的密封件中。

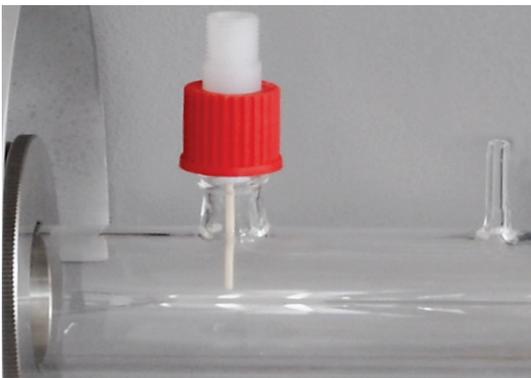
5. 将集尘器防触摸装置置于基本设备的左侧。
6. 将隔热罩安装在气闸上方。



连接 TIC 反应器和进样器



- 1 带密封圈的陶瓷套管
- 2 石英玻璃 TIC 反应器
- 3 连接到 TIC 反应器的泵软管
- 4 软管泵
- 5 滚花环



7. 拧下 multi EA 4000 中的 2 个垫片。
8. 将自动 TIC 固体模块放置在基本设备的右侧。将 TIC 固体模块移到离基本设备墙壁尽可能近，以使 TIC 固体模块上的 2 个白色垫片与设备壁接触。
9. 检查电气连接和软管连接（→见“确定自动 TIC 固体模块的位置”章节第 51 页。）

1. 将 TIC 反应器 (2) 滑入插接头，直到它接触陶瓷管。TIC 反应器的连接必须朝上。
2. 将 TIC 反应器连接到插接头上。为此，请小心地拧紧滚花环 (5)。

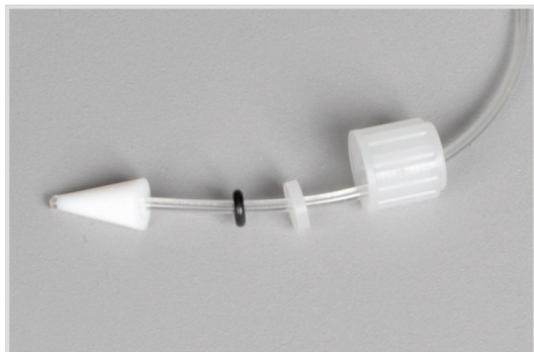
注意！反应器必须位于插接头中央。

如果无法以这种方式插入 TIC 反应器，请拧下滚花环。将滚花环和 2 个绿色密封环推到 TIC 反应器上。然后将 TIC 反应器插入插接头并拧紧。

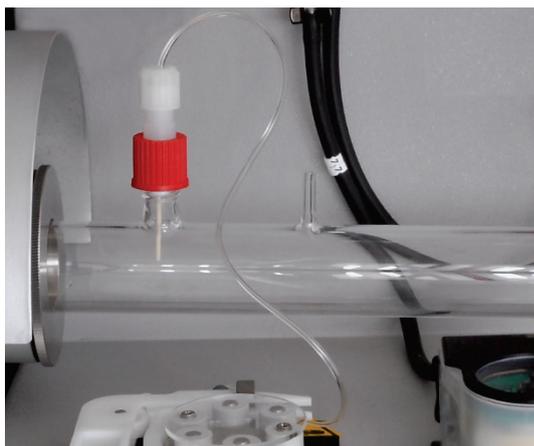
3. 将带密封圈 (1) 的陶瓷套管放在带有螺纹的端口上。
4. 将泵软管夹在软管泵的滤筒中 (4)。

连接反应器 (3) 的软管端必须指向反应器。

5. 用红色螺旋盖固定陶瓷套管。



6. 检查密封锥、密封件和螺旋盖是否已安装到泵软管上。



7. 用手拧紧泵软管到红色螺旋盖上。

注意！TIC 反应器可能会变热。安装泵软管，使其不接触热反应器。



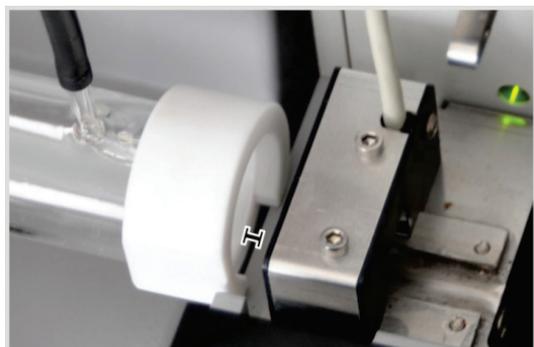
8. 将带有 72 号软管的测量气出口 (1) 连接到 TIC 固体模块背面冷却盘管的顶端。

9. 将氧气供应软管 (第 17 号) 滑到用于载气 (2) 的反应器接头上。

注意！连接软管时，请务必用一只手支撑反应器。由于气瓶承受的压力过大，TIC 反应器可能会破裂。

10. 在酸泵之前，将酸瓶 (3) 放入滴水盘中。

11. 将泵软管的末端通过螺旋盖上的一个开口送入酸瓶中。



12. 切开 TIC 反应器末端的白色 PTFE 环。

13. 放置进样器 FPG 48 然后改造舟存放装置 (→见 “安装并调整自动进样器 FPG 48” 章节第 57 页)。

将进样器移向 TIC 固体模块。带有 PTFE 环的 TIC 反应器将靠在进样器的边缘。

TIC 反应器和进样器之间必须保留 2-4 毫米的间隙，以防止陶瓷管的热膨胀产生张力。

14. 对齐进样器，直到陶瓷舟可以移入反应器并进一步进入炉体进行 TOC 测量。

15. 在弹出轨道下方的 FPG 48 右侧为用过的陶瓷舟提供一个容器。

6.5.2 所需试剂

TIC 测定需要以下试剂：

- 40% 正磷酸（用于推荐的差分法）
- 用于 TOC 测定的 10% 盐酸（用于直接法）

6.5.3 使用自动 TIC 固体模块测定 TIC



小心

在自动进样器操作期间，高温的舟和陶瓷钩有导致烧伤的危险！从炉体中拿出后，舟和挂钩会长时间保持高温。



小心

自动进样器有导致挤伤的危险！在激活、初始化和测量操作期间，自动进样器杆、夹具和舟传送带会移动。保持足够的距离，以免双手被挤伤。

当填充自动进样器时：只有在舟传送带不再移动时才打开盖子。

1. 在 TIC 固体模块的酸瓶中装满正磷酸。
2. 打开基本设备 multi EA 4000、C/S 模块、自动 TIC 固体模块和进样器 FPG 48。确保同时打开背面的电源开关和前面的 On/Off 开关以接通基本设备的电源。
 - ✓ 设备正面的状态指示灯亮起。

不要切换任何存在的 CI 模块。

3. 启动 multiWin 程序。
4. 在各种分析器模块之间切换。为此，请先激活传感器：
 - 选择菜单命令设备—编辑▶。
 - 在列表中启用“C”元素。
 - 在燃烧管列表中点击陶瓷管 (CS)。
 - 由于状态启用了选项固体。
 - 启用弹出轨道选项。
5. 单击[初始化分析仪]初始化系统。
6. 加载方法（菜单项 方法▶方法—激活）或创建新方法（菜单项方法▶方法—新建）。

选择参数 TIC（仅限 TIC 含量测定）。

7. 准备时间过后，设置以下气体流量：

泵	O ₂	Ar/O ₂
约 1.7 升/分钟	2.5 升/分钟	1.5 升/分钟
对应于状态分析器窗口中的 标称 = 100 ± 10		

操作时不需要氩气，可在“Ar/O₂”转子流量计上自动获得氧气值。

分析系统现在可以开始稳定。

如果进气流量有很大差异或后面发生变化，请在 multi EA 4000 的“泵”阀处重新调整进气流量。

8. 在陶瓷舟上称量样品。TIC 测定的样品重量必须不超过 50 毫克。用一些退火的石英砂覆盖样品。石英砂改善了样品在酸中的润湿性。
9. 点击[开始测量]开始测量。
10. 选择或创建用于存储测量数据的新分析组。
11. 创建分析序列。

- 使用  将所需的样本数量添加到样本表中。
- 输入以下数据：

列	描述
进样位置	样品在样品架上的位置 样品架只能用升序位置编号填充。但是，无需连续。
名称	样本 ID 使用  可以自动创建样本 ID。
分析类型	选择分析类型（样本、日系数测定、校准测量、AQA 测量或检测舟空白）
标称值	校准标准或 AQS 标准的目标浓度
操作对象	输入样品重量

- 填充自动进样器。使用  和  按钮将样品架移动到所需位置。
- 点击序列行中的  将其释放以进行分析。点击  按钮可以释放所有序列行。
- ✓ 释放用于分析的序列行填充为绿色。

12. 点击[开始测量]。

- ✓ 分析仪开始处理分析序列。测量 — 分析 窗口打开。
- 舟拾取器从样品架上拿起一个舟，然后将其放在陶瓷挂钩上。
- 陶瓷挂钩将舟移入 TIC 反应器。一旦舟到达陶瓷套管下方的位置，就会自动开始加酸。在缓慢的舟进样过程中，酸被加入整个样品中。
- 来自经过吹扫的 TIC 的测量气通过自动 TIC 固体模块的测量气体干燥和清洁过程传送到 C/S 模块中的检测器。TIC 反应器入口处的氧气供应可防止测量气通过打开的入口逸出。

6.5.4 基于微分法的总有机碳测定



小心

在自动进样器操作期间，高温的舟和陶瓷钩有导致烧伤的危险！从炉体中拿出后，舟和挂钩会长时间保持高温。



小心

自动进样器有导致挤伤的危险！在激活、初始化和测量操作期间，自动进样器杆、夹具和舟传送带会移动。保持足够的距离，以免双手被挤伤。

当填充自动进样器时：只有在舟传送带不再移动时才打开盖子。

这是本文推荐的方法。

1. 在 TIC 固体模块的酸瓶中装入 40% 的正磷酸。
2. 打开基本设备多功能 EA 4000、C/S 模块、自动 TIC 固体模块和 FPG 48。确保同时打开背面的电源开关和前面的 On/Off 开关以接通基本设备的电源。

✓ 设备正面的状态指示灯亮起。

不要切换任何存在的 CI 模块。

3. 启动 multiWin 程序。
4. 在各种分析器模块之间切换。为此，请先激活传感器：

- 选择菜单命令设备—编辑▶。
- 在列表中启用“C”元素。
- 在燃烧管列表中点击 陶瓷管 (CS)。
- 由于状态启用了选项固体。
- 启用弹出轨道选项。

5. 单击[初始化分析仪]初始化系统。
6. 加载方法（菜单项 方法▶方法—激活）或创建新方法（菜单项方法▶方法—新建）。

选择 TOC 参数。

7. 准备时间过后，设置以下气体流量：

泵	O ₂	Ar/O ₂
约 1.7 升/分钟	2.5 升/分钟	1.5 升/分钟
对应于状态分析器窗口中的 标称 = 100 ± 10		

分析系统现在可以开始稳定。

如果进气流量有很大差异或后面发生变化，请在 multi EA 4000 的“泵”阀处重新调整进气流量。

8. 在 2 陶瓷舟上称量样品。

TIC 测定的舟 1 的样品重量必须不超过 50 毫克。用一些退火的石英砂覆盖样品。石英砂改善了样品在酸中的润湿性。
9. 点击[开始测量]开始测量。
10. 创建或选择用于存储测量数据的分析组。
11. 创建分析序列。
 - 使用  将所需的样本数量添加到样本表中。
 - 输入以下数据：

列	描述
进样位置	样品在样品架上的位置 样品架只能用升序位置编号填充。但是，无需连续。
名称	样本 ID 使用  可以自动创建样本 ID。
分析类型	选择分析类型（样本、日系数测定、校准测量、AQA 测量或检测舟空白）
标称值	校准标准或 AQS 标准的目标浓度
操作对象	输入样品重量

- 填充自动进样器。使用  和  按钮将样品架移动到所需位置。
- 点击序列行中的  将其释放以进行分析。点击  按钮可以释放所有序列行。
- ✓ 释放用于分析的序列行填充为绿色。

12. 点击[开始测量]。

- ✓ 分析仪开始处理分析序列。测量 — 分析 窗口打开。
- 舟拾取器从样品架上拿起舟 1，然后将其放在陶瓷挂钩上。
- 陶瓷挂钩将舟移入 TIC 反应器。一旦舟到达陶瓷套管下方的位置，就会自动开始加酸。在缓慢的舟进样过程中，酸被加入整个样品中。
- 来自经过吹扫的 TIC 的测量气通过自动 TIC 固体模块的测量气体干燥和清洁过程传送到 C/S 模块中的检测器。
- 然后舟 1 被拉出 TIC 反应器，并放到弹出轨道上。
- 进样器从样品架上拾取装有相同样品的舟 2，然后将其直接移入熔炉的热区。此处，它在氧气流中被焚烧。总碳含量 (TC) 是通过这种方式确定的。
- 然后生成两个测量值 (TC-TIC) 的差，并将其作为 TOC 结果输出到程序中。

在长时间的测量中断期间，可以在 multiWin 程序中关闭气体供应以相应地节约气体。但是，在开始测量之前，必须再次确保供气（大约 10 分钟）。

6.5.5 使用直接测定法测量 TOC



小心

在自动进样器操作期间，高温的舟和陶瓷钩有导致烧伤的危险！从炉体中拿出后，舟和挂钩会长时间保持高温。



小心

自动进样器有导致挤伤的危险！在激活、初始化和测量操作期间，自动进样器杆、夹具和舟传送带会移动。保持足够的距离，以免双手被挤伤。

当填充自动进样器时：只有在舟传送带不再移动时才打开盖子。



注意

对于使用自动 TIC 固体模块进行的 TOC 测量，首选差分法。在直接法中，燃烧管、卤化物捕集器和检测器中都有酸，从而导致磨损。

仅使用 HCl 酸从样品中清除 TIC。磷酸不适合用于直接测定 TOC。

按如下方式进行测量：

1. 在酸瓶中装入 10% 的盐酸。
2. 打开基本设备多功能 EA 4000、C/S 模块、自动 TIC 固体模块和 FPG 48。确保同时打开背面的电源开关和前面的 On/Off 开关以接通基本设备的电源。

✓ 设备正面的状态指示灯亮起。

不要切换任何存在的 CI 模块。

3. 启动 multiWin 程序。
4. 在各种分析器模块之间切换。为此，请先激活传感器：
 - 选择菜单命令设备▶设备—编辑。
 - 在列表中启用“C”元素。
 - 在燃烧管列表中点击 陶瓷管 (CS)。
 - 由于状态启用了选项固体。
 - 启用弹出轨道选项。
5. 单击[初始化分析仪]初始化系统。
6. 加载方法（菜单项 方法▶方法—激活）或创建新方法（菜单项方法▶方法—新建）。

选择 IC/OC 参数。

7. 准备时间过后，设置以下气体流量：

泵	O ₂	Ar/O ₂
约 1.7 升/分钟	2.5 升/分钟	1.5 升/分钟
对应于状态分析器窗口中的 标称 = 100 ± 10		

分析系统现在可以开始稳定。

如果进气流量有很大差异或后面发生变化，请在 multi EA 4000 的“泵”阀处重新调整进气流量。

8. 在陶瓷舟上称量样品。
9. 点击[开始测量]开始测量。
10. 选择或创建用于存储测量数据的新分析组。
11. 创建分析序列。

- 使用  将所需的样本数量添加到样本表中。
- 输入以下数据：

列	描述
进样位置	样品在样品架上的位置 样品架只能用升序位置编号填充。但是，无需连续。
名称	样本 ID 使用  可以自动创建样本 ID。
分析类型	选择分析类型（样本、日系数测定、校准测量、AQA 测量或检测舟空白）
标称值	校准标准或 AQS 标准的目标浓度
操作对象	输入样品重量

- 填充自动进样器。使用  和  按钮将样品架移动到所需位置。
- 点击序列行中的  将其释放以进行分析。点击  按钮可以释放所有序列行。
- ✓ 释放用于分析的序列行填充为绿色。

12. 点击[开始测量]。

- ✓ 分析仪开始处理分析序列。测量 — 分析 窗口打开。
- 舟拾取器从样品架上拿起一个舟，然后将其放在陶瓷挂钩上。
- 陶瓷挂钩将舟移入 TIC 反应器。一旦舟到达陶瓷套管下方的位置，就会自动开始加酸。在缓慢的舟进样过程中，酸被加入整个样品中。
- 来自经过吹扫的 TIC 的测量气通过自动 TIC 固体模块的测量气体干燥和清洁过程传送到 C/S 模块中的检测器。
- 然后将同一个舟进一步移入炉体，通过在氧气流中燃烧来测定 TOC（去除 TIC 后）。

6.6 使用手动 TIC 固体模块测定 TIC

6.6.1 准备手动 TIC 固体模块和分析仪

手动 TIC 固体模块只能与 C/S 模块配合使用。此时，测量气不是被基本设备的泵通过检测器吸入的，而是在封闭系统中用酸进行净化，然后与载气（氧气）一起被输送到检测器。

1. 断开 multi EA 4000 和 C/S 模块之间的“泵”和“分析物”连接。（所有其他连接可以保持原样）。
2. 检查软管，参见软管示意图（图 38 第 55 页和图 第 56 页）。
3. 将手动 TIC 固体模块连接到 C/S 模块：

C/S 模块接口	目标
“PC”	⇒ 用于连接电脑的 USB 端口
“量秤”	⇒ 外部量秤（可选）
电源插头插座	⇒ 电源接口
“分析物”接口	⇒ TIC 模块“分析物”
其他 TIC 模块接口	
"O ₂ "	⇒ 带快拆接头的氧气接口 将氧气入口压力设置为 200-400 千帕（29-58 psi）。
电源插头插座	⇒ 电源接口



注意

务必中断 C/S 模块和 multi EA 4000 之间的“泵”连接。否则，磷酸可能会被引入系统中并损坏检测器。

对于 C/S 测量，必须再次恢复“泵”连接。

6.6.2 进行 TIC 测量

仅使用带有 NS 29/32 标准磨口接头的 50 ml 干燥锥形烧瓶进行分析。

应将样品粉碎至尽可能细，使其均匀。

除了“安全说明”章节第 8 页中提供的 multi EA 4000 分析仪的安全说明外，以下说明还特别适用于操作手动固体模块：



小心

反应器容器和供应酸的软管都含有磷酸！磷酸刺激眼睛、皮肤和粘膜！

使用分液器进行缓慢的计量操作，以避免超压！

处理浓酸时，请戴上防护手套和护目镜！立即用水冲洗受影响的皮肤。



小心

在磁力搅拌器的运行过程中，请注意以下几点：

- 请勿在无人监管的情况下使用加热板！
- 避免酸浴过热！将最高温度限制在 80° C。
- 将玻璃烧瓶放在加热板的中心，确保磁铁不会碰到烧瓶的壁面。
- 切勿将磁铁的搅拌速度设置得过高。

1. 在酸瓶中装入 40-50% 的磷酸。将酸瓶放入外壳上部的塑料插入物中。
2. 将分液器拧到瓶子上。将用于供应酸的软管连接到阀门和 TIC 头。
3. 打开基本设备 multi EA 4000、C/S 模块和手动 TIC 固体模块。确保同时打开背面的电源开关和前面的 On/Off 开关以接通基本设备的电源。

✓ 设备正面的状态指示灯亮起。

4. 打开加热板电源。

使用加热板上的左旋转开关调整温度。建议将温度设置为大约 80° C。如果选择的温度太高，则会导致过多水蒸发；如果温度太低，反应将花费较长的时间。

5. 启动 multiWin 程序。

6. 在各种分析器模块之间切换。为此，请先激活传感器：

- 选择菜单命令设备▶设备—编辑。
- 启用待分析的元素。
- 在燃烧管 列表中启用陶瓷管 (CS)选项。
- 由于状态启用了选项固体。
- 启用 TIC 手动选项。

7. 单击[初始化分析仪]初始化系统。

8. 加载方法（菜单项 方法▶方法—激活）或创建新方法（菜单项 方法▶方法—新建），参数为 TIC（仅测定 TIC 含量）。

在过程选项卡上的方法中，将炉温度设置为 0° C。这意味着不对燃烧炉进行监控，而是释放分析仪进行测量。

9. 将阀门的氧气流量调整到 16 升/小时。

10. 将细致粉碎的样品称量放入锥形烧瓶中。

转移样品时，请确保样品不会粘附在烧瓶的壁上。酸只盖住锥形烧瓶的底部。任何粘附在墙壁上的样品材料都不会被包括在分析中。

11. 小心地将磁力搅拌棒放入锥形烧瓶中，然后将烧瓶放在加热板的中央。

12. 将 TIC 头放在烧瓶上。旋转按压烧瓶和 TIC 头，然后轻轻将它们压在一起。磨口接头连接必须是气密的，以确保测量气不会损失。

13. 单击[开始测量]开始测量。

14. 选择或创建用于存储测量数据的新分析组。

15. 创建分析序列。

- 使用  将所需的样本数量添加到样本表中。

- 输入以下数据：

列	描述
名称	样本 ID 使用  可以自动创建样本 ID。
分析类型	选择分析类型（样本、日系数测定、校准测量、AQA 测量或检测舟空白）
标称值	校准标准或 AQS 标准的目标浓度
操作对象	输入样品重量

- 点击序列行中的  将其释放以进行分析。点击  按钮可以释放所有序列行。
- ✓ 释放用于分析的序列行填充为绿色。

16. 点击[开始测量]。

17. 输入以 [毫克] 为单位的样品重量。

18. 等待分析仪的就绪消息。在开始测量之前，必须用氧气调节分析仪。为此，必须将空气排出烧瓶和软管系统，只有氧气才能到达检测器。根据烧瓶的大小，这可能最多需要 2 分钟。

- 在出现“请按下[确定]开始进行积分然后加酸！”消息之后，请点击 [确定]。
- 开始时量取 2 毫升磷酸。
- 慢慢将搅拌器调整到第 5 级。切勿将样品溅到烧瓶的壁上。因此，必须始终避免搅拌器震动或快速移动。
- 均匀加入 2 毫升酸 1-3 次（取决于浓度和样品量）。
- 然后关闭计量泵旋塞的阀门。

由于 CO₂ 的释放还取决于计量速度和搅拌器磁体的搅拌速度，因此请务必确保在每次测量中使用相同的周期和相同的速度。

- ✓ 分析仪开始处理分析序列。测量 — 分析 窗口打开。

19. 完成测量后，停止磁力搅拌器并打开烧瓶：

扭动拆下 TIC 头。移动铁架台的杆，向后旋转并将其锁定在此位置。

20. 清洁并擦干烧瓶。

21. 在测量中断期间，将干燥的锥形烧瓶连接到 TIC 头部。这可以维持氧气冲洗（调节），干燥气流使软管系统中没有水分残留。

22. 将加热板保持在恒定温度。仅在测量间隔较长时关闭恒温器。

7 维护和保养

本节针对各个模块分别介绍了分析仪的维护和保养。请注意系统中组合的所有模块的注意事项。

7.1 基本设备 multi EA 4000

维护周期

维护项目	维护周期
清洁和维护设备	每周一次
检查紧固螺钉是否紧密配合	每月
检查所有螺钉连接是否紧密配合	每周一次

7.1.1 清洁和维护设备

- 立即用纤维素擦去飞溅的化学品（酸、电解质溶液）。
- 用湿布清洁设备。
- 请勿使溶剂弄湿设备上的安全提示。更换损坏的安全提示。

7.1.2 检查管道连接

使用各种尺寸和材质的螺旋接头将软管连接至各个组件（卤化物捕集器、干燥管、吸附管等）。

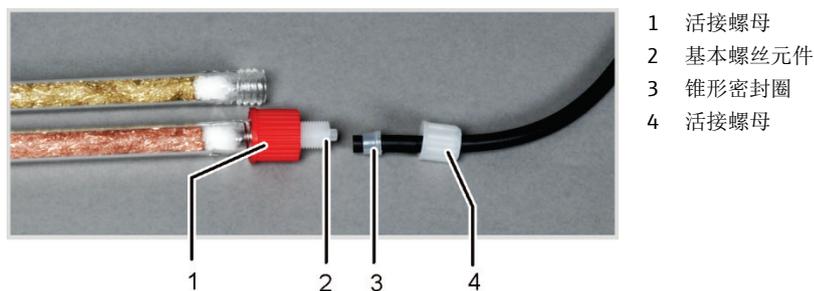


图 47 卤化物捕集器的螺旋接头

- 锥形密封圈的狭窄侧指向软管末端。
- 务必用手拧紧螺旋接头，不要使用工具。
- 务必将活接螺母直接放在螺纹上，不要扭动。
- 确保柔性软管没有扭曲或打结。

7.2 使用 C/S 模块进行操作

维护周期

维护项目	维护周期
检查陶瓷管是否有裂缝和明显损坏，必要时更换	每三个月一次
检查并清洁集尘器	每月一次（取决于燃烧和样品基质）
检查灰尘过滤器，有明显污染时更换	每月一次（取决于燃烧和样品基质）
更换干燥管中的干燥剂	根据需要（由于吸湿而变黑或结块）
更换卤化物捕集器	当一半的铜棉或黄铜棉变色时

7.2.1 检查并更换陶瓷管



警告

电气短路的风险！在燃烧炉 HTS1500 中，尽管电压很低（最大 14 伏），但仍会产生非常高的电流。燃烧管是带电部件盖板的一部分。

只有在插入燃烧管的情况下才能打开分析仪电源！在对燃烧管或燃烧炉进行转换和维护时，务必通过设备背面的开关关闭分析仪电源。



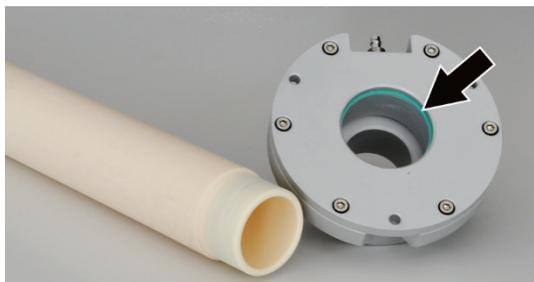
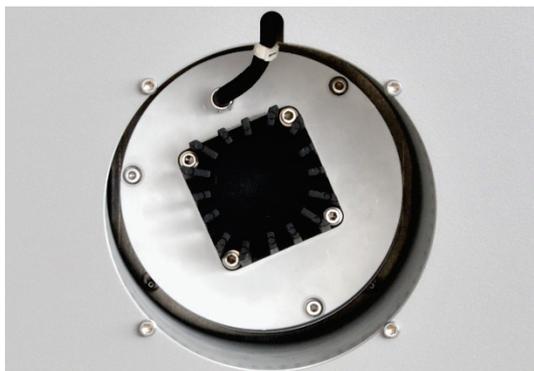
小心

燃烧炉有导致烧伤的危险！只有在设备处于冷却状态时才拆下燃烧管或让设备充分冷却（最好在过夜之后）！

拆下陶瓷管



1. 通过电源开关关闭基本设备，将电源插头从插座中拔出，然后断开供气。
2. 在基本设备的左侧至少留出 50 厘米空间。为此，请将检测器模块移到旁边或将其向后转动，露出集尘器的开口。
3. 从开口处拉下防触摸装置。现在可以看到集尘器。



4. 从集尘器上拆下测量气软管（1号软管）。

5. 轻轻拉动集尘器即可将其拆下。

注意！集尘器可能会突然松动。拉动时用手撑住自己。

陶瓷管可能会随着集尘器而松动。在这种情况下，小心地将管子从炉体中拉出。

6. 从倒角端握住陶瓷管，然后小心转动将其拆下。通过转动小心地把陶瓷管拉出来。

7. 如果陶瓷管没有松动，从基本设备右侧拧下气闸。为此，需要将配件（例如 FPG 48）移到一边。拆下气闸处的三个六角凹槽螺钉。

8. 经过右侧的开口，将带有气闸的陶瓷管从基本设备中拉出。

9. 通过扭动将气闸从陶瓷管上拉出。

10. 检查气闸中宽的绿色密封圈（见箭头）是否有裂缝或脆性斑点。

11. 必要时更换密封圈。为此，请用镊子拆下密封圈，然后用新的密封圈代替。

12. 从陶瓷管中取出石英棉。

移除破损的陶瓷管

如果在疏忽情况下将陶瓷管从炉体中取出，它可能会裂成两半。如果陶瓷管产生张力（例如由于微量水分），陶瓷管在炉内加热时也会断裂。

如果陶瓷管损坏，则集尘器只能清除一小部分。其它损坏的部分必须通过气闸开口移除：

1. 在基本设备的右侧留出一些空间。为此，请将附件（进样器 FPG 48、自动 TIC 固体模块）移到旁边。
2. 拆下气闸的 3 个紧固螺钉，然后拆下气闸。
3. 从炉体中取出陶瓷管的破碎部分。

清洁陶瓷管



注意！清除碎片时，不得损坏炉体的加热元件！

1. 用压缩空气吹掉陶瓷管的灰尘。用刷子清除沉积物。
2. 用超纯水冲洗陶瓷管，然后使其完全干燥。

注意

如有残留水分，在熔炉中加热陶瓷管时有爆裂的危险！清洁后，彻底干燥陶瓷管，然后再使用。

安装陶瓷管

1. 小心地将装有气闸的陶瓷管滑过基本设备右侧面板的开口。当能感到阻力时，通过扭动将陶瓷管进一步向上推动，直至停止。必须通过左侧面板的开口可以看到经过倒角的管端。
2. 用 3 个六角螺钉将气闸拧紧在基本设备上。气体接口必须指向基本设备的正面。将氧气软管（17 号软管）连接到气闸上。
3. 将集尘器放在陶瓷管上。将集尘器与气体接口朝上对齐。将集尘器轻轻靠在陶瓷管上，向陶瓷管轴方向按压，直到集尘器滑到陶瓷管上并且无法再移动。
4. 将测量气软管（1 号软管）连接到集尘器的气体接口。
5. 将集尘器防触摸装置推入基本设备左侧面板的开口处。
6. 将检测器模块和附近放回基本设备旁边。

7.2.2 清洁集尘器



警告

电气短路的风险！在燃烧炉 HTS1500 中，尽管电压很低（最大 14 伏），但仍会产生非常高的电流。燃烧管是带电部件盖板的一部分。

只有在插入燃烧管的情况下才能打开分析仪电源！在对燃烧管或燃烧炉进行转换和维护时，务必通过设备背面的开关关闭分析仪电源。

**小心**

燃烧炉有导致烧伤的危险！只有在设备处于冷却状态时才拆下集尘器或让设备充分冷却（最好在过夜之后）！

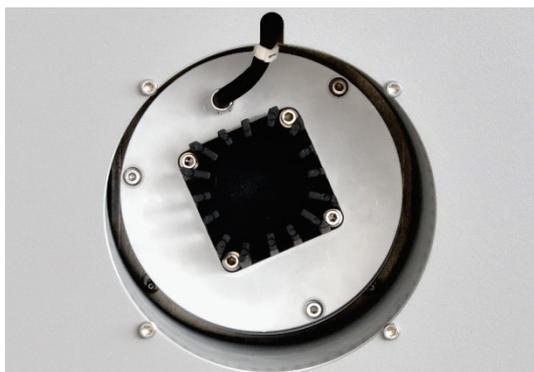
必须清洁集尘器：

- 当灰尘过滤器中沉积大量灰尘时
- 当泵流量下降时表示发生堵塞

每月检查设备正面的灰尘过滤器是否堵塞。如果是，请更换灰尘过滤器并清洁集尘器。



图 48 粉尘过滤器



1. 在基本设备的左侧至少留出 50 厘米空间。为此，请将检测器模块移到旁边或将其向后转动，露出集尘器的开口。
2. 从开口处拉下防触摸装置。现在可以看到集尘器。

3. 从集尘器上拆下测量气软管（1 号软管）。
4. 轻轻拉动集尘器即可将其拆下。

注意！集尘器可能会突然松动。拉动时用手撑住自己。

5. 打开集尘器。为此，请拧开散热片侧面的 3 个内六角螺钉。
6. 用刷子清除集尘器内部的灰尘。
7. 检查 2 个密封圈，必要时更换。
8. 用超纯水冲洗集尘器。还要先用超纯水清洁气体接头，然后用乙醇清洁。让集尘器彻底干燥。
9. 重新组装集尘器。



10. 将集尘器放在陶瓷管上，并将其与气体接头朝上对齐。将集尘器轻轻靠在陶瓷管上，向陶瓷管轴方向按压，直到集尘器滑到陶瓷管上并且无法再移动。
11. 将测量气软管（1号软管）连接到集尘器的气体接口。
12. 将防触摸装置推入基本设备左侧面板的开口处。
13. 将检测器模块和附近放回基本设备旁边。

7.2.3 更换干燥管中的干燥剂



小心

有刺激眼睛、皮肤和呼吸系统的危险！处理高氯酸镁时应佩戴适当的物理防护装置，并避免在再装填时产生灰尘。保持高氯酸镁远离火焰。氧化剂会使火势加剧。

干燥管用于以下测量：

- 在 multi EA 4000 基本设备上进行 C/S 测量
- TIC 测量：在相应的 TIC 固体模块中

如果可以看到吸水，则必须更换干燥剂。如果干燥剂因铁锈或其他颗粒而变色，也必须立即更换。



1. 拆下玻璃管上的螺旋盖。
注意！不要弄丢密封件，必须以相同的方式重新装回。
2. 取出干燥剂和石英棉。以正确方式处置干燥剂。
3. 冲洗玻璃管并使其干燥。
4. 用石英棉封住大约 2 厘米厚的玻璃管的一端。
5. 在玻璃管中填充 50-60 克的新干燥剂（高氯酸镁）。
6. 用力拧紧玻璃管，然后将其推回支架中。不要让软管打结。

1. 6 个螺旋盖
2. 5 个固定夹
3. 干燥剂
高氯酸镁
4. 石英棉

7.2.4 更换卤化物捕集器

卤化物捕集器用于以下测量：

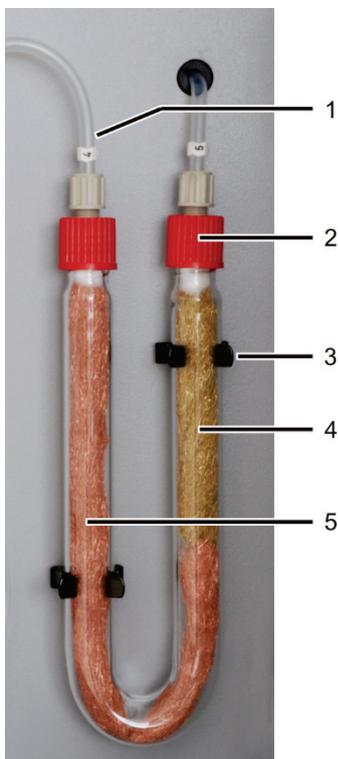
- 在 multi EA 4000 基本设备上 进行 TC 测量
- 在 CI 模块中测量 CI
- TIC 测量：在相应的 TIC 固体模块中



注意

如果卤化物捕集器中的铜棉用尽，具有腐蚀性的燃烧产物可能会导致光学组件和电子组件（检测器、流量传感器）损坏！

一半的铜棉或黄铜棉变色，应立即更换卤化物捕集器的全部填充物。



1. 从 U 形管上拧下红色活接螺母，然后将 U 形管从夹子中拉出 (3)。
2. 用镊子或小钩子从 U 形管中拉出用过的铜棉或黄铜棉。
3. 检查 U 形管是否有裂缝。

只能重复使用完好无损的 U 形管！

4. 用超纯水冲洗 U 形管，等待其完全干燥。
5. 使用镊子或小钩子在 U 形管中填充新的铜棉和黄铜棉。

更换 U 形管的全部填充物。在填充卤化物捕集器时，请确保铜棉和黄铜棉没有过于压实，也不会有较大的空腔。

6. 用棉绒覆盖铜棉和黄铜棉。
7. 用将气体入口（4 号软管）拧到带有铜棉的分支上，用将气体出口（5 号软管）拧到带有黄铜棉的分支上。
8. 小心地将填充完毕的 U 形管压入夹子中。

- 1 气体入口（4 号软管）
- 2 气体出口（5 号软管）
- 3 夹子
- 4 黄铜棉
- 5 铜棉

7.3 使用 CI 模块操作

维护周期

维护项目	维护周期
清除外壳上溅出的化学品	纠正泄露问题之后
检查燃烧管，必要时更换	运行大约 100 小时后
清洁测量池	至少每周一次 建议：更换电解质后擦拭干净
更换电解质溶液	根据需要，每个测量日最少一次
硫酸更换	如果硫酸浓度降至 70% 以下，即酸体积增加三分之一。
更换卤化物捕集器	当一半的铜棉或黄铜棉变色时
更换吸附剂	每周一次（每 40 个工作小时）

更换卤化物捕集器中的铜棉和黄铜棉，类似于更换基本设备 multi EA 4000（→见“更换卤化物捕集器”章节第 105 页）中的卤化物捕集器。

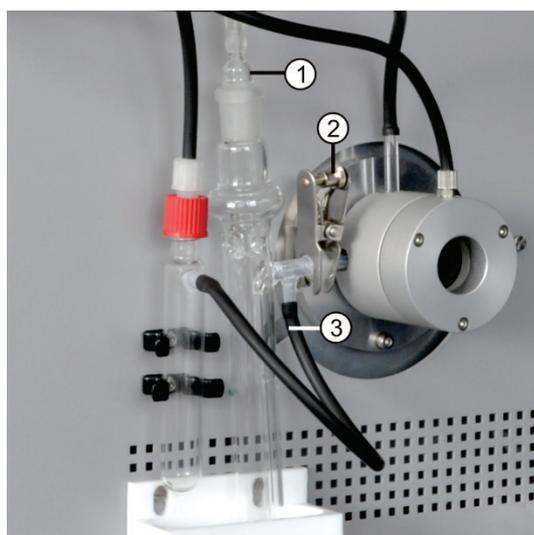
7.3.1 更换硫酸/清洁硫酸容器



警告

在硫酸容器中用作干燥剂的浓硫酸会导致严重烧伤！

在使用硫酸容器时，请穿上适当的防护服。



1. 将气体吸盘 (1) 从硫酸容器中拉出。
2. 使用带分流出口的容器时：
将黑色软管 (3) 从硫酸容器的旁路上拉出。
3. 握住硫酸容器，拆下强制夹钳(2)，然后拆下球形接头。
4. 小心地将硫酸容器从滴水盘中取出。
5. 处置硫酸。遵守处理浓硫酸的规定。

6. 用少量的新硫酸冲洗硫酸容器。如果受到严重污染，请用超纯水多次冲洗硫酸容器并使其完全干燥。
7. 在硫酸容器中装入 12-15 毫升浓硫酸，然后根据“连接硫酸容器。”章节第 77 页重新连接。

7.3.2 维修/更换石英玻璃燃烧管



警告

电气短路的风险！在燃烧炉 HTS1500 中，尽管电压很低（最大 14 伏），但仍会产生非常高的电流。燃烧管是带电部件盖板的一部分。

只有在插入燃烧管的情况下才能打开分析仪电源！在对燃烧管或燃烧炉进行转换和维护时，务必通过设备背面的开关关闭分析仪电源。



警告

在硫酸容器中用作干燥剂的浓硫酸会导致严重烧伤！

在使用硫酸容器时，请穿上适当的防护服。



小心

燃烧炉有导致烧伤的危险！在拆下燃烧管之前，让设备充分冷却！

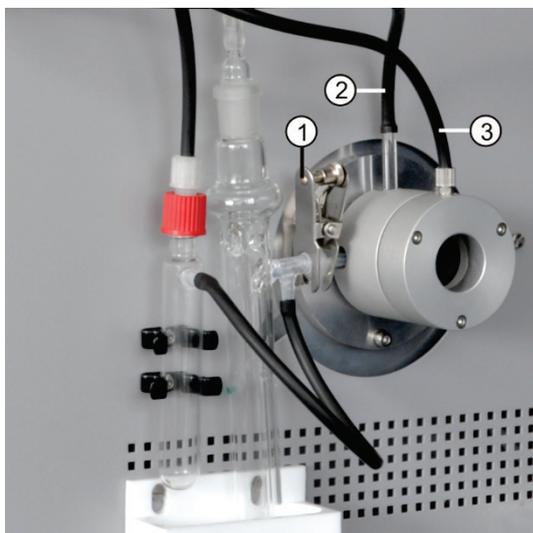


注意

加热燃烧炉时，碱性盐（手部出汗）会导致石英玻璃结晶，从而缩短燃烧管的使用寿命。

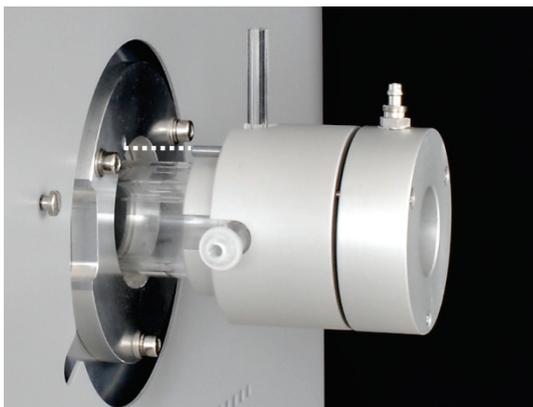
尽可能不要用手触摸清洁过的燃烧管。戴上防护手套将锁安装在燃烧管上。

如有必要，在将燃烧管安装到燃烧炉之前，用乙醇对其外部进行清洁。



- 1 叉形夹钳
- 2 氧气供应接头
- 3 氩气接头

1. 通过电源开关关闭基本设备，将电源插头从插座中拔出，然后断开供气。
2. 将气体吸盘从硫酸容器中拉出。
使用安全容器时：
将黑色软管从硫酸容器的旁路上拉出。
3. 握住硫酸容器，取下叉形夹钳 (1)，拆下石英管气体出口和硫酸容器之间的球形接头。
4. 小心地取出并清空酸容器。
5. 将气体软管从石英管 (2) 的气体入口连接处拉出。
使用火焰传感器时：拧下火焰传感器 →（见“连接火焰传感器（可选）”章节第 77 页）。
6. 拆下气闸 (3) 氩气接口处的活接螺母，然后拔下软管。



7. 握住气闸，小心地将石英管从燃烧管中拉出。

8. 拧下内六角螺钉并拆下气闸。

9. 用钩子将石英棉从管中取出。

10. 检查石英管是否有过多结晶、裂纹和漏气。

注意！仅限重复使用完好无损的试管。

11. 检查气闸中的密封圈是否有裂缝和脆性斑点。必要时更换密封圈。

12. 用超纯水冲洗管并使其干燥。

13. 将大约 2.5 厘米的石英棉放在石英管的入口处，然后用钩子将石英棉推向管的末端。

14. 重新安装气闸并将燃烧管插入炉体。恢复所有气体接头（→见“准备用于测定 Cl 的 multi EA 4000”章节第 74 页）。

7.3.3 维修组合电极



注意

组合电极可能被洗涤剂或磨料破坏。

为清洁组合电极，只能用乙醇或蒸馏水冲洗。禁止使用磨蚀性洗涤剂或研磨剂。

组合电极上的电解质变干会导致其灵敏度不可逆转地降低或损坏电极。因此，请确保组合电极上的电解质永远不会变干。

- 对于短暂中断使用（一天到第二天）：
将电极存放在电解质溶液中。
- 对于在几天内不使用的情况：
用蒸馏水和乙醇冲洗组合电极。将电极浸入乙醇中过夜，用磁力搅拌器搅拌。然后用纤维素擦拭组合电极并将其存放在干燥处。



注意

组合电极由陶瓷材料组成，熔融电极附近特别敏感。

使用组合电极时要格外小心！作为易损件，它不在保修范围内！

如果处理不当，将组合电极从测量池盖中拉出并将其连接测量气会产生很大机械应力，并导致其电气连接断裂。

正确



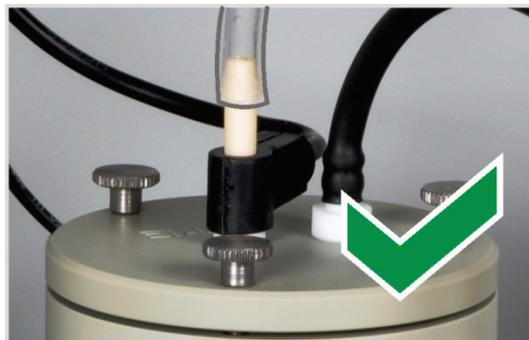
从顶部握住电极，将电极直接向上拉出盖子。

不正确



请勿拉动和摇晃电气连接的侧面连接套管。套管的连接会断开（从外面看不到）！

正确



仅将测量气软管推到电极上约 1 厘米处。这样可以确保气密性。

不正确



如果你将软管推到电极上太多，它会卡在电极上。拔下软管时，电极可能会断裂！

7.3.4 维护测量池

由于在测量过程中引入高温反应气体会导致电解质成分蒸发，因此建议每天更换电解质溶液：

1. 取出用过的电解质。
2. 首先用蒸馏水冲洗测量池和磁力搅拌棒，然后用乙醇冲洗。
3. 小心地用纤维素擦拭测量池和磁性搅拌棒，以去除所有氯化银沉积物。
4. 在测量池中重新填入电解质（→见“准备测量池”章节第 81 页）。

请注意以下注意事项：

- 如果系统停用多天，请清洁测量池并将其存放在干燥处。
- 定期检查磁力搅拌棒的外壳是否有裂缝。进入电解质溶液的金属离子会使分析不准确。
- 避免液体进入搅拌/冷却块和插头触点（短路风险）。

7.3.5 更换吸附剂



1. 使用电源开关关闭基本设备和 CI 模块。关闭气体供应。
 2. 将吸附管从其底座中拉出。
 3. 从玻璃管上拧下螺旋盖。
 4. 取下棉塞，倒出吸附剂。
 5. 用棉花密封玻璃管的一侧，然后填充吸附剂。
 6. 用棉花密封玻璃管。
 7. 用手拧回已填充的吸附管。
 8. 将吸附管压回其底座。
- 注意！不要使软管扭曲或打结！

7.4 使用自动 TIC 固体模块进行操作

维护周期

维护项目	维护周期
清除外壳上溅出的化学品	纠正泄露问题之后
清洁 TIC 反应器	每天一次，如果有明显的污染
更换干燥管中的干燥剂	根据需要（由于吸湿而变黑或结块）
更换卤化物捕集器	根据需要，当一半的铜棉或黄铜棉变色时

维护项目	维护周期
检查灰尘过滤器，有明显污染时更换	每月
检查冷凝盘管是否损坏	3 个月后
清洁冷凝盘管	根据要求，但不超过 12 个月
检查冷凝水容器是否损坏	3 个月后
清洁冷凝水容器	根据要求，但不超过 12 个月
更换计量泵、泵软管	3 个月后
更换冷凝水泵、泵软管	每 3 个月检查一次，根据需要更换，但不超过 12 个月

更换干燥管中干燥剂的方式与基本设备 multi EA 4000 的方法相同（→见“更换干燥管中的干燥剂”章节第 104 页）。

也更换了卤化物捕集器中的铜棉和黄铜棉，就像基本设备 multi EA 4000 一样（→见“更换卤化物捕集器”章节第 105 页）。

7.4.1 清洁自动 TIC 固体模块的 TIC 反应器



警告

电气短路的风险！在燃烧炉 HTS1500 中，尽管电压很低（最大 14 伏），但仍会产生非常高的电流。燃烧管是带电部件盖板的一部分。

只有在插入燃烧管的情况下才能打开分析仪电源！在对燃烧管或燃烧炉进行转换和维护时，务必通过设备背面的开关关闭分析仪电源。



警告

用于净化 TIC 的磷酸或盐酸会导致严重烧伤！

处理浓酸时，请戴上防护手套和护目镜！立即冲洗受影响的皮肤。



小心

燃烧炉有导致烧伤的危险！在拆下燃烧管之前，让设备充分冷却！

1. 使用电源开关关闭基本设备和 TIC 固体模块。关闭气体供应。
2. 让设备充分冷却（最少 2 小时）。
3. 将 FPG 48 向右移动大约 30 厘米，为取出 TIC 反应器留出空间。

注意！拔下软管时，用一只手支撑 TIC 反应器。反应器可能因单边压力而破裂。也可以先将反应器从插接头中拉出，然后拆下接头。



4. 将酸容器和滴水盘放在一边。小心地将泵软管擦干净。

注意！软管中的酸不得滴到设备上。

5. 从 TIC 反应器拔下供应酸(1)的接头。将陶瓷套管从连接处取出。

6. 用超纯水冲洗陶瓷套管和密封圈，然后用纤维素擦拭。

注意！陶瓷套管很脆弱！

7. 将测量气体软管(2)和氧气供应软管(3)从反应器中拉出。

8. 松开基本设备插接头处的滚花头螺钉(4)。

9. 将 TIC 反应器从插接头中拉出。

10. 检查 TIC 反应器是否有裂缝和爆裂。

注意！只能重复使用完好无损的反应器。

11. 如果适用，用合适的溶剂和刷子或纤维素清洁反应器。

12. 用超纯水冲洗反应器并使其干燥。

13. 将反应器重新插入插接头中，并通过拧紧滚花环将其固定。

14. 将酸和气体接头连接到反应器，然后重新放置 FPG 48（→见“连接 TIC 反应器和进样器”章节第 88 页和“连接和使用自动进样器”章节第 57 页）。

7.4.2 清洁冷凝盘管

1. 使用电源开关关闭基本设备和自动 TIC 固体模块，将 TIC 固体模块的电源插头从插座中拔出。关闭气体供应。

2. 将 FPG 48 移到旁边，取出酸容器和滴水盘，然后取下 TIC 反应器。

3. 旋转 TIC 固体模块，直到可以触及背面。



4. 从冷凝盘管上拉下软管。
5. 小心地将冷凝盘管从支架中拉出。
6. 检查冷凝盘管是否有沉积物和裂缝。
7. 如有必要，用超纯水冲洗冷凝盘管并使其充分干燥。
8. 小心地将冷凝盘管压回 TIC 固体模块背面的支架中。
9. 将 72 号软管（来自反应器）连接到冷凝盘管的顶部接头。
10. 将 73 号软管（连接到冷凝水容器）连接到冷凝盘管的底部接头。
11. 将 TIC 实体模块旋回其原始位置。

12. 重新组装 TIC 反应器和 FPG 48（→见“连接 TIC 反应器和进样器”章节第 88 页和“连接和使用自动进样器”章节第 57 页）。

7.4.3 拆卸和更换泵软管

酸泵



小心

泵软管含有磷酸或盐酸（取决于用途）。这些酸会刺激眼睛、皮肤和粘膜！
处理浓酸时，请戴上防护手套和护目镜！立即冲洗受影响的皮肤。

按如下方式更换插装泵上的泵软管：

1. 把软管从酸瓶里拉出来。把酸瓶和滴水盘放在一边。确保酸不会滴到设备上。
2. 从反应器上拧下泵软管。
3. 打开软管盒（图 49 中的 3），然后拆下泵软管。



4. 从磨损的泵软管上拉下密封元件和白色活接螺母。
5. 按照所示顺序将密封元件滑到新的泵软管上。

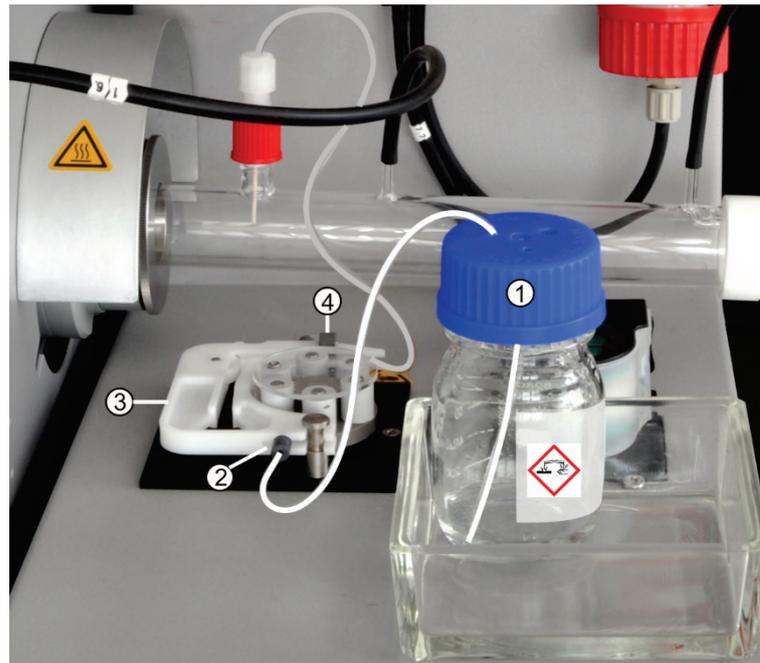


图 49 夹紧泵软管

- | | |
|-----------|----------------|
| 1 磷酸瓶 | 3 软管盒 |
| 2 泵软管上的塞子 | 4 TIC 反应器的软管接头 |

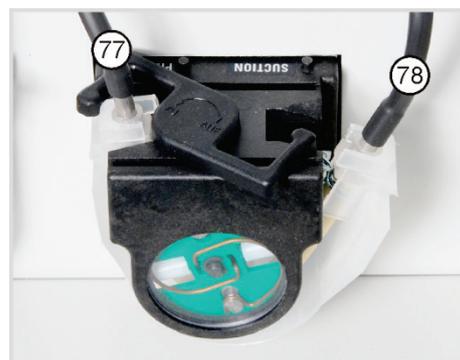
6. 将泵软管夹在软管盒中的两个塑料塞子（图 49 中的 2）之间。
7. 将软管盒插入泵中，让其接合。
8. 将泵软管旋接到 TIC 反应器上。

注意！TIC 反应器可能会变热。安装泵软管，使其不接触热反应器。

9. 将滴水盘中的酸容器放在 TIC 模块上。将泵软管的另一端推入酸容器的开口。

冷凝水泵

每三个月检查一次泵软管是否有泄漏。根据需要更换泵软管，但至少每年更换一次。



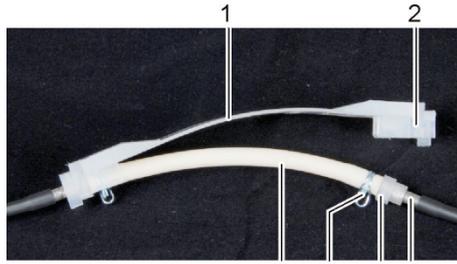
1. 向左推冷凝水泵上的支架。
2. 将 77 号和 78 号软管从连接处拔下。

3. 从泵体上拆下带有泵软管的传送带。
4. 检查泵软管和连接处是否有过度磨损和裂缝。

注意！如果水从泵软管或连接处逸出，则必须更换泵软管。

5. 用超纯水擦拭泵体和滚轮托架。
6. 检查泵体和滚轮托架是否磨损。

注意！如果泵体和滚轮托架受到强烈影响，请通知客户服务部门。



- | | |
|---------|--------|
| 1 传送带 | 4 软管导轨 |
| 2 凹槽 | 5 软管夹 |
| 3 金属适配器 | 6 泵软管 |

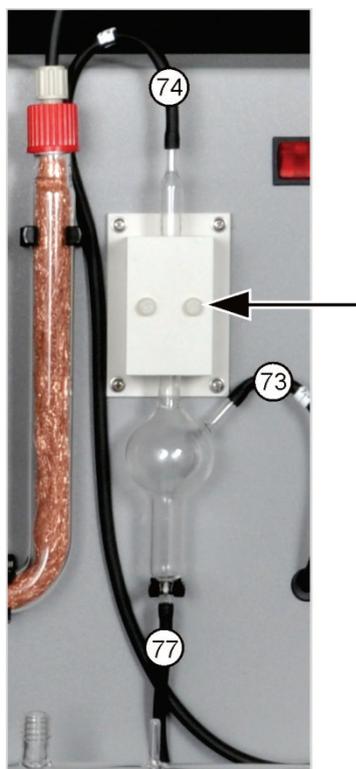
7. 将完好无损或新的泵软管推回传送带中。
在安装过程中，软管夹必须向下旋转。将软管导轨推入传送带上的凹槽中。



8. 将传送带放置在泵体周围。
9. 用一只手向上按下传送带，另一只手向右旋转支架，直到支架接合。
10. 将 77 和 78 号软管推回其适配器上。

7.4.4 清洁冷凝水容器

根据需要清洁冷凝水容器：



1. 拆下冷却块盖上的 2 个滚花头螺钉（箭头），然后取下盖子。
 2. 将软管从冷凝水容器的连接处拉下来。
 3. 检查冷凝水容器是否有沉积物和裂缝。
 4. 如有必要，用超纯水冲洗冷凝水容器。
 5. 连接软管（见图）。
 - 73 号软管（从后部冷凝盘管的底端）到冷凝水容器的侧面入口
 - 底部出口的 77 号软管（连接到冷凝水泵）
 - 顶部出口的 74 号软管（连接到干燥容器）
- 将软管推到冷凝水容器的玻璃接头上约 1 厘米。

7.5 手动 TIC 固体模块

维护周期

维护项目	维护周期
清除外壳上溅出的化学品	纠正泄露问题之后
清洁 TIC 反应器（锥形烧瓶）	每次采样后
更换干燥管中的干燥剂	根据需要（由于吸湿而变黑或结块）
更换卤化物捕集器	当一半的铜棉或黄铜棉变色时
更换集水器	根据要求，但不超过 3 个月

更换干燥管中干燥剂的方式与基本设备 multi EA 4000 的方法相同（→见“更换干燥管中的干燥剂”章节第 104 页）。

还要更换卤化物捕集器中的铜棉和黄铜棉，类似于更换基本设备 multi EA 4000（→见“更换卤化物捕集器”章节第 105 页）中的卤化物捕集器。

7.5.1 清洁手动 TIC 固体模块上的 TIC 反应器

每次测量后，用超纯水冲洗 TIC 反应器（锥形烧瓶）。接下来使其彻底干燥（另见“进行 TIC 测量”章节第 96 页）。

7.6 更换集水器

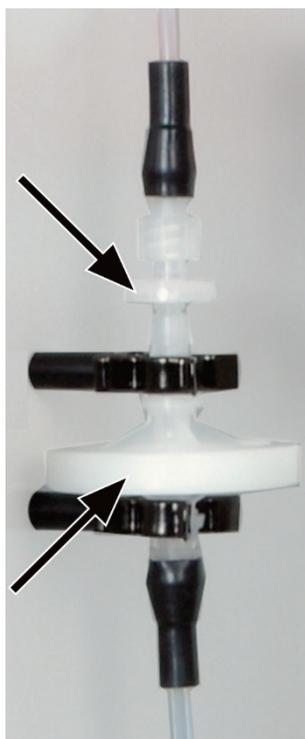


注意

在开启状态下可以更换集水器（TC 预过滤器和一次性过滤器），但不能在测量期间更换。两个集水器都要更换！

只有按照规定的顺序和安装方向插入集水器才能发挥功能！

根据样品基质更换集水器，但不得超过 6 个月，如下所示：



1. 将集水器从 2 个固定夹中拉出。
2. 从集水器上拆下软管接头。为此，请从小集水器上拔下 Luer 适配器。
3. 组装新的集水器。

大集水器（气溶胶捕集器）上的“入口”标签必须指向下方，小集水器（一次性过滤器）的标签必须指向上方（左图中的箭头）。

4. 将小集水器拧入 9 号软管处的 Luer 适配器中。
5. 使用 FAST 接头将大集水器连接到 8 号软管。
6. 将集水器压入设备背面的 2 个固定夹中。

8 故障排除

8.1 一般信息

为了进行故障分析，可以记录日志文件。应与耶拿分析仪器客户服务部门协调启用日志文件的记录。

- 在更多▶配置▶错误分析中启用设备专用日志文件 `multiWin_Comm.log` 和 `multiWin_Flow.log` 的录制。
始终启用 `multiWin_Error.log` 文件的录制。
- 在更多▶配置▶错误分析中启用特定 `MultiWin` 日志文件的录制。
- 通过菜单命令 帮助▶错误分析创建可以提供给客户服务的 `zip` 文件。



注意

如果无法解决故障，则必须随时通知耶拿分析仪器的服务部门。这也适用于反复出现的个别故障。为了进行故障诊断，必须通过电子邮件将创建的压缩文件发送到耶拿分析仪器的服务部门。

8.2 multiWin 中的错误消息



注意

不合适的 `USB` 线缆或未经允许的延长通常会导致控制模块与 `PC` 之间的通信出现问题。仅限使用耶拿分析仪器提供的 `USB` 线缆。不允许延长 `USB` 连接！

错误消息

1	原因	补救措施
	固件没有回复	
	控制模块和基本设备未开启	<ul style="list-style-type: none"> ■ 打开控制模块和基本设备
	控制模块未连接到电脑	<ul style="list-style-type: none"> ■ 检查控制模块与电脑之间的连接
	在电脑上选择的端口不正确	<ul style="list-style-type: none"> ■ 检查电脑的插接端口。 ■ 如果适用，通过[更多]▶[接口]菜单在 <code>multiWin</code> 中选择不同的端口 ■ 初始化

2	串行端口不存在！	
	原因	补救措施
	通信问题	<ul style="list-style-type: none"> ■ 断开控制模块与电脑之间的 USB 连接，大约 10 秒后重新连接 ■ 初始化
3	无法访问串行端口！	
	原因	补救措施
	通信问题	<ul style="list-style-type: none"> ■ 断开控制模块与电脑之间的 USB 连接，大约 10 秒后重新连接 ■ 初始化
	另一个程序正在使用该接口，例如更新后的服务终端	<ul style="list-style-type: none"> ■ 关闭其他程序
4	未知的连接类型！	
	原因	补救措施
	通信问题	<ul style="list-style-type: none"> ■ 断开控制模块与电脑之间的 USB 连接，大约 10 秒后重新连接 ■ 初始化
5	打开端口时出错！	
	原因	补救措施
	通信问题	<ul style="list-style-type: none"> ■ 断开控制模块与电脑之间的 USB 连接，大约 10 秒后重新连接 ■ 初始化
	另一个程序正在使用该接口，例如更新后的服务终端	<ul style="list-style-type: none"> ■ 关闭其他程序
7	操作系统错误：未经授权的访问！	
	原因	补救措施
	multiWin 未定义终止	<ul style="list-style-type: none"> ■ 退出 multiWin ■ 断开 USB 线缆并在大约 10 秒后重新连接 ■ 重启操作系统 (电脑) ■ 重启固件 (基本模块) ■ 重启 MultiWin
11	没有回复信号	
	原因	补救措施
	固件崩溃	<ul style="list-style-type: none"> ■ 退出 multiWin ■ 关闭分析器电源 ■ 断开电脑和控制模块之间的 USB 线缆，大约 10 秒后重新连接 ■ 重启操作系统 (电脑) ■ 开启分析器 ■ 启动 multiWin
12	收到信号回声，检查端口选择	
	原因	补救措施
	选择的端口不正确	<ul style="list-style-type: none"> ■ 检查端口选择

14	数据传输中断	
	原因	补救措施
	10 秒内没有数据传输	<ul style="list-style-type: none"> ■ 初始化
17	接口协议 ID 不正确	
	原因	补救措施
	更新后出现错误 (固件 multiWin 的程序版本不匹配)	<ul style="list-style-type: none"> ■ 需要更新
20	超时: InitEnd	
	原因	补救措施
	初始化期间超时	<ul style="list-style-type: none"> ■ 初始化
21	超时: StatusBusy	
	原因	补救措施
	操作期间超时 (设备尚未准备好进行测量)	<ul style="list-style-type: none"> ■ 确认消息 ■ 初始化
22	超时: 结束	
	原因	补救措施
	退出 multiWin 时超时	<ul style="list-style-type: none"> ■ 确认消息 ■ 初始化
23	超时: StopEnd	
	原因	补救措施
	取消测量过程中超时	<ul style="list-style-type: none"> ■ 确认消息 ■ 初始化
24	超时: 测量	
	原因	补救措施
	测量过程中超时 已超过最大集成时间	<ul style="list-style-type: none"> ■ 检查分析仪 ■ 检查方法配置
25	超时: 分析仪命令处理	
	原因	补救措施
	命令处理期间超时	<ul style="list-style-type: none"> ■ 确认消息 ■ 初始化
30	氯化物需要添加	
	原因	补救措施
	<ul style="list-style-type: none"> ■ 测量受污染的电池和/或电解质溶液 ■ 组合电极出现故障或严重老化 	<ul style="list-style-type: none"> ■ 清洁测量池, 填充新的电解质 ■ 使用新电极进行氯化物测定。
50	固件重置	
	原因	补救措施
	内部计算机(固件)已重新启动	<ul style="list-style-type: none"> ■ 确认消息 ■ 初始化
52	固件待机	
	原因	补救措施
	固件已转为待机状态	<ul style="list-style-type: none"> ■ 确认消息。初始化。
61	来自电脑的命令未完成	

62	从没有 STX 的电脑上发出的命令	
64	来自电脑 CRC 错误的命令	
65	来自 PC 的命令无效命令	
66	来自 PC 的命令无效 MEAS 命令	
67	电脑上的 MTXT 命令丢失	
	原因	补救措施
	通信错误	<ul style="list-style-type: none"> ■ 确认消息 ■ 初始化
100	C 传感器：无连接	
	原因	补救措施
	初始化期间检测到检测器后，通信出现故障	<ul style="list-style-type: none"> ■ 确认消息 ■ 初始化
101	C 检测器：CRC 错误	
	原因	补救措施
	在初始化期间检测到传感器后，通信出现故障	<ul style="list-style-type: none"> ■ 确认消息 ■ 初始化
104	C 传感器：模拟值超出范围	
107	C 传感器：模拟值超出范围（粗）	
	原因	补救措施
	检测器的模拟值不在操作范围内	<ul style="list-style-type: none"> ■ 检查载气的质量 ■ 初始化 ■ 检查组件测试中的模拟值（通过菜单项系统 ▶ 组件测试选项卡 C-NDIR）
106	C 传感器：对命令的响应不正确	
	原因	补救措施
	通信故障	<ul style="list-style-type: none"> ■ 关闭 C 模块然后重新打开 ■ 初始化
120	S 传感器：无连接	
130	CI 传感器：无连接	
	原因	补救措施
	在初始化期间检测到传感器后，通信出现故障	<ul style="list-style-type: none"> ■ 确认消息 ■ 初始化
120	S 传感器：无连接	
	原因	补救措施
	初始化期间检测到检测器后，通信出现故障	<ul style="list-style-type: none"> ■ 确认消息 ■ 初始化
124	S 传感器：状态不正确	
	原因	补救措施
	平滑系数的变化	<ul style="list-style-type: none"> ■ 重复动作

128	S 传感器：处于非活动状态	
	原因	补救措施
	检测器类型传输失败	<ul style="list-style-type: none"> ■ 重复动作
130	CI 传感器：无连接	
	原因	补救措施
	初始化期间检测到检测器后，通信出现故障	<ul style="list-style-type: none"> ■ 确认消息 ■ 初始化
131	CI 传感器：命令结构不正确	
	原因	补救措施
	与氯模块的通信出现故障	<ul style="list-style-type: none"> ■ 确认消息 ■ 开启/关闭氯模块 ■ 初始化
133	CI 传感器：错误的池	
	原因	补救措施
	更换池后未初始化	<ul style="list-style-type: none"> ■ 初始化
134	CI 传感器：状态不正确	
	原因	补救措施
	通信故障	<ul style="list-style-type: none"> ■ 确认消息 ■ 初始化 ■ 通过菜单项系统▶组件测试选项卡 CL-AMP 检查滴定池状态
135	CI 传感器：版本不正确	
	原因	补救措施
	传输故障	<ul style="list-style-type: none"> ■ 确认消息 ■ 初始化 ■ 通过菜单项系统▶组件测试▶CL-AMP 检查滴定池状态
137	CI 传感器：检查测量池	
	原因	补救措施
	终点滴定程序失败 3 次	<ul style="list-style-type: none"> ■ 检查电解质填充 ■ 检查电极
138	CI 传感器：处于非活动状态	
	原因	补救措施
	检测器类型传输失败	<ul style="list-style-type: none"> ■ 重复动作
139	CI 传感器：STA 错误	
140	CI 传感器：STA 错误	
	原因	补救措施
	更新 CI 检测器时出错	<ul style="list-style-type: none"> ■ 重复更新
207	流量错误	
	原因	补救措施
	流量状态不正常	<ul style="list-style-type: none"> ■ 检查是否泄漏，检查气体供应

208	O₂ 压力缺失	
	原因	补救措施
	O ₂ 流量不足	<ul style="list-style-type: none"> ■ 查看 O₂ 连接 ■ 检查压力
209	Ar 压力缺失	
	原因	补救措施
	氩气流量不足	<ul style="list-style-type: none"> ■ 检查氩气连接 ■ 检查压力
220	进样器：无连接	
	原因	补救措施
	初始化期间检测到进样器后，通信出现故障	<ul style="list-style-type: none"> ■ 确认消息 ■ 初始化
226	进样器：超出运行时间	
	原因	补救措施
	进样器运动完成消息时间过长（进样器故障）	<ul style="list-style-type: none"> ■ 记录日志文件 ■ 通知服务
290	量秤：无连接	
	原因	补救措施
	无法与量秤通信	<ul style="list-style-type: none"> ■ 检查连接 ■ 检查量秤配置
291	量秤：重量单位不正确	
	原因	补救措施
	目前只允许一个单位[克]	<ul style="list-style-type: none"> ■ 在量秤菜单中设置单位 [克]
300	温度控制器：无连接	
	原因	补救措施
	通信故障	<ul style="list-style-type: none"> ■ 确认消息 ■ 初始化
301	热电偶断开	
	原因	补救措施
	HTS1500 热电偶故障	<ul style="list-style-type: none"> ■ 联系服务人员
303	温度控制器：EPROM 错误	
304	温度控制器：通信错误	
	原因	补救措施
	与基本设备的通信错误	<ul style="list-style-type: none"> ■ 关闭/开启基本设备 ■ 初始化
306	外部炉不存在	
	原因	补救措施
	基本设备未被识别为硬件	<ul style="list-style-type: none"> ■ 检查基本设备和控制模块之间的连接

8.3 显示在设备状态窗口中

在设备状态窗口中，显示有关设备状态或单个模块的信息。

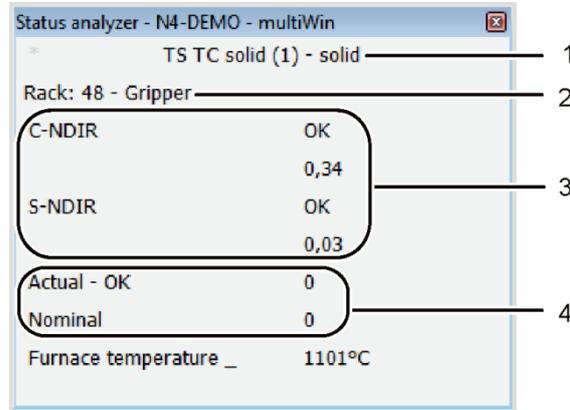


图 50 窗口状态分析仪

- 1 方法
- 2 分析模块/进样器
- 3 检测/传感器模块
- 4 流量指示（不适用于 CI 测量）
- 5 温度指示

状态分析仪窗口中的显示屏以彩色表示。这些颜色具有以下含义：

颜色	描述
黑色	相应组件的状态正常，设备已准备好进行测量
灰色	检测器处于非活动状态
绿色	检测器正常，设备已准备好进行测量（正常） 或 检测器正忙，只有在例行程序完成后才能开始测量（针对特定检测器）
红色	组件尚未准备好进行测量 运行时间尚未完成，等待运行时间完成 故障、故障查找、通过菜单项系统▶组件测试读取 multiWin 中相应组件的信息

在状态分析仪窗口的最上面一行，将显示活动方法的名称和样本状态（固体）。

在初始化期间，会检测进样器 FPG 48 是否已连接并开启。如果是，则会出现显示屏 RACK 48。还检测到已连接的自动 TIC 固体模块，并使用 TIC（自动）进行指示。

初始化期间识别的所有检测器模块都显示在检测器模块区域中。有可能出现以下显示：

显示器	描述
C-NDIR	用于碳的 NDIR 检测器
S-NDIR	用于硫的 NDIR 检测器
CI-AMP smallCell	带有“敏感”池的氯模块
CI-AMP largeCell	带有“高浓度”池的氯模块

检测器模块的相应状态由颜色表示（见上文）。可能显示以下状态：

设备已准备好进行测量	
显示器	描述

正常（绿色、黑色）	检测器已准备好进行测量
设备尚未准备好进行测量—常规	
显示器	描述
未显示检测器 （显示为空）	未识别出检测器： <ul style="list-style-type: none"> ■ 激活检测器 ■ 初始化
通信错误（红色）	通信中断： <ul style="list-style-type: none"> ■ 停用/激活设备 ■ 初始化
无连接（红色）	连接中断： <ul style="list-style-type: none"> ■ 检查连接线缆 ■ 停用/激活设备 ■ 初始化
设备还没准备好进行测量——C-NDIR /S-NDIR	
显示屏（红色）	描述
警告，模拟值	超出范围的模拟值： <ul style="list-style-type: none"> ■ 通过 C-NDIR;S-NDIR 选项卡上的菜单项系统▶组件测试读取数值， ■ 另请参阅 C/S 模块的故障描述。 126
预热时间	检测器尚未准备好运行： 激活后等待预热时间结束（大约 30 分钟）
设备尚未准备好进行测量-CI-AMP	
显示屏（红色）	描述
非活动	未识别出任何池： 使用池
设备尚未准备好进行测量-CI-AMP	
显示屏（绿色）	描述
间隔滴定	间隔滴定运行： <ul style="list-style-type: none"> ■ 可以开始测量
终点滴定程序	终点滴定程序正在运行： <ul style="list-style-type: none"> ■ 等待终点滴定程序完成

在流量指示区域中，显示当前的进气流量（实际流量）和要达到的目标流量（标称流量）。目标流量为 100 升/小时。进气流量可能与目标流量相差 ± 10 升/小时。在基本设备前面板的转子流量计“泵”处调整进气流量。温度显示屏显示当前的炉温度。如果温度显示屏为红色，则当前炉温度与方法中设置的温度不匹配。在这种情况下，请等到达到目标温度或检查方法中的温度配置。

8.4 设备故障

还可能出现系统监控未检测到的其他问题。可以开始测量。此类错误通常是根据不合理的测量结果（分析问题）检测出来的。通常，它们在设备技术中可以明显识别。如果建议的解决方案不成功，请通知服务部门。

8.4.1 基本设备

错误	
炉体未加热	
原因	解决方案
<ul style="list-style-type: none"> ■ 电子设备故障 ■ 加热元件损坏。 ■ 基本设备中的保险丝熔断。 	<ul style="list-style-type: none"> ■ 检查电气插头连接（电源电缆、接口电缆）。 ■ 通知服务部门。
设备背面的风扇未运行	
原因	解决方案
<ul style="list-style-type: none"> ■ 保险丝故障。 ■ 电子设备故障。 	<ul style="list-style-type: none"> ■ 使用电源开关关闭分析仪。 ■ 通知服务部门。
“泵”流量调节器处没有进气流量	
原因	解决方案
<ul style="list-style-type: none"> ■ 泵未开启。 	<ul style="list-style-type: none"> ■ 检查温差。 ■ 等待目标温度和实际温度之间的温差达到大约 50 °C。 如果泵在目标温度和实际温度之间的温差小于 50 °C 时未激活，请通知服务部门。
<ul style="list-style-type: none"> ■ 软管已拆下。 	<ul style="list-style-type: none"> ■ 检查软管系统中是否有打结或挤压的软管。

8.4.2 C/S 模块

multiWin: 流量错误	
实际测量气体流量 < 90 升/小时 o >110 升/小时	
原因	解决方案
<ul style="list-style-type: none"> ■ 没有进气流量或进气流量太低 	<ul style="list-style-type: none"> ■ 开启进气泵后，基本模块上的“泵”流量调节器处的正确进气流量。 ■ 检查软管系统中是否有打结或挤压的软管。
<ul style="list-style-type: none"> ■ 干燥剂潮湿而且结块。 	<ul style="list-style-type: none"> ■ 更换干燥剂。
multiWin: 流量错误	
测量气体流量 实际值 = 0	
原因	解决方案
<ul style="list-style-type: none"> ■ 没有进气流量。 ■ 泵未开启。 	<ul style="list-style-type: none"> ■ 检查温差。 ■ 等待目标温度和实际温度之间的温差达到大约 50 K。 如果泵在目标温度和实际温度之间的温差小于 50 K 时未激活，请通知服务部门。
NDIR 光学元件的模拟值会波动	
原因	解决方案
<ul style="list-style-type: none"> ■ 泄漏 ■ NDIR 检测器的配置或故障 ■ 分析仪预热阶段的检测器稳定尚未完成 	<ul style="list-style-type: none"> ■ 等待 15 分钟预热阶段。 ■ 如果模拟值在 1 小时后不稳定（存在氧气），则可能存在泄漏。通知服务部门。

- 如果变色，请更换卤化物捕集器以保护检测器。

multiWin: 光学器件故障，模拟值超出范围
NDIR 检测器数值在状态窗口中以黄色显示。

原因

解决方案

- **NDIR** 检测器的 **ADU** 值不同于目标值并超出公差。

备注：测量仍然可以继续。

- 检查气体供应的氧气供应。
- 检查流量调节器处的氧气供应，打开阀门。
- 检查通过检测器的氧气流量（软管）
- 通知服务部门。

MultiWin: 无法连接到光学元件 (**NDIR**)

multiWin: 光学元件状态错误

原因

解决方案

- 通信错误
- **NDIR** 检测器故障

- 重新初始化设备。
- 通知服务部门。

控制灯不亮

原因

解决方案

- 内部程序尚未启动。

- 使用模块的电源开关重新启动内部计算机。



注意

由于正常老化，**NDIR** 检测器的 **ADU** 值会缓慢下降。如果在多次分析中数值下降，则表明分析气体的成分对检测器造成了损坏！

8.4.3 CI 模块



注意

为防止故障，请务必注意：

- 在打开分析仪之前，将测量池与搅拌棒（充满电解质）和电极相连接。
- 打开分析仪后大约 3 分钟后再启动 **multiWin** 软件。

multiWin: 无法连接到 **CI** 传感器

原因

解决方案

- 内部计算机和库仑计之间没有通信。
- **CI** 模块未开启。

- 观察激活顺序：
1. 打开基本设备电源。
 2. 打开 **CI** 模块电源。
 3. 等待大约 3 分钟，让库仑计与内部计算机通信。
 4. 启动 **multiWin** 软件。

- 连接线缆未连接或出现故障。

- 检查线缆连接

multiWin: 错误的命令结构 **CI** 传感器

原因

解决方案

<ul style="list-style-type: none"> 数据传输故障 库仑计 — 内部计算机 	<ul style="list-style-type: none"> 重新初始化分析仪。 通知服务部门。
multiWin: 指示器错误	
原因	解决方案
<ul style="list-style-type: none"> 电极连接器未连接。 电极故障。 	<ul style="list-style-type: none"> 连接电极并重新初始化设备。 更换有故障的电极。 通知服务部门。

8.5 设备通信故障

软件没有响应。	
原因	解决方案
<ul style="list-style-type: none"> 电脑崩溃 	<ul style="list-style-type: none"> 完全关闭分析仪，包括基本设备，打印机、进样器和外部电脑，几秒钟后重新启动系统。
multiWin: 通信错误 — 分析仪	
原因	解决方案
<ul style="list-style-type: none"> 未打开带有内部电脑的模块的开关 multiWin 启动过早 带有内部电脑的模块尚未连接到电脑 在 multiWin 中选择了错误的 COM 接口 	<ul style="list-style-type: none"> 打开模块开关 检查带有部电脑的模块与电脑之间的连接 只有在 LED 显示屏 LOCK-IN 亮起后才启动 multiWin 检查外部电脑的插入接口和 multiWin 中设置的接口（菜单命令 更多▶接口）
在设备运行期间以及故障	
multiWin: 在分析设备中重新启动电脑	
原因	解决方案
<ul style="list-style-type: none"> 内部电脑重置 	<ul style="list-style-type: none"> 如果正面 LED 亮起，则初始化分析仪。 如果反复发生，请监控故障时间（状态行）并通知服务部门。
multiWin: 通信错误 — 电脑和设备之间的命令设置不正确	
原因	解决方案
<ul style="list-style-type: none"> 内部和外部程序版本不匹配。 	<ul style="list-style-type: none"> 重复更新。
multiWin: 无法连接到温度控制器	
原因	解决方案
<ul style="list-style-type: none"> 基本设备未开启。 带内部电脑的模块与基本设备之间的接口线缆未连接或故障。 温度控制器故障。 	<ul style="list-style-type: none"> 开启基本设备并在 1 分钟后重新初始化 multiWin 检查接口线缆的连接
未连接到自动进样器	
原因	解决方案
<ul style="list-style-type: none"> 基本设备与自动进样器之间没有通信 	<ul style="list-style-type: none"> 检查连接线缆 打开进样器并初始化分析仪。

- 进样器未开启
- 连接线缆未连接或出现故障。

8.6 分析问题

8.6.1 C/S 测定

回收率通常太低

原因	解决方案
<ul style="list-style-type: none"> ■ 干燥剂过于潮湿 ■ 烟灰过滤器和测量气软管 ■ 泄漏 	<ul style="list-style-type: none"> ■ 检查并更换干燥剂 ■ 检查并更换过滤器 ■ 检查集尘器是否受到严重污染（颗粒沉积物）清洁集尘器 ■ 如果发生泄漏，请检查煤气闸和集尘器中的密封圈，更换破裂/变脆的密封圈

TS 的结果偏低

原因	解决方案
<ul style="list-style-type: none"> ■ 卤化物捕集器仍在测量气流中 	<ul style="list-style-type: none"> ■ 用空的玻璃管替换卤化物捕集器
<ul style="list-style-type: none"> ■ 消化温度过低（尤其是使用硫酸粘合剂） 	<ul style="list-style-type: none"> ■ 在以下情况下提高方法中的熔炉温度 S 测量图非常不规则或尾迹很长，没有下降到基线。 ■ 如有必要，添加添加剂（例如磷酸铁，氧化钨、五氧化二钒、锡...）。
<ul style="list-style-type: none"> ■ 将测量气输送到光学元件的软管受到污染 	<ul style="list-style-type: none"> ■ 拆下通向 NDIR 光学元件的软管，清洁，干燥并重新安装。 我们建议由服务部门清洁软管。

TC 结果偏高	
原因	解决方案
<ul style="list-style-type: none"> 燃烧管破裂或损坏。 	<ul style="list-style-type: none"> 环境空气可以通过裂缝进入系统，从而显著提高 TC 的结果。在这种情况下，需要更换燃烧管。
基线漂移	
原因	解决方案
<ul style="list-style-type: none"> 检测器不稳定 	<ul style="list-style-type: none"> 在设备的预热阶段，检测器需要保持稳定。因此，在测量开始时，基线仍可能略有偏移（温度依赖关系）。峰值表面由漂移修改后会自动校正，并且测量结果始终与漂移无关。 如果无法自行纠正漂移，请通知服务部门。

8.6.2 CI 测定



注意

为防止故障，请务必注意：

- 在打开基本设备和 CI 模块之前，将测量池与搅拌棒（充满电解质）和电极相连接。
- 开启分析仪后大约 3 分钟后再启动 multiWin 程序。

回收率过低（分流系数 > 1.4）

原因	解决方案
<ul style="list-style-type: none"> 硫酸稀释过度 组件或测量气软管积碳。 	<ul style="list-style-type: none"> 检查并更换硫酸。 检查燃烧管是否有污染。使用 Bunsen 燃烧器或在 1000 ° C 的马弗炉中烧除沉积物，清洁燃烧管。更换严重污染的管。更换燃烧管中的石英棉。 检查硫酸容器中是否有烟灰。如果颗粒一直到达硫酸容器，请清洁容器和炉出口处的接头，然后重新填充容器。

回收率过高（分流系数 > 0.6）

原因	解决方案
<ul style="list-style-type: none"> 燃烧管中的样品沉积物（例如盐） 	<ul style="list-style-type: none"> 更换或清洁燃烧管，例如，将燃烧管在 10% 的 HNO₃ 中“浸泡”一夜，然后用蒸馏水彻底冲洗和干燥。

操作点低于 1500

原因	解决方案
<ul style="list-style-type: none"> 组合电极出现故障或严重老化 	<ul style="list-style-type: none"> 使用新电极进行氯化物测定。

8.6.3 TIC 测定（自动 TIC 固体模块）

结果偏低

原因	解决方案
<ul style="list-style-type: none"> 选择的样品重量过高 	<ul style="list-style-type: none"> 样品重量不应超过 50 毫克，否则测得的酸容量（400 微升）不足以完全消化碳酸盐，或者酸容量无法完全润湿样品。
<ul style="list-style-type: none"> 样本在整个舟长度上分布不均匀 	<ul style="list-style-type: none"> 样品必须均匀分布，以使样品完全被酸浸湿。
<ul style="list-style-type: none"> 酸强度太弱 (测量图长拖尾，测量图无法回到基线) 	<ul style="list-style-type: none"> 如果样品含有大量非常稳定的碳酸盐 (FeCO_3)，则 40% H_3PO_4 消化速度过慢。在这种情况下改用更强的酸（例如 25% 的盐酸）。 注意！不要永久性使用 HCl。

散射测量

原因	解决方案
<ul style="list-style-type: none"> 样本在整个舟长度上分布不均匀 	<ul style="list-style-type: none"> 样品必须均匀分布，以使样品完全被酸浸湿。
<ul style="list-style-type: none"> 样本基质具有疏水性 	<ul style="list-style-type: none"> 如果很难用酸弄湿样品，则用退火的石英砂覆盖样品以改善酸的效果是有帮助的。 有时盐酸比磷酸润湿性更好。 注意！不要永久性使用 HCl。

8.6.4 TIC 测定（手动 TIC 固体模块）

结果偏低

原因	解决方案
<ul style="list-style-type: none"> 酸强度太弱 (测量图长拖尾，在 600 秒的最大积分时间内测量图没有回到基线) 	<ul style="list-style-type: none"> 如果样品含有大量非常稳定的碳酸盐 (FeCO_3)，则 40% H_3PO_4 消化速度过慢。在这种情况下改用更强的酸（例如 25% 的盐酸）。 注意！不要永久性使用 HCl。

8.6.5 热解模式 (EC) 下的测量

单质碳的结果偏低（热解后）

原因	解决方案
<ul style="list-style-type: none">在燃烧管中用氩气吹扫氧气的所选等待时间太短	<ul style="list-style-type: none">从氧气供应改为氩气供应后的等待时间应至少为 60 秒。

单质碳的结果偏高（热解后）

原因	解决方案
<ul style="list-style-type: none">选择的热解周期太短	<ul style="list-style-type: none">热解周期应至少为 3 分钟，以确保所有有机化合物都被完全消化和净化。
<ul style="list-style-type: none">选择的热解温度太高	<ul style="list-style-type: none">在高于 1000 ° C 的温度下，由有机化合物（塑料）通过“焦化”形成越来越多烟灰，在第二阶段也被检测为单质碳。热解测量的最佳炉温度为 850 ° C。 注意！尽可能限制热解测量的运行周期（T = 850 ° C），因为这缩短了加热元件的使用寿命。

9 运输和储存

9.1 运输

9.1.1 为分析仪运输做好准备



警告

清洁不当有危害健康的危险！

在将本设备退还给耶拿分析仪器有限公司之前，对设备进行专业且有记录的清洁处理。注册退货时，可从维护部获得清洁报告。耶拿分析仪器有限公司必须拒绝接受遭到污染的设备。对于因设备清洁不当而造成的任何损坏，发货人可能要承担责任。



小心

高温炉里的烧伤危险！只有在设备冷却时或让设备充分冷却后才能取下燃烧炉！



小心

取下玻璃部件时，玻璃破损有造成伤害的危险！小心地从分析仪中取出所有玻璃组件！



注意

加热元件和炉筒在运输过程中可能会因振动而损坏。因此，在运输之前，必须将这些设备组件从 multi EA 4000 中拆下并分开包装。基本设备的重新安装和重新调试只能由耶拿分析仪器客户服务部门或经过耶拿分析仪器授权和培训的专业人员进行。

不适当的包装材料以及测量溶液和化学品的残留物可能会损坏分析仪的各个组件！

仅限使用原包装运输此分析仪！确保分析仪已完全排空并且所有运输锁都已安装好！

准备 multi EA 4000 及其模块以供运输，如下所示：

基本设备
multi EA 4000

1. 使用设备背面的电源开关关闭分析仪，让设备冷却。
2. 关闭气体供应并断开电源插头与电源插座的连接。
3. 断开分析仪背面的所有连接。
4. 打开分析仪的门。排干干燥管。重新插入干燥管。
5. 拧开卤化物捕集器的接头，然后松开卤化物捕集器的夹紧装置。排干卤化物捕集器。
6. 将燃烧管从炉中拉出。
7. 小心包装附件，尤其要保护玻璃组件免受破损。
8. 从 multi EA 4000 中取出加热元件和炉筒，将这些设备组件分开包装（→见“拆下加热元件和炉筒”章节第 134 页）。

C/S 模块

1. 使用电源开关关闭 C/S 模块。

2. 断开电源插头与电源插座的连接。
3. 断开模块背面的所有连接。

CI 模块

1. 使用电源开关关闭 CI 模块。
2. 将测量池从设备中取出并排干（→见“维护测量池”章节第 110 页）。
3. 冲洗并擦干测量池和组合电极。
4. 拧开并排干吸附管。
5. 拆下并排干卤化物捕集器
6. 在 CI 模块中重新安装空的吸附管和卤化物捕集器。
7. 断开模块背面的所有连接。
8. 从基本设备 multi EA 4000 中取出硫酸容器和安全容器。排干并清洁硫酸容器（→见“更换硫酸/清洁硫酸容器”章节第 106 页）。
9. 将测量气软管（透明）和旁路软管（黑色）从 multi EA 4000 的通道中拉出。
10. 小心包装附件，尤其要保护玻璃组件免受破损。

自动 TIC 固体模块

1. 使用电源开关关闭 TIC 固体模块。
2. 断开模块背面的所有连接。
3. 关闭气体供应并断开电源插头与电源插座的连接。
4. 将酸容器和滴水盘放在一边。排干并清洁酸容器。
5. 从 TIC 反应器上拆下气体和酸的软管。移除 TIC 反应器。单独包装陶瓷套管。
6. 排干干燥管。重新插入干燥管。
7. 排干冷凝水容器。
8. 拆下并清洁泵软管中来自插装泵的酸。
9. 小心地将冷凝盘管从支架中拉出。
10. 小心包装附件，尤其要保护玻璃组件免受破损。

9.1.2 拆下加热元件和炉筒



警告

分析仪内部可能会出现致命的电压和高电流！要拆除加热元件和炉筒，请将分析仪与设备背面的电源开关断开，然后断开电源插头与电源插座的连接。

只有耶拿分析仪器的客户服务部门或由耶拿分析仪器授权和培训的专业人员才能重新安装加热元件和炉筒。基本设备的重新调试也必须由这些人完成。



小心

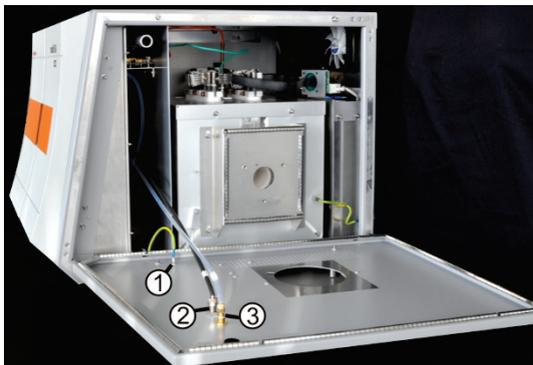
炉体有导致烧伤的危险！只有在设备处于冷却状态时或让设备充分冷却（最好在过夜之后）后才能拆卸！

打开右侧面板时要小心。锋利的部件有致人受伤的风险。

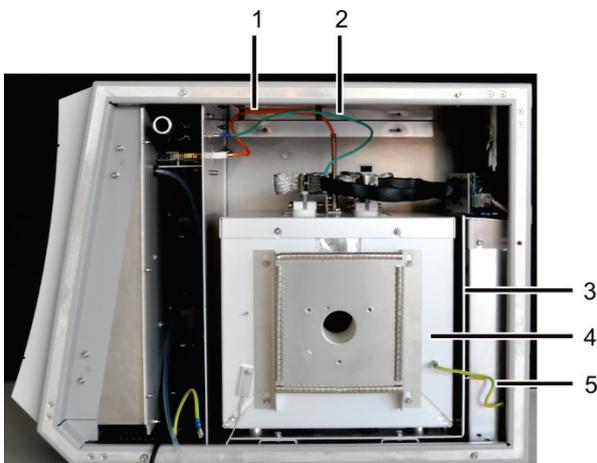
在运输过程中，高温陶瓷加热元件和炉筒可能会因振动而损坏。因此，在运输之前，必须将设备组件从基本设备上拆下并分开包装。无需拆下加热元件和炉筒即可在实验室内移动。



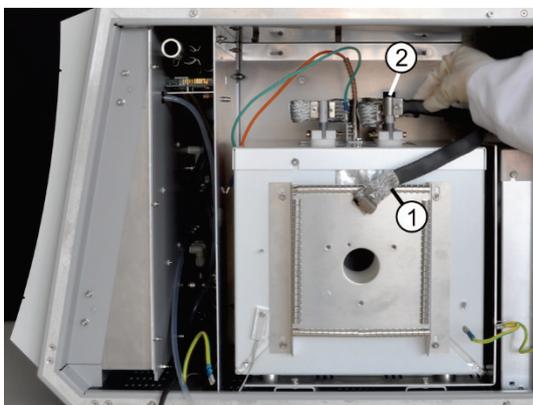
1. 如果尚未完成，请通过基本设备左侧面板的开口拆下集尘器。
2. 拧开气闸的螺丝。从炉中取出燃烧管。



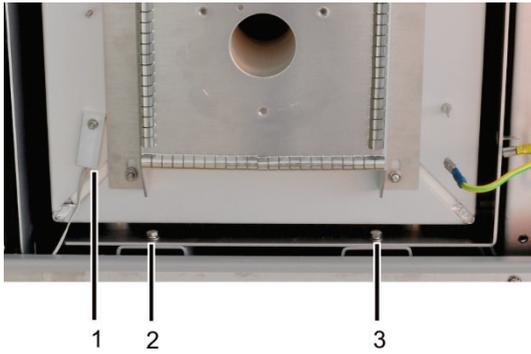
3. 打开基本设备的右侧面板。为此，请松开 4 个内六角螺钉。不要完全拧开螺钉。
4. 从侧面板内部拆下保护导线 (1) 和两根气体软管 (2,3, 13 号和 16 号软管)。取下侧面板。



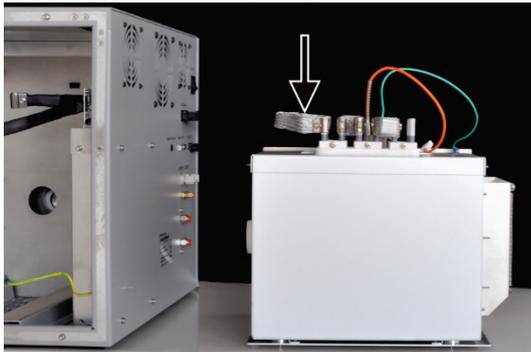
5. 将保护导线 (5) 从炉筒 (4) 和 L 形安装板 (3) 上取下。
6. 从基本设备的内壁上拔下热电偶 (1) 的橙色连接线缆和绿色接地导线 (2)。



7. 从加热元件上拆下供电电缆 (1.2)。为此，请松开编织线上的内六角螺钉。轻微来回扭动，将带有编织线的电缆从顶部拉出。



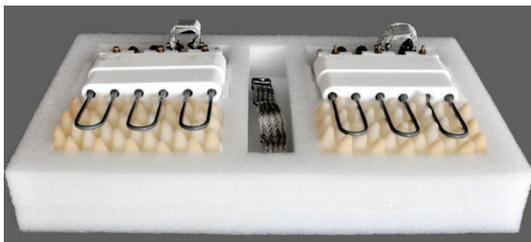
8. 拆下连接分析仪中炉筒和安装板的两颗螺钉（2、3）。
9. 从炉筒上拧下温度传感器（1）。



10. 将熔炉筒和安装板完全从分析仪中拉出，然后安全地放在一边。
11. 拆下将两个加热元件相互电连接的长编织线（见箭头）。
12. 为此，松开内六角螺钉，轻轻来回扭动编织线，将其从顶部拉出。



13. 依次从炉筒中小心地取出加热元件。



14. 将两个加热元件、编织线和炉筒装在单独的运输容器中。

9.1.3 运输注意事项

请遵守“安全说明、运输和”章节第 10 页中的安全说明。非常小心地运输分析仪，防止其因撞击或振动而损坏。运输时，必须将加热元件和炉筒分开包装在运输容器中。否则有破裂的危险！

分析仪的运输应避免巨大温度波动，从而防止在运输容器中形成冷凝水。

9.1.4 在实验室中移动分析仪



小心

分析仪意外掉落有致人受伤的危险，并且分析仪会损坏！

移动分析仪时务必小心！需要 2 个人抬起并搬运分析仪！

在实验室内移动分析仪时，请注意以下事项：

- 未充分固定组件会有导致人员受伤的危险！在移动分析仪之前，取出所有松动的组件，尤其是装有磷酸的试剂瓶和硫酸容器。
- 断开所有电源连接和附加设备与分析仪的连接。在实验室内进行运输时，无需将加热元件和炉筒从分析仪中取出。
- 为防止对健康造成损害，在实验室中移动此分析仪（抬起并搬动）时必须注意以下事项：
 - 出于安全考虑，需要 2 人运送分析仪，并且必须分别位于设备的两侧。
 - 由于此分析仪没有任何手柄，因此请在底部牢牢抓住设备，并在同时抬起设备之前，确保前门关闭保护敏感的部件。
- 在不使用辅助工具的情况下，起重和携带时请遵守指导数值并遵守法律规定的限制！
- 关于在新位置进行设置的信息，请参阅“场地要求”章节中第 42 页的说明。+

9.2 储存



注意

环境影响和冷凝水形成会破坏分析仪的各个组件！

分析仪只能存放在环境适合的房间里。大气中的灰尘必须很少，并且没有侵蚀性蒸气。

如果分析仪和附加设备在交付后未立即放置就位或长时间不使用，则最好将其存放在原包装中。应在设备中添加合适的干燥剂，以防止受潮损坏。

对储存室的环境条件有以下要求：

- 温度范围：+5° C 至 +55° C
- 最大湿度：10% 到 30%
- 气压：70 千帕至 106 千帕

10 处置

硫酸	Cl 测定时使用干燥剂首先用水小心稀释，然后用氢氧化钠中和。必须注意相应的危险信息和安全建议！必须将这些中和的废物带到相应的废物处置中心，以便根据适当的法律准则进行正确处置。
高氯酸镁	将用过的用于 C 和 S 测定的干燥剂添加到硫代硫酸钠溶液中，并在适当的情况下添加酸，将其转化为危害较小的还原产物。必须将这些可能被中和的废物带到适合的废物处置中心，以便根据适当的法律准则进行正确处置。
电解质溶液	小心对电解质溶液进行中和并作为银盐残渣收集在容器中。应根据法律要求正确处置或回收利用。
吸附剂	应按照公共法规处置用于吸附醋酸蒸气的活性炭。
卤化物捕集器	卤化物捕集器含有铜。联系负责机构（主管机构或废物处理公司）。在那里，您将获得有关回收或处置的信息。
分析仪	在达到使用寿命时，必须根据适用法规将 multi EA 4000 及其所有电子组件作为电子废物处置。

11 规格

11.1 技术数据

整体特点	
名称/类型	multi EA 4000 分析仪
尺寸规格	基本设备 (宽 x 高 x 深) 600 x 470 x 620 毫米 每个模块: 300 x 470 x 550 毫米 自动进样器: 520 x 500 x 700 毫米
质量	约 35 千克 每个模块约 8 千克 自动进样器约 20 千克
程序数据	
消化原理	氧化燃烧
消化温度	1000-1500 ° C, 取决于用途 (也可能低于此温度)
测量方法	TC、TIC、TOC、TS、EC、TCI
C 和 S 测定	NDIR (与 VITA 方法相结合)
Cl 测定	库仑法
样本量	最高 3000 毫克
进样	在陶瓷或石英玻璃舟上称重 自动进样器或手动进样
气体供应	氧气最低 2.5 和氩气 4.6 入口压力 200-400 千帕 (29-58 psi)
控制/分析 (控制和分析软件 multiWin)	实时图形, 分析过程中的状态指示, 测量结果的图形显示, 结果打印输出
电气变量	
炉模块 HTS1500 连接	200-240 伏交流电 (+10%, -5%), 50-60 赫兹
模块和进样器连接	100-240 伏交流电 (±10%), 50-60 赫兹
手动 TIC 固体模块	220-240 伏交流电 (±10%), 50/60 赫兹 (可根据要求提供使用 100 伏交流电/115 伏交流电的型号)
保险丝	HTS1500 炉模块 设备控制: T 2 AH 加热: B16 型断路器 保险丝在设备内部, 只能由耶拿分析仪器的客户服务人员更换!
	C/S 模块 2 x T 4.0 AH
	Cl 模块 2 x T 4.0 AH

	仅限使用耶拿分析仪器的原装保险丝！	
最大功耗	HTS1500 炉模块	2400 VA
	C/S 模块	60 VA
	CI 模块	60 VA
	自动进样器 FPG 48	30 VA
	自动 TIC 固体模块	20 VA
	手动 TIC 固体模块	415 VA
	整体系统	约 3000 伏安
电脑接口	USB	
环境条件		
储存期间的温度	5-55° C	
运行期间的温度	10-35° C	
运行期间的湿度	+30° C 时最高为 90 %	
储存期间的湿度	(10-30)% (使用干燥剂)	
空气压力	70 - 106 千帕	

用于控制和分析单元的最低设备要求

操作系统:	Windows 7 专业版或更高版本
处理器:	英特尔酷睿 I3 或更高版本
工作内存:	4 GB
可用硬盘空间:	40 GB
驱动器:	CD-ROM 驱动器 (用于安装)
显示器分辨率:	1024 x 768
接口	USB 2.0

技术数据
CI 模块

测量范围 (* 带测量气分流)	1-100 微克/10 微克- 20 毫克* 绝对总氯
炉体温度	最高 1000° C
升温期	最多 30 分钟。
分析时间	最多 10 分钟 — 取决于燃烧周期和浓度
样品重量 (取决于均匀性和基质)	最高 3000 毫克

11.2 标准和指令

防护等级和防护类型	分析仪的防护等级为 I 级。 外壳的安全类型为 IP 20。
设备安全	分析仪符合下列安全标准 <ul style="list-style-type: none">▪ EN 61010-1▪ EN 61010-2-081▪ EN 61010-2-010▪ EN 61010-2-051（适用于使用手动 TIC 固体模块进行操作）
EMC 兼容性	已经检查了分析仪的干扰发射和抗干扰性。 它符合以下标准的干扰发射要求 <ul style="list-style-type: none">▪ EN 61326-1（EN 55011 第 1 组，B 类） 它符合以下标准的抗干扰要求 <ul style="list-style-type: none">▪ EN 61326-1（在基本 EMC 环境中使用的要求）
环境兼容性	此分析仪已经过环境兼容性测试，符合以下要求 <ul style="list-style-type: none">▪ ISO 9022-3▪ ISO 9022-2
欧盟指令	此分析仪符合指令 2011/65/EU (RoHS II) 的要求。 此分析仪的设计和测试符合欧盟指令 2014/35/EU 和 2014/30/EU 的要求。在技术安全性方便，此设备在出厂时处于良好的状态。为了保持这种状态并确保安全操作，操作员必须严格遵守本操作手册中包含的安全说明和操作说明。对于附带的配件以及其他制造商的系统组件，应参阅其操作说明。
针对中国的指南	此设备含有受控物质（根据指南“电器电子产品有害物质限制使用管理办法”）。耶拿分析仪器保证这些物质在未来 25 年内不会泄漏，因此，如果按预期使用设备，则在这段时间内不会造成任何环境危险或健康风险。