



兰州大学西部环境教育部重点实验室

总有机碳分析仪 培训和操作使用说明手册

负责人：花辉

联系电话：13038752106



特别声明

本材料所列出的有关仪器的操作方法和实验步骤，仅用于西部环境教育部重点实验室内部学生上机前的培训材料，不作为同类仪器操作的指导教程，任何单位或个人不得擅自转载或发表，利用本材料操作仪器发生的人身伤害和仪器损坏问题，本实验室和作者本人不承担任何责任，特此声明。



目录

- 基本介绍
- 工作原理
- 外观结构示意图
- 操作步骤



基本介绍

- 中文名称：总有机碳分析仪
- 英文名称：TOC Analyzer
- 所属分支实验室：地球化学实验室
- 型号：Multi NC3100/HT1300
- 价值：40.5万元
- 制造商：德国 耶拿
- 仪器功能：土壤中总碳、总有机碳的测量
- 预约类型：提前预约
- 仪器位置：兰州大学祁连堂203室



工作原理

土壤有机质 (Soil organic matter, SOM) 是指通过微生物作用所形成的腐殖质、动植物残体和微生物体的合称，其中的碳元素含量即为土壤有机碳 (SOC)。

土壤有机碳的分解与气候因子的关系，尤其对温度、降水的敏感性是学术界关注的焦点问题。土壤有机碳储量与土壤理化性质、气候、土地利用方式等密切相关。土壤理化性质能影响土壤有机碳的稳定性。土壤有机碳储量的空间分布与气候因子的空间差异密切相关。研究表明，土壤有机碳储量随降水的增加而增加，随温度的降低而增大，并且降水与土壤有机碳储量的相关性较稳定，而温度与土壤有机碳储量的相关性变化较大。在诸多气候因子中，气温的影响意义重大。

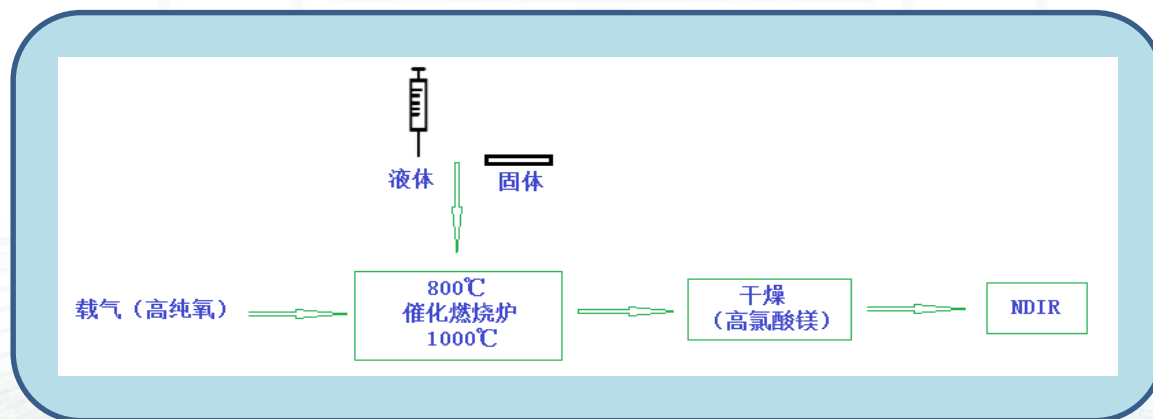
土壤有机碳是植物生长必需营养元素的主要来源，也是陆地土壤碳库的重要组成部分，其储量多少会影响整个生态系统的稳定性和持续性，影响全球生态系统中大气二氧化碳浓度和碳循环，它不仅深刻影响着区域土壤环境及生态过程，还在一定程度上影响着温室气体和全球气候变化，因此土壤碳储量研究逐渐成为土壤学、生态学和全球气候变化的核心主题之一。通过土壤碳储量及其空间格局特征研究，不仅可以实现土壤资源的合理利用与可持续发展，也有助于预测陆地生态系统与气候变化之间的反馈关系。



工作原理

在高温下将土样中有机碳加热分解，使其转化为 CO_2 和 H_2O ，测定释放出的 CO_2 的量。

从TC中获得TOC
 $\text{CO}_3^{2-} + 2\text{H}^+ \rightarrow \text{CO}_2\uparrow + \text{H}_2\text{O}$





外观结构示意图



MultiN/C 3100



NT 1300

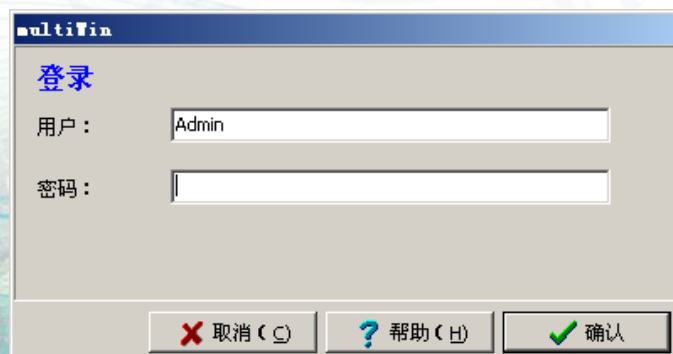


燃烧炉和样品舟



操作步骤

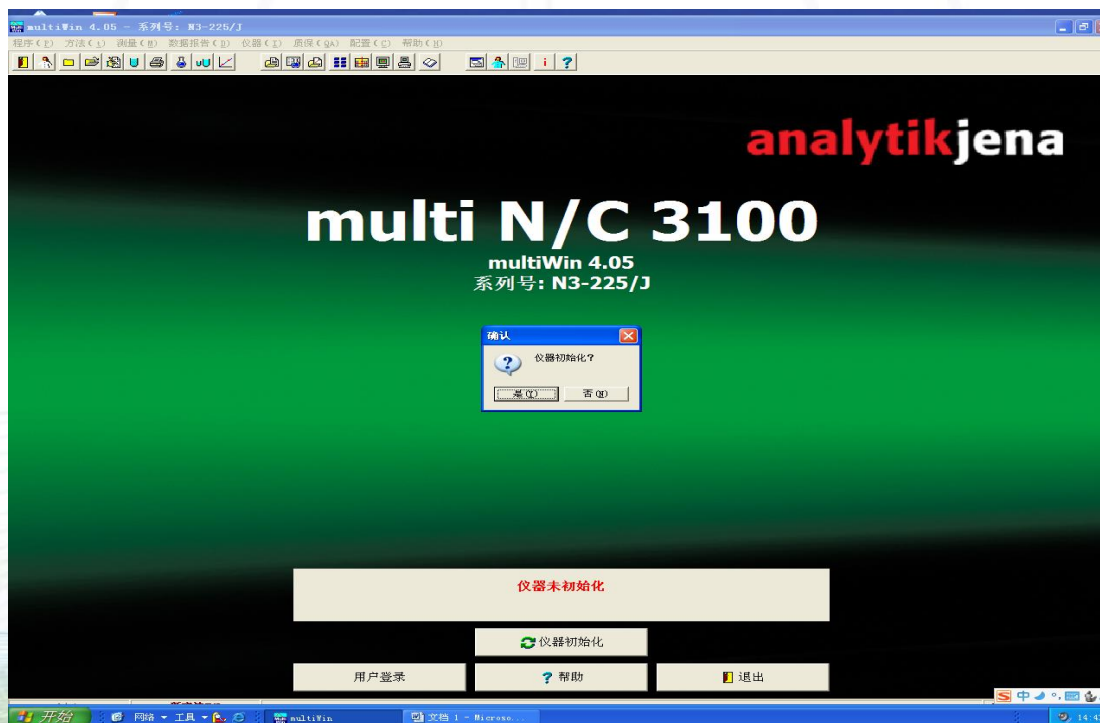
1. 打开分析天平，保证分析天平使用前预热30min以上。放入干燥剂，调节天平水平，用吸耳球吹扫天平，保持天平内部清洁。
2. 打开氧气瓶总阀，调整氧气减压阀的分压阀至0.4-0.6兆帕(MPa)。（氧气减压阀的分压阀基本不动，使用前应观察氧气减压阀总压阀，了解氧气瓶内是否有足够的氧气以完成实验）。
3. 依次打开主机MultiN/C3100电源，HT1300固体模块电源。
4. 打开计算机电源。
5. 待主机指示灯变绿后，双击multiWin图标，打开软件。
6. 输入软件口令（Admin），然后点击OK。





操作步骤

7. 初始化：软件打开后，在仪器初始化对话框一栏中选择“是”，数据库开始初始化。





操作步骤



8. 设备工作状态未达到测试条件时，工作站窗口中系统状态中炉体温度、气体流量及检测器（NDIR）会有红色字体警示，此时需等待炉体温度升至设定温度，然后开始调节气体流量计。待炉体温度、气体流量都达到测试条件后，红色字体警示消失，字体显示变成黑色，此时检测器（NDIR）也变成黑色，可开始测量。注：若此时NDIR仍是红色，可能是软件故障（汉化软件常见故障），需关闭软件，重新打开工作站。





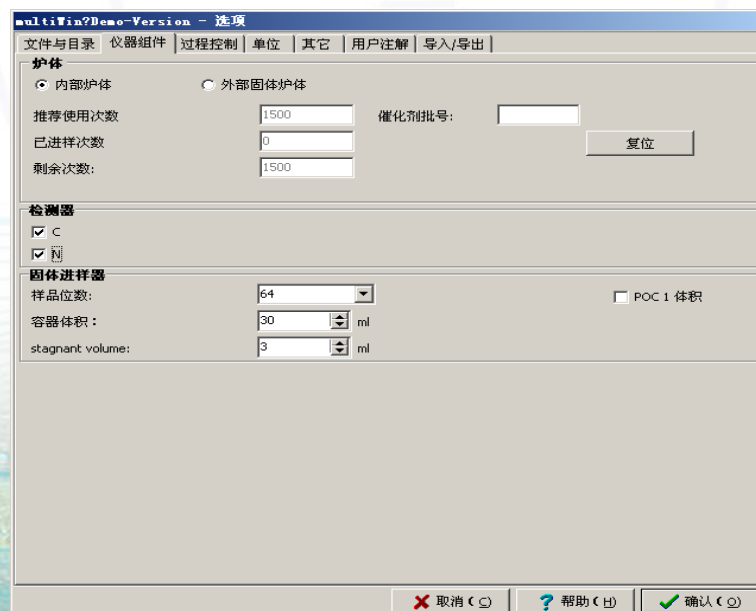
操作步骤



9. 设定（初次使用，或者从分析固体样品切换到分析液体样品时）：

点击配置（C），点击下拉菜单编辑器设置（O），选择仪器组件，液体样品选择内部炉体 (internal furnace)，检测器中，C、N都选择，自动进样器的样品位数选择64，点击确认（OK）。（液体样品）

从分析液体样品切换到分析固体样品时：选择外部固体炉体，只选择C检测器。





操作步骤

10.新建方法： 点击菜单： 方法—新建

选择方法（Method），选择新建方法New Method，在名称（File name）中键入新文件名（如Solid-TC），选择水平炉体，选择TC，选择测量次数（默认为1次）。

MultiWin? Demo-Version - 生成方法

方法 方法参数

名称: solid-TC [编辑]

方法条件

炉体: 水平炉体 垂直炉体

状态: 固体

测量参数: TC IC NPOC NPOC(+) TOC (Diff.) POC

TV

扣除萃取剂空白 额外试剂

测量准则

单位: 浓度: mg/kg [编辑]

测量次数: 1

[备注 (Q)] [取消] [帮助 (H)] [保存]



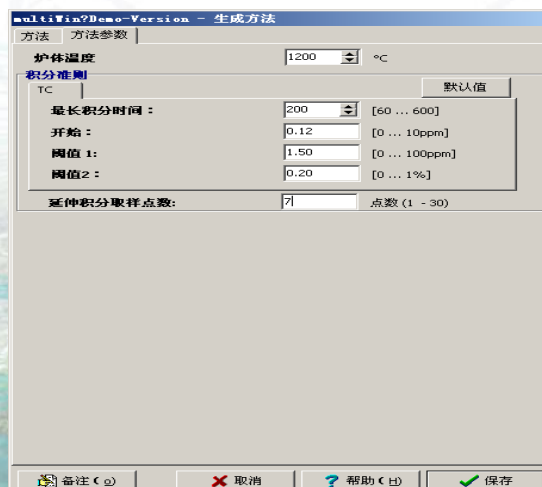
操作步骤



点击方法参数(Process Parameters), 选择炉体温度1000°C (最高1500°C), 最长积分时间(Max Integration time) (如: 200S), 延伸积分取样点数(如: 7)。点击保存(save), 应用刚新建的方法, 点击是(YES)确定此方法, 再次点击YES确定此方法作为当前的测量方法。

载入已存方法: 选择Load Method载入已存方法, 点击OK确认。

已存方法中已包含校准曲线, 可用一点标准样品来检验校准曲线是否满足测试要求(校准曲线是否漂移), 如果校准曲线满足测试要求, 可直接测试样品, 否则需重新制作校准曲线。





操作步骤

11. 气体的调节:

等炉体温度升到设定温度（流量计会在炉体温度达到950℃时开始工作）后，pump开始启动，随着炉体温度上升，“out”的数值会发生改变，待炉体温度达到990℃以上，开始调节analyt和oxygen流量计。

HT1300与3100连接：调节analyt流量计约为1.7L/min，使软件上out达到100L/h，oxygen流量计比analyt流量计略高3小格，约为2L/min；

注意：气体流量的大小会直接影响到检测器接收的信号，所以每次测量前要观察“out”的数值是否稳定在100L/h左右，并在测试前进行调节。



气体流量计



操作步骤



12.校准曲线的制作:

称取几份不同重量的标准物CaCO₃（如4份），选择测量（Measurement），点击下拉菜单校正（Calibration），点击yes确定，编辑校准曲线的标准样品份数（4个以上），输入标准浓度（g/Kg），如CaCO₃标准的含C量是120g/Kg。点击测量（Measurement），然后点击START（F2）开始测量，分别输入相应标准物CaCO₃的重量，点OK，将相应的陶瓷舟推入燃烧炉开始测量。

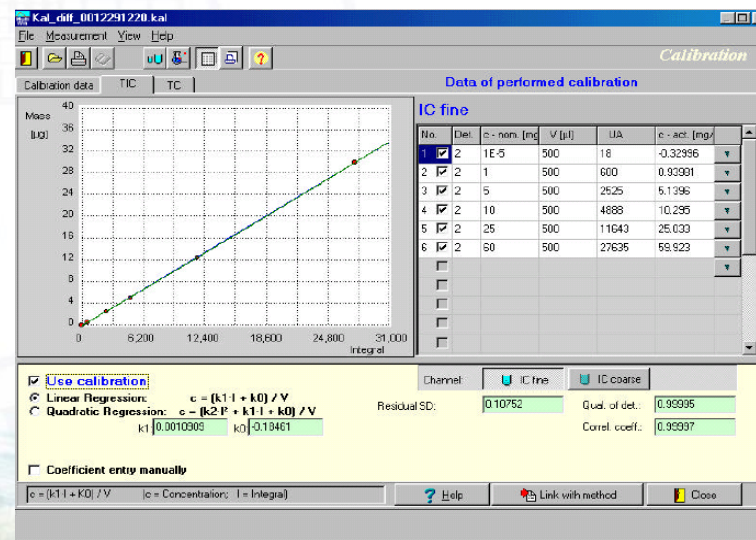
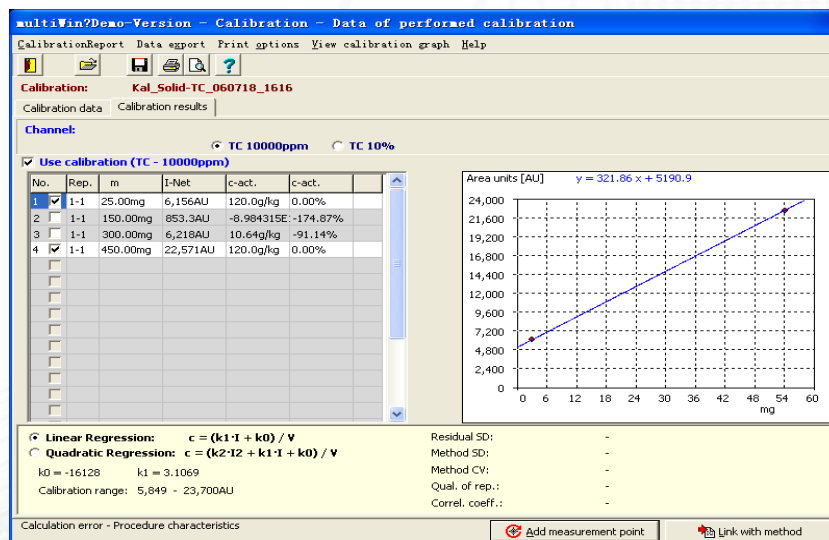
注意：第一个进去烧的样品一定是空的陶瓷舟做空白！



操作步骤



13.校准曲线做好后，仪器将自动弹出校准曲线表，你可通过选择标准样品点数来修改校准曲线。校准曲线修改后，点击与连接方法（Link with method），点击yes确定此方法，点击接收（Accept Values），校准曲线的K1、K0将变为新值。点击“CLOSE”关闭当前对话框，再关闭校准曲线对话框。



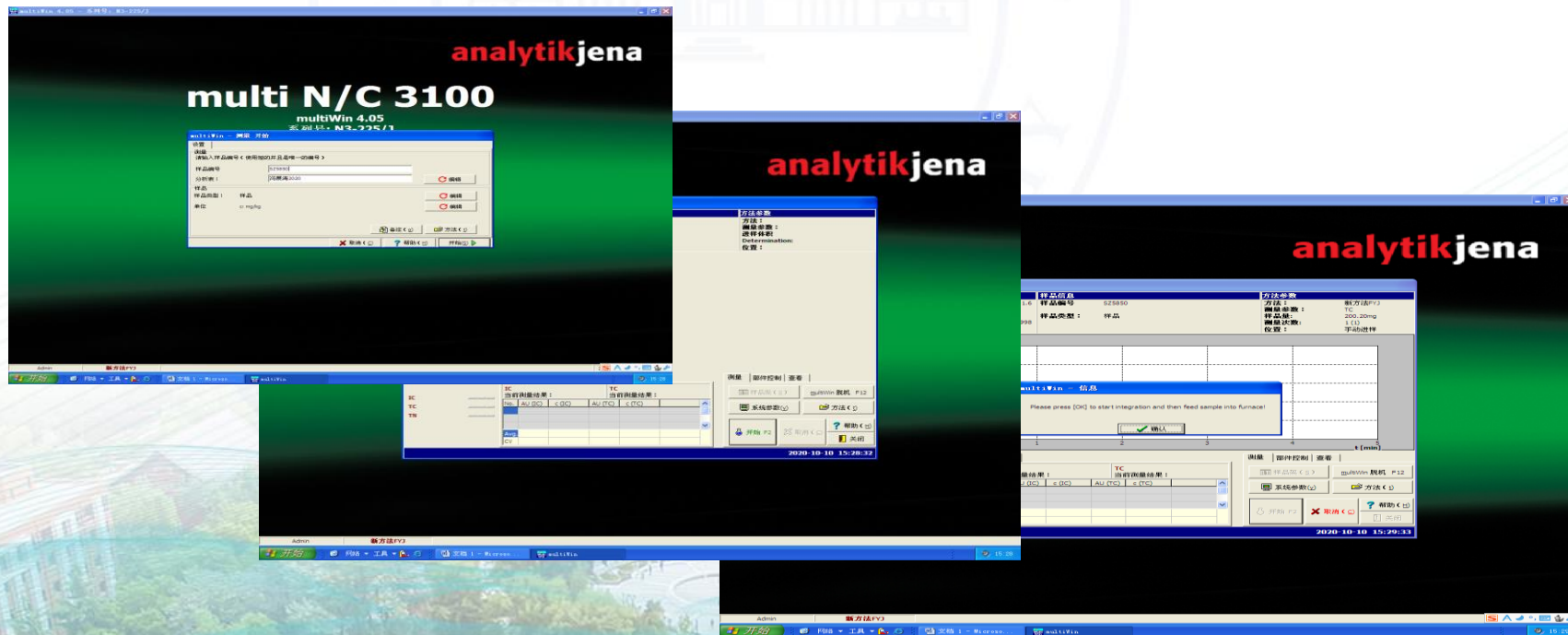


操作步骤



14.测量样品:

选择测量（Measurement），点击下拉菜单开始测量（Start Measurement）或直接点击F2快捷键，输入样品编号及分析表名称，点OK，点击开始（Start），弹出测量菜单，点击“Start F2”，输入要测量固体样品的重量，点”确认”，再将样品送入燃烧炉测量。待检测完毕后，将陶瓷舟从燃烧炉取出。





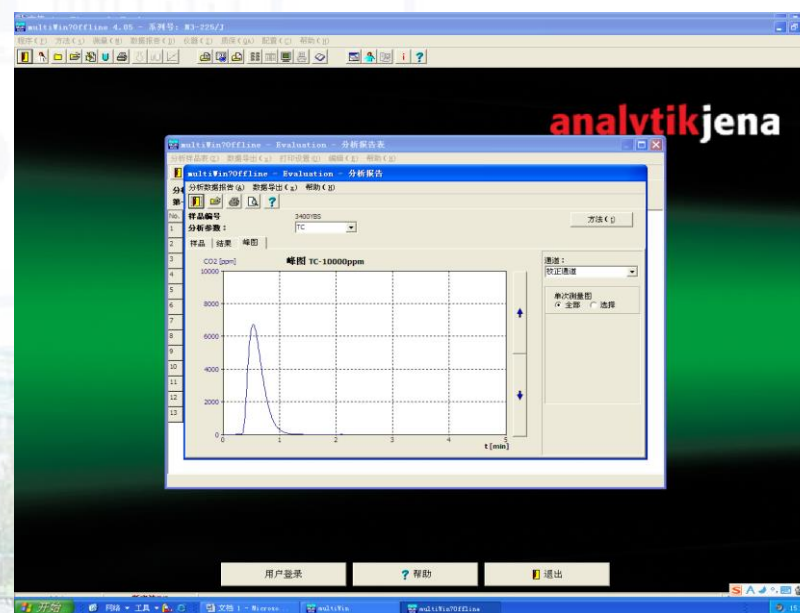
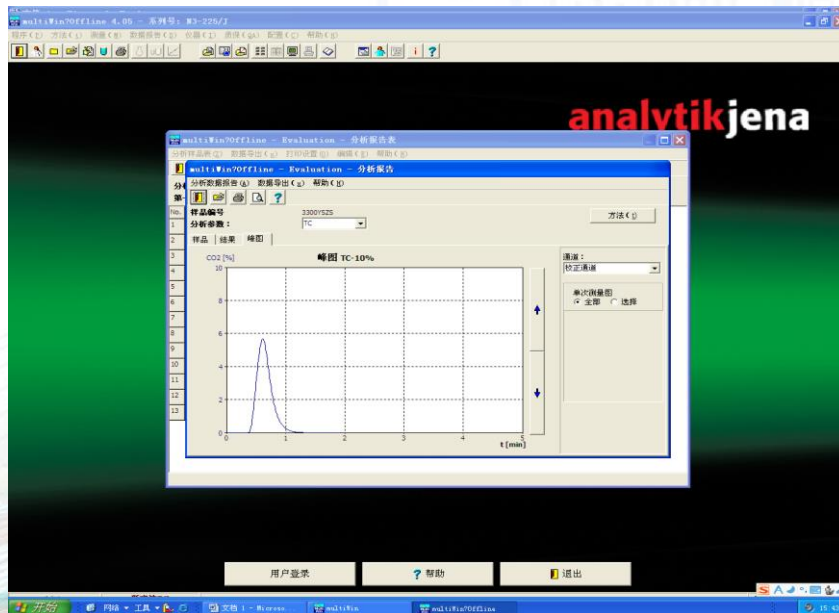
操作步骤



同一批样品测试时，只需重复上述操作，输入不同的样品名称，样品表名称一致，待测试完毕后便可调出样品表中的数据统一处理。

15. 数据处理

根据样品TOC含量的多少，仪器会自动选择百分通道和ppm通道，然后在标准曲线中自动拟合。





操作步骤



The screenshot displays the multiWin? software interface. The main window shows the 'analytikjena multi N/C 3100' title and 'multiWin?Demo-Version 4.05' subtitle. A '系统状态' (System Status) window is open, showing various parameters:

NDIR	OK
NDIR 1:	0.0
NDIR 2:	0.0
CHD	OK
TH:	0.0
气体流量	OK
In:	200.0
Out:	200.0
Purge:	100.0
温度	OK
烘箱:	850°C
制冷器:	9°C

The '分析数据报告' (Analysis Data Report) window is also visible, showing sample details and results:

样品编号	3400788
分析参数:	FC
样品量	99.40mg
结果	空白校准校正
积分面积单位:	2.50285AU
质量:	3.67mg
精度:	36.89µg
每毫克浓度:	-
相对标准偏差:	-
状态:	校准成功完成
校正范围:	8.577 - 363.895AU
自因子:	1
样品身空白:	1.450AU

待检测完毕后，从数据报告-分析数据报告（或分析数据表报告）调出样品数据，打印测试结果。



操作步骤

16.关机:

选择退出 (EXIT) 按钮, 退出软件, 关闭主机电源, 关闭HT1300电源, 但给HT1300的供电不能关闭, HT1300的风扇仍将工作一段时间, 关闭计算机电源, 将氧气瓶总阀关闭, 松开氧气瓶分压阀。

若有其它技术疑问, 请咨询德国耶拿分析仪器股份公司

北京代表处Tel: 010-65543879, 65543849

Fax: 010-65543265

上海代表处Tel: 021-54261977, 54261978

Fax: 021-54261976