监测机构名称:	
---------	--

受控状态: 发放编号:

国家环境监测网 质量体系文件

作业指导书 水质自动监测分册 2016版

中国环境监测总站编制

发布日期:	2016年	1	月	1	日
实施日期:	年		月		日

编写委员会

编委会主任:陈 斌 编委会副主任:李国刚 王业耀 傅德黔 陈善荣 编委会成员:(以姓氏笔画为序) 付 强 冯 丹 刘廷良 米方卓 孙宗光 何立环 赵晓军 官正宇

夏 新 解 鑫 潘本锋

《质量手册》编写人员

负责人:夏新 主要编写人员:夏新冯丹武桂桃周谐张榆霞梁富生彭刚华米方卓 参加编写人员:史箴王向明张敏解军李爱民刘乐君牛毓渠巍 刘卫红

《程序文件》编写人员

负 责 人:夏 新
 主要编写人员:冯 丹 夏 新 米方卓 周 谐 武桂桃 彭刚华 梁富生 张榆霞
 参加编写人员:刘卫红 渠 巍 刘乐君 解 军 李爱民 张 敏 史 箴 王向明
 牛 毓 马慧杰

《作业指导书—水质自动监测分册》编写人员

负 责 人:孙宗光
主要编写人员:刘 京 李东一 解 鑫 孙宗光 陈亚男 白 雪 周 密
参加编写人员:郭 蓉 张 苒 陶 蕾 关玉春 刘 跃 牛 毓 米方卓 冯 丹 夏 新

《作业指导书—环境空气自动监测分册》编写人员

负 责 人:官正宇
主要编写人员:潘本锋 官正宇 程 种 周国强 胡 珂 尹 婷 吴晓凤 姚雅伟杨 婧 柴文轩
参加编写人员:李文韬 刘 强 付 强 滕 曼 冯 丹 牛 毓 米方卓 夏 新

《记录表格一质量管理记录表格》

编写人员

负责人:夏新

主要编写人员:米方卓 彭刚华 梁富生 冯 丹 夏 新 张榆霞 武桂桃 周 谐 参加编写人员:牛 毓 解 军 刘乐君 王向明 渠 巍 张 敏 李爱民 史 箴 马慧杰 邹本东 刘卫红

《记录表格—监测原始记录表格(土壤监测分册)》

编写人员

负责人:何立环

主要编写人员:赵晓军 何立环 陆泗进 李爱民 王英英 孙文静 王 斌 王 静 王 伟 邵昶铭 卢 雁 米方卓 夏 新 参加编写人员:王在峰 马 宁 马广文 王晓斐 牛 毓 冯 丹

《记录表格一监测原始记录表格(水质手工监测分册)》

编写人员

负 责 人: 孙宗光
 主要编写人员: 解 鑫 孙宗光 刘 京 李东一 李晓明 嵇晓燕 刘 允 陈 鑫
 参加编写人员: 陶 蕾 何颖霞 关玉春 刘 跃 张 苒 牛 毓 米方卓 冯 丹
 夏 新 马慧杰

《记录表格—监测原始记录表格(水质自动监测分册)》

编写人员

负 责 人: 孙宗光
主要编写人员: 李东一 解 鑫 刘 京 孙宗光 朱 擎 姚志鹏
参加编写人员: 郭 蓉 张 苒 陶 蕾 关玉春 刘 跃 米方卓 牛 毓 冯 丹 夏 新 马慧杰

《记录表格一监测原始记录表格(环境空气自动监测分册)》

编写人员

负 责 人:官正宇
 主要编写人员:潘本锋 程 种 官正宇 周国强 胡 珂 尹 婷 姚雅伟 吴晓凤
 参加编写人员:李文韬 刘 强 冯 丹 牛 毓 米方卓 夏 新 杨 婧 柴文轩
 付 强 滕 曼

参加编写单位

(排序不分先后)

北京市环境保护监测中心 上海市环境监测中心站 河北省环境监测中心站 内蒙古自治区环境监测中心站 江西省环境监测中心站 河南省环境监测中心站 刚间省环境监测中心站 甘肃省环境监测中心站 常州市环境监测中心站 武汉市环境监测中心 武汉市环境监测中心

目

录

E	国家环境监测网	页 码:第1页,共1页	
作业指导书		版 次: 2016版,第0次修订	
主题:水质自动监测分册		发布日期: 2016年1月1日	
序号	文件编号	文件名称	
1	GJW-03-SZD-001	地表水环境质量自动监测站交接规定	
2	GJW-03-SZD-002	地表水环境质量自动监测站运行维护操作规程	
3	GJW-03-SZD-003	地表水环境质量自动监测站运行质量保证与控制规程	
4	GJW-03-SZD-004	地表水环境质量自动监测站数据审核与预警监控要求	
5	GJW-03-QZD-005	地表水环境质量自动监测站运行质量监督检查规定	

以下附件供参考:

- 附件: 1. SC 系列五参数分析仪操作规程
 - 2. WTW 五参数仪器操作规程
 - 3. JAWA-1005 型氨氮自动水质分析仪操作规程
 - 4. WTW-TresCon 氨氮仪操作规程
 - 5. COD-203A 操作规程
 - 6. DIGS-300 高锰酸盐指数操作规程
 - 7. SERES 2000 高锰酸盐指数操作规
 - 8. TOC-4100 操作规程
 - 9. KS2900 型叶绿素在线监测仪操作规程
 - 10. INFICON CMS5000 VOCs 自动监测仪操作规程
 - 11. iTOX control 在线生物毒性检测仪器操作规程
 - 12. JMS-CLM II 型大肠菌群在线自动监测仪操作规程
 - 13. TNP-4110 操作规程

国家环境监测网 作 业 指 导 书	页 码:第1页,共2页
文件编号:GJW-03-SZD-001	版 次: 2016 版,第 0 次修订
文件名称:地表水环境质量自动监测站 交接规定	发布日期: 2016 年 1 月 1 日

地表水环境质量自动监测站交接规定

1. 目的

为了保证地表水环境质量自动监测站(以下简称:水站)的连续稳定运行,规范水站站房和仪器设备等的交接过程,确认站点的完好性。

2. 适用范围

适用于监测任务实施前和任务完成后水站交接,交接不涉及水站的所有权和管理 权。

3. 交接要求

交接包括站房主体和仪器设备等整个站点的交接:

(1)站房主体符合规范要求,站房供电、通讯系统正常,防雷设备完好。

(2)各监测仪器、辅助设备与站点设备清单保持不变,数据采集和传输系统完好、运行正常。

(3) 当年的运行维护记录完整,各类证书有效。

4. 交接内容

交出方需要向委托方提供运维期间水站运行维护相关记录表格,包括现场值守情况 记录表、运行维护记录表、易耗品定期更换记录表、仪器设备维修记录表、便携仪器使 用记录表、标准溶液核查结果记录表、仪器精密度和准确度测定结果记录表、比对实验 结果记录表、仪器线性检查测定结果记录表、仪器检出限测定结果记录表、关键试剂质 量评价汇总表、运行考核表等。

5. 交接程序

(1)交出方填写"地表水环境质量自动监测站仪器设备一览表"报委托方,并准备 好相应的运维记录、证书、档案等。

(2) 在规定的时间内, 交出方填写"地表水环境质量自动监测站交接表", 交出方、

国家环境监测网 作 业 指 导 书	页 码:第2页,共2页
文件编号:GJW-03-SZD-001	版 次: 2016 版,第 0 次修订
文件名称:地表水环境质量自动监测站 交接规定	发布日期: 2016 年 1 月 1 日

接受方和委托方(或代理委托方)三方签字确认。委托方可以委托省级或地级市环境监 测站作为代理委托方。

6. 相关记录

6.1 GJW-04-2016-YS-SZD-001 地表水环境质量自动监测站点位信息表
6.2 GJW-04-2016-YS-SZD-002 地表水环境质量自动监测站仪器设备一览表
6.3 GJW-04-2016-YS-SZD-003 地表水环境质量自动监测站交接表

国家环境监测网 作 业 指 导 书	页 码:第1页,共4页
文件编号:GJW-03-SZD-002	版 次: 2016 版,第 0 次修订
文件名称:地表水环境质量自动监测站 运行维护操作规程	发布日期: 2016 年 1 月 1 日

地表水环境质量自动监测站运行维护操作规程

1. 目的

为指导地表水环境质量自动监测站(以下简称:水站)日常运行维护,特制定本规程。

2. 适用范围

适用于地表水环境质量自动监测网络中水站的日常运行和维护。

3. 一般要求

3.1 水站站房内应保持各仪器干净清洁,内部管路通畅,流路正常。对于各类分析 仪器,应防止日光直射,保持环境温度稳定,避免仪器振动。仪器设备标识清楚。

3.2 日常应经常检查仪器设备供电、供水及网络通讯是否正常,仪器测试过程温度、 工作时序是否正常、有无漏液,及管路是否有气泡、搅拌电机是否工作正常等,保证自 动站监测系统正常运行。

3.3 保证空调正常工作,仪器运行温度保持在 18-28℃之间,站房内温度日波动范围小于 5℃,相对湿度保持在 80%以下。

3.4 进行水站维护时,应规范操作,注意安全,防止意外危害事故发生。

3.5 保证采水系统的保温、防冻、防压、防淤、防撞措施有效。

3.6 水站现场配备必要的操作手册、管理规章和现场记录本等。每次维护后做好系 统运行维护记录。

3.7 水站应具备必要的防火能力,站房内应适当配备干粉灭火器。

3.8 水站的避雷设施应按时年检。

4. 水站运维工作内容

4.1 常规监视

水站运维技术人员每天上午和下午两次通过中心站软件远程下载水站监测数据,并

国家环境监测网 作 业 指 导 书	页 码: 第 2 页, 共 4 页
文件编号:GJW-03-SZD-002	版 次: 2016 版,第 0 次修订
文件名称:地表水环境质量自动监测站 运行维护操作规程	发布日期: 2016 年 1 月 1 日

对站点进行远程管理和巡视,内容包括:

(1) 根据仪器分析数据判断仪器运行情况。

(2) 根据管路压力数据判断水泵运行情况。

(3) 根据电源电压、站房温度、湿度数据判断站房内部情况。

发现数据有持续异常值出现时,应立即前往现场进行检查和处理,必要时采集实际 水样进行实验室分析。

4.2 例行巡视

水站运维技术人员每周应巡视水站1次,主要作业内容包括:

(1)查看各台分析仪器及辅助设备的运行状态和主要技术参数,判断运行是否正常。

(2)检查水站电路系统、通讯线路是否正常。

(3)检查采水系统、配水系统是否正常,如采水浮筒固定情况,水泵运行情况等。

4.3 定期养护

(1)水泵与取水管路(主要为河道中):水泵应定期清洗过滤网。对于自吸泵,应 定期清洗采水头;对于潜水泵,应定期清洗泵体、吊桶。取水管路应检查是否出现弯折 现象,是否畅通,并清理管路周边杂物,在泥沙含量大或藻类密集的水体断面应视情况 进行人工清洗。一般每月一次。

(2) 配水与进水系统:每月对仪器采样适配器,包括过滤头、水杯和进样管等以及 配水板上的管路和观察窗等进行清洗。

(3) 仪器分析系统: 定期清洗各个电极、采样杯、废液桶和进样管路测量室等; 检查试剂用量。

(4)空气压缩机:每月检查气泵和清水增压泵(部分站没有清水增压泵)工作状况 一次,并对空气过滤器放水。

(5)检查通讯设备是否正常,一般每月一次。

国家环境监测网 作 业 指 导 书	页 码:第3页,共4页
文件编号:GJW-03-SZD-002	版 次: 2016 版,第 0 次修订
文件名称:地表水环境质量自动监测站 运行维护操作规程	发布日期: 2016 年 1 月 1 日

4.4 试剂更换

按仪器说明书的要求配制试剂并定期更换。试剂的使用周期一般不应超过30天。

4.5 停机维护

(1)短时间停机(停机时间小于24小时):一般关机即可,再次运行时仪器需重新 校准。

(2)长时间停机(连续停机时间超过24小时):如果分析仪需要停机24小时或更 长时间,一般需关闭分析仪器和进样阀,关闭电源。并用蒸馏水清洗分析仪器的蠕动泵 以及试剂管路;清洗测量室并排空;对于测量电极,应取下并将电极头浸入保护液中存 放。

5. 易耗件与零配件的更换

5.1 应依据断面水质状况和水站环境条件制订易耗品和消耗品(如泵管、滤膜、活 性碳及干燥剂等)的更换周期,做到定期更换;对使用期限有规定的备品备件,必须严 格按使用规定期限予以更换。

5.2 应根据不同零配件和易耗件的更换周期,提前订货。

5.3 部分仪器设备,需要定期聘请专业人员维护维修,如:水泵应每年聘请专业人员维护维修或更换1次;碳刷式稳压电源每年定期请专业维修人员维护电源内部的碳刷 和继电器等。

6. 仪器故障的报修

水站运维人员在确认自行无法排除的故障后应在 24 小时内向仪器设备供货单位报 修,并以书面形式报告水站业主单位。

7. 运行维护记录

水站运维人员应认真做好仪器设备运行维护记录工作,详细记录水站系统运行状况 和维护维修内容,如实填写"地表水环境质量自动监测站值守情况记录表","地表水环 境质量自动监测站运行维护记录表","地表水环境质量自动监测站仪器设备维修情况记 录表"等表格。定期备份原始数据。

国家环境监测网 作 业 指 导 书	页 码:第4页,共4页
文件编号:GJW-03-SZD-002	版 次: 2016 版, 第 0 次修订
文件名称:地表水环境质量自动监测站 运行维护操作规程	发布日期: 2016 年 1 月 1 日

8. 停站申请

如遇河流断流等不可抗拒的因素导致的采样系统无法正常采集、分析水样,或自动 站站房、供电设施等故障导致仪器不能正常工作运行,需停站维护时,应及时上报中国 环境监测总站,并填写"地表水环境质量自动监测站停运申请表"报批。

9. 数据补测

停站或测试仪器故障期间,需采用人工采样分析方式继续监测测点水质。人工采样 监测频率每周两次,两次采样间隔不低于两天。

监测项目包括水温、pH、DO、电导率、高锰酸盐指数/TOC 和氨氮等 6 个项目。

10. 复站要求

停运的水站一旦故障解除,需对仪器重新进行校准、标液核查和实验室比对,新更换的仪器还要进行仪器性能测试,上述测试合格后,方可恢复运行,上传监测数据。同时填写"地表水环境质量自动监测站恢复运行申请表"及上述测试的相关表格上报中国环境监测总站备案。

11. 相关记录

11.1 GJW-04-2016-YS-SZD-004 _____年____月地表水环境质量自动监测站值守情况 记录表

11.2 GJW-04-2016-YS-SZD-005 地表水环境质量自动监测站运行维护记录表

11.3 GJW-04-2016-YS-SZD-006 地表水环境质量自动监测站试剂更换记录表

11.4 GJW-04-2016-YS-SZD-007 地表水环境质量自动监测站易耗品更换记录表

11.5 GJW-04-2016-YS-SZD-008 地表水环境质量自动监测站仪器设备维修记录表

11.6 GJW-04-2016-YS-SZD-009 地表水环境质量自动监测站停运申请表

11.7 GJW-04-2016-YS-SZD-010 地表水环境质量自动站恢复运行申请表

国家环境监测网 作 业 指 导 书	页 码:第1页,共5页
文件编号:GJW-03-SZD-003	版 次: 2016 版,第 0 次修订
文件名称:地表水环境质量自动监测站 运行质量保证与控制规程	发布日期: 2016 年 1 月 1 日

地表水环境质量自动监测站运行质量保证与控制规程

1. 目的

为了保证地表水环境质量自动监测站(以下简称"水站")测试数据的准确可靠。

2. 适用范围

适用于地表水环境质量自动监测网络中水站监测工作的质量保证与质量控制。

3. 仪器校准

定期按照仪器设备操作规程对自动监测仪器进行校准。

4. 试剂配制与有效性检查

标准溶液和试剂的配制按实验室分析测试的要求进行。 所有使用的试剂必须为分析纯或优级纯级别,且未失效。 标准溶液贮存期除有明确的规定外,一般不得超过三个月。

5. 质量保证与质量控制措施

5.1 标准溶液核查

使用国家认可的质控样(或按规定方法配制的标准溶液),对自动监测仪器进行标 准溶液核查,按照"标准溶液核查结果记录表"记录核查结果。

注意:标液核查不能使用仪器校准以及制作校准曲线的标准溶液。

5.2 实际水样比对

采用实验室方法对自动监测项目进行一次比对实验。在自动监测分析的同时,采集 实际水样送实验室按照常规监测分析方法进行分析,并与自动监测仪器的测定结果相比 对,按照"比对实验结果记录表"记录比对实验结果。

5.3 仪器性能测试

(1) 精密度与准确度

仪器经校准后,选择仪器测试上限40%~60%浓度的标准溶液,连续测定6~8次,

国家环境监测网 作 业 指 导 书	页 码: 第 2 页, 共 5 页
文件编号:GJW-03-SZD-003	版 次: 2016 版,第 0 次修订
文件名称:地表水环境质量自动监测站 运行质量保证与控制规程	发布日期: 2016 年 1 月 1 日

将测试结果填入"仪器精密度和准确度测定结果记录表",根据测定结果计算仪器的准确度和精密度。

准确度以相对误差(RE)表示,计算公式如下:

$$RE(\%) = \frac{\bar{x} - c}{c} \times 100$$

式中: x--质控样品多次测定平均值。

c—质控样推荐值或标样配制值。

精密度以相对标准偏差(RSD)表示(即多次测定结果的标准偏差 SD 与多次测定 结果的平均值之比),计算公式如下:

$$\text{RSD}(\%) = \frac{\sqrt{\frac{1}{n-1}\sum_{i=1}^{n} (x_i - \bar{x})^2}}{\bar{x}} \times 100$$

(2) 线性检查

按仪器规定的测量范围均匀选择 6 个浓度的标准溶液(包括空白),按样品分析方 式测试,将测试结果填入"仪器线性检查测定结果记录表",并计算其相关系数。

(3)检出限

仪器经校准后,按样品分析方式连续测定空白溶液或配制的低浓度标准溶液 6~8 次,仪器的检出限采用实际测试获得的检出限,将测试结果填入"仪器检出限测定结果记录表",检出限计算公式如下: DL=3*S*_b

式中,3—常数。

Sb—多次测定结果的标准偏差(mg/L)。

5.4 质控措施实施要求

对于水站配置的常规仪器设备,主要为 pH、溶解氧、氨氮和高锰酸盐指数等,采 取周核查月比对的质控措施。其他选配仪器如叶绿素、VOCs、重金属等,则适当降低 采取质控措施的频次。具体见下表。

对于生物毒性、粪大肠菌群等特殊项目,则采用与之相匹配的质控措施。

国家环境监测网 作 业 指 导 书	页 码:第3页,共5页
文件编号:GJW-03-SZD-003	版 次: 2016 版,第 0 次修订
文件名称:地表水环境质量自动监测站 运行质量保证与控制规程	发布日期: 2016 年 1 月 1 日

必须如实记录各种质控实验的结果,作为水站运行管理的档案保存。

序号	项目	标液核查	样品比对	仪器性能测试	试验结果
1	水温		每周	每年	评价
2	pН	每周	每月	每年	评价
3	DO	每周	每月	每年	评价
4	电导率	每周	每月	每年	评价
5	浊度			每年	不评价
6	氨氮	每周	每月	每年	评价
7	高锰酸盐指数	気国	有日	有左	评价
/	/TOC	专问	母月	草士	
8	总氮	每周	每月	每年	评价
9	总磷	每周	每月	每年	评价
10	叶绿素	每半年		每年	不评价
11	VOCs	每季度	每半年	每年	不评价

国家水站质控措施实施频次要求一览表

6. 质控数据评价原则

6.1 标准溶液核查

标准溶液核查测试中,标准溶液浓度尽量控制在仪器测试上限的20%~80%范围。 仪器测定结果与标准值的误差在10%之内,核查结果合格;否则为不合格。

6.2 实际样品比对

实际水样比对测试中,以实验室国标分析方法的测试结果为标准计算两个测定结果 的相对误差。

由于地表水的污染物浓度相对较低,特别是水质优良的地表水其测试项目的浓度常 常是未检出。因此,在实际样品比对测试中,满足下列条件者为合格,否则为不合格:

 $C_x > B_N$,比对试验的相对误差《±20%。

 $B_{II} < C_x \leq B_{IV}$, 比对试验的相对误差《 $\pm 30\%$ 。

3DL $< C_x \le B_{II}$,比对试验的相对误差 $\leq \pm 40\%$ 。

其中: C_x—仪器测定浓度; B—地表水环境质量标准相应水质类别标准限值。

国家环境监测网 作 业 指 导 书	页 码:第4页,共5页
文件编号:GJW-03-SZD-003	版 次: 2016 版,第 0 次修订
文件名称:地表水环境质量自动监测站 运行质量保证与控制规程	发布日期: 2016 年 1 月 1 日

3DL—定量分析下限。

当自动监测数据或实验室分析结果双方都未检出或有一方未检出、另一方的测定值 低于 **B**_I时,均认定比对试验结果合格。

pH值,当比对结果误差不大于±0.5pH时,为合格;否则为不合格。

6.3 精密度

选择仪器测试上限 40%~60%浓度的标准溶液,按照样品在仪器上连续测定 6~8 次,计算测试结果的相对标准偏差。测试样品的相对标准偏差不大于±5%时,仪器的性能指标满足要求,否则为不合格。

6.4 准确度

与 6.1 相同。

6.5 线性测试

按仪器规定的测量范围均匀选择 6 个浓度的标准溶液(包括空白)按样品方式测试, 根据测试结果计算其相关系数。当相关系数大于 0.998 时,仪器的性能指标满足要求, 否则为不合格。

6.6 检出限

为了满足地表水环境质量的测试要求, 仪器实际测试的检出限应低于地表水环境质量标准 I 类标准限值(*B*_I)的 1/4。否则仪器的性能指标不满足要求。

7. 质控测试实验室资质要求

参与水站运维质控数据分析的实验室必须符合国家地表水环境监测网监测分析的资质要求。

8. 建立水站质控档案管理制度

水站应建立严格的质控管理档案,认真做好各项质控措施实施情况的记录,包括水 站日常数据检查情况、试剂配制情况、每周巡检的作业情况、每周标准溶液的核查结果、 每月比对实验的结果、自动监测系统日常运行情况等的记录。

9. 质控报告

国家环境监测网 作 业 指 导 书	页 码:第5页,共5页
文件编号:GJW-03-SZD-003	版 次: 2016 版,第 0 次修订
文件名称:地表水环境质量自动监测站 运行质量保证与控制规程	发布日期: 2016 年 1 月 1 日

根据水站运行质控措施和实施要求的执行情况按委托方要求编制质控报告(月报、 季报、年报)。

10. 相关记录

10.1 GJW-04-2016-YS-SZD-011 地表水环境质量自动监测站便携仪器使用记录表

10.2 GJW-04-2016-YS-SZD-012 地表水环境质量自动监测站标准溶液核查记录表

10.3 GJW-04-2016-YS-SZD-013 地表水环境质量自动监测站比对实验记录表

10.4 GJW-04-2016-YS-SZD-014 地表水环境质量自动监测站仪器精密度和准确度测 定记录表

10.5 GJW-04-2016-YS-SZD-015 地表水环境质量自动监测站仪器线性检查记录表

10.6 GJW-04-2016-YS-SZD-016 地表水环境质量自动监测站仪器检出限测定记录表

10.7 GJW-04-2016-YS-SZD-017 地表水环境质量自动监测站关键试剂质量评价汇总表

10.8 GJW-04-2016-YS-SZD-018 地表水环境质量自动监测站标准物质管理汇总表

国家环境监测网 作 业 指 导 书	页 码:第1页,共3页
文件编号:GJW-03-SZD-004	版 次: 2016 版,第 0 次修订
文件名称:地表水环境质量自动监测站 数据审核与预警监控要求	发布日期: 2016 年 1 月 1 日

地表水环境质量自动监测站数据审核与预警监控要求

1. 目的

为指导地表水环境质量自动监测站(以下简称:水站)日常运行维护,特制定本规程。

2. 适用范围

适用于国家地表水环境质量自动监测网络中水站日常运行的数据审核与预警监 控。

3. 值班制度

水站数据的审核与水质预警监视实行值班制度。每天(含周六、周日及国家法定 假日)安排两人值班。

每天工作时间为8:00至18:00。要求值班人员全天24小时通信畅通。

4. 工作内容

监督水站运行质量。审视数据上传状态;对数据进行审核并监督入库;监视水质 及其变化;随时协调水站运维单位做好维护、维修与零备件的供应等问题;做好值班记录。

4.1 数据发布监控

值班人员分别在每天上、下午两次登陆 "国家地表水水质自动监测实时数据发布 系统"网站,查看发布系统是否正常运行,检查水站各项监测数据的实时发布状况,确 认是否为最新一期数据。当外网数据传输异常时,应立即通知运维公司协助解决网络问 题,保证外网数据的正常发布。

目前每个水站每4小时监测1次,采样时间分别为0:00、4:00、8:00、12:00、 16:00、20:00时,一般1~2小时后完成水样分析并上传数据。

国家环境监测网 作 业 指 导 书	页 码:第2页,共3页
文件编号:GJW-03-SZD-004	版 次: 2016 版,第 0 次修订
文件名称:地表水环境质量自动监测站 数据审核与预警监控要求	发布日期: 2016 年 1 月 1 日

4.2 数据审核与水质预警监视

值班人员应每日对数据进行检查,通过各个水站近 3~5 天的监测结果对数据进行 分析和判断。发现异常数据应及时判断和处理,并记录处理办法。

当确认水站所在断面发生水质变化或变化趋势时,应立即向相关部门报告情况。

5. 异常数据判定原则

5.1 当发生下列突发环境事件时,运维方和质控方应立即核实监测数据的有效性,向委托方提交异常数据报告备案。

5.1.1 当某水质自动站自动监测数据连续 2 组超过平常浓度水平 2 倍,同时水质类 别劣于V类。

5.1.2 饮用水源地水质出现波动但未超过地表水Ⅲ类标准。

5.1.3 饮用自动站监测数据发现重金属、粪大肠菌群、VOC 等指标出现异常波动(超 过平常浓度水平 2 倍,但未超标)。

5.1.4 饮用水源地常规污染物指标出现异常波动(超过平常浓度水平 2 倍,但未超标)。

5.1.5 长期(半年以上)达标的主要断面常规污染物指标出现异常波动。

5.2 当发生下列突发环境事件时,运维方和质控方应立即核实监测数据的有效性, 并组织开展加密监测或水样比对工作,监测结果以应急快报形式报委托方,由委托方根 据上报应急快报数据或水质监控平台数据报送相关领导,或通知上下游其他地方环保部 门。

5.2.1 当某水质自动站自动监测数据连续 2 组超过平常浓度水平 3 倍,同时水质类别劣于V类。

5.2.2 水源地出现超过地表水III类标准现象。

5.2.3 重金属、总酚及 VOCs 出现超标现象。

5.2.4 高锰酸盐指数、氨氮、总氮、总磷等常规污染物浓度超过平常浓度水平 2 倍,同时水质类别劣于V类。

国家环境监测网 作 业 指 导 书	页 码:第3页,共3页
文件编号:GJW-03-SZD-004	版 次: 2016 版,第 0 次修订
文件名称:地表水环境质量自动监测站 数据审核与预警监控要求	发布日期: 2016 年 1 月 1 日

5.2.5 长期(半年以上)达标的主要断面常规污染物指标出现超标现象。

5.3 当发生下列突发环境事件时,运维方和质控方在核实监测数据的有效性后,立即上报委托方。由委托方组织质控方和运维方开展应急监测工作,增加监测频次和监测指标,监测结果以应急快报形式报委托方。

5.3.1 当某水质自动站自动监测数据连续1天(6)组超过平常浓度水平3倍,同时 水质类别劣于V类时。

5.3.2 饮用水源地水质自动站自动监测数据连续3组超过地表水III类标准;

5.3.3 重金属、总酚及 VOCs 出现异常超标 2 倍以上现象。

5.3.4 高锰酸盐指数、氨氮、总氮、总磷等常规污染物浓度超过平常浓度水平3倍,同时水质类别劣于V类(饮用水源地超过地表水III类标准)。

5.3.5 若相应区域已经引发 I ~III级突发性环境事件,应立即启动相应环境应急响应程序。

6. 相关记录

6.1 GJW-04-2016-YS-SZD-019 地表水环境质量自动监测站值班记录表

国家环境监测网 作 业 指 导 书	页 码:第1页,共1页
文件编号:GJW-03-SZD-005	版 次: 2016 版,第 0 次修订
文件名称:地表水环境质量自动监测站 运行质量监督检查规定	发布日期: 2016 年 1 月 1 日

地表水环境质量自动监测站运行质量监督检查规定

1. 目的

为了保证地表水环境质量自动监测站(以下简称:水站)测试数据的准确可靠,规 范对水站运行状况和数据质量的监督检查。

2. 适用范围

适用于地表水环境质量自动监测网络中水站的运行状况和数据质量的监督检查工作。

3. 各水站考核指标

- 3.1 水站有关规定的执行情况。
- 3.2 水站的运行状况,统计水站仪器开机率。
- 3.3 监测数据的上传报送情况,数据上传率、有效数据获取率。
- 3.4 质量保证与质量控制措施的落实和执行情况。
- 3.5 自动监测数据的正确性。
- 3.6 运行记录等档案保存情况。

4. 考核形式

- 4.1 质控样品测试及实际样品比对测试。
- 4.2 发盲样测试与实地检查。
- 4.3 远程查阅水站运行状况。
- 5. 相关记录

5.1 GJW-04-2016-YS-SZD-020 地表水环境质量自动监测站外部运行质量现场检查 记录表

5.2 GJW-04-2016-YS-SZD-021 地表水环境质量自动监测站运行考核表

附件1:

SC 系列五参数分析仪操作规程

1. 仪器原理

pH: 玻璃电极法

温度:NTC 温度电极法

溶解氧:三极式薄膜电极法

电导率: 四级式电导池法

浊度: 90 度散射光比浊法

2. 仪器操作

2.1 控制器操作

采用彩色触摸屏设计,表头结构如下:



1. 显示器	5. 天线接线(仅用于备用 GSM 多孔调制解调
	器 - 目前暫缺,待 FCC 批准许可)
2. 显示屏	6. 多媒体卡的插槽(MMC存储卡)-操作过
	程中需要的目前尚未公开发表的软件。
3. 连接器	7. 探头模块的电缆连接
4. 备用 GSM 多孔调制解调器的 SIM 卡访问端	 服务端口(以太网)
口-目前暂缺	

可使用上弹工具栏中的快捷键,进行控制器和传感器设置。工具栏通常是隐藏的。 轻触屏幕左下方,即可显示工具栏。操作界面如下:

	主菜单 -显示主菜单结构
Δ	UP 箭头 - 翻转到上一级显示菜单。
1	显示一个数值
2	同时显示两个值
4	同时显示四个值
	LIST -显示系统所连接设备和传感器的清单列表
$\mathbf{\nabla}$	Down 箭头-翻转道下一级显示菜单。

(1) 调整触摸屏校正

控制器首次试用时,显示屏上会自动显示触摸屏校正提示。按照屏幕上显示的刻度 值,设置触摸屏。确保触摸屏被校正到合适的设备(如手指,触头等)。

首次试用后,可按下述步骤重新校正触摸屏:

选择系统设置菜单中的显示器设置与触摸屏校正选项。

按照刻度值校正,校正完成后,屏幕上会显示显示器设置菜单。

(2) 设置显示语言

在系统设置菜单中,选择显示器设置和语言选项。

选择高亮显示的语言。高亮显示列表框中所选的显示语言,按进入键,确认选项或 选择取消按钮。

(3) 设置时间日期

可按照下述步骤设置时间和日期及日期格式:

在系统设置菜单中,选择显示器设置与日期/时间,选择日期格式。

高亮显示日期格式,按其右端。在列表框中,高亮显示待显示的日期格式,按进入 键确认选择,并返回日期/时间屏幕,输入日期。

高亮显示日期按钮,按其右端。会出现一个小键盘,输入日期后,按进入键确认所 作修改,并返回日期/时间屏幕。输入时间。

高亮显示时间按钮,按其右端。会出现一个小键盘,输入时间后,按进入键确认所 作修改,并返回日期/时间屏幕。

注意: 首先设置时间后, 再进行探头连接工作。

3. 试剂配制

五参数分析仪测试原理为电极法,不需要化学试剂。

4. 维护保养

4.1 pH 电极

(1) pH 电极的校准方法

进入主菜单,选择探头设置,选择 pH 电极,进入电极菜单选择校准。

表1 可选校准模式

校准模式	适用环境
1 点自动校正	用一种缓冲液校正,一般为 pH 7
2 点自动校正	两点缓冲液校正,通常为 pH 7 以及 pH 4 或 pH 10
1 点手动校正	用一个已知 pH 的缓冲液校正
2 点手动校正	两点样品校正,用两个已知 pH 缓冲液校正

推荐两点自动校准:

①在 Main Menu(主菜单)中,选择 SENSOR SETUP(传感器设置)。

②选择 CALIBRATE (校正),然后按下 ENTER。

③选择 2 POINT AUTO(两点自动校正),选择可用的 Output Mode(输出模式)(Active(活动),确认。

④将干净的探头移至第 1 种缓冲液中,按下 ENTER 以确认。

⑤处于稳定状态时,按下 ENTER。

⑥将干净的探头移至第 2 种缓冲液中,按下 ENTER 以确认。

⑦处于稳定状态时,按下 ENTER。此时,屏幕上将会显示 2 Point Calibration Complete(两点校正完成)和斜率(XX.XmV/pH)。

⑧将探头重新插入处理溶液中。

(2) pH 电极日常维护

清洗传感器

①用水清洗传感器外部。如果仍有污浊存在,用柔软、干净的布仔细擦拭传感器的 测量末端,除去松散的污垢。再用清洁的温水浸泡电极。

②使用不含油脂的温和肥皂水和清洁剂或其他的无刺激性的清洁水,如实验室玻璃 清洗液。

注意:油脂如果覆盖玻璃工作电极,会严重影响电极性能。

③将电极在肥皂水浸泡2到3分钟。

④用小的软毛刷(如牙刷)刷洗电极整个的测量头,彻底清洗电极和盐桥表面。如 果表面污垢不能被清洁剂除去,使用盐酸或其他稀酸溶解这些污垢。酸应当尽可能的稀 释,稀释倍数可由经验来决定。一些顽固污渍需改用其他清洗剂。

⑤将电极整个测量端放入稀酸不超过5分钟。然后用清洁的温水浸泡电极,然后将 电极放入温和的肥皂水中2~3分钟来中和残留的酸。

⑥将电极从肥皂水中取出,再次泡入清洁的温水中。

⑦清洗结束后,进行校正。

更换电解液和盐桥

如果校正不能通过,可通过更换电解液和盐桥来恢复电极性能。

①要拆下盐桥,请向上(电极头在上)握住传感器。用钳子或者小的工具逆时针旋转。

注意: 不要损坏突出的工作电极。小心拆下旧的盐桥。

②在传感器槽中更换电解液

a. 倒出旧的溶液,用蒸馏水彻底冲洗;

b. 将盐桥从底部螺纹旋入槽中,同时加入标准池溶液(货号: 25M1A1025-115) ③安装新的密封圈,将新的盐桥顺时针旋入,直到用手旋紧。

4.2 电导率电极

(1) 电导率电极的校准方法

使用零点校准程序定义电导率传感器唯一的零点。必须先定义零点,然后再使用参 考溶液或过程试样首次校准传感器。

①从过程溶液中取出传感器。使用干净的毛巾擦干传感器。

②按 MENU 键, 然后选择"Sensor Setup(传感器设置)"、["Select Sensor(选择电导率探头)"]、"Calibrate(校准)"。

③按 ENTER 选择"Zero Cal (零点校准)"。

④在校准过程中选择输出信号的选项:推荐保持输出。

⑤按照提示将干的传感器放在空气中,然后按 ENTER。

4

⑥查看校准结果:

成功——设置零点。

失败—值超出接受的限值。确保传感器已干,并重复零点校准程序。 ⑦如果校准成功,按 ENTER 继续。

⑧继续使用参考溶液或过程试样校准。

标准液溶液校准

标液校准调整传感器读数,以匹配参考溶液的值。使用与预期测量读数相同或比预 期测量读数更大的值的参考溶液。

注:如果首次校准传感器,务必首先完成零点校准。

①去离子水彻底冲洗未用过的传感器。

②将传感器放入参考溶液中。托住传感器,以便它不会接触容器。确保传感器与容器各侧之间的距离至少为2英寸。搅动传感器,以去除气泡。

(2) 电导率电极维护方法

表 2 维护表格

工作项目	维护内容
探头	清洗探头,观察探头是否损坏
清洗传感器	用清洁的水冲洗传感器外部,若有污渍残留,使用湿布或者毛刷清洁

4.3 浊度电极

(1) 浊度电极的校准方法

传感器的零点由出厂设定,不需要重新设置。

浊度测量时若导管安装条件产生干扰反应,导致测量值出现正误差,可以通过偏差 校正补偿测量误差。

若测量值和实验值之间存在偏差,则需要对校准曲线的斜率进行因子校正。可在不同条件下进行 2-5 点校正。

检查零点:

介质:蒸馏水。

设值: 0.000~0.001 g/L。

(2) 浊度电极的维护方法

传感器测量窗口的正确维护对测量结果的准确性相当关键。测量屏应每月清洁一次,并检查刮刷。

为保证密封,探头密封圈必须每两年更换一次。如果不定期更换密封圈,探针头部 会进水,从而严重损坏仪器。

维护工作	维护周期
视觉检查	每月一次
校正	每月一次
更换密封圈	每两年(计算器)
更换刮刷或重置计数器	每个计数器(循环 20000 次)
法法任成限测导窗口	窗口是石英材料的。如有必要,可用清洁剂和抹布擦拭。比较
有信传恐奋侧里团口	顽固的污渍可用 5%的盐酸溶液擦拭。

表3 维护周期

4.4 溶解氧

(1) 溶解氧电极的校准方法

空气中校准

①从水中取出探头,用湿布擦拭以除去碎屑及滋长的生物。

②输入气压或海拔值,清洁传感器帽,将探头放在提供的校准包中,加入少量水(25~50 ml),使校准包将探头体保护起来。

③将包着的探头远离阳光或者其他热源。不要将探头接触任何硬的表面。必要时可 以使用泡沫聚苯乙烯"垫"或者纸板。

④从主菜单中选择"Sensor Setup",然后按"确认"键完成选择。

⑤选择所需要的传感器。

选择"Calibrate(校准)",按"确认"键。

选择"Air Cal (空气校准)",按"确认"键。

⑥从可用的"Out Mode(输出模式)"选项(活动、保持或者传输状态),按"确认"键。

⑦显示屏上提示"Move the sensor to air(将传感器放到空气中)"。当探头已经到空气中(在校准包中)后,按"确认"键继续。

⑧空气校准将启动,显示屏将显示: "Wait to stabilize (等待读数稳定中)",

6

当前的溶解氧(DO)和温度读数。

⑨当读数稳定下来后,校准将自动完成(此过程的最长时间为45min,否则为超时); 或者直接按"确认",这样将以当前显示的值为基准进行校准。校准结束后,将显示下 列的反馈信息中的一种:

校准反馈信息	解释
Cal Complete (校准完毕)	表明校准顺利完成
Cal Fail.Offset High	表明空气校准已经由于过高的增益计算值而失败, 需重新进
(校准失败,偏移过高)	行校准
Cal Fail.Offset Low	表明空气校准已经由于过低的增益计算值而失败, 需重新进
(校准失败,偏移过低)	行校准
Cal Fail. Unstable	表明空气校准已经因为读数在最大允许的校准时间内不能
(校准失败,读数不能稳定)	够达到读数稳定而失败,需重新进行校准

表 4 反馈信息

⑩按"确认"键,根据提示将探头重新放入需要测量的水中。

按"确认"键返回主菜单,或者选择"返回"键回到测量显示屏幕。

(2) 溶解氧电极的维护方法

清洗传感器的外表面。如果仍有碎屑残留,请用湿的软布进行擦拭。不要将传感器 放在阳光直射或者通过反射能够照到的地方。

在传感器的整个使用寿命中如果阳光暴露时间总计达到了一小时的话,将会引起传 感器帽的老化,从而能够引起传感器帽出错,以及显示屏上显示错误的读数。

5. 常见故障处理

5.1 pH 电极常见故障处理

若传感器在错误状态,测量屏幕的传感器读数会闪动,所有继电器和电流输出均会 保持。

可进入传感器诊断菜单,按下 ENTER。选择错误,按下 ENTER 查看错误原因。

传感器产生报警,会有一个警告图标在屏幕右端闪烁。高亮传感器诊断菜单,按下 ENTER,查看警告原因。

警告会触发继电器工作,用户可通过定义警告的轻重程度来设置警告的限制水平。

显示警告	定义	解决方法
PROBE OUT RANGE	pH或ORP测量值超过测量范围	联系技术服务中心
TEMP OUT RANGE	温度测量值超出范围	联系技术服务中心
FLASH FAILURE	系统闪存写入失败	联系技术服务中心
ACTIVE.ELEC	在额定规格内,标准电极不能工作	联系技术服务中心
REF.ELECTRODE	在额定规格内,参比电极不能工作	联系技术服务中心
CAL REQURIED	前一次校正后 60 天倒计时结束	执行校正
REPLACE ELECTRODE	电极安装后1年倒计时结束	更换电极,重置计数器
		SENSOR
		SETUP>DIAG/TEST>RESETSEN
		SOR 菜单

表 5 警告代码

5.2 电导率电极常见故障处理方法

(1) 错误代码

当传感器在错误状态,测量屏幕的传感器读数会闪动,所有继电器和直流输出均会保持。

选择传感器诊断菜单,按下 ENTER。选择错误,按下 ENTER 查看错误原因。

(2) 警告代码

传感器警告会停留在所有菜单中,包括继电器、输出功能等。会有一个警告图标在 屏幕右端闪烁。选择传感器诊断菜单,按下 ENTER,查看警告原因。

警告会触发继电器工作,用户可通过定义警告的轻重程度来设置警告的限制水平。

显示警告	定义	解决方法
PROBE OUT RANGE	pH或ORP测量值超过测量范围	看溶液浓度,确保传感器在正确的 测量范围内使用
TEMP OUT RANGE	温度测量值超出范围	确保溶液温度在-20℃~200℃
FLASH FAILURE	系统闪存写入失败	联系 HACH LANGE 技术服务 中心
CAL REQURIED	前一次校正后,校正有效期结束	执行校正
REPLACE ELECTRODE	超出当前传感器使用的期限,可 能需要更换新的传感器	观察传感器,若有物理损伤或故 障,更换传感器。否则,重置计时 器,允许传感器继续工作

表6 警告代码

5.3 浊度电极常见故障处理方法

仪器出现错误信息时,显示屏上的测量值显示会闪烁。与传感器相连的各种接触器 和当前输出均处于禁用状态。

在主菜单下,进入感器诊断菜单,排查错误发生的原因。

表 7 错误信息

显示错误	原因	解决方案
未知		打开测试/维护菜单,使用"弧刷"
	弧刷位置未知	功能。如果还不能解决,联系厂
		商客户服务部
默认	默认设置导致	联系客户服务部
潮湿	湿度>10	立刻移开传感器,放在干燥处,
		联系客户服务部
校准数据	厂方数据丢失	联系客户服务部

仪器出现警告时,显示器右端出现闪烁的警告标识。所有的菜单,继电器和输出均不 会受到影响,可以正常工作。在主菜单下,进入传感器诊断菜单,排查发生警报的原因。

表8 警告

警告显示	原因	解决方案
更换弧刷	计数器已满	更换弧刷,重置计数器
测试/维护	计数器已满	联系客户服务部
垫圈	计数器已满	联系客户服务部

5.4 溶解氧电极常见故障处理方法

当传感器的状态出错时,传感器在测量屏幕上的读数将会闪烁,而与传感器相关的 所有的继电器以及模拟输出都将处于保持状态。

表9 报警代码

显示的报警信息	定义	解决方法
EE SETUP ERR	EEPROM 存储器损坏,参数已 经返回出场默认值	联系技术支持部门
EE RSRVD ERR	EEPROM 存储器损坏,参数已 经返回出场默认值	联系技术支持部门
TEMP<0C	传感器的温度低于0℃	升高在线液体的温度,或者停止使用 直至在线液体温度高于0℃
TEMP>50C	传感器的温度高于 50℃	升高在线液体的温度,或者停止使用 直至在线液体温度低于 50℃

显示的报警信息	定义	解决方法
	传感器帽未安装或未正确安	取出并重新安装传感器帽。联系技术
KED AMPL LOW	装。传感器运行不正常	支持部门
DED AMDI IIICII	传感器帽未安装或未正确安	取出并重新安装传感器帽。联系技术
RED AMPL HIGH	装。传感器运行不正常	支持部门
BLUE AMPL LOW	传感器帽未安装或未正确安	取出并重新安装传感器帽。联系技术
	装。传感器运行不正常	支持部门
BLUE AMPL HIGH	传感器帽未安装或未正确安	取出并重新安装传感器帽。联系技术
	装。传感器运行不正常	支持部门
附件 2:

WTW 五参数仪器操作规程

1. 仪器原理

pH: 玻璃电极法

温度:NTC 温度电极法

溶解氧: 三极式薄膜电极法

电导率: 四级式电导池法

浊度: 90 度散射光比浊法

2. 仪器操作

2.1 主机操作按键简介

表1 按键功能说明

按键	功能	
М	从任意操作设置中切换回测试值显示屏	
С	校正所选电极	
S	打开设置菜单	
ESC	切换至高级菜单	
	无保存更改退出	
OV	打开所选电极的特性菜单	
OK	确认选项	
(切换开关)	高亮显示:当前活动电极、菜单、输入项、数字和文本	
	显示较长但未显示的菜单或文本	

2.2 几项重要设置操作

- (1) 选择菜单项
- S 按下键即由测试值显示状态进入设置菜单(即主菜单)。



操作提示:

- 在主菜单中,可以看到一个锁形标识,提示设置操作的安全级别:
 - 8 —— 设置项未经密码保护
 - **备**—— 设置项有码保护(只读)
- ↑/↓ 表示显示内容超出了可读区域。
- 按 00 打开新菜单或进入设置项。

(2) 设置列表

设置表格内进行设置,显示为两行。上行左侧显示设置项的名称,下行右侧显示相 应的数值。



操作提示:

- ↑/↓ 表示显示内容超出了可读区域。
- 通过 () 上翻或下翻读取不可见菜单项。
- 按 🙀 打开新菜单或进入设置项。
- 按 向 中断操作或回到上一级目录。
- 按 🕥 回到测试值状态。

提示:

如需保存设置,选取 Save and quit 项(保存并退出)并按下 3 键。如果以 3 (19) 、 19 键或选取 Quit 退出菜单,则菜单更改项得不到保存。

R1-S01 SETTINGS
Behavior at error 🕴 🕇
Open
Save and quit
Quit

(3) 输入模式

在输入模式下,用户可以输入字符串或对数值进行更改。针对不同数值类型,示例 如下:

①固定数值(如电极测试范围)

通过 ③ 高亮显示选取的数据并通过 ④ 予以确认。执行此项操作后屏幕自动跳回设 置列表项。

Me	asur	ring range	
R.	itoRi	ange	
0		400.0 mg/l	
0		4000 mg/1	
0	• • •	25.00 9/1	

②输入字符串

用户可以输入以下字符**AaBb**..**Zz0**..9µ%&/()+-=><!?_。用 ◆选择想要的 字符并通过 ◎ 予以确认。每输入一个字符, →会后移一位。重复上述操作以输入一组 字符串。输入完成、末位显示→时按 ◎ 保存。如需删除输入的字符选取字符 ←并按 ◎ 确 认。

Sensor Name
01341001
Inled

③输入数值

数值输入方式与上述字符串一致。可输入的数值范围为**0..9-**。输入"-"或"." 仅在一些位置有意义,如"-"在首位。

(4) 电极校正

①按下──返回测试值显示状态。

②通过 ③选择待校正的电极。

③按下^(C),启动校正。进行校正程序时仪器输出值被冻结。下一步按下^(S)则开 启保养状态;按下^(M)或^(S)返回测试值状态,保养状态未开。

④按下 🐼 进行确认,保养状态激活。如校正成功,将在屏幕最后显示校正结果。

直到这一步为止用户都可以通过¹⁰⁰任意终止校正程序。终止后仪器储存的仍是前一次的校正记录。但用户一定要记住在终止的同时关闭保养状态。

③按下 ⁽¹⁾ 对校正结果进行确认。校正步骤完成。下图描述如何将电极设置为操作 状态。

S02 CALIBRATE		
After calibration:		
≭ Submerse sensor		
in sample		
🗶 When meas val. is 🕹		

⑥按下 ∞,返回到测试值状态。由于仍处于保养状态,测试值将闪烁。⑦如校正成功,将电极重新浸入测试样中。

⑧等待出现稳定的测试值。

◎关闭保养状态(连续按下 ∞ 三次)。测试值不再闪烁。

如校正不通过,屏幕上方显示----。同时记录簿上会提示相应的补救措施。请用户遵循提示内容重复校正程序。

(5) 寻回密码

①使用 ⑤ 打开特性菜单

②使用 ① 和 ⑧ 选择确认菜单项,设置 ⑧ / ⑧ 或校正 ⑧ / ⑧,跳出以下屏幕:

SETTINGS ଟ	SETTINGS 🖯
Activate password	Deactivate password
Change password	

③先按下ⓒ,然后按下⑤.显示当前密码。

④按 ⑧ 退出密码显示屏。

DIQ/S 182 XT-4-MOD 的默认设置情况下密码都为 1000

3. 试剂配制

五参数分析仪测试原理为电极法,不需要化学试剂。

4. 维护保养

如需对电极进行清洗、维护或维修,需首先手动开启维护状态,具体操作步骤如下:

(1) 按 M 键进入测试值显示状态。

(2)用滚动选择按钮选取所需电极,相应的电极测试值此时还不会闪烁。

(3) 按 OK 键打开 "PROPERTIES" 菜单。

(4)选取"maintenance S01"(打开/关闭维护状态功能),屏幕将提示用户当前是否 打开维护状态。

(5)按OK键确认。此后,电极将打开维护状态。所有与外部的通讯将被暂停。按 M键激活测试值显示屏。相应电极的测试值此后将闪烁。接下来,可对电极进行清洗、 维护或者维修等操作。

在线五参数分析仪的各种电极中,只有 pH 电极与溶解氧电极具有用户校正功能。

4.1 pH 电极

(1) pH 电极的校正方法

把用清水洗完后的 pH 电极泡在 pH 6.86 标准液中,按 Cal 键,再按 Enter 键启动校 正程序,等待直到屏幕显示 pH 数值,用旋钮手动输入当前温度下的 pH 值,按 Enter 键确认;然后用蒸馏水漂洗电极后,再把电极泡在 pH 4.01 标准液中,手动输入当前温 度下的 pH 值,按 Enter 键确认,完成校正。

(2) pH 电极的维护方法:

建议每一个月校正一次,如果校正失败,则按照以下步骤保养电极:

先使用 0.1M 稀盐酸溶液浸泡电极,时间 5 分钟;再使用温热的加有洗洁精的温水浸泡电极,时间 5 分钟,最后使用蒸馏水彻底漂洗干净。

4.2 溶解氧电极 (DO)

(1) 溶解氧电极的校正方法:



用清水清洗电极后,用滤纸吸干电极薄膜上的水珠,把电极放在离液面上方约 20mm 处,按 Cal 键,再按 Enter 键开始校正,等待直到屏幕显示出电极斜率值。

(2) 溶解氧电极的维护方法:

把电极从水中提起来,旋下电极顶端的保护罩,再旋开盖式薄膜,把薄膜中剩下 的电解液倒干净,放在一旁待用。用蒸馏水喷洗电极头,再用标准配备的黄色研磨薄 片磨砂面轻轻擦拭电极最顶端的一点(金阴极),再用蒸馏水漂洗。

把电极头浸泡在清洗液(RL/Ag-Oxi)中,时间10分钟。

注意:电极头最上方的参考电极不能接触到清洗液,否则会损坏电极!如果不小 心接触到了,请立刻用大量的蒸馏水冲洗。

用蒸馏水漂洗电极,往盖式薄膜中倒入电解液到八分满的位置,用笔轻轻敲击薄膜侧面,以赶出多余的气泡,然后再把盖式薄膜旋到电极头上。等45分钟后,校正电极。

4.3 浊度电极

(1) 浊度电极的维护方法:

浊度电极不需要经常进行保养,超声波自清洗系统可防止污染物在电极测试面上沉积并避免由于气泡对测试面的冲撞而引起的故障(注意:设备运行时最好打开超声波自清洗系统,否则可能会出现 OFL 或 "----")。若电极受污染、在样品中停止使用时间过长、怀疑测试值有误或 "SensorCheck" 信息出现在记录簿上,我们建议用户清洗电极杆和测试面,清洗方式如下表所示:

污染物	清洗试剂
沉淀和松软粘附物或生物附着物	软布或软刷,加有清洁剂的温自来水
盐或石灰沉积物	醋酸(体积百分比=20%)软布或软海绵

表 2 浊度电极的清洗

4.4 电导率电极

(1) 电导率电极的维护方法:

电导电极不需任何保养。若电极被严重污染则会影响测试精度。因此,建议用户通 过目视检查来定期清洗电极。在测试低电导样品时,建议彻底清洗电极,然后重新设置 测试值。清洗方法下表:

表 3 电导电极清洗

污染物	清洗液	室温下的反应时间
水溶性物质	自来水	无时间限制
油脂	温水和家用清洗剂 污染特别严重的情况下:甲基化酒精	无时间限制 最多5分钟
石灰、羟化物	醋酸(10%)	无时间限制

4.5 维护周期要求

周期	例行保养	每月1次	每2月1次	每6月1次	一年
小豕					
pН		校正 pH 电极。如果校	/	1	更换测量
电极	加扬头开测学游	正失败,请维护电极	/	/	电极
溶解氧	北休天从侧试视	校正溶氧电极。如果校	1	更换一次溶解氧膜	/
电极	中	正失败,请维护电极	/	头	/
电导率	1 表有雨小时空	1	化兴汁津油油	1	/
电极	件佣中, 用4月徐 <i>仇</i> 由48. 面 初	/	化子伝肩沉浊度	/	/
浊度	电极项即。	1	和电子学电极	1	1
电极		/	(见维护力法)	/	/
	短期关机:断电24h以内无任何伤害性影响;				
停机	长期关机:按以下步骤进行,1、关掉仪器;2、拆下 pH 传感器,清洗并沥干,放回含有				
维护	饱和 KCl 的凸起电极帽中; 溶解氧传感器最好放置到存在饱和湿空气的环境中, 其他传				
	感器盖上保护帽即可。				

5. 在线五参数分析仪的常见故障处理

5.1 pH 电极常见故障处理方法

故障现象	可能原因	解决措施
无测试值	传感器组件未连接	连接传感器组件
	未知因素	查看记录簿
不能测试	电极上的保护帽未摘下	拔下保护帽并进行校正
	电极没连接	连接电极
	液体已经进入传感器组件	传感器已坏,送回维修
	传感器组件没连接	连接传感器
	仪器设置错误	正确设置仪器

故障现象 可能原因		解决措施
	电极斜率太低	更换测量电极
系统不能进行校正	电极零点电位太高	更换测量电极
	组件安装的是 ORP 电极	采用 pH 电极
测试值偏差较大	没进行校正	进行校正
	电极没连接或已经坏了	检查电极和电极连接
	电极受污染	清洗电极
	液体已经进入传感器组件	组件已坏,送回维修
	仪器设置有误	正确设置仪器

5.2 溶解氧电极常见故障处理方法

故障现象	可能原因	解决措施
显示 0.0mg/L	薄膜头中无电解液	添加电解液并更换薄膜头
电极不能校正	电极薄膜头污染	清洗电极,等15分钟后再校正,若还不能 清除杂质,则需更换电解液及盖式薄膜
更换完电解液和盖式薄 膜后电极还是不能校正	电极污染严重或电极中毒	清洗电极
测试值过低	薄膜污染 电极很久没校正	外部清洗电极,校正
测试值过高	电极没完全极化 电极很久没校正	等至少1小时充分极化 外部清洗电极,校正
测试值不稳,一直在跳	薄膜与金工作电极之间的距离 过大薄膜头松动	更换薄膜,校正 旋紧薄膜头
温度显示错误	温度探头坏	送回厂家修理
电极机械损坏		送回厂家修理

5.3 电导率电极常见故障处理方法

故障现象	可能原因	解决措施
无温度值/电导值	系统设置不正确	纠正系统设置
显示	温度探头或电导探头损坏	送回厂家服务中心维修
测过不能进行	保护帽没有摘掉	摘下保护帽
侧风个肥赶们	系统设置不正确	纠正系统设置
		清洗电导电极
测试值偏 差较大	电导电极严重污染 电导电极周边不够空旷 电极破损 系统设置不正确 测试超量程 电极安装在护套中且周边不够空旷	电导电极方圆 5 cm内必须保持空旷,否则 将导致电极常数的改变 送回厂家维修 纠正系统设置 采用正确的电极 设置安装环境的电极常数(已知),若安装 环境的电极常数未知,则设置测试值为样 品的名义值

故障现象	可能原因	解决措施
调试后电极自动	电源只够电极进行初始化不够驱	太尺可 能黄近她鹿中枢的地士它准足——中源塔
进行周期性的开	动自清洗系统。电极一开机就与控	在べ可能菲 <u><u>此</u> 强度电极的地力 安 表力 一 电 </u>
关	制器中断通讯	· · · · · · · · · · · · · · · · · · ·
电极遭受机械损		送回厂完始收
坏		达四/家维修
显示 OFL 或	测试超量程	電体測具液体次計力支
""	液体不流动,测试值无效	 而
测学体亚毛洲击	在电极测试面前有气泡	检查电极的安装位置
测试值严重彼幼	低浊度值的信号平均时间太短	加大信号平均时间
测试值太低	电极测试面受污染	清洗电极测试面
	大山招测学委会大厅海	检查电极的安装位置
测试值太高	住电极测试面削有气泡	检查电极的安装位置(必要时,采用应用调整
	」· 面' 件	功能进行修正补偿
		如果手动触了保养状态(当按了C键),则关闭
	但差小すの	保养状态
测试阻闪烁	保乔扒念 UN	如果仪器自动跳转到保养状态,则表明仪器正
		在保养如清洗过程中,保养完成后即正常

5.4 浊度电极常见故障处理方法

附件 3:

JAWA-1005 型氨氮自动水质分析仪操作规程

1. 仪器原理

JAWA-1005 氨氮自动水质分析仪测定氨氮采用氨气敏电极法,将水样加入强碱溶 液提高 pH 值后,使铵盐转化为氨气,通过氨气敏电极检测,经数据计算处理后显示出 氨氮的含量。

仪器采用了标准加入法。在每一次分析中,利用设定浓度的标准液1(15#桶)和标 准液2(16#桶)对电极进行标定,克服电极漂移及衰减的缺点;并在样品中加入标液, 使低浓度的样品测定值落在曲线的线性部分,经过计算后,得出样品水的氨氮值。所 以在检测低浓度氨氮时,结果仍然准确稳定。

仪器结构

1.1 仪器的外观及结构



图1 仪器结构图

1.2 仪器管路图



图 2 仪器的管路图

2. 仪器操作

2.1 样品分析准备

为保证正确的操作和结果,在样品分析前,应执行正确的样品准备步骤,否则, 可能影响测试结果。

2.2 操作说明

2.2.1 电源与待机菜单

开启仪器和关闭仪器均可按下键盘右侧电源开关。开启仪器时必须确定仪器所有 线路、液路连接及电极的安放可靠后方可启动。

2.2.2 功能键

待机菜单上显示的是系统中存储的最后一次实验的样品测试结果和核查值结果; 以及实验时间。每次完成实验后,自动刷新。菜单右侧是3个功能键。

F1键:为参数设置。仪器就会进入参数设置菜单。

F2+确定键:为启动/停止分析。仪器就会启动一次分析,或停止当前分析。

F3键:为历史数据。仪器就会进入历史数据菜单。



图 3 主界菜单意图

2.3 仪器操作

2.3.1 参数设置菜单:

用户在按下"F1"键进入参数设置菜单,如图所示。

在键盘中根据菜单提示,输入数字键即可进入相应的菜单。



图 4 参数设置菜单示意图

(1) 系统时间

设定正确的时间, 使得数据更具实效性。

输入时间数据要求: 年4位, 月2位, 日2位; 时2位(24小时制, 如果<10左侧 用0补位), 分2位(如果<10左侧用0补位)。

(2) 分析转换

用户可根据需要,自行对仪器的分析方式进行转换,改变仪器每次启动时执行不同的样品、标准液分析过程,转换方式可分为:

a.采用完全分析——每次分析过程中样品实验和核查实验先后进行.

b.采用样品分析——每次分析过程中只执行样品实验。

c.更改核查值间隔——根据用户的意愿可以设置成每间隔指定次数的样品实验之后,进行一次核查实验。

(3) 设定启动方式

用户可选择"外部触发"和"周期触发"两种不同的方式控制仪器的启动。

a.外部触发——接受外部集成控制设备发出的触发信号来启动实验。

b.周期触发——根据用户自行设定的时间进行周期性的自行启动实验。

(4) 输出测试

用于 4-20mA 数据输出的调试。它的功能是测试用模拟量来传输分析结果的准确 性。

可以输入4个检验通道编号(0~3),这个数值代表了用户希望测试的通道。

在第二行需输入 2 位的整数,其中 40 代表输出 4mA 的模拟信号,200 代表输出 20mA 模拟信号,用户可以选择 40~200 之间的任意整数值。

2.3.2 启动分析和停止分析

用户可以实时启动一次分析,也可在仪器运行中随时停止分析。

当用户手动按下"F2"键和"确定"键,系统将会启动一次分析。分析期间再按下"F2"键和"确定"键就停止当前分析过程,且回到待机菜单。

2.3.3 历史数据菜单显示说明

用户可以使用 F3 键查看历史数据。在待机菜单下按 F3 键进入历史数据菜单。见图 历史数据菜单。

23

仪器内部可储存 60 条历史数据,用户可以通过功能键(数字键)1或2,查看几天 之内的历史数据。同时用户需经常下载数据。

"1"键:上翻一页。"2"键:下翻一页。"取消"键:返回系统待机菜单。

注意:功能键提示中的"前页:1" 在上翻到数据头时会被清除。而"后页:2" 在下翻到数据尾时会被清除。这样,系统提醒用户不要再按相应的功能键。

	2007-03-17	12:00	周期 / 完全
	样品	核查	时间
有效的数据→	2.91	0.78	03-17 08:00
	2.89	0.83	03-17 04:00
	2.80	2.76	03-17 00:00
无效的数据→	x. xx	x. xx	xx-xx xx:xx
	x. xx	x. xx	xx-xx xx:xx
	x. xx	x. xx	xx-xx xx:xx
	x. xx	x. xx	xx-xx xx:xx
	x. xx	x. xx	xx-xx xx:xx
	x. xx	x. xx	xx-xx xx:xx
功能键→	前页:1	后页:2	返回:取消

图 5 历史数据菜单

2.4 系统维护菜单与操作

2.4.1 系统维护菜单组成

在仪器处于等待状态或分析状态,用户键入密码"1234"则进入系统维护菜单。

		启动方式/分析方式
当前系统时间→	2007-03-17 12:00	周期 / 完全
	🕕 清洗系统	② 试剂存量
	③ 更换泵管	④ 单步骤执行
	5 阀操作	⑥ 泵操作
	🕐 高级维护	③ 系统标定
		返回请按取消键
	退出返回	

图 6 系统维护菜单示意图

(1) 清洗系统

用户可以启动一次系统清洗, 仪器将执行完成整个系统的各个清洗步骤, 这个功能主要用于系统管路发生污染或切换 S1, S2标准液浓度时。

(2) 试剂

在图 7 所示菜单中,用户按"2"键将进入试剂设置菜单。如下图所示:

2007-03-17	12:00	周期 / 完全
名称	余量	容量
1: 标液1	10000	10000
2: 标液2	5000	5000
3. 试剂1	5000	5000
4: 试剂2	5000	5000
5: 清洗水	10000	10000
6: 核查试剂	5000	5000
按数字键 部置满,打	选择置满对应试剂, 安取消健返回。	按0键为全

图 7 试剂设置菜单

本仪器的试剂共有6种,在菜单中用6行分别表示,每行表示一种试剂的状态。每次更换试剂,需要用户在这里进行试剂存量重置。

注意:在按下"确定"键前请务必保证新的试剂已经更换完成。

(3) 换泵管

本功能辅助用户记录每次更换泵管的时间,便于用户及时查询和维护。

(4) 单步骤执行

由用户指定要抽取的溶液,由仪器自行完成,并显示 ADC 读数值。本功能主要用 于判断试剂是否正确,电极活性是否足够,以及辅助故障判断。

用户输入1位1~4的整数值。

步骤代号意义:

1-进低标。2-进高标。3-进样品。4-进核查样。

输入数据后,按"确定"键,系统将清空对话框执行相应步骤并显示氨氮数采板 采集的 ADC 读数值。

注意:步骤1的读数通常在35000~42000,步骤2的读数通常在28000~36000之间。

注意: 氨气敏电极的读数与溶液的浓度成反比,即溶液浓度越高 ADC 读数越低, 反之,被测溶液浓度越低,则 ADC 读数越高。 (5) 阀操作

用户可以自行选择打开或关闭一个或多个阀,本功能能够逐一检查系统 NR 阀是否 正常。

按"5"键。仪器会调出阀阵菜单,如图8所示。

用户需先键入想要开启/关闭的 2 位阀编号(如 00、01)。之后,即可键入阀的状态操作符"0/1"("0"为关闭,"1"为开启)。要改变操作的阀,需键入"确定"键。则在屏上"输入阀号"后,上次输入的编号将消除。再次键入阀编号即可。



图 8 阀阵菜单示意图

按"取消"键,仪器将保留所有阀状态返回到系统状态菜单。

(6) 泵操作

系统在流程中设定了泵速如下,在检查泵操作时可被使用,用户根据需要,检测 蠕动泵是否运转正常。

首先选择0号或1号泵。每个泵的检测方法如下。

其中,1~7号操作代表的意义如下:

1-泵正转,转速10圈/分钟。2-泵正转,转速24圈/分钟。

3-泵正转,转速30圈/分钟。4-泵正转,转速40圈/分钟。

5-泵正转,转速60圈/分钟。6-泵正转,转速80圈/分钟。

7-泵反转,转速40圈/分钟。

注意:0操作,表示返回上一级选择蠕动泵菜单。

(7) 高级维护

用于仪器特殊条件时做的特殊维护。特殊维护是指:退试剂和系统复位。

a.退试剂: 仪器停机超过一周或者需要搬运时应退出管中试剂液。

b.系统复位:发生软件或内置参数故障时,才可用系统复位。当键入"系统复位"时,即恢复出厂设置,会丢失所有的历史数据。

注意:当用"系统复位"键时即恢复出厂设置,会丢失所有的历史数据。

(8) 系统标定

系统标定是指采用已知浓度的标准溶液对仪器进行整体向上或向下修正的手段。 主要用于当用户发现仪器出现测量数据整体偏高或偏低时,可采用本功能进行修正。

3. 试剂配制

3.1 清洗液(瓶号=50,体积=10L)

10L 去离子水加入试剂桶中

3.2 铵(NH3↑) ISE 试剂(瓶号=23,体积=2L)

氨离子选择电极离子强度调节剂。NaOH 120g + 2L 去离子水。

3.3 铵盐贮备液(含NH4+2800 mg/L)

(1)称取经干燥的硫酸铵 1.3214(或氯化铵 1.0698g)用去离子水溶解。

(2) 完全转移到 100ml 容量瓶中,并用去离子水定容到 100ml。

注: 贮备液可放置2个月,过时应弃去。

3.4 氨盐使用液(含NH4+560mg/L)

(1) 移取氨盐贮备液 20.00ml,转移至 100ml 的容量瓶中。

(2) 用去离子水定容到 100ml。

注: 此溶液用完弃去。

3.5 标准液 NO.1 (瓶号=15, 浓度=2.8mg/L)

(1) 用移液管准确移取铵盐使用液 10.00ml 转移到 2000ml 的容量瓶中。

(2)加入去离子水定容到 2000ml。

(3) 将标准液转移到硬质聚乙烯容器中。

(4) 重复 1~3 步骤共 5 次,此时硬质聚乙烯容器中溶液体积为 10L。并根据标准液的使用日期帖上标签。

注意:硬质聚乙烯容器一定要洁净。

(如果是 5L 容量瓶: 取铵盐使用液 25.00ml 转移到 5000ml 的容量瓶中,并用去离

子水定容。)

3.6 标准液 NO.2(瓶号=16,浓度=5.6mg/L)

(1) 用移液管准确移取铵盐使用液 20.00ml 转移到 2000ml 的容量瓶中。

(2)加入去离子水定容到 2000ml。

(3) 将标准液转移到硬质聚乙烯容器中。

(4) 再次用移液管准确移取铵盐使用液 5.00ml 转移到 500ml 容量瓶,并定容到 500ml。将标准液转移到硬质聚乙烯容器中。

(5)此时硬质聚乙烯容器中溶液体积为 2.5L。并根据标准液的使用日期帖上标签。 注意:硬质聚乙烯容器一定要洁净。

3.7 酸性试剂 (瓶号=12, 体积=2.0L)

(1) 准确称取 8.00g 邻苯二甲酸氢钾转入 2000ml 容量瓶中。

(2)用离子水溶解,并定容到 2000ml。

(3)转入一个洁净的 2.5L 硬质聚乙烯瓶中。盖上盖保存。

注意:硬质聚乙烯容器一定要洁净。

说明: 1.配试剂所用水均为去离子水, 电导率<0.5uS/cm。

2.玻璃器皿均为A级,并经校准。

4. 维护保养

4.1 维护保养项目及时间

表1 维护保养项目和周期

维护项目	维护周期	备注
更换试剂	15 天	
试剂和电极的检查	15 天	更换试剂后,进行该检查
更换电极液	2 周	
更换电极膜	4 周	
更换电极	12 月	
更换蠕动泵管	6 月	
更换水样管和试剂管	6~12 月	
更换阀管	6月	

4.2 更换试剂

试剂	试剂量 (L)	编号
酸性试剂	2.5	12(棕红)
氨氮标准液 1	10	15(棕绿)
氨氮标准液 2	2.5	16(棕蓝)
清洗1(去离子水)	10	50(蓝黑)
样品		71(紫棕)
核查样	2.5	72(紫红)
碱性试剂	2.0	23(红橙)
混合试剂废液		87(灰紫)

表2 试剂清单

4.3 更换步骤

(1)关闭分析仪,将试剂桶与管路连接的接头断开。

(2)注意试剂桶的标识及颜色,与其管路接口的标识及颜色相一致。将进液管与新 试剂桶连上并将接头拧紧。

(3)检查一下废液桶,将废液清空。

(4) 开启分析仪,重置分析仪中试剂存量。检查一下试剂桶的容量,使其与显示在 电脑中所记载的试剂桶的容量一致。运行仪器,检查进液管、出液管是否有漏液现象。

4.4 试剂和电极的检查

(1) 该方法适用于每次更换试剂后,对仪器进行的常规检查。

(2)确保仪器所有试剂均足量的条件下,执行单步骤操作;并选择步骤号1,在蠕动泵停止1分钟后,读取氨气敏电极显示的 ADC 值,并记录为 S1。

(3)继续执行单步骤操作;并选择步骤号 2,在蠕动泵停止 1 分钟后,读取氨气敏 电极显示的 ADC 值,并记录为 S2。

(4)如果 S1-S2≥8000,则可以认定该电极的活性良好。通常新电极的差值约9000~12000之间。

(5)本次记录的 S1、S2、(S1-S2),这 3 组数据与上一次更换试剂时所作检查所得的 S1'、S2'、(S1'-S2')数据一一对比;如果出现同一数据两次检查出现较大变化(>1000),

应及时检查试剂的配制可能有偏差。例如:本次 S1(步骤 1)较上一次跟换试剂后检查 所记录的 S1 相比 ADC 读数上升了 1800,代表本次 15#试剂可能向比上一次配制的 15# 试剂浓度偏低。

4.5 氨气敏电极的实验室检查:

本方法适用于在现场无法区分是电极损坏还是控制系统故障时,通过实验室方法检 查电极,从而确定故障点。另外可用于验证电极活性是否正常。

(1) 配制两种 pH 标准溶液,浓度分别为 4.01 和 6.86,其中分别加入 1.31 克/250ml 的氯化铵。

(2) 取出实验室用台式 pH 计,并调整到 mV 显示。

(3)将氨气敏电极从套管中取出,并将该玻璃电极放入盛有 4.01pH 标准溶液的烧 杯中(溶液需浸没电极约 1/2 处),轻轻搅动,同时观察台式 pH 计的 mV 读数,待其稳 定后记下 mV 读数为 D1 (合格的电极通常会在 30 秒内即达到稳定)。

(4)该玻璃电极放入盛有 6.86pH 标准溶液的烧杯中,轻轻搅动,同时观察台式 pH 计的 mV 读数,待其稳定后记下 mV 读数为 D2(合格的电极通常会在 30 秒内即达到稳定)。

(5)如果电极每次读数均能在1分钟内稳定,且D2-D1》125 mV,那么电极应为正常,否则电极可能接近寿命终点,应及时准备备件更换。

4.6 更换电极膜、电极液或电极

电极的维护周期与使用频率、和被测水样条件、现场环境温度有关,通常情况下我 们推荐用户每2周更换一次电极液,每4周更换一次电极膜,每12个月更换新的氨气 敏电极。当使用频率每天6次,被测水样杂质和泥沙很少且氨氮浓度较低,环境温度稳 定且不高于30摄氏度,可由用户根据实际情况适当放宽维护周期。

电极维护步骤:

(1)关闭电源,摇开仪器摇臂门成 120°,从柜后板拧下电极电线的 BNC 接头。

(2) 关上摇臂门把电极线从过孔中慢慢抽出,旋松电极固定套见图 10。

(3)旋开电极顶端,取出内部电极用去离子水冲洗并擦拭干净,弃去电极内部液体, 旋开电极末端的电极膜紧固套,弃掉以前的电极膜,用镊子夹取一片新的电极膜,将电 极膜盖在电极末端,整理好使电极膜平整,盖好电极膜紧固套。 注意:确保电极膜表面没有任何皱褶和污渍。

(4)向电极内部滴入电极液约 1.5ml,安回内部电极,轻轻拽动电极电缆十数次。 旋紧电极固定套,将电极固定在反应池中,盖好电极支架盖。

注意: 电极液的填充应已将内部电极插入套筒后没过内电极 2/1~2/3 为宜, 切不可 过少, 或过多从电极通气孔中涌出。

注意:安装完成后必须拽动电极电缆>10次,不可省略。

(5) 把电极线从过孔中穿到摇臂门后,摇开摇臂门成 120°,将电极电线的 BNC 接头接回电极放大板,关上摇臂门。





图 9 拧松电极帽和取出电极

4.7 更换蠕动泵管

根据需要,每6个月换一次泵管。

4.8 更换水样管和试剂管路

仪器内部使用的聚乙烯管路在使用一段时间以后会发生褪色。这种褪色一般可以接 受,但如果内部出现沉积物,就要进行清洗及更换。更换时间视现场的具体情况而定, 通常更换时间为 6~12 个月。

4.9 更换阀管

每个月将电磁阀切断阀管的位置调整一次。每6个月更换全部阀管。

5. 故障排除

表 3 简单的故障原因及解决措施

现象	原因	解决措施
心胆丁华拉	保险故障	更换位于主电源输入插座上的保险
仪器个能接) 通 (工	主电源电压故障	确定一下其电压是否在(200~240)V之间
世(个能止	接线是否松动	检查接线套和连接器
吊后功丿	CPU 板故障	更换 CPU 板
在触发状态	柚牛社な拉口雨	检查触发线及两端连接端子之间: 断路为系统不响应触发启动,
下系统不响	肥反线连接问题	短路为频繁启动。
应触发启动	顶击校出壮座	关闭电源断开触发线;将分析仪触发端用导体短路,开启电源,
或频繁启动	驱动控制故障	将仪器设置为触发启动方式,如果不响应则更换驱动控制板。
	D/A 线连接问题	检查 D/A 线及两端连接端子是否连接正确。必要时重新连接。
	4 20 4 半片河均	利用仪器设置菜单中(4~20)mA 输出项目输出需要得电流值并
运租工计选	4~20mA 友生漂移	协同数据采集设备从新标定。
地住儿 伝读		解除仪器(4~20)mA端子的连线,将250欧电阻接于(4~20)
収奴加/奴		mA 端子,利用仪器设置菜单中(4~20m)A 输出项目输出
据与现场数 据不符	CPU 板 D/A 单元 故障	4mA/20mA,分别测量电阻两端电压应为1V/5V,如果不符需要
		更换CPU板。
		注意:更换是必须完全切断电源,并且将原板的 CPU 和 SRAM 替
		换至新板。
	试剂配制错误	更换准确试剂。
	进长竺政协行边	检查进样管路及各个接头和泵管是否沉积有污染物,清洗去除污
八七年田	进杆官	染物,或更换。
万 忉	系统泄漏	检查管路,如有必要将所有的连接的装置拧紧。
個左	系统液路不正常	检查各个阀是否工作正常。
	蠕动泵管严重老化	更换蠕动泵管。
	电极敏感度下降	根据情况补充电极液、更换电极膜、更换电极。
	电极刚进行过维护	电极需要 12 小时的稳定时间。

附件 4:

WTW-TresCon 氨氮仪操作规程

1. 仪器原理

气敏电极法:



图 1 氨氮分析仪

2. 仪器操作

2.1 填充/更换氨氮电极电解液,或更换电极膜头

①在测量模式下,按回车键进入标题为: "Parameters NH4-N Modul 1" 的测试模块 菜单。

②按上下键选择"Service"项,按回车进入。

③按上下键选择"membrane/electrode replacement"项,按回车,蠕动泵转动,屏 幕显示"membrane/electrode replaced?",如图2所示。

Service NH4-N_Modul 1	
membrane/electrode replacement	
Membrane/electrode replaced? Electrode connected?	

图 2 电极更换界面

④待蠕动泵停止转动时,松开测试块上的滚花螺丝,并取下树脂玻璃盖,旋开电缆 与电极间的红色锁紧环,将电缆和电极分开。 ⑤顺时针方向旋转,慢慢向上取出电极,旋下电极膜头,进行填充/更换电解液,或 更换电极膜头的操作,如图3所示。



图 3 电极膜头取出

⑥填充/更换电解液,或更换电极膜头的操作后,将电极顺时针方向重新插入,把电极电缆线重新接上,装上树脂玻璃盖,如图4所示。



图 4 电极膜头接入

⑦按2次回车,屏幕显示倒计时,如图5所示。



图 5 倒计时显示

⑧蠕动泵转动,待其转动停止时,屏幕显示"Service finished",按返回键退到"Stop"状态下,完成此项操作,如图6所示。

Service	
NH4-N Modul 1	
membrane/electrode replacement	
Service finished	

图 6 蠕动泵转动操作界面

注:电极重要参数已更改,在本项维护保养工作后当系统要进行新的测试时 TresCon NH4-N 分析模块将首先运行 AutoCal 程序。

2.2 填充系统

①将各试剂瓶(1.5L 标准液 A, 1.5L 标准液 B, 1.5L10%柠檬酸清洗液, 10L 的 NaOH 反应试剂)与相应的连接管路连接上,进水黑管连接在进水口上。

②按回车键进入标题为: Parameters, NH4-N Modul 1 的测试模块菜单。

③按上下键选择"Service"项,按回车进入。

④按上下键选择"Fill system"项,按回车,屏幕提示如图7所示:



图 7 测试模块菜单

⑤确认将所有试剂瓶都放置好后,并且连接完毕后,按回车键进行确认。 ⑥系统启动填充程序,蠕动泵转动,屏幕显示倒计时,如图8所示。

ill system		
Please wait	03:34	

图 8 倒计时显示

⑦待蠕动泵转动停止时,屏幕显示"Service finished",按返回键退到"Stop"状态下,完成此项操作,如图9所示。

Service NH4-N Modul 1	
Fill system	
Service finished	

图 9 动作完成界面

注:填充系统时,所有管路液体都会通过蠕动泵的提升,进入仪器测试模块,正 常现象是透明管路内液体液面有明显提升过程,若液体提升不正常,则检查各连接管 路是否有漏气。

2.3 自动清洗

①按回车键进入标题为: Parameters, NH4-N Modul 1 的测试模块菜单。

②按上下键选择"Service"项,按回车进入。

③按上下键选择"Start AutoClean"项,按回车,蠕动泵转动,完成此项操作。

2.4 排空系统

①将各试剂瓶接口从相应的连接管路上旋下,进水黑管从进水口连接处上取下,并 将各个接口放入小烧杯中。

②按回车键进入标题为: Parameters, NH4-N Modul 1 的测试模块菜单。

③按上下键选择"Service"项,按回车进入。

④按上下键选择"Drain off system"项,按回车,屏幕提示一检查表,如图 10 所示。

Service	
NH4-N Modul 1	
Empty system	
Container removed# Tube ends in container? Blocking lever of pump clamped?	

图 10 检查表界面

③屏幕的每项提示检查后,按回车键,蠕动泵转动,屏幕显示倒计时,如图 11 所

示。

NH4-N M(Empty system	odul 1	
impry system		
Please wait	04:25	

图 11 倒计时

⑥待蠕动泵转动停止时,屏幕显示 "Service finished",按返回键退到 "Stop" 状态下,完成此项操作。

2.5 查看电极校正记录

⑦按回车键进入标题为: Parameters, NH4-N Modul 1 的测试模块菜单, 如图 13 所示。

Parameters NH4-N Modul 1	
Display calibration data	
Service	
AutoCal	
AutoClean	
Display	
Attenuation	
Interval program	
AutoAdapt	

图 13 测试模块菜单

⑧按上下键选择"Display calibration"项,按回车进入,即可查看到电极校正记录, 如图 14 所示。

Parameters NH4-N module1	
Calibration data of	05.07.99 15:20
Standard A	5.00 mg/l
Ua	- 78.00 mV
Ub	-138.00 mV
S	- 60.00 mV/deC
Uo	- 36.06 mV
Srel	1.00
Tblock [C]	30.0

图 14 电极校正记录

2.6 查看历史数据

①双手同时按退出键 + M 键,进入标题为: "General Parameters"的主机参数菜单。 ②按上下键选择"Data storage"项,按回车进入,选择"View"项,按回车进入, 通过按上下键,查看数据,如图 15 所示。

General		
Parameters		
004 Values	PO4-P	
04.04.02 17.54.40 04.04.02 17.54.30 04.04.02 17.54.30 04.04.02 17.54.20 04.04.02 17.54.10	mg/l 1.83 1.77 1.54 1.62	

图 15 历史数据浏览界面

2.7 设置 RS485 通讯

①在测量模式下 同时按下退出键和 M 键,激活总参数菜单。

②用上下键选择"Interfaces"菜单,并按回车键确认,屏幕上将显示"查看/更改"(view/change)提示。

③用上下键选择更改(change),并按回车键确认。

④用上下键输入 PIN 密码(1000)后,用左右键移位,按回车键确认,屏幕上将显示 RS232 接口参数目录。按回车键进入选择模式,用上下键选择选择 RS485 接口,如图 16 所示。



图 16 总菜单激活

⑤按回车键进入操作模式,用上下键选择选择从动"slave",按回车键确认光标移 至下行,如图 17 所示。

General				
Parameters				
Interface param	eters	RS485		
Baud rate 9600 Data bit 8 Stop bit 1 Parity No Bus address 1 Bus terminaticYes				

图 17 操作模式

⑥用上下键选择需要改变的参数,按回车键进入输入模式。

⑦用上下键输入所需设定的值,用左右键移位。

⑧按回车键确认,如需更改其他参数重复步骤6和7。

⑨按退出键离开,屏幕上提示是否 Store(存储)的提示框。

⑩用上下键选择 YES 或 NO 并按回车键确认。

2.8 设置 4-20MA 模拟电流输出

①在测量模式下,同时按下退出键和 M 键,激活总参数菜单。

②用上下键选择"Recorder function"功能目录并按回车键确认,屏幕上将显示"查看/更改"(view / change)提示。

③用上下键选择更改(change),并按回车键确认。

④用上下键输入 PIN 密码(1000)后,用左右键移位,按回车键确认,屏幕上将显示:

General
Parameters
Recorder parameters 1 PO4-P Modul 1 Function Record of measured values Recorder 0 - 20 mA Recorder Beginning 0.00 mg/l PO4-P Recorder End Point 2.00 mg/l PO4-P di/dt 0.1 mA / s Response with stop: Hold

⑤按回车键进入输入模式,用上下键选择输出对应模拟电流记录器。

⑥按回车键确认,光标跳到选择的分析模块行。

General
Parameters
Recorder parameters 1
PO4-P Modul 1
Record of measured values
Recorder Beginning 0.00 mg/l PO4-P
Recorder End Point 2.00 mg/l PO4-P
di/dt U.1 mA / s
Response with stop. Hold

⑦按回车键进入输入模式。

⑧用上下键选择要分配给记录器的模块。

⑨按退出键离开或者对其他记录器的参数进行设置。

General	
Parameters	
Recorder parameters PO4-P Modul 1	1
Function Rep	cord of measured values
Recorder	0-20 mA
Recorder Beginning	0.00 mg/l PO4-P
Recorder End Point	2.00 mg/l PO4-P
di/dt	0.1 mÃ/s
Response with stop:	Hold

⑩修改完后,按退出键离开,屏幕上提示是否 Store(存储)的提示框,用上下键选择 YES 或 NO 并按回车键确认。

2.9 打开/关闭 AUTOFLOW

①按回车键进入标题为: Parameters, NH4-N Modul 1 的测试模块菜单。

②按上下键选择"Service"项,按回车进入。

③按上下键选择"AutoFlow"项,并按回车键确认,屏幕上将显示"查看/更改"(view/change)提示。

④用上下键选择更改(change),并按回车键确认。

⑤用上下键输入 PIN 密码(1000)后,用左右键移位,按回车键确认,屏幕上将显示:

Servic	e.	
NH4-I	N Modul 1	
AutoFlov	V	
Fluid lev Overpre	el measurement On ssure measuremerOn	

⑥用上下键选择需要更改的参数项,按回车键进入输入状态。

⑦用上下键输入要求的数值用左右键移位。

⑧按回车键确认输入,如需要更改其他参数项重复步骤5到6。

⑨按退出键离开,屏幕上提示是否 Store(存储)的提示框,用上下键选择 YES 或NO 并按回车键确认。

3. 试剂配制

3.1 配制反应试剂

药品清单: NaOH 颗粒; Na₂EDTA 粉未; 去离子水。

使用容器: 10升药桶。

使用器具:天平、5升量筒、药匙和抹刀、漏斗(粉末)、玻璃棒。所有器具都要先用 1M 热盐酸溶液(60℃)清洗,再用去离子水漂洗。

参照表 2-3-15 用托盘天平量取定量的化学药品

注: Na₂EDTA 的量取量与待测水样(污水、地表水、废水等)的硬度有关,请参 见表1选择合适的量。

药 品	质 量	水样硬度(德国标准 ⁰DH)	水样硬度(国标 CaO mg/L)
NaOH	400 g±4 g		
	390 g±5 g	98	980
Na ₂ EDTA	780 g±5 g	196	1960
	1170 g±5 g	294	2940
	1560 g±5 g	392	3920

表1 试剂定量参考

(1) 往 10L 容器中加 5L 蒸馏水。

(2) 往容器中小心地添加经称量的 NaOH。

(3) 旋紧容器,小心摇晃容器或用玻璃棒搅拌,以加速 NaOH 溶解。

注: 在这过程中, 要不时地轻晃容器, 以避免局部过热。

(4) 再往容器中小心添加经称量的 Na₂EDTA。

(5) 往容器中再添加 5L 蒸馏水。

(6) 旋紧容器,小心摇晃容器或用玻璃棒搅拌,以加速 Na₂EDTA 溶解。

注: 在这过程中, 要不时地轻晃容器, 以避免局部过热。

(7) 让容器冷却到室温,贴上标签,此为反应试剂(R/A111)。

41

注: 在暗处、冷藏条件下可保存6个月。

3.2 配制标准试剂

注:标准液 A、B 为一组两种浓度的 NH₄-N 标准液,根据待测水样 NH₄-N 的浓度 选择相对应的一组。

分别为 组1.标准液 A: 1.0 mg/L、标准液 B: 10 mg/L。

组 2. 标准液 A: 5.0 mg/L、标准液 B: 50 mg/L。

例如:测试江河、河流、湖泊等氨氮含量较低的地表水可选用配置组1标液,测试 生活污水、工业废水等氨氮含量较高的废水可选择配置组2标液。

药品清单: NH4Cl (氯化氨: 53.4913) (分析纯); 蒸馏水 (建议使用无氨水)。

使用容器: 1500 ml 塑料广口瓶。

使用器具:干燥箱 (至少 120 ℃);称量瓶;分析天平 (±0.0001 g);托盘天平 (±0.1 g); 2、10、20、100 ml 移液管; 500 ml、1000 ml 容量瓶。

(1) 制备 500 mg/l NH₄-N 母液

注: 在暗处、冷藏条件下可保存 12 个月。

用称量瓶称取 5g NH₄Cl, 在 120 ℃的干燥箱中干燥 2 小时,再取出来放到干燥器 中冷却到室温。

用分析天平准确量取 1.9095 g NH4Cl。

用蒸馏水(建议使用无氨水)充分溶解后,倒入1000ml容量瓶中,再用蒸馏水(建议使用无氨水)稀释至1000ml刻度,摇匀后,贴上标签,此为500mg/LNH4-N母液。

(2)稀释母液,制备所需浓度的NH4-N标准液

注: 在暗处、冷藏条件下可保存3个月。

组1:标准液A:1.0 mg/L、标准液B:10 mg/L。

用 2ml 移液管量取 2ml 的 NH₄-N 母液,倒入 1000ml 容量瓶中,用蒸馏水(建议使用无氨水)稀释至 1000ml 刻度,摇匀后倒入塑料广口瓶中,贴上标签,此为标准液 A: 1.0 mg/L NH₄-N 标液。

用 20ml 移液管量取 20ml 的 NH₄-N 母液,倒入 1000ml 容量瓶中,用蒸馏水(建议 使用无氨水)稀释至 1000ml 刻度,摇匀后倒入塑料广口瓶中,贴上标签,此为标准液 B: 10.0 mg/L NH₄-N 标液。

组 2:标准液 A: 5.0 mg/L、标准液 B: 50 mg/L。

用 10ml 移液管量取 10ml 的 NH₄-N 母液,倒入 1000ml 容量瓶中,用蒸馏水(建议 使用无氨水)稀释至 1000ml 刻度,摇匀后倒入塑料广口瓶中,贴上标签,此为标准液 A: 5.0 mg/L NH₄-N 标液。

用 100ml 的移液管量取 100ml 的 NH₄-N 母液, 倒入 1000ml 容量瓶中, 用蒸馏水(建 议使用无氨水)稀释至 1000ml 刻度, 摇匀后倒入塑料广口瓶中, 贴上标签, 此为标准 液 B: 50.0 mg/L NH₄-N 标液。

3.3 配制清洗试剂

药品清单:柠檬酸(化学纯);蒸馏水(建议使用无氨水)。

使用容器: 1500 ml 塑料广口瓶。

使用器具:托盘天平(精确度为±0.1g);玻璃棒;1000ml容量瓶;500ml烧杯。

(1)用托盘天平称取 106 g 柠檬酸放入 500ml 烧杯中,加入少量蒸馏水(建议使用 无氨水)溶解。

(2) 将溶解完的溶液倒入 1000ml 容量瓶中,用蒸馏水(建议使用无氨水)稀释至 1000ml 刻度。

(3) 摇匀后倒入塑料广口瓶中,贴上标签,此为清洗液(C/A111)。

注: 在暗处、冷藏条件下可保存6个月。

4. 维护保养

序号	维护周期	检查维护内容
		仪器供电是否正常
		模块过程温度是否正常
,	仪器工作时序是否正常	
		仪器管路有无漏液
1	每1月1次	仪器管路里是否有气泡
		蠕动泵是否工作正常
		仪器运行情况及试剂使用情况
		检查仪器测试数值稳定性
		移位泵管,填充电极电解液
2	每季度1次	更换电极电解液
3	每半年1次	更换氨氮气敏电极膜头、蠕动泵管、T型件等
4	每年1次	更换氨氮气敏电极

5. 故障排除

如果系统发生错误,屏幕上将给出简短的信息提示,并且分析模块会自动切换至停机模式。用户可以依据提示信息的不同,采取相应的措施以排除系统错误。见表 2。

现象	原因	解决措施
试剂阻塞	无法传送试剂, 在连接导管内	首先检查导管是否有被扭绞或被其他物体压
	呈反向压力	住;如果这样还不行,请更换连接导管
试剂耗尽	瓶子中已没有试剂了	请换一个满的试剂瓶, 然后运行"补充试剂"
		的维护保养操作
标准液 A 阻塞	无法传送标准液 A, 在连接导	首先检查导管是否有被扭绞或被其他物体压
	管内呈反向压力	住;如果这样还不行,请更换连接导管
标准液 A 耗尽	瓶子中已没有标准液 A 了	请换一个满的标准液 A 瓶, 然后运行"补充
		标准液 A"的维护保养操作
标准液 B 阻塞	无法传送标准液 B, 在连接导	首先检查导管是否有被扭绞或被其他物体压
	管内呈反向压力	住;如果这样还不行,请更换连接导管
标准液 B 用光了	瓶子中已没有标准液 B 了	请换一个满的标准液 B 瓶, 然后运行"补充
		标准液 A"的维护保养操作
清洗液阻塞	无法传送清洗液,在连接导管	首先检查导管是否有被纽绞或被其他物体压
	内呈反向压力	住;如果这样还不行,请更换连接导管
清洗液耗尽	瓶子中已没有清洗液了	请换一个满的清洗液瓶,然后运行"补充清洗
		液"的维护保养操作
进样阻塞	无法传送清洗液,在连接导管	首先检查导管是否有被扭绞或被其他物体压
	内呈反向压力	住;如果这样还不行,请更换连接导管
无法找到样品	没有进样,TresCon 吸入空气	请检查进样是否泄露。检查前端连接的过滤器
		以及稀释设备
排放阻塞	蠕动泵无法将系统中的样品及	首先检查导管是否有被扭绞或被其他物体压 住;如果这样还不行,请更换连接导管
	化学品抽出, 排放口处压力过	
	大	
校正失败	无法得到稳定的测试值	更换薄膜或者补充电解液
	(无法满足 AutoRead 规范)	
	标准液 A 的电位大于标准液 B	请检查瓶子是否连接正确(颜色配套)。
	的电位值	连接其他的标准液试试。
	电极上的电压值超出量程	更换电极/薄膜
	电极斜率超出其许可范围	更换电极/薄膜
	参考电极电压值 U。超出量程	更换电极/薄膜
加热失败	保温块无法到达需要的温度	请与 WTW 的客户服务部门联系
系统 LED 指示灯	软件或者硬件内错误	请与WTW 的发户服冬孪门联系
显示红色	17日 37日 97日 17日 17日 17日 17日 17日 17日 17日 17日 17日 1	

表 2 故障处理方法

附件 5:

COD-203A 操作规程

1. 仪器原理

1.1 工作原理

COD-203 的测量方法就是实验室中的高锰酸钾法,其主要过程是:样品中加入已知量的高锰酸钾和硫酸,在沸水浴中加热 30min,高锰酸钾将样品中的某些有机物和无机还原性物质氧化,反应后加入过量的草酸钠还原剩余的高锰酸钾,再用高锰酸钾标准溶液回滴过量的草酸纳。通过计算得到样品中高锰酸盐指数。

1.2 仪器结构

1.2.1 整体结构

COD-203 主要由以下几个部分组成:操作单元、分析单元以及试剂贮藏单元。 仪器相关构成详见下图:



图 1 主要部件名称

1.2.2 分析单元关键部件结构

A.分析单元结构

分析单元主要由试样计量器、试剂计量器、反应槽、油浴加热槽、滴定泵、空

气泵、管路及管夹阀组成。由计量器控制水样和试剂的进液量。仪器控制气泵和电磁阀等的启动和停止,从而实现提取试剂,将其送入反应池,然后控制加热温度及时间,使氧化还原反应充分进行。再控制滴定泵进行高锰酸钾的反滴定,由反应槽中的 ORP 电极监控反应的平衡电位。最后通过计算得出 COD 数据。

B.加热槽

向加热槽内注入硅油至上下两条油位线之间。采用油浴加热控制反应槽的温度在 100℃,保证加热均匀及保持恒温。外围设有防护罩,防止与加热槽直接接触,以免烫 伤。

C.反应槽

反应盖分别与试样、各试剂管路、ORP 铂电极、以及连通参比电极的连接管相 连,中心为搅拌叶片,促使反应完全。



图 2 反应槽构造正面示图

整个反应槽结构如下图所示: 主要由搅拌器、铂电极、反应槽、反应槽盖、加热槽、加热槽盖、基座等部分组成。


图 3 反应槽及加热槽结构图

2. 仪器操作

- 2.1 界面介绍
- 2.1.1 操作主界面



图 4 操作柱界面

衣! 亚小乔迪合键盆的切用

操作键盘	功能
操作键盘 (OPERATION)	点击就显示操作画面。
数据键盘 (DATA」)	点击就显示测定值显示画面。
警报键盘 (ALARM)	点击就显示警报显示画面。
管理键盘 (MAINTENANCE)	点击就显示管理画面。
曲线键盘 (CURVE)	点击就显示曲线画面。

2.1.2 操作界面

אם אָסד	08/07/21
[操作]	校对 警报 自动 保养
自动测量	保养信号
〔 开始 〕	(开)
[[停止]]	〔 关 〕〕
	主页

图 5 操作界面

水样自动测量开始

①按"操作"键进入操作界面。

②按保养信号"开键",状态显示的「保养」激活,按"关"键,状态显示的「保 养」熄灭。

③按自动测定的"开始"键状态显示的自动激活,自动测定开始。按自动测定的 "停止"键,状态显示的自动测定结束,如果此时仍在测量,自动测量会本次测量完成后停止,如果"停止"键两次,则当前的测定立即停止,这时要使用"洗涤"功能。

必须保养状态关闭的状态下才能激活自动测定,同样,必须在自动测定关闭的情况 下才能激活保养状态。



图 6 数据显示界面

表 2 数据显示界面键盘功能

操作键盘	功能
初始化键 (OPERATTON)	连续2次点击就消去保存的全数据。
打印键 (PRINT)	打印被显示的 12 个小时的数据。
图表键 (ALL INIT)	图表显示画面。接近 24 数据用图表显示。
返回 (GRAPH)	点击返回到工程显示界面。
测定值显示	显示 12 个小时的测定时刻和测量值(单位:mg/L)。
显示转换键盘	点击测定价格显示转换。
((()))	显示现在显示的画面的1日以前的数据
()	显示现在显示的画面的 12 个小时以前数据
(())	显示现在显示的画面的 12 个小时以后数据
()	显示现在显示的画面的1日以后的数据



图 7 滴定曲线界面

滴定曲线的显示画面随着试剂4(高锰酸钾)滴加,反应槽中氧化还原电位的变化曲线。

2.2 机器的停止

A. 在仪器待机状态下,直接关闭电源;

B. 在仪器校准过程中,执行紧急停止,如果是长时间停机,请执行清洗程序,参考"机器的长期停机"。

C. 在仪器测量过程中,如果紧急停机,可直接关闭电源,如果非紧急停机的短期 停机,等待测量完成后直接关闭电源,如果是长期停机,等待测量完成后,参考"机器 的长期停机"进行清洗。

2.3 仪表校准及测量

2.3.1 仪表校准

除了定期校准外,一般会在更换试剂后或数据比对前进行校正,在"执行试剂 4 的吸引和注入"和"反应槽清洗"后,可以对仪器进行校准,在校准前首先要关闭自动 测量状态,进入维护状态,参考"操作界面";其次,要在参数里选择校正次数和删除 的次数,参考"管理界面"的"D 参数设置界面",一般默认是校正三次删除一次。 2.3.1.1 零点手动校准

A. 按 MAINTENANCE 键就出现管理界面;

B. 按 ZERO CALIB 键就出现零校正界面;

C. 按 START 键就开始进行零点校准。

2.3.1.2 标样手动校准

A. 按 MAINTENANCE 键出现管理界面;

B. 按 SPAN CALIB 键出现最大值校正界面;

C. 按RANGE1 START 键就开始进行标样 1 校准。

2.3.2 仪表测量

仪表一般有两种测量方式,一种是自动测量,一种外部触发式测量。自动测量请参考"管理界面"中的"管理-参数设置界面之 H 项",选择要测量的时间进行设定,例如要每隔 4 个小时测一次,则在 H 项中选择 0 点、4 点、8 点、12 点、16 点和 20 点事项为"1",其余仍保持默认值"0"。然后激活自动测量状态,参考"操作界面"。

2.4 机器的短期停机和长期的停机

2.4.1 机器的短期停机

当仪器关机的时间小于1周时,关闭自动测量(参考操作界面)然后关闭电源即可。再开机之前,参考"开机"进行条件确认。

2.4.2 机器的长期停机

当仪器关机的时间大于1周时,关闭自动测量,倒掉所有试剂,用纯水清洗试 剂桶,试剂桶装满纯水,断开样品管路,连接一个大桶,也装满纯水,激活自动 测量,测量 3~4 次,关闭自动测量,排出滴定泵中的水,关闭自来水阀和 BV1 阀,排掉活性炭过滤器里的水;关闭所有阀门,关闭电源,倒掉试剂桶里的纯 水。

3. 试剂配制与要求

3.1 试剂的配制

3.1.1 配制前的准备

A. 试剂高锰酸钾,分析纯草酸钠,分析纯葡萄糖,分析纯硫酸,分析纯硫酸

钾,分析纯硝酸银,分析纯(一般不使用)氢氧化钠,分析纯(碱性法时使用)。

B. 试验器具

烧杯 500ml, 5L(用于配制高锰酸钾和 1+2 硫酸),容量瓶 1000ml(2个,用 于配制葡萄糖标准溶液),2000ml(用于配制硫酸钾),5000ml(用于配制草酸钠) 量筒,25mL,100ml,(高锰酸钾滴定时使用)移液管,10ml(若干,用于配制葡 萄糖标液和高锰酸钾滴定)滴定管,洗瓶,电炉子,温度计,蒸馏水,漏斗和滤纸 (用于高锰酸钾过滤)。

3.1.2 试剂配制:

A. 硫酸

①准备1.7L 高纯度硫酸; ②将2或3L 纯水倒入塑料桶中; ③加入硫酸。将 小量(约0.3L)硫酸加入塑料桶,并不断搅拌。为防止溶液发热,每次仅加入少量 (约0.3L)硫酸,分6~7次加入,每次间隔为10~20分钟,并不断搅拌,最后 让溶液冷却; ④逐滴加入高锰酸钾溶液溶液颜色轻微变紫,持续逐滴加入5 mmol/L 高锰酸钾,直到紫色能保持约60秒,然后让其冷却; ⑤加入纯水定容到 5L; ⑥将配制好的溶液倒入试剂2桶(5L),试剂2桶与SV9电磁阀连接。

B. 草酸钠

12.5 mmol/L 草酸钠试剂。①将高纯度的草酸钠在200 ℃下加热1小时,然后在干燥器中将其冷却;②称量8.375g高纯度草酸钠,加入纯水定容到5L;③将配制好的溶液倒入试剂3桶(5L),试剂3桶与SV10和SV5电磁阀连接,管路为蓝色。

C. 高锰酸钾

5 mmol/L 高锰酸钾溶液。①将 4.0 g 高纯度高锰酸钾溶解到约 5.5 L 纯水中;② 将溶液煮沸 1-2 小时,注意控制温度,水蒸发到 5 L 就可以了;③将溶液静置过夜;④取上清液,用玻璃过滤器 3G4 和普通滤纸过滤,然后倒入塑料桶中;(在过滤前和过滤后均不要用水清洗玻璃过滤器 3G4 !)⑤调节系数。先加入 50 mL 纯水、5 mL 硫酸(1+2),然后加入 12.5 mmol/L 的草酸钠 10 ml,用已配制好的高锰酸钾滴定,终点为微红色,一般第一次在 7-8ml 左右,这时需要调整系数 K 值到 0.95-0.98,换算成毫升就是 10.2-10.5ml,这时根据具体的比例加入适当的纯水稀释高锰酸钾原液,稀释后滴定,再次加入 10 ml 的 12.5 mmol/L 的草酸钠,这时溶液变为无色,用稀释后的

高锰酸钾再次滴定到微红色,看消耗的高锰酸钾是否为 10.2-10.5ml。如此 2-3 次调系 数为 0.95-0.98,即滴定至高锰酸钾的消耗量为 10.2-10.5 ml。(如果不在这个范围,过 低或过高仪器都会出现报警)。注:滴定时要求在 70℃的水浴!⑥将溶液倒入试剂 4 桶(10L),该桶与电磁阀 SV16 连接,管路为红色。

D. 葡萄糖

参考《HJ/T 100—2003 高锰酸盐指数水质自动分析仪技术要求》:称取 1.676g 一 水合葡萄糖,用水溶解后,全量转入 1000ml 容量瓶中,加水至刻度标线。准确取 10ml 该溶液,全量转入 1000ml 容量瓶中,加水至刻度标线。该溶液的高锰酸盐指数 值为 10mg/L。国家环保部配制的高锰酸盐指数标准溶液一般都是用的葡萄糖,而很 多环监站在验收比对中都是用该标液作为质控样。

E. 硝酸银(一般不使用)

200g/L 的硝酸银试剂(在黑暗无光处保存硝酸银!!)。①将一定量的纯水倒入 塑料桶中;②加入 1000 g 高纯度的硝酸银到塑料桶中,搅拌直到硝酸银完全溶解; ③加入纯水定容到 5L;④将配好的试剂倒入试剂1桶(5L),试剂1桶与 SV8 电磁 阀连接,管路为黄色。

F. 硫酸钾

①称量 200 g 硫酸钾,并准备 2 L 蒸馏水; ②将 200 g 硫酸钾加入 1L 蒸馏水 中,加热到约 50℃,并不断搅拌,得到饱和溶液; ③取饱和溶液的上清液,装入瓶 中,然后用等量的蒸馏水稀释。

注: 配制的电极内部试剂在密封条件下保存可使用1年。

G. 氢氧化钠(碱性法)

需要准备 40g/L 的氢氧化钠试剂。①将一定量的纯水倒入塑料桶中; ②加入 200 g 高纯度的氢氧化钠到塑料桶中,搅拌直到硝酸银完全溶解,然后让其冷却; ③加入 纯水定容到 5L; ④将配好的试剂倒入试剂 1 桶(5L),试剂 1 桶与 SV8 电磁阀连接, 管路为黄色。

试剂中不含零点标样(纯水),建议在当地购买,推荐屈臣氏蒸馏水或娃哈哈的 纯净水,由于越纯的水越易被污染,所以一般纯净水开瓶使用后的保质期在三天左 右,超过三天,应更换新的蒸馏水。纯水只在校正时才会使用,注意在校正前更换。 3.2 试剂配制注意事项:

(1) COD 203 对试剂要求非常严格,所有试剂必须是分析纯。

(2)所有试剂要严格按照说明书中的要求程序配置,否则会导致仪器报错。

(3)高锰酸钾和草酸钠的当量必须非常精确,否则仪器会报错,高锰酸钾配置时 要加热搅拌,完成后要在避光条件下静置过夜,然后用滤纸过滤,最后用配置好的草 酸钠进行反标定;草酸钠溶液和高锰酸钾溶液必须同时更换,不能当其中一个试剂用 完时只单独配置更换一个,高锰酸钾的滴定必须使用同时配置好的草酸钠来滴定,不 必也不能另行配置;

(4) 硫酸配置时要注意安全, 把硫酸分 6~7 次加入水中, 并不断搅拌;

(5)更换试剂时不能将新试剂混入旧试剂,因为会导致浓度改变,要将旧试剂倒净,必要时可少量倒入新配制的试剂,润洗试剂桶 2~3 次;

(6) 试剂放置时间过长,浓度可能会发生变成,需重新标定或配置。

3.3 试剂配制的安全事宜

(1)佩戴橡胶手套、防护服、防护眼镜防尘口罩等保护用具,再操作试剂。

(2)不得使高锰酸钾与有机物接触,或加入硫酸,或与易燃性气体接触,因为可能会自然着火,或发生爆炸。

(3) 硫酸的 pH 值小于 2.0, 碱性法中氢氧化钠试剂的 pH 大于 12.5; 氢氧化钠、 硫酸、草酸钠、高锰酸钾等都是有害物体。不要接触到眼或皮肤,不要吸入蒸汽。若 接触到眼或皮肤时,要立即用大量的水清洗干净,如有异常,请接受医生的治疗。

(4) 不要将试剂洒在涂装表面或地板上。

4. 仪器维护保养

4.1 日常维护的项目与周期

项目		周期				
		两周	3月	6月	1年	补允况明
1	仪表警报的检查和确认					及时发现问题并做相应处理
2	试剂和电极液定期更换					旧试剂和电极液必须全部倒掉
3	零点和量程定期校准					确保测量数据的准确性
4	滴定泵丝杆润滑					可减小滴定泵负荷以及噪音,建议使用 指定润滑油

项目		周期					
		两周	3月	6月	1年	1 个允况明	
5	滴定泵活塞润滑					可减小泵的阻力和噪音	
6	注射器和活塞更换					超期使用会造成高锰酸钾滴漏	
7	活性炭更换					活性炭异常会带来严重后果,例如造成 与自来水相连的 SV4 电磁阀无法关 断,自来水源源不断地流入仪表内部	
8	更换捏阀软管					PV3、PV4(2 流道 PV5、PV6) 废液槽 PV1 反应槽 PV10	
9	气泵消音过滤器						

4.2 药品的保存与更换

4.2.1 试剂的保存

A. COD203 试剂密闭保存 30 天(从配制之日起计算)。

B. COD203 试剂开瓶使用后保存日期 15 天(从配制之日起不超过 30 天)。

C. 高锰酸钾注意避光保存,由于高锰酸钾具有强氧化性,在放置一段时间后会 和空气中的还原性物质发生反应而改变其浓度,在使用超过 15 天后,如果没有及时 更换试剂,此时为了获得正确的测量结果,应重新校准仪器,以避免测量结果发生漂 移。

注意:并不是只要重新校准后就可以继续使用过保存期的试剂,上述建议只是 在没有及时更换试剂时想要继续测量并获得正确结果必须采取的措施。

注意: 高锰酸钾在被还原后, 会生成沉淀(二氧化锰), 这些沉淀有时会随高 锰酸钾进入管路, 造成管路或电磁阀的堵塞, 影响仪器正常运行。

4.2.2 试剂的用量

A. 试剂的消耗量(当仪器每一小时测定一次连续运转时的2周的消耗量)

项	目	名称	消耗量
试剂	1	硝酸银或氢氧化钠溶液	1.85L
试剂	2	硫酸溶液	3.7L
试剂	3	草酸钠溶液	3.7L(未草酸清洗时)
试剂	3	草酸钠溶液	5.5L(毎次、草酸清洗时)
试剂	4	高锰酸钾溶液	5.55L

注意: 1. 高锰酸钾溶液的消耗量是指在测定 50%FS 浓度的试样时所需的高锰酸钾量。

 2. 硝酸银溶液只是在用酸性法测试时,用于消除水中一定量的氯离子干扰, 一般场合无需使用。

3. 氢氧化钠溶液只是用于碱性法时使用.

B. 单次分析的消耗量

项目	名称	消耗量
试剂1	硝酸银或氢氧化钠溶液	5~5.5ml
试剂 2	硫酸	10±0.5ml
试剂 3	草酸钠	10.1~10.6ml
试剂 4	高锰酸钾	根据样品浓度消耗量有所不同

4.2.3 试剂的更换

A. 注意更换试剂不是添加试剂,试剂过期后应倒掉过期试剂,用新试剂润洗试剂桶三次,然后将新试剂倒入,将管路连接好。

B. 更换试剂时,要使新更换的高锰酸钾充入滴定泵中,置换掉旧的高锰酸钾,以免测试结果不算或仪器报错,首先激活保养状态,在"操作"中按"保养"下面的"开"键,然后依次按键进入"管理—计量—试剂 4",点"OK",此时滴定泵将泵内的高锰酸钾注入反应槽,再此执行试剂4计量,滴定泵内吸入新的高锰酸钾。

C. COD 203 需要定期清洗反应槽,一般更换试剂时,在滴定泵置换高锰酸钾后,反应槽内有旧的高锰酸钾试剂,也需要清洗反应槽,在主界面中,依次按键进入"管理—洗涤—反应槽",点 OK,开始清洗反应槽,此时反应槽后面会有星号"★"显示,表示正清洗,星号消失后,表示清洗完毕,可按"主页"退出,如果清洗过程中按"主页",则清洗中断。仪器除定期更换试剂,也要观察还原电极的参比液是否消耗。

5. 故障处理

5.1 错误信息与注意事项

5.1.1 常见错误信息及排除

A. 零校对, SPAN 校对异常

试剂是否配制正常,特别是高锰酸钾和草酸钠试剂浓度是否正常,必要时重

57

新滴定调整系数。

零校对液即纯水是否合格必要时更换,活性碳过滤器是否需要进行保养。稀 释水是否加入检查相应的管路。

B. 终点检知异常试剂是否加入,请检查相应的试剂管路是否有泄露或不密封 情况并排除。其中请重点检查硫酸有没有加入,如若没有请检查相应的气路管 路。铂金电极是否正常,必要时请拿出检查电极前端,如若有污物请用纸巾擦 除,必要时放入 5%稀 HCL 中浸泡以去除电极上的污物。

参比电极液是否耗干,必要时请填充。反映池是否被污染,必要时请拆开清 洁。滴定是否运转正常,高锰酸钾是否滴入。检查管路是否通畅,必要时请拆下 管路更换。滴定泵机械传动部分加油润滑,活塞更换并加润滑油。

C. 温度异常请检查加热器电压是否供正常,加热器电阻是否正常必要时排除。反应池上的温度电极是否插入,电极如坏请更换。SSR 固态继电器是否正常工作,各部分电压是否正常。

D. 试剂 1, 2, 3, 4, 计量异常或断

检查瓶内试剂是否用完。如若不行请检查相应的试剂管路及电磁阀的工作是 否常。

5.1.2 其他注意事项

A. 关于电源缆线的容量

COD 仪在内部有加热器,电源的最大消费电力约为 550VA。在最大工作负荷时,为不使电源电压下降,请选定电源缆线的粗细。

B. 至自来水配管的滤网安装因自来水配管内阻塞的情况较多,故请在分析仪前安置滤网(100目)。

C. 关于自来水之压力

自来水的压力为 0.1~0.5Mpa。国内部分地区有水压低的情况,可采用增压泵 来增加水压。

D. 关于自来水、水样管路的冲洗管路安装时有可能会在管内残留杂物,会使得分析仪内部的电磁阀受到损伤,而发生不适的现象,故请充分冲洗。确认了水样管路的承水槽内部无杂物后,请运转水样泵。卸下自来水管路的装置内部开关阀(BV1)

管,请安装约 1M 左右别的特氟隆液管

(4x6) 作冲洗。

E. 关于试剂调和用之纯水如试剂配制用纯水的纯度不良或含有还原性物质,则会使得空白测试偏高,进而无法测量。在现场调试时,请尽量选用二次蒸馏的纯水。

F. 关于 COD 分析法之不同点

中国国家标准的分析法与日本 JIS 的 COD 分析法相比,程序上几乎相同,但 试剂的浓度有所不同。和国标法手工分析数值比较起来,自动分析仪测量值有可能偏 高,故有必要调整斜率仪表使两种方式的测量结果相吻合。

G. 关于试剂所调和的高锰酸钾之系数值国内有不少实验室配制试剂时,似乎不 大关注其试剂因素(系数值)。实际上应该按照说明书讲,如系数为1.00以上时,有 ORP 值发生异常的可能性。此时,可以将高锰酸钾弄稀,调和其试剂使系数值成 1.0 以下。

H. 配管时确认连接是否可靠请确认配管的接头是否松弛。特别是自来水管路,因其有一定的压力,因此要特别注意。

I. 电路连接时确认外部端子的松弛、电路板连接是否牢固请确认外部连接线 的紧固端子是否固定牢固,电路板的接头插接牢固。

J. 出厂时的参数设置的确认

根据实际需要设置仪表相关参数。

K. 外部启动继电器触点

当选用外部启动方式时,控制继电器的触点不能与别的仪表共用。

附件 6:

DIGS-300 高锰酸盐指数操作规程

1. 仪器原理

1.1 测试原理

在 100ml 的样品中加入已计量的高锰酸钾溶液(10ml)和硫酸溶液(10ml),混合 后放入 140℃的油浴池中加热 30 分钟,高锰酸钾将样品中的有机污染物质氧化,然后加 入计量的草酸钠溶液(10ml)还原剩余的高锰酸钾,再用高锰酸钾溶液回滴过量的草酸 钠,通过氧化还原电位来判断滴定终点,最后仪器自动计算得出高锰酸盐指数值。

1.2 仪器结构

(1) 仪器外部结构图



图 1 中文版外观图

1	机柜柜顶	5	电源	9	水箱
2	显示触摸屏	6	通讯面板	10	柜门
3	USB 接口	7	控制单元	11	液体管路
4	散热风扇	8	打印机		

(2) 仪器内部结构图



图 2 仪器内部结构图

1	液位传感器	5	计量阀	9	高锰酸钾泵	13	硫酸泵
2	稀释水阀	6	反应加热模块	10	高锰酸钾计量阀	14	样品泵
3	计量管	7	保护罩	11	草酸钠泵		
4	冷凝管	8	散热风扇温控器	12	高锰酸钾滴定阀		

(3) 仪器管路图



图 3 仪器管路图



2. 仪器操作

(1) 主界面



- A: 当前系统时间显示
- B:工作模式、测试项目、执行动作及运行时间显示区域工作模式分为:待机,自动,和维护3种模式。
- C:测试结果显示区域:显示最后一次正常的 COD 测试的 COD 值和测试时间
- D: OPR 电位,油温,反应池温度显示区域
- E: 按键区域: 操作菜单

USB 图标: U 盘储存设备连接显示



□显示暗灰色背景为 U 盘储存设备未连接或连接异常

Mod 图标:显示 RS485 或 RS232 通讯状态

显示浅蓝色背景并闪烁为外部通讯连接正常

▲显示暗灰色背景且不闪烁为外部通讯未连接或连接异常

(2) 操作菜单



* 在日常运行维护过程中,维护和设置为最常用菜单,在进入这两个菜单的时候,仪器必须在待机运行的状态下进行,在自动运行的情况下无法进入。

①维护菜单



名称	说明
COD 测试	启动样品单次测试
自核查测试	进行仪器自动核查测试,验证仪器测试结果准确性
校验测试	进行零标样和满标样测试
试剂存量检查	更换试剂进行试剂在软件上进行置满操作和查看试剂存量
组合动作检测	泵, 阀等基本组合动作检测(如测试前清洗动作)
输入检测	外部信号输入检测
输出检测	信号输出检测
退出	退出当前维护菜单

在进行自核查测试的时候是抽取各 50ml 的零标样和满标样试剂进行 COD 值的测试,比如零标样为蒸馏水,满标样为 10mg/L 的试剂,理想状态下自核查测试值为 5mg/L。

校验测试是分别进行零标样和满标样的 COD 测试,2 个测试完成后计算出仪器的 校准系数 A,B值,在设置菜单中矫正设置的结果自动设置功能开启的状态下将 A.B值 写入软件,在以后的正常测试中参与计算最终结果(如计算的 A,B值超出仪器设置范 围将无法写入)。

试剂存量检查的试剂置满状态容量为固定值,KmnO4 试剂为 2L,Na2C2O4 试剂为 2L,H2SO4 试剂为 1.5L,零标样和满标样均为 2L。每次更换试剂请根据上述容量配置,更换完试剂后请进行置满操作。

②设置菜单



名称	说明
矫正设置	空白, K 值, 零满值等参数矫正测试与设置
运行参数设置	运行常规测试参数设置
自动校验设置	自动校验运行的相关参数设置
工艺参数设置	加热温度,加热时间以及清洗参数设置
系统参数设置	时间与通讯参数设置
恢复出厂设置	恢复出厂时设置的各项参数默认值
退出	退出当前菜单

设置菜单中,除矫正设置的参数通过启动各项测试进行自动填写,其他值均默认使 用仪器出厂设置值,请勿随意修改。





★ A 系数, B 系数通过维护菜单中校验测试零标样, 满标样计算得出。出厂默认为 A=1, B=0。A 值设置范围为 0.5-2.0, B 值设置范围为-5.0—5.0。

★ 通过点击 ^{全白值标定}启动空白值标定测试并自动将测试结果填写进入系统。设置范围为 0.0-5.0ml。

★ 点击^{高锰酸钾标定},进行高锰酸盐系数测试并自动将测试结果填写进入系统,设 置范围为 0.95-1.05。

★ 稀释水 COD 为仪器所使用的稀释水 COD 浓度,如果浓度过高会对仪器测试结果

产生影响,点击 ^{播释水测试},进行稀释水 COD 浓度测试,设置范围为 0.0-2.5。

★ 结果自动设置选项用于设置以上测试的结果是否自动保存,如果设置"禁止"则 对测试结果不做保存,设置为"使能"则测试结果立即保存并生效,但测试结果超过设 置范围,也不能保存生效。

3. 试剂配制

仪器使用的试剂均要求为国家标准分析纯试剂,水为蒸馏水,不得使用去离子水。

3.1 高锰酸钾试剂

称取 1.6g 高锰酸钾,用蒸馏水充分溶解,转入 2000ml 容量瓶并定容,另加 50~100ml 的蒸馏水(为调整测试 K 值为 0.98 左右为最佳状态),然后放置 1~2 小时,上清液经 3G4 型玻璃过滤器过滤后,转入棕色瓶中,放置在黑暗的地方保存。

每4个小时测一次的情况下,消耗量约为1000ml/周(请2周更换一次)。

3.2 硫酸试剂 (1:2)

将 500ml 的浓硫酸在搅拌下缓缓加入 1000ml 的水中,再滴加上面配置的高锰酸钾 溶液至硫酸溶液呈微红色,约 60 秒不褪色为止。(注意:请严格按照实验室硫酸的配制 方法进行配制。)

每4个小时测一次的情况下,消耗量是600ml/周(请2周更换一次)。

3.3 草酸钠试剂

事先将草酸钠放在 150~200℃ 里加热 40~60 分钟。在硫酸干燥器里冷却后,准 确地取 100%纯草酸钠 3.350g 溶解于 200ml 水里。向以上所得溶液里加入(1:2)硫 酸 3ml 后,转入 2000 Mℓ 容量瓶定容。

每4个小时测一次的情况下,消耗量约为1000ml/周(请2周更换一次)。

3.4 间苯二酚标准溶液

间苯二酚储备液: 准确称量 0.600g 间苯二酚溶于蒸馏水中,并转入 1000ml 的容量

67

瓶定容,此溶液的 CODMn 值为 1000mg/l。

间苯二酚稀释液: 正确取储备液 10 № 稀释至 1000ml 的容量瓶定容,此溶液的 CODMn 值是 10 mg/L。以此类推,可以配制出其他浓度的试验液。

3.5 葡萄糖标准溶液(备选)

准确称量 D(+) 葡萄糖 1.676g 溶解于蒸馏水中,并转入 1000ml 的容量瓶定容。 此溶液的 CODMn 值是 1000mg/L。

然后再正确地取此溶液 10 № 稀释至 1000ml 的容量瓶定容。此溶液的 CODMn 值 是 10 mg/L,以此类推,可以配制出其他浓度的试验液。

3.6 系数调节实验(试剂检查)

仪器要求配制的草酸钠溶液浓度与高锰酸钾溶液浓度之间满足系数 K 值, K 值范围 满足 0.95~1.05,才能保证仪器的正常运行,如果不在这个范围,过低或过高仪器都会 出现报警。所以必须用以下实验对配制的试剂进行检查。

先加入 100ml 纯水、10 ml 硫酸(1+2), 然后加入 12.5 mmol/L 的草酸钠 10 mL, 水浴加热到 70℃的时候, 用己配制好的高锰酸钾滴定, 终点为微红色, 记录下高锰酸钾 的用量(mL 数)。根据高锰酸钾消耗量调整系数 K 值到 0.95~1.05, 换算成高锰酸钾使 用的毫升量应该是 10.5~9.5 ml。

注意:尽量调整 K 值在 0.95~1.0 之间, 原则上 K 值在 0.95~1.05 之间均可以使用, 但当 K 值超过 1.0 后测试空白值会出现空白为负数的情况。

4. 维护保养

仪器在日常的运行维护过程中,必须进行常规的仪器维护和检查,这样的目的是为 了确保仪器的正常运行和数据的准确性。在日常维护的过程中,请注意以下几点:

(1)保证仪器使用试剂与标样配置浓度的准确性。确保原固体试剂在保质期内,存 放符合试剂要求,使用 12 个小时内生产的非去离子蒸馏水进行配置。配置好的液体试 剂不可长期保存,使用时间不可超过 2 星期。

(2)保障外部清洗用水的正常稳定供应,无法正常提供市政自来水情况下,请使用 外部清洗水箱的自动抽取功能(英文版无),同时确保清洗水水质(要求本身的 CODMn 值,浊度等不可干扰正常的测试结果)。

(3)不要随意拨动液位感应探针和电极,温度传感器等检测器件。

(4) 仪器各个设定值手动更改后会影响测试结果,请不要随意更改。

(5)确保仪器主界面上的与上位机通讯与U盘数据存储功能提示常亮,确保所有测试数据正常存储进入U盘,不可随意删除U盘内的文件数据,不要将U盘作其他用途使用。(英文版无)

(6)根据仪器的日常维护检查周期对仪器进行日常的维护检查,发现问题及时进行 处理,确保仪器安全正常的运行。

维修检查项目			维修检查周期								
对象	事项	内容	开启时	2 周	1 个 月	3 个 月	6 个月	12 个 月	检查方法	备注	
		堵塞,漏水确认	0	0					肉眼检查		
	采样管	正常流动确认	0	0					根据需要定期更换	根据污染程度	
采集部	路位鱼	管路色泽变化		0					肉眼检查,分解清 理	设定周期	
	采样泵	堵塞,漏水确认	0	0					肉眼检查	请使用指定的	
	检查	定期更换							更换蠕动泵管	泵管	
	试剂补 充	规定残留的确认		0					肉眼检查	补充正确浓度 的试剂	
	试剂管 路检查	堵塞,漏水确认	0	0					肉眼检查		
试剂部		正常流动确认	0	0					更换试剂管	请使用指定的 试剂管	
	试剂泵	堵塞,漏水确认	0	0					肉眼检查		
	检查	定期更换							更换电机	标准更换周期 是5年	
空气部	空气管	松动,脱落状态	0	0					肉眼检查		
	上 \ E 检查	定期更换	0	0					定期更换	请使用指定的 空气管	
	空气泵	排液状态	0	0					肉眼检查		
	检查	定期更换							根据需要定期更换	标准更换周期 为5年	

4.1 维护保养项目及时间

维修检查项目			维修检查周期							
对 象	事项	内容	开 启 时	2 周	1 个 月	3 个 月	6 个 月	12 个 月	检查方法	备注
排	排液管	堵塞,漏水状态	0	0					肉眼检查	
部	检查	正常流动状态	0	0					根据需要定期更换	
	程序 检查	是否按所定程序 动作	0	0				0	根据动作流程确认 动作	
	高锰酸 钾系数 标定	高锰酸钾系数确 认			0				参考说明书	手动/自动
	校正 测试	零满标样测试				0			参考说明书	手动/自动
्राजन						0			参考说明书	手动/自动
测试 部	导热 硅油	检查导热硅油液 面	0						肉眼检查	请使用指定的 导热硅油
	液位 传感器	检查液位传感器 有没有腐蚀,脱位	0	0					肉眼检查 根据需要定期更换	
	铂金 电极	检查双铂金电极 有没有污染,清洗					0		用软布擦洗 根据需要定期更换	
	热敏 打印纸	检查用量			0				定期更换	请使用指定的 热敏打印纸

注: ○检查, 更换; □根据需要更换。

5. 故障信息及处理

故障信息	原因	解决办法
稀释水注入错误 (Check Dilution Line)	 1.稀释水开关关闭或无水注入 2.稀释水箱破漏 3.计量探针没感应到稀释水 4.稀释水管路堵塞 	 1.开启稀释水外部阀门并确保有水 2.更换或修复水箱 3.加 1~2 滴浓硫酸进入稀释水箱,反之请更换计量传感器 4.更换稀释水管
样品水注入错误 (Check Sample Line)	 1.样品水管堵塞 2.计量探针没感应到 3.样品泵未动作 4.进样阀未打开 	 1.更换样品管 2.加 1~2 滴浓硫酸进入样品水,反之请更换 计量传感器 3.联系厂商 4.联系厂商

故障信息	原因	解决办法
高锰酸钾注入错误 (Check KMnO4 Line)	1.高锰酸钾缺少或管路堵塞 2.计量探针未感应到	 1.添加正确试剂或更换管路 2.更换计量传感器
草酸钠注入错误 (Check Oxalate Line)	 1.草酸钠试剂缺少或管路堵 塞 2.计量探针未感应到 	 1.添加正确试剂或更换管路 2.加 1~2 滴浓硫酸进入草酸钠溶液,反之请 更换计量传感器
温度错误 (Bath Temp Error)	 1.加热器不良 2.温度传感器不良 3.导热油缺少或变质 4.温度保险损坏 	 1.更换加热器 2.检查温度传感器线路是否连接异常,反之更换 3.添加或更换导热油 4.更换温度保险
电位错误 (Potential Error)	 1.硫酸注入错误 2.ORP 电极不良 3.反应池污染 4.样品浓度超高 5.K 值超出范围 	 1.检查硫酸溶液注入情况 2.ORP 电极污染或破损,清洗或更换 3.清洗反应池 4.手工测试样品浓度是否超量程 5.启动高锰酸钾系数测试是否在范围
滴定错误 (Over Titrate!)	 1.试剂变质导致K值超出范围 2.反应池搅拌子不良 3. ORP 电极不良 	 1.做高锰酸钾系数 K 值测试,超出范围更换试剂 2.更换搅拌子和电机 3.检查电极,更换或清理电极表面积垢

附件 7:

SERES 2000 高猛酸盐指数操作规程

1. 仪器原理

1.1 测定原理

加入已知量的高锰酸钾和硫酸,在97-98℃加热一定时间(与在沸水浴中加热 30min 相当),高锰酸钾将样品中的某些有机物和无机还原性物质氧化,反应后加入过量的草 酸钠还原剩余的高锰酸钾,再用高锰酸钾标准溶液回滴过量的草酸钠。通过计算得到样 品中高锰酸盐指数。

1.2 组成结构

(1) 仪器分为液路和电路两个部分:

键盘操作、微处理器控制程序。

蠕动泵(专利技术)适合低速进样,具有很高的稳定性。

测量室(专利技术)具有自动清洗功能。

独特的冷却方式 (风冷或乙二醇冷却);

仪器组成结构图见图1。



图1 仪器组成结构图

(2) 仪器内部结构图 电路部分:



图 2 仪器电路部分

液路部分:



图 3 液路部分



图 4 仪器管路

1.3 仪器流程图



图 5 仪器流程

首先,进样泵(P5)吸取水样注入反应室进行清洗,而后反应室底部排放用电磁阀(P4)打开将废液排出。

进样泵重新启动,将待测水样连续不断地注入反应室,在进样的同时,硫酸泵(P3) 将硫酸注入反应室,在10分钟时间里,加热搅拌,使水样和硫酸充分混合,并将测量 室加热至96℃-98℃,而后高锰酸钾泵(P2)开始工作,将固定量的高锰酸钾溶液注入 到反应室,加热10分钟,在酸介质中,高锰酸钾与水样充分反应,将水样中的有机物 和无机还原性物质氧化,高锰酸钾过量,而后,草酸钠试剂泵(P1)将草酸钠溶液注入 反应室,将剩余的高锰酸钾还原,草酸钠溶液过量。

仪器内置的模拟测量元件与电子记时器同时自动归零,而后高锰酸钾泵(P2)开始 工作进行滴定,滴入的高锰酸钾与过量的草酸钠反应,直至出现稳定的颜色变化,达到 滴定终点,这时滴定泵停止工作,同时记时器停止记时,通过计算得出测定结果。

排空测量室,完成一次测量循环。

测量时序图:



图 6 测量时序

2. 仪器操作

(1) 触摸键盘



(2)参数、维护菜单

使用者菜单第一页

1.	channel ON/OFF	2.	Local/remote
COL	ntrol		
3.	calibration coef	4.	Modify coef
5.	restore config	6.	Reset alarm
Esc	cape → <mark>E next→D</mark>	return	→B choice=

按"1"进入液路程序启动

stream 1 : 1 start = 1 stop = 2 Escape \rightarrow E next \rightarrow D return \rightarrow B choice=

按"2"进入本地/远程控制选择

Local/remote :1 Local=1 remote = 2 Escape →E return →B choice=

	calibration coefficient nº
	(1,2,3,4,5, or,6)
E	Escape →E choice=
	按 "1"
F	Put on selector on standard To continue⊨C escape⊨E
按	"C"仪器自动进入以下清洗过程,通常在清洗倒计时为500时按"E",推出清洗
	Coefficient 1 Pump 6
	Priming standard 1142 escape⊨E
ž	青洗结束后自动进行标准液测定
1	1 27/05/02 16:18 S1 Filter 1 00008
(CALIBRATION IN PROGRESS Temp=98°C
标	准液测量数据出现后,按"2"或者"3"加减测量值,然后按"C"确认修正
	Corr,val. 7.68 Adjust indicated value with key KEX 2 = + KEX 3= - validate with KEX 0
	Put on selector on standard To continue►C
	按"C"进入校准后清洗过程
	Priming sample Pump 6 089 escape►E

标准液测量数据出现后,按"2"或者"3"加减测量值,然后按"C"确认修正

Corr,val. 7.68 Adjust indicated value with key KEY 2 = + KEY 3= - validate with KEY 0

Put on selector on standard To continue ► C

按"C"进入校准后清洗过程

Priming sample escape►E Pump 6 089

按"4"进入校准系数修改

Modify coefficient nº (1,2,3,4,5, or,6) Escape → E choice=

进入校准系数修改后按再"1"

Coefficient 1 : 485 (380 - 750) Valide $\rightarrow C$ Escape $\rightarrow E$ choice=

使用者菜单第二页	
1. blanc cycle 3. alarm ON/OFF 5. alarm relay rever <u>Escape →E_next→D</u>	 Read parameter Modify levels 1,2 Cycles between CAL return → B_choice=
按"1"进入空白循环	
亥 "2" 读取空白值	
V0 00110 V1	00245 V2 00700
Escape →E retui	rn →B choice=
按"E"	
V0 00110 V1 00	0245 V2 00700
Value: 06,8	

使用者菜单第三页



按"1"-"6"选择需要引动的泵,引动完按"E"推出

使用者菜单第四页

		7				
1. check 4-20mA	2. Check relay cards	第4项不使用				
3.	4. Check filters					
5. temp vessel	6.					
Escape →F_next→	D return → B choice=					
按"1"进入4-20mA	测试 按 "0" 切换出现90%,	50%, 10%, 0%对应电流				
100% recorder 1						
doit = 0 next→1	choice=					
按"2"进入继电器	按"2"进入继电器测试(针对泵、阀、搅拌电机)					
Check relay card	d main card					
doit = 0 next \rightarrow 1	choice=					
按 "5" 查看温度						
Temperature cell = 12.9						
Escape = E choice=						
Loodbe - L	Sholde-					

3. 试剂配制

试剂配制:(所用空白水及试剂配制用水应为蒸馏水,不得使用去离子水

(1) 草酸钠 Na₂C₂O₄ 5m mol/l

溶解 670mg 草酸钠在蒸馏水中,用蒸馏水调至 1 升,避光保存。

消耗: 120ml/天(对于连续测定,即 33 分钟一个循环)。

(2) 高锰酸钾: KMnO4 2.5m mol/l

溶解 395mg 高锰酸钾在蒸馏水中,用蒸馏水调至1升,避光保存。

消耗: 150ml/天(对于连续测定,即33分钟一个循环)。

(3) 硫酸: H₂SO₄ 2mol/l (4N)

边搅拌边慢慢加入 95-97%的硫酸 110ml 进入 890ml 去矿化水中。

消耗: 100ml/天 (对于连续测定,即 33 分钟一个循环)。

(4) 标准液: 间苯二酚溶液 C₆H₆O₂

配制满量程 75%浓度左右的溶液作为标液进行校准。

当量程为 10mg/l 时:标液浓度应配制为 7.5mg/l。

称取 0.60g 间苯二酚溶于蒸馏水定溶到 1L 为 1000mg/L 的母液。

移取 7.5ml 母液定溶到 1L 该溶液为 7.5mg/l 的标液。

其余浓度以此类推。

(5) 试剂核查

取 8ml KMnO₄, 10ml Na₂C₂O₄和几滴硫酸在小烧杯中,放入水浴加热,或用打火机 在小烧杯底部加热,一般 50 秒左右,原紫红溶液变成无色,然后反滴 2、3 滴(最多 14 滴) KMnO₄ 后溶液又变成微红色,证明 KMnO₄和 Na₂C₂O₄试剂配制的没有问题。反之 KMnO₄和 Na₂C₂O₄试剂配置的就有问题了,可能是 KMnO₄溶液浓度高了或 Na₂C₂O₄溶 液浓度低了,都会找不到终点,测定值为零。为保证仪器的正常运行试剂就需要重新配 制。

4. 维护保养

仪器在日常运行维护过程中,需要注意的几点:

(1)更换试剂时,应注意将管路及泵内的原有的旧试剂用新的试剂赶出和清洗;特别是更换高锰酸钾、草酸钠和蒸馏水时。

(2) 泵管更换时应注意泵管的长度;长度太短易脱落或折断连接的塑料管,太长则 泵管易折皱而阻塞或破裂。

(3)重新标定时应用新鲜的蒸馏水,每次大约 15 L 的蒸馏水就够用约两个星期; 而这么长的时间也应该重新进行标定。

(4)标定时应特别注意 V0 值及 V2 值是否在许可的范围内。

(5)确定终点用的光电管和反应器出现划痕,而影响仪器对终点的确认。

(6)在冬季和夏季使用空调时,应注意室内与室外的温差不要过大,以尽量避免各种试剂的管路中出现气泡。

维	修检查项目	内容	维修检查周期	检查方法	备注	
	采样管路检	堵塞,漏水确认		肉眼检查	根据污染程度	
采	查	正常流动确认		根据需要定期清洗	设定周期	
集 部	亚民石桥本	堵塞,漏水确认	1 个月	肉眼检查	请使用指定的	
	不什永恒旦	泵管定期更换	3个月	更换蠕动泵管	泵管	

表1 维护保养项目及时间

维修检查项目		内容	维修检查周期	检查方法	备注
试	试剂更换	残留的确认	1个月	肉眼检查	补充正确浓度 的试剂
剂部	过刘答再挽	检查堵塞,漏水确认	1 个月	肉眼检查	
		定期更换	12 个月	管路经常出现气泡	
排 液 部	排滅签检本	检查堵塞,漏水状态	1 个月	肉眼检查	
	111-7仪目位但	更换	6个月	根据需要定期更换	
加热模块	加热器	检查加热温度	3 个月	定期检查加热温度	

5. 故障信息及处理

故 障	故障现象	原因诊断与排除
		(1)试剂未能正常进入和反应液未能正常排出测量室;
	屏幕显示'OUT OF	(2) 试剂配制有误;
1 应卢上际	BLANC',即空白循环	(3) 泵管与蠕动泵型号不对应;
1. 至日天败	不 正常, V0 和 V2 值	(4)测量室不加热;
	相等或非常接近	(5)光路故障;
		(6)程序时序故障;
(1) 迂刻主能		首先检查进液管是否插入到试剂瓶液面以下; 取下蠕
(1) 瓜荊不能 正 一一一一一一一一一一一一一一一一一一一一一一一一一一一一一一一一一一一一	进入使用者菜单' pump	动泵右侧胶管,观察是否有液体从接头中流出,如有
正 市近八和	priming '引动各泵(P1;	表示正常,如无则需拆开蠕动泵进行检查,必要时更
戊应叔 不能 正世排中测	P2; P3; P5; P6 和电	换泵管; 排液电磁阀指示灯亮时, 如有液体顺畅流出
止市11°山(4) 昰会	磁阀 (P4)	表示正常,如无液体流出,则需检查电磁阀,必要时
里王		更换电磁阀膜
	试剂浓度是否正常可	(1) 可通过经验观察颜色判断高锰酸钾浓度是否准确;
(2) 试剂配制	通过目视和仪器检查	(2)可使用万用表测量并观察试剂注入过程中仪器电
有误	两种方法讲行判断	路板测试点的电压变化,判断草酸钠和高锰酸钾浓度
		是否准确
		32 号泵 32 号泵管 0.80ml/转
(3) 泵管与蠕	蠕动泵是定量泵,其定	15 号泵 15 号泵管 0.25ml/转
动 泵型号不	量结 果与泵的型号和	8 号泵8 号泵管 0.07ml/转
对应	泵管型号密切相关	如匹配有误,必须拆开马上更换,否则影响测量准确
		性,注意更换后在轴承和泵管上涂抹润滑油
		(1) 软件故障: 循环过程中加热时序被删除, 进入工
(4) 测量室不	现象为反应过程中屏	程师菜单'Progheateron/off'进行检查;
加热	幕始终显示室温	(2)硬件故障:检查加热电阻和感温元件 AD590,是
		否有电源供应或烧毁迹象;
故障	故障现象	原因诊断与排除
--------------	-------------------	---
		(1)发射器故障:发射器无绿光发射,检查其电源供
	正常的现象应为将左	应,或更换发光管;
	侧接收器取下,用手放	(2)接收器故障:检查其电源供应;
(5)光路故障	在接收器位置, 应有圆	(3) 光路阻塞:
	形绿光打在手心	A.测量室玻璃壁结构,需清洗;
		B.胶布遮挡光路
	程序混乱,有可能是外	
(6) 程序时序	干扰所致(雷击、电压	需要重新置入时间数据(参考光盘菜单内容),或更换
故障	大幅 波动),也有可能	C1 板部分硬件
	是使用人员误操作造成	
注意	空白循环如果正常,表示	示仪器各部件均处于正常状态
	据屏幕提示使用	
2 标准生际	2' + '3' - '修正校准结	(1)确认校准液是否准确配制;
2. 仅作于大败	果,但无法修正表示校	(2)确认空白结果是否正常
	准失败	
注意	空白循环正常,是校准成	成功的前提
3 测量不趋		(1)检查搅拌器;
5. 侧重八心 宁		(2)检查液路有无固体颗粒或气泡;
		(3)样品的混浊
	使用改锥或其他工具	
	接触测量室基座, 听是	
	否有搅 拌器与玻璃壁	(1) 如搅拌器不工作,则需查看测量室的底部磁力搅
(1) 搅拌不运	碰撞的声音, 如有在循	拌棒是否有松动的迹象;
行	环进行的开始观 察测	(2) 通过唤醒" PC Boar d Tests "菜单检查所有继电
14	量室底部注入的液体	器。当 RL 继电器受到控制时,搅拌器的电机一定在
	在发射光的照射下是	运转
	否有晃动,如有表示搅	
	拌器正常工作	
(2)固体颗粒	可通过肉眼观察	取下管路进行清洗去除固体颗粒;通过引动泵赶出液
或气泡		路中的气泡
	由于仪器的设计原理	
	是通过 反应液颜色变	
(3) 样品色度	化判断终点进 行分析	通过对样品进行前处理来解决,如过滤沉降等方法
	的,因此样品的颜色	
	有时会对测量产生十	
	扰	
4. 远程启动	如果从计算机上给出	(1) 进入 'Local / Remote Control '菜单, 确认是否是
失败	一	· Remote $ \overline{ \mathcal{V} } $ 定于 $ \overline{ \mathcal{V} } $ · Remote $ \overline{ \mathcal{V} } $ · R
	后列工作	(2) 位
	一般是由于遭受雷击	(1) 佣认电刀系统已恢复止吊;
5. 屏幕黑屏	或电力系统出现问题	(2) 佛认汉裔內部发压奋石侧保险是省艮好;
	所致	(3)
1		(4) 19 11 11 12 12 12 12 12 12 12

附件 8:

TOC-4100 操作规程

1. 仪器原理

1.1 测定原理

水中的碳由与氧或氢等结合构成有机化合物的碳(总有机碳 TOC)与作为二氧化碳、 碳酸根离子、碳酸氢根离子等构成无机化合物的碳(无机碳 IC)组成,它们合称为总碳 (TC),即成立 TC=TOC+IC 的关系。TOC 又分为,经通气处理从试样挥发失去的成分 (挥发性有机碳 POC)和不挥发的成分(不挥发性有机碳 NPOC)即 TOC=NPOC+POC。 一般水样中的挥发性有机碳(POC)和非挥发性有机碳(NPOC)相比,比例非常小, 可以忽略不计,因此可以得出 TOC=NPOC+POC≈NPOC。

岛津 TOC-4100 仪器使得水样经过酸化曝气,去除水样中的无机碳后,在 680℃的 温度燃烧氧化,生成二氧化碳和水,水分分离排出,二氧化碳气体导入非分散红外检测 器(NDIR)中进行检测,再根据检测的二氧化碳浓度和校正曲线比较计算出 TOC 的浓 度。



1.2 TOC-4100 的流程图

TOC-4100 仪器分析流程如下:



多功能进样器

图 2 TOC-4100 的进样单元

2. 试剂及其配制

2.1 标准试剂的配制:准确称取基准试剂邻苯二甲酸氢钾 2.125 克溶解于蒸馏水中,稀释至 1L 容量瓶中。溶液的浓度为 1000mg/L 碳(即 1000ppmC)。此溶液可作为标准原液保存。使用时根据样品浓度的不同,再进行稀释配制。建议配制 50mg/L 碳的标准溶液对仪器进行校准。

2.2 稀 HCl 的准备:将分析纯的浓 HCl 稀释 10 倍,至 500ml。

2.3 载气的准备: 47L 高纯氮气(99.99%以上)1 瓶及相配的减压阀一个。

85

3. 仪器的操作

3.1 仪器准备状态

在『菜单』里的『监视器』画面图3显示:



当五项指标都 OK 后,绿色的 READY 灯点亮,仪器进入测量状态。

3.2 标准曲线的校准

*	-/ አ ቀር ባለ ከ -/ ትር <i>ከ</i>	*
* *	住我600分析1%	*
*	CODcr-4100	*
*		*
****	********	*****



在图 5 仪器主界面按 F4 键进入『菜单』画面图 5:

菜单

一般条件登记	
测定条件登记	
标准曲线登记	
保养	
服务	
监视器	
倾向图	
校正数据记录	
设定输出参照	
COD换算系数的输入	
初期画面	

图 5 仪器采单界面

选择『标准曲线登记』进入图6标准曲线登记画面:

标准曲线登记

1/2



输入相关项目后,按F1『确定』键后,回到初始画面,再按F3键『校正』后,进入图7标准曲线制作界面:

标准曲线作成开始

标准曲线号码选定用ENTER键输入 按START键

(标准曲线号码: ▋,2,-,-,-,-,-,-,-)

初期画面

图 7 标准曲线制作界面

按 START 键开始校正。

3.3 在线测量

同样在仪器主界面中按 F4 键进入『菜单』画面,选择『测定条件登记』,进入测定条件登记界面。

测定条件登记图 8 的(1)、(2)、(3)、(4)和(5)。

测;	定条件	-登	记(1)					1/2
s # 1	登记 [.] TYPE TOC	号码 C# 1 -	5 1: RANGE 10.000	: DL 1 	(1-3 DS H 	3) INJV 39	ACV 50	SPG 1.5
2	TOC	2	50.000	_1	—— М ——	 55 	 50 	1.5
3	**** 	-						
	确定		终止				项目·	说明

测定条件登记(2)-测定时间表 1/3

测定间隔 :等间隔 (等间隔,前移,零)

	s #	测定时间	分(推定)	测定次数	次(最力	t)
1	1	15	(11)	2	(2)
2	2	15	(11)	2	(2)
3	*		()		(-)
4	*		()		(-)
5	*		()		(-)
6	*		()		(-)
7	*		()		(-)
8	*		()		(-)
	确	定	终止			

测定条件登记(3)-自动校正,催化剂再生

校正方式 允许范围	: <mark>检查</mark> (再机 :±10 %	交正,检查) (0-99)
标准曲线更新条件 允许范围	:有 (4 :±15 %	育,无) (0-99)
校正间隔 校正时刻	:24 时间 :00:00	(0-999)
 (最大所要时间 催化剂再生间隔 催化剂再生时刻 	: 27分) :7日 :00:00	(0-99)
确定终止		

测定条件登记(4)-测定值输出

CN 83	R 1 -	S 1	项目 TOC 	量程 500.00	保持 有 	a 0.0000	+bx 1.0000
	-	-					
	-	-					
	_	_					
	_	_					
	_	_					

确定 终止

88

测定	2条件登i	己(5)-警报等	输出			S#:1
조	感区	:10	(0-1	100%)		
种	*类	设定值	保持	确认	端子	形式
TOC	上限	400.00	无	- 3	03	С
	上上限	500,00	无	1	05	С
	下限			-		-
	下下限			-		-
COD	上限	300.00	无	3	07	С
	上上限	450.00	无	1	09	С
	下限			-		-
	下下限			-		-
2	确定	终止	一次流	路	端子	一览

图 8 测定条件登记条件(1)、(2)、(3)、(4)、(5)

输入全部相关项目后,按F1键『确定』后,回到初始画面。再按F1键『在线』后, 进入 图9在线测量。

在线开始	01(JAN)-18-2002 18:26
测定条件号码	: 🛾 (1,-,-)
开始时间 初次校正	: **:** : 无
自动打印	: 无
设定后按(START) (时间设定为**:☆ 开始测定)	□ 键 K,立即
初期画面	休止设定

图 9 在线测量

按 START 键开始在线测量。

3.4 离线测量

在初始画面中按 F2 键 『离线』, 进入图 10 离线测量界面 (1)、(2)、(3):

离线测定条件(1)

测定条件

根据测定条件选择 任意选择

初期画面

离线测定条件(2)-条件选择

试样号码♯ 测空冬研	: 1	(1-999)
测定条件号码	: 1	(1,-,-)
S#	: 1	(1-6)
测定次数	: 2	(1-6)
最大测定次数	: 3	(1-6)
SD	: 200	(0-9999)
CV %	: 2.0	(0-99)



按F1键『确定』后,进入:

离线测定条件(3)		
测定次数 最大测定次数 SD CV %	TOC :3 :5 :200 :2,0	(1-6) (1-6) (0-9999) (0-99)

确定终止

图 10 离线测量界面(1)、(2)、(3)

按 F1 键『确定』后,按 START 键开始离线测量。

3.5 保养

在『菜单』中选择『保养』,进入图 11『保养』

保养	01(JAN)-18-2002	18:26
时间设定 注入器调零 催化剂再生处理 注入器更换 注入器的零修正 除去酸流路气泡 阀千燥		
次画面 菜单 图 11 『	【 ●●●●●●● 保养』界面	

按项目依次检查仪器状况。

3.6 服务

在『菜单』中选择『服务』,进入图 12 仪器服务界面:

服务

 键盘检查 打印检查 模拟输出检查 接点输入检查 接点输出检查 试料注入状态检查 机械检查 RS-422检查



图 12 仪器服务界面

选择『试料注入状态检查』和『机械检查』,对仪器进行维护检查。

4. 维护保养与故障排除

4.1 TOC-4100 系列日常检查表(以下点检项目应1次/周)

相关项目	相关标准	维护方法
载气气源供应是否正常	载气瓶气压大于 2Mpa, 二次 表为 0.3Mpa	不足时应更换新气瓶
试样水是不是能正常取	保证试样水在检测时正常流	否则检查管道是否堵塞、泵的工作是否
到	动	正常等
检查周工作是否正常	历史记录全部记录	从趋势图里检查
仪器工作状态	仪器面板上的红色 Ready 灯 常亮	不亮时通知相关办事处技术人员
加湿器	里边的蒸馏水应保持在上、 下标线之间	若蒸馏水面低于下标线,须补充蒸馏水 至上标线
B 型卤素洗涤器	内边的蒸馏水应保持在将进 气管底端浸入水中	若蒸馏水水面低于进气管底端,须加入 蒸馏水到将进气管底端浸入水中同时水 面应低于出气管口
卤素洗涤器	内部的吸收剂不能完全变黑	若内部的吸收剂从入口发黑变色到出 口,则须更换新的
冷凝水容器	里边的蒸馏水应保持在溢流 管口的近处约10mm以内	若蒸馏水面较低时,须补充蒸馏水至溢 流管口位置
	试样水是不是能正常取到	检查管道是否堵塞、泵抽水与取样是否 匹配等
需经常关注的项目	载气气源供应是否正常	如是钢瓶供气,注意气体是否将要用完, 气体是否泄漏等
	自来水供应是否正常	注意自来水开关应保持在常开状态等。

相关项目	相关标准	维护方法
CO ₂ 吸收器 1 (载气精制用)	载气采用高纯氮气,约1年更换 一次	到期及时更换新的
CO ₂ 吸收器 2 (光学系清扫用)	约1年更换一次	到期及时更换新的
白金催化剂	约半年更换一次;保证催化剂不 能发白或破碎	若催化剂发白或破碎,须清洗或更换
燃烧管	约1年更换一次;保证燃烧管透明、不漏气	若只不透明,但不漏气,则清洗即可。 若漏气须更换
注射器的柱塞头	约半年更换一次;不能因磨损产 生裂缝而导致泄漏	若吸入式样时在柱塞头附近产生气泡 或送出式样时从筒的下部泄漏式样 时,须更换
滑动式式样注入部的 垫圈	约3个月更换一次;不能漏气	若漏气时,两个垫圈(一个白色的、 一个黑色的)同时更换

4.2 TOC-4100 仪器主要零配件更换周期及相关更换标准

4.3 日常检查中要注意:

(1)三个水位:第一个是指加湿器中的水位要在瓶上两个刻度之中,第二个指B型 卤素洗涤器中的水位要高过进气管底端,尤为重要的第三个指冷凝水容器中的水位要 接近溢流口,否则会有样气漏掉;

(2)两个气体流量和一处气泡状态:气体流量是指载气和喷射气的流量一般设定为
150和 50(ml/min),气泡状态是指仪器在工作状态时 B 型卤素洗涤器中的气泡是均匀
急促的,否则可能有漏气或堵塞;

(3)检查峰的形状和面积:峰的形态应为正态分布,面积随样品浓度而定,如果峰的形态不呈正态分布,则很有可能催化剂或载气有故障;

(4) 在更换完注射器和进样管之后一定要做"注射器的零点检测"和"进样量的零校正"。

(5) 每次校正前, 必须做"进样量的零校正"。

92

4.4 备件的安装和更换

4.4.1 燃烧管的安装见图 13



图 13 燃烧管

如图所示催化剂变成白色,此时必须更换催化剂。

2片鉑金网必须平放,以防止催化剂脱落。

催化剂放置均匀

5mm 石英棉要保持均匀

10mm 陶瓷纤维要保持均匀(地表水监测可以不加陶瓷纤维)

4.4.2 注射器的安装见图 14

用蒸馏水将注射器活塞润滑。

卸下 8P 内注射器的连接,安装注射器(只能用手拧,不能使用工具),不要过分强制紧固,否则会使 8P 内树脂部变形,导致漏液。

连接吹扫气配管时,注意螺母纹路,不要强拧,否则会造成漏气、漏液。

如果发现柱塞头处有漏液、气泡现象,则必须更换柱塞头。



图 14 注射器



图 15 滑块

将燃烧管的顶端垂直插入滑块的底座,让其内部的O圈和燃烧管完全密封,以防止漏气。

滑块不能有上下方向的活动,否则会降低滑块与试样注入部垫圈的密封性。

在开机调试时要检查滑块右边的风扇运行是否正常;滑块如果过热,滑块很容易受 热变形。



4.4.4 CO2 吸收剂的安装见图 16

图 16 CO2 吸收瓶

CO2吸收剂使用周期一年,一年后需要更换。

检查有无漏气

气管和气口应对应连接,避免接错。

4.5 常见故障及其排除

TOC-4100 常见故障及其排除

相关项目	标准	维护方法
CO2吸收器 1	载气为压宿空气,约2个月更换一次	到期及时更换新的
(载气精制用)	载气为氮气,约1年更换一次	
CO2吸收器 2		
(光学系清扫用)	约1年更换一次	到期及时更换新的
蒸馏水	标准桶(10L)约用 40 天(与用量有关)	剩水不多时,更换
盐酸	标准桶(2L)约用一年(与用量有关)	剩下不多时,及时添加
标准液	标准桶(500ml)约用 30 天	超过 30 天后,更换
		加入蒸馏水,使水面保持在上、下标
加湿蕃	蒸馏水应保持在上、下标线之间	线之间
D 叫上書 进始 明	里边的蒸馏水应保持在将进气管底端浸	加入蒸馏水将进气管底端浸入水中,
B型図系洗涤器	入水中	同时水面应低于出气管口
上主头边即	中部的现在到了你户人亦网	吸收剂从入口到出口完全变色发黑,
因紊洗涤畚	内部的吸收剂不能元全受黑	则须更换新的
冰海水索明	里边的蒸馏水应保持在溢流管口的近处	若蒸馏水面较低时,须补充蒸馏水至
<i>冷烦</i> 小谷岙	约 10mm 以内	溢流管口位置
白金催化剂	不能发白或破碎	若催化剂发白或破碎,须清洗或更换
	添明 了混合	若只不透明,但不漏气,则清洗即可。
	这明、小卿气	若漏气须更换
载气精制管(L型)	不能破碎或有裂缝漏气	若破碎或有裂缝漏气须更换
		若吸入式样时在柱塞头附近产生气
注射器的柱塞头	不能因磨损产生裂缝而导致泄漏	泡或送出式样时从筒的下部泄漏式
		样时,须更换新的
滑动式式样注入部	天 坐泥 <u>乍</u>	若漏气时,两个垫圈(一个白色的、
的垫圈		一个黑色的)一起更换
	士 举业目不且统工党	检查管道是否堵塞、泵抽水与取样是
	式什小定小定能 <u>正</u> 常	否匹配等
雪级骨光济的顶日	栽与 有源研究县不工学	如是钢瓶供气,注意气体是否将要用
而红币大注的坝日	牧、、(柳穴凹)定口止市	完, 气体是否泄漏等
	白来水研应具不工堂	注意自来水开关应保持在常开状态
	日本小洪匹正市	等

5. 仪器检查

- 5.1 准备工作
- 5.1.1 仪器部件的检查
- (1) 燃烧管的检查:
 - A. 检查燃烧管填充时2片铂金网是否放平;
 - B. 检查 5mm 石英棉和催化剂是否放置均匀;
 - C. 检查内部燃烧管是否完全密封,以防止漏气;
 - D. 检查滑块与试样注入部垫圈的密封性;
- (2) 注射器的检查:
 - A. 注射器内壁是否结垢;
 - B. 注射器内壁是否有漏液现象;
 - C. 注射器内部顶部是否有气泡;
- (3) CO2吸收器的检查;
 - A. 检查 CO2 吸收剂是否过期;
 - B. 检查 CO₂ 吸收剂和连接件有无漏气。
- 5.1.2 仪器内部试剂的准备
 - A. 加湿器内部纯水的检查(液位在两线之间);
 - B.B型卤素洗涤器中纯水的检查(加满,保证有气泡;变色必须更换);
 - C. 冷凝器排液容器中纯水的检查(加满;防止排液管打折);
 - D. 纯水桶的检查(不缺水,水质新鲜);
 - E. 盐酸桶的检查(不缺盐酸)。
- 5.1.3 校正曲线的制作

A. 量程选择为实际水样浓度的二倍, 普通地表水建议使用 TOC 浓度 50mg/L 的标液校正(邻苯二甲酸氢钾配制)。

B. 制定曲线的标准液需新鲜配置; TOC 校正曲线的测量次数三次以上, CV 值≤2.0%。

C. 校正前必须做"进样量的零校正"。

注意:如果是新更换的燃烧管,由于燃烧管内部催化剂还不很稳定,因此第二天必

须重新校正。

5.1.4 质控样检查

校正完成后,应使用已知浓度标液(应小于校正用标液浓度)作离线测量(最少测量3次),检查仪器测量准确性。

每周核查可用己知浓度标液(应小于校正用标液浓度)作离线测量,测量相对误差 ≤10%。如果误差较大,应进行仪器校准或查找其他原因。

5.2 TOC/COD 相关系数的确定

5.2.1 水样的采集

(1) TOC-COD 相关系数的统计,数据越多越好。但考虑到实际测定的工作量,采取 20 个试样进行 TOC 值和 COD 值的测定。

需考虑季节、丰、枯水等情况,经常进行相关系数的修正。并及时修改仪器上的 a、b 值,保证 COD 输出值正常。

(2) 需用相同水样分别进行 TOC 和 COD 的测试:将采到的试样分为两份前,必须 要充分搅拌均匀后再分开。一份水样在 TOC-4100 进行离线测定;一份在实验室进行 COD 测定。

(3)试样经长时间放置,由于微生物的作用,COD和TOC的浓度容易产生变化。 采完的试样最好及时进行COD和TOC测定。若要短时间保存时,容器内不要留有空间, 装满后,须加硫酸保存样品,密闭放置在冷暗处(冰箱内)保存。

(4) 试样体积:至少 500ml。

5.2.2 样品 TOC 的测定

(1) 在测定水样的 TOC 值前,要保证 TOC-4100 测量准确性,必须对仪器进行校正,校正测量次数 3 次以上。

(2) 对同一试样,须多次反复测量(5~6次)取平均值。

注意事项:

1. 对水样要采取充分振荡混合。每次 TOC-4100 内注射泵即将采水之前,先手工摇 匀水样,离线测量 3 次以上。

2. 曝气时间的检查: 在加酸过量的情况下,将喷射气气体量调整为 80ml/min,变 换通气时间(例:通气时间为: 2 分、3 分、4 分)离线测定,直到试样的 TOC (NPOC)

无变化为止。

3. 加酸量的检查测量 TOC 时,去除 IC 用的酸的添加都是过量的(确认方法是:将 通气处理后,8P 阀的 8 号转换器中排出的液体用 pH 试纸进行 pH 值测试,并确认为 pH 在 2 以下)。 附件 9:

KS2900 型叶绿素在线监测仪操作规程

1. 仪器原理

1.1 测试原理

测量基本原理是基于被检测物质发射出的荧光光谱。

1.2 仪器结构



2. 仪器操作

2.1 主界面



图标按钮功能:

显示: 自动测量时, 显示实时数据的界面。

仪器:用于设置仪器的固有参数。如仪器时间,密码、通道设置等。

检查:用于检查仪器个部件功能,用户不需要操作。

记录:用于查阅测试数据的历史纪录。

关系:用于仪器调校时,输入调校数据。并可以观察调校曲线。

零点校准:用于设置零点校准和自动清洗的开关、周期等参数。

测量参数:用于设置测量模式、周期、取样等参数。

输出设置:用于设置 RS232 串行口, 4-20mA 电流输出,报警等参数。

操作方法:点击相应的图标,即可进入相应的界面。在任何下级界面点击" — ",都将会回到主界面。

操作方法:点击相应的图标,即可进入相应的界面。

2.2 密码确认界面

当访问或修改一些重要参数时,须通过密码验证,才可以进行。此时在界面上弹出 密码验证输入框,输入密码后,按"Enter"键,进入第二级界面。

2.3 显示界面



在自动测量时,显示界面用来显示实时数据、最近一段时间的数据变化趋势曲线。

2.4 仪器界面



此界面下,用于设置仪器固有的一些参数

(1) 软件信息:显示当前软件版本。不能人为设置。

(2)访问密码:设置仪器访问密码。可保护仪器参数不会被随意更改。可在 0-9999 之间任意设置四位(详见 5.4.6.1)。

(3)存储设置:对仪器存储器进行相关操作。

(4) 时钟:用于设置仪器时钟。

(5)1通道设置:用于配置1通道所测参数。

(6) 2 通道设置:用于配置 2 通道所测参数。

2.4.1 访问密码设置界面



先点击密码数据输入框,输入框变为空时,通过数字键输入 0-9999 之内的任意密码值,按 "Enter"键及确认输入后,就完成了密码的设置。按 "返回"回到上一级菜单。

2.4.2 存储设置界面



按功能按钮,将完成相应的操作,用户请慎用!按"返回"回到上一级菜单。

2.5 检查界面



此界面下的操作,用于检查测试仪器各部件工作情况。

(1) 取样: 启动进样泵。

(2) 清洗: 启动电磁阀和清洗泵。

(3) 氙灯测试:打开氙灯光源,同时检测输出信号,检测结果在氙灯测试界面显示。

(4) 零点校准:进行零点校准。零点校准结果在零点校准状态栏显示。

(5) 测量:进行手动测量。

(6) 停止:停止取样或者清洗。

操作方法:

功能按钮和选择按钮为蓝色,当选择或点击时变为红色,并且会在左边窗体里显示 对应的测试状态。"取样检查"和"清洗检查"需要点击"停止"才能停止电机。

2.5.1 氙灯测试结果界面

检查				X
叶绿素 A				
怎么T 测试:	The state		取	样
1112 /J 120 124 .	PH1	PH2	清	洗
平均值(mV)	0.00	(PM1) -0.08	氙灯	測试
相对平均偏差(%)	0.01	0.00	爱古	标准
相对标准偏差(%)	0. 47	0.27		100
暗电流(压)	258, 34	677.02	迎	fft.
采样脉冲 增益	300 8	300 4	停	ıĿ
(風)		抵氏度	and the second	09/10/27

氙灯测试完成后,显示出在检测器上所检测到的信号平均值,并计算出对应的测 试偏差,此功能界面很好的体现出了仪器的稳定性。

2.5.2 零点校准结果界面

叶绿素 A			取	样
			清	洗
零点校准:			氙灯	测试
PH1:	0.015	mV	零点	校准
PH2(PMT):	-0.082	mV	测	量
			停	止

零点校准时,光电检测器上的测量信号值。

2.5.3 手动测量结果显示界面

查查 山43末 A	1	_	
" 家系 /		10.88	取 样
测量:			清 洗
0.0241	mg/L		氙灯测试
	PH1	PH2	零点校准
平均值 (mV)	0.00	(PMT) -0.05	测《量
暗电流(压)	258, 32	676.99	停止

2.6 记录界面

此界面用于查看测量数据的历史记录。每页显示 20 条历史记录。

叶绿素A 09年10月	122日11时20分		
			X V
0000/00/00 00:00:00	0,00		
0000/00/00 00:00:00	0,00		
00:00:00 00/00/0000	0,00		
0000/00/00 00:00:00	0,00		5 6
0000/00/00 00:00:00	0,02	4	
00100100 00100 001000	.0, 00		
0000/00/00 00:00:00	0,00	and the second second	
0000/00/00 00:00:00	0.00		
00100/00/00 00:00:00	0,00		0 0
0000/00/00 00:00:00	0,00		
0000/00/00 00:00:00	0.05		
0000/00/00 00100100	0.07		
0000/00/00 00100100	-0.01		
0000/00/00 00:00:00	0,01		
0000/00/00 00:00:00	0,06		
00100100 00\00\0000	0.03		
0000/00/00 00:00:00	0, 02		
2009/10/27 11:02:15	0,00	and the second second second	The subscription of the
2009/10/27 11:12:11	0, 00	Delete	Enter
1- 50 20 10 10 10	100 200	and a local division of	A CONTRACTOR OF
	101 332 100	C	

操作方法:

点击测量参数名称按钮,更换显示下一参数测量记录。

点击上翻页和下翻页,可向前或向后查看记录。

按时间搜索记录时,在开始日期栏分别输入年、月、日、时、分、秒,点击"查询" 按钮。

2.7 线性关系界面



进入该界面后,通过选择"设置通道几线性关系",进入相应通道线性关系设置界 面;



有两个线性关系,可供选择参与测量运算;蓝色为选定状态,此时仪器测量时按照 该线性关系参与运算;可以通过按钮"按线性关系几计算"选定不同的线性关系。注: 只有当"线性关系几计算"为选定状态时,才能进入相应的线性关系数据或者线性关系 曲线界面。

点击"线性关系几数据"可以进入线性关系数据的输入设定,点击"线性关系几曲 线"可以进入查看当前参与运算的线性数据所绘制的曲线图。



进入"线性关系几数据"输入设置界面后,可以输入线性相关拟合数据,从而校正 仪器。

在"线性关系几数据"添加数据框中,实际值表示标准值,即实验室测试数据。

测量值为按照1:1关系时,仪器测量值。

添加线性关系数据时,T0和M0不能更改,并且总是0。T1-T9,M1-M9,依次填入数据,并且按照从小到大的次序添加。用不到的数据必须添0。

当线性关系为1:1时,T1、M1输入1,T2、M2输入2;单点校正时,T1输入标准值的1/2、M1输入测量值的1/2,T2、M2分别输入标准值和测量值。

操作方法:

点击数据框内的数据,数据输入框为白色,通过数字键输入数据后,点击"Enter"键,即可添加数据。

点击"返回"按钮,回到上一级界面,然后点击对应"线性关系几曲线"可以看到数据相关性曲线,可以查看分析相关性。

2.8 零点校准界面



"通道几零点调校"功能按钮:选择进入,查看对应通道上一次调零值状态或者进行一次自动调零。

"通道几调零参数设置"功能按钮:选择进入,可以设置仪器对应通道自动调零的 相关参数。

2.8.1 "通道几零点调校"界面

在该界面可以查看仪器上一次的调零记录,通过选择"零点调校"功能按钮,仪器 立即进行一次自动调零;选择"返回"回到上一级界面。



2.8.2 "通道几调零参数设置"界面



此界面用于设置自动校准或清洗的开关和周期等参数。

(1) 自动清洗状态:分为开和关两个状态。

(2) 零点自动校准:分为开和关两个状态。

(3) 零点校准周期: 每次校准或清洗的时间间隔。单位: 小时。

(4) 清洗时间:清洗泵运行时间。单位:秒。

(5) 静止时间:清洗完毕后,或零点校准前静止时间。单位:秒。

(6)恢复时间:清洗完毕后,或零点校准后进样泵运行时间。单位:秒。

(7) 手动校准:按照清洗时间,静止时间,恢复时间的设定值,立刻进行校准。 操作方法:

功能按钮为灰色,当选择或点击时变为蓝色。更改调零参数时,选择对应参数输入框,输入数字,点击"Enter"键确认。

选择"返回"回到上一级界面。

2.9 测量参数界面



此界面用于进入相应通道进行测量模式的设定;点击按钮及进入相应设置窗口界

面。

测量参数	(however and the		测量参数	the state of the second second	
停止模式	外部模式	789	停止模式	外部模式	789
周期模式			周期模式		
		4 0 0	测量周期	5 分	4 5 6
		123	自吸泵时间	0 秒	1 2 3
			取样泵时间	0 秒	
			静止时间	1 秒	
返		Delete Enter	返		Delete Enter
叶绿素 ∧ 模式:停1	上 状态:等待	09/10/27 11:23:53	叶绿素A 模式:用	同期 状态:等待 下次	测量:00:07:42 09/10/27

此界面用于设置自动测量参数。根据实际情况,可现场设置测量参数。

测量模式:分为连周期模式、停止模式,外部模式。
 周期模式为按照预先设定的周期进行测量的模式。

停止模式为仪器停止测量功能的模式。

外部模式为用于仪器外部控制。

- (2) 测量周期:设定每次测量的时间间隔。单位:分。
- (3) 自吸泵运行时间:设定外部自吸泵运行时间。单位:秒。
- (4) 取样泵运行时间:设定取样泵进水样时间。单位:秒。

(5)测量前静止时间:进样泵停止后,测量前的静止时间,以等待气泡消失。单位: 秒。 操作方法:

功能按钮和选择按钮为灰色,当选择或点击时变为蓝色。当选择某个选项输入数字时,输入框为白色,输入数字后,点击"Enter"键确认。

按返回回到上一界面。

当"周期模式"、"停止模式"呈蓝色时为当前选定的模式。

3. 试剂配制

3.1 准备材料、仪器和试剂

(1) 材料:绿色植物叶片,本实验中选用绿色菠菜叶为试材。

(2) 仪器: (a) WTW-6100 便携式分光光度计; (b) 天平; (c) 研钵; (d) 滤纸;
(e) 漏斗; (f) 5ml 刻度移液管; (g) 胶头滴管; (h) 剪刀; (i) 25ml 宗色容量瓶、50ml 宗色容量瓶、100 ml 宗色容量瓶; (j) 比色皿(1cm, 2个); (q) 擦镜纸。

(3) 试剂: (a) 碱式碳酸镁; (b) 二氧化硅; (c) 95%乙醇。

3.2 配置步骤

(1) 将新鲜菠菜叶用清水洗净晾干。

(2) 取菠菜叶片中无根无茎部分, 剪碎后, 称取 2g, 放入研钵中。

(3)称取碱式碳酸镁 0.2g, 二氧化硅 0.5g, 分别倒入研钵中。加入 3~5ml 95%乙醇, 研磨成匀浆, 直至被研磨样品组织变白, 静止 3~5min 后, 用一层干滤纸过滤到 25ml 容量瓶中, 用胶头滴管吸取 95%乙醇将研钵洗净, 清洗液也要过滤到容量瓶中, 并用 95%乙醇沿滤纸的周围进行洗脱, 待滤纸和残渣全部变白后, 用 95%乙醇定容至刻度。 摇匀后, 作为母液, 避光冷藏保存。

(4)对分光光度计进行调零后,用 95%乙醇溶液作为空白,测试波长 663nm、645nm、630nm、750nm 处的吸光度值。

(5)取母液 5ml 稀释至 100ml,取稀释后的样品放入 10mm 比色皿中,注意不要用 手接触比色皿的光面,先用待测样品润洗 2-3 次,所取样品高度约为比色皿高度的 4/5, 用擦镜纸擦干净后,放入分光光度计分别测试波长 663nm、645nm、630nm、750nm 处 的吸光度值记下显示浓度和各个波长的吸光度,根据下述公式计算出相应浓度,此时浓 度约为 4~7mg/L,663nm 波长吸光度约在 0.4-0.7。注:务必保证此时测试样品 663nm 波长的吸光度在 0.2~1.0 之间。 $C (\text{mg/l}) = (11.64* (A_{663}-A_{750}) -2.16* (A_{645}-A_{750}) +0.1* (A_{630}-A_{750})) *10\text{mm}$

(6)分别取上述(5)中样品 2、5、10、15、20ml 稀释到 1L,按照稀释比列推算各 个样品浓度范围约在 8~140µg/L。各地叶绿素仪器量程范围可参考当地水质范围设定。

4. 维护保养

仪器在日常运行维护过程中,需要注意的几点:

(1)根据所设定的零点校准和清洗频率,定期检查清洗液,当清洗液不足时,应及时添加。排出的硫酸废液收集后与碱(食用碳酸钠,石灰等)中和至 PH7-9 后才可排入 污水管道。

(2)日常检查包括泵、管、接头是否有渗漏现象;水样预处理系统是否堵塞导致仪器取样异常;

(3) 仪器清洗使用 5%稀硫酸,稀硫酸添加时需配带防酸手套和眼镜,避免受伤。

5. 故障处理

故障现象	原因和解决方法分开描述		
氙灯检查时, 电压太低	氙灯不亮,检查线路接头是否接触良好 接收器线路接触不良		
氙灯检查时,电压不稳定	保护接地线连接不良		
测定值太低	流通池中无水,取样水路堵塞、破裂漏气、蠕动泵故障 样品池中有水泡,检查水路是否漏气 自动调零出错,清洁液被污染,清洗管路漏气,或者没有清 洗液 调校有误,按照实验室测定的标准溶液值重新调校		
测定值太高	调校有误,按照实验室测定的标准溶液值重新调校		
测定值不稳定	流通池中有水泡,取样水路漏气 流通池内有沉淀 移动光学部分(移开后进行手动检查) 调校有误,按照标准检查 保护接地线连接不良 水样浊度太高		

附件 10:

INFICON CMS5000 VOCs 自动监测仪操作规程

1. 仪器原理

1.1 测试原理

水样分析开始前,待分析样品水被注入底部的采样水杯中,多余的水从溢流口流走, 上样结束后,开始运行自动内标校准方法,若内标校准正常则开始运行样品水的 VOCs 分析方法:此时,气泡状的氩气通过吹气管进入水中,当气泡上升时,一部分 VOCs 被 氩气吹脱将从水相变为气相,在采样管顶部被内部采样泵引入 CMS5000 内,并被 CMS5000 内置浓缩阱吸附浓缩,这种采样方式称为"吹扫捕集"。然后由加热浓缩器和 逆向载气流将 VOCs 解析后进入气相色谱仪的色谱柱进行分离,然后利用 MAID 检测器 检测,通过建立好的标准曲线对每种 VOC 进行定性定量分析,并自动生成检测报告。

1.2 仪器结构

(1) 仪器外部结构图



图 1 外观图

(2) 仪器内部结构图

CMS 5000内部系统



图 2 仪器内部结构图

(3) 仪器管路图



图 3 仪器管路图

1.3 测试流程

1.3.1 采样系统

CMS 5000 与现有水站采样系统进行整合后,整个采样流程可以通过工控机控制, 水样在样品分析之前不仅可以及时采集到采样杯中、分析结束后通过电动球阀将水样及 时排走,还在待机过程中增加了使用自来水对水杯进行冲刷达到自清洗的功能,以避免 水样泥沙含量较大时在杯底残留泥污,大大减少了人工清洗的频次。

整个采样过程及采样后的清洗过程可分为以下几步:

第一步 采样水杯上水样:

水站采样系统将河水通过水管引入安装在 CMS5000 底部的采样杯中,多余的水通 过溢流口排出,图 4:



图 4 采样水杯上水样管线布局图

第二步 清洗净化 VOCs 样品采集管线:

上样过程结束后,工控机触发仪器运行方法后,仪器先运行自动内标校准方法 "XXXXX CMS5000 Ck Std",此时不采集水中的 VOCs。内标校准完成后接着运行水中 VOCs 分析方法 "XXXXX CMS5000 Water Purge",此时,CMS5000 程序自动运行两个 程序,作用分别是制造顶空,把 Tube 管上部顶空里的空气排除,以及把水中的 VOCs 吹扫出来,用吹扫出来的样品气体清洗净化管线,为样品采集作准备,见图 5 和图 6。



图 5 样品采样装置(吹扫捕集)



图 6 采样水杯和样品采集管

第三步 水杯中 VOCs 的吹扫捕集:

通过样品采集管, 仪器内置采样泵会把吹扫出来的置于样品采集管顶部的 VOCs 富

集到仪器的浓缩管里,然后经过高温解析进入GC进行分离分析。

第四步 排空与自清洗过程:

分析完样品后,通过控制电动球阀将水杯中水排走,同时还可在分析间隔中用自来 水对水杯进行冲刷自清洗,有效减少采样杯底的污泥的沉积。

1.3.2 分离系统

CMS5000 采用 HP-1 (30m, 0.32mm, 4.0µm) 色谱柱, 通过程序升温对所有 VOCs 进行分离。

1.3.3 检测系统

CMS5000采用微氩离子(MAID)检测器,该检测器灵敏度高,检测物质范围广, 无需提供其他危险性气体,适合长期全自动无人值守分析。

1.3.4 数据分析系统

CMS5000 内置配制了先进的固态存取硬盘的 586 微型电脑,并安装好 CMS IQ 软件, 能将采集的数据进行自动分析,自动生成报告,自动存储,并可将原始图谱和报告通过 Ftp 自动上传至指定服务器。

2. 仪器操作

2.1 仪器的连接

电脑与 CMS5000 联机可以在现场通过无线网卡联机或有线局域网联机操作,或通过 VPN 网远程操作。

(1) 安装好程序后,在桌面上会有 CMS IQ 快捷方式。也可通过找到 CMS IQ 软件 所对应的文件夹,双击 bin 文件夹,找到 CMS IQ.exe,双击即可打开软件.



(2)如果是第一次安装,或重新安装系统后安装 CMS IQ 软件,会弹出下面对话框。 见图 7。

System Properties	×
Port Settings Display Miscellaneous	
Port Type	
CES5000/TCP Settings for HapsTCP	
CMS5000 List CMS5000/TCP Settings	
CMS5000 Name or IP Address	Remotre
10. 210. 50. 108 10. 251. 252. 13	Tremove
11. 46. 2. 3 11. 46. 4. 3	
11.51.11.3	
Enter New CMS5000 Name or IP Address:	Add
确定 取消	帮助
确定	帮助

图 7 添加 CMS 主机名

(4) 设置电脑的 IP 地址



图 8 CMS5000 主面板查找 IP 地址

(4a) 按 CMS 前面板 STAT 按钮。

(4b)利用方向键查看网络,得到 IP 地址;见图 2-3。

(4c)在电脑里输入 IP 地址(如果选择无线连接则输入无线网卡 IP 地址,如果是普通本地连接网卡,则输入本地连接网卡 IP 地址), IP 地址前三位同仪器前三位,只把第

4个 IP 地址稍作改动 (大于 5),不要和主机一样。见图 9。

is capability. Otherwise, you nee e appropriate IP settings.	d to ask your network administrator for
○ <u>O</u> btain an IP address automa	atically
Ose the following IP address	
IP address:	10 . 210 . 50 . 107
S <u>u</u> bnet mask:	255.252.0.0
<u>D</u> efault gateway:	
○ 0 <u>b</u> tain DNS server address a	automatically
Use the following DNS serve	er addresses:
Preferred DNS server:	
<u>A</u> lternate DNS server:	

图 9 CMS5000 与电脑联机时电脑 IP 设置

(5) 这样 CMS5000 即实现了与仪器联机操作。

2.2 仪器面板操作

参见 CMS5000 操作手册。

3. 试剂配制与校准

3.1 试剂

(1) 标样

18VOCs标样,2000PPM(200000PPB),溶于甲醇中。每次打开标样安剖瓶小瓶 后请立即分装,并用封口膜封好,保存在冰箱中备用,一般保存时间为3个月。

(2) 超纯水和二次蒸馏水

要求各 VOCs 含量<0.5ppb,同实验室 VOCs 分析空白水要求,用量 20L。

各标样的中英文对照和出峰保留时间见下表1。

中文名称	CAS#	英文名称	保留时间
二氯甲烷	75-09-2	Methylene chloride	3: 31
反式1,2-二氯乙烯	156-60-5	Trans-1, 2-Dichloroethene	4: 13
顺式1,2-二氯乙烯	156-59-2	cis-1, 2-Dichloroethene	5: 05

表1 VOCs 中英文对照及保留时间

中文名称	CAS#	英文名称	保留时间
三氯甲烷	67-66-3	Trichloromethane	5: 20
1,2-二氯乙烷	107-06-2	1, 2-Dichloroethane	6: 05
苯	71-43-2	Benzene	6: 53
1,2-二氯丙烷	78-87-5	1, 2-dichloropropane	7: 50
三氯乙烯	79-01-6	Trichloroethylene	8: 07
甲苯	108-88-3	Toluene	10: 46
四氯乙烯	127-18-4	Tetrachloroethylene	12: 34
氯苯	108-90-7	Chlorobenzene	13: 43
乙苯	100-41-4	Ethylbenzene	14: 21
对间二甲苯	108-38-3, 106-42-3,	M-Xylene, P-Xylene	14: 42
苯乙烯	100-42-5	Styrene	15: 21
邻二甲苯	95-47-6	O-Xylene	15: 35
异丙苯	98-82-8	Isopropylbenzene	16: 40
1,4-二氯苯	106-46-7	1, 4-dichlorobenzene	18: 51
1,2-二氯苯	95-50-1	1, 2-dichlorobenzene	19: 21

3.2 设备

- (1) 容量瓶 2000ml 与 100ml 各一个。
- (2) 移液管 1ml, 2ml, 5ml, 10ml, 20ml 各一个。
- (3) 移液器 100µl 一个。
- (4) 洗瓶和洗耳球各一个。
- 3.3 实验过程
- 3.3.1 标样母液的制备

用 100µl 移液器移取 100µl 18VOCs 标样置于 100ml 容量瓶中,用超纯水定容后摇匀得 到 2000ppb 18 种 VOCs 母液。

3.3.2 标准曲线溶液的配置

按照下表分别用移液管或移液器准确移取 1, 2, 5, 10, 20ml 母液置于 2000ml 容

量瓶中,用超纯水定容到 2L 后分别得到 1, 2, 5, 10, 20ppb 的标准溶液,见表 2。

序号	18VOCs标样母液体积/ml	所加入超纯水体积/ml	标准曲线溶液浓度/ppb
空白	0	2000	0
Std 1	1	1999	1
Std 2	2	1998	2
Std 3	5	1995	5
Std 4	10	1990	10
Std 5	20	1980	20

表 2 5 种标准溶液浓度列表

3.3.3 方法空白样

取 2L 超纯水作为空白水样。

3.3.4 质控样

移取 5ml 2000ppb 18 种 VOCs 母液置于 2000ml 容量瓶里,用超纯水溶解定容后作为加标样品。

3.4 仪器分析

3.4.1 仪器参数见表 3。

仪器型号	INFICON CMS5000	
制造顶空时间	58	
吹扫时间	308	
采样时间	60S	
炉温	50°C	
内标温度	50°C	
检测器温度	80°C	
内置减压阀温度	55℃	

表 3 CMS5000 仪器参数
3.4.2 气相色谱参数

色谱柱 HP-1 30m, 0.32mm, 4.0µm。

程序升温起始温度 60℃,保留 1min,4℃/min 升温到 90℃,然后 6℃/min 升温到 135℃,最后 20℃/分钟升温到 200℃,保留 45s,升温过程共 20min。

3.4.3 分析

将制备好的空白样品、标准曲线样品和加标样品先后依次倒入采样杯里,选择 XXXX CMS5000 Water Purge 方法运行。见图 10。





3.5 建立标准曲线

利用 3.4.3 分析得到的标准曲线的数据建立标准曲线。

(1) 单击 CMS IQ 软件校准按钮,见图 11。

CMS IQ - (System Setup)		- 3 2
Pile Puritting System To	je Ven Wrden Jelp	2.8
-	🗏 🖉 🔶 🖫 🥝	
INFICO	Data Review Safety DB Manage Files Method Editor Status	
W	Wit .	10.210.50.108 Status
~		

图 11 CMS5000 校准按钮

(2) 选择运行标样的 XXXX CMS5000 Water Purge 方法,见图 12。



图 12 选择方法

(3) 单击 Browser 选择空白样品数据。按照下图把浓度 Con.ref 栏下 Global 改为 Analyte,把 Conc/Factor 栏下改为 0,并打钩选中该数据。见图 13 及 14。

21 CMS N2 - 11.111.6.3													
Elle Fynctions Galibrate Iools Yew Window Help													
107 IIIII III III	* *	2231	1 2 -	7 + 0 + +									
8 System Setup							1						
Calibrate : 11 111 6 3													
Maturi	C Rold/Edg Terre	later (F. C	ally she fillers	á.									
Browse ZhuTo CMS5000 Water Purg View/Edit Save	· · · · · · · · · · · · · · · · · · ·		au ae cura	· .									
Liberation DVD-4406	Analytes in Librar	y - cunnamedb	Analytes in F	'ie									
Count Company Interest To Many	View Report	ts .	1040 m	D. I. T.	14141	Chi da	1 6	Select Date	Lifes Tom	110	Calbration		
Search Sellings Method Type. Water Conc. Unit [ppb 💌	T Dala Hel	Lompound Netholese Chi	UAS #	Het Time	Area	Standar	el a	Water bleta	Water Lemp	-0	A	Conc.	Area
Data Files	2 7	have 1 2 debi	-	03.28.800	0	Analyte		2492	14.6		e	Rabo L.	Rahot
Browse Display I meter claray	3 7	cip12 dichlor	1	05-01 500	0	Analyte	-11	3949	14.6		• /	P.00m	1 20.44
D Data File Name Co Conc/Fa Sel	4 7	Chloroform	-	05:16:600	0	Analyte	.1	4565	14.6		1	5.00e+	7.764
-	5 7	1,2-dichloroet	-	06.01 398	0	Analyte	- 1	4240	14.6		/	2.00e+	3.21e+
	6 7	Benzene	-	06:50 700	0	Analyte	- 1	3009	14.6		/	1.00e+	1.66e+
	7 7	1.2-dichloropr	-	07.48 299	0	Analyte	- 1	3885	14.6		C.c.c.	Berley	total D.
	8 7	trichloroethene	1	08.04 500	0	Analyte	1	3009	14.6	_	Average RE16110	in 922 BSD ~ B	IF 2 2
	9 7	Toluene	-	10.44 200	0	Analyte	- 1	2955	14.6	_	pereraye in home	waeshine on	10.0
Peak Search	10 7	tetrachiotoeth	-	1235 000	0	Analyte		3327	14.6	-	Linear, Porced throu	interna	a Calora
(* Search C Recalculate State	11 7	chiorobenzene	-	13.45 900	0	Analyte	-	2231	14.6	-	Relative Standa	rd Deviation %	3.00
						1.000000000			0000	1995	1 Concision		
		冬	13	选技	译:	空白	白样	数据		100	Lunnadi		
ق CMS IQ - [Calibrate : 11.16.2.3]		图	13	选技	译3	空白	白样	数据		-12	Constant		
이 GMS IQ - [Calibrate : 11.16.7.3] 금 연속 Fyrctors Calibrate Iok Yew Wydow 문야		图	13	选打	圣?	空白	白样	数据		- 122			6
월 CMS 1Q - [Calibrate : 11:16:2.3] 문 번호 Tyruttus Calibrate Joak Yaw Window 방학 말 같 같 때 [2] 문, 데 [2] ? 그 그 [* *	冬	13	选打	译3	空白	白样	数据		122			E
CMS 10-[Callbrate:11.16.7.3]	<u>*</u>	8	13	选技	圣 3	空白	白样	数据					E
O CMS IQ - [Calibrate : 11.16.7.2] The functions Calibrate [ook yew Window Help The functions Calibrate [ook yew Window Help The function of the function	<u>*</u>	8	13	选打	译3	空自	白样	数据	2 222 Ger				E
3 CMS 1Q - [Calibrate: 11.16.7.3] Er the "synchron Calibrate Jook Yew Window Help 3 CMS 1Q - [Calibrate: 10.1 (Joo 10.1 (T Budd/Edit Tempi	冬 (1) (1) (1) (1) (1) (1) (1) (1) (1) (1)	13	选打	译?	空白	白样	数据					
CMS 1Q [Calibrate: 11, 16, 2, 3] Er die Functors Gelerate Took Yew Window tells Station of the state of the stateo	C Build/Edi Tempi Anajitas in Libray	冬 記 ate で Cc e - curnamede ,	13	选打 w	译 3	空户	白 村羊	数据	2007_04 blank hp	=]			
CMS IQ - [Calibrate : 11.16.7.3] The first state 10k then Window their Wethod B > Method Duris CMS5000 Water Purg Verwit date Furg Verwit date Save Library	Build/Edit Tempi Analytes in Library Vew Report	₹ ate °Co - curnamedo ,	13	选打 w	译 <u>3</u> MS5000	空户 Water Pur	白 村羊	数据	2007_04 blanik hp	*	- Calibration		
² CMS IQ - [Calibrate: 11:16:2:3] ² Er ble Tyrctons Calibrate Took Yew Wordow Helpo ² Er ble Tyrctons	Sludd/Edk Tempi Analytes in Litra Verse Report E Data Ref	E Compand	13 siterate Library Analytes in Fil	选打 bo-ZhuToCC	译 <u>-</u> MS5000	空白 Water Pur	雪 木羊 ge Colbustic Standard	数据 	2007_04 blank hp Beta Water Ter	= 10 ~	Caltration	s [Conc.	Aces
CAS IQ[Callbrate : 11.16.2.3] Trip for Parcture Callbrate Look yew Wyndow yelp Trip for Parcture Callbrate B >> Method Browne Dut CANSS000 Water Pars VerwEdd: Save Saveh Setting: Method Type: Water Conc Und pape Data Ferr	Białd/Edił Tempi Analytes in Libray Vere Report Datała i u Jana 2	Kernend)	13	选打 In 2huToC	¥至3	空白 Water Pur	雪木羊 ge Calbrate Standard Analyte	数据 。20091120_18 Conc Water 1 2000	1007_04 blank.hp Beta Water Tet 14.5	1 10	Celbration	Cone	Area
CMS IQ - [Calibrate : 11.16.2.3] Er the "synchrons Calibrate I took Yew Window theip See Constraints I took Yew Window theip See Constraints I took Yew Window theip See Constraints I took Yew Window Took I took See Constraints I took I took See Constraints I took I took See Constraints I took I took See Constraints See Cons	Budd/Edir Tempia Andytes in Likray View Report Days Ref 1 3 2 7 3 7	E ale C Co compand Compand Matylene Chioi tana 12 deckler	13	选打 (AS # Field (AS # Field (AS # Field (AS # Field (AS # Field (AS # Field (AS # Field) (AS # F	¥ 3 HS5000 t. Time 20 000 00 000 0000 00 000 00 000 00 000 00 000 00 000 00 000 00 000 00 000 00 000 000 00 000 00 000 0000 00 000 00	空 f	雪木羊 ge Collevatio Standard Analyte : Analyte :	· 数据	2007_04 blonk hp Beta Water Tet 14.6 14.6	1	Calibration	Conc. (Radio L. 1000	Area (Flatio
CAUSIQ [Calibrate: 11,16,2,3] Cause Control of the second secon	Build/E di Tengia Analytes in Libray Vere Real 1 3 2 7 3 7 4 7	E ate C Conserved Compared Compared	13 aktrale Librar Analytes in Fil ide <u></u> osthere <u></u>	选打 (A) 27%1To CD (A) 27%1To CD (A) 4 (A)	¥ 55000 t. Time 20 009 01 500 01 500	空 f	ge Colibertie Standard Analyte _ Analyte _ Analyte _	· 20091120_18 · 20091120_18 · 1 2492 · 1 2492 · 1 3499 · 1 2492	2007_04 blorik.hp Bela Water Tet 14.6 14.6 14.6	1	Calibration	Conc. Plato L. Stores 8 00er	Area (Flatio
Image: Second	Buld/Edit Tempi Andyles in Libray Verw Report Das Ref 1 3 7 4 7 5 7	All Compound A	13	达才 (AS # Fe (AS # Fe)(AS # Fe	¥ 1 MS5000 st. Time 20 000 00 000 01 500 16 600 01 388	Vater Pur Area 0 0 0	日本羊 ge Collexate Standard Analyte 1 Analyte 2 Analyte 2	- 20091120_18 - 20091120_18 - 1 2425 - 1 2455 - 1 4555 - 1 4	2007_04 blank hp Beta Water Tet 14.6 14.6 14.6 14.6 14.6	1	Calibration	Conc. (Ratio L 8 00e+ 5 00e+	Area (Ratio 1.28e 7.756
¹ CMS IQ [Calibrate : 11.16.2.3] ¹ Er Die Tyrctons Calibrate Iole Yew Wydow Help ¹ Er Die Tyrctons Calibrate Iole Yew Wydow Help ¹ Er Die Tyrctons Calibrate Iole Yew Wydow Help ¹ Er Die Tyrctons Calibrate Iole Yew Wydow Help ¹ Er Die Tyrctons Calibrate Iole Yew Wydow Help ¹ Er Die Tyrctons Calibrate Iole Yew Wydow Help ¹ Er Die CMS5000 Water Pars ¹ Data Fie Name	Build/Edit Tempi Analytes in Litrago Verse Report Data Ref Data Ref Data Ref 2 7 3 7 4 7 5 7 6 7	Reserver	13	达打 (AS # Per (AS # Per)(AS # Per)(AS # Per)(AS # Per) (AS # Per)(AS # Per)(¥天 5 MS5000 8 11 Time 20 000 09 099 01 500 01 398 01 398 50 700	Water Pur Area 0 0 0 0	ge Colltratic Standard Analyte 2 Analyte 2 Analyte 2 Analyte 2 Analyte 2	- 20091120_18 - 20091120_18 - 1 2402 -	2007_04 blank.hp Beta Water Ter 14.6 14.6 14.6 14.6 14.6 14.6	1	Celtraton A	Cone. (Rado L. 100- 5.00- 2.00-	Area (Ratio 1.28e 7.756 3.21e
CAS IQ[Callbrate : 11.16.7.3] Trip for Parcture Celltrate Look yew Vyndow Hydp Strip for Parcture Celltratelook yew Vyndow Hydp B >> Method Browne Dhulis CM55000 Water Parcy Search Setting: Method Type: Water Conc Linkare Data Fer Biolog Data Fer Data Fer Dioda Fer Dioda Fer Conc Conc fig Si<_V2nin DM55000 Water Parge CA <= 0	BuildEdt Tempi Andytes In Liker Verw Report Data Ref Data Ref J 2 7 3 7 4 7 5 7 6 7 7 7 7 7	Company C	13	达打 (A) 27w10 CD (A) 27w10 CD (A) 4 (A) 5 (A) 5 (A) (A) 5 (A) 5 (A	¥ 5000 t. Time 2000 00 999 01 500 01 500 01 398 50 700 48 259	空 自 Water Pur の の の の の	ge Colbeatio Standard Analyte _ Analyte _ Analyte _ Analyte _ Analyte _ Analyte _ Analyte _ Analyte _	- 20091120_18 - 20091120_18 - 11 20482 - 11 20482 - 1 20492 - 1 20492	2007_04 blonk.hp 14.6 14.6 14.6 14.6 14.6 14.6 14.6 14.6	1	Caltration	Conc. PadoL PadoL S00#- 5.00#- 1.00#-	Area [Platio 1.28e+ 7.76e+ 3.21e+ 1.66e+
Image: Calibrate : 11.16.7.3] Image: Calibrate : 11.16.7.3] Image: Calibrate : 10k : Yew : Yordow : Help Image: Calibrate : 10k : Yew : Yordow : Help Image: Calibrate : 10k : Yew : Yordow : Help Image: Calibrate : 10k : Yew : Yordow : Help Image: Calibrate : 10k : Yew : Yordow : Help Image: Calibrate : 10k : Yew : Yordow : Help Image: Calibrate : 10k : Yew : Yordow : Yew : Yew : Calibrate : 10k : Yew : 10k : Yew : Calibrate : 10k : Yew : Calibrate : 10k : Yew : Calibrate : 10k : Yew : 10k :	■ ■ ■ ■ ■ ■ ■ ■ ■ ■ ■ ■ ■ ■ ■ ■ ■ ■ ■	Estimation of the second secon	13	选打 - 2%100 - 2%100 - 0%1 - 0%1	¥ 5000 st. Time (20 000 (20 009) (20 000 (20 009) (20 000 (20 009) (20 000) (20 00) (20 00) (2	空 貞 Water Pur Ares 0 0 0 0 0 0 0 0 0 0	ge Colibeatic Standard Analyte Analyte Analyte Analyte Analyte Analyte Analyte Analyte	- <u>20091120</u> .18 - <u>Corre</u> : Water - 1 2000 - 1 2402 - 1 3404 - 1 3405 - 1 3000 - 1 3000 - 1 3005 - 1 3005	007_04 blank.hp 14.6 14.6 14.6 14.6 14.6 14.6 14.6 14.6	1	Calibration	Conc. (Pado L. 800+ 500+ 200+ 200+ 200+ 200+ 200+ 200+ 2	Area (Frator 128e 7.75e 3.21e 1.65e e Instal R
CALS IQ _ [Calibrate : 11, 16, 2, 3] Def Functors Calibrate Took Yew Window tele Series Calibrate Took Yew Window tele Series Calibrate Took Yew Window tele Series Calibrate Deals Challer Took Yew Calibrate Deals Fee Deals Fee Deals Yew Calibrate Same Library Fleet Library Deals Fee Sime Calibrate	BudstEdt Tengti Analytes in Libray Vene Red 3 7 4 7 5 7 6 7 7 8 7 9 7	E Compound Metholene Chia Tana 12 delharon Compound Metholene Chia Tana 12 delharon Metholene Chia Metholene Chia Meth	13	选打 (A) 27w10 C (A) 27w10 C (A) 4 (A) 6 (A) 6 (A	本 本 1 1 1 1 1 1 1 1 1 1 1 1 1	空自 Water Pur Ares 0 0 0 0 0 0 0 0 0 0 0 0 0 0 0 0 0 0 0	ge Coltxetic Standard Analyte - Analyte - Analyte - Analyte - Analyte - Analyte - Analyte - Analyte - Analyte -	- 20091120_18 - 20091120_18 - 20091120_18 - 1 2042 - 1 204 - 1 2042 -	2007_04 blank hp Bets Water Tet 14.6 14.6 14.6 14.6 14.6 14.6 14.6 14.6	2] 70	Calibration A f e e conce [Average RF][611	Conc. Pado L Pado L 9 00e- 5 00e- 2 00e- 2 00e- 1 00e 9 092 (RSD of 1	Area (Flatio 1.28e 7.76e 1.56e 1.156e 1.156e
CAUS IQ [Calibrate : 11.16.7.3] To for synchose Calibrate Look yew typdow type So of the synchose Calibrate Tags Method Method Double Churte Churg Search Setting: Method Type: Water Bowne Display Data File: Bowne Display Pack Search Preck Search Preck Search Preck Search Composite Calibrate Preck Search Prec	BuldotEdi Tempi Andytes in Libray Vew Repoit Das Ref 1 3 7 4 7 5 7 6 7 7 7 9 7 10 7	E Consume Child	13	选打 2010 CC 2010 CC 20	本 本 455000 50 700 16 600 16 600 10 398 50 700 48 299 44 200 36 000	交自 Water Put O O O O O O O O O O O O O O O O O O O	ge Calkrafic Standard Anajte Anajte Anajte Anajte Anajte Anajte Anajte Anajte Anajte	* 20091120_18 - 20091120_18 - 20091120_18 - 1 3000 - 1 3000 - 1 4665 - 1 4665 - 1 4665 - 1 4665 - 1 3009 - 1 300 - 1 30	2007_04 blank.hp 2007_04 blank.hp 14.6 14.6 14.6 14.6 14.6 14.6 14.6 14.6	1	Collimation	Conc. (Flato L 100+ 5.00+ 1.00+1.00+	Area (Flatio 1556 7.756 3.21e 1.5566 1.556 1.556 1.556 1.556 1.5566 1.556 1.556 1.556 1.55
CAUS [Q - [Calibrate : 11.16.7.0] Calibrate : 11.16.7.0] Calibrate : Calibrate : 00k Yew Wyndow (skip Calibrate : Calibrate : 10k Yew Yew Yew (skip Calibrate : Calibrate : 10k Yew Yew (skip Calibrate : Calibrate : 10k Yew Yew (skip Calibrate : 10k Yew Yew Yew (skip Calibrate : 10k Yew Yew Yew (skip Calibrate : 10k Yew	■ ■ ■ ■ ■ ■ ■ ■ ■ ■ ■ ■ ■ ■ ■ ■ ■ ■ ■	Esterior Constantion Characterior Characteri	13	选打 - 2741 To CO - 0745 # Ref - 0745 # Re	¥. Time 20 000 09 999 01 500 01 398 50 700 48 299 04 500	空戶 Water Pur Ares 0 0 0 0 0 0 0 0	ge Colibeatie Standard Analyte Analyte Analyte Analyte Analyte Analyte	数据 - 20091120_18 - 1 3300 - 1 3300 	2007_04 blonk hp 146 146 146 146 146 146 146 146 146 146	1	Calification	Conc. (Pado 1. 8 00+ 5 00+ 1 0	
CMS IQ [California : 11:16:7.3] The functions California : 10:16:7.3] The functions California : 10: 20:00 Work Park Method Browne California : 10: 20:00 Work Park Savet California : 10: 20:00 Work Park Savet California : 10: 20:00 Work Park Data File: Data Fil	Build/Edit Tengsi Analytes In Libray Wein Report Veine Report Data Ref 1 3 7 4 7 5 7 7 7 8 7 9 7 10 7 11 7	E Compound Metholene Choi Metholene Choi Me	13	选打 - 2huTo C - 2huTo C - CAS # Pro - CA	子 5 455000 15 15 15 15 15 15 15 15 15 15 15 15 15	空白 Water Pur Areso 0 0 0 0 0 0 0 0 0 0 0 0 0 0 0 0 0 0 0	ge Colleveix Standare Analyte Analyte Analyte Analyte Analyte Analyte Analyte Analyte Analyte Analyte Analyte	数 据 - 20091120_18 - 20091120_18 - 1 2009 - 1	2007_04 blank.hp Bata Water Tet 14.6 14.6 14.6 14.6 14.6 14.6 14.6 14.6	= TO ^	Calibration A + + + + + + + + + + + + + + + + + +	Conc. (Plato L 8 00=- 2 00=- 2 00=- 10 922 (RSD of 1 90 92) (RSD of 1 90 92) (RSD of 1 90 92) (RSD of 1 90 92) (RSD of 1 92) (RSD	Area (Flatio 128e- 7.76e- 1.28e- 1.28e- 1.56e- 1.156e-

图 14 空白样数据设置

(4) 按照 3.5.3 的方法依次选中 1、2、5、10、20ppb 浓度标准溶液的色谱图,然后Con.ref 栏下 Global 改为 Analyte,在对应的 Conc/Factor 栏下改为 1、2、5、10、20,并

打钩选中该数据。见图 15。

Fynctions Galibrate Iools Yew Window Help											
	* #	828	8	••••							
System Setup											
/25 🔺	10	120									
Calibrate : 11.111.6.3											ET R
branes 00.4406 Save Library	View Rep	orti	rendytes	anne - Liuou u		water Pulge	e Caldrano	a_2000/019121	2.441		Calbration
Search Settings Method Type: Water Conc. Unit ppb 💌	# Data Ref	Compound	CAS	# Ret. Time	Area	Standard	Conc	Water Beta	Water Temp	-	Calcration
ata Files	1 3	Methylene Chi.	*	03.29 900	0	Analyte	¥ 1	3390	14.6		I Lonc. Area
Browse Duplay Reset Library	2 7	trans-1,2-dichl.	*	04.09.899	0	Analyte	* 1	2492	14.6		* 100m 100m
Date Ele Nume	3 7	cis-1,2-dichlor	-	05:01 500	0	Analyte	• 1	3949	14.6		8.00e+ 1.28e+.
M ICau PMCE000 Water Dame C A # 10	4 7	Chloroform	-	05:16 600	0	Analyte	- 1	4565	14.6		5.00e+ 7.76e+.
V IGAU CMS5000 Water Page C A = 10	5 7	1,2-dichloroet	-	06.01.398	0	Analyte	- 1	4240	14.6		2.00e+ 3.21e+
VLIGHLCMS500 WAR Purge C A = 5	6 7	Benzene	-	06:50 700	0	Analyte	-1	3009	14.6		1.00e+ 1.66e+
and a second and a second and a second a se	7 7	1,2-dichloropr	-	07:49 299	0	Analyte	-1	3005	14.6		Concentration Restree Initial Re
M IGou (MS500 Water Prane C A T 2	1 A 1 A	trichiccoetherse	-	08:04 500	0	Analyte	<u>-1</u>	3009	14.6	-	Average BE 161180 922 BSD of BE \$1, 21
LLIGou CMS500 Water Purge C A ▼ 2 Vulligou CMS500 Water Purge C A ▼ 1	8 1					Antalida	¥ 1	2965	14.6		Preidyern norroo orr nob orn at r
LUIGou CMS5000 Water Purge C A 2 2 I LUIGou CMS5000 Water Purge C A 1 1	9 7	Toluene	-	10.44.200	0	Analyte .				-	
8 ULIGou CMS500 Water Purge C A ⊻ 2 IV S ULIGou CMS500 Water Purge C A ⊻ 1 IV ask Search	8 / 9 7 10 7	Toluene tetrachioroeth		10.44.200 12:36.000	0	Analyte	• i	3327	14.6		Linear. Forced through Internal Calibrat

图 15 标准样数据及其设置

(5) 在 Reset Library 前打钩, 单击 Start 按钮, 建立标准曲线, 见图 16。

0 CMS IQ - 11.111.6.3													
Elle Fynctions Galibrate Icols Yew Window Help			-										
	• <u>*</u>	10 10 10 1		10 - C4 -									
😺 System Setup													
/25 🔺	10	121	10					and the second second					
🖶 Calibrate : 11.111.6.3													
Browse ZhuTo CMS5000 Water Purg View/Edit Save Litxaries 242-4406 Save Litxaries 242-4406 Save Litxaries 242-4406	Analytes in Libr	ary - (unnamed) arts	Analy	tes in File - LilGou C	MS5000	Water Purg	re Calibrati	on2.实际水样空I	B hps		Calibration		
Search Settings Method Type Water Core Unit of	 II Data Ref 	Compound	C	AS # Ret Time	luea	Standard	Conc	Water Beta	Water Temp		A	Contra	Area
Data Files	1 3	Methylene Chil	•	03.28 800	0	Analyte	* 1	3380	14.6		1 /	(Ratio t	(Ratio t.
Browne Display Meter Likeary	2 7	Itans-1,2-dchl.	-	04:09 899	0	Analyte	- 1	2492	14.6		: /	TIXMS	1-658+
D Data Ela Nama	3 7	cis-1,2-dichlor	-	05:01 500	0	Analyte	- 1	3949	14.6		/	8.00e+	1.28e+
E VI IDeu CMS5000 Water Prese C A * 10	4 7	Chloroform	-	05:16 600	0	Analyte	-1	4565	14.6		/	5.00e+	7.76e+
6 VJScu CMS5000 Water Purpe C A T B	5 7	1,2-dichloroet.	-	06:01 398	0	Analyte	-1	4240	14.6		1	2.00e+	3.21e+
6 VJSou EMS5000 Water Purge E A T 5	6 7	Benzene	-	06:50 700	0	Analyte	-1	3009	14.6		1	1.00e+	1.66e+ 🥪
6 VUISou DMS5000 Water Purce C & T 2	7 7	1,2-dichloropr	-	07:48 239	0	Analyte	- 1	3005	14.6		Concentration	Restore	Initial Record
6 VLIGou CMS5000 Water Purge 6 th T	8 7	trichloroethene	-	08:04 500	0	Analyte	-1	3009	14.6	-	Average RE161180.922	BSD of F	RF % 2 682
	9 7	Toluene	-	10.44 200	0	Analyte	-1-	2955	14.6		Investige the provider of	priod on	a al roor
Peak Search	10 7	tetrachioroeth.	-	12:36 000	0	Analyte	-1	3327	14.6	-	Linear, Forced through	Intern	al Calbrahon
In Search ⊂ Recalculate Start	11 7	chiorobenzene	-	13.46 900	0	Analyte	-11	2231	14.6	-	Relative Standard Dev	riation %	2.005
	12 7	ethylbenzene	-	14:26 000	0	Analyte	-11	3634	14.6	~	Correlation Coeffic	treit	0.999

图 16 建立标准曲线

(6) 单击 save library 和 save 按钮,保存标准曲线。见图 17。

CMS IQ - 11.111.6.3											
i Fynctions Galibrate Iools Yew Window Help											
	· 4	A 12 60 1	8	10 + C4 -							
System Setup											
/25 🔶	10	(C) (
Calibrate : 11.111.6.3											
Libraries 20-4406 Save Library	View Rep	ats	(CAL)			in out if the	an contaction	and an and a second	- Andrew Processo	12	Calbration
Search Settings Method Type: Water Conc. Unit ppb 💌	# Data Ref	Compound	CAS	5 # Ret Time	Area	Standard	Conc	Water Beta	Water Temp	0	A K Conc. Area
Jata Files	1 3	Metholene Chi.	-	03 28 800	0	Analyte	-1	3380	14.6		Ratio L. (Ratio L.
Browse Display Reset Library	2 7	trans-1,2-dichl.	-	04:09 899	0	Analyte	-1-	2492	14.6		a 1.00e+ 1.05e+
D Data File Name Co., Conc/F., S.	3 7	cip-1,2-dichlor	-	05:01 500	0	Analyte	-11	3949	14.6		8.00e+ 1.28e+
6VLIGou EMS5000 Water Purge C A + 10	4 /	Unioroform	-	05:16 600	U	Analyte	41	4565	14.6		5.00e+ 7.76e+
6VLJGou CMS5000 Water Purge C A • 8	5 /	1.2-dichloroet	-	06.01 398	0	Analyte	-	4240	14.6		2.00e+ 3.21e+
6 VLJGou CMS5000 Water Purge C A 💌 5 🛛 🕫	5 /	Benzene	-	06:50 700	0	Analyte	-	3009	14.6		1.00e+ 1.66e+
6VLIGou CMS5000 Water Purge C A 💌 2	0 7	1.2-achiotopr	-	07:46 239	0	Analyte	응는	3000	14.6		Concentration Restore Initial Record
6VLIGou CMS5000 Water Purge C A 💌 1 🛛 📈	8 /	Tabase	-	10.44.000	0	Analyte	1	3009	14.0	-	Average RF 161180.922 RSD of RF % 2.682
×	30 7	Interchinente	-	12.20.000	0	Auslide	1	2333	14.6	-	Lines: Exced through + Internal Calibration
Peak Search	11 7	chloschanzene	-	12.46.900	0	Anakite	1	2221	14.6	-	
search recalculate Stat	12 7	ethabenzene	-	14:26:000	0	Anakte	-	3534	14.5	-	Relative Standard Deviation % 3.005
	100.10	outine de monte		14.20 000			and .	and a	14.0		Correlation Coefficient 1 0.939

图 17 标准曲线的保存

3.6 结果计算与表达

在蒸馏水中配置需要的标准溶液 (1ppb、2ppb、5ppb、10ppb 和 20ppb): 标准溶液母液: 2000μg/L 或 ng/ml 或 ppb。 根据需要,取相应标准溶液母液(1ml, 2ml, 5ml, 10ml, 20ml)置于 2000ml 容 量瓶中,用超纯水定容到 2L 后分别得到 1ppb, 2ppb, 5ppb, 10ppb 和 20ppb 的标准溶 液。

浓度为:

$$\frac{(2000 \ \mu g/L \ \times 1.0 \ ml) \ \times \ \frac{1 \ L}{1000 \ ml}}{2.0 \ L} = 1.0 \ \mu g/L = 1.0 \ ppb$$

$$\frac{(2000 \ \mu g/L \ \times \ 2.0 \ ml) \ \times \ \frac{1 \ L}{1000 \ ml}}{2.0 \ L} = 2.0 \ \mu g/L = 2.0 \ ppb$$

$$\frac{(2000 \ \mu g/L \ \times \ 5.0 \ ml) \ \times \ \frac{1 \ L}{1000 \ ml}}{2.0 \ L} = 5.0 \ \mu g/L = 5.0 \ ppb$$

$$\frac{(2000 \ \mu g/L \ \times \ 10.0 \ ml) \ \times \ \frac{1 \ L}{1000 \ ml}}{2.0 \ L} = 8.0 \ \mu g/L = 10.0 \ ppb$$

$$\frac{(2000 \ \mu g/L \ \times \ 20.0 \ ml) \ \times \ \frac{1 \ L}{1000 \ ml}}{2.0 \ L} = 10.0 \ \mu g/L = 20.0 \ ppb$$

3.7 校准曲线质量控制标准

曲线建立好以后,配制 5ppb 18VOCs 标准溶液,运行建立好标准曲线后的 XXXX CMS5000 Water Purge 方法,然后利用分析结果,计算每种组分的分析准确度,误差在 30%范围以内则为合格。

3.8 CMS5000 自动内标校准

3.8.1 自动内标校准原理

仪器内部集成了甲苯的渗透管,用作为校验标准,确保较为准确的系统校准。渗透 管的使用寿命约为 8 年。

利用渗透原理,在恒温条件下,如果以一定的载气流速经过渗透膜外壁,则可以得 到一定浓度的甲苯标气样品。但需要注意的是,甲苯内标渗透需要足够长时间才能达到 稳定,也就是说只能完全达到稳写了,甲苯标气浓度才是稳定的。一般说来,第一次调 试需要至少 24 小时才能完全稳定,如果只是短时间停电或关机,换气等,则可在几个 小时内即可达到平衡,当然,停电或换气所耗时间越长,平衡所需时间越长。

将平衡后一定体积的甲苯内标气作为分析气体样品注入浓缩管吸附,完全解析出来

122

用 GC 分析,得到的甲苯的保留时间和峰面积为参考值,以后每次分析水样时,CMS5000 会先分析内标样品,运行 XXXX CMS5000 CkStd.mth 方法,再将分析结果同开始设定的参考值相比,保留时间偏差在不在积分参数内,峰面积在不在偏差中,同时对峰面积进行校正,如果误差大于 30%,则需要检查仪器,并重新建立标准曲线。

3.8.2 如何查看自动内标校准结果

通过软件,打开 Data 数据文件夹下的 XXXX CMS5000 Ck Std 文件夹,再打开如 XXXX CMS5000 Ck Std_20091121_142330.hps 数据文件,即可查看图谱。

同时也可打开 Data\XXXX CMS5000 Ck Std\Reports 下的 XXXX CMS5000 Ck Std_20091121_142330.rqt 文件,直接查看结果。见图 18。

这两个文件已上传至 Ftp 服务器,同时也保存在 CMS5000 本机硬盘上。

(Cha	19-6					TongJ Ch	155000 Ck	Std_2009112	1_142330.0	gt = Microsoft	t Excel						10 3
	Home Insert	Page Layout	Formulat	Data	Restew	View	Add brs										- = >
1	a cut	宋体	- 11	* A' A'	-	-	Wrap	Text	General				3	* 🗈	E Autos	um - A7	8
Pad	J Format Painter	в г ц -	· · ·	<u>∆</u> - ¹ % -		8 (# (#	Merg	e & Center -	19 - %	. 34 .28	Conditional Formatting* as	Table - Styles	Insert	Delete Format	2 Clear	Sort / Filter	Find &
	Clipboard 5		Ford			Aligni	tent .	(e	NUM	ner 🖓	shi	65		Cells		Editing	
	A1 •	(* 1.	Quantitati	ve Summary	Report												
	A	В	C	D	Ε	F	C	Н	I	T	K	L	x	N	0	P	d
1	Quantitative Su	amery Repor	rt														
3 4	2009-11-21 14:	32															
6 7	Argon Supply Pr	essure : !	596.00 kPa														
8	REC # CAS #		Target N	anc		Fr	ed. RT	Actual	1 RT	Ar	ea Con	c. (ppb)	No	Adjust	Linit	(ppb)	Fla
9 10	1	Tol	luene			6:17.	67	6:15.66		2208198	10	0.0	[105.	8]			
12																	

图 18 内标数据查看

3.8.3 如何判断自动内标校准是否正常

正常的内标自动校准结果应满足以下两点:

(1) 有比较完整的峰,见图 19。



图 19 内标色谱峰

(2)保留时间偏差在允许范围内(可被积分参数识别为内标),同时未调整前浓度在 70~130 之间(中括号[]内显示的浓度,允许偏差在 70%~130%之间),调整后为 100。

Search Reports	
Summary Quantitative Summary Quantitative Jive Summary Report I/21 14:32:23 upply Pressure : 556:00 kPa CAS # Taroet Name Pred RT Actual RT Arr	Close Print Save Export to Excel
Toluene 6:17.67 6:15.66 2208198	itos.o _ filósia)

图 20 内标定量报告

3.8.4 内标校准异常处理方法

内标异常可能为以下两种情况:

(1)如果色谱图中没有一个正常高斯分布的甲苯内标峰,则通知 INFICON 公司进行检查。

(2)如果色谱图中存在一个正常高斯分布的甲苯内标峰,同时定量报告中也被识别为甲苯,只是校准前浓度值误差超过允许偏差范围 70%~130%,需要检查内标是否稳定,可根据接下来的连续两次分析结果检查,如果在范围内,则无需重新建立标准曲线;如果都不在,则需要重新建立标准曲线,并重新建立内标校准曲线。

3.8.5 重新建立内标校准曲线

仪器每次自动运行的默认方法都会运行内标校准,以校准温度等对分析结果的影响。仪器长时间使用,内标可能会出现偏移,如果出现偏移,请运行内标校准。仪器默认的内标定量应该为 100PPM,如果内标方法得到的定量结果和 100PPM 的误差超过 30%就需要进行校准。校准方法如下。

(1) 单击校准按钮,选择校准方法"XXXXX CMS5000 Ck Std",见图 21。

	A RANK A RANK		
Arends Browner Deglag Freiert kknowy D Ddaf feln Name Ca. ConnorFa. Sel Bonner Bonner	Select Method File • •	Confession C	N/A
	K File Name, [20u7 o CM55000 CA Stid mith Fals Type, [Method Filer ["anti," anth] DBM Method File File method are 21/97/2000 - AM 54 (453) File modified a 21/97/2000 - File 511/53 CM55000, CMAK Standard Method, Telbed Cave Turn Bir, defaal turi	Manage Filer OK Cancel	

图 21 选择内标方法

(2)单击 Browser 选择最近三次内标样品数据。按照下图把浓度 Con.ref 栏下 Global 改为 Analyte,把 Conc/Factor 栏下改为 100,把浓度单位改为 PPM,并打钩选中这些数据。见图 22。

00 CMS IQ - [Calibrate : 11.16.2.3]						
Ele Functions Calibrate Tools View Window Help						_ @ ×
	- <u>* *</u> 1		10 • C4 •			
Method	C Build/Edit Template	Calibrate Lit	orary			
Browse 22hur o Christopolo CK Stathini View/Edit Save	Analytes in Library - <unn< td=""><td>amed> Analytes i</td><td>n File - ZhuTo CMS5000 Ck Sti</td><td>t_20091122_03.hps</td><td></td><td></td></unn<>	amed> Analytes i	n File - ZhuTo CMS5000 Ck Sti	t_20091122_03.hps		
Libraries Ck Std 🗨 Save Library	View Reports					Calibration
Search Settings Method Type: CkStd Conc. Unit pan 💌	# Data Ref	Compound	CAS # Ret. Time	Area Standard	Conc	A Conc. Area
Data Files	1 1	Toluene	• 06:17 669	0 Analyte	<u> </u>	r (Ratio t (Ratio t
Browse Display I Reset L ray						a 1.00e+ 1.51e+
D Data File Name Co Conc/Fa. Sel						1.00e+ 1.44e+ =
3\ZhuTo CMS5000 CLStd_200911; A 🗾 100 🔽						1.00e+ 1.36e+
3\ZhuTo CMS5000 Ck St8_200911, A 100						1.00e+ 1.34e+ 📦
3 2.hurb EM55000 EK 510_2005117 A - 100						Concentration Bestore Initial Besord
						Average RF140919.875 RSD of RF % 4.984
						Linear Forced through
Peak Search C Restricts						
Start						Correlation Coefficient 1 000
	1					

图 22 选择内标数据及其设置

(3) 选中 Reset Library 后,单击 Start。见图 23。

0 CMS IQ - [Calibrate : 11.16.2.3]							
tan File Functions Calibrate Tools View Window Help							_ 8 ×
	• 🔬		10 - 0				
Method	C Build/Edit Template	Calibrate Lib	rary				
Browse ZhuTo CMS5000 Ck Std.mth	Analytes in Library - <un< td=""><td>named> Analytes i</td><td>n File - ZhuTo CMS5000 Ck S</td><td>td_20091122_0</td><td>I3.hps</td><td></td><td></td></un<>	named> Analytes i	n File - ZhuTo CMS5000 Ck S	td_20091122_0	I3.hps		
Libraries Ck Std 💽 Save Library	View Reports						Calibration
Search Settings Method Type: cksta conc. onic ppm 🚽	# Data Ref	Compound	CAS # Ret. Time	Area	Standard	Conc	A read Area
Data Files	1 1	Toluene	• 06:17 669	0	Analyte	▼ 1	(Ratio t (Ratio t
Browse Display Reset Library							e 1.00e+ 1.51e+
D Data Elo Namo							1.00e+ 1.44e+
3 \ZbuTo CMS5000 Ck SH 2009111 A ▼ 100							1.00e+ 1.40e+
3 VZhuTo CMS5000 Ck Ski 2009111 A ▼ 100							1.00e+ 1.36e+
3 VZhuTo CMS5000 CK Ski 2009111 A V 100							1.00e+ 1.34e+ 😺
							Concentration Bestore Initial Becord
							Average BE 140919 875 BSD of BE % 4 984
- Peak Search							Linear, Forced through Internal Calibration
Search C Recalculate Start							Relative Standard Deviation % 4.989
							Correlation Coefficient 1.000

图 23 内标校准

(4) 单击 Save Library 和 Save 保存曲线,重新校准完毕。见图 24。

0 CMS IQ - [Calibrate : 11.16.2.3]						
🚟 File Functions Calibrate Tools View Window Help						_ 8 ×
	• <u>* *</u>		8 M • CH •			
Method	G Build/Edit Template	Calibrate	Library			
Browse ZhuTo CMS5000 Ck Stdwith YamuEdit Saud	Analytes in Library - <unr< td=""><td>named> Analyte</td><td>s in File - ZhuTo CMS5000 C</td><td>std_20091122_03.hps</td><td></td><td></td></unr<>	named> Analyte	s in File - ZhuTo CMS5000 C	std_20091122_03.hps		
Libraries Ck Std Save Library	View Reports					Calibration
Search Settings Method Type: CkStd Conc. Unit ppm 💌	# Data Ref	Compound	CAS # Ret. Time	Area Standard	Conc	A K Cano Area
Data Files	1 1	Toluene	• 06:17 669	0 Analyte	<u> </u>	[Ratio t (Ratio t
Browse Display 🔽 Reset Library						a <u>1.00e+</u> 1.51e+
D Data File Name Co., Conc/Fa., Sel.,						1.00e+ 1.44e+
3\ZhuTo CMS5000 Ck Std_200911; A ▼ 100 🔽						1.00e+ 1.40e+
3\ZhuTo CMS5000 Ck Std_200911; A ▼ 100 🔽						1.00e+ 1.36e+
3VZhuTo CMS5000 Ck Std_200911; A 💌 100 😿						1.00e+ 1.34e+ 💌
						Concentration Restore Initial Record
						Average RF 140919.875 RSD of RF % 4.984
- Peak Search						Linear, Forced through Internal Calibration
Search C Recalculate Start						Relative Standard Deviation % 4.989
						Correlation Coefficient 1.000

图 24 内标方法保存

4. 维护保养

4.1 日常维护

4.1.1 检查仪器运行情况与数据上传情况。

每天需要检查分析数据有没有正常获得,可以通过远程连接上仪器或通过查看 Ftp 服务器检查,查看 CMS5000 上的硬盘中的数据是否完整,Ftp 服务器上数据是否完整, CMS5000 硬盘上 Ftp Log 日志文件中上传文件是否正常。

4.1.2 检查内标校准运行情况

查看内标运行的图谱和报告,查看色谱图是否正常,保留时间偏差是否在允许范围内(可被积分参数自动识别为内标),同时未调整值是否在 70~100 之间,(未校准前浓度在 70~130 之间),调整后值为 100。

4.1.3 检查水样采集是否正常

例行水站检查时,检查 CMS5000 水样采集系统是否正常,有无漏水断水现象,查 看上样后水位是否超过了采样水杯中样品采集管上方的两个圆孔。见图 25。



图 25 水样采集检查

4.1.4 清洗水杯步聚

CMS 5000 与现有水站采样系统进行整合后,整个采样流程可以通过工控机控制, 水样在样品分析之前不仅可以及时采集到采样杯中、分析结束后通过电动球阀将水样及 时排走,还在待机过程中增加了使用自来水对水杯进行冲刷达到自清洗的功能,以避免 水样泥沙含量较大时在杯底残留泥污,大大减少了人工清洗的频次,如需清洗水杯,可 按下述步聚进行,见图 26。



图 26 水杯清洗示意图

(1) 松开电磁阀上的水管接头。

(2) 松开采样水杯底部底座。

(3) 将刷子由采样水杯底伸入内壁清洗.

(4) 旋紧采样水杯底部底座(最好裹几层生胶带以防止漏水)。

(5) 旋紧电磁阀上的水管接头。

4.1.5 氩气供应与更换流程

一般说来,一瓶 40L 充满到 10Mpa 的氩气瓶,在保证不漏气的情况下可以正常使用 3 个月的时间。

如需更换,流程如下:

CMS5000 更换氩气罐说明



CMS5000 更换氩气罐说明



4.2 维护保养项目及时间

维护周期 维护对象	每周1次	每2周1次	每3月1次	每年1次
仪器运行	检查			
数据 ftp 上传	检查			
氩气瓶压力			检查/更换	
采样水杯水位		检查		
采样水杯清洁			清洗	
内标自检自校结果	检查			
停机维护	短时间停机(连续伸 长时间停机(连续伸 越长,但最长不超;	亭机时间小于 24 小 亭机时间超过 24 小 过 24 小时	.时): 1~3 小时内即 い时): 停机时间越+	,可达到稳定状态 5,所需稳定时间

表 4 VOCs 全自动分析仪日常维护要求

5. 故障排除

针对 CMS5000 在长期连续运行中可能出现的问题,以及其解决方法,简列如下:

现象	原因	解决方法
数据无法通过 Ftp 上传	 ①VPN 网络故障 ②CMS5000 Ftp 相关参数 设置错误 ③Ftp 服务器故障 	 ①检查 VPN 网是否正常,检查 Ftp_Log 文件记录信息,确认错误原因 ②检查 ftp 相关参数设置,检查 Ftp_Log 文件记录信息,确认错误原因 ③检查 Ftp 服务器,查看其他站点是否上 传正常
无法远程控制	 ①VPN 网络故障 ②仪器无反应 ③参数设置错误 	 ①Ping 仪器 IP 地址是否通畅 ②重启 ③检查网线是否连接好,网线 IP 地址是否 设置正确,软件配置中仪器 IP 地址是否正 确, Ping 仪器 IP 地址是否通畅

表 5 VOCs 全自动分析仪常见故障信息与处理方法

现象 原因		解决方法
现场无法联机操作	①无线模式无法联机 ②网线模式无法联机	 ①检查笔记本无线网卡功能是否打开,无线信号是否选择正确,无线IP地址是否设置正确,软件配置中仪器IP地址是否正确,Ping 仪器IP地址是否通畅 ②检查网线是否连接好,网线IP地址是否正确,软件配置中仪器IP地址是否正确,Ping 仪器IP地址是否通畅
仪器无法运行方法	①工控机没有触发 ②找不到方法文件	①手运控制面板运行是否正常,工控机控 制信号线连接是否正常 ②与 INFICON 公司联系,重新设置
某一时段的数据丢失	①工控机没有触发 ②仪器没有运行	①手运控制面板运行是否正常,工控机控制信号线连接是否正常②重启
采样水杯水位不正常	 ①采样水杯水位太低,没有 达到要求水位 ②采样水杯水位太高,已经 中顶部冒出 	①调大进水阀门 ②调小进水阀门
自动内标校准结果异 常	 ①没有完整的内标峰 ②保留时间偏差超过 10S ③内标自检误差偏差超过 30% 	①与 INFICON 公司联系维修 ②更新内标曲线,重新建立 18VOCs 标曲 ③处理方法同上

附件 11:

iTOXcontrol 在线生物毒性检测仪器操作规程

1. 仪器原理

1.1 测试原理

费舍尔弧菌(这个品种正式名称为 Photobacterium phosphoreum)发光作用是其呼吸作用的附带产物。其发光强度取决于外部水体中的多个因素,包括:温度,PH,盐度和水中毒物的浓度。水体中的毒物影响发光菌的生物学作用,影响菌体细胞中酶的作用,能量的流动等,最终导致的结果就是抑制菌的发光强度,而且发光强度的减弱和水中毒物的浓度是成正比的。



图 1 装在小瓶中的发光菌,毒性越强,发光越弱

1.2 仪器结构

仪器内部结构图



测试部分包括:

A.外壳

B.菌种模块

C.混合模块

D.控制液存放模块

E.PMT 测光暗室

F.测试与参比水样供给模块

G.取样臂

H.盐水供给装置

1.3 测试流程

测试过程包括以下步骤:1) 准备阶段;2) 温度调节&T0 测定;3) 混合和等待; 4) T1 测试;5) 判定修正系数&抑制作用。以15 分钟的反应时间计算,整个测试流程 大概耗时25 分钟左右。测试流程及时间见表1。

表1 测试流程及时间

制备菌种悬浮液、参比水	适应调节	抽取测试水样加入到测	接触反应&T1	白动洼冰
样与待测水样	&T0 测定	试悬浮液中	测试	日幼用玩
2~5 分钟	5 分钟	1分钟	15 或 30 分钟	2~5 分钟

(1) 准备阶段

根据 ISO 11348 标准,测试所用到的费歇尔弧菌(Vibrio fischeri)测试液必须是含 有 2%的盐溶液:所以菌种悬浮液含 2% NaCl 的空白液和菌种悬浮液;参比水样悬浮液 含 2% NaCl 的空白液(= 负控);水样含 2% NaCl 的水样。

(2) 温度调节& T0 测定

所有悬浮液必须在 15℃±0.5℃ 使用。"适应时间"的温度要求将细菌悬浮液从 4℃ 提升并稳定在 15℃。默认适应时间是 5 分钟。当温度稳定后,细菌悬浮液初始发光度" LRT0"由光电倍增管读取。这是适合调节阶段的最后一次测量。LRT0、LST0 是零时 刻检测的参比读数。

(3) 混合和等待

随后,相同的测试发光菌悬浮液均等加入到参比水样和水样。

发光菌悬浮液 + 参比水样 = 参比测试样=LRT

134

发光菌悬浮液 + 待测水样 = 原水测试样=LST

水样中可能存在污染物,与发光菌悬浮液接触后,混合期间会影响发光菌。接触的 时间叫混合时间,混合时间默认是 15 分钟。

(4) T1 测试

混合时间到后,两个最终的发光量将被测定。

"LRT1" = Reference / blank 参比水样

"LST1" = Sample 实际水样

(5) 判定修正系数和抑制作用

LRT0 的测量和 LRT1 确定发光强度的自然变化。发光强度的自然变化对于参比水 样和水样(相当于空白和水样)是同等的。修正系数是用来修正发光强度的自然漂移。 因此参比水样发光强度发生变化时,修正系数(CF)是自动计算的。

修正系数: CFRT1=LRT1/LRT0

发光强度修正: LCT1=LST0*CFRT1

光强的抑制率算法如下:抑制率:LT1=((LCT1-LST1)/LCT1)*100

LT1=毒性百分数

2. iTOXcontrol 仪器操作

2.1 硬件启动

在仪器的正面板的红色按钮是系统的总开关,打开后: 菌种模块的搅拌器会启动; 仪器会执行一次初始化程序。



2.2 软件 TOXengine 启动

iTOXcontrol engine 软件控制仪器的所有硬件操作任务,如阀门或泵开启和关闭和存储 TOXview 软件中的测试结果的导入。TOXengine 软件在 PC 启动后会自动启动并开

始测量。(TOXview 数据处理软件在后台运行)

(1) 打开 TOXengine 后必须先启动 engine.

nicroLAN ⁻	TOXco
Control	
ngine	
<u>0</u> On	
	10 10
110 🛈	
	Control ngine On On

Engine On

(2) Procedure 程序.

Procedure		
Rinsing the instrument	r	
Rinsing the instrument		
Start Bacteria culture (2x25ml)		
Normal Toxicity Measurement		
Positive Control Measurement		
Negative Control Measurement		
Blank Solution Measurement		
Maintenance: Replacing outinges	-	
Maintenance: Replacing syringes Maintenance: Adjust Tip beight		
Maintenance: Adjust the neight		
Tamanchance. Adjust step positions tips		
Procedure		
Rinsing the instrument	•	
► Start Stop	🖹 Remark	

选择一个进程后,按 Start 启动程序。

常用进程如列表所示:

Rinsing the instrument	执行清洗
Start Bacteria culture (2x25ml)	执行菌种培养(iTOX control 的菌种直接在模块上培养,
	TOXcontrol 的菌种是独立的菌种培养 仪,因此没有此项进程)

Nomal Toxicity Measurement	执行正常毒性测试 (会按照事先设定的频次,自动进
	行正控与负控的检测)
Positive Control Measurement	执行正控测试
Negative Control Measurement	执行负控测试
Maintenance: Replacing syringes	执行注射器更换维护

(3) File 菜单



Logon as manager: 管理者权限的登陆密码为 tox。当登陆为管理者权限可进行变量 与设置的修改,用户级别权限则不能进行此操作。

Language: 可设置软件的语言(有英语、法语、德语、汉语等)

(4) 显示界面的切换

软件底部有5个页面可供选择,以显示相应的界面信息。



Screen selection

STATUS SCREEN 状态界面

选择 status 页进入状态界面,此界面主要显示设备的状态信息,如毒性值、报警、 温度读数、试剂体积和进程等。

3. 试剂配制

NaCl 盐溶液(20%):产品号:02TCB3180050(5L)或自配。用量:±700 ml/周(每次测试 2 ml)。

参比水规格:山泉水如农夫山泉。

控制液规格:硫酸锌: 1.117 mg ZnSO4*7H2O 溶入 100 ml 去离子水中,产品编号: 02TCB00308,用量:每次控制测试 40 µl。

_发光菌; 冻干状态, 产品编号: 02TCB00305 包括: 10 小支菌(保存温度为-20 C°) 10 瓶培养液(保存温度为+4 C°)用量: 每周1支菌和1瓶培养液。

4. 维护保养

iTOXcontrol 系统的维护按维护周期可以分为周维护、月维护、季度维护(每三个月)。进行仪器维护前,须停止当前的测试进程周维护:

4.1 清洗所有模块

用 75%的酒精清洗所用模块和模块中的内槽并用干净的布擦干。

用纯水再次冲洗,以清除残余的酒精。

4.2 更换进样器(注射器)

更换进样器必须打开测光盒盖。但打开盒盖之前有一点必须注意:关闭光电倍增管的电源。如果仪器一直处在测试状态,进样器的使用寿命一般不小于一个星期。由于存 在着磨损,所以如果长时间不进行更换,则进样器会产生漏液的情况。所以建议一星期 更换一次。



2	更换进样器步骤 2	1、把暗室的黑盖取下
3	更换进样器步骤 3	1、把固定进样器的小铁板取下,用手指扣着往 外拉
4	更换进样器步骤 4	1、取出旧的进样器
5	更换进样器步骤 5	1、用湿布清洁暗室内部,然后擦干净

6	更换进样器步骤 6	1、如图,用 75%的酒精冲洗取样软管与取样头
7	デレビス 単本	1、用手拧搓软管以清洗其内部
8	更换进样器步骤 8	1、然后再用纯水冲洗干净
9		1、重新装入新的进样器,并用手按紧接口以防 止漏水

	更换进样器步骤9	
10	更换进样器步骤 10	 1、把固定小铁板重新卡入 2、开始一个清洗进程,以观察进样器是否工作 正常
11	更换进样器步骤 11	1、一切正常后再把暗室黑盖盖上, 拧上 6 个螺 丝
12	Depart switch PMT ON 更换进样器步骤 12	1、把光电倍增管的开关打开

更换进样器及清洗软管。

4.3 添加菌液

每两个星期往菌种培养模块中添加一次菌种悬浮液。存放槽1第一个星期使用,槽 2是第二星期使用。



5	ジェント・ション・ション・ション・ション・ション・ション・ション・ション・ション・ション	把混合好的菌种悬浮液放入菌种培养模块中 1、取下盖子
6	ジェント・ビストン・ション・ション・ション・ション・ション・ション・ション・ション・ション・ショ	 1、用进样器移除残留下的旧菌液 2、用 75%的酒精清洗存放槽 3、用纯水清洗存放槽 4、用干净的纸巾或毛巾擦干
7	<image/> <caption></caption>	 1、向槽中加入新的菌液 2、检查槽中的转子是否处在槽的中心位置并保 持转动 3、再把盖子盖上
8	デ票 8	1、把盖子盖上后,检查位置对不对



4.4 添加盐水

盐溶液的配制:用去离子水溶解 200gNaCl,最后定容到 1L。(20%的盐溶液)。

1	步骤 1	1、小心的把整个盐水供给模块取出来(先拔掉 溢流管)
2	步骤 2	 1、把瓶子从模块上拧下来 2、把盐水瓶上面的盐结晶用纯水清洗干净 3、把模块洗干净 4、再加满 20%的盐水
3	步骤 3	 1、再把模块拧上 2、拧紧模块后,再把盐水瓶倒转过来 3、现在可以把整个模块放入仪器中,每次测试 消耗的盐水的量是 2ml,整个瓶子的容量是 1L 4、将状况页面中"盐水的体积"改为 1L

4.5 添加控制液

控制液是仪器在测量中,加入正控测试所需的标准参考毒性试剂。

控制液配置:将1117mg ZnSO4*7H2O 溶于 100ml 去离子水中。溶液中 Zn 浓度即为 2500mg/L 每次做控制测试时,使用控制液的量为 40µl。

往前面的小瓶中添加 6.5ml 的控制液,后面的小瓶可以加入参比水样,使两吸液管 吸入相同体积的液体。



控制液瓶

4.6 取出和清理所有模块

将模块从仪器中取出,清洗所有模块内的容器,并用纸巾擦干。清洁所有模块的外 表面。

警告:取出菌种模块与反应模块前必须关闭电源。

注意: 使用酒精清洗后, 用清水把酒精冲洗干净。

4.7 清理仪器内部

用湿布清洁仪器内部,然后擦干净。

4.8 清洁并给取样臂的定向杆上油



润滑油用纸巾清洁定向杆,然后在不同方位滴3滴油。

4.9 清洁并给进样器马达轴上油



用纸巾清洁所有的螺纹, 然后滴上2滴润滑专用油。

每三个月维护(季度维护)。

4.10 更换取样软管

06TCBSK001 维护包(包括:取样软管、吸液头和密封圈)

1	送接在测光暗室上的软管	 1、取下旧的软管 2、将新的软管连接到测试暗室的底板上 3、左边为参比水样通道 4、右边为待测水样通道
2	正接在吸液头上软管	 1、将软管连接到吸液头上 2、后面连接参比水样管 3、前面连接待测水样管 4、检查吸液头的高度(可阅读"更换吸液头"

4.11 更换吸液头

1	予約	 1、松开旋钮,把加紧吸液头的夹片去下 2、取出吸液头,断开与软管的连接 3、插入新的吸液头,并使其与软管正确连接
2	御节高度	 1、开始程序"校正吸液头的高度" 2、检查吸液头是否在反应槽的正确位置 3、吸液头应该非常接近但不接触反应槽右侧圆 孔的底部

4.12 更换密封圈

1	取下底板	1、使用 2.5 毫米的六角螺丝刀,打开底板
2	取出旧的密封圏	1、使用六角螺丝刀取出密封圈

注意	注意:不要重新使用旧的密封圈,因为密封圈可能在取出的过程中被损坏						
3	放入新的密封圈	 1、清洁底板和嵌入孔 2、装入新的密封圈 3、用手将密封圈推入孔内 					
4	重新固定底板	 1、装上底板并连接好软管 2、开始进程"更换注射器" 3、开始进程"清洗仪器",检查两个管道是否 有气泡 4、如果有气泡,检查密封圈和注射器 					

4.13 更换参比和待测水样管

取下参比水样和待测水样的进水管,并更换新的管子。

4.14 检查散热风扇

检查风扇是否平稳转动。

检查风扇和风扇罩上是否有盐粒和水滴。

如有,则清洁风扇和风扇罩。

4.15 空调的维护

清理空调内所有的过滤网。

4.16 维护保养项目及时间

		日常维护明细表	
序号	周期	维护事项	备注
		清洁各个模块	擦洗
1	每周	清洁黑色胶管和吸头	手揉搓黑管,注射器冲洗吸头。
		添加参比水	

		更换注射器	
		添加盐溶液	
		添加毒性控制液	
		清洗水路管道	揉搓
2	每两周	添加发光菌	
		将所有模块取下清洁	请勿冲洗
		清洁检测器内部	擦洗
3	每月	清洁滑动杆并滴加润滑液	擦掉油污
		清洁 PMT 内传动杆并滴加润滑液	同上
		清洁空调滤网	取下滤网轻轻拍打
		更换黑色胶管和吸头	半年更换一次维护包即可
4	有二人日	更换 PMT 内密封垫圈	同上
4	马二 十万	更换样品水管路	以管路老化时间为准
		检查风扇	

5. 故障排除

5.1 故障信息及处理

序号	常见问题	异常描述	处理方法	备注
1	参比水使用纯水	CF 值比较低	更换参比水	可根据各地实际情况来使用参 比水,更换之后让仪器执行参 比水、毒性两项测试
2	POS 和 NEG 数值	数值偏大或偏小	清洗水路,更换样水或 控制液	该数值反应的是样水的水质情况,以及菌种对毒性物质的适 应性
3	菌种模块冷凝水	菌室内液体体积 增加	更换为夏天模式的菌盒 (17cm)	冷凝水等于稀释了菌种浓度, 对结果无影响
4	工控触发仪器失 败	工控机不能触发 仪器	将仪器程序调节到"正 常毒性测试"项	触发只针对"正常毒性测试" 一项,进行完其他操作后必须 调回到该选项

序号	常见问题 异常描述		处理方法	备注
5	TOX 为负值	毒性数值为负, 且数值较大	查看菌种发光量,检查 参比水供应。	
6	CF 值	偏大和偏小	检查菌种活性及参比 水、样水、盐水供应	CF 值的最终结果满足 ISO 11348 相关要求
7	空调不能升温	CF 值偏小	保证室内温度	该情况一般出现在冬季

TOXcontrol 同时满足下列要求时,得出的数据视为正常:

1、修正系数在 0.6~1.8 之间(根据 ISO 11348,测试才是有效的)。

2、细菌的发光量必须大于 50000(当发光量低于此值时,误差会变大)。

3、控制样的毒性测试大于等于 60%。

4、参考水样的毒性在-5%~5%。

5.2 故障处理

a.查看收据时,发现其中一个通道显示出一个较低的抑制数:

在测试用力挤压软管,管中很可能有污染物。

b.不在正确位置上,会上下移动:

检查模块的线路连接,可能某跟线松动(或联系供应商)。

c.注射器泄露:

检查注射器是否正确安装,否则更换注射器。

d.注射器上部有水:

如注射器使用超过一星期,则可能已经磨损,更换它们。

e.菌种储存室和混合反应槽温度温度偏高:

1.关闭仪器的前门, 使空调处于开启状态。

2.检查模块连接线是否连接好。

3.检查作坊的散热风扇是否工作。

4.查看空调是否有报警,如有,清洁空调的过滤网棉。

f.菌发光量较低

解决方法:

1.检查发光菌、参比水、盐水是否充足。

- 2.更换参比水样进行测试。
- 3.检查菌种储存室显示温度是否正常。
- 4.培养发光菌前注意培养液是否过期或者是否有沉淀。
- 5.菌种储存室必须洗干净而且最好经过消毒。

6.更换发光菌。

g.参比通道有较高的抑制数或超出范围

解决方法:

1.检查发光量和修正系数(CF值)是否正常。

2.正确更换注射器,清洗进水槽、软管和吸液头(管内壁很可能有污染物附着)。

3.更换参比水样。

4.更换发光菌。

h.标准控制样测试结果偏低:

更换新的标准控制样,查看取液头是否取到控制液。

i.盐水有溢出:

保证盐水瓶中的盐水在 300ml 以上(如果瓶中盐水较少,由于瓶内外气压的原因,可能使盐水溢出)。

附件 12:

JMS-CLM II 型大肠菌群在线自动监测仪操作规程

1. 仪器原理

1.1 测试原理

酶-底物法。酶-底物法检测大肠菌群的依据是大肠菌群的定义。耐热(粪)大肠菌 群和总大肠菌群分别在 44.5 盒 36.5 可以利用乳糖发酵产酸产气,并产生β-D-半乳糖苷 酶(E.C.3.2.1.23)。β-D-半乳糖苷酶可水解不同的底物生成有色物质,从而完成对大肠 菌群的快速检测。本系统采用的 JM-E coli 001 培养基能够与该酶生成黄色化合物,于一 定波长处进行连续的分光光度测定,依据特定算法即可得出大肠菌群浓度。

参考《HJ-T 347-2007 水质粪大肠菌群的测定》。

实验室方法有多管发酵法和滤膜法。

1.2. 仪器结构

仪器内部结构图



图 1 大肠菌群在线自动检测仪内部结构(正面)



图 2 大肠菌群在线自动检测仪内部结构 (反面)

1	触摸屏	4	旋转盘	7	计量管
2	前面挡板	5	消毒液水桶	8	蠕动泵
3	六连阀	6	无菌水水桶	9	排液泵

(3) 仪器管路图



图 3 管路连接示意图

1.3 测试流程

判断时间是否到达定时时间->判断周期采样时间是否已经到达->管路采样->自检校 零->状态更新->管路清洗->判断清洗是否完成->判断样品测量是否完成->计算浓度->检 测池清洗->判断检测池是否清洗完成。

2. 仪器操作

2.1 界面介绍

2.1.1 登录界面

登录权限分为:用户、技服、管理员。用户密码为"123"。

用户登录										
用户名: 管理员 🗾										
密码	3.									
属于	管理	し し 単の	1, 7	」以管	管理权	观很分	阳			
1	2	3	4	5	6	7	8	9	0	<-
A	В	С	D	E	F	G	Н	I	J	Del
К	L	м	N	0	Р	Q	R	S	Т	Сар
U	٧	w	х	Y	z	矿	碇		取	消

图 4 登录界面

2.1.2 初始化界面



图 5 初始化界面
2.1.3 系统菜单界面

系统菜单界面(如图 6)主要包括"正常测试"、"数据管理"、"系统设置"、"系统维 护"、"报警信息"、"帮助"等功能键,同时将显示当前各测试指标的最新测试结果信息。



图 6 系统菜单界面

2.1.4 测试界面

测试界面主要监控系统运行状态,包括测试结果、测试进度、测量模式、测量周期 以及温度等信息。



图 7 测试界面

2.1.5 数据管理界面

数据管理界面主要包括"浏览数据"、"实时曲线"、"历史曲线"、"删除数据"、"导 出数据"、"打印数据"、"上传数据"等功能。

浏览数据 实时曲线 历史曲线 删除数据 导出数据 上传数据 打印数据 温度数据 返回	· · · · ·	· · · · · · · ·	数据	管理	· · · · · · · · · · · · · · · · · · ·
导出数据 上传数据 打印数据 温度数据 返回		9 寛数据	实时曲线。	历史曲线	删除数据
选团。	ų	出数据	上传数据	打印数据	温度数据
		· · · · · · ·		· · · · · · · · · · · ·	·····································

图 8 数据管理界面

2.1.6 系统设置界面

系统设置界面主要包括设置仪器运行参数,主要包括检测指标、测量模式、参数表、 单位以及试剂量等功能。

·····································
O 总大肠菌群 O 粪大肠菌群 O 大肠埃希氏菌
O 周期测量 O 触发测量
O 参数表1 O 参数表2 O 参数表3 O 参数表4
O MPN/100ML O MPN/1L
试剂量 輸入框瓶 下个检测号 俞入棋 下个试剂号 俞入棋
技 准 系统参数 测量参数 仪器初始化 返回

图 9 系统设置界面

2.1.7 系统维护界面

系统维护界面主要包括"开关量"、"电机"、"组合动作"、"通道信号"、"系统参数"、 "时间校准"、"系统状态"等功能。

	系统	维护	· · · · · · · · · · · · · · · · · · ·
开关量	电 机 PLC参数	组合动作 时间接准	导出,545 系统状态
			نقر الم

图 10 系统维护界面

2.1.8 浏览数据界面

序号	采样时间	浓度	单位	检测因子	瓶位号	1	* * * *
							1-5
							下一百
							上一行
							下一行。
							• • •
							E.T.
						Ŧ	
◀					•		修改
							· · · · · ·
	左一列 时间落围 云一列						

图 11 浏览数据界面

2.1.9 实时曲线界面



图 12 实时曲线界面

2.1.10 历史曲线界面



图 13 历史曲线界面

2.2 功能操作方法

2.2.1 进入仪器主界面

仪器上电进入初始化界面,初始化完成自动进入到仪器系统菜单界面。

2.2.2 开始测试

系统上电,等待 30 分钟左右仪器温度稳定。进入系统设置界面设置检测指标、测 试模式、单位、参数表以及放入的试剂量。进入测试主界面点击"开始"启动运行或者 等待外部触发启动命令即可开始仪器测试。

2.2.3 停止检测

在测试主界面点击"停止"按钮,将弹出确认停止仪器提示框,点击"是"按钮即 可停止仪器测试,也可以通过外部触发停止命令来停止仪器检测。

2.3.4 查看实时浓度数据

仪器测试完成当前水样,在系统菜单界面和测试主界面将显示实时浓度。

2.3.5 查看历史浓度数据

直接进入历史数据界面选择浓度数据即可查看测量的历史浓度数据通过向上、向下 等功能按钮进行翻看,也可通过设置显示时间区间来查看特定时间段的历史浓度数据。

2.2.6 查看历史温度数据

直接进入历史数据界面选择温度数据即可查看测量的历史浓度数据通过向上、向下 等功能按钮进行翻看,也可通过设置显示时间区间来查看特定时间段的历史浓度数据。

2.2.7 清除历史浓度数据

在历史数据界面有清除历史数据按钮,点击该按钮将弹出确认清除提示框,点击"是" 按钮后历史数据将被清除。

2.2.8.历史数据导出

在历史数据界面点击"导出"功能,将弹出时间区间选择对话框,在对话框内输入 您想导出的时间区间历史数据。点击确认后系统将把指定的时间区间的历史数据保存到 U 盘中。

2.2.9.设置时间

进入系统维护界面,选择时间校准功能按钮便可进行当前时间的设置,设置好以后 点击确认按钮生效,否则设置失败。

2.3 注意事项

准确度校准:当同一样品的仪器结果与国家标准方法结果作比对时,结果不在行业标准中最可能数(MPN)表中95%置信区间的上下限范围之间时或仪器长时间不运行再

次运行时需要做准确度校准实验。

具体操作如下: 等待仪器温度稳定以后,用我司配套集菌设备,待测水样浓缩 100 倍,取浓缩后液样作为母液,用一次性器皿,取无菌水作溶液,按 10 倍梯度稀释取原 倍、10 倍、100 倍、10000 倍分别每个梯度作为一个样品进行测量,得出的检 测因子(时间)结果作为 x 轴,同时将所选梯度的样品采用国标方法(如多管法、纸片 法等)进行测定,标准方法得到的结果作为 y 轴,两者结合得出 y=A*x+B 方程,在仪 器的"系统设置界面"选择"参数表"输入参数 A、B,这样就完成了对仪器校准操作。

3. 试剂配置

3.1 大肠菌群测试用试剂

由厂家提供。

3.2 消毒液

消毒液采用 0.5% 有效氯的次氯酸钠水溶液。

3.3 无菌水

无菌水采用经过杀菌的去离子水或者正规厂家生产的纯净水。

4. 维护保养与故障排除

仪器在日常的运行维护过程中,必须进行常规的仪器维护和检查,这样的目的是为 了确保仪器的正常运行和数据的准确性。在日常维护的过程中,请注意以下几点:

4.1 定期对本仪器进行清洁处理,保持表面洁净。

4.2 防止仪器内的电器元件受潮,影响使用寿命。

4.3 请按照要求定期更换新的培养基并及时清空废液桶,收集后的培养基空瓶请集 中回收处理。

4.4 注意仪器室内温度最好保持在 25℃左右,以确保仪器以最佳状态运行。

4.5 所有的日常维护周期以附录表格为准。

附录:

JMS-CLM-II 大肠菌群在线监测仪日常维护要求

维护周期 维护对象	每周1次	每3月1次	每6月1次	每年1次
试剂储存量	检查/更换			
针头消毒	酒精擦拭			
蠕动泵管			检查/更换	
定量管		检查/清洗		
六联阀		检查		
管路			检查	
紫外灯		检查		
停机维护	长时间停机后,应, 测。	启动仪器的组合清洗	动作对仪器全面清测	先后, 方可进行检

附件 13:

TNP-4110 操作规程

1. 仪器测定原理和组成结构

1.1 测定原理

A.TN 测定原理

样品通过 2 个八通阀、注射器泵抽取到注射器中,添加 NaOH 和过硫酸钾混合均匀 后,送到消解池,在 UV 光照射+70℃加热消解 15min,生成 NO³⁻离子,然后抽取试剂 回到注射器,并添加 HCl 去除水中的 CO₂和 CO₃²⁻,最后送到检测池在 220nm 处测试 样品的吸光度,并与满量程 TN 标准液及蒸馏水 (零点)的吸光度计算后得出样品的 TN 浓度。



B.TP 测定原理

样品通过2个八通阀、注射器泵抽取到注射器中,添加H2SO4和过硫酸钾混合均匀

后,送到消解池,在UV光照射+90℃加热消解 20min,生成 PO₄³⁻离子,然后抽取试 剂回到注射器,先添加氢氧化钠中和,并添加钼酸氨+酒石酸锑钾混合溶液和抗坏血酸 进行钼青还原反应显色(满量程 TP 标液加入钼酸氨和抗坏血酸还原显色后的颜色在日 光下呈淡蓝色),最后送到检测池在 880nm 处测试样品的吸光度,并与满量程 TP 标准 液及蒸馏水(零点)的吸光度计算后得出样品的 TP 浓度。

1.2 TNP-4110 的流程图



图 1 TNP-4110 的流程图

2. 仪器的操作

2.1 仪器通电

首先将各试剂放置在仪器内的试剂托架上,并将各管路插至瓶底,然后确认供电电 压是否为~110V(注意:如果电源是 202V,必须加装 220V 变 110V 稳压电源),确认 后即可上电,此时仪器开始初始化动作,检验各机械、传感器是否正常。

2.2 菜单设置

2.2.1 初始化

仪器开机后开始初始化自检, 自检完成后仪器进入"最初画面", 进行仪器设置。

仪器初始化结束后,在"最初画面"上按F4键进入『菜单』画面。

按方向键移动光标键选择"维修"然后按 Enter 键(确认)进入,选择"初始作业" 后确认:仪器将进行试剂的预吸入,反应器的清洗和检测池清洗。数分钟后结束回到"维 修"画面。设定结束后,返回"最初画面"。

2.2.2 监视器

在『菜单』画面把光标移到(监视器)项目上,按ENTAR 键进入画面,如上图: 反应池温度: TN: 70~82℃。

TP: 90∼97℃.

测量池温度: 45~52℃。

Xe 灯的强度: Xe 灯关闭时: TN: 4000 左右 TP: 4000 左右

Xe 灯打开时: TN: 30000 左右 TP: 30000 左右

符合上述条件 READY 灯亮, 仪器才能正常运行。

2.2.3 测定条件的登记

在初始画面下先按"F4"进入"菜单"画面,使用方向键移动光标选择"测定条件 登记"后确认,按顺序设定各项参数:

2.2.4 校正

测定条件登记结束后,必须进行校正,确认 READY 灯亮,在初始画面的功能键上显示 F1(在线)、F2(离线),F4(菜单),TN/TP:离线 OK,这时可以开始校正。

选择"校正测定",设定好校正次数,按下 START 键开始校正;

校正后的参考数据:	Zero Abs	Span Abs	
TN:	0.0050~0.1000	0.1500~0.2500	
TP:	0.0000~0.0050	0.2500~0.3500	

2.2.5 在线测量

在初始画面下按 F1(在线)键,显示在线开始画面。

备注栏内容说明(RMK):H:超出测定量程。

F: 光强超过满刻度。

R: 开始测量时准备不当。

结束在线测定:在测定中画面下按下 START/STOP 键,功能键显示为:

164



按下 F1 键(立即停止),测定中止,显示『请稍等』,仪器开始清洗内部,几分钟后显示『测试结束』。

2.2.6 离线测量

在初始画面中按 F2 键『离线』进入,选择『离线测定』,并设定需要测试的次数,按 START 开始离线样品测定,结束方法同在线停止一样。

3. 试剂及其配制

3.1 TNP-4110 仪器试剂的准备

本装置上为了方便,将各试剂简称如下:

A.1.5%过二硫酸钾水溶液(过硫酸钾)。

B. 5M 氢氧化钠水溶液 (氢氧化钠)。

C. (1+16) 盐酸溶液(盐酸)。

D. (1+3) 硫酸溶液 (硫酸)。

E.2.4%L(+)-抗坏血酸水溶液(抗坏血酸)。

F. 1.2%七鉬酸六铵四水化合物/0.048%双{(+)-酒石酸}二锑(III)酸二钾三水化合物水溶液(鉬酸)。

标记: 鉬酸使用的上述两种试剂有如下惯用称呼。

以下说明惯用称呼的使用:

(1) 七鉬酸六铵四水化合物: 鉬酸铵。

(2) 双{(+)-酒石酸}二锑(III) 酸二钾三水化合物水溶液:酒石酸锑钾。

试剂的调制量,按1小时周期,TN、TP 连续测定时的一个月(31天)的使用量。 根据试剂更换周期调制,不要造成浪费。

标记:

试剂中过二硫酸钾请使用『氮、磷测定用』的,氢氧化钠使用『氮测定用』的,其 他试剂使用『特级试剂』。

稀释、溶解、清洗用的纯水,请使用与稀释水相同品质的水。

调制使用的容器,溶具等,务必用纯水清洗后使用。

165

A. 过硫酸钾(试剂容器 1000mL,调剂后的试剂量: 1000 mL) 调制顺序:

1.称取过二硫酸钾 15g。

2.用纯水 1000 ml 完成溶解。

注意: 过硫酸钾是氧化性物质, 请避免接触可燃物

B. 氢氧化钠 (250 ml, 调制后的剂量: 200 ml)

调制顺序:

1.称取氢氧化钠 40g。

2.用纯水约 200 ml 溶解。

注意:

①氢氧化钠是剧烈物质,调制时请戴防护眼镜、防护手套。

②氢氧化钠对皮肤、粘膜有腐蚀性。特别是进入眼睛时会导致失明。

③溶解时产生二氧化碳,请在换气条件好的场所操作。

④溶解时伴随发热,必要时容器用水冷却。

C. 盐酸(试剂容器 500ml,调制后的试剂剂量: 255 ml)

调制过程:

1.称取盐酸 15 ml。

2.边搅拌,边将1一点点的加入纯水240ml中。

注意:

①盐酸是剧烈物质,调制时请戴上防护眼镜。防护手套,操作时小心谨慎。

②盐酸会产生挥发性气体,请在换气条件好的场所操作。

③盐酸加水时发热,必要时容器用水冷却。

D. 硫酸(试剂容器: 500ml,调制后的试剂: 280 ml)

调制顺序

1.称取硫酸 70 ml。

2.边搅拌,边一点一点地将硫酸加入纯水 200 ml 中。

注意:

①硫酸是剧烈物质,调制时请戴上防护眼镜\防护手套。

②硫酸溶解时发热,必要时容器用水冷却。

③水加入硫酸中,或向水中一次加入大量硫酸时,有时会因发热而硫酸外溅,非常 危险。

必须按上述顺序,硫酸少量地一点一点加入水中。

E. 钼酸(试剂容器: 100ml,调制后的试剂: 96ml)

调制顺序:

1.称取钼酸铵 1.2g。

2.称取酒石酸锑钾 0.048g。

3.将1和2溶解于纯水80ml中。

4.称取 16ml 浓硫酸,一点一点地加入 3 中。.

注意: 酒石酸是剧烈物质,操作时不要粉末外扬。

F. 抗坏血酸(试剂容器: 100ml, 调制后的试剂量: 80ml)

调制顺序

1.称取L(+)-抗坏血酸1.92g。

2.将抗坏血酸溶解于纯水 80ml。

3.2 量程液的准备

TN、TP 的量程液,分别使用硝酸钾、磷酸二氢钾的水溶液,使用测定量程浓度地量程液。TN、TP 双方测定时可使用它们的混合液。

这里介绍调制的 TP、TN 的各自原液,根据测定的量程,稀释使用的方法。测定量程确定后,根据 TN、TP 的浓度比,调制原液,使用时也可稀释。

量程校正液原液,存放在阴冷处(冷藏库等),并尽快使用。

3.2.1 TN 量程校正原液的调制

调制 1000 mg N/L 的量程校正液原液 1000 ml,调制过程:

1.硝酸钾在 105℃~110℃下加热约 3 小时,在保干器内放冷却后,准确称取 7.220g。
2.将 1 溶解于纯水约 800ml 中。

3.将2全量移入量瓶中,加纯水准确地调制1000ml。

3.2.2 TP 量程校正原液的调制

调制 1000 ml P/L 的量程的校正液原液 1000 ml,调制顺序:

1.磷酸二氢钾在 105℃~110℃下加热约 3 小时,在保干器内放冷却后,准确称取 4.394g。

2.1 溶解于纯水约 800ml 中。

3. 将2全量移入量瓶中,加纯水准确地调制1000ml.

3.2.3 量程校正液的调制

例如,调制 50mg N/L、10mg P/L 的量程校正液(混合溶液)1000ml 时的顺序,记载如下。

1.称取 1000mg N/L 的 TN 量程校正液原液 50ml, 全移入容量为 1000ml 的量瓶中。 2.称取 1000mg P/L 的 TP 量程校正液原液 10ml, 全量移入 1 的容量瓶中。

3.1、2 中准确地加水调至 1000ml。

4. 日常维护与保养

TNP-4110系列日常检查表(以下点检项目应1次/周)

	相关项目	相关注释
1	仪器面板上的红色 Ready 灯常亮	不亮时通知岛津公司
2	保证试样水在检测时正常流动	检查管道是否堵塞、泵的工作是否正常等
3	检查预处理装置的清洁度	清洁滤网和预处理器
4	检查清洗水的供应情况	保证清洗水开关常开,水量供应正常
5	检查蒸馏水的水位	剩下不多时,及时加入
6	检查注射器的工作情况	注射器完好无漏液,运转无异常
7	松本注射界扩度性况	取样时注射器内应无大的气泡,否则清洁注射器
/	型 旦 江 劝 奋 仁 조 甫 九	或更换柱塞头
8	检查整机的工作情况	应清洁、无漏液、无破损
9	标准液校正	应各做两次零点和量程液的校正(需4小时)
	TNP-4110 每周检查由	用户自行完成,所用时间约5小时。

TNP-4110 仪器主要设备检查、维护表

	相关项目	相关注释
1	检查反应管	6个月清洁一次
2	检查 Xe 灯的工作情况	6个月检查一次
3	检查监测器有无漏液	6个月检查一次

TNP-4110 仪器主要零配件更换周期及相关更换标准

	TNP-4110 分析仪	注释	
1	更换全部试剂	1个月更换一次	
2	更换8通阀的转子	6个月更换一次	
3	更换泵头	6个月更换一次	
4	更换柱塞头	6个月更换一次	
6	更换 UV 灯	1年更换一次	
7	更换反应管	1年更换一次	
	TNP-4110 的定期检查可由用户独立完成或委托技术人员完成		

5. 常见故障及排除

故障情况	直接原因	引起故障的原因	对策	外因
		外部采样泵坏或采样管路堵塞、	更换采样泵, 疏通采样	
		前置调整槽内被 SS 污染物堵塞	管路,清洁前置调整槽	0
	采不到水样	预处理装置的电磁阀故障,样品	修理或再换中磁阀	
TN、TP 测试值		不能保存在前置调整槽内	修理或更换电磁阀	
都为零		2# 大张取择篇吸择第	用细铁丝和棉花疏通 2	
		2# 仕线取杆官 崎 埴 莖	#取样管	0
	注射器采样	长时间运转后注射器松动漏气	重新旋紧注射器	0
	不充分	注射器尖端磨损漏气	更换注射器活塞尖端	
TP 值测试为 0	试剂吸收不	试剂软管浮出,没有吸收抗坏血		
	充分	酸或者钼酸	四一 则 金 风 扪 扒 百	U

故障情况	直接原因	引起故障的原因	对策	外因
校正时 Zero 值	试剂吸收不	试剂软管弯曲、无注汲取试剂	话当调整试剂软管	0
反复漂移	充分	运用 机百马面,加石砂木属用	起口两歪风的状音)
与手工相比,测 定值极低接近 于零	样品中混入 清洗水	清洗水阀故障,导致清洗水一直 流淌	修理或更换清洗水阀	
测完估招景程	校正不自	试剂用完、满量程标液用完,实	设定警报范围,校正结	0
例足但但里住	权止个民	施校正,结果没有被采用	果异常时防止覆盖	0
TN测完估上手	TNI重占松工	试剂问题;	更换试剂;	0
IN 侧足值与于	IN 令点仪止 估言	UV灯过期;	更换 UV 灯;	0
工值相比权低	但向	校正问题	重新校正	0
	消解不充分	UV 灯光强衰弱,能量下降	更换 UV 灯	
	计刘门距	试剂还有氮	更换试剂	
		纯水质量	采用质量好的纯水	0
TN 校正 Zero 的		试剂注入量不够	检查八通阀、注射器	0
AUS /曲问		试剂管路漏气、堵塞	检查试剂管路	0
	们以时以呼	CELL、注射器、仪器内管路被 污染	清洗污染部件	0
专证性关	测试值不稳	UV 灯污染,表面脏污,能量减	更换 UV 灯,清洗反应	_
里现性左	定	弱	管	0
八通阀错误报	光电传感器	4.咸吸丰面旷污 业分业收	吃扫头由住咸盟的丰富	
敬言	百五位一一一一一一一一一一一一一一一一一一一一一一一一一一一一一一一一一一一一	177念命衣囲加行,扫仕兀耸	外扣儿电按您奤的衣围	0

6. 仪器检查维护

- 6.1 准备工作
- 6.1.1 仪器部件的检查
- (1) 八通阀的检查:
 - A.检查八通阀 A、八通阀 B 的转子是否安装正确。
 - B.检查八通阀是否完全密封,以防止漏气。
 - C.检查八通阀所有管路是否连接紧密。
- (2) 注射器的检查:
 - A.注射器内壁是否结垢。
 - B.注射器内壁是否有漏液现象。
 - C.注射器内部顶部是否有气泡。
- (3) UV 灯和反应管的检查;
 - A.检查 UV 灯是否过期。
 - B.检查反应管是否有残留污染物。
 - C.检查反应管各个连接管路是否完好连接。
 - 6.1.2 仪器内部试剂的准备
 - A.建议采用试剂采用优级纯试剂配置。
 - B.建议纯水采用高质量纯水(可以采用娃哈哈品牌纯净水)。
 - C.检查试剂桶内部管路是否正常(防止试剂管打折)。
 - D.检查试剂采样管路无堵塞、无泄漏、无气泡。
 - E.检查废液桶(及时处理废液)。

6.1.3 质控样检查

校正完成后,应使用已知浓度标液(应小于校正用标液浓度)作离线测量(最少测量3次),检查仪器测量准确性。

每周核查可用已知浓度标液(应小于校正用标液浓度)作离线测量,测量相对误差 ≤10%。如果误差较大,应进行仪器校准或查找其它原因。

国家环境监测网质量体系文件系列

质量手册

程序文件

作业指导书

水质自动监测分册

环境空气自动监测分册

记录表格

质量管理记录表格 监测原始记录表格 土壤监测分册 水质手工监测分册 水质自动监测分册 环境空气自动监测分册

附加体系文件(监测机构编制)