

文件编号：WU-ISCMS-QM 20236674

版本号：V1.0

受控状态：

分发号：

# 分子科学公共实验平台

## 质量管理文件

### 总有机碳分析仪

### Shimadzu TOC-L CPH 标准操作规程

2022 年 12 月 29 日发布

年 月 日实施

分子科学公共实验平台 发布





# 目 录

1. 目的 .....	1
2. 范围 .....	1
3. 职责 .....	1
4. 色质谱实验室安全管理规范 .....	2
4.1. 进入或离开实验室规定 .....	2
4.2. 实验操作规定 .....	2
4.3. 气瓶使用规定 .....	3
5. 色质谱实验室仪器设备管理规范 .....	4
5.1. 总有机碳分析仪预约与使用 .....	4
5.2. 预约制度 .....	4
5.3. 培训考核制度 .....	5
6. 实验内容 .....	7
6.1. 样品要求 .....	7
6.1.1 标准品 .....	7
6.1.2 液体待测样品 .....	7
6.1.3 固体待测样品: .....	8
6.2 仪器介绍 .....	8
6.2.1 硬件 .....	8
6.2.2 软件 .....	9
6.3 开机 .....	9
6.4 测试 .....	11
6.4.1 液体模式 .....	11
6.4.2 固体模式 .....	33
6.5 数据导出 .....	55
6.6 实验结束处理 .....	59
7. 相关/支撑性文件 .....	59
8. 记 录 .....	59



## 1. 目的

建立总有机碳分析仪 TOC 使用操作规程, 使其被正确、规范地使用。

## 2. 范围

本规程适用于所有使用总有机碳分析仪的用户。

## 3. 职责

3.1. 用户: 严格按本程序操作, 发现异常情况应及时汇报实验室技术员。

3.2. 实验室技术员: 确保操作人员经过相关培训, 并按本规程进行操作。

3.3. 文章致谢格式:

根据学校指导意见, 使用各校级平台仪器设备表征产生的科研成果必须致谢平台。如果您在文章成果中使用了光谱、色质谱、磁共振波谱以及其他属于分子科学平台的仪器设备, 请务必在文末致谢分子科学公共实验平台。

英文文章致谢:

① Acknowledgement: The author thanks (Dr. XXX from) Instrumentation and Service Center for Molecular Sciences at Westlake University for (the assistance/discussion/supporting in) ... measurement/data interpretation.

② Coauthorship on the resulting publications would be appreciated if our staff make technical contributions (including but not limited to critical sample preparation, novel experiment designation and comprehensive data analyzation).

Affiliation address: "Key Laboratory of Precise Synthesis of Functional Molecules of Zhejiang Province, School of Science, Instrumentation and Service Center for Molecular Sciences, Westlake University, 18 Shilongshan Road, Hangzhou 310024, Zhejiang Province, China."

中文文章致谢:

① 致谢: 感谢西湖大学分子科学公共实验室平台 XXX 博士(或者 XXX 老师)在.....表征或数据分析上提供的帮助。

② 共同作者: 如果分子科学平台老师在您课题组样品表征或文章发表上有重要技术贡献(包括但不限于关键样品制备、新型实验设计和深度数据分析), 我们感谢您

将相关老师列为共同作者, 作者单位地址如下: 西湖大学, 分子科学公共实验平台, 功能分子与精准合成浙江省重点实验室, 杭州, 310030, 浙江。

#### 4. 质谱实验室安全管理规范

##### 4.1. 进入或离开实验室规定

- 4.1.1. 进入实验室之前必须通过学校、中心和平台的安全考试或考核, 严格遵守本实验室的各项安全警示标识。
- 4.1.2. 进入质谱实验室, 请仔细阅读本实验室的安全管理规定。
- 4.1.3. 进入实验室需穿戴实验服, 严禁穿拖鞋、高跟鞋进入实验室, 长发请束发。
- 4.1.4. 进入实验室应了解消防器具与紧急逃生通道位置, 实验室通道及消防紧急通道必须保持畅通。
- 4.1.5. 严禁将自己授权的门卡转借他人, 一旦发现将进行禁用处理。
- 4.1.6. 禁止将实验无关人员带入实验室。
- 4.1.7. 严禁在实验室饮食、吸烟或随意走动。
- 4.1.8. 夜间实验, 需两人在场。
- 4.1.9. 为保持实验室内环境温度及湿度稳定, 进入实验室后保持实验室门窗关闭。实验结束后, 实验人员必须进行清场。最后离开实验室人员需检查水、电、门窗等。
- 4.1.10. 严禁戴手套接触门把手或电梯。禁止随意丢弃实验废弃物。
- 4.1.11. 实验室应保持整洁, 严禁摆放与实验无关的个人物品。
- 4.1.12. 空压机及 UPS 所处房间应使用空调, 要保持室内空气干燥, 在潮湿的季节应该除湿。至少每周一次检查除湿机有无积水。

##### 4.2. 实验操作规定

- 4.2.1. 实验室内均为大型科研设备, 有专人负责管理, 未经培训人员, 不得擅自上机使用。
- 4.2.2. 送样或自主上机的用户, 均需使用大仪系统进行系统。
- 4.2.3. 请严格按送样要求进行制样。由于样品问题造成仪器配件更换, 无论独立上机或是委托测试, 费用将由用户所在课题组承担;

- 4.2.4. 请严格按仪器操作规程进行操作。实验过程中有任何不确定必须联系技术员，自主上机因操作错误造成设备损坏的，该用户课题组也需承担相关费用。
- 4.2.5. 实验过程中如发现仪器设备发生异常状况、仪器报错、报警等，务必立即联系仪器负责人严禁擅自处理、调整仪器主要部件，凡自行拆卸者一经发现将给予严重处罚。
- 4.2.6. 色谱类仪器，必须根据样品分离方法和要求，选择合适的色谱柱或设置柱升温程序等，因用户本人选择色谱柱或柱升温程序设置错误，导致仪器故障或色谱柱耗材损坏的，所有费用由课题组全权负责。
- 4.2.7. 仪器均为高压设备，使用仪器需严格遵守用电安全规定，严禁擅自更改电路或切断仪器电源等相关危险操作。
- 4.2.8. 实验室内的药品、试剂必须存放药品柜，并做好使用登记。
- 4.2.9. 使用化学试剂或药品前，必须了解其物理化学性质、毒性及防护方法，使用时必须配戴护目镜、手套等，做好个人防护。
- 4.2.10. 非常规实验测试须技术员同意并指导方可进行。实验数据须通过学校数据中心进行下载，禁止将个人 U 盘、移动硬盘等易带入病毒的存储设备与各色质谱仪器工作站连接拷贝数据。
- 4.2.11. 垃圾、废液必须严格按标识进行分类，禁止将锐器、玻璃丢弃在常规垃圾箱中。
- 4.2.12. 自主上机用户须在预约时间内须使用本人的账号登陆基理系统进行仪器使用；使用结束应做好仪器使用等级，如实记录仪器使用状态。

### 4.3. 气瓶使用规定

- 4.3.1. 首次使用实验室气瓶，须经实验室技术员培训指导。
- 4.3.2. 请按实验室气瓶标识选择正确的气源。
- 4.3.3. 打开气瓶，先确认管路已连接稳妥，禁止未接气路或气路未连接稳妥，开气瓶减压阀。
- 4.3.4. 更换气瓶，首先确保减压阀关闭，且管路中气压排空归零，先用扳手拧松后，再用手旋下管路。换气瓶，确认气瓶螺纹吻合后，先手紧气体管路，再用扳手拧 1/8 圈左右。

- 4.3.5. 开气瓶或更换气瓶, 禁止站在减压阀出气口正前方。
- 4.3.6. 测试过程中, 请根据需要及时更换气瓶。使用者应根据气瓶使用情况, 变更气瓶使用牌状态“满瓶”、“使用中”、“空瓶”等。
- 4.3.7. 测气瓶应保持正立并固定。

## 5. 质谱实验室仪器设备管理规范

### 5.1. 总有机碳分析仪预约与使用

该仪器遵从学校“科研设施与公共仪器中心”对大型仪器设备实行的管理办法和“集中投入、统一管理、开放公用、资源共享”的建设原则, 面向校内所有教学、科研单位开放使用; 根据使用机时适当收取费用; 并在保障校内使用的同时, 面向社会开放。

该仪器的使用实行预约制度, 请使用者根据样品的测试要求在学校“大型仪器共享管理系统”(以下简称大仪网)进行预约, 并按照要求登记预约信息。

#### 1. 委托测试

- ① 送样前与仪器负责人沟通样品信息。
- ② 请在大仪网进行送样预约并将制备好的样品交给仪器负责人。
- ③ 测试结果请自行在数据中心进行下载。
- ④ 样品如需回收请在测试后尽快取回, 一周未取回平台将作化学废弃物处理。

#### 2. 自主上机

- ① 色谱仪器培训需要大约两小时, 申请培训前先与仪器负责人联系。
- ② 请在大仪网预约培训机时, 培训时请携带纸质版仪器培训申请表。
- ③ 技术员进行现场培训。
- ④ 培训后两周内, 用户可在技术员指导下用实际样品进行上机测试, 并按自主上机计费; 根据自身掌握情况, 用户需在两周内进行上机考核, 考核通过的用户即获得自主上机权限, 原则上一星期复考; 未考核或考核不通过的用户, 需重新接受培训。

### 5.2. 预约制度

为充分利用仪器效能、服务全校科研工作, 根据测试内容与时间的不同, 实验

室仪器需进行网上预约制度。自主上机用户需根据预约制度登陆大仪共享网站最少提前 30 分钟预约机时, 包括周末; 寒暑假及法定节假日请关注实验室实时通知。

请严格遵守预约时间使用仪器, 以免浪费机时。如需调换时间段, 在技术员同意下可与其他使用者协商。因故不能在预约时间内测试者, 请提前 30 分钟取消预约并通知技术员。恶意预约机时或有多次无故不遵预约时间的用户, 实验室将进行批评教育、通报批评或取消上机资格等处罚。

预约时段	预约时间	测试内容
周一至周日	09:00 至 22:00	不限制
		TOC 测试

- (1) 校内使用者须经过技术员的实验操作培训, 考核合格后方可上机使用;
- (2) 实验开始时务必在实验记录本上登记, 结束后如实记录仪器状态;
- (3) 严禁擅自处理、拆卸、调整仪器主要部件。使用期间如仪器出现故障, 使用者须及时通知技术员, 以便尽快维修或报修, 隐瞒不报者将被追究责任, 加重处理;
- (4) 因人为原因造成仪器故障的(如硬件损坏), 用户课题组须承担维修费用;
- (5) 本实验室所有原始数据不允许在仪器工作站上删改, 尤其不允许用 U 盘与移动硬盘直接拷贝。用户应根据要求通过科研仪器网/数据服务器传送下载原始数据至本地电脑, 以保存并做数据处理; 实验数据在本实验室电脑中保留 2 年。
- (6) 用户应保持实验区域的卫生清洁, 测试完毕请及时带走样品, 技术员不负责保管。

使用者若违犯以上条例, 将酌情给予警告、通报批评、罚款及取消使用资格等惩罚措施。

### 5.3. 培训考核制度

校内教师、研究生均可提出预约申请, 由技术员安排时间进行培训, 培训内容包括仪器使用规章制度、送样须知及安全规范、基本硬件知识、标准操作规程(自主测试)及相应数据处理。

培训结束后, 两周内培训者需管理人员监督下进行 3 次左右操作, 培训者根据自己的掌握程度, 联系技术人员进行上机考核。初级考核合格后, 可在管理人员监督下上机操作, 一周后复考;

实验室技术人员认为培训者达到独立操作水平后, 给予培训者授权在所允许的可操作实验范围内独立使用仪器。如果因为人为操作错误导致仪器故障者, 除按要求承担维修费用之外, 给予重考惩罚、培训费翻倍。

对接受培训人员的核心要求:

- (1) 了解总有机碳分析仪的基本原理及其应用的多学科背景知识;
- (2) 熟练掌握相关软件系统, 严格按照标准操作规程操作, 防止因人为操作不当造成仪器故障, 认真做好仪器的使用及故障记录。

分子科学公共实验平台

## 6. 实验内容

### 6.1. 样品要求

总有机碳分析仪, 支持液体进样和固体进样, 可测总碳 (Total Carbon, TC)、有机碳 (Organic Carbon, OC)及无机碳 (Inorganic Carbon, IC)。通常样品中的无机碳是指以无机碳酸盐形式存在的碳。对于溶液样品, 还可以测定总氮含量。

#### 6.1.1 标准品

##### (1) 液体标准品--TC

邻苯二甲酸氢钾水溶液, 标准品最大碳浓度不超过1000 ppm。要求: 标准浓度点分散性好; 需包含样品响应; 有机溶剂会引入碳, 所以禁止用任何有机溶剂; 配置标准溶液必须用玻璃容器或者玻璃容量瓶。

注: 固体标品使用前应进行烘干。

##### (2) 液体标准品--IC

碳酸钠和碳酸氢钠混合水溶液, 标准品最大碳浓度不超过1000 ppm。要求: 标准浓度点分散性好; 需包含样品相应, 禁止用有机溶剂; 配置标准溶液必须用玻璃容器或者玻璃容量瓶。

注: 固体标品使用前应进行烘干。

##### (3) 液体标准品--N

硝酸钾水溶液, 标准品最大碳浓度不超过1000 ppm。要求: 标准浓度点分散性好; 需包含样品相应; 配置标准溶液必须用玻璃容器或者玻璃容量瓶。

注: 固体标品使用前应进行烘干。

##### (4) 固体标准品--TC

葡萄糖固体粉末, C含量应控制在30 mg以内 (葡萄糖中C含量为40%, 即葡萄糖固体不超过75 mg)。要求: 标准C含量分散性好; 需包含样品相应, 禁止用有机溶剂。

注: 固体标品使用前应进行烘干。

#### 6.1.2 液体待测样品

(1) 水溶液, 绝对不可以任何有机溶剂, 碳含量在1000 ppm以内;

(2) 尽可能去盐, 如无法去盐, 要求最高盐含量不超过1%, 海水类样品应进行稀

释处理;

(3) 酸碱性要求: 由于测试OC和IC过程中, 需要进行在线酸化, 因此碱性样品必须先进行无机酸中和处理, 否则禁止上机测试;

(4) 上机前样品必须进行超离心, 无微小颗粒物堵塞系统;

(5) 样品采用自动进样器进样, 标准24 ml进样小瓶及规定的瓶盖;

(6) 制样过程中需用玻璃容器。

### 6.1.3 固体待测样品:

(1) 固体粉末, 过20目筛;

(2) C含量在30 mg以内;

(3) 破坏氧化铝样品舟的样品, 禁止上机。

## 6.2 仪器介绍

### 6.2.1 硬件

如图6-1, 设备由液体自动进样器 (ASI-L)、TOC主机 (TOC-L)、固体进样器 (SSM-500A) 及操作电脑组成。



图6-1 设备组成

液体进样模式:

(1) 差减法:  $OC=TC-IC$

样品需要测试两次: 第一次, 测试TC; 第二次, 蠕动泵吸取酸 (磷酸 25%) 在线酸化处理产生 $CO_2$ 得IC, 相差得OC;

(2) NPOC法:  $TC=NPOC+POC+IC$

适合IC含量高的样品溶液, 样品需要测试两次: 第一次, 测试TC; 第二次, 八通阀三号位吸取酸 (盐酸 1.0 M) 在线酸化处理脱去IC和易挥发的有机碳POC, 测试得NPOC;

注: NPOC (non-purgable Organic Carbon), 不可吹扫有机碳; POC (purgable Organic Carbon): 可吹扫有机碳。

(3) 固体差减法:  $IC=TC-OC$

样品需要测试两次: 第一次测TC; 第二次, 固体样品酸化处理, 脱出无机碳再上样, 得OC, 所有无机碳等于两者之差。

样品酸化, 详见附件一。

### 6.2.2 软件

仪器使用软件为TOC-Control L,如图6-2所示:

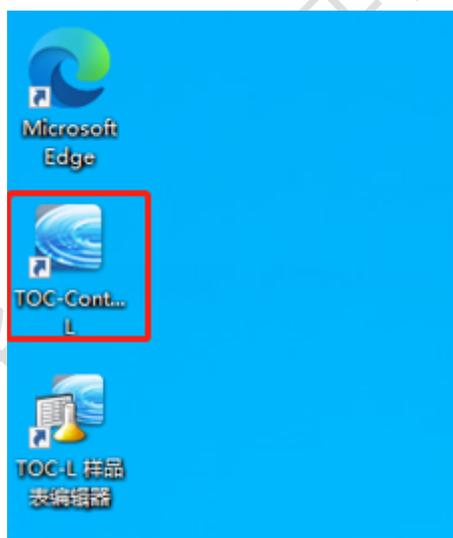


图6-2 TOC操作软件

## 6.3 开机

(1) 检查酸溶液, 更换洗针液及稀释水

开机前, 请检查或者更换仪器运行所需溶液。如图6-3, 请更换标品稀释水和洗针液, 均为超纯水; 检查TOC主机左侧25%磷酸及1M盐酸体积, 如果体积临近瓶底, 务必告知管理员。

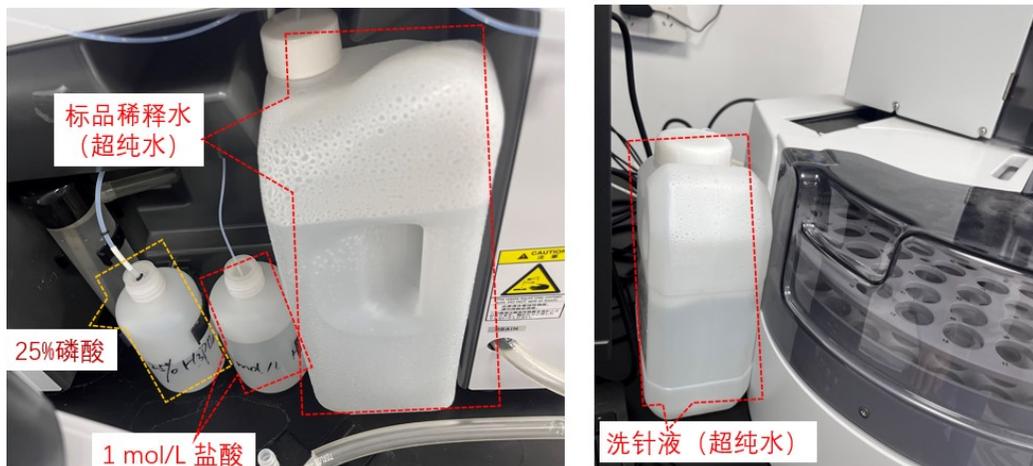


图6-3 溶液检查

(2) 硬件：开固体进样器（左侧电源）---主机电源（主机左侧）---主机前面板开关；开机后，仪器会进行初始化，前面板指示灯为绿色（图6-4）；

注：前面板指示灯不变绿，请联系技术员，如为液体进样，固体进样器可以不开启。



图6-4 前面板指示灯为绿色

(3) 氧气瓶：请确认减压阀与气瓶接好后，逆时针拧气瓶总阀，再逆时针旋转减压阀，将出口压力调至0.3 MPa（图6-5）。

注：请确认氧气余量充足。



图6-5 出口压力0.3 MPa

## 6.4 测试

### 6.4.1 液体模式

#### 6.4.1.1 放样

(1) ASI-L自动进样器：自动进样器在运行时禁止开盖，否则仪器报错。

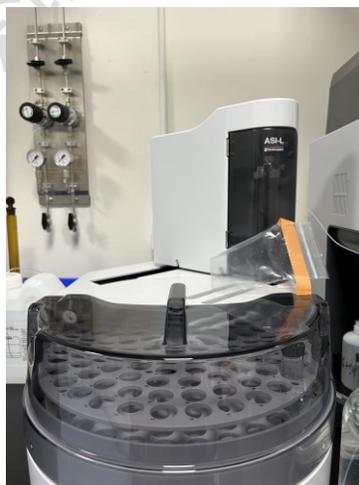


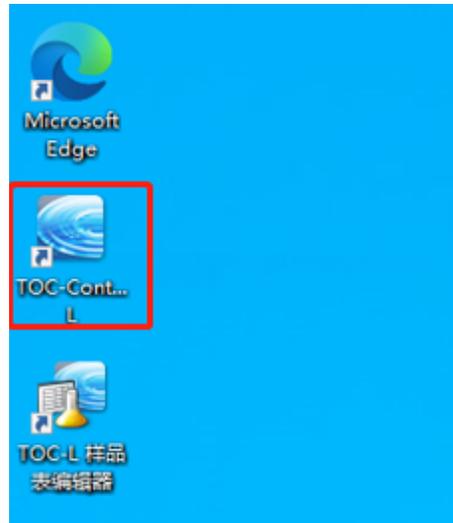
图6-6 液体自动进样器

(2) 母液稀释：样品位置为0号位。

#### 6.4.1.2 开软件

点击桌面 TOC-Control 软件---样品表编辑器，弹出输入用户名，无需输入，点击确认即可，如图 6-7 相关步骤。

a)



b)



c)

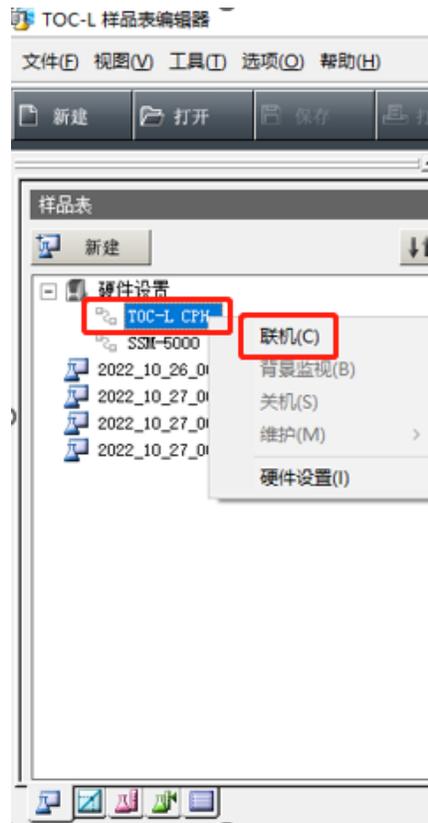


图6-7 打开软件

#### 6.4.1.3 硬件设置

如图6-8，点开硬件设置，选择TOC-L CPH，右键-点击联机，进入初始化（等待2 min左右）。设备初始化结束，左下方窗口显示【Initializing TOC completed】，同时TOC-L CPH硬件模块标识变成绿色，仪器联机成功。该界面下方左往右出现的图标依次为样品表、标准曲线、方法、检测样品、进度。点击【背景监视】，开机后稳定约30分钟，待所有背景监视的指标全部（TOC/TN/ASI）变为绿色OK，【背景监视】从【未准备好】到【准备完毕】显示绿色再进行实验。

a)



b)



c)



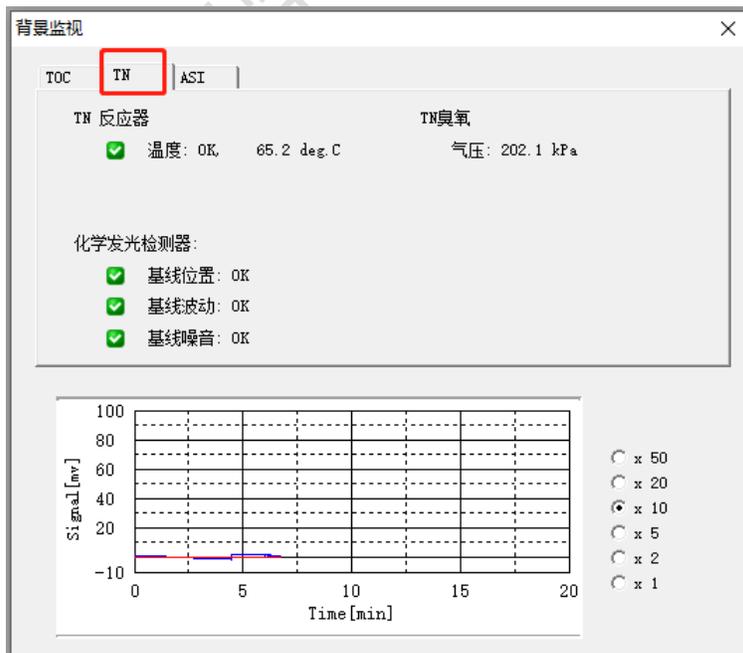
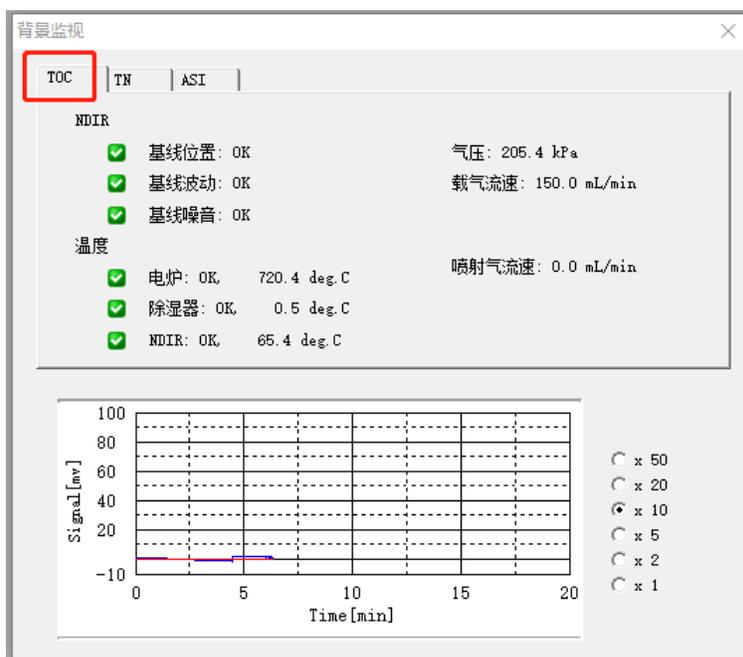
d) 从左往右：样品表，标准曲线，方法，检测样品，进度。



e) 开机后稳定约30分钟，待所有背景监视的指标全部变为绿色OK，【准备完毕】显示绿色再进行实验。



依次为TOC/TN/ASI各指标显示:



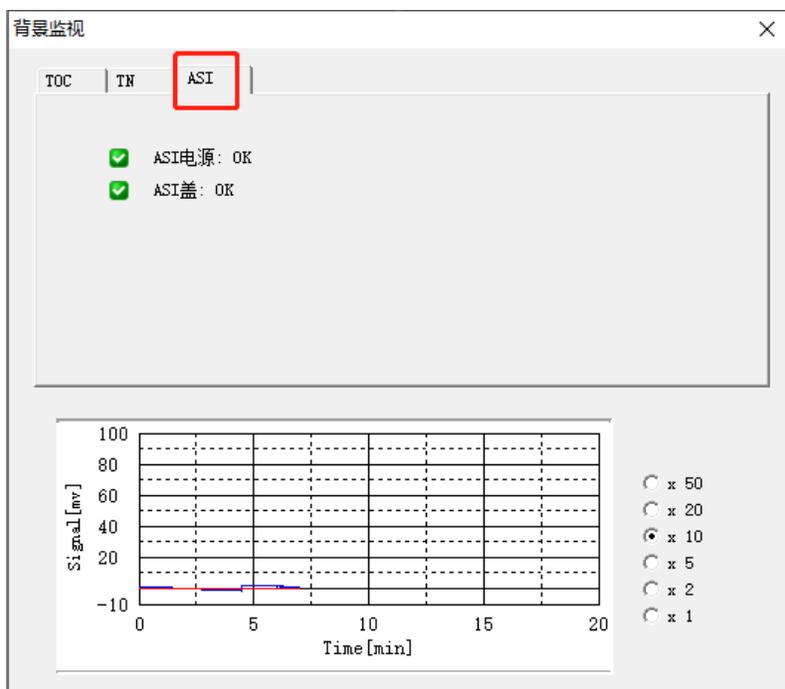


图6-8 联机，初始化仪器

#### 6.4.1.4 编辑及运行样品表（含标准品）

##### ➤ Step 1 新建样品表:

如图6-9，选择【样品表】选项，点击新建样品表；弹出样品表设置界面，选择硬件设置【TOC-L CPH】；

a)



b)



c)

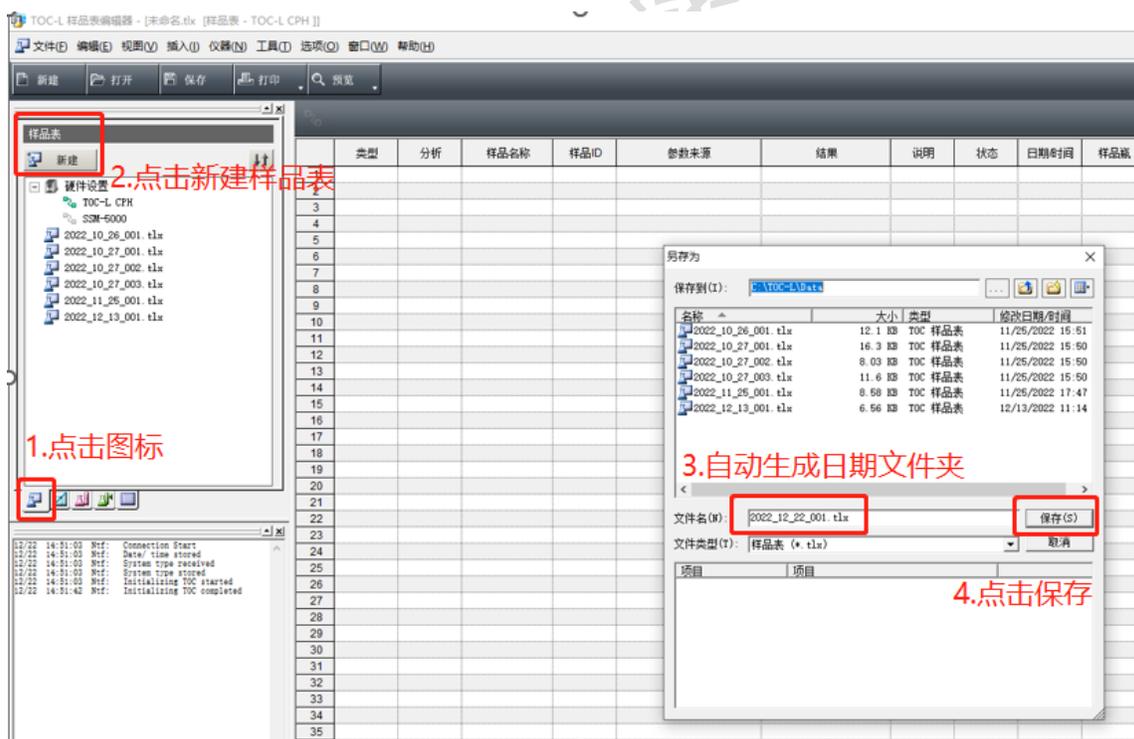


图6-9 新建样品表

➤ Step 2 新建标准曲线:

内部文件，请勿随意转发、打印、复印



插入标准曲线：选择标准曲线图标，点击新建标准曲线，按照标准曲线向导指示新建（图6-10）；

a)

标准曲线向导(第1页)硬件信息

**①硬件选择TOC-L CPH**

硬件: TOC-L CPH

用户:

创建日期: 2022/11/25 15:26:15

注释:

输入标准曲线硬件信息

< 上一步(B)    下一页(N) >    取消

b)

标准曲线向导(第2页)标准曲线类型

**②选择常规，从标准溶液稀释**

常规

从标准溶液稀释

应用于USP/EP/ChP

应用于JP

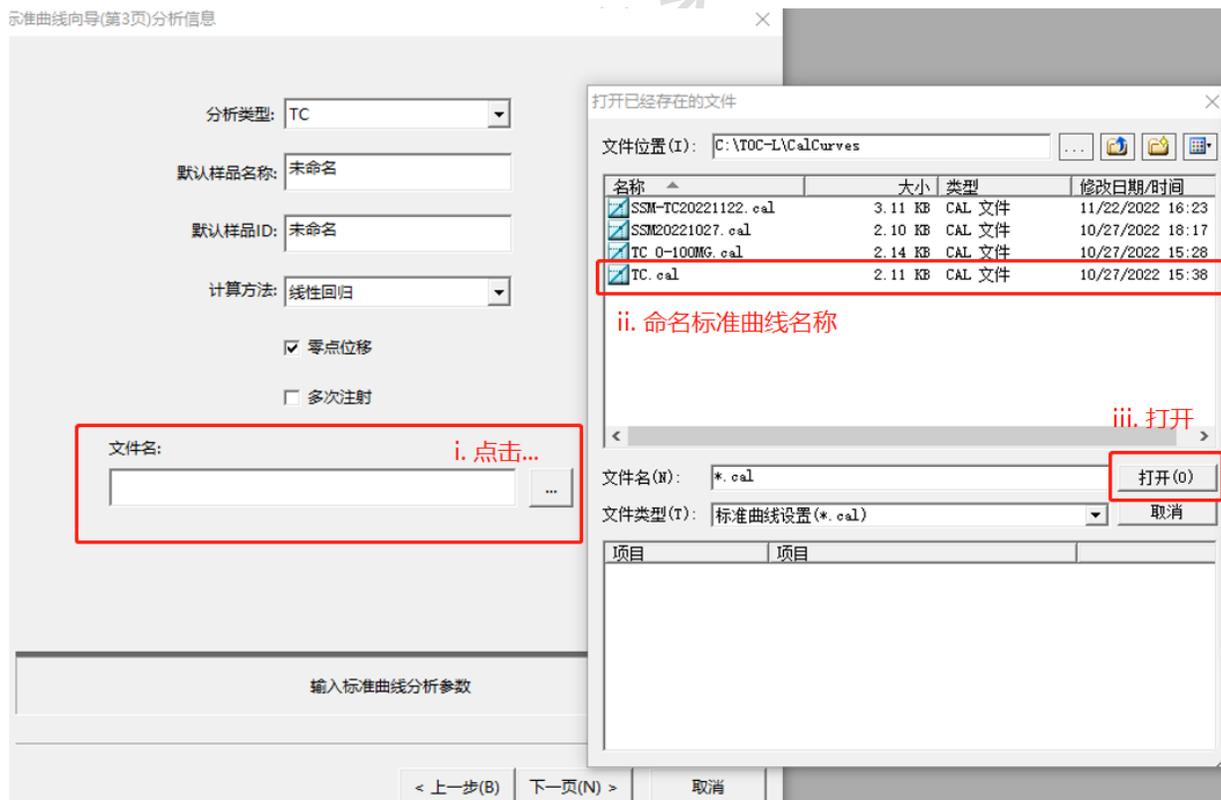
选择标准曲线类型

< 上一步(B)    下一页(N) >    取消

c)



d)



e)

标准曲线向导(第3页)分析信息

分析类型: TC

默认样品名称: 未命名

默认样品ID: 未命名

计算方法: 线性回归

零点位移

多次注射

文件名:  
C:\TOC-L\CalCurves\TC\_20221125.cal

新标准曲线的名称

输入标准曲线分析参数

< 上一步(B) 下一页(N) > 取消

f)

标准曲线向导(第4页)标准曲线测量参数

单位: mg/L

④选择合适的单位

注入次数: 2 / 3 [1 - 20]

清洗次数: 2 [0 - 10]

SD 最大值: 0.1000 [0 - 9999]

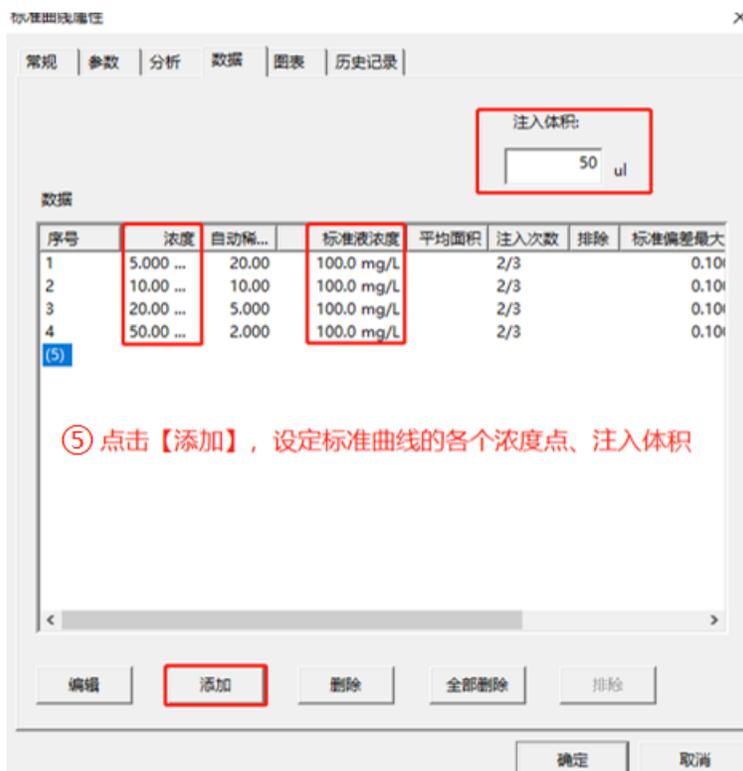
CV 最大值: 2.00 [0 - 100 %]

加酸量: 0.0 [0.0 - 20.0%]

为所有的校准点确认一般参数

< 上一步(B) 下一页(N) > 取消

g)



h)

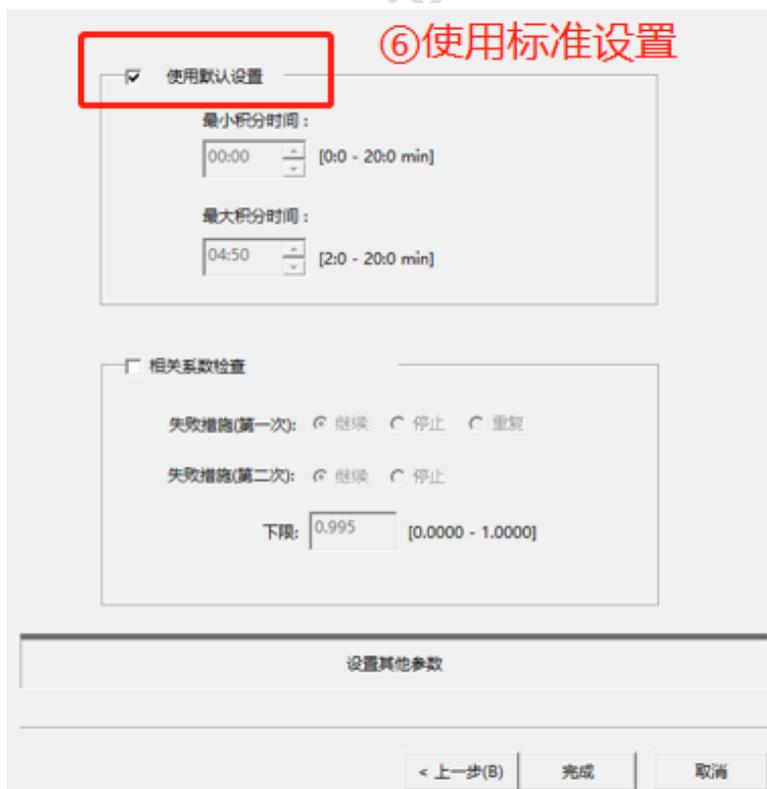


图6-10 新建标准曲线

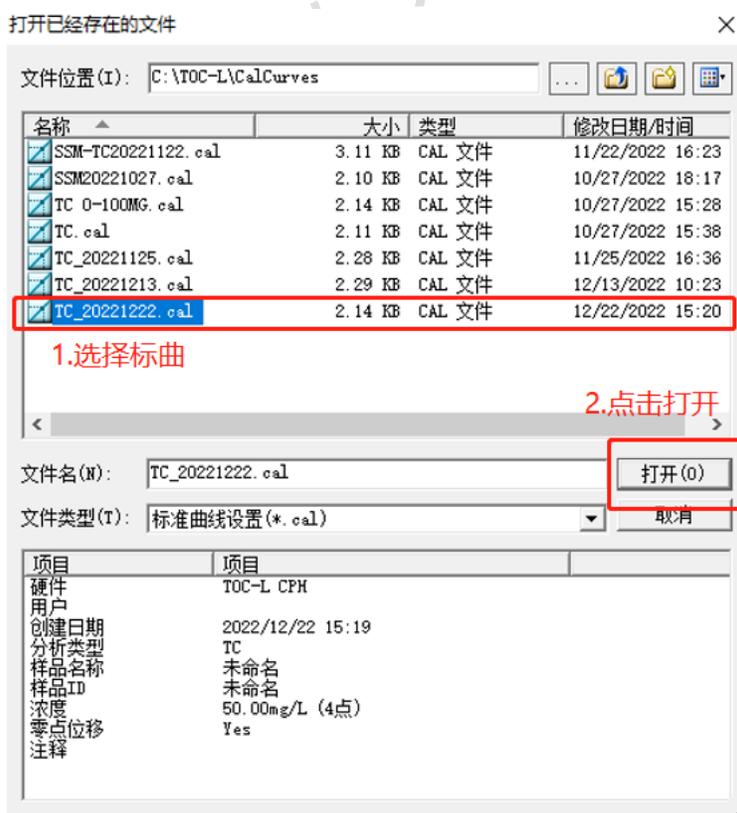
➤ Step 3 运行标准曲线:

菜单栏: 插入---标准曲线, 按Step2的保存路径, 打开标准曲线文件。点击【开始】, 绿色的【准备完毕】变为蓝色的【运行】, 开始运行; 注意样品瓶设置, 编号为0则表示外接管路用母液稀释, 1-93为自动进样器位置;

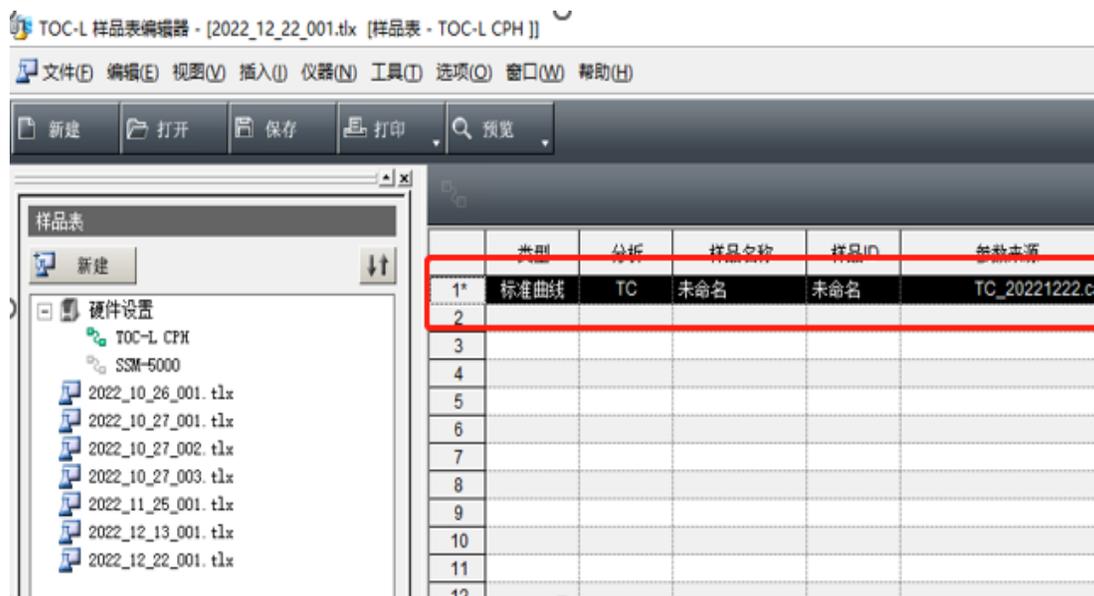
a)



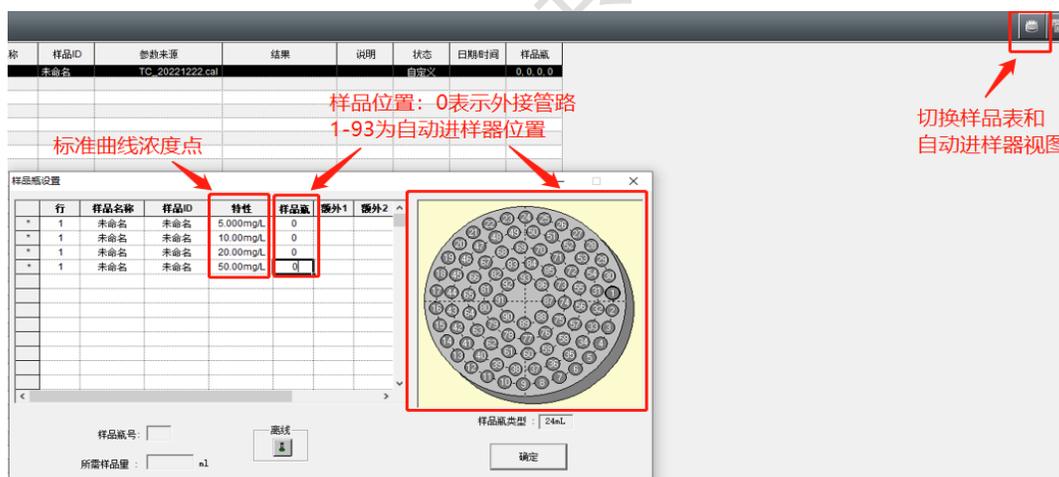
b)



c)



d) 注意样品瓶设置，编号为0则表示外接管路用母液稀释，1-93为自动进样器位置；



e)



f)

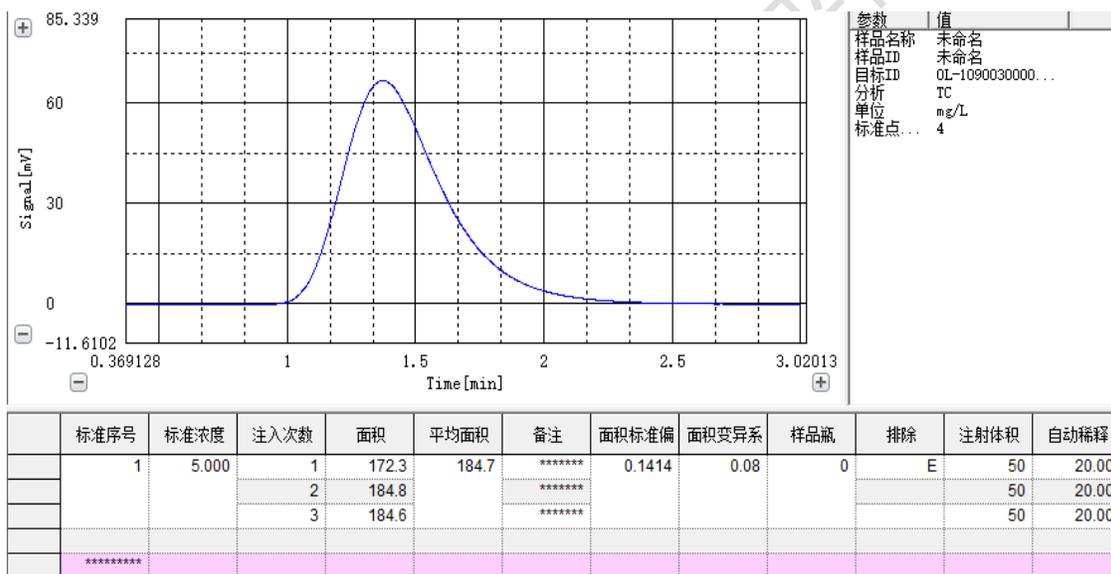


图6-11 运行标准曲线

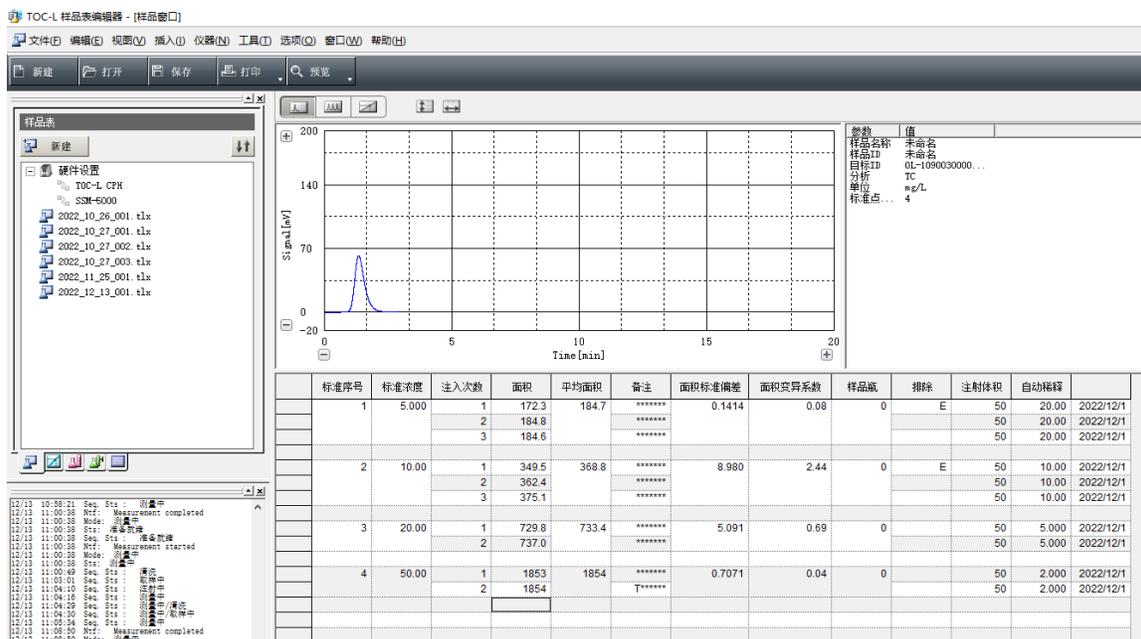
➤ Step 4 查看标准曲线:

标准浓度点: 5 mg/L, 注入次数2/3次, 结果如图所示。若三次结果有偏差较大, 标记为E (Error), 数据结果为另外两次的平均;

a)



b) 随后依次为标准浓度为10、20、50 mg/L的结果;



c) 双击TC\_20221213对应的TC\_20221213\_2022\_12\_13\_10\_23\_47结果文件可查看标准曲线属性，显示标准曲线OK时，表示该曲线可以用于后续未知样品检测；

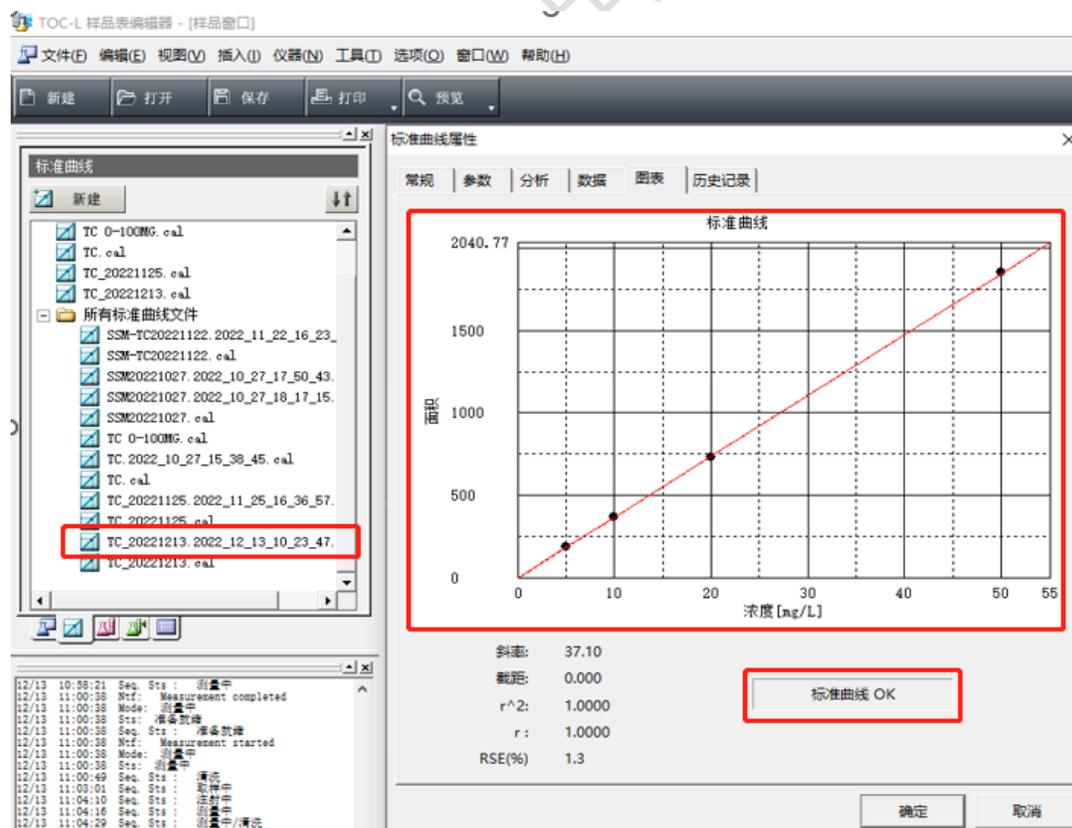
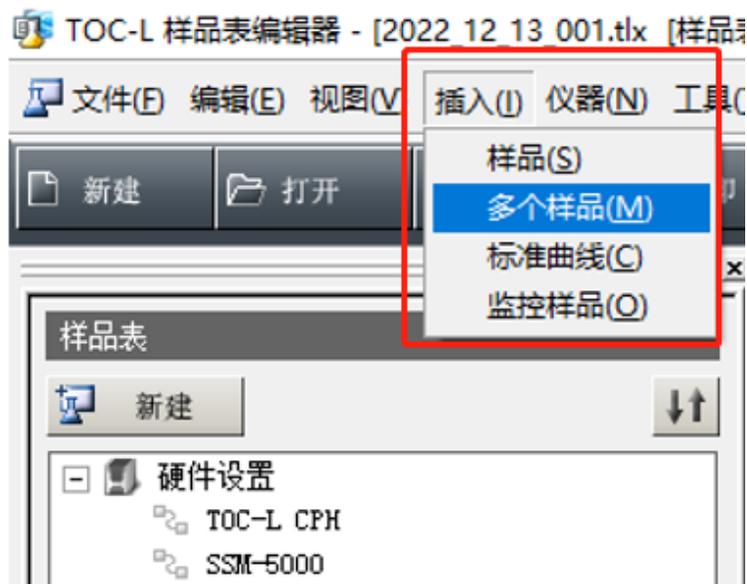


图6-12 查看标曲结果

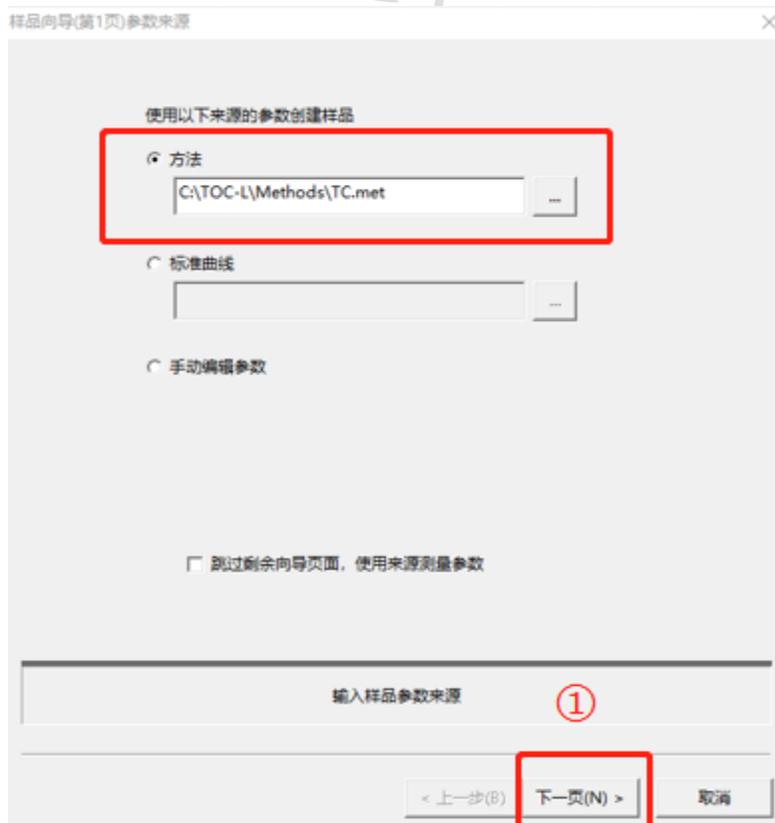
➤ Step 5 未知样品检测:

选择插入----样品/多个样品，添加单个样品/多个样品:

a)



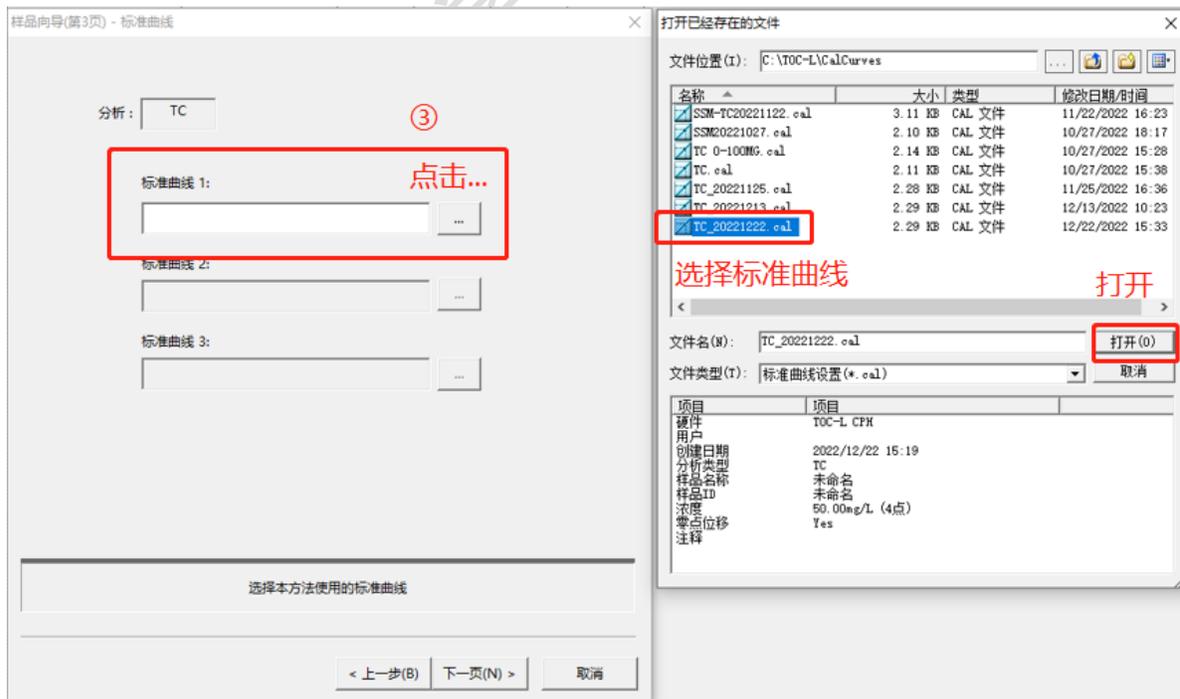
b) 弹出样品向导，按照提示依次选择:



c)



d)



e)

样品向导(第4页) - 注射参数

分析: TC

单位: mg/L

注入体积: 50 [ul]      预期浓度范围: 50.00

注入次数: 2 / 3 [1 - 20]

SD 最大值: 0.1000 [0 - 9999]

CV 最大值: 2.00 [0 - 100 %]

清洗次数: 2

自动稀释倍数: 1

加酸量: 0.0 [0.0 - 20.0%]

多次注射     使用空白检查面积

自动调节注入量和稀释倍数

进样体积调节

稀释倍数调节

定义分析注射参数

④

< 上一步(B)    下一页(N) >    取消

f)

样品向导(第5页) - 积分时间参数

分析: TC

使用默认设置

最小积分时间: 00:00 [0:0 - 20:0 min]

最大积分时间: 04:50 [2:0 - 20:0 min]

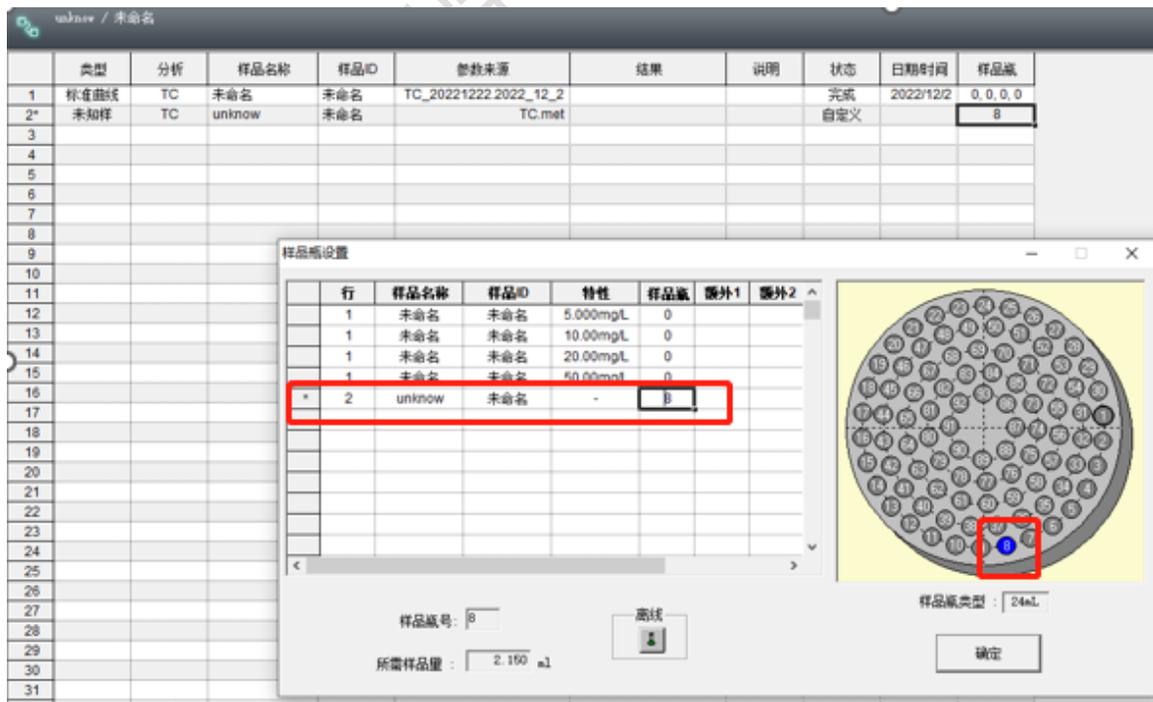
设置样品注入积分限

⑤

< 上一步(B)    下一页(N) >    取消



g) 在标曲浓度点之后，添加未知样品名称、样品瓶位置等；



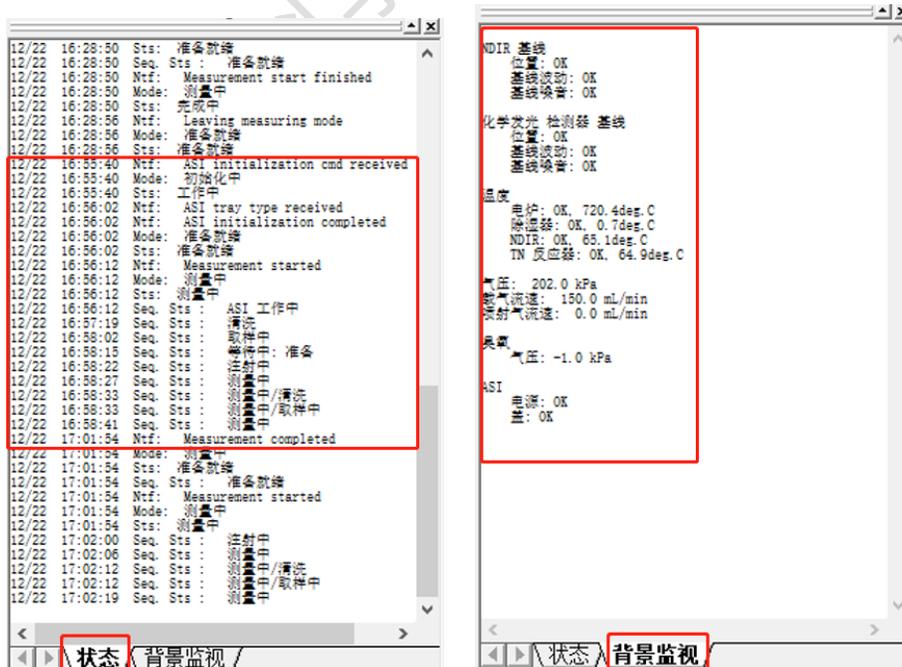
h) 点击【开始】，进行未知样品测试；



i) 灰色（待机状态）→蓝色（运行状态）

unknown / 未命名 (当前测量样品 1 的 1)										
取样中										
	类型	分析	样品名称	样品ID	参数来源	结果	说明	状态	日期时间	样品瓶
1	标准曲线	TC	未命名	未命名	TC_20221222.2022_12_2			完成	2022/12/2	0.0.0.0
2*	未知样	TC	unknown	未命名	TC.met	TC:0.000mg/L		测量		8
3										
4										

j) 状态栏：样品当前时刻所处状态（左）；背景监视：开机时各关键指标状态（右）；



k) 样品2/3次测量结果如图所示，浓度为16.57 mg/L；

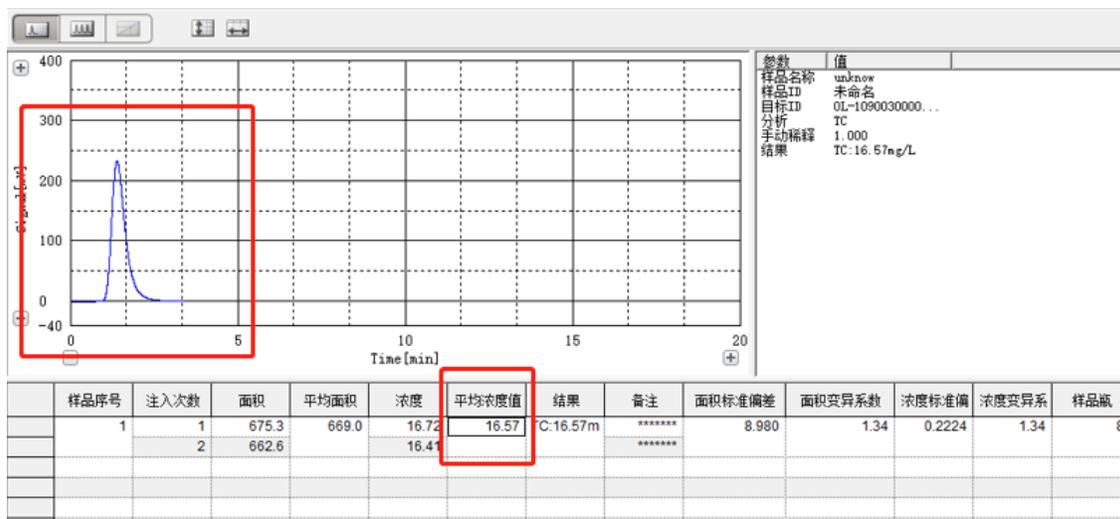


图6-13 运行及查看样品结果

### 6.4.1.5 关机

- 软件：点击关机----弹出关机设置界面----点击确定，等待仪器自动降温后关机，退出软件。
- 硬件：顺时针旋转总阀，关闭氧气；关TOC-L主机面板电源键。

a)

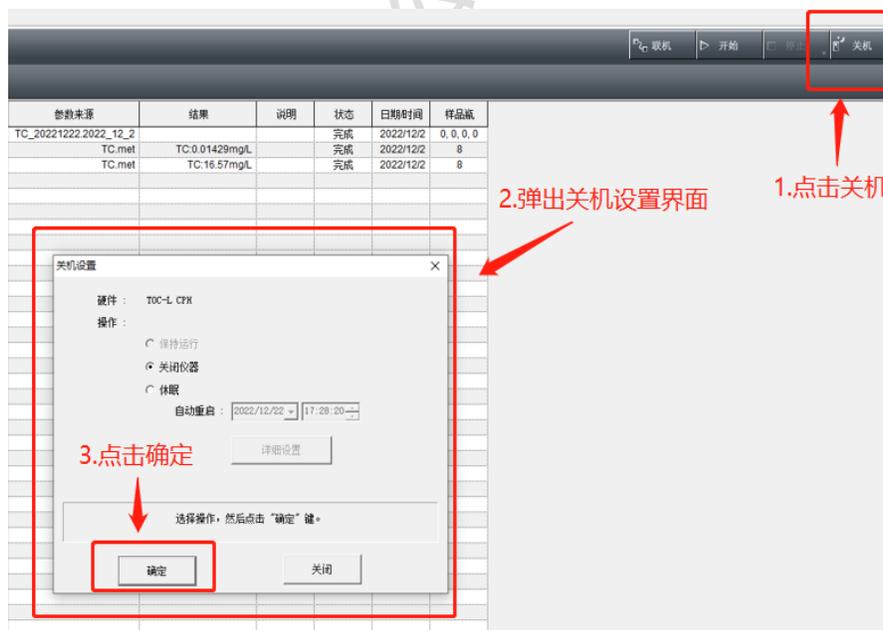


图6-14 关闭软件

b)

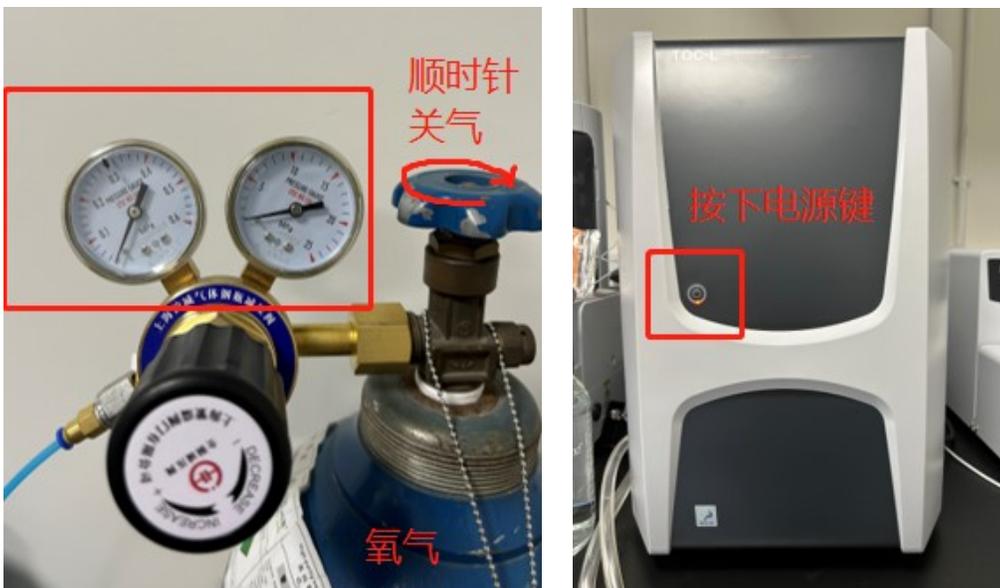


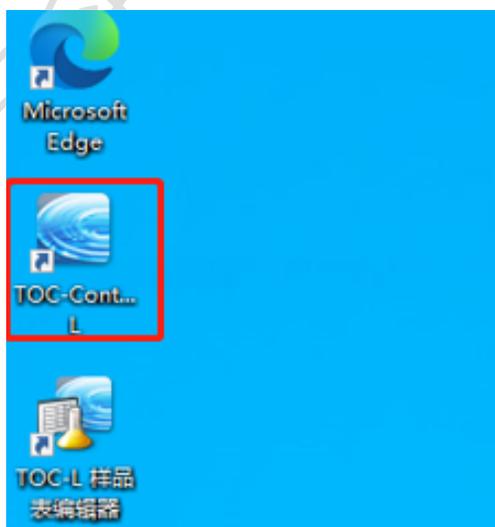
图6-15 关闭气体及仪器主机

## 6.4.2 固体模式

### 6.4.2.1 开软件

点击桌面 TOC-Control 软件---样品表编辑器，弹出输入用户名，无需输入，点击确认即可。

a)



b)



c)



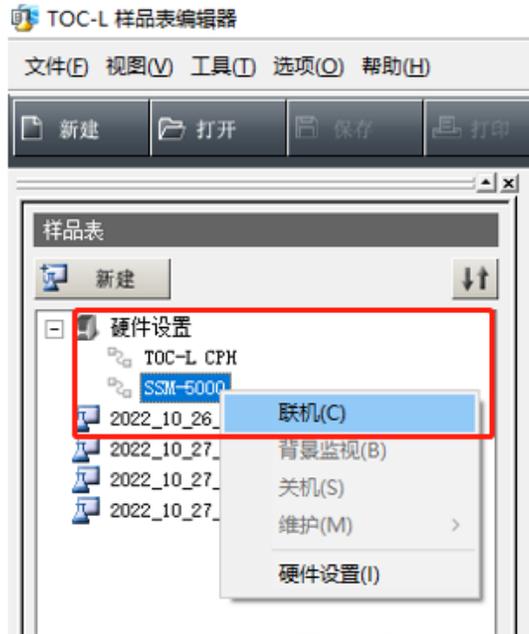
图6-16 打开软件，进入样品编辑

#### 6.4.2.2 硬件设置

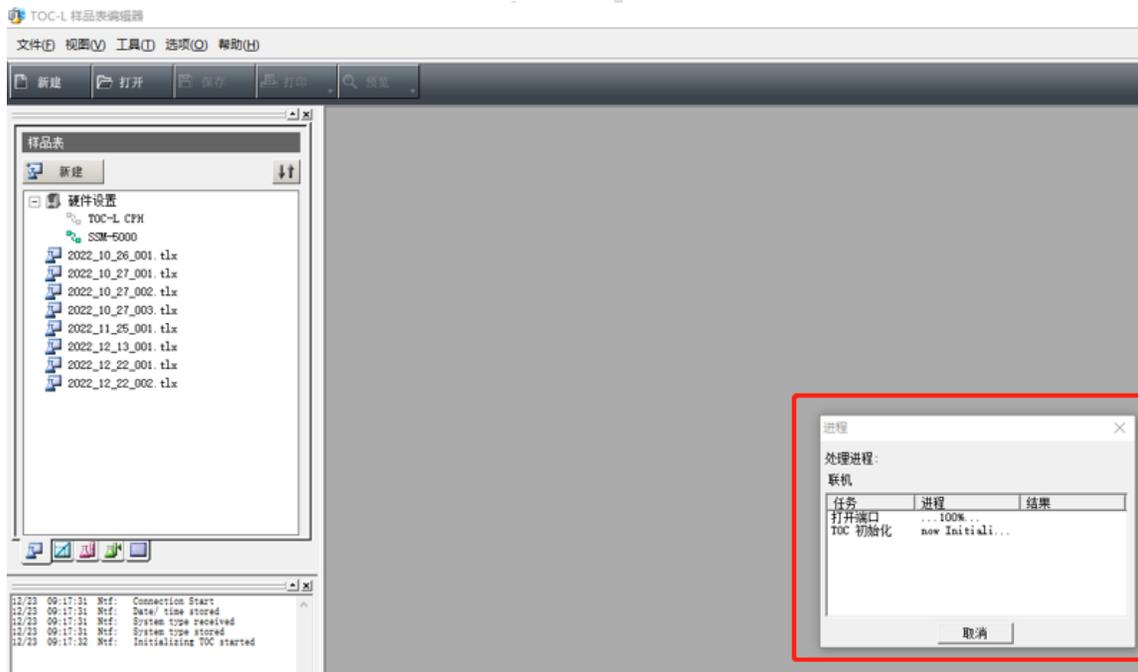
点开硬件设置，选择SSM-5000，右键-点击联机，进入初始化（等待2 min左右）。设备初始化结束，左下方窗口显示【Initializing TOC completed】。该界面下方左往右出现的图标依次为样品表、标准曲线、方法、检测样品、进度。同时SSM-5000硬件模块标识变成绿色。仪器联机成功，等待升温至900 °C（图6-17）。点击【背景监视】，主要看SSM模块是否全部OK，【背景监视】从【未准备好】到【准备完

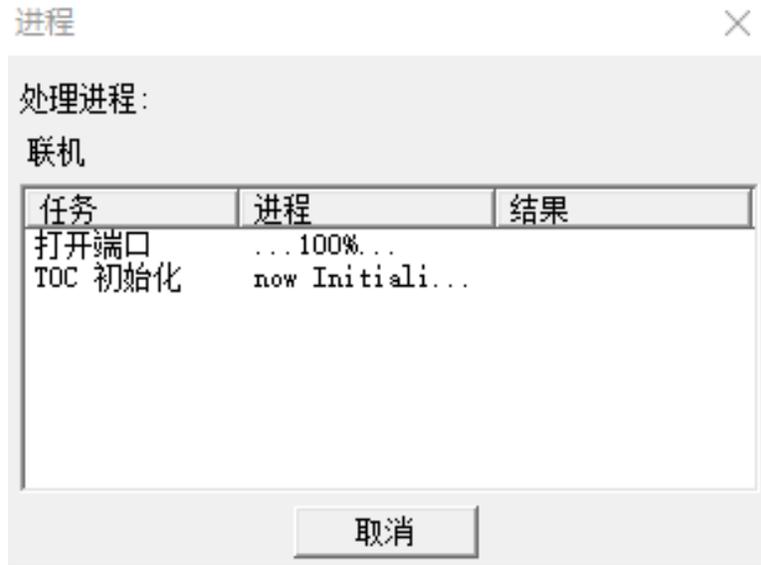
毕】显示绿色再进行实验。

a)

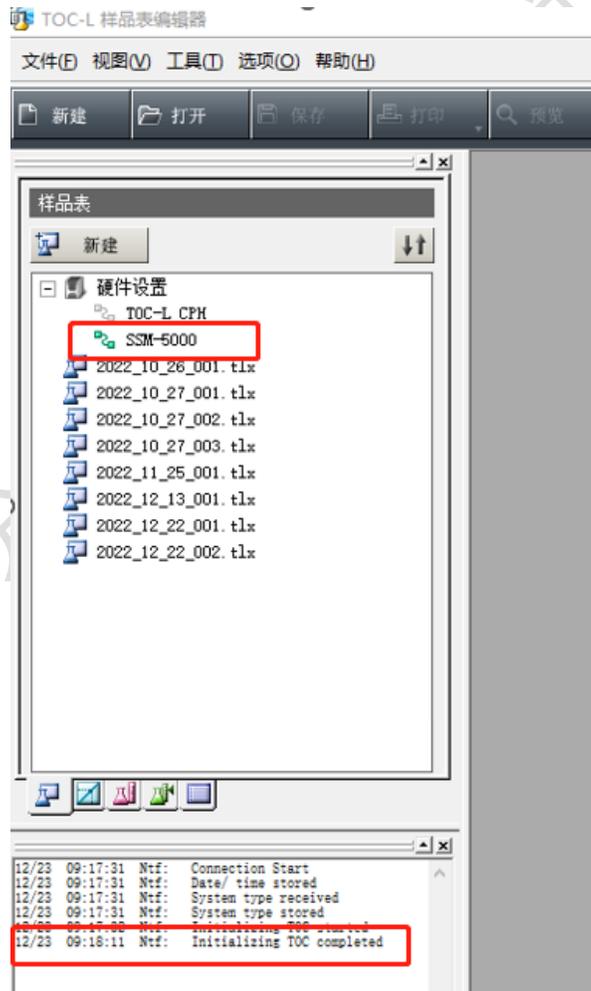


b)





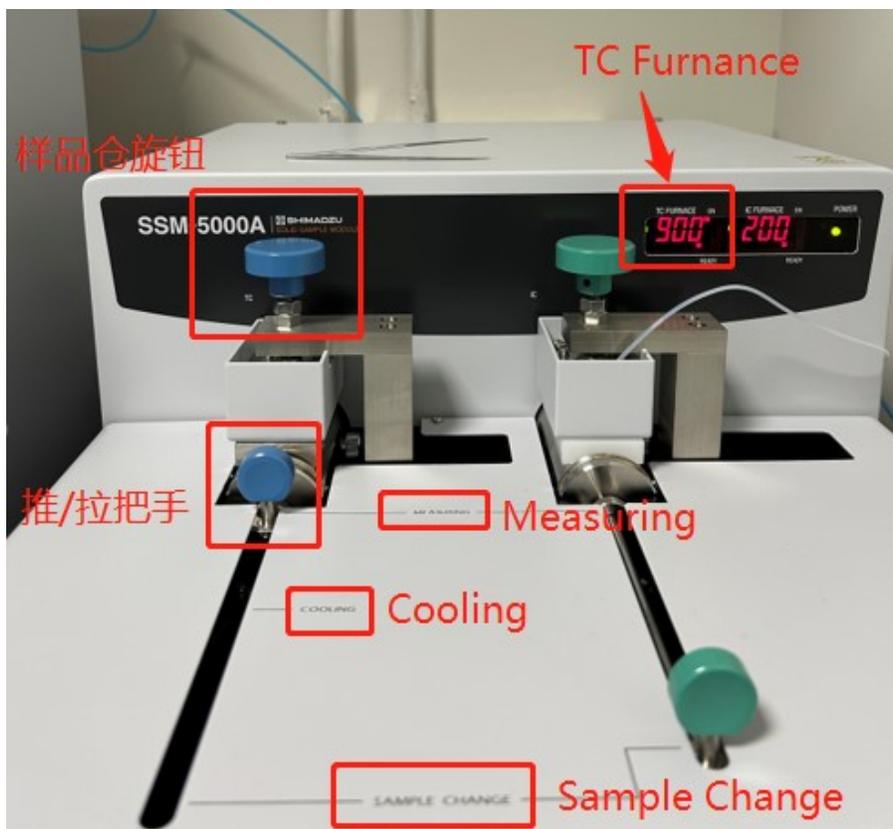
c)



d) 从左往右：样品表，标准曲线，方法，检测样品，进度。



e) 固体测试模块从室温开始升温至900°C（TC Furnace）；



f) 打开背景监视：主要看SSM模块是否全部OK，仪器正常开机【准备完毕】显示绿色；



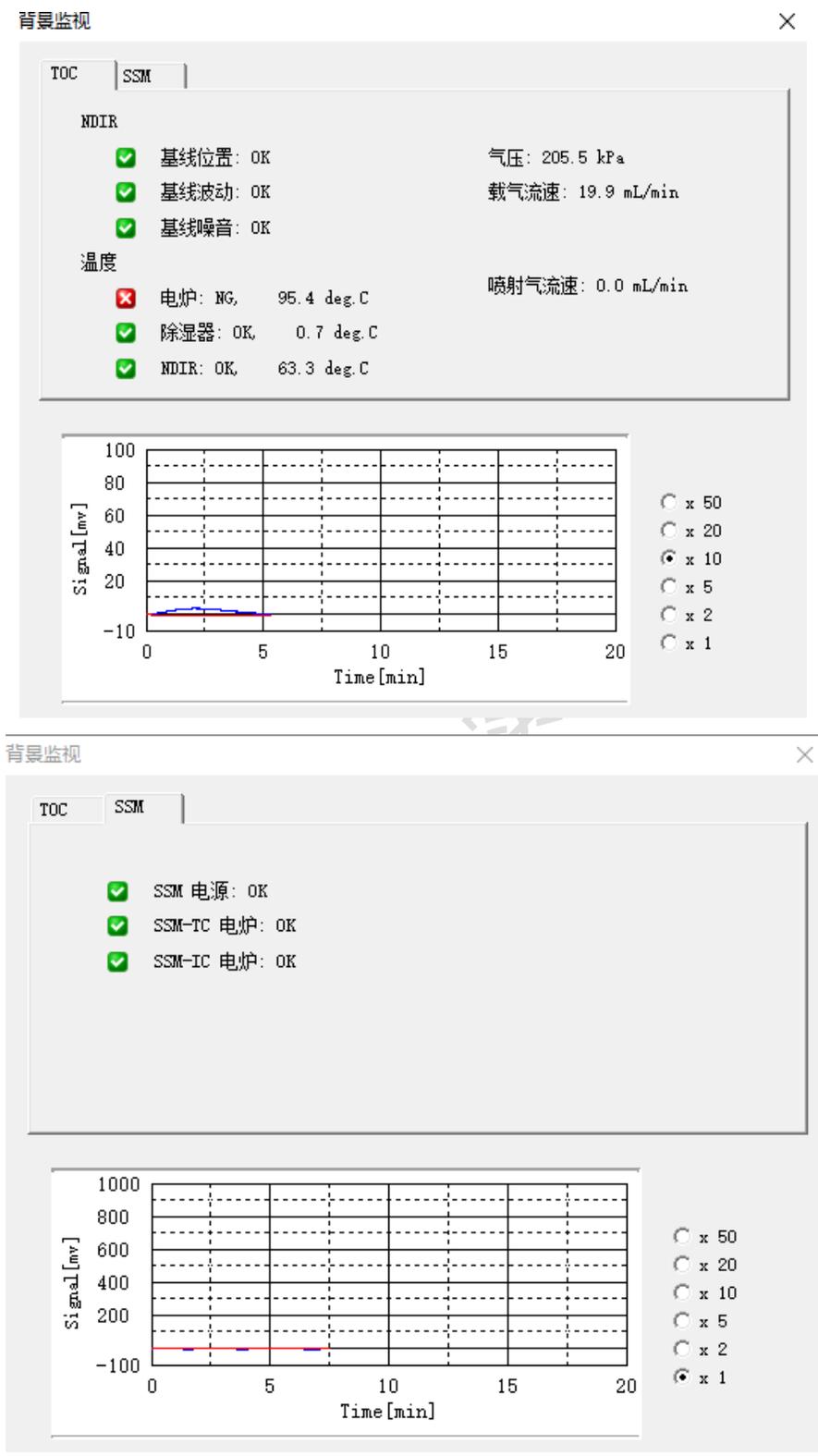


图6-17 联机，初始化仪器

### 6.4.2.3 编辑标准样品运行方法

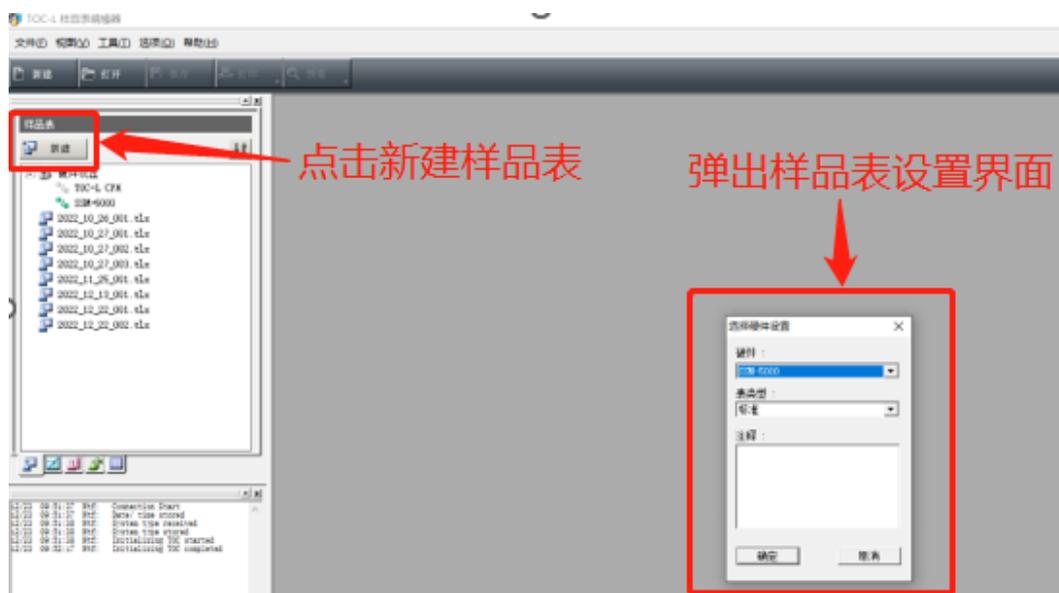
➤ Step 1 新建样品表:

选择【样品表】选项，点击新建样品表；弹出样品表设置界面，选择硬件设置【SSM-5000】；

a)



b)



c)

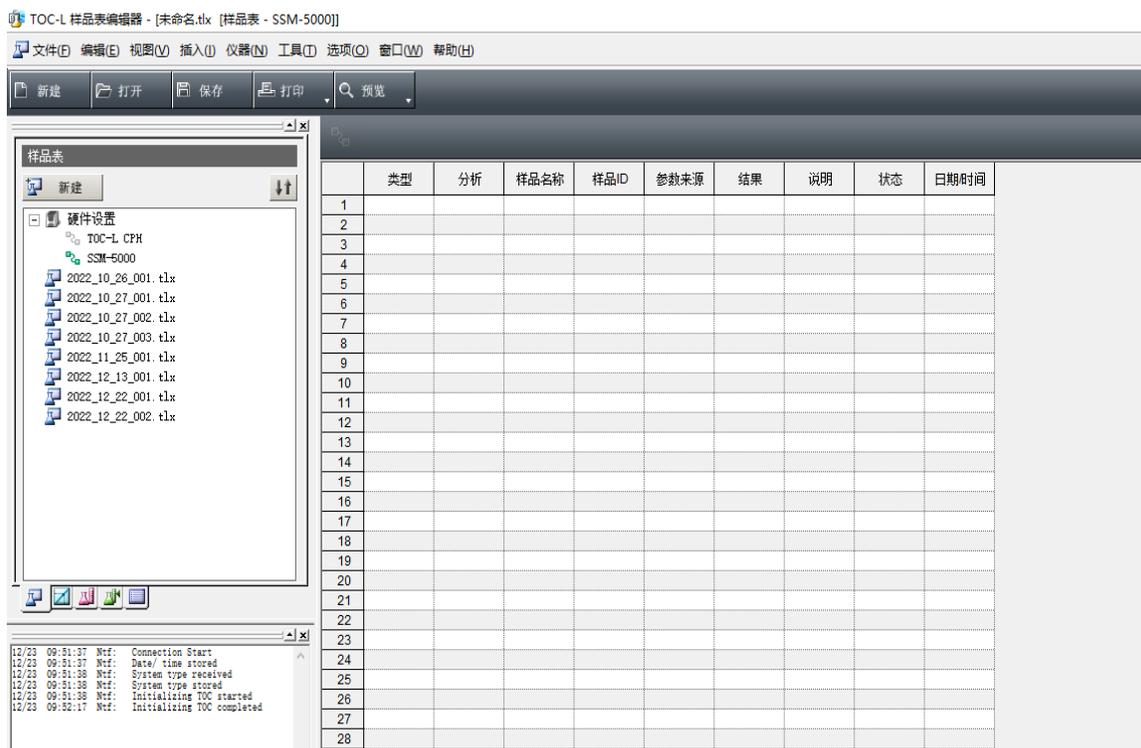
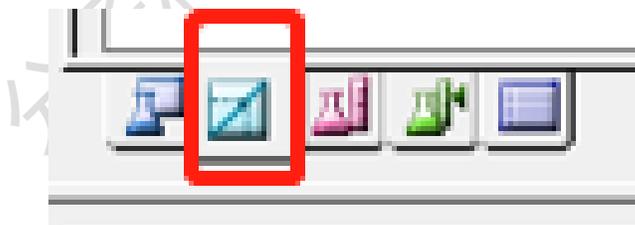


图6-18 新建样品表

➤ **Step 2 新建标准曲线:**

选择标品表图标，点击新建---标准曲线向导；

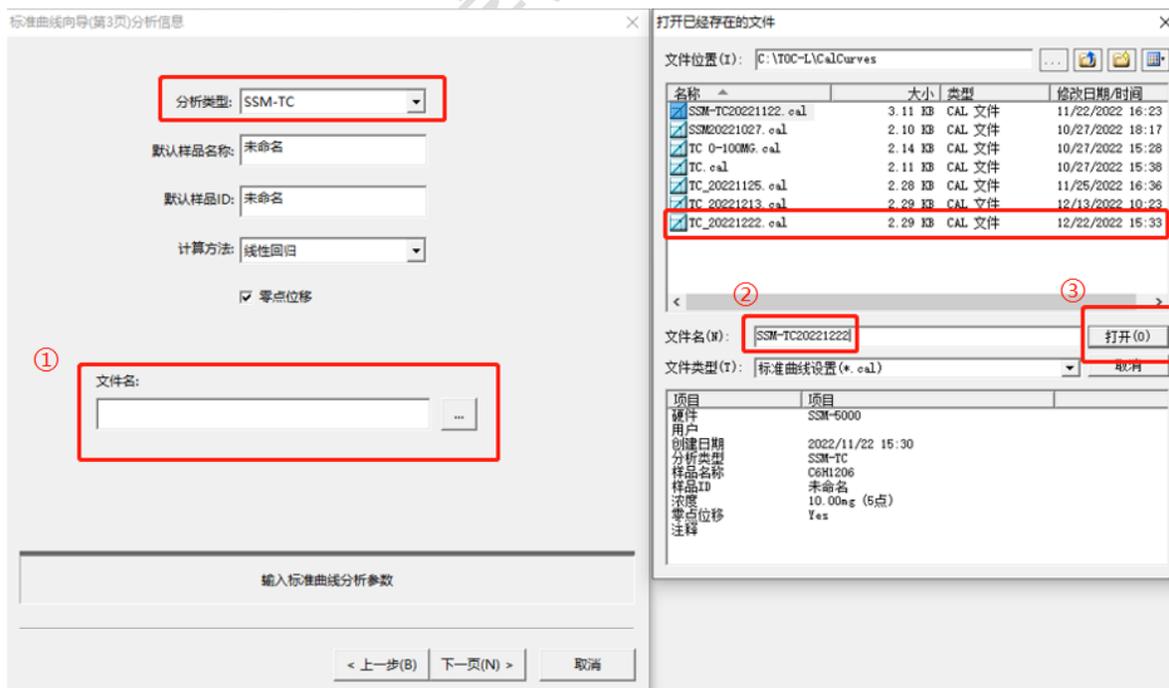
a)



b) **【硬件】**：下拉选择到SSM-5000，点击下一页；



c) 【分析类型】：下拉选择SSM-TC，计算方法：线性回归，勾选零点位移；



d) 【文件名】：点击 ，选择文件保存路径（C:\TOC-L\CalCurves\SSM-TC20221222）如果每次的标准曲线浓度不变，可以选择先前已有的文件，结果文件会自动生成，后缀为日期文件。固体：SSM-TC20221222，点击下一页；



标准曲线向导(第3页)分析信息

分析类型: SSM-TC

默认样品名称: 未命名

默认样品ID: 未命名

计算方法: 线性回归

零点位移

文件名:  
C:\TOC-L\CalCurves\SSM-TC20221223.cal

输入标准曲线分析参数

< 上一步(B) 下一页(N) > 取消

e) 【单位】：选择重量，下拉选择mg，点击下一页；

f) 【添加】：点击添加，输入标准样品的【浓度】（C含量）及重量（样品质量）可以对已添加的标准点进行【编辑】和【删除】操作，确认无误后，点击下一页。

注：

- ① 固体TC标准品为葡萄糖，碳元素含量为40%；  
如果某一标准样质量为5 mg，则C含量为2 mg，以此类推；
- ② 标准曲线，一般为5个标准浓度点，要求标准点分散性好，且样品测试定量峰面积应在标曲范围内；
- ③ 建议用户先进行预实验，估计所测样品碳C含量。

标准曲线向导(第5页)标准点列表

数据

序号	浓度	重量 [mg]	体积 [ul]	绝对碳量[ug]
1	2.000 mg	5.000	5	2000
2	4.000 mg	10.00	10	4000
3	6.000 mg	15.00	15	6000
4	8.000 mg	20.00	20	8000

(5)

编辑标准点参数

标准点序号: 5

浓度: 10.00 mg

重量: 5.00 mg

体积: 25 ul

绝对碳量: 10000 ug

确定 取消

①点击添加

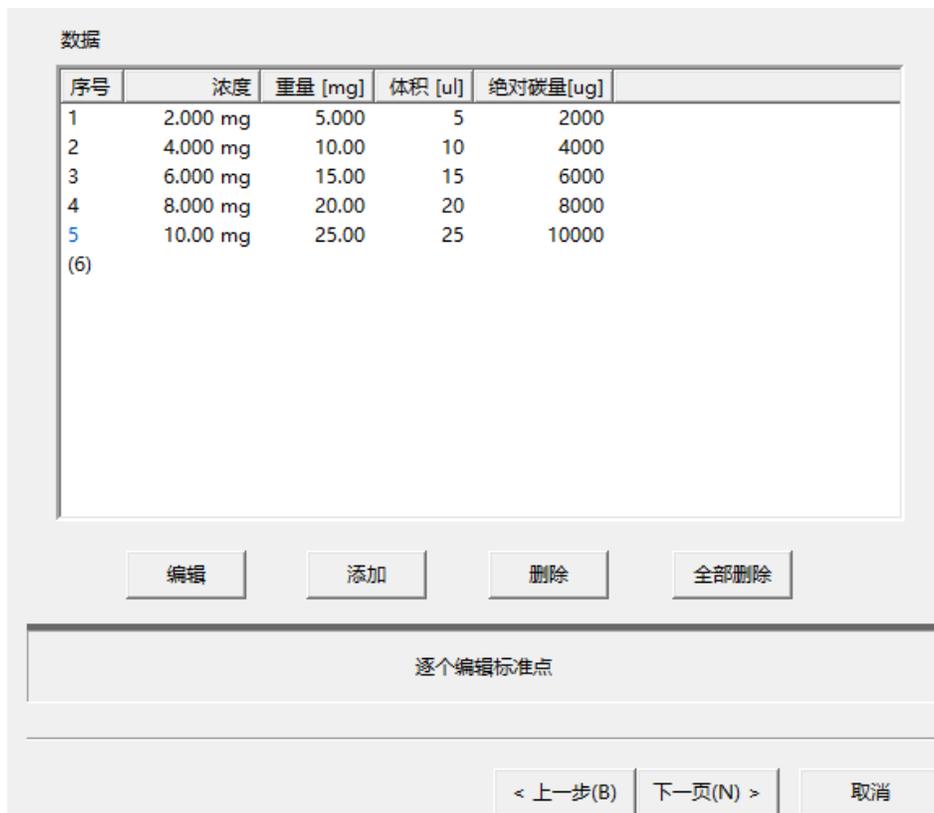
②弹出编辑标准点参数

③输入重量及浓度

编辑 添加 删除 全部删除

逐条编辑标准点

< 上一步(B) 下一页(N) > 取消



g) 【其他设置】：按默认值设备，无需修改。点击完成。



h) 点击完成后，在所有标准曲线文件下，即可看到之前设置保存的方法，双击改方

法，可进行进一步修改。

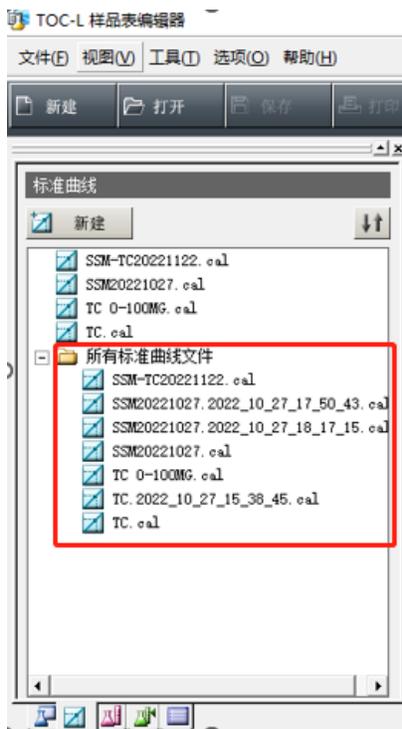
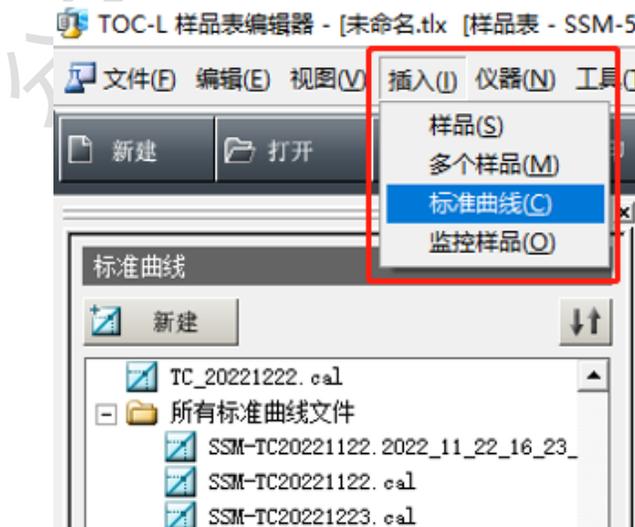


图6-19新建标准曲线

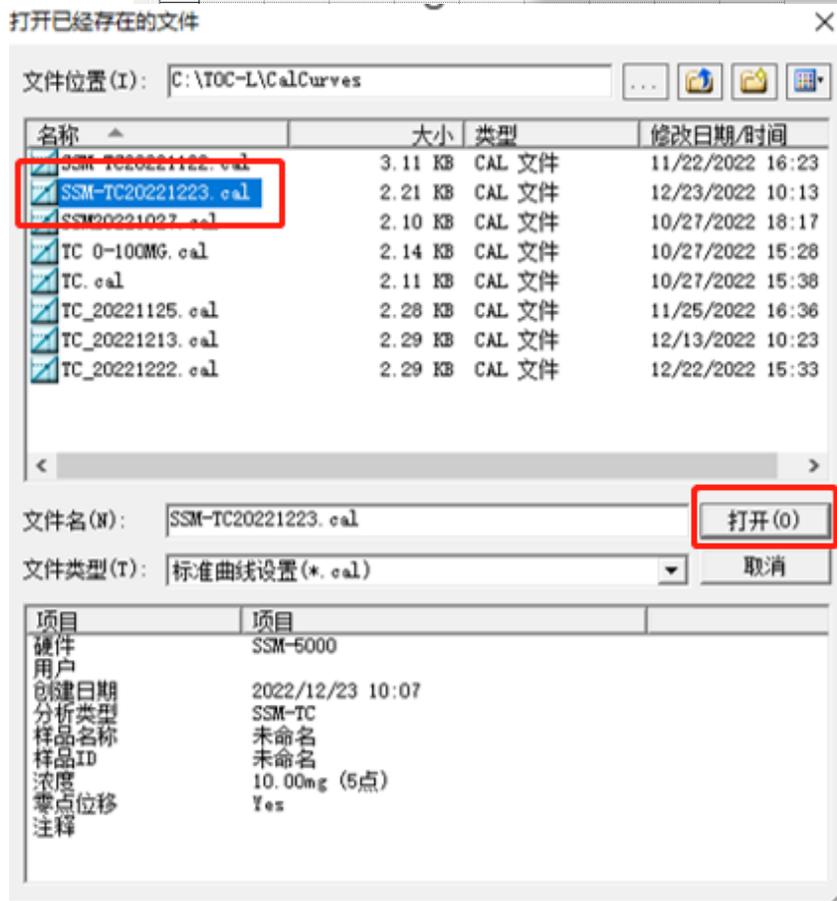
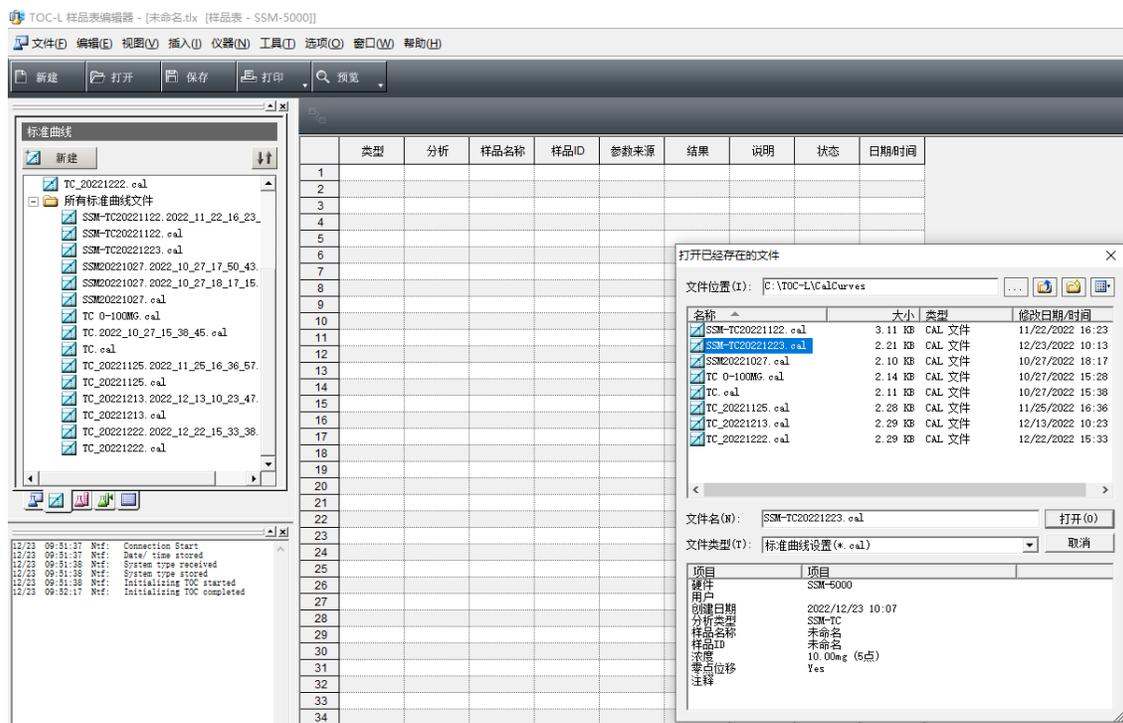
#### 6.4.2.4 运行标准品和样品

点击菜单栏【插入】----【标准曲线】，选择新建的标准曲线或者是之前的标准曲线；

a)



b)

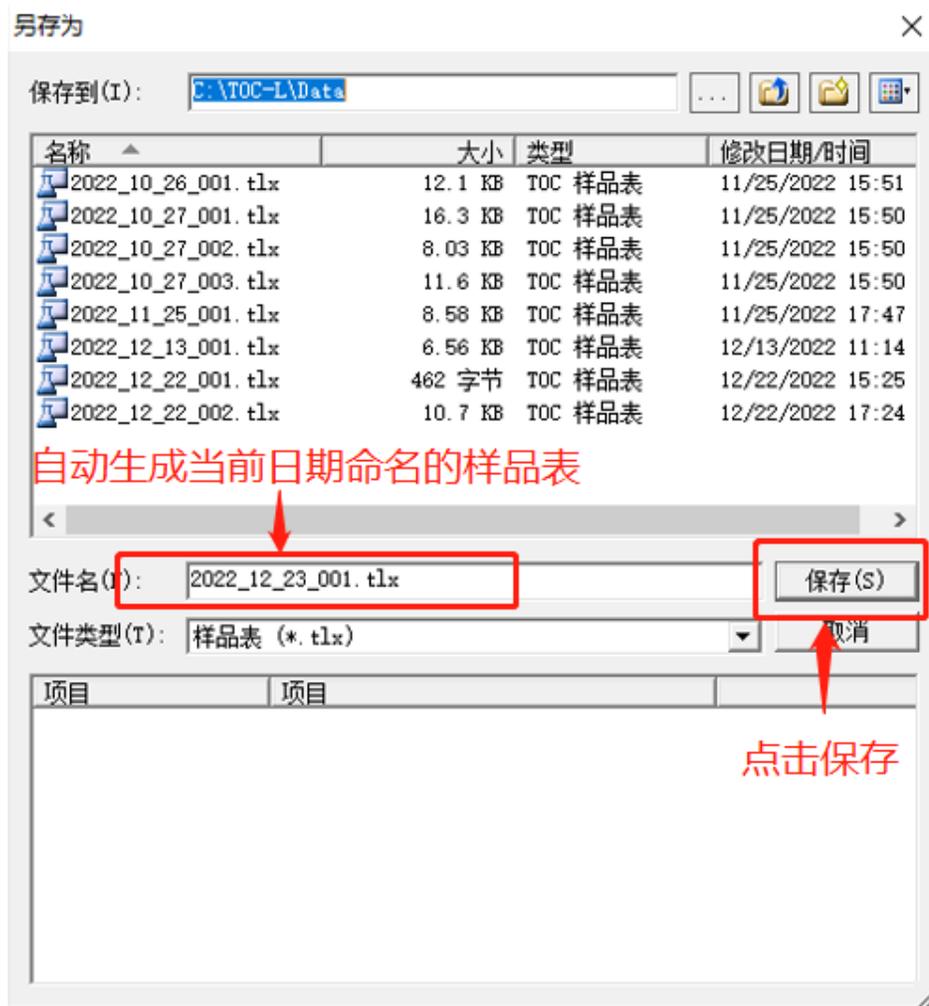


c) 接着点击联机----弹出样品表另存为----点击开始;



接着弹出样品表，另存为当前日期文件，点击保存；

d)

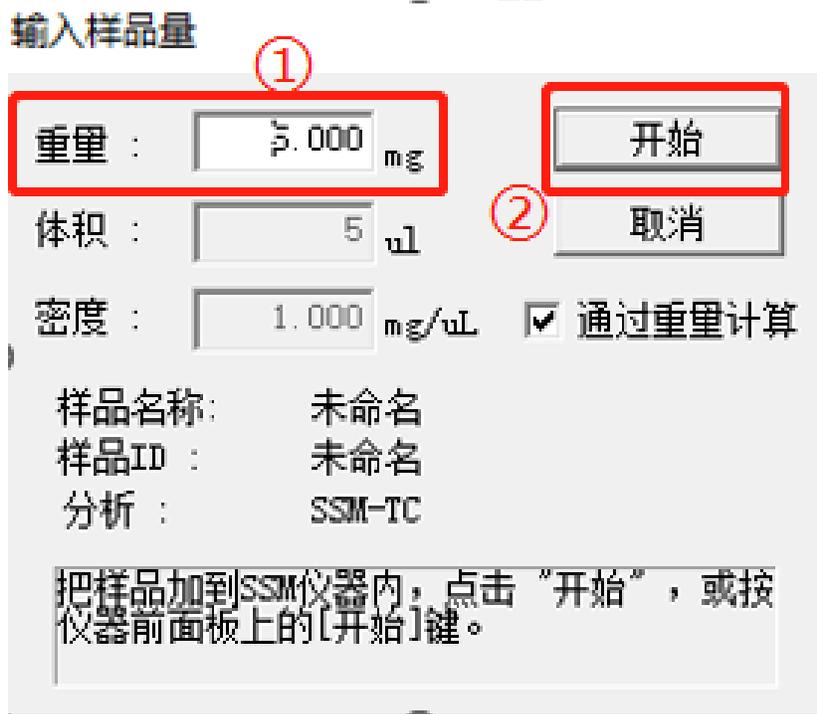


开始进行SSM-TC测量，点击开始----称量标准品----输入当前称量的质量----点击开始----显示测量中；

e)



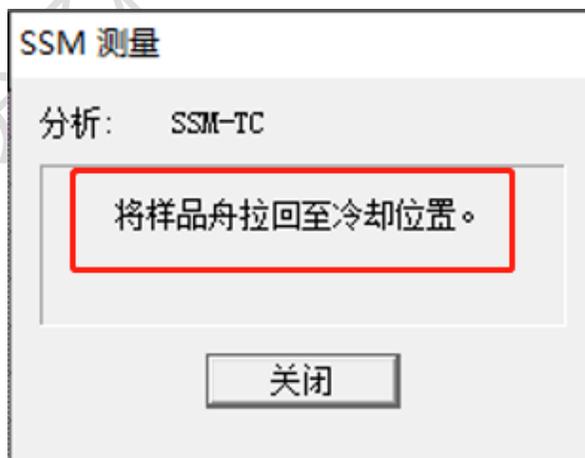
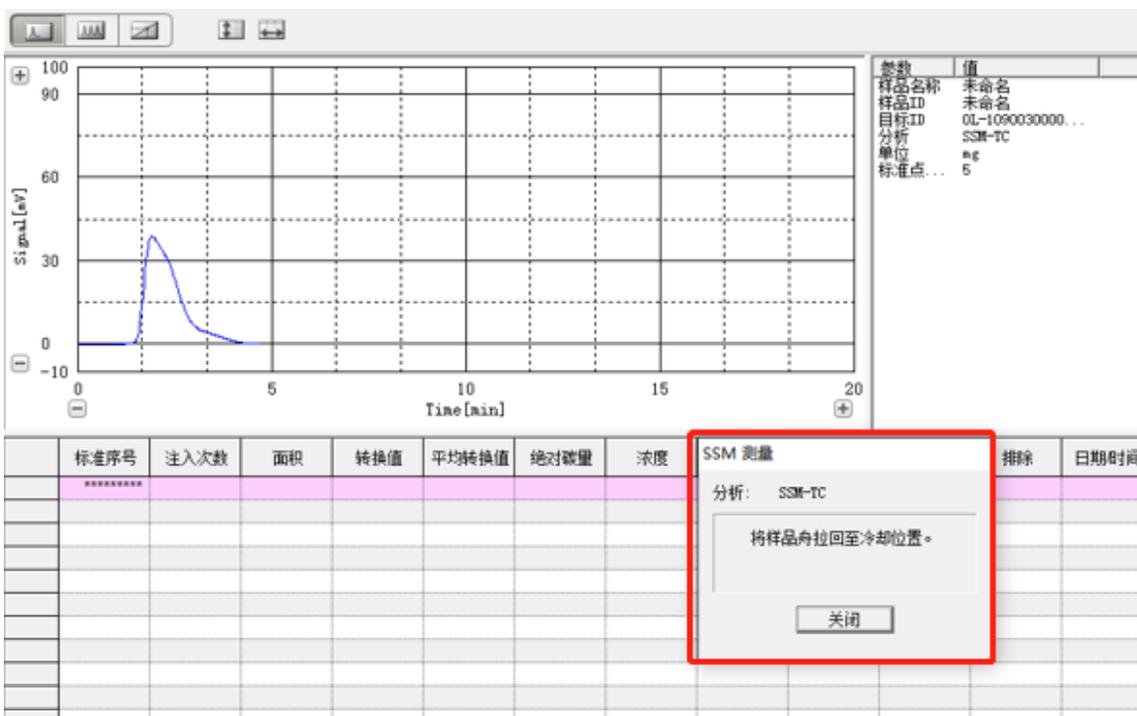
f)



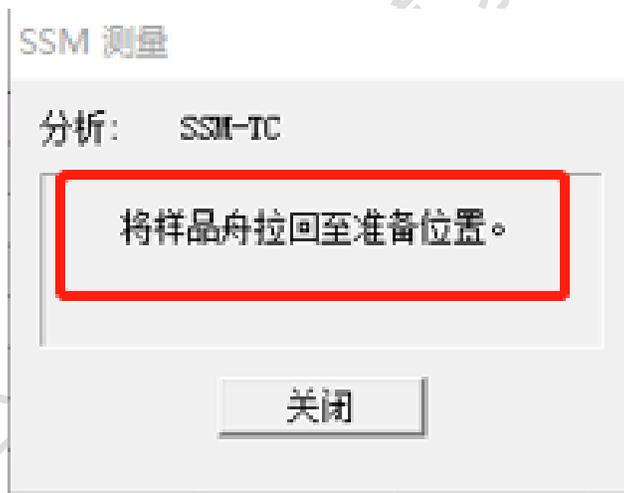
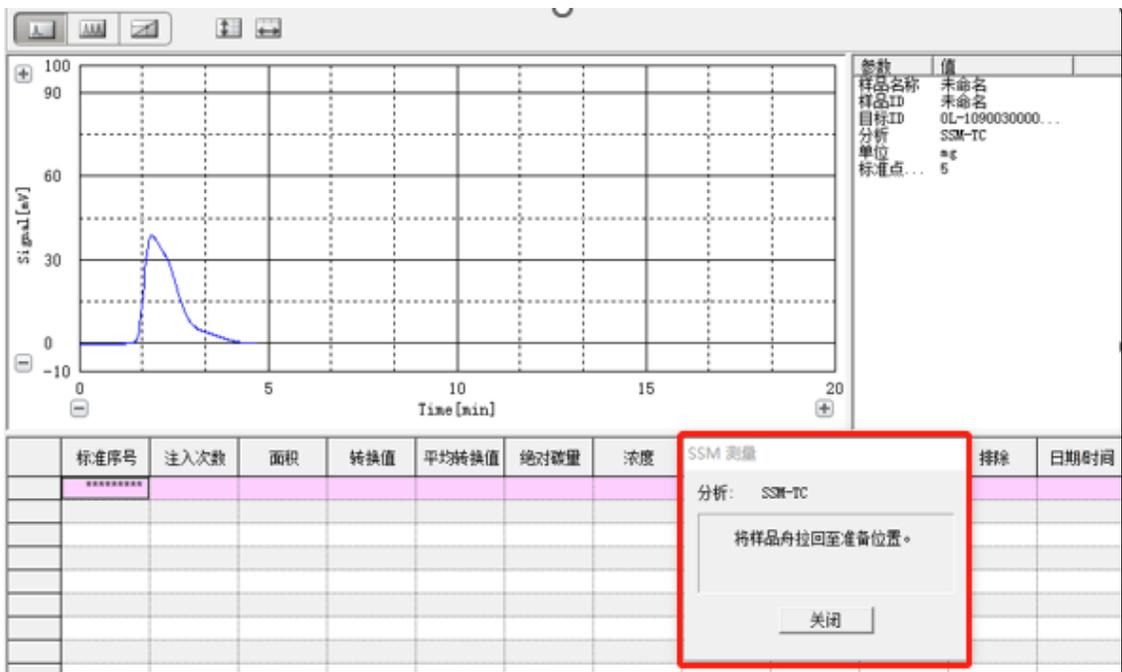
g)

未命名 / 未命名 (当前测量样品 1 的 1) 测量中									
	类型	分析	样品名称	样品ID	参数来源	结果	说明	状态	日期时间
1*	标准曲线	SSM-TC	未命名	未命名	SSM-TC20			测量	
2									

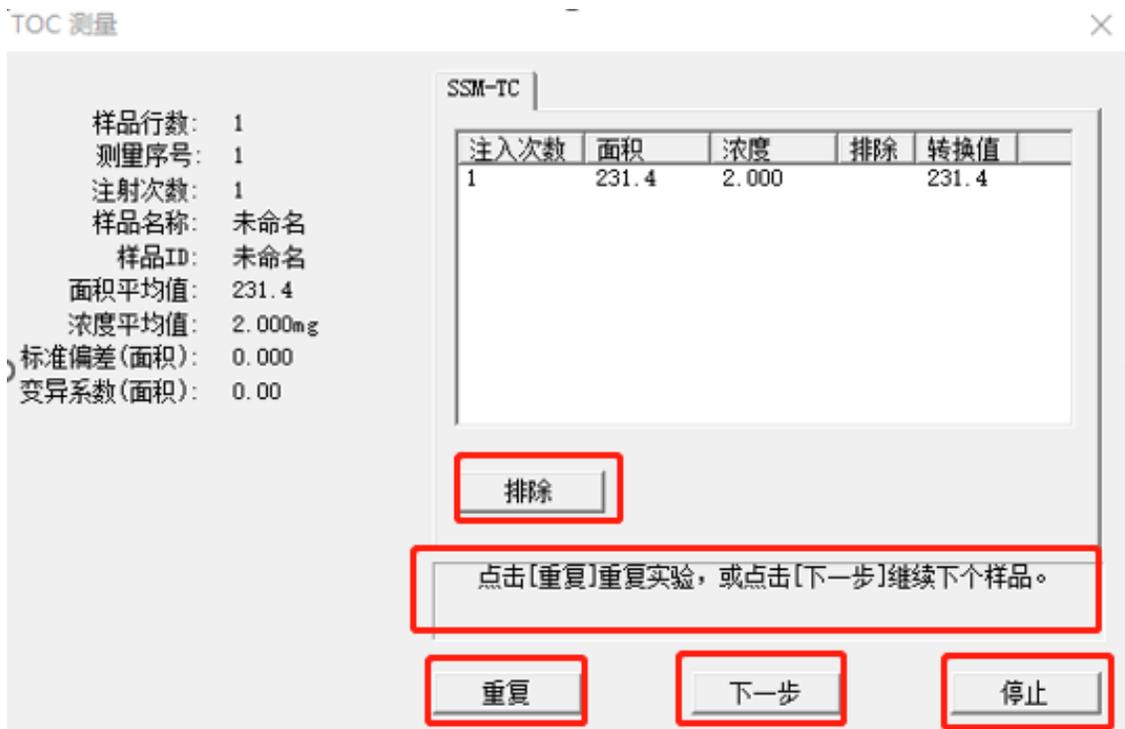
h) 测量结束后，弹出对话框【将样品舟拉回至冷却位置】，按照提示操作拉回【COOLING】位置；



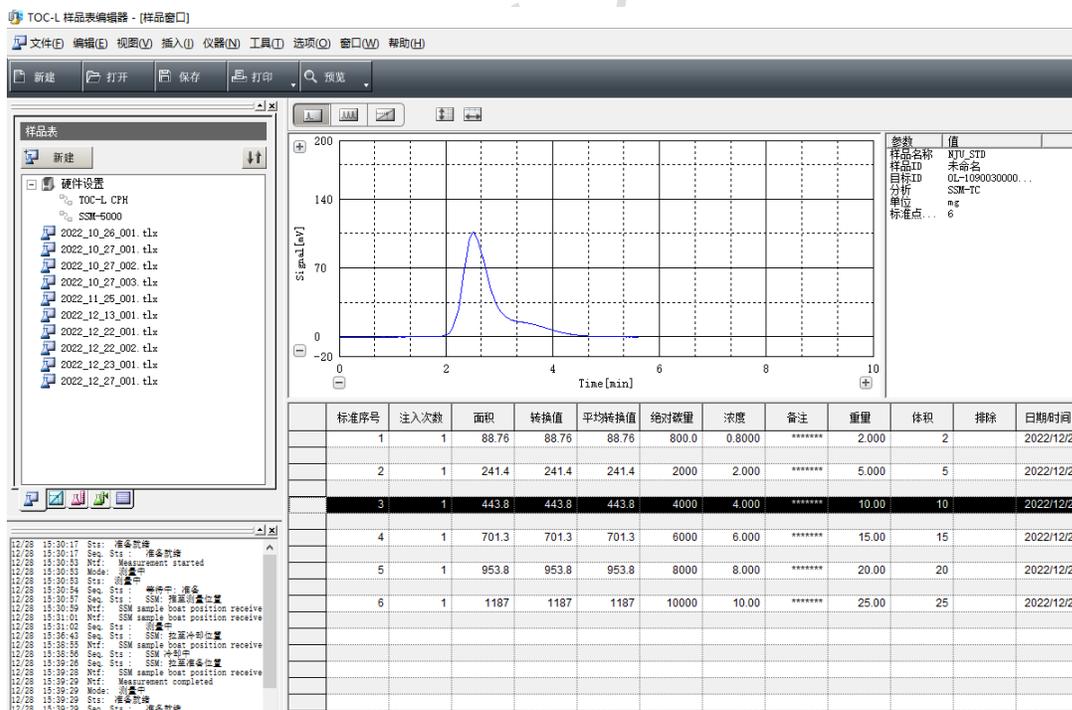
i) 弹出对话框【将样品舟拉回至准备位置】，按照提示操作拉回【SAMPLE CHANGE】位置；



j) 测量结束后, 点击【重复】重复实验, 或点击【下一步】继续下一个样品; 如果测试结果有误, 可以点击【排除】, 重复该浓度点。



k) 结果显示：固体样品只称取一次即可，称量很难重复，数据没有意义；查看标准曲线可以通过双击左侧【所有标准曲线文件】的特定曲线结果一行来获得。



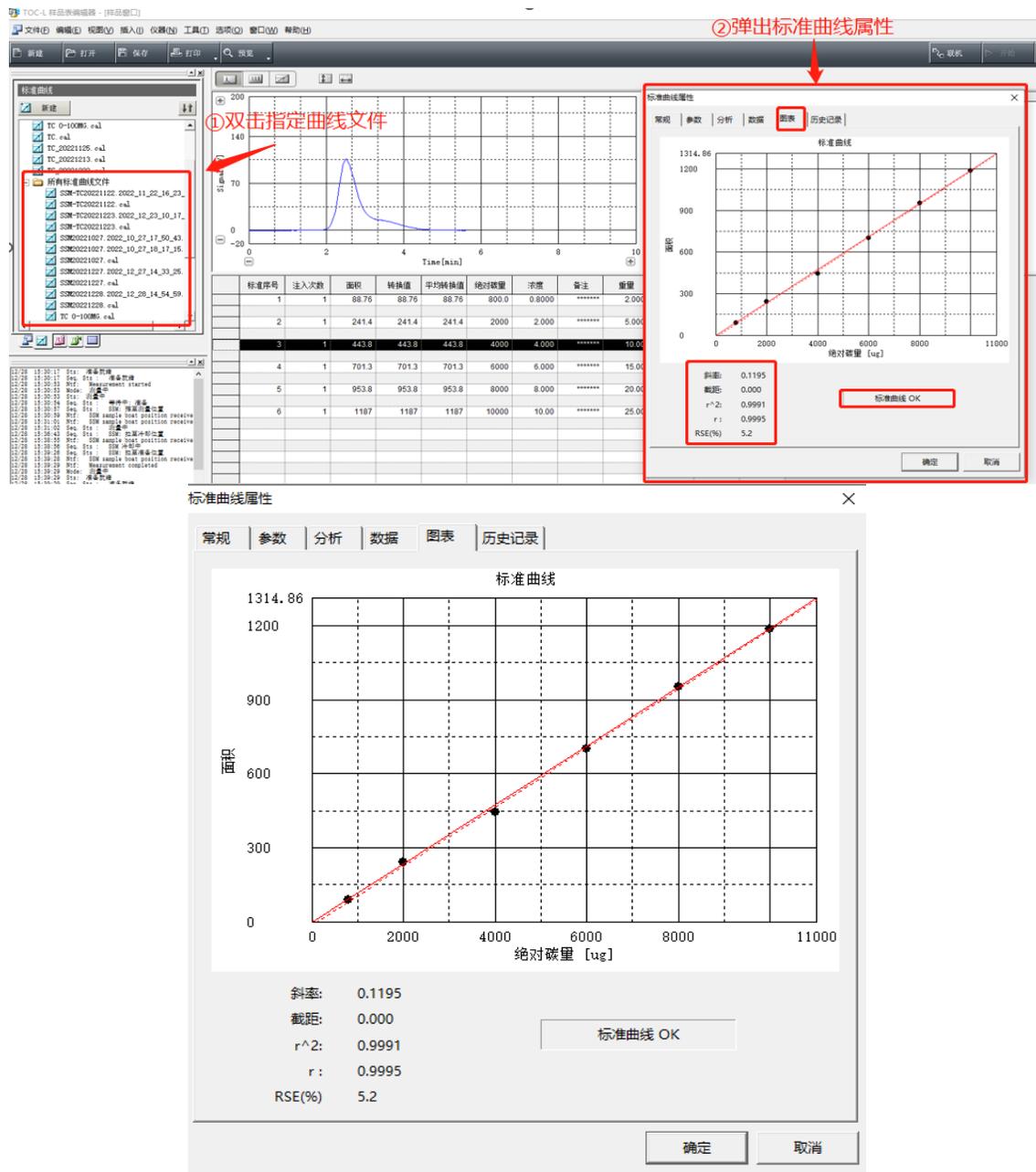


图6-20 运行标准品和样品

### 6.4.2.5 关机

- 软件：点击关机----弹出关机设置界面----点击确定，等待仪器自动降温后关机；
- 硬件：顺时针旋转总阀，关闭氧气；关TOC-L主机面板电源键。

a)



b)

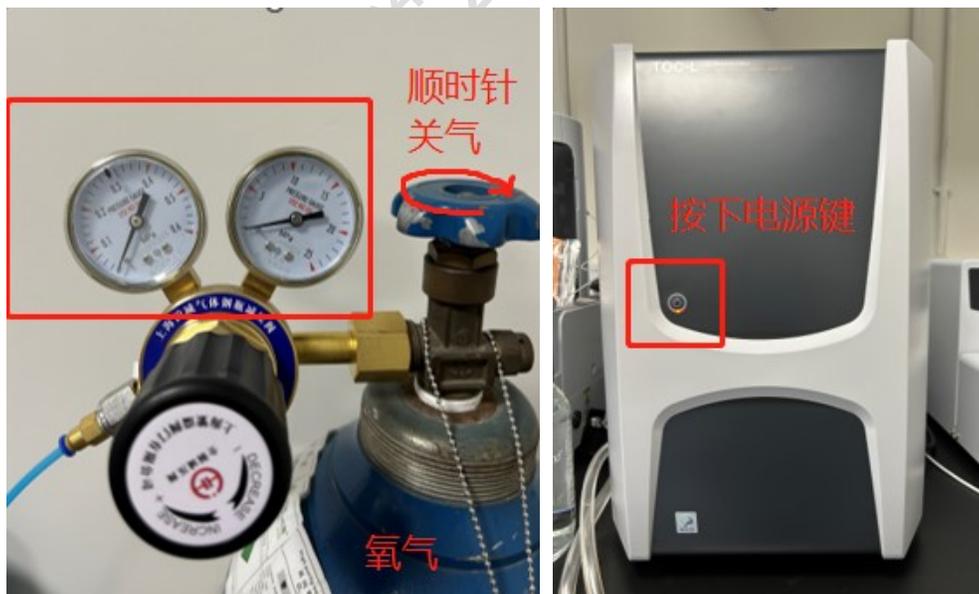


图6-21 关闭软件、硬件及气瓶

### 6.5 数据导出

①对于产生的数据结果进行查看，可点击右上方图标进行查看；打印选中部分：文件----打印预览----样品报告-选中部分；

a)



b)

TOC-L 样品表编辑器 - [2022\_12\_27\_001.tlx [样品表 - SSM-5000]]

文件(F) 编辑(E) 视图(V) 插入(I) 仪器(N) 工具(T) 选项(O) 窗口(W) 帮助(H)

新建 打开 保存 打印 预览

样品表

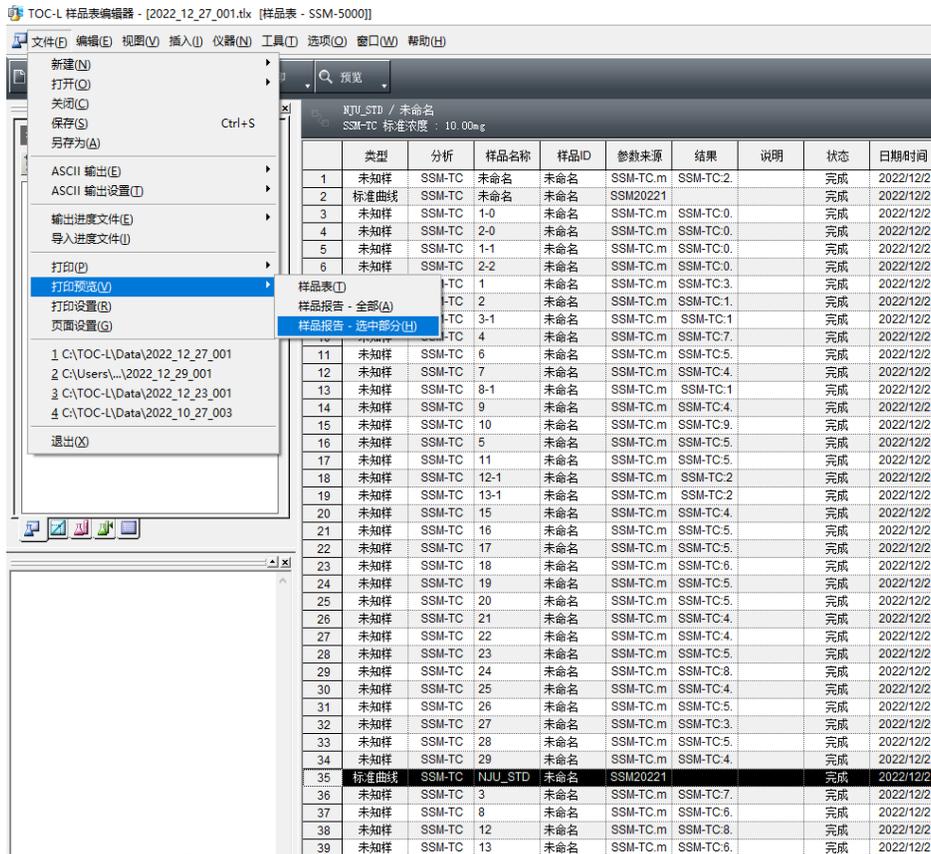
- 新建
- 硬件设置
  - TOC-L CPH
  - SSM-5000
- 2022\_10\_26\_001.tlx
- 2022\_10\_27\_001.tlx
- 2022\_10\_27\_002.tlx
- 2022\_10\_27\_003.tlx
- 2022\_11\_26\_001.tlx
- 2022\_12\_13\_001.tlx
- 2022\_12\_22\_001.tlx
- 2022\_12\_22\_002.tlx
- 2022\_12\_23\_001.tlx
- 2022\_12\_27\_001.tlx

序号	类型	分析	样品名称	样品ID	参数来源	结果	说明	状态	日期时间
1	未知样	SSM-TC	未知名	未知名	SSM-TC.met	SSM-TC.2.019mg		完成	2022/12/27 14:21:22
2	标准曲线	SSM-TC	未知名	未知名	SSM20221227.2022			完成	2022/12/27 15:17:56
3	未知样	SSM-TC	1-0	未知名	SSM-TC.met	SSM-TC.0.5102mg		完成	2022/12/27 15:31:14
4	未知样	SSM-TC	2-0	未知名	SSM-TC.met	SSM-TC.0.2430mg		完成	2022/12/27 15:38:01
5	未知样	SSM-TC	1-1	未知名	SSM-TC.met	SSM-TC.0.8701mg		完成	2022/12/27 15:46:44
6	未知样	SSM-TC	2-2	未知名	SSM-TC.met	SSM-TC.0.6991mg		完成	2022/12/27 15:55:21
7	未知样	SSM-TC	1	未知名	SSM-TC.met	SSM-TC.3.182mg		完成	2022/12/27 16:15:36
8	未知样	SSM-TC	2	未知名	SSM-TC.met	SSM-TC.1.054mg		完成	2022/12/27 16:23:26
9	未知样	SSM-TC	3-1	未知名	SSM-TC.met	SSM-TC.15.22mg		完成	2022/12/27 16:31:09
10	未知样	SSM-TC	4	未知名	SSM-TC.met	SSM-TC.7.235mg		完成	2022/12/27 16:39:35
11	未知样	SSM-TC	6	未知名	SSM-TC.met	SSM-TC.5.307mg		完成	2022/12/27 16:53:48
12	未知样	SSM-TC	7	未知名	SSM-TC.met	SSM-TC.4.893mg		完成	2022/12/27 17:01:36
13	未知样	SSM-TC	8-1	未知名	SSM-TC.met	SSM-TC.12.03mg		完成	2022/12/27 17:09:43
14	未知样	SSM-TC	9	未知名	SSM-TC.met	SSM-TC.4.619mg		完成	2022/12/27 17:17:51
15	未知样	SSM-TC	10	未知名	SSM-TC.met	SSM-TC.9.629mg		完成	2022/12/27 17:26:35
16	未知样	SSM-TC	5	未知名	SSM-TC.met	SSM-TC.5.798mg		完成	2022/12/27 17:35:37
17	未知样	SSM-TC	11	未知名	SSM-TC.met	SSM-TC.5.515mg		完成	2022/12/28 9:48:33
18	未知样	SSM-TC	12-1	未知名	SSM-TC.met	SSM-TC.26.64mg		完成	2022/12/28 10:41:14
19	未知样	SSM-TC	13-1	未知名	SSM-TC.met	SSM-TC.25.42mg		完成	2022/12/28 10:57:15
20	未知样	SSM-TC	15	未知名	SSM-TC.met	SSM-TC.4.045mg		完成	2022/12/28 11:07:08
21	未知样	SSM-TC	16	未知名	SSM-TC.met	SSM-TC.5.403mg		完成	2022/12/28 11:14:49
22	未知样	SSM-TC	17	未知名	SSM-TC.met	SSM-TC.5.965mg		完成	2022/12/28 11:26:03
23	未知样	SSM-TC	18	未知名	SSM-TC.met	SSM-TC.6.053mg		完成	2022/12/28 11:34:14
24	未知样	SSM-TC	19	未知名	SSM-TC.met	SSM-TC.5.636mg		完成	2022/12/28 11:46:23
25	未知样	SSM-TC	20	未知名	SSM-TC.met	SSM-TC.5.513mg		完成	2022/12/28 11:56:12
26	未知样	SSM-TC	21	未知名	SSM-TC.met	SSM-TC.4.046mg		完成	2022/12/28 13:46:41
27	未知样	SSM-TC	22	未知名	SSM-TC.met	SSM-TC.4.800mg		完成	2022/12/28 13:55:10
28	未知样	SSM-TC	23	未知名	SSM-TC.met	SSM-TC.5.750mg		完成	2022/12/28 14:02:38
29	未知样	SSM-TC	24	未知名	SSM-TC.met	SSM-TC.8.131mg		完成	2022/12/28 14:10:15
30	未知样	SSM-TC	25	未知名	SSM-TC.met	SSM-TC.4.825mg		完成	2022/12/28 14:17:55
31	未知样	SSM-TC	26	未知名	SSM-TC.met	SSM-TC.5.606mg		完成	2022/12/28 14:25:56
32	未知样	SSM-TC	27	未知名	SSM-TC.met	SSM-TC.3.891mg		完成	2022/12/28 14:33:37
33	未知样	SSM-TC	28	未知名	SSM-TC.met	SSM-TC.5.922mg		完成	2022/12/28 14:42:08
34	未知样	SSM-TC	29	未知名	SSM-TC.met	SSM-TC.4.038mg		完成	2022/12/28 14:49:59
35	标准曲线	SSM-TC	NJU_STD	未知名	SSM20221228.2022			完成	2022/12/28 15:39:29
36	未知样	SSM-TC	3	未知名	SSM-TC.met	SSM-TC.7.652mg		完成	2022/12/28 15:59:03
37	未知样	SSM-TC	8	未知名	SSM-TC.met	SSM-TC.6.158mg		完成	2022/12/28 16:06:56
38	未知样	SSM-TC	12	未知名	SSM-TC.met	SSM-TC.8.410mg		完成	2022/12/28 16:22:39
39	未知样	SSM-TC	13	未知名	SSM-TC.met	SSM-TC.6.534mg		完成	2022/12/28 16:36:55
40									

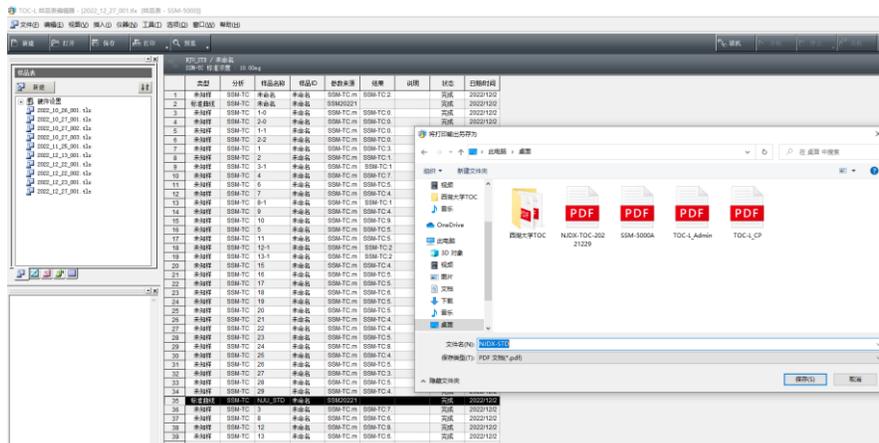
c) 点击图标可以切换当前显示样品结果；



d)



e)



内部文件, 请勿随意转发、打印、复印

f)

## TOC-Control L Report

2022\_12\_27\_001.tlx

**仪器**

硬件选项 TOC/SSM/IC Unit/  
 催化剂 普通灵敏度

**标准曲线**

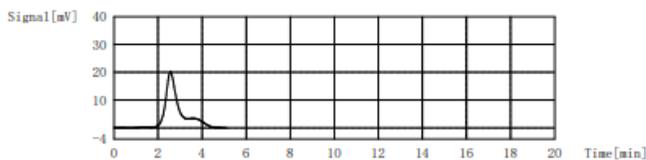
样品名称: NJU STD  
 样品ID: 未命名  
 标准曲线: SSM20221228.2022\_12\_28\_14\_54\_59.cal  
 状态: 完成

类型	分析项目
标准	SSM-TC

绝对碳量: 800.0ug

序号	面积	转换值	绝对碳量	重量	说明	排除	日期/时间
1	88.76	88.76	800.0ug	2.000ug	*****		2022/12/28 15:01:05

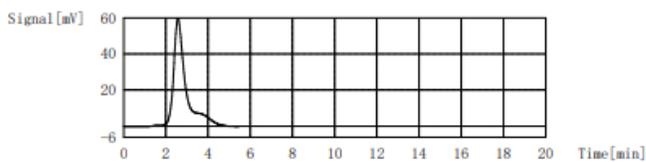
平均面积 88.76  
 平均转换值 88.76



绝对碳量: 2000ug

序号	面积	转换值	绝对碳量	重量	说明	排除	日期/时间
1	241.4	241.4	2000ug	5.000ug	*****		2022/12/28 15:08:04

平均面积 241.4  
 平均转换值 241.4



绝对碳量: 4000ug

序号	面积	转换值	绝对碳量	重量	说明	排除	日期/时间
1	443.8	443.8	4000ug	10.00ug	*****		2022/12/28 15:15:50

② 输出ASCII文件: 文件----ASCII输出----常规/详细----另存为----保存;

a)

TOC-L 样品表编辑器 - [2022\_12\_27\_001.tlx [样品表 - SSM-5000]]

文件(F) 编辑(E) 视图(V) 插入(I) 仪器(N) 工具(T) 选项(O) 窗口(W) 帮助(H)

新建(N) 打开(O) 关闭(C) 保存(S) 另存为(A) Ctrl+S

ASCII 输出(E) 常规(仅测值数据(N)) M-TC 未命名 未命名 SSM-TC.m SSM-TC.2 完成 2022/12/2

ASCII 输出设置(I) 详细(包括注射数据(A)) M-TC 未命名 未命名 SSM20221 完成 2022/12/2

输出进度文件(E) 3 未知样 SSM-TC 1-0 未命名 未命名 SSM-TC.m SSM-TC.0 完成 2022/12/2

导入进度文件(I) 4 未知样 SSM-TC 2-0 未命名 未命名 SSM-TC.m SSM-TC.0 完成 2022/12/2

打印(P) 5 未知样 SSM-TC 1-1 未命名 未命名 SSM-TC.m SSM-TC.0 完成 2022/12/2

打印预览(V) 6 未知样 SSM-TC 2-2 未命名 未命名 SSM-TC.m SSM-TC.0 完成 2022/12/2

打印设置(B) 7 未知样 SSM-TC 1 未命名 未命名 SSM-TC.m SSM-TC.3 完成 2022/12/2

页面设置(G) 8 未知样 SSM-TC 2 未命名 未命名 SSM-TC.m SSM-TC.1 完成 2022/12/2

1 C:\TOC-L\Data\2022\_12\_27\_001 9 未知样 SSM-TC 3-1 未命名 未命名 SSM-TC.m SSM-TC.1 完成 2022/12/2

2 C:\Users\...2022\_12\_29\_001 10 未知样 SSM-TC 4 未命名 未命名 SSM-TC.m SSM-TC.7 完成 2022/12/2

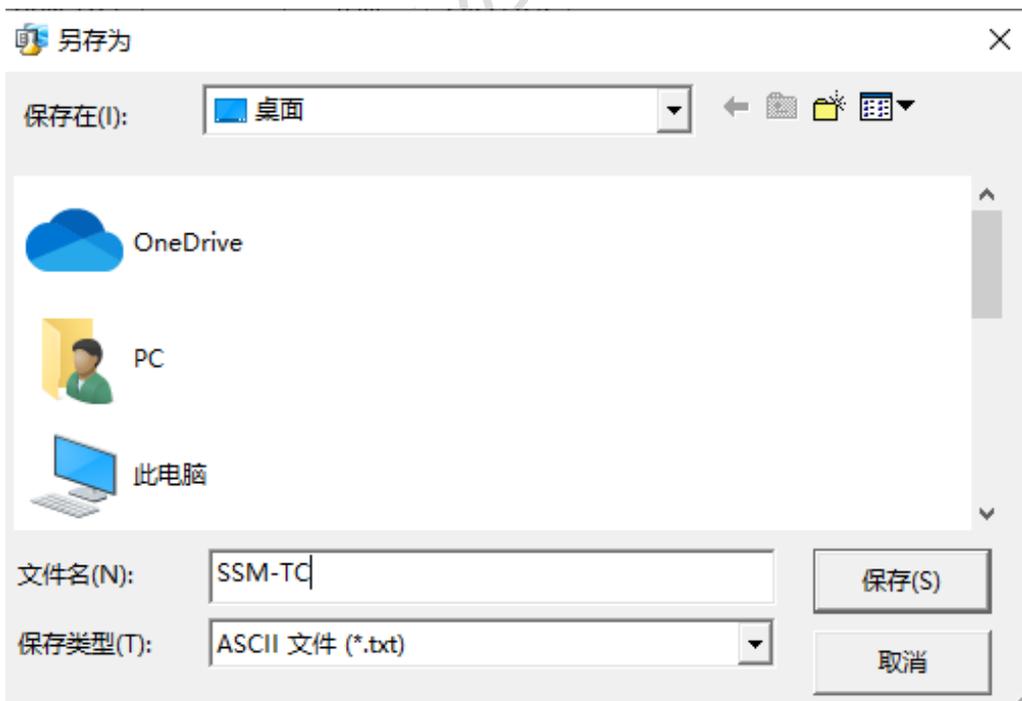
3 C:\TOC-L\Data\2022\_12\_23\_001 11 未知样 SSM-TC 6 未命名 未命名 SSM-TC.m SSM-TC.5 完成 2022/12/2

4 C:\TOC-L\Data\2022\_10\_27\_003 12 未知样 SSM-TC 7 未命名 未命名 SSM-TC.m SSM-TC.4 完成 2022/12/2

退出(X)

分析	样品名称	样品ID	参数来源	结果	说明	状态	日期时间
M-TC	未命名	未命名	SSM-TC.m	SSM-TC.2		完成	2022/12/2
M-TC	未命名	未命名	SSM20221			完成	2022/12/2
SSM-TC	1-0	未命名	SSM-TC.m	SSM-TC.0		完成	2022/12/2
SSM-TC	2-0	未命名	SSM-TC.m	SSM-TC.0		完成	2022/12/2
SSM-TC	1-1	未命名	SSM-TC.m	SSM-TC.0		完成	2022/12/2
SSM-TC	2-2	未命名	SSM-TC.m	SSM-TC.0		完成	2022/12/2
SSM-TC	1	未命名	SSM-TC.m	SSM-TC.3		完成	2022/12/2
SSM-TC	2	未命名	SSM-TC.m	SSM-TC.1		完成	2022/12/2
SSM-TC	3-1	未命名	SSM-TC.m	SSM-TC.1		完成	2022/12/2
SSM-TC	4	未命名	SSM-TC.m	SSM-TC.7		完成	2022/12/2
SSM-TC	6	未命名	SSM-TC.m	SSM-TC.5		完成	2022/12/2
SSM-TC	7	未命名	SSM-TC.m	SSM-TC.4		完成	2022/12/2
SSM-TC	8-1	未命名	SSM-TC.m	SSM-TC.1		完成	2022/12/2
SSM-TC	9	未命名	SSM-TC.m	SSM-TC.4		完成	2022/12/2
SSM-TC	10	未命名	SSM-TC.m	SSM-TC.9		完成	2022/12/2
SSM-TC	5	未命名	SSM-TC.m	SSM-TC.5		完成	2022/12/2
SSM-TC	11	未命名	SSM-TC.m	SSM-TC.5		完成	2022/12/2
SSM-TC	12-1	未命名	SSM-TC.m	SSM-TC.2		完成	2022/12/2
SSM-TC	13-1	未命名	SSM-TC.m	SSM-TC.2		完成	2022/12/2
SSM-TC	15	未命名	SSM-TC.m	SSM-TC.4		完成	2022/12/2
SSM-TC	16	未命名	SSM-TC.m	SSM-TC.5		完成	2022/12/2
SSM-TC	17	未命名	SSM-TC.m	SSM-TC.5		完成	2022/12/2
SSM-TC	18	未命名	SSM-TC.m	SSM-TC.6		完成	2022/12/2
SSM-TC	19	未命名	SSM-TC.m	SSM-TC.5		完成	2022/12/2
SSM-TC	20	未命名	SSM-TC.m	SSM-TC.5		完成	2022/12/2
SSM-TC	21	未命名	SSM-TC.m	SSM-TC.4		完成	2022/12/2
SSM-TC	22	未命名	SSM-TC.m	SSM-TC.4		完成	2022/12/2
SSM-TC	23	未命名	SSM-TC.m	SSM-TC.5		完成	2022/12/2
SSM-TC	24	未命名	SSM-TC.m	SSM-TC.8		完成	2022/12/2
SSM-TC	25	未命名	SSM-TC.m	SSM-TC.4		完成	2022/12/2
SSM-TC	26	未命名	SSM-TC.m	SSM-TC.5		完成	2022/12/2
SSM-TC	27	未命名	SSM-TC.m	SSM-TC.3		完成	2022/12/2
SSM-TC	28	未命名	SSM-TC.m	SSM-TC.5		完成	2022/12/2
SSM-TC	29	未命名	SSM-TC.m	SSM-TC.4		完成	2022/12/2
SSM-TC	3	未命名	SSM-TC.m	SSM-TC.7		完成	2022/12/2
SSM-TC	8	未命名	SSM-TC.m	SSM-TC.6		完成	2022/12/2
SSM-TC	12	未命名	SSM-TC.m	SSM-TC.8		完成	2022/12/2
SSM-TC	13	未命名	SSM-TC.m	SSM-TC.6		完成	2022/12/2
SSM-TC	14	未命名	SSM-TC.m	SSM-TC.6		完成	2022/12/2
SSM-TC	15	未命名	SSM-TC.m	SSM-TC.6		完成	2022/12/2
SSM-TC	16	未命名	SSM-TC.m	SSM-TC.6		完成	2022/12/2
SSM-TC	17	未命名	SSM-TC.m	SSM-TC.6		完成	2022/12/2
SSM-TC	18	未命名	SSM-TC.m	SSM-TC.6		完成	2022/12/2
SSM-TC	19	未命名	SSM-TC.m	SSM-TC.6		完成	2022/12/2
SSM-TC	20	未命名	SSM-TC.m	SSM-TC.6		完成	2022/12/2
SSM-TC	21	未命名	SSM-TC.m	SSM-TC.6		完成	2022/12/2
SSM-TC	22	未命名	SSM-TC.m	SSM-TC.6		完成	2022/12/2
SSM-TC	23	未命名	SSM-TC.m	SSM-TC.6		完成	2022/12/2
SSM-TC	24	未命名	SSM-TC.m	SSM-TC.6		完成	2022/12/2
SSM-TC	25	未命名	SSM-TC.m	SSM-TC.6		完成	2022/12/2
SSM-TC	26	未命名	SSM-TC.m	SSM-TC.6		完成	2022/12/2
SSM-TC	27	未命名	SSM-TC.m	SSM-TC.6		完成	2022/12/2
SSM-TC	28	未命名	SSM-TC.m	SSM-TC.6		完成	2022/12/2
SSM-TC	29	未命名	SSM-TC.m	SSM-TC.6		完成	2022/12/2
SSM-TC	30	未命名	SSM-TC.m	SSM-TC.6		完成	2022/12/2
SSM-TC	31	未命名	SSM-TC.m	SSM-TC.6		完成	2022/12/2
SSM-TC	32	未命名	SSM-TC.m	SSM-TC.6		完成	2022/12/2
SSM-TC	33	未命名	SSM-TC.m	SSM-TC.6		完成	2022/12/2
SSM-TC	34	未命名	SSM-TC.m	SSM-TC.6		完成	2022/12/2
SSM-TC	35	标准曲线	SSM-TC	SSM-TC.6		完成	2022/12/2
SSM-TC	36	未知样	SSM-TC	SSM-TC.6		完成	2022/12/2
SSM-TC	37	未知样	SSM-TC	SSM-TC.6		完成	2022/12/2
SSM-TC	38	未知样	SSM-TC	SSM-TC.6		完成	2022/12/2
SSM-TC	39	未知样	SSM-TC	SSM-TC.6		完成	2022/12/2
SSM-TC	40	未知样	SSM-TC	SSM-TC.6		完成	2022/12/2
SSM-TC	41	未知样	SSM-TC	SSM-TC.6		完成	2022/12/2
SSM-TC	42	未知样	SSM-TC	SSM-TC.6		完成	2022/12/2
SSM-TC	43	未知样	SSM-TC	SSM-TC.6		完成	2022/12/2
SSM-TC	44	未知样	SSM-TC	SSM-TC.6		完成	2022/12/2
SSM-TC	45	未知样	SSM-TC	SSM-TC.6		完成	2022/12/2
SSM-TC	46	未知样	SSM-TC	SSM-TC.6		完成	2022/12/2
SSM-TC	47	未知样	SSM-TC	SSM-TC.6		完成	2022/12/2
SSM-TC	48	未知样	SSM-TC	SSM-TC.6		完成	2022/12/2
SSM-TC	49	未知样	SSM-TC	SSM-TC.6		完成	2022/12/2
SSM-TC	50	未知样	SSM-TC	SSM-TC.6		完成	2022/12/2

b)



c)

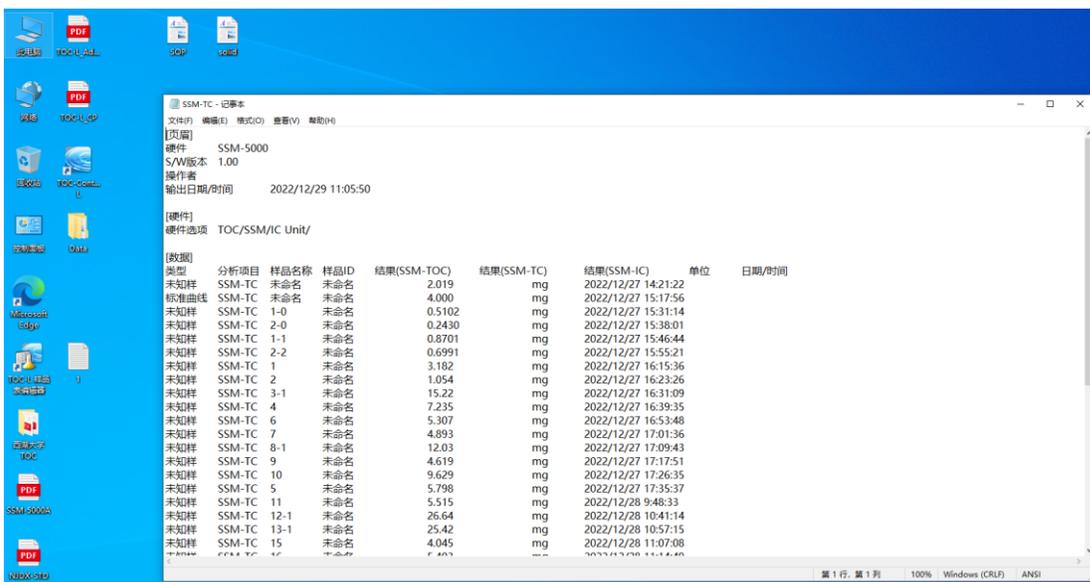


图6-22 导出报告或者ASCII 数据

## 6.6 实验结束处理

- 退出大仪网系统登录
- 实验结束，请整理实验桌，做好实验登记，并将自己的测试样品带出实验室。

## 7. 相关/支撑性文件

Q/WU FLHR001 文件编写规范

## 8. 记录

有机元素分析仪使用记录表（实验室与科研设施部统一表格）。