**Werken met de TOC analyser: Shimadzu TOC-5000 – Klaas Schoutteten**

*Het toestel kan TC en IC meten. Indien je geïnteresseerd bent in TOC (en de IC concentratie in je stalen is niet te verwaarlozen) dan dien je zowel TC als IC te meten, waarbij TOC = TC - IC.*

*Bij problemen contacteer Marjolein Vanoppen, Klaas Schoutteten en Quenten Denon*

1. **Gasfles** opendraaien, ENKEL aan de **hoofdkraan** bovenaan de fles en **main switch** van de TOC analyser aanzetten.

**Carrier gas**: op **150** zetten, dit is via de ontspanner op de gasfles te regelen (dit is een belangrijke waarde voor lage TOC concentraties).

**30’** de oven laten **opwarmen**.

1. Binnenin (deurtje openen):

milliQ in rechterfles moet tussen de 2 markeringen staan

 fosforzuur in linkerfles (6.25% (m/V), dus de 25% (m/V) stock 4x verdund)

 er moeten gasbelletjes borrelen in het plastic vaatje bovenaan.

1. Op display: naar **nr. 3** gaan (**General conditions**) – enter

Controleren of de oven aanstaat: **TC furnace on/off: 1** (on=1/off=2, druk dus op 1 – enter)

Terug naar **Main menu** (**F2**) - naar **nr. 6** gaan (**Monitor**) – enter

 TC furnace: 680°C OK

 dehumidifier OK

 baseline position OK Moet allemaal op OK staan

 … OK

Terug naar **Main menu** (**F2**)

1. **Bij iedere analyse** moet je je **calibratiereeks** opnieuw meten! Anders werk je niet analytisch!

Je calibratiereeks moet de range van je stalen omvatten (dwz, er mag geen staal zitten met een area die groter is dan die van je hoogste standaard, of een area die lager is dan die van je laagste standaard).

Neem ook een **nul** mee (demiwater in geval van stalen in demiwater/oppervlaktewater/wastewater, milliQ in geval van stalen in milliQ), de nul zal ook een oppervlakte geven, dit punt kan je meenemen in je calibratiecurve.

De calibratiereeks maak je best aan in ‘**gebakken glaswerk**’: glaswerk bij 500°C voor 8h in de moffeloven (let op: het glas/aluminiumfolie mag de **warmte-elementen** in de oven aan de zijkant **niet raken**!).

De **verdunningen** van de calibratiereeks kan je **niet bewaren**, enkel de hoogste standaard kan je behouden in de koelkast.

Voor aanmaken van stock TOC/IC standaard: zie handleiding Shimadzu TOC-5000 blz 51/52 in lab 1, kast E6.

1. Op display: naar **nr. 3** gaan (**General conditions**) – enter, en **controleer**:

TC catalyst = 1 autoregen IC sol. = 1 (on)

syringe size = 1 auto printout = 3 (off)

nr. washes = 4 TC furnace = 1 (on)

unit = 1 (ppm = mg/L) buzzer = 1 (on)

autorange injection volume = 2 (off!) injecton speed = 1

 syringe washes = 1

Terug naar **Main menu** (**F2**) – naar **nr. 4** gaan (**Calibration curve file list**) – enter

Dit bevat de eerdere calibratiereeksen die opgeslagen zijn in het geheugen, je moet er ééntje kiezen die qua meting (TC of IC) concentratie overeenkomt met je stalen. Onthoud dit nummer.

Terug naar **Main menu** (**F2**) – naar **nr. 8** gaan (**Maintenance**) – enter – **Mechanical check** – enter

Noot: Dit menu is handig in geval van **problemen**. Indien je vreemde waarden/pieken bekomt is dit in de meeste gevallen te wijten aan **lucht** in het systeem/injectiespuit. Dit kan je in veel gevallen verhelpen via dit menu, waarin de display overeenstemt met de knoppen van het toetsenbord.

**Check** voor je begint met meten altijd of er **geen** **luchtbelletje in de spuit** zit. Om dit te checken of om het systeem te ontluchten: **up/down** enkele malen proberen. Indien er lucht in de spuit blijft zitten: down, spuit losschroeven, handmatig spuit vol zuigen met water, terugzetten en vastschroeven.

Terug naar **Main menu** (**F2**) – naar **nr. 2** gaan (**Sample measurement**)

**Calibratiereeks invullen** (het nummertje dat je hierboven onthouden hebt). In geval je enkel TC wil meten moet je zorgen dat er bij IC geen calibratiereeks ingevuld staat (via de CE knop).

Druk op **Next**, kies voor **non stop mode = 2** (**OFF!!!**, anders kan je de area’s niet opschrijven).

1. TOC analyser afzetten: **oven afzetten** via Main menu – Nr. 3 (General conditions) – enter, TC furnace = 2 (off)

**45 minuten wachten** tot de oven afgekoeld is (actuele temperatuur opvolgen via Main menu – Nr. 6 (Monitor)

Pas dan, na afkoeling, het toestel uitzetten met de **main switch** en pas daarna de **GASFLES DICHTDRAAIEN** (niet vergeten!).