

LECO (C/S Elementel Analizörü) Staj Raporu

Kadir Yıldız

14 Eylül 2025

github.com/lavrensiyum/MTA-Staj



İçindekiler

| | |
|---|----------|
| 1 Giriş | 3 |
| 1.1 Cihaz Bölümleri | 4 |
| 1.1.1 Platin Silika Katalizörü | 4 |
| 1.1.2 Akış Temizleyici: Anhydron (Magnezyum Perklorat) | 4 |
| 1.1.3 Partikül Filtresi | 4 |
| 1.1.4 Selüloz Filtresi | 4 |
| 1.2 Analiz Kapsamı ve Hizmet Bilgileri | 5 |
| 1.3 Cihazın Çalışma Prensibi | 5 |
| 1.4 Standart ve CRM'ler | 6 |
| 1.5 Hazırlanacak Ekipman ve Malzemeler | 7 |
| 1.6 Enstrüman Hazırlığı | 9 |
| 1.6.1 Ambient/Ortam Parametrelerinin Kontrolü | 9 |
| 1.6.2 System Check / Cihaz Tüm Ünite Kontrolü | 11 |
| 1.7 Analiz Örneği: Boş Örnek / Blank | 14 |
| 1.8 Analiz Örneği: Standart | 16 |
| 1.9 Analiz Örneği: Sample/Numune | 18 |
| 1.10 Analiz Sonuçlarının Değerlendirilmesi | 19 |
| 1.11 Makineyi Güvenli Kapatma | 20 |
| 1.12 Ek-1: LECO CS744-Series Consumables & Spare Parts Reference Card | 22 |

1 Giriş

MTA-MAT¹ dairesine bağlı Analitik Kimya biriminin analiz cihazlarından olan LECO-CS744 karbon/kükürt elementel analizörü, katı numunelerin uygun parçacık boyutuna getirildikten sonra, belirli miktardaki katalizörler ile krozeye alınmasıyla analize hazır hale gelir. Daha sonra cihaz yaklaşık 10-20 saniye arasında krozeyi Pedestral yardımıyla RF-Coil üzerine getirir ve analizi gerçekleştirir.



(a) Ön-Sağ Panel

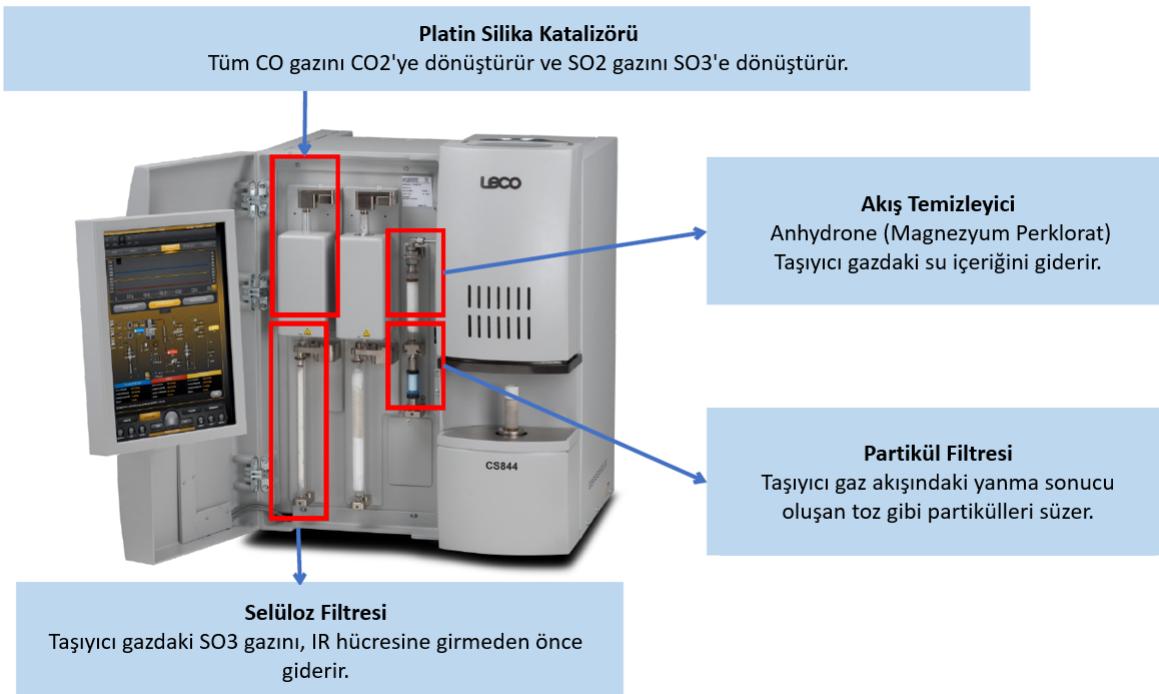


(b) Ön-Sol Panel

Şekil 1: LECO - CS744 Cihazı

¹Maden Tetkik ve Arama - Maden Analiz ve Teknolojisi Dairesi

1.1 Cihaz Bölümleri



Şekil 2: LECO CS744 Cihazının 4 Ana Bölümü. [3]

1.1.1 Platin Silika Katalizörü

Yüksek sıcaklıklarda etkili olan heterojen bir katalizördür ve numune yanması sırasında oluşan gazların tam oksidalyonunu sağlar. Bu katalizör, karbonmonoksit (CO) gazını karbondioksit (CO₂)'e ve kükürt dioksit (SO₂) gazını kükürt triksit (SO₃)'e dönüştürerek yanma reaksiyonlarının tamamlanmasını sağlar. Platin nanopartikülleri silika yüzeyine dağıtılmış olup, yüksek yüzey alanı sayesinde katalitik aktiviteyi maksimize eder.[4]

1.1.2 Akış Temizleyici: Anhydron (Magnezyum Perklorat)

Anhydron, Mg(ClO₄)₂ formülüne sahip bir dehidrasyon kimyasalıdır ve taşıyıcı gazdaki nem içeriğini etkili bir şekilde absorbe eder. Bu bileşen, analiz sırasında su buharının IR dedektöründe girişim yapmasını önlüyor ve ölçüm hassasiyetini artırır. Magnezyum perklorat, çok düşük su buhari basıncına sahip olduğu için ortamındaki nemi neredeyse tamamen giderebilir. Nem giderimi, özellikle karbon ve kükürt tayinlerinde IR spektroskopisi kullanıldığı için önemlidir.[2]

1.1.3 Partikül Filtresi

Partikül滤resi, yanma işlemi sırasında oluşan katı partikülleri, kül kalıntılarını ve toz gibi mekanik kirleticileri taşıyıcı gaz akışından uzaklaştırır. Bu filtrasyon sistemi, diğer kısımlardaki hassas analitik bileşenlerin korunmasını sağlar ve cihazın uzun vadeli performansını korumaya yardımcı olur. Özellikle de IR hücresinin optik yüzeylerinin temiz kalması ve doğru ölçümler yapabilmesine yardımcı olur.

1.1.4 Selüloz Filtresi

Özellikle SO₃ gazının IR dedektörüne ulaşmadan önce seçici olarak giderilmesi için tasarlanmış kimyasal bir filtredir. SO₃, selülozun -OH gruplarıyla doğrudan reaksiyona girerek C-OSO₃H adı verilen yeni fonksiyonel gruplar oluşturur. Bunun yanı sıra, bir kısmı selüloz yüzeyine fiziksel olarak adsorbe olur. Yüzeye tutunan bu SO₃, nem veya hidroksil gruplarıyla etkileşerek H₂SO₄ meydana getirir. Ortaya çıkan sülfürik asit, selülozun yüzey yapısında bozulmaya ve tabakalı yapının kısmi depolimerizasyonuna yol açar.[8][1]

1.2 Analiz Kapsamı ve Hizmet Bilgileri

LECO-CS744 cihazı ile gerçekleştirilen analizlerin detayları aşağıdaki tabloda sunulmuştur:

Tablo 1: Metal-Çelik ve Alaşımlarında C (Karbon) ve S (Kükürt) Analizleri Hizmeti²

| Analiz/Test Kodu | Analiz/Test Adı | Dedeksiyon Limiti | | Metot Açıklama | Numune Miktarı |
|------------------|---|-------------------|-----|--|------------------------|
| | | Alt | Üst | | |
| 35-30-AA-27 | Metal-Çelik ve Alaşımlarında C (Karbon) | %0,05 | %8 | Karbon-Kükürt Tayini Cihazı ile analiz | Talaşlanmış 3 g numune |
| | Metal-Çelik ve Alaşımlarında S (Kükürt) | %0,05 | %12 | | |

1.3 Cihazın Çalışma Prensibi

LECO-CS744 cihazının çalışma prensibi aşağıdaki adımları içermektedir [4]:

- Numune Hazırlığı:** Yaklaşık 0.7-0.1 gram ağırlığında önceden tartılmış numune analiz için hazırlanır.
- Yakma İşlemi:** Numune, RF induksiyon kullanılarak oksijen akımı içinde yüksek sıcaklıkta yakılır.
- Oksidasyon:** Numunede bulunan karbon ve kükürt elementleri, yakma işlemi sonucunda karbon dioksit (CO_2) ve kükürt dioksit (SO_2) haline oksitlenir.
- Gaz Taşınması:** Oluşan gazlar, oksijen taşıyıcısı tarafından kurutma reaktifi boyunca taşınır.
- İlk Tespit:** Kükürt, SO_2 olarak dağıtıcısız kızılıötesi (NDIR) hücresi tarafından tespit edilir.
- Katalitik Dönüşüm:** Gaz akışı ısıtılmış katalizör boyunca geçerek:
 - Karbon monoksit (CO) → karbon dioksite (CO_2) dönüştürülür
 - SO_2 → kükürt trioksit (SO_3) dönüştürülür ve filtre ile uzaklaştırılır
- Karbon Tespiti:** Karbon, ikinci bir NDIR hücresi tarafından CO_2 olarak tespit edilir.

Cihazda kullanılan NDIR (Non-Dispersive Infrared - Dağıtıcısız Kızılıötesi) hücreler, gazların kızılıötesi ışığı emme özelliğini kullanarak çalışır. CO_2 ve SO_2 gazları, kendilerine özgü dalga boylarında kızılıötesi ışığı emerler. Bu gazlar hücrelerden geçenken, belirli dalga boylarındaki ışık enerjisi emilir ve bu emilim miktarı ölçülür. Numunelerdeki karbon ve kükürt miktarları, önceden hazırlanmış standart örneklerle karşılaştırılarak belirlenir. [4]

²https://www.mta.gov.tr/ucretli-isler/liste/test-ve-analizler/test/icerikler.php?cat_id=2&id=4

1.4 Standart ve CRM'ler

Analiz öncesi cihazın doğru ve güvenilir sonuçlar verebilmesi için kalibrasyon büyük önem taşımaktadır. Bu amaçla, bilinen karbon ve kükürt içeriklerine sahip CRM (Certified Reference Material - Sertifikali Referans Malzeme) standartları kullanılır.

Kalibrasyon işlemi sırasında, farklı konsantrasyon seviyelerinde karbon ve kükürt içeren CRM standartları cihazda analiz edilir. Elde edilen sonuçlar ile standartların gerçek değerleri karşılaştırılarak cihazın analiz yeteneği kontrol edilir.

Eğer değerler uygunsa, oluşturulan kalibrasyon eğrisi kullanılarak yeni analiz edilen numunelerin içerikleri belirlenir.



Şekil 3: LECO-CS744 için farklı yüzdelerde karbon-kükürt CRM'leri

Bu amaçla şu CRM'ler kullanılır:

- AR4007 Carbon and Sulfur in Ore CRM ($C= 7.58\%$, $S= 3.27\%$)³
- AR4005 Carbon and Sulfur in Ore CRM ($C= 1.62\%$, $S= 1.56\%$)⁴
- AR4006 Carbon and Sulfur in Ore CRM ($C= 4.08\%$, $S= 3.95\%$)⁵

Farklı yüzdelerde karbon-kükürt içeren CRM'lerin kullanılmasının amacı, cihazın geniş bir konsantrasyon aralığında doğru ölçüm yapabilmesini sağlamaktır.

Karbon içerikleri için %0.05-8 bandı, kükürt için %0.05-%12 bandını hassas ve doğru ölçebilmesi için düşük-orta-yüksek oranlarda kükürt kullanılır.

³https://alpharesources.com/product_details.php?p=carbon-and-sulfur-in-ore-crm-c-7.58-s-3.27&code=AR4007&s=2074&cat=2&m=1

⁴https://www.alpharesources.com/product_details.php?p=carbon-and-sulfur-in-ore-crm-c=-1.43-s=-1.45&code=AR4005&s=2072&cat=2&m=1

⁵https://www.alpharesources.com/product_details.php?p=carbon-and-sulfur-in-ore-crm-c=-4.08-s=-3.95&code=AR4006&s=2073&cat=&m=1

1.5 Hazırlanacak Ekipman ve Malzemeler



Şekil 4: Seramik Kaseler. [3]

Seramik Kase

- Yüksek sıcaklığa dayanıklı seramik malzemeden üretilmiştir.
- Seramik kase, önceden gerekli ek takviyeler eklendikten sonra analiz için hazır bekletilir. Bu işlem öncesinde herhangi bir temizlik veya kurutma gibi işlemler yapılmaz.

Cook Scheme / Analiz öncesi kase içi:

- 1 ölçek LECO CEL II + 1 ölçek Iron Chip Accelerator + 1 ölçek numune



(a) LECOCELL II[3]



(b) LECO Iron Chip Accelerator

Şekil 5: Hızlandırıcılar

Hızlandırıcı Karışım: LECO CEL II

- Yakma sürecini hızlandıran ve kolaylaştırın aki malzemesi.
- Numunenin tam ve homojen yakılmasını sağlayarak analiz hassasiyetini artırır.
- **Bileşenler:**
 - **Tungsten:** Yüksek kalori değeri sağlayan birincil hızlandırıcı.
 - **Kalay:** Tungsteni homojen dağıtan yardımcı malzeme.
- **Kullanım Miktarı:** Yanında gelen özel kaşığı ile 1 tam ölçek.

Tungstenin Analitik Fonksiyonları:

- Yakma sırasında cüruf oluşumunu minimize ederek temiz yanma ortamı oluşturur.
- Düşük karbon içeriği nedeniyle analiz sonuçlarında blank değerini minimum seviyede tutmaya yardımcı olur.

Kalayın Analitik Fonksiyonları:

- Tungsten parçacıklarını örnek yüzeyinde homojen olarak dağıttırır.
- Yakma reaksiyonunun eşit ve tam gerçekleşmesini sağlar.
- Örnek matriksinin erime noktasını düşürerek yakma verimliliğini artırır.
- Tungsten ile örnek arasında ara yüzey görevi görerek reaksiyon kinetiğini hızlandırır.

Iron Chip Accelerator

- Yanma verimini artırmak için kullanılan demir bazlı hızlandırıcı malzeme.
- Numunenin tam ve homojen yakılmasını sağlayarak analiz hassasiyetini artırır.
- Demir parçacıkları, yüksek sıcaklıkta hızla oksitlenir ve yanmayı kolaylaştırıcı ekzotermik reaksiyon oluşturarak numunenin tam yanmasına katkı sağlar.
- **Kükürt ve Karbonun Uçuş Kayıplarını Önlemek:**
 - Demir oksitleri oluşurken açığa çıkan yoğun ısı, oluşabilecek bazı yan reaksiyonları baskılar.
 - Böylece kükürdün SO₂ olarak kaybı ve karbonun eksik ölçümü riski azalır.
- **Isıl Etki ile Hızlı Gaz Çıkışı:**
 - Demir parçacıklarının hızlı oksidasyonu, yanma bölgesinde anı sıcaklık artışı ve gaz genişlemesi yaratır.
 - Bu durum analitlerin gaz fazına geçişini hızlandırır ve dedektöre daha net sinyal ulaşmasını sağlar.

Iron Chip Accelerator Bileşenleri:[7]

- **Component:** Iron // Ana demir bileşeni
 - CAS No.: 7439-89-6 // Kimyasal kayıt numarası
 - OSHA PEL (mg/m³): Not estab. // İş güvenliği sınır değeri belirlenmemiş
 - ACGIH TLV (mg/m³): Not estab. // Esik limit değeri belirlenmemiş
 - Typical % by Weight: > 99 // Ağırlıkça yüzde oranı
- **Component:** Iron oxide dust // Demir oksit tozu
 - CAS No.: 1309-37-1 // Kimyasal kayıt numarası
 - OSHA PEL (mg/m³): 10 // İş güvenliği sınır değeri
 - ACGIH TLV (mg/m³): 5 // Esik limit değeri
 - Typical % by Weight: — // Ağırlıkça yüzde oranı belirtilmemiş

1.6 Enstrüman Hazırlığı

1.6.1 Ambient/Ortam Parametrelerinin Kontrolü

Menü çubuğuunda **Diagnostics - Ambient**'i seçilir. Aşağıdaki gibi bir ekran görünür.

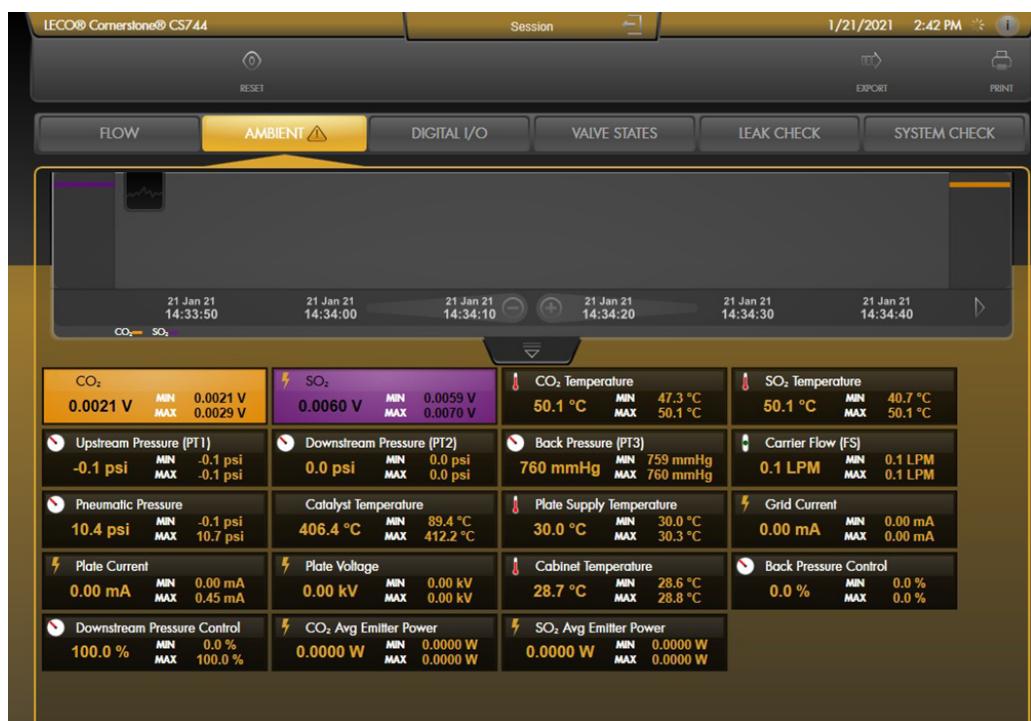
CS744 makinesinin sensör stabilitesini sağlaması için yaklaşık 30 dakika beklenir.

Ortam Menüsü, şu parametreleri görüntülemek için kullanılır:

- Sıcaklık
- Basınç
- Voltaj
- Akış
- Güç
- Akım



Şekil 6: LECO, Ambient Diagnostics -1[3]



Şekil 7: LECO, Ambient Diagnostics -2 [3]

Başlangıç durumu

| | | | |
|---|---|---|--|
| CO₂ 0.0021 V MIN 0.0021 V MAX 0.0029 V | SO₂ 0.0060 V MIN 0.0059 V MAX 0.0070 V | CO₂ Temperature 50.1 °C MIN 47.3 °C MAX 50.1 °C | SO₂ Temperature 50.1 °C MIN 40.7 °C MAX 50.1 °C |
| Upstream Pressure (PT1) -0.1 psi MIN -0.1 psi MAX -0.1 psi | Downstream Pressure (PT2) 0.0 psi MIN 0.0 psi MAX 0.0 psi | Back Pressure (PT3) 760 mmHg MIN 759 mmHg MAX 760 mmHg | Carrier Flow (FS) 0.1 LPM MIN 0.1 LPM MAX 0.1 LPM |
| Pneumatic Pressure 10.4 psi MIN -0.1 psi MAX 10.7 psi | Catalyst Temperature 406.4 °C MIN 89.4 °C MAX 412.2 °C | Plate Supply Temperature 30.0 °C MIN 30.0 °C MAX 30.3 °C | Grid Current 0.00 mA MIN 0.00 mA MAX 0.00 mA |
| Plate Current 0.00 mA MIN 0.00 mA MAX 0.45 mA | Plate Voltage 0.00 kV MIN 0.00 kV MAX 0.00 kV | Cabinet Temperature 28.7 °C MIN 28.6 °C MAX 28.8 °C | Back Pressure Control 0.0 % MIN 0.0 % MAX 0.0 % |
| Downstream Pressure Control 100.0 % MIN 0.0 % MAX 100.0 % | CO ₂ Avg Emitter Power 0.0000 W MIN 0.0000 W MAX 0.0000 W | SO ₂ Avg Emitter Power 0.0000 W MIN 0.0000 W MAX 0.0000 W | |

Şekil 8: LECO, Ambient Diagnostics -3 [3]

30 dakika sonra

| | | | |
|---|---|---|--|
| CO₂ 1.4053 V MIN 0.0021 V MAX 1.4057 V | SO₂ 2.8971 V MIN 0.0042 V MAX 2.9038 V | CO₂ Temperature 50.0 °C MIN 43.7 °C MAX 50.1 °C | SO₂ Temperature 50.0 °C MIN 37.2 °C MAX 50.1 °C |
| Upstream Pressure (PT1) 13.0 psi MIN -0.2 psi MAX 34.6 psi | Downstream Pressure (PT2) 13.5 psi MIN -0.1 psi MAX 14.8 psi | Back Pressure (PT3) 1450 mmHg MIN 762 mmHg MAX 1517 mmHg | Carrier Flow (FS) 0.1 LPM MIN 0.1 LPM MAX 5.6 LPM |
| Pneumatic Pressure 42.0 psi MIN -0.1 psi MAX 42.2 psi | Catalyst Temperature 350.1 °C MIN 65.1 °C MAX 416.1 °C | Plate Supply Temperature 31.3 °C MIN 28.0 °C MAX 31.4 °C | Grid Current 0.00 mA MIN 0.00 mA MAX 0.00 mA |
| Plate Current 0.00 mA MIN 0.00 mA MAX 0.45 mA | Plate Voltage 0.23 kV MIN 0.00 kV MAX 0.23 kV | Cabinet Temperature 29.2 °C MIN 28.0 °C MAX 29.3 °C | Back Pressure Control 100.0 % MIN 0.0 % MAX 100.0 % |
| Downstream Pressure Control 100.0 % MIN 0.0 % MAX 100.0 % | CO ₂ Avg Emitter Power 0.3256 W MIN 0.0000 W MAX 0.3262 W | SO ₂ Avg Emitter Power 0.3209 W MIN 0.0000 W MAX 0.3217 W | |

Şekil 9: LECO, Ambient Diagnostics -4 [3]

Tablo 2: Cihaz Parametreleri ve Değer Aralıkları

| Parametre | Değer Aralığı |
|--|---------------|
| Katalizör Sıcaklığı | 340-360°C |
| CO ₂ IR Hücresindeki Sıcaklık | 49-51°C |
| SO ₂ IR Hücresindeki Sıcaklık | 44-50°C |
| CO ₂ , SO ₂ IR Hücresi Çıkış Voltajındaki Voltaj | 0-4.8V |

30 dakikalık stabilizasyon sonunda, CO₂ ve SO₂ IR dedektörlerinin çıkış voltajları kararlı duruma ulaşmış ve sistem parametreleri optimal aralıklarda stabilize olmuş olur. Katalizör sıcaklığı 340-360°C, IR hücrelerinin sıcaklıklarını CO₂ için 49-51°C ve SO₂ için 44-50°C bandında stabil kahr. Son olarak sistem voltajlarının 0-4.8V aralığında olması, cihazın analiz için hazır olduğunu gösterir.

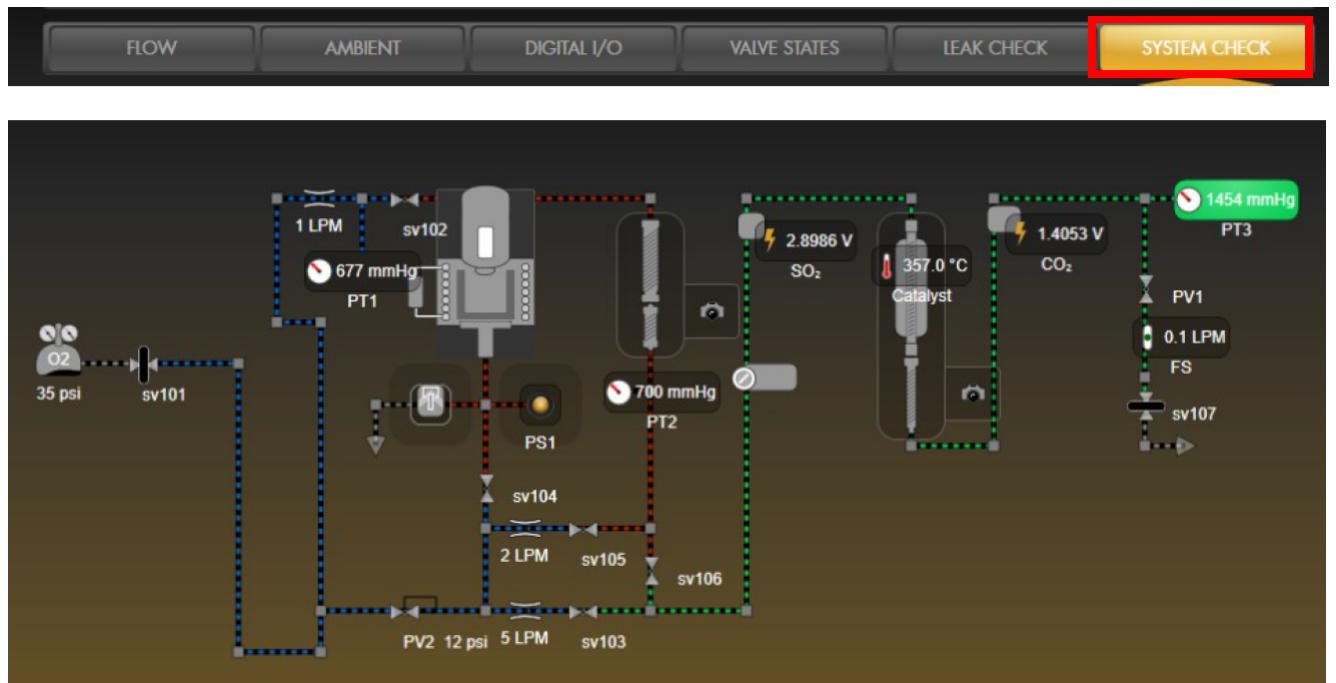
1.6.2 System Check / Cihaz Tüm Ünite Kontrolü

Sistem Kontrolü, analiz için kullanılan tüm ünitelerde yapılan bir incelemedir. Bunlar arasında sıcaklık, akış, basınç, voltaj ve kilitleme sistemleri bulunur.

Menü çubuğundan Diagnostic → System Check → Start seçeneğini seçilir.

21 adının sonucunun "Passed" (geçti, sızıntı yok) olarak görüldüğünden emin olunur.

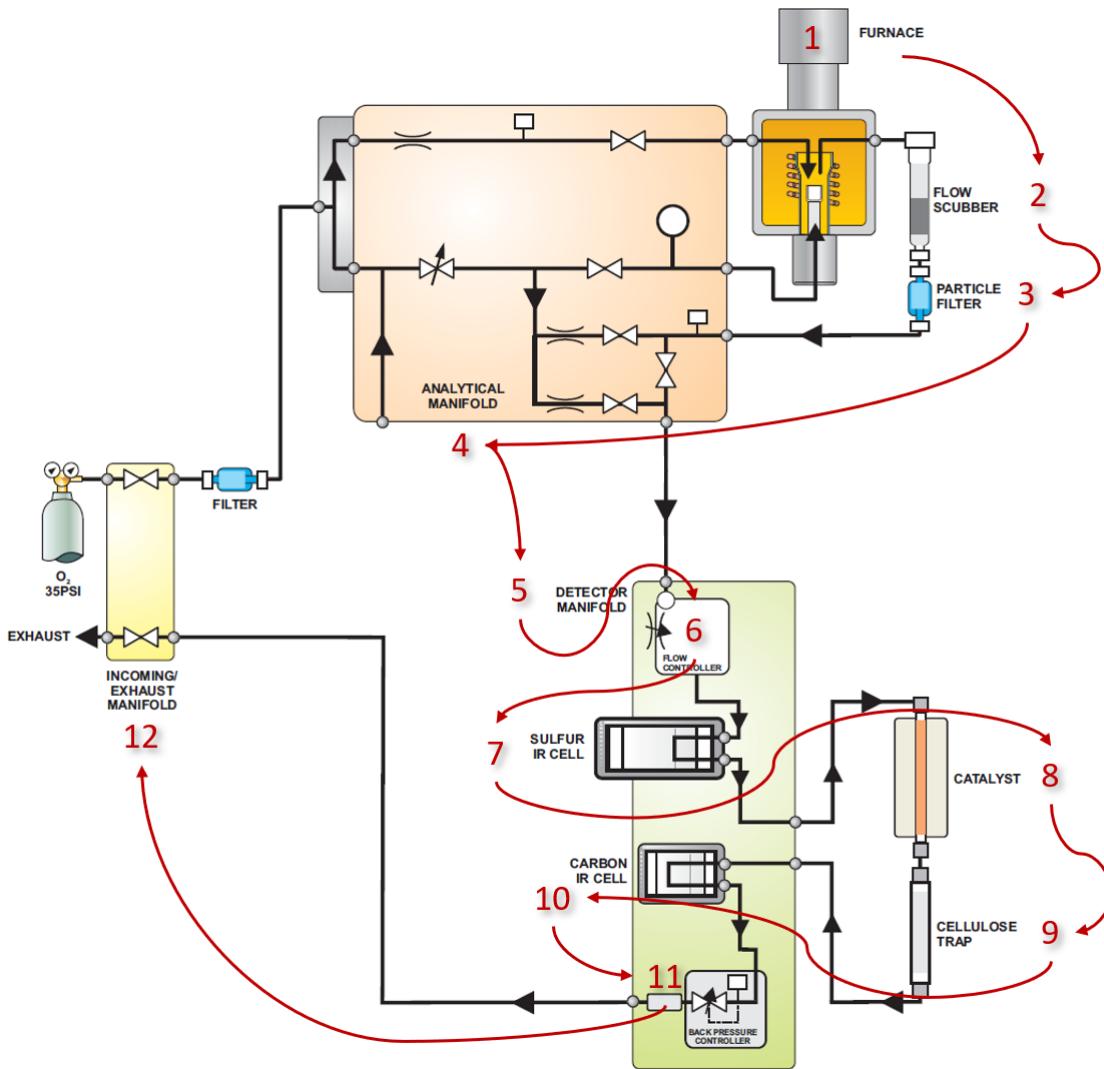
Eğer herhangi bir adım "Failed" (başarısız) olarak görünürse, ilgili kısmın kontrolü yapılır.



Şekil 10: Cihazın genel çalışma şeması [3]

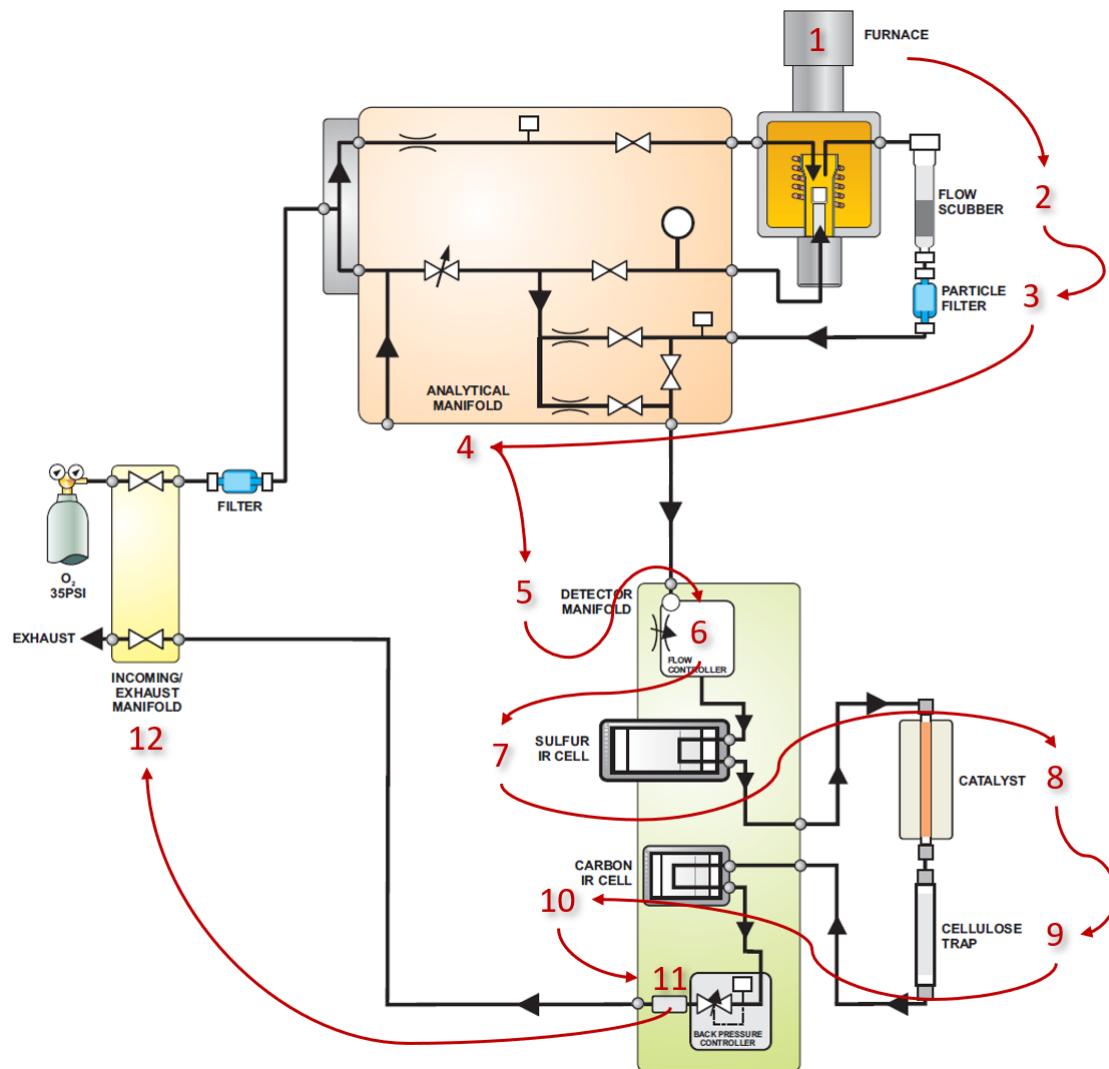
| | |
|-------------------------------|--------|
| Instrument Connection | PASSED |
| Network Communications | PASSED |
| Line Voltage | PASSED |
| Incoming Pressure | PASSED |
| Pedestal Up Position Sensor | PASSED |
| Pneumatic Supply Pressure | PASSED |
| Upstream Pressure | PASSED |
| Downstream Pressure | PASSED |
| Oxygen Flow Sensor | PASSED |
| Detector Output | PASSED |
| Detector Temperature | PASSED |
| Back Pressure | PASSED |
| Catalyst Temperature | PASSED |
| Plate Supply Temperature | PASSED |
| Cabinet Temperature | PASSED |
| Furnace Interlocks | PASSED |
| Brush Down Position Sensor | PASSED |
| Brush Up Position Sensor | PASSED |
| Pedestal Down Position Sensor | PASSED |
| Pneumatic Safety Pressure | PASSED |
| Gas Off Pressure | PASSED |

Şekil 11: Kontrol edilen değerler [3]



Şekil 12: LECO CS744 Flow Diagram[5]

- Başlangıç Noktası, Fırın / Furnace:** Analiz burada başlar. Numune Giriş/Egzoz Manifoldu ve Filtre üzerinden gelen 35 PSI'lik saf oksijen akışı içinde yakılır. Bu oksidasyon, karbon dioksit (CO_2), kükürt dioksit (SO_2), karbon monoksit (CO) ve diğer yan ürünler içeren yanma gazları üretir. Taşıyıcı oksijen gazi da bu gazları taşıır.
- Akış Yıkayıcısı (Flow Scrubber):** Gazlar firinden çıkar ve Flow Scrubber üzerinden geçer. Bu ünite nem (su buharı) ve taşıyıcı gazdaki halojen gibi bazı parazitleri uzaklaştırarak sonraki akışta bileşenlerin kirlenmesini engeller.
- Partikül Filtresi / Particle Filter:** Sonraki adımda gazlar partikül filtresine gelir. Yanma gazındaki katı partiküller ve kalıntıları tutarak dedektörler(Sulfur/Carbon IR Cell) için temiz bir akış sağlar.
- Analitik Manifold / Analytical Manifold:** Aritılmış gazlar analitik manifolde girer. Burası gaz akışını dedektör sistemine yönlendiren merkezi bir dağıtım noktasıdır (Turuncu dikdörtgen).
- Dedektör Manifoldu / Detector Manifold:** Analitik manifoldundan gelen gazlar, ölçüm bileşenlerini barındıran ve kontrollü salınım koşullarını ayarlayan dedektör manifolduna ilerlerler (Yeşil dikdörtgen).
- Akış Kontrolcüsü / Flow Controller:** Dedektör manifoldu içindeki gazlar akış kontrolcüsünden geçer. Kontrolcü gaz akış hızını ayarlayarak tutarlı ve optimal dedektör koşulları oluşturur.
- Kükürt IR Hücresi / Sulfur IR Cell:** Daha sonra gazlar Kükürt IR hücresına girer. Burada dedektör belirli dalga boylarında SO_2 absorbsyonunu ölçerek kükürt miktarını tayin eder.
- Katalizör / Catalyst:** Kükürt ölçümlünden sonra gazlar ısıtılmış katalizörden geçer. Kalan karbonmonoksit (CO)'i CO_2 'ye ve SO_2 'yi kükürt trioksit (SO_3)'e dönüştürür. Böylece karbon ölçümü için tam oksidasyon sağlanır ve gazlar sonraki işlemlere hazırlanmış olur.



Şekil 13: LECO CS744 Flow Diagram[5]

9. **Selüloz Tuzak / Cellulose Trap:** Gazlar daha sonra selüloz tuzaktan geçer. Burada katalizör sırasında oluşan SO₃ ve diğer partiküller tutularak karbon dedektöründe parazit oluşması engellenir.
10. **Karbon IR Hücresi / Carbon IR Cell:** Selüloz tüpünden geçen arımmış gazlar karbon IR hücresine girer. Burada dedektör belirli dalga boyalarında CO₂ absorbsiyonunu ölçerek karbon içeriğini belirler.
11. **Geri Basınç Kontrolcüsü / Back Pressure Controller:** Gazlar geri basınç kontrolcüsünden geçer. Bu kontrolcü IR hücrelerinde sabit basınç sağlayarak atmosferik değişimlerden kaynaklanan saptmaları en aza indirir ve ölçüm kararlılığını korumaya yardımcı olur. Ayrıca test sırasında Ambient Diagnostics panelinden de değeri izlenebilir.
12. **Incoming-Exhaust Manifold / Gelen-Egzoz Manifoldu:** Son olarak analizi bitmiş gazlar Incoming/Exhaust Manifoldundaki egzoz filtresinden atmosfere verilir. Bu filtre kalan kalıntıları tutarak gazi temizler. Analiz döngüsü tamamlanır ve sistem referans ölçümüne veya bir sonraki numuneye hazır hale gelir.

1.7 Analiz Örneği: Boş Örnek / Blank

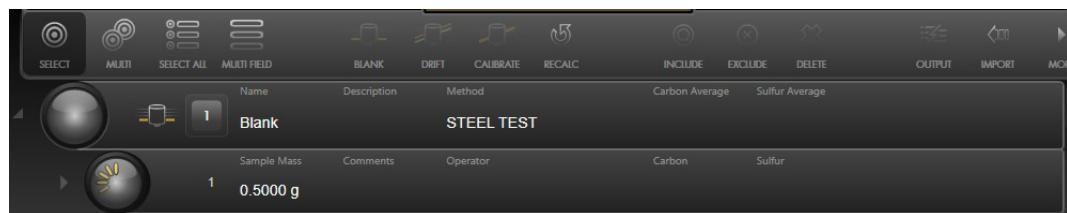
Bos örnek analizi, yalnızca hızlandırıcı kullanılarak yapılır. Bu analiz, numuneden değil, karbon ve kükürt değerlerini belirlemek için kullanılan hızlandırıcılardan kaynaklanan arka plan sinyalini ölçer.

1.1 Boş simge seçilir.



Şekil 14: Kontrol Yazılımı: Örnek seçim seçenekleri [3]

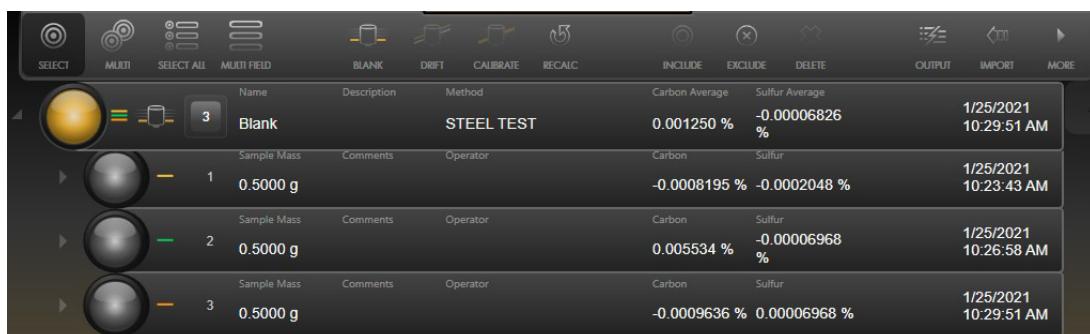
1.2 Kullanılacak yöntem seçilir. Yöntemin örnekle aynı olduğundan emin olunur.



Şekil 15: Kontrol Yazılımı: Metod seçimi[3]

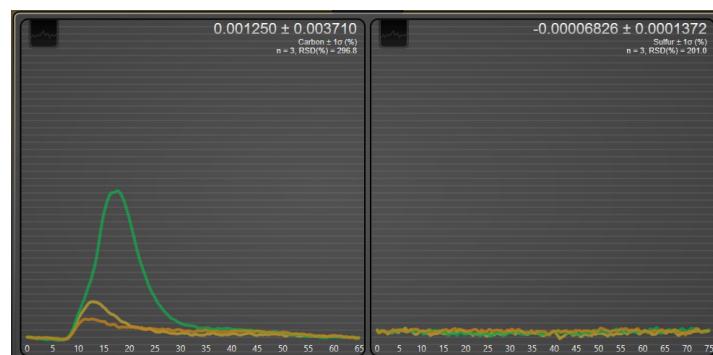
1.3 Seramik üzerine 1 özel kaşık kadar hızlandırıcı (LECOGEL II) eklenir.

1.4 Bos analiz 2-3 kez tekrarlanır. Blank bölümünde select'e tıklayarak analiz tablosu görüntülenebilir.



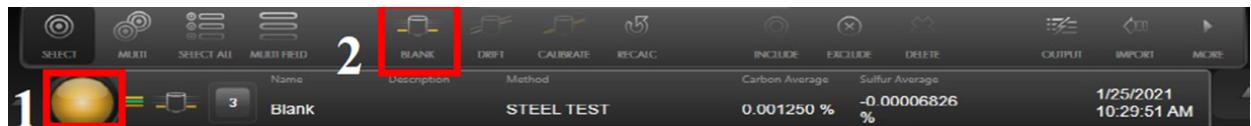
Sekil 16: Kontrol Yazılımı: Örnekler ve Karbon/Kükürt miktarları. [3]

Böylece karbon ve kükürt için ayrı analiz tablosu ekranı görünecektir. Sarı=1.numune, Yeşil=2.numune, Turuncu=3.numune



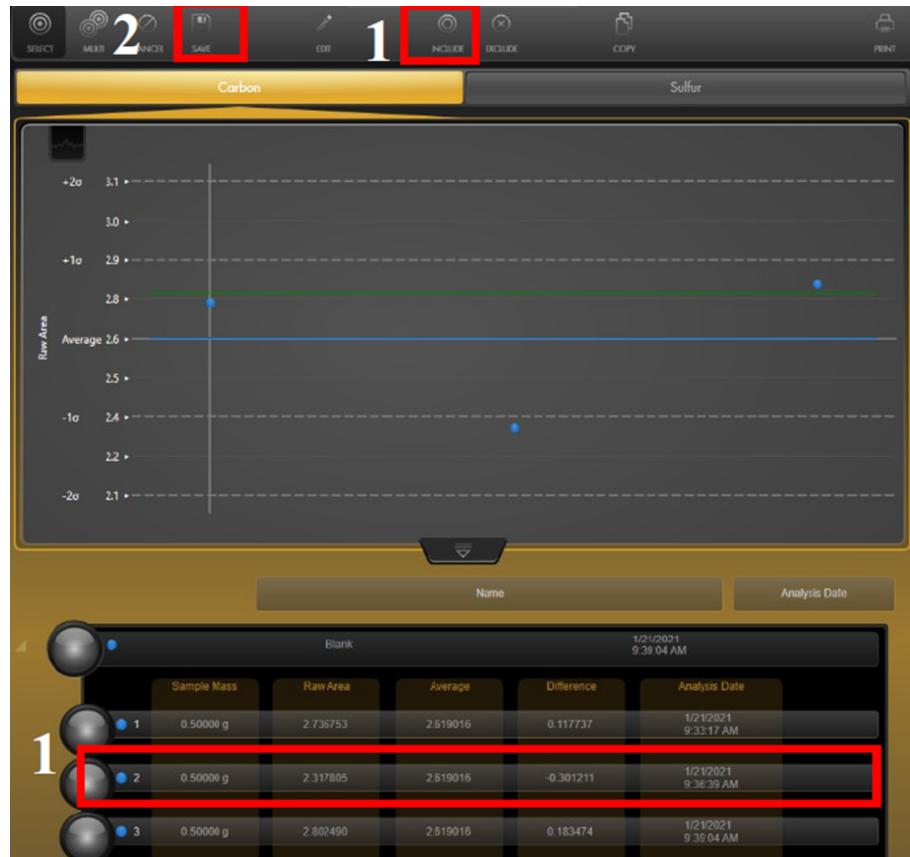
Sekil 17: Kontrol Yazılımı: Karbon ve Kükürtün 3 farklı numune için analiz tabloları. [3]

1.5 Blank numune sekmesinden büyük daireye tıklanır. Ardından üst kısımdaki menüden blank numune sonucu ayarlanır. Blank numune analiz sonuçlarının kesinlik değerlendirmesi yapılır.

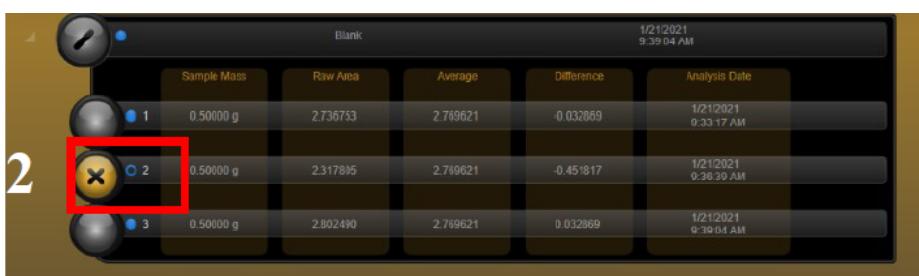


Şekil 18: Kontrol Yazılımı: Kesinlik/Precision Ayarı. [3]

1.6 Eğer uzak (aykırı) bir sonuç varsa, bu sonucu çıkarmak için ilgili sonucun solundaki daireye tıklayarak hariç tutma (exclude) işlemi yapılır. Son olarak Kaydet'e (save) tıklanır.



Şekil 19: Kontrol Yazılımı: Aykırı Değerlerin Hariç tutulması -1 [3]



Şekil 20: Kontrol Yazılımı: Aykırı Değerlerin Hariç tutulması -2 [3]

1.7 İmleç üzerine getirildiğinde hariç tutulan verinin yanında bir çarpı işaretü belirecektir ve analiz eğrisinde, hariç tutulan verinin dairesi içi boş/tamamlanmamış olarak görünecektir.

1.8 Analiz Örneği: Standart

Kullanılan standart metotun/kalibrasyonun hala doğru olup olmadığını kontrol etmek amacıyla standart analizi 2 kez yapılır.

1. Drift simgesini seçilir. Drift için kullanılacak standart önceden kaydedilmiş olmalıdır.



Şekil 21: Kontrol Yazılımı: Standart seçimi [3]

2. Önceden kaydedilmiş standartlar arasından drift için kullanılacak Standard profili seçilir.



Şekil 22: Kontrol Yazılımı: Önceden tanımlı profiller [3]

3. Yaklaşık 0.7-0.1 gram ağırlığında standart numune tartılır, 1 özel kaşık hızlandırıcı (LECOCEL II + Iron Chip Accelerator) eklenir. Numunenin ve hızlandırıcının homojen bir şekilde karıştığından emin olunur.

4. Sonuçlar alt ve üst kontrol limitleri aralığında olana kadar standart analizi 2-3 kez tekrarlanabilir.

| | Name | Description | Method | Carbon Average | Sulfur Average | Date | Time | |
|---|---------|-------------|------------|----------------|----------------|------------|-------------|-------------|
| 3 | YG-T-30 | | STEEL TEST | 0.06027 % | 0.004085 % | 1/25/2021 | 10:47:02 AM | |
| 1 | | Sample Mass | Comments | Operator | 0.06092 % | 0.003116 % | 1/25/2021 | 10:40:51 AM |
| 2 | | 0.5008 g | | | Carbon | Sulfur | 1/25/2021 | 10:43:21 AM |
| 3 | | Sample Mass | Comments | Operator | 0.05967 % | 0.004332 % | | |
| | | 0.5012 g | | | Carbon | Sulfur | | |
| 1 | | | | 0.06024 % | 0.004807 % | 1/25/2021 | 10:47:02 AM | |
| 2 | | | | | | | | |
| 3 | | | | | | | | |

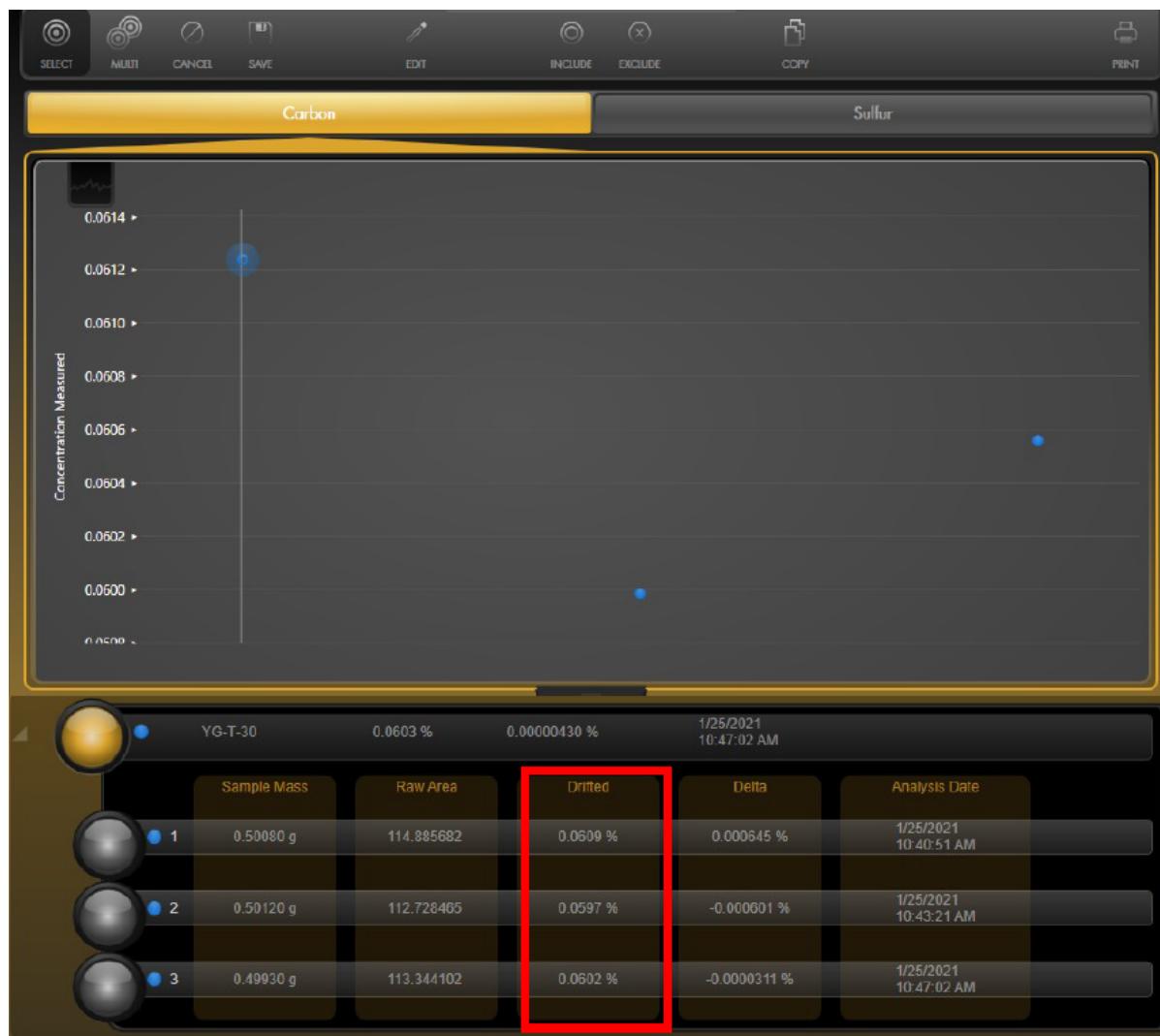
Şekil 23: Kontrol Yazılımı: Standartlar ve analiz değerleri [3]

5. Analiz sonuçlarının hassasiyetini değerlendirmek için, uzak olan sonuçları hariç tutmak üzere dışlama (exclude) yapılmalıdır. Yöntem, uzak olan sonuçları daire içine almak ve ardından üst kısımdaki 'exclude' seçeneğini seçmektir.

| Standart | Standart Sonuç | | Tolerans | | Kontrol Limitleri | |
|----------|----------------|--------|----------|--------|-------------------|------|
| | C | S | C | S | LCL | UCL |
| YG-T-30 | 0,060 | 0,0047 | 0,01 | 0,0005 | 0,05 | 0,07 |

Tablo 3: Standart analizi sonuçları ve kontrol limitleri

Not: LCL (Alt Kontrol Limiti) = Standart sonuç - Tolerans, UCL (Üst Kontrol Limiti) = Standart sonuç + Tolerans



Şekil 24: Kontrol Yazılımı: Standart sonuçları ve Kontrol Limitlerinin kontrolü [3]

Sonuç: 3 karbon analiz sonucu da LCL ve UCL aralığında olduğundan, dışlama (exclude) yapmaya gerek yoktur.

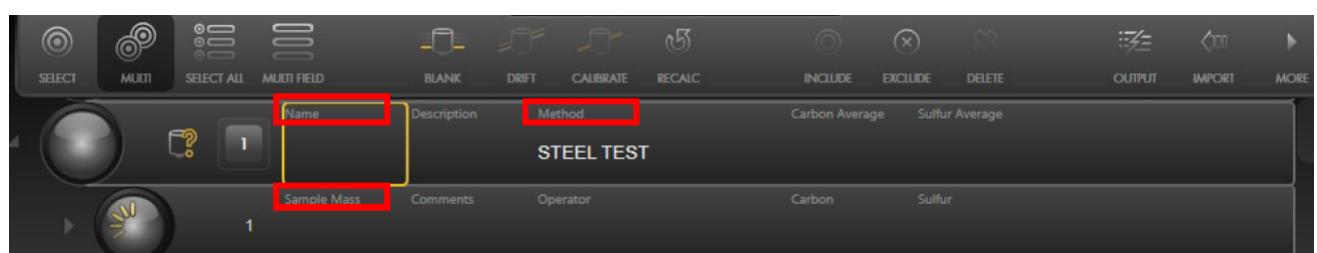
1.9 Analiz Örneği: Sample/Numune

1. "Sample" (Örnek) ikonuna tıklanır.



Şekil 25: Kontrol Yazılımı: Sample/Numune seçimi [3]

2. Örneğe bir isim verilir, genelde analiz barkodunun ismi, sonra "enter" tuşuna basılır. Kullanılacak metod seçilir. Örnek ağırlığını "mass sample" (örnek kütlesi) alanına girilir ya da önceden hazır olan porselen tartı üzerine konur ve darası alınarak 0.7-0.1 grama yakın olacak kadar numune eklenir. Sonra "enter" tuşuna basılır. Tartı, LECO CS744 cihazına bağlı olduğu için otomatik olarak numune miktarını kaydedecektir.



Şekil 26: Kontrol Yazılımı: Grup ismi - Metod - Alt Örnekler [3]

3. Porselen kroze, tartı üzerinden alınarak pedestal üzerine yerleştirilir. Sonra "Analyze" (Analiz Et) butonuna tıklanır. Cihaz krozeyi yukarı çıkartıp analize başlar ve bittiğinde geri başlangıç noktasına (resimdeki gibi) getirir.

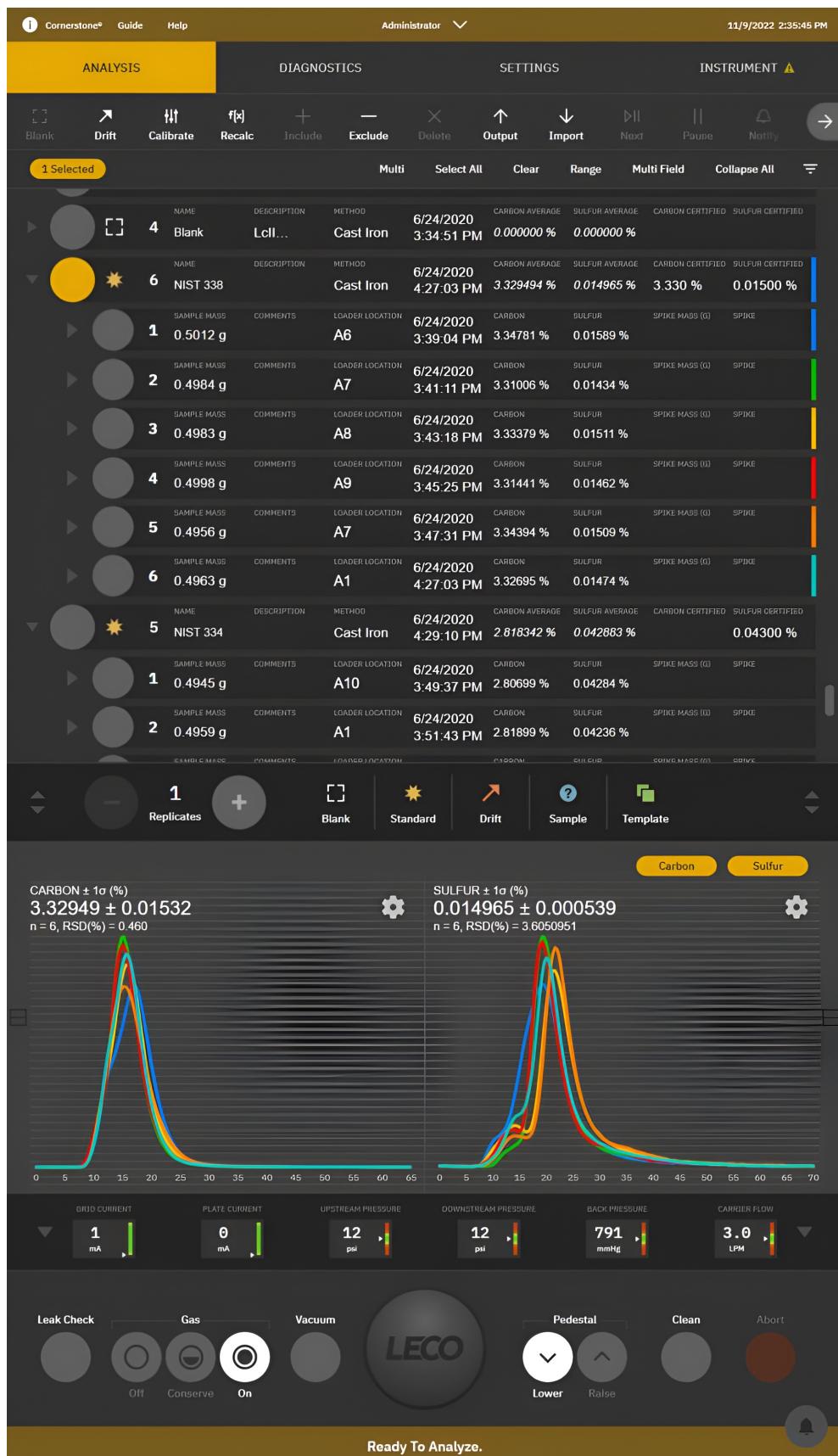


Şekil 27: CS844 ve Pedestral üzerine yerleştirilmiş bir porselen. [3]

4. Analiz tamamlandıktan sonra, pedestral otomatik olarak aşağı iner. Analiz sonuçları ekranda görünecek ve bir sonraki analiz için hazır olacaktır.

1.10 Analiz Sonuçlarının Değerlendirilmesi

Analizler bittikten sonra değerler kaydedilir ve makine kapatılır.



Sekil 28: CS744 programının genel ekran görüntüsü.

[3]

1.11 Makineyi Güvenli Kapatma

1. Pedestral aşağıda olmalıdır ancak operatörün tercihine göre, kirlenmemesi için, yukarıda bırakılabilir.



Şekil 29: CS844 ve Pedestral üzerine yerleştirilmiş bir porselen. [3]

2. Analiz cihazına giren oksijen gazının akışını kapatmak için menü çubuğundan Gas ⇒ Off seçeneğini seçilir.



Şekil 30: Program üzerinde Gas seçeneği [3]

3. Cornerstone CS744 uygulamasından menü çubuğundaki "Session ⇒ Exit Gas Off" yolunu izleyerek çıkışılır.



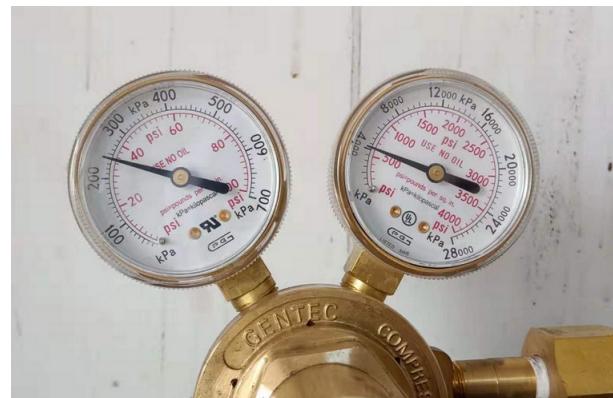
Şekil 31: Cornerstone Program Arayüzü [3]

4. Kompresörü kapatmak için kompresördeki güç düğmesine basılır.



Şekil 32: Kompresörün Üstten Görüntüsü [3]

5. Oksijen tüpünün vanası kapatılır.

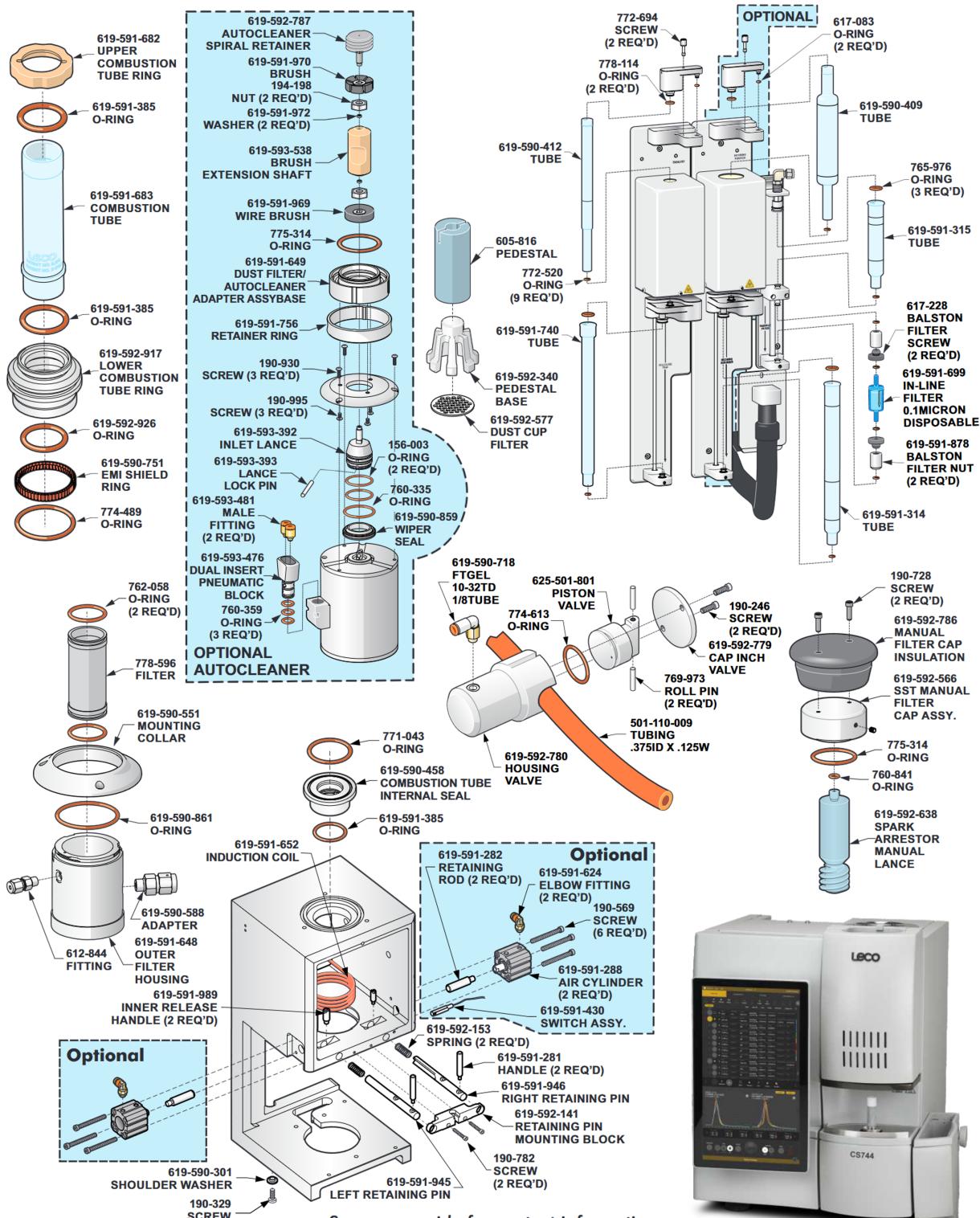


Şekil 33: Örnek Tüp Vana Resmi [3]

LECO CS744-Series Consumables & Spare Parts Reference Card

EMPOWERING RESULTS

Note: Part numbers and standards' values may change. Consult LECO for the latest information.



See reverse side for contact information

Sekil 34: CS744-Series Consumables & Spare Parts Reference Card[6]

Şekil Listesi

| | | |
|----|---|----|
| 1 | LECO - CS744 Cihazı | 3 |
| 2 | LECO CS744 Cihazının 4 Ana Bölümü. [3] | 4 |
| 3 | LECO-CS744 için farklı yüzdelerde karbon-kükürt CRM'leri | 6 |
| 4 | Seramik Kaseler. [3] | 7 |
| 5 | Hızlandırıcılar | 7 |
| 6 | LECO, Ambient Diagnostics -1[3] | 9 |
| 7 | LECO, Ambient Diagnostics -2 [3] | 9 |
| 8 | LECO, Ambient Diagnostics -3 [3] | 10 |
| 9 | LECO, Ambient Diagnostics -4 [3] | 10 |
| 10 | Cihazın genel çalışma şeması [3] | 11 |
| 11 | Kontrol edilen değerler [3] | 11 |
| 12 | LECO CS744 Flow Diagram[5] | 12 |
| 13 | LECO CS744 Flow Diagram[5] | 13 |
| 14 | Kontrol Yazılımı: Örnek seçim seçenekleri [3] | 14 |
| 15 | Kontrol Yazılımı: Metod seçimi[3] | 14 |
| 16 | Kontrol Yazılımı: Örnekler ve Karbon/Kükürt miktarları. [3] | 14 |
| 17 | Kontrol Yazılımı: Karbon ve Kükürtün 3 farklı numune için analiz tabloları. [3] | 14 |
| 18 | Kontrol Yazılımı: Kesinlik/Precision Ayarı. [3] | 15 |
| 19 | Kontrol Yazılımı: Aykırı Değerlerin Hariç tutulması -1 [3] | 15 |
| 20 | Kontrol Yazılımı: Aykırı Değerlerin Hariç tutulması -2 [3] | 15 |
| 21 | Kontrol Yazılımı: Standart seçimi [3] | 16 |
| 22 | Kontrol Yazılımı: Önceden tanımlı profiller [3] | 16 |
| 23 | Kontrol Yazılımı: Standartlar ve analiz değerleri [3] | 16 |
| 24 | Kontrol Yazılımı: Standart sonuçları ve Kontrol Limitlerinin kontrolü [3] | 17 |
| 25 | Kontrol Yazılımı: Sample/Numune seçimi [3] | 18 |
| 26 | Kontrol Yazılımı: Grup ismi - Metod - Alt Örnekler [3] | 18 |
| 27 | CS844 ve Pedestral üzerine yerleştirilmiş bir porselen. [3] | 18 |
| 28 | CS744 programının genel ekran görüntüsü. | 19 |
| 29 | CS844 ve Pedestral üzerine yerleştirilmiş bir porselen. [3] | 20 |
| 30 | Program üzerinde Gas seçeneği [3] | 20 |
| 31 | Cornerstone Program Arayüzü [3] | 20 |
| 32 | Kompresörün Üstten Görüntüsü [3] | 21 |
| 33 | Örnek Tüp Vana Resmi [3] | 21 |
| 34 | CS744-Series Consumables & Spare Parts Reference Card[6] | 22 |

Tablo Listesi

| | | |
|---|--|----|
| 1 | Metal-Celik ve Alaşımlarında C ve S Analizleri Hizmeti | 5 |
| 2 | Cihaz Parametreleri ve Değer Aralıkları | 10 |
| 3 | Standart analizi sonuçları ve kontrol limitleri | 17 |

Kaynaklar

- [1] Alpha Resources. Cellulose trap material. https://alpharesources.com/product_details.php?p=cellulose-trap-material&code=AR098&s=1384&cat=64&m=14.
- [2] BM Basics. Anhydron (magnesium perchlorate). <https://bmbasics.com/our-products/anhydron-magnesium-perchlorate/>.
- [3] Etsingshan Corporation. Pengoperasian mesin cs, leco cs 744, operation book.
- [4] LECO Corporation. 744 series carbon/sulfur analyzers. <https://www.leco.com/products/744-series/>.
- [5] LECO Corporation. Cs744 carbon/sulfur determinator, specification sheet. https://lecoperu.com/wp-content/uploads/2018/06/CS744_SPEC_209-229-001.pdf.
- [6] LECO Corporation. Cs744-series consumables & spare parts reference card. https://www.leco.co.jp/wp-content/themes/leco/pdf/parts/CS744_REFERENCE_CARD_203-104-059_Rev.15.pdf.
- [7] LECO Corporation. Iron chip accelerator - material safety data sheet. <https://www.physics.purdue.edu/primelab/safety/MSDS/iron%20chip%20accelerator%20%20-%20Leco.pdf>.
- [8] Xiaofei Yue, Zhiqiang Wu, Gang Wang, Yanping Liang, Yanyan Sun, Manrong Song, Haijuan Zhan, Shuxian Bi, and Wanyi Liu. High acidity cellulose sulfuric acid from sulfur trioxide: a highly efficient catalyst for the one step synthesis of xanthene and dihydroquinazolinone derivatives. *RSC Adv.*, 9:28718–28723. URL: <http://dx.doi.org/10.1039/C9RA05748J>, doi:10.1039/C9RA05748J.