

## CNS: Procedura (pełna)

### Przygotowanie do pracy

- Wymienić osuszki jeśli to konieczne.
- Wymienić wypełnienie lub całą rurę spalań jeśli to konieczne.
- Wymienić miedź i wełnę mosiężną lub srebrną w rurze redukcyjnej.
- Wymienić tygiel popiołów jeśli to konieczne.
- Sprawdzić lancę tlenową.

Musi być widoczny prześwit, lanca nie może być zatkana. Do zatkania może dojść jeśli w tyglu popiołów zgromadzi się zbyt dużo materiału.

- Sprawdzić połączenia między elementami aparatu.
- Sprawdzić wszystkie inne niezbędne elementy urządzenia i ich stan.

### Standardowe czynności

#### Rozruch urządzenia

- Założyć owiewkę wyprowadzającą gorące powietrze z tyłu Vario El Cube.
- Włączyć Vario El Cube zielonym guzikiem z prawej strony urządzenia.
- Włączyć program Vario El Cube.

Skrót znajduje się na pasku zadań.

- Ruch referencyjny.

Tylko na **pustej karuzeli**. Potwierdzić, że opróżniona.

- Włączyć oprogramowanie.
- Busy/Standby – aparatura skomunikowana.
- Włączyć gazy techniczne.
- Ustawienie opcji spalania:

Options > Settings > Parameters:

– **Combustion tube: 1150 °C.**

– **Reduction tube: 850 °C.**

- Gazy techniczne należy zakręcić jeśli aparatura dopiero się rozgrzewa.
- Poczekać aż się detektor (TCD) osiągnie temperaturę roboczą.

Pole TCD powinno przestać migać i pokazywać wartość powinna wynosić około **60 °C**.

W czasie rozgrzewania urządzenia gazy techniczne powinny pozostać zakręcone.

- Ciśnienie robocze gazów:
  - **O<sub>2</sub>: 2 bar.**
  - **He: 1.2 bar (1200 mbar).**

### **Przygotowanie do pracy**

- W nowym pliku:
  - **1 × blank O<sub>2</sub>.**
  - **2–3 × blank bez O<sub>2</sub>.**

W ślepej próbie najważniejsze jest pole piku. Pustą kapsułkę zwijamy, należy pozbyć się powietrza.
  - **2–3 × próbki stabilizujące (RunIn).**

Próbki powinny być możliwie blisko spodziewanego zakresu analitycznego.
  - **2–3 × wzorzec jako day factor.**
- Wybór metody **dozowania O<sub>2</sub>**:
  - **2 mg 70 s.**
  - **2 mg 80 s.**
  - **5 mg 90 s.**
  - **10 mg 120 s.**

Należy wykorzystywać metodą skutkującą najniższym dozowaniem prowadzącym do pełnego spalania próbki.

Im wyższa naważka, lub spodziewana zawartość węgla tym dłuższe dozowanie tlenu niezbędne do całkowitego spalania próbki.

- Można załadować maksymalnie **79** próbek na początku.

**80.** i kolejne można dołożyć w trakcie, analizator będzie je doliczał. Należy mieć na uwadze maksymalne wypełnienie tygla popiołów.

### **Pomiar**

Można użyć wartości **blank** i **day factor** do korekty wyników.

## Wyłączenie

- Wystudzenie urządzenia:  
Options > Settings > Parameters:
  - **Combustion** tube: **0 °C**.
  - **Reduction** tube: **0 °C**.
- Zakręcić gazy techniczne, przekręcić zawory do oporu.
- Wyłączenie aparatury poniżej **150 °C**  
Ostudzenie do tej temperatury zajmuje około **3 godziny**.
- Wyłączyć oprogramowanie.
- Wyłączyć Vario El Cube zielonym guzikiem z prawej strony urządzenia.

## Diagnostyka urządzenia

### Test szczelności

- Urządzenie **musi** być rozgrzane lub wystudzone.  
Nie pracować w trakcie grzania lub schładzania. Stała temperatura. Preferowane prowadzenie testów na zimnym urządzeniu.
- Włączyć program Vario El Cube.  
Skrót znajduje się na pasku zadań.
- Ruch referencyjny.  
Tylko na **pustej karuzeli**. Potwierdzić, że opróżniona.
- Przy dużej nieszczelności lub zatkaniu układu widać zakłócenia przyprływu.  
Wykonywanie testów szczelności wymaga schłodzenia kolumn.
- Nieszczelność układu:
  - TCD flow bardzo niski.
  - He flow bardzo wysoki.
  - Ciśnienie spada.
- Zatkanie układu:
  - Oba przepływy niskie.
  - Ciśnienie wysokie.
- Wykonywanie ogólnego testu szczelności (*raw leak test*):  
Options > Diagnostic - Raw leak test > Ok.

- Oprogramowanie pokazuje schemat urządzenia oraz informuje co zrobić oraz z jakich elementów zestawu testowego skorzystać. Zakręcić zawór tlenu.

**Start.**

Przebieg testów i informacje o aktualnym ciśnieniu.

Po zakończeniu można odkręcić gazy techniczne.

- Wykonanie szczegółowych testów szczelności (*fine leak test*):

0 (zerowy) jest tożsamy z *Raw leak test*.

- Day factor.

Mierzenie wzorca każdego dnia analiz. Stosunek pomiaru do teorii. Day factor informuje o korekcie względem faktycznego pomiaru a oczekiwanej wartości.

## Inne

- **Świeżo** zasypane kolumny będą skutkować **wzrostem wartości ślepych** przy pierwszych próbkach – musi się przepalić (**3–4 × blank**).
- Dla próbek **ślepych** wprowadzamy **1.000**.
- **Method** (parametry dozowania tlenu):  
Zdefiniowane. Options > Settings > Methods.
- Próbki ślepe (**Blk**):

– **With O<sub>2</sub>**: próbka spalana z tlenem.

– **Without O<sub>2</sub>**: próbka spalana bez tlenu.

W większości przypadków stosujemy **próbki ślepe bez tlenu**. Ale na świeżych zasypach i po zmianach w urządzeniu należy wykonać **1–2 × Blk z tlenem**.

- Wybór metody dozowania tlenu:

Bierzemy próbkę i kilka podobnych naważek z innymi czasami dozowania O<sub>2</sub> (im mniej tym lepiej). Dopracowujemy dla pewnego rodzaju osadu w wybranych warunkach.

- Wstawienie wiersza w arkuszu: **Insert line**.
- Zamiana próbek w arkuszu: **Swap**.
- Wstawienie znacznika stop w wybranym miejscu: **Stop tag**.
- Zaznaczenie aktualnie analizowanej próbki: **Current sample**.

Zielone cieniowanie wiersza.

- Zaznaczenie wiersza, do którego zostanie wpisana waga próbki: **Current weight**.

Żółte cieniowanie wiersza.

- Zatrzymanie analizy przed jej końcem: zielony pasek nie przeskoczy.

Autosampler czeka gotowy do następnej próbki ale trzeba przestawić **current sample** o jedno miejsce.

- Przesunięcie **autosamplera** (karuzeli): **System - carousel position**.  
Konieczne jest usunięcie wszystkich próbek.
- Jeśli chcemy przeanalizować próbkę **N** trzeba zadać pozycję **autosamplera N-1** (jedną wstecz).  
**Current sample** jako N.
- Zmiana trybu pracy: **Mode**.
- Zmiana stylu standardów: **Math**.
- Po otwarciu gazów pozwolić urządzeniu na kilka minut swobodnej pracy  
Przedmuchiwanie układu.
- Tryby analizy:
  - **Auto**: pracuje próbka po próbce do **ostatniej próbki** lub **stop tag**.  
Zależnie od ustawień, po zakończeniu analizy może nastąpić uśpienie urządzenia.
  - **Single**: pracuje w trybie pojedynczej próbki. Czeką po każdej próbce w trybie *standby* (oczekiwanie).
- Usypianie urządzenia: **Sleep** (ikonka księżycy).  
Urządzenie zrealizuje zadane warunki.  
**Options > Settings > Sleep/Wake Up**
  - **Combustion tube**: **900 °C**.
  - **Reduction tube**: **700 °C**.
 Przy krótkiej przerwie w pracy nie należy schładzać rur.
- Urządzenie najlepiej **wybudzać ręcznie**, tak aby nie pozostawiać go bez nadzoru.
- Interwały zużycia elementów: **Intervals**.
- Wymiana elementów: **Replace part**; przy otwarciu układu gazowego.  
Odcina dostęp gazu do urządzenia. Czekać aż ciśnienie spadnie.
  - Po zamknięciu układu:  
**Finished**.
- Regulacja zaworu kulowego: **Adjust ball valve**.
- Regulacja **autosamplera** (karuzeli): **Adjust carousel**.
- **Wyrzutowanie kolumn** adsorpcyjnych **CO<sub>2</sub>** i **SO<sub>2</sub>**:
  - Po wymianie kolumny.
  - Przy podejrzeniu zanieczyszczenia.  
**Colum heatout**.  
Czynność zajmuje około 30 minut.
- Sterowanie indywidualnymi elementami urządzenia: **System test**.

- Dziennik i wyjaśnienie błędów: `Error buffer`.

## **Rejestr zmian**

04.12.2022, MZ – wersja inicjalna Quarto. Rozwinięcie treści.

Maurycy Żarczyński 2022-12-10