

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:
 - **O₂: 2 bar.**
 - **He: 1.2 bar (1200 mbar).**

Przygotowanie do pracy

- W nowym pliku:
 - **1 × blank O₂.**
 - **2–3 × blank bez O₂.**

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 O₂**:
 - **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 spalenia 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 O₂**: próbka spalana z tlenem.

– **Without O₂**: 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 O₂ (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 **CO₂** i **SO₂**:
 - 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 2022-12-14