|  |
| --- |
|  |

Zakład Geomorfologii i Geologii Czwartorzędu — PROCEDURA

# 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 spalenia 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 przypływu.
* 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 tes*t.
* 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 (**Blnk**):
  + **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** × **Blnk 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
* Przedmuchanie 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. Czeka po każdej próbce w trybie *standby* (oczekiwanie).
* Usypianie urządzenia: Sleep (ikonka księżyca).
* 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 ręczni**e, 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 carousell.
* **Wygrzewanie** **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 2022-12-06