



“TSI” Sp. z o.o.

Maronia 44
41-506 Chorzów
Tel/fax.: 32-247 0152

eMail: tsi@tsi.katowice.pl
www.tsi.katowice.pl
NIP: 627-24-37-323



Instrukcja: Zapewnienie poprawności wyników pomiarów stężeń całkowitej rtęci gazowej dla analizatora TEKTRAN 2537.

Opracował*: Marcin Nabagło – Inżynier Sprzedaży

* Na podstawie materiałów ze spotkania koordynacyjnego poświęconego problematyce związanej z pomiarem metali ciężkich z 23.03.2010r. autorstwa p. Marka Pawłowskiego



1. Podstawowe warunki poprawnej pracy aparatu

Tekran 2537 jest aparatem bardzo precyzyjnym, dlatego niewielkie zmiany warunków otoczenia mogą wpłynąć na sposób jego pracy. Należy okresowo (podczas każdej wizyty w stacji) skontrolować podstawowe parametry pracy widoczne na wyświetlaczu na kolejno zmienianych ekranach. Należy podłączyć do analizatora komputer i zarejestrować kilka cykli normalnej pracy jak również cykl kalibracji. Informacja widoczna w ten sposób jest niezwykle przydatna (lub wręcz niezbędna) do oceny poprawności działania aparatu.

1.1. Parametry wymagające kontroli

Gaz nośny – Argon

Zapewnienie stałego, niezakłóconego przepływu argonu jest warunkiem kluczowym poprawnej pracy kartridży oraz kuwety pomiarowej detektora AFS.

Należy:

- kontrolować stan butli (w przypadku zaniku przepływu argonu aparat automatycznie się wyłączy),
- sprawdzać przepływ argonu a w szczególności upewnić się, że podczas kolejnych faz pracy aparatu pokazywane na wyświetlaczu wartości przepływu gazu nośnego są zgodne z podanymi w instrukcji,
- wyłączyć tryb RUN (wyłączyć pompę) podczas wymiany butli – pozwoli to uniknąć zanieczyszczenia toru gazu nośnego.

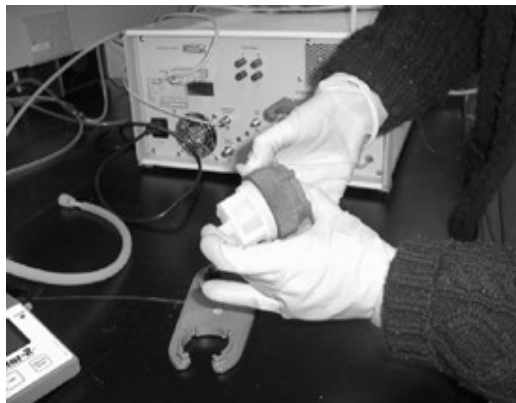
Powietrze zerowe – Generator

Należy:

- upewnić się, że podczas cyklu kalibracji analizatora generator powietrza zerowego jest włączony (zielona lampka świeci), a przełącznik pracy jest ustawiony w pozycji AUTO,

UWAGA! Zapalenie się zielonej lampki na panelu czołowym aparatu nie oznacza podawania powietrza zerowego do aparatu. Należy się upewnić że kabel sterujący jest podłączony i jest komunikacja pomiędzy analizatorem i generatorem.

Szczelność toru doprowadzenia próby powietrza!



Przepływ próbek

Należy:

- upewnić się, że ilość badanego powietrza doprowadzanego do analizatora jest właściwa. Ustalony przepływ wynosi 1 l/min. Wartość ta jest widoczna na wyświetlaczu,
- regularnie wymieniać membranę filtra wlotowego (zalecane użycie membrany o średnicach porów 0,2 μm). Zanieczyszczona membrana może powodować wtórną emisję rtęci i wzrost wskazań. Gładka strona membrany powinna być skierowana w stronę napływającego powietrza.

UWAGA! Membrany filtra (również innych materiałów mogących mieć kontakt z badanym powietrzem) nie należy



- dotykać „gołymi” palcami. Powinno się używać rękawiczki lateksowe.
- upewnić się, że przewód doprowadzający próbkę nie jest uszkodzony, czy jest drożny i szczelny,
- okresowo wykonać kontrolę wielkości przepływu (zewnętrznym kalibratorem przepływu).

Sposób kontroli szczelności przewodu teflonowego

Jeśli aparat wydaje się podawać niepoprawne wyniki należy przede wszystkim sprawdzić szczelność układu:

- wyjąć przewód z obudowy filtra (na zewnątrz) i zamknąć wlot,
- kontrolować wielkość przepływu powietrza pokazywaną na wyświetlaczu (w trybie ciągłego pomiaru) - wartość przepływu powinna spaść do około 0,05 l/min. Niewielkie odchyłki od tej wartości wynikają z błędów pomiarowego przepływomierza, pulsacji pompy, etc. Wartość podana wyżej powinna być osiągnięta dla układu pneumatycznego wewnątrz aparatu. Dla długiego toru doprowadzenia próbki ta wartość może być nieco większa.

Inne objawy pracy aparatu na które należy zwrócić uwagę:

- *występuje różnica wskazań dla poszczególnych kartridży* (dopuszczalna różnica wynosi około 10- 15%). Objaw ten wskazuje na większe zanieczyszczenie (pasywację) jednego z kartridży. Należy wykonać cykl CLEAN ze zwiększonym czasem grzania kartridży (z 28 sekund do 30, a nawet 32 sekund, ale **nie więcej**). Operację tę warto skonsultować z dostawcą,
- *czułość aparatu wydaje się być gorsza:*
 - należy sprawdzić parametry pracy lampy tak by były zgodne z zaleceniami z instrukcji, a następnie wyregulować pokrętkami na płycie czołowej: offset aparatu (winien wynosić około 0,1 mV), czułość (powinna zapewniać otrzymywanie wyraźnych odpowiedzi na zmiany stężenia a równocześnie nie może powodować zjawiska przesycenia detektora),
 - należy sprawdzić, że odpowiedź aparatu to około 10 mV na każdy ng/m³ (można się odnieść do wartości wzorcowych podawanych ze źródła permeacyjnego lub z kalibratora manualnego.
 - należy wymienić membranę filtra wlotowego, gdyż może ona (pył na niej osadzony) wychwytywać rtęć.
 - po dłuższym okresie pracy aparatu (a wcześniej zaproponowane metody kontroli są nieskuteczne) Konieczne mogą być:
 - rewitalizacja lub wymiana kartridży,
 - czyszczenie kuwety pomiarowej.

W/w czynności w okresie gwarancyjnym winien wykonywać przedstawiciel producenta.

Inne objawy pracy aparatu na które należy zwrócić uwagę:

- wartość Baseline jest mniejsza niż 0,1 V lub większa niż 0,3V:
- regulację Baseline należy wykonać obowiązkowo po:
 - regulacja napięcia lampy,
 - wymiana lampy.

UWAGA! Po regulacji Baseline i/lub czułości (Sensitivity) należy skalibrować aparat.



2. Wyniki pomiarów

2.1. Walidacja wyników pomiarów

Kontrola okresowa:

- należy przeprowadzić serię nastrzyknień znanych ilości rtęci:
 1. ze źródła permeacyjnego (zmieniając czas podawania gazu z rurki). Można użyć automatycznego urządzenia – model 1120,
 2. ręcznie – podając znane ilości par rtęci z kalibratora manualnego.

UWAGA! Po wykonaniu serii nastrzyknień należy wymienić septum na nowe.

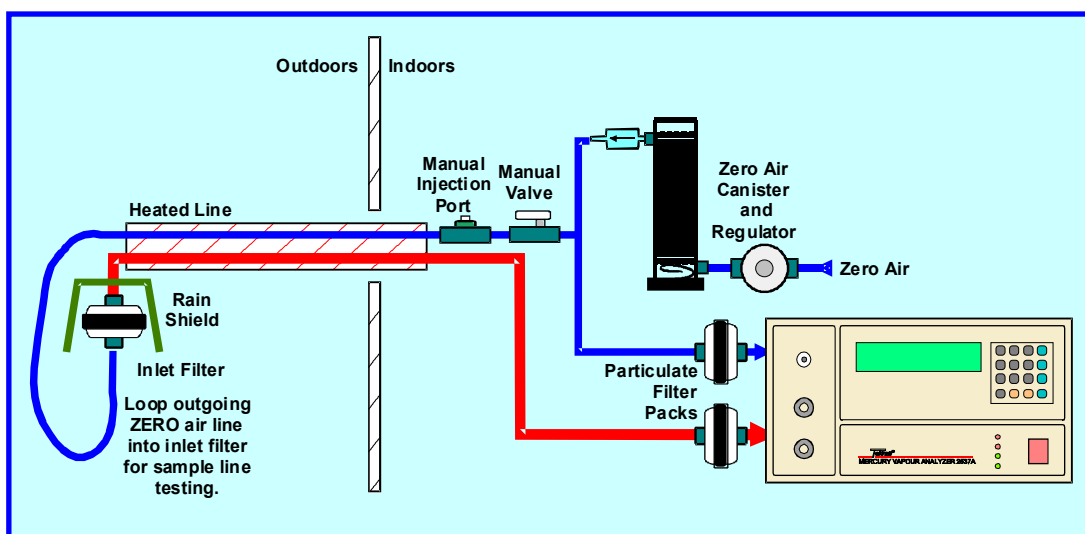
UWAGA! Jeśli w wyniku wykonania dużej (statystycznie ważnej) serii nastrzyknień z kalibratora 2505 otrzymano różnicę pomiędzy wartością otrzymaną z obliczeń a zmierzoną większą niż 5% wciąż bardziej prawdopodobne jest, że kalibracja manualna jest wykonywana nieprecyzyjnie więc:

- kondycjonuj strzykawkę,
- sprawdź, czy strzykawka nie jest zatkana,
- upewnij się że kalibrator 2505 jest stabilny temperaturowo,
- upewnij się, że septum jest szczelne,
- sprawdź wszelkie możliwe przyczyny nieszczelności.

UWAGA! Okresowo sprawdzić temperaturę źródła permeacyjnego.

2.2. Manualna walidacja wyników

Schemat testu doprowadzenia próby w układzie zamkniętym





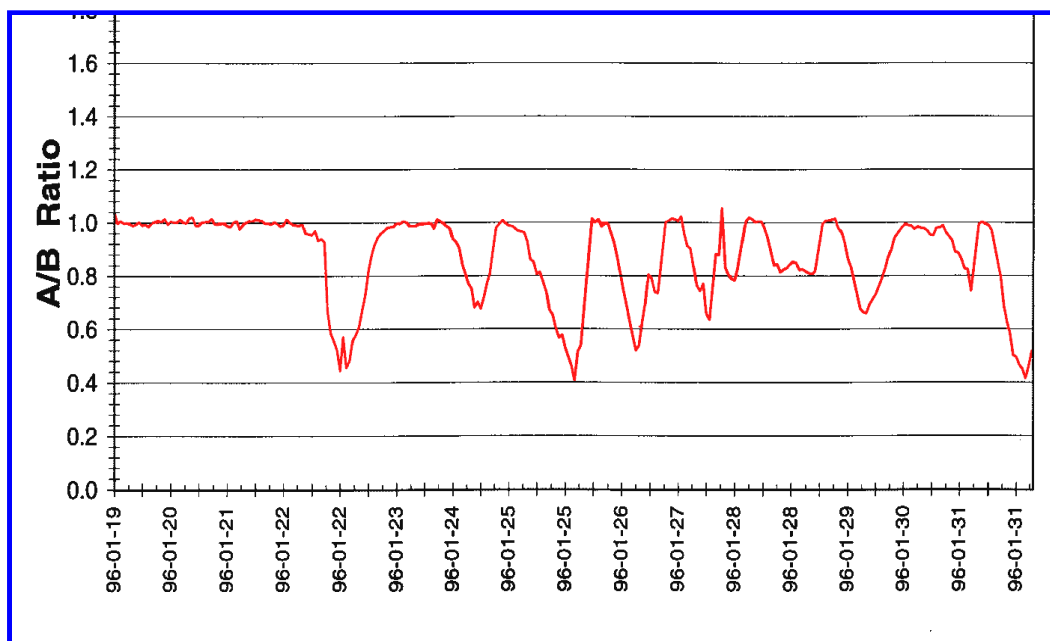
Test toru doprowadzenia próby w układzie zamkniętym (test wykonywany okresowo, np. raz na kwartał):

- podając znane ilości par rtęci z kalibratora 2505 do:
 - portu testowego na płycie czołowej analizatora – sprawdza stopień pasywacji adsorbenta,
 - do wlotu powietrza – przed filtrem wlotowym – sprawdza pasywację adsorbenta oraz straty na linii doprowadzającej próbę do analizatora,
 - w zamkniętym układzie testowym – wykonuje kompletną walidację toru próby.

Analiza wyników „Post Factum”:

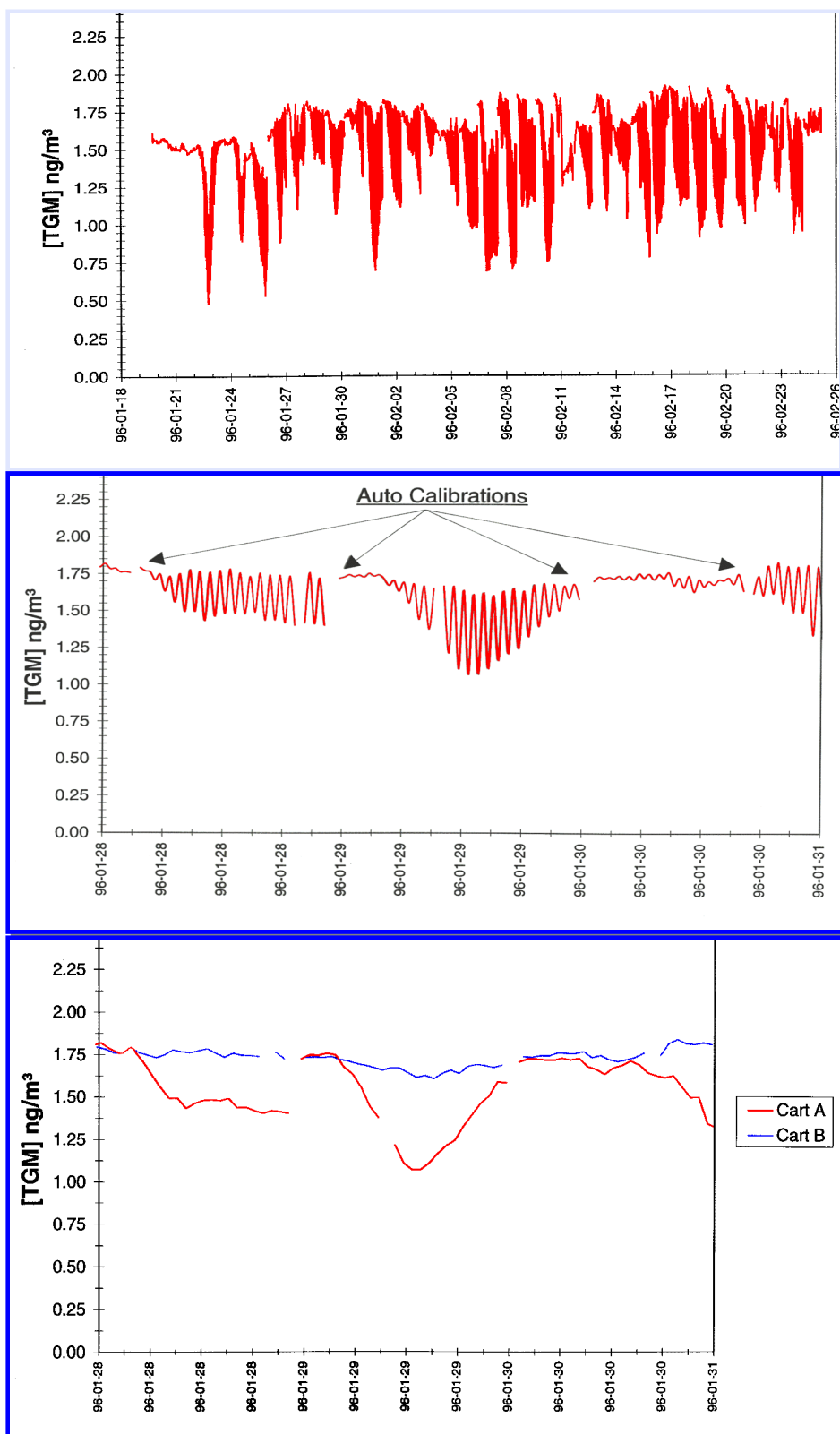
- sporządzić wykresy stężeń otrzymane z obydwu rurek oddzielnie,
- najwygodniejsze do oceny są wyniki rejestrowane z pomocą komputera,
- sporządzić wykres A/B (A/B - wartość stężenia uzyskana dla toru A podzielona przez bezpośrednio po niej następującą wartość stężenia dla toru B) – zmieniająca się wartość A/B oraz różnice sięgające kilkunastu procent wymagają rewitalizacji lub wymiany kartridży. Pasywacja kartridża spowoduje zaniżenie wyników pomiarów.

Przykładowy wykres A/B





Przykładowe wykresy pasywacji kartridży





“TSI” Sp. z o.o.

Maronia 44
41-506 Chorzów
Tel/fax.: 32-247 0152

eMail: tsi@tsi.katowice.pl
www.tsi.katowice.pl
NIP: 627-24-37-323

3. Podsumowanie

3.1. Zalecane czynności sprawdzające i kontrolne

- sprawdzić wartości otrzymane z kartridża A i B (5 kolejnych 5-minutowych wyników) i upewnić się, że różnica pomiędzy nimi jest mniejsza niż 10-15% (wykonywane raz na tydzień lub podczas każdej wizyty na stacji). Jeśli powyższy test wykaże nieakceptowalną różnicę w wynikach dla poszczególnych kartridży, wówczas - wykonać testy zadania zmiennych stężeń par rtęci (zmieniając czas otwarcia zaworu źródła permeacyjnego). Odchyłka powinna być nie większa niż 10% od wartości obliczonej. Wykonywane w razie wątpliwości co do poprawności wyników lub co kilka miesięcy.

- upewnić się, że wartość napięcia dla linii podstawowej (Baseline) wynosi około 0,1 V a odchyłka jest nie większa niż 0,100 mV (wartości te są drukowane na raporcie). Okresowo (np. raz na miesiąc) sprawdzać wartość „współczynnika odpowiedzi aparatu” (Response factor) na iniekcje standardowe (automatyczne bądź manualne). Response factor jest pokazany na wydruku z kalibracji. Jego obniżenie o ponad 10% powinno spowodować kontrolę kartridży. (RespFctr = powierzchnia pod pikiem /ilość Hg)

Przykład:

SPAN: A SOURCE

Sample : 300 sec | Area : 656465

Volume : 4.99 l | AdjArea : 656465 *

HgAmt : 124.7pg | **RespFctr:5265195**

Baseline: 0.105 V | PkMax : 0.295 V

Bl StDev: .05 mv | PkWid : 17.6 sec

Start : 10-03-19 10:45:06

- sprawdzić wartości powierzchni pod pikiem dla spanu na obydwu kartridżach – wartość Area powinna się różnić o mniej niż 10%,
- sprawdzić wartości powierzchni pod pikiem dla cyklu zerowania – wartość Area powinna być mniejsza od 5000

Przykład:

ZERO: A

Sample : 300 sec | BIArea : 0

Volume : 4.98 l | BICorr : 0/l

Baseline: 0.106 V | PkMax : .000 V

Bl StDev: .04 mv | PkWid : .0 sec

Start : 10-03-19 10:35:06

UWAGA! Najłatwiej jest uzyskać potrzebne dane do weryfikacji poprawności pracy aparatu poprzez wydrukowanie na komputerze pełnego raportu z 10 kolejnych pomiarów plus raportu z wykonanej pełnej kalibracji. Podsumowanie czynności kontrolnych należy zanotować w formie rekordu.

4. FORMULARZ KONTROLNY

Sugeruje się wprowadzenie jako zasady wypełniania formularza jak w załączniku podczas **każdej** wizyty na stacji. Informacje zawarte w formularzu, zarówno bieżące, jak i archiwalne pozwolą sprawować pełną kontrolę nad jakością wyników otrzymywanych z analizatora TEKTRAN 2537.



“TSI” Sp. z o.o.

Maronia 44
41-506 Chorzów
Tel/fax.: 32-247 0152

eMail: tsi@tsi.katowice.pl
www.tsi.katowice.pl
NIP: 627-24-37-323

Formularz kontroli pracy analizatora rtęci Tekran 2537							
Tydzień numer :							
Data:							
Operator:							
Stacja/Numer fabr. analizatora:							
		TAK	NIE				
Czy data i czas na ekranie wyświetlacza są poprawne?							
Czy dane są regularnie rejestrowane?							
Czy w pamięci są poprawne wyniki ostatniej kalibracji?							
Napięcie linii podstawowej 'Baseline' jest w zakresie 0.10 - 0.35 V i czy jest stałe?							
Rejestr parametrów pracy analizatora rtęci Tekran 2537							
			WARTOŚĆ				
Odchylenie napięcia linii podstawowej „Baseline Deviation” (>0.10 V)							
Status aparatu (powinien być OK, jeśli jest Mx należy skonsultować)							
Przepływ próby „Volume” (1,0 l/min)							
Response factor A							
Response factor B							
Powierzchnia pod pikiem dla zerowania kart. A							
Powierzchnia pod pikiem dla zerowania kart. B							
Porównaj średnią utworzoną z 5 kolejnych wyników pomiarów dla kartridża A i kartridża B (dla tego samego okresu). Wartości mogą się różnić o nie więcej niż 10%							
A		B		średnia A		Porównanie A/B*	
A		B		średnia B			
A		B					
A		B					
A		B					
		TAK	NIE				
Kontrola linii doprowadzenia próby:							
Kontrola filtra (zanieczyszczenie/blokada/śnieg/lód?)							
Wymiana membrany filtr zewnętrzny							
Wymiana membrany filtr wewnętrzny							
Wymiana membrany filtr zerowy							
Inne uwagi, komentarze, spostrzeżenia:							

* wartość A podzielona przez wartość B

(Zalecany okres kontroli – raz na tydzień lub każdorazowa wizyta w stacji)



Schemat analizatora 2537

