REAKTOR / MINERALIZATOR MIKROFALOWY MAGNUM II

INSTRUKCJA OBSŁUGI

1. WSTĘP

1.1 Producent urządzenia

ERTEC-Poland, dr Edward Reszke

adres siedziby firmy:
54-530 Wrocław ul. Janiny Kłopockiej 13
tel. +48 601 892 415

adres zakładu produkcyjnego:
54-530 Wrocław ul. Janiny Kłopockiej 13
tel. +48 601 457 857

Web: www.ertec.pl

Email: ertec@wp.pl produkcja@ertec.pl

1.2 Przeznaczenie urządzenia

Reaktor/mineralizator mikrofalowy **MAGNUM II** (zwany dalej reaktorem) jest urządzeniem laboratoryjnym, przeznaczonym do chemicznej syntezy ale może też służyć do rozkładu próbek metodą mokrą (mineralizacja i wprowadzanie do roztworu), w naczyniach zamkniętych, w podwyższonym ciśnieniu. Procesy syntezy/rozkładu są przyspieszane energią mikrofalową. Mikrofale pochłaniane są przez reagenty (zwykle roztwory kwasów lub soli) w wyniku czego podniesiona zostaje temperatura, następuje wzrost ciśnienia i w efekcie, zależnie od składu reagentów, szybkie rozłożenie lub synteza próbki.

Aktualnie w ofercie znajdują się dwie podstawowe wersje reaktorów:

- **zamknięty, ciśnieniowy jednomodowy reaktor/mineralizator jednostanowiskowy**, z integralną kontrolą ciśnienia i monitoringiem temperatury w naczyniu reakcyjnym. Kompaktowa obudowa urządzenia ułatwia łączenie niezależnie pracujących jednostek w większe, 2 - 4 stanowiskowe zespoły, sterowane z komputera, lub przy pomocy sterowników mikroprocesorowych.
- **reaktor/mineralizator otwarty** z wnęką wielomodową i kontrolą temperatury za pomocą pirometru.

1.3 Wyjaśnianie symboli ostrzegawczych umieszczonych na urządzeniu

- Uwaga, grozi niebezpieczeństwo
- Uwaga, gorąca powierzchnia
- Uwaga, grozi porażenie elektryczne
- Zapoznaj się z instrukcją obsługi

2. DANE TECHNICZNE

2.1 Wykonanie standardowe

- Zasilanie elektryczne: *jednofazowe, 230V, 50Hz*
- Pobór mocy z sieci zasilającej: *600W na jedno naczynie mineralizacyjne*
- Długość przewodu zasilającego: *1,5m (max. 3m zgodnie z PN-EN 61010-1)*
- Pojemność naczynia do mineralizacji: *108cm³*
- Chłodzenie głowicy ciśnieniowej: *wodne*
- Chłodzenie wewnętrznych układów urządzenia: *powietrzne*
- Stopień ochrony obudowy: *IP20*
- Ochrona przed porażeniem elektrycznym: *klasa I*

2.2 Wymagane warunki środowiskowe bezpiecznej eksploatacji

- Warunki eksploatacji: *pomieszczenie zamknięte*
- Miejsce montażu urządzenia: *digestorium lub stół laboratoryjny pod wyciągiem*
- Wysokość: *do 2000 m nad poziomem morza*
- Temperatura otoczenia: *od +5 do +40ºC*
- Maksymalna wilgotność względna: *80 % w temperaturze do 31ºC*
- Maksymalne wahania napięcia sieci zasilającej: *+5 / -10 % napięcia nominalnego*

2.3 Oświadczenie o nie zawieraniu trucizn i szkodliwych oparów

Urządzenie nie wydziela szkodliwych oparów ani trucizn, jednakże użytkownik podczas normalnego procesu eksploatacji może używać szkodliwych i niebezpiecznych odczynników lub próbek podobnie jak przy używaniu laboratoryjnych kuchni mikrofalowych.

2.4 Przenoszenie urządzenia

Do przenoszenia urządzenia służy rączka z pręta kwasoodpornego umieszczona na tylnej ściance urządzenia w górnej części tej ścianki

2.5 Hałas

W warunkach normalnego użytkowania urządzenie nie wytwarza hałasu stanowiącego zagrożenie.

2.6 Konstrukcja

• Ilość głowic mineralizacyjnych:	*1 x ilość modułów*
• głowica ciśnieniowa:	*1szt, stalowa, stal 1H18N9T*
• osłona głowicy:	*polipropylen*
• chłodzenie:	*obieg wody chłodzącej min.1l/min (opcja: system obiegu zamkniętego wody z wymiennikiem ciepła)*
• wentylacja głowicy:	*pompka próżniowa (wodna)*
• usuwanie i neutralizacja oparów:	*odsysanie oparów spod osłony głowicy przy wykorzystaniu płuczki laboratoryjnej*
• naczynie reakcyjne - materiał:	*teflon Hostaflen TFM (Berghof)*
• kształt i pojemność naczynia reakcyjnego:	*ścięty stożek, 108 ml.*
• możliwość instalacji adaptera do mineralizacji otwartej:	*tak*
• możliwość agregacji w układy wielomodułowe:	*tak*
• zabezpieczenie przed nadmiernym ciśnieniem:	*tak*
• zabezpieczenie przed nadmierną temperaturą:	*tak*
• blokada emisji mikrofal przy otwartej głowicy:	*tak*
• zewnętrzne powłoki chemoodporne:	*stal kwasoodporna, PP, PCV, PTFE*
• Wymiary [mm]	*170x 370x 500*
• Waga [kG]	*25*

2.7 Obwody elektryczne

• Pobór mocy z sieci:	*600VA x ilość naczyń*
• Moc mikrofalowa:	*600W / naczynie*
• Doprowadzenie mocy mikrofalowej:	- *od dołu naczynia,* - *antena podwójna z pozaosiowym zasilaniem umieszczona w dolnej części, wewnątrz wkładki teflonowej, wewnątrz głowicy stalowej (patent ERTEC)* - *transmisja mikrofal z magnetronu zespolonego z własnym polem magnetycznym, , jeden magnetron na 1 naczynie n-systemu*
• Pomiar ciśnienia:	- *w każdym naczyniu n-systemu;* - *ciśnienie bezpośrednio wyliczone z powierzchni pokrywki oraz siły ugięcia kalibrowanych sprężyn talerzowych* - *odczyt ciśnienia: czujnik mechaniczny przekazujący ruch grzybka wraz z pokrywką naczyńka (poprzez potencjometryczny czujnik ruchu, który przekazuje sygnał do mikroprocesora)*
• Pomiar temperatury:	- *czujnik - ekranowana termopara typu K* - *termopara doprowadzona wzdłuż osi do dolnej części naczynia*

• Kontrola parametrów reakcji:	- *mikroprocesor z EPROMEM wewnątrz jednostki (1 na każde naczynie n-systemu)* - *mikroprocesor z EPROMEM w konsolce sterowniczej (opcja konsolki eliminuje konieczność użycia PC)* - *sterowanie i monitoring z użyciem PC - komunikacja RS232 II (pełna obsługa)*
• Komputerowa baza danych:	- *pasywna (monitoring)* - *efektywna, interakcyjna (generator procedur)*
• Zabezpieczenie przed przypadkowym uruchomieniem urządzenia bez naczyń reakcyjnych:	*tak*
• Komunikat „close cover head”:	*tak (na monitorze lub konsoli)*
• Ograniczenie mocy magnetronu	*tak*
• Czujnik parowania - ograniczenie ilości dostarczanej energii do podtrzymania procesów parowania	*opcja*

2.8 Parametry robocze

• Podstawowe zastosowanie:	- *chemiczne reakcje syntezy przebiegające w podwyższonym ciśnieniu i podwyższonej temperaturze* - *reakcje rozkładu próbek metodą mokrą (mineralizacja i wprowadzanie do roztworu), w naczyniach zamkniętych, w podwyższonym ciśnieniu*
• Przystosowanie do innych typów procesów chemicznych np. synteza, ekstrakcja:	*opcja*
• Znamionowy zakres temperatur roboczych:	*max. 300°C*
• Znamionowy zakres ciśnień roboczych:	*max. 5MPa (50 bar) *)*
• Znamionowa wielkość próbki w reakcji mineralizacji:	*max. 1,5g **)*
• Reagenty stosowane w reakcjach syntezy i rozkładu:	*bez ograniczeń; substancje, które mogą oddziaływać na stal (np. HCl) należy usunąć z reaktora natychmiast po zakończeniu reakcji a głowicę i jej części składowe poddać czyszczeniu i konserwacji zgodnie z wskazówkami zawartymi w niniejszej instrukcji*
• Środowisko pracy:	*laboratorium analityczne; urządzenie przeznaczone jest do pracy w digestorium, przy sprawnie działającym systemie wyciągowym, z zapewnionym dostępem do wody bieżącej i odprowadzeniem ścieków (skażonych chemicznie)*
*) **Producent dopuszcza w pracę urządzenia w wyższym zakresie ciśnień tj. do 90 bar po przedsięwzięciu szczególnych środków ostrożności uzgodnionych z producentem urządzenia.**	
) **Producent dopuszcza przeprowadzanie reakcji mineralizacji próbek większych niż 1,5g lecz mniejszych niż 5g po przedsięwzięciu szczególnych środków ostrożności i przy zastosowaniu specjalnej procedury pracy uzgodnionej z producentem urządzenia.	

3. OPIS INSTALACJI I BUDOWY REAKTORA

3.1 Instalacja i opis ogólny urządzenia

INSTALACJA

Podłączenie do instalacji wodnej

- Podłączyć opisaną w punkcie 3.2 pompkę próżniową do posiadanej instalacji wodnej (rys. 3). Z końcówki „OUT" umieszczonej na tylnej ściance urządzenia wyprowadzić wężykiem wodę do odpływu kranu. Taki sam wężyk podłączyć do końcówki oznaczonej „IN" w urządzeniu oraz do metalowego króćca pompki próżniowej.
- Podłączyć jeden koniec wężyka odsysającego opary do końcówki „VAC" w urządzeniu, a drugi koniec wężyka do plastikowego króćca w pompce próżniowej.
- Przeprowadzić próbę szczelności instalacji wodnej.

Połączenie z komputerem lub ręcznym terminalem

- Połączyć kablem szeregowym, dostarczonym przez producenta, gniazdo oznaczone „PC" na tylnej ściance urządzenia, z gniazdem szeregowego portu w komputerze. W przypadku braku portu szeregowego w komputerze należy użyć odpowiedniego adaptera (najczęściej z portu szeregowego RS na port USB).
- Umocować trwale kabel łączeniowy poprzez dokręcenie śrub umieszczonych na wtyczkach.

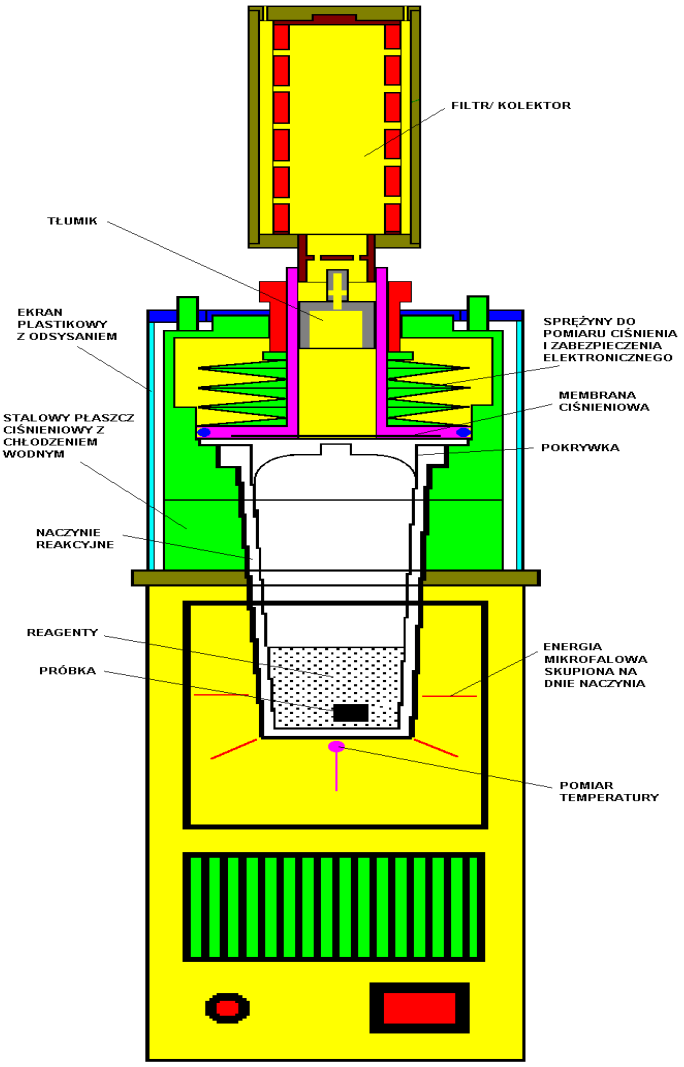
Podłączenie zasilania

- Podłączyć, dostarczony przez producenta, kabel zasilający urządzenia do posiadanej instalacji sieciowej o napięciu przemiennym 230V. Instalacja musi być wyposażona gniazdo sieciowe z kołkiem uziemiającym. Nie wolno używać kabli zasilających o mniejszym przekroju niż dostarczony przez producenta lub kabli bez przewodu uziemiającego. Długość przewodu zasilającego nie może być dłuższa niż 3m (ze względów bezpieczeństwa użytkownika wg PN-EN 61010-1).

Umiejscowienie urządzenia
Urządzenie powinno pracować pod wyciągiem lub w digestorium.
Należy tak przymknąć drzwi digestorium, aby nie zakrywać otworów z przodu urządzenia, którędy urządzenie zasysa powietrze chłodzące jego układy wewnętrzne.

OPIS OGÓLNY URZĄDZENIA

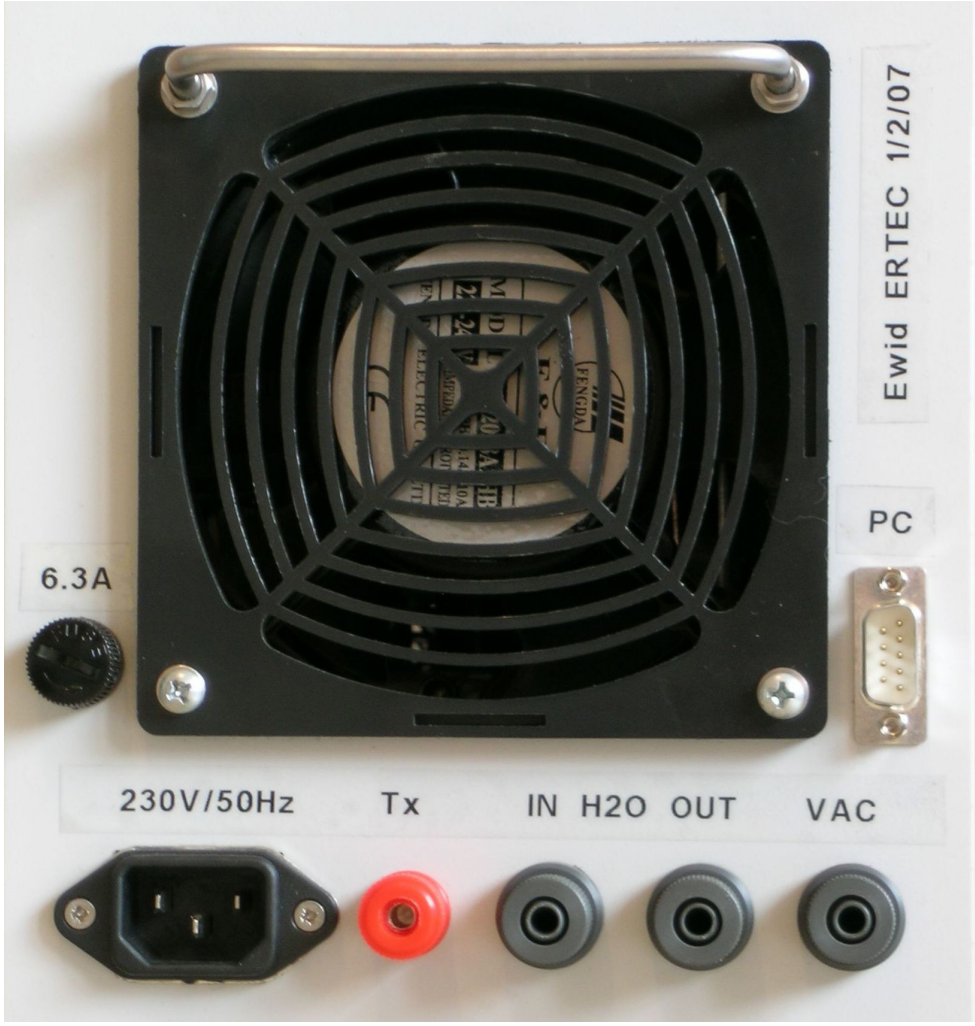
Reaktor/mineralizator mikrofalowy składa się z metalowej obudowy, wewnątrz której umieszczony jest zespół zasilający, z generatorem mikrofal w postaci magnetronu synchronicznego i falowodem. Na falowodzie zamocowana jest głowica ciśnieniowa reaktora. Głowica przykrywana jest osłoną z tworzywa sztucznego zatrzymującą opary rozpuszczalników (rys.1).



Rys.1 Modułowy reaktor/mineralizator jednostanowiskowy - widok od frontu i przekrój

Na przedniej ściance obudowy umieszczono:

- wyłącznik sieciowy,
- lampkę (diodę LED) sygnalizującą włączenie generatora mikrofalowego



Rys. 2 Widok reaktora MAGNUM II z tyłu

Na tylnej ściance obudowy umieszczono:

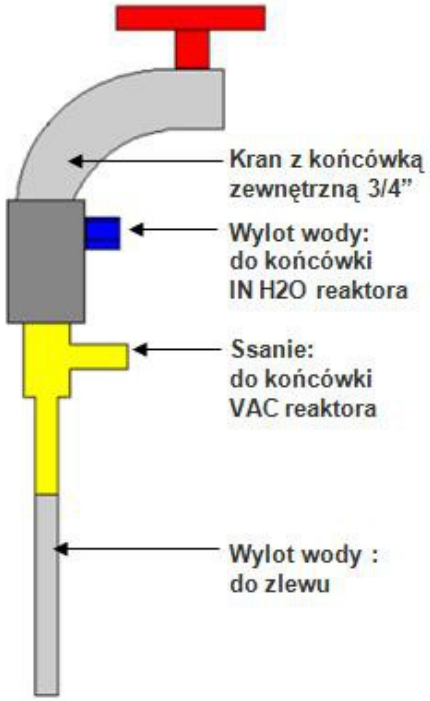
- gniazdo zasilania elektrycznego,
- gniazdo Tx przeznaczone do czynności serwisowych,
- gniazdo do przyłączenia pulpitu operatora (sterownika mikroprocesorowego) lub PC,
- gniazdo bezpiecznika sieciowego 6,3A (bezpiecznik typu WTA F 250V/6,3A),
- wentylator chłodzący układ zasilania,
- dwa przyłącza do wody chłodzącej głowicę ciśnieniową urządzenia,
- przyłącza pompki próżniowej.

W skład reaktora wchodzi ponadto:

- oprogramowanie do komputera typu PC, funkcjonujące w środowisku Windows 98/2000/XP, umożliwiające sterowanie reaktorem, jak również monitorowanie podstawowych parametrów procesu (nie dotyczy urządzeń kontrolowanych ze sterownika sprzętowego),
- przewód zasilający (sieciowy),
- zestaw kluczy,
- pompka próżniowa (rys. 3),
- osłona głowicy,
- łapacz oparów.

Wyposażenie opcjonalne:

- pulpit sterowniczy (sterownik sprzętowy – konsolka mikroprocesorowa z wyświetlaczem optycznym eliminujący potrzebę użycia komputera PC).

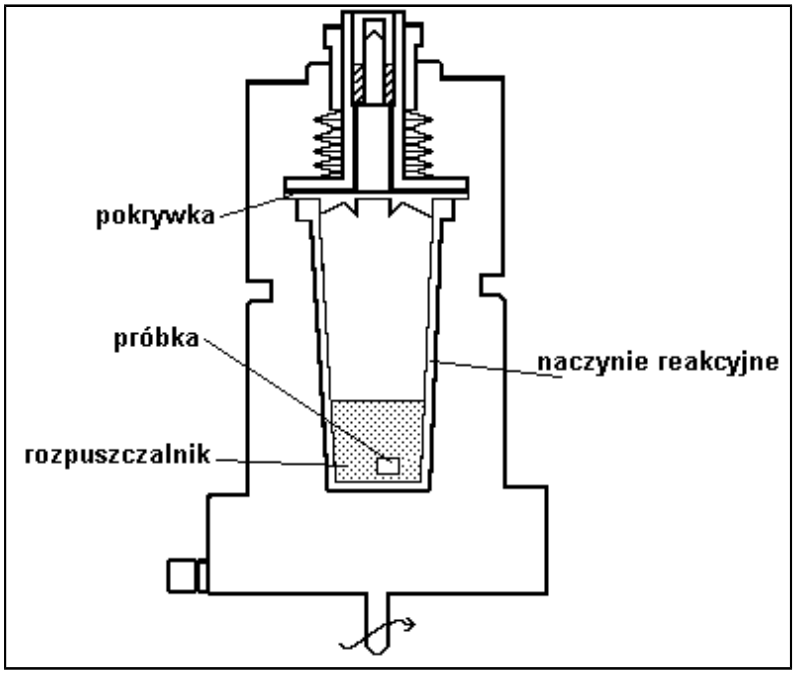


Rys. 3 Montaż pompki próżniowej

Rys. 4 Podstawowe elementy głowicy ciśnieniowej reaktora mikrofalowego.

Głowica reaktora (rys. 4) składa się z dwóch metalowych korpusów (dolnego i górnego), łączonych ze sobą zamknięciem bagnetowym. W korpusie dolnym głowicy znajduje się:

- zespół anten mikrofalowych wraz z wnęką (wkładem teflonowym) na teflonowe naczynie reakcyjne,
- teflonowe naczynie reakcyjne z pokrywką, na której umieszczona jest metalowa membrana bezpieczeństwa.



Rys. 5 Sposób umieszczenia próbki w teflonowym naczyniu reakcyjnym

Naczynie teflonowe ze stalowym pierścieniem wokół kołnierza musi być prawidłowo umieszczone w głowicy mineralizacyjnej.

UWAGA: Należy zwrócić uwagę, aby kołnierz teflonowy naczyńka częściowo wszedł do metalowego pierścienia. Umieszczenie pierścienia odwrotną stroną spowoduje wyświetlenie komunikatu o błędzie i uniemożliwi start mineralizatora.

W korpusie górnym znajdują się (rys. 8):

- grzybek dociskowy z zespołem sprężyn talerzowych, pierścieniem oporowym i tłumikiem hałasu,
- nakrętka dociskowa

Na grzybku dociskowym (rys. 8) zaworu ciśnieniowego głowicy osadzony jest gumowy pierścień uszczelniający (O-ring).

Głowica reaktora posiada wielokrotny system zabezpieczenia przed zbyt wysokim ciśnieniem, zbudowany w oparciu o pakiet sprężyn talerzowych, których ugięcie pozwala na elastyczną pracę układu naczynia reakcyjnego, a w przypadku zbytniego przyrostu ciśnienia, na minimalny upust gazów.
Gazy, wydostając się na zewnątrz głowicy, zostają wciągnięte przez pompę próżniową spod osłon plastikowych i zneutralizowane w strumieniu wody, pod osłoną antybryzgową. W przypadku połączenia większej ilości głowic, producent zapewnia montaż specjalnej instalacji wyciągowej.

Reaktor/mineralizator wyposażony jest w układ automatycznej kontroli ciśnienia w naczyniach reakcyjnych oparty na pomiarze ugięcia kalibrowanych sprężyn talerzowych głowicy, których ruch wywoływany jest przemieszczaniem się tłokowo uszczelnionej pokrywki naczynia reakcyjnego. Wartość mierzonego bieżącego ciśnienia wyświetlana jest na sterowniku lub monitorze komputera. Minimalnym wskazaniem układu pomiaru ciśnienia jest 15 barów, w trybie pracy mineralizatora i 1 bar, w trybie pracy reaktora.

Specjalnie ukształtowana pokrywka teflonowego naczynia reakcyjnego wraz z metalową membraną bezpiecznika ulegają zniszczeniu, w przypadku gwałtownego wzrostu ciśnienia, pozwalając na rozprężenie się gazów na zewnątrz, otworami w korpusie górnym głowicy mineralizacyjnej.

W celu wyeliminowania niemiłych wrażeń akustycznych występujących podczas gwałtownego rozprężania gazów, po zniszczeniu pokrywki, w korpusie górnym głowicy mineralizacyjnej zastosowano tłumik (rys. 8).
Reaktory Magnum wyposażone są dodatkowo w łapacz oparów wyzwalanych z naczynia reakcyjnego, po zniszczeniu membrany/pokrywki naczynia (rys. 9).

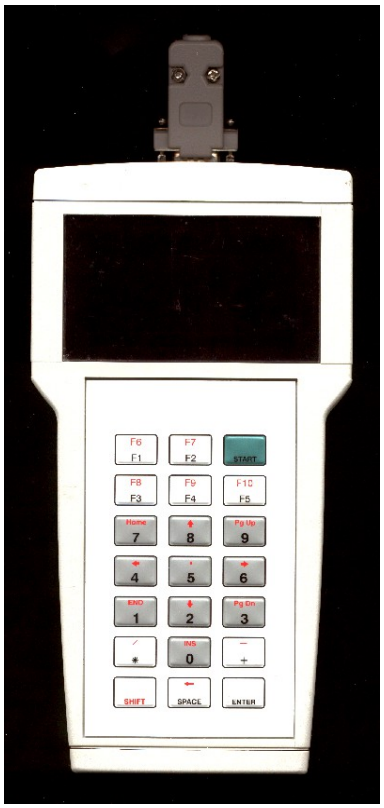
Nowa konstrukcja reaktora umożliwia stosowanie dokładnych technik pomiarowych.
Antena sprzęgająca energię mikrofalową do wnętrza stalowego naczynia ciśnieniowego, pomimo prowadzenia fali mikrofalowej, może być zarazem bardzo dobrym układem dopasowania energetycznego, uniezależniając poziom pochłaniania fal od rodzaju próbek. Zastosowano monitoring temperatury. W dolnej części korpusu głowicy ciśnieniowej umieszczono klasyczną termoparę, dobrze sprzężoną cieplnie z naczynkiem reakcyjnym, co pozwoliło zrealizować skuteczny pomiar temperatury na dnie naczyńka. Dla zapewnienia odpowiedniej dokładności pomiaru przewidziano prostą procedurę kalibracji czujnika termopary wykorzystującą fakt, że wobec stosowania wodnego chłodzenia stalowego płaszcza głowicy, jego temperatura jest praktycznie stała (termostat). Nie zmienia się też współczynnik podziału temperatury mierzonej w funkcji temperatury rzeczywistej. Wartość mierzonej temperatury wyświetlana jest na sterowniku lub monitorze komputera.

3.2 Opis budowy elektrycznej

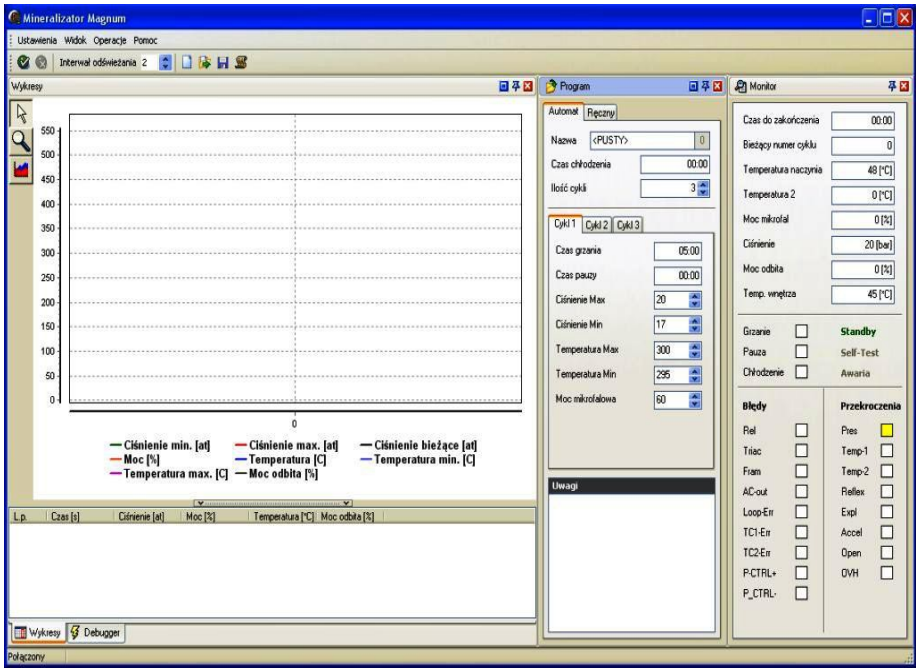
Układ elektryczny reaktora **MAGNUM II** zbudowany jest z następujących bloków podstawowych:

- filtra sieciowego,
- układu sterowania,
- układu stabilizacji mocy mikrofal,
- generatora mikrofalowego,
- falowodu mikrofalowego,
- komputera klasy PC zewnętrznego lub pulpitu operatorskiego (opcja)

Układy elektryczne i elektroniczne mineralizatora **MAGNUM II** zasilane są poprzez przeciwzakłóceniowy filtr sieciowy, na którego wejściu znajduje się 6,3A bezpiecznik topikowy oraz wyłącznik sieciowy.
Obsługa urządzenia odbywa się poprzez pulpit operatorski (rys.6a) lub komputer klasy PC (rys. 6b), połączony z układem sterowania przewodem sterowniczym, zakończonym gniazdami typu SUB.
Pulpit operatorski lub komputer umożliwiają zadawanie i zapamiętywanie parametrów mineralizacji, włączanie i wyłączanie mineralizacji oraz kontrolę stanu układu sterowania.



Rys. 6a Rozmieszczenie przycisków na sterowniku sprzętowym



Rys. 6b Widok okna programu komputerowego

Opis oprogramowania umożliwiającego sterowanie reaktorem z komputera przedstawiony jest w pliku pomocy programu oraz w rozdziale 3.3.3.

3.3 Sterownik sprzętowy

3.3.1 Uruchomienie sterownika

Po włączeniu napięcia zasilającego na sterowniku sprzętowym pojawia się komunikat zgłoszenia, podczas którego testowane są elementy wykonawcze układu sterowania:

ERTEC

następnie wystąpi komunikat:

SELF TEST

W przypadku stwierdzenia niesprawności któregoś z elementów, na wyświetlaczu LCD pojawi się komunikat:

SET POWER OFF !
Wyłącz napięcie zasilające !

Gotowość urządzenia do pracy sygnalizowana jest zapaleniem się zielonej diody LED, umieszczonej na pulpicie operatorskim, oraz komunikatem:

READY
XX HEAT CYCLES
Gotów
XX *liczba cykli grzania*

Przy pomocy klawiszy funkcyjnych i numerycznych można następnie zadać parametry mineralizacji: cykle czasów grzania oraz wyłączenia generatora mikrofal, progi ciśnień oraz czas oczekiwania ustalany na zakończenie wszystkich cykli procesu. Na wyświetlaczu LCD wyświetlane są komunikaty podpowiadające operatorowi jakie czynności są wykonywane w danym momencie. Szczegółowy sposób zadawania parametrów mineralizacji, ich zapamiętywania i wywoływania z biblioteki, przedstawiono w opisie programowania sterownika, pkt 3.4.

Klawisz **START** służy do włączania i wyłączania urządzenia. W momencie rozpoczęcia mineralizacji układ sterowania, poprzez układ stabilizacji mocy mikrofal, podaje napięcie zasilające do generatora mikrofal i włącza wentylator chłodzący magnetron (generator). Na pulpicie operatorskim pojawia się odpowiedni komunikat oraz zapala się czerwona dioda LED.

Praca generatora mikrofal sygnalizowana jest również zapaleniem się diody LED na przedniej ściance urządzenia. Układ stabilizacji mocy mikrofal ma za zadanie utrzymywać jednakową moc wyjściową generatora, pomimo zmian napięcia sieci zasilającej w zakresie od 200V do 240V.

Po zakończeniu mineralizacji układ sterowania odłącza napięcie zasilające generator, pozostawia natomiast włączony wentylator, do momentu odpowiedniego schłodzenia generatora i głowic mineralizacyjnych (ustalony czas oczekiwania).

Tryb oczekiwania sygnalizowany jest na pulpicie operatorskim komunikatem:

WAIT! MM:SS
XXXbar ZZZ°C
Czekaj!
MM ***- odliczane minuty***
SS ***- odliczane sekundy,***
XXX ***- bieżące ciśnienie***
ZZZ - bieżąca temperatura
oraz zapaloną żółtą diodą LED.

Przed rozpoczęciem mineralizacji należy ustawić odpowiednie, zalecane przez producenta dla danej substancji, lub określone przez użytkownika, ściśle według zaleceń podanych przez producenta, parametry prowadzonego procesu.

Komunikaty sygnalizujące awarię urządzenia:

SWITCH ERROR
SET POWER OFF !
oraz
TRIAC ERROR
SET POWER OFF !

Przyczyny zgłaszania awarii:

- Mógł wystąpić przypadkowy błąd w realizacji programu wewnętrznego urządzenia. Należy wyłączyć i ponownie spróbować uruchomić urządzenie.
- Pulpit operatorski może być niewłaściwie podłączony. Należy wyłączyć mineralizator i sprawdzić poprawność podłączenia pulpitu operatorskiego lub komputera PC.
- Jeżeli komunikat o uszkodzeniu pojawił się przy pracującym wentylatorze, należy sprawdzić czy wlot powietrza nie jest przysłonięty, usunąć wszelkie przedmioty mogące przeszkadzać w swobodnym przepływie powietrza. Odczekać do chwili schłodzenia się radiatora magnetronu.

Jeśli powyższe czynności nie usunęły przyczyny awarii, należy powiadomić o tym Producenta lub uprawniony punkt serwisu.

3.3.2 Programowanie sterownika (modułowe, zamknięte reaktory jednostanowiskowe)

❶Po włączeniu zasilania pojawia się trwający około 3 sek. komunikat:

ERTEC

❷Następnie urządzenie sygnalizuje gotowość do pracy:

READY
XX HEAT CYCLES
Gotów
XX ***ustalona, bezpośrednio przed ostatnim wyłączeniem urządzenia, liczba cykli grzania i chłodzenia***

❸Po naciśnięciu klawisza **F3/F8**, pojawi się komunikat:

SET NO OF HEAT
CYCLES XX
Ustal liczbę cykli grzania
XX *liczba cykli grzania , należy wprowadzić ją z klawiatury numerycznej (maksymalnie 10)*

❹Po ustaleniu liczby cykli grzania/ chłodzenia, należy potwierdzić wybór naciskając klawisz **ENTER**. Jeżeli wprowadzona liczba cykli przekracza 10, pojawi się komunikat:

OVERFLOW
MAX NUMBER IS 10
Nadmiar
Maksymalna liczba to 10

a następnie ponownie

SET NO OF HEAT
CYCLES XX
Ustal liczbę cykli grzania
XX ostatnia, poprawnie wprowadzona, *liczba cykli)*

❺ Po ustaleniu cykli należy wprowadzić pozostałe parametry procesu:

HEAT HH:HH No NN
COOL CC:CC PPP°C
w miejsce:
HH:HH ***- wprowadzić czas grzania***
CC:CC ***- wprowadzić czas chłodzenia***
PPP ***- wprowadzić moc mikrofalową***
NN ***- przedstawia kolejny numer cyklu***

Wymienione wartości wprowadzamy kolejno przy pomocy klawiatury numerycznej, za każdym razem potwierdzając wybór razem klawiszem **ENTER**.

Aktualne pole przygotowane do wprowadzenia wartości liczbowej sygnalizowane jest migającym na wyświetlaczu LCD kursorem, przy czym naciśnięcie klawisza **ENTER** powoduje przemieszczenie się kursora do następnego pola. Po ustaleniu charakterystyki ostatniego cyklu układ sygnalizuje swoją gotowość do pracy (por. komunikat w p. ❷).

Po zatwierdzeniu przy pomocy przycisku **ENTER** wartości mocy dla danego cyklu należy dokonać wpisu progów ciśnienia.

Pmax XXX
Pmin YYY
XXX ***- ciśnienie powyżej którego zostanie wyłączone grzanie***
YYY ***- ciśnienie poniżej którego grzanie zostanie włączone ponownie***

Po zatwierdzeniu przy pomocy przycisku **ENTER** wartości ciśnień dla danego cyklu należy dokonać wpisu progów temperatury.

Tmax XXX
Tmin YYY
XXX ***- temperatura powyżej której zostanie wyłączone grzanie***
YYY ***- temperatura poniżej której grzanie zostanie włączone ponownie***

POWYŻSZE USTAWIENIA NALEŻY POWTÓRZYĆ DLA KAŻDEGO KROKU PROCEDURY.

❻Po zatwierdzeniu wartości ciśnienia minimalnego / minimalnej temperatury należy wprowadzić czas ostatniego chłodzenia.

UWAGA: Zaleca się, aby czas ostatniego chłodzenia nie był krótszy aniżeli 10 minut.

SET WAIT TIME
MM:SS

Ustalenie czasu oczekiwania (WAIT TIME) spowoduje wyświetlenie komunikatu o gotowości urządzenia do startu.

Wprowadzenie niedozwolonych parametrów spowoduje wyświetlenie komunikatu o błędzie

DATA ERROR
ENTER - CONTINUE

W tym przypadku należy rozpocząć procedurę programowania od nowa, naciskając w pierwszej kolejności przycisk **F3/F8**.

❼Uruchomienie urządzenia następuje po naciśnięciu klawisza **START**.

Jeśli przy próbie uruchomienia urządzenia któraś z głowic reaktora nie została właściwie domknięta na wyświetlaczu pojawi się komunikat:

CLOSE COVER
CONTINUE

Należy sprawdzić domknięcie głowic i ponownie uruchomić reaktor.
Prawidłowy start sygnalizowany jest komunikatem

START PROCESS !

oraz, w trakcie grzania:

HEAT HH:HH No NN
XXX bar ZZZ°C

a w trakcie chłodzenia:

COOL CC:CC No NN
XXX bar ZZZ°C
HH:HH ***- czas grzania, jaki pozostał do zakończenia bieżącego cyklu***
CC:CC ***- czas chłodzenia, jaki pozostał do zakończenia bieżącego cyklu***
NN ***- numer bieżącego cyklu***
XXX ***- ciśnienie panujące w naczyniu***
ZZZ ***- temperatura panująca w naczyniu***

Po wykonaniu zaprogramowanych cykli grzania/ chłodzenia urządzenie przechodzi do stanu oczekiwania.
Stan oczekiwania sygnalizowany jest zapaloną żółtą diodą LED oraz komunikatem :

WAIT !! MM:SS
XXX at ZZZ°C
MM:SS ***- czas oczekiwania na gotowość urządzenia***
XXX ***- mierzone ciśnienie***
ZZZ - mierzona temperatura

❽Po zakończeniu oczekiwania urządzenie sygnalizuje

XXXbar ZZZ°C
ENTER - CONTINUE
XXX ***- aktualne ciśnienie w naczyniu.***
ZZZ - aktualną temperaturę w naczyniu

Naciśnięcie przycisku **ENTER** spowoduje ustawienie reaktora w gotowości do kolejnego procesu (por. wyżej).

UWAGA !!!
Jeżeli w którymkolwiek momencie pracy urządzenia ponownie naciśniemy klawisz 'START', praca urządzenia zostanie przerwana i procesor uruchomi odliczanie czasu oczekiwania.

Grzanie sygnalizowane jest również zapaleniem się czerwonej diody LED sterownika. Chłodzenie w cyklu grzania/ chłodzenia sygnalizowane jest zapalonymi diodami czerwoną i żółtą. Gotowość do pracy sygnalizowana jest zapaloną diodą zieloną sterownika. Czas oczekiwania, czyli innymi słowy czas ostatniego chłodzenia, ustalany jednorazowo dla wszystkich procedur za pomocą dwukrotnego naciśnięcia przycisku **F3/F8**, sygnalizowany jest zapaleniem się tylko żółtej diody.

❾Wprowadzone parametry mineralizacji możemy zapamiętać po jednokrotnym naciśnięciu przycisku **F4/F9**, w bibliotece procedur mineralizacji, z której później będzie je można wywołać dwukrotnie naciskając **F4/F9**.

W celu wywołania uprzednio zapisanego programu należy nacisnąć raz przycisk **F4/F9**

Po pojawieniu się komunikatu:

LOAD PROGRAM: XX

wprowadzić numer żądanego programu i wcisnąć **ENTER**. Jeśli program o wprowadzonym numerze nie istnieje, pojawi się komunikat.

PGM NOT EXIST
XX - <ENTER>

⑩ Dwukrotne naciśnięcie przycisku **F4/F9** umożliwia zapis procedury pod wprowadzonym numerem.
Przycisnąć dwukrotnie klawisz **F4/F9**, a następnie, po komunikacie

SAVE PROGRAM: XX

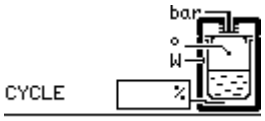
XX oznacza numer procedury pod którym będą zapisane wcześniej wprowadzone parametry mineralizacji,

w miejsce **XX** należy wprowadzić przy pomocy klawiatury numerycznej numer procedury pod którym chcemy zapamiętać wprowadzone wcześniej parametry mineralizacji i potwierdzić wybór przyciskając klawisz **ENTER**.

3.3.2A. NEX2 sterownik mineralizatora MAGNUM v2 – użytkowanie

Po włączeniu zasilania na ekranie sterownika jest wyświetlana wizytówka producenta i zapalane obydwie diody sygnalizacyjne.

Po ok. sekundzie sterownik odczytuje z urządzenia bieżące parametry i wyświetla na ekranie roboczym:



aktualny stan urządzenia:
SELFTEST – test wstępny urządzenia – po włączeniu
STANDBY – stan neutralny
START... – uruchamianie procesu mineralizacji (rozruch generatora mikrofal)
HEAT – grzanie w cyklu grzanie-chłodzenie
COOL – chłodzenie w cyklu grzanie-chłodzenie
WAIT – oczekiwanie końcowe po zakończeniu mineralizacji

00:00 – czas do końca bieżącego etapu mineralizacji
CYCLE 2 – numer bieżącego cyklu mineralizacji
23bar – bieżące ciśnienie w naczyniu
150° - bieżąca temperatura w naczyniu
55% – bieżąca moc generatora mikrofal
15W – bieżąca moc odbita w naczyniu

W dolnej części ekranu wyświetlane są piktogramy sygnalizujące stan urządzenia:

- - wykryty zbyt szybki spadek ciśnienia
  - - przegrzanie urządzenia – zbyt wysoka temperatura naczynia
- - naczynie po włączeniu zasilania urządzenia nie zostało jeszcze otwarte
- - naczynie otwarte
- - przekroczenie zadanego ciśnienia procesu
- - przekroczenie dopuszczalnej mocy odbitej
- - sprężyny w głowicy naczynia niezgodne z nastawą urządzenia
- - przekroczenie zadanej temperatury procesu
- - wykryty zbyt szybki wzrost ciśnienia w naczyniu

Nastawa parametrów urządzenia oraz uruchomienie procesu realizowana jest po naciśnięciu odpowiedniego klawisza na klawiaturze sterownika:

Enter – zatwierdzenie kolejnego edytowanego parametru
Esc – opuszczenie edycji paramatru
0,1..9 – wpis kolejnej cyfry edytowanego parametru.

Przykład: aby uzyskać nastawę czasu 5 minut i 23 sekundy należy wcisnąć kolejno klawisze 0,5,2,3,Enter
Jeżeli nie chcemy zmieniać parametru wystarczy zaakceptować go klawiszem Enter, nie ma konieczności wpisywania nie zmienianego parametru.

START/STOP – uruchomienie lub zatrzymanie procesu mineralizacji
SET – wejście do edycji parametrów procesu mineralizacji

Po wejściu do edycji parametrów procesu należy ustawić ilość cykli procesu, potem dla każdego cyklu edytujemy czas grzania (HEAT) i czas chłodzenia (COOL), ciśnienie maksymalne i minimalne mineralizacji, temperaturę maksymalną i minimalną mineralizacji oraz moc mikrofal

dla poszczególnych cykli. Numer edytowanego cyklu widoczny jest w dolnej części wyświetlacza.

HEAT TIME	
COOL TIME	
Pmax	Pmin

CYCLE NR:

TEMP max	°C
TEMP min	°C
POWER	%

CYCLE NR:

Po edycji parametrów dla wszystkich cykli ustawiamy czas oczekiwania końcowego:

WAIT TIME

Zaakceptowanie nastawy czasu oczekiwania końcowego kończy edycję parametrów programu

PROG:
- załadowanie parametrów z pamięci do programu bieżącego
- zapis programu bieżącego do pamięci urządzenia (dwukrotne naciśnięcie)

PAR – edycja nastaw fabrycznych urządzenia i nastaw kalibracyjnych

Dostęp do tych nastaw chroniony jest czterocyfrowym hasłem, należy je wpisać i nacisnąć klawisz Enter, po analogicznie jak nastawy parametrów programu można edytować parametry kalibracyjne:

Po	Kp
Dpt	DpP
Kt	Tt

SET PARAMETERS

Refl	Tmx
C1	
C2	

SET PARAMETERS

Zapis zmodyfikowanych parametrów do pamięci urządzenia wykonywany jest dopiero po zatwierdzeniu wszystkich edytowanych parametrów.

3.3.3 Sterowanie urządzeniami z komputera PC

Reaktory jednostanowiskowe (moduły agregowalne w większe systemy) sterowane mogą być z komputera typu PC. Zamówienia nowego komputera z zamysłem przeznaczenia go do obsługi mineralizatorów można dokonać w firmie **ERTEC Poland**.

3.3.4 System kontroli mocy odbitej

Mineralizator/Reaktor MAGNUM II wyposażony jest w system kontroli mocy odbitej. Dzięki temu duże poziomy mocy odbitej mogą być eliminowane, poprzez ograniczanie mocy mikrofal wydzielanej przez urządzenie. Duże poziomy mocy odbitej mogą pojawić się na przykład w następstwie braku próbki w naczyniu reakcyjnym (czasem z powodu pomyłki obsługi) i zwykle mogą stanowić zagrożenie dla trwałości wkładu teflonowego. Monitorowanie mocy odbitej może też stanowić narzędzie pozwalające na wgląd do procesu chemicznego ponieważ zwykle zmiany fazowe wiążą się ze zmianami absorpcji energii w próbce

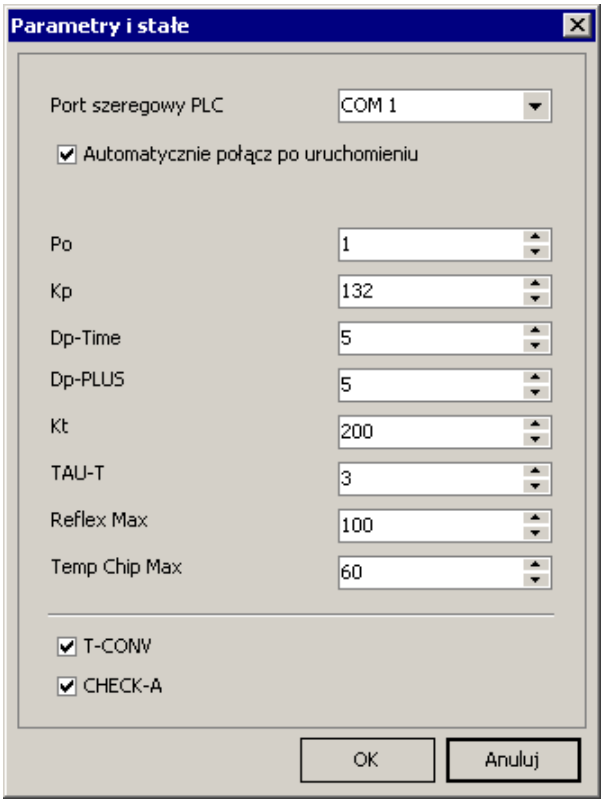
Moc odbitą podczas pracy, urządzenie wykazuje w kolumnie o nazwie [Moc odbita] i jest ona mierzona w Watach inaczej niż moc emitowana przez źródło mocy wewnątrz urządzenia.

Przekroczenie, zadanego przez użytkownika, maksymalnego poziomu mocy odbitej spowoduje automatyczne ograniczenie mocy emitowanej przez urządzenie. Sterowanie poziomem maksymalnym mocy odbitej umożliwione jest poprzez pole Max Field w menu ustawień dodatkowych opisanych w kolejnym rozdziale. Ustawienie tego parametru (Max Field) na zbyt niskim poziomie przez użytkownika może spowodować przedwczesne i niepożądane wyłączanie mocy generowanej przez magnetron.

3.3.5 Ustawianie parametrów pracy urządzenia

Niektóre parametry pracy urządzenia mogą być ustawiane przez użytkownika. Pozostałe parametry dostępne są dopiero po podaniu hasła, ze względu na zbyt dużą ingerencję w pracę urządzenia, mogącą powodować niewłaściwe odczyty.

EKRAN KOMPUTERA: OPIS POSZCZEGÓLNYCH PÓL MENU



Pole „Po”: ciśnienie startowe – umożliwia ustawienie ciśnienia jakie będzie uznawane przez urządzenie jako startowe. W przypadku mineralizatora – 15bar a w przypadku reaktora 1bar.

Pole „Kp”: współczynnik korekcji ciśnienia – umożliwia dopasowanie czujnika ciśnienia do naczynia na próbkę – ponieważ parametry mechaniczne naczyńka mogą zmieniać się z czasem, konieczna jest korekta wskazań ciśnienia, umożliwia to ten współczynnik, wartość nominalna to 100.

Pole „Dp-time”: stała czasowa czujnika gwałtownej reakcji – umożliwia dobranie czułości układu wykrywania gwałtownej reakcji w naczyniu, zabezpieczającego przed rozerwaniem pokrywki. – określa czas [s] pomiędzy kolejnymi porównaniami ciśnienia.

Pole „Dp-PLUS”: maksymalny przyrost ciśnienia w czasie Dp_time sekund, nie powodujący jeszcze wykrycia gwałtownej reakcji.

Pole „Kt”: współczynnik temperaturowy – od tego współczynnika zależy odczytywana wartość temperatury. Kalibrację temperatury najlepiej przeprowadzić na próbce wody.

Przykład wyznaczenia współczynnika **Kt**:

Współczynnik temperaturowy **Kt** ustawiony jest jako 140
Znając osiągnięte ciśnienie (np. zadane 40bar) odczytamy temperaturę wskazywaną przez urządzenie jako 200ºC.
Wiemy, że dla wody przy 40bar temperatura wynosi 240ºC - patrz Tablica 1.
Zatem jeśli **Kt** ustawione było na 140 to:

140 = 200
x = 250
----
x = 140 x 250 / 200

x=175

Współczynnik **Kt** należy ustawić na poziomie 175

Tablica 1
Zależność ciśnienie / temperatura dla wody, w naczyniu zamkniętym (V = const.)

Ciśnienie [bar]	Temperatura [ºC]
20	…
30	…
40	250
50	…
60	…
70	…
80	…

-

***Uwaga**: aby wyświetlana temperatura odpowiadała rzeczywistej temperaturze próbki w naczyniu, musi być zaznaczona kratka **T-CONV** w oknie „Parametry i stałe”*

Pole „TAU-T”: początkowe nachylenie krzywej temperatury na wykresie. Należy pamiętać, że temperatura nie jest parametrem mierzonym bezzwłocznie tak jak to dzieje się w przypadku ciśnienia. Jej odczyty zależne są od kalibracji za pomocą parametru Kp (opisanego powyżej)

Pole „Reflex max“: parametr określający maksymalny poziom mocy odbitej. Dopuszczalne wartości: 0-255 – umożliwia ustawienie maksymalnego odbicia mikrofal przy którego poziomie urządzenie ograniczy moc wydzielanych mikrofal. Pole to umożliwia wpisanie współczynnika w zakresie od 1 do 255 gdzie 255 oznacza 100% mocy odbitej. Jeśli chcemy aby urządzenie ograniczyło moc wydzielaną po przekroczeniu wartości mocy odbitej np. 50% należy ten współczynnik ustawić na 127-128

Pole „Temp Chip Max“: maksymalna temperatura rdzenia procesora i wnętrza obudowy urządzenia. Ustawienie tego parametru na poziomie ok. 50-60 stopni zabezpiecza przed przegrzaniem urządzenia przy zbyt wysokiej temperaturze otoczenia lub w sytuacjach awaryjnych (brak chłodzenia, awaria wentylatora chłodzącego itp.)

3.3.6 Czujnik bezpiecznego zamknięcia głowicy reakcyjnej

Urządzenie wyposażone zostało w czujnik z sygnalizacją dźwiękową wskazujący moment właściwego zamknięcia reakcyjnej głowicy ciśnieniowej. Jest to jednakże element dodatkowy zabezpieczenia i **zawsze należy sprawdzać czy głowica nie daje się luźno obracać**.

Podczas dokręcania głowicy za pomocą klucza z terkotką (na wyposażeniu) rozlegnie się sygnał dźwiękowy oznaczający wystarczające dociśnięcie głowicy. Po jego zadziałaniu należy dokręcić głowicę o kolejne ćwierć obrotu bez używania nadmiernej siły. Sygnalizacja dźwiękiem przerywana jest automatycznie po upływie około 2 sekund.

Sam czujnik kontrolowany jest trzystopniowo poprzez cyfrowy układ elektroniczny. Jego właściwe działanie uzależnione jest nieco od szybkości obsługi urządzenia, gdyż samokontrola odbywa się w okresie 3 sekund. W związku z tym nie należy czynności zamykania głowicy prowadzić zbyt szybko.

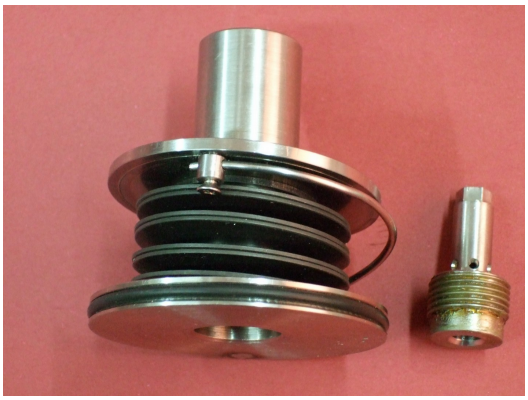
Wersja oprogramowania nr 14 zawiera możliwość używania urządzenia w dwóch zakresach ciśnień – do 100 bar lub do 10 bar z dokładniejszym podziałem skoku ciśnienia (co 0,1 bar). W związku z tym do urządzenia dołączany jest dodatkowy zestaw cieńszych sprężyn (7 szt) które używane są bez czujnika zamknięcia.

Sprężyny wykrywane są przez oprogramowanie wewnętrzne urządzenia a przypadek błędnego założenia sygnalizowany jest za pomocą oprogramowania komputerowego. W oknie MONITOR „zapala” się wówczas kontrolka „SPRING”. Zdarzenia tego typu wyświetlane są w oknie o nazwie „Dziennik Zdarzeń”

Dodatkowo jeśli użytkownik zmieni w menu „Konfiguracja” -> „Parametry i stałe” wersję z wysokociśnieniowej na średniociśnieniową (lub odwrotnie) a nie zostanie zdjęta głowica to program zostanie zablokowany. W oknie MONITOR „zapala” się wówczas kontrolka „LOCKED”

3.3.7 Konfiguracja sterownika komputerowego

W przypadku, kiedy użytkownik zdecydował się na sterowanie pracą reaktora z komputera, bezwzględnie należy zadbać o prawidłowe połączenie urządzeń przed uruchomieniem. W tym celu należy wykorzystać kabel dostarczony przez producenta, który należy przyłączyć tak (zamocować wkrętami wtyczki przewodu w gniazdach komputera i reaktora), aby zapobiec przypadkowemu zerwaniu połączenia między komputerem a reaktorem.



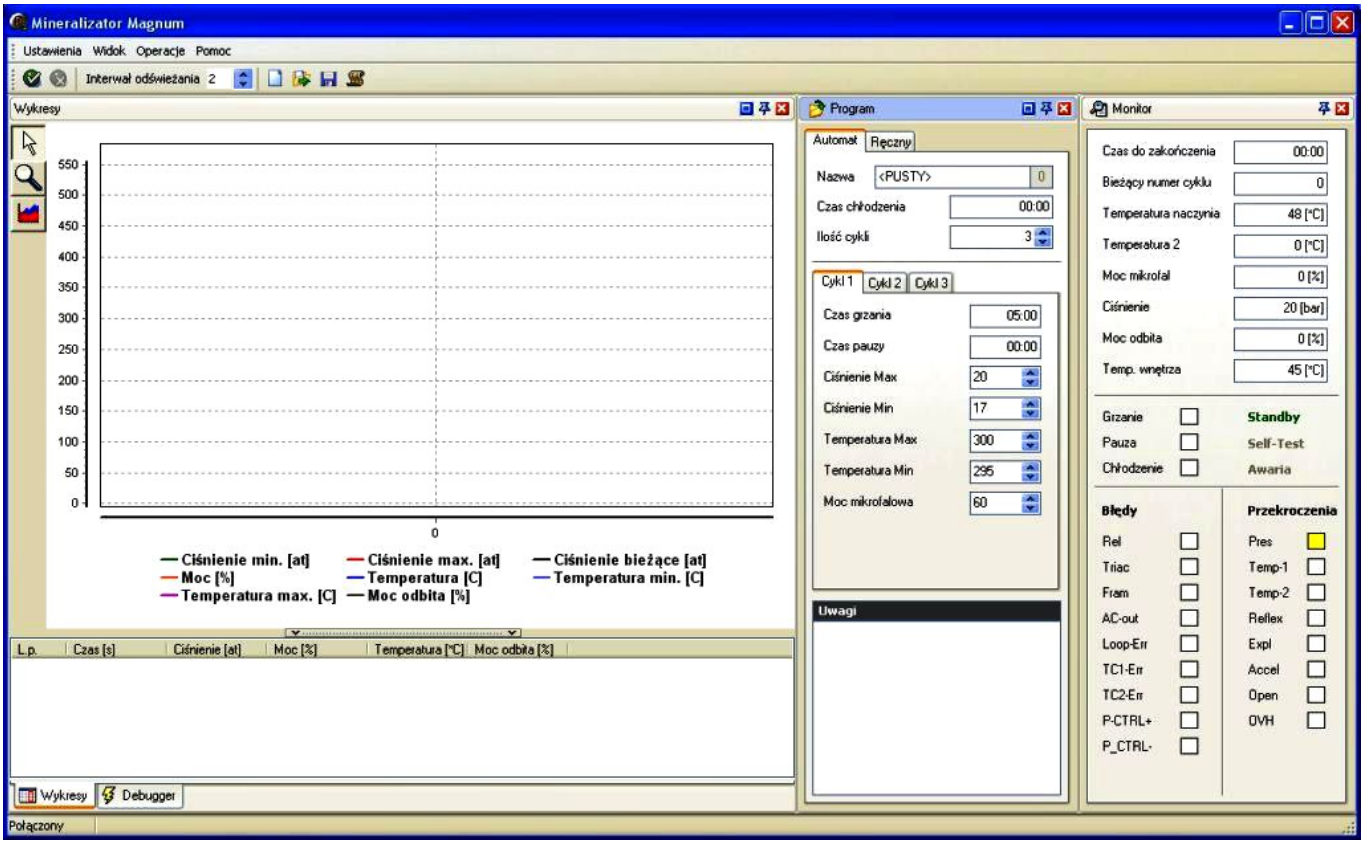
Jeśli mimo przedsięwzięcia opisanych wyżej kroków, dojdzie w trakcie pracy do utraty połączenia między komputerem a reaktorem (na przykład na skutek awarii sieci zasilającej), należy bezwarunkowo wyłączyć reaktor wyłącznikiem sieciowym, zwiększyć przepływ wody chłodzącej i nie otwierać głowic ciśnieniowych przed upłynięciem minimum dziesięciu minut!

Aby uruchomić proces należy w zakładce „automat” w głównym oknie programu ustawić parametry procesu, takie jak:

- czas chłodzenia końcowego,
- liczbę cykli grzanie-chłodzenie,

oraz parametry poszczególnych cykli:

- czas grzania,
- czas pauzy (ewentualny czas trwania przerwy w dostarczaniu mocy po każdym cyklu),
- ciśnienie procesu (ciśnienie wyłączenia mikrofal i ciśnienie włączenia mikrofal),
- temperatura procesu (temperatura przy której zostają wyłączone mikrofale i temperatura przy której się mikrofale pojawiają),
- poziom mocy mikrofalowej dla cyklu.



Zapisu do pamięci sterownika, zmienionej procedury mineralizacji dokonać można poprzez naciśnięcie ikony „**zapisz w katalogu**” w menu programu, przy aktywnej zakładce „**automat**” Mamy wtedy możliwość zapisania nastaw w bazie danych komputera i dodatkowo nazwania tych nastaw, co pozwoli je łatwo rozróżniać, kiedy jest zapamiętana więcej niż jedna nastawa.

Ustawienia dla cyklu

Czas chłodzenia: umożliwia ustalenie czasu oczekiwania po zakończeniu ostatniego grzania/pauzy, przed otworzeniem głowic ciśnieniowych reaktora.

UWAGA: Ze względu na bezpieczeństwo pracy odradza się stosowanie krótszych aniżeli 10 minutowych czasów chłodzenia po przeprowadzeniu reakcji lub mineralizacji (tylko w przypadku głowic ciśnieniowych), wszelkie podobne zamierzenia należy konsultować z producentem urządzenia!

Ilość cykli: umożliwia ustalenie ilości kroków (grzanie/pauza) w trakcie pojedynczego procesu mineralizacji. Dopuszczalna ilość 1-10.

Cykl X (zakładka): umożliwia odczyt i zapis parametrów bieżącego kroku procedury mineralizacji. Okno sterownika ukazuje jednocześnie parametry tylko bieżącego, którego numer przedstawia aktualnie zakładka kroku mineralizacji. Zmiany kroku mineralizacji z klawiatury w procedurze wielostopniowej dokonuje się przez naciśnięcie innych zakładek cyklów.

Grzanie [minuty : sekundy]: umożliwia ustalenie minut czasu grzania podczas bieżącego cyklu, którego numer przedstawia aktualnie zakładka **Cykl X**, kroku mineralizacji.

Pauza [minuty : sekundy]: umożliwia ustalenie minut czasu pauzy podczas bieżącego cyklu, którego numer przedstawia aktualnie zakładka **Cykl X**, kroku mineralizacji.

Ciśnienie Max, Ciśnienie Min: umożliwia ustalenie progu ciśnienia maksymalnego (przy którym generator mikrofalowy urządzenia będzie automatycznie wyłączany) oraz minimalnego, dla którego następuje włączenie mikrofal, o ile nie występują inne przekroczenia

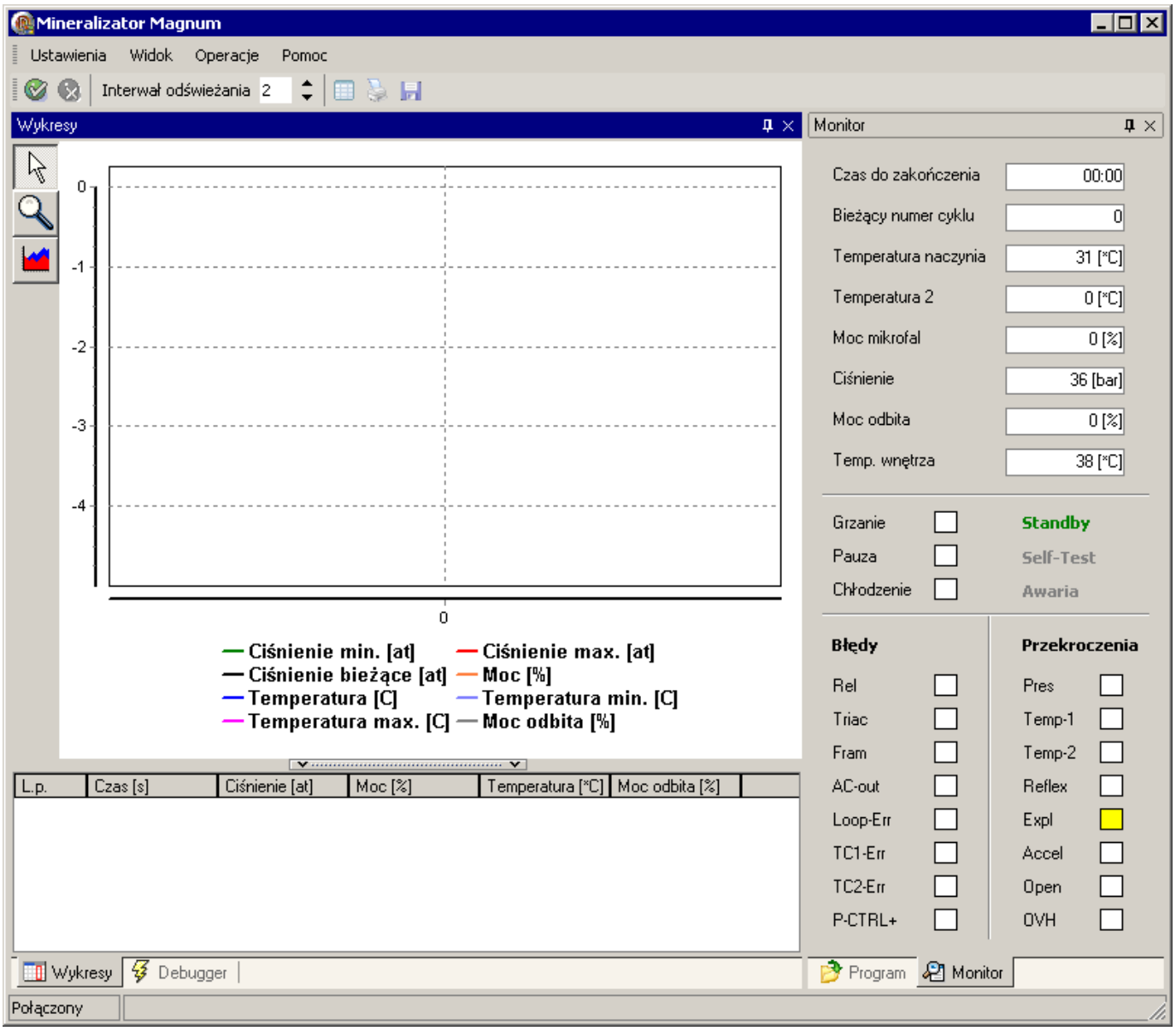
Moc: umożliwia ustalenie mocy grzania podczas bieżącego cyklu, którego numer przedstawia aktualnie zakładka **Cykl X** procesu.

Ikona START i monitor stanu urządzenia

Uruchom proces (ikona): naciśnięcie przycisku rozpoczyna proces mineralizacji.

Zatrzymaj proces (ikona) umożliwia zatrzymanie procesu w dowolnym momencie, sterownik przejdzie automatycznie do odliczania czasu chłodzenia (zaleca się ustawianie co najmniej 10 minut dla dowolnie długiej procedury!), po którym bezpiecznie można będzie otworzyć głowice reakcyjne.

Sygnalizatory stanu - zakładka „**monitor**”: przedstawia bieżący tryb pracy oraz aktualne parametru urządzenia.



4. OBSŁUGA REAKTORA

4.1 Przygotowanie urządzenia do pracy

Dokonać instalacji urządzenia według punktu 3.1. niniejszej instrukcji.

Reaktory umieszczać należy w osobnej, specjalnie przeznaczonej dla nich (a zatem nie takiej, pod którą wykonuje się inne laboratoryjne operacje, bądź przechowuje agresywne substancje) komorze digestorium lub, w przypadku braku osobnego wyciągu, pod okapem połączonym z odpowiednim wyciągiem. Wysokość wolnej przestrzeni powyżej górnej części reaktora powinna być nie mniejsza niż 0,5m.

4.2 Obsługa urządzenia

W celu wykonania syntezy,mineralizacji lub roztwarzania należy:

- Osadzić pierścień stalowy (por. rys.4) we wnęce korpusu dolnego.
- Wprowadzić próbkę obrabianej (roztwarzanej) substancji do teflonowego naczynia reakcyjnego (rys. 5).
- Próbkę w naczynku zalać reagentem (np. kwasem lub mieszaniną kwasów).

Uwaga! Jeśli po wprowadzeniu kwasów nastąpi burzliwa reakcja należy odczekać chwilę, aż do jej ustania.

- Naczynko teflonowe przykryć uformowaną (por. rys. niżej) pokrywką teflonową z umieszczoną na wierzchniej jej części metalową membraną bezpiecznika ciśnieniowego; membrana decyduje o wytrzymałości ciśnieniowej pokrywki/bezpiecznika naczynia; dostępne są dwie wersje membran, obie pozwalające na pracę pod ciśnieniem do 98bar - membrany niklowe oraz tytanowe.
  Przy analizie ultraśladowej może okazać się konieczne aby zamiast pierścienia ze stali nierdzewnej, który obejmuje krawędź naczynia reakcyjnego zastosować specjalny pierścień firmy ERTEC wykonany z czystego tytanu.
- Zamknięte naczynko ostrożnie włożyć do wnęki korpusu dolnego głowicy reaktora.
- Na korpus dolny nałożyć korpus górny głowicy i przekręcić w prawo aż do oporu (zamknięcie bagnetowe).
- Włączyć zasilanie włącznikiem umieszczonym na przedniej ścianie reaktora.
- Wsunąć pręcik blokady w odpowiedni otwór w górnej części korpusu głowicy reaktora. Pręcik, przy poprawnym zamknięciu głowicy powinien dać się w pełni wsunąć do otworu i zablokować górną część korpusu głowicy tak, że nie jest możliwy jej obrót.
- Ręcznie dokręcić nakrętkę dociskową zaworu ciśnieniowego korpusu głowicy.
- Dokręcać powoli nakrętkę (w prawo), przy użyciu klucza nasadowego, do czasu, aż pojawi się krótki sygnał dźwiękowy czujnika bezpiecznego zamknięcia głowicy reakcyjnej. Po usłyszeniu sygnału przerwać dokręcanie nakrętki dociskowej i sprawdzić ręcznie czy górna część korpusu głowicy jest pewnie zamocowana - jeśli nie odkręcić nakrętkę, wyjąć blokadę, zdjąć korpus głowicy i powtórzyć wszystkie wyżej opisane czynności montażowe.
- Na głowicę nałożyć osłonę z tworzywa oraz zamontować łapacz oparów używając klucza 3.
- Zainstalować elementy instalacji chłodzącej i odprowadzania oparów (montaż płuczki laboratoryjnej lub innego wymiennika ciepła oraz węży wodnego chłodzenia i podciśnienia).
- Odkręcić zawór wodny.
- Ustawić wymaganą liczbę cykli i odpowiednie czasy procesu za pomocą klawiatury pulpitu operatora lub programu komputerowego (po uruchomieniu programu 'Procedury Mineralizacji' wybrać z menu OKNO pozycję STEROWNIK). Jeśli sterownik zakomunikuje nawiązanie połączenia (dźwięk), dokonać wymaganych nastaw procedury mineralizacji.

- Nacisnąć klawisz **START**, włączy się czerwona lampka sygnalizacyjna na pulpicie operatora (w okienku sterownika pod Windows) i dioda świecąca na płycie czołowej korpusu reaktora; program komputerowy zakomunikuje 'Rozpoczęcie mineralizacji'.
- Podczas pracy sterownik sprzętowy sygnalizuje zmiany trybu pracy sygnałem dźwiękowym, jednocześnie wyświetlacz sterownika podaje aktualne parametry mineralizacji (temperatura, ciśnienia, upływający czas, itp.).

  Jeśli reaktor sterowany jest z komputera, sterownik komputerowy sygnalizuje zmiany trybu pracy z głośnika komputera oraz przedstawia przebieg procesu na wykresie i w tabeli.
- Po zakończeniu procesu mineralizacji na wyświetlaczu pojawi się komunikat '**WAIT**', sygnalizujący rozpoczęcie procesu chłodzenia końcowego głowic mineralizacyjnych oraz zapali się żółta lampka na pulpicie operatora (w okienku sterownika pod Windows). Program komputerowy zakomunikuje 'Oczekiwanie';
- Po pojawieniu się na wyświetlaczu LCD komunikatu **READY** oraz zapaleniu się zielonej lampki LED (również w okienku sterownika pod Windows, gdzie program komputerowy zakomunikuje 'Koniec mineralizacji lub syntezy') można otworzyć głowicę reakcyjną reaktora.
- Zdemontować łapacz oparów używając klucza 3.
- Nie ściągając osłony z tworzywa, upewnić się że głowica jest zablokowana kołkiem i przy pomocy klucza nasadowego 2, odkręcić nakrętkę dociskową (w lewo).
- Zdjąć osłonę głowicy, wyjąć pręcik blokady i ostrożnie, żeby nie przekręcić korpusu głowicy, ponownie zamontować na nim osłonę.
- Powoli przekręcić osłonę w lewo aż do oporu i odczekać chwilę, aż zostaną usunięte ewentualne opary, wydostające się z naczyńka w trakcie rozhermetyzowywania.
- Zdjąć plastikową osłonę głowicy.
- Zdjąć górny korpus głowicy.
- Wyjąć naczynko teflonowe podważając kluczem 3 pierścień metalowy pod kołnierzem naczynia. Odłożyć pierścień.

klucz 3 **klucz „z terkotką”**

- Oczyścić wnękę korpusu dolnego.
- Otworzyć teflonowe naczynie reakcyjne i dysponować próbką zgodnie z jej przeznaczeniem.

5. INSTRUKCJA BHP

Reaktor mikrofalowy jest urządzeniem bezpiecznym i łatwym w eksploatacji, wymaga jednak ścisłego przestrzegania instrukcji obsługi i ogólnych norm bezpieczeństwa obowiązujących w laboratoriach chemicznych. W szczególności należy przestrzegać następujących zasad:

- Przy pracy z reaktorem należy przestrzegać wszystkich zasad obowiązujących w laboratoriach chemicznych, biologicznych i biotechnologicznych, w których używa się substancji niebezpiecznych mogących spowodować skażenie biologiczne, chemiczne, wybuch i tym podobne zagrożenia.
- Osoby obsługujące reaktor powinny być odpowiednio przeszkolone w zakresie bezpiecznej obsługi urządzenia.
- Osoby obsługujące reaktor powinny używać odpowiednich środków ochrony osobistej takich jak rękawice ochronne, odzież ochronna, okulary ochronne itp., odpowiednio do stopnia zagrożenia stwarzanego przez stosowane substancje.
- Nie wolno demontować obudowy reaktora.
- Nie wolno wprowadzać do głowic reaktora jakichkolwiek przedmiotów poza teflonowymi naczyniami reakcyjnymi z próbką.
- Nie wolno ustawiać za ani przed reaktorem (szczególnie w pobliżu otworów wentylacyjnych) otwartych pojemników z kwasami lub innymi płynami żrącymi. Sugeruje się nie pozostawianie pod wyciągiem, pod którym stoi reaktor, otwartych naczyń z agresywnymi rozpuszczalnikami.
- Instalacja wyciągowa powinna być sprawna i włączona w trakcie pracy urządzenia.
- Gniazdo wtyczkowe powinno mieć sprawny styk ochronny (zerowanie).
- Niedopuszczalna jest praca urządzenia w przypadku uszkodzenia przewodu zasilającego lub sterowniczego.
- Niedopuszczalna jest praca urządzenia w przypadku pojawienia się na wyświetlaczu sterownika sprzętowego (lub monitorze komputera) komunikatów o błędzie. Należy niezwłocznie wyłączyć urządzenie wyłącznikiem głównym, sprawdzić poprawność połączeń elektrycznych, poprawność montażu i zamknięcia głowicy, „drożność” systemu wentylacji, poprawność ustawienia parametrów procesu, sprawdzić obecność naczynia reakcyjnego z próbką w głowicy i poprawność zamontowania naczynia w głowicy. Jeśli powyższe czynności nie pomogą należy powiadomić serwis.
- Przygotowanie próbek do syntezy, mineralizacji lub roztwarzania powinno odbywać się w osobnym digestorium.
- Należy bardzo starannie montować głowice reaktora, niedopuszczalna jest praca z urządzeniem niekompletnym.
- Nie wolno pochylać się nad urządzeniem w czasie jego pracy.
- W przypadku zaniku napięcia w sieci należy odczekać 10 minut, aż układ zostanie wychłodzony i powtórzyć warunki nastaw na pulpicie operatora (lub sterowniku komputerowym).
- Niedopuszczalna jest praca urządzenia w przypadku zauważenia uszkodzeń naczyńka teflonowego lub pokrywki z metalową membraną.

Zniszczenie pokrywki, sporadyczne w przypadku zastosowania właściwych nastaw progów ciśnienia maksymalnego i minimalnego procesu, stanowi normalne zjawisko eksploatacyjne urządzenia.

W przypadku rozerwanie pokrywki wraz z metalową membraną bezpiecznika, należy wyłączyć urządzenie a następnie, po wychłodzeniu, wykręcić przy pomocy klucza 8mm tłumik znajdujący się w grzybku zaworu ciśnieniowego głowicy (rys. 8), dokładnie go wyczyścić, sprawdzając drożność otworków i z powrotem wkręcić do lekkiego oporu. W reaktorach jednostanowiskowych stosowany jest tzw. łapacz oparów (rys. 9). Element ten to rodzaj absorbera wypełnionego teflonowymi wiórami, mającymi za zadanie wchłonięcie oparów kwasów i próbki w przypadku zniszczenia pokrywki/bezpiecznika naczynia. Jeżeli podczas mineralizacji z zastosowaniem łapacza oparów dojdzie do zniszczenia pokrywki teflonowego naczynia reakcyjnego, należy łapacz rozebrać, dokładnie wypłukać pod bieżącą wodą z zachowaniem normalnych środków ostrożności przed chemikaliami, można zastosować detergenty do zneutralizowania pozostałości kwasów w łapaczu i pozostawić całość do wyschnięcia przed kolejnym użyciem. Łapacz oparów może być stosowany w ten sposób wielokrotnie za każdym razem, gdy zachodzi obawa, że mineralizowana próbka może reagować z odczynnikami zbyt gwałtownie.

Rys. 8 Elementy korpusu górnego głowicy ciśnieniowej

Niewłaściwa konserwacja głowicy nie wpływa wprawdzie szczególnie na bezpieczeństwo pracy z reaktorem, tym niemniej może wpłynąć na niepoprawne funkcjonowanie układu kontroli ciśnienia w naczyniach.

Składając głowice po dokonanym przeglądzie należy zwrócić uwagę na kolejność umieszczenia na grzybku kolejnych sprężyn talerzowych: pierwszy talerz od dołu wysklepieniem do góry, następne naprzemian, nie zapominając o umieszczonej po wszystkich sprężynach stalowej podkładki.

W trakcie kolejnych mineralizacji pokrywka naczynia teflonowego wraz z umieszczonym na niej bezpiecznikiem ulegają wybrzuszeniu w środkowej części, co również stanowi zwyczajne zjawisko eksploatacyjne naczyń.

UWAGA! NIE PRZESTRZEGANIE ZALECEŃ ZAWARTYCH W PUNKTACH 5 i 6 NINIEJSZEJ INSTRUKCJI, A DOTYCZĄCYCH ZASAD PRAWIDŁOWEJ I BEZPIECZNEJ OBSŁUGI REAKTORA, STANOWI ZAGROŻENIE DLA OSÓB OBSŁUGUJĄCYCH URZĄDZENIE I DLA JEGO OTOCZENIA.

6. KONSERWACJA I NAPRAWY

6.1 Konserwacja

Reaktor mikrofalowy **MAGNUM II** wykonany jest z odpowiednio dobranych materiałów, odpornych na działanie kwasów i ich oparów, niemniej ich trwałość uzależniona jest od sposobu użytkowania urządzenia.
Należy szczególnie dbać o czystość głowic, które po każdej mineralizacji z użyciem szczególnie agresywnych odczynników (typu aqua regia) trzeba dobrze wypłukać z ewentualnych skroplin i starannie osuszyć (przetrzeć mokrą a następnie suchą szmatką). Należy uważać, aby w trakcie tych czynności woda lub inne substancje, nie dostała się do wnętrza reaktora.
Do mycia i konserwacji obudowy reaktora, elementów głowicy, osłony głowicy, łapacza oparów i naczyńka reakcyjnego wskazane jest stosowanie zwykłych środków czyszczących stosowanych do czyszczenia i odkażania naczyń laboratoryjnych. Środki te gwarantują skuteczną neutralizację kwasów na powierzchni urządzenia przyczyniając się do zahamowania procesów korozyjnych.
Korpus urządzenia należy przecierać wilgotną a następnie suchą szmatką.
Pulpit operatora oraz przewody przyłączeniowe nie mogą być zanieczyszczone kwasami ani innymi płynami żrącymi.

UWAGA ! ***Dozór techniczny odpowiada za przeprowadzenie odpowiedniego odkażania, jeśli niebezpieczna substancja rozleje się na zewnątrz lub wewnątrz urządzenia.***

Teflonowe naczynia reakcyjne wraz z pokrywkami należy po użyciu dokładnie przemywać i osuszać zgodnie z ogólnie przyjętymi zasadami laboratorium analitycznego. Sposób obchodzenia się z teflonowymi naczyniami reakcyjnymi nie odbiega praktycznie od sposobu traktowania naczyń szklanych, z takim jednak zastrzeżeniem, iż do ewentualnego szorowania naczyń teflonowych nie należy stosować szczotek z elementami metalowymi, mogącymi zarysować powierzchnię tworzywa. Dopuszczalne jest gotowanie naczyń w roztworach kwasów oraz suszenie w przeznaczonych do tego celu suszarniach. Pewną propozycją oczyszczania naczyń reakcyjnych może być przeprowadzenie "mineralizacji ślepej", z użyciem tych samych rozpuszczalników lecz bez rozkładanej próbki.

Raz na miesiąc należy rozebrać korpus górny (rys. 8) głowicy reaktora mikrofalowego, przepłukać wodą i wysuszyć wszystkie elementy, a także nasmarować (gęstym smarem silikonowym lub teflonowym) sprężyny talerzowe i zewnętrzne brzegi gumowego pierścienia uszczelniającego (oringu), założonego wokół grzybka głowicy. Z czasem (w zależności od stopnia eksploatacji urządzenia) należy oringi wymienić, zwracając się o ich przysłanie do producenta (ze względu na specyfikę wymiarów i materiałów z jakich są wykonane).

UWAGA ! ***Należy zwracać uwagę na naprzemienne ułożenie sprężyn tak jak to pokazano na rys. 8. Ilość sprężyn waha się od 5 do 7 w zależności od modelu urządzenia.***

UWAGA ! ***Przed zastosowaniem dowolnej metody czyszczenia lub odkażania, z wyjątkiem metody podanej przez wytwórcę, zaleca się, aby dozór techniczny skonsultował się z wytwórcą, czy proponowana metoda nie uszkodzi urządzenia.***

6.2 Naprawy

Jedyną dopuszczalną naprawą, jaką może wykonać użytkownik we własnym zakresie, jest wymiana, po uprzednim wyłączeniu wtyczki z gniazda zasilającego, bezpiecznika sieciowego. **Wszelkie inne naprawy dozwolone są jedynie w uprawnionych punktach serwisowych.** Adresy miejsc w których można osiągnąć bliższe informacje znajdują się w pierwszym punkcie niniejszej instrukcji.

Rys. 9 Łapacz oparów kompletny i rozebrany do czyszczenia

6.3 Procedura sprawdzania

W zależności od intensywności eksploatowania urządzenia należy dokonywać regularnych przeglądów stanu technicznego oraz poprawności działania reaktora.

Przeglądy powinny być przeprowadzane przez służby dozoru technicznego użytkownika (jeśli użytkownik takie posiada) lub przez wyznaczoną, odpowiednio przeszkoloną, osobę.

Na sprawdzenie powinno się składać:

- Oględziny stanu technicznego obudowy.
  Obudowa reaktora nie powinna być uszkodzona, w szczególności powinna zapewniać skuteczną ochronę przed dostępem do części niebezpiecznych.
- Oględziny stanu technicznego okablowania, przyłączy wody i podciśnienia.
  Przewody powinny posiadać ciągłą, nie uszkodzoną izolację, krućce przyłączeniowe powinny być w dobrym stanie technicznym; po przyłączeniu instalacji wodnej niedopuszczalne są wycieki wody z powodu uszkodzenia króćców lub węży doprowadzających.
- Oględziny stanu technicznego głowicy reakcyjnej, ze zwróceniem szczególnej uwagi na:
  - popychacz czujnika ciśnienia
    popychacz powinien swobodnie przesuwać się w swoim gnieździe;
  - naczynko reakcyjne z pokrywką
    naczyńko i pokrywka powinny być wolne od zabrudzeń, nie powinny posiadać śladów uszkodzeń mechanicznych ani widocznych przebarwień lub przewężeń
  - teflonowy wkład głowicy
    wkład powinien być wolny od zabrudzeń, nie powinien posiadać śladów uszkodzeń mechanicznych ani widocznych przebarwień
  - blaszkę bezpiecznika
    nie powinna posiadać śladów uszkodzeń mechanicznych, korozji itp.;
  - grzybek z oringiem
    nie powinien posiadać śladów uszkodzeń mechanicznych, korozji itp., oring powinien zapewniać płynne przesuwanie się grzybka wewnątrz korpusu głowicy;
  - sprężyny talerzowe
    nie powinienny posiadać śladów uszkodzeń mechanicznych, korozji itp.;
  - tłumik
    powinien być drożny i nie powinien posiadać śladów uszkodzeń mechanicznych;
  - plastikową osłonę głowicy
    nie powinna posiadać śladów uszkodzeń mechanicznych;
  - łapacz oparów
    powinien być drożny i nie powinien posiadać śladów uszkodzeń mechanicznych;
- Sprawdzenie działania reaktora
  Sprawdzić poprawność działania reaktora dla różnych nastaw temperatury, ciśnienia i mocy. Naczynko reakcyjne wypełnić wodą. Sprawdzić poprawność ustawienia parametru Kt.

7. PRZYKŁADY MINERALIZACJI I SYNTEZ CIŚNIENIOWYCH

Podane niżej procedury mineralizacji stosować można w opisywanych wyżej typach reaktorów **ERTEC Magnum** II i modelach starszych. W tabelach podano ilości rozpuszczalników i wielkość próbek dla jednego naczynia reakcyjnego o całkowitej poj.108 ml.

Rodzaj próbki	Masa próbki	Procedura mineralizacji	Ciśnienie (max-min)	Rozpuszczalniki
Krew	0.5g	7min/100%,	45-42 bar	7ml HNO_3,
Nasiona lnu	0.5g	7min/100%,	45-42 bar	6ml HNO_3
Kłącze tataraku	0.5g	7min/100%,	45-42bar	6ml HNO_3
Morszczyn	0.5g	7min/100%,	45-42 bar	6ml HNO_3 2ml H_2O_2
Włosy dziecka	1.0g	krok 1) 1min/50%, 30sek/0%, krok 2) 1min/60%, 30sek/0%, krok 3) 2min/70%, 30sek/0%, krok 4) 2min/80%,	20-17 bar 30-27 bar 35-32 bar 45-42 bar	7ml HNO_3 3ml H_2O
Kopyto końskie	0.2g	15min/100%	45-42 bar	6ml HCl, 3ml H_2O_2
Kości wołowe	0.2g	25min/100%	45-42 bar	6ml HCl, 3ml H_2O_2
Woda, ścieki	50ml	15/100%	45-42 bar	7ml HNO
Wołowina chuda, świeża	5.0g	krok 1) 2min/80%, krok 2) 1min/60%, 30sek/0%, krok 3) 2min/70%, 30sek/0%, krok 4) 2min/80%,	20-17 bar 30-27 bar 35-32 bar 45-42 bar	10ml HNO_3
Kiełbasa średnio tłusta	1.0g	6min/100%,	45-42 bar	6ml HNO_3
Ser twaróg	1.0g	10min/100%,	45-42 bar	6ml HNO_3
Ser żółty	1.0g	10min/100%,	20-17bar	6ml HNO_3
Masło	1.0g	krok 1) 2min/60%, krok 2) 2min/70%, krok 3) 2min/80%, krok 4) 5min/90%,	20-17 bar 30-27 bar 35-32 bar 45-42 bar	6ml HNO_3
Słonina	1.0g	10min/100%,	45-42 bar	6ml HNO_3

Kości zwierzęce	0.2g	15min/100%,	45-42 bar	6ml HCl, 3ml H_2O_2

Przykłady reakcji chemicznych i ich porównanie do reakcji przeprowadzanych w sposób klasyczny.

Kind of reaction:	MW reactor		Conventional	
	yeld	time	yeld	time
Dielsa-Alder Condensation (antracen with dimethyl ester of fumarine acid)	87%	10min	67%	4h
Cyclocondensation reaction - synthesis of pirymidobenzimidazolics - synthesis of derivatives of cumarine	38-86% 75-90%	15-30min 1-10min	brak 60-90%	48h 6h
Reformation of Claisen aromathical alkilic ethers	100%	90s	100%	12min
Alkilation of salts of carboxylic acids - production of octyl acetat - production of hexadecyl acetat	99% 96%	2min 2min	2% brak	2min 20h
Reakcje o-alkilation with alkilic dihalogens	80-90%	5min	90%	30min
Cation Reformation , pinakolin reformation after adsorption of pinakol onto montmorylonit	99%	15min	99%	15h
Oxidation reactions - oxidation of I- and II-order alcohols leading to aldehydes and ketons in the presence of MnO_2 - oxidation of I- and II-order alcohols to acids and ketons against H_2O_2 - epoxidation of double bonds against H_2O_2	50-80% 60-97% 91-98%	3-7min 10-20min 100min	25-40% 83-96% 54-65%	11h 4h 100min
One-step precipitation of magnetite	100%	10 min	100%	60 min
Precipitation of zirconia powders	100%	20 min	100%	240 min
Precipitation of zink oxides	100%	3 min	90%	40 min

OSTRZEŻENIE!

WIELKOŚĆ ROZKŁADANYCH i SYNTEZOWANYCH PRÓBEK

Próbki wszystkie (uwagi ogólne)
Należy zachować ostrożność przy doborze parametrów mineralizacji, ponieważ niewłaściwe postępowanie może prowadzić do uszkodzenia aparatu, a w konsekwencji do zagrożenia zdrowia i życia ludzkiego. Niedopuszczalne jest prowadzenie wysokociśnieniowego rozkładu próbek większych niż w ilości zalecanej przez producenta urządzenia (por. tekst niżej), zgodnie z podanymi przez producenta urządzenia procedurami rozkładu (mineralizacji).

Próbki 1,5g i większe
W razie konieczności prowadzenia ciśnieniowego rozkładu próbek powyżej 1,5g zabrania się pracy z zastosowaniem plastikowej osłony głowicy (rys.4), tłumika hałasu (rys.8) oraz łapacza oparów (rys.9). Jednocześnie wyklucza się pracę urządzenia poza dygestorium. W przypadku zniszczenia membrany bezpiecznika ciśnieniowego naczynia reakcyjnego ujście próbki powinno odbywać się w pełni swobodnie. Należy więc zachować niezbędne środki ostrożności nie ustawiając w pobliżu i nad głowicą reaktora przedmiotów mogących ulec uszkodzeniu (np. oświetlenia) z powodu wyrzuconych oparów i resztek próbki. Należy także zachować bezpieczną odległość od reaktora w trakcie trwania całego procesu i nie prowadzić rozkładu w digestoriach ze ściankami (np. ze szkła), które na skutek fali dźwiękowej i ciśnieniowej mogłyby ulec zniszczeniu z narażeniem obsługi. Należy liczyć się z faktem iż przebywanie w bezpośredniej bliskości urządzenia podczas zniszczenia bezpiecznika ciśnieniowego może grozić ochlapaniem skroplinami zastosowanych reagentów i resztek próbki oraz wchłonięciem przez układ oddechowy oparów reagentów i resztek niekompletnie rozłożonego materiału. Należy również liczyć się z narażeniem na nieprzyjemny, głośny efekt akustyczny, powstający w sytuacji pracy bez tłumika i łapacza oparów.

Próbki 2,5g i większe
Por. uwagi n/t próbek 1,5g i większych oraz dodatkowo: Zabrania się prowadzenia rozkładu próbek większych niż 2,5g suchej masy bez uprzedniej, pisemnej konsultacji z producentem urządzenia.
W razie, gdy konieczne jest rozłożenie próbek, których sucha masa przekracza 2,5g należy bezwzględnie przestrzegać wieloetapowych procedur rozkładu, opracowywanych przez producenta (nieodpłatnie) indywidualnie dla danej próbki. Wieloetapowe procedury polegają na wstępnym traktowaniu rozkładanego materiału podstechiometryczną ilością wymaganych reagentów, następnie przerwaniu procesu ciśnieniowego, otworzeniu naczynia, dodaniu kolejnej porcji reagentów przed ponownym zamknięciem i ogrzewaniem. W zależności od stopnia reaktywności próbki etapów takich może być od 2 do 5.

Próbki 5g i większe
WYSOKOCIŚNIENIOWY REAKTOR MIKROFALOWY MAGNUM II **NIE JEST PRZYSTOSOWANY DO PROWADZENIA ROZKŁADÓW LUB SYNTEZ PRÓBEK O SUCHEJ MASIE PRZEKRACZAJĄCEJ 5G**. PRÓBA ROZŁOŻENIA TAK DUŻYCH ILOŚCI MATERIAŁU PROWADZIĆ MOŻE DO USZKODZENIA APARATU A W KONSEKWENCJI ZAGROŻENIA ZDROWIA I ŻYCIA LUDZKIEGO.

W przypadku substancji, co do których zachodzi podejrzenie, iż ich rozkład przebiegać może w głowicy w sposób gwałtowny i niekontrolowany, należy kontaktować się z producentem urządzenia.

8. ADAPTER DO PROWADZENIA PROCESÓW OTWARTYCH

8.1 Wstęp

Użytkownicy ciśnieniowych reaktorów mikrofalowych **MAGNUM II** mogą rozszerzyć jego zakres zastosowania przez dodatkowy zestaw służący do prowadzenia otwartej mineralizacji lub reakcji pod ciśnieniem normalnym.

8.2 Opis zastawu

W skład systemu do mikrofalowej otwartej mineralizacji i roztwarzania wchodzi zestaw szklanych elementów aparatury do odparowania, destylacji zwrotnej i destylacji z odbiorem skroplin, umieszczonych na statywie i połączonych z teflonowym naczyniem reakcyjnym głowicy reaktora mikrofalowego (por. rys. na okładce niniejszej instrukcji).

Dobrany według zapotrzebowania klienta zestaw chłodnic szklanych zasilany jest wodą pochodzącą z zainstalowanej na osobnym ujęciu wodnym pompki próżniowej, zapewniającej odciąg wydzielanych do atmosfery oparów z naczyń reakcyjnych.

8.3 Opis czynności

W celu rozpoczęcia pracy z reaktorem mikrofalowym w systemie otwartym należy:

a) Zamontować dostarczoną wraz z systemem dodatkową pompkę wodną, która doprowadzi wodę do szklanej chłodnicy (chłodnic). Podłączyć przewodami końcówki wlotu i wylotu wody z chłodnicy z odpowiadającymi im końcówkami pompki próżniowej oraz zapewnić poprzez odpowiednie połączenie chłodnic i pompki prawidłowy odciąg oparów z wylotu systemu.

b) Wykręcić odpowiednim kluczem, dostarczonym wraz z urządzeniem, tłumiki wylotu gazów w korpusach górnych (pokrywach) głowic (por. wyżej).

c) Umieścić w głowicach mineralizacyjnych teflonowe naczynia reakcyjne z odważonymi próbkami i roztworem kwasów.

d) Przykryć teflonowe naczynia reakcyjne pokrywką z kominkiem (w miejsce zamkniętych pokrywek do mineralizacji zamkniętej).

e) Założyć ostrożnie pokrywę (korpus górny) głowicy mineralizacyjnej w taki sposób, aby kominki pokrywek teflonowego naczynia reakcyjnego przeszły przez otwory wylotowe pokryw głowic mineralizacyjnych urządzenia. Przekręcić pokrywy w prawo do oporu (zamknięcie wstępne).

f) Dokręcić lekko nakrętkę zaworu ciśnieniowego pokrywy głowicy mineralizacyjnej w celu usunięcia luzów i szczelniejszego dociśnięcia pokrywki z kominkiem.

g) Założyć plastikowe osłony głowic mineralizacyjnych.

h) Założyć na głowice statyw przeznaczony dla podtrzymania elementów szklanych.

i) Zamontować konfigurację elementów szklanych, właściwą dla wybranego przez siebie procesu.

j) Uruchomić dodatkową pompkę próżniową i układ chłodzenia elementów szklanych zestawu.

k) Po zakończonym procesie ogrzewania/ odparowania, jeśli nie zamierzamy prowadzić roztwarzania/ mineralizacji tej samej próbki w układzie zamkniętym, należy włączyć na kilka minut chłodzenie głowic i spłukać wewnętrzną powierzchnię chłodnic szklanych wodą lub roztworem kwasów użytych do roztwarzania.

l) Podnieść chłodnice w uchwytach, odczekać do całkowitego opadnięcia kropel wewnątrz chłodnic. Odstawić na bok (do kuwety z tworzywa) podstawę ze stelażem.

m) Odkręcić nakrętki, przekręcić w lewo pokrywy i zdjąć je z głowic. Wyciągnąć teflonowe naczynia mineralizacyjne z głowic, zdjąć pokrywki i przechylając je lekko opłukać ich wewnętrzne powierzchnie wodą lub roztworem kwasów.

Jeżeli kontynuujemy proces roztwarzania/ mineralizacji pod ciśnieniem, należy postępować jak w części głównej instrukcji mineralizatora.

Nie zaleca się uruchamiania głównej pompki próżniowej chłodzącej głowice mineralizacyjne urządzenia. Jedynie w przypadku długotrwałych procesów odparowywania / zatężania dużych ilości cieczy, w momencie wyłączenia mikrofal i uzupełniania cieczy wskazane może być chwilowe włączenie głównego obiegu wody celem obniżenia temperatury przegrzanych głowic.

Niedopuszczalne jest doprowadzenie do całkowitego odparowania ciekłej zawartości teflonowego naczynia reakcyjnego. Należy kontrolować ilość odbieranego destylatu, poprzez pomiar jego objętości i porównanie ze znaną ilością cieczy umieszczonej w naczyniach teflonowych.

n) Zaprogramować proces ogrzewania i włączyć ogrzewanie mikrofalowe (por. Dokumentacja techniczno- ruchowa urządzenia).

8.4 Zastosowanie adaptera

System do mineralizacji otwartej ma zastosowanie w przypadku prowadzenia następujących operacji:

a) Zatężania próbek cieczy silnie rozcieńczonych, co dotyczy materiałów silnie rozcieńczonych, np. wód, ścieków, ekstraktów. Układ pozwala wówczas na co najmniej 5-10 krotne zwiększenie stężeń analizowanych pierwiastków w próbce poprzez odparowanie rozpuszczalnika. Po zatężeniu możliwe jest kontynuowanie mineralizacji/ roztwarzania uzyskanego koncentratu w tym samym naczyniu pod zwiększonym ciśnieniem.

b) Zatężania roztworów po mineralizacji zamkniętej, co stosuje się w przypadku próbek wymagających mineralizacji wielostopniowej, z użyciem kolejno różnych kwasów, kiedy to zachodzi konieczność zmniejszenia ilości roztworu po mineralizacji do objętości umożliwiającej jego ilościowe przeniesienie do naczyń miarowych. Często przy tej okazji można skorzystać z wymiany obecnego w roztworze kwasu odparowując go z kwasem mniej lotnym.

c) Usuwania lotnych związków z roztworu po mineralizacji.

o) Usuwania krzemionki z roztworu po mineralizacji z użyciem kwasu fluorowodorowego, przez odpędzenie jej w postaci lotnego SiF4. Wydzielania boru w postaci lotnego boranu metylu. Wydzielania cyny i arsenu w postaci lotnych chlorków.

d) Otwartej mineralizacji lub roztwarzania pod ciśnieniem atmosferycznym, co stosuje się jako jedyny etap mineralizacji/ roztwarzania w odniesieniu do próbek prostych związków, łatwo reagujących z kwasami. W przypadku próbek trudno rozpuszczalnych a szczególnie takich, które w trakcie reakcji z kwasami wytwarzają duże ilości produktów gazowych (H2CO3, tlenki azotu, tlenki siarki, SiF4) lub których mineralizacja zamknięta przebiega na drodze reakcji spontanicznych (tłuszcze, węglowodany, proste alkohole) stosuje się ją jako etap poprzedzający właściwą mineralizację zamkniętą (pod zwiększonym ciśnieniem.

PRZYKŁADOWE POCEDURY MINERALIZACJI Z UŻYCIEM REAKTORA MAGNUM II W SYSTEMIE OTWARTYM Z ADAPTEREM

Próbka	Naważka	Obj. rozpuszcz.	Czas	Moc	Efekt
Mąka pszenna	1,2 g	10 ml HNO3	15’ 20’	10% 15%	żółty klarowny r-r
	5,0 g	50 ml HNO3	15’ 20’	10% 15%	żółty klarowny r-r
	10,0 g	70 ml HNO3	15’ 20’	10% 15%	żółty klarowny r-r
Kwas adypinowy	5,0 g	30 ml HNO3	15’ 20’	10% 15%	żółty klarowny r-r
Żelatyna	5,0 g	30 ml HNO3	15’ 20’	10% 15%	żółty klarowny r-r
Herbata	2,5 g	30 ml HNO3	15’ 20’	10% 15%	żółty klarowny r-r

W przypadku stwierdzenia niewystarczającej skuteczności chłodzenia chłodnic szklanych, należy zastosować dodatkową chłodnicę, np. tzw. "zimny palec", umieszczając go bezpośrednio w otworze chłodnicy prostej.

9. WYPOSAŻENIE URZĄDZENIA

W skład standardowego wyposażenia urządzenia wchodzi:

- Korpus kompletny reaktora szt. 1
- Głowica kompletna reaktora szt. 1
- Osłona plastikowa głowicy szt. 1
- Łapacz oparów szt. 1
- Komplet 2 kluczy
- Naczynie teflonowe z pokrywką szt. 1
- Oprogramowanie komputera dla reaktorów jednostanowiskowych modułowych
- Przewód sterowniczy PC szt. 1
- Przewód sieciowy szt. 1
- Instrukcje kpl. 1

Wyposażenie specjalne:

- Pompka próżniowa z przyłączką szt. 1
- Wąż giętki w tulejach szt. 2

Opcjonalnie:

- Komplet chłodnicy i wyposażenia do mineralizacji otwartej kpl. 1
- Pulpit operatora szt. 1
- Przewód sterowniczy pulpitu szt. 1

UWAGA !
PROMIENIOWANIE MIKROFALOWE

UNIKAJ NAPROMIENIOWANIA
Z NIESPRAWNYCH URZĄDZEŃ WYKORZYSTUJĄCYCH
ENERGIĘ MIKROFALOWĄ

SPIS TREŚCI

1. WSTĘP....2
1.1 Producent urządzenia....2
1.2 Przeznaczenie....2
1.3 Wyjaśnianie symboli ostrzegawczych....2
2. DANE TECHNICZNE....3
2.1 Wykonanie standardowe....3
2.2 Wymagane warunki środowiskowe....3
2.3 Oświadczenie o nie zawieraniu trucizn i szkodliwych oparów....3
2.4 Przenoszenie urządzenia....3
2.5 Hałas....3
2.6 Konstrukcja....4
2.7 Obwody elektryczne....4
2.8 Parametry robocze....5
3. OPIS INSTALACJI I BUDOWY REAKTORA....6
3.1 Instalacja i opis ogólny urządzenia....6
3.2 Opis budowy elektrycznej....12
3.3 Sterownik sprzętowy....13
3.3.1 Uruchomienie sterownika....13
3.3.2 Programowanie sterownika....14
3.3.3 Sterowanie urządzeniami z komputera PC....18
3.3.4 System kontroli mocy odbitej....18
3.3.5 Ustawianie parametrów pracy urządzenia....18
3.3.6 Czujnik bezpiecznego zamknięcia głowicy reakcyjnej....20
3.3.7 Konfiguracja sterownika komputerowego....20
4. OBSŁUGA REAKTORA....23
4.1 Przygotowanie urządzenia do pracy....23
4.2 Obsługa urządzenia....24
5. INSTRUKCJA BHP....26
6. KONSERWACJA I NAPRAWY....28
6.1 Konserwacja....28
6.2 Naprawy....29
6.3 Procedura sprawdzania....30
7. PRZYKŁADY MINERALIZACJI I SYNTEZ CIŚNIENIOWYCH....31
8. ADAPTER DO PROWADZENIA PROCESÓW OTWARTYCH....34
8.1 Wstęp....34
8.2 Opis zastawu....34
8.3 Opis czynności....34
8.4 Zastosowanie adaptera....36
9. WYPOSAŻENIE URZĄDZENIA....37

Copyright © ERTEC-Poland WROCŁAW, POLSKA
Wszelkie prawa zastrzeżone. Rozpowszechnianie niniejszej publikacji lub jej fragmentów w postaci fotokopii, kopii kserograficznych, kopii na nośniku magnetycznym (taśmy, dyski komputerowe) lub w inny sposób, bez uzyskania wcześniejszej zgody firmy ERTEC, jest zabronione i stanowi naruszenie stosownych praw autorskich.