

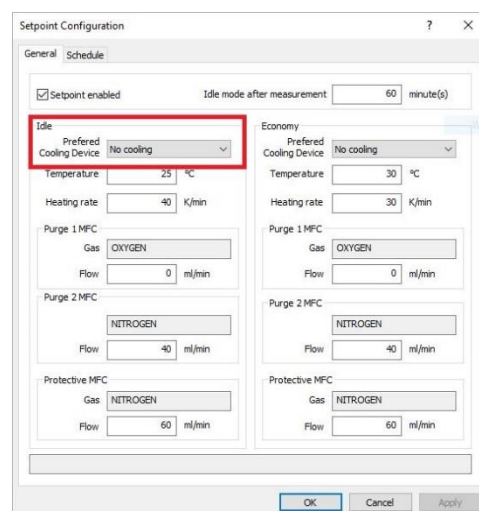
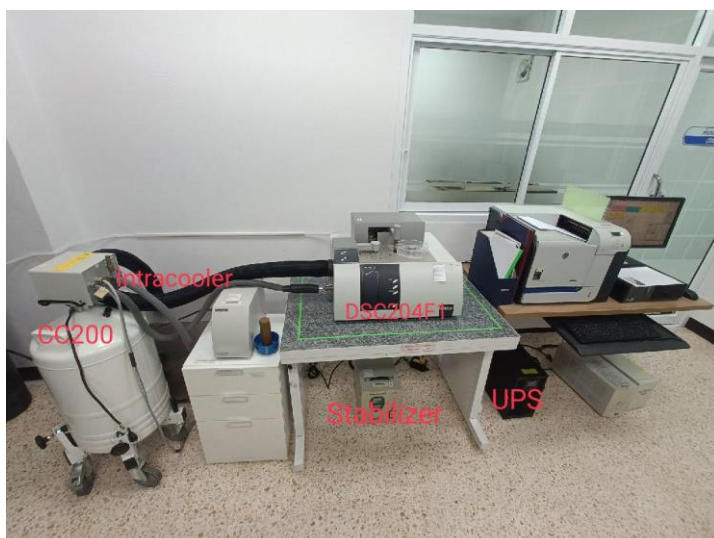
Differential Scanning Calorimetry “DSC 204 F1 Phoenix”



DSC 204 F1 Phoenix® ASC

การเตรียมเครื่องก่อนใช้งาน

1. เปิดวาล์วแก๊สตามที่ต้องการใช้งาน
 2. เปิดเครื่องสำรองไฟ “UPS” และ “Stabilizer”
 3. เปิดเครื่องทำความเย็น “Intracooler” หรือ “CC200” แล้วแต่ว่าจะใช้ชุดใด
 4. เปิดเครื่อง DSC และกดปุ่ม “Initial” ที่บนตัวเครื่อง
 5. เปิดคอมพิวเตอร์และโปรแกรม “DSC204F1” จากนั้นรอโปรแกรม Initialing ประมาณ 15 วินาที
 6. เครื่องจะถามว่าจะทำ set point หรือไม่ ให้เช็ค Cooling Device ว่าเป็น Intracooler F1 หรือไม่ ถ้าใช่ให้กด Yes ถ้าเป็น No Cooling ให้กด No และไปที่ Extras --> Setpoint Configuration แล้วเปลี่ยน Preferred Cooling Device ของฝั่ง Idle จาก No Cooling เป็น Intracooler F1 จากนั้นกด Apply และกด OK
- จึงค่อยเปิดหน้าต่างสัญญาณต่างๆดังนี้
- เปิดหน้าต่างสัญญาณ: ไปที่ *Diagnosis* --> *View Signal*
 - เปิดหน้าต่างอุณหภูมิของเตา: ไปที่ *Diagnosis* --> *Furnace Temperature*



***** ควรเปิด Setpoint อย่างน้อย 30 นาที เพื่อวอมเครื่อง Intracooler ก่อนเริ่ม Run ตัวอย่าง *****

การทดสอบตัวอย่าง

เริ่มต้นให้ทำการวาง pan เปล่า(reference)ไว้ที่ตำแหน่ง 0 และ 63 ของ Carrousel พร้อมกับ pan เปล่า(correction) และ pan ที่มีตัวอย่าง(ซึ่งน้ำหนักไว้แล้ว)ไว้ที่ ตำแหน่งต่างๆตามที่ต้องการ จากนั้น

1. ไปที่ Method --> Create New Method...

1.1 เมื่อเข้ามาที่ Setup tab เลือกชนิดของ Crucible

ให้ตรงตามที่เราใช้งาน, เลือก Devices

ทำความเข้าใจให้ตรงตามที่ต้องการใช้งาน, เลือก

Temperature limiting device เป็น “intracooler”

หากใช้ชุดทำความเย็นแบบ Intracooler

จากนั้นกด “Forward”

(ดูรูปประกอบ)

1.2 เมื่อเข้ามาที่ Header tab ให้เลือก Correction + Sample

จากนั้นกรอกข้อมูลต่างๆให้ครบ แล้วกด “Forward”

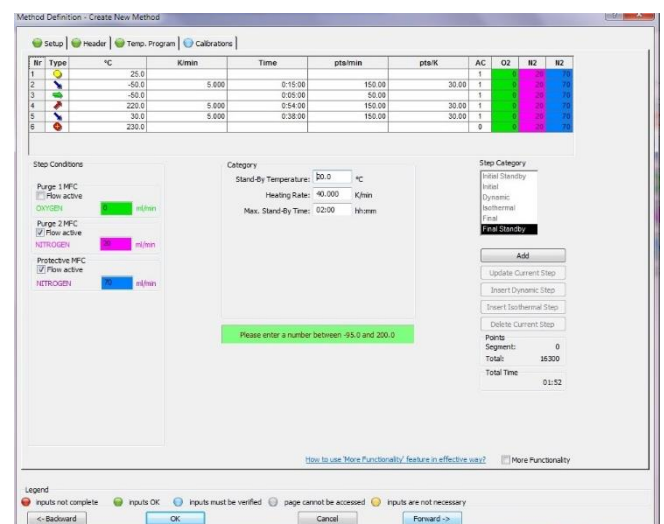
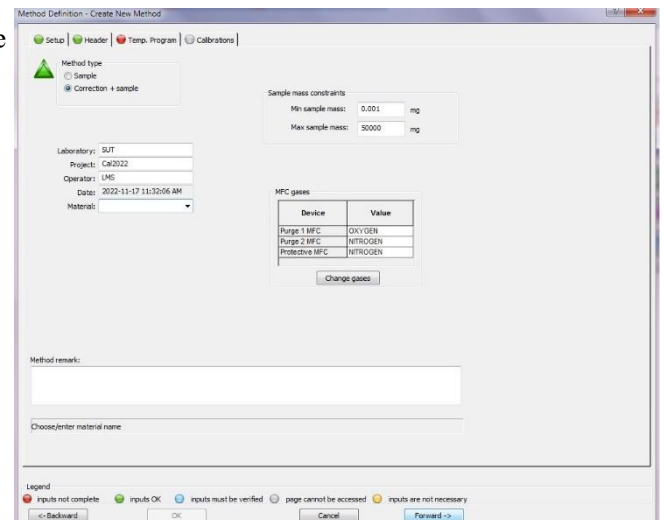
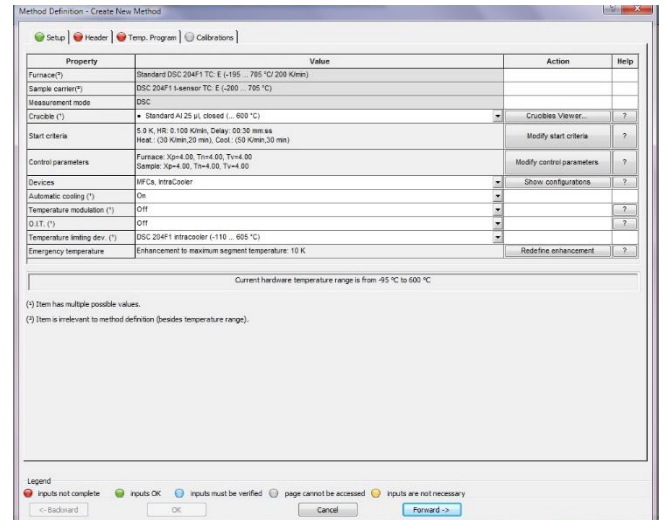
(ดูรูปประกอบ)

1.3 เมื่อเข้ามาที่ Temp. Program tab ให้ทำการออกแบบ

Temperature Program ตามที่ต้องการ

หลังจากนั้นกด “Forward”

(ดูรูปประกอบ)



1.4 เมื่อเข้ามาที่ Calibrations tab ให้เลือก

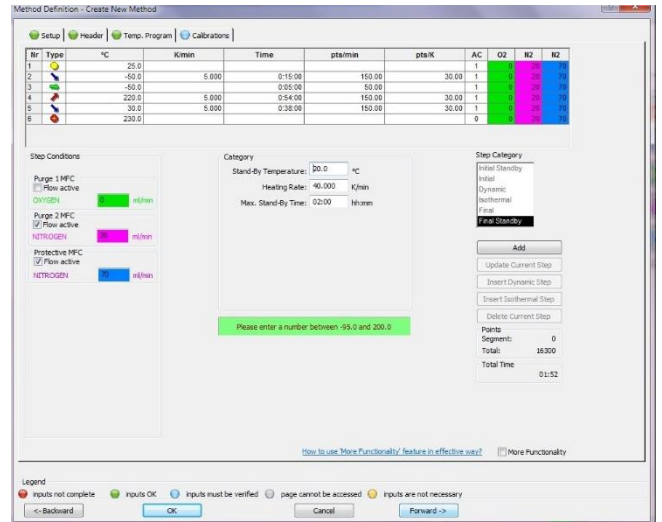
Temperature calibration file และ

Sensitivity calibration file โดยกดที่

“will be used(เลือกไฟล์ที่ปรากฏ แล้วกด Open)”

แล้วกด “Forward”

(ดูรูปประกอบ)



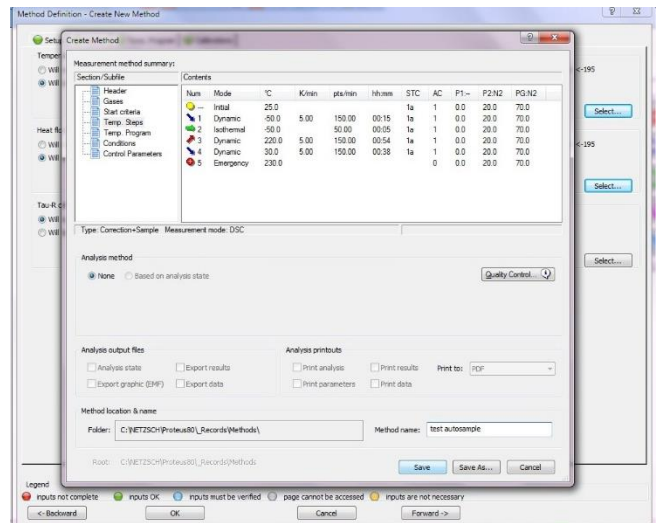
1.5 เมื่อเข้ามาที่ Create Method ให้กรอกชื่อไฟล์ Method

ในช่อง Method name จากนั้นให้กด “save”

ถ้าไม่มั่นใจว่ามีชื่อซ้ำหรือไม่ให้กด “save as”

แล้วเลือก save method แทน

(ดูรูปประกอบ)



2. ไปที่ Autosampler --> Start Autosampler Mode... แล้วเช็ค Reference crucibles ว่าวางตรงกับตำแหน่ง

ที่ได้ set ไว้หรือไม่ ถ้าต้องการเพิ่มให้กดปุ่ม “Reference manager” แล้วเพิ่ม Reference, เลือก Devices ทำความ

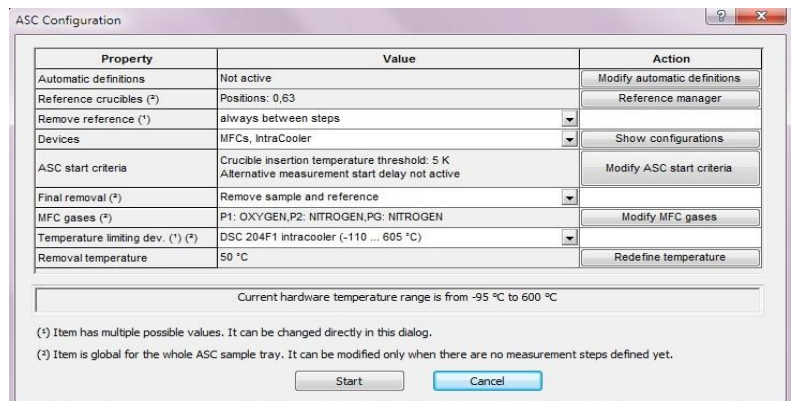
เย็นให้ตรงตามที่ต้องการใช้งาน,

เลือก Temperature limiting device

เป็น “intracooler” หากใช้ชุดทำความเย็น

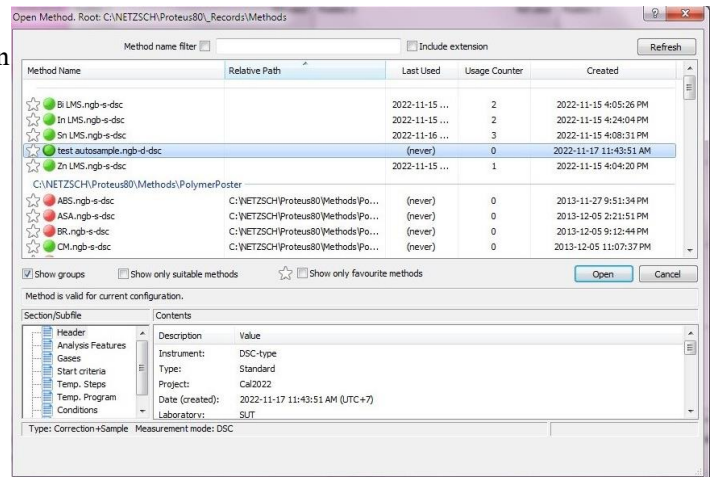
แบบ Intracooler จากนั้นกด “Start”

(ดูรูปประกอบ)



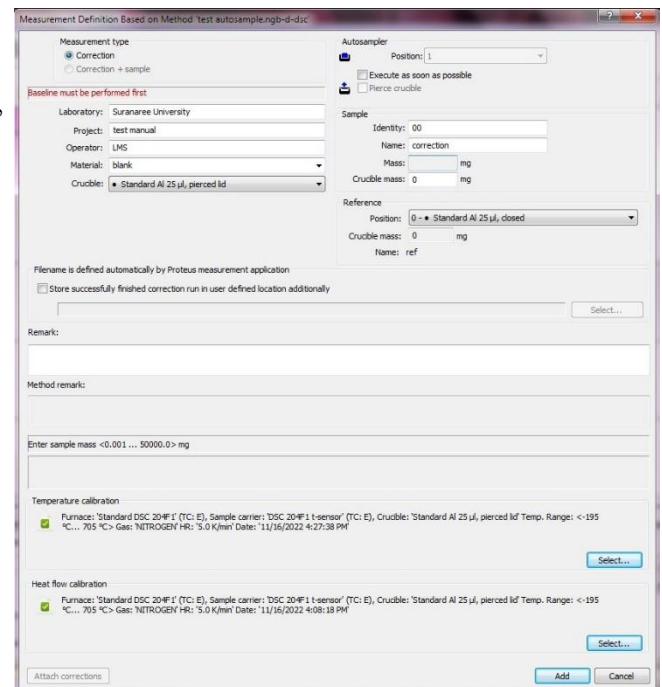
2.1 เมื่อเข้ามาที่ ASC Sample Tray tab เลือก Position ที่เราวาง pan เปล่า แล้วกดปุ่ม “Define step” โดยตัวแรกที่จะทดสอบต้องเป็น pan เปล่า เพื่อสร้าง correction file แล้วเลือก Method ที่เราได้สร้างไว้ในขั้นตอนก่อนหน้า แล้วกดปุ่ม “open”

(ดูรูปประกอบ)

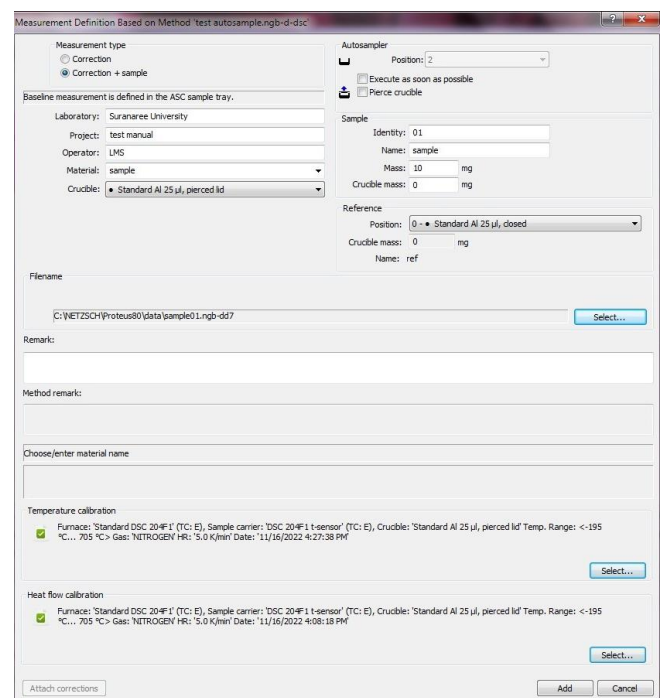


2.2 จะปรากฏหน้าต่าง Measurement Definition ขึ้นมา ให้เลือก Correction จากนั้นกรอกข้อมูลต่างๆ ให้ครบ, เลือกประเภท crucible ที่ใช้งาน, เลือก Reference position ให้ตรงกับที่เราจะใช้, เลือก Temperature calibration file และ Sensitivity calibration file โดยกดที่ “Select” (เลือกไฟล์ที่ปรากฏ แล้วกด Open) แล้วกด “Add”

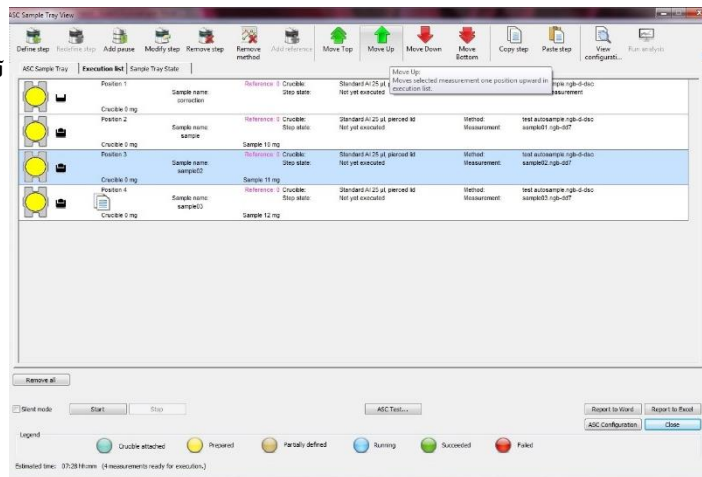
(ดูรูปประกอบ)



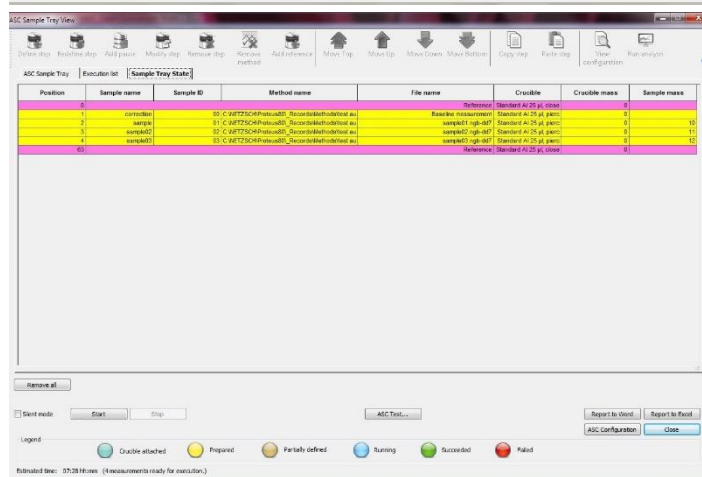
2.3 เลือก Position ที่เราวาง pan ที่ใส่ตัวอย่าง แล้วกดปุ่ม “Define step” แล้วเลือก Method ที่เราได้เลือก run correction แล้วกดปุ่ม “open” จะปรากฏหน้าต่าง Measurement Definition ขึ้นมา ให้เลือก Correction + sample จากนั้นกรอกข้อมูลต่างๆ ให้ครบ, เลือกประเภท crucible ที่ใช้งาน, เลือก Reference position ให้ตรงกับที่เราจะใช้, กด “select” ที่หัวข้อ filename เพื่อเลือก save file เลือก Temperature calibration file และ Sensitivity calibration file โดยกดที่ “Select” (เลือกไฟล์ที่ปรากฏ แล้วกด Open) แล้วกด “Add” (ดูรูปประกอบ)



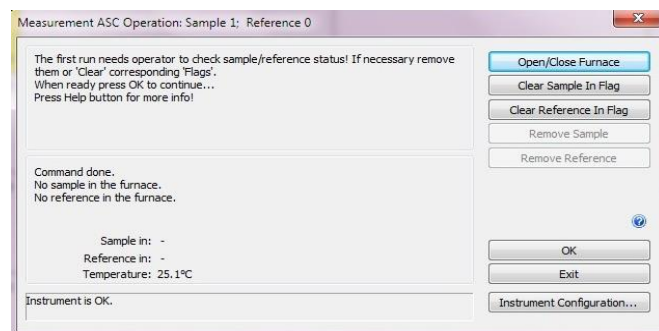
2.4 เลือก Execution list tab เพื่อเข้ามาเลือกลำดับการ Run Sample ได้ แต่ต้อง Run Correction เป็นตัวแรกเท่านั้น โดยคลิกที่ Position ที่ต้องการเลื่อนลำดับ และกดปุ่ม “Move Up” หรือ “Move Down” ไปตำแหน่งที่ต้องการ (ดูรูปประกอบ)



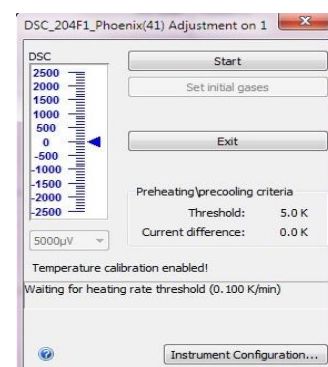
2.5 เลือก Sample Tray State tab เพื่อเข้ามาเช็คตำแหน่ง position กับน้ำหนัก sample ว่าถูกต้องหรือไม่ (ดูรูปประกอบ)



2.6 กดปุ่ม “start” จะเข้ามาที่หน้าต่าง Measurement ASC Operation ให้สังเกตว่า Sample in: และ Reference in: ต้องมีสถานะเป็น “-” (ถ้ามีสถานะเป็นตัวเลขให้ทำการกด “Remove Sample” หรือ “Remove Reference” ก่อน จากนั้นจึงกด “OK” (ดูรูปประกอบ)



2.7 เมื่อเข้ามาที่หน้าต่าง Adjustment ให้หรือไม่ต้องกดอะไร เครื่องจะเริ่ม Start เอง (ดูรูปประกอบ)



จากนี้ เครื่องก็จะเริ่มทำงานตามกระบวนการและเมื่อจบการทดสอบจะขึ้นข้อความ “End of Measurement (normal)” โดยหากเกิดการหยุดการทดลองโดยความผิดพลาดใดๆ เช่น วาง pan ผิดตำแหน่ง, ไฟฟ้าดับ ฯลฯ แนะนำให้แก้ปัญหาเหล่านั้นๆ (ตามอาการ) ให้เรียบร้อยก่อน แล้วจึงทำการ Reset ชุดแขนกลโดยกดที่ปุ่ม “Stop” และ “Initial” ตามลำดับ

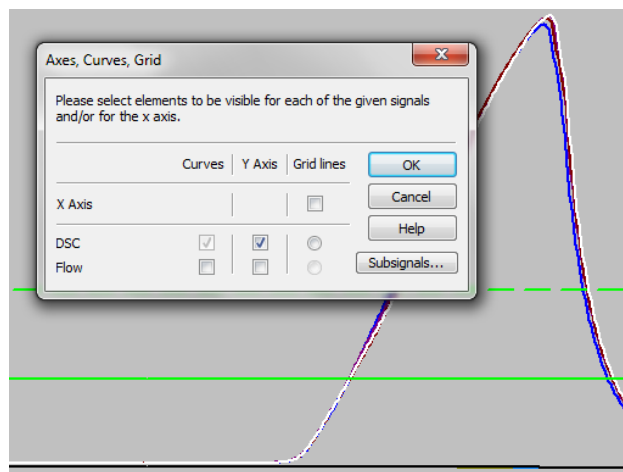
การวิเคราะห์กราฟ

เมื่อจบการทดลองโปรแกรมจะ Auto Save และเราสามารถวิเคราะห์กราฟได้โดยใช้โปรแกรม “Proteus Analysis” ดังนี้

1. เปิดไฟล์: ไปที่ *File --> Open* (เลือกไฟล์ที่เราทดสอบไว้ในข้อ 3.) จากนั้นกด “Open”
2. จัดแกน: โดยทั่วไปการวิเคราะห์กราฟจะเป็นการวิเคราะห์เทียบอุณหภูมิ ดังนั้นจึงต้องจัดแกนนอนให้อยู่ในหน่วยของอุณหภูมิโดย ไปที่ *Settings --> X-Temperature*

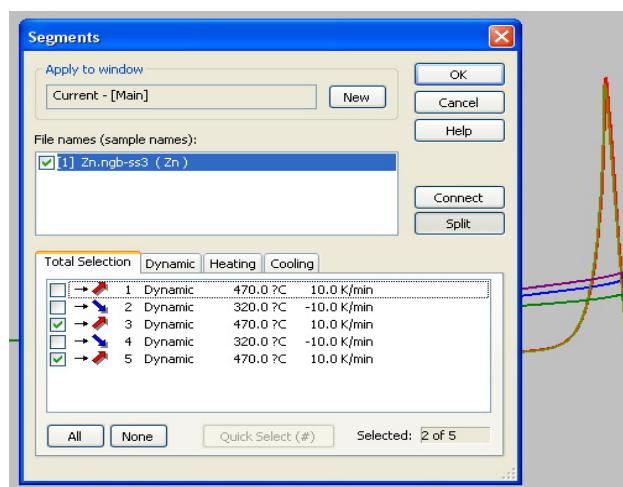
3. จัดกราฟ: ไปที่ *View --> Axes, Curves, Grid*
จากนั้นให้เอาเครื่องหมายถูกของ “Flow” ออก
จากนั้นกด “OK”

(ดูรูปประกอบ)



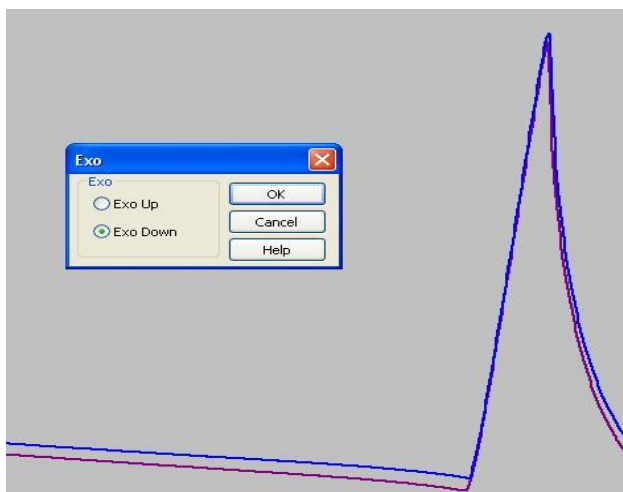
4. เลือกช่วงกราฟที่จะใช้ในการวิเคราะห์: ไปที่ *View --> Segments* จากนั้นเอาเครื่องหมายถูกใน Segment ที่ไม่ต้องการวิเคราะห์ออก
จากนั้นกด “OK”

(ดูรูปประกอบ)



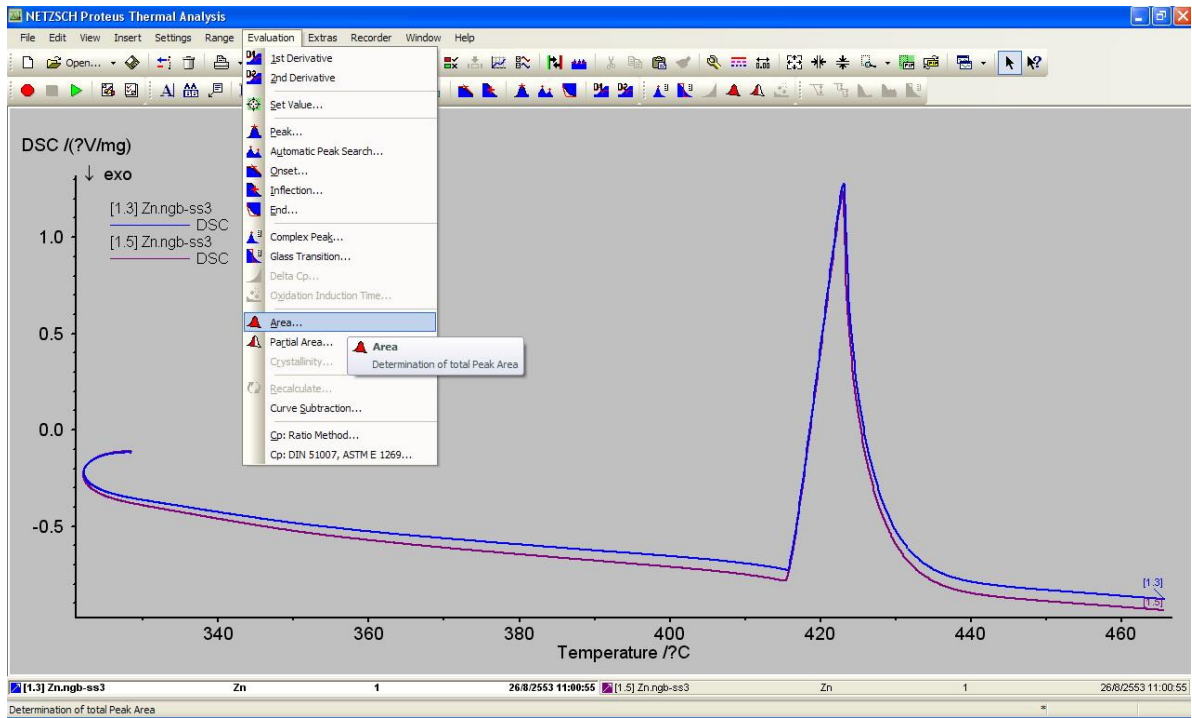
5. สามารถจัดรูปกราฟให้คว่ำหรือหงายได้โดย
ไปที่ *Setting --> Exo*. แล้วเลือก “Exo Up” หรือ
“Exo Down” จากนั้นกด “OK”

(ดูรูปประกอบ)



6. เริ่มการวิเคราะห์ผล: จากข้อ 1. ถึงข้อ 5. ก็จะได้รูปแบบกราฟที่พร้อมสำหรับการวิเคราะห์ จากนั้นคลิกเลือกเส้นกราฟที่ต้องการวิเคราะห์(เส้นกราฟจะกลายเป็นสีขาว) แล้ว ไปที่ *Evaluation* จากนั้นเลือกวิเคราะห์กราฟตามคำสั่งต่างๆ ตามที่ต้องการ และเราสามารถเซฟไฟล์ที่วิเคราะห์เรียบร้อยแล้วโดย ไปที่ *File --> Save State As (ตั้งชื่อไฟล์)* จากนั้นกด “Save”

(ดูรูปประกอบ)



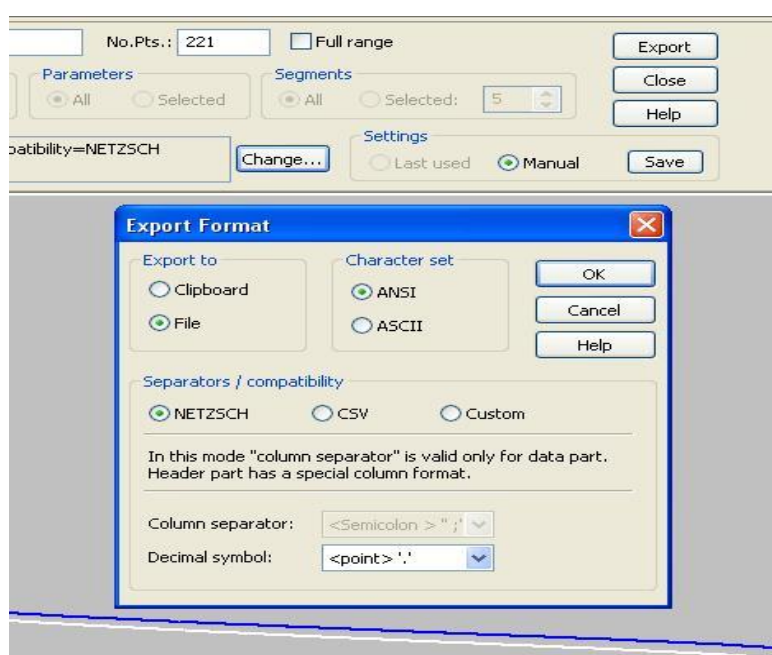
สำหรับการวิเคราะห์กราฟและลูกเล่นต่างๆ ในการจัดกราฟนั้นมีอยู่มากมาย โดยความหมายและวิธีการใช้งานมีอธิบายอยู่ในคำสั่ง *Help --> Analysis Contents* หรือใช้ Hot Key คือเอาเมาส์ไปชี้ไว้ที่คำสั่งนั้นๆ แล้วกด “F1” ที่ keyboard

การนำกราฟออกไปใช้งาน

- *File -- > Print Analysis* คือ ปริ้นผลที่แสดงอยู่บนโปรแกรมในรูปแบบของ standard form (คอมพิวเตอร์ต้องต่อกับปริ้นเตอร์และติดตั้งโปรแกรมให้เรียบร้อย)
- *Extras -- > Print Parameters* คือ ปริ้น parameters ต่างๆ รวมถึง Temperature profile ที่ใช้ในการทดสอบ
- *Extras -- > Print Results* คือ ปริ้นผลการวิเคราะห์กราฟ
- *Extras -- > Export Results* คือ เซฟผลการวิเคราะห์กราฟออกมาในรูปแบบของ Text file หรือ Excel file
- *Extras -- > Print Data* คือ ปริ้นผลการทดสอบตามช่วงอุณหภูมิที่ต้องการ โดยสามารถกำหนดได้ว่าต้องการผลในทุกๆ กี่องศา
- *Extras -- > Export Data* คือ เซฟผลการทดสอบออกมาในรูปแบบของ Text file หรือ Excel file โดยสามารถกำหนดได้ว่าต้องการผลในทุกๆ กี่องศา
- *Extras -- > Export Graphic* คือ เซฟผลที่แสดงอยู่บน โปรแกรมในรูปแบบของไฟล์รูปภาพ

การเซฟผลในรูปแบบของ Text file หรือ Excel file ในคำสั่ง Export Results และ Export Data นั้น ทำได้โดยการเข้าไปที่คำสั่งนั้นๆ แล้วกด “Change” จากนั้นคลิกที่ “NETZSCH” เมื่อต้องการเซฟเป็น Text file และคลิกที่ “CSV” เมื่อต้องการเซฟเป็น Excel file จากนั้นก็กด “OK” และ “Export”

(ดูรูปประกอบ)



คำแนะนำและข้อควรระวัง

- การทดสอบตัวอย่างโดยทั่วไปควรศึกษาข้อมูลของตัวอย่างก่อนเพื่อป้องกันไม่ใหตัวอย่างทำความเสียหายกับถ้วยหรืออุปกรณ์ต่างๆของเครื่อง
- การใช้งานเครื่องใน Heating Rate สูงๆ หรือทดสอบที่อุณหภูมิสูงๆ(ใกล้ limit ของเครื่อง) อาจทำใหอายุการใช้งานเครื่องลดลงได้
- เปิด Protective gas ทุกครั้งที่ใช้งานและห้ามใช้งานเครื่องเมื่อ Nitrogen Gas หมด
- เพื่อรักษาอายุการใช้งานของเครื่องไม่ควรเปิดเตาเมื่ออุณหภูมิสูงกว่า100 องศาเซลเซียส
- ในการออกแบบการทดสอบที่ขั้นตอนสุดท้าย(Final step) จะต้องไม่คลิกใช้งานอุปกรณ์ทำความเย็น โดยเด็ดขาด
- ในการทดสอบที่อุณหภูมิตดลปให้ heat up กลับมาจบการทดสอบที่ room temperature เสมอ
- ไม่ควรใส่ตัวอย่างในปริมาณที่มากจนเกินไป เพราะอาจทำใหตัวอย่างล้น ทำความเสียหายกับเครื่องได้
- ควรปิดเครื่องและถอดปลั๊กหากหยุดใช้งานเครื่องเป็นเวลานานๆหรือระบบไฟฟ้าของอาคารผิดปกติ