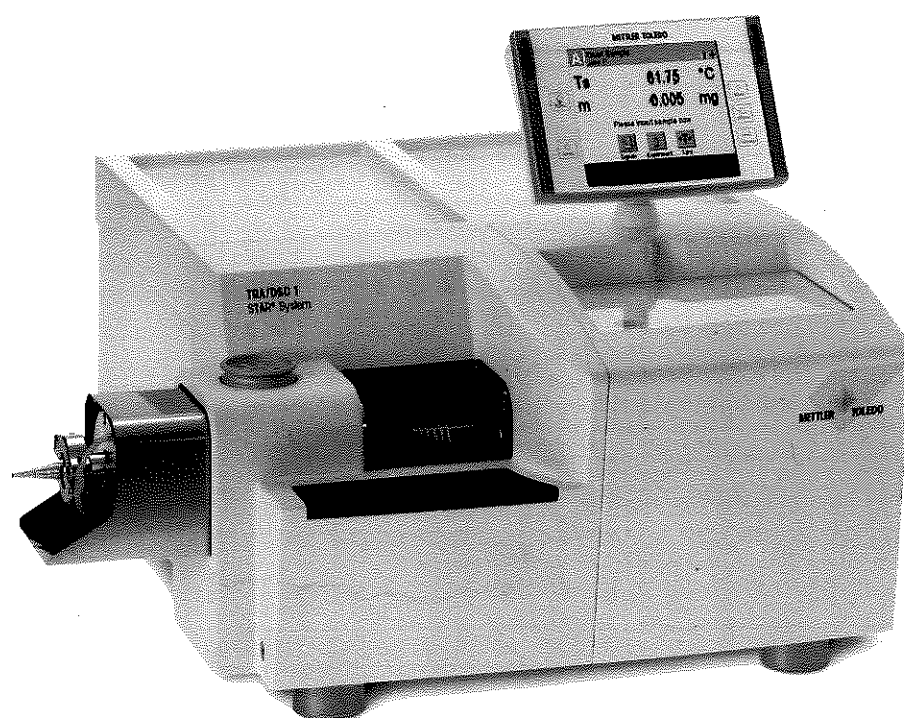


คู่มือการใช้งาน

METTLER TOLEDO STAR^e SYSTEM TGA/DSC1 Module



บริษัทเมทเทร์-โทเลโด (ประเทศไทย) จำกัด

โทร 0-2723-0300 ต่อ 336, 337, 355 โทรสาร 0-2719-6479

แผนกบริการ โทร 0-2723-0300 ต่อ 372, 373, 374 โทรสาร 0-2723-0303

สารบัญ

	หน้า
การเปิดและปิดระบบเครื่อง TGA (Switching on and off TGA System)	3
การเปิดโปรแกรม STARe (Start up STARe Software)	3
การสร้างโปรแกรมอุณหภูมิจาก Method Window (Creating Temperature Program)	
หรือการสร้างโปรแกรมอุณหภูมิแบบหักลบ Blank curve ด้วยตัวเอง	5
การทำการทดลอง (Performing an Experiment)	7
การสร้างโปรแกรมอุณหภูมิแบบ Software หักลบ Blank curve อัตโนมัติ	10
การประมวลผล (Evaluating Curve)	15
การ Print ผลการทดลอง	20
การ Backup ข้อมูลการทำการทดลอง *ควรทำทุกครั้งก่อนปิดโปรแกรม*	22
Temperature calibration ด้วยโลหะบริสุทธิ์มาตรฐาน	24
เพิ่มเติม _เทคนิคการปรับค่าของเส้น Blank ให้มีค่าเป็น "ศูนย์"	35
เพิ่มเติม_การใช้งาน TGA vacuum	38

Pass 1P45

คู่มือการใช้งานเครื่อง TGA รุ่น TGA/DSC1+กล่อง Gas control box รุ่น GC200

1. การเปิดและปิดระบบเครื่อง TGA (Switching on and off TGA System)

มีขั้นตอนดังต่อไปนี้

1. เปิด UPS โดยการกดปุ่ม เปิด/ปิด ดังไว้จนกว่าจะมีเสียงดังขึ้น
2. เปิดกล่อง Gas control box (GC200) ที่ Switch on/off ด้านหลังกล่อง
3. เปิดหัวถังแก๊ส N₂/O₂
** N₂ จำเป็นต้องเปิดทุกครั้งเมื่อเปิดเครื่อง TGA
** O₂ เปิดเมื่อต้องการทำการทดสอบภายใต้สภาวะ O₂
4. เปิดเครื่อง TGA โดยการเปิดสวิทช์สีแดงด้านหลังเครื่อง
หน้าจอเครื่อง TGA จะแสดงข้อความ "Balance setting up" ให้รอจนกว่าข้อความดังกล่าวจะหายไป
5. เปิด Circulating Bath (warm เครื่องไว้ประมาณ 10 นาที)
6. เปิดเครื่องคอมพิวเตอร์ และ โปรแกรม STARe (ดูรายละเอียดการเปิดในข้อ 2)

และเมื่อเลิกใช้งานต้องตามขั้นตอนดังนี้

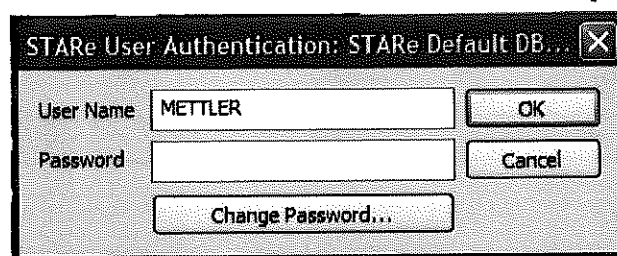
1. อุณหภูมิเครื่อง TGA ควรอยู่ที่ 25-30 องศา
2. ปิดโปรแกรม STARe, ปิดเครื่องคอมพิวเตอร์
3. ปิด Circulating Bath
4. ปิดเครื่อง TGA โดยการเปิดสวิทช์สีแดงด้านหลังเครื่อง
5. ปิดกล่อง Gas control box (GC200) ที่ Switch on/off ด้านหลังกล่อง
6. ปิดหัวถังแก๊ส N₂/O₂

2. การเปิดโปรแกรม STARe (Start up STARe Software)

1. รอจนกระทั่งหน้าจอขึ้นแสดงรูป icon ของ LAN และ icon เหมือนแบตเตอรี่สีเขียว บน task bar

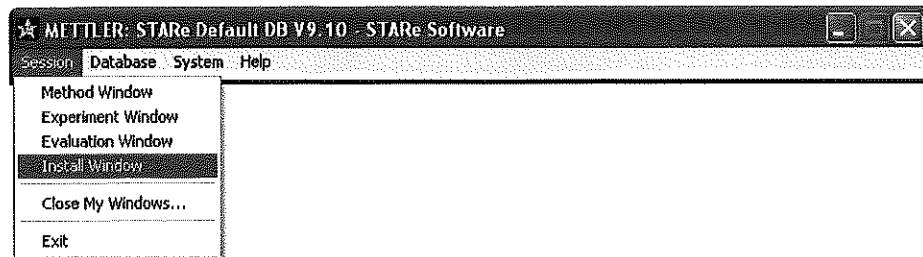


2. ดับเบิลคลิก ICON STARe  หน้าจอจะแสดงดังรูป



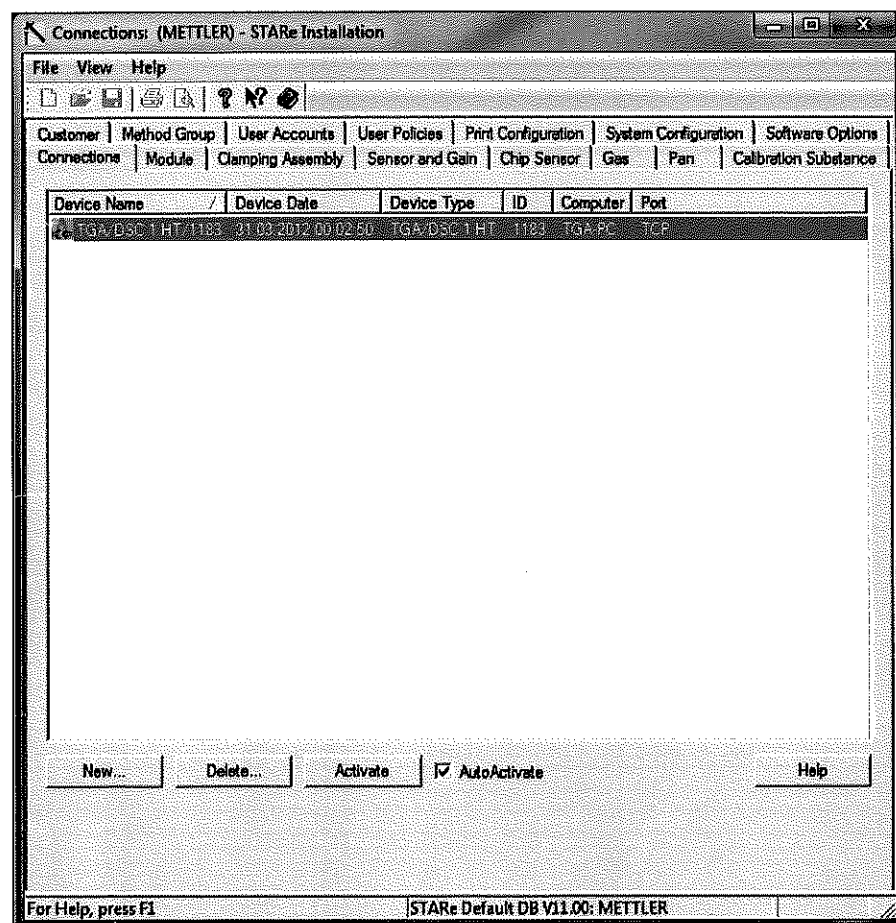
ใส่ User Name เป็น "METTLER" โดยไม่มี Password กด OK
และด้านล่างของจอจะแสดง ICON 1 ICON คือ METTLER:STARe.....

3. ไปที่ Session เพื่อเลือก Install Window

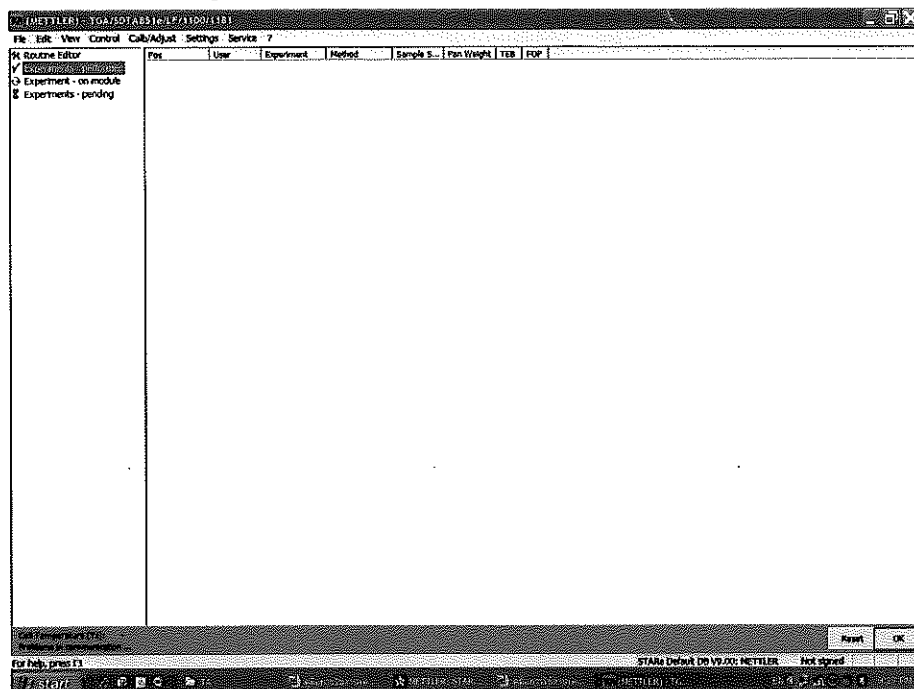


4. ไปที่ Connection แล้วเลือกที่ TGA แล้วกดปุ่ม Activate

Click ที่ AutoActivate : เป็นการสั่งให้ Software เปิดหน้าจอในข้อ 5 อัตโนมัติ ทุกครั้งที่เปิด Software



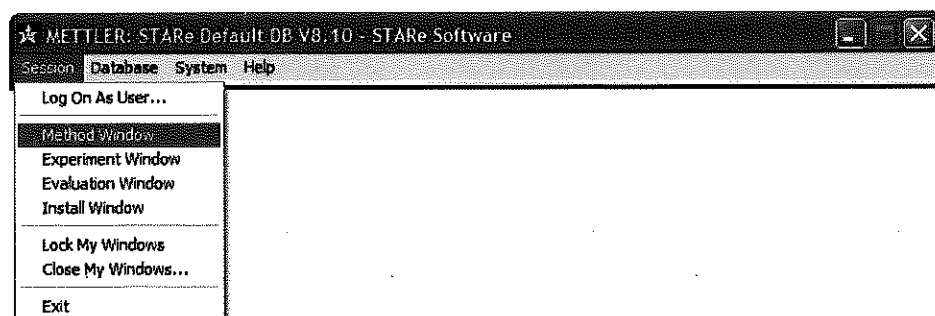
5. หน้าจอจะแสดงดังรูป

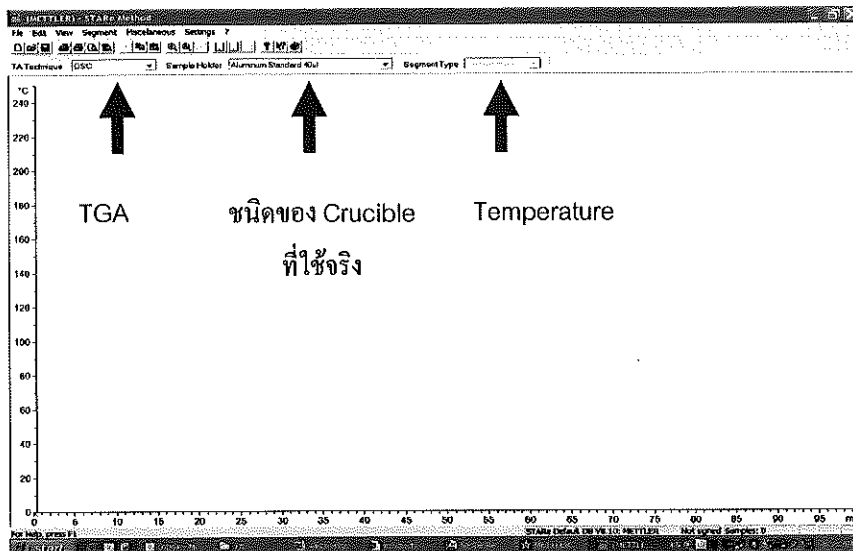


3. การสร้างโปรแกรมอุณหภูมิจาก Method Window (Creating Temperature Program) หรือการสร้างโปรแกรมอุณหภูมิแบบหักลบ Blank curve ด้วยตัวเอง

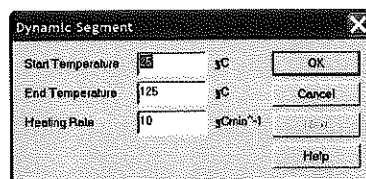
สร้างวิธีการทดลองจากหน้าจอโดย Activate Window รูปดาว ที่ด้านล่างของจอ

1. ให้ไปคลิกที่ Session และเลือก Method Window



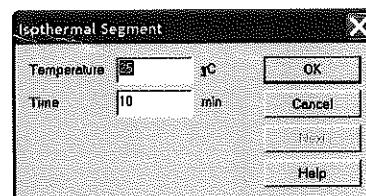


- เลือก TA Technique ให้เป็น TGA (default setting) และเลือกชนิดของ Sample holder (Crucible) ให้ตรงกับที่ใช้จริง
 → เลือก Miscellaneous → subtract Blank curve
- ไปที่ Segment เพื่อเลือก Temperature program แบบ Dynamic, Isothermal (Sine ใช้กับ Modulated DSC)



แบบ Dynamic

(กำหนดอุณหภูมิเริ่มต้น สุดท้าย และอัตราการลด/เพิ่มอุณหภูมิ)



แบบ Isothermal

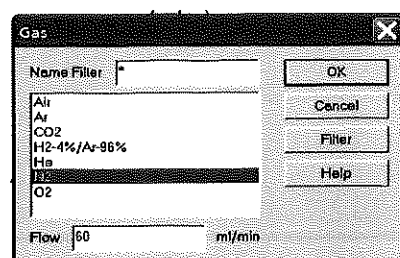
(กำหนดอุณหภูมิ และระยะเวลาที่ต้องการ)

หมายเหตุ

Method Window สามารถสร้าง Segment ของ Dynamic และ/หรือ Isothermal ได้ต่อเนื่อง 40 segments

- Double click ที่ Air เพื่อเลือกชนิดของ reactive gas (ในกรณีที่มี Automatic Gas Box) และอัตราการไหลที่ต้องการ แล้วกด OK

หมายเหตุ ในกรณีที่ไม่มี Automatic Gas box (GC200) ให้เลือกเป็น Air ที่อัตราการไหล 0 ml/min แล้วไปปรับที่ flow meter ซึ่งต่อกับ Gas ให้ได้อัตราการไหลที่ต้องการแทน



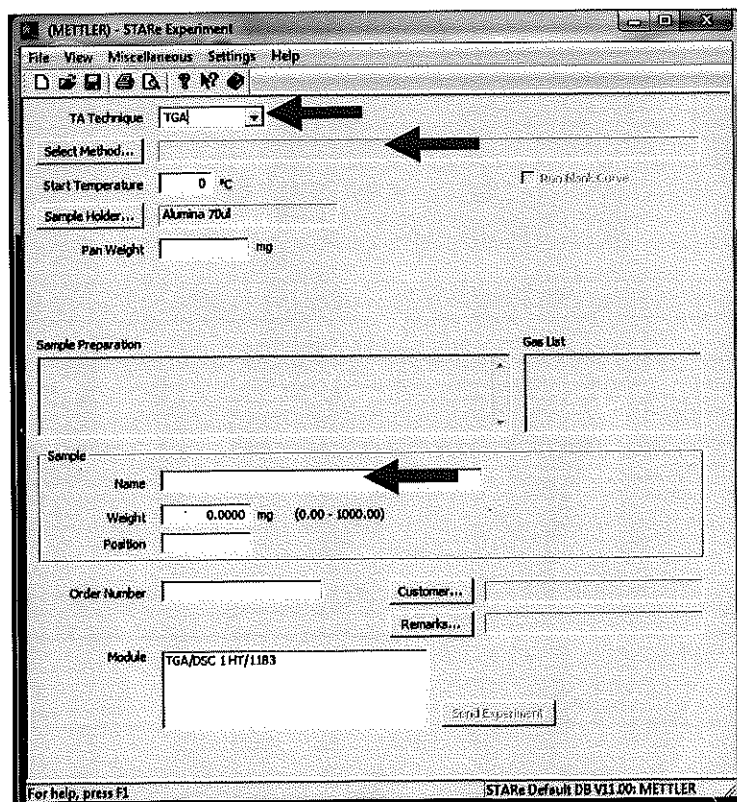
5. ใส่รายละเอียดการเตรียมสารตัวอย่าง ในหัวข้อ Miscellaneous/Sample Preparation (หากต้องการใส่)
6. กำหนดช่วงน้ำหนัก sample ที่ Miscellaneous/Sample Range (หากต้องการใส่)
7. ไปที่ Miscellaneous/Subtract Blank Curve ในกรณีที่ต้องการทำ blank curve ก่อนการทำ sample
8. กำหนด Method group โดยไปที่ Miscellaneous/Method Groups (ต้องไปสร้างชนิดของ Method Groups ไว้ก่อนที่ Install window) (หากต้องการใส่)
9. เมื่อสร้างโปรแกรมอุณหภูมิได้ตามที่ต้องการแล้ว ให้กดที่ save as แล้วใส่ชื่อวิธีการทดลองตามที่ต้องการ

หมายเหตุ

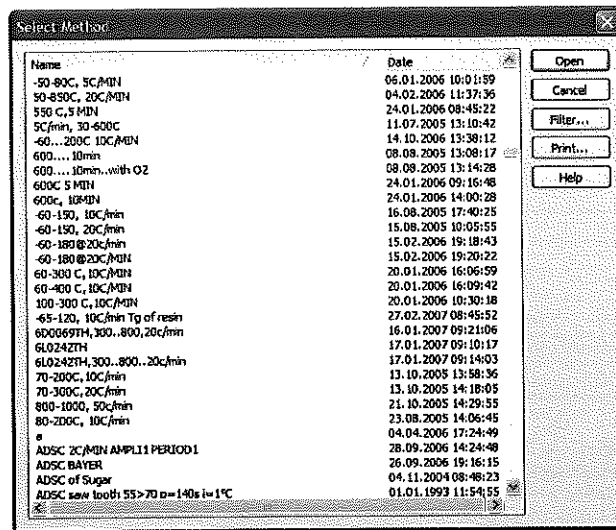
ในกรณีที่ ทำ Method นี้มีการใช้งานไปแล้ว ถ้าต้องการแก้ไขจะต้อง save เป็นชื่อใหม่ ไม่สามารถ save ทับได้

4. การทำการทดลอง (Performing an Experiment)

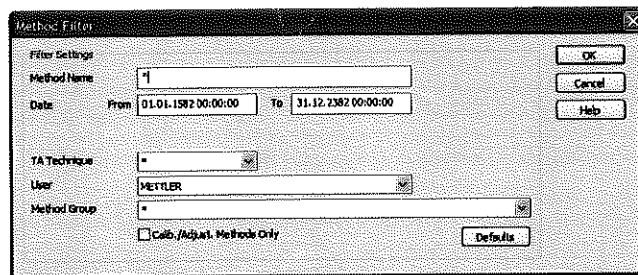
1. ให้ไปคลิกที่ Session แล้วเลือก Experiment Window



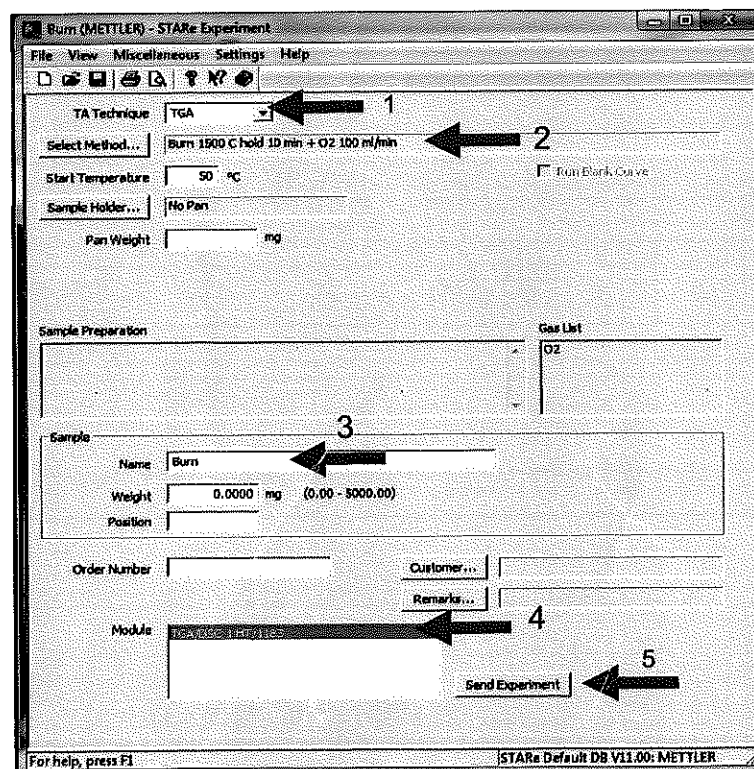
2. เลือก Method: ไปที่ Select Method หน้าจอจะแสดงดังรูป



3. เลือกวิธีการทดลองที่จะใช้ หรือ เลือก Search จาก Filter โดยใส่ชื่อของ Method ที่เคย Save ไว้ แล้วกดปุ่ม OK



เมื่อเลือกการทดลองได้แล้วจะแสดงดังรูป



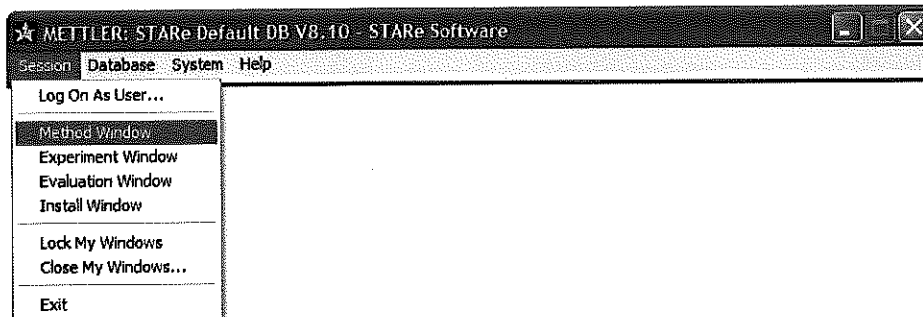
4. ให้ใส่ชื่อตัวอย่าง, ไม่ต้องใส่ weight และ Position
5. กดเลือก TGA ในหัวข้อ Module แล้วกดปุ่ม Send experiment
6. หน้าจอ TGA มุมล่างซ้ายมีประโยคจะเปลี่ยนจาก Standby temp. ไปเป็น Go to insert temp.
7. เครื่องจะรอจนกระทั่งประโยคเปลี่ยนเป็น Press <Proceed> when sample insert จากนั้นจึงกดปุ่ม "Furnace" ที่หน้าจอ Touch Screen เพื่อ เปิด furnace ออก
8. วาง crucible ด้าน R (reference) และ ด้าน S (sample) แล้วจึงกดปุ่ม "Furnace" ที่หน้าจอ Touch Screen เพื่อ ปิด furnace
9. กดปุ่ม "Tare" ที่หน้าจอ Touch Screen เพื่อลบน้ำหนักภาชนะออก
10. กดปุ่ม "Furnace" ที่หน้าจอ Touch Screen เพื่อ เปิด furnace แล้วจึงนำ crucible ด้าน S มาใส่สารตัวอย่าง (ในกรณีทำ blank ให้ข้ามขั้นตอนนี้ไป)
11. นำเข้าไปวางด้าน S แล้วจึงกดปุ่ม "Furnace" ที่หน้าจอ Touch Screen เพื่อ ปิด furnace
12. รอจนค่าน้ำหนักนิ่ง แล้วจึงกดปุ่ม OK ที่หน้าจอคอมพิวเตอร์ หรือ "Proceed" ที่หน้าจอ Touch Screen
13. กดเลือกชื่อตัวอย่างที่กำลังวัดอยู่ ภายในหัวข้อ experiment on module ที่หน้าจอ TGA เพื่อดูกราฟ online
14. ขณะ Measurement หน้าจอด้านล่างจะเปลี่ยนจากแถบสีเขียวเป็นแถบสีแดง แสดงว่าเครื่องได้เริ่มทำการทดสอบสารแล้ว เมื่อการทดสอบสิ้นสุด จะเปลี่ยนเป็นแถบสีเขียวและประโยคจะเปลี่ยนเป็น Press <Proceed> when sample remove
15. กดปุ่ม "Furnace" ที่หน้าจอ Touch Screen เพื่อ เปิด furnace แล้วจึงนำ crucible ด้าน S มาทำความสะอาดเพื่อทดสอบสารตัวต่อไป และ กดปุ่ม OK อุณหภูมิของเครื่อง TGA จะลดลงจนกระทั่งไปอยู่ที่ Start temp.
16. ให้ทำซ้ำอีกครั้งตั้งแต่ต้นเมื่อจะทำการทดสอบตัวอย่างอื่นๆ

หมายเหตุ

ในกรณีที่มีการกดปุ่ม Reset เพื่อยกเลิกการทดลอง เมื่อต้องการทำการทดลองต่อไปจะต้องไปที่ปุ่ม Control ด้านบนหน้าจอ TGA แล้วเลือก Start experiment หรือ กดปุ่ม "Start" ที่หน้าจอ Software

5. การสร้างโปรแกรมอุณหภูมิแบบ Software หักลบ Blank curve อัตโนมัติ

1. ให้ไปคลิกที่ Session และเลือก Method Window



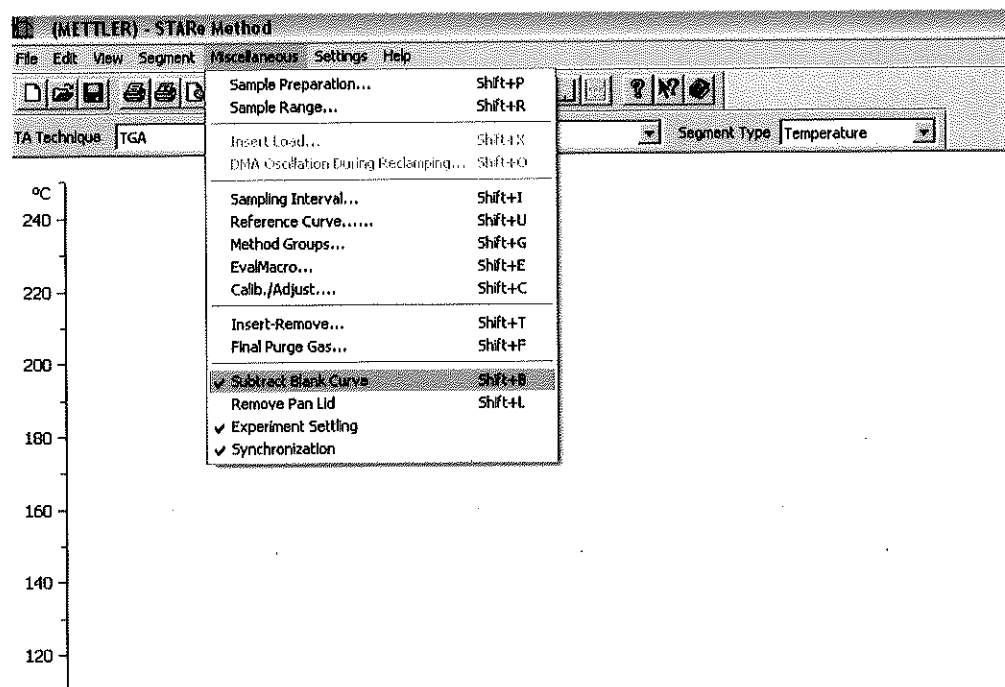
2. ตั้งวิธีการทดลอง

โดยเลือก TA Technique : TGA

Sample Holder: เลือกให้ตรงกับการใช้งานจริง

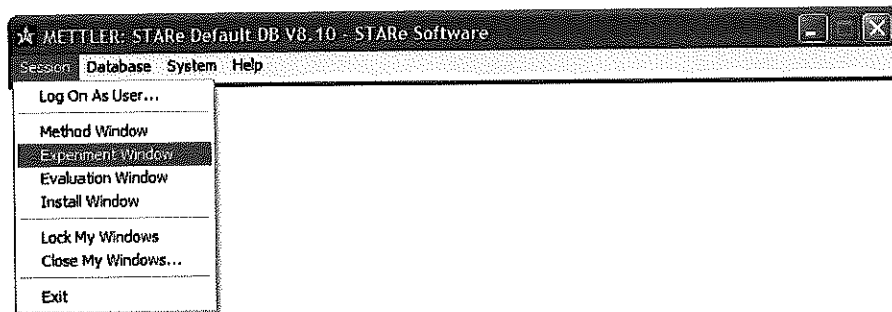
Segment Type: Temperature

จากนั้น ไปที่ Miscellaneous และ คลิกที่ Subtract Blank Curve ให้ขึ้นเครื่องหมายถูกดังรูป
แล้วจึงตั้งโปรแกรมอุณหภูมิตามที่ต้องการ

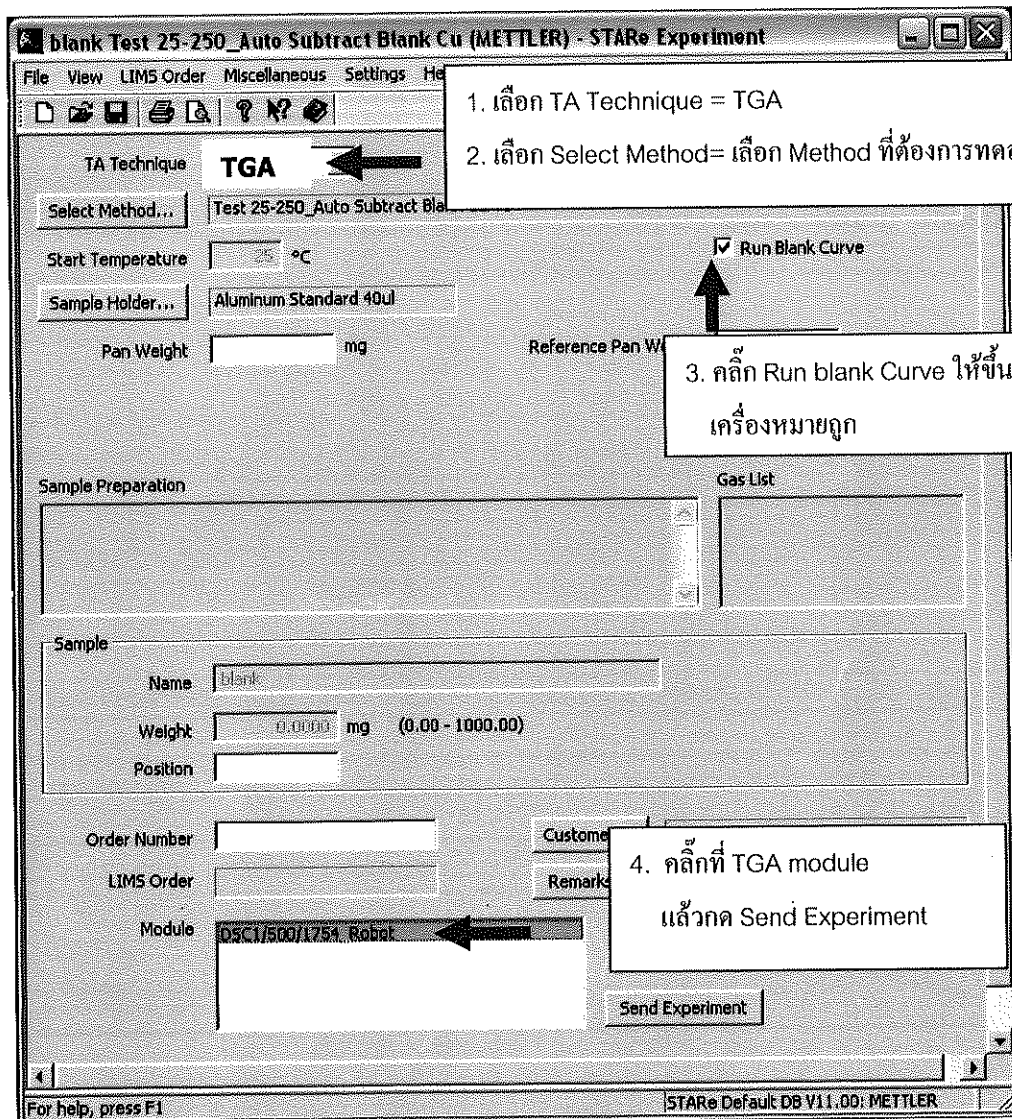


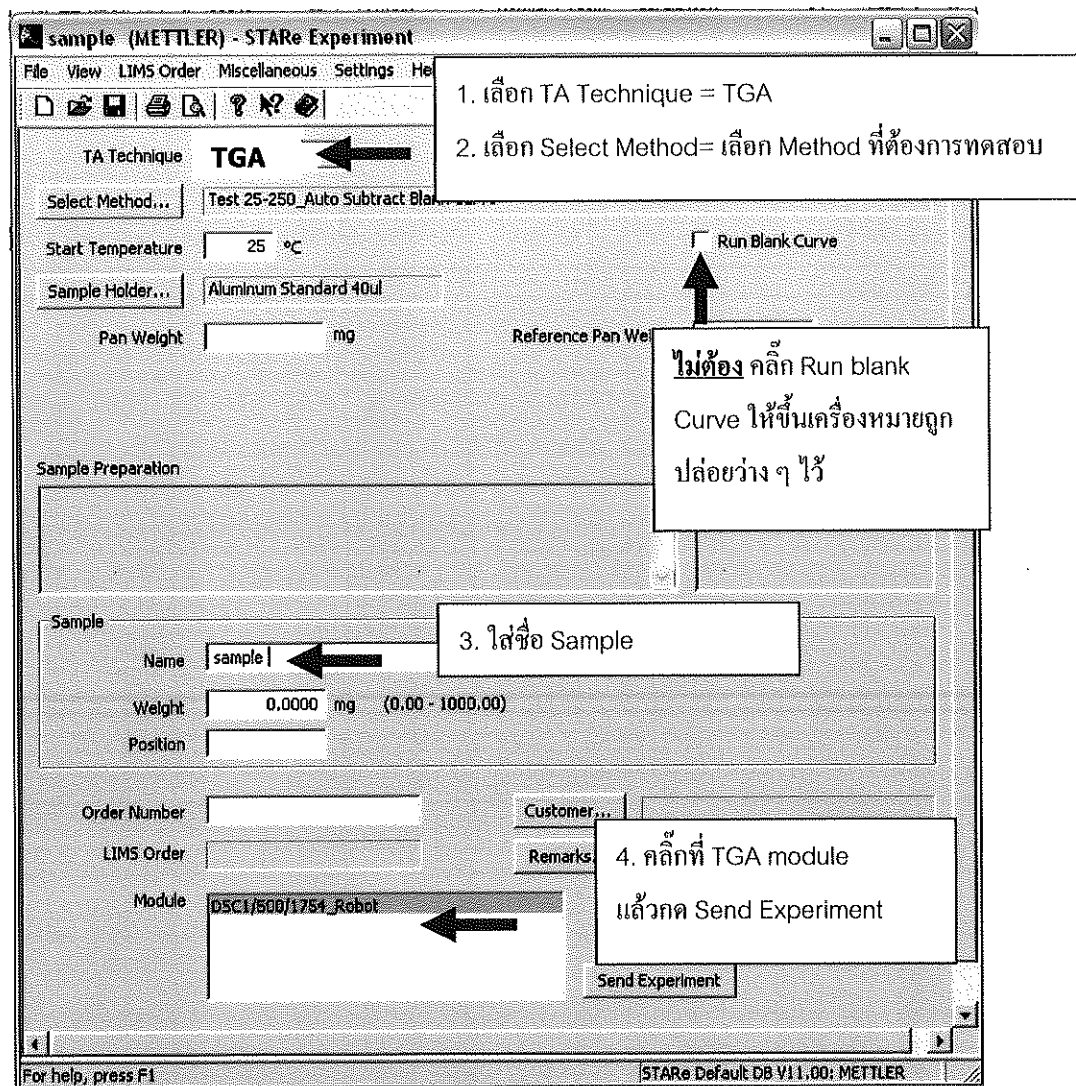
3. ขั้นตอนการส่งการทดลอง

ให้ไปคลิกที่ Session แล้วเลือก Experiment Window



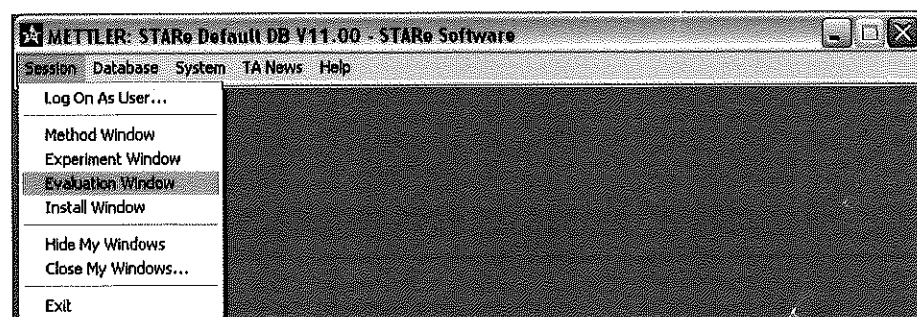
ขั้นแรกให้ส่งการทดลองของ Blank ก่อนเสมอ มีขั้นตอนดังนี้





เมื่อส่งการทดลองไปแล้ว เครื่อง TGA จะเริ่มทำงานตามปกติโดยให้ปฏิบัติตาม ข้อ 6-16 ในหัวข้อ "การทำการทดลอง (Performing and Experiment)"

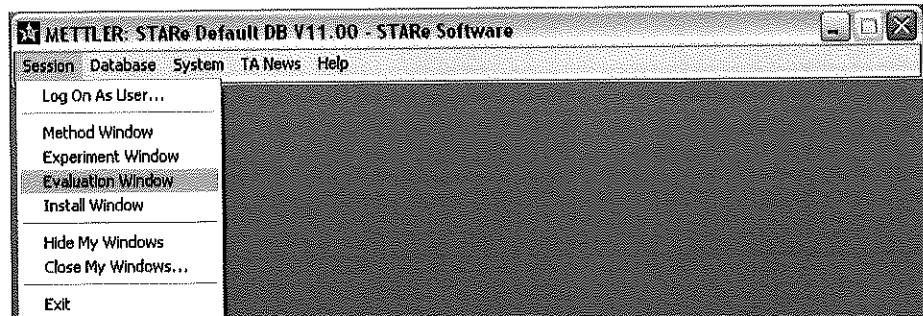
4. การเปิดผลขึ้นมาวิเคราะห์
ให้ไปคลิกที่ Session และเลือก Evaluate Window



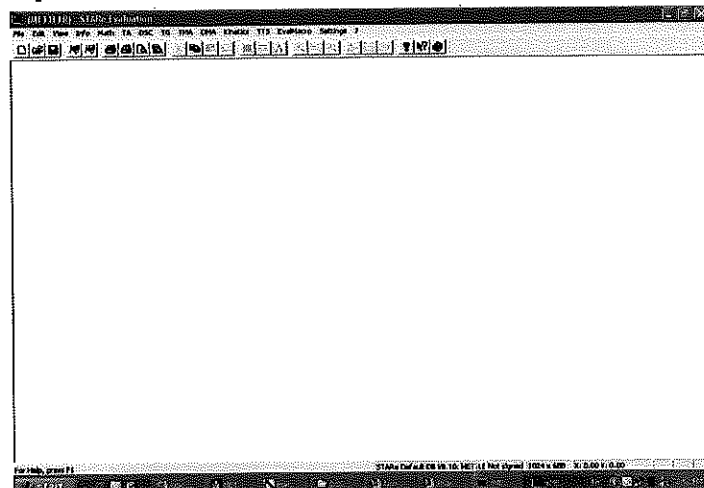
จากนั้นให้ Open Curve ที่เป็น Sample ขึ้นมา ซึ่งกราฟที่ปรากฏอยู่ จะเป็นกราฟที่ Software ได้ทำการหักลบ Blank Curve เรียบร้อยแล้ว ดังนั้น เราจึงไม่ต้องเปิด Curve ของ Blank มา Subtract Blank Curve อีก

6. การประมวลผล (Evaluating Curve)

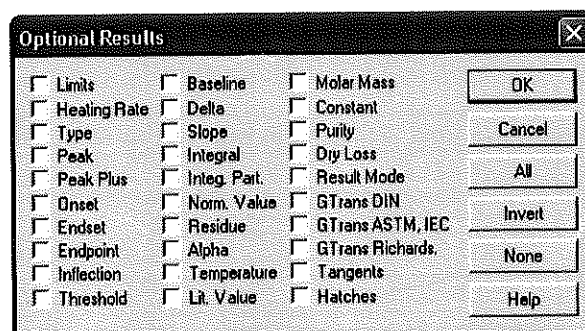
1. ไปคลิกที่ METTLER: STARe Icon ด้านล่าง เลือก Session แล้วเลือก Evaluation window หน้าจอจะ



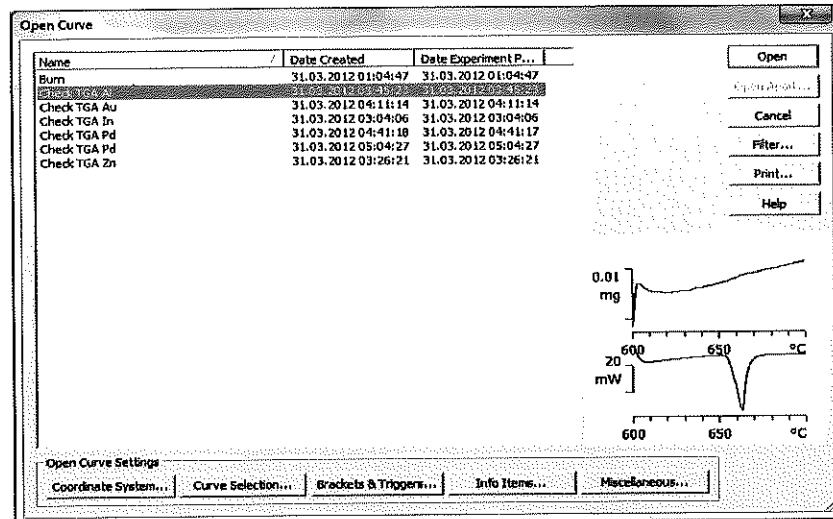
แสดงดังรูป



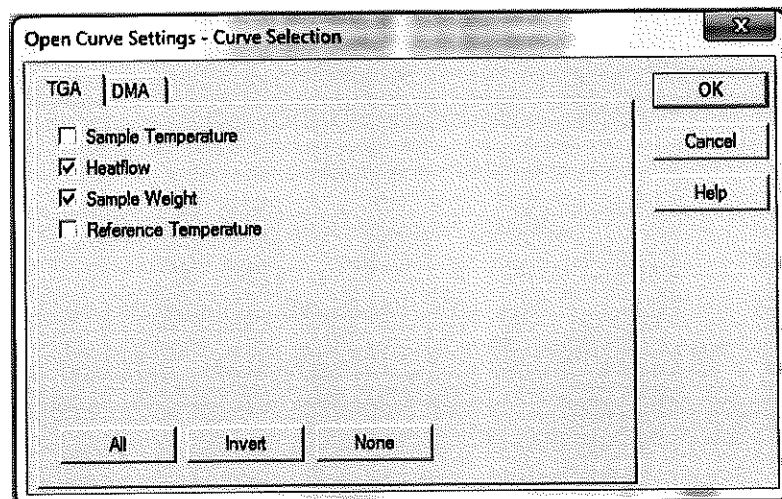
2. ไปคลิกที่ Setting เลือก Optional result หน้าจอจะแสดงดังรูป เพื่อเลือกข้อมูลที่ต้องการให้ Software แปลผลออกมา



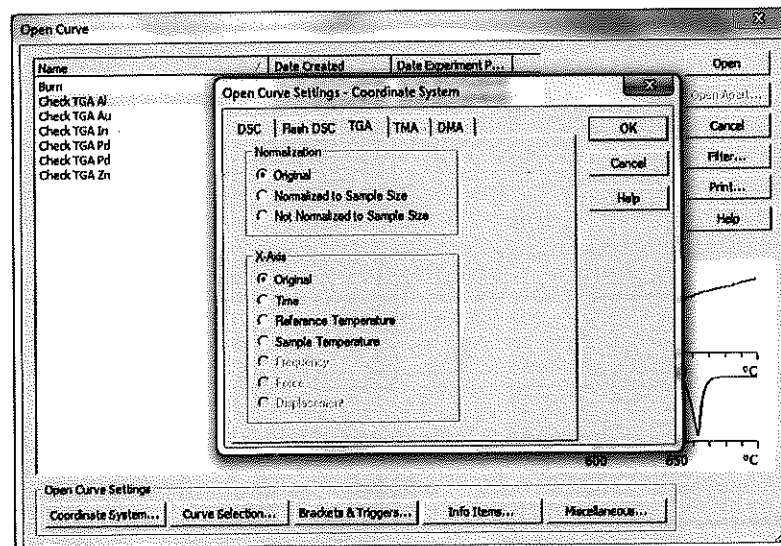
3. ให้เลือก Residue เพิ่มจากที่เลือกสำหรับ TGA กด OK และไปที่ Setting อีกครั้งและเลือก Save setting
4. เลือกกราฟที่เราต้องการประมวลผลโดยไปที่ File และ Open curve หน้าจอจะแสดงดังรูป



5. เลือกกราฟที่เราต้องการจะประมวลผล จากนั้นเลือก Curve Selection และ TGA เพื่อเลือกผลที่ต้องการแสดง ทั้งในส่วนของ Heat flow และ Sample Weight หรืออย่างใดอย่างหนึ่ง แล้วแต่ความต้องการ

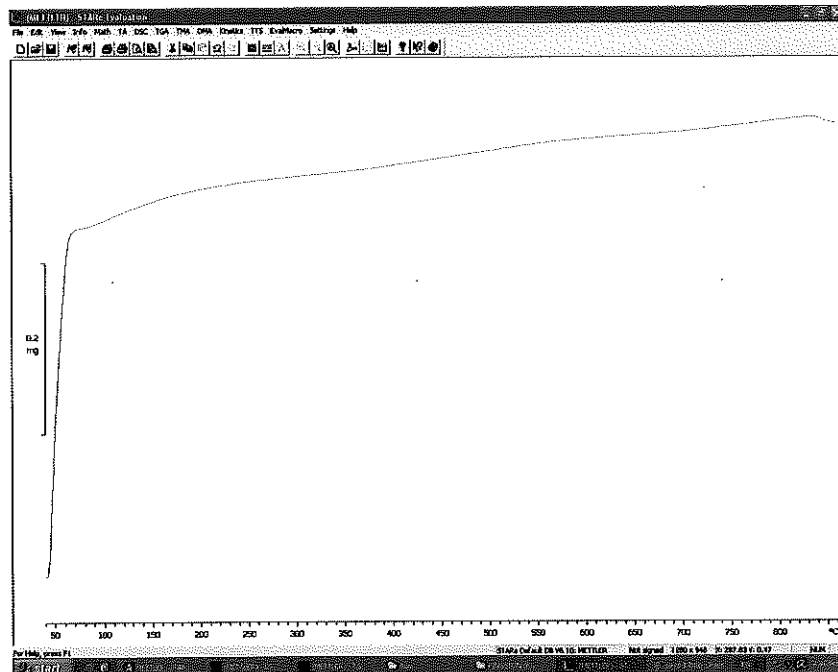


6. จากนั้นเลือก Coordinate System ซึ่งเป็นเลือกชนิดของ แกน X, Y

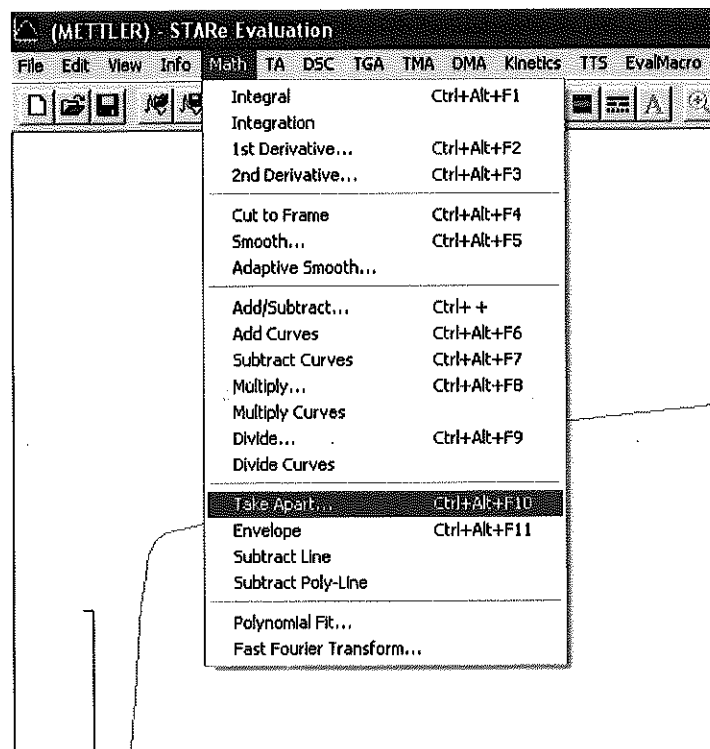


7. แล้วกด open (กดปุ่ม Ctrl ถ้าต้องการเลือกมากกว่า 1 กราฟ)
8. กรณีที่ทดลองภายใต้อุณหภูมิมากกว่า 1 segment (มีทั้ง dynamic segment และ isothermal segment) ต้อง take a part ก่อน Evaluate ทุกครั้ง ดังนี้

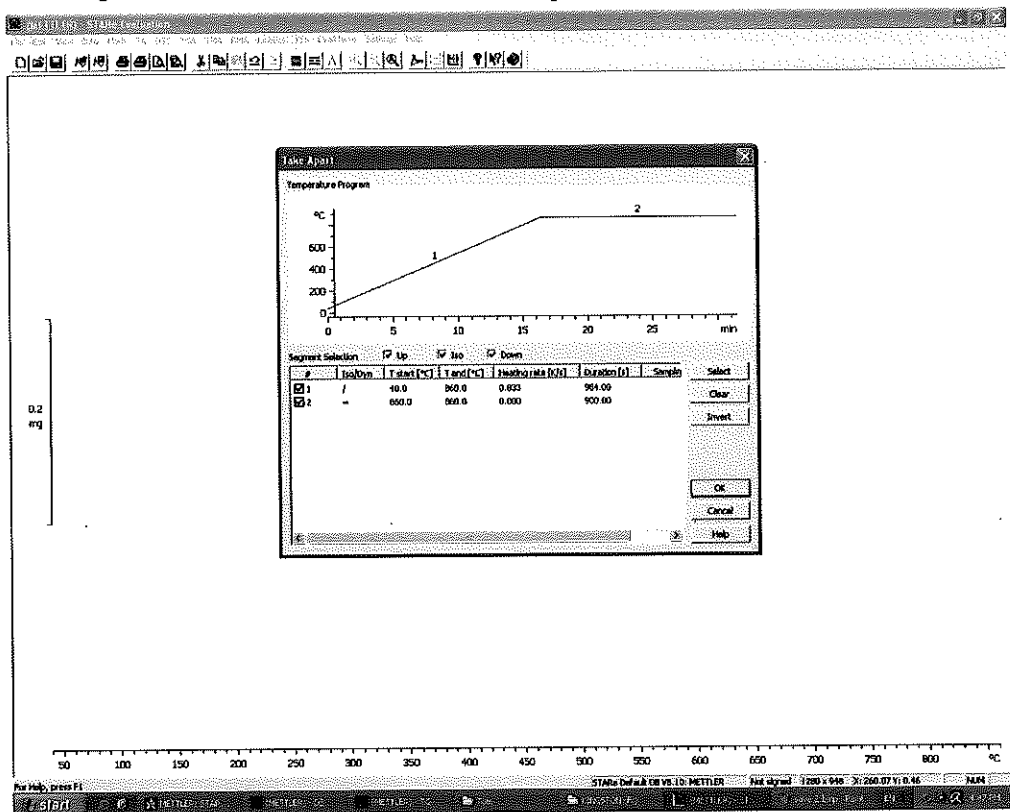
คลิกที่เส้นกราฟให้เป็นสีชมพู (ทั้งเส้นกราฟ Heat flow และ Sample weight)



ไปที่ Math และตามด้วย Take a part

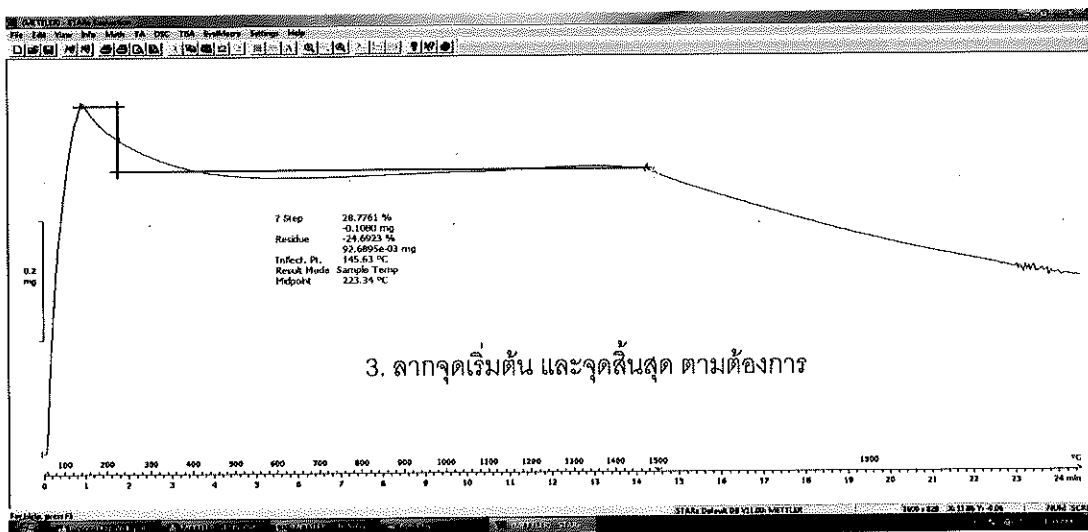
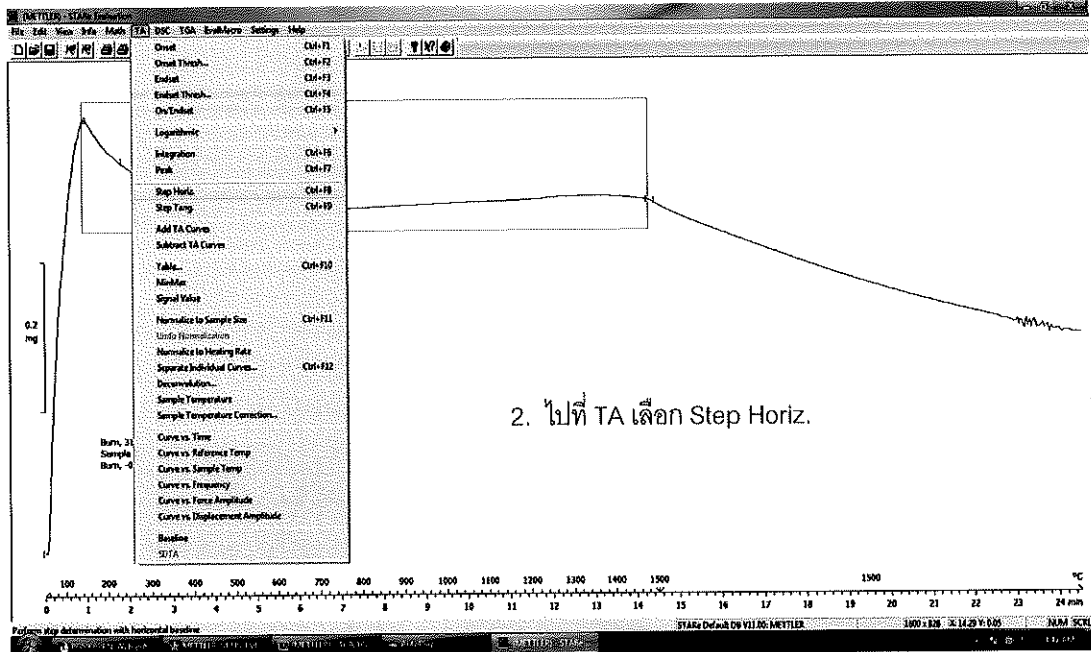
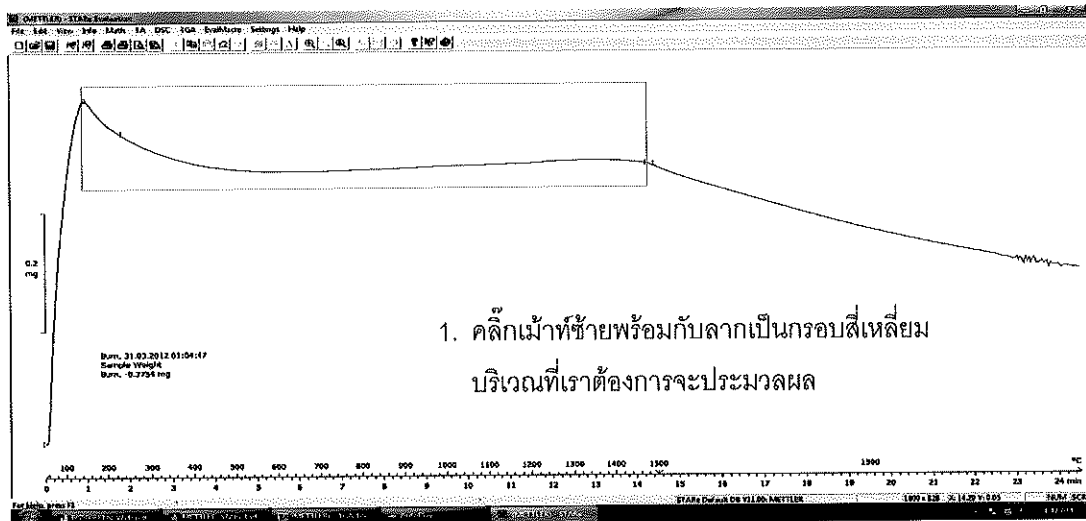


เลือก Segment ที่ต้องการศึกษา โดยคลิกเครื่องหมายถูกที่ช่อง สีเหลี่ยม แล้วกด OK

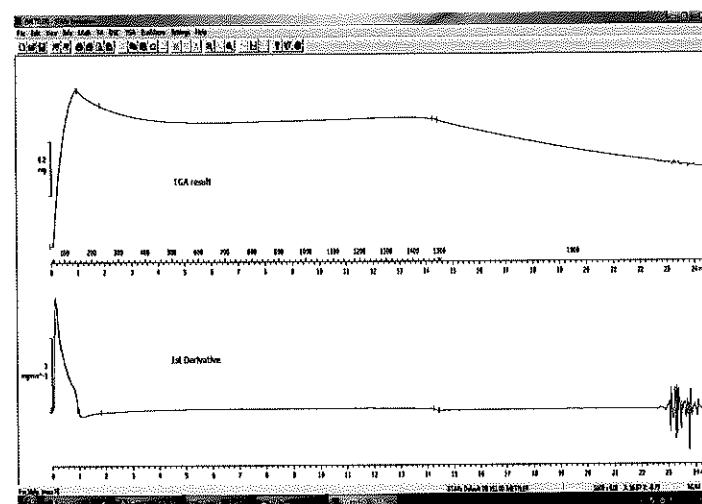
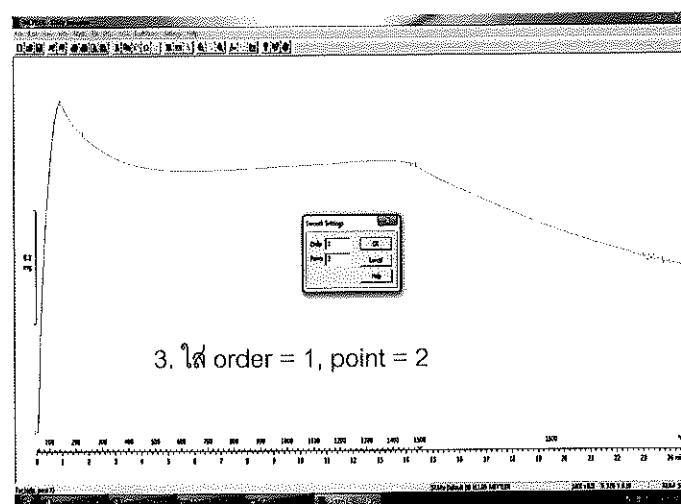
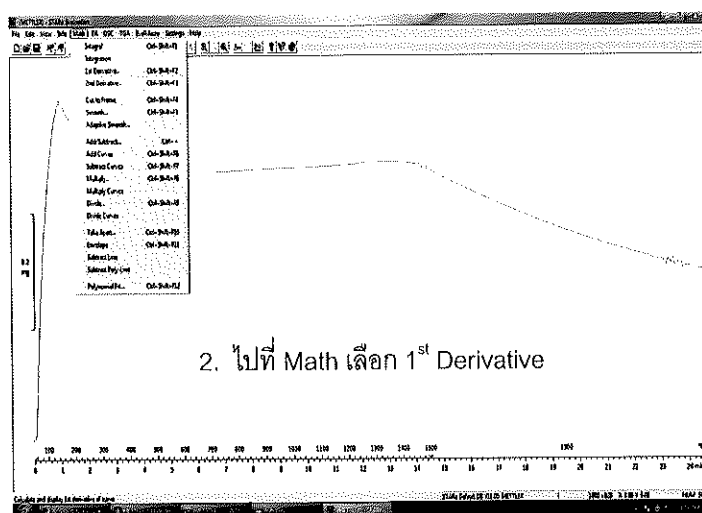
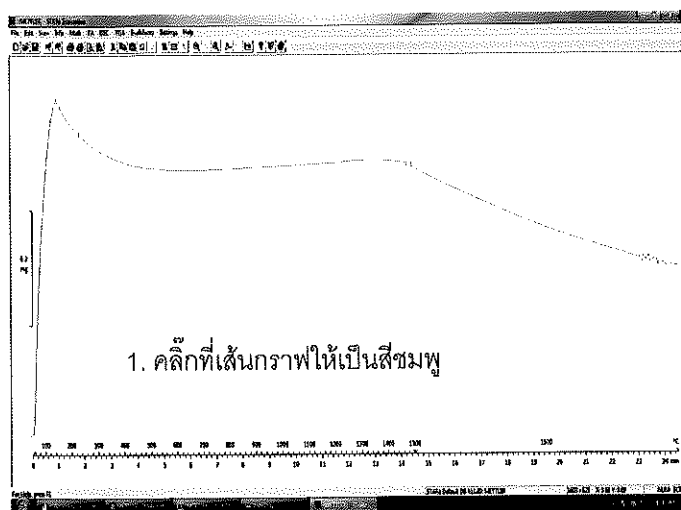


จากนั้นสามารถเริ่มทำการวิเคราะห์ผลได้ตามปกติ

9. การประมวลผล เพื่อดูน้ำหนักที่เปลี่ยนแปลง (% Mass loss หรือ Step mass loss)



10. การประมวลผลโดยการ Derivative



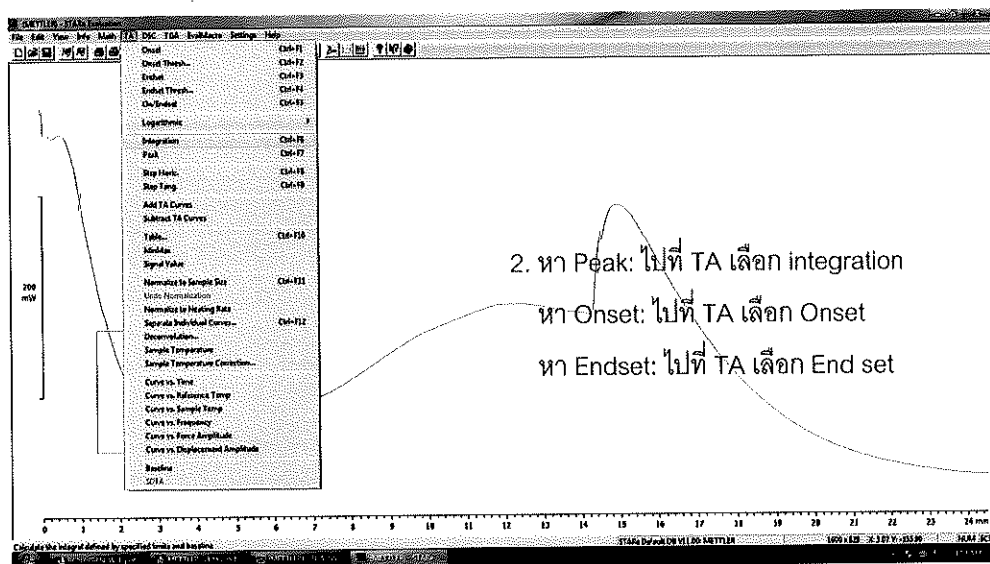
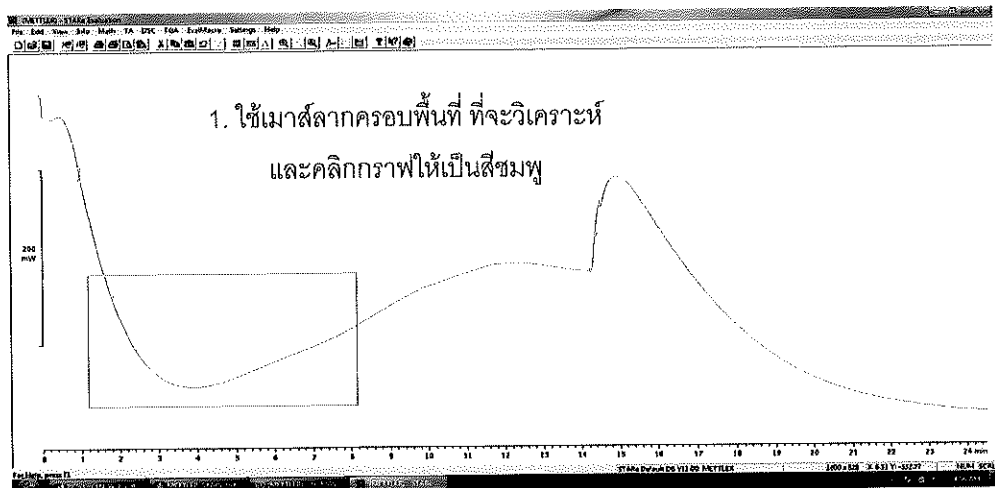
หมายเหตุ

การทำ Derivative คือการหาค่าแบบจุดต่อจุด โดยจุดหน้า- จุดหลัง ดังนั้นจำนวน Point น้อยๆ จะทำให้ได้กราฟที่ถูกต้อง

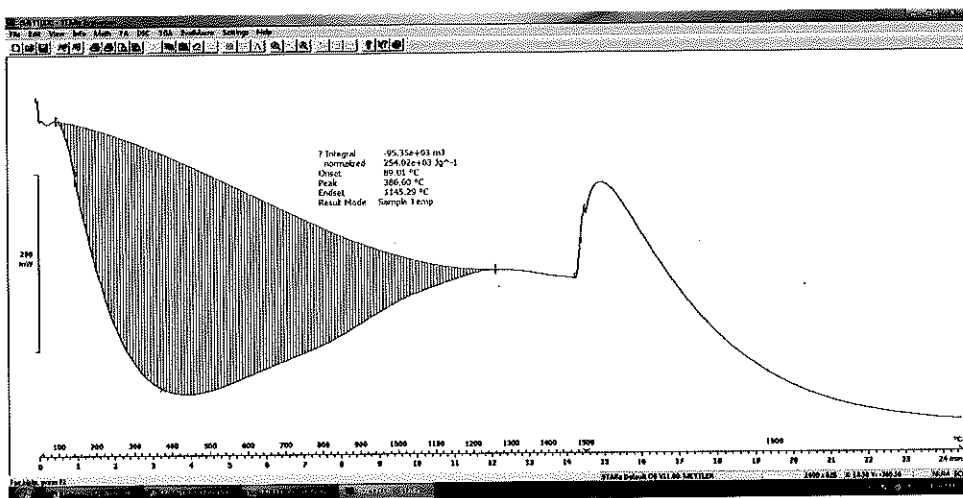
1st Derivative = Order 1

2nd Derivative = Order 2

11. การประมวลผลของกราฟ Heat flow



ตัวอย่าง



12. เมื่อได้ผลตามที่ต้องการแล้ว ถ้าต้องการ save เก็บไว้ให้ไปที่ File เลือก Save Evaluation as หรือถ้าต้องการให้พิมพ์ผลในรูปกราฟก็ให้ไปที่ Plot แทน

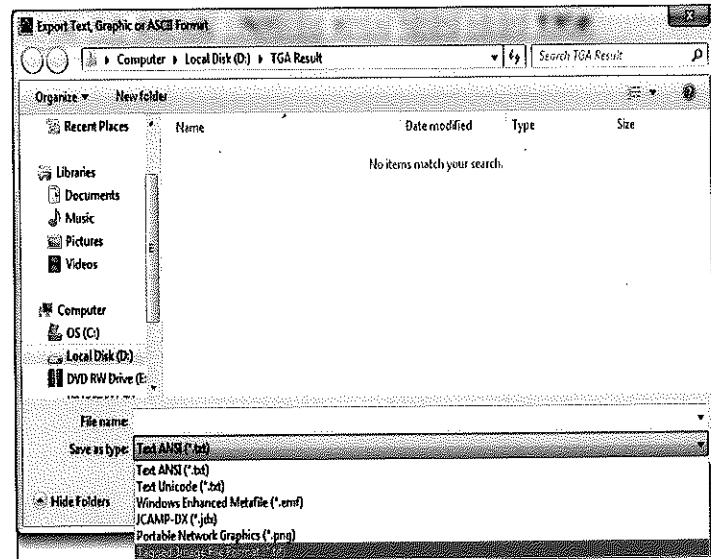
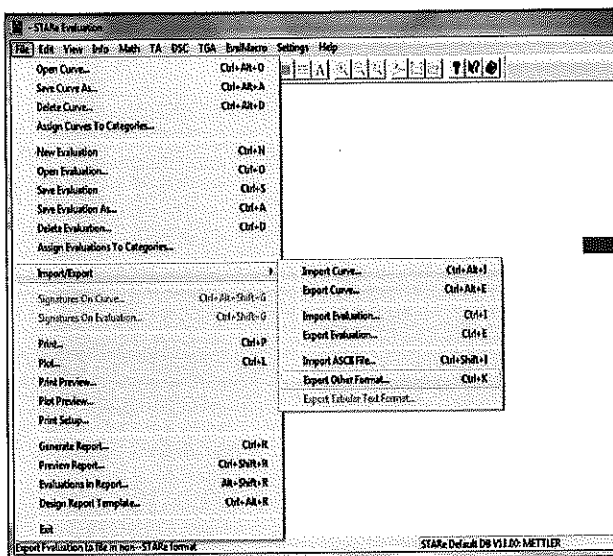
7. การ Print ผลการทดลอง

1. เมื่อ evaluate กราฟเรียบร้อยแล้ว

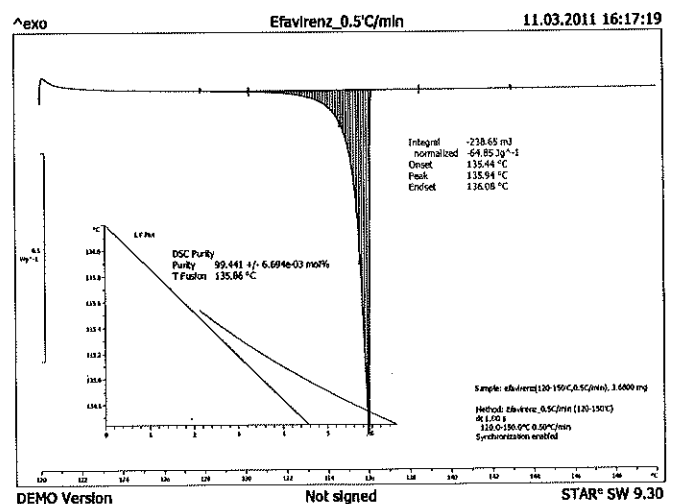
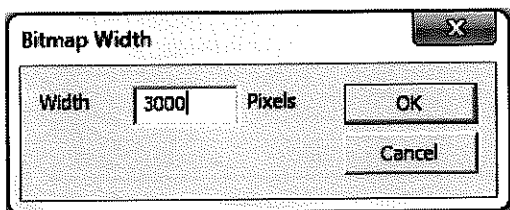
1.1 ต้องการ Save ผล ให้ไปที่ File เลือก Save evaluation as ข้อมูลดังกล่าวจะไปอยู่ที่ Mode Evaluation แทนซึ่งสามารถเปิดขึ้นมาแก้ไขใหม่ได้ในภายหลัง

1.2 ต้องการ Print ออกเครื่อง Printer ให้ไปที่ File เลือก Plot เลือกเครื่อง Printer แล้วสั่ง Print

1.3 ต้องการ Print ออกเป็น File รูปภาพ ให้ไปที่ File เลือก Import/export เลือก export other format เลือก Save ข้อมูลเป็น นามสกุล .tif

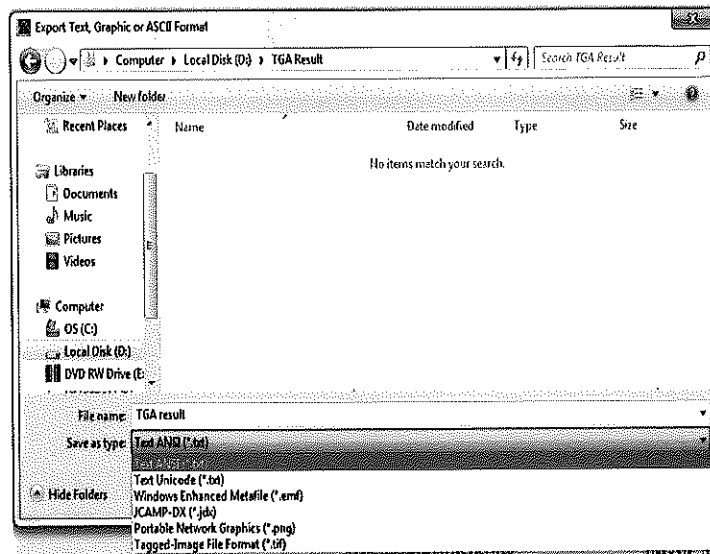
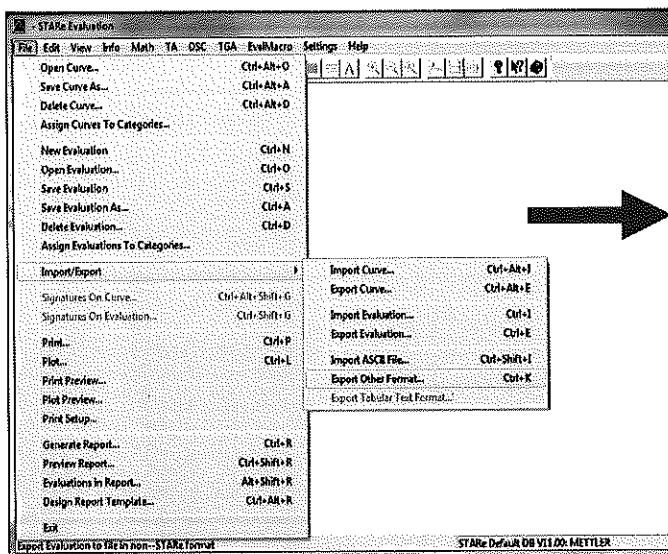


จากนั้นใส่ค่าความละเอียดของรูปเป็น 3000 Pixel



ตัวอย่าง

1.4 ต้องการ Print ออกเป็น File ตัวเลขคู่ลำดับรูปภาพ ให้ไปที่ File เลือก import/export เลือก export other format เลือก save ข้อมูลเป็น นามสกุล .text



ตัวอย่าง

Title
04:55

Burn
27.04.2012

Title
Evaluation categories:

Curve Name:
Burn, 31.03.2012 01:04:47
Sample Weight

Curve values:

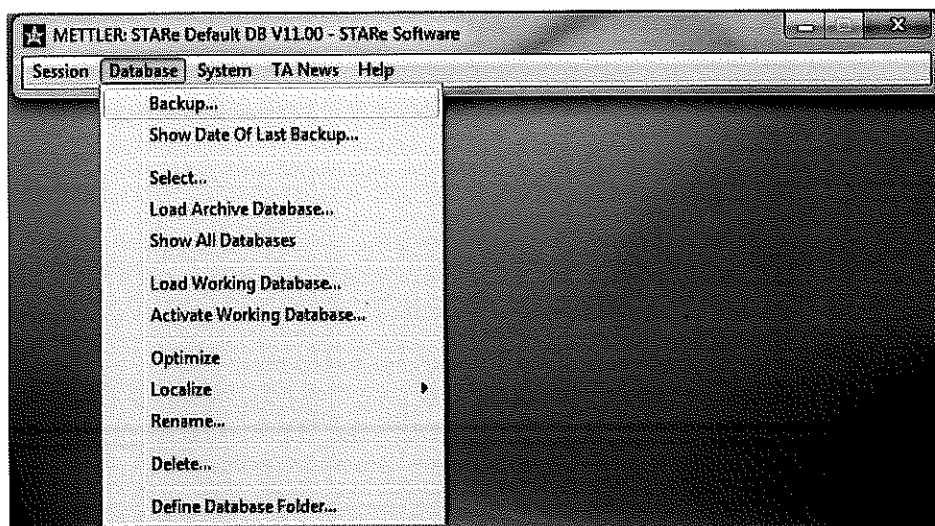
Index	t [s]	Ts [°C]	Tr [°C]	Value [mg]
0	0	50.0479	50	-0.375378
1	1	52.4214	51.6667	-0.375208
2	2	52.5485	53.3333	-0.374947
3	3	52.9317	55	-0.37452
4	4	53.6799	56.6667	-0.366624
5	5	55.0939	58.3333	-0.353186
6	6	58.2731	60	-0.333022
7	7	71.9054	61.6667	-0.308912
8	8	19.9968	63.3333	-0.283668
9	9	42.1874	65	-0.260173
10	10	46.2773	66.6667	-0.23692
11	11	48.2654	68.3333	-0.214391

Page 1

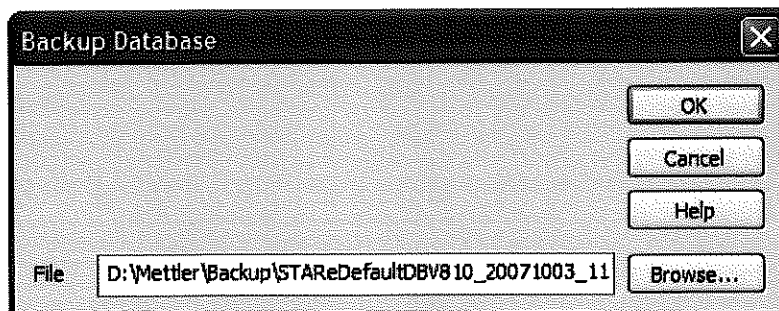
หมายเหตุ ให้นำ File ที่ได้ไปเปิดใน Microsoft Excel

8. การ Backup ข้อมูลการทำการทดลอง *ควรทำทุกครั้งก่อนปิดโปรแกรม*

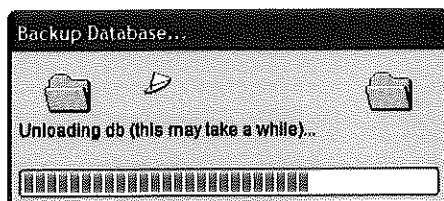
1. ไปที่ METTLER:STArE.... แล้วเลือก Database /Backup



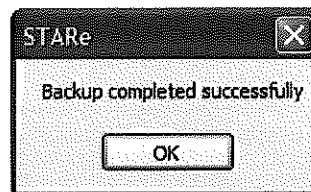
2. หน้าจอจะแสดง Folder ที่ข้อมูลจะไปเก็บไว้ โดยที่ชื่อไฟล์จะแสดงวันที่และเวลาที่ทำการ backup สามารถกดปุ่ม Browse....เพื่อเปลี่ยน folder ที่ต้องการเก็บได้ โดยที่ไม่ต้องเปลี่ยนชื่อไฟล์



3. กด OK โปรแกรมจะเริ่มทำการ Backup ข้อมูลต่างๆ

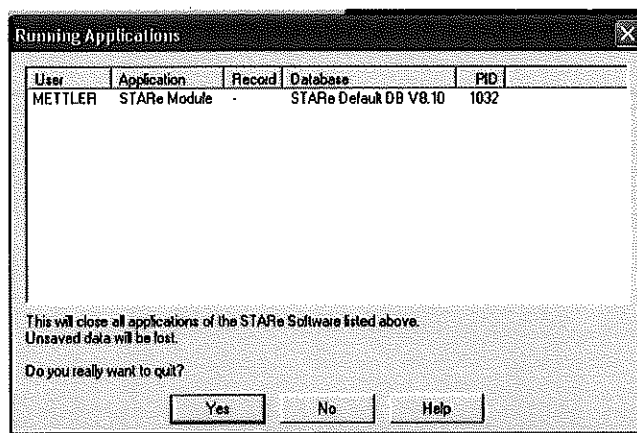


4. เมื่อเสร็จแล้วก็จะแสดงข้อความว่า "Backup completed successfully" จึงกดปุ่ม OK



9. การปิดโปรแกรม STARe (Exiting STARe SW)

1. ปิดเครื่อง DSC เมื่ออุณหภูมิกลับมาที่ช่วงอุณหภูมิห้องแล้ว
2. ให้ปิดหน้าต่างของ Evaluation ก่อนถ้าเปิดไว้ โดยไปคลิกที่ช่องกากบาททางมุมบนขวามือ
3. ให้ไปที่ Mettler:STARe Icon เลือก ^{Session} System และเลือก Exit หน้าจอจะแสดงดังรูป



4. กด Yes เพื่อยืนยันการออกจากโปรแกรม