

คู่มือการใช้งาน

METTLER TOLEDO STAR^e SYSTEM

TGA/DSC3+ Module



บริษัทเมทเลอร์-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)	5
การสร้างโปรแกรมอุณหภูมิ	
- การสร้างโปรแกรมอุณหภูมิแบบ Blank curve และ Sample Curve	8
- การสร้างโปรแกรมอุณหภูมิแบบ Software หักลบ Blank curve อัตโนมัติ	12
- การสร้างโปรแกรมอุณหภูมิแบบใช้ Compensate For Buoyancy	15
การประมวลผล (Evaluate Curve)	19
การวิเคราะห์กราฟ Sample weight (TGA)	
- สำหรับผลการทดลองที่มาจาก <u>การสร้างโปรแกรมอุณหภูมิแบบ Blank curve และ Sample Curve</u>	23
- สำหรับผลการทดลองที่มาจาก <u>การสร้างโปรแกรมอุณหภูมิแบบ Software หักลบ Blank curve อัตโนมัติ และ การสร้างโปรแกรมอุณหภูมิแบบใช้ Compensate For Buoyancy</u>	30
- การวิเคราะห์กราฟ Heatflow (DSC)	34
- การวิเคราะห์กราฟ Derivative	37
Advance Function: การทำการทดลอง MaxRes	43
Advance Function: การทำการทดลอง Kinetic ด้วย Advance Model Free Kinetic	48
การ Print ผลการทดลอง	58
การ Backup ข้อมูลการทำการทดลอง *ควรทำทุกครั้งก่อนปิดโปรแกรม*	61
การปิดโปรแกรม STARe (Exiting STARe SW)	62
เพิ่มเติม _การทำความสะอาด Furnace/Sensor	63
เพิ่มเติม _เทคนิคการปรับค่าของเส้น Blank ให้มีค่าเป็น “ศูนย์”	64

คู่มือการใช้งานเครื่อง TGA รุ่น TGA/DSC3+ HT

อุณหภูมิห้อง ถึง 1,600°C แก๊ส N2 และ O2

Software MaxRes และ Model free kinetic

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

มีขั้นตอนดังต่อไปนี้

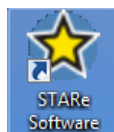
1. เปิด UPS โดยการกดปุ่ม เปิด/ปิด ค้างไว้จนกว่าจะมีเสียงดังขึ้น (อาจจะเปิดอยู่แล้ว)
2. เปิดแก๊ส N2 และ O2 ที่หัวถังแก๊สและปรับ regulator ให้อยู่ที่ประมาณ 1 bar
 - ** N2 จำเป็นต้องเปิดทุกครั้งเมื่อเปิดเครื่อง TGA
 - ** O2 เปิดเมื่อต้องการทำการทดสอบภายใต้สภาวะ O2
3. เปิดเครื่อง TGA โดยการเปิดสวิทช์สีแดงด้านหลังเครื่อง
4. เปิด Circulating Bath (warm เครื่องไว้ประมาณ 15 นาที เป็นอย่างน้อย)
5. เปิดเครื่องคอมพิวเตอร์ และ โปรแกรม STARe (ดูรายละเอียดการเปิดในข้อ 2)
6. เมื่อเครื่อง TGA เชื่อมต่อกับ Software แล้วให้กด Standby ที่หน้าจอ Touch screen ของเครื่อง TGA

และเมื่อเลิกใช้งานต้องตามขั้นตอนดังนี้

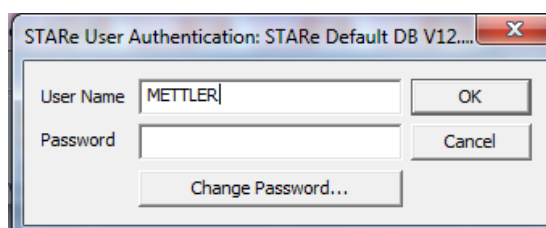
1. อุณหภูมิเครื่อง TGA ควรอยู่ที่ 25-30 องศา
2. ปิดโปรแกรม STARe, ปิดเครื่องคอมพิวเตอร์
3. ปิด Circulating Bath
4. ปิดเครื่อง TGA โดยการเปิดสวิทช์สีแดงด้านหลังเครื่อง
5. ปิดแก๊ส N2 และ O2

2. การเปิดโปรแกรม STARe (Start up STARe Software)

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

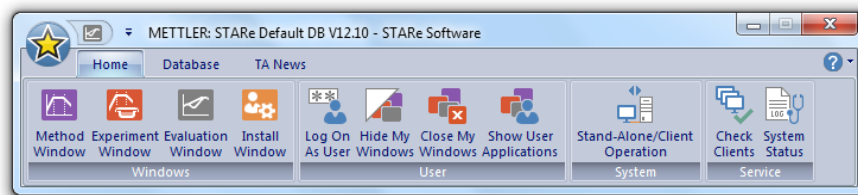


2. ดับเบิลคลิก ICON STARe หน้าจอจะแสดงดังรูป



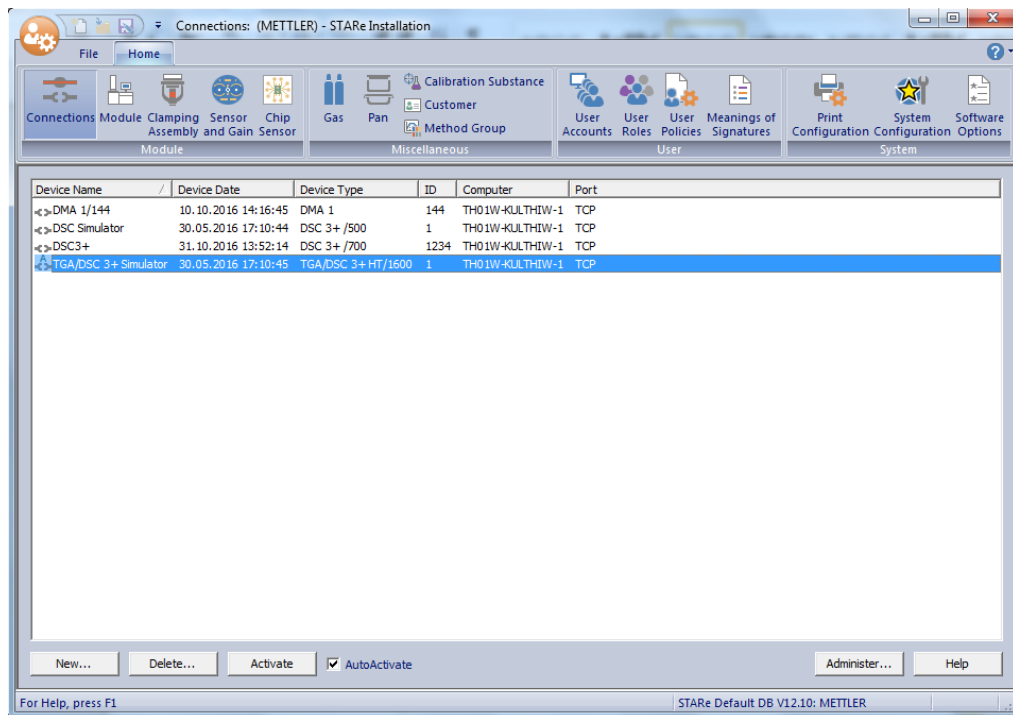
3. ใส่ User Name เป็น "....." และ Password ปลอ่ยเว้นไว้
และด้านล่างของจอจะแสดง ICON 1 ICON คือ METTLER:STARe.....

4. ไปที่ Session เพื่อเลือก Install Window

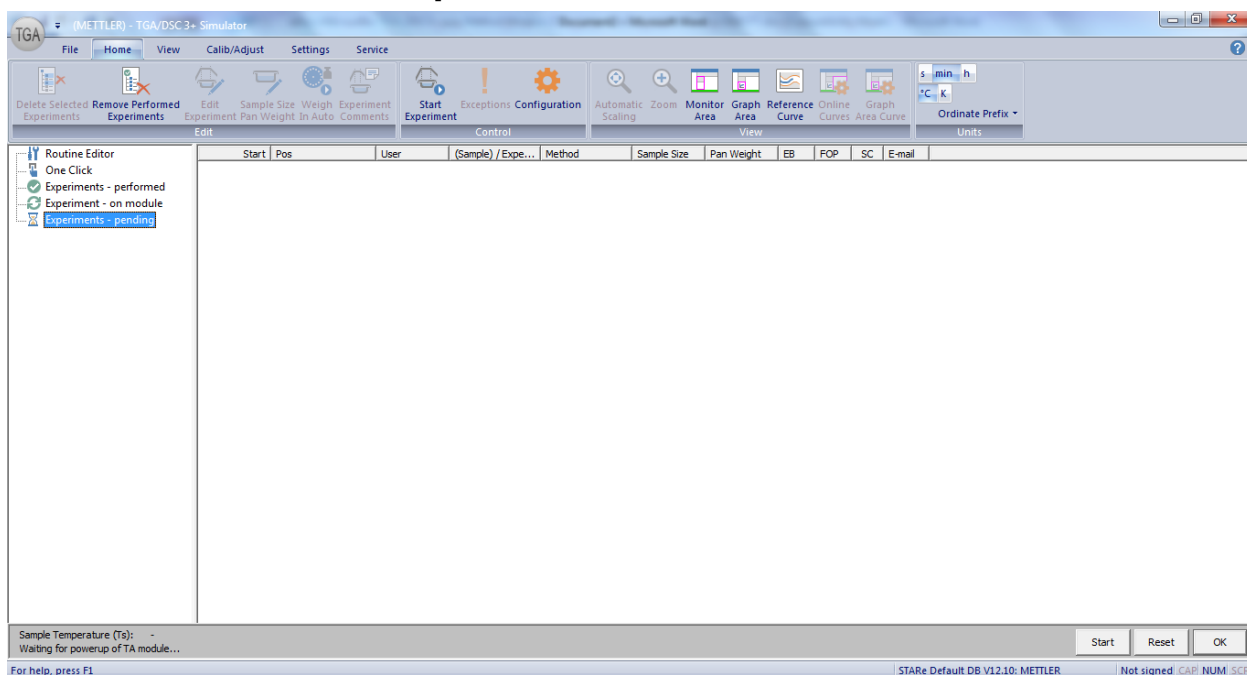


5. ไปที่ Connection แล้วเลือกที่ TGA แล้วกดปุ่ม Activate

Click ที่ AutoActivate : เป็นการสั่งให้ Software เปิดหน้าจอในข้อ 6 อัตโนมัติ ทุกครั้งที่เปิด Software



6. หน้าจอจะแสดงดังรูป



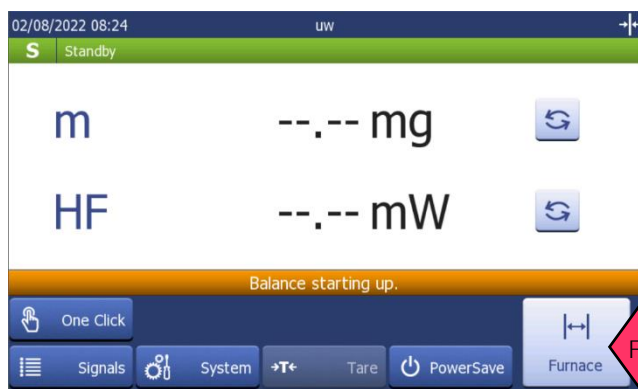
3. ตรวจสอบ Auto Sample Robot ก่อนการใช้งาน

หลังจากเปิดเครื่อง TGA ให้ตรวจ check ชุด Auto sample robot ทุกครั้ง ดังนี้

- 3.1) ใช้มือขวาจับที่เสา Auto sample robot และใช้มือซ้ายจับที่ฐานด้านล่างของ Auto sample robot หลังจากนั้นยกขึ้นให้สุด และโยกไปทางด้านข้างของเครื่อง TGA ให้สุดดังภาพ



- 3.2) ตรวจ sensor ก่อนการใช้งาน

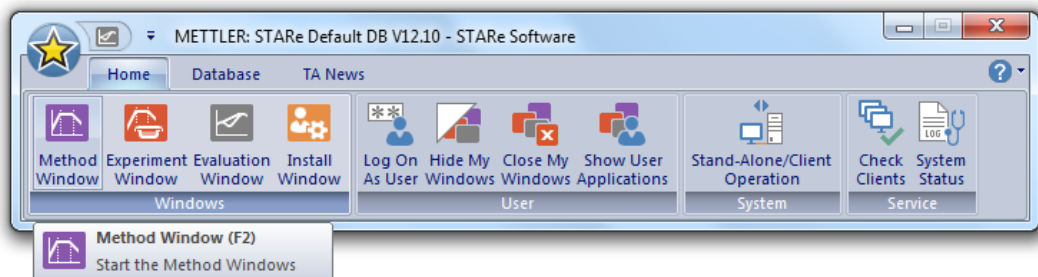


- 3.3) กดปุ่ม Furnace ที่หน้าจอของเครื่อง DSC
- 3.4) จากนั้นฝาของ Furnace จะเปิดออกเราจะเห็น sensor (แผ่นสีขาว มีตัวอักษร S และ R) อยู่ด้านล่างของ Furnace
- 3.5) หาก sensor มีคราบสกปรกต้อง clean sensor ก่อน (ดูรายละเอียดการ clean ในหัวข้อการ Clean Sensor)
- 3.6) หาก sensor ไม่สกปรกและอยู่ในสภาพที่พร้อมใช้งาน เราสามารถนำถ้วย pan (ไม่ต้องใส่ Sample) มาวางที่ตำแหน่ง R โดยต้องวางให้อยู่ในวงเท่านั้น
- 3.7) หลังจากนั้นให้กดปุ่ม Furnace → ฝา Furnace จะปิดเองอัตโนมัติ แล้วเลื่อน Auto sample robot

4. การสร้างโปรแกรมอุณหภูมิจาก Method Window (Creating Temperature Program)

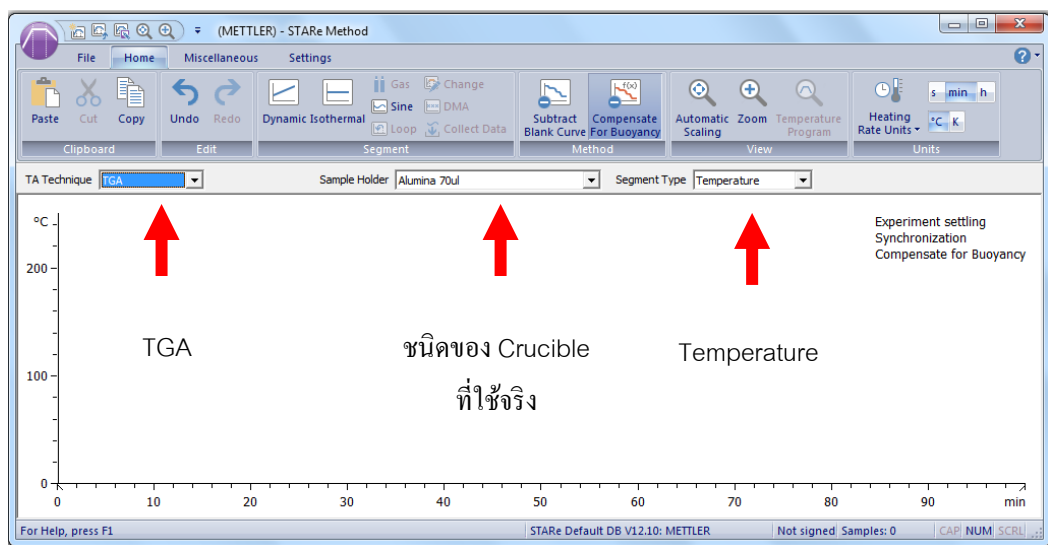
สร้างวิธีการทดลองจากหน้าจอโดย Activate Window รูปดาว ที่ด้านล่างของจอ

1. ให้ไปคลิกที่ Session และเลือก Method Window

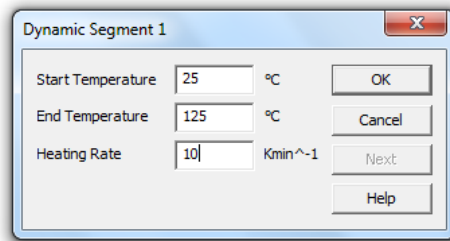


5

2. เลือก TA Technique ให้เป็น TGA (default setting) และเลือกชนิดของ Sample holder (Crucible) ให้ตรงกับที่ใช้งานจริง



3. ไปที่ Segment เพื่อเลือก Temperature program แบบ Dynamic, Isothermal (Sine ใช้กับ Modulated DSC)



Dynamic Segment 1

Start Temperature: 25 °C

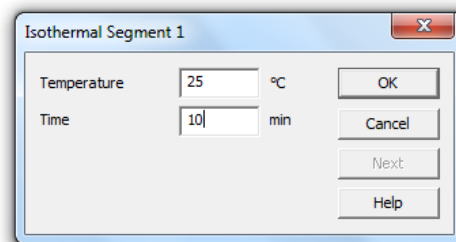
End Temperature: 125 °C

Heating Rate: 10 Kmin⁻¹

Buttons: OK, Cancel, Next, Help

แบบ Dynamic

(กำหนดอุณหภูมิเริ่มต้น สุดท้าย และอัตราการ
ลด/เพิ่มอุณหภูมิ)



Isothermal Segment 1

Temperature: 25 °C

Time: 10 min

Buttons: OK, Cancel, Next, Help

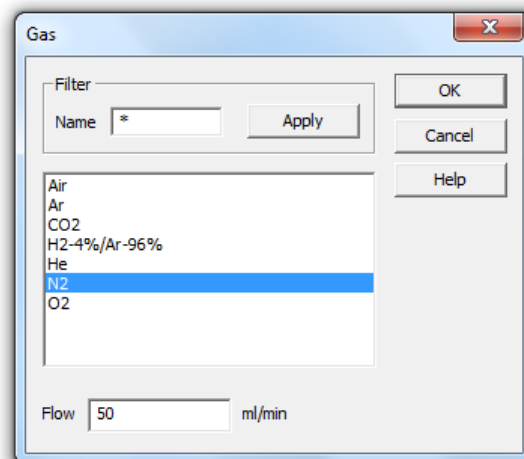
แบบ Isothermal

(กำหนดอุณหภูมิ และระยะเวลาที่ต้องการ)

หมายเหตุ

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

4. Double click ที่ Air เพื่อเลือกชนิดของ reactive gas และกรอกอัตราการไหลที่ต้องการ แล้วกด OK



Gas

Filter

Name: *

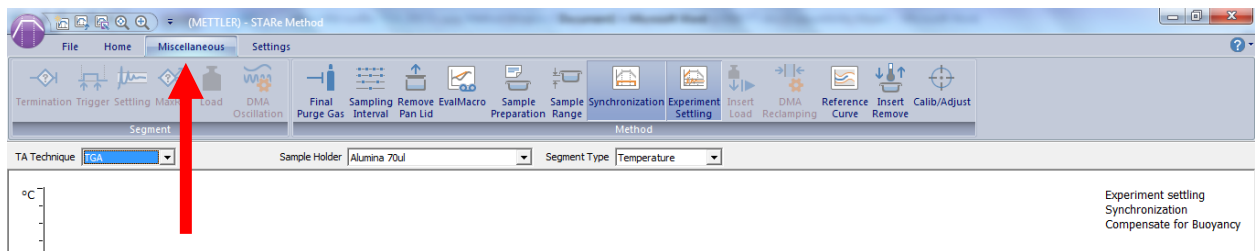
Buttons: Apply, OK, Cancel, Help

List:

- Air
- Ar
- CO2
- H2-4%/Ar-96%
- He
- N2**
- O2

Flow: 50 ml/min

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

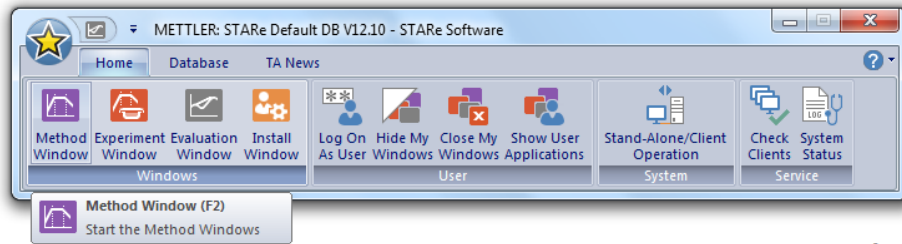


หมายเหตุ

ในกรณีที่ ทำ Method นี้มีการใช้งานไปแล้ว ถ้าต้องการแก้ไขจะต้อง save เป็นชื่อใหม่ ไม่สามารถ save ทับได้

5. การสร้างโปรแกรมอุณหภูมิแบบ Blank curve และ Sample Curve

1. ให้ไปคลิกที่ Session และเลือก Method Window



2. ตั้งวิธีการทดลอง

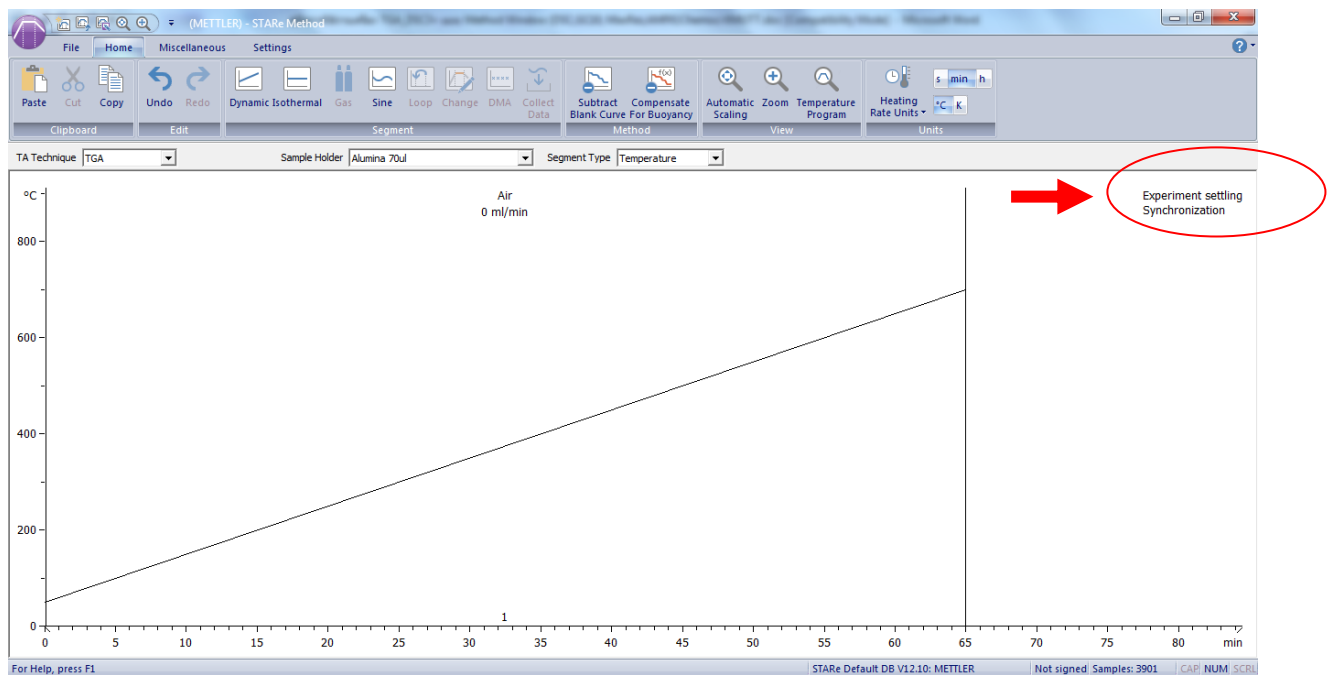
โดยเลือก TA Technique : TGA

Sample Holder: เลือกให้ตรงกับการใช้งานจริง

Segment Type: Temperature

ให้สังเกตข้อความทางขวามือจะปรากฏคำสั่ง Experiment setting Synchronization

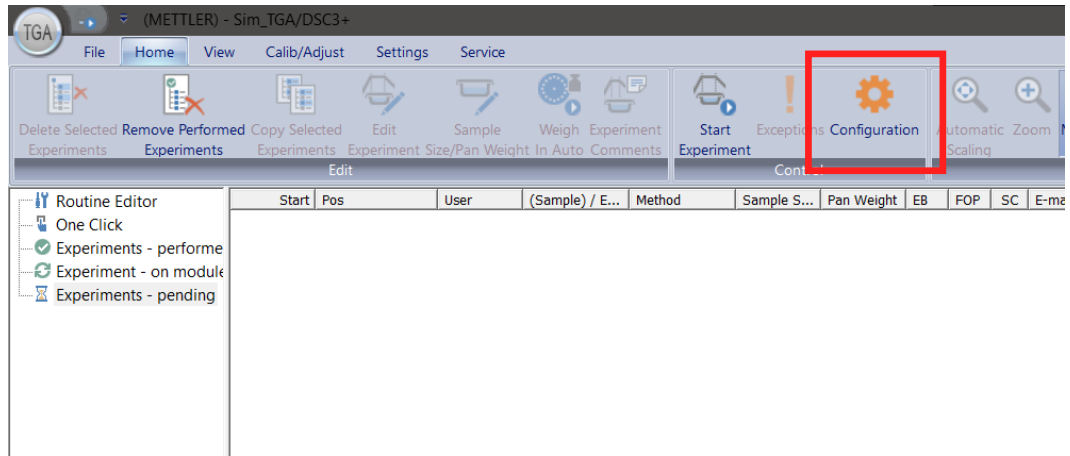
จากนั้นให้ไปที่ File และ Save as และตั้งชื่อการทดลอง



3. ขั้นตอนการส่งการทดลอง

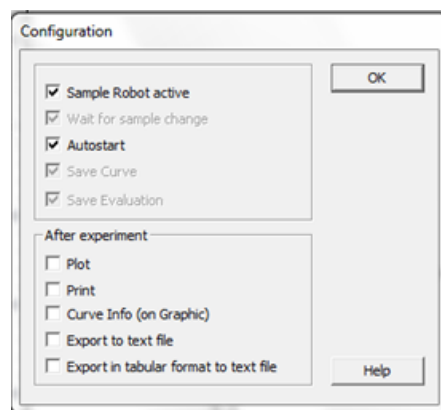
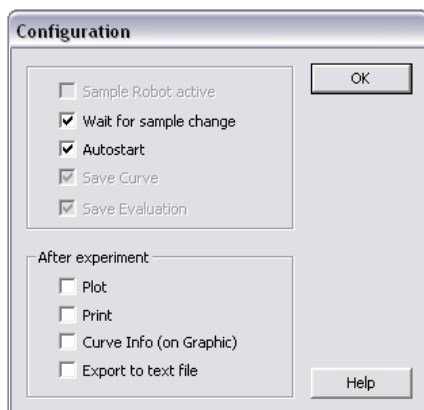
3.1 การใช้งานแบบ ใช้ Auto Sample Robot

- เคลื่อน Auto Sample Robot เข้ากับตัวเครื่อง
- ไปที่หน้าจอ TGA และ Control และเลือก Configuration



Software จะโชว์หน้าต่างขึ้นมา

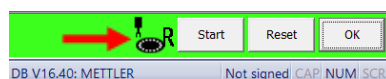
เลือกให้เป็น Sample Robot active และ Autostart โดยการเอาเครื่องหมายที่ Wait for sample change ออก



และเลือกให้มีเครื่องหมายเฉพาะ

- Sample Robot active
- Autostart

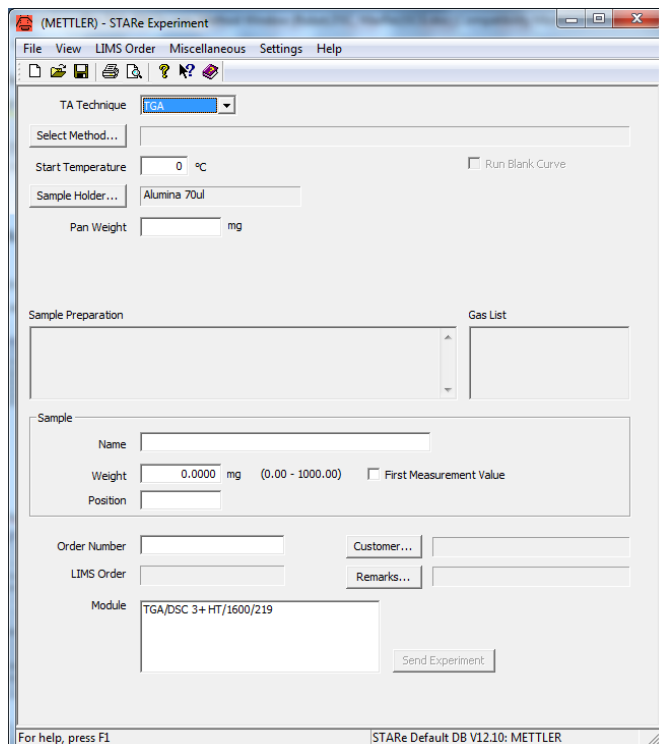
- จากนั้นกด Reset เครื่อง TGA ด้วยปุ่ม Reset ที่มุมขวามือของหน้าจอ และจะมีอักษร R ปรากฏขึ้น



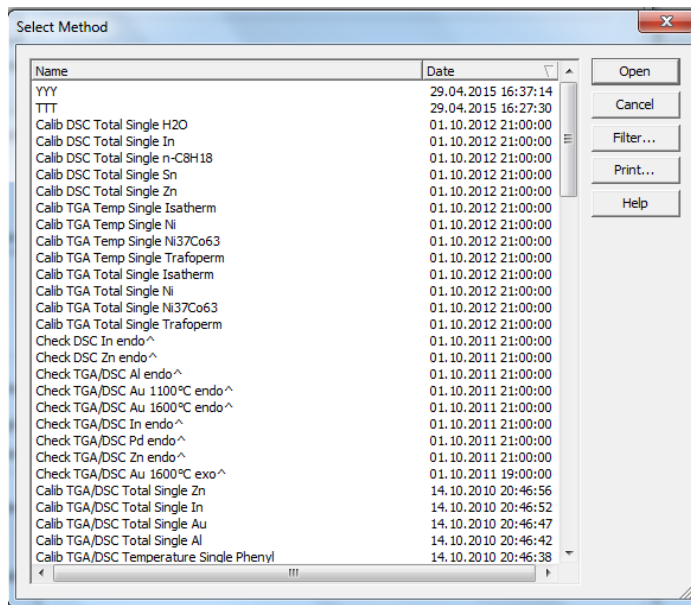
*** ต้องทำใน Mode "Reset เท่านั้น***

d. ขั้นตอนต่อไปคือการส่งการทดลอง ให้ทำตามขั้นตอนดังนี้

ไปที่ Experiment window เลือกวิธีการทดลองที่ใช้โดยไปที่ Method เลือก Open จะแสดงดังรูป



1. เลือก Method: ไปที่ Select Method หน้าจอจะแสดงดังรูป



2. เลือกวิธีการทดลองที่จะใช้ หรือ เลือก Search จาก Filter โดยใช้ชื่อของ Method ที่เคย Save ไว้
แล้วกดปุ่ม OK

Method Filter dialog box with the following fields:

- Method Name:
- Date: From To
- TA Technique:
- User:
- Method Group:
- ☐ Calib./Adjust. Methods Only
- Category:
- Buttons: OK, Cancel, Help, Defaults

เมื่อเลือกการทดลองได้แล้วจะแสดงดังรูป

Main experiment setup window with numbered red arrows pointing to the following fields:

- TA Technique dropdown menu (set to TGA)
- Select Method... button
- Sample Name input field
- First Measurement Value checkbox
- Position input field
- Module dropdown menu (set to Sim_TGA/DSC3+)

ให้ใส่ชื่อตัวอย่าง, คลิกที่ First Measurement value, หมายเลขของ Position, และ Sent experiment

ซึ่งหมายเลขของ Position ที่จะต้องใส่นั้นต้องเป็นตัวเลขหลักร้อยเสมอ

เช่น วางถ้วย Sample ไว้ที่ตำแหน่งหมายเลข 2 ของถาด Auto sample robot ให้กรอกในช่อง Position ว่า 102
 วางถ้วย Sample ไว้ที่ตำแหน่งหมายเลข 22 ของถาด Auto sample robot ให้กรอกในช่อง Position ว่า 122
 วางถ้วย Sample ไว้ที่ตำแหน่งหมายเลข 32 ของถาด Auto sample robot ให้กรอกในช่อง Position ว่า 132

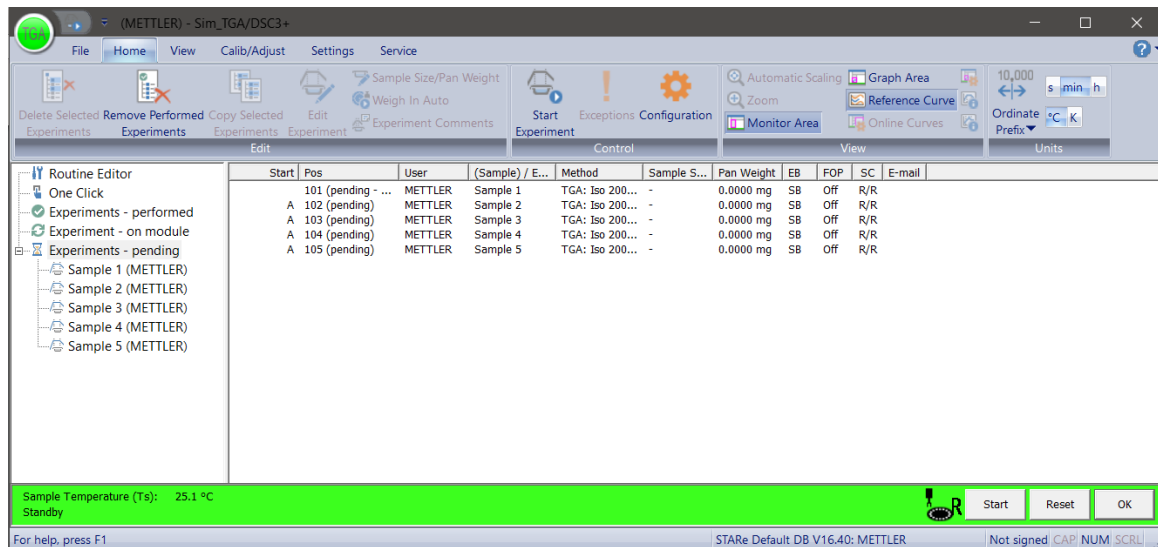
หมายเหตุ การบันทึก น้ำหนักของสารตัวอย่าง

- สั่งให้ Robot ทำการชั่งน้ำหนักเอง หรือ ชั่ง Auto จากในเครื่อง TGA **ต้องคลิก First Measurement Value ทุกครั้ง** ก่อน Sent experiment และตามด้วยขั้นตอนที่ 3
- ชั่งน้ำหนักเองจากเครื่องชั่งภายนอก โดยให้นำค่าน้ำหนักที่ได้ มากรอก ที่ช่อง Weight และ**ไม่ต้องคลิกที่ First Measurement Value และข้ามขั้นตอนที่ 3** ไป
 - กำหนด Position และ คลิก Sent Experiment
 - สามารถ Sent Experiment ได้พร้อมๆกัน 34 sample ตาม number position ของถาด Robot

3. จากนั้นจะเข้าสู่ขั้นตอนของการชั่งน้ำหนัก ภายใต้ **Function --> Weigh-in Auto**

3.1 คลิกที่ Experiment –pending

3.2 มาที่หน้าจอทางขวามือ



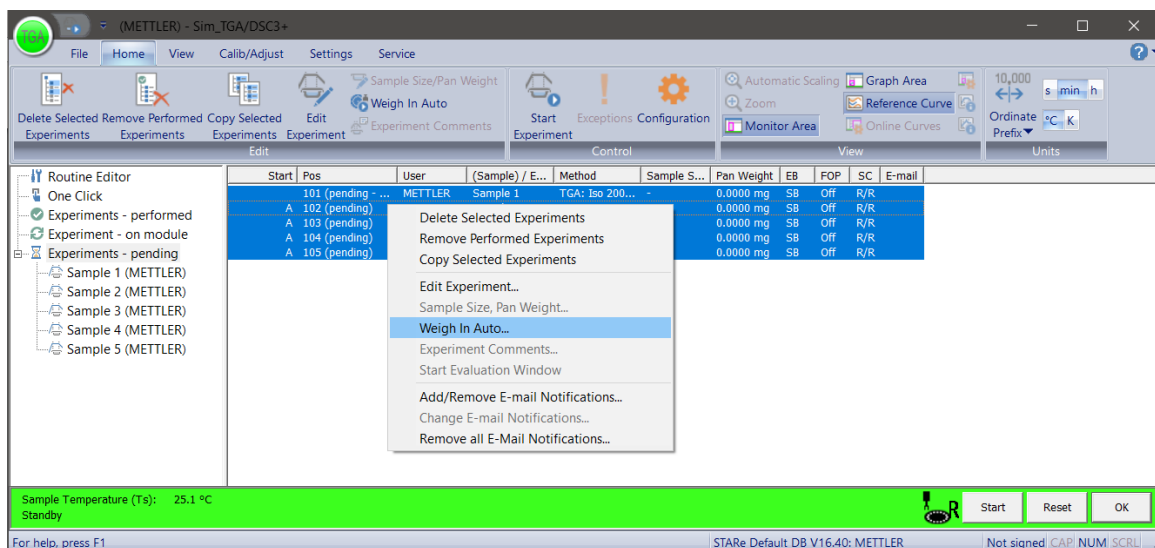
3.3 เลือกรายการของ Sample ที่ต้องการชั่งน้ำหนัก หากมีมากกว่า 1 Sample ให้กด Ctrl และคลิก

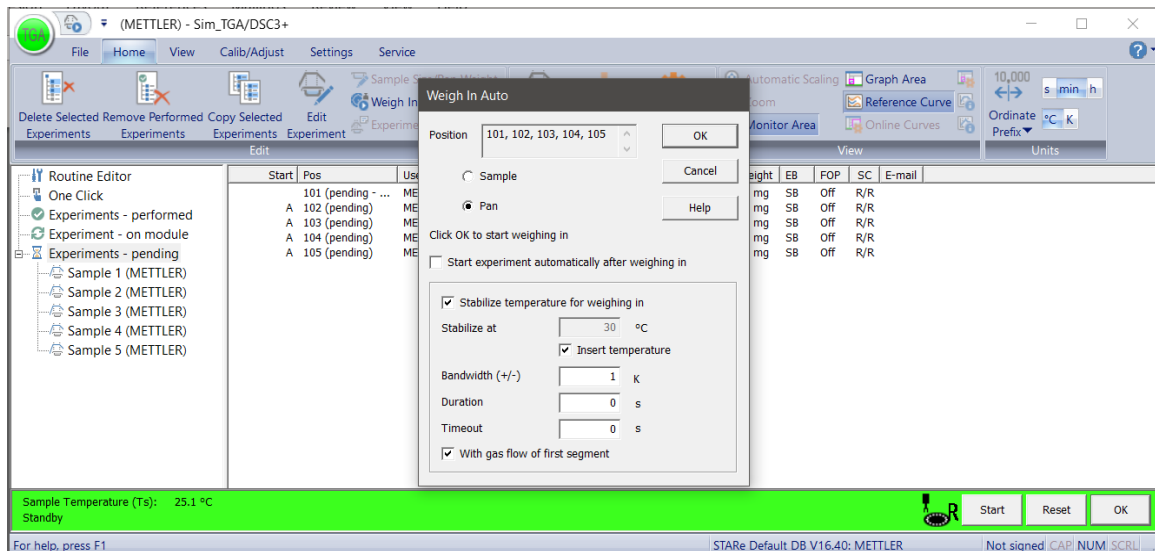
Sample รายการที่ต้องการ จนครบ

3.4 จากนั้นคลิกขวา แล้วเลือก weight In Auto....

จากนั้นเลือก Pan และ OK

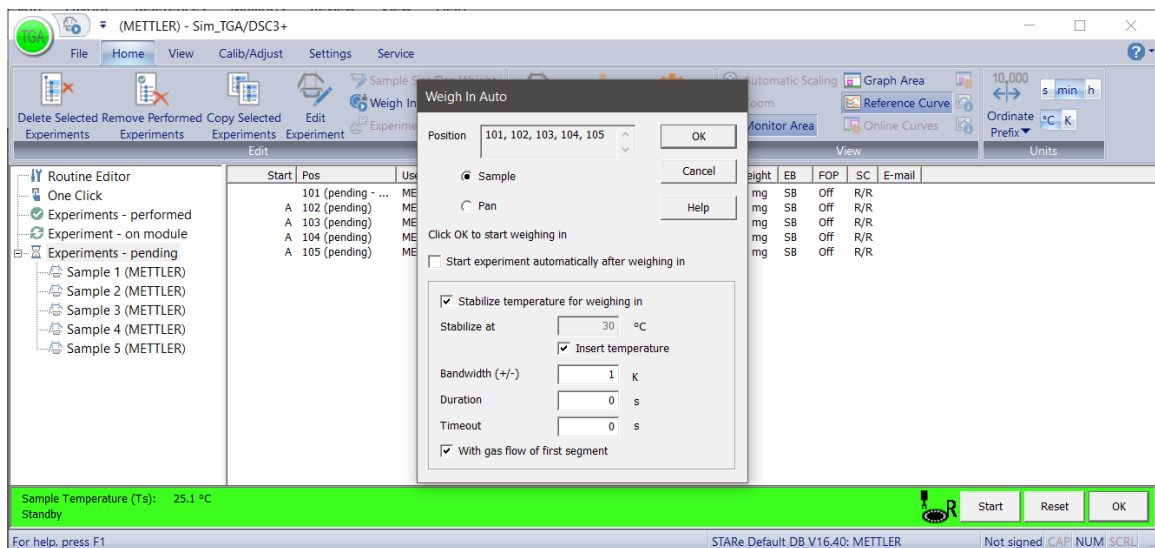
(สามารถให้ robot ชั่งน้ำหนักของ Pan ต่อเนื่องถึง 34 pan/ครั้ง)





3.5 เมื่อ robot ชั่งน้ำหนัก Pan เรียบร้อยแล้วให้นำ sample มาใส่ในแต่ละ Pan

3.6 จากนั้นสั่งให้ Robot ชั่งน้ำหนักของ Sample โดยคลิก ขวาที่ sample รายการเดิม แล้วเลือก weight In Auto.... จากนั้นเลือก Sample แล้ว OK



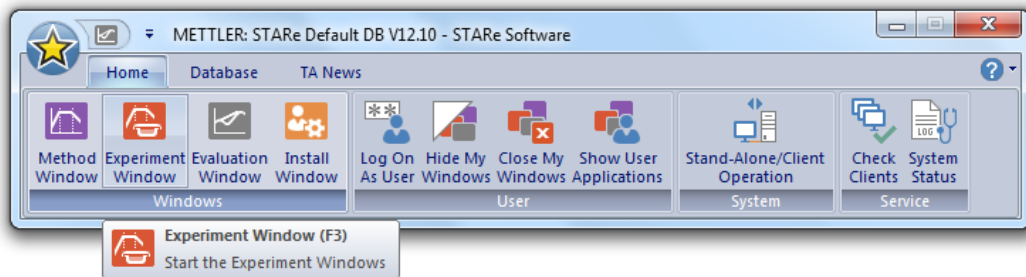
3.7 เมื่อ Robot ชั่งน้ำหนักเรียบร้อยแล้ว ให้ กด Start ที่ด้านล่างของหน้าจอ TGA หรือ ไปที่ Control และ Start experiment

3.8 Sample Robot จะคีบตัวอย่าง เข้า/ออกจาก Furnace เองอัตโนมัติ

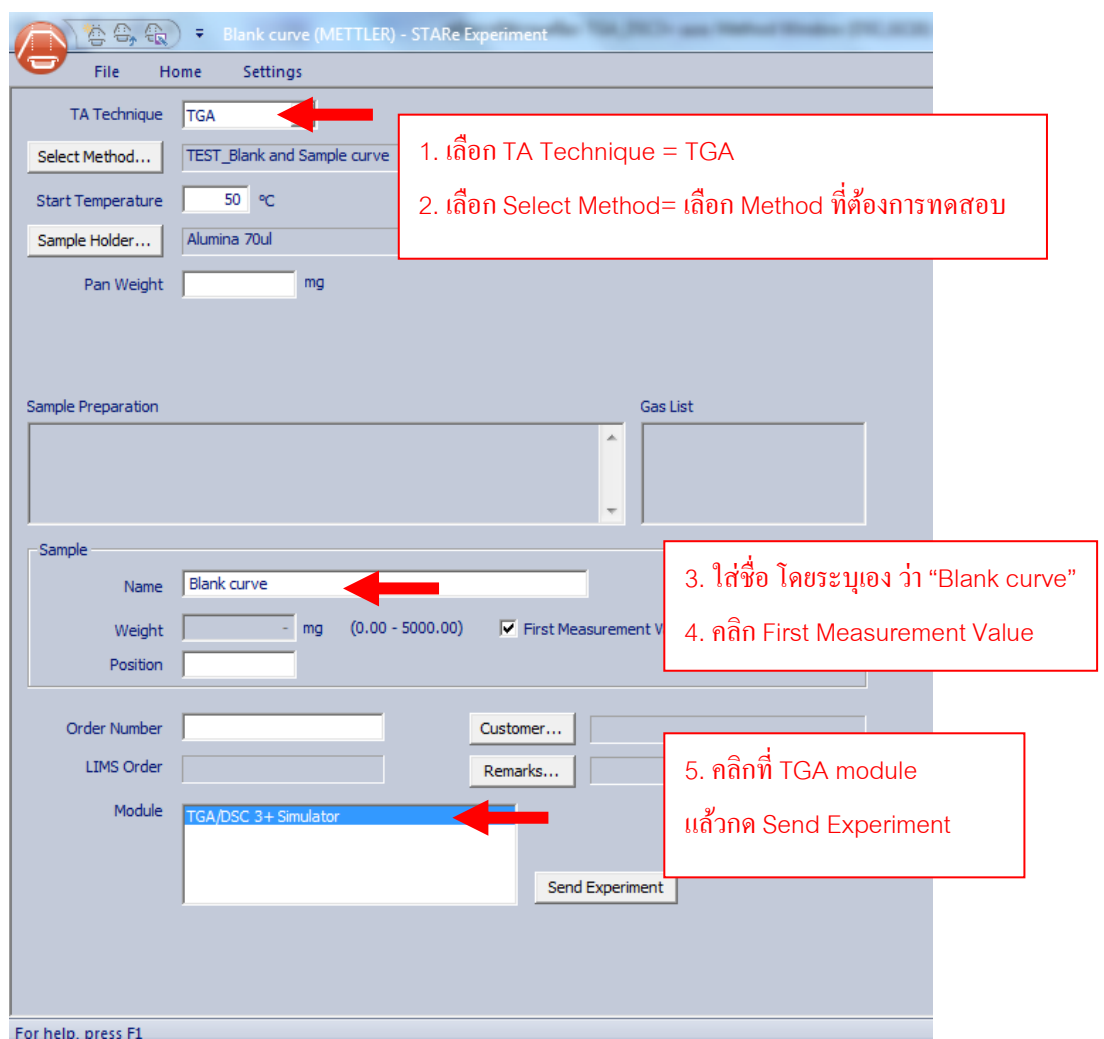
*** กรณีถ้วยของ Blank ในขั้นตอนของ Weight sample คือ ถ้วยเปล่า***

3.2 การใช้งานแบบ ไม่ใช้ Auto Sample Robot

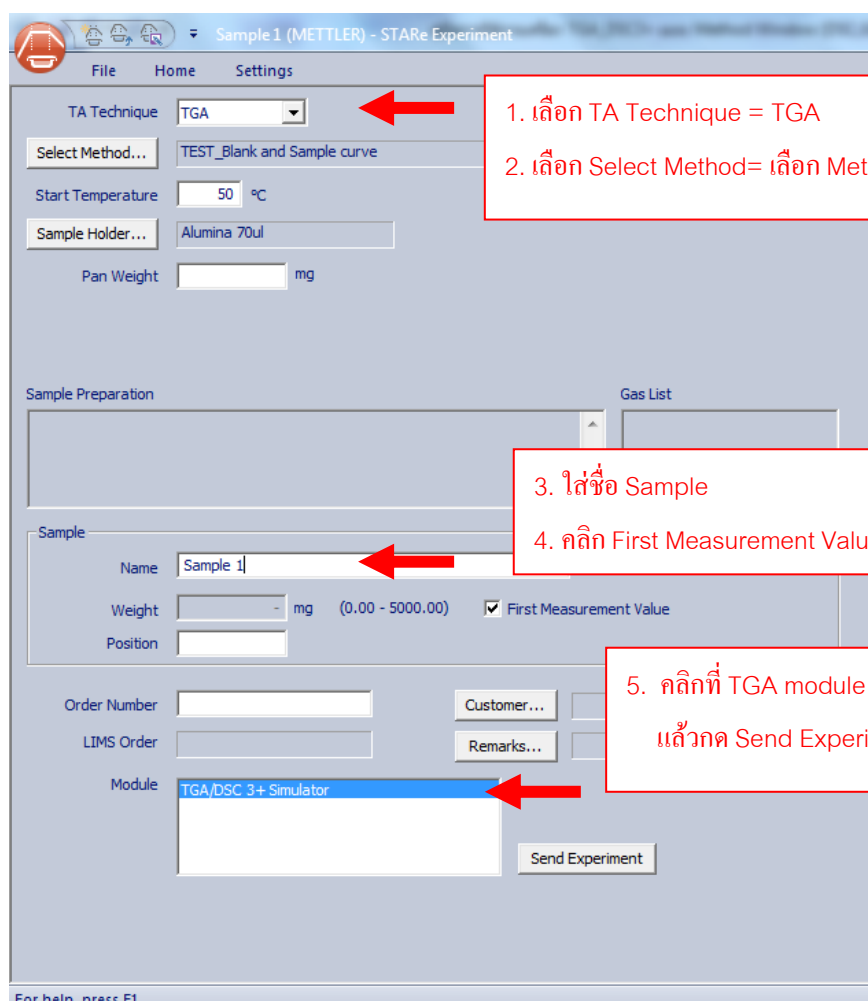
ให้คลิกที่ Session แล้วเลือก Experiment Window



ขั้นตอนแรกให้ส่งการทดลองของ Blank Curve ก่อนเสมอ มีขั้นตอนดังต่อไปนี้



ขั้นตอนต่อไปคือการทำการทดลองของ Sample Curve มีขั้นตอนดังต่อไปนี้



เมื่อส่งการทดลองแล้ว เครื่อง TGA จะเริ่มทำงานตามปกติโดยให้ปฏิบัติตามดังนี้

1. หน้าจอ TGA มุมล่างซ้ายมือประโยคจะเปลี่ยนจาก Standby temp. ไปเป็น Go to insert temp.
2. เครื่องจะรอจนกระทั่งประโยคเปลี่ยนเป็น **Press <Proceed> when sample insert** จากนั้นจึงกดปุ่ม "Furnace" ที่หน้าจอ Touch Screen เพื่อ เปิด furnace ออก
3. วาง crucible เปล่า ด้าน R (reference) และ ด้าน S (sample) แล้วจึงกดปุ่ม "Furnace" ที่หน้าจอ Touch Screen เพื่อ ปิด furnace
4. กดปุ่ม "Tare" ที่หน้าจอ Touch Screen เพื่อลบน้ำหนักชั่งออก
5. กดปุ่ม "Furnace" ที่หน้าจอ Touch Screen เพื่อ เปิด furnace แล้วจึงนำ crucible ด้าน S มาใส่สารตัวอย่าง (ในกรณีทำ blank ให้ข้ามขั้นตอนนี้ไป)
6. นำถ้วยเข้าไปวางด้าน S แล้วจึงกดปุ่ม "Furnace" ที่หน้าจอ Touch Screen เพื่อ ปิด furnace
7. รอจนค่าน้ำหนักนิ่ง แล้วจึงกดปุ่ม OK ที่หน้าจอคอมพิวเตอร์ หรือ "Proceed" ที่หน้าจอ Touch Screen (น้ำหนักเริ่มต้นอาจจะไม่นิ่งสำหรับสารตัวอย่างที่สามารถระเหยได้ที่อุณหภูมิห้อง)
8. กดเลือกชื่อตัวอย่างที่กำลังทำการทดลองอยู่ ภายในหัวข้อ experiment on module ที่หน้า window TGA/DSC3+ เพื่อดู online curve

9. ขณะ Measurement หน้าจอด้านล่างจะเปลี่ยนจากแถบสีเขียวเป็นแถบสีแดง แสดงว่าเครื่องได้เริ่มทำการทดสอบสารแล้ว เมื่อการทดสอบสิ้นสุด จะเปลี่ยนเป็นแถบสีเขียวและประโยคจะเปลี่ยนเป็น
- Press <Proceed> when sample remove**
10. กดปุ่ม “Furnace” ที่หน้าจอ Touch Screen เพื่อ เปิด furnace (อุณหภูมิต่ำกว่า 50°C) แล้วจึงนำ crucible ด้าน S มาทำความสะอาด หรือเปลี่ยนถ้วยใหม่ เพื่อทดสอบสารตัวอย่างต่อไป
11. กดปุ่ม OK ที่หน้าจอคอมพิวเตอร์ หรือ “Proceed” ที่หน้าจอ Touch Screen อุณหภูมิของเครื่อง TGA จะลดลงจนกระทั่งไปอยู่ที่ Start temp.
12. ให้ทำซ้ำอีกครั้งตั้งแต่ต้นเมื่อ ทำการทดสอบตัวอย่างอื่นๆ

หมายเหตุ

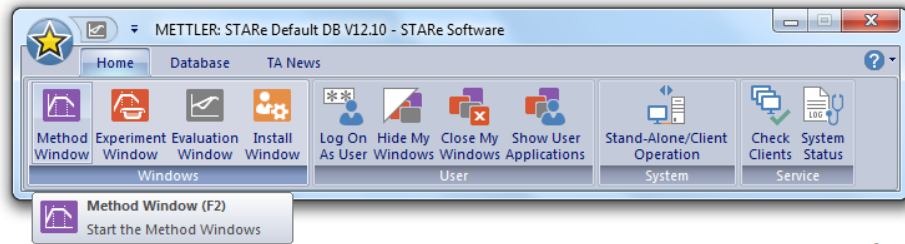
ในกรณีที่มีการกดปุ่ม Reset เพื่อยกเลิกการทดลอง เมื่อต้องการทำการทดลองต่อไปจะต้องไปที่ปุ่ม Control ด้านบนหน้าจอ TGA แล้วเลือก Start experiment หรือ กดปุ่ม “Start” ที่หน้าจอ Software

4. ขั้นตอนของการเปิดผลขึ้นมาวิเคราะห์

การเปิดผลขึ้นมาวิเคราะห์ ต้องเปิดขึ้นมาทั้งเส้น Blank curve และ Sample Curve ขึ้นมาพร้อมกัน
ดูรายละเอียดเพิ่มเติม ในหัวข้อ การประมวลผล (Evaluate Curve)

6. การสร้างโปรแกรมอุณหภูมิแบบ Software หักลบ Blank curve อัตโนมัติ

1. ให้ไปคลิกที่ Session และเลือก Method Window



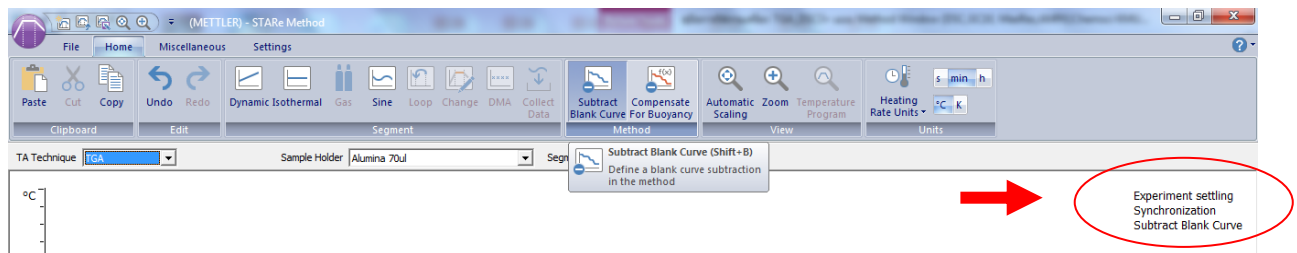
2. ตั้งวิธีการทดลอง

โดยเลือก TA Technique : TGA

Sample Holder: เลือกให้ตรงกับการใช้งานจริง

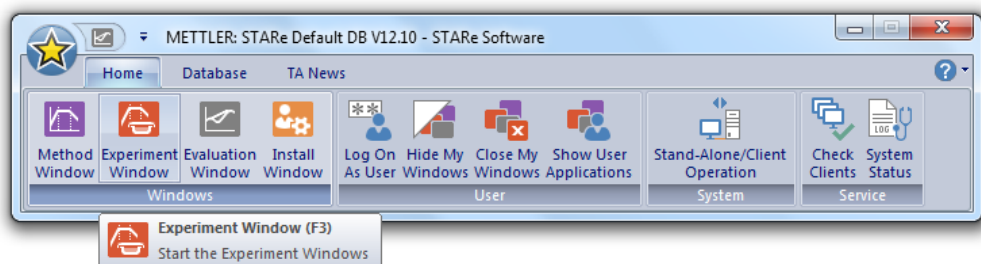
Segment Type: Temperature

จากนั้น ไปที่ Home และ คลิกที่ Subtract Blank Curve ให้สังเกตข้อความทางขวามือจะปรากฏคำสั่ง Subtract Blank Curve ขึ้น จากนั้นให้ไปที่ File และ Save as และตั้งชื่อการทดลอง



3. ขั้นตอนการส่งการทดลอง

ให้ไปคลิกที่ Session แล้วเลือก Experiment Window



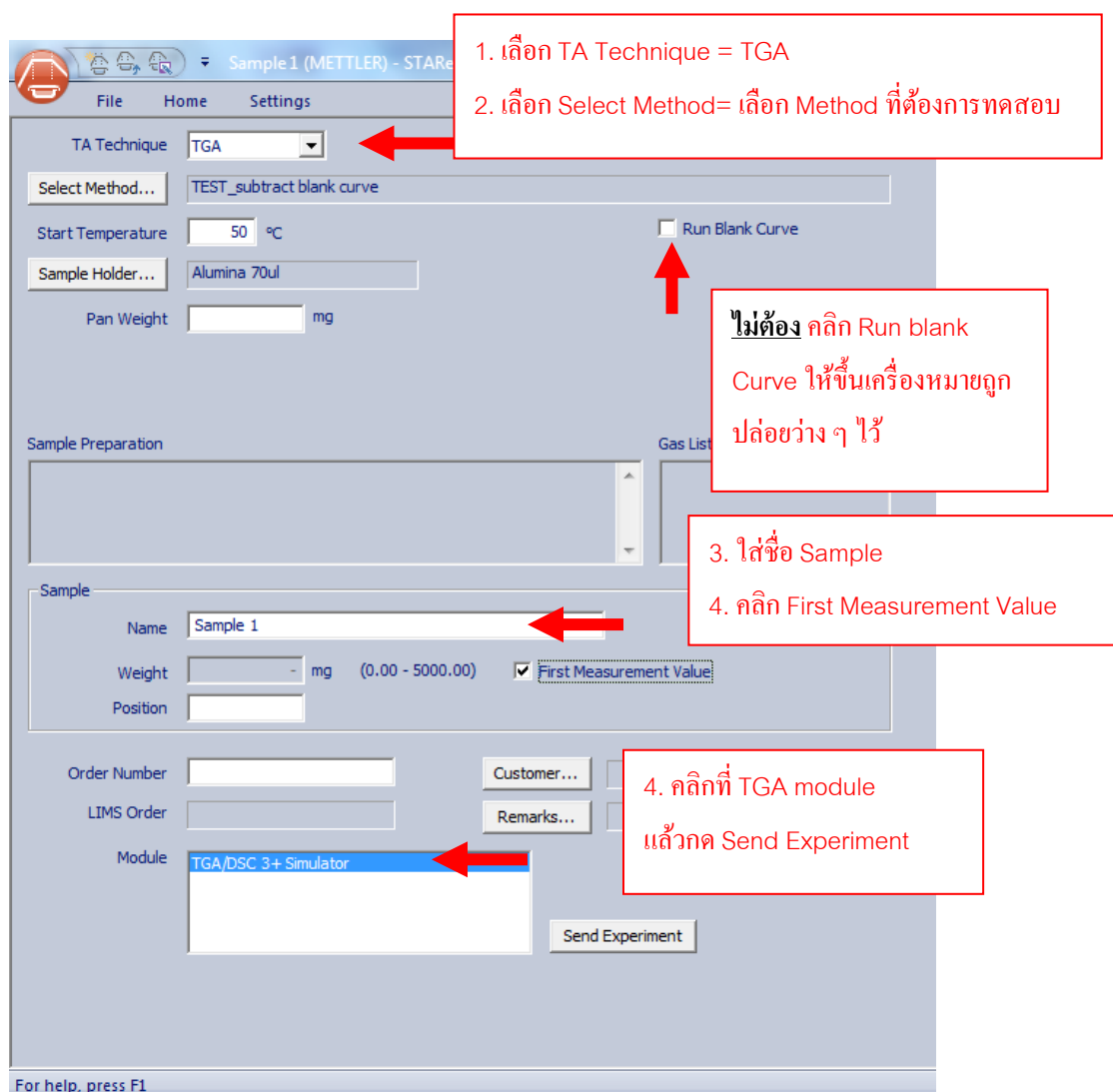
ขั้นตอนแรกให้ส่งการทดลองของ Blank ก่อนเสมอ มีขั้นตอนดังต่อไปนี้

The screenshot shows the TGA software interface with the following elements and instructions:

- Callout 1:** Select TA Technique = TGA. Points to the 'TA Technique' dropdown menu which is set to 'TGA'.
- Callout 2:** Select Method = เลือก Method ที่ต้องการทดสอบ. Points to the 'Select Method...' button and the text 'TEST_subtract blank curve'.
- Callout 3:** คลิก Run blank Curve ให้ขึ้นเครื่องหมายถูก. Points to the 'Run Blank Curve' checkbox, which is checked.
- Callout 4:** คลิกที่ TGA module แล้วกด Send Experiment. Points to the 'Module' dropdown menu, which is set to 'TGA/DSC 3+ Simulator', and the 'Send Experiment' button.

The interface includes a menu bar (File, Home, Settings), a toolbar, and various input fields for parameters like Start Temperature (50 °C), Sample Holder (Alumina 70ul), and Pan Weight. The 'Sample' section contains fields for Name (blank), Weight (0.0000 mg), and Position. The 'Order Number', 'LIMS Order', and 'Module' fields are also present, along with buttons for 'Customer...', 'Remarks...', and 'Send Experiment'.

ขั้นตอนต่อไปคือการทำการทดลองของ Sample มีขั้นตอนดังต่อไปนี้



เมื่อส่งการทดลองแล้ว เครื่อง TGA จะเริ่มทำงานตามปกติโดยให้ปฏิบัติตามดังนี้

1. หน้าจอ TGA มุมล่างซ้ายมือประโยคจะเปลี่ยนจาก Standby temp. ไปเป็น Go to insert temp.
2. เครื่องจะรอจนกระทั่งประโยคเปลี่ยนเป็น **Press <Proceed> when sample insert** จากนั้นจึงกดปุ่ม "Furnace" ที่หน้าจอ Touch Screen เพื่อ เปิด furnace ออก
3. วาง crucible เปล่า ด้าน R (reference) และ ด้าน S (sample) แล้วจึงกดปุ่ม "Furnace" ที่หน้าจอ Touch Screen เพื่อ ปิด furnace
4. กดปุ่ม "Tare" ที่หน้าจอ Touch Screen เพื่อลบน้ำหนักภาชนะออก
5. กดปุ่ม "Furnace" ที่หน้าจอ Touch Screen เพื่อ เปิด furnace แล้วจึงนำ crucible ด้าน S มาใส่สารตัวอย่าง (ในกรณีทำ blank ให้ข้ามขั้นตอนนี้ไป)
6. นำถ้วยเข้าไปวางด้าน S แล้วจึงกดปุ่ม "Furnace" ที่หน้าจอ Touch Screen เพื่อ ปิด furnace
7. รอจนค่าน้ำหนักนิ่ง แล้วจึงกดปุ่ม OK ที่หน้าจอคอมพิวเตอร์ หรือ "Proceed" ที่หน้าจอ Touch Screen (น้ำหนักเริ่มต้นอาจจะไม่นิ่งสำหรับสารตัวอย่างที่สามารถระเหยได้ที่อุณหภูมิห้อง)

8. กดเลือกที่ชื่อตัวอย่างที่กำลังทำการทดลองอยู่ ภายในหัวข้อ experiment on module ที่หน้า window TGA/DSC3+ เพื่อดู online curve
9. ขณะ Measurement หน้าจอด้านล่างจะเปลี่ยนจากแถบสีเขียวเป็นแถบสีแดง แสดงว่าเครื่องได้เริ่มทำการทดสอบสารแล้ว เมื่อการทดสอบสิ้นสุด จะเปลี่ยนเป็นแถบสีเขียวและประโยคจะเปลี่ยนเป็น
Press <Proceed> when sample remove
10. กดปุ่ม "Furnace" ที่หน้าจอ Touch Screen เพื่อ เปิด furnace (อุณหภูมิต่ำกว่า 50°C) แล้วจึงนำ crucible ด้าน S มาทำความสะอาด หรือเปลี่ยนถ้วยใหม่ เพื่อทดสอบสารตัวอย่างต่อไป
11. กดปุ่ม OK ที่หน้าจอคอมพิวเตอร์ หรือ "Proceed" ที่หน้าจอ Touch Screen อุณหภูมิของเครื่อง TGA จะลดลงจนกระทั่งไปอยู่ที่ Start temp.
12. ให้ทำซ้ำอีกครั้งตั้งแต่ต้นเมื่อ ทำการทดสอบตัวอย่างอื่นๆ

หมายเหตุ

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

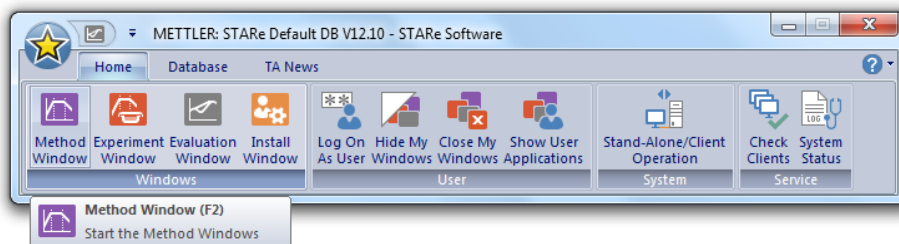
4. ขั้นตอนของการเปิดผลขึ้นมาวิเคราะห์

เมื่อ Open Curve ที่เป็น Sample ขึ้นมา กราฟที่ปรากฏอยู่ จะเป็นกราฟที่ Software ได้ทำการหักลบ Blank Curve เรียบร้อยแล้วด้วยระบบ Auto Subtract Blank Curve ดังนั้น เราจึงไม่ต้องเปิด Curve ของ Blank มา Subtract Blank Curve อีก
ดูรายละเอียดเพิ่มเติม ในหัวข้อ การประมวลผล (Evaluate Curve)

7. การสร้างโปรแกรมอุณหภูมิแบบใช้ Compensate For Buoyancy

“คือการทดลองที่ไม่ต้องทำ Blank curve”

1. ให้ไปคลิกที่ Session และเลือก Method Window



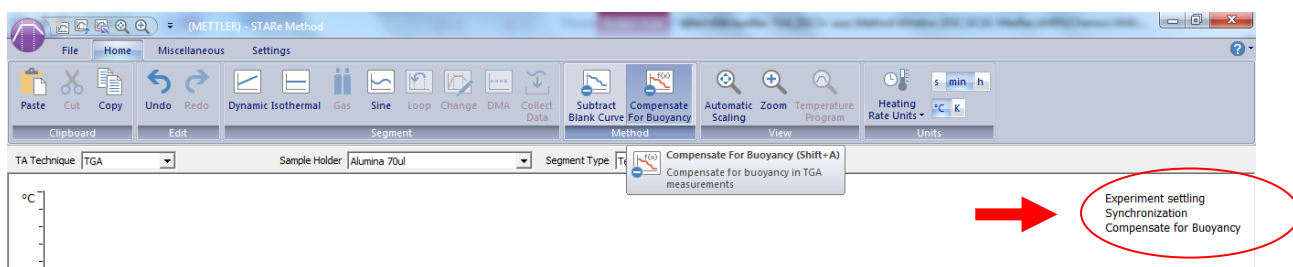
2. ตั้งวิธีการทดลอง

โดยเลือก TA Technique : TGA

Sample Holder: เลือกให้ตรงกับการใช้งานจริง

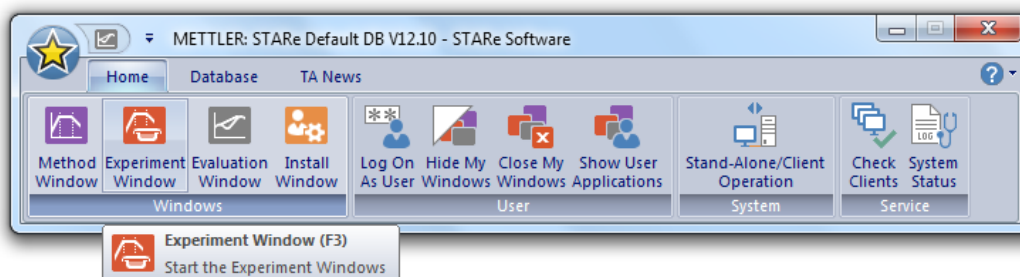
Segment Type: Temperature

จากนั้น ไปที่ Home และ คลิกที่ Compensate For Buoyancy ให้สังเกตข้อความทางขวามือจะปรากฏคำสั่ง Compensate For Buoyancy ขึ้น จากนั้นให้ไปที่ File และ Save as และตั้งชื่อการทดลอง

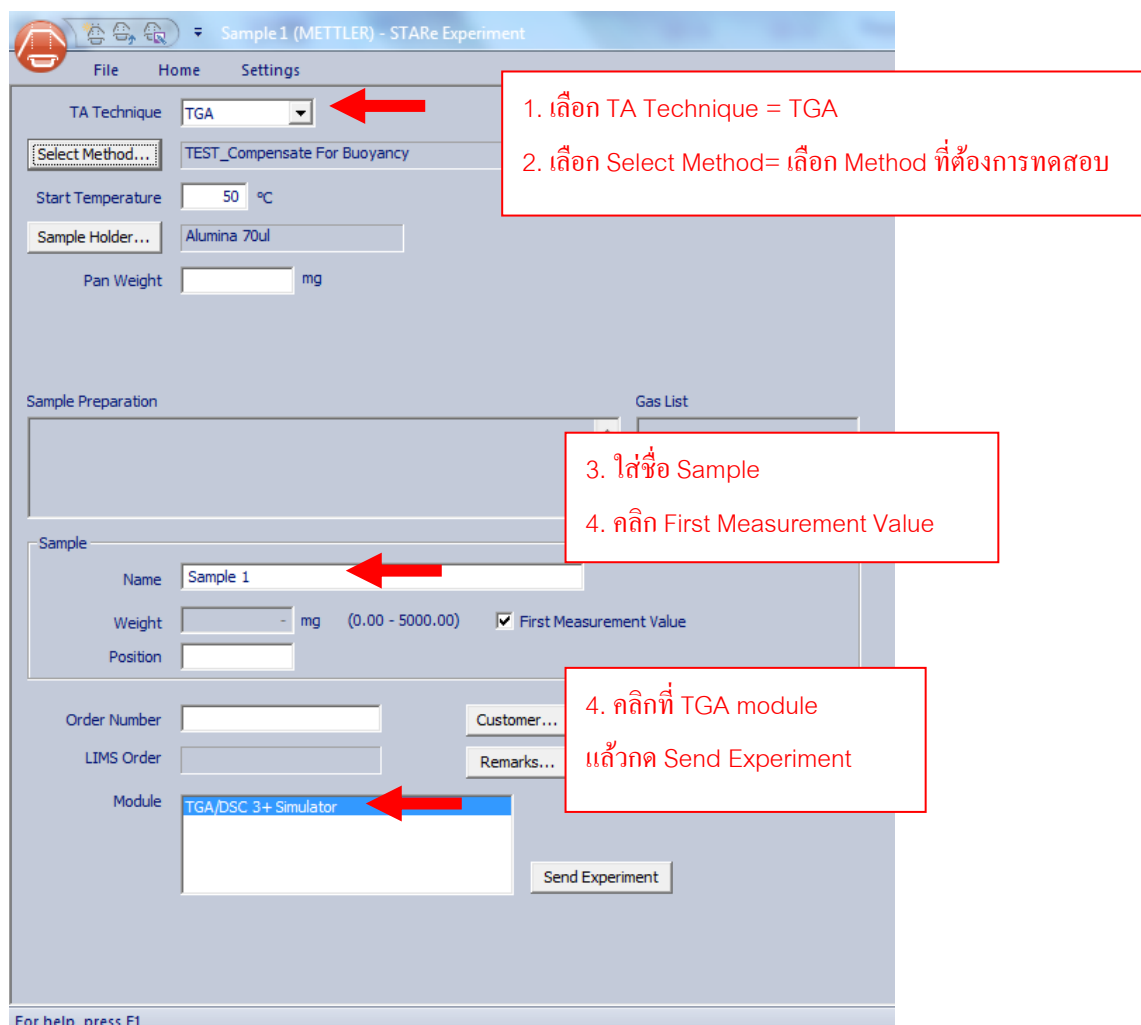


3. ขั้นตอนการส่งการทดลอง

ให้ไปคลิกที่ Session แล้วเลือก Experiment Window



ขั้นแรกคือสามารถส่งการทดลองของ Sample ได้ทันที มีขั้นตอนดังต่อไปนี้



เมื่อส่งการทดลองแล้ว เครื่อง TGA จะเริ่มทำงานตามปกติโดยให้ปฏิบัติตามดังนี้

1. หน้าจอ TGA มุมล่างซ้ายมือประโยคจะเปลี่ยนจาก Standby temp. ไปเป็น Go to insert temp.
2. เครื่องจะรอจนกระทั่งประโยคเปลี่ยนเป็น **Press <Proceed> when sample insert** จากนั้นจึงกดปุ่ม "Furnace" ที่หน้าจอ Touch Screen เพื่อ เปิด furnace ออก
3. วาง crucible เปล่า ด้าน R (reference) และ ด้าน S (sample) แล้วจึงกดปุ่ม "Furnace" ที่หน้าจอ Touch Screen เพื่อ ปิด furnace
4. กดปุ่ม "Tare" ที่หน้าจอ Touch Screen เพื่อลบน้ำหนักภาชนะออก
5. กดปุ่ม "Furnace" ที่หน้าจอ Touch Screen เพื่อ เปิด furnace แล้วจึงนำ crucible ด้าน S มาใส่สารตัวอย่าง
6. นำถ้วยเข้าไปวางด้าน S แล้วจึงกดปุ่ม "Furnace" ที่หน้าจอ Touch Screen เพื่อ ปิด furnace
7. รอจนค่าน้ำหนักนิ่ง แล้วจึงกดปุ่ม OK ที่หน้าจอคอมพิวเตอร์ หรือ "Proceed" ที่หน้าจอ Touch Screen (น้ำหนักเริ่มต้นอาจจะไม่นิ่งสำหรับสารตัวอย่างที่สามารถระเหยได้ที่อุณหภูมิห้อง)

8. กดเลือกที่ชื่อตัวอย่างที่กำลังทำการทดลองอยู่ ภายในหัวข้อ experiment on module ที่หน้า window TGA/DSC3+ เพื่อดู online curve
9. ขณะ Measurement หน้าจอด้านล่างจะเปลี่ยนจากแถบสีเขียวเป็นแถบสีแดง แสดงว่าเครื่องได้เริ่มทำการทดสอบสารแล้ว เมื่อการทดสอบสิ้นสุด จะเปลี่ยนเป็นแถบสีเขียวและประโยคจะเปลี่ยนเป็น
Press <Proceed> when sample remove
10. กดปุ่ม "Furnace" ที่หน้าจอ Touch Screen เพื่อ เปิด furnace (อุณหภูมิต่ำกว่า 50°C) แล้วจึงนำ crucible ด้าน S มาทำความสะอาด หรือเปลี่ยนถ้วยใหม่ เพื่อทดสอบสารตัวอย่างต่อไป
11. กดปุ่ม OK ที่หน้าจอคอมพิวเตอร์ หรือ "Proceed" ที่หน้าจอ Touch Screen อุณหภูมิของเครื่อง TGA จะลดลงจนกระทั่งไปอยู่ที่ Start temp.
12. ให้ทำซ้ำอีกครั้งตั้งแต่ต้นเมื่อ ทำการทดสอบตัวอย่างอื่นๆ

หมายเหตุ

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

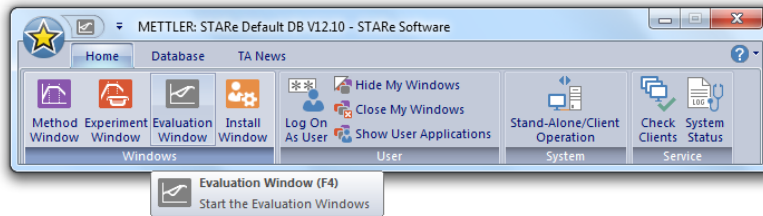
4. Note : ขั้นตอนของการเปิดผลขึ้นมาวิเคราะห์

เมื่อ Open Curve ที่เป็น Sample ขึ้นมาแล้ว กราฟที่ปรากฏอยู่จะเป็นกราฟที่ Software ได้ทำการหักลบ Blank Curve เรียบร้อยแล้ว ด้วยระบบ Compensate For Buoyancy ดูรายละเอียดเพิ่มเติม ในหัวข้อ การประมวลผล (Evaluate Curve)

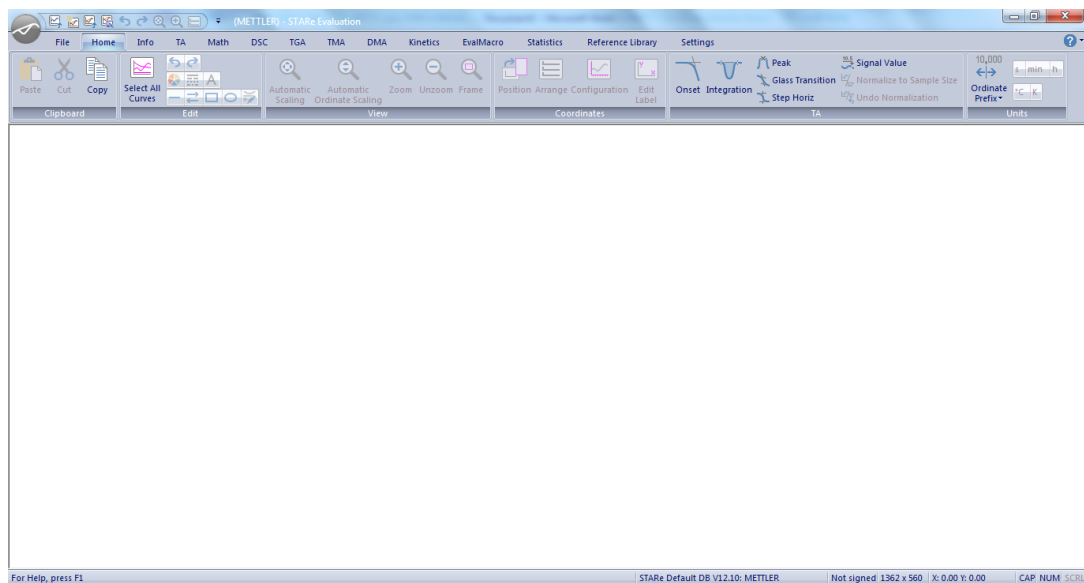
8. การประมวลผล (Evaluate Curve)

การเปิด Curve

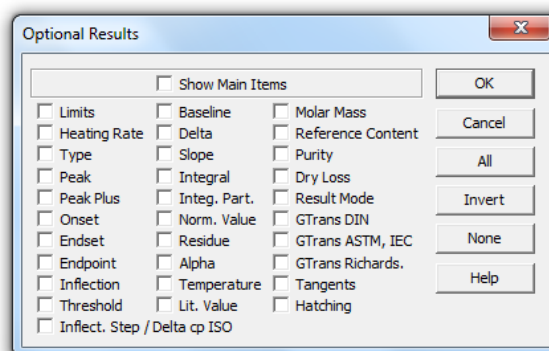
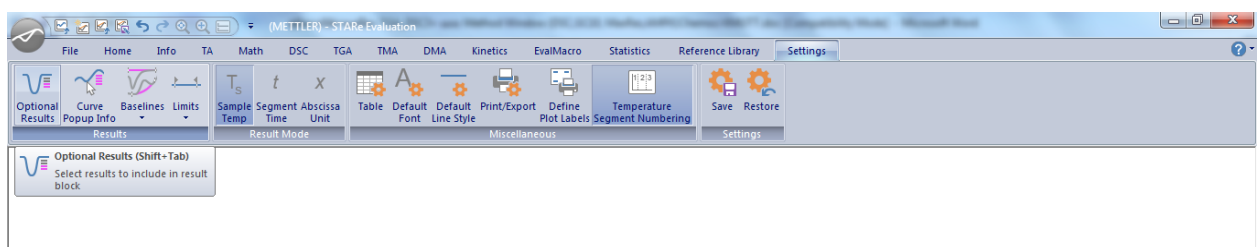
1. ไปคลิกที่ METTLER: STARe Icon ด้านล่าง เลือก Session แล้วเลือก Evaluation window



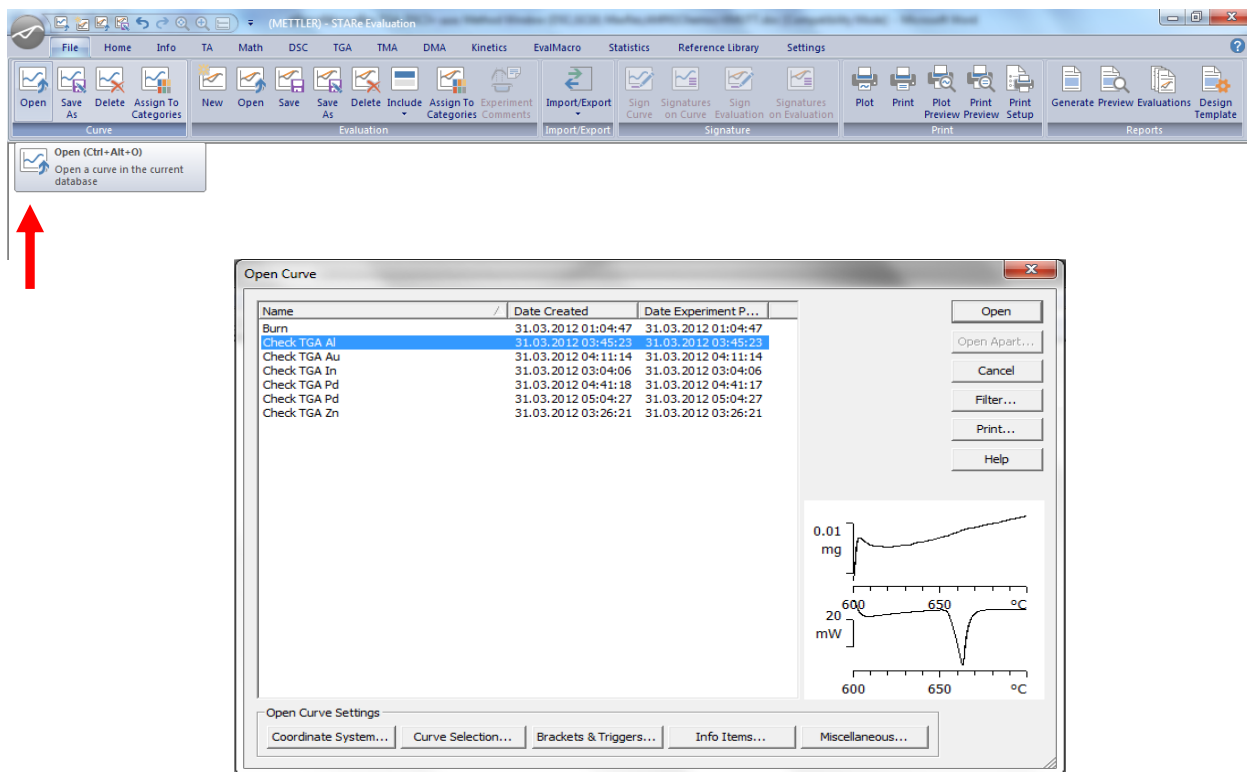
หน้าจอจะแสดงดังรูป



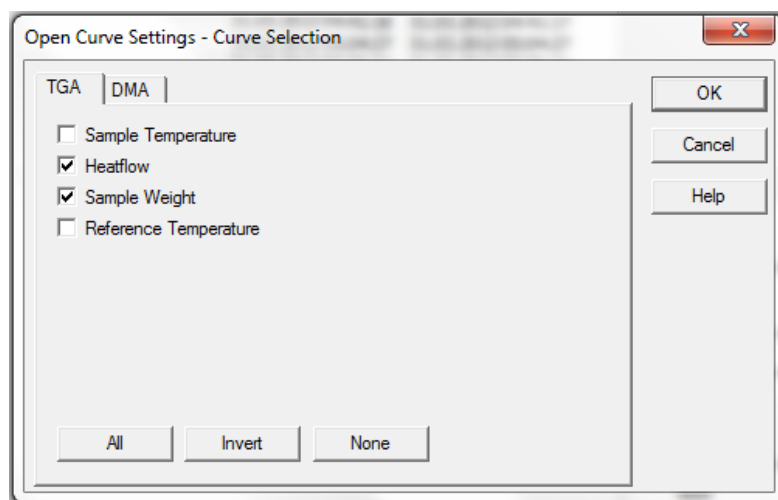
2. ไปคลิกที่ Setting เลือก Optional result หน้าจอจะแสดงดังรูป เพื่อเลือกข้อมูลที่ต้องการให้ Software แปลผลออกมา



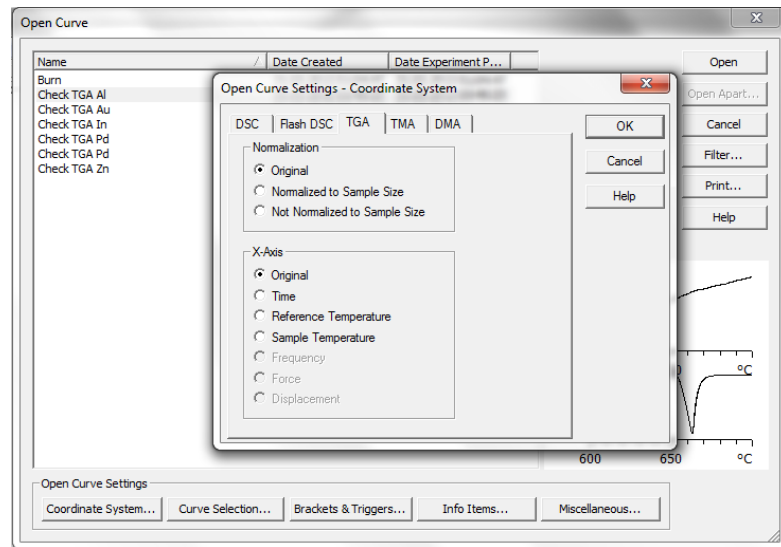
- กด OK และไปที่ Setting อีกครั้งและเลือก Save setting
- เลือกกราฟที่เราต้องการประมวลผลโดยไปที่ File และ Open curve หน้าจอจะแสดงดังรูป



- เลือก Curve Selection และ TGA เพื่อเลือกผลที่ต้องการแสดง ทั้งในส่วนของ Heat flow และ Sample Weight หรืออย่างใดอย่างหนึ่ง แล้วแต่ความต้องการ



6. จากนั้นเลือก Coordinate System ซึ่งเป็นเลือกชนิดของ แกน X, Y
โดยปกติแกน X จะเลือกเป็น Reference temp หรือ Time หรือ Original เท่านั้น และคลิก OK



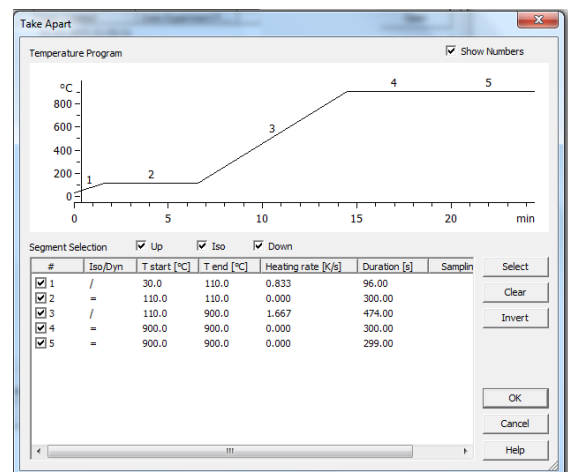
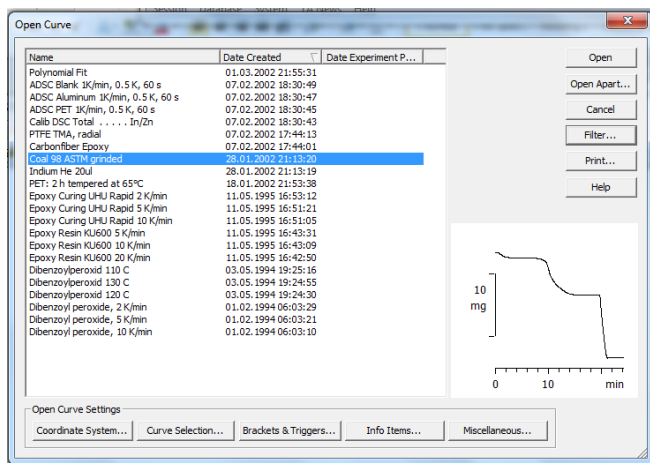
7. เลือกกราฟที่เราต้องการจะประมวลผล

** หากต้องการเปิดมากกว่า 1 กราฟ ให้กดปุ่ม Ctrl ค้างไว้และคลิกกราฟอื่นๆได้ไม่จำกัดจำนวน **

8. แล้วคลิก open

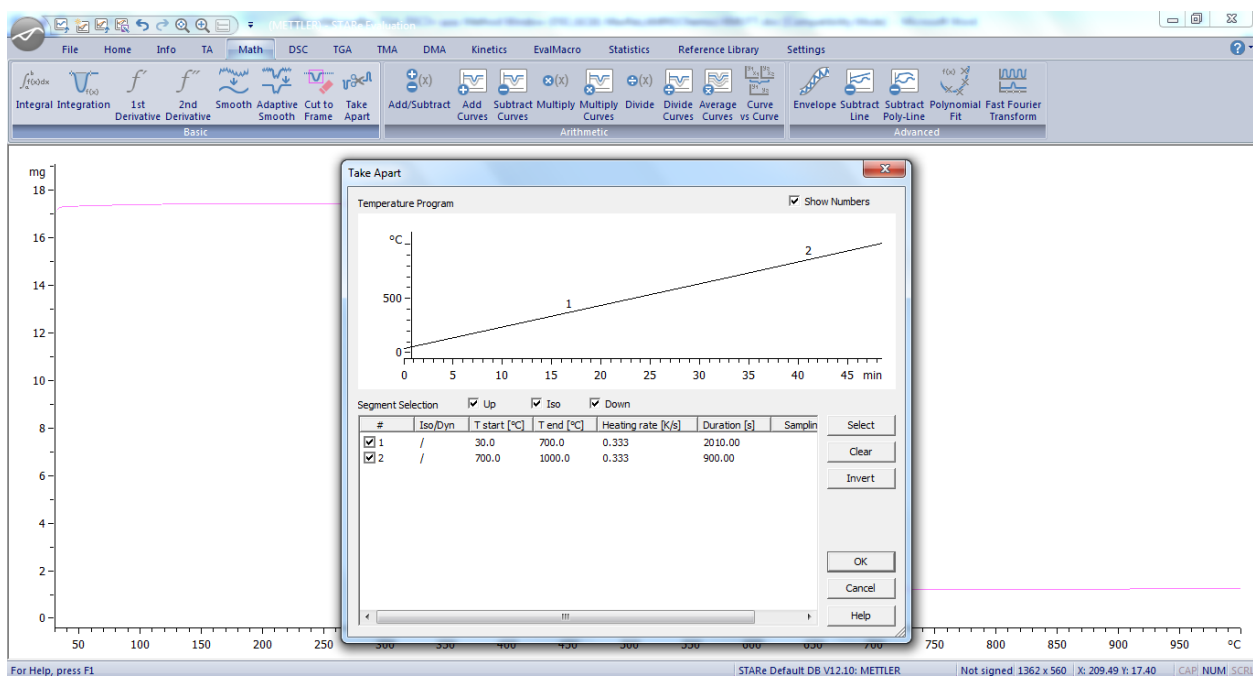
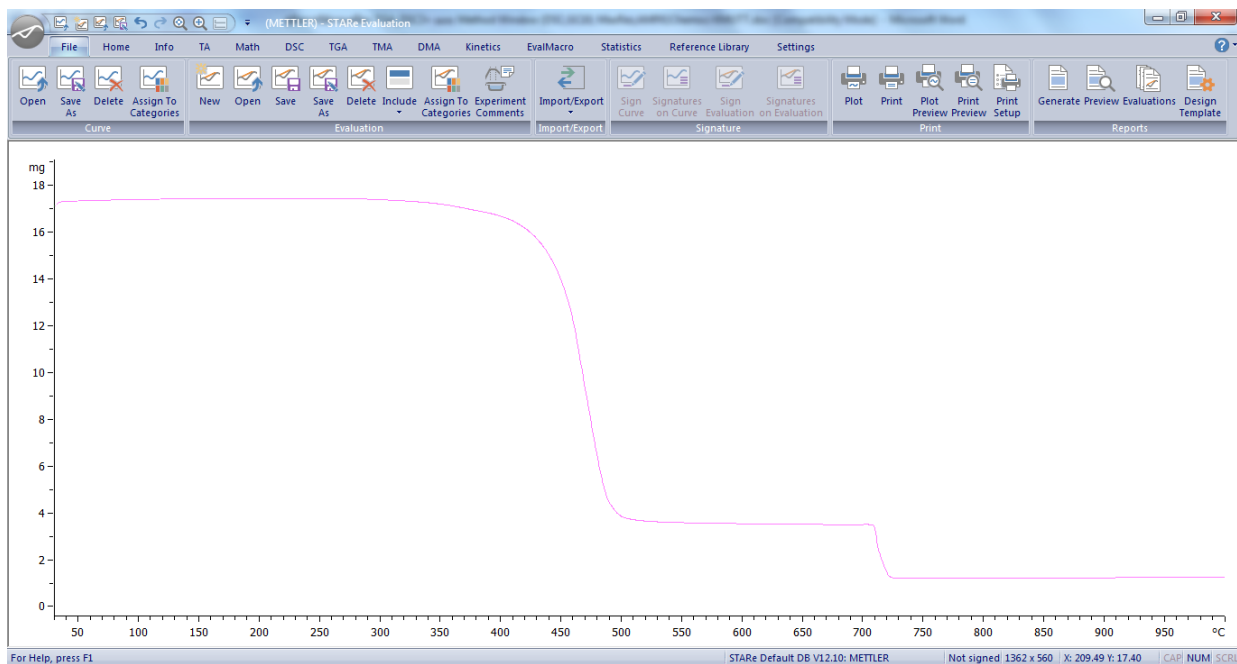
9. กรณีที่ทดลองภายใต้อุณหภูมิมากกว่า 1 segment (มีทั้ง dynamic segment และ isothermal segment) ต้อง take a part ก่อน Evaluate ทุกครั้ง ด้วยการเลือก (ซึ่งเปิดได้ครั้งละ 1 กราฟ เท่านั้น)

- 8.1 Open Apart และเลือก Segment ที่ต้องการวิเคราะห์ด้วยการคลิกที่ช่องสี่เหลี่ยม



หรือ

- 8.2 คลิกที่เส้นกราฟให้เป็นสี่เหลี่ยม (ทั้งเส้นกราฟ Heat flow หรือ Sample weight)



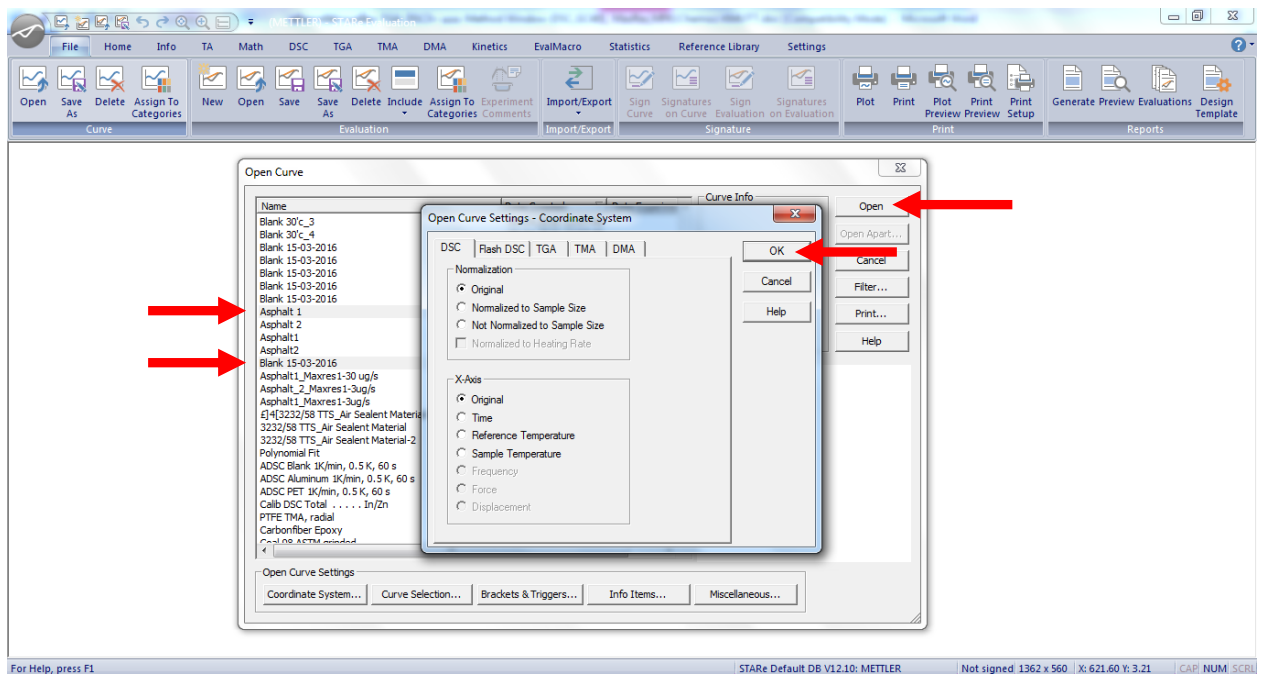
ไปที่ Math และตามด้วย Take a part

เลือก Segment ที่ต้องการศึกษา โดยคลิกเครื่องหมายถูกที่ช่อง สีเหลี่ยม แล้วกด OK
จากนั้นสามารถเริ่มทำการวิเคราะห์ผลได้ตามปกติ

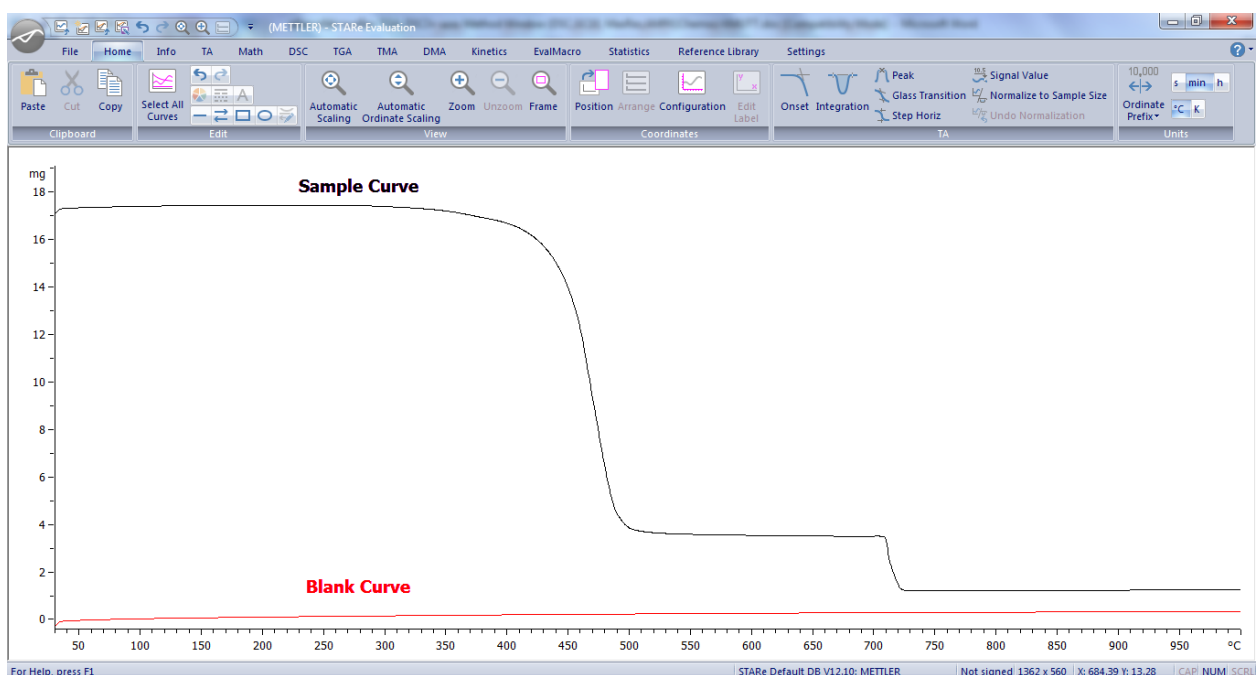
การวิเคราะห์ผล

การวิเคราะห์กราฟ Sample weight (TGA)

1. สำหรับผลการทดลองที่มาจาก การสร้างโปรแกรมอุณหภูมิแบบ Blank curve และ Sample Curve
 - 1.1 ให้ open curve ทั้ง Blank curve และ Sample curve มาพร้อมกัน ด้วยการกด Ctrl ค้างไว้และเลือกชื่อกราฟที่ต้องการ
 - 1.2 เลือก Coordinate system ให้เลือกชนิดของ Normalize ให้เป็น Original และคลิก OK
 - 1.3 เลือก Curve Selection ให้เลือก Sample weight
 - 1.4 จากนั้นให้ คลิก OK และ Open

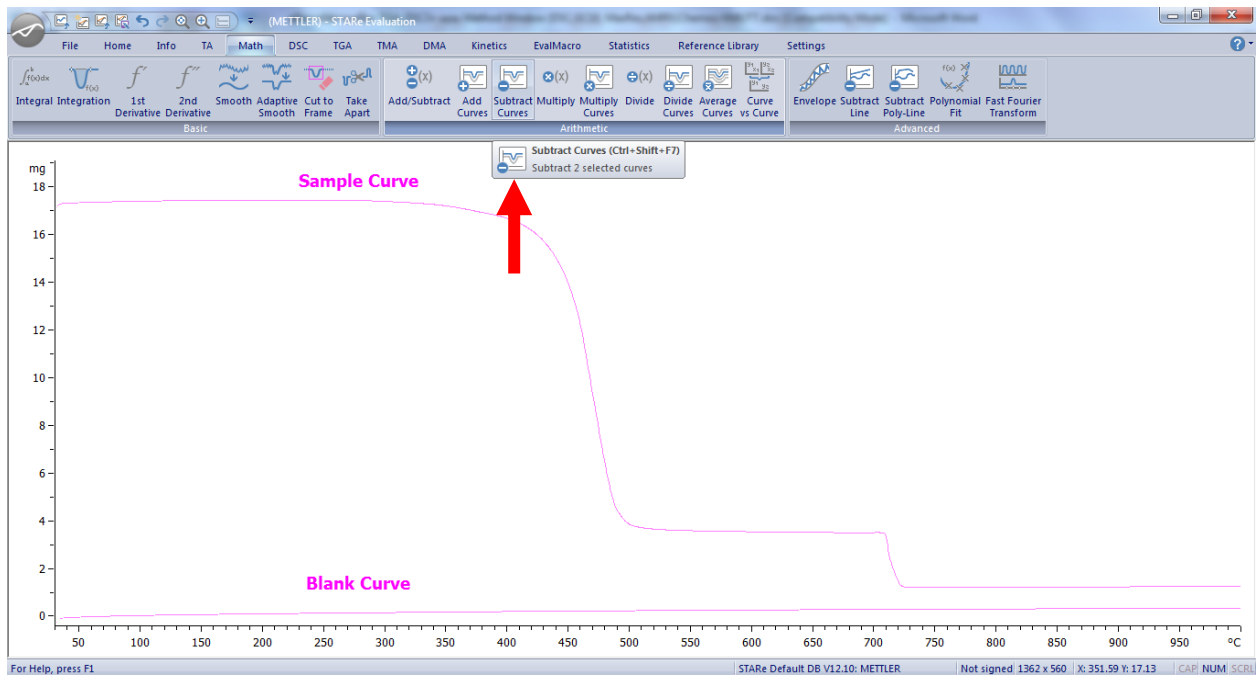


- 1.5 จะได้กราฟของ Sample curve และ Blank curve (แล้วแต่ Step loss ของแต่ละ Sample)

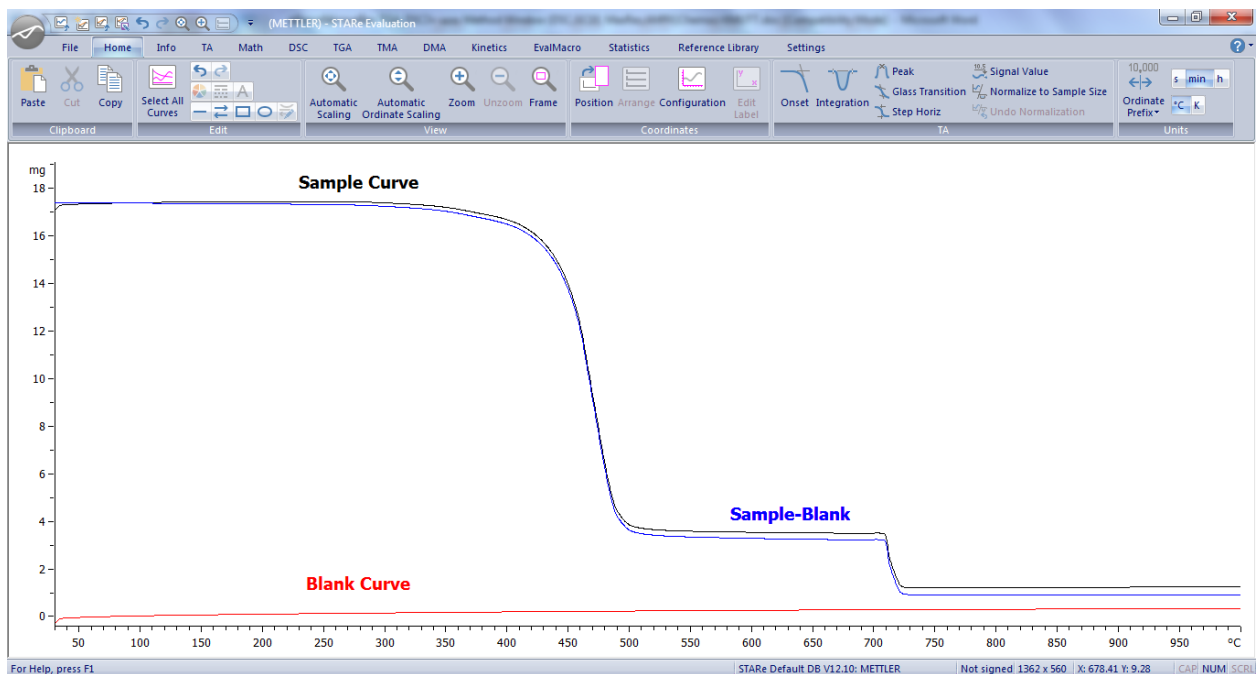


1.6 จากนั้นให้คลิกที่กราฟ Sample curve และกด Ctrl ค้างไว้ และคลิกกราฟ Blank curve (กราฟจะกลายเป็นสีชมพู)

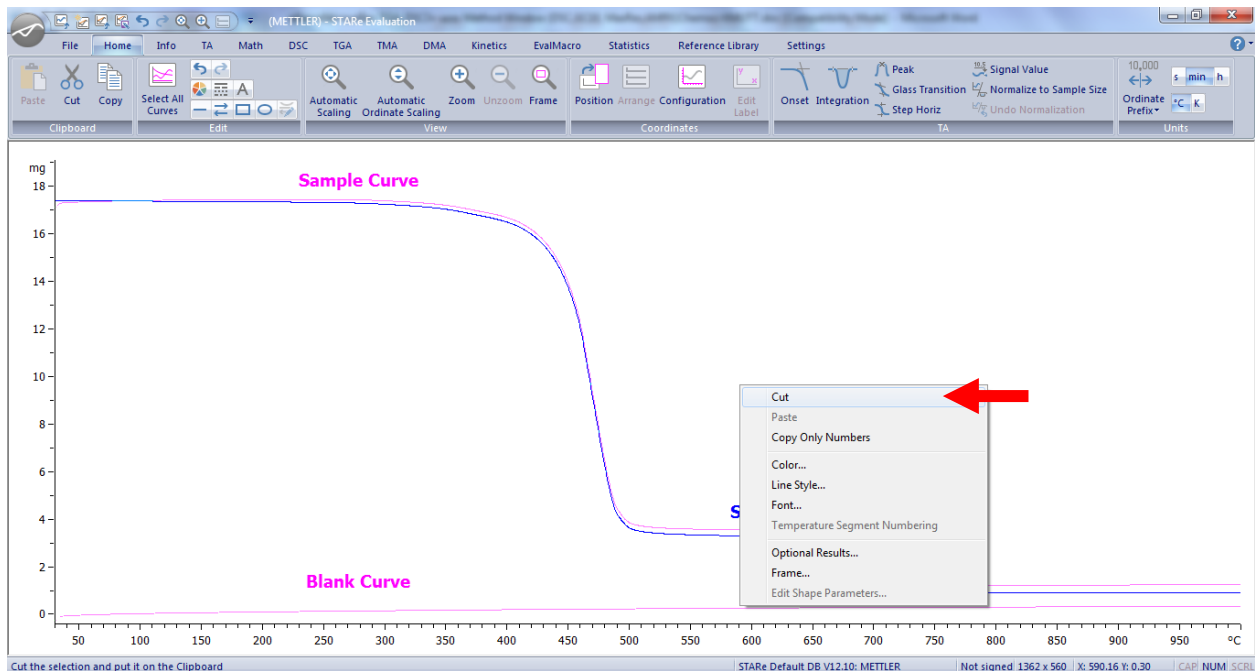
1.7 จากนั้นให้ไปที่คำสั่ง Math และเลือก Subtract curve



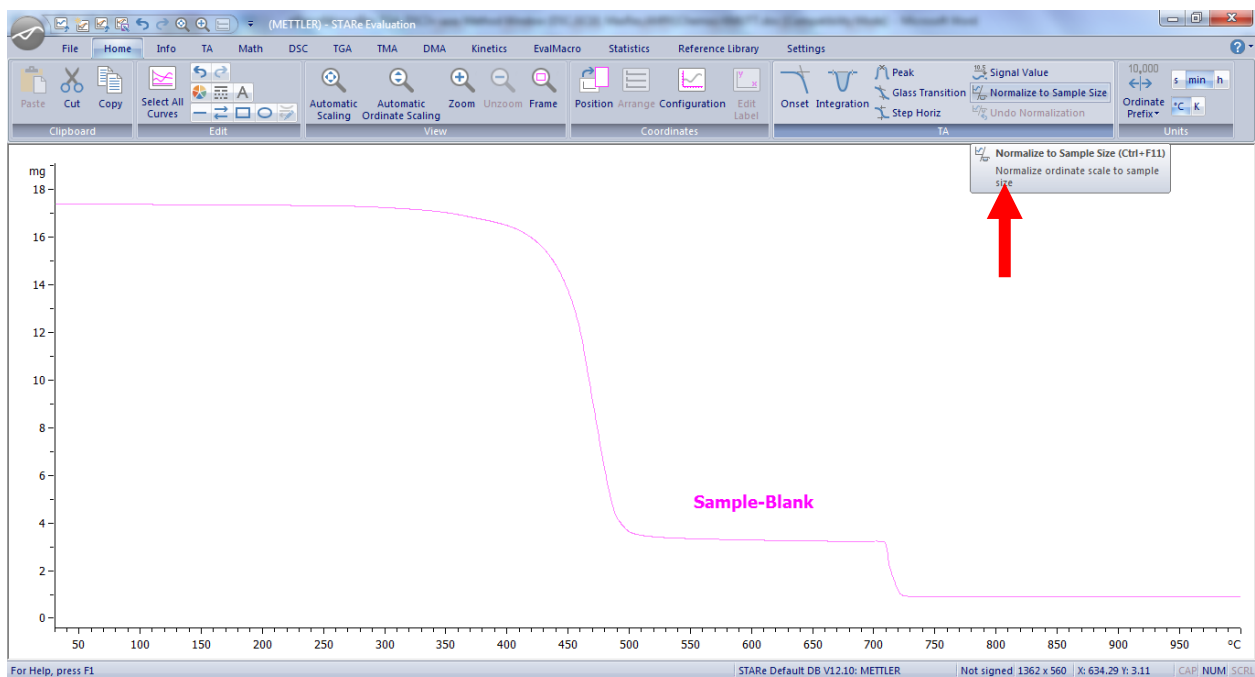
1.8 จะได้กราฟที่เป็นของ Sample – Blank ขึ้นมา



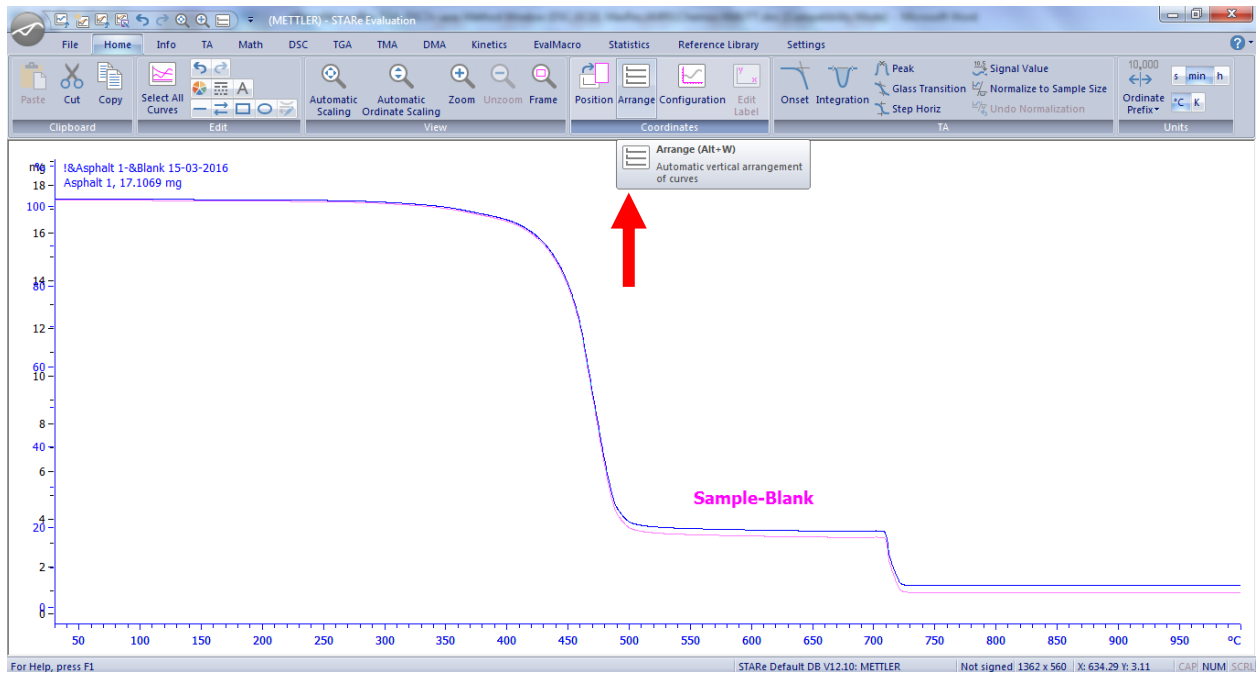
1.9 จากนั้นให้ทำการลบเส้นกราฟ Sample curve และ Blank curve ที่ไป ด้วยการคลิกกราฟของ Sample curve และ กด Ctrl ค้างไว้และคลิกกราฟ Blank curve กราฟทั้ง 2 เส้นจะกลายเป็นสีชมพู แล้วจึงคลิกเมาส์ขวาและเลือก Cut



1.10 จากนั้นหากต้องการให้กราฟแสดงผลแกน Y เป็น % ให้คลิกที่เส้นกราฟให้เป็นสีชมพู และไปที่คำสั่ง Home และ เลือก Normalize to Sample size

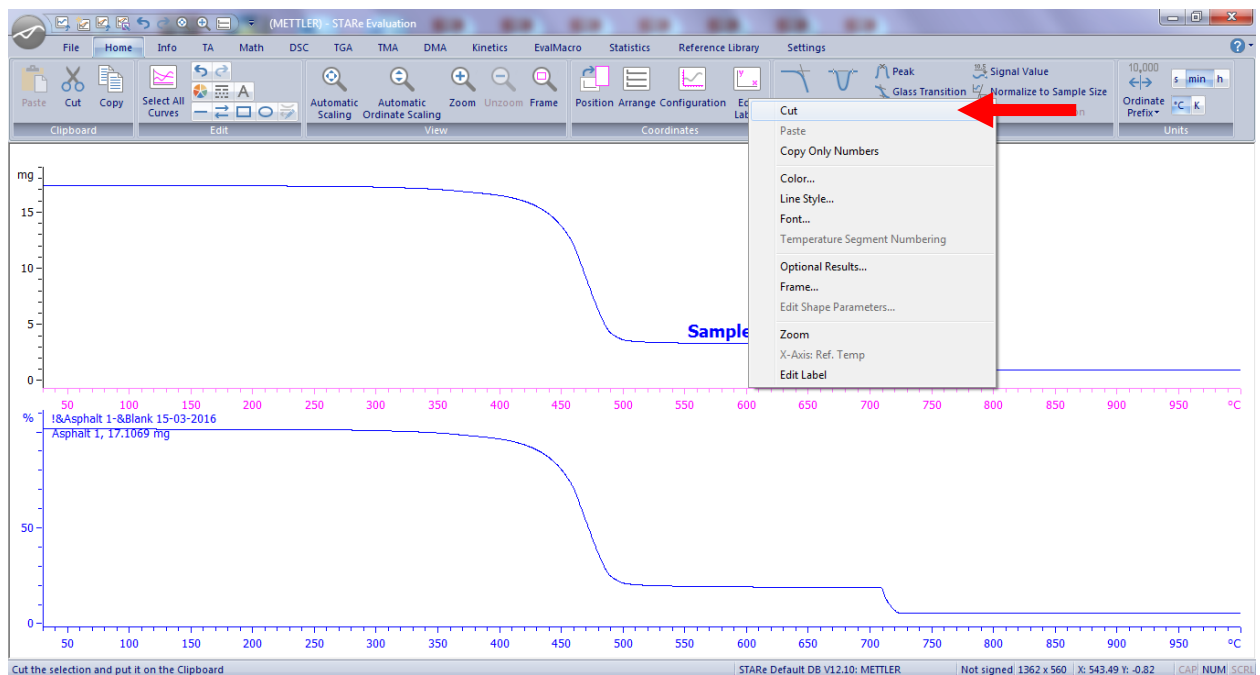


1.11 จะได้กราฟที่ plot คู่กับแกน Y ที่เป็น % ขึ้นมาใหม่ ให้ทำการแยกแกนด้วยการ ไปที่คำสั่ง Home และเลือก Arrange

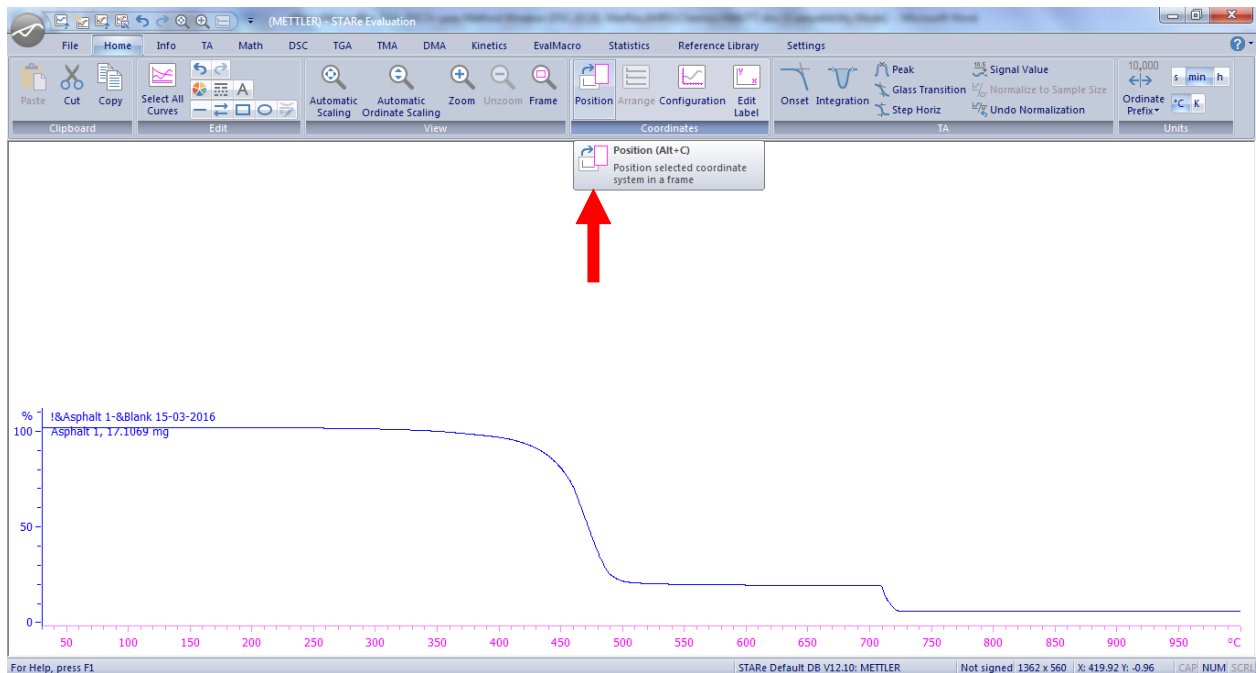


1.12 Software จะทำการแยกแกนให้ตามรูปด้านล่าง

1.13 และสำหรับแกนในหน่วย mg ให้ทิ้งไปด้วย การคลิกที่แกน Y หรือ แกน X ที่ต้องการลบทิ้งแล้วต่อด้วยคลิกเมาส์ขวาและเลือก Cut



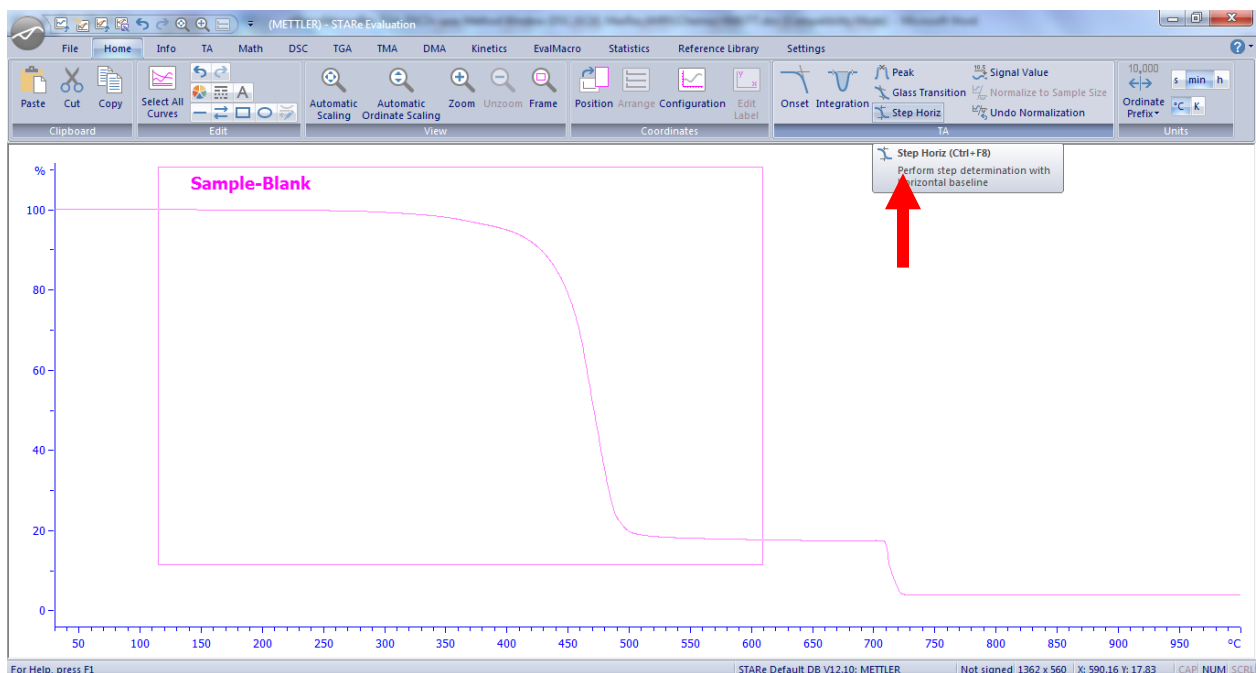
- 1.14 จะเลือกกราฟที่ต้องการ ซึ่งต้องทำการขยายกราฟให้เต็มหน้าจอ ด้วยการคลิกแกน Y หรือ แกน X ให้เป็นสีชมพู และไปที่คำสั่ง Home และเลือก Position



- 1.15 กราฟดังกล่าวจะถูกขยายให้เต็มหน้าจอ

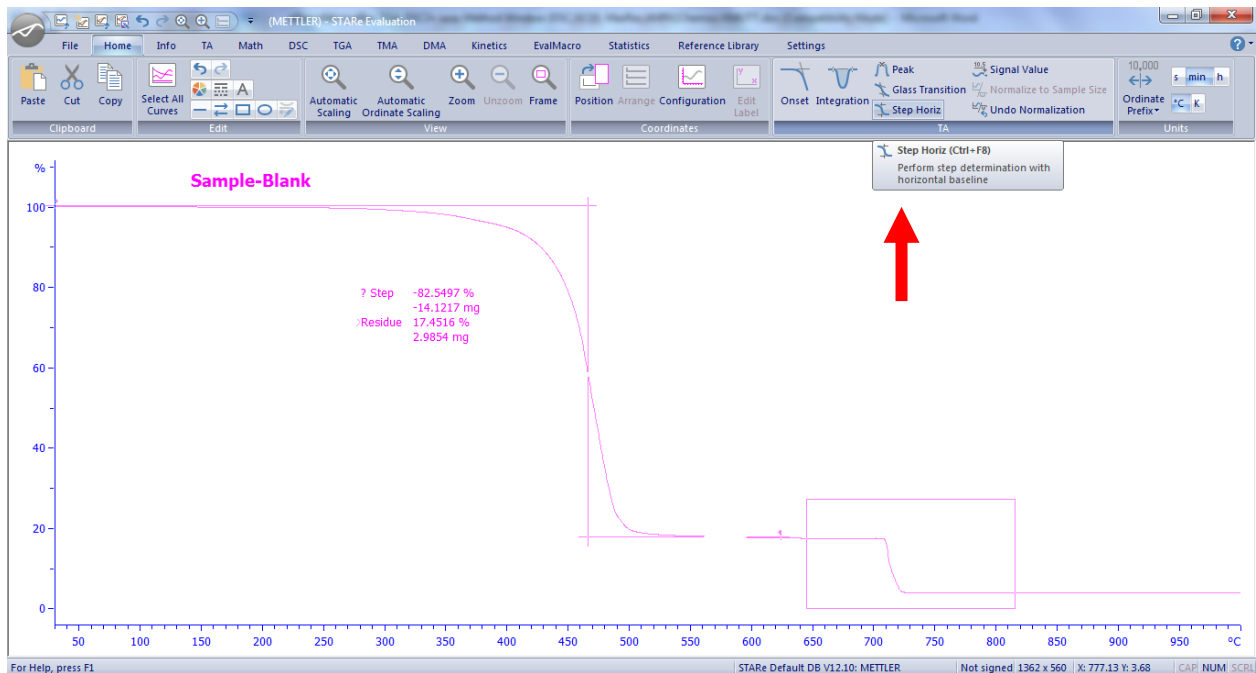
- 1.16 ขั้นตอนต่อไปคือการวิเคราะห์ step loss ให้ทำตามขั้นตอนดังต่อไปนี้

- 1.16.1 ใช้เมาส์ลากกรอบบริเวณที่ต้องการคำนวณหา Step loss และคลิกกราฟให้เป็นสีชมพู
- 1.16.2 ไปที่คำสั่ง Home และเลือก Step Horiz



1.17 Software จะคำนวณ Step loss และ Residue ให้อัตโนมัติ ทั้งในหน่วยของ % และ mg

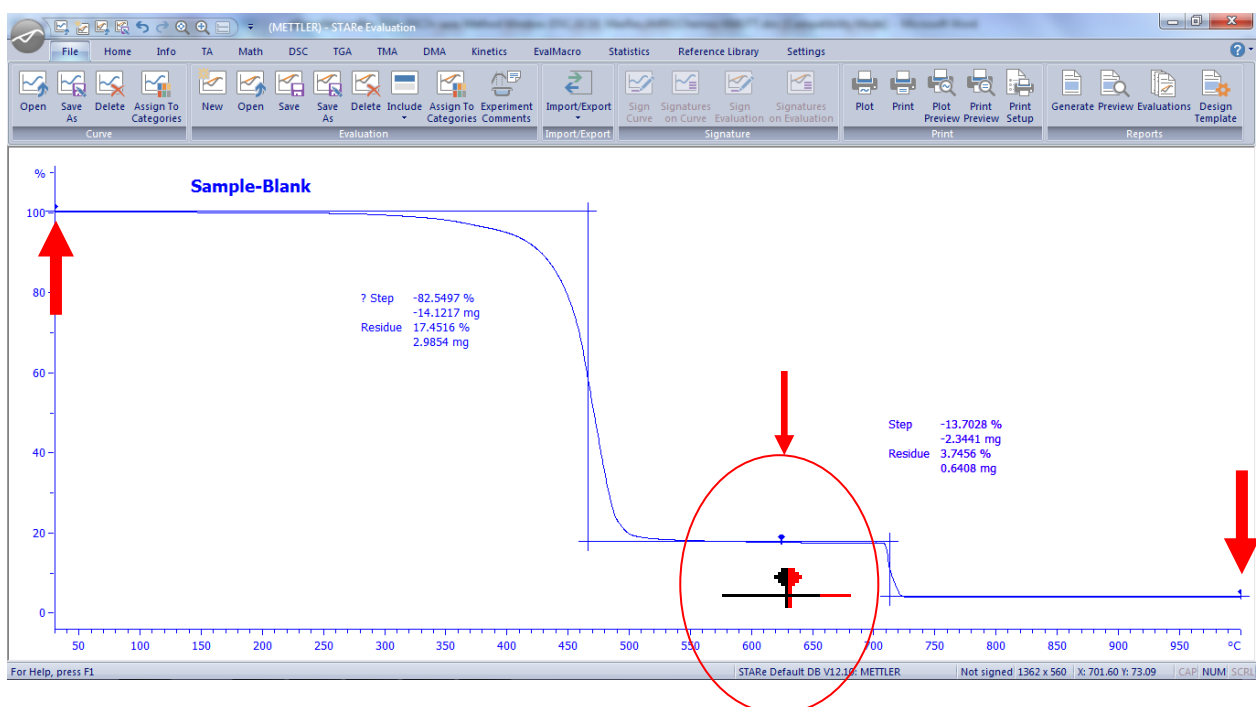
1.18 ทำการคำนวณ Step loss ต่อไป ด้วยการทำตามข้อ 1.16.1 และ 1.16.2 ตามลำดับ



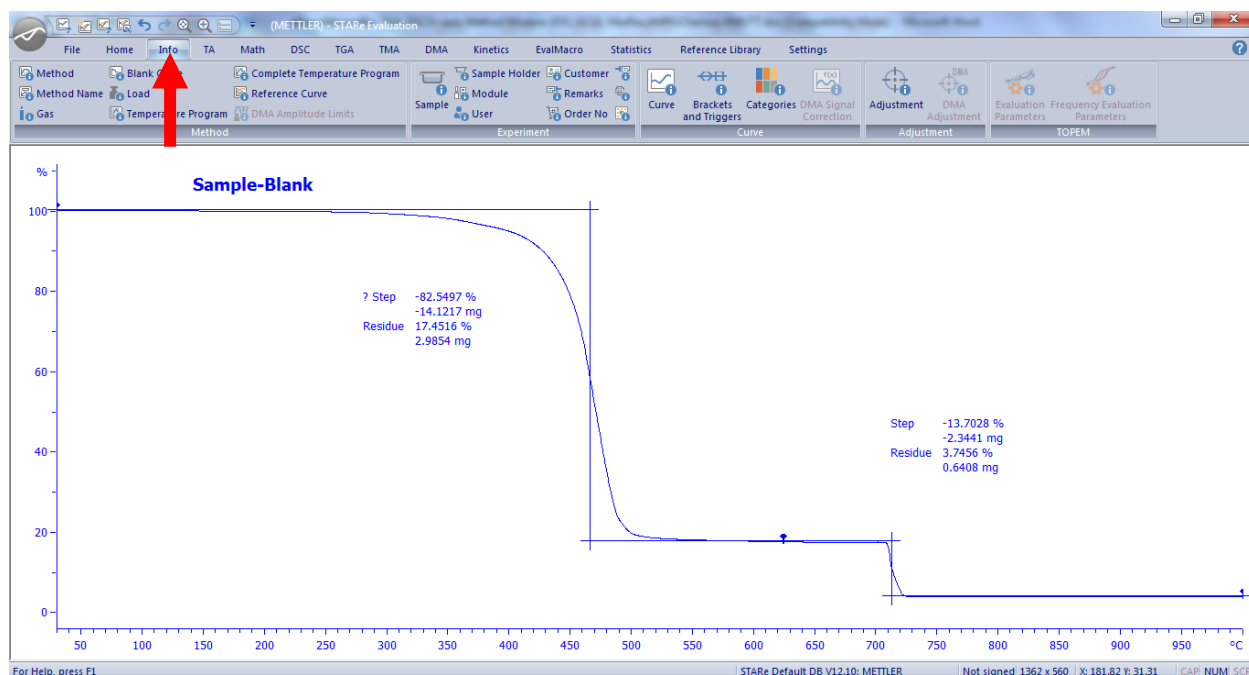
** การคำนวณ Step loss อย่างถูกต้อง ควรพิจารณาการเลือกจุดเริ่มและจุดสิ้นสุดในการคำนวณของแต่ละ Step **

คำแนะนำ

- จุดเริ่มต้นของการคำนวณ หากเป็นไปได้ควรอยู่ที่จุดเริ่มต้นของกราฟ
- จุดสิ้นสุดการคำนวณ ควรอยู่ที่จุดสุดท้ายของกราฟ
- จุดต่อเนื่องควรระหว่าง Step ควรเลื่อนธง ให้เป็นดังรูป (ให้ธงชนกันแบบ หลังชนหลัง)
- เสริมจุดวิเคราะห์ผล



1.19 สำหรับข้อมูลเพิ่มเติมเช่น ชื่อ Sample, Method, เวลาที่เริ่มทำการทดลอง สามารถดึงข้อมูลดังกล่าวออกมาที่หน้า report นี้ได้ ด้วยการเลือก parameter ต่างๆ ที่ต้องการ ภายใต้คำสั่ง Info



2. สำหรับผลการทดลองที่มาจาก การสร้างโปรแกรมอุณหภูมิแบบ Software หักลบ Blank curve อัตโนมัติ และ การสร้างโปรแกรมอุณหภูมิแบบใช้ Compensate For Buoyancy

เทคนิคดังกล่าวทั้ง 2 เทคนิค คือเทคนิคที่ไม่ต้องเปิดกราฟ Blank curve ขึ้นมาวิเคราะห์ ให้ทำตามขั้นตอนดังต่อไปนี้

2.1 ให้ open curve เฉพาะ Sample curve โดยการคลิกเลือกชื่อกราฟที่ต้องการ

2.2 เลือก Coordinate system ซึ่งสามารถ Normalize เลือกแบบใดก็ได้ ตามที่ต้องการ

2.2.1 หากต้องการให้ report แกน Y เป็น mg ให้เลือก original หรือ Not normalize to sample size

2.2.2 หากต้องการให้ report แกน Y เป็น % ให้เลือก Normalize to sample size

2.2.3 คลิก OK

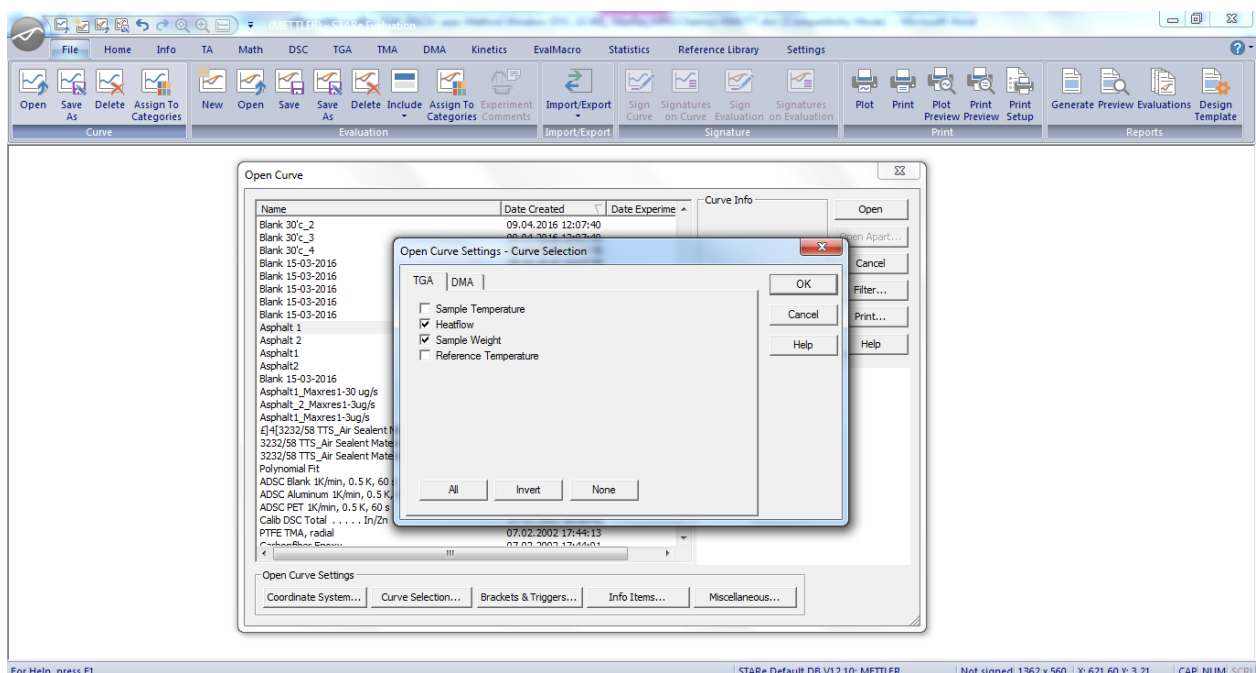
2.3 เลือก Curve selection

2.3.1 เลือก Sample weight (หรือเลือก Heatflow ด้วยในกรณีที่ต้องการวิเคราะห์ผลคู่กัน)

** ดูรายละเอียดขั้นตอนการวิเคราะห์กราฟ Heatflow ที่หัวข้อ “การวิเคราะห์กราฟ Heatflow (DSC)” **

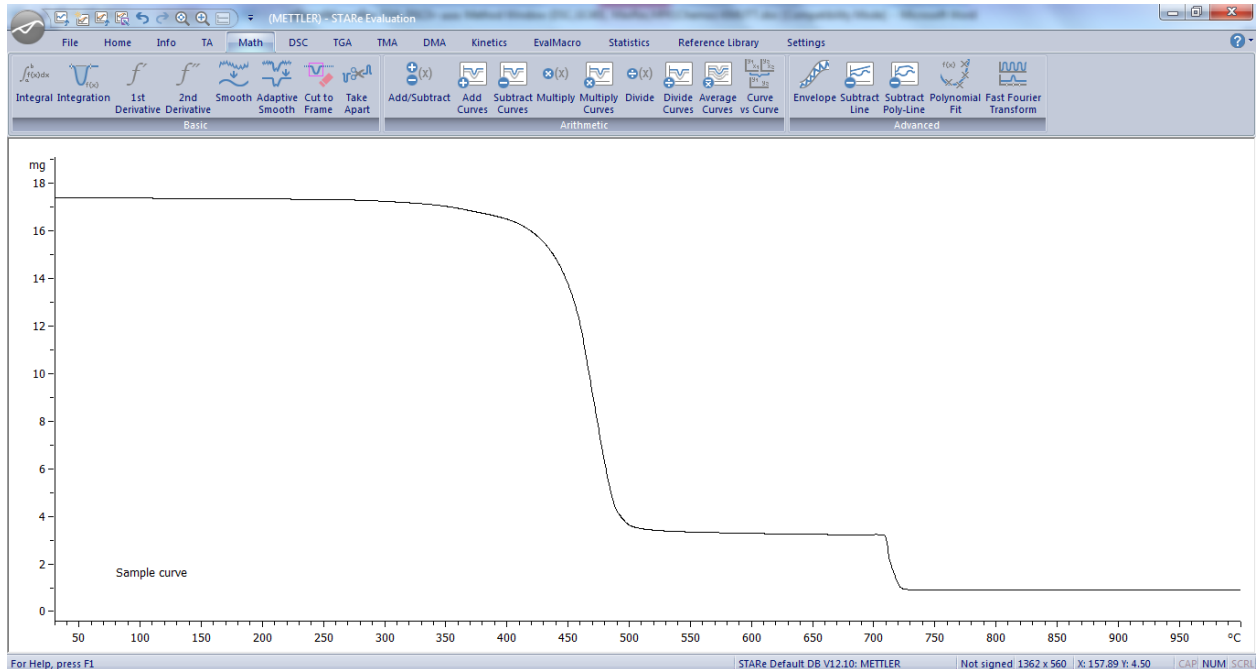
2.3.2 คลิก OK

2.4 คลิก Open เพื่อเปิดกราฟ



2.5 ในตัวอย่างนี้จะเลือกเปิดเฉพาะกราฟ Sample weight เท่านั้น และเลือก report แกน Y เป็น mg

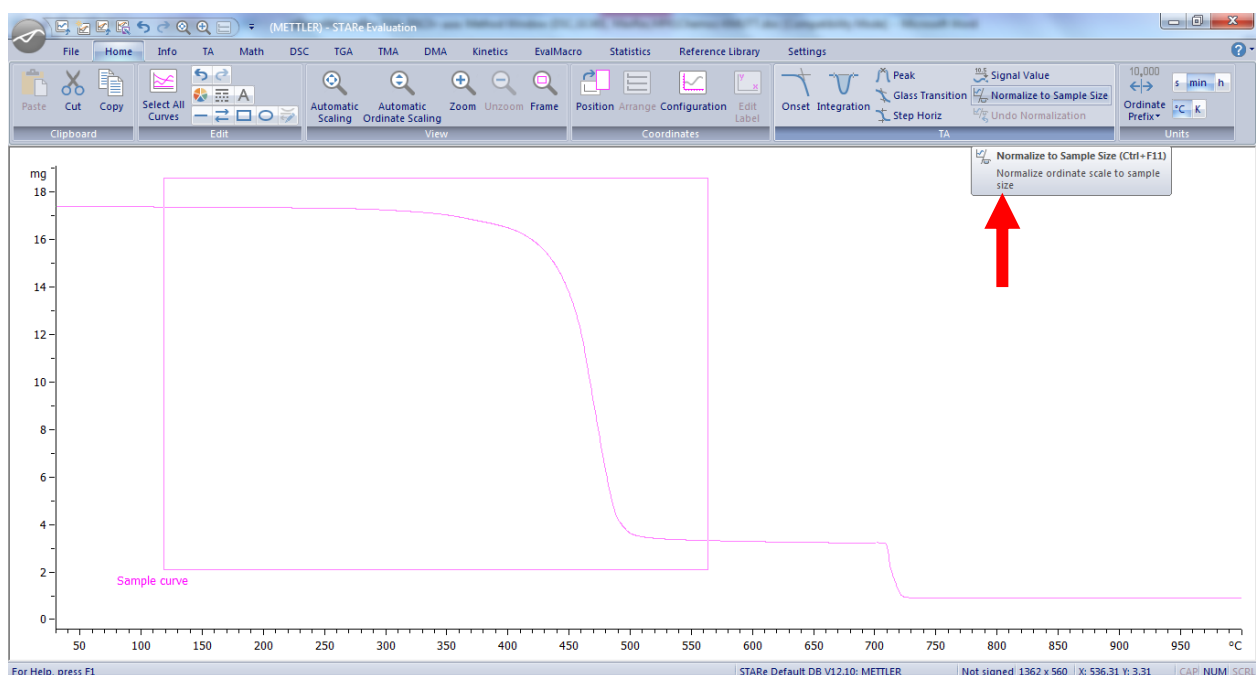
2.6 โดยกราฟที่ได้จากการทดลองแบบ Compensate for Buoyancy นั้น สามารถนำมาวิเคราะห์หา Step mass loss ได้ทันที



2.7 ขั้นตอนต่อไปคือการวิเคราะห์ step loss ให้ทำตามขั้นตอนดังต่อไปนี้

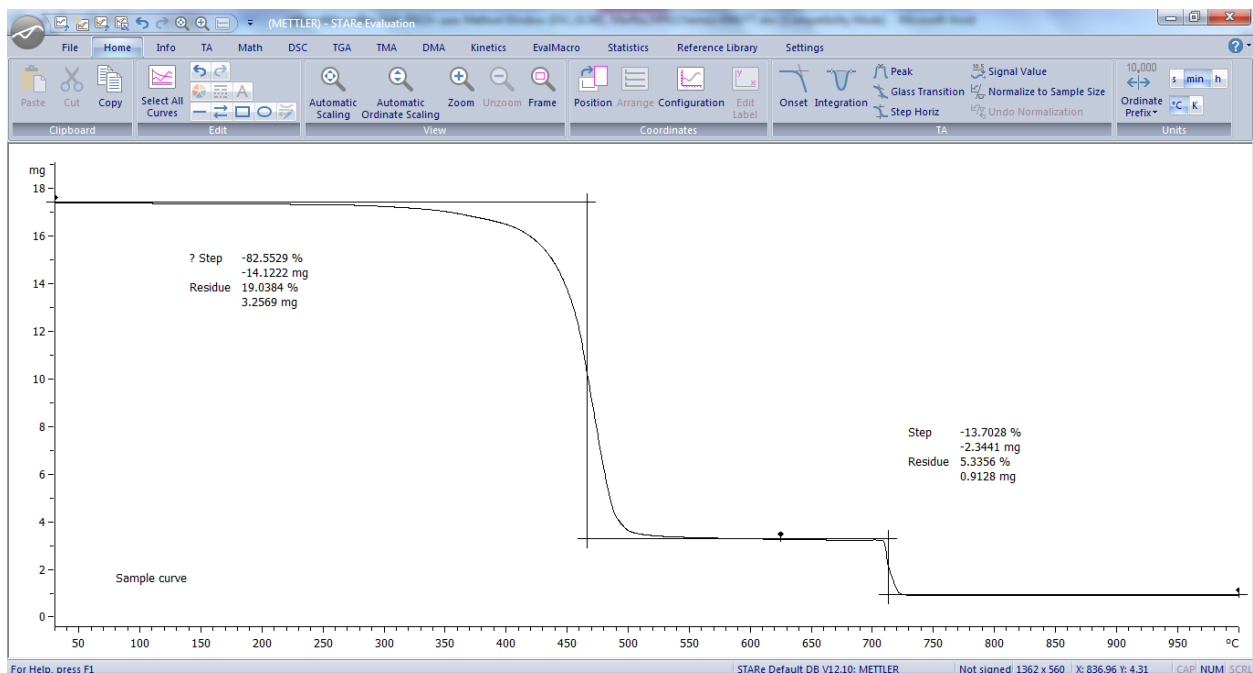
2.7.1 ใช้เมาส์ลากกรอบบริเวณที่ต้องการคำนวณหา Step loss และคลิกกราฟให้เป็นสี่ชมพู

2.7.2 ไปที่คำสั่ง Home และเลือก Step Horiz



2.8 Software จะคำนวณ Step loss และ Residue ให้อัตโนมัติ ทั้งในหน่วยของ % และ mg

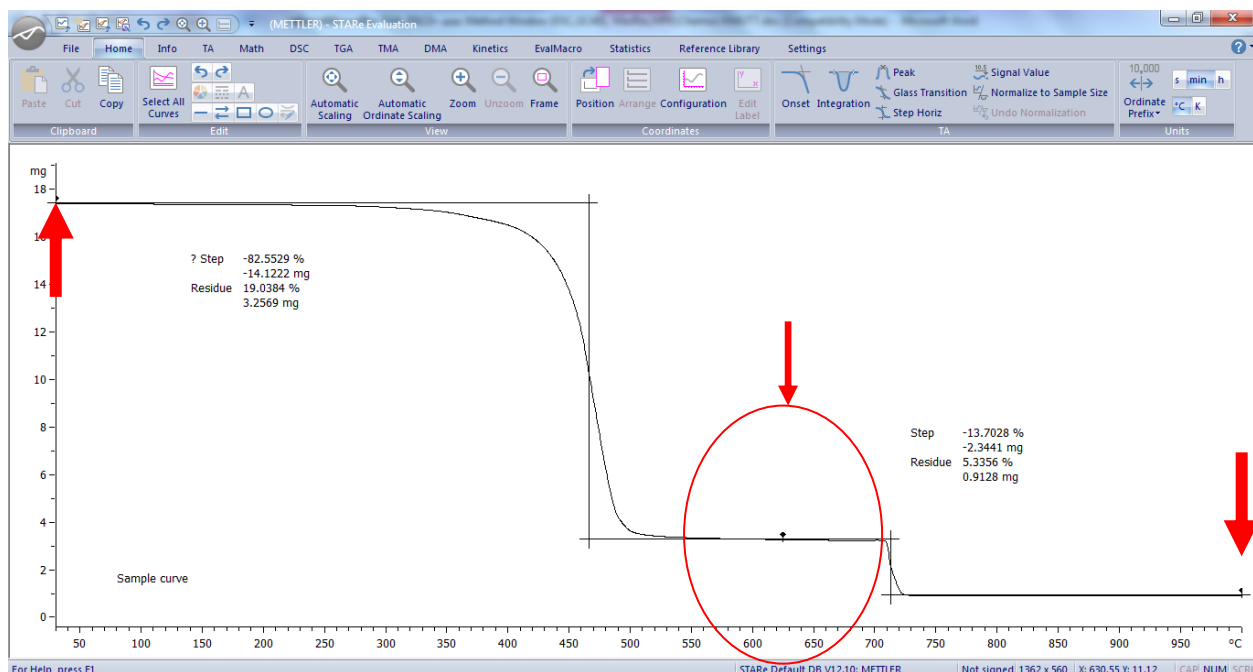
2.9 ทำการคำนวณ Step loss ต่อไป ด้วยการทำตามข้อ 2.7.1 และ 2.7.2 ตามลำดับ



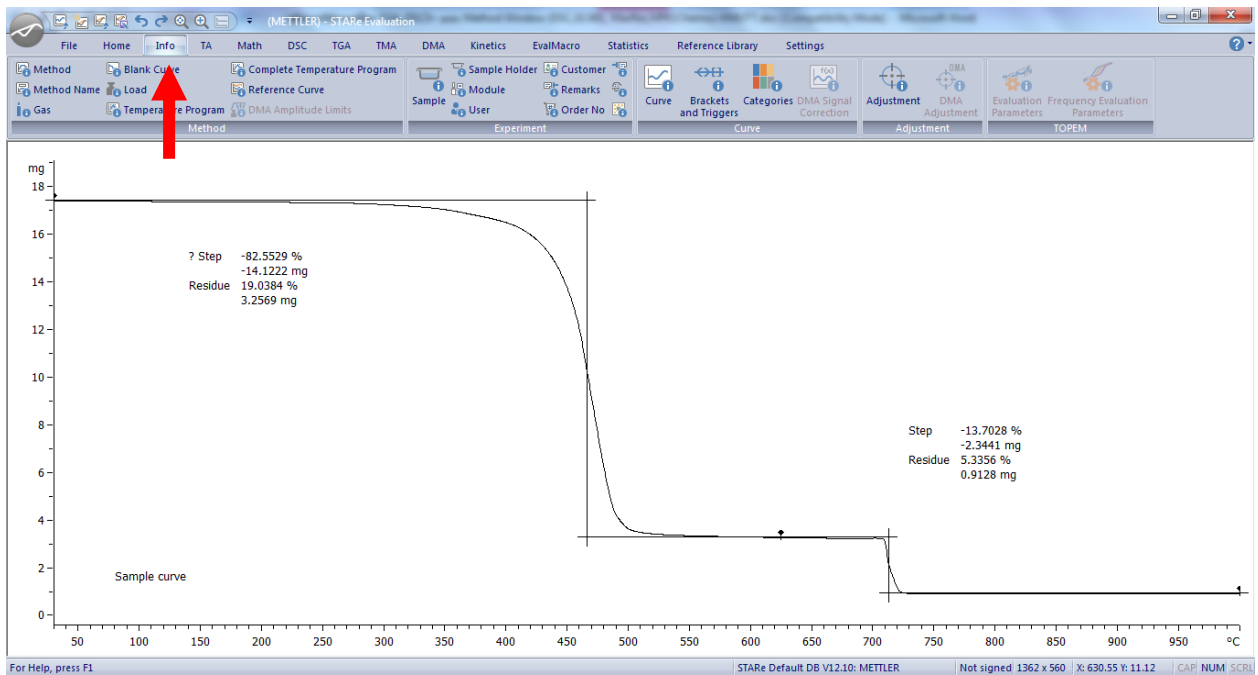
**** การคำนวณ Step loss อย่างถูกต้อง ควรพิจารณาการเลือกจุดเริ่มและจุดสิ้นสุดในการคำนวณของแต่ละ Step ****

คำแนะนำ

- จุดเริ่มต้นของการคำนวณ หากเป็นไปได้ควรอยู่ที่จุดเริ่มต้นของกราฟ
- จุดสิ้นสุดการคำนวณ ควรอยู่ที่จุดสุดท้ายของกราฟ
- จุดต่อเนื่องควรระหว่าง Step ควรเลื่อนธง ให้เป็นดังรูป (ให้ธงชนกันแบบ หลังชนหลัง)
- เสร็จสิ้นการวิเคราะห์ผล



2.10 สำหรับข้อมูลเพิ่มเติมเช่น ชื่อ Sample, Method, เวลาที่เริ่มทำการทดลอง สามารถดึงข้อมูลดังกล่าวออกมาที่หน้า report นี้ได้ ด้วยการเลือก parameter ต่างๆ ที่ต้องการ ภายใต้คำสั่ง Info



การวิเคราะห์กราฟ Heatflow (DSC)

3. การวิเคราะห์ ค่า Heatflow

การวิเคราะห์ค่า Heatflow นิยมวิเคราะห์ 2 กรณีดังนี้

3.1 วิเคราะห์คู่กับกราฟ Sample weight

มีขั้นตอนการวิเคราะห์ดังต่อไปนี้

3.1.1 ให้ open curve โดยการคลิกเลือกชื่อกราฟที่ต้องการ

3.1.2 Coordinate system ซึ่งสามารถ Normalize เลือกแบบใดก็ได้ ตามที่ต้องการ

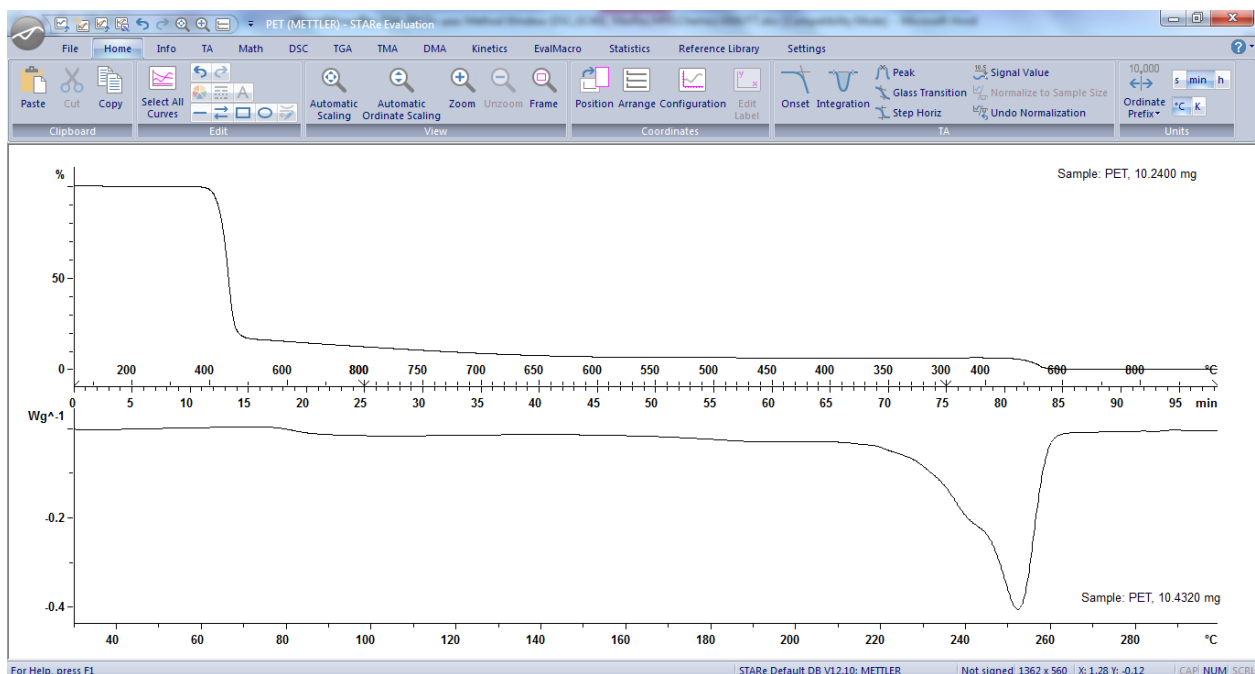
- หากต้องการให้ report แกน Y เป็น mg, mW ให้เลือก original หรือ Not normalize to sample size
- หากต้องการให้ report แกน Y เป็น % ให้เลือก Normalize to sample size
- คลิก OK

3.1.3 เลือก Curve selection

- เลือก Sample weight และ Heatflow
- คลิก OK

3.1.4 ลักษณะของ report จะได้ทั้ง 2 กราฟตามรูปด้านล่าง

- กราฟ TGA คือกราฟที่มีแกน Y เป็นหน่วย % หรือ mg → วิเคราะห์หา Step loss
- กราฟ DSC คือกราฟที่มีแกน Y เป็นหน่วย W/g หรือ mW → วิเคราะห์หา Temperature transition เช่น Glass transition temperature, Melting temperature, Enthalpy

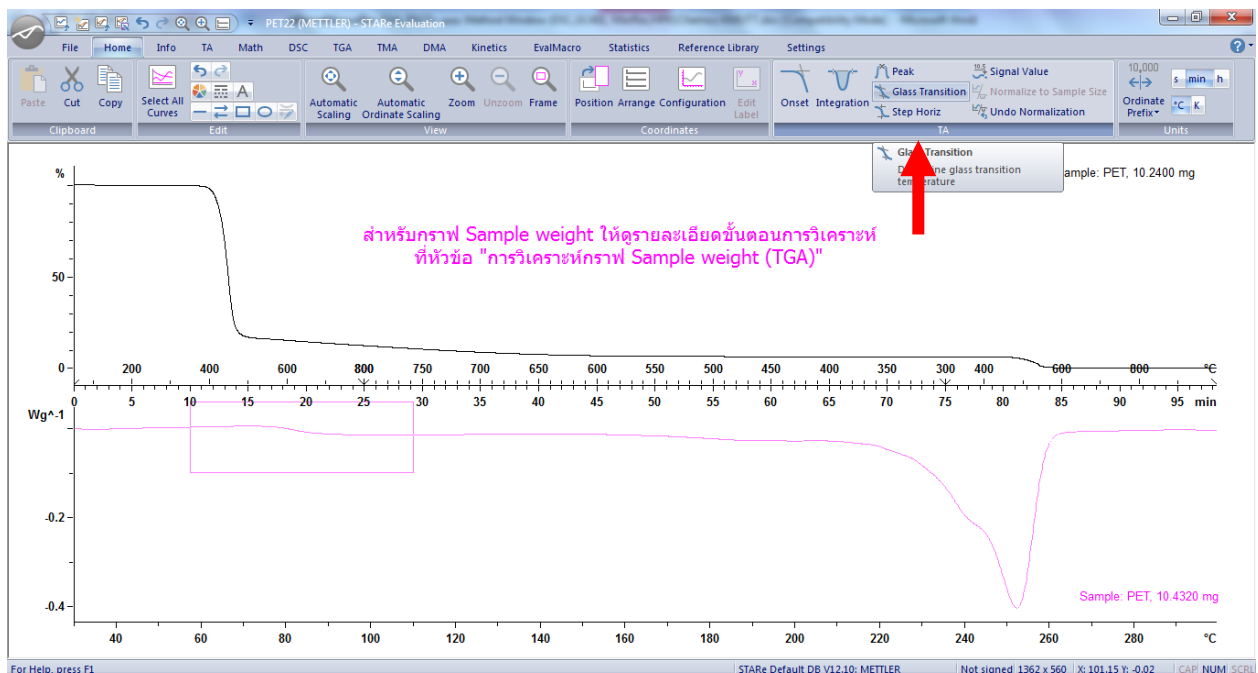


3.1.5 กราฟตัวอย่างนี้คือการเลือกแกน Y แบบ Normalize to sample size และ แกน X แบบ Original

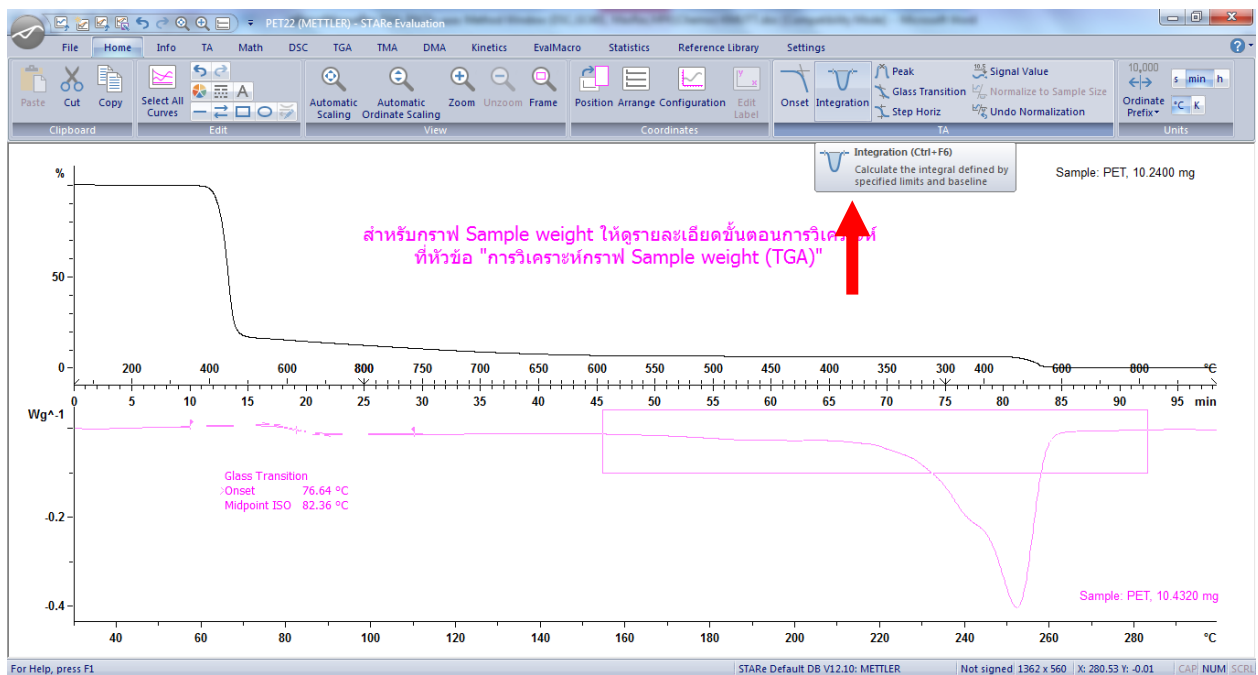
3.1.6 การวิเคราะห์กราฟ Sample weight ให้ทำตามหัวข้อ "การวิเคราะห์กราฟ Sample weight (TGA)"

3.1.7 การวิเคราะห์กราฟ Heatflow มีขั้นตอนดังต่อไปนี้

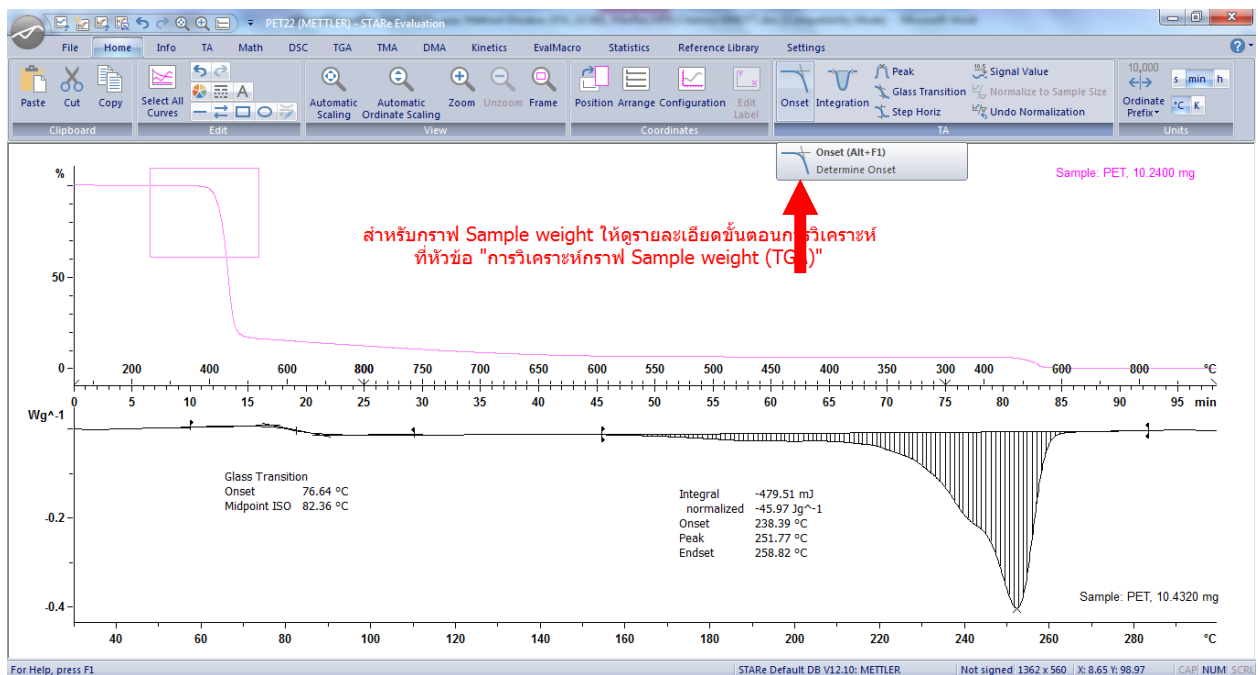
3.1.8 ใช้เมาส์ลากกรอบบริเวณ transition ที่ต้องการ หากเป็นให้ใช้คำสั่ง Home และเลือก Glass transition



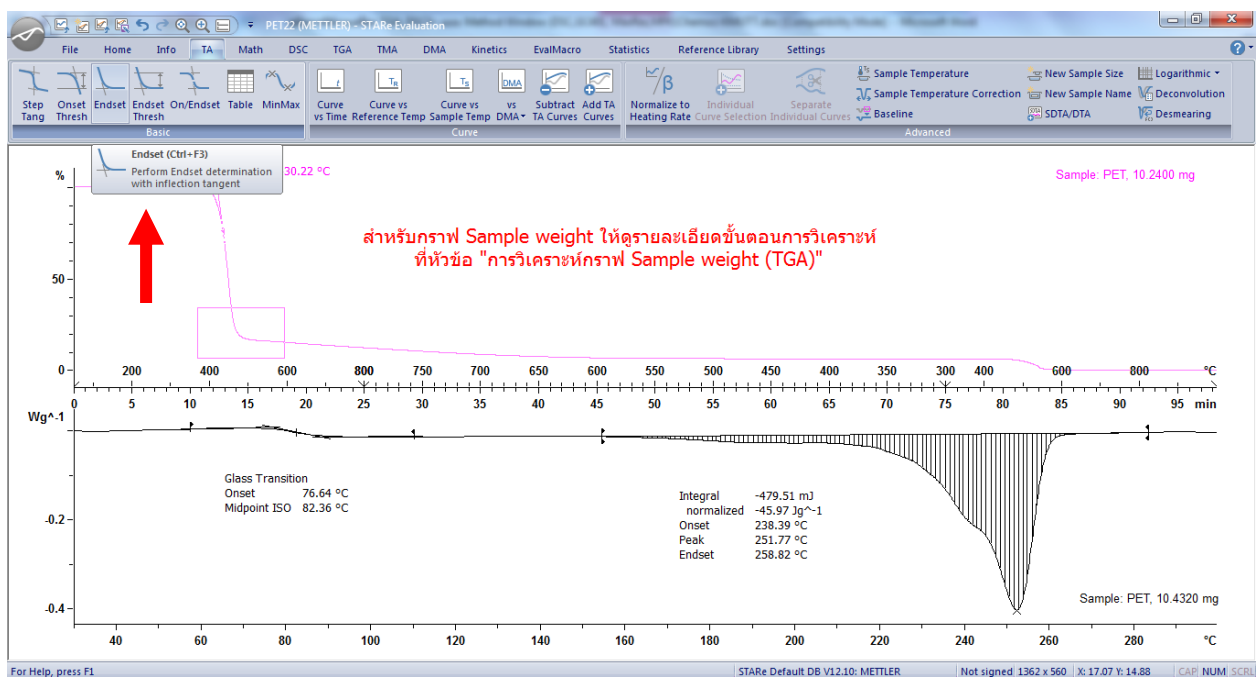
3.1.9 ใช้เมาส์ลากกรอบบริเวณ transition ที่ต้องการ หากเป็น Melting หรือกรณีที่ต้องการหาค่า Enthalpy ให้เลือก Integration



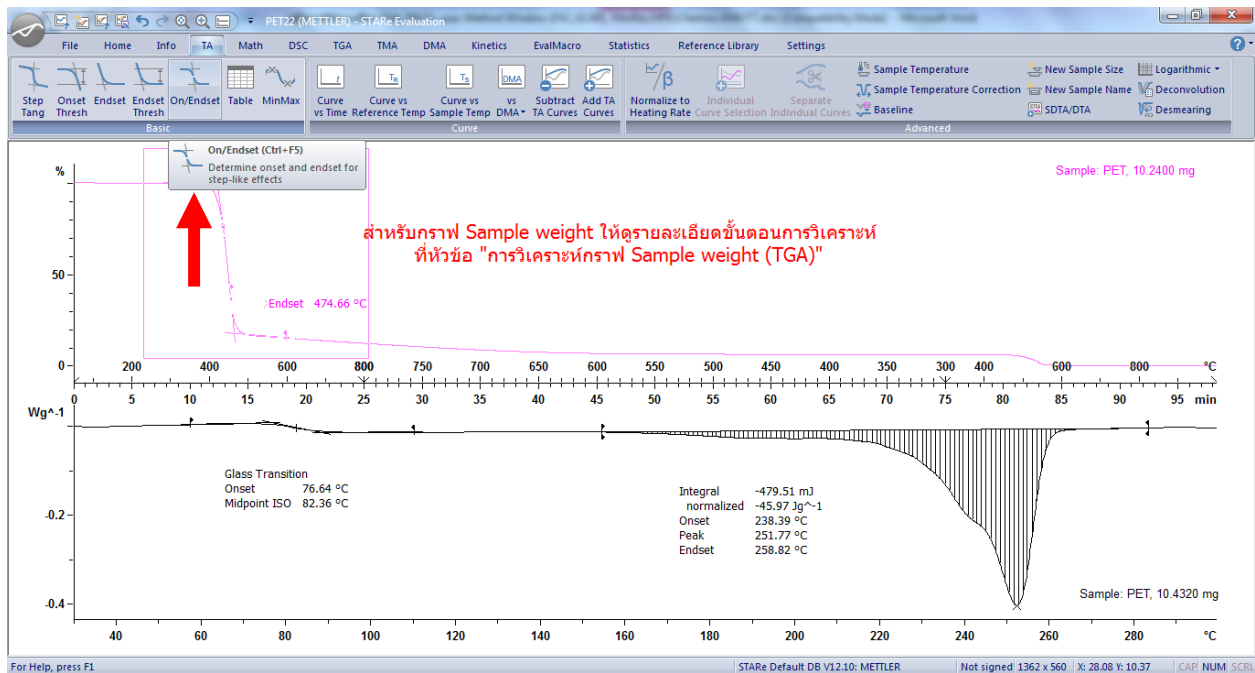
3.1.10 หากกรณีที่ต้องการหาค่า Onset temperature ใช้เมาส์ลากกรอบบริเวณ Onset และเลือก Onset



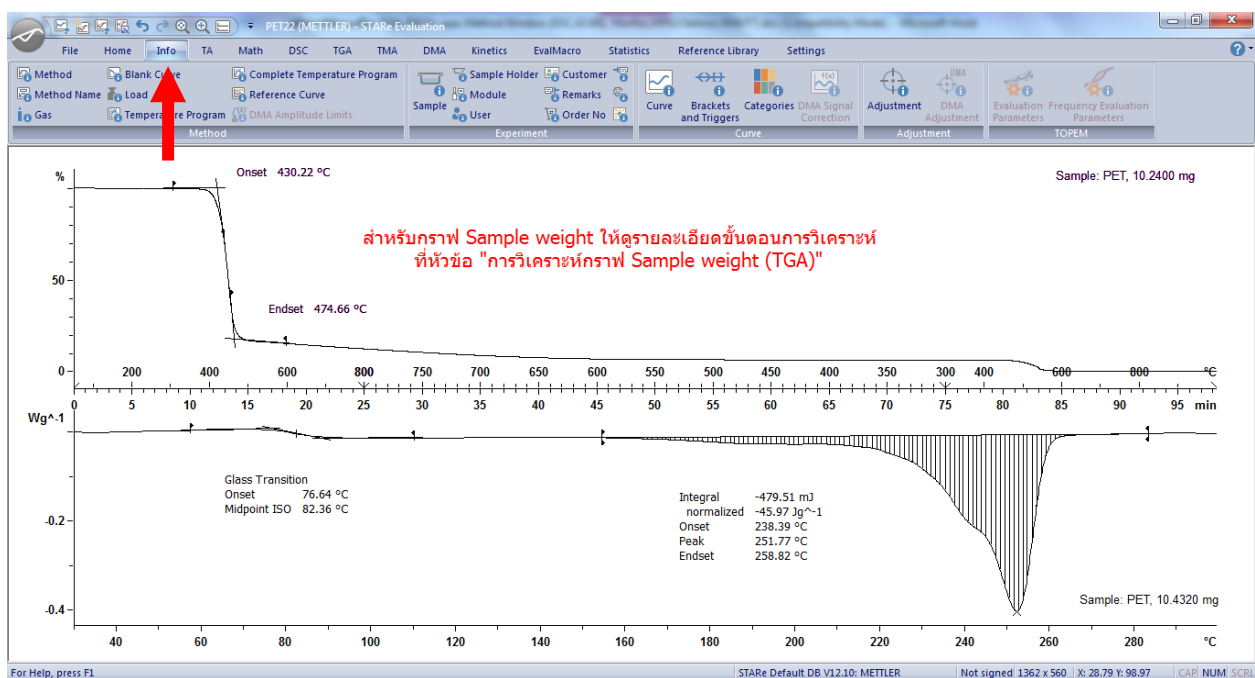
3.1.11 หรือหากกรณีที่ต้องการหาค่า Endset temperature ใช้เมาส์ลากกรอบบริเวณ Endset และให้ใช้คำสั่ง TA และเลือก Endset



- 3.1.12 หรือหากกรณีที่ต้องการหาค่า Endset temperature และ Onset temperature พร้อมกัน ใช้เมาส์ลากครอบบริเวณนั้นและให้ใช้คำสั่ง TA และเลือก On/Endset



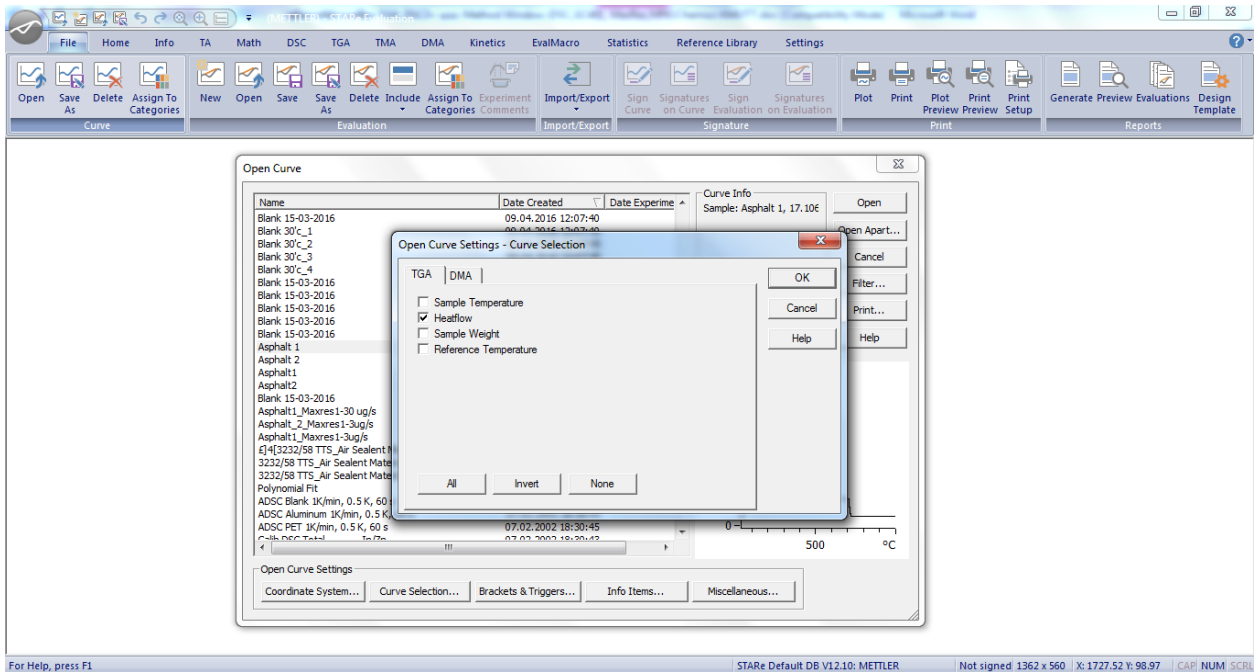
- 3.1.13 สำหรับข้อมูลเพิ่มเติมเช่น ชื่อ Sample, Method, เวลาที่เริ่มทำการทดลอง สามารถดึงข้อมูลดังกล่าวออกมาที่หน้า report นี้ได้ ด้วยการเลือก parameter ต่างๆ ที่ต้องการ ภายใต้คำสั่ง Info



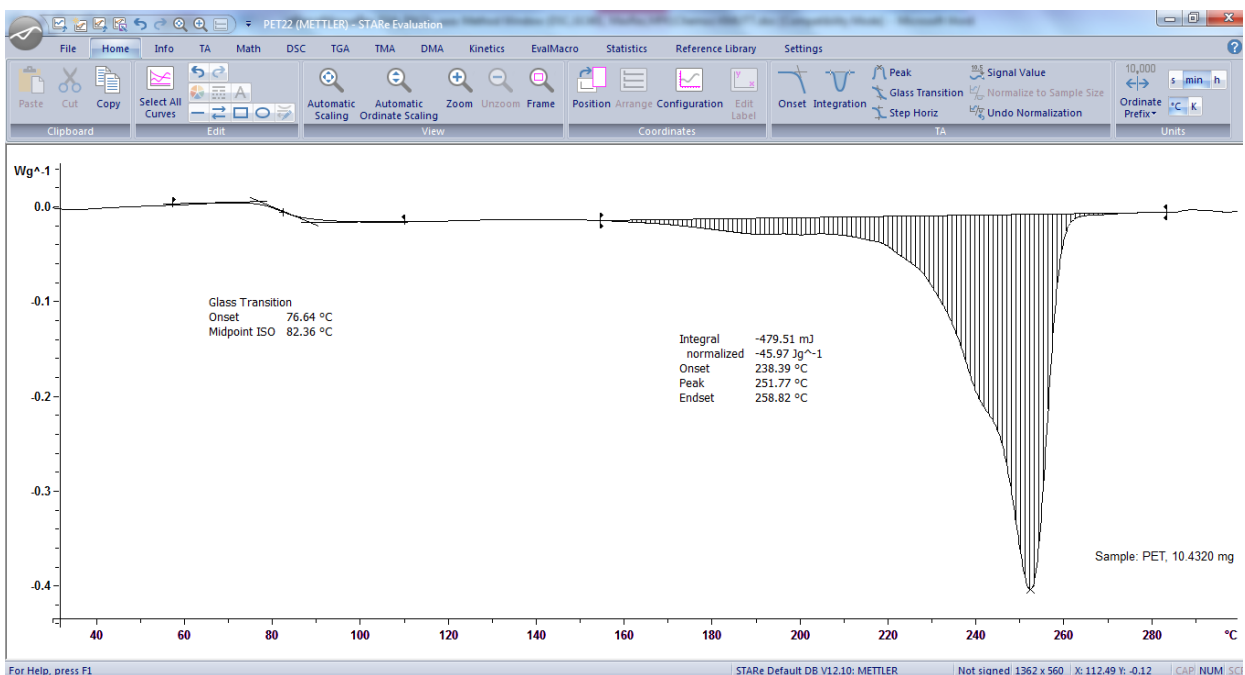
3.2 วิเคราะห์เฉพาะกราฟ Heatflow เท่านั้น

3.2.1 วิธีนี้จะแตกต่างจากวิธีวิเคราะห์คู่กับกราฟ Sample weight เพียงขั้นตอนเดียวคือ “Open curve”
ในขั้นตอนของการเลือก “Curve selection”

3.2.2 Curve selection ให้เลือกเฉพาะ Heatflow เท่านั้น



3.2.3 จากนั้นคือขั้นตอนของการ evaluation สามารถทำตามขั้นตอนที่ 3.1.8 ถึง 3.1.13



การวิเคราะห์กราฟ Derivative

4. การวิเคราะห์หาค่า Derivative

กราฟ Derivative เป็นกราฟที่แปลงข้อมูลมาจาก กราฟ Sample weight มีขั้นตอนการวิเคราะห์ดังต่อไปนี้

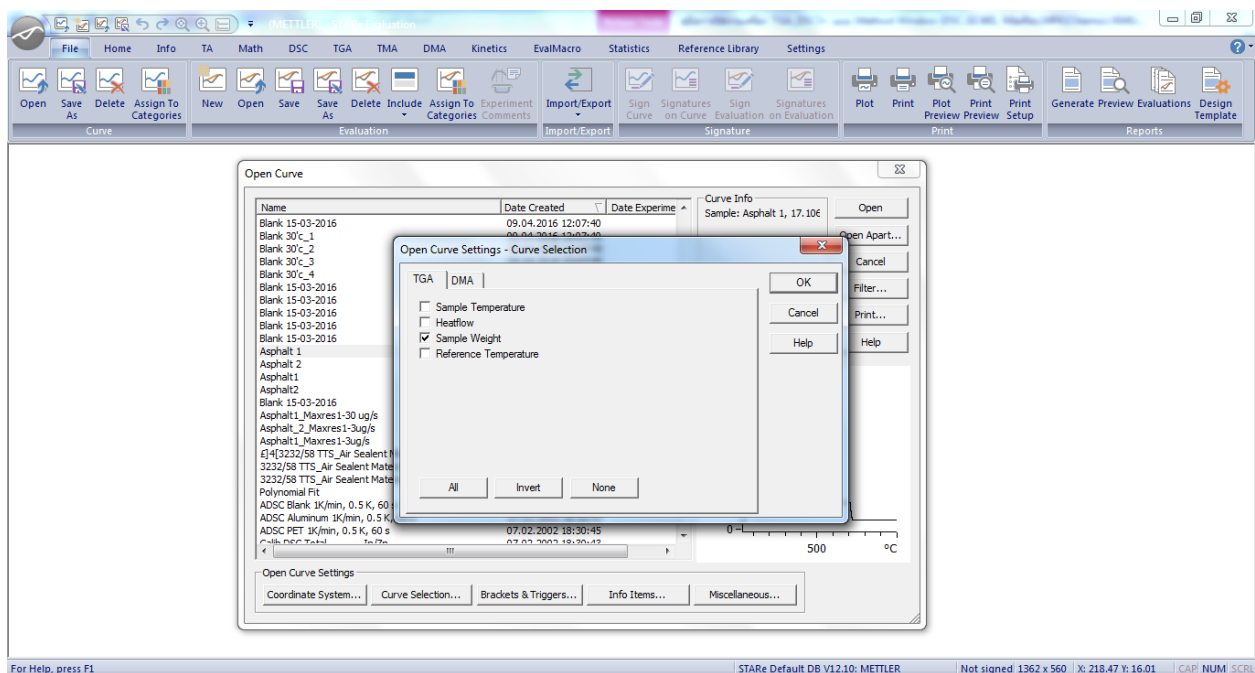
4.1 ให้ open curve โดยการคลิกเลือกชื่อกราฟที่ต้องการ

4.1.1 Coordinate system ซึ่งสามารถ Normalize เลือกแบบใดก็ได้ ตามที่ต้องการ

- หากต้องการให้ report แกน Y เป็น mg ให้เลือก original หรือ Not normalize to sample size
- หากต้องการให้ report แกน Y เป็น % ให้เลือก Normalize to sample size
- คลิก OK

4.1.2 เลือก Curve selection

- เลือก Sample weight
- คลิก OK และ คลิก Open

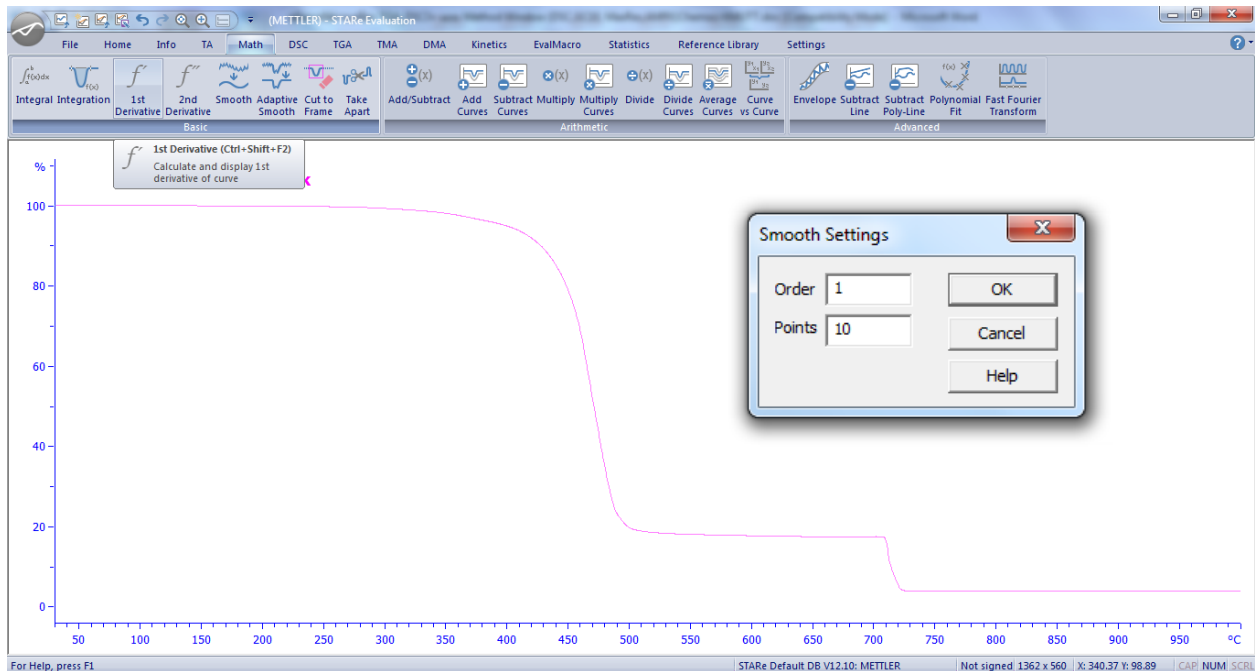


Note

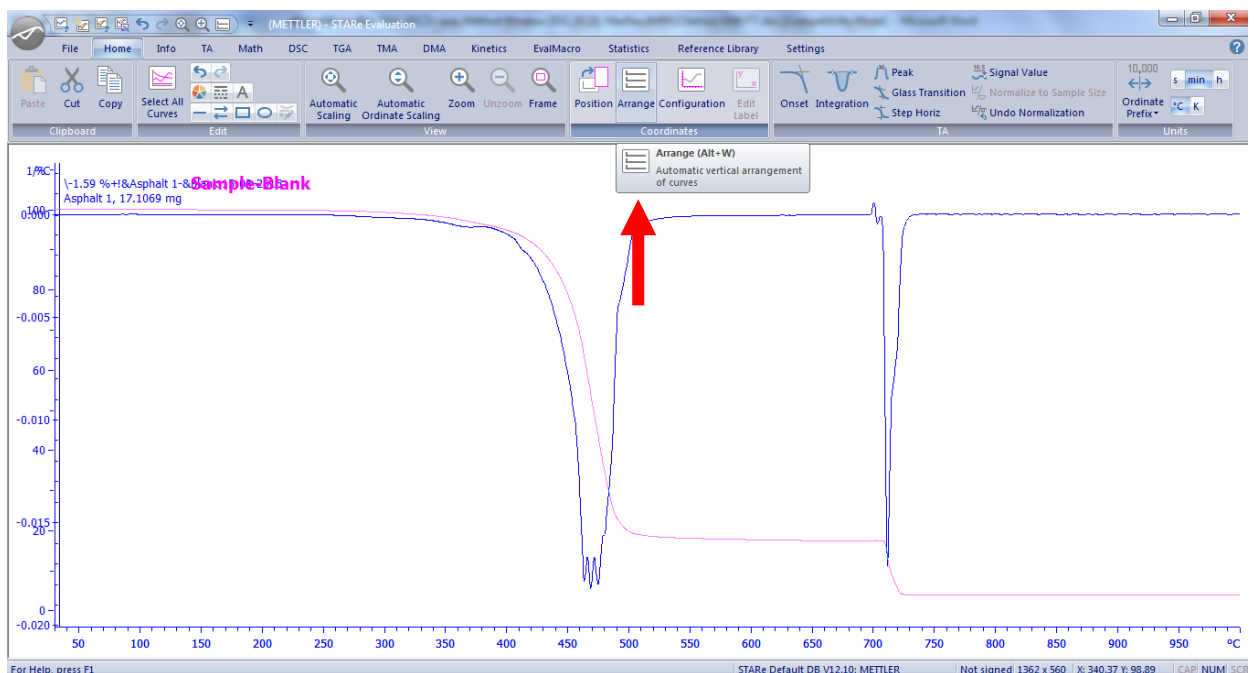
** กราฟ Sample weight ที่สามารถนำมาวิเคราะห์ Derivative ได้ ต้องเป็นกราฟที่ผ่านการหักลบ Blank curve แล้ว ดังนั้น

1. หากกราฟนั้นมาจาก การสร้างโปรแกรมอุณหภูมิแบบ Blank curve และ Sample Curve ต้องทำตามขั้นตอนที่ 1.1 ถึง 1.10 ในหัวข้อ ผลการทดลองที่มาจาก การสร้างโปรแกรมอุณหภูมิแบบ Blank curve และ Sample Curve
2. หากกราฟนั้นมาจาก การสร้างโปรแกรมอุณหภูมิแบบ Software หักลบ Blank curve อัตโนมัติ และ การสร้างโปรแกรมอุณหภูมิแบบใช้ Compensate For Buoyancy สามารถนำมาใช้ได้วิเคราะห์ Derivative ได้ทันที

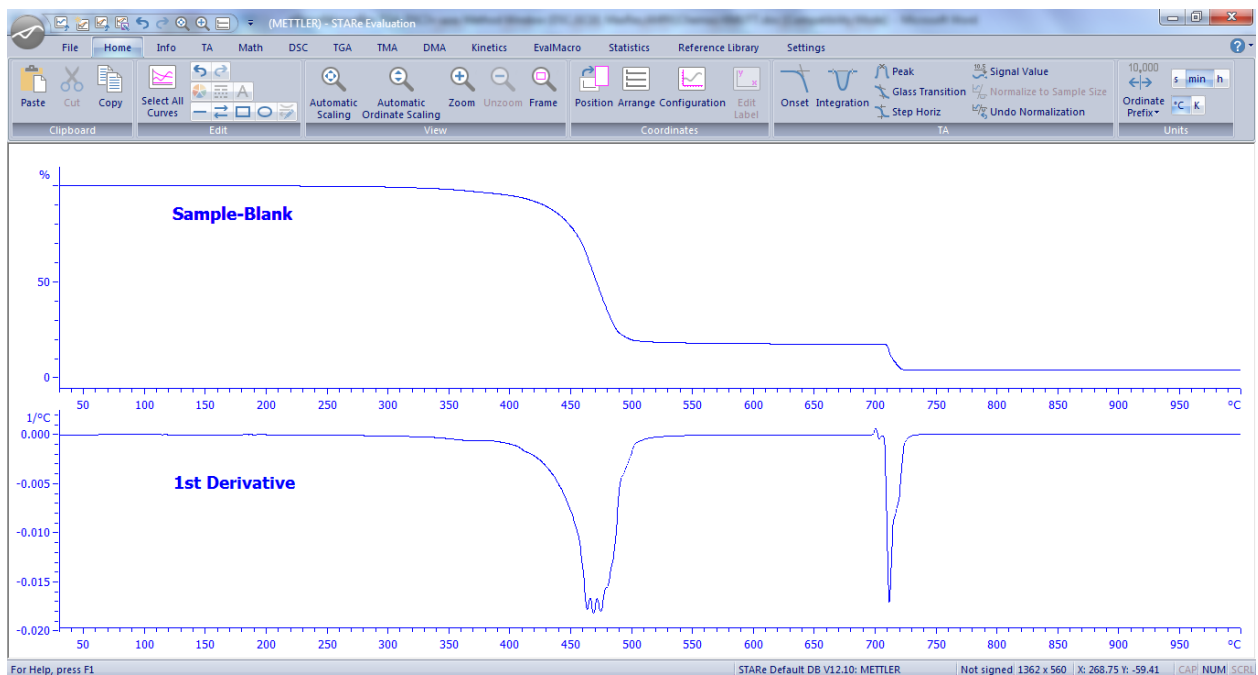
- 4.1.3 ให้คลิกที่เส้นกราฟให้เป็นสีชมพู และไปที่คำสั่ง Math เลือก 1st Derivative
- 4.1.4 Order = 1
- 4.1.5 Point สามารถใช้ได้ตั้งแต่ 2 ขึ้นไป



- 4.1.6 จะได้กราฟ Derivative ปรากฏซ้อนทับ กราฟ Sample weight
- 4.1.7 ให้ทำการแยกแกน ด้วยการตั้งค่าสั่ง Home และเลือก Arrange

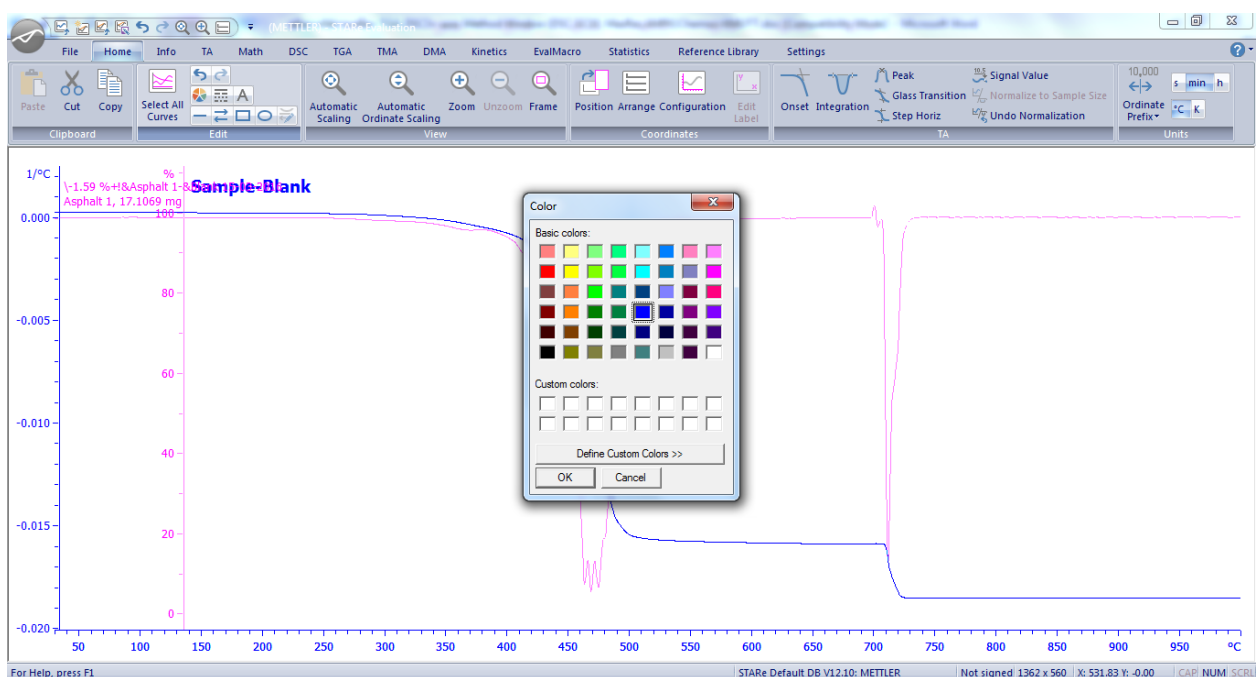


4.1.8 จะได้การจัดเรียงตามรูปด้านล่าง

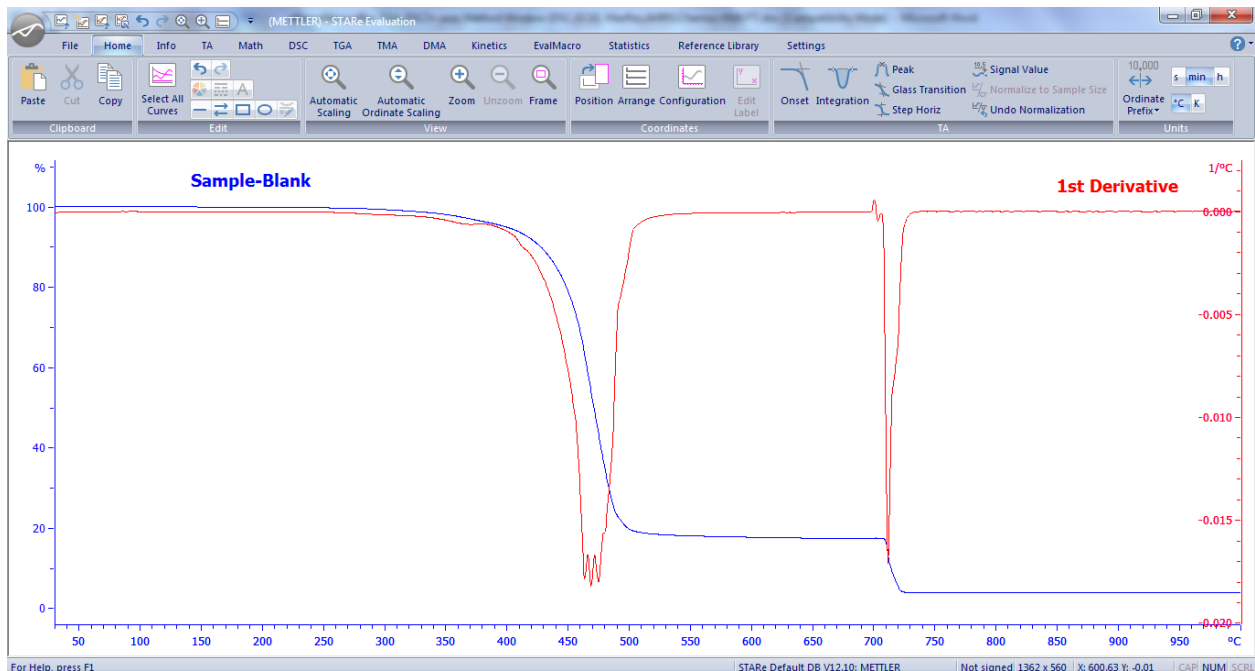


4.1.9 หรือหากต้องการให้กราฟ Sample weight และ 1st derivative อยู่ใน window เดียวกัน ควรเปลี่ยนสีเส้นกราฟและแกน Y ของ Sample weight หรือ 1st derivative ก่อน

4.1.10 ด้วยการใช้น้ำสี Home และไปที่ Color



4.1.11 จากนั้นให้ใช้เมาส์ลากแกน Y ของ Derivative ไปที่ด้านขวามือ



4.1.12 ขั้นตอนต่อไปคือ

- วิเคราะห์หา Step mass loss ที่เส้นกราฟ Sample weight ด้วยการคลิกคำสั่ง Home และเลือก Step Horiz

** ดูรายละเอียดในหัวข้อ การวิเคราะห์กราฟ Sample weight (TGA) **

- ส่วนกราฟ 1st derivative นิยมใช้เทียบเคียงกับกราฟ Sample weight เพื่อยืนยันช่วงของการเกิด Step mass loss, และสำหรับบางครั้งใช้สำหรับศึกษาค่า Onset temperature, Endset temperature และ Peak temperature

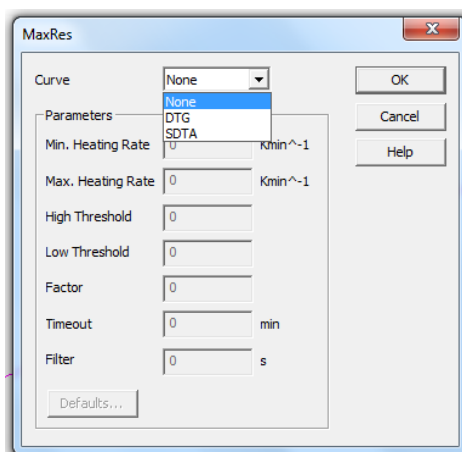
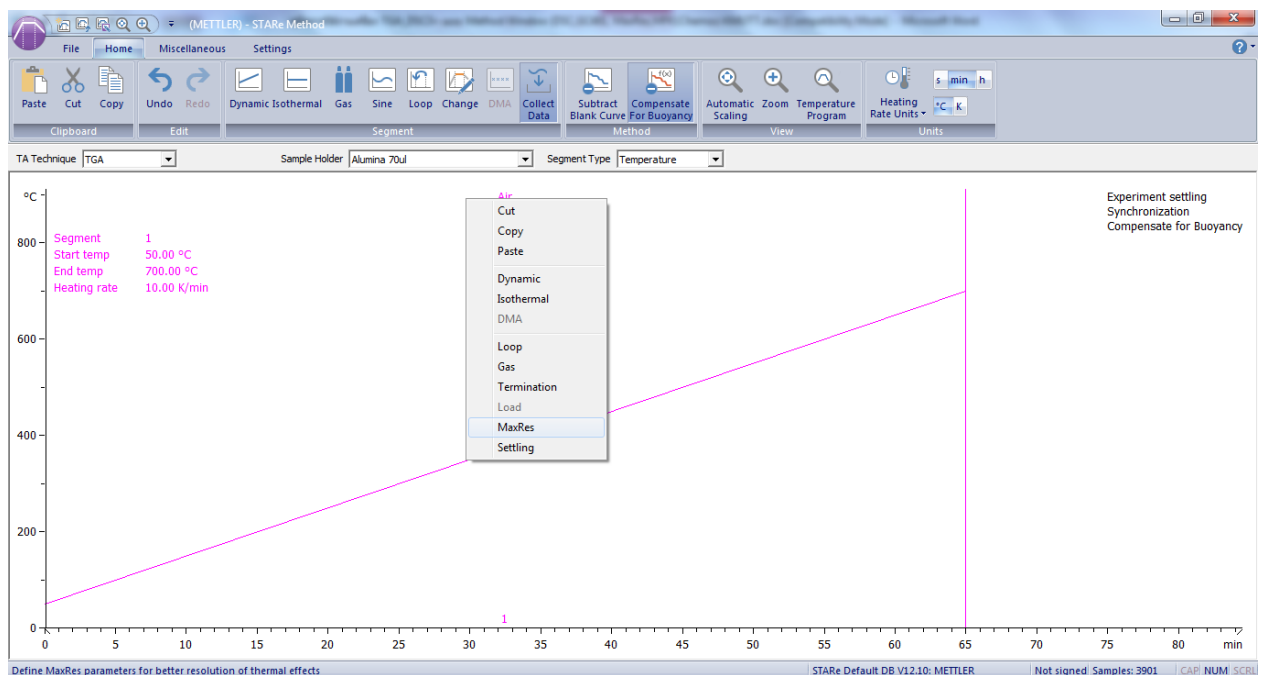
Advance Function: การทำการทดลอง MaxRes

Program MaxRes คือ Program ช่วยศึกษา Overlapping Step ให้ชัดเจนมากขึ้นและเน้นที่สารประเภท Non-complex material โดย Software จะทำหน้าที่คำนวณหาปริมาณ Mass loss เทียบกับเวลา เพื่อปรับ Heating rate ขึ้น/ลง อย่างอัตโนมัติตลอดการทดลอง

1. การตั้ง Program

1.1 ตั้ง Start Temperature , End Temperature และ Heating rate ตามที่ต้องการทดสอบ

1.2 คลิกขวาที่เส้น Temperature program และเลือก MaxRes



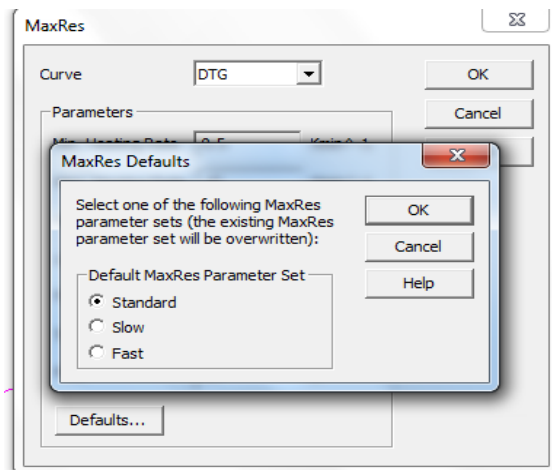
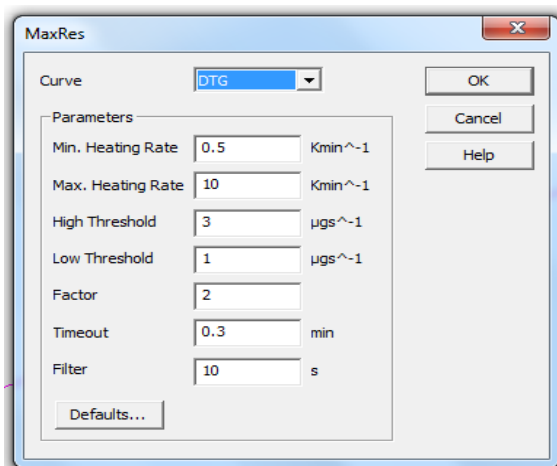
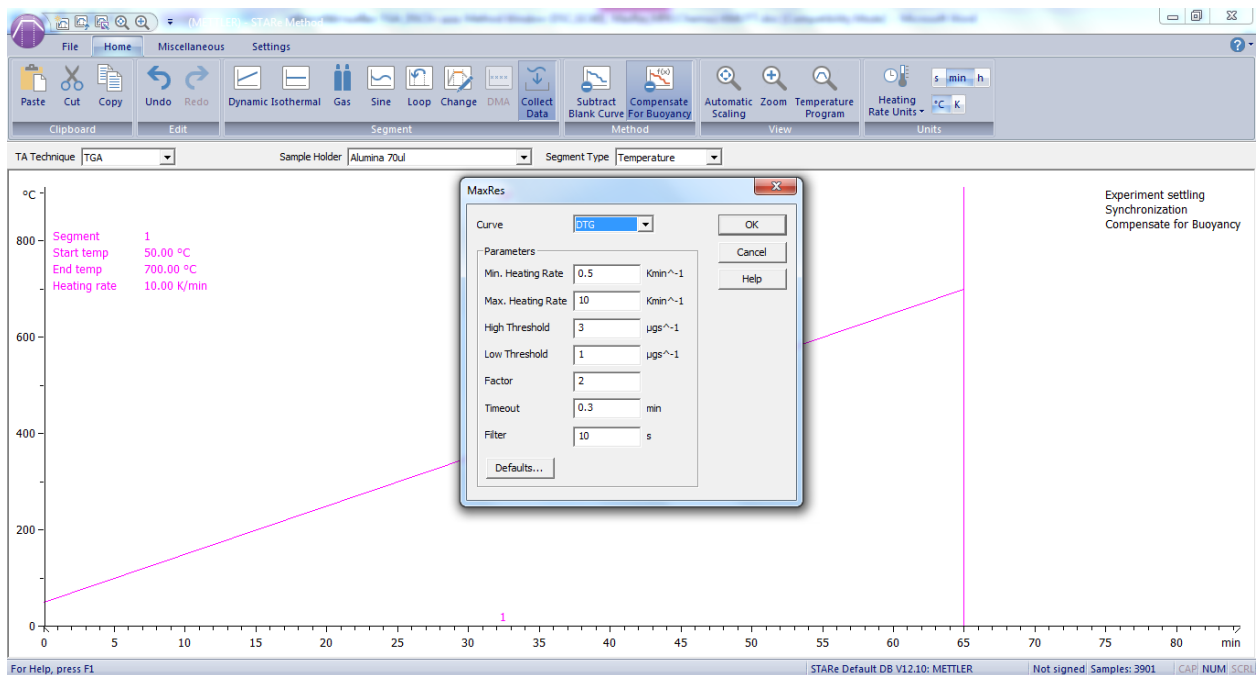
เลือกประเภทการทดสอบ

None = Program MaxRes ไม่ทำงาน

DTA = การศึกษาการเปลี่ยนแปลงของน้ำหนัก --> Curve TGA (Weight Change)

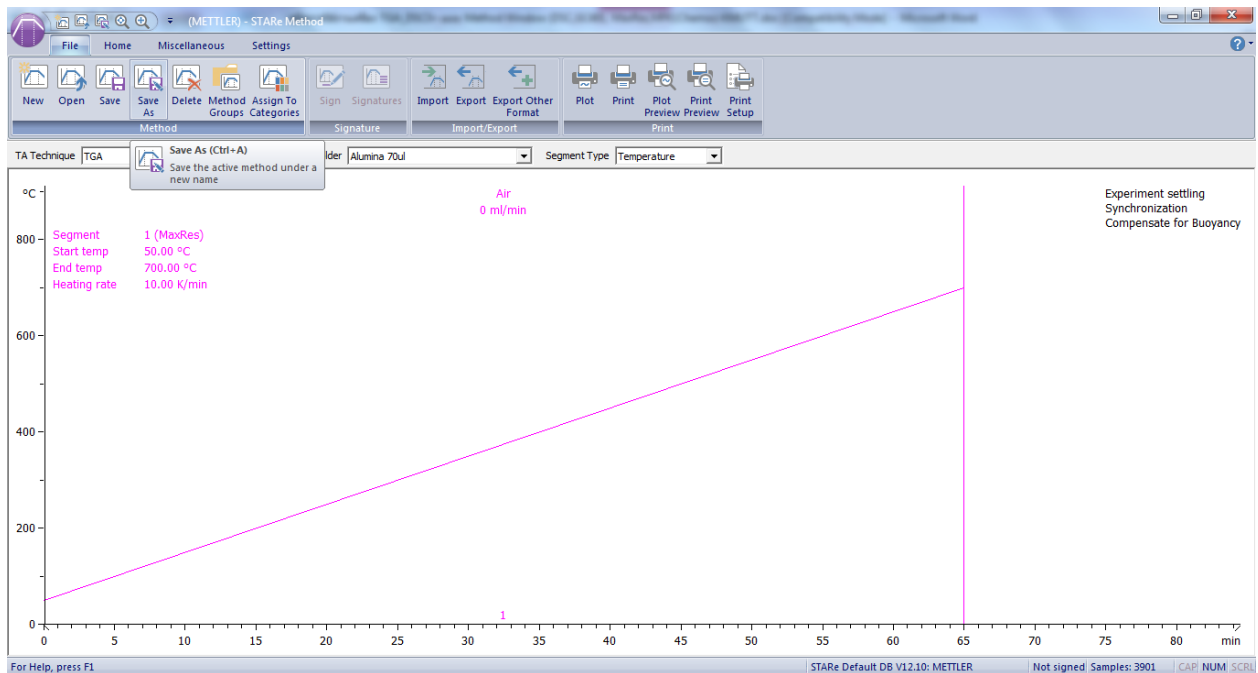
SDTA = การศึกษาการเปลี่ยนแปลงของ Heat Flow --> Heat Flow Change

1.3 สำหรับการทดลองของ TGA ให้เลือก DTA และใส่ Parameter การทดสอบดังต่อไปนี้



- 1.3.1 กำหนดช่วงกว้าง Minimum และ Maximum ของ Heating rate
 - 1.3.2 กำหนดช่วงกว้างของน้ำหนักหรือปริมาณน้ำหนักที่เปลี่ยนแปลงไป ที่ช่อง High และ Low Threshold
 - 1.3.3 กำหนด Step การลดลง/เพิ่มขึ้น ของ Heating rate เมื่อ Software พบการเปลี่ยนแปลงของน้ำหนักตาม Threshold ที่กำหนด
 - 1.3.4 กำหนดเวลาของการเปลี่ยนแปลง Heating rate เมื่อ Software พบการเปลี่ยนแปลงของน้ำหนักตาม Threshold ที่กำหนด *** Heating rate จะไม่เปลี่ยนแปลงในช่วงเวลาของ Time out ***
 - 1.3.5 กำหนด Filer คือ Smooth curve เพื่อช่วยในการวิเคราะห์ Curve ที่ง่ายขึ้น
 - 1.3.6 คลิกที่ Defaults เพื่อระบุระดับความละเอียดของการทดลอง
- Standard = Standard measurement with good resolution
- Slow = Slow measurement with very high resolution. Above all suitable for weak effects that lie close to one another.
- Fast = Rapid measurement with lower resolution

1.4 เมื่อสร้างการทดลองเสร็จเรียบร้อยแล้วให้ Save Method ตามปกติ คำสั่ง File เลือก Save as



1.5 การทำการทดลอง

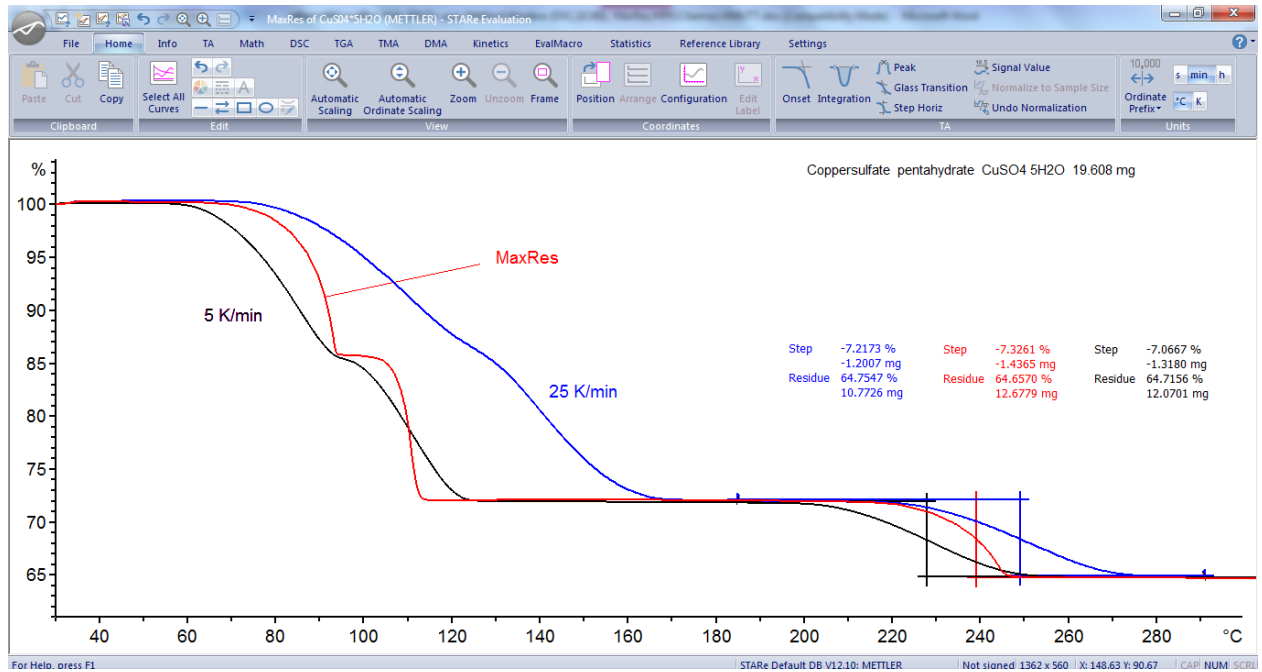
เปิด Experiment window และ Sent Experiment ตามปกติ

The screenshot shows the METTLER STARe Experiment software interface for 'Sample 1_MaxRes'. The 'TA Technique' is set to TGA, and the 'Method' is 'Test_MaeRes'. The 'Start Temperature' is 50 °C, and the 'Sample Holder' is 'Alumina 70ul'. The 'Pan Weight' is 0 mg. The 'Sample Preparation' section is empty. The 'Sample' section shows the 'Name' as 'Sample 1_MaxRes', 'Weight' as 0 mg, and 'Position' as 0. The 'First Measurement Value' checkbox is checked. The 'Order Number' and 'LIMS Order' fields are empty. The 'Customer...' and 'Remarks...' fields are also empty. The 'Module' is set to 'TGA/DSC 3+ Simulator'. The 'Send Experiment' button is visible at the bottom right.

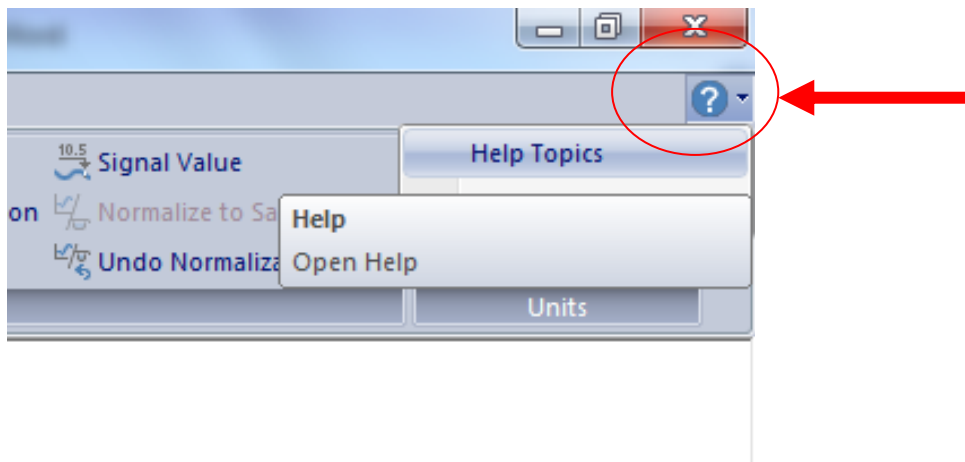
1.6 การวิเคราะห์ผลการทดลอง

1.6.1 เปิด Evaluation window และ Open curve

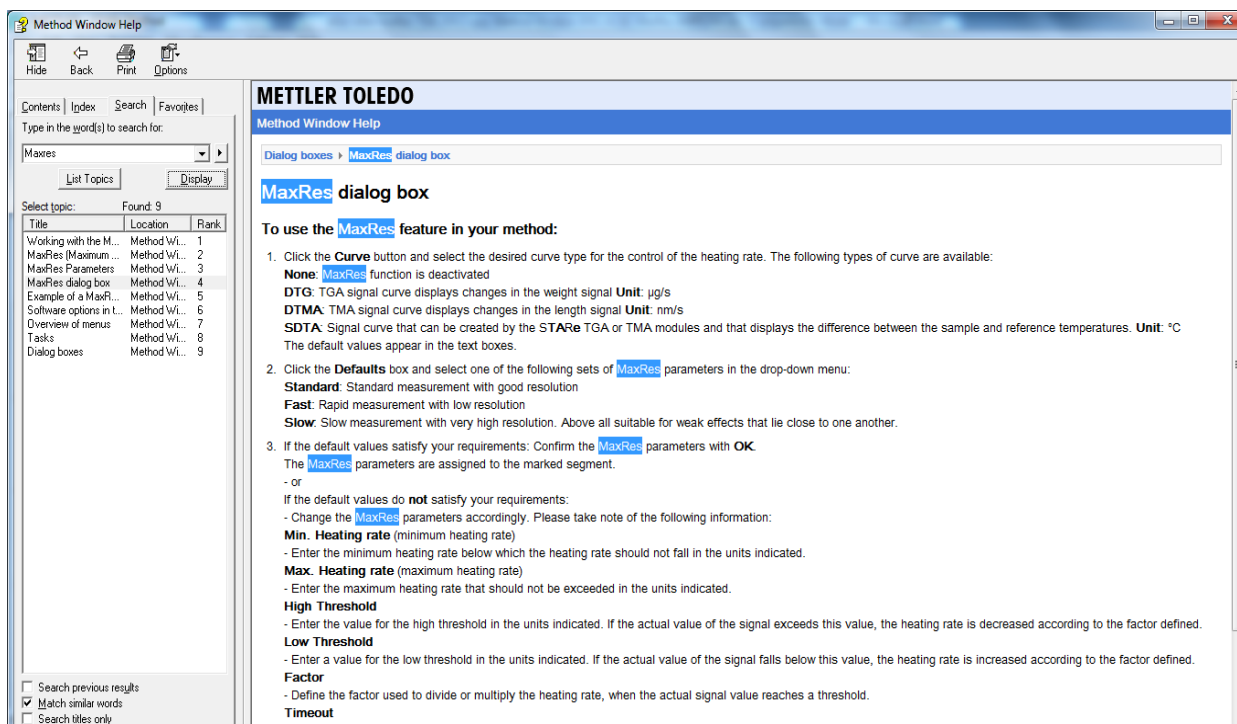
1.6.2 วิเคราะห์กราฟ Step Horizontal ตามปกติ



ข้อมูลเพิ่มเติมของ MaxRes สามารถเข้าไปศึกษา ได้ที่ Help Topics



1. ไปที่ Search และกรอก MaxRes และคลิก List Topics
2. เลือก Topics ที่สนใจ และคลิก Display



Advance Function: การทำการทดลอง Kinetic ด้วย Model Free Kinetic

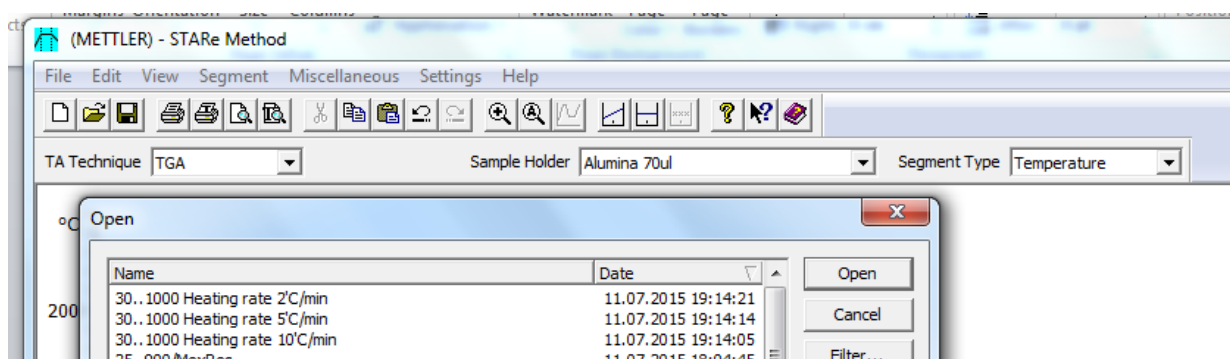
Program Kinetic คือ Program ศึกษาคุณสมบัติทางจลนพลศาสตร์ของสารตัวอย่าง ซึ่งคุณสมบัติดังกล่าวจะขึ้นอยู่กับอุณหภูมิและแก๊สที่ใช้ในการทดสอบเท่านั้น ตัวอย่างเช่น Shelf life ของสารตัวอย่าง

1. การตั้ง Program

1.1 ตั้ง Program ที่ Method window เป็น Dynamic หรือ Isothermal (อย่างใดอย่างหนึ่ง)

1.2 การทดลองนี้ต้องมีข้อมูลอย่างต่ำ 3-5 Heating rate ที่แตกต่างกัน

นั่นหมายถึงต้องสร้าง Method ที่มี Heating rate ต่างกัน 3 Method ขึ้นไป



2. ส่งการทดลอง

2.1 ต้องทำการทดลอง 3 Heating rate / 1 ตัวอย่าง เป็นอย่างต่ำ

2.2 ไปที่ Experiment window และส่งการทดลองของทั้ง 3 Heating rate

** ในกรณีที่ทำการทดลองจากโปรแกรม การสร้างโปรแกรมอุณหภูมิแบบใช้ Compensate for Buoyancy จะไม่มีขั้นตอนการทำ Blank curve **

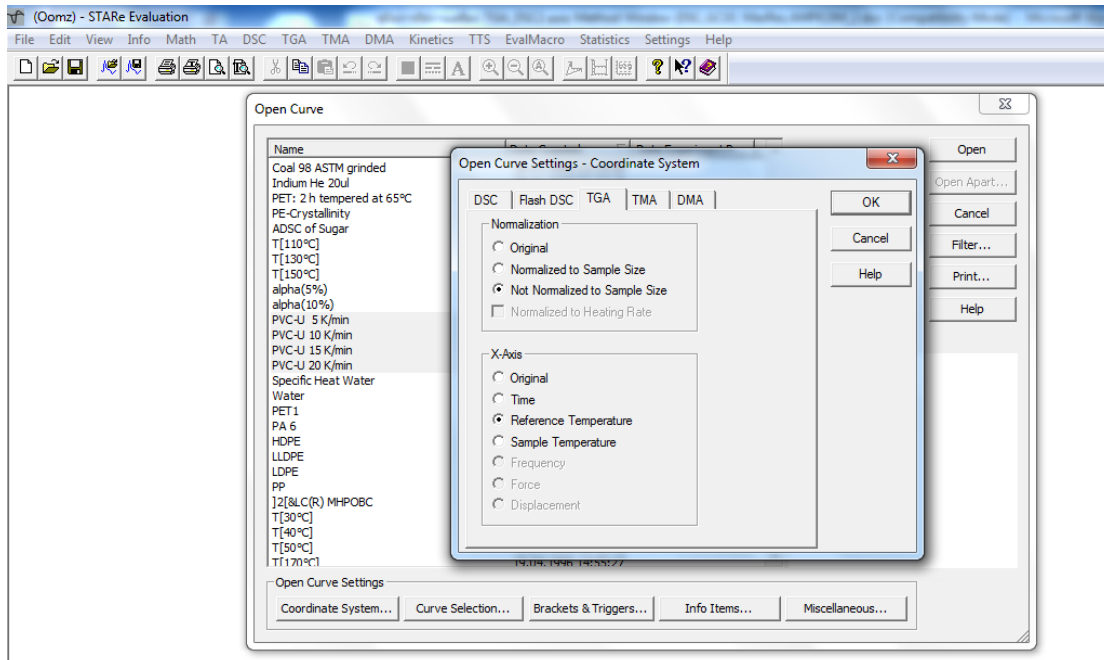
TGA (METTLER) - TGA/DSC2_N2_Air							
File	Edit	View	Control	Calib/Adjust	Settings	Service	Help
Experiments - performed Experiment - on module Experiments - pending Blank_Kinetic_2°C/min (METTLER) Sample1_Kinetic (METTLER) Blank_Kinetic_5°C/min (METTLER) Sample1_Kinetic (METTLER) Blank_Kinetic_10°C/min (METTLER) Sample1_Kinetic (METTLER)							
Pos	User	Experiment	Method	Sample Size	Pan Weight		
104 (pending - next)	METTLER	Blank_Kinetic_2°C/min	30..1000 Heating rate 2°C/min	0.0000 mg	0.0000 mg		
A 103 (pending)	METTLER	Sample 1_Kinetic	30..1000 Heating rate 2°C/min	0.0000 mg	0.0000 mg		
A 105 (pending)	METTLER	Blank_Kinetic_5°C/min	30..1000 Heating rate 5°C/min	0.0000 mg	0.0000 mg		
A 102 (pending)	METTLER	Sample 1_Kinetic	30..1000 Heating rate 5°C/min	0.0000 mg	0.0000 mg		
A 106 (pending)	METTLER	Blank_Kinetic_10°C/min	30..1000 Heating rate 10°C/min	0.0000 mg	0.0000 mg		
A 101 (pending)	METTLER	Sample 1_Kinetic	30..1000 Heating rate 10°C/min	0.0000 mg	0.0000 mg		

3. การวิเคราะห์ผลการทดลอง

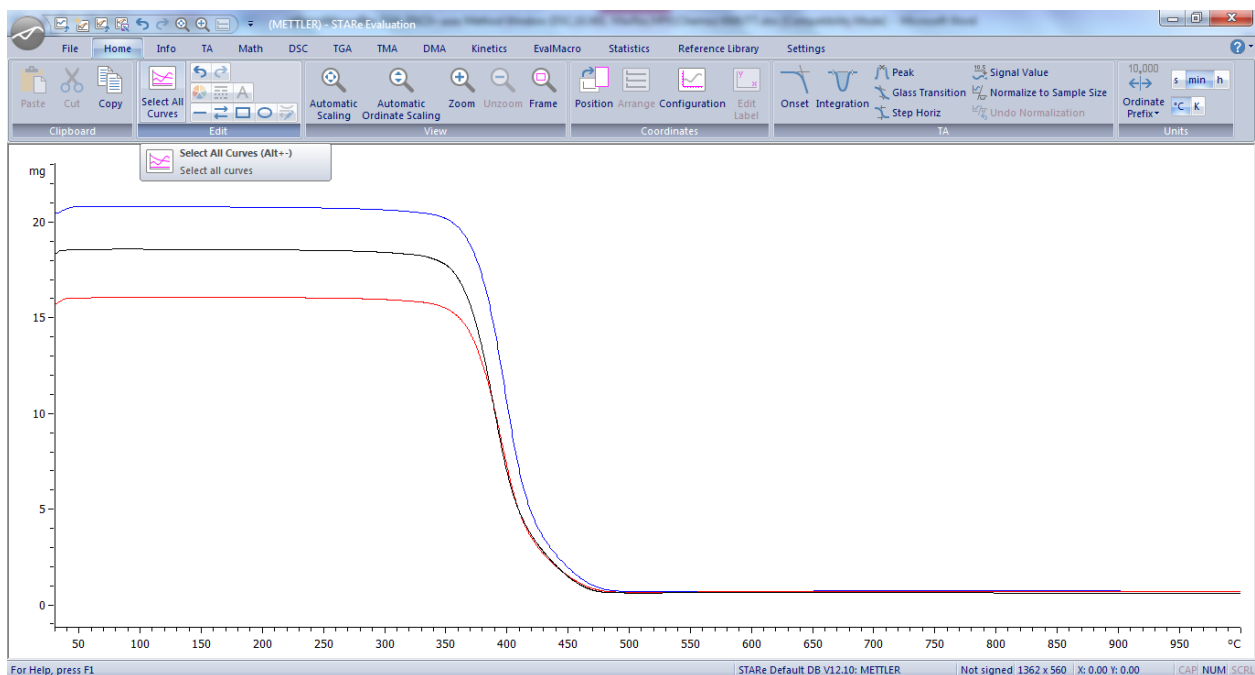
3.1 ไปที่ Evaluation window

3.2 Open curve ทั้ง 3 Heating rate โดยเลือกแกน X ให้เป็น Reference Temperature และแกน Y เป็น Not Normalize to sample size

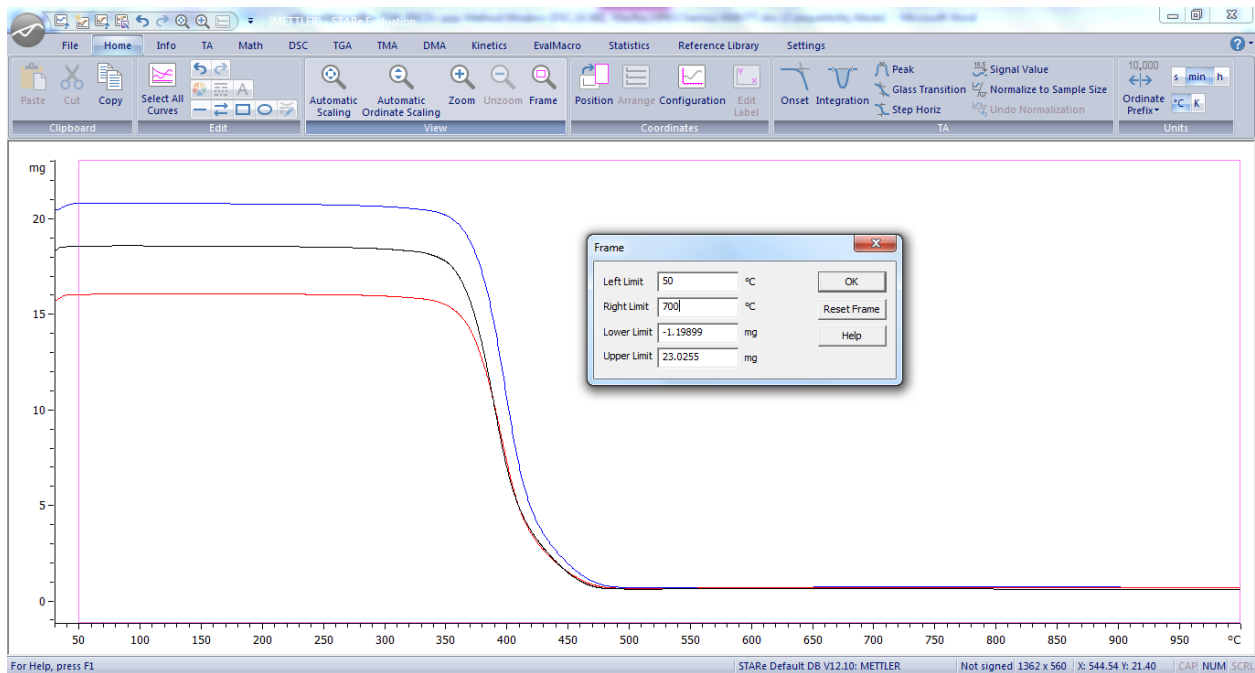
3.3 หักลบ Blank curve ให้เรียบร้อย



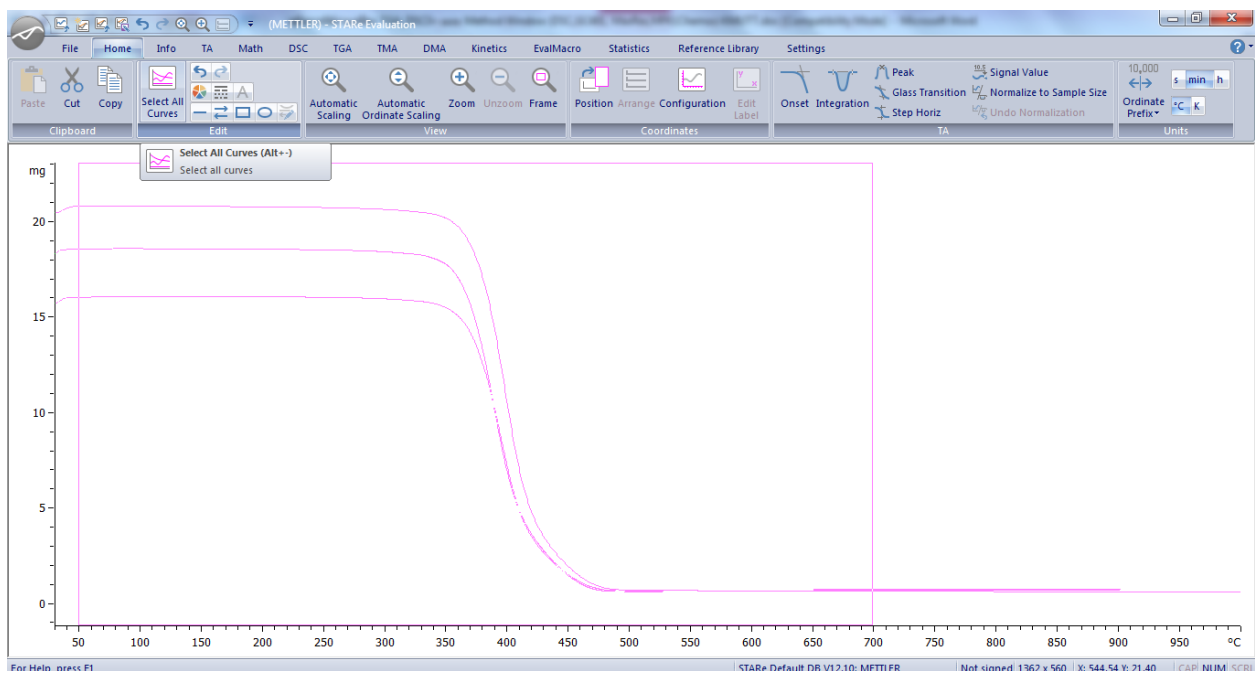
4. เมื่อ Open Curve กราฟทั้ง 3 เรียบร้อยแล้ว ไปที่คำสั่ง Home และเลือก Select All curve



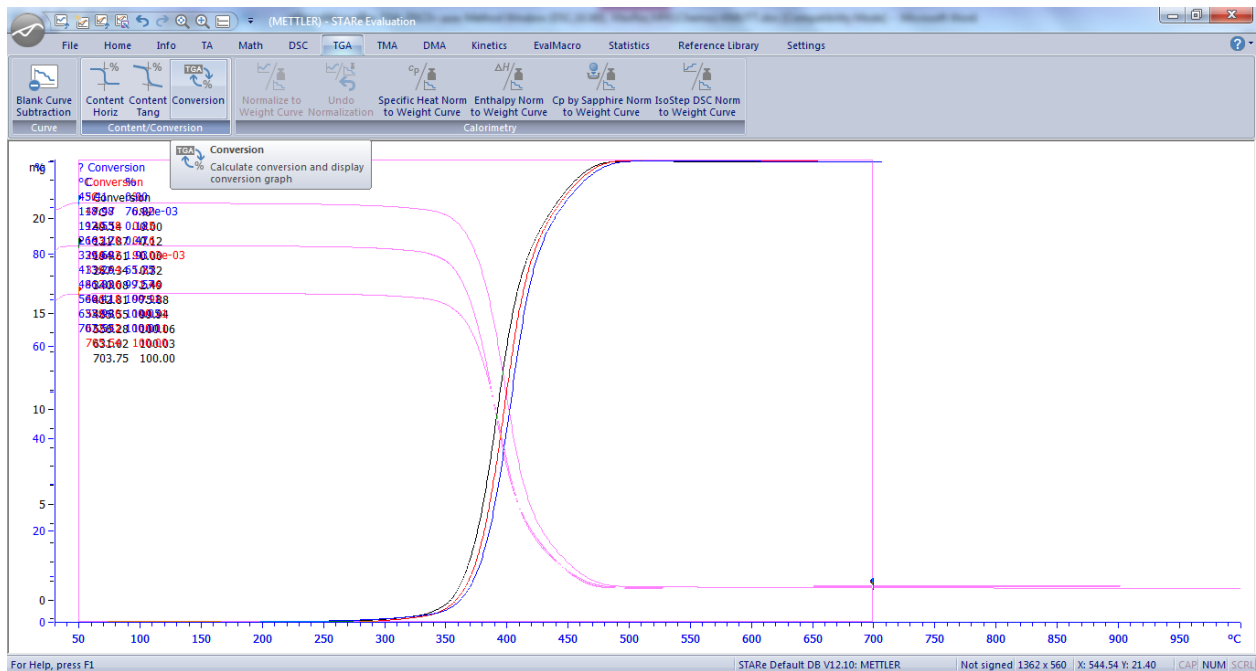
5. เลือก Frame เพื่อกำหนดขอบเขตการวิเคราะห์ (ของอุณหภูมิและน้ำหนัก) โดยขอบเขตการวิเคราะห์ต้องครอบคลุมทั้ง 3 กราฟ
6. จากนั้นไปที่คำสั่ง Math และเลือก Cut to Frame



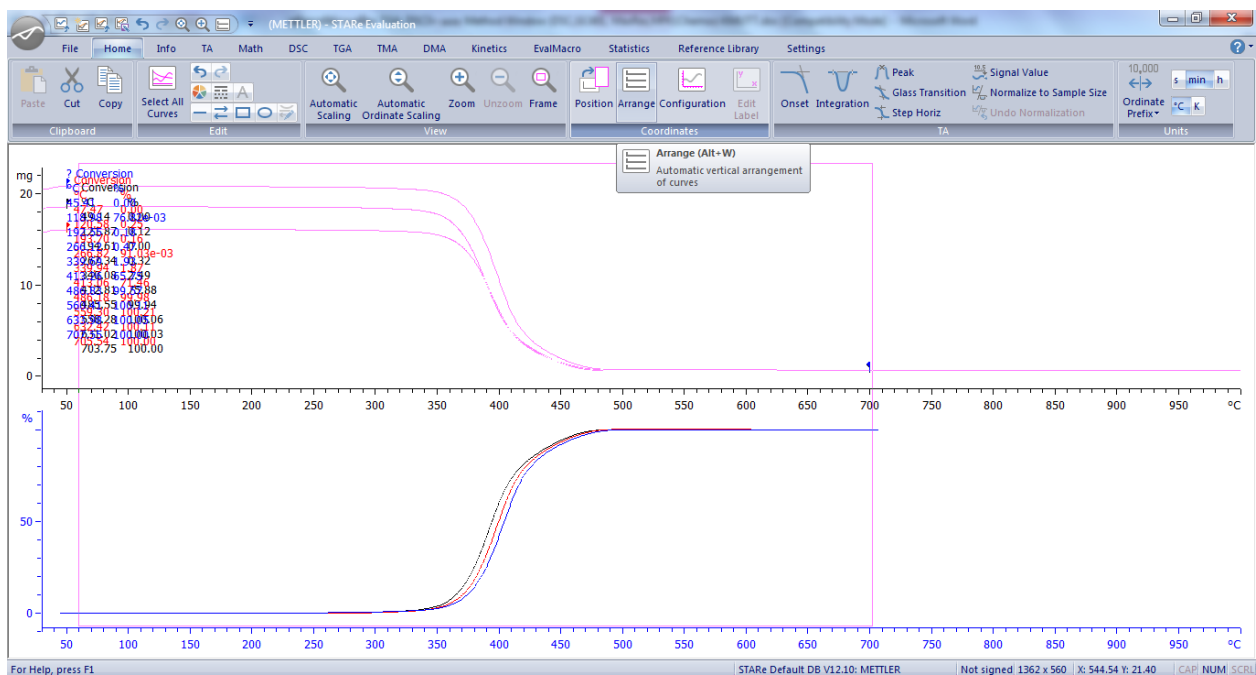
7. ไปที่คำสั่ง Home เลือก Select All curve กราฟทั้งหมดจะกลายเป็นสีชมพู



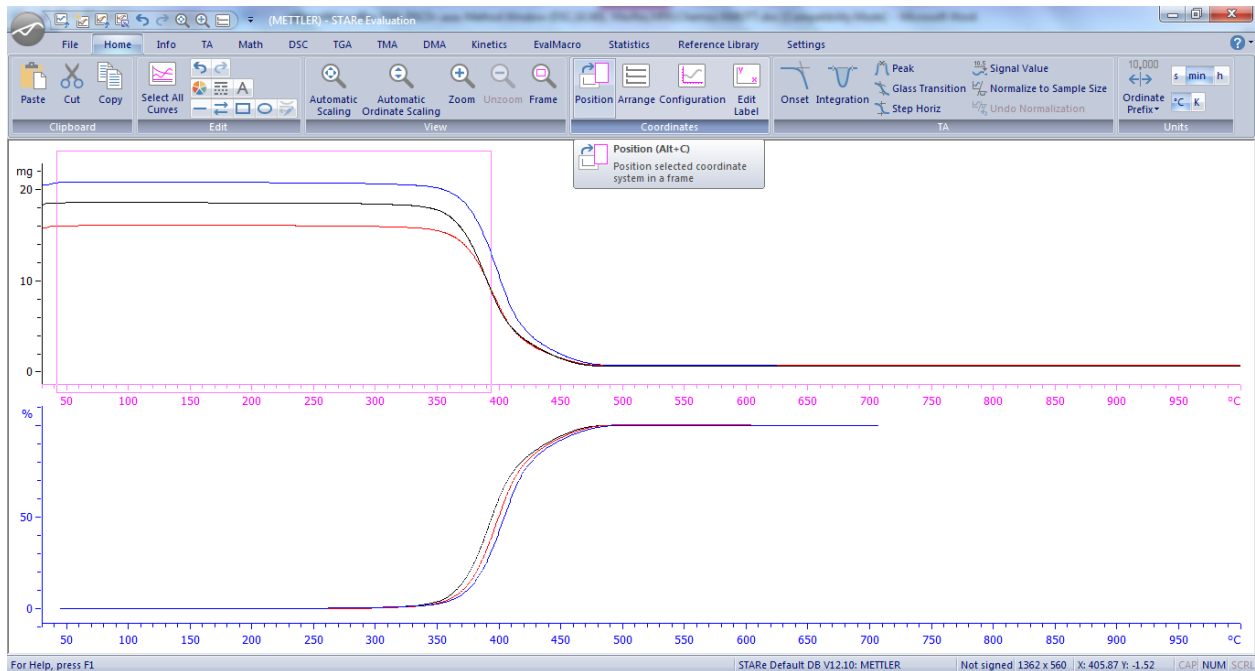
8. ไปที่คำสั่ง TGA และตามด้วย Conversion ซึ่ง Software จะคำนวณกราฟ Conversion ขึ้นมาซึ่งจะซ้อนทับกับกราฟเดิม



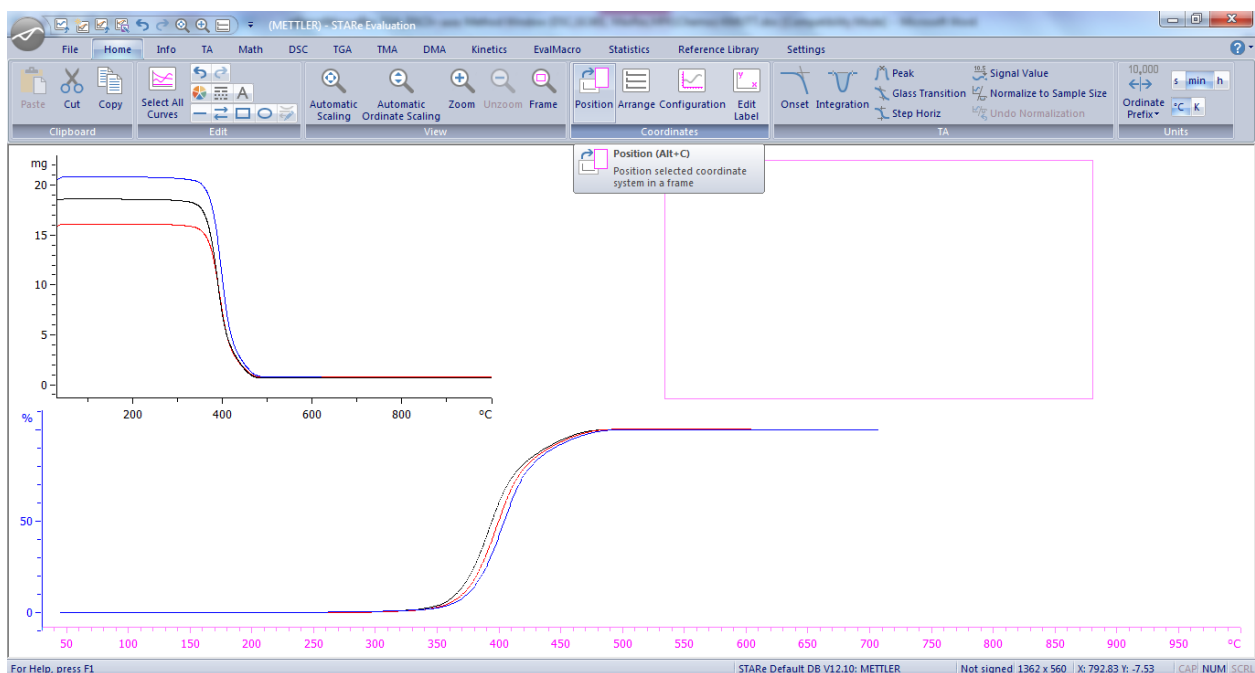
9. ทำการแยกแกน ไปที่คำสั่ง Home เลือก Arrange กราฟ Conversion จะออกจากกราฟ Sample weight
10. Delete ข้อความที่ไม่ต้องการใช้

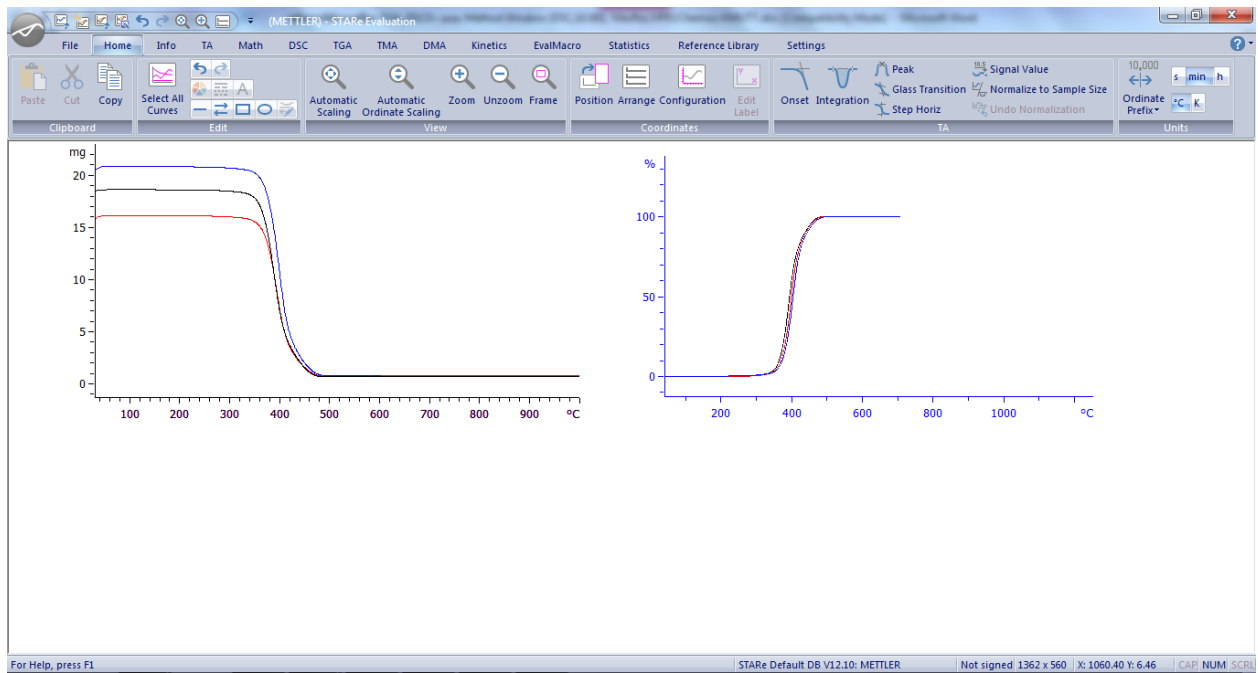


11. ปรับตำแหน่ง (position) ของกราฟด้วยการใช้เมาส์ลากเป็นพื้นที่สี่เหลี่ยม ในบริเวณที่ต้องการ
12. คลิกแกน X ของกราฟที่ต้องการ
13. ไปที่คำสั่ง Home เลือก Position



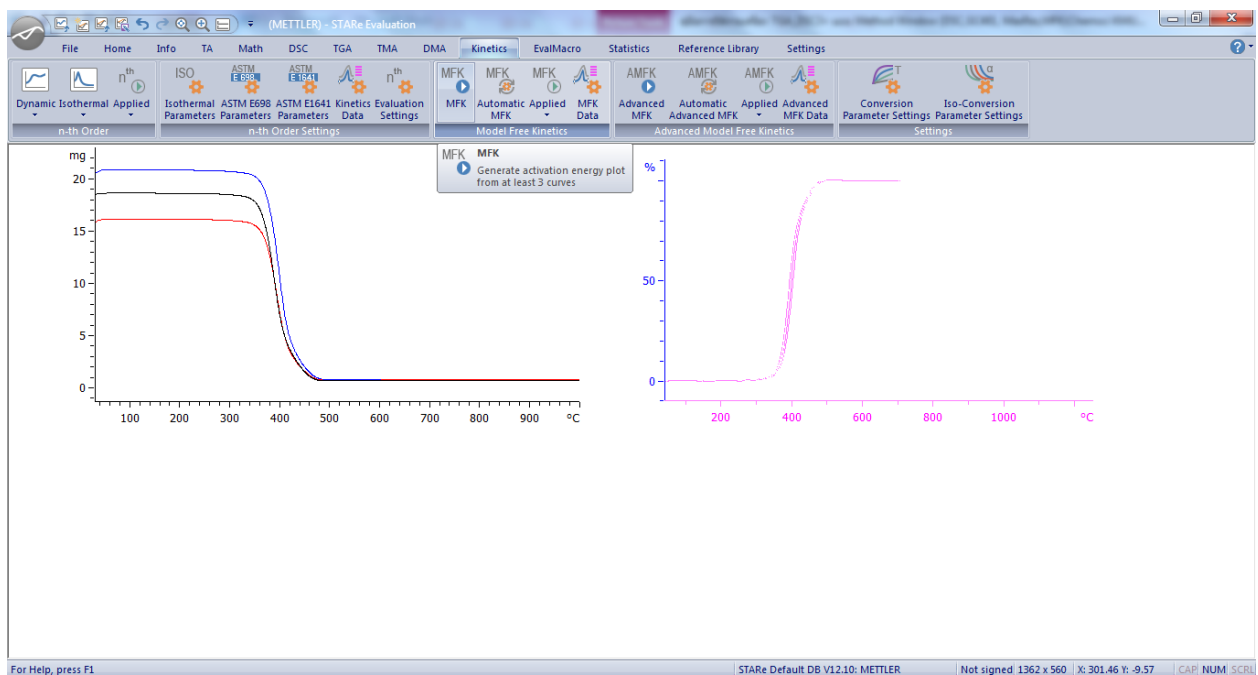
14. ผลของการปรับตำแหน่งกราฟ จะได้รูปด้านล่าง
15. ซึ่งการปรับตำแหน่งของกราฟ ไม่จำกัดจำนวนครั้ง สามารถปรับได้ตามต้องการ



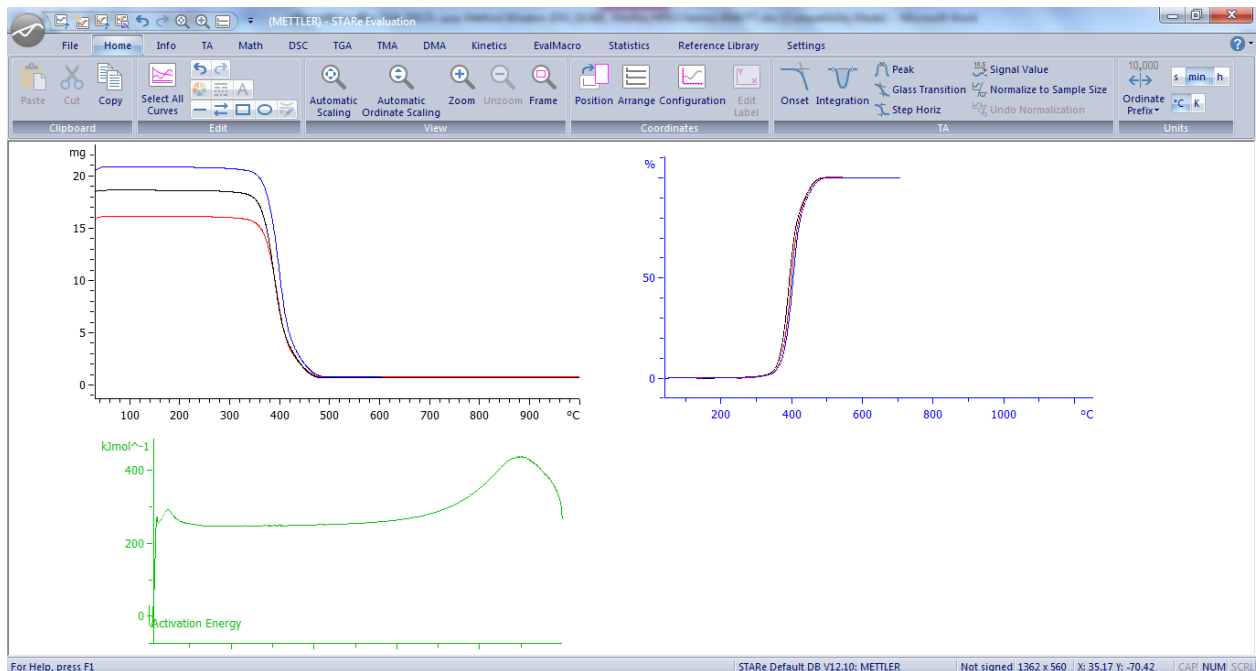


16. คลิก แกน X ของ Conversion curve และไปที่คำสั่ง Home เลือก Select All curve

17. ตามด้วยไปที่คำสั่ง Kinetic เลือก MFK



18. จะได้กราฟของ Activated Energy



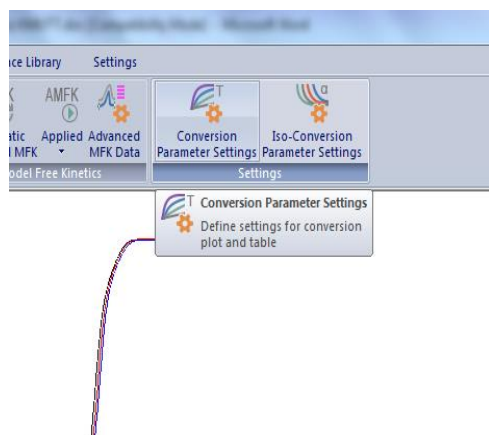
19. คลิกที่เส้นกราฟของ Activated Energy ให้เป็นสีชมพู

20. ที่คำสั่ง Kinetic เลือก Conversion Parameter Settings.. → กรอก Parameters ของ เวลา, อุณหภูมิ และ Conversion rate ที่ต้องการทราบข้อมูล

Time : คือระยะเวลาทั้งหมดของการเกิด Reaction (ควรใส่กว้างๆไว้ เช่น Time max= 2,000,000 min)

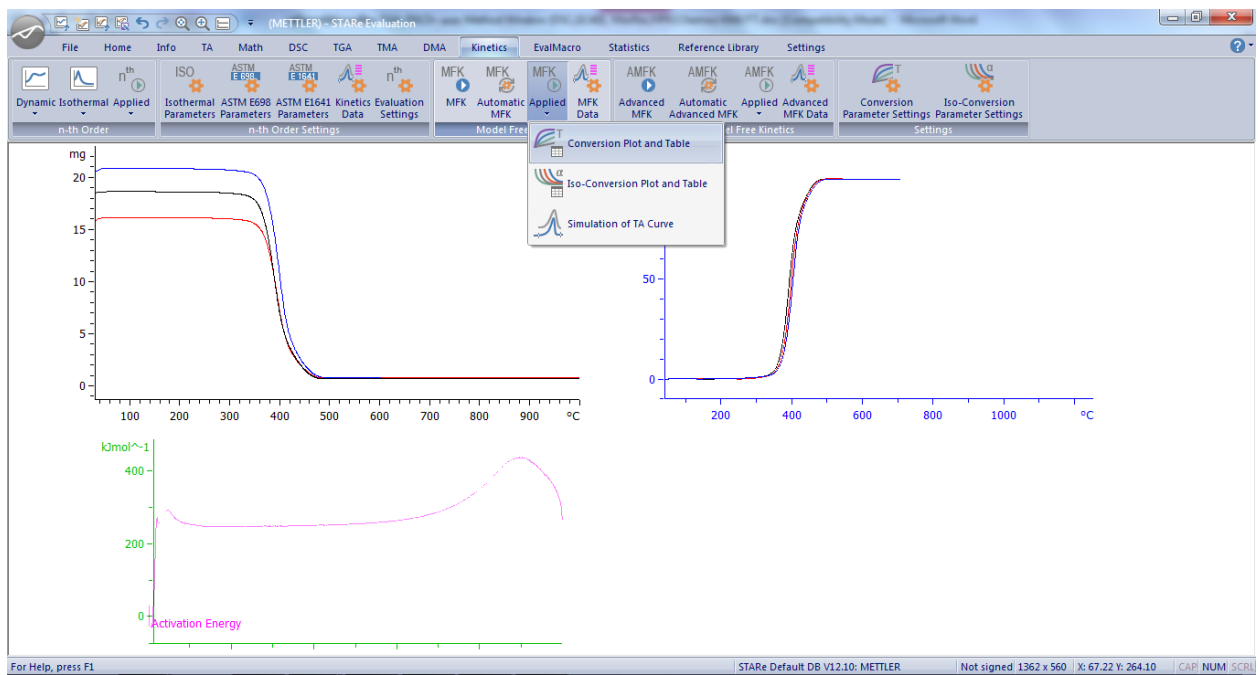
Temperature: คือ จุดอุณหภูมิที่ต้องการศึกษาการเกิดปฏิกิริยา เช่น 10°C, 200°C, 540°C, 560, 700°C, 1000°C

Conversion: คือ Conversion rate ของปฏิกิริยาที่สนใจ เช่น Conversion rate ที่ 0%, 10%, 20%, 50%, 90%, 100%



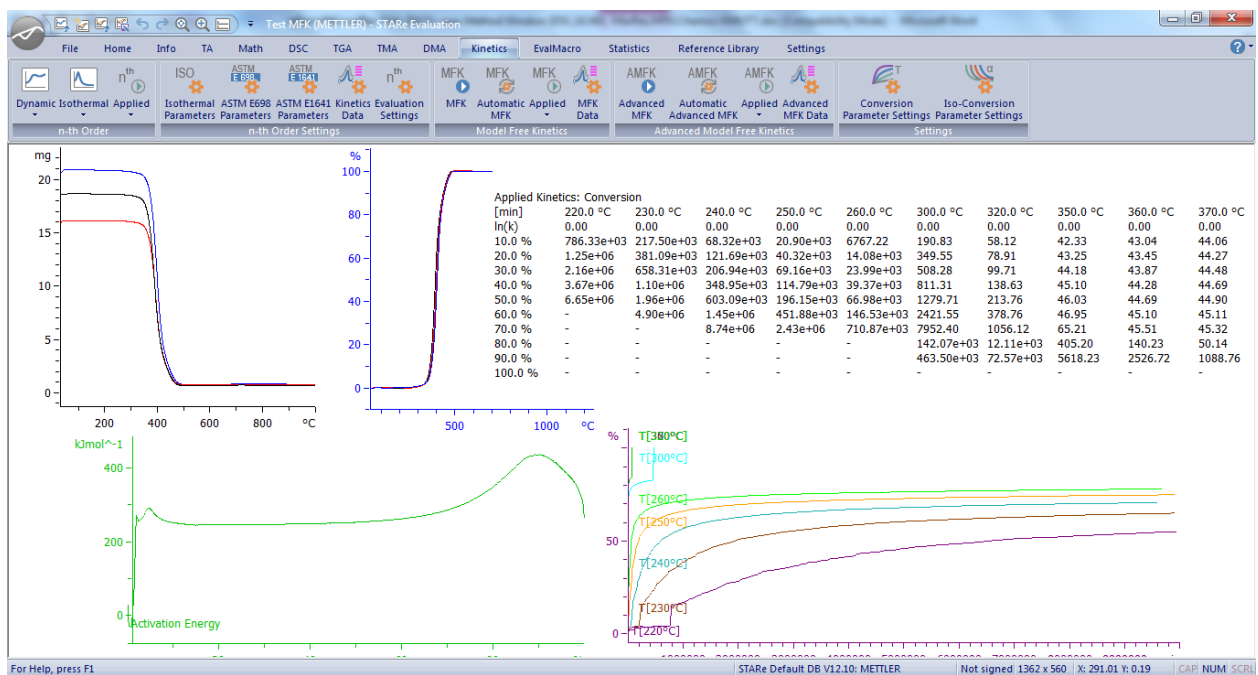
21. เมื่อกำหนด parameter ต่างๆ เรียบร้อยแล้วให้คลิก OK

22. คลิกที่เส้นกราฟของ Activated Energy ให้เป็นสีชมพู ไปที่คำสั่ง Kinetic เลือก Applied Advance MFK --> Conversion Plot and Table



23. ข้อมูลของ Kinetic (กราฟ และ ตารางความสัมพันธ์) จะปรากฏขึ้น ดังรูปด้านล่าง

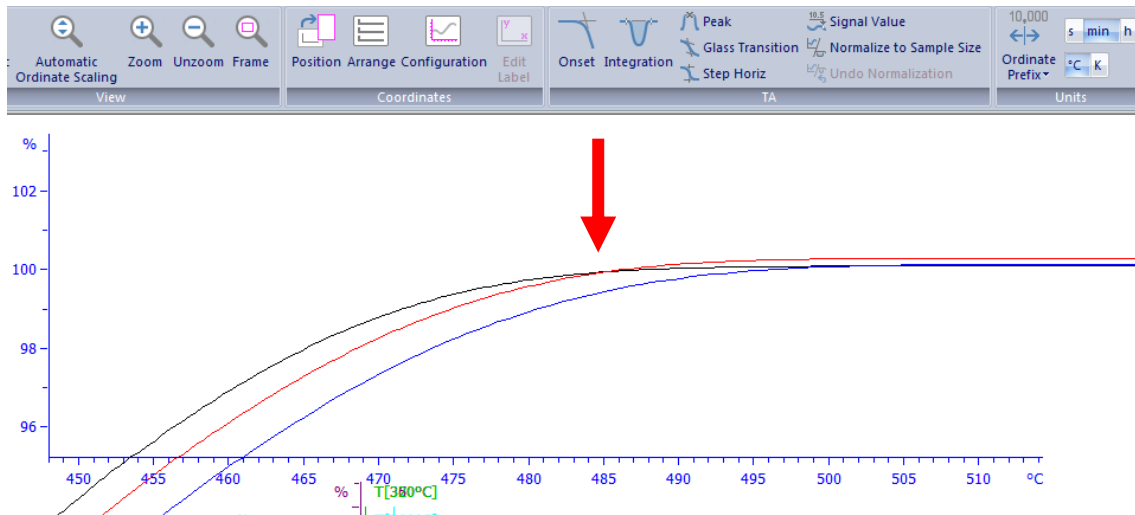
** จัดเรียง position ของกราฟและข้อมูล ตามต้องการ **



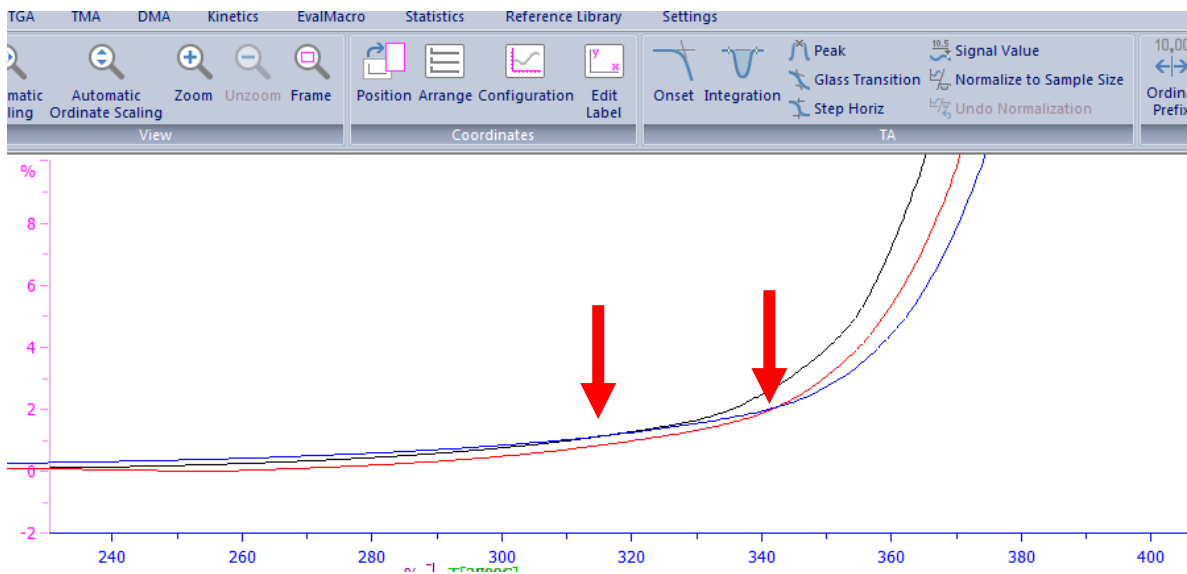
**** Note ****

ในการวิเคราะห์ค่า Kinetic ควรระวังในเรื่องของ การ Cross over ของกราฟแต่ละ Heating rate ดังนั้นควรทดสอบหลายๆ Heating rate เพื่อเลือก set ของเส้นกราฟที่ไม่เกิด Cross over ซึ่งกันและกัน

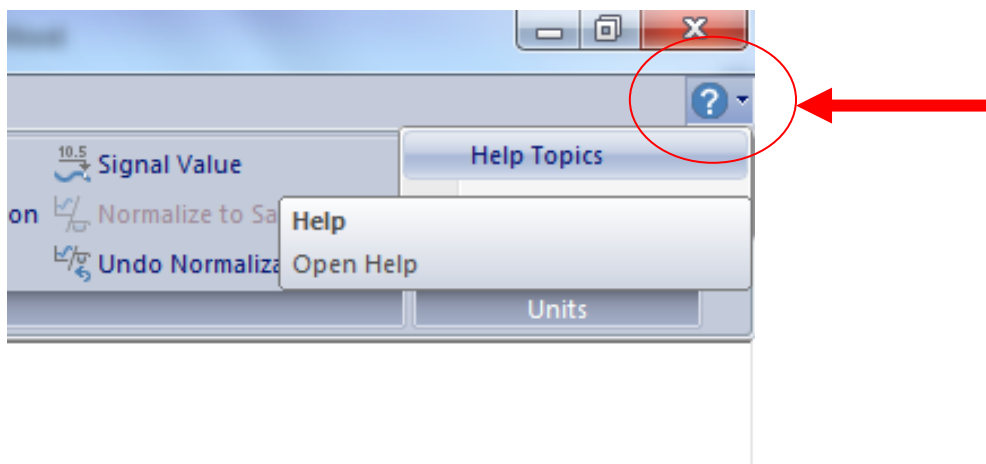
ตัวอย่างกราฟที่เกิด Cross over



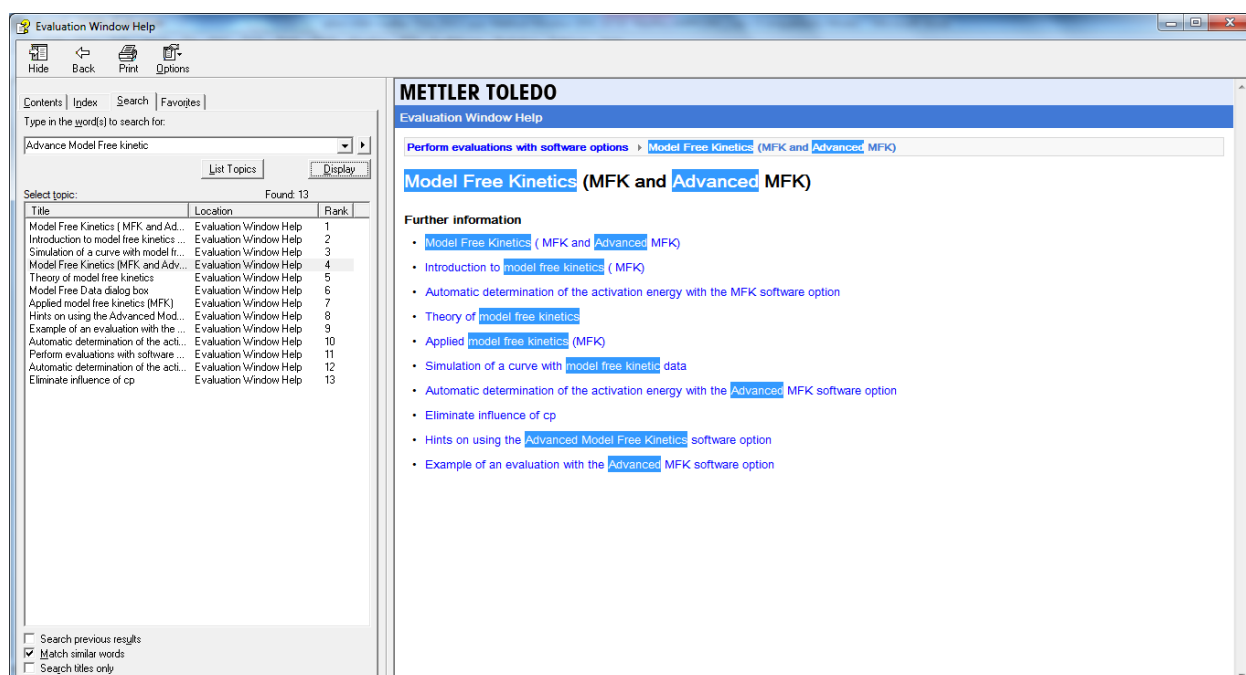
ตัวอย่างกราฟที่เกิด Cross over



ข้อมูลเพิ่มเติมของ Kinetic สามารถเข้าไปศึกษา ได้ที่ Help Topics

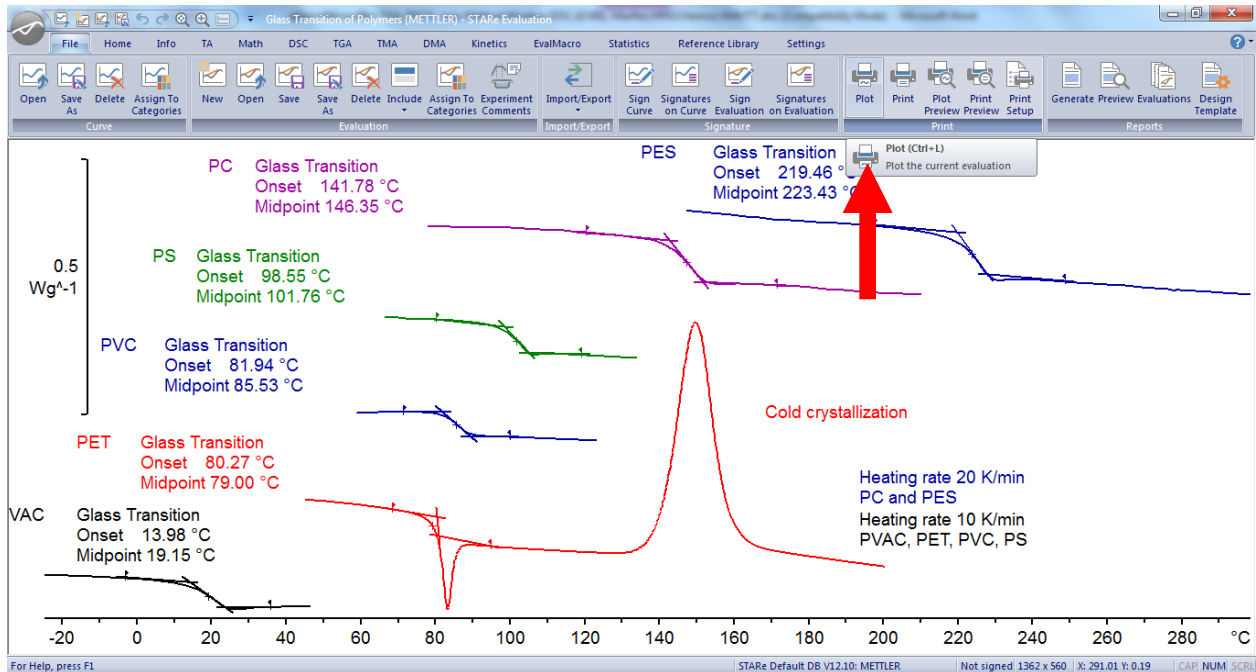


1. ไปที่ Search และใส่ Kinetic หรือ Model Free kinetic หรือ AMKF หรือ MFK และคลิก List Topics
2. เลือก Topics ที่สนใจ และคลิก Display

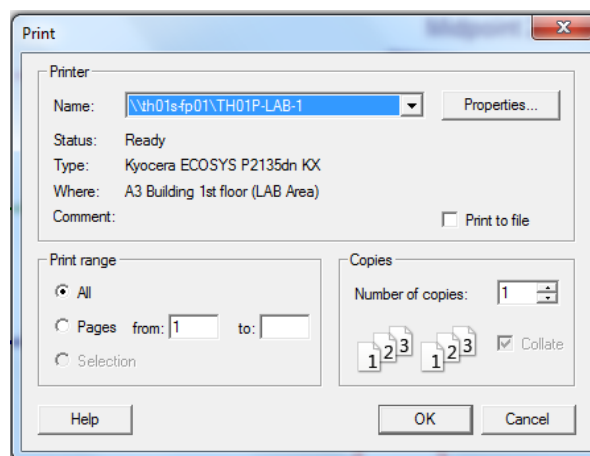


9. การ Print ผลการทดลอง

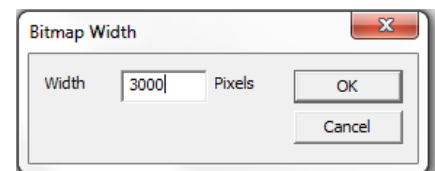
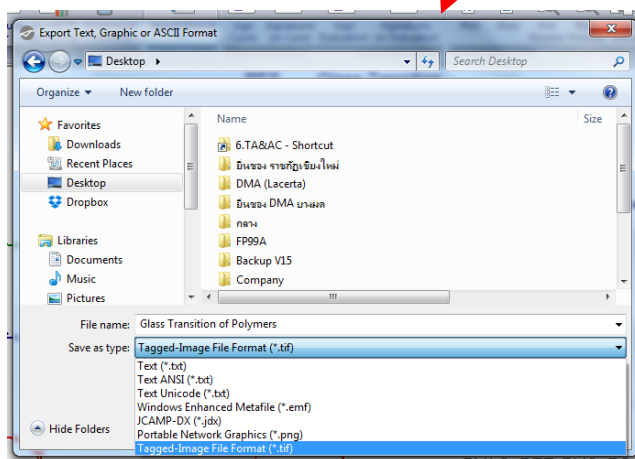
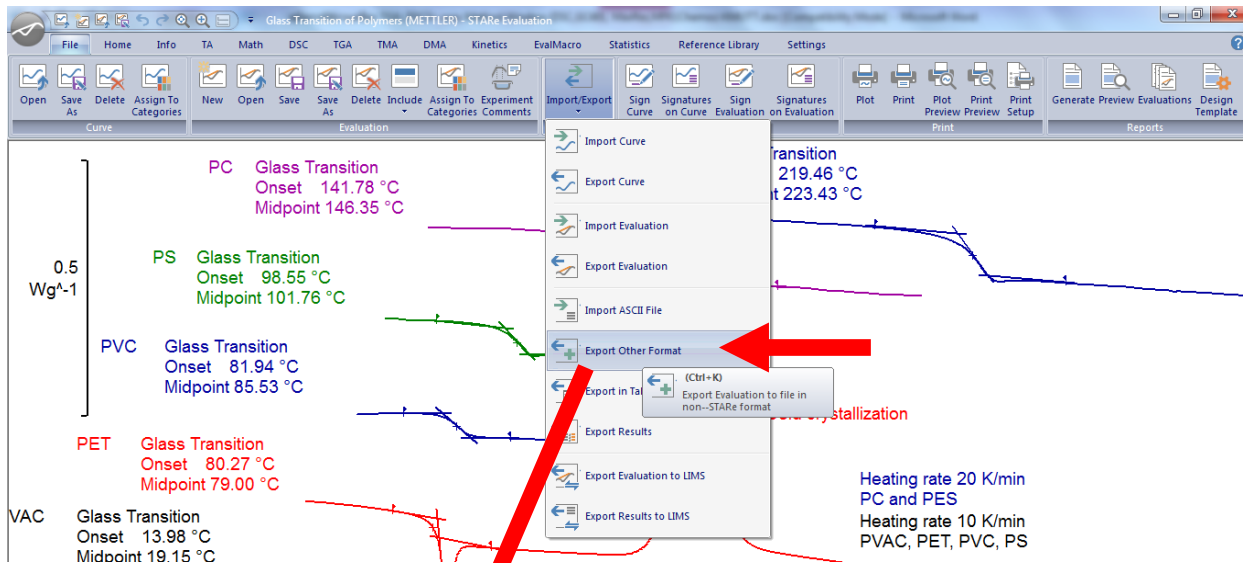
1. เมื่อ evaluate กราฟเรียบร้อยแล้ว
 - 1.1 ต้อง Save ผลการวิเคราะห์ ด้วยการไปที่คำสั่ง File เลือก Save as evaluation
 - 1.2 ข้อมูลดังกล่าวจะไปอยู่ที่ Mode Evaluation แทน ซึ่งสามารถเปิดขึ้นมาแก้ไขใหม่ได้ในภายหลัง
 - 1.3 ต้องการ Print ออกเครื่อง Printer ให้ไปที่คำสั่ง File เลือก Plot เลือกเครื่อง Printer แล้วสั่ง Print



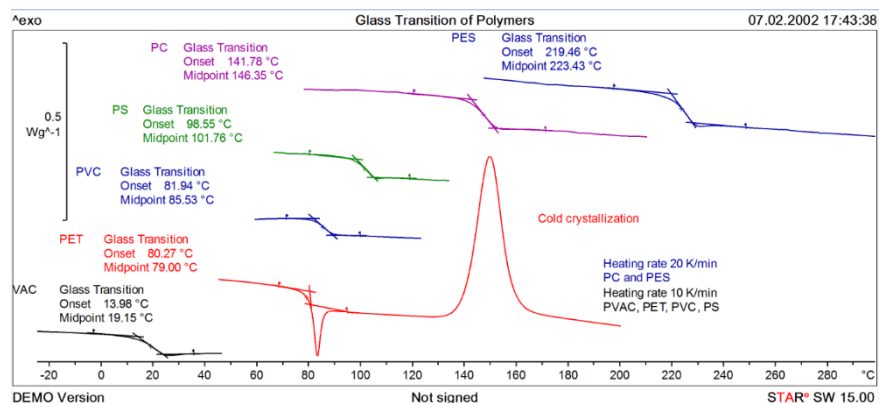
เลือกเครื่อง Printer และ OK



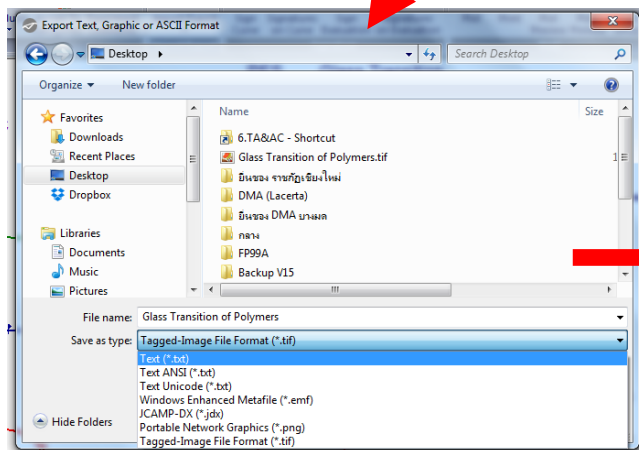
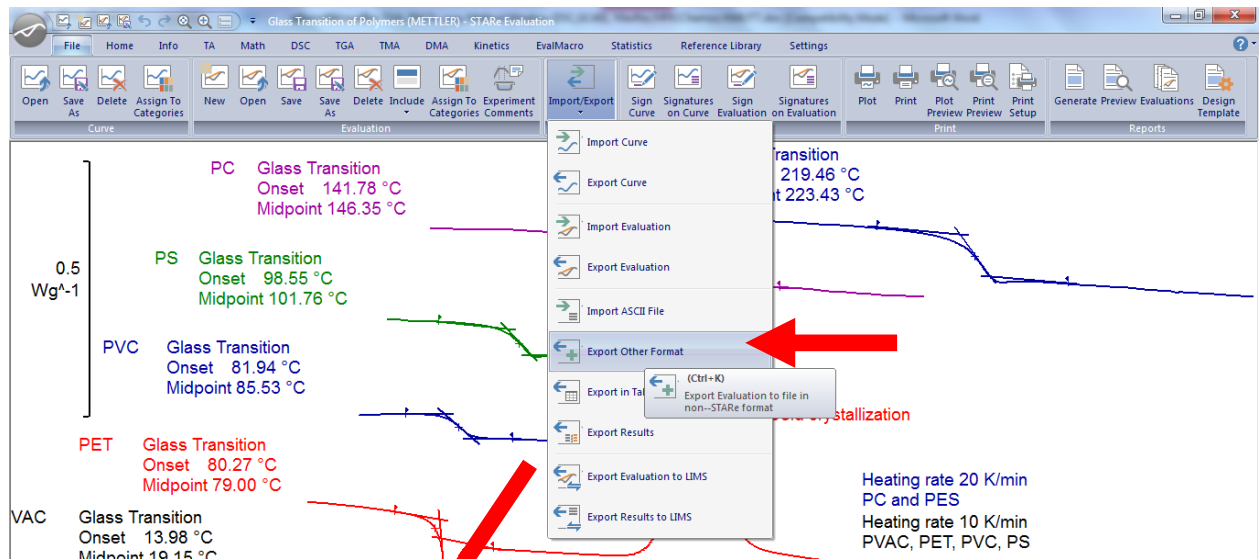
- 1.4 ต้องการ Print ออกเป็น File รูปภาพ ให้ไปที่คำสั่ง File เลือก import/export เลือก export other format เลือก Save ข้อมูลเป็น **นามสกุล .tif**



จากนั้นใส่ค่าความละเอียดของรูปเป็น 3000 Pixel



- 1.5 ต้องการ Print ออกเป็น File คู่ลำดับ ให้ไปที่คำสั่ง File เลือก import/export เลือก export other format เลือก Save ข้อมูลเป็น **นามสกุล .txt**



14.12.2016 15:

Title

Evaluation Categories:

Curve Name:
PC, Makrolon 2405, 22.09.2003 16:50:00

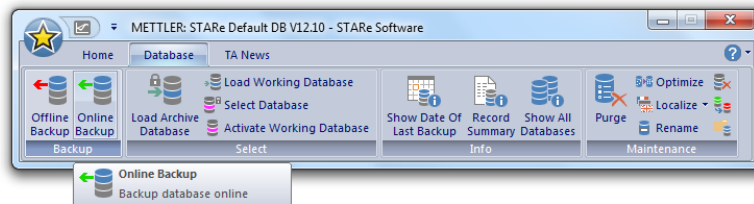
Curve Values:

Index	t [s]	Ts [°C]	Tr [°C]	Value [Wg ⁻¹]
0	144	77.240	78.000	0.144564
1	145	77.580	78.333	0.144565
2	146	77.910	78.667	0.144597
3	147	78.240	79.000	0.144638
4	148	78.580	79.333	0.144637
5	149	78.910	79.667	0.144593
6	150	79.240	80.000	0.144538
7	151	79.580	80.333	0.144482
8	152	79.910	80.667	0.144425
9	153	80.250	81.000	0.144357
10	154	80.580	81.333	0.144277
11	155	80.910	81.667	0.144186
12	156	81.250	82.000	0.144093
13	157	81.580	82.333	0.14401
14	158	81.910	82.667	0.143937
15	159	82.250	83.000	0.143852
16	160	82.580	83.333	0.143765

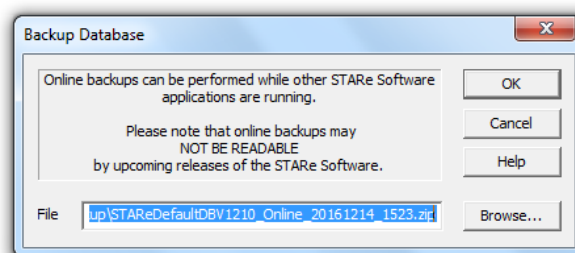
หมายเหตุ ให้นำ File ที่ได้ไปเปิดใน Microsoft Excel

10. การ Backup ข้อมูลการทำการทดลอง *ควรทำทุกครั้งก่อนปิดโปรแกรม

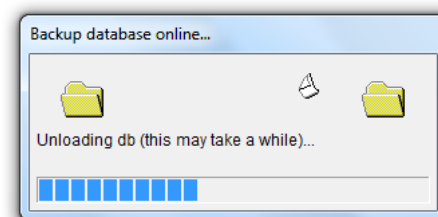
1. ไปที่ METTLER:STARe.... ไปที่คำสั่ง Database /Backup เลือก Online/Offline backup
Online backup: ใช้ในกรณีที่ต้องการ Backup ข้อมูลขณะที่เครื่อง TGA ทำงานอยู่
Office backup: ใช้ในกรณีที่ต้องการ Backup ข้อมูลขณะที่ไม่ได้เปิดเครื่อง TGA



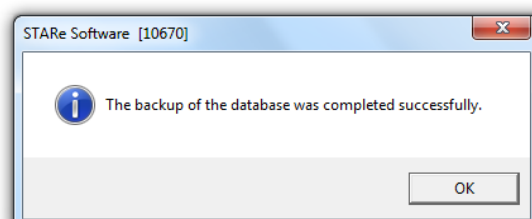
2. หน้าจอจะแสดง Folder ที่ข้อมูลจะไปเก็บไว้ โดยที่ชื่อไฟล์จะแสดงวันที่และเวลาที่ทำการ backup สามารถกดปุ่ม Browse....เพื่อเปลี่ยน folder ที่ต้องการเก็บได้ โดยที่ไม่ต้องเปลี่ยนชื่อไฟล์



3. กด OK โปรแกรมจะเริ่มทำการ Backup ข้อมูลต่างๆ

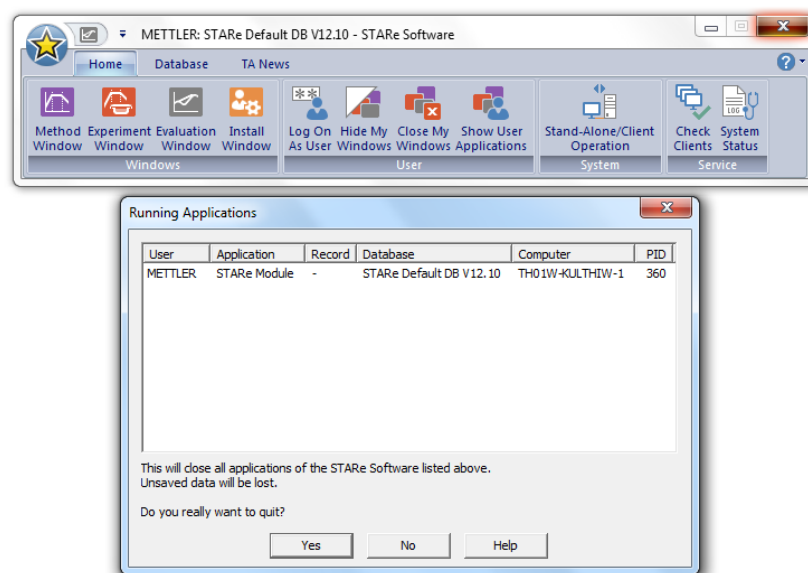


4. เมื่อเสร็จแล้วก็จะแสดงข้อความว่า "Backup was completed successfully" จึงกดปุ่ม OK



11. การปิดโปรแกรม STARe (Exiting STARe SW)

1. ปิดเครื่อง TGA เมื่ออุณหภูมิกลับมาที่ช่วงอุณหภูมิห้องแล้ว
2. ให้ปิดหน้าต่างของ Evaluation ก่อนถ้าเปิดไว้ โดยไปคลิกที่ช่องกากบาททางมุมบนขวามือ
3. ให้ไปที่ METTLER:STARe..... Icon เลือก System และเลือก Exit หน้าจอจะแสดงดังรูป



4. กด Yes เพื่อยืนยันการออกจากโปรแกรม

เพิ่มเติม

12. การทำความสะอาด Furnace/Sensor

1. เปิดวาล์วแก๊ส Oxygen หรือ Air Zero
2. ที่ Experiment window เลือก method สำหรับการ cleaning
(Method name: TGA Cleaning.....)
3. ใส่ชื้อตัวอย่างเป็น clean แล้วกด Send experiment
4. หลังจากนั้นที่มุมล่างซ้ายมือประโยคจะเปลี่ยนจาก Standby temp. ไปเป็น Go to insert temp. รอจนกระทั่งประโยคเปลี่ยนเป็น Please insert sample

ให้กดปุ่ม OK ที่หน้าจอคอมพิวเตอร์ หรือ proceed ที่หน้าจอ Touch screen เครื่อง TGA

**** ในกรณีที่ Sensor สกปรกควรทำความสะอาด โดยให้นำ crucible ออกให้หมด****

**** ในกรณีที่ต้องการ Clean crucible สามารถวาง crucible ได้ทั้งฝั่ง R และ S ด้านละ 1 ถ้วยเท่านั้น****

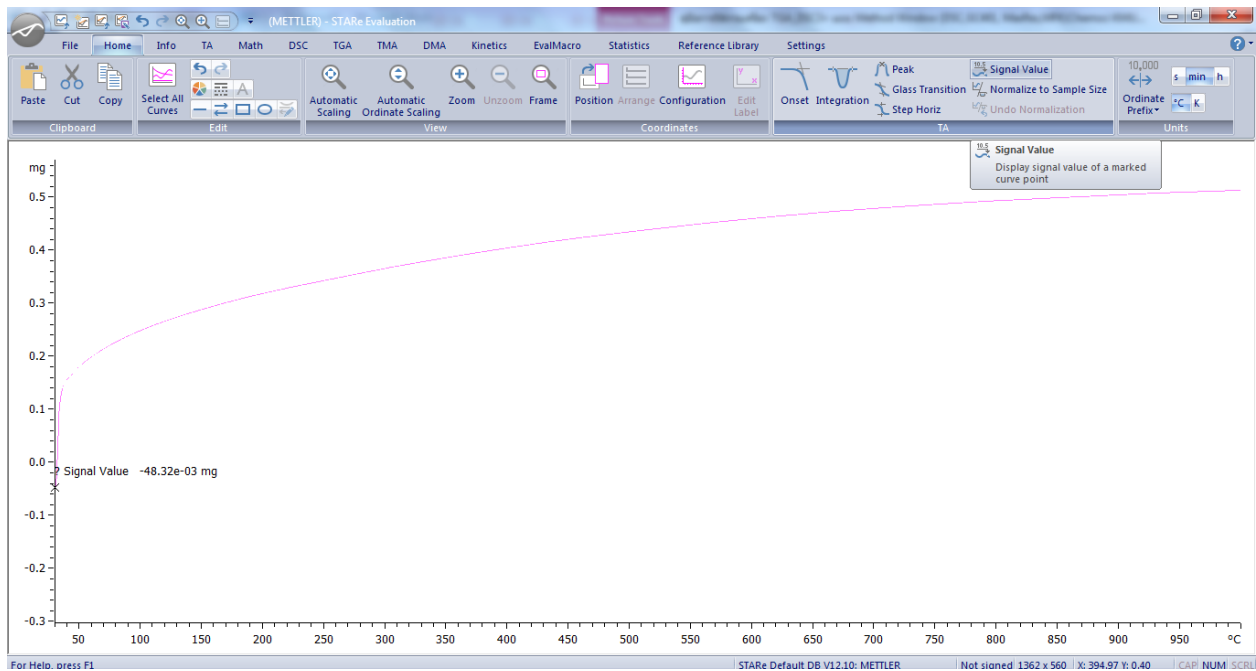
5. จากนั้นประโยคด้านล่างจอจะเปลี่ยนเป็น Measurement และเป็นแถบสีแดง แสดงว่าเครื่องได้เริ่มทำการทำความสะอาดแล้ว เมื่อการทดสอบสิ้นสุด จะเปลี่ยนเป็นแถบสีเขียวและประโยคจะเปลี่ยนเป็น please remove sample กดปุ่ม OK ที่หน้าจอคอมพิวเตอร์ หรือ “Proceed” ที่หน้าจอ Touch Screen อุณหภูมิของเครื่อง TGA จะลดลงจนกระทั่งไปอยู่ที่ Start temp.



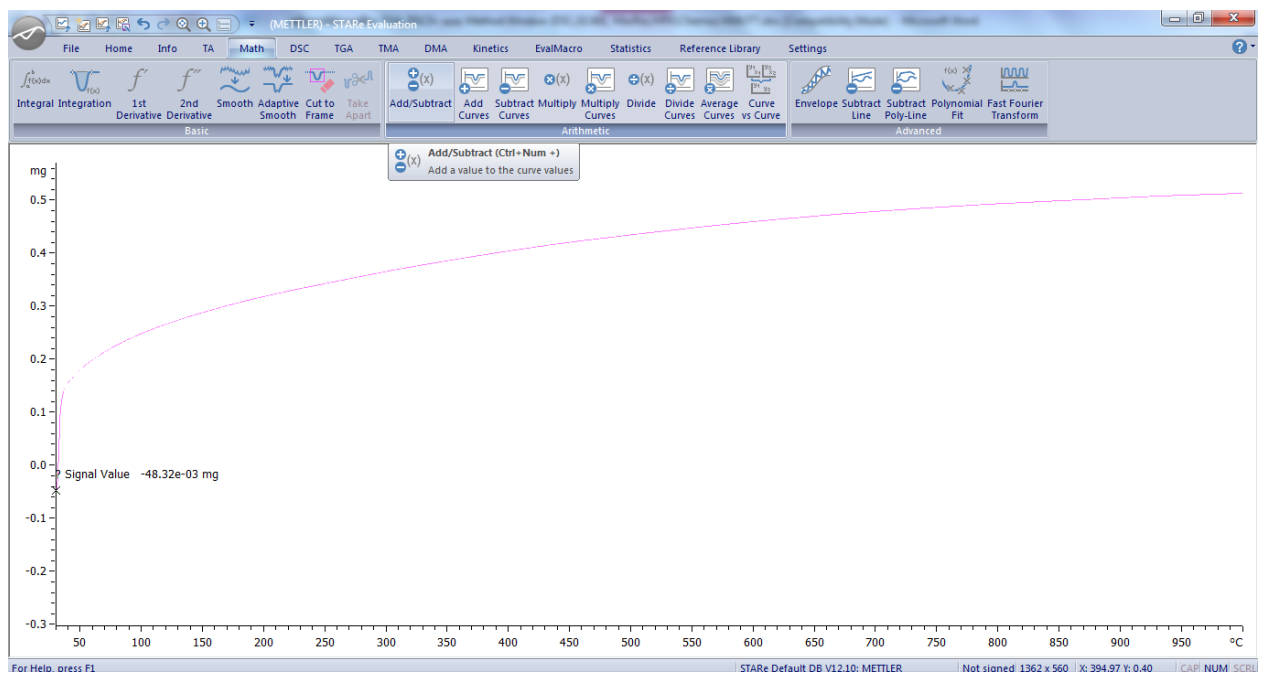
เพิ่มเติม

เทคนิคการปรับค่าน้ำหนักของเส้น Blank ให้มีค่าเป็น “ศูนย์”

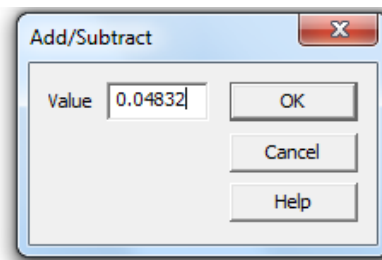
1. Open Curve กราฟของ Blank ขึ้นมา
2. ตรวจสอบค่าน้ำหนักเริ่มต้นของเส้นกราฟ ด้วยการคลิกที่กราฟให้เป็นสีชมพู และไปที่คำสั่ง Home เลือก Signal Value
3. โปรแกรมจะแสดงค่าน้ำหนักจริง ณ จุดเริ่มต้น ขึ้นมา



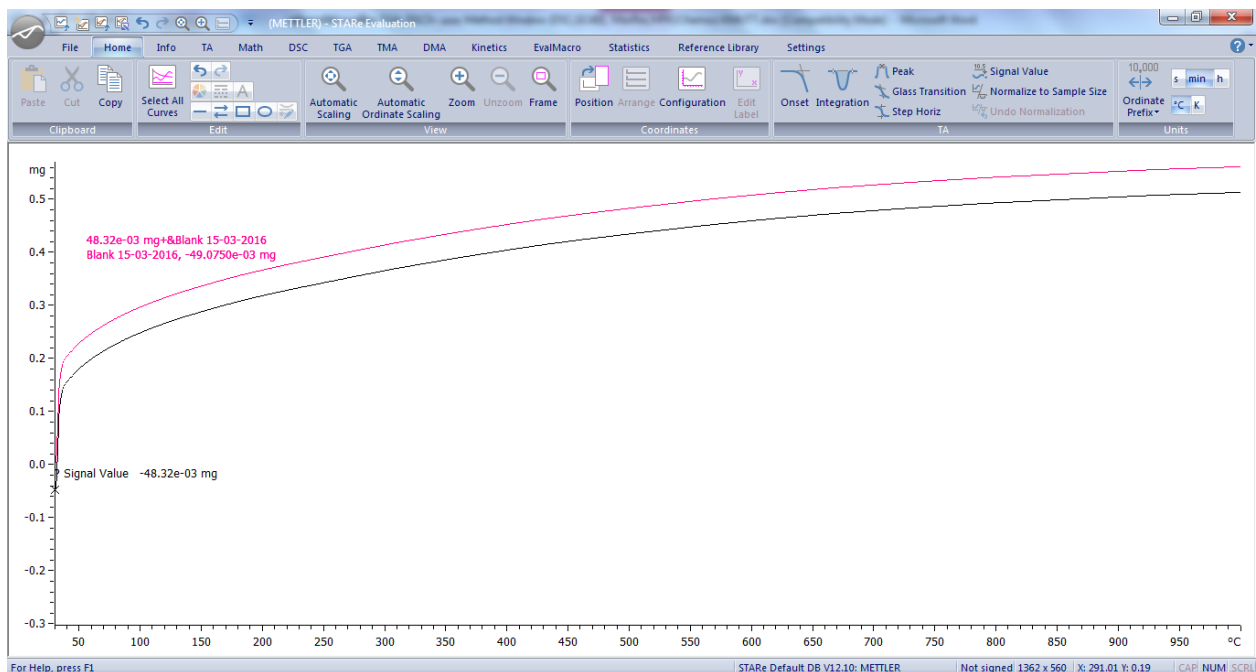
4. ปรับค่าน้ำหนักให้เป็น ศูนย์ โดย ไปที่ Math และ Add/Subtract.....



Software จะปรากฏช่องให้ใส่ข้อมูลตัวเลขพร้อมเครื่องหมายเพื่อหาค่าให้เป็น ศูนย์
 เช่น ในตัวอย่าง แสดงค่า Signal Value $-48.32e-03$ ดังนั้นเพื่อให้ค่าน้ำหนักเป็นศูนย์ ต้องใส่ Value= 0.04832



จะได้กราฟใหม่ขึ้นมาซึ่งมีค่าน้ำหนักเริ่มต้นเป็น ศูนย์
 **** สามารถสังเกตจากชื่อของแต่เส้นกราฟ ซึ่งจะบอกถึงแต่ละขั้นตอนที่ได้ทำการปรับเปลี่ยน****



เส้นกราฟใด ที่ไม่ต้องการ สามารถคลิกเส้นกราฟให้เป็นสีชมพู แล้วคลิกเมาส์ขวา และ Cut

.....