

คู่มือการใช้งาน

METTLER TOLEDO STARe SYSTEM DSC 1 Module



คู่มือการใช้งานเครื่อง DSC รุ่น DSC 1

1. การเปิดและปิดระบบเครื่อง DSC (Switching on and off DSC System) มีขั้นตอนดังต่อไปนี้

- 1.1 เปิดเครื่องคอมพิวเตอร์ และ โปรแกรม STARe (ดูรายละเอียดการเปิดในข้อ 2)
- 1.2 เปิดเครื่อง DSC โดยการเปิดสวิทช์สีแดงด้านหลังเครื่อง
- 1.3 เปิดแก๊ส เมื่อต้องการใช้งาน และเมื่อเลิกใช้งานต้องปิดตามขั้นตอนดังนี้
 - 1.3.1 ปิดแก๊ส
 - 1.3.2 ปิดเครื่อง DSC โดยการเปิดสวิทช์สีแดงด้านหลังเครื่อง
 - 1.3.3 ปิดโปรแกรม STARe
 - 1.3.4 ปิดเครื่องคอมพิวเตอร์

2. การเปิดโปรแกรม STARe (Start up STARe Software) มีขั้นตอนดังนี้

2.1 เปิดคอมพิวเตอร์พร้อมทั้ง log in user name “ingres” และใส่ password “ingres” กด enter

2.2 รอจนกระทั่งหน้าจอขึ้นแสดงรูป icon ของ LAN และ icon เหมือนแบตเตอรี่สีเขียว บน task bar



2.3 ดับเบิลคลิก ICON STARe หน้าจอจะแสดงดังรูป



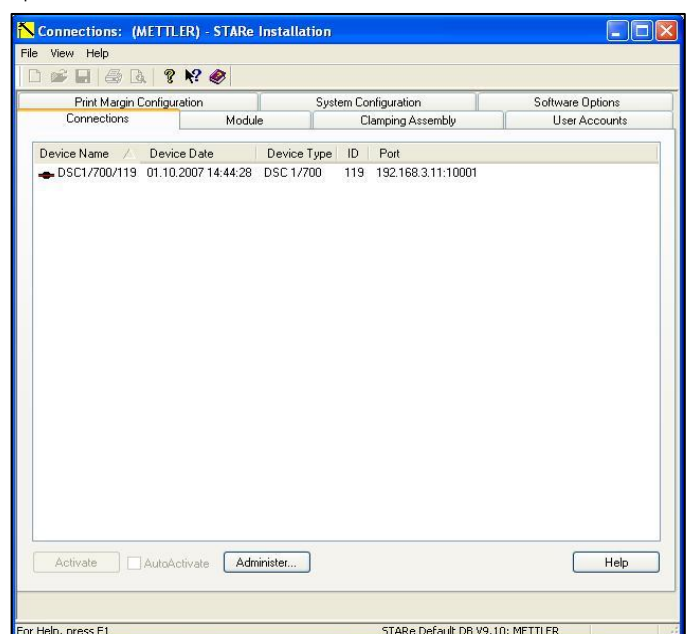
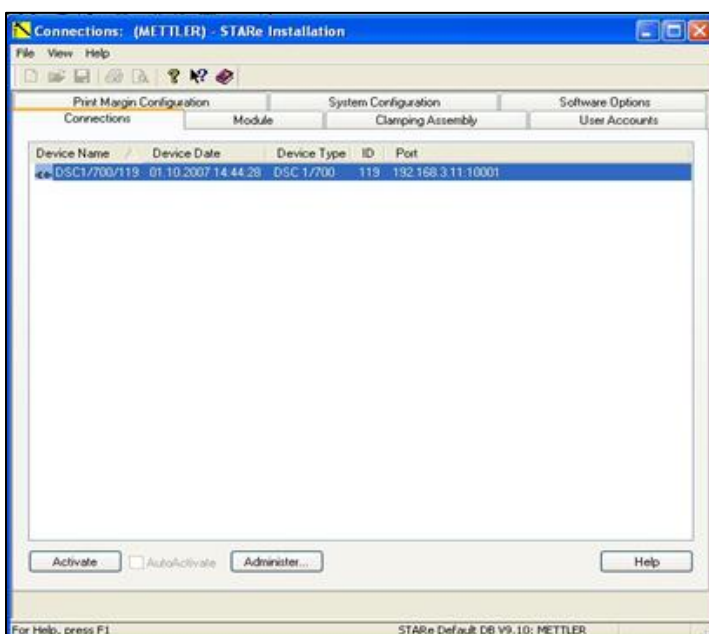
ใส่ User Name เป็น METTLE โดยไม่มี Password กด OK และด้านล่างของจอ

จะแสดง ICON 3 ICON คือ METTLER : STARe.....

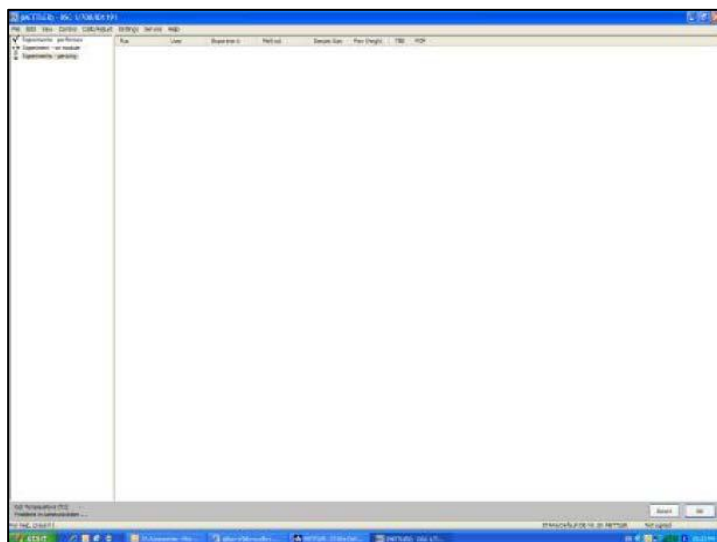
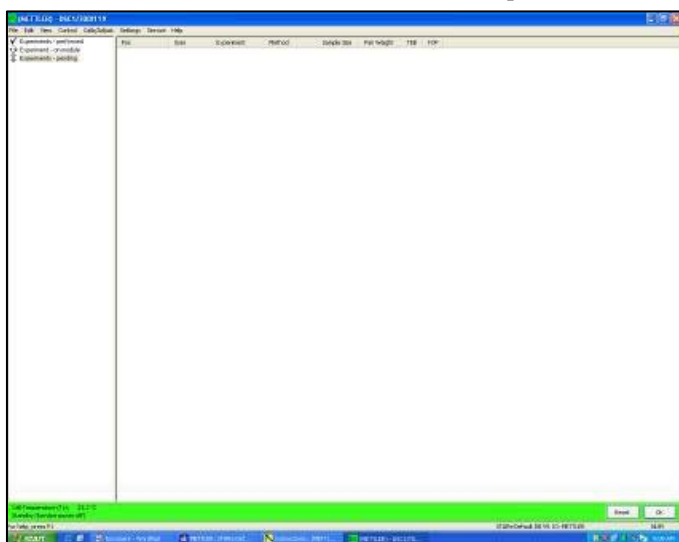
2.4 ไปที่ Session เพื่อเลือก Install Window



2.5 ไปที่ Connection แล้วเลือกที่ DSC แล้วกดปุ่ม Activate



2.6 หน้าจอ DSC จะขึ้นดังรูป



หมายเหตุ เมื่อเปิดเครื่องต่อกับ Software เรียบร้อยแล้วหน้าจอจะเปลี่ยนจากสีเทาเป็นสีเขียว

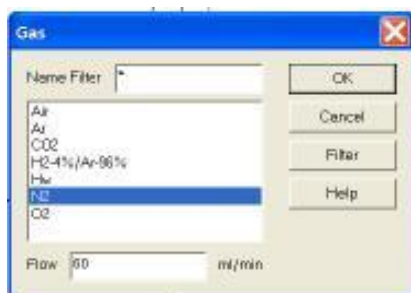
3. การสร้างโปรแกรมอุณหภูมิจาก Routine Window (Creating Temperature Program)

สร้างวิธีการทดลองจากหน้าจอโดย Activate Window รูปดาว ที่ด้านล่างของจอ

3.1 ให้ไปคลิกที่ Routine Editor ด้านซ้ายบนของหน้าจอ

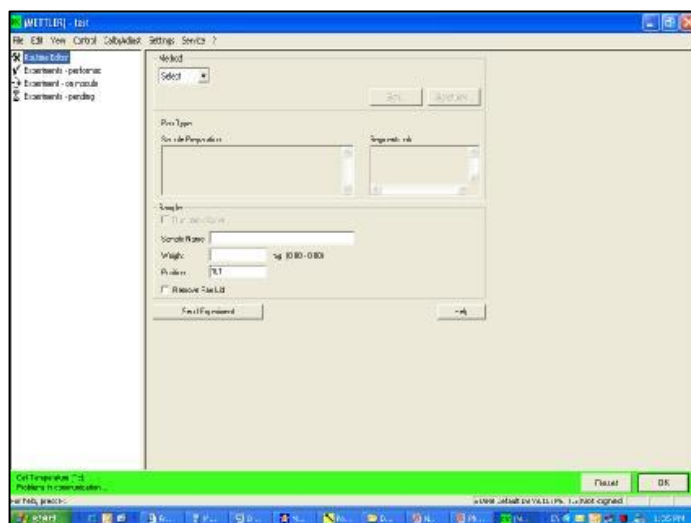


3.2 กดปุ่มลูกศรที่ "Method" หน้าจอจะแสดง หัวข้อ 3 หัวข้อ คือ New, Select และ Modify ให้เลือก New เมื่อมีการสร้างวิธีการทดลองใหม่, Select เมื่อจะเลือกวิธีการทดลองเก่าขึ้นมาใช้งาน และ Modify เมื่อต้องการแก้ไขวิธีการทดลองใดๆ เมื่อเลือก New หน้าจอจะแสดงดังรูป



3.3 ให้คลิกที่ Add Dyn หน้าจอจะแสดงให้เราใส่ค่า อุณหภูมิเริ่มต้น, อุณหภูมิสุดท้าย และอัตราการให้ความร้อน

3.4 กดเลือก Segment Gas เพื่อกำหนดชนิด Gas ที่ใช้ทำปฏิกิริยา (ไม่ใช่ Dry Gas)



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

3.5 เมื่อใส่ค่าดังกล่าวเรียบร้อยแล้วหากต้องการเพิ่ม segment ของโปรแกรมอุณหภูมิก็ไปคลิกที่ add dyn เพิ่มเติม หรือถ้าต้องการจะให้เป็น Isothermal ก็ไปคลิกที่ add iso (สามารถสร้าง segment ต่อเนื่องกันได้ 10 segments)

3.6 ใส่รายละเอียดการเตรียมสารตัวอย่างในช่อง Sample Preparation

3.7 เลือกที่ช่อง Subtract Blank Curve ถ้าต้องการทำ blank

3.8 เมื่อสร้างโปรแกรมอุณหภูมิได้ตามที่ต้องการแล้ว ให้กดที่ "save as" แล้วใส่ชื่อวิธีการทดลองตามที่ต้องการ

หมายเหตุ ในกรณีที่ทำ Method นี้มีการใช้งานไปแล้ว ถ้าต้องการแก้ไขจะต้อง save เป็นชื่อใหม่ไม่สามารถ save ทับได้

4. การทำการทดลอง (Performing an Experiment)

4.1 กดปุ่ม Reset ที่ตัวเครื่อง DSC จนขึ้นข้อความ "Standby Temperature"

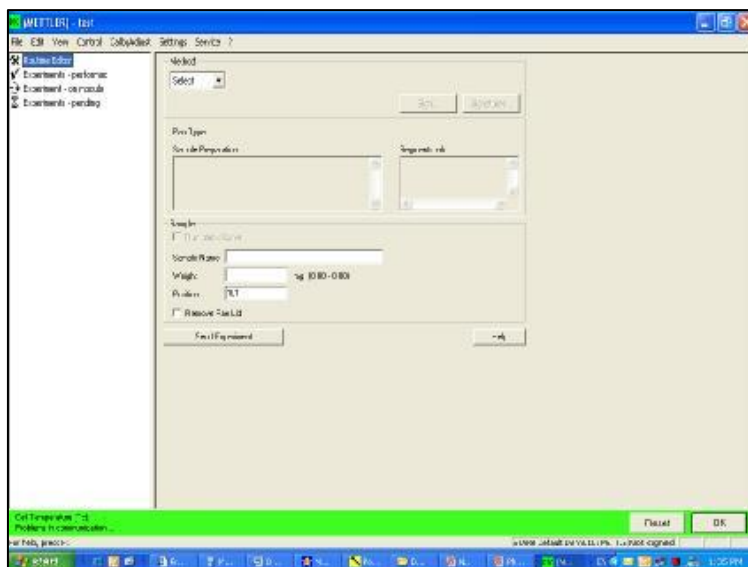
4.2 เปิดแก๊สที่ต้องการใช้ (ต้องใช้แก๊สไนโตรเจนทุกครั้งที่ทำทำการทดลองเพื่อเป็น dry gas ส่วน Reactive Gas ซึ่งต้องเป็น Gas 1 และ Gas 2 ขึ้นอยู่กับปฏิกิริยาที่ต้องการหาและกำหนดในวิธีการทดลอง)

4.3 กดปุ่ม Setup บนหน้าจอ touch screen ที่ตัวเครื่อง แล้วเลือกปุ่ม Gas (จะมีเสียงสวิตช์)

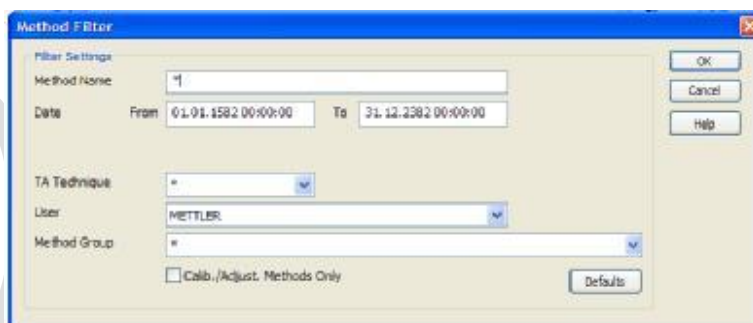
- กดครั้งแรกจะเป็น Method Gas 1 (MG1) ให้หมุนปุ่มที่ 1 ที่ Gas Box เพื่อปรับ Flow ให้ได้ตามที่ต้องการ
- กดปุ่มอีกครั้งจะเป็น Method Gas 2 (MG2) ให้หมุนปุ่มที่ 2 ที่ Gas Box เพื่อปรับ flow ให้ได้ตามที่ต้องการ (ให้ตรงกับที่สร้างไว้ใน method)
- กดปุ่ม Toggle วงรี 2 รอบเพื่อตรวจสอบความนิ่งของ Flow แล้วจึงกดปุ่ม Done

4.4 แก๊สไนโตรเจนที่เป็น dry gas ให้ปรับที่ flow meter ให้ได้ประมาณ 50 ml/min

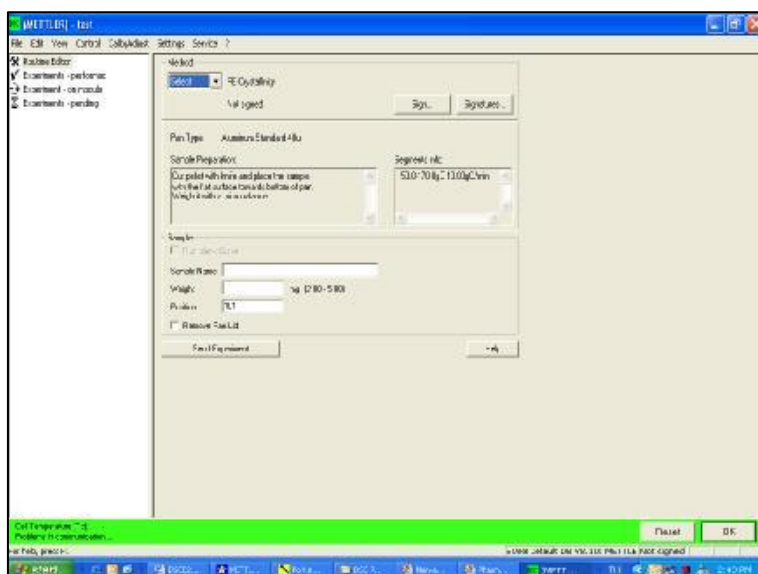
4.5 ไปที่ Routine Editor เลือกวิธีการทดลองที่ใช้โดยไปที่ Method เลือก Open จะแสดงดังรูป



4.6 ไปที่ Select Method ให้เลือกวิธีการทดลองที่จะใช้ หรือเลือกจาก Filter แล้วกดปุ่ม OK



4.7 เมื่อเลือกการทดลองได้แล้วจะแสดงดังรูป



4.8 ให้ใส่ชื่อตัวอย่าง น้ำหนักที่ใช้

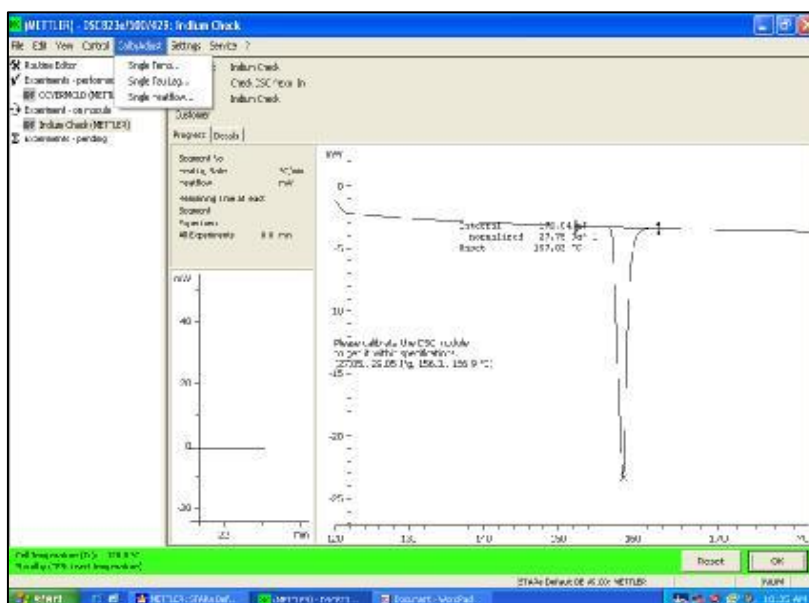
4.9 กดเลือก DSC ในหัวข้อ Module แล้วกดปุ่ม Send experiment

- 4.10 หน้าจอ DSC มุมล่างซ้ายเมื่อประโยคจะเปลี่ยนจาก Standby temp. ไปเป็น Go to insert temp.
- 4.11 เครื่องจะรอจนกระทั่งประโยคเปลี่ยนเป็น Wait for sample insertion จากนั้น เปิดฝา furnace เพื่อใส่ตัวอย่างและ Reference crucible ให้ตรงตามตำแหน่ง แล้วปิดฝา
- 4.12 กด OK ที่หน้าจอคอมพิวเตอร์ หรือ Proceed ที่หน้าจอ Touch screen หน้าจอจะเปลี่ยนจากสีเขียว เป็นสีแดง หมายถึงเครื่องเริ่มทำการทดลองแล้ว
- 4.13 กดเลือกที่ชื่อตัวอย่างที่กำลังวัดอยู่ภายในหัวข้อ experiment on module ที่หน้าจอ DSC เพื่อดูกราฟ
- 4.14 เมื่อการทดสอบสิ้นสุด จะเปลี่ยนเป็นแถบสีเขียวและประโยคจะเปลี่ยนเป็น Please remove sample
- 4.15 นำตัวอย่างออกจาก Furnace และ กดปุ่ม OK อุณหภูมิของเครื่อง DSC จะลดลงจนกระทั่งไปอยู่ที่ Start temp.
- 4.16 ให้ทำซ้ำอีกครั้งตั้งแต่ต้น เมื่อจะทำการทดสอบตัวอย่างอื่นๆ

หมายเหตุ ในกรณีที่มีการกดปุ่ม Reset เพื่อยกเลิกการทดลอง เมื่อต้องการทำการทดลองต่อไป จะต้องไปที่ปุ่ม Control ด้านบนหน้าจอ DSC แล้วเลือก Start experiment หรือ <Ctrl+F5>

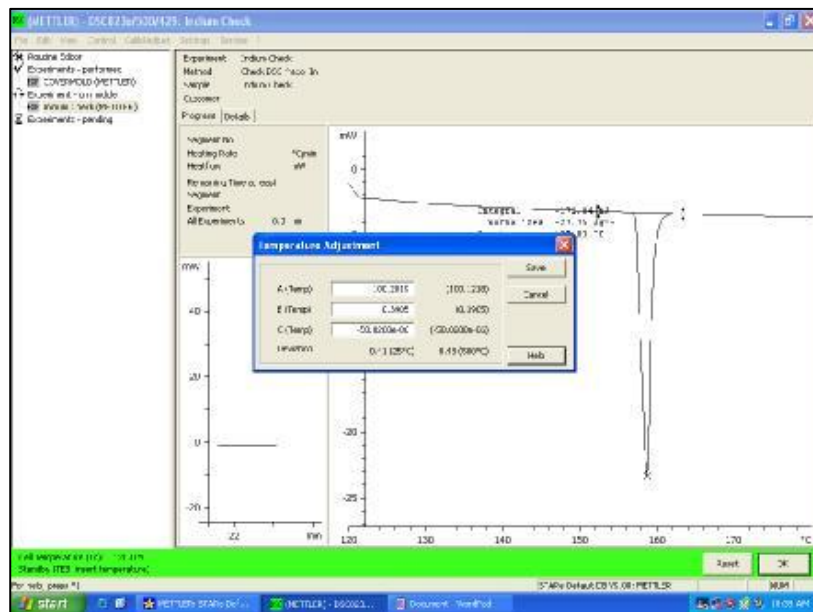
5. การตรวจสอบ Indium ประจำวัน (ควรทำความสะอาด Furnace ก่อนทดสอบ Indium)

- 5.1 นำ Indium ที่เตรียมไว้แล้ว (ใช้ไม่เกิน 10 ครั้ง) หรือเตรียมใหม่ ซึ่งน้ำหนักประมาณ 6.0-6.3 mg นำมาทำการทดลอง โดยเลือกวิธีการทดลองชื่อ "Check DSC exo^ In"
- 5.2 เมื่อทำการทดลองเสร็จเรียบร้อยแล้ว หน้าจอจะแสดงผลการวิเคราะห์ให้ โดยดูจากค่า normalized (J/g) และ ค่า Onset (°C) ถ้าค่าใดค่าหนึ่งออกนอกเกณฑ์ที่กำหนดไว้หน้าจอจะขึ้น "Please calibrate the DSC Module to get it within specifications" ดังรูป

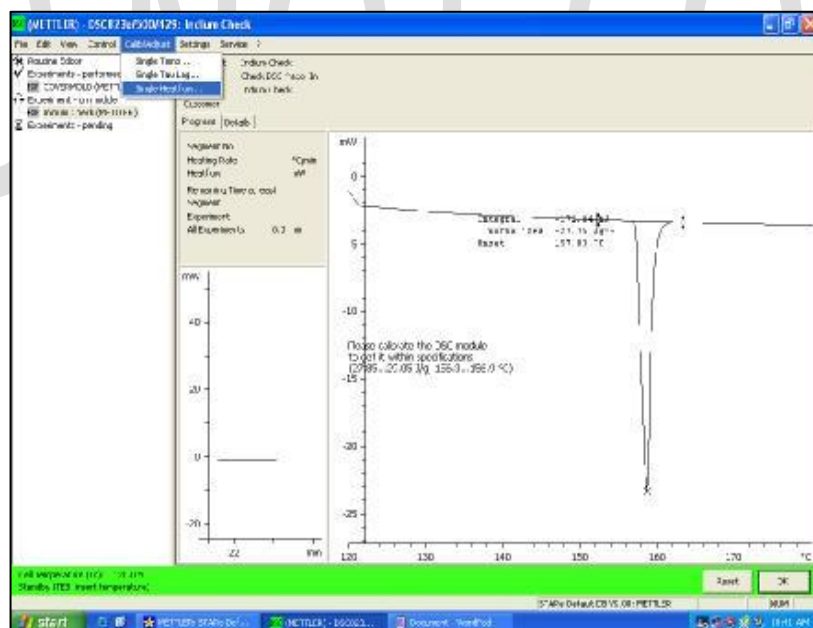


- 5.3 กด OK ที่หน้าจอเครื่อง DSC หรือหน้าจอคอมพิวเตอร์ แถบสีเขียวจะขึ้นว่า "Standby (TEB : Insert Temperature)" แล้วไปที่ปุ่ม Calib/Adjust ด้านบนหน้าจอ

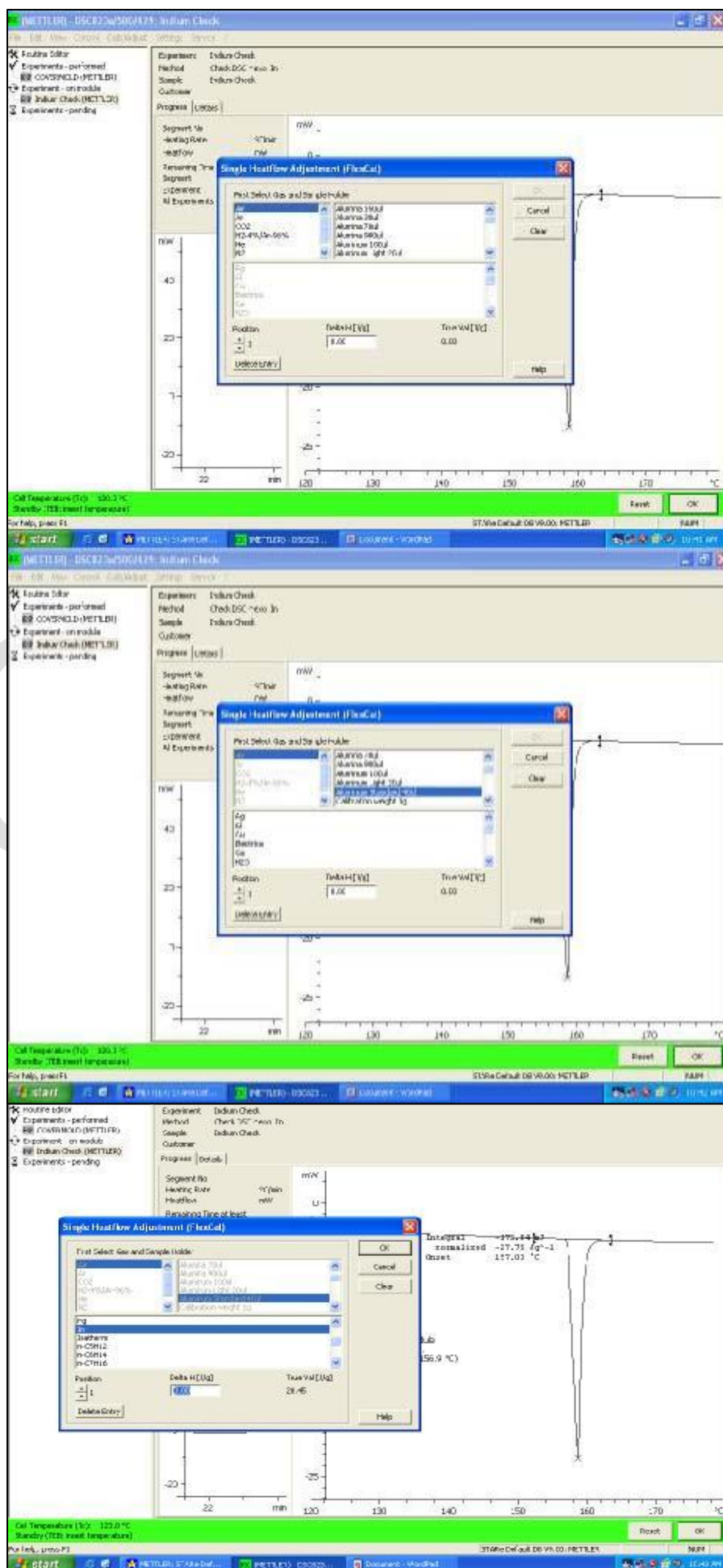
5.6 เครื่องจะแสดงค่าที่นำไปใช้ปรับอุณหภูมิให้อยู่ในเกณฑ์ โดยค่าที่อยู่ในวงเล็บเป็นค่าเดิม
ก่อนการปรับ กด “SAVE” เพื่อบันทึกค่า



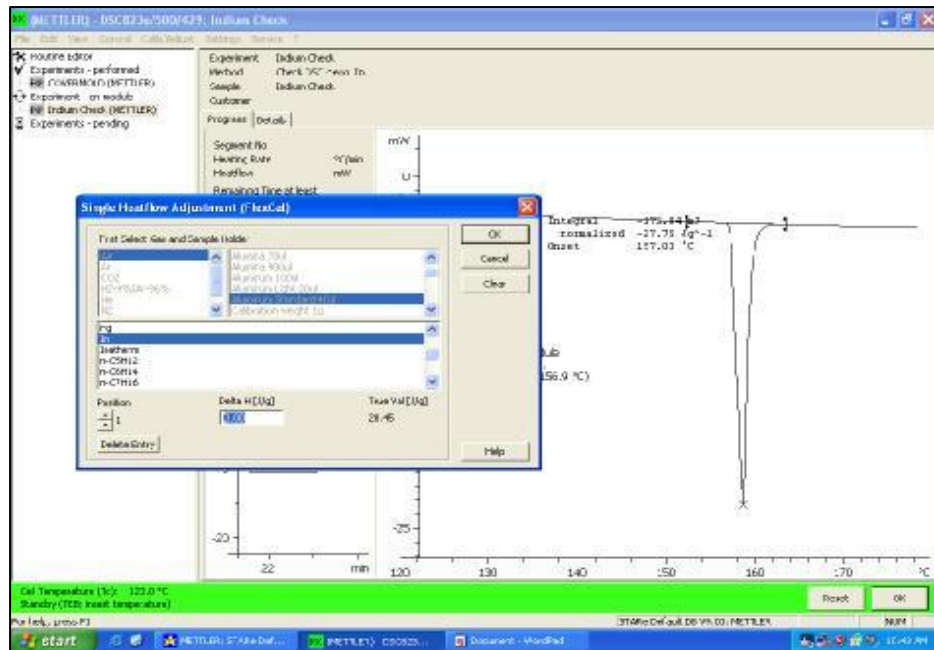
5.7 เลือก Calib/Adjust แล้วไปที่ Single Heatflow... เพื่อปรับค่าพลังงานให้ตรงตามเกณฑ์



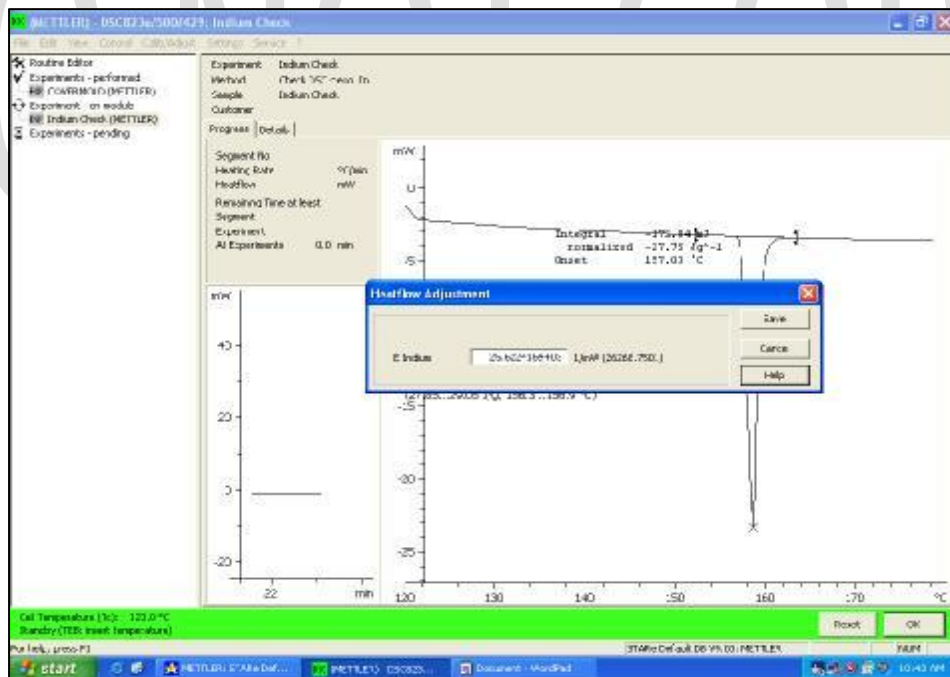
5.8 เลือก Air แล้วเลือก Aluminum Standard 40ul แล้วจึงเลือก In



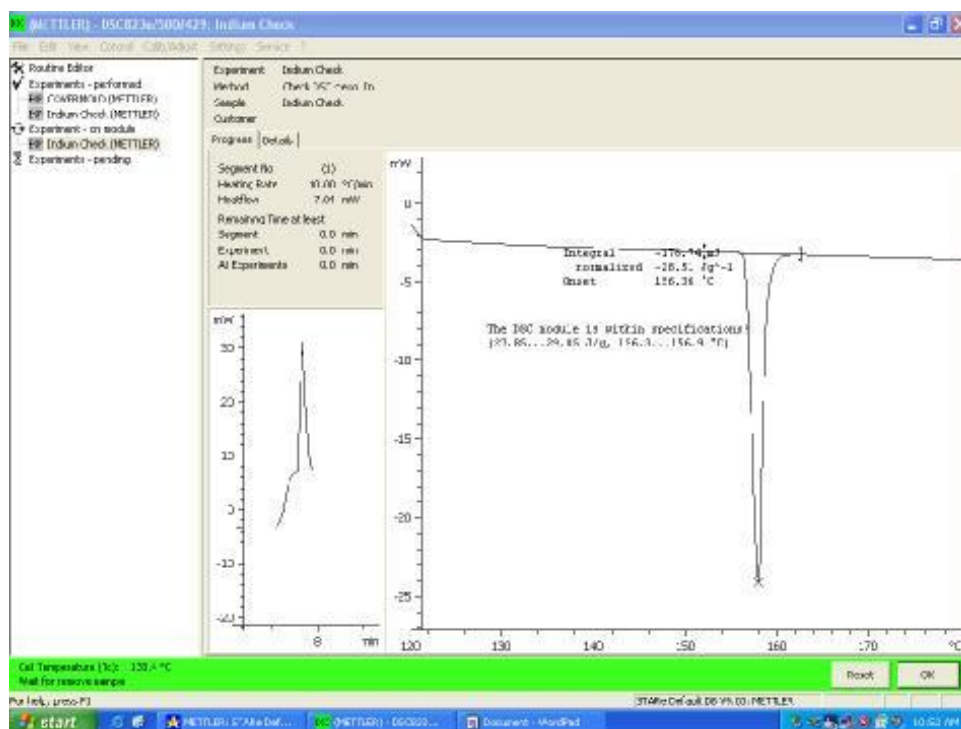
5.9 แล้วนำค่า Normalized ที่ได้จากกราฟมาเติมในช่อง Delta H (J/g) โดยไม่ต้องใส่เครื่องหมาย (-)



5.10 โปรแกรมจะคำนวณค่าใหม่ที่ใช้ในการปรับค่าพลังงานให้อยู่ในเกณฑ์ หลังจากนั้นกด “SAVE”



5.11 หลังจากนั้นส่งการทดลอง เพื่อตรวจสอบอีกครั้ง ถ้าทั้งค่าอุณหภูมิและค่า Normalized อยู่ในเกณฑ์ เมื่อเสร็จการทดลองแล้ว หน้าจอจะแสดงข้อความ “ The DSC module is within specifications ”



5.12 แต่ถ้ายังไม่อยู่ในเกณฑ์ให้ลองดูว่าใน Furnace หรือบน sensor มีคราบสกปรกติดอยู่หรือไม่ ถ้ามีให้ทำความสะอาด โดยการเผาที่อุณหภูมิสูง โดยไม่มี Crucible ทั้ง Reference และ Sample อยู่เลยสัก 2 ครั้ง แล้วจึงทำการตรวจสอบ Indium อีกที

6. การทำความสะอาด Furnace

6.1 เลือก method สำหรับการ cleaning

6.2 เปิดวาล์วแก๊ส Oxygen ที่ถังแก๊ส กดปุ่มรูปถังแก๊สที่ตัวเครื่อง แล้วกดเลือกแก๊สที่ต่อเข้ากับท่อ Oxygen หมุนปุ่มปรับแก๊ส Oxygen ให้ได้อัตรา 100 ml/min

6.3 เปิด Furnace เพื่อเอา Aluminum pan ออกจาก furnace ให้หมด

6.4 ปิด Furnace แล้ว ไปที่จอ computer เพื่อใส่ชื่อตัวอย่างเป็น clean แล้วกด Send experiment

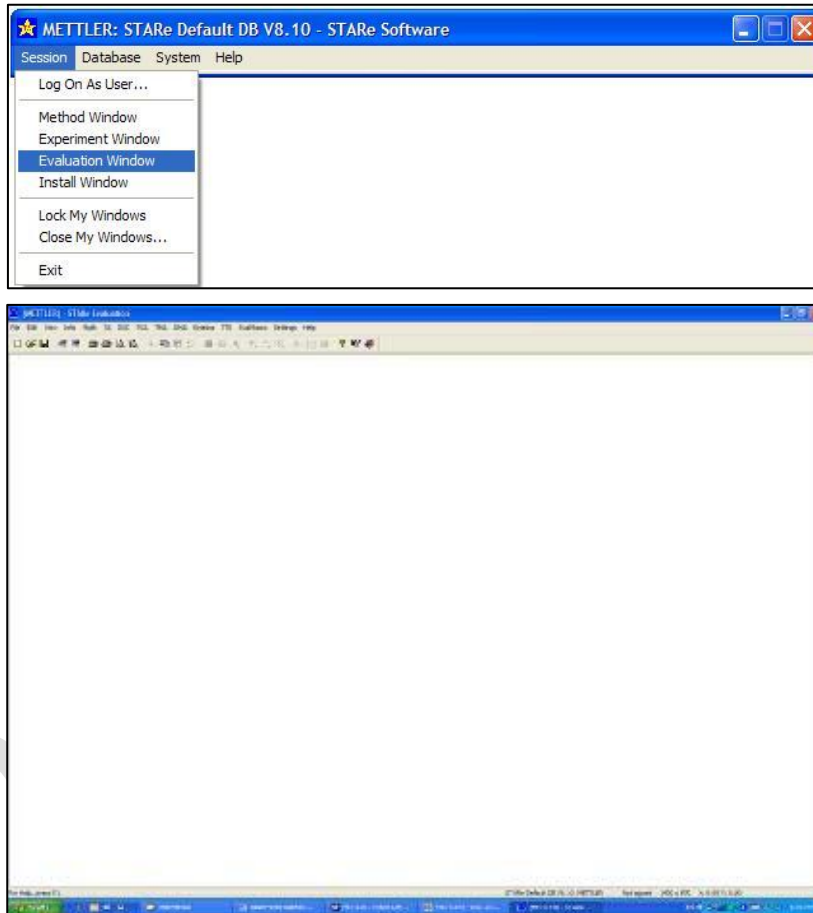
6.5 หลังจากนั้นที่มุมล่างซ้ายมือประโยคจะเปลี่ยนจาก Standby temp. ไปเป็น Go to insert temp.

รอนจนกระทั่งประโยคเปลี่ยนเป็น Please insert sample ให้กดปุ่ม OK ได้เลยไม่ต้องใส่อะไรทั้งนั้น

6.6 จากนั้นประโยคด้านล่างจอจะเปลี่ยนเป็น Measurement และเป็นแถบสีแดง แสดงว่าเครื่องได้เริ่มทำการ ทำความสะอาดแล้ว เมื่อการทดสอบสิ้นสุด จะเปลี่ยนเป็นแถบสีเขียวและประโยคจะเปลี่ยนเป็น “please remove sample” กดปุ่ม OK อุณหภูมิของเครื่อง DSC จะลดลงจนกระทั่งไปอยู่ที่ Standby temp.

7. การประมวลผล (Evaluating Curve)

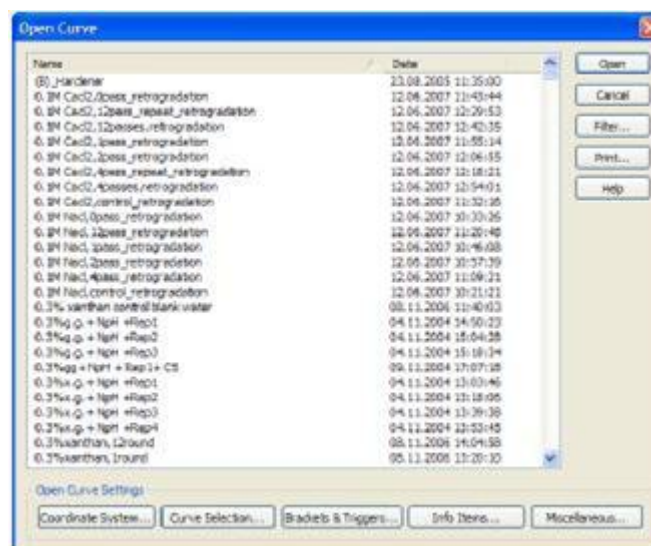
7.1 ไปคลิกที่หน้าจอ METTLER: STARe ด้านล่าง เลือก Session แล้วเลือก Evaluation



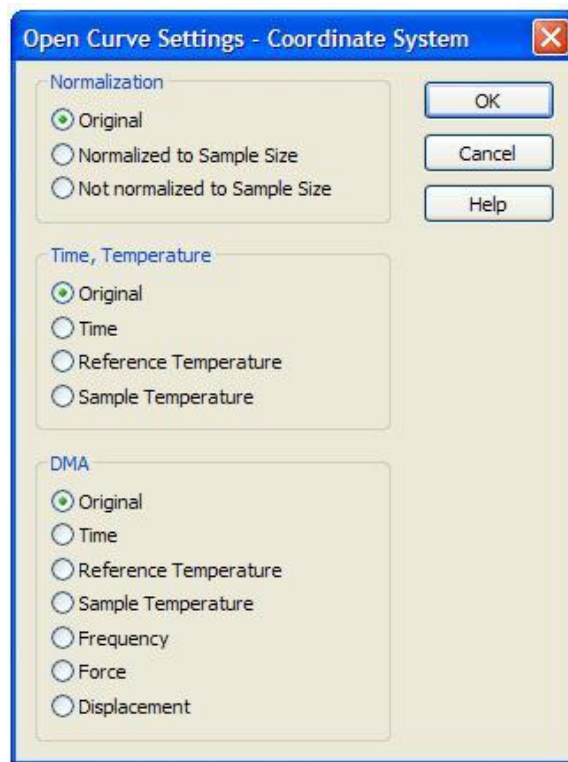
7.2 เปิดกราฟเราต้องการประมวลผลโดยไปที่ File และ Open curve



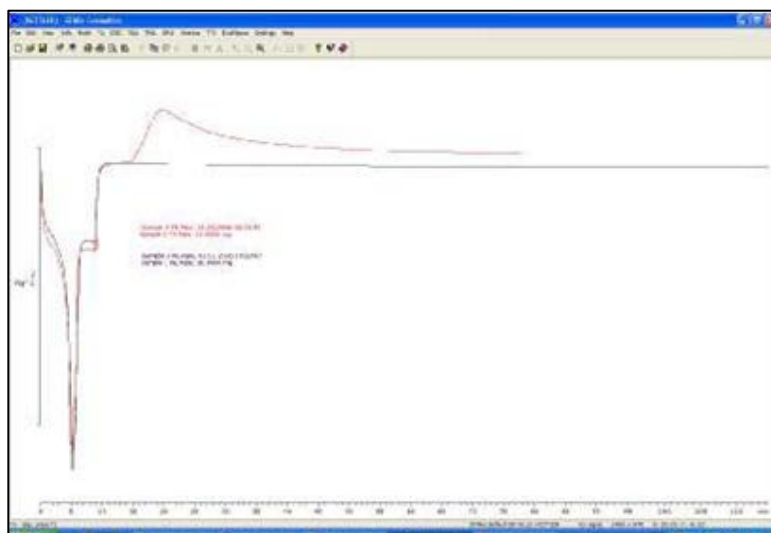
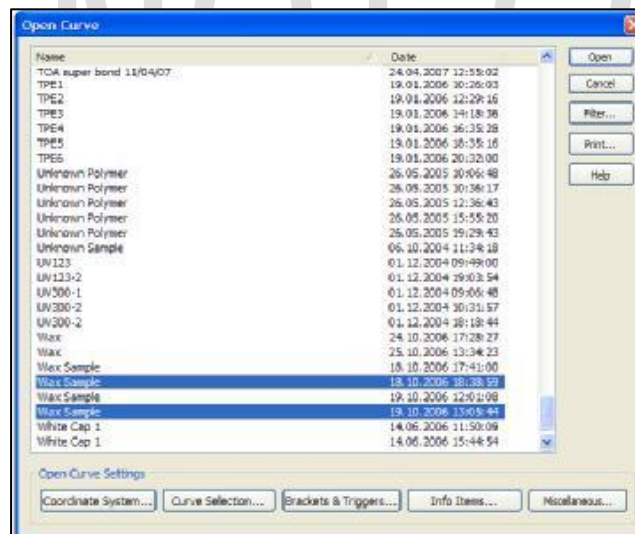
หน้าจอจะแสดงดังรูป



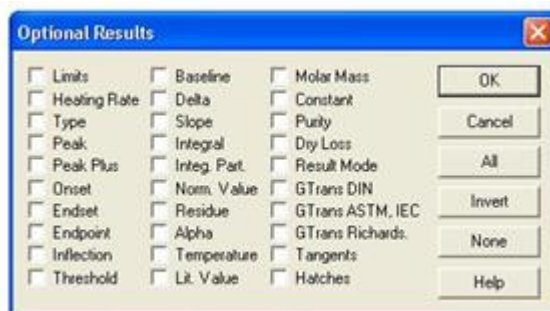
7.3 เลือก Coordinate (X-Y Scale Unit) ที่ต้องการ โดยกดที่ปุ่ม Coordinate System



7.4 จะประมวลผล แล้วกด open (กดปุ่ม Ctrl ถ้าต้องการเลือกมากกว่า 1 กราฟ)



7.5 ไปคลิกที่ Setting เลือก Optional result หน้าจอจะแสดงดังรูป



7.6 ให้เลือก Peak, Onset, Endset, Integral, Normalized และ Tangent กด OK และไปที่ Setting อีกครั้ง และเลือก Save setting

7.7 ให้คลิกเมา์ซ้ายพร้อมกับลากเป็นกรอบสี่เหลี่ยมบริเวณที่เราต้องการจะประมวลผล

7.8 ให้ไปเลือก DSC และเลือก

a. Glass Trans. หรือ GTran.Relax. กรณีต้องการวัดค่า Glass Transition

b. Crystallinity ถ้าต้องการวัด เปอร์เซ็นต์ความเป็นผลึกของพลาสติก โดยเทียบกับพลังงานของ 100% Crystallinity ของสารนั้น

c. Content ถ้าต้องการทราบ % ของสารตัวอย่าง โดยเทียบกับพื้นที่ใต้พีค (J/g) ของสารมาตรฐาน

7.9 ให้ไปเลือกที่ TA และเลือก

a. Integral สำหรับต้องการหาพลังงานความร้อนที่ใช้ในการหลอมเหลว หรือช่วงอุณหภูมิในการหลอมเหลวโดยคำนวณจากพื้นที่ใต้กราฟ เป็นต้น

b. Onset ในกรณีที่ต้องการหาอุณหภูมิของการเกิด Decomposition หรือ Oxidation

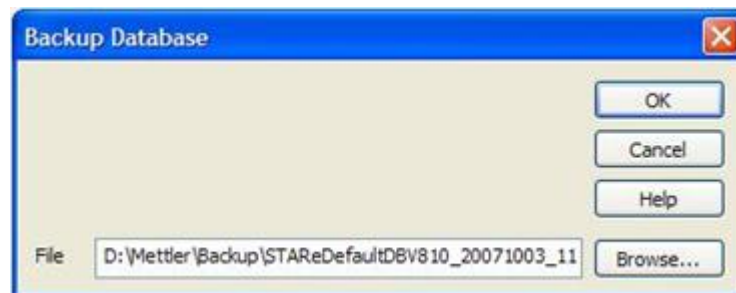
7.10 เมื่อได้ผลตามที่ต้องการแล้ว ถ้าต้องการ save เก็บไว้ให้ไปที่ File เลือก Save Evaluation as หรือถ้าต้องการให้พิมพ์ผล ในรูปกราฟก็ให้ไปที่ Plot แทน

8. การ Backup ข้อมูลการทำการทดลอง (ควรทำทุกครั้งก่อนปิดโปรแกรม)

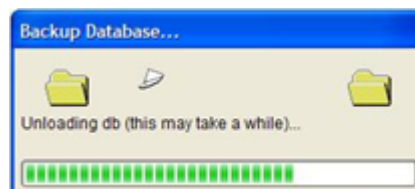
8.1 ไปที่ METTLER : STAre.... แล้วเลือก Database /Backup



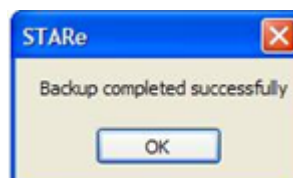
8.2 หน้าจอจะแสดง folder ที่ข้อมูลจะไปเก็บไว้ โดยที่ชื่อไฟล์จะแสดงวันที่และเวลาทำการ backup สามารถกดปุ่ม Browse... เพื่อเปลี่ยน folder ที่ต้องการเก็บได้ แต่ไม่ควรเปลี่ยนชื่อไฟล์



8.3 กด OK โปรแกรมจะเริ่มทำการ Backup ข้อมูลต่างๆ

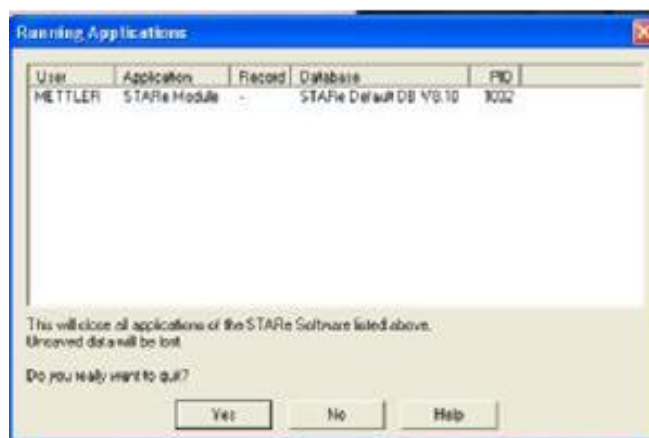


8.4 เมื่อเสร็จแล้วจะแสดงข้อความว่า “Backup completed successfully” จึงกดปุ่ม OK



9. การปิดโปรแกรม STARe (Exiting STARe SW)

- 9.1 ปิดเครื่อง DSC เมื่ออุณหภูมิกลับมาที่ช่วงอุณหภูมิห้องแล้ว
- 9.2 ให้ปิดหน้าต่างของ Evaluation ก่อนถ้าเปิดไว้ โดยไปคลิกที่ช่องกากบาททางมุมบนขวามือ
- 9.3 ให้ไปที่ Mettler:STARe Icon เลือก System และเลือก Exit หน้าจอจะแสดงดังรูป



- 9.4 กด Yes เพื่อยืนยันการออกจากโปรแกรม

ข้อควรระวัง

1. ก่อนใช้งานเครื่อง DSC ต้องเปิดเครื่องทิ้งไว้ก่อน 30 นาที
2. การทำความสะอาดบริเวณที่วางชิ้นงานทดสอบไม่ควรใช้ Solvent หรือการขูดออกเนื่องจากบริเวณดังกล่าวมี Sensor ที่มีความ Sensitive สูงมาก ควรทำให้โปรแกรมทำความสะอาดเพื่อป้องกัน Sensor เกิดความเสียหาย
3. ควรระมัดระวังในขณะที่วางชิ้นงานทดสอบควรให้ในตำแหน่งที่ถูกต้อง และไม่ขีดข่วนโดน Sensor
4. ไม่ควรใช้มือจับ Pan และชิ้นงานที่จะนำมาทดสอบ เนื่องจากจะมีผลต่อความถูกต้องของผลการทดสอบ