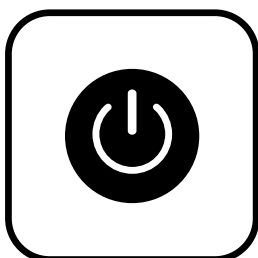


Pomiar termoanalityczny na przykładzie jednoczesnej analizy termograwimetrycznej z różnicową kalorymetrią skaningową

Aparatura	Szkło i sprzęt laboratoryjny	Odczynniki
- skalibrowany analizator termograwimetryczny SDT Q600 (TA Instruments) wraz z komputerem dedykowanym oprogramowaniem - doprowadzenie gazu obojętnego np. Ar, N₂/lub powietrza syntetycznego - sprężarka powietrza - waga analityczna z dokładnością do 0,001 g	- tygłe ceramiczne (Al₂O₃) - peśeta krzyżowa prosta - łyżko-szpatułka metalowa	- aceton do przemywania - próbka badana (np. polimer)

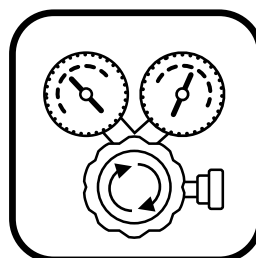


1. Zapoznać się z budową aparatury i akcesoriów do wykonania ćwiczenia.

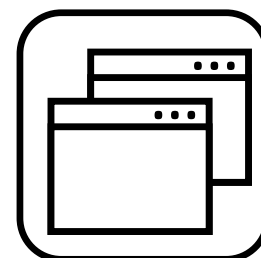


2. Otworzyć przepływ gazu nośnego (np. argon, powietrze syntetyczne), ustawić ciśnienie na reduktorze (ok. 0,50-0,75 bar).

Włączyć sprężarkę.



3. Uruchomić aparat SDT Q600 oraz program obsługujący przebieg pomiaru (TA Instrument Explorer). Sprawdzić w oknie programu czy został wykryty instrument SDT Q600.



4. Przygotować program pomiaru

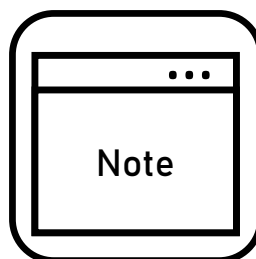


5. Zakładka *Summary*:

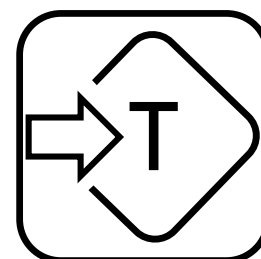
- Nazwa próbki → *Sample name* (tu własna nazwa)
- Nazwa zapisanego pliku → *Data file name* (tu własna nazwa): w wybranym katalogu
- Wybór materiału tygla → *Pan Type* (lista rozwijana np. *alumina* dla tygli z Al₂O₃)



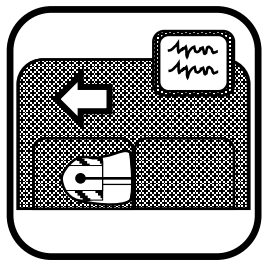
6. Zakładka *Procedure*: Edycja metody pomiaru (przycisk *Editor*). Z listy *Segment list*** wybrać pożądane ustawienia i zaakceptować wybór przyciskiem OK.



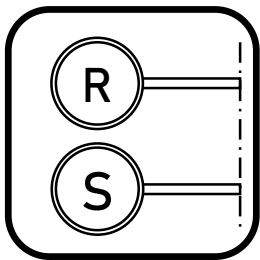
7. Zakładka *Note*



8. Przygotować stanowisko do tarowania tygli.

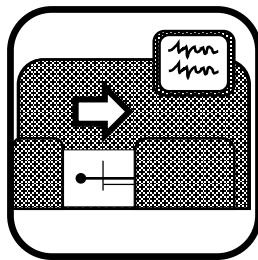


9. Otworzyć piec: pasek menu → zakładka *Control* → *Furnace* → *Open*.

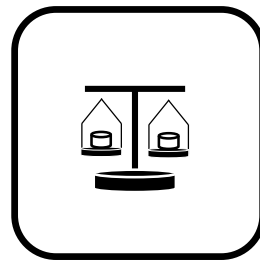


10. Za pomocą pęsety umieścić dwa cylindryczne tygle w uchwytach na ramionach termowagi.

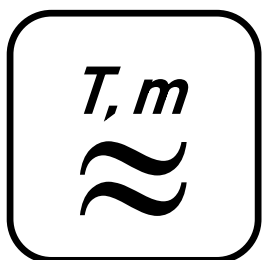
R → tygiel referencyjny
S → tygiel na próbkę



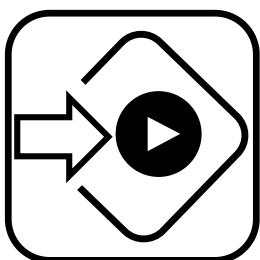
11. Zamknąć piec: pasek menu → zakładka *Control* → *Furnace* → *Close*.



12. Kliknąć ikonę tarowania na pasku narzędzi.



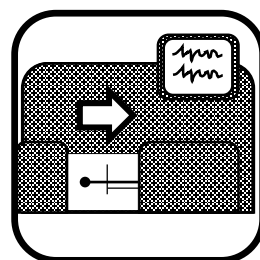
13. Odczekać do momentu unormowania temperatury w piecu oraz ustabilizowania wagi (*Weight*) na poziomie ok. 0.0000 mg.



14. Przygotować stanowisko i próbkę do pomiaru.



15. Otworzyć piec (jak w pkt. 10) i wyjąć tygiel na próbkę, przenieść na wagę analityczną, wytarować, następnie zważyć w nim badany materiał (zwykle ok. 10 mg; masę dobrać tak, aby próbka nie wypełniała tygla).



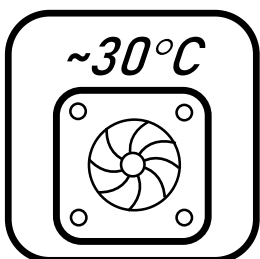
16. Zamknąć piec: pasek menu → zakładki *Control* → *Furnace* → *Close*.



17. Uruchomić pomiar klikając ikonę ▶ (*start*) na pasku narzędzi. Podgląd czasu trwania pomiaru znajduje się w dolnym rogu zakładki *Summary*.

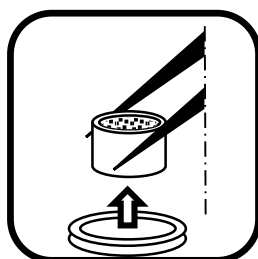
Uwaga!

Jeśli w trakcie rejestracji danych konieczne jest manualne zatrzymanie pomiaru należy kliknąć ◼ (*stop*) na pasku narzędzi, zatwierdzić komunikaty programu sterującego i poczekać aż układ się schłodzić (*patrz pkt. 17*).



18. Po skończonej rejestracji danych poczekać na schłodzenie układu do min. 30°C. Chłodzenie powietrzem (sprężarka) powinno włączyć się automatycznie w temperaturze ok. 500-700°C.

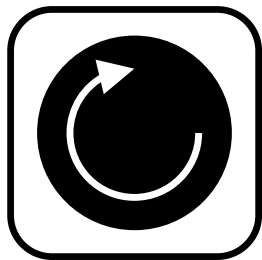
Manualne włączanie/wyłączanie chłodzenia: zakładka *Control* → *Air Cooling* → *On/Off*.



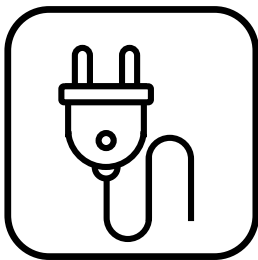
19. Otworzyć piec i wyjąć tygiel z próbką (jeśli to koniec pomiarów również tygiel referencyjny).



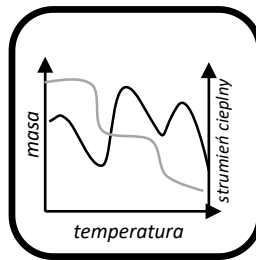
20. Zamknąć piec!



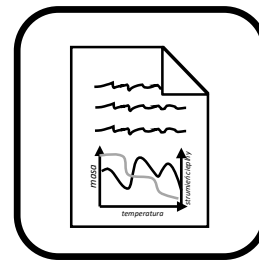
21. Jeżeli przewidziano więcej pomiarów powtórzyć kroki 8-19 w celu wykonania kolejnego pomiaru w serii. W kolejnych pomiarach należy użyć czystego tygla na próbkę.



22. Po skończonej pracy pobrać zapisane pliki źródłowe z danymi pomiarowymi, wyłączyć aparaturę. Zamknąć dopływ gazu z butli. Nie wyłączać komputera.



23. Przeanalizować przebiegi krzywych TG-DSC w programie *TA Universal Analysis* lub innym przeznaczonym do tego celu.



24. Sporządzić raport według poleceń Prowadzącego.

*Aby edytować parametr istniejącego segmentu, kliknąć dwukrotnie na żądany segment, a następnie edytować wartości. Użyć klawisza TAB, aby poruszać się między polami parametrów.

** Przykłady segmentów metody:

(1) *Equilibrate at* (pomiar rozpoczyna się od zadanej temperatury)

(2) *Ramp X°C/min to Y°C* (nagrzewanie z określoną szybkością X do temperatury Y)

(3) *Isothermal ...* (wytrzymywanie w zadanej temperaturze przez określony czas)

Opracowanie merytoryczne i graficzne:

Karolina Kaczmarek

AGH Akademia Górniczo-Hutnicza im. St. Staszica w Krakowie

Instrukcja jest dostępna na licencji Uznanie autorstwa - Na tych samych warunkach 4.0. (CC BY-SA 4.0)



Kurs został opracowany w ramach Zintegrowanego Programu Rozwoju Akademii Górniczo-Hutniczej w Krakowie. Projekt współfinansowany ze środków Europejskiego Funduszu Społecznego w ramach Programu Operacyjnego Wiedza Edukacja Rozwój 2014-2020. Oś III Szkolnictwo wyższe dla gospodarki i rozwoju. Działanie 3.5 Kompleksowe programy szkół wyższych.