

**Установка для дифференциально-
термического анализа (ДТА) и
термогравиметрического анализа (ТГА)**

**“Термоскан-2”
(USB, ТГА модификация).**

**Краткое описание и инструкция по
эксплуатации**

Гарантийные обязательства

Предприятие-изготовитель гарантирует безотказную работу прибора в течение 12 месяцев со дня продажи при соблюдении условий эксплуатации. Измерительные и регулирующие термодпары относятся к расходным материалам и их замена не входит в гарантийное обслуживание.

Гарантия теряется при самостоятельном вмешательстве в конструкцию прибора за исключением замены термодпар. Гарантия не распространяется на приборы, в которых производили исследования агрессивных веществ, способных вывести прибор из строя или повредить нагревательный элемент.

Сведения о приемке

Установка для дифференциально-термического и термогравиметрического анализа "Thermoscan-2", заводской № _____ проверена и признана годной к эксплуатации в соотв. с ТУ 421894-001-58868861-06 «____» _____ 201__ г.

Отв. за приемку :

М.П.

указана на колодке подключения термопары, на термопаре минус помечен полосой. Спай термопары должен на 5 мм находиться выше термопарной саломки. (Правую измерительную термопару вытаскивать и вставлять аккуратно, не прилагая усилий, превышение допустимой нагрузки может привести к выходу из строя системы взвешивания! Контролировать, чтобы эта термопара не касалась стенок канала керамической подставки)



Рис.8.

Назначение:

Установка предназначена для определения температуры и оценки теплоты фазовых переходов и других процессов, связанных с выделением или поглощением тепла, а также для определения температуры и величины потери веса образца в процессе нагрева. Таким образом, она может использоваться для исследования процессов стеклования, кристаллизации, полиморфных переходов, плавления, испарения, разложения, а также для определения температуры воспламенения и теплоты горения.

Установка рекомендована для оснащения научно-исследовательских и заводских и экспертных лабораторий

Принцип работы:

Изменение теплосодержания вещества при изменении температуры регистрируется на основе измерения разницы температур в исследуемом образце и в эталоне, в котором в исследуемом интервале температур не происходит превращений. Изменение веса образца при изменении температуры определяется с помощью электронной системы непрерывного взвешивания.

Технические характеристики:

Температурный диапазон измерений	25 ÷ 800 (1000) °С
Режим нагрева	Дискретный со скоростями нагрева: 0.5; 1.0; 2.5; 5.0; 7.5; 10; 20 град/мин *
Сосудики для образцов	Кварцевые, объемом 0.5 см ³ *

Погрешность определения температуры	±1 град
Точность определения величины тепловых эффектов	~3 Дж/г
Точность определения изменения веса образца	0.02 г
Сопряжение с компьютером	USB разъем
Подъем и опускание нагревательного элемента	Автоматическое
Управление температурным режимом, сбор данных и их обработка	С помощью специальной программы Thermoscan® (требование к операционной системе: Windows Vista, XP; Windows Me, 98)
Питание прибора	220 В(±10%) 50 Гц
Максимальная потребляемая мощность	1000 Вт
Габариты прибора	430×180×740 мм
Вес прибора	~10 кг

* - Возможно изменение по требованию заказчика

Внешний вид прибора и основных компонентов.

(Возможны не существенные изменения)



Рис.7.

Включить подъем нагревательного элемента; отключить прибор от эл. сети; вытащить заглушки на фронтальной стороне прибора (позиция 1 рис.7); вывинтить фиксирующий винт и снять крышку с термопарного блока; слегка вывинтить винт, фиксирующий перегоревшую термопару (позиция 1 рис.8) (провода правой измерительной термопары имеют дополнительное крепление, позиция 2 рис.8), освободить концы термопары (отвинтив прижимные винты); вытащить перегоревшую термопару вверх. Собрать в обратной последовательности. Обязательно механически зачистить концы термопары. **Соблюдать полярность подключения термопары, полярность**

и эталона, а также градиентом теплового поля внутри печки.

Для уменьшения влияния первого фактора необходимо подбирать вес образца или эталона (в качестве эталона может использоваться не только стандартный эталон, но и пустой стаканчик, стаканчик с навеской, предварительно высушенного Al_2O_3 или SiO_2). Если базовая линия смещается в отрицательные значения, то следует уменьшать навеску образца – увеличивать навеску эталона, если в положительные значения, то – наоборот.

4). На передней панели прибора загорается красный светодиод. Произошел обрыв регулирующей термопары (позиция 2 рис.6). -

Отключить прибор от эл. сети; снять крышки (позиция 1 и 2 рис.5); освободить концы термопары (отвинтив прижимные винты); отвинтить два винта, крепящие овальную трубу (позиция 3 рис.5 или 6) и вытащить концы термопары в сторону нагревательного элемента; отвинтить 4 винта (позиция 5 рис.6); освободить концы нагревательной спирали (позиция 7 рис.6) (отвинтив прижимные винты); включить подъем нагревательного элемента, при этом должна подняться только крышка (позиция 4 рис.6), отключить прибор от сети; вытащить термопару. Собрать все в обратной последовательности. Обязательно механически зачистить концы термопары. **Соблюдать полярность подключения термопары**, полярность указана на колодке подключения термопары, на термопаре минус помечен полосой.

5). Перегорела измерительная термопара.-



Рис.1. Фронтальный вид прибора.
(размещение элементов может меняться)

1. Нагревательный элемент
2. Кнопка питания с индикатором питания (светодиод).
3. Тумблер перемещения нагревательного элемента
4. Индикатор обрыва регулирующей термопары (светодиод).

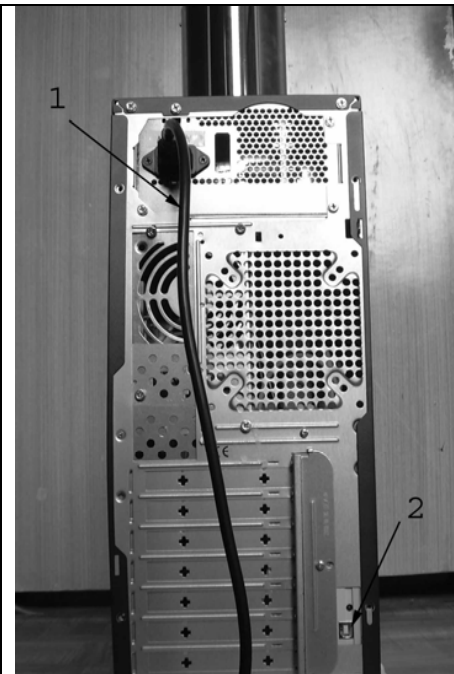


Рис.2. Задний вид прибора.
(размещение элементов может меняться)

1. Кабель питания прибора
2. Порт для подключения кабеля USB.

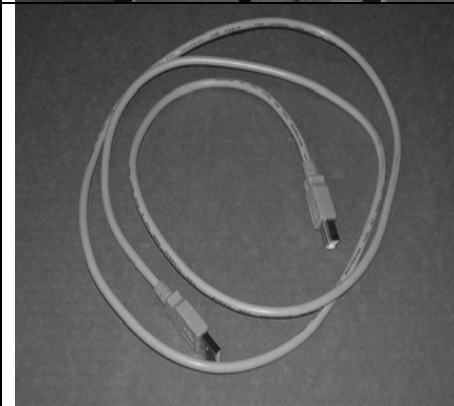


Рис.3. Кабель USB.



Рис.6.

2). При запуске измерения на панели "Дифференциальный сигнал" в течение более 10 минут (при скорости нагрева 10 град./мин) не происходит визуальных изменений.

Активировать панель "Сигнал с эталона", если и на ней не рисуются кривые зависимости сигналов от времени, то это означает, что USB драйвер установлен не корректно. Переустановит драйвер. Во время измерений, светодиод на задней стороне прибора рядом с USB кабелем должен мигать.

3). На термограммах наблюдается большое смещение базовой линии относительно нуля. *Смещение базовой линии в процессе нагрева системы определяется неодинаковым нагревом образца и эталона. Это, в свою очередь, определяется разницей теплоемкостей образца*

Снять крышку (позиция 1 рис.5), слегка отпустить фиксирующие гайки (позиция 1 рис.6), ввинчивая или вывинчивая рукой один или несколько винтов (позиция 6 рис.6), на которых висит нагревательный элемент, добиться центровки, зафиксировать гайками, одеть крышку.

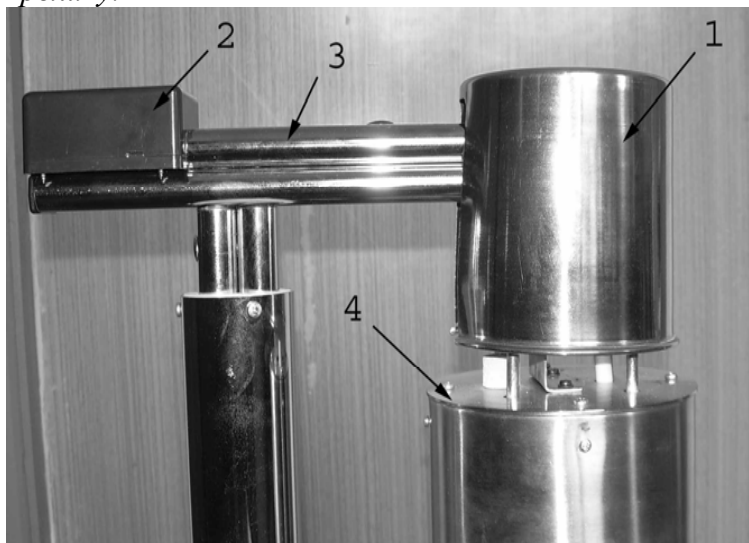


Рис.5.

Распаковка, установка и подготовка прибора к измерению.

Освободить прибор от упаковки, установить на стол, проверить комплектацию. Прибор должен стоять на горизонтальной поверхности **не подверженной вибрации!** (Вибрация приводит к возрастанию шума на весовой кривой). Прибор подключить к сети ~220 В с помощью кабеля питания, входящего в комплект поставки. Розетка должна иметь заземление (зануление). В качестве розетки рекомендуется использовать сетевой фильтр, например VectorCom, в который также подключить управляющий компьютер.

а. Установка драйвера устройства

Включить компьютер (прибор не включать!). Кабелем, входящим в комплектацию, соединить прибор (разъем расположен на задней стенке прибора) с USB портом компьютера, при этом операционная система запросит драйвер для USB устройства. Указать директорию USB_DRIVER прилагаемого CD диска. (После того, как драйвер будет установлен, при просмотре вкладки «диспетчер устройств» («ПУСК» → настройка → панель управления → система → оборудование → диспетчер устройств) появиться «устройство USB от Л-Кард» → модуль E14-140).

б. Установка программного обеспечения.

С компакт диска, входящего в комплект поставки,

- скопировать директорию **THERMOSCAN** на жесткий диск компьютера,
- скопировать файлы **lusbapi.dll** в директорию **C://WINDOWS/SYSTEM32**,
- скопировать программу **Initherm.exe** в папку Автозапуска, для того чтобы она выполнялась при каждом запуске Windows. Для этого:

1. *нажмите кнопку **Пуск**, выберите команду **Настройка**, а затем выберите **Панель задач и меню "Пуск"**. (в случае **Windows XP** щелкните правой кнопкой мыши кнопку **Пуск** и выберите команду **Свойства**. На вкладке **Меню Пуск** выберите **Классическое меню «Пуск»** и нажмите кнопку **Настроить**. Данное действие изменяет стиль меню **Пуск**.*
2. *на вкладке **Дополнительно** нажмите кнопку **Вручную**.*
3. *в папке **Мой компьютер/.../THERMOSCAN/** найдите программу **Initherm.exe** и перетащите (скопируйте) ее в папку **Главное меню/Программы/Автозагрузка**.*
 - Для программ **Thermoscan-standard.exe** и **Thermoscan-sample.exe**, находящихся в директории **THERMOSCAN**, создать ярлыки на рабочем столе компьютера,
 - Перезагрузить компьютер.

Методика проведения измерений

Включить питание компьютера и запустить программу **Thermoscan-standard.exe** или **Thermoscan-sample.exe**. В варианте программы **standard** термограмма строится в координатах *разница температур образца и эталона – температура эталона*, в варианте **sample** термограмма строится в координатах *разница температур образца и эталона – температура образца*. Термограмма, записанная в одной программе, может просматриваться в другой и наоборот. Включить прибор, нажав на кнопку питания, при этом загорится зеленый светодиод, нажать на тумблер подъема нагревательного элемента вверх, дождаться остановки подъема, установить кварцевый сосудик с образцом в кварцевый держатель на правую

крепления нагревательного элемента!!! Освободить прибор от транспортировочной упаковки и креплений.

Условия хранения прибора – 1 по ГОСТ 15150. Прибор должен храниться в упаковке предприятия-изготовителя.

Комплектность прибора

Наименование	Количество
Измерительный блок	1 шт.
Кабель соединения компьютера с USB портом компьютера	1 шт.
CD с программным обеспечением	1 шт.
Кварцевые измерительные сосудики	5 шт. + 1 большего объема*
Кварцевый запаянный сосудик с эталоном (0.5 г Al ₂ O ₃ или SiO ₂)	1 шт.
Кварцевая трубка и кварцевый держатель	1+1 шт.
Запасная измерительная термопара (ХА)	1+1 шт.
Запасная регулирующая термопара (ХА)	1 шт.
Сетевой кабель	1 шт.

*-устанавливается прямо на термопару без использования кварцевого держателя.

Возможные неисправности и способы их устранения

1). При транспортировке или в процессе эксплуатации нагревательный элемент сместился относительно подставки с измерительными термопарами. –

программа в Windows) изменить цифровое значение (по умолчанию 3230).

Пусть измеренное значение веса однограммовой гирьки составляет 0.9. Тогда новое значение коэффициента должно быть равно $3230 \cdot 0.9 = 2907$

Требования техники безопасности при работе с прибором

Прибор должен быть заземлен (сетевой шнур прибора должен включаться в колодку с розетками с заземлением, в эту же колодку должно быть подключено питание компьютера, подключенного к прибору).

При нарушении нормальной работы прибора, необходимо отсоединить его от электросети и принять меры к устранению неисправности.

Требования к персоналу

К работе прибора допускается персонал, ознакомленный с устройством прибора и правилами эксплуатации электроустановок.

10. Транспортирование, распаковка и хранение

Изделие в транспортной таре может транспортироваться всеми видами транспорта в крытых транспортных средствах при температуре от 0 до 40 °С. Во время погрузочно-разгрузочных работ и транспортировки прибор не должен кантоваться, сильно наклоняться, подвергаться ударам, тряске и воздействию атмосферных осадков.

Для распаковки прибора вскрыть ящик, вытащить прибор за специальную веревку (ленту). **Не вытаскивать** прибор из упаковочного ящика за штанги

термопару и ампулу или сосудик с эталоном в кварцевую трубку на левую термопару как показано на рис.4. (Сосудик с образцом устанавливать аккуратно на термопару, не нажимая, превышение допустимой нагрузки может привести к выходу из строя системы взвешивания!)

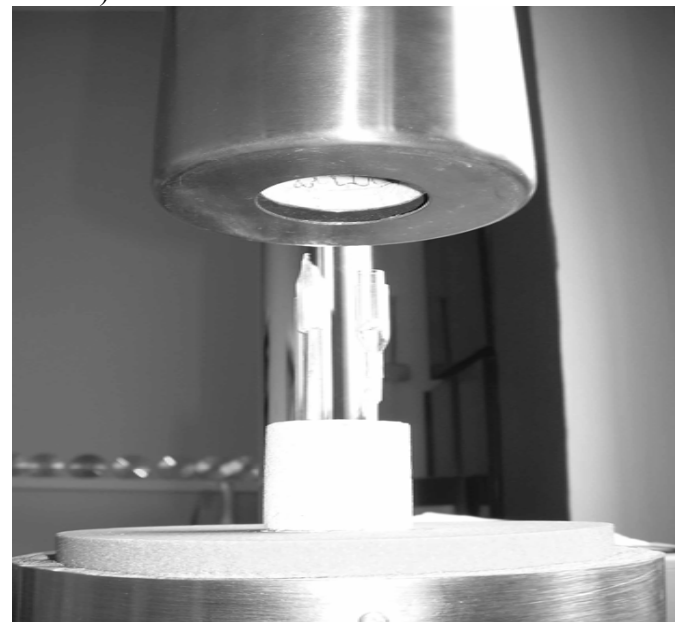


Рис.4

Нажать на тумблер подъема нагревательного элемента вниз.

До начала измерений прибор должен находиться во включенном состоянии не менее 30 минут, иначе на кривой потери веса может наблюдаться дрейф сигнала.

Съемка термограммы

1) Если перед этим снималась термограмма или просматривалась ранее снятая термограмма, то записать и стереть или просто стереть с экрана предыдущую

термограмму (меню "Файл", подменю "Записать" и "Стереть").

2) Войти в меню "Режим", подменю "скорость" и выбрать необходимую скорость нагрева (по умолчанию 10 град./мин.) и в подменю "температура" и выбрать предельную температуру нагрева (по умолчанию 400 °С) при этом соответствующие пункты будут отмечены галочкой. *Для удлинения срока службы термопар и нагревательного элемента нагревать только до необходимой температуры и по окончании съемки термограммы поднимать печь для повышения эффективности ее охлаждения. При съемке до температур, превышающих 800 °С, использовать скорость нагрева не менее 10 град./мин. Срок службы термопар и нагревательного элемента при температурах, превышающих 800 °С, резко сокращается.*

3) Нажать курсором на панель "Пуск" при этом происходит визуальный эффект ее утапливания.

4) На панели "Дифференциальный сигнал" строиться график зависимости разницы температур образца и эталона от температуры (левая ось ординат, градусы) и график зависимости изменения веса образца от температуры (правая ось ординат, граммы). На панели "Сигнал с эталона" строиться график зависимости температуры эталона от времени (левая ось ординат, градусы) и зависимость потери веса образца от времени (правая ось ординат, граммы). Для просмотра той или иной зависимости достаточно установить курсор мыши на соответствующую панель и нажать на левую клавишу мыши.

5) В случае необходимости во время съемки можно изменять диапазон шкалы дифференциального сигнала

3230

1

0

В программе измеренное значение температуры корректируется следующим образом:

$T(\text{скорректированное}) = (T(\text{измеренное}) - v) / a.$

Калибровка измерений потери веса

(только в случае большой систематической ошибки измерений потери веса)

В соответствии с инструкцией включить прибор.

Поднять нагревательный элемент.

В качестве образца установить пустой кварцевый стаканчик.

Активировать панель «режим нагрева» (щелкнуть левой клавишей мыши на закладке «сигнал с эталона»)

Установить курсор в середину экрана, нажать на правую кнопку мыши и, не отпуская, потащить курсор вертикально вниз, до тех пор, пока на правой оси ординат не появится значение «1».

Запустить программу (установить низкую скорость нагрева, например 1 град/мин) щелкнув на панели «Пуск»

Через некоторое время (например 5 минут) аккуратно положить в стаканчик гирьку (1 грамм).

Через некоторое время (например 5 минут) остановить съемку щелкнув на панели «Стоп».

Сравнить значение штатного веса гирьки с измеренным значением.

В случае существенного различия открыть файл coeff.txt в директории Thermoscan и с помощью простого текстового редактора (например «Блокнот» - штатная

Для сглаживания данных войти в меню "Правка" подменю "Сглаживание" и выбрать подменю соответствующее кривой, которую предполагается сглаживать. При этом на экране вместо экспериментальной кривой появится сглаженная кривая. При желании можно вернуться к исходной кривой, для этого надо выбрать подменю "Отмена" меню "Правка".

Калибровка измерений температуры

(только в случае большой систематической ошибки измерений температуры)

В файле coeff.txt записаны калибровочные коэффициенты для оси "температура".

Для их определения следует:

- 1). измерить температуры плавления не менее трех реперных веществ (например In ($T_{пл.}=156.2$), Sn ($T_{пл.}=231.9$), Pb ($T_{пл.}=327.4$),
- 2). если измеренные значения температур плавления значительно отличаются от справочных, то построить график: (измеренная температура плавления репера) = f (справочная температура плавления репера)
- 3). аппроксимировать экспериментальные точки уравнением $y=ax+v$.
- 4). изменить соответствующие числовые значения коэффициентов "a" и "v" в файле coeff.txt с помощью текстового редактора (десятичный разделитель - точка).

структура файла coeff.txt:

калибровочный коэффициент для значения потери веса

коэффициент "a"

коэффициент "v"

Исходные значения:

(меню "Масштаб", подменю "Дифф. сигнал" или "Потеря веса").

Остановка съемки термограммы

1) При достижении заданной температуры (меню "Режим", подменю "температура") съемка термограммы прекращается автоматически, при этом панель "Стоп" как бы утапливается (становится неактивной).

2) В любой момент съемка термограммы может быть остановлена нажатием курсора на панель "Стоп".

Сохранение результатов съемки

Запись данных в файл

Войти в меню «Файл», подменю «Записать», выбрать местонахождение файла и ввести его имя (расширение .dat присваивается автоматически).

Данные записываются в ASCII формате (могут просматриваться из любого файлового менеджера или текстового редактора, формат так же совместим с программами обработки экспериментальных данных, например "Origin"). Данные записываются в четыре столбика: температура эталона; разница температур образца и эталона; время; потеря веса.

Запись термограммы в графическом формате

Войти в меню «Файл», подменю «Экспорт», выбрать подменю с желаемым графическим форматом (BMP или WMF), выбрать местонахождение файла и ввести его имя (расширение .bmp или .wmf присваивается автоматически).

Созданный файл может быть просмотрен в программе для просмотра или редактирования графических файлов (ACDSee, Photoshop или др.) а также вставлен в документ создаваемый с помощью программы «MS Word».

Просмотр ранее снятых термограмм

1) Войти в меню «Файл», подменю «Открыть» и выбрать необходимый файл.

Одновременно можно открывать до 6 термограмм.

2) Для изменения диапазона шкалы сигнала необходимо войти в меню "Масштаб", выбрать необходимое подменю, выбрать соответствующий масштаб.

3) Для масштабирования определенного фрагмента графика (прямоугольника) необходимо: установить курсор в верхний левый угол мысленно выбранного прямоугольника; нажать на левую клавишу мыши и, не отпуская клавишу, двигать курсор в правый нижний угол прямоугольника; задаваемый фрагмент будет выделяться рамкой; отпустить левую клавишу мыши. При этом выделенный фрагмент будет увеличен на всю панель. Для возвращения в исходный масштаб достаточно в любом месте графика установить курсор мыши; нажать на левую клавишу мыши и, не отпуская, передвинуть курсор в направлении по диагонали налево - вверх.

4). Для изменения диапазона графика, выводимого на панель (например, если часть графика выходит за границы панели), установить курсор в любом месте между осями графика, нажать на правую клавишу мыши и, не отпуская, двигать курсор в нужном направлении.

Стирание с экрана ранее снятой термограммы

Войти в меню «Файл», подменю «Стереть».

Определение температуры эффектов и величины теплового эффекта

1) Нажать на панель «Параметры» при этом откроется специальное окно в котором будут выводиться данные.

2) Для работы с кривой δT необходимо, чтобы была нажата кнопка "Т"; для работы с кривой δM необходимо, чтобы была нажата кнопка "М".

3) Подвести курсор мыши к необходимой точке и нажать на левую клавишу мыши. При этом на указанном месте появиться желтый кружок и в специальном окне появиться: номер точки, величина δT (δM), значение температуры соответствующее этой точке.

4) Для определения величины теплового эффекта кнопка "Т" должна быть нажата. Подвести курсор мыши к началу теплового эффекта (указатель мыши должен находиться на экспериментальной кривой, при этом указатель мыши из стрелки превращается в крестик) и нажать на правую клавишу мыши. При этом указанное начало теплового эффекта отмечается зеленым квадратом. Далее аналогичным образом отметить конец теплового эффекта. При этом появится второй зеленый квадрат и зеленая линия, соединяющая начало и конец теплового эффекта и замыкающая площадь теплового эффекта. В специальном окне появятся данные о температуре начала и конца теплового эффекта и его величине в джоулях.

5) Для закрытия специального окна снова нажать на панель «Параметры»

Распечатка термограммы

Войти в меню «Файл» подменю «Печать».

Распечатываться будет расположенный в данный момент на экране график (графики). Параметры печати изменяются с помощью подменю "Параметры" меню "Файл".

Сглаживание данных