

แบบมาตรฐานวิธีการใช้เครื่องมือ Standard Operation Procedure (SOP)

ชื่อเครื่องมือ: Differential Scanning (DSC) รุ่น DSC 822e

เครื่องตรวจวัดการเปลี่ยนแปลงคุณสมบัติของสารโดยอาศัยคุณสมบัติทางความร้อน

เลขครุภัณฑ์:

ภส.05-366-001/47

ผู้ดูแลการใช้เครื่องมือ (ส่วนของ Hardware):

นายวีระวุท กะชา

ผู้เขียน SOP (Software):

นายวีระวุท กะชา (Mettler Toledo)

วันที่:

5 ตุลาคม 2535

สถานที่:

ห้องปฏิบัติการกลาง ชั้น 4

คณะเภสัชศาสตร์

เหตุขัดข้องติดต่อ

นายวีระวุท กะชา (081-7601776)

ผศ.ดร. วริษฐา ศิลาอ่อน

SOP-TYPE:

Short form, Version I

หลักการการทำงานของเครื่องมือ

เป็นเครื่องมือสำหรับวิเคราะห์หาคุณสมบัติทางกายภาพและเคมีของสารโดยใช้หลักการทำงานแบบ Heat flux differential scanning calorimetry ศึกษาการเปลี่ยนแปลงไปของค่า enthalpy โดยการวิเคราะห์ความแตกต่างของพลังงานของสารตัวอย่างกับสารอ้างอิง ณ อุณหภูมิต่าง ๆ ในรูปค่าปริมาณการดูดความร้อนและคายความร้อนโดยสารตัวอย่างและสารอ้างอิงต้องถูกวางในเตาเผาเดียวกัน และสามารถตั้งค่าอุณหภูมิ (-70) ถึง 500 °C สารตัวอย่าง และ สารอ้างอิงที่เชื่อมต่อการเกิดปฏิกิริยา ที่บรรจุในถ้วยอะลูมิเนียมขนาดเล็ก (ทองแดง หรือ แกรไฟต์ใช้สำหรับการวิเคราะห์ที่อุณหภูมิสูงกว่า 800 °C) จะถูกให้ความร้อนในบรรยากาศไนโตรเจน จากนั้นสมบัติทางความร้อนของตัวอย่างที่เปลี่ยนแปลงตามอุณหภูมิในตัวอย่างจะ ถูกตรวจวัด และแปรผล กับการดูดการคายพลังงานของสารตัวอย่าง ซึ่งค่าที่ได้จะอยู่ในรูปกราฟ บริเวณที่มีการเปลี่ยนสถานะของสสาร มันจะเกิดการดูดการคายพลังงาน เป็นพีคที่สังเกตเห็นได้ จึงเอามาใช้ศึกษาพฤติกรรมทางความร้อนของสาร

ตำแหน่งที่ตั้งของเครื่องมือ, อุปกรณ์ประกอบ และ วัสดุที่ใช้

PH 415 ห้องปฏิบัติการกลางชั้น 4 คณะเภสัชศาสตร์ มหาวิทยาลัยอุบลราชธานี

อุปกรณ์ที่จำเป็นต้องใช้ในการป้องกันอันตรายที่อาจเกิดขึ้นจากการใช้งาน

มาตรฐานของวัสดุสิ้นเปลืองที่จำเป็นต้องใช้ในการทำงาน

1. Al crucible
2. แก๊ส ไนโตรเจน

วิธีการใช้เครื่องมือ

1. การเปิดและปิดระบบเครื่องDSC (Switching on and off DSC System)

มีขั้นตอนดังต่อไปนี้

1. เปิดเครื่องคอมพิวเตอร์และโปรแกรม STARe(ดูรายละเอียดการเปิดในข้อ 2)
2. เปิดเครื่อง Printer
3. เปิดเครื่อง DSC โดยการเปิดสวิทช์สีแดงด้านหลังเครื่อง
4. เปิด Intracooler และ แก๊สเมื่อต้องการใช้งาน

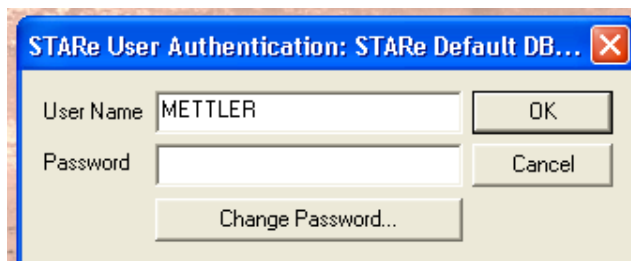
และเมื่อเลิกใช้งานต้องปิดตามขั้นตอนดังนี้

1. ปิด Intracooler และ แก๊ส ก่อนประมาณ 5-10 นาที
2. ปิดโปรแกรม STARe
3. ปิดเครื่อง Printer
4. ปิดเครื่อง DSC โดยการเปิดสวิทช์สีแดงด้านหลังเครื่อง
5. ปิดเครื่องคอมพิวเตอร์

2. การเปิดโปรแกรม STARe (Start up STARe Software)

มีขั้นตอนดังนี้

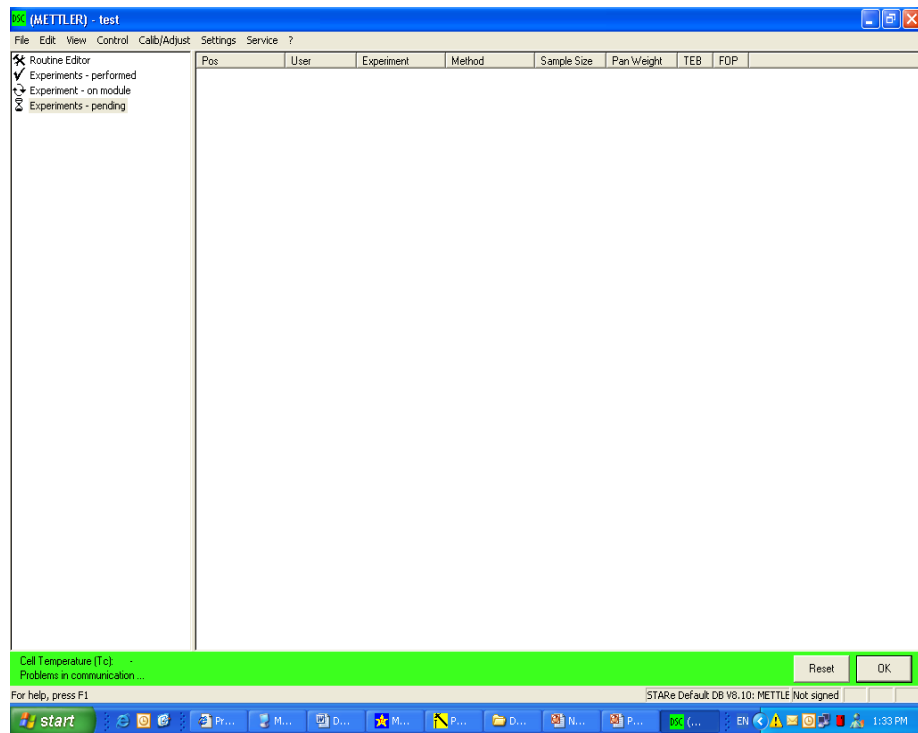
1. เปิดคอมพิวเตอร์พร้อมกับ log in user name “ingres” และใส่ password “ingres” กด enter
2. รอจนกระทั่งหน้าจอขึ้น ICON STARe SW และมุมล่างขวามือแสดงรูปเหมือนแท่งแบตเตอรี่สีเขียว
3. ดับเบิ้ลคลิก ICON STARe หน้าจอจะแสดงดังรูป



ใส่ User Name เป็น “METTLER” Password “METTLERTOLEDON” กด OK และด้านล่างของจอจะแสดง Window 2 แบบ คือ METTLER:Stare กับ DSC



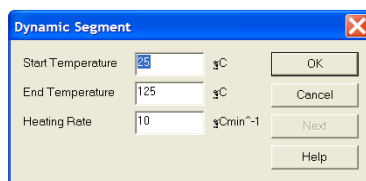
4. ให้คลิกที่ DSC Window หน้าจอจะแสดงดังรูป



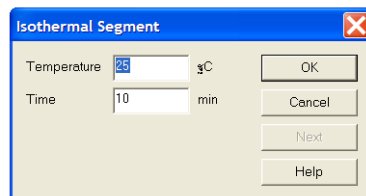
3. การสร้าง แก้ไข และเลือกโปรแกรมอุณหภูมิ (Creating Temperature Program)

เราจะสร้างวิธีการทดลองจากหน้าจอที่แสดงเมื่อมีการคลิกที่ Routine editor New, Open และ Modify แล้วกำหนดค่า condition

เลือก Temperature program แบบ Dynamic หรือ Isothermal



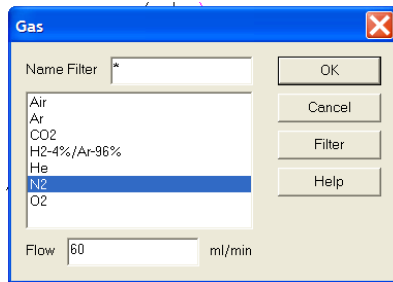
แบบ Dynamic
(กำหนดอุณหภูมิเริ่มต้น สุดท้าย และอัตราการ
ลด/เพิ่มอุณหภูมิ)



แบบ Isothermal
(กำหนดอุณหภูมิ และระยะเวลาที่ต้องการ)

สามารถสร้าง Segment ของ Dynamic และ/หรือ Isothermal ได้ต่อเนื่องมากที่สุด
10 segments

1. Double click ที่ Air เพื่อเลือกชนิดของ gas และอัตราการไหลที่ต้องการ แล้วกด OK



2. ใส่รายละเอียดการเตรียมสารตัวอย่าง ในหัวข้อ Miscellaneous/Sample Preparation
3. เลือก Crucible หรือ Pan ที่ใช้
4. เลือก Gas ที่ต้องการใช้ในแต่ละ Segment รวมทั้งตรวจสอบ Gas flow rate ที่เครื่อง DSC โดยกดที่เครื่องหมายถึง gas ซึ่ง gas 1 คือ N2 และ gas 2 คือ O2 ให้ตรงกับที่ set ไว้ข้างต้น
5. กำหนดช่วงน้ำหนัก sample ที่ Miscellaneous/Sample Range
6. ไปที่ Miscellaneous/Substract Blank Curve ในกรณีที่ต้องการทำ blank curve ก่อนการทำ sample
7. เมื่อสร้างโปรแกรมอุณหภูมิได้ตามที่ต้องการแล้ว ให้กดที่ save as แล้วใส่ชื่อวิธีการทดลองตามที่ต้องการ

หมายเหตุ ในกรณีที่ ทำmethod นี้มีการใช้งานไปแล้ว ถ้าต้องการแก้ไขจะต้อง save เป็นชื่อใหม่ ไม่สามารถ save ทับได้

การส่งการทดลอง

1. ให้ใส่ชื่อตัวอย่าง และน้ำหนักที่ใช้
2. กดปุ่ม Send experiment หลังจากนั้นที่มุมล่างซ้ายมือประโยคจะเปลี่ยนจาก Standby temp. ไปเป็น Go to insert temp.
3. เครื่องจะรอจนกระทั่งประโยคเปลี่ยนเป็น Please insert sample แล้ว Sample Robot จะหยิบ sample ณ ตำแหน่งที่ส่งไป ลงใน furnace ใส่ Reference ในตำแหน่ง R แล้วเปิด Furnace กดปุ่ม OK ที่เครื่อง DSC หรือ ที่คอมพิวเตอร์ก็ได้ (เปลี่ยนหน้าจอไปเป็น online curve โดยเลือกที่ experiment on module)
4. จากนั้นประโยคด้านล่างจอจะเปลี่ยนเป็น Measurement และเป็นแถบสีแดง แสดงว่าเครื่องได้เริ่มทำการทดสอบสารแล้ว เมื่อการทดสอบสิ้นสุด จะเปลี่ยนเป็นแถบสี

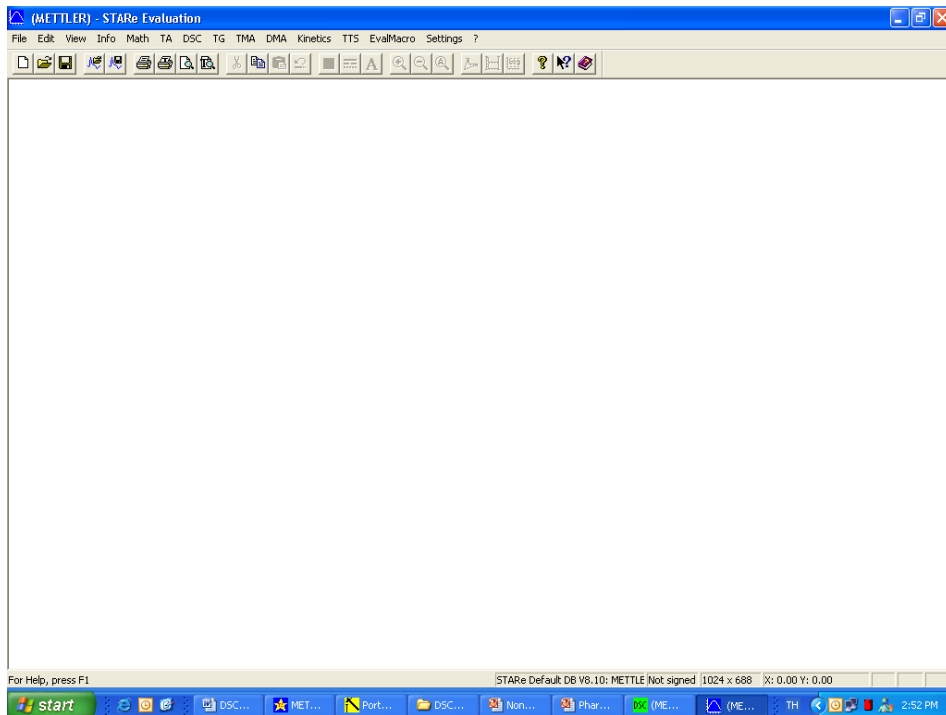
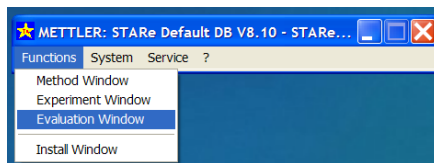
เขียนและประโยคจะเปลี่ยนเป็น Please remove sample อุณหภูมิของเครื่อง DSC จะลดลงจนกระทั่งไปอยู่ที่ Standby temp.

5. ให้ทำซ้ำอีกครั้งตั้งแต่ต้นเมื่อจะทำการทดสอบตัวอย่างใหม่อีกครั้ง

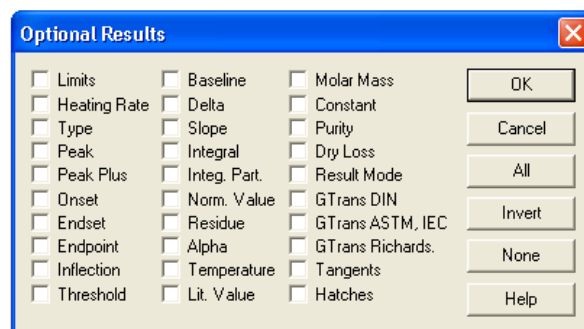
หมายเหตุ ในกรณีที่มีการกดปุ่ม Reset เพื่อยกเลิกการทดลอง เมื่อต้องการทำการทดลองต่อไป จะต้องไปที่ปุ่ม Control ด้านบนหน้าจอ แล้วเลือก Start experiment

5. การประมวลผล (Evaluating Curve)

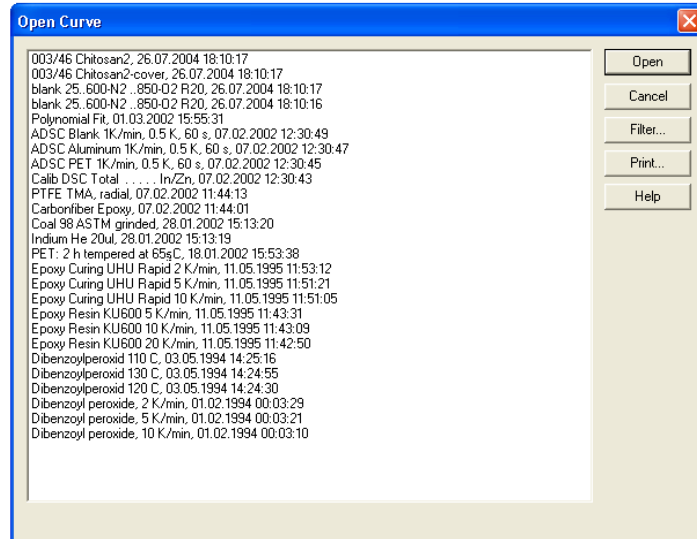
1. ไปคลิกที่ METTLER Window ด้านล่าง เลือก Function แล้วเลือก Evaluation หน้าจอจะแสดงดังรูป



2. ไปคลิกที่ Setting เลือก Optional result หน้าจอจะแสดงดังรูป



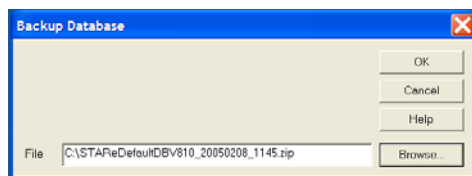
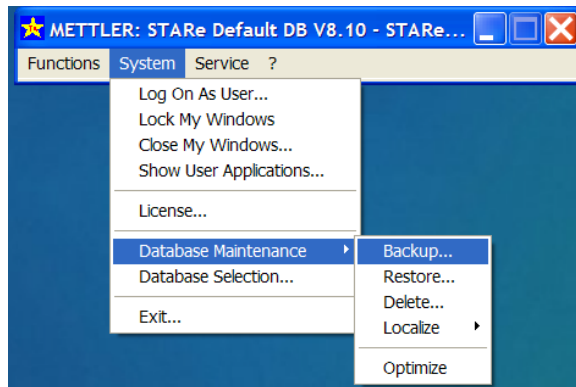
3. ให้เลือก Peak, Onset, Endset, Integral, Normalized และ Tangent กด OK และไปที่ Setting อีกครั้งและเลือก Save setting
4. เปิดกราฟที่เราต้องการประมวลผลโดยไปที่ File และ Open curve หน้าจอจะแสดงดังรูป



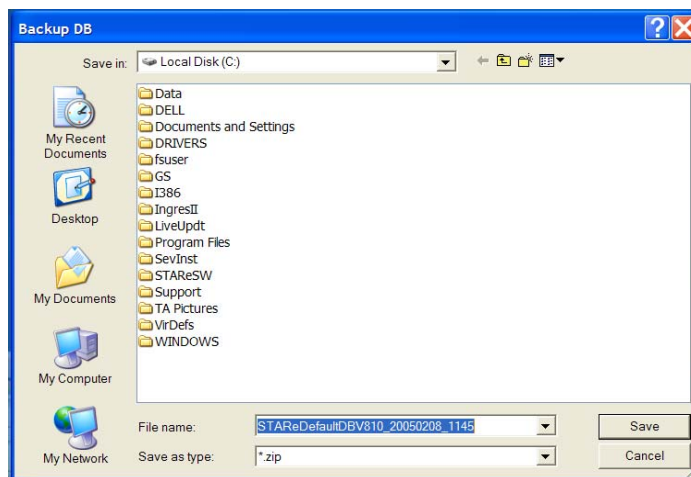
5. เลือกกราฟที่เราต้องการจะประมวลผล แล้วกด open
6. ให้คลิกเมา์ที่ซ้ายพร้อมกับลากเป็นกรอบสี่เหลี่ยมบริเวณที่เราต้องการจะประมวลผล
7. ให้ไปเลือก DSC และเลือก Glass Trans. หรือ GTran.Relax. กรณีต้องการวัดค่า Glass Transition และ ถ้าต้องการวัด เปอร์เซนต์ความเป็นผลึกของพลาสติก ให้ไปที่ Crystallinity
8. ให้ไปเลือกที่ TA และเลือก Integral สำหรับต้องการหาพลังงานความร้อนที่ใช้ในการหลอมเหลว หรือช่วงอุณหภูมิในการหลอมเหลวโดยคำนวณจากพื้นที่ใต้กราฟ เป็นต้น
9. เมื่อได้ผลตามที่ต้องการแล้ว ถ้าต้องการ save เก็บไว้ให้ไปที่ File เลือก Save Evaluation as หรือถ้าต้องการให้พิมพ์ผลในรูปกราฟก็ให้ไปที่ Plot แทน
10. การ Save รูปกราฟ เปิดกราฟที่เราต้องการประมวลผล เลือก คลิก File เลือก Import/Export แล้วเลือก Export other format ในกรณีนี้ใช้ข้อมูลให้เลือกรูปแบบนามสกุล File เป็น Text ANSI (*.txt) ถ้าต้องการรูปภาพกราฟใช้ Tagged-image file format.(*tif) แล้ว Save ลงที่ Folder ส่วนตัวแต่ละบุคคล

6. การทำ Backup ข้อมูลและระบบ (Database backup)

1. ไปที่ METTLER Window แล้วเลือก System/Database Maintenance

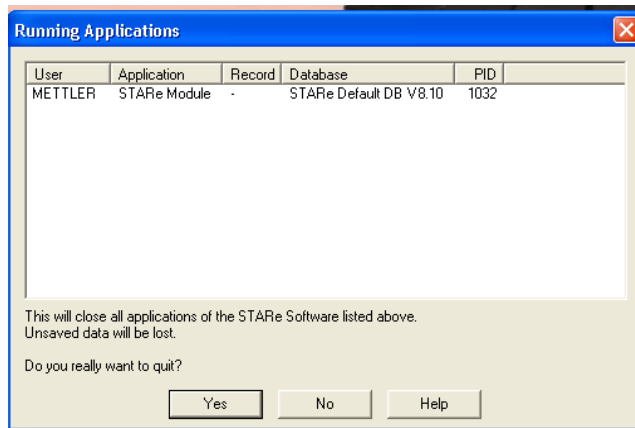


2. เลือก Folder หรือ Location ที่ต้องการเก็บ โดยกด Browse (ไม่ควรเปลี่ยนชื่อ file ที่โปรแกรมตั้งไว้ให้)



7. การปิดโปรแกรม STARe (Exiting STARe SW)

1. ให้ปิดหน้าต่างของ Method, Experiment และ Evaluation ก่อนถ้าเปิดไว้ โดยไปคลิกที่ช่องกากบาททางมุมบนขวามือ
2. ให้ไปที่ METTLER Window เลือก System และเลือก Exit หน้าจอจะแสดงดังรูป



3. กด yes เพื่อยืนยันการออกจากโปรแกรม
4. เมื่อเปิดโปรแกรม STARe เรียบร้อยแล้ว จากนั้นให้ปิดเครื่อง printer เครื่อง DSC และ เครื่องคอมพิวเตอร์ตามขั้นตอน

แนวทางการแก้ไขเมื่อมีปัญหาเกิดขึ้น

1. ปิดแก๊ส ปิดเครื่อง
2. ติดต่อนักวิทยาศาสตร์ผู้รับผิดชอบเครื่องมือ

คำเตือนและข้อควรระวังในการใช้

1. เมื่อใช้งานเสร็จควรปิด เครื่องทำความเย็น cooling ทันที
2. ปิดวาล์วแก๊สทันที ที่ใช้งานเสร็จ
3. ปิดคอมพิวเตอร์และเครื่องซึ่งให้เรียบร้อย

การควบคุมมาตรฐานและการดูแลรักษาเครื่องมือ

1. Run Clean ทุกครั้งหลังใช้งาน (ผู้ใช้งานและผู้ดูแลเครื่อง)
2. Run Clean โดยใช้ ก๊าซ อ็อกซิเจน (ผู้ดูแลเครื่อง)