

Приложение
к методическому пособию

Фазовые равновесия в
двухкомпонентных системах.
Термический анализ

Томск 2003

ПОРЯДОК ПОДГОТОВКИ УСТАНОВКИ К ВЫПОЛНЕНИЮ РАБОТЫ ПО ФАЗОВОМУ АНАЛИЗУ

Модуль «Термический анализ имеет три группы гнезд для размещения ампул. Первая группа, предназначенная для нагревания ампул, имеет четыре гнезда (два из которых снабжены термодатчиками для фиксирования температуры в ходе нагревания) и снабжена нагревательным элементом. Вторая группа (расположенная посередине) имеет семь гнезд и предназначена для хранения ампул, не задействованных в текущем опыте. Третья группа — измерительный блок — имеет четыре гнезда, предназначенных для охлаждения предварительно нагретых ампул с фиксированием температуры в каждой ампуле в ходе охлаждения. Измерительный блок снабжен вентилятором для обдува ампул воздухом. Центральный контроллер позволяет управлять включением и выключением нагревательного элемента и вентилятора модуля.

Для подготовки модуля к работе необходимо при выключенном контроллере подключить шнур модуля к разъему контроллера и подключить контроллер и модуль к электрической сети (220 В).

Каждая ампула на крышке имеет цифровую маркировку. Номер ампулы, умноженный на 10, соответствует содержанию дифениламина в смеси, выраженному в массовых процентах.

РАБОТА С КОНТРОЛЛЕРОМ В АВТОНОМНОМ РЕЖИМЕ

1. Перед началом проведения работы необходимо произвести сброс предыдущих настроек контроллера. Для этого в пункте главного меню «1. Выбор установки» выбираем пункт «6. Сброс настроек, каналов и памяти».

2. Производим выбор лабораторной установки. Для этого в пункте главного меню «1. Выбор установки» выбираем пункт «1. Термический анализ». Далее все шесть термодатчиков ассоциируем с измерительными каналами. Для этого в пункте главного меню «2. Каналы измерения» перемещаем курсор до канала 1 («1-й канал») и далее (после перехода ко второй строке с помощью клавиш «←», «→») клавишами «↑» и «↓» выбираем пункт «1. Термодатчик». Эту операцию повторяем для остальных каналов.

3. Производим включение нагревательного элемента и вентилятора модуля. Для этого в пункте главного меню «3. Исполнительные устройства» клавишами «↑» и «↓» выбираем пункт «5. Вентилятор» и включаем его, перемещая курсор с помощью клавиши «←» или «→» на переключатель «Выкл»/«Вкл» (для включения необходимо нажать «↑», для выключения — «↓»). Далее переходим к пункту «6. Нагреватель» и производим установку температуры перемещая курсор на поле установки температуры и редактируя значение температуры клавишами «↑» и «↓» и включение нагревателя (аналогично вентилятору).

4. Переходим в пункт главного меню «4. Мониторинг текущей работы».

Ампулы, выбранные для текущего эксперимента, размещаем в нагревательном блоке и после их достаточного нагрева перемещаем в измерительный блок для проведения охлаждения. Контролировать температуру в ампулах во время нагрева можно, следя за показаниями термодатчиков на 5-м и 6-м измерительных каналах, которые размещены в гнездах блока нагрева. Ампулы: 0, 1 и 2 требуют нагрева до 90–100 °С; 3, 4, 5 — до 80–90 °С; остальные ампулы — до 70–80 °С.

Примечание. Ампулы с большим содержанием нафталина требуют большего времени нагрева (ампулы 0 и 1 следует установить в ячейки нагревателя, имеющие термодатчики).

5. Контроллер позволяет производить измерения в автономном режиме через фиксированные промежутки времени. Для этого в пункте главного меню «4. Мониторинг текущей работы» необходимо перейти к экрану параметров измерений (нажатием клавиши «⌘») и настроить цикл измерений. Выбираем автоматический режим записи экспериментальных данных («авто»). Устанавливаем только номер банка и интервал измерений (номер ячейки обнуляется автоматически при запуске измерений). Контроллер позволяет хранить в памяти экспериментальные данные 8 опытов (0–7 банки).

6. Когда температура в ампулах приблизится к требуемой, можно начинать измерения. Нагретые ампулы переставляем в измерительный блок и производим запуск измерений. Запуск измерений осуществляется клавишей «ПУСК». (Прим.: кнопки «ПУСК» и «СТОП» работают только в пункте главного меню «4. Мониторинг текущей работы».)

7. Просмотр текущих экспериментальных данных осуществляется на соответствующем экране в пункте главного меню «4. Мониторинг текущей работы» (переключение между различными экранами осуществляется нажатием клавиши «⌘»). При этом температуры ампул в блоке охлаждения будут отображаться на индикаторе одновременно. Значения величин измеряемых температур отображаются в левой колонке экрана (сверху вниз с первого по четвертый канал), а номер ячейки, в которую будет производиться очередная запись, и время оставшееся до измерения — в правой нижней части экрана.

8. Измерения необходимо проводить до температуры 25–26 °С. Остановка цикла измерений осуществляется нажатием клавиши «СТОП». (Прим.: после окончания измерений номер банка автоматически увеличивается на единицу.)

9. По окончании опытов, просмотреть экспериментальные данные можно, войдя в пункт главного меню «5. Просмотр данных». Редактируя номер банка и ячейки, с помощью клавиш «←», «→» и «↑», «↓» можно просмотреть значения температуры, записанные в любом банке данных в любой ячейке, то есть температуры в ампулах от начального момента до конечного через заданный интервал времени.

Примечания

— Результаты измерений хранятся в энергонезависимой памяти контроллера

УЛК и доступны в любое время вплоть до «сброса» памяти контроллера или перезаписи данного банка памяти в ходе нового эксперимента.

— Просмотр результатов можно проводить, только дождавшись окончания цикла измерений.

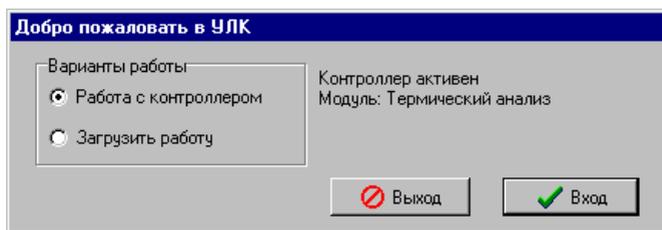
10. После проведения первого эксперимента следует продолжить проведение работы с очередными ампулами, начиная с п. 2.

УПРАВЛЕНИЕ УЛК С ПОМОЩЬЮ КОМПЬЮТЕРА

1. Универсальный контроллер подключается к персональному компьютеру через СОМ-порт с помощью специального соединительного кабеля.

2. При включенном контроллере необходимо запустить программу управления УЛК «Химия» — `elmsms2.exe`.

3. В появившемся окне инициализации («Добро пожаловать в УЛК») необходимо выбрать вариант работы с УЛК — «Работа с контроллером». При правильно подсоединенном модуле и контроллере справа должны быть надписи: «Контроллер активен» и ниже «Модуль: Термический анализ». Затем необходимо войти в программу управления УЛК путем нажатия кнопки «Вход».



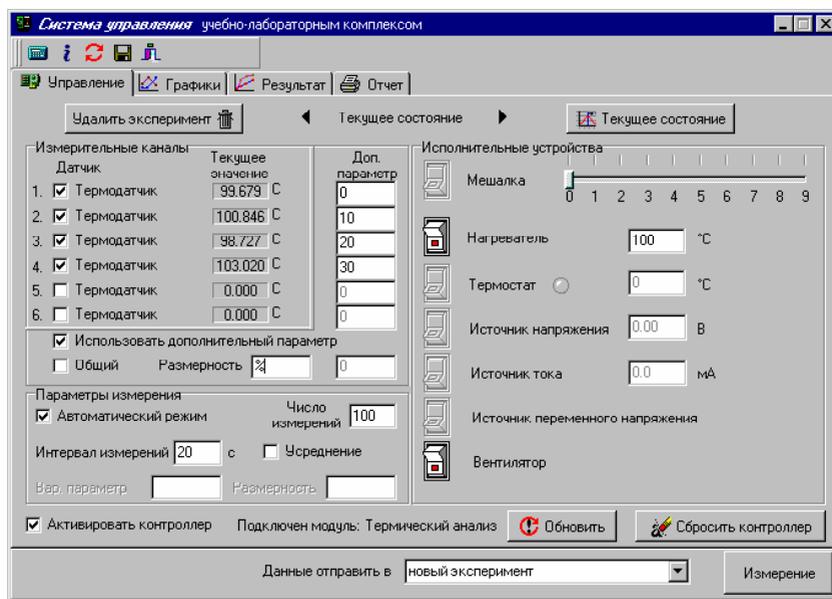
4. Далее попадаем в окно управления программой. Соответствие между измерительными каналами и датчиками происходит автоматически, необходимо лишь включить используемые в работе датчики. В нашем случае необходимо включить все шесть термодатчиков.

5. Установка температуры нагревателя (120 °С) его включение и включение вентилятора модуля производится в группе элементов «Исполнительные устройства».

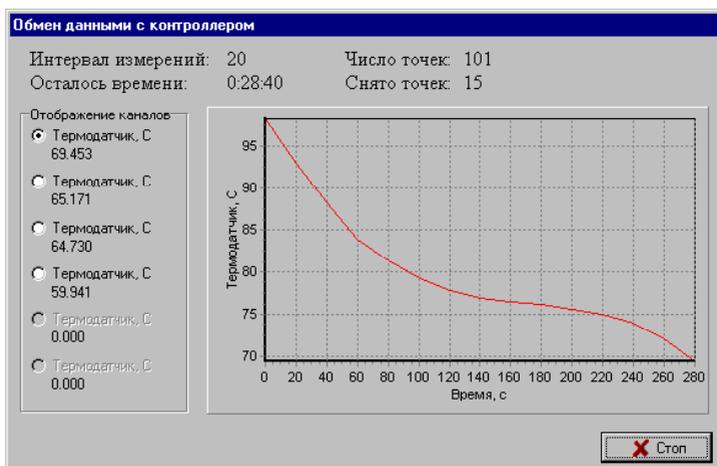
6. После этого необходимо настроить параметры измерения. Для этого в группе элементов «Параметры измерений» устанавливаем пункт «Автоматический режим» и указываем интервал между измерениями в соответствующем поле. Число измерений рекомендуется указать — 100. Далее необходимо следить за температурой в нагреваемых ампулах (каналы 5 и 6). Ампулы: 0, 1 и 2 требуют нагрева до 90–100 °С; 3, 4, 5 — до 80–90 °С; остальные ампулы — до 70–80 °С.

7. В ходе проведения работы кривые охлаждения одновременно строятся для нескольких ампул, поэтому для каждой ампулы указывается ее состав. Для

этого в группе элементов «Дополнительный параметр» необходимо установить пункт «Использовать дополнительный параметр», убрать «галочку» в поле «Общий» и в соответствующих полях «Дополнительный параметр» для каждого канала указать процентную концентрацию дифениламина в ампуле. Размерность указывается в поле «Размерность». (Размерность необходимо указывать только один раз.) (Прим.: при редактировании последнего значения параметра необходимо подтвердить окончание редактирования нажатием клавиши «Enter» на клавиатуре компьютера.)



8. Когда температура в ампулах приблизится к требуемой, можно начинать измерения. Нагретые ампулы переставляем в измерительный блок и производим запуск измерений нажатием кнопки «Измерение». Появится окно состояния измерения — «Обмен данными с контроллером», где будут отображаться результаты текущих измерений.



В ходе проведения измерений в окне будет отображаться кривая охлаждения в одной из ампул. Наблюдение за текущей температурой в остальных ампулах следует производить, переключая каналы в группе элементов «Отображение каналов».

Измерения необходимо проводить до температуры 25–26 °С во всех ампулах.

9. Когда температура в ампулах примет требуемое значение, необходимо остановить измерения путем нажатия в окне состояния измерения («Обмен данными с контроллером») кнопки «Стоп».

10. После проведения первого эксперимента следует продолжить проведение работы с очередными ампулами. Для этого необходимо перейти в окно «Управление» и нажать кнопку «Текущее состояние». Далее можно продолжить выполнение работы, начиная с п. 7.

ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

1. Полученные результаты хранятся в памяти компьютера. Для построения кривых охлаждения необходимо провести операцию добавления графика. Добавление очередного графика осуществляется

после нажатия кнопки  в специальном окне, в котором определяется соответствие между координатами графика и данными, полученными на измерительных каналах или временем (значением варьируемого параметра). Необходимо выбрать для оси абсцисс (X) «Время», а для оси ординат (Y) — требуемый канал. Также необходимо

Выберите каналы

На X:

На Y:

Номер эксперимента

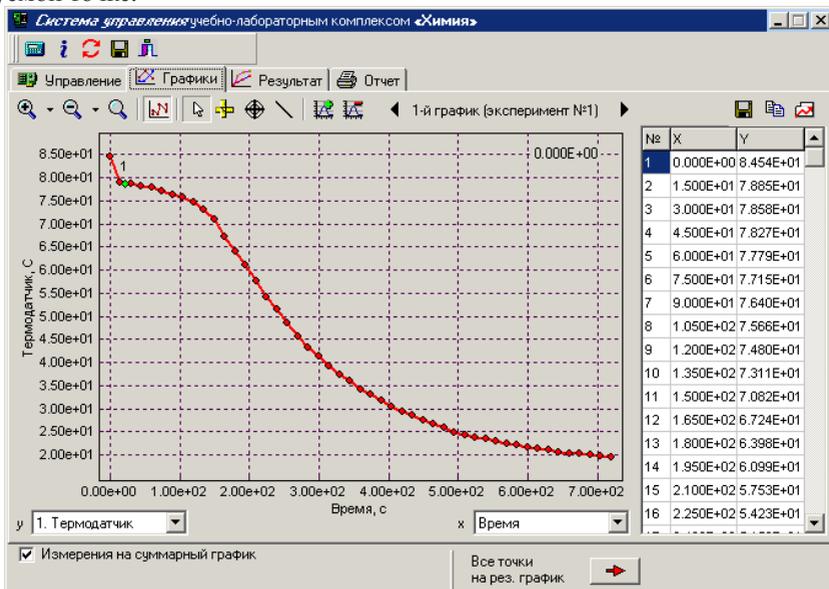
Отмена Принять

выбрать номер эксперимента, в ходе которого была получена очередная кривая охлаждения. Таким образом, мы построим все кривые охлаждения.

2. В результате получим первичные графики зависимости температуры в ампулах от времени охлаждения. Графики отображаются по одному в окне «Графики». Переключение между графиками осуществляется нажатием кнопок  и  в правой части управляющей палитры. Там же отображается номер текущего графика и номер эксперимента, в ходе которого он был получен. Значение дополнительного параметра отображается в правом верхнем углу графика.

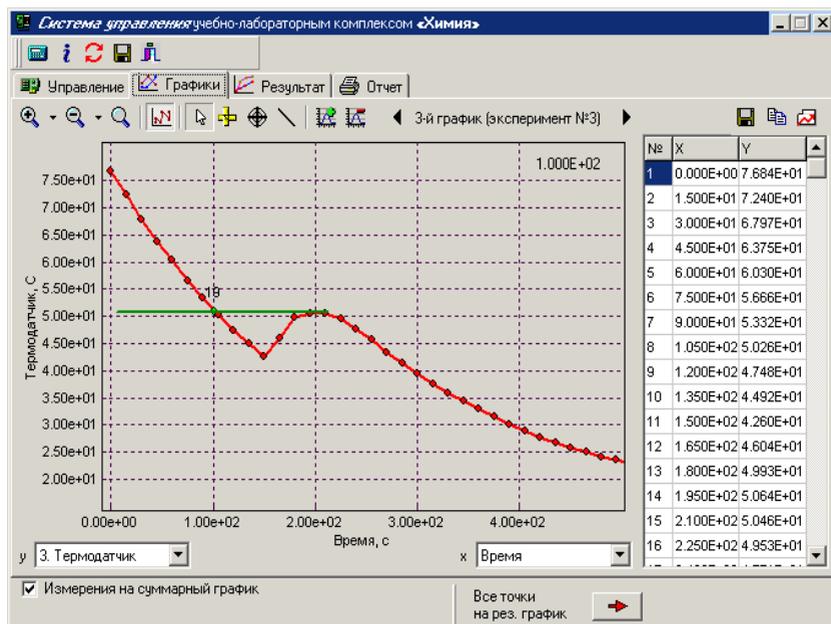
3. Далее необходимо провести обработку кривых охлаждения и определить температуры начала фазовых переходов. Все отмеченные точки автоматически будут переданы на суммарный результирующий график, если поставить «галочку» в поле «Измерения на суммарный график».

4. Далее в окне «Графики» необходимо выбрать измерительный инструмент «прицел» () , расположенный на управляющей палитре в верхней части графика, и отметить (левой кнопкой «мышки») точки изломов на кривой охлаждения или температурные остановки. На рисунке приведен пример обработки типичной кривой охлаждения. Удалить ошибочно установленные точки можно, нажав правую кнопку «мышки» после позиционирования курсора на требуемой точке.

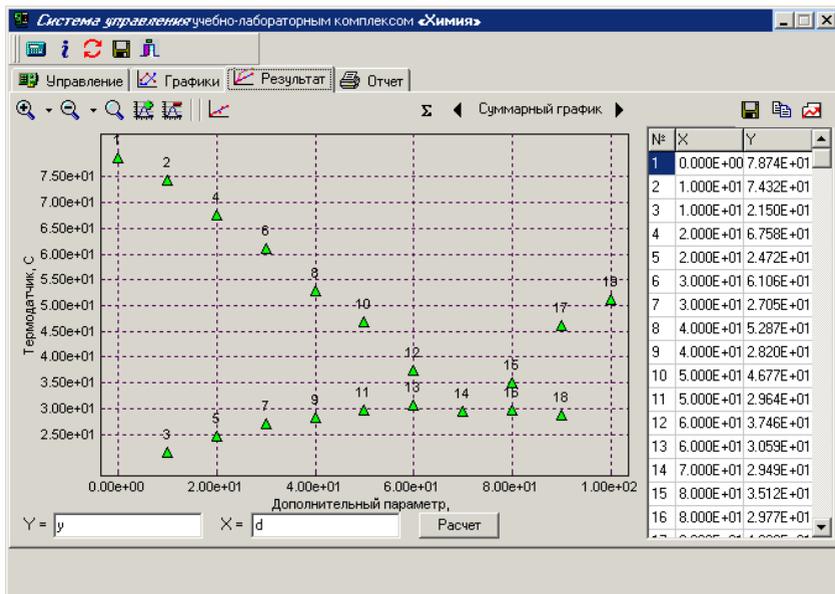


В случае если проявляется существенное переохлаждение, то порядок обработки несколько усложняется. Для получения правильных результатов следует экстраполировать участок кривой охлаждения, находящейся после переохлаждения, до участка, находящегося до переохлаждения, с помощью инструмента

«линейка» (). Пересечение этих линий будет указывать на точку, в которой должен был начаться фазовый переход. Для удобства проведения построения можно увеличить интересующий участок, выделив его, находясь в обычном режиме (когда нажата кнопка  на управляющей палитре).



5. После того как отмечены все точки на кривых охлаждения, полученную диаграмму можно построить в окне «Результат». Для этого необходимо назначить соответствие оси абсцисс суммарного графика составам смесей исследуемой системы. Для этого в соответствующем поле «X =>» вводим обозначение дополнительного параметра — d (см. рис.). Справа в таблице будут отображаться значения координат точек на графике.



5. Полученные графики могут быть распечатаны на принтере с сохранением выбранного масштаба и элементов оформления. Для этого необходимо перейти в окно «Отчет» и выбрать требуемые для печати графики.

