



**ООО инновационное предприятие ТЕТРАН**

**ПРОГРАММА СБОРА ДАННЫХ С ДЕРИВАТОГРАФА  
Q-1500D Фирмы МОМ, Венгрия (Derivatograf Q-1500D)**

**ИНСТРУКЦИЯ ПОЛЬЗОВАТЕЛЯ ПРОГРАММНО-  
АППАРАТНЫМ КОМПЛЕКСОМ  
ТКЖГ.850230.001**



МОСКВА  
2012

# СОДЕРЖАНИЕ

ПРЕДИСЛОВИЕ .....	6
Таблица 1 – Основные параметры USB – карт ввода-вывода информации .....	7
ЗАЗЕМЛЕНИЕ.....	7
1. ИНСТАЛЛЯЦИЯ ОБОРУДОВАНИЯ И ПРОГРАММНОГО ОБЕСПЕЧЕНИЯ.....	7
1.1 Установка карт сбора данных. ....	8
1.2 Установка программного обеспечения для карт сбора информации. ....	8
1.3 Установка программного обеспечения. ....	8
1.4 Установка программного обеспечения и программных драйверов без использования LabVIEW. ....	8
1.4.1 Инсталляция программного продукта.....	9
1.4.2 Начало Инсталляции. ....	9
1.4.3 Окончание инсталляции программного продукта. ....	12
1.5 Установка программных драйверов для карты сбора данных. ....	13
1.5.1 При перезагрузке будет обнаружено новое устройство – карта сбора данных. И будет предложено установить программное обеспечение для нового оборудования, Рис. 1.9. ....	13
1.5.2. Окончание установки программного обеспечения для карт ввода информации.....	14
1.6 Программа MAX. ....	15
1.6.1 На Рис. 1.14 программа MAX обнаружила 7 устройств сбора данных.....	15
2. Запуск программного обеспечения .....	17
2.1 Действия после запуска вызывающей программы. ....	18
2.2 Выбор конфигурационного файла.....	19
2.3. Вызов инструкции .....	22
2.4 Запуск программного обеспечения. ....	23
2.5. Подключение к карте сбора информации.....	28
2.6. Передняя панель программы готовая к проведению эксперимента, либо к обработке и анализу полученных ранее данных, Рис. 2.15. ....	29
2.7. Режим создания нового проекта в новой директории.....	30
3. Режим ЭКСПЕРИМЕНТ.....	36
3.1 Начало эксперимента. ....	36
3.1.1 Выбор калибровочных коэффициентов. Для этого надо выбрать следующий пункт меню:.....	38
3.1.2 Изменение толщины линий. Для этого надо выбрать следующий пункт меню:.....	39
3.1.3 Считывание данных. Для этого надо выбрать следующий пункт меню:.....	40
3.1.4 Таблица данных. Для этого надо выбрать следующий пункт меню: .....	41
3.1.5 Окончание Эксперимента.....	45
3.2. Режим Эксперимент. Опции режима. ....	47
3.2.1. Считывание данных и сохранение конфигурационного файла. ....	50
4 ОБРАБОТКА ДАННЫХ .....	54
4.1 Загрузка данных выбранного проекта.....	54
4.2. Сглаживание кривых. ....	55
4.2.1 Выбор из нескольких записей эксперимента. ....	55

4.2.2 Сглаживание кривых на графике.....	56
4.2.3 Режим компенсации уровня фона на кривой ДТА.....	58
4.3 Режим СДВИГ КРИВОЙ TG.....	71
4.5 Режим считывания полученных данных.....	72
4.6 Режим РАСЧЕТ ПО КРИВЫМ.....	75
4.6.1 Режим РАСЧЕТ СКОРОСТИ НАГРЕВА.....	76
4.6.2 Режим РАСЧЕТ ПОТЕРИ ВЕСА.....	77
4.6.3 Режим и сохранение РАСЧЕТ ПОТЕРИ ВЕСА и ЭКСТРЕМУМЫ НА КРИВОЙ.....	78
4.6.4 Получения интеграла (площади) под кривой ДТА.....	80
4.6.4.1 Получения интеграла (площади) под пиком на кривой ДТА аппроксимацией треугольником.....	81
4.6.4.2 Получения интеграла (площади) под пиком на кривой ДТА аппроксимацией фона (базовой линии) прямой.....	82
4.6.4.3 Получения интеграла (площади) под пиком на кривой ДТА аппроксимацией фона (базовой линии) полиномом.....	85
4.6.4.4 Получения интеграла (площади) под пиком на кривой ДТА аппроксимацией фона (базовой линии) термодинамическим фоном.....	90
4.7 РАСЧЕТ СКОРОСТИ ПОТЕРИ МАССЫ DTG по кривой TG.....	100
4.7.1 Расчет DTG по кривым приращения массы.....	102
4.8 Режим КАЛИБРОВКА КРИВЫХ.....	104
4.9 Режим ЗАВИСИМОСТИ ОТ $t \cdot C$ .....	105
4.10 Режим СОХРАНЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ.....	106
5 Подготовка данных для обработки.....	108
6 Результат работы режима СОХРАНЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ.....	112
7 Изменение параметров Экрана программы.....	120
7.1 Вызов калькулятора.....	124
7.2 Данные разработчика программы.....	124
8 ДОПОЛНИТЕЛЬНЫЕ ВОЗМОЖНОСТИ ИНСТАЛЛЯЦИОННОГО ПАКЕТА ВЕРСИИ 1080 И ВЫШЕ.....	125
8.1 Бесплатная программа для снятия, обработки и сохранения СНИМКОВ ЭКРАНА PickPick версия 2.3.0.....	125
9 ДОПОЛНИТЕЛЬНЫЕ ВОЗМОЖНОСТИ ИНСТАЛЛЯЦИОННОГО ПАКЕТА ВЕРСИИ 1150 И ВЫШЕ.....	130
9.1 Поддержка версий дериватографа.....	130
9.2 Поддержка сравнения сеансов в проекте.....	130
9.3 Расчет кривой DTG в процессе эксперимента.....	132
9.4 Сравнение сеансов в многосеансном проекте.....	133
9.5 Конфигурационные файлы в инсталляционном пакете.....	136
9.6 Новая цветовая гамма передней панели программы.....	138
9.10 Новые инструменты на передней панели программы.....	138
10 ХАРАКТЕРНЫЕ ТОЧКИ ПРЕВРАЩЕНИЯ ИСПЫТУЕМОГО ОБРАЗЦА НА КРИВОЙ ДТА.....	140
10.1 Режим обработки.....	140
10.1 Режим определения точек $T_0$ , $T_n$ и $T_m$ .....	142
11 ИЗМЕНЕНИЕ ЦВЕТА ФОНА ПРИ СОЗДАНИИ ОТЧЕТА В WORD.....	148

11.1 Режим СОХРАНЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ с другим цветом фона. ....	148
П Выводы. ....	150
Список использованной литературы.....	150

\*Нажав кнопку Ctrl и указав правой кнопкой мыши ссылку, Вы сразу перейдете к нужному пункту Содержания, Рис.

Принятые в Инструкции пользователя сокращения и определения.

1. Корневая директория – директория, из которой запускается программа Derivatograf Q-1500D.exe.
2. Действительные значения измеряемых параметров – значения измеряемых параметров в \*С для t\*С и DTA, мг для TG и мг/мин для DTG. Зависят от правильности калибровки в файле \*.cf.
3. Компенсирующий фон (Термодинамический фон) – зависимость, выделенная из кривой DTA и в [1] называется базовой линией.
4. Автошкалирование – использование встроенного инструмента в графике для растяжения изображения по оси X.

## ПРЕДИСЛОВИЕ

Программное обеспечение было создано для дериватографа Q-1500D фирмы MOM, Венгрия в среде LabVIEW 8.6.1 фирмы National Instruments, Остин, Техас, США. Текущая версия программного обеспечения 2.1073 от 01.05.2010.

Для сбора данных используется устройство NI USB-6008 или USB-6009, входящее в комплект поставки вместе с программным продуктом, связанное с PC-совместимым компьютером через USB-интерфейс. Однако автоматическое определение любых совместимых с NI DAQ устройствами позволяет собирать данные от любых устройств сбора данных фирмы NI, установленных в компьютер с параметрами не хуже чем USB-6008.

USB-6008 имеет 8 аналоговых входов, сигнал оцифровывается 12-битным АЦП с частотой 10кГц, 2 аналоговых выхода амплитудой от 0В до +5В и 12 двунаправленных линий TTL/CMOS. 8 аналоговых входов можно объединять в 4 дифференциальных входа с программируемым коэффициентом усиления. Максимальная амплитуда входного сигнала программируется от  $\pm 1В$  до  $\pm 20В$ .



Недорогие USB-устройства компании National Instruments объединяют в себе все основные функции, необходимые для работы в приложениях регистрации данных, проведения мобильных измерений, а также для использования в лабораторных исследованиях и учебных целях. Эти устройства обладают возможностями, достаточными для задач комплексных мобильных тестирований и испытаний. Все недорогие устройства сбора данных поставляются с готовым к использованию программным обеспечением, что позволит вам приступить к работе сразу после покупки.

Основные параметры, используемых при комплектации программного обеспечения для дериватографов Q-1500D, USB – карт ввода-вывода информации приведены в Табл.1.

Таблица 1 – Основные параметры USB – карт ввода-вывода информации

Особенности	NI 6008	NI 6009
Шина	USB	USB
Аналоговые входы	8 SE (4 DI)	8 SE (4 DI)
Частота оцифровки сигналов	10 кГц	48 кГц
Разрешение АЦП (бит)	12	14
Диапазоны входного напряжения	от $\pm 1$ до $\pm 20$ В	от $\pm 1$ до $\pm 20$ В
Аналоговые выходы	2	2
Разрешение ЦАП (бит)	12	12
Частота работы ЦАП	150 Гц	150 Гц
Выходной диапазон	0-5 В	0-5 В
Цифровые каналы ввода/ вывода	12	12
Счетчики	1, 32 бита	1, 32 бита
Синхронизация	цифровая	цифровая

SE - в режиме с одним заземленным концом

DI - в дифференциальном режиме

### ЗАЗЕМЛЕНИЕ

Поскольку аналоговые сигналы являются дифференциальными, то для их передачи необходима точка с нулевым потенциалом.

## 1. ИНСТАЛЛЯЦИЯ ОБОРУДОВАНИЯ И ПРОГРАММНОГО ОБЕСПЕЧЕНИЯ

Минимальные требования к компьютеру, на который следует установить программное обеспечение: Intel Pentium 2.0 ГГц, ОЗУ 512 Мб, видеокарта встроенная в чипсет Intel865G или старше, не менее 2-3Гб свободного места на диске C:\, USB-2 интерфейс, монитор с разрешением не ниже 1024x768, лучше 1280x1024. Использование компьютеров с процессорами и чипсетами не фирмы Intel не рекомендуется. Операционная система Windows XP SP3. Под Windows Vista и Windows 7 необходимо создать новые инсталляционные пакеты, но разработчик считает, что работать с исследовательскими приборами и программами, запускаемыми под Windows Vista и Windows 7 еще рано. Желательно для программы выделить отдельный раздел, содержащий Win XP SP3, Office 2003 или 2007 и данную программу.

**Примечание: 1. Во время эксперимента антивирусная программа и подключение к Интернету должны был выключены.**

## **2. Данное Программное обеспечение не работает под Windows 64-Bit Edition. Для операционных систем Windows 64-Bit Edition необходимо создать новые инсталляторы.**

### 1.1 Установка карт сбора данных.

В компьютере, имеющем USB-интерфейс, подключите к USB-интерфейсу устройство сбора данных USB-6008. Дифференциальные входы подключенного к USB-порту устройства USB-6008 соединить с выходами 4 каналов Т, ТG, DTA и DTG самописца, входящего в комплект Дериватографа.

### 1.2 Установка программного обеспечения для карт сбора информации.

Если на компьютере было ранее установлено NI LabVIEW версии 8.6.1 или старше и NI DAQmx версии 8.8 или старше, при включении компьютера будет обнаружено соответствующее устройство USB-6008 или другое, подключенное к компьютеру. Продолжите установку вновь найденного устройства, следуя указаниям в п. 1.5. После перезагрузки компьютера скопируйте из прилагаемого CD директорию Derivatograf Q-1500d на диск C:\. Запустите двойным щелчком левой кнопки мыши исполняемую программу расположенную в директории на диск C:\ Derivatograf Q-1500D\Derivatograf Q-1500D.exe, Рис. 2.1. Таким образом, Вы войдете в программу сбора и обработки информации для работы с Q-1500D.

### 1.3 Установка программного обеспечения.

Если не установлено соответствующее программное обеспечение, то отмените установку найденного устройства сбора данных и перейдите к установке, либо приобретенного с аппаратной частью NI LabVIEW версии 8.6.1 или старше и NI DAQmx версии 8.8 или старше, после перейдите к пункту 1.5.

1.4 Установка программного обеспечения и программных драйверов без использования LabVIEW.

Если не предполагается использование NI LabVIEW, то устанавливается пакет Derivatograf Q-1500D из инсталляционного пакета расположенного на прилагаемом CD-диске в директории \ builds\_LV861-V1018\, Рис. 1.1.



Имя	Тип	Размер	Дата	Атр
..		<DIR>	02.04.10 14:46	----
Installer Derivatograf Q-1500D		<DIR>	02.04.10 14:46	----
Derivatograf Q-1500D		<DIR>	02.04.10 14:25	----
Instruction	pdf	4 466 624	04.01.10 16:13	-a-
Приложение Б	pdf	7 069 301	21.12.09 18:48	-a-
Приложение А	pdf	217 076	21.12.09 18:47	-a-
AdbeRdr920_ru_RU	exe	25 891 200	16.10.09 06:12	-a-
NI USB 6008, 6009. Руководство польз..	pdf	810 617	14.11.08 12:08	-a-

б)

Рисунок 1.1

#### 1.4.1 Инсталляция программного продукта.

Для инсталляции запускается файл setup.exe из директории Installer Derivatograf Q-1500D\Volume, Рис.1.1 и Рис.1.2.

Имя	Тип	Размер	Дата	Атр
..		<DIR>	02.04.10 14:46	----
supportfiles		<DIR>	02.04.10 14:46	----
license		<DIR>	02.04.10 14:39	----
bin		<DIR>	02.04.10 14:39	----
setup	ini	69 313	02.04.10 14:46	-a-
nidist	id	231	02.04.10 14:46	-a-
setup	exe	4 038 656	25.03.09 13:40	-a-

Рисунок 1.2

**Примечание.** Описание создавалось на компьютере, на котором было разработано программное обеспечение, поэтому некоторые надписи на рисунках могут отличаться от надписей, приводимых в тексте. Также и тип устройства сбора информации другой. Программное обеспечение работает с любыми устройствами ввода информации, поддерживаемыми DAQmx 8.8 с параметрами не хуже приведенных в Таблице – Основные параметры USB – карт ввода-вывода информации.

#### 1.4.2 Начало Инсталляции.

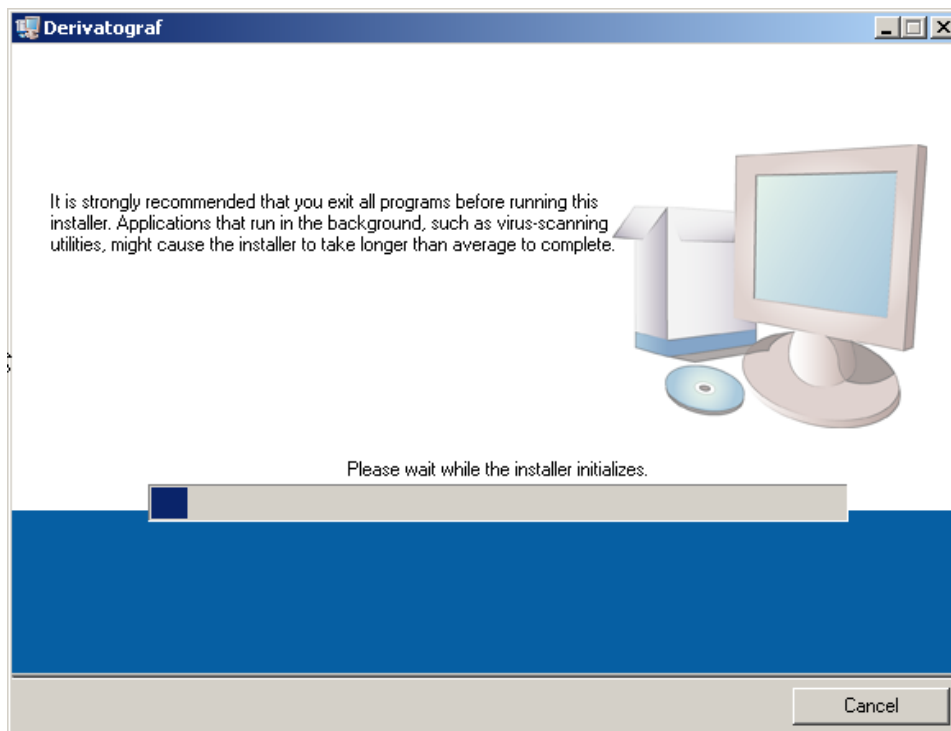


Рисунок 1.3

После проверки установленных продуктов предлагаются директории для размещения Приложения и Программных продуктов NI, Рис.1.4.

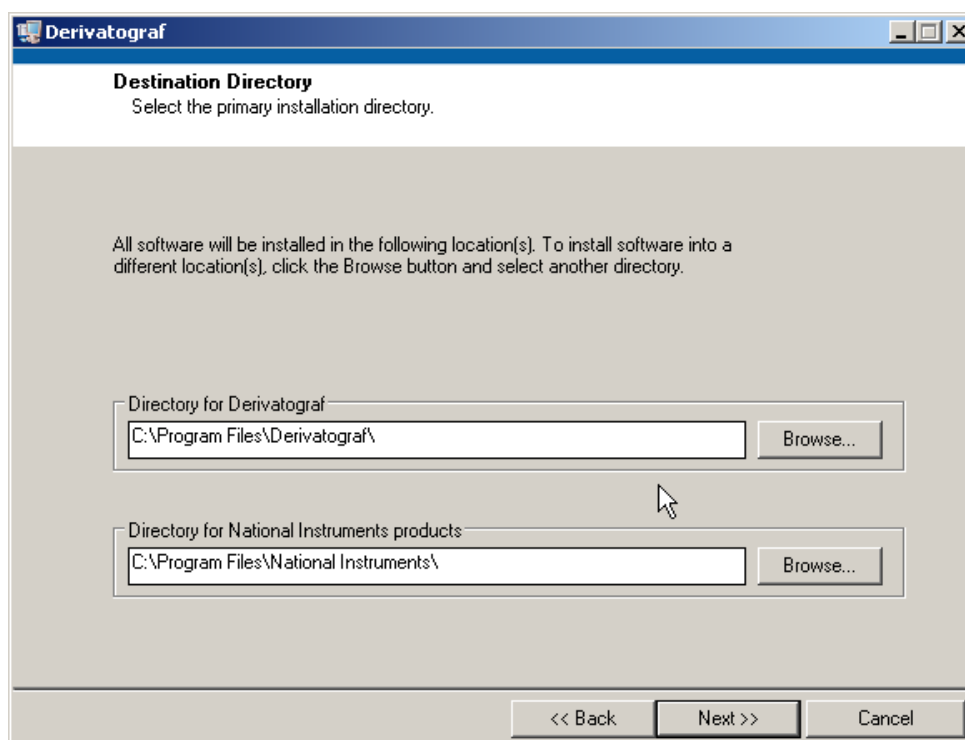


Рисунок 1.4

Далее предлагается лицензионное соглашение NI, Рис. 1.5.

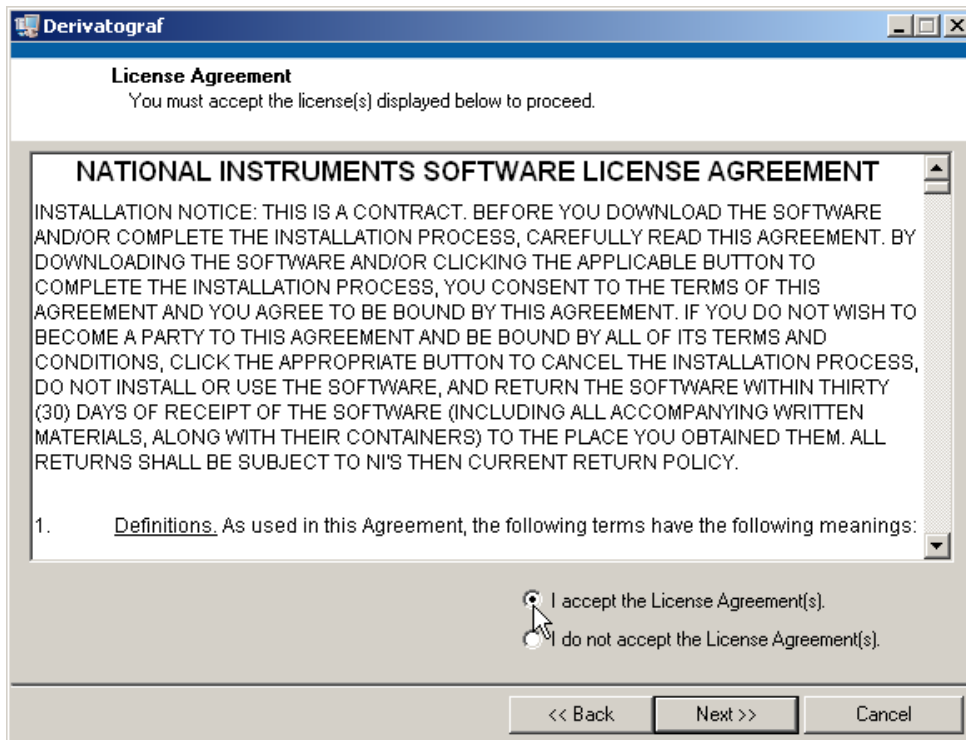


Рисунок 1.5

В следующем окне показаны программные продукты, которые будут инсталлированы, Рис. 1.6.

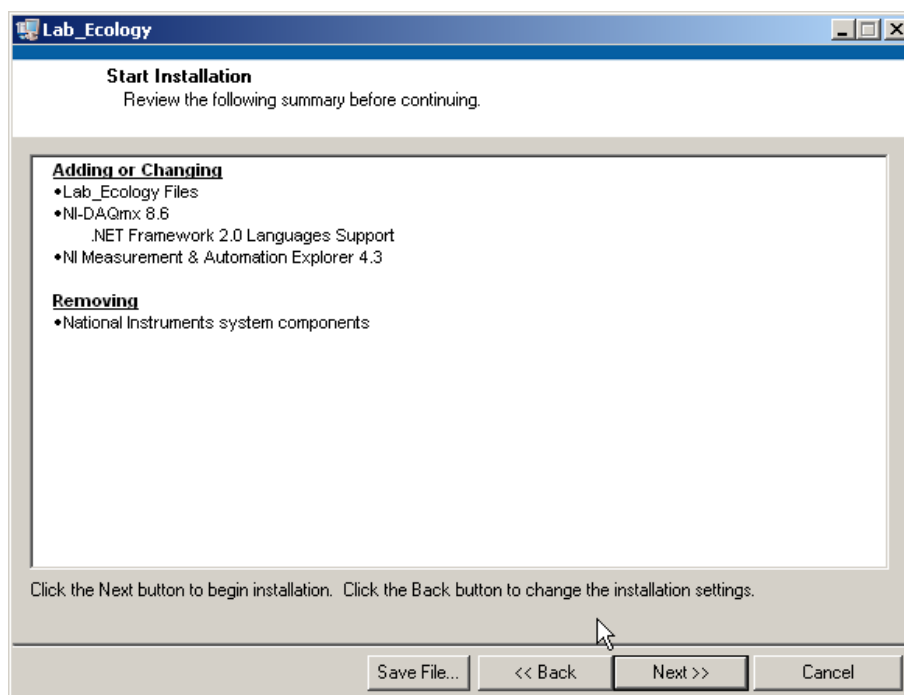


Рисунок 1.6

На Рис. 1.7 показан процесс инсталляции, который может занять несколько минут.

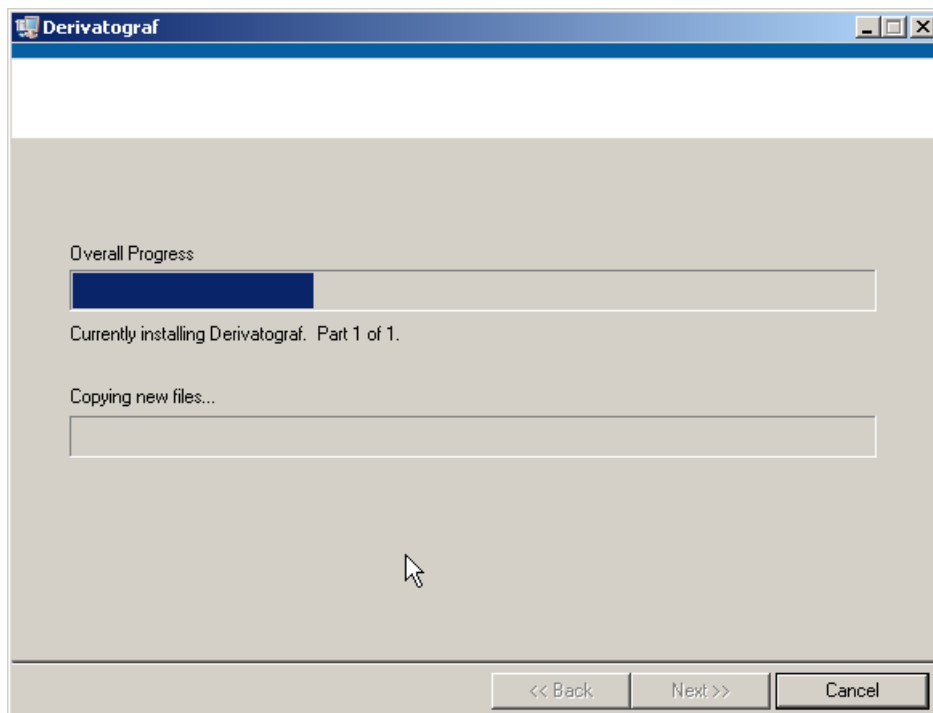


Рисунок 1.7

На Рис. 1.8 показано окончание процесса инсталляции программного продукта.

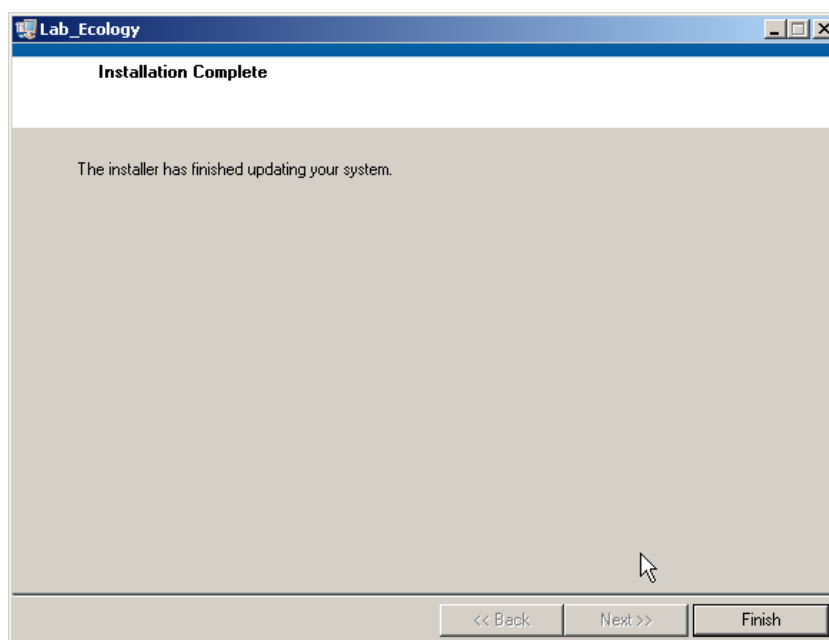


Рисунок 1.8

#### 1.4.3 Окончание инсталляции программного продукта.

После инсталляции программного обеспечения компьютер перезагружают, и при повторной загрузке компьютера обнаруживается установленное оборудование (карта сбора данных) и производится установка необходимых драйверов для него по п. 1.5.

## 1.5 Установка программных драйверов для карты сбора данных.

1.5.1 При перезагрузке будет обнаружено новое устройство – карта сбора данных. И будет предложено установить программное обеспечение для нового оборудования, Рис. 1.9.

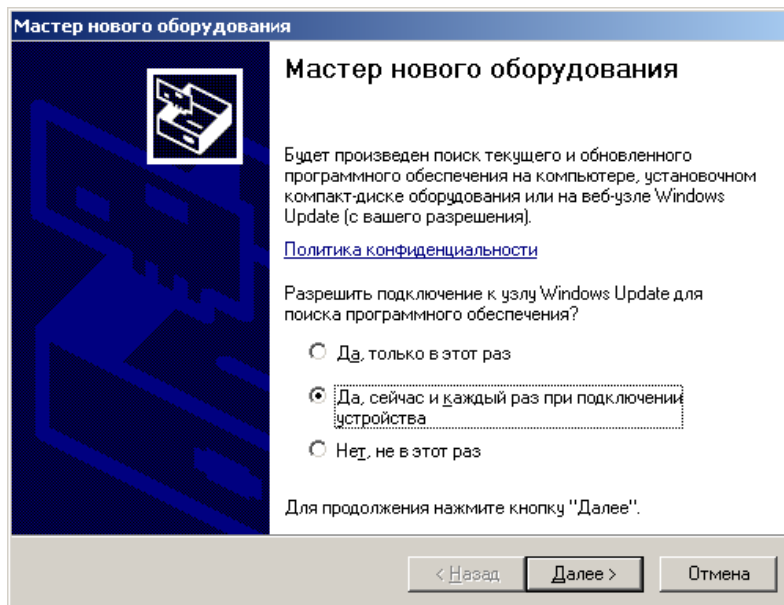


Рисунок 1.9

Лучше выбрать Автоматическую установку, Рис.1.10. На компьютере была установлена карта ввода информации PCI-6251. Собственно процесс установки не зависит от типа установленной карты и типа интерфейса к которому карта подключена. Используемая в комплекте карта ввода данных USB-6008 или USB-6009 подключаются к USB-интерфейсу (на Рис.1.10 карта PCI-6251). Программа будет работать с любой картой ввода информации производства NI и имеющей 8 аналоговых входов с дифференциальным включением и частотой оцифровки данных не ниже 10кГц.

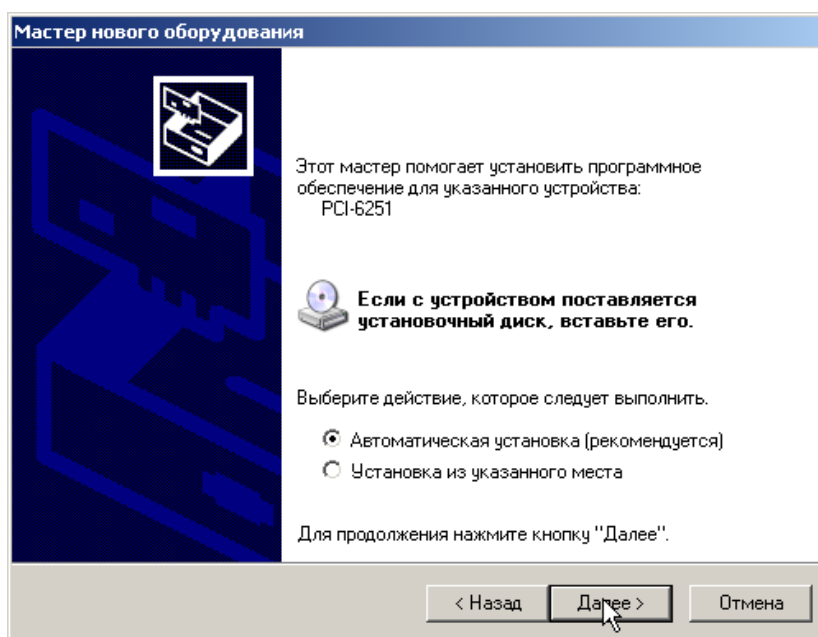


Рисунок 1.10

На Рис. 1.11 показан процесс установки программного обеспечения для карты ввода данных.

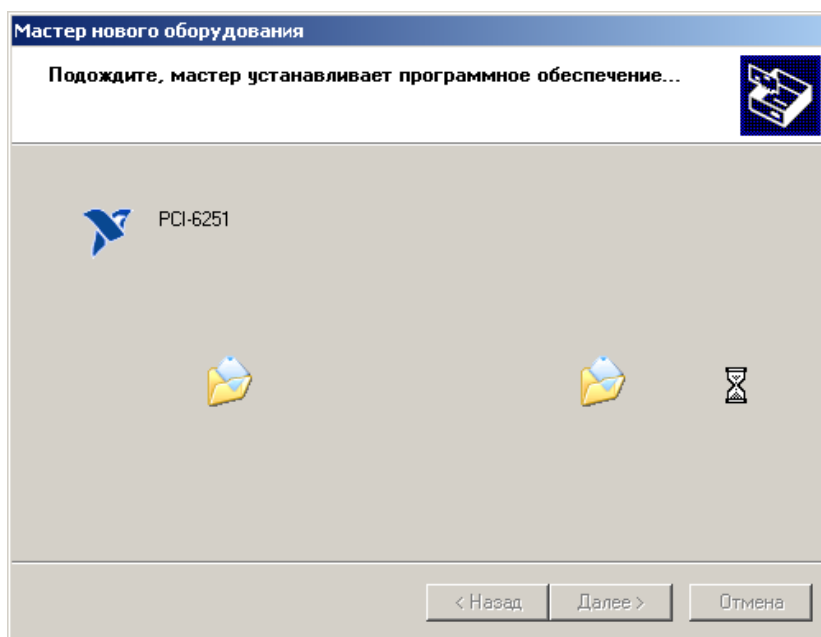


Рисунок 1.11

1.5.2. Окончание установки программного обеспечения для карт ввода информации.

На Рис. 1.12 показано окончание процесса установки программного обеспечения для карты М-серии PCI-6251

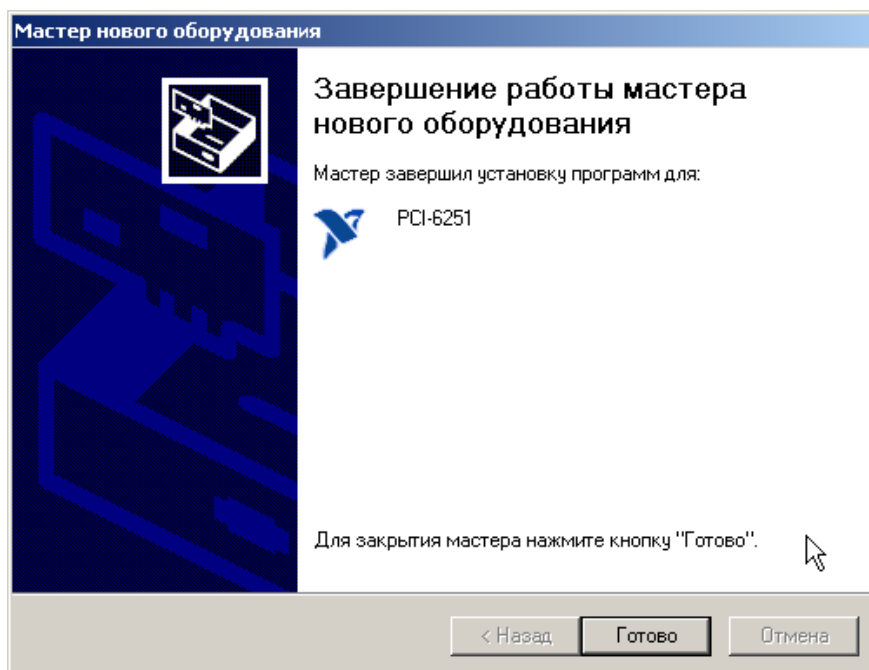


Рисунок 1.12

После окончания процесса установки программного обеспечения для карты сбора информации, например М-серии 6251 или USB-6008, будет предложено зарегистрировать устройство сбора данных, Рис. 1.13.

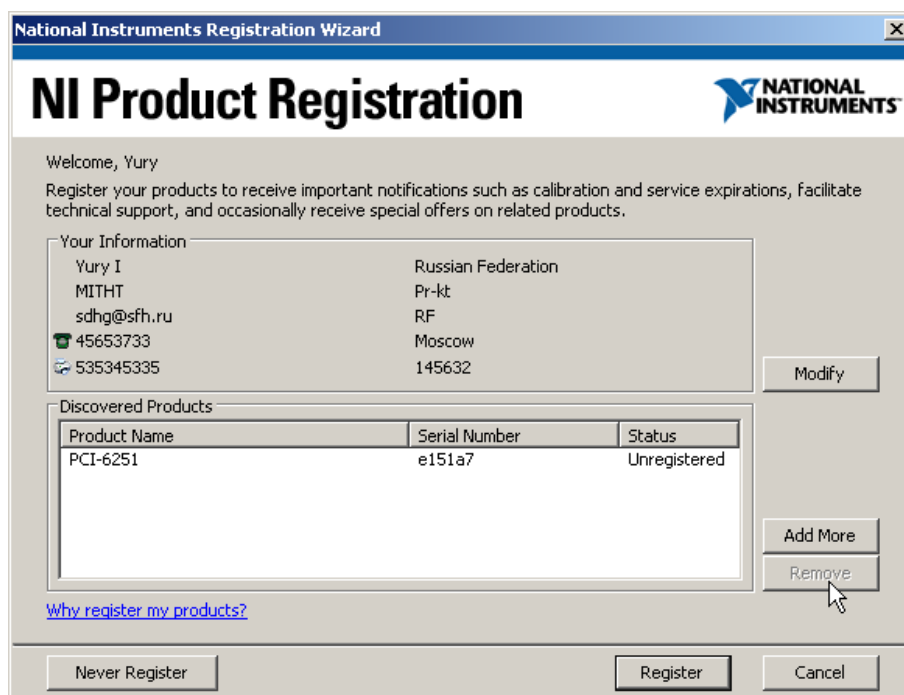


Рисунок 1.13

После окончания процесса установки программного обеспечения для карты М-серии 6251 компьютер перезагружают еще раз.

После перезагрузки компьютера все необходимое программное обеспечение установлено и можно приступать к работе, руководствуясь данным руководством и инструкцией по применению из комплекта Q-1500D.

## 1.6 Программа MAX.

Для проверки правильности инсталляции карты сбора информации запустите программу Measurement & Automation Explorer (MAX) нажав последовательно Пуск > Все программы > National Instruments > Measurement & Automation или нажать на



иконку , расположенную на Рабочем столе.

### 1.6.1 На Рис. 1.14 программа MAX обнаружила 7 устройств сбора данных

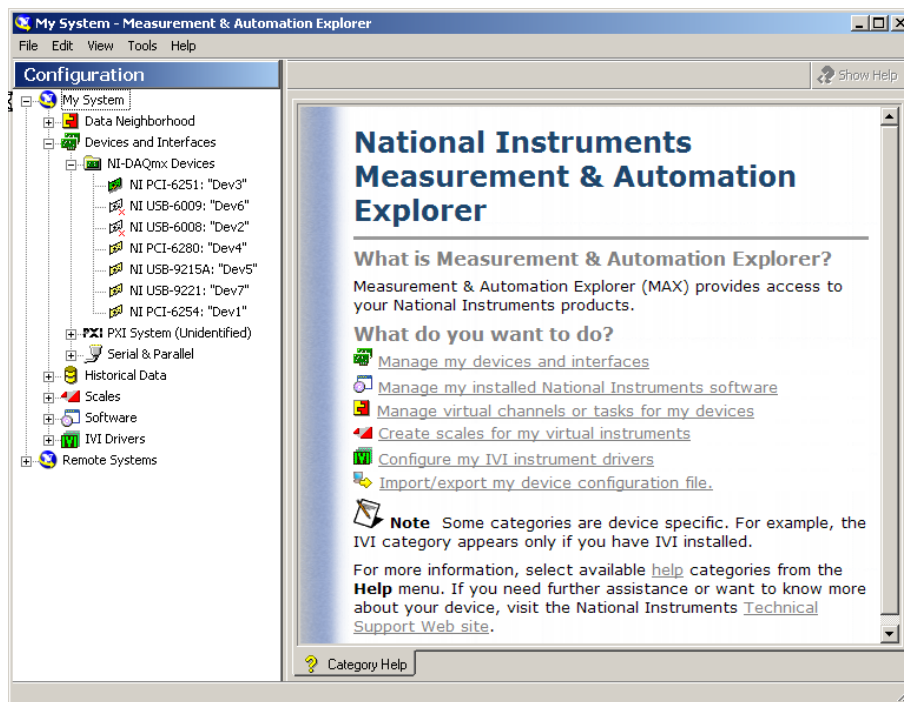


Рисунок 1.14

На Рис 1.14 и Рис. 1.15 и Рис. 1.16 показано, что к компьютеру может быть подключено разное количество устройств сбора информации, установленных на разных интерфейсах компьютера.

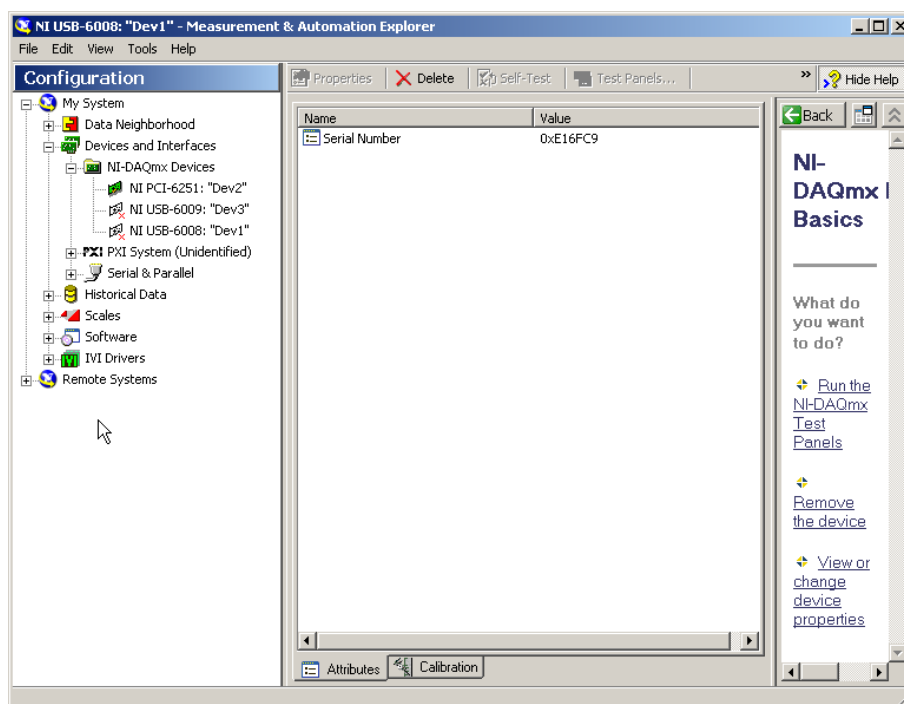


Рисунок 1.15

Если на компьютер не устанавливалось ранее никаких карт сбора информации, будет найдено только одно устройство, поставляемое в комплекте оборудования для проведения лабораторных работ по экологии, Рис. 1.16.



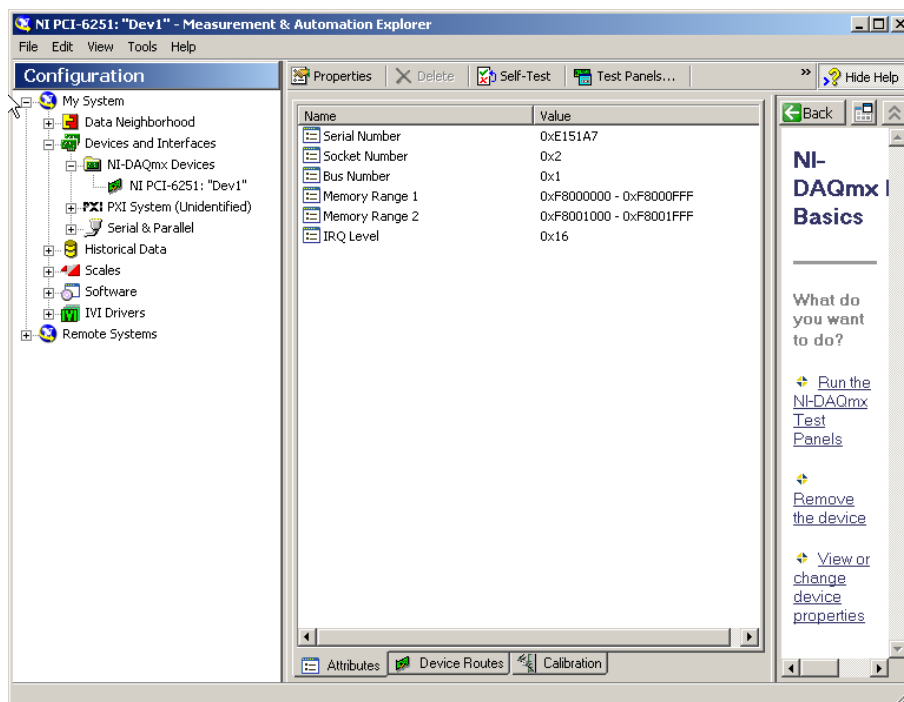


Рисунок 1.16

## 2. Запуск программного обеспечения

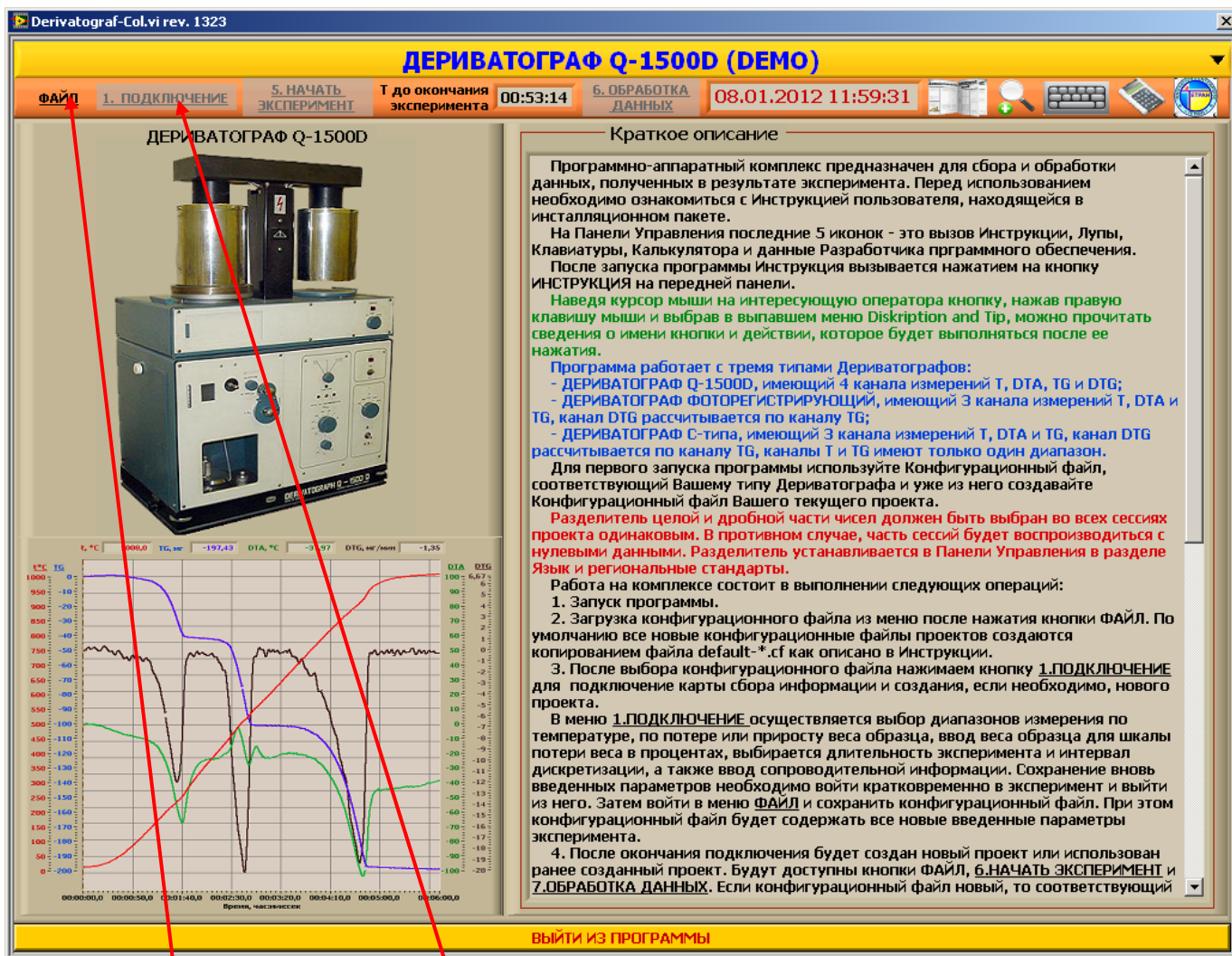
Запустить программу Derivatograf Q-1500D.exe из директории C:\Program Files\Derivatograf\, Рис. 2.1, или использовать иконку на рабочем столе.

Имя	Тип	Размер	Дата	Атрибуты
..	<DIR>		02.04.10 14:25	---
NI_report	<DIR>		02.04.10 14:24	---
NI_Standard Report	<DIR>		02.04.10 14:24	---
NI_HTML	<DIR>		02.04.10 14:24	---
NI_Excel	<DIR>		02.04.10 14:24	---
NI_Word	<DIR>		02.04.10 14:24	---
<b>Derivatograf Q-1500D</b>	<b>exe</b>	<b>4 712 960</b>	<b>02.04.10 14:25</b>	<b>-a-</b>
Derivatograf Q-1500D	aliases	38	02.04.10 14:25	-a-
Derivatograf Q-1500D	ini	250	02.04.10 14:25	-a-
Ca(COO)2H2O	tab	578 318	28.03.10 14:46	-a-
Ca(COO)2H2O	xls	578 318	28.03.10 14:46	-a-
Default	tab	1 246 347	27.03.10 19:26	-a-
Default	xls	1 246 347	27.03.10 19:26	-a-
Default-	cf	472	06.02.10 23:09	-a-
Default-	tab	274 467	06.02.10 23:07	-a-
Default-	xls	274 467	06.02.10 23:07	-a-
Default	cf	478	06.02.10 21:48	-a-
Ca(COO)2H2O	cf	470	02.02.10 16:38	-a-
Instruction	pdf	4 466 624	04.01.10 16:13	-a-
lvalarms	dll	152 188	10.12.08 15:11	-a-
lvuste	dll	21 624	10.12.08 15:11	-a-
lvjpeg	dll	161 280	10.12.08 11:44	-a-
lvpng	dll	577 583	10.12.08 11:44	-a-
lvanlys	dll	1 122 304	10.12.08 11:44	-a-
calc	exe	115 200	18.08.04 16:00	-a-

Рисунок 2.1

## 2.1 Действия после запуска вызывающей программы.

После запуска программы появится передняя панель управляющей программы, Рис.2.2.



1

2

1 - нажав на эту кнопку можно выбрать конфигурационный файл, сохранить его, переписать, а также выйти из программы

2 - нажав на эту кнопку, осуществляется выбор параметров подключения, диапазонов получаемых данных, выбор устройства ввода данных, Рис.2.9

Рисунок 2.2 – Передняя панель вызывающей программы

**ПРИМЕЧАНИЕ.** Если невозможно выйти из запущенной программ нажмите комбинацию клавиш из трех клавиш **Ctrl** и **+** и **Del**, причем **+** и **Del** (она же точка) набирается на вспомогательной клавиатуре.

## 2.2 Выбор конфигурационного файла.

После вызова программы необходимо выбрать конфигурационный файл. Конфигурационный файл – это файл с расширением \*.cf. С этим же именем, но с расширением \*.tab, будем записываться файл данных, полученных с 4-х каналов дериватографа: T, TG, DTA и DTG. Причем в этот файл записываются данные полученные непосредственно с дериватографа без обработки.

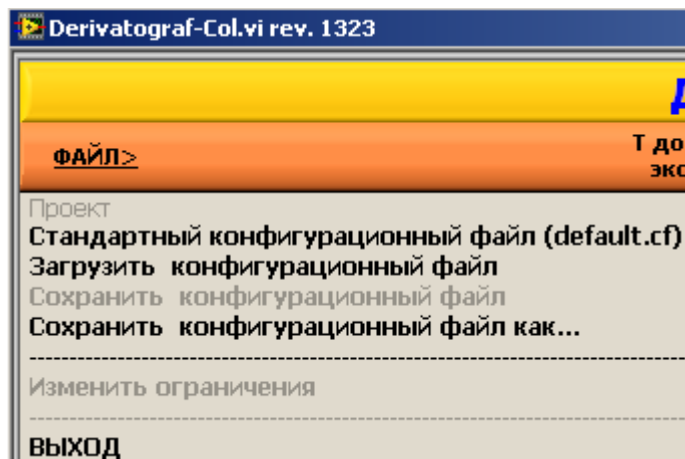
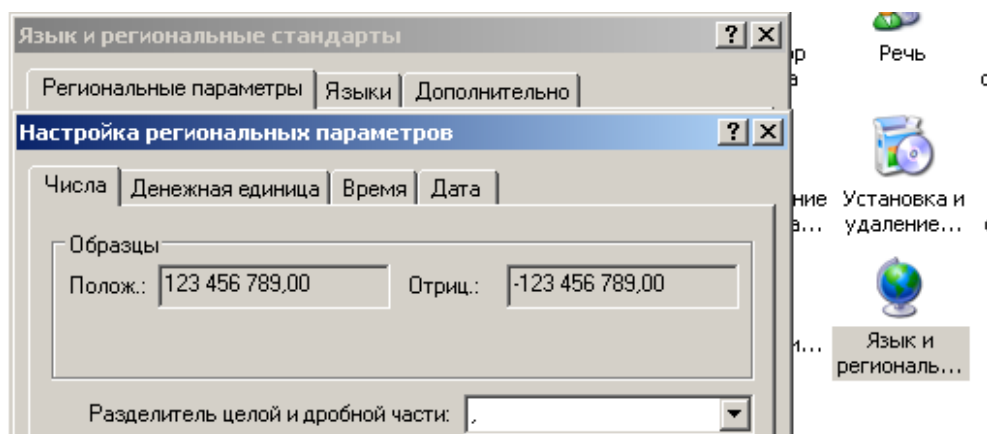


Рисунок 2.3 – Выбор конфигурационного файла

В дальнейшем, при обработки полученных результатов, можно изменять коэффициенты калибровки, без потери полученных данных, поскольку файлы с расширением \*.tab не переписываются, а дописываются при каждом вызове этого файла программой.

Если к компьютеру не подключено устройство сбора данных, то управляющая программа переходит в режим Demo. При этом, если нажать кнопку **6. Начать эксперимент**, то будет эмулироваться снятие данных с дериватографа для образца  $\text{Ca}(\text{COO})_2\text{H}_2\text{O}$ . При этом наименование программы с **Derivatograf Q-1500D** изменится на **Derivatograf Q-1500D (DEMO)**.

В Панели Управления Windows установите разделитель целой и дробной части запятой «,» или точку «.». Если в процессе работы разделитель будет меняться по какой-либо причине, то в обработке данные сессии эксперимента, снятые с другим разделителем, будут считываться нулями.



Для выбора конфигурационного файла необходимо кликнуть мышкой по кнопке ФАЙЛ, после чего откроется Меню, в котором можно выбрать конфигурационный файл, переписать его под другим именем, внести в него изменения и переписать под старым именем, Рис. 2.3.

Одновременно создаются файлы с расширениями \*.tab и \*.xls. Если такие файлы существовали ранее, то они будут дописываться новыми данными, с новыми заголовками в файлы, Рис.2.4 и Рис. 2.5.

```

-----
Дата и время начала
эксперимента: 17.08.2009 16:53:44
1. Серийный номер дериватографа: 123456
2. Место проведения эксперимента: Лаб 54
3. Фамилия и должность оператора: Сидоров
4. Исследуемый образец: K2Cr2O5
5. Номер исследуемого образца: 78
6. Вес исследуемого образца: 78.9 мг
7. Конечная температура и скорость нагрева: 1020*С, 10*С/мин
8. Пояснения к эксперименту: Ca(COO)2H2O
-----

```

T, сек	t*С	TG	DTA	DTG
0,0000	-0,2609	-0,2393	0,0008	0,1193
0,1000	-0,2609	-0,2393	0,0008	0,1196
0,2000	-0,2610	-0,2393	0,0009	0,1198
0,3000	-0,2610	-0,2393	0,0009	0,1201
0,4000	-0,2610	-0,2393	0,0010	0,1204
0,5000	-0,2610	-0,2393	0,0010	0,1206
0,6000	-0,2611	-0,2393	0,0011	0,1209
0,7000	-0,2611	-0,2393	0,0011	0,1212
0,8000	-0,2611	-0,2394	0,0011	0,1214
0,9000	-0,2611	-0,2394	0,0012	0,1217
1,0000	-0,2611	-0,2394	0,0012	0,1220
1,1000	-0,2611	-0,2393	0,0013	0,1222
1,2000	-0,2610	-0,2392	0,0015	0,1225
1,3000	-0,2610	-0,2392	0,0016	0,1227
1,4000	-0,2610	-0,2391	0,0018	0,1225
1,5000	-0,2610	-0,2390	0,0020	0,1229
1,6000	-0,2610	-0,2391	0,0017	0,1225
1,7000	-0,2610	-0,2391	0,0016	0,1225
1,8000	-0,2610	-0,2391	0,0018	0,1237
1,9000	-0,2610	-0,2392	0,0017	0,1240
2,0000	-0,2611	-0,2393	0,0017	0,1235

Рисунок 2.4 – Начало файла \*.tab

```

-----
Дата и время начала
эксперимента: 17.08.2009 16:53:44
1. Серийный номер дериватографа: 123456
2. Место проведения эксперимента: Лаб 54
3. Фамилия и должность оператора: Сидоров
4. Исследуемый образец: K2Cr2O5
5. Номер исследуемого образца: 78
6. Вес исследуемого образца: 78.9 мг
7. Конечная температура и скорость нагрева: 1020*С, 10*С/мин
8. Пояснения к эксперименту: Ca(COO)2H2O
-----

```

T, сек	t*С	TG	DTA	DTG
0,00	18,55	-0,56	-0,14	0,14
0,10	18,47	-0,56	-0,13	0,12
0,20	18,39	-0,56	-0,12	0,11
0,30	18,30	-0,56	-0,11	0,09
0,40	18,22	-0,55	-0,10	0,08
0,50	18,14	-0,55	-0,09	0,06
0,60	18,06	-0,55	-0,08	0,05
0,70	17,98	-0,55	-0,07	0,03
0,80	17,89	-0,54	-0,06	0,02
0,90	17,81	-0,54	-0,05	0,00
1,00	17,73	-0,54	-0,04	-0,01
1,10	17,91	-0,55	-0,02	-0,02
1,20	18,08	-0,57	0,01	-0,04
1,30	18,08	-0,58	0,04	-0,05
1,40	18,08	-0,59	0,08	-0,04
1,50	18,26	-0,61	0,11	-0,06
1,60	18,26	-0,59	0,05	-0,04
1,70	18,26	-0,59	0,04	-0,04
1,80	18,26	-0,59	0,08	-0,11
1,90	18,08	-0,57	0,06	-0,13
2,00	17,91	-0,56	0,06	-0,10

Рисунок 2.5 – Начало файла \*.xls

Выбрать конфигурационный файл можно по умолчанию, либо из списка сохраненных ранее конфигурационных файлов, Рис.2.6.

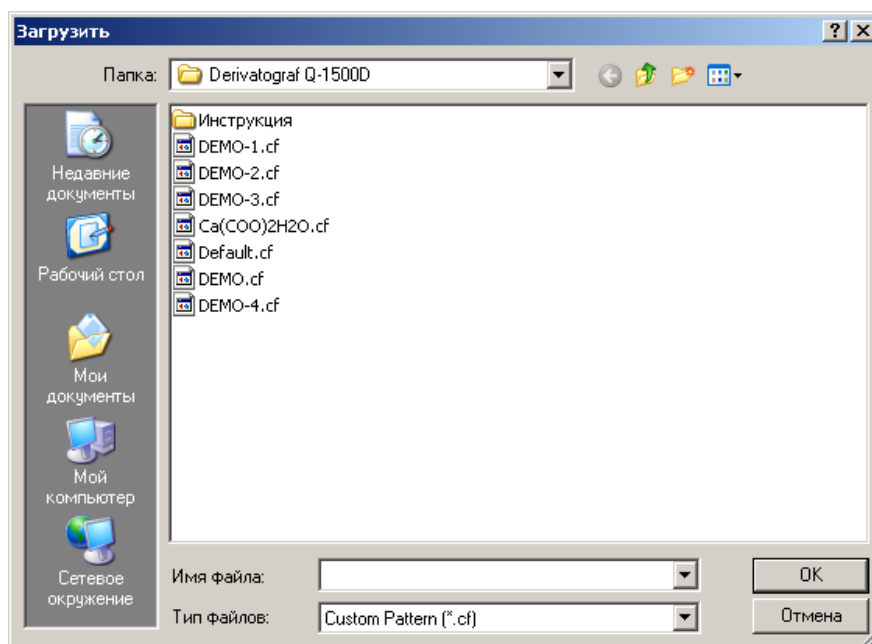
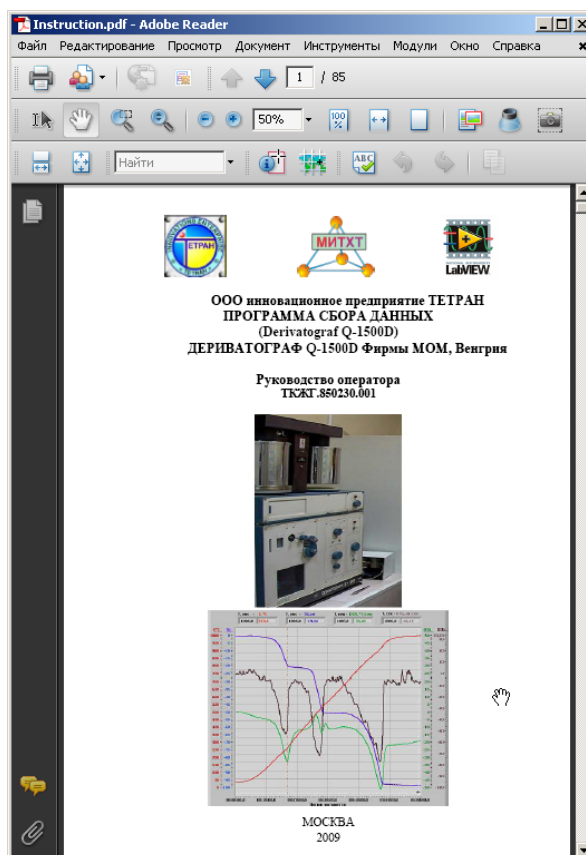


Рисунок 2.6 – Выбор конфигурационного файла

### 2.3. Вызов инструкции

Для вызова Инструкции нажмите кнопкой манипулятора «Мышь» на кнопку ИНСТРУКЦИЯ. Появится передняя панель Инструкции, Рис. 2.7, если инсталлирован Adobe Reader, желательно версии 9.1 и выше.



## Рисунок 2.7 – Панель Инструкция

### 2.4 Запуск программного обеспечения.

Для Запуска программного обеспечения и подключения к карте сбора информации необходимо нажать на кнопку ПОДКЛЮЧЕНИЕ, Рис.2.8.

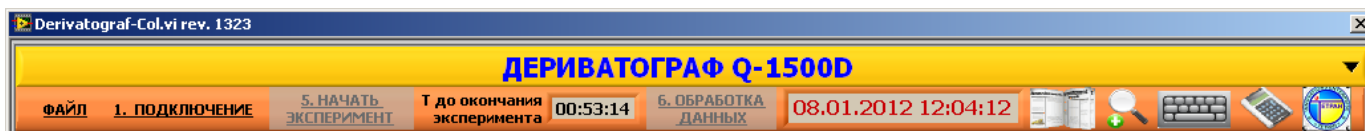
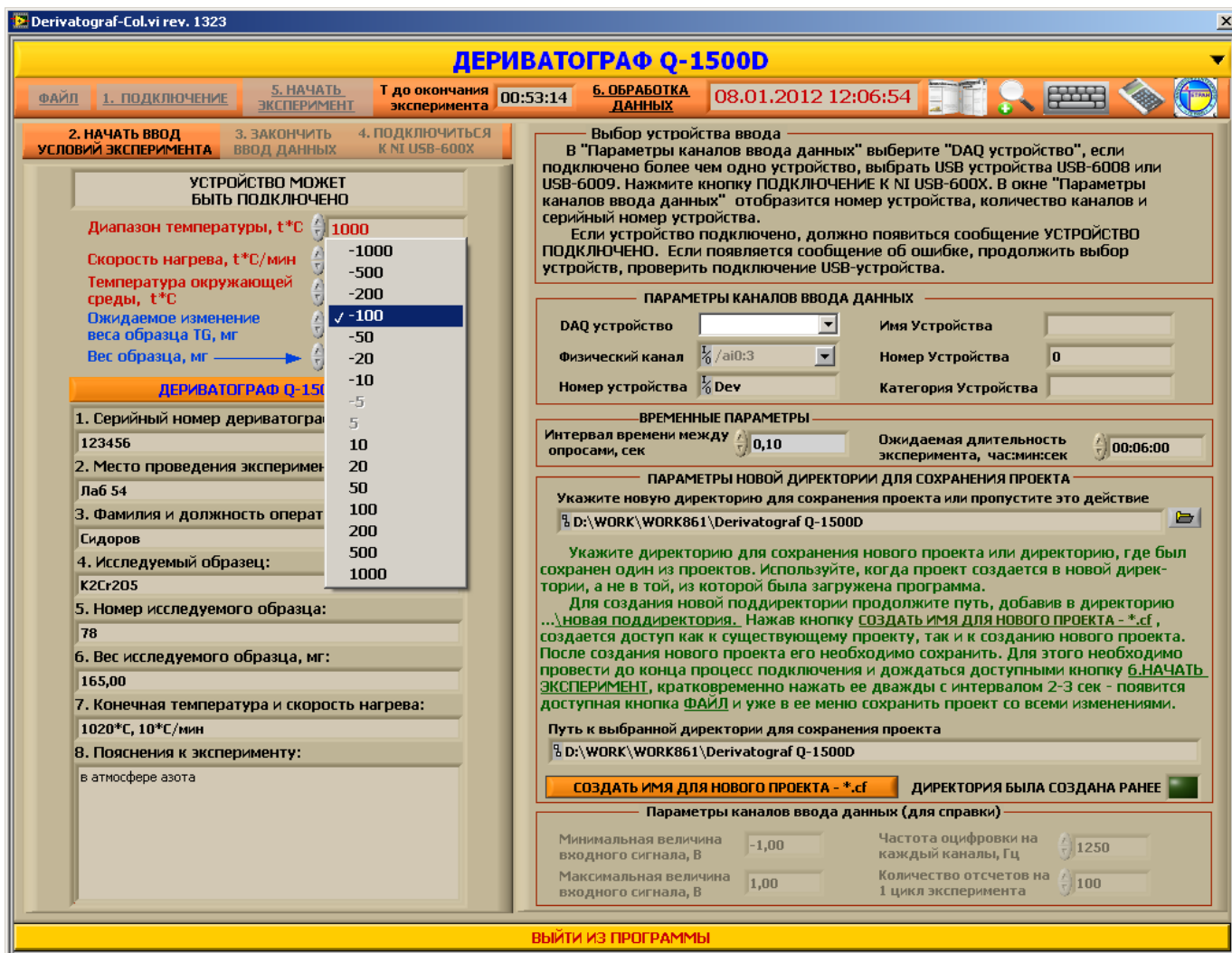


Рисунок 2.8 – Подключение к карте сбора информации.

В открывшемся окне, Рис. 2.9, видно, что подключение возможно и найдена карта сбора информации. В левой части панели можно изменить сопутствующую информацию для данного эксперимента. В правой части панели управления выбирается карта ввода информации, если их больше одной, задается частота оцифровки сигналов, количество отсчетов на один цикл эксперимента для сглаживания данных, вводится интервал опроса и время ожидаемой длительности эксперимента.



а)



2. ВВОД  
ОКОНЧЕН

3. ПОДКЛЮЧЕНИЕ  
К NI USB-600X

5. ПРОДОЛЖИТЬ

УСТРОЙСТВО МОЖЕТ  
БЫТЬ ПОДКЛЮЧЕНО

Диапазон температуры, t\*С 1000

Температура окружающей  
среды, t\*С 20,00

Ожидаемое изменение  
массы образца TG, мг -100

Масса образца, мг 0,00

1. Серийный номер дериватографа:  
123456

2. Место проведения эксперимента:  
Лаб 54

3. Фамилия и должность оператора:  
Сидоров

4. Исследуемый образец:  
K2Cr2O5

5. Номер исследуемого образца:  
78

6. Вес исследуемого образца, мг:  
400 мг

7. Конечная температура и скорость нагрева:  
1020\*С, 10\*С/мин

8. Пояснения к эксперименту:  
в атмосфере азота

б) Вариант с вводом массы образца, если масса равна нулю, то вариант а)

2. ВВОД ОКОНЧЕН	3. ПОДКЛЮЧЕНИЕ К КИ USB-600X	5. ПРОДОЛЖИТЬ
<b>УСТРОЙСТВО МОЖЕТ БЫТЬ ПОДКЛЮЧЕНО</b>		
Диапазон температуры, t*С	<input type="text" value="1000"/>	
Температура окружающей среды, t*С	<input type="text" value="20,00"/>	
Ожидаемое изменение массы образца TG, мг	<input type="text" value="-100"/>	
Масса образца, мг	<input type="text" value="250,00"/>	
<b>1. Серийный номер дериватографа:</b>		
<input type="text" value="123456"/>		
<b>2. Место проведения эксперимента:</b>		
<input type="text" value="Лаб 54"/>		
<b>3. Фамилия и должность оператора:</b>		
<input type="text" value="Сидоров"/>		
<b>4. Исследуемый образец:</b>		
<input type="text" value="K2Cr2O5"/>		
<b>5. Номер исследуемого образца:</b>		
<input type="text" value="78"/>		
<b>6. Вес исследуемого образца, мг:</b>		
<input type="text" value="250,00"/>		
<b>7. Конечная температура и скорость нагрева:</b>		
<input type="text" value="1020*С, 10*С/мин"/>		
<b>8. Пояснения к эксперименту:</b>		
<input type="text" value="в атмосфере азота"/>		

в) Вариант с вводом массы образца, если масса вводится, то после нажатия Кнопки **2.Ввод окончен** в **6. Вес исследуемого образца** появляется введенный вес. При сохранении конфигурационного файла этот вес будет сохранять, если при повторных запусках программы с этим конфигурационным файлом для обработки данных нужен будет расчет потери массы образца в % нужно будет этот вес ввести в окно **МАССА ОБРАЗЦА, мг.**

Рисунок 2.9 – Панель подключения. Выбор ожидаемого изменения массы образца.

Если установить разделитель целой и дробной части запятой «,» или точку «.», то такой же разделитель появится в окнах цифрового ввода с дробными числами, например, **Вес образца, мг**  - разделитель запятой «,».

Нажав кнопку **ВВОД ОКОНЧЕН**, продолжаем процесс подключения к Карте ввода информации.

Появляется панель с выбранной картой ввода информации (USB-6009) и подключенным ее физическими каналами ввода информации (Dev1/ai0:3), Рис.2.10.

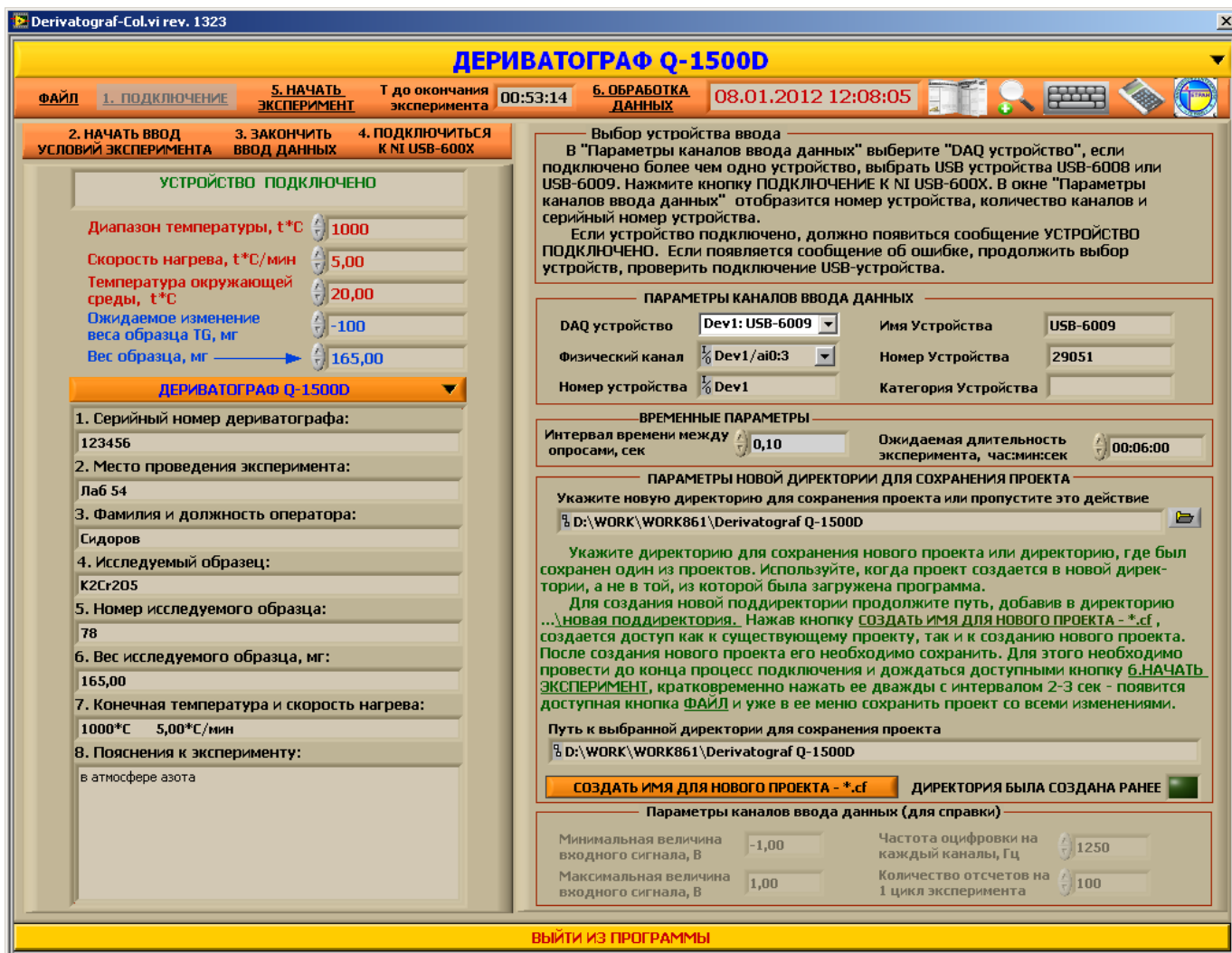


Рисунок 2.10 – Продолжение подключения.

Нажав кнопку **3. Подключение к NI USB-6008** продолжим подключение.

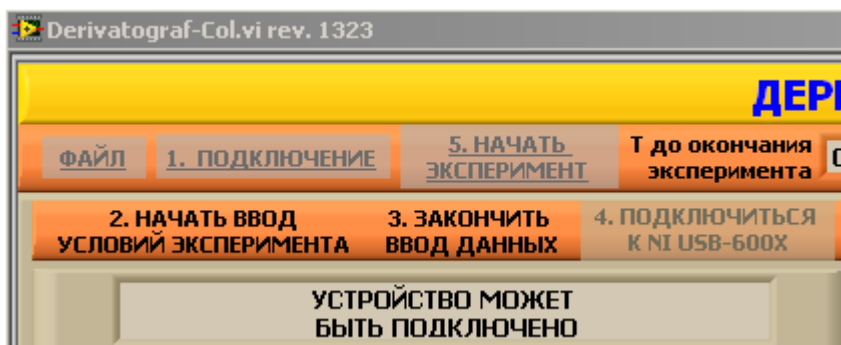


Рисунок 2.11 – Продолжение подключения.

Через 1-2 секунды появится активная кнопка **5. Продолжит** и надпись **УСТРОЙСТВО ПОДКЛЮЧЕНО**, а также Имя и Номер устройства и Категория устройства (опция), Рис. 2.12.

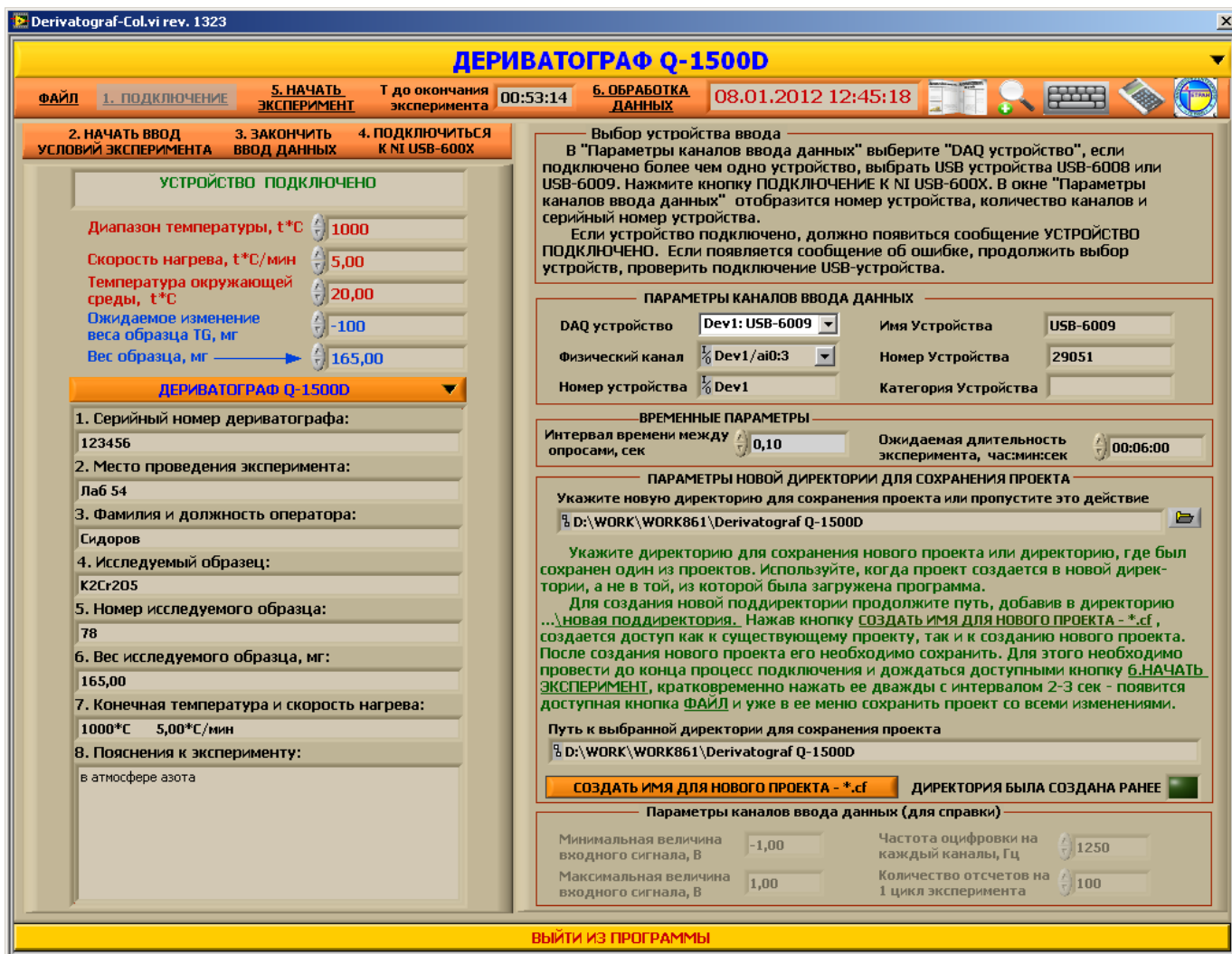


Рисунок 2.12 Карта ввода информации подключена.

## 2.5. Подключение к карте сбора информации.

Нажав кнопку Продолжить, процесс подключения к Карте ввода информации и ввод условий проведения эксперимента окончен, Рис. 2.13.

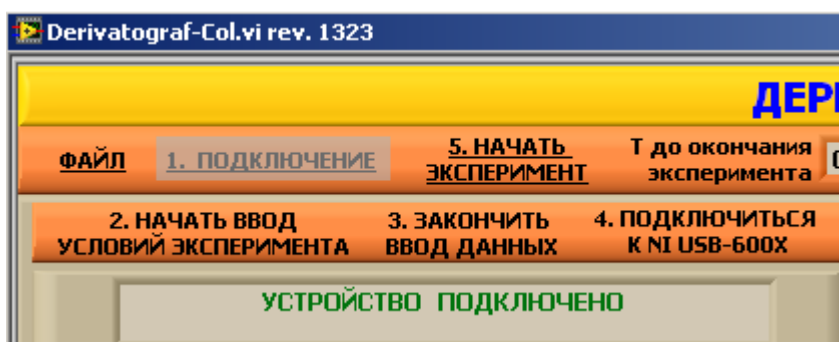


Рисунок 2.13 – Окончание подключения к Карте ввода информации

Через 1-2 секунды появится активно меню, Рис.2.14.

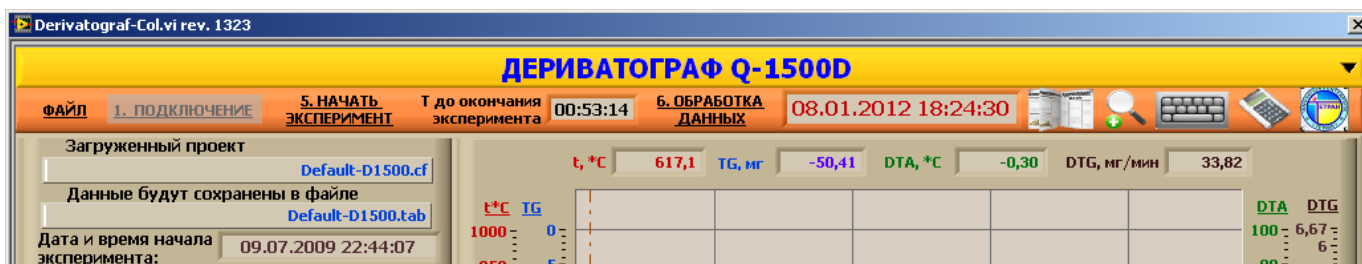


Рисунок 2.14 – Активное меню, позволяющее 5. НАЧАТЬ ЭКСПЕРИМЕНТ и приступить к 6. ОБРАБОТКА ДАННЫХ.

2.6. Передняя панель программы готовая к проведению эксперимента, либо к обработке и анализу полученных ранее данных, Рис. 2.15.

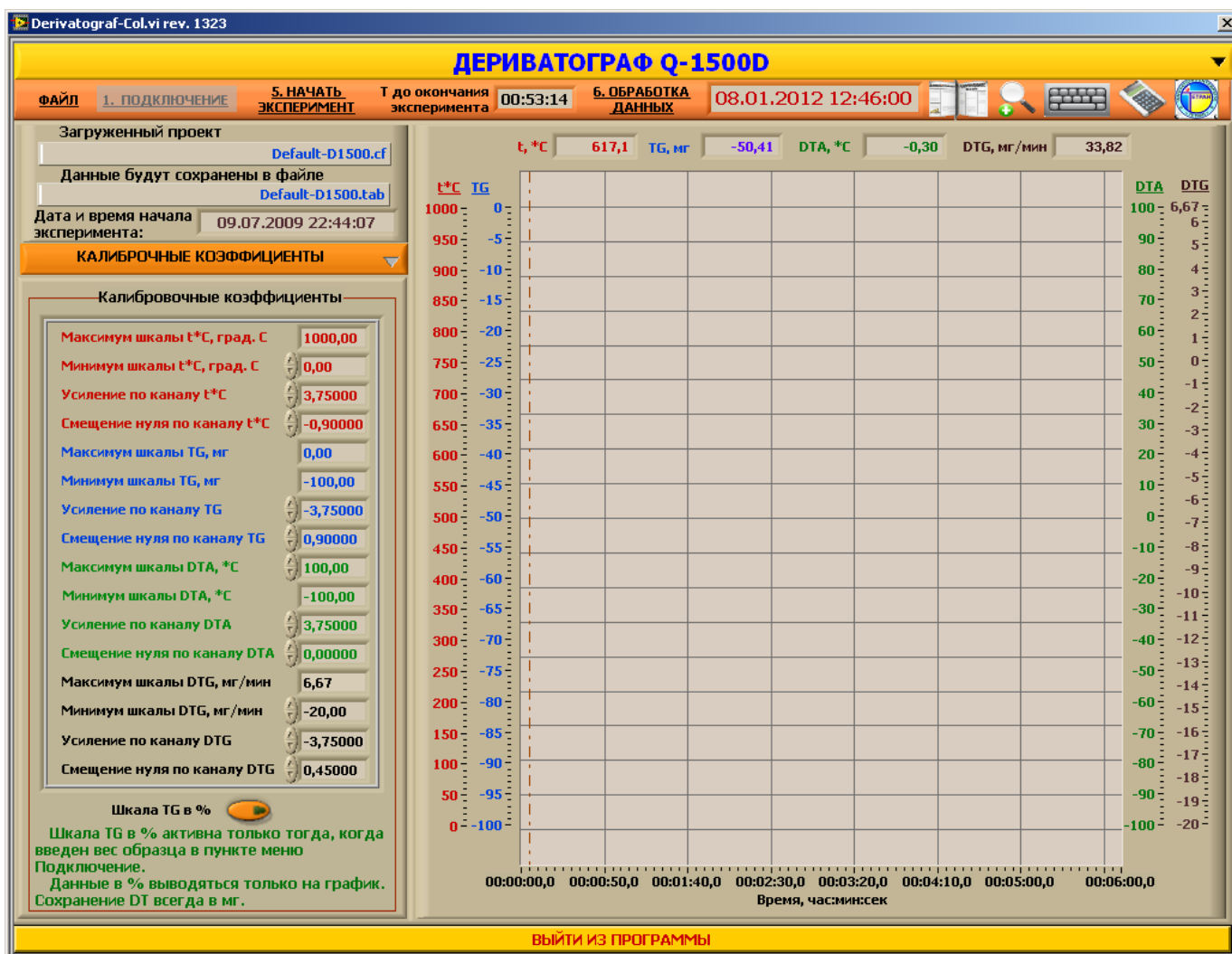


Рисунок 2.15 - Передняя панель программы готовая к проведению ЭКСПЕРИМЕНТА и ОБРАБОТКИ полученных ранее данных

## 2.7. Режим создания нового проекта в новой директории.

Загрузим проект по п. 2.1.2, при этом лучше всего иметь под именем default.cf проект с правильными откалиброванными коэффициентами усиления по всем четырем каналам и для **ЭКСПЕРИМЕНТА** и для **ОБРАБОТКИ ДАННЫХ**. Из этого проекта простым сохранением под новым именем создается новый проект при запуске программы из корневой директории.

В программе предусмотрена процедура создания нового проекта в новой директории. Для этого надо загрузить конфигурационный файл, из которого будет создан новый проект по п. 2.1.2. Далее необходимо нажав кнопку **ПОДКЛЮЧЕНИЕ**, произвести выбор Диапазон температуры, t\*С, Температура окружающей среды, t\*С, Ожидаемое изменение массы образца TG, мг, Масса образца, мг ввести сопроводительные надписи в таблицу, ввести Интервал времени между опросами, сек, ввести Ожидаемая длительность эксперимента, час:мин:сек, т.е. произвести все действия как при запуске проекта из корневой директории. Далее переходим в раздел **ПАРАМЕТРЫ НОВОЙ ДИРЕКТОРИИ ДЛЯ СОХРАНЕНИЯ ПРОЕКТА** на правой панели, Рис. 2.18.

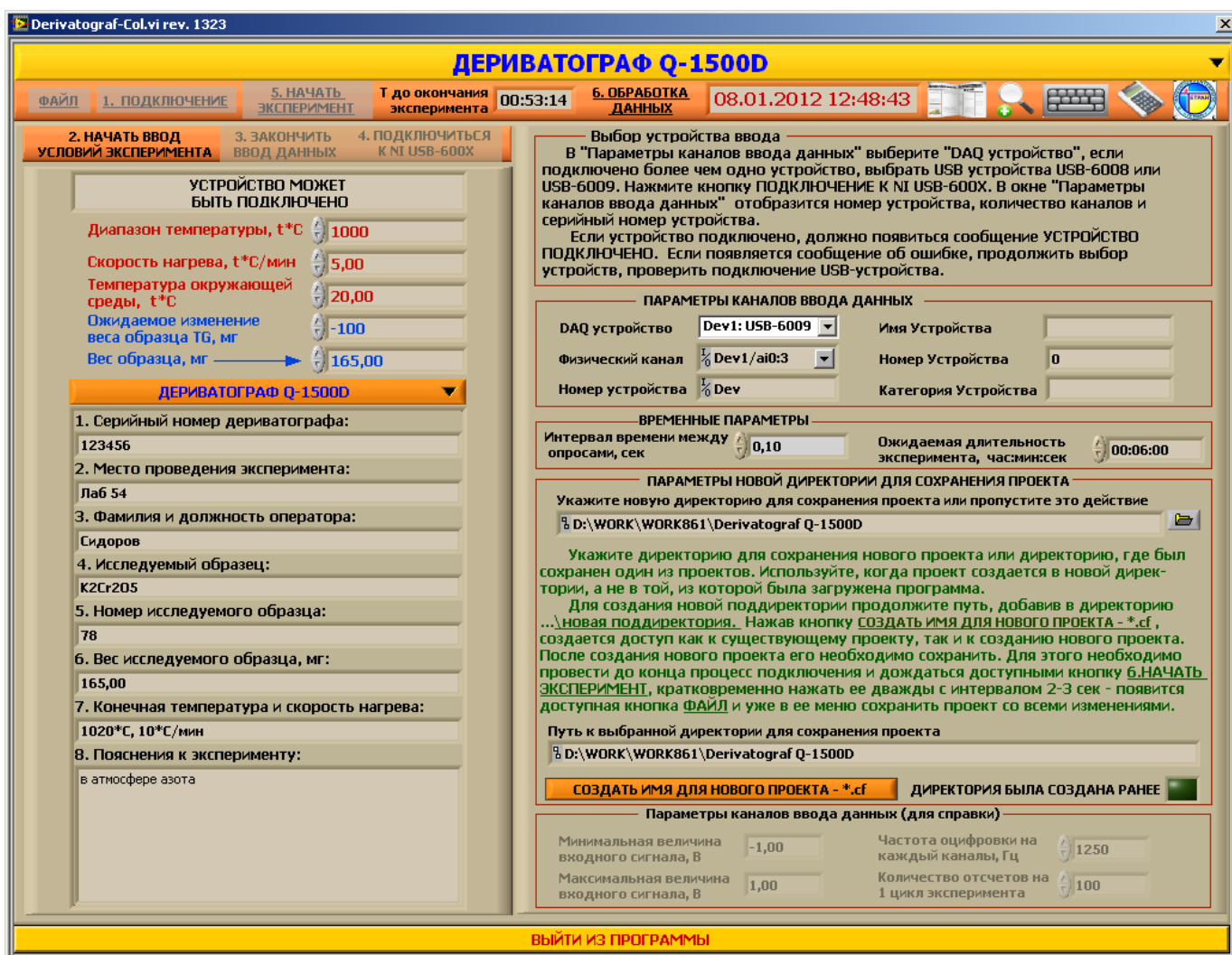


Рисунок 2.18 – Передняя панель, создание нового проекта в новой директории

Нажав на кнопку, Рис. 2.19 мы попадаем в файлер и выбираем директорию, в которой будем создавать новый проект и записывать все результаты работы над этим проектом. На Рис.2.20 показан выбор новой директории. После выбора места, где будет создана новая директория, нажимаем кнопку на Рис 2.20 Current Folder.

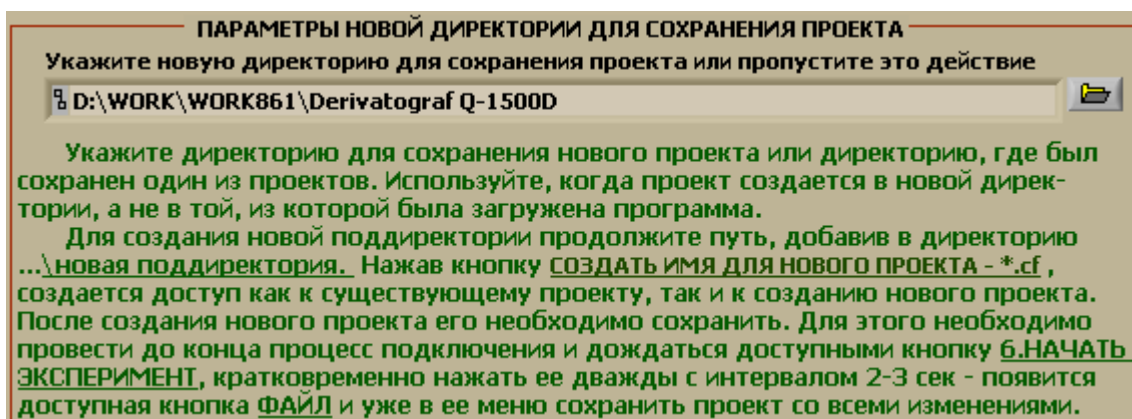


Рисунок 2.19

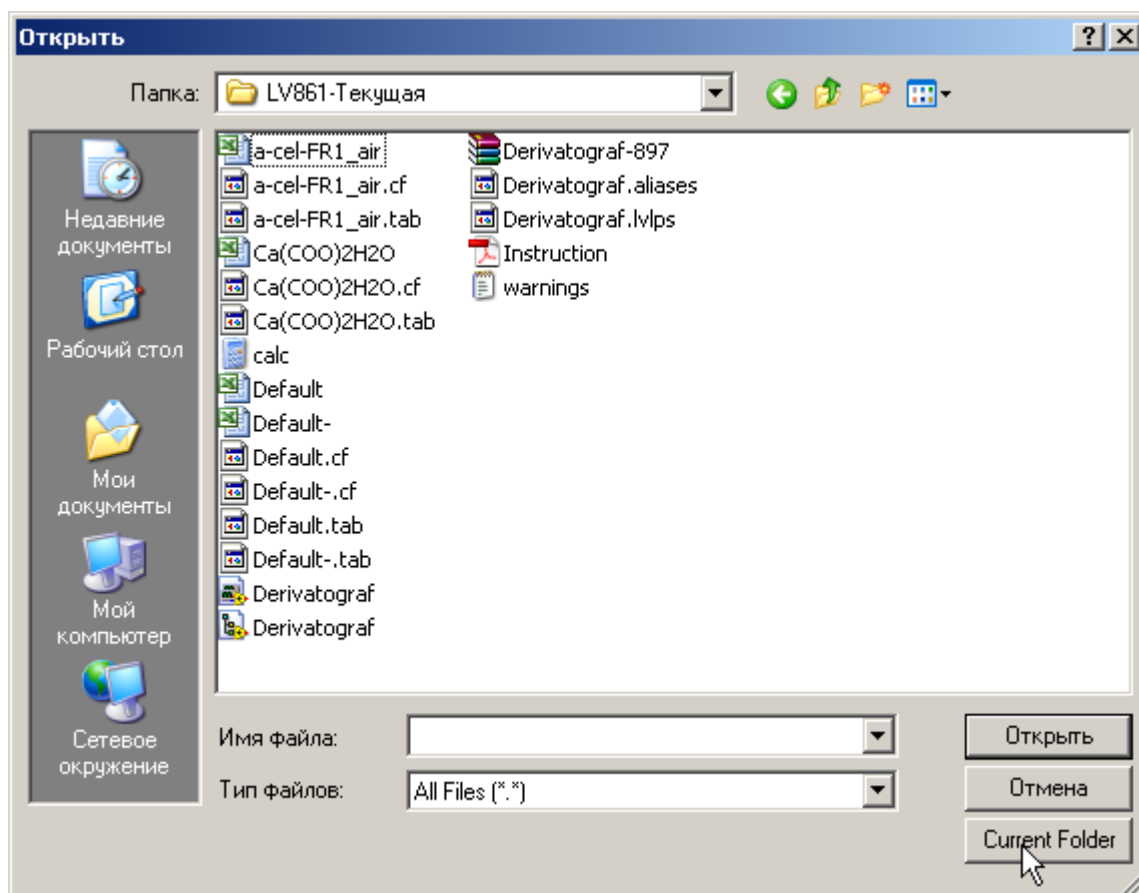


Рисунок 2.20

Получаем директорию в которой будет создаваться новая поддиректория, Рис. 2.21

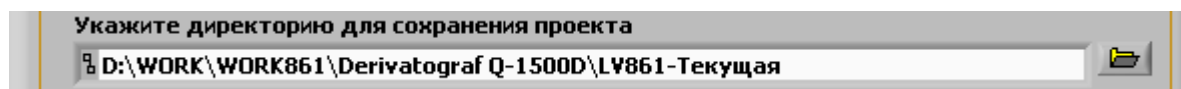


Рисунок 2.21

Введем имя новой директории ПРО через \, Рис. 2.22.

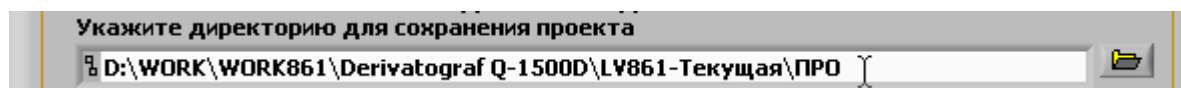


Рисунок 2.22

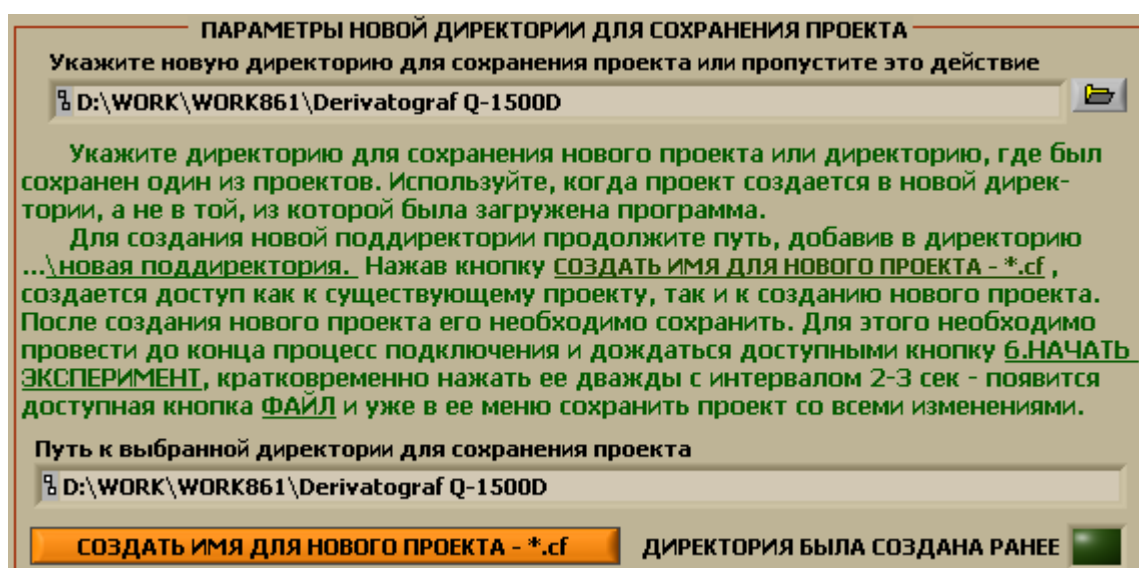


Рисунок 2.23

После чего нажимаем кнопку СОЗДАТЬ ДИРЕКТОРИЮ ДЛЯ НОВОГО ПРОЕКТА, если этой директории не было, то индикатор ДИРЕКТОРИЯ БЫЛА СОЗДАНА РАНЕЕ останется темно-зеленым, если директория существовала, то изменит свой цвет на ярко-зеленый. Вводим имя нового конфигурационного файла – 123.cf, который является копией файла, который был загружен после нажатия кнопки ФАЙЛ, Рис. 2,24.



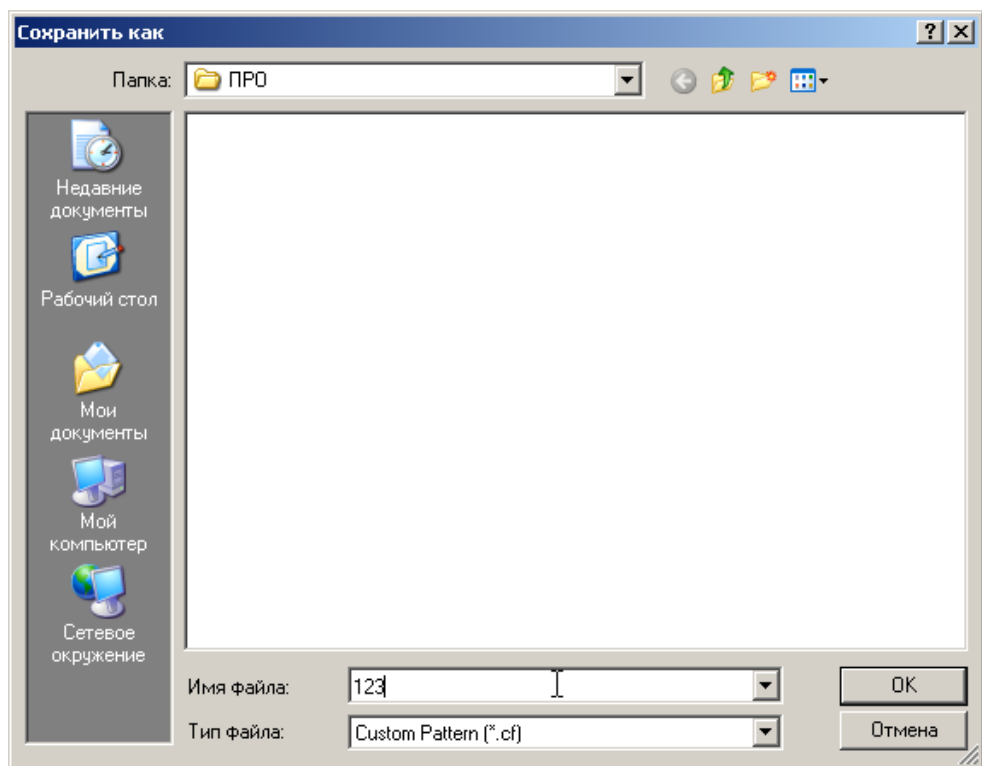
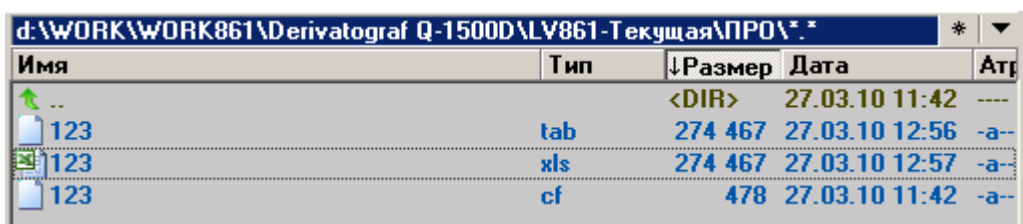


Рисунок 2.24

Нажимаем кнопку ОК и получаем новую директорию с новым конфигурационным файлом, Рис. 2.25.



а) только что созданный новый проект, данных еще нет.



б) новый проект после окончания эксперимента

Рисунок 2.25

Если мы еще раз нажмем кнопку СОЗДАТЬ ДИРЕКТОРИЮ ДЛЯ НОВОГО ПРОЕКТА, то мы войдем в созданную директорию, где можем выбрать конфигурационный файл 123.cf, Рис. 226.

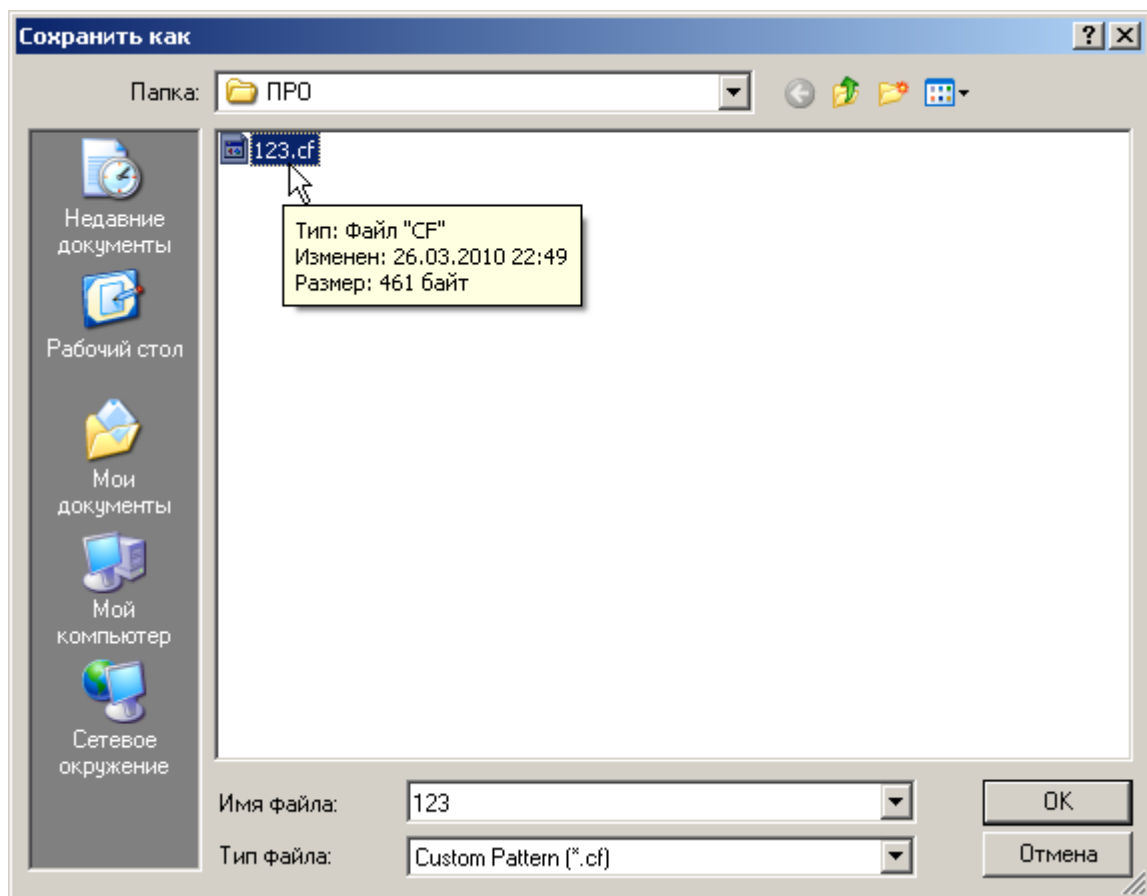
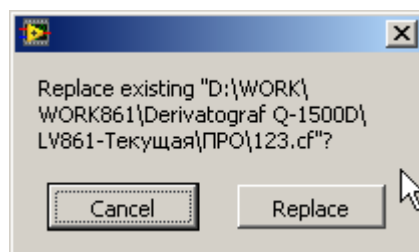


Рисунок 2.26

Если нажмем кнопку ОК, получим следующее сообщение:



Нажав Cancel, сохраним 123.cf в этой директории, нажав кнопку Replace, перепишем его файлом загруженным после нажатия кнопки ФАЙЛ, но под именем 123.cf. Нажав кнопку 2.ВВОД ОКОНЧЕН, 3. ПОДКЛЮЧЕНИЕ К NI USB-600X и 5. ПРОДОЛЖИТЬ, Рис. 2.27, попадаем в меню, где доступны кнопки 6. НАЧАТЬ ЭКСПЕРИМЕНТ и 7. ОБРАБОТКА ДАННЫХ, Рис. 2.28.

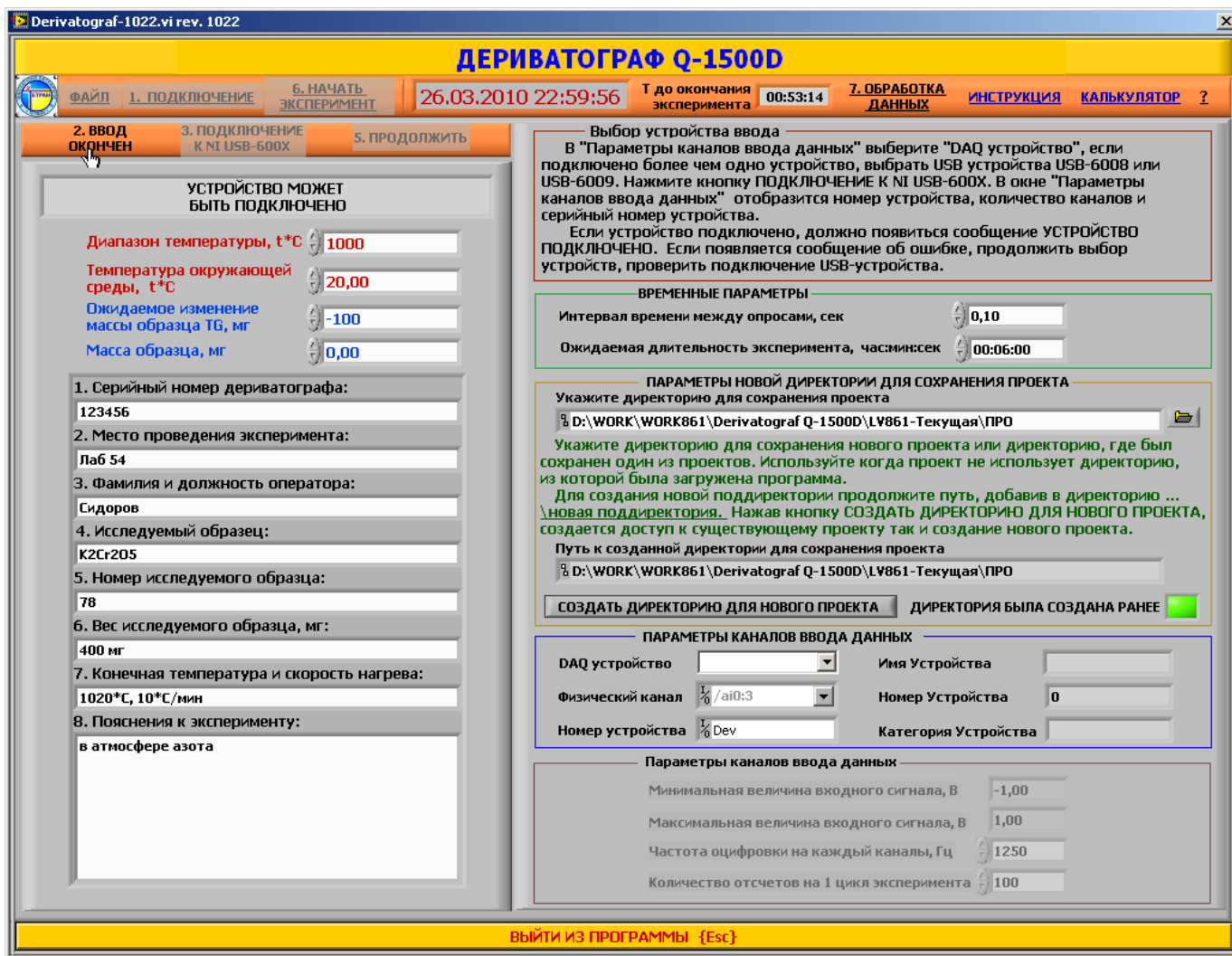
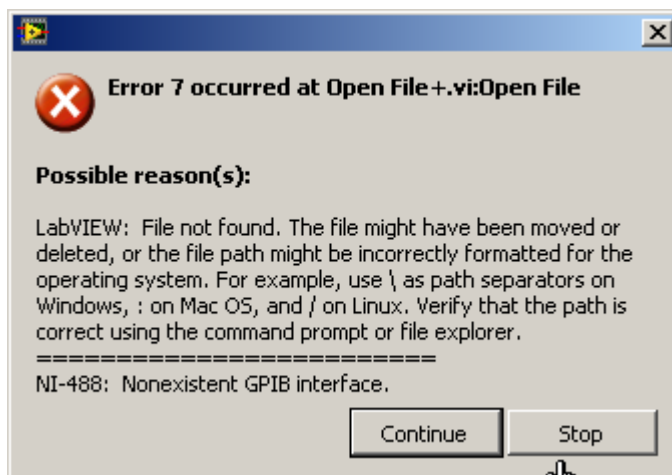


Рисунок 2.27

Если директория была вновь создана, то в ней кроме конфигурационного файла ничего более нет и можно только запустить 5. НАЧАТЬ ЭКСПЕРИМЕНТ, а при нажатии кнопки 7. ОБРАБОТКА ДАННЫХ, получим следующее сообщение:



Поскольку файла с данными \*.tab не существует и выходом из этого положения остается только нажатие кнопки Stop.

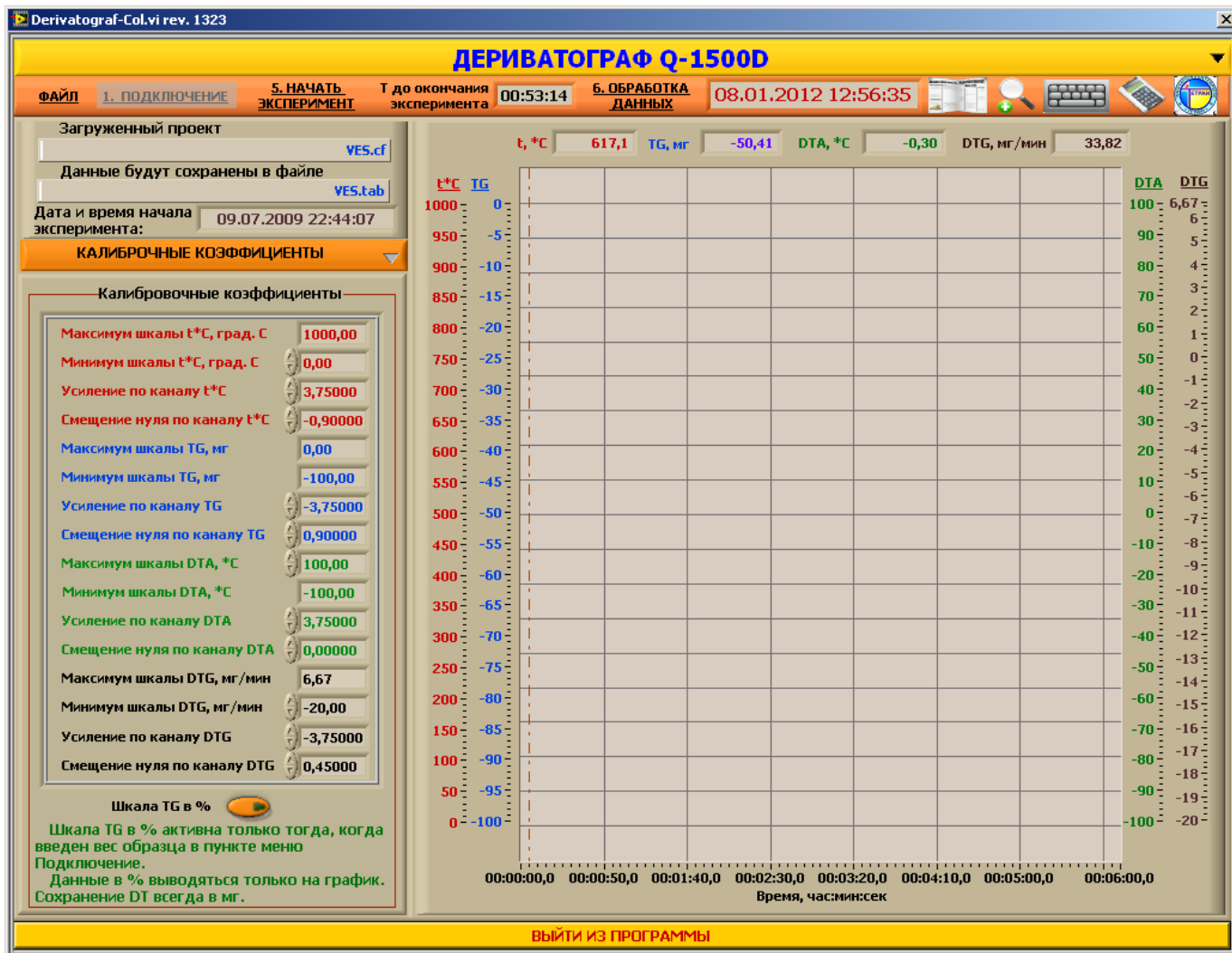


Рисунок 2.28

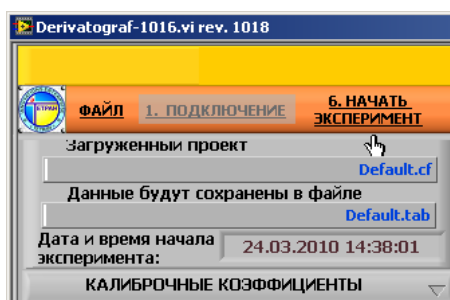
### 3. Режим ЭКСПЕРИМЕНТ.

Для перехода в режим ЭКСПЕРИМЕНТ необходимо нажать кнопку 5.НАЧАТЬ ЭКСПЕРИМЕНТ, Рис. 2.28.

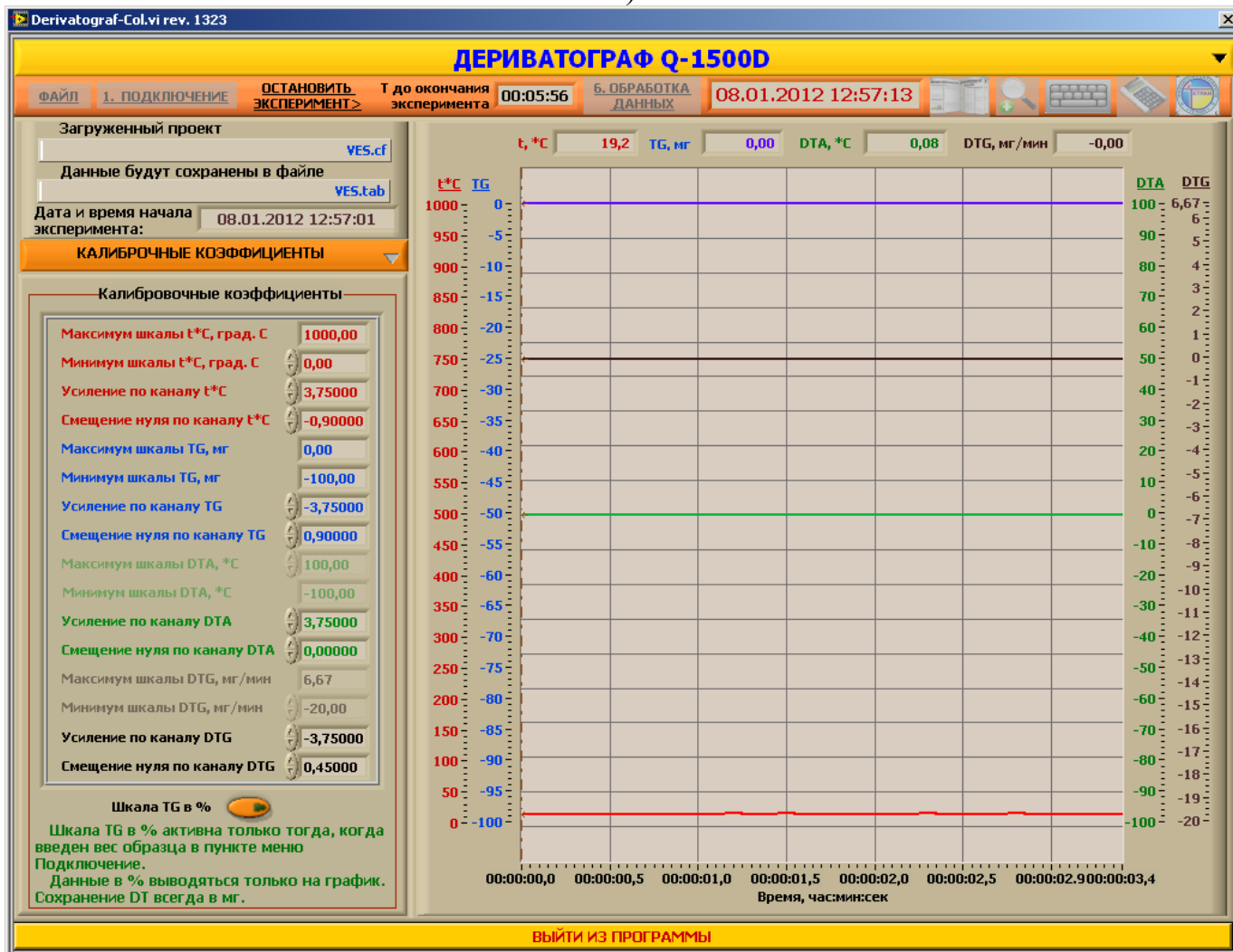
Нажав кнопку **5. НАЧАТЬ ЭКСПЕРИМЕНТ**, Программно-аппаратный комплекс переходит в режим сбора данных с параметрами, сохраненными в выбранном конфигурационном файле.

#### 3.1 Начало эксперимента.

Нажав клавишу **6. НАЧАТЬ ЭКСПЕРИМЕНТ**, Рис. 3.1а, переходим в режим получения данных с дериватографа с разверткой по времени, Рис. 3.1б.



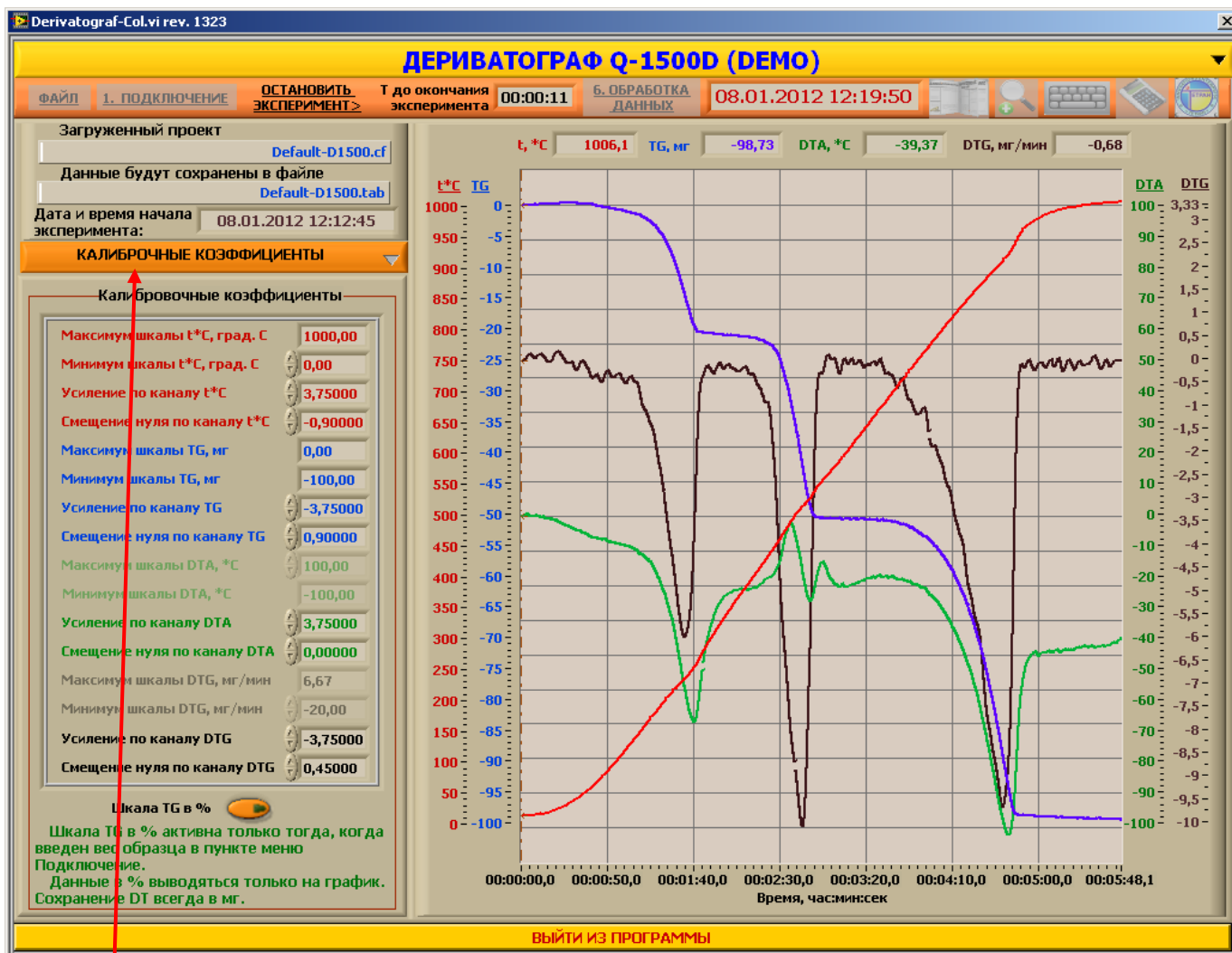
а)



б)

Рисунок 3.1 – Передняя панель начало Эксперимента

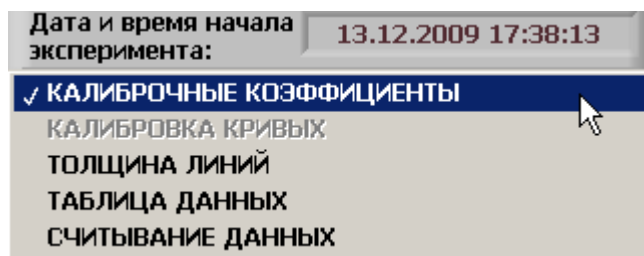
Калибровочные коэффициенты, записанные в конфигурационный файл default.cf подразумевают, что размах сигналов по каждому из выходов дериватографа составляет 500мВ. По крайней мере такой размах должен быть по каналам t\*С и DTA.



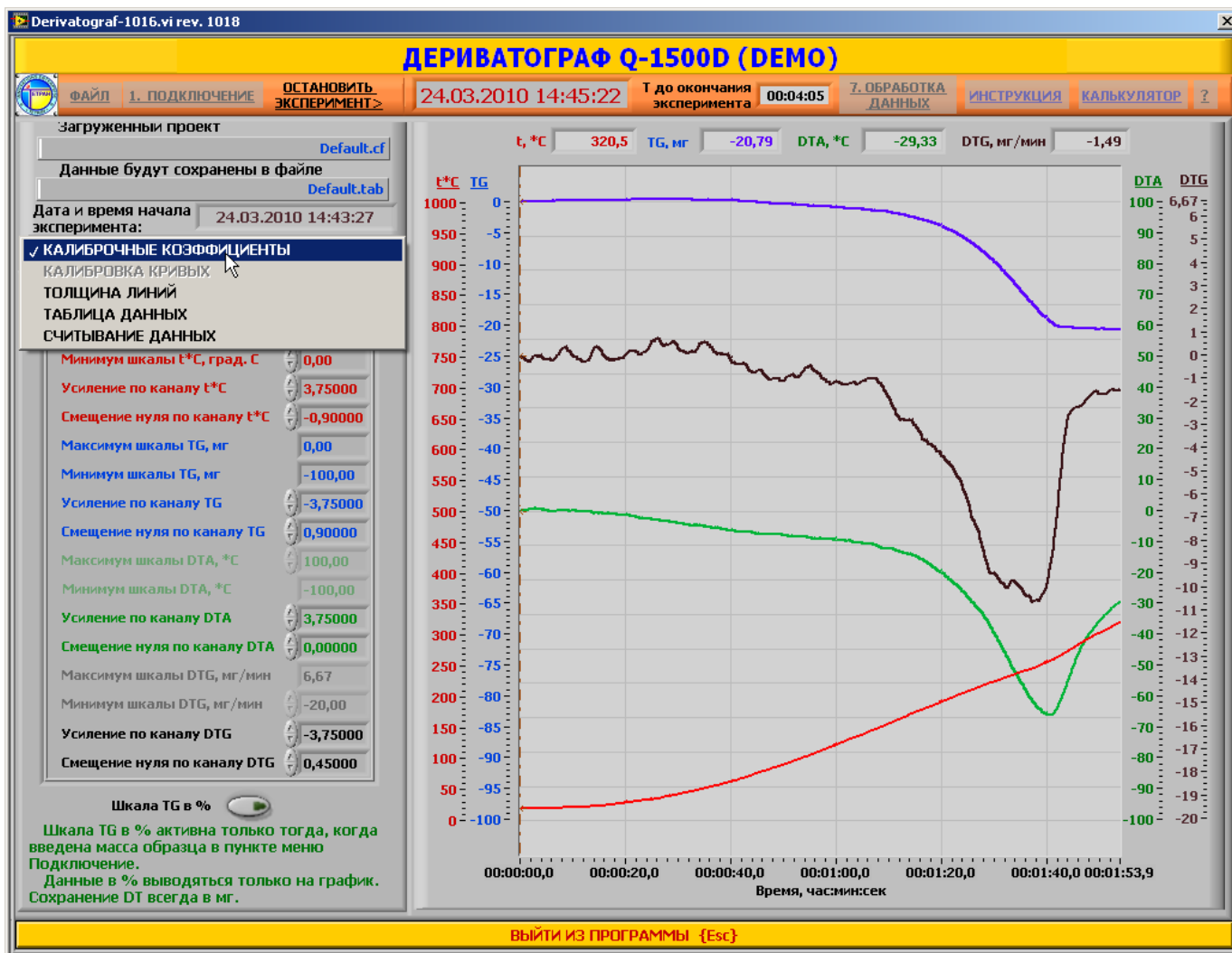
1 - Выбрав во время эксперимента этот пункт меню можно менять условия эксперимента

Рисунок 3.2 – Передняя панель: середина эксперимента по времени

3.1.1 Выбор калибровочных коэффициентов. Для этого надо выбрать следующий пункт меню:



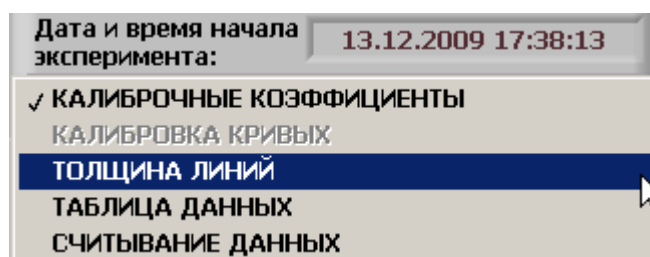
а)



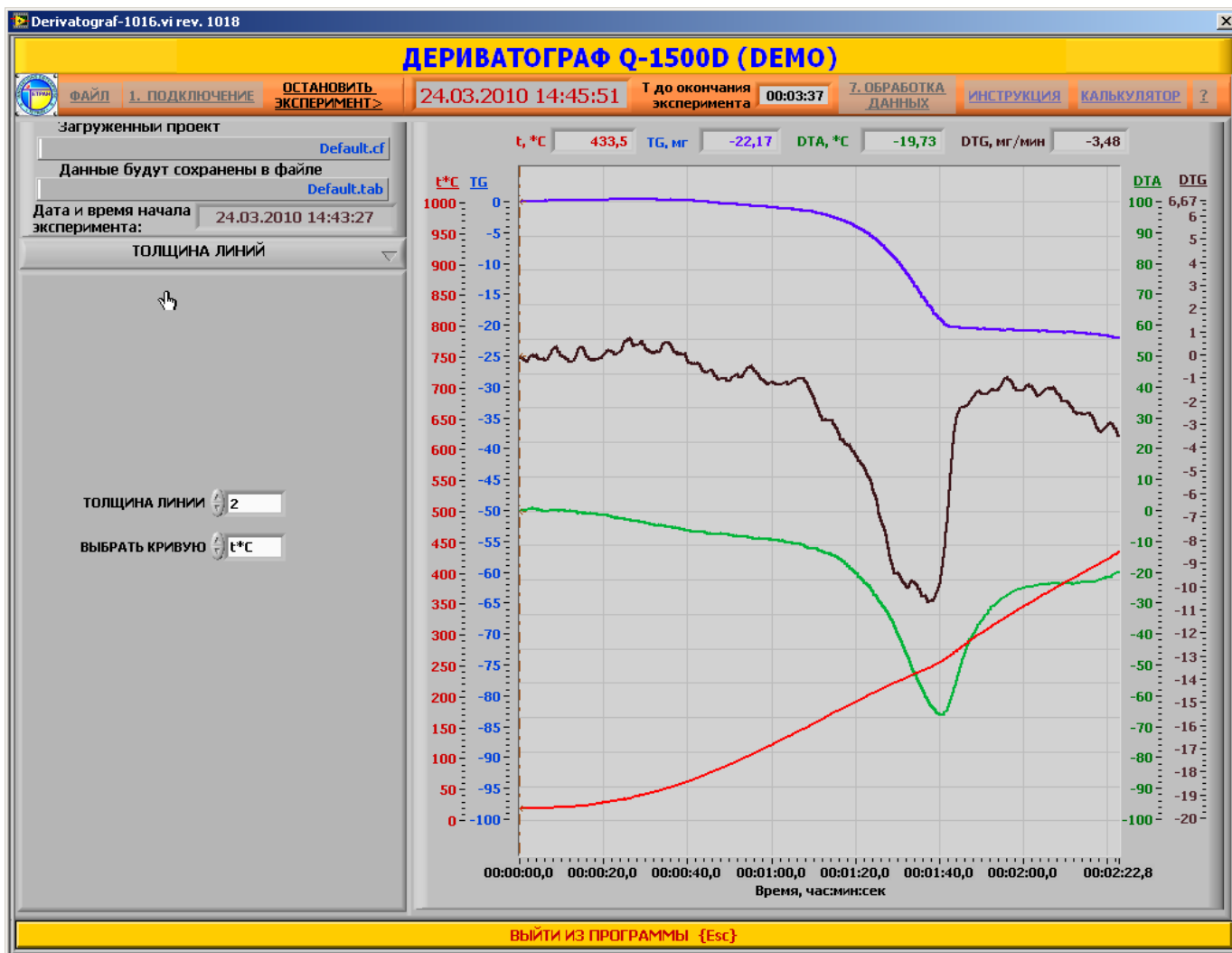
б)

Рисунок 3.3 – Передняя панель: конец Эксперимента

3.1.2 Изменение толщины линий. Для этого надо выбрать следующий пункт меню:



а)

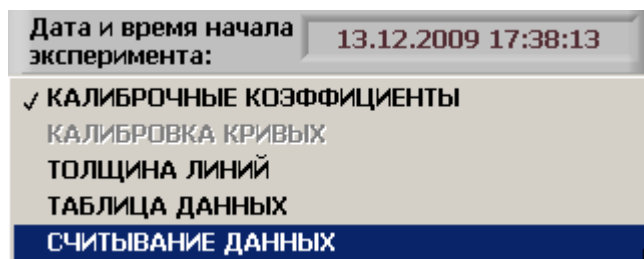


б)

Рисунок 3.4 – Передняя панель: установка толщины линий

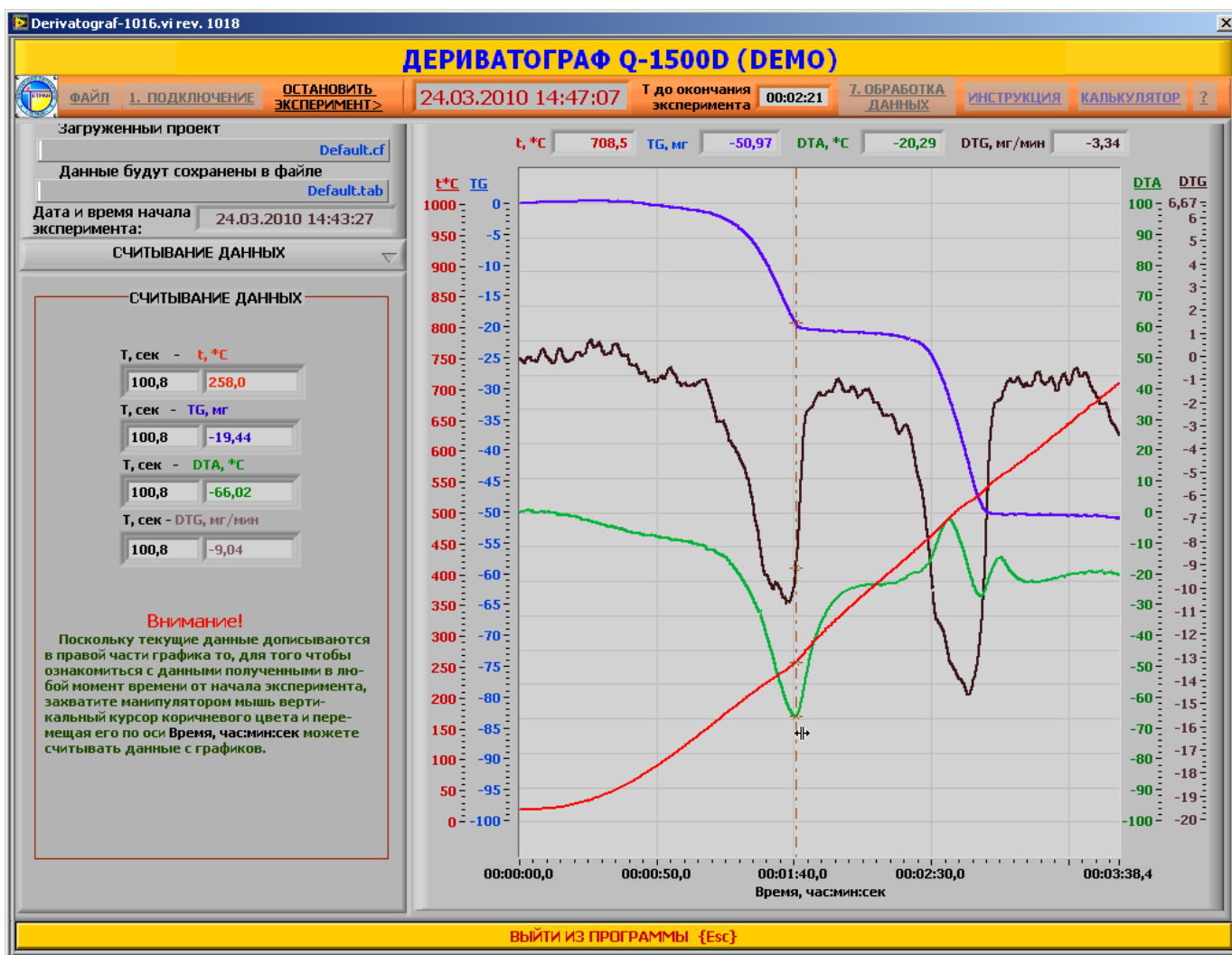
Установленная толщина линий, по умолчанию равная 2, сохраняется в конфигурационном файле проекта.

3.1.3 Считывание данных. Для этого надо выбрать следующий пункт меню:





Захватив и передвигая курсор манипулятором «мышь» можно считывать ранее полученные данные. На верхних индикаторах отображаются данные получаемые в текущий момент и они соответствуют правым концам кривых.

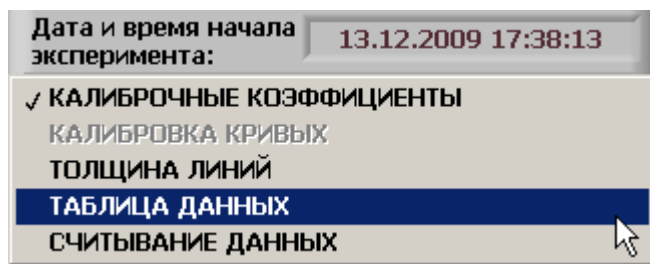


б)

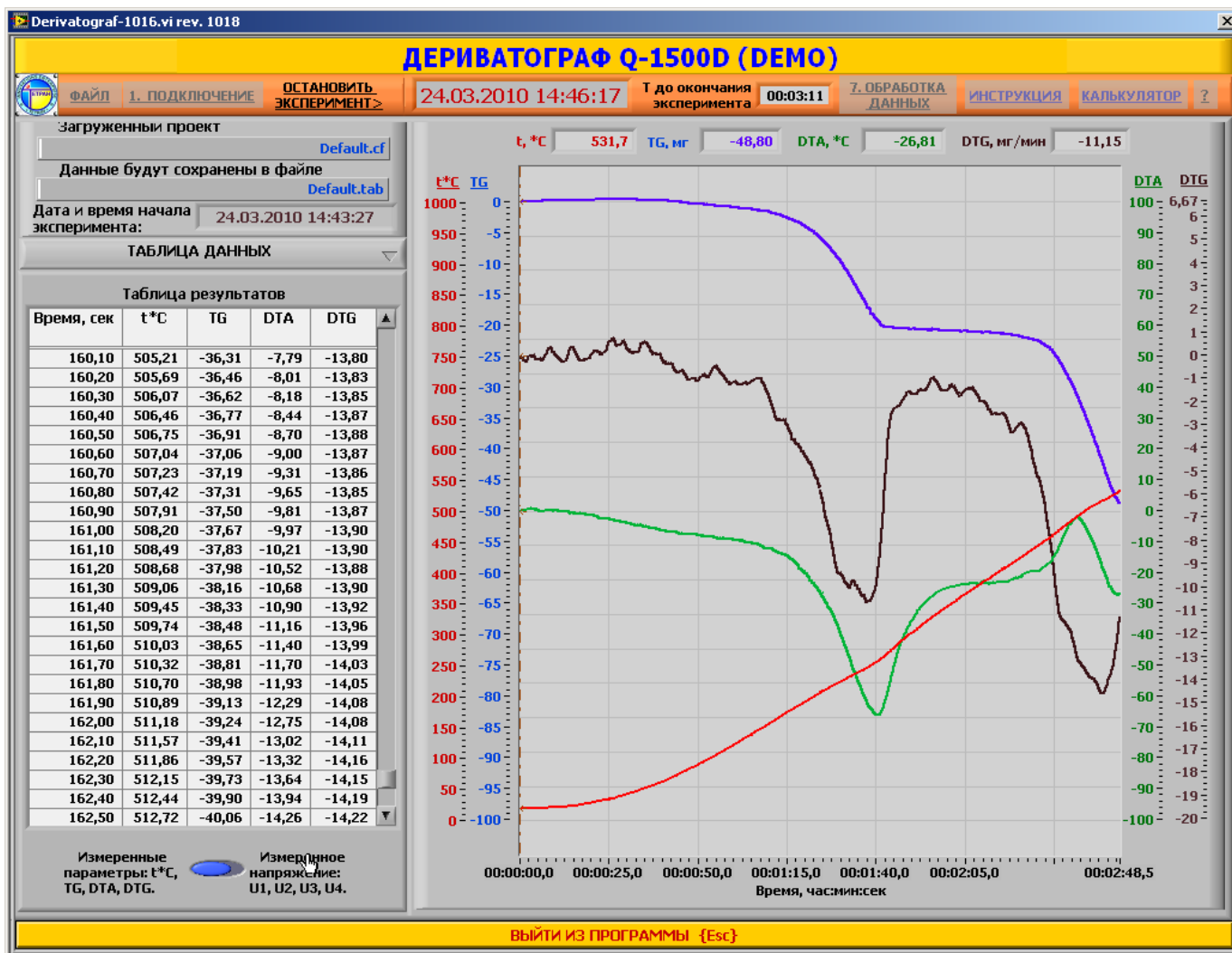
Рисунок 3.5 – Передняя панель: считывание данных, полученных в эксперименте

Данные считываются всегда в текущих значениях, даже если нажата кнопка ШКАЛА TG В %, Рис .

3.1.4 Таблица данных. Для этого надо выбрать следующий пункт меню:



а)



б)

Рисунок 3.6 – Передняя панель: считывание данных, полученных в эксперименте в таблице, причем измеренные данные приводятся в виде их действительных значений в соответствии с текущей калибровкой

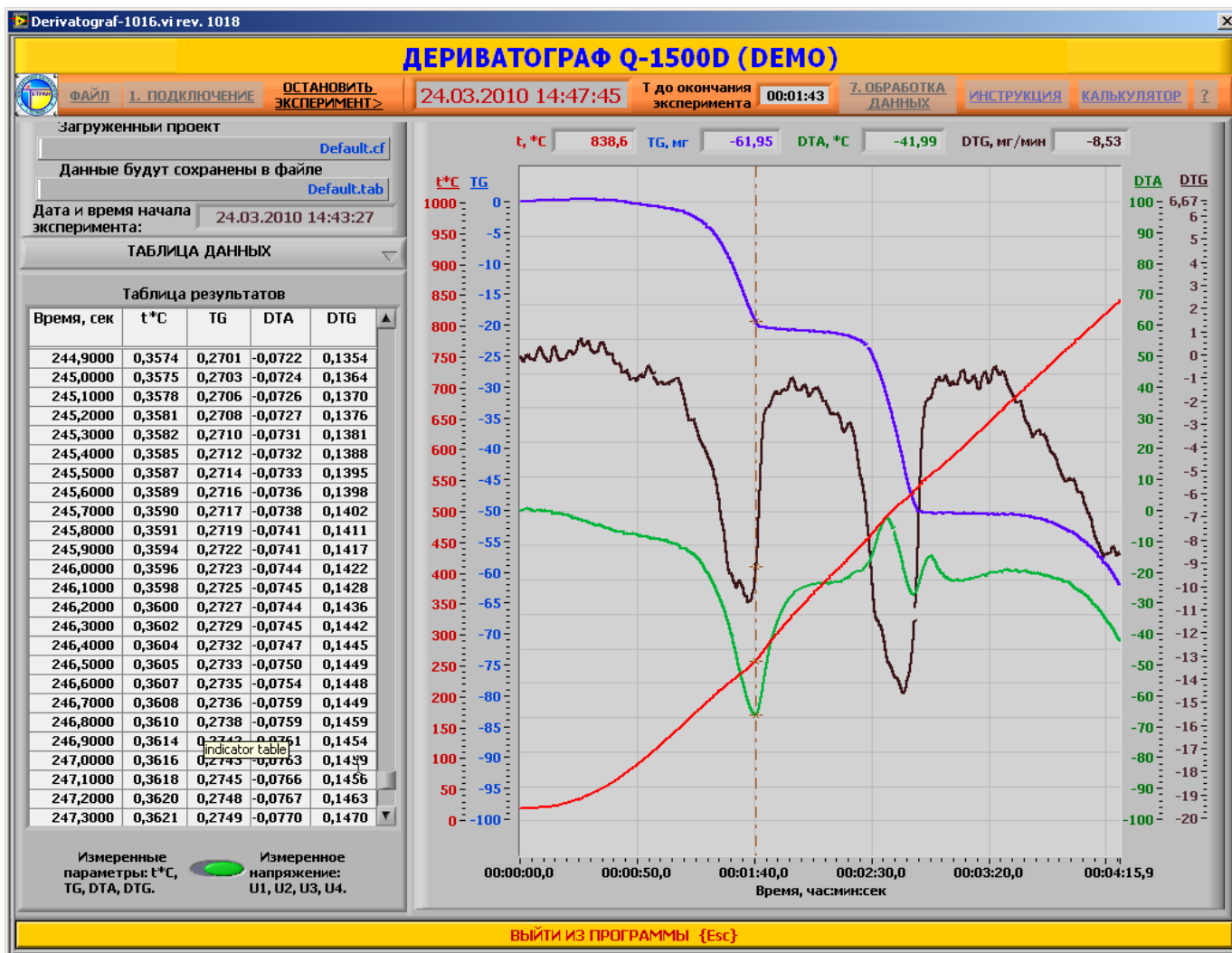


Рисунок 3.7 – Передняя панель: получение данных в Эксперименте в виде таблицы, причем измеренные данные приводятся в виде напряжений

Напряжения по всем каналам приводится в начале эксперимента к 0,0000 В. Если эксперимент по времени длился столько, что температура достигла верхней точки диапазона, то легко можно определить размах напряжения по каналам. Следует только помнить, что по каналу температуры нулевое напряжение соответствует температуре окружающей среды, введенной при подключении, Рис. 2.9.

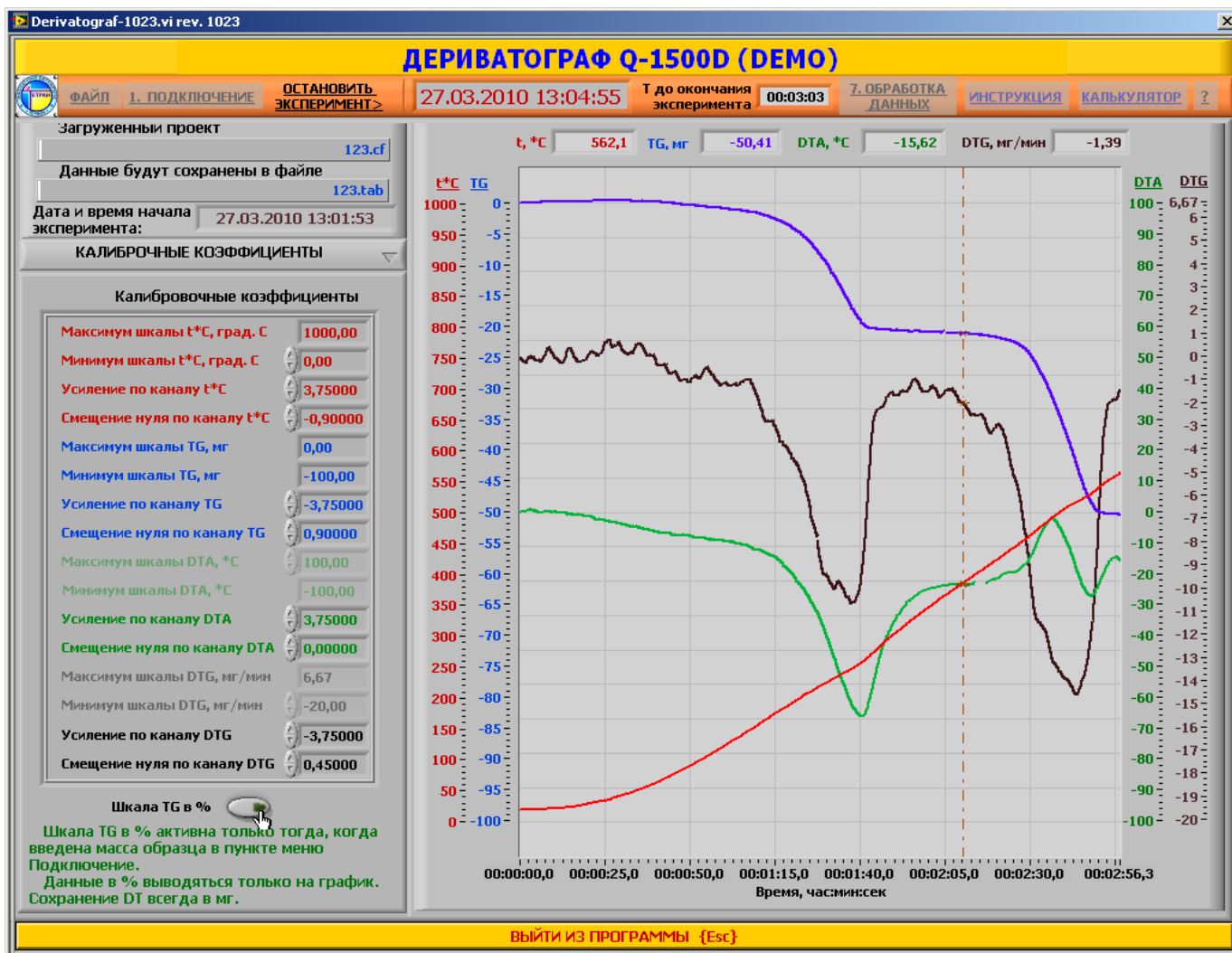


Рисунок 3.8 – Передняя панель: получение данных в Эксперименте в виде текущих, откалиброванных данных

Величину изменения веса образца при эксперименте можно наблюдать как в мг, Рис. 3.8, так и в процентах, рассчитанных по введенной массе образца, Рис. 2.9.

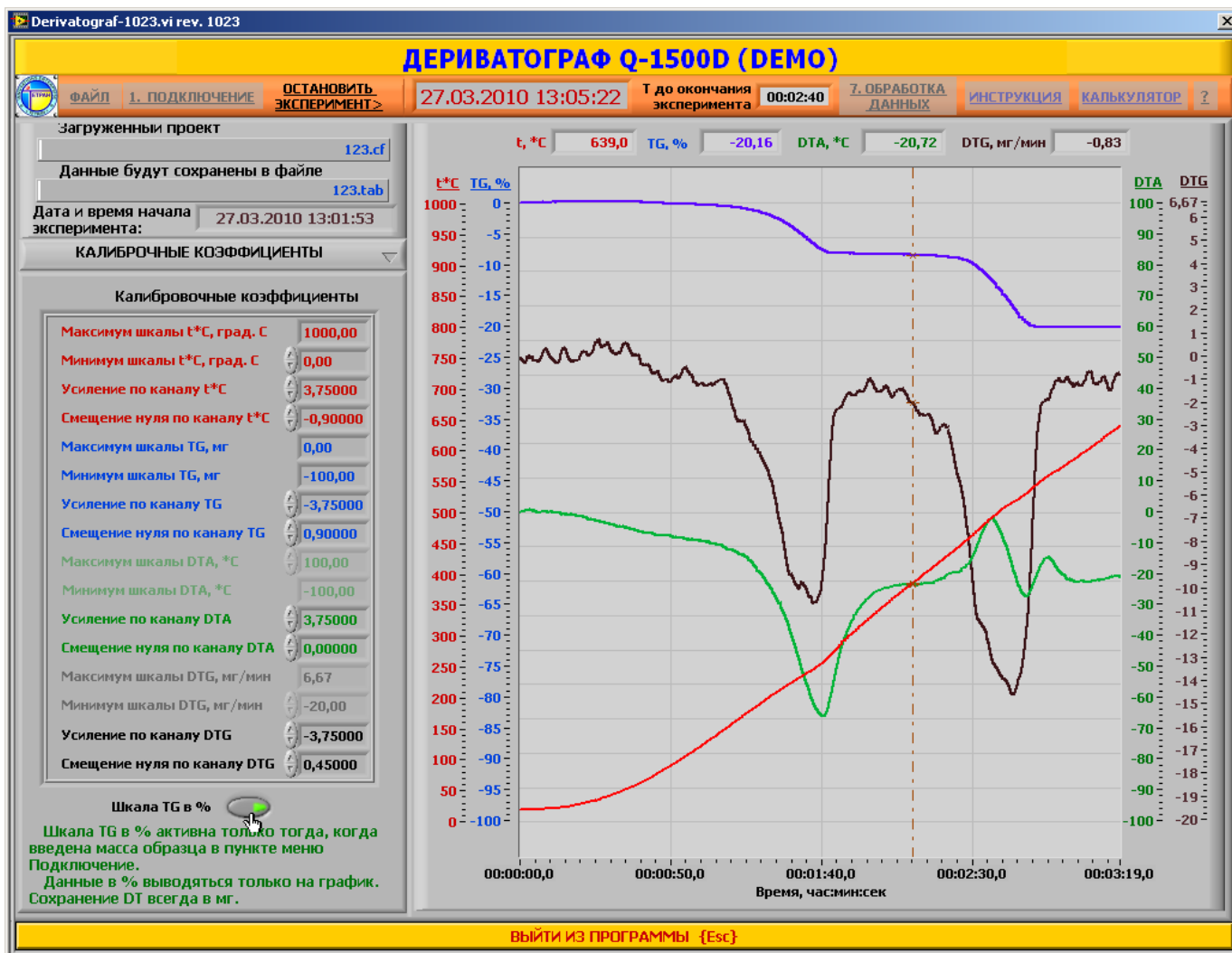


Рисунок 3.9 – Передняя панель: получение данных в Эксперименте в виде текущих, откалиброванных данных, а кривая TG и шкала TG отображаются в %: TG, %.

Причем независимо от того в чем была представлена шкала TG, в действительных значениях или в %, файлы \*.tab и \*.xls будут сохранены первый в измеренном напряжении, а второй в текущих значениях соответствующих параметров.

### 3.1.5 Окончание Эксперимента.

Если не дожидаясь окончания эксперимента по заданному времени, нажать кнопку **ОСТАНОВИТЬ ЭКСПЕРИМЕНТ**, Рис. 3.9, то все накопленные данные не будут потеряны – новые будут записаны в файлы \*.tab и \*.xls, причем если эти файлы существовали, то новые данные будут дописаны с новым заголовком, по крайней мере, в заголовке будет новое время запуска проекта, Рис. 2.4 и 2.5.

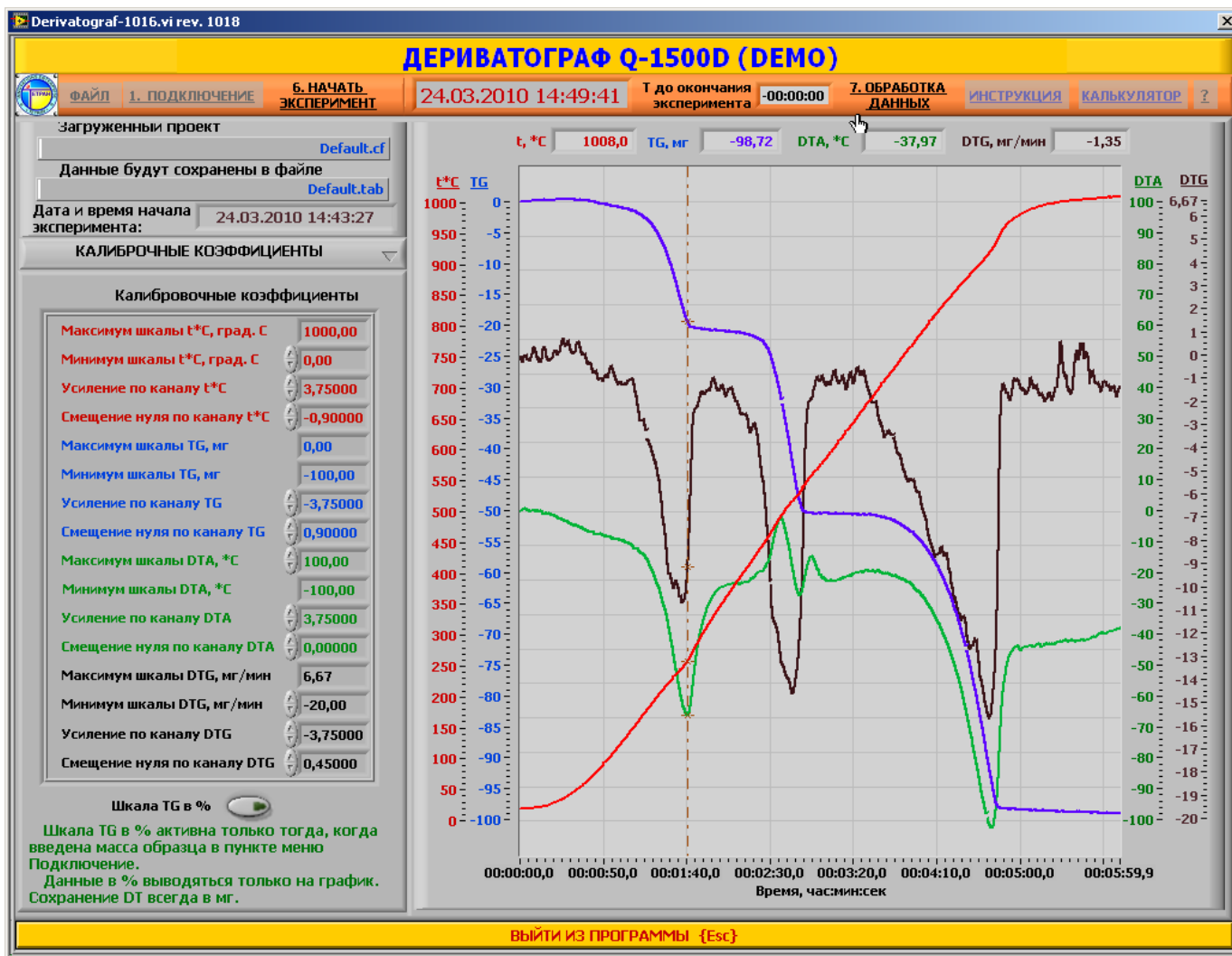


Рисунок 3.10 - Передняя панель программы после окончания эксперимента

Если эксперимент закончился по истечении заданного времени, то файлы \*.tab и \*.xls будут созданы автоматически. Причем если эти файлы существовали, то новые данные будут дописаны с новым заголовком, по крайней мере, в заголовке будет новое время запуска проекта, Рис. 2.4 и 2.5. Набор файлов после окончания ЭКСПЕРИМЕНТА содержит 3 файла: файл конфигурационный \*.cf, файл полученных данных \*.tab и файл \*.xls, в который записаны реальные данные, полученные в ходе ЭКСПЕРИМЕНТА. Причем в обработке данных используется только файлы \*.cf и \*.tab. В первом содержатся калибровочные коэффициенты для режимов ЭКСПЕРИМЕНТА и ОБРАБОТКИ ДАННЫХ. Если все откалибровано правильно, то калибровки в обоих режимах одинаковы.

Причем смещения кривых следующие: -0,9 для t\*С, +0,9 для TG, 0 для DTA и +0,45 для DTG при процессах с потерей массы, и -0,9 для TG и -0,45 для DTG при процессах с приростом массы.

Если при запуске эксперимента какая-либо кривая идет не в том направлении, например, при процессе с потерей массы кривая TG идет вверх, а не вниз, Рис.3.9. То исправить это можно двумя путями: поменять местами проводники, подключаемые к соответствующему дифференциальному входу карты ввода информации, или изменить знак у усиления по соответствующему каналу в калибровочных коэффициентах, причем и в ЭКСПЕРИМЕНТЕ и в ОБРАБОТКЕ ДАННЫХ, Рис. 3.11.

### 3.2. Режим Эксперимент. Опции режима.

Если калибровочные коэффициенты введены правильно и неоднократно проверены, то следует ждать окончания эксперимента по истечению установленного времени, Рис. 3.10.

Перейдя в режим КАЛИБРОВОЧНЫЕ КОЭФФИЦИЕНТЫ на левой панели провести калибровку установки, введя 4 группы по 4 коэффициента, относящиеся к сигналам T, TG, DTA и DTG. В каждой группе имеются минимальное и максимальное значение соответствующей шкалы, а также усиление сигнала и смещение нуля полученной кривой на графике. Следует иметь в виду, что уровень выходных сигналов при полном размахе кривой на ленте самописца не превышает  $\pm 500\text{мВ}$ , Рис. 3.6.

Параметр	Значение
Максимум шкалы t*С, град. С	1000,00
Минимум шкалы t*С, град. С	0,00
Усиление по каналу t*С	3,75000
Смещение нуля по каналу t*С	-0,90000
Максимум шкалы TG, мг	0,00
Минимум шкалы TG, мг	-100,00
Усиление по каналу TG	-3,75000
Смещение нуля по каналу TG	0,90000
Максимум шкалы DTA, *С	100,00
Минимум шкалы DTA, *С	-100,00
Усиление по каналу DTA	3,75000
Смещение нуля по каналу DTA	0,00000
Максимум шкалы DTG, мг/мин	6,67
Минимум шкалы DTG, мг/мин	-20,00
Усиление по каналу DTG	-3,75000
Смещение нуля по каналу DTG	0,45000

Шкала TG в %

Шкала TG в % активна только тогда, когда введена масса образца в пункте меню Подключение.  
Данные в % выводятся только на график.  
Сохранение DT всегда в мг.

Рисунок 3.11– Калибровочные коэффициенты для используемого конфигурационного файла

Калибровка кривых осуществляется для того, чтобы измеряемые сигналы, которые без калибровки имеют вид на Рис. 3.12, приняли вид как на Рис. 3.13.

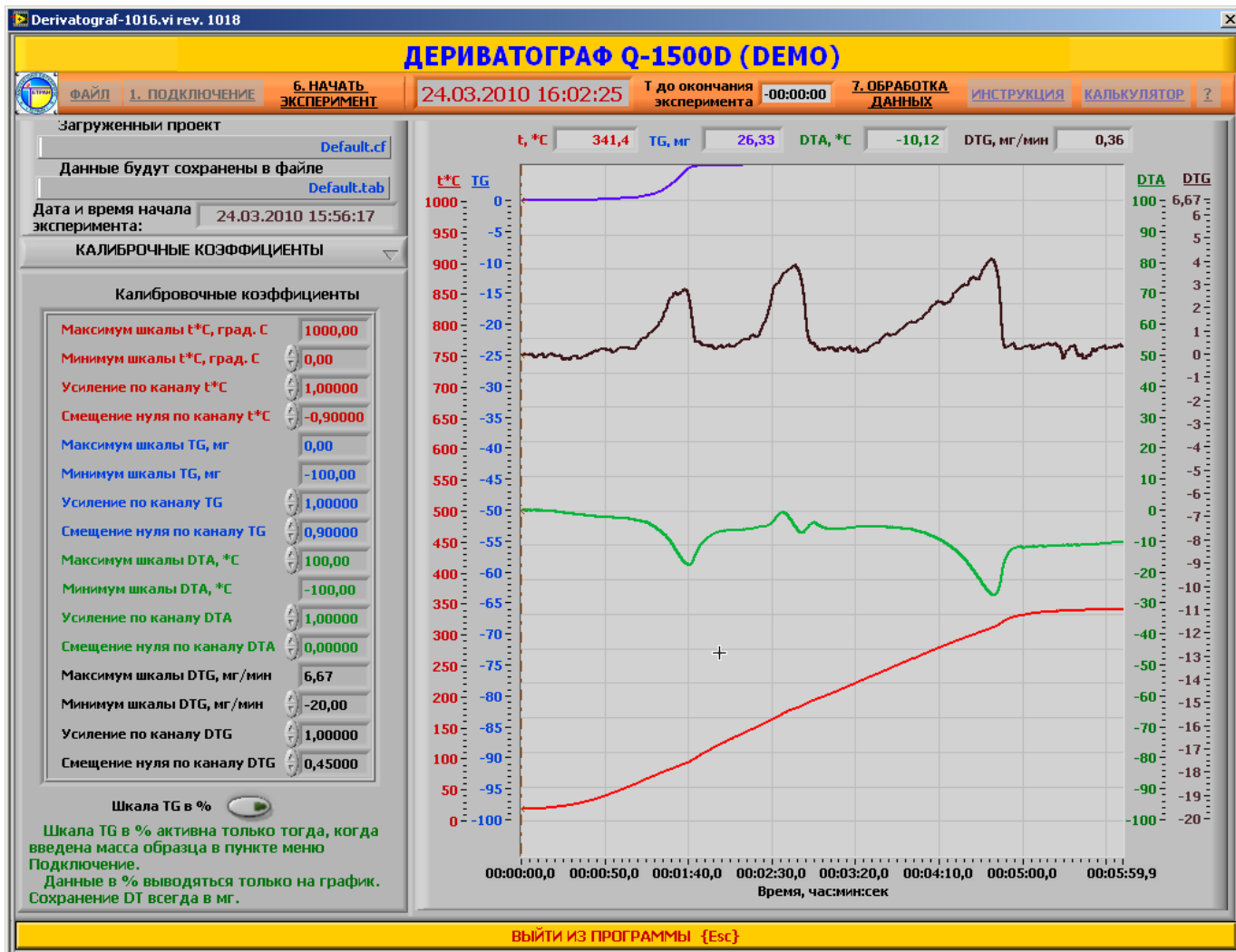


Рисунок 3.12 – Исходные некалиброванные кривые

На Рис. 3.12 видно, что TG и DTA имеют неправильный знак калибровки у Усиление по каналу TG и Усиление по каналу DTG. Необходимо поменять знак, либо поменять местами пары проводники, подходящие к дифференциальным входам соответствующих каналов у USB-600X.



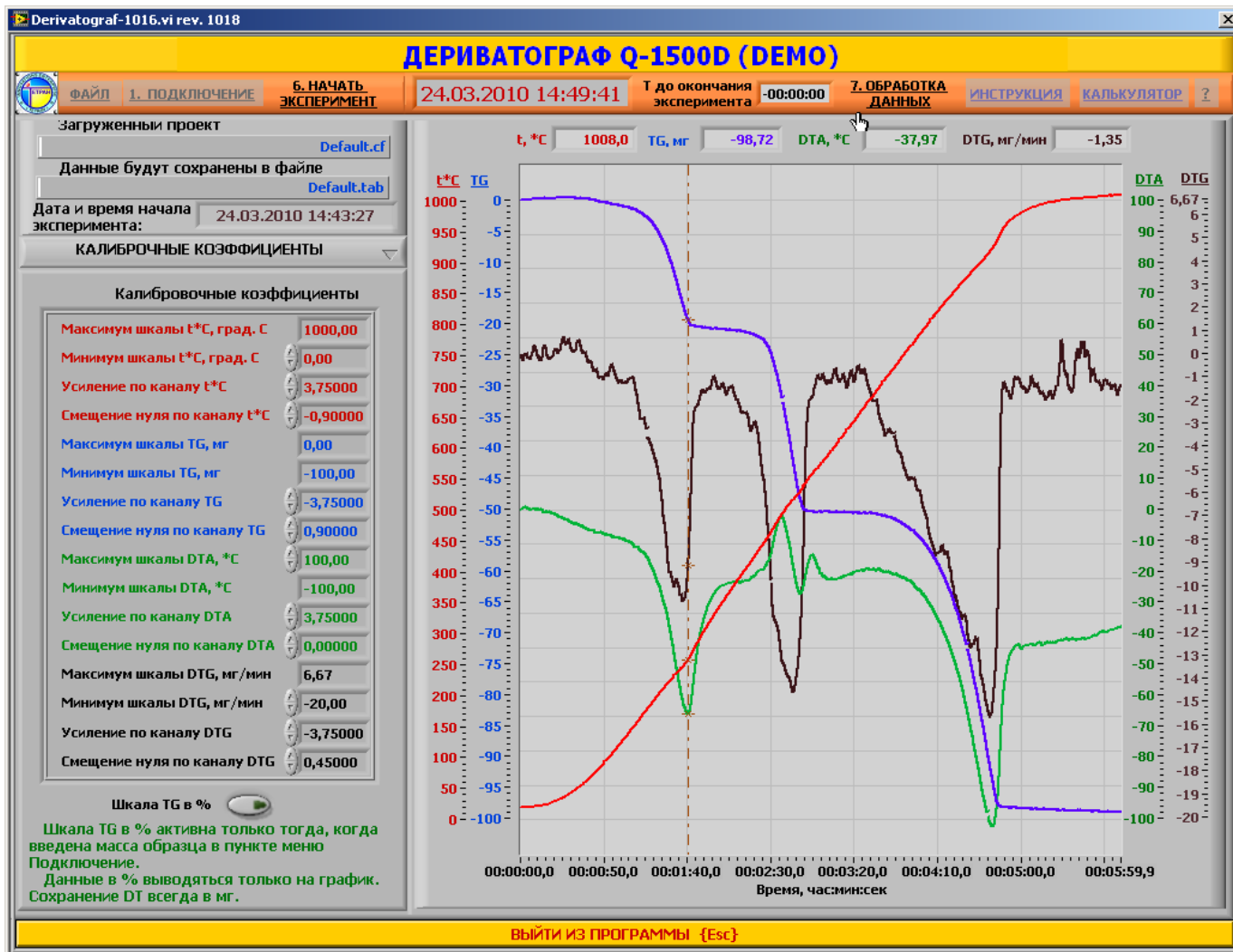


Рисунок 3.13 – Передняя панель калиброванные кривые, снятые при эксперименте

Кривая температуры снята при эксперименте несколько ниже, чем следует. Изменяя величину Усиления по каналу  $t^{\circ}\text{C}$ , – легко менять наклон кривой. На Рис. 3.13 начало кривая температуры откалибрована на  $20^{\circ}\text{C}$  при подключении. или всем можно изменить толщину линий отображаемых на экране, Рис. 3.13.

По умолчанию толщина всех линий равна 2. Толщину можно менять от 1 до 5.

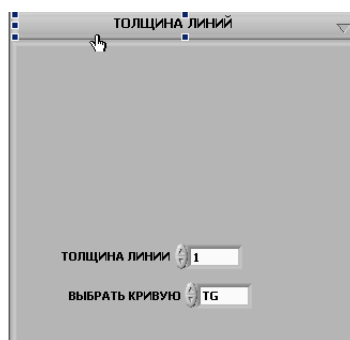


Рисунок 3.14 – Изменение толщины линий

### 3.2.1. Считывание данных и сохранение конфигурационного файла.

Выбрав значение СЧИТЫВАНИЕ ДАННЫХ и перемещая курсор на экране считываются данные по четырем кривым со взаимной привязкой друг к другу и ко времени, Рис. 3.15.

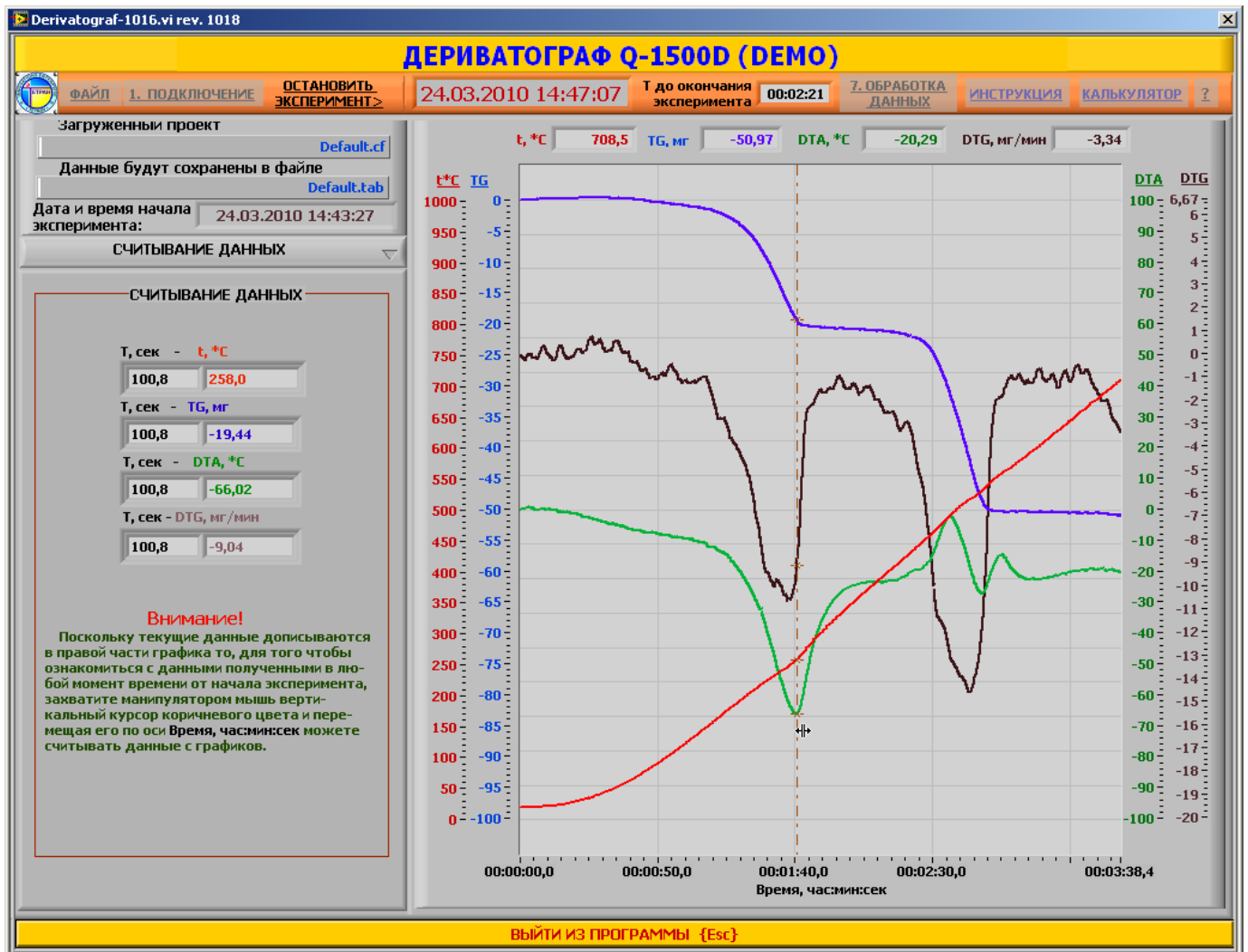


Рисунок 3.15 – Измерение данных на полученных кривых

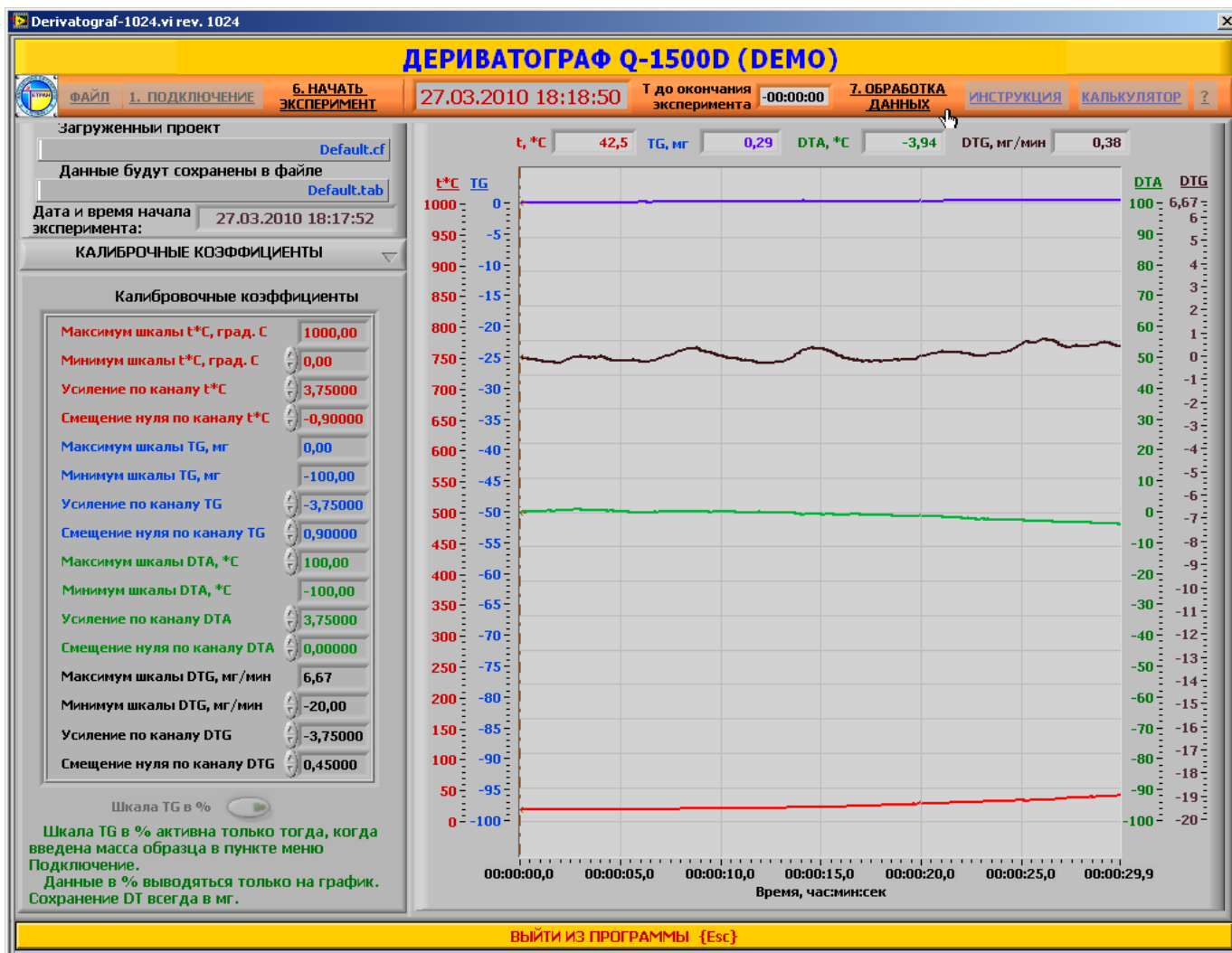


Рисунок 3.16 – Измерение данных на полученных кривых

После окончания Эксперимента по времени Меню Главной панели имеет вид, Рис. 3.19. Кнопка ФАЙЛ недоступна. Если в загруженном проекте были произведены изменения, например, изменены калибровки и нужно их сохранить, то кратковременно входим в 7. ОБРАБОТКА ДАННЫХ и выходим, Рис. 3.20а, после чего кнопка Меню ФАЙЛ становится доступной, Рис. 3.20б. Нажав ее, Рис. 2.3 и выбрав **СОХРАНИТЬ КОНФИГУРАЦИОННЫЙ ФАЙЛ, КАК...** будет создан новый конфигурационный файл с новым именем, либо переписется старый с новыми параметрами, Рис 3.22.

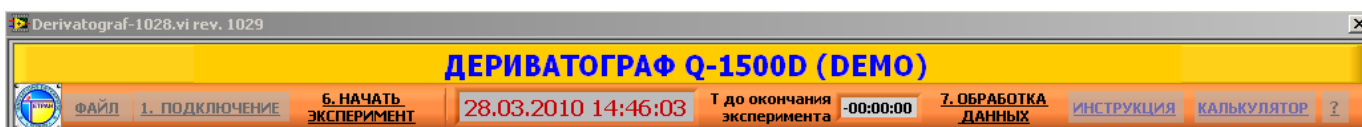
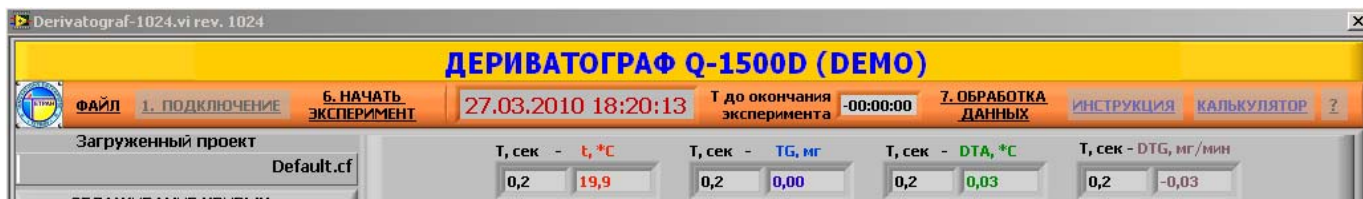


Рисунок 3.17



а)



б)

Рисунок 3.18

Если выйти из Эксперимента, нажав кнопку **ОСТАНОВИТЬ ЭКСПЕРИМЕНТ**, то кнопка **ФАЙЛ** будет доступна, Рис. 3.21.



Рисунок 3.19

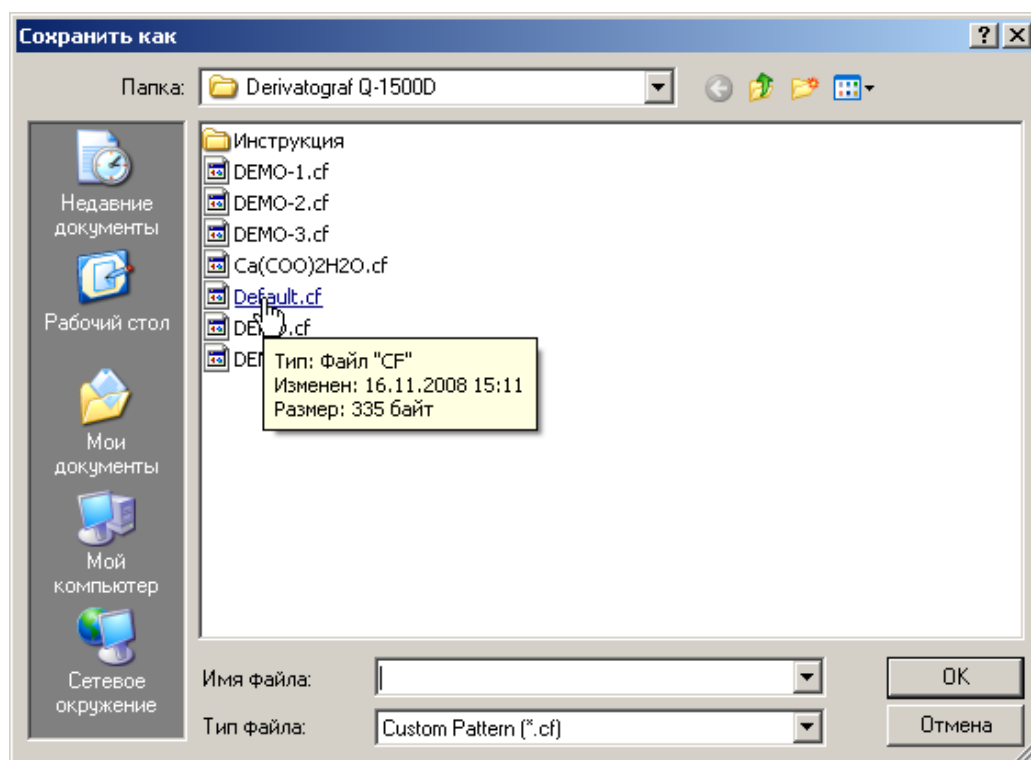


Рисунок 3.20

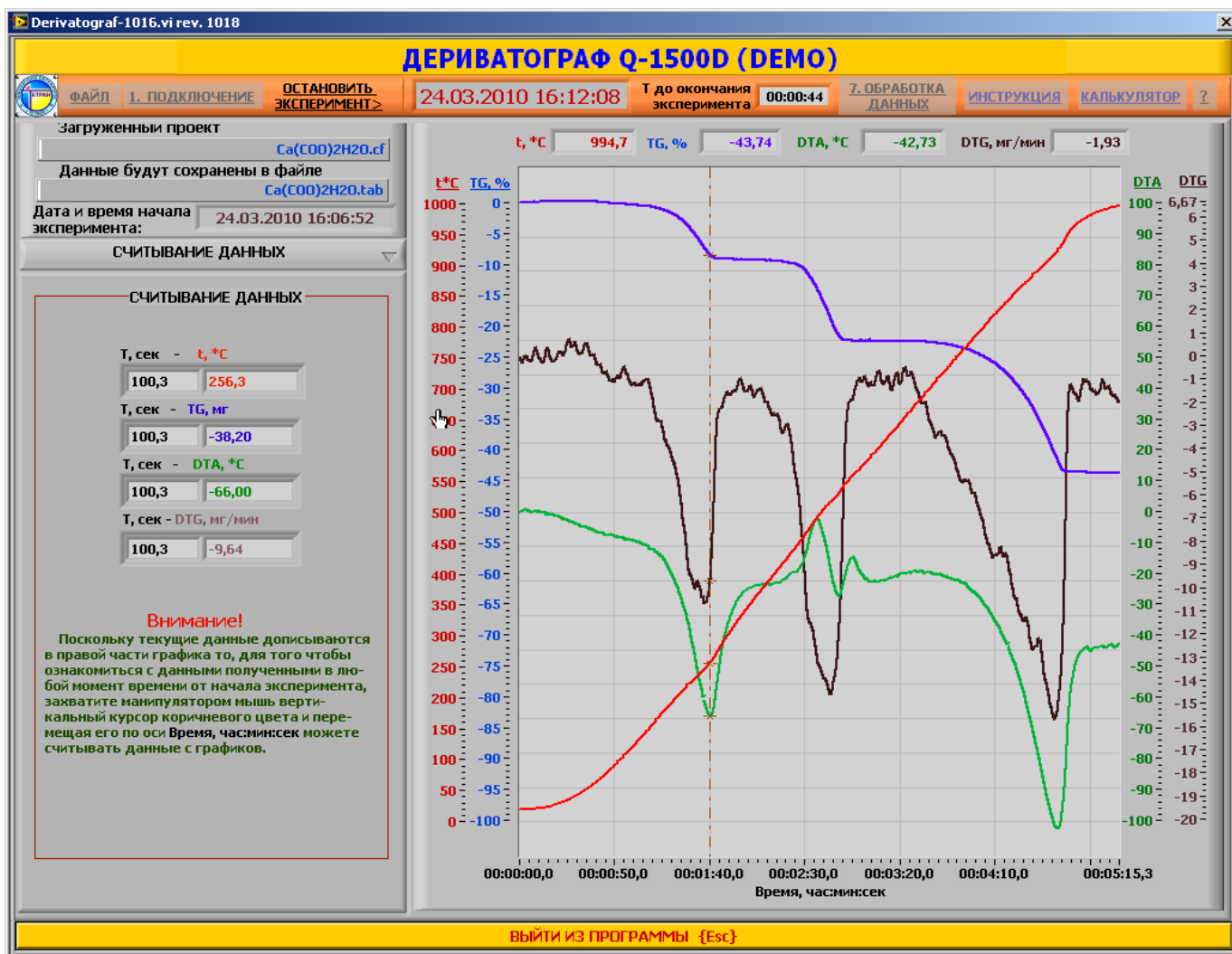


Рисунок 3.21

Если выбрано отображение TG в %, то считывание данных все равно происходит в реальных значениях, Рис. 3.21.

## 4 ОБРАБОТКА ДАННЫХ

### 4.1 Загрузка данных выбранного проекта.

Нажав кнопку **ОБРАБОТКА ДАННЫХ** переходим в режим **ОБРАБОТКА ДАННЫХ**, Рис. 4.1. В этот режим можно перейти после окончания **ЭКСПЕРИМЕНТА** и сразу после загрузки сохраненного проекта с накопленными данными, т.е. помимо конфигурационного файла должен быть и файл \*.tab.

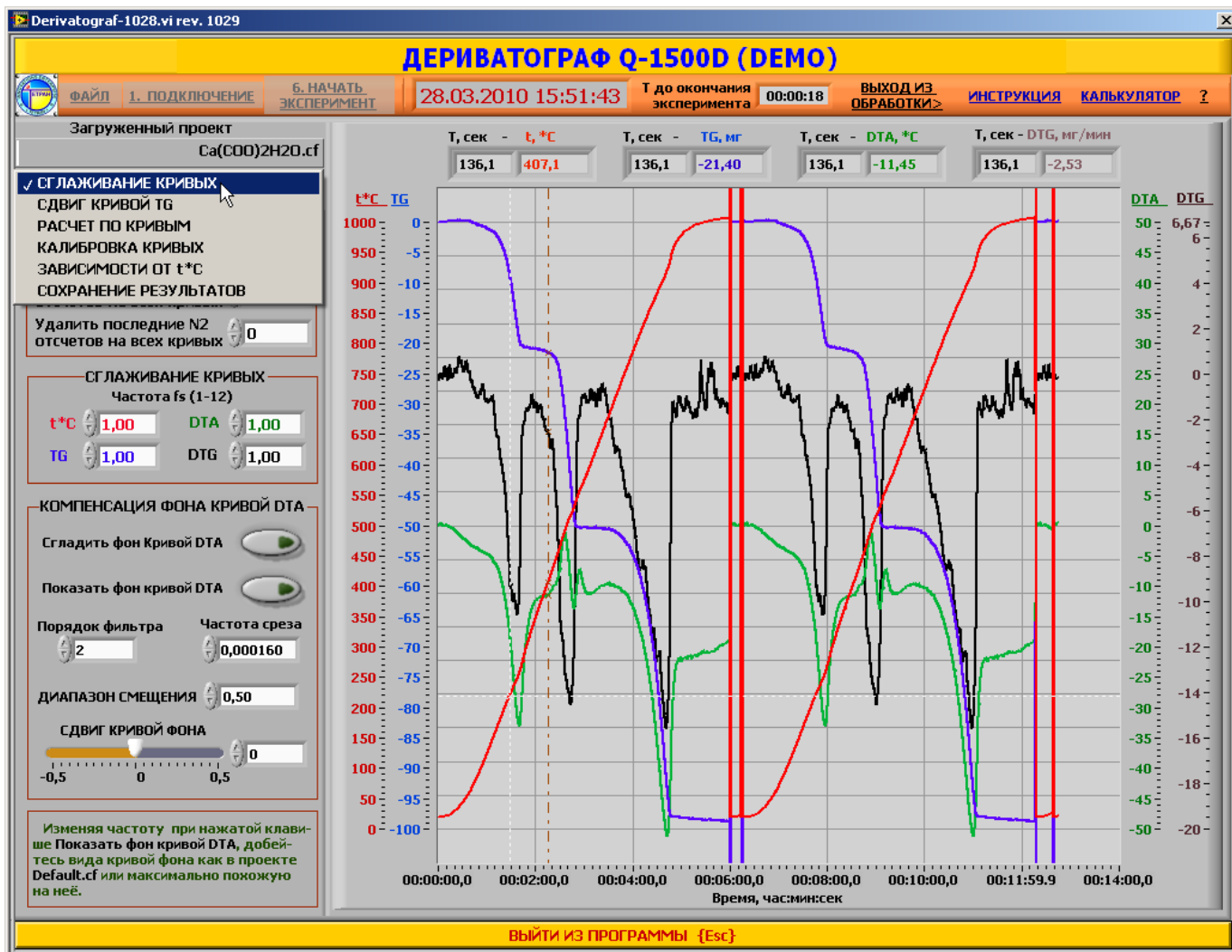


Рисунок 4.1

Меню 7. **ОБРАБОТКА ДАННЫХ** содержит 6 пунктов:

- ✓ СГЛАЖИВАНИЕ КРИВЫХ
- СДВИГ КРИВОЙ TG
- РАСЧЕТ ПО КРИВЫМ
- КАЛИБРОВКА КРИВЫХ
- ЗАВИСИМОСТИ ОТ t°C
- СОХРАНЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ

## 4.2. Сглаживание кривых.

Выберем первый пункт меню: СГЛАЖИВАНИЕ КРИВЫХ, Рис. 4.2.

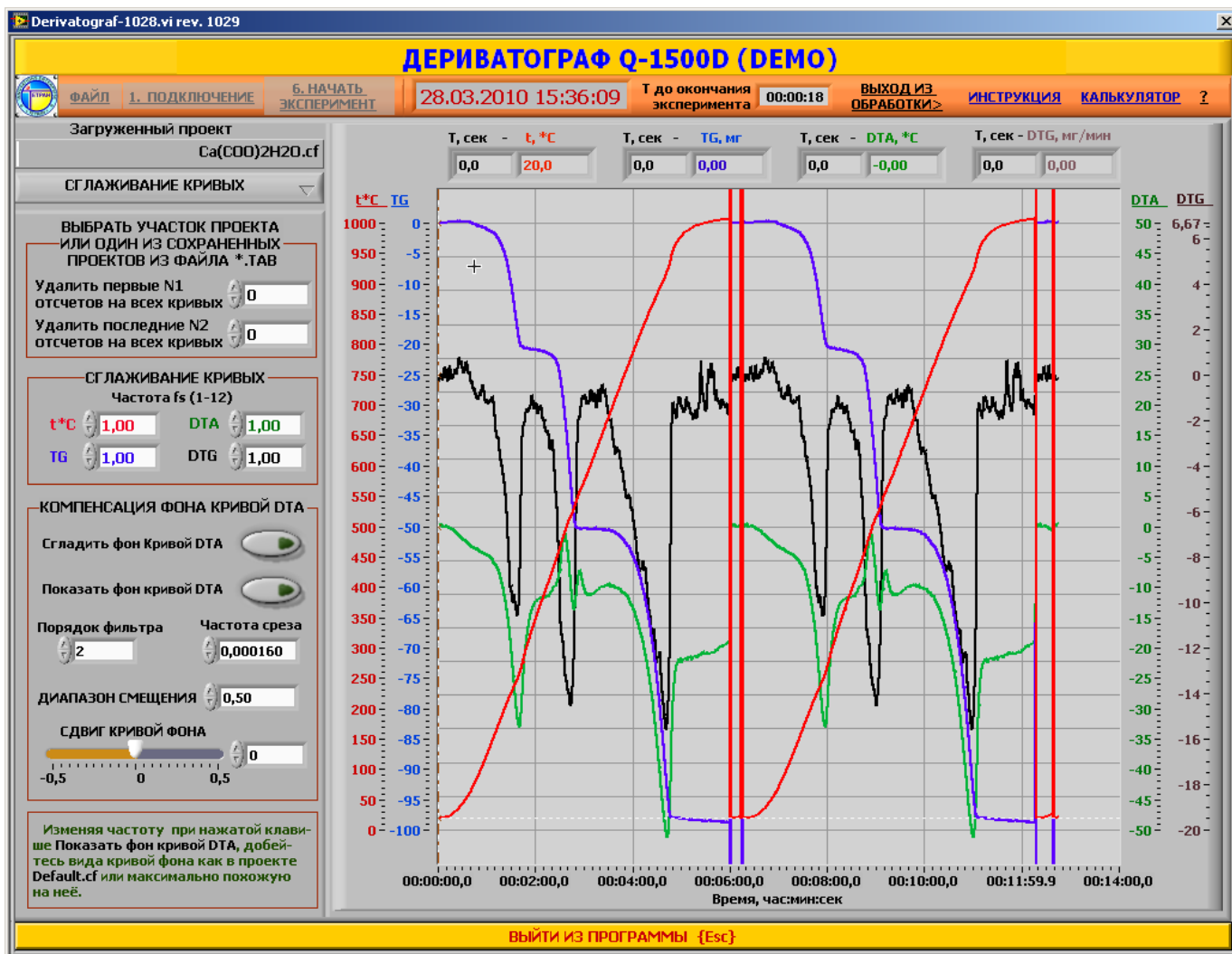


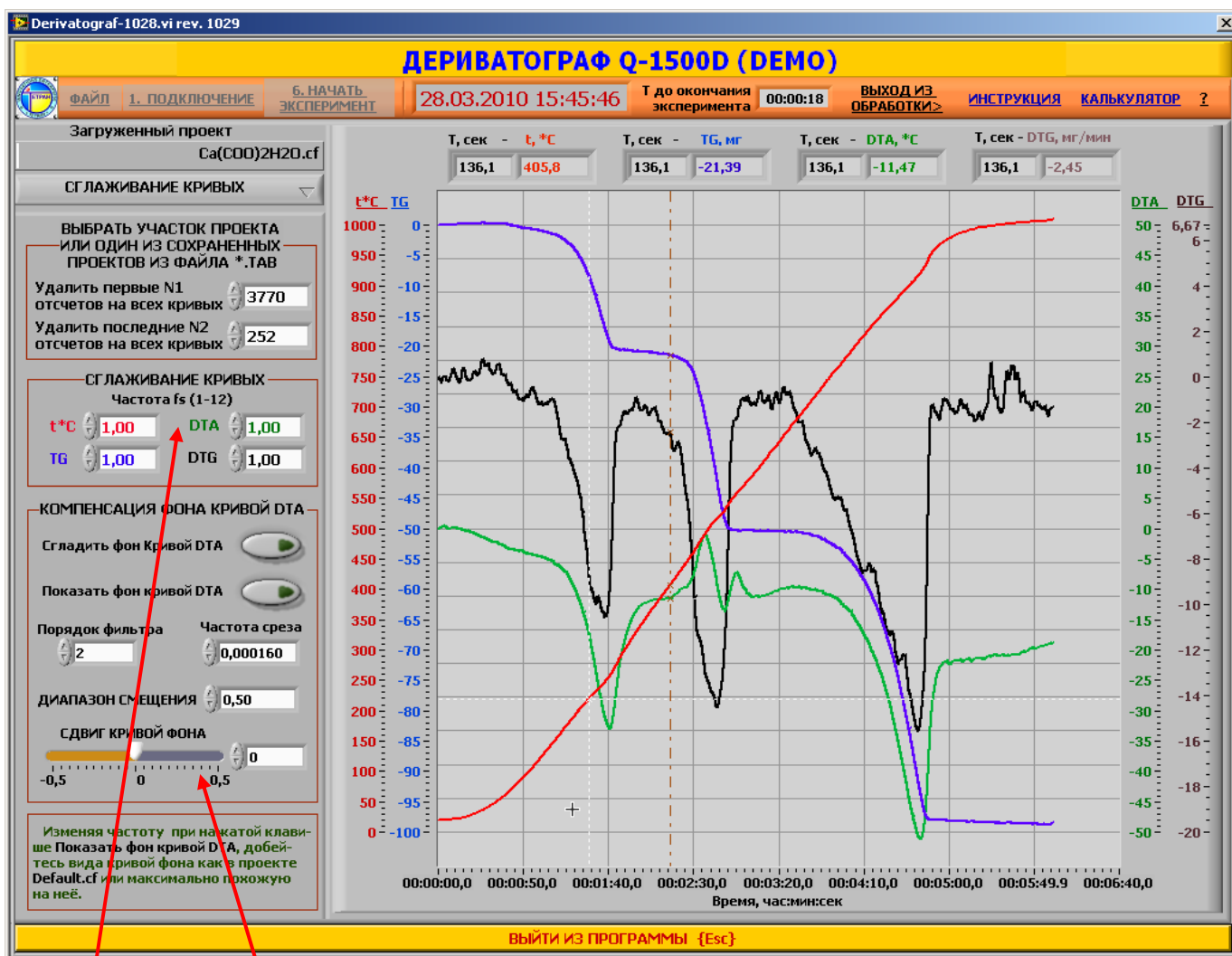
Рисунок 4.2 – Представление данных, когда проект был запущен несколько раз не обязательно подряд.

### 4.2.1 Выбор из нескольких записей эксперимента.

Под одним именем проекта может существовать несколько записей в одном файле, в том числе и пробных, Рис 4.2. Выходом из положения показанного на Рис. 4.1 может быть следующее:

1. в файле накопленных данных, в нашем случае  $\text{Ca}(\text{COO})_2\text{H}_2\text{O}.tab$ , удалить все лишнее, предварительно скопировав файл  $\text{Ca}(\text{COO})_2\text{H}_2\text{O}.tab$  в какую-либо директорию, чтобы не потерять данные окончательно,
2. более удобно перейти в **ВЫБРАТЬ УЧАСТОК ПРОЕКТА ... ИЗ ФАЙЛА \*.tab** на левой панели и выбрать смещение, для данного проекта, на  $N1=3770$  первых отсчетов и не отображать последние  $N2=252$  отсчета.

На самом деле данные не удаляются безвозвратно, а на график выводятся данные накопленные после 3770 отсчета и запрещается вывод последних 252 отсчетов, Рис. 4.3.



1 2

1 – Меню СГЛАЖИВАНИЕ КРИВЫХ, 2 – Меню КОМПЕНСАЦИЯ ФОНА КРИВОЙ DTA

Рисунок 4.3– Представление данных из второго запуска ЭКСПЕРИМЕНТА в выбранном проекте

Аналогично выводу на график второго запуска проекта можно выделить и первый запуск ЭКСПЕРИМЕНТА в выбранном проекте.

#### 4.2.2 Сглаживание кривых на графике.

Войдя на левой панели в меню СГЛАЖИВАНИЕ КРИВЫХ, можно выбрать любую комбинацию кривых, выбранных для сглаживания. При сглаживании кривых изменяем параметр  $f_s$  от 1 до 12, при этом вид кривых меняется от Рис. 4.4 до Рис. 4.5.

Увеличивая величину  $f_s$ , уменьшается уровень высокочастотных шумов и высокочастотных наводок от работающей по соседству аппаратуры. Величину  $f_s$  можно изменять от 1 до 12 для каждой кривой по отдельности.



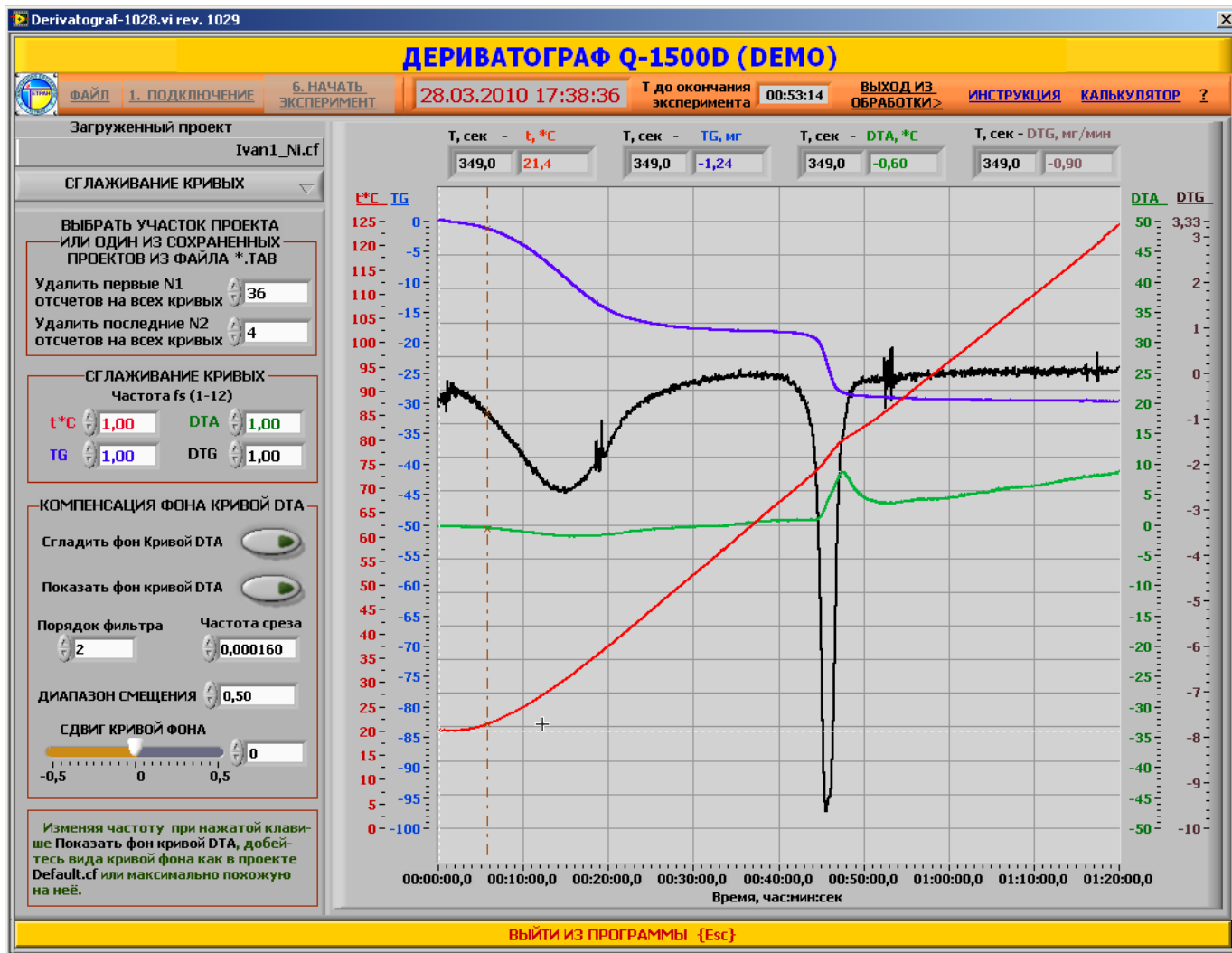


Рисунок 4.4 – Передняя панель. Кривая DTG снята с шумом

Все изменения внесенные в режиме ОБРАБОТКА ДАННЫХ, можно сохранить в пункте меню ЗАВИСИМОСТЬ ОТ  $t^{\circ}\text{C}$  нажав кнопку ЗАПИСАТЬ ФАЙЛЫ \*.xlt и \*.sqw. При этом никаких изменений в файле данных \*.tab не происходит, новые же файлы будут иметь зависимость от температуры с внесенными при обработке изменениями. Если обработка будет признана неудачной, можно будет все повторить без потери исходных данных. Файлы \*.xlt и \*.sqw и другие созданные при обработке файлы можно просматривать программами как MS EXCEL 2003 и 2007, ORIGIN версии 7,5-8,5. Средств для просмотра созданных файлов в ОБРАБОТКЕ ДАННЫХ в программе Derivatograf не предусмотрено.

**P.S.** Более удобно, в файле накопленных данных, удалить все лишнее, предварительно скопировав файл \*.tab в какую-либо директорию, чтобы не потерять данные других запусков проекта окончательно.

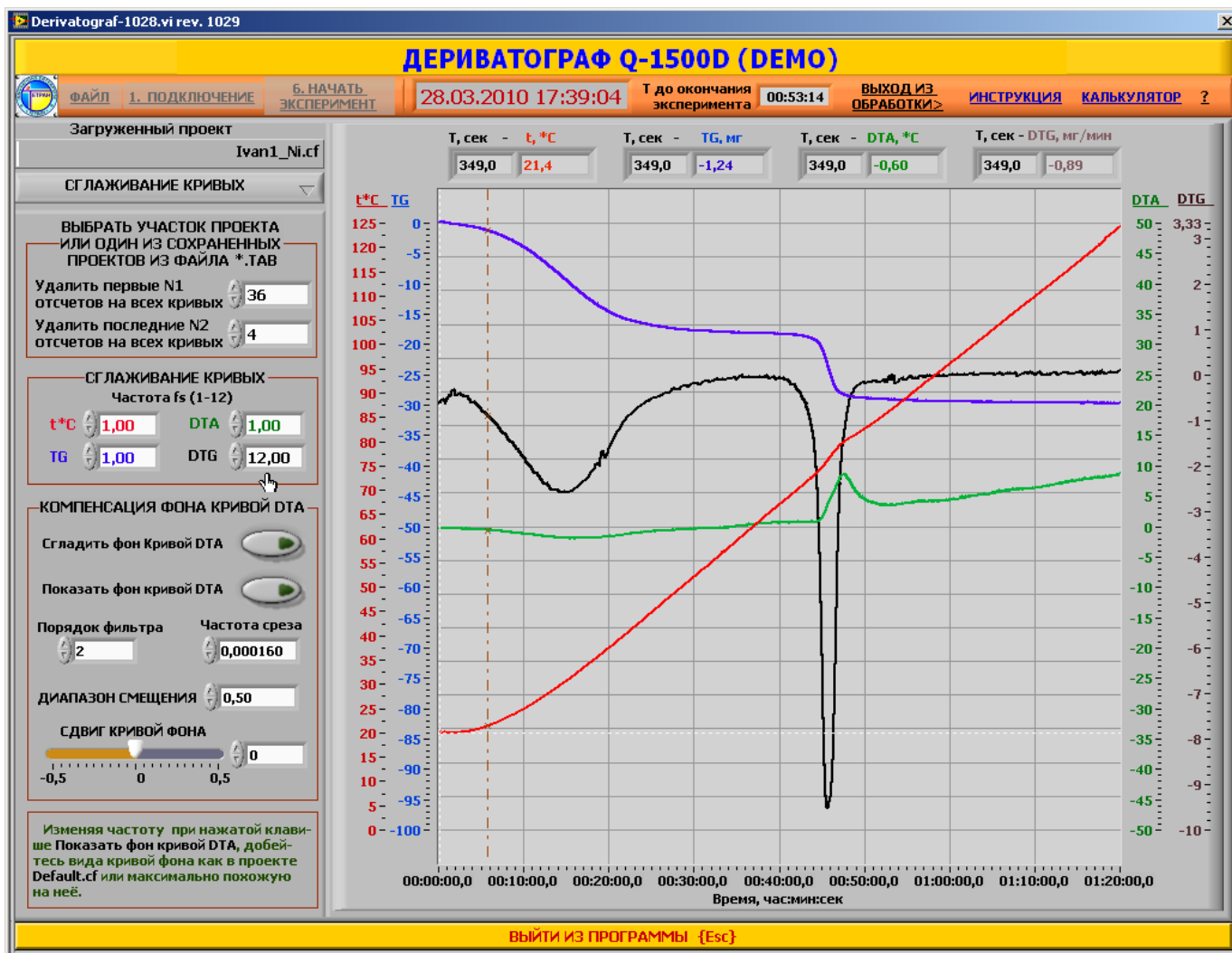


Рисунок 4.5 – Передняя панель. Шумы Кривой DTG сглажены. Уровень сглаживания максимальный (fs=12 по DTG)

#### 4.2.3 Режим компенсации уровня фона на кривой DTA.

Войдя в меню КОМПЕНСАЦИЯ ФОНА КРИВОЙ DTA, Рис. 4.3, можно осуществить компенсацию фона кривой DTA, вызванную протеканием термодинамических процессов. Нажав обе кнопки: СГЛАДИТЬ ФОН КРИВОЙ DTA и ПОКАЗАТЬ ФОН КРИВОЙ DTA, на графике появится кривая, описывающая термодинамический фон системы образец + дериватограф, Рис. 4.6.

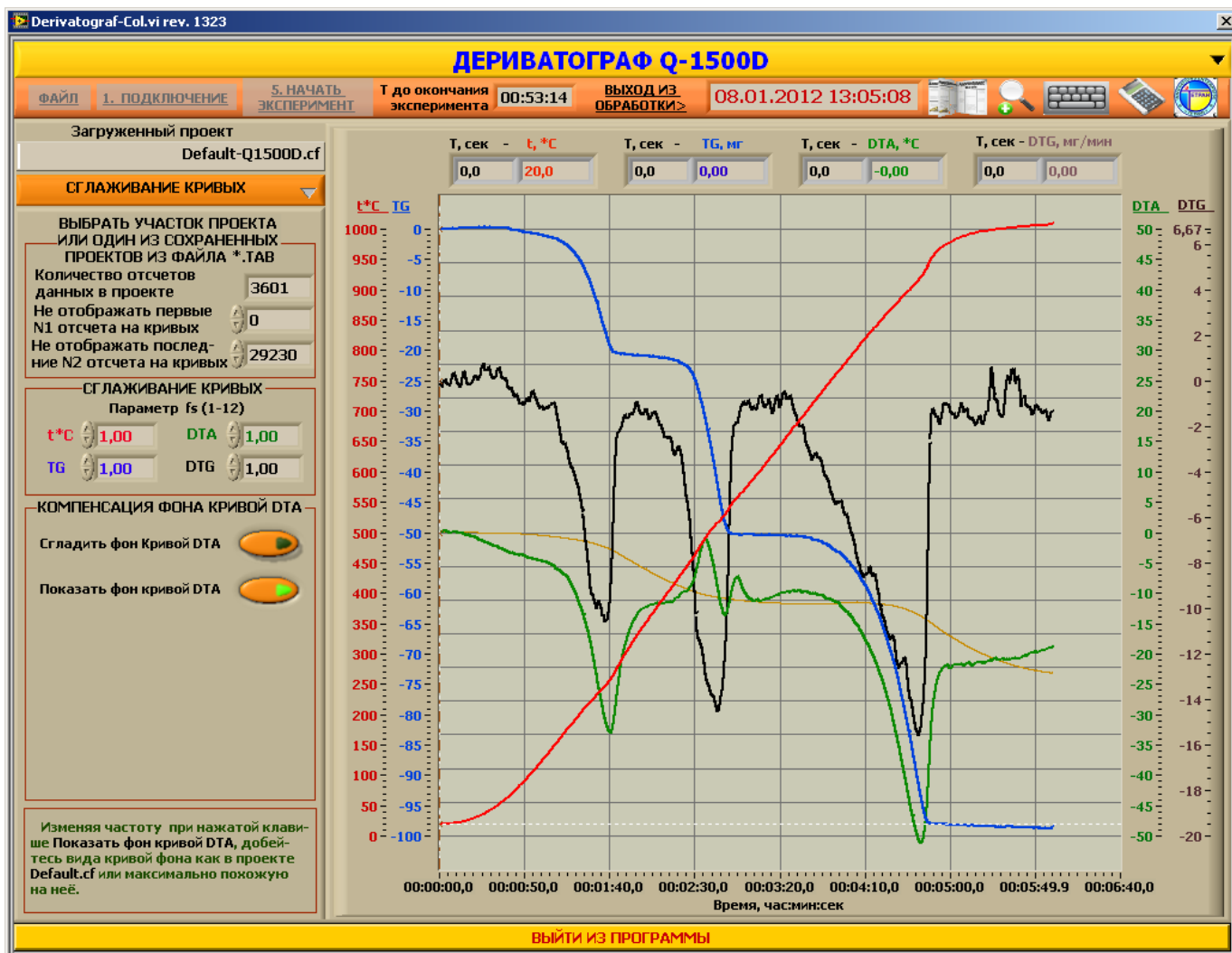
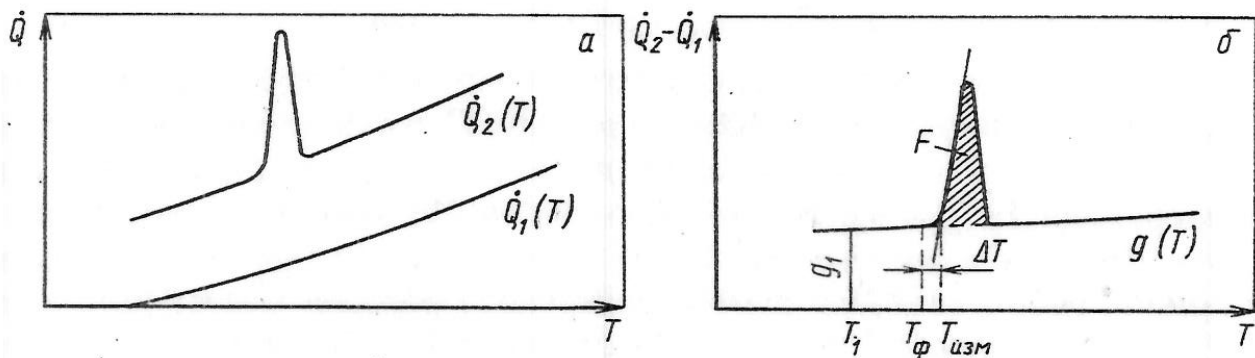


Рисунок 4.6– Кривая термодинамического фона (коричневого цвета).

Для того, чтобы другие кривые не мешали процессу компенсации фона и другим измерениям, связанным только с кривой DTA, войдите в пункт меню ЗАВИСИМОСТИ ОТ  $t^{\circ}\text{C}$  и нажмите кнопку УБРАТЬ ЛИШНИЕ КРИВЫЕ. При этом на Рис.4.9 и 4.10 останется только кривая DTA, содержащая не только зависимость разности температур образца и опорного вещества (полезный сигнал), но и температурный фон, присущий данному экземпляру дериватографа (вообще то, это вредный сигнал).

Температурный фон можно несколько скомпенсировать, проведя эксперимент, где вместо испытуемого вещества берется равное количество по весу опорного вещества, обычно окись алюминия. Затем из кривой DTA вычтется снятый фон. Но это будет не совсем корректно, поскольку испытуемое вещество теряет в весе и, разлагаясь, превращается в другое вещество с другой теплопроводностью.

Такой подход описан в [1. стр. 57], Рис. 4.7 и 4.8. Видно, что данные построения достаточно сложны, достаточно субъективны и требуют значительных затрат времени и требуют применения калориметров.



*a* — температурная зависимость теплового потока для ячейки без вещества Q1 и содержащей исследуемый образец Q2 ;

*б* — температурная зависимость разностного теплового потока между ячейками без вещества и содержащей исследуемый образец.

$T_{\phi}$  — температура фазового перехода;

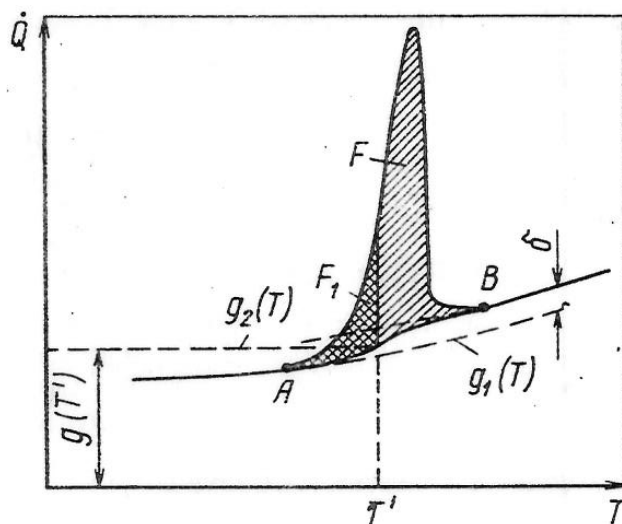
$T_{\text{изм}}$  — температура фазового перехода, получаемая экстраполяцией;

$q_x = C_p \{T_x\} m a$  — базовая линия до начала фазового перехода;

$C_p$  — удельная теплоемкость образца;

$m$  — масса образца;  $a$  — скорость нагревания

Рисунок 4.7 - Экспериментальные кривые изменения теплового потока, полученные в ДМСК



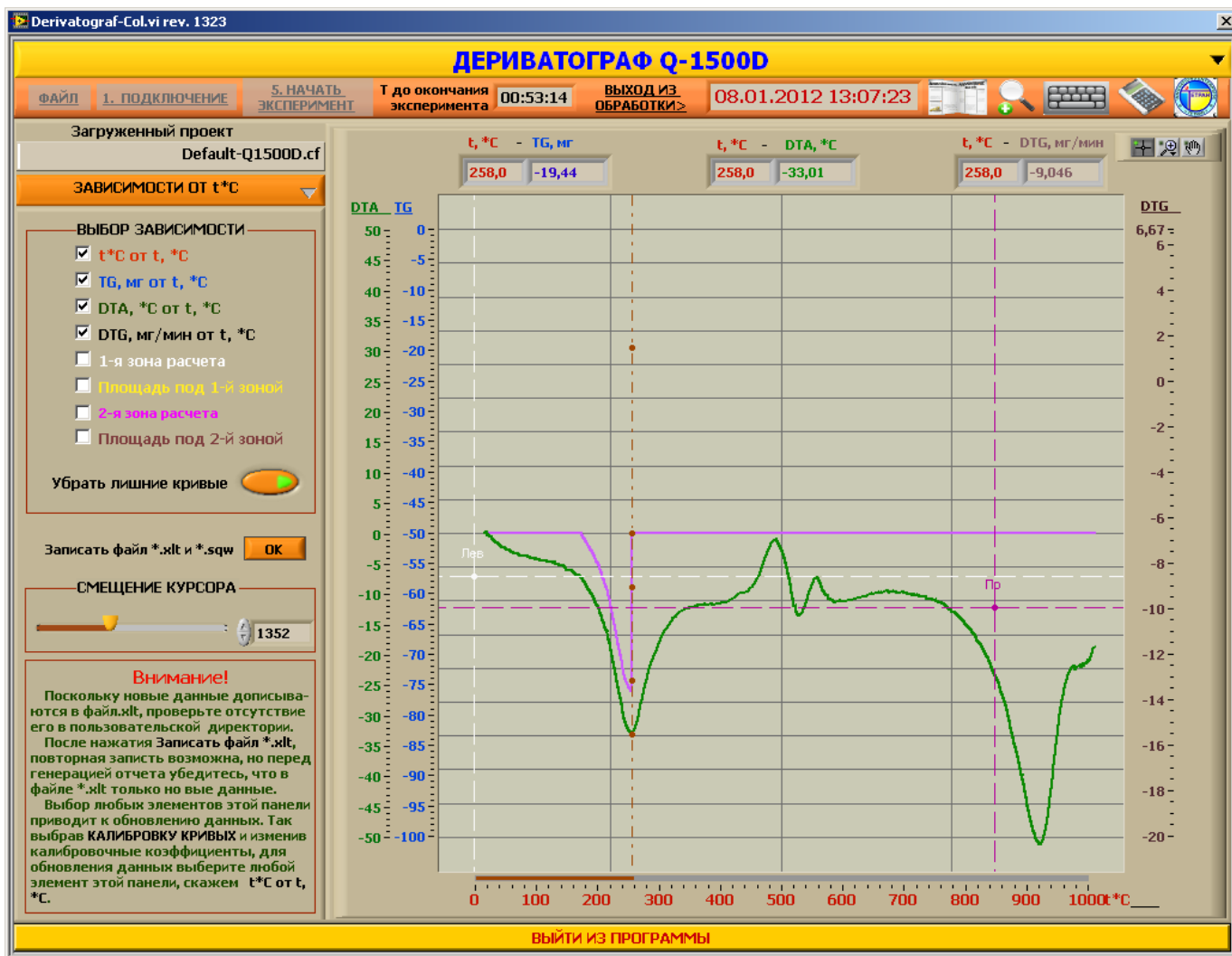
$g_x(T)$  и  $g_2(T)$  — первая и вторая экстраполированные базовые линии;

$T'$  — температура для построения базовой линии;

$F$  — общая площадь под кривой;

$F_1$  — площадь под кривой до  $T = T'$

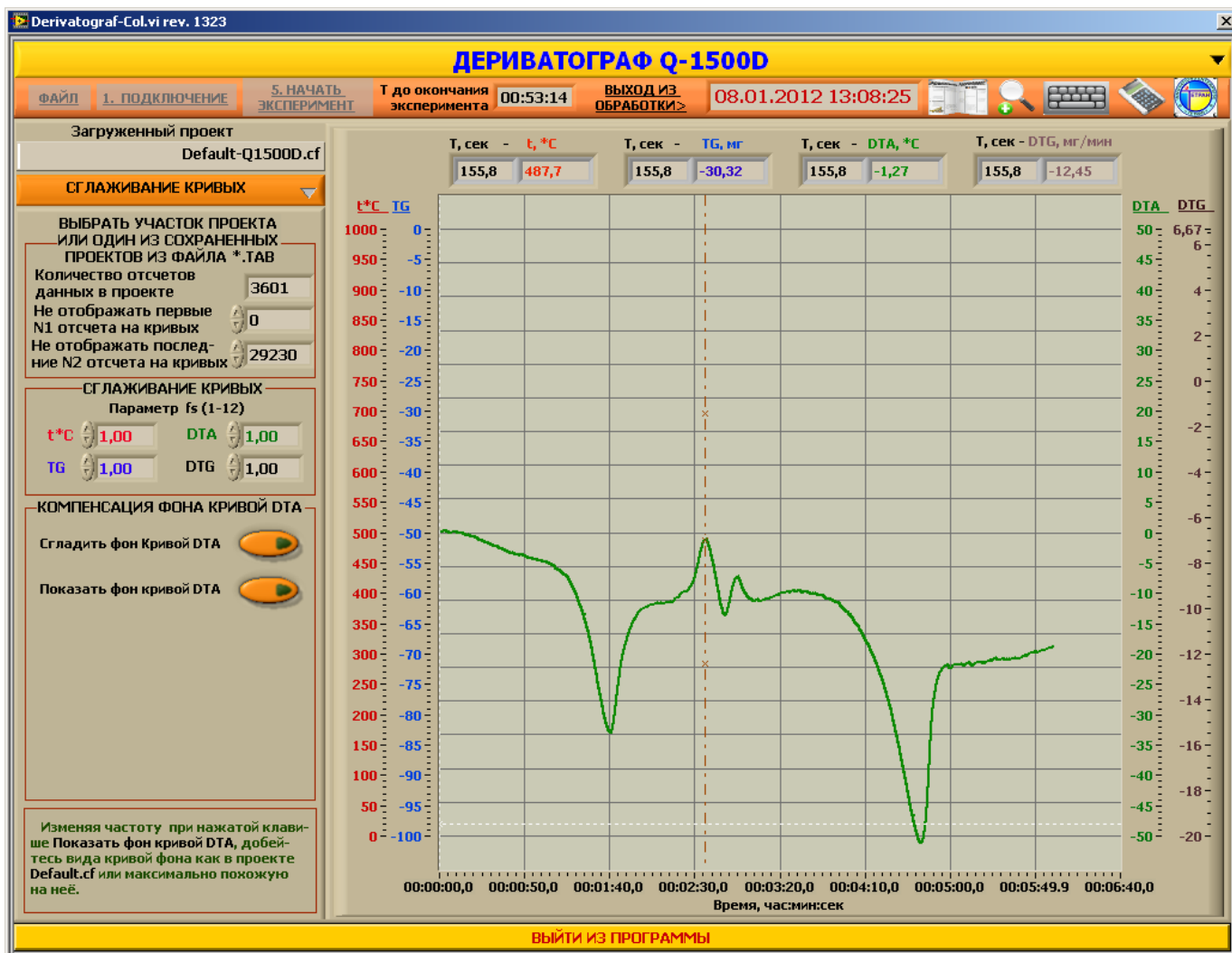
Рисунок 4.8 - Построение базовой линии для экспериментальной кривой (изменения теплового потока) в ДМСК при изменении теплоемкости образца в ходе реакции



Кривые  $t^*C$ , TG, DTG невидимы на графике в зависимости от температуры

Рисунок 4.9 – Передняя панель. Кривая DTA с некомпенсированным фоном

Кривые  $t^*C$ , TG, DTG невидимы на графике в зависимости от температуры, Рис. 4.9, и в зависимости от времени, Рис.4.10, но они присутствуют на графике, это видно на Рис.4.10 – два мелких крестика выше кривой DTA и один ниже – это TG, DTG и  $t^*C$  соответственно. Это позволяет проводить все расчеты связанные с DTA, например, считывать данные, перемещая коричневый курсор. На верхних индикаторах будут отображаться данные от всех кривых.



Кривые  $t^{\circ}\text{C}$ , TG, DTG невидимы на графике в зависимости от времени

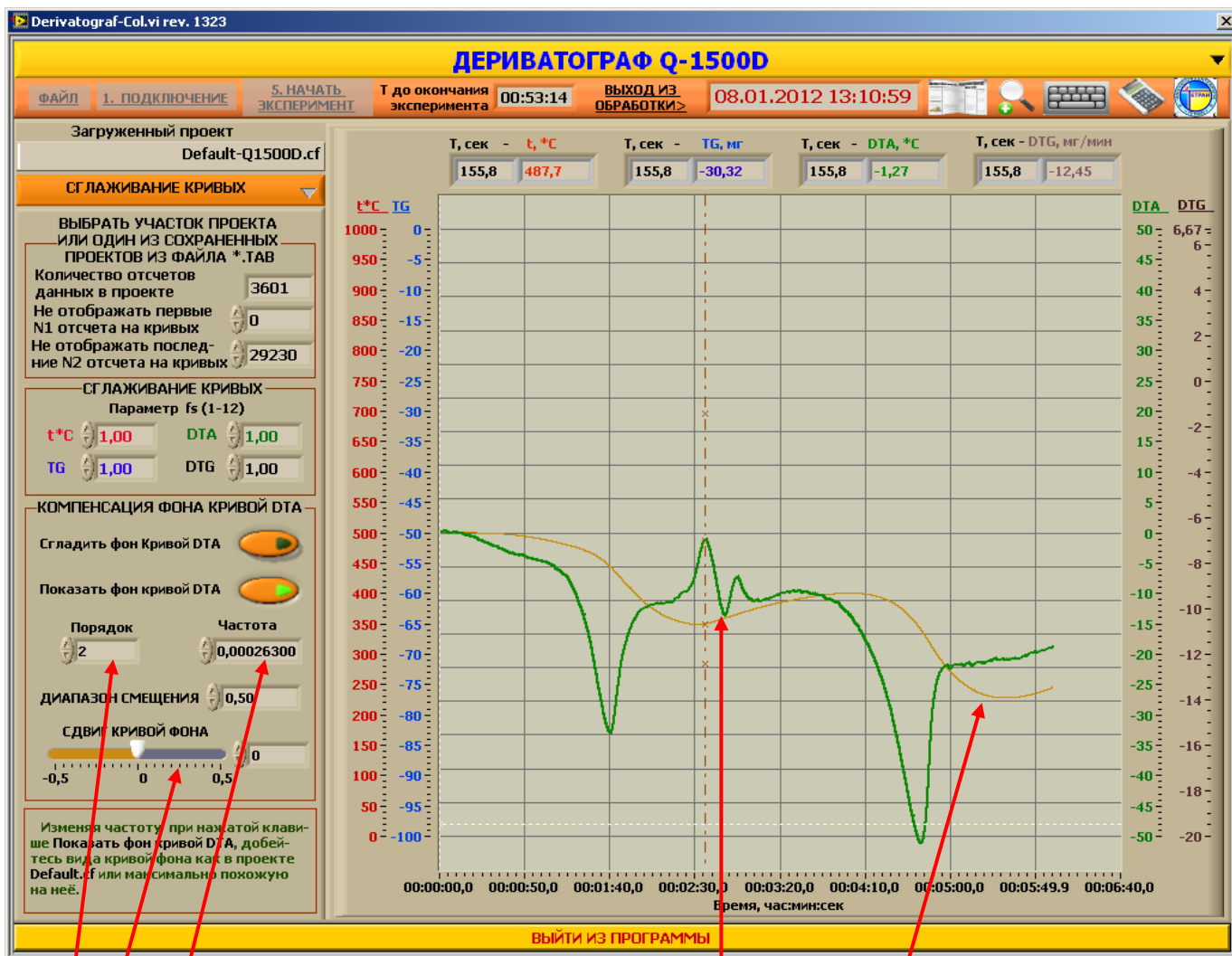
Рисунок 4.10 – Передняя панель. Кривая DTA с некомпенсированным фоном

Вернемся в пункт Меню СГЛАЖИВАНИЕ КРИВЫХ, Рис 4.10.

Поскольку в кривой DTA снята не только «чистая» зависимость DTA, но и фон установки и зависимость DTA от изменения количества вещества и его теплопроводности, то в программном обеспечении используется алгоритм, позволяющий избавиться от фона и изменения теплопроводности образца.

В алгоритме расчета термодинамического фона исключается температурный фон присущий нагревателю дериватографа, исключаются постоянная составляющая кривой DTA, исключаются все высокочастотные составляющие кривой DTA. На получение верного термодинамического фона влияет очень много мешающих факторов, но тем не менее полученную кривую можно с достаточно высокой степенью верности считать отображающую ход термодинамической кривой.

Естественно, следует проводить дальнейшие исследования поведения термодинамического фона.



3 4 5

1

2

1 – первый скачок фона

2 - второй скачок фона

3 – параметр ПОРЯДОК, определяет степень размаха фона кривой TG

4 – параметр ЧАСТОТА, определяет степень сглаживания фона кривой TG

5 – слайдер СДВИГ КРИВОЙ ФОНА

Рисунок 4.11 – Передняя панель. Кривая DTA с некомпенсированным фоном и с неправильно выбранными параметрами для кривой фона

На Рис. 4.11 на снятой кривой DTA виден компенсирующий фон (термодинамический фон), но процесс компенсации еще не настроен.

На кривой фона отображаются скачки, совпадающие с изменением термодинамических параметров. Предложенный алгоритм расчета кривой фона, с достаточно высокой степенью верности, отображает изменение термодинамических параметров образца и аппаратуры, определяемая потерей влаги, изменением структуры вещества, разложением образца и т.д. Все это сопровождается изменением, в конечном счете, потока тепла проходящего через образец.

Правильная величина компенсирующего фона должна определяться как набор горизонтальных участков без провалов, соединенных плавными кривыми, Рис. 4.13.

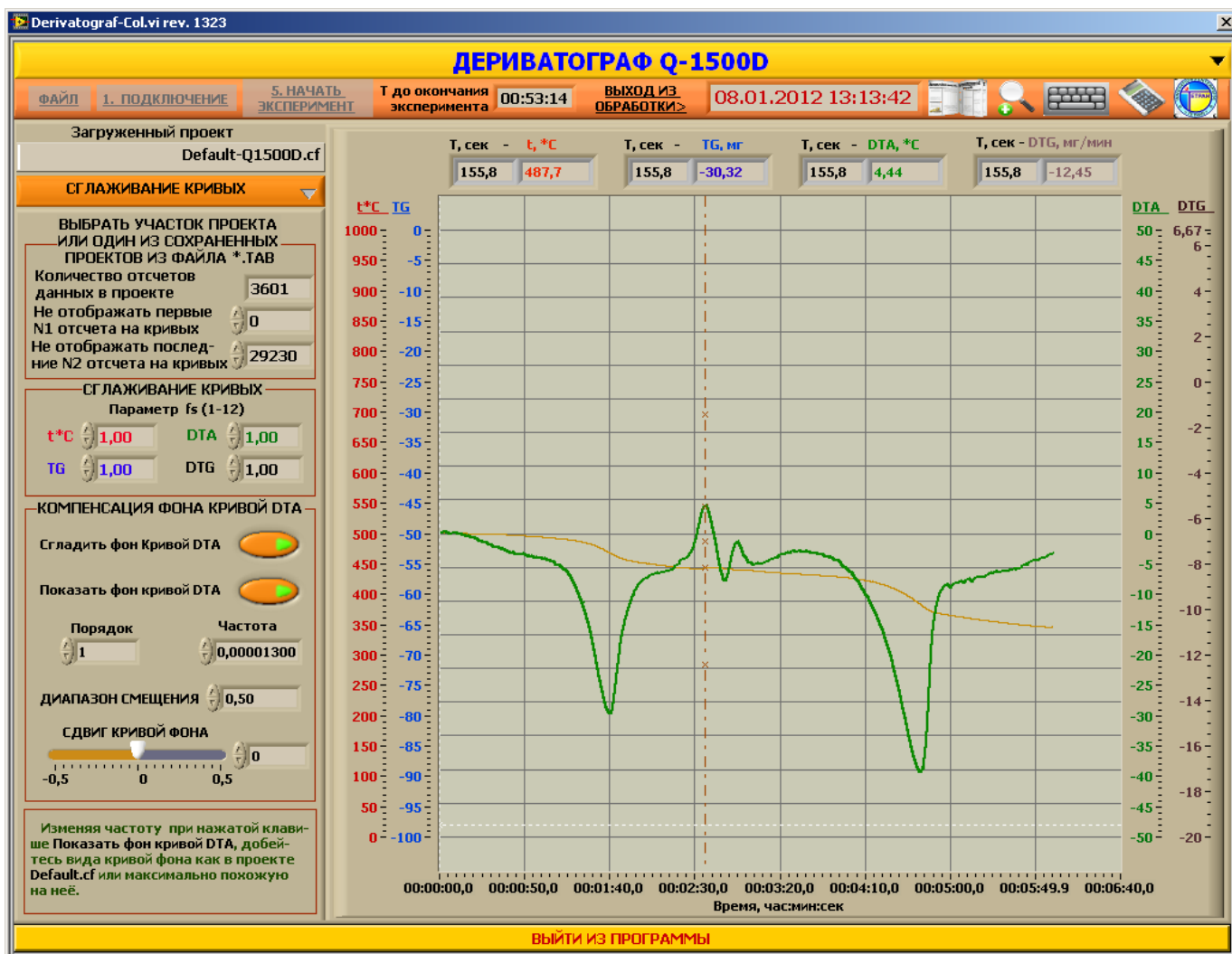
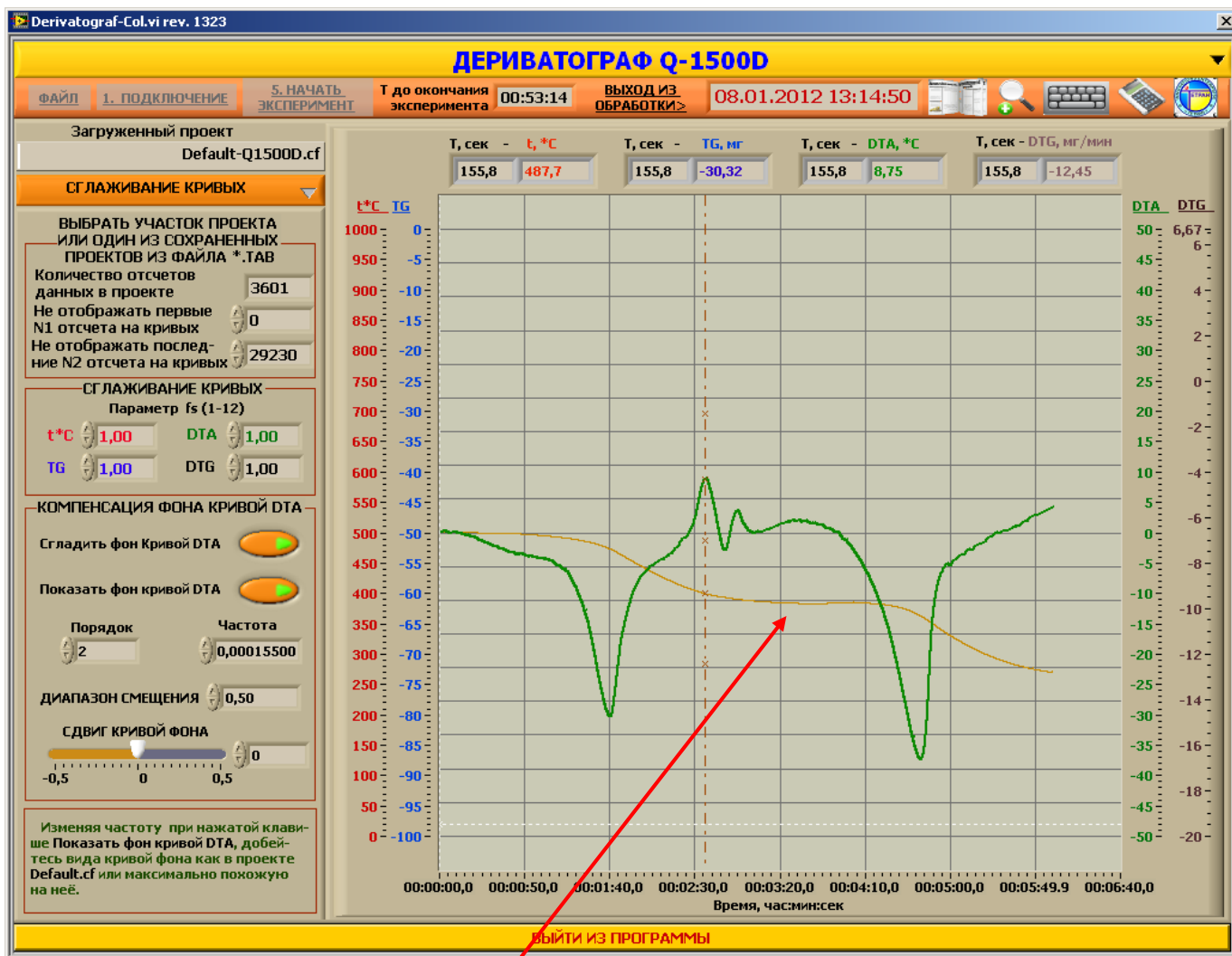


Рисунок 4.12 – Передняя панель. Кривая DTA с некомпенсированным фоном и с начальными параметрами для кривой фона

Выбор компенсирующей кривой следует начинать с выбора параметра ПОРЯДОК равным 1, изменяя параметр ЧАСТОТА добиваемся максимально стремящихся к плоским участкам кривой фона. С параметром Порядок=1 и параметром Частота=0.000013 получить горизонтальные участки не удалось, Рис. 4.12.

Отображение изменения кривой фона при изменении параметров ПОРЯДОК и ЧАСТОТА, происходит только при нажатой кнопке СГЛАДИТЬ ФОН КРИВОЙ DTA.





1

Рисунок 4.13 – Передняя панель. Кривая DTA с почти компенсированным фоном

Нажав кнопку ПОКАЗАТЬ ФОН и СГЛАДИТЬ ФОН КРИВОЙ DTA (только при нажатии этой кнопки происходит расчет фона) на Рис. 4.13, можно увидеть собственно фон кривой. Последовательно изменяя Порядок и Частоту Рис. 4.12 и Рис. 4.13 получает гладкую ступенчатую кривую. Ступени по времени совпадают с процессами потери массы и разложения вещества. Величина ступеней пропорциональна изменению теплопередачи вещества из-за потери массы (испарения воды) и разложения вещества.

Видно, что чем выше параметр ПОРЯДОК, тем выше величина параметра Частота: при увеличении параметра ПОРЯДОК с 1 до 2, ЧАСТОТА увеличилась с 0.000013 до 0.000155. Так будет и с дальнейшим ростом параметра ПОРЯДОК. Главное, чтобы с увеличением не изменялся вид кривой компенсирующего фона. На Рис. 4.13 в месте указанным стрелкой виден небольшой провал в кривой компенсирующего фона.

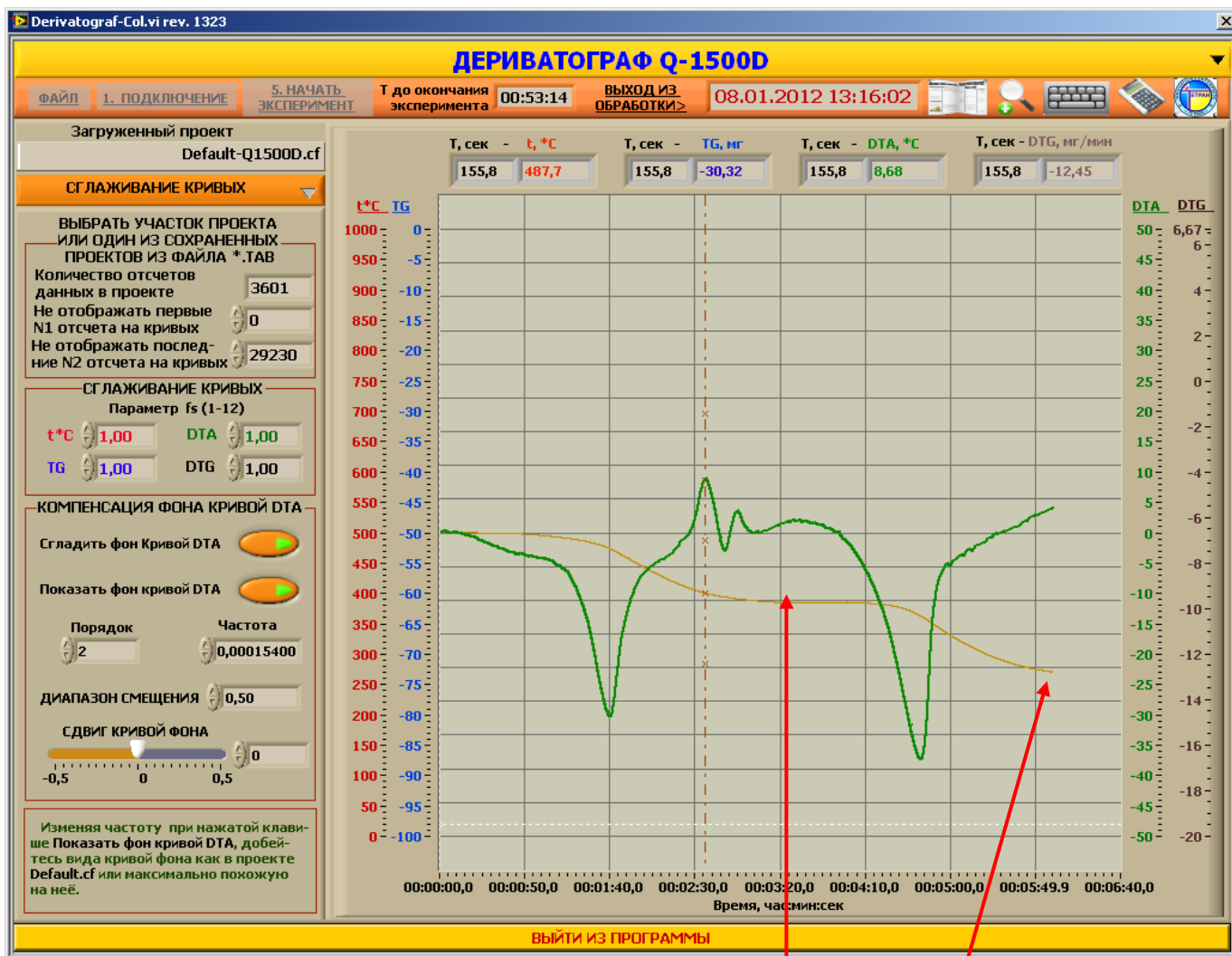


Рисунок 4.14 – Передняя панель. Кривая DTA с компенсированным фоном

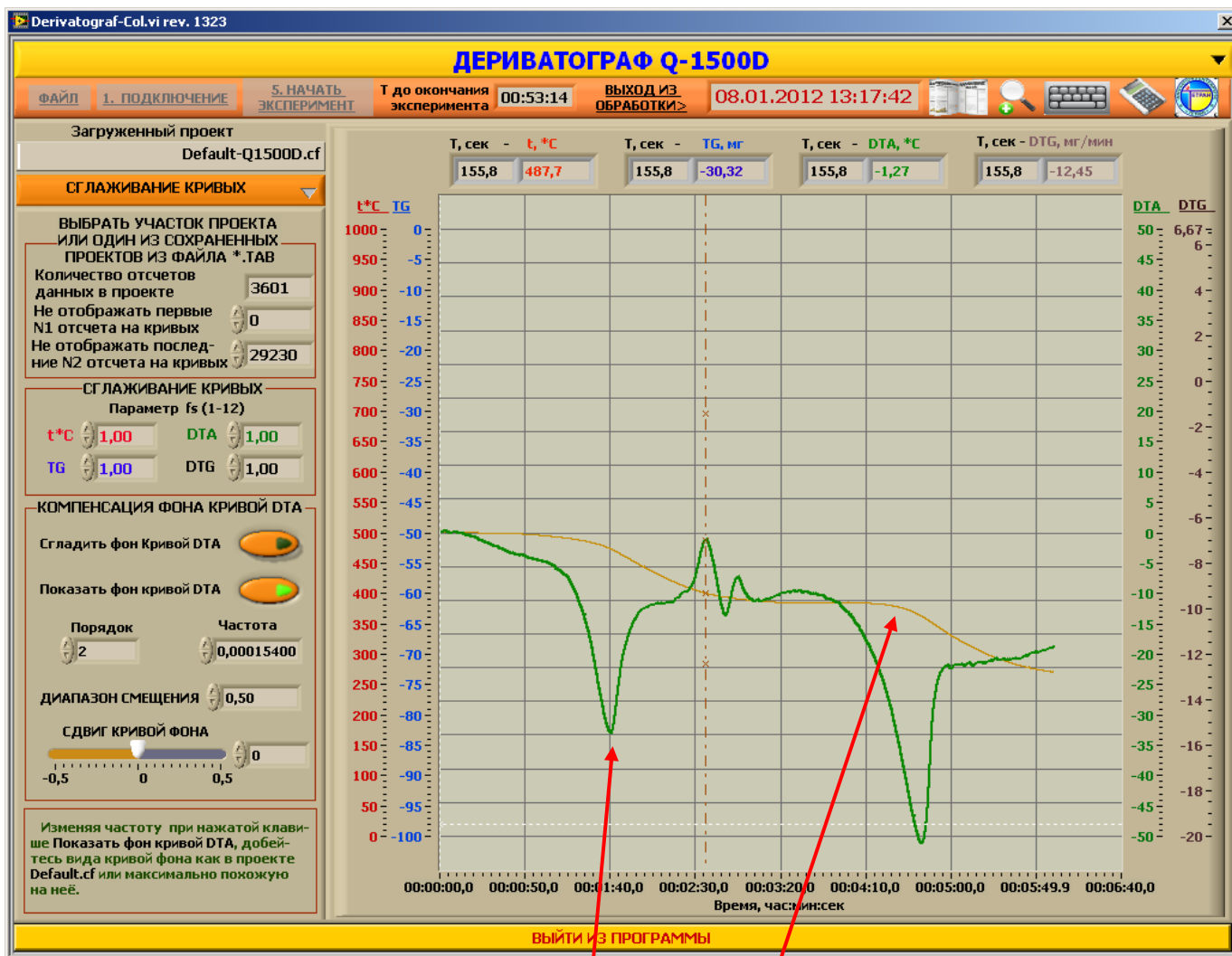
Несколько уменьшив параметр ЧАСТОТА с 0,000155 до 0,000154, получаем горизонтальные участки кривой компенсирующего фона.

Получение компенсирующего фона закончено для проекта  $\text{Ca}(\text{COO})_2\text{H}_2\text{O}$ .

На Рис 4.16 приведены приемы компенсации фона, описанные в [1, стр.55].

Используя слайдер СДВИГ КРИВОЙ ФОНА, Рис. 4.15, расположим кривую компенсирующего фона как показано на Рис.4.16б. Видно, что кривая фона проходит одинаковым способом через оба пика экзотермического процесса на кривой DTA. Что косвенно подтверждает правильность расчета кривой фона, по крайней мере, для проекта  $\text{Ca}(\text{COO})_2\text{H}_2\text{O}$ .

При смещении кривой фона, отображаемой на графике, истинная рассчитанная кривая фона остается на месте, начинаясь с нулевого значения.



1 2

Рисунок 4.15 – Передняя панель. Кривая DTA (1) с некомпенсированным фоном, но правильным видом кривой фона (2)

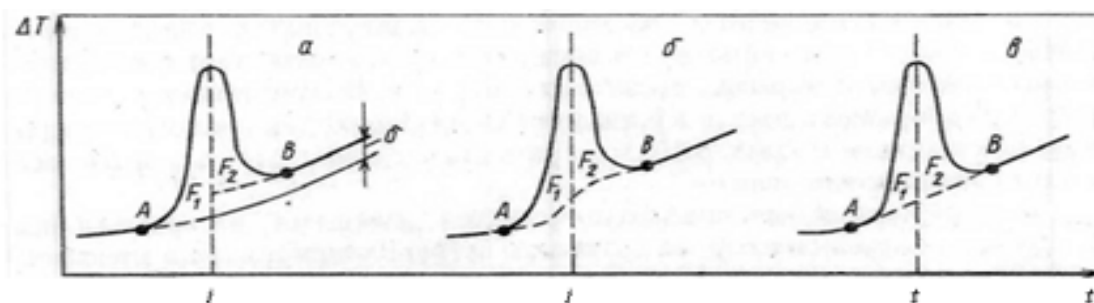
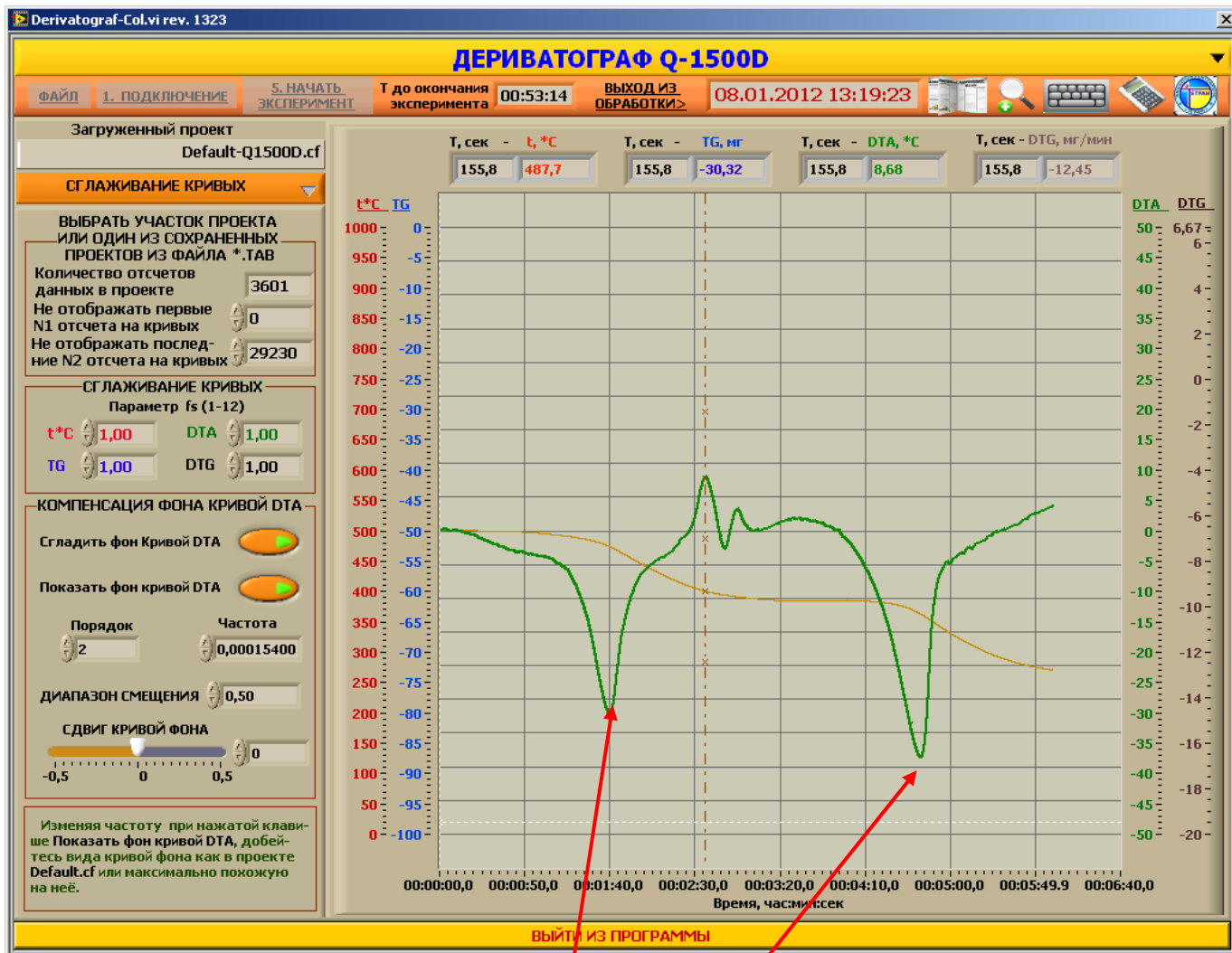


Рис. 6.19. Приемы коррекции базовой линии:  
*a* — ступенчатое изменение базовой линии (в момент времени  $t$  на величину  $b$ ) ; *б* — «плавное» изменение; *в* — линейная экстраполяция между точками *A* и *B*;  $t$  — время, соответствующее равенству площадей  $F_1 = F_2$  ; *A* и *B* — точки начала и конца фазового перехода соответственно;  $b$  — температурный скачок вследствие изменения базовой линии

Рисунок 4.16 – приемы коррекции базовой линии

На Рис. 4.17 показана «правильная» кривая фона. Еще раз нажав кнопку Показать фон кривой DTA, можно вернуться к исходной картине снятых кривых, но уже с обработанной кривой DTA, Рис. 4.17, а кривая фона не будет мешать на графике.



1 2

1 – первый пик экзотермического процесса,  
2 – второй пик экзотермического процесса.

Рисунок 4.17 – Передняя панель. Кривая DTA с скомпенсированным фоном

Последовательно нажимая кнопку Сгладить фон кривой DTA можно видеть, что кривая DTA поднимается до уровня  $-5,37$  без изменения формы пиков и места нахождения пиков, Рис. 4.17. Видно, что форма обоих пика стала симметричной.

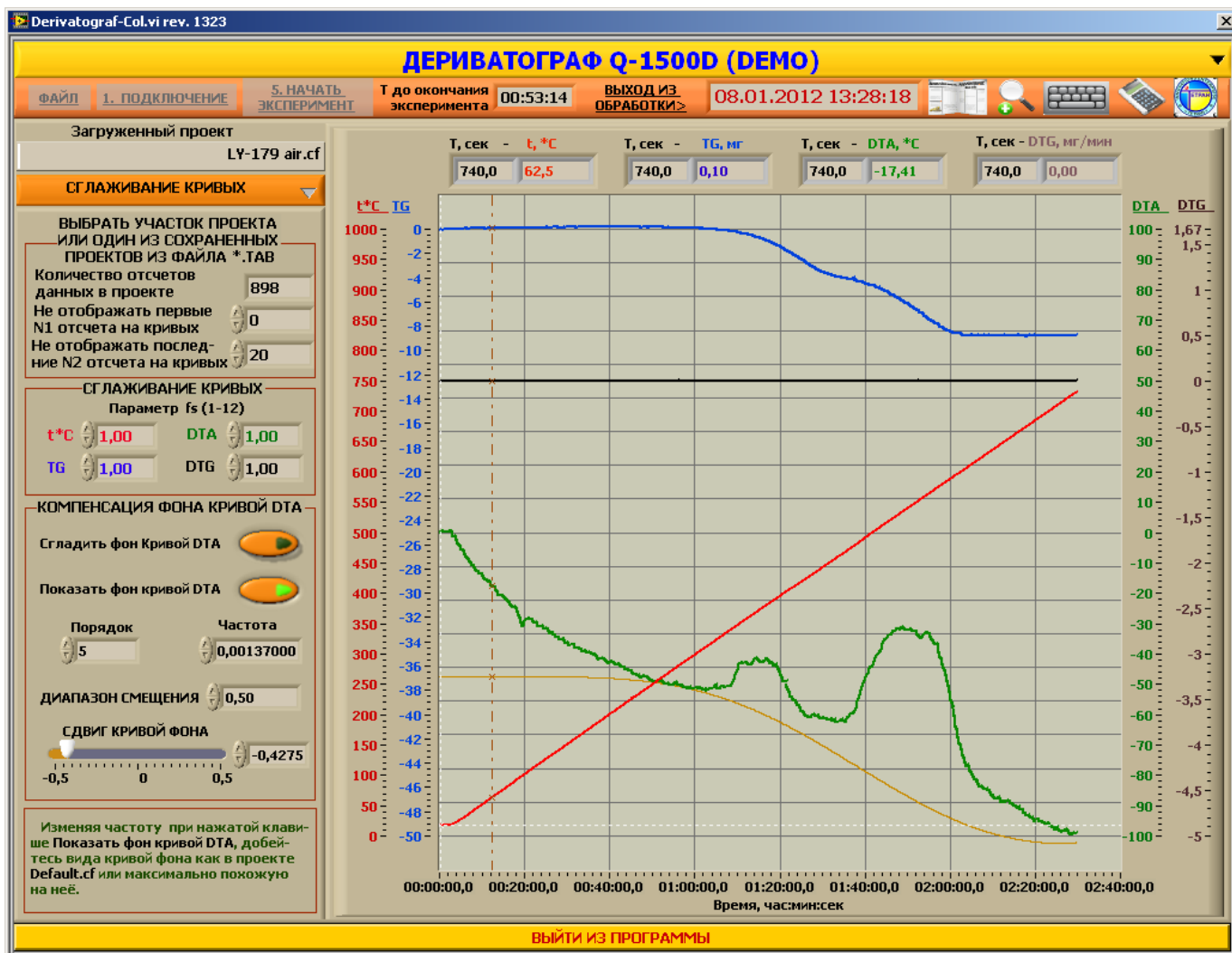


Рисунок 4.18 – Передняя панель. Кривая DTA другого проекта с некомпенсированным фоном

На Рис. 4.18 приведен вариант выделения фона тоже гладкая кривая, но перегиб только один и начинается раньше перегиба кривой TG. Как результат скомпенсированная кривая DTA, и при нажатии кнопки **Сгладить фон кривой DTA**, изменяет свою форму, Рис. 4.19. Причем видно, что параметры ПОРЯДОК и ЧАСТОТА соответственно равны 5 и 0,001370.

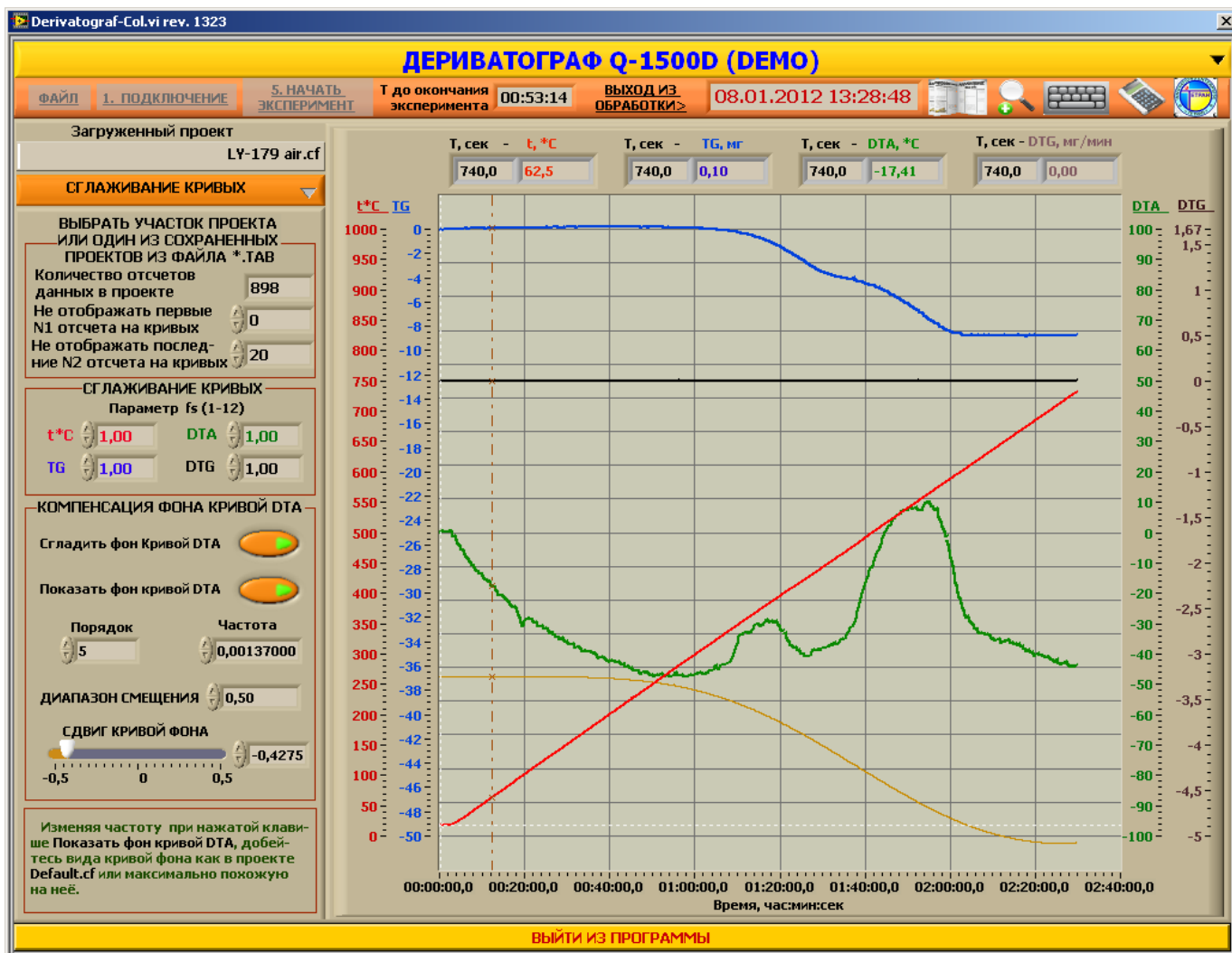
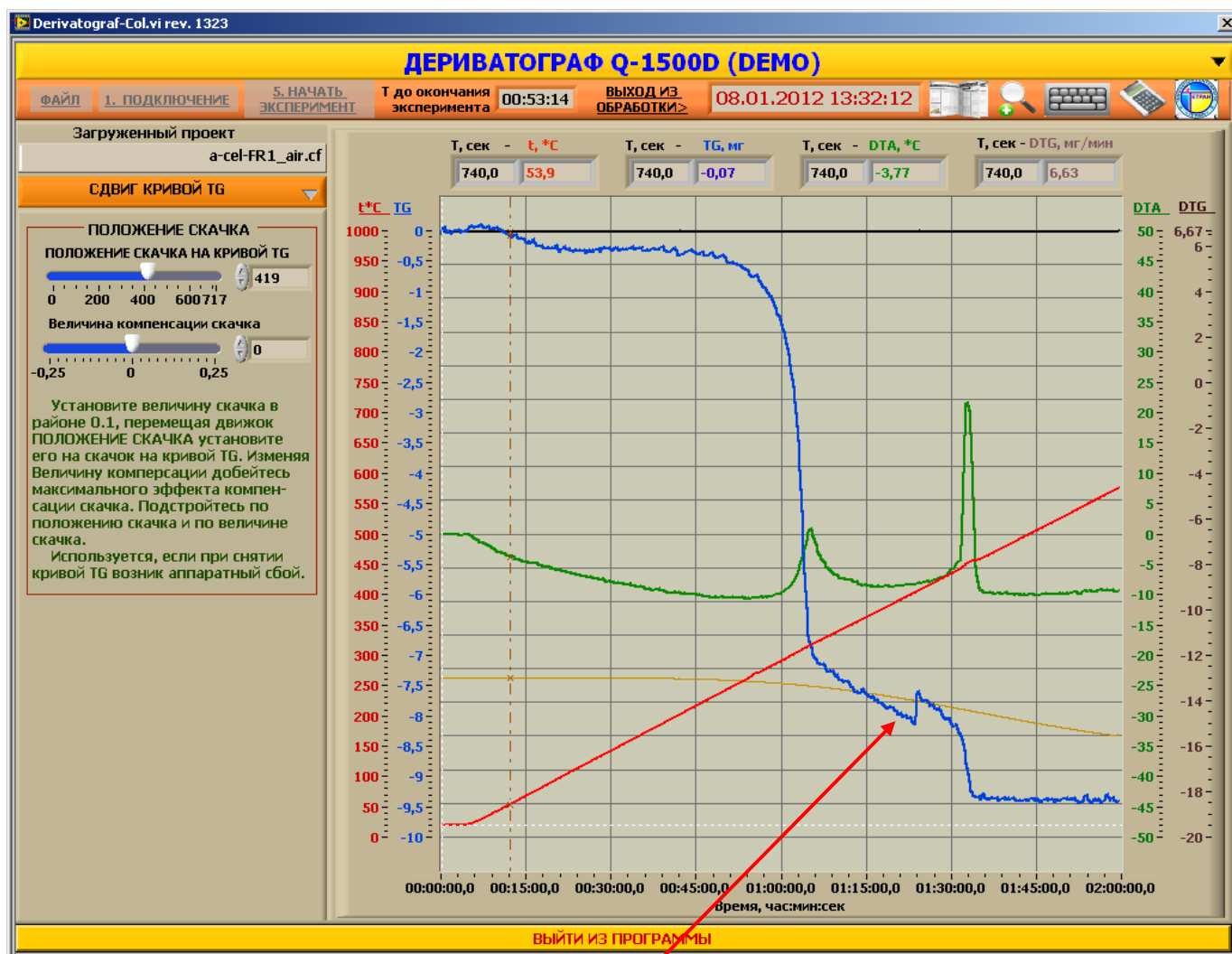


Рисунок 4.19 – Передняя панель. Кривая DTA другого проекта с компенсированным фоном

### 4.3 Режим СДВИГ КРИВОЙ TG.

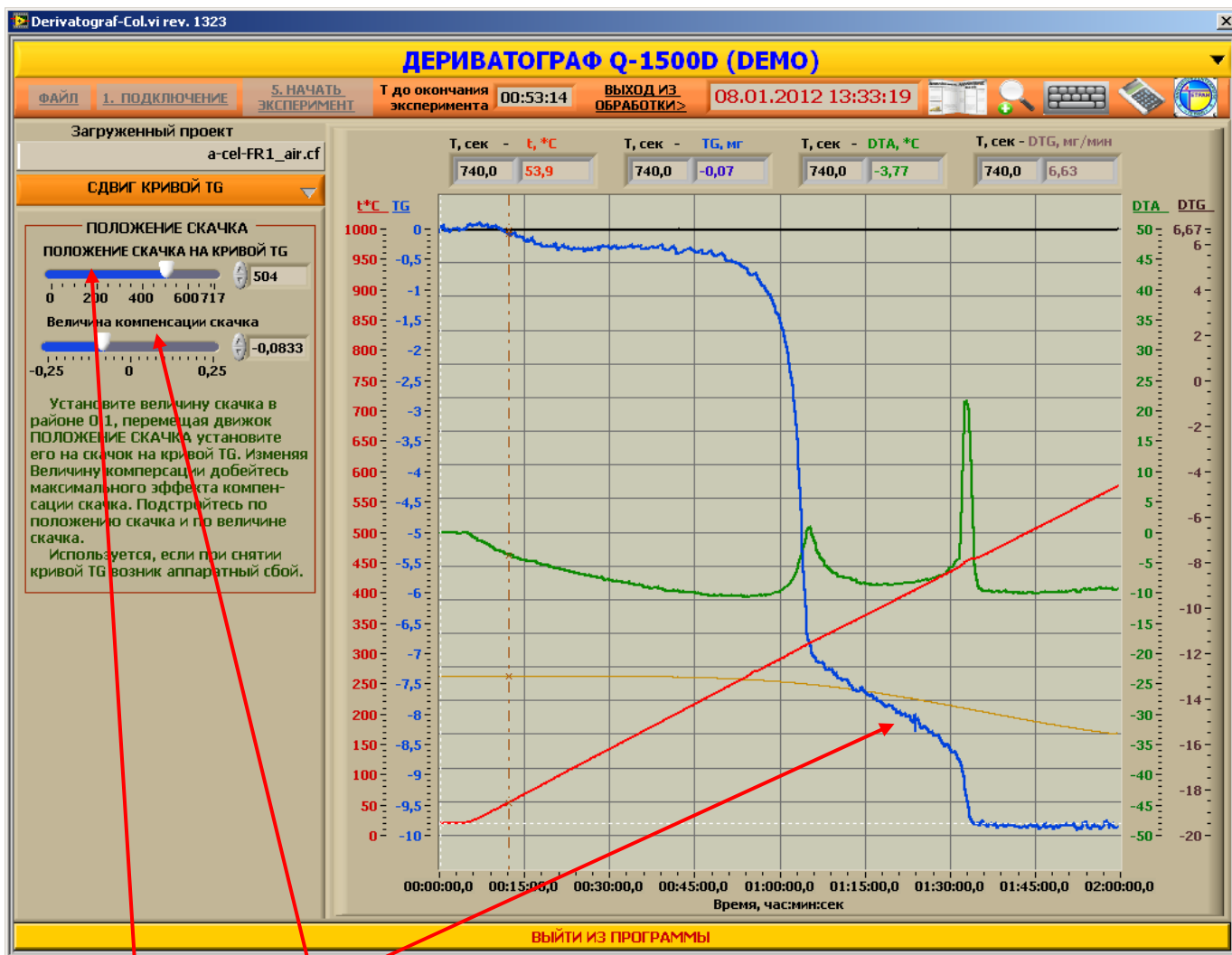
В некоторых экземплярах дериватографов наблюдаются скачки записываемого сигнала по каналу TG. Видимо, это связано с особенностями работы весового механизма. Чаще всего такой скачок наблюдается один раз за время эксперимента, Рис. 4.20.



1 – скачок по TG

Рисунок 4.20 – Передняя панель. Кривая DTA с некомпенсированным фоном

Для компенсации такого скачка, Рис. 4.21, вводится небольшое смещение на слайдере ВЕЛИЧИНА КОМПЕНСАЦИИ СКАЧКА, Рис. 4.21, а слайдером ПОЛОЖЕНИЕ СКАЧКА перемещают компенсирующее смещение до положения скачка на кривой затем корректируют величину компенсирующего скачка и корректируют его положение, в результате кривая TG принимает вид как на Рис.4.21.



1

2

3

- 1 – Слайдер ПОЛОЖЕНИЕ СКАЧКА,  
 2 – Слайдер ВЕЛИЧИНА КОМПЕНСАЦИИ,  
 3 – положение скомпенсированного скачка на кривой TG.

Рисунок 4.21 – Передняя панель. Кривая DTA с компенсированным фоном

#### 4.5 Режим считывания полученных данных.

Перемещая коричневый курсор, захваченный мышью, по графику на индикаторах вверху, считываются значения данных привязанных ко времени эксперимента. Причем этот режим активен во всех пунктах меню, где графики привязаны ко времени, Рис. 4.22. Причем данные на верхних индикаторах отображаются и тогда когда все кривые, кроме DTA, невидимы.



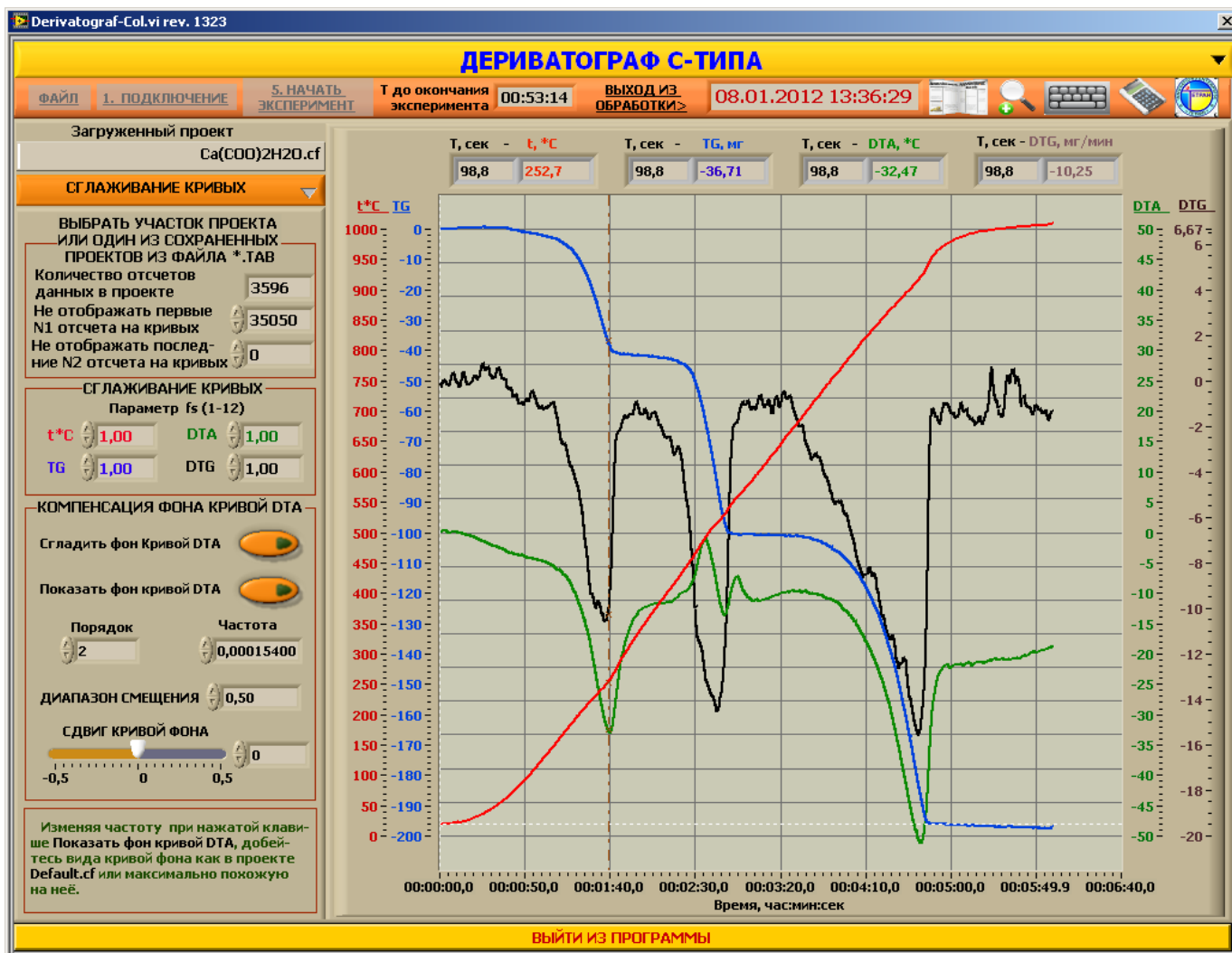


Рисунок 4.22 – Измерение данных на полученных кривых по времени

Для получения зависимостей от температуры, необходимо перейти в пункт меню ЗАВИСИМОСТИ ОТ t°C. Первоначально на графике не будет видно никаких кривых. Для преобразования зависимости кривых от времени в зависимость от температуры необходимо нажать на любую кнопку на левой панели в выбранном меню, Рис. 4.23.

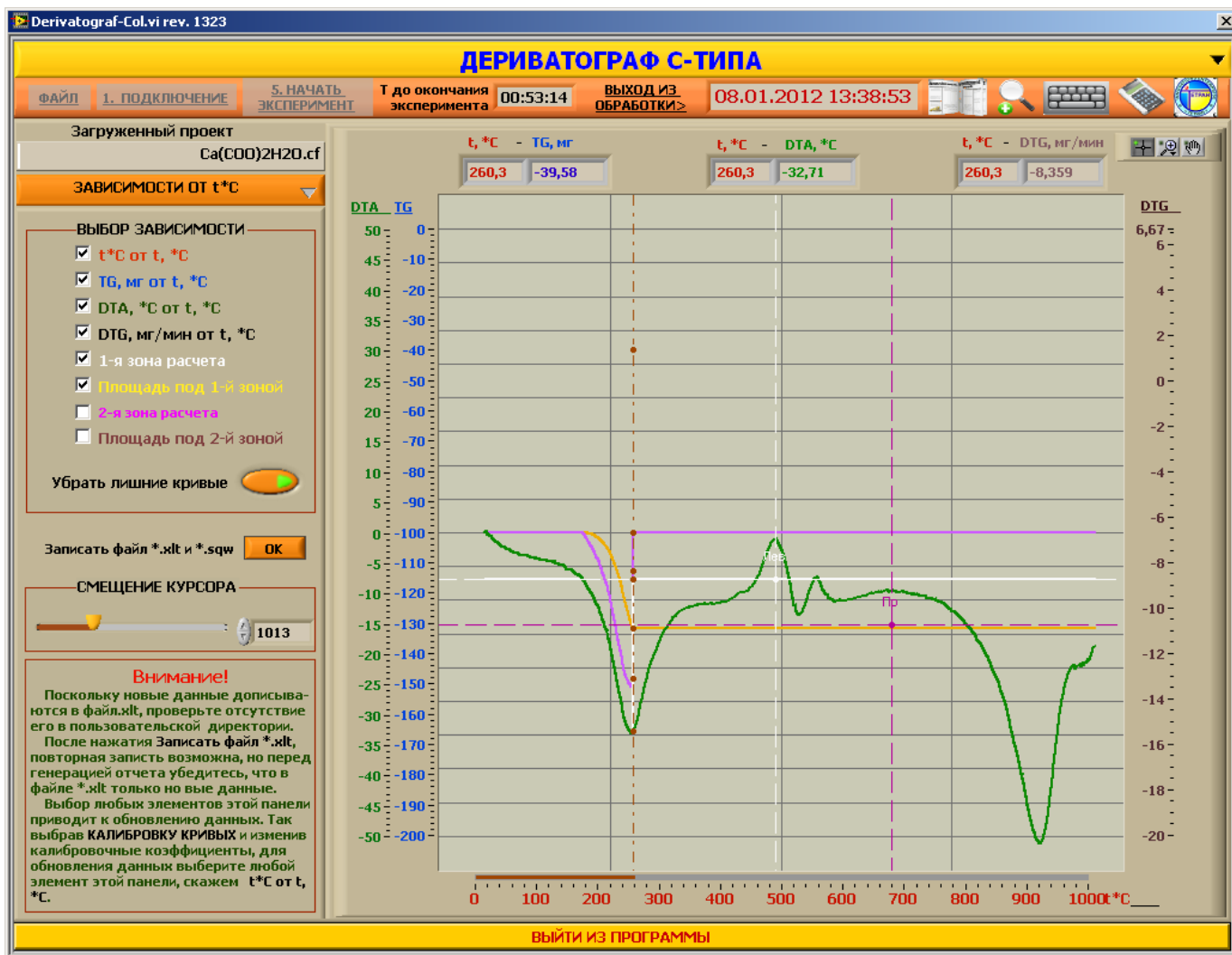


Рисунок 4.23 – Измерение данных на полученных кривых по температуре

Перемещая коричневый курсор слайдером СМЕЩЕНИЕ КУРСОРА, по графику на индикаторах вверху, считываются значения данных привязанных к температуре. Причем этот режим активен во всех пунктах меню, где графики привязаны к температуре, Рис. 4.23. Причем данные на верхних индикаторах отображаются и тогда когда все кривые, кроме DTA, невидимы.

## 4.6 Режим РАСЧЕТ ПО КРИВЫМ.

Выбрав РАСЧЕТ ПО КРИВЫМ можно рассчитать скорости нагрева, потерю массы, нахождение экстремумов кривых TG, DTA и DTG, расчет энергии (площадей под пиками) 4 способами, скорости потери массы DTG по кривой TG, Рис. 4.24.

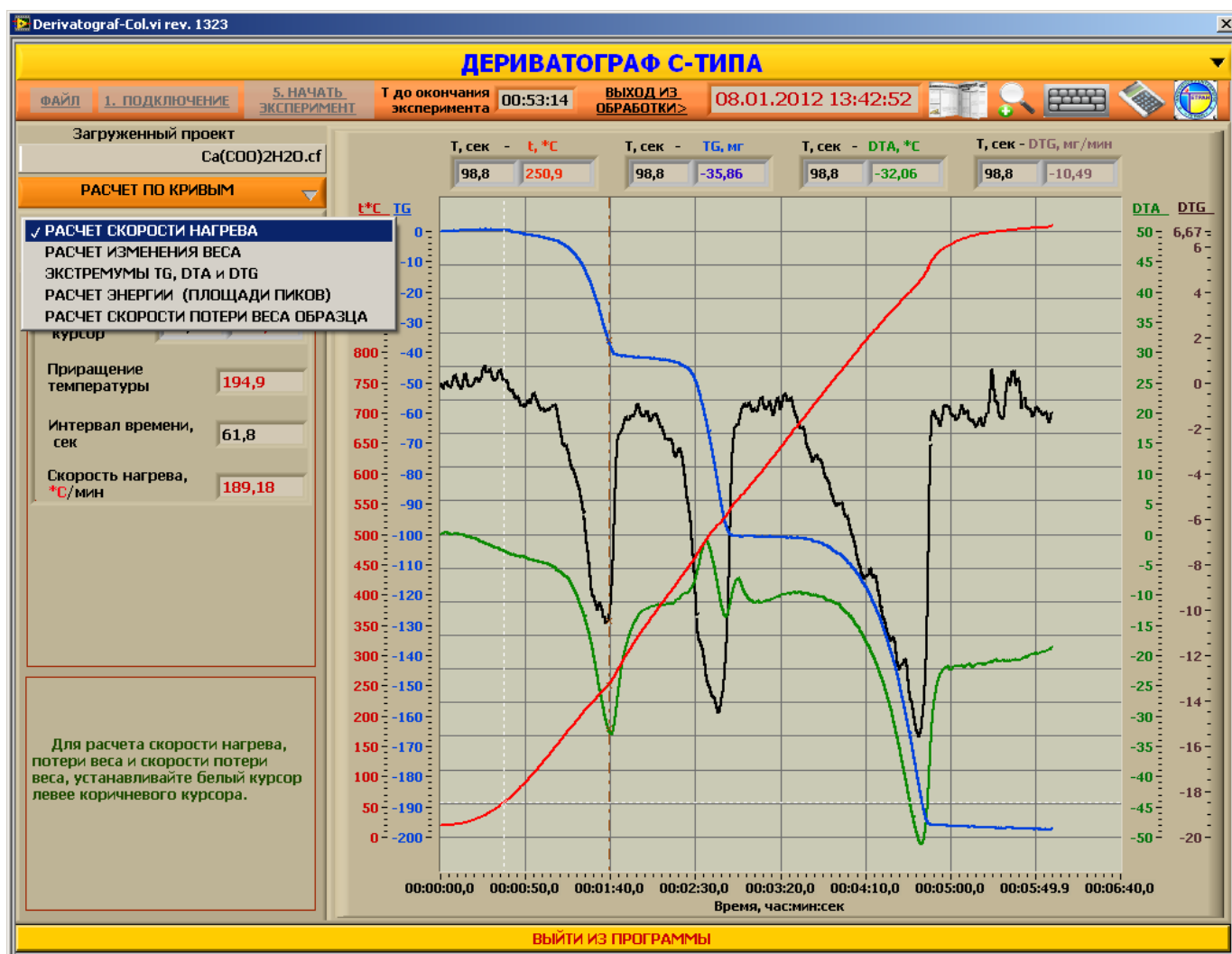


Рисунок 4.24 – Передняя панель – Выбор режимов расчета по кривым

Причем выбирать режимы расчета по кривым можно в произвольном порядке или только те, которые необходимы.

#### 4.6.1 Режим РАСЧЕТ СКОРОСТИ НАГРЕВА.

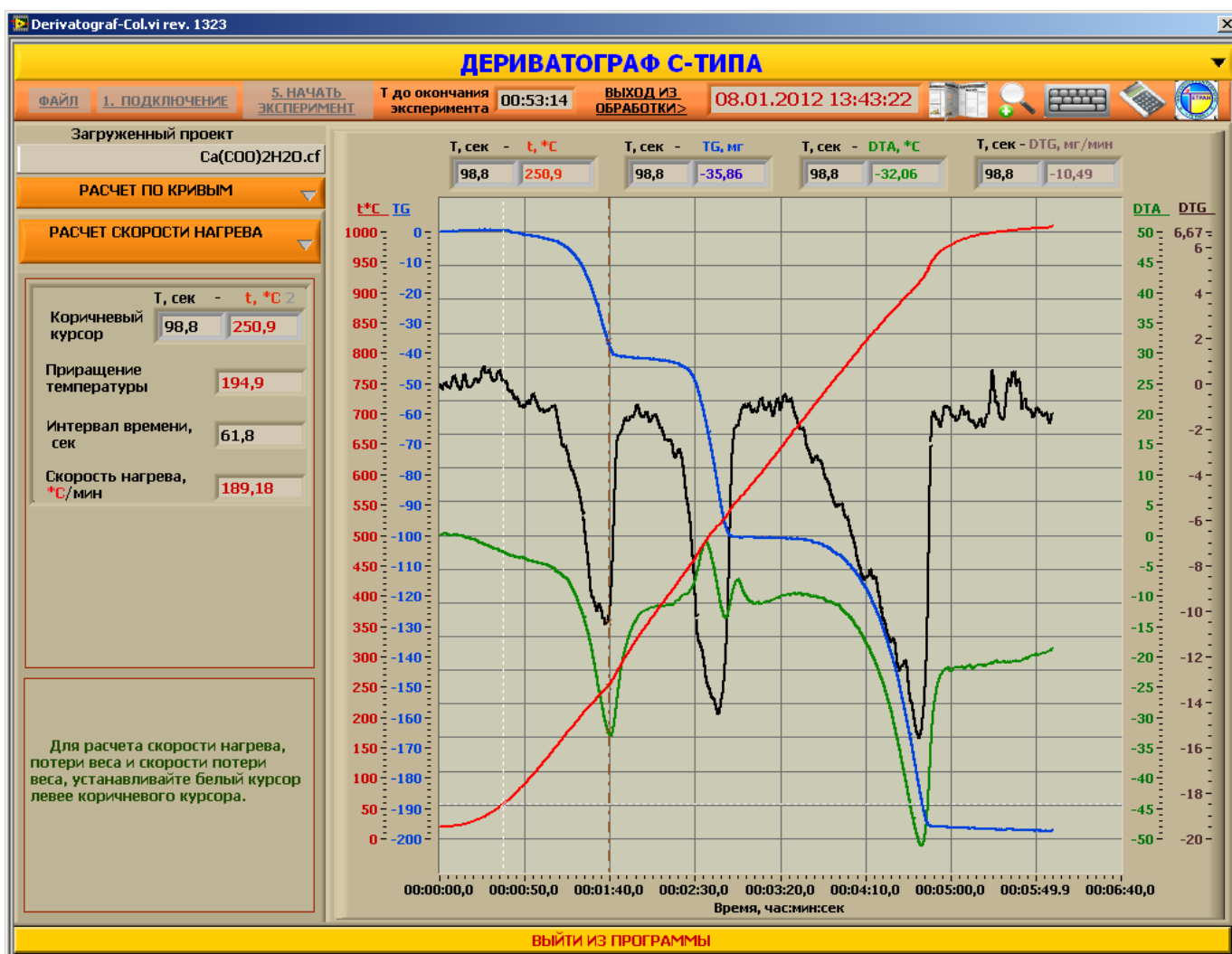


Рисунок 4.25 – Передняя панель расчета скорости нагрева

Манипулятором мышь захватываются по очереди белый курсор и коричневый курсор. Курсоры располагают таким образом, чтобы они были расположены в двух интересующих оператора точках и так, чтобы белый курсор был расположен левее коричневого курсора. На соответствующем индикаторе считывается значение температуры, соответствующей положению коричневого курсора, приращение температуры, интервал времени между курсорами и скорости нагрева в \*C/мин.

## 4.6.2 Режим РАСЧЕТ ПОТЕРИ ВЕСА.

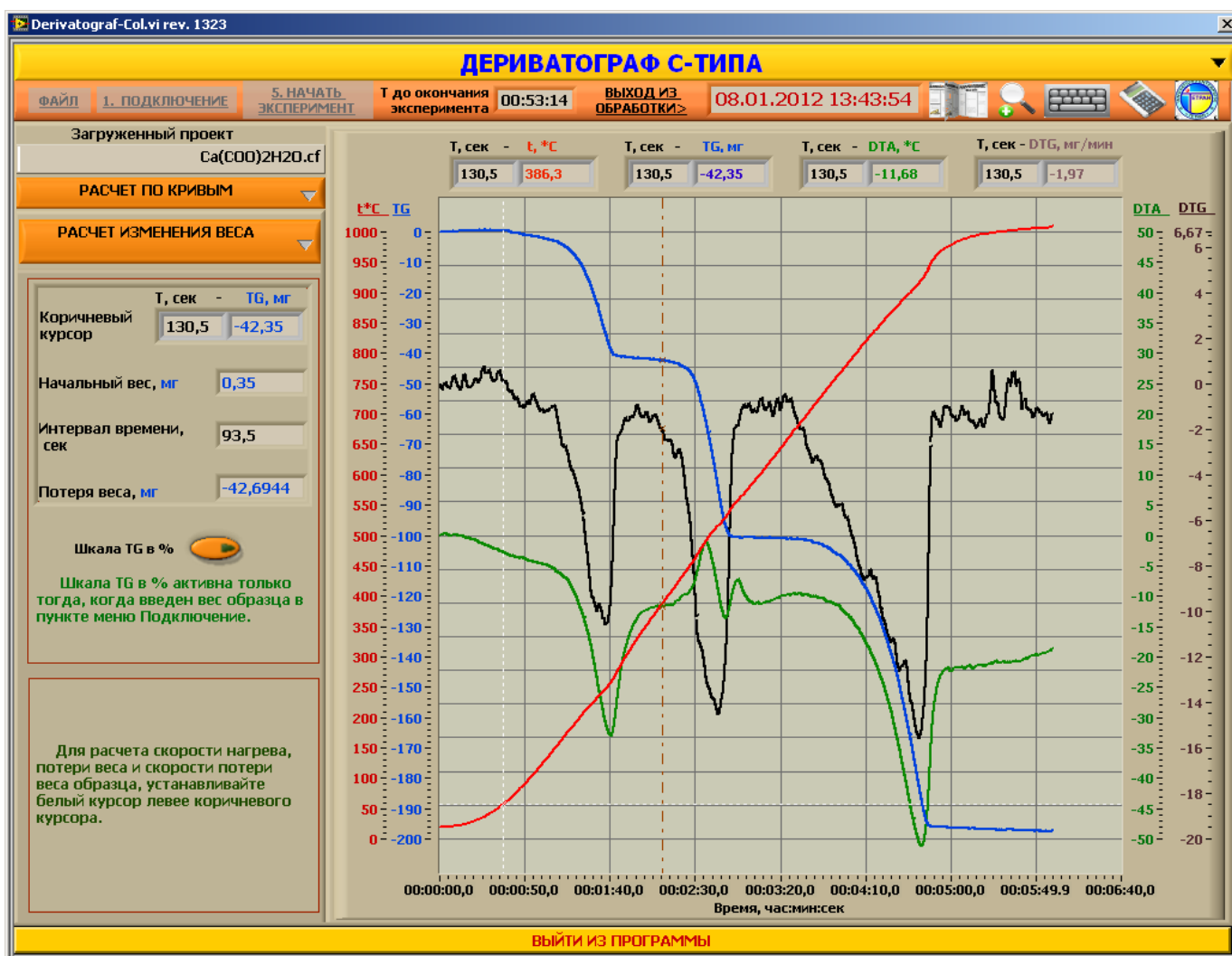
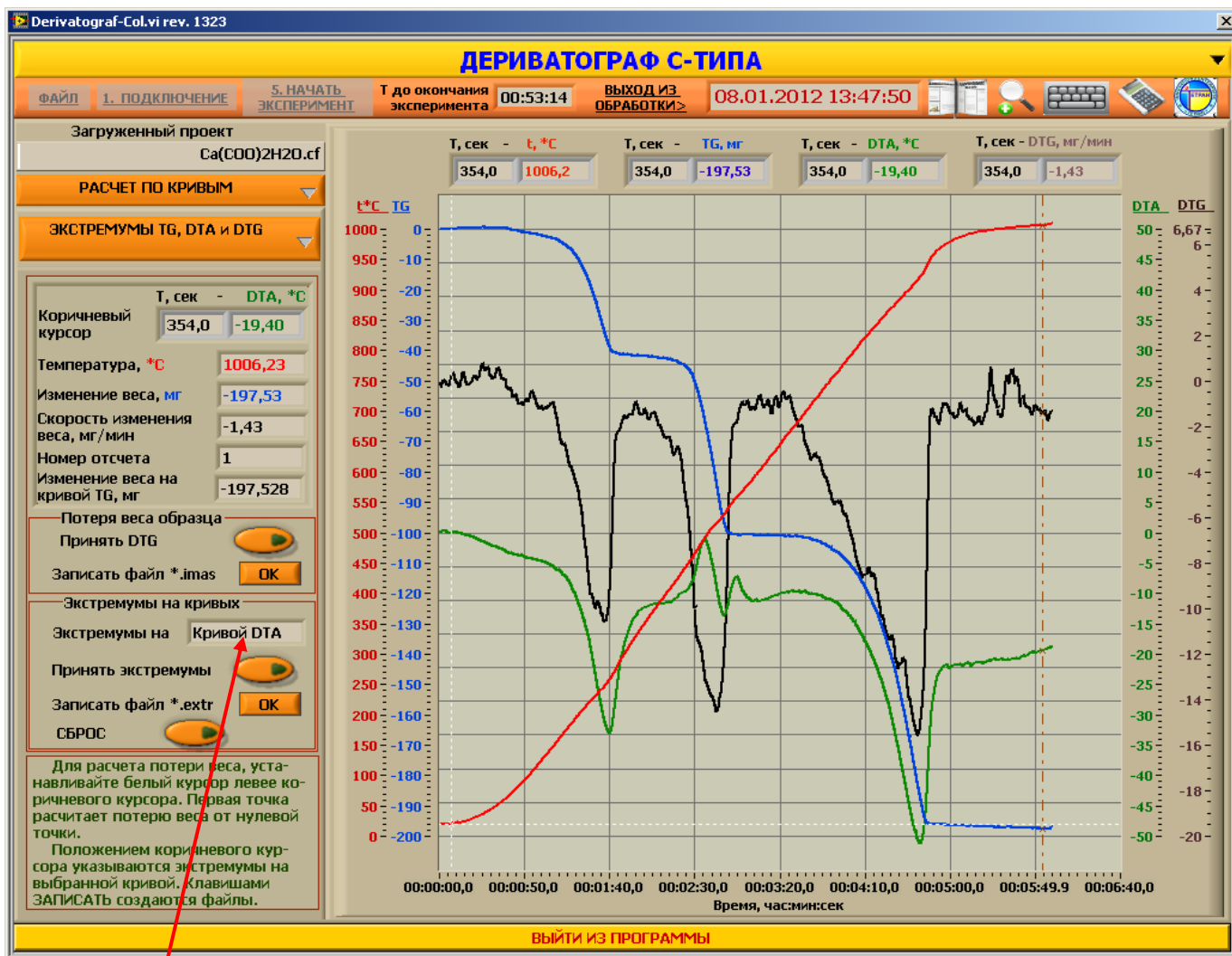


Рисунок 4.26 – Измерение потери веса на полученных кривых

Манипулятором мышь захватываются по очереди белый курсор и коричневый курсор. Курсоры располагают таким образом, чтобы они были расположены в двух интересующих оператора точках и так, чтобы белый курсор был расположен левее коричневого курсора. На соответствующем индикаторе считывается значение температуры, соответствующей положению коричневого курсора, масса в точке положения белого курсора, интервал времени между курсорами и потеря массы в мг.

### 4.6.3 Режим и сохранение РАСЧЕТ ПОТЕРИ ВЕСА и ЭКСТРЕМУМЫ НА КРИВОЙ.



1

1 – Выбор кривой для расчета экстремумов.

Рисунок 4.27 – Измерение потери массы на полученных кривых и экстремумов на кривых.

На Рис. 4.27 показано, как осуществлять измерения и запись в файлы \*.imas между двумя точками выбранными на кривой TG, причем первой всегда будет точка с временем 0 сек, количество точек не ограничено.

Захватив мышкой коричневый курсор перемещаем его в интересующую точку, нажав клавишу ПРИНЯТЬ d TG, вводим величину изменения массы между нулевой по времени точкой и точкой выделенной коричневым курсором. Переместив в следующую точку курсор и нажав клавишу ПРИНЯТЬ d TG, вводим величину изменения массы между предыдущей и точкой выделенной коричневым курсором. Так можно повторить необходимое количество отсчетов, количество которых показано на индикаторе ОТСЧЕТ I. Нажав клавишу ЗАПИСАТЬ ФАЙЛ \*.imas, записывается файл в следующем виде, Рис. 4.28б.

- Кривой T\*С
- Кривой TG
- ✓ Кривой DTA
- Кривой DTG
- Всех кривых

Рисунок 4.28а – Выбор кривой для расчета экстремумов.

```

-----
Значения изменения массы от T, сек и t*С

      Дата и время начала
эксперимента: 09.07.2009 22:44:07
1. Серийный номер дериватографа:      123456
2. Место проведения эксперимента:      Лаб 54
3. Фамилия и должность оператора:      Сидоров
4. Исследуемый образец:                K2Cr2O5
5. Номер исследуемого образца:         78
6. Вес исследуемого образца, мг:       400 мг
7. Конечная температура и скорость нагрева: 1020*С, 10*С/мин
8. Пояснения к эксперименту:           в атмосфере азота

```

T, сек	t*С	d_TG
80,0000	20,2461	0,1250
1282,0000	376,1528	-21,2361
2288,0000	744,8404	-31,0972
3281,0000	999,8586	-46,2986

Рисунок 4.28б – Файл \*.imas сохранения потери массы между выбранными точками на кривой TG.

Выбираем кривую для записи экстремумов, Рис. 4.28а. Подводя курсор под экстремумы любой кривой, производится последовательная запись всех интересующих минимумов и максимумов интересующей кривой с соответствующими значениями других кривых. Ввод данных осуществляется нажатием на клавишу ПРИНЯТЬ ЭКСТРЕМУМ, а запись файла \*.extr нажатием клавиши ЗАПИСАТЬ ФАЙЛ \*.extr, в следующем виде, Рис. 4.28в. Нажав клавишу СБРОС можно начать все сначала. Так можно считать экстремумы на кривой DTA, записать в файл, нажать СБРОС, считать экстремумы на кривой DTG записать в файл. В файле к экстремумам на DTA, допишутся экстремумы на кривой DTG. И так далее можно записать экстремумы на всех кривых.

-----  
**Экстремумы на Кривой DTA**  
 -----

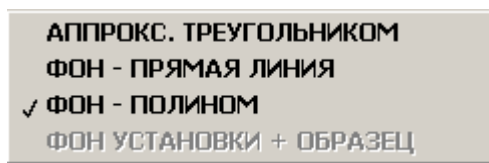
Дата и время начала  
 эксперимента: 31.03.2010 14:05:33  
 1. Серийный номер дериватографа: 123456  
 2. Место проведения эксперимента: Лаб 54  
 3. Фамилия и должность оператора: Сидоров  
 4. Исследуемый образец: K2Cr205  
 5. Номер исследуемого образца: 78  
 6. Вес исследуемого образца, мг: 400 мг  
 7. Конечная температура и скорость нагрева: 1020\*С, 10\*С/мин  
 8. Пояснения к эксперименту: в атмосфере азота

T, сек	t*С	TG	DTA ext	DTG ext
282,3000	908,9541	-92,7361	-51,8889	-5,3336
1003,0000	255,2090	-18,8542	-32,7778	-10,0185
1566,0000	489,4868	-30,8125	-1,1458	-12,7074
1674,0000	526,3422	-47,2153	-13,2569	-13,0481
1750,0000	556,0708	-50,2847	-7,3958	-1,8148
2832,0000	920,4757	-93,1875	-51,1458	-15,3241

Рисунок 4.28в – Измерение потери массы на полученных кривых и экстремумов на кривых.

#### 4.6.4 Получения интеграла (площади) под кривой DTA.

Выбираем пункт Меню РАСЧЕТ ЭНЕРГИИ, Рис. 4.29. Затем можно выбрать метод расчета площади пиков или участков кривой DTA:



Для получения возможности получения интеграла под кривой DTA необходимо вначале активировать зависимости от t\*С, как показано на Рис. 4.23.

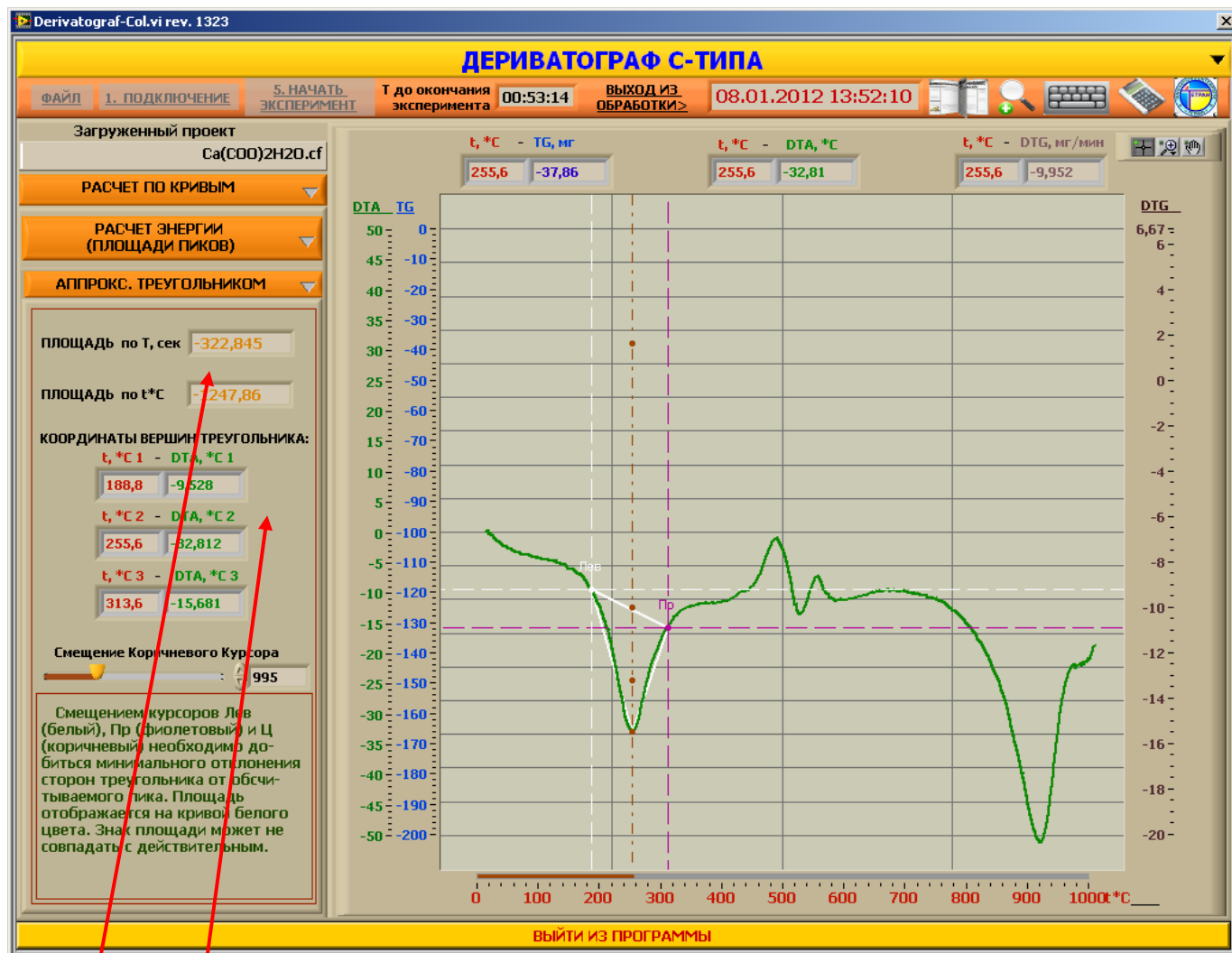
Желательно убрать с экрана все полученные кривые, кроме DTA(t\*С). На Рис. 4.23 для этого необходимо снять все галочки у кривых кроме DTA, 1 зона расчета, Площадь под 1-й зоной и, если необходимо, 2 зона расчета, Площадь под 2-й зоной. Либо, что лучше нажать кнопку УБРАТЬ ЛИШНИЕ КРИВЫЕ, Рис. 4.23. При этом все данные с невидимых кривых продолжают считываться.

Не обходимо контролировать величину приращения по времени при обработки данных так, чтобы она была равной величине дискретизации при снятии эксперимента. Так, если при эксперименте величина дискретизации была 10 сек, а при обработке изменилась на 0.1 сек, то площадь по времени будет в 100 раз меньше.



4.6.4.1 Получения интеграла (площади) под пиком на кривой ДТА аппроксимацией треугольником.

Перемещая белый курсор, фиолетовый курсор, захватив их манипулятором мышь, и установив слайдером СМЕЩЕНИЕ КОРИЧНЕВОГО КУРСОРА коричневый курсор на экстремум пика определяем вид и положение аппроксимирующего пик на кривой ДТА треугольника, Рис. 4.29. Причем, курсоры располагаются в порядке слева направо следующим образом: Белый, коричневый и фиолетовый.



1

2

- 1 – Площади треугольников по времени и температуре,  
 2 – координаты вершин треугольника: левая, центральная и правая.

Рисунок 4.29 – Измерение потери массы на полученных кривых и экстремумов на кривых.

Величина площади по времени больше, поскольку длительность эксперимента по времени численно меньше, чем по температуре.

#### 4.6.4.2 Получения интеграла (площади) под пиком на кривой ДТА аппроксимацией фона (базовой линии) прямой.

Перемещая белый курсор, фиолетовый курсор, захватив их манипулятором мышь, и установив слайдером СМЕЩЕНИЕ КОРИЧНЕВОГО КУРСОРА коричневый курсор на экстремум пика определяем вид и положение аппроксимирующей фон прямой на кривой ДТА, Рис. 4.30а и 4.30б. Причем, курсоры располагаются в порядке слева направо следующим образом: Белый, коричневый и фиолетовый, причем коричневый курсор информационный и его можно не устанавливать. Причем если площади рассчитываются последовательно по первым трем пунктам меню, положение курсоров можно не менять.

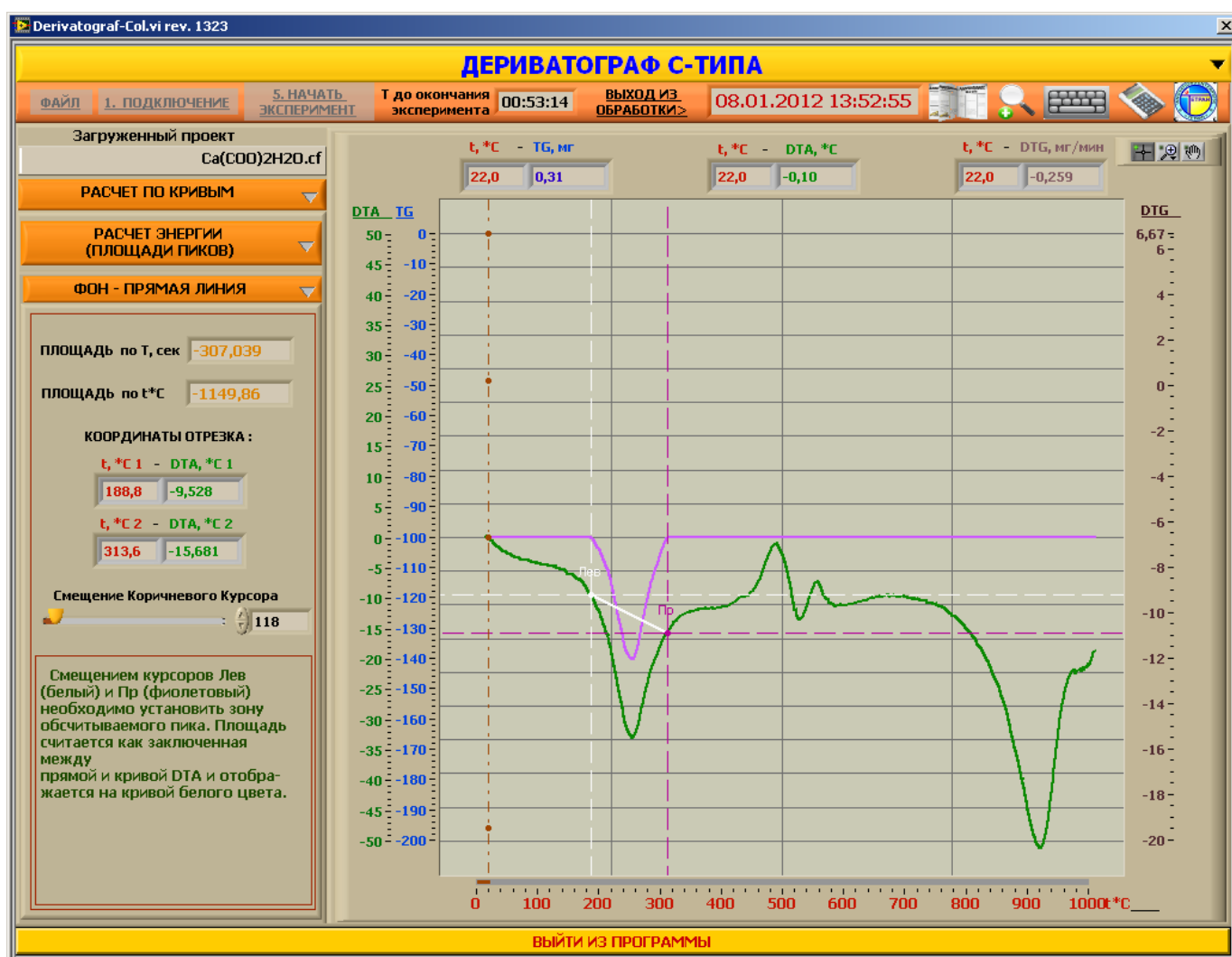


Рисунок 4.30а – Измерение площади пика на кривой ДТА аппроксимацией фона прямой линией.

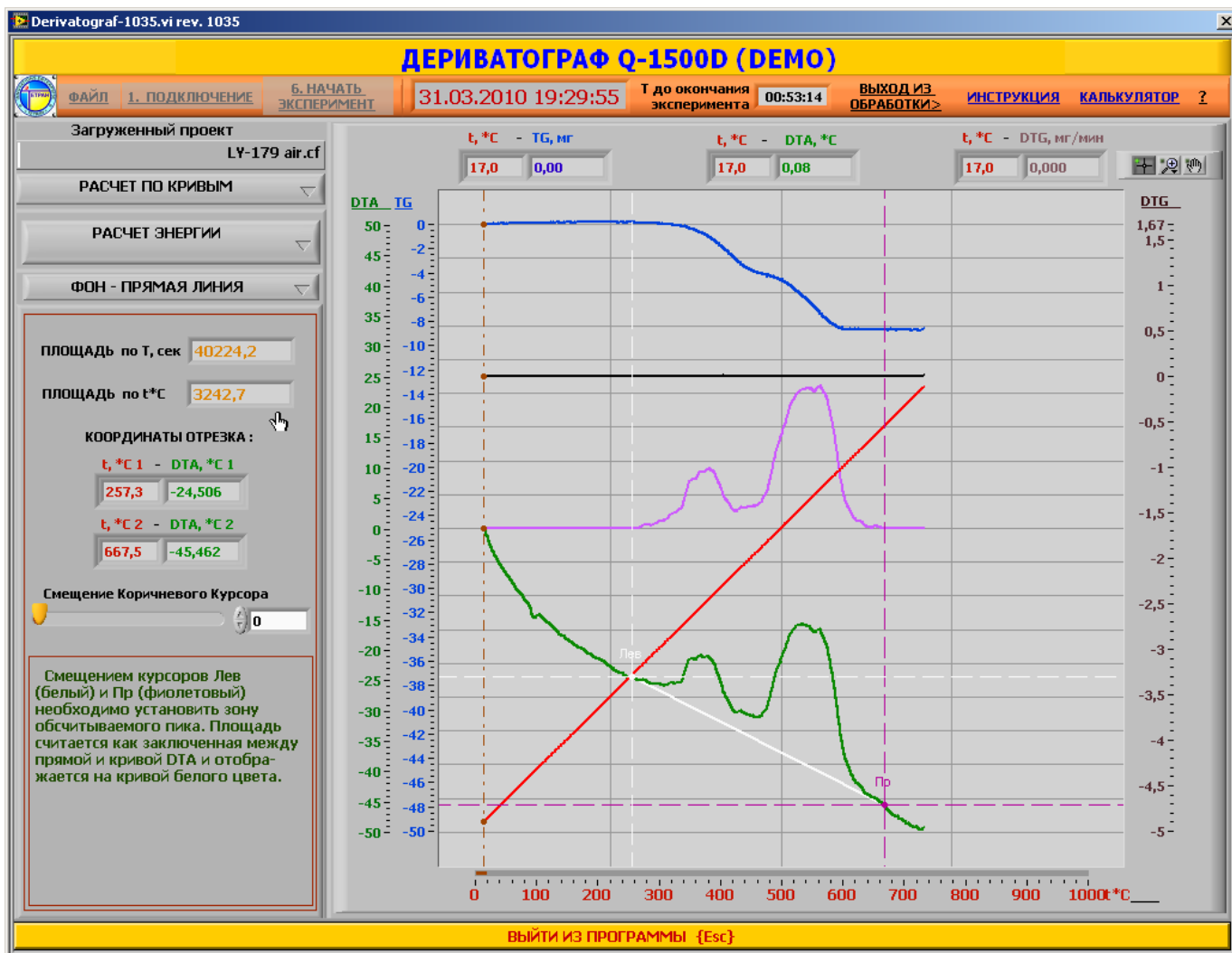


Рисунок 4.30б – Измерение площади пика на кривой ДТА аппроксимацией фона прямой линией.

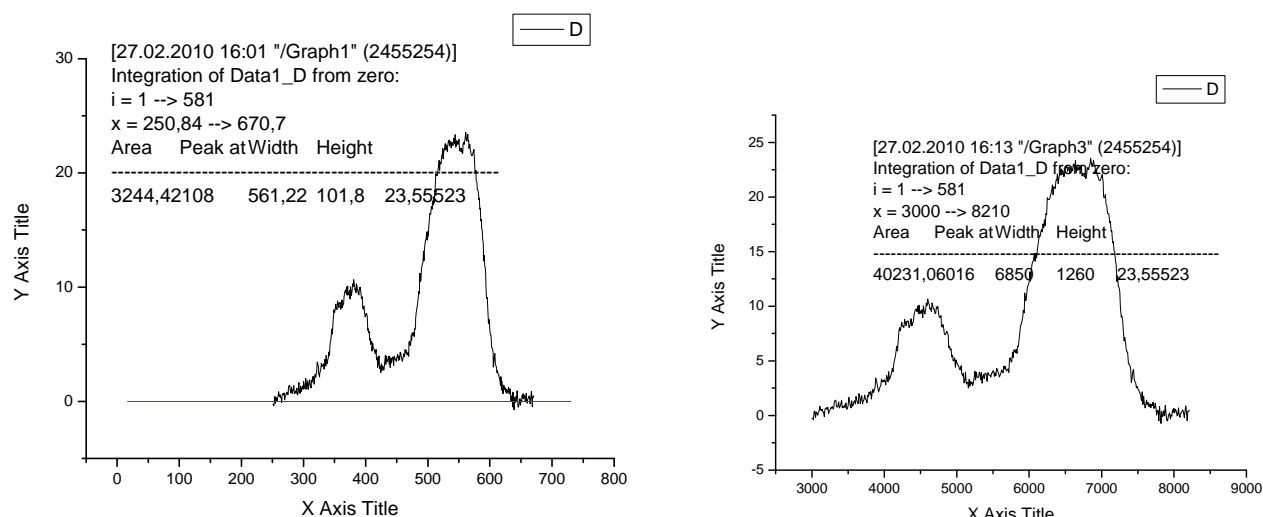


Рисунок 4.30в – Измерение площади пика на кривой ДТА аппроксимацией фона прямой линией для кривой Рис. 4.30б.

На Рис.4.30в проведен расчет площадей на Рис. 4.30б сторонней программой. Видно, что разница площадей по времени:  $3244-3242=2$ , и по температуре:  $40231-$

40224=7. Это значительно меньше точности установки курсоров и дискретизации при снятии эксперимента по времени.

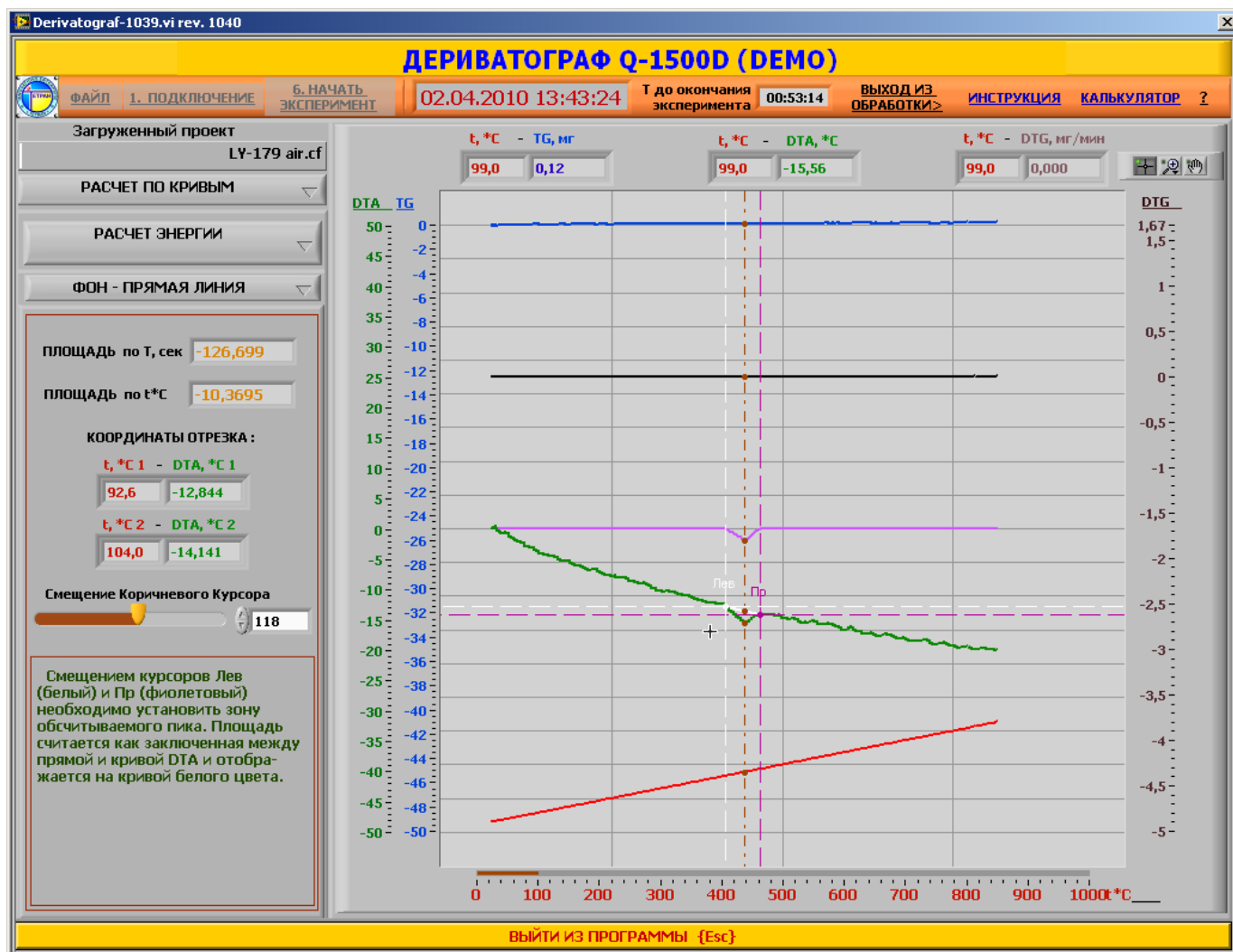


Рисунок 4.30г – Измерение площади пика на кривой DTA аппроксимацией фона прямой линией .

Изображение на графике Рис. 4.30г то же самое как на Рис. 4.30б в области 99\*°C, но растянуто для наглядности. Видно, что площади можно считать и на области большой крутизны DTA. При автошкалировании по оси X шкала температур не отображает действительную температуру, пользуйтесь коричневым курсором. На верхнем индикаторе видно: температура 99\*°C, DTA=-15,56. Величина площадей при автошкалировании не изменяется, т.к. площади вычисляются по снятым в эксперименте массивам данных.

#### 4.6.4.3 Получения интеграла (площади) под пиком на кривой ДТА аппроксимацией фона (базовой линии) полиномом.

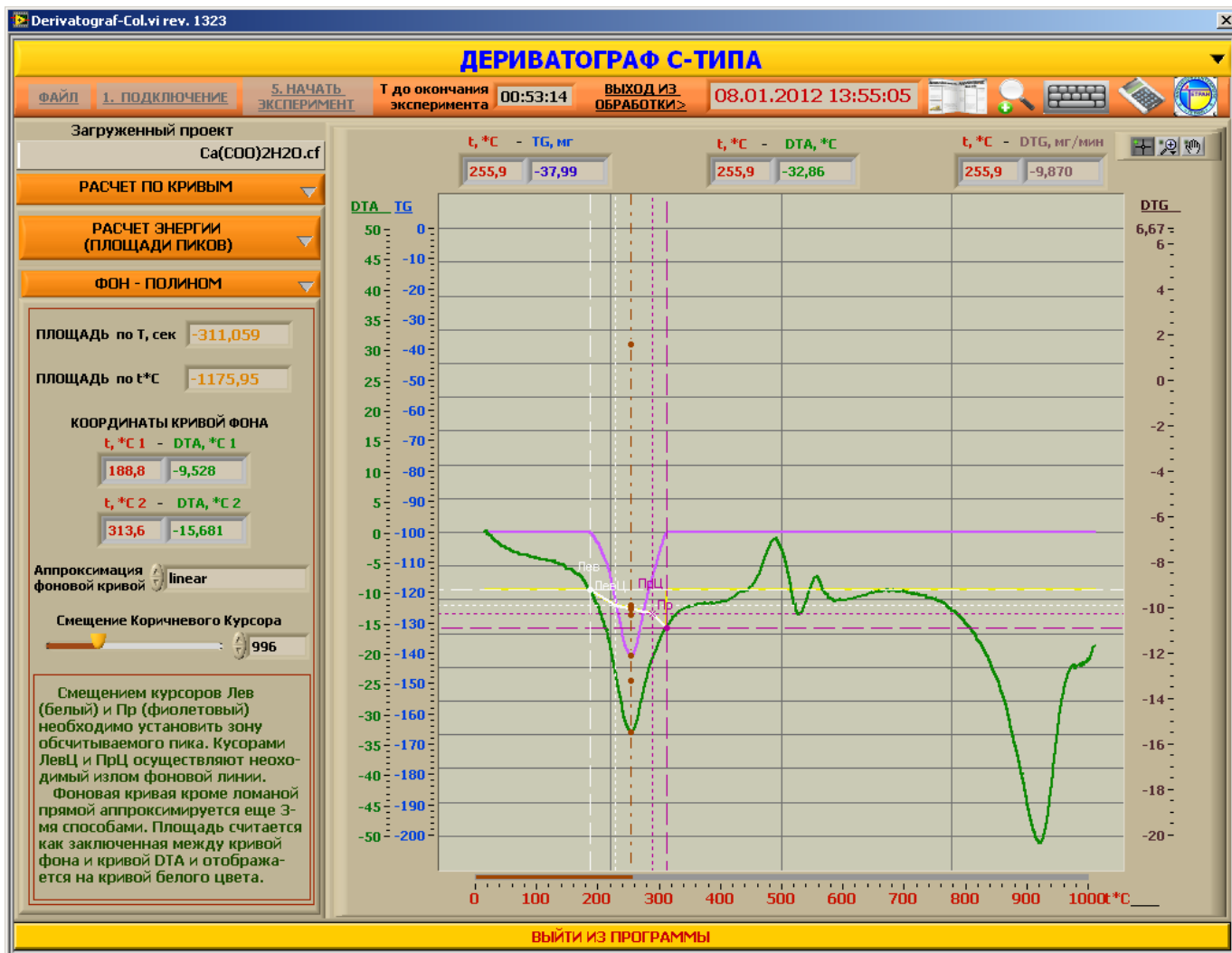


Рисунок 4.32а – Измерение площади пика на кривой ДТА аппроксимацией фона полиномом

Полиномиальная аппроксимация в этом случае строится по 4 точкам. Дополнительно появились еще два курсора: белый с мелкими пробелами и фиолетовый с мелкими пробелами. У курсоров введены имена: слева направо – Лев, ЛевЦ, ПрЦ и Пр. Расположив курсоры в правильном порядке и выбрав метод аппроксимации из МЕТОД АППРОКСИМАЦИИ ФОНОВОЙ КРИВОЙ, получаем фон, аппроксимированный полиномом. Метод аппроксимации выбираем из:

- nearest
- linear
- ✓ spline
- cubic Hermite
- Lagrange

Т.е. линейная аппроксимация, аппроксимация сплайном, кубическая аппроксимация и аппроксимация функцией Лагранжа.

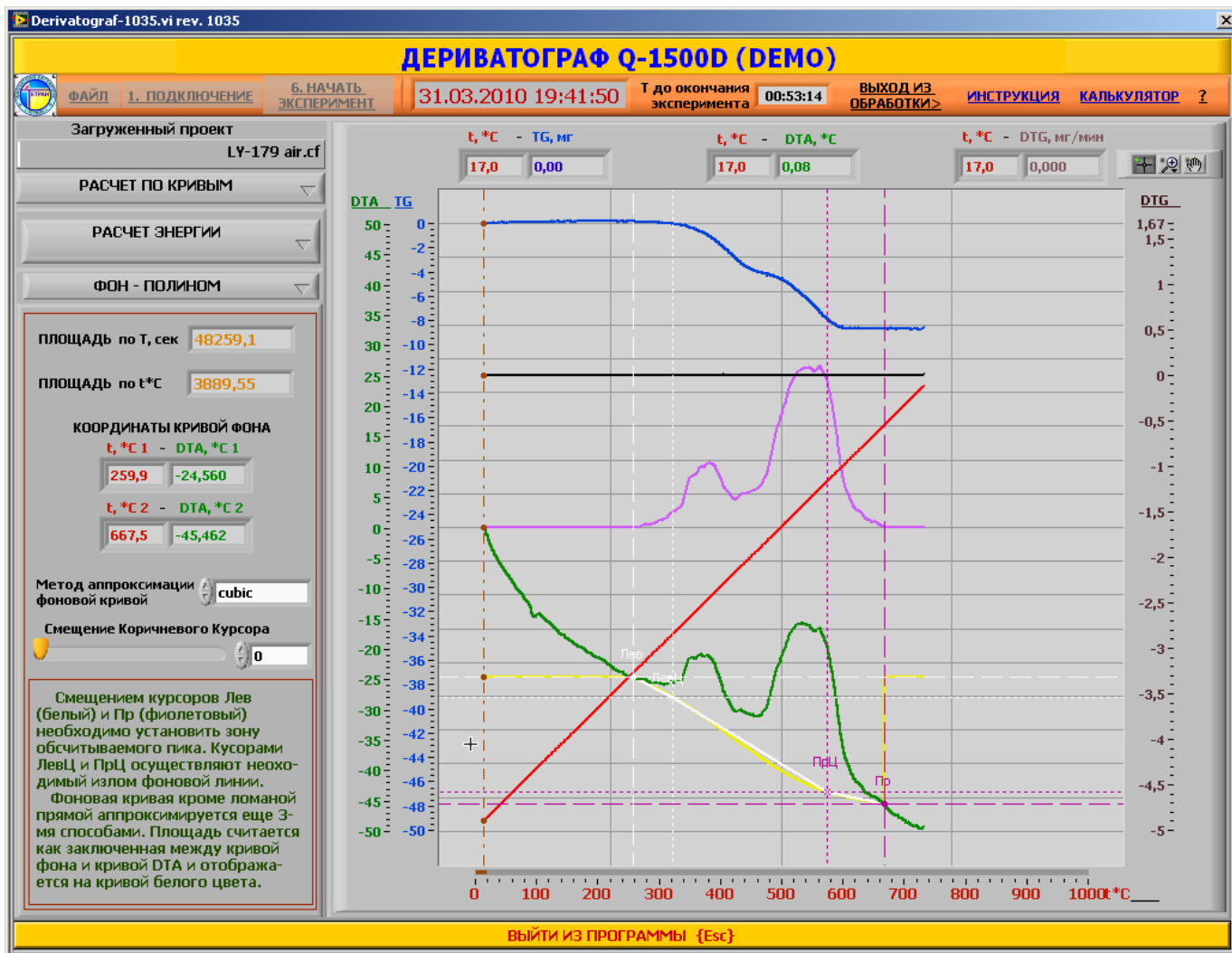
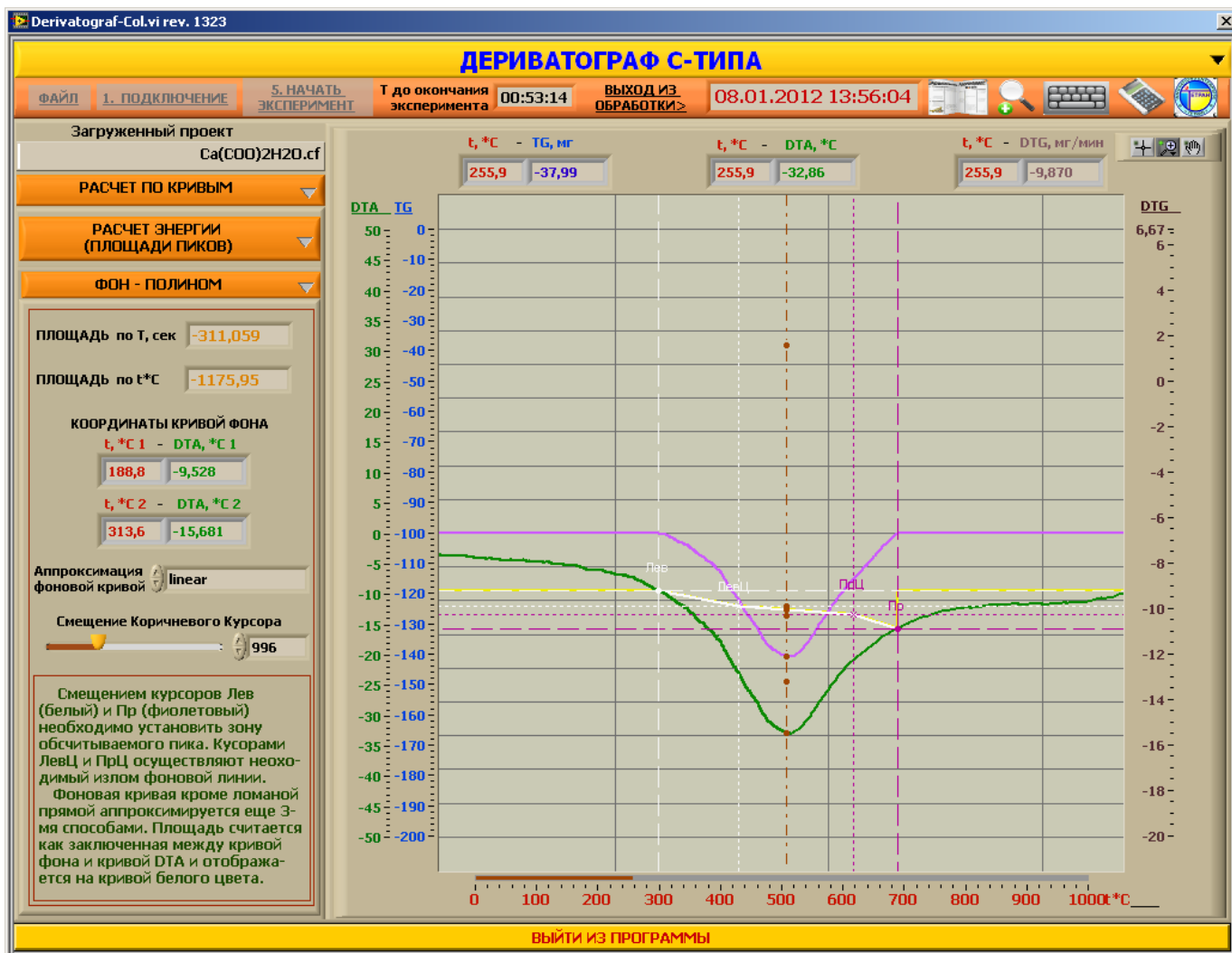


Рисунок 4.32б – Измерение площади пика на кривой DTA аппроксимацией фона полиномом

При линейной аппроксимации фон аппроксимируется ломаной линией. Выбрав другие методы аппроксимации, получаем гладкую линию желтого цвета на Рис. 4.32а и 4.32б.



1

1 – Перейдя с левого пункта меню в средний выбираем меню «ЛУПА».

Рисунок 4.33а – Измерение площади пика на кривой ДТА аппроксимацией фона полиномом с инструментом «ЛУПА»

Поскольку на графике постоянно переписываются данные из графика зависимости по времени, данный режим не устойчив и возвращается к исходному. Для продолжения работы необходимо вернуться из режима «ЛУПА», выбрав левый пункт меню –Рис. 4.33а - 1.

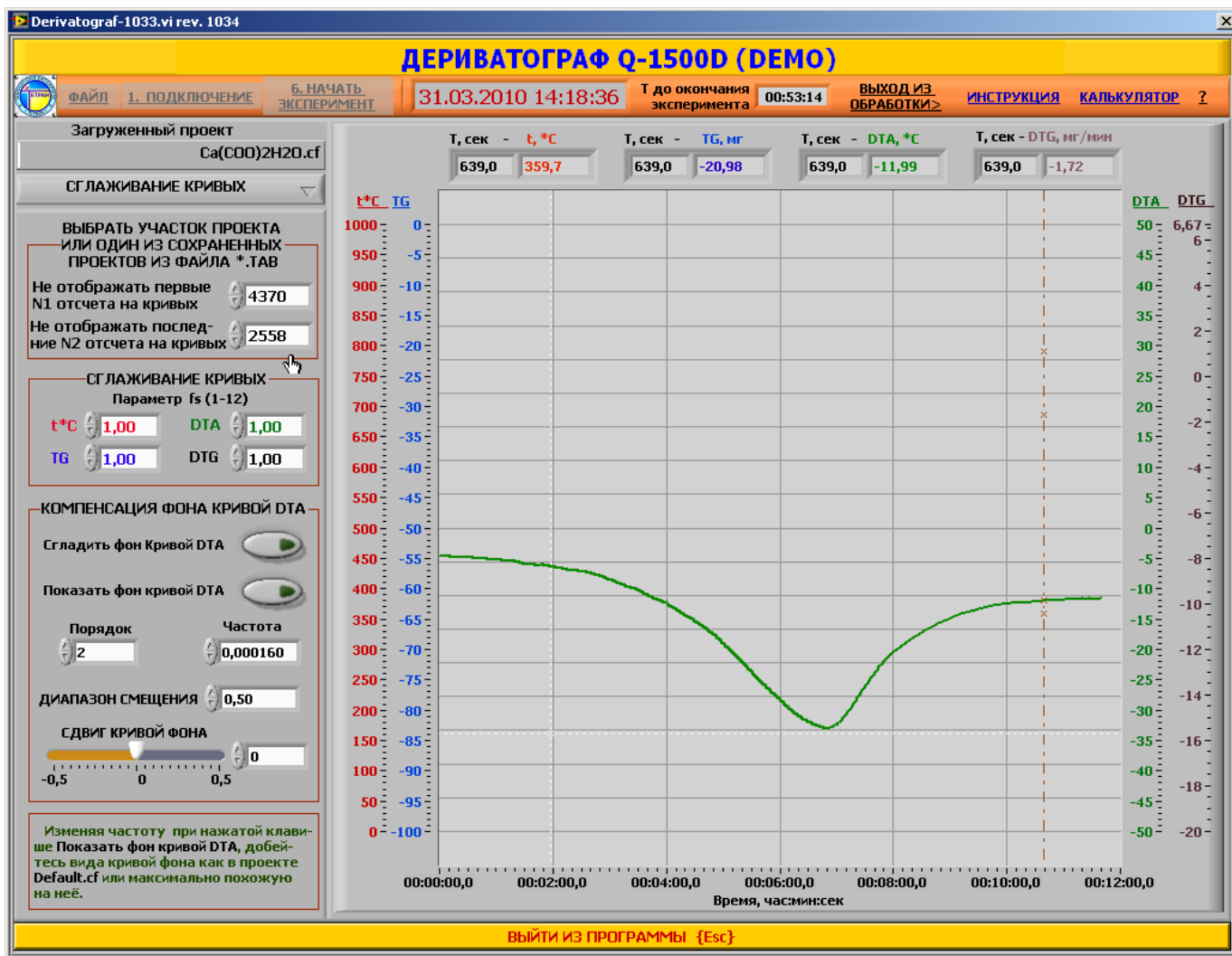
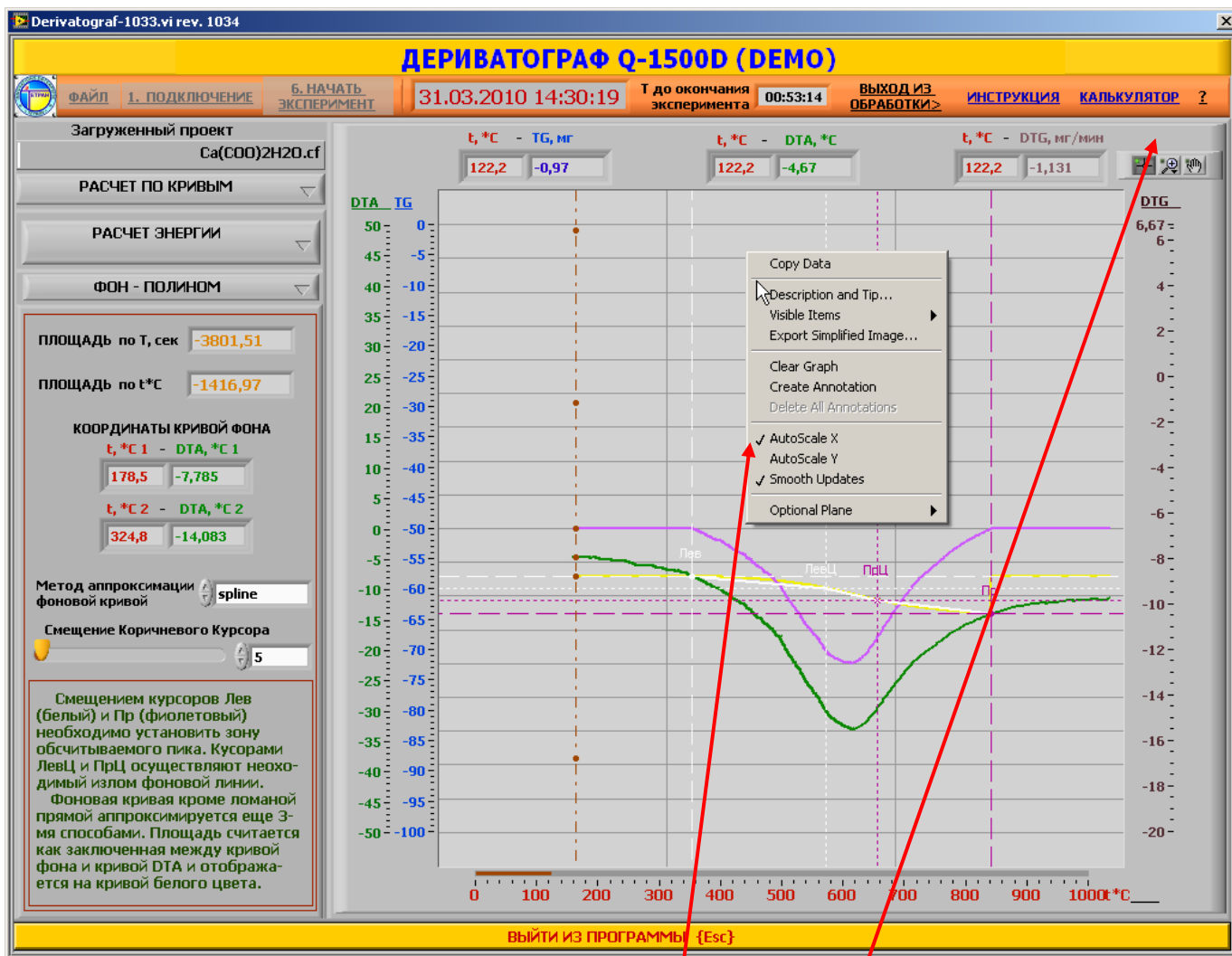


Рисунок 4.33б – Измерение площади пика на кривой DTA аппроксимацией фона полиномом, выделением участка аппроксимации на графике зависимости от времени.

Увеличив величину отступа слева до 4370 и увеличив количество отсчетов не отображаемых справа до 2558, Рис. 4.33б, получим увеличенный участок расчета фона, аппроксимируемого полиномом.





1 – помещаем курсор манипулятора мышь в это место,  
 2 – выбираем AutoScale X

Рисунок 4.33в – Измерение площади пика на кривой DTA аппроксимацией фона полиномом, выделением участка аппроксимации на графике зависимости от температуры.

На Рис. 4.33в помещаем курсор манипулятора мышь в место указанное 1, нажимаем правую кнопку мыши, появится меню 2. В меню выбираем AutoScale X. Появится увеличенная картинка, не привязанная к шкале температуры, но по которой можно более точно выбрать аппроксимацию базовой линии (фона). Выбрать метод ее аппроксимации из 4 предложенных. Фиолетовым цветом показана полученная в результате аппроксимации полиномом кривая описывающая площадь пика кривой DTA. Выходим из меню 2, возвращаем величину отступа слева до 3770 и возвращаем количество отсчетов не отображаемых справа до 252. В результате возвращаемся в Рис. 4.32а, и получаем более точную величину площади под пиком DTA, путем аппроксимирования полиномом фона.

#### 4.6.4.4 Получения интеграла (площади) под пиком на кривой ДТА аппроксимацией фона (базовой линии) термодинамическим фоном.

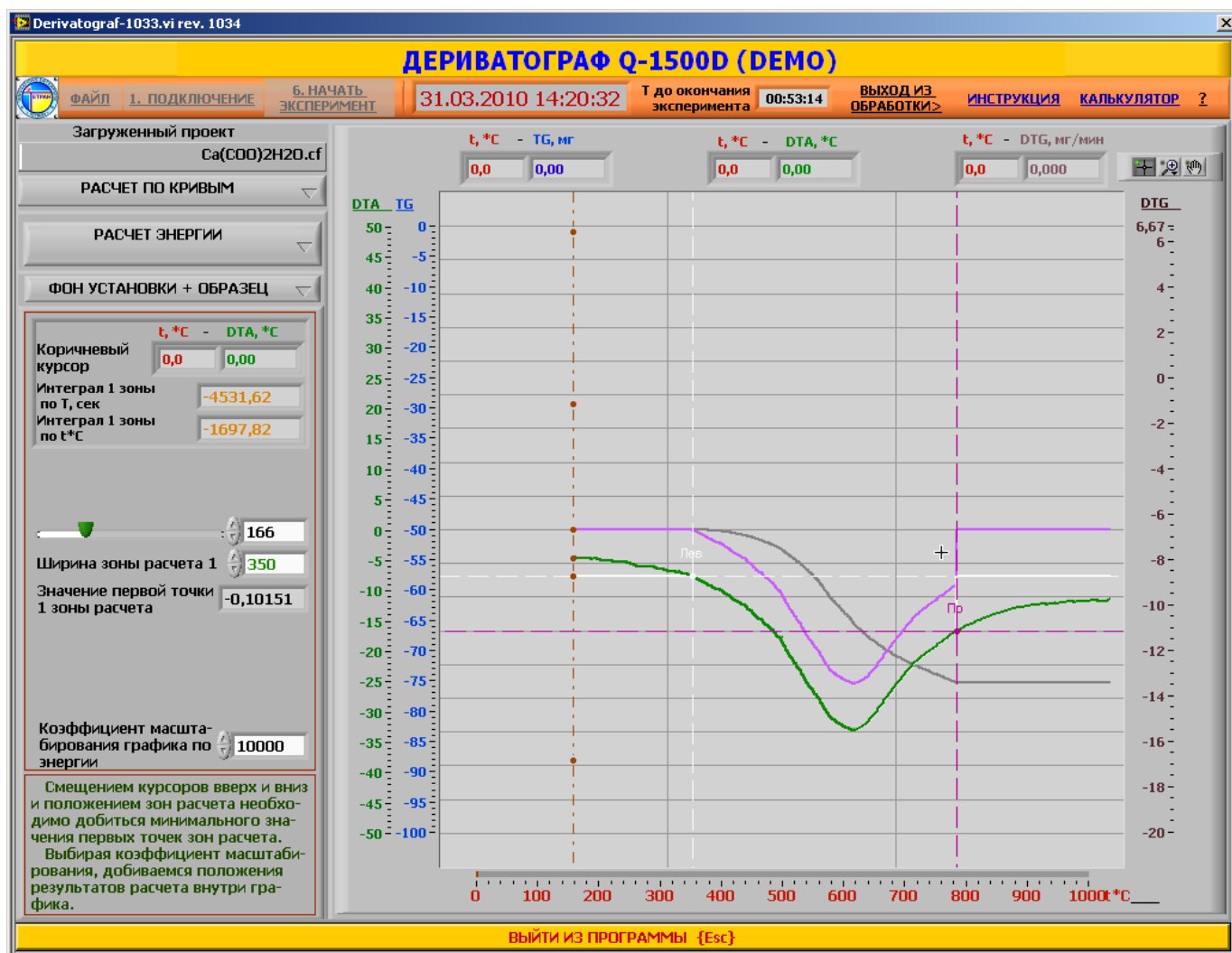
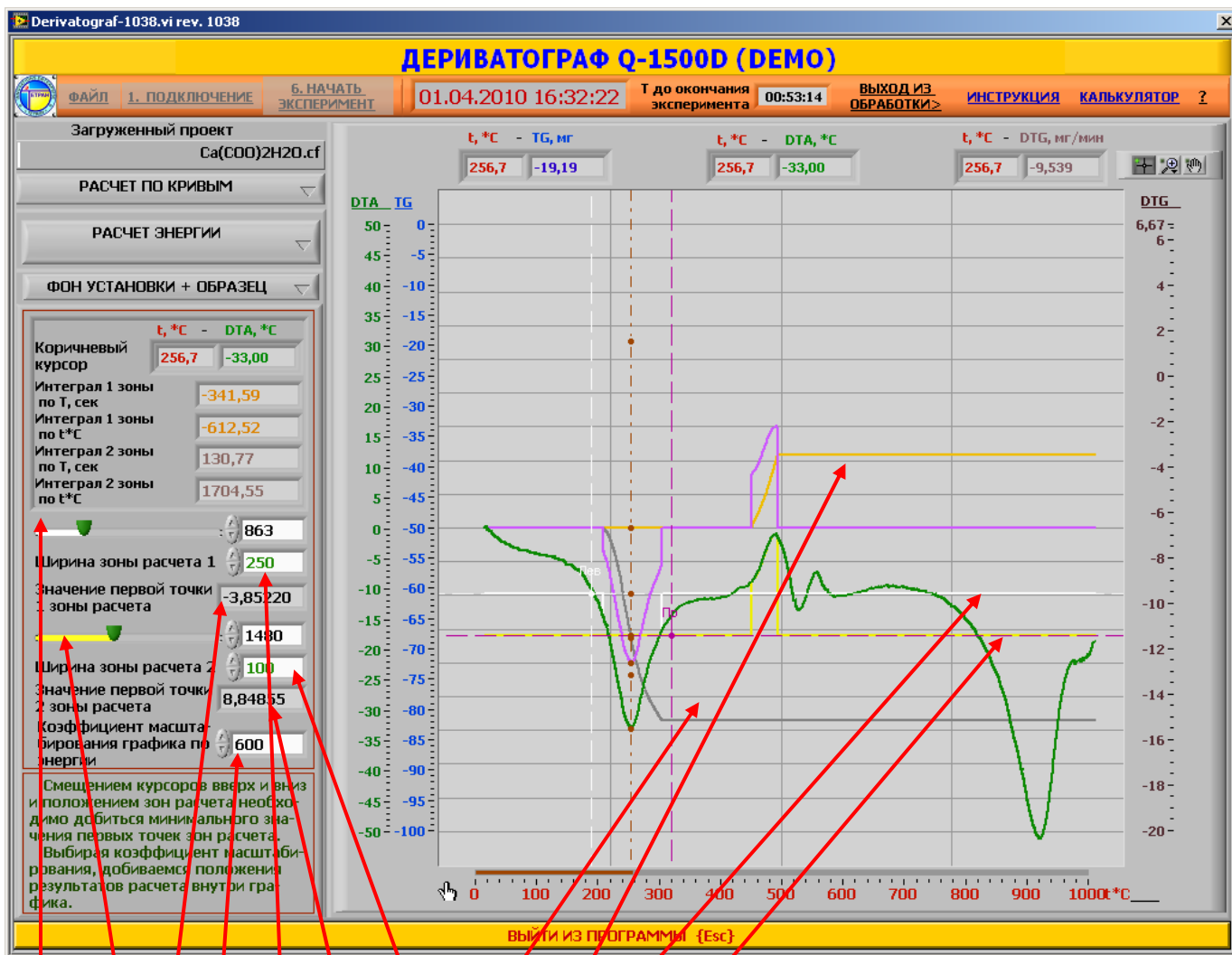


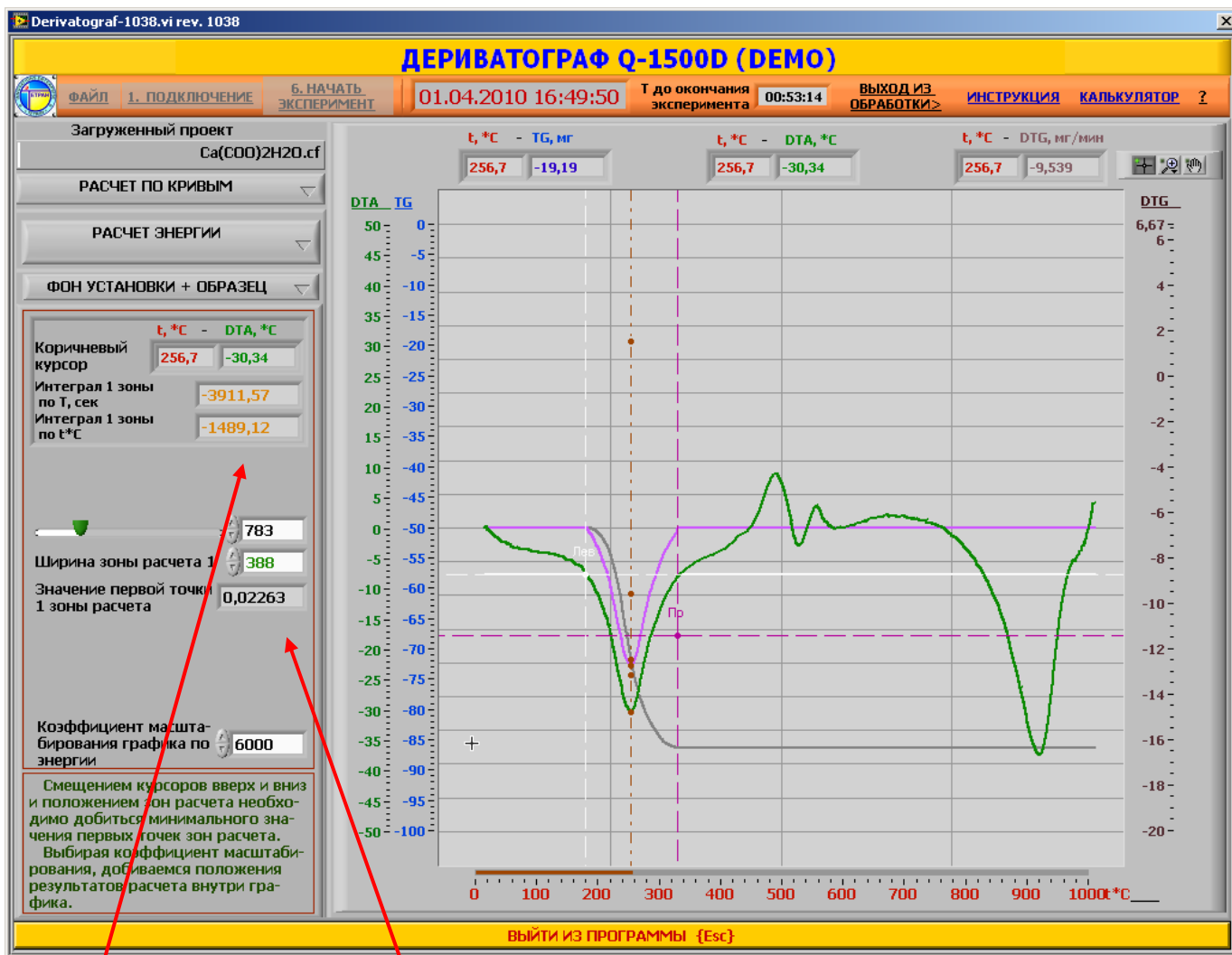
Рисунок 4.34 – Измерение площади пика на кривой ДТА аппроксимацией фона полиномом, выделением участка аппроксимации на графике зависимости от температуры.

Войдя в режим ЗАВИСИМОСТИ ОТ  $t^*C$ , Рис.4.23 и выбрав обе зоны расчета площадей на кривой ДТА, вернувшись в меню РАСЧЕТ ЭНЕРГИИ увидим, что пункт меню ФОН УСТАНОВКИ+ОБРАЗЕЦ стал активным.



- 1 – движок положения начала первой зоны расчета, белого цвета,
- 2 - движок положения начала второй зоны расчета, желтого цвета
- 3 – управление шириной первой зоны расчета,
- 4 - управление шириной второй зоны расчета,
- 5 – значение первой точки 1 зоны расчета,
- 6 – значение первой точки 2 зоны расчета,
- 7 – коэффициент масштабирования,
- 8 – интеграл по первой зоне расчета, кривая серого цвета,
- 9 - интеграл по второй зоне расчета, темно-желтого цвета
- 10 – курсор управления по горизонтали 1 зоны расчета, белого цвета,
- 11 - курсор управления по горизонтали 2 зоны расчета, фиолетового цвета.

Рисунок 4.35 – Передняя панель Измерение площадей на кривой DTA, используя расчетный фон установки+образца



- 1 – площади под пиком по времени и по температуре,  
 2 – Положение 1 зоны расчета и значение первой точки 1 зоны расчета.

Рисунок 4.36 – Передняя панель Измерение площадей на кривой DTA, используя расчетный фон установки+образца для 1 зоны расчета

Полученное значение площадей: по времени – 3911 и по температуре 1489, близки к значениям по времени – 3667 и 1388 полученных аппроксимацией линией, Рис. 430а, и близки к значениям по времени – 3765 и 1408 полученных аппроксимацией полиномом, Рис. 432а. Причем чем сложнее линия аппроксимации фона тем выше значение площадей, причем с ростом сложности плавно растет и значение площадей, что еще раз говорит в пользу термодинамической аппроксимации фона.

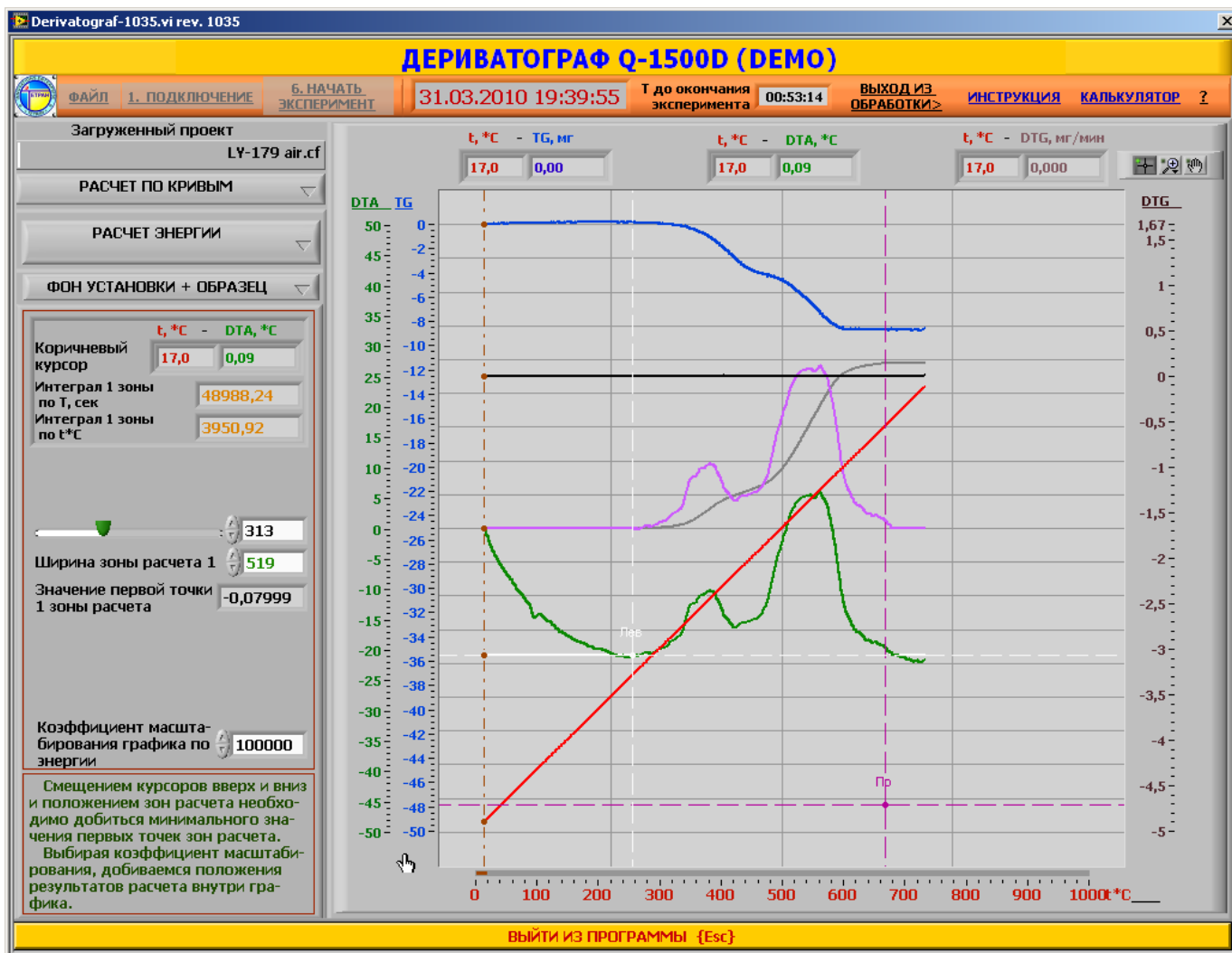
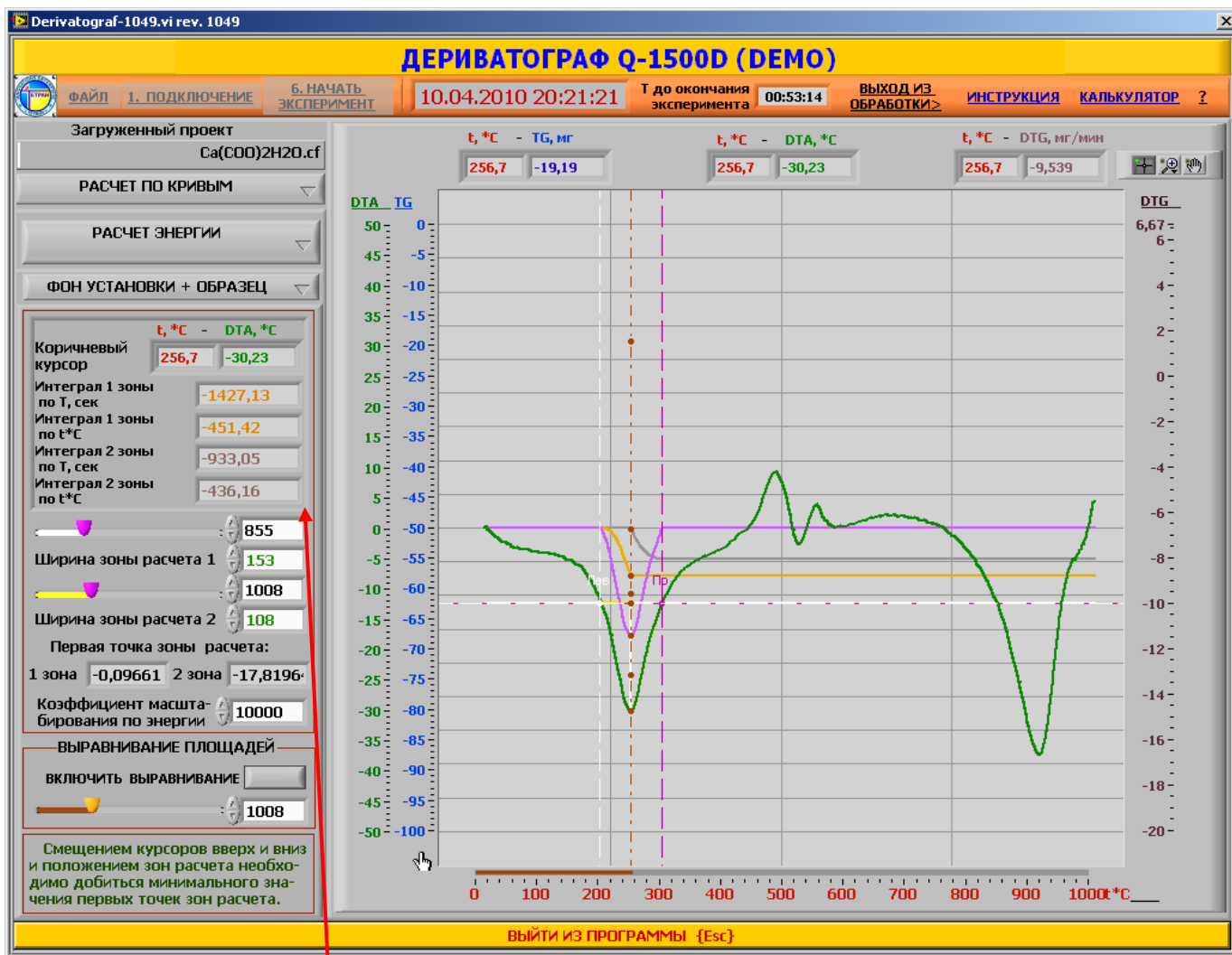


Рисунок 4.37 – Передняя панель Измерение площадей на кривой DTA, используя расчетный фон установки+образца для 1 зоны расчета.

Значение площадей кривой DTA, Рис. 4.37, выше примерно на 20%, чем при аппроксимации линией и практически совпадает с аппроксимацией полиномом, построенным по рекомендациям [1]. Но вообще кривую на Рис. 4.37 надо было снять градусов до 900, чтобы кривая фона рассчиталась точнее

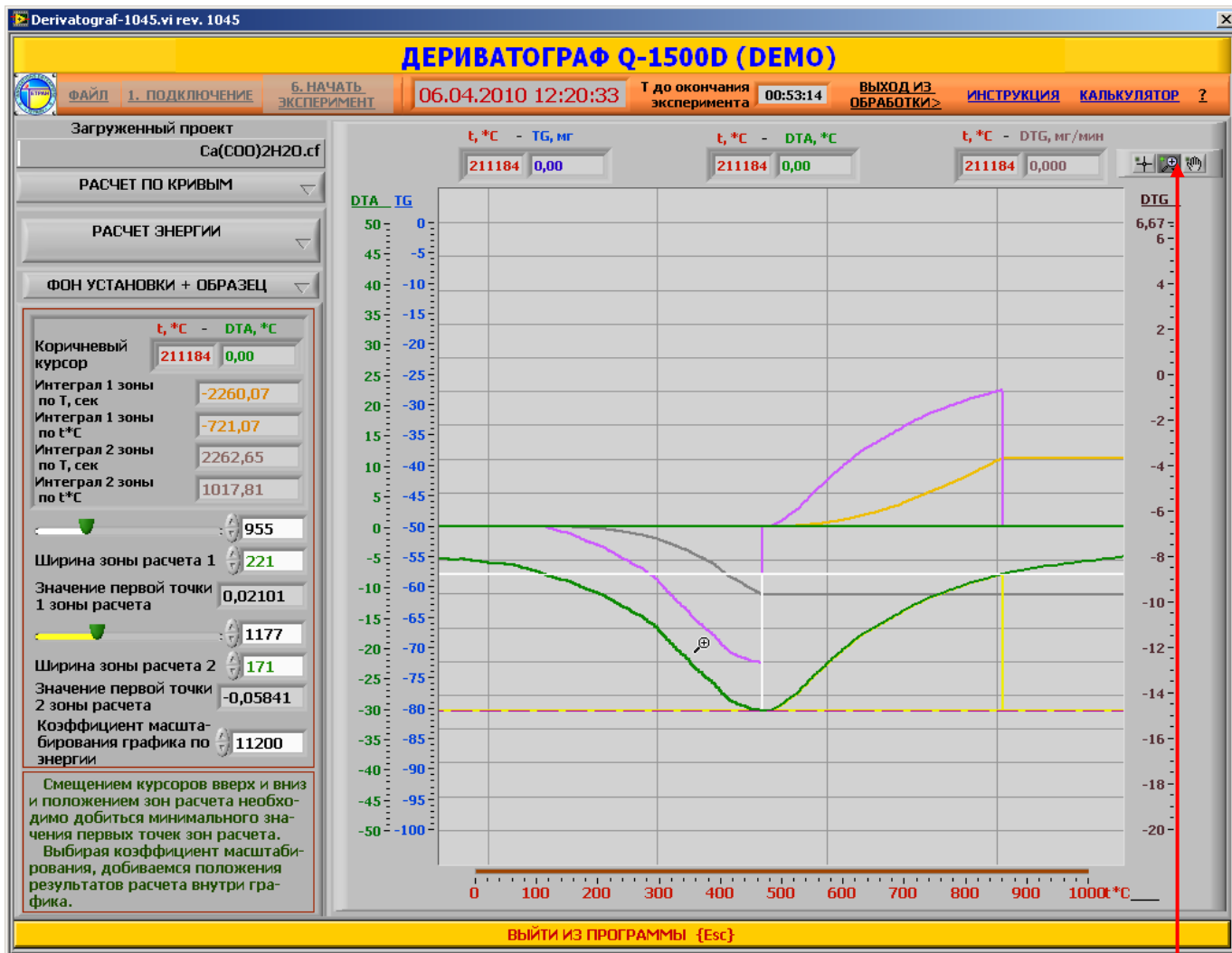


1 – интегралы 1 и 2 зон по времени и температуре.

Рисунок 4.38а – Передняя панель Измерение площадей на кривой DTA, используя расчетный фон установки+образца для 1 и 2 зон расчета.

На Рис. 4.38а показан расчет первой половины и второй половины пика на кривой DTA. Фиолетовым цветом показаны площади интегрирования. Чтобы у интеграла 2 зоны изменился знак начало интегрирования перенесено на минимум пика. Что интересно площади по времени практически равны, а по температуре отличаются. Это говорит об изменении температуры на кривой  $t^\circ\text{C}$  во время протекания экзотермического (эндотермического) процесса.

При записи файла \*.xlt в режиме ЗАВИСИМОСТИ ОТ  $t^\circ\text{C}$  одновременно записывается файл \*.sqw, Рис.4.41. Записываются выбранные зоны расчета 1 или 1 и 2, пишется начало и конец зоны по  $t^\circ\text{C}$ , начало и конец зоны DTA, площадь зоны под кривой DTA. Естественно необходимо выбрать на Рис. 4.23 хотя бы одну зону.



1

1 – используется инструмент «лупа», встроенный в инструмент «график».

Рисунок 4.38б – Передняя панель Измерение площадей на кривой DTA, используя расчетный фон установки+образца для 1 и 2 зон расчета.

Доступ к инструменту «лупа» осуществляется правой кнопкой мыши. Видно, что площади по времени практически равны. При проведении каких-либо действий на графике, его вид сразу же возвращается к исходному, Рис. 4.38а. На исходном графике, вернувшись в левое меню инструмента «лупа» - 1, можно что-то изменить, подвинуть, а затем снова перейти в меню инструмента «лупа» и рассмотреть результат в увеличенном виде. Увеличение зависит от выбранной области, Рис 4.38г.

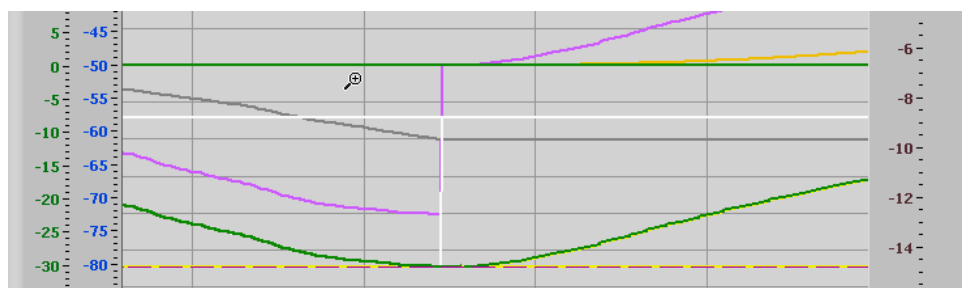


Рисунок 4.38г

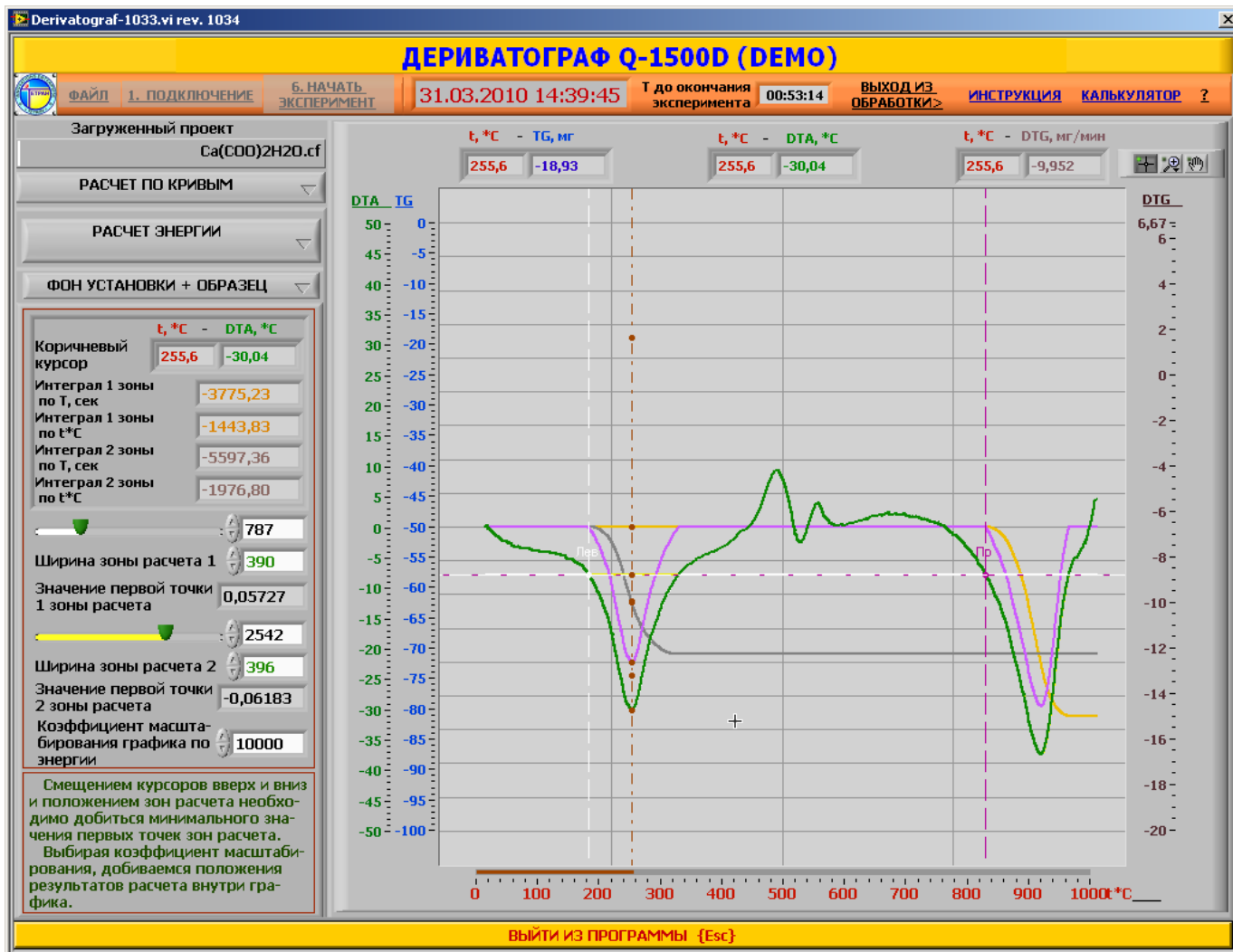


Рисунок 4.39 – Передняя панель Измерение площадей на кривой DTA, используя расчетный фон установки+образца для 1 и 2 зон расчета расположенных на разных пиках кривой DTA.

Смещая зоны 1 и 2 соответствующими слайдерами, Рис. 4.39 добиваемся минимального значения на индикаторах ЗНАЧЕНИЕ ПЕРВОЙ ТОЧКИ X ЗОНЫ РАСЧЕТА, Рис. 4.39 - +0,05727 и -0,06183 соответственно. Далее устанавливаем интервал интегрирования на ШИРИНА ЗОНЫ РАСЧЕТА 1 и 2 и считываем значения интегралов (площадей под кривыми).



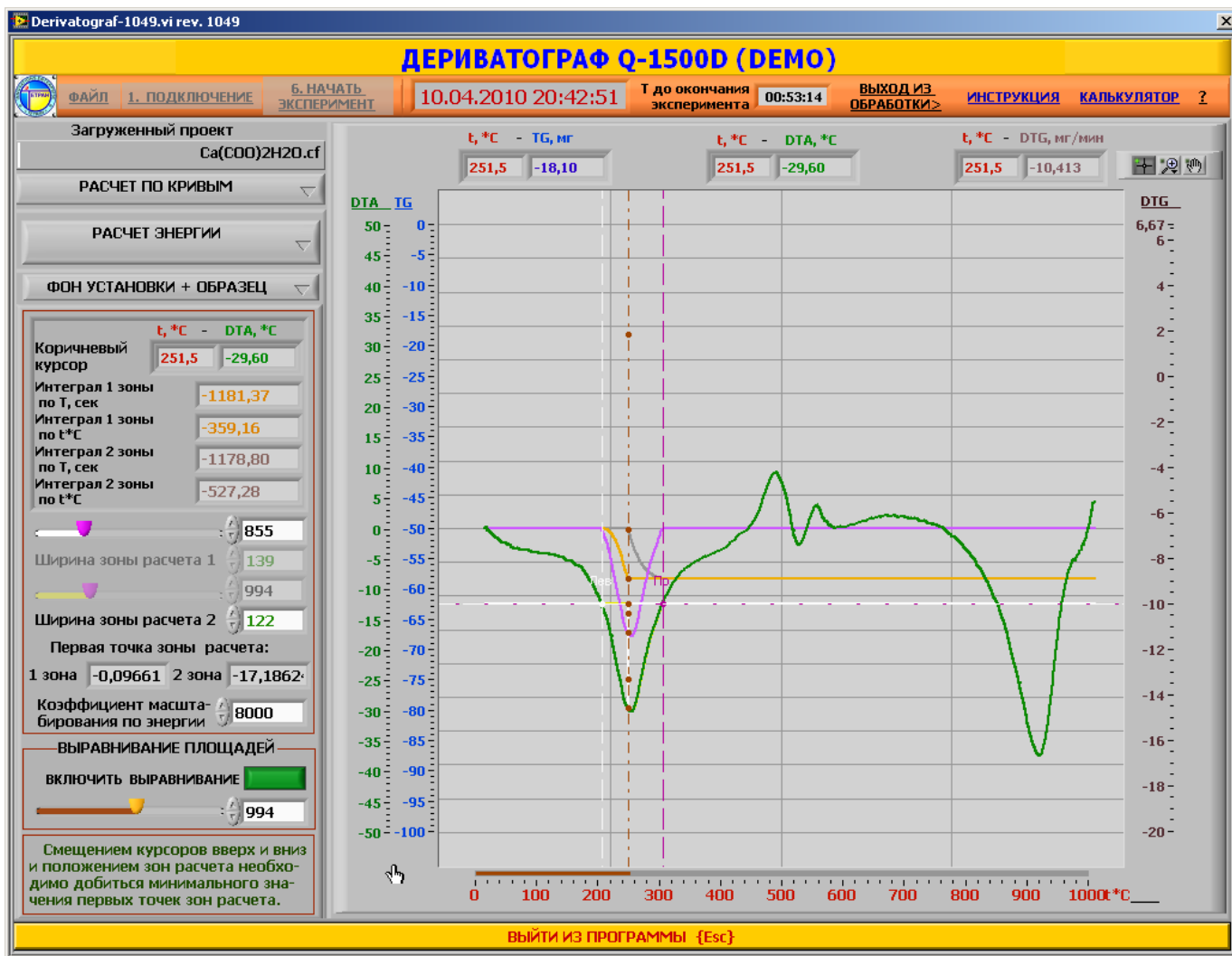


Рисунок 4.40а – Передняя панель Выравнивание площадей по времени на кривой DTA, используя расчетный фон установки+образца для 1 и 2 зон расчета расположенных на одном пике кривой DTA.

Нажав кнопку **ВЫРАВНИВАНИЕ ПЛОЩАДЕЙ** происходит фиксирование начала первой зоны и конца второй зоны, а конец первой и начало второй привязываются друг к другу и управляются Коричневым слайдером. Передвинув стык зон на 994 или 251,5\*С получим равенство площадей пика по времени, Рис. 4.40а.

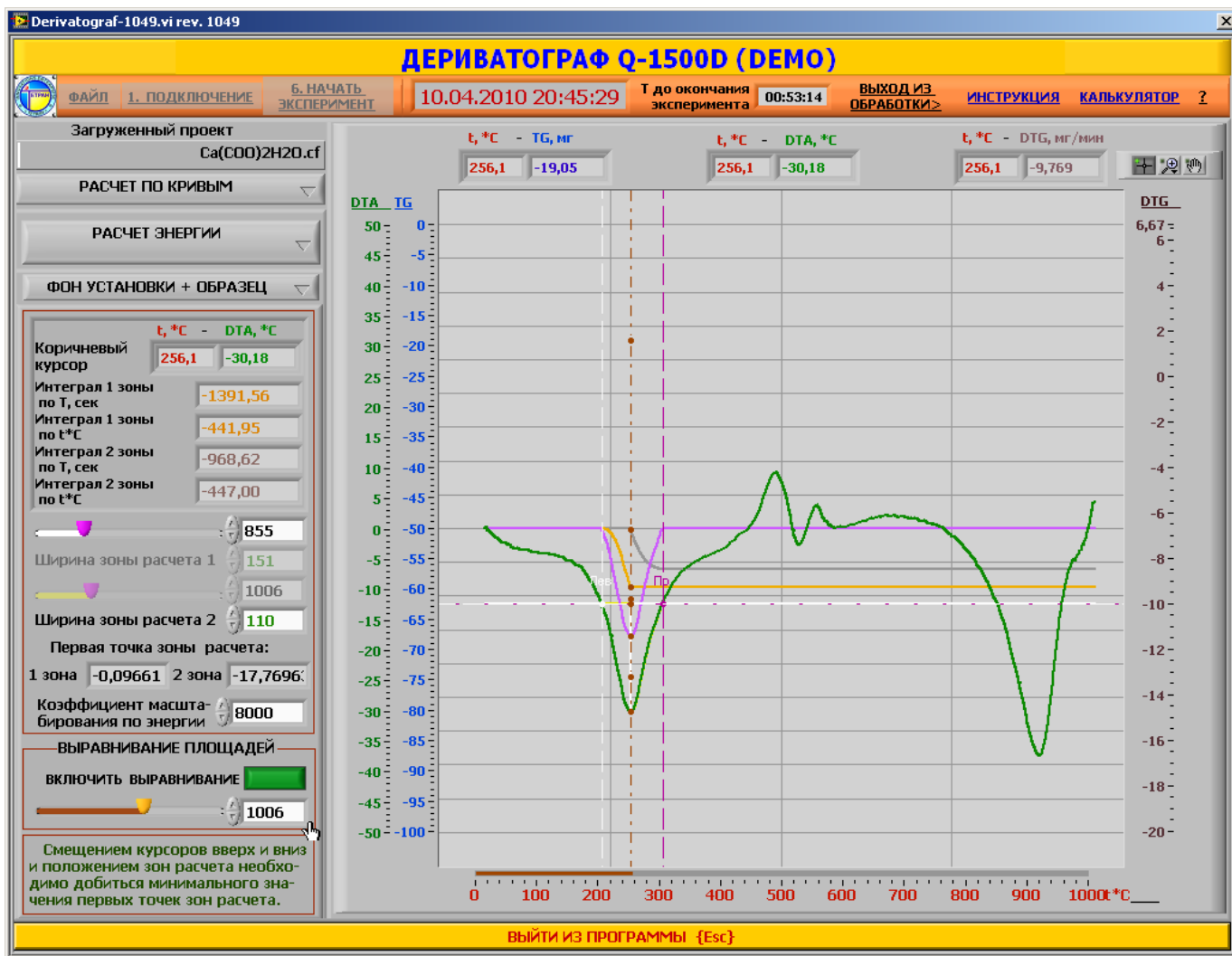


Рисунок 4.40б – Передняя панель Выравнивание площадей по температуре на кривой DTA, используя расчетный фон установки+образца для 1 и 2 зон расчета расположенных на одном пике кривой DTA.

Нажав кнопку **ВЫРАВНИВАНИЕ ПЛОЩАДЕЙ** происходит фиксирование начала первой зоны и конца второй зоны, а конец первой и начало второй привязываются друг к другу и управляются Коричневым слайдером. Передвинув стык зон на 1006 или 256,1\*С получим равенство площадей пика по температуре, Рис. 4.40б.

Нахождение точки равенства площадей пика используется в [1] для построения базовой кривой, Рис. 4.8.

В таблице приведены расчеты площади пика четырьмя способами. Среднестатистическое отклонение от среднего составляет менее 1%. Приращение по времени равно 1 сек, по температуре – около 0,4\*С. \

Таблица 4.1 – Площади пика, рассчитанные 4 способами.

Вид аппроксимации	Треугольник Рис. 4.29	Прямая линия фон Рис. 4.30а	Ломаная линия фон Рис. 4.32а	Термодинамический фон Рис. 4.38а
S по времени	<b>-2258</b>	<b>-2316</b>	<b>-2315</b>	<b>-2360</b>
S по температуре	<b>-873</b>	<b>-887</b>	<b>-870</b>	<b>-887</b>

Перейдя в пункт меню ЗАВИСИМОСТИ ОТ t\*С, Рис. 4.41, и нажав на клавишу **Записать файл \*.xlt и \*.sqw** **OK**, осуществляем запись \*.sqw, Рис. 4.41.

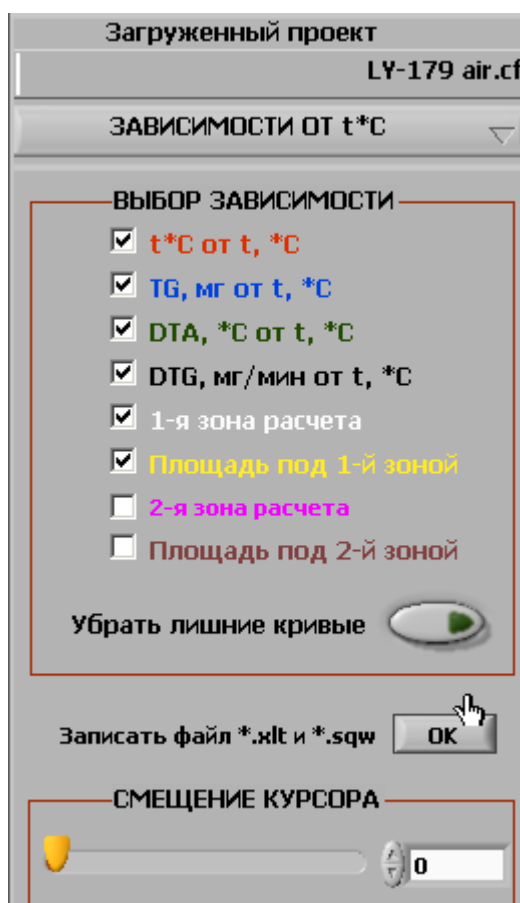


Рисунок 4.41

-----  
 Дата и время начала эксперимента: 03.01.2010 22:47:07  
 1. Серийный номер дериватографа:  
 2. Место проведения эксперимента:  
 3. Фамилия и должность оператора:  
 4. Исследуемый образец:  
 5. Номер исследуемого образца:  
 6. Вес исследуемого образца:  
 7. Конечная температура и скорость нагрева:  
 8. Пояснения к эксперименту:  
 -----

Зона N	t*С Начало зоны	t*С Конец зоны	DTA Начало зоны	DTA Конец зоны	Площадь зоны
1,0000 0,0000	184,9972 0,0000	248,3281 0,0000	-9,1480 0,0000	-30,3222 0,0000	-1757,0907 0,0000

Рисунок 4.42

#### 4.7 РАСЧЕТ СКОРОСТИ ПОТЕРИ МАССЫ DTG по кривой TG.

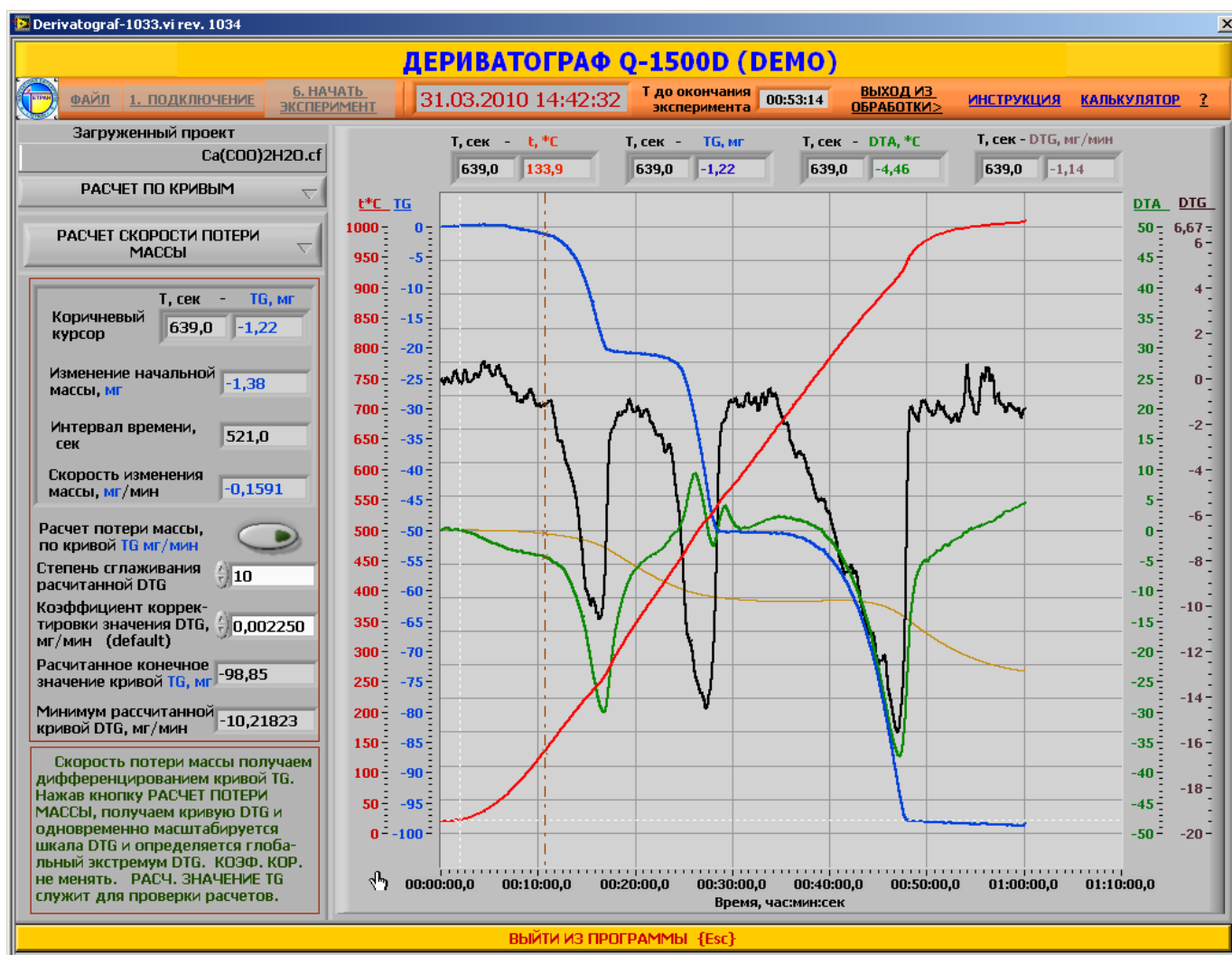


Рисунок 4.42 – Передняя панель Записанное значение скорости потери массы DTG во время эксперимента

Программа имеет опцию расчета скорости потери массы без измерения этой величины. Скорость потери массы рассчитывается по кривой TG, одновременно подстраивается и шкала DTG под рассчитанное значение.

Для выполнения расчета надо нажать кнопку **РАСЧЕТ ПОТЕРИ МАССЫ**, Рис. 4.42.

После чего снятая кривая DTG в эксперименте исчезает с экрана и на ее месте появляется рассчитанная кривая DTG. При этом кривую можно сглаживать и одновременно проверять правильность полученных данных на индикаторе **РАССЧИТАННОЕ КОНЕЧНОЕ ЗНАЧЕНИЕ КРИВОЙ TG**, которое должно совпадать с конечным значением кривой TG. Одновременно индицируется самое минимальное значение кривой DTG. Для корректировки полученного значения DTG пока оставлена возможность ее выполнения, изменением **КОЭФФИЦИЕНТА КОРРЕКЦИИ ЗНАЧЕНИЯ DTG**. Значение по умолчанию этого коэффициента 0,002250.

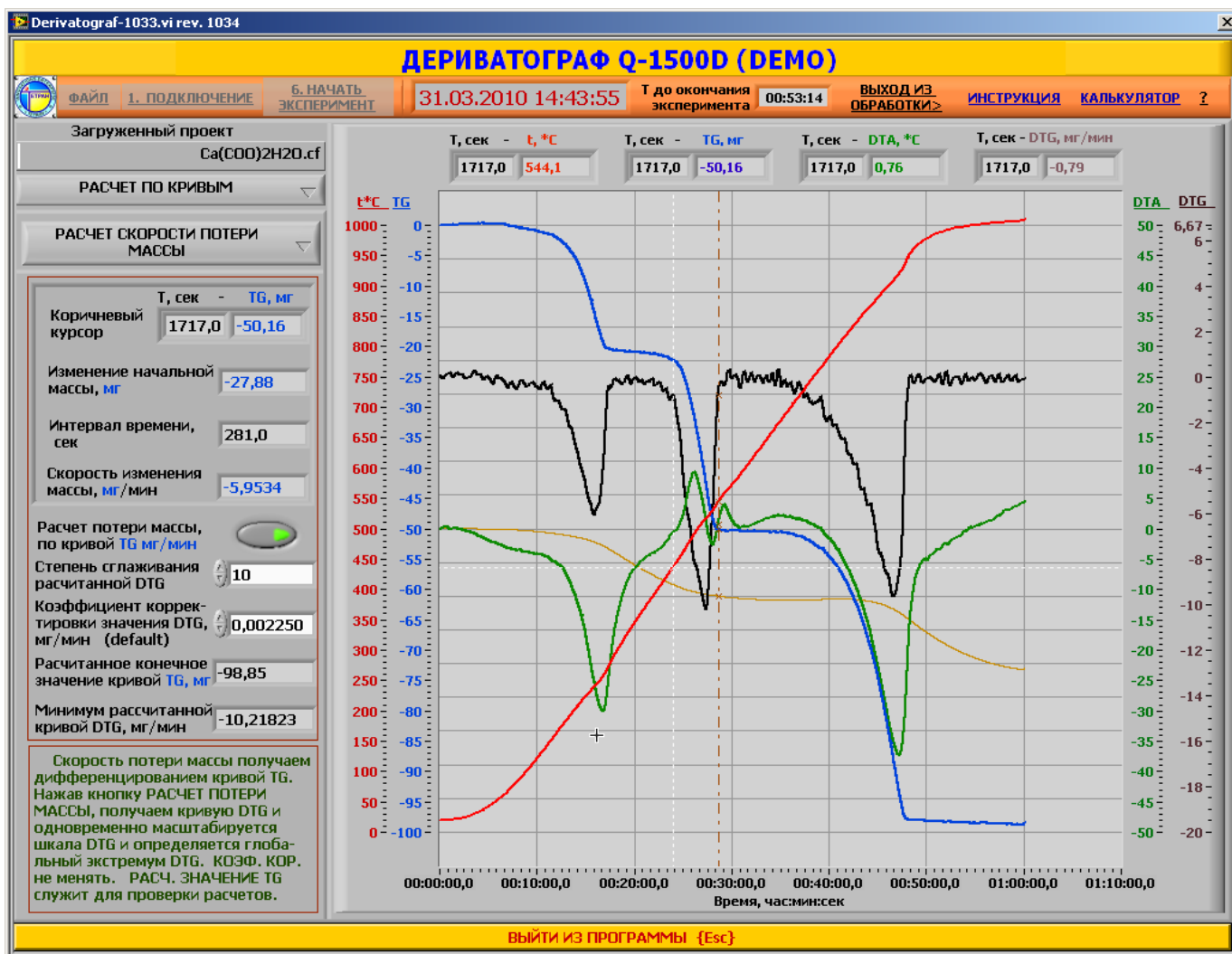


Рисунок 4.43 – Передняя панель. Расчитанное значение скорости потери массы DTG при обработке данных

При расчете скорости потери массы DTG при обработке данных одновременно корректируется значение шкалы DTG.

### 4.7.1 Расчет DTG по кривым приращения массы.

Расчет скорости потери массы можно рассчитывать и при увеличении массы образца. В этом случае Пики изменения массы направлены вверх и рассчитывается максимальное значение DTA, Рис. 4.44.

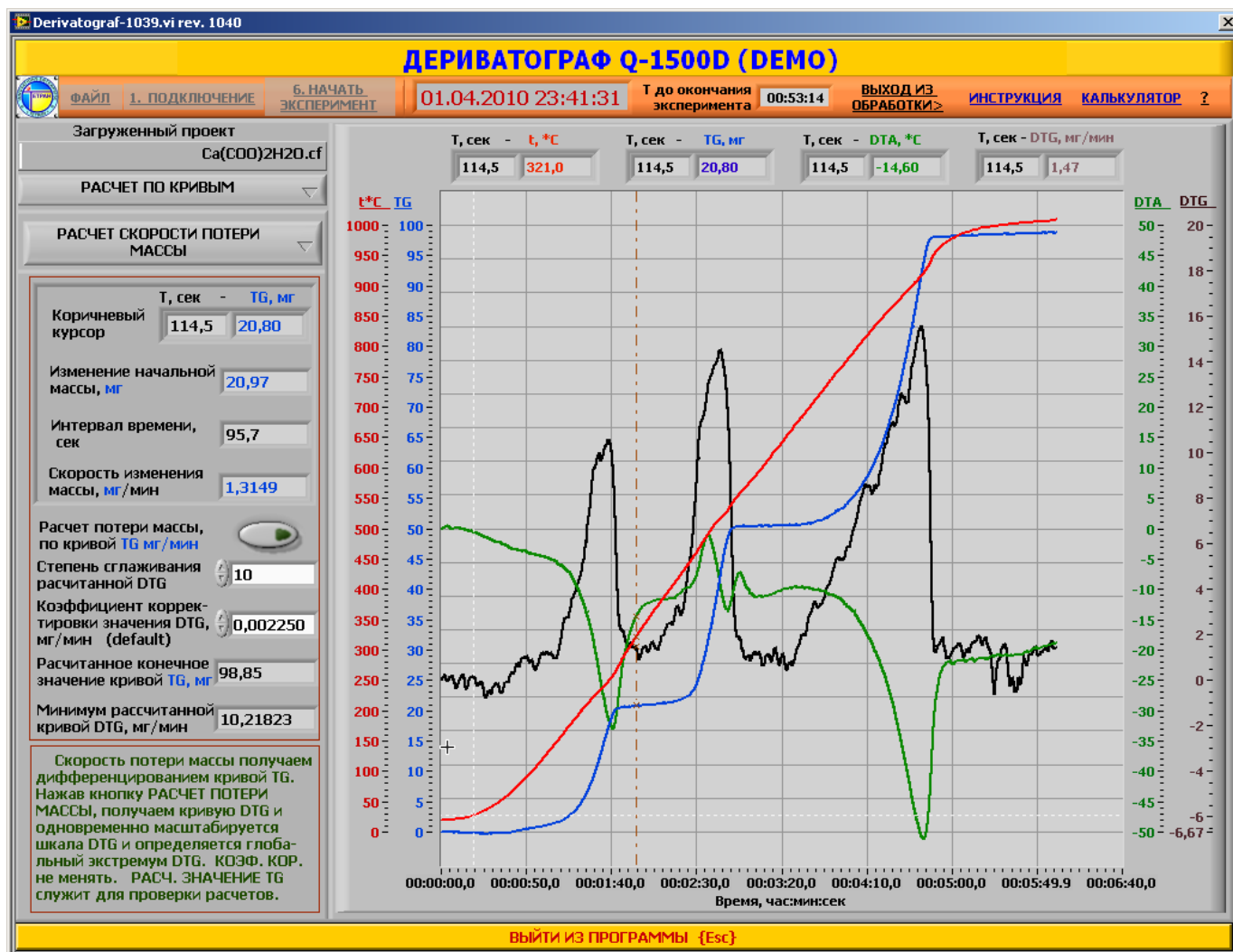


Рисунок 4.44 – Передняя панель Скорости приращения массы на полученных в эксперименте кривых

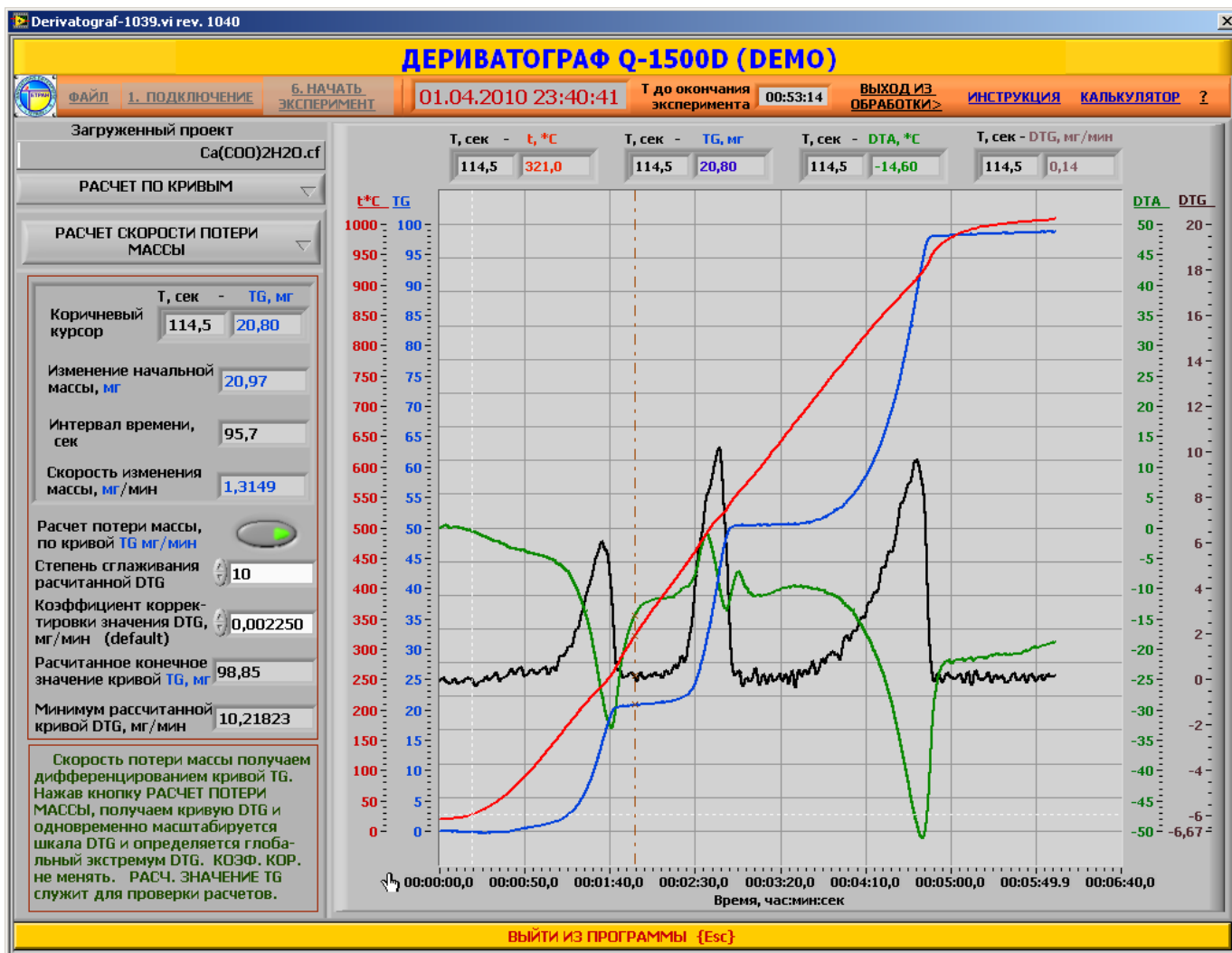


Рисунок 4.45 – Передняя панель – Передняя панель Скорости приращения массы на рассчитанная по кривой TG.

Расчет по кривой потери массы возможен и в режиме приращения массы. Необходимо заранее выбрать усиление и смещение по каналам TG и DTG с обратными знаками, Рис. 3.11.

**ПРИМЕЧАНИЕ.** Расчеты по кривым являются опциями программы и в основную поставку не входят. Программа работает в режиме ЭКСПЕРИМЕНТА только в комплекте с поставляемым устройством USB-6008. С любым другим устройством или без него программа работает только в режиме обработки полученных данных DEMO-режиме.

## 4.8 Режим КАЛИБРОВКА КРИВЫХ.

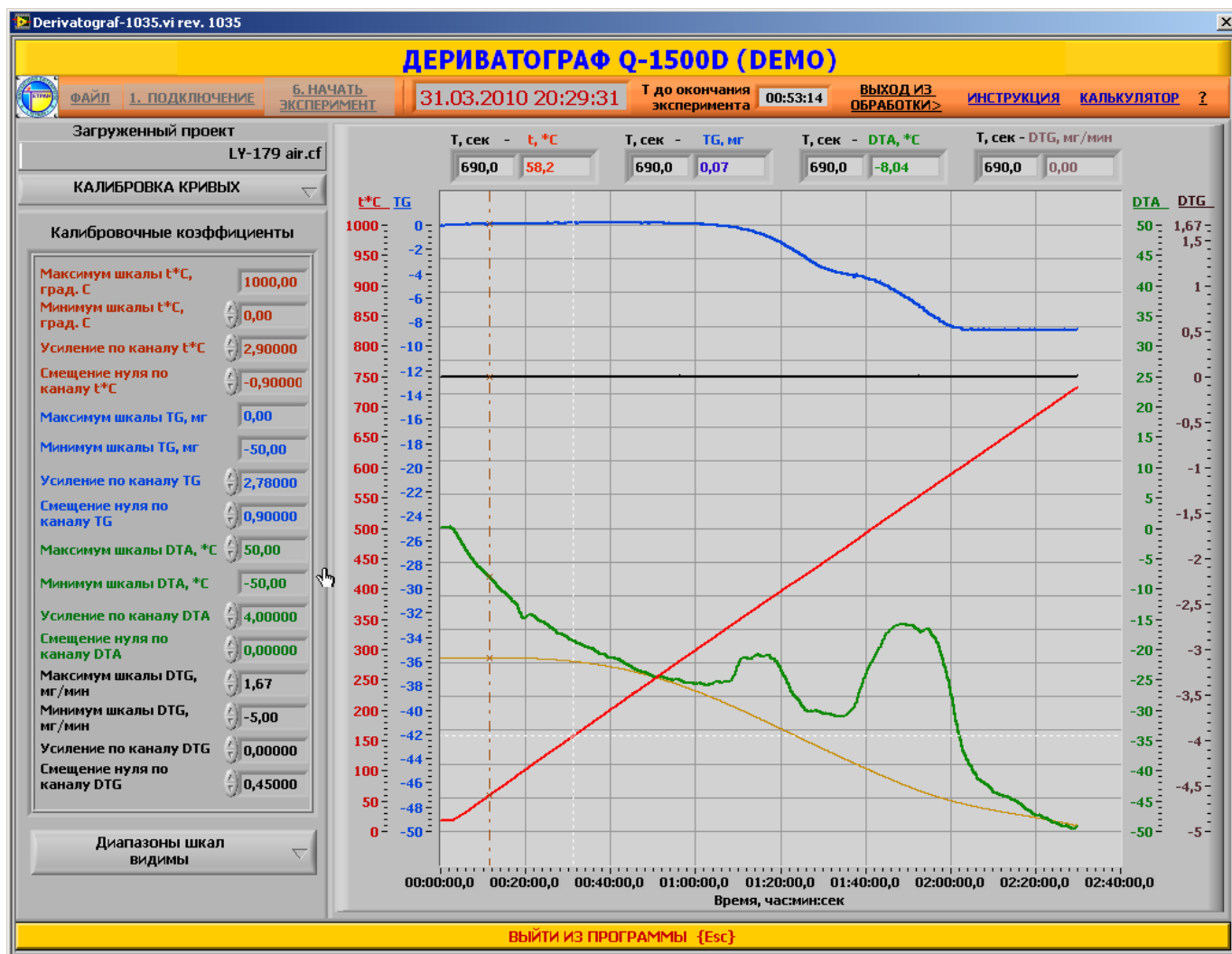


Рисунок 4.46 – Передняя панель Калибровка кривых.

Для быстрого перехода, от экспериментов с потерей массы к экспериментам с ростом массы, необходимо создать помимо конфигурационного файла default.cf еще и файл, скажем, default-.cf, который отличается от default.cf только знаками у усиления и смещения по каналам TG и DTG. Из этих файлов копированием создаются файлы новых проектов.



#### 4.9 Режим ЗАВИСИМОСТИ ОТ t\*С.

Переходим в режим ЗАВИСИМОСТИ ОТ t\*С.

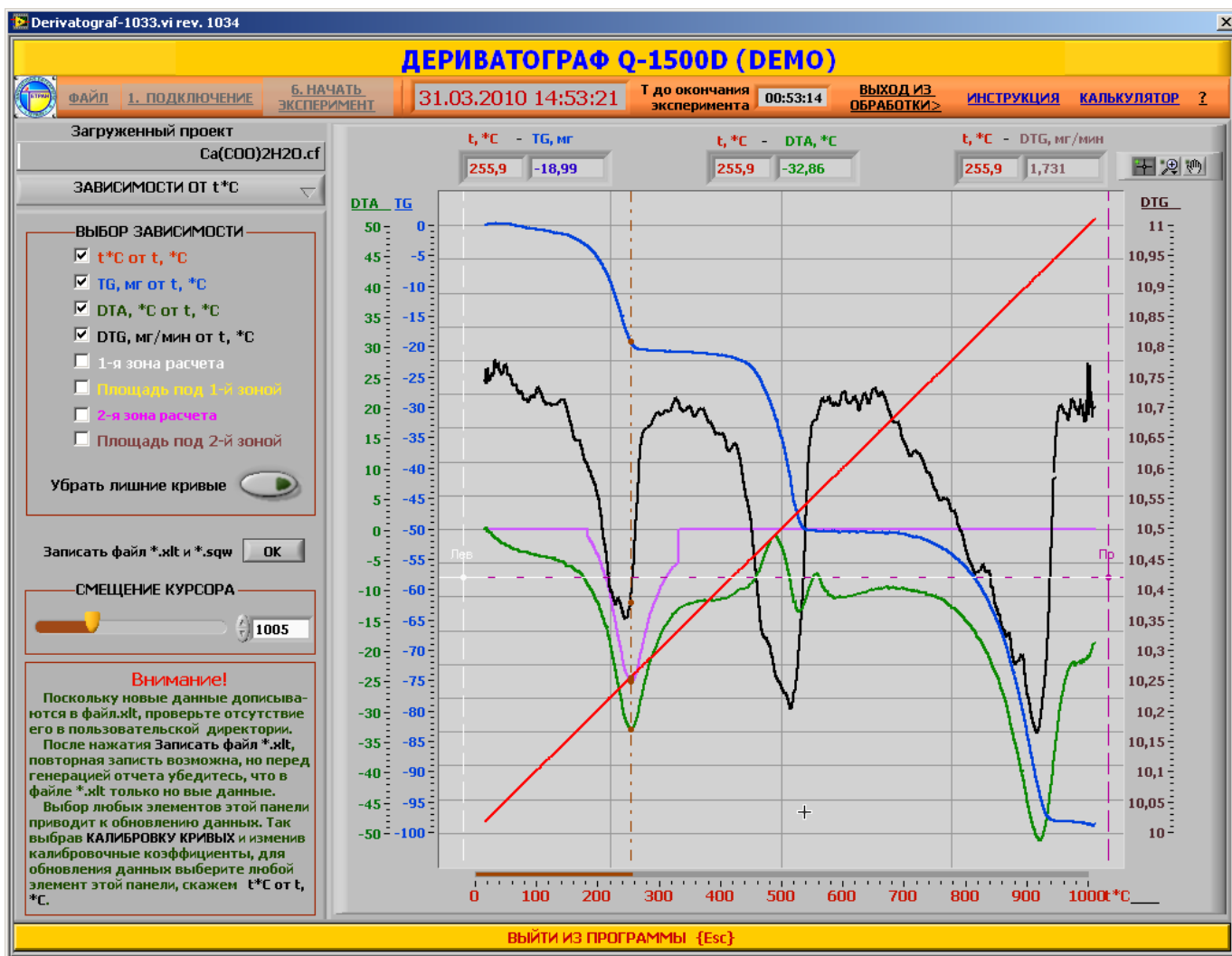


Рисунок 4.47 –Передняя панель Зависимости кривых t\*С, TG, DTA и DTG от температуры

Пересчет кривых начнется только после того, как будет выбран хотя бы один элемент на левой панели управления.

## 4.10 Режим СОХРАНЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ.

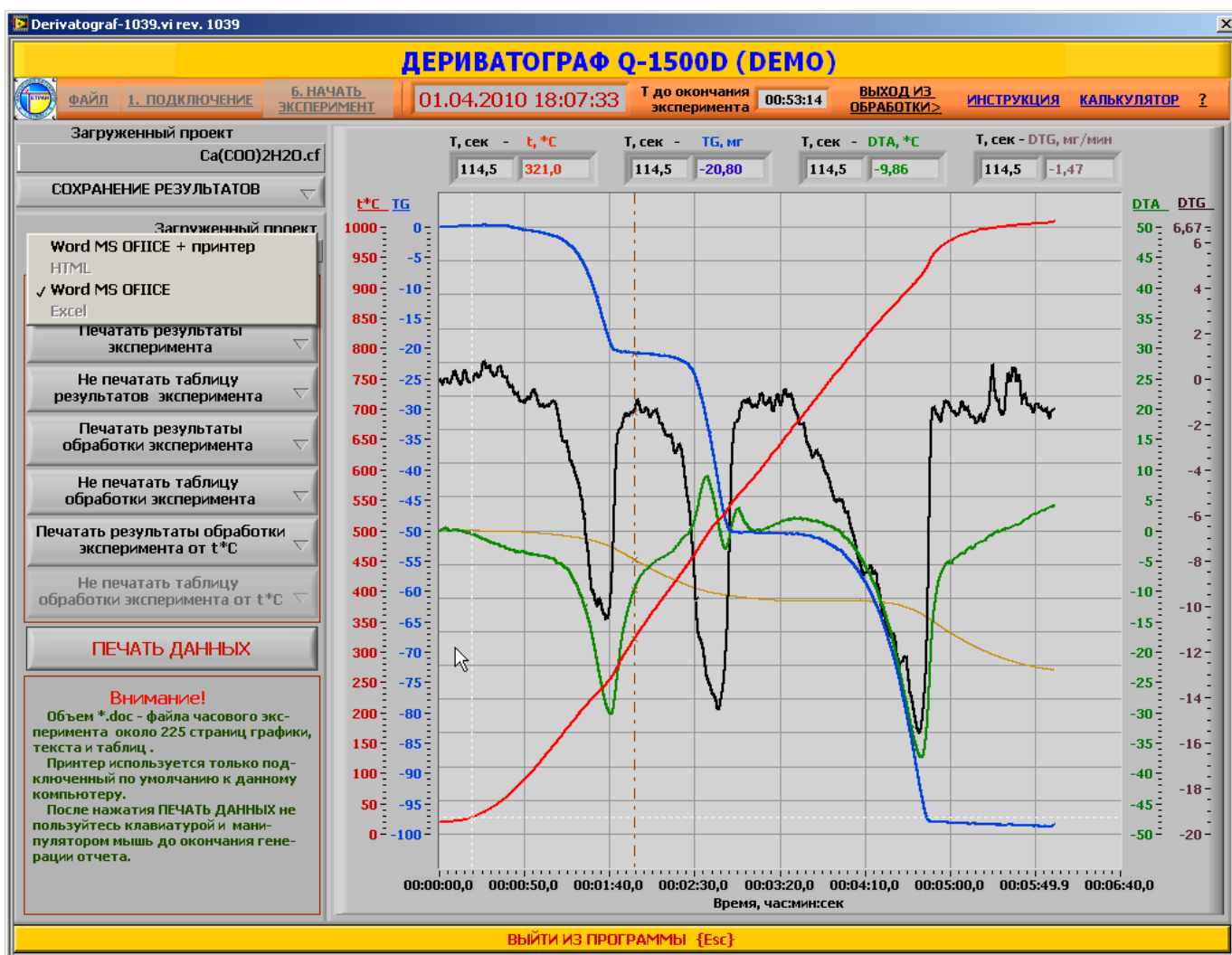


Рисунок 4.48 – Передняя панель. Создание отчета

Следует выбрать WORD MS OFFICE, так как WORD MS OFFICE + принтер не тестировалось.

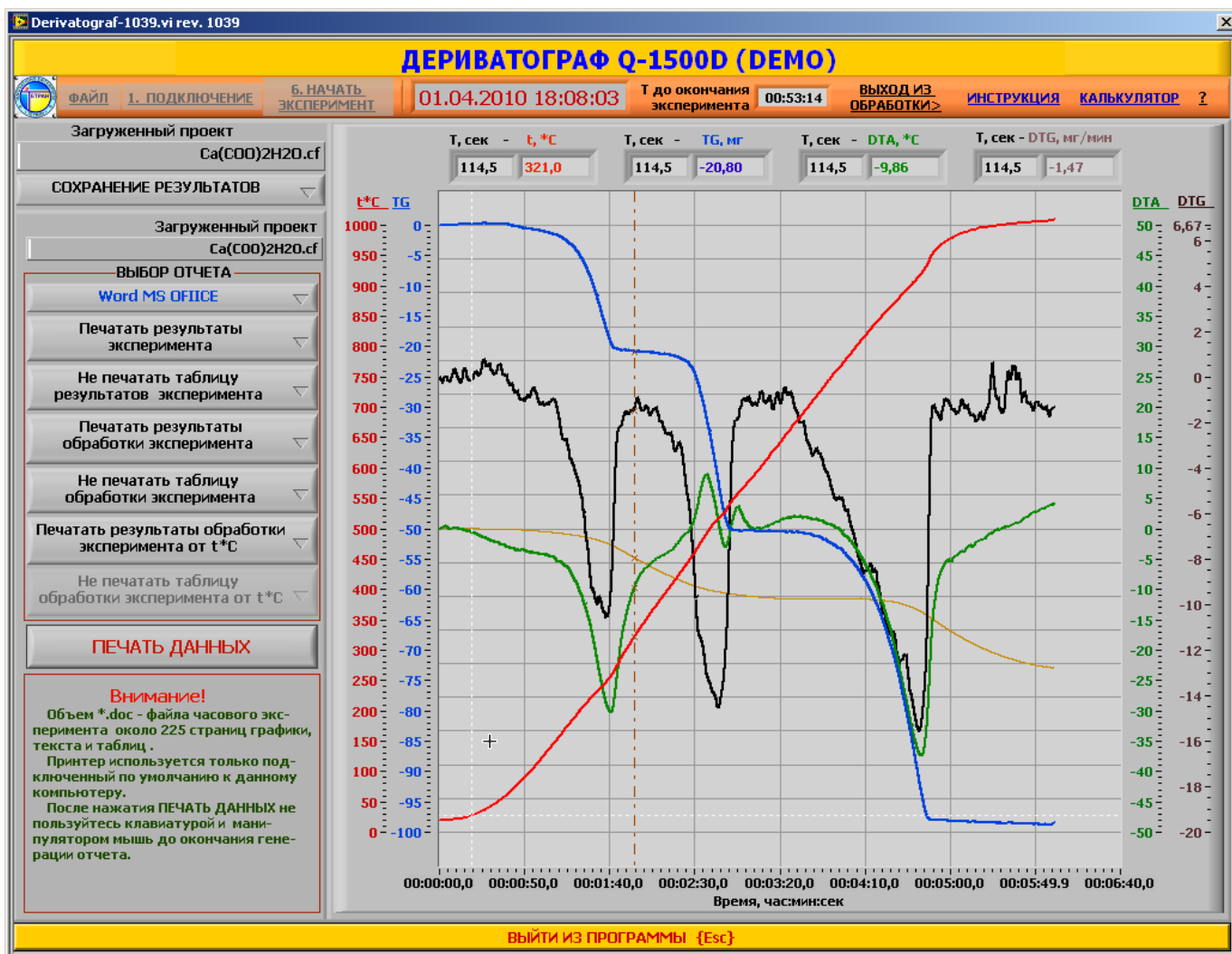


Рисунок 4.49 – Передняя панель Режим СОХРАНЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ

Кроме данных, сохраняемых в файлах \*.tab и \*.xls предусмотрена возможность сохранения данных в зависимости от температуры в файле \*.xlt, а также сохранение всех полученных и обработанных данных в редакторе WORD MS OFFICE 2003 или 2007, а так же осуществить печать на установленный принтер являющийся активным. Последний пункт меню будет доступен, если осуществлено сохранение данных в файле \*.xlt, Рис. 4.47.

На Рис. 4.49 приведено меню СОХРАНЕНИЯ РЕЗУЛЬТАТОВ. Результаты можно сохранять помимо файлов \*.tab, \*.xls и \*.xlt (если был проведен обсчет зависимостей от t°C) также и в MS WORD 2003 или 2007, в зависимости от того какой установлен на компьютере, а также проводить печать на активном принтере. Необходимо только учесть, что при печати при выборе всех опций объем при 3600 строк данных составит не менее 280 страниц. Рекомендуется сначала сохранить отчет в MS WORD, а затем принять решение о печати из MS WORD.

Всего после обработки проект будет содержать 7 файлов, Рис. 4.50.

Ca(COO)2H2O	cf	470	02.02.10	16:38
Ca(COO)2H2O	extr	6 405	31.03.10	14:05
Ca(COO)2H2O	imas	18 004	01.04.10	12:53
Ca(COO)2H2O	sqw	3 343	31.03.10	14:59
Ca(COO)2H2O	tab	578 318	28.03.10	14:46
Ca(COO)2H2O	xls	578 318	28.03.10	14:46
Ca(COO)2H2O	xlt	221 017	31.03.10	14:59

Рисунок 4.50 – Состав проекта после полной обработки данных эксперимента

## 5 Подготовка данных для обработки

Выбираем конфигурационный файл с именем проведенного эксперимента, результаты которого необходимо обрабатывать.

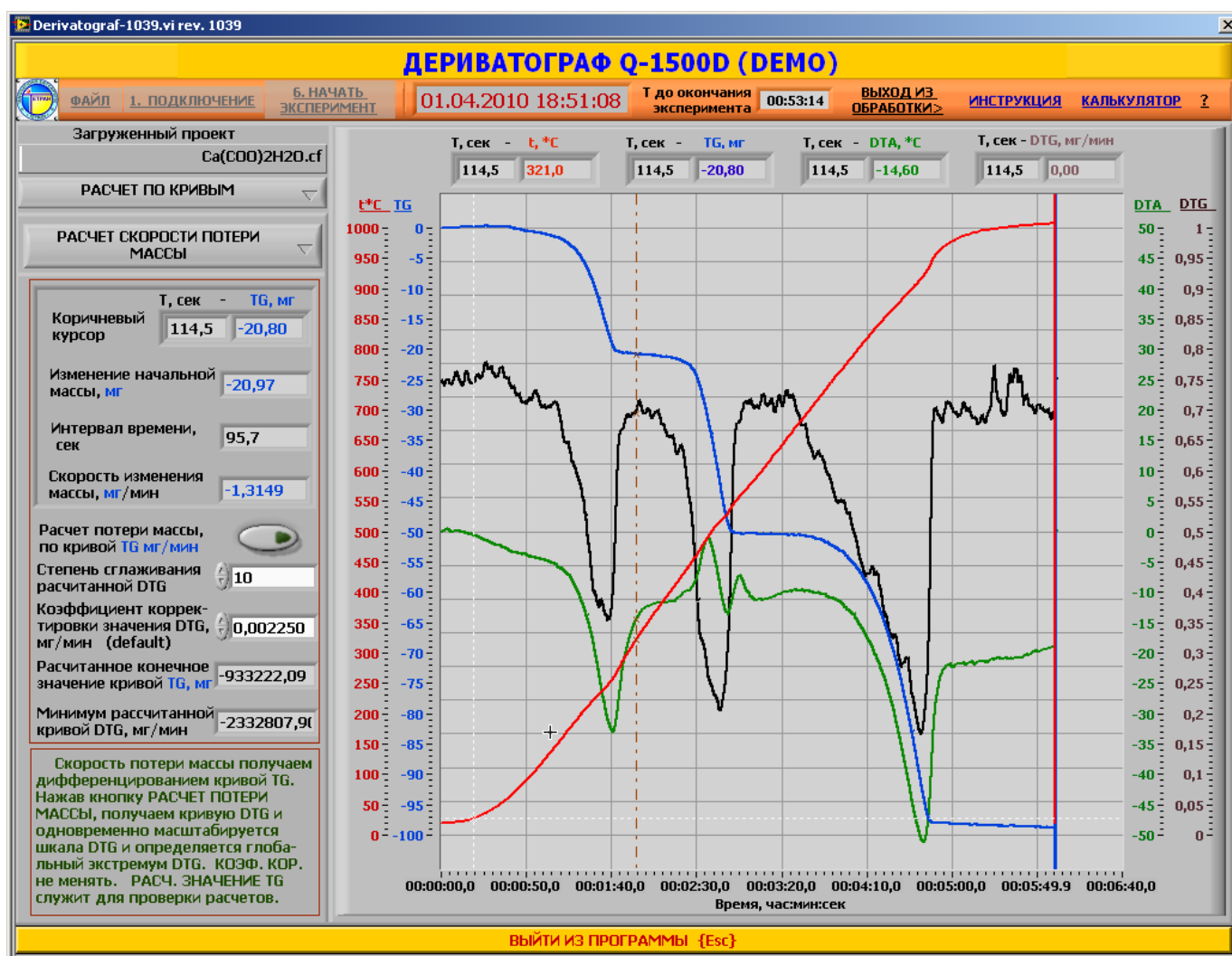


Рисунок 5.1 – Передняя панель Режим ОБРАБОТКА ДАННЫХ

На экране в конце кривых видны «выбросы» красного цвета. Скорее всего, в сохраненном файле **Ca(COO)2H2O.tab** были дописаны данные при кратковременных запусках эксперимента с одним и тем же конфигурационным файлом **Ca(COO)2H2O.cf**, Рис. 5.1. А выбросы – это текстовые заголовки превращенные программой считывания данных в числа.

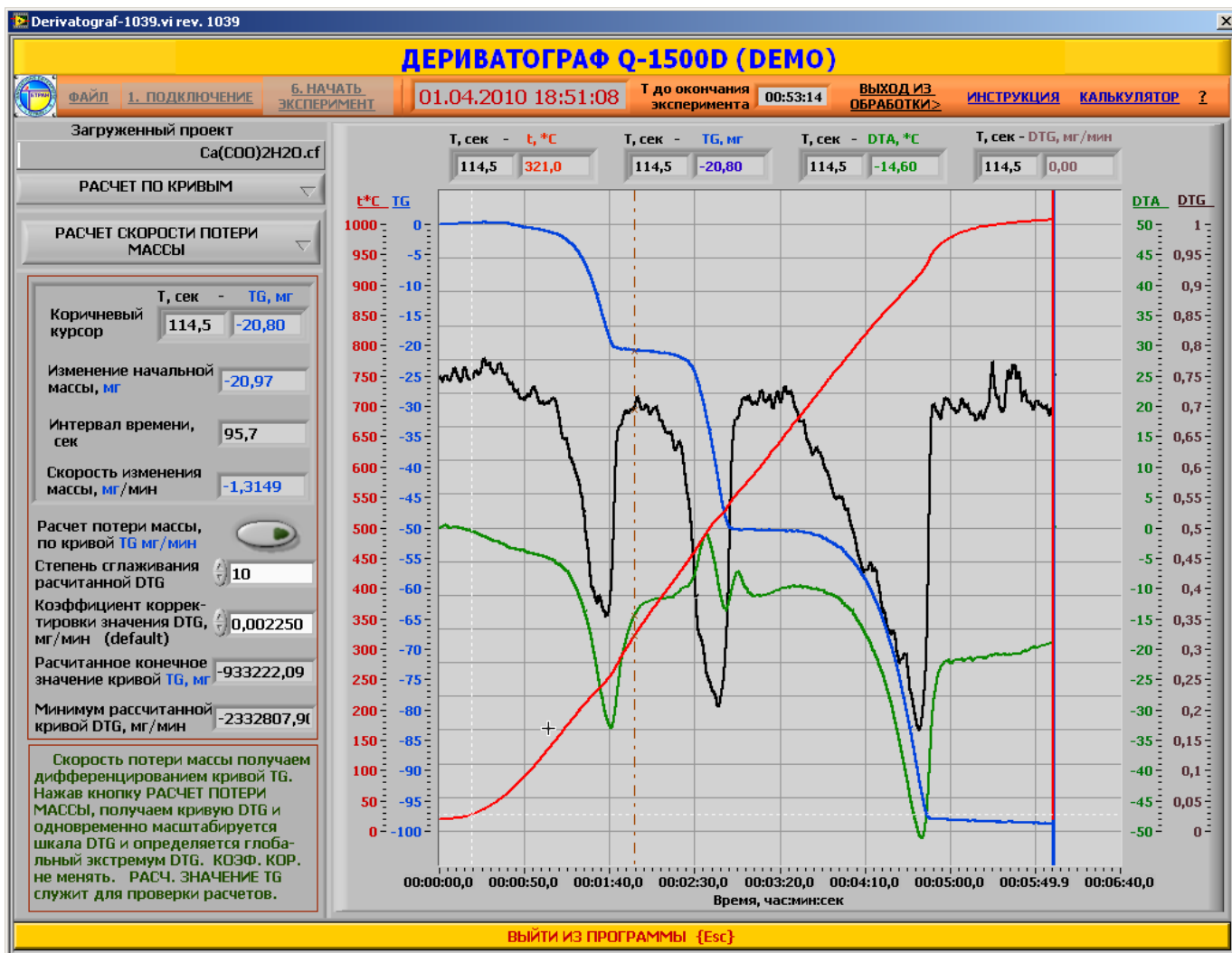


Рисунок 5.2 – Передняя панель Калибровка кривых при режиме РАСЧЕТ ПО КРИВЫМ

На Рис. 5.3 видно, что «выбросы» на кривых приводят к невозможности осуществления расчетов по таким кривым. Причем «выбросы» могут быть и в начале кривых, если эксперимент прерывался в начале, а затем запускался.

Лучше всего, чтобы снятые файлы \*.tab и \*.xls, предназначенные для дальнейших расчетов, имели вид как на Рис. 2.4 – то есть имели заголовок и таблицу данных оканчивающихся только на последнюю строку данных.

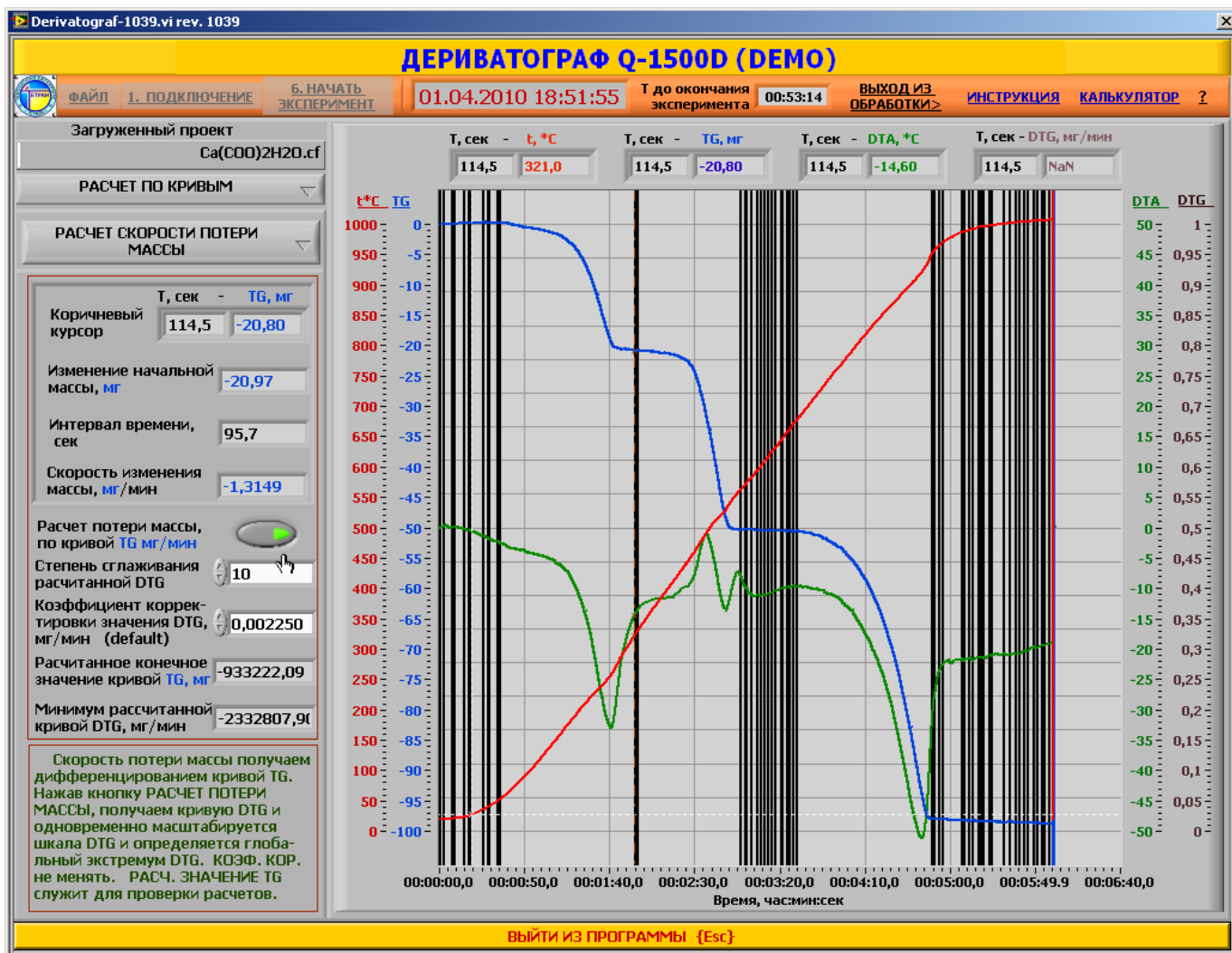


Рисунок 5.3 – Передняя панель в режиме РАСЧЕТ СКОРОСТИ ПОТЕРИ МАССЫ

В режиме СГЛАЖИВАНИЕ КРИВЫХ, Рис. 4.2, имеется возможность не отображать на графике лишние данные в начале и в конце кривых. На Рис. 5.4а приведены Созданный в режиме ЭКСПЕРИМЕНТ файл \*.tab. Лучше всего уничтожить в файле лишние данные, Рис. 5.4.б.

359,2000	0,2120	0,2351	-0,0899	0,1454
359,3000	0,2120	0,2350	-0,0898	0,1450
359,4000	0,2120	0,2350	-0,0898	0,1450
359,5000	0,2121	0,2350	-0,0897	0,1444
359,6000	0,2121	0,2349	-0,0900	0,1440
359,7000	0,2121	0,2348	-0,0900	0,1440
359,8000	0,2121	0,2347	-0,0901	0,1438
359,9000	0,2121	0,2346	-0,0904	0,1436
360,0000	0,2121	0,2346	-0,0903	0,1437

-----

Дата и время начала эксперимента: 19.08.2009 15:14:00

1. Серийный номер дериватографа: 123456
2. Место проведения эксперимента: Лаб 54
3. Фамилия и должность оператора: Сидоров
4. Исследуемый образец: K2Cr2O5
5. Номер исследуемого образца: 78
6. Вес исследуемого образца: 400 мг
7. Конечная температура и скорость нагрева: 1020\*С, 10\*С/мин
8. Пояснения к эксперименту: в атмосфере азота

-----

T,сек	t*С	tG	DTA	DTG
0,0000		0,0059	0,0055	-0,0057
1,0000		0,0059	0,0056	-0,0058

Рисунок 5.4а – Дописанные после конца эксперимента данные в файл \*.tab

359,0000	0,2120	0,2352	-0,0900	0,1467
359,1000	0,2120	0,2352	-0,0897	0,1461
359,2000	0,2120	0,2351	-0,0899	0,1454
359,3000	0,2120	0,2350	-0,0898	0,1450
359,4000	0,2120	0,2350	-0,0898	0,1450
359,5000	0,2121	0,2350	-0,0897	0,1444
359,6000	0,2121	0,2349	-0,0900	0,1440
359,7000	0,2121	0,2348	-0,0900	0,1440
359,8000	0,2121	0,2347	-0,0901	0,1438
359,9000	0,2121	0,2346	-0,0904	0,1436
360,0000	0,2121	0,2346	-0,0903	0,1437

Дата и время начала эксперимента: 19.08.2009 15:14:00

1. Серийный номер дериватографа: 123456
2. Место проведения эксперимента: Лаб 54
3. Фамилия и должность оператора: Сидоров
4. Исследуемый образец: K2Cr2O5
5. Номер исследуемого образца: 78
6. Вес исследуемого образца: 400 мг
7. Конечная температура и скорость нагрева: 1020\*С, 10\*С/мин
8. Пояснения к эксперименту: в атмосфере азота

T, сек	t*С	TG	DTA	DTG
0,0000		0,0059	0,0055	-0,0057
1,0000		0,0059	0,0056	-0,0058

Рисунок 5.4б – Дописанные после конца эксперимента данные в файл \* выделены для уничтожения

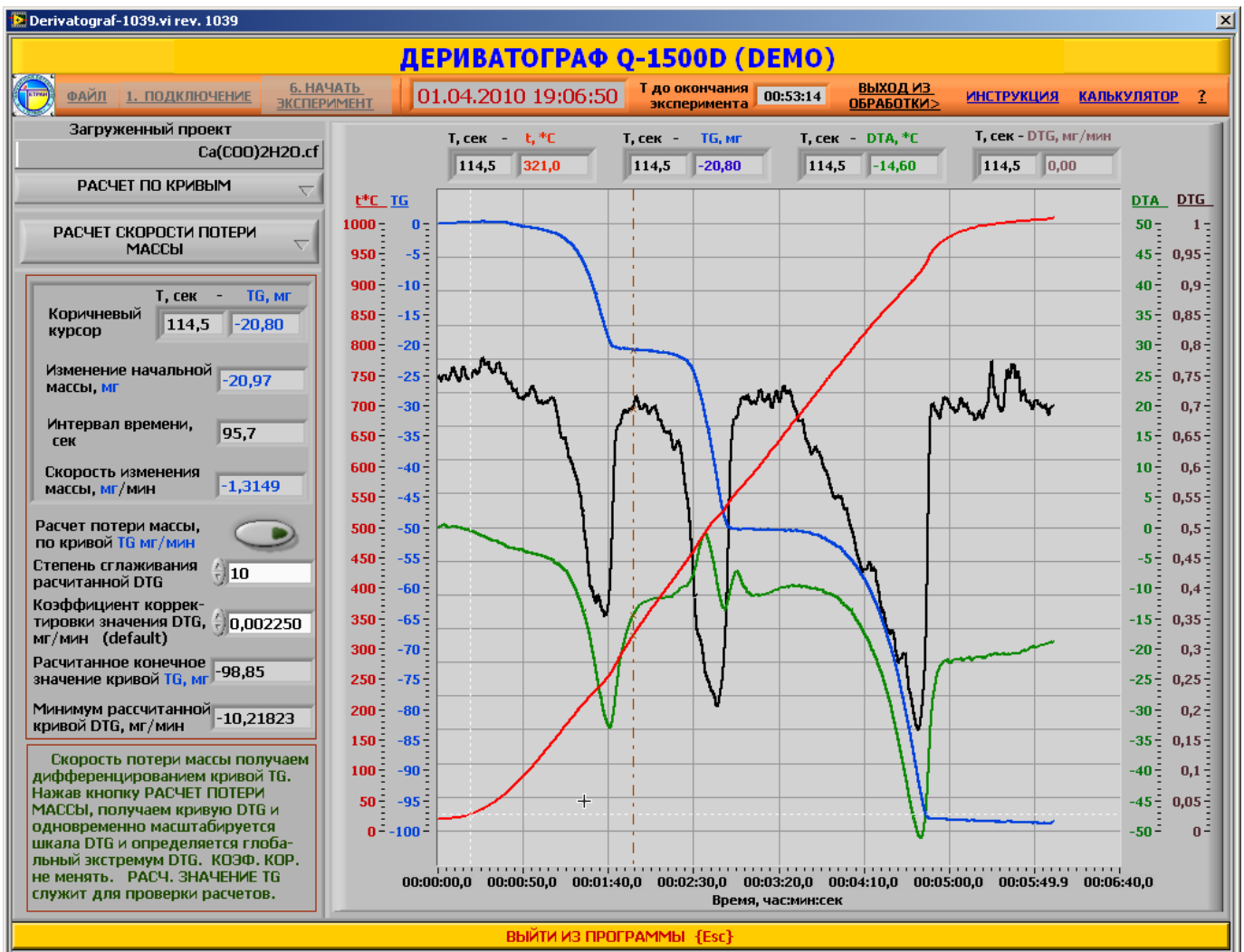


Рисунок 5.5 – Передняя панель в режиме с отброшенными ненужными данными.

## 6 Результат работы режима СОХРАНЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ

Ниже приведен отчет, в котором выбраны только ПЕЧАТЬ РЕЗУЛЬТАТОВ ЭКСПЕРИМЕНТА, ПЕЧАТЬ РЕЗУЛЬТАТОВ ОБРАБОТКИ ЭКСПЕРИМЕНТА, ПЕЧАТЬ РЕЗУЛЬТАТОВ ОБРАБОТКИ ЭКСПЕРИМЕНТА ОТ t\*С.

### Проект: Default.cf

Дата и время начала

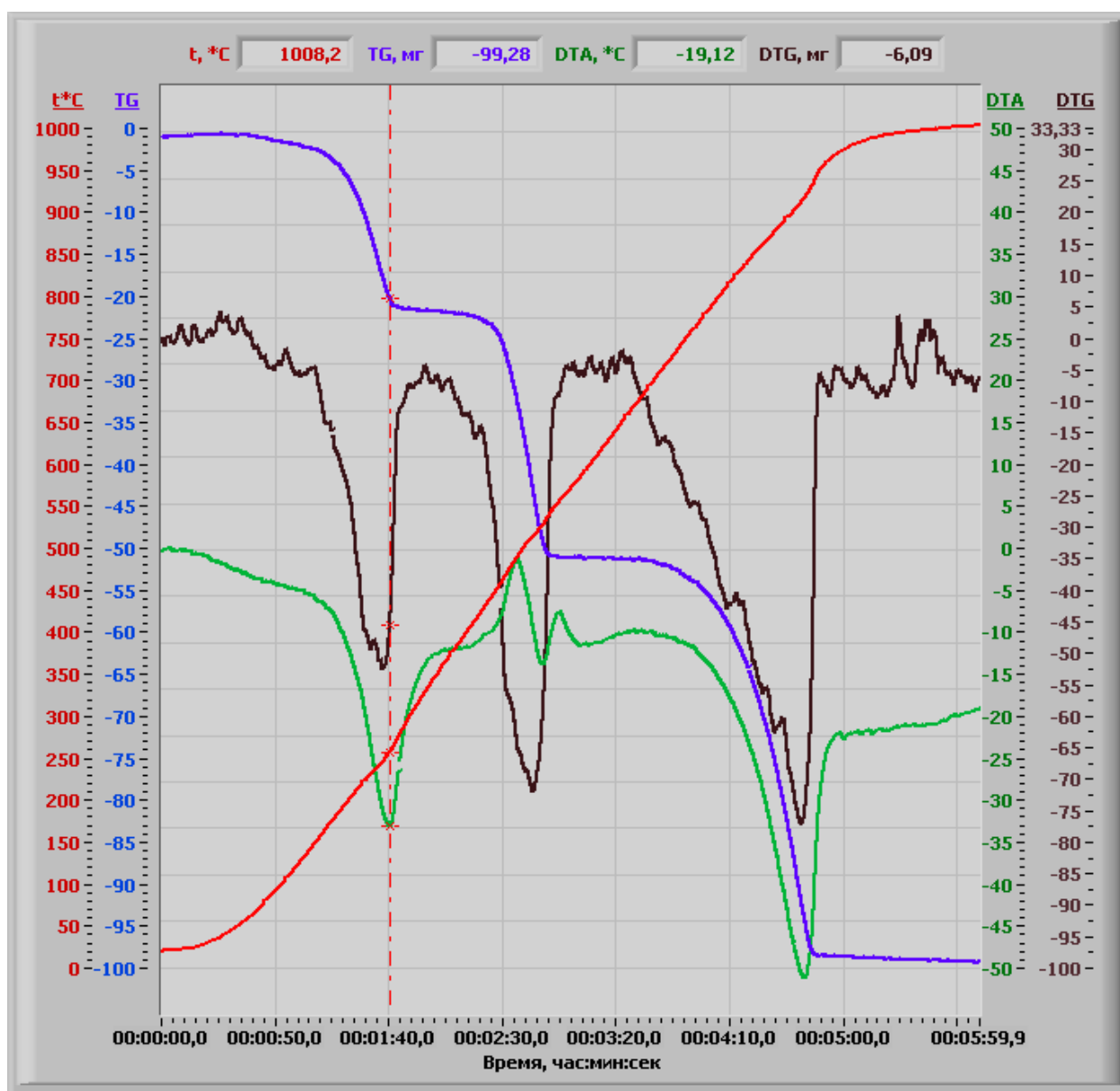
эксперимента: 17.07.2009 11:26:33

1. Серийный номер дериватографа: 123456
2. Место проведения эксперимента: Лаб 54
3. Фамилия и должность оператора: Сидоров
4. Исследуемый образец: K2Cr2O5
5. Номер исследуемого образца: 78
6. Вес исследуемого образца: 400 мг
7. Конечная температура и скорость нагрева: 1020\*С, 10\*С/мин
8. Пояснения к эксперименту: в атмосфере азота





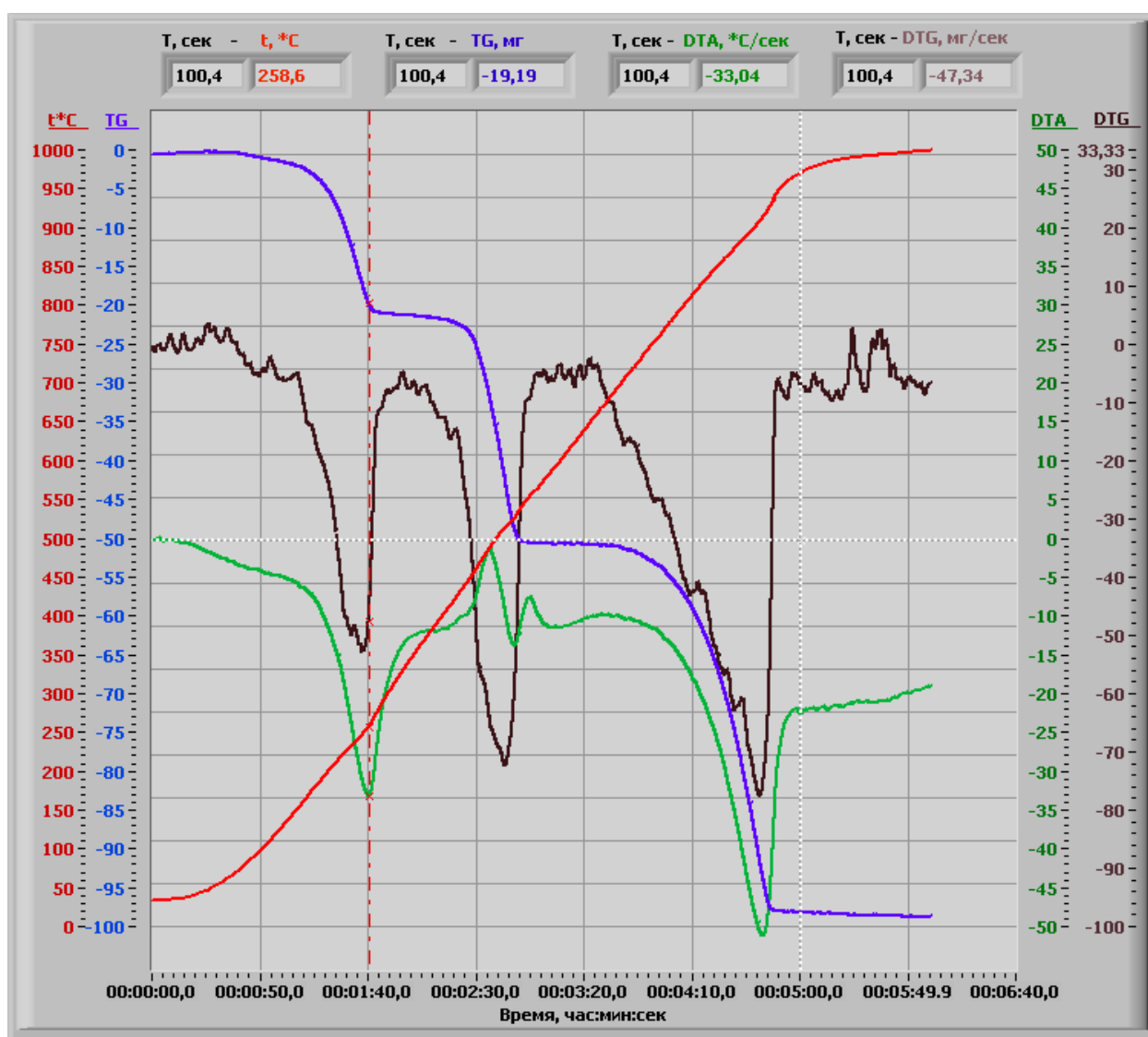
## Зависимости от времени, полученные в эксперименте



## Калибровочные коэффициенты эксперимента

Параметр	Величина параметра
Максимум шкалы $t^*C$ , град. C	1000,00000
Минимум шкалы $t^*C$ , град. C	0,00000
Усиление по каналу $t^*C$	3,75000
Смещение нуля по каналу $t^*C$	0,07900
Максимум шкалы TG, мг	0,00000
Минимум шкалы TG, мг	-100,00000
Усиление по каналу TG	-3,75000
Смещение нуля по каналу TG	-0,00736
Максимум шкалы DTA, *C	50,00000
Минимум шкалы DTA, *C	-50,00000
Усиление по каналу DTA	3,75000
Смещение нуля по каналу DTA	-0,00540
Максимум шкалы DTG, мг/мин	33,33333
Минимум шкалы DTG, мг/мин	-100,00000
Усиление по каналу DTG	-3,75000
Смещение нуля по каналу DTG	0,90659

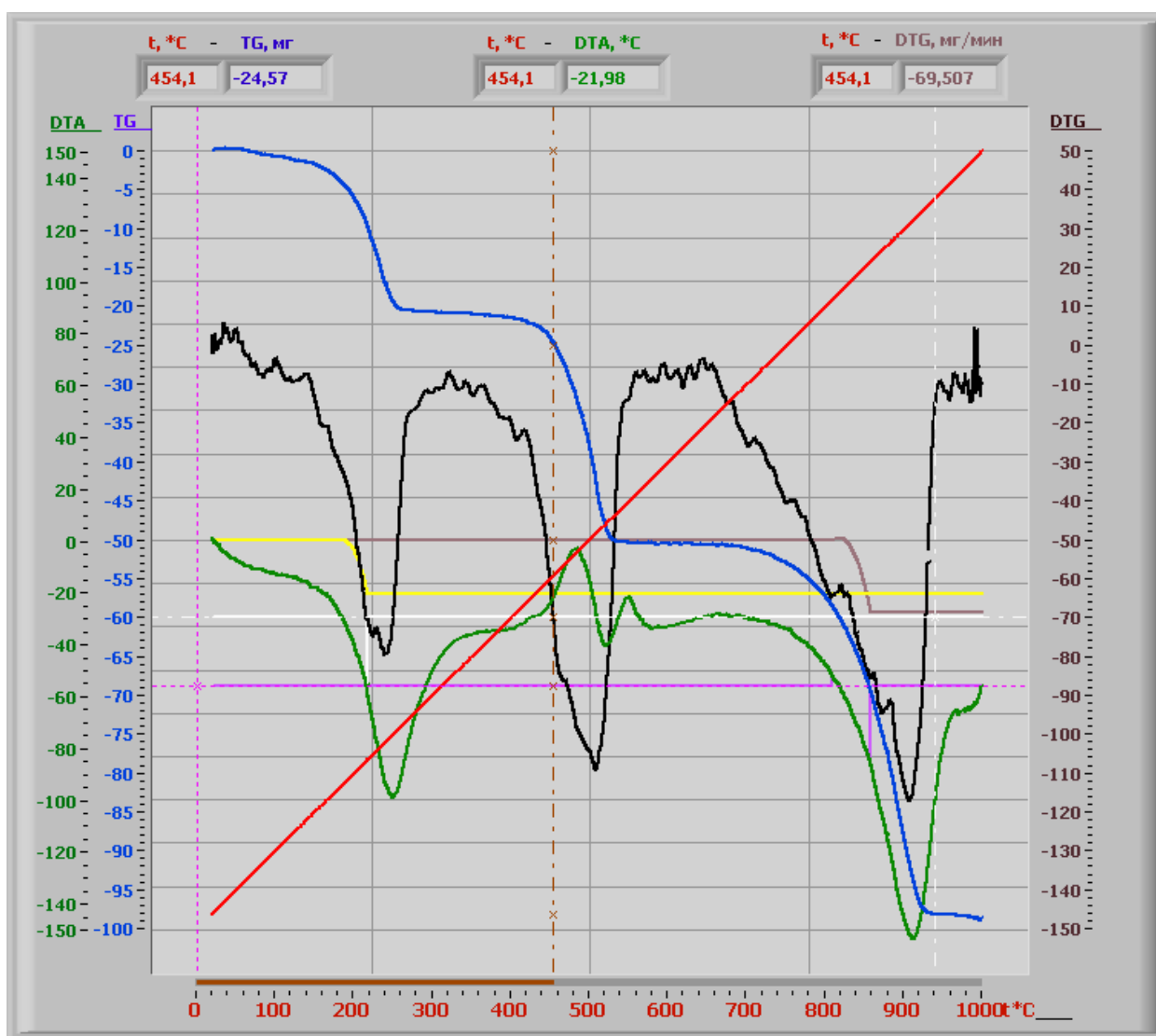
## Зависимости от времени, полученные при обработке результатов эксперимента



## Калибровочные коэффициенты при обработке результатов эксперимента

Параметр	Величина параметра
Максимум шкалы t*С, град. С	1000,00000
Минимум шкалы t*С, град. С	0,00000
Усиление по каналу t*С	3,75000
Смещение нуля по каналу t*С	0,11475
Максимум шкалы TG, мг	0,00000
Минимум шкалы TG, мг	-100,00000
Усиление по каналу TG	-3,75000
Смещение нуля по каналу TG	0,00262
Максимум шкалы DTA, * С	50,00000
Минимум шкалы DTA, *С	-50,00000
Усиление по каналу DTA	3,75000
Смещение нуля по каналу DTA	-0,00375
Максимум шкалы DTG, мг/мин	33,33333
Минимум шкалы DTG, мг/мин	-100,00000
Усиление по каналу DTG	-3,75000
Смещение нуля по каналу DTG	0,90225

## Зависимости от температуры, полученные при обработке результатов эксперимента



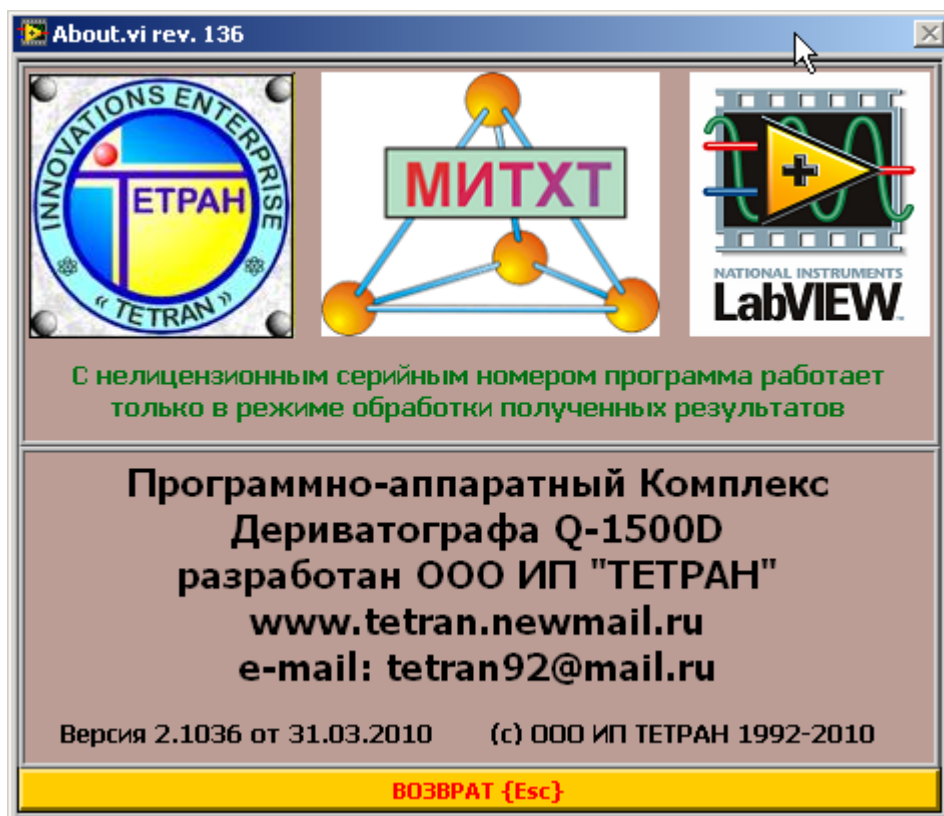
Ниже приведен отчет, в котором выбраны только ПЕЧАТЬ РЕЗУЛЬТАТОВ ЭКСПЕРИМЕНТА.

## Проект: Default.cf

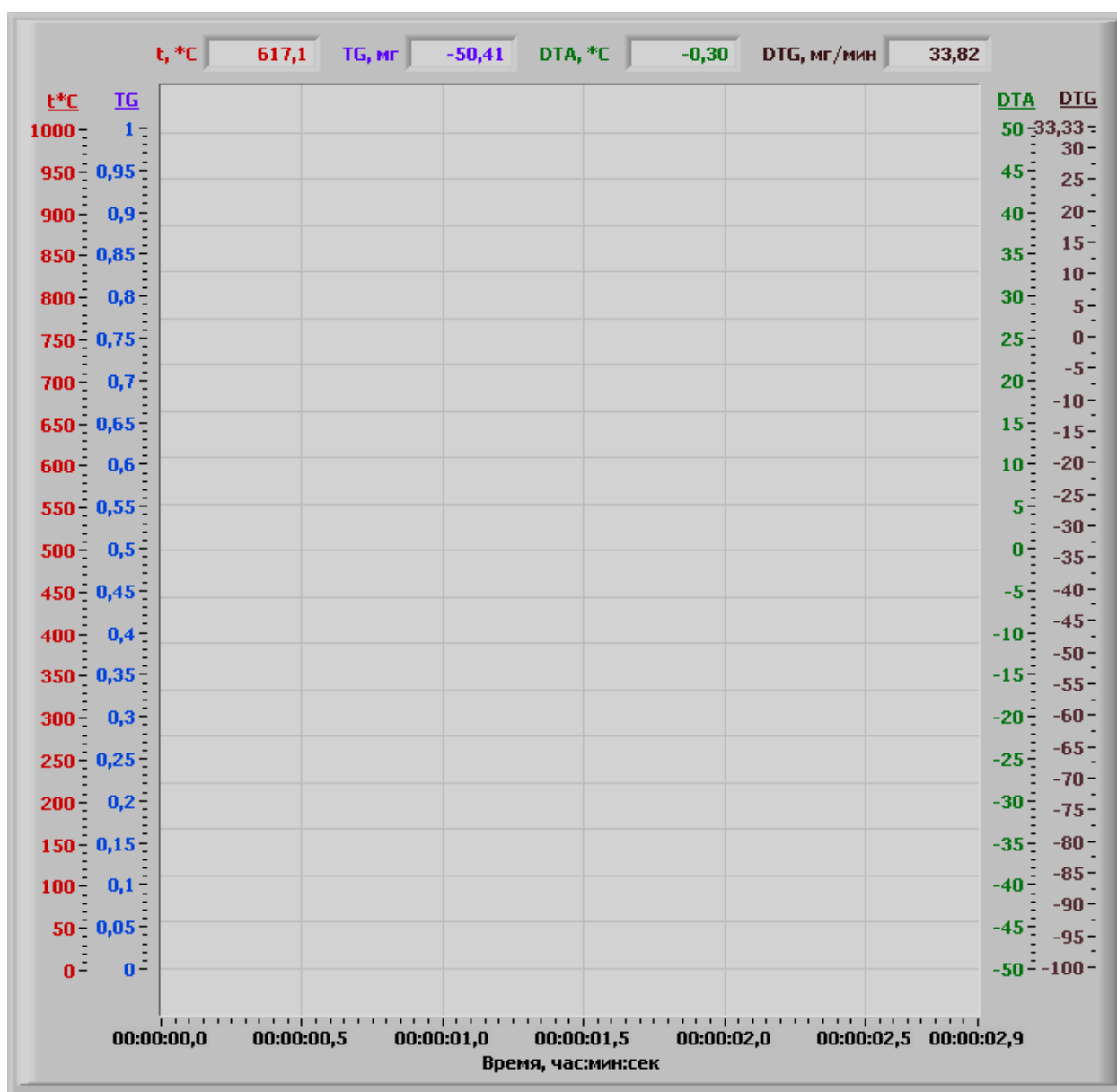
Дата и время начала

эксперимента: 09.07.2009 22:44:07

1. Серийный номер дериватографа: 123456
2. Место проведения эксперимента: Лаб 54
3. Фамилия и должность оператора: Сидоров
4. Исследуемый образец:  $K_2Cr_2O_5$
5. Номер исследуемого образца: 78
6. Вес исследуемого образца: 78.9 мг
7. Конечная температура и скорость нагрева:  $1020^{\circ}C$ ,  $10^{\circ}C/мин$
8. Пояснения к эксперименту:  $Ca(COO)_2 \cdot 2H_2O$



## Зависимости от времени, полученные в эксперименте



В ПРИЛОЖЕНИИ А и ПРИЛОЖЕНИИ Б приведены отчеты полностью.

## 7 Изменение параметров Экрана программы.

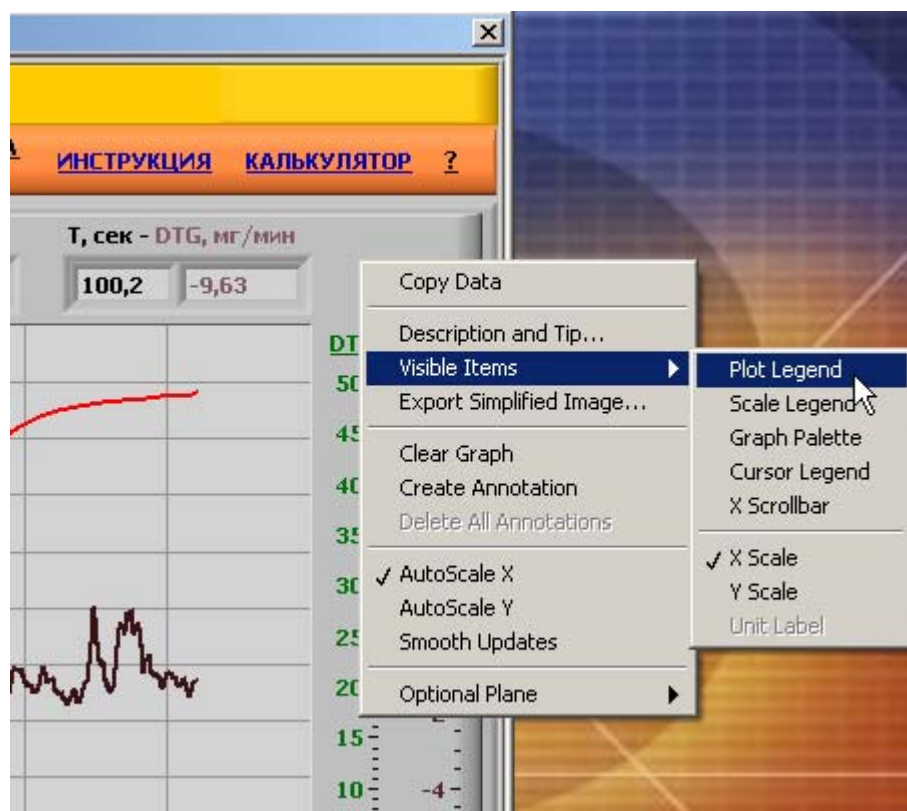


Рисунок 7.1 – Передняя панель

Установив курсор мыши на любое место Экрана на передней панели, Рис. 7.1 и нажав правую кнопку, можно вывести и использовать меню Управления данными на экране. Можно менять цвет кривых, Рис. 7.2 изменять толщину кривых, Рис. 7.3.

Также можно сделать еще очень много изменений в отображении зависимостей на экране. Изменения действуют, только пока программа запущена.



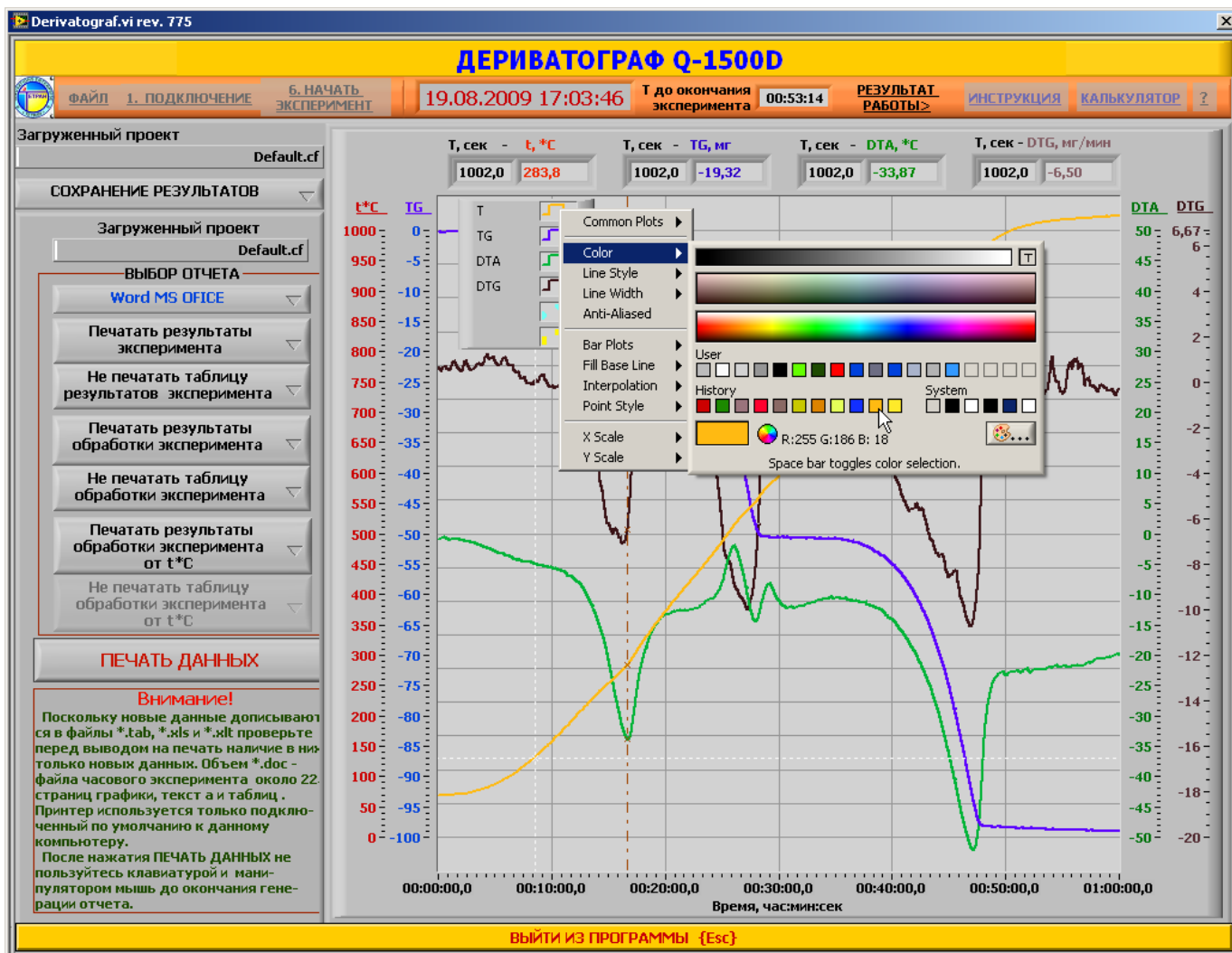


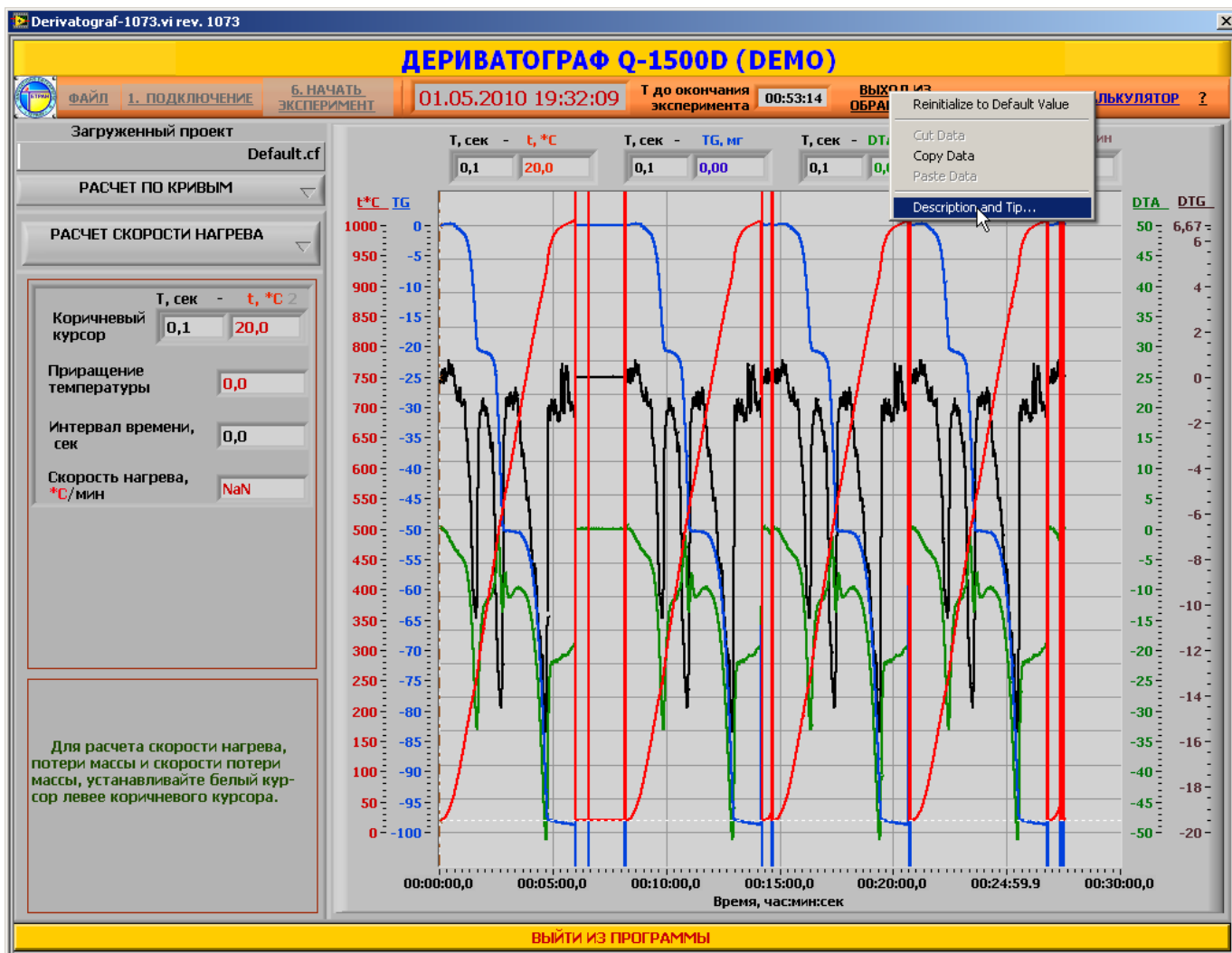
Рисунок 7.2 – Передняя панель Изменение цвета кривых

Нажав на бордюр графика правой кнопкой мыши, вызывается меню, все изменения в котором будут действовать до следующего запуска программы

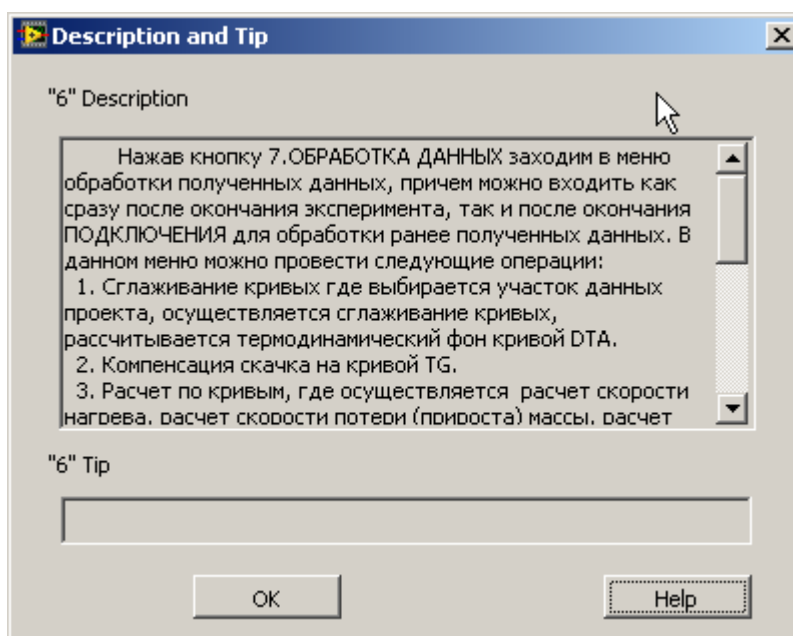


Рисунок 7.3 – Передняя панель Изменение толщины линий

Нажав на бордюр графика правой кнопкой мыши, вызывается меню, все изменения в котором будут действовать до следующего запуска программы.



а)



б)

Рисунок 7.4 – Передняя панель Использование справочных сведений, хранящихся в элементах передней панели

## 7.1 Вызов калькулятора

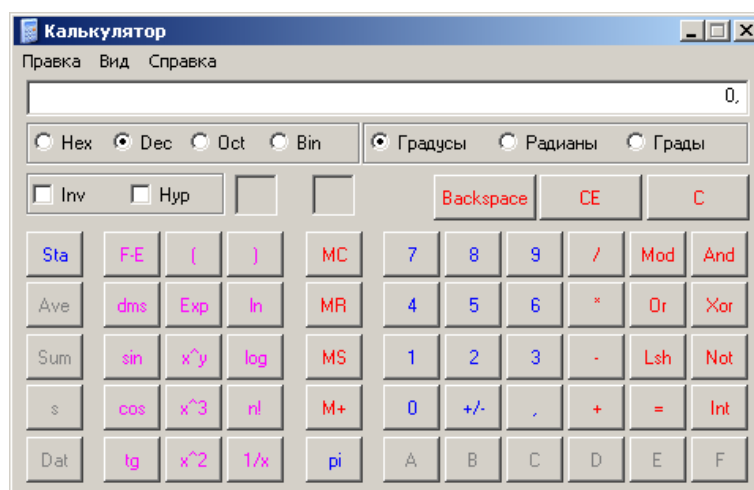


Рисунок 7.5 – Калькулятор, вызываемый нажатием кнопки КАЛЬКУЛЯТОР.

## 7.2 Данные разработчика программы.

При нажатии кнопки ? вызывается следующая панель с данными разработчика:

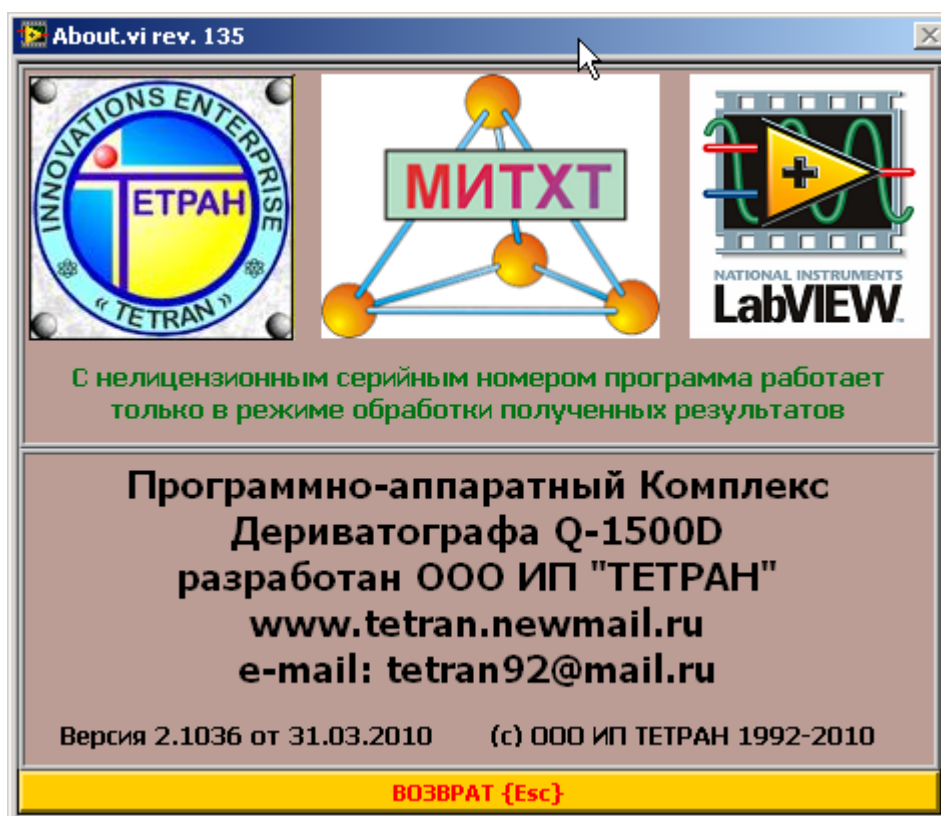


Рисунок 7.6 – Разработчик программы сбора и обработки данных для Дериватографа Q-1500D, фирмы MOM, Венгрия

## 8 ДОПОЛНИТЕЛЬНЫЕ ВОЗМОЖНОСТИ ИНСТАЛЛЯЦИОННОГО ПАКЕТА ВЕРСИИ 1080 И ВЫШЕ

### 8.1 Бесплатная программа для снятия, обработки и сохранения СНИМКОВ ЭКРАНА PicPick версия 2.3.0

Программа устанавливается из инсталляционного пакета для версий 1080 и выше, Рис.8.1.



..	<DIR>	25.06.10 14:43
Installer Derivatograf Q-1500D	<DIR>	25.06.10 12:28
Derivatograf Q-1500D	<DIR>	25.06.10 12:11
picpick_inst2.3.0	exe	3 502 147 08.06.10 06:28
Instruction	pdf	6 738 611 01.05.10 20:07
AdobeRdr930_ru_RU	exe	25 879 608 11.02.10 08:44
Приложение Б	pdf	7 069 301 21.12.09 18:48
Приложение А	pdf	217 076 21.12.09 18:47
NI USB 6008, 6009. Руководство польз..	pdf	810 617 14.11.08 12:08

Рисунок 8.1 –Инсталляционный пакет

Программа PicPick устанавливается запуском инсталляционного пакета picpick\_inst2.3.0.exe. Во время установки необходимо следовать указаниями инсталлятора, соглашаться с предложенными действиями и ничего не изменять. После окончания инсталляции появится иконка внизу справа экрана монитора, Рис.8.2.

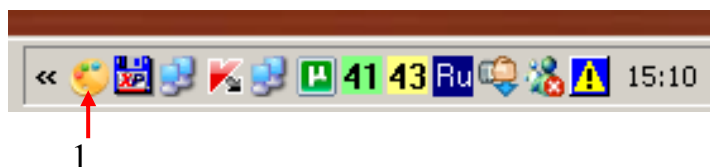
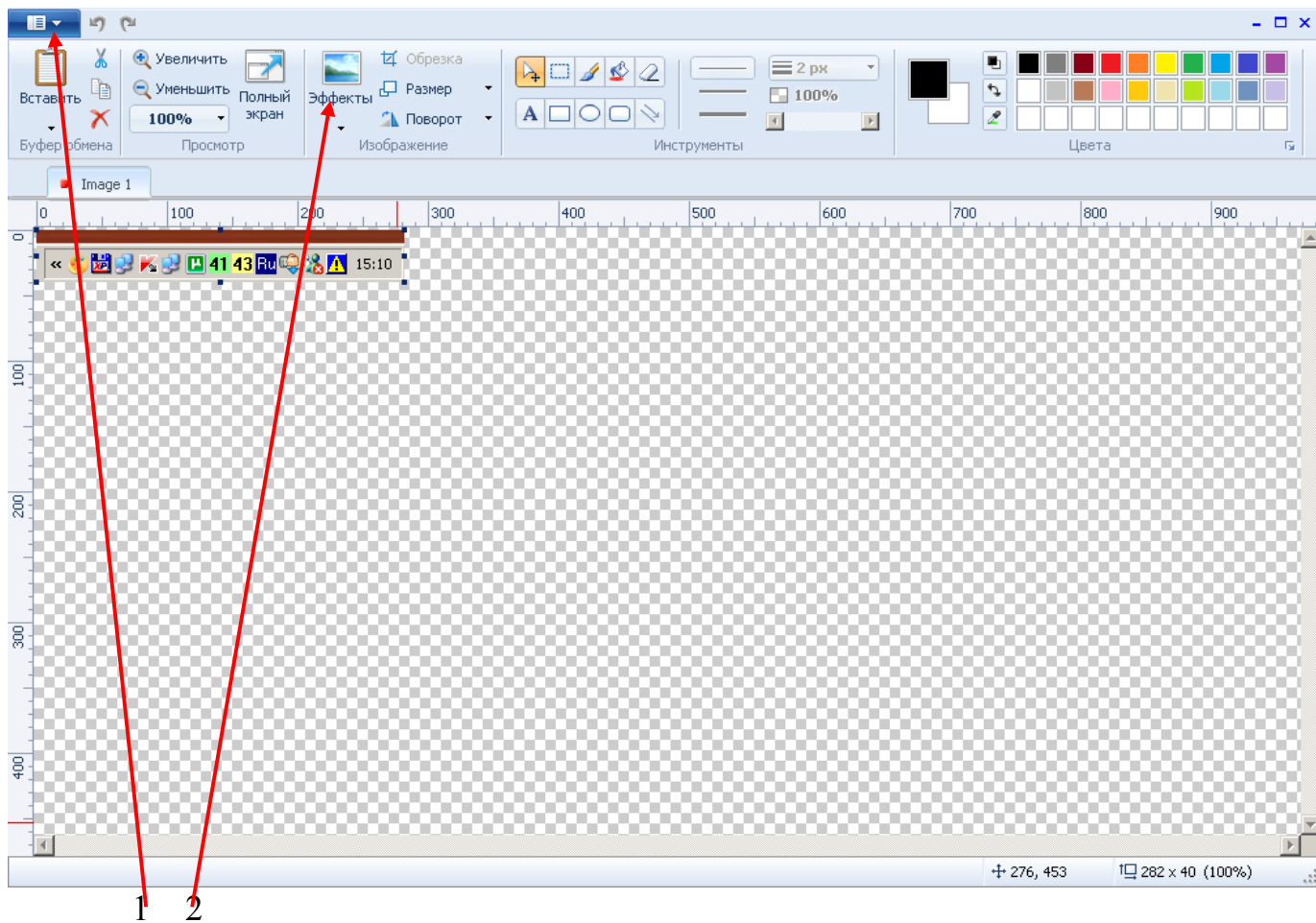


Рисунок 8.2 –1 - Иконка программы PicPick

Запустим программу PicPick, кликнув два раза по иконке на рабочем столе или в панели программ, Рис.8.2. Откроется панель программы PicPick, Рис.8.3.

Войдя первый раз в меню программы, Рис.8.3, нажмите кнопку Настройка программы, Рис.8.4. Откроется Панель Настройки, Рис.8.5. В Панели Настройки войдите в меню Клавиши и выберите слева внизу в открывающемся окне меню HyperSnap, Рис.8.5. Это позволит войти в режим совместимости с программой HyperSnap, являющейся самой удобной для получения копий экрана, но являющейся платной. Для получения копии активного окна следует нажать Ctrl+Shift+A, а для получения копии участка экрана следует нажать Ctrl+Shift+R.



1 – Меню программы, 2 – Эффекты программы  
 Рисунок 8.3 – Панель программы PicPick

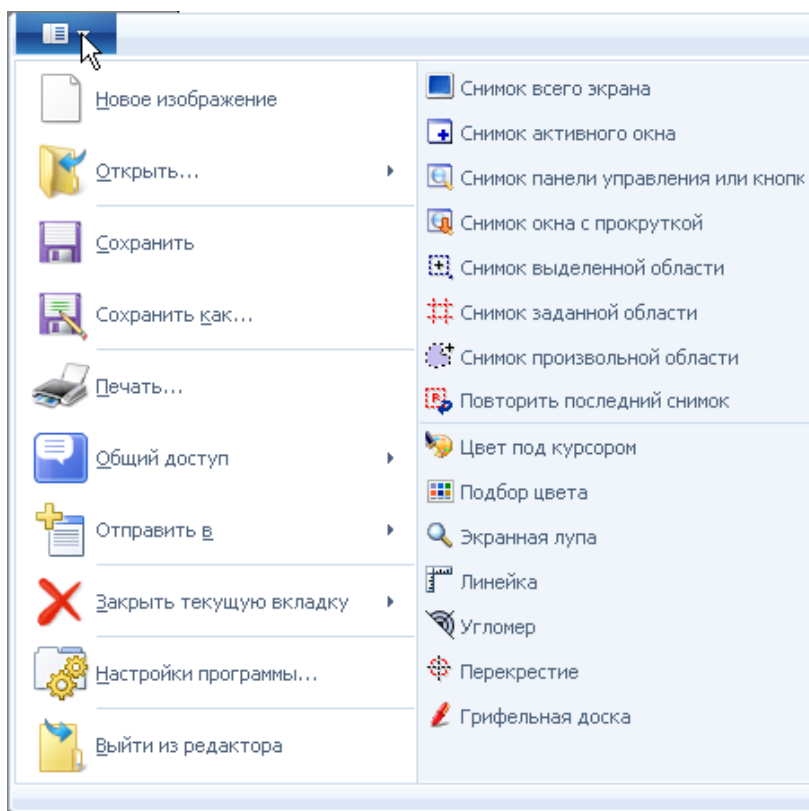


Рисунок 8.4 – Панель меню программы PicPick

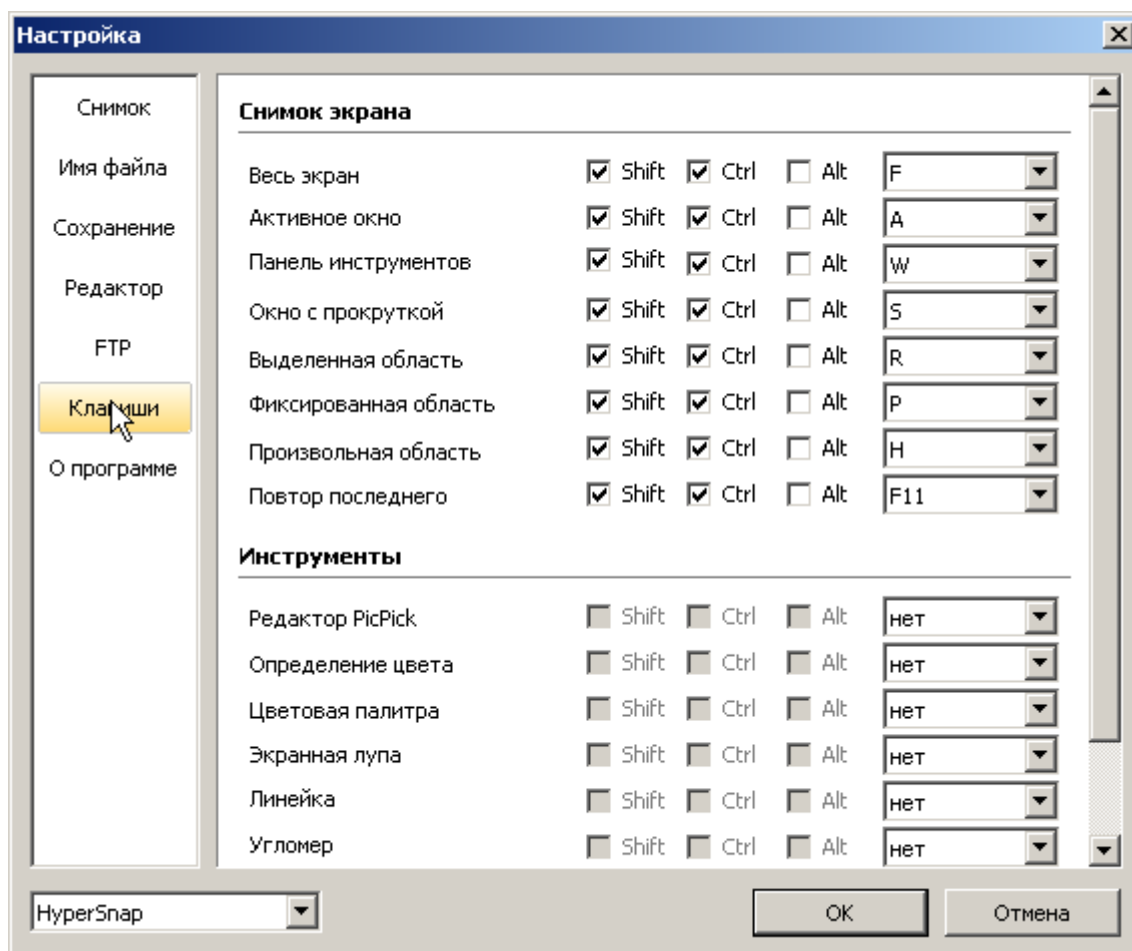


Рисунок 8.5 – Панель меню Настройки программы PicPick

Запустив программу Derivatograf Q-1500D.exe, после окончания инсталляции программы получения данных с дериватографа, можно, используя программ PicPick получить копию любого элемента передней панели программы Derivatograf Q-1500D.exe, а не только те, которые введены в меню СОХРАНЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ, Рис.8.6.

Помимо всего прочего программа PicPick позволяет улучшить РЕЗКОСТЬ и откорректировать яркость и контраст изображения так, что, скажем можно убрать серый цвет копий панелей в программе PicPick. Для этого надо войти в пункт меню ЭФФЕКТЫ, Рис.8.3.

Используя меню ЭФФЕКТЫ можно получить копии экрана, приведенные на Рис.8.8 а) и б). То есть можно получить необходимые виды изображений участков переднее панели программы Derivatograf Q-1500D.exe во время сбора данных или во время обработки.

Кстати, данный документ создан с использованием программы PicPick.

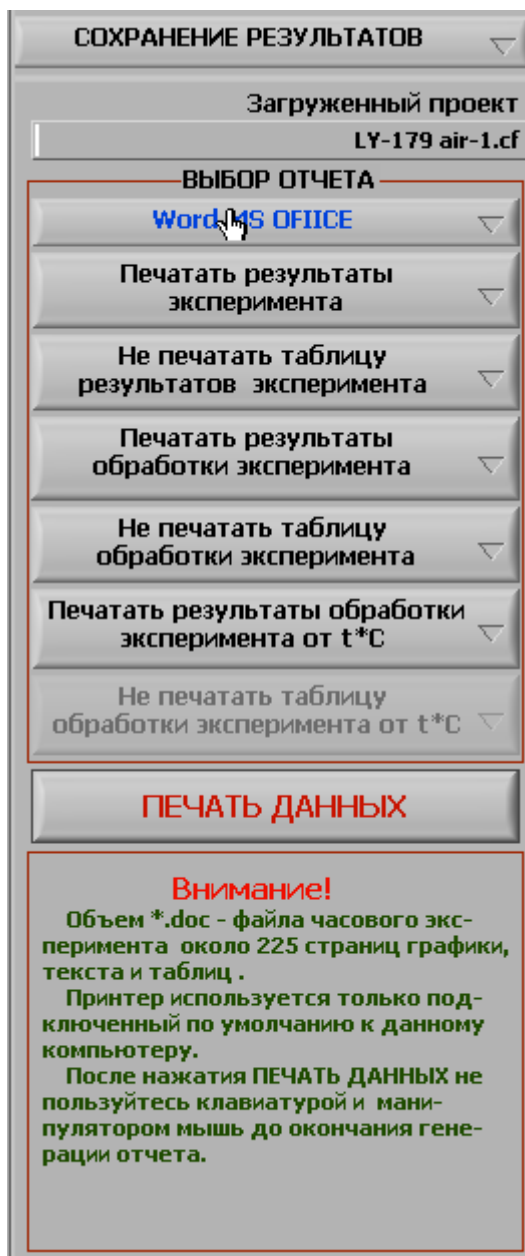


Рисунок 8.6 – Панель меню СОХРАНЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ

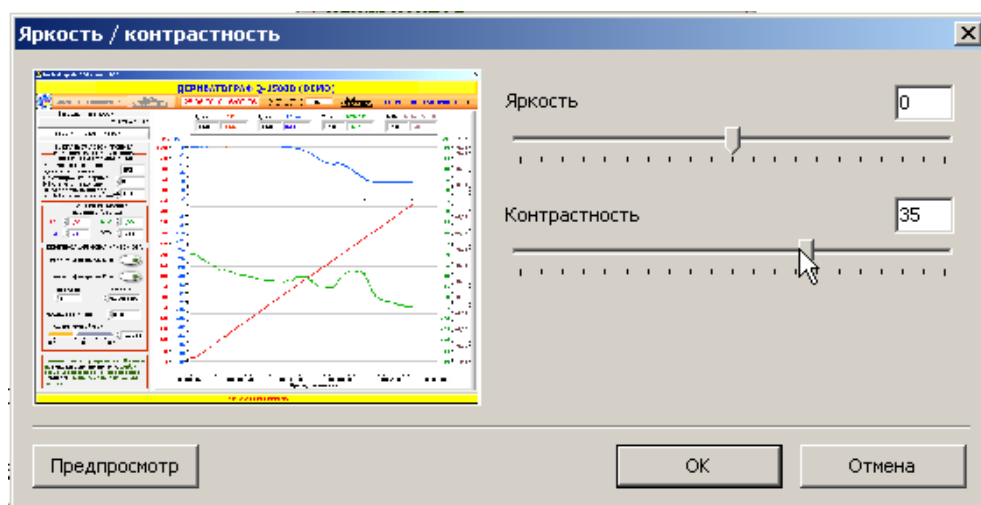
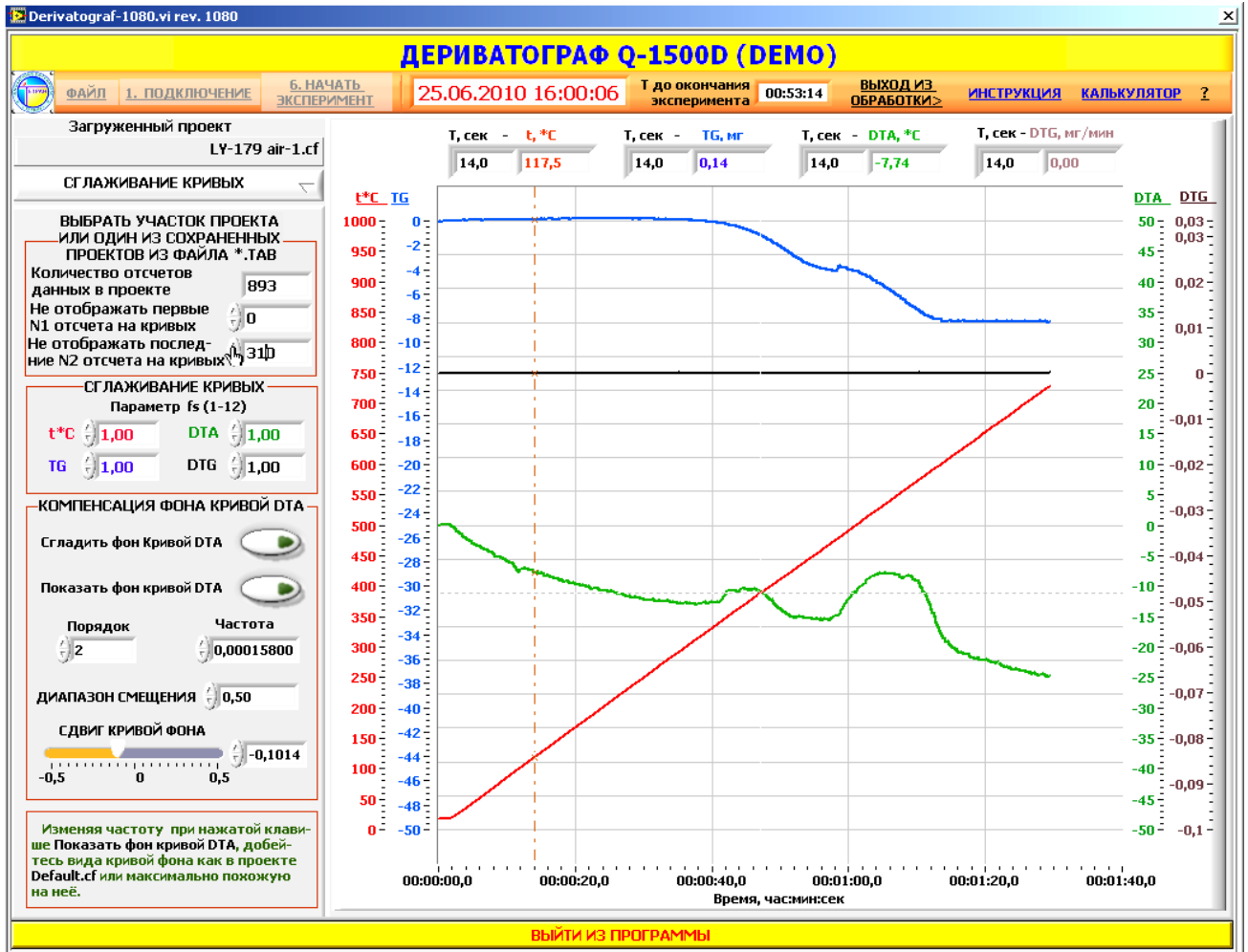
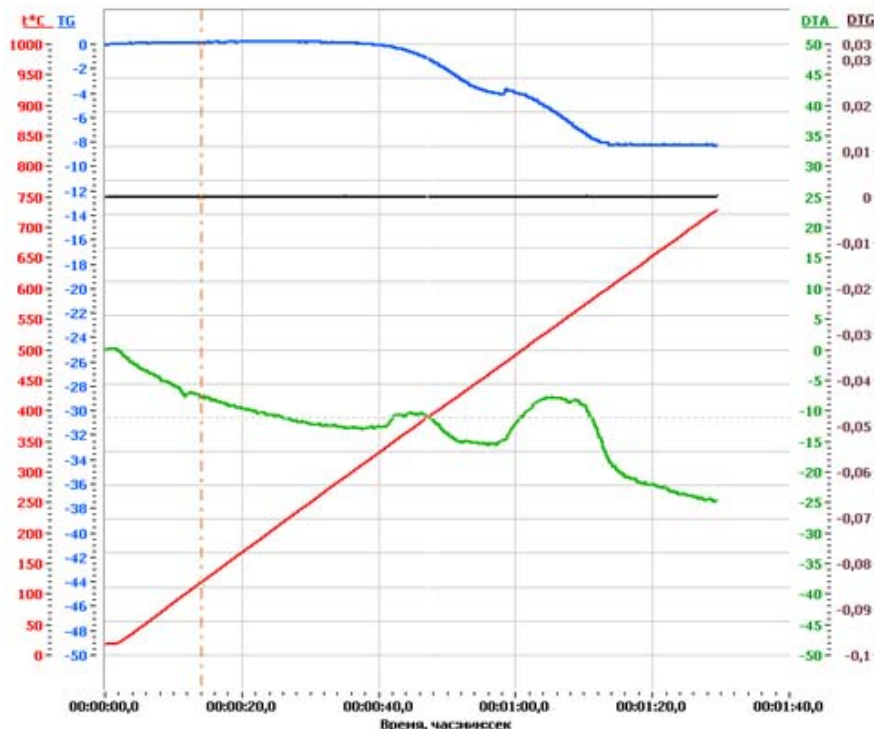


Рисунок 8.7 – Рисунок 8.7 – Панель меню программы PicPick 3.3 - ЭФФЕКТ-ЯРКОСТЬ/КОНТРАСТ





а)



б)

Рисунок 8.8 – Результат работы МЕНЮ ЭФФЕКТ-ЯРКОСТЬ/КОНТРАСТ

## 9 ДОПОЛНИТЕЛЬНЫЕ ВОЗМОЖНОСТИ ИНСТАЛЛЯЦИОННОГО ПАКЕТА ВЕРСИИ 1150 И ВЫШЕ

### 9.1 Поддержка версий дериватографа.

Программа устанавливается из инсталляционного пакета для версий 1150 и выше, Рис.9.1.

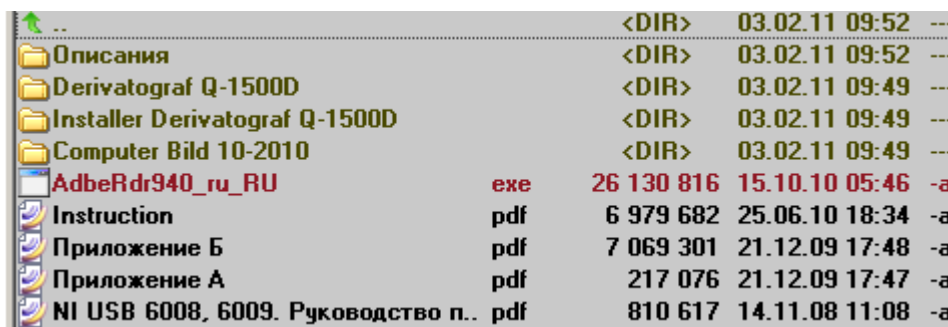


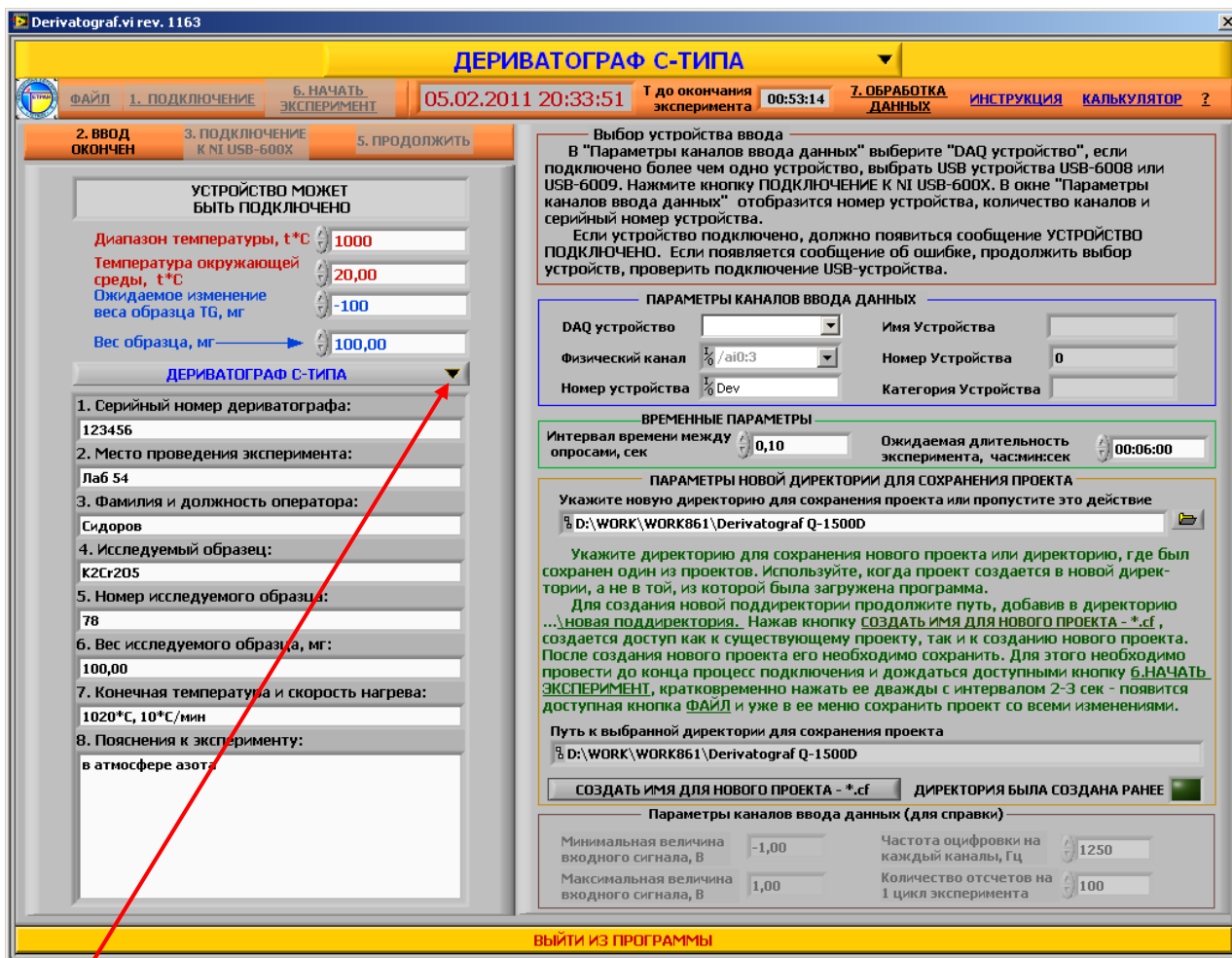
Рисунок 9.1 –Инсталляционный пакет

В версии 1150 и выше поддерживаются следующие дериватографы:

- Дериватограф Q-1500D - основной тип дериватографа,
- Дериватограф С-типа (компьютерный) – в данном дериватографе нет канала DTG, необходимый сигнал рассчитывается по кривой TG как в обработке, так и во время эксперимента. У данного типа дериватографа только один диапазон по температуре – 1000\*С и только один диапазон по весу – 100мг,
- Дериватограф с фоторегистрацией – в данном дериватографе нет канала DTG, необходимый сигнал рассчитывается по кривой TG как в обработке, так и во время эксперимента

### 9.2 Поддержка сравнения сеансов в проекте.

Введено сравнение сеансов проекта, когда необходимо сравнить результаты нескольких сеансов одного проекта, снятые в разные дни, с разными добавками, в разной атмосфере, проверить стабильность параметров выпускаемых материалов и т.д. Для выбора типа дериватографа следует либо выбрать один из конфигурационных файлов: Default-D1500.cf, Default-C.cf или Default-FR.cf. Либо в Меню ПОДКЛЮЧЕНИЕ при запуске любого конфигурационного файла Выбрать необходимый тип дериватографа, а затем сохранить проект под нужным именем, Рис. 9.2. Соответствующее имя выбранного дериватографа появится вверху передней панели программы.



Выбор типа дериватографа

Рисунок 9.2 – Меню ПОДКЛЮЧЕНИЕ

При выборе дериватографа С-типа Диапазоны температуры и веса образца примут следующий вид:

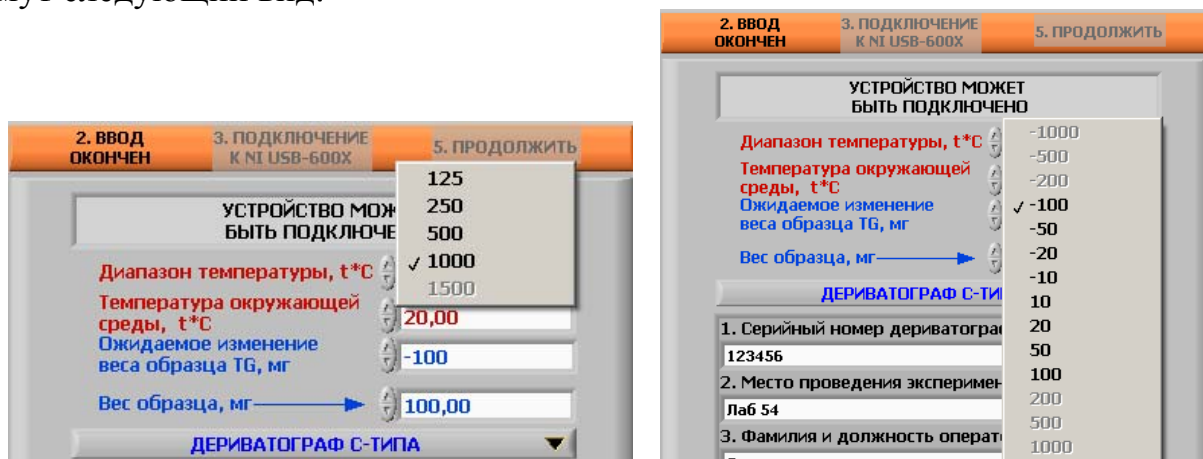


Рисунок 9.3 – Диапазоны по температуре и весу С-типа и фоторегистрирующего дериватографов.

Шкалы на измерительных элементах будут соответствовать выбранным величинам, но в диапазоне 1000\*С и 100мг, т.е. результаты будут получены в 1000\*С диапазоне, а отображаться будут, скажем, в 125\*С шкале. Аналогично по кривой веса.

### 9.3 Расчет кривой DTG в процессе эксперимента.

Кривую производной по весу можно рассчитать в разделе ОБРАБОТКА ДАННЫХ. Но иногда надо знать скорость потери массы в процессе эксперимента. В программу управления экспериментом введен расчет кривой DTG. Для этого перед запуском эксперимента или во время эксперимента необходимо войти в раздел меню СЧИТЫВАНИЕ ДАННЫХ и нажать клавишу Расчетная кривая DTG, Рис. 9.4, причем когда и сколько раз клавиша будет нажата не имеет значения, главное чтобы она была нажата перед окончанием эксперимента, тогда кривая DTG будет сохранена.

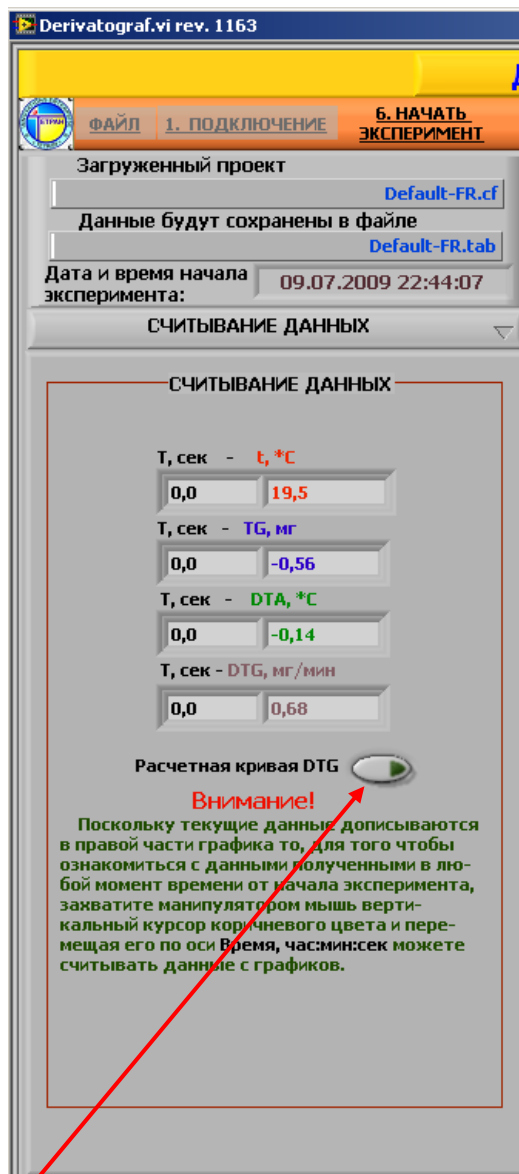
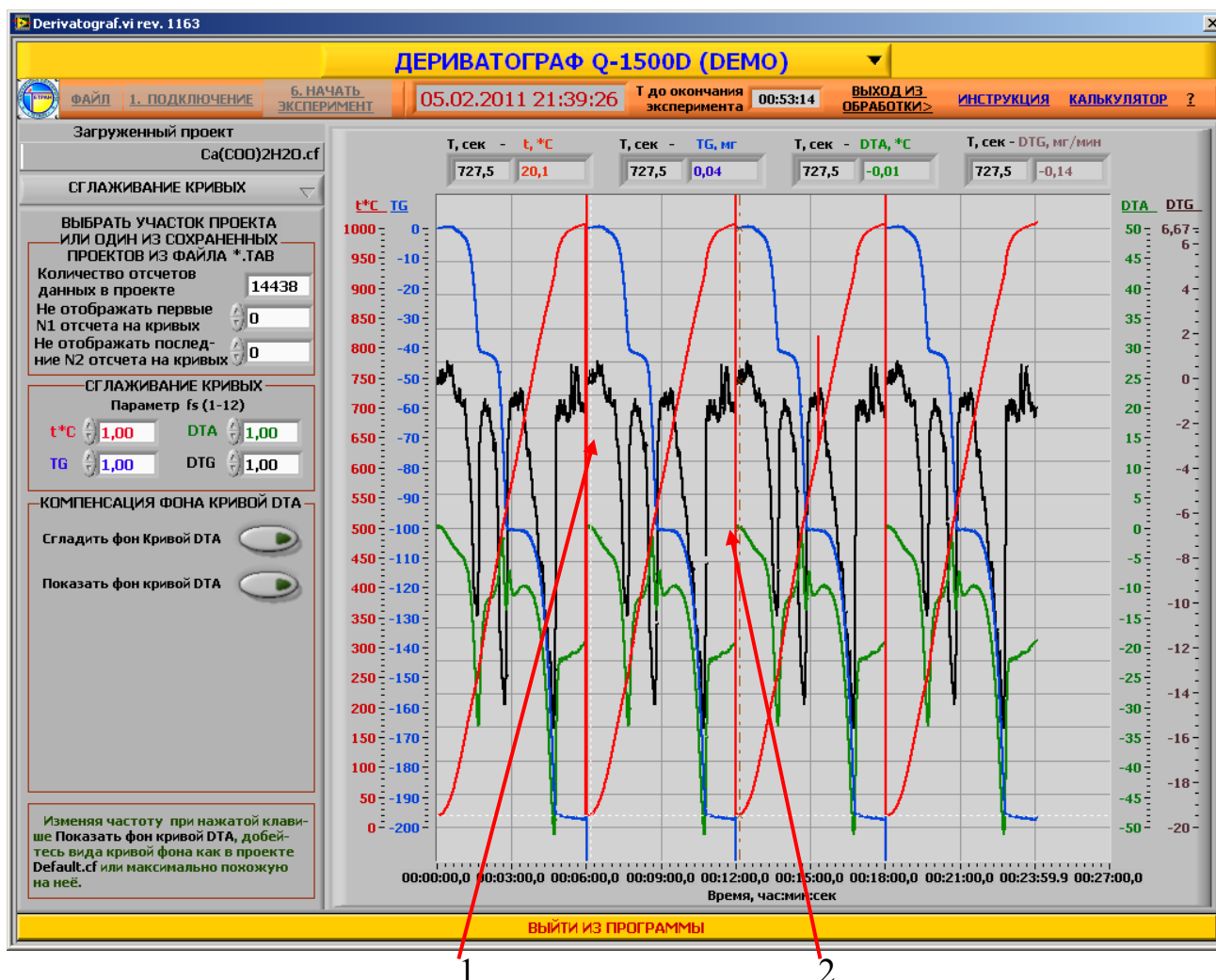


Рисунок 9.4 – Включение Кривой DTG для С-типа и фоторегистрирующего дериватографов

#### 9.4 Сравнение сеансов в многосеансном проекте.

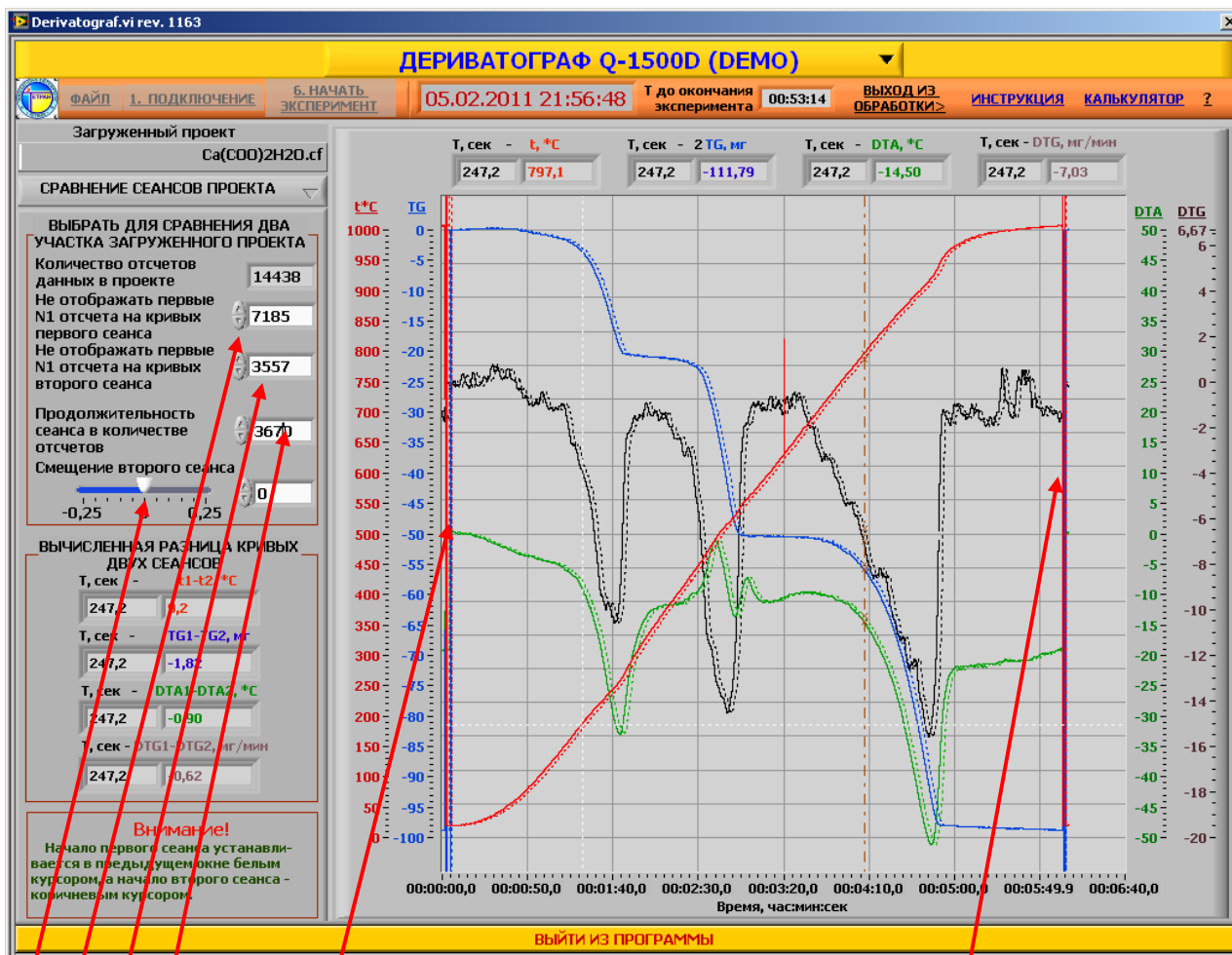
На Рис.9.5 отображен проект, состоящий из пяти сеансов снятых в разное время, но с одним и тем же веществом –  $\text{Ca}(\text{COO})_2\text{H}_2\text{O}$ .



- 1- белый курсор помещен в начало второго сеанса,
- 2- коричневый курсор помещен в начало третьего сеанса.

Рисунок 9.5 – Проект, состоящий из пяти сеансов по 3600 отсчетов в каждом

Сеанс, выделенный белым курсором – первый сеанс, выделенный коричневым курсором – второй сеанс. На Рис. 9.6 показаны эти два сеанса, наложенные на один график причем второй сеанс отображается пунктирными кривыми.



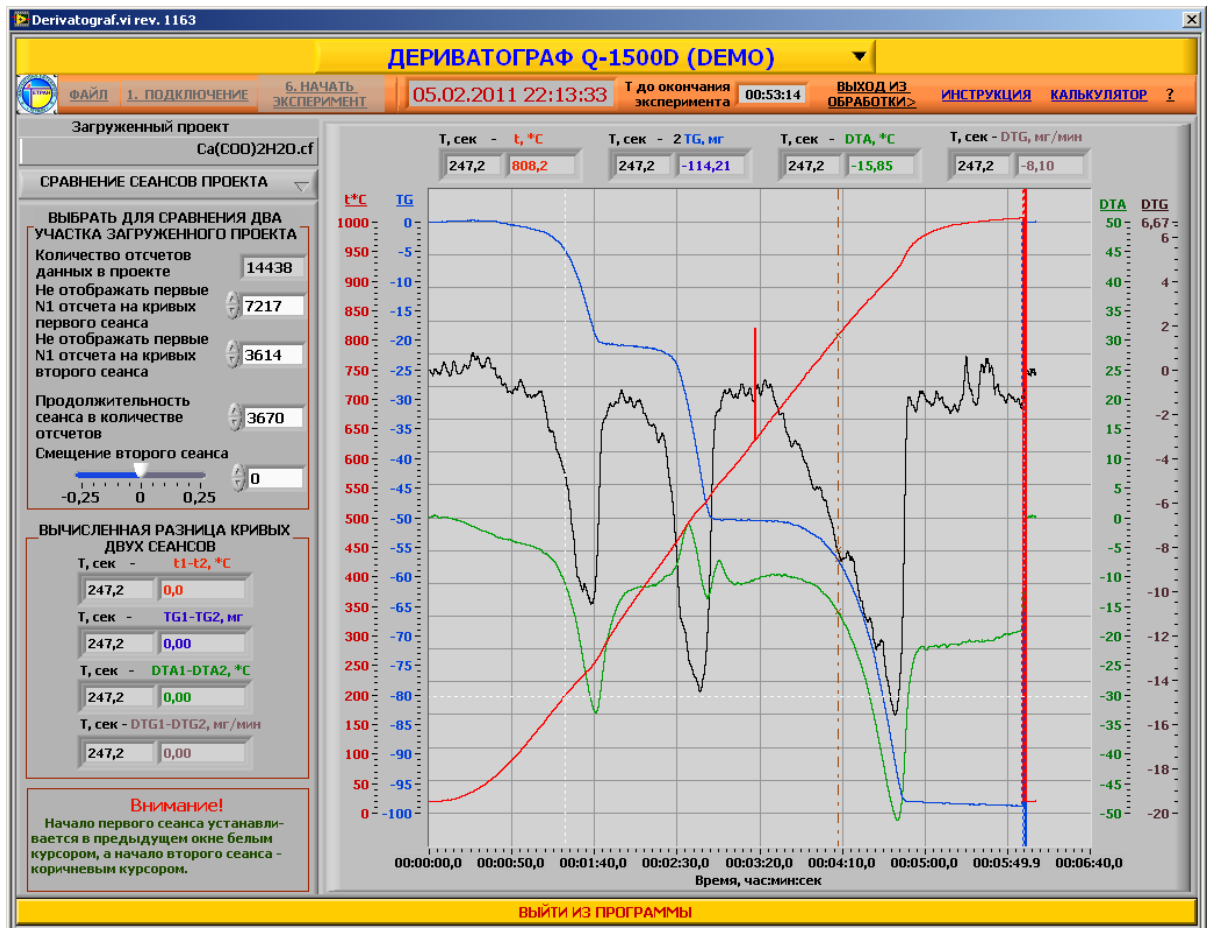
1. Элемент управления, позволяющий смещать кривые второго сеанса относительно первого.
2. Индикатор показывает отступ первого выбранного сеанса от начала всего проекта.
3. Индикатор показывает отступ второго выбранного сеанса от начала всего проекта.
4. Индикатор позволяющий задавать длительность сеансов.
5. Это мешающие элементы текстовых заголовков в начале сеансов.
6. Это мешающие элементы текстовых заголовков в начале следующих сеансов.

Рисунок 9.6 – Проект, состоящий из двух выбранных сеансов по 3600 отсчетов в каждом

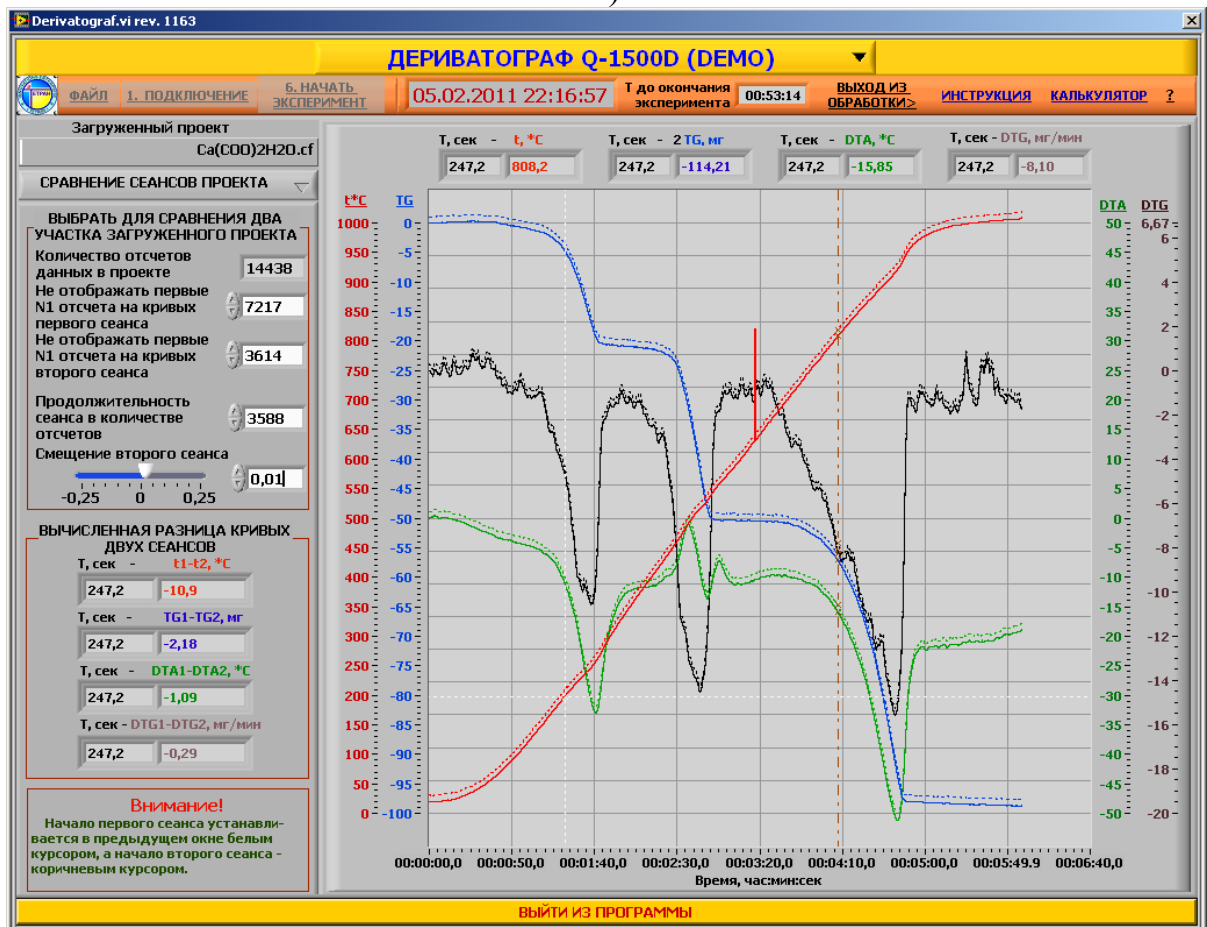
На Рис. 9.6 показаны мешающие элементы 5 и 6. Для их уничтожения и правильного положения начала сеансов необходимо уменьшать содержимое в элементах управления величиной задержки первого и второго сеансов так, чтобы мешающие элементы исчезли, после чего попробовать увеличить значение на 1 до тех пор пока они снова не появятся и затем уменьшить на 1. Если же мешающих элементов нет, то надо увеличивать содержимое элементов управления 2 и 3 по очереди до их появления, а затем уменьшить на 1, Рис. 9.7а.

Мешающие элементы 6 убирают уменьшением содержимого элемента управления 4, Рис. 9.7б.

На Рис. 9.7б элементом управления 1 введено смещение кривых второго сеанса на 0,01 от всей шкалы, отчетливо видны все 8 кривых двух сеансов.



а)



б)

Рисунок 9.7 – Мешающие элементы 5 и 6 убраны

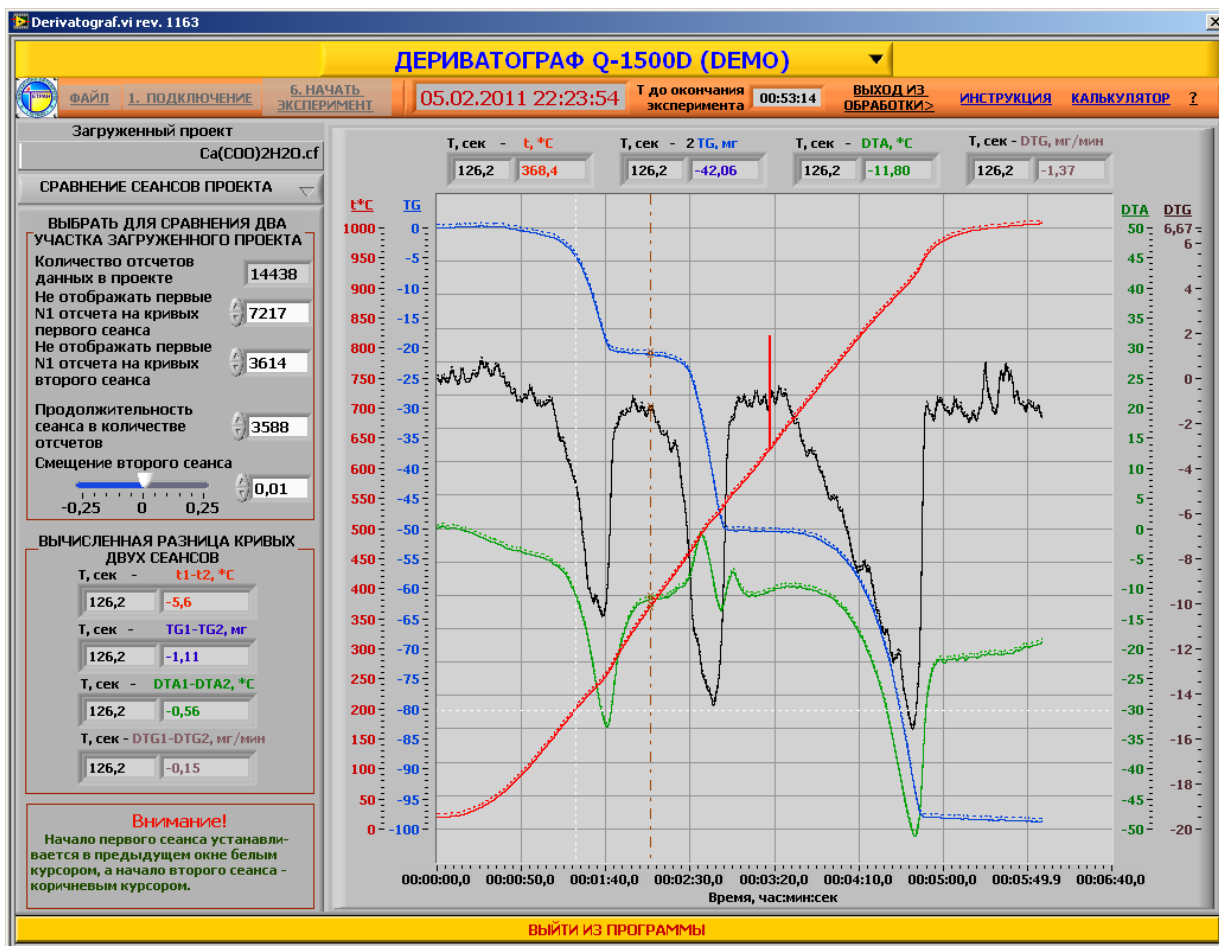


Рисунок 9.8 – Измерение разности кривых: первый сеанс минус кривые второго сеанса

На индикаторах левой панели отображаются вычисленные разности попарно взятых кривых первого сеанса минус второй сеанс.

### 9.5 Конфигурационные файлы в инсталляционном пакете.

В инсталляционный пакет входят три конфигурационных файла:

Default-Q1500D.cf, Default-FR.cf и Default-C.cf. Соответственно они используются для Дериватографа Q-1500D, Дериватографа с фоторегистрацией (FR-типа) и Дериватографа компьютерного типа (С-типа). При этом в Дериватографах FR-типа и С-типа появляются диапазоны по весу  $\pm 5$ мг и становятся недоступны диапазоны  $\pm 1000$ мг,  $\pm 500$ мг и  $\pm 200$ мг.

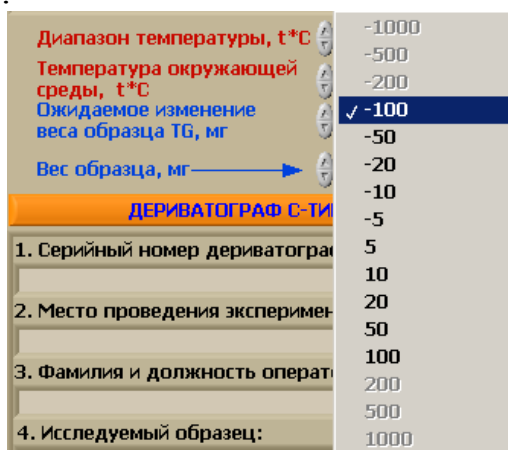


Рисунок 9.9 – Выбор диапазона по весу образца в Дериватографах FR- и С-типа



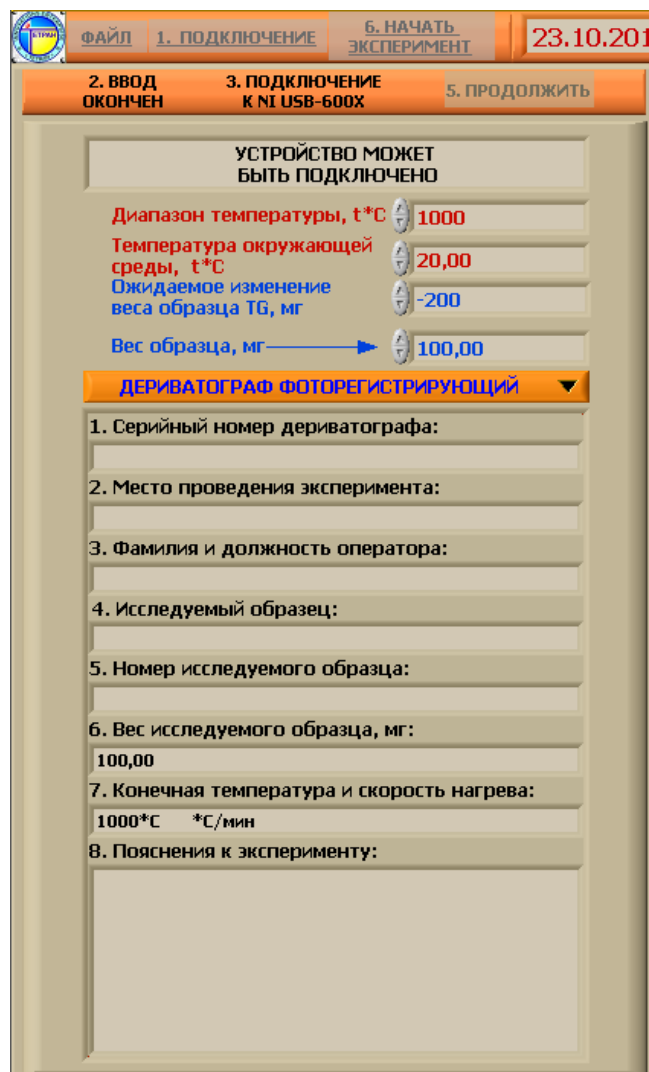


Рисунок 9.10 – Панель ввода массы образца, максимальной температуры температуры

В Рис. 9.10 конфигурационный файл Default-XXXXXX.cf для компьютерного дериватографа очищен от сообщений. После окончания эксперимента в файлы пишется шапка только из даты, времени начала эксперимента, веса образца (если он введен), максимальной температуры (температура выбирается оператором) и подготовлено место в п.7 для ввода скорости нагрева. Причем все это формируется автоматически и записывается в шапке любого файла записываемого в конце текущей сессии эксперимента. Для очистки Default-XXXXXX.cf не надо его переписывать. Переименовать файл Default-XXXXXX.cf в избранное оператором имя YYYYYY.cf эксперимента необходимо при инсталляции каждой новой версии программы.

Если используется имя эксперимента для многосессионной записи условий эксперимента, достаточно будет перед каждой сессией вводить туда условия эксперимента. Нового в нем только эти строчки: кто, где, когда, на чем, зачем и условия проведения - то в каждой сессии будет новая шапка перед сохраняемыми таблицами, а сам конфигурационный файл переписывать не надо. Будет 100 сессий под одним именем конфигурационного файла, но с разными шапками.

## 9.6 Новая цветовая гамма передней панели программы.

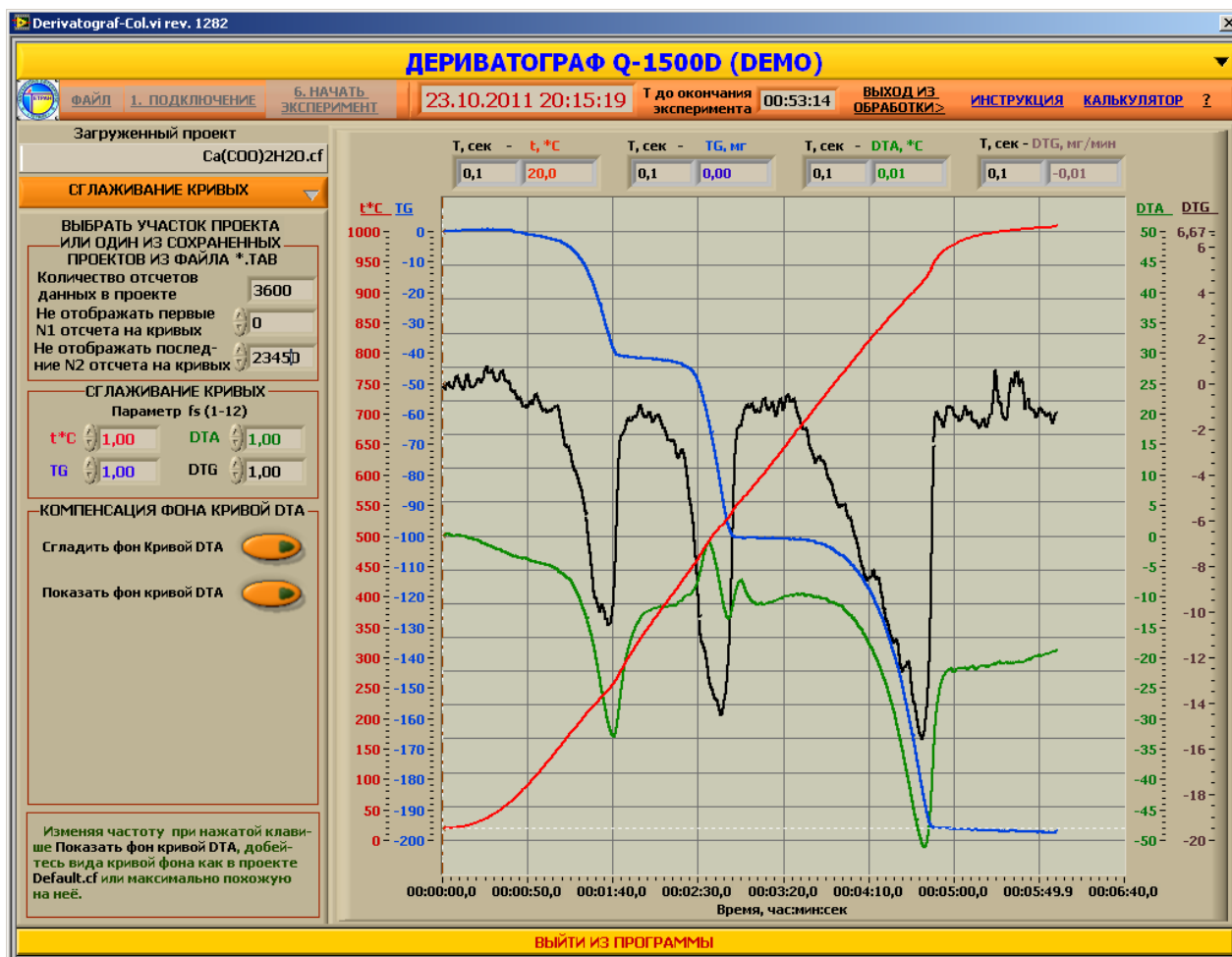
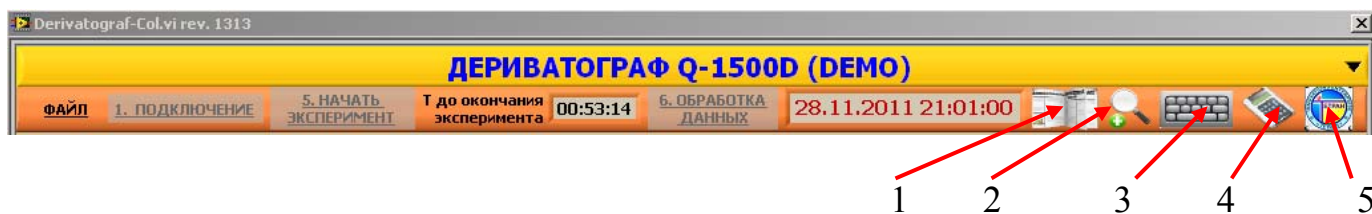


Рисунок 9.11 – Панель панели программы с новой цветовой гаммой

Новая цветовая гамма позволяет уменьшить усталость глаз оператора.

## 9.10 Новые инструменты на передней панели программы.

На передней панели введены новые инструменты: экранная лупа и экранная клавиатура вызов их осуществляется через иконки. Вызов инструкции, калькулятора и сведений о Разработчике осуществляется также через иконки, Рис.9.12.

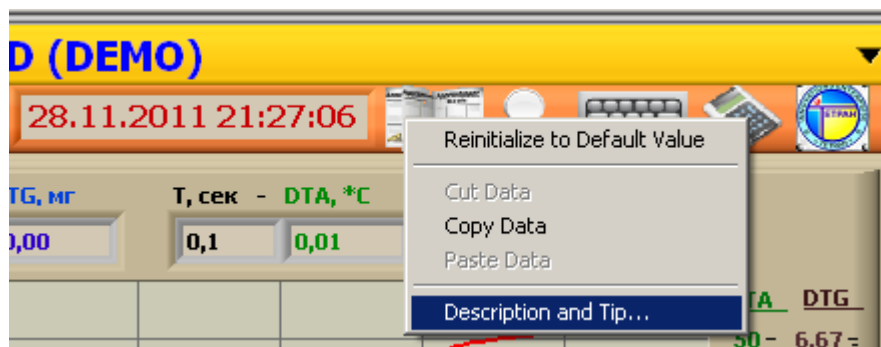


1. Вызов Инструкции, 2. Вызов Экранной лупы, 3. Вызов Экранной клавиатуры, 4. Вызов калькулятора, 5. Вызов сведений о Разработчике.

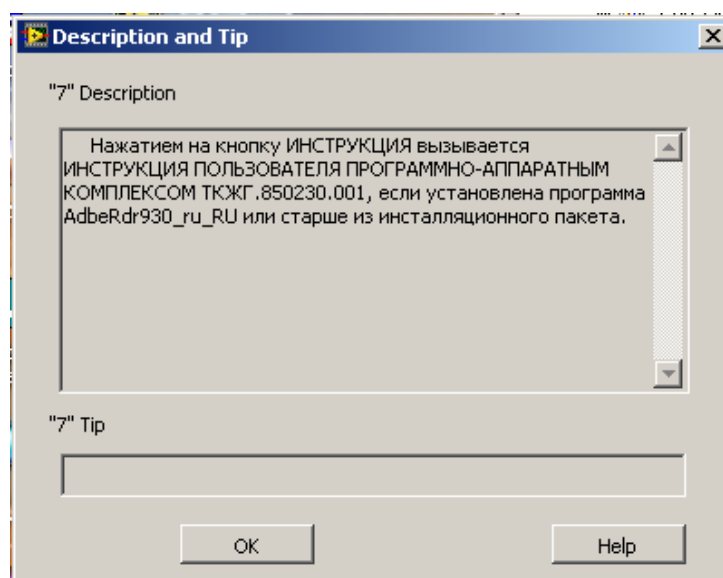
Рисунок 9.12 – Новое меню с иконками

Наведя курсор мыши на интересующую оператора кнопку, нажав правую клавишу мыши и выбрав в выпавшем меню Diskription and Tip, можно прочитать

сведения о имени кнопки и действии, которое будет выполняться после ее нажатия, Рис. 9.13.



а)



б)

а) Меню появляется после нажатия на иконке правой кнопкой мыши, б) Нажатием на строку Description and Tip можно прочитать инструкцию к выбранному элементу передней панели.  
Рисунок 9.13 – Выбор описание к иконкам, кнопкам и элементам передней панели

# 10 ХАРАКТЕРНЫЕ ТОЧКИ ПРЕВРАЩЕНИЯ ИСПЫТУЕМОГО ОБРАЗЦА НА КРИВОЙ DTA

## 10.1 Режим обработки.

Войдите в режим обработки полученных данных, Рис. 4.1.

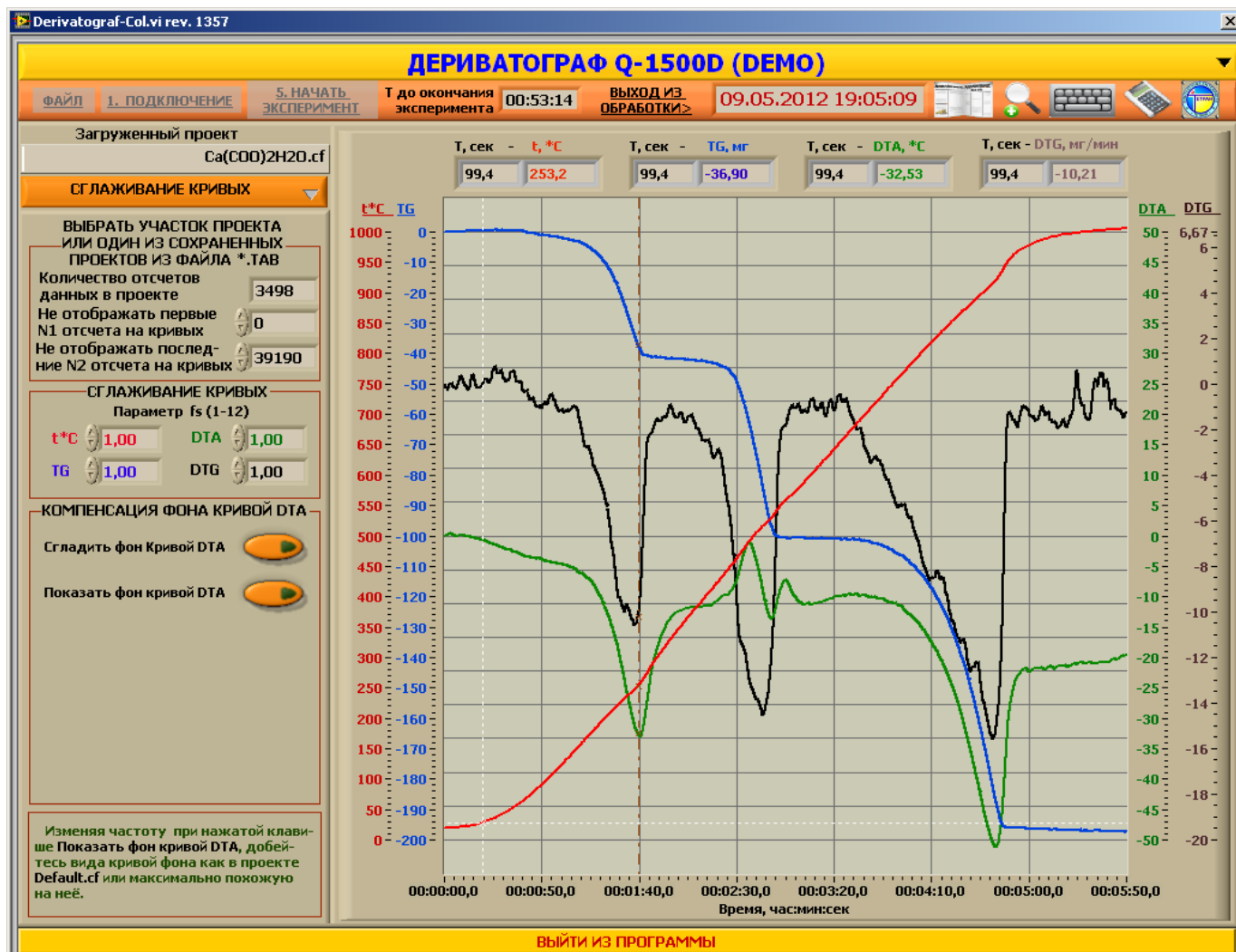


Рисунок 10.1 – Режим Обработки

После входа в Режим Обработки, Рис.10.1, переходим в Режим Зависимости от t\*С, Рис.10.2.

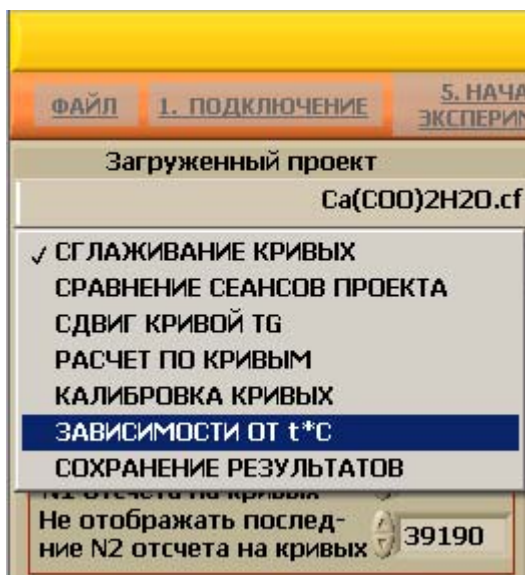


Рисунок 10.2 – Переход в Режим Зависимости от t\*С

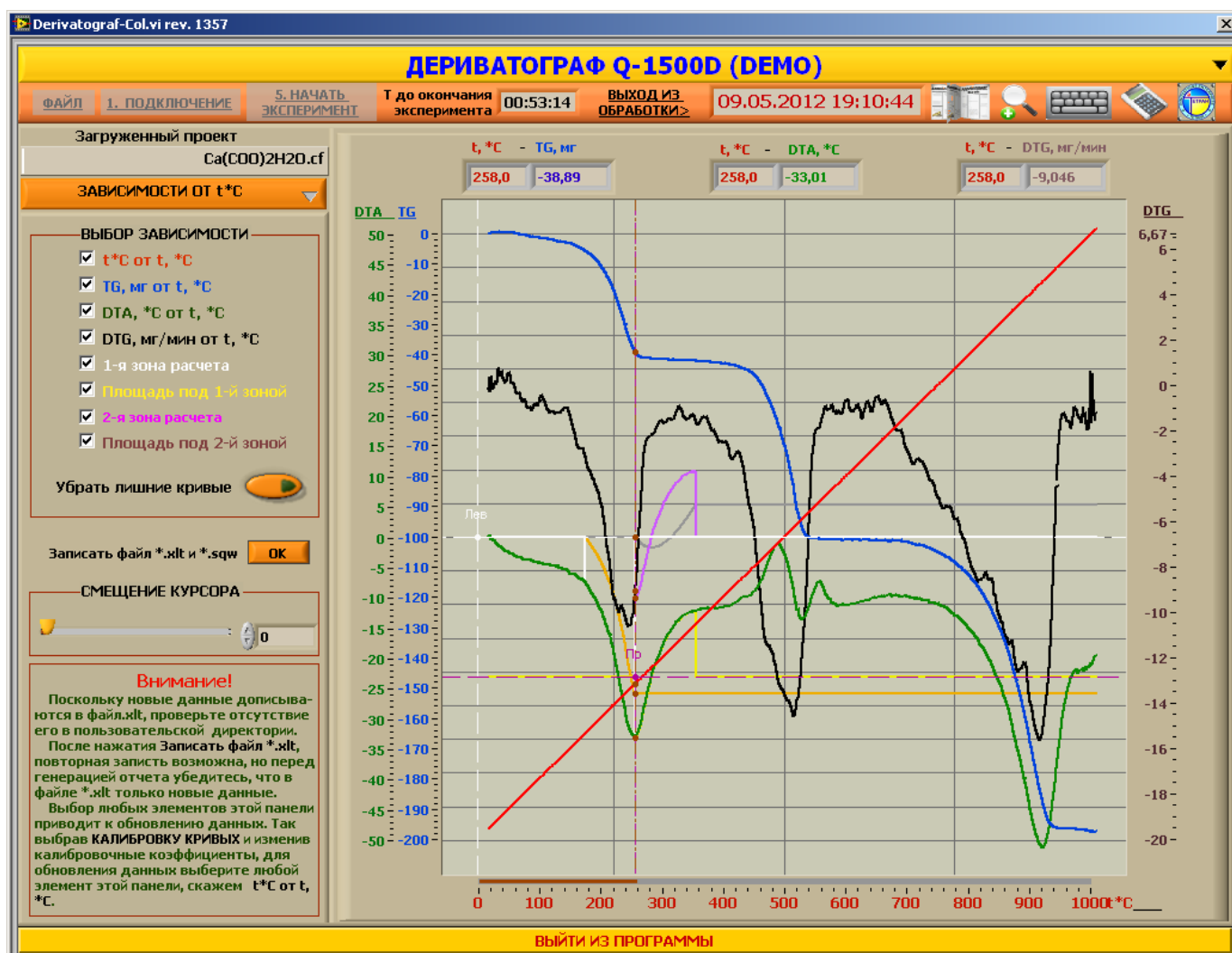


Рисунок 10.3 – Панель Режим Зависимости от t\*С

Уберите лишние кривые, оставив только кривую DTA, Рис. 10.4

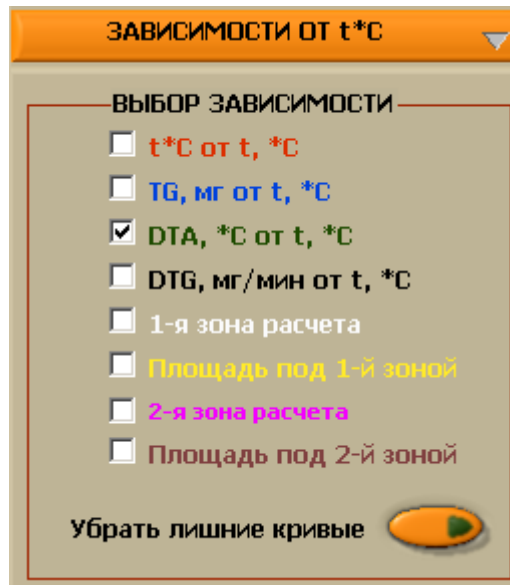


Рисунок 10.4

10.1 Режим определения точек  $T_0$ ,  $T_n$  и  $T_m$ .

Перейдите в режим РАСЧЕТ ПО КРИВЫМ, Рис. 10.5.

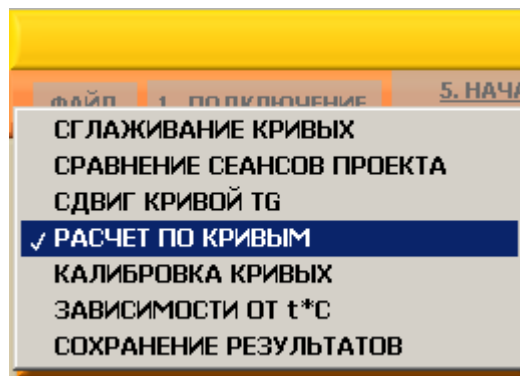
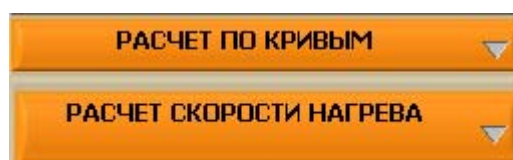
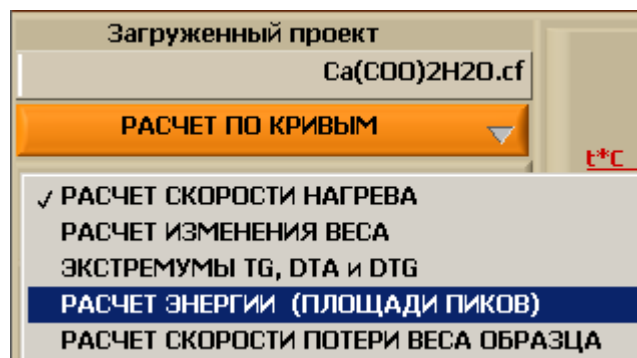


Рисунок 10.5

Нажав в открывшемся меню нижнюю клавишу, Рис.10.6 а). А в открывшемся меню выбрать РАСЧЕТ ЭНЕРГИИ (ПЛОЩАДИ ПИКОВ), Рис.10.6.



а)



б)

Рисунок 10.6

Откроется меню, Рис. 10.7.

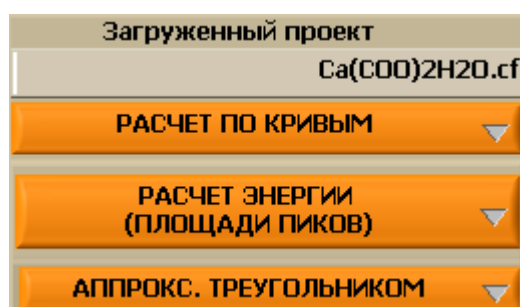


Рисунок 10.7

Нажав на нижний элемент АППРОКС. ТРЕУГОЛЬНИКОМ, выберем элемент ОПРЕДЕЛЕНИЕ  $T_0$ ,  $T_n$ ,  $T_m$ , Рис. 10.8.

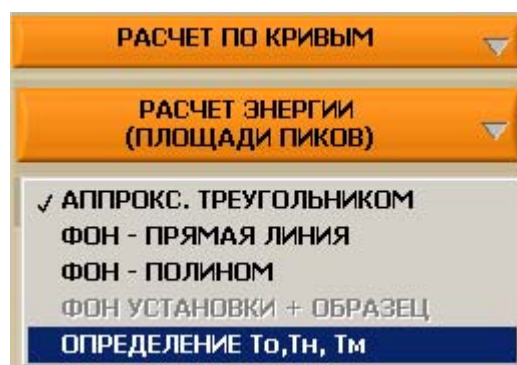


Рисунок 10.8

Открылась Панель Определение Характерных Точек на кривой DTA, Рис. 10.9.

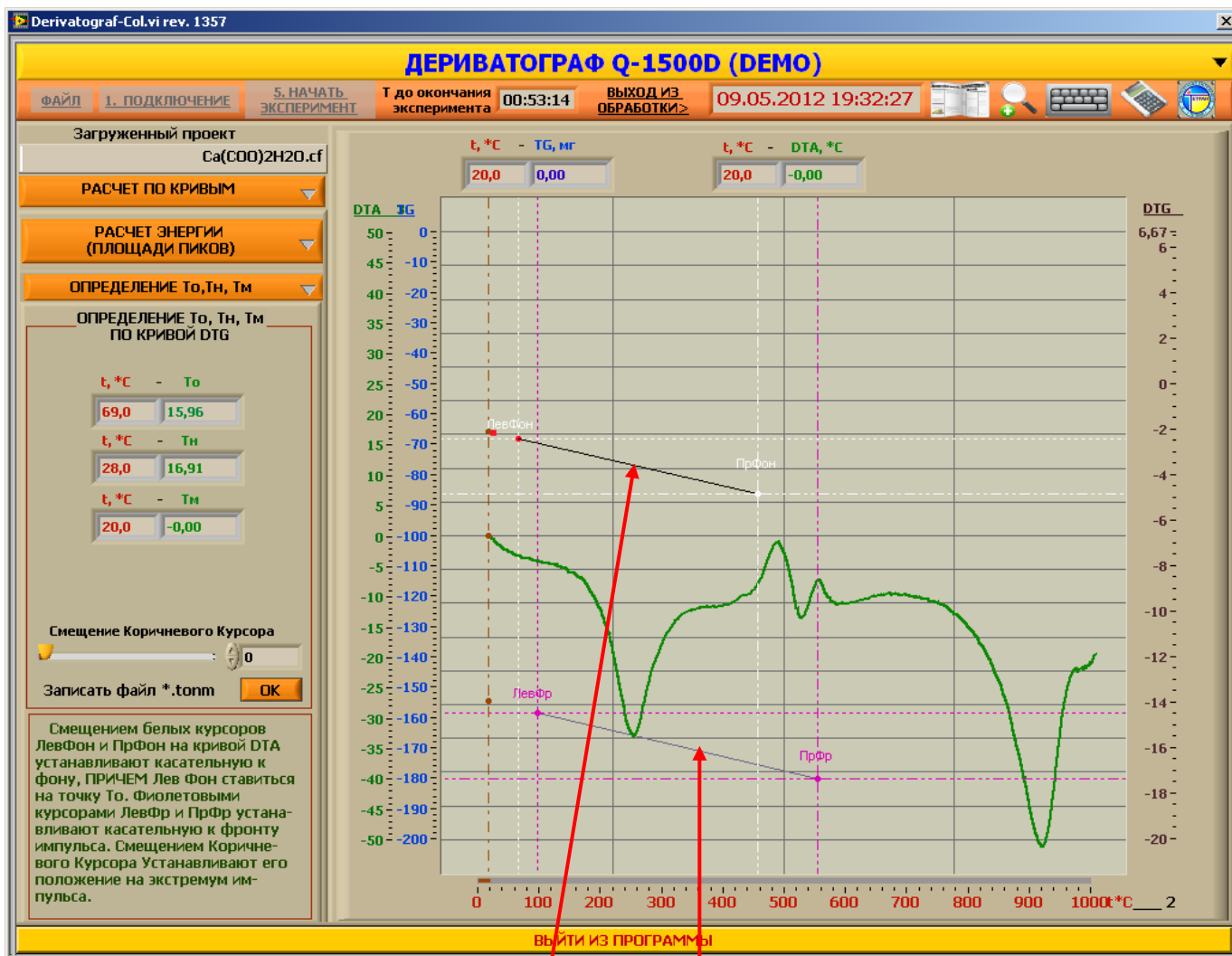
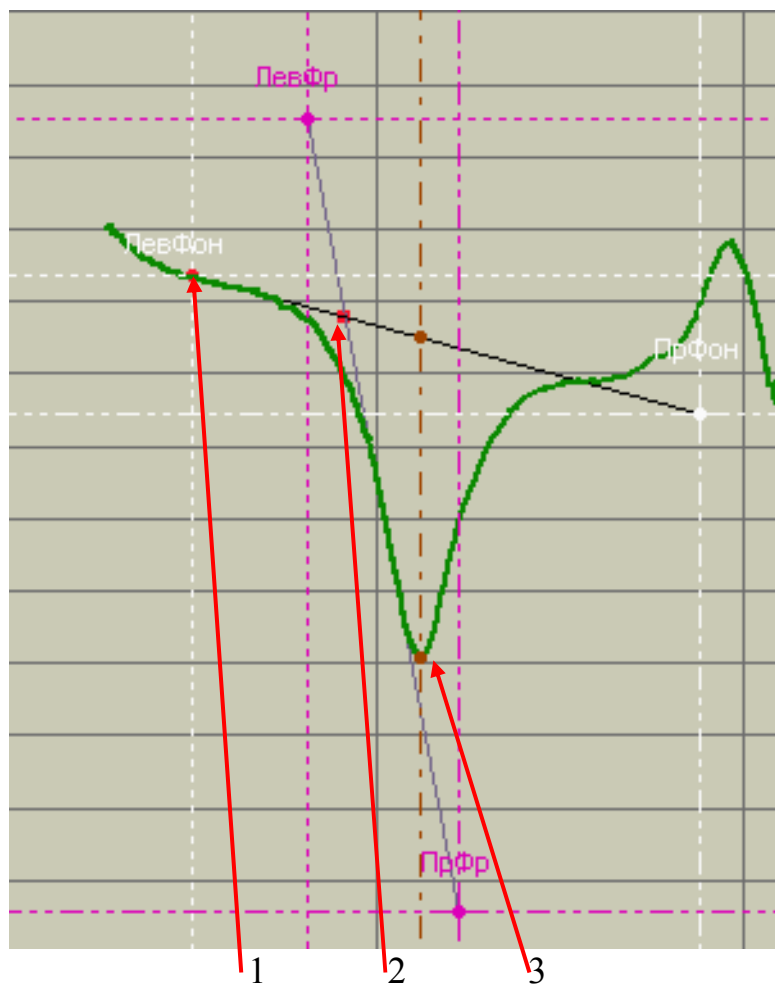


Рисунок 10.9 - Панель Определение Характерных Точек на кривой DTA.

На Экране Графиков расположены две прямые линии, образованные белыми курсорами ЛевФон и ПрФон 1) и фиолетовыми курсорами ЛевФр и ПрФр 2). Прямую 1 помещают в качестве касательной к фону кривой DTA, прямую 2 используют в качестве касательной к фронту импульса, Рис. 10.10





1. Курсор ЛевФон ставится в точку  $T_0$  - начала превращения в образце.
2. Точка  $T_H$  - точка соответствует усреднённому значению температуры образца.
3. Точка  $T_m$  – экстремум исследуемого пика.

Рисунок 10.10 - Определение Характерных Точек на кривой ДТА

Точки  $T_0$  и  $T_m$  указывает оператор, касательные к фону и к фронту импульса устанавливает оператор, точка  $T_H$  рассчитывается программой.

Нажав кнопку **Записать файл \*.tonm**, точки  $T_0$ ,  $T_H$  и  $T_m$  записываются в файл с расширением \*.tonm, Рис. 10.11.

ХАРАКТЕРНЫЕ ТОЧКИ ПРЕВРАЩЕНИЯ НА КРИВОЙ ДТА В ОБРАЗЦЕ:			То, Тн, Тм.	
Дата и время начала эксперимента: 09.05.2012 20:12:32				
1. Серийный номер дериватографа:		123456		
2. Место проведения эксперимента:		Лаб 54		
3. Фамилия и должность оператора:		Сидоров		
4. Исследуемый образец:		K2Cr205		
5. Номер исследуемого образца:		78		
6. Вес исследуемого образца, мг:		225,00		
7. Конечная температура и скорость нагрева:		1000*С		5,00*С/мин
8. Пояснения к эксперименту:		в атмосфере азота		
To/t*С	Tn/t*С	Tm/t*С		
-3,55	-6,72	-32,81		
82,60	197,45	255,59		

Рисунок 10.11 - Определение Характерных Точек на кривой ДТА с некомпенсированным фоном

Скомпенсировав фон, как показано в п. 4.2.3, Рис. 10.13 получим новые параметры Характерных Точек на кривой ДТА, Рис. 10.13. Что интересно, температуры, соответствующие точкам То (82,60\*С) и Тм (255,59\*С), не изменились, возможно потому, что расчеты проводились в начале кривой ДТА.

ХАРАКТЕРНЫЕ ТОЧКИ ПРЕВРАЩЕНИЯ НА КРИВОЙ ДТА В ОБРАЗЦЕ:			То, Тн, Тм.	
Дата и время начала эксперимента: 09.05.2012 20:15:43				
1. Серийный номер дериватографа:		123456		
2. Место проведения эксперимента:		Лаб 54		
3. Фамилия и должность оператора:		Сидоров		
4. Исследуемый образец:		K2Cr205		
5. Номер исследуемого образца:		78		
6. Вес исследуемого образца, мг:		225,00		
7. Конечная температура и скорость нагрева:		1000*С		5,00*С/мин
8. Пояснения к эксперименту:		в атмосфере азота		
To/t*С	Tn/t*С	Tm/t*С		
-3,55	-5,45	-30,10		
82,60	198,82	255,59		

Рисунок 10.12 - Определение Характерных Точек на кривой ДТА с некомпенсированным фоном

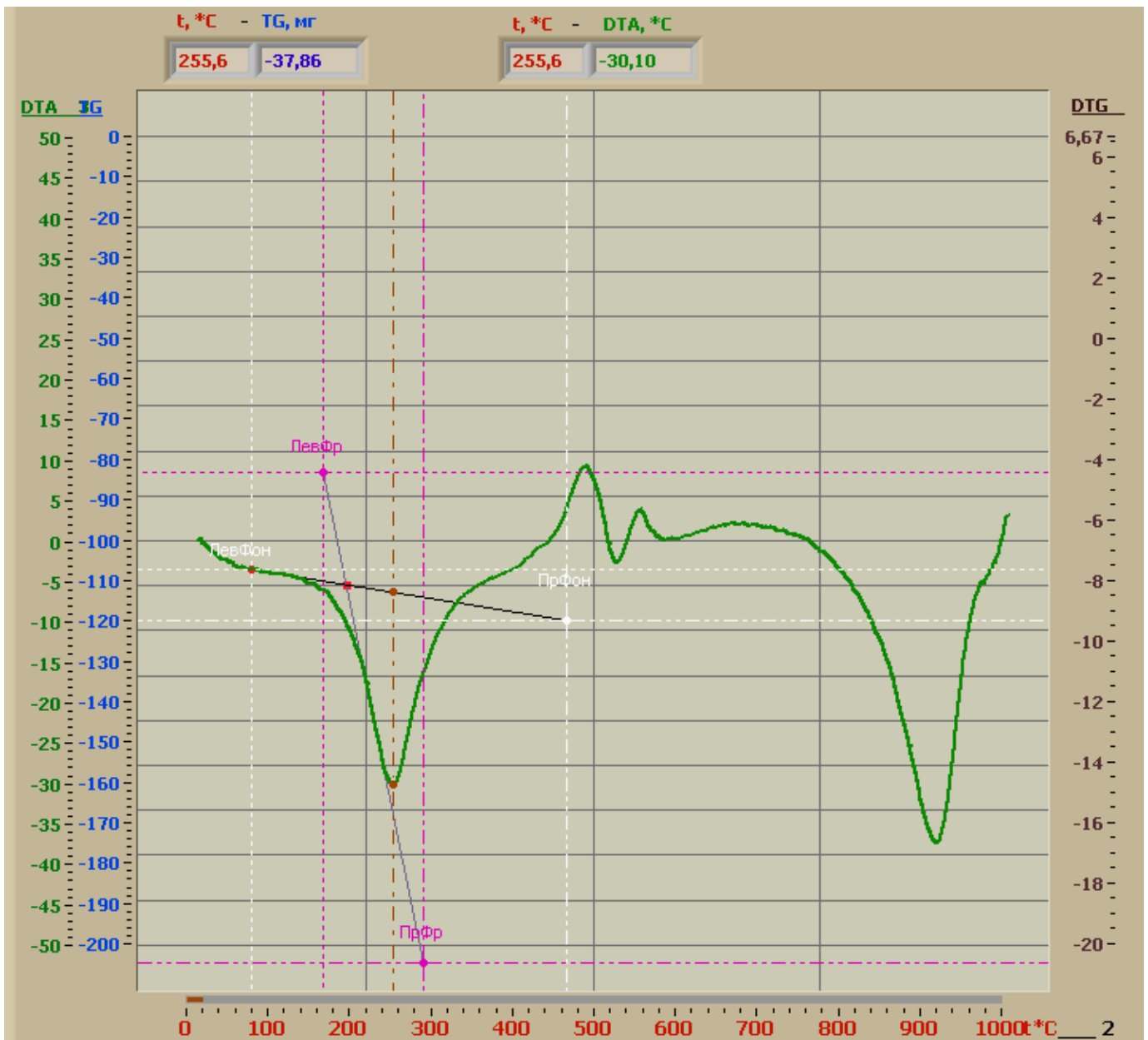


Рисунок 10.13 - Определение Характерных Точек на кривой DTA с компенсированным фоном

Для более точной установки касательных к фону и к фронту импульса, длину касательных нужно выбирать максимальной. При этом курсор ЛевФон, образующий точку  $T_0$ , остается на месте.

# 11 ИЗМЕНЕНИЕ ЦВЕТА ФОНА ПРИ СОЗДАНИИ ОТЧЕТА В WORD

## 11.1 Режим СОХРАНЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ с другим цветом фона.

Перейдите в п. 4.10 Режим СОХРАНЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ и выберите пункт СОХРАНЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ, Рис.11.1.

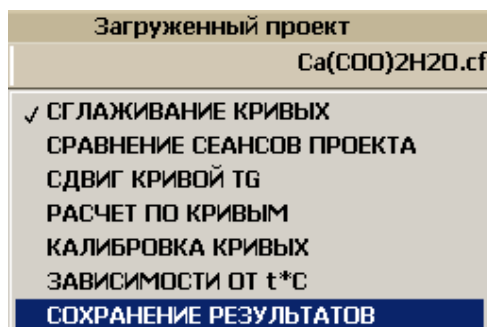
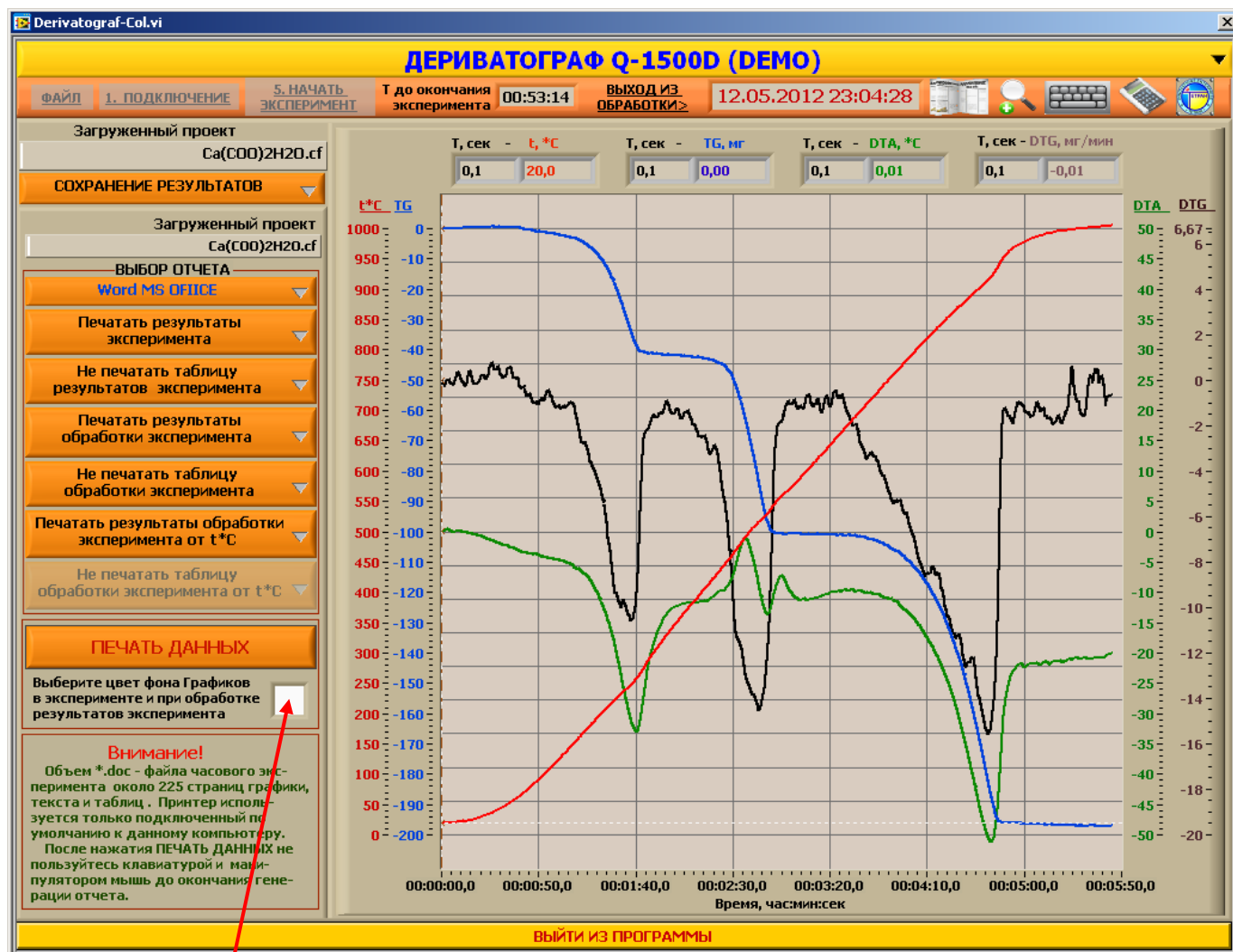


Рисунок 11.1



1

Рисунок 11.2 – Режим сохранения результатов

Нажав на кнопку 1, Рис. 11.2, левой кнопкой мыши получим возможность изменить цвет фона графиков в сохраненных результатах, но только для данного сеанса, Рис. 11.3. По умолчанию установлен белый фон.

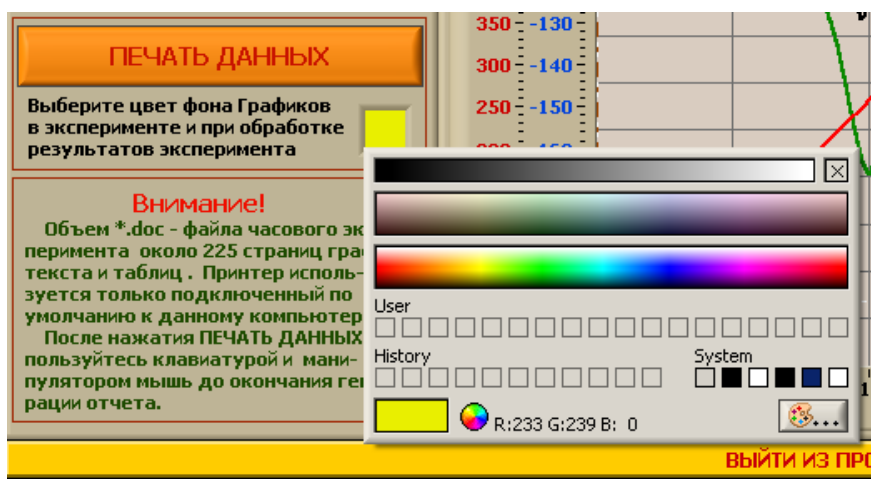


Рисунок 11.3 – Выбор цвета фона графиков



Рисунок 11.4 – График из созданного отчета с выбранным белым фоном

После создания отчета цвет фона графиков восстанавливается к исходному.

## II Выводы.

Предложенное программное обеспечение обеспечивает получение, обработку, сохранение данных получаемых на дериватографе Q-1500D или аналогичных.

Дальнейшее развитие программно-аппаратного комплекса заключается в исключении из комплекта Q-1500D самописца, а в дальнейшем и силовой части, и выполнение задатчика скорости нагрева и максимальной температуры на полупроводниковом силовом PID-регуляторе.

Разработчик с благодарностью примет замечания по данному программному продукту и предложения по расширению его возможностей.

## Список использованной литературы.

1. Калориметрия. Теория и практика: Пер. с англ./ В. Хеммингер, Г. Хёне. - М.: Химия, 1990. - Пер. изд.: ФРГ, 1984. - с. 176