

INSTRUÇÕES PARA UTILIZAÇÃO DOS EQUIPAMENTOS DE ANÁLISE TÉRMICA

1. Abrir a válvula do gás (no cilindro no lado de fora do laboratório) necessário à análise (nitrogênio ou ar sintético para DTG-60; para o DSC-60, hélio ou ar sintético, e, caso use resfriamento, nitrogênio e hélio ou nitrogênio e ar sintético).
2. Ligar o equipamento a ser utilizado, bem como o seu controlador de fluxo de gás.
3. Abrir a válvula da linha de gás a ser utilizada.
4. Conferir e, se necessário, ajustar o fluxo de gás para aproximadamente 30 mL/min.
5. Ligar o módulo conversor (aparelho que transforma os dados dos equipamentos para o *software*).
6. Ligar o computador e abrir o *software* TA-WS *collector*.
7. Na janela à direita, selecione o canal correspondente ao equipamento que será utilizado.
8. Esperar, pelo menos, 5 minutos antes de iniciar as análises.

DTG-60

1. No equipamento, pressionar OPEN/CLOSE para elevar (abrir) o forno.
2. Escolha o tipo de porta-amostra (cadinho) mais adequado, baseado nas características da amostra e na faixa de temperatura de análise.
3. Com o máximo cuidado, inserir os cadinhos na base superior das hastes. O cadinho de referência (mais limpo) deve ser colocado à esquerda e o da amostra à direita.
4. No equipamento, pressionar OPEN/CLOSE para baixar (fechar) o forno.
5. Espere, aproximadamente, 5 min para estabilizar a atmosfera do forno.
6. No *software*, clicar em: Detector → AutoZero (TGA) → AutoZero.
7. Depois, clicar em: Detector → AutoZero (DTA) → AutoZero.
8. Repetir os passos 6 e 7, se necessário: AutoZero (TGA) e AutoZero (DTA) até estabilizar os valores de massa e ddp.
8. Abrir o forno e retirar o cadinho da amostra (o que está na haste da direita).

9. Pesar aproximadamente 10 mg da amostra.
10. Colocar o cadinho com o material a ser analisado no suporte e fechar o forno.
11. No *software*, clicar em: *Measure* → *Measure parameters*, na guia *Temperature Program* e adicionar as condições da análise.
12. Depois, na guia *File information*, preencher os dados necessários e pressionar *OK*.
13. Clicar em *Start*, selecionar a pasta de destino (C:/TData/nome do laboratório/nome do orientador/nome do aluno) e, em seguida, *Read weight* até a massa estabilizar.
14. Pressionar *Start*, para iniciar a análise.
15. Esperar o forno esfriar (abaixo de 48 °C), retirar e limpar o cadinho.
16. Ao término das análises, desligar os equipamentos e fechar as linhas de gases, caso não estejam sendo utilizadas em outros equipamentos.

DSC-60

1. Abrir a tampa maior e as duas tampinhas do porta-amostra (cadinho).
2. Pesar, aproximadamente, 5 mg da amostra.
3. Fechar, adequadamente, o cadinho.
2. Colocar o cadinho, com a amostra, no lado direito do termopar e o outro vazio, mas também fechado, no lado esquerdo.
3. Recolocar as 3 tampas do equipamento.
4. No *software*, clicar em: *Detector* → *AutoZero* → *AutoZero*.
5. Depois, clicar em: *Measure* → *Measure parameters* e escrever as condições de análise.
6. Clicar em *File information*, preencher os dados necessários e pressionar *OK*.
7. Se a análise for com resfriamento, abrir também a válvula do nitrogênio. No controlador de fluxo, girar o botão para a posição *open* e ajustar o fluxo para 300 mL/min. Indicar as condições de resfriamento no *Measure parameters*.
8. Colocar nitrogênio líquido no compartimento adequado e esperar o equipamento atingir a temperatura indicada. Obs. O compartimento com nitrogênio líquido deve permanecer aberto o tempo todo da análise.
9. Iniciar a análise em *Start*.