



บทที่ 3

วิธีการทดลอง

3.1 สารเคมีที่ใช้ในการทดลอง

3.1.1 ผลิตภัณฑ์เพตในรูปแบบต่างๆ

- ขวดเพต
- ผ้าพอลิเอสเตอร์ชนิดที่มีฝ้ายเป็นองค์ประกอบในอัตราส่วน 65:35 (ผ้า T/C)
- ผ้าพอลิเอสเตอร์ชนิด 100 เปอร์เซ็นต์

3.1.2 โพรพิลีนไกลคอล ($\text{CH}_3\text{CHOHCH}_2\text{OH}$) : Fluka

3.1.3 ซิงก์อะซิเตต [$(\text{CH}_3\text{COO})_2\text{Zn} \cdot 2\text{H}_2\text{O}$] : Fluka

3.1.4 กรดไฮโดรคลอริก HCl : Merck

3.1.5 มาเลอิกแอนไฮไดรด์ ($\text{C}_4\text{H}_2\text{O}_3$) : Fluka

3.1.6 ไฮโดรควิโนน ($\text{C}_6\text{H}_4\text{O}_2$) : Fluka

3.1.7 สไตรีนมอนอเมอร์ (C_8H_8) : Fluka

3.1.8 โคบอลต์ออกไซด์ : บริษัท สยามเคมีคอล อินดัสตรี จำกัด

3.1.9 เมทิลเอทิลคีโตนเปอร์ออกไซด์ : บริษัท สยามเคมีคอล อินดัสตรี จำกัด

3.1.10 พอลิเอสเตอร์เรซินชนิดไม่อิมัลชันสำหรับการค้า (Polylite FG-283-TXN) : บริษัท สยามเคมีคอล อินดัสตรี จำกัด

3.2 อุปกรณ์และเครื่องมือที่ใช้ในการทดลอง

3.2.1 เครื่องบดละเอียด (pulverizer) รุ่น T15

3.2.2 ขวดแก้วกันกลม 4 คอ ขนาด 1,000 มิลลิลิตร

3.2.3 ภาชนะให้ความร้อน (heating mantle)

3.2.4 มอเตอร์ปั่นกวนชนิดปรับรอบได้พร้อมใบพัด

3.2.5 เครื่องควบแน่น (condenser) พร้อมข้อต่อ

3.2.6 เทอร์โมมิเตอร์

3.2.7 เครื่องแก้วใช้ในห้องปฏิบัติการ

3.2.8 เตาอบ

3.2.9 เครื่องปั่นแบบหมุนเหวี่ยง (centrifuge) รุ่น PM-180R

3.3 เครื่องมือที่ใช้ในการวิเคราะห์

- 3.3.1 เครื่องตรวจวัดความหนืดชนิดบรูคฟิลด์วิสโคมิเตอร์ รุ่น RVT
- 3.3.2 เครื่อง FT-IR Spectrometer รุ่น Perkin Elmer System 2000 FT-IR
- 3.3.3 เครื่อง GPC รุ่น Waters 150-CV
- 3.3.4 เครื่องดูโรมิเตอร์ (Durometer) ชนิด Shore D
- 3.3.5 เครื่องทดสอบความทนแรงกระแทก รุ่น GT-7045-MDH
- 3.3.6 เครื่อง Universal Testing Machine รุ่น LLOYD500
- 3.3.7 เครื่อง Scanning Electron Microscope รุ่น Joel JSM-5410LV
- 3.3.8 เครื่อง Thermogravimetric Analyzer รุ่น METTLER TOLEDO TGA/SDTA 851°
- 3.3.9 เครื่อง Differential Scanning Calorimeter รุ่น METTLER TOLEDO DSC822°

3.4 ขอบเขตการทดลอง

- 3.4.1 ย่อยสลายผลิตภัณฑ์พेटด้วยกระบวนการไกลโคไลซิส
- 3.4.2 นำไกลโคไลซ์ไพรดักส์ที่ได้จากการย่อยสลายไปสังเคราะห์เป็นพอลิเอสเทอร์เรซิน
- 3.4.3 ผสมพอลิเอสเทอร์เรซินสังเคราะห์ด้วยพอลิเอสเทอร์เรซินทางการค้าที่สัดส่วนต่างๆ
- 3.4.4 ขึ้นรูปเป็นชิ้นทดสอบด้วยกระบวนการหล่อแบบ
- 3.4.5 วิเคราะห์และทดสอบสมบัติต่างๆ

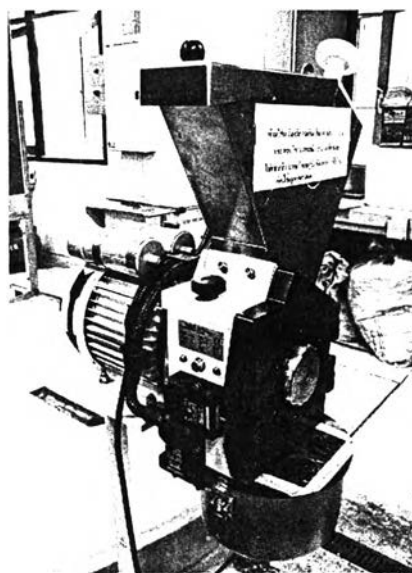
3.5 การเตรียมวัตถุดิบ

นำผลิตภัณฑ์พेटในรูปแบบต่างๆ ดังแสดงไว้ในตารางที่ 3.1 ไปปดด้วยเครื่องบดละเอียด ดังแสดงในรูปที่ 3.1

ตารางที่ 3.1 ผลิตภัณฑ์พेटที่นำมาย่อยสลาย

สูตร	ผลิตภัณฑ์พेट
1	ขวดพेट
2	ผ้า T/C ผสมขวดพेट ในอัตราส่วน 50:50
3	ผ้า T/C
4	ผ้าพอลิเอสเทอร์ผสมขวดพेट ในอัตราส่วน 50:50
5	ผ้าพอลิเอสเทอร์

หมายเหตุ ในกรณีของสูตรที่ใช้ผ้า T/C ต้องกำจัดส่วนที่เป็นฝ้ายออกจากส่วนที่เป็นพอลิเอสเทอร์ โดยการไฮโดรไลซ์ด้วยกรดไฮโดรคลอริก 2.5 N ที่อุณหภูมิ 100 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 1 ชั่วโมง

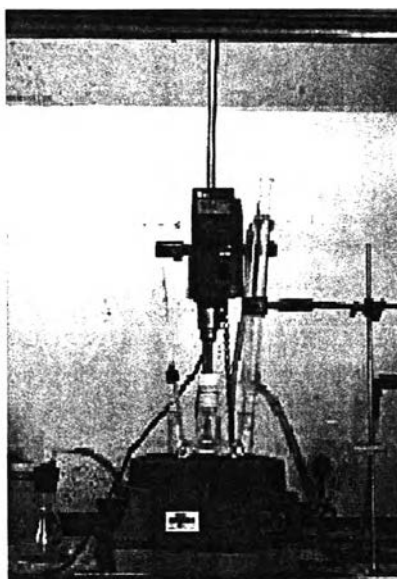


รูปที่ 3.1 เครื่องบดละเอียด

3.6 การย่อยสลายผลิตภัณฑ์พेटด้วยกระบวนการไกลโคไลซิส

3.6.1 นำผลิตภัณฑ์พेटที่ผ่านการบดละเอียด บรรจุลงในขวดแก้วก้นกลม 4 คอ

3.6.2 เติมนิโตรเจน (ด้วยอัตราส่วนโดยโมลระหว่างพेटต่อไนโตรเจนเท่ากับ 0.5:1.0) และซิงก์อะซีเตต 0.5 เปอร์เซ็นต์ของน้ำหนักพेटที่ใช้ ลงในขวดแก้วก้นกลม 4 คอ ที่วางอยู่ใน heating mantle ซึ่งต่อเข้ากับมอเตอร์ปั่นกวน เครื่องควบคุมแรงดัน เทอร์มิสเตอร์ และท่อ นำแก๊สไนโตรเจน ดังแสดงในรูปที่ 3.2



รูปที่ 3.2 อุปกรณ์การย่อยสลายพेट

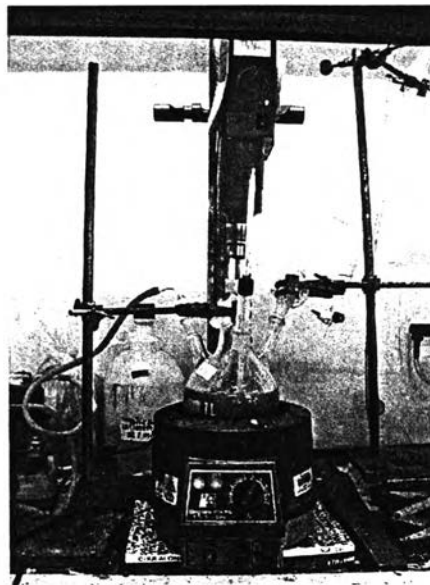
3.6.3 ดำเนินปฏิบัติการการย่อยสลาย ภายใต้บรรยากาศของแก๊สไนโตรเจน ที่อุณหภูมิ 190 องศาเซลเซียส (โดยต้องเพิ่มอุณหภูมิให้ถึง 190 องศาเซลเซียส ภายในเวลาครึ่งชั่วโมง) และกวนสารตลอดเวลาเป็นเวลา 8 ชั่วโมง พร้อมทั้ง reflux ตลอดการทดลอง

3.6.4 เมื่อครบระยะเวลาดำเนินการปฏิบัติการ ปล่อยให้ผลิตภัณฑ์ที่ได้เย็นตัวลงมาที่อุณหภูมิห้องภายใต้บรรยากาศของแก๊สไนโตรเจน โดยไม่ต้องกวนสาร ผลิตภัณฑ์ที่ได้จากปฏิบัติการเรียกว่า ไกลโคไลซ์โปรดักส์ (glycolyzed product)

3.6.5 นำไกลโคไลซ์โปรดักส์ที่ได้ในแต่ละสูตรไปทำการตกตะกอนด้วยเครื่องปั่นแบบหมุนเหวี่ยงที่ความเร็ว 13000 รอบ/นาที เป็นระยะเวลา 15 นาที จากนั้นนำไกลโคไลซ์โปรดักส์ส่วนหนึ่งไปตรวจสอบสมบัติด้วยเทคนิค FT-IR GPC และตรวจวัดความหนืดด้วยเครื่องบรูคฟิลด์ วิสโคมิเตอร์

3.7 การสังเคราะห์พอลิเอสเทอร์เรซินชนิดไม่อิ่มตัวจากไกลโคไลซ์โปรดักส์

3.7.1 นำไกลโคไลซ์โปรดักส์ผสมกับมาเลอิกแอนไฮไดรด์ (อัตราส่วนโดยโมลเพด:โพรพิลีน ไกลคอล:มาเลอิกแอนไฮไดรด์ เป็น 0.5:1.0:1.0) ในขวดแก้วกันกลม 4 คอ ซึ่งต่ออยู่กับมอเตอร์ปั่นกวน เครื่องควบแน่น เทอร์โมมิเตอร์ และท่อนำแก๊สไนโตรเจน ดังแสดงในรูปที่ 3.3



รูปที่ 3.3 อุปกรณ์การสังเคราะห์พอลิเอสเทอร์เรซินชนิดไม่อิ่มตัว

3.7.2 ปฏิกริยาพอลิเมอไรเซชันจะดำเนินไปภายใต้บรรยากาศของแก๊สไนโตรเจน โดยเพิ่มความร้อนให้สูงขึ้นจากอุณหภูมิห้องถึง 180 องศาเซลเซียส ภายในเวลาครึ่งชั่วโมง และให้คงอุณหภูมินี้เป็นเวลา 1 ชั่วโมง กวนสารตลอดเวลา พร้อมทั้ง reflux และแยกน้ำที่ได้จากปฏิกริยาออกตลอดการทดลอง

3.7.3 เพิ่มอุณหภูมิเป็น 200 องศาเซลเซียส ภายในเวลาครึ่งชั่วโมง จากนั้นคงไว้ที่อุณหภูมินี้เป็นเวลา 6 ชั่วโมง

3.7.4 เมื่อครบระยะเวลาในการดำเนินปฏิกริยา เติมไฮโดรควิโนน 0.045 เปอร์เซ็นต์ของน้ำหนักเรซิน

3.7.5 ปล่องยให้เรซินเย็นตัวลงมาจนถึง 100 องศาเซลเซียส ภายใต้บรรยากาศของแก๊สไนโตรเจน จากนั้นนำไปละลายในสไตรีนมอนอเมอร์ 35 เปอร์เซ็นต์ของน้ำหนักเรซิน กวนสารให้เข้ากัน ผลิตภัณฑ์ที่ได้จากปฏิกริยาเรียกว่า พอลิเอสเทอร์เรซินชนิดไม่อิมิตัวหรือยูพีอี

3.7.6 นำยูพีอีที่สังเคราะห์ได้ผสมกับยูพีอีทางการค้าที่สัดส่วนยูพีอีทางการค้าต่างๆ กัน ดังแสดงไว้ในตารางที่ 3.2

ตารางที่ 3.2 ยูพีอีทางการค้าที่สัดส่วนต่างๆ

สูตร	สัดส่วนยูพีอีทางการค้า (เปอร์เซ็นต์)
1	0
2	10
3	20
4	30
5	40
6	50
7	60
8	70
9	80
10	90
11	100

นำยูพีอีที่ได้จากการผสมในแต่ละสูตรไปทดสอบสมบัติด้วยเทคนิค FT-IR ตรวจวัดความหนืดด้วยเครื่องบรูคฟิลด์วิสโคมิเตอร์ และศึกษาระยะเวลาที่ใช้ในการแข็งตัวของเรซินด้วยการวัดระยะเวลาการเกิดเจล (gel time) และระยะเวลาการแข็งตัว (cure time)

3.8 การขึ้นรูปขึ้นทดสอบ

3.8.1 นำยูพีอีที่ได้ผสมกับโคบอลต์ออกโตเอตและเมทิลเอทิลคีโตนเปอร์ออกไซด์ในอัตราส่วน 100:0.5:0.5 โดยผสมยูพีอีให้เข้ากับโคบอลต์ออกโตเอตก่อน ใช้แท่งแก้ววนเบาๆ ให้เข้ากัน แล้วเติมเมทิลเอทิลคีโตนเปอร์ออกไซด์ กวนของผสมทั้งหมดให้เข้ากันอีกครั้ง แต่ต้องระวังไม่ให้เกิดฟองอากาศ

3.8.2 เมื่อของผสมเข้ากันดีแล้ว ให้เทลงในแม่แบบซิลิโคนที่มีขนาดและรูปร่างตามมาตรฐานการทดสอบต่างๆ

3.8.3 อบที่อุณหภูมิ 100 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 24 ชั่วโมง

3.8.4 นำขึ้นทดสอบที่ได้ไปทดสอบสมบัติเชิงกลและสมบัติทางความร้อน ได้แก่ ความแข็ง (hardness) ความทนแรงกระแทก (impact strength) ความทนแรงดัดโค้ง (flexural strength) อุณหภูมิกลาสทรานซิชัน (T_g) และอุณหภูมิการสลายตัว (T_d)

3.9 การทดสอบสมบัติต่างๆ

3.9.1 การวิเคราะห์และตรวจสอบโครงสร้างทางเคมีด้วยเทคนิคฟูเรียร์ทรานสฟอร์มอินฟราเรดสเปกโทรสโกปี (FT-IR)

นำสารตัวอย่างที่ต้องการตรวจสอบไปวิเคราะห์ด้วยเครื่อง FT-IR สเปกโตรมิเตอร์ ดังแสดงในรูปที่ 3.4 เพื่อหาแถบดูดกลืนที่เกิดจากหมู่ฟังก์ชันต่างๆ ซึ่งสามารถบอกถึงโครงสร้างทางเคมีของสารได้ โดยอินฟราเรดสเปกตรัมของไกลโคไลซิโพรดักส์และพอลิเอสเทอร์เรซินจะอยู่ในช่วง $450-4000 \text{ cm}^{-1}$ อินฟราเรดสเปกตรัมของ $\text{C}=\text{O}$ จะปรากฏที่ตำแหน่งเลขคลื่น $1700-1800 \text{ cm}^{-1}$ และอินฟราเรดสเปกตรัมของ $\text{C}-\text{O}$ ที่อยู่ในหมู่เอสเทอร์จะปรากฏที่ตำแหน่ง $1250-1300 \text{ cm}^{-1}$ และ $1000-1100 \text{ cm}^{-1}$ ตามลำดับ ส่วนอินฟราเรดสเปกตรัมของ $\text{C}=\text{C}$ ในอะโรมาติกของสไตรีนจะปรากฏที่ตำแหน่ง $1600-1700 \text{ cm}^{-1}$ และอินฟราเรดสเปกตรัมของหมู่ OH ซึ่งมีอยู่ในน้ำหรือไกลคอลจะปรากฏที่ตำแหน่ง $2700-4000 \text{ cm}^{-1}$



รูปที่ 3.4 เครื่อง FT-IR Spectrometer รุ่น Perkin Elmer System 2000 FT-IR

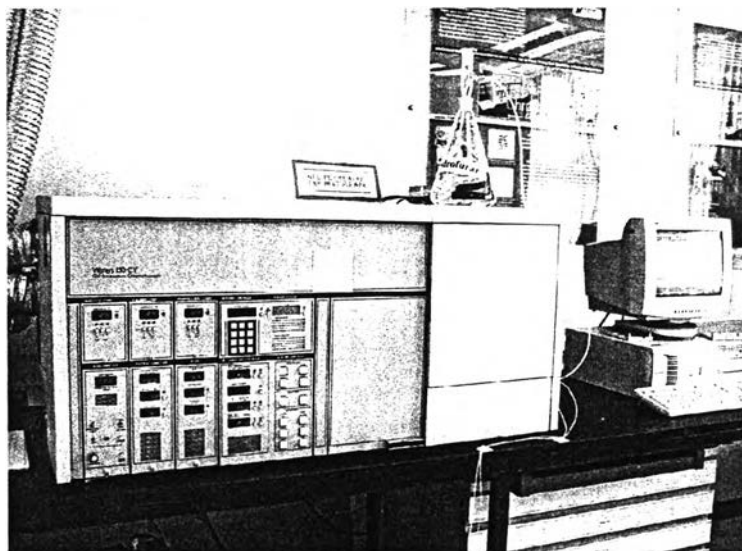
3.9.2 การตรวจสอบน้ำหนักโมเลกุลและการกระจายน้ำหนักโมเลกุลด้วยเทคนิคเจลเพอมีเอชันโครมาโตกราฟี (GPC)

เทคนิคเจลเพอมีเอชันโครมาโตกราฟีเป็นเทคนิคโครมาโตกราฟีที่นิยมใช้มากที่สุดในการตรวจวิเคราะห์พอลิเมอร์ เนื่องจากสามารถใช้วิเคราะห์พอลิเมอร์ที่มีน้ำหนักโมเลกุลต่ำถึงสูงมากถึงหนึ่งล้าน (10^6 กรัม/โมล) ได้ ใช้สารตัวอย่างปริมาณน้อยให้ข้อมูลหลายชนิด ทั้งน้ำหนักโมเลกุลเฉลี่ย (M_n M_w M_v และ M_z) และการกระจายน้ำหนักโมเลกุล ภาวะที่ใช้ในการทดสอบสรุปได้ ดังแสดงไว้ในตารางที่ 3.3

ตารางที่ 3.3 ภาวะที่ใช้ในการทดสอบด้วยเทคนิค GPC

ภาวะที่ใช้ในการทดสอบ	
Eluent	Tetrahydrofuran (THF)
Flow rate	1.0 ml/min
Inject volume	100 μ l
Temperature	30°C
Column set	PLgel 10 μ l mixed B 2 columns
Polymer standard	Polystyrene
Calibration method	Polystyrene standard calibration (4490-1112000)
Detector	Refractive index detector

การเตรียมสารตัวอย่างสำหรับการทดสอบ ทำโดยชั่งน้ำหนักสารตัวอย่างประมาณ 15 มิลลิกรัม แล้วนำไปละลายในเตตระไฮโดรฟิวแรน (THF) จากนั้นจึงนำสารละลายตัวอย่างไปกรองเอาฝุ่นละอองออกโดยใช้กระดาษกรองที่มีความละเอียด 35 ไมครอน จากนั้นจึงนำไปตรวจสอบด้วยเครื่อง GPC ดังแสดงในรูปที่ 3.5



รูปที่ 3.5 เครื่อง GPC รุ่น Waters 150-CV

3.9.3 การตรวจวัดความหนืดด้วยเครื่องบรูคฟีลด์วิสโคมิเตอร์

การวัดค่าความหนืดด้วยเครื่องบรูคฟีลด์วิสโคมิเตอร์ ดังแสดงในรูปที่ 3.6 สามารถทำได้โดยนำสารตัวอย่างที่ต้องการทดสอบเทลงในบีกเกอร์ เลือกใช้หัวทดสอบตามขนาดที่เหมาะสม สภาพความหนืดของสารตัวอย่าง และปรับความเร็วให้อยู่ในช่วงที่เหมาะสม ทำการทดสอบ 5 ครั้ง แล้วนำค่าที่ได้ไปหาค่าเฉลี่ยและเทียบเป็นค่า factor

$$\text{ค่าความหนืด (เซนติพอยส์)} = R \times F$$

โดย R คือ R.P.M. จำนวนรอบ/นาที
 F คือ ค่า factor



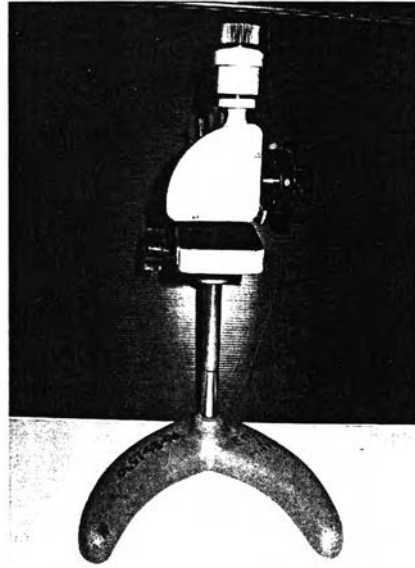
รูปที่ 3.6 เครื่องบรรจุฟิลตวิสโคมิเตอร์

3.9.4 ศึกษาระยะเวลาที่ใช้ในการแข็งตัวของยูพีอี

นำยูพีอีผสมกับโคบอลต์ออกโตเอตและเมทิลเอทิลคีโตนเปอร์ออกไซด์ในอัตราส่วน 100:0.5:0.5 โดยผสมยูพีอีให้เข้ากับโคบอลต์ออกโตเอตก่อนใช้แท่งแก้วกวนให้เข้ากัน แล้วเติมเมทิลเอทิลคีโตนเปอร์ออกไซด์ กวนของผสมทั้งหมดให้เข้ากันอีกครั้ง เมื่อผสมเข้ากันดีแล้วเริ่มจับเวลา และวัดอุณหภูมิของเรซิน บันทึกเวลาและอุณหภูมิของเรซินทุก 5 นาที สังเกตเวลาและอุณหภูมิขณะเรซินเริ่มแข็งตัวจนกระทั่งเรซินแข็งตัวอย่างสมบูรณ์ บันทึกค่าที่ได้ไว้เป็นระยะเวลาการเกิดเจลของเรซิน (gel time) และระยะเวลาการแข็งตัวของเรซิน (cure time)

3.9.5 การทดสอบความแข็ง (hardness)

ทดสอบตามมาตรฐาน ASTM D2240 [22] ด้วยเครื่องดูโรมิเตอร์ (Durometer) ชนิด Shore D ดังแสดงในรูปที่ 3.7 ซึ่งเป็นเครื่องวัดความแข็งของแผ่นพลาสติกที่มีความหนามากกว่า 3 มิลลิเมตร ขึ้นทดสอบควรมีพื้นที่มากพอที่จะทำให้หัวกด (indenter) กดห่างจากขอบอย่างน้อย 12 มิลลิเมตร และต้องวัดความแข็งอย่างน้อย 6 ตำแหน่ง โดยแต่ละตำแหน่งควรห่างกันอย่างน้อย 6 มิลลิเมตร แล้วนำค่าที่ได้มาหาค่าเฉลี่ย



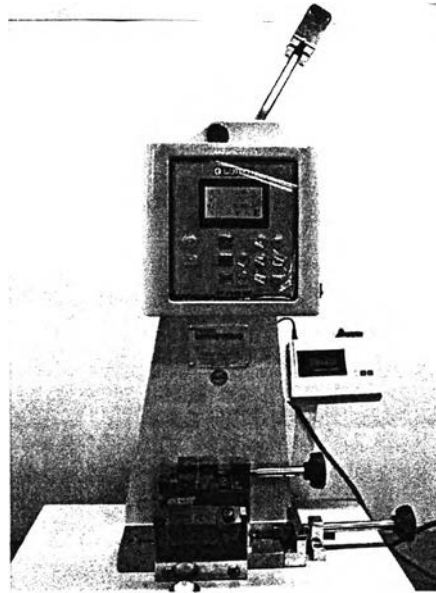
รูปที่ 3.7 เครื่องดูโรมิเตอร์ (Durometer) ชนิด Shore D

3.9.6 การทดสอบความทนแรงกระแทก (impact strength)

ทดสอบตามมาตรฐาน ASTM D256 [23] ด้วยเครื่อง Impact Testing Machine ดังแสดงในรูปที่ 3.8 เลือกวิธีการทดสอบแบบ Izod test โดยชิ้นทดสอบจะต้องมีขนาดความกว้าง 10.0 มิลลิเมตร และความหนา 3.2 มิลลิเมตร วางชิ้นทดสอบในแนวตั้งฉากและยึดที่ปลายเพียงด้านเดียว โดยตำแหน่งของรอยบากจะถูกหันเข้าหาด้านที่ตุ้มน้ำหนักตกกระทบ ปลดปล่อยตุ้มน้ำหนักลงมาตามแรงโน้มถ่วงโดยตุ้มน้ำหนักจะตกกระทบตรงกึ่งกลางของชิ้นทดสอบ อ่านค่าพลังงานที่ได้และบันทึกข้อมูลเพื่อนำไปใช้ในการคำนวณค่าความทนแรงกระแทกจากสูตร ดังต่อไปนี้

$$\text{Impact Strength} = \frac{W}{bd}$$

- โดยที่ W คือ พลังงาน, จูล (J)
 b คือ ความกว้างของชิ้นทดสอบตรงบริเวณรอยบาก, มิลลิเมตร (mm)
 d คือ ความหนาของชิ้นทดสอบ, มิลลิเมตร (mm)



รูปที่ 3.8 เครื่องทดสอบความทนแรงกระแทก รุ่น GT-7045-MDH

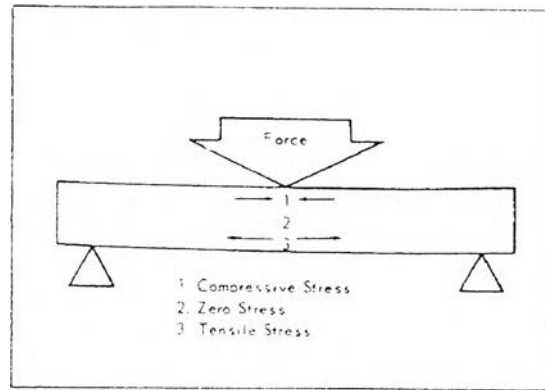
3.9.7 การทดสอบความทนแรงดัดโค้ง (flexural testing)

ทดสอบตามมาตรฐาน ASTM D790 [24] ด้วยเครื่อง Universal Testing Machine โดยชิ้นทดสอบจะต้องมีขนาดความกว้าง 25 มิลลิเมตร ความยาว 80 มิลลิเมตร และความหนา 3.2 มิลลิเมตร นำชิ้นทดสอบไปวางบนคานรองรับของเครื่อง Universal Testing Machine ให้แรงกดแก่ชิ้นทดสอบที่ตำแหน่งกึ่งกลางระหว่างคานทั้งสองซึ่งรองอยู่ด้านล่างด้วยอัตราเร็วเฉพาะค่าหนึ่ง ชิ้นทดสอบจะได้รับทั้งแรงเค้นดึง (tensile stress) และแรงเค้นกด (compressive stress) ดังแสดงในรูปที่ 3.9

ค่าแรงกดที่ทำให้ชิ้นทดสอบแตกหักจะนำมาใช้คำนวณหาค่าความทนแรงดัดโค้ง (flexural strength) จากสูตรต่อไปนี้

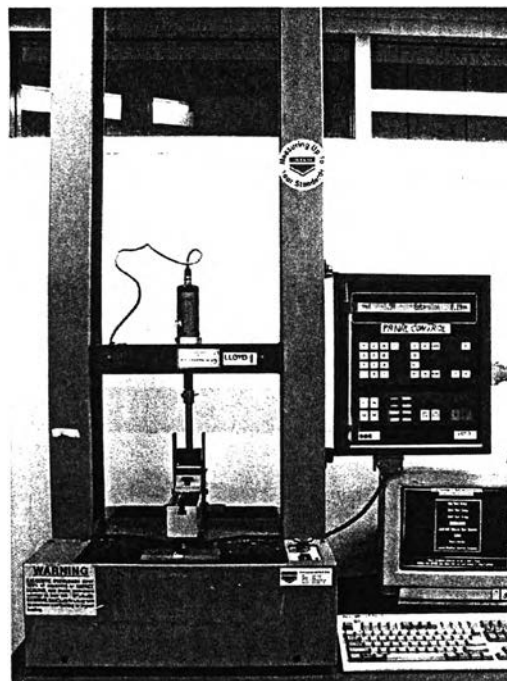
$$\text{Flexural Strength} = \frac{3PL}{2bd^2}$$

- โดยที่ P คือ แรงที่ชิ้นทดสอบเกิดการแตกหัก, นิวตัน (N)
 L คือ ความยาว (span length), มิลลิเมตร (mm)
 b คือ ความกว้างของชิ้นทดสอบโดยเฉลี่ย, มิลลิเมตร (mm)
 d คือ ความหนาของชิ้นทดสอบโดยเฉลี่ย, มิลลิเมตร (mm)



รูปที่ 3.9 แรงกระทำต่อชิ้นทดสอบของเครื่องทดสอบความทนแรงดัดโค้งแบบสามจุด

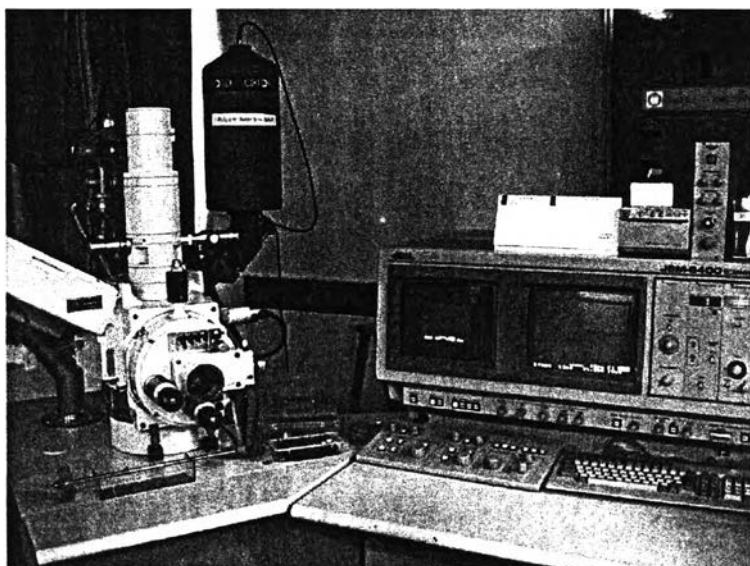
การทดสอบจะใช้เครื่อง Universal Testing Machine ดังแสดงในรูปที่ 3.10 และใช้ Load Cell ขนาด 2500 นิวตัน ดึงด้วยอัตราเร็ว 50 มิลลิเมตร/นาที และมี gauge length เท่ากับ 50 มิลลิเมตร



รูปที่ 3.10 เครื่อง Universal Testing Machine รุ่น LLOYD500

3.9.8 การศึกษาลักษณะทางสัณฐานวิทยาด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM)

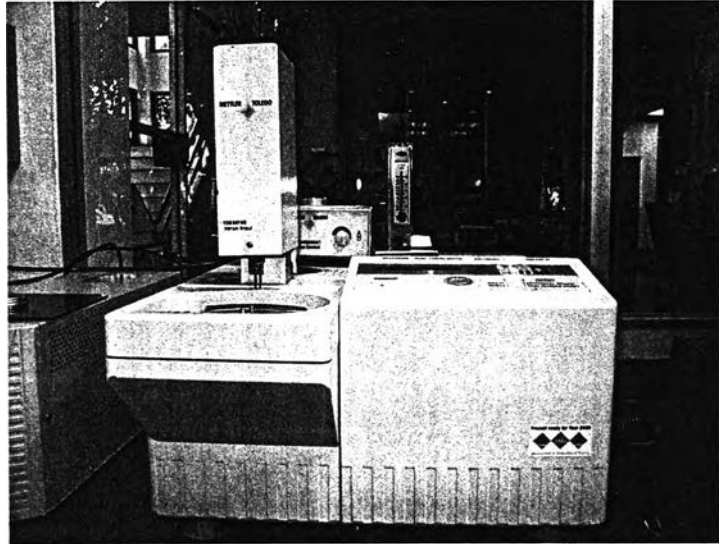
การศึกษาลักษณะทางสัณฐานวิทยาของชั้นทดสอบ ทำได้โดยนำชั้นทดสอบที่ถูกทำให้แตกหักไปเคลือบทองบนพื้นผิวและตรวจสอบด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด รุ่น Joel JSM-5410LV ดังแสดงในรูปที่ 3.11



รูปที่ 3.11 เครื่อง SEM รุ่น Joel JSM-5410LV

3.9.9 การวิเคราะห์สมบัติทางความร้อนด้วยเทคนิคดิฟเฟอเรนเชียลสแกนนิ่งคาลอริเมทรี (DSC)

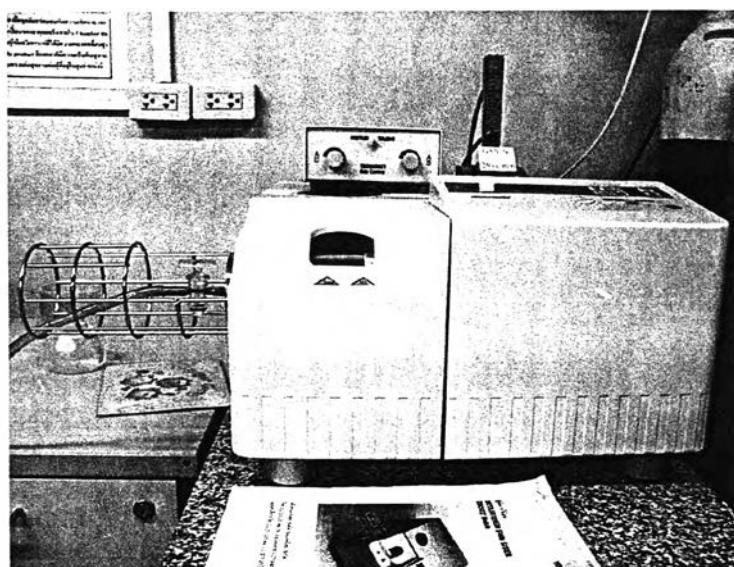
เป็นการวิเคราะห์สมบัติทางความร้อนด้วยเครื่องดิฟเฟอเรนเชียลสแกนนิ่งคาลอริมิเตอร์ ดังแสดงในรูปที่ 3.12 เพื่อหาอุณหภูมิกลาสทรานซิชัน (T_g) ของสารตัวอย่าง โดยนำสารตัวอย่างที่มีน้ำหนักประมาณ 3-10 มิลลิกรัม ใส่ในภาดอะลูมิเนียม ซึ่งน้ำหนักสารที่แน่นอนแล้วปิดผนึก ซึ่งใช้อากาศเป็นสารอ้างอิง ให้ภาวะการทดสอบเริ่มจากอุณหภูมิ -50 ถึง 200 องศาเซลเซียส อัตราการเพิ่มความร้อน 10 องศาเซลเซียส/นาที ทำการทดสอบภายใต้บรรยากาศของแก๊สไนโตรเจน



รูปที่ 3.12 เครื่อง DSC รุ่น METTLER TOLEDO DSC822^๕

3.9.10 การวิเคราะห์สมบัติทางความร้อนด้วยเทคนิคเทอร์โมกราวิเมตริกแอนนาไลซิส (TGA)

เป็นการวิเคราะห์สมบัติทางความร้อนด้วยเครื่องเทอร์โมกราวิเมตริกแอนนาไลเซอร์ ดังแสดงในรูปที่ 3.13 เพื่อหาอุณหภูมิการสลายตัว (T_d) ของสารตัวอย่าง โดยนำสารตัวอย่างที่มีน้ำหนักประมาณ 3-10 มิลลิกรัม ใส่ในถาดอะลูมินา ใช้ภาวะในการทดสอบเริ่มจากอุณหภูมิ 50 ถึง 1000 องศาเซลเซียส และคงอุณหภูมิที่ 1000 องศาเซลเซียสเป็นระยะเวลา 10 นาที อัตราการเพิ่มความร้อน 20 องศาเซลเซียส/นาที ทำการทดสอบภายใต้บรรยากาศของแก๊สไนโตรเจน



รูปที่ 3.13 เครื่อง TGA รุ่น METTLER TOLEDO TGA/SDTA 851^๕