

บทที่ 3

วิธีการทดลอง

3.1 สารเคมีที่ใช้ในการทดลอง

สารเคมีที่ใช้ในการทดลองดังแสดงในตารางที่ 3.1

ตารางที่ 3.1 ตารางแสดงสารเคมีที่ใช้ในการทดลอง

สารเคมี	สูตรโครงสร้าง	หมายเหตุ
ขวดเพต(พอลิเอทิลีนเทเรฟทาเลต)		เนสเลย์ เพียวไลฟ์ 600 มิลลิลิตร
ผ้าพอลิเอสเตอร์ 100 เปอร์เซ็นต์		ผ้าทอ ฟอกขาว
โพรพิลีนไกลคอล	$\text{CH}_3\text{CHOHCH}_2\text{OH}$	Fluka
ซิงก์อะซีเตต	$(\text{CH}_3\text{COO})_2\text{Zn} \cdot 2\text{H}_2\text{O}$	Fluka
มาเลอิกแอนไฮไดรด์	$\text{C}_4\text{H}_2\text{O}_3$	Fluka
กรดซัคซินิค	$\text{C}_4\text{H}_6\text{O}_4$	Carlo Erba
กรดอะดีพิก	$\text{C}_6\text{H}_{10}\text{O}_4$	Fluka
ไฮโดรควิโนน	$\text{C}_6\text{H}_4\text{O}_2$	Fluka
สไตรีนมอนอเมอร์	C_8H_8	Fluka
โคบอลต์ออกไซด์	$[\text{CH}_3(\text{CH}_2)_3\text{CH}(\text{C}_2\text{H}_5)\text{COO}]_2\text{Co}$	บริษัท สยามเคมีคอล อินดัสตรี จำกัด
เมทิลเอทิลคีโตนเปอร์ออกไซด์		บริษัท สยามเคมีคอล อินดัสตรี จำกัด

3.2 อุปกรณ์และเครื่องมือที่ใช้ในการทดลอง

3.2.1 เครื่องบดละเอียด (pulverizer) FRITSCH รุ่น T15, Markt Einersheim, Germany

3.2.2 ขวดแก้วกันกลม 4 คอ ขนาด 1,000 มิลลิลิตร

3.2.3 ภาชนะให้ความร้อน (heating mantle)

3.2.4 มอเตอร์ปั่นกวนชนิดปรับรอบได้พร้อมใบพัด รุ่น Eurostar, Ika-Werke, Staufen, Germany

3.2.5 เครื่องควบแน่น (condenser) พร้อมข้อต่อ

3.2.6 เทอร์โมมิเตอร์

3.2.7 เครื่องทำความเย็น (cooling thermopump) CA-101, Tokyo, Japan

3.2.8 เครื่องแก้วที่ใช้ในห้องปฏิบัติการ

3.2.9 เตาอบ

3.2.10 เครื่องปั่นแบบหมุนเหวี่ยง (centrifuge) รุ่น 55P-72, Hitachi, Hitachinaka, Japan)

3.2.11 แม่แบบซิลิโคน

3.3 เครื่องมือที่ใช้ในการวิเคราะห์

3.3.1 เครื่องตรวจวัดความหนืดชนิดบรูคฟิลด์วิสโคมิเตอร์ รุ่น RVT

3.3.2 เครื่อง อินฟราเรด-ฟูเรีย ทรานสฟอร์ม สเปกโตรมิเตอร์ รุ่น Perkin Elmer Spectrum One, Massachusetts, USA

3.3.3 เครื่อง เจลเพอเมอชัน โครมาโตกราฟี รุ่น Waters 600 controller, Milford, USA

3.3.4 เครื่องดูโรมิเตอร์ (Durometer) ชนิด Shore D, Freeport, New York, USA

3.3.5 เครื่องทดสอบความทนแรงกระแทก รุ่น GT-7045-MDH, Gotech, Taichung, Taiwan

3.3.6 เครื่อง Universal Testing Machine รุ่น LLOYD500

3.3.7 เครื่อง Scanning Electron Microscope รุ่น Joel JSM-6480LV, Tokyo, Japan

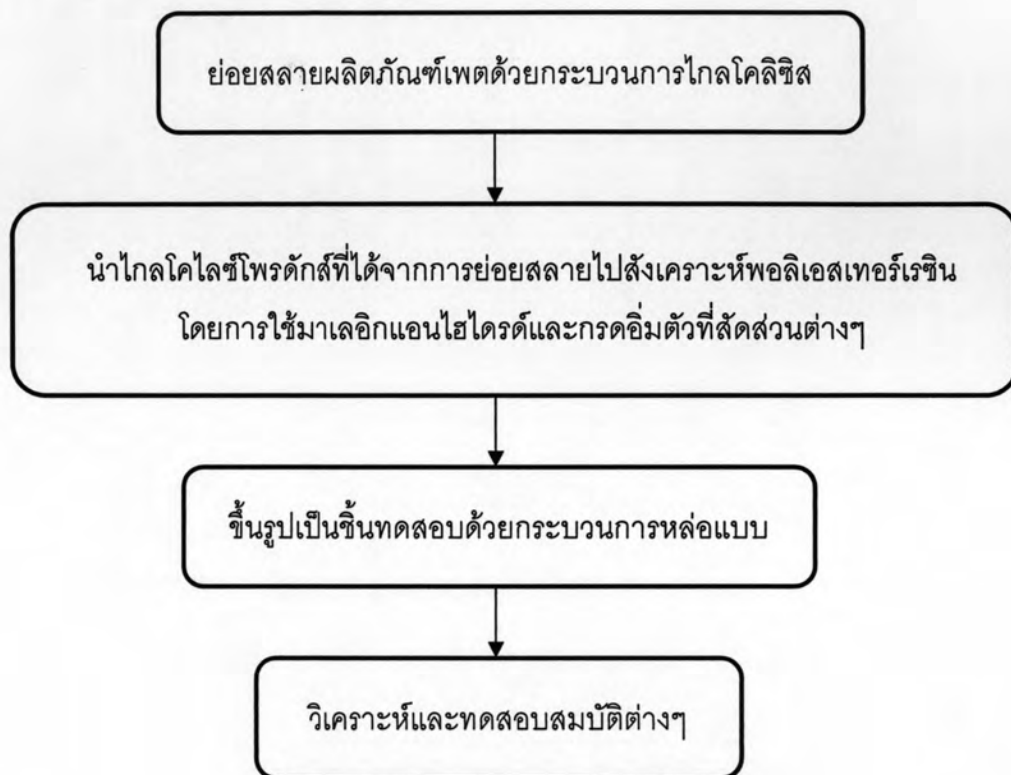
3.3.8 เครื่อง Thermogravimetric Analyzer รุ่น METTLER TOLEDO TGA/SDTA 851^e, USA

3.3.9 เครื่อง Differential Scanning Calorimeter รุ่น METTLER TOLEDO DSC822^e, USA

3.3.10 เวอร์เนียคาลิเปอร์

3.4 ขอบเขตการทดลอง

ขอบเขตการทดลองแสดงดังรูปที่ 3.1



รูปที่ 3.1 แผนผังขอบเขตการทดลอง

3.5 การเตรียมวัตถุดิบ

นำขวดเพตและผ้าพอลิเอสเทอร์ 100 เปอร์เซ็นต์ ไปบดด้วยเครื่องบดละเอียดดังแสดง
ในรูปที่ 3.2 โดยใช้ตะแกรงเบอร์ 1 ซึ่งจะทำให้ได้อนุภาคที่มีขนาดไม่เกิน 1 มิลลิเมตร

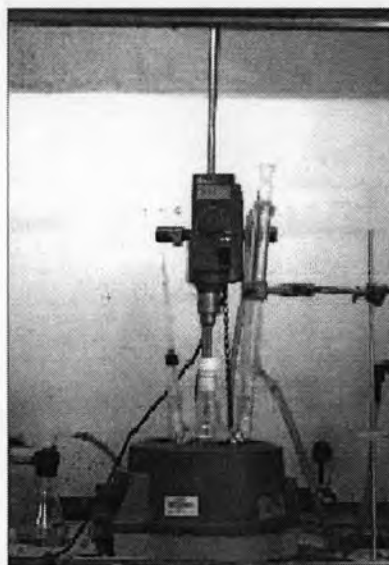


รูปที่ 3.2 เครื่องบดละเอียด

3.6 การย่อยสลายผลิตภัณฑ์พेटด้วยกระบวนการไกลโคไลซิส

3.6.1 นำผลิตภัณฑ์พेटที่ผ่านการบดละเอียด บรรจุลงในขวดแก้วก้นกลม 4 คอ

3.6.2 เติมโพพิลีนไกลคอล (ด้วยอัตราส่วนโดยโมลระหว่างพेटต่อโพพิลีนไกลคอล เท่ากับ 0.5:1.0) และซิงก์อะซีเตต 0.5 เปอร์เซ็นต์ของน้ำหนักพेटที่ใช้ ลงในขวดแก้วก้นกลม 4 คอ ที่วางอยู่ใน heating mantle ซึ่งต่อเข้ากับมอเตอร์ปั่นกวน เครื่องควบแน่น เทอร์โมมิเตอร์ และท่อ นำแก๊สไนโตรเจน ดังแสดงในรูปที่ 3.3



รูปที่ 3.3 อุปกรณ์การย่อยสลายพेट

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

3.6.4 เมื่อครบระยะเวลาดำเนินปฏิกิริยา ปล่อยให้ผลิตภัณฑ์ที่ได้เย็นตัวลงมาที่ อุณหภูมิห้องภายใต้บรรยากาศของแก๊สไนโตรเจน โดยไม่ต้องกวนสาร ผลิตภัณฑ์ที่ได้ จากปฏิกิริยาเรียกว่า ไกลโคไลซ์พอร์ดักส์ (glycolyzed product)

3.6.5 นำไกลโคไลซ์พอร์ดักส์ที่ได้ในแต่ละสูตรไปทำการตกตะกอนด้วยเครื่องปั่นแบบหมุน เหยียงที่ความเร็ว 12000 รอบ/นาที เป็นระยะเวลา 45 นาที จากนั้นนำไกลโคไลซ์พอร์ดักส์ส่วนหนึ่ง ไปตรวจสอบสมบัติด้วยเทคนิค FT-IR, GPC และตรวจวัดความหนืดด้วยเครื่องบรูคฟิลด์ วิสโคมิเตอร์

3.7 การสังเคราะห์พอลิเอสเทอร์เรซินชนิดไม่อิ่มตัวจากไกลโคไลซ์โพรดักส์

3.7.1 นำไกลโคไลซ์โพรดักส์ผสมกับกรด(อัตราส่วนโดยโมลเพต:โพรพิลีนไกลคอล: ไดแอซิด เป็น 0.5:1.0:1.0) ในขวดแก้วก้นกลม 4 คอ ซึ่งต่ออยู่กับมอเตอร์ปั่นกวน เครื่องควบแน่น เทอร์โมมิเตอร์ และท่อนำแก๊สไนโตรเจน ดังแสดงในรูปที่ 3.4 โดยมีสัดส่วนดังแสดงในตาราง 3.2



รูปที่ 3.4 อุปกรณ์การสังเคราะห์พอลิเอสเทอร์เรซินชนิดไม่อิ่มตัว

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

3.7.3 เพิ่มอุณหภูมิจนเป็น 200 องศาเซลเซียส ภายในเวลาครึ่งชั่วโมง จากนั้นคงไว้ที่อุณหภูมินี้เป็นเวลา 6 ชั่วโมง

3.7.4 เมื่อครบระยะเวลาในการดำเนินปฏิกริยา เติมไฮโดรควิโนน 0.045 เปอร์เซ็นต์ของน้ำหนักเรซิน

3.7.5 ปล่อยให้เรซินเย็นตัวลงมาจนถึง 100 องศาเซลเซียส ภายใต้บรรยากาศของแก๊สไนโตรเจน จากนั้นนำไปละลายในสไตรีนมอนอเมอร์ 35 เปอร์เซ็นต์ของน้ำหนักเรซิน กวนสารให้เข้ากัน ผลิตภัณฑ์ที่ได้จากปฏิกริยาเรียกว่า พอลิเอสเทอร์เรซินชนิดไม่อิ่มตัวหรือยูพีอี

ตารางที่ 3.2 สัดส่วนของสารที่ใช้ในการทำปฏิกิริยา

สูตร	ผลิตภัณฑ์ ไกลโคไลซ์	อัตราส่วน (โดย 0.5 โมลของเพต)		
		มาเลอิกแอนไฮไดรด์	กรดซัคซินิค	กรดอะดิพิก
ขวดเพต/MA	ขวดเพต	1	-	-
ขวดเพต/SA 0.125		0.825	0.125	-
ขวดเพต/SA 0.250		0.750	0.250	-
ขวดเพต/SA 0.375		0.625	0.375	-
ขวดเพต/SA 0.500		0.500	0.500	-
ขวดเพต/SA 0.625		0.375	0.625	-
ขวดเพต/AA 0.125		0.825	-	0.125
ขวดเพต/AA 0.250		0.750	-	0.250
ขวดเพต/AA 0.375		0.625	-	0.375
ขวดเพต/AA 0.500		0.500	-	0.500
ผ้าพอลิเอสเทอร์/MA		ผ้าพอลิ เอสเทอร์	1	-
ผ้าพอลิเอสเทอร์/SA 0.125	0.825		0.125	-
ผ้าพอลิเอสเทอร์/SA 0.250	0.750		0.250	-
ผ้าพอลิเอสเทอร์/SA 0.375	0.625		0.375	-

นำพอลิเอสเทอร์เรซินที่ได้ในแต่ละสูตรไปทดสอบสมบัติด้วยเทคนิค FT-IR ตรวจวัดความหนืดด้วยเครื่องบรูคฟิลด์วิสโคมิเตอร์ และศึกษาระยะเวลาที่ใช้ในการแข็งตัวของเรซินด้วยการวัดระยะเวลาที่เริ่มเกิดปฏิกิริยาและระยะเวลาการแข็งตัว (cure time)

3.8 การขึ้นรูปขึ้นทดสอบ

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

3.8.2 เมื่อของผสมเข้ากันดีแล้ว ให้เทลงในแม่แบบซิลิโคนที่มีขนาดและรูปร่างตามมาตรฐานการทดสอบต่างๆ

3.8.3 อบที่อุณหภูมิ 100 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 24 ชั่วโมง

3.8.4 นำชิ้นทดสอบที่ได้ไปทดสอบสมบัติเชิงกลและสมบัติทางความร้อน ได้แก่ ความแข็ง (hardness) ความทนแรงกระแทก (impact strength) สมบัติด้านแรงดัดโค้ง (flexural properties) อุณหภูมิกลาสทรานซิชัน (T_g) และอุณหภูมิการสลายตัว (T_d)

3.9 การทดสอบสมบัติต่างๆ

3.9.1 การวิเคราะห์และตรวจสอบโครงสร้างทางเคมีด้วยเทคนิคฟูรีเออร์ทรานสฟอร์มอินฟราเรดสเปกโทรสโกปี (FT-IR)

นำสารตัวอย่างที่ต้องการตรวจสอบไปวิเคราะห์ด้วยเครื่อง FT-IR สเปกโตรมิเตอร์ ดังแสดงในรูปที่ 3.5 เพื่อหาแถบดูดกลืนที่เกิดจากหมู่ฟังก์ชันต่างๆ ซึ่งสามารถบอกถึงโครงสร้างทางเคมีของสารได้ โดยอินฟราเรดสเปกตรัมของไกลโคไลซิโพรดักส์และพอลิเอสเทอร์เรซินจะอยู่ในช่วง 450-4000 cm^{-1} อินฟราเรดสเปกตรัมของ C=O จะปรากฏที่ตำแหน่งเลขคลื่น 1700-1800 cm^{-1} และอินฟราเรดสเปกตรัมของ C-O ที่อยู่ในหมู่เอสเทอร์จะปรากฏที่ตำแหน่ง 1250-1300 cm^{-1} และ 1000-1100 cm^{-1} ตามลำดับ ส่วนอินฟราเรดสเปกตรัมของ C=C ในอะโรมาติกของสไตรีน จะปรากฏที่ตำแหน่ง 1600-1700 cm^{-1} และอินฟราเรดสเปกตรัมของหมู่ OH ซึ่งมีอยู่ในน้ำหรือไกลคอลจะปรากฏที่ตำแหน่ง 2700-4000 cm^{-1}



รูปที่ 3.5 เครื่อง FT-IR Spectrometer ยี่ห้อ Perkin Elmer รุ่น Spectrum One

3.9.2 การตรวจสอบน้ำหนักโมเลกุลและการกระจายน้ำหนักโมเลกุลด้วยเทคนิคเจลเพอมีเอชันโครมาโตกราฟี (GPC)

เทคนิคเจลเพอมีเอชันโครมาโตกราฟีเป็นเทคนิคโครมาโตกราฟีที่นิยมใช้มากที่สุดในการตรวจวิเคราะห์พอลิเมอร์ เนื่องจากสามารถใช้วิเคราะห์พอลิเมอร์ที่มีน้ำหนักโมเลกุลต่ำถึงสูงมากถึงหนึ่งล้าน (10^6 กรัม/โมล) ได้ ใช้สารตัวอย่างปริมาณน้อยให้ข้อมูลหลายชนิด

ทั้งน้ำหนักโมเลกุลเฉลี่ย (M_n , M_w , M_v และ M_z) และการกระจายน้ำหนักโมเลกุล รายละเอียดของการทดสอบสรุปได้ ดังแสดงในตารางที่ 3.3

ตารางที่ 3.3 รายละเอียดของการทดสอบด้วยเทคนิค GPC

Eluent	Tetrahydrofuran (THF)
Flow rate	1.0 ml/min
Inject volume	50 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 โดยชั่งน้ำหนักสารตัวอย่างประมาณ 15 มิลลิกรัม แล้วนำไปละลายในเตตระไฮโดรฟิวแรน (THF) จากนั้นจึงนำสารละลายตัวอย่างไปกรองเอาฝุ่นละอองออกโดยใช้กระดาษกรองที่มีความละเอียด 35 ไมครอน จากนั้นจึงนำไปตรวจสอบด้วยเครื่อง GPC ดังแสดงในรูปที่ 3.6



รูปที่ 3.6 เครื่องเจลเพอมีเอชันโครมาโตกราฟี รุ่น Waters 600 controller

3.9.3 การตรวจวัดความหนืดด้วยเครื่องบรูคฟิลด์วิสโคมิเตอร์

การวัดค่าความหนืดด้วยเครื่องบรูคฟิลด์วิสโคมิเตอร์ ดังแสดงในรูปที่ 3.7 สามารถทำได้ โดยนำสารตัวอย่างที่ต้องการทดสอบเทลงในบีกเกอร์ 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 3.7 เครื่องบรูคฟิลด์วิสโคมิเตอร์

3.9.4 การศึกษาระยะเวลาที่ใช้ในการแข็งตัวของยูพีอี

นำยูพีอีผสมกับโคบอลต์ออกโตเอตและเมทิลเอทิลคีโตนเปอร์ออกไซด์ในอัตราส่วน 100:0.5:0.5 โดยผสมยูพีอีให้เข้ากับโคบอลต์ออกโตเอตก่อนใช้แท่งแก้วกวนให้เข้ากัน แล้วเติมเมทิลเอทิลคีโตนเปอร์ออกไซด์ กวนของผสมทั้งหมดให้เข้ากันอีกครั้ง เมื่อผสมเข้ากันดีแล้ว เริ่มจับเวลา และวัดอุณหภูมิของเรซิน บันทึกเวลาและอุณหภูมิของเรซินทุก 5 นาที สังเกตเวลาและอุณหภูมิขณะเรซินเริ่มแข็งตัวจนกระทั่งเรซินแข็งตัวอย่างสมบูรณ์ บันทึกค่าที่ได้ไว้เป็นเวลาที่เริ่มเกิดปฏิกิริยาของเรซินและเวลาการแข็งตัวของเรซิน (cure time)

3.9.5 การทดสอบความแข็ง (hardness)

ทดสอบตามมาตรฐาน ASTM D2240 [22] ด้วยเครื่องดูโรมิเตอร์ (Durometer) ชนิด Shore D ดังแสดงในรูปที่ 3.8 ซึ่งเป็นเครื่องวัดความแข็งของแผ่นพลาสติกที่มีความหนา มากกว่า 3 มิลลิเมตร ขึ้นทดสอบควรมีพื้นที่ที่มากพอที่จะทำให้หัวกด (indenter) กดห่างจากขอบอย่างน้อย 12 มิลลิเมตร และต้องวัดความแข็งอย่างน้อย 6 ตำแหน่ง โดยแต่ละตำแหน่งควรถ่างกันอย่างน้อย 6 มิลลิเมตร แล้วนำค่าที่ได้มาหาค่าเฉลี่ย



รูปที่ 3.8 เครื่องดูโรมิเตอร์ (Durometer) ชนิด Shore D

3.9.6 การทดสอบความทนแรงกระแทก (impact strength)

ทดสอบตามมาตรฐาน ASTM D256 [23] ด้วยเครื่อง Impact Testing Machine ดังแสดงในรูปที่ 3.9 เลือกวิธีการทดสอบแบบ Izod test โดยชิ้นทดสอบจะต้องมีขนาดความกว้าง 10.0 มิลลิเมตร และความหนา 3.2 มิลลิเมตร วางชิ้นทดสอบในแนวตั้งฉากและยึดที่ปลายเพียงด้านเดียว โดยตำแหน่งของรอยบากจะถูกหันเข้าหาด้านที่ตุ้มน้ำหนักตกกระทบ ปล่อยตุ้มน้ำหนักลงมาตามแรงโน้มถ่วงโดยตุ้มน้ำหนักจะตกกระทบตรงกึ่งกลางของชิ้นทดสอบ 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 3.9 เครื่องทดสอบความทนแรงกระแทก รุ่น GT-7045-MDH

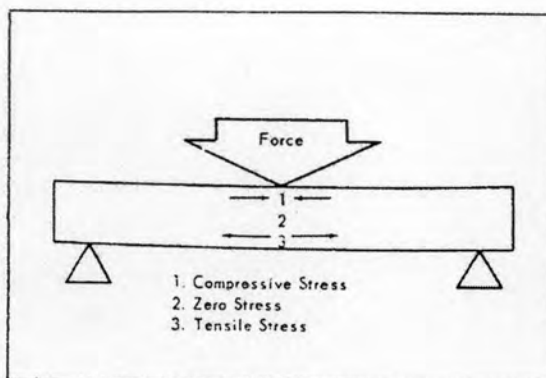
3.9.7 การทดสอบสมบัติด้านแรงดัดโค้ง (flexural testing)

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 3.10

ค่าแรงกดที่ทำให้ชิ้นทดสอบแตกหักจะนำมาใช้คำนวณหาค่าความทนแรงดัดโค้ง (flexural strength) จากสูตรต่อไปนี้

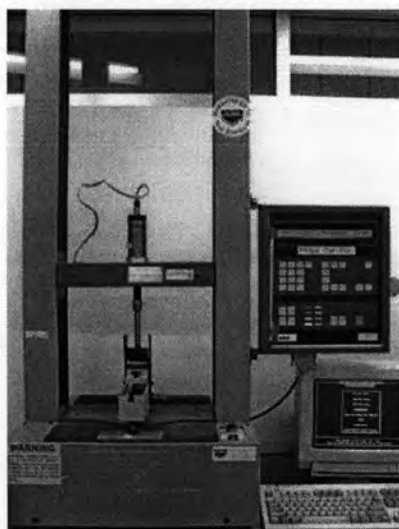
$$\text{Flexural Strength} = \frac{3PL}{2bd^2}$$

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



รูปที่ 3.10 แรงกระทำต่อชิ้นทดสอบของเครื่องทดสอบความทนแรงดัดโค้งแบบสามจุด

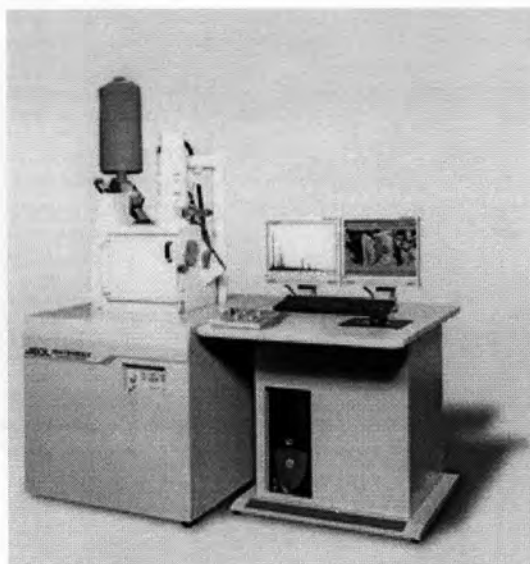
การทดสอบจะใช้เครื่อง Universal Testing Machine ดังแสดงในรูปที่ 3.11 และใช้ Load Cell ขนาด 2500 นิวตัน กดด้วยอัตราเร็ว 50 มิลลิเมตร/นาที และมี span length เท่ากับ 50 มิลลิเมตร



รูปที่ 3.11 เครื่อง Universal Testing Machine รุ่น LLOYD500

3.9.8 การศึกษาลักษณะทางสัณฐานวิทยาด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM)

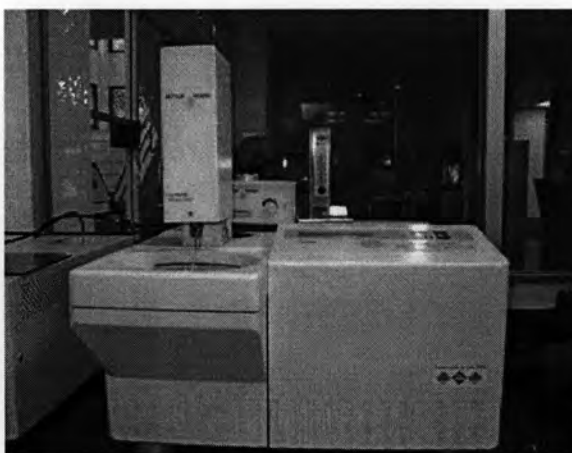
การศึกษาลักษณะทางสัณฐานวิทยาของชิ้นทดสอบ ทำได้โดยนำชิ้นทดสอบที่ถูกทำให้แตกหักไปเคลือบทองบนพื้นผิวและตรวจสอบด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดยี่ห้อ Joel รุ่น JSM-6480LV ดังแสดงในรูปที่ 3.12



รูปที่ 3.12 เครื่อง SEM ยี่ห้อ Joel รุ่น JSM-6480LV

3.9.9 การวิเคราะห์สมบัติทางความร้อนด้วยเทคนิคดิฟเฟอเรนเชียลสแกนนิ่งคาลอริมิทรี (DSC)

เป็นการวิเคราะห์สมบัติทางความร้อนด้วยเครื่องดิฟเฟอเรนเชียลสแกนนิ่งคาลอริมิเตอร์ ดังแสดงในรูปที่ 3.13 เพื่อหาอุณหภูมิกลาสทรานซิชัน (T_g) ของสารตัวอย่าง โดยนำสารตัวอย่างที่มีน้ำหนักประมาณ 3-10 มิลลิกรัม ใส่ในถาดอะลูมิเนียม ซึ่งน้ำหนักสารที่แน่นอนแล้วปิดผนึกซึ่งใช้อากาศเป็นสารอ้างอิง ให้ภาวะการทดสอบเริ่มจากอุณหภูมิ -50 ถึง 200 องศาเซลเซียส อัตราการเพิ่มความร้อน 10 องศาเซลเซียส/นาที ทำการทดสอบภายใต้บรรยากาศของแก๊สไนโตรเจน



รูปที่ 3.13 เครื่อง DSC ยี่ห้อ Mettler Toledo รุ่น DSC822^e

3.9.10 การวิเคราะห์สมบัติทางความร้อนด้วยเทคนิคเทอร์โมกราวิเมตริกแอนนาไลซิส (TGA)

เป็นการวิเคราะห์สมบัติทางความร้อนด้วยเครื่องเทอร์โมกราวิเมตริกแอนนาไลเซอร์ ดังแสดงในรูปที่ 3.14 เพื่อหาอุณหภูมิเริ่มการสลายตัว (onset thermal degradation temperature, T_d) ของสารตัวอย่าง โดยนำสารตัวอย่างที่มีน้ำหนักประมาณ 3-10 มิลลิกรัม ใส่ในถาดอะลูมินา ใช้ภาวะในการทดสอบเริ่มจากอุณหภูมิ 50 ถึง 1000 องศาเซลเซียส และคงอุณหภูมิที่ 1000 องศาเซลเซียสเป็นระยะเวลา 10 นาที อัตราการเพิ่มความร้อน 20 องศาเซลเซียส/นาที ทดสอบภายใต้บรรยากาศของแก๊สไนโตรเจน



รูปที่ 3.14 เครื่อง TGA ยี่ห้อ Mettler Toledo รุ่น TGA/SDTA 851^o