

อุปกรณ์และวิธีการ

อุปกรณ์

สารตัวอย่างที่ใช้ในการทดลอง

สารพอลิเมอร์ตัวอย่างที่ใช้ในการวิจัยนี้เป็นแผ่นฟิล์มพลาสติกพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูงที่เจือสารย่อยสลาย CaCO_3 ซึ่งมีจำนวน 8 อัตราส่วน ดังนี้

HDPE : CaCO_3 = 100 : 0, 95 : 5, 80 : 20, 70 : 30, 65 : 35, 50 : 50, 40 : 60 และ 30 : 70
โดยน้ำหนัก

อุปกรณ์ที่ใช้ในการเตรียมและศึกษาสมบัติทางความร้อนของสารตัวอย่าง

1. ไมโครมิเตอร์ ดังภาพที่ 15 ผลิตโดยบริษัท L.S. Starrett Co. ประเทศสหรัฐอเมริกา ความละเอียด 0.01 มิลลิเมตร สำหรับวัดความหนาของแผ่นฟิล์มพลาสติก



ภาพที่ 15 ไมโครมิเตอร์

2. ที่เจาะกระดาษ ดังภาพที่ 16 สำหรับเจาะแผ่นฟิล์มให้เป็นแผ่นกลมเส้นผ่านศูนย์กลาง 7 มิลลิเมตร



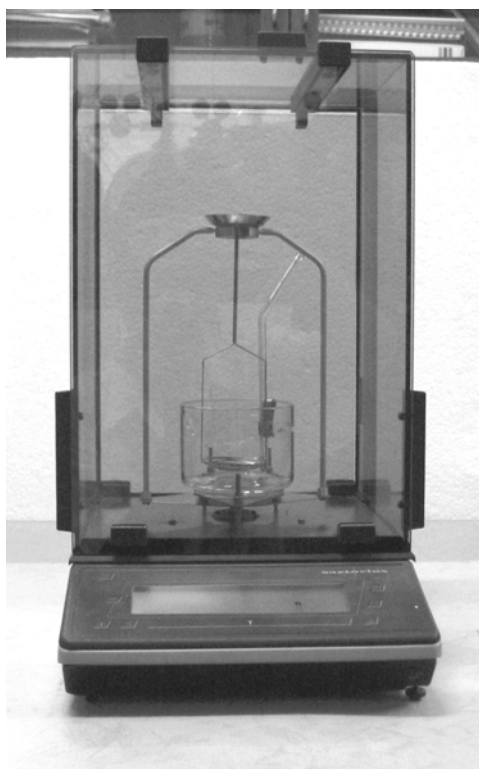
ภาพที่ 16 ที่เจาะกระดาษ

3. คีมคีบสาร ดังภาพที่ 17 สำหรับคีบสารตัวอย่าง



ภาพที่ 17 คีมสำหรับคีบสารตัวอย่าง

4. เครื่องชั่งอย่างละเอียด รุ่น AC 2105 ดังภาพที่ 18 ผลิตโดยบริษัท Satorius GMBH Gottingen ประเทศเยอรมัน ชั่งน้ำหนักได้สูงสุด 230 กรัม ความแม่นยำ 0.1 มิลลิกรัม จอแสดงผลแบบ black graphic LCD ความต่างศักย์ 220 โวลต์ 50 Hz



ภาพที่ 18 เครื่องชั่งอย่างละเอียด

5. เครื่องปิดผนึกฟอลูมิเนียม รุ่น GmbH D-7770 ดังภาพที่ 19 ผลิตโดยบริษัท Perkin-Elmer



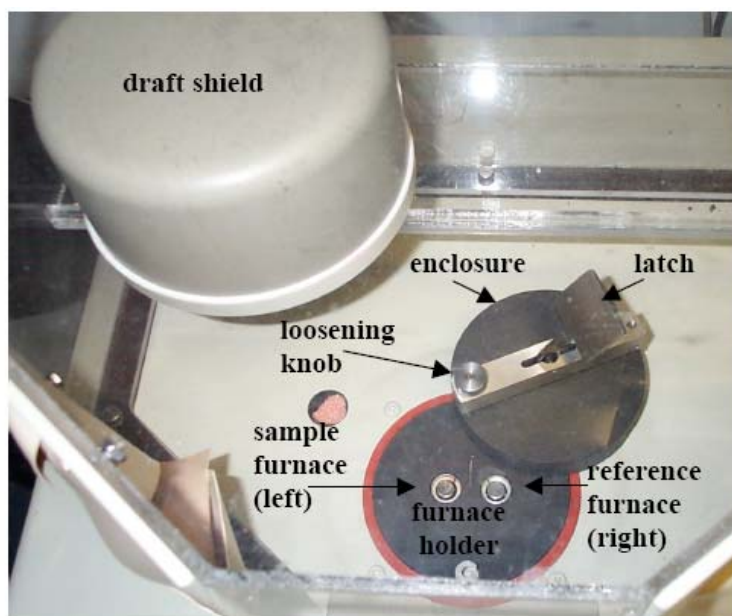
ภาพที่ 19 เครื่องปิดผนึกฟอลูมิเนียม

6. กะทะอลูมิเนียม ดังภาพที่ 20 สำหรับใส่สารตัวอย่างเส้นผ่านศูนย์กลาง 7.60 มิลลิเมตร ลึก 0.93 มิลลิเมตร ฟอลูมิเนียมหนา 0.08 มิลลิเมตร



ภาพที่ 20 กะทะและฝาปิดอลูมิเนียม

7. เครื่องแคลอริเมตรีแบบส่องกราดอนุพันธ์ (DSC 7) ดังภาพที่ 21 ผลิตโดยบริษัท Perkin Elmer ประเทศสหรัฐอเมริกา



ภาพที่ 21 เครื่องแคลอริเมตรีแบบส่องกราดอนุพันธ์

8. เครื่องควบคุมวิเคราะห์ความร้อน TAC7/DX และเครื่องควบคุมก๊าซ ดังภาพที่ 22 ผลิตโดยบริษัท Perkin Elmer ประเทศสหรัฐอเมริกา



ภาพที่ 22 เครื่องควบคุมวิเคราะห์ความร้อน และเครื่องควบคุมก๊าซ

อุปกรณ์ที่ใช้ในการศึกษาพื้นฐานวิทยาของสารตัวอย่าง

1. กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM) รุ่น JSM-5410 ดังภาพที่ 23
กำลังขยาย 20–25,000 เท่า ผลิตโดยบริษัท JEOL ประเทศญี่ปุ่น



ภาพที่ 23 กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด

2. เครื่องเคลือบไอออน (Ion Coater) รุ่น JFC-1200 ดังภาพที่ 24 ผลิตโดยบริษัท JEOL ประเทศไทย



ภาพที่ 24 เครื่องเคลือบไอออน

3. ไนโตรเจนเหลว ดังภาพที่ 25



ภาพที่ 25 ไนโตรเจนเหลว

วิธีการ

การเปิดและปิดชุดวิเคราะห์ความร้อน

การใช้ชุดวิเคราะห์ความร้อนแคลอรีเมตรีแบบส่องกราดอนุพันธ์ ต้องเปิดและปิดอุปกรณ์แต่ละชนิดโดยให้เรียงตามลำดับอย่างถูกต้อง เพื่อให้ชุดวิเคราะห์ความร้อนแคลอรีเมตรีแบบส่องกราดอนุพันธ์มีอายุการใช้งานยาวนาน ซึ่งลำดับของการเปิดและปิดชุดวิเคราะห์ความร้อนแคลอรีเมตรีแบบส่องกราดอนุพันธ์เป็นดังนี้

1. เสียบปลั๊กไฟฟ้าให้เรียบร้อย และเปิดเครื่องสำรองไฟฟ้าหรือ stabilizer (ถ้ามี)
2. เปิดวาล์วก๊าซและเครื่องควบคุมก๊าซไนโตรเจนบริสุทธิ์ 99%
3. เปิดเครื่องคอมพิวเตอร์ เข้าโปรแกรมคอมพิวเตอร์ และเปิดอุปกรณ์เสริมต่างๆ เช่น เครื่องพิมพ์
4. เปิดเครื่องวิเคราะห์ความร้อนอนุพันธ์ (DSC)
5. เปิดเครื่องควบคุมการวิเคราะห์ความร้อน(TAC)
6. หลังจากสิ้นสุดการใช้งานจะต้องปิดสวิตช์ อุปกรณ์แต่ละชนิดของชุดวิเคราะห์ความร้อนแคลอรีเมตรีแบบส่องกราดอนุพันธ์ โดยเรียงตามลำดับย้อนกลับจากข้อ 5 ไปยังข้อ 1

การปรับมาตรฐานเครื่องแคลอรีเมตรีแบบส่องกราดอนุพันธ์

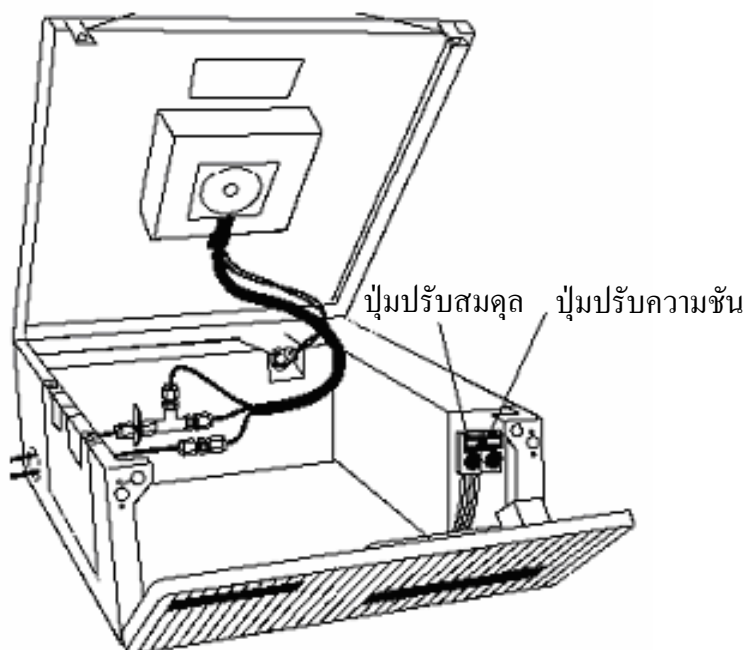
การปรับมาตรฐานเครื่องแคลอรีเมตรีแบบส่องกราดอนุพันธ์ (DSC) เพื่อให้เครื่องสามารถบันทึกข้อมูลที่ต้องการ ต้องทำการปรับมาตรฐานทุกครั้งก่อนการทดลองครั้งแรก หรือหลังจากปิดเครื่องแคลอรีเมตรีแบบส่องกราดอนุพันธ์ เป็นเวลานานกว่าหนึ่งสัปดาห์ หรือเมื่อสังเกตเห็นความผิดปกติของเส้นกราฟที่ได้จากการทดลอง การปรับมาตรฐานเครื่องแคลอรีเมตรีแบบส่องกราดอนุพันธ์มี 2 ชนิด คือการปรับมาตรฐานกราฟเส้นฐานและการปรับมาตรฐานอุณหภูมิ

การปรับมาตรฐานกราฟเส้นฐาน

การปรับมาตรฐานกราฟเส้นฐาน เป็นการปรับกราฟเส้นฐานให้อยู่ในแนวเส้นตรงขนานกับแนวนอนทางแกน x ให้มากที่สุด ซึ่งเป็นขั้นตอนที่สำคัญก่อนเริ่มทำการทดลอง เพื่อปรับให้เครื่องวิเคราะห์ความร้อนแบบส่องกราดอนุพันธ์สามารถวิเคราะห์ข้อมูลได้อย่างถูกต้องแม่นยำ โดยมีขั้นตอนการปรับมาตรฐานดังนี้

1. นำกะทะอลูมิเนียมเปล่าที่ปิดผนึกด้วยฝาอลูมิเนียมเรียบร้อย 2 ชุดซึ่งมีขนาดเดียวกัน ไปใส่ที่เตาทั้งสองข้างของเครื่องวิเคราะห์ความร้อนแคลอริเมตรีแบบส่องกราดอนุพันธ์

2. ป้อนข้อมูลคำสั่ง และค่าต่างๆ ที่สำคัญ เพื่อสะดวกต่อการค้นหาภายหลัง เช่น ลำดับของสารตัวอย่าง (sample identification) รายละเอียดของสารตัวอย่าง ข้อสังเกต (comment) ชื่อผู้ทำการทดลอง (operator identification) ชื่อไฟล์ข้อมูล (file-name) และน้ำหนักสารตัวอย่าง (sample weight) ซึ่งการปรับมาตรฐานกราฟเส้นฐาน น้ำหนักของสารตัวอย่างมีค่าเป็นศูนย์



ภาพที่ 26 ปุ่มปรับดุลภาค และปุ่มปรับความชันของกราฟเส้นฐานของเครื่อง DSC

3. ตั้งโปรแกรมสำหรับขั้นตอนในการดำเนินการ โดยให้อุณหภูมิเริ่มต้น $30\text{ }^{\circ}\text{C}$ คงตัวเป็นเวลา 2 นาที และเพิ่มอุณหภูมิด้วยอัตราคงตัว $10\text{ }^{\circ}\text{C} / \text{min}$ จนถึงอุณหภูมิสุดท้าย $180\text{ }^{\circ}\text{C}$

4. เครื่องแคลอริเมตรีแบบส่องกราดคอนฟิเจอร์บันทึกข้อมูลของกราฟเส้นฐานเป็นฟังก์ชันของอุณหภูมิ ถ้ากราฟเส้นฐานไม่อยู่ในแนวขนานกับแกน x ต้องปรับความเอียงของ เตาความร้อนของสารตัวอย่างให้ขนานกับเตาของสารอ้างอิง โดยค่อยๆ หมุนปุ่มปรับดุลภาค (balance) และปุ่มปรับความชัน (slope) ดังแสดงในภาพที่ 26 ซึ่งปุ่มทั้งสองนี้มีความไวต่อการสัมผัสมากจึงต้องปรับปุ่มทั้งสองอย่างช้าๆ จนกระทั่งได้กราฟเส้นฐานที่มีลักษณะเป็นเส้นตรงในแนวนอนขนานกับแกน x ตามต้องการ

การปรับมาตรฐานอุณหภูมิ

การปรับมาตรฐานอุณหภูมิเป็นการเปรียบเทียบอุณหภูมิโดยใช้สารมาตรฐาน ซึ่งทราบค่าอุณหภูมิหลอมเหลว เพื่อให้เครื่อง DSC ใช้อุณหภูมินั้นเป็นอุณหภูมิมาตรฐาน การวิจัยนี้ใช้อินเดียมเป็นสารมาตรฐาน ซึ่งมีอุณหภูมิหลอมเหลว และพลังงานในการหลอมดังตารางที่ 3 โดยมีขั้นตอนการปรับมาตรฐานดังนี้

1. บรรจุสารมาตรฐานอินเดียมมวล 6.162 มิลลิกรัม ในกะทะอลูมิเนียม เส้นผ่านศูนย์กลาง 7.60 มิลลิเมตร แล้วปิดฉีกด้วยฝา นำไปใส่ในเตาด้านซ้าย โดยเตาทางด้านขวาใส่กะทะอลูมิเนียมเปล่าที่ปิดฉีกด้วยฝาขนาดเดียวกัน

2. ตั้งโปรแกรมสำหรับการทดลอง โดยให้อุณหภูมิเริ่มต้น $30\text{ }^{\circ}\text{C}$ คงตัว เป็นเวลา 2 นาที แล้วเพิ่มอุณหภูมิด้วยอัตราคงตัว $10\text{ }^{\circ}\text{C} / \text{min}$ จนถึงอุณหภูมิสุดท้าย $180\text{ }^{\circ}\text{C}$

3. เครื่องคอมพิวเตอร์จะบันทึกและแสดงผลออกมาในรูปของกราฟการดูดกลืนความร้อนของอินเดียม นำค่าอุณหภูมิหลอมเหลว และพลังงานในการหลอม ของสารมาตรฐาน ไปตั้งเป็นค่าอุณหภูมิและพลังงานมาตรฐานของเครื่อง เพื่อเครื่องคอมพิวเตอร์จะบันทึกเป็นค่ามาตรฐานสำหรับใช้เทียบกับผลการทดลองของสารตัวอย่าง

ตารางที่ 3 อุณหภูมิหลอมเหลว และพลังงานหลอมเหลวของสารมาตรฐานบางชนิด

สารมาตรฐาน	อุณหภูมิหลอมเหลว (°C)	พลังงานหลอมเหลว (J/g)
อินเดียม	156.6	28.4
ดีบุก	231.9	60.5
ตะกั่ว	327.5	23.0
สังกะสี	419.4	108.4
โปรแตสเซียมฟอสเฟต	585.0	33.3

การศึกษาสมบัติทางความร้อนของแผ่นฟิล์มพลาสติก

การศึกษาสมบัติทางความร้อนของแผ่นฟิล์มพลาสติก มีขั้นตอนการทดลองดังนี้

1. วัดความหนาของแผ่นฟิล์มพลาสติกด้วยไมโครมิเตอร์แล้วพับแผ่นฟิล์มซ้อนกันหลาย ๆ ชั้น เพื่อให้แผ่นฟิล์มพลาสติกมีความหนาประมาณ 0.5 mm จากนั้นตัดแผ่นฟิล์มให้เป็นแผ่นกลมด้วยเครื่องเจาะกระดาษ

2. นำแผ่นฟิล์มพลาสติกที่เตรียมในข้อ 1 ไปชั่งน้ำหนักด้วยเครื่องชั่งอย่างละเอียด (Sartorius) ซึ่งแผ่นฟิล์มที่ใช้ในการทดลองต้องมีมวลไม่น้อยกว่า 10 mg

3. บรรจุ แผ่นฟิล์มที่ชั่งน้ำหนักแล้วในกะทะอลูมิเนียมขนาด 50 ไมโครลิตร ซึ่งมี เส้นผ่านศูนย์กลาง 7.60 mm ลึก 0.93 mm และปิดผนึกด้วยฝาอลูมิเนียมที่มีความหนา 0.08 mm

4. นำกะทะอลูมิเนียมที่ปิดผนึกด้วยฝาไปใส่ในเตาด้านซ้ายมือของเครื่องแคลอริเมตรีแบบส่องกราดอนุพันธ์

5. การศึกษาสมบัติทางความร้อนภายใต้กระบวนการไมโอไซเทอร์มัล มีขั้นตอนดังนี้

5.1 ตั้งโปรแกรมการทดลองโดยให้อุณหภูมิเริ่มต้นของสารตัวอย่างมีค่าคงตัวที่ 30 °C เป็นเวลา 2 นาที แล้วเพิ่มอุณหภูมิจนถึงอุณหภูมิ 180 °C ด้วยอัตราการเพิ่มอุณหภูมิกงตัว 4 อัตรา

คือ 5, 10, 15 และ 20 °C/min เพื่อหาค่าอุณหภูมิหลอมเหลว และความจุความร้อนของสารตัวอย่าง จากกราฟ DSC ของกระบวนการดูดกลืนความร้อน โดยใช้สมการ (10)

5.2 ให้สารตัวอย่างมีอุณหภูมิคงตัวที่ 180 °C เป็นเวลา 1 นาที แล้วลดอุณหภูมิลงจนถึงอุณหภูมิเริ่มต้น 30 °C ด้วยอัตราการลดอุณหภูมิคงตัว 4 อัตราคือ 5, 10, 15 และ 20 °C/min เพื่อหาความร้อนและอุณหภูมิเปอร์เซ็นต์การตกผลึก ของสารตัวอย่างจากกราฟ DSC ของกระบวนการคายความร้อน โดยใช้สมการ (18)

5.3 หาค่าพารามิเตอร์จลน์ของการตกผลึก โดยใช้ทฤษฎีของ Ozawa จาก สมการ (20)

5.4 คำนวณค่าพลังงานก่อกัมมันต์โดยใช้ทฤษฎี Kissinger จากสมการ (21)

สถานที่และระยะเวลาการทําวิจัย

สถานที่ทําวิจัย

1. เตรียมแผ่นฟิล์มตัวอย่าง ศึกษาสมบัติทางความร้อน ที่หน่วยวิจัยและปฏิบัติการสารตัวนำยิ่งยวดและพอลิเมอร์ ภาควิชาฟิสิกส์ คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยเกษตรศาสตร์ วิทยาเขตบางเขน

2. ศึกษาฐานานวิทยาของแผ่นฟิล์มตัวอย่าง ที่ศูนย์เทคโนโลยีโลหะและวัสดุแห่งชาติ สำนักงานพัฒนาวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยีแห่งชาติ

ระยะเวลาการทําวิจัย

ระหว่างปีการศึกษา 2546 ถึง ปีการศึกษา 2548