ภาคผนวก ข.

วิธีการใช้เครื่อง FT-IR, Pyris I TGA HT, MASTERSIZER X

วิธีการใช้เครื่อง FT-IR

1. เปิดเครื่องกอมพิวเตอร์เข้าไปที่หน้าจอของ Spectrum

 เข้าไปที่ INSTRUMENT แล้วกดเข้าไปที่ INITIALIZE แล้ตอบ YES รอจนกว่าเครื่องจะ แสดงว่า READY

3. ตรวจสอบดู ENERGY โดยเข้าไปที่ MONITOR แล้วเข้าไปที่ ENERGY ตรวจสอบดูว่า มี ENERGY เท่าใด

4. การ ALIGN ต้องแน่ใจว่าไม่มีสารตัวอย่างอยู่ในช่องใส่สารตัวอย่าง

5. การ RUN ให้กดที่ INSTRUMENT แล้วเข้าไปที่ SCAN BACKGROUND ตั้งชื่อ FILE NAME และ DESCRIPTION ให้กำหนด RANGE START ที่ 4,000 ถึง 400 cm⁻¹ และกำหนด จำนวนครั้งของการแสกน (SCAN NUMBER OF SCAN) ตอบ OK รอจนกว่าเครื่องจะทำงาน

6. ก่อนการตรวจวัดสารตัวอย่างควรตรวจวัดสารมาตรฐานโพถิสไตรถิน (Standard polystrylene) ก่อน

7. ทำการตรวจวัดสารตัวอย่าง โดยนำสารตัวอย่างมาบดผสมกับ KBr แล้วนำไปอัดเป็นแผ่น บางด้วยเกรื่องมือสำหรับอัดของเครื่อง FT-IR

8. หลังจากตรวจวัดสารตัวอย่างเรียบร้อยแล้วจะได้สเปกตรัม ให้กดเข้าไปที่ PEAKS จะมี ตัวเลขบอกกวามยาวคลื่นในแต่ละพีก

9. ถ้าตัวเลขที่แสดงตรงยอดพึกซ้อนกันมากให้กดที่ตัวเลขจะมีแถบสีเขียวเกิดขึ้นให้ลากไป วางในตำแหน่งที่ต้องการ

10. ถ้าต้องการให้แสดงตัวเลขเพิ่มในขอดพีกอื่น ให้กดที่ V-CURSOR จะปรากฏเส้นสี เขียวยาวแนวตั้ง จากนั้นเลื่อนไปในตำแหน่งขอดพีกที่ต้องการแล้ว double click จะมีตัวเลขปรากฏ ตรงขอดพีก

11. ถ้าต้องการปรับเปลี่ยนแกน X หรือแกน Y ให้เข้าไปที่ FORMAT แล้วเติมตัวเลขตาม ต้องการ

12. เข้าไปที่ FILE แล้วกด PRINT

 เมื่อเสร็จสิ้นการวัดแล้วให้นำตัวอย่างออกจากช่องใส่สารตัวอย่างของเครื่องแล้วปิด หน้าต่างคอมพิวเตอร์แต่ละหน้า และ SHUT DOWN

วิธีการใช้เครื่อง Pyris I TGA HT

1. เปิดวาล์วที่ถังแก๊ส ในโตรเจน (N_2) และถัง Air

 เปิดวาล์วสำหรับให้แก๊สเข้าเครื่อง TGA โดยดึงฝาสีดำปรับไปที่ความดัน 20 Psi สำหรับ purge ตัวอย่าง และ 40 Psi สำหรับ purge ระบบ เสร็จแล้วดันตัวฝาปิด 3. เปิดเครื่อง TGA และเครื่องคอมพิวเตอร์ double click ที่ off line ให้เป็น online

4. เข้าสู่หน้า Method Editor-Untitled มีหัวข้อดังต่อไปนี้

Sample InfoInitial StateProgramView Program5. กดเลือก Sample Infoใส่ข้อมูลSample ID:ใส่ข้อมูลปี-เดือน-วัน-ตัวอย่างที่ (เช่น 060518-001)Operator ID:ใส่ข้อมูลที่ต้องการComment:ใส่ข้อมูลที่ต้องการEnter Sample WeightZeroWeight0.000 mg.ใส่ข้อมูลเสร็จกดที่ Browse เข้าไปที่ Fileใส่ข้อมูลเสร็จกดที่ Set initial Value ดูที่ Temperature6. กดเลือก Initial State

50 องศาเซลเซียส

7. กคเลือก Program แล้วไปที่

- Initial Temp.ใส่ค่าที่ต้องการเริ่มต้นเช่น 100 0 C กดเลือก Add a step เลือก Temperature scan แล้วลบอันเก่าทิ้ง

- Heat from 100 °C to 9000 °C at 200 °C /min กดที่ Add a step เถือก Temperature scan อีกครั้ง To Temperature Select Value ระหว่าง 600-1,000 หรือใส่ค่าที่ 800-1,000 °C rate 20 °C /min

- Cool from 900.000 $^{\circ}\mathrm{C}$ to 100.000 $^{\circ}\mathrm{C}$ at 200 $^{\circ}\mathrm{C}$ /min

8. กดที่รูป Raise Furnace เป็นการยกเตาเผาขึ้น

9. รอจนน้ำหนัก Weight คงที่ กดเข้าไปที่รูป Get sample weight zero เพื่อทำให้น้ำหนัก เป็นศูนย์

10. กดที่รูป Low Furnace เพื่อยกเตาเผาลง

11. ใส่สารตัวอย่างลงใน Pan โดยใช้ฐานรอง pan ไว้ (ใส่น้ำหนักสารไม่เกิน 100 มิลลิกรัม)

12. กดที่รูป Raise Furnace เพื่อยกเตาเผาขึ้น

13. กดที่รูป Go to temperature รอจนอุณหภูมิถึง initial temp.

14. กดที่รูป Get sample weight

15. กคที่รูป Start/Stop a Method เพื่อที่จะสั่งให้อุณหภูมิขึ้นตามต้องการ

16. ไปที่เมนูบาร์ เลือก Window กคที่ 1. Instrument Viewer-untitled เพื่อดูกราฟ

17. ไปที่เมนูบาร์ เลือก Display กด Auto Rescale เปลี่ยนแกน X จาก Time เป็น Temperature โดยกดที่กราฟรูปสุดท้ายที่เมนูบาร์รอจนเครื่องทำงานเสร็จ

18. การคำนวณไปที่เมนูบาร์ กด Math เลือก Derivative กราฟของ Derivative เกิดขึ้น

 19. ที่เมนูบาร์ กด Cal เลือก On set กด mouse ค้างลาก * ไปวางที่จุดกราฟ Derivative เริ่ม หลอมเหลว และลาก * ที่สองไปวางที่จุดตรงยอดพีกของกราฟ Derivative
20. กด Cal 2 ครั้ง

วิธีการใช้เครื่อง MASTERSIZER X

- 1. เปิดเครื่องคอมพิวเตอร์เลือกโปรแกรม Sizer
- 2. เปิดสวิตซ์แสงเลเซอร์ที่เครื่อง Mastersizer X
- 3. เช็กแสงเลเซอร์ Laser Power จะต้องมีแถบสีเขียว
- 4. ถ้าไม่ได้แถบสีเขียว ต้องทำความสะอาคเลนซ์ที่แสงเลเซอร์ผ่าน
- 5. เลือก Measure แล้วกดเข้าไปที่ Document ใส่รายละเอียด ชื่อผู้ทำการวัด และสารที่จะวัด
- 6. ที่เครื่องกระจายอนุภาค เติมสารละลายที่ใช่สำหรับเป็นตัวพา
- 7. กด SAMPLE PUMP ตั้งค่าที่ไม่เกิน 7
- 8. วัคค่า Background
- 9. เติมสารที่ต้องการวัดขนาดอนุภาค
- 10. กด U/SONIC STIR ตั้งค่าที่ไม่เกิน 7
- 11. กด U/SONIC ตั้งก่าขึ้นอยู่กับสารที่วัด
- 12. เติมสารจนค่า % Obscuration อยู่ประมาณ 15-30% สังเกตจะขึ้นแถบสีเขียว
- 13. กค Space bar เพื่อวัคค่าขนาคของอนุภาค รอจนเครื่องคำนวณเสร็จ
- 14. พิมพ์ข้อมูลแล้วเลือก Report
- 15. ถ้าไม่ต้องการวัคอีก ปีคหลอคกำเนิคแสงเลเซอร์ที่เครื่อง Masterizer X
- 16. ออกจากโปรแกรม Sizer แล้วไปที่โปรแกรม Main แล้วปิคเครื่อง แล้วเข้าไปที่ Exit window และปิคเครื่องคอมพิวเตอร์