ข้อมูลข่าวสารของกรมวิทยาศาสตร์บริการ
ตาม พ.ร.บ. ข้อมูลข่าวสารของราชการ พ.ศ. 2540

วศ
กฟ
ผว53

เอกสารผลงานที่เสนอให้ประเมินเพื่อแต่งตั้งให้ดำรงตำแหน่ง
นักวิทยาศาสตร์ 8 ว.

การหาปริมาณองค์ประกอบหลัก ในผลิตภัณฑ์ยางโดยวิธี Thermogravimetric analysis

โดย
นางดรุณี วัชราเรืองวิทย์
นักวิทยาศาสตร์ 7 ว.

กลุ่มงานเทคโนโลยีผลิตภัณฑ์ 1
กองฟิสิกส์และวิศวกรรม
กรมวิทยาศาสตร์บริการ
กระทรวงวิทยาศาสตร์เทคโนโลยีและสิ่งแวดล้อม

กรมวิทยาศาสตร์บริการ

เอกสารผลงานที่เสนอให้ประเมินเพื่อแต่งตั้งให้ดำรงตำแหน่ง

นักวิทยาศาสตร์ 8 ว.

การหาปริมาณขององค์ประกอบหลัก
ในผลิตภัณฑ์ยางโดยวิธี Thermogravimetric analysis

เลขหมู่ วฟ
กพ
ค053
เลขทะเบียน 9948
วันที่ 14 เม.ย. 44

โดย

นางดรุณี วัชราเรืองวิทย์

นักวิทยาศาสตร์ 7 ว.

ด้วยอภินันทนาการ
จาก
วฟ.
.....

กลุ่มงานเทคโนโลยีผลิตภัณฑ์ 1

กองฟิสิกส์และวิศวกรรม

กรมวิทยาศาสตร์บริการ

กระทรวงวิทยาศาสตร์เทคโนโลยีและสิ่งแวดล้อม

บทคัดย่อ

ปัจจุบันอุตสาหกรรมยางในประเทศได้มีการพัฒนาขึ้นอย่างมาก โดยการนำยางธรรมชาติและยางสังเคราะห์มาผสมกันเพื่อใช้ในการผลิตชิ้นส่วนอุปกรณ์ต่างๆ ที่ใช้เป็นส่วนควบในอุตสาหกรรมก่อสร้าง อุตสาหกรรมยานยนต์ อุตสาหกรรมรองเท้า อุตสาหกรรมท่อยางชนิดต่างๆและอุตสาหกรรมวัสดุอุปกรณ์ทางการแพทย์ เป็นต้น โรงงานอุตสาหกรรมภายในประเทศมีศักยภาพในการผลิตได้ทัดเทียมกับต่างประเทศ ดังนั้นเพื่อเป็นการส่งเสริมอุตสาหกรรมการทำผลิตภัณฑ์ยางให้มีคุณภาพเป็นที่พอใจของลูกค้า และเพื่อผลิตขึ้นใช้เองภายในประเทศเป็นการทดแทนการนำเข้า จึงจำเป็นอย่างยิ่งที่จะต้องรู้ชนิดและปริมาณขององค์ประกอบหลักที่มีอยู่ในผลิตภัณฑ์ กรมวิทยาศาสตร์บริการเป็นหน่วยงานหนึ่งที่ให้การสนับสนุนในการด้านการวิเคราะห์ทดสอบคุณภาพผลิตภัณฑ์ และช่วยส่งเสริมให้โรงงานได้ผลิตสินค้าที่มีคุณภาพ ตลอดจนสามารถผลิตสินค้าใหม่ขึ้นมาใช้และจำหน่ายภายในประเทศ ให้บริการวิเคราะห์หาองค์ประกอบหลักในผลิตภัณฑ์ยาง โดยใช้เทคนิคThermogravimetric analysis (TGA) ซึ่งเป็นเทคนิคที่ให้ความสะดวกรวดเร็วและให้ความถูกต้องแม่นยำสูง เป็นการวิเคราะห์โดยให้ความร้อนแก่ตัวอย่างยางแล้วคำนวณหาน้ำหนักของยางและองค์ประกอบอื่นๆที่ถูกเผาไหม้ ในบรรยากาศของไนโตรเจนและออกซิเจนตามลำดับ การวิจัยพัฒนาเทคนิคการวิเคราะห์ครั้งนี้ดำเนินการโดย

1. ตรวจสอบความถูกต้องของอุณหภูมิของส่วนที่เป็นเตาเผาของเครื่อง TGA ก่อนใช้งานวิเคราะห์ตัวอย่าง
2. ตรวจสอบการเปลี่ยนแปลงน้ำหนักของภาชนะที่ใช้บรรจุตัวอย่าง ในการวิเคราะห์ด้วยเครื่อง TGA
3. ตรวจสอบความถูกต้องในการทำงานและการประมวลผลวิเคราะห์ของเครื่อง TGA ก่อนใช้วิเคราะห์ตัวอย่าง
4. วิเคราะห์หาปริมาณของเนื้อยางในผลิตภัณฑ์เพื่อการตรวจสอบคุณภาพ

สารบัญ

	หน้า
บทคัดย่อ	i
บทที่ 1 บทนำ	1
1.1 วัตถุประสงค์ของการวิเคราะห์ทดสอบ	1
1.2 ขอบเขตของการวิเคราะห์ทดสอบ	2
1.3 ระยะเวลาในการดำเนินการ	2
1.4 ประโยชน์ที่ได้รับ	2
บทที่ 2 ส่วนประกอบต่างๆในการทำผลิตภัณฑ์ยาง	3
บทที่ 3 ความรู้เกี่ยวกับเครื่องมือและเทคนิควิธีวิเคราะห์ด้วยความร้อน (Thermal analysis)	9
บทที่ 4 ขั้นตอนการดำเนินงานผลการวิเคราะห์ทดสอบ	15
4.1 ขั้นตอนการดำเนินการ	15
4.2 วัสดุอุปกรณ์	16
4.3 วิธีดำเนินการวิเคราะห์ทดสอบ	16
4.4 ผลการวิเคราะห์ทดสอบ	17
บทที่ 5 สรุปและการวิจารณ์ผลวิธีวิเคราะห์ด้วยความร้อน	47
กิตติกรรมประกาศ	49
เอกสารอ้างอิง	50

บทที่ 1
บทนำ

กรมวิทยาศาสตร์บริการ เป็นห้องปฏิบัติการกลางทางวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยีของรัฐ ให้บริการด้านวิเคราะห์ทดสอบ วิจัยและพัฒนาคุณภาพผลิตภัณฑ์ ให้แก่หน่วยงานของราชการและเอกชน เช่นให้บริการวิเคราะห์วิจัยเพื่อหาชนิดและองค์ประกอบหลักในผลิตภัณฑ์ยาง เพื่อใช้เป็นข้อมูลในการพิจารณาเกณฑ์คุณภาพของผลิตภัณฑ์ยางในการจัดซื้อของหน่วยงานของรัฐ เช่น ชิ้นส่วนยางอะไหล่รถจักรดีเซลรางของการรถไฟแห่งประเทศไทย เป็นต้น และใช้เป็นข้อมูลในการส่งออกไปจำหน่ายยังต่างประเทศ นอกจากนี้ยังเป็นการส่งเสริมอุตสาหกรรมยาง ในการทำผลิตภัณฑ์รูปแบบใหม่เพื่อจำหน่ายในประเทศทดแทนการนำเข้าจากต่างประเทศ

ในปัจจุบันได้มีการทำผลิตภัณฑ์ยางรูปแบบใหม่ๆตลอดจนมีการนำยางต่างชนิดมาผสมกันเพื่อให้ได้ผลิตภัณฑ์ที่มีคุณภาพและราคาถูก โดยเฉพาะยางธรรมชาติซึ่งมีราคาถูกและประเทศไทยสามารถผลิตได้เป็นอันดับหนึ่งของโลก นอกจากนี้ยางธรรมชาติมีสมบัติความต้านแรงดึงสูงจึงนิยมนำมาผสมกับยางสังเคราะห์ชนิดอื่น เช่นใช้ยางธรรมชาติผสมกับยาง Styrene butadiene (SBR) ซึ่งจะได้ยางที่มีความทนต่อแรงดึงและทนต่อการสึกหรอได้ดี หรือใช้ยางธรรมชาติผสมกับยาง Ethylene propylene diene monomer(EPDM) ซึ่งจะได้ยางที่มีความทนต่อแรงดึงและทนต่อการเสื่อมสภาพเมื่อถูกก๊าซโอโซนได้ดี จากการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค Thermogravimetric analysis นี้จะทำให้รู้ได้ว่าผลิตภัณฑ์ยางแต่ละชิ้นทำจากยางชนิดเดียวหรือทำจากยางหลายชนิดผสมกันและมีองค์ประกอบหลักในปริมาณเท่าไร ซึ่งจะเป็นแนวทางให้แก่ผู้ผลิตในการนำไปปรับแต่งเพื่อหาสูตรที่เหมาะสมทั้งคุณภาพและราคาในการทำผลิตภัณฑ์ออกมาจำหน่าย เทคนิคในการวิเคราะห์นี้ให้ความถูกต้องรวดเร็วและใช้ปริมาณของตัวอย่างในการวิเคราะห์น้อย ในบางครั้งตัวอย่างมีราคาแพงมากจะสามารถเลือกใช้ในบริเวณที่ไม่ทำให้เกิดความเสียหายต่อการนำไปใช้งานต่อได้ โดยใช้ตัวอย่างประมาณ 20-30 มิลลิกรัมก็เพียงพอในการวิเคราะห์ จึงเป็นวิธีวิเคราะห์ที่ดีและเหมาะสมที่สุด[7] สำหรับใช้หาองค์ประกอบหลักในผลิตภัณฑ์ยางในปัจจุบัน

1.1 วัตถุประสงค์ของการวิเคราะห์ทดสอบ

1.1.1 เพื่อตรวจสอบความถูกต้องด้านอุณหภูมิ ด้านน้ำหนัก และการทำงานตลอดจนการประมวลผลการวิเคราะห์ของเครื่องมือ TGA เพื่อไว้เป็นแนวทางในการจัดทำการประกันคุณภาพในการวิเคราะห์ในโอกาสต่อไป

1.1.2 เพื่อหาชนิดและองค์ประกอบหลักในผลิตภัณฑ์ยาง ใช้เป็นพื้นฐานในการทำผลิตภัณฑ์ให้แก่โรงงานอุตสาหกรรมยาง

1.1.3 เพื่อใช้เป็นข้อมูลในการพิจารณาปรับปรุงคุณภาพของผลิตภัณฑ์ยาง

1.1.4 เพื่อพัฒนาวิธีการวิเคราะห์ทดสอบหาองค์ประกอบหลักในผลิตภัณฑ์ยาง เพื่อให้ได้ผลการวิเคราะห์ที่มีความถูกต้องแม่นยำสูง

1.2 ขอบเขตของการวิเคราะห์ทดสอบ

1.2.1 ตรวจสอบความถูกต้องของอุณหภูมิของส่วนที่เป็นเตาเผาของเครื่อง TGA[6] โดยการวิเคราะห์หาอุณหภูมิหลอมเหลว (melting temperature) ของสารมาตรฐานสังกะสี และ สารมาตรฐานอื่นๆ

1.2.2 ตรวจสอบการเปลี่ยนแปลงน้ำหนักของภาชนะสำหรับบรรจุตัวอย่าง ในการวิเคราะห์ด้วยเครื่อง TGA

1.2.3 วิเคราะห์หาเปอร์เซ็นต์ความถูกต้องในการวิเคราะห์ด้วยเครื่องมือ[8] Thermogravimetric analysis TGA Pyris1 โดยการวิเคราะห์หาปริมาณก๊าซคาร์บอนไดออกไซด์ ที่เกิดขึ้นจากการเผาแคลเซียมคาร์บอเนตที่รู้ปริมาณที่แน่นอนแล้ว แล้วคำนวณกลับเป็นปริมาณของแคลเซียมคาร์บอเนต ซึ่งใช้แคลเซียมคาร์บอเนตคุณภาพสำหรับงานวิเคราะห์(Analytical Reagent grade) ที่ใช้อยู่ในห้องปฏิบัติการเป็นสารอ้างอิง

1.2.4 วิเคราะห์หาปริมาณของเนื้อยางและองค์ประกอบหลักในยางจำนวน 12 ตัวอย่าง

1.3 ระยะเวลาในการดำเนินการ

สิงหาคม 2541- ตุลาคม 2542 รวมเป็นเวลา 1 ปี 3 เดือน

1.4 ประโยชน์ที่ได้รับ

1.4.1 ช่วยให้โรงงานอุตสาหกรรมยางภายในประเทศสามารถผลิตสินค้าใหม่ๆ ออกมาจำหน่ายภายในประเทศทดแทนการนำเข้าจากต่างประเทศ เป็นการช่วยลดการขาดดุลทางการค้ากับต่างประเทศอีกด้วย

1.4.2 ช่วยให้โรงงานนำข้อมูลไปใช้ในการพัฒนาคุณภาพผลิตภัณฑ์ยาง ให้มีคุณภาพเป็นไปตามความต้องการของลูกค้า

บทที่ 2

ยางและส่วนประกอบต่างๆในการทำผลิตภัณฑ์ยาง [3]

ยาง หมายถึงวัสดุที่มีสมบัติในการในการคืนตัวได้อย่างรวดเร็ว เมื่อใช้แรงดึง หรือแรงกด ซึ่งมีผลทำให้รูปร่างและขนาดเปลี่ยนไปจากเดิม แต่จะไม่ละลายในตัวทำละลายทั่วๆไป เช่น อะซีโตนหรือแอลกอฮอล์ จะบวมพองเมื่อต้มในสารละลายเบ็นซีน(Benzene)หรือเม็ททิล เอ็ททิล คีโตน เป็นต้น นอกจากนี้ยางที่ทำให้สุก(vulcanisation)โดยที่ไม่ได้ผสมตัวเติมใดๆ(fillers) เมื่อนำมาทดสอบการยืดตัวที่อุณหภูมิระหว่าง 18-29 องศาเซลเซียส โดยยืดให้ยาวเป็นสองเท่าของความยาวเดิมแล้วคงไว้ 1 นาที เมื่อปล่อยให้คืนกลับสภาพเดิมแล้ววัดความยาวภายใน 1 นาที จะต้องหดตัวกลับได้และมีความยาวไม่เกิน 1 เท่าครึ่งของความยาวเดิม ซึ่งเป็นสมบัติที่ดีของยาง

โดยทั่วๆไปในการทำผลิตภัณฑ์ยางจะต้องใช้ยางดิบผสมกับสารเคมีต่างๆ เช่นสารเคมีสำหรับใช้ในการทำให้ยางสุก (vulcanising agents) ,คาร์บอนแบล็ก , ตัวเร่งปฏิกิริยา และตัวเติมอื่นๆเพื่อให้เหมาะกับการนำมาใช้ทำผลิตภัณฑ์ ยางดิบที่ใช้ในการทำผลิตภัณฑ์ต่างๆส่วนใหญ่มาจากยาง 2 ชนิดคือ

1. ยางธรรมชาติ (Natural rubber) ได้จากต้นยางในรูปของน้ำยาง จากนั้นจะผ่านกระบวนการแปรรูปเป็นน้ำยางข้น (Concentrated latex) , ยางแผ่นรมควัน (smoked sheet) , ยางเครป (crepe) , ยางแท่ง (rubber block) ต่อจากนั้นจึงนำไปใช้ทำผลิตผลิตภัณฑ์ต่างๆ เช่น ถุงมือยางทางการแพทย์ ยางรัดของ ท่อยาง ยางรองรางรถไฟ ยางรองคอสะพาน ยางปูพื้นรถยนต์ เป็นต้น

2. ยางสังเคราะห์ (Synthetic rubbers) ซึ่งมีอยู่หลายชนิดที่ใช้กันอย่างมากในอุตสาหกรรมยาง เช่น ยางโพลีบิวตาไดอีน (Polybutadiene rubber ,BR) ยางสไตรีน-บิวตาไดอีน (Styrene butadiene rubber, SBR) , ยางโพลีไอโซปรีน (Polyisoprene rubber ,IR) , ยางไนไตร (Nitrile rubber ,NBR) , ยางบิวธิล (Butyl rubber ,IIR) , ยางซิลิโคน (Silicone rubber), ยางนีโอพรีน (Neoprene rubber หรือ Polychloroprene ,CR) และยางเอ็ทธีลีน โพรไพลีน ไดอีน โมโนเมอร์ (Ethylene propylene diene monomer ,EPDM) เป็นต้น

วัตถุประสงค์ในการทำยางผสม เพื่อเลือกใช้สารเคมีที่เหมาะสมในปริมาณที่ถูกต้อง ให้ง่ายต่อกระบวนการผสม (Mixing) การขึ้นรูป (Forming) และการทำให้ยางสุก (Vulcanisation) เพื่อจะให้ได้ผลิตภัณฑ์ยางที่มีคุณภาพตามต้องการและราคาที่เหมาะสม

ในระยะแรกของอุตสาหกรรมยางเริ่มจากน้ำยางธรรมชาติ จากการที่เป็นวัสดุที่มีคุณสมบัติอ่อนนุ่ม แต่จะเหนียวเมื่อได้รับความร้อน แข็งและเปราะเมื่ออยู่ที่อุณหภูมิต่ำกว่าศูนย์องศาเซลเซียส ต่อมาได้มีการวิจัยและสามารถสรุปได้ว่าเมื่อเติมซัลเฟอร์ลงไป จะทำให้คุณสมบัติในการยืดตัวของยางดีขึ้น และกระบวนการที่เติมซัลเฟอร์ลงไปนี้เรียกว่าการวัลคะไนเซชั่นหรือการทำให้ยางสุก (curing) ดังนั้นยางผสมประกอบไปด้วย

ยาง(Rubber)

ซัลเฟอร์(Sulfur)

ด้วยวัตถุ 2 ชนิดคือยางและซัลเฟอร์ ทำให้เกิดการวัลคะไนเซชั่นขึ้นอย่างช้าๆ จึงได้มีการวิจัยต่อๆมา และพบว่า ถ้าเติมออกไซด์ของโลหะ เช่น ซิงค์ออกไซด์, แมกนีเซียมออกไซด์ลงไปในยางทำให้เกิดกระบวนการกระตุ้นปฏิกิริยา (activation) และเกิดปฏิกิริยาวัลคาไนซ์เซชั่นได้ดี ยางผสมก็จะประกอบด้วย

ยาง(Rubber)

ซัลเฟอร์(Sulphur)

ตัวกระตุ้นปฏิกิริยา(Activator)

ต่อมาได้ค้นพบว่ามีสารประกอบทางอินทรีย์บางตัวเมื่อผสมลงไปในยาง นอกจากจะทำให้การเกิดปฏิกิริยาทำให้ยางสุกเร็วขึ้นแล้ว ยังช่วยให้สมบัติทางกายภาพของยางดีขึ้นด้วย ซึ่งสารประกอบพวกนี้เรียกว่าตัวเร่งปฏิกิริยา (Accelerators) ดังนั้นยางผสมจะประกอบด้วย

ยาง(Rubber)

ซัลเฟอร์(Sulphur)

ตัวกระตุ้นปฏิกิริยา(Activator)

ตัวเร่งปฏิกิริยา (Accelerators)

จากส่วนผสมต่างๆดังกล่าวข้างต้น ก็ยังมีปัญหาในการทำผลิตภัณฑ์ยางอีก เช่น การนวดยาง(mastication)จะต้องทำในระยะเวลาสั้นๆ จึงจำเป็นต้องเติมสารเคมีอื่นอีก เช่นตัวเติม (Fillers) เพื่อช่วยให้การผสมง่ายขึ้น และซอฟเทนเนอร์(Softeners)ซึ่งจะทำให้ยางผสมมีความยืดหยุ่นได้ดีขึ้นไม่แข็งเกินไป เมื่อถึงขั้นนี้ยางผสมก็จะประกอบด้วย

ยาง(Rubber)

ซัลเฟอร์(Sulphur)

ตัวกระตุ้นปฏิกิริยา(Activators)

ตัวเร่งปฏิกิริยา(Accelerators)

ตัวเติม(Filler)

ตัวทำให้ยางผสมมีความยืดหยุ่นดี(softener)

ในปัจจุบันพบว่า การเติมสารประกอบอินทรีย์บางชนิด เพื่อป้องกันการเสื่อมสภาพ (Organic Antioxidants) ของยางผสม จะช่วยให้คุณสมบัติของผลิตภัณฑ์ยางหลังการบ่มเร่งดีขึ้น ดังนั้นสูตรขั้นพื้นฐานในการทำอุตสาหกรรมยางโดยใช้ยางธรรมชาติผสมจึงประกอบด้วย

1. ยาง(Rubber)
2. ซัลเฟอร์(Sulphur)

3. ตัวกระตุ้นปฏิกิริยา(Activators)
4. ตัวเร่งปฏิกิริยา(Accclerators)
5. ตัวเติม(Filler)
6. ตัวทำให้ยางผสมมีความยืดหยุ่นดี(Softener)
7. ตัวป้องกันการเสื่อมของยางผสม(Organic Antioxidants)

การทำยางผสมเพื่อใช้ในการทำผลิตภัณฑ์ยาง นอกจากส่วนประกอบต่างๆดังกล่าวข้างต้นแล้ว ยังอาจมีส่วนผสมอื่นๆที่ผสมลงไปเพื่อให้ได้ยางมี่มีคุณสมบัติพิเศษเฉพาะด้านได้อีก

จากหลักการดังกล่าวข้างต้น สามารถแยกส่วนประกอบหลักๆในการทำยางผสมเพื่อใช้ทำผลิตภัณฑ์ยางได้ดังนี้

1. ยางแบ่งออกเป็น 3 ชนิด
   1.1 ยางธรรมชาติ
   1.2 ยางสังเคราะห์
   1.3 ยางรีเคลม
2. สารที่ใช้ในกระบวนการวัลคาไนซ์ (Vulcanising Agents)
   2.1 ซัลเฟอร์
   2.2 สารอื่นๆ ซึ่งขึ้นกับชนิดของยาง เช่น สารประกอบของเปอร์ออกไซด์
3. ตัวกระตุ้นปฏิกิริยา (Activator) แบ่งออกเป็น 2 ชนิด
   3.1 สารประกอบอนินทรีย์ (Inorganic Compound)
   3.2 สารประกอบอินทรีย์ (Organic Compound)
4. ตัวเร่งปฏิกิริยา (Accelerators) แบ่งออกเป็น 3 ชนิด
   4.1 ตัวเร่งชนิดให้เกิดปฏิกิริยาอย่างช้า (Slow)
   4.2 ตัวเร่งชนิดให้เกิดปฏิกิริยาอย่างเร็วปานกลาง (Medium)
   4.3 ตัวเร่งชนิดให้เกิดปฏิกิริยาอย่างเร็ว (Fast ,Ultra)
5. ตัวเติม (Filler)
   5.1 คาร์บอนแบล็ก ซึ่งอาจใช้เป็นตัวเติม
   5.2 ตัวเติมอื่นๆ ที่ไม่ใช่คาร์บอนแบล็ก
6. ตัวทำให้ยางผสมมีความยืดหยุ่นดี (Softener)
   6.1 ตัวช่วยในกระบวนการผลิต (Processing aids)
   6.2 ปลาสติไซเซอร์ (Plasticisers)
7. ตัวป้องกันการเสื่อมสภาพ (Antioxidants)
   7.1 Staining
   7.2 Non-staining

7.3 Anti Flex-Cracking

8. สารเคมีอื่นๆ

8.1 Pigment

8.2 Flame Retardant

8.3 Bending Agent

8.4 Stiffeners

สัดส่วนของสารเคมีอื่นที่ใช้ในการทำยางผสมนั้น ขึ้นอยู่กับความต้องการของผู้ผลิตโดยมีหลักอยู่ 4 ประการ ดังนี้

1. คุณภาพของผลิตภัณฑ์ที่ต้องการ
2. ลดราคาทุนในการทำผลิตภัณฑ์ (อย่างไรก็ตามการผลิตจะง่ายขึ้น ถ้าไม่มีราคาเป็นตัวกำหนด)
3. กระบวนการผลิตนอกจากจะต้องมีราคาที่เป็นไปตามต้องการแล้ว สูตรที่ใช้ในการผลิตจะต้องเหมาะสมกับเครื่องมือของโรงงานด้วย
4. ท้ายที่สุดคุณภาพของผลิตภัณฑ์จะต้องเป็นไปตามความต้องการของลูกค้า โดยจะต้องทำการทดสอบคุณภาพ ซึ่งผลของการทดสอบระหว่างห้องปฏิบัติการทดสอบ และจากการทดสอบในโรงงานจะต้องต่างกันไม่เกิน 10% จึงจะยอมรับได้

ตัวอย่างสูตรในการทำยางผสมเพื่อใช้ในการทำผลิตภัณฑ์

1. ฉนวนหุ้มสายเคเบิ้ล

NR	100
Stearic acid	1
MRX	10
Antioxidant	1
ZnO	5
Talc	100
Whiting	50
MBTS	1
S	3
	271

2. สูตรในการทำพื้นยาง

ยางธรรมชาติ	100

เป็ปไทเซอร์ (Peptiser)	1
ZnO	10
Stearic acid	2
China Clay	300
MBTS	1.50
TET	0.15
S	4
	418.65

ถ้าต้องการให้มีสีก็สามารถเติมเม็ดสีที่ต้องการลงไปผสมได้

3. สูตรยางพื้นรองเท้าสีดำ(Black soles and heels)

ยางรีเคลม	100
MRX	4
Pine tar	2
Carbon black	50
ZnO	5
Antioxidant	1
MBTS	1.5
S	1.25
	166.25

4. ยางพื้นรองเท้าสีน้ำตาล

NR	100
Antioxidant	1
Stearic acid	2
ZnO	10
Cumarone resin	10
China clay	150
$MgCO_3$	40
Red iron oxide	10
MBTS	1.5
TET	0.15
S	4
	328.65

จากสูตรที่ใช้ในการสผมยางเพื่อนำมาทำผลิตภัณฑ์ชนิดต่างๆ ตามต้องการนั้น สามารถที่จะคำนวณหาค่าความถ่วงจำเพาะของยางผสมได้ โดยการคำนวณจากปริมาณขององค์ประกอบแต่ละตัวที่ใช้ในการผสม

การที่จะต้องรู้ค่าความถ่วงจำเพาะของผลิตภัณฑ์ยางเพื่อเป็นการควบคุมปริมาณของตัวเติม และในบางผลิตภัณฑ์มีการกำหนดค่าความถ่วงจำเพาะของผลิตภัณฑ์ไว้ด้วย เช่น แผ่นกันซึม(Water stops)ที่ทำจาก พี.วี.ซี. จะต้องมีค่าความถ่วงจำเพาะไม่เกิน 1.3 เป็นต้น ดังนั้นจึงจำเป็นที่จะต้องหาค่าความถ่วงจำเพาะของยางผสมไว้ก่อนที่จะทำผลิตภัณฑ์ เพื่อให้ได้ผลิตภัณฑ์ที่มีคุณลักษณะตามต้องการ

วิธีการคำนวณหาค่าความถ่วงจำเพาะของยางผสม

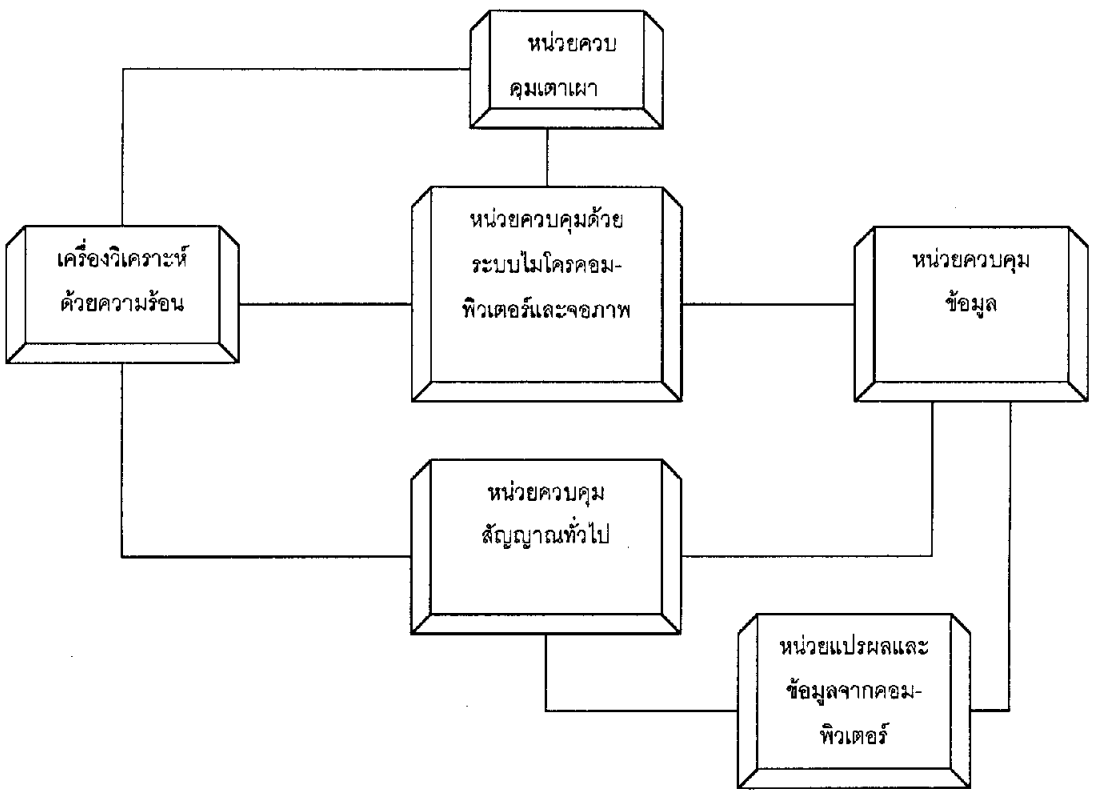
องค์ประกอบต่างๆ	ความถ่วงจำเพาะ	ปริมาณที่ใช้ (ส่วน)	ปริมาณที่ใช้(ส่วน) / ความถ่วงจำเพาะ
NBR	1.00	37.50	37.50
SRF Black	1.80	40.00	22.22
Soft Black	1.80	8.06	4.78
ZnO	5.55	2.25	0.41
Antioxidant	1.21	1.00	0.83
Rubber process oil	0.91	2.75	3.02
DIOS/DAP	1.00	3.00	3.00
Dark factica	1.05	3.00	2.86
Stearic acid	0.85	0.50	0.59
MBTS	1.54	0.75	0.49
Sulphur	2.05	0.65	0.35
Total		100.00(ก)	76.02(ข)

จากนั้นหารน้ำหนักของปริมาณองค์ประกอบทั้งหมด(ก) ด้วยผลรวมของปริมาณที่ใช้ต่อความถ่วงจำเพาะ(ข) ซึ่งเท่ากับ 100÷76.02 = 1.31 ฉะนั้นค่าความถ่วงจำเพาะของยางผสมเท่ากับ 1.31

บทที่ 3

ความรู้เกี่ยวกับเครื่องมือและเทคนิควิธีวิเคราะห์ด้วยความร้อน (Thermal Analysis)[1]

การวิเคราะห์ด้วยความร้อน ด้วยวิธี Thermogravimetric (TG) ได้มีการเริ่มนำมาใช้เป็นเครื่องมือในการวิเคราะห์ตั้งแต่ปี พ.ศ. 2446 แต่ใช้วิเคราะห์กันในบางประเทศเท่านั้น ต่อมาในปี พ.ศ. 2493 นักวิทยาศาสตร์ผู้มีชื่อเสียงชาวฝรั่งเศสชื่อ Chevnard Duval ได้ทดลองใช้วิธี Thermogravimetric นี้วิเคราะห์ตัวอย่างมากกว่า 1000 ตัวอย่าง และได้พัฒนาปรับปรุงเครื่องมือในส่วนของเครื่องชั่งภายในเครื่องมือนี้ ซึ่งมีชื่อเสียงมากและเรียกว่า Chevnard Thermobalance และประเทศสหรัฐอเมริกาก็ได้เริ่มนำวิธี Thermogravimetric มาใช้ในการวิเคราะห์หาปริมาณสารต่างๆ ปัจจุบันได้มีการพัฒนาและปรับปรุงเครื่องมือเพื่อใช้ในการวิเคราะห์ด้วยความร้อนนี้ขึ้นมาเรื่อยๆ โดยปรับปรุงส่วนของเตาเผา (Furnace Technology) เพื่อให้ได้อุณหภูมิสูงขึ้นตามความต้องการ และใช้ Microcomputer ในการควบคุมการทำงานของเครื่องมือตลอดจนในการประมวลผลการวิเคราะห์ตามแผนภูมิข้างล่าง



รูปที่1 แผนภูมิการทำงานของระบบเครื่องวิเคราะห์ด้วยความร้อน

ส่วนประกอบต่างๆที่สำคัญของเครื่อง Thermogravimetric Analyzer หรือที่เรียกกันโดยทั่วๆไปว่า TGA ประกอบด้วย

1. เครื่องชั่งน้ำหนักอย่างละเอียด (Microbalance) สามารถชั่งได้ละเอียดถึง 5 ตำแหน่ง ซึ่งจะอยู่ส่วนบนสุดของเครื่องมือและชั่งน้ำหนักในแนวดิ่ง แยกออกจากส่วนที่เป็นเตาเผา มีการป้องกันการกระทบกระเทือนและการกัดกร่อนจากควันที่เกิดจากการเผาไหม้ของตัวอย่างต่างๆอย่างดี

2. ส่วนที่เป็นเตาเผา (Furnace) เพื่อใช้ในการเผาไหม้ตัวอย่างสามารถควบคุมอุณหภูมิในการเผาได้สูงถึง 1000 องศาเซลเซียส มีระบบอิเลคโทรนิกส์ควบคุมอัตราเพิ่มอุณหภูมิของเตาเผา ซึ่งสามารถเลือกอัตราการเพิ่มได้ตั้งแต่ 1-99 องศาเซลเซียสต่อวินาที โดยมีเทอร์โมคับเปิ้ล (Thermocouple) เป็นตัววัดอุณหภูมิ ภายในเตาเผาจะมีแก๊สเฉื่อย โดยทั่วไปจะใช้แก๊สไนโตรเจนหรือแก๊สฮีเลียมไหลเวียนอยู่ภายในเตาเผา เพื่อป้องกันการเกิดอ๊อกซิเดชั่นของควันที่เกิดจากการเผาไหม้ของตัวอย่าง ซึ่งอาจจะลอยตัวขึ้นไปทำให้ส่วนที่เป็นเครื่องชั่งเกิดการกัดกร่อนและเสียหาย

3.ส่วนที่ใช้สำหรับใส่ตัวอย่าง (Pan หรือ Crucible) และแขวนต่อไปยังเครื่องชั่ง ทำด้วยแพล็ตตินัม หรืออะลูมินา เพื่อป้องกันการกัดกร่อนจากควันที่เกิดจากการเผาไหม้ของตัวอย่าง

4.อุปกรณ์ควบคุมการเก็บข้อมูลการวิเคราะห์ข้อมูลและพิมพ์ผลข้อมูล (Microcomputer control Data Analysis Printer) ใช้ในการบันทึกโปรแกรมในการเพิ่มความร้อนให้แก่เตาเผา บรรยากาศขณะเผาไหม้ของตัวอย่าง น้ำหนักของตัวอย่างที่ลดลง ตลอดจนปริมาณความร้อนที่ตัวอย่างได้รับและความร้อนที่ตัวอย่างคายออกมา โดยคอมพิวเตอร์จะแสดงผลออกมาที่หน้าจอภาพเป็นกราฟที่แสดงความสัมพันธ์ระหว่างน้ำหนักของตัวอย่างที่ลดลงในแกน Y กับอุณหภูมิหรือเวลาที่ใช้ในการวิเคราะห์ที่เพิ่มขึ้นในแกน X

การวิเคราะห์ด้วย TGA นี้สามารถนำมาใช้วิเคราะห์ตัวอย่างได้หลายประเภทให้คุณสมบัติต่างๆดังนี้ [4]

ใช้วิเคราะห์ในด้านความคงทนต่อสิ่งแวดล้อม (Environment stability) เช่น

-ศึกษาความทนทานต่อความร้อนของยางชนิดต่างๆในบรรยากาศของแก๊สเฉื่อย

-ศึกษาความทนทานต่อการการถูกอ๊อกซิไดซ์

ใช้ในการวิเคราะห์หาองค์ประกอบ เช่น

-วิเคราะห์หาสูตรการผลิตยางและอีลาสโตเมอร์ (Elastomers)

-วิเคราะห์ตัวอย่างถ่านหิน

-วิเคราะห์น้ำมันหล่อลื่นและจาระบี

-วิเคราะห์หาคาร์บอนแบล็กในฉนวนหุ้มสายไฟฟ้าและสายเคเบิ้ล

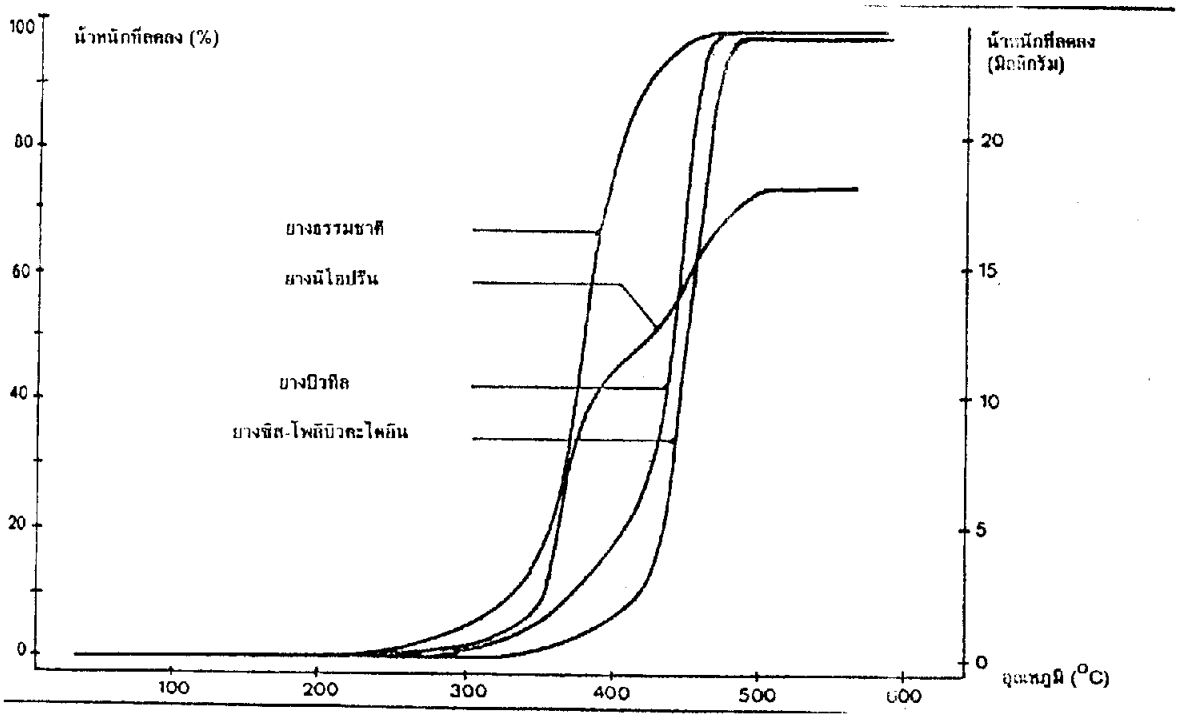
ใช้ในการวิเคราะห์หาปริมาณของความชื้นในตัวอย่างต่างๆ

ใช้ในการวิเคราะห์หาปริมาณปลาสติไซเซอร์ในโพลิเมอร์

ใช้ในการวิเคราะห์หาเถ้าและพวกตัวเติมอนินทรีย์ต่างๆ (Inorganic fillers) เป็นต้น

จากการวิเคราะห์ดังกล่าว สามารถที่จะแสดงผลการวิเคราะห์ออกมาดังกราฟต่างๆ

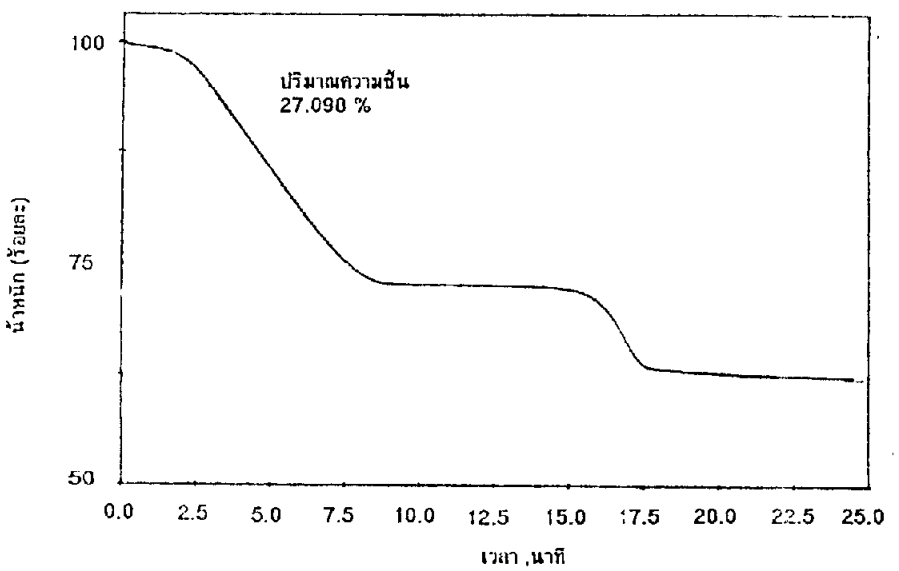
การศึกษาความทนทานต่อความร้อนของยางชนิดต่างๆในบรรยากาศของแก๊สเฉื่อย



รูปที่ 2 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างน้ำหนักที่ลดลงกับอุณหภูมิที่เพิ่มขึ้น

เป็นการวิเคราะห์เพื่อศึกษาความทนทานต่อความร้อนของยางธรรมชาติ,ยาง cis.polybutadiene, ยาง neoprene , และยาง butyl จากกราฟจะเห็นว่ายาง cis.polybutadiene มีความทนทานต่ออุณหภูมิได้สูงสุดโดยเริ่มมีการสลายตัว (น้ำหนักลดลง)ที่อุณหภูมิ 330°c ยาง butyl เริ่มสลายตัวที่อุณหภูมิ 290°c ยางธรรมชาติเริ่มสลายตัวที่อุณหภูมิ 215°c และยาง neoprene เริ่มสลายตัวที่อุณหภูมิ 207°c ตามลำดับ แต่ยาง neoprene มีอัตราเร็วในการสลายตัวช้ากว่ายางธรรมชาติ จากผลการวิเคราะห์นี้ทำให้สามารถเลือกใช้ยางได้อย่างเหมาะสม เช่นถ้าต้องการทำผลิตภัณฑ์ยางที่มีความทนต่อความร้อนก็ควรเลือกใช้ยาง cis.polybutadiene เป็นวัตถุดิบในการผลิต เป็นต้น

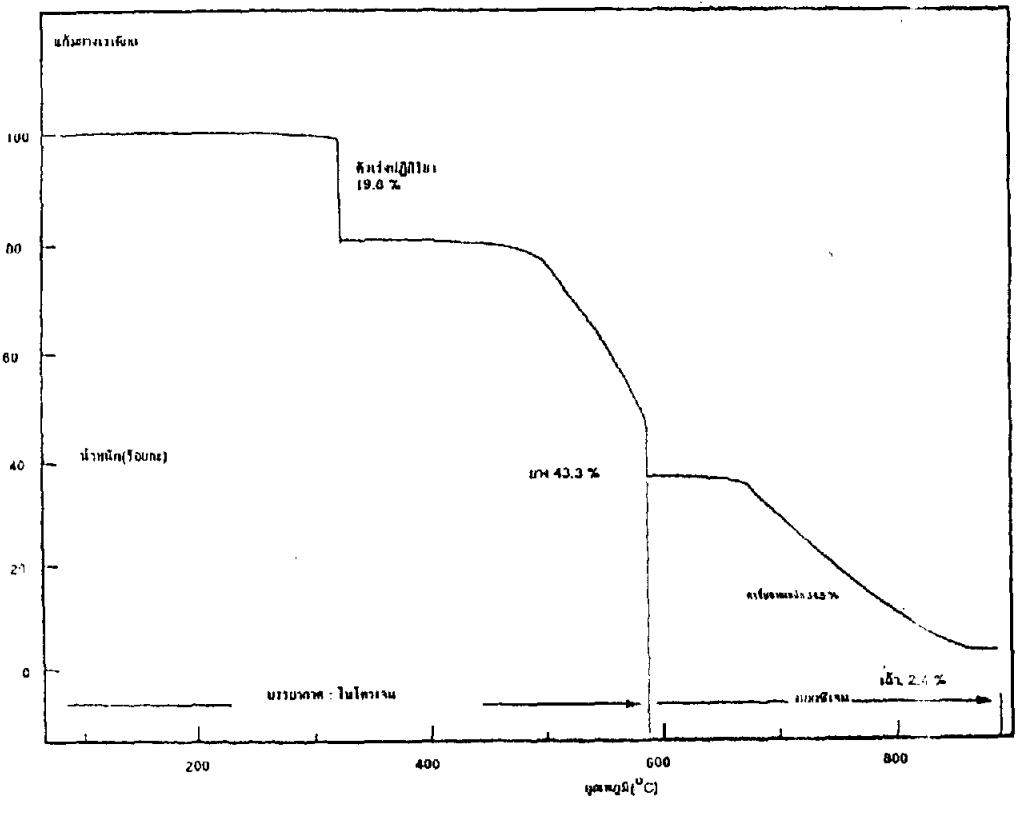
การวิเคราะห์หาปริมาณของความชื้นในตัวอย่าง



รูปที่ 3 กราฟแสดงการหาปริมาณของความชื้นในวัตถุตัวอย่าง

เป็นการวิเคราะห์ที่มีความสำคัญมากในกระบวนการผลิต เพราะในวัตถุดิบบางชนิดเช่น พลาสติกและโพลิเมอร์ ความชื้นแม้จะมีเพียงเล็กน้อยก็จะมีผลอย่างมากต่อคุณภาพของผลิตภัณฑ์ ในการใช้เครื่อง TGA วิเคราะห์สามารถทำได้อย่างสะดวกและรวดเร็วมาก โดยการให้ความร้อนแก่ตัวอย่างถึงอุณหภูมิ 105°c และทำให้อุณหภูมิคงที่อยู่จนกระทั่งน้ำหนักที่ลดลงคงที่ จากกราฟใช้เวลาประมาณ 25 นาที ปริมาณของความชื้น 27.098% ซึ่งถ้าใช้วิธีอื่นจะต้องใช้เวลานานกว่านี้มาก

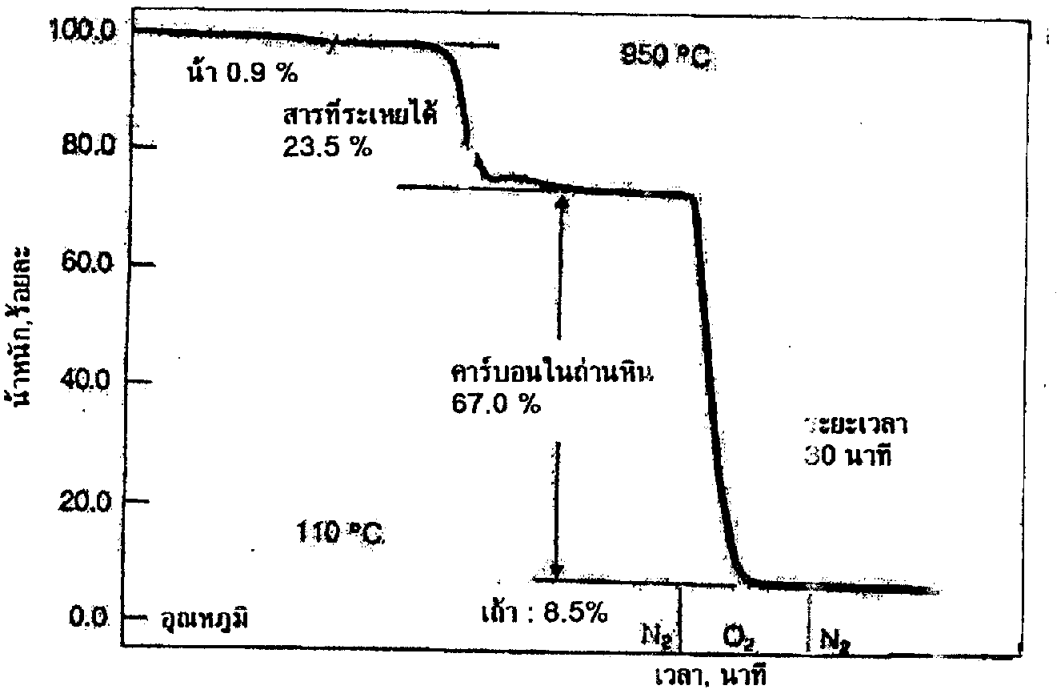
การวิเคราะห์หาการสลายตัวของยาง



รูปที่ 4 กราฟแสดงการสลายตัวของยางเมื่อได้รับความร้อน

จากกราฟเป็นการวิเคราะห์แก้มยางเรเดียล ในช่วงอุณหภูมิประมาณ 50 – 570 °C จะเป็นการวิเคราะห์ในบรรยากาศของก๊าซไนโตรเจน ตัวเร่งปฏิกิริยาอินทรีย์ (Organics accelerators) และส่วนที่เป็นเนื้อยางจะถูกเผาไหม้ทำให้น้ำหนักลดลง เครื่องมือจะคำนวณน้ำหนักที่ลดลงในแต่ละส่วนออกมาได้เป็นร้อยละ 19.8 และ 43.3 ตามลำดับ จากนั้นจะเปลี่ยนก๊าซที่ไหลเวียนอยู่ในส่วนที่เป็นเตาเป็นก๊าซออกซิเจน ซึ่งจะช่วยให้เกิดการเผาไหม้ของคาร์บอนแบล็กเกิดขึ้น ส่วนที่เหลือจะเป็นตัวเติมอนินทรีย์หรือเถ้า เครื่องมือจะคำนวณน้ำหนักที่ลดลงซึ่งเป็นปริมาณของคาร์บอนแบล็กร้อยละ 34.5 และเถ้าร้อยละ 2.4 ตามลำดับ

การวิเคราะห์เพื่อหาปริมาณของสารที่สามารถสลายตัวได้ง่ายและปริมาณของคาร์บอนในถ่านหิน



รูปที่ 5 กราฟแสดงผลการวิเคราะห์ตัวอย่าง Bituminous Coal

จากกราฟซึ่งแสดงให้เห็นขั้นตอนต่างๆในการวิเคราะห์ด้วย TGA โดยในช่วงแรกจะมีการเผาไหม้ในก๊าซเฉื่อยคือไนโตรเจน เมื่ออุณหภูมิเพิ่มขึ้นถึง 110°C และทำให้อุณหภูมิคงที่อยู่ที่ 110°C ในระยะเวลาหนึ่งซึ่งกราฟจะแสดงน้ำหนักลดลง น้ำหนักที่ลดลงนี้จะเป็นน้ำหนักของน้ำที่มีอยู่ในถ่านหินที่ระเหยออกมาเมื่อได้รับความร้อน จากนั้นเมื่ออุณหภูมิของเตาเผาเพิ่มขึ้นจนถึง 950°C และคงอุณหภูมิไว้ที่ 950°C จนกระทั่งน้ำหนักลดลงคงที่แล้ว จึงเปลี่ยนมาเผาในบรรยากาศของออกซิเจน จนน้ำหนักที่หายไปคงที่ เมื่อเสร็จการวิเคราะห์แล้วอุณหภูมิของเตาเผาจะลดลงจนถึงอุณหภูมิห้องและอยู่ในบรรยากาศของไนโตรเจนเพื่อป้องกันการเกิดออกซิเดชั่น

บทที่ 4
ขั้นตอนการดำเนินงานผลการวิเคราะห์ทดสอบ

เนื่องจากการวิเคราะห์ด้วยวิธี Thermogravimetry นี้ มีปัจจัยที่สำคัญหลายอย่างที่มีผลต่อการวิเคราะห์ ชนิดและลักษณะของตัวอย่างที่นำมาวิเคราะห์ ถ้ามีการระเหยง่าย มีรูพรุน หรือไม่เป็นเนื้อเดียวกัน ซึ่งอาจทำให้ผลการวิเคราะห์ผิดพลาดได้ ลักษณะของส่วนที่เป็นเตาเผาต้องมีระบบการวัดอุณหภูมิที่มีความถูกต้องและละเอียดเพียงพอ ตลอดจนชนิดของวัสดุที่ใช้ทำภาชนะบรรจุตัวอย่างมีผลต่ออัตราเร็วในการเพิ่ม การลดอุณหภูมิของเตาเผาเป็นต้น

ดังนั้นก่อนการใช้เครื่องมือเพื่อการวิเคราะห์วัตถุตัวอย่าง จึงจำเป็นอย่างยิ่งที่จะต้องสอบเทียบเครื่องมือในส่วนที่เกี่ยวข้องกับอุณหภูมิเสียก่อน ว่ามีความถูกต้องเพียงใด ซึ่งการสอบเทียบอุณหภูมิของเตาเผาสามารถทำได้ 2 วิธี คือ [5]

1. ใช้การวัดอุณหภูมิที่หลอมเหลว (melting temprtature) ของโลหะมาตรฐาน
2. ใช้การวัดอุณหภูมิที่โลหะเปลี่ยนสภาพการเป็นสารแม่เหล็ก (magnetic transition temperature or Curie Point)

นอกจากการสอบเทียบความถูกต้องของเครื่องมือในด้านอุณหภูมิแล้ว จะต้องสอบเทียบความถูกต้องของเครื่องมือที่เกี่ยวกับการทำงานและการประมวลผลการวิเคราะห์ด้วย โดยการวิเคราะห์หาปริมาณของก๊าซคาร์บอนไดออกไซด์ที่เกิดขึ้นจากการเผาแคลเซียมคาร์บอเนตที่มีความบริสุทธิ์สูง เพื่อตรวจสอบว่าเครื่องมือมีความคลาดเคลื่อนเพียงใด

4.1 ขั้นตอนการดำเนินงาน

4.1.1 ตรวจสอบหาค่าความถูกต้องของอุณหภูมิเตาเผาของเครื่อง TGA โดยการตรวจสอบด้วยการหาค่าอุณหภูมิที่หลอมเหลว(Melting Temperature)ของสารบริสุทธิ์มาตรฐาน (Referencc material) คือ สังกะสี ซึ่งรู้ค่าอุณหภูมิที่หลอมเหลวที่ 419.6°C

4.1.2 ดำเนินการหาค่าความถูกต้องของอุณหภูมิของเตาเผาของเครื่องTGAอีกครั้งหนึ่ง โดยการหาค่าอุณหภูมิที่โลหะต่างๆ 4 ตัวสูญเสียสภาพการเป็นสารแม่เหล็กไป อุณหภูมิที่จุดนี้เรียกว่า จุดคูรี (Curie point magnetic transition) ของโลหะที่เป็นสารมาตรฐานประกอบด้วย โลหะอะลูเมล (Alumel) นิเกิล (Nickel) เพอร์คาลอย (Perkalloy) และเหล็ก (Iron) ซึ่งรู้ค่าอุณหภูมิที่จุดคูรีแล้ว

4.1.3 ดำเนินการหาค่าความถูกต้องของวิธีการวิเคราะห์ด้วยเครื่อง TGA โดยการหาปริมาณของก๊าซคาร์บอนไดออกไซด์และแคลเซียมออกไซด์ในแคลเซียมคาร์บอเนตคุณภาพสำหรับงานวิเคราะห์ (Analytical Reagent gradc)

กรมวิทยาศาสตร์บริการ

โดยการนำแคลเซียมคาร์บอเนตที่รู้ปริมาณที่แน่นอนมาวิเคราะห์หาน้ำหนักของก๊าซคาร์บอนไดออกไซด์ที่สลายตัวออกมาจากการเผา หรือปริมาณของแคลเซียมออกไซด์ที่เหลือ แล้วนำมาคำนวณกลับเป็นปริมาณของแคลเซียมคาร์บอเนต และเปรียบเทียบกับวิธีการเผาในเตาเผาที่ใช้อยู่ในห้องปฏิบัติการ

4.1.4 ดำเนินการวิเคราะห์ตัวอย่างยางและผลิตภัณฑ์ยาง ด้วยเครื่อง Thermogravimetric analyzer รวมทั้งสิ้น 12 ตัวอย่าง

4.2 วัสดุและอุปกรณ์

4.2.1 เครื่อง Thermogravimetric analyzer (TGA) พร้อมอุปกรณ์ของเครื่อง

4.2.2 เครื่องชั่ง ชนิดชั่งได้ละเอียดถึงทศนิยม 5 ตำแหน่ง

4.2.3 เตาเผาที่ควบคุมอุณหภูมิได้ถึง 1000°C

4.2.4 ครูซิเบิลทำด้วยพอร์เซอร์เลนขนาดความจุประมาณ 50 ลูกบาศก์เซ็นติเมตร

4.2.5 เดสิกเกเตอร์

4.2.6 แคลเซียมคาร์บอเนตคุณภาพสำหรับงานวิเคราะห์(AR. Grade)

4.2.7 ตัวอย่างผลิตภัณฑ์ยาง 12 ตัวอย่าง

4.3 วิธีดำเนินการ

4.3.1 การหาค่าความถูกต้องของอุณหภูมิเตาเผาของเครื่อง TGA โดยการใช้สารมาตรฐาน สังกะสีซึ่งรู้ค่าอุณหภูมิจุดหลอมเหลว

4.3.1.1 ตัดชิ้นของสังกะสีบริสุทธิ์เป็นชิ้นเล็กๆ 1 ชิ้น ประมาณ 5 มิลลิกรัม ใส่ลงครูซิเบิลแพล็ตตินัมของเครื่อง TGA แล้วปิดเครื่องในส่วนที่เป็นเตาเผา

4.3.1.2 ตั้งโปรแกรมการเพิ่มอุณหภูมิของเตาเผาจากอุณหภูมิ 35°C ถึง 950°C ด้วยอัตราเร็วของการเพิ่มของอุณหภูมิเป็น 10°C ต่อวินาที

4.3.1.3 เปิดก๊าซไนโตรเจนและปรับความดันของก๊าซไนโตรเจนเป็น 30 บาร์ เพื่อให้ได้อัตราการไหลของก๊าซไนโตรเจนในเครื่องมือเป็น 20 มิลลิลิตรต่อวินาที

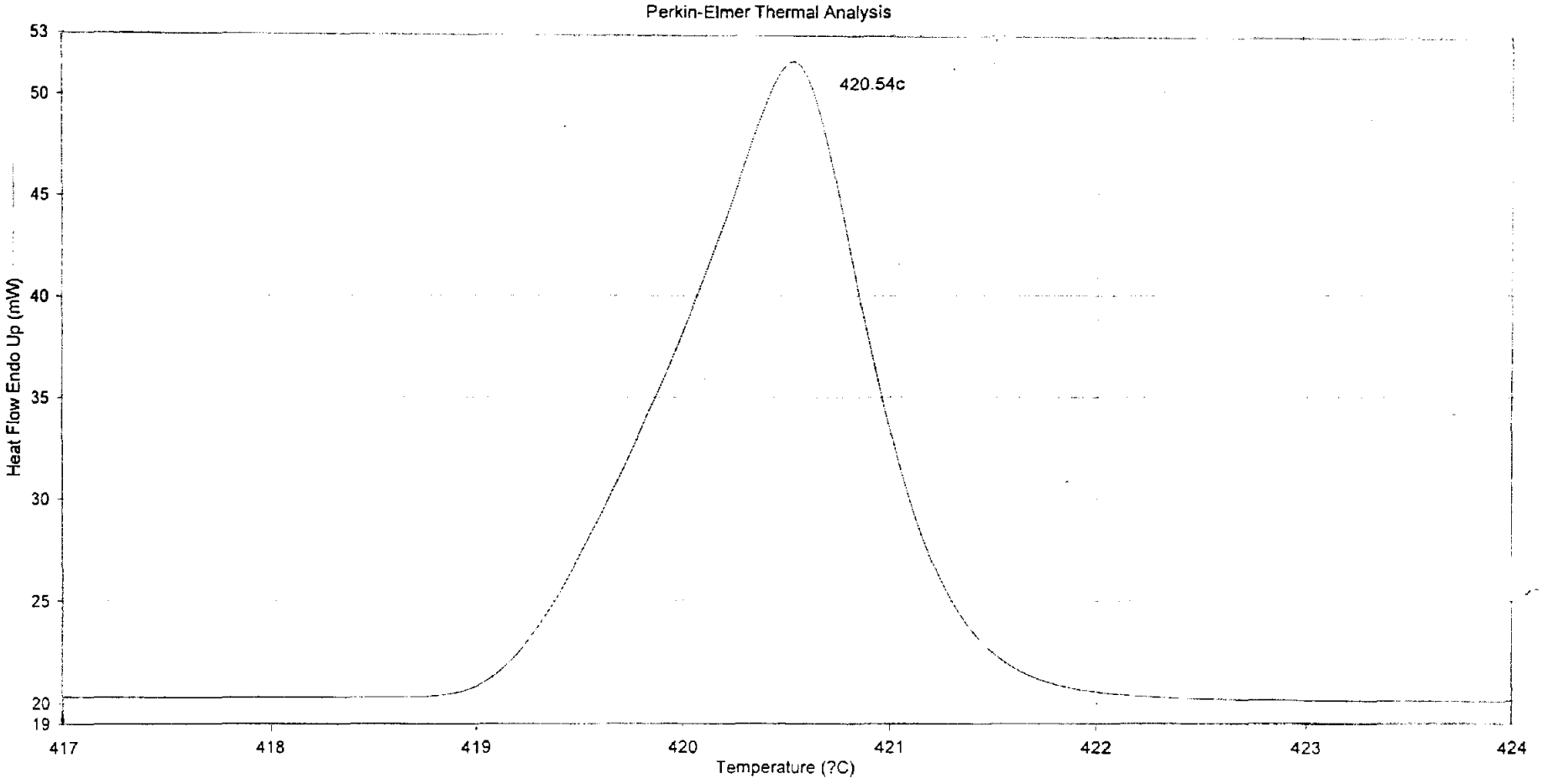
4.3.1.4 กดปุ่ม Start เพื่อให้เครื่องมือเริ่มทำงาน เครื่องมือจะทำงานจนอุณหภูมิของเตาเผาถึง 950°C ก็จะหยุดทำงานและลดอุณหภูมิลงเท่าอุณหภูมิเริ่มต้น

4.3.1.5 เมื่อการวิเคราะห์เสร็จหน่วยวิเคราะห์ผลจะคำนวณอุณหภูมิที่สังกะสีหลอมเหลว และสั่งให้เครื่องพิมพ์ผลการวิเคราะห์ออกมา ซึ่งผลการวิเคราะห์ปรากฏดังรูปที่ 6

4.4 สรุปผลการวิเคราะห์ทดสอบ

ผลการวิเคราะห์ทดสอบตัวอย่างยางทั้ง 12 ตัวอย่าง ดังปรากฏในกราฟรูปที่ 11 ถึงกราฟรูปที่ 22

Filename:	C:\PE\Pyris\Data\Zinccal.dsd
Operator ID:	Applications Laboratory
Sample ID:	Zinc
Sample Weight:	2.002 mg
Comment:	Ice

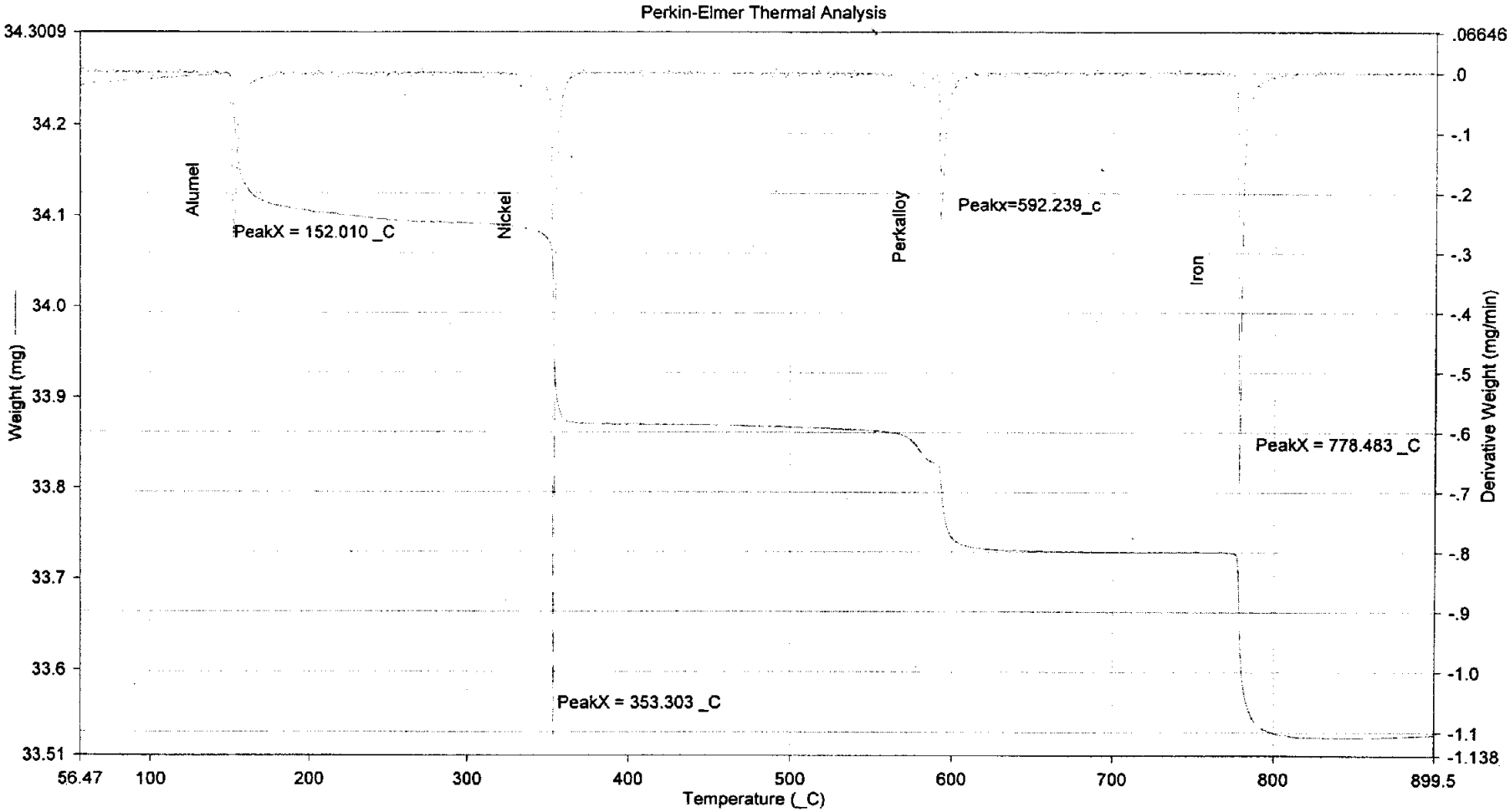


รูปที่ 6 กราฟแสดงค่าอุณหภูมิที่สังกะสีบริสุทธิ์หลอมเหลว

จากกราฟรูปที่ 6 จะเห็นว่าอุณหภูมิหลอมเหลวของสังกะสีที่ 420.54°C เมื่อเทียบกับค่าที่แท้จริงคือสังกะสีจะหลอมเลวที่อุณหภูมิ 416.9°C จะเห็นว่าผลการทดลองที่ได้คลาดเคลื่อนไปจากค่าที่แท้จริงไป 0.64°C แสดงว่าอุณหภูมิของเตาเผาถูกต้องและเหมาะสมที่จะใช้เป็นเครื่องมือในการวิเคราะห์

หลังจากได้สอบเทียบความถูกต้องของอุณหภูมิของส่วนที่เป็นเตาเผาของเครื่องมือแล้ว ได้ทำการตรวจสอบซ้ำอีกครั้งหนึ่ง โดยวิเคราะห์หาอุณหภูมิที่โลหะหลอมเหลวและเสียสภาพความเป็นสารแม่เหล็ก (Curic point) ของสารมาตรฐานโลหะอื่นเพื่อใช้ในการตรวจสอบอุณหภูมิของเครื่องมือ ประกอบด้วยโลหะอลูเมล (Alumel), นิเกิล (Nickel), เพอร์คาลอย (Perkalloy) และเหล็ก (Iron) ขั้นตอนการสอบเทียบทำเช่นเดียวกับการสอบเทียบด้วยสังกะสี แต่สามารถทำได้พร้อมกัน โดยตัดชิ้นโลหะใส่ลงในครูซิเบิลแพล็ตตินัมของเครื่อง TGA แล้วดำเนินการวิเคราะห์ตามข้อ 4.3.1.1 ถึงข้อ 4.3.1.4 การที่สามารถวิเคราะห์โลหะทั้ง 4 ตัวพร้อมกันได้เพราะอุณหภูมิที่จุดคูรีของโลหะทั้ง 4 มีค่าแตกต่างกันมาก ดังนั้นจึงสามารถตั้งโปรแกรมการวิเคราะห์โดยเริ่มตั้งแต่อุณหภูมิที่ 35°C ถึง 950°C ผลการวิเคราะห์จะเกิดจุดสูงสุดของกราฟ 4 ตำแหน่ง โดยดูจากกราฟที่แสดงค่าน้ำหนักที่ลดลงต่อหนึ่งหน่วยนาที ซึ่งกราฟนี้เรียกว่ากราฟของ derivative[5] หรืออาจเรียกโดยย่อว่า DTG. curve ดังปรากฏในรูปที่ 7

Filename:	C:\PE\Pyris\Data\4curies.tg1d
Operator ID:	BC
Sample ID:	4 Curies @ 10C/min
Sample Weight:	2.980 mg
Comment:	After cal



29/11/42 15:39:41

1) Hold for 10.0 min at 50.00_C
2) Heat from 50.00_C to 850.00_C at 10.00_C/min
3) Cool from 850.00_C to 100.00_C at 50.00_C/min
4) Hold for 5.0 min at 100.00_C

รูปที่ 7 กราฟแสดงค่าอุณหภูมิที่จุดคูรีของโลหะต่างๆ

จากรูปที่ 7 จะแสดงให้เห็นค่าอุณหภูมิที่จุดสูงสุดของกราฟ (maximum peak) ของโลหะต่างๆทั้ง 4 ตัว ซึ่งคืออุณหภูมิที่จุดคูรีและเมื่อนำมาเปรียบเทียบกับค่าที่ทางบริษัทผู้ผลิตระบุไว้ดังในตารางที่ 1

ตารางที่ 1 แสดงค่าอุณหภูมิที่คูรีพอยท์ของโลหะต่างๆ

สารโลหะมาตรฐาน	อุณหภูมิคูรีพอยท์ที่ระบุ,°C	อุณหภูมิคูรีพอยท์ที่หาได้,°C
อลูเมล(Alumel)	152.005	152.01.
นิเกิล(Nickel)	352.917	353.303
เพอร์คาลอย(Perkalloy)	592.239	592.239
เหล็ก(Iron)	779.363	778.483

จากตารางจะเห็นได้ว่าค่าอุณหภูมิที่วิเคราะห์ด้วยเครื่องTGA ของโลหะแต่ละตัวมีความคลาดเคลื่อนประมาณ 1°C แสดงว่าเครื่องมือมีคุณภาพดีใช้ในการวิเคราะห์ด้านอุณหภูมิของตัวอย่างต่างๆได้ เช่นหาจุดหลอมเหลวของพลาสติก หรือจุดหลอมเหลวของโลหะต่างๆเป็นต้น

หลังจากได้ทำการสอบเทียบด้านอุณหภูมิของส่วนที่เป็นเตาเผาแล้ว จะต้องสอบเทียบความถูกต้องของเครื่องมือในการวิเคราะห์หาปริมาณ(ด้านน้ำหนัก)อีกด้วย โดยการวิเคราะห์สารประกอบแคลเซียมคาร์บอเนต ($CaCO_3$) ซึ่งแคลเซียมคาร์บอเนตเมื่อได้รับความร้อนที่อุณหภูมิสูงจะสลายตัวให้ก๊าซคาร์บอนไดออกไซด์ระเหยออกมา และจะเหลือแคลเซียมออกไซด์อยู่

4.3.2 การหาค่าความถูกต้องของเครื่องชั่งและการทำงานของเครื่อง TGA ด้วยการนำแคลเซียมคาร์บอเนตที่รู้ปริมาณแน่นอนแล้วมาวิเคราะห์ด้วยเครื่อง TGA โดยการหาปริมาณของก๊าซคาร์บอนไดอ๊อกไซด์ที่เกิดจากการเผาแคลเซียมคาร์บอเนต หรือปริมาณของแคลเซียมออกไซด์ที่เหลืออยู่ แล้วคำนวณกลับเป็นปริมาณของแคลเซียมคาร์บอเนตดังสมการ

$$\underset{(40+12+48)}{CaCO_3} \xrightarrow{\text{เผา}} \underset{(40+16)}{CaO} + \underset{(12+32)}{CO_2}$$

จากสมการข้างบน ก๊าซคาร์บอนไดออกไซด์ที่เกิดขึ้นและระเหยออกมา 44 กรัม และปริมาณของแคลเซียมคาร์บอเนตที่เหลืออยู่ 56 กรัม จะมาจากแคลเซียมคาร์บอเนต 100 กรัม หรืออีกนัยหนึ่งอาจจะกล่าวได้ว่าแคลเซียมคาร์บอเนตประกอบด้วยคาร์บอนไดออกไซด์ร้อยละ 44 และแคลเซียมออกไซด์ร้อยละ 56 เมื่อเครื่องมือวิเคราะห์เสร็จแล้วจะบันทึกปริมาณของก๊าซคาร์บอนไดอ๊อกไซด์ที่เกิดขึ้น และส่วนที่เหลืออยู่จะเป็นปริมาณของแคลเซียมออกไซด์ ซึ่งสามารถนำมาคำนวณกลับเป็นแคลเซียมคาร์บอเนตได้จากสูตร

$$CaCO_3, \% = CO_2, \% \times 100 \div 44$$

หรือ $$CaCO_3, \% = CaO, \% \times 100 \div 56$$

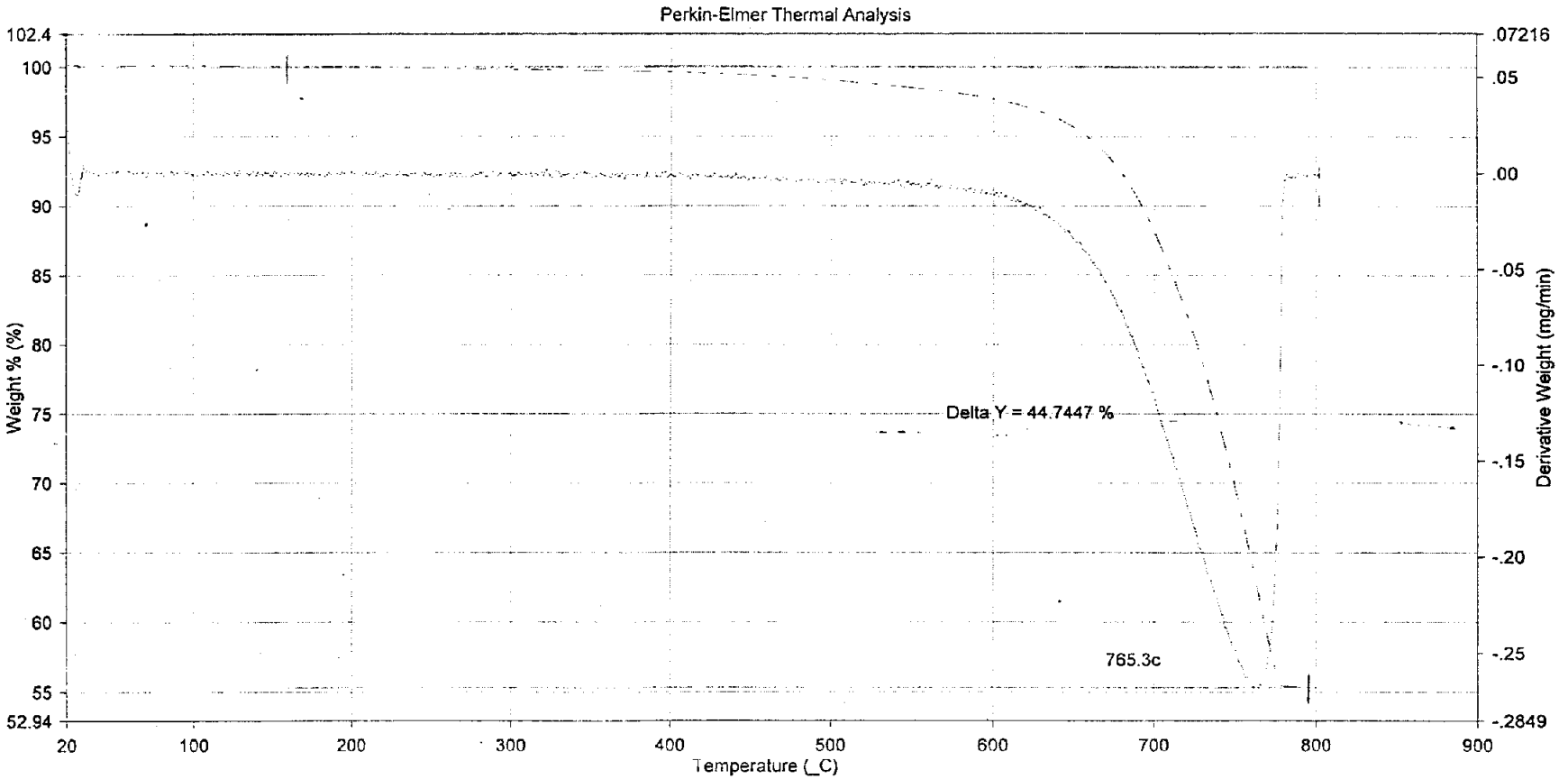
จากนั้นคำนวณหาค่าความคลาดเคลื่อน (Variation) ในการวิเคราะห์โดยใช้สูตร

$$\text{ความคลาดเคลื่อน}, \% = \frac{\text{ค่าจริง} - \text{ค่าที่วิเคราะห์ได้}}{\text{ค่าจริง}} \times 100$$

วิธีการวิเคราะห์

1. ใส่แคลเซียมคาร์บอร์เนตคุณภาพสำหรับงานวิเคราะห์ที่รู้ค่าความบริสุทธิ์ที่แน่นอนลงในครูซิเบิลแพล็ตตินัม ประมาณ 20 มิลลิกรัม
2. แขวนครูซิเบิลลงในตำแหน่งสำหรับแขวน
3. ตั้งโปรแกรมการเพิ่มอุณหภูมิของเตาเผาจากอุณหภูมิห้อง ถึง 950 °C ในอัตราการเพิ่มขึ้นของอุณหภูมิ 10 °C ต่อนาที
4. เปิดก๊าซไนโตรเจนและปรับความดันให้เป็น 30 บาร์ เพื่อให้อัตราการไหลของก๊าซไนโตรเจนภายในเครื่องมือเป็น 20 มิลลิลิตรต่อนาที
5. กดปุ่ม Start เพื่อให้เครื่องมือเริ่มทำงาน และรอจนเครื่องทำงานเสร็จ
6. เมื่อการวิเคราะห์เสร็จ คอมพิวเตอร์จะคำนวณปริมาณของคาร์บอนไดออกไซด์ที่เกิดขึ้นและระเหยออกไป โดยส่วนที่เหลืออยู่จะเป็นแคลเซียมออกไซด์ จากนั้นนำน้ำหนักของคาร์บอนไดออกไซด์มาคำนวณกลับเพื่อหาปริมาณของแคลเซียมคาร์บอเนต
7. ทำการวิเคราะห์ซ้ำโดยใช้แคลเซียมคาร์บอเนตจากขวดเดิม ทำซ้ำตามข้อ 1 ถึงข้อ 6 อีก 2 ครั้ง ผลการวิเคราะห์ทั้ง 3 ครั้ง ดังแสดงในรูปที่ 8 ถึงรูปที่ 10

Filename:	C:\PE\Pyris\Data\CaCO3.tg1d
Operator ID:	DARUNEE
Sample ID:	CaCO3
Sample Weight:	4.731 mg
Comment:	

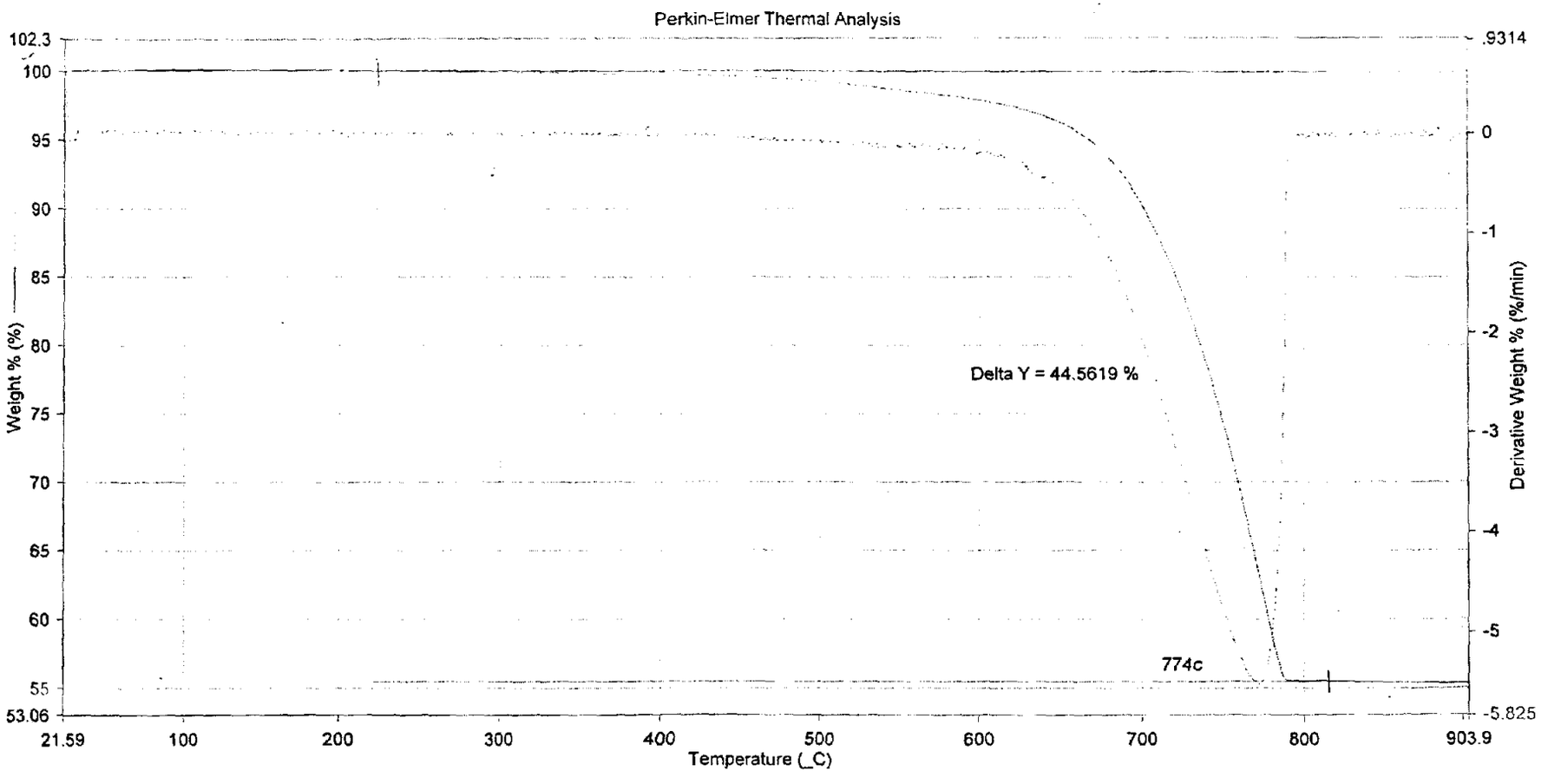


29/2/43 14:20:12

1) Hold for 1.0 min at 35.00_C
2) Heat from 35.00_C to 800.00_C at 10.00_C/min
3) Hold for 5.0 min at 800.00_C

รูปที่ 8 กราฟแสดงผลของการสลายตัวของ $CaCO_3$ เมื่อได้รับความร้อน วิเคราะห์ครั้งที่ I

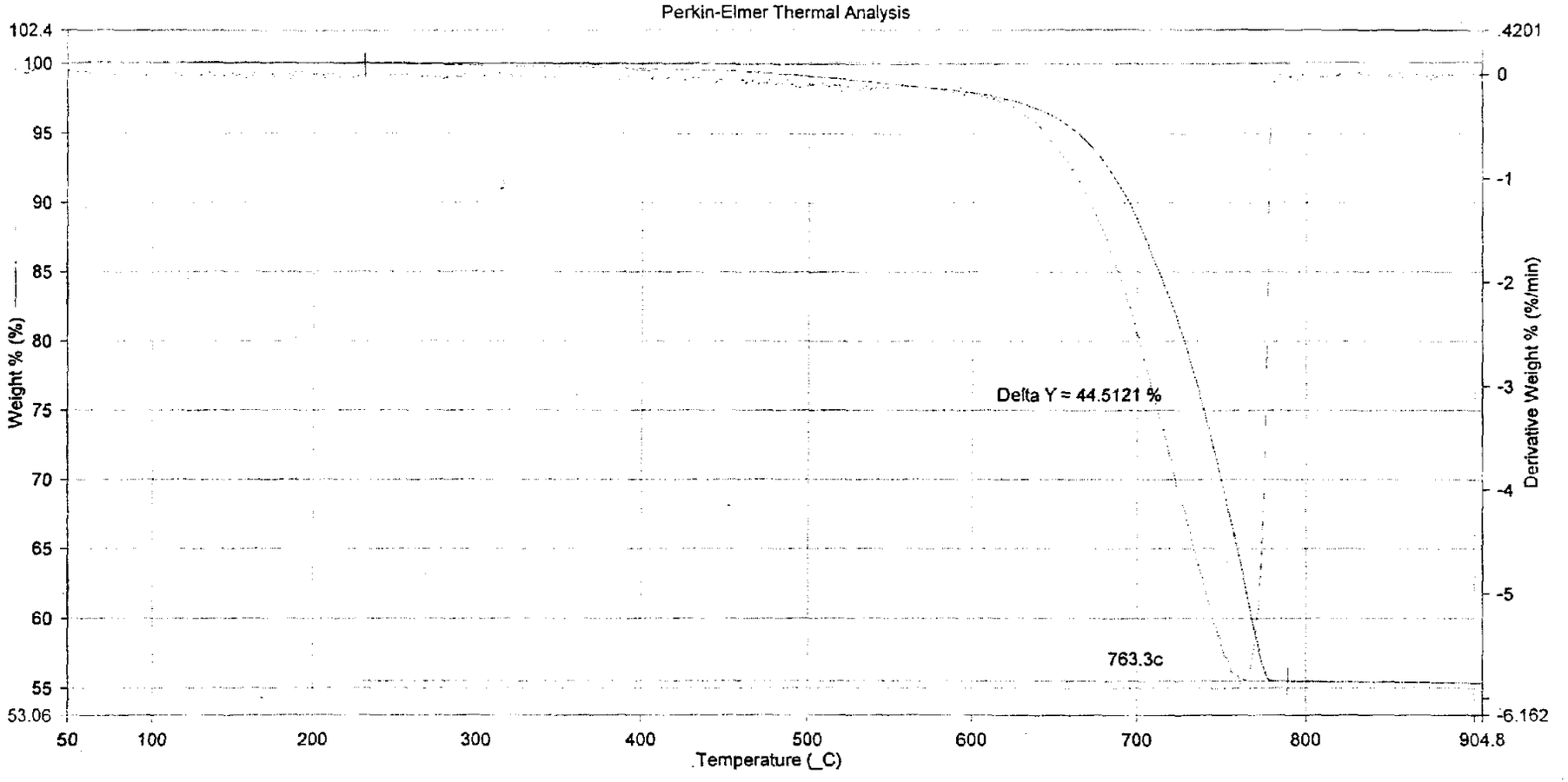
Filename:	C:\PE\Pyris\Data\CaCO3_2tg1d
Operator ID:	DARUNEE
Sample ID:	CaCO3
Sample Weight:	6.190 mg
Comment:	



1) Hold for 1.0 min at 35.00_C
2) Heat from 35.00_C to 900.00_C at 10.00_C/min
3) Hold for 5.0 min at 900.00_C

รูปที่ 9 กราฟแสดงผลของการสลายตัวของ $CaCO_3$ เมื่อได้รับความร้อน วิเคราะห์ครั้งที่ 2

Filename:	C:\PE\Pyris\Data\CaCO3_4.tg1d
Operator ID:	DARUNEE
Sample ID:	CaCO3
Sample Weight:	4.813 mg
Comment:	



1) Hold for 1.0 min at 50.00_C
2) Heat from 50.00_C to 900.00_C at 10.00_C/min
3) Hold for 5.0 min at 900.00_C

รูปที่ 10 กราฟแสดงผลของการสลายตัวของ $CaCO_3$ เมื่อได้รับความร้อน วิเคราะห์ครั้งที่ 3

จากกราฟในรูปที่8–รูปที่10 ปริมาณก๊าซคาร์บอนไดออกไซด์ที่เกิดขึ้นและเครื่องมือคำนวณผลออกมา ดังแสดงในตารางที่ 2

ตารางที่ 2 ผลการวิเคราะห์หาปริมาณก๊าซคาร์บอนไดออกไซด์ที่เกิดจากการเผาแคลเซียมคาร์บอเนตด้วยเครื่อง TGA

ครั้งที่	ปริมาณCO_2,ร้อยละ	ปริมาณ$CaCO_3$,ร้อยละ	ความคลาดเคลื่อน,ร้อยละ
1	44.74	101.68	1.68
2	44.56	101.27	1.27
3	44.51	101.16	1.16
เฉลี่ย	44.60	101.36	1.36

เนื่องจากแคลเซียมคาร์บอเนตที่นำมาใช้ในการวิเคราะห์ ไม่ใช่สารมาตรฐานเป็นแคลเซียมคาร์บอเนตที่ใช้ในห้องปฏิบัติการทั่วไปมีค่าความบริสุทธิ์ร้อยละ 98.5 และได้ถูกเปิดใช้เป็นเวลาหลายครั้งแล้ว ดังนั้นผลการวิเคราะห์ที่ออกมาจึงไม่ถูกต้อง 100 เปอร์เซ็นต์ แต่เมื่อเทียบทางทฤษฎีจะเกิดก๊าซคาร์บอนไดออกไซด์ร้อยละ 44.00 และในทางปฏิบัติสามารถหาค่าโดยเฉลี่ยได้ร้อยละ 44.60 ก็ถือว่าเป็นค่าที่ใช้ได้เพราะคาดว่าน่าจะมีความชื้นปนอยู่บ้าง

ทำการวิเคราะห์เปรียบเทียบโดยการเผาในเตาเผา

วิเคราะห์หาแคลเซียมออกไซด์ที่เหลือจากการเผาแคลเซียมคาร์บอเนต โดยใช้วิธีเผาในเตาเผาที่อุณหภูมิ 950 °C เป็นเวลา 30 นาที เพื่อเปรียบเทียบกับการวิเคราะห์ด้วยเครื่อง TGA โดยมีขั้นตอนการวิเคราะห์ดังนี้

1.เผาครูซิเบิลที่ทำด้วยพอร์เซอร์เลนเพื่อไล่ความชื้นออก จากนั้นทิ้งไว้ให้เย็นในเดสิเกเตอร์แล้วชั่งด้วยเครื่องชั่งที่อ่านค่าละเอียด 0.0001 กรัม

2.ใส่แคลเซียมคาร์บอเนตโดยใช้ขวดเดียวกับที่ใช้วิเคราะห์ด้วยเครื่อง TGA ประมาณ 2 กรัมแล้วชั่งน้ำหนักอย่างละเอียด ซึ่งจะรู้น้ำหนักของแคลเซียมคาร์บอเนตที่นำมาวิเคราะห์

3.นำครูซิเบิลที่มีแคลเซียมคาร์บอเนตบรรจุอยู่ใส่ในเตาเผาซึ่งได้ตั้งอุณหภูมิไว้ที่ 950 °C เผาทิ้งไว้เป็นเวลา 30 นาที

4.นำครูซิเบิลออกจากเตาเผาแล้วทิ้งให้เย็นในเดสิเกเตอร์

5.ชั่งน้ำหนักครูซิเบิลที่มีแคลเซียมออกไซด์เหลืออยู่ หาน้ำหนักของแคลเซียมออกไซด์ที่เหลือ นำไปคำนวณกลับเป็นแคลเซียมคาร์บอเนตแล้วคำนวณหาค่าความคลาดเคลื่อน ผลการวิเคราะห์ดังตารางที่ 3

ตารางที่ 3 ผลการวิเคราะห์หาแคลเซียมออกไซด์โดยใช้เตาเผา

ครั้งที่	น.น.ครูซิเบิล,กรัม	น.น.ครูซิเบิล+$CaCO_3$ กรัม	น.น. $CaCO_3$ กรัม	น.น.ครูซิเบิล+CaO กรัม	น.น. CaO กรัม	คิดเป็น CaO, ร้อยละ	คำนวณกลับเป็น $CaCO_3$ ร้อยละ	ความคลาดเคลื่อน, ร้อยละ
1	18.0516	20.0198	1.9682	19.1679	1.1163	56.717	101.280	1.280
2	17.3526	19.4952	2.1426	18.5661	1.2135	56.636	101.136	1.136
3	16.1339	18.4113	2.2774	17.4254	1.2915	56.709	101.266	1.266
เฉลี่ย	-	-	-	-	-	56.687	101.23	1.23

คำนวณกลับเป็นแคลเซียมคาร์บอเนตได้โดยใช้สูตร

$$CaCO_3, \% = CaO, \% \times 100 \div 56$$

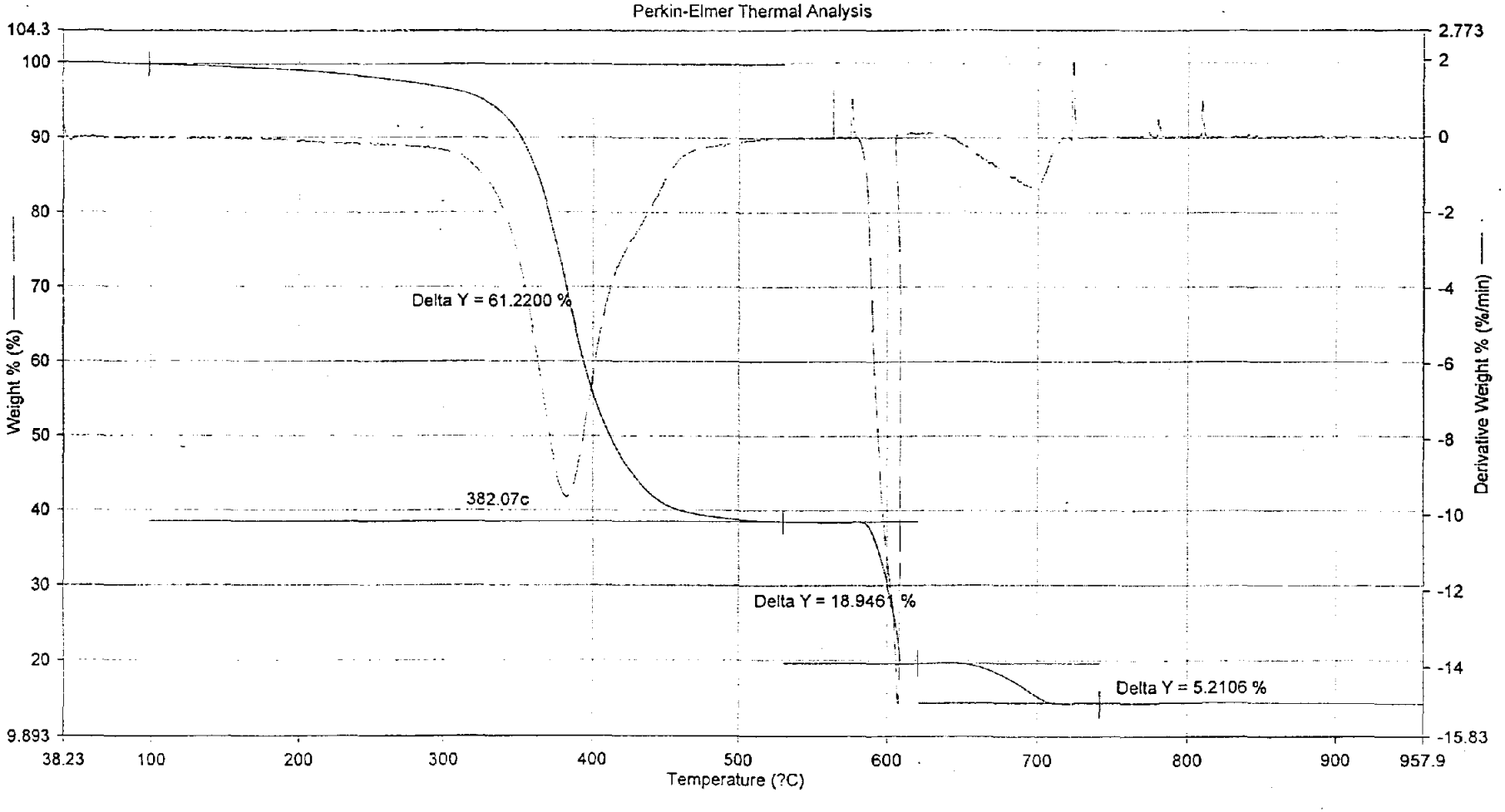
จากตารางผลการทดลองทั้ง 3 ครั้ง ค่าของแคลเซียมคาร์บอเนตที่คำนวณกลับเป็นร้อยละ 101.28 , 101.136 และ 101.266 ตามลำดับและเฉลี่ยเป็นร้อยละ 101.23 ซึ่งมีค่าความคลาดเคลื่อนร้อยละ 1.28 , 1.136 และ 1.266 ตามลำดับและเฉลี่ยเป็นร้อยละ 1.23 จากการวิเคราะห์ด้วยเครื่อง TGA มีค่าความคลาดเคลื่อนเฉลี่ยร้อยละ 1.36 ซึ่งทั้ง 2 วิธีให้ผลที่ต่างกันร้อยละ 0.13 แสดงว่าการวิเคราะห์ทั้งสองวิธีให้ผลการวิเคราะห์ที่สอดคล้องกัน ดังนั้นจึงสามารถใช้วิธีใดวิธีหนึ่งในการวิเคราะห์ได้

4.3.3 ดำเนินการวิเคราะห์หาปริมาณขององค์ประกอบหลักในตัวอย่างยางรวม 10 ตัวอย่าง

4.3.3.1 ตัดชิ้นตัวอย่างยางให้เป็นชิ้นเล็กๆเพื่อไว้ใช้ในการวิเคราะห์

4.3.3.2 ทำการวิเคราะห์โดยวิธีการเดียวกับการวิเคราะห์แคลเซียมคาร์บอเนต ผลการวิเคราะห์ดังรูปที่ 11-รูปที่ 22

Filename:	C:\PE\Pyris\Data\TJ825.tg1d
Operator ID:	DARUNEE
Sample ID:	TJ825
Sample Weight:	11.273 mg
Comment:	

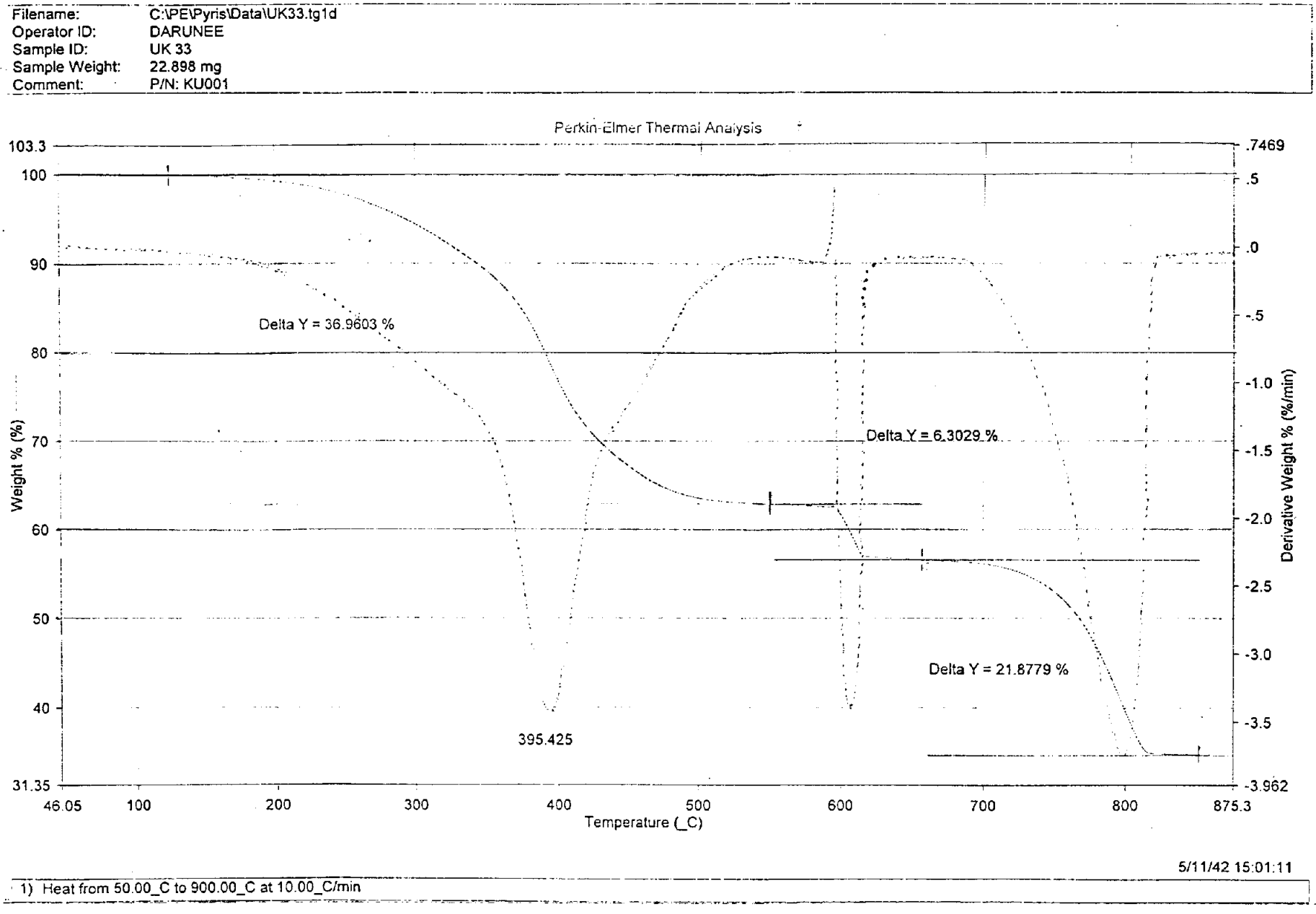


16/5/43 18:31:51

1) Hold for 1.0 min at 35.00?C	3) Hold for 3.0 min at 550.00?C
2) Heat from 35.00?C to 550.00?C at 10.00?C/min	4) Heat from 550.00?C to 950.00?C at 10.00?C/min

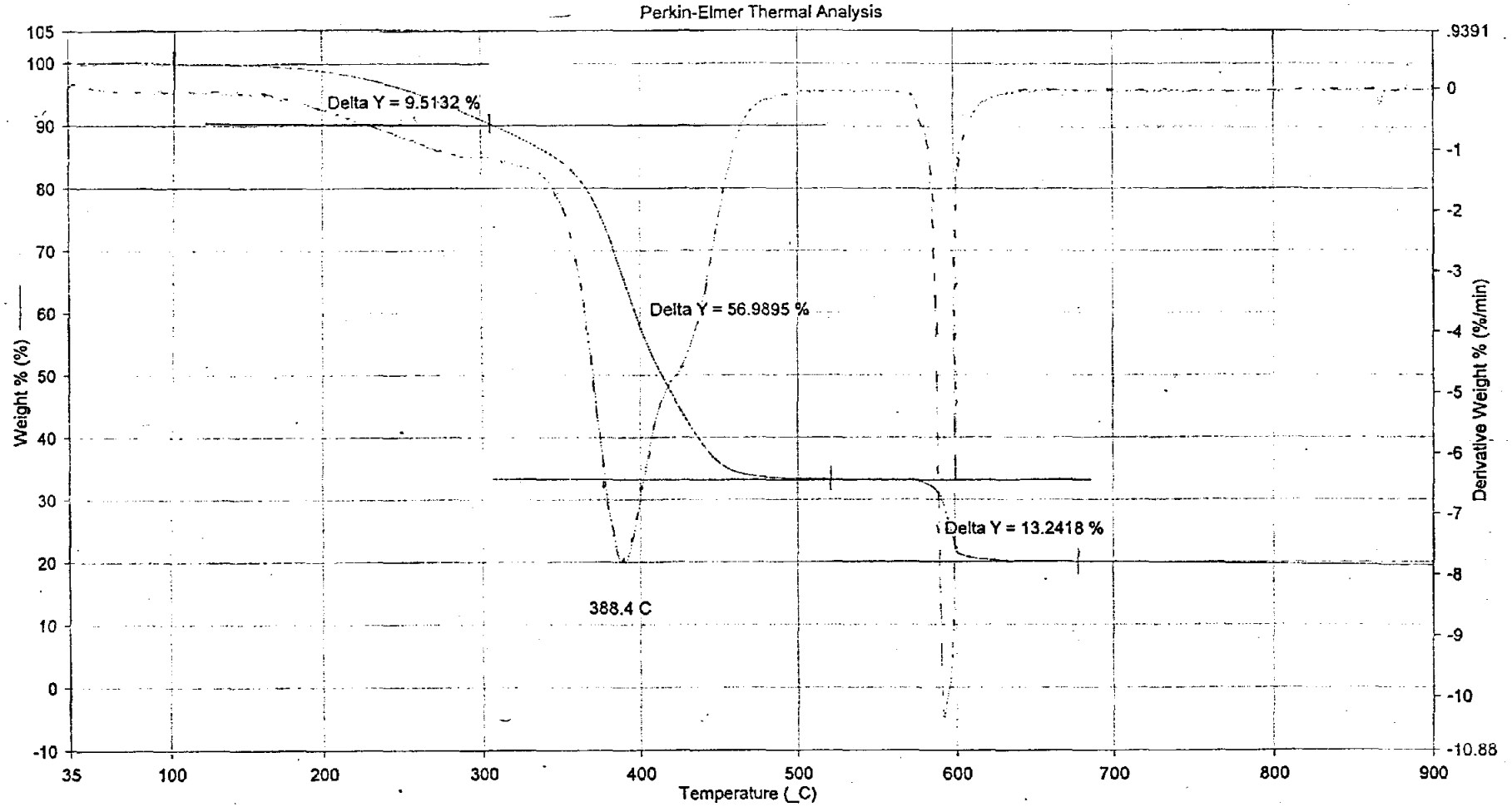
รูปที่ 11 กราฟแสดงผลการวิเคราะห์ตัวอย่างที่ 1 Strut mount

จากกราฟรูปที่ 11 แสดงผลการวิเคราะห์ตัวอย่าง Strut mount ซึ่งเป็นผลิตภัณฑ์ที่ทำจากยางธรรมชาติและจะส่งไปจำหน่ายยังต่างประเทศ แต่จะต้องมีส่วนประกอบของยางธรรมชาติอย่างน้อยร้อยละ 60 โดยจะต้องมีผลรับรองจากหน่วยงานของทางราชการจึงจะยอมรับ ผลการวิเคราะห์ปรากฏว่าตัวอย่าง Strut mount ประกอบด้วย ยางธรรมชาติ ร้อยละ 61.22 คาร์บอนแบล็ก ร้อยละ 18.95 และส่วนที่เป็นตัวเติมอนินทรีย์ ร้อยละ 5.21



รูปที่ 12 กราฟแสดงผลการวิเคราะห์เพื่อตรวจคุณภาพตัวอย่างที่ 2

Filename:	C:\PE\Pyris\...\UK34@991108115459.tg1d
Operator ID:	DARUNEE
Sample ID:	UK34
Sample Weight:	8.706 mg
Comment:	Pacific rubber P/N KU002

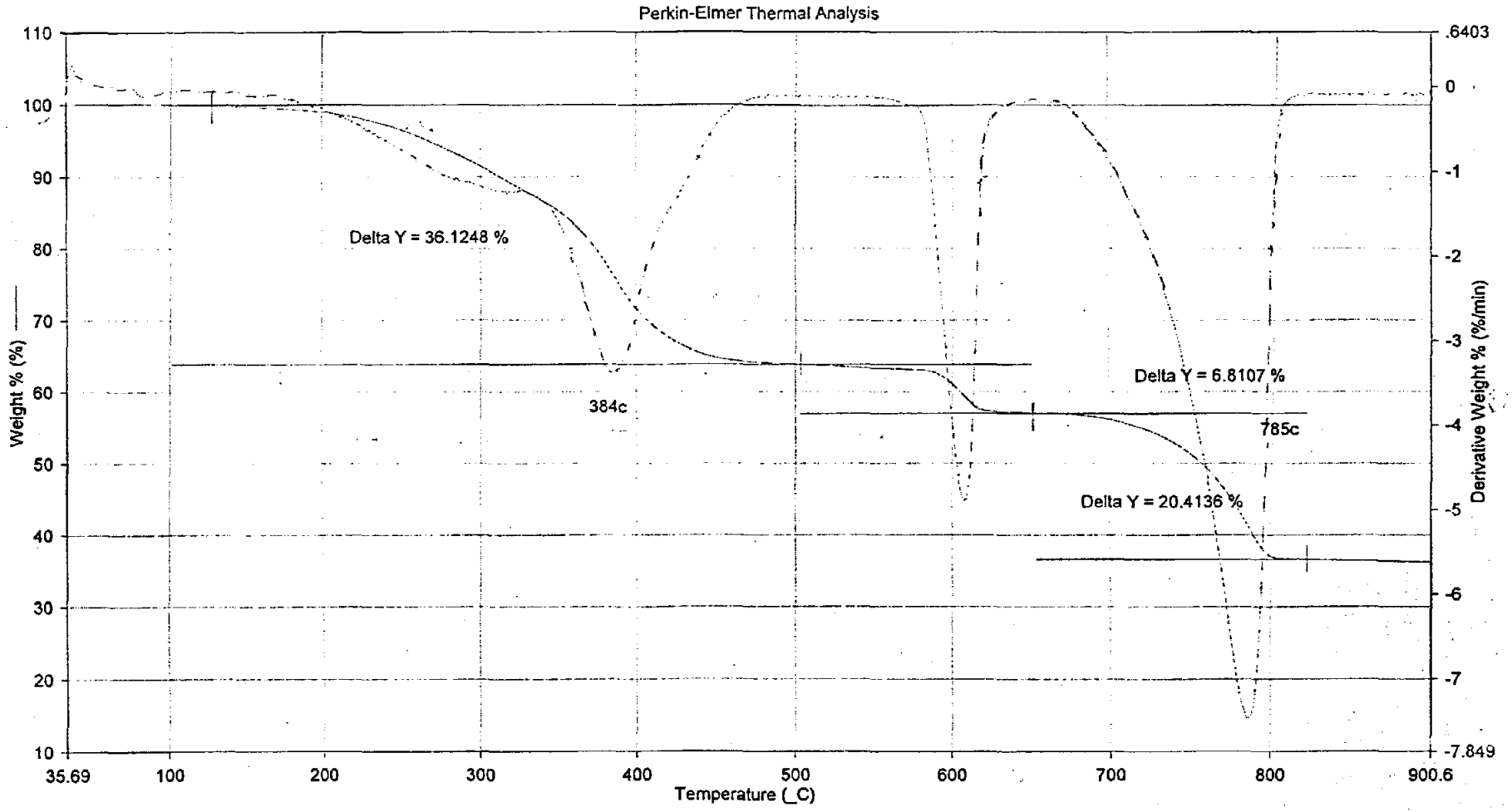


10/11/42 14:40:57

1) Heat from 35.00_C to 90.00_C at 40.00_C/min
2) Heat from 90.00_C to 550.00_C at 10.00_C/min
3) Heat from 550.00_C to 900.00_C at 10.00_C/min

รูปที่ 13 กราฟแสดงผลการวิเคราะห์เพื่อตรวจคุณภาพตัวอย่างที่ 3

Filename:	C:\PE\Pyris\Data\UK35.tg1d
Operator ID:	DARUNEE
Sample ID:	UK35
Sample Weight:	10.316 mg
Comment:	P/N KU003



9/11/42 13:29:04

1) Heat from 40.00_C to 90.00_C at 40.00_C/min	3) Heat from 550.00_C to 900.00_C at 20.00_C/min
2) Heat from 90.00_C to 550.00_C at 10.00_C/min	4) Hold for 5.0 min at 900.00_C

รูปที่ 14 กราฟแสดงผลการวิเคราะห์เพื่อตรวจคุณภาพตัวอย่างที่ 4

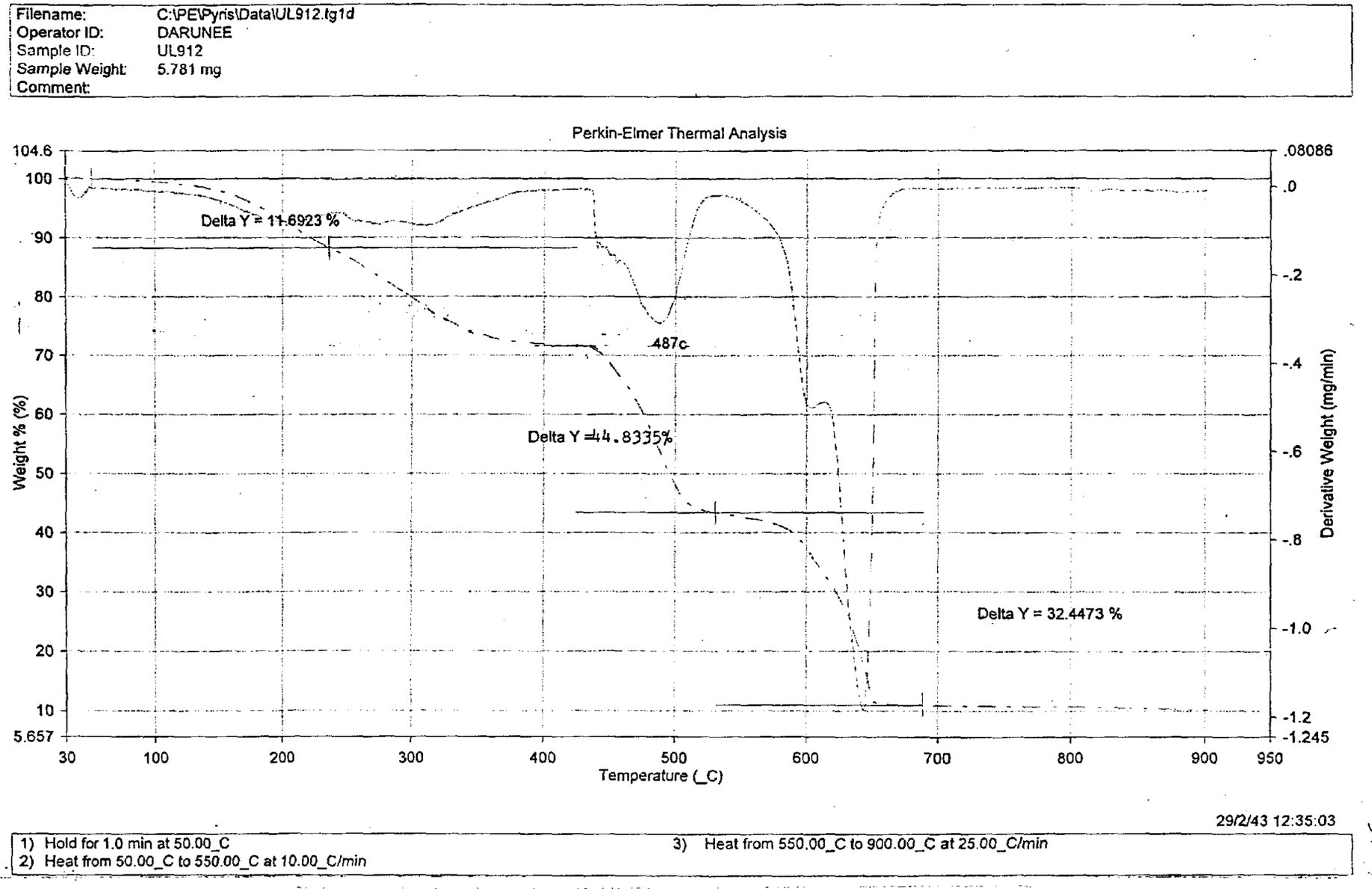
จากกราฟรูปที่ 12 รูปที่ 13 และรูปที่ 14 เป็นกราฟแสดงการวิเคราะห์ตัวอย่างผลิตภัณฑ์ยาง เพื่อการตรวจสอบคุณภาพ โดยตัวอย่างทั้ง 3 ตัวอย่างผลิตจากยางธรรมชาติ เหมือนกัน แต่เนื่องจากยางธรรมชาติมีน้ำหนักโมเลกุลไม่เท่ากัน ดังนั้นอุณหภูมิที่จุดสูงสุดของกราฟ (Maximum Derivative Thermogravimetric Peak , DTG peak) จะแตกต่างกัน โดยทั่วไปยางธรรมชาติจะมี DTG peak ระหว่างอุณหภูมิ 380-398 องศาเซลเซียส

กราฟรูปที่ 12 แสดงว่าผลิตภัณฑ์ยางตัวอย่างมีเนื้อยางร้อยละ 36.9 คาร์บอนแบล็กร้อยละ 6. 30 และตัวเติมอนินทรีย์ร้อยละ 21.88

กราฟรูปที่ 13 แสดงว่าผลิตภัณฑ์ยางตัวอย่างมีสารกันยางเสื่อมร้อยละ 9.51 เนื้อยางร้อยละ 56.99 คาร์บอนแบล็กร้อยละ 13.24

กราฟรูปที่ 14 แสดงว่าผลิตภัณฑ์ยางตัวอย่างมีเนื้อยางร้อยละ 36.12 คาร์บอนแบล็กร้อยละ 6.81 และตัวเติมอนินทรีย์ร้อยละ 20.41

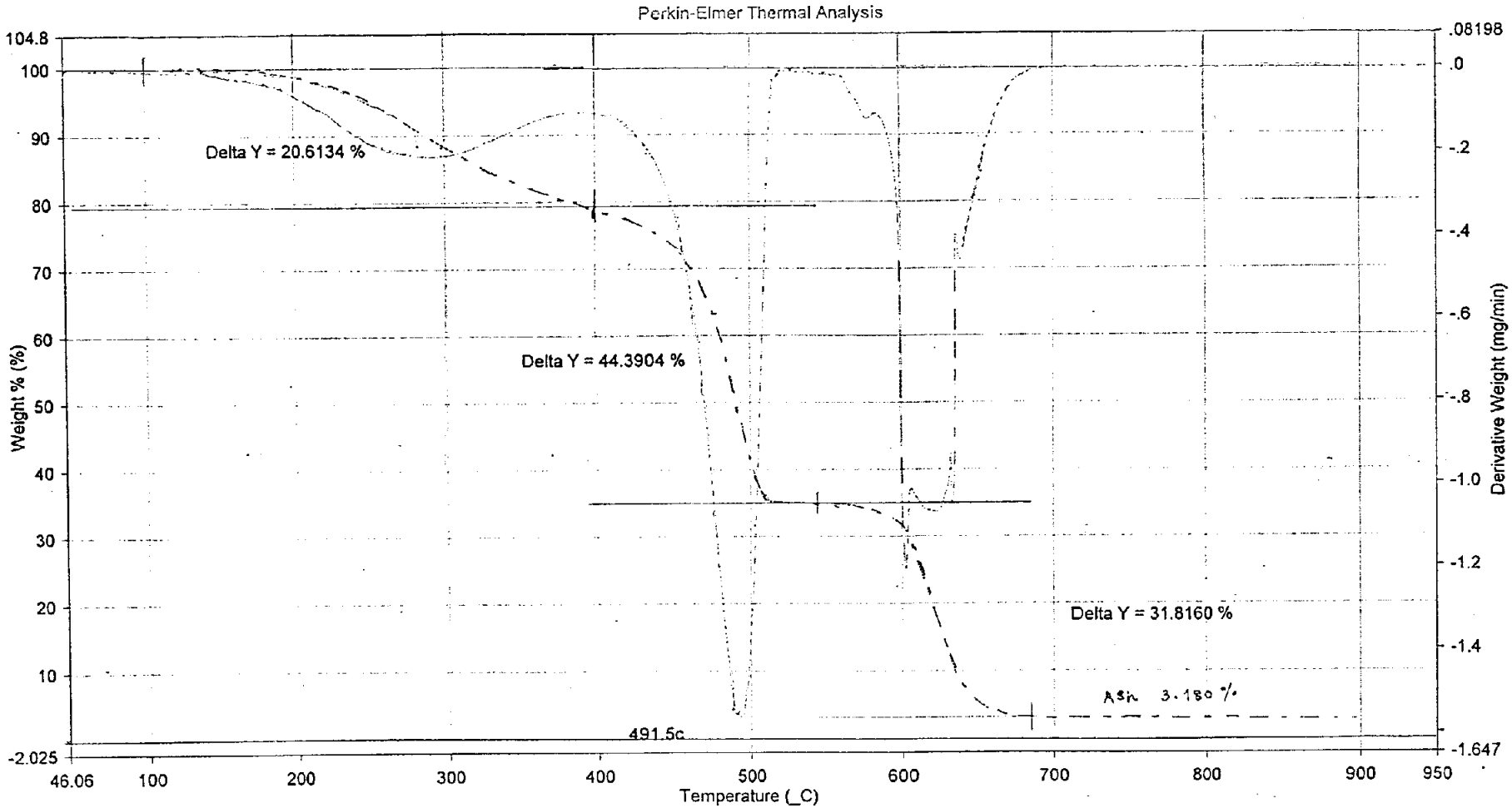
จากผลการวิเคราะห์ทั้ง 3 ตัวอย่างสรุปได้ว่าตัวอย่างในกราฟรูปที่ 13 มีเนื้อยางและคาร์บอนแบล็กมากที่สุด นอกจากนั้นยังมีสารกันเสื่อมของยางผสมอยู่ด้วย ดังนั้นจึงเป็นตัวอย่างที่น่าจะมีคุณภาพดีที่สุด



รูปที่ 15 กราฟแสดงผลการวิเคราะห์ตัวอย่างที่ 5 ยางชิ้นส่วนอุปกรณ์รถจักรยานยนต์ Hypalon

จากกราฟรูปที่ 15 เป็นการวิเคราะห์ตัวอย่างยางชิ้นส่วนอุปกรณ์รถจักรยานยนต์ทำจากยาง Hypalon เป็นตัวอย่างที่นำเข้าจากต่างประเทศ และโรงงานผู้ผลิตรถจักรยานยนต์ต้องการสั่งซื้อจากโรงงานยางภายในประเทศ จึงได้ส่งตัวอย่างมาวิเคราะห์เพื่อไว้เป็นข้อมูลในการกำหนดมาตรฐานคุณภาพของสินค้า จากการวิเคราะห์ผลิตภัณฑ์ยางตัวอย่างประกอบด้วย สารกันยางเสื่อมร้อยละ 11.69 เนื้อยางร้อยละ 44.83 คาร์บอนแบล็กร้อยละ 32.45 ตามลำดับ

Filename:	C:\PE\Pyris\Data\UN295 R.tg1d
Operator ID:	DARUNEE
Sample ID:	UN 295 RUBBER
Sample Weight:	15.605 mg
Comment:	

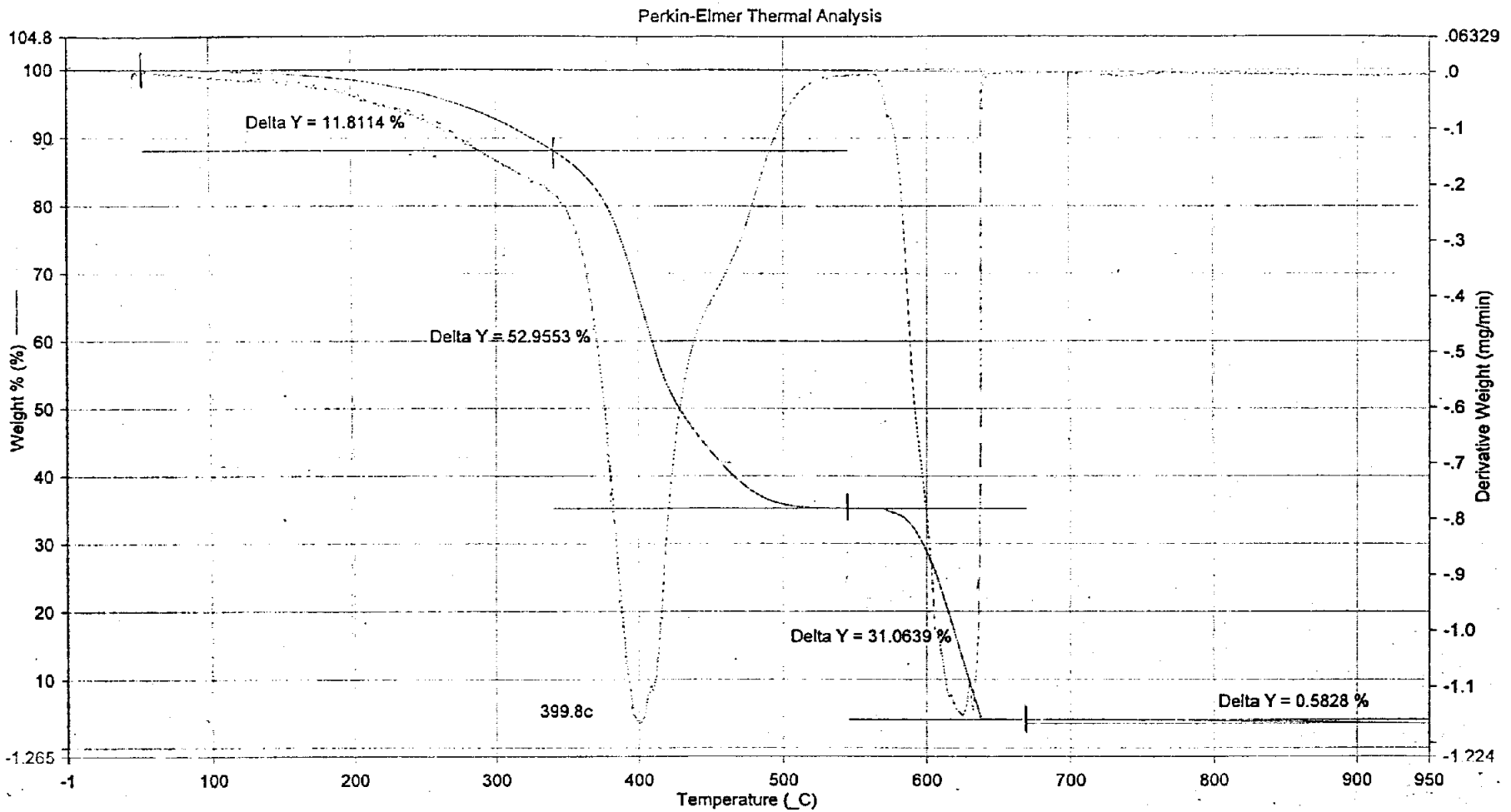


1) Hold for 1.0 min at 50.00_C
2) Heat from 50.00_C to 550.00_C at 10.00_C/min
3) Heat from 550.00_C to 900.00_C at 10.00_C/min

รูปที่ 16 กราฟแสดงผลการวิเคราะห์ตัวอย่างที่ 6 ยางแผ่นสีดำ

จากกราฟรูปที่ 16 เป็นการวิเคราะห์ตัวอย่างยางแผ่นสีดำเพื่อหาองค์ประกอบทางเคมี ผลการวิเคราะห์ตัวอย่างยางแผ่นประกอบด้วย สารกันยางเสื่อมร้อยละ 20.61 เนื้อยางร้อยละ 44.39 คาร์บอนแบล็กร้อยละ 31.82 และเถ้าร้อยละ 3.18

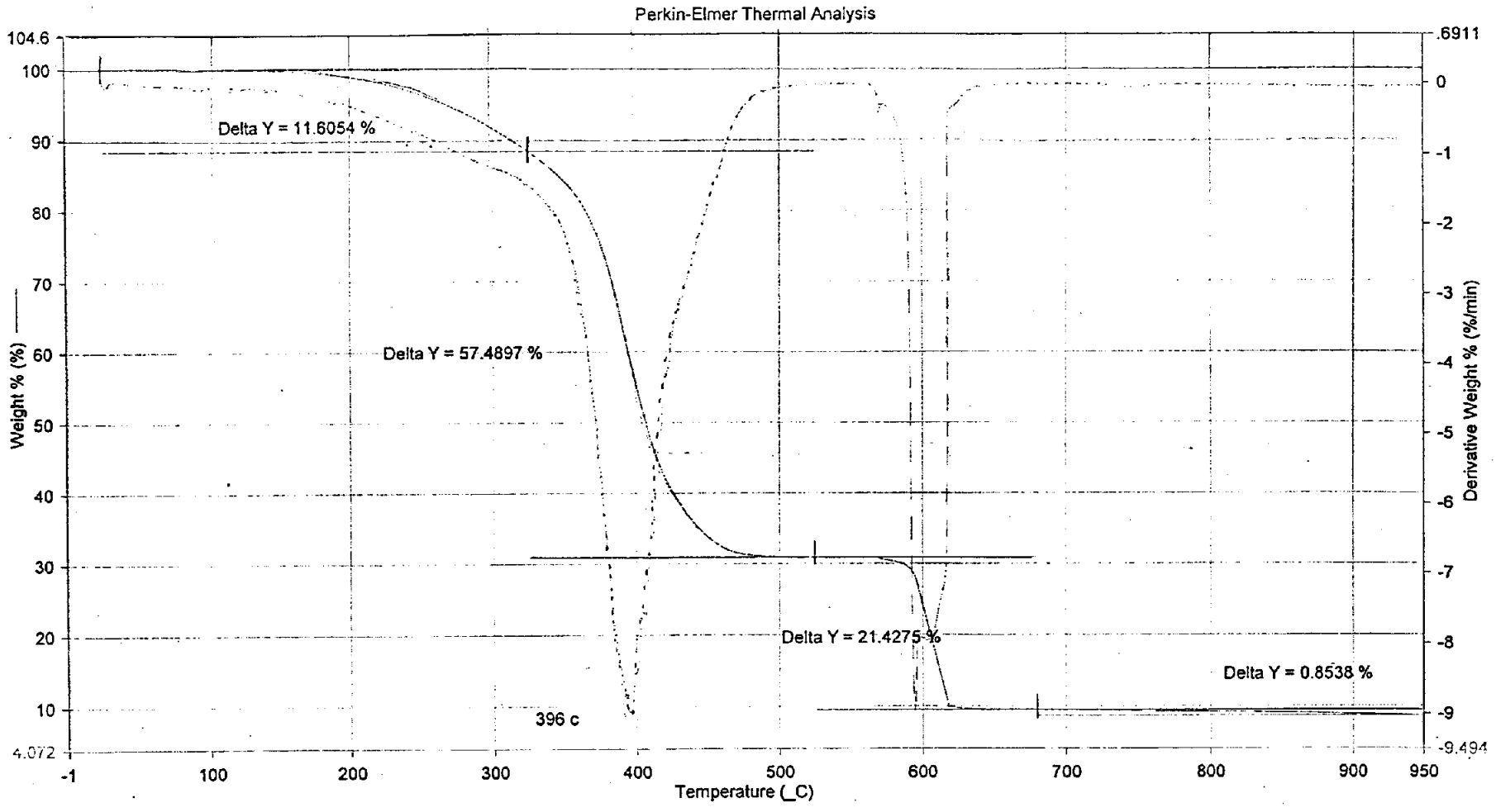
Filename:	C:\PE\Pyris\Data\UN448No.1
Operator ID:	DARUNEE
Sample ID:	UN 448 COMP.1
Sample Weight:	16.098 mg
Comment:	



1) Hold for 1.0 min at 50.00_C	3) Heat from 550.00_C to 950.00_C at 10.00_C/min
2) Heat from 50.00_C to 550.00_C at 10.00_C/min	

รูปที่ 17 กราฟแสดงผลการวิเคราะห์ตัวอย่างที่ 7 ยางดิบผสมสารเคมีสูตร 1

Filename:	C:\PE\Pyris\Data\UN449 NO.1HD
Operator ID:	DARUNEE
Sample ID:	UN 449COMP.1HD
Sample Weight:	13.289 mg
Comment:	

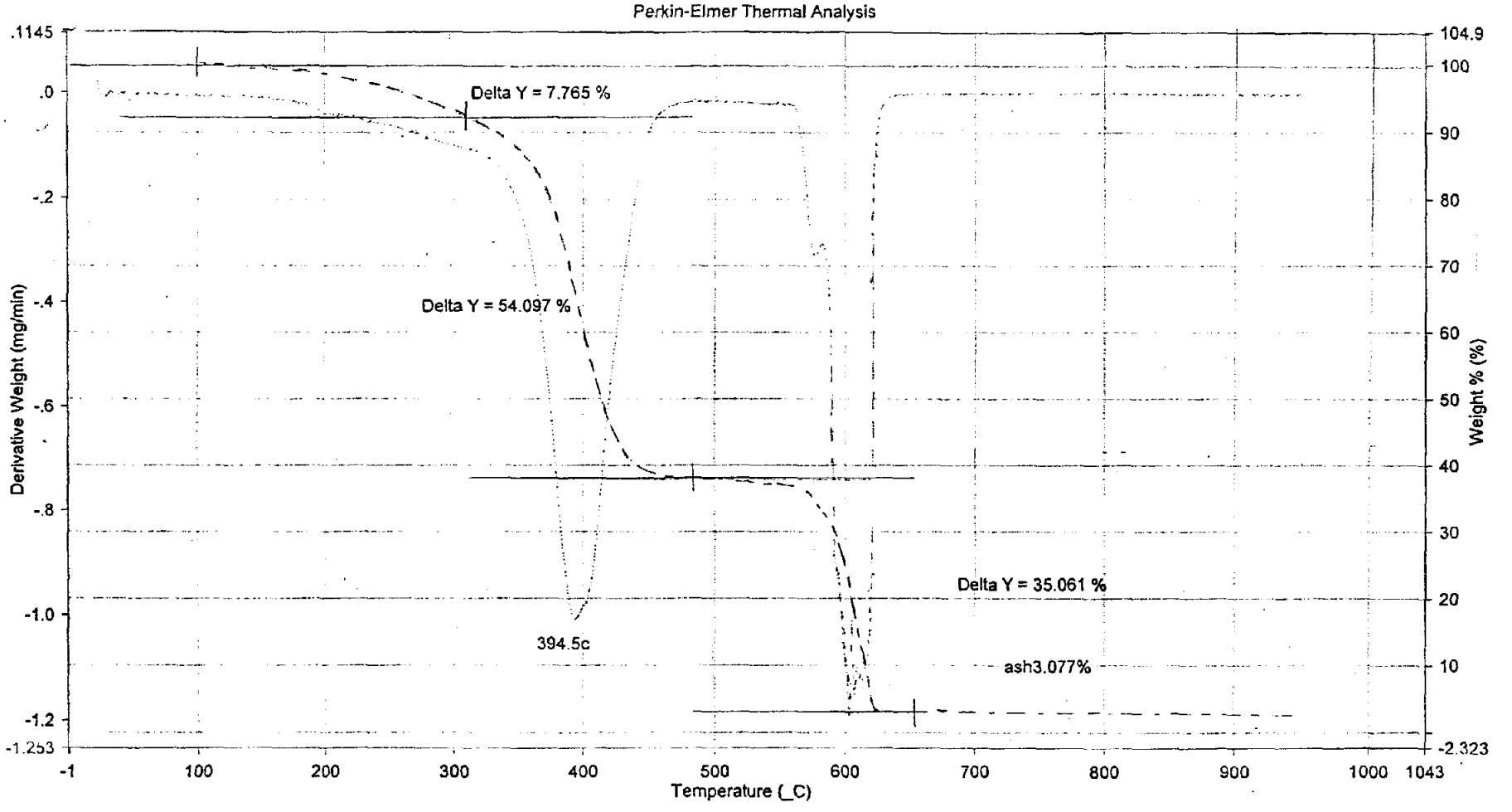


26/1/43 15:55:41

1) Hold for 1.0 min at 35.00_C
2) Heat from 35.00_C to 550.00_C at 10.00_C/min
3) Heat from 550.00_C to 950.00_C at 10.00_C/min

รูปที่ 18 กราฟแสดงผลการวิเคราะห์ตัวอย่างที่ 8 ยางดิบผสมสารเคมีสูตร 2

Filename:	C:\PE\Pyris\Data\UN450Form2.tg1d
Operator ID:	DARUNEE
Sample ID:	UN450Form2
Sample Weight:	11.782 mg
Comment:	

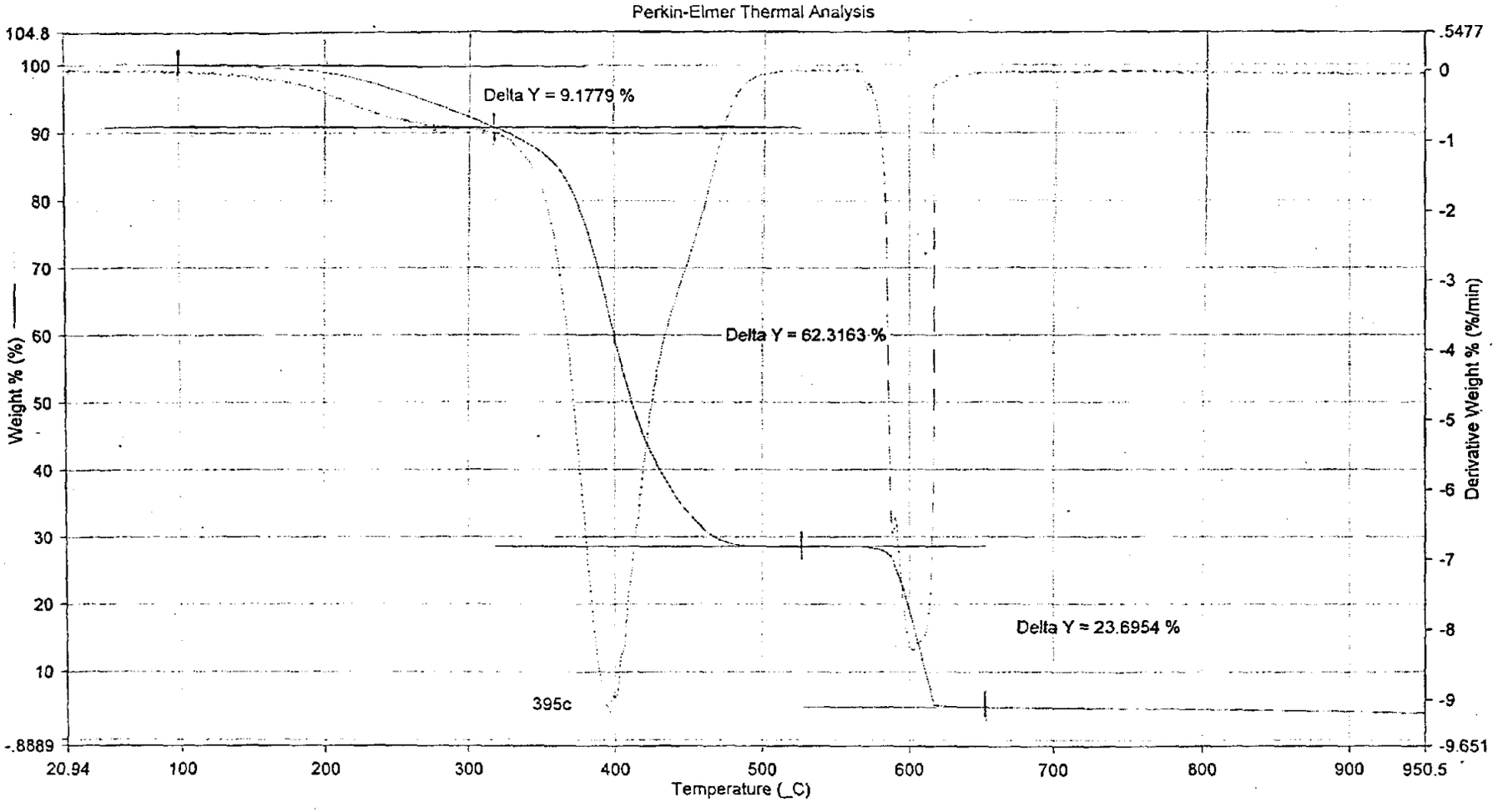


27/1/43 10:36:26

1) Hold for 1.0 min at 35.00_C
2) Heat from 35.00_C to 550.00_C at 10.00_C/min
3) Heat from 550.00_C to 950.00_C at 10.00_C/min

รูปที่ 19 กราฟแสดงผลการวิเคราะห์ตัวอย่างที่ 9 ยางดิบผสมสารเคมีสูตร 3

Filename:	C:\PE\Pyris\Data\UN451Form2HD.tg1d
Operator ID:	DARUNEE
Sample ID:	UN451Form2HD
Sample Weight:	14.068 mg
Comment:	



27/1/43 12:23:51

1) Hold for 1.0 min at 30.00_C
2) Heat from 30.00_C to 550.00_C at 10.00_C/min
3) Heat from 550.00_C to 950.00_C at 10.00_C/min

รูปที่ 20 กราฟแสดงผลการวิเคราะห์ตัวอย่างที่ 10 ยางดิบผสมสารเคมีสูตร 4

จากกราฟรูปที่ 17-กราฟรูปที่ 20 เป็นการวิเคราะห์ตัวอย่างยางดิบผสมสารเคมี (Compound rubber) รวม 4 ตัวอย่าง ผู้ส่งตัวอย่างแจ้งว่าต้องการทราบองค์ประกอบต่างๆทางเคมี เพื่อนำไปทดลองผสมใช้เองในโรงงาน โดยไม่ต้องสั่งซื้อยางผสมจากโรงงานอื่น เพราะถ้ารู้สูตรแล้วนำไปทดลองทำยางผสมไว้ใช้เองในโรงงาน จะแก้ปัญหาการผลิตสินค้าได้ทันเวลาตลอดจนสามารถควบคุมคุณภาพ และลดต้นทุนในการผลิตลงได้

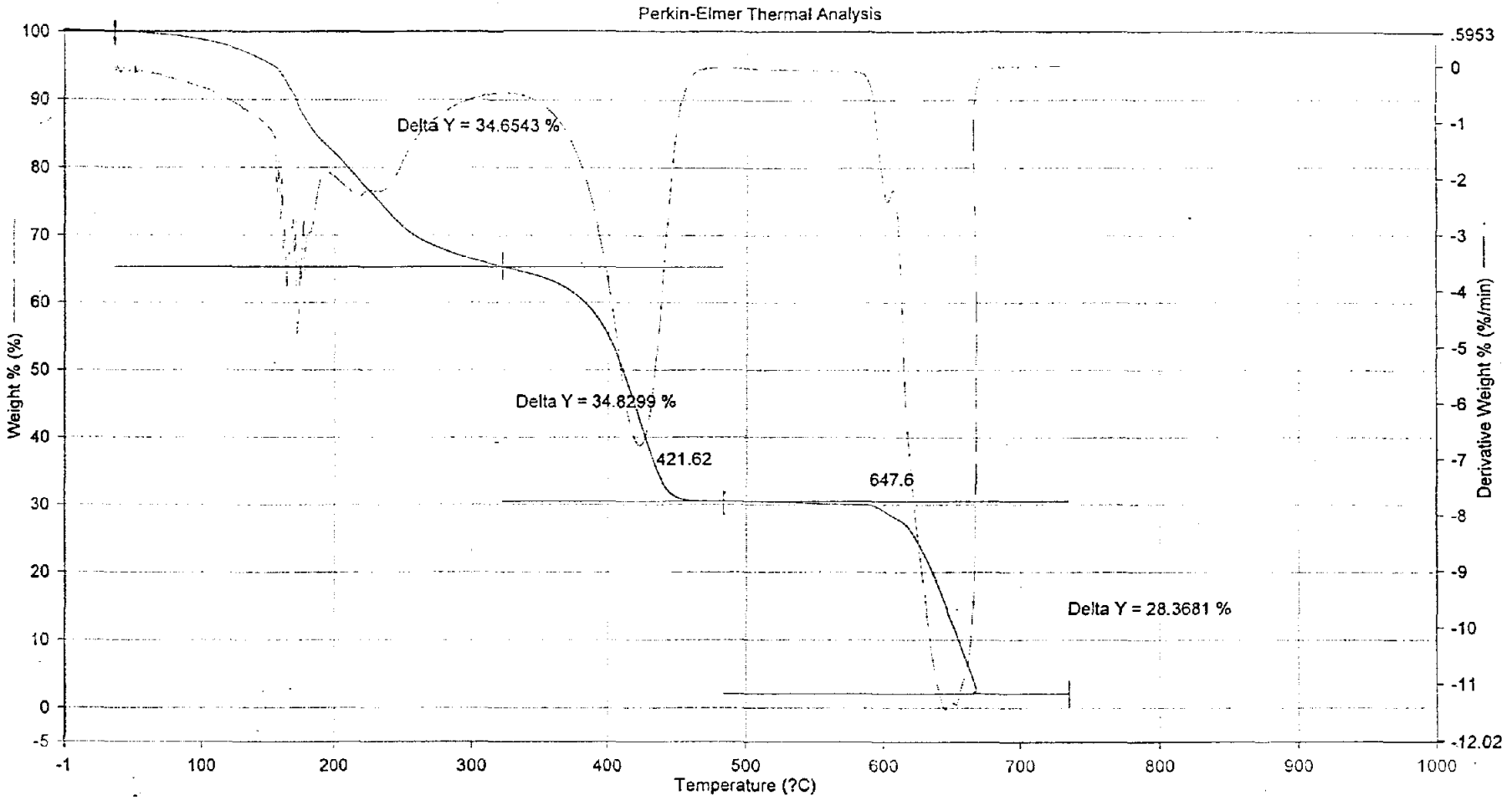
ผลการวิเคราะห์กราฟรูปที่ 17 ยางดิบสูตรที่ 1 ประกอบด้วย สารกันยางเสื่อมร้อยละ 11.81 เนื้อยางร้อยละ 52.96 คาร์บอนแบล็กร้อยละ 31.06 และเถ้าร้อยละ 0.58

ผลการวิเคราะห์กราฟรูปที่ 18 ยางดิบสูตรที่ 2 ประกอบด้วย สารกันยางเสื่อมร้อยละ 11.61 เนื้อยางร้อยละ 57.49 คาร์บอนแบล็กร้อยละ 21.43 และเถ้าร้อยละ 0.85

ผลการวิเคราะห์กราฟรูปที่ 19 ยางดิบสูตรที่ 3 ประกอบด้วย สารกันยางเสื่อมร้อยละ 7.77 เนื้อยางร้อยละ 54.10 คาร์บอนแบล็กร้อยละ 35.06 และเถ้าร้อยละ 3.08

ผลการวิเคราะห์กราฟรูปที่ 20 ยางดิบสูตรที่ 4 ประกอบด้วย สารกันยางเสื่อมร้อยละ 9.18 เนื้อยางร้อยละ 62.32 คาร์บอนแบล็กร้อยละ 23.70 และเถ้าร้อยละ 4.80

Filename:	C:\PE\Pyris\Data\UR900.tg1d
Operator ID:	DARUNEE
Sample ID:	UR900
Sample Weight:	19.958 mg
Comment:	



5/6/43 22:35:31

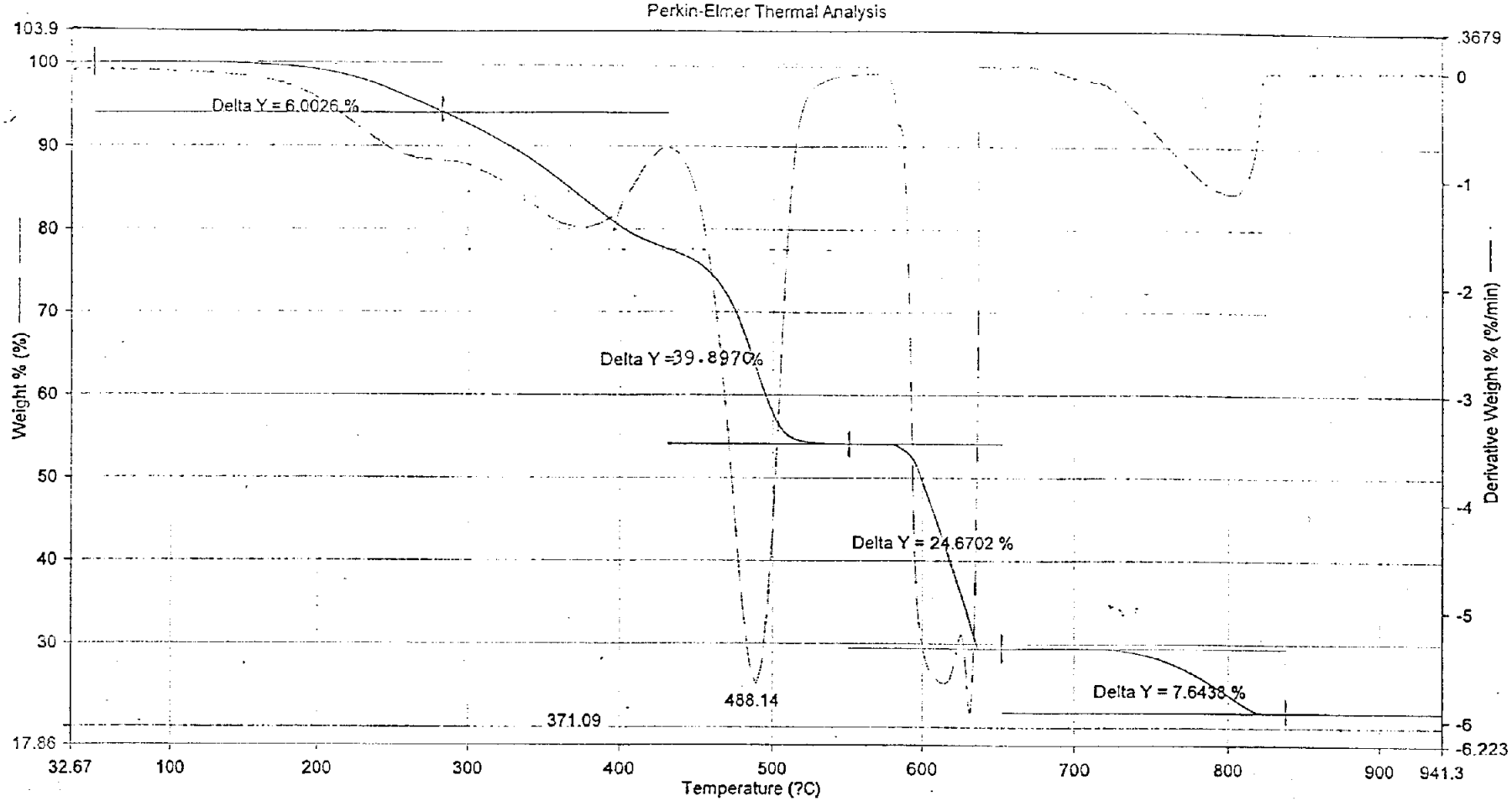
1) Hold for 1.0 min at 50.00?C
2) Heat from 50.00?C to 550.00?C at 10.00?C/min
3) Heat from 550.00?C to 1000.00?C at 20.00?C/min

รูปที่ 21 กราฟแสดงผลการวิเคราะห์ตัวอย่างที่ 11 ยางหุ้มฟันเฟืองเครื่องจักร Butyl rubber

จากกราฟรูปที่ 21 เป็นการวิเคราะห์ตัวอย่างยาง Butyl rubberสำหรับหุ้มฟันเฟืองเครื่องจักร (gear) ซึ่งทำจากโลหะ เพื่อป้องกันการเกิดสนิมที่ฟันเฟืองเครื่องจักรเมื่อเก็บไว้ขณะที่ยังไม่ได้นำมาใช้งาน เนื่องจากยางตัวอย่างนั้นได้สั่งซื้อจากต่างประเทศ ผู้ส่งตัวอย่างต้องการที่จะผลิตเพื่อจำหน่ายภายในประเทศ เนื่องจากมีราคาสูงมากเพื่อมิให้สูญเสียเงินตราออกนอกประเทศ

ผลการวิเคราะห์ยางหุ้มฟันเฟืองเครื่องจักรดังกล่าวประกอบด้วย สารกันยางเสื่อมร้อยละ 34.65 เนื้อยางร้อยละ 34.83 คาร์บอนแบล็กร้อยละ 28.37 จะเห็นได้ว่าผลิตภัณฑ์ยางตัวอย่างมีสารกันยางเสื่อมสูงมาก ดังนั้นจึงมีราคาแพงและอาจต้องการให้สอดคล้องกับผลิตภัณฑ์ที่ต้องการนำไปใช้งานร่วม ซึ่งต้องควบคุมคุณภาพให้ดีอยู่เสมอก่อนนำมาใช้งาน

Filename:	C:\PE\Pyris\D...\US528@006072001l9.-1
Operator ID:	DARUNEE
Sample ID:	US528-1
Sample Weight:	23.579 mg
Comment:	



7/6/43 21:39:26

1) Hold for 1.0 min at 35.00?C
2) Heat from 35.00?C to 550.00?C at 10.00?C/min
3) Heat from 550.00?C to 950.00?C at 10.00?C/min

รูปที่ 22 กราฟแสดงผลการวิเคราะห์ตัวอย่างที่ 12 ยาง Ethylene Propylene Diene Monomer

จากกราฟรูปที่ 22 เป็นการวิเคราะห์ตัวอย่างยาง Ethylene Propylene Diene Monomer (EPDM) ได้ทำการวิเคราะห์หาองค์ประกอบหลัก เพื่อเปรียบเทียบคุณภาพกับผลิตภัณฑ์ที่ทางโรงงานเคยจัดซื้อไว้ใช้มาก่อน ผลการวิเคราะห์ยางตัวอย่างประกอบด้วย สารกันยางเสื่อมร้อยละ 6.0 เนื้อยางร้อยละ 39.90 คาร์บอนแบล็กร้อยละ 24.67 และตัวเติมอนินทรีย์ร้อยละ 7.64

บทที่ 5
สรุปวิจารณ์ผลและประโยชน์ที่ได้รับ

5.1 สรุปผลการวิเคราะห์ด้วยวิธี Thermogravimetric Analysis

ปัจจุบันการวิเคราะห์หาองค์ประกอบหลักในผลิตภัณฑ์ยาง[7] ใช้วิธีวิเคราะห์ด้วยเครื่อง Thermal analyser หรือที่เรียกวิธีการวิเคราะห์นี้ว่า Thermogravimetric Analysis เพราะมีข้อดีหลายประการคือ

1. ให้ผลการวิเคราะห์ที่มีความถูกต้อง แต่ทั้งนี้จะต้องมีการสอบเทียบความถูกต้องของเครื่องมือ ด้านอุณหภูมิและเครื่องชั่งซึ่งประกอบอยู่ในเครื่อง และวิธีการทำงานของเครื่องมืออย่างสม่ำเสมอ เพื่อให้เครื่องมืออยู่ในสภาวะที่ดีใช้ในการวิเคราะห์ได้ถูกต้อง
2. เป็นการวิเคราะห์ที่ใช้ตัวอย่างในปริมาณที่น้อย ในกรณีที่ตัวอย่างมีราคาแพงหรือมีอยู่จำนวนน้อยก็สามารถวิเคราะห์ได้ ถ้าใช้วิธีอ้อม (Indirect method) ตามที่ระบุใน ASTM : D297 โดยใช้วิธีการสกัดเพื่อแยกสารประกอบอินทรีย์ต่างๆ การวิเคราะห์หาปริมาณคาร์บอนแบล็ก การวิเคราะห์หาปริมาณเถ้า การวิเคราะห์หาปริมาณซัลเฟอร์ แล้วจึงไปหักออกจาก 100 ส่วน ที่เหลือจะเป็นปริมาณของเนื้อยาง วิธีนี้จะต้องใช้ตัวอย่างมากอย่างน้อย 10 กรัม แต่การใช้เครื่อง Thermal analyser จะใช้ตัวอย่างไม่เกิน 40 มิลลิกรัม
3. ให้ความสะดวกและรวดเร็ว การวิเคราะห์ใช้เวลาประมาณ 90 นาทีต่อ 1 ตัวอย่าง แต่วิธีอ้อมจะใช้เวลาทั้งหมดประมาณ 3 สัปดาห์ต่อ 1 ตัวอย่าง เพราะในการสกัดเพื่อแยกสารประกอบอินทรีย์ต่างๆนั้นจะต้องสกัดต่อเนื่อง และจะต้องเปลี่ยนตัวทำละลายอย่างน้อย 3 ตัว ซึ่งจะใช้เวลาในการสกัดเกือบ10วัน แล้วจึงนำไปวิเคราะห์หาคาร์บอนแบล็กซึ่งจะใช้เวลาในการวิเคราะห์ประมาณ 3-4 วัน และจะต้องวิเคราะห์หาปริมาณของตัวเติมมอนินทรีย์ จากนั้นนำผลที่วิเคราะห์ได้ทั้งหมดไปหักออกจาก 100 ส่วนที่เหลือเป็นปริมาณของเนื้อยาง
4. ลดการทำลายสภาวะแวดล้อม เพราะเป็นการวิเคราะห์ที่ใช้ปริมาณตัวอย่างที่น้อยและไม่ต้องใช้สารเคมีใดๆในการวิเคราะห์ แต่ในวิธีอ้อมจะต้องใช้สารเคมีหลายชนิดมาก และใช้พลังงานต่างๆเป็นจำนวนมาก การสกัดต้องสกัดที่อุณหภูมิสูงเป็นเวลานานและใช้น้ำเป็นตัวหล่อคอนเด็นเซอร์ ต้องใช้เตาเผาที่อุณหภูมิสูงเป็นเวลานานในการวิเคราะห์หาคาร์บอนแบล็กและตัวเติมอนินทรีย์
5. การวิเคราะห์ด้วยวิธี Thermogravimetric Analysis ใช้เครื่องมือชุดเดียว แต่การวิเคราะห์ด้วยวิธีอ้อมใช้เครื่องมือหลายชนิด เครื่องแก้ว สารเคมีและอุปกรณ์ต่างๆมาก

และมีขั้นตอนที่ยุ่งยากพอควร จึงมีโอกาสที่จะทำให้เกิดความคลาดเคลื่อนระหว่างทำการวิเคราะห์ได้มาก

5.2วิจารณ์ผลและประโยชน์ที่ได้รับ

จากขั้นตอนวิธีดำเนินการต่างๆในการตรวจสอบเครื่องมือ และการวิเคราะห์ตัวอย่างทั้งหมด 12 ตัวอย่าง จะเป็นแนวทางในการเตรียมการขั้นต่อไปเพื่อนำไปใช้ในการประกันคุณภาพ วิธีการวิเคราะห์หาปริมาณขององค์ประกอบหลักในผลิตภัณฑ์ยางด้วยวิธี Thermogravimetric Analysis

ผลการวิเคราะห์บางตัอย่างมีส่วนส่งเสริมอุตสาหกรรม การส่งออกผลิตภัณฑ์ยางไปจำหน่ายยังต่างประเทศ และบางตัวอย่างได้นำผลไปใช้ในการปรับปรุงคุณภาพผลิตภัณฑ์ ตลอดจนใช้ในการพิจารณาจัดซื้อและตรวจสอบคุณภาพของผลิตภัณฑ์ยาง ซึ่งจากการวิเคราะห์ที่รวดเร็วและถูกต้อง วิธีวิเคราะห์ด้วยเครื่อง Thermal Analyser จึงเป็นวิธีที่ดีที่สุดและมีผู้นิยมใช้กันอย่างแพร่หลายในปัจจุบัน [7]

กิตติกรรมประกาศ

การจัดทำเอกสารผลงานฉบับนี้สำเร็จอย่างสมบูรณ์ โดยได้รับความอนุเคราะห์จากหัวหน้ากลุ่มงานเทคโนโลยีผลิตภัณฑ์ 1 ที่ได้ช่วยกรุณาให้คำแนะนำและตรวจแก้ไขจนสำเร็จ และได้รับความอนุเคราะห์จาก นักวิทยาศาสตร์ 6 ว. กลุ่มงานฟิสิกส์ 2 ที่ได้ช่วยกรุณาในการจัดทำสแกนภาพต่างๆเกี่ยวกับ TG curve โดยใช้โปรแกรมคอมพิวเตอร์ ซึ่งช่วยให้ผลงานนี้พิมพ์ออกมาได้อย่างเรียบร้อย จึงขอขอบพระคุณอย่างยิ่ง ณ. ที่นี้ด้วย

เอกสารอ้างอิง

1. Perkin Elmer Coporation, Instrumentation : **Modern Thermogravimetry.** Norwalk , Connecticut 06856 , 1984, p. 1-4
2. M.P. Divito , W.P. Brennam , and R.L. Fyans . Trends in industry applications . **American Laboratory** . January 1986 , p. 6-7
3. COLIN W.EVANS **Practical Rubber Compounding and Processing** Ripple Road , Barking Essex England. Applied Science Publishers Ltd. [n.d.] p. 19 – 44.
4. Setaram , **Thermalstability of various elastomers (G70).** Caluire Cedex . FRANCE. 1990
5. American Society for Testing Materials. Standard Terminology Relating to Thermal Analysis. **ASTM E 473-94**
6. 6. American Society for Testing Materials. Standard Practice for Calibration of Temperature Scale for Thermogravimetry , **ASTM E 1582-93**
7. Avinash B Karnik and Prerna Shinde " Thermal methods of analysis for rubber ." **Rubber asia (The complete magazine on rubber)** November-December , 1998, Vol . 12, p. 78-80.
8. American Society for Testing Materials. Standard Test Method for Compositional Analysis by Thermogravimetry . **ASTM E 1131-93**
9. American Society for Testing Materials. Standard Pracyice for Reporting Thermoanalytical Data . **ASTM E 472-94**