

บทที่ 3

สารเคมี อุปกรณ์ และวิธีการวิจัย

3.1 สารเคมี

3.1.1 ยางธรรมชาติชนิดยางแผ่นผึ่งแห้ง (Air dried sheet, ADS)

มีค่า Solubility parameter เท่ากับ $8.2 \text{ (cal/cm}^3)^{1/2}$ (Brandrup *et al.*, 1999) ใช้เป็นกลุ่มเบลนด์กับ EVA ในการเตรียมยางธรรมชาติเทอร์โมพลาสติกและใช้เป็นสารตั้งต้นในการเตรียมยางธรรมชาติมาลิวอดผลิตโดยสหกรณ์บ้านควนปิ่นแต จังหวัดพัทลุง

3.1.2 โคพอลิเมอร์ของเอทิลีนกับ ไวนิลอะซิเตท (Ethylene-vinyl acetate copolymer, EVA)

เป็นเทอร์โมพลาสติกใช้เบลนด์กับยางธรรมชาติและใช้เตรียมสารเพิ่มความเข้ากันได้ มีปริมาณพอลิไวนิลอะซิเตท 3 ระดับ ได้แก่ 18, 22 และ 28 % โดยน้ำหนัก มีลักษณะเป็นเม็ดใส โดย EVA-18 มีค่า Solubility parameter เท่ากับ $8.9 \text{ (cal/cm}^3)^{1/2}$ (Sujith *et al.*, 2006) ผลิตโดยบริษัททีพีไอ (มหาชน) จำกัด จังหวัดระยอง ประเทศไทย มีสมบัติทั่วไปดังตารางที่ 3.1

ตารางที่ 3.1 สมบัติทั่วไปของโคพอลิเมอร์ของเอทิลีนกับ ไวนิลอะซิเตท

Properties	Test method	EVA-18	EVA-22	EVA-28
Commercial name	-	N 8038	N 8045	MV1055
Vinyl acetate content (wt %)	-	18	22	28
MFI 2.16 kg/190°C (g/10min)	ASTM D1238	2.3	2.3	8.0
Density (g/cm ³)	ASTM D1505	0.941	0.947	0.953
Tensile strength at yield (N/mm ²)	ASTM D638	4	2.5	1.2
Tensile strength at break (N/mm ²)	ASTM D638	18	22	10
Ultimate elongation (%)	ASTM D638	700	800	1200
Vicat softening temperature (°C)	ASTM D1525	58	54	45

3.1.3 นำยางชั้นชนิดแอมโมเนียสูง (High Ammonia Concentrated Latex, HA)

ใช้สำหรับเตรียมยางธรรมชาติอิพอกไซด์ มีเนื้อยางแห้ง (Dried rubber content, DRC) ประมาณ 60 % ผลิตโดยโรงงานขององค์การสวนยาง อำเภอร่องใหญ่ จังหวัดนครศรีธรรมราช

3.1.4 เทอร์ริก เอ็น 30 (Teric N30)

ใช้เป็นสารเพิ่มความเสถียรในการเตรียมยางธรรมชาติอิพอกไซค์ มีสมบัติเป็นสารลดความตึงผิวประเภทนอนไอออนิก (non-ionic surfactant) จัดอยู่ในกลุ่ม nonylphenol ethoxylate มี pH ประมาณ 6-8 ค่า Hydroxyl value เท่ากับ 33 mg KOH/g ผลิตโดยบริษัท Huntsman ประเทศออสเตรเลีย มีสูตรโครงสร้างดังนี้

3.1.5 กรดฟอร์มิก (Formic acid)

ใช้สำหรับเตรียมยางธรรมชาติอิพอกไซค์ มีความเข้มข้น 94% มีสูตรโมเลกุลคือ HCOOH น้ำหนักโมเลกุล 46.03 g/mol ความหนาแน่น 1.22 g/cm³ จุดเดือดเท่ากับ 100.8°C ผลิตโดยบริษัท Riedel-de Hean ประเทศเยอรมัน

3.1.6 ไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ (Hydrogen peroxide)

ใช้สำหรับเตรียมกรดเปอร์ฟอร์มิกจากการทำปฏิกิริยากับกรดฟอร์มิก เพื่อใช้เตรียมยางธรรมชาติอิพอกไซค์ มีสูตรโมเลกุลคือ H₂O₂ ความเข้มข้น 50% โดยน้ำหนัก ผลิตโดยบริษัท Riedel-de Hean ประเทศเยอรมัน

3.1.7 คลอโรฟอร์ม (Chloroform)

ใช้เป็นตัวทำละลายยางธรรมชาติอิพอกไซค์ เพื่อวิเคราะห์ด้วยเทคนิคอินฟราเรดสเปกโทรสโกปี เป็นชนิด AR-grade มีสูตรโมเลกุลคือ CHCl₃ น้ำหนักโมเลกุล 119.38 g/mol ความหนาแน่น 1.48 g/cm³ จุดเดือดเท่ากับ 62 °C มีค่า Solubility parameter เท่ากับ 9.3 (cal/cm³)^{1/2} (Brandrup *et al.*, 1999) ผลิตโดยบริษัท BHD Chemical จำกัด ประเทศไทย

3.1.8 เมทานอล (Methanol)

ใช้เป็นสารจับตัวน้ำยางธรรมชาติอิพอกไซค์หลังการทำปฏิกิริยาอิพอกซิเดชัน เป็นชนิด Commercial grade มีสูตรโมเลกุลคือ CH₃OH มีจุดเดือดเท่ากับ 64-65°C มีค่า Solubility parameter เท่ากับ 14.5 (cal/cm³)^{1/2} (Brandrup *et al.*, 1999) ผลิตโดยบริษัท J.T Baker ประเทศสหรัฐอเมริกา

3.1.9 มาลิกแอนไฮไดรด์ (Maleic anhydride, C₄H₂O₃)

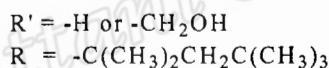
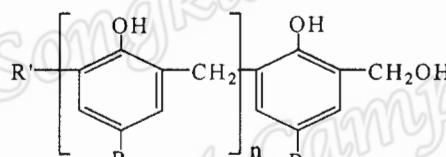
ใช้เตรียมยางธรรมชาติมาลิกเอต เป็นชนิดเกรดวิเคราะห์ (AR-grade) สูตรโมเลกุล คือ C₄H₂O₃ น้ำหนักโมเลกุล 98.06 g/mol ลักษณะเป็นเกล็ดสีขาวขุ่น มีความหนาแน่น 1.314 g/cm³ มีจุดหลอมเหลวอยู่ในช่วง 52-54°C ผลิตโดยบริษัท Fluka Chemika ประเทศสวิสเซอร์แลนด์

3.1.10 อะซิโตน (Acetone)

ใช้เป็นสารจับตัวสารละลายยางธรรมชาติมาลิเอตในขั้นตอนการทำให้บริสุทธิ์ เพื่อวิเคราะห์ด้วยเทคนิค FTIR เป็นชนิด AR-grade มีสูตรโมเลกุลคือ CH_3COCH_3 น้ำหนักโมเลกุล 58.09 g/mol ความหนาแน่น 0.79 g/cm³ มีจุดเดือดเท่ากับ 55.5 °C มีค่า Solubility parameter เท่ากับ 9.9 (cal/cm³)^{1/2} (Brandrup *et al.*, 1999) ผลิตโดยบริษัท Lab Scan จำกัด ประเทศสาธารณรัฐไอร์แลนด์

3.1.11 ไฮดร็อกซีเมทิลอลฟีนอลิกเรซิน (Hydroxymethylol phenolic resin, HRJ-10518)

ใช้เตรียมสารเพิ่มความเข้ากันได้ (Compatibilizer) และใช้เป็นสารวัลคาไนเซชันยางธรรมชาติ มีลักษณะเป็นของแข็งสีเหลืองอำพัน เป็นสารพวงฟีนอลิกเรซินชนิดรีโซล (Resol) ที่มีหมู่เมทิลลอลอยู่ในช่วง 6-9 % ช่วงจุดหลอมอยู่ระหว่าง 140-150 °C จุดอ่อนตัวอยู่ระหว่าง 80-95 °C มีความถ่วงจำเพาะ 1.05 ผลิตโดยบริษัท Schenectady International Inc. ประเทศสหรัฐอเมริกา มีโครงสร้างโมเลกุลดังนี้



3.1.12 สแตนเนสคลอไรด์ (Stannous chloride)

ใช้เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา (catalyst) ของปฏิกิริยาระหว่างหมู่เมทิลลอลกับโมเลกุล EVA ในการเตรียมสารเพิ่มความเข้ากันได้และเร่งปฏิกิริยาการวัลคาไนเซชันในยางธรรมชาติ มีสูตรโมเลกุลคือ $\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ น้ำหนักโมเลกุลรวม 225.63 g/mol ความหนาแน่น 2.71 g/cm³ มีจุดหลอมเหลว 37-38°C ผลิตโดยบริษัท Carlo Erba Reagent ประเทศฝรั่งเศส

3.1.13 ซิงค์ออกไซด์ (Zinc oxide, ZnO)

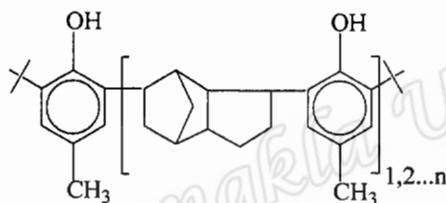
ซิงค์ออกไซด์เกรด White seal ใช้เป็นสารกระตุ้นในปฏิกิริยาการวัลคาไนเซชัน มีน้ำหนักโมเลกุล 81.41 g/mol ลักษณะเป็นผงสีขาว มีความหนาแน่น 5.57 g/cm³ อุณหภูมิการสลายตัว 1975°C ผลิตโดยบริษัท Global Chemical จำกัด ประเทศไทย

3.1.14 กรดสเตียริก (Stearic acid)

ใช้เป็นสารกระตุ้นในปฏิกิริยาการวัลคาไนซ์ มีสูตรโมเลกุล $\text{CH}_3(\text{CH}_2)_{16}\text{COOH}$ น้ำหนักโมเลกุล 284.47 g/mol ลักษณะเป็นเกล็ดสีขาวขุ่น มีความหนาแน่น 0.85 g/cm³ (ที่ 70°C) มีจุดหลอมเหลว 69-70°C ผลิตโดยบริษัท Imperial Chemical จำกัด ประเทศไทย

3.1.15 สารป้องกันการเสื่อม [วิงสแตย์ แอล (Wingstay L)]

เป็นสารเคมีในกลุ่มของ Polymeric sterically hindered phenol ใช้เป็นสารป้องกันการเสื่อมเนื่องจากการออกซิเดชัน (Anti-oxidation) จัดอยู่ในกลุ่มอนุพันธ์ของฟีนอล (Phenol derivatives) น้ำหนักโมเลกุลเฉลี่ย 650 g/mol ลักษณะเป็นผงละเอียดสีขาวขุ่น มีความหนาแน่น 1.10 g/cm³ มีจุดหลอมเหลว 115°C ผลิตโดยบริษัท Eliokem. Inc. ประเทศสหรัฐอเมริกา มีสูตรโครงสร้างดังนี้



3.1.16 โทลูอีน (Toluene)

ใช้สำหรับทดสอบความต้านทานต่อตัวทำละลายของพอลิเมอร์เบลนด์ สูตรโมเลกุลคือ $\text{C}_6\text{H}_5(\text{CH}_3)$ น้ำหนักโมเลกุล 92.14 g/mol ความหนาแน่น 0.8669 g/cm³ มีจุดเดือดเท่ากับ 111.0°C มีค่า Solubility parameter เท่ากับ 8.9 (cal/cm³)^{1/2} (Brandrup *et al.*, 1999) ผลิตโดยบริษัท Labscan Ltd. ประเทศสาธารณรัฐไอร์แลนด์

3.1.17 ไอโซออกเทน (Isooctane)

ใช้สำหรับทดสอบความต้านทานต่อตัวทำละลายของพอลิเมอร์เบลนด์ มีสูตรโมเลกุลคือ $(\text{CH}_3)_3\text{CCH}_2\text{CH}(\text{CH}_3)_2$ น้ำหนักโมเลกุล 114.22 g/mol ความหนาแน่น 0.69 g/cm³ มีจุดเดือด 99.3°C มีค่า Solubility parameter เท่ากับ 7.6 (cal/cm³)^{1/2} (Sujith *et al.*, 2006) ผลิตโดยบริษัท Labscan Ltd. ประเทศสาธารณรัฐไอร์แลนด์

3.1.18 น้ำมันดีเซล (Diesel fuel)

ใช้สำหรับทดสอบความต้านทานต่อตัวทำละลายของพอลิเมอร์เบลนด์ ความหนาแน่นประมาณ 0.85 g/cm³ ผลิตโดยบริษัท ปิโตรเลียมแห่งประเทศไทย จำกัด (มหาชน)

3.1.19 น้ำมันเครื่อง (Engine oil)

เป็นน้ำมันเครื่องสำหรับเครื่องยนต์เบนซิน 4 จังหวะ เกรด API ยี่ห้อฮอนด้า ใช้สำหรับทดสอบความทนทานต่อตัวทำละลายของพอลิเมอร์เบลนด์ ผลิตโดยบริษัทน้ำมัน อพอลโล (ประเทศไทย) จำกัด

3.1.20 เฮกเซน (Hexane)

ใช้สำหรับสกัดเฟสยางธรรมชาติออกจากพอลิเมอร์เบลนด์ชนิดการเบลนด์แบบปกติ มีสูตรโมเลกุลคือ C_6H_{14} น้ำหนักโมเลกุล 86.18 g/mol มีจุดเดือดเท่ากับ $69^{\circ}C$ มีค่า Solubility parameter เท่ากับ $7.3 (cal/cm^3)^{1/2}$ (Brandrup *et al.*, 1999) ผลิตโดยบริษัท Labscan จำกัด ประเทศสาธารณรัฐไอร์แลนด์

3.1.21 คลอโรเบนซีน (Chlorobenzene)

ใช้สำหรับสกัดเฟสยางธรรมชาติออกจากพอลิเมอร์เบลนด์ชนิดการเบลนด์แบบปกติ มีสูตรโมเลกุลคือ $C_6H_5(Cl)$ มีค่า Solubility parameter เท่ากับ $9.5 (cal/cm^3)^{1/2}$ (Brandrup *et al.*, 1999) น้ำหนักโมเลกุล 112.56 g/mol ความหนาแน่น $1.107 g/cm^3$ ที่ $20^{\circ}C$ มีจุดเดือดเท่ากับ $131-132^{\circ}C$ ผลิตโดยบริษัท Labscan Ltd. ประเทศสาธารณรัฐไอร์แลนด์

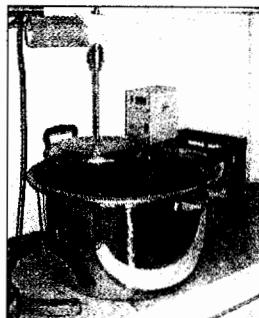
3.1.22 เตทระไฮโดรฟูแรน (Tetrahydrofuran, THF)

ใช้สำหรับสกัดเฟส EVA ออกจากพอลิเมอร์เบลนด์ที่เตรียมจากการวัลคาไนซ์แบบไดนามิกส์ มีสูตรโมเลกุลคือ C_4H_8O มีความบริสุทธิ์ 99.8% น้ำหนักโมเลกุล 72.10 g/mol ความหนาแน่น $0.8892 g/cm^3$ ที่ $20^{\circ}C$ มีจุดเดือด $66^{\circ}C$ มีค่า Solubility parameter เท่ากับ $9.1 (cal/cm^3)^{1/2}$ (Brandrup *et al.*, 1999) ผลิตโดยบริษัท Labscan Ltd. ประเทศสาธารณรัฐไอร์แลนด์

3.2 อุปกรณ์

3.2.1 ชุดอุปกรณ์ที่ใช้เตรียมยางธรรมชาติอพอกไซค์

ชุดอุปกรณ์ที่ใช้เตรียมยางธรรมชาติอพอกไซค์ เป็นอุปกรณ์ที่ประกอบด้วยภาชนะอะลูมิเนียมสำหรับใส่น้ำเพื่อควบคุมอุณหภูมิ วางภาชนะแก้วมีความจุประมาณ 5 ลิตร ลงในภาชนะอะลูมิเนียม ปิดภาชนะแก้วด้วยฝาปิดเจาะรูสำหรับใส่ใบพัดกวน และเจาะรูด้านข้างสำหรับใส่สารเคมี ควบคุมอุณหภูมิของปฏิกิริยาโดยใช้เครื่อง Immersion circulator ที่อุณหภูมิ $40^{\circ}C$ กวนของผสมด้วยเครื่อง Mechanical stirrer ที่ความเร็วรอบประมาณ 150 รอบ/นาที ลักษณะเครื่องแสดงดังในรูปที่ 3.1



รูปที่ 3.1 อุปกรณ์ที่ใช้ในการเตรียมยางธรรมชาติอีพอกไซด์

3.2.2 เครื่องผสมสองลูกกลิ้ง (Two Roll Mill)

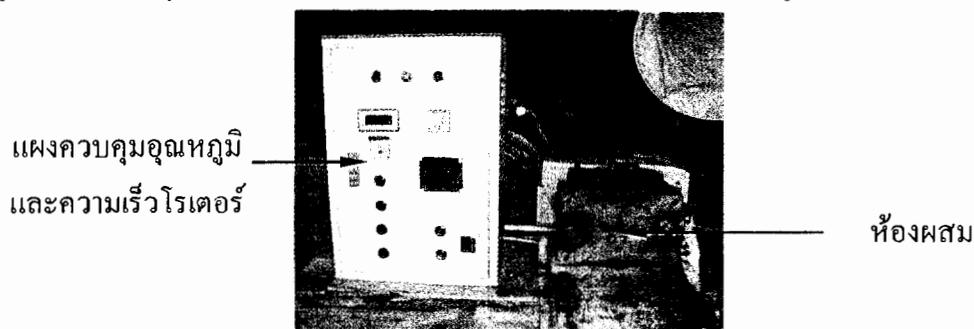
ใช้เตรียมยางคอมพาวนด์ ประกอบด้วยลูกกลิ้งที่มีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 6 นิ้ว ความยาว 13 นิ้ว ความเร็วผิวลูกกลิ้งหน้า 21.4 รอบ/นาที ความเร็วผิวลูกกลิ้งหลัง 25.7 รอบ/นาที อัตราส่วนความเร็วของลูกกลิ้งหน้าต่อลูกกลิ้งหลัง (Friction ratio) เท่ากับ 1/1.21 สามารถตั้งอุณหภูมิได้สูงสุด 399°C ผลิตโดยห้างหุ้นส่วนจำกัดชัยเจริญการช่าง กรุงเทพมหานคร ลักษณะเครื่องแสดงดังรูปที่ 3.2



รูปที่ 3.2 เครื่องผสมสองลูกกลิ้ง

3.2.3 เครื่องบดผสมแบบปิด (Internal mixer)

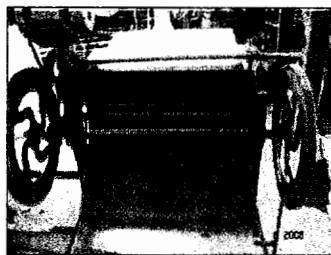
เป็นเครื่องผสมแบบปิดที่มีขนาดห้องผสม 500 ml ใช้โรเตอร์แบบสองปีก 2 ตัว ควบคุมความเร็วรอบ โรเตอร์ได้ตั้งแต่ 0-100 รอบ/นาที ควบคุมอุณหภูมิได้ตั้งแต่ $30-300^{\circ}\text{C}$ ผลิตโดยบริษัท เจริญทัศน์ จำกัด กรุงเทพมหานคร ประเทศไทย ลักษณะเครื่องแสดงดังในรูปที่ 3.3



รูปที่ 3.3 เครื่องบดผสมแบบปิด

3.2.4 เครื่องรีดแผ่นยางแบบสองลูกกลิ้ง

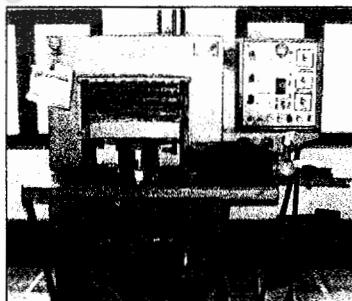
เป็นเครื่องชนิดผิวลูกกลิ้งเรียบที่มีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 4.5 นิ้ว ความยาว 21.5 นิ้ว ขับเคลื่อนด้วยมอเตอร์ ใช้ในการบีบยางธรรมชาติอพอกไซค์ให้เป็นแผ่นบางหลังจากจับตัวน้ำยางด้วยเมทานอล ลักษณะของเครื่องแสดงดังรูปที่ 3.4



รูปที่ 3.4 เครื่องรีดแผ่นยางแบบสองลูกกลิ้ง

3.2.5 เครื่องอัดเบ้า (Compression molding machine)

เป็นเครื่องอัดยางโดยใช้แรงดันไฮดรอลิก ประกอบด้วยแผ่นอัดขนาด 20 x 20 นิ้ว เส้นผ่านศูนย์กลางกระบอกไฮดรอลิก 10 นิ้ว สามารถกำหนดแรงดันสูงสุด 6000 ปอนด์ต่อตารางนิ้ว และปรับอุณหภูมิได้ถึง 399 ± 10 องศาเซลเซียส ผลิตโดย หจก. ชัยเจริญการช่าง กรุงเทพฯ ประเทศไทย ลักษณะของเครื่องแสดงดังรูปที่ 3.5



รูปที่ 3.5 เครื่องอัดเบ้า

3.2.6 เบ้าอัดชนิดหล่อเย็น (Compression mold with cooling system)

เป็นเบ้ารูปสี่เหลี่ยมจัตุรัส ขนาด 8 x 8 ตารางนิ้ว สามารถขึ้นรูปพอลิเมอร์ประเภทเทอร์โมพลาสติกและยางธรรมชาติเทอร์โมพลาสติกได้ มีระบบน้ำหล่อเย็น ได้แผ่นผลิตภัณฑ์รูปสี่เหลี่ยมจัตุรัส ขนาด 15 x 15 ซม. ที่มีความหนา 2 มม

3.2.7 เครื่องทดสอบความต้านทานต่อแรงดึง (Tensile testing machine)

เป็นเครื่องยี่ห้อ Hounsfield รุ่น H 10KS ผลิตโดยบริษัท Hounsfield Test Equipment ประเทศอังกฤษ เป็นเครื่องที่ใช้วัดแรงกดหรือแรงดึง สามารถรับแรงได้สูงสุด 10 kN มี load cell ทำหน้าที่แปลงสัญญาณจากค่าแรงที่ได้ผ่านวงจรอิเล็กทรอนิกส์ เป็นค่าแรงดึงหรือแรงกดในหน่วยนิวตัน สามารถตั้งความเร็วในการเคลื่อนที่ 0.01 ถึง 1000 มิลลิเมตรต่อนาที

3.2.8 เครื่องทดสอบความสามารถในการแปรรูป (Moving die processability tester)

เป็นเครื่องทดสอบความสามารถในการแปรรูป รุ่น rheo TECH MDPT ผลิตโดยบริษัท Tech Pro Inc. ประเทศสหรัฐอเมริกา ใช้ในการทดสอบหาและวิเคราะห์พฤติกรรมการวัลคาไนซ์ของยางคอมพาวนด์และสมบัติเชิงพลวัตของเทอร์โมพลาสติกอิลาสโตเมอร์ สามารถปรับอุณหภูมิได้ตั้งแต่ 50 - 220°C (แม่นยำ $\pm 0.2^{\circ}\text{C}$) ช่วงความถี่ในการทดสอบ 0.02 - 30 Hz ช่วงของการบิด (strain) สามารถแปรค่าได้ตั้งแต่ 0.5-120 % โดยสามารถแปรความถี่ (frequency sweep) แปรการบิด (strain sweep) และอุณหภูมิ ลักษณะเครื่องแสดงดังรูปที่ 3.6



รูปที่ 3.6 เครื่องทดสอบความสามารถในการแปรรูป

3.2.9 เครื่องทดสอบสมบัติการวัลคาไนเซชัน (Moving die rheometer)

เครื่องทดสอบสมบัติการวัลคาไนซ์ รุ่น rheo TECH MD+ ผลิตโดยบริษัท Tech Pro Inc. ประเทศสหรัฐอเมริกา สามารถปรับอุณหภูมิได้ตั้งแต่ 50-220°C (แม่นยำ $\pm 0.2^{\circ}\text{C}$) และทดสอบตามมาตรฐาน ASTM D412

3.2.10 กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning Electron Microscope, SEM)

เป็นเครื่องยี่ห้อ JEOL รุ่น JSM-5200 ผลิตโดยบริษัท Jeol Ltd. ประเทศญี่ปุ่น ส่วนประกอบของเครื่องประกอบด้วย แหล่งกำเนิดอิเล็กตรอน (Electron Gun) ระบบเลนส์ (Electro Magnetic Lens) หัวคักจับสัญญาณ (Signal Detectors) และส่วนแสดงภาพจอคอมพิวเตอร์ ใช้ศึกษาสัณฐานวิทยาของพอลิเมอร์เบลนด์ ควบคุมกำลังขยายแบบอัตโนมัติ 25 ขั้นตอนได้ 15-200,000 เท่า

3.2.11 เครื่องวัดความหนืดมูนนี่ (Mooney viscometer)

เครื่องวัดความหนืดมูนนี่ของยี่ห้อ รุ่น visc TECH + ผลิตโดยบริษัท Tech Pro Ltd. ประเทศสหรัฐอเมริกา ประกอบด้วยแผ่นโลหะที่หมุนในยาง สามารถควบคุมอุณหภูมิได้ วัดแรงบิดที่เกิดขึ้นในการหมุนของแผ่นโลหะในยาง ด้วยความเร็วคงที่ 2 รอบ/นาที การทดลองทดสอบที่อุณหภูมิ 140 °C โดยใช้โรเตอร์ขนาดใหญ่ในการทดสอบ

3.2.12 เครื่องฟูเรียร์ทรานสฟอร์มอินฟราเรดสเปกโทรโฟโตมิเตอร์

(Fourier Transform Infrared Spectrophotometer, FT-IR)

เป็นเครื่องรุ่น Omnic ESP Magna-IR 560 Spectrometer, Nicolet ผลิตโดยบริษัท Nicolet Instrument Cooperation ประเทศสหรัฐอเมริกา ใช้ในการวิเคราะห์โครงสร้างโมเลกุลของพอลิเมอร์ โดยอาศัยรังสีแม่เหล็กไฟฟ้า ในช่วงรังสีอินฟราเรดความยาวคลื่นตั้งแต่ 0.8-200 ไมครอน ซึ่งมีเลขคลื่นอยู่ในช่วง 4000-400 cm^{-1}

3.2.13 เครื่อง Thermogravimetric analyzer (TGA)

เป็นเครื่อง Perkin Elmer Pyris 6 TGA ผลิตโดยบริษัท Perkin Elmer ประเทศสหรัฐอเมริกา เป็นเครื่องชนิดนอนไอโซเทอร์มัล TGA ใช้วิเคราะห์สมบัติเชิงความร้อนของพอลิเมอร์ โดยวัดน้ำหนักที่เปลี่ยนแปลงไปเมื่ออุณหภูมิเพิ่มขึ้นตามเวลาในบรรยากาศไนโตรเจนหรือออกซิเจน เนื่องจากปฏิกิริยาดีไฮเดรชัน การสลายตัว ออกซิเดชัน และการระเหย

3.2.14 เครื่อง Dynamic Mechanical Thermal Analyzer (DMTA)

เป็นเครื่องรุ่น DMTA V ผลิตโดยบริษัท Perkin Elmer ประเทศสหรัฐอเมริกา เป็นเครื่องทดสอบสมบัติพลวัตเชิงกลของวัสดุ ในขณะที่เกิดการผิครูปภายใต้แรงกระทำที่มีลักษณะเป็นคาบควบคุมการทำงานด้วยคอมพิวเตอร์โดย ตัวเครื่องประกอบด้วยอุปกรณ์ชิ้นส่วนหลัก 5 ส่วน ได้แก่ คอมพิวเตอร์, DMTA V Analyzer, Temperature Analyzer Control (TAC V), ที่บรรจุแก๊สไนโตรเจนหรือแก๊สฮีเลียม

3.2.15 เครื่อง Differential scanning calorimeter (DSC)

เป็นเครื่องรุ่น DSC7 ผลิตโดยบริษัท Perkin Elmer ประเทศสหรัฐอเมริกา ทดสอบภายใต้สภาวะไนโตรเจน โดยตรวจวัดอุณหภูมิกลาสทรานสิชัน (Glass transition temperature, T_g) และ

สามารถหาปริมาณการตกผลึก (Degree of crystallinity, X_c) จากค่าเอนทัลปีของการหลอมผลึก (ΔH_m) ของซึ่งเป็นค่าพื้นที่ใต้พีคของการหลอมของผลึก

3.2.16 เครื่องทดสอบความแข็ง (Hardness testing machine)

เป็นเครื่องวัดความแข็งแบบชอร์ดูโรมิเตอร์ (Shore durometer) แบบ Shore A ยี่ห้อ Afri ประเทศอิตาลี ใช้วัดความแข็งชั้นทดสอบ โดยใช้แรงกดจากสปริง

3.3 วิธีการวิจัย

3.3.1 การเตรียมยางธรรมชาติพอกไซค์

เตรียมยางธรรมชาติพอกไซค์โดยนำน้ำยางข้นชนิดแอมโมเนียสูงมาเจือจางด้วยน้ำให้มีปริมาณเนื้อยางแห้งเท่ากับ 15 เปอร์เซ็นต์ เดิมสนู Teric N30 เพื่อให้อนุภาคของยางเสถียรปริมาณ 1 phr ใช้สารเคมีอื่นๆ แสดงดังในตารางที่ 3.2 กวนของผสมเป็นเวลา 15 นาที ที่อุณหภูมิ 40°C หลังจากนั้นเติมกรดฟอร์มิกช้าๆและเติมไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ ใช้เวลาหยุดสารทั้งสองชนิดประมาณ 1 ชั่วโมง 30 นาที ปล่อยให้ปฏิกิริยาดำเนินไปพร้อมกับเก็บตัวอย่างที่เวลา 3.0, 5.5, 8.0, 10.5, 12.0 และ 14.5 ชั่วโมง เพื่อนำไปวิเคราะห์หาปริมาณหมู่พอกไซค์ที่เวลาการทำปฏิกิริยาต่างๆ หยุดปฏิกิริยาโดยนำน้ำยางจับตัวด้วยเมทานอลและรีดเป็นแผ่นบางๆ ล้างน้ำให้สะอาดเพื่อขจัดสารเคมีที่เหลือจากการทำปฏิกิริยา อบแห้งที่อุณหภูมิ 40°C จนแห้งสนิท แล้ววิเคราะห์หาปริมาณหมู่พอกไซค์

ตารางที่ 3.2 สารเคมีที่ใช้ในการเตรียมยางธรรมชาติพอกไซค์

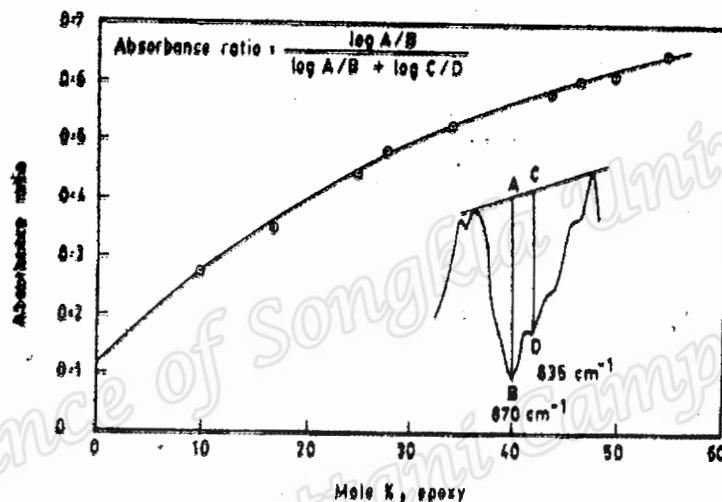
Ingredients	Quantity	
	mole	gram
HA Latex (60 % DRC)	2.0	226.7
Hydrogen peroxide (50 % w/w)	4.0	272.0
Formic acid (conc. 94 % w/w)	1.0	48.9
Teric N30 (10 % w/v)	-	15.0

การวิเคราะห์หาปริมาณหมู่พอกไซค์ด้วยเทคนิคอินฟราเรดสเปกโทรสโกปี โดยนำตัวอย่าง ENR ที่แห้งแล้วประมาณ 1 กรัม มาตัดเป็นชิ้นเล็กๆ ละลายในคลอโรฟอร์ม แล้วนำสารละลายยางทำเป็นแผ่นฟิล์มบางๆ บนเซลล์โพแทสเซียมโบรไมด์ (KBr) แล้วนำไปอบที่อุณหภูมิ 50°C แล้ว วิเคราะห์ด้วยเครื่อง FTIR ได้สเปกตรัมอินฟราเรดแล้ววิเคราะห์ปริมาณหมู่พอกไซค์ โดยคำนวณจากอัตราส่วนการดูดกลืน (Absorbance ratio, Ar) ของหมู่พอกไซค์ที่ตำแหน่งเลขคลื่น

870 cm⁻¹ เปรียบเทียบกับตำแหน่งเลขคลื่น 835 cm⁻¹ (การสั่นแบบ out-of-plane bending ของพันธะ C-H ที่ต่อกับ C=C ของพอลิไอโซพรีน) โดยใช้สมการที่ 3.1 หลังจากนั้นเปรียบเทียบกับกราฟมาตรฐานจากผลการทดลองของ Davey and Loadman (1984) ดังแสดงในรูปที่ 3.7

$$\text{Absorbance ratio, Ar} = \frac{\log A/B}{\log A/B + \log C/D} \tag{3.1}$$

เมื่อ A/B คือ ค่าความสูงของพีคที่ตำแหน่งเลขคลื่น เท่ากับ 870 cm⁻¹
 C/D คือ ค่าความสูงของพีคที่ตำแหน่งเลขคลื่น เท่ากับ 835 cm⁻¹



รูปที่ 3.7 กราฟมาตรฐานเปอร์เซ็นต์โมลอีพอกไซด์ของยางธรรมชาติอีพอกไซด์ที่อัตราส่วนการดูดกลืนต่างๆ (Davey and Loadman, 1984)

การวิเคราะห์หาปริมาณหมู่อีพอกไซด์ด้วยเทคนิคนิวเคลียร์แมกเนติกเรโซแนนซ์สเปกโทรสโกปีชนิดโปรตอน (¹H-NMR) โดยนำยางตัวอย่างประมาณ 1 กรัม มาตัดเป็นชิ้นเล็กๆ แล้วละลายในดิทเทอริอุมคลอไรด์ (CDCl₃) หลังจากนั้นทดสอบด้วยเครื่อง ¹H-NMR คำนวณค่าร้อยละการเกิดอีพอกซิเดชันของยางธรรมชาติอีพอกไซด์ จากค่าอินทิกรัลของการเรโซแนนซ์ของโปรตอนที่เกาะกับวงแหวนอีพอกซิเรนที่ Chemical shift 2.70 และโปรตอนที่เกาะที่พันธะคู่ของพอลิไอโซพรีนที่ 5.14 ppm โดยใช้สมการที่ 3.3 (Gan and Hamid, 1997)

$$\text{Epoxy content (Mole \%)} = \frac{A_{2.70}}{A_{2.70} + A_{5.14}} \times 100 \tag{3.3}$$

เมื่อ A_{2.70} คือ พื้นที่ใต้พีคที่ตำแหน่ง chemical shift 2.70 ppm

$A_{5,14}$ คือ พื้นที่ใต้พีคที่ตำแหน่ง chemical shift 5.14 ppm

3.3.2 การเตรียมยางธรรมชาติมาลิเอต (MNR)

เตรียม MNR โดยนำยางธรรมชาติชนิดยางแผ่นผึ่งแห้งมาอบที่อุณหภูมิประมาณ 40°C เป็นเวลา 24 ชั่วโมง เพื่อกำจัดความชื้น ส่วนมาลิกแอนไฮไดรด์ควรเก็บไว้ในเคซิเคเตอร์อย่างน้อย 24 ชั่วโมง ก่อนนำมาเตรียมเป็น MNR โดยนำยางแผ่นผึ่งแห้งที่ผ่านการอบไล่ความชื้นแล้วและมาลิกแอนไฮไดรด์มาบดผสมกันในเครื่องผสมแบบปิด โดยใช้ fill factor เท่ากับ 0.8 อุณหภูมิ 140°C และความเร็วรอบโรเตอร์เท่ากับ 60 รอบ/นาที โดยบดยาง ADS เป็นเวลา 2 นาที เติมน้ำแล้วบดต่ออีก 8 นาที แปรปริมาณ MA เป็น 8, 10 และ 12 phr

นำยางธรรมชาติมาลิเอตที่เตรียมได้มาทำให้บริสุทธิ์โดยวิธีการตกผลึกใหม่ (Recrystallization) เพื่อกำจัดมาลิกแอนไฮไดรด์ที่ไม่เกิดปฏิกิริยากับโมเลกุลของยางธรรมชาติ โดยการนำยาง 1.5 กรัม (ละเอียดถึงทศนิยม 4 ตำแหน่ง) มาละลายในโทลูอินปริมาตร 50 มิลลิลิตร นำไปรีฟลักซ์ที่จุดเดือดของโทลูอิน (110°C) เป็นเวลา 3 ชั่วโมง แล้วแยกส่วนที่ละลายและส่วนที่ไม่ละลายออกจากกันโดยวิธีการกรอง นำส่วนที่ละลายตกตะกอนด้วยอะซิโตนปริมาณที่มากเกินไป (ประมาณ 6 เท่าของปริมาณสารละลาย) หลังจากนั้นนำพอลิเมอร์ที่ได้ล้างด้วยอะซิโตน 4 ครั้งๆ ละ 25 มิลลิลิตร แล้วทำเป็นแผ่นบางๆ นำไปอบที่อุณหภูมิ 40°C เป็นเวลา 24 ชั่วโมง เก็บยางที่ได้ไว้ในเคซิเคเตอร์

นำยาง MNR ที่ทำให้บริสุทธิ์แล้วมาประมาณ 0.3 กรัม ละลายด้วยโทลูอินปริมาตร 10 มิลลิลิตร ในภาชนะปิด ตั้งทิ้งไว้ในที่มืดเป็นเวลา 48 ชั่วโมง (เพื่อป้องกันการทำปฏิกิริยากับแสง) หลังจากนั้นนำสารละลายที่ได้มาหยดลงบนผลึกโพแทสเซียมโบรไมด์ (KBr) ระเหยตัวทำละลายออก แล้วนำมาวิเคราะห์ด้วย FTIR ในช่วงเลขคลื่น $4000\text{-}400\text{ cm}^{-1}$

วิเคราะห์หาปริมาณการเกาะติดของมาลิกแอนไฮไดรด์บนโมเลกุลยางธรรมชาติเชิงเปรียบเทียบค่าอัตราส่วนการดูดกลืน (Absorbance ratio, Ar) ของหมู่ฟังก์ชันของหมู่ซัคซินิกแอนไฮไดรด์ที่เกาะบนโมเลกุลยางต่อหมู่ฟังก์ชันของยางธรรมชาติ โดยคำนวณหาอัตราส่วนความสูงของพีคจากการดูดกลืนแสงอินฟราเรดของหมู่ฟังก์ชันคาร์บอนิลทั้งหมด คือ ที่แถบการดูดกลืนแสงที่เลขคลื่น 1854 cm^{-1} ซึ่งแสดงถึงการสั่นแบบยึดในลักษณะไม่สมมาตรของพันธะ C=O ของหมู่ซัคซินิกแอนไฮไดรด์ (Succinic anhydride) รวมกับที่เลขคลื่น 1784 cm^{-1} ซึ่งแสดงถึงการสั่นแบบยึดในลักษณะสมมาตรของพันธะ C=O ของหมู่ซัคซินิกแอนไฮไดรด์ และที่เลขคลื่น 1710 cm^{-1} และ 1736 cm^{-1} ซึ่งแสดงถึงการดูดกลืนของพันธะ C=O ของกรดมาลิกที่เกิดจากการมีความชื้นในระบบ ต่อค่าการดูดกลืนแสงอินฟราเรดที่แถบการดูดกลืนแสงที่เลขคลื่นประมาณ 835 cm^{-1} ซึ่งเป็นค่าการ

ดูดกลืนแสงของพันธะ C-H ที่ต่ออยู่กับพันธะ C=C ของยางธรรมชาติ โดยใช้สมการที่ 3.4 (Nakason *et al.*, 2006f)

$$\text{Absorbance ratio} = Tc/Ts \quad (3.4)$$

เมื่อ Tc = ความสูงของค่าการดูดกลืนแสงอินฟราเรดที่เลขคลื่น $1784+1854+1736+1710 \text{ cm}^{-1}$
 Ts = ความสูงของค่าการดูดกลืนอินฟราเรดที่เลขคลื่น 835 cm^{-1}

3.3.3 การเตรียมสารเพิ่มความเข้ากันได้

ในงานวิจัยนี้เตรียมสารเพิ่มความเข้ากันได้ในการเบลนด์ ADS/EVA เนื่องจาก ADS ไม่มีสภาพขั้ว โดยใช้สารเพิ่มความเข้ากันได้จากการดัดแปลงโมเลกุลของ EVA ด้วย ไฮดรอกซีเมทิลอลฟีนอลิกเรซินชนิด HRJ-10518 เรียกผลิตภัณฑ์ที่ได้ว่าเอทิลีนไวนิลอะซิเตทที่ดัดแปลงโมเลกุลด้วยฟีนอลิกเรซิน (Phenolic modified EVA, PhHRJ-EVA) เตรียมจากการนำ EVA มา 100 ส่วนโดยน้ำหนัก อบที่อุณหภูมิประมาณ 40°C เป็นเวลา 24 ชั่วโมง เพื่อกำจัดความชื้น จากนั้นใช้เครื่องบดผสมแบบปิดที่อุณหภูมิ 140°C ความเร็วรอบโรเตอร์เท่ากับ 60 รอบ/นาที และใช้ Fill factor เท่ากับ 0.8 ของปริมาตรความจุห้องผสมของเครื่องบดผสมแบบปิด โดยมีขั้นตอนการเตรียมคือ บด EVA เป็นเวลา 2 นาที จากนั้นเติมฟีนอลิกเรซิน (HRJ-10518) 4 ส่วนโดยน้ำหนักของ EVA บดต่อเป็นเวลา 1 นาที แล้วเติม $\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ปริมาณ 0.8 ส่วนโดยน้ำหนักของ EVA ลงในห้องผสม บดต่ออีก 1 นาที แล้วนำพอลิเมอร์ออก ทำให้เย็นที่อุณหภูมิห้อง (Nakason *et al.*, 2006b) จากนั้นนำไปสกัดเอสารเคมีที่เหลือจากการทำปฏิกิริยาออกโดยแช่ในสารละลายน้ำ/อะซิโตน (95/5 v/v) พร้อมทั้งกวนเป็นเวลา 3 ชั่วโมง นำไปกรองและสกัดซ้ำอีก 2 ครั้ง แล้วจึงนำไปอบที่อุณหภูมิ 40°C เป็นเวลา 1 คืน อัดเป็นฟิล์มบางด้วยเครื่องอัดเบ้า จากนั้นนำไปวิเคราะห์โครงสร้างโมเลกุลของ PhHRJ-EVA ด้วยเทคนิค FTIR

3.3.4 การศึกษาสมบัติยางธรรมชาติวัลคาไนซ์

ในงานวิจัยนี้ทำการเตรียมยางธรรมชาติเทอร์โมพลาสติกจากการเบลนด์โดยวิธีวัลคาไนเซชันแบบไดนามิกส์ โดยใช้ระบบฟีนอลิก (ไฮดรอกซีเมทิลอลฟีนอลิกเรซิน, HRJ-10518) เป็นระบบวัลคาไนซ์ เบื้องต้นทำการศึกษาสมบัติการวัลคาไนเซชันและสมบัติเชิงกลของยางธรรมชาติทั้งสามชนิด คือ ADS, MNR และ ENR โดยการนำยางธรรมชาติทั้งสามชนิดมาบดผสมสารเคมีด้วยเครื่องบดผสมสองลูกกลิ้ง ซึ่งใช้ปริมาณสารเคมีและขั้นตอนการผสมรวมทั้งเวลาที่ใช้ในการผสมแสดงดังตารางที่ 3.3 เมื่อได้ยางคอมพาวนด์ นำไปทดสอบสมบัติการวัลคาไนเซชันด้วยเครื่อง rheo TECH MD+ จากนั้นขึ้นรูปโดยการอัดเบ้าโดยใช้ความดัน 500 ปอนด์/ตารางนิ้ว ที่อุณหภูมิ 160°C

ตามเวลาจากการทดสอบสมบัติการวัลคาไนเซชัน ได้แผ่นยางวัลคาไนซ์แล้วนำไปตัดเป็นชิ้นทดสอบสมบัติ

ตารางที่ 3.3 ปริมาณสารเคมีและขั้นตอนการคอมพาวนด์ยาง

Ingredients	Quantity (phr)	Mixing time (min)
NR (i.e., ADS, MNR and ENR)	100	6
Zinc oxide (ZnO)	5	2
Stearic acid	1	2
Wingstay L	1	1
Stannous chloride ($\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$)	0.6	2
Phenolic resin (HRJ-10518)	5	2

3.3.5 การเตรียมยางธรรมชาติเทอร์โมพลาสติกด้วยเทคนิคการเบลนด์แบบปกติ

3.3.5.1 การเบลนด์ของ ADS/EVA

ในการทดลองนี้ศึกษาปัจจัยต่างๆ ดังนี้คือ

1. อิทธิพลของปริมาณพอลิไวนิลอะซิเตทใน EVA ต่อสมบัติของพอลิเมอร์เบลนด์

เบลนด์ ADS/EVA = 60/40 โดยใช้เทคนิคการเบลนด์แบบปกติ แปรชนิด EVA ที่มีปริมาณไวนิลอะซิเตท 3 ระดับ คือ 18, 22 และ 28 % โดยน้ำหนัก และใช้สารเพิ่มความเข้ากันได้คือ PhHRJ-EVA ปริมาณ 5 % ของปริมาณ EVA แล้วนำมาบดผสมด้วยเครื่องบดผสมแบบปิดที่อุณหภูมิ 140°C ความเร็วโรเตอร์เท่ากับ 60 rpm ใช้ fill factor เท่ากับ 0.80 ของปริมาตรห้องผสม โดยเริ่มจากบด EVA เป็นเวลา 2 นาที แล้วเติม PhHRJ-EVA บดต่อเป็นเวลา 1 นาที และเติม ADS ลงไปบดต่อเป็นเวลา 4 นาที จากนั้นนำพอลิเมอร์เบลนด์ออกจากห้องผสมตั้งให้เย็นที่อุณหภูมิห้อง แล้วนำไปผ่านเครื่องบดผสมสองลูกกลิ้งให้เป็นแผ่นหนาประมาณ 0.5 ซม. เพื่อนำไปขึ้นรูปด้วยวิธีการอัดเข้าด้วยความดัน 500 ปอนด์/ตารางนิ้ว ที่อุณหภูมิ 150°C เป็นเวลา 5 นาที แล้วผ่านน้ำเพื่อหล่อเย็นเป็นเวลา 5 นาที ได้แผ่นยางธรรมชาติเทอร์โมพลาสติกที่สามารถนำไปตัดเป็นชิ้นตัวอย่าง เพื่อใช้ในการทดสอบสมบัติเชิงกลและสมบัติเชิงพลวัต

2. อิทธิพลของอัตราส่วนการเบลนด์ระหว่าง ADS/EVA ต่อสมบัติของพอลิเมอร์เบลนด์

เบลนด์ ADS/EVA โดยใช้เทคนิคการเบลนด์แบบปกติ โดยเลือกใช้ EVA ที่มีปริมาณพอลิไวนิลอะซิเตทเท่ากับ 18 % โดยน้ำหนัก แปรอัตราส่วนการเบลนด์ระหว่าง ADS/EVA เท่ากับ 20/80, 40/60, 50/50, 60/40 และ 80/20 ใช้สารเพิ่มความเข้ากันได้ คือ PhHRJ-EVA ปริมาณ 5 % ของปริมาณ EVA โดยนำมาบดผสมด้วยเครื่องบดผสมแบบปิดที่อุณหภูมิ 140°C ความเร็วโรเตอร์เท่ากับ 60 rpm ใช้ fill factor เท่ากับ 0.80 ของปริมาตรห้องผสม ขั้นตอนการเบลนด์เริ่มจากบด EVA

เป็นเวลา 2 นาที แล้วเติม PhHRJ-EVA บดต่อเป็นเวลา 1 นาที และเติม ADS ลงไปบดต่อเป็นเวลา 4 นาที จากนั้นนำพอลิเมอร์เบลนด์ออกจากห้องผสมตั้งให้เย็นที่อุณหภูมิห้อง แล้วนำไปผ่านเครื่องบดผสมสองลูกกลิ้งให้เป็นแผ่นหนาประมาณ 0.5 ซม. เพื่อนำไปขึ้นรูปด้วยวิธีการอัดเข้าด้วยความดัน 500 ปอนด์/ตารางนิ้ว ที่อุณหภูมิ 150°C เป็นเวลา 5 นาที แล้วผ่านน้ำเพื่อหล่อเย็นเป็นเวลา 5 นาที ได้แผ่นพอลิเมอร์เบลนด์ที่สามารถนำไปตัดเป็นชิ้นตัวอย่าง และนำไปทดสอบสมบัติเชิงกล สมบัติเชิงพลวัต สมบัติความต้านทานต่อตัวทำลาย และลักษณะทางสัณฐานวิทยา

3.3.5.2 การเบลนด์ของ MNR/EVA

ในการทดลองนี้ศึกษาปัจจัยต่างๆ ดังนี้คือ

1. อิทธิพลของปริมาณมาลิกแอนไฮไดรด์ใน MNR ต่อสมบัติของพอลิเมอร์เบลนด์

เลือกใช้ EVA ที่มีปริมาณพอลิไวนิลอะซิเตทเท่ากับ 18 % โดยน้ำหนัก มาทำการเบลนด์ที่อัตราส่วนการเบลนด์เท่ากับ 60/40 โดยแปรชนิด MNR ที่เตรียมจากการใช้มาลิกแอนไฮไดรด์ 3 ระดับ ได้แก่ 8, 10 และ 12 phr โดยนำมาบดผสมด้วยเครื่องบดผสมแบบปิดที่อุณหภูมิ 140°C ความเร็วโรเตอร์เท่ากับ 60 rpm ใช้ fill factor เท่ากับ 0.80 ของปริมาตรห้องผสม โดยเริ่มจากบด EVA เป็นเวลา 2 นาที แล้วจึงเติม MNR ลงไปบดต่อเป็นเวลา 4 นาที จากนั้นนำพอลิเมอร์เบลนด์ออกจากห้องผสมตั้งให้เย็นที่อุณหภูมิห้อง แล้วนำไปผ่านเครื่องบดผสมสองลูกกลิ้งให้เป็นแผ่นหนาประมาณ 0.5 ซม. เพื่อนำไปขึ้นรูปด้วยวิธีการอัดเข้าด้วยความดัน 500 ปอนด์/ตารางนิ้ว ที่อุณหภูมิ 150°C เป็นเวลา 5 นาที จากนั้นผ่านน้ำเพื่อหล่อเย็นเป็นเวลา 5 นาที ได้แผ่นยางธรรมชาติเทอร์โมพลาสติกและนำไปตัดเป็นชิ้นตัวอย่าง เพื่อใช้ในการทดสอบสมบัติเชิงกลและสมบัติเชิงพลวัต

2. อิทธิพลของอัตราส่วนการเบลนด์ระหว่าง MNR/EVA ต่อสมบัติของพอลิเมอร์เบลนด์

นำ MNR ที่เตรียมโดยใช้ปริมาณ MA เท่ากับ 10 phr และใช้ EVA ที่มีปริมาณพอลิไวนิลอะซิเตทเท่ากับ 18 % โดยน้ำหนัก มาทำการเบลนด์โดยแปรอัตราส่วนการเบลนด์ระหว่าง MNR/EVA เท่ากับ 20/80, 40/60, 50/50, 60/40 และ 80/20 โดยนำมาบดผสมด้วยเครื่องบดผสมแบบปิดที่อุณหภูมิ 140°C ความเร็วโรเตอร์เท่ากับ 60 rpm ใช้ fill factor เท่ากับ 0.80 ของปริมาตรห้องผสม โดยเริ่มจากบด EVA เป็นเวลา 2 นาที แล้วจึงเติม MNR ลงไปบดต่อเป็นเวลา 4 นาที จากนั้นนำพอลิเมอร์เบลนด์ออกจากห้องผสมตั้งให้เย็นที่อุณหภูมิห้อง แล้วนำไปผ่านเครื่องบดผสมสองลูกกลิ้งให้เป็นแผ่นหนาประมาณ 0.5 ซม. เพื่อนำไปขึ้นรูปด้วยวิธีการอัดเข้าด้วยความดัน 500 ปอนด์/ตารางนิ้ว ที่อุณหภูมิ 150°C เป็นเวลา 5 นาที จากนั้นผ่านน้ำเพื่อหล่อเย็นเป็นเวลา 5 นาที ได้แผ่นพอลิเมอร์เบลนด์

ลิเมอร์เบลนดร์ระหว่าง MNR/EVA ที่สามารถนำไปตัดเป็นชิ้นตัวอย่าง และนำไปทดสอบสมบัติเชิงกล สมบัติเชิงพลวัต สมบัติความต้านทานต่อตัวทำละลาย และลักษณะทางสัณฐานวิทยา

3.3.5.3 การเบลนดร์ของ ENR/EVA

ในการทดลองนี้ศึกษาปัจจัยต่างๆ ดังนี้คือ

1. อิทธิพลของปริมาณหมู่อีพอกไซค์ใน ENR ต่อสมบัติของพอลิเมอร์เบลนดร์

นำ EVA ที่มีปริมาณพอลิไวนิลอะซิเตทเท่ากับ 18 % โดยน้ำหนัก มาทำการเบลนดร์กับ ENR ที่อัตราส่วนการเบลนดร์เท่ากับ 60/40 โดยแปรปริมาณหมู่อีพอกไซค์ใน ENR ได้แก่ 15, 25, 35, 40, 45 และ 55 % โดยโมล แล้วนำมาบดผสมด้วยเครื่องบดผสมแบบปิดที่อุณหภูมิ 140°C ความเร็วโรเตอร์เท่ากับ 60 rpm ใช้ fill factor เท่ากับ 0.80 ของปริมาตรห้องผสม โดยเริ่ม จากบด EVA เป็นเวลา 2 นาที แล้วจึงเติม ENR ลงไปบดต่อเป็นเวลา 4 นาที จากนั้นนำพอลิเมอร์ เบลนดร์ออกจากห้องผสมตั้งให้เย็นที่อุณหภูมิห้อง แล้วนำไปผ่านเครื่องบดผสมสองลูกกลิ้งให้เป็นแผ่นหนาประมาณ 0.5 ซม. เพื่อนำไปขึ้นรูปด้วยวิธีการอัดเบ้าด้วยความดัน 500 ปอนด์/ตารางนิ้ว ที่อุณหภูมิ 150°C เป็นเวลา 5 นาที จากนั้นผ่านน้ำเพื่อหล่อเย็นเป็นเวลา 5 นาที ได้แผ่นยางธรรมชาติเทอร์โมพลาสติกของ ENR/EVA และนำไปตัดเป็นชิ้นตัวอย่าง เพื่อใช้ในการทดสอบสมบัติเชิงกลและสมบัติเชิงพลวัต

2. อิทธิพลของอัตราส่วนการเบลนดร์ระหว่าง ENR/EVA ต่อสมบัติของพอลิเมอร์เบลนดร์

เลือก ENR ที่มีปริมาณหมู่อีพอกไซค์เท่ากับ 35 % โดยโมล เบลนดร์กับ EVA ที่มีปริมาณพอลิไวนิลอะซิเตทเท่ากับ 18 % โดยน้ำหนัก โดยแปรอัตราส่วนการเบลนดร์ระหว่าง ENR/EVA เท่ากับ 20/80, 40/60, 50/50, 60/40 และ 80/20 โดยบดผสมด้วยเครื่องบดผสมแบบปิดที่อุณหภูมิ 140°C ความเร็วโรเตอร์เท่ากับ 60 rpm ใช้ fill factor เท่ากับ 0.80 ของปริมาตรห้องผสม โดยเริ่ม จากบด EVA เป็นเวลา 2 นาที แล้วจึงเติม ENR ลงไปบดต่อเป็นเวลา 4 นาที จากนั้นนำพอลิเมอร์ เบลนดร์ออกจากห้องผสมตั้งให้เย็นที่อุณหภูมิห้อง แล้วนำไปผ่านเครื่องบดผสมสองลูกกลิ้งให้เป็นแผ่นหนาประมาณ 0.5 ซม. เพื่อนำไปขึ้นรูปด้วยวิธีการอัดเบ้าด้วยความดัน 500 ปอนด์/ตารางนิ้ว ที่อุณหภูมิ 150°C เป็นเวลา 5 นาที จากนั้นผ่านน้ำหล่อเย็นเป็นเวลา 5 นาที ได้แผ่นพอลิเมอร์เบลนดร์ระหว่าง ENR/EVA และนำไปตัดเป็นชิ้นตัวอย่าง และนำไปทดสอบสมบัติเชิงกล สมบัติเชิงพลวัต สมบัติความต้านทานต่อตัวทำละลาย และลักษณะทางสัณฐานวิทยา

3.3.6 การเตรียมยางธรรมชาติเทอร์โมพลาสติกด้วยการวัลคาไนเซชันแบบไดนามิกส์

เบลนด์ EVA ที่มีปริมาณพอลิไวนิลอะซิเตทเท่ากับ 18 % โดยน้ำหนัก กับยางธรรมชาติ 3 ชนิดที่ให้สมบัติการเบลนด์แบบปกติ คือ ยางแผ่นผึ่งแห้ง (ADS) ยางธรรมชาติมาเลดที่เตรียมโดยใช้มาลิกแอนไฮไดรด์ 10 phr (MNR-10) และยางธรรมชาติอิพอกไซค์ที่มีปริมาณหมู่อิพอกไซค์ 35 % โดยโมล (ENR-35) ซึ่งยาง MNR-10 และ ENR-35 ใช้ HRJ-10518 เป็นสารวัลคาไนซ์เฟส และแปรอัตราส่วนการเบลนด์ระหว่าง rubber/EVA เท่ากับ 20/80, 40/60, 50/50, 60/40 และ 80/20 ซึ่งวิธีการเบลนด์จะผสมกึ่งเบลนด์และสารเคมีต่างๆ ทีละชนิดลงในห้องผสมของเครื่องบดผสมแบบปิดที่อุณหภูมิ 140°C ความเร็วโรเตอร์เท่ากับ 60 rpm ใช้ fill factor เท่ากับ 0.80 ของปริมาตรห้องผสม ใช้ปริมาณสารเคมี และขั้นตอนในการผสม แสดงในตารางที่ 3.4 โดยเริ่มจากบด EVA เป็นเวลา 2 นาที เติม PhHRJ-EVA (เฉพาะในการเบลนด์ ADS/EVA) บดต่อ 1 นาที เติมยางลงในห้องผสมบดต่อเป็นเวลา 4 นาที แล้วเติมสารเคมีทีละชนิดโดยมีระยะเวลาที่บดตามตารางที่ 3.4 หลังจากนั้นนำพอลิเมอร์เบลนด์ออกจากห้องผสม ทิ้งให้เย็นที่อุณหภูมิห้อง แล้วนำไปผ่านเครื่องบดผสมสองลูกกลิ้งให้เป็นแผ่นหนาประมาณ 0.5 ซม. เพื่อนำไปขึ้นรูปด้วยวิธีการอัดเข้าด้วยความดัน 500 ปอนด์/ตารางนิ้ว ที่อุณหภูมิ 150°C เป็นเวลา 5 นาที จากนั้นผ่านน้ำเพื่อหล่อเย็นเป็นเวลา 5 นาที นำไปตัดเป็นชิ้นทดสอบ

ตารางที่ 3.4 ปริมาณสารเคมีและขั้นตอนการผสม

Ingredients	Quantity (phr)	Mixing schedule (min)
EVA (18 wt %)	20, 40, 50, 60 and 80	2
PhHRJ-EVA*	5 wt % of EVA	1
NR (i.e., ADS, MNR and ENR)	80, 60, 50, 40 and 20	4
Zinc oxide (ZnO)	5	2
Stearic acid	1	1
Wingstay L	1	1
Stannous chloride (SnCl ₂ .2H ₂ O)	0.6	2
Phenolic resin (HRJ-10518)	5	4

หมายเหตุ * เฉพาะการเบลนด์ ADS/EVA

3.3.7 การวิเคราะห์และทดสอบสมบัติ

3.3.7.1 การทดสอบสมบัติความต้านทานต่อแรงดึง (Tensile strength)

ทดสอบสมบัติความต้านทานต่อแรงดึงตามมาตรฐาน ASTM D412 (2000) โดยขึ้นทดสอบเป็นรูปดัมเบลล์ (Dumb-bell) ขนาดความยาว 115 มิลลิเมตร กว้าง 6 ± 0.4 มิลลิเมตร หนาไม่ต่ำกว่า 1.5 มิลลิเมตร และไม่เกิน 3 มิลลิเมตร วัดความหนา 3 จุด นำไปทดสอบด้วยเครื่องทดสอบความ

ต้านทานต่อแรงดึงที่อัตราการดึง 500 ± 50 มิลลิเมตรต่อนาที รายงานผลเป็น N/mm^2 หรือ MPa ใช้สูตรคำนวณดังนี้

$$\text{ความต้านทานต่อแรงดึง} = F/A \quad (3.5)$$

โดยที่ F = แรงที่ใช้ในการดึงจนชิ้นทดสอบขาด (นิวตัน)

A = พื้นที่หน้าตัดเริ่มต้นของชิ้นทดสอบ (mm^2)

3.3.7.2 การทดสอบความสามารถในการยืดจนขาด (Elongation at break)

การทดสอบจะทำการทดสอบเหมือนการทดสอบความต้านทานต่อแรงดึงตามหัวข้อ

3.3.7.1 ค่าที่ได้จะวัด โดยการอ่านระยะที่ชิ้นทดสอบสามารถยืดตัวได้จนขาด รายงานผลเป็นเปอร์เซ็นต์ความสามารถในการยืดตัวจนขาด คำนวณได้จากสมการดังนี้

$$\text{ความสามารถในการยืดจนขาด (\%)} = \frac{100 \times (L - L_0)}{L_0} \quad (3.6)$$

โดยที่ L = ระยะห่างระหว่างเส้นที่ขีดบนชิ้นทดสอบเมื่อยืดจนขาด (cm)

L_0 = ระยะห่างระหว่างเส้นเริ่มต้นก่อนทำการทดสอบ (cm)

3.3.7.3 การทดสอบความสามารถในการคืนรูป (Tension set)

ทดสอบความสามารถในการคืนตัวหลังจากการผิดรูปในรูปแบบของค่า Tension set ตามมาตรฐาน ASTM D412 (2000) โดยเตรียมชิ้นทดสอบเป็นรูปดัมเบลล์ ขนาดความยาว 115 มิลลิเมตร กว้าง 6 ± 0.4 มิลลิเมตร มีความหนาไม่ต่ำกว่า 1.5 มิลลิเมตร แต่ไม่เกิน 3 มิลลิเมตร ระยะที่ใช้วัด (Gauge length) มีระยะห่าง 20 มิลลิเมตร นำชิ้นทดสอบมาจับด้วยตัวยึดจับ (Grip) เครื่องทดสอบความต้านทานต่อแรงดึง โดยวางตัวอย่างให้ได้แนวกลางของที่จับเพื่อให้แรงกระจายอย่างสมดุล ยืดออกด้วยความเร็ว 500 ± 50 มิลลิเมตรต่อนาที จนยืดออกได้ระยะ 100% ปล่อยให้ยางยืดในระยะเวลาเป็นเวลานาน 10 นาที เมื่อครบกำหนดเวลา 10 นาที ปล่อยให้ grip ให้ชิ้นทดสอบคืนตัวกลับเข้าสู่รูปเดิม ตั้งตัวอย่างทิ้งไว้ 10 นาที แล้ววัดระยะห่างระหว่างรอยที่ขีดไว้ตั้งแต่ต้น คำนวณหาเปอร์เซ็นต์ความสามารถในการคืนรูปได้จากสมการดังนี้

$$\text{ความสามารถในการคืนรูป (\%)} = \frac{100 \times (L - L_0)}{L_0} \quad (3.7)$$

โดยที่ L = ระยะห่างระหว่างเส้นที่ขีดบนชิ้นทดสอบหลังจากตั้งไว้ 10 นาที (cm)

L_0 = ระยะห่างระหว่างเส้นเริ่มต้นก่อนทำการทดสอบ (cm)

3.3.7.4 การทดสอบสมบัติความแข็ง (Hardness)

ทดสอบสมบัติด้านความแข็งโดยใช้ Durometer แบบ Shore A ตามมาตรฐาน ASTM D2240-86 ตัวอย่างที่ทดสอบขึ้นทดสอบมีความหนาประมาณ 8 มม. กดให้เป็นของเครื่องทดสอบ สัมผัสกับหน้ายางโดยตลอด ทำการวัด 5 จุด ใช้ค่ากลางของข้อมูล (Median) เป็นความแข็งของตัวอย่างที่ทดสอบ

3.3.7.5 การทดสอบสมบัติเชิงพลวัต (Dynamic properties)

ทดสอบตามมาตรฐาน ASTM D6601 โดยตั้งอุณหภูมิการทดสอบที่ 140°C Strain = 7.0 % และแปรค่าความถี่ในการทดสอบ 0.08-30 Hz (0.5–188.5 rad/s) โดยใช้เครื่อง rheoTECH MDPT โดยเครื่องจะรายงานค่าออกมาเป็น Storage Modulus (G'), Loss Modulus (G''), แทนเจนต์สูญเสีย (Tan delta, Tan δ) และ ความหนืดเชิงซ้อน (Complex Viscosity, η^*) การคำนวณค่า G' , G'' , Tan δ และ η^* แสดงดังสมการที่ 3.8 - 3.11

$$\text{โมดูลัสสะสม (G')} = \frac{\tau''}{\gamma} \quad (3.8)$$

$$\text{โมดูลัสสูญเสีย (G'')} = \frac{\tau'}{\gamma} \quad (3.9)$$

$$\text{แทนเจนต์สูญเสีย (Tan } \delta) = \frac{G''}{G'} \quad (3.10)$$

$$\text{ความหนืดเชิงซ้อน (Pa.s) : } \eta^* = \left[\frac{\tau'}{\dot{\gamma}} + \frac{i\tau''}{\dot{\gamma}} \right] \quad (3.11)$$

เมื่อ τ' คือ elastic stress, τ'' คือ viscous stress, γ คือ shear strain และ $\dot{\gamma}$ คือ shear rate (s^{-1})

3.3.7.6 การทดสอบความต้านทานต่อตัวทำละลาย (Solvent resistance)

ทำโดยนำชิ้นทดสอบมาทำการทดสอบการบวมพอง (Swelling test) ในตัวทำละลายผสมระหว่างไอโซออกเทนกับโทลูอินในอัตราส่วน 1:1 น้ำมันดีเซล และน้ำมันเครื่อง โดยจะทำการทดสอบตามมาตรฐาน ASTM D471-98 โดยนำชิ้นทดสอบมาตัดเป็นสี่เหลี่ยมจัตุรัสให้มีความกว้าง 1 เซ็นติเมตร ยาว 1 เซ็นติเมตร มีความหนาประมาณ 2 มิลลิเมตร ชั่งน้ำหนักชิ้นทดสอบละเอียด 0.0001 กรัม แช่ในตัวทำละลายชนิดต่างๆ ประมาณ 30 มิลลิลิตร ซึ่งบรรจุในบีกเกอร์ปิดภาชนะให้

มิดชิด ตั้งทิ้งไว้ในที่มืดเป็นเวลา 166 ชั่วโมง จากนั้นนำชิ้นทดสอบมาชั่งน้ำหนักอีกครั้ง กำหนดหาเปอร์เซ็นต์การบวมพองตามสมการที่ 3.12

$$\text{Swelling (\%)} = \frac{W_s - W_o}{W_o} \times 100 \quad (3.12)$$

เมื่อ W_s คือ น้ำหนักของชิ้นทดสอบหลังแช่ในตัวทำละลาย (กรัม)
 W_o คือ น้ำหนักของชิ้นทดสอบก่อนแช่ในตัวทำละลาย (กรัม)

3.3.7.7 การวิเคราะห์ลักษณะทางสัณฐานวิทยา (Morphological properties)

ทำโดยการทำให้ชิ้นตัวอย่างแตกหักในไนโตรเจนเหลวเพื่อให้ได้ผิวทดสอบใหม่ หลังจากนั้นทำการสกัดเฟสยางธรรมชาติออกโดยแช่ในเฮกเซน (Hexane) สำหรับพอลิเมอร์เบลนด์ระหว่าง ADS/EVA และคลอโรเบนซีน (Chlorobenzene) สำหรับพอลิเมอร์เบลนด์ระหว่าง MNR/EVA และ ENR/EVA ที่อุณหภูมิห้อง ประมาณ 48 ชั่วโมง (กรณีพอลิเมอร์เบลนด์ที่เตรียมด้วยวิธีการเบลนด์แบบปกติ) หรือสกัดเฟสพลาสติกออกโดยแช่ในเตตระไฮโดรฟูแรน (Tetrahydrofuran, THF) เค็ดเป็นเวลาประมาณ 1 ชั่วโมง กรณีพอลิเมอร์เบลนด์ที่เตรียมด้วยวิธีวัลคาไนเซชันแบบไดนามิกส์ แล้วนำไปอบเพื่อระเหยเอาตัวทำละลายออก แล้วจึงเคลือบด้วยทองคำโดยนำตัวอย่างวางในเครื่องสำหรับเคลือบทองคำภายใต้สุญญากาศ ปล่อยก๊าซอาร์กอน (Ar) เข้ามาและปรับกระแสไฟฟ้า ก๊าซจะเกิดแตกตัวเป็นอิเล็กตรอนวิ่งไปชนแผ่นทองคำและลงมาเคลือบที่ชิ้นตัวอย่าง แล้วส่องด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning Electron Microscope, SEM) เพื่อสังเกตลักษณะทางสัณฐานวิทยาของพอลิเมอร์เบลนด์

นอกจากนี้สามารถวิเคราะห์การเกิดเฟสร่วมโดยวิธีการสกัดด้วยตัวทำละลาย (Solvent extraction) โดยเตรียมชิ้นตัวอย่างขนาด 3 x 3 x 2 มิลลิเมตร (น้ำหนักประมาณ 20–40 มิลลิกรัม) นำไปชั่งด้วยเครื่องชั่งที่มีความละเอียดทศนิยม 4 ตำแหน่ง ใส่ชิ้นตัวอย่างในขวดรูปกรวยที่มีตัวทำละลายปริมาตร 25 มิลลิลิตร โดยใช้ตัวทำละลายเฮกเซนสำหรับพอลิเมอร์เบลนด์ระหว่าง ADS/EVA และคลอโรเบนซีนสำหรับพอลิเมอร์เบลนด์ระหว่าง MNR/EVA และ ENR/EVA ปิดปากขวดให้สนิท แล้วนำไปแช่ที่อุณหภูมิ 30°C เป็นเวลา 7 วัน เพื่อสกัดเอาเฟสยางธรรมชาติออก จากนั้นนำไปกรองด้วยกระดาษกรองที่มีรูพรุนขนาด 0.7 ไมครอนและล้างด้วยตัวทำละลายที่ใช้สกัดปริมาตร 25 มิลลิลิตร 3 ครั้ง แล้วนำเข้าตู้อบดูดความชื้นที่อุณหภูมิ 40°C เป็นเวลา 48 ชั่วโมง ชั่งชิ้นตัวอย่างที่ได้แล้วนำไปคำนวณค่าดัชนีเฟสร่วม (Co-continuity index) โดยใช้สมการที่ 3.13 (Omonov *et al.*, 2007; Galloway *et al.*, 2004 และ Galloway and Macosko, 2004)

$$CI_{NR} = \frac{m_{ini} - m_{ext}}{m_{ini}} \times 100 \quad (\%) \quad (3.13)$$

โดยที่ CI_{NR} คือ ดัชนีเฟสรวมของยางธรรมชาติ

m_{ini} คือ น้ำหนักเริ่มต้นของยางธรรมชาติในพอลิเมอร์เบลนด์

m_{ext} คือ น้ำหนักหลังจากสกัดของยางธรรมชาติในพอลิเมอร์เบลนด์

3.3.7.8 การทดสอบสมบัติการวัลคาไนซ์ของยางธรรมชาติ

ทดสอบยางผสมสารเคมีด้วยเครื่อง rheoTECH MDR2000 ที่อุณหภูมิ 160°C มุมบิด 1° หาค่าแรงบิดต่ำสุด (Minimum torque, M_L) แรงบิดสูงสุด (Maximum torque, M_H) ที่เกิดจากการเลื่อนระหว่างยางกับโรเตอร์ ช่วงเวลาที่สามารถแปรรูปได้ (Scorch time, tc_{10}) เวลาในการวัลคาไนซ์ (Cure time, tc_{90}) และดัชนีอัตราการสุก (Cure rate index, CRI) ตามมาตรฐาน ASTM D5289

โดยที่ tc_{10} คือ เวลาที่ค่าแรงบิดเท่ากับ $M_L + 10[M_H - M_L]/100$

tc_{90} คือ เวลาที่ค่าแรงบิดเท่ากับ $M_L + 90[M_H - M_L]/100$

CRI คือ $100/(tc_{90} - tc_{10})$

3.3.7.8 การวิเคราะห์เชิงความร้อน

ในงานวิจัยนี้วิเคราะห์สมบัติเชิงความร้อนของพอลิเมอร์ 3 เทคนิค คือ

1. Dynamic mechanical thermal analyzer (DMTA)

ใช้เครื่อง Dynamic mechanical thermal analyzer (DMTA V) โดยใช้วิธีการทดสอบแบบ Dual cantilever bending ที่ความถี่ (Frequency) เท่ากับ 1 Hz การผิดรูปหรือการบิด (Strain) เท่ากับ 0.1 % ทดสอบในสถานะไนโตรเจนเหลวควบคุมช่วงอุณหภูมิ -100 ถึง 100°C โดยมีอัตราการเพิ่มขึ้นของอุณหภูมิเท่ากับ 10°C/min และขึ้นทดสอบที่ใช้มีขนาด 10 x 20 x 2 มิลลิเมตร จะรายงานค่าในรูปแบบมอดูลัสสะสม (Storage modulus, G') มอดูลัสสูญเสีย (Loss modulus, G'') และแทนเจนต์สูญเสีย (Damping factor, $\tan \delta$)

2 Differential scanning calorimetry (DSC)

ใช้เครื่อง DSC7 ภายใต้สถานะไนโตรเจน การทดสอบเริ่มจากให้ความร้อนแก่ระบบจนถึง 140 °C พักไว้ 5 นาที แล้วจึงลดอุณหภูมิลงจนถึง -100°C เพื่อกำจัดประวัติและความจำของพอลิ

เมอร์ จากนั้นเพิ่มอุณหภูมิขึ้นอีกครั้งด้วยอัตรา 10 °C/min โดยตรวจวัดอุณหภูมิกลาสทรานสิชัน (Glass transition temperature, T_g) และหาปริมาณการตกผลึก (Degree of crystallinity, X_c) จากค่าเอนทัลปีของการหลอมผลึก (ΔH_m) ซึ่งเป็นค่าพื้นที่ใต้พีคของการหลอมของผลึกและคำนวณตามสมการที่ 3.14

$$\text{Degree of Crystallinity, } X_c (\%) = (\Delta H_m / \Delta H_{fc}) \times 100 \quad (3.14)$$

โดยที่ ΔH_m = ค่าเอนทัลปีของการหลอมผลึกของชิ้นตัวอย่าง

ΔH_{fc} = ค่าเอนทัลปีของการหลอมผลึกอย่างสมบูรณ์ของ EVA มีค่าเท่ากับ 287.696 J/g (Chowdhury *et al.*, 2000)

3. Thermogravimetric analysis (TGA)

โดยใช้เครื่อง Perkin Elmer Pyris 6 TGA ภายใต้สถานะไนโตรเจน ทดสอบโดยใส่ชิ้นตัวอย่างในงานเผา แล้วให้ความร้อนแก่ระบบจาก 30 ถึง 600°C ด้วยอัตราการเพิ่มขึ้นของอุณหภูมิเท่ากับ 10 °C/min ในขณะเดียวกันทำการตรวจวัดน้ำหนักที่หายไป (Weight loss) อุณหภูมิเริ่มต้นของการสลายตัว (Onset degradation temperature, T_{onset}) อุณหภูมิการสลายตัว (Degradation temperature, T_d) และอุณหภูมิสุดท้ายของการสลายตัว (End degradation temperature, T_{end}) ของชิ้นทดสอบ ตามอุณหภูมิที่เพิ่มขึ้น