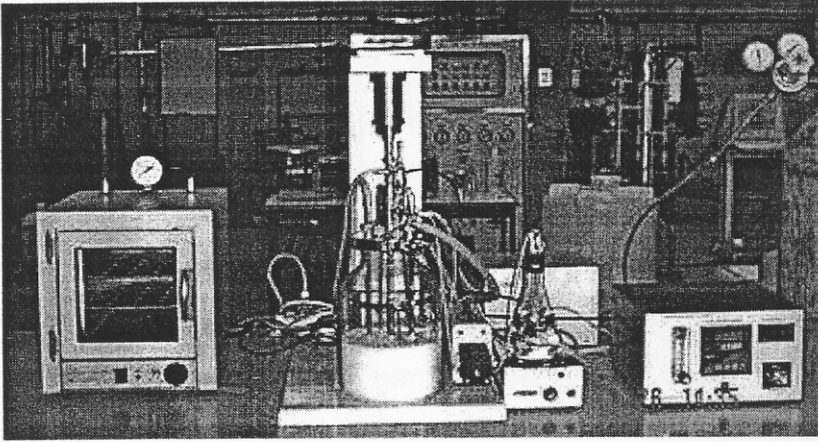


ภาคผนวก

ภาคผนวก ก

ระบบถังปฏิกรณ์แบบกึ่งแบทช์สำหรับการพอลิเมอไรเซชัน (Semi-batch Reactor System for Polymerization)

ระบบถังปฏิกรณ์ ที่ใช้ในการวิจัย ดังแสดงในภาพ ก-1



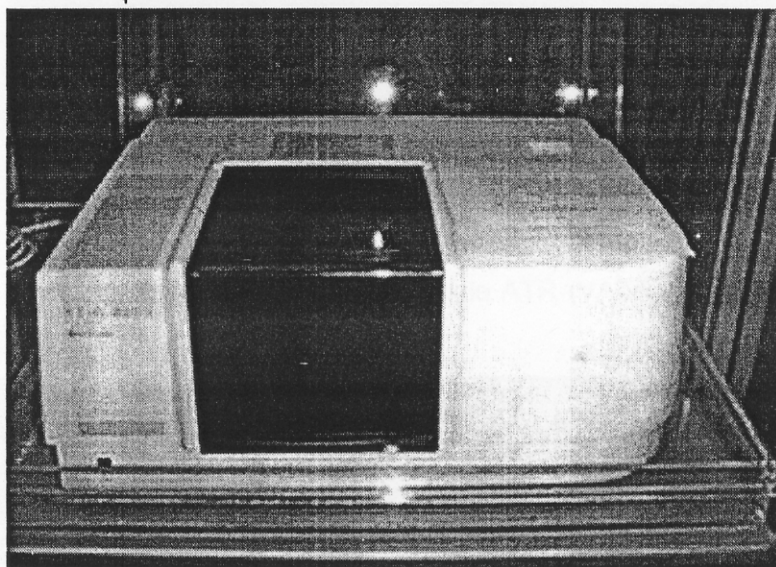
ภาพ ก-1 ระบบถังปฏิกรณ์ที่ใช้ในการพอลิเมอไรเซชัน

ระบบถังปฏิกรณ์แบบกึ่งแบทช์ประกอบไปด้วย ชุดควบคุมหลัก ถังปฏิกรณ์มอเตอร์ที่ปรับความเร็วรอบได้ ถังแก๊สไนโตรเจน บีบป้อนสารเคมี อ่างน้ำร้อน ชุดกวนแบบแม่เหล็ก ถังมอนอเมอร์ โดยแผนผังและการทำงานของชุดเครื่องมือ แสดงในภาพ ก-2

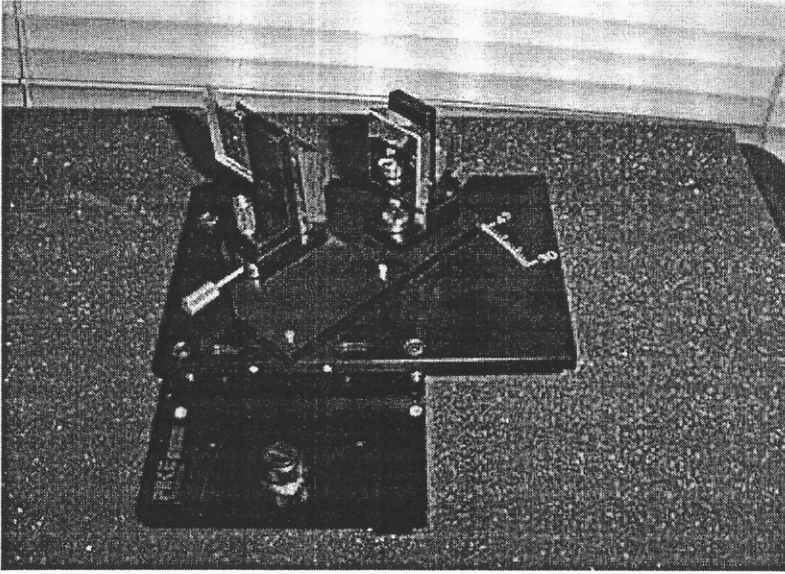
ภาคผนวก ข

เครื่อง Fourier Transform Infrared Spectroscopy (FTIR spectroscopy)

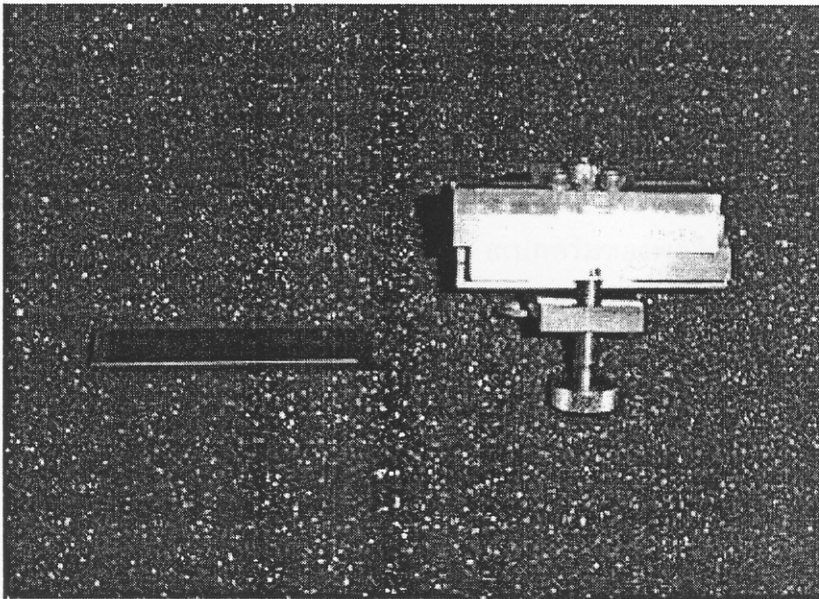
เครื่อง FTIR spectroscopy รุ่น Hyper IR ผลิตโดยบริษัท Shimadzu ใช้ในการวิเคราะห์สเปกตรัมของพอลิเมอร์ (ภาพ ข-1) พร้อมด้วย ชุด ATR ที่ปรับมุมองศาได้ (The variable angle ATR accessory) (ภาพ ข-2) และผลึก KRS-5 (KRS-5 crystal) (ภาพ B-3) ซึ่งใช้ในการวิเคราะห์วัสดุพอลิเมอร์



ภาพ ข-1 ระบบของ Fourier transform infrared spectroscopy รุ่น IR ผลิตโดย Shimadzu Co. Ltd.



ภาพ ข-2 ชุด Variable angle ATR (VATR)



ภาพ ข-3 ผลึก KRS-5

ข.1 การเตรียมตัวอย่าง

1. ชั่งตัวอย่างเตรียมโดยการนำกราฟท์โคพอลิเมอร์ ที่ผ่านการสกัดด้วยวิธี Soxhlet ไปอัดเป็นแผ่นบางเครื่องอัดเบ้าที่อุณหภูมิ 120 °C แล้วทิ้งไว้ให้เย็นที่อุณหภูมิห้องในภาชนะปิดและไม่ให้สัมผัสกับอากาศและแสง
2. ตัดแผ่นบางจากข้อ 1 เป็นรูปสี่เหลี่ยมผืนผ้า ขนาด 10x50 มม. จำนวน 2 ชิ้น

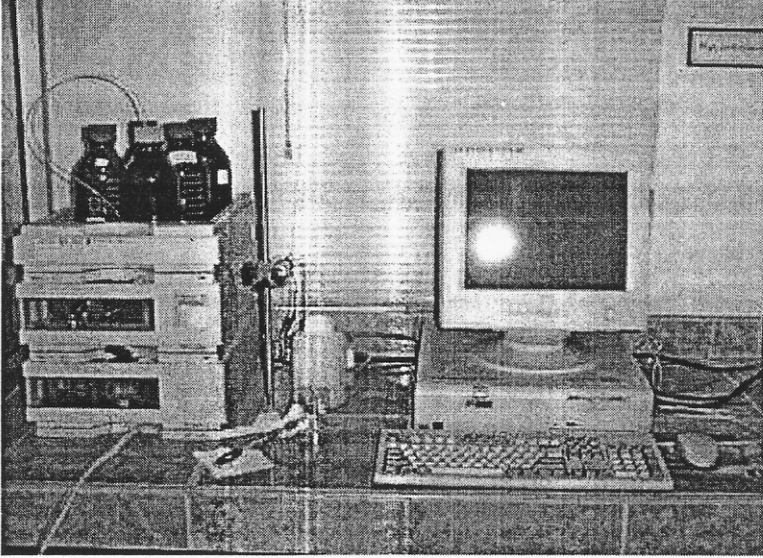
ข.2 การวิเคราะห์สเปกตรัม FTIR

1. วางผลึก KRS-5 ลงในชุด VATR
2. ติดตั้งชุด VATR ลงในเครื่อง FTIR spectroscopy.
3. เปิดเครื่อง FTIR spectroscopy และเครื่องคอมพิวเตอร์ควบคุม
4. เปิดโปรแกรมควบคุมระบบ FTIR spectroscopy ในคอมพิวเตอร์
5. ตรวจสอบพลังงานของเครื่องและปรับให้ได้พลังงานสูงสุด
6. ทำการตรวจสอบสเปกตรัมพื้น (Background spectra)
7. นำเอาผลึก KRS-5 ออกมาจากชุด VATR
8. แปะชิ้นยางตัวอย่างที่เตรียมไว้บนผลึก KRS-5 ทั้งสองด้าน
9. วางผลึก KRS-5 ลงในชุด VATR
10. ทำการวิเคราะห์พอลิเมอร์
11. หลังจากที่เครื่องทำการวิเคราะห์เสร็จแล้ว สเปกตรัมของพอลิเมอร์จะแสดงในหน้าจอคอมพิวเตอร์
12. พิมพ์สเปกตรัมของพอลิเมอร์

ภาคผนวก ค

เครื่อง High Performance Liquid Chromatography (HPLC)

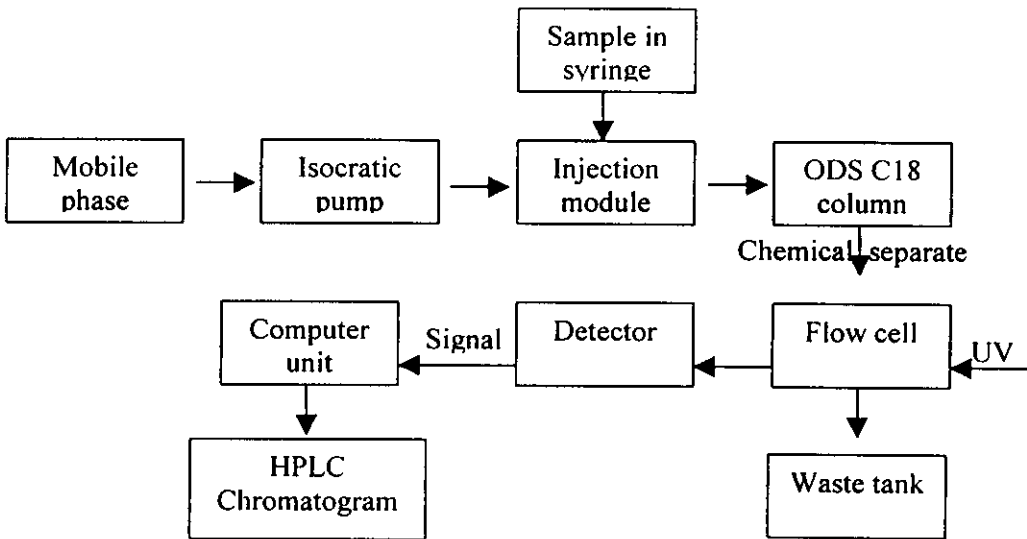
เครื่อง High Performance Liquid Chromatography (HPLC) รุ่น 1100 series (Agilent Co. Ltd.) ใช้ในการวิเคราะห์หาปริมาณอะคริโลไนไตรล์ที่เหลืออยู่ในถังปฏิกรณ์ ระบบดังกล่าวแสดงในภาพ ค-1



ภาพ ค-1 เครื่อง High performance liquid chromatography (HPLC)

ค.1 ระบบ HPLC

ระบบของเครื่อง High Performance Liquid Chromatography แสดงได้ดังภาพ ค-2.



ภาพ ค-2 แผนผังการทำงานของเครื่อง HPLC

ค.2 สภาวะสำหรับการวิเคราะห์ด้วยเครื่อง HPLC:

สภาวะของเครื่อง HPLC ที่ใช้ในงานวิจัย เป็นดังนี้

คอลัมน์: Zorbax ODS C18, ยาว 280 มม. เส้นผ่านศูนย์กลาง 4 มม. ขนาดรูพรุน 5 ไมครอน

ตัวพา: น้ำสำหรับเครื่อง HPLC

อุณหภูมิ: อุณหภูมิห้อง

ความดัน: 63 บาร์

การดำเนินการสอบเทียบ (Calibration): การสอบเทียบโดยใช้สารมาตรฐานภายใน (Internal standard (ISTD) calibration)

ค.3 การคำนวณโดยใช้ ISTD

วิธีการ ISTD เป็นวิธีที่ขจัดข้อเสียของวิธีการ ESTD วิธีการ ISTD ทำโดยการเติมสารที่ทราบความเข้มข้นที่แน่นอน สารนี้เรียกว่า Internal standard ซึ่งใส่ลงในทั้งส่วนของการสอบเทียบ (Calibration) และตัวอย่าง

ค.4 ข้อดีและข้อเสียของการใช้ ISTD

ข้อดี

- ◆ ความแปรปรวนในขนาดของตัวอย่างไม่มีผล
- ◆ การเปลี่ยนแปลงของเครื่องจะถูกชดเชยโดย Internal standard.
- ◆ อิทธิพลจากการเตรียมตัวอย่างจะลดลงถ้าพฤติกรรมทางเคมีของ ISTD และตัวอย่างคล้ายกัน

ข้อเสีย

- ◆ สารมาตรฐานภายใน (Internal standard) จะต้องเติมทุก ๆ ตัวอย่าง

ค.4 กราฟสอบเทียบ

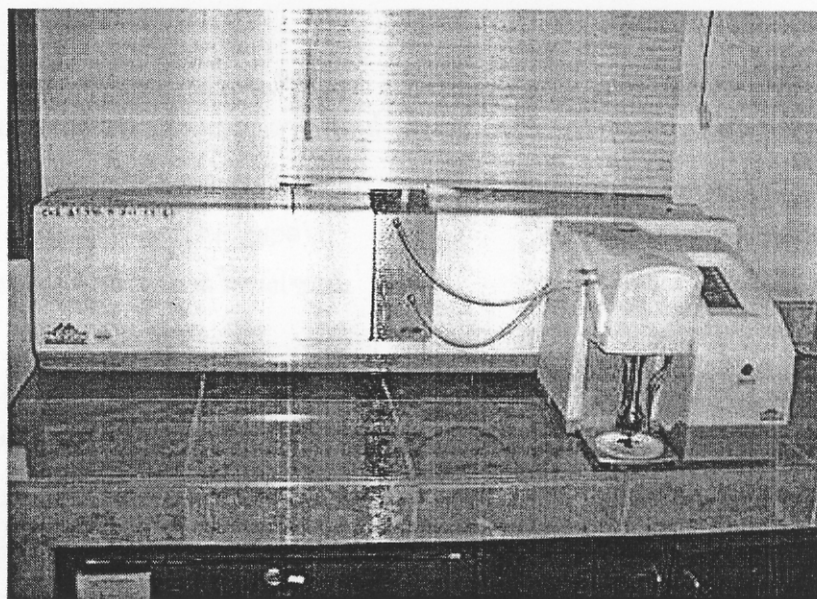
การสอบเทียบเป็นการแสดงในรูปของกราฟิคของปริมาณ และข้อมูลที่ตอบสนองของสารหนึ่ง ซึ่งได้จากตัวอย่างสอบเทียบหนึ่ง หรือมากกว่าหนึ่งชนิด

โดยปกติเมื่อตัวอย่างสอบเทียบถูกฉีดเข้าไป สัญญาณที่ได้และการตอบสนองจะวัดในรูปของพื้นที่หรือความสูงของยอดแหลม

ภาคผนวก ง

เครื่องวิเคราะห์ขนาดอนุภาคและการกระจายอนุภาค (Particle size and particle size distribution analyser)

Hydro 2000MU (พร้อมด้วยเครื่องช่วยการกระจายอุลตราโซนิก) รุ่น AWM2000 ผลิตโดย Malvern Instruments Ltd. จะใช้ในการวิเคราะห์ขนาดอนุภาคและการกระจายอนุภาคของน้ำยางธรรมชาติ และขนาดอนุภาคกราฟท์โคพอลิเมอร์



ภาพ ง-1 เครื่อง mastersizer รุ่น Hydro 2000MU

ง.1 ส่วนประกอบของเครื่อง

ง.1.1 พื้นที่ของตัวอย่าง (Sample area)

พื้นที่ของตัวอย่างเป็นบริเวณที่ตัวอย่างจะถูกกวนและดูดส่ง บั้มปีและตัวกวนบบหัว บั้มปีจะเก็บตัวอย่างในรูปของสารแขวนลอยและหมุนเวียนผ่านเซลล์ (Cell) ตลอดเวลา

ส่วนของอุลตราโซนิก (Ultrasonic) จะช่วยในการกระจายของตัวอย่าง ฟังก์ชันทั้งหมดของบริเวณพื้นที่ของตัวอย่างนี้จะควบคุมโดยแผงควบคุม (Control keypad)

ง.1.2 แขนปั๊มปี (Pump arm)

ส่วนของแขนปั๊มปีติดกับส่วนของหัวปั๊มปี (Pump head) ซึ่งแขนปั๊มปีนี้สามารถที่จะยกขึ้นและลงในบีกเกอร์ของตัวอย่างได้ การดูดส่งจะหยุดโดยอัตโนมัติเมื่อแขนปั๊มปียกขึ้น เมื่อแขนปั๊มปีลดต่ำลงท่อส่งตัวอย่าง และเซลล์จะปล่อยตัวอย่างทิ้งลงมาได้โดยการกดปุ่มระบายน้ำ (Drain button)

ง.1.3 เซลล์ (Cell)

เซลล์จะใช้ให้ตัวอย่างไหลผ่านลำแสงตัววิเคราะห์ในส่วนแสง โดยตัวอย่างจะไหลวนอย่างต่อเนื่องผ่านเซลล์ไปยังบีกเกอร์

ง.1.4 ท่อ “จากเซลล์” (“From Cell” pipe)

เป็นท่อที่ให้ตัวอย่างไหลกลับจากเซลล์

ง.1.5 ท่อ “ไปยังเซลล์” (“To Cell” pipe)

เป็นท่อที่ให้ตัวอย่างไหลไปยังเซลล์

ง.1.6 ปุ่มระบายสารตัวอย่าง (Drain button)

ใช้สำหรับปล่อยสารตัวอย่างออกเมื่อลดแขนปั๊มปี ลงต่ำเพื่อให้สารตัวอย่างที่ค้างอยู่ เซลล์และท่อสารตัวอย่างเพื่อระบายลงบีกเกอร์ตัวอย่าง

ง.1.7 แป้นควบคุม

ฟังก์ชันต่างๆ ของเครื่องรวมทั้ง ความเร็วของปั๊มปี และพลังของอุลตราโซนิก จะควบคุมจากแป้นควบคุม

ง.1.8 สวิตช์เปิดเครื่อง

เป็นตัวเปิดปิดการจ่ายกระแสไฟฟ้าให้แก่ตัวเครื่อง

ง.1.9 ที่ยึดเซลล์

ที่ยึดเซลล์เป็นจุดที่จะเก็บเซลล์ไว้

ง.2 การวิเคราะห์หาขนาดอนุภาคและการกระจายของอนุภาค

- ง.2.1 ปรับความเร็วของปั๊มปี ระยะการเคลื่อนที่ของอุลตราโซนิค และเวลาในการปล่อยคลื่นอุลตราโซนิค ที่แป้นควบคุม โดยอาจจะดูจากหนังสืออ้างอิงของเครื่องในการหาสถานะที่เหมาะสมกับการทดสอบ
- ง.2.2 เปิดโปรแกรมควบคุมเครื่อง Hydro2000M/MU จากนั้นเลือกข้อมูลของวัสดุจากโปรแกรม และตั้งค่าพารามิเตอร์ สำหรับการทดสอบ
- ง.2.3 เติมห่วงอย่างลงในตัวกระจาย (Dispersant) ขนาดอนุภาคและการกระจายอนุภาคจะวัดหลังจากตัวกระจาย มีตัวอย่างเพียงพอที่จะวิเคราะห์
- ง.2.4 เมื่อสิ้นสุดการวิเคราะห์ โปรแกรม Hydro2000M/MU จะรายงานค่าเฉลี่ยของขนาดอนุภาค และการกระจายของขนาดอนุภาค (Marvern Instruments Ltd, 1998)

ภาคผนวก จ

การทดสอบการดึงยืด (Tensile properties testing)

โมดูลัสของยางมีความหมายเดียวกันกับความเค้นของยาง ที่ส่วนยืด 100%, 200% เป็นต้น การทดสอบสมบัติด้านการดึงยืดจะทำตามมาตรฐานต่างๆ นั่นคือ ISO37, BS 903 Part A2 และ ASTM D412 มาตรฐานเหล่านี้ใช้กับยางโดยทั่วไป แต่ไม่สามารถใช้กับยางที่มีความแข็งมากๆ เช่นยางอีโบนินด์ หรือยางที่มีส่วนยืดน้อย และแข็ง

การทดสอบสามารถแบ่งออกได้เป็นสองวิธีตามรูปแบบของชิ้นทดสอบ

วิธีการ A – ชิ้นทดสอบรูปดัมเบล

วิธีการ B – ชิ้นทดสอบรูปวงแหวน

ผลจากวิธีการทั้งสองวิธีนั้นโดยทั่วไปจะเท่ากัน ในงานวิจัยครั้งนี้ จะเลือกใช้วิธีการ A ในการทดสอบการดึงยืด

จ.1 การทดสอบโดยสรุป

จ.1.1 การเตรียมชิ้นตัวอย่าง

จ.1.2 การทดสอบ

จ.1.3 แรงดึงเมื่อขาด โมดูลัส และส่วนยืดเมื่อขาดจะทำกับยางที่ยังไม่เคยมีการดึงยืด และแรงดึงเมื่อขาด โมดูลัสจะขึ้นอยู่กับส่วนหน้าตัดของยางก่อนทำการทดสอบ

จ.2 คำนิยาม

จ.2.1 *Elongation* คือระยะที่เพิ่มขึ้นของยาง จากการดึงยืด

จ.2.2 *Elongation at break* คือระยะที่ยางยืดจนกระทั่งยางขาด

จ.2.3 *Tensile stress* คือความเค้น เมื่อใช้ยางในลักษณะยืด หรือแรงเมื่อใช้ในการยืดยางต่อพื้นที่หน้าตัดของชิ้นตัวอย่างก่อนการทดสอบ

จ.2.4 *Tensile strength* เป็นความเค้นสูงสุด ที่ใช้ในการดึงยางจนกระทั่งยางขาด

จ.2.5 *Modulus* เป็นแรงที่ระยะยืดที่กำหนด

จ.3 เครื่องมือและอุปกรณ์

จ.3.1 เครื่องทดสอบการดึงยืด (Tensile machine) ประกอบไปด้วยที่จับชิ้นทดสอบ (Grip) ที่สามารถแยกออกจากกันได้ด้วยอัตราเร็วคงที่คือ 500 ± 50 มม./นาที ความห่างระหว่างที่จับชิ้นทดสอบจะต้องน้อยกว่า 750 มม. และการวัดแรงจะต้องแม่นยำและผิดพลาดไม่เกินกว่า $\pm 2\%$ และสามารถที่จะแสดงค่าแรงที่ใช้เมื่อขยายได้ เครื่องควรมีตัววัดการยืด (Extensometer) เพื่อที่จะวัดการยืดของยาทุก ๆ การยืดของ ยาง 10%

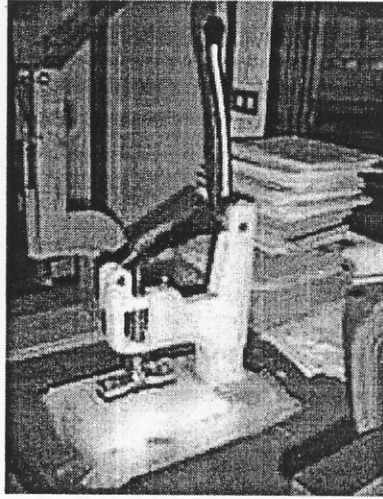


ภาพ จ-1 เครื่องทดสอบการดึงยืด (Tensile machine)

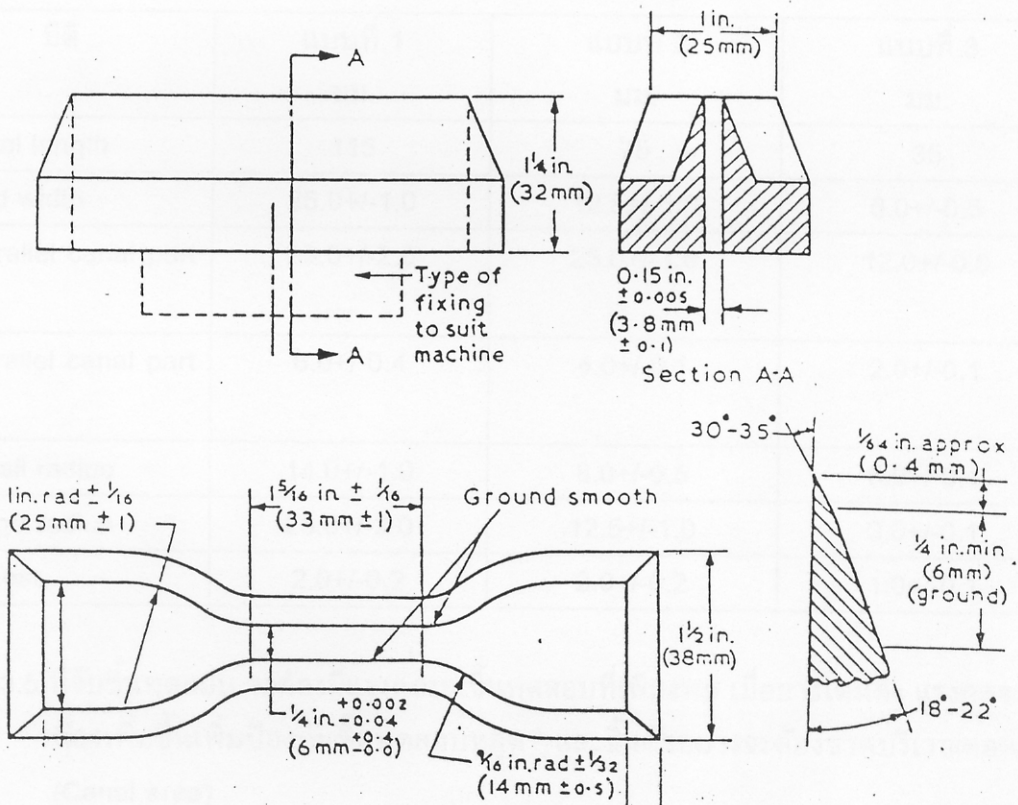
จ.3.2 ไมโครมิเตอร์วัดความหนา (Thickness micrometer) เป็นไมโครมิเตอร์ที่มีความแม่นยำ ± 0.025 มม.

จ.3.3 เครื่องอัดแม่พิมพ์ (Cutter press) ใช้สำหรับการอัดแม่พิมพ์เพื่อตัดชิ้นทดสอบ สำหรับการทดสอบการดึงยืด ดังแสดงในภาพ จ-2

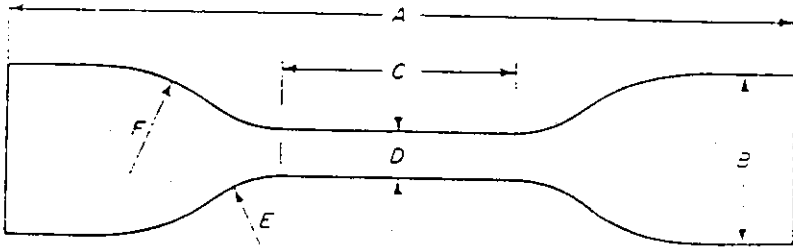
จ.3.4 แม่พิมพ์สำหรับดอกทำชิ้นทดสอบ (Die) ดังแสดงในภาพ จ-3 ขนาดของชิ้นทดสอบ แสดงในภาพ จ-4 และตารางที่ จ-1 โดยคมของแม่พิมพ์จะต้องคมไม่มีรอยบิ่น ในงานวิจัยครั้งนี้ใช้แม่พิมพ์แบบที่ 1



ภาพ จ-2 เครื่องอัดแม่พิมพ์



ภาพ จ-3 แม่พิมพ์สำหรับการทดสอบการดึงยึด



ภาพ จ-4 ชิ้นทดสอบดัมเบล

ตารางที่ จ-1 ขนาดของชิ้นตัวอย่าง

มิติ	แบบที่ 1 มม.	แบบที่ 2 มม.	แบบที่ 3 มม.
A. Total length	115	75	35
B. End width	25.0 \pm 1.0	12.5 \pm 1.0	6.0 \pm 0.5
C. Parallel canal part length	33.0 \pm 2.0	25.0 \pm 1.0	12.0 \pm 0.5
D. Parallel canal part width	6.0 \pm 0.4	4.0 \pm 0.1	2.0 \pm 0.1
E. Small radius	14.0 \pm 1.0	8.0 \pm 0.5	3.0 \pm 0.1
F. Large radius	25.0 \pm 2.0	12.5 \pm 1.0	3.0 \pm 0.1
Thickness	2.0 \pm 0.2	2.0 \pm 0.2	1.0 \pm 0.1

จ.3.5 ที่จับชิ้นทดสอบ จะต้องมีแรงกดบนชิ้นทดสอบที่เพียงพอ เมื่อวางโดนดึง แรงกดจะต้องเพิ่มขึ้นเพื่อป้องกันชิ้นทดสอบหลุด และชิ้นตัวอย่างจะต้องขาดบริเวณคอคอด (Canal area)

จ.4 การเตรียมชิ้นทดสอบ

- จ.4.1 ชิ้นทดสอบดรัมเบลจะต้องเรียบและมีความหนาเกินกว่า 1.5 มม. และไม่เกิน 3 มม. การตัดชิ้นทดสอบจะต้องตัดให้ขาดภายในครั้งเดียว
- จ.4.2 การขีดเส้นบนชิ้นทดสอบ จะต้องวางลงบนพื้นที่เรียบแบบขีดเส้นสองเส้นตั้งฉากกับแนวยาวของดรัมเบล และเส้นเหล่านี้จะต้องอยู่ในส่วนกึ่งกลางของชิ้นตัวอย่าง ในกรณีของแม่พิมพ์แบบที่ 1 จะต้องมากกว่า 2.5 มม. สำหรับแบบที่ 2 จะต้องมากกว่า 20 มม. และ 10 มม. สำหรับแบบที่ 3
- จ.4.3 การวัดความหนา จะวัดความหนาของยางใน 3 ตำแหน่ง คือบริเวณกึ่งกลางของตัวอย่าง และบริเวณเหนือส่วนที่ขีดเส้นเครื่องหมาย โดยจะใช้ค่า Median เป็นค่าความหนา

จ.5 การทดสอบการดึงยืด

ทำโดยการจับชิ้นทดสอบกับที่จับชิ้นทดสอบและตรวจสอบว่าชิ้นทดสอบอยู่ในตำแหน่งกึ่งกลางของที่จับชิ้นทดสอบเพื่อที่จะรักษาการกระจายแรงที่กระทำต่อชิ้นทดสอบ จากนั้นตั้งค่าอัตราเร็วในการแยกออกเป็น 500 มม./นาที แล้วจึงเดินเครื่องทดสอบให้แยกที่จับออกจากกันและบันทึกแรงที่ระยะยืดต่างๆ

จ.6 การคำนวณ

ความเค้นดึงยืดหรือโมดูลัส (Tensile stress or Modulus) สามารถคำนวณจากสูตรดังนี้

$$\text{Tensile stress} = F/A \quad (\text{จ-1})$$

1)

โดยที่

F = แรงดึงที่ใช้

A = พื้นที่หน้าตัดของชิ้นทดสอบก่อนทำการทดสอบ

แรงดึงยืดเมื่อขาด (Tensile strength) สามารถคำนวณโดยใช้สูตร (จ-1) โดย F เป็น ค่าแรงดึงเมื่อขาด

หน่วยของโมดูลัสแรงดึงยึดเมื่อขาด คือเมกะปาสคาล และปอนด์ต่อตารางนิ้ว (Megapascals or Pound-force per square inches)

(หมายเหตุ: 1 pascal = 1 newton/sq. m. 1 megapascal = 1 newton/sq. mm)

ระยะยืดจะคำนวณจาก

$$\text{Elongation, \%} = 100 \times (L - L_0) / L_0 \quad (\text{จ-2})$$

ซึ่ง

L = ระยะระหว่างเส้นที่ขีดไว้เมื่อยางถูกดึง

L_0 = ระยะระหว่างเส้นที่ขีดไว้ก่อนทำการดึง

ระยะยืดเมื่อขาด หรือระยะยืดสุดท้าย (Elongation at break or ultimate elongation) สามารถหาได้จากการใช้ค่า L เป็นระยะระหว่างเส้นที่ขีดไว้เมื่อขาด

จ.7 อุณหภูมิในการทดสอบ

ถ้าอุณหภูมิในการทดสอบไม่ได้ระบุไว้ อุณหภูมิมาตรฐานคือ 23 ± 2 °C อย่างไรก็ตามถ้าทำในอุณหภูมิห้อง ชั้นทดสอบจะต้องตั้งทิ้งไว้ในห้องที่ทำการทดสอบไม่น้อยกว่า 10 นาที ถ้าหากความชื้นมีผลต่อการทดสอบมาก ก็จะต้องควบคุมให้มีความชื้น $50 \pm 5\%$ และชั้นทดสอบจะต้องเก็บไว้ในห้องทดสอบนาน 24 ชั่วโมงก่อนทำการทดสอบ (Nitiuthai and Pongpai, 1991)

ภาคผนวก ฉ

การทดสอบการทนน้ำมันปิโตรเลียมและตัวทำละลายไม่มีขั้ว

การศึกษากาการทนน้ำมันปิโตรเลียมอ้างอิงจากมาตรฐาน ASTM D471 ซึ่งเป็นมาตรฐานสำหรับทดสอบสมบัติของยางที่ได้รับอิทธิพลจากของเหลว โดยใช้วิธีการวัดขนาดมิติที่เปลี่ยนไปเมื่อแช่ในน้ำมัน โดยทำดังนี้

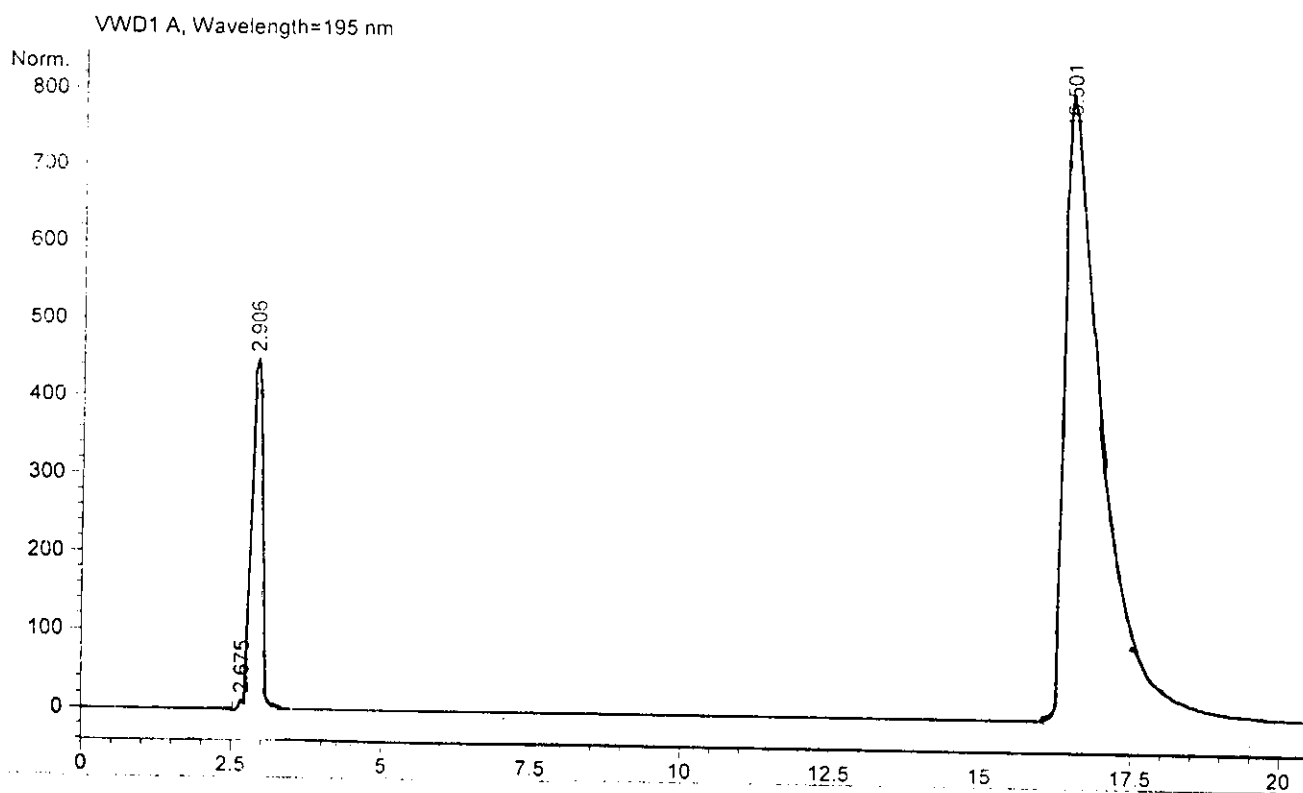
นำยางกราฟต์โคพอลิเมอร์ที่ได้จากการทดลองที่ 4.2 4.3 และ 4.5 จะถูกทำให้แห้งเป็นฟิล์มบาง ในตู้อบสูญญากาศ อุณหภูมิ 40°C และความดัน 2.5 mmHg เป็นเวลา 24 ชั่วโมง จากนั้นแผ่นฟิล์มพอลิเมอร์จะเก็บไว้ในตู้ดูดความชื้นเป็นเวลา 24 ชั่วโมง แล้วตัดเป็นชิ้นทดสอบขนาด 2x2 ซม. จำนวน 3 ชิ้น และวัดขนาดในมิติความกว้าง ความยาว โดยวัดจำนวน 3 ครั้ง ให้แทนด้วย L_0 และ W_0 ตามลำดับ และวัดความหนาโดยใช้ไมโครมิเตอร์แบบหน้าปัทม์ แทนด้วย T_0 จากนั้นจึงนำชิ้นทดสอบใส่ลงในจานแก้วที่มี ตัวทำละลายบรรจุอยู่ 20 มล. ทิ้งไว้เป็นเวลา 24 ชม. ในอุณหภูมิห้อง จากนั้นจึงนำชิ้นตัวอย่างมาวัดขนาดในมิติความกว้าง ความยาว และความหนาอีกครั้ง โดยแทนด้วย L , W และ T และคำนวณเปอร์เซ็นต์การบวมพองจาก สมการที่ ฉ-1

$$\% \text{ การบวมพอง} = \frac{L \times W \times T}{L_0 \times W_0 \times T_0} \times 100 \quad (\text{ฉ-1})$$

โดย L_0 , W_0 และ T_0 คือ ความยาว ความกว้าง และความหนาก่อนแช่ ตามลำดับ
 L , W และ T คือ ความยาว ความกว้าง และความหนาหลังแช่ ตามลำดับ

ภาคผนวก ข

HPLC chromatogram



ภาพ ข-1 HPLC Chromatogram