บทที่ 4

วิธีการดำเนินการทดลอง

ในงานวิจัยครั้งนี้ จะมุ่งศึกษาการเตรียมกราฟต์โคพอลิเมอร์ของอะคริโลไนไตรล์บนยางธรรมชาติ อิทธิพลของตัวแปรที่มีต่อปฏิกิริยาการกราฟต์ จลนพลศาสตร์ และกลไกของปฏิกิริยาการกราฟต์ สมบัติต่างๆ ของกราฟต์โคพอลิเมอร์

4.1 สารเคมีที่ใช้ในการทดลอง

1. น้ำยางข้นชนิดแอมโมเนียสูง (HA latex) ซึ่งมีเปอร์เซ็นต์เนื้อยางแห้งโดยประมาณ 60 เปอร์เซ็นต์ (Chana Concentrate Latex, Co., Ltd., Thailand.)
2. อะคริโลไนไตรล์มอนอเมอร์ (Acrylonitrile monomer) ความบริสุทธิ์ 99.0% ใช้พาราไฮโดรควินโนน (p-Hydroquinone) เป็นตัวรักษาความเสถียร (Fluka Co. Ltd.)
3. คิวมีนไฮโดรเปอร์ออกไซด์ (Cumene hydroperoxide) ความบริสุทธิ์ 80.0% (Sigma Co., Ltd.)
4. เตตระเอธิลีน เพนตามีน (Tetraethylene pentamine) ความบริสุทธิ์ 85.0% (Fluka Co., Ltd.)
5. โพแตสเซียม ไฮดรอกไซด์ (Potassium hydroxide) ความบริสุทธิ์ 85.0% (Merck Co., Ltd.)
6. โซเดียม ไฮดรอกไซด์ (Sodium hydroxide) ความบริสุทธิ์ 85.0% (Merck Co., Ltd.)
7. กรดลอริก (Lauric acid, Tawan Thai Chemical Co. Ltd.)
8. แคลเซียมไนเตรต (Calcium nitrate, Tawan Thai Chemical Co. Ltd.)
9. น้ำกลั่น (Chemical engineering department, Prince of Songkla university)
10. น้ำสำหรับเครื่อง HPLC (Labscan Asia Co. Ltd.)
11. ปิโตรเลียมอีเธอร์ (Petroleum ether) เกรดวิเคราะห์ (Analytical grade) ความบริสุทธิ์ 99.5% (Riedel-de Haen Co., Ltd.)
12. ไดเมธิล ฟอร์มาไมด์ (Dimethyl formamide) เกรดวิเคราะห์ (Analytical grade) ความบริสุทธิ์ 99.5% (Lab-Scan Asia Co. Ltd.)

4.2 เครื่องมือและอุปกรณ์ที่ใช้ในการทดลอง

1. ถังปฏิกรณ์พร้อมชุดควบคุม (model U.C.F. 500-5L, Thailand.)
2. อ่างน้ำควบคุมอุณหภูมิ EYELA water bath (Rikakika Co., Ltd., Japan)
3. เตาอบสุญญากาศ NAPCO (model 5831).
4. Dricycler produce (Boekel Co., Ltd.)
5. เครื่อง High performance liquid chromatography (HPLC) (รุ่น 1100, Agilent Co., Ltd., USA.) ประกอบด้วย
   - 5.1 คอลัมน์ Zorbax ODS C18 ยาว 280 มม. เส้นผ่าศูนย์กลาง 4.0 มม. และขนาดของรูพรุน 5 μm (Hewlett Packard Co., Ltd. USA.)
   - 5.2 ชุดคอมพิวเตอร์ควบคุมโดยใช้โปรแกรม Chemstation ในการวิเคราะห์และแปรผล
6. เครื่องวิเคราะห์ขนาดอนุภาค Master sizer 2000 และ Hydro 200 MU (Malvern instruments Ltd., United Kingdom.)
7. เครื่องวิเคราะห์สเปคโตรสโคปี FTIR (FTIR spectroscopy) (รุ่น Hyper IR, Shimadzu Ltd., Japan.)
8. เครื่องทดสอบการดึงยืด (Tensile machine)
9. ชุดสกัดด้วยตัวทำละลาย Soxhlet
10. เตาไฟฟ้า

4.3 วิธีการดำเนินการทดลอง

4.3.1 การกราฟต์โคพอลิเมอไรเซชันของอะคริโลไนไตรล์บนยางธรรมชาติโดยวิธีอีมัลชัน

การเตรียมมอนอเมอร์

ในการเตรียมมอนอเมอร์นั้น ตัวยับยั้งปฏิกิริยาที่อยู่ในอะคริโลไนไตรล์มอนอเมอร์นั้นจะถูกกำจัดออกไปโดยสกัดด้วย 10% w/w ของโซเดียมไฮดรอกไซด์ และการสกัดจะกระทำ 2 ครั้ง เพื่อให้แน่ใจว่าไม่มีตัวยับยั้งปฏิกิริยาหลงเหลืออยู่ในมอนอเมอร์ แล้วจึงใช้น้ำกลั่นสกัดเอาโซเดียมไฮดรอกไซด์ที่อยู่ในมอนอเมอร์ออก จนกระทั่งไม่มีโซเดียมไฮดรอกไซด์เหลืออยู่ในมอนอเมอร์ จากนั้นจึงเติมโซเดียมซัลเฟตที่ปราศจากน้ำลงไปในมอนอเมอร์เพื่อดูดน้ำที่อยู่

ในมอนอเมอร์ออก แล้วจึงนำมอนอเมอร์ไปกลั่นโดยเก็บผลิตภัณฑ์ที่ได้จากการ กลั่นที่ช่วงอุณหภูมิ 75-78^{0}C ซึ่งเป็นช่วงจุดเดือดของอะคริโลไนไตรล์มอนอเมอร์ มอนอเมอร์ที่กลั่นได้จะเก็บไว้ในตู้เย็นเพื่อป้องกันการเกิดการพอลิเมอไรเซชันด้วยตัวมันเอง (Self-polymerization)

การกราฟต์โคพอลิเมอไรเซชัน

การกราฟต์โคพอลิเมอไรเซั่นจะทำในถังปฏิกรณ์ชนิดกึ่งแบทช์ (Semi-batch reactor) ซึ่งชุดอุปกรณ์ได้แสดงไว้ในรูปที่ ก-1 (ภาคผนวก ก) ประกอบไปด้วย ถังปฏิกรณ์หลัก ถังมอนอเมอร์ ปั๊มสำหรับป้อนสารเคมี ใบกวนพร้อมมอเตอร์ที่สามารถควบคุมความเร็วรอบได้ ชุดเติมไนโตรเจน และระบบควบคุมอุณหภูมิ โดยการกราฟต์โคพอลิเมอไรเซชันทำได้ดังนี้

ขั้นแรก อะคริโลไนไตรล์มอนอเมอร์ (AN) ที่บริสุทธิ์ คิวมีนไฮโดรเปอร์ออกไซด์ (CHP)30% โพแตสเซียมลอเรต และน้ำกลั่น จะถูกบรรจุในถังมอนอเมอร์ และกวนเป็นเวลา 30 นาที จนกระทั่งเกิดเป็นอีมัลชัน จึงลดความเร็วรอบของการกวนลง ส่วนประกอบของสารละลายมอนอเมอร์ที่ใช้แสดงในตารางที่ 4.1

ตารางที่ 4.1 ส่วนประกอบของสารละลายมอนอเมอร์

สารเคมี	น้ำหนัก (กรัม)
อะคริโลไนไตรล์	45.00
คิวมีนไฮโดรเปอร์ออกไซด์	10.74
โปแตสเซียมลอเรต	36.00
น้ำกลั่น	300.00

ขั้นที่สอง น้ำยางธรรมชาติ เตตระเอธิลีนเพนตามีน (TEPA) น้ำกลั่น จะถูกใส่ลงในถังปฏิกรณ์ ซึ่งส่วนประกอบของของผสมจะเป็นดังตารางที่ 4.2

ตารางที่ 4.2 ส่วนประกอบของสารเคมีในถังปฏิกรณ์หลัก

สารเคมี	น้ำหนัก (กรัม)
น้ำยางข้น	1827
เตตระเอธิลีนเพนตามีน	13.35
น้ำกลั่น	495

ของผสมจะถูกกวนด้วยความเร็วรอบ 150 รอบต่อนาที (rpm) ตลอดปฏิกิริยา ด้านบนของถังปฏิกรณ์จะมีหลอดแก้วคอนเดนเซอร์ต่อกับถังปฏิกรณ์เพื่อควบแน่นไอของสารเคมีให้กลับลงไปในถังปฏิกรณ์ อุณหภูมิของปฏิกิริยาถูกควบคุมให้คงที่ที่ 50^{0}C ภายใต้สภาวะบรรยากาศไนโตรเจน

ขั้นที่สาม ปฏิกิริยาจะเริ่มต้นโดยการป้อนสารละลายมอนอเมอร์เข้าสู่ถังปฏิกรณ์หลัก ซึ่งเวลาในการป้อนมอนอเมอร์คือ 90 นาที หลังจากสารละลายมอนอเมอร์ถูกป้อนลงไปในถังปฏิกรณ์จนหมด เก็บตัวอย่างของน้ำยางกราฟต์โคพอลิเมอร์ทุกๆ 15 นาที เพื่อใช้ในการหาเปอร์เซ็นต์การเปลี่ยน เมื่อปฏิกิริยาดำเนินไปครบ 90 นาที หลังจากมอนอเมอร์ถูกป้อนเข้าสู่ถังปฏิกรณ์หลักทั้งหมด จึงหยุดปฏิกิริยา

การหาเปอร์เซ็นต์การเปลี่ยน (% Conversion) โดยวิธีการชั่ง (Gravitic technique)

ตัวอย่างน้ำยางกราฟต์โคพอลิเมอร์ ปริมาณ 5 mL จากบริเวณตอนกลางของของผสมของสารเคมีในถังปฏิกรณ์จะถูกสุ่มออกมา แล้วใส่ในจานแก้ว จากนั้น 10 mL ของสารละลายแคลเซียมไนเตรต 10% w/v จะถูกเติมลงไปในจานแก้วเพื่อจับตัวน้ำยางให้เป็นแผ่น เมื่อการ จับตัวสมบูรณ์แล้ว ส่วนที่เป็นน้ำจะถูกเก็บไว้ในขวดที่มีฝาปิด และแผ่นยางจะถูกล้างด้วยน้ำกลั่น ปริมาณ 20 mL และน้ำที่ใช้ล้างแผ่นยางจะเก็บไว้ในขวดที่มีฝาปิดเดิมอีกครั้งหนึ่ง โดยเรียกส่วนในขวดนี้ว่า เซรุ่ม ส่วนของเซรุ่ม จะถูกเก็บไว้ในตู้เย็นเพื่อใช้ในการทดลองที่ 4.3.1.4 ต่อไป

สำหรับส่วนแผ่นยางนั้นจะนำมารีดให้เป็นแผ่นบาง และล้างด้วยน้ำกลั่นอีกหลายๆ ครั้งเพื่อเอาส่วนที่ไม่ใช่ยางออกไปให้หมด จากนั้นแผ่นยางจะถูกอบในตู้อบสุญญากาศ ที่อุณหภูมิ 40^{0}C และความดัน 2.5 mmHg เป็นเวลานาน 24 ชั่วโมง และเก็บไว้ในตู้ดูดความชื้นเป็นเวลา 24 ชั่วโมง แล้วจึงชั่งน้ำหนัก ความละเอียด 4 ตำแหน่ง ซึ่งเปอร์เซ็นต์การเปลี่ยนที่หาจากวิธีการชั่ง นั้นสามารถคำนวนได้โดยใช้สมการดังนี้

$$\% \text{ Conversion} = \frac{\text{น้ำหนักกราฟต์โคพอลิเมอร์แห้ง}}{\text{น้ำหนักยางแห้ง + น้ำหนักของ AN}} \times 100 \qquad (4.1)$$

การหาค่าเปอร์เซ็นต์การเปลี่ยน (Conversion) โดยเครื่อง HPLC (HPLC technique)

ในการหาค่าเปอร์เซ็นต์การเปลี่ยนโดยใช้วิธีการชั่งนั้น พบว่าการวิเคราะห์ค่อนข้างกินเวลานาน ไม่สามารถที่จะทราบเปอร์เซ็นต์การเปลี่ยนได้ในขณะนั้น ทำให้ในการทดลองนี้ได้ทำการศึกษาการใช้เครื่อง HPLC (ภาคผนวก ค) มาวิเคราะห์หาค่าเปอร์เซ็นต์การเปลี่ยน เพื่อให้รวดเร็ว และสามารถนำข้อมูลความเข้มข้นไปใช้ในการคำนวนทางจลนพลศาสตร์ และหากลไกปฏิกิริยาได้ ซึ่งในการวิเคราะห์หาเปอร์เซ็นต์การเปลี่ยนจากเครื่อง HPLC มีวิธีการดังนี้

การสุ่มตัวอย่าง

ในการสุ่มตัวอย่างนั้น น้ำยางตัวอย่างจะถูกสุ่มนำออกมาเป็นปริมาณ 5 mL และจับตัวด้วย 10% w/v แคลเซียมไนเตรต ปริมาณ 10 mL เมื่อแผ่นยางจับตัวแล้ว จึงเทเอาส่วนน้ำที่ใสลงในขวดที่มีฝาปิด และล้างแผ่นยางด้วยน้ำกลั่น ปริมาณ 20 mL เทเอาส่วนน้ำเก็บในขวดที่มีฝาปิดเดิม น้ำที่อยู่ในขวดนี้ จะเรียกว่าเซรุ่ม (Serum) ซึ่งนำไปใช้ในการวิเคราะห์หาปริมาณของอะคริโลไนไตรล์ที่เหลืออยู่ในถังปฏิกรณ์ นำขวดพร้อมเซรุ่มดังกล่าวไปแช่ในน้ำเย็นทันทีเพื่อป้องกันการพอลิเมอไรเซชัน และเก็บไว้ในตู้เย็นเพื่อรอการวิเคราะห์หาปริมาณอะคริโลไนไตรล์ สำหรับแคลเซียมไนเตรตที่ใช้ในการจับตัวจะถูกใช้เป็น Internal standard ในการหาเปอร์เซ็นต์การเปลี่ยนโดยใช้ HPLC

ระบบ HPLC และสภาวะที่ใช้

ในการวิเคราะห์หาเปอร์เซ็นต์การเปลี่ยน โดยใช้เครื่อง HPLC นั้นจะใช้ระบบที่เรียกว่า Reverse phase system ซึ่งระบบจะประกอบไปด้วยคอลัมน์ที่มีเฟสอยู่กับที่ (Stationary phase) เป็นแบบไม่มีขั้ว และสารละลายที่ใช้จะเป็นแบบมีขั้ว ได้แก่ น้ำสำหรับเครื่อง HPLC สภาวะของเครื่อง HLPC ที่ใช้คือ

-เครื่อง HPLC model 1100 series, Agilent Co., Ltd.
- คอลัมน์ ชนิด Zorbax ODS C18 ความยาว 280 มม. เส้นผ่าศูนย์กลางคอลัมน์ 4 ขนาดของรูพรุน 5 μm
- ตัวพา คือ Water for HPLC.
-อุณหภูมิทดสอบ คือ อุณหภูมิห้อง

- ความดัน 63 บาร์
- ใช้การ Calibration แบบ Internal standard calibration.

การเตรียมกราฟของสารมาตรฐาน

กราฟต์ของสารมาตรฐาน เตรียมจากการใช้อะคริโลไนไตรล์ที่บริสุทธิ์ และมีแคลเซียมไนเตรตเป็น Internal standard

การเตรียมสารละลายมาตรฐาน

สารละลายมาตรฐานจะถูกเตรียมจากอะคริโลไนไตรล์ที่บริสุทธิ์ โดยเติมน้ำที่ใช้สำหรับ HPLC ปริมาณ 9.8 mL ลงในขวดวัดปริมาตรขนาด 10 mL ชั่งน้ำหนักพร้อมจุกปิดและใช้ ทศนิยม 4 ตำแหน่ง หยดสารมาตรฐานลงในขวดดังกล่าว โดยให้ลงไปตรงๆ ไม่กระทบกับขวด ปิดจุกและชั่งอีกครั้ง จากนั้นทำให้สารละลายมีปริมาตรเป็น 20 mL ซึ่งสารละลายมาตรฐาน (Stock standard solution) จะต้องเตรียมใหม่ทุกๆ 6 เดือน

การเตรียม Calibration curve

Calibration standard จะเตรียมจากสารละลายมาตรฐานที่เตรียมไว้ โดยให้มีค่าความเข้มข้นอย่างน้อย 5 ค่า ซึ่งได้จากการเจือจางสารละลายมาตรฐานด้วยน้ำสำหรับเครื่อง HPLC และเติมสารละลาย 10% w/v แคลเซียมไนเตรต ปริมาณ 0.3 mL เป็น Internal standard ซึ่งCalibration standard จะเตรียมในขวดวัดปริมาตรขนาด 100 mL เมื่อเตรียม Calibration standard เสร็จแล้ว ก็นำไปวิเคราะห์โครมาโตแกรมด้วยเครื่อง HPLC และสร้าง Calibration curve เพื่อใช้ในการหาความเข้มข้นของอะคริโลไนไตรล์ที่เหลือและเปอร์เซ็นต์การเปลี่ยน

การเตรียมตัวอย่างและวิธีการวิเคราะห์

ตัวอย่างจะถูกกรองด้วยตัวกรองเมมเบรนที่มีขนาดรูเท่ากับ 5 μm จากนั้นสารตัวอย่างปริมาณ 1 mL จะถูกดูดด้วยปิเปต ถ่ายลงในขวดรูปชมพู่ขนาด 100 mL และเติมน้ำกลั่นให้ได้ปริมาณครบ 100 mL สำหรับในสารตัวอย่างจะมีปริมาณของ 10% w/v ของแคลเซียม ไนเตรต อยู่เท่ากับ 0.3 mL จากในขั้นตอนการจับตัว ซึ่งจะใช้เป็น Internal standard ตัวอย่างจะถูกฉีดเข้าไปในเครื่อง HPLC เพื่อวิเคราะห์หาความเข้มข้นของอะคริโลไนไตรล์ โดยเปอร์เซ็นต์การเปลี่ยนของปฏิกิริยาการพอลิเมอไรเซชันจะวิเคราะห์จากสมการข้างล่างนี้

$$[AN]_{sample} = \frac{[AN]_{HPLC}(mg/L) \times \text{ปริมาตรของเซรุ่ม (ml)}}{\text{น้ำหนักของตัวอย่างพอลิเมอร์ (g)} \times 1000} \quad (4.2)$$

โดย $[AN]_{sample}$ คือ ความเข้มข้นของอะคริโลไนไตรล์ (mg/g Sample) ในตัวอย่าง
$[AN]_{HPLC}$ คือ ความเข้มข้นของอะคริโลไนไตรล์ (mg/L) ที่ได้จากเครื่อง HPLC

$$\text{AN ที่เหลือในถังปฏิกรณ์, } W \text{ (mg)} = [AN]_{sample}(mg/g\ Sample) \times W_r \quad (4.3)$$

โดยที่ W_r คือ น้ำหนักของสารเคมีในถังปฏิกรณ์ (g)

$$\%Conversion = \frac{[W_o - W]}{W_o} \times 100 \quad (4.4)$$

โดย W_o= น้ำหนักของอะคริโลไนไตรล์ มอนอเมอร์ (AN) สะสม

ซึ่งเปอร์เซ็นต์การเปลี่ยนที่ได้จากเครื่อง HPLC จะนำมาเปรียบเทียบกับเปอร์เซ็นต์ที่ได้จากวิธีการชั่งน้ำหนัก

การวิเคราะห์หาสมบัติการกราฟต์

การหาสมบัติการกราฟต์โดยใช้วิธีการสกัด (Soxhlet extraction)

สมบัติการกราฟต์หาได้โดยการสกัดกราฟต์โคพอลิเมอร์ที่ได้ด้วยตัวทำละลายโดยใช้ Soxhlet (Soxhlet extraction) ซึ่งตัวทำละลายที่ใช้คือ ไดเมธิล ฟอร์มาไมด์ (N,N' dimethyl formamide) และปิโตรเลียม อีเธอร์ (Petroleum ether) การสกัดเริ่มโดยนำตัวอย่างของกราฟต์โคพอลิเมอร์มาชั่งน้ำหนัก (A) แล้วบรรจุในชุดสกัด สกัดด้วยปิโตรเลียมอีเธอร์ เป็นเวลา 24 ชั่วโมง เพื่อเอายางธรรมชาติที่ไม่ได้กราฟต์ออกไป จากนั้นนำไปอบให้แห้งด้วยตู้อบสุญญากาศ ที่ 40^{0}C ความดัน 2.5 mmHg แล้วเก็บในตู้ดูดความชื้นอีกเป็นเวลา 24 ชั่วโมง นำไปชั่งและบันทึกน้ำหนัก (B) นำตัวอย่างที่สกัดด้วยปิโตรเลียมอีเธอร์แล้ว ไปใส่ในชุดการสกัดอีกครั้ง ด้วยไดเมธิล ฟอร์มาไมด์ อีกเป็นเวลา 24 ชั่วโมง เพื่อสกัดเอาพอลิอะคริโลไนไตรล์ที่ไม่ได้กราฟต์ออก เมื่อครบ 24 ชั่วโมง จึงนำไปอบให้แห้งด้วยตู้อบสุญญากาศ ที่ 40^{0}C ความดัน 2.5 mmHg จากนั้นจึงเก็บในตู้ดูดความชื้นอีกเป็นเวลา 24 ชั่วโมง นำไปชั่งและบันทึกน้ำหนัก (C) โดย

ประสิทธิภาพการกราฟต์ (%Grafting Efficiency) และเปอร์เซ็นต์การกราฟต์ (%Grafting) สามารถคำนวณได้จากสมการที่ 4.5

$$\%\text{ประสิทธิภาพในการกราฟต์ (\%G.E.)} = \frac{\text{นน. กราฟต์โคพอลิเมอร์หลังการสกัด (C)}}{\text{นน.กราฟต์โคพอลิเมอร์ก่อนการสกัด (A)}} \times 100 \quad (4.5)$$

$$\%\text{กราฟต์ (\%G)} = \frac{\text{น้ำหนัก AN ทั้งหมด– น้ำหนักของ PAN ที่ถูกสกัดออก}}{\text{น้ำหนักแห้งของยางธรรมชาติ}} \times 100 \quad (4.6)$$

โดย น้ำหนักของ PAN ที่ถูกสกัดออก = C - B

การวิเคราะห์การกราฟต์ด้วยวิธีทางสเปคโตรสโคปี โดยเครื่อง Fourier transform infrared spectroscopy (FTIR)

เครื่อง FTIR สเปคโตรสโคปี (ภาคผนวก ข) ถูกใช้ในการวิเคราะห์หมู่ฟังก์ชันของพอลิเมอร์ โดยวิธีการวิเคราะห์ ดังนี้

นำกราฟต์โคพอลิเมอร์ที่ได้จากการสกัดด้วยตัวทำละลาย มาทำเป็นแผ่นพอลิเมอร์บาง โดยการอัดเบ้าที่อุณหภูมิ 120^{o}C เป็นเวลา 10 นาที แล้วตัดแผ่นดังกล่าวให้เป็นแผ่นตัวอย่างขนาดกว้าง 10 มม. ยาว 50 มม. จำนวน 2 ชิ้น นำแผ่นตัวอย่าง ดังกล่าวไปประกบกับ KRS-5 crystal แล้วใส่ในชุด variable angle ATR จากนั้นจึงใส่ชุด ดังกล่าวลงใน FTIR spectroscopy เพื่อทำการวิเคราะห์สเปกตรัมของกราฟต์โคพอลิเมอร์

4.3.2 การศึกษาอิทธิพลของความเข้มข้นของมอนอเมอร์

ความเข้มข้นของมอนอเมอร์ หรืออัตราส่วนโมลของยางธรรมชาติต่ออะคริโลไนไตรล์เป็นตัวแปรที่สำคัญ และมีผลต่อปฏิกิริยาการกราฟต์ สมบัติการกราฟต์และสมบัติของกราฟต์ โคพอลิเมอร์ เช่น เปอร์เซ็นต์การเปลี่ยน ประสิทธิภาพการกราฟต์ สมบัติทางฟิสิกส์ของ พอลิเมอร์ การทนต่อน้ำมันปิโตรเลียม ขนาดโมเลกุลและการกระจายของน้ำหนักโมเลกุล นอกจากนี้ยังช่วยให้มีความเข้าใจในกลไกปฏิกิริยาและจลนพลศาสตร์มากขึ้น

สูตรของสารเคมี และสภาวะในการพอลิเมอไรเซชันที่ใช้ในการศึกษาผลของความเข้มข้นของโมโมเมอร์ หรืออัตราส่วนโมลของยางธรรมชาติต่ออะคริโลไนไตรล์ แสดงในตารางที่ 4.3 และ 4.4 ตามลำดับ

ตารางที่ 4.3 สูตรของสารเคมีในถังปฏิกรณ์และถังมอนอเมอร์

สารเคมี	อัตราส่วนโมล			
	85:15	**90:10**	**92:8**	**95:5**
ถังปฏิกรณ์				
น้ำยางธรรมชาติ	1836.00g	1836.00g	1836.00g	1836.00g
TEPT	12.03g	12.03g	12.03g	12.03g
น้ำกลั่น	1108.30g	1051.10g	1030.00g	1000.00g
ถังมอนอเมอร์				
AN	154.32g	97.17g	76.04g	46.03g
CHPO	10.27g	10.27g	10.27g	10.27g
K.laurate	36.00g	36.00g	36.00g	36.00g
น้ำกลั่น	170.83g	227.98g	249.12g	279.12g

ตารางที่ 4.4 สภาวะที่ใช้ในการพอลิเมอไรเซชัน

สภาวะ	ค่า
ความเร็วมอเตอร์	150 rpm
เวลาในการป้อน	90 นาที
เวลาทำปฏิกิริยา	3 ชม.

อุณหภูมิของปฏิกิริยาเท่ากับ 50^{0}C ซึ่งตัวอย่างของกราฟต์โคพอลิเมอร์จะถูกสุ่มทุกๆ 15 นาทีตั้งแต่เริ่มปฏิกิริยาการพอลิเมอไรเซชัน และเปอร์เซ็นต์การเปลี่ยน สมบัติการกราฟต์ต่างๆ จะถูกวิเคราะห์และวิจารณ์ผล

4.3.3 การศึกษาอิทธิพลของอุณหภูมิของปฏิกิริยา

อิทธิพลของอุณหภูมิของปฏิกิริยาที่มีต่อเปอร์เซ็นต์การเปลี่ยน สมบัติการกราฟต์ต่างๆ จะถูกศึกษา โดยให้อัตราส่วนโมลของ NR/AN คงที่ ที่อัตราส่วนโมลเท่ากับ 90/10 ในขณะที่อุณหภูมิแปรจาก 30 จนถึง 55 ^{0}C สูตรทางเคมีและสภาวะในการทดลองแสดงในตารางที่ 4.5 และ 4.6 ตามลำดับ

ตารางที่ 4.5 สูตรเคมีของการศึกษาอิทธิพลของอุณหภูมิ

ถังปฏิกรณ์			ถังมอนอเมอร์		
สารเคมี	**ความหนาแน่น (g/ml)**	**น้ำหนัก (g)**	**สารเคมี**	**ความหนาแน่น (g/ml)**	**น้ำหนัก (g)**
NR latex	0.91	1836	AN	0.8	96.2
TEPT	0.92	12.03	CPO	1.05	10.24
Water	1	500	K. laurate	1	36
			Water	1	279.12

ตารางที่ 4.6 สภาวะของการกราฟต์โคพอลิเมอไรเซชัน

สภาวะ	ค่า
ความเร็วมอเตอร์	150 rpm
เวลาในการป้อน	90 นาที
เวลาทำปฏิกิริยา	3 ชม.

ตัวอย่างของกราฟต์โคพอลิเมอร์จะถูกสุ่มทุกๆ 15 นาที ตั้งแต่เริ่มปฏิกิริยาการพอลิเมอไรเซชัน และเปอร์เซ็นต์การเปลี่ยน สมบัติการกราฟต์ต่างๆ จะถูกวิเคราะห์และวิจารณ์ผล

4.3.4 การศึกษาอิทธิพลของความเข้มข้นของตัวเริ่มต้น

ผลของความเข้มข้นของตัวเริ่มต้นที่มีผลต่อเปอร์เซ็นต์การเปลี่ยน สมบัติการกราฟต์ต่างๆ ถูกศึกษา โดยการใช้อัตราส่วนโมลของ NR/AN คงที่ ที่ 90/10 และอุณหภูมิคงที่ที่ 50^{0}Cโดยที่ความเข้มข้นของคิวมีนไฮโดรเปอร์ออกไซด์ และเตตระเอธิลีนเพนตามีน จะแปรจาก 0.009 ถึง 0.031 โมล/ลิตร ซึ่งสูตรของสารเคมีที่ใช้และสภาวะของปฏิกิริยาแสดงไว้ในตารางที่ 4.7 และ 4.8 ตามลำดับ

ตารางที่ 4.7 สูตรของสารเคมีที่ใช้ในถังปฏิกรณ์และถังมอนอเมอร์

สารเคมี	ความเข้มข้นของตัวเริ่มต้น			
	0.009 mol/L	0.016 mol/L	0.022 mol/L	0.031 mol/L
ถังปฏิกรณ์				
NR latex	1836.00g	1836.00g	1836.00g	1836.00g
TEPT	6.68g	11.14g	15.59g	22.27
WATER	700.00g	700.00g	700.00g	700.00
ถังมอนอเมอร์				
AN	96.20g	96.20g	96.20g	96.20g
CHPO	5.71g	9.52g	13.32g	19.03g
K.laurate	36.00g	36.00g	36.00g	36.00g
WATER	280.00g	280.00g	280.00g	280.00g

ตารางที่ 4.8 สภาวะของการพอลิเมอไรเซชัน.

สภาวะ	ค่า
ความเร็วมอเตอร์	150 rpm
เวลาในการป้อน	90 นาที
เวลาทำปฏิกิริยา	3 ชม.

ซึ่งตัวอย่างของกราฟต์โคพอลิเมอร์จะถูกสุ่มทุกๆ 15 นาทีตั้งแต่เริ่มปฏิกิริยาการพอลิเมอไรเซชัน เปอร์เซ็นต์การเปลี่ยน สมบัติการกราฟต์ต่างๆ จะถูกวิเคราะห์และวิจารณ์ผล

4.3.5 การศึกษาขนาดของอนุภาคและการกระจายของอนุภาคของน้ำยางกราฟต์โคพอลิเมอร์

กราฟต์โคพอลิเมอร์ที่ได้จากการทดลองที่ 4.2 4.3 และ 4.4 จะใช้ในการวิเคราะห์หาขนาดของอนุภาคเฉลี่ยและการกระจายของขนาดอนุภาค โดยใช้เครื่องวิเคราะห์ขนาดอนุภาค Mastersizer 2000 ดังแสดงใน ภาคผนวก ง

4.3.6 การศึกษาการทนน้ำมันปิโตรเลียมและตัวทำละลายไม่มีขั้วของกราฟต์โคพอลิเมอร์

การศึกษาการทนน้ำมันปิโตรเลียมและตัวทำละลายไม่มีขั้วอ้างอิงจากมาตรฐาน ASTM D479 ซึ่งเป็นมาตรฐานสำหรับทดสอบสมบัติของยางที่ได้รับอิทธิพลจากของเหลว โดยใช้วิธีการวัดขนาดมิติที่เปลี่ยนไปเมื่อแช่ในน้ำมัน โดยทำดังนี้

น้ำมันดีเซล และโทลูอีน ได้ถูกเลือกใช้ในการศึกษาการทนน้ำมันปิโตรเลียมและตัวทำละลายที่ไม่มีขั้ว

น้ำยางกราฟต์โคพอลิเมอร์ที่ได้จากการทดลองที่ 4.2 4.3 และ 4.5 จะถูกทำให้แห้งเป็นฟิล์มบาง ในตู้อบสุญญากาศ อุณหภูมิ 40^{0}C และความดัน 2.5 mmHg เป็นเวลา 24 ชั่วโมง จากนั้นแผ่นฟิล์มพอลิเมอร์จะเก็บไว้ในตู้ดูดความชื้นเป็นเวลา 24 ชั่วโมง แล้วตัดเป็นชิ้นทดสอบขนาด 2x2 ซม. จำนวน 3 ชิ้น และวัดขนาดในมิติความกว้าง ความยาว โดยวัดจำนวน 3 ครั้ง ให้แทนด้วย L_o และ W_o ตามลำดับ และวัดความหนาโดยใช้ไมโครมิเตอร์แบบหน้าปัทม์ แทนด้วย T_o จากนั้นจึงนำชิ้นทดสอบใส่ลงในจานแก้วที่มี ตัวทำละลายบรรจุอยู่ 20 mL ทิ้งไว้เป็นเวลา 24 ชม. ในอุณหภูมิห้อง จากนั้นจึงนำชิ้นตัวอย่างมาวัดขนาดในมิติความกว้าง ความยาว และความหนาอีกครั้ง โดยแทนด้วย L, W และ T และคำนวณเปอร์เซ็นต์การบวมพองจากสมการที่ 4.7

$$\% \text{ การบวมพอง} = \frac{L \times W \times T}{L_o \times W_o \times T_o} \times 100 \qquad (4.7)$$

โดย L_o, W_o และ T_o คือ ความยาว ความกว้าง และความหนาก่อนแช่ ตามลำดับ
L, W และ T คือ ความยาว ความกว้าง และความหนาหลังแช่ ตามลำดับ

4.3.7 การศึกษาสมบัติด้านการดึงยืดของกราฟต์โคพอลิเมอร์

แผ่นพอลิเมอร์ ขนาด 3x200x200 มม. ถูกเตรียมจากการทำให้น้ำยางกราฟต์โคพอลิเมอร์แห้งจากการทดลองที่ 4.2 4.3 และ 4.4 ในตู้อบสุญญากาศ อุณหภูมิและความดันเท่ากับ 40^{0}C และ 2.5 mmHg ตามลำดับ เป็นเวลา 24 ชั่วโมง จากนั้นจึงนำไปเก็บในตู้ดูดความชื้นเป็นเวลา 24 ชั่วโมง และแผ่นพอลิเมอร์จะถูกตัดและทดสอบตามมาตรฐาน ASTM D412 (ดูภาคผนวก จ)

4.3.8 การศึกษาจลนพลศาสตร์และกลไกปฏิกิริยาของการกราฟต์โคพอลิเมอไรเซชัน

จลนพลศาสตร์ และกลไกปฏิกิริยาของการกราฟต์โคพอลิเมอไรเซชัน จะถูกพัฒนาขึ้น โดยใช้ข้อมูลจากผลการทดลองที่ 4.2 4.3 และ 4.5 โดยอัตราเร็วในการพอลิเมอไรเซชันถูกอธิบายโดยใช้สมการออกแบบของถังปฏิกรณ์แบบกึ่งแบทช์