

บทที่ 3

วัสดุ อุปกรณ์และวิธีการ

3.1 สารเคมี

1. น้ำยางข้นชนิดแอม โมเนียสูง (HA Latex) มีเนื้อยางแห้งโดยประมาณ ร้อยละ 60 ผลิตโดย บริษัท จนะน้ำยาง จำกัด อ.จนะ จ.สงขลา ใช้เป็นสารตั้งต้น
2. อะคริโลไนไตรล์มอนอเมอร์ (Acrylonitrile, C_3H_3N) ซึ่งมีพาราไฮโดรควิโนน (p-Hydroquinone) เป็นตัวรักษาความเสถียร ความบริสุทธิ์ร้อยละ 99.0 ผลิตโดย MERCK Co., Ltd. ใช้เป็นสารตั้งต้น
3. คิวมินไฮโดรเปอร์ออกไซด์ (Cumene hydroperoxide, $C_9H_{12}O_2$) ความบริสุทธิ์ร้อยละ 88.0 ผลิตโดย Sigma Co., Ltd. ใช้เป็นตัวริเริ่มปฏิกิริยา
4. เตตระเอทิลเพนตามีน (Tetraethylenepentamine, $C_8H_{22}N_5$) ความบริสุทธิ์ร้อยละ 85.0 ผลิตโดย Fluka Co., Ltd. ใช้เป็นตัวริเริ่มปฏิกิริยา
5. โพแทสเซียมไฮดรอกไซด์ (Potassium hydroxide, KOH) ความบริสุทธิ์ร้อยละ 85.0 ผลิตโดย AnalaR Co., Ltd. ใช้เป็นสารตั้งต้นในการเตรียมสารลดแรงตึงผิว
6. กรดลอริก (Lauric acid) ความบริสุทธิ์ร้อยละ 96 ผลิตโดย Fluka Co., Ltd. ใช้เป็นสารตั้งต้นในการเตรียมสารลดแรงตึงผิว
7. แคลเซียมไนเตรด (Calcium nitrate, $CaNO_3$) ความบริสุทธิ์ร้อยละ 98.0 ผลิตโดย Riedel-de Haen Co., Ltd. ใช้เป็นสารจับตัวผลิตภัณฑ์
8. โซเดียมไฮดรอกไซด์ (Sodium hydroxide, NaOH) ความบริสุทธิ์ร้อยละ 99.0 ผลิตโดย MERCK Co., Ltd. ใช้สกัดด้วยขี้ผึ้งปฏิกิริยาออกจากอะคริโลไนไตรล์มอนอเมอร์
9. ปิโตรเลียม อีเทอร์ (Petroleum ether) ความบริสุทธิ์ร้อยละ 99.5 ผลิตโดย Lab-Scan Asia Co., Ltd. ใช้เป็นตัวทำละลายสำหรับการสกัดโดยใช้ soxhlet
10. ไดเมทิลฟอร์มมาไมด์ (Dimethylformamide, C_3H_7NO) ความบริสุทธิ์ร้อยละ 99.5 ผลิตโดย Lab-Scan Asia Co., Ltd. ใช้เป็นตัวทำละลายสำหรับเครื่องสกัดแบบ soxhlet

3.2 เครื่องมือ และอุปกรณ์

1. เตาอบแบบสูญญากาศ NAPCO รุ่น 5813

2. เครื่องวิเคราะห์ขนาดอนุภาค Mastersizer 2000 และ Hydro 200 MU ผลิตโดย

Malvern instruments Co., Ltd.

3. ชุดสกัดโดยใช้ตัวทำละลาย แบบ Soxhlet

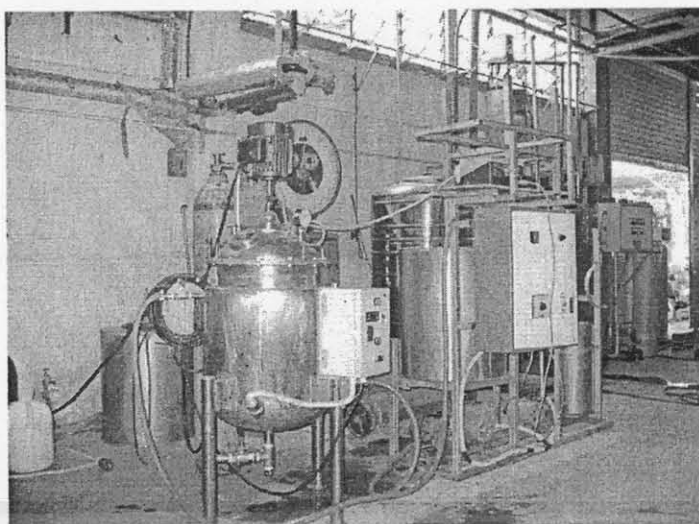
4. เครื่องวิเคราะห์สเปกโทรสโกปี Fourier Transform Infrared Spectroscopy

(FT-IR)

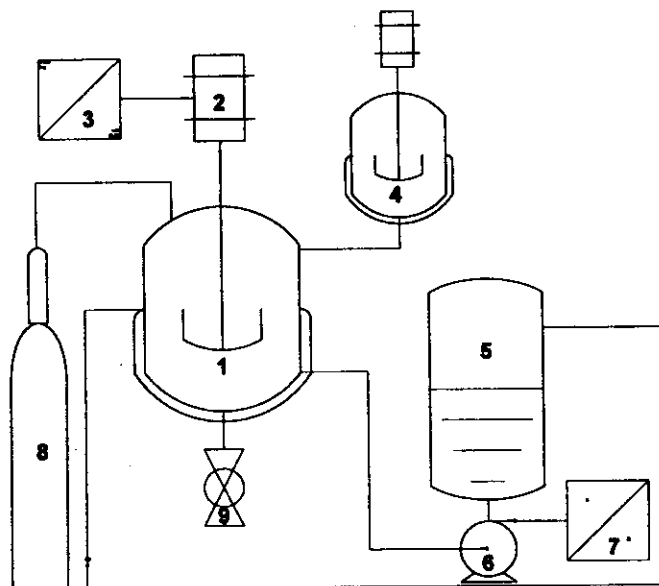
5. เครื่องควบคุมความชื้น Dricycler produce (Boekel Co., Ltd)

6. เครื่องทดสอบการดึงยึด (universal testing machine)

7. ถังปฏิกรณ์แบบกึ่งแบทช์ขนาดตันแบบ ระบบถังปฏิกรณ์แบบกึ่งแบทช์ ขนาดตันแบบ ปริมาตร 50 ลิตร สำหรับศึกษาปฏิกิริยาของการผลิตกราฟต์โคพอลิเมอร์ของยางธรรมชาติกับพอลิอะคริโลไนไตรล์เพื่อใช้ในงานทนน้ำมันนี้ประกอบด้วย ถังปฏิกรณ์หลักขนาด 50 ลิตร และถังมอโนเมอร์ขนาด 5 ลิตร ซึ่งภายในตัวถังปฏิกรณ์หลักติดตั้งแจ็กเก็ตสำหรับให้ความร้อน เทอร์โมคอบเบิล พร้อมระบบควบคุมอุณหภูมิอัตโนมัติที่สามารถควบคุมอุณหภูมิของน้ำร้อนที่จะป้อนเข้าสู่แจ็กเก็ตของถังปฏิกรณ์ได้ และมีใบกวนความเร็วรอบสูงพร้อมระบบควบคุม เพื่อรักษาสถานะของสารในถังปฏิกรณ์ที่ทำปฏิกิริยาให้เป็นอิมัลชันอยู่ตลอดเวลา และในส่วนของถังมอโนเมอร์นั้นออกแบบเป็นถังกวนโดยใช้ใบกวนความเร็วรอบต่ำ เพื่อให้มอโนเมอร์เกิดการผสมกันดีตลอดเวลา ซึ่งถังปฏิกรณ์แบบกึ่งแบทช์ขนาดตันแบบ พร้อมอุปกรณ์ต่าง ๆ ที่ใช้ในการทำปฏิกิริยากราฟต์โคพอลิเมอร์เซชันแบบอิมัลชัน ได้ดังภาพประกอบที่ 10 และแผนผังของระบบถังปฏิกรณ์แบบกึ่งแบทช์ที่ใช้ในการทดลอง ได้ดังภาพประกอบที่ 11



ภาพประกอบที่ 10 ชุดอุปกรณ์สำหรับกระบวนการพอลิเมอร์เซชันแบบอิมัลชัน



- | | |
|-----------------------------------|------------------------------|
| 1. ถังปฏิกรณ์หลักปริมาตร 50 ลิตร | 2. มอเตอร์ปรับความเร็วรอบได้ |
| 3. ตัวควบคุมความเร็วรอบของมอเตอร์ | 4. ถังมวนอเนก |
| 5. ถังน้ำร้อน | 6. ปั๊ม |
| 7. ตัวควบคุมปั๊ม | 8. ถังไนโตรเจน |
| 9. วาล์วสำหรับปล่อยผลิตภัณฑ์ | |

ภาพประกอบที่ 11 แผนผังอุปกรณ์สำหรับกระบวนการพอลิเมอไรเซชันแบบอิมัลชัน

3.3 วิธีการดำเนินการทดลอง

3.3.1 ออกแบบสถานะที่ใช้ในการทดลอง

ในงานวิจัยนี้สถานะที่ใช้ในการทดลองทั้งหมดจะทำการออกแบบโดยใช้ Response Surface Method (RSM) และออกแบบการทดลองเพิ่มเติมจากการทดลองใน RSM เพื่อศึกษาผลของตัวแปรต่าง ๆ โดยกำหนดให้ตัวแปรที่เหลือคงที่ ซึ่งในการทดลองนี้กำหนดให้ตัวแปรอิสระ และตัวแปรตาม ดังนี้

ตัวแปรอิสระ

- ความเร็วรอบในการกวนผสม (V_{mix} , rpm)
- ความเข้มข้นของมอนอเมอร์ ([M], %mol)
- ความเข้มข้นของตัวริเริ่มปฏิกิริยา ([I], mmol/L)

ตัวแปรตาม

- ร้อยละการเปลี่ยน (conversion, %)
- ประสิทธิภาพในการกราฟต์ (grafting efficiency, %)
- ร้อยละการกราฟต์ (grafting percentage, %)
- ร้อยละการบวมพองในน้ำมันและตัวทำละลายไม่มีขั้ว (swelling, %)
- 300 % โมดูลัส (300 % Modulus, N/mm²)

3.3.2 การออกแบบสถานะที่ใช้ในการทดลองโดย RSM

RSM เป็นเครื่องมือสำหรับการออกแบบการทดลองและหาสถานะที่เหมาะสมของกระบวนการ โดยใช้หลักการทางสถิติในการออกแบบการทดลองอย่างเหมาะสมสำหรับการทดลองที่มีหลายตัวแปร RSM จะช่วยในการหาแบบจำลองทางคณิตศาสตร์สถานะที่เหมาะสมในการดำเนินการ โดยไม่จำเป็นต้องทำการทดลองในทุกความสัมพันธ์ของตัวแปรทั้งหมดที่เป็นไปได้ โดยในงานวิจัยนี้ศึกษาผลของสถานะดำเนินการ ได้แก่ ความเร็วรอบในการกวนผสม (mixing speed) ความเข้มข้นของมอนอเมอร์ (monomer concentration) และความเข้มข้นของตัวริเริ่มปฏิกิริยา (initiator concentration) ที่มีต่อตัวแปรตาม จากการออกแบบการทดลองโดยใช้ RSM แบบ CCD (central composite design) ได้ชุดการทดลองทั้งหมด 17 ชุดการทดลอง โดยมีการทดลองที่สถานะซ้ำทั้งหมด 3 การทดลอง แสดงดังตารางที่ 5

ตารางที่ 5 ชุดการทดลองจากการออกแบบด้วย RSM เพื่อศึกษาผลของ mixing speed, monomer concentration และ initiator concentration ที่มีต่อตัวแปรตามต่าง ๆ

การทดลองที่	V_{mix} (rpm)	[M] (%mol)	[I] (mmol/L)
1	340	13	5
2	340	13	40
3	340	20	23
4	280	13	23
5	304	8	12
6	340	13	23
7	304	17	12
8	376	17	12
9	340	13	23
10	376	8	33
11	304	17	33
12	376	17	33
13	340	5	23
14	376	8	12
15	400	13	23
16	304	8	33
17	340	13	23

3.3.3 การศึกษาผลของความเร็วยรอบในการกวนผสม (V_{mix} , rpm)

ทำการทดลองแปรค่าความเร็วยรอบในการกวนผสม โดยกำหนดให้ความเข้มข้นของมอนอเมอร์ และความเข้มข้นของตัวริเริ่มปฏิกิริยาคงที่ สภาวะการทดลองที่ใช้ศึกษาผลของความเร็วยรอบในการกวนผสมซึ่งแสดงได้ดังตารางที่ 6 และมีการทดลองเพิ่มเติมจากการออกแบบการทดลองโดยใช้ RSM จำนวน 1 การทดลอง คือการทดลองที่ 18

ตารางที่ 6 สภาวะของการทดลองเพื่อศึกษาผลของความเร็วยรอบในการกวนผสม

การทดลองที่	V_{mix} (rpm)	[M] (%mol)	[I] (mmol/L)
4	280	13	23
av _{6,9,17} *	340	13	23
18	376	13	23
15	400	13	23

หมายเหตุ * หมายถึง การทดลองที่ใช้สภาวะในการทดลองเดียวกัน และใช้ค่าเฉลี่ยของผลการทดลองในการสร้างความสัมพันธ์ของตัวแปรต่าง ๆ

3.3.4 การศึกษาผลของความเข้มข้นของมอนอเมอร์ ([M], %mol)

ทำการทดลองแปรค่าความเข้มข้นของมอนอเมอร์ โดยกำหนดให้ความเร็วยรอบในการกวนผสม และความเข้มข้นของตัวริเริ่มปฏิกิริยาคงที่ สภาวะการทดลองที่ใช้ศึกษาผลของความเข้มข้นของมอนอเมอร์ แสดงได้ดังตารางที่ 7 โดยมี การทดลองเพิ่มเติมจากการออกแบบการทดลองโดยใช้ RSM จำนวน 1 การทดลอง คือการทดลองที่ 19

ตารางที่ 7 สภาวะของการทดลองเพื่อศึกษาผลของความเข้มข้นของมอนอเมอร์

การทดลองที่	V_{mix} (rpm)	[M] (%mol)	[I] (mmol/L)
13	340	5	23
av _{6,9,17} *	340	13	23
19	340	17	23
3	340	20	23

หมายเหตุ * หมายถึง การทดลองที่ใช้สภาวะในการทดลองเดียวกัน และใช้ค่าเฉลี่ยของผลการทดลองในการสร้างความสัมพันธ์ของตัวแปรต่าง ๆ

3.3.5 การศึกษาผลของความเข้มข้นของตัวริเริ่มปฏิกิริยา ([I], mmol/L)

ทำการทดลองแปรค่าความเข้มข้นของตัวริเริ่มปฏิกิริยา โดยกำหนดให้ความเร็วรอบในการกวนผสม และความเข้มข้นของมอนอเมอร์ตามที่ สภาวะการทดลองที่ใช้ศึกษาผลของความเข้มข้นของตัวริเริ่มปฏิกิริยา ซึ่งแสดงได้ดังตารางที่ 8 โดยมีการทดลองเพิ่มเติมจากการออกแบบการทดลองโดยใช้ RSM จำนวน 1 การทดลอง คือการทดลองที่ 20

ตารางที่ 8 แสดงสภาวะของการทดลองเพื่อศึกษาผลของความเข้มข้นของตัวริเริ่มปฏิกิริยา

การทดลองที่	V_{mix} (rpm)	[M] (%mol)	[I] (mmol/L)
1	340	13	5
av _{6,9,17} *	340	13	23
20	340	13	33
2	340	13	40

หมายเหตุ * หมายถึง การทดลองที่ใช้สภาวะในการทดลองเดียวกัน และใช้ค่าเฉลี่ยของผลการทดลองในการสร้างความสัมพันธ์ของตัวแปรต่าง ๆ

3.3.6 การเตรียมอะคริโลไนไตรล์มอนอเมอร์ให้บริสุทธิ์

การเตรียมอะคริโลไนไตรล์มอนอเมอร์ให้บริสุทธิ์ เป็นขั้นตอนของการกำจัดตัวยับยั้งปฏิกิริยาออกจากมอนอเมอร์ ซึ่งทำได้โดยการสกัดด้วยโซเดียมไฮดรอกไซด์เข้มข้นร้อยละ 10 โดยน้ำหนัก จำนวน 2 ครั้ง หลังจากนั้นใช้น้ำกลั่นสกัดเอาโซเดียมไฮดรอกไซด์ที่เหลืออยู่ในมอนอเมอร์ออก แล้วใช้โซเดียมซัลเฟตที่ปราศจากน้ำเติมลงไปเพื่อดูดน้ำที่เหลืออยู่ในมอนอเมอร์ออก แล้วจึงนำมอนอเมอร์ที่ได้ไปทำการกลั่นแบบธรรมดาในช่วงจุดเดือดของอะคริโลไนไตรล์ (75-78 °C) และนำมอนอเมอร์ที่กลั่นได้ไปเก็บไว้ในตู้เย็นเพื่อป้องกันการเกิดพอลิเมอร์เชนด้วยตัวเอง (self polymerization)

3.3.7 ปฏิกริยากราฟต์โคพอลิเมอร์เชนแบบอิมัลชัน

กระบวนการพอลิเมอร์เชนแบบอิมัลชันสำหรับการเตรียมกราฟต์โคพอลิเมอร์ของยางธรรมชาติกับพอลิอะคริโลไนไตรล์มีขั้นตอนดังนี้

1. เติมน้ำยางธรรมชาติชนิดแอมโมเนียสูง ที่มีเนื้อยางแห้งโดยประมาณร้อยละ 60 และน้ำกลั่นลงในถังปฏิกรณ์หลักแบบกึ่งแบทช์ ขนาดค้นแบบ ปริมาตร 50 ลิตร กวนสารผสมทั้ง 2 ให้เข้ากันเป็นเวลา 30 นาที เพื่อกำจัดแอมโมเนียที่อยู่ในน้ำยางธรรมชาติออก หลังจากนั้นพ่นก๊าซไนโตรเจนลงในน้ำยางธรรมชาติเป็นเวลา 30 นาที เพื่อกำจัดออกซิเจนที่อยู่ในน้ำยางธรรมชาติออก แล้วทำการเติมเตรอะซิโตนเพนตามีนลงในน้ำยางธรรมชาติทำการกวนผสมด้วยความเร็วรอบต่ำ เพื่อให้สารผสมเข้ากันดีพร้อมกับให้ความร้อนกับสารผสมดังกล่าวจนมีอุณหภูมิ 50 °C

2. เติมอะคริโลไนไตรล์ คิวมินไฮโดรเปอร์ออกไซด์ 30 % โฟสเฟอรัสเพนทาลอเรียต และน้ำกลั่น ลงในถังมอนอเมอร์ ปริมาตร 5 ลิตร กวนสารผสมในถังให้เข้ากันดีเป็นเวลา 30 นาที

3. ป้อนสารผสมในถังมอนอเมอร์ เข้าสู่ถังปฏิกรณ์หลักโดยใช้เวลา ในการป้อน 90 นาที เมื่อป้อนสารผสมลงในถังปฏิกรณ์หลักหมดจะทำการเก็บตัวอย่างของกราฟต์โคพอลิเมอร์ที่เตรียมได้ และเก็บตัวอย่างต่อไปทุก ๆ 30 นาที จนครบ 90 นาที นำกราฟต์โคพอลิเมอร์ที่เตรียมได้ไปวิเคราะห์หาคุณสมบัติต่าง ๆ ต่อไป โดยส่วนประกอบของสารเคมีในแต่ละส่วนแสดงดังตารางที่ 9 ดังนี้

ตารางที่ 9 ส่วนประกอบของสารเคมีในถังปฏิกรณ์หลัก และถังมอนอเมอร์

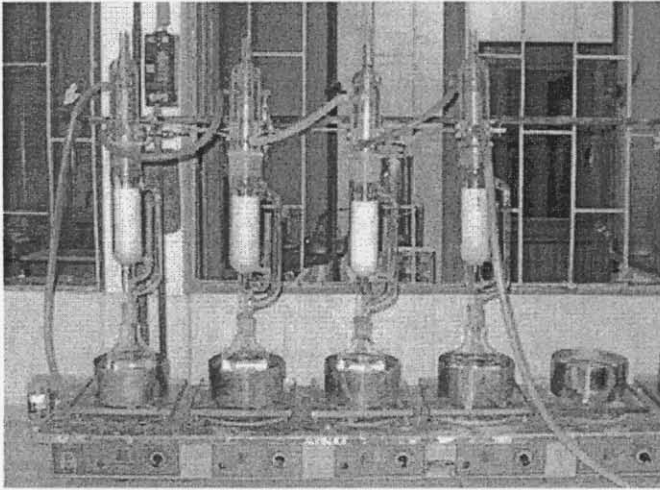
ถังปฏิกรณ์หลัก	ถังมอนอเมอร์
น้ำยางธรรมชาติ	อะคริโลไนไตรล์
เคตระเอธิลีนเพนตามีน	คิวมินไฮโดรเปอร์ออกไซด์
น้ำกลั่น	30% โทแคสเซียมลอเรต น้ำกลั่น

3.3.8 การวิเคราะห์หาสมบัติต่าง ๆ ของพอลิเมอร์ที่เตรียมได้

การหาสมบัติการกราฟต์ของโคพอลิเมอร์ที่เตรียมได้ หาได้โดยการสกัดด้วยตัวทำละลายโดยใช้ Soxhlet (soxhlet extraction) ซึ่งแสดงได้ดังภาพประกอบที่ 12 โดยตัวทำละลายที่ใช้ ได้แก่ ไดเมทิลฟอร์มาไมด์ (N, N' Dimethyl formamide) และปิโตรเลียมอีเธอร์ (Petroleum ether) การสกัดเริ่มต้นโดยซัง และบันทึกน้ำหนักที่แน่นอนของกราฟต์โคพอลิเมอร์แห้งที่เตรียมได้ (A) ใส่ลงไปในชุดสกัดทำการสกัดด้วยปิโตรเลียมอีเธอร์ เป็นเวลา 2 ชั่วโมง เพื่อสกัดยางธรรมชาติที่ไม่ได้กราฟต์ออก หลังจากนั้นนำไปอบแห้งแบบสุญญากาศ ที่อุณหภูมิ 40 °C ความดัน 2.5 mmHg เป็นเวลา 24 ชั่วโมง แล้วนำไปเก็บในตู้ดูดความชื้น 24 ชั่วโมง นำไปซังและบันทึกน้ำหนักที่แน่นอน (B) หลังจากนั้นนำกราฟต์โคพอลิเมอร์ที่ซังน้ำหนักที่แน่นอนแล้วไปสกัดโดยใช้ไดเมทิลฟอร์มาไมด์ เป็นเวลา 24 ชั่วโมง เพื่อสกัดเอาพอลิอะคริโลไนไตรล์ (PAN) ที่ไม่ได้กราฟต์ออก แล้วนำไปอบแบบสุญญากาศที่อุณหภูมิ 40 °C ความดัน 2.5 mmHg เป็นเวลา 24 ชั่วโมง จากนั้นนำไปเก็บไว้ในตู้ดูดความชื้นเป็นเวลา 24 ชั่วโมง นำไปซังและบันทึกน้ำหนักที่แน่นอน (C) โดยที่ประสิทธิภาพการกราฟต์ (Grafting Efficiency, %) และร้อยละการกราฟต์ (Grafting percentage, %) สามารถคำนวณได้ตามสมการที่ 12 และ 13 ดังนี้

$$\text{Grafting Efficiency} = \frac{\text{น้ำหนักกราฟต์โคพอลิเมอร์หลังการสกัด (C)}}{\text{น้ำหนักกราฟต์โคพอลิเมอร์ก่อนการสกัด (A)}} \times 100 \quad (12)$$

$$\text{Grafting percentage} = \frac{\text{น้ำหนักกราฟต์โคพอลิเมอร์หลังการสกัด (C)}}{\text{น้ำหนักของยางแห้ง}} \times 100 \quad (13)$$

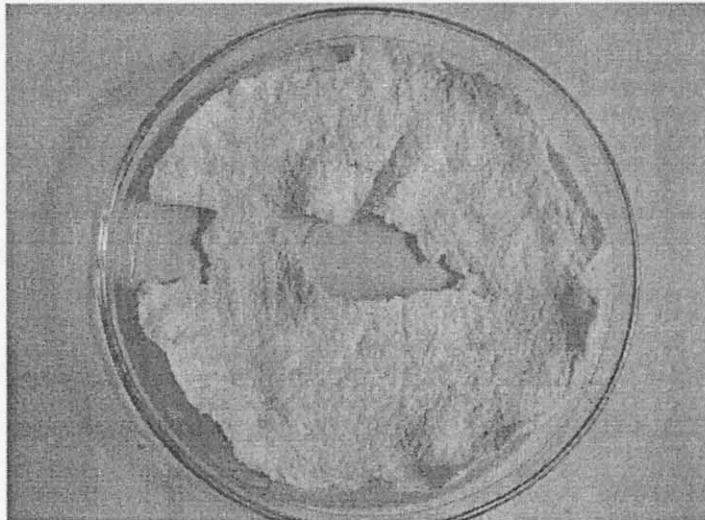


ภาพประกอบที่ 12 ชุดสกัดด้วยตัวทำละลายแบบ Soxhlet

การหาล้อยละการเปลี่ยน (%Conversion) โดยวิธีการชั่ง

นำตัวอย่างของน้ำยางกราฟต์โคพอลิเมอร์ที่สุ่มออกมาจากถังปฏิกรณ์ที่เวลาต่าง ๆ ปริมาณ 10 mL ใส่ในจานแก้ว จากนั้นนำ 10 % w/v แคลเซียมไทรอะซิเตต ปริมาณ 20 mL เติมลงในจานแก้ว เพื่อให้กราฟต์โคพอลิเมอร์เป็นแผ่นบาง เมื่อการจับตัวสมบูรณ์แล้ว นำแผ่นยางล้างด้วยน้ำกลั่น 2 ครั้ง เพื่อกำจัดส่วนที่ไม่ใช่ยางออกจากกราฟต์โคพอลิเมอร์ ซึ่งแสดงดังภาพประกอบที่ 13 แล้วนำไปอบแบบสูญญากาศ ที่อุณหภูมิ 40 °C ความดัน 2.5 mmHg เป็นเวลา 24 ชั่วโมง จากนั้นนำไปเก็บไว้ในตู้ความชื้นเป็นเวลา 24 ชั่วโมง นำไปชั่ง และบันทึกน้ำหนักที่แน่นอน ซึ่งจะได้น้ำหนักของกราฟต์โคพอลิเมอร์แห้ง และร้อยละการเปลี่ยนของกราฟต์โคพอลิเมอร์โดยวิธีชั่งน้ำหนัก สามารถคำนวณได้โดยใช้สมการที่ 14

$$\% \text{Conversion} = \frac{\text{น้ำหนักกราฟต์โคพอลิเมอร์แห้ง}}{\text{น้ำหนักยางแห้ง} + \text{น้ำหนักของอะครีโลไนไตรล์}} \times 100 \quad (14)$$



ภาพประกอบที่ 13 ตัวอย่างกราฟต์โคพอลิเมอร์ของยางธรรมชาติกับพอลิอะคริโลไนไตรล์

3.3.9 การศึกษาการทนต่อน้ำมันปิโตรเลียม และตัวทำละลายไม่มีขั้ว ตามมาตรฐาน

ASTM D 471-98e1

การศึกษาการทนต่อน้ำมันปิโตรเลียม และตัวทำละลายไม่มีขั้วนั้น ในงานวิจัยนี้ใช้น้ำมันดีเซล และ โทลูอิน (ข้อมูลเบื้องต้นด้านความปลอดภัยของการใช้งาน แสดงดังภาคผนวก ก) เป็นตัวทำละลายที่ในการศึกษาการทนน้ำมันปิโตรเลียม และตัวทำละลายไม่มีขั้ว น้ียงกราฟต์โคพอลิเมอร์ที่เตรียมได้จะถูกทำให้แห้งเป็นแผ่นบาง ด้วยตู้อบสูญญากาศด้วยอุณหภูมิ 40°C และความดัน 2.5 mmHg เป็นเวลา 24 ชั่วโมง และนำไปตัดเป็นชิ้นทดสอบขนาด $2\text{ cm}\times 2\text{ cm}$ จำนวน 3 ชิ้น และวัดขนาดในมิติความกว้าง ความยาว และความหนา โดยทำการวัดตัวอย่างจำนวน 3 ครั้ง และนำมาหาค่าเฉลี่ย โดยกำหนดให้ L_0 , W_0 และ T_0 แทน ความยาว ความกว้าง และความหนาของชิ้นทดสอบก่อนทำการทดสอบ ตามลำดับ หลังจากนั้นนำชิ้นทดสอบไปแช่ลงในงานแก้วที่มีตัวทำละลายบรรจุอยู่ 20 มิลลิลิตร เป็นเวลา 24 ชั่วโมง ที่อุณหภูมิห้อง หลังจากนั้นนำชิ้นทดสอบมาวัดขนาดในมิติความยาว ความกว้าง และความหนา หลังการแช่โดยแทนด้วย L , W และ T ตามลำดับ สามารถคำนวณร้อยละการบวมพองได้ตามสมการที่ 15

$$\% \text{การบวมพอง} = \frac{L \times W \times T}{L_0 \times W_0 \times T_0} \times 100 \quad (15)$$

โดย L_0 , W_0 และ T_0 คือ ความยาว ความกว้าง และความหนาของชิ้นทดสอบก่อนแช่ตามลำดับ

L , W และ T คือ ความยาว ความกว้าง และความหนาของชิ้นทดสอบหลังแช่ตามลำดับ

3.3.10 การพิสูจน์โครงสร้างทางเคมีของ NR-g-PAN (จรัญ, 2547)

นำกราฟต์โคพอลิเมอร์ที่เตรียมได้จากการสกัดด้วยตัวทำละลายแบบ Soxhlet อัดเข้าเพื่อทำเป็นแผ่นบางที่อุณหภูมิ 120 °C เป็นเวลา 10 นาที แล้วตัดชิ้นตัวอย่างให้ได้ขนาดกว้าง 10 มิลลิเมตร ยาว 50 มิลลิเมตร จำนวน 2 ชิ้น นำชิ้นตัวอย่างที่เตรียมได้ดังกล่าวประกบกับ KRS-5 crystal แล้วนำไปใส่ลงในชุด Variable angle ATR หลังจากนั้นนำไปใส่ในเครื่อง FT-IR เพื่อพิสูจน์โครงสร้างทางเคมีของกราฟต์โคพอลิเมอร์ของยางธรรมชาติกับพอลิอะคริโลไนไตรล์ที่เตรียมได้ การทดสอบการดึงยึด (tensile properties testing) ตามมาตรฐาน ASTM D882-02a

เครื่องมือ และอุปกรณ์

1. เครื่องทดสอบการดึงยึด (tensile machine) ประกอบด้วยที่จับชิ้นทดสอบ (grip) ที่สามารถแยกออกจากกันได้ด้วยอัตราเร็วคงที่ 500±50 มม.ต่อนาที ความห่างระหว่างชิ้นทดสอบจะต้องน้อยกว่า 750 มิลลิเมตร และการวัดแรงจะต้องแม่นยำ และผิดพลาดไม่เกิน ±2% และสามารถที่จะแสดงค่าแรงที่ใช้ทำให้ยางขาดได้ โดยเครื่องจะมีตัววัดการยืด (extensometer) เพื่อวัดการยืดของยางทุก ๆ การยืดออก 10%

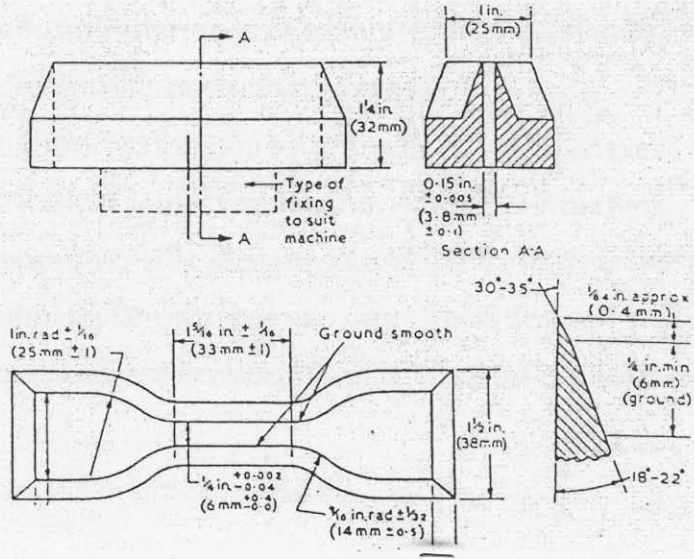
2. ไมโครมิเตอร์สำหรับวัดความหนา (thickness micrometer) เป็นไมโครมิเตอร์ที่มีความแม่นยำ ±0.025 มิลลิเมตร

3. เครื่องอัดแม่พิมพ์ (cutter press) ใช้สำหรับอัดแม่พิมพ์ เพื่อทำเป็นชิ้นทดสอบสำหรับการดึงยึด

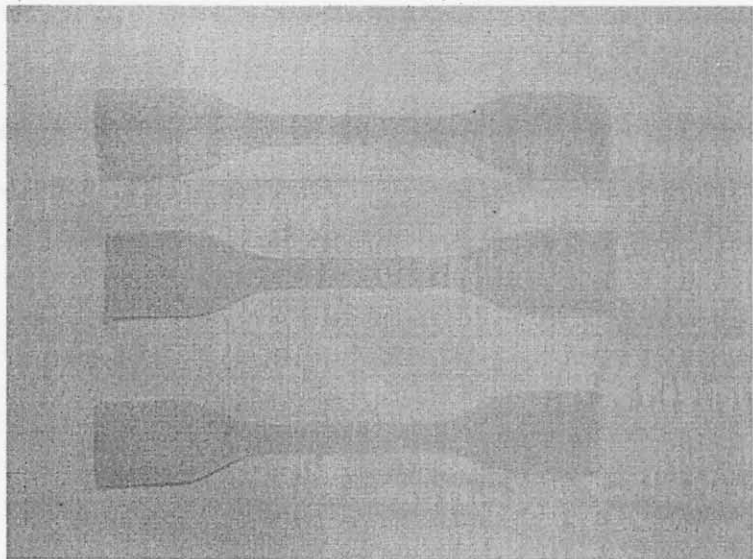
4. แม่พิมพ์สำหรับตอกทำชิ้นทดสอบ (die) แสดงได้ดังภาพประกอบที่ 14

5. ชิ้นทดสอบ ซึ่งในการทดลองนี้จะใช้ชิ้นทดสอบเป็นรูปดัมเบล ตามมาตรฐาน ASTM D638-02a ซึ่งแสดงได้ดังภาพประกอบที่ 15

6. ที่จับชั้นทดสอบ จะต้องมีแรงกดบนชั้นทดสอบที่เพียงพอ เมื่อวาง โคนดิ่งแรงกดจะต้องเพิ่มขึ้นเพื่อป้องกันชั้นทดสอบหลุด และชั้นทดสอบจะต้องขาดบริเวณคอคอด (canal area)



ภาพประกอบที่ 14 แม่พิมพ์สำหรับทำชั้นตัวอย่าง เพื่อทดสอบการดึงยึด



ภาพประกอบที่ 15 ตัวอย่างของชั้นทดสอบแบบคัมเบล

การเตรียมชิ้นทดสอบ

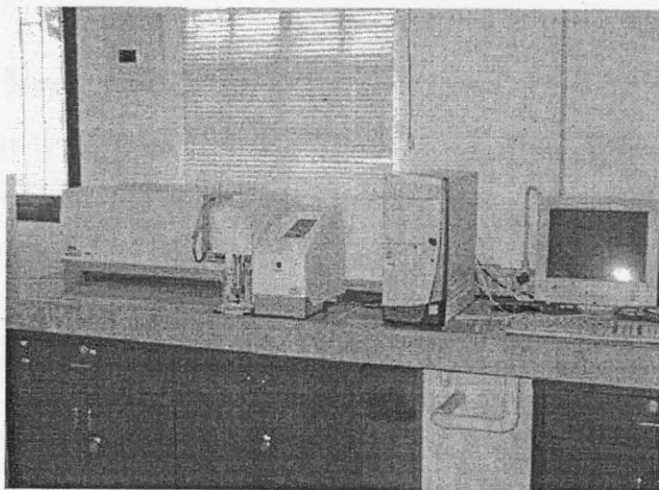
1. ชิ้นทดสอบคัมเบลต้องเรียบ และหนาอย่างน้อย 1.5 มิลลิเมตร แต่หนาไม่เกิน 3 มิลลิเมตร และการตัดชิ้นทดสอบต้องตัดให้ขาดภายในครั้งเดียว โดยที่ขนาดของชิ้นตัวอย่างที่นิยมใช้กันแสดงได้ดังตารางที่ 10
2. การขีดเส้นบนชิ้นทดสอบ จะต้องวางบนพื้นที่เรียบ และขีดเส้น 2 เส้นตั้งฉากกับแนวยาวของคัมเบล และเส้นเหล่านี้ต้องอยู่กึ่งกลางของชิ้นตัวอย่าง
3. การวัดความหนา จะทำการวัด 3 ตำแหน่ง คือ บริเวณกึ่งกลางของตัวอย่าง และบริเวณเหนือส่วนที่ขีดเส้น 2 ตำแหน่ง โดยจะใช้ค่าเฉลี่ยเป็นความหนาของชิ้นทดสอบ
4. การทดสอบการดึงยืด จับชิ้นทดสอบกับที่จับชิ้นทดสอบ โดยจับให้อยู่ในตำแหน่งกึ่งกลางของชิ้นทดสอบ เพื่อรักษาการกระจายแรงที่กระทำต่อชิ้นทดสอบ โดยในการดึงยืดนั้นใช้อัตราเร็วในการแยกออก เท่ากับ 500 มิลลิเมตรต่อนาที แล้วบันทึกแรงที่ระยะยืดต่าง ๆ

ตารางที่ 10 ขนาดของชิ้นตัวอย่าง สำหรับทดสอบการดึงยืด

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

3.3.12 การศึกษาขนาดอนุภาค และการกระจายตัวของอนุภาคของกราฟต์โคพอลิเมอร์

กราฟต์โคพอลิเมอร์ที่เตรียมได้ที่อยู่ในรูปน้ำยางจะถูกวินิจฉัยขนาดอนุภาคเฉลี่ย และการกระจายตัวของอนุภาค โดยใช้เครื่องวิเคราะห์ขนาดอนุภาค Mastersizer 2000 แสดงได้ดังภาพประกอบที่ 16 ส่วนรายละเอียดของเครื่องและวิธีการใช้งานแสดงได้ดังภาคผนวก ก



ภาพประกอบที่ 16 เครื่องวิเคราะห์ขนาดอนุภาค Mastersizer 2000