สำนักหอสมุดกลาง พระจอมเกล้าลาดกระบัง

การศึกษาเทคนิคเฟส ทรานสเฟอร์ ของน้ำยางโพลีบิวทิล อะไครเลท และน้ำยางธรรมชาติ เพื่อพัฒนาการเตรียม และสมบัติของพลาสติกสไตรีนเหนียวทนแรงกระแทก

นายชัยวัฒน์ ขอไทย

นายพงษ์รักษ์ พฤษพันธ์

2 ว.
2543 27
เลขหมู่ 2536
เลขทะเบียน
วัน,เดือน,ปี
b1252 4517

รายงานพิเศษนี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรวิทยาศาสตร์บัณฑิต

ภาควิชาเคมี

คณะวิทยาศาสตร์

สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง

ปีการศึกษา 2536

Study of Phase Transfer Technique of Poly(Butyl Acrylate) and Natural Rubber Latex-Development of the Preparation and Properties of High Impact Polystyrene (HIPS)

Mr. Chaiwat Khothai

Mr. Phongrak Phrudsaphan

A Special Project Submitted in Partial Fulfillment of the Requirement for the Degree of Bachelor of Science

Department of Chemistry

Faculty of Science

King Mongkut's Institute of Technology Ladkrabang

1993

หัวข้อโครงงานพิเศษ การศึกษาเทคนิคเฟส ทรานสเฟอร์ ของน้ำยางโพลีบิวทิล อะไครเลท และน้ำยางธรรมชาติ เพื่อพัฒนาการเตรียม และสมบัติของพลาสติกสไตรีนเหนียวทนแรงกระแทก

โดย นายชัยวัฒน์ ขอไทย

นายพงษ์รักษ์ พฤษพันธ์

ภาควิชา เคมี

อาจารย์ที่ปรึกษา ดร.ประมวล ตั้งบริบูรณ์รัตน์

ภาควิชาเคมี คณะวิทยาศาสตร์ สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง อนุมัติให้นับโครงงานพิเศษที่เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรวิทยาศาสตร์บัณฑิต

หัวหน้าภาควิชาเคมี

(ผศ.นงนุช เภตรานุวัฒน์) (รักษาการแทน)

คณะกรรมการตรวจ-สอบโครงงานพิเศษ

ประธานกรรมการ

(ดร.ประเสริฐ คุณศ้าชู)

กรรมการ

(ผศ.ดร.สุนิตย์ สุขสำราญ)

กรรมการ

(ดร.ประมวล ตั้งบริบูรณ์รัตน์)

ลิขสิทธิ์ของภาควิชาเคมี คณะวิทยาศาสตร์

สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง

หัวข้อโครงงานพิเศษ	การศึกษาเทคนิคเฟส ทรานสเฟอร์ ของน้ำยางโพลีบิวทิล อะไครเลท และน้ำยางธรรมชาติ เพื่อพัฒนาการเตรียม และสมบัติของพลาสติกสไตรีนเหนียวทนแรงกระแทก
นักศึกษา	นายชัยวัฒน์ ขอไทย
	นายพงษ์รักษ์ พฤษพันธ์
อาจารย์ที่ปรึกษา	ดร.ประมวล ตั้งบริบูรณ์รัตน์
ภาควิชา	เคมี
ปีการศึกษา	2536

บทคัดย่อ

การศึกษาการเตรียมพลาสติกสไตรีนเหนียว ทนแรงกระแทก (HIPS) โดยใช้น้ำยางสังเคราะห์ โพลีบิวทิลอะไครเลต ซึ่งทำการสังเคราะห์น้ำยางโพลีบิวทิลอะไครเลต ที่มีสารเชื่อมโยงเอธิลีนไกลคอลไดเมธะไครเลต และสารลดแรงตึงผิว โซเดียมลอริลซัลเฟต ปริมาณต่างๆ กัน ทำให้ได้น้ำยางสังเคราะห์โพลีบิวทิลอะไครเลต ที่มีปริมาณการเชื่อมโยงและขนาดอนุภาคของยางต่างๆ กัน จากนั้นนำเทคนิคเฟส ทรานสเฟอร์มาใช้ เพื่อทำการเคลื่อนย้ายอนุภาคยางสังเคราะห์ที่เตรียมได้เข้าสู่สารละลายสไตรีน โมโนเมอร์ โดยใช้สารลดแรงตึงผิวชนิดประจุบวก เบนซิลไดเมธิลเฮกซะเดคซิล แอมโมเนียมคลอไรด์ เป็นไทแทรนต์ เมื่อถึงจุดยุติอนุภาคของยางจะกระจายตัวและบวมตัว ในสารละลายสไตรีน โมโนเมอร์ โดยได้ศึกษาขนาดอนุภาค และการกระจายตัวของอนุภาค ทั้งแบบโมโนดีสเพอร์ส และโพลีดีสเพอร์ส ที่มีผลต่อคุณสมบัติการทนแรงกระแทกของพลาสติกสไตรีนเหนียว ทนแรงกระแทก โดยนำสารละลายสไตรีนโมโนเมอร์ ที่มีอนุภาคของยางกระจายตัวอยู่ นำมาทำโพลีเมอไรเซชันแบบบัลค์ในแม่พิมพ์ แล้วนำชิ้นงานที่ได้ไปทดสอบการทนต่อแรงกระแทก เปรียบเทียบกับพลาสติกสไตรีนที่ไม่มีอนุภาคยางกระจายตัวอยู่

เนื่องจากยางธรรมชาติมีความทนทานต่อแรงดึง และเปอร์เซ็นต์การยืดตัวที่เหมาะสม จึงได้ทำการศึกษายางธรรมชาติที่ถูกพรีวัลคาไนซ์ด้วยวิธีต่างๆ แล้วนำมาใช้ในการเพิ่มคุณสมบัติการทนต่อแรงกระแทกของพลาสติกสไตรีนเหนียวทนแรงกระแทก โดยใช้เทคนิคเฟส ทรานสเฟอร์และกระบวนการโพลีเมอไรเซชันแบบบัลค์ เช่นเดียวกับกรณีของน้ำยางสังเคราะห์ โพลีบิวทิลอะไครเลต

Special Project Thesis	Study of Phase Transfer Technique of Poly(Butyl Acrylate) and Natural Rubber Latex- Development of the Preparation and Properties of High Impact Polystyrene (HIPS)
Name	Mr. Chaiwat Khothai
	Mr. Phongrak Phrudsaphan
Special Project Advisor	Dr. Pramuan Tangboriboonrat
Department	Chemistry
Academic Year	1993

Abstract

Emulsion polymerisation / Phase transfer / Bulk polymerisation were used to prepare High Impact Polystyrene (HIPS). Crosslinked Poly (butyl acrylate) latex were synthesised by emulsion polymerisation.The concentration of crosslinking agent(Ethyleneglycol dimethacrylate:EDMA) and surfactant (Sodiumdodecylsulphate:SDS) were changed to obtain the differences of crosslinked density and the particle size respectively. These latex were used as the model of natural rubber latex which was polydisperse.

The phase transfer technique was then used to transfer the rubber particles from aqueous phase into styrene monomer phase. This technique involves titration of the nagative chargeed poly(butyl acrylate) and natural rubber latex with cationic surfactant

(Benzyldimethylhexadecylammoniumchloride) in the presence of the styrene monomer. By bulk polymerisation this styrene phase having rubber particles,we obtained HIPS. The success of this Emulsion polymerisation/Phase transfer/Bulk polymerisation was found by observing the increase in impact resistance.

กิตติกรรมประกาศ

โครงงานพิเศษฉบับนี้ สำเร็จลุล่วงไปได้ด้วยดี เนื่องจากความอนุเคราะห์ช่วยเหลือของผู้มีพระคุณหลายๆท่าน ดังมีรายนามต่อไปนี้

- ดร. ประมวล ตั้งบริบูรณ์รัตน์ อาจารย์ภาควิชาเคมี คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยมหิดล อาจารย์ที่ปรึกษาโครงงานพิเศษ ที่ได้ให้คำแนะนำ และความช่วยเหลือในการดำเนินงานด้วยดีมาโดยตลอด

- ดร. สาธิต พุทธิพิพัฒน์ขจร ภาควิชาเภสัชอุตสาหกรรม คณะเภสัชศาสตร์ มหาวิทยาลัยมหิดล ให้ความอนุเคราะห์ในการใช้เครื่องวัดขนาดอนุภาค COULTER N4-MD

- ดร. ประเสริฐ คุณค้ำชู และ ผศ.ดร. สุนิตย์ สุขสำราญ ให้ความอนุเคราะห์ในการตรวจสอบโครงงานพิเศษ

- Mr. John W. Ellis อาจารย์พิเศษประจำภาควิชาเคมี คณะวิทยาศาสตร์ สจล. ให้คำปรึกษาในการแก้ปัญหา และวิธีแก้ไขเกี่ยวกับการรั่วของแม่พิมพ์

- อาจารย์ธวัชชัย ขาวประเสริฐ ภาควิชาพิสิกส์ประยุกต์ คณะวิทยาศาสตร์ สจล. ให้ความอนุเคราะห์ในการใช้เครื่องพับโลหะแผ่น และให้คำปรึกษาเกี่ยวกับการแก้ปัญหาการรั่วของแม่พิมพ์

- นายภูวนิตย์ เจตนานนท์ นักศึกษาชั้นปีที่ 3 ภาควิชาเคมี ให้แม่พิมพ์จำนวน 5 แม่พิมพ์ที่ใช้ในโครงงานพิเศษนี้

กิตติกรรมประกาศ (ต่อ)

- นายอรรถวิทย์ สมศิริ และ นายสมศักดิ์ ตั้งใจรักการดี นักศึกษาปริญญาโท ภาควิชาเภสัชอุตสาหกรรม คณะเภสัชศาสตร์ มหาวิทยาลัยมหิดล ให้ความอนุเคราะห์ในการสละเวลาช่วยสอนใช้เครื่องวัดขนาดอนุภาค COULTER N4-MD

- นางสาวนวลจันทร์ ฉันทศาสตร์รัศมี นักศึกษาปริญญาโท ภาควิชาเคมี คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยมหิดล ให้ความอนุเคราะห์ในการสละเวลาช่วยสอนใช้เครื่อง Notch Cutting Apparatus และเครื่อง Impact Tester(CEAST)

- คุณอุตตรา บริษัท สหวิริยา เพียวซายน์ จำกัด ให้ความอนุเคราะห์ในการสละเวลาช่วยสอนใช้เครื่องวัดขนาดอนุภาค MASTERSIZER-X:MALVERN

นอกจากผู้มีรายนามข้างต้น ผู้จัดทำขอขอบพระคุณเพื่อนๆและผู้คอยให้กำลังใจในการทำงานเป็นอย่างสูง ที่ทำให้โครงงานพิเศษนี้สำเร็จลุล่วงไปได้ด้วยดี

ชัยวัฒน์ ขอไทย

พงษ์รักษ์ พฤษพันธ์

สารบัญ

	หน้า
บทคัดย่อภาษาไทย	(ก)
บทคัดย่อภาษาอังกฤษ	(ค)
กิตติกรรมประกาศ	(จ)
ตารางอักษรย่อ	(ฉ)
สารบัญตาราง	(ช)
สารบัญรูป	(ฌ)
บทที่ 1 บทนำ	1
1.1 ความสำคัญและที่มาของโครงงานพิเศษ	1
1.2 วัตถุประสงค์	3
1.3 ขอบเขตการวิจัย	3
บทที่ 2 ทฤษฎีและหลักการที่เกี่ยวข้อง	5
2.1 ลาเทกซ์	5
2.2 กระบวนการโพลีเมอไรเซชันแบบอิมัลชัน (Emulsion Polymerisation)	6
2.3 พลาสติกสไตรีนเหนียวทนแรงกระแทก (High Impact Polystyrene:HIPS)	12
2.4 กระบวนการผลิตพลาสติกสไตรีนเหนียวทนแรงกระแทก	16
บทที่ 3 การวิจัยและการดำเนินการ	26
3.1 สารเคมี	26
3.2 เครื่องมือและอุปกรณ์	28
3.3 น้ำยางสังเคราะห์โพลีบิวทิลอะไครเลท	28
3.4 น้ำยางธรรมชาติ	35
3.5 เทคนิคเฟสทรานสเฟอร์ (Phase Transfer Technique)	45

หน้า

3.6 การเตรียมพลาสติกโพลีสไตรีนเหนียว ทนแรงกระแทก (HIPS) โดยวิธี Emulsion Polymerisation / Phase Transfer / Bulk Polymerisation 49

3.7 การทดสอบคุณสมบัติของพลาสติกโพลีสไตรีนเหนียวทนแรงกระแทก 50

บทที่ 4 ผลการวิจัยและวิจารณ์ 53

4.1 คุณลักษณะของน้ำยางสังเคราะห์โพลีบิวทิลอะไครเลต 53

4.2 คุณลักษณะทั่วไปของน้ำยางธรรมชาติ 61

4.3 คุณลักษณะทางกายภาพของน้ำยางธรรมชาติ 65

4.4 คุณลักษณะของน้ำยางธรรมชาติพรีวัลคาไนซ์ 67

4.5 ผลการศึกษา การเคลื่อนย้ายอนุภาคยางเข้าไปในสไตรีนโมโนเมอร์ โดยใช้เทคนิคเฟสทรานสเฟอร์ 75

4.6 ผลของการเตรียมพลาสติกสไตรีนเหนียว ทนแรงกระแทก (HIPS) โดยกระบวนการ Emulsion Polymerisation/Phase Transfer/ Bulk Polymerisation 85

4.7 ผลการวัดความทนทานต่อแรงกระแทก 88

บทที่ 5 สรุปผลการศึกษาวิจัยและข้อเสนอแนะ 92

5.1 สรุปผลการทดลอง 92

5.2 ข้อเสนอแนะ 93

ภาคผนวก 95

เอกสารอ้างอิง 104

ตารางอักษรย่อ

HIPS	พลาสติกสไตรีนเทียบทนแรงกระแทก(High Impact Polystyrene)
PBA	โพลีบิวทิลอะไครเลต(Poly(butyl Acrylate))
SDS	โซเดียมโดเดซิลซัลเฟต(Sodium Dodecylsulphate)
EDMA	เอธิลีนไกลคอลไดเมทาไครเลต(Ethyleneglycol Dimethacrylate)
CTC	ค่าความเข้มข้นวิกฤติในการเคลื่อนย้าย(Critical Transfer Concentration)
CMC	ค่าความเข้มข้นในการเกิดไมเซลล์(Critical Micelle Concentration)
%TSC	ปริมาณของแข็งทั้งหมด(Total Solid Content)
%DRC	ปริมาณเนื้อยางแห้ง(Dry Rubber Content)
TS	ความทนทานต่อแรงดึง(Tensile Strength)
%E	เปอร์เซนต์การยืดตัว(%Elongation)
MPa	เมกะปาสคาล(Megapascal)
N	นิวตัน(Newton)
mm.	มิลลิเมตร(Millimetre)
mm^2	ตารางมิลลิเมตร
kJ/mm^2	กิโลจูลต่อตารางมิลลิเมตร
%w/w	เปอร์เซนต์น้ำหนักโดยน้ำหนัก(% weight by weight)
µm	ไมโครเมตร(Micrometre)
nm	นาโนเมตร(Nanometre)

สารบัญตาราง

หน้า

ตารางที่ 4.1 แสดงส่วนประกอบของน้ำยางสังเคราะห์โพลีบิวทิลอะไครเลตรหัสต่างๆ และปริมาณของแข็งทั้งหมด ในน้ำยางสังเคราะห์โพลีบิวทิลอะไครเลตที่เตรียมโดยการเปลี่ยนแปลงปริมาณเอชิลีนไกลคอลไดเมทาไครเลต 54

ตารางที่ 4.2 แสดงผลการวัดขนาดอนุภาคของยางสังเคราะห์โพลีบิวทิลอะไครเลตที่สังเคราะห์ได้ 55

ตารางที่ 4.3 แสดงส่วนประกอบของน้ำยางสังเคราะห์โพลีบิวทิลอะไครเลตรหัสต่างๆ และปริมาณของแข็งทั้งหมด ในน้ำยางสังเคราะห์โพลีบิวทิลอะไครเลตที่เตรียมโดยการเปลี่ยนแปลงปริมาณสารลดแรงตึงผิวโซเดียมโดเดซิลซัลเฟต (SDS) 58

ตารางที่ 4.4 แสดงผลการวัดขนาดอนุภาคของยางสังเคราะห์โพลีบิวทิลอะไครเลตที่สังเคราะห์ได้ 59

ตารางที่ 4.5 แสดงปริมาณของแข็งทั้งหมด(%TSC)ของน้ำยางธรรมชาติชนิดแอมโมเนียต่ำ 61

ตารางที่ 4.6 แสดงปริมาณเนื้อยางแห้ง (%DRC) ของน้ำยางธรรมชาติชนิดแอมโมเนียต่ำ 62

ตารางที่ 4.7 แสดงขนาดอนุภาคของน้ำยางธรรมชาติชนิดแอมโมเนียต่ำ ที่ใช้ในโครงงาน 63

ตารางที่ 4.8 แสดงค่าความทนทานต่อแรงดึง และค่าเปอร์เซนต์การยืด ณ จุดขาดของยางธรรมชาติ 66

ตารางที่ 4.9 แสดงอัตราการบวมตัวของน้ำยางธรรมชาติพรีวัลคาไนซ์ทั้ง 3 ชนิด 68

ตารางที่ 4.10 แสดงค่าขนาดอนุภาคของน้ำยางธรรมชาติพรีวัลคาไนซ์ทั้ง 3 ชนิด 69

ตารางที่ 4.11 แสดงค่าความทนทานต่อแรงดึง และค่าเปอร์เซนต์การยืด ณ จุดขาดของ Crosslinked Natural Rubber 74

ตารางที่ 4.12 แสดงค่า CTC สำหรับยางที่มีการกระจายตัวแบบ Monodisperse 77

หน้า

ตารางที่ 4.13 แสดงค่า CTC สำหรับยางที่มีการกระจายตัวแบบ Polydisperse 79

ตารางที่ 4.14 แสดงอัตราการบวมตัวของยางสังเคราะห์โพลีบิวทิลอะไครเลต 83

ตารางที่ 4.15 แสดงอัตราการบวมตัวของยางสังเคราะห์โพลีบิวทิลอะไครเลตที่เตรียม 84
โดยการเปลี่ยนแปลงปริมาณเอธิลีนไกลคอลไดเมทาไครเลต

ตารางที่ 4.16 แสดงอัตราการบวมตัวของยางสังเคราะห์โพลีบิวทิลอะไครเลตที่เตรียม 85
โดยการเปลี่ยนแปลงปริมาณโซเดียมโดเดซิลซัลเฟต

ตารางที่ 4.17 แสดงค่าความทนทานต่อแรงกระแทกของพลาสติกสไตรีนเหนียว ทนแรง 90
กระแทก ทดสอบด้วยเครื่องทดสอบ Impact Resistance ด้วยวิธี
Charpy Test โดยใช้ชิ้นตัวอย่างที่ทำ Notch แล้ว

สารบัญรูป

		หน้า
รูปที่ 2.1	แสดงลักษณะโมเลกุลของตัวอิมัลซิไฟเออร์	7
รูปที่ 2.2	แสดงลักษณะของอิมัลซิไฟเออร์ชนิดต่างๆ	9
รูปที่ 2.3	แสดงลักษณะของไมเซลล์	9
รูปที่ 2.4	แสดงกลไกการเกิดปฏิกิริยาโพลีเมอไรเซชันแบบอิมัลชัน	10
รูปที่ 2.5	แสดง Morphology ของ พลาสติกสไตรีนเหนียวทนแรงกระแทก(HIPS) ที่ผลิตโดยการผสมเชิงกล	17
รูปที่ 2.6	แสดง Morphology ของ พลาสติกสไตรีนเหนียวทนแรงกระแทก(HIPS) ที่ผลิตโดยกระบวนการสารละลาย	18
รูปที่ 2.7	แสดง Morphology ของ พลาสติกสไตรีนเหนียวทนแรงกระแทก(HIPS) ที่ผลิตจากการใส่อนุภาคยางธรรมชาติลงในสไตรีน จากการศึกษาของ Tangboriboonrat	19
รูปที่ 2.8	แสดงการเปรียบเทียบขั้นตอนการผลิตพลาสติกเหนียวทนแรงกระแทกโดยกรรมวิธีที่ใช้ทั่วไป และกรรมวิธี Emulsion Polymerisation / Phase Tranfer / Bulk or Suspension Polymerisation	21
รูปที่ 2.9	แสดงลักษณะการเคลื่อนย้ายของอนุภาคลาเทกซ์ เมื่อถูกไทเทรตด้วยสารลดแรงตึงผิวที่มีประจุบวก ในตัวทำละลายอินทรีย์หรือโมโนเมอร์	23
รูปที่ 3.1	การตั้งชุดสังเคราะห์ลาเทกซ์	31
รูปที่ 3.2	Notch Cutting Apparatus	50
รูปที่ 3.3	Impact Tester	51
รูปที่ 4.1	กราฟแสดงผลของปริมาณสารเชื่อมโยง EDMA ที่มีต่อขนาดอนุภาคของยาง	56
รูปที่ 4.2	กราฟแสดงผลของปริมาณอิมัลซิไฟเออร์ SDS ที่มีผลต่อขนาดของอนุภาคยาง	60

หน้า

รูปที่ 4.3 กราฟแสดงขนาดอนุภาคของยางธรรมชาติ ในการวัด ครั้งที่ 1,2 และ 3 (บนลงล่าง)จากเครื่องวัดขนาดอนุภาค Mastersizer-X 64

รูปที่ 4.4 กราฟแสดงขนาดอนุภาคของน้ำยางซัลเฟอร์พรีวัลคาไนซ์ ในการวัดครั้งที่ 1, 2 และ 3 (บนลงล่าง) จากเครื่องวัดขนาดอนุภาค Mastersizer-X 70

รูปที่ 4.5 กราฟแสดงขนาดอนุภาคของน้ำยางเปอร์ออกไซด์พรีวัลคาไนซ์ ในการวัดครั้งที่ 1,2 และ 3 (บนลงล่าง) จากเครื่องวัดขนาดอนุภาค Mastersizer-X 71

รูปที่ 4.6 กราฟแสดงขนาดอนุภาคของน้ำยางเปอร์ออกไซด์อิมัลชันพรีวัลคาไนซ์ ในการวัด ครั้งที่ 1,2 และ 3 (บนลงล่าง) จากเครื่องวัดขนาดอนุภาค MASTERSIZER-X 72

รูปที่ 4.7 แสดงความสัมพันธ์ระหว่างปริมาณสารลดแรงตึงผิวกับค่า Critical Transfer Concentration(CTC) 80

รูปที่ 4.8 แสดงผลของอัตราการบวมตัว เนื่องจากการเปลี่ยนแปลงปริมาตรของสารเชื่อมขวาง EDMA 83

รูปที่ 4.9 แสดงผลของอัตราการบวมตัว เนื่องจากการเปลี่ยนแปลงปริมาตรของสารลดแรงตึงผิว SDS 84

รูปที่ 4.10 แสดงลักษณะของพลาสติกสไตรีนเหนียวทนแรงกระแทก (HIPS) ที่เตรียมจากกระบวนการโพลีเมอไรเซชันแบบบัลค์ ของสารละลายสไตรีนโมโนเมอร์ที่มีอนุภาคยางสังเคราะห์โพลีบิวทิลอะไครเลตกระจายอยู่ ด้วยเทคนิคเฟสทรานสเฟอร์ 87

รูปที่ 4.11 แสดง HIPS ที่เตรียมจากกระบวนการโพลีเมอไรเซชันแบบบัลค์ของสารละลายสไตรีนโมโนเมอร์ ที่มีอนุภาคยางธรรมชาติกระจายตัวอยู่ด้วยเทคนิคเฟสทรานสเฟอร์ 88

หน้า

รูปที่ 4.12 แสดงผลของปริมาณยางใน HIPS ต่อค่า Impact Resistance 91

รูปที่ ก.1 ชนิดการแทรกสอดกันของคลื่นจาก 2 อนุภาค 96

รูปที่ ก.2 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างความเข้มแสงกับเวลา 97

รูปที่ ก.3 แสดงระบบการส่งสัญญาณ 98

รูปที่ ก.4 ภาพแสดงกระบวนการส่งสัญญาณ 99

รูปที่ ข.1 แสดง Conventional Fourier Optics 100

รูปที่ ข.2 คุณสมบัติของแสงที่กระเจิง 101

รูปที่ ค.1 Ostwald Viscometer 103

บทที่ 1

บทนำ

ความสำคัญและที่มาของโครงงานพิเศษ :-

พลาสติกเหนียวทนแรงกระแทก (High Impact Plastics) ปัจจุบันมีการศึกษาอย่างแพร่หลาย เช่น High Impact Polystyrene : HIPS , High Impact Poly-(methyl methacrylate) : HIPMMA โดยศึกษาเพื่อปรับปรุงให้พลาสติกดังกล่าวมีคุณสมบัติทนแรงกระแทกดีขึ้น และศึกษากระบวนการเตรียมพลาสติกเหล่านี้ให้สะดวกยิ่งขึ้น

HIPS โดยทั่วไปสามารถเตรียมได้หลายวิธี ได้แก่ การผสมเชิงกลในรูปของของแข็ง การผสมในรูปของสารละลาย และการผสมในรูปของลาเท็กซ์ ซึ่งแต่ละวิธียังมีข้อจำกัด ทำให้มีขั้นตอนการเตรียมที่ยุ่งยาก

HEIM (1) ได้ศึกษากระบวนการเตรียม HIPMMA โดยใช้ยาง Poly(butyl acrylate; PBA) ในรูปของลาเท็กซ์ ซึ่งในการศึกษา HEIM ได้ใช้เทคนิคเฟสทรานสเฟอร์ โดยไทเทรตลาเท็กซ์ PBA ที่มีโครงสร้างเป็นร่างแห ด้วยสารลดแรงตึงผิวที่มีประจุตรงข้ามกับประจุที่ผิวของอนุภาค เมื่ออนุภาคเป็นกลาง จึงจะลอยขึ้นมาแล้วบวมตัวอยู่ในชั้นของเมธิลเมธะไครเลต, MMA ที่เติมลงไป จากนั้นจึงนำชั้นของ MMA ซึ่งมีอนุภาคของ PBA ไปทำการโพลีเมอไรซ์ โดยใช้ Bulk หรือ Suspension Polymerization กระบวนการนี้จึงประกอบด้วย Emulsion Polymerisation / Phase Transfer / Bulk หรือ Suspension Polymerisation ซึ่งกระบวนการดังกล่าว เป็นวิธีที่สะดวกในการเตรียม HIPMMA เพราะทำให้ลดขั้นตอนการเตรียมลง และยังเป็นวิธีที่สามารถควบคุมขนาดของอนุภาคยาง ตลอดจน morphology ของยาง และ HIPMMA ดังนั้น จึงควรเป็นกระบวนการที่เหมาะสมในการเตรียม HIPS ด้วยเช่นกัน

TANGBORIBOONRAT (2-4) จึงได้พัฒนากระบวนการนี้ให้ใช้ได้กับลาเท็กซ์ของน้ำยางธรรมชาติ ซึ่งมีโครงสร้างที่ผิวซับซ้อนกว่าลาเท็กซ์สังเคราะห์ มีรูปร่าง และขนาดของอนุภาคไม่สม่ำเสมอ โดยได้ศึกษากลไกการเกิดเฟสทรานสเฟอร์กับน้ำยางธรรมชาติที่มีโครงสร้างเป็นร่างแห โดยการอาบรังสีแกมม่า (ϒ-radiation Vulcanisation Natural Rubber Latex ; RVNRL) จากการศึกษาพบว่า สามารถทรานสเฟอร์อนุภาคของยางจากชั้นน้ำไปยังชั้นของสไตรีนโมโนเมอร์ได้ ถ้าเลือกสารลดแรงตึงผิวที่เติมลงไปอย่างเหมาะสม เมื่อลองเตรียม HIPS จากกระบวนการ Emulsion Polymerisation / Phase Transfer /Bulk Polymerisation ก็พบว่า ในเบื้องต้น สามารถทำได้โดยอนุภาคของยางธรรมชาติช่วยเพิ่มความสามารถในการทนแรงกระแทกของโพลีสไตรีน

ดังนั้น จึงกำหนดโครงงานพิเศษนี้ เพื่อนำเอากระบวนการ Emulsion Polymerisation / Phase Transfer / Bulk Polymerisation มาใช้เตรียม HIPS โดยจะใช้ยางธรรมชาติเป็นตัวเพิ่มความสามารถทนแรงกระแทกของโพลีสไตรีน ในโครงงานนี้สนใจที่จะศึกษาปัจจัยที่คาดว่าจะมีผลต่อคุณสมบัติทนแรงกระแทกของ HIPS ได้แก่ ขนาดของอนุภาคของยาง และการกระจายตัวของขนาดของอนุภาคของยาง ซึ่งเป็นคุณลักษณะเด่นของยางธรรมชาติในรูปลาเท็กซ์ เนื่องจากมีการศึกษาเบื้องต้น (5-6) ที่อธิบายว่า ขนาด และการกระจายตัวของอนุภาคของยางมีผลต่อคุณสมบัติของ High Impact Plastics โดยในการทดลองนี้ จะใช้ลาเท็กซ์ PBA ที่สังเคราะห์ขึ้น เป็นรูปแบบสำหรับน้ำยางธรรมชาติ เพื่อจะนำไปสู่การประยุกต์ใช้กับน้ำยางธรรมชาติต่อไป

วัตถุประสงค์ :-

1. เพื่อศึกษาการเตรียม และคุณลักษณะของลาเท็กซ์สังเคราะห์ PBA ที่มีขนาดอนุภาคต่างกัน และมีปริมาณการเชื่อมโยงต่างๆ โดยจะใช้ลาเท็กซ์ PBA เป็นรูปแบบสำหรับน้ำยางธรรมชาติ

2. เพื่อศึกษาเทคนิคเฟสทรานสเฟอร์ ในการนำมาใช้เตรียม HIPS จากน้ำยางสังเคราะห์ PBA และน้ำยางธรรมชาติ

3. เพื่อศึกษาผลของการกระจายของขนาดอนุภาคของยาง ที่มีต่อคุณสมบัติทนแรงกระแทกของ HIPS ที่เตรียมโดยกระบวนการ Emulsion Polymerisation / Phase Transfer / Bulk Polymerisation

ขอบเขตการวิจัย :-

1. ศึกษาการเตรียมน้ำยางสังเคราะห์ PBA ที่เสถียรด้วยโซเดียมโดเดซิลซัลเฟต (Sodiumdodecylsulphate:SDS) โดยใช้ SDS ปริมาณต่างๆกัน เพื่อให้ได้อนุภาคที่มีขนาดต่างกัน นอกจากนี้ ยังศึกษาการเตรียมลาเท็กซ์ PBA ที่มีปริมาณสารเชื่อมโยงเอธิลีนไกลคอลไดเมทาไครเลต (Ethyleneglycoldimethacrylate:EDMA) ต่างกันด้วย

2. ศึกษาคุณลักษณะทางกายภาพของน้ำยางสังเคราะห์ที่เตรียมได้ ได้แก่ ขนาดอนุภาค และปริมาณของแข็งทั้งหมด

3. ศึกษาการเตรียมน้ำยางธรรมชาติที่มีโครงสร้างเป็นร่างแหโดย Prevulcanised น้ำยางธรรมชาติด้วยซัลเฟอร์ และเปอร์ออกไซด์ ตลอดจนศึกษาคุณลักษณะของน้ำยาง Prevulcanised ที่เตรียมได้

4. ศึกษาเทคนิคเฟสทรานสเฟอร์ โดยศึกษาถึง

- ความเข้มข้นวิกฤติในการเคลื่อนย้าย (Critical Transfer Concentration,CTC) ของน้ำยางสังเคราะห์ PBA และของน้ำยางธรรมชาติ ที่ผ่านการทำพรีวัลคาไนซ์

- อัตราการบวมตัวของอนุภาคยางสังเคราะห์ PBA ในชั้นสารละลายสไตรีนโมโนเมอร์

5. ศึกษากระบวนการเตรียม HIPS จาก Emulsion Polymerisation / Phase Transfer / Bulk Polymerisation โดยศึกษาผลของ

- การกระจายตัวของอนุภาคยาง แบบ monodisperse และ polydisperse

- ปริมาณยาง

ที่มีต่อคุณสมบัติทนแรงกระแทกของ HIPS ที่มียาง PBA กระจายตัวอยู่

6. ศึกษาคุณสมบัติเบื้องต้นของ HIPS ที่มียางธรรมชาติกระจายตัวอยู่

บทที่ 2
ทฤษฎีและหลักการที่เกี่ยวข้อง

2.1 ลาเทกซ์

ลาเทกซ์ประกอบด้วย 2 ส่วนใหญ่ ๆ คือ ส่วนของโพลีเมอร์ที่แขวนลอยอยู่ในตัวกลาง (Dispersed Phase)และส่วนของตัวกลาง (Dispersion Medium) ลาเทกซ์มีลักษณะเหมือนน้ำนม มีสีขาวขุ่น ซึ่งเกิดจากการกระจายตัวอย่างเสถียรของโพลีเมอร์ในตัวกลางที่เป็นน้ำ[8] สามารถแบ่งลาเทกซ์ออกเป็น 2 ชนิดใหญ่ ๆ ดังนี้

2.1.1 ลาเทกซ์ธรรมชาติ[9]

หมายถึง ลาเทกซ์ที่ได้จากน้ำยางธรรมชาติ จากการกรีดต้นยาง มีองค์ประกอบอยู่ 3 ส่วน คือ

- ส่วนของอนุภาคยาง มีประมาณ 35% โดยน้ำหนัก
- ส่วนของน้ำ มีประมาณ 55% โดยน้ำหนัก
- ส่วนของลูทอยด์ (สีเหลือง) อีกประมาณ 10% โดยน้ำหนัก

อนุภาคยางธรรมชาติ ประกอบด้วยสารไฮโดรคาร์บอน พวก ซิส-1,4-โพลีไอโซพรีน รูปร่างของอนุภาคมีทั้งรูปกลมและรูปรี มีขนาดโดยเฉลี่ยประมาณ $2 \times 10^2 - 2 \times 10^4$ A^o[8] ไม่ละลายน้ำ มีลักษณะเป็นโมเลกุลที่มีสายโซ่ยาว มีน้ำหนักโมเลกุลอยู่ในช่วง $5 \times 10^4 - 3 \times 10^6$[10] ผิวของอนุภาคยางห่อหุ้มด้วยชั้นของฟอสโฟไลปิดและโปรตีน ทำให้อนุภาคยางธรรมชาติมีสภาพเป็นบวกหรือลบขึ้นอยู่กับ pH ของระบบ โดยมีจุดไอโซอิเลกทริก (Isoelectric) ประมาณ 3.6 ดังนั้นที่ผิวของอนุภาคยางจะแสดงประจุที่ผิวเป็นลบ เมื่อมี pH มากกว่า 3.6 และแสดงประจุบวก เมื่อ pH น้อยกว่า 3.6 คุณสมบัติที่ดีของลาเทกซ์

ธรรมชาติ คือมีความแข็งแรงขณะเป็นเจลเปียกสูง (High Wet-Gel Strength) ทำให้เกิดฟิล์มเมื่อแห้งได้เร็วมาก

2.1.2 ลาเทกซ์สังเคราะห์

หมายถึง อนุภาคโพลีเมอร์ที่เตรียมจากกระบวนการโพลีเมอไรเซชันแบบอิมัลชัน เป็นอนุภาคที่มีขนาดเล็ก มีขนาดเท่า ๆ กัน มีลักษณะคล้ายกับลาเทกซ์ธรรมชาติแต่มีอายุการใช้งานนานกว่า เนื่องจากมีความเสถียรมากกว่า และสามารถควบคุมการเกิดผลิตภัณฑ์ให้มีขนาดตามต้องการได้

2.2 กระบวนการโพลีเมอไรเซชันแบบอิมัลชัน (Emulsion Polymerisation)

อิมัลชัน เป็นการกระจายตัวของของเหลว 2 ชนิด ที่ไม่ละลายซึ่งกันและกัน เมื่อผ่านกระบวนการโพลีเมอไรเซชันแล้วจะได้ลาเทกซ์ ซึ่งคือการกระจายของอนุภาคโพลีเมอร์ที่เป็นของแข็งในน้ำ โพลีเมอร์จากกระบวนการโพลีเมอไรเซชันแบบอิมัลชันนี้ มีขนาดอยู่ในช่วง 0.05 - 5.0 ไมโครเมตร(11) การวัดขนาดอนุภาคเป็นการทดสอบที่สำคัญในการควบคุมคุณภาพของโพลีเมอร์ที่ได้จากกระบวนการนี้ เนื่องจากขนาดของอนุภาคมีผลต่อคุณสมบัติต่างๆ ของโพลีเมอร์ เช่น ความหนืดของลาเทกซ์ คุณสมบัติในด้านการให้ความมันเงาเมื่อทำให้เป็นฟิล์ม วิธีการวัดขนาดของอนุภาคมีหลายวิธี ได้แก่ การทำให้ตกตะกอน(Sedimentation) อิเลกตรอนไมโครสโคปี (Electron Microscopy) หลักการการกระเจิงของแสง (Light Scattering) หรือการวัด Optical Density ของตัวอย่างที่มีการเจือจางมาก ๆ เป็นต้น ในปัจจุบันนิยมใช้หลักการการกระเจิงของแสง (Light Scattering) เนื่องจากเป็นเทคนิคที่ใช้ง่าย และมีประสิทธิภาพสูง เช่น Submicron Particle Size Analyzer (Coulter Model N4-MD) เป็นต้น

2.2.1 <u>ส่วนประกอบหลักในกระบวนการโพลีเมอไรเซชันแบบอิมัลชัน</u>(12)

มี 4 องค์ประกอบ คือ

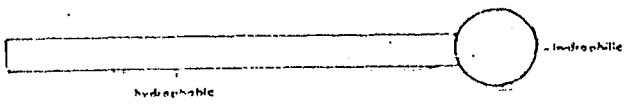
1) โมโนเมอร์ (Monomer)

โมโนเมอร์ที่สำคัญที่ใช้ทั่วไป ได้แก่ สไตรีน บิวทาไดอีน อัลคิลอะไครเลต และเมทาอะไครเลต เป็นต้น โมโนเมอร์ที่ใช้มักไม่ละลายน้ำหรือละลายได้น้อยมาก

2) สารลดแรงตึงผิว (Emulsifier or Surfactant)

ส่วนประกอบนี้สำคัญมาก คือทำหน้าที่ให้ความเสถียรแก่โมโนเมอร์และน้ำ ทั้งตอนเริ่มต้นระหว่างการเกิดปฏิกิริยา รวมทั้งให้ความเสถียรแก่ลาเทกซ์

อิมัลซิไฟเออร์ ประกอบด้วยส่วนสำคัญ 2 ส่วน ได้แก่ ส่วนโซ่ไฮโดรคาร์บอนที่ไม่มีสภาพขั้ว ซึ่งไม่ชอบน้ำ (Hydrophobic) และส่วนปลายโซ่ที่มีสภาพขั้ว ซึ่งเป็นส่วนที่ชอบน้ำ (Hydrophilic) ตัวอย่างของสารประกอบนี้คือ โซเดียมโดเดซิลซัลเฟต (Sodiumdodecylsulphate) หรือโซเดียมลอริลซัลเฟต (Sodiumlaurylsulphate) โดยส่วนของสายโซ่ลอริลเป็นส่วนที่ไม่ชอบน้ำ และส่วนของซัลเฟตเป็นส่วนที่ชอบน้ำ ลักษณะโมเลกุลของตัวอิมัลซิไฟเออร์ดังแสดงในรูป 2.1



รูปที่ 2.1 แสดงลักษณะโมเลกุลของตัวอิมัลซิไฟเออร์(11)

สารลดแรงตึงผิว สามารถแบ่งออกได้เป็น 4 กลุ่มใหญ่ ๆ คือ

- สารลดแรงตึงผิวชนิดประจุลบ (Anionic Emulsifier)

เป็นอิมัลซิไฟเออร์ ชนิดที่นิยมใช้ในเชิงการค้าเป็นส่วนใหญ่ เมื่ออยู่ในน้ำโมเลกุลจะแสดงความเป็นขั้วโดยหมู่ฟอสเฟตจะแสดงความเป็นลบ และโซเดียมจะแสดงความเป็นบวกบนอนุภาคโพลีเมอร์ ตัวอย่างอิมัลซิไฟเออร์ชนิดนี้ เช่น โซเดียมลอริลซัลเฟต เป็นต้น

- สารลดแรงตึงผิวชนิดประจุบวก (Cationic Emulsifier)

ประกอบด้วยสายโซ่ที่ไม่ชอบน้ำเช่นเดียวกับชนิดแรก แต่กลุ่มที่ชอบน้ำจะแสดงสภาพขั้วเป็นบวก ตัวอย่างอิมัลซิไฟเออร์ชนิดนี้ เช่น เอมีนอะซีเทรต เบนซิลไดเมทิลเฮกซะเดซิลแอมโมเนียมคลอไรด์ (Benzyldimethylhexadecylammoniumchloride) เป็นต้น

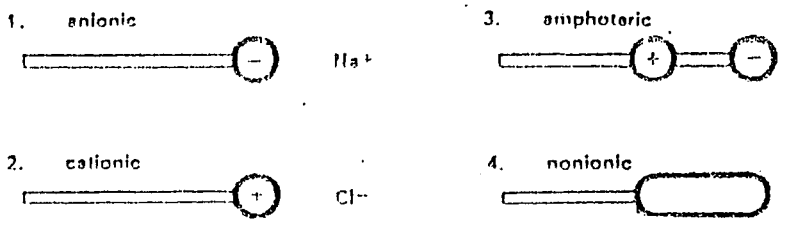
- สารลดแรงตึงผิวชนิดแอมโฟเทอริก (Amphoteric Emulsifier)

อิมัลซิไฟเออร์ชนิดนี้ แสดงความเป็นแคทไอออนิกและแอนไอออนิก โดยขึ้นอยู่กับ pH ของระบบ

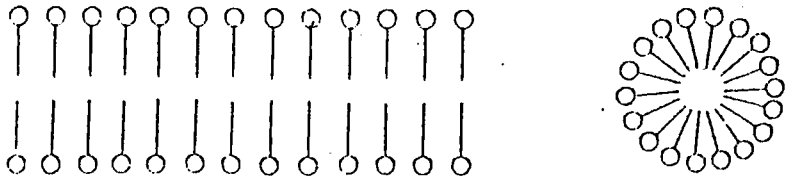
- สารลดแรงตึงผิวชนิดไม่มีประจุ (Nonionic emulsifier)

อิมัลซิไฟเออร์ชนิดนี้ไม่มีประจุบนสายโซ่โมเลกุล แต่จะมีกลุ่มที่ไม่ชอบน้ำ และกลุ่มที่ชอบน้ำภายในโมเลกุล จึงใช้ในงานเฉพาะ โดยใช้เดี่ยว ๆ หรือใช้ร่วมกันกับสารลดแรงตึงผิวที่มีประจุลบ ลักษณะของอิมัลซิไฟเออร์เหล่านี้ แสดงดังรูป 2.2

เมื่ออิมัลซิไฟเออร์ละลายในตัวกลาง และมีความเข้มข้นสูงเพียงพอ ถึงจุดที่เรียกว่า Critical Micelle Concentration (CMC) โมเลกุลจะเกิดการจัดเรียงตัว โดยรวมกันเป็นกลุ่ม ที่เรียกว่า ไมเซลล์ (Micelle) ลักษณะของไมเซลล์แสดงในรูป 2.3



รูป 2.2 แสดงลักษณะของอิมัลซิไฟเออร์ชนิดต่างๆ(11)



รูปที่ 2.3 แสดงลักษณะของไมเซลล์(11)

3) ตัวกลาง (Dispesing Media)

ส่วนประกอบนี้ช่วยในการกระจายตัวของส่วนผสมต่างๆ ตัวกลางที่นิยมใช้คือ น้ำ

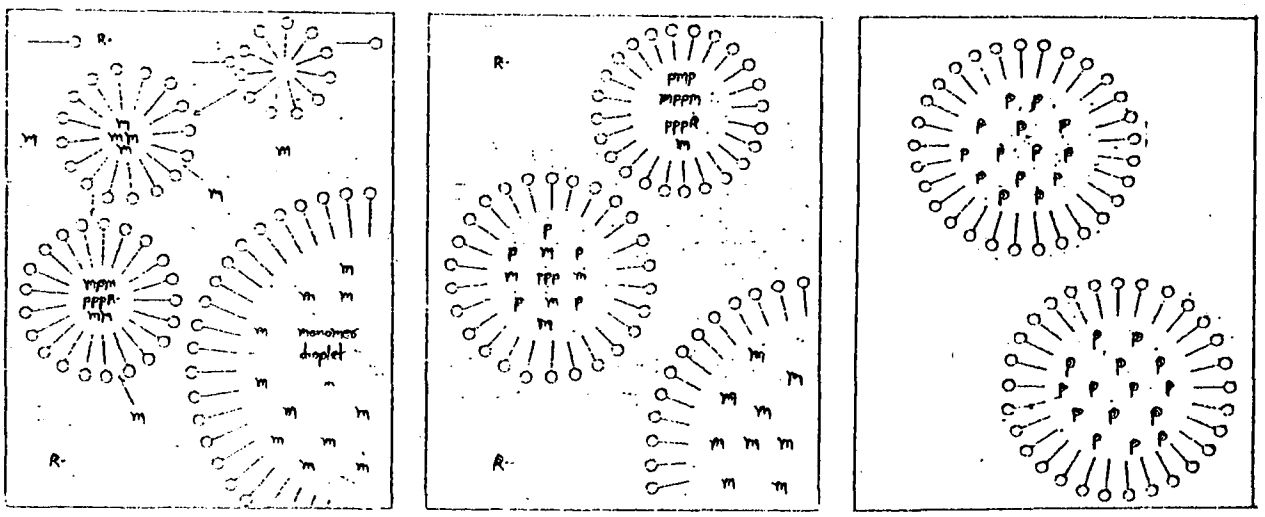
4) ตัวริเริ่ม (Initiator)

ตัวริเริ่มที่ใช้ในกระบวนการนี้ เมื่อได้รับความร้อนหรือปฏิกิริยาทางเคมีจะเกิดเป็นอนุมูลอิสระ (Free Radical) ที่มีความว่องไว ตัวอย่างของตัวริเริ่ม ที่สามารถแตกตัวโดยใช้ความ

ร้อน ได้แก่ สารประกอบพวกอินทรีย์หรืออนินทรีย์เปอร์ออกไซด์ เช่น ลอริลเปอร์ออกไซด์ แอมโมเนียมเปอร์ออกซีไดซัลเฟต เป็นต้น ตัวริเริ่มที่นิยมใช้กัน คือ โพแทสเซียมเปอร์ซัลเฟต

2.2.2 กลไกการเกิดปฏิกิริยาโพลีเมอไรเซชัน(13)

กลไกการเกิดปฏิกิริยาโพลีเมอไรเซชันแบบอิมัลชันถูกนำเสนอครั้งแรกโดย Harkins โดยสารริเริ่มที่ละลายน้ำจะทำปฏิกิริยากับโมโนเมอร์ที่ละลายในตัวกลางได้เล็กน้อย ก่อนที่จะแพร่เข้าไปในไมเซลล์และเกิดปฏิกิริยาโพลีเมอไรเซชันขึ้น รายละเอียดการเกิดปฏิกิริยามีดังนี้



(ก) (ข) (ค)

รูปที่ 2.4 แสดงกลไกการเกิดปฏิกิริยาโพลีเมอไรเซชันแบบอิมัลชัน(11)

โดย R = อนุมูลอิสระที่เกิดจากการแตกตัวของตัวริเริ่มเมื่อได้รับความร้อน

m = โมโนเมอร์

P = โพลีเมอร์

เริ่มต้นด้วยการนำอิมัลซิไฟเออร์ไปละลายในน้ำ เมื่อถึงจุด CMC อิมัลซิไฟเออร์จะรวมตัวเป็น ไมเซลล์ จากนั้นเติมมอนอเมอร์ลงไป และทำการปั่นกวนให้มอนอเมอร์แตกเป็นหยดเล็กๆ (droplet) โดยจะมีมอนอเมอร์บางส่วนที่ละลายน้ำและบางส่วนเข้าไปอยู่ในไมเซลล์ ซึ่งปฏิกิริยาโพลีเมอไรเซชันจะเริ่ม เมื่อตัวริเริ่มแตกตัวเป็นอนุมูลอิสระ เข้าไปทำปฏิกิริยากับมอนอเมอร์ในไมเซลล์นั้น ขณะเดียวกันมอนอเมอร์จากหยดเล็กๆ ที่แขวนลอยจะแพร่เข้าไปในไมเซลล์ เพื่อทดแทนมอนอเมอร์ที่ใช้ไปโดยผ่านตัวกลาง สายโซ่โพลีเมอร์จะยาวขึ้น แล้วมอเลกุลของอิมัลซิไฟเออร์จากไมเซลล์ที่ไม่เกิดปฏิกิริยาโพลีเมอไรเซชัน จะเข้าไปห้อมล้อมไมเซลล์ที่เกิดปฏิกิริยา จนไมเซลล์เหล่านี้ถูกใช้หมด และมีอนุมูลอิสระอีกตัวหนึ่งเข้าไป การโพลีเมอไรซ์สิ้นสุดลง กลไกการเกิดปฏิกิริยาโพลีเมอไรเซชันแสดงในรูป 2.4

2.2.3 <u>กระบวนการเตรียมโพลีเมอร์แบบอิมัลชัน</u>(12)

กระบวนการโพลีเมอไรเซชันแบบอิมัลชันที่ใช้ในการผลิตลาเทกซ์ โดยทั่วไปแบ่งได้เป็น 3 ชนิดคือ

ก) <u>ปฏิกิริยาแบบขั้นเดียว (Batch Reaction)</u>

เป็นวิธีที่ใช้เครื่องมือง่ายๆ เพื่อใช้ในการศึกษาผลการทดลองและพัฒนากระบวนการ ชุดเครื่องมือประกอบด้วยหม้อปฏิกิริยาและใบพัดกวน โดยจะเติมส่วนผสมทั้งหมดในช่วงเวลาใกล้เคียงกันลงไปในหม้อปฏิกิริยา การโพลีเมอไรซ์จะเริ่มต้นและสิ้นสุดภายในหม้อปฏิกิริยานี้ โดยอุณหภูมิที่ใช้ในการทำปฏิกิริยาขึ้นกับชนิดของตัวริเริ่มและมอนอเมอร์ที่ใช้ และต้องควบคุมการปั่นกวนให้เกิดการกระจายตัวอย่างดี

ข) ปฏิกิริยาแบบกึ่งต่อเนื่อง (Semi-continuous Reaction)

เป็นปฏิกิริยาที่พัฒนามาจากกระบวนการแรก โดยจะแบ่งการเติม โมโนเมอร์และส่วนประกอบอื่นๆเป็นช่วงๆ ทำให้ได้โครงสร้างและความเสถียรของโพลีเมอร์ที่เหมาะสม ในเวลาที่แน่นอน ซึ่งปฏิกิริยายังคงใช้หม้อปฏิกิริยาเพียงตัวเดียว

ค) ปฏิกิริยาแบบต่อเนื่อง (Continuous Reaction)

เป็นกระบวนการสำหรับผลิตลาเทกซ์สังเคราะห์ในปริมาณมากๆเพื่อใช้ในทางการค้า เช่น ในการผลิต โพลีไวนิลคลอไรด์ โพลีบิวทาไดอีน เป็นต้น ปฏิกิริยาจะเติมส่วนผสมทุกอย่างลงหม้อปฏิกิริยาอย่างต่อเนื่อง มีการควบคุมการเกิดปฏิกิริยาและผลิตภัณฑ์อย่างมีประสิทธิภาพ

2.3 พลาสติกสไตรีนเหนียวทนแรงกระแทก (High Impact Polystyrene:HIPS)

2.3.1 ประวัติ

โพลีสไตรีนเริ่มผลิตในทางการค้าครั้งแรกตั้งแต่ปี 1934 โดย บริษัท ดาวเคมีคอล (Dow Chemical Co.Ltd.) ในสหรัฐอเมริกา และบริษัท ไอ.จี.ฟาราเบน (I.G. Farben)ในเยอรมัน ในช่วงก่อนสงครามโลกเล็กน้อย สหรัฐอเมริกาได้ผลิตสไตรีนมาจำนวนมาก เพื่อใช้ทำยางสังเคราะห์ (ยางบิวทะไดอีน – สไตรีน) เนื่องจากขาดแคลนยางธรรมชาติ หลังจากสงครามสงบแล้ว ปริมาณสไตรีนเหลืออยู่จำนวนมากมาย จึงได้ผลิตโพลีสไตรีนและนำไปใช้งานต่างๆ มากมาย เนื่องจากคุณสมบัติเด่นหลายประการอย่างเช่น เป็นฉนวนไฟฟ้าที่ดีมาก ผสมสีง่าย ไม่ดูดซับน้ำ โปร่งใส ขึ้นรูปง่าย มีความแข็งสูง สามารถหลอมนำกลับมาขึ้นรูปใหม่ได้เนื่องจากโครงสร้างทางเคมีของสไตรีนแล้วเป็นพลาสติกชนิดเทอร์โมพลาสติก

ข้อเสียที่เด่นชัดแล้วทำให้คุณสมบัติอื่นๆของโพลีสไตรีน ด้อยลงไป คือ ความเปราะ มีความต้านทานต่อแรงกระแทกต่ำ จึงนำไปสู่การพัฒนาปรับปรุงให้โพลีสไตรีนมีความเหนียวทนต่อแรงกระแทกเพิ่มขึ้น ซึ่งเรียกพลาสติกชนิดนี้ว่า " พลาสติกสไตรีนเหนียว ทนแรงกระแทก (High Impact Polystyrene:HIPS)" โดยการนำยางใส่เข้าไปในโพลีสไตรีน เพื่อเพิ่มความทนทานต่อแรงกระแทกให้สูงขึ้น

พลาสติกสไตรีนเหนียวทนแรงกระแทก (HIPS) ประกอบด้วยส่วนของสไตรีนที่แข็งต่อเนื่อง (Matrix of Polystyrene) ซึ่งมีอนุภาคยางขนาด 1-10 ไมโครเมตร กระจายตัวอยู่ ยางที่ใช้โดยปกติคือ โพลีบิวทะไดอีน คุณสมบัติทางกายภาพขึ้นอยู่กับขอบเขตของปริมาณยางที่กระจายตัวอยู่ในโพลีสไตรีน การกระจายตัวของยางขนาดอนุภาคต่างๆ และการเติมแต่งของแต่ละอนุภาค

2.3.2 <u>กลไกการรับแรงกระแทกของอนุภาคยาง</u>

โพลีสไตรีนโดยทั่วไปไม่สามารถใช้งานได้อย่างกว้างขวางเนื่องจากมีคุณสมบัติเปราะ แตกหักง่าย จึงมีการปรับปรุงคุณสมบัติเพื่อให้มีความเหนียวเพิ่มขึ้น และสามารถทนแรงกระแทกได้โดยการเติมอนุภาคยางลงไปในโพลีสไตรีนดังกล่าว

ทฤษฎีที่ใช้ในการอธิบายกลไกการรับแรงกระแทกของยางใน HIPS ที่ทำให้โพลีสไตรีนมีความสามารถทนต่อแรงกระแทก ได้แก่

1.ทฤษฎี Craze โดย Merz et al. (1956) ตั้งสมมติฐานว่า ยางดูดซับพลังงานโดยขบวนการทำให้บรรเทาทางกล (mechanical Damping) โดยเสนอว่า อนุภาคยางจะยึดผิวหน้าตรงข้ามที่จะเกิดการแตกตัวต่อไปเข้าไปด้วย ซึ่งพลังงานสูงสุดที่สามารถดูดซับเมื่อได้รับแรงมีค่าเท่ากับพลังงานที่ทำให้อนุภาคยางแตก รวมกับพลังงานที่ทำให้สภาวะคล้ายแก้วของโพลีเมอร์แตก

Bucknall และ Smith (1965) เสนอว่าความเค้นที่ทำให้เกิดแนวสีขาว เป็นความเค้นที่ทำให้เกิด Craze ไม่ใช่การแตก แต่สามารถนำไปสู่การแตกต่อไป วัสดุเมื่อได้รับความเค้น

อนุภาคยางจะเป็นจุดเริ่มต้นในการเกิด Craze และทำหน้าที่ควบคุมการขยายตัวต่อไปของ Craze นั้น โดย Craze จะเกิดขึ้น ณ จุดที่มีความเครียดสูงสุด โดยทั่วไปจะอยู่ใกล้เส้นผ่าศูนย์กลางของอนุภาคยาง และ Craze จะขยายตัวออกไปในแนวมีความเครียดสูงสุด การขยายตัวของ Craze จะหยุดลงเมื่อพลังงานของความเค้นที่ปลายมีค่าต่ำกว่าจุดวิกฤติสำหรับการแผ่ขยาย หรือเมื่ออนุภาคยางกีดขวาง จะมีผลทำให้เกิด Craze เล็กๆ จำนวนมาก ส่งผลให้วัสดุสามารถรับแรงได้เพิ่มขึ้นก่อนที่จะเกิดการแตกหัก

2. ทฤษฎีการเกิดจุดคลากเนื่องจากแรงเฉือน (Shear Bands) จะใช้อธิบายพลาสติกเหนียวที่มีความยืดหยุ่นเป็นส่วนมาก ไม่ค่อยนำมาใช้อธิบายในพลาสติกสไตรีนเหนียวทนแรงกระแทก ทฤษฎีนี้เสนอโดย Newman และ Strella เสนอว่า การใส่ยางเพื่อเพิ่มคุณสมบัติความเหนียวอาจเป็นเหตุให้เกิดจุดคลากเนื่องจากแรงเฉือนขึ้นในวัสดุ โดยเป็นผลมาจากการดึงในสามทิศทาง จะทำให้เกิดมีปริมาตรที่ว่างเพิ่มขึ้นนี้ จะทำให้เกิดจุดคลากขึ้นแทนที่จะเกิดการแตกหัก ทำให้วัสดุเกิดการ Deformation ภายใต้สภาวะต่ำกว่า T_g

2.3.3 <u>ผลของอนุภาคของยางที่มีต่อคุณสมบัติของพลาสติกเหนียว ทนแรงกระแทก</u>[13]

คุณสมบัติของพลาสติกเหนียว ทนแรงกระแทก โดยทั่วไปขึ้นกับ

1) การกระจายตัวของยางขนาดอนุภาคต่าง ๆ กัน

2) รูปร่างของอนุภาคยาง

3) โครงสร้างภายในของอนุภาคยาง

HEIM[5]ได้ศึกษาผลของขนาดของอนุภาคของยางที่ใช้เพื่อปรับปรุงคุณสมบัติทนแรงกระแทกของโพลีเมทิลเมทาคริเลต จากการศึกษาพบว่า ขนาดของอนุภาคของยางที่เหมาะสมอยู่ในช่วง 200 - 250 นาโนเมตร ซึ่งเป็นขนาดที่เหมาะสมในการเกิด Deformation และควบคุมการขยายของ Deformation อย่างมีประสิทธิภาพ ทำให้โพลีเมทิลเมทาคริเลตดังกล่าวมีคุณสมบัติทน

แรงกระแทกเพิ่มขึ้น โดยพบว่าอนุภาคที่มีขนาดเล็กเกินไปจะสามารถสร้าง Craze หรือ Shear Bands ได้แต่จะไม่สามารถหยุดหรือควบคุมการขยายของรอยแตกในวัสดุได้ ส่วนอนุภาคขนาดใหญ่นั้นมีความสามารถในการเป็นจุดเริ่มเกิด Craze น้อย แต่ตรงกันข้ามจะควบคุมการขยายของรอยแตกได้ดีกว่า

นอกจากนี้ HEIM[6] ยังพบว่าการใช้อนุภาคของยางขนาดแตกต่างกัน จะมีผลต่อคุณสมบัติการทนแรงกระแทกของโพลีเมทิลเมทาคริเลตด้วย ในกรณีดังกล่าว HEIM ได้ใช้ยางที่มีขนาดอนุภาคแตกต่างกันผสมลงไปในโพลีเมทิลเมทาคริเลตพบว่ายางที่มีอนุภาคขนาดเล็กของยางขนาดที่มีต่ำกว่า 1 ไมโครเมตรมีความสามารถในการเริ่มเกิด Craze หรือ Shear Bands ได้ดี และยางที่มีขนาดอนุภาคขนาดใหญ่ ซึ่งมีขนาดใหญ่กว่า 1 ไมโครเมตรจะทำหน้าที่ในการหยุดหรือควบคุมการขยายตัวของ Deformation ได้อย่างมีประสิทธิภาพ ทำให้ การใช้ยางที่มีขนาดอนุภาคแตกต่างกันช่วยรักษาคุณสมบัติการทนต่อแรงกระแทก และยังช่วยรักษาคุณสมบัติความมันเงาไว้ได้อย่างดี

ตัวอย่างของพลาสติกสไตรีนเหนียว ทนแรงกระแทกมากมายได้ถูกตรวจสอบด้วยเทคนิคทาง Electron Microscopy เนื่องจากเทคนิคนี้สามารถตรวจสอบโครงสร้างภายในของพลาสติกสไตรีนเหนียวทนแรงกระแทก (HIPS) พบว่ากระบวนการในรูปของสารละลายและในรูปอิมัลชันจะทำให้ได้อนุภาคแบบ Spherical , Cellular ส่วนการผสมกันเชิงกลจะทำให้ได้อนุภาคมีรูปร่างผิดไป[14] Tangboriboonrat ได้ศึกษาการเตรียมพลาสติกสไตรีนเหนียว ทนแรงกระแทก (HIPS) เบื้องต้นโดยใช้ยางธรรมชาติจากลาเทกซ์ซึ่งมีขนาดอนุภาคแตกต่างกันมาก และมีโครงสร้างที่ผิวซับซ้อนกว่าลาเทกซ์สังเคราะห์ มาปรับปรุงคุณสมบัติทนแรงกระแทกของโพลีสไตรีน

2.4 กระบวนการผลิตพลาสติกสไตรีนเหนียวทนแรงกระแทก[15]

พลาสติกเหนียว (Toughned Plastic) โดยทั่วไปมีกระบวนการเตรียมดังนี้

2.4.1 กระบวนการเตรียมที่ใช้โดยทั่วไป

1. การผสมเชิงกล เป็นกระบวนการที่เก่าแก่ที่สุด โดยกระบวนการผลิตจะนำโพลีเมอร์ที่เป็นของแข็ง 2 ชนิด มาผสมกันโดยทางกลด้วยเครื่องบดยางหรือเครื่องผสม กระบวนการนี้เป็นพื้นฐานที่สุด และยังคงมีการใช้อยู่ในปัจจุบัน Morphology ของ พลาสติกสไตรีนเหนียว ทนแรงกระแทก (HIPS) ที่ผลิตโดยการผสมกันเชิงกลนี้แสดงในรูป 2.5

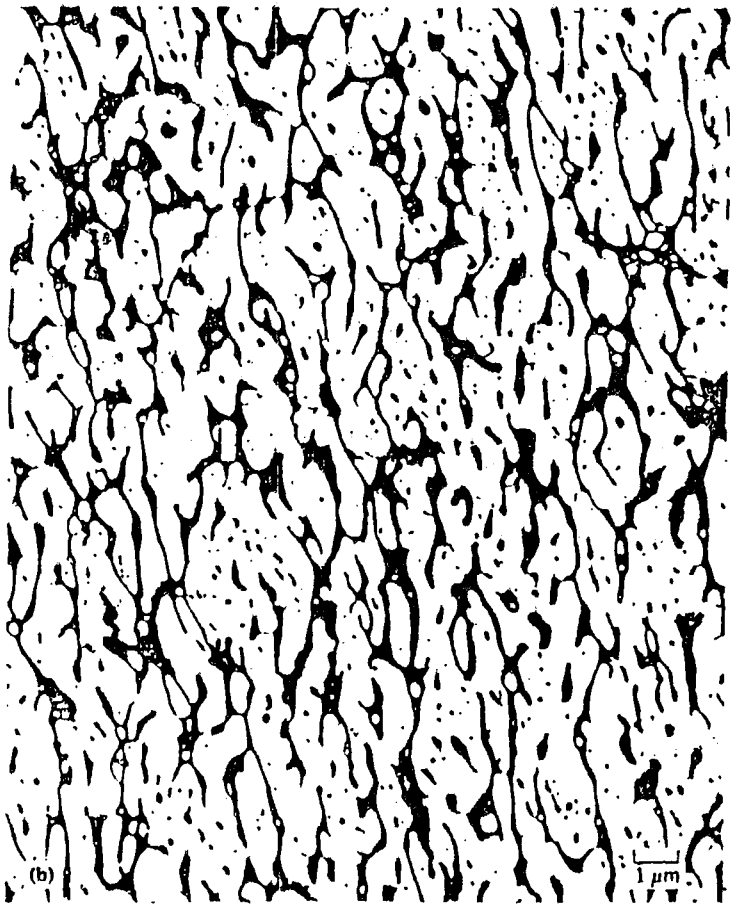
2. กระบวนการกราฟท์โคโพลีเมอร์ในรูปสารละลาย ขั้นตอนของกระบวนการจะเป็นการเตรียมสารละลายสไตรีนโมโนเมอร์ที่มีอนุภาคยางกระจายตัวอยู่อย่างเสถียร หลังจากนั้นทำการโพลีเมอไรซ์ขั้นต้นให้เกิดเป็นโพลีเมอร์ประมาณ 30% โดยระหว่างโพลีเมอไรซ์จะต้องทำการปั่นกวนตลอดเวลา เพื่อทำให้เกิดการกลับเฟส (Phase Inversion) จากนั้นนำไปผ่านกระบวนการโพลีเมอไรเซชันแบบแขวนลอย หรือแบทช์ต่อๆไป กระบวนการนี้นิยมใช้ในการผลิต HIPS ในระดับอุตสาหกรรม ซึ่งเป็นกระบวนการโพลีเมอไรซ์ร่วมของสไตรีนโมโนเมอร์กับอนุภาคยาง Morphology ของ พลาสติกสไตรีนเหนียว ทนแรงกระแทก (HIPS) ที่ผลิตโดยกระบวนการสารละลายแสดงในรูป 2.6

3. กระบวนการกราฟท์โคโพลีเมอร์ไมโครซัสเป็นกระบวนการที่เติมสไตรีนโมโนเมอร์ลงไปใน " Seed Latex " ที่มีอยู่ก่อน แล้วโพลีเมอไรซ์โพลีเมอร์ดังกล่าว โดยในสารละลายจะมีสารลดแรงตึงผิว (Emulsifying Agent) ควบคุมไม่ให้โมโนเมอร์ถูกโพลีเมอไรซ์เป็น Homopolymer ในสารละลายชั้นน้ำ แต่จะเข้าล้อมรอบอนุภาคยางแล้วจึงเกิดการโพลีเมอไรซ์

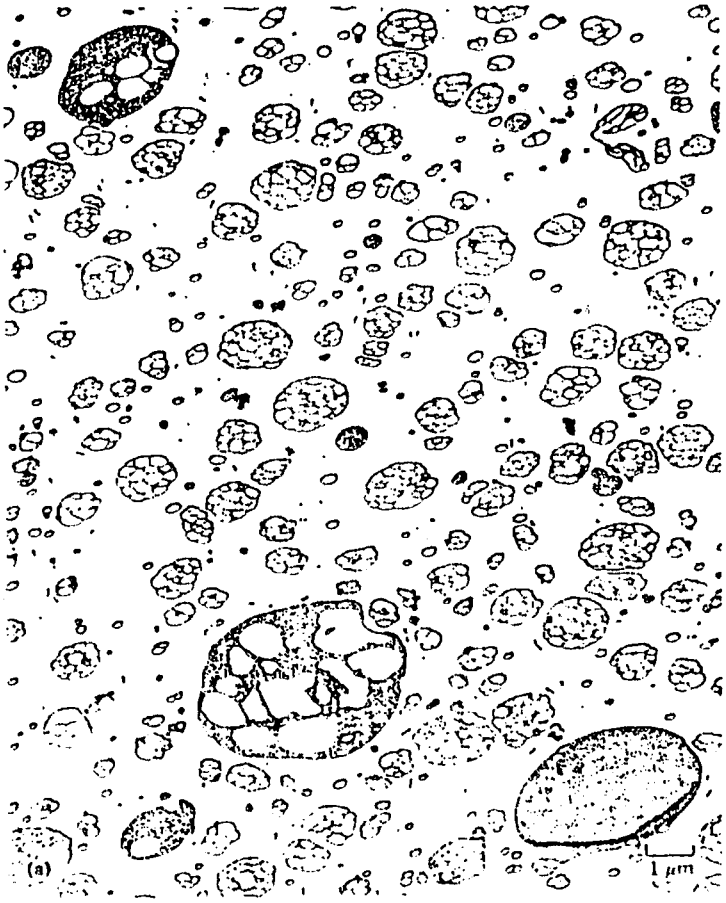
สำนักหอสมุดกลาง พระจอมเกล้าลาดกระบัง

อนุภาคยางและโมโนเมอร์ อนุภาคยางและโพลีเมอร์จะมีลักษณะเป็น " Core Shell " Morphology ของ พลาสติกสไตรีนเหนียว ทนแรงกระแทก (HIPS) ที่ผลิตโดยกระบวนการนี้เป็นเช่นเดียวกับในรูป 2.6

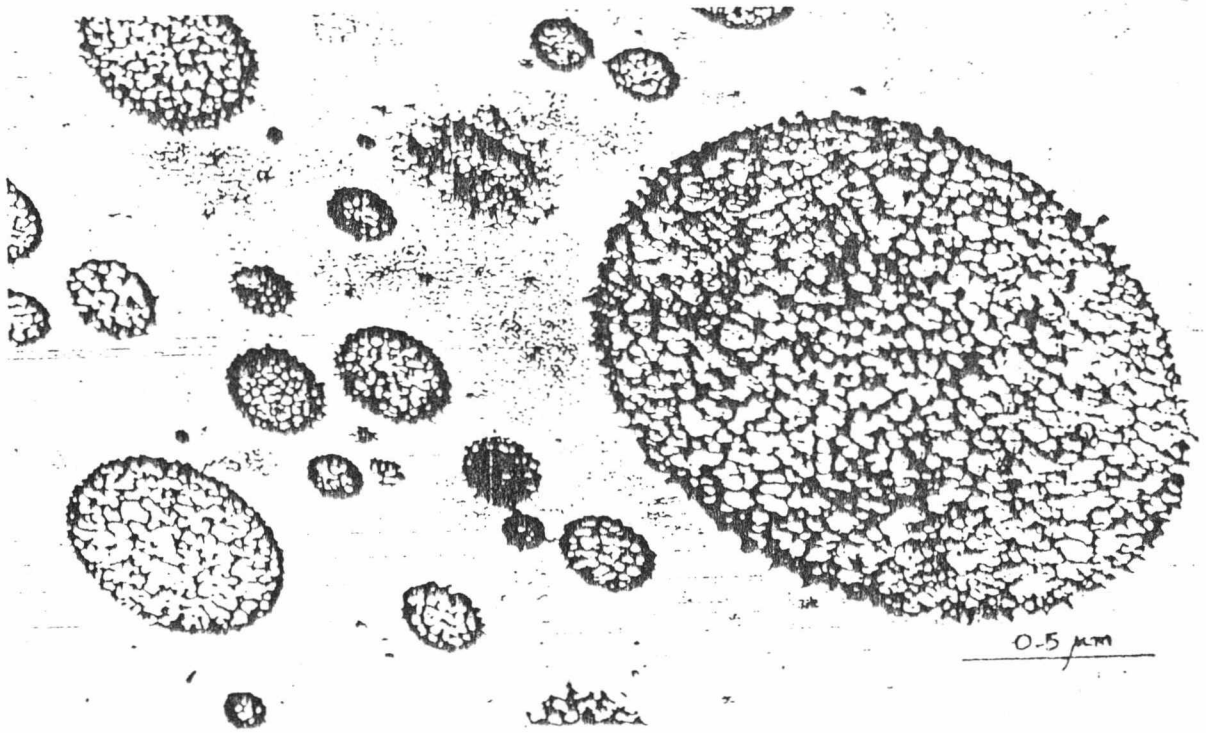
Morphology ของพลาสติกสไตรีนเหนียวทนแรงกระแทก(HIPS) ที่ผลิตจากการใส่อนุภาคยางธรรมชาติลงในสไตรีน จากการศึกษาของ Tangboriboonrat[2] แสดงในรูปที่ 2.7



รูปที่ 2.5 แสดง Morphology ของ พลาสติกสไตรีนเหนียว ทนแรงกระแทก (HIPS) ที่ผลิตโดยการผสมเชิงกล



รูปที่ 2.6 แสดง Morphology ของ พลาสติกสไตรีนเหนียว ทนแรงกระแทก (HIPS) ที่ผลิตโดยกระบวนการสารละลาย



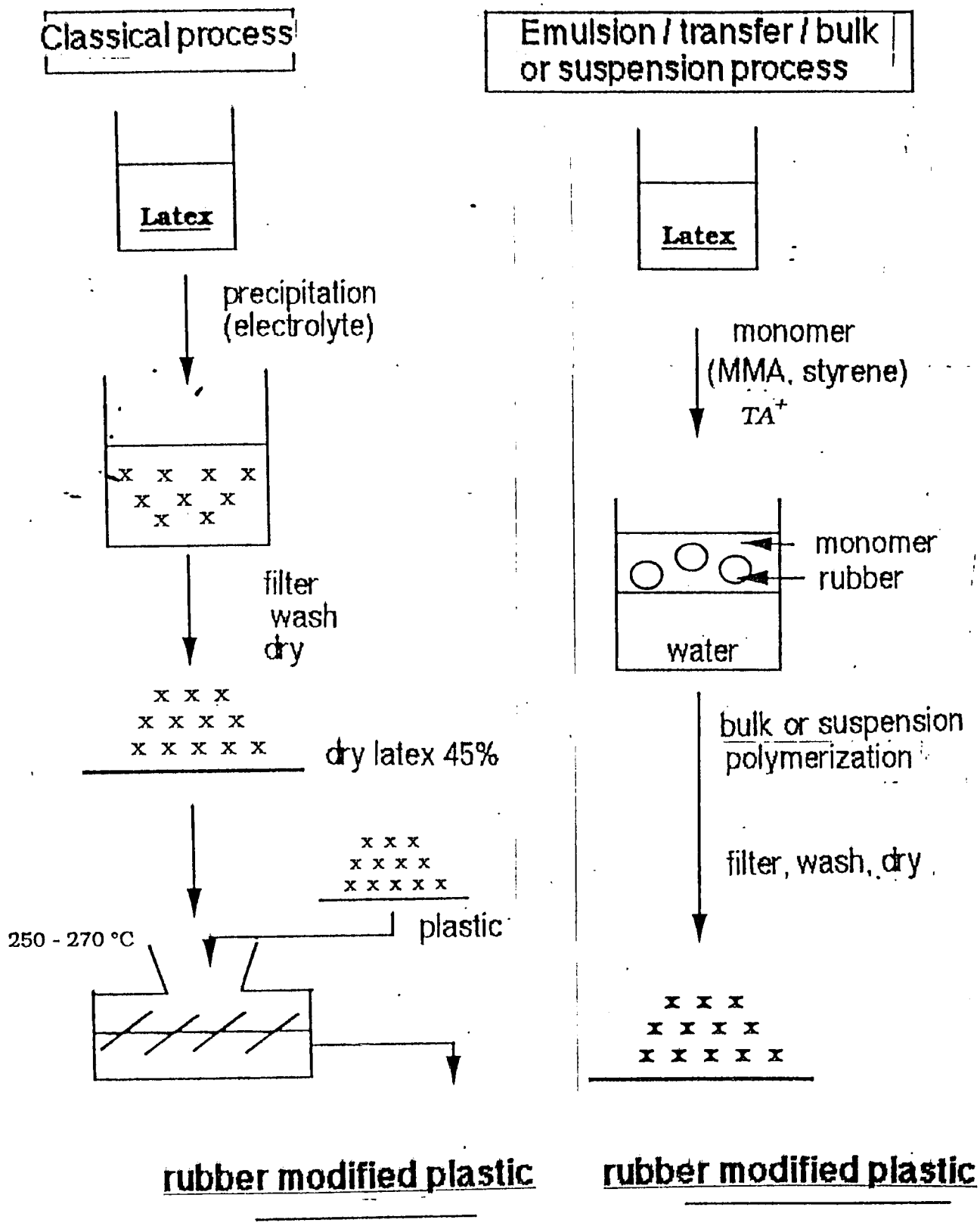
รูปที่ 2.7 แสดง Morphology ของ พลาสติกสไตรีนเหนียว ทนแรงกระแทก (HIPS) ที่ผลิตจากการใส่อนุภาคยางธรรมชาติลงในสไตรีน จากการศึกษาของ Tangboriboonrat[2]

2.4.2 กระบวนการเตรียมโดย Emulsion Polymerisation/ Phase Transfer/ Bulk or Suspension Polymerisation

HEIM[5] ได้นำเทคนิคนี้มาใช้โดยเตรียมลาเทกซ์ของโพลีบิวทิลอะไครเลต แล้วนำเทคนิคเฟสทรานสเฟอร์ ซึ่งได้แก่การไทเทรตลาเทกซ์โพลีบิวทิลอะไครเลตที่มีการเชื่อมโยงแล้วที่มีประจุลบที่ผิวของอนุภาค โดยไทเทรตด้วยสารลดแรงตึงผิวประเภทที่มีประจุบวก โดยมีตัวทำละลายอินทรีย์เช่น โมโนเมอร์ที่ไม่เข้ากับน้ำ อยู่ด้วย อนุภาคของโพลีบิวทิลอะไครเลตจะเคลื่อนย้ายจากชั้นน้ำไปยังชั้นของตัวทำละลายอินทรีย์แล้วบวมตัวอยู่ จากนั้นจะทำการโพลีเมอไรซ์ชั้นของโมโนเมอร์ที่มีอนุภาคยางโพลีบิวทิลอะไครเลตกระจายอยู่ โดยวิธีโพลีเมอไรเซชันแบบบัลค์หรือแขวนลอย ทำให้ได้พลาสติกสไตรีนเหนียว ทนแรงกระแทก (HIPS)

ในกรรมวิธีนี้เป็นวิธีที่ง่าย สะดวก สามารถลดข้อบกพร่องของการกระจายตัวของอนุภาคยางที่ไม่ค่อยสม่ำเสมอ และสามารถลดขั้นตอนการผลิต เช่น การตกตะกอนน้ำยาง การกรอง ทำให้สามารถประหยัดเวลาในการผลิตลงได้มาก โดยเทคนิคนี้ทำให้ได้พลาสติกสไตรีนเหนียว ทนแรงกระแทก (HIPS) ที่มีการกระจายตัวของอนุภาคยางที่สามารถควบคุมได้

การเปรียบเทียบขั้นตอนการผลิตพลาสติกเหนียว ทนแรงกระแทก โดยกรรมวิธีที่ใช้ทั่วไป และกรรมวิธี Emulsion Polymerisation / Phase Tranfer / Bulk or Suspension Polymerisation แสดงในรูป 2.8



รูปที่ 2.8 แสดงการเปรียบเทียบขั้นตอนการผลิตพลาสติกเหนียว ทนแรงกระแทกโดยกรรมวิธีที่ใช้ทั่วไป และกรรมวิธี Emulsion Polymerisation / Phase Tranfer / Bulk or Suspension Polymerisation

2.4.2.1 เทคนิคเฟสทรานสเฟอร์ (Phase Transfer Technique)

เทคนิคนี้ถูกพัฒนาขึ้นครั้งแรกโดย HEIM[5] เพื่อใช้ในการหาปริมาณประจุบนผิวของลาเทกซ์สังเคราะห์ที่มีการเชื่อมขวาง (Crosslinked Synthetic Latex) เช่น โพลีสไตรีน โพลีเมทิลเมทาคริเลต และโพลีบิวทิลอะไครเลต หลักการ คือ การเลือกเติมสารลดแรงตึงผิว (Surfactant) ที่มีประจุตรงข้ามกับประจุบนผิวของอนุภาคลาเทกซ์ ทำให้ประจุบนผิวของอนุภาคลาเทกซ์ในน้ำเป็นกลาง อนุภาคที่เป็นกลางนี้จะไม่สามารถกระจายตัวในน้ำได้อย่างเสถียร แต่จะลอยขึ้นแล้วกระจายตัวอยู่ในชั้นของตัวทำละลายอินทรีย์ (ไม่ละลายน้ำ) ที่เติมลงไป ด้วยวิธีการนี้สามารถคำนวณหาปริมาณประจุที่ผิวของอนุภาคโพลีเมอร์ได้จากปริมาณสารลดแรงตึงผิวที่เติมลงไปแล้วทำให้อนุภาคเป็นกลางพอดี ซึ่งคือค่า Critical Transfer Concentration (CTC)

การหาค่า CTC เป็นไปตามสมการดังนี้

$$CTC = \frac{V \times C}{10 \times MW \times (\%TSC) \times m} \quad \text{---------- (1)}$$

โดยที่ CTC = ความเข้มข้นวิกฤติในการเคลื่อนย้าย (Critical Transfer Concentration) เป็นปริมาณโมลของสารลดแรงตึงผิวที่ใช้ต่อน้ำหนักเป็นกรัมของลาเทกซ์แห้ง

V = ปริมาตรของสารลดแรงตึงผิวที่ใช้เมื่อถึงจุดยุติ , มิลลิลิตร.

C = ความเข้มข้นของสารลดแรงตึงผิวที่ใช้ , กรัม/ลิตร

MW = น้ำหนักโมเลกุลของสารลดแรงตึงผิว

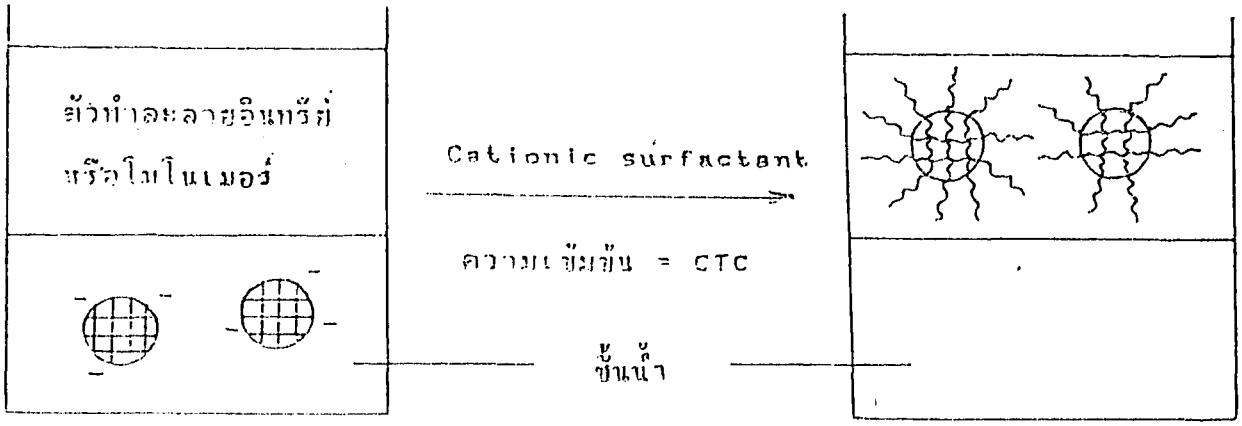
%TSC = ปริมาณของแข็งที่มีอยู่ในลาเทกซ์

m = น้ำหนักลาเทกซ์ , กรัม

ค่า CTC นี้เป็นค่าคงที่ ไม่ขึ้นอยู่กับน้ำหนักของลาเทกซ์ หรือปริมาตรของตัวทำละลายอินทรีย์ แต่จะขึ้นกับโครงสร้างของสารลดแรงตึงผิว

HEIM ได้ใช้เทคนิคนี้ ในการไทเทรตลาเทกซ์ที่เสถียรด้วยประจุลบที่ผิวของอนุภาค โดยการเติมสารลดแรงตึงผิวที่มีประจุบวก(Cationic Surfactant) ลงในลาเทกซ์ โดยมีตัวทำละลายอินทรีย์ที่ไม่ละลายน้ำอยู่ด้วย ที่จุดยุติของการไทเทรต อนุภาคของโพลิเมอร์จะเป็นกลาง โดยมีประจุลบที่ผิวของอนุภาคเท่ากับปริมาณประจุบวกที่เติมลงไป เมื่ออนุภาคเป็นกลาง อนุภาคดังกล่าวจะเคลื่อนจากชั้นน้ำไปแขวนลอยอยู่ในชั้นของตัวทำละลายอินทรีย์ ซึ่งสังเกตุได้จากการเปลี่ยนแปลงของสารละลายในชั้นน้ำที่ขุ่น กลายเป็นสารละลายใสทันที ดังแสดงในรูป 2.9

อนุภาคของลาเทกซ์สามารถเคลื่อนย้ายได้จนกระทั่งเปอร์เซนต์น้ำหนักของลาเทกซ์ในสารละลายอินทรีย์มีค่าประมาณ 70% หลังจากการทรานสเฟอร์ อนุภาคของลาเทกซ์จะกระจายเป็นเนื้อเดียวและบวมตัวในชั้นของตัวทำละลายอินทรีย์ ด้วยแรงกระทำระหว่างโพลีเมอร์กับตัวทำละลาย ทำให้อนุภาคเสถียรอยู่ได้ในตัวทำละลายอินทรีย์ อนุภาคที่บวมตัวในชั้นตัวทำละลายอินทรีย์สามารถแยกออกได้โดยการเซนตริฟิวจ์



รูปที่ 2.9 แสดงลักษณะการเคลื่อนย้ายของอนุภาคลาเทกซ์ เมื่อถูกไทเทรตด้วยสารลดแรงตึงผิวที่มีประจุบวก ในตัวทำละลายอินทรีย์หรือมอนอเมอร์

อัตราการเกิดการบวมตัว สามารถวัดได้จากขนาดอนุภาคที่บวมตัวและไม่บวมตัว ดังนี้

$$\text{อัตราการบวมตัว} \ , \ H_V = (\ \phi / \phi_o \ )^3 \quad \text{---------- (2)}$$

โดยที่ ϕ = ขนาดเส้นผ่าศูนย์กลางของอนุภาคลาเทกซ์ที่บวมตัวในตัวทำละลายอินทรีย์ หลัง Phase Transfer

ϕ_o = ขนาดเส้นผ่าศูนย์กลางของอนุภาคลาเทกซ์ในชั้นน้ำ ก่อนการทำ Phase Transfer

เทคนิคนี้ยังสามารถใช้กับลาเทกซ์ธรรมชาติโดย Tangboriboonrat[2] นำเทคนิคนี้มาใช้ในการหาปริมาณประจุบนผิวของลาเทกซ์ธรรมชาติชนิดร่างแหที่ใช้วิธีการฉายรังสีแกมม่า ซึ่งมีโครงสร้างซับซ้อนกว่าลาเทกซ์สังเคราะห์มาก เพราะมีขนาดอนุภาคไม่เท่ากันและยังไม่มีการเข้าใจถึงโครงสร้างที่ผิวของอนุภาค กลไกการทรานสเฟอร์จึงแตกต่างจากลาเทกซ์สังเคราะห์

เทคนิคเฟสทรานสเฟอร์จึงสามารถใช้แยกอนุภาคลาเทกซ์ออกจากส่วนที่เป็นน้ำ จะได้อนุภาคโพลีเมอร์แขวนลอยในตัวทำละลายอินทรีย์ ซึ่งถ้าใช้รีมรีนเมอร์เป็นตัวทำละลายอินทรีย์ก็จะสามารถเตรียมโพลีเมอร์ผสมได้จากการโพลีเมอไรซ์รีมรีนเมอร์ที่มีอนุภาคของโพลีเมอร์จากการเฟสทรานสเฟอร์แขวนลอยอยู่ เช่นการผลิตพลาสติกสไตรีนเหนียว ทนแรงกระแทก(HIPS) โดยใช้สไตรีนรีมรีนเมอร์เป็นตัวทำละลายอินทรีย์ แล้วเคลื่อนย้ายอนุภาคยางเข้าไปในสไตรีนรีมรีนเมอร์ แล้วทำการโพลีเมอไรเซชัน เทคนิคนี้ยังสามารถใช้ในการวัดหาปริมาณการเกิดการเชื่อมโยง (Crosslinked Density) ได้โดยง่าย และรวดเร็วอีกด้วย

2.4.2.2 กระบวนการโพลีเมอไรเซชันแบบบัลค์ (Bulk Polymerisation)

กระบวนการโพลีเมอไรเซชันแบบบัลค์ เกิดในระบบของสารที่เป็นเนื้อเดียวกัน (Homogeneous System) เป็นวิธีการสังเคราะห์โพลีเมอร์ที่ใช้กันค่อนข้างมาก โพลีเมอไรเซชันแบบบัลค์ใช้อย่างกว้างขวางในการผลิตโพลีเมอร์ชนิดควบแน่น โดยเป็นปฏิกิริยาชนิด Exothermic ที่ไม่รุนแรง และปฏิกิริยาส่วนมากเกิดขึ้นเมื่อความหนืดของส่วนผสมต่ำพอที่จะเกิดการผสมเข้ากันได้ มีการถ่ายเทความร้อนดี และมีการกำจัดฟองที่เกิดขึ้น โดยการควบคุมปฏิกิริยาโพลีเมอไรเซชันแบบบัลค์ในกรณีนี้เป็นวิธีที่ค่อนข้างง่าย

กระบวนการโพลีเมอไรเซชันแบบบัลค์ของไวนิลโมโนเมอร์ (Vinyl Monomer) เป็นเรื่องที่ยุ่งยาก เนื่องจากเป็นปฏิกิริยา Exothermic ที่รุนแรงเนื่องมาจากการแตกตัวของตัวริเริ่มโดยใช้ความร้อน อัตราเร็วการเกิดปฏิกิริยาขึ้นอยู่กับอุณหภูมิ โดยอุณหภูมินี้มีผลทำให้เกิดปัญหาเกี่ยวกับการถ่ายเทความร้อนขึ้น เพราะว่าความหนืดจะสูงขึ้น นำไปสู่ความยุ่งยากในการควบคุม ซึ่งปัญหาเกี่ยวกับการถ่ายเทความร้อนนี้จะนำไปสู่การพัฒนาเป็น "Hot Spots" และ "Runaways" ปัญหานี้จะไม่เกิดขึ้นสำหรับการเตรียมชิ้นงานโดยการการหล่อชิ้นงาน กระบวนการโพลีเมอไรเซชันแบบบัลค์บางทีใช้ในทางการค้าเพื่อผลิตไวนิลโมโนเมอร์ (Vinyl Monomer) ตัวอย่างเช่น โพลีเมทิลเมทาไครเลต (Poly(methyl methacrylate) เป็นต้น

บทที่ 3

การวิจัยและดำเนินการ

3.1 สารเคมี :-

ลำดับที่	สารเคมี	เกรด	บริษัท
1	สไตรีนโมโนเมอร์	com.	Mitsubishi
2	ไวทิลอะไครเลท โมโนเมอร์	com.	Union Carbide
3	เอธิลีนไกลคอลไดเมธะไครเลต	AR	Fluka
4	โซเดียมลอริลซัลเฟต	AR	Farmitalia Carlo Erba
5	เบนซิลไดเมธิลเฮกซะเดคซิล แอมโมเนียมคลอไรด์	AR	Fluka
6	ซินเพอร์ออกซิก	AR	ICI
7	เบนโซอิลเปอร์ออกไซด์*	—	—
8	เทอเทียรี่ไวทิลไฮโดรเปอร์ออกไซด์	—	—
9	ก๊าซอาร์กอน	—	—

---

* ทำให้บริสุทธิ์ก่อนใช้ โดยละลายเบนโซอิลเปอร์ออกไซด์ในคลอโรฟอร์มที่อุณหภูมิห้องจนได้สารละลายเบนโซอิลเปอร์ออกไซด์ที่อิ่มตัว จากนั้นนำไปหยดลงในเมธานอล จะได้ผลึกของเบนโซอิลเปอร์ออกไซด์ที่บริสุทธิ์ นำไปกรอง แล้วทำให้แห้งโดยนำไปใส่ไว้ในเดซิเคเตอร์

สารเคมี (ต่อ)

ลำดับที่	สารเคมี	เกรด	บริษัท
10	ซิงค์ออกไซด์	—	—
11	ซิงค์ไดเอธิลไดไธโอคาร์บาเมต	—	—
12	โปแตสเซียมเปอร์ซัลเฟต	AR	Fluka
13	ไฮโดรควิโนน	—	—
14	อะซีโตน	com.	Merck
15	คลอโรฟอร์ม	AR	Farmitalia Carlo Erba
16	เมธานอล	AR	Merck
17	โทลูอีน	AR	Baker Analyzed
18	ฟรุกโตส	AR	Fluka
19	น้ำยางธรรมชาติข้นชนิดแอมโมเนียต่ำ	—	ไทยรับเบอร์ลาเท็กซ์ คอร์เปอร์เรชั่น จ.ระยอง

หมายเหตุ : com. = commercial grade

AR = analytical grade

3.2 เครื่องมือและอุปกรณ์ :-

1. เครื่อง SUBMICRON PARTICLE SIZE ANALYZER (COULTER MODEL N4-MD)*(1)
2. เครื่อง PARTICLE SIZE ANALYZER (MASTERSIZER-X)*(2)
3. เครื่อง IMPACT TESTER (CEAST)
4. เครื่อง Notch Cutting Apparatus (DAVENPORT)
5. เครื่องวัด Tensile รุ่น SHIMADZU AUTOGRAPH S-100
6. เครื่องเตผสมแบบลูกบอล (Ball mill)
7. ออสวาลด์วิสโคมิเตอร์ (Ostwald viscometer)*(3)
8. แม่พิมพ์เหล็ก
9. เข้าพิมพ์ปูนพลาสเตอร์
10. ชุดสังเคราะห์สาร

3.3 น้ำยางสังเคราะห์โพลีบิวทิลอะไครเลท :-

ในขั้นแรกต้องการจะนำเทคนิคเฟสทรานสเฟอร์ มาใช้กับน้ำยางสังเคราะห์โพลีบิวทิลอะไครเลทที่เตรียมขึ้น เพื่อเป็นรูปแบบสำหรับศึกษาการเตรียมพลาสติกโพลีสไตรีนเหนียวทนแรงกระแทก (HIPS) ที่ใช้น้ำยางธรรมชาติ ในขั้นต่อไป

---

*(1) ดูภาคผนวก ก.

*(2) ดูภาคผนวก ข.

*(3) ดูภาคผนวก ค.

3.3.1 การเตรียมน้ำยางสังเคราะห์โพลีบิวทิลอะไครเลท

การเตรียมน้ำยางสังเคราะห์โพลีบิวทิลอะไครเลท เตรียมโดยวิธีอิมัลชันโพลีเมอไรเซชัน (Emulsion polymerisation) ซึ่งในการสังเคราะห์นั้นจะมีการเปลี่ยนแปลงปริมาณขององค์ประกอบดังนี้

ก) เปลี่ยนแปลงปริมาณสารเชื่อมโยงเอธิลีนไกลคอลไดเมธะไครเลต(EDMA) เพื่อให้ได้น้ำยางโพลีบิวทิลอะไครเลตที่มีปริมาณร่างแหต่างๆ โดยมีการเปลี่ยนแปลงปริมาณเป็น 0.25,0.75,1.0 และ 1.5 กรัม หรือเท่ากับ 0.48,1.44,1.92 และ 2.88 % น้ำหนักโดยน้ำหนักของโมโนเมอร์ ตามลำดับ

ข) เปลี่ยนแปลงปริมาณอิมัลซิไฟเออร์ โซเดียมลอริลซัลเฟต(SDS) เพื่อให้ได้ขนาดอนุภาคของน้ำยางโพลีบิวทิลอะไครเลตต่างกัน โดยมีการเปลี่ยนแปลงปริมาณเป็น 0.65, 0.90,1.30,1.75 และ 2.2 กรัม หรือเท่ากับ 1.29,1.78,2.57,3.47 และ 4.36 % น้ำหนักโดยน้ำหนักของโมโนเมอร์ ตามลำดับ

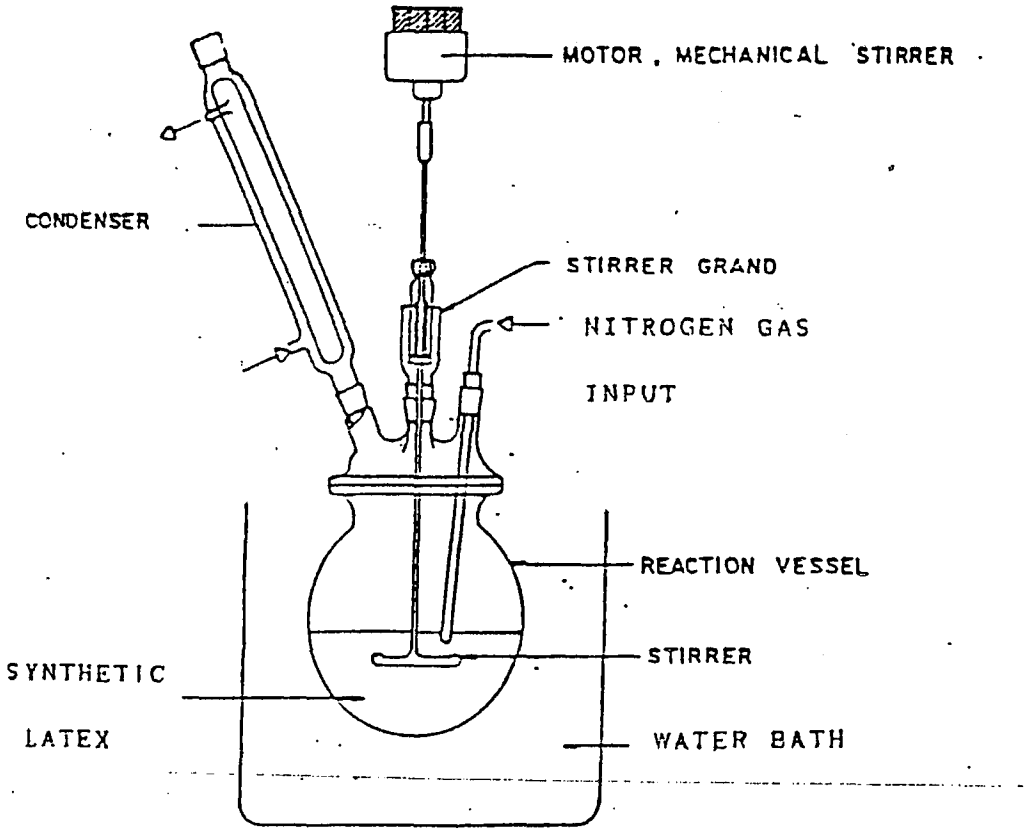
ขั้นตอนในการเตรียมน้ำยางสังเคราะห์โพลีบิวทิลอะไครเลท โดยวิธีอิมัลชันโพลีเมอไรเซชัน เตรียมได้ดังนี้

1. ชั่งสารที่ใช้ในการทำอิมัลชันโพลีเมอไรเซชัน ดังสูตรต่อไปนี้

สาร	น้ำหนัก(กรัม)
1. น้ำกลั่นที่ต้มแล้ว	448
2. บิวทิลอะไครเลทโมโนเมอร์ (X) + เอธิลีนไกลคอลไดเมธะไครเลต (Y)	X+Y= 52
3. อิมัลซิไฟเออร์ (SDS)	Z*
4. โพแทสเซียมเปอร์ซัลเฟต	0.60

* ดูข้อ ข. หน้า 29.

2. จัดตั้งชุดเครื่องมือในการสังเคราะห์สาร ซึ่งประกอบด้วย reactor, heater, water bath, condenser, มอเตอร์ปั่นกวน, ใบพัดแก้ว และก๊าซไนโตรเจน (ดังรูปที่ 3.1)



รูปที่ 3.1 การตั้งชุดสังเคราะห์ลาเท็กซ์

3. เติมน้ำกลั่นพอประมาณลงใน reactor ที่ตั้งอยู่ใน water bath อุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียส จนกระทั่งสังเกตเห็นเหยดน้ำเกาะที่ผนัง reactor และ condensor จากนั้นดูดน้ำใน reactor ออกจนหมด ขั้นตอนนี้ทำเพื่อป้องกันการผิดพลาดอันเนื่องมาจากการสูญเสียปริมาณน้ำที่ใช้ในสูตร ขณะทดลอง

4. แบ่งน้ำกลั่นที่ต้มแล้วส่วนหนึ่งประมาณ 250 กรัม เติมลงใน reactor (เหลือไว้ใช้สำหรับละลายสารที่เตรียมตามสูตรด้วย) เติมอิมัลซิไฟเออร์(SDS) ที่ละลายในน้ำกลั่น พร้อมทั้งทำการปั่นกวนที่ความเร็วประมาณ 500 รอบต่อนาที เป็นเวลาประมาณ 15 นาที โดยผ่านก๊าซไนโตรเจนในขณะนั้นด้วย จากนั้นเติมบิวทิลอะไครเลต โมโนเมอร์ และเอธิลีนไกลคอลไดเมธะไครเลต(EDMA) คนให้โมโนเมอร์กระจายตัวอย่างสม่ำเสมอ แล้วจึงเติมโพแทสเซียมเปอร์ซัลเฟตที่ละลายในน้ำ ทำการปั่นกวนต่อไปเป็นเวลาประมาณ 2-6 ชั่วโมง(10) แล้วทำการตรวจสอบหาเปอร์เซนต์คอนเวอร์ชัน (% conversion) ซึ่งทำได้โดยดูดสารจาก reactor ใส่ลงในหลอดทดลองซึ่งแช่อยู่ในน้ำเย็น ประมาณ 1-2 ลูกบาศก์เซนติเมตร หยดสารละลายไฮโดรควิโนนเข้มข้น 1 % น้ำหนักโดยน้ำหนักในอะซีโตน จำนวน 2-3 หยด เมื่อสารเย็น เทลงใส่ในภาชนะที่ทำด้วยอะลูมิเนียมฟอยล์ที่ชั่งน้ำหนักไว้แล้ว จากนั้นบันทึกน้ำหนักลาเท็กซ์ก่อนอบไว้ แล้วจึงนำไปอบที่อุณหภูมิประมาณ 100 องศาเซลเซียส จนแห้ง แล้วชั่งน้ำหนักลาเท็กซ์หลังอบบันทึกน้ำหนักไว้ แล้วนำไปอบต่อจนน้ำหนักคงที่ คำนวณหาเปอร์เซนต์คอนเวอร์ชัน (% conversion) ดังสมการ (3) และ (4)

$$\% \text{ conversion} = (W_a / W_m) \times 100 \quad \text{---------- (3)}$$

$$\text{ซึ่ง} \quad W_m = 52W_b / 500 \quad \text{---------- (4)}$$

เมื่อ W_a = น้ำหนักลาเท็กซ์หลังอบ,กรัม

W_m = น้ำหนักโมโนเมอร์ก่อนอบ,กรัม

W_b = น้ำหนักลาเท็กซ์ก่อนอบ.กรัม

โดยจะหยุดปฏิกิริยาเมื่อ % conversion คงที่ และใกล้เคียง 100 %

5.ทำซ้ำข้อ 3.โดยเปลี่ยนแปลงปริมาณสารเชื่อมโยงเอธิลีนไกลคอลไดเมธะไครเลต(EDMA) เป็น 0.25.0.75,1.00 และ 1.75 กรัม

6.ทำซ้ำข้อ 3.โดยเปลี่ยนแปลงปริมาณอิมัลซิไฟเออร์โซเดียมเลอริลซัลเฟต (SDS) เป็น 0.65,0.90,1.30,1.75 และ 2.2 กรัม

3.3.2 การศึกษาคุณลักษณะของน้ำยางโพลีบิวทิลอะไครเลต

ก) ปริมาณของแข็งทั้งหมด (% Total Solid Content, %TSC)

หลังจากได้น้ำยางสังเคราะห์โพลีบิวทิลอะไครเลต จะนำไปหาปริมาณของของแข็งทั้งหมด (%TSC) โดยดูดลาเท็กซ์ ประมาณ 1 กรัม ใส่ลงในอะลูมิเนียมฟอยล์ ชั่งน้ำหนักก่อนอบไว้ จากนั้นนำไปอบในตู้อบที่อุณหภูมิประมาณ 100 องศาเซลเซียส จนน้ำหนักคงที่ บันทึกน้ำหนักหลังอบ แล้วนำมาคำนวณหา % conversion ดังสมการ (5)

$$\%TSC = (W_a / W_b) \times 100 \quad \text{---------- (5)}$$

ข) การวัดขนาดของอนุภาคยางที่สังเคราะห์ได้

ทำการวัดขนาดอนุภาคของน้ำยางรพลีบิวทิลอะไครเลตที่สังเคราะห์ได้โดยใช้เครื่อง SUBMICRON PARTICLE SIZE ANALYZER (COULTER MODEL N4-MD) ซึ่งมีวิธีทำดังนี้

1) เปิดเครื่องเป็นเวลา 30 นาที เพื่อรอให้อุณหภูมิคงที่ที่ 25 องศาเซลเซียส

2) ใส่ค่า Sample ID , Viscosity ของน้ำซึ่งมีค่าเท่ากับ 0.0089 Poise และค่า Refractive Index ของน้ำ ซึ่งมีค่าเท่ากับ 1.333 เป็น Input Data และ Set Output Data

3) ทำการใส่ Cell ที่บรรจุ Diluted Latex ลงในช่องใส่ Cell แล้วดูค่า Sample Intensity ให้อยู่ในช่วง $5x10^4$ - $1x10^6$ Counts/Second

จากนั้น Start เครื่อง เครื่องจะทำ Auto- Ranging และทำการวัดขนาดอนุภาค ซึ่งจะให้ผลการวัดในรูปของ Unimodal Mode และ SDP Mode Analysation ตามลำดับ

4) บันทึกค่า Mean Diameter ของ Unimodal Results และMean Diameterของ SDP Weight Results

5) ทำการวัดซ้ำ ประมาณ 2-3 ครั้ง ต่อ 1 ตัวอย่าง

3.4 น้ำยางธรรมชาติ :-

ในขั้นตอนนี้จะศึกษาการเตรียม HIPS จากกระบวนการ Emulsion Polymerisation / Phase Transfer / Bulk Polymerisation โดยใช้น้ำยางธรรมชาติในรูปของลาเท็กซ์

3.4.1 การศึกษาคุณลักษณะทั่วไปของน้ำยางธรรมชาติ

น้ำยางธรรมชาติที่จะนำมาใช้ จะต้องทำการศึกษาคุณลักษณะโดยทั่วๆไปของน้ำยางนั้นก่อนดังนี้

ก) ปริมาณของแข็งทั้งหมด (% Total Solid Content, %TSC)

1) ชั่งน้ำยางประมาณ 2.0 ± 0.5 กรัม เทลงใน petridish ที่ชั่งน้ำหนักไว้แล้ว ทำให้น้ำยางแผ่กระจายทั่ว petridish โดยค่อยๆเอียงจานเบาๆช้าๆ อาจเติมน้ำกลั่น 1-2 มิลลิลิตร ผสมลงไปเพื่อช่วยให้การกระจายตัวดีขึ้น

2) นำไปเข้าตู้อบที่อุณหภูมิประมาณ 70 องศาเซลเซียสจนแห้งดี แล้วนำเอา petridish นี้ไปใส่ในเดซิเคเตอร์ และชั่งน้ำหนัก

3) นำไปอบอีกครั้งหนึ่งที่อุณหภูมิประมาณ 70 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 30 นาที นำไปใส่ในเดซิเคเตอร์ ชั่งน้ำหนัก ทำเช่นนี้จนกระทั่งน้ำหนักที่ชั่งได้ ต่างกันไม่เกิน 1 มิลลิกรัม

การคำนวณ :

โดยใช้สมการที่ (5)

ข) ปริมาณเนื้อยางแห้ง (% Dry Rubber Content, %DRC)

1) ชั่งน้ำยางประมาณ 10 กรัม ลงในบีกเกอร์ขนาด 100 หรือ 150 มิลลิลิตร เติมน้ำกลั่นลงไปประมาณ 10-20 มิลลิลิตร แกว่งบีกเกอร์เพื่อทำให้น้ำยางกับน้ำเข้าเป็นเนื้อเดียวกัน

2) ค่อยๆหยดกรดอะซีติก 6 % ปริมาตรโดยปริมาตร จำนวน 15-30 มิลลิลิตร จนน้ำยางจับตัว ทิ้งไว้ 30 นาที หรือนำไปวางบนอ่างไอน้ำประมาณ 15 - 30 นาที เพื่อทำให้น้ำยางจับตัวอย่างสมบูรณ์ นำชิ้นยางที่ได้รีดให้บาง พร้อมกับฉีดน้ำล้างแผ่นยางมากๆ และทำให้แผ่นยางหนาไม่เกิน 2 มิลลิเมตร

3) นำชิ้นยางนี้ไปอบในตู้อบที่อุณหภูมิประมาณ 70 องศาเซลเซียส จนสังเกตเห็นยางใสทั่วทั้งแผ่น และนำไปใส่ในเดซิเคเตอร์ ทำซ้ำเช่นนี้จนกระทั่งน้ำหนักที่ได้ต่างกันไม่เกิน 5 มิลลิกรัม

การคำนวณ :

$$\text{ปริมาณเนื้อยางแห้ง (DRC)\%} = \frac{\text{น้ำหนักของยางแห้งหลังจากที่จับตัวด้วยกรดอะซีติก}}{\text{น้ำหนักของน้ำยาง}} \times 100$$

ค) การวัดขนาดอนุภาคของน้ำยาง

ทำการวัดขนาดอนุภาคของน้ำยางธรรมชาติ โดยใช้เครื่อง PARTICLE SIZE ANALYZER (MASTERSIZER-X : MALVERN)

ซึ่งทำการวัดดังนี้

1.ทำ aligning ของ laser power ให้ได้ค่าประมาณ 60 % ขึ้นไป

2.ทำการวัด background โดยใช้น้ำกลั่น

3.ใส่น้ำยางธรรมชาติลงในอ่าง sample ที่มีน้ำกลั่นอยู่แล้ว ให้มีค่าของ obscuration ประมาณ 10 - 30 %

4.ทำการวัดขนาดอนุภาคของน้ำยางธรรมชาติ

5.บันทึกค่าขนาดของอนุภาคโดยเฉลี่ยจากเครื่อง โดยเครื่องจะบอกในรูปของ d(0.5) ซึ่งเป็นค่า Percentile ที่ 0.5 ของกราฟที่แสดง width of the volume distribution ซึ่งเทียบได้กับค่า median diameter ของน้ำยางธรรมชาติ

ง) ศึกษาคุณลักษณะทางกายภาพของน้ำยางธรรมชาติ

ก่อนที่จะศึกษาคุณลักษณะทางกายภาพของน้ำยางธรรมชาติได้นั้น จะต้องทำการเตรียมฟาให้เป็นแผ่นฟิล์มด้วยเบ้าพิมพ์ปูนปลาสเตอร์ ดังนี้

1) กรองน้ำยางข้นผ่านผ้ากรองไนลอนขนาด 200 เมช เพื่อกำจัดอนุภาคยางที่มีขนาดใหญ่ออกไป

2) นำน้ำยางที่กรองได้ เทลงในเบ้าพิมพ์ปูนปลาสเตอร์ให้เต็ม แล้วปิดฝาเพื่อป้องกันฝุ่นละออง ฝาจะต้องมีลักษณะเป็นแบบเดียวกับเบ้าพิมพ์ โดยผิวหน้าของน้ำยางจะไม่สัมผัสกับฝา ซึ่งจะทำให้ผลิตภัณฑ์ยางที่ผลิตได้มีความเรียบ

3) หลังจากหล่อชิ้นงานเรียบร้อยแล้ว ทิ้งไว้ให้น้ำระเหยบ้างเพื่อที่จะให้ผิวหน้าของน้ำยางแข็งขึ้น จะได้ผิวหน้าที่เรียบโดยใช้เวลาประมาณ 15 ชั่วโมง ที่อุณหภูมิห้อง แล้วนำไปอบทำให้ยางคงรูปที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 3 ชั่วโมง ถอดออกจากเบ้าพิมพ์

เมื่อได้ฟิล์มของยางธรรมชาติแล้ว จะนำไปศึกษาคุณลักษณะทางกายภาพ ดังนี้

1. <u>การทดสอบความทนทานต่อแรงดึง</u>

<u>การเตรียมชิ้นทดสอบ</u>

เตรียมชิ้นทดสอบโดยนำฟิล์มที่ได้จากการทำให้ยางคงรูปมาตัดเป็นรูปดัมเบลล์ จำนวนประมาณ 5 ชิ้น ทำเครื่องหมายพิกัด (gauge range) ให้ถูกต้องและชัดเจน โดยมีความยาวพิกัด 25.0 $\pm$ 0.1 มิลลิเมตร วัดความหนาของชิ้นทดสอบในช่วงระยะความยาวพิกัด 3 จุด โดยใช้ micrometer แล้วหาค่าเฉลี่ยเพื่อนำไปใช้ในการคำนวณหาพื้นที่ภาคตัดขวาง (A) ของชิ้นตัวอย่างที่จะทดสอบ และชิ้นตัวอย่างนี้จะต้องถูกเก็บที่อุณหภูมิห้องเป็นเวลาไม่น้อยกว่า 24 ชั่วโมง หลังจากการทำให้ยางคงรูป

<u>การคำนวณ</u> :

การคำนวณความทนทานต่อแรงดึงสูงสุด จากสูตร

$$\text{Tensile Strength (TS)} = F / A \quad \text{---------- (6)}$$

เมื่อ TS = ความทนทานต่อแรงดึงสูงสุด , MPa

F = แรงดึงสูงสุด , N

A = พื้นที่ภาคตัดขวางของชิ้นทดสอบ , mm^2

2. การทดสอบเปอร์เซนต์การยืด ณ.จุดขาด

(% Elongation at Break)

การเตรียมชิ้นทดสอบ

เหมือนกับข้อ 1.

การคำนวณ :

การคำนวณเปอร์เซนต์การยืด ณ จุดขาด คำนวณจากสูตร

$$\%E = \frac{L - L_o}{L_o} \times 100 \quad \text{----------(7)}$$

เมื่อ %E = เปอร์เซนต์การยืด ณ จุดขาด

L_o = ความยาวพิกัดก่อนทดสอบ , mm.

L = ความยาวของเครื่องหมายพิกัดขณะขาด , mm.

3.4.2 การทำพรีวัลคาไนซ์น้ำยางธรรมชาติ :-

เพื่อให้ได้น้ำยางธรรมชาติที่มีโครงสร้างเป็นร่างแห ดังนั้นจะศึกษาพรีวัลคา

ไนเซชัน 2 ประเภท ในน้ำยางธรรมชาติ ได้แก่

ก. ซัลเฟอร์พรีวัลคาไนเซชัน (Sulphur Prevulcanisation)

เป็นวิธีทั่วๆไป ที่ใช้ในการวัลคาไนซ์น้ำยางธรรมชาติ มีขั้นตอนดังนี้

1) ทำการบดสารเคมีที่ใช้ดังต่อไปนี้ ด้วยเครื่องบดผสมแบบลูกบอล

- 50 % Sulphur Dispersion ในน้ำ
- 50 % ZnO (Zinc Oxide) Dispersion ในน้ำ
- 50 % ZDEC (Zinc Diethyldithio Carbamate) Dispersion ในน้ำ

ทำการบดผสมสารแต่ละตัวเป็นเวลา 1-2 วัน หรือให้ได้ขนาดประมาณ 10 ไมครอน ตรวจสอบโดยใช้ชุดวัดความละเอียดของสี

2) จัดตั้งชุดเครื่องมือในการสังเคราะห์สาร เหมือนกับการเตรียมน้ำยางสังเคราะห์โพลีบิวทิลอะไครเลต

3) ชั่งสารที่ใช้ในการทำซัลเฟอร์พรีวัลคาไนเซชัน ดังนี้

สารเคมี	ปริมาณ(กรัม)
1. น้ำยางธรรมชาติข้นชนิดแอมโมเนียต่ำ	334
2. 50 % Sulphur Dispersion ในน้ำ	6
3. 50 % ZnO (Zinc Oxide) Dispersion ในน้ำ	12
4. 50 % ZDEC (Zinc Diethyldithio Carbamate) Dispersion ในน้ำ	4
5. น้ำกลั่นที่ต้มแล้ว	144

4) ทำเหมือนข้อ 3. หน้า 31.

5) เติมน้ำกลั่นที่ต้มแล้วที่เตรียมไว้ลงใน reactor จำนวนหนึ่ง(เหลือไว้ใช้ล้างสารที่เหลือด้วย) และเติมน้ำยางธรรมชาติ ทิ้งไว้ประมาณ 3 นาที แล้วเติม 50 % Sulphur Dispersion ในน้ำ , 50 % ZnO (Zinc Oxide) Dispersion ในน้ำ , 50 % ZDEC (Zinc Diethyldithio Carbamate) Dispersion ในน้ำ ตามลำดับ ขณะมีการปั่นกวน ทำการปั่นกวนเป็นเวลาประมาณ 6 ชั่วโมง

เก็บน้ำยางพรีวัลคาไนซ์ที่ได้ โดยใส่ไว้ในขวดมีจุกปิด เพื่อป้องกันการระเหยของแอมโมเนีย เพื่อรอการนำไปใช้ต่อไป

ข. <u>เปอร์ออกไซด์พรีวัลคาไนเซชัน</u> (Peroxide Prevulcanisation)

เพื่อให้ได้โครงสร้างร่างแห ที่มีพันธะคาร์บอน-คาร์บอน จึงทำพรีวัลคาไนซ์น้ำยางธรรมชาติขึ้น โดยใช้เปอร์ออกไซด์ ทั้งนี้จะแบ่งวิธีการเตรียมออกเป็น 2 วิธี ได้แก่

1. <u>เติมเปอร์ออกไซด์โดยตรง</u> (Direct Method)

1) จัดตั้งชุดเครื่องมือในการสังเคราะห์สาร เหมือนกับการเตรียมน้ำยางสังเคราะห์โพลีบิวทิลอะไครเลต

2) ชั่งสารเคมีที่ใช้ในการทำเปอร์ออกไซด์พรีวัลคาไนซ์

สารเคมี	ปริมาณ(กรัม)
1. น้ำยางธรรมชาติข้นชนิดแอมโมเนียต่ำ	334
2. 70 % น้ำหนักโดยปริมาตร เทอเทียรี่บิวทิล ไฮโดรเปอร์ออกไซด์ ในน้ำ	1.4[a]
3. 20 % น้ำหนักโดยปริมาตร ฟรุกโตส ในน้ำ	10[a]
4. น้ำกลั่นที่ต้มแล้ว	155

[a]ปริมาณนี้มีค่าเท่ากับ 5.55×10^{-5} กรัมโมลต่อกรัมยาง

3) ทำเหมือนข้อ 3. หน้า 31.

4) เติมน้ำกลั่นที่ต้มแล้วที่เตรียมไว้ลงใน reactor จำนวนหนึ่ง จากนั้นเติมน้ำยางธรรมชาติ และ 70 % น้ำหนักโดยปริมาตร เทอเทียรี่บิวทิลไฮโดรเปอร์ออกไซด์ ตามลำดับ ขณะมีการปั่นกวน ทำการปั่นกวนเป็นเวลา 10 นาที แล้วจึงเติม 20 % น้ำหนักโดยปริมาตร ฟรุกโตส ซึ่งใช้เป็น Activator ต่อจากนั้นทำการปั่นกวนเป็นเวลาประมาณ 6 ชั่วโมง จะได้น้ำยางพรีวัลคาไนซ์ตามต้องการ

เก็บน้ำยางพรีวัลคาไนซ์ที่ได้ โดยใส่ไว้ในขวดมีจุกปิด เพื่อป้องกันการระเหยของแอมโมเนีย เพื่อรอการนำไปใช้ต่อไป

2. <u>เติมเปอร์ออกไซด์ในรูปอิมัลชัน</u>[16] (Indirect Method)

1) เหมือนกับข้อ 1) ในข้อ 1. หน้า 42.

2) เหมือนกับข้อ 2) ในข้อ 1. หน้า 42. แต่เพิ่ม surfactant คือ 20 % น้ำหนักโดยปริมาตร ของซินเพอร์ออนิก ในน้ำ จำนวน 1 กรัม

3) เหมือนกับข้อ 3) ในข้อ 1. หน้า 43.

4) เหมือนกับข้อ 4) ในข้อ 1. หน้า 43. แต่ก่อนที่จะเติมเทอเทียรี่บิวทิลไฮโดรเปอร์ออกไซด์จะต้องนำมาผสมกับ surfactant ที่เตรียมไว้ และน้ำกลั่นที่ต้มแล้วเสียก่อน

3.4.3 การศึกษาคุณลักษณะของ Crosslinked Natural Rubber

ก. การวัดขนาดอนุภาคของน้ำยางธรรมชาติข้นพรีวัลคาไนซ์

ทำเหมือนกับข้อ ค. ในหัวข้อ 3.4.1 หน้า 37.

ข. อัตราการบวมตัว (swelling ratio)

ทำการขึ้นรูปน้ำยางที่ได้ให้เป็นฟิล์ม โดยใช้แม่พิมพ์ปูนปลาสเตอร์ จากนั้น ตัดยางแผ่นที่ได้เป็นรูปสี่เหลี่ยมจัตุรัสน้ำหนักไม่เกิน 0.5 กรัม นำไปแช่ในโทลูอีน โดยให้มีความเข้มข้นของน้ำหนักยางในโทลูอีนเป็น 1% แช่จนกระทั่งแผ่นยางอิ่มตัว จากนั้นนำแผ่นยางที่บวมตัวในโทลูอีนมาชั่ง และบันทึกน้ำหนักไว้ แล้วนำมาคำนวณตามสูตร

$$\% \text{ swelling ratio} = \frac{W_t - W_o}{W_o} \times 100 \quad \text{---------- (8)}$$

เมื่อ W_t = น้ำหนักของแผ่นยางหลังแช่โทลูอีน , กรัม

W_o = น้ำหนักของแผ่นยางแห้ง , กรัม

ค. ศึกษาคุณลักษณะทางกายภาพของ Crosslinked Natural Rubber

ทำการขึ้นรูปน้ำยางที่ได้ให้เป็นแผ่นฟิล์ม โดยใช้แม่พิมพ์ปูนปลาสเตอร์ จากนั้นนำไปทดสอบคุณลักษณะทางกายภาพดังนี้

1) การทดสอบความทนทานต่อแรงดึง

ทำเหมือนกับข้อ 1. ของข้อ ง. ในหัวข้อ 3.4.1 หน้า 38.

2) การทดสอบเปอร์เซนต์การยืด ณ จุดขาด

(%Elongation at break)

ทำเหมือนกับข้อ 2. ของข้อ ง. ในหัวข้อ 3.4.1 หน้า 39.

3.5 เทคนิคเฟสทรานสเฟอร์ (Phase Transfer Technique) :-

น้ำยางสังเคราะห์โพลีบิวทิลอะไครเลต และน้ำยางพรีวัลคาไนซ์ของน้ำยางธรรมชาติ จะถูกนำมาใช้ในเทคนิคเฟสทรานสเฟอร์ เพื่อเตรียมพลาสติกโพลีสไตรีนเหนียวทนแรงกระแทกต่อไป

3.5.1 การใช้เทคนิคเฟสทรานสเฟอร์กับน้ำยางสังเคราะห์โพลีบิวทิลอะไครเลต

แบ่งเป็น 2 กรณี ดังนี้

ก. เฟสทรานสเฟอร์ของน้ำยางสังเคราะห์โพลีบิวทิลอะไครเลตที่มีขนาดอนุภาคใกล้เคียงกัน (Monodisperse)

1) ชั่งน้ำยางสังเคราะห์โพลีบิวทิลอะไครเลตนำมาเติมน้ำ และสไตรีนโมโนเมอร์ โดยให้มีค่าเปอร์เซนต์ของยางในสไตรีนตามต้องการ (5% , 7% และ 10%) และให้มีค่า f ประมาณ 0.3 เมื่อ

$$f = \frac{\text{น้ำหนักของสไตรีนโมโนเมอร์}}{\text{น้ำหนักของสารละลายทั้งหมด}} \qquad \text{---------- (9)}$$

จะสังเกตเห็นว่าสารละลายที่เตรียมได้แยกเป็น 2 ชั้น ทำการคนด้วยแท่งแม่เหล็กที่ความเร็วปานกลาง

2) ทำการไทเทรต ด้วยสารลดแรงตึงผิวชนิดบวก (Cationic Surfactant) 5 กรัมต่อลิตรของเบนซิลไดเมธิลเฮกซะเดกซิล แอมโมเนียมคลอไรด์ ไทเทรตจนสารละลายใสขึ้น (อาจใช้รคมไฟส่องดูจะเห็นชัดยิ่งขึ้น) บันทึกปริมาตรของไทแทรนต์ที่ใช้เพื่อนำไปใช้คำนวณค่า CTC (Critical Transfer Concentration) ดังสมการ (1)*

$$CTC = \frac{V \times C}{10 \times MW \times \%TSC \times m}$$

ข. <u>เพสทรานสเฟอร์ของน้ำยางสังเคราะห์โพลีบิวทิลอะไครเลตที่มีขนาดอนุภาคต่างกัน (Polydisperse)</u>

1) <u>ก่อนเพสทรานสเฟอร์ขนาดของอนุภาคของน้ำยางสังเคราะห์โพลีบิวทิลอะไครเลตมีขนาดต่างกันซึ่งเป็นผลมาจากการเปลี่ยนแปลงปริมาณของ SDS</u>

ทำเหมือนกับ ข้อ ก. แต่จะมีการผสมน้ำยางสังเคราะห์โพลีบิวทิลอะไครเลตที่มีขนาดต่างกันเข้าด้วยกัน แล้วจึงนำไปทำเพสทรานสเฟอร์

---

* ดูหน้า 22

2) ก่อนเฟสทรานสเฟอร์ขนาดของอนุภาคของน้ำยางสังเคราะห์โพลีบิวทิลอะไครเลตมีขนาดใกล้เคียงกันซึ่งเป็นผลมาจากการเปลี่ยนแปลงปริมาณของ EDMA

ทำเหมือนกับ ข้อ ก. แต่จะมีการผสมน้ำยางสังเคราะห์โพลีบิวทิลอะไครเลตที่มีขนาดใกล้เคียงกันเข้าด้วยกัน แล้วจึงนำไปทำเฟสทรานสเฟอร์

ในการวัดขนาดอนุภาคของยางที่บวมขึ้นในชั้นสไตรีน โมโนเมอร์นั้น จะต้องทำดังนี้

1) ใช้ cuvet แก้ว เนื่องจากสไตรีน โมโนเมอร์ สามารถละลาย cuvet ที่เป็นพลาสติกได้

2) ต้องรู้ค่า viscosity และ refractive index ของสไตรีน โมโนเมอร์ เพื่อนำไปใส่เป็นค่า input data ก่อนทำการวัด

2.1) refractive index

สามารถหาค่า refractive index ของสไตรีน โมโนเมอร์ ได้จาก MERK INDEX ซึ่งมีค่าเท่ากับ 1.546

2.2) viscosity

ทำการหาค่า viscosity ของสไตรีน โมโนเมอร์ โดยใช้ Ostwald Viscometer* ได้ค่า viscosity เท่ากับ 0.0069 Poise

* ดูภาคผนวก ค.

หลังจากการทำเฟสทรานสเฟอร์ของทั้งกรณี ก. และ ข. แล้ว จะนำชั้นของสไตรีนบิวทาไดอีนโคพอลิเมอร์ที่มีอนุภาคของยางกระจายอยู่ นำไปวัดขนาดอนุภาคของยางที่บวมขึ้นโดยใช้เครื่อง COULTER MODEL N4-MD เพื่อนำมาหาอัตราการบวมตัว ดังสมการ (2)*

$$\text{อัตราการบวมตัว} = (\phi / \phi_o)^3$$

3.5.2 <u>การใช้เทคนิคเฟสทรานสเฟอร์กับน้ำยางธรรมชาติ</u>

ทำเหมือนกับ ข้อ ก. ในหัวข้อ 3.5.1 แต่เปลี่ยนเป็นใช้น้ำยางธรรมชาติแทนน้ำยางสังเคราะห์โพลีบิวทิลอะไครเลต และให้มีค่าเปอร์เซนต์ของยางธรรมชาติในสไตรีนเป็น 1.66 %

<u>หมายเหตุ</u> : ทำเฉพาะน้ำยางธรรมชาติที่ผ่านการทำพรีวัลคาไนเซชันชนิด Peroxide Prevulcanisation แบบเติมโดยตรง (Direct Method)

---

* ดูหน้า 24

3.6 การเตรียมพลาสติกโพลีสไตรีนเหนียว ทนแรงกระแทก (HIPS) โดยวิธี Emulsion Polymerisation / Phase Transfer / Bulk Polymerisation

หลังจากการทำอิมัลชั่นโพลีเมอไรเซชั่นของน้ำยางโพลีบิวทิลอะไครเลต และการทำพรีวัลคาไนซ์ของน้ำยางธรรมชาติ จากนั้นน้ำยางที่ถูกเตรียมขึ้นทั้งสองชนิดจะถูกนำมาใช้เทคนิคเฟสทรานสเฟอร์เพื่อที่จะทรานสเฟอร์น้ำยางที่อยู่ในชั้นน้ำให้ไปอยู่ในชั้นสไตรีน โมโนเมอร์ ต่อจากนั้นจะนำชั้นของสไตรีน โมโนเมอร์ที่มียางกระจายอยู่ มาเตรียมพลาสติกโพลีสไตรีนเหนียวทนแรงกระแทก โดยวิธี Bulk Polymerisation ดังนี้

1) ใช้หลอดหยดที่แห้งดูดชั้นของสไตรีน โมโนเมอร์ ที่มียางกระจายอยู่ใส่ลงในปีกเกอร์จนได้ปริมาณเท่าที่ต้องการ

2) ใส่เบนโซอิลเปอร์ออกไซด์ จำนวน 1 % น้ำหนักโดยน้ำหนัก ของสารที่ดูดได้ในข้อ 1) ค่อย ๆ คนให้เบนโซอิลเปอร์ออกไซด์ละลายหมด

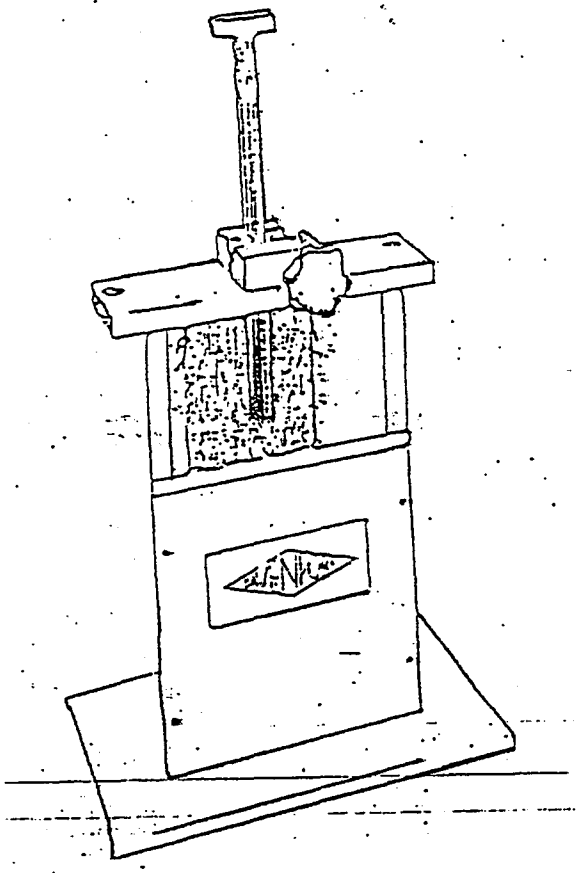
3) เทลงใส่แม่พิมพ์เหล็กที่เตรียมไว้ ปิดฝาให้แน่นป้องกันสไตรีนระเหย จากนั้นนำไปอบที่อุณหภูมิประมาณ 70 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 14-16 ชั่วโมง

4) นำแท่งตัวอย่างที่หล่อได้ออกจากแม่พิมพ์ แล้วนำไปดูดเอาสไตรีนที่เหลืออยู่ออกโดยใช้เครื่อง Suction

3.7 การทดสอบคุณสมบัติของพลาสติกโพลีสไตรีนเหนียวทนแรงกระแทก :-

หลังจากได้แท่งตัวอย่างของพลาสติกโพลีสไตรีนเหนียวทนแรงกระแทก จะนำไปทดสอบคุณสมบัติการทนต่อแรงกระแทก (Impact Strength)

แท่งตัวอย่างที่จะนำมาทดสอบ Impact Strength จะต้องถูกเก็บที่อุณหภูมิห้อง เป็นเวลาไม่ต่ำกว่า 24 ชั่วโมง จากนั้นนำแท่งตัวอย่างมาทำ Notch ด้วยเครื่อง Notch Cutting Apparatus (DAVENPORT) ดังรูป 3.2



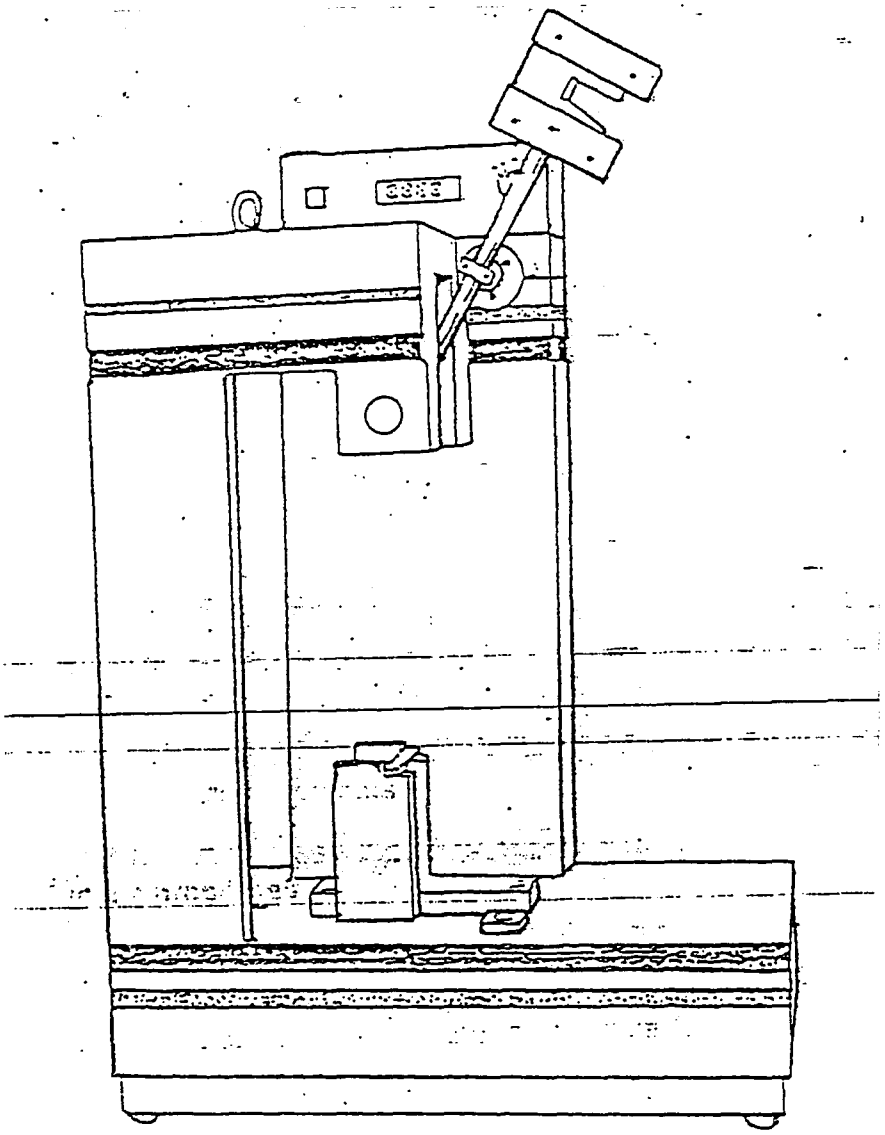
รูปที่ 3.2 Notch Cutting Apparatus

ก. การ Notch แท่งตัวอย่างด้วยเครื่อง Notch Cutting Apparatus

1) วางแท่งตัวอย่างที่ช่องวาง แล้วยึดให้แน่น

2) วางแท่ง Cutting ให้ด้านคมชี้ลง

3) กดแท่ง Cutting ให้ผ่านแท่งตัวอย่าง จะได้แท่งตัวอย่างที่มี Notch ตามต้องการ



รูปที่ 3.3 Impact Tester

ข. การทดสอบด้วยเครื่อง Impact Tester

แท่งตัวอย่างหลังจากผ่านการ Notch แล้ว นำมาทดสอบ Impact Strength ด้วยเครื่อง Impact Tester (CEAST) ดังรูปที่ 3.3

ซึ่งทำการทดสอบดังนี้

1) set blank ให้มีค่าเท่ากับศูนย์

2) เช็คค้อน 2 จูล โดยใช้แท่ง Impact ที่ยังไม่ Notch

3) set blank อีกครั้ง แล้วจดค่าเพื่อนำไว้หักออกจากค่าของชิ้นทดสอบที่อ่านได้จากเครื่อง

4) วัดค่า impact ของชิ้นทดสอบที่ได้ Notch ไว้แล้ว ทำการบันทึกค่าที่ได้

5) นำชิ้นงานที่แตกแล้ว มาวัดความหนา และความกว้าง บริเวณรอยแตกประมาณ 3 จุด โดยใช้ Vernier Caliper แล้วหาค่าเฉลี่ยเพื่อนำไปใช้ในการคำนวณหาพื้นที่ภาคตัดขวางเฉลี่ยของชิ้นทดสอบ

6) นำค่า impact ของชิ้นทดสอบที่อ่านได้จากเครื่อง และค่าพื้นที่ภาคตัดขวางเฉลี่ย มาคำนวณค่า Impact Strength ดังสมการ (10)

$$\text{Impact Strength } (kJ/mm^2) = \frac{\text{ค่าที่อ่านได้} \times 10^3}{\text{พื้นที่ภาคตัดขวางเฉลี่ยของชิ้นทดสอบ}} \quad \text{---------- (10)}$$

บทที่ 4

ผลการวิจัยและวิจารณ์

4.1 คุณลักษณะของน้ำยางสังเคราะห์โพลีบิวทิลอะไครเลต :-

4.1.1 คุณลักษณะของน้ำยางโพลีบิวทิลอะไครเลตที่เตรียมโดยเปลี่ยนแปลงปริมาณเอธิลีนไกลคอลไดเมทาไครเลต (EDMA)

ก) ปริมาณของแข็งทั้งหมด (%TSC)

ปริมาณของแข็งทั้งหมด (%TSC) ของน้ำยางสังเคราะห์โพลีบิวทิลอะไครเลตที่เตรียมโดยการเปลี่ยนแปลงปริมาณเอธิลีนไกลคอลไดเมทาไครเลต (EDMA) และให้ปริมาณสารลดแรงตึงผิวโซเดียมโดเดซิลซัลเฟต (SDS)คงที่ ที่ 2.57 % น้ำหนักโดยน้ำหนัก แสดงดังตารางที่ 4.1

ข) ขนาดอนุภาคของยางสังเคราะห์โพลีบิวทิลอะไครเลตที่สังเคราะห์ได้โดยเปลี่ยนแปลงปริมาณเอธิลีนไกลคอลไดเมทาไครเลต (EDMA)

เมื่อนำน้ำยางสังเคราะห์โพลิบิวทิลอะไครเลตไปวัดขนาดอนุภาค โดยเครื่อง Submicron Particle Analyzer (COULTER N4-MD) โดยใช้ค่า

Viscosity ของน้ำ = 0.0089 Poise

Refractive Index ของน้ำ = 1.333

ทำการวัดที่มุม 90^{o}

ได้ค่าดังแสดงในตารางที่ 4.2

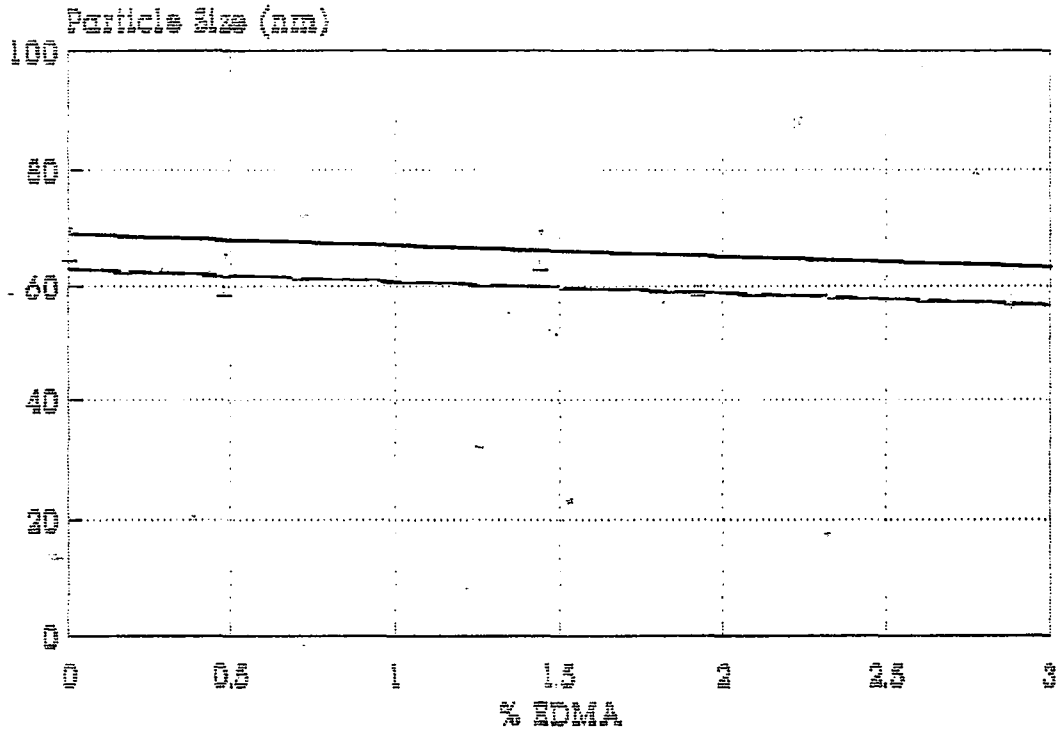
ตารางที่ 4.1 แสดงส่วนประกอบของน้ำยางสังเคราะห์โพลีบิวทิลอะไครเลตรหัสต่างๆและปริมาณของแข็งทั้งหมดในน้ำยางสังเคราะห์โพลีบิวทิลอะไครเลตที่เตรียมโดยการเปลี่ยนแปลงปริมาณเอธิลีนไกลคอลไดเมทาไครเลต

รหัสน้ำยางสังเคราะห์	องค์ประกอบในน้ำยางสังเคราะห์					ปริมาณของแข็งทั้งหมด (%TSC)
	น้ำกลั่นที่ต้มแล้ว (กรัม)	Butyl acrylate monomer (กรัม)	EDMA (% w/w of monomer)	SDS (% w/w of monomer)	$K_2S_2O_8$ (กรัม)	
0 % EDMA	448	52.00	0	2.57	0.60	10.33
0.48 % EDMA	448	51.75	0.48	2.57	0.60	10.73
1.44 % EDMA	448	51.25	1.44	2.57	0.60	10.65
1.92 % EDMA	448	51.00	1.92	2.57	0.60	10.38
2.88 % EDMA	448	50.50	2.88	2.57	0.60	10.31

ตารางที่ 4.2 แสดงผลการวัดขนาดอนุภาคของยางสังเคราะห์โพลีบิวทิลอะไครเลต ที่สังเคราะห์ได้

รหัสน้ำยางสังเคราะห์	ขนาดอนุภาคเฉลี่ย (นาโนเมตร)							
	Unimodal Results				SDP Weight Results			
	ครั้งที่1	ครั้งที่2	ครั้งที่3	เฉลี่ย	ครั้งที่1	ครั้งที่2	ครั้งที่3	เฉลี่ย
0 % EDMA	69.9	69.1	-	69.5 ± 0.6	64.4	64.2	-	64.3± 0.4
0.48 % EDMA	66.0	64.1	64.8	65.0 ± 1.0	60.3	57.3	57.9	58.5± 1.6
1.44 % EDMA	69.9	68.5	68.0	68.8 ± 1.0	61.4	62.4	64.9	62.9± 1.8
1.92 % EDMA	64.3	64.9	65.6	64.9 ± 0.7	58.3	58.2	58.3	58.3± 0.1
2.88 % EDMA	62.6	62.7	62.6	62.6 ± 0.1	57.2	56.3	56.5	56.7± 0.5

จากผลการทดลอง ดังตารางที่ 4.2 ขนาดของอนุภาคซึ่งมีผลมาจากการเปลี่ยนแปลงปริมาณสารเชื่อมโยงเอธิลีนไกลคอลไดเมทาไครเลต (EDMA)สามารถนำมาเขียนกราฟแสดงความสัมพันธ์ได้ ดังรูป 4.1



รูปที่ 4.1 กราฟแสดงผลของปริมาณสารเชื่อมโยง EDMA ที่มีต่อขนาดอนุภาคของยาง

วิจารณ์ผลการทดลอง

จากตาราง 4.1 และ ตาราง 4.2 จะเห็นว่าน้ำยางสังเคราะห์โพลีบิวทิลอะไครเลต ที่เตรียมได้โดยการเปลี่ยนแปลงปริมาณเอธิลีนไกลคอลไดเมทาไครเลต นั้นมีปริมาณของแข็งทั้งหมดใกล้เคียงกันในทุก Batch เนื่องจากใช้ส่วนผสมในสูตรมีค่าเช่นเดียวกัน นอกจากนี้เมื่อพิจารณาผลของการวัดขนาดของอนุภาคพบว่าอนุภาคของลาเทกซ์ที่เตรียมได้มีขนาดใกล้เคียงกัน ทั้งนี้ผลการทดลองสอดคล้องกับค่าทางทฤษฎีที่อธิบายว่า ขนาดของอนุภาคถูกกำหนดโดยปริมาณสารลดแรงตึงผิวแต่ไม่ขึ้นกับปริมาณสารเชื่อมโยงเอธิลีนไกลคอลไดเมทาไครเลต

4.1.2 คุณลักษณะของน้ำยางโพลีบิวทิลอะไครเลตที่เตรียมโดยเปลี่ยนแปลงปริมาณสารลดแรงตึงผิวโซเดียมโดเดซิลซัลเฟต (SDS)

ก) ปริมาณของแข็งทั้งหมด (%TSC)

ปริมาณของแข็งทั้งหมด (%TSC) ของน้ำยางสังเคราะห์โพลีบิวทิลอะไครเลต ที่เตรียมโดยการเปลี่ยนแปลงปริมาณสารลดแรงตึงผิวโซเดียมโดเดซิลซัลเฟต (SDS) และใช้ปริมาณสารเชื่อมโยงเอธิลีนไกลคอลไดเมทาไครเลต (EDMA)คงที่ ที่ 2.88 % น้ำหนักโดยน้ำหนัก แสดงดังตารางที่ 4.3

ข) ขนาดอนุภาคของยางสังเคราะห์โพลีบิวทิลอะไครเลตที่สังเคราะห์ได้โดยเปลี่ยนแปลงปริมาณสารลดแรงตึงผิวโซเดียมโดเดซิลซัลเฟต (SDS)

เมื่อนำน้ำยางสังเคราะห์โพลิบิวทิลอะไครเลต ไปวัดขนาดอนุภาคโดยเครื่อง Submicron Particle Analyzer (COULTER N4-MD) โดยใช้ค่า

Viscosity ของน้ำ = 0.0089 Poise

Refractive Index ของน้ำ = 1.333

ทำการวัดที่มุม 90°

ได้ค่าดังแสดงในตารางที่ 4.4

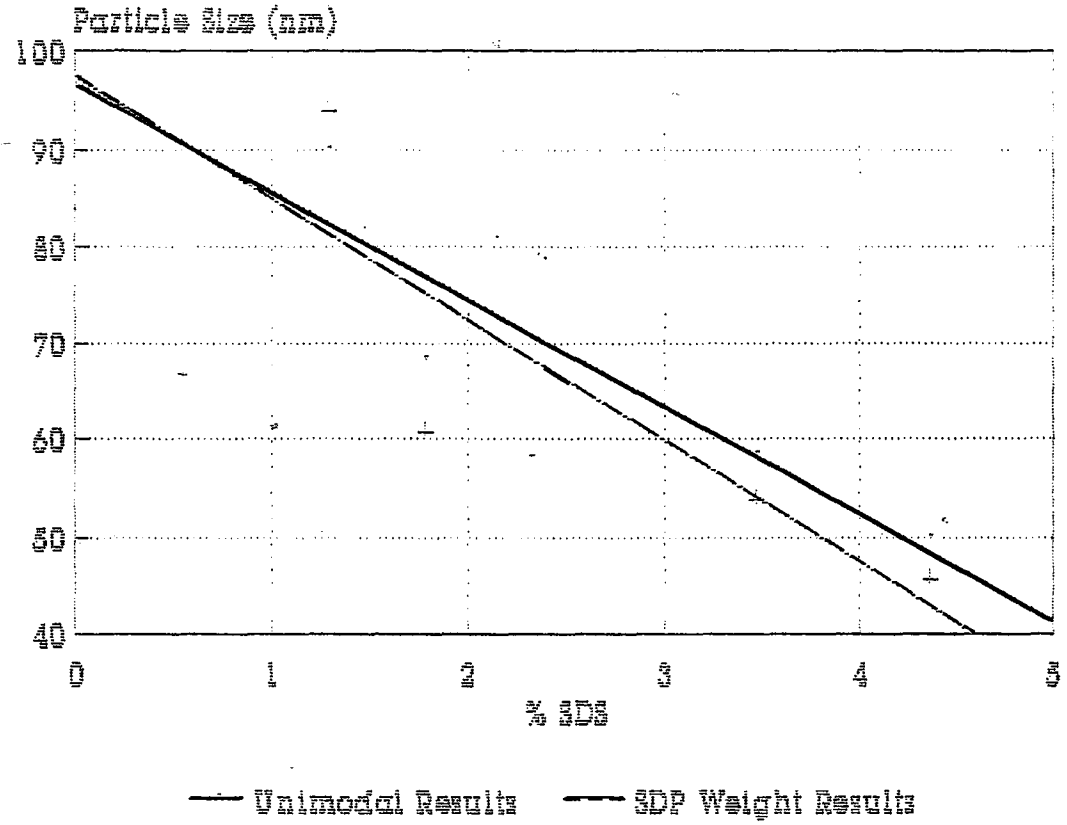
ตารางที่ 4.3 แสดงส่วนประกอบของน้ำยางสังเคราะห์โพลีบิวทิลอะไครเลตรหัสต่างๆและปริมาณของแข็งทั้งหมดในน้ำยางสังเคราะห์โพลีบิวทิลอะไครเลตที่เตรียมโดยการเปลี่ยนแปลงปริมาณสารลดแรงตึงผิวโซเดียมโดเดซิลซัลเฟต (SDS)

รหัสน้ำยางสังเคราะห์	องค์ประกอบในน้ำยางสังเคราะห์					ปริมาณของแข็งทั้งหมด (%TSC)
	น้ำกลั่นที่ต้มแล้ว (กรัม)	Butyl acrylate monomer (กรัม)	EDMA (% w/w of monomer)	SDS (% w/w of monomer)	$K_2S_2O_8$ (กรัม)	
1.29 % SDS	448	50.50	2.88	1.29	0.60	9.30
1.78 % SDS	448	50.50	2.88	1.78	0.60	8.92
3.47 % SDS	448	50.50	2.88	3.47	0.60	10.73
4.36 % SDS	448	50.50	2.88	4.36	0.60	10.73

ตารางที่ 4.4 แสดงผลการวัดขนาดอนุภาคของยางสังเคราะห์โพลีบิวทิลอะไครเลต ที่สังเคราะห์ได้

รหัสน้ำยางสังเคราะห์	ขนาดอนุภาคโดยเฉลี่ย (นาโนเมตร)							
	Unimodal Results				SDP Weight Results			
	ครั้งที่1	ครั้งที่2	ครั้งที่3	เฉลี่ย	ครั้งที่ 1	ครั้งที่ 2	ครั้งที่ 3	เฉลี่ย
1.29 % SDS	94.5	95.4	95.2	90.0 ±0.5	94.1	92.8	94.2	93.7 ±0.8
1.78 % SDS	67.7	68.4	69.0	68.4 ±0.7	60.0	61.1	61.6	60.9 ±0.8
3.47 % SDS	57.8	58.8	58.8	58.5 ±0.6	54.4	54.8	52.6	53.9 ±1.2
4.36 % SDS	49.1	50.1	49.9	49.7 ±0.5	46.6	42.4	47.5	45.5 ±2.7

จากตารางที่ 4.4 แสดงขนาดของอนุภาคซึ่งมีผลมาจากการเปลี่ยนแปลงปริมาณสารลดแรงตึงผิว (SDS) สามารถนำมาเขียนกราฟแสดงความสัมพันธ์ได้ ดังรูป 4.2



รูปที่ 4.2 กราฟแสดงผลของปริมาณอิมัลซิไฟเออร์ SDS ที่มีผลต่อขนาดของอนุภาคยาง

วิจารณ์ผลการทดลอง

จากตาราง 4.3 และ ตาราง 4.4 จะเห็นว่าน้ำยางสังเคราะห์โพลีบิวทิลอะไครเลต ที่เตรียมได้โดยการใช้ปริมาณเอธิลีนไกลคอลไดเมทาไครเลตคงที่ที่ 2.88 % EDMA นั้น มีปริมาณของแข็งทั้งหมดใกล้เคียงกันในทุก Batch เนื่องจากใช้ส่วนผสมในสูตรมีค่าเช่นเดียวกัน นอกจากนี้ เมื่อพิจารณาผลของการวัดขนาดของอนุภาค พบว่าอนุภาคของลาเทกซ์ที่เตรียมได้มีขนาดต่างกัน ทั้งนี้ผลการทดลองสอดคล้องกับค่าทางทฤษฎีที่อธิบายว่า เมื่อปริมาณของสารลดแรงตึงผิวโซเดียมโดเดซิลซัลเฟตเพิ่มขึ้น อนุภาคของยางสังเคราะห์ที่ได้มีขนาดเล็กลง ซึ่งจะเห็นได้ว่าขนาดของอนุภาคยางสังเคราะห์สูตร 4.36 % SDS มีขนาดเล็กกว่าสูตร 3.47 % SDS.1.75 % SDS และ 1.25 % SDS ตามลำดับ

4.2 คุณลักษณะทั่วไปของน้ำยางธรรมชาติ

4.2.1) ปริมาณของแข็งทั้งหมด (%TSC)

จากการนำน้ำยางธรรมชาติชนิดแอมโมเนียต่ำ มาหาปริมาณของแข็งทั้งหมด ได้ผลการทดลองดังแสดงในตารางที่ 4.5

ตารางที่ 4.5 แสดงปริมาณของแข็งทั้งหมด (%TSC) ของน้ำยางธรรมชาติชนิดแอมโมเนียต่ำ

ครั้งที่	น้ำหนักลาเทกซ์ก่อนอบ (กรัม)	น้ำหนักหลังอบ (กรัม)	ปริมาณของแข็งทั้งหมด (%TSC)
1	4.70	2.90	61.70
2	11.50	7.00	60.86
3	2.40	1.50	62.50
		เฉลี่ย	61.69 ± 0.82

4.2.2) ปริมาณเนื้อยางแห้ง (%DRC)

ผลของการหาปริมาณเนื้อยางแห้ง (%DRC) ของน้ำยางธรรมชาติชนิดแอมโมเนียต่ำ ได้แสดงในตารางที่ 4.6

ตารางที่ 4.6 แสดงปริมาณเนื้อยางแห้ง (%DRC) ของน้ำยางธรรมชาติชนิดแอมโมเนียต่ำ

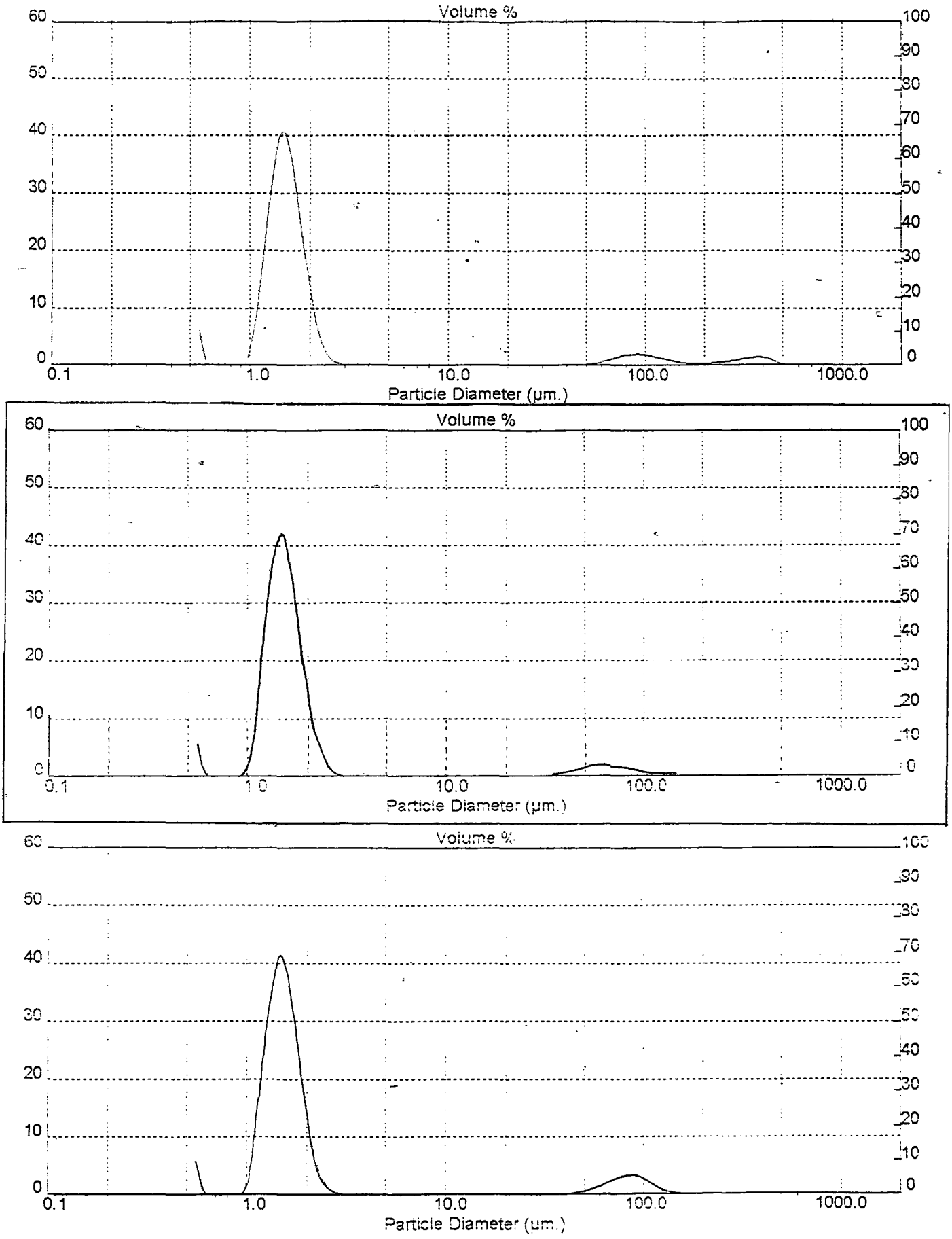
ครั้งที่	น้ำหนักลาเทกซ์ก่อนอบ (กรัม)	น้ำหนักหลังอบ (กรัม)	ปริมาณเนื้อยางแห้ง (%DRC)
1	9.40	5.60	59.57
2	5.90	3.50	59.32
3	7.10	4.20	59.15
		เฉลี่ย	59.35 ± 0.21

4.2.3) ขนาดอนุภาคของน้ำยางธรรมชาติ

ผลของการวัดขนาดอนุภาคโดยใช้เครื่องวัดขนาดอนุภาค MASTERSIZER-X แสดงในตารางที่ 4.7

ตารางที่ 4.7 แสดงขนาดอนุภาคของน้ำยางธรรมชาติชนิดแอมโมเนียต่ำจากเครื่องวัดขนาดอนุภาค MASTERSIZER-X ที่ใช้ในโครงงาน

ครั้งที่	ขนาดของอนุภาค (μm)
1	1.54
2	1.53
3	1.53
เฉลี่ย	1.53 ± 0.01



รูปที่ 4.3 กราฟแสดงขนาดอนุภาคของยางธรรมชาติ ในการวัดครั้งที่ 1 , 2 และ 3 (บนลงล่าง) จากเครื่องวัดขนาดอนุภาค MASTERSIZER-X

วิจารณ์ผลการทดลอง

น้ำยางธรรมชาติที่ใช้ในการทดลองนี้ ได้ทำการทดสอบหาปริมาณของแข็งทั้งหมดได้เท่ากับ 61.69 % น้ำหนักโดยน้ำหนัก ปริมาณเนื้อยางแห้งเท่ากับ 59.49 % น้ำหนักโดยน้ำหนัก และเมื่อทำการวัดขนาดอนุภาคโดยใช้เครื่อง MASTERSIZER-X จะพบว่ายางธรรมชาติมีขนาดเท่ากับ 1.53 μm ซึ่งผลการทดลองเป็นไปตามคุณลักษณะของน้ำยางธรรมชาติที่มีการศึกษาไว้

4.3 คุณลักษณะทางกายภาพของน้ำยางธรรมชาติ

4.3.1 ความทนทานต่อแรงดึง และค่าเปอร์เซนต์การยืด ณ จุดขาด

จากการทดสอบโดยใช้เครื่องวัด Tensile รุ่น SHIMADZU AUTOGRAPH S-100 และคำนวณค่าความทนทานต่อแรงดึง และค่าเปอร์เซนต์การยืด ณ จุดขาด โดยใช้สมการที่ (4),(5) ในหน้าที่ 38 , 39 ได้ค่าต่างๆ ดังแสดงในตารางที่ 4.8

ตารางที่ 4.8 แสดงค่าความทนทานต่อแรงดึง และค่าเปอร์เซนต์การยืด ณ จุดขาด ของยางธรรมชาติ

ครั้งที่	ความทนทานต่อแรงดึง Tensile Strength (kg/mm^2)	เปอร์เซนต์การยืด ณ จุดขาด % Elongation at Break (%)
1	0.233	1680
2	0.173	1410
3	0.210	1820
4	0.234	1720
5	0.221	1660
เฉลี่ย	0.214 ± 0.03	1658 ± 152

วิจารณ์ผลการทดลอง

น้ำยางธรรมชาติที่ใช้ในการทดลองนี้ มีความทนทานต่อแรงดึงเท่ากับ 0.214 กิโลกรัมต่อตารางมิลลิเมตร และมีค่าเปอร์เซนต์การยืด ณ จุดขาด เท่ากับ 1658 % ซึ่งจากค่าที่ได้ทำให้น้ำยางธรรมชาตินำจะใช้ได้ดีในการเพิ่มคุณสมบัติความทนต่อแรงกระแทก และค่าที่ได้นี้สอดคล้องกับคุณลักษณะของยางธรรมชาติที่มีการศึกษาทั่วไป

4.4 คุณลักษณะของน้ำยางธรรมชาติพรีวัลคาไนซ์

4.4.1 การตรวจสอบโครงสร้างเบื้องต้นของน้ำยางธรรมชาติ พรีวัลคาไนซ์

จากการทำพรีวัลคาไนซ์น้ำยางธรรมชาติทั้ง 3 วิธี คือ

1. ซัลเฟอร์พรีวัลคาไนซ์เซชัน
2. เปอร์ออกไซด์พรีวัลคาไนซ์เซชัน แบบเติมเปอร์ออกไซด์โดยตรง
3. เปอร์ออกไซด์พรีวัลคาไนซ์เซชัน แบบเติมเปอร์ออกไซด์ในรูปอิมัลชัน

ได้นำมาหาค่าอัตราการบวมตัวของแผ่นยางที่ได้จากการนำเอาน้ำยางธรรมชาติที่ทำการพรีวัลคาไนซ์ทั้ง 3 แบบ เพื่อตรวจสอบการเกิดวัลคาไนซ์ของยางธรรมชาติ

อัตราการบวมตัวของน้ำยางธรรมชาติพรีวัลคาไนซ์ทั้ง 3 ชนิด แสดงดังตารางที่ 4.9

ตารางที่ 4.9 แสดงอัตราการบวมตัวของน้ำยางธรรมชาติพรีวัลคาไนซ์ทั้ง 3 ชนิด

	แผ่นยางที่ได้จาก น้ำยางธรรมชาติพรีวัลคาไนซ์		
	Sulphur	Peroxide Direct Method	Peroxide Emulsion
อัตราการบวมตัว (Swelling Ratio) (%)	3106	1445	1325

วิจารณ์ผลการทดลอง

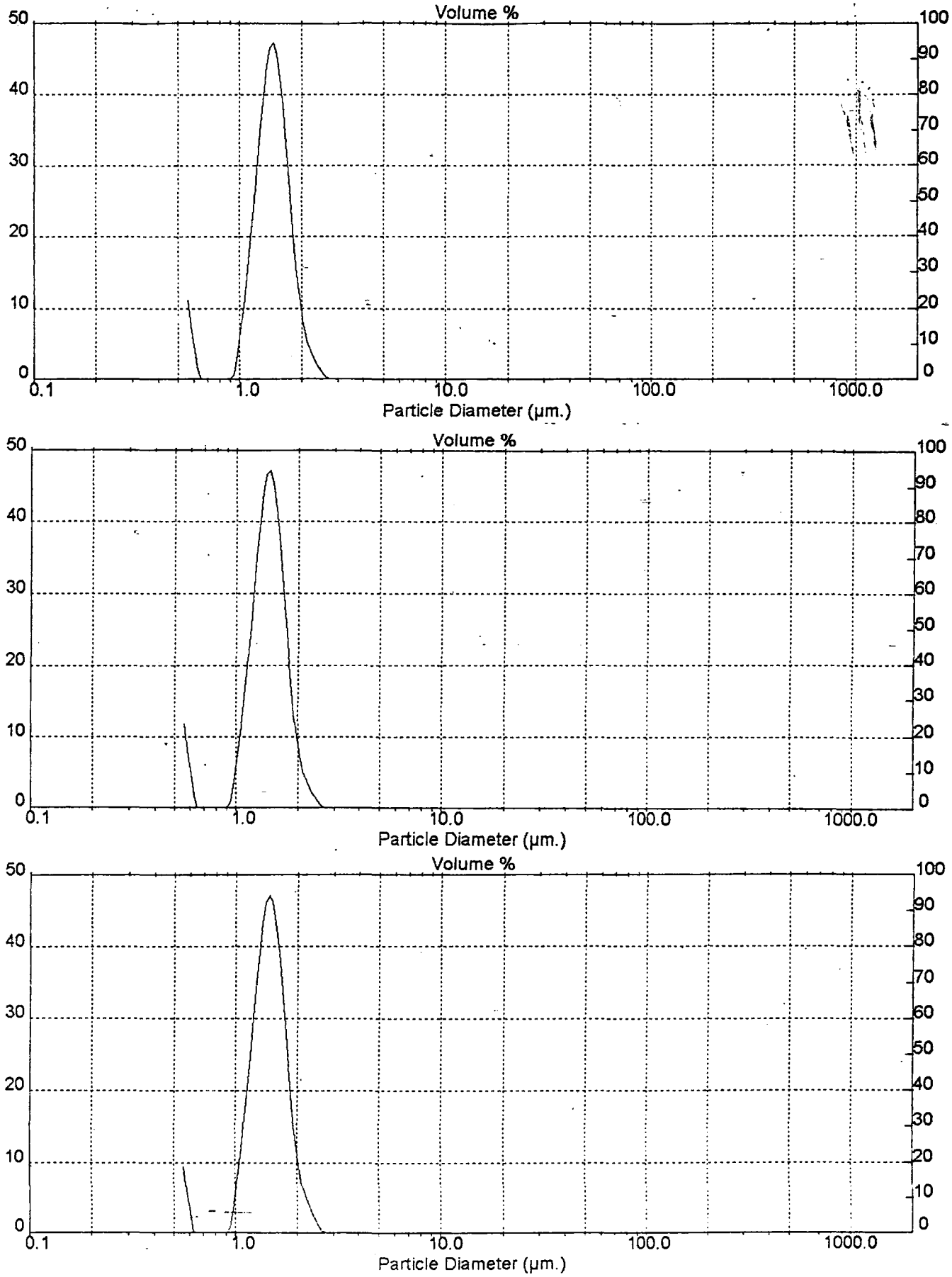
จากตารางพบว่า ลาเทกซ์ที่เตรียมได้มีโครงสร้างเป็นร่างแหจริง เนื่องจากไม่ละลายในโทลูอีน แต่สามารถบวมตัวโดยมีอัตราการบวมตัวแตกต่างกัน โดยน้ำยางธรรมชาติที่พรีวัลคาไนซ์โดยเปอร์ออกไซด์ จะมีความหนาแน่นของการเชื่อมโยง (Crosslink Density) มากกว่าน้ำยางธรรมชาติที่พรีวัลคาไนซ์โดยซัลเฟอร์

4.4.2) ขนาดอนุภาคของน้ำยางพรีวัลคาไนซ์

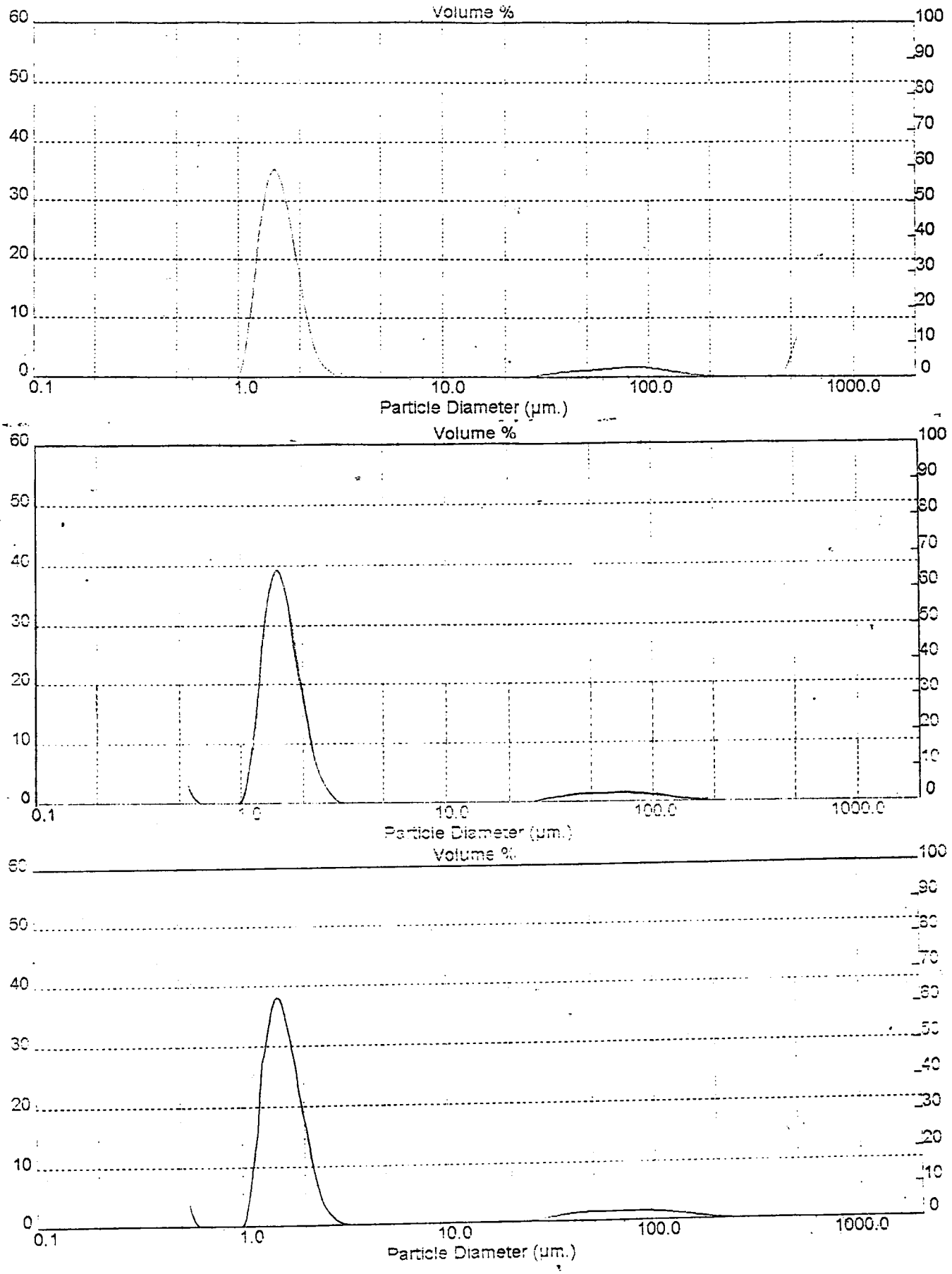
ทำการวัดโดยใช้เครื่องวัดขนาดอนุภาค MASTERSIZER-X จะได้ค่าขนาดอนุภาคน้ำยางธรรมชาติพรีวัลคาไนซ์ ดังแสดงในตารางที่ 4.10 และกราฟที่ 4.5 , 4.6 และ 4.7

ตารางที่ 4.10 แสดงค่าขนาดอนุภาคของน้ำยางธรรมชาติพรีวัลคาไนซ์ทั้ง 3 ชนิด

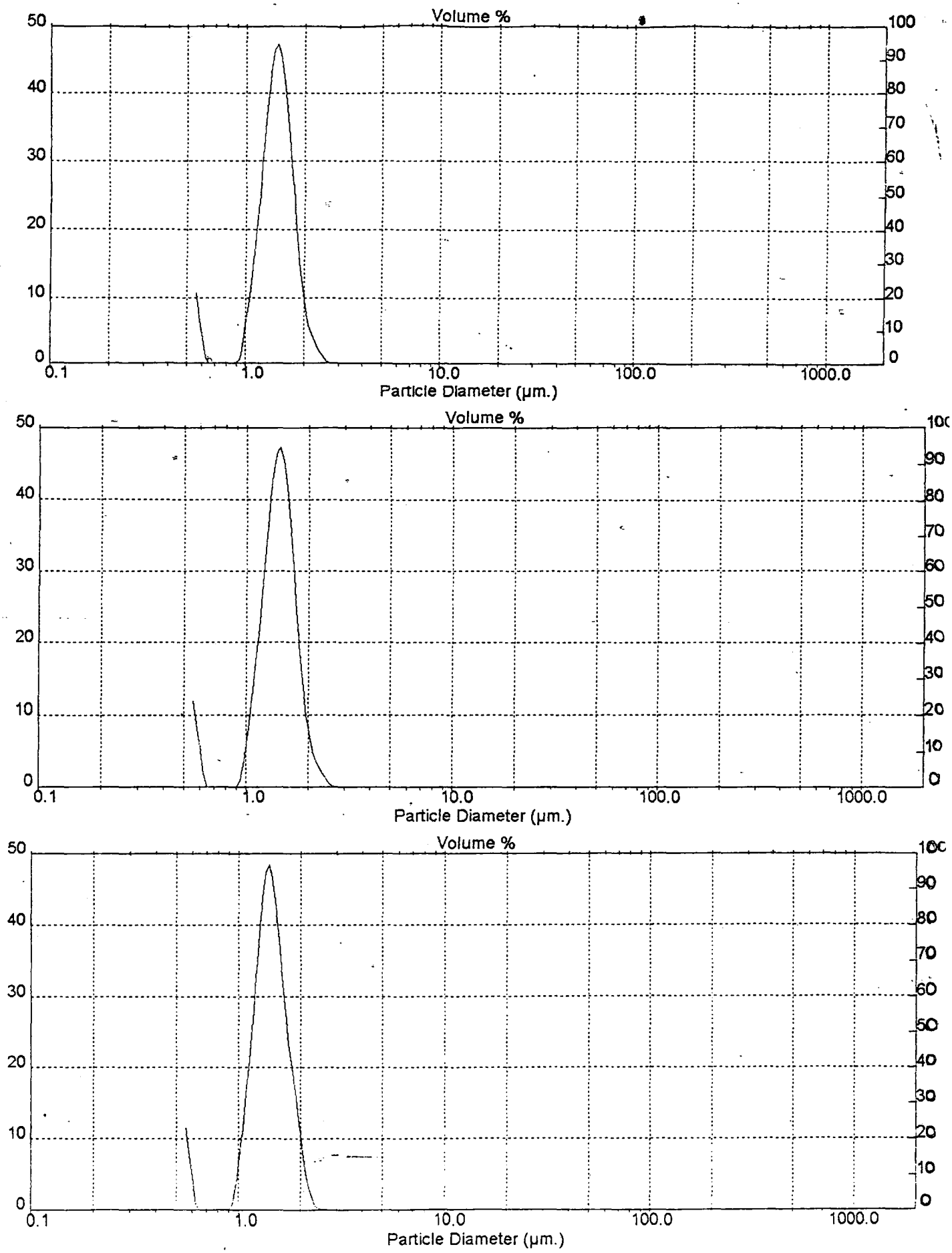
ครั้งที่	ขนาดอนุภาคของน้ำยางพรีวัลคาไนซ์(μm)		
	Sulphur	Peroxide Direct Method	Peroxide Emulsion
1	1.43	1.65	1.44
2	1.43	1.59	1.42
3	1.46	1.61	1.41
เฉลี่ย	1.44±0.02	1.62±0.03	1.42 ± 0.02



รูปที่ 4.4 กราฟแสดงขนาดอนุภาคของน้ำยางซัลเฟอร์ไรวัลคาไนซ์ ในการวัดครั้งที่ 1 , 2 และ 3 (ภาพล่าง) จากเครื่องวัดขนาดอนุภาค MASTERSIZER-X



รูปที่ 4.5 กราฟแสดงขนาดอนุภาคของน้ำยางเปอร์ออกไซด์ฟรีวัลคาไนซ์ ในการวัดครั้งที่ 1, 2, และ 3 (ชนลงล่าง) จากเครื่องวัดขนาดอนุภาคMASTERSIZER-X



รูปที่ 1.6 กราฟแสดงขนาดอนุภาคของน้ำยางเบอร์ออกไซด์อิมัลชันพรีวัลคาไนซ์ ในการวัดครั้งที่ 1.2 และ 3 (บนลงล่าง) จากเครื่องวัดขนาดอนุภาค MASTERSIZER-X

วิจารณ์ผลการทดลอง

น้ำยางธรรมชาติที่พรีวัลคาไนซ์โดยใช้ซัลเฟอร์และเปอร์ออกไซด์โดยวิธีอิมัลชันจะมีขนาดอนุภาคพอๆกัน เพราะว่าใช้ในรูปอิมัลชันเหมือนกัน จึงคาดว่าขนาดอนุภาคจะไม่มีการบวมตัว จึงทำให้ขนาดอนุภาคของยางไม่เปลี่ยนแปลงเมื่อเทียบกับขนาดเดิมก่อนการทำพรีวัลคาไนซ์

แต่เมื่อใช้วิธีพรีวัลคาไนซ์โดยวิธี Direct Method อาจมีการบวมตัว จึงทำให้อนุภาคที่ได้มีขนาดเพิ่มขึ้นเล็กน้อย

4.4.3) ผลการศึกษาคุณลักษณะทางกายภาพของ Crosslinked Natural Rubber

4.4.3.1 ผลการทดสอบความทนทานต่อแรงดึงและการทดสอบเปอร์เซนต์การยืด ณ จุดขาด (% Elongation at Break)

ทั้งค่าความทนทานต่อแรงดึง และค่าเปอร์เซนต์การยืด ณ จุดขาดที่คำนวณได้แสดงดังตารางที่ 4.11

ตารางที่ 4.11 แสดงค่าความทนทานต่อแรงดึง และเปอร์เซนต์การยืด ณ จุดขาด ของ Crosslinked Natural Rubber

ครั้งที่	คุณลักษณะทางกายภาพของ Crosslinked Natural Rubber					
	Tensile Strength (kg/mm^2)			% Elongation at Break		
	Sulphur	Peroxide Direct	Peroxide Emulsion	Sulphur	Peroxide Direct	Peroxide Emulsion
1	0.107	0.055	0.098	1444	1124	1120
2	0.052	0.058	0.104	1084	1060	1400
3	0.053	0.053	0.075	1140	1124	920
4	0.078	0.053	0.086	1430	1180	1004
เฉลี่ย	0.061 ±0.01	0.054 ±0.00	0.086 ±0.01	1218 ± 186	1142 ± 32	1015 ± 100

วิจารณ์ผลการทดลอง

จากผลการทดลองจะเห็นได้ว่า ความทนทานต่องแรงดึงของยางธรรมชาติที่เชื่อมโยงโดยใช้เปอร์ออกไซด์ แบบ Emulsion จะมีค่าสูงกว่าการเชื่อมโยงโดยใช้ซัลเฟอร์ และเปอร์ออกไซด์แบบ Direct Method แสดงว่าวิธีการเชื่อมโยงโดยใช้เปอร์ออกไซด์ในรูป Emulsion มีประสิทธิภาพดีกว่าวิธีอื่น ส่วนค่าเปอร์เซนต์การยืดตัวที่จุดขาดของยางธรรมชาติทั้ง 3 ประเภทนั้นพบว่ามีค่าใกล้เคียงกัน

4.5) ผลการศึกษา การเคลื่อนย้ายอนุภาคยางเข้าไปในสไตรีนโมโนเมอร์ โดยใช้เทคนิคเฟสทรานสเฟอร์

4.5.1) การหาค่า Critical Transfer Concentration (CTC)

ก) น้ำยางสังเคราะห์โพลีบิวทิลอะไครเลต

จากการใช้เทคนิคเฟสทรานสเฟอร์ในการเตรียมพลาสติกสไตรีนเหนียว ทนแรงกระแทก (HIPS) ซึ่งเป็นการย้ายอนุภาคยางสังเคราะห์ซึ่งมีโครงสร้างร่างแหจากชั้นน้ำ ไปยังชั้นของสไตรีนโมโนเมอร์ ในการทดลองนี้จะใช้น้ำยางสังเคราะห์ที่เสถียรด้วยสารลดแรงตึงผิวชนิดที่มีประจุลบ คือ โซเดียมโดเดซิลซัลเฟต แล้วไทเทรตด้วยสารลดแรงตึงผิวชนิดที่มีประจุบวก คือ สารละลายเบนซิลไดเมทิลเฮกซะเดซิล แอมโมเนียมคลอไรด์ในน้ำ เข้มข้น 5 กรัมต่อลิตร (1.209×10^{-2} โมลต่อลิตร)

จะพบว่าสารละลายในชั้นสไตรีนโมโนเมอร์จะเปลี่ยนจากใสเป็นขุ่น เนื่องจากอนุภาคของยางสังเคราะห์โพลีบิวทิลอะไครเลต จะเคลื่อนย้ายจากชั้นน้ำเข้ามาอยู่ในสไตรีนโมโนเมอร์ ทำให้ชั้นน้ำที่ขุ่นในตอนแรก เพราะว่ามีอนุภาคยางสังเคราะห์โพลีบิวทิลอะไครเลตกระจายตัวอยู่ กลายเป็นสารละลายที่ใส

เนื่องจากที่ผิวของอนุภาคของน้ำยางสังเคราะห์โพลีบิวทิลอะไครเลตจะมีประจุลบ อันเนื่องมาจากสารลดแรงตึงผิวชนิดที่มีประจุลบที่ใช้ เมื่อไทเทรตด้วยเบนซิลไดเมทิลเฮกซะเดซิล แอมโมเนียมคลอไรด์ ซึ่งมีประจุตรงกันข้าม จนถึงค่าความเข้มข้มวิกฤติในการเคลื่อนย้าย(CTC) จึงทำให้ผิวของอนุภาคยางสังเคราะห์เป็นกลาง ทำให้อนุภาคยางไม่สามารถอยู่ในชั้นน้ำได้ แต่จะเคลื่อนย้ายไปอยู่ในชั้นสไตรีนโมโนเมอร์ในชั้นบน

จากปริมาณของเบนซิลไดเมทิลเฮกซะเดซิล แอมโมเนียมคลอไรด์ สามารถนำมาคำนวณหาค่า Critical Transfer Concentration (CTC) ได้ดังตารางที่ 4.12 สำหรับยางที่มีการกระจายตัวแบบ Monodisperse และตารางที่ 4.13 สำหรับยางที่มีการกระจายตัวแบบ Polydisperse

ตารางที่ 4.12 แสดงค่า CTC สำหรับยางที่มีการกระจายตัวแบบ Monodisperse

รหัสน้ำยาง	น้ำหนักลาเท็กซ์ (กรัม)	ปริมาตรสารลดแรงตึงผิว (มิลลิลิตร)	ค่า CTC* (x 10^{-5})
0 % EDMA	14.4	9.30	7.55
	14.4	9.25	7.51
	14.4	9.30	7.55
		เฉลี่ย	7.54 ± 0.02
0 % EDMA	20.2	13.00	7.52
	20.2	13.15	7.60
	20.2	13.10	7.58
		เฉลี่ย	7.57 ± 0.04
0 % EDMA	28.8	19.20	7.79
	29.1	19.80	7.95
	28.8	19.30	7.83
		เฉลี่ย	7.86 ± 0.08
0.48 % EDMA	14.4	9.40	7.35
	14.4	9.35	7.31
	14.4	9.30	7.28
		เฉลี่ย	7.31 ± 0.04

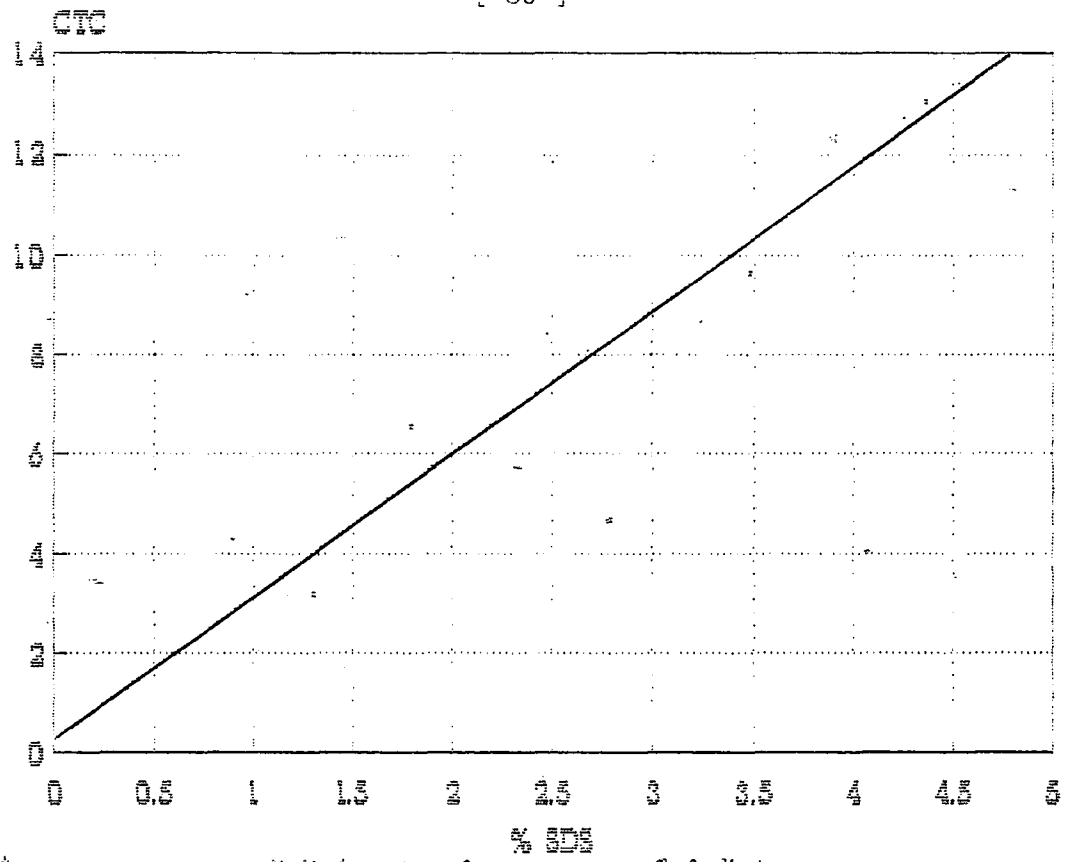
ตารางที่ 4.12(ต่อ) แสดงค่า CTC สำหรับยางที่มีการกระจายตัวแบบ Monodisperse

รหัสน้ำยาง	น้ำหนักลาเทกซ์ (กรัม)	ปริมาตรสารลดแรงตึงผิว (มิลลิลิตร)	ค่า CTC* ($\times 10^{-5}$)
1.44 % EDMA	14.4	9.35	7.36
	14.4	9.40	7.40
	14.4	9.35	7.36
		เฉลี่ย	7.37 ± 0.02
1.92 % EDMA	14.4	9.30	7.51
	14.4	9.20	7.43
	14.4	9.15	7.39
		เฉลี่ย	7.44 ± 0.06
2.88 % EDMA	14.4	9.30	7.56
	14.4	9.20	7.48
	14.4	9.15	7.52
		เฉลี่ย	7.52 ± 0.04

ตารางที่ 4.13 แสดงค่า CTC สำหรับยางที่มีการกระจายตัวแบบ Polydisperse

รหัสน้ำยาง	น้ำหนักลาเทกซ์ (กรัม)	ปริมาตรสารลดแรงตึงผิว (มิลลิลิตร)	ค่า CTC* ($\times 10^{-5}$)
1.29 % SDS	14.4	3.55	3.20
	14.4	3.55	3.20
	14.4	3.50	3.15
		เฉลี่ย	3.18 ± 0.03
1.78 % SDS	14.4	6.95	6.53
	14.4	6.85	6.44
	14.4	6.95	6.53
		เฉลี่ย	6.50 ± 0.05
3.47 % SDS	14.4	12.25	9.57
	14.4	12.20	9.53
	14.4	12.30	9.61
		เฉลี่ย	9.57 ± 0.04
4.36 % SDS	14.4	16.70	13.05
	14.4	16.60	12.97
	14.4	16.65	13.01
		เฉลี่ย	13.01 ± 0.04

* หน่วยเป็น ปริมาณโมลสารลดแรงตึงผิวที่ทำให้ต่อน้ำหนักของลาเทกซ์แห้ง



รูปที่ 4.7 แสดงความสัมพันธ์ระหว่างปริมาณสารลดแรงตึงผิวกับค่า Critical Transfer Concentration

<u>วิจารณ์ผลการทดลอง</u>

จากตารางที่ 4.12 จะพบว่าค่า Critical Transfer Concentration (CTC) เป็นค่าคงที่ ที่ขึ้นอยู่กับบริมาตรของสารลดแรงตึงผิว โซเดียมโดเดซิลซัลเฟตที่ใช้ แต่จะไม่ขึ้นอยู่กับบริมาตรของสารเชื่อมโยงเอทิลีนไกลคอลไดเมทาไครเลตและน้ำหนักของลาเทกซ์

ข) น้ำยางธรรมชาติ

จากการใช้เทคนิคเฟสทรานสเฟอร์ ในการเคลื่อนย้ายอนุภาคยางธรรมชาติที่ผ่านการทำพรีวัลคาไนซ์เข้าไปในสไตรีนโมโนเมอร์ จะพบว่า อนุภาคของยางธรรมชาติที่พรีวัลคาไนซ์ด้วยเปอร์ออกไซด์ แบบ Direct Method นั้น ไม่สามารถเคลื่อนย้ายเข้าไปในชั้นของสไตรีนโมโนเมอร์ได้อย่างสมบูรณ์ โดยสังเกตุเห็นชั้นของสไตรีน โมโนเมอร์กลายเป็นสีเหลืองและสารละลายในชั้นน้ำยังคงขุ่น ทั้งนี้อาจเป็นเพราะอนุภาคของยางดังกล่าวมีการเชื่อมโยงน้อยเกินไป หรืออาจเนื่องมาจากส่วนที่เป็น Non-Rubber ในน้ำยางธรรมชาติ

4.5.2) อัตราการบวมตัว

ผลของการวัดขนาดอนุภาคของยางสังเคราะห์โพลีบิวทิลอะไครเลต ที่มีการกระจายแบบ Monodisperse หลังจากการเฟสทรานสเฟอร์ ในสารละลายสไตรีน โดยใช้เครื่องวัดขนาดอนุภาคSubmicron Particle Analyzer COULTER N4-MD โดยใช้ค่า

Viscosity ของสไตรีน = 0.0069 Poise

Refractive Index ของสไตรีน = 1.546

ทำการวัดที่มุม 90^{o}

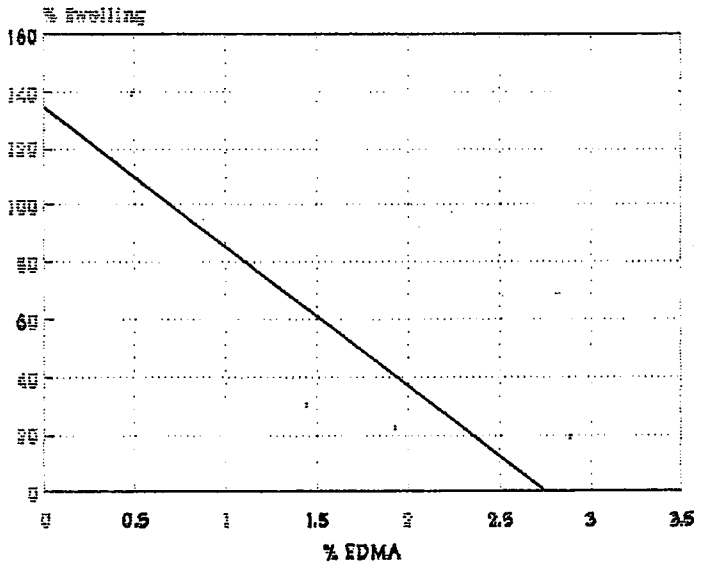
ได้ค่าดังแสดงในตารางที่ 4.14 และนำขนาดของอนุภาคมาทำการคำนวณหาอัตราการบวมตัว ได้ผลดังแสดงในตารางที่ 4.15 และตารางที่ 4.16

ตารางที่ 4.14 แสดงผลการวัดขนาดอนุภาคของยางสังเคราะห์โพลีบิวทิลอะไครเลต ในสไตรีนโมโนเมอร์ หลังจากการทำเฟสทรานสเฟอร์

รหัสน้ำยางสังเคราะห์	ขนาดอนุภาคโดยเฉลี่ย (นาโนเมตร)							
	Unimodal Results				SDP Weight Results			
	ครั้งที่1	ครั้งที่2	ครั้งที่3	เฉลี่ย	ครั้งที่1	ครั้งที่2	ครั้งที่3	เฉลี่ย
0 % EDMA	-	-	-	-	-	-	-	-
0.48 % EDMA	243	248	248	248± 2.9	289	317	569	303±154.2
1.44 % EDMA	200	199	200	200± 0.6	195	201	187	194± 7.0
1.92 % EDMA	160	164	167	164± 3.5	166	165	162	164± 2.1
2.88 % EDMA	150	152	152	151± 1.2	147	150	154	150± 3.5
1.29 % SDS	223	226	224	224± 1.5	211	214	215	213± 2.1
1.78 % SDS	164	181	186	177±11.5	162	158	177	165±10.0
3.47 % SDS	136	153	162	150±13.2	136	136	141	137± 2.9
4.36 % SDS	123	139	143	135±10.6	115	133	136	128±11.4

ตารางที่ 4.15 แสดงอัตราการบวมตัวของยางสังเคราะห์รหัสบีวิทิลอะไครเลตที่เตรียมโดยการเปลี่ยนแปลงปริมาณเอธิลีนไกลคอลไดเมทาไครเลต

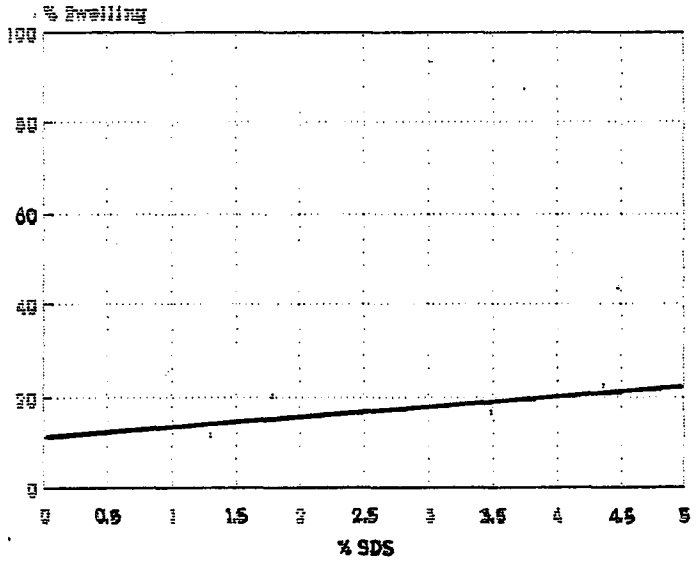
รหัสน้ำยางสังเคราะห์	อัตราการบวมตัว (% การบวมตัว)
0 % EDMA	-
0.48 % EDMA	138.95
1.44 % EDMA	29.34
1.92 % EDMA	22.26
2.88 % EDMA	18.52



รูปที่ 4.8 แสดงผลของอัตราการบวมตัว เนื่องจากการเปลี่ยนแปลงปริมาตรของสารเชื่อมโยง EDMA

ตารางที่ 4.16 แสดงอัตราการบวมตัวของยางสังเคราะห์รพลีบิวทิลอะไครเลตที่เตรียมโดยการเปลี่ยนแปลงปริมาณโซเดียมโดเดซิลซัลเฟต

รหัสน้ำยางสังเคราะห์	อัตราการบวมตัว (% การบวมตัว)
1.29 % SDS	11.74
1.78 % SDS	19.88
3.47 % SDS	16.42
4.36 % SDS	22.26



รูปที่ 4.9 แสดงผลของอัตราการบวมตัว เนื่องจากการเปลี่ยนแปลงปริมาตรของสารลดแรงตึงผิว SDS

วิจารณ์ผลการทดลอง

จากตารางที่ 4.14 จะพบว่าในสารละลายสไตรีนโมโนเมอร์ที่มีอนุภาคยางสังเคราะห์โพลีบิวทิลอะไครเลตที่ไม่มีสารเชื่อมโยง EDMA จะไม่สามารถวัดขนาดอนุภาคได้เนื่องจากอนุภาคยางจะละลายในสารละลายสไตรีนโมโนเมอร์ และสำหรับสารละลายสไตรีนโมโนเมอร์ ที่มีอนุภาคยางสังเคราะห์โพลีบิวทิลอะไครเลตที่มีสารเชื่อมโยง 0.48 % น้ำหนักโดยน้ำหนักจะได้ผลของขนาดอนุภาคในชั้นสไตรีนโมโนเมอร์ใหญ่ขึ้น เนื่องจากใช้ปริมาณสารเชื่อมโยงน้อย อนุภาคยางจึงมีการบวมตัวมาก ส่วนอนุภาคยางที่มีปริมาณ EDMA 1.44 %,1.92 % และ 2.88 % น้ำหนักโดยน้ำหนัก พบว่าอัตราการบวมตัวของขนาดอนุภาคในชั้นสไตรีนโมโนเมอร์จะลดลง

สำหรับอนุภาคยางในสารละลายสไตรีนโมโนเมอร์ที่มีปริมาณสารลดแรงตึงผิวต่างๆ กัน อัตราการบวมตัวของอนุภาคจะมีขนาดพอๆกัน เนื่องจากใช้ปริมาณสารเชื่อมโยงเท่ากัน

4.6) ผลของการเตรียมพลาสติกสไตรีนเหนียว ทนแรงกระแทก (HIPS) โดยกระบวนการ Emulsion Polymerisation/Phase Transfer/Bulk Polymerisation

4.6.1) กระบวนการเตรียมพลาสติกสไตรีนเหนียว ทนแรงกระแทกโดยใช้น้ำยางสังเคราะห์โพลีบิวทิลอะไครเลต

ก) อนุภาคยางที่มีการกระจายตัวแบบ Monodisperse

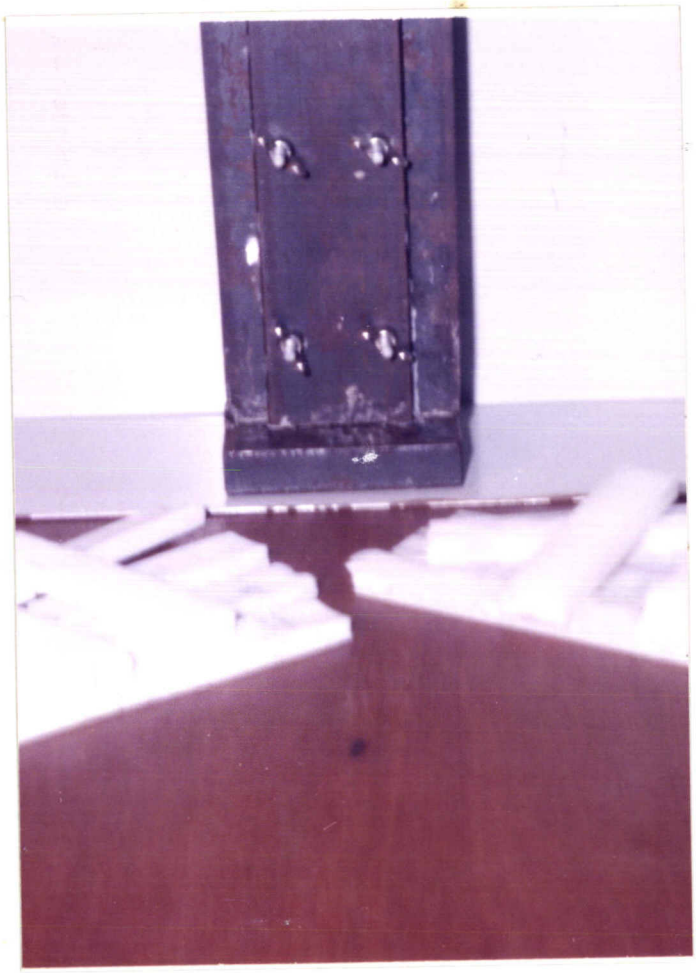
จากการนำน้ำยางสังเคราะห์โพลิบิวทิลอะไครเลตที่เตรียมโดยกระบวนการโพลีเมอไรเซชันแบบอิมัลชัน แล้วทำการเคลื่อนย้ายอนุภาคยางเข้าไปในชั้นสารละลายของสไตรีนโมโนเมอร์ โดยใช้เทคนิคเฟสทรานสเฟอร์ จากนั้นไปผ่านกระบวนการโพลีเมอไรเซชันแบบบัลค์ในแม่พิมพ์ จะพบว่าพลาสติกสไตรีนเหนียว ทนแรงกระแทก (HIPS) ที่เตรียมได้มีลักษณะดังนี้ คือ

- พลาสติกสไตรีนเหนียว ทนแรงกระแทก ที่เตรียมจากน้ำยางสังเคราะห์โพลีบิวทิลอะไครเลต ที่ไม่มีการใช้สารเชื่อมโยงเอธิลีนไกลคอลไดเมทาไครเลต จะได้ชิ้นงานที่มีลักษณะเป็นเนื้อเดียวกัน มีฟองอากาศกระจายอยู่บ้างตามส่วนของชิ้นงานบางเล็กน้อย และเมื่อมีปริมาณยางในพลาสติกเหนียว ทนแรงกระแทก(HIPS) เพิ่มขึ้น ชิ้นงานจะมีลักษณะหยุ่นตัว สามารถโค้งงอได้ ลักษณะของชิ้นงานแสดงอยู่ ในรูป 4.1๑

- พลาสติกสไตรีนเหนียว ทนแรงกระแทก ที่เตรียมจากน้ำยางสังเคราะห์โพลีบิวทิลอะไครเลตที่มีการใช้สารเชื่อมโยงเอธิลีนไกลคอลไดเมทาไครเลตในส่วนผสม จะได้ชิ้นงานที่มีอนุภาคของยางกระจายตัวอย่างไม่สม่ำเสมอ อนุภาคยางจะจับตัวเป็นก้อน และมีฟองอากาศกระจายอยู่ทั่วไปในชิ้นงาน ลักษณะของชิ้นงานแสดงอยู่ในรูป 4.1๑

ข) <u>อนุภาคยางที่มีการกระจายตัวแบบ Polydisperse</u>

จากการนำสารละลายสไตรีนโมโนเมอร์ ที่มีอนุภาคยางสังเคราะห์โพลีบิวทิลอะไครเลตที่มีการกระจายตัวแบบ Monodisperse มาทำการโพลีเมอไรซ์ จะพบว่ากระบวนการโพลีเมอไรเซชันแบบบัลค์ที่ใช้สำหรับการเตรียมพลาสติกสไตรีนเหนียว ทนแรงกระแทก เป็นวิธีที่ควรปรับปรุง เนื่องจากให้ชิ้นงานที่มีฟองอากาศ และการกระจายตัวของอนุภาคยางไม่สม่ำเสมอ ทำให้การเตรียมพลาสติกสไตรีนเหนียว ทนแรงกระแทก ที่มีการกระจายตัวของอนุภาคยางแบบ Polydisperse ได้ชิ้นงานที่มีการกระจายตัวของอนุภาคยางไม่สม่ำเสมอ โดยที่อนุภาคยางจะจับตัวเป็นก้อน และมีฟองอากาศกระจายอยู่ ทำให้ไม่สามารถเตรียมพลาสติกสไตรีนเหนียว ทนแรงกระแทกได้ตามต้องการ



รูปที่ 4.10 แสดงลักษณะของพลาสติกสไตรีนเหนียว ทนแรงกระแทก (HIPS) ที่เตรียมจากกระบวนการโพลีเมอไรเซชันแบบบัลค์ของสารละลายสไตรีนโมโนเมอร์ ที่มีอนุภาคยางสังเคราะห์โพลีบิวทิลอะไครเลตกระจายอยู่ด้วยเทคนิคเฟสทรานสเฟอร์

4.6.2) <u>การเตรียมพลาสติกสไตรีนเหนียว ทนแรงกระแทก (HIPS) โดยใช้น้ำยางธรรมชาติที่ผ่านกระบวนการพรีวัลคาไนเซชัน</u>

จากการนำสารละลายในชั้นของสไตรีนโมโนเมอร์ที่ได้ หลังจากการทำเฟสทรานสเฟอร์ของน้ำยางธรรมชาติ ซึ่งเป็นสารละลายใส มีสีเหลือง มาทำการเตรียมพลาสติกสไตรีนเหนียว ทนแรงกระแทก พบว่าจะได้ชิ้นงานที่มีลักษณะค่อนข้างใส เมื่อเปรียบเทียบกับชิ้นงานที่มียางสังเคราะห์โพลีบิวทิลอะไครเลต ลักษณะชิ้นงานแสดงในรูป 4.11

รูปที่ 4.11 แสดง HIPS ที่เตรียมจากกระบวนการโพลีเมอไรเซชันแบบบัลค์ของสารละลายสไตรีน โมโนเมอร์ ที่มีอนุภาคยางธรรมชาติกระจายตัวอยู่ด้วยเทคนิคเฟสทรานสเฟอร์

4.7) ผลการวัดความทนทานต่อแรงกระแทก

จากการนำพลาสติกสไตรีนเหนียว ทนแรงกระแทก(HIPS) ที่เตรียมจากสารละลายสไตรีนที่ใช้ยางสังเคราะห์ที่ไม่มีสารเชื่อมโยงเอทิลีนไกลคอลไดเมทาไครเลต ซึ่งมีลักษณะชิ้นงานที่เป็นเนื้อเดียวกันมาทดสอบ ความทนทานต่อแรงกระแทกโดยเครื่องทดสอบ Impact Resistance (CEAST) ด้วยวิธี Charpy Test โดยใช้ชิ้นตัวอย่างที่ทำ Notch เรียบร้อยแล้ว ได้ผลดังแสดงในตารางที่ 4.1

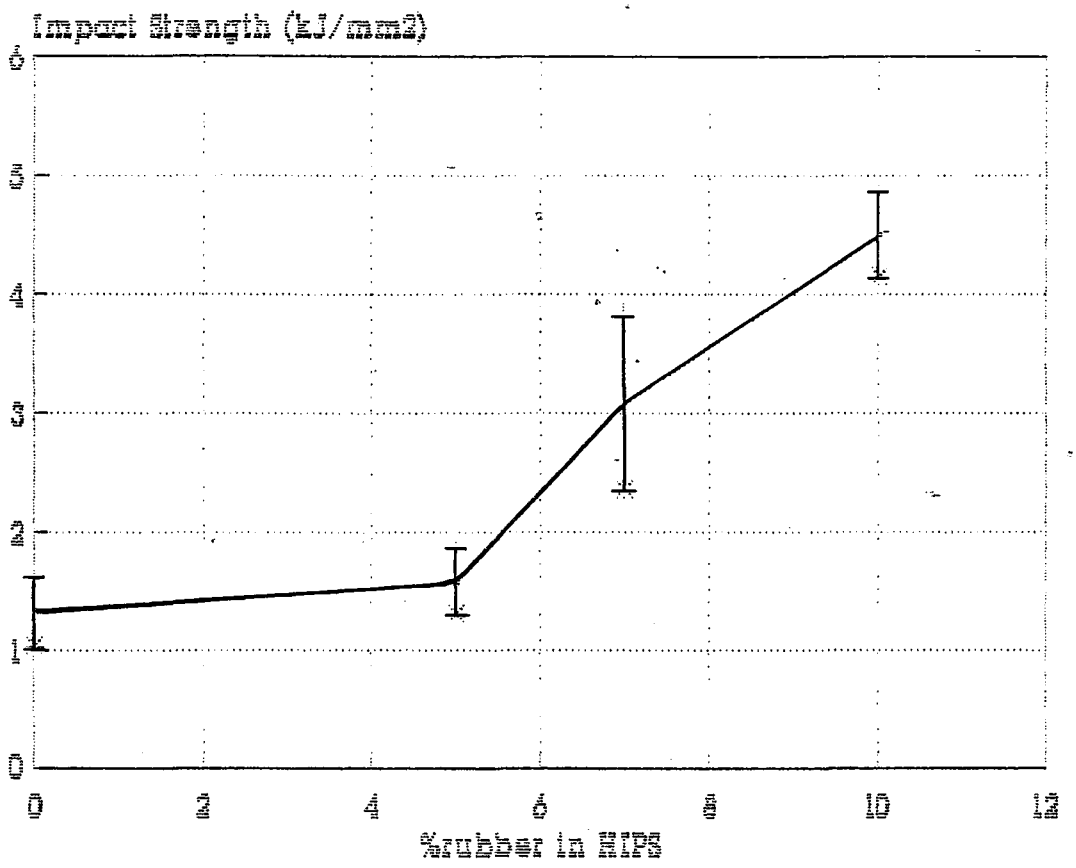
ตารางที่ 4.17 แสดงค่าความทนทานต่อแรงกระแทกของพลาสติกสไตรีนเหนียว ทนแรงกระแทกทดสอบด้วยเครื่องทดสอบ Impact Resistance ด้วยวิธี Charpy Test โดยใช้ชิ้นตัวอย่างที่ทำ Notch แล้ว

รหัสน้ำยาง	% ยางในสไตรีนโมโนเมอร์ (%w/w)	Impact Resistance (kJ/m^2)
PS	0	1.06
		1.29
		1.73
		1.18
----------	---------- เฉลี่ย	1.32 ± 0.29
0 % EDMA	5	1.97
		1.32
		1.46
		1.51
----------	---------- เฉลี่ย	1.57 ± 0.28
0 % EDMA	7	4.17
		2.55
		2.70
		2.90
----------	---------- เฉลี่ย	3.08 ± 0.74

ตารางที่ 4.17(ต่อ)แสดงค่าความทนทานต่อแรงกระแทกของพลาสติกสไตรีนเหนียว ทนแรงกระแทก (HIPS)

รหัสน้ำยาง	% ยางใน สไตรีนโมโนเมอร์ (%w/w)	Impact Resistance (kJ/m^2)
0 % EDMA	10	4.09
		4.42
		4.98
		4.50
----------	---------- เฉลี่ย	4.50 ± 0.37
Peroxide	n	1.00
Prevulcanised		1.19
NR (Direct)		1.89
----------	---------- เฉลี่ย	1.36 ± 0.47

n = ไม่ทราบเปอร์เซนต์ยางแน่นอน เนื่องจากเฟสทรานสเฟอร์เกิดขึ้นไม่สมบูรณ์



รูปที่ 4.12 แสดงผลของปริมาณยางใน HIPS ต่อค่า Impact Resistance

วิจารณ์ผลการทดลอง

จะเห็นว่าพลาสติกสไตรีนเหนียว ทนแรงกระแทก (HIPS) มีความสามารถทนทานต่อแรงกระแทกเพิ่มขึ้น เมื่อปริมาณของยางรีพลีบิวทิลอะไครเลตที่ใช้เพิ่มขึ้น อย่างไรก็ตามความทนทานต่อแรงกระแทกของพลาสติกสไตรีนเหนียว ทนแรงกระแทก (HIPS) ไม่มีการเปลี่ยนแปลงที่ชัดเจนในกรณีที่ใช้ยางธรรมชาติ Crosslinked ด้วยเปอร์ออกไซด์แบบ Direct Method ทั้งนี้อาจเป็นเพราะ Phase Transfer เกิดขึ้นไม่สมบูรณ์ ทำให้ไม่สามารถเคลื่อนย้ายอนุภาคยางจากลาเทกซ์เข้าไปในสไตรีนโมโนเมอร์ได้ทั้งหมด

บทที่ 5

สรุปผลการศึกษาวิจัยและข้อเสนอแนะ

5.1) สรุปผลการทดลอง

จากการศึกษาเทคนิคเฟสทรานสเฟอร์ ของน้ำยางสังเคราะห์โพลีบิวทิลอะไครเลต และน้ำยางธรรมชาติ เพื่อพัฒนาการเตรียมและคุณสมบัติของพลาสติกสไตรีนเหนียวทนแรงกระแทก(HIPS) สามารถสรุปได้ว่า

1) สามารถเตรียมลาเทกซ์สังเคราะห์โพลีบิวทิลอะไครเลต ที่มีปริมาณร่างแหต่างๆ กัน โดยใช้สารเชื่อมโยงได้แก่เอทิลีนไกลคอลไดเมทาไครเลต ปริมาณ 0 , 0.48 , 1.44 , 1.92 และ 2.88 % น้ำหนักโดยน้ำหนัก และสามารถเตรียมลาเทกซ์สังเคราะห์ที่มีขนาดอนุภาคต่างๆโดยเปลี่ยนแปลงปริมาณสารลดแรงตึงผิวชนิดประจุลบ ได้แก่ โซเดียมโดเดซิลซัลเฟต ปริมาณ 1.29 , 1.78 , 3.47 และ 4.36 % น้ำหนักโดยน้ำหนัก

2) เมื่อทดลองทำพรีวัลคาไนซ์ยางธรรมชาติในรูปของลาเทกซ์ โดยใช้ ซัลเฟอร์ พรีวัลคาไนซ์ และเบอร์ออกไซด์พรีวัลคาไนซ์ (โดยใช้แบบ Direct Method และ แบบ Emulsion) พบว่าสามารถเตรียมลาเทกซ์ธรรมชาติที่มีการเชื่อมโยงได้ โดยเมื่อทดสอบการละลาย จะเห็นได้ว่ายางที่เตรียมได้ไม่ละลาย แต่สามารถบวมตัวได้ค่อนข้างมาก นอกจากนี้เมื่อเปรียบเทียบวิธีการทั้ง 3 แบบ พบว่าเบอร์ออกไซด์พรีวัลคาไนซ์ แบบ Emulsion นั้นทำให้ได้ยางที่มีความทนทานต่อแรงดึงสูงกว่าวิธีอื่น

3) เมื่อใช้เทคนิคเฟสทรานสเฟอร์กับน้ำยางโพลีบิวทิลอะไครเลต ผลการทดลองแสดงให้เห็นว่าสามารถเคลื่อนย้ายอนุภาคยางโพลีบิวทิลอะไครเลตได้อย่างสมบูรณ์ สามารถสังเกตุจุดยุติได้อย่างชัดเจน โดยอนุภาคยางโพลีบิวทิลอะไครเลตจะเข้าไปกระจายและบวมตัวอยู่ในชั้นของสไตรีนโมโนเมอร์ ซึ่งอัตราการบวมตัวจะขึ้นอยู่กับปริมาณของเอทิลีนไกลคอลไดเมทาไครเลตที่ใช้ แต่ไม่ขึ้นกับปริมาณของโซเดียมโดเดซิลซัลเฟต ทั้งนี้เมื่อวัดขนาดอนุภาคก่อนและหลังการทำเฟสทรานสเฟอร์ จะทำให้วัดค่าอัตราการบวมตัวของอนุภาคยางโพลีบิวทิลอะไครเลตที่มีโครงสร้างเป็นร่างแหได้

4) ในกรณีที่ทำการเคลื่อนย้ายอนุภาคของยางธรรมชาติที่พรีวัลคาไนซ์ ด้วยเบอรออกไซด์แบบ Direct Method นั้น จุดยุติของการเคลื่อนย้ายจะสังเกตุได้ยาก ทั้งนี้อาจเนื่องจากอนุภาคของยางดังกล่าว มีการเชื่อมโยงไม่สมบูรณ์ ทำให้มีการละลายในบางส่วน และอาจมีผลมาจากส่วนที่ไม่ใช่ยาง (Non-Rubber)

5) การทดลองเตรียมพลาสติกสไตรีนเหนียวทนแรงกระแทก (HIPS) โดยกระบวนการ Emulsion Polymerisation / Phase Transfer / Bulk Polymerisation โดยใช้น้ำยางสังเคราะห์โพลีบิวทิลอะไครเลตนั้น พบว่าสามารถเพิ่มความทนทานต่อแรงกระแทกได้ถ้าปริมาณยางเพิ่มขึ้น แต่ยังมีปัญหาจากการที่อนุภาคของยางกระจายตัวไม่สม่ำเสมอในโพลีสไตรีน โดยเฉพาะยางที่เชื่อมโยงด้วยเอทิลีนไกลคอลไดเมทาไครเลต จะเห็นการแยกกันอย่างชัดเจน นอกจากนี้ยังมีปัญหาเกี่ยวกับการใช้แม่พิมพ์ที่ยังคงทำให้ได้ชิ้นตัวอย่างที่ไม่สม่ำเสมอ และควบคุมได้ยาก

6) เมื่อเตรียมพลาสติกสไตรีนเหนียวทนแรงกระแทก(HIPS) โดยกระบวนการเติมแต่ใช้น้ำยางธรรมชาติที่ผ่านการพรีวัลคาไนซ์ พบว่าการเคลื่อนย้ายอนุภาคยางดังกล่าว เกิดขึ้นไม่สมบูรณ์ ทำให้ไม่สามารถควบคุมปริมาณเนื้อยางหลังการทำเฟสทรานสเฟอร์ได้

5.2) <u>ข้อเสนอแนะ</u>

โครงงานพิเศษนี้ เป็นการศึกษาต่อเนื่องเกี่ยวกับเทคนิคเฟสทรานสเฟอร์ในการเตรียมพลาสติกสไตรีนเหนียวทนแรงกระแทก (HIPS) ซึ่งยังมีเรื่องที่ควรทำการศึกษาต่ออีก ได้แก่

- ศึกษาการใช้สารเชื่อมโยงชนิดอื่น ที่มีผลต่อการเคลื่อนย้ายอนุภาคของยาง ในการทำเฟสทรานสเฟอร์

- ศึกษาการทำการเชื่อมโยงอนุภาคของยางธรรมชาติด้วยวิธีที่เหมาะสม เพื่อใช้ในการทำเฟสทรานสเฟอร์

- ศึกษาการใช้ยางสังเคราะห์ชนิดอื่น เพื่อเพิ่มคุณสมบัติการทนต่อแรงกระแทกของพลาสติกสไตรีนเหนียวทนแรงกระแทก

- ศึกษาการเตรียมพลาสติกสไตรีนเหนียว ทนแรงกระแทก (HIPS) โดยกระบวนการโพลีเมอไรเซชันแบบแขวนลอย

- ศึกษาลักษณะการแตกของพลาสติกสไตรีนเหนียวทนแรงกระแทก (HIPS) โดยใช้กล้องอิเลกตรอนไมโครสโคป

- ศึกษาการนำเทคนิคเฟสทรานสเฟอร์ เพื่อใช้ในการเตรียมพลาสติกเหนียวชนิดอื่นๆ

ภาคผนวก

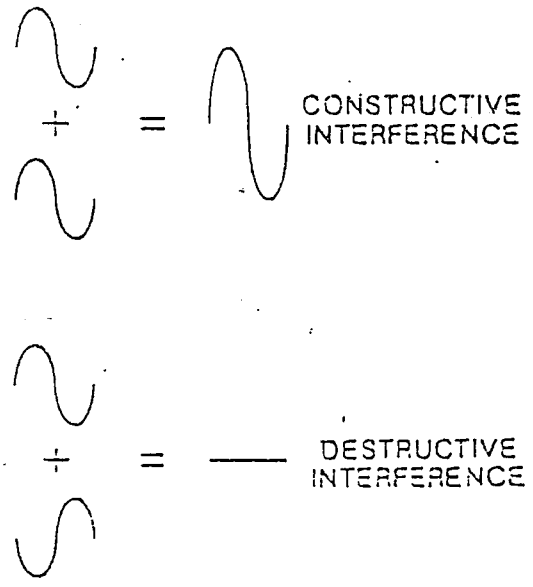
ภาคผนวก ก.

เครื่อง SUBMICRON PARTICLE SIZE ANALYZER (COULTER N4-MD)

เครื่อง COULTER N4-MD สามารถวัดขนาดของโพลิเมอร์ อิมัลชัน และอนุภาคที่แขวนลอยที่มีขนาด 3 นาโนเมตร ถึง 3 ไมโครเมตร

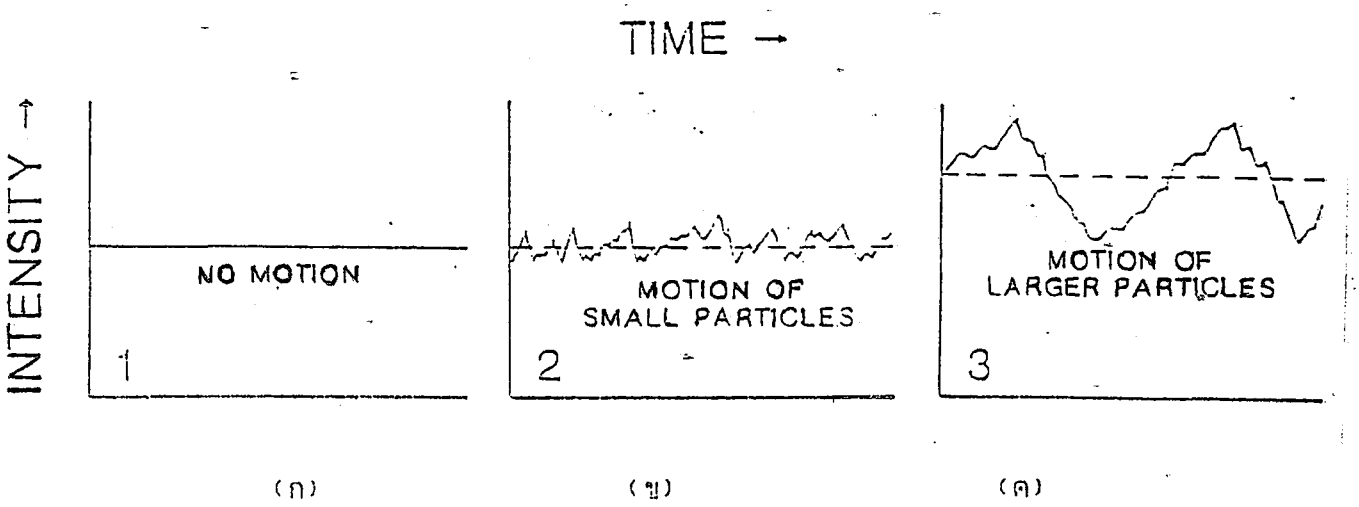
หลักการ :-

โดยอาศัยเทคนิค Photon Correlation Spectroscopy (PCS) ซึ่งจะใช้หลักการการกระเจิงของแสง และปรากฏการณ์การเคลื่อนที่แบบบราวน์เนียน (Brownian motion) ของอนุภาคที่แขวนลอยอยู่ในตัวกลาง ซึ่งเกิดการเคลื่อนที่ไปมาอย่างไม่เป็นระเบียบ เช่น โพลีเมอร์ในสภาวะคอลลอยด์ ดังนั้นเมื่อระบบมีหลายอนุภาคจะเกิดการแทรกสอดขึ้น ซึ่งเป็นลักษณะของคลื่นที่เกิดจากการกระเจิงของแสง 2 อนุภาค ซึ่งอาจจะสร้างเสริม (Constructive Interference) หรือหักล้าง (Destructive Interference) ดังรูปที่ ก.1



รูปที่ ก.1 ชนิดการแทรกสอดกันของคลื่นจาก 2 อนุภาค

ซึ่งสัญญาณที่เข้าสู่เครื่อง detector จะเป็นความเข้มสุทธิคือ เกิดการหักล้างกันของคลื่นแสงแล้ว ดังรูปที่ ก.2



(ก) (ข) (ค)

รูปที่ ก.2 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างความเข้มแสงกับเวลา

ก) อนุภาคจะไม่มีการเคลื่อนที่ โดยความเข้มสุทธิจะมีค่าคงที่

ข) อนุภาคมีการเคลื่อนที่ โดยความเข้มสุทธินั้นเปลี่ยนตามการแทรกสอดของคลื่น

ค) อนุภาคมีขนาดใหญ่จะเคลื่อนที่ช้ามาก กราฟที่ได้จึงมีขนาดขยายใหญ่

และการเคลื่อนที่ของอนุภาค จะขึ้นอยู่กับปัจจัยดังต่อไปนี้

1. ขนาดอนุภาค : ถ้าขนาดอนุภาคเล็กจะเคลื่อนที่เร็ว และถ้าขนาดอนุภาคใหญ่จะเคลื่อนที่ช้า

2. อุณหภูมิ : อนุภาคจะเคลื่อนที่เร็ว ถ้ามีการเพิ่มอุณหภูมิ

3. ความหนืดของตัวกลาง : ถ้ามีความหนืดสูง อนุภาคจะเคลื่อนที่ช้า

สมการ Stokes-Einstein ได้เสนอความสำคัญของตัวแปรทั้ง 3 ในเชิงคณิตศาสตร์ ดังนี้

$$D = \frac{k_b T}{3\pi nd}$$

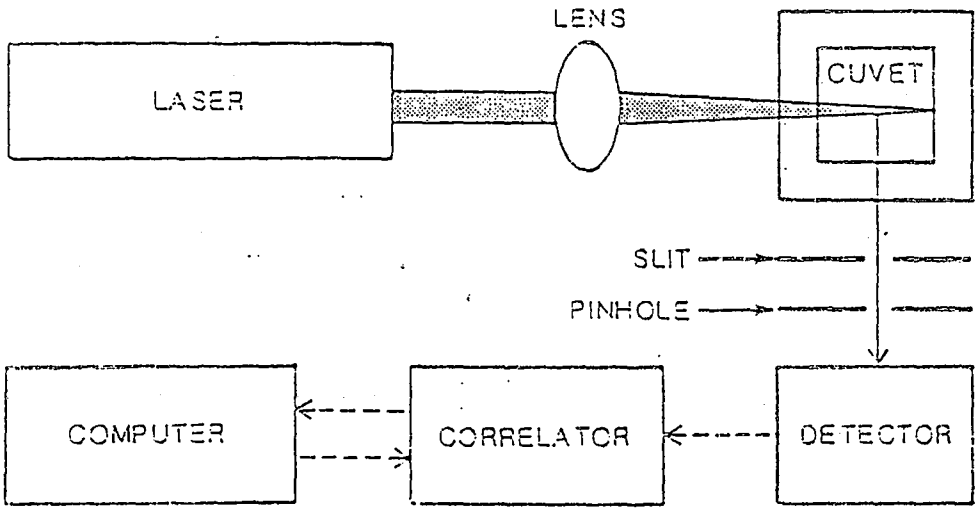
เมื่อ D = อัตราการแพร่ หรือสัมประสิทธิ์ของการแพร่

k_b = ค่าคงที่ของ Boltzman = 1.36×10^{16} erg./^oK

T = อุณหภูมิ (องศาเคลวิน) , n = ความหนืดของสารละลายเจือจาง

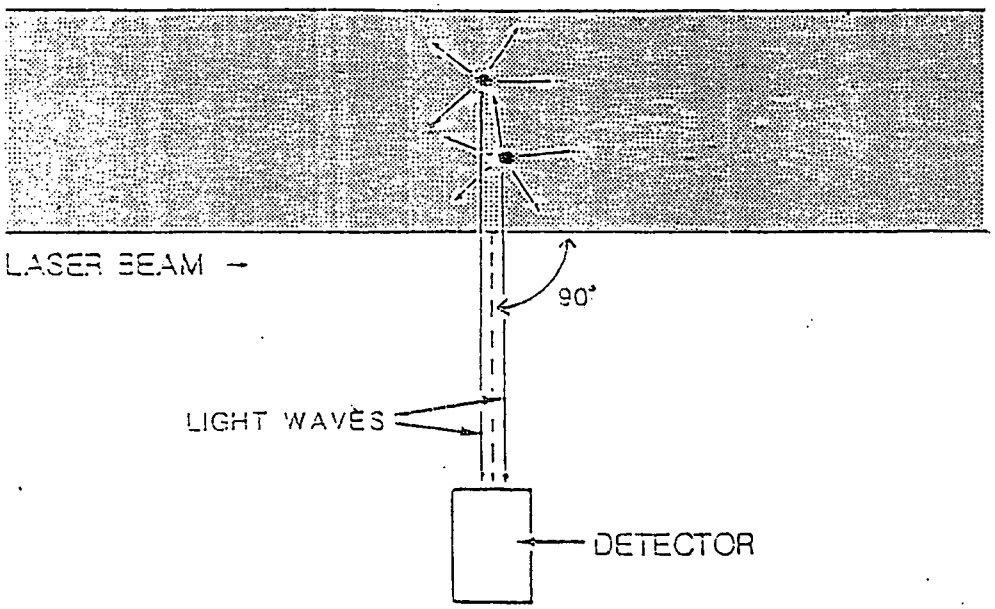
d = equivalent spherical hydrodynamic diameter

<u>หลักการส่งสัญญาณของเครื่อง</u> :-



รูปที่ ก.3 แสดงระบบการส่งสัญญาณ

จากรูปที่ ก.3 แสงเลเซอร์จะผ่านเลนส์ แล้วถูกรีเฟลกัสาให้มากระทบกับ cuvet ซึ่งมีอนุภาคที่มีการแขวนลอยในน้ำบรรจุอยู่ ซึ่งอนุภาคจะทำให้เกิดการกระเจิงแสงในทุกๆด้าน และจะตรวจจับด้านที่มีความเข้มสูงสุด โดยปกติเป็น 90 องศา ของลำแสงเลเซอร์ ดังรูปที่ ก.4



รูปที่ ก.4 ภาพแสดงกระบวนการส่งสัญญาณ

ซึ่งแสงนี้จะผ่านไปยัง slit และ pinhole เข้าสู่ block stray light และเข้าสู่ดีเทคเตอร์ในที่สุด และจากนั้นดีเทคเตอร์.โฟโตมัลติพลายเออร์ ทิวบ์ และแอมพลิไฟเออร์ จะวัดความเข้มของแสงที่กระจายนี้ โดยการรายงานผลเป็นค่าสะสม จากการวิเคราะห์ และคำนวณด้วยเครื่องคอมพิวเตอร์

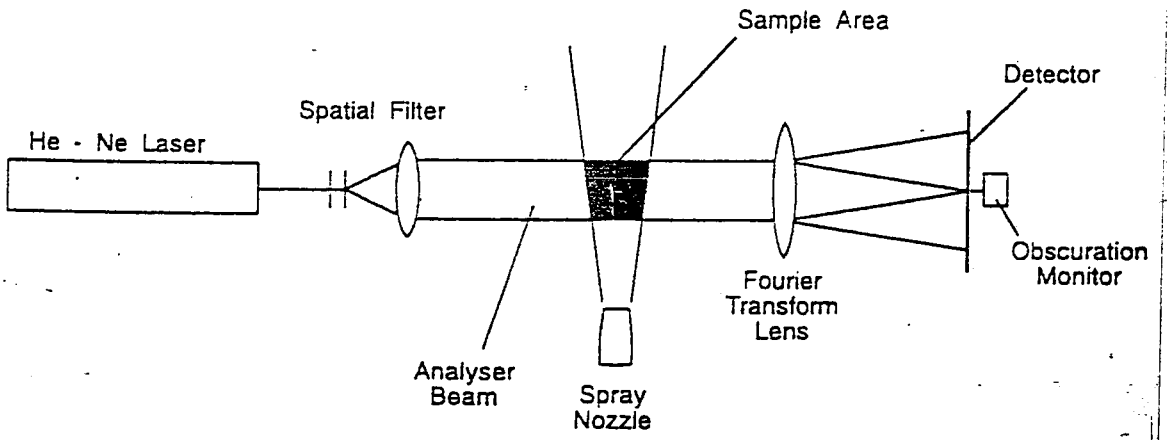
ภาคผนวก ข.

เครื่อง PARTICLE SIZE ANALYZER (MASTERSIZER-X : MARVERN)

MASTERSIZER-X เป็นเครื่องมือที่ใช้วัดขนาดของอนุภาคในรูปของผง suspension, emulsion และ sprays โดยวัดอนุภาคที่มีขนาด 0.1 - $2x10^3$ ไมโครเมตร

<u>หลักการ</u> :-

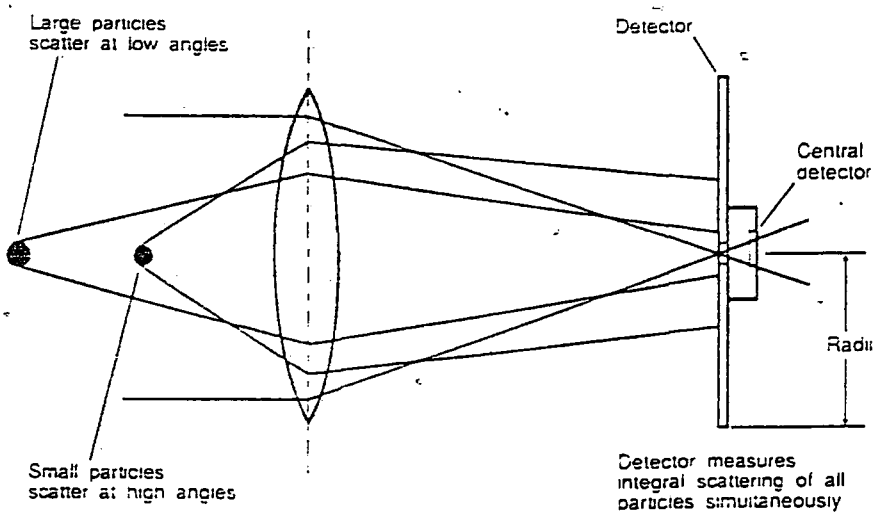
เครื่อง MASTERSIZER-X ประกอบด้วย Optical configuration 2 แบบ ได้แก่ Conventional Fourier optics และ Reverse Fourier optics จึงทำให้สามารถวัดอนุภาคที่มีขนาดต่างๆได้



รูปที่ ข.1 แสดง Conventional Fourier optics

จากรูป แสง monochromatic จาก He-Ne laser จะผ่าน Filter จนกระทบ sample ซึ่งถ้ามีอนุภาคก็จะเกิดการกระเจิงของแสงขึ้น แสงที่กระเจิง และไม่กระเจิง จะถูก

รวมกันบน reciever lens อนุภาคที่มีขนาดเล็กจะกระเจิงแสงที่มุมกว้าง ส่วนอนุภาคที่ใหญ่กว่าจะกระเจิงแสงที่มุมแคบ ดังรูปที่ ข.2



รูปที่ ข.2 คุณสมบัติของแสงที่กระเจิง

จากนั้นจะผ่าน Fourier Transform lens ซึ่งทำให้แสงตกลงบนดีเทคเตอร์ได้ ดีเทคเตอร์จึงวัด integral scattering ของทุกอนุภาคพร้อมๆกัน

ส่วนที่เป็น Reverse Fourier optics Configuration จะช่วยให้สามารถวัดแสงที่กระเจิงที่มุมใหญ่กว่าที่จะใช้ Conventional method ได้อย่างถูกต้อง

ภาคผนวก ค.

Ostwald Viscometer

หลักการ :-

ประกอบด้วยท่อที่เป็นหลอด Capillary น้ำหนักของของเหลวจะเป็นแรงที่กระทำให้ของเหลวไหลผ่านท่อจากขีดบนมายังขีดล่าง จับเวลาที่ไหลเป็นวินาที ให้มีค่าเท่ากับ t คอลัมน์ของของเหลวมีความสูงเท่ากับ h ความหนาแน่นของของเหลวเท่ากับ d และ g คือความเร่งเนื่องจากแรงโน้มถ่วงของโลก จะได้สมการดังนี้

$$\Delta P = hdg$$

$$\eta = \left[\frac{\pi R^4 hg}{8LV} \right] td$$

ค่าในวงเล็บเป็นค่าคงที่ให้มีค่าเท่ากับ k หาได้โดยการทำการทดลองโดยใช้ของเหลวที่ทราบค่าความหนาแน่น (d) และค่าความหนืด (η)

สามารถทำการเปรียบเทียบของเหลวมาตรฐานที่ทราบค่าความหนืด ความหนาแน่นมาตรฐาน และเวลาที่ไหลผ่านหลอด Capillary กับของเหลวที่ต้องการทราบค่าความหนืดได้โดยสมการที่ใช้คือ

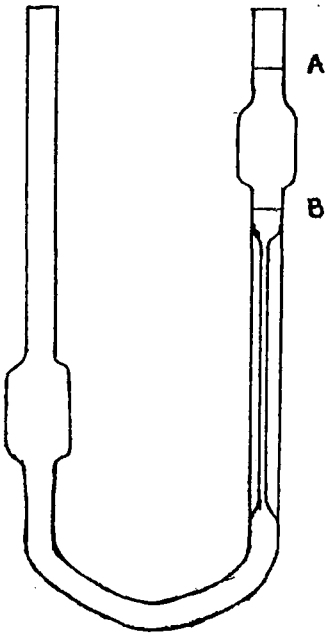
$$\eta_1 = kt_1d_1 \quad , \quad \eta_2 = kt_2d_2$$

$$\frac{\eta_1}{\eta_2} = \frac{t_1d_1}{t_2d_2} = \text{ความหนืดสัมพัทธ์ (Relative viscosity)}$$

วิธีใช้ :-

ทำความสะอาดเครื่องมือ และทำให้แห้งสนิทก่อน แล้วจึงทำการวัดโดยการดูดของเหลวจากปลายข้างหนึ่งให้ของเหลวขึ้นไปอยู่เหนือจุด A ประมาณ 1 เซนติเมตร และปล่อยให้ของเหลวไหลจากจุด A ถึงจุด B บันทึกเวลาที่ของเหลวใช้ในการเคลื่อนที่ผ่าน 2 จุดนี้ในแนวดิ่ง ให้มีค่าเท่ากับ t_1 ภายใต้อิทธิพลของความโน้มถ่วงของโลก

หลังจากนั้น ทำความสะอาดเครื่องมือ และทำให้แห้งสนิทก่อน ทำการทดลองเช่นเดียวกันแต่ใช้สารละลายต่างชนิดกัน เช่นใช้น้ำ บันทึกเวลาที่น้ำใช้ในการเคลื่อนที่ผ่าน 2 จุดนี้ในแนวดิ่งให้มีค่าเท่ากับ t_2 จะทำให้ทราบค่าความหนืดสัมพัทธ์ของของเหลวเทียบกับน้ำ



รูปที่ ค.1 Ostwald Viscometer

เอกสารอ้างอิง

1. Heim, P., Ph. D Thesis, Universite de Haute Alsace, 1987.
2. Tangboriboonrat, P., Ph. D Thesis, Universite de Haute Alsace, 1991.
3. Tangboriboonrat, P. and Riess, G., " Contribution to the Polymer Colloids Group Newsletter ", 1990.
4. Tangboriboonrat, P., Heim, P. and Riess, G., " Polymer Materials Synthesis and Characterisation Regio Macro ", 1991.
5. Heim, P., Wrotecki, C. and Gaillard, P., "Rubber Toughening of Poly (Methyl Methacrylate) Part I : Effect of the Size and Hard layer Composition of the Rubber Particles", Polym. Eng. Sci., 31(4), PP. 213-217, 1991.
6. Heim, P., Wrotecki, C. and Gaillard, P., "Rubber Toughening of Poly (Methyl Methacrylate) Part II : Effect of a Twin Population of Particle Size". Polym. Eng. Sci., 31(4), PP. 218-222, 1991.
7. Hobbs, S.Y., Polym. Eng. Sci., 26(74), 1986.
8. Blackley, D.C., High Polymer Latices, vol.1, pp.3-5, 214-216, 261-262, Maclaren and sons, 1966.
9. Chaiworaporn, K. and Wongwaipanich, S., " Study of Phase Transfer Technique with Cationic Surfactant for the Characterization of Crosslinked Polystyrene Latex and the Preparation of Polymer Blend of Polystyrene and Poly(Butyl Acrylate) ", Bachelor's Special Project, Department of Chemistry, Faculty of Science, King Mongkut's Institute of Technology Ladkrabang, 1992.

10. Wonglumsum, P., "Study of the Phase Transfer Technique for Preparing High Impact Polystyrene from Poly(butyl acrylate) Latex", Bachelor's Special Project, Department of Chemistry, Faculty of Science, King Mongkut's Institute of Technology Ladkrabang, 1992.

11. Scott Bader Company, Emulsion Polymer Handbook Crystal Monograph, No. 3, pp. 5-9, 21-29, 1974.

12. Calvert, K.O., Polymer Latices and Their Applications, pp. 21-27, Applied Science Publisher, 1982.

13. William, R.J. and Hudson, R.W.A., " Some Techniques for the Examination of High Impact Polystyrene by Electron Microscopy ", Polymer, vol.8, pp.643-650, 1967.

14. Soderguist, M.E. and Dion, R.P., Encyclopedia of Polymer Science and Engineering, 2nd.ed., Wiley Inter-Science Publisher, vol.16, pp.88-97, 1987.

15. Bucknall, C.B., Toughened Plastics, pp. 272-304, Applied Science Publishers, 1977.

16. Said, M.M., Pendle, T.D. and Blackley, D.C., "Peroxide Prevulcanisation of Natural Rubber Latex", J. nat. Rubb. Res., 5(1), 27-40, March, 1990.

17. Rittirod, T., " Pilot Plant Production of Polysaccharide from Tamarind Kernel Powder ", Master's Thesis, Faculty of Science (Pharmarcy), Mahidol University, pp.33-35, 1991.

18. Malvern Instruments Limited, Windows Sizes Reference Manual (Diffraction Reference), Manual Number Man 0073, Issue 1.0, Nov., 1992.

19. Coulter World Headquater, Coulter model N4-MD, Product Reference Manual 4235592c/October, 1986.

20. Coulter Corporate Communication, Coulter Model N4-MD, Self-paced Training Program 4235511c/July, 1987.

21. Wongvisessirikul, N., Polymer Technology Laboratory, Department of Chemistry, Faculty of Science, King Mongkut Institute of Technology Ladkrabang, 1992.

22. Thongvichai, S. and Sirisart, P., Pharmaceutical Laboratory, Faculty of Phamacy, Chaengmai University, pp.92-94, 1984.