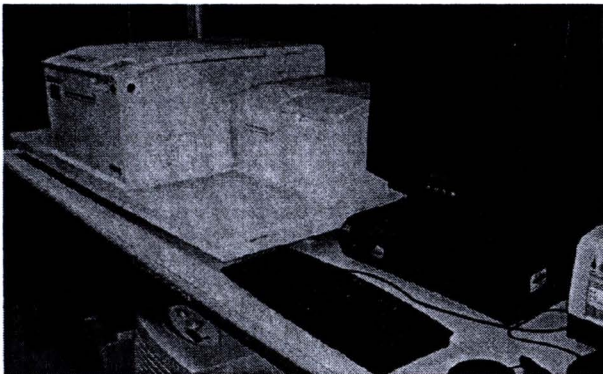


ภาคผนวก

ภาคผนวก ก
แสดงผลการวิเคราะห์ด้วย FT-IR

ก.1 การวิเคราะห์หมู่ฟังก์ชันด้วย FT-IR

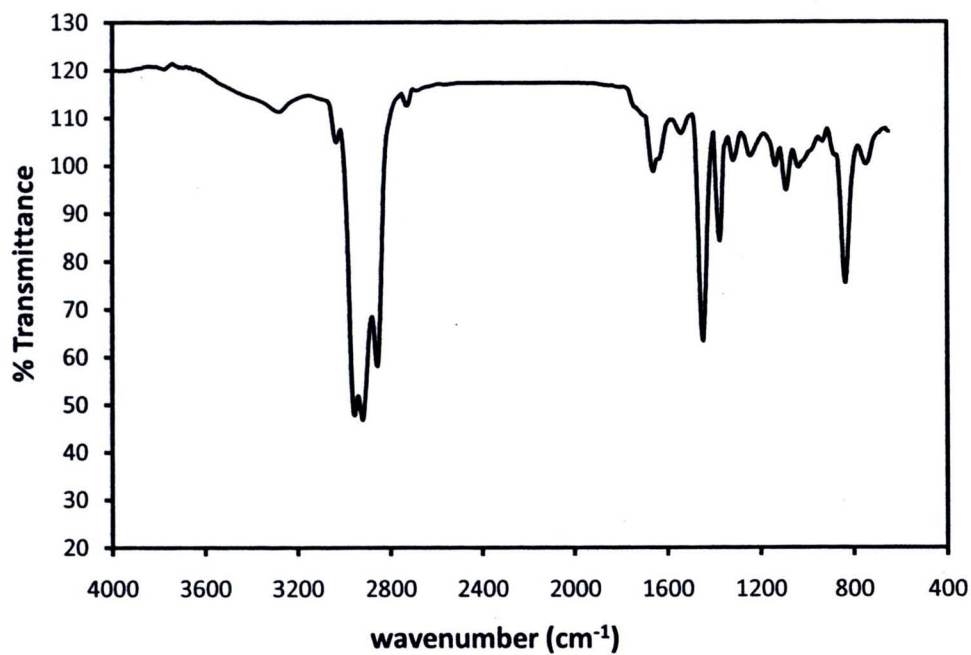
การวิเคราะห์หมู่ฟังก์ชันด้วย FT-IR ด้วยเทคนิคแผ่นฟิล์มบางป้ายบนแผ่น KBr ทดสอบในช่วงความยาวคลื่น 400-4000 cm^{-1} โดยใช้เครื่อง Perkin Elmer Spectrum 2000 ดังรูปที่ ก.1 โดยกระทำที่ 20 ชั่วโมง โดยใช้พอลิไธรีนเป็นสารมาตรฐาน



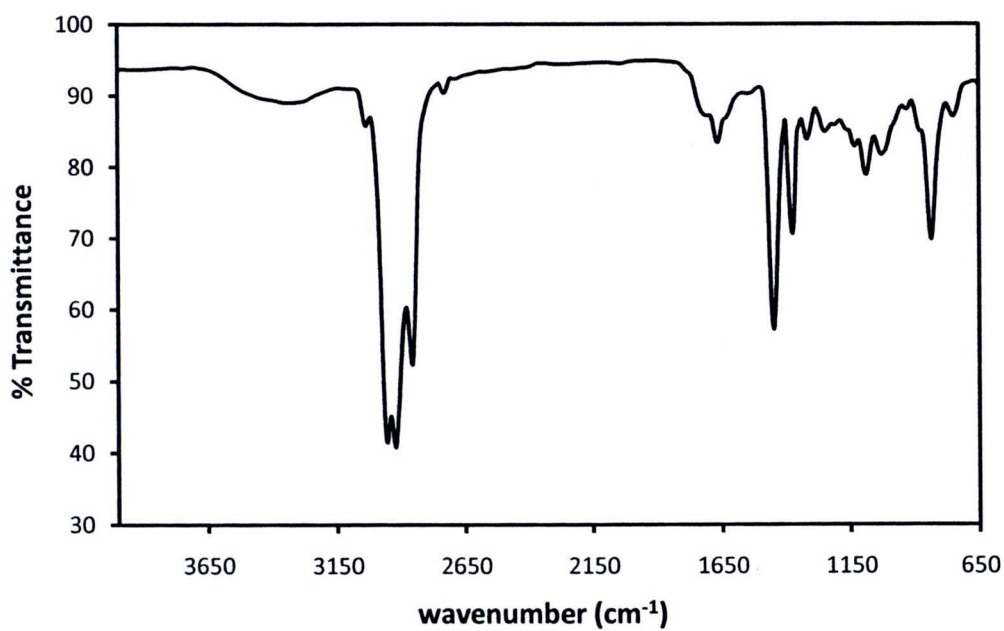
รูปที่ ก.1 เครื่องฟูเรียร์ทรานส์ฟอร์มอินฟราเรดสเปกโตรสโกปี (FT-IR)

ตารางที่ ก.1 แสดงค่าเลขคลื่น (wavenumber) สัมพันธ์กับหมู่ฟังก์ชันต่างๆระหว่าง NR และ LNR

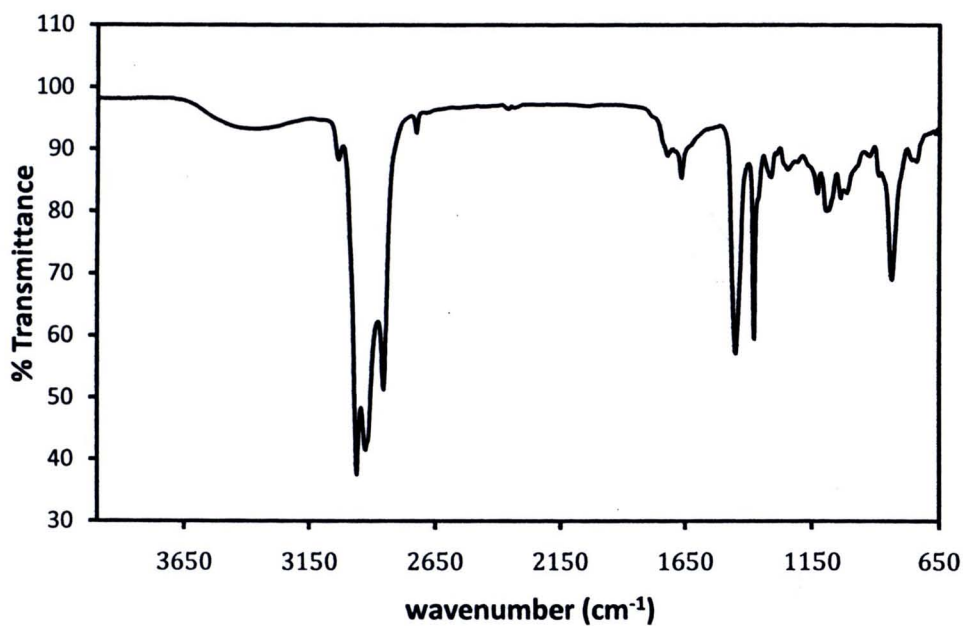
NR		LNR	
Wavenumber (cm^{-1})	Vibration modes	Wavenumber (cm^{-1})	Vibration modes
1660	C=C stretching	1660	C=C stretching
1440	C-H bending of CH_2	1440	C-H bending of CH_2
1375	C-H bending of CH_3	1375	C-H bending of CH_3
835	C-H wagging of isoprene unit	835	C-H wagging of isoprene unit
		3340	-OH stretching
		1720	C=O stretching
		870	Epoxide asymmetric stretching
		1250	Epoxide symmetric stretching



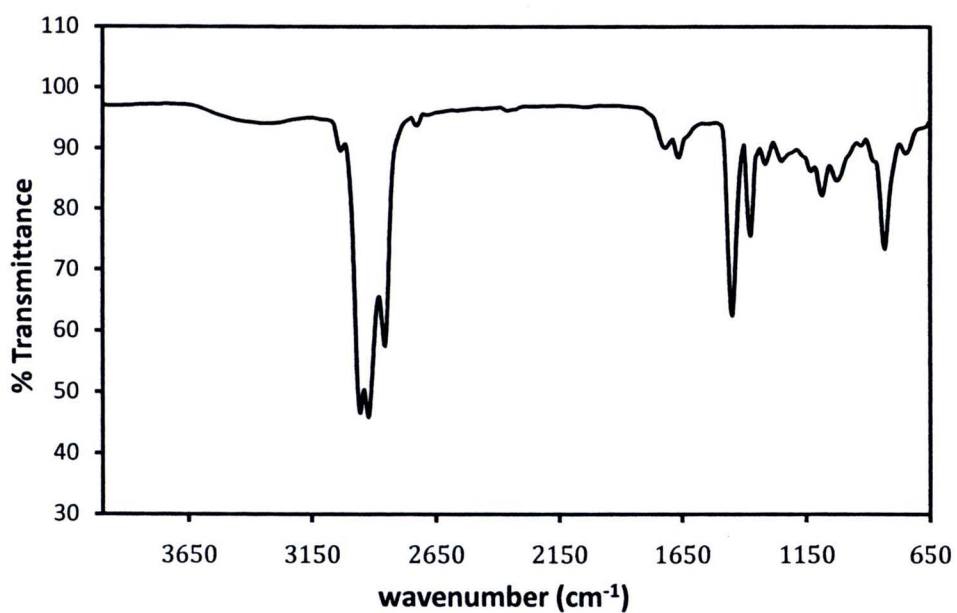
รูปที่ ก.2 FT-IR สเปกตรัมของตัวอย่างยางธรรมชาติ



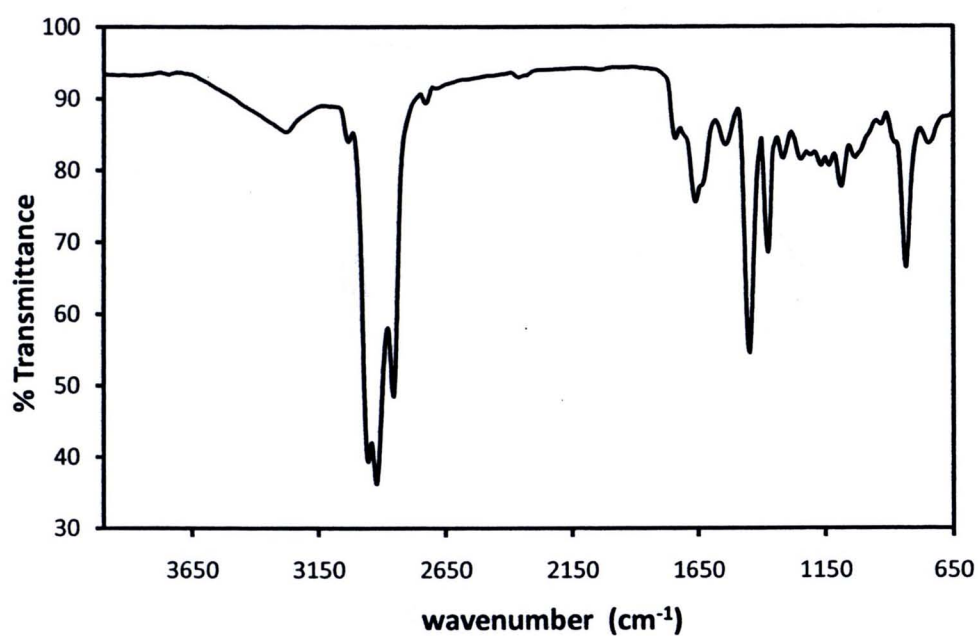
รูปที่ ก.3 FT-IR สเปกตรัมของตัวอย่าง LNR 80 °C ระยะเวลา 5 h และ 10 phr H₂O₂



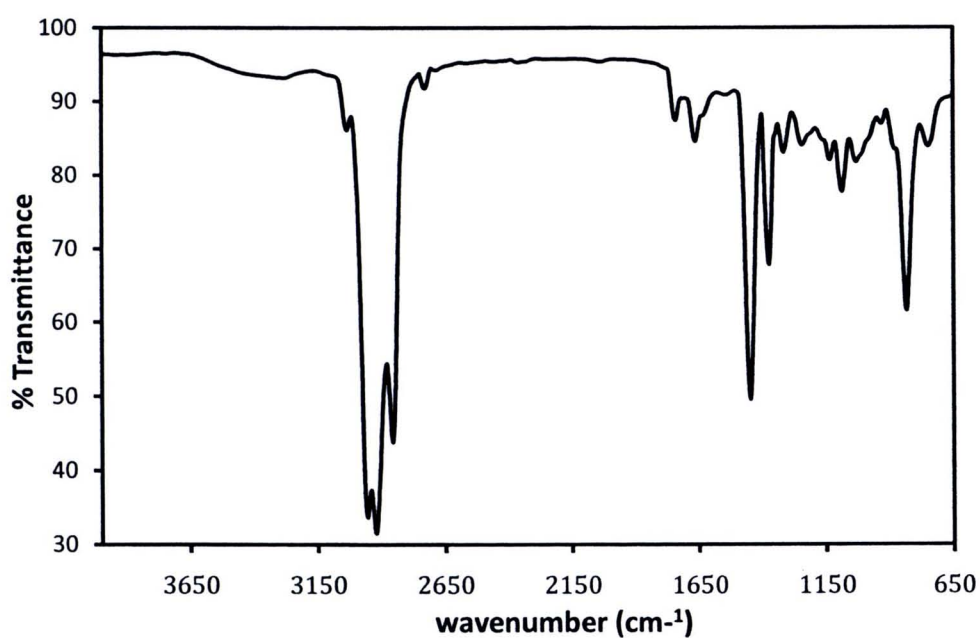
รูปที่ ก.4 FT-IR สเปกตรัมของตัวอย่าง ที่ 80 °C ระยะเวลา 5 h และ 30 phr H₂O₂



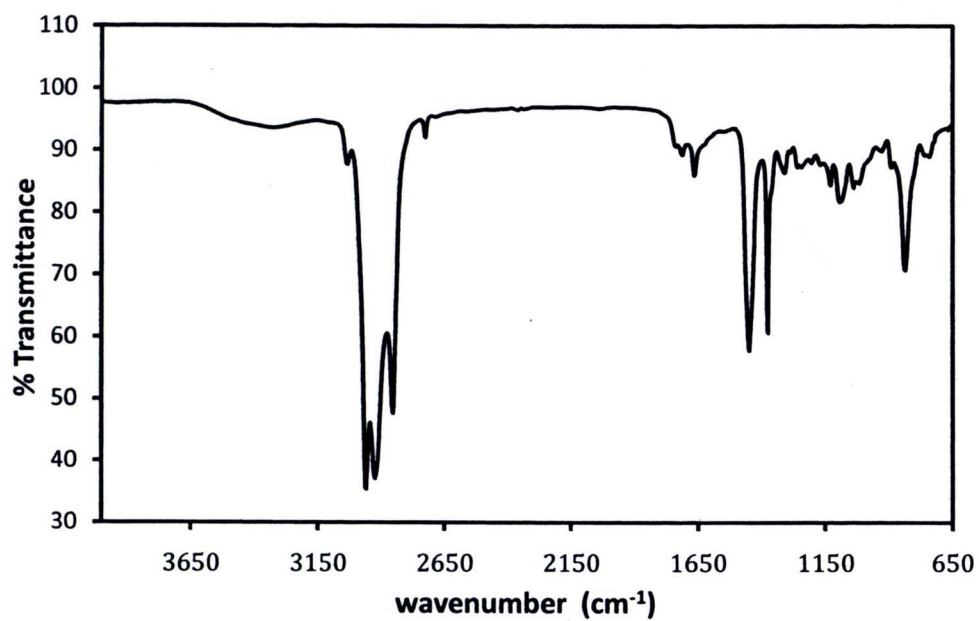
รูปที่ ก.5 FT-IR สเปกตรัมของตัวอย่าง LNR 80 °C ระยะเวลา 1 h และ 20 phr H₂O₂



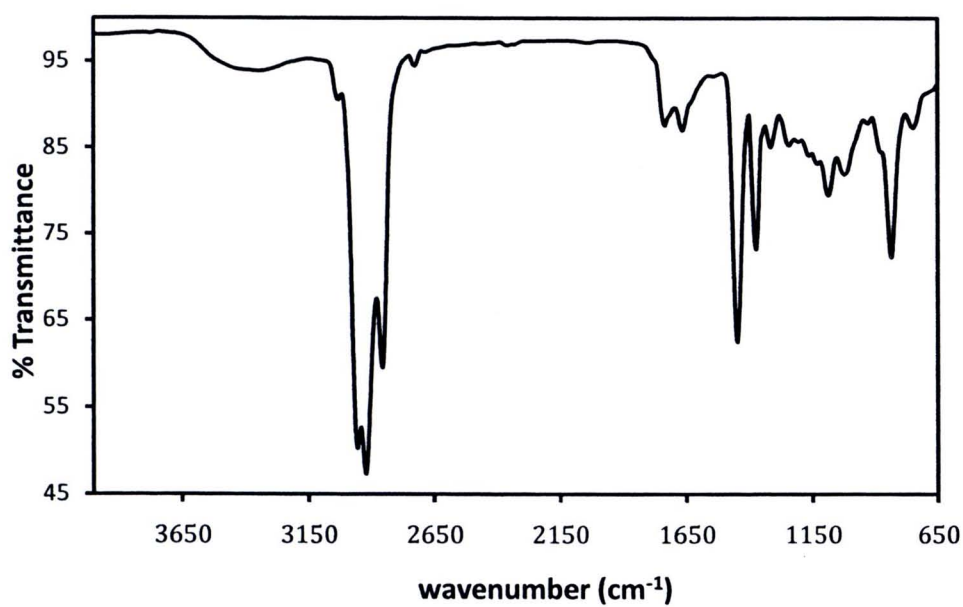
รูปที่ ก.6 FT-IR สเปกตรัมของตัวอย่าง LNR 80 °C ระยะเวลา 2 h และ 20 phr H₂O₂



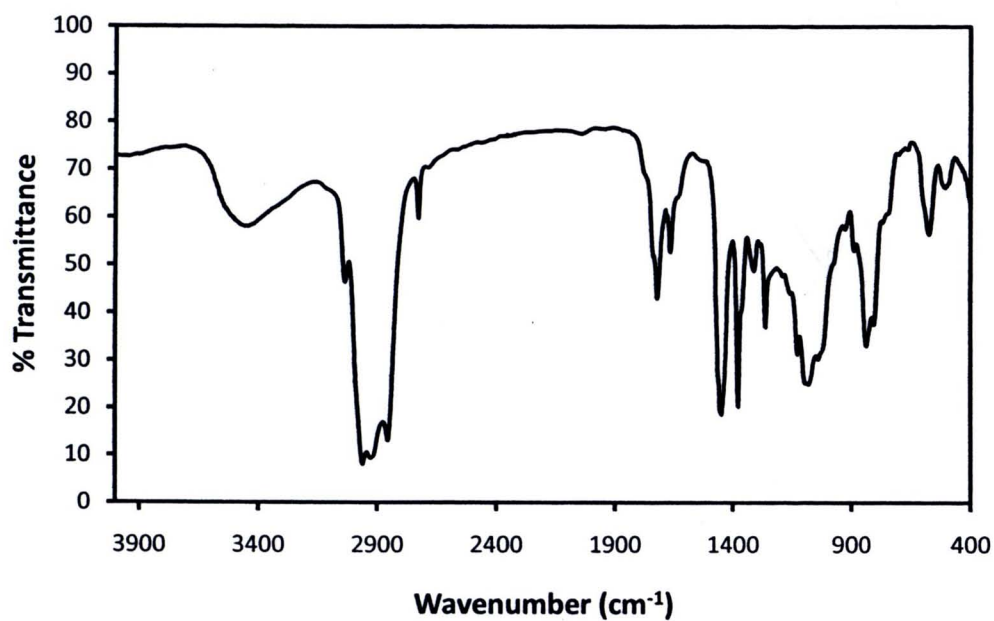
รูปที่ ก.7 FT-IR สเปกตรัมของตัวอย่าง LNR 80 °C ระยะเวลา 3 h และ 20 phr H₂O₂



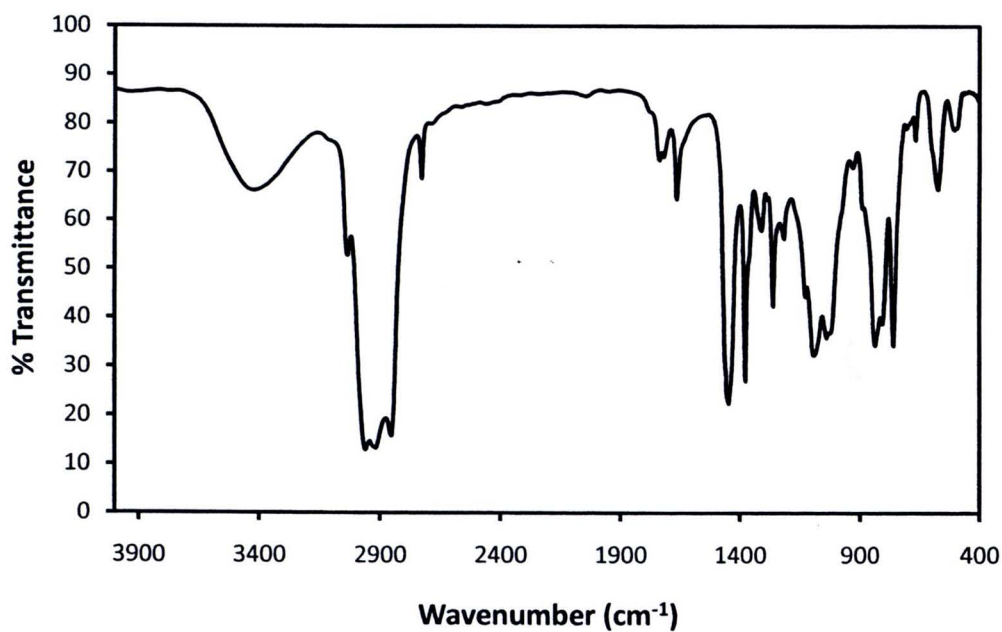
รูปที่ ก.8 FT-IR สเปกตรัมของตัวอย่าง LNR 80 °C ระยะเวลา 5 h และ 20 phr H₂O₂



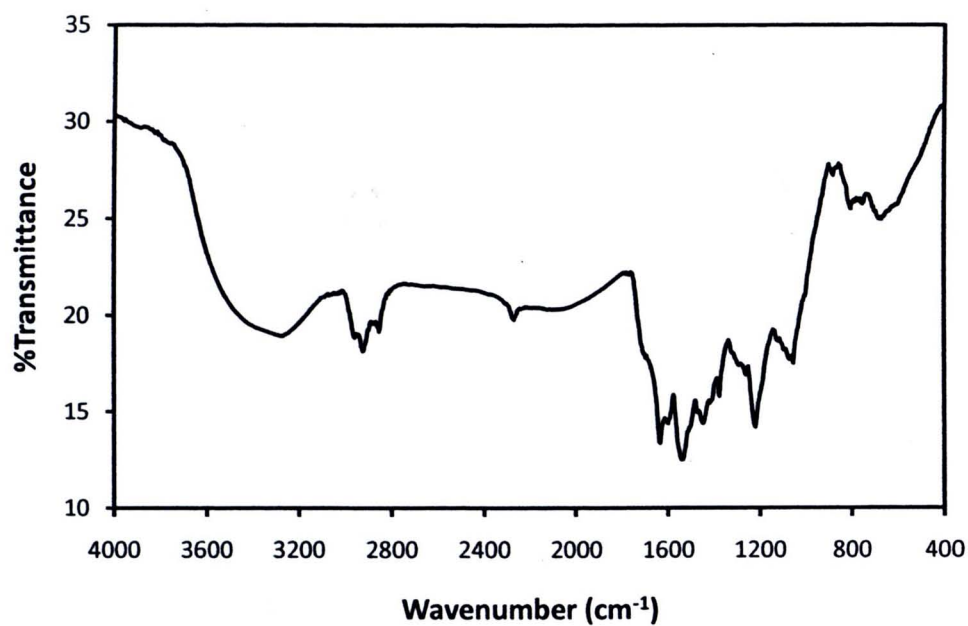
รูปที่ ก.9 FT-IR สเปกตรัมของตัวอย่าง LNR 80 °C ระยะเวลา 10 h และ 20 phr H₂O₂



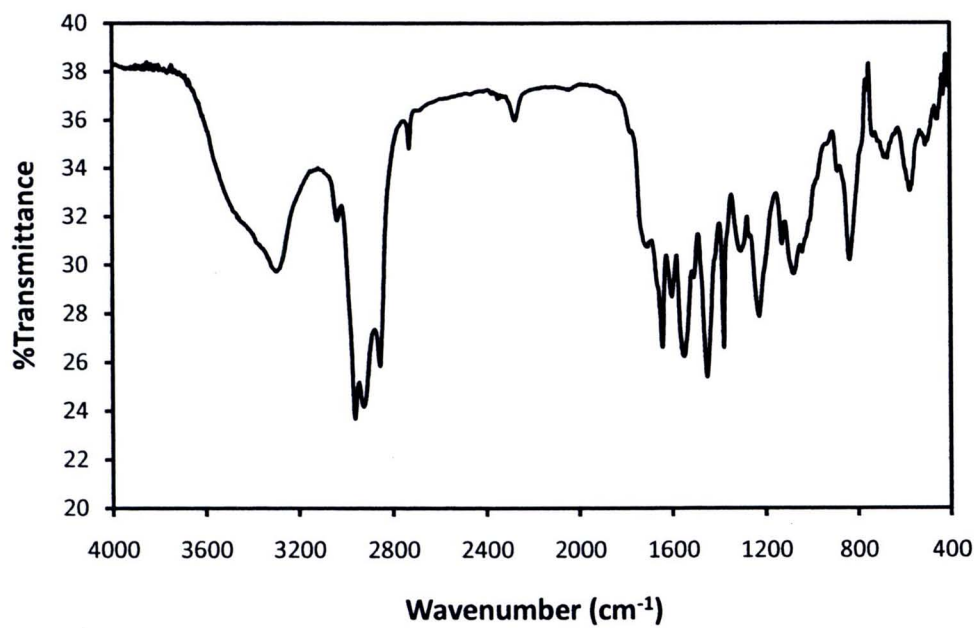
รูปที่ ก.10 FT-IR สเปกตรัมของตัวอย่าง CTNR



รูปที่ ก.11 FT-IR สเปกตรัมของตัวอย่าง HTNR



รูปที่ ก.12 FT-IR สเปกตรัมของตัวอย่าง PU1



รูปที่ ก.13 FT-IR สเปกตรัมของตัวอย่าง PU2

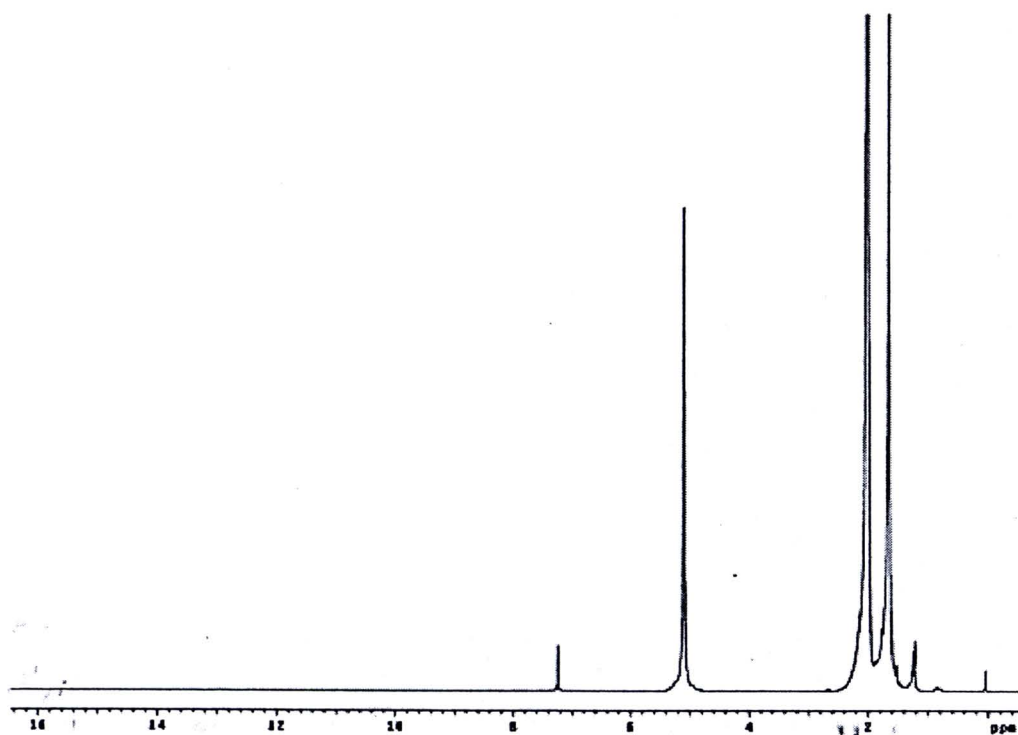
ภาคผนวก ข
ผลการทดสอบด้วยเทคนิค $^1\text{H-NMR}$

ข.1 โปรตอนนิวเคลียร์แมกเนติกเรโซแนนซ์สเปกโตรสโกปี (¹H-NMR)

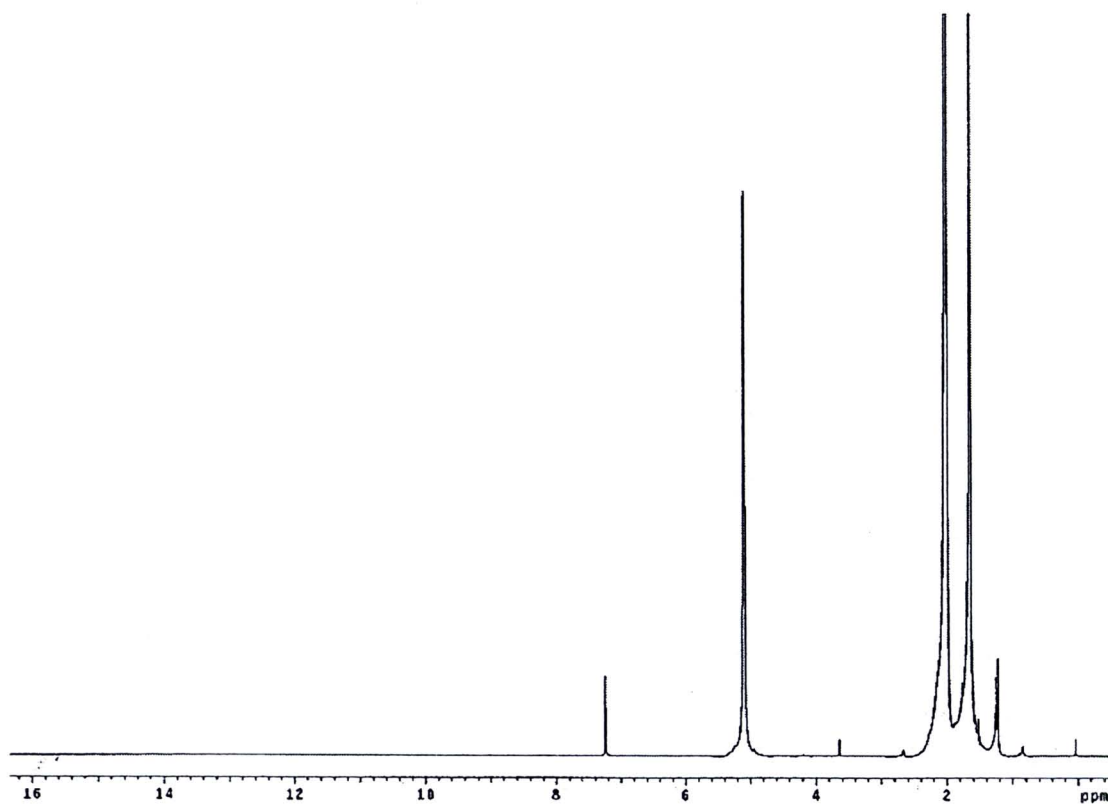
การตรวจสอบหมู่ฟังก์ชันและ โครงสร้างของยางธรรมชาติเหลวที่มีหมู่ไฮดรอกซิลตำแหน่ง ปลาย ยางธรรมชาติเหลวที่มีหมู่คาร์บอกซิลตำแหน่งปลายสัญญาณ ¹H-NMR ถูกบันทึกด้วยเครื่อง Bruker AM 300 spectrophotometer 300-MHz. โดยใช้ Deutarated Chloroform (CDCl₃) เป็นตัวทำละลาย และใช้ Tetramethyl silane เป็นสารอ้างอิง

ตารางที่ ข.1 แสดงค่า chemical shift สัมพันธ์กับหมู่ฟังก์ชันต่างๆ

Chemical Shift	หมู่ฟังก์ชัน
1.29	s, CH ₃ COCH-
1.67	s, -CH _{3isoprenic}
2.04	m, -CH _{2isoprenic}
2.13	s, CH ₃ COCH ₃
2.25	m, CH ₂ COCH ₂ CH ₂
2.34	m, CH ₂ CH ₂ CHO
2.43	t, CH ₃ CHOCH ₂ CH ₂
2.49	m, CH ₂ CHO
2.70	t, CH ₃ COCH-
5.10	t, =CH _{isoprenic}
9.80	s, CH ₂ CHO



รูปที่ ข.1 ^1H -NMR สเปกตรัมของ LNR10920



รูปที่ ข.2 ^1H -NMR สเปกตรัมของ LNR7376

ภาคผนวก ค

การวัดน้ำหนักโมเลกุลเฉลี่ย (M_n , M_w) และค่าการกระจายแบบผสม (PDI)

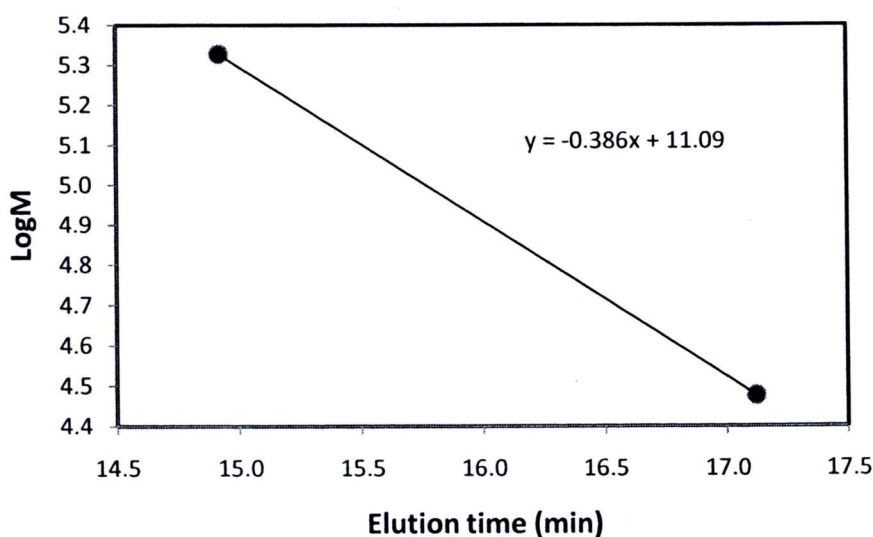
ค.1 การวัดน้ำหนักโมเลกุลเฉลี่ย (M_n , M_w) และค่าการกระจายแบบผสม (PDI) ด้วยเทคนิคเจล-เพอมีเอชันโครมาโทกราฟี (GPC)

ค.1.1 อุปกรณ์และสารเคมี

1. คลอโรฟอร์ม
2. ปัมความดันสูง (Spectra System P2000/USA)
3. การ์ดคอลัมน์เส้นผ่านศูนย์กลาง 5 μm
4. คอลัมน์ Shodex/Japan GPC KF-80M ($2 \times 8 \times 300 \text{ mm}^3$)
5. เครื่อง UV (Model 201 Lab Alliance/USA) ความยาวคลื่น 254 nm
6. ฮีตเตอร์ (Furture Heater Model T-120D) ควบคุมอุณหภูมิคงที่ 40°C
7. พอลิสไตรีนสอบเทียบมาตรฐาน ($\bar{M}_w = 3 \times 10^4 - 2.12 \times 10^5 \text{ g.mol}^{-1}$)

ค.1.2 ขั้นตอนการทดสอบ

1. ทำการติดตั้งคอลัมน์พอลิสไตรีนเข้ากับ การ์ดคอลัมน์ ปัมความดันสูง และเครื่อง UV ควบคุมอุณหภูมิของคอลัมน์ที่ 40°C และ ปัมคลอโรฟอร์มซึ่งเป็นตัวพา (Carrier) ด้วยอัตราคงที่ 1 mL.min^{-1} ให้บันทึกสัญญาณไปจนกว่า base line จะนิ่งเป็นเส้นตรงจึงเริ่มฉีดตัวอย่าง
2. เตรียมสารตัวอย่างละลายด้วยคลอโรฟอร์มจนมีความเข้มข้น $0.1 \% \text{ w/v}$ โดยให้ทำการฟมาตรฐานโดยใช้พอลิสไตรีนสอบเทียบมาตรฐาน
3. ฉีดสารตัวอย่างปริมาณ $20 \mu\text{L}$ โดยระวังมิให้เกิดฟองอากาศ หลังจากนั้นจึงฉีดเข้าเครื่อง GPC ทำการวิเคราะห์สัญญาณด้วยโปรแกรม CSW32



รูปที่ ค.1 กราฟมาตรฐานที่ใช้สำหรับคำนวณด้วย GPC

เมื่อกำหนดให้

$\bar{M}_w$: น้ำหนักโมเลกุลเฉลี่ยเชิงน้ำหนัก (Weight -average molecular weight)

$\bar{M}_n$: น้ำหนักโมเลกุลเฉลี่ยเชิงจำนวน (Number-average molecular weight)

PDI : การกระจายตัวแบบผสม (Polydispersity index)

ตารางที่ ค.1 แสดงผลน้ำหนักโมเลกุลที่วัดด้วยเทคนิค GPC กรณีมี scCO_2 ที่ 20 phr H_2O_2

Sample	TIME	Temp	M_w	M_n	PDI
NR	0	-	1,227,813	295,263	4.16
LNR01	1	60 °C	448,295	90,018	4.98
LNR02	2	60 °C	226,372	55,535	4.08
LNR03	3	60 °C	78,733	28,615	2.75
LNR04	5	60 °C	33,016	15,748	2.10
LNR05	10	60 °C	20,225	10,920	1.85
LNR06	1	70 °C	176,830	57,630	3.07
LNR07	2	70 °C	93,822	38,484	2.44
LNR08	3	70 °C	46,529	19,931	2.33
LNR09	5	70 °C	25,512	11,761	2.17
LNR10	10	70 °C	16,522	7,376	2.24
LNR11	1	80 °C	72,626	32,754	2.22
LNR12	2	80 °C	45,887	22,307	2.06
LNR13	3	80 °C	32,223	13,799	2.34
LNR14	5	80 °C	18,172	9,215	1.97
LNR15	10	80 °C	10,505	4,946	2.12



ตารางที่ ค.2 แสดงผลน้ำหนักโมเลกุลที่วัดด้วยเทคนิค GPC กรณีไม่มี scCO_2 ที่ 20 phr H_2O_2

Sample	TIME	TEMP	M_w	M_n	PDI
LNR16	1	60 °C	1,016,357	245,377.00	4.14
LNR17	2	60 °C	777,168	216367	3.59
LNR18	3	60 °C	623,368	200,260.00	3.11
LNR19	5	60 °C	505,699	153369	3.30
LNR20	10	60 °C	267,618	90995	2.94
LNR21	1	70 °C	664,355	146,796.00	4.53
LNR22	2	70 °C	255,879	72,254.00	3.54
LNR23	3	70 °C	211,727	61,532.00	3.44
LNR24	5	70 °C	168,430	61,126.00	2.76
LNR25	10	70 °C	47,313	19,711.00	2.40
LNR26	1	80 °C	192,902	55,014.00	3.51
LNR27	2	80 °C	100,607	46,746.00	2.15
LNR28	3	80 °C	71,368	35,536.00	2.01
LNR29	5	80 °C	51,173	20,567.00	2.49
LNR30	10	80 °C	35,859	12,141.00	2.95

ภาคผนวก ง
ผลการคำนวณปริมาณของหมู่อีพอกไซด์

ง.1 การคำนวณปริมาณเปอร์เซ็นต์ของหมู่ไอพอกไซด์

จากการคำนวณจากความสัมพันธ์ของการหายไปของพีค 5.10 คือพันธะคู่และการปรากฏขึ้นของพีคที่ 2.70 ppm จากการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค $^1\text{H-NMR}$ สามารถคำนวณหาปริมาณของหมู่ไอพอกไซด์ได้ดังสมการที่ ง.1

$$\%E = \frac{A_{2.7}}{A_{2.7} + A_{5.10}} \quad (\text{ง.1})$$

เมื่อ

%E	คือ	ปริมาณของไอพอกไซด์
$A_{2.7}$	คือ	อินทิเกรตพื้นที่สัญญาณของวงออกซิเรน
$A_{5.10}$	คือ	อินทิเกรตพื้นที่สัญญาณของพันธะคู่

$$\%E \text{ of LNR7376} = \frac{0.01}{0.01+1} \times 100 = 0.99\%$$

$$\%E \text{ of LNR4946} = \frac{0.01}{0.06+1} \times 100 = 5.66\%$$

ภาคผนวก จ

การวิเคราะห์จุดนพดศาสตร์การสลายโมเลกุลของยางธรรมชาติ

จ.1 จลนพลศาสตร์การสลายโมเลกุลของยางธรรมชาติ

การศึกษาจลนพลศาสตร์ของการสลายโมเลกุลของยางธรรมชาติในงานวิจัยนี้ สามารถศึกษาผ่านน้ำหนักโมเลกุลที่ลดลงเมื่อเวลาของการทำปฏิกิริยาเพิ่มมากยิ่งขึ้น ซึ่งจากข้อมูลการวัดน้ำหนักโมเลกุลที่ลดลงนี้สามารถคำนวณองศาการสลายพอลิเมอร์ (DP_n) ได้จากความสัมพันธ์ระหว่างน้ำหนักโมเลกุลเฉลี่ยของยางธรรมชาติ ($\bar{M}_n$) ค่อกหน่วยซ้ำไฮโซพรีน ($M_{monomer}= 68\text{ g.mol}^{-1}$) ดังสมการที่ 2.1 ทั้งนี้สามารถคำนวณค่าองศาการสลายพอลิเมอร์ที่อุณหภูมิ 60, 70 และ 80 °C ความเข้มข้นของไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ 20 phr ความดันของคาร์บอนไดออกไซด์เท่ากับ 120 bar แสดงได้ดังตารางที่ จ.1 และกรณีไม่ใช้คาร์บอนไดออกไซด์เห็นอวิกฤตดังตารางที่ จ.2

$$DP_n = \frac{\bar{M}_n}{M_{monomer}}$$

(2.1)

ตารางที่ จ.1 แสดงค่า DP_n ที่ได้จากการคำนวณด้วยสมการที่ 2.1 กรณีมี $scCO_2$

Sample	Temp °C	TIME (h)	M_w (g/mol)	M_n (g/mol)	PDI [-]	DP_n [-]	$(1/DP_{n(0)}-1/DP_{n(t)}) \times 10^{-3}$
NR		0	1,227,813	295,264	4.16	4,342.11	0.00
ENR01	60	1	448,295	90,018	4.98	1,323.79	0.53
ENR02		2	226,372	55,535	4.08	816.69	0.99
ENR03		3	78,733	28,615	2.75	420.81	2.15
ENR04		5	33,016	15,748	2.10	231.59	4.09
ENR05		10	20,225	10,920	1.85	160.59	6.00
ENR06	70	1	176,830	57,630	3.07	847.50	0.95
ENR07		2	93,822	38,484	2.44	565.94	1.54
ENR08		3	46,529	19,931	2.33	293.10	3.18
ENR09		5	25,512	11,761	2.17	172.96	5.55
ENR10		10	16,522	7,376	2.24	108.47	8.99
ENR11	80	1	72,626	32,754	2.22	481.68	1.85
ENR12		2	45,887	22,307	2.06	328.04	2.82
ENR13		3	32,223	13,799	2.34	202.93	4.70
ENR14		5	19,172	9,215	2.08	135.51	7.15
ENR15		10	10,505	4,946	2.53	72.74	13.52

หลังจากนั้นนำองศาการสลายพอลิเมอร์ที่คำนวณได้ใช้ในการคำนวณหาค่าคงที่อัตรา โดยใช้เทคนิคกฎอัตราปฏิกิริยาที่เรขาคณิตซึ่งสำหรับงานวิจัยนี้มีอันดับของปฏิกิริยาเป็นอันดับสองดังสมการที่ 2.3 ซึ่งหาค่าคงที่อัตรา (k) ด้วยการพล็อตความสัมพันธ์ระหว่าง $1/DP_n(t) - 1/DP_n(t_0)$ เทียบกับเวลา (t) จะได้เป็นกราฟเส้นตรงดังรูปที่ 4.5 ซึ่งแสดงในหัวข้อที่ 4.2.5

$$\left(\frac{1}{DP_n(t)} - \frac{1}{DP_n(t_0)} \right) = kt \quad (2.3)$$

ตารางที่ จ.2 แสดงค่า DP_n ที่ได้จากการคำนวณด้วยสมการที่ 2.1 กรณีไม่มี $scCO_2$

Sample	Temp °C	TIME (h)	M_w (g/mol)	M_n (g/mol)	PDI [-]	DP_n [-]	$(1/DP_{n(0)} - 1/DP_{n(t)})$ $\times 10^{-3}$
NR		0	1,227,813	295,264	4.16	4,342.11	0.00
ENR16	60	1	1,016,357	245,377	4.14	3,608.49	0.05
ENR17		2	777,168	216,367	3.59	3,181.87	0.08
ENR18		3	623,368	200,260	3.11	2,945.00	0.11
ENR19		5	505,699	153,369	3.30	2,255.43	0.21
ENR20		10	267,618	90,995	2.94	1,338.16	0.52
ENR21	70	1	664,355	146,796	4.53	2,158.76	0.23
ENR22		2	255,879	72,254	3.54	1,062.56	0.71
ENR23		3	211,727	61,532	3.44	904.88	0.87
ENR24		5	168,430	61,126	2.76	898.91	0.88
ENR25		10	47,313	19,711	2.40	289.87	3.22
ENR26	80	1	192,902	55,014	3.51	809.03	1.01
ENR27		2	100,607	46,746	2.15	687.44	1.22
ENR28		3	71,368	35,536	2.01	522.59	1.68
ENR29		5	51,173	20,567	2.49	302.46	3.08
ENR30		10	35,859	12,141	2.95	178.54	5.37

ภาคผนวก จ

การคำนวณหาปริมาณของไอโซไซยานตที่ใช้สำหรับการเตรียมพอลิยูรีเทน

ฉ.1 การคำนวณหาค่า Equivalent weight ของพอลิออลและไอโซไซยานเนต

Equivalent weight (eq . wt.) เป็นค่าที่บอกถึงปริมาณของผลิตภัณฑ์ที่ต้องการสำหรับหนึ่ง Equivalent ของหมู่ฟังก์ชันที่ว่องไว สำหรับไอโซไซยานเนตหมู่ว่องไวคือ $-N=C=O$ ซึ่งมีความเข้มข้นเป็นร้อยละโดยน้ำหนัก (wt.%) ของ NCO ซึ่งจะสามารถหาค่า equivalent weight ได้จากสมการที่ ฉ.1

$$\text{Isocyanate Equivalent weight} = \frac{4200}{NCO} \text{ g/eq} \quad \text{ฉ.1}$$

ซึ่งไอโซไซยานเนตที่ใช้สำหรับงานวิจัยนี้คือ TDI ซึ่งมีความเข้มข้นร้อยละโดยน้ำหนักประมาณ 48.2 (wt.%) จะสามารถคำนวณหาค่า equivalent weight ได้เท่ากับ

$$\text{Isocyanate Equivalent weight} = \frac{4200}{48.2} = 87.1 \text{ g/eq}$$

สำหรับพอลิออลหมู่ฟังก์ชันที่ว่องไวคือหมู่ไฮดรอกซิล ซึ่งรายงานความเข้มข้นของ OH ในสารตัวอย่างด้วยค่า OH-value มีหน่วยเป็น mg KOH/g sample ซึ่งจากการทดสอบตัวอย่างที่ได้จากงานวิจัยมีค่า OH-value ได้ดังภาคผนวก ข ซึ่ง equivalent weight คำนวณได้ดังสมการที่ ฉ.2

$$\text{Equivalent weight of Polyol} = \frac{56100}{OH - value} \text{ g/eq} \quad \text{ฉ.2}$$

HTNR 1069 มีค่า OH-value = 60.23 mgKOH/g

$$\text{Equivalent weight of HTNR 1069} = \frac{56100}{60.23} \text{ g/eq} = 931.4295 \text{ g/eq}$$

LNR 4946 มีค่า OH-value = 21.78 mgKOH/g

$$\text{Equivalent weight of LNR 4946} = \frac{56100}{21.78} \text{ g/eq} = 2,575.7575 \text{ g/eq}$$

เมื่อไอโซไซยานเนตทำปฏิกิริยากับหนึ่งโมเลกุลหรือมากกว่าของพอลิออลเป็นพอลิยูรีเทนหนึ่งหมู่ของ NCO ทำปฏิกิริยากับ หมู่ของ OH เมื่อจำนวนของ NCO เท่ากับ OH จะได้อัตราส่วน NCO : OH = 1 อัตราส่วนนี้เรียกว่า Isocyanate index การคำนวณหาปริมาณของ MDI ที่ต้องการในการทำปฏิกิริยากับพอลิออล ต้องใช้ index ช่วยซึ่งในงานวิจัยนี้ใช้ index = 1.2 โดยจำคำนวณได้ตามสมการที่ ฉ.3 ในที่นี้ไม่มีการเติมน้ำจึงไม่มีพจน์ของน้ำ

เมื่อ MDI eq. wt. = MDI equivalent weight
 pbw = ร้อยละโดยน้ำหนักของสารตั้งต้น

$$\text{ปริมาณของ TDI} = (\text{index})(\text{TDI eq.wt.}) \frac{\text{pbw.polyolA}}{\text{eq.wt.polyolA}} + \frac{\text{pbw.polyolB}}{\text{eq.wt.polyolB}} + \frac{\text{pbw.H}_2\text{O}}{\text{eq.wt.H}_2\text{O}}$$

น.3

จะได้

$$\text{TDI ของ LNR4946} = 1.2 \times (4200/48.2) \times (0.3241 \times 21.78/56100) = 0.0134 \text{ g}$$

$$\text{TDI ของ HTNR1069} = 1.2 \times (4200/48.2) \times (0.3851 \times 60.23/56100) = 0.0430 \text{ g}$$

ภาคผนวก ข

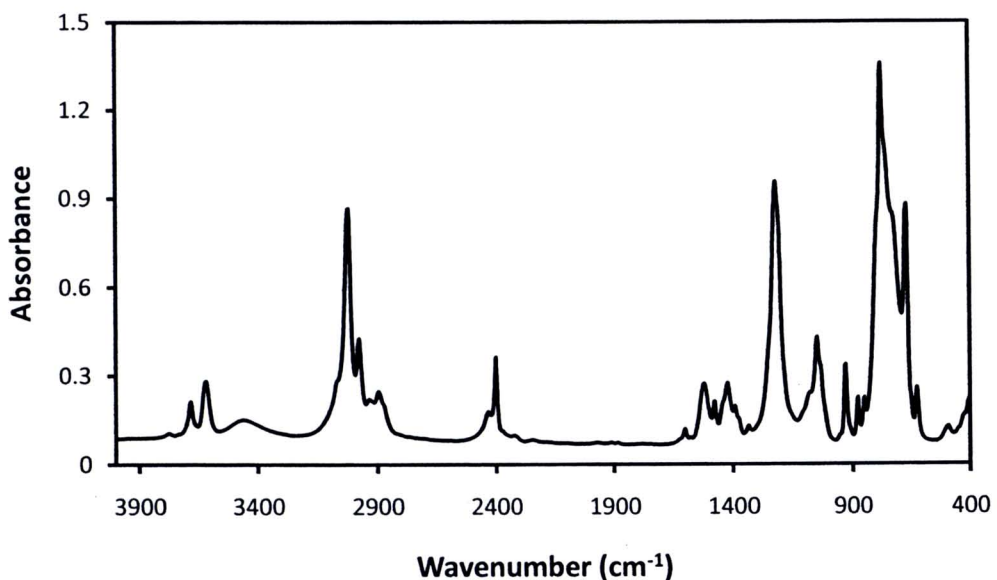
**การประมาณค่าไฮดรอกซิล (OH number) ของยางธรรมชาติเหลวที่มีหมู่ไฮดรอกซิล
ตำแหน่งปลาย (HTNR)**

ข.1 การคำนวณหาปริมาณหมู่ไฮดรอกซิล (OH number) โดยวิธีทำกราฟมาตรฐาน

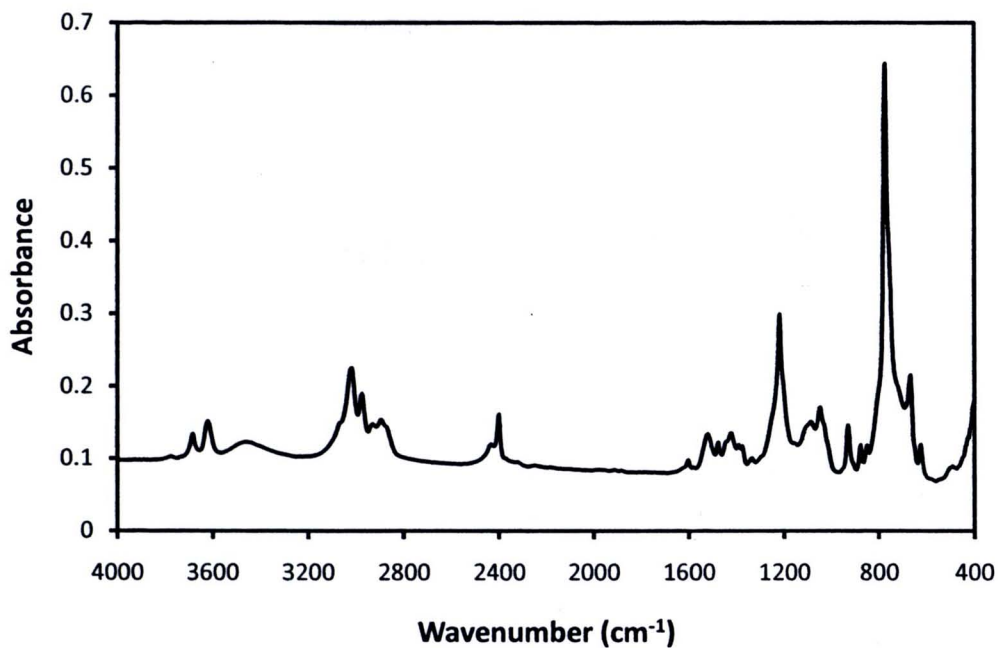
การทดสอบปริมาณหมู่ไฮดรอกซิล หรือ OH number ด้วยวิธีนี้เป็นการทดสอบโดยอ้อมซึ่งมีความแม่นยำในระดับหนึ่ง ทำได้โดยการนำตัวอย่างพอลิเอทิลีนที่ทราบปริมาณ OH number มาจากนั้นจึงนำไปทดสอบด้วยเทคนิค FT-IR และคำนวณค่า Peak height ที่พิกของสัญญาณที่เลขคลื่น 3440 cm^{-1} และโดยการเขียนกราฟระหว่างค่า Peak height กับความเข้มข้นของสารละลายมาตรฐาน

วิธีทำกราฟมาตรฐาน

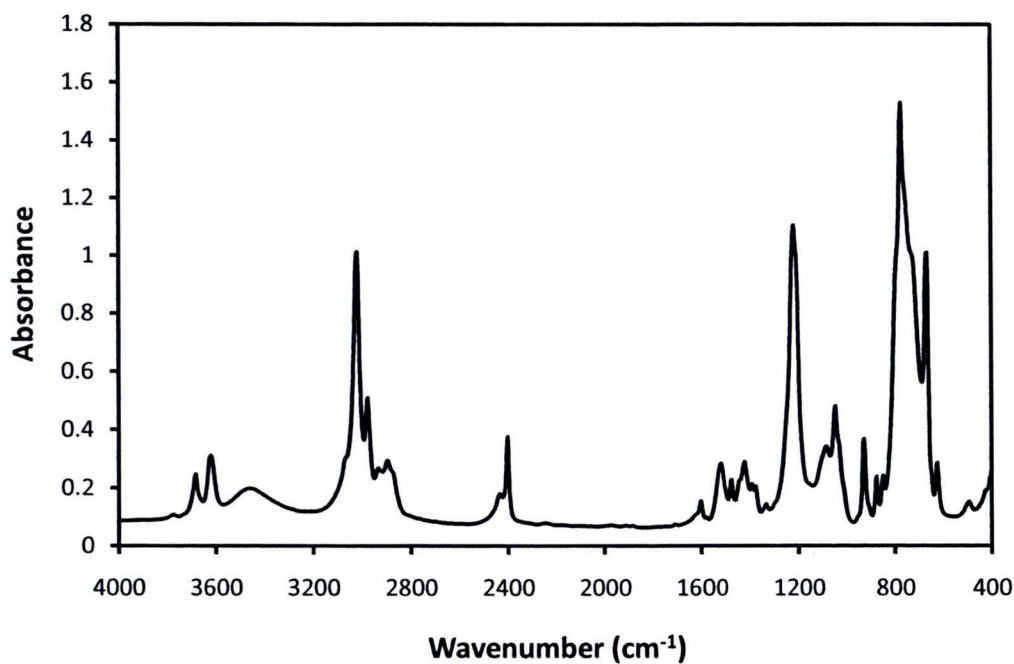
1. สารมาตรฐานที่ใช้เป็นพอลิเอทิลีนชนิด Rapol3003 มีค่า OH – value เท่ากับ 55 KOH/g ละลายด้วยคลอโรฟอร์มให้มีความเข้มข้น 0.27, 0.60, 1.00, 2.72, 5.00 และ 50 % และนำไปหาอินฟราเรดสเปกตรัมด้วยเครื่อง FT-IR ดังรูปที่ ข1 – ข6
2. เลือกแบนด์ของสเปกตรัมที่ 3440 cm^{-1} คือสัญญาณของหมู่ไฮดรอกซิล
3. หาแอมพลิจูด (Peak height) ของแต่ละสารแล้วนำมาเขียนกราฟมาตรฐานระหว่างค่า Peak height กับความเข้มข้น จะได้กราฟมาตรฐานดังรูปที่ ข7
4. นำสารตัวอย่าง LNR และ HTNR ไปหาอินฟราเรดสเปกตรัมเพื่อหาค่า Peak height และนำไปอ่านจากกราฟ ก็จะสามารถทราบความเข้มข้นของปริมาณ OH-number ได้ด้วยการคำนวณเทียบย้อนกลับ



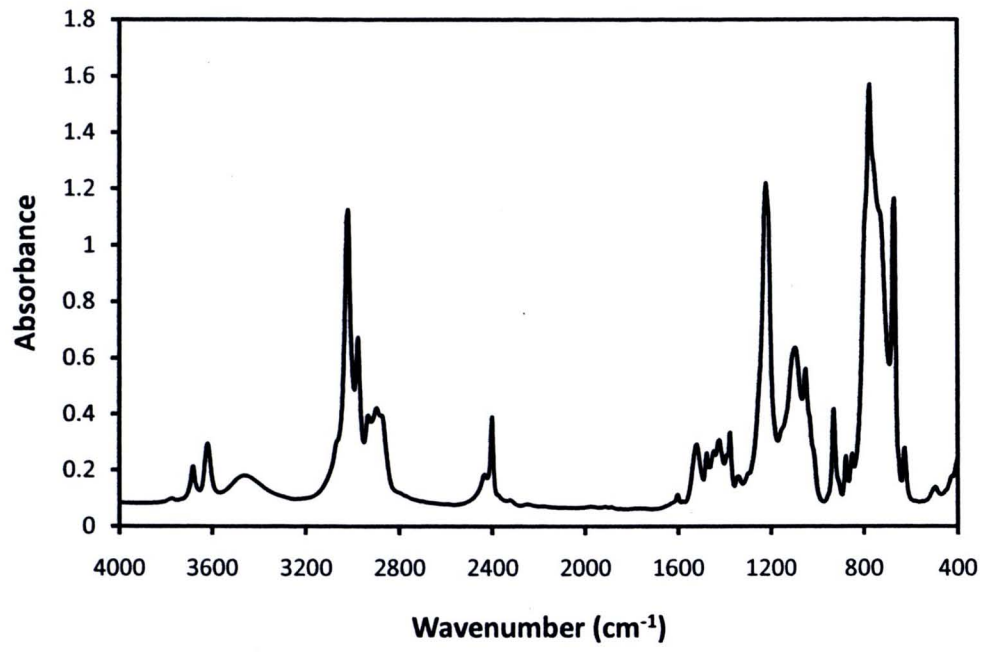
รูปที่ ข.1 แสดงอินฟราเรดสเปกตรัมของสารละลาย 0.27% w/v Rapol3003 ในคลอโรฟอร์ม



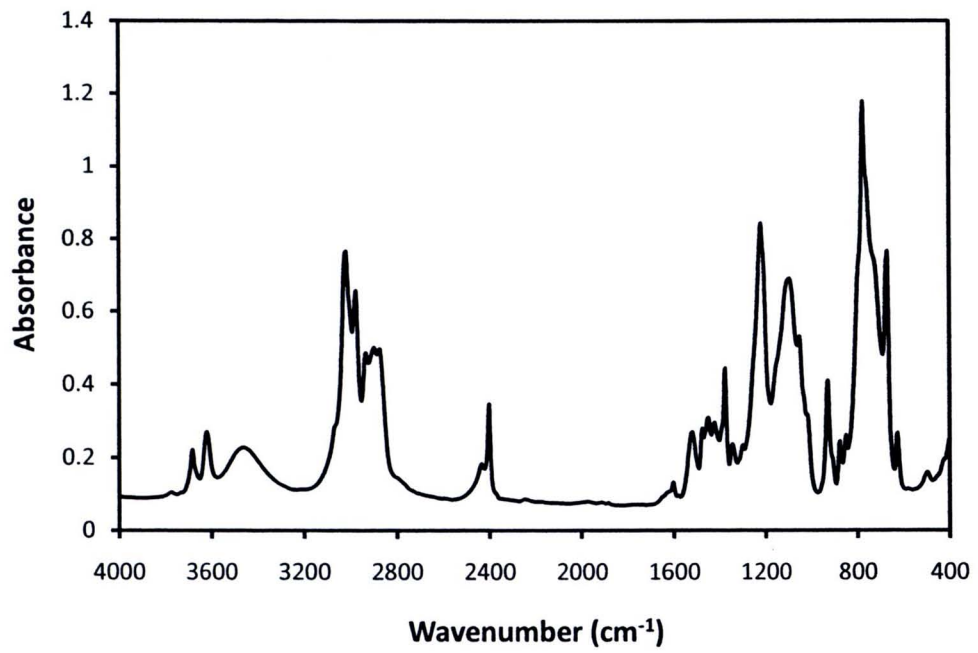
รูปที่ ข.2 แสดงอินฟราเรดสเปกตรัมของสารละลาย 0.60% w/v Rapo13003 ในคลอโรฟอร์ม



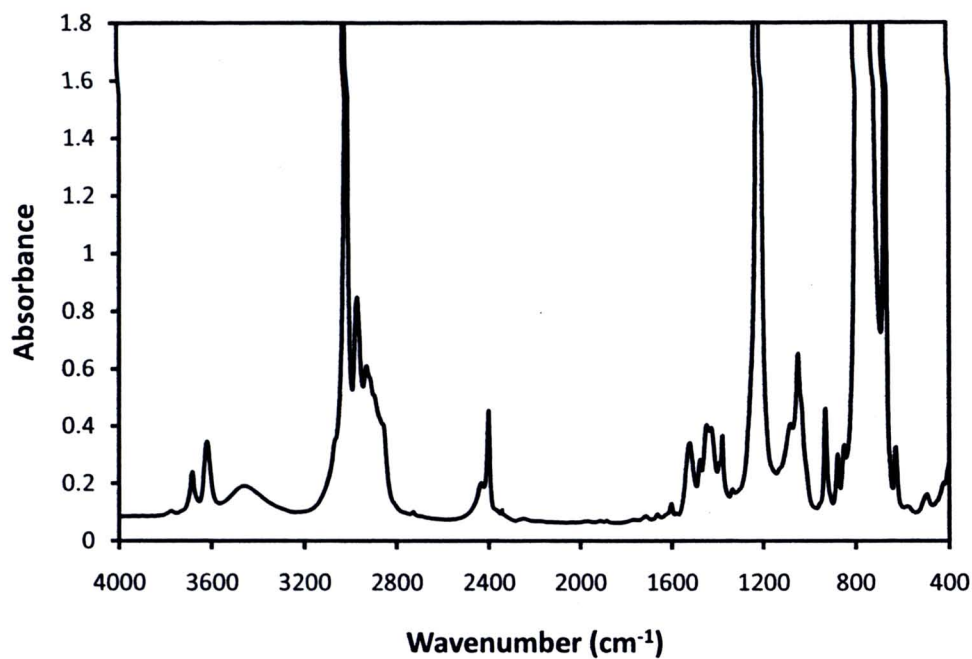
รูปที่ ข.3 แสดงอินฟราเรดสเปกตรัมของสารละลาย 1.0 % w/v Rapo13003 ในคลอโรฟอร์ม



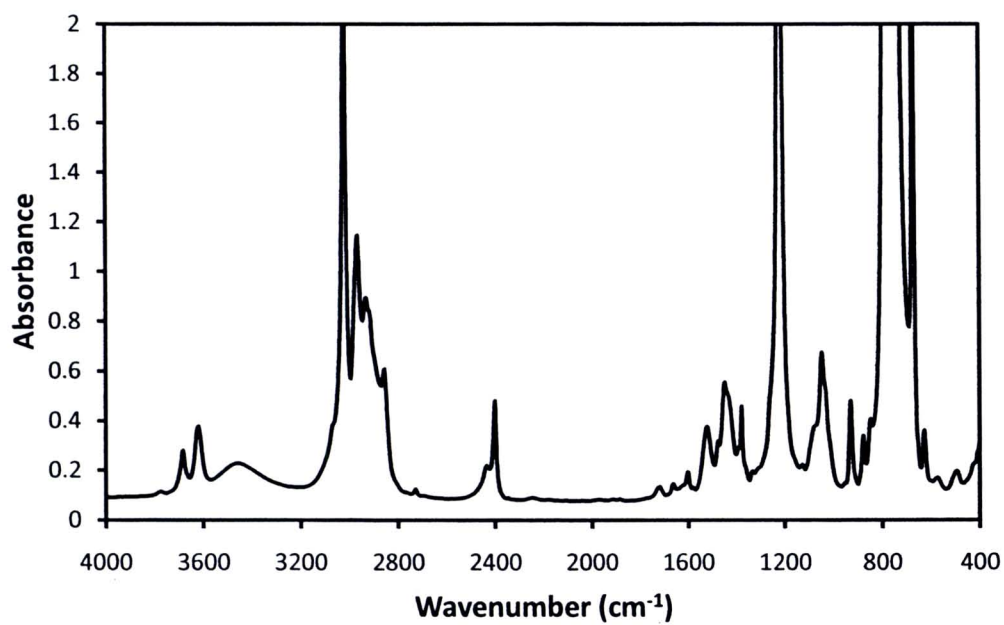
รูปที่ ข.4 แสดงอินฟราเรดสเปกตรัมของสารละลาย 2.72 % w/v Rapol3003 ในคลอโรฟอร์ม



รูปที่ ข.5 แสดงอินฟราเรดสเปกตรัมของสารละลาย 5.00 % w/v Rapol3003 ในคลอโรฟอร์ม



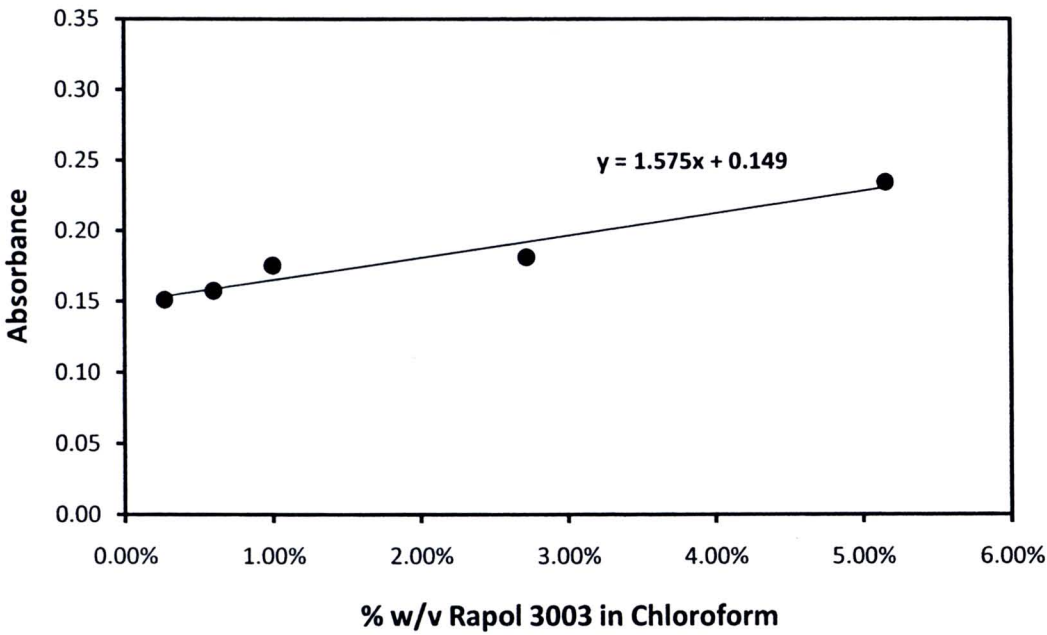
รูปที่ ข.6 แสดงอินฟราเรดสเปกตรัมของสารละลาย 5.00 % w/v LNR4946 ในคลอโรฟอร์ม



รูปที่ ข.7 แสดงอินฟราเรดสเปกตรัมของสารละลาย 4.20 % w/v HTNR1069 ในคลอโรฟอร์ม

ตารางที่ ข.1 แสดงข้อมูลความสัมพันธ์ระหว่างความเข้มข้นและค่าแอมซอร์เบนต์ของสารตัวอย่าง

Sample	Concentration	Absorbance
Rapol3003 - 1	0.27%	0.1512
Rapol3003 - 2	0.60%	0.1575
Rapol3003 - 3	1.00%	0.1755
Rapol3003 - 4	2.72%	0.1814
Rapol3003 - 5	5.00%	0.2345
Rapol3003 - 6	50.00%	0.859
LNR 4946	5.00%	0.1805
HTNR 1069	4.20%	0.2218



รูปที่ ข. 8 แสดงกราฟมาตรฐานของ Rapol3003

การหาปริมาณไฮดรอกซิลของสารตัวอย่าง

1. จากการอ่านค่า Absorbance ของสารตัวอย่าง LNR 4946 และ HTNR 1069 จากสเปกตรัม FT-IR มีค่าดังตารางที่ ข.1 ซึ่งจะสามารถเทียบได้กับความเข้มข้นของ Rapol3003 ที่อ่านได้จากกราฟมาตรฐานในรูปที่ ข.6 ซึ่งค่าที่ได้แสดงเท่ากับ 1.98 และ 4.60 % ตามลำดับ

2. เนื่องจากทราบความสัมพันธ์ของปริมาณไฮดรอกซิลกับน้ำหนักพอลิออลที่ใช้ในการเตรียมกราฟมาตรฐาน มีค่าเท่ากับ 55 mg KOH/g จึงสามารถประมาณค่า OH-number ในสารตัวอย่างได้ดังนี้

$$OHV_{HTNR} (\% HTNR) = OHV_{Rapol3003} (\% Rapol 3003)$$

$$OHV_{LNR4946} = \frac{55(1.98)}{(5.0)} = 21.78 \text{ mgKOH/g}$$

$$OHV_{HTNR1069} = \frac{55(4.60)}{(5.0)} = 60.23 \text{ mgKOH/g}$$

ข.2 การวิเคราะห์หาค่า functionality ของ HTNR1069 ที่เตรียมได้

การวิเคราะห์หาค่า Functionality ของ HTNR1069 นั้นสามารถคำนวณได้จาก $^1\text{H-NMR}$ สเปกตรัมจากสมการที่ ข.1

$$\overline{fn} = \left[\left(\frac{I_{CH_2OH}}{2} \right) + I_{CHOH} \right] \left(\frac{1}{I_{C=CH}} \right) \left(\frac{\times \overline{Mn}}{68} \right) \quad \text{ข.1}$$

เมื่อ

$\overline{B}$ = Beniot factor (polyisoprene = 0.67)

$\overline{fn}$ = functionality เฉลี่ยของ HTNR

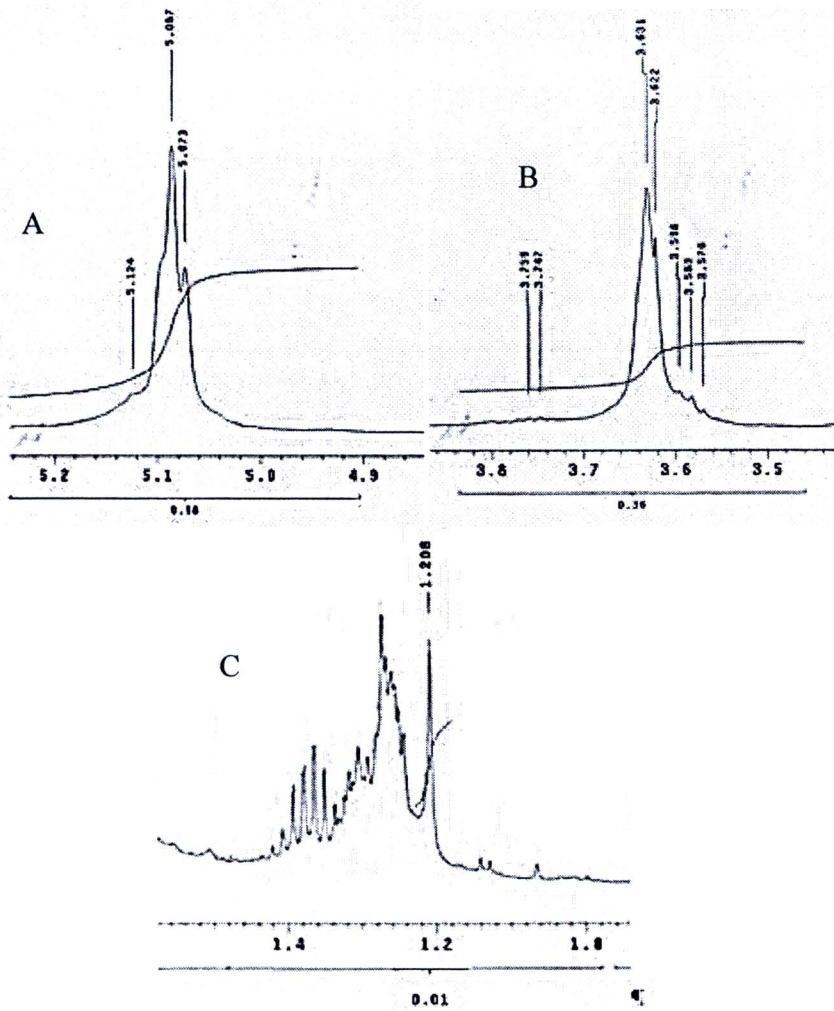
I_{CH_2OH} = อินทิเกรตของสัญญาณโปรตอนในตำแหน่ง α ของ primary alcohol ที่ 3.65 ppm

I_{CHOH} = อินทิเกรตของสัญญาณโปรตอนในตำแหน่ง α ของ secondary alcohol ที่ 1.20 ppm

$I_{C=CH}$ = อินทิเกรตสัญญาณของ อีทิลีนิกโปรตอน ที่ 5.12 ppm

$\overline{Mn}$ = น้ำหนักโมเลกุลเฉลี่ยจำนวนของ HTNR1069 วัดด้วย GPC

$$\overline{fn}_{HTNR1069} = \left[\left(\frac{0.36}{2} \right) + 0.01 \right] \left(\frac{1}{1} \right) \left(\frac{0.67 \times 1069}{68} \right) = 2.00$$

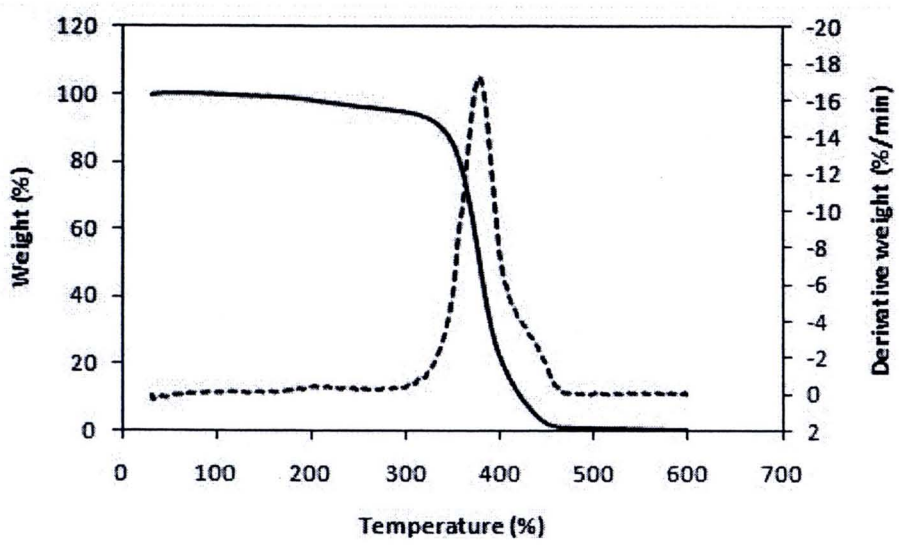


รูปที่ ข.9 แสดงพื้นที่ใต้พีค ^1H -NMR สเปกตรัมที่ chemical shift ที่ 5.10 (A) 3.65(B) และ 1.20(C) ppm

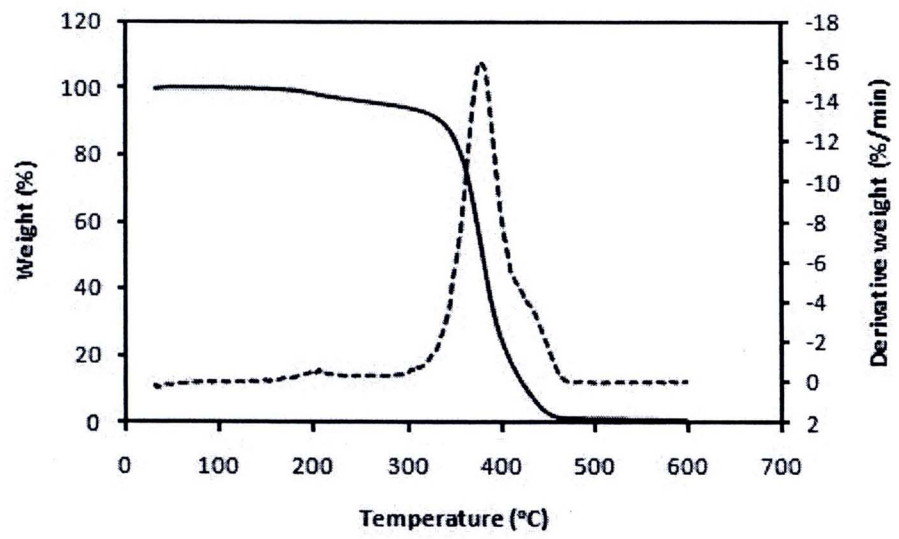
ภาคผนวก ข
TGA เทอร์โมแกรมของสารตัวอย่าง

ข.1 การวิเคราะห์สมบัติเชิงความร้อนด้วย TGA

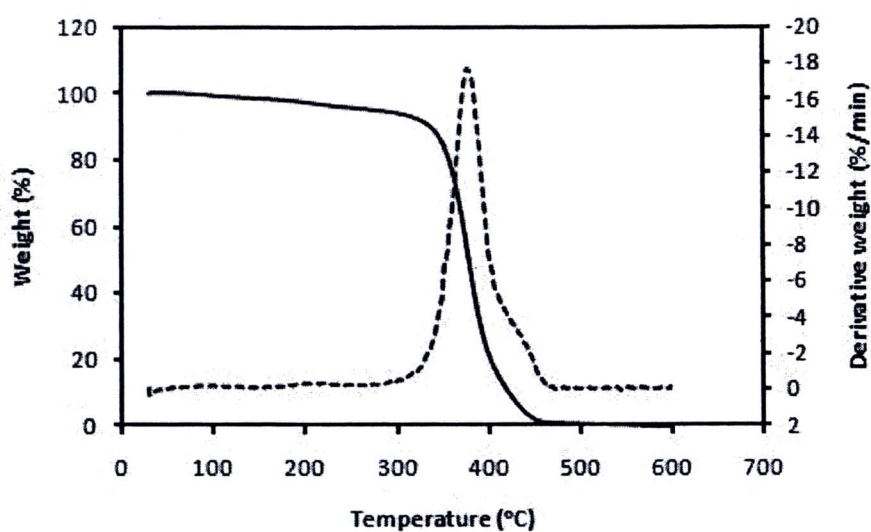
เสถียรภาพเชิงความร้อนของยางธรรมชาติเหลวที่มีหมู่ไฮดรอกซิลตำแหน่งปลายและพอลิยูรีเทนอีลาสโตเมอร์นั้นศึกษาได้ด้วยเทคนิค TGA เพื่อด้วย ใช้เครื่องมือรุ่น TA instrument (TGA Q 100) ด้วยอัตราการให้ความร้อน $10^{\circ}\text{C min}^{-1}$ โดยมีช่วงอุณหภูมิ 30 -600 $^{\circ}\text{C}$ ภายใต้สภาวะไนโตรเจนที่อัตราการไหล 90 ml min⁻¹



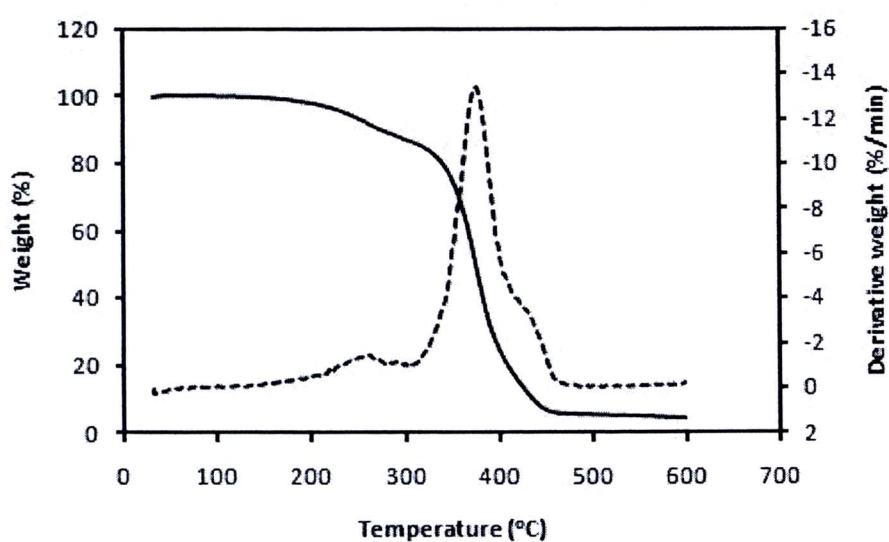
รูปที่ ข. 1 TGA เทอร์โมแกรมของ LNR 4946



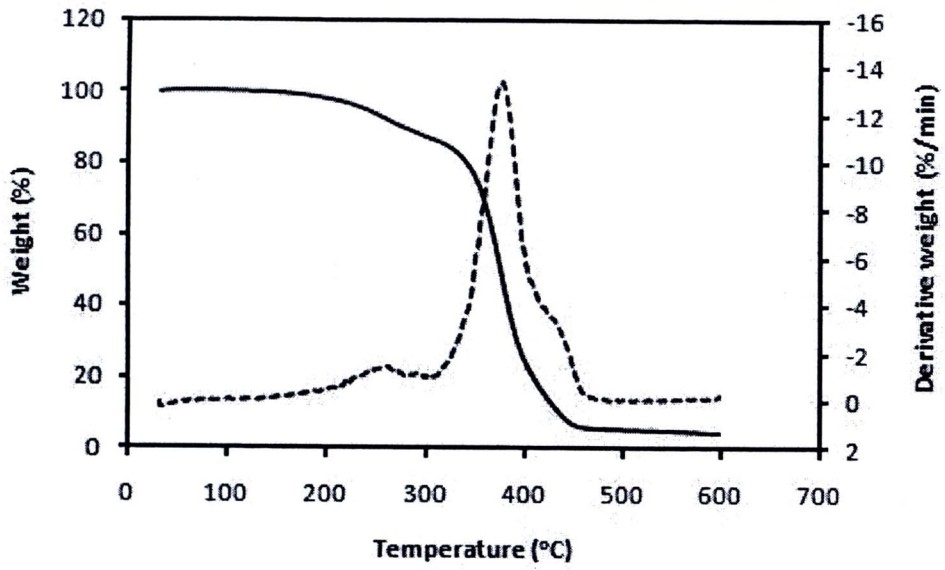
รูปที่ ข. 2 TGA เทอร์โมแกรมของ LNR 7376



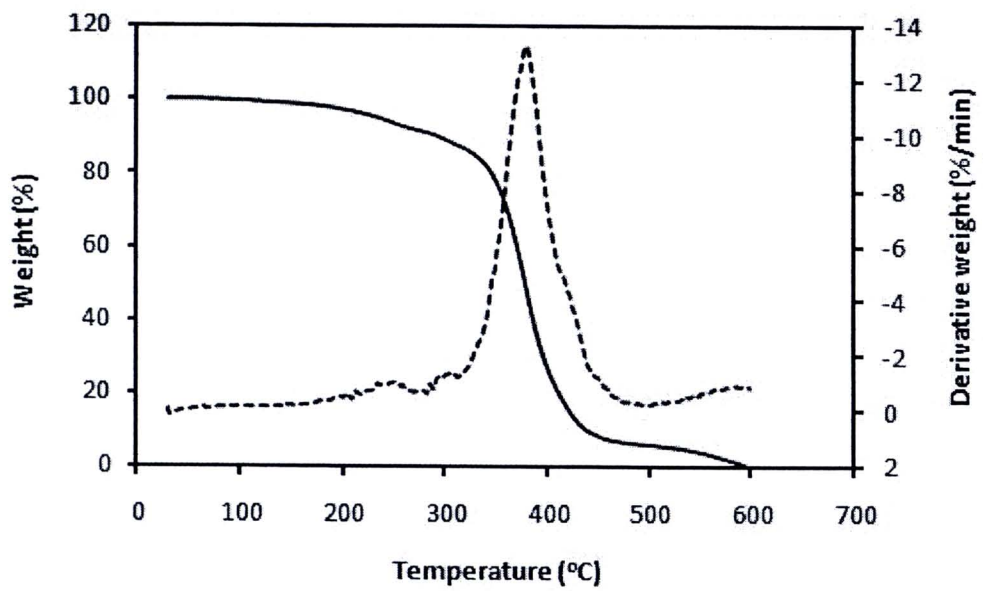
รูปที่ ๓. 3 TGA เทอร์โมแกรมของ LNR 10920



รูปที่ ๔. 4 TGA เทอร์โมแกรมของ HTNR 1069



รูปที่ ข. 5 TGA เทอร์โมแกรมของ PU1



รูปที่ ข. 6 TGA เทอร์โมแกรมของ PU2



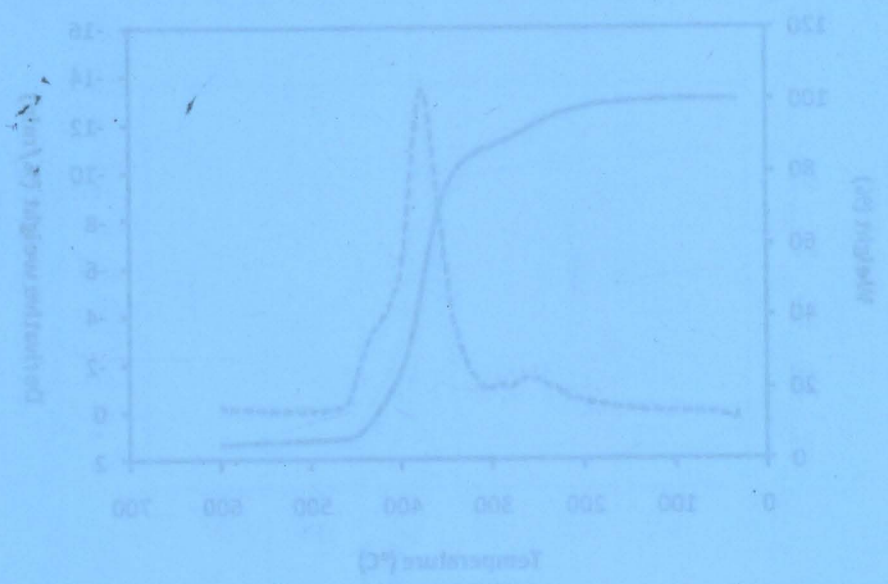


Fig. 4. TGA and DTG curves for PU1

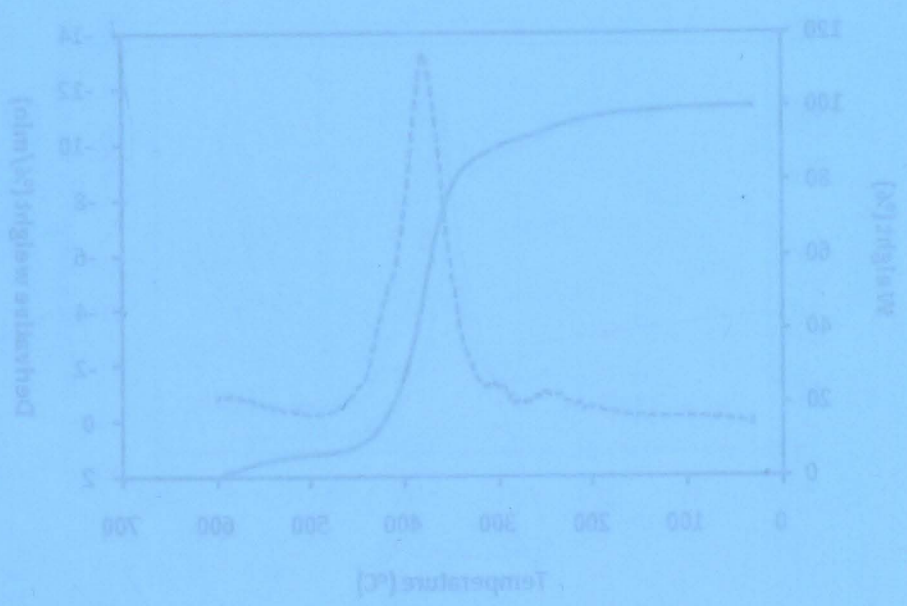


Fig. 5. TGA and DTG curves for PU2

