

บทที่ 1

บทนำ

1.1 บทนำต้นเรื่อง

ปัจจุบันอีพ็อกซีเรซินมีการใช้งานทางด้านอุตสาหกรรมมากขึ้น เช่นอุตสาหกรรมกาว อุตสาหกรรมอิเล็กทรอนิกส์และอุตสาหกรรมคอมโพสิต ซึ่งโดยส่วนใหญ่จะใช้วิธีการขึ้นรูปโดยทำให้เกิดปฏิกิริยาที่อุณหภูมิห้องหรือการนำไปอบที่อุณหภูมิสูงระดับหนึ่ง ซึ่งจะใช้เวลาในการทำปฏิกิริยานานและอาจเกิดการเสียหายเนื่องจากความร้อนได้ (thermal degradation) ดังนั้นจึงมีการศึกษาทางเลือกใหม่ ๆ ในการอบเพื่อลดต้นทุนการผลิต เช่นการใช้รังสีอัลตราไวโอเล็ต (UV) รังสีแกมมา หรือลำแสงอิเล็กตรอน (electron beam) ไมโครเวฟก็เป็นอีกทางเลือกหนึ่งที่น่าสนใจในการขึ้นรูปสารประกอบคอมโพสิต (composites) มีการศึกษาการใช้คลื่นไมโครเวฟกับพอลิเมอร์ กระบวนการสังเคราะห์หรือการพอลิเมอร์ไรเซชัน (Chia, *et al.*, 1996; Lu, *et al.*, 1998) อุตสาหกรรมกาว (So and Taube, 2004; Zhou and Hawley, 2003) การอบเพื่อทำปฏิกิริยาในสารประกอบคอมโพสิต (Fang and Scolla, 1999; Nightingale and Day, 2002)

จากการทบทวนเอกสารงานวิจัยที่เกี่ยวข้องพบว่า การใช้คลื่นไมโครเวฟอบเพื่อทำปฏิกิริยาของอีพ็อกซีมีข้อได้เปรียบหลายประการ เช่นเพิ่มอัตราเร็วในการเกิดปฏิกิริยา (Boey and Yap, 2000) ลดเวลาในการอบ (cure time) ได้มากกว่าการอบด้วยเตาอบ (Zhou, *et al.*, 2003) และนอกจากนี้พบว่า สมบัติเชิงกลที่ได้จากการอบด้วยเตาไมโครเวฟมีค่าใกล้เคียงหรือดีกว่าการอบด้วยเตาอบ เช่นการทนต่อแรงดึง (Bai, *et al.*, 1995) การทนต่อแรงเฉือน (Zhou and Martin, 2003) เนื่องจากพลังงานไมโครเวฟจะมีความสม่ำเสมอ (Bai, *et al.*, 1995) และเกิดความร้อนจากการทำปฏิกิริยาภายในโมเลกุลอันเนื่องมาจากผลของสนามแม่เหล็กไฟฟ้า (Wei, *et al.*, 1993) ทำให้เกิดความร้อนได้เร็ว จึงมีผลต่อต้นทุนในการดำเนินการด้วย

โครงการวิจัยนี้เกิดจากความต้องการของผู้ประกอบการภาคอุตสาหกรรม ที่จะเปลี่ยนการอบอีพ็อกซีคอมโพสิตที่มีใยแก้วเป็นวัสดุเสริมแรง (glass fiber epoxy composites) จากระบบการใช้ความร้อนด้วยไอน้ำเป็นการใช้คลื่นไมโครเวฟ ดังนั้นจึงศึกษาการอบอีพ็อกซีด้วยคลื่นไมโครเวฟเปรียบเทียบกับการอบด้วยเตาอบ โดยใช้สารทำให้แข็งกลุ่มแอนไฮไดรด์ ซึ่งเป็นระบบที่ใช้งานจริงในภาคอุตสาหกรรม แอนไฮไดรด์เป็นสารทำให้แข็งที่เกิดการทำปฏิกิริยาที่อุณหภูมิสูง ที่มีสมบัติเป็นฉนวนไฟฟ้าที่ดี ทนอุณหภูมิและทนสารเคมีได้ดี งานวิจัยนี้เป็นงานวิจัยพื้นฐานที่จะ

ปฏิกิริยาการเชื่อมโยงของอีพ็อกซีเรซิน (Curing Reaction of Epoxy Resins)

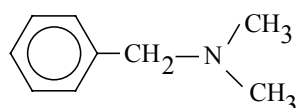
อีพ็อกซีเรซินจะถูกเปลี่ยนเป็นเทอร์โมเซตโดยการเกิดปฏิกิริยาของหมู่อีพ็อกซี ซึ่งอาจจะเกิดปฏิกิริยากับตัวมันเองกลายเป็นโฮโมโพลิเมอร์ (homopolymer) หรืออาจเกิดปฏิกิริยากับสารเชื่อมโยงโมเลกุล (สารทำให้แข็ง) ซึ่งในการเกิดปฏิกิริยาอาจจะเกิดอย่างใดอย่างหนึ่งหรือเกิดทั้งสองอย่างก็ได้

สารเชื่อมโยงของอีพ็อกซีเรซิน

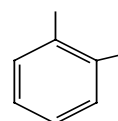
สารเชื่อมโยงของอีพ็อกซีโดยทั่วไปจะแบ่งเป็น 3 กลุ่ม คือกลุ่มเอมีน (amine) กลุ่มกรดลิวอิส (Lewis acid) และกลุ่มแอนไฮไดรด์ (acid anhydride)

1. สารเชื่อมโยงกลุ่มเอมีน

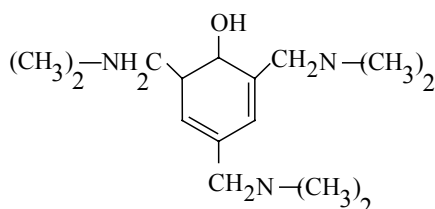
1.1 เอมีนตติยภูมิ (tertiary amine) โดยทั่วไปจะเหมาะสำหรับงานยึดเกาะและงานเคลือบ ตัวอย่างของสารเชื่อมโยงกลุ่มนี้ เช่นเบนซิลไดเมทิลเอมีน (benzyl dimethylamine, BDMA) ไดเมทิลอะมีโนเมทิลฟีนอล (dimethylaminomethyl phenol, DMP-10) 2, 4, 6 ไตรไดเมทิลอะมีโนเมทิลฟีนอล (2, 4, 6-tridimethylaminomethyl phenol, DMP-30) ไตรเอทานอลเอมีน (triethanolamine) และบิวทิลอิมิดาโซน (N-n-butylimidazone) ซึ่งมีสูตรโครงสร้างทางเคมี ดังแสดงในภาพประกอบ 2



BDMA



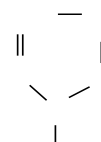
DMP-10



DMP-30

N(CH₂CH₂OH)

Triethanolamine



N-n Butylimidazone

ภาพประกอบ 2 สูตรโครงสร้างทางเคมีของเอมีนตติยภูมิ

ที่มา Sanunders, 1988 : 417-418

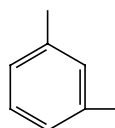
1.2 พอลิฟังก์ชันนอลเอมีน (polyfunctional amine) สารเชื่อมโยงกลุ่มนี้เป็นทั้งอะลิฟาติกเอมีนและอะโรมาติกเอมีน โดยมีไฮโดรเจนที่มีความว่องไวในการทำปฏิกิริยาอย่างน้อย 3 อะตอม ซึ่งจะอยู่ในรูปของเอมีนปฐมภูมิ (primary amine) และ/หรือเอมีนทุติยภูมิ (secondary amine) โดยทั่วไปอะลิฟาติกเอมีนจะเกิดปฏิกิริยาการเชื่อมโยงได้เร็ว และเกิดได้ที่อุณหภูมิห้อง ในขณะที่อะโรมาติกเอมีนมีความว่องไวค่อนข้างต่ำ ทำให้ผลิตภัณฑ์ที่ได้มีอุณหภูมิของการเปลี่ยนรูปร่างสูง พอลิฟังก์ชันนอลเอมีนนิยมนำมาใช้ในการทำกาว ผลิตภัณฑ์ที่ขึ้นรูปด้วยการหล่อแบบ และแผ่นลามิเนต (laminating) ตัวอย่างของสารเชื่อมโยงประเภทนี้ได้แก่ ไดเอทิลีนไตรเอมีน (diethylene triamine, DTA) ไตรเอทิลีนเตตระเอมีน (triethylenetetramine, TETA) ฟีนิลีนไดเอมีน (phenylene diamine, MPA) และไดอะมีโนไดฟีนิลมีเทน (diaminodiphenyl methane, DDM) ซึ่งมีสูตรโครงสร้างทางเคมี ดังแสดงในภาพประกอบ 3



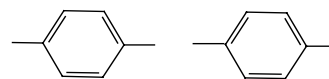
DTA



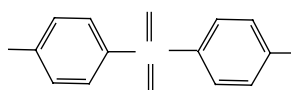
TETA



MPD



DDM



DDS

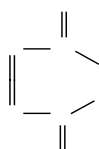
ภาพประกอบ 3 สูตรโครงสร้างทางเคมีของพอลิฟังก์ชันนอลเอมีน
ที่มา Sanunders, 1988 : 419-420

2. สารเชื่อมโยงกลุ่มกรดลิวอิส (Lewis Acid)

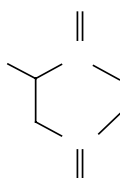
กรดลิวอิสที่ใช้เป็นสารเชื่อมโยง เช่น โบรอนไตรฟลูออไรด์โมโนเอทิลีนเอมีน (boron trifluoride monoethyleneamine, BF_3MEA) เป็นสารเชิงซ้อนที่เสถียรที่อุณหภูมิห้อง และไม่ทำปฏิกิริยากับสารอื่น เป็นสารเชื่อมโยงที่เหมาะสมสำหรับผลิตภัณฑ์ที่เป็นงานแผ่นมากกว่างานหล่อ

3. สารเชื่อมโยงกลุ่มแอนไฮไดรด์ (Acid Anhydride)

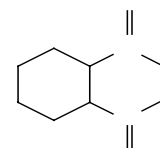
แอนไฮไดรด์ที่นิยมนำมาใช้เป็นสารเชื่อมโยงของอีพ็อกซีเรซิน อาจอยู่ในรูป โมโนแอนไฮไดรด์ (monoanhydride) หรือ ไดแอนไฮไดรด์ (dianhydride) ตัวอย่างของแอนไฮไดรด์ที่ใช้กัน เช่น มาลีอิกแอนไฮไดรด์ (maleic anhydride, MA) โดเดซีนิลซัคซินิกแอนไฮไดรด์ (dodecylsuccinic anhydride, DDSA) เฮกซะไฮโดรฟาทาลิกแอนไฮไดรด์ (hexahydrophthalic anhydride, HPA) ฟาทาลิกแอนไฮไดรด์ (phthalic anhydride, PA) ไพโรเมลลิติกไดแอนไฮไดรด์ (pyromellitic dianhydride, PMDA) นาดีกเมทิลแอนไฮไดรด์ (nadicmethyl anhydride, NMA) คลอเรนดิกแอนไฮไดรด์ (chlorendic anhydride, HET) เมทิลเตตระไฮโดรฟาทาลิกแอนไฮไดรด์ (methyltetrahydrophthalic anhydride, MTHPA) และเมทิลเฮกซะไฮโดรฟาทาลิกแอนไฮไดรด์ (methylhexahydrophthalic anhydride, MHHPA) ซึ่งมีสูตรโครงสร้างทางเคมี ดังแสดงในภาพประกอบ 4



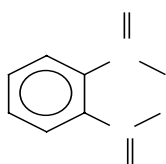
MA



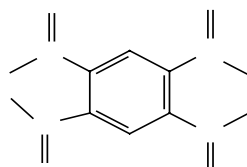
DDSA



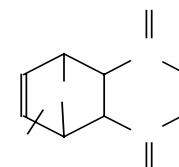
HPA



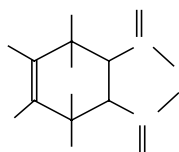
PA



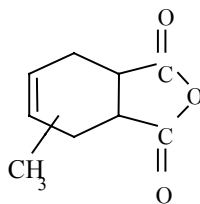
PMDA



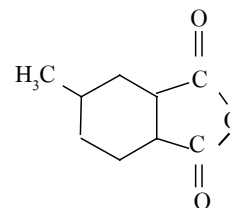
NMA



HET



MTHPA

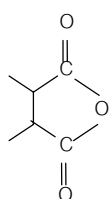


MHHPA

ภาพประกอบ 4 สูตรโครงสร้างทางเคมีของแอซิดแอนไฮไดรด์

ที่มา Sanunders, 1988 : 423-424

ปฏิกิริยาระหว่างอีพ็อกซี-แอนไฮไดรด์จะเกิดค่อนข้างช้า และเกิดที่อุณหภูมิสูง เช่น ระบบ DGEBA/MTHPA ปฏิกิริยาจะเกิดที่อุณหภูมิประมาณ 300°C ซึ่งอาจจะทำให้อีพ็อกซีเกิดการเสื่อมสภาพ (degradation) ได้ง่าย แต่ถ้ามีการใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาที่เป็นเอมีนตติยภูมิ (tertiary amine) เช่น BDMA พบว่าเกิดปฏิกิริยาที่อุณหภูมิ 75°C (Galy and Pascault, 1986; Montserrat, *et al.*, 1995) เนื่องจากตัวเร่งปฏิกิริยาจะทำหน้าที่เปิดวงแหวนของแอนไฮไดรด์ เกิดเป็นคาร์บอกซิเลตไอออน (carboxylate ion) แล้วทำปฏิกิริยาต่อกับอีพ็อกซี เกิดเป็นแอลคอกไซด์เอสเทอร์ (alkoxide ester) และทำปฏิกิริยาต่อกับแอนไฮไดรด์เกิดเป็นพันธะพอลิเอสเทอร์ (polyester) ปฏิกิริยาจะเกิดเช่นนี้ต่อไปเรื่อยๆ (Potter, 1970 : 54 - 55) ดังแสดงในภาพประกอบ 5 และเกิดเป็นโครงสร้างตาข่าย (network) ดังแสดงในภาพประกอบ 6

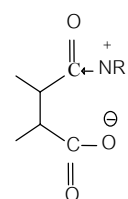


anhydride (hardener)

+

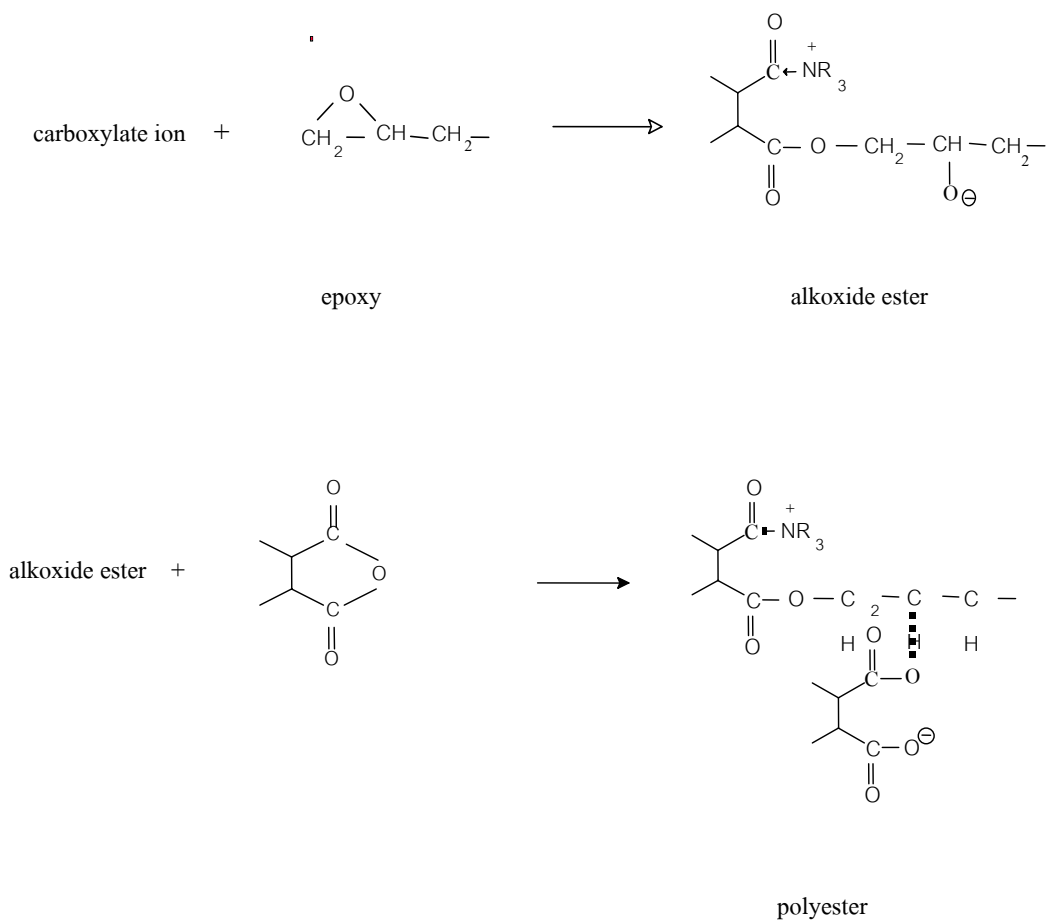
NR

3



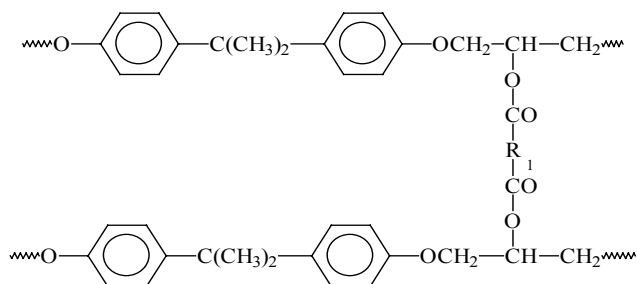
carboxylate ion

accelerator
(tertiary amine)



ภาพประกอบ 5 การเกิดปฏิกิริยาของอีพอกซี-แอนไฮไดรด์

ที่มา Potter, 1970 : 54 -55



R1 = C₆H₄

ภาพประกอบ 6 สูตรโครงสร้างสามมิติของอีพอกซีที่ใช้สารเชื่อมโยงประเภทแอนไฮไดรด์

ที่มา Brian, *et al.*, n.d

เมื่อเปรียบเทียบสารเชื่อมโยงประเภทแอนไฮไดรด์กับพอลิฟังก์ชันนอลเอมีน พบว่าแอนไฮไดรด์มีความว่องไวในการทำปฏิกิริยาช้า ดังนั้นเมื่อนำมาเป็นสารเชื่อมโยงของอีพ็อกซีเรซิน จะเกิดความร้อนเนื่องจากการทำปฏิกิริยา (exotherm) ต่ำ การใช้แอนไฮไดรด์เป็นสารเชื่อมโยงทำให้อีพ็อกซีเสถียรต่อความร้อน (thermal stability) มีความเป็นฉนวนไฟฟ้าสูงและทนต่อสารเคมี (ยกเว้นสารแอลคาไลด์ซึ่งจะไปไฮโดรไลซ์หมู่เอเทอร์) ฟาทาลิกแอนไฮไดรด์ (phthalic anhydride) เป็นสารเชื่อมโยงที่มีราคาถูกที่สุดแต่มีข้อเสีย คือผสมกับเรซินได้ยาก ดังนั้นจึงต้องใช้ความร้อนประมาณ 120°C ในการผสม ซึ่งอาจจะทำให้อายุของส่วนผสม (pot life) สั้นหรือถูกจำกัด

แอนไฮไดรด์ที่เป็นของเหลว เช่น โดเดซิลนิลซัคซินิกแอนไฮไดรด์ (dodecylsuccinic anhydride) และนาดิคเมทิลแอนไฮไดรด์ (nadimethyl anhydride) หรือแอนไฮไดรด์ที่มีจุดหลอมเหลวต่ำจะผสมกับอีพ็อกซีได้ง่าย ในกรณีที่ใช้มาลิกแอนไฮไดรด์ (maleic anhydride) เป็นสารเชื่อมโยงเพียงอย่างเดียว ผลิตภัณฑ์ที่ได้จะมีความเปราะ จึงมักจะผสมกับแอนไฮไดรด์ชนิดอื่นๆ ส่วนโดเดซิลนิลซัคซินิกแอนไฮไดรด์จะทำให้ผลิตภัณฑ์ที่ได้มีความยืดหยุ่น ในขณะที่คลอเรนดิคแอนไฮไดรด์ (chlorendic anhydride) จะทำให้ผลิตภัณฑ์ที่ได้มีค่าทนต่อการติดไฟ (frame resistance) ได้ดี และไพโรเมลลิติกไดแอนไฮไดรด์ (pyromellitic dianhydride) ซึ่งมีหมู่ฟังก์ชันมาก ทำให้ความหนาแน่นของการเชื่อมโยง (crosslink density) สูง ผลิตภัณฑ์มีอุณหภูมิต่อการเปลี่ยนแปลงรูปร่าง (heat distortion temperature) สูงขึ้น

ส่วนผสมของอีพ็อกซี-แอนไฮไดรด์มีความหนืดต่ำและสามารถเก็บไว้ได้นาน (long pot life) มีสารระเหย (low volatility) ในระหว่างการอบตัว ทำให้มีการหดตัวและอัตราการคายความร้อนต่ำ ข้อจำกัดของการใช้แอนไฮไดรด์ คือต้องใช้เวลานานและอุณหภูมิในการอบสูงถึงแม้ว่าจะใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาในระบบ การอบอีพ็อกซี-แอนไฮไดรด์ในระบบที่ไม่มีตัวเร่งปฏิกิริยา อัตราเร็วในการเกิดพันธะเอสเทอร์ (ester link) และอีเทอร์ (ether link) พอๆ กัน ในระบบที่มีตัวเร่งปฏิกิริยาเป็นเบส ส่วนใหญ่จะเกิดการเชื่อมโยงด้วยพันธะเอสเทอร์ ส่วนในระบบที่มีตัวเร่งปฏิกิริยาเป็นกรด ส่วนใหญ่จะเกิดการเชื่อมโยงด้วยพันธะอีเทอร์ แต่ในกรณีระบบที่ไม่มีตัวเร่งปฏิกิริยา จะมีกรดอิสระ (free acid) อยู่เล็กน้อยทำหน้าที่เป็นตัวช่วยให้เกิดการเชื่อมโยงเกิดเป็นพันธะอีเทอร์ ทำให้สายโซ่มีความยืดหยุ่น ทำให้อุณหภูมิ T_g ที่ได้ต่ำกว่าระบบที่มีการเติมตัวเร่งปฏิกิริยา (Montserrat, *et al.*, 1995)

สมบัติของอีพ็อกซีที่มีการเชื่อมโยงโมเลกุล (Properties of Crosslinked Epoxy)

อีพ็อกซีเรซินมีหมู่ที่แสดงสมบัติเฉพาะ (characteristic group) ขนาดใหญ่ ดังนั้นจึงยากต่อการสังเคราะห์เพื่อให้ได้สมบัติตามที่ต้องการ แต่อีพ็อกซีมีสารเชื่อมโยง (curing agent) หลายชนิดให้เลือกใช้ เพื่อให้ได้ผลิตภัณฑ์ที่มีสมบัติตามต้องการ นอกจากนี้ยังพบว่า เวลา อุณหภูมิ และสารเติมแต่ง (filler) จะมีผลต่อสมบัติของผลิตภัณฑ์ด้วย ในการทำปฏิกิริยาของอีพ็อกซีจะเกี่ยวข้องกับการจัดเรียงตัวของโมเลกุล (molecular orientation) ซึ่งในกรณีที่ไม่มีสารระเหยออกจากระบบ ผลิตภัณฑ์ที่ได้ก็จะไม่มีปัญหาเรื่องการหดตัวหรือมีการหดตัวน้อย โครงสร้างหลัก (main skeleton) ของอีพ็อกซีจะเสถียรต่อความร้อนได้ดี แต่การเสถียรทางความร้อนจะขึ้นอยู่กับสารเชื่อมโยงด้วย ดังนั้นระบบที่มีการเชื่อมโยงด้วยแอนไฮไดรด์จะเสถียรต่อความร้อนประมาณ 200°C ในขณะที่ระบบที่มีการเชื่อมโยงด้วยเอมีนจะเสถียรต่อความร้อนประมาณ 150°C อีพ็อกซีเรซินจะมีสมบัติเป็นฉนวนไฟฟ้าที่ดี มีค่าคงที่ไดอิเล็กทริก (dielectric constant) และความเป็นฉนวนสูง ทำให้เกิดการยึดเกาะที่ดี

อีพ็อกซีที่มีการเชื่อมโยงจะไม่ละลายในสารละลาย แต่จะบวมในของเหลวที่มีค่าความสามารถในการละลาย (solubility parameter) ใกล้เคียงกัน เช่น สารละลายคลอรีเนตไฮโดรคาร์บอน (chlorinated hydrocarbons) หรือแอลกอฮอล์ (alcohol) อีพ็อกซีที่มีการเชื่อมโยงด้วยพันธะอีเทอร์ จะมีความเสถียรต่อสารละลายกรดอินทรีย์ (organic acid) กรดอนินทรีย์ (inorganic acid) และสารแอลคาไลซ์ (alkalis) ในขณะที่อีพ็อกซีที่มีการเชื่อมโยงด้วยพันธะเอสเทอร์จะไม่เสถียรต่อสารแอลคาไลซ์เข้มข้น (strong alkalis) กรดอินทรีย์และอนินทรีย์ ส่วนอีพ็อกซีที่มีการเชื่อมโยงด้วยพันธะคาร์บอน-ไนโตรเจน (C-N) ซึ่งเกิดจากการใช้สารเชื่อมโยงกลุ่มเอมีนจะไม่ทนต่อกรดอนินทรีย์

สมบัติของอีพ็อกซีที่มีการเชื่อมโยงนอกจากจะขึ้นอยู่กับวิธีการทำให้เกิดปฏิกิริยา ชนิดของสารทำให้แข็ง แล้วยังขึ้นอยู่กับอัตราส่วนระหว่างปริมาณอีพ็อกซีและสารทำให้แข็งที่ใช้ด้วย ดังนั้นจึงต้องมีการคำนวณอัตราส่วนปริมาณสัมพันธ์ (stoichiometric ratio, r) ซึ่งเป็นอัตราส่วนที่หมู่ฟังก์ชันของอีพ็อกซีทำปฏิกิริยาพอดีกับหมู่ฟังก์ชันของสารทำให้แข็ง สำหรับในงานวิจัยนี้ใช้แอนไฮไดรด์ 80% โดยน้ำหนักอีพ็อกซีเรซิน ทั้งนี้เพื่อต้องการเปรียบเทียบกับการใช้งานจริงในภาคอุตสาหกรรม ซึ่งสามารถคำนวณอัตราส่วนปริมาณสารสัมพันธ์ ได้ตามสมการ (1)

$$\text{ปริมาณแอนไฮไดรด์ที่ใช้ (กรัม)} = \frac{(E) \times (AE) \times (r)}{WPE} \quad (1)$$

เมื่อ	
E	= น้ำหนักของเรซินที่ใช้ (กรัม) (weight of resin)
AE	= น้ำหนักโมเลกุลของแอนไฮไดรด์ (anhydride equivalent weight)
r	= อัตราส่วนเป็น โมลของอีพ็อกซีต่อแอนไฮไดรด์ (ratio of molar concentration of anhydride to epoxy; A/E)
WPE	= น้ำหนักโมเลกุลของอีพ็อกซีเรซินต่อหมู่ฟังก์ชันของอีพ็อกซีเรซิน (weight per epoxide equivalent)

อีพ็อกซีเรซิน : (DER[®] 331) ซึ่งมี WPE = 189 จำนวน 100 กรัม

สารทำให้แข็ง : MTHPA ซึ่งมี AE = 166 จำนวน 80 กรัม

MHHPA ซึ่งมี AE = 168 จำนวน 80 กรัม

ซึ่งจากการคำนวณตามสมการ (1) พบว่าอัตราส่วนปริมาณสัมพันธ์ระหว่างอีพ็อกซีต่อแอนไฮไดรด์ของ MTHPA และ MHHPA คือ 0.91 และ 0.90 ตามลำดับ จากการสำรวจรายงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง พบว่าโดยทั่วไป จะใช้แอนไฮไดรด์ประมาณ 80- 90% โดยน้ำหนักของอีพ็อกซี จะทำให้อีพ็อกซีเรซินที่ได้มีสมบัติที่ดี (Guerero, *et al.*, 1995; Boey and Qiang, 1999; Hutchinson, *et al.*, 1996; Montserrat and Malek, 1993)

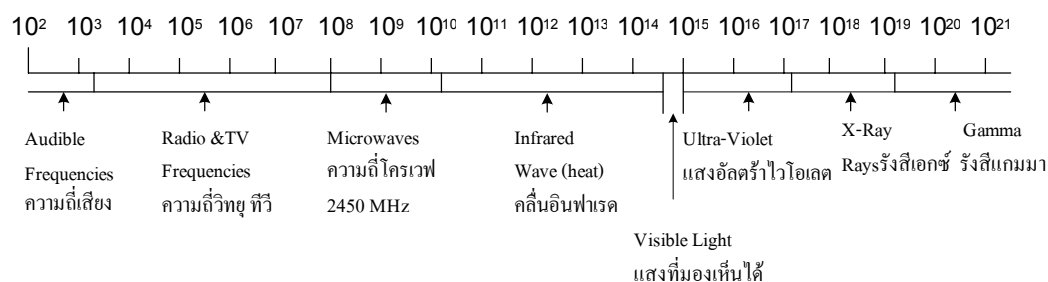
ประวัติความเป็นมาของไมโครเวฟ (สุระเดช สุธีระเวช, 2541 : 9-10)

การค้นพบประโยชน์ของไมโครเวฟในการให้ความร้อนถูกค้นพบโดยบังเอิญภายในห้องทดลองของนักฟิสิกส์ชื่อ ดร.เพอร์ซี่ สเปนเซอร์ (Dr.Percy Spencer) ในปี ค.ศ. 1945 (พ.ศ. 2488) โดย ดร.เพอร์ซี่ ได้เผลอวางแซนวิชบนอุปกรณ์ที่ปล่อยคลื่นสั้นออกมา และเมื่อเขาเอาแซนวิชออกใน 2-3 นาที ต่อมา พบว่าตรงกลางไส้ของขนมปังร้อน ความร้อนที่ได้รับนี้แตกต่างจากการได้รับความร้อนโดยทั่วไป ซึ่งปกติจะส่งความร้อนจากผิวด้านนอกเข้าไปหาด้านใน แต่วิธีที่รับคลื่นสั้นหรือไมโครเวฟนี้ อาหารจะร้อนจากข้างในสู่ข้างนอก จากความรู้ที่ค้นพบในปี ค.ศ. 1945 ได้พัฒนาความคิดขึ้นมาเรื่อยๆ จนในปี ค.ศ. 1947 (พ.ศ. 2490) เตาไมโครเวฟเครื่องแรกที่ได้ถือกำเนิดขึ้นโดยใช้ในกิจการครัวของโรงพยาบาลและโรงครัวของทหาร ต่อมาได้นำไปใช้ในโรงแรม ภัตตาคารต่างๆ ตลอดจนธุรกิจอาหารทั่วไป ไมโครเวฟที่ใช้ภายในบ้านมีการนำออกมาขายในปี ค.ศ. 1969 (พ.ศ. 2512) และรู้จักแพร่หลายในปีถัดมา

ในปี ค.ศ. 1972 (พ.ศ. 2515) บริษัทมัตซึชิตะเฮาส์ซิงโปรดัก จำกัด (Matsushita Housing Product., LTD) ได้แนะนำหนังสือเกี่ยวกับเทคโนโลยีของไมโครเวฟเป็นครั้งแรก ซึ่งมาถึงทุกวันนี้ หลักการพื้นฐานของการปรุงอาหารด้วยไมโครเวฟยังคงเหมือนเดิม ไม่เปลี่ยนแปลง

ในปี ค.ศ. 1979 (พ.ศ. 2522) บริษัทซัมซุง อิเล็กทรอนิกส์ (Sumsung Electronics) เป็นบริษัทแรกของประเทศเกาหลีที่ผลิตเตาไมโครเวฟออกจำหน่าย ทั้งในประเทศเกาหลีและทั่วโลก

ไมโครเวฟเป็นคลื่นแม่เหล็กไฟฟ้า การส่งผ่านพลังงานจะใช้หลักการเดียวกับอินฟราเรด แสงที่มองเห็นได้ หรืออุลตราไวโอเล็ต เป็นคลื่นแม่เหล็กไฟฟ้าที่มีความยาวคลื่นอยู่ระหว่าง 1 มิลลิเมตร-1 เมตร และอยู่ในช่วงความถี่ 300 MHz - 300 GHz ดังแสดงในภาพประกอบ 7 (Fini and Breccia, 1999) คณะกรรมการกลางกำกับดูแลกิจการสื่อสาร (Federal Communication Commission; FCC) ได้จัดสรรความถี่เพื่อใช้ในทางอุตสาหกรรม ทางวิทยาศาสตร์ และทางการแพทย์ คือความถี่ 915, 2,450, 5,800 และ 22,125 MHz ความถี่ 2,450 MHz (2.45 GHz) เป็นความถี่ที่ใช้มากในเตาอบไมโครเวฟที่ใช้ในครัวเรือน (ชนากร พิระพันธุ์, 2544 : 16)



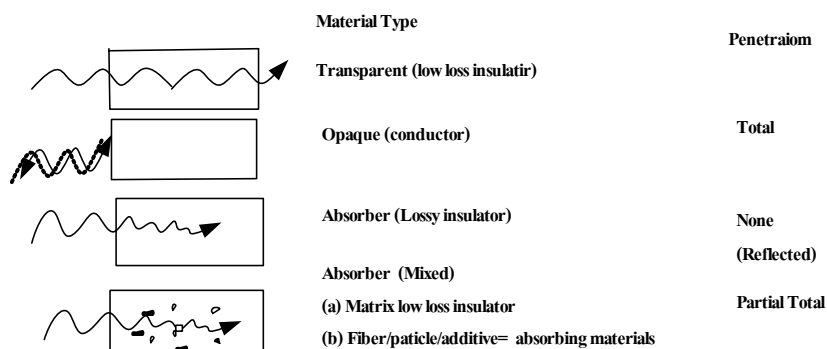
ภาพประกอบ 7 ความถี่ของคลื่นไมโครเวฟ

ทีมา สุระเดช สุธีระเวช, 2541 : 19

คลื่นไมโครเวฟ สามารถสะท้อน ทะลุผ่าน ทะลุผ่านบางส่วน หรือถูกดูดซับได้ดังแสดงในภาพประกอบ 8 ทั้งนี้ขึ้นอยู่กับชนิดของวัสดุที่นำมาใช้ วัสดุที่ใช้งานในไมโครเวฟจึงสามารถแบ่งได้เป็น 3 ชนิดคือ

1. วัสดุที่คลื่นไมโครเวฟสะท้อนกลับ (reflection) เช่นพวกโลหะ เมื่อคลื่นไมโครเวฟกระทบกับภาชนะที่เป็นโลหะ หรือมีส่วนผสมของโลหะคลื่นไมโครเวฟไม่สามารถทะลุผ่านภาชนะดังกล่าวได้ อาหารที่อยู่ภายในก็จะไม่สุก
2. วัสดุที่คลื่นไมโครเวฟทะลุผ่าน (transmission) ได้เช่น วัสดุที่ทำมาจากพอลิเอทิลีน (polyethylene) พอลิสไตรีน (polystyrene) เทฟลอน (teflon) และแก้วโบโรซิลิเกต (borosilicate glass) เป็นต้น

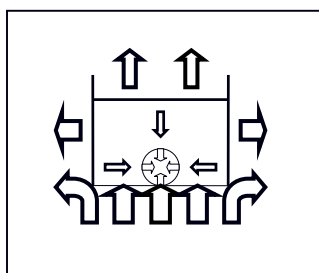
3. วัสดุที่คลื่นไมโครเวฟสามารถทะลุผ่านได้เพียงบางส่วนและถูกดูดซับไว้บางส่วน เช่น น้ำ คอนกรีตเหลว และสารละลายที่มีน้ำเป็นตัวทำละลาย เป็นต้น



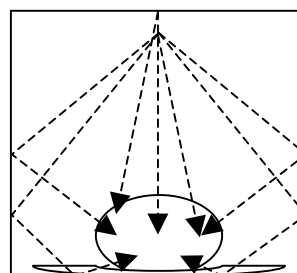
ภาพประกอบ 8 การตอบสนองของวัสดุเนื่องจากคลื่นไมโครเวฟ
ที่มา ชนากร พิระพันธ์, 2544 : 16

หลักการให้ความร้อน

การอบด้วยความร้อนแบบต่างๆ ไป วัสดุจะได้รับพลังงานความร้อนจากขดลวดไฟฟ้า โดยการถ่ายเทความร้อน คือการนำ (conduction) การพา (convection) และการแผ่รังสี (radiation) แต่สำหรับการอบด้วยเตาไมโครเวฟ วัสดุจะได้รับพลังงานความร้อนในระดับโมเลกุลโดยตรง ดังแสดงในภาพประกอบ 9



การให้ความร้อนแบบธรรมชาติ



การให้ความร้อนด้วยเตาไมโครเวฟ

ภาพประกอบ 9 การให้ความร้อนแบบธรรมชาติและการให้ความร้อนด้วยเตาไมโครเวฟ
ที่มา (<http://www.dss.go.th>)

ไมโครเวฟสามารถใช้เป็นแหล่งพลังงานเพื่อให้ความร้อนแก่วัสดุได้ เมื่อไมโครเวฟทะลุผ่านเข้าไปในวัสดุไดอิเล็กทริก (dielectric material) ความสามารถในการดูดซับพลังงานของวัสดุแต่ละชนิดขึ้นอยู่กับปัจจัยการสูญเสีย (loss factor) และค่าคงตัวไดอิเล็กทริก (dielectric constant) ของวัสดุนั้นๆ ซึ่งค่านี้เป็นส่วนจินตภาพและส่วนจริงของค่าสภาพยอมเชิงซ้อนสัมพัทธ์ (relative complex permittivity) ตามลำดับ โดยค่านี้จะบ่งบอกคุณลักษณะเฉพาะของวัสดุที่มีต่อสนามแม่เหล็กที่มากกระทำ

ค่าสภาพยอมเชิงซ้อนสัมพัทธ์ของวัสดุ (ϵ_r) ประกอบด้วยค่าส่วนจริง ที่เรียกว่าค่าคงตัวไดอิเล็กทริก (ϵ_r') และค่าส่วนที่เป็นจินตภาพ ที่เรียกว่าค่าประกอบการสูญเสีย (ϵ_r'') ดังแสดงในสมการ (2) และ (3)

$$\epsilon_r = \epsilon_r' + \epsilon_r'' \quad (2)$$

และค่าแทนเจนต์ของการสูญเสียหรือ $\tan\delta$ สามารถเขียนได้ดังนี้

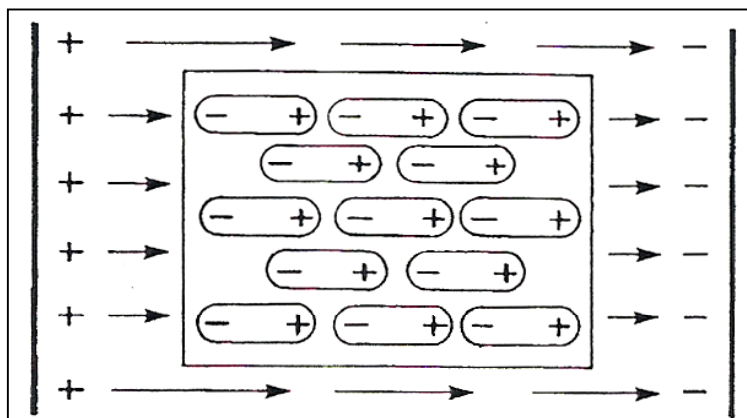
$$\tan\delta = \epsilon_r'' / \epsilon_r' \quad (3)$$

โดยทั่วไปวัสดุสามารถดูดซับพลังงานไมโครเวฟทำให้เกิดความร้อนขึ้นภายในปริมาตรของวัสดุได้ โดยการนำของไอออน (ionic conduction) และ/หรือการหมุนของสารประกอบที่มีสองขั้ว การนำของไอออนเป็นการเคลื่อนที่ในสารละลายเมื่อมีสนามแม่เหล็กไฟฟ้ามากกระทำ ทำให้มีการต่อต้านการเคลื่อนที่ดังกล่าว อันเนื่องมาจากแรงเสียดทานก่อให้เกิดความร้อนขึ้นภายในวัสดุ ปัจจัยที่มีผลต่อกระบวนการนี้คือ ความสามารถในการเคลื่อนที่ของไอออนและอุณหภูมิของสารละลาย เป็นต้น ส่วนการหมุนของสารประกอบที่มีสองขั้ว เป็นการจัดเรียงตัวของโมเลกุล ในวัสดุที่มีไดโพลโมเมนต์แบบถาวร (permanent dipole moment) หรือเกิดจากการเหนี่ยวนำเมื่อมีสนามแม่เหล็กมากกระทำ การต่อต้านการจัดเรียงตัวหรือการเคลื่อนที่ของโมเลกุลดังกล่าว จะก่อให้เกิดความร้อนขึ้นภายในวัสดุเช่นเดียวกัน

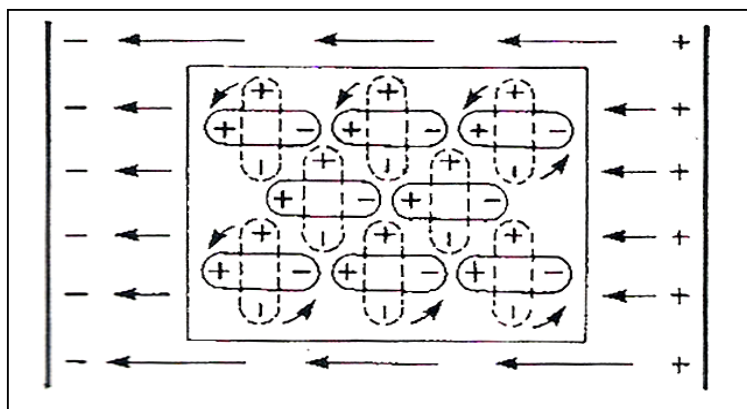
การเปลี่ยนขั้วไฟฟ้าของโมเลกุลในสนามไฟฟ้า (สุรพล สุธีระเวชช์, 2541 : 36-39)

สสารทุกชนิดจะประกอบด้วยอะตอม เมื่ออะตอมมาชิดเกาะกันเป็นกลุ่มเรียกว่าโมเลกุล (molecules) โมเลกุลของสสารส่วนใหญ่จะไม่เป็นกลางทางไฟฟ้า เมื่อให้สนามไฟฟ้าซึ่งมีทั้งขั้วบวกและลบแก่โมเลกุลของสสาร โมเลกุลจะจัดเรียงโมเลกุลใหม่ตามสนามไฟฟ้า โดยข้างที่มีขั้วบวกจะหันไปทางขั้วลบของสนามไฟฟ้า ดังแสดงในภาพประกอบ 10 และ 11 เมื่อพิจารณาโมเลกุลของสสารในการกลับตัวไปมาตามความถี่ของคลื่นไมโครเวฟที่ใช้ เช่น 2,450 MHz พบว่าโมเลกุลจะกลับตัวในช่วงคลื่นไมโครเวฟช่วงบวกเข้ามา 2,450 ล้านครั้งต่อวินาที และเมื่อช่วงลบไมโครเวฟเข้า

มาโมเลกุลจะกลับตัวอีกครั้งเป็นจำนวน 2,450 ล้านครั้งต่อวินาที รวมกันแล้วโมเลกุลของสสารจะกลับตัวถึง 4,900 ครั้งต่อวินาที ทำให้เกิดการชนกัน เสียดสีกัน เกิดความฟืด ในที่สุดเกิดเป็นความร้อน และเนื่องจากโมเลกุลอยู่ในสสาร ดังนั้นจึงเกิดความร้อนจากภายในโมเลกุล แล้วค่อยส่งความร้อนออกมาด้านนอก



ภาพประกอบ 10 โมเลกุลจัดเรียงตัวตามสนามไฟฟ้า
ที่มา สุรพล สุธีระเวชช์, 2541 : 38



ภาพประกอบ 11 โมเลกุลกลับตัวไปมาตามสนามไฟฟ้าอย่างรวดเร็ว
ที่มา สุรพล สุธีระเวชช์, 2541 : 38

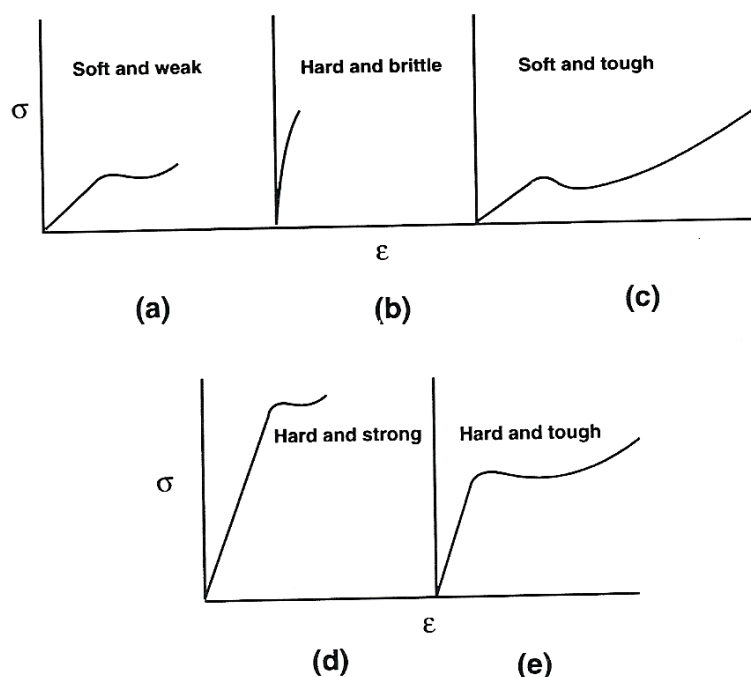
การทดสอบสมบัติเชิงกลของพอลิเมอร์

สมบัติเชิงกลเป็นสมบัติที่สำคัญของพอลิเมอร์ เพราะเป็นสมบัติที่แสดงถึงพฤติกรรมของวัสดุในการตอบสนองต่อแรงภายนอกที่กระทำ ไม่ว่าจะเป็นแรงดึง แรงกด หรือแรงกระแทก เมื่อวัสดุได้รับแรงกระทำ วัสดุจะพยายามปรับตัวเพื่อผ่อนคลายความกดดัน โดยการเปลี่ยนแปลงรูปร่าง จนถึงขีดหนึ่งที่ไม่สามารถรับแรงได้อีกต่อไป วัสดุนั้นจะขาดหรือแตกออก เนื่องจากการใช้งานของวัสดุมักจะเกี่ยวข้องกับารรับแรง ดังนั้นในการเลือกวัสดุสำหรับใช้งานในด้านต่างๆ มักจะพิจารณาถึงสมบัติเชิงกล เช่น การทนต่อแรงดึง มอดูลัสยืดหยุ่น การยืด และการทนต่อแรงกระแทก เป็นต้น

1. การทดสอบแรงดึง (Tensile Tests) (Nielsen, 1962 : 3)

การทดสอบแบบดึงยืด เป็นการวัดความสามารถของวัสดุที่ทนต่อแรงที่ดึงวัสดุและระยะที่วัสดุนั้นยืดออกได้ก่อนขาด การทนต่อแรงดึง ระยะยืด รวมทั้งมอดูลัสที่เกิดจากแรงดึง เป็นสิ่งสำคัญที่ชี้ถึงความแข็งแรงของวัสดุและใช้ในการระบุสมบัติของพอลิเมอร์

ความสัมพันธ์ระหว่างแรงดึง และความสามารถในการยืดของวัสดุใดๆ แสดงในรูปกราฟที่เรียกว่า เส้นโค้งความเค้น-ความเครียด (stress-strain curve) ดังแสดงในภาพประกอบ 12



ภาพประกอบ 12 ความสัมพันธ์เส้นโค้งความเค้น-ความเครียดของวัสดุที่มีสมบัติต่างกัน
ที่มา Grulke, 1994 : 318

Stress (σ) คือ ความเค้น หรือแรงที่กระทำต่อหนึ่งหน่วยพื้นที่ ซึ่งคำนวณได้โดยตรง จากค่าของแรง (F) หารด้วยพื้นที่ของวัสดุที่ตั้งฉากกับทิศของแรงนั้น (A) ตามสมการ (4)

$$\sigma = F/A \quad (4)$$

Stress จึงมีหน่วยเป็น N/m^2 หรือ Pascal (Pa) ใน SI units

Strain (ϵ) คือ ความเครียด เป็นการเปลี่ยนแปลงขนาดและรูปร่างของวัสดุเมื่อมีแรงกระทำจากภายนอก คำนวณได้ดังนี้

$$\epsilon = (L-L_0) / L_0 \quad (5)$$

เมื่อ L_0 และ L คือ ความยาวก่อนและหลังที่ได้รับแรงกระทำ ตามลำดับ

Strain อาจเขียนในรูปของ percentage strain หรือ % elongation หรือ extension ดังนี้

$$\text{Percentage strain} = (\Delta L/L_0) \times 100 \% \quad (6)$$

$$\text{เมื่อ } \Delta L = L - L_0$$

เปอร์เซ็นต์การยืดสูงสุดของวัสดุก่อนขาด หรือแตกออก เรียกว่าเปอร์เซ็นต์การยืด ณ จุดขาด (elongation at break)

การทนต่อแรงดึง (tensile strength) หรือความแข็งแรงสูงสุด (ultimate strength) คือความเค้นแรงดึงสูงสุดที่ตัวอย่างได้รับในระหว่างการดึง ถ้าที่จุดคราก (yield point) มีค่าความเค้นสูงสุด เรียกว่าค่าการทนต่อแรงดึง ณ จุดคราก (tensile strength at yield) แต่ถ้าที่จุดขาดมีค่าความเค้นสูงสุด เรียกว่าค่าการทนต่อแรงดึง ณ จุดขาด (tensile strength at break)

มอดูลัสแบบยืดหยุ่น (elastic modulus, E) หรือมอดูลัสของยัง (Young's modulus) หรือมอดูลัสของสภาพยืดหยุ่น (modulus of elastic) เป็นอัตราส่วนระหว่างความเค้นกับความเครียด ดังนี้

$$E = \sigma/\epsilon \quad (7)$$

เมื่อ E = โมดูลัสแบบยืดหยุ่น

σ = ความเค้น

ϵ = ความเครียด

โมดูลัสแบบยืดหยุ่นแสดงในรูปของแรงต่อพื้นที่ มีหน่วยเป็น MPa หาได้จากความชันของเส้นสัมผัสกราฟระหว่างความเค้นกับความเครียดในช่วงแรก (initial modulus)

จากภาพประกอบ 12 แสดงพฤติกรรมเชิงกลของพอลิเมอร์ในลักษณะต่างๆ เช่น : อ่อน (soft), แข็ง (hard), อ่อนแอ (weak), แข็งแรง (strong), เปราะ (brittle) และเหนียว (tough) ดังคำอธิบายข้างล่างนี้ (Nielsen, 1962 : 101)

soft	หมายถึง กราฟความชันน้อย ใช้แรงน้อย ยืดไปได้มาก
hard	หมายถึง กราฟความชันสูง ใช้แรงมาก แต่ยืดไปได้น้อย
weak	หมายถึง ขาดที่ stress ต่ำ
strong	หมายถึง ขาดที่ stress สูง หรือต้องใช้แรงมากในการทำให้ขาด
brittle	หมายถึง เปราะ แตกหักง่าย ขาดที่ระยะยืดน้อยๆ
tough	หมายถึง เหนียว ซึ่งแสดงด้วยปริมาณพื้นที่ใต้กราฟคือต้องใช้พลังงานมากในการทำให้วัสดุนั้นขาด

2. การทดสอบการต้านแรงกระแทก (Impact Resistance Tests) (มณฑล นายอรุณ : 156)

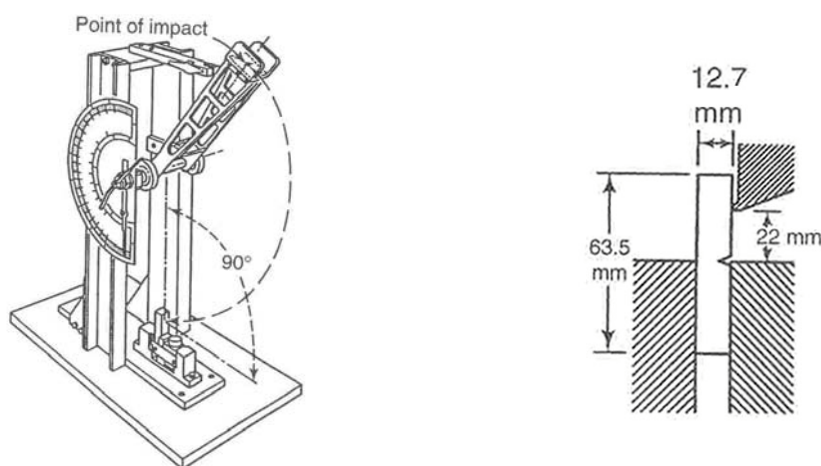
การทดสอบการต้านแรงกระแทกเป็นการทดสอบโดยให้แรงกระทำต่อชิ้นทดสอบอย่างเฉียบพลัน หากชิ้นทดสอบมีความทนทานต่อแรงกระทำสูงกว่าแรงที่ได้รับ ชิ้นทดสอบก็จะไม่เกิดการแตกหัก แต่หากชิ้นทดสอบมีความทนทานต่อแรงกระทำต่ำกว่า ชิ้นทดสอบก็จะเกิดการแตกหัก การศึกษา impact strength เป็นการศึกษาในเชิงพลังงาน ความสามารถในการกระจายตัวของพลังงานที่ได้รับหรือการสะสมพลังงาน ณ บริเวณใดบริเวณหนึ่งซึ่งเป็นจุดอ่อนแอที่สุด

การทดสอบ Impact Strength แบบพื้นฐานมี 2 ลักษณะ คือ

1. การทดสอบชนิด Izod เป็นการทดสอบในลักษณะที่ชิ้นทดสอบถูกยึดปลายด้านหนึ่งไว้ในแนวตั้ง โดยชิ้นทดสอบจะได้รับแรงกระทบในด้านที่มีรอยบาก ดังแสดงในภาพประกอบ 13 ซึ่งรอยบากอาจจะเป็นแบบเหลี่ยมหรือแบบมน และมีความลึกประมาณหนึ่งในสามของด้านที่จะทำการบาก ที่บริเวณกึ่งกลางชิ้นทดสอบ

2. การทดสอบชนิด Charpy เป็นการทดสอบในลักษณะที่ชิ้นทดสอบวางไว้ในแนวนอนอย่างอิสระ โดยชิ้นทดสอบจะได้รับแรงกระทบในด้านตรงข้ามกับรอยบาก

ชุดทดสอบแรงกระแทกประกอบด้วยส่วนสำคัญ 2 ส่วนคือ หัวค้อนฟาดกระแทกและฐานเพื่อวางชิ้นทดสอบ หัวค้อนฟาดกระแทกจะมีหลายขนาดซึ่งสัมพันธ์กับค่าพลังงานที่ต้องการทดสอบและจะถูกตรึงไว้ด้วยมุมมองศาที่สัมพันธ์กับค่าพลังงานที่ต้องการทดสอบเช่นกัน เมื่อหัวค้อนถูกปล่อยลงมาและเกิดการฟาดกระแทกกับชิ้นทดสอบ พลังงานส่วนหนึ่งจะถูกชิ้นทดสอบดูดซับไว้ ดังนั้นมุมมองศาที่หัวค้อนจะเหวี่ยงเลยไปย่อมมีค่ามุมที่เปลี่ยนไปจากค่าเริ่มต้น ค่าพลังงานที่สูญเสียไปสามารถคำนวณค่าได้โดยการเทียบเคียงจากขนาดหัวค้อน ตำแหน่งปล่อยหัวค้อนและตำแหน่งที่บันทึกได้หลังการฟาดกระแทก ซึ่งก็จะเท่ากับค่าพลังงานที่ชิ้นงานดูดซับไว้นั่นเอง



ภาพประกอบ 13 การวางชิ้นทดสอบแบบ Izod

ที่มา Grulke, 1994 : 425

สำหรับในงานวิจัยนี้จะทดสอบการกระแทกแบบ Izod โดยการตีชิ้นทดสอบเพียงครั้งเดียวด้วยค้อนเหวี่ยงให้หักภายใต้ภาวะที่กำหนด โดยบากชิ้นทดสอบเป็นรูปตัววี มีขนาดและลักษณะกำหนดตามมาตรฐาน จับชิ้นทดสอบให้อยู่ในแนวตั้ง การจับชิ้นทดสอบจะจับเพียงปลายด้านเดียวเท่านั้น บันทึกพลังงานที่ทำให้ชิ้นทดสอบแตกหักแล้วคำนวณพลังงานต่อพื้นที่ ตามสมการดังนี้

$$a = \frac{w}{b * h} \quad (8)$$

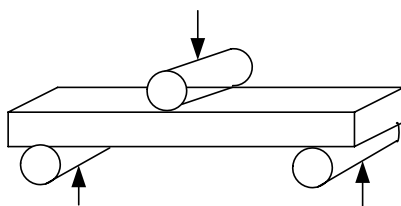
- a = การต้านแรงกระแทก มีหน่วยเป็น kJ/m^2
 w = พลังงานที่วัสดุดูดซับไว้ มีหน่วยเป็น kJ
 b = ความกว้างของชิ้นทดสอบ มีหน่วยเป็น m
 h = ความหนาของชิ้นทดสอบ มีหน่วยเป็น m

3. การทดสอบการดัดโค้ง (Flexural Test)

ใช้น้ำหนักกดตรงกลางของวัสดุที่มีรูปร่างสี่เหลี่ยมผืนผ้า ซึ่งวางบนฐานรอง (support) ดังแสดงในภาพประกอบ 14 จนชิ้นทดสอบหัก น้ำหนักที่ใช้กดนั้นเรียกว่า ความแข็งแรงดัดโค้ง (flexural strength)

$$\text{Flexural strength (S)} = \frac{3WL}{2bd^2} \quad (9)$$

- เมื่อ S = หน่วยกำลังดัดขวาง
 W = น้ำหนักสูงสุดเมื่อวัสดุหัก
 L = ระยะทางระหว่างฐานรองทั้งสอง
 b = ความกว้างของคาน
 d = ความหนา



ภาพประกอบ 14 ลักษณะการทดสอบการดัดโค้งแบบ 3 point bending
 ที่มา ASTM D790

4. การวิเคราะห์ทางกลศาสตร์ความร้อนเชิงพลศาสตร์ (Dynamic Mechanical Thermal Analysis, DMTA)

DMTA เป็นเทคนิคที่ศึกษาลักษณะเฉพาะของวัสดุที่มีสมบัติเป็นวิสโคอีลาสติก ซึ่งเกิดจากการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิ หรือความถี่ของวัสดุภายใต้แรงกระทำซ้ำ ๆ กัน (periodic stress)

(Sanadi, *et al.*, 1999) การตอบสนองของวัสดุสามารถแยกได้เป็น 2 ส่วน คือส่วนที่ยืดหยุ่น (elastic) และส่วนที่เป็นของเหลวหนืด (viscous liquid) ส่วนที่ยืดหยุ่นจะเกี่ยวข้องกับพลังงานที่เก็บสะสมไว้ในระบบ ในขณะที่ส่วนที่เป็นของเหลวหนืดจะเกี่ยวข้องกับพลังงานที่กระจายออกมาในรูปของความร้อน (energy dissipated หรือ damping) วัสดุที่มีความยืดหยุ่นสมบูรณ์ เช่นสปริงแข็ง (steel spring) หรือยางรัดของ (rubber band) จะไม่มีการ damping โดยจะเก็บพลังงานในรูปพลังงานศักย์ (potential energy) และเมื่อวัสดุนั้นถูกยืดออก พลังงานศักย์จะถูกเปลี่ยนเป็นพลังงานจลน์ แต่เมื่อนำแรงออกวัสดุจะคืนกลับเป็นรูปร่างเดิมทันที ส่วนของเหลวหนืด พลังงานทั้งหมดจะถูกใช้ในการเปลี่ยนรูป (deformed) เป็นพลังงานความร้อน ทำให้เกิดการ damping ดังนั้นของเหลวหนืดจึงไม่สามารถเก็บพลังงานศักย์ไว้ได้เหมือนกับสปริง การ damping จะเกี่ยวข้องกับการหมุนของโมเลกุล (molecular motion) ในสถานะที่เป็นของแข็ง ซึ่งมีความสำคัญต่อการวัดสมบัติเชิงกลของพอลิเมอร์ วัสดุที่มีค่า damping สูง แสดงว่าพลังงานถูกเปลี่ยนไปในรูปความร้อนมาก ซึ่งจะเกี่ยวข้องกับการเคลื่อนที่ในบางส่วนของสายโซ่โมเลกุลบริเวณใกล้ๆ อุณหภูมิ T_g

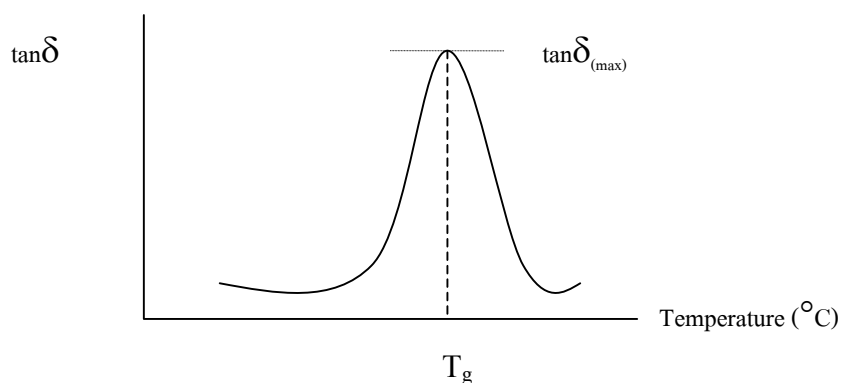
บริเวณอุณหภูมิตำแหน่ง $\tan\delta_{(max)}$ จะเป็นตัวแปรที่แสดงถึงความหนาแน่นของการเชื่อมโยง (crosslink density) ปริมาณสารเติมแต่ง (filler) หรือลักษณะรูปร่างของสารผสม (blend morphology) ซึ่งเป็นช่วงที่มีค่ามอดูลัสของการสูญเสีย (loss modulus, E'') มาก

บริเวณอุณหภูมิต่ำกว่า T_g จะมีการ damping น้อยมาก พลังงานเกือบทั้งหมดที่เก็บอยู่ในวัสดุจะคืนรูปร่างอย่างรวดเร็ว เมื่อนำแรงออกเนื่องจากการลื่นไถล (slipping) ของโมเลกุล และเกิดการหมุนของส่วนอื่นๆ ภายในโมเลกุล ในขณะที่บางส่วนเกิดการเคลื่อนที่ บางส่วนของสายโซ่โมเลกุลยังเป็นของแข็งอยู่ (frozen-in) ถ้ายังคงมีการให้ความเค้นเรื่อยๆ ส่วนที่เหลือก็จะค่อยๆ เกิดการเคลื่อนไหว ทำให้พลังงานที่เก็บไว้ค่อยๆ ลดลงเนื่องจากการลดลงของความเค้น ดังนั้นพลังงานส่วนที่เหลือจึงถูกเปลี่ยนไปเป็นพลังงานความร้อน (Nielsen, 1962 : 138-139)

อุณหภูมิกลาสทรานซิชัน (glass transition temperature, T_g) เป็นอุณหภูมิที่พอลิเมอร์บางส่วนเกิดการเคลื่อนไหว ทำให้มีการเปลี่ยนสถานะจากของแข็งคล้ายแก้วเป็นของแข็งคล้ายยาง ที่อุณหภูมิต่ำกว่า T_g พอลิเมอร์จะอยู่ในสถานะคล้ายแก้ว แต่เมื่ออุณหภูมิสูงกว่า T_g พอลิเมอร์จะมีสถานะคล้ายยาง ซึ่งอุณหภูมินี้จะมีความสำคัญต่อการใช้งานของพอลิเมอร์ทุกๆ ไป สมบัติบางประการที่ใช้วัดค่า T_g คือความหนาแน่นของพอลิเมอร์ (polymer density) ความร้อนจำเพาะ (specific heat) และการเปลี่ยนแปลงสมบัติบางอย่างเมื่ออุณหภูมิเปลี่ยนไป เช่นความแข็งแรงเชิงกล สมบัติไดอิเล็กทริก และอัตราการแพร่ของแก๊สหรือของเหลวผ่านพอลิเมอร์ ปัจจัยหลายอย่างที่มีผลต่อ T_g คือโครงสร้างของโมเลกุล ความเป็นผลึก น้ำหนักโมเลกุลของพอลิเมอร์ ประวัติทางความร้อน (thermal history) วิธีการวัด T_g นั้นมีหลายวิธีเช่น DSC (differential scanning calorimeter)

TMA (thermal mechanical analysis) และ DMTA (dynamic mechanical thermal analysis) (Wei, *et al.*, 1993)

สำหรับในงานวิจัยนี้ จะศึกษาตำแหน่งอุณหภูมิสูงสุดของพีก $\tan\delta_{(max)}$ ที่ได้จากการทดสอบด้วยเทคนิค DMTA เป็นตำแหน่งอุณหภูมิ T_g ดังแสดงในภาพประกอบ 15 (Ellis, 1993 : 81-82)



ภาพประกอบ 15 อุณหภูมิ T_g ที่ตำแหน่ง $\tan\delta_{(max)}$
ที่มา Ellis, 1993 : 81-82

1.3 งานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

Jow, *et al.*, 1988.

ได้ทำการศึกษาสมบัติไดอิเล็กทริกของตัวอย่างอีพ็อกซี (diglycidylether of bishenol A, DGEBA) ในขณะที่อบด้วยเตาไมโครเวฟและอบด้วยความร้อน โดยมีสารทำให้แข็งกลุ่มเอมีนคือ diaminodiphenyl sulfone (DDS) และใช้เทคนิค Differential Scanning Calorimetry (DSC) หาปริมาณปฏิกิริยาที่เกิดขึ้น เตาไมโครเวฟที่ใช้ในการทดลองความถี่ 2.45 GHz ทดลองที่ระดับกำลัง 5 วัตต์ ใช้ระยะเวลาการอบ 5 - 120 นาที จากการทดลองพบว่าในช่วงแรก ค่าสภาพยอมไฟฟ้า (permittivity) และค่าการสูญเสียไดอิเล็กทริก (dielectric loss factor) ของเรซินเพิ่มขึ้นตามอุณหภูมิและปริมาณการเกิดปฏิกิริยา แล้วลดลงเมื่อมีปริมาณการเกิดปฏิกิริยาเพิ่มขึ้นถึง 40% อธิบายได้ว่าในกระบวนการเกิดปฏิกิริยาจะมีอยู่ 3 ช่วงคือ

ช่วงแรก (first stage) เมื่ออุณหภูมิสูงขึ้นเรื่อยๆ สารตั้งต้นยังเป็นของเหลว (liquid monomer) โมเลกุลมีการหมุนและกลับขั้วมาก ทำให้ค่าการสูญเสียไดอิเล็กทริกเพิ่มขึ้นตามอุณหภูมิ

ช่วงที่สอง (second stage) เกิดเป็นเจล (gel) เมื่ออุณหภูมิเพิ่มขึ้นถึงระดับหนึ่ง

ช่วงที่สาม (third stage) เกิดการเชื่อมโยงกันระหว่างโมเลกุลเป็นโครงสร้างสามมิติ (three dimension network) มีปริมาณปฏิกิริยาเกิดมากขึ้น ความสามารถในการหมุนของโมเลกุลลดลง ทำให้ค่าการสูญเสียไดอิเล็กทริกลดลง สรุปได้ว่าค่าการสูญเสียไดอิเล็กทริกของอีพ็อกซีที่อบด้วยเตาไมโครเวฟและเตาอบมีค่าใกล้เคียงกัน และเป็นฟังก์ชันกับปริมาณการเกิดปฏิกิริยา

Wei, *et al.*, 1993.

ได้ศึกษาผลของคลื่นไมโครเวฟ ที่มีต่ออุณหภูมิกลาสทรานสิชัน (glass transition temperature, T_g) ของอีพ็อกซีที่มีเอมีนเป็นสารทำให้แข็ง 2 ชนิด คือ diamino diphenyl sulfone (DDS) และ metaphenylene diamine (mPDA) ที่ได้จากการอบด้วยเตาไมโครเวฟและการอบด้วยเตาอบธรรมดา โดยศึกษาปริมาณการเกิดปฏิกิริยา ด้วยเครื่อง Fourier Transform Infrared Spectroscopy (FTIR) ศึกษาอุณหภูมิ T_g ด้วยเครื่อง DSC จากผลการทดลอง FTIR พบว่าอัตราเร็วและปริมาณการเกิดปฏิกิริยาของตัวอย่างที่ได้จากการอบด้วยเตาไมโครเวฟสูงกว่าการอบด้วยเตาอบ แสดงให้เห็นว่าไมโครเวฟสามารถเพิ่มประสิทธิภาพปฏิกิริยาโพลาริเซชันของอีพ็อกซีเรซิน เมื่อทดลองที่อุณหภูมิเดียวกันการอบด้วยไมโครเวฟจะเพิ่มอัตราเร็วในการเกิดปฏิกิริยา เนื่องจากคลื่นไมโครเวฟจะให้ความร้อนแก่อีพ็อกซีในระดับโมเลกุลโดยตรง ซึ่งสนามแม่เหล็กไฟฟ้า (electromagnetic fields) ที่เกิดขึ้นจะมีผลต่อความเป็นขั้ว (dipolar) ของโมเลกุลอีพ็อกซี ทำให้เกิดการหมุนและสั่นมากขึ้น ส่งผลให้เกิดปฏิกิริยาเร็วขึ้น ส่วนผลจากการวิเคราะห์อุณหภูมิ T_g พบว่าที่ระดับปริมาณการเกิดปฏิกิริยาน้อยๆ อุณหภูมิ T_g ของตัวอย่างที่อบด้วยเตาไมโครเวฟใกล้เคียงกับการอบด้วยเตาอบ แต่เมื่อระดับปริมาณการเกิดปฏิกิริยาสูงขึ้น อุณหภูมิ T_g ของตัวอย่างที่ได้จากการอบด้วยเตาไมโครเวฟจะสูงกว่าการอบด้วยเตาอบ นอกจากนี้ยังพบว่าปริมาณการเกิดปฏิกิริยาจะขึ้นอยู่กับชนิดของสารทำให้แข็งด้วย

Bai and Djafari, 1995.

ได้ทำการศึกษาสมบัติที่ผิว (interfacial properties) ของอีพ็อกซีเส้นใยแก้วคอมโพสิตเปรียบเทียบกับระหว่างการอบด้วยเตาอบและการอบด้วยเตาไมโครเวฟ โดยมีสารทำให้แข็งกลุ่มเอมีน คือ 3-dimethyldicyclohexyl methane (3DCM) ที่ 100 วัตต์ เวลา 20 นาที ความดัน 10 บาร์ การอบด้วยเตาอบที่อุณหภูมิ 140°C เวลา 1.5 ชั่วโมง ความดัน 14 บาร์ ศึกษาอุณหภูมิ T_g ด้วย DSC

ศึกษาสมบัติเชิงกลจากการทดสอบแรงดึง (transverse tensile) และทดสอบการดัดโค้ง (four-point bending) และศึกษาปริมาณฟองอากาศด้วย Scanning Electron Microscope (SEM) จากผล SEM พบว่าตัวอย่างที่อบด้วยเตาไมโครเวฟจะมีฟองอากาศมากกว่าการอบด้วยเตาอบ เนื่องจากการอบด้วยเตาไมโครเวฟจะใช้เวลาในการอบและใช้ความดันน้อยกว่า ส่วนอุณหภูมิ T_g ความแข็งแรงดึง และความแข็งแรงเฉือน ของอีพ็อกซีที่อบด้วยเตาไมโครเวฟมีค่า มากกว่าการอบด้วยเตาอบอย่างมีนัยสำคัญ แสดงว่าการอบด้วยเตาไมโครเวฟจะให้สมบัติเชิงกลดีกว่าการอบด้วยความร้อน เนื่องจากการอบด้วยเตาไมโครเวฟจะทำให้การกระจายความร้อน (thermal gradient) ระหว่างเส้นใยและ อีพ็อกซีเกิดได้ดี

Bai, *et al.*, 1995.

ได้ทำการศึกษาเปรียบเทียบสมบัติเชิงกลของอีพ็อกซีที่อบด้วยเตาไมโครเวฟและอบด้วยเตาอบ โดยใช้สารทำให้แข็งกลุ่มเอมีนคือ 3DCM ไมโครเวฟที่ใช้มีความถี่ 2.500 GHz จากการทดลองพบว่า ตัวอย่างที่อบด้วยเตาไมโครเวฟมีค่าการทนต่อแรงดึง (tensile strength) และค่ามอดูลัสของยัง (Young's modulus) สูงกว่าตัวอย่างที่อบด้วยเตาอบเล็กน้อยคือ ประมาณ 3% และ 0.7% ตามลำดับ เนื่องจากการอบด้วยเตาไมโครเวฟจะทำให้ตัวอย่างมีความเป็นเนื้อเดียวกันได้มากกว่า

Boey, 1995.

ได้ทำการศึกษาผลของความชื้นและความดันที่มีต่อความแข็งแรงเฉือนที่ผิว (interfacial shear strength, ISS) ของอีพ็อกซีเส้นใยแก้วคอมโพสิต ที่อบด้วยเตาไมโครเวฟเปรียบเทียบกับการอบด้วยความร้อน โดยใช้สารทำให้แข็งกลุ่มเอมีนและใช้ไมโครเวฟความถี่ 2.45 GHz ระดับกำลัง 175, 275 และ 500 วัตต์ เวลา 300 วินาที (5 นาที) ส่วนการอบด้วยเตาอบ จะอบที่อุณหภูมิ 120°C เวลา 12 ชั่วโมง ความดัน 30 บาร์ ทดสอบแรงอัด (compression load) เพื่อศึกษาความแข็งแรงเฉือน (shear strength) จากการทดลองพบว่า ตัวอย่างที่อบด้วยเตาไมโครเวฟจะมีความแข็งแรง (strength) และความแข็งแรงดึง (stiffness) สูงกว่าตัวอย่างที่อบด้วยเตาอบ และพบว่าเมื่อปริมาณความชื้นเพิ่มขึ้น ค่าความแข็งแรงเฉือนที่ผิวลดลง ส่วนการเพิ่มความดันในระหว่างการอบจะช่วยลดปริมาณฟองอากาศที่ผิวได้ ซึ่งเพิ่มประสิทธิภาพในการยึดเกาะกันระหว่างผิวของเส้นใยและเมทริกซ์

Jacob, *et al.*, 1995.

ได้ทำการศึกษาอัตราเร็วในการเกิดปฏิกิริยาของ methylmethacrylate (MMA) ที่อบด้วยเตาอบไมโครเวฟเปรียบเทียบกับการอบด้วยความร้อน ใช้ไมโครเวฟความถี่ 2.45 GHz ระดับกำลัง

200, 300, 500 วัตต์ ที่เวลาต่างๆ พร้อมทั้งวัดอุณหภูมิของตัวอย่าง จากการทดลองพบว่าอัตราการเกิดปฏิกิริยาในไมโครเวฟที่ระดับ 200, 300 และ 500 วัตต์ ใกล้เคียงกับการอบด้วยความร้อนที่อุณหภูมิ 69, 78 และ 88°C ตามลำดับ จากการศึกษาปริมาณการเกิดปฏิกิริยา ด้วยเทคนิค FTIR พบว่าการอบด้วยความร้อนทั้งสามอุณหภูมิจะมีปริมาณการเกิดปฏิกิริยาสูงกว่าการอบด้วยเตาไมโครเวฟ ระดับกำลัง 200 และ 300 วัตต์ เนื่องจากอุณหภูมิ T_g ของอีพ็อกซีสูงกว่าอุณหภูมิการเกิดปฏิกิริยา ทำให้ปฏิกิริยาที่เกิดขึ้นถูกจำกัด แต่เมื่อกำลังวัตต์สูงขึ้น (500 วัตต์) ทำให้อุณหภูมิที่เกิดปฏิกิริยาสูงขึ้นเทียบเท่ากับอุณหภูมิที่อบด้วยความร้อนจึงทำให้ปริมาณการเกิดปฏิกิริยาสูงขึ้น

Wei and Hawley, 1995.

ได้ทำการศึกษากลไกการเกิดปฏิกิริยา (cure kinetics) ของอีพ็อกซีโดยมีสารทำให้แข็งกลุ่มเอมีน ระบบ DGEBA/DDS และ DGEBA/mPDA ที่อบด้วยความร้อนและอบด้วยเตาไมโครเวฟ ใช้เทคนิค FTIR ศึกษาปริมาณการเกิดปฏิกิริยา และศึกษาอุณหภูมิ T_g ด้วย Thermal Gravity Analysis (TGA) จากการศึกษาพบว่า DGEBA/mPDA มีอัตราเร็วในการเกิดปฏิกิริยาของเอมีนปฐมภูมิ (primary amine reaction) เท่ากับในช่วงเอมีนทุติยภูมิ (secondary amine reaction) และเกิดปฏิกิริยาอีเทอร์รีฟิเคชันเท่ากันทั้งในการอบด้วยไมโครเวฟและการอบด้วยความร้อน ส่วนระบบ DGEBA/DDS อัตราเร็วในการเกิดปฏิกิริยาของเอมีนปฐมภูมิเร็วกว่าในเอมีนทุติยภูมิ และเกิดปฏิกิริยาอีเทอร์รีฟิเคชันที่อุณหภูมิต่ำๆ ทั้งในการอบด้วยเตาไมโครเวฟและการอบด้วยความร้อน การอบด้วยไมโครเวฟจะลดอัตราเร็วในการเกิดปฏิกิริยาของเอมีนปฐมภูมิกับทุติยภูมิ และปฏิกิริยาของเอมีนในช่วงปฐมภูมิกับปฏิกิริยาอีเทอร์รีฟิเคชัน จากการศึกษาพบว่า การอบด้วยเตาไมโครเวฟใช้เวลาในการเกิดเป็นของแข็ง (vitrification) น้อยกว่าการอบด้วยความร้อน

Boey, *et al.*, 1999.

ได้ทำการศึกษาผลของชนิดของสารทำให้แข็งที่มีต่ออัตราเร็วในการเกิดปฏิกิริยา ของอีพ็อกซีที่อบด้วยเตาไมโครเวฟเปรียบเทียบกับ การอบด้วยเตาอบ โดยใช้สารทำให้แข็งกลุ่มเอมีน 3 ชนิด คือ diamino diphenyl sulfone (DDS), diamino diphenyl methane (DDM) และ meta-phenylene diamine (mPDA) ในการอบด้วยเตาอบจะศึกษาปริมาณการคายความร้อนเพื่อคำนวณหาปริมาณการเกิดปฏิกิริยาด้วยเทคนิค DSC ส่วนการอบด้วยเตาไมโครเวฟจะใช้ความถี่ 2.45 GHz ระดับกำลัง 200, 300, 400, 500 และ 600 วัตต์ จากการทดลองพบว่า ชนิดของสารทำให้แข็งมีผลต่อปริมาณการเกิดปฏิกิริยา โดยพบว่าปริมาณการเกิดปฏิกิริยาของ DGEBA/DDS จะต่ำเมื่ออบด้วยเตาไมโครเวฟที่ระดับระดับกำลังวัตต์ต่ำๆ เป็นผลเนื่องมาจาก DDS ไม่ว่องไว (sluggish) ต่อการทำ

ปฏิกิริยา เนื่องจากเกิดการปิดกั้น (entrapment) ของหมู่ฟังก์ชัน ส่วน DDM และ mPDA จะมีความว่องไวในการทำปฏิกิริยา ทำให้ใช้เวลาเพื่อให้เกิดปฏิกิริยาสมบูรณ์ (full curing time) เร็วกว่า DDS

Yarlagadda and Cheok, 1999.

ได้ทำการศึกษาการอบกาวอีพ็อกซีด้วยเตาไมโครเวฟ ความถี่ 2.45 GHz ระดับกำลัง 300, 450 และ 600 วัตต์ และใช้อินฟราเรดเทอร์โมมิเตอร์ (infrared thermometer) เป็นตัววัดอุณหภูมิของกาวในระหว่างการอบด้วยเตาไมโครเวฟ จากการทดลองพบว่า ความแข็งแรงของการยึดเกาะ (bond strength) ของกาวที่อบด้วยเตาไมโครเวฟสูงกว่ากาวที่เกิดปฏิกิริยาที่อุณหภูมิห้อง (ambient cure)

Alazard, *et al.*, 2003.

ได้ทำการศึกษาการอบอีพ็อกซีซึ่งมีสารทำให้แข็งกลุ่มเอมีนระบบ DGEBA/DDM ด้วยไมโครเวฟความถี่ 2.45 GHz ใช้เทคนิค DSC ศึกษาอุณหภูมิ T_g จากการทดลองพบว่า T_g ของตัวอย่างที่อบด้วยเตาไมโครเวฟใกล้เคียงกับการอบด้วยความร้อน นอกจากนี้ยังพบว่าค่ามอดูลัสของความยืดหยุ่น (elasticity modulus) ที่ได้จากการทดสอบแบบอัด (compression) มีค่าใกล้เคียงกัน (ประมาณ 3 GPa) ซึ่งอธิบายได้ว่า พลังงานจากไมโครเวฟไม่มีผลต่อโครงสร้างสามมิติของอีพ็อกซีเรซิน แต่จะมีความแตกต่างกันในส่วนของการเกิดความร้อน คือการอบด้วยเตาไมโครเวฟ ความร้อนเกิดจากการหมุนของขั้วอยู่ในทิศของสนามแม่เหล็กไฟฟ้า ในขณะที่การอบด้วยเตาอบความร้อนเกิดจากแหล่งความร้อนภายนอก ซึ่งทำให้เกิดการหมุนของขั้วเป็นแบบสุ่ม (random)

Zhou, *et al.*, 2003.

ได้ทำการศึกษาเปรียบเทียบสมบัติเชิงกลของอีพ็อกซีเรซินที่อบด้วยเตาไมโครเวฟเปรียบเทียบกับที่อบด้วยความร้อน โดยใช้สารทำให้แข็งคือ maleic anhydride (MA) ที่ปริมาณสัดส่วนต่างๆ คือ 25, 30, 35 และ 40% โดยน้ำหนักเรซิน และไมโครเวฟที่ใช้มีความถี่ 2.45 GHz จากการทดลองพบว่า การอบด้วยเตาไมโครเวฟมีข้อได้เปรียบหลายประการเช่น

(1) ที่ปริมาณสารทำให้แข็งเท่ากัน ความแข็งแรงอัด (compressive strength) ของตัวอย่างที่อบด้วยเตาไมโครเวฟมีค่าสูงกว่าการอบด้วยความร้อน

(2) ความแข็งแรงต่อการดัดโค้ง (bending strength) มีค่ามากที่สุดที่ปริมาณตัวเร่ง 30% สำหรับการอบด้วยเตาไมโครเวฟ ส่วนการอบด้วยความร้อนพบว่า ที่ปริมาณตัวเร่ง 30 และ 40% จะไม่สามารถวัดค่าได้ เนื่องจากตัวอย่างจะแตกอย่างรวดเร็ว แต่สามารถวัดที่ปริมาณตัวเร่ง 35% และ

มีค่าน้อยกว่าการอบด้วยเตาไมโครเวฟ ซึ่งอธิบายได้ว่าการอบด้วยเตาไมโครเวฟจะมีค่าความแข็งแรงดัดโค้งสูงกว่าการอบด้วยความร้อน

(3) อุณหภูมิของตัวอย่างที่อบด้วยความร้อนสูงกว่าการอบด้วยเตาไมโครเวฟ ประมาณ 15-20°C

(4) เวลาที่ใช้ในการทำปฏิกิริยา (curing time) ของการอบด้วยความร้อนนานกว่าการอบด้วยเตาไมโครเวฟประมาณ 3 เท่า แสดงว่าการอบด้วยเตาไมโครเวฟใช้เวลาในการอบสั้นกว่าการอบด้วยความร้อน

จากผลการทดลองสามารถอธิบายได้ว่าการอบด้วยเตาไมโครเวฟ อีพ็อกซีจะเกิดการโพลาริเซชันของอะตอม มีการกระจายพลังงานที่ดูดซับ ทำให้เกิดความร้อนขึ้นภายในโมเลกุลของอีพ็อกซีเรซิน ดังนั้นการอบด้วยไมโครเวฟจึงใช้เวลาการอบน้อยกว่า และมีความเป็นเนื้อเดียวกัน (homogeneous) มากกว่าการอบด้วยความร้อน และนอกจากนี้ยังพบว่า การอบด้วยเตาไมโครเวฟจะไม่ทำให้เกิดความร้อนส่วนเกิน (overheat) ที่บริเวณผิวหน้า ที่เวลาการอบเท่ากัน การอบด้วยเตาไมโครเวฟจะเกิดการพอลิเมอร์ไรเซชันของอีพ็อกซีทำให้การจัดเรียงตัวของโมเลกุล (molecule packing) แน่นขึ้น นอกจากนี้ยังพบว่าที่เวลาการอบเท่ากัน การอบด้วยเตาไมโครเวฟจะลดปริมาตรทำให้แข็ง ลดอุณหภูมิการเกิดปฏิกิริยา เนื่องจากความถี่ของไมโครเวฟใกล้เคียงกับความถี่ที่ใช้ในการหมุนของโมเลกุล ทำให้เกิดการเปลี่ยนแปลงการหมุนของพันธะเดี่ยว (conformation) ภายในโมเลกุล

Zhou and Hawley, 2003.

ได้ทำการศึกษาเวลาการเกิดพันธะที่มีต่อความแข็งแรงแรงเฉือน (shear strength) ของกาวอีพ็อกซีที่อบด้วยเตาไมโครเวฟเปรียบเทียบกับ การอบด้วยความร้อน โดยไมโครเวฟความถี่ 2.45 GHz ซึ่งศึกษาจากตัวอย่าง 2 ระบบคือ

(1) กาวอีพ็อกซีระบบ Eccobond A 401-37/Bexloy ที่อบด้วยเตาไมโครเวฟ (microwave bonding) อุณหภูมิ 120°C เวลา 20 นาที มีค่า shear strength และการยึดเกาะระหว่างกาวกับพื้นผิวสูงกว่ากาวที่อบด้วยความร้อน (thermal bonding) อุณหภูมิ 120°C เวลา 100 นาที

(2) กาวอีพ็อกซีระบบ Eccobond A401-37/SurlynSD201U ที่อบด้วยเตาไมโครเวฟ อุณหภูมิ 100°C เวลา 51 นาที ค่า shear strength ใกล้เคียงกับการอบด้วยความร้อนอุณหภูมิ 120°C เวลา 100 นาที

การศึกษาพบว่า กาวที่อบด้วยเตาไมโครเวฟสามารถลดเวลาการเกิดพันธะ (bonding time) เพิ่มอัตราเร็วในการเกิดปฏิกิริยา เนื่องจากการอบด้วยเตาไมโครเวฟมีกลไกการเกิดความร้อน

เฉพาะที่ (local superheat) จากหมู่ฟังก์ชันของกาว ซึ่งหมู่ฟังก์ชันนี้จะเป็นตัวดูดซับความร้อนจากไมโครเวฟ แล้วส่งผ่านไปยังสายโซ่โมเลกุล ดังนั้นความร้อนที่ตำแหน่งของหมู่ฟังก์ชันจะสูงกว่าตำแหน่งอื่นๆ ในโมเลกุล

Cukierman, *et al.*, 1991.

ศึกษาการวิเคราะห์ทางกลศาสตร์ความร้อนเชิงพลศาสตร์ (dynamic mechanical thermal analysis, DMTA) ของอีพ็อกซีเชื่อมโยงในสถานะคล้ายแก้ว (glassy state) โดยใช้สารทำให้แข็งกลุ่มเอมีน 3 ชนิดคือ

(1) กลุ่มที่มีโครงสร้างของการเชื่อมโยงแบบแน่น (densely crosslinked networks) คือ DDM และ HMDA (hexamethylene diamine)

(2) กลุ่มที่มีโครงสร้างของการเชื่อมโยงแบบหลวมๆ (loosely crosslinked networks) คือ DDM/AN (aniline) และ HMDA/HA (hehyl amine)

(3) กลุ่มที่ไม่มีมีการเชื่อมโยง (uncrosslinked material) คือ AN และ HA

ทดสอบ DMTA ความถี่ 1–3 Hz อุณหภูมิ 123–350 K (-150–77°C) ศึกษาความหนาแน่นของการเชื่อมโยง (crosslink density) ของไนโตรเจนอะลิฟาติกเอมีน (aliphatic amine) ซึ่งมีความยืดหยุ่นมากและอะโรมาติกเอมีน (aromatic amine) ซึ่งมีความแข็งแรงมาก

จากการทดลองหาค่า activation energy (E_a) ตามสมการของ Arrhenius พบว่า E_a จะขึ้นอยู่กับความยืดหยุ่นของสายโซ่ (chain flexibility) นอกจากนี้สามารถคำนวณค่า activation enthalpy (ΔH^\ddagger) และ activation entropy (ΔS^\ddagger) พบว่ามีค่าแตกต่างกันเล็กน้อย ซึ่งจะขึ้นอยู่กับลักษณะเฉพาะของโครงสร้างการเชื่อมโยง โดยพบว่า ΔS^\ddagger เกี่ยวข้องกับการจัดเรียงตัว (rearrangement) และการหมุนของโมเลกุล (local motion) ΔS^\ddagger จะลดลงเมื่อหนาแน่นของการเชื่อมโยงลดลง และ ΔS^\ddagger ของ DDM สูงกว่า HMDA เนื่องจากมีความสามารถในการหมุนน้อยกว่า

Dyakonov, *et al.*, 1996.

ได้ศึกษาผลของอัตราส่วนปริมาณสัมพันธ์ที่พอดี (stoichiometrically balanced) และความหนาแน่นของการเชื่อมโยง ของอีพ็อกซีที่มีสารทำให้แข็ง 2 ชนิด คือ aniline ซึ่งมีหมู่ฟังก์ชันนอลกรุป 2 กลุ่ม (difunctional amine) และ mPDA ซึ่งมีหมู่ฟังก์ชันนอลกรุป 4 กลุ่ม (tetrafunctional amine) ดังนี้

โดยใช้เทคนิคการวิเคราะห์หลายอย่างเช่น FTIR, DSC, DMA และ NMR ในที่นี้จะขอกล่าวรายละเอียดเฉพาะการวิเคราะห์ด้วย DMA ซึ่งจะศึกษาถึงการเปลี่ยนแปลงทางความร้อน

(thermal transition) ของอีพ็อกซีเรซิ่นจาก shear storage (G'), loss modulus (G'') และ loss tangent ($\tan\delta$) ที่ความถี่ต่างๆ คือ 0.3, 1, 5, 10, 20 Hz แล้วคำนวณค่าพลังงานกระตุ้น (activation energy, E_a) พลังงานความร้อน (activation enthalpy, ΔH^\ddagger) และความไม่เป็นระเบียบ (activation entropy, ΔS^\ddagger) ตามความสัมพันธ์ของ Arrhenius และ Eyring

(1) คำนวณ activation energy (E_a) จากความชัน $m = E_a/R$ ที่เกิดจากการพล็อตกราฟความสัมพันธ์ระหว่าง $\ln(f)$ และ $1/T_g$ ตามสมการดังนี้

$$\ln(f) = \ln A - (E_a/R) \cdot 1/T_g$$

เมื่อ f = ความถี่ที่ทดสอบ

$$1/T_g = \text{ส่วนกลับของอุณหภูมิที่ตำแหน่ง } \tan\delta_{(\max)} \text{ หรืออุณหภูมิ } T_g$$

(2) คำนวณ activation enthalpy (ΔH^\ddagger) จากความชัน $m = (\Delta H^\ddagger/R)$ ที่เกิดจากการพล็อตกราฟความสัมพันธ์ระหว่าง $\ln(f/T_g)$ และ $1/T_g$ ตามสมการดังนี้

$$\ln(f/T_g) = \ln(k/2\pi h) - (\Delta H^\ddagger/R) \cdot 1/T_g - \Delta S^\ddagger/R$$

เมื่อ R = ค่าคงที่ของแก๊ส (Gas constant = 8.314 J/K mol)

$$k = \text{ค่าคงที่ของโบลทซ์แมน (Boltzman constant = } 1.38 \times 10^{-23} \text{ J/K)}$$

(3) คำนวณ activation entropy (ΔS^\ddagger) จากจุดตัด (C) ของการพล็อตกราฟระหว่าง $\ln(f/T_g)$ และ $1/T_g$

$$C = \ln(k/2\pi h) - \Delta S^\ddagger/R$$

เมื่อ h = ค่าคงที่ของแพลงค์ (Planck constant = 6.626×10^{-34} Js)

จากการทดลองพบว่า การเปลี่ยนแปลงความหนาแน่นของการเชื่อมโยง ขึ้นอยู่กับชนิดของสารทำให้แข็ง และปริมาณส่วนผสมทางเคมี (chemical composition) พบว่า E_a และ ΔH^\ddagger ที่ได้ทุกๆ การทดลองมีแนวโน้มเหมือนกันและค่าอยู่ในช่วงเดียวกัน (ประมาณ 300-500 kJ/mol) ใน

กรณีตัวอย่างมีสัดส่วนสารทำให้แข็งเป็นไปตามปริมาณสารสัมพันธ์ค่า E_a แตกต่างกันเล็กน้อย ในกรณีตัวอย่างมีสัดส่วนปริมาณสารทำให้แข็งน้อย พบว่าค่า E_a ที่ได้ต่ำกว่าตัวอย่างที่มีปริมาณสารทำให้แข็งมาก เนื่องจากเกิดการเชื่อมโยงกันเองของอีพ็อกซีส่วนที่เหลือจากการทำปฏิกิริยา กลายเป็นพอลิอีเทอร์ ทำโมเลกุลมีความยืดหยุ่น เกิดการเคลื่อนไหวได้ในส่วนบาง ส่วนตัวอย่างที่มีสัดส่วนปริมาณสารทำให้แข็งมากเกินพอ จะเกิดพันธะไฮโดรเจนกันเองภายในโมเลกุล ทำให้มีค่า E_a สูงขึ้น

Laza., *et al.*, 1998.

ได้ศึกษากลไกการเกิดปฏิกิริยาการของอีพ็อกซีเรซินกับสารทำให้แข็งกลุ่มเอมีน คือ triethylente tramine (TETA) ที่ความเข้มข้นต่างๆ (60-160%) ในระหว่างการอบ โดยใช้เทคนิค Thermal Scanning Rheometer (TSR) ศึกษา modulus และ $\tan\delta_{(max)}$ ด้วยเทคนิค DMTA อุณหภูมิตั้งแต่ 30°C อัตราการให้ความร้อน 2°C/นาที ความถี่ 2, 10 และ 30 Hz เพื่อคำนวณ activation energy ($E_a^{\#}$) ตามสมการของอาร์เรเนียส โดยคำนวณค่า $E_a^{\#}$ จากความชันที่ได้จากการพล็อตกราฟระหว่าง $\ln(f)$ และ $1/T_g$ จากผลของ DMTA พบว่า

(1) T_g ซึ่งเป็นอุณหภูมิที่ตำแหน่ง $\tan\delta_{(max)}$ เพิ่มขึ้นตามความถี่ เนื่องจากเมื่อความถี่สูงขึ้นความสามารถในการหมุนของโซ่โมเลกุล (chain mobility) จะมากขึ้น

(2) เมื่อปริมาณของความเข้มข้นของเอมีนเพิ่มขึ้น T_g จะเพิ่มขึ้น ทำให้สมบัติเชิงกลดีขึ้นด้วย และ T_g มีค่าสูงที่สุดเมื่อความเข้มข้นของเอมีน 120% หลังจากนั้น T_g จะลดลง เนื่องจากเอมีนที่เพิ่มขึ้นจะทำให้เกิดช่องว่างภายในโมเลกุล

(4) การศึกษา $E_a^{\#}$ โดยคำนวณตามสมการอาร์เรเนียส พบว่า

- ที่ปริมาณสัดส่วนของเอมีนเท่ากันค่า $E_a^{\#}$ ของอีพ็อกซีที่ผ่านการทำ post cure ที่อุณหภูมิสูงสุด มีค่ามากที่สุด

- ที่อุณหภูมิการทำ post cure เท่ากันค่า $E_a^{\#}$ เพิ่มขึ้นเมื่อปริมาณสัดส่วนของเอมีนเพิ่มขึ้น ซึ่งเป็นผลมาจากการเกิดการเชื่อมโยงมากขึ้น

- สำหรับตัวอย่างที่ไม่ผ่านการทำ post cure ค่า $E_a^{\#}$ จะไม่เพิ่มขึ้น ถึงแม้ว่าปริมาณสัดส่วนของเอมีนเพิ่มมากขึ้นก็ตาม เนื่องจากที่เวลาการอบเท่ากัน ปริมาณการเชื่อมโยงที่สัดส่วนของเอมีนต่างกันเกิดไม่เท่ากัน ดังนั้นจึงต้องนำตัวอย่างมาทำ post cure เพื่อให้เกิดการเชื่อมโยงสมบูรณ์มากขึ้น

Vazquez, *et al.*, 1998.

ได้ทำการศึกษาผลของสารเคลือบเส้นใยของอีพ็อกซีเส้นใยแก้วคอมโพสิต โดยใช้สารทำให้แข็งกลุ่มเอมีนคือ TETA และใช้เส้นใยแก้วที่มีอีพ็อกซีเป็นสารเคลือบ 2 ชนิดคือ mono epoxy; ortho-cresyl diglycidyl ether (CGE) และ diepoxy; diglycidyl ether of bisphenol A (DGEBA) การศึกษาด้วยเทคนิค DMTA ความถี่ 1 Hz อัตราการให้ความร้อน $10^{\circ}\text{C}/\text{นาที}$ พบว่า

(1) เมื่อความหนาของสารที่เคลือบเส้นใยแก้วหนาขึ้น พบว่า T_g มีค่าลดลง ส่วนความกว้างของพีค $\tan\delta$ หรือ ΔT เพิ่มมากขึ้น แสดงว่าโมเลกุลเกิดการผ่อนคลาย (relaxation)

(2) เมื่อความหนาของสารเคลือบเส้นใยเท่ากัน พบว่าความกว้างของพีค $\tan\delta$ ที่เกิดจาก mono epoxy กว้างกว่าพีคที่เกิดจาก diepoxy ซึ่งอธิบายได้ว่าเกิดจากความแตกต่างของสูตรโครงสร้างทางเคมีที่เกิดระหว่างผิว (interface) โดยที่ diepoxy โมเลกุลมี chain pendant มากทำให้เกิด elastic active chain

(3) ความสูงของพีค $\tan\delta$ ของ diepoxy ลดลงเมื่อความหนาของสารที่เคลือบผิวเส้นใยหนาขึ้น เนื่องจากบริเวณใกล้กับผิวของเส้นใยมีการเชื่อมโยงกันทางเคมีมากขึ้น ความสามารถในการหมุนของกลุ่มโมเลกุลขนาดใหญ่ (macromolecule) ลดลง ส่วนความสูงของพีค $\tan\delta$ ของ mono epoxy เพิ่มขึ้น เนื่องจากมีความหนาแน่นในการเชื่อมโยงต่ำ

Wingard, 2000.

ได้ทำการศึกษาสมบัติของอีพ็อกซีเส้นใยแก้วคอมโพสิตที่เป็น sheet composites โดยจะทดสอบทั้งในแนวนาน (parallel) และแนวตั้งฉาก (perpendicular) ตามทิศทางการจัดวางของเส้นใย ใช้เทคนิค DMTA ที่ความถี่ 0.25, 0.5, 1.0 และ 2 Hz เพื่อคำนวณค่า activation energy (E_a) จากการพล็อตกราฟความถี่และส่วนกลับของอุณหภูมิ T_g จากการทดลองพบว่าค่า E_a ของ sheet composites ที่มีทิศทางการจัดเรียงตัวของเส้นใยในแนวนานและแนวตั้งฉาก มีค่าใกล้เคียงกันคือ 357 kJ/mol ส่วนค่ามอดูลัสเฉื่อย (E') ที่ตำแหน่งอุณหภูมิ 24°C มีค่า 4069 MPa สำหรับการจัดวางตัวของเส้นใยในแนวนาน และ 3421 MPa สำหรับการจัดวางตัวในทิศตั้งฉากของเส้นใย เนื่องจากน้ำหนักโมเลกุลระหว่างการเชื่อมโยง (molecular weight between crosslink, M_c) น้อยกว่าการจัดวางตัวของเส้นใยในแนวนาน ทำให้ปฏิกิริยาระหว่างเมทริกซ์และเส้นใยไม่ดี

Scott, *et al.*, 2002.

ได้ศึกษากลไกการเกิดปฏิกิริยาและลักษณะโครงสร้างของ Vinyl Ester Resin (VER) ซึ่งสังเคราะห์จาก Bisphenol- A diglycidyl ether dimethacrylate (BisGMA) โดยเปลี่ยนแปลงความเข้มข้น

แข็งของสไตรีน (styrene) คือ Derakane 411C – 50 และ Derakane 470-300 วิเคราะห์ด้วยเทคนิค DMTA อัตราการให้ความร้อน $2^{\circ}\text{C}/\text{นาที}$ ความถี่ 1 Hz เพื่อศึกษา T_g ที่ตำแหน่งพีก $\tan\delta_{(\text{max})}$ และความกว้างที่จุดกึ่งกลางของพีก $\tan\delta_{(\text{max})}$ ศึกษาความหนาแน่นของการเชื่อมโยง จากมอดูลัสบริเวณคล้ายยาง (rubbery modulus, E_r) ที่ตำแหน่ง $T_g+50^{\circ}\text{C}$ จากการทดลองพบว่า

(1) ในกรณีของ Derakane 411C-50 พบว่าลักษณะของพีก $\tan\delta_{(\text{max})}$ แคบ ส่วน T_g และ E_r มีค่าต่ำสุด เนื่องจากมีจำนวนหมู่เชื่อมโยงของ methacrylate group ต่ำ ทำให้มีความหนาแน่นของการเชื่อมโยงน้อย

(2) ในกรณีของ Derakane 470-300 ลักษณะของพีก $\tan\delta_{(\text{max})}$ จะกว้าง ส่วน T_g และ E_r มีค่าสูงที่สุด เนื่องจากมีจำนวนหมู่เชื่อมโยงของ methacrylate group สูง ทำให้มีความหนาแน่นของการเชื่อมโยงมาก

(3) ความกว้างของ $\tan\delta_{(\text{max})}$ และ T_g สูงขึ้นเมื่อปริมาณความเข้มข้นของ styrene ลดลง และไม่สามารถอธิบายผลของการเชื่อมโยง ที่เกิดจากความเป็นเนื้อเดียวกันได้อย่างชัดเจน ถึงแม้จะปรากฏพีกของ T_g เป็นพีกเดียวก็ตาม

1.4 วัตถุประสงค์ของงานวิจัย

ศึกษาอิพ็อกซีเทอร์โมเซตที่มีการเชื่อมโยงโมเลกุลด้วยสารกลุ่มแอนไฮไดรด์ (anhydride hardener) ด้วยเตาอบไมโครเวฟ (microwave oven) เปรียบเทียบกับการอบด้วยเตาอบ (thermal oven) ในด้านสมบัติเชิงกล และศึกษาในระดับโมเลกุลด้วยเทคนิคการวิเคราะห์ทางกลศาสตร์ความร้อนเชิงพลศาสตร์ (Dynamic Mechanical Thermal Analysis, DMTA)