

บทที่ 3

วิธีการวิจัย

3.1 วัสดุและสารเคมี

1. อีพ็อกซี่เรซิน (epoxy resin)

- ไดเกลซิดิว อีเทอร์ ออฟ บิสฟีนอล เอ (diglycidyl ether of bisphenol-A, DGEBA) YD128[®] ผลิตโดยบริษัทไทยอีพ็อกซี่ จำกัด

2. สารช่วยทำให้แข็ง (hardener)

- เมทิลเตตระไฮโดรทาลิกแอนไฮไดรค์ (methyltetrahydrophthalic anhydride, MTHPA1) Lindau 46QC[®] ผสมตัวเร่งปฏิกิริยาแล้วแต่ไม่ทราบชนิด และปริมาณ ผลิตโดยบริษัท Lindau Chemical Co.
- เมทิลเตตระไฮโดรทาลิกแอนไฮไดรค์ (methyltetrahydrophthalic anhydride, MTHPA2) ไม่มีการเติมตัวเร่งปฏิกิริยา ผลิตโดยบริษัท LonzaSpa Co.
- เมทิลเอกซ์ไฮโดรทาลิกแอนไฮไดรค์ (methylhexahydrophthalic anhydride, MHHPA) ผลิตโดยบริษัท LonzaSpa Co.

3. ตัวเร่งปฏิกิริยา (accelerator)

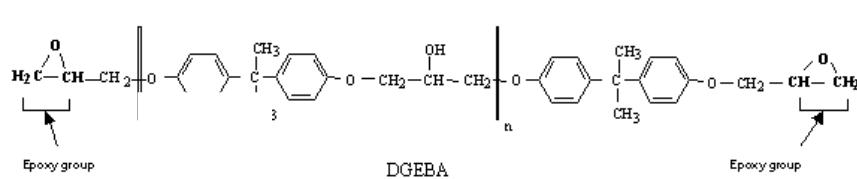
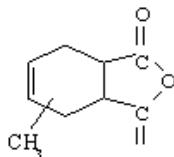
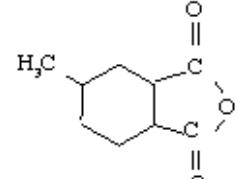
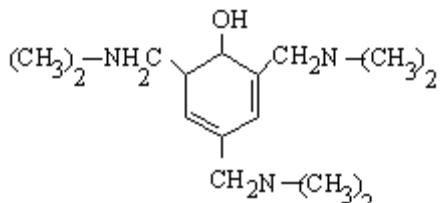
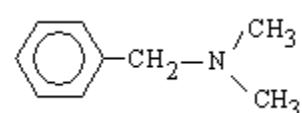
- ไดเมทิโลอะมิโนเมทิลฟีนอล (tris-2,4,6-dimethylaminomethyl phenol, DMP30) Ankamine[®] K54 ผลิตโดยบริษัท Anchor Chemical Ltd.
- เบนซิลไดเมทิเลอเมีน (benzyldimethylamine, BDMA) Ankamine BDMA[®] ผลิตโดยบริษัท Fluka

4. เส้นไยแก้วชนิดเส้นไยسانแบบสุ่ม (chopped strand mat, CSM#300) จำนวนayerโดยบริษัท เลิศวัฒนกิจ มีน้ำหนัก 300 g ต่อพื้นที่ 1 m²

5. สารหล่อลื่นกันติดเบ้า (mold releasing agent) รุ่น1894-EX-S ผลิตโดยบริษัท SOLAR COMPOUNDS CORPORATION

สูตรโครงสร้างทางเคมีและรายละเอียดของสารเคมีที่ใช้ในงานวิจัย เช่น สี ความใส่ ความหนืด ความหนาแน่น ได้แสดงไว้ในตารางที่ 3.1 และ 3.2

ตารางที่ 3.1 สูตรโครงสร้างของสารเคมีที่ใช้ในการทดลอง

ชื่อสารเคมี	สูตรโครงสร้างทางเคมี
DGEBA	 <p style="text-align: center;">DGEBA</p>
MTHPA	
MHHPA	
DMP30	
BDMA	

ตารางที่ 3.2 รายละเอียดของสารเคมีที่ใช้ในการทดลอง

สารเคมี	สี	*ความหนืดที่ 25 °C (cPs)	ความหนาแน่นจำเพาะ (g/ml)
DGEBA	ใส ไม่มีสี	11,800	1.16
MTHPA1	สีน้ำตาลเข้ม	60	1.24
MTHPA2	สีเหลืองอ่อน ใส	50	1.19
MHHPA	ใส ไม่มีสี	53	1.14
DMP-30	สีเหลืองอ่อน	200	0.97
BDMA	ใส ไม่มีสี	-	0.89

* Tanrattanakul and Saetiw, 2005

3.2 อุปกรณ์

- เตาอบไมโครเวฟที่ใช้ในครัวเรือน (microwave oven) รุ่น Sanyo™ EM-X 412 ผลิตโดยบริษัทชั้นนำ ประเทศไทย จำกัด กำลังไฟ 800 W ใช้กับกระแสไฟฟ้าความต่างศักย์ 220 V แบบ AC 50 Hz ปล่องคลื่นที่ความถี่ 2.45 GHz แบ่งเป็น 10 ระดับความร้อน แต่ละระดับความร้อนเทียบเท่าไดกับกำลังไฟที่ใช้ แสดงดังตารางที่ 3.3 ความจุของเตาอบ 28 ลิตร ขนาดภายในเตาอบ 219 x 350 x 355 mm. (สูง x กว้าง x สลิค)
- เตาอบความร้อน (thermol oven) MEMMERT รุ่น D 06061, UM 500 ผลิตโดยบริษัท MEMMERT ความจุ 108 litre ขนาดภายใน 560 x 480 x 400 mm (กว้าง x สูง x สลิค)
- เครื่องทดสอบแรงดึงและดัดโค้ง (universal testing machine, UTM) รุ่น AG –100kN ผลิตโดยบริษัท SHIMADZU
- เครื่องทดสอบแรงกระแทก รุ่น ZWICK 5102.202 ผลิตโดยบริษัท ZWICK Asia Pte Ltd จำหน่ายโดยบริษัทสิทธิพรแอสโซซิเอตจำกัด
- เครื่องวิเคราะห์ทางกลศาสตร์ความร้อนเชิงพลศาสตร์ (dynamic mechanical thermal analyzer, DMTA) รุ่น DMTA V 9002-50010 ผลิตโดยบริษัท Rheometric Scientific
- เครื่องมือวิเคราะห์ เทอร์โมกราฟิเมทริก อนาไลเซอร์ (thermogravimetric analyzer, TGA) รุ่น PERKIN ELMER TGA7 ผลิตโดยบริษัท PERKIN ELMER
- เครื่องวัดความหนืดชนิดบຽกฟิลต์ (BROOKFIELD) รุ่น RT65308 จำหน่ายโดยบริษัท Scientific Promotion Co., LTD

8. กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (scanning electron microscope, SEM) รุ่น JSM-5800 LV ผลิตโดยบริษัท JEOL
9. เครื่องงาชิงงานเป็นรูปตัววี สำหรับทดสอบการต้านแรงกระแทก ผลิตโดยบริษัท Toyoseiki จำหน่ายโดยบริษัทสิทธิพรแอสโซซิเอตจำกัด
10. เครื่องเลื่อยจิกซอว์ (scroll saw) รุ่น CH-S16 ผลิตโดยบริษัท Chin-Chun incoperation
11. เบ้าพิมพ์ทำจากเทฟลอนเป็นรูปวงกลมเส้นผ่าศูนย์กลางภายใน 17.0 cm ลึก 0.4 cm ตัวเบ้าหนา 2.5 cm
12. เครื่องชั่งน้ำหนักความละเอียดหนึ่ง 2 ตำแหน่ง
13. เครื่องกวานสารละลาย
14. เครื่องวัดความหนาระดับไมโครมิเตอร์ (micrometer) ความละเอียด 0.001 mm ผลิตโดยบริษัท Mitutuyo[®]
15. เทอร์โมมิเตอร์แบบอินฟราเรด

ตารางที่ 3.3 ระดับความร้อนที่ใช้และกำลังไฟของเตาอบไมโครเวฟรุ่น SanyoTM EM-X 412

ระดับความร้อนที่	กำลังไฟ (W)
1	80
2	160
3	240
4	320
5	400
6	480
7	560
8	640
9	720
10	800

3.3 วิธีดำเนินการ

3.3.1 การวัดการปล่อยคลื่นของเตาอบในโครเวฟ

1. ตั้งเวลาการทำงานของเตาอบในโครเวฟ (set time) เป็นเวลา 2 min ที่ระดับความร้อนที่ 1 สังเกตการทำงานของเตาอบในโครเวฟโดยการฟังเสียงการทำงานของเตาอบและบันทึกเวลาตามความแตกต่างของโหนเสียงที่ได้ยิน

- เครื่องเริ่มทำงานได้ยินเสียงครั้งที่ 1 บันทึกเวลาจากหน้าจอบนเตาอบในโครเวฟ
- ได้ยินเสียงครั้งที่ 2 บันทึกเวลาจากหน้าจอบนเตาอบในโครเวฟ
- ได้ยินเสียงครั้งที่ 3 บันทึกเวลาจากหน้าจอบนเตาอบในโครเวฟ
- บันทึกเวลาที่ได้ยินเสียงจนจบการทำงานของเตาอบในโครเวฟ

2. คำนวณหาค่าการทำงานของเตาอบในโครเวฟ

ค่า คือ ช่วงเวลาที่ได้ยินเสียงครั้งที่ 1 กับ ครั้งที่ 3, ครั้งที่ 3 กับ ครั้งที่ 5, ครั้งที่ 5 กับ ครั้งที่ 7 สังเกตจนเครื่องหยุดทำงาน

3. คำนวณหาเวลาที่เตาอบในโครเวฟทำงานใน 1 ค่า

เวลาที่เตาอบในโครเวฟทำงานใน 1 ค่าหาจากช่วงเวลาที่ได้ยินเสียงครั้งที่ 1 กับ ครั้งที่ 2, ครั้งที่ 3 กับ ครั้งที่ 4, ครั้งที่ 5 กับ ครั้งที่ 6 สังเกตจนเครื่องหยุดทำงาน

4. ทำการทดลองซ้ำข้อ 1 ถึง 3 ที่ทุกระดับความร้อนโดยทำซ้ำ 3 ครั้ง

5. บันทึกผล และ คำนวณหาค่า และ เวลาที่เตาอบในโครเวฟทำงานในแต่ละค่าของทุกระดับความร้อน

3.3.2 การอบอีพ็อกซี และ อีพ็อกซีสีเข้มไข้แก้วคอมโพสิตในเตาอบความร้อน และ ในโครเวฟ

ส่วนผสมของอีพ็อกซีสูตร I, II, IV, VI และ VIII ได้แสดงไว้ในตารางที่ 3.4

1. ชั่งอีพ็อกซีและสารช่วยให้แข็งตัวในอัตราส่วน 100:80 โดยน้ำหนักด้วยเครื่องชั่ง

2. ผสมอีพ็อกซีและสารช่วยให้แข็งตัวให้เข้ากันด้วยเครื่องกวนสารละลายที่อุณหภูมิห้อง กวนจนเห็นว่าสารผสมเข้ากัน ได้ดีเป็นเนื้อเดียวกัน (กวนประมาณ 5-10 min)

3. เติมตัวเร่งปฏิกิริยา 1% หรือ 4% โดยเทิญกับน้ำหนักของอีพ็อกซี ลงในสารผสมระหว่าง อีพ็อกซีและสารช่วยให้แข็งที่ได้จากข้อ 2 แล้วกวนด้วยเครื่องกวนสารละลายอีกครั้งจนเป็นเนื้อเดียวกัน (กวนประมาณ 5-10 min) ตั้งทิ้งไว้ให้ฟองอากาศที่เกิดจากการกวนหายไปจนหมด

4. เทสารพสมระหว่างอีพ็อกซี่ สารช่วยให้แข็ง และ ตัวเร่งลงในเบ้าที่ทำจากเทฟลอน
- กรณีไม่ใส่เส้นไยแก้วให้ชั้งสารพสมอีพ็อกซี่ 90 g แล้วเทลงในเบ้าที่ทำจากเทฟลอน จนหมด
 - กรณีใส่เส้นไยแก้วให้ชั้งสารพสมอีพ็อกซี่ 90 g แล้วเทลงในเบ้าที่ทำจากเทฟลอน เพียงครึ่งหนึ่งก่อนแล้ววางเส้นไยแก้วที่ตัดไว้แล้วลงไป 1 แผ่น (ตัดเป็นรูปวงกลม ขนาดเส้นผ่าศูนย์กลาง คือ 17.0 cm น้ำหนักประมาณ 9-10 g อัตราส่วนระหว่างสาร พสมของอีพ็อกซีกับเส้นไย คือ 9 ต่อ 1 โดยน้ำหนัก) หลังจากนั้นเทสารพสมอีพ็อกซี่ ที่เหลือลงไปจนหมด ทิ้งไว้ประมาณ 3-5 min เพื่อให้สารพสมของอีพ็อกซีแทรกเข้า ไประหว่างเส้นไยอย่างทั่วถึง สังเกตฟองอากาศถ้าไม่ฟองอากาศให้ใช้เข็มเล็กๆ แทง ให้ฟองอากาศหายไปจนหมด
5. นำเบ้าเทฟลอนอบในเตาอบไมโครเวฟและเตาอบความร้อนตามสภาวะอบที่แสดงไว้ในตารางที่ 3.5 สำหรับการอบแบบขั้นตอนเดียว และตารางที่ 3.6 สำหรับการอบแบบหลายขั้นตอนในเตา ไมโครเวฟ วิธีการอบแบบหลายขั้นตอนในเตาไมโครเวฟ เช่น สำรองอีพ็อกซีสูตร I สภาวะอบ 2S/1 (L2-20 + L4-5) ขั้นแรกนำเบ้าเทฟลอนที่ใส่อีพ็อกซีสูตร I อบในเตาอบไมโครเวฟตั้งระดับความ ร้อนที่ 2 เป็นเวลา 20 min พอครบกำหนดตามเวลา เตาไมโครเวฟจะหยุดทำงาน ให้ตั้งระดับความ ร้อนที่ 4 เป็นเวลา 5 min ทันทีโดยไม่ต้องเปิดประตูของเตาอบไมโครเวฟออก หลังจากนั้นรอบนเตา อบไมโครเวฟหยุดทำงานตามเวลาที่ตั้งไว้ นำเบ้าเทฟลอนออกจากเตาอบ
6. เมื่ออบเสร็จแล้วแกะชิ้นงานออกจากเบ้าด้วยช้อนตักสาร โลหะ
7. ได้ชิ้นงานเป็นรูปวงกลมหนาประมาณ 3 mm เส้นผ่าศูนย์กลาง 17.0 cm

ตารางที่ 3.4 ส่วนผสมของอีพ็อกซีสูตรต่างๆ

สูตร	สารช่วยให้แข็ง	ตัวเร่งปฏิกิริยา
I	MTHPA1	ไม่ทราบชนิดและปริมาณ
II	MHHPA	DMP30
IV	MHHPA	BDMA
VI	MTHPA2	DMP30
VIII	MTHPA2	BDMA

ตารางที่ 3.5 สภาวะอบอีพ็อกซีสูตรต่างๆที่อบแบบขั้นตอนเดียว

สูตร	สภาวะอบ			
	อบในเตาอบไมโครเวฟ		อบในเตาอบความร้อน	
	ปริมาณตัวเร่ง 1%W/W	ปริมาณตัวเร่ง 4%W/W	ปริมาณตัวเร่ง 1%W/W	ปริมาณตัวเร่ง 4%W/W
I	L3-10		150 °C เป็นเวลา 25 min	
II	L3-12	L3-7	150 °C เป็นเวลา 25 min	150 °C เป็นเวลา 15 min
IV	L3-15	L3-7		
VI	L3-12	L3-6		
VIII	L3-10	L3-6		

หมายเหตุ Ly-x : Ly = ระดับความร้อนที่ตั้งจากเตาอบไมโครเวฟ; x = เวลาอบ (min)

ตารางที่ 3.6 สภาวะอบอีพ็อกซีสูตร I และ II อบแบบหลาຍระดับความร้อนในเตาอบไมโครเวฟ

สูตร I		สูตร II	
ตัวอย่าง	สภาวะอบ	ตัวอย่าง	สภาวะอบ
MV-2S/1	L2-20 + L4-5	MV-2S/1	L2-10 + L4-5
MV-2S/2	L2-25 + L3-5	MV-2S/2	L3-5 + L4-3
MV-2S/3	L2-25 + L6-5	MV-2S/3	L2-15+L4-5
MV-2S/4	L2-20+L3-10	MV-2S/4	L2-10+L4-7
-	-	MV-2S/5	L3-5+L4-5
MV-3S/1	L2-15+L3-10+L4-5	MV-3S/1	L2-10+L3-5+L4-3
MV-3S/2	L2-20+L3-10+L4-5	MV-3S/2	L2-10+L3-5+L4-5
MV-3S/3	L2-20+L3-10+L5-5	MV-3S/3	L2-10+L3-7+L4-3
-	-	MV-3S/4	L2-10+L3-3+L4-7
-	-	MV-3S/5	L2-15+L3-5+L4-5

หมายเหตุ Ly -x : Ly = ระดับความร้อนที่ตั้งจากเตาอบไมโครเวฟ; x = เวลาอบ (min)

MV = อบในเตาอบไมโครเวฟ

2S, 3S = จำนวนระดับความร้อนที่อบในเตาอบไมโครเวฟ

3.3.3 การทดสอบสมบัติการต้านแรงดึง (tensile properties) ตามมาตรฐาน ASTM D3039

1. ตัดขนาดชิ้นทดสอบขนาด กว้าง x ยาว x หนา คือ 15 x 130 x 3-4 mm ด้วยเครื่องเลื่อยจิกซอร์โดยแต่ละสูตรต้องมีจำนวนชิ้นงาน 5-8 ชิ้น
2. นำชิ้นงานที่ได้ไปทดสอบหาค่าสมบัติการทนแรงดึงด้วยเครื่องทดสอบแรงดึงและดัด โดยด้วยความเร็วในการทดสอบ 5 mm/min
3. รายงานผลการทดสอบสมบัติการทนต่อแรงดึง
 - modulus ของแรงดึง (tensile modulus, E) หน่วยเป็น GPa ค่า modulus ของแรงดึงของอีพ็อกซีคอมโพลิทสามารถคำนวณได้จากความชัน (slope) ของกราฟระหว่างความแข็งแรงของแรงดึง (tensile stress, σ) กับ ระยะยืด (tensile strain, ϵ) คำนวณในช่วงแรงดึง 200-800 N และสามารถคำนวณได้ตามสมการที่ 3.1

$$E = \sigma / \epsilon \quad (3.1)$$

- ค่าความทนต่อแรงดึง (tensile strength หรือ tensile stress at break, σ_b) หน่วยเป็น MPa ค่าความทนต่อแรงดึงของอีพ็อกซีคอมโพลิทคำนวณได้ตามสมการที่ 3.2

$$\sigma_b = F / A \quad (3.2)$$

เมื่อ σ_b = ค่าความทนต่อแรงดึงของอีพ็อกซีคอมโพลิท, MPa

F = แรงที่ใช้ในการดึง ณ จุดขาด, N

A = พื้นที่หน้าตัดที่ตั้งฉากกับแรงดึง, m^2

- ระยะยืด ณ จุดขาด (tensile strain at break, ϵ_b) หน่วยเป็น %

ค่าระยะยืด ณ จุดขาดของอีพ็อกซีคอมโพลิทคำนวณได้ตามสมการที่ 3.3

$$\epsilon_b = [(L_u - L_o) / L_o] \times 100 \quad (3.3)$$

เมื่อ ϵ_b = ระยะยืด ณ จุดขาด, %

L_u = ความยาวพิกัดเดิมก่อนดึง, mm

L_o = ความยาวพิกัดสุดท้ายหลังดึง, mm

3.3.4 การทดสอบสมบัติการการดัดโค้ง (flexural properties) เทคนิคที่ใช้ทดสอบ คือการดัดโค้งสามจุด (three-point bending) ตามมาตรฐาน ASTM D790

1. ตัดขนาดชิ้นทดสอบขนาด กว้าง x ยาว x หนา คือ $25 \times 120 \times 3-4$ mm ด้วยเครื่องเลื่อย จิกซอร์โดยแต่ละสูตรต้องมีจำนวนชิ้นงาน 5-8 ชิ้น

2. นำชิ้นงานที่ได้ไปทดสอบหาค่าสมบัติการทบท่อการดัดโค้งด้วยเครื่องทดสอบแรงดึงและดัดโค้ง

- ตั้งระยะห่างระหว่างฐานรองรับทั้งสองฐาน (support span) ให้ห่างกัน 100 mm
- นำชิ้นงานที่ตัดแล้ววางบนฐานรองรับทั้งสองฐาน โดยให้ชิ้นงานอยู่กึ่งกลางระหว่างฐานทั้งสอง
- เลื่อนหัวกด (crosshead) ลงมาให้สัมผัสกับผิวน้ำข่องชิ้นตัวอย่าง
- ทดสอบด้วยอัตราเร็ว 5.3 mm/min

3. รายงานผลการทดสอบสมบัติการทบท่อการดัดโค้ง

- มอดูลัสของ การดัดโค้ง (flexural modulus) หน่วยเป็น GPa คำนวณในช่วงแรงกด 200-400 N
ค่ามอดูลัสของการดัดโค้งของอีพ็อกซีคอมโพสิตคำนวณได้ตามสมการที่ 3.4

$$E_B = 0.17 L^3 m/bd^3 \quad (3.4)$$

เมื่อ E_B = มอดูลัสของการดัดโค้งของอีพ็อกซีคอมโพสิต, GPa

L = ระยะห่างระหว่างฐานรองรับทั้งสองฐาน, mm

b, d = ความกว้าง และ ความหนาของชิ้นทดสอบตามลำดับ, mm

m = ความชันของเส้นสัมผัสที่ลากเป็นเส้นตรงของกราฟ ความเก็บ - ความเครียด

- ค่าความทนต่อแรงดัดโค้ง (flexural strength) หน่วยเป็น MPa

ค่าความทนต่อแรงดัดโค้งของอีพ็อกซีคอมโพสิตคำนวณได้ตามสมการที่ 3.5

$$S = 3PL/2 bd^2 \quad (3.5)$$

เมื่อ S = ความทนต่อแรงดัดโค้งที่กางชิ้นงาน, MPa

P = แรงที่กระทำต่อชิ้นงาน, N

b, d = ความกว้าง และ ความหนาของชิ้นทดสอบตามลำดับ, mm
 L = ระยะห่างระหว่างฐานรองรับทั้งสองฐาน, mm

- ระยะยืดตัดโค้ง ณ จุดขาด (flexural strain at break) หน่วยเป็น %
 ค่าระยะตัดโค้งของอีพ็อกซีคอมโพสิตคำนวณได้ตามสมการที่ 3.6

$$r = [6Dd/L^2] \times 100 \quad (3.6)$$

เมื่อ r = ระยะยืดตัดโค้งของชิ้นทดสอบ
 D = ระยะโค้งงอที่กึ่งกลางของชิ้นทดสอบ, mm
 d = ความหนาของชิ้นทดสอบ, mm
 L = ระยะห่างระหว่างฐานรองรับทั้งสองฐาน, mm

3.3.5 การทดสอบการต้านแรงกระแทก (Notch Izod Impact) ตามมาตรฐาน ASTM D256

1. ขนาดชิ้นทดสอบกว้าง x ยาว x หนา คือ $63.5 \times 12.7 \times 3-4$ mm ความลึกที่ร้อยนากระหบ 2.5 mm ตัดด้วยเครื่องเลื่อยบิกเซอร์ ทำร่องนากระหบเป็นรูปตัววีด้วยเครื่องตัดชิ้นงาน
2. นำชิ้นงานที่ได้ไปทดสอบหาค่าการต้านแรงกระแทก ด้วยเครื่องทดสอบการต้านแรงกระแทกใช้หัวค้อนขนาด 2 J
3. รายงานผลการทดสอบ เป็นพลังงานต่อพื้นที่บริเวณร้อยนากระหบชิ้นทดสอบซึ่งมีหน่วยเป็น kJ/m^2

3.3.6 การวิเคราะห์ด้วยเทคนิค DMTA

1. นำชิ้นตัวอย่างที่อบเสร็จแล้วมาตัดเป็นรูปสี่เหลี่ยม ขนาด กว้าง x ยาว x หนา คือ $10 \times 25 \times 3-4$ mm
2. ทดสอบด้วยเครื่อง DMTA เทคนิคที่ใช้ทดสอบ คือ single cantilever bending ช่วงอุณหภูมิที่ทดสอบ $50-300^\circ\text{C}$ อัตราการให้ความร้อน 2°C/min และเปอร์เซ็นต์การยืด 0.1% ความถี่ที่ใช้ในการทดสอบ 1 Hz
3. รายงานผลโดยแสดงค่า มอดูลัส静态 (E'), มอดูลัสสูญเสีย ($\text{loss modulus, } E''$), แทนเดลต้า ($\tan \delta$) และอุณหภูมิกลายสารานะชิ้น (T_g)

3.3.7 การวิเคราะห์ด้วยเทคนิค TGA

1. ตัดชิ้นงานเป็นชิ้นเล็กๆ ให้มีน้ำหนักประมาณ 10-30 mg โดยตัดชิ้นงานบริเวณกลางแผ่น
2. ทดสอบด้วยเครื่อง TGA ทำการทดสอบที่อุณหภูมิช่วง 50 -800 °C อัตราการให้ความร้อน 20°C/min
3. รายงานผลโดยแสดงค่าการเปลี่ยนแปลงน้ำหนักสาร (%) เมื่อสารตัวอย่างได้รับความร้อน

3.3.8 การทดลองวัดความหนืดและอุณหภูมิของอีพ็อกซี่

1. เตรียมอีพ็อกซี่สูตร I ไม่ใส่สีแล้วนำไปอบในเตาอบไมโครเวฟโดยเริ่มที่ระดับความร้อนที่ 2 ตั้งเวลาอบโดยเริ่มที่ 2.5 min พอครอบเวลาให้นำอีพ็อกซี่ออกจากเตาทันที และทำการวัดอุณหภูมิอีพ็อกซี่ภายใน 15 sec บริเวณกลางและขอบ ของอีพ็อกซี่ที่อบด้วยเครื่องวัดอุณหภูมิชนิดริงส์อินฟารेड แล้วนำเข้าช่องแซ่เบ็งในตู้เย็นทันทีเพื่อหยุดปฏิกิริยา
2. หลังจากนั้นนำอีพ็อกซี่ออกจากตู้เย็นวางทิ้งไว้จนอีพ็อกซีมีอุณหภูมิเท่ากับอุณหภูมิห้องนำไปทดสอบความหนืดด้วยเครื่องวัดความหนืดชนิดบลูรูฟลอด์ โดยไม่มีการเติมตัวทำละลาย
3. ทำการทดลองขั้นตอนที่ 1 และ 3 โดยเพิ่มเวลาให้นานขึ้นจาก 2.5 min เป็น 5.5 min, 7.5 min, 10.0 min,..จนกระทั่งอีพ็อกซี่ที่อบได้ไม่สามารถวัดความหนืดได้ด้วยเครื่องวัดความหนืด
4. ทำการทดลองขั้นตอนที่ 1-4 โดยเปลี่ยนจากเตาอบไมโครเวฟเป็นเตาอบความร้อนแทนโดยตั้งอุณหภูมิที่ 150°C
5. ทำการทดลองขั้นตอนที่ 1-5 โดยเปลี่ยนจากอีพ็อกซี่สูตร I เป็นอีพ็อกซี่สูตร II
6. สร้างกราฟเปรียบเทียบค่าความหนืดและอุณหภูมิที่วัดได้จากการอบทั้ง 2 ระบบ

3.3.9 การตรวจสอบด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่อง/gran

1. ชิ้นตัวอย่างที่จะนำไปตรวจสอบด้วยเครื่อง SEM ได้มาจากชิ้นตัวอย่างที่ผ่านการทดสอบความทนต่อแรงดึงแล้ว ซึ่งบริเวณที่ทำการตรวจสอบ คือ บริเวณผิวน้ำตัดที่เกิดจากการดึงขาด (fractured surface) ที่อุณหภูมิห้อง โดยตัดชิ้นตัวอย่างห่างจากผิวน้ำตัดประมาณ 5-8 mm โดยตัดให้ตั้งฉากกับผิวน้ำที่ดึงขาด
2. นำชิ้นตัวอย่างที่ตัดแล้วไปติดบนแผ่นอลูมิเนียม โดยหันด้านที่จะศึกษาขึ้นด้านบนอาจใช้น้ำยาทาเล็บแทนกาว หรือ ใช้เทปกาวสองหน้าเป็นตัวชี้ด
3. นำชิ้นตัวอย่างที่ติดบนแผ่นอลูมิเนียมแล้วไปเคลือบด้วยทองคำก่อน แล้วนำไปส่องดูด้วยเครื่อง SEM