ภาคผนวก ค

การวิเคราะห์ด้วย FTIR และการวัด dielectric constant

การวัดปริมาณการเกิดปฏิกิริยาโดยการวิเคราะห์ด้วยเครื่อง FTIR

วัตถุประสงค์

เพื่อวัดปริมาณการเกิดปฏิกิริยา (crosslinking reaction) ของชิ้นงานที่อบด้วยเตาไมโครเวฟ

วิธีการทดลอง

ผสม Epoxy และ MTHPA1 (100:80) หยดลงบนแผ่น KBr ที่มีความหนา 0.5 mm และมีเส้นผ่าศูนย์กลาง 1 mm ใช้แผ่น KBr อีกแผ่นประกบ ปาดเรซินส่วนเกินที่ล้นออกมาด้านข้าง นำแผ่น KBr คู่นี้อบในเตาไมโครเวฟ (ระดับกำลัง 4, 10 นาที) และในตู้อบความร้อน (150^{o}C, 15 นาที) ทดสอบด้วยเครื่อง FTIR

ผลการทดลอง

ตัวอย่างที่อบในตู้อบจะมี Peak ของ Epoxide (916 cm^{-1}) ปรากฏอยู่แต่มีปริมาณลดลงไปมาก แสดงว่ามีการทำปฏิกิริยาเชื่อมโยงโมเลกุลเกิดขึ้น แต่ตัวอย่างที่อบในเตาไมโครเวฟจะมี Peak ของ Epoxide (916cm^{-1}) ปรากฏชัดเจน และอีพ็อกซีไม่เกิดปฏิกิริยาเนื่องจากชิ้นงานยังคงมีลักษณะเหนียว ไม่แข็งตัว แผ่น KBr จะดูดซึมอีพ็อกซีได้บ้าง ทดลองเพิ่มความหนาของแผ่นKBrเป็น 1 mm เพื่อให้หยดเรซินได้มากขึ้น พบว่า Peak ที่ได้ไม่คมชัด และชิ้นงานหลังการอบไม่แข็ง ยังคงมีลักษณะเป็นของเหลวอยู่ถึงแม้ว่าจะได้ทดลองใช้เวลาอบนานขึ้นถึง 10 นาที ที่ระดับกำลัง 5 ซึ่งสภาวะที่ได้ใช้ในการอบแผ่น KBr นี้เป็นสภาวะที่รุนแรง หากเป็นชิ้นงานที่มีขนาดใหญ่แบบปกติจะเกิดการไหม้เกรียม

วิเคราะห์และสรุปผลการทดลอง

สรุปได้ว่าไม่ประสบความสำเร็จในการวิเคราะห์หาปริมาณการเกิดปฏิกิริยาด้วยเครื่อง FTIR และไม่สามารถเตรียมชิ้นงานที่ดีรวมทั้งหาสภาวะและตำแหน่งในการวางแผ่น KBr ที่เหมาะสมในเตาไมโครเวฟเพื่อใช้หาปริมาณการเกิดปฏิกิริยาด้วยเทคนิค FTIR ได้ จากการทดลองการอบในเตาไมโครเวฟในเวลาต่อมา พบว่าขนาดของชิ้นงานและตำแหน่งของการวางในเตาไมโครเวฟมีผลต่อการเกิดปฏิกิริยา เนื่องจากแผ่น KBr ที่ใช้มีขนาดเล็กเกินไป จึงไม่เหมาะต่อการอบในเตาไมโครเวฟที่ใช้กันอยู่ทั่วไปภายในครัวเรือน ซึ่งจะแผ่รังสีแบบสุ่ม ไม่ทราบตำแหน่งตกกระทบที่แน่นอน ตรงข้ามกับเตาไมโครเวฟที่ประดิษฐ์ขึ้นมาเองสำหรับการทดลอง ดังที่ใช้ในเอกสารอ้างอิง (P. Cortes, S. Montserrat and J.M. Hutchinson, *J. Appl. Polym. Sci.*, **63**, 17-25, 1997) ที่ได้ระบุวิธีการวัดปริมาณปฏิกิริยาด้วยเครื่อง FTIR ดังนั้น การทดลองหาปริมาณการเกิดปฏิกิริยาด้วยเครื่อง FTIR ตามเทคนิคที่ได้ดำเนินการตามมานี้ ไม่สามารถใช้ได้กับเตาไมโครเวฟที่ใช้ในครัวเรือน จึงยุติการทดลองนี้

การวัด Dielectric constant ด้วยเครื่อง HP16451B Dielectric test fixture

วิธีการเตรียมชิ้นตัวอย่าง

1. ผสม Epoxy และ MTHPA1 ตามอัตราส่วนดังนี้คือ 100 :120, 100:110, 100:100, 100:90, 100:80, 100:70, 100:60 และ 100:50 คนให้เข้ากัน

2. นำตัวอย่างที่ผสมแล้วเทบนแม่แบบที่เป็นแผ่นเหล็ก นำไปอบในตู้อบที่อุณหภูมิ 150°C 15 นาที
3. นำตัวอย่างจากข้อ2ตัดเป็นชิ้น ขนาด 3 x 3 cm

การทดสอบ

วัดค่า Relative dielectric of material constant (εr) ตามสูตรการคำนวณดังนี้

$$\varepsilon r = \frac{T \times Cp}{A \times \varepsilon 0}$$

เมื่อ $\varepsilon 0$ = Space permitivity = 8.854×10^{-12} (F/m)

T = Thickness of test material (m)

εr = Relative dielectric constant

Cp = Equivalent parallel capacitance value (F)

A = Area of the specimen (m^2)

เนื่องจากค่าความจุไฟฟ้า (Cp) ของ epoxy resin มีการนำไฟฟ้าต่ำ ดังนั้นจึงต้องมีการเคลือบด้วยโลหะ ในเบื้องต้นได้ทดลองใช้ silver paint ป้ายที่ผิวหน้าของชิ้น พบว่าได้ผิวหน้าไม่เรียบเนื่องจากพู่กันที่ใช้ป้ายมีขนาดเล็ก และ silver paint แห้งเร็วมากทำให้มีรอยต่อระหว่างการป้ายแต่ละครั้ง ไม่สามารถอ่านค่าการนำไฟฟ้า (Cp) ได้ เพราะมีค่าติดลบ ทดลองเปลี่ยนเป็นการติดด้วยอลูมิเนียมเทป ซึ่งได้ผลการทดลองตามตารางข้างล่าง ได้ทำการทดลองเปรียบเทียบค่าการนำไฟฟ้าของตัวอย่าง 3ประเภท คือ #1 : ไม่ติดอลูมิเนียมเทป, #2 : ติดเทปด้านเดียว, และ #3 : ติดเทปทั้งสองด้าน

ผลการทดลอง

ค่า Relative dielectric constant แสดงในตารางที่ 1 ค่าที่ได้มีค่าไม่ใกล้เคียงกันในตัวอย่างที่ทำการทดลองซ้ำ ความหนาของตัวอย่างมีผลต่อการทดลอง

ตารางที่ 1 ผลการวัดค่า Dielectric constant

MTHPA	No.	T (mm)	A (mm^2)	Cp			εr		
				#1	#2	#3	#1	#2	#3
50	1	1.307	1250.98	0.5	37.05	7.33	0.059	4.372	0.865
	2	1.445	1234.38	0.35	6.04	2.54	0.046	0.799	0.336
60	1	1.247	1181.2	0.41	25.07	0.75	0.049	2.989	0.089
	2	1.370	1171.38	0.39	20.84	2.05	0.052	2.753	0.271
	3	2.402	1171.38	0.19	14.38	15.5	0.044	3.330	3.590
70	3	2.145	1199.23	0.22	15.37	15.49	0.044	3.105	3.129
80	1	1.280	1226.74	0.33	23.81	0.95	0.039	2.806	0.112
	2	1.540	1195.60	0.32	1.02	-ve	0.047	0.148	-ve

	3	2.122	1258.47	0.22	16.08	17.19	0.042	3.062	3.274
90	1	1.250	1276.29	0.35	0.61	0.31	0.039	0.067	0.034
	2	1.180	1253.34	0.32	1.02	-ve	0.034	0.108	-ve
	3	2.250	1215.19	0.22	16.08	17.19	0.046	3.363	3.595
100	1	1.217	1193.88	0.38	18.65	0.22	0.044	2.147	0.025
	2	1.360	1232.03	0.3	-ve	-ve	0.037	-ve	-ve
	3	1.980	1213.81	0.23	4.28	16.35	0.042	0.789	3.012
110	1	1.330	1179.90	0.35	14.46	6.91	0.045	1.841	0.880
	2	1.350	1209.07	0.33	-ve	-ve	0.042	-ve	-ve
	3	2.695	1254.78	0.16	1.75	13.11	0.039	0.425	3.180
120	1	1.59	1198.88	0.15	6.72	7.58	0.022	1.007	1.135
	2	2.9	1260.74	0.25	-ve	-ve	0.065	-ve	-ve

สรุปผลการทดลอง

ผลการทดลองยังไม่น่าเชื่อถือ หาข้อสรุปหรือแนวโน้มของผลการทดลองไม่ได้ เนื่องจากความหนาของชิ้นงานไม่สม่ำเสมอทั้งชิ้นงาน ทำให้ผิวหน้าของชิ้นงานเอียง ค่าที่วัดได้จึงมีความแตกต่างกันมาก ค่าที่ติดลบจะพบในชิ้นงานที่มีผิวหน้าเอียงอย่างเห็นได้ชัด จำเป็นต้องเตรียมชิ้นงานให้ดีก่อนนำมาทดสอบ นอกจากนี้เครื่องวิเคราะห์รุ่นนี้ใช้ได้กับวัสดุที่เป็นของแข็งเท่านั้น วัสดุที่มีสภาพเป็นของเหลวหนืดคล้ายเยลลีหรือกึ่งแข็ง-กึ่งเหลว ไม่สามารถนำมาวิเคราะห์ได้ ดังนั้น โครงการวิจัยนี้จึงยุติการวิเคราะห์ด้วยเครื่องทดสอบนี้ เพราะไม่สอดคล้องกับวัตถุประสงค์

ปัญหาที่เกิด

1. การเตรียมตัวอย่าง เนื่องจากต้องตัดตัวอย่างจากแผ่นใหญ่ด้วยเลื่อยฉลุ ดังนั้นจึงต้องเตรียมตัวอย่างที่หนาประมาณ 2 mm ซึ่งจะทำให้สามารถตัดตัวอย่างได้โดยไม่แตกหรือหัก
2. ในการตัดตัวอย่างจากตัวอย่างแผ่นใหญ่นั้น อาจทำให้เบี้ยวหรือมีพื้นที่ไม่แน่นอนซึ่งอาจจะมีผลต่อการคำนวณค่า εr ได้
3. เนื่องจากแผ่นเหล็กที่ใช้ทำเป็นแม่แบบมีลักษณะโค้งไม่แบนเรียบ ทำให้ตัวอย่างที่เตรียมได้เอียงและมีความหนาไม่เท่ากัน ทำให้ไม่สามารถวัดได้ (ค่าที่อ่านได้เป็นลบ)

การทดสอบการวัดค่า Dielectrie

(9/05/2548)

วิธีคำนวณ

จากสูตร $\varepsilon_r = \dfrac{Cp \times t}{A \times \varepsilon_o}$

Cp = ค่าความจุ (pF)

t = ความหนา (m)

A = พื้นที่สัมผัส (m^2) เป็นวงกลมรัศมี 2.5 mm

ε_o = Space permittivity = 8.854 $x10^{-12}$ (F/m)

ε_r = Relative dielectrie constant

ตัวอย่างการคำนวณ สูตร I OV NF

ค่า Cp ที่วัดได้จากเครื่องคือ 0.17 pF

ความหนาชิ้นงาน 2.2 mm

จากสูตรจะได้ว่า $\varepsilon_r = \dfrac{(0.17 \times 10^{-12})(2.2\times10^{-3})}{3.14(2.5\times10^{-3})^2(8.854\times10^{-12})}$

$= 2.15$

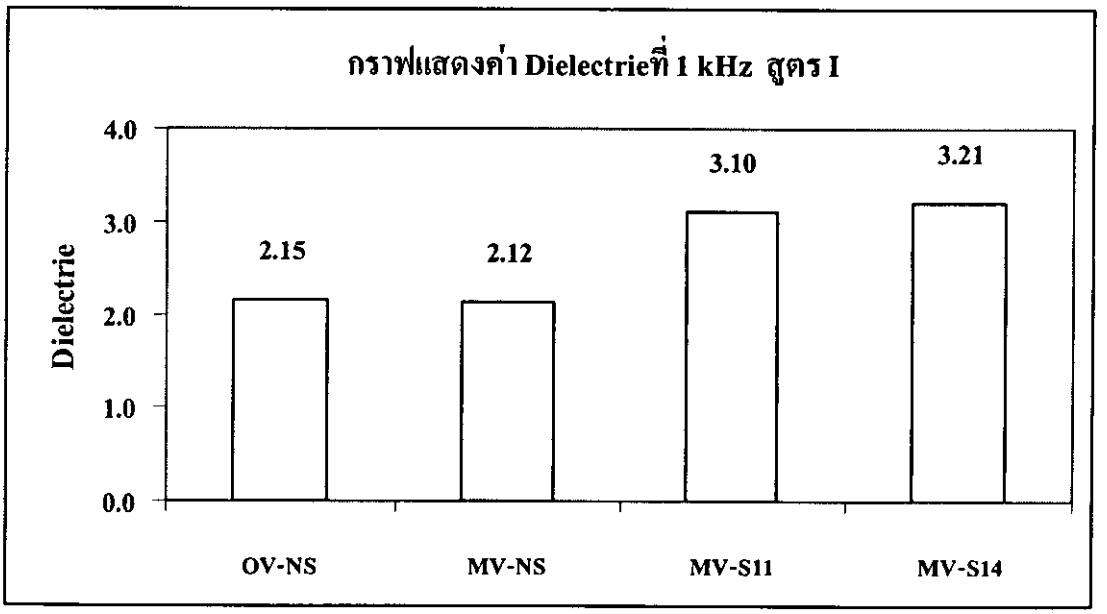
หมายเหตุ : ทำการทดสอบที่ความถี่ 1kHz

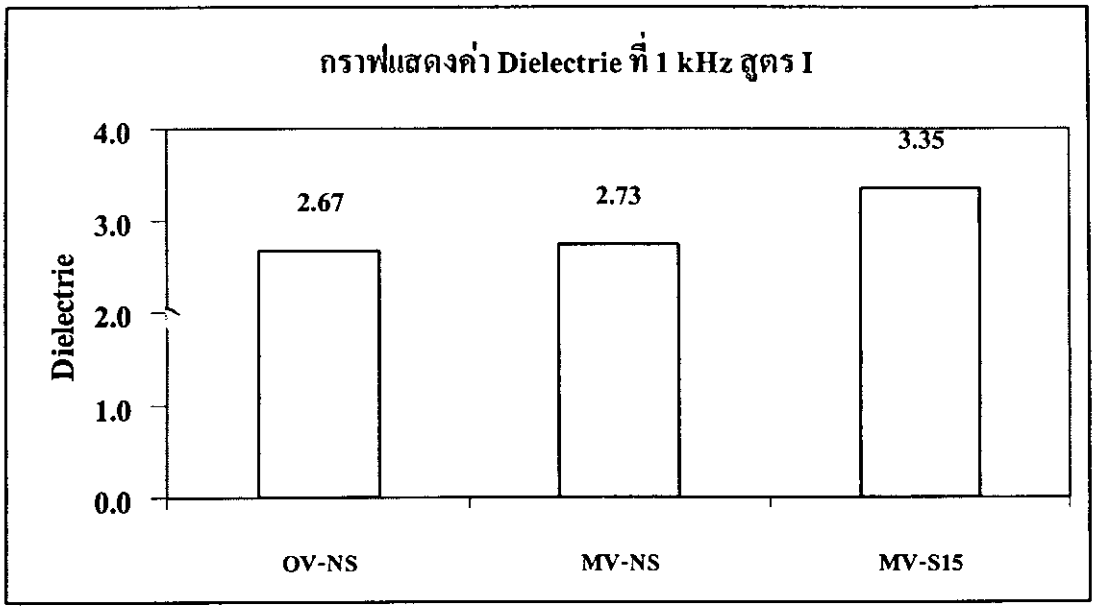
ตารางแสดงค่าการทดสอบการวัดค่า Dielectrie สูตร I

I MV NF	ค่า Cp ที่วัดจากเครื่อง (พิโคฟารัด)				ความหนาเฉลี่ย (m)	พื้นที่ m^2	ค่าไดอิเล็กตริก (จากการคำนวณ)
	1	2	3	เฉลี่ย			
OV-NS	0.16	0.17	0.17	0.17	$2.2x10^{-3}$	$1.96x10^{-5}$	2.15
MV-NS	0.12	0.11	0.12	0.12	$3.07x10^{-3}$	$1.96x10^{-5}$	2.12
MV-S11	0.18	0.18	0.18	0.18	3x10-3	$1.96x10^{-5}$	3.10
MV-S14	0.19	0.18	0.19	0.19	2.94x10-3	$1.96x10^{-5}$	3.21

ตารางแสดงค่าการทดสอบการวัดค่า Dielectrie สูตร II

II MV NF	ค่า Cp ที่วัดจากเครื่อง (พิโคฟารัด) 1	2	3	เฉลี่ย	ความหนาเฉลี่ย (m)	พื้นที่ m^2	ค่าไดอิเล็กตริก (จากการคำนวณ)
OV-NS	0.15	0.16	0.16	0.16	2.9x10-3	$1.96x10^{-5}$	2.67
MV-NS	0.15	0.14	0.15	0.15	3.17x10-3	$1.96x10^{-5}$	2.73
MV-S15	0.17	0.18	0.18	0.18	3.24x10-3	$1.96x10^{-5}$	3.35




กราฟแสดงค่า Dielectrie ที่ 1 kHz สูตร I
Dielectrie
4.0
3.0
2.0
1.0
0.0
2.67
2.73
3.35
OV-NS
MV-NS
MV-S15