บทที่ 2
วิธีการทดลอง

2.1 สารเคมี

1. Epoxy Diglycidyl ether of bisphenol A (DGEBA) ผลิตโดย Dow Chemical Co.
2. Methyl tetrahydrophthalic anhydride (MTHPA1) ผลิตโดย Lindau Chemicals Co. มีตัวเร่งปฏิกิริยาเป็นส่วนประกอบแต่ไม่ทราบชนิดและปริมาณที่ผสม
3. Methyl tetrahydrophthalic anhydride (MTHPA2) ผลิตโดย LonzaSpA Co.
4. Methyl hexahydrophthalic anhydride (MHHPA) ผลิตโดย LonzaSpA Co.
5. Tris-2,4,6-dimethyl aminomethyl phenol (DMP-30) ผลิตโดย Anchor Chemical Ltd.
6. 2-ethyl-4-methyl imidazole (EMI) ผลิตโดย Anchor Chemical Ltd.
7. N,N-Dimethylbenzylamine (Benzyl dimethylamine, BDMA) ผลิตโดย Fluka Co.
8. เส้นใยแก้วแบบ chopped strand mat มีน้ำหนักเฉพาะ (specific weight) เท่ากับ 300 g/m^2 จำหน่ายโดยบริษัท เลิศวัฒนกิจ จำกัด
9. สารหล่อลื่นประเภทซิลิโคนแวกซ์ ชนิด Armlok™ Solarite 1894-EX-S จำหน่ายโดย บริษัท ไทยคอมโพสิท จำกัด
10. กาวซิลิโคน
11. ตัวทำละลายได้แก่ อะซิโตน

สารเคมีข้อ 2 - 4 มีหน้าที่เป็นสารทำให้แข็ง (hardener) สารเคมีข้อ 5 - 7 มีหน้าที่เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา (accelerator) สารเคมีทุกตัวเป็นสารเคมีทางการค้า (commercial grade) และเป็นเกรดทั่วไป (general purpose grade) นำมาใช้โดยไม่มีการดัดแปลงใดๆ สารเคมีรายการที่ 1 – 7 เป็นของเหลว รายละเอียดสารเคมีแสดงในตารางที่ 2.1 สูตรโครงสร้างทางเคมีของสารเคมีแสดงในรูปที่ 2.1

2.2 อุปกรณ์และเครื่องมือ

1. ตู้อบความร้อน (thermal oven) รุ่น Memmert® U500 เป็นชนิดที่ใช้ในห้องปฏิบัติการทั่วไป
2. เตาอบไมโครเวฟ (microwave oven) รุ่น Sanyo® EM-X412 มีขนาดกำลังสูงสุด 800 วัตต์ สามารถปรับระดับกำลังวัตต์ (power level) ได้ 10 ระดับ เป็นชนิดที่ใช้ในครัวเรือน
3. เบ้าเทฟลอน (Teflon mold) มี 2 ขนาด สำหรับชิ้นงานบางใช้เบ้าพิมพ์ที่มีเส้นผ่าศูนย์กลาง 17 cm และลึก 3 mm ส่วนชิ้นงานหนาและคอมโพสิทใช้เบ้าพิมพ์ที่มีเส้นผ่าศูนย์กลาง 20 cm และลึก 5 mm
4. เบ้าเหล็ก ประกอบด้วยแผ่นเหล็กชุบโครเมียมขนาด 20 cm x 20 cm จำนวน 1 แผ่น ใช้เป็นฐาน และแท่งเหล็ก 4 แท่ง เพื่อใช้ทำเป็นกรอบสี่เหลี่ยม ประกอบแท่งเหล็กทั้งสี่ให้เป็นรูปร่างสี่เหลี่ยมจตุรัส ขนาด 18 cm x 18 cm ใช้กาวซิลิโคนทารอบรอยต่อระหว่างแท่งเหล็กและแผ่นเหล็ก สังเกตไม่ให้มีรอยรั่วหรือช่องว่างบริเวณขอบซิลิโคนดังกล่าว
5. เครื่องทดสอบสมบัติการดึง (tensile properties testing machine) รุ่น LLOYD® 1000S และ Shimadzu® AG-100kNG
6. เครื่องทดสอบสมบัติการโค้งงอ (flexural properties testing machine) รุ่น Shimadzu® AG-100kNG
7. เครื่องทดสอบความต้านทานการฟาดกระทบแบบค้อนเหวี่ยง (pendulum - impact tester) รุ่น Zwick®5102

8. เครื่องทดสอบสมบัติทางความร้อนแบบ differential scanning calorimetry (DSC) รุ่น PerkinElmer® DSC7
9. เครื่องทดสอบสมบัติทางกลแบบพลวัตเชิงความร้อน (dynamic mechanical thermal analysis, DMTA) รุ่น Rheometric Scitific® DMTA V)
10. กล้องจุลทรรศน์อิเลคตรอนแบบส่องกราด (scanning electron microscope, SEM) รุ่น JEOL® JXL5600
11. เครื่องตัดชิ้นงานด้วยใบเลื่อย
12. เทอร์โมมิเตอร์แบบแสงอินฟราเรด
13. เครื่องทดสอบความหนืดรุ่น Brookfield® RVDV-II+

ตารางที่ 2.1 รายละเอียดสารเคมีที่ใช้ในการทดลอง

Chemical	Grade	Viscosity (cP) (at 25 °)	EEW	AE (at 25 °)	Density (g/ml)
Epoxy	DER®331	11,800	189	-	1.16
MTHPA1	Lindried®46QC	60	-	166	1.24
MTHPA2	EG/NT	50	-	166	1.19
MHHPA	SW	53	-	168	1.14
DMP-30	Ancamine® K54	200	-	-	0.97
EMI	Imicure® EMI24	6,500	-	-	0.99
BDMA	purum (> 98%)	N/A	-	-	0.89

หมายเหตุ : EEW = epoxy equivalent weight

AE = anhydride equivalent

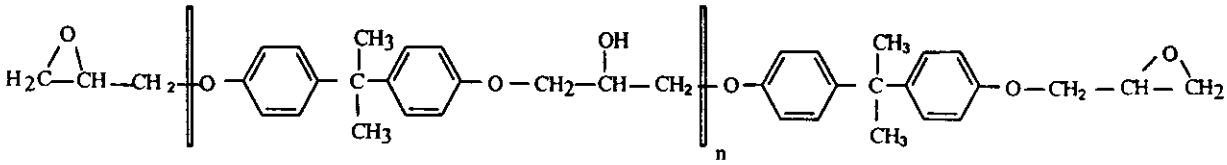
2.3 วิธีการทดลอง

2.3.1 การเทียบค่าระดับกำลังของเตาไมโครเวฟ[1]

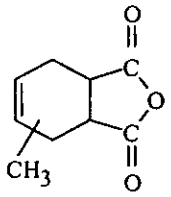
1. นำน้ำสะอาด เช่น น้ำดื่ม จำนวน 1000 g แช่ในตู้เย็นให้มีอุณหภูมิอยู่ระหว่าง 8 - 12°C เรียกว่าอุณหภูมิเริ่มต้น (T_1) เทน้ำเย็นนี้ลงในภาชนะทำด้วยแก้วโบโลซิลิเกตที่มีรูปทรงกระบอกหนา 3 mm เส้นผ่าศูนย์กลางภายนอก 190 mm และสูง 100 mm ภาชนะแก้วนี้มีอุณหภูมิเท่ากับอุณหภูมิห้องก่อนบรรจุน้ำเย็น วัดอุณหภูมิเริ่มต้นของน้ำเย็นที่บรรจุอยู่ในภาชนะแก้ว ซึ่งวัดได้เท่ากับ 9°C (T_1 = 9°C)

2. นำภาชนะเข้าเตาไมโครเวฟ ตั้งค่าระดับกำลังที่ 100% (ระดับกำลัง 10) ซึ่งเป็นค่าระดับกำลังวัตต์สูงสุดของเตาไมโครเวฟ อุ่นน้ำให้ร้อนขึ้นโดยให้มีอุณหภูมิเพิ่มขึ้น 10 ± 2 °C เรียกอุณหภูมินี้ว่าอุณหภูมิสุดท้าย (T_2) โดยก่อนวัดอุณหภูมิ กวนน้ำด้วยแท่งแก้วให้ทั่วภาชนะเสียก่อน เพื่อให้พลังงานความร้อนเกิดการถ่ายเททั่วภาชนะ บันทึกเวลาที่ใช้ในการให้ความร้อน (t) ในการทดลองนี้บันทึกเวลาในการให้ความร้อนที่ทำให้ได้ T_2 เท่ากับ 19°C

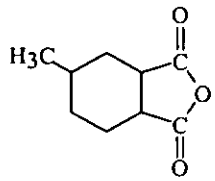
[1] นาวาอากาศตรี ดร. ธนากร พีระพันธุ์ และคณะ, โครงการ การประมาณค่ากำลังอัดของคอนกรีตโดยอาศัยค่ากำลังอัดที่ได้จากการเร่งการแข็งตัวด้วยพลังงานไมโครเวฟ, สนับสนุนโดยสำนักงานกองทุนสนับสนุนการวิจัย PDF/36/2542



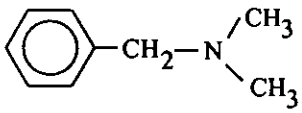
DGEBA, n = 0.15



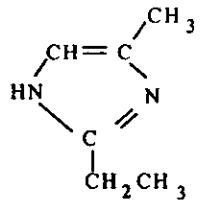
MTHPA



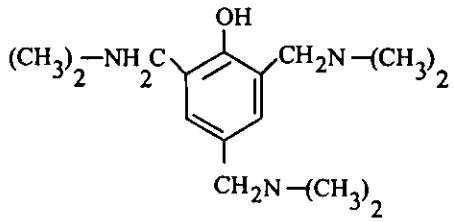
MHHPA



BDMA



EMI



DMP-30

รูปที่ 2.1 โครงสร้างทางเคมีของอีพ็อกซี (DGEBA) สารทำให้แข็ง (MTHPA และ MHHPA) และตัวเร่งปฏิกิริยา (BDMA, EMI และ DMP-30)

3. นำค่าอุณหภูมิเริ่มต้น (T_1) อุณหภูมิสุดท้าย (T_2) และเวลาในการให้ความร้อนจากเตาไมโครเวฟ (t) คำนวณหาค่ากำลังของเตาไมโครเวฟจากสมการที่ 2.1 ทำการทดลองวัดเวลา (t) ที่ระดับกำลังต่างๆ

$$P = 4187 * (T_2 - T_1) / t \qquad (2.1)$$

โดย P = ค่ากำลังของเตาไมโครเวฟที่ใช้ (watt)

T_1 = อุณหภูมิเริ่มต้น ($^{\circ}C$)

T_2 = อุณหภูมิสุดท้าย ($^{\circ}C$)

t = เวลาที่ใช้ในการให้พลังงานไมโครเวฟ (sec)

สมการที่ 2.1 นี้ได้มาจากความสัมพันธ์ต่อไปนี้

$$P = \frac{mC_p\Delta T}{t} \qquad (2.2)$$

โดย m = น้ำหนักของน้ำ (kg)

C_p = ความจุความร้อนของน้ำ (4.187 kJ/kg $^{\circ}C$)

ΔT = $T_2 - T_1$ ($^{\circ}C$)

t = เวลาที่ใช้ในการทำให้ได้ T_2 (sec)

2.3.2 การอบอีพ๊อกซีเรซินด้วยตู้อบความร้อนและเตาไมโครเวฟ

ชั่งน้ำหนักอีพ๊อกซี สารทำให้แข็ง และสารเร่งปฏิกิริยา ตามสัดส่วนที่กำหนดไว้ดังนี้ อีพ๊อกซี 100 ส่วน (โดยน้ำหนัก) สารทำให้แข็ง 80 ส่วน และ สารเร่งปฏิกิริยา 1 ส่วน หรือ 4 ส่วน ยกเว้นสูตรที่ใช้ MTHPA1 จะไม่มีการเติมสารเร่งปฏิกิริยา ผสมสารเคมีทั้งสามชนิดเข้าด้วยกัน กวนให้เป็นเนื้อเดียวกัน วางทิ้งไว้ประมาณ 30 นาที เพื่อให้ฟองอากาศหายไป เทเรซินลงไปในเบ้าพิมพ์ให้ได้ความหนาตามต้องการ โดยควบคุมปริมาณเรซินให้มีน้ำหนักเท่ากันทุกแผ่น การอบด้วยเตาไมโครเวฟจะต้องใช้เบ้าพิมพ์ทำด้วยเทฟลอน การอบด้วยตู้อบความร้อนอาจใช้เบ้าเทฟลอนหรือเบ้าเหล็ก ทาซิลิโคนแวกซ์ที่เบ้าพิมพ์ทั้งสองชนิดให้ทั่วและใช้ผ้าเช็ดส่วนเกินออกไปก่อนที่จะเทเรซินลงในเบ้าพิมพ์ วางเบ้าพิมพ์ในตู้อบความร้อนหรือเตาไมโครเวฟ ตั้งสภาวะการอบตามที่กำหนด การอบด้วยตู้อบความร้อนจะใช้อุณหภูมิ 150$^{\circ}C$ เสมอ การอบด้วยเตาไมโครเวฟมีสองแบบ แบบแรกเป็นการอบที่ระดับกำลังเดียว เรียกการอบแบบนี้ว่า การอบขั้นตอนเดียว (single step heating process) แบบที่สองเป็นการอบที่ใช้ระดับกำลังสองระดับหรือสามระดับ เรียกการอบแบบนี้ว่า การอบหลายขั้นตอน (multi-step heating process) การอบด้วยเตาไมโครเวฟจะใช้ระดับกำลังและเวลาที่แตกต่างกันไปในแต่ละสูตร ใช้ลักษณะทางกายภาพที่มองด้วยสายตาเป็นเกณฑ์ในการพิจารณา คือ สภาวะการอบที่เหมาะสมจะต้องได้ตัวอย่างที่ไม่มีฟองอากาศ ไม่มีรอยไหม้ เป็นของแข็งทั่วทั้งชิ้นตัวอย่าง ส่วนผสมของเรซินสูตรต่างๆแสดงในตารางที่ 2.2

ตารางที่ 2.2 ชื่อย่อและส่วนผสมของเรซินสูตรต่างๆ

Resin	Hardener	Accelerator
I	MTHPA1	Unknown
II	MHHPA	DMP-30
III	MHHPA	EMI
IV	MHHPA	BDMA
VI	MTHPA2	DMP-30
VII	MTHPA2	EMI
VIII	MTHPA2	BDMA

2.3.3 การอบอีพ็อกซีคอมโพสิทด้วยตู้อบความร้อนและเตาไมโครเวฟ

ชั่งอีพ็อกซี สารทำให้แข็ง และสารเร่งปฏิกิริยา ตามสัดส่วนที่กำหนดไว้ ผสมสารเคมีทั้งสามชนิดเข้าด้วยกัน กวนให้เป็นเนื้อเดียวกัน วางทิ้งไว้ประมาณ 30 นาที เพื่อให้ฟองอากาศหายไป เทเรซินลงในเบ้าพิมพ์ประมาณ 1/4 ของปริมาตรทั้งหมด จุ่มแผ่นใยแก้วในเรซินที่เหลือ วางแผ่นใยแก้วลงในเบ้าพิมพ์ และเทเรซินที่เหลือลงในเบ้าพิมพ์ นำไปอบด้วยตู้อบความร้อนหรือเตาไมโครเวฟตามสภาวะการอบที่กำหนด

2.3.4 การทดสอบสมบัติการดึง (tensile properties)

ตัดชิ้นทดสอบเป็นรูปดัมเบลตามมาตรฐาน ASTM D638 สำหรับตัวอย่างหนา 1 mm หรือเป็นรูปสี่เหลี่ยมผืนผ้าขนาด 15 mm x 130 mm ตามมาตรฐาน ASTM D3039 สำหรับตัวอย่างหนา 3.5 mm ทดสอบด้วยอัตราการดึง 5 mm/min จำนวนชิ้นทดสอบ 5 - 10 ชิ้น/ตัวอย่าง ทดสอบที่อุณหภูมิห้อง

2.3.5 การทดสอบสมบัติการโค้งงอ (flexural properties)

i) ชิ้นทดสอบที่มีความหนา 1 mm

ตัดชิ้นทดสอบเป็นรูปสี่เหลี่ยมผืนผ้าตามมาตรฐาน ASTM D790 ขนาด 25 mm x 50 mm ทดสอบแบบ three-point bending ด้วยอัตราการเร็ว 8 mm/min จำนวนชิ้นทดสอบ 5 - 10 ชิ้น/ตัวอย่าง ทดสอบที่อุณหภูมิห้อง

ii) ชิ้นทดสอบที่มีความหนา 3.5 mm

ตัดชิ้นทดสอบเป็นรูปสี่เหลี่ยมผืนผ้าตามมาตรฐาน ASTM D790 ขนาด 25 mm x 120 mm ทดสอบแบบ three-point bending ด้วยอัตราเร็ว 5.3 mm/min จำนวนชิ้นทดสอบ 5 - 10 ชิ้น/ตัวอย่าง ทดสอบที่อุณหภูมิห้อง

2.3.6 การทดสอบความต้านทานการฟาดกระทบ (impact resistance)

ตัดชิ้นทดสอบตามมาตรฐาน ASTM D256 บากเป็นรูปตัววี (V-notch) จำนวนชิ้นทดสอบ 5 - 10 ชิ้น/ตัวอย่าง ทดสอบที่อุณหภูมิห้อง

2.3.7 การวัดความหนืดของเรซิน

อบอีพ็อกซีเรซินด้วยตู้อบความร้อนและเตาไมโครเวฟ ตามสภาวะที่กำหนด โดยใช้เบ้าพิมพ์เทฟลอนและใช้ปริมาณเรซินปริมาณเท่ากับการเตรียมตัวอย่างหนา 3.5 mm แช่เรซินในช่องแช่แข็งของตู้เย็นเป็นเวลา 1 วัน เพื่อหยุดปฏิกิริยา นำเรซินออกมาวางไว้ที่อุณหภูมิห้อง รอจนกระทั่งเรซินมีอุณหภูมิเท่าอุณหภูมิห้อง วัดความหนืดด้วยเครื่อง Brookfield® ไม่มีการเติมตัวทำละลายในเรซินที่นำมาวัดความหนืด

2.3.8 การวัดอุณหภูมิของเรซิน

เป็นตัวอย่างเดียวกันกับข้อ 2.3.7 เมื่อตัวอย่างถูกนำออกมาจากตู้อบความร้อนหรือเตาไมโครเวฟ จะวัดอุณหภูมิกลางชิ้นงานทันทีด้วยเทอร์โมมิเตอร์แบบอินฟราเรดหลังนำออกมาจากแหล่งให้ความร้อน ใช้เวลาในการวัดไม่เกิน 5 วินาที แล้วจึงนำเบ้าพิมพ์และเรซินแช่ในตู้เย็นต่อไป การวัดอุณหภูมิจะต้องรักษาระยะห่างระหว่างเทอร์โมมิเตอร์และเรซินให้คงที่เสมอ

2.3.9 การวิเคราะห์ด้วยเครื่อง DSC

สำหรับตัวอย่างที่เรียกว่า fresh sample (เรซินที่ไม่ได้ผ่านกระบวนการอบ) ทดสอบในช่วงอุณหภูมิ 30 - 250°C ด้วยอัตราการเพิ่มอุณหภูมิเท่ากับ 20°C/min แล้วลดอุณหภูมิลงมาที่ 30°C อย่างรวดเร็วด้วยอัตราการหล่อเย็นที่ - 100°C/min แช่ทิ้งไว้ที่ 30°C เป็นเวลา 3 นาที แล้วเพิ่มอุณหภูมิไปที่ 150°C ด้วยอัตราเร็ว 20°C/min สำหรับตัวอย่างที่ผ่านการอบมาแล้ว ทดสอบในช่วงอุณหภูมิ 30 - 250°C ด้วยอัตราการเพิ่มอุณหภูมิเท่ากับ 20°C/min เท่านั้น

2.3.10 การวิเคราะห์ด้วยเครื่อง DMTA

ตัดชิ้นงานเป็นรูปสี่เหลี่ยมผืนผ้าขนาด 10 mm x 240 mm ทดสอบด้วยเทคนิค single cantilever bending ภายใต้ความถี่ที่ 1 Hz, 10 Hz และ 30 Hz เปอร์เซนต์การยืดเท่ากับ 0.1% อัตราการให้ความร้อนเท่ากับ 2°C/min ทดสอบในช่วงอุณหภูมิ 30 - 250°C ค่ามอดุลัสช่วง glassy state และ rubbery state บันทึกจากค่ามอดุลัสที่อยู่ห่างจาก T_g เท่ากับ $T_g \pm 30$ °C

2.3.11 การวิเคราะห์ด้วยเครื่อง SEM

นำผิวหน้าที่แตกหักของตัวอย่างที่ได้จากการทดสอบสมบัติเชิงกลมาวิเคราะห์ โดยเคลือบผิวหน้าด้วยทองเพื่อให้ตัวอย่างนำไฟฟ้า