

3.3 วิธีการเตรียม

3.3.1 การเตรียมสารละลายไซเลน (3-glycidoxypyriltrimethoxysilane , KBM-403)

1. เตรียมน้ำกลั่น 100 ml ในบีกเกอร์ หลังจากนั้นใช้ปิเปตเติม Acetic acid 99.5 % โดยปริมาตร อีก 1.00 ml จะได้สารละลาย Acetic acid ประมาณ 1% โดยปริมาตร
2. นำสารละลาย 1% โดยปริมาตรของ Acetic acid ปริมาตร 2.00 ml ผสมกับ Dispersing agent (สารที่ช่วยกระจายตัว) และไซเลน 1.40 ml เขย่าให้เข้ากัน จะได้สารละลายไซเลนที่ความเข้มข้นประมาณ 0.4 % โดยปริมาตรของไซเลนต่อปริมาณของ 1% สารละลาย Acetic acid

3.3.2 การเตรียมคอมโพสิตของ Stat-kon[®] กับแปรงถ่านโดยใช้สารละลาย CH₂Cl₂ (Solution Blending)

3.3.2.1 ไม่มีการเติมไซเลน

1. นำ Stat-kon[®] ทางการค้า (as-received) ซึ่งมีลักษณะเป็นทรงกระบอกความยาว 3.0 mm เส้นผ่าศูนย์กลาง 1.7 mm (ในทดลองเรียกว่า “Stat-kon[®]”) ไปอบที่อุณหภูมิ 130°C เป็นเวลา 12 ชั่วโมง
2. ค่อย ๆ เติม Stat-kon[®] ปริมาณ 150 กรัม ลงไปในสารละลาย Dichloromethane ปริมาตร 300 mL
3. หลังจากที่ Stat-kon[®] ละลายหมดแล้ว จึงผสมผงแปรงถ่านลงไปแล้วใช้เครื่องปั่นผสมโฮโมจีไนเซอร์ปั่นที่ความเร็วรอบ 600 – 800 rpm ปั่นให้เข้ากันเป็นเวลา 1 ชั่วโมง
4. นำของผสมที่ได้ไประเหยสารละลายออก โดยอบที่อุณหภูมิ 105°C เป็นเวลา 12 ชั่วโมง ใน Hot air oven
5. หลังจากอบไล่สารละลายออกไปแล้ว นำวัสดุคอมโพสิตไปอบที่อุณหภูมิ 130°C เป็นเวลา 12 ชั่วโมง ก่อนนำไปขึ้นรูปโดยใช้เครื่องกดอัดแบบให้ความร้อน (Hydraulic hot compression) ผลิตโดยบริษัท Lab Tech Engineering โดยใช้สภาวะที่อุณหภูมิ 290°C ความดัน 150 km/cm² โดยใช้เวลา preheat 5 นาที, heat 18 นาที และ cooling 5 นาที
6. นำชิ้นงานที่ได้ไปวัด Tensile strength และ Electrical conductivity
7. ทำซ้ำในข้อ 1-6 โดยใช้ Stat-kon[®] ขนาดเส้นผ่าศูนย์กลาง 0.25-0.65 mm ซึ่งเตรียมได้จากการนำ Stat-kon[®] ความยาว 3.0 mm เส้นผ่าศูนย์กลาง 1.7 mm มาบดในการทดลองต่อไปจะเรียกว่า “Stat-kon[®] บด”

3.3.2.2 มีการเติมไซเลน

1. ทำการทดลองเช่นเดียวกับหัวข้อ 3.3.2.1 ข้อ 1-2
2. หลังจากที่ใช้ Stat-kon[®] ละลายหมดแล้ว จึงผสมผงแปร่งถ่านลงไปแล้วใช้เครื่องปั่นผสมไฮโมจิโนเซอร์ปั่นที่ความเร็วรอบ 600 – 800 rpm ประมาณ 5-10 นาที จากนั้นเติมสารละลายไซเลนที่ความเข้มข้นประมาณ 0.4% โดยปริมาตรของ 1% Acetic acid ปั่นให้เข้ากันเป็นเวลา 1 ชั่วโมง
3. ทำการทดลองเช่นเดียวกับหัวข้อ 3.3.2.1 ข้อ 4-6
4. ทำซ้ำในข้อ 1-3 โดยใช้ Stat-kon[®] บด

3.3.3 การเตรียมคอมโพสิตของ Stat-kon[®] กับผงแปร่งถ่านโดยไม่ใช้สารละลาย (Dry Blend)

3.3.3.1 ไม่มีการเติมไซเลน

1. นำ Stat-kon[®] ไปอบที่อุณหภูมิ 130°C เป็นเวลา 12 ชั่วโมง
2. ผสมผงแปร่งถ่านใน Stat-kon[®] ที่ปริมาณ 30% โดยน้ำหนัก โดยทำการผสมด้วยการเขย่าในภาชนะปิดเป็นเวลา 3 นาที
3. นำไปขึ้นรูปโดยใช้เครื่องกดอัดแบบให้ความร้อน (Hydraulic hot compression) โดยใช้สภาวะที่อุณหภูมิ 290°C ความดัน 150 km/cm² โดยใช้เวลา preheat 5 นาที, heat 18 นาที และ cooling 5 นาที
4. นำชิ้นงานที่ได้ไปวัด Tensile strength และ Electrical conductivity
5. ทำซ้ำในข้อ 1-4 เปลี่ยนปริมาณแปร่งถ่านเป็น 40% และ 50% โดยน้ำหนัก
6. ทำซ้ำในข้อ 1-5 โดยใช้ Stat-kon[®] บด

3.3.3.2 มีการเติมไซเลน

1. นำ Stat-kon[®] ไปอบที่อุณหภูมิ 130°C เป็นเวลา 12 ชั่วโมง
2. ผสมผงแปร่งถ่านใน Stat-kon[®] ที่ปริมาณ 30% โดยน้ำหนัก จากนั้นเติมสารละลายไซเลนลงไปโดยเขย่าในภาชนะปิดเป็นเวลา 3 นาที
3. ทำการทดลองเช่นเดียวกับหัวข้อ 3.3.3.1 ข้อ 3-4
4. ทำซ้ำในข้อ 1-3 โดยเปลี่ยนปริมาณแปร่งถ่านเป็น 40% และ 50% โดยน้ำหนัก
5. ทำซ้ำในข้อ 1-4 โดยใช้ Stat-kon[®] บด

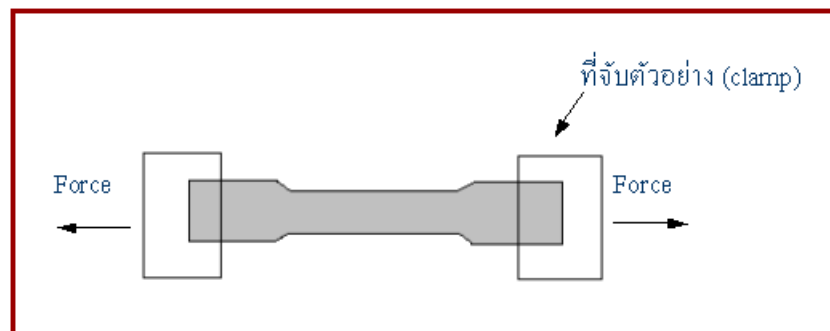
3.4 การทดสอบวัสดุคอมโพสิตแปรงถ่านและพอลิเมอร์

3.4.1 การทดสอบสมบัติความต้านทานแรงดึง (Tensile properties) [27]

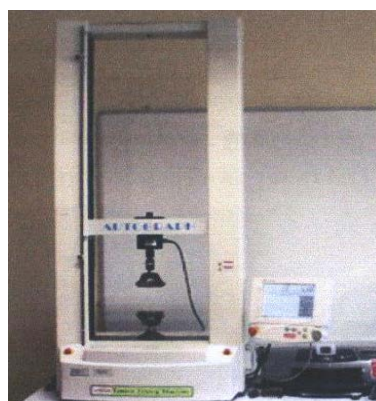
การทดสอบสมบัติความต้านทานแรงดึง คือการวัดความทนทานของวัสดุที่ได้รับแรงคงที่หรือได้รับอย่างช้า ๆ บอกถึงความแข็งแรงของวัสดุเมื่อได้รับแรงดึง และความแข็งแรงของการยึดเกาะระหว่างแปรงถ่านกับพอลิเมอร์ Stat-kon[®] โดยลักษณะรูปร่างตัวอย่างของชิ้นงานที่ใช้ทดสอบความเค้นสามารถแสดงดังรูป 3.1 ซึ่งมีลักษณะชิ้นงานแบบคัมเบลล์ตามมาตรฐาน ASTM D638 [27] โดยทดสอบด้วยเครื่องทดสอบแรงดึง SHIMADZU รุ่น Autograph AG-1 (Japan) ดังรูปที่ 3.2 ซึ่งมีสภาวะการทำงานดังนี้

- ความยาวเกจ (gauge length) = 40 มิลลิเมตร
- Load cell = 5,000 นิวตัน
- ความเร็วในการดึง = 5 มิลลิเมตรต่อนาที

โดยเครื่องจะรายงานผลการทดสอบค่ายังมอดูลัส (Young's modulus) ค่าความต้านทานแรงดึงสูงสุด (Ultimate tensile strength) และเปอร์เซ็นต์ในการยืดตัว ณ จุดขาด (% Elongation at break)



รูปที่ 3.1 รูปร่างตัวอย่างของพอลิเมอร์ที่ใช้ทดสอบความเค้น [28]



รูปที่ 3.2 เครื่องทดสอบแรงดึง SHIMADZU รุ่น Autograph AG – 1

หมายเหตุ ค่าความต้านทานแรงดึง (Tensile strength) คือ ค่าความเค้นสูงสุดที่ได้จากแรงกระทำสูงสุด ถ้าตัวอย่างวัสดุซึ่งอาจเป็นโลหะหรือโลหะผสมถูกนำไปดึง จะเห็นว่าตรงกลางจะเล็กลง เกิดเป็นคอคอด (necking) และถ้าดึงต่อไปความเค้นจะลดลงเมื่อความเครียดเพิ่มขึ้น ในที่สุดก็จะขาด

3.4.2 การตรวจสอบโครงสร้างทางจุลภาคด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning Electron Microscope, SEM)

ศึกษาโครงสร้างจุลภาคของวัสดุคอมโพสิตแปรงถ่านและพอลิเมอร์ที่ได้จากการอัดขึ้นรูป โดยใช้กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด Scanning electron microscope ยี่ห้อ CamScan รุ่น Maxim 2000s ของศูนย์เครื่องมือวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยี มหาวิทยาลัยศิลปากร ใช้ตัวตรวจวัดอิเล็กตรอนกระเจิงกลับ (Backscatter electron detector, BSE detector) และอิเล็กตรอนทุติยภูมิ (Secondary electron image, SEI) มาจับสัญญาณภาพเพื่อศึกษาการกระจายตัวของอนุภาคพอลิเมอร์คอมโพสิตกับแปรงถ่านโดยศึกษารูปแบบโครงสร้างของพื้นผิวรอยแตกจากตัวอย่างที่ทำการหักโดยใช้ไนโตรเจนเหลว

3.4.3 การทดสอบสมบัติทางไฟฟ้า

การทดสอบสมบัติทางไฟฟ้า (Surface resistivity) เป็นส่วนที่สำคัญในการเลือกวัสดุคอมโพสิตที่จะนำมาใช้งานด้านวัสดุนำไฟฟ้าต่าง ๆ

การทดสอบสมบัติทางไฟฟ้าจะวัดค่าการนำโปรตอน ด้วยเทคนิค four-point probe โดยใช้เครื่อง Impedance analyzer Autolab โดยชิ้นงานทดสอบมีลักษณะเป็นรูปสี่เหลี่ยมทำการวัดความกว้างและความหนาของชิ้นทดสอบ เพื่อนำค่าที่ได้ไปคำนวณพื้นที่หน้าตัดของชิ้นงาน โดยการทดสอบค่าความต้านทานทางไฟฟ้า (Resistance, R) และนำค่าไปคำนวณเพื่อหาค่า Electrical conductivity (σ)

สภาพนำไฟฟ้า (Electrical conductivity, σ) เป็นการวัดความสามารถในการลำเลียงประจุภายในวัสดุ ซึ่งมีหน่วยในระบบเอสไอ (SI unit) เป็นซีเมนต่อตารางเมตร หรือซีเมนต่อตารางเซนติเมตร (S/m^2 หรือ S/cm^2) หรือเป็นสัดส่วนระหว่างความหนาแน่นของกระแส (Current density, j) ต่อค่าความเข้มสนามไฟฟ้า (Electric field strength, E) ดังสมการ 3.1 [17]

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

ปริมาณการไหลของไฟฟ้า (I) ความต้านทาน (R) และความต่างศักย์ (V) มีความสัมพันธ์กันโดยกฎของโอห์ม ดังสมการ (3.2)

$$V = I / R \quad (3.2)$$

เมื่อ V มีหน่วยเป็น volts

I มีหน่วยเป็น amperes ($1A = C/s$)

R มีหน่วยเป็น ohm (Ω)

ค่า R ขึ้นอยู่กับรูปทรงของชิ้นตัวอย่าง โดย R จะเพิ่มขึ้นตามความยาว (L) และลดลงเป็นสัดส่วนกับพื้นที่หน้าตัด (A) สมบัติทางไฟฟ้าที่ขึ้นกับลักษณะของวัสดุ โดยเป็นอิสระจากรูปทรงของชิ้นตัวอย่าง เรียกว่า resistivity, ρ ซึ่งคำนวณได้จากค่าความต้านทาน ดังสมการ (3.3) และ (3.4)

$$\rho = RA/L \quad (3.3)$$

$$R = \rho L/A \quad (3.4)$$

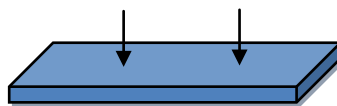
หน่วยของ resistivity คือ ($\Omega \cdot \text{cm}$) สมบัติของวัสดุที่มีประโยชน์อีกอย่างคือ ส่วนกลับของ resistivity เรียกว่า conductivity, σ ดังสมการ (3.5)

$$\sigma = 1/\rho \quad (3.5)$$

ซึ่งมีหน่วยเป็น ($\Omega \cdot \text{cm}$)⁻¹ หรือ S/cm โดย conductivity จะเป็นตัวบอกค่าที่ดีที่สุดในการแบ่งประเภททางไฟฟ้าของวัสดุ

3.4.3.1 การเตรียมชิ้นทดสอบ

ตัดชิ้นทดสอบจากวัสดุคอมโพสิตที่เตรียมได้ข้างต้น ลักษณะชิ้นงานที่ต้องการทดสอบสมบัติทางไฟฟ้า มีลักษณะเป็นรูปแท่งสี่เหลี่ยม ดังแสดงในรูป 3.3 ชิ้นทดสอบมีความยาวประมาณ 300 มม. กว้างประมาณ 200 มม. ทำการวัดความกว้างและความหนาของชิ้นทดสอบ เพื่อนำค่าไปคำนวณพื้นที่หน้าตัดของชิ้นทดสอบ เมื่อได้ชิ้นทดสอบที่มีขนาดตามต้องการแล้ว นำไปวัดค่าความต้านทานไฟฟ้าต่อไป



รูปที่ 3.3 ลักษณะชิ้นงานทดสอบสมบัติการนำไฟฟ้า

3.4.3.2 การทดสอบสมบัติการนำไฟฟ้าของวัสดุคอมโพสิต

การทดสอบสมบัติการนำไฟฟ้าของวัสดุคอมโพสิตด้วยเครื่อง Impedance analyzer ดังแสดงในรูป 3.4 สามารถทำได้โดยนำชิ้นทดสอบที่เตรียมได้ในหัวข้อ 3.4.3.1 มาวัดค่าความต้านทานไฟฟ้า (Resistance) ด้วยเครื่อง impedance analyzer โดยให้หัววัดเครื่องมัลติมิเตอร์ ทั้ง 2 หัวแตะตรงส่วนปลายของชิ้นทดสอบ แล้วอ่านค่าความต้านทานที่ได้จากเครื่องวัด แล้วนำค่าความต้านทานไฟฟ้าที่ได้มาคำนวณหาค่าการนำไฟฟ้าของชิ้นงานทดสอบ ดังหัวข้อ 3.4.3 สมการ 3.5



รูปที่ 3.4 เครื่อง Impedance analyzer Autolab