



รายงานการวิจัยฉบับสมบูรณ์

การศึกษาผลของช่วงเวลาการผสมต่อการกระจายตัวแบบเลือกที่
ของคาร์บอนนาโนทิวบ์ในพอลิยูรีเทน

**Effect of melt mixing time on selective dispersion of carbon nanotubes
in polyurethane**

ดร. กิตติมนต์ จิระกิตติคุณย์

ภาควิชา เคมี คณะวิทยาศาสตร์ สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง

ได้รับทุนสนับสนุนงานวิจัยจากเงินงบประมาณ 2558
คณะวิทยาศาสตร์ สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง

ชื่อโครงการ (ภาษาไทย) การศึกษาผลของช่วงเวลาการผสมต่อการกระจายตัวของคาร์บอนนาโนทิวป์ในพอลิยูรีเทน

ชื่อโครงการ (ภาษาอังกฤษ) Effect of melt mixing time on selective dispersion of carbon nanotubes in polyurethane

แหล่งเงิน ทุนสนับสนุนงานวิจัยจากเงินงบประมาณได้ ประจำปีงบประมาณ 2558

คณะวิทยาศาสตร์ สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง

ประจำปีงบประมาณ 2558 จำนวนเงินที่ได้รับการสนับสนุน 50,000 บาท

ระยะเวลาทำการวิจัย 1 ปี ตั้งแต่ 1 ตุลาคม 2557 ถึง 30 กันยายน 2558

หัวหน้าโครงการ ดร. กิตติมนต์ จิระกิตติคุณย์

สังกัด ภาควิชา เคมี คณะวิทยาศาสตร์ สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง

บทคัดย่อ

ในปัจจุบันพอลิยูรีเทนถูกนำมาใช้งานอย่างแพร่หลาย เนื่องจากสามารถปรับปรุงสมบัติให้หลากหลายตามการใช้งานได้แต่ยังมีข้อด้อยด้านสมบัติทางไฟฟ้า ในงานวิจัยนี้จึงได้ทำการเตรียมนาโนคอมพอสิตระหว่างพอลิยูรีเทนกับคาร์บอนนาโนทิวป์แบบผนังหลายชั้น (Multi-wall carbonnanotube, MWCNT) ด้วยวิธีการผสมแบบหลอมเหลว โดยทำการศึกษาผลกระทบของเวลาการผสมต่อการกระจายตัวของ MWCNT ในพอลิยูรีเทนที่มีโครงสร้างส่วนนึ่งที่แตกต่างกัน โดยเตรียมจาก MWCNT 0.25 %wt ผสมกับพอลิยูรีเทนที่มีโครงสร้างส่วนนึ่งเป็น polyester และ polyether ในเครื่อง Barbender ใช้เวลา 4-12 นาทีและอุณหภูมิ 190°C และขึ้นรูปด้วยเทคนิคกดอัดแล้วนำไปทำการทดสอบด้วย FESEM, DSC และ LCR-meter จากผลการทดสอบสรุปได้ว่า นาโนคอมพอสิตระหว่าง MWCNT กับ PU-ester มีค่าการนำไฟฟ้าเพิ่มขึ้นเมื่อใช้เวลาในการผสมที่นานขึ้น โดย MWCNT จะกระจายอยู่ในโครงสร้างส่วนแข็ง ส่วนนาโนคอมพอสิตระหว่าง MWCNT กับ PU-ester มีค่าการนำไฟฟ้าสูงสุดเมื่อใช้เวลาผสมที่ 8 นาที โดย MWCNT จะกระจายอยู่ในโครงสร้างส่วนนึ่ง

คำสำคัญ: คาร์บอนนาโนทิวป์, พอลิยูรีเทนนาโนคอมพอสิต, การนำไฟฟ้า และ วิธีการผสมแบบหลอมเหลว

Research Title: Effect of melt mixing time on selective dispersion of carbon nanotubes in polyurethane

Researcher: Kittimon Jirakittidul, PhD

Faculty: Science

Department: Chemistry

ABSTRACT

Nowadays polyurethane (PU) has widespread application because it can be developed properties as requirement, but it has poor electrical conductivity. Therefore this research was focused on preparation of nanocomposite between PU and multiwall carbon nanotube (MWCNT) by melt mixing. The effects of mixing time on dispersion of MWCNT in PU were studied. Nanocomposites between MWCNT and PU were prepared at 0.25 %wt. PU matrices have two different soft segments which were polyester (PU-ester) and polyether (PU-ether). Nanocomposites were prepared by Barbender for 4-12 minutes at 190°C then shaped into sheet by compression moulding. Nanocomposites were investigated by FESEM, DSC and LCR meter. It was found that MWCNT/PU-ester nanocomposites showed an increase in conductivity as increasing mixing time. MWCNT dispersed in hard segment of PU-ester. On the other hand, MWCNT/PU-ether nanocomposites prepared at 8 minutes showed maximum conductivity. MWCNT dispersed in soft segment of PU-ether.

Keywords: Carbon Nanotube, Polyurethane Nanocomposite, Conductivity and Melt Mixing Method

กิตติกรรมประกาศ

งานวิจัยนี้สามารถสำเร็จลุล่วงมาได้ด้วยดี เนื่องจากการวิจัยครั้งนี้ได้รับทุนสนับสนุนการวิจัยจากสถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง จากแหล่งทุนเงินงบรายได้ ประจำปีงบประมาณ พ.ศ. 2558 คณะวิทยาศาสตร์ สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง

ขอขอบพระคุณ บริษัท เวสเทิร์นดิจिटอล (ประเทศไทย) จำกัด สำหรับการให้ความอนุเคราะห์ในการใช้เครื่องมือวิเคราะห์ และขอขอบคุณเจ้าหน้าที่ภาควิชาเคมี คณะวิทยาศาสตร์ สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง ที่ช่วยอำนวยความสะดวกในการวิจัย

ดร. กิตติมนต์ จิระกิตติคุณย์

สารบัญ

	หน้า
บทคัดย่อภาษาไทย.....	I
บทคัดย่อภาษาอังกฤษ.....	II
กิตติกรรมประกาศ.....	III
สารบัญ.....	IV
สารบัญตาราง.....	VII
สารบัญภาพ.....	VIII
บทที่ 1 บทนำ	1
1.1 ความเป็นมาและความสำคัญของปัญหา.....	1
1.2 วัตถุประสงค์ของการวิจัย.....	3
1.3 ขอบเขตของการวิจัย.....	3
1.4 วิธีดำเนินการวิจัย.....	3
1.8 ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับ.....	4
บทที่ 2 ทฤษฎีและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง	5
2.1 วิธีการเตรียมนาโนคอมพอสิต.....	5
2.2 การกระจายแบบเปลือกที่ของสารเติมแต่งในวัสดุคอมพอสิต.....	5
บทที่ 3 วิธีดำเนินการวิจัย	8
3.1 แผนการดำเนินงาน.....	8
3.2 สารเคมีและอุปกรณ์.....	8
3.3 วิธีการทดลอง.....	9
บทที่ 4 ผลการวิจัย	14
4.1 การวิเคราะห์ PU-ester และ PU-ether.....	14
4.2 ผลการวิเคราะห์สมบัติของวัสดุนาโนคอมพอสิต.....	21
4.3 การทดสอบสมบัติทางความร้อน.....	14
บทที่ 5 สรุปผลการวิจัยและข้อเสนอแนะ	30
5.1 สรุปผลการวิจัย.....	30
5.2 ข้อเสนอแนะ.....	30
บทที่ 6 สรุปผลผลิตงานวิจัย	31

สารบัญ (ต่อ)

	หน้า
เอกสารอ้างอิง.....	32
ภาคผนวก.....	33
ภาคผนวก ก.....	33
ภาคผนวก ข.....	34

ประวัตินักวิจัย

ชื่อ - นามสกุล (ภาษาไทย) ดร. กิตติมนต์ จิระกิตติคุณ

ชื่อ - นามสกุล (ภาษาอังกฤษ) Kittimon Jirakittidul, PhD

ตำแหน่งปัจจุบัน อาจารย์

หน่วยงาน ภาควิชาเคมี คณะวิทยาศาสตร์ สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง

โทรศัพท์ 02-3298000 ต่อ 6237

โทรสาร 02-3298428

Email Kittimon.ji@kmitl.ac.th

ประวัติการศึกษา

1. วิทยาศาสตรบัณฑิต (เกียรตินิยม) คณะวิทยาศาสตร์ สาขาพอลิเมอร์และสิ่งทอ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย ปีพ.ศ. 2547
2. วิทยาศาสตรมหาบัณฑิต สาขาวิทยาศาสตร์พอลิเมอร์ วิทยาลัยปิโตรเลียมและปิโตรเคมี จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย ปีพ.ศ. 2549
3. Doctor of Philosophy สาขา Polymer Science and Engineering จาก University of Manchester ปีพ.ศ. 2556

สารบัญตาราง

ตารางที่	หน้า
4.1 ผลการวิเคราะห์กราฟ DTG ของ PU-ester และ PU-ether ภายใต้บรรยากาศ N_2	16
4.2 ผลการทดสอบการเปลี่ยนแปลงสี.....	18
4.3 การดูดกลืนแสงที่ค่าความยาวคลื่นต่างๆของหมู่ฟังก์ชันที่พบใน ATR-FTIR.....	21
4.4 ผลการวิเคราะห์ DSC ของ PU-ester /MWCNT และ PU-ether /MWCNT นาโนคอมพอสิต.....	22

สารบัญภาพ

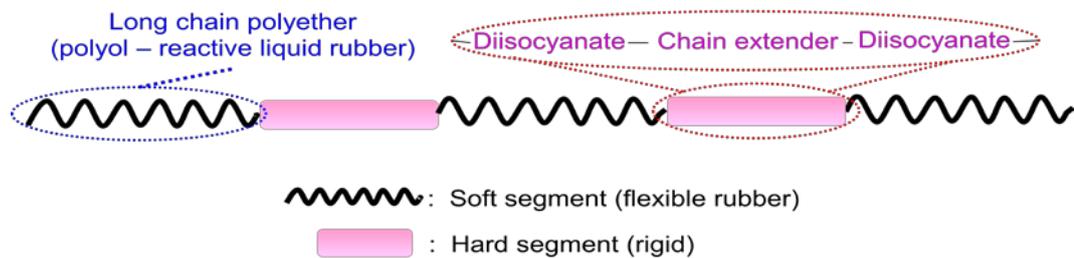
ภาพที่	หน้า
1.1 โครงสร้างทางเคมีของพอลิยูรีเทน.....	1
1.2 การใช้งานของผลิตภัณฑ์พอลิยูรีเทน.....	2
2.1 การกระจายตัวแบบเลือกที่ของคาร์บอนแบล็คในระบบพอลิเมอร์ผสมของ ก) HDPE/PP และ ข) PP/PMM.....	6
3.1 การกำหนดอุณหภูมิและอัตราการใช้อุณหภูมิที่ใช้ในการทดสอบด้วยเทคนิค DSC.....	12
4.1 กราฟ TGA ของ PU-ester และ PU-ether ภายใต้บรรยากาศ N ₂	15
4.2 กราฟ DTG ของ PU-ester และ PU-ether ภายใต้บรรยากาศ N ₂	15
4.3 กราฟ TGA ของ PU-ester และ PU-ether ในบรรยากาศ O ₂	17
4.4 กราฟ DTG ของ PU-ester และ PU-ether ในบรรยากาศ O ₂	17
4.5 กราฟ ATR-FTIR ของ (a) PU-ester และ (b) PU-ether.....	20
4.6 ภาพ FESEM ที่กำลังขยาย 5000 เท่าของ (a) Es-4 และ (b) Es-12.....	25
4.7 ภาพ FESEM ที่กำลังขยาย 5000 เท่าของ (a) Et-4 และ (b) Et-12.....	26
4.8 ภาพ FESEM ที่กำลังขยาย 3000 เท่าของ Et-4.....	27
4.9 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างค่าการนำไฟฟ้ากับความถี่ของ (a) PU-ester และ (b) PU-ether นาโนคอมพอสิต.....	28
4.10 กราฟความสัมพันธ์ระหว่างค่าการนำไฟฟ้ากับเวลาในการผสมของ MWCNT นาโนคอมพอสิต.....	29

บทที่ 1

บทนำ

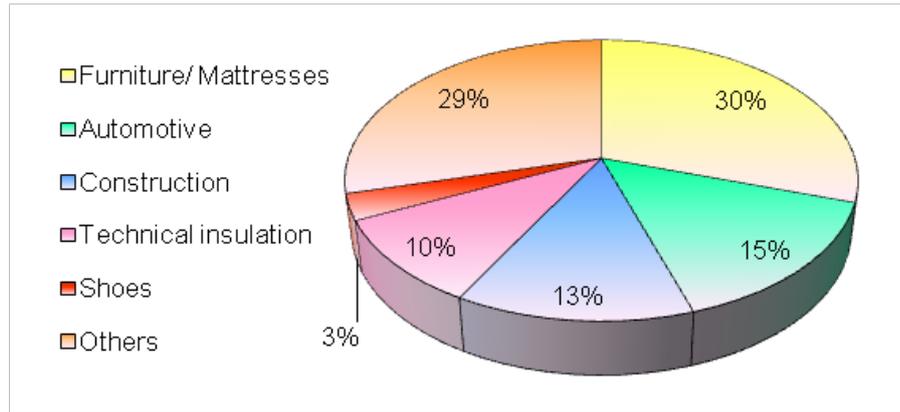
1.1 ความเป็นมาและความสำคัญของปัญหา

พอลิยูรีเทนจัดเป็น โคพอลิเมอร์แบบบล็อก (block copolymer) ชนิดหนึ่ง ซึ่งมีพันธะยูรีเทน (-NHCO-O-) อยู่ในโมเลกุล โครงสร้างทางเคมีของพอลิยูรีเทนโดยทั่วไปประกอบด้วย 2 ส่วนคือ โครงสร้างส่วนแข็ง (hard segment) และโครงสร้างส่วนนิ่ม (soft segment) ดังแสดงในภาพที่ 1 โครงสร้างส่วนนิ่มจะเป็นส่วนของสายโซ่ที่มีความยืดหยุ่น เช่น polyether polyol หรือ polyester polyol ส่วนโครงสร้างส่วนแข็งจะเป็นส่วนของสายโซ่ที่มีความแข็งตึง (stiffness) ผลิตภัณฑ์ของพอลิยูรีเทนมีการใช้งานอย่างแพร่หลายเนื่องจากพอลิยูรีเทนมีหลากหลายรูปแบบ ได้แก่ โฟมแบบแข็ง, โฟมแบบยืดหยุ่น, อีลาสโตเมอร์, สารเคลือบผิว, กาว และสารปิดผนึก (sealant)



ภาพที่ 1.1 โครงสร้างทางเคมีของพอลิยูรีเทน

พอลิยูรีเทนมีสมบัติเด่นที่สำคัญอย่างหนึ่งคือ โครงสร้างทางเคมีของพอลิยูรีเทนสามารถถูกปรับแต่งเพื่อให้เกิดสมบัติที่เหมาะสมกับการใช้งานที่แตกต่างกันได้[1] การใช้งานของผลิตภัณฑ์พอลิยูรีเทนในด้านต่างๆแสดงอยู่ในรูปภาพที่ 2[2] อันได้แก่ งานฟอร์นิเจอร์, งานอโต้โมทีฟ, งานด้านก่อสร้าง, งานฉนวน และ งานรองเท้า เป็นต้น



ภาพที่ 1.2 การใช้งานของผลิตภัณฑ์พอลิยูรีเทน

ที่มา : Mihail Ionescu, 2005 [2]

เพื่อทำการปรับปรุงสมบัติเชิงกลและสมบัติทางไฟฟ้าให้กับพอลิยูรีเทน จึงมีการทำคอมพอสิตกับสารเติมแต่งที่มีสมบัตินำไฟฟ้า ตัวอย่างเช่น คาร์บอนแบล็ก (carbon black) และคาร์บอนนาโนทิวบ์ (carbon nanotubes) โดยหากต้องการได้สมบัติของคอมพอสิตที่ดี มีปัจจัยสำคัญที่ต้องคำนึงถึงคือการกระจายตัวของสารเติมแต่งเหล่านี้ในเนื้อของพอลิยูรีเทน ซึ่งหากสารเติมแต่งเหล่านี้กระจายตัวได้ดีในเนื้อเมทริกซ์ ก็จะทำให้ได้สมบัติของคอมพอสิตที่ดี ในโครงการวิจัยนี้จะทำการศึกษาคอมพอสิตระหว่างพอลิยูรีเทนกับคาร์บอนนาโนทิวบ์แบบผนังหลายชั้น (multiwalled carbon nanotubes หรือ MWCNT) คาร์บอนนาโนทิวบ์แบบผนังหลายชั้นมีลักษณะเป็นทิวแถวของท่อกราฟีนที่มีเส้นผ่านศูนย์กลางภายนอกระหว่าง 2.5 ถึง 30 นาโนเมตร[3] คาร์บอนนาโนทิวบ์เป็นสารเติมแต่งระดับนาโนที่ได้รับความสนใจเป็นอย่างมากในปัจจุบัน เนื่องจากมีความสามารถในการแสดงสมบัติเด่นในหลายๆด้านรวมไว้ด้วยกัน ทั้งสมบัติทางความร้อน, สมบัติเชิงกล และสมบัติทางไฟฟ้า[4-5] แต่สืบเนื่องจากคาร์บอนนาโนทิวบ์มีค่า aspect ratio ที่สูง ทำให้คาร์บอนนาโนทิวบ์มักจะพันกันและรวมตัวเป็นก้อน จึงนำไปสู่สมบัติของคอมพอสิตที่ด้อยลงไป

นอกเหนือจากนี้พอลิยูรีเทนเป็นโพลีเมอร์แบบบล็อกที่ประกอบด้วยโครงสร้างหลัก 2 ส่วน คือ ส่วนแข็งและส่วนนิ่มซึ่งมีลักษณะความมีขี้้วที่แตกต่างกัน ทำให้มีความเป็นไปได้ว่าคาร์บอนนาโนทิวบ์อาจจะมีการกระจายอยู่แบบเลือกที่ในเนื้อพอลิยูรีเทน ในงานวิจัยนี้จึงจะทำการศึกษาผลกระทบของช่วงเวลาในการเตรียมคอมพอสิตที่แตกต่างกันต่อลักษณะการเลือกที่ในการกระจายตัวของคาร์บอนนาโนทิวบ์แบบผนังหลายชั้น และยังจะทำการศึกษาลักษณะการกระจายตัวของคาร์บอนนาโนทิวบ์แบบผนังหลายชั้นในพอลิยูรีเทนที่มีโครงสร้างส่วนนิ่ม (soft segment) ที่แตกต่างกันอีกด้วย

1.2 วัตถุประสงค์ของงานวิจัย

1. ศึกษาผลกระทบของช่วงเวลาการผสมต่อการเลือกที่ในกระจายตัวของคาร์บอนนาโนทิวบ์แบบผนังหลายชั้นของพอลิยูรีเทน
2. เปรียบเทียบการกระจายตัวของคาร์บอนนาโนทิวบ์แบบผนังหลายชั้นในพอลิยูรีเทนที่มีโครงสร้างทางเคมีของส่วนนี้ (soft segment) ที่ต่างกัน

1.3 ขอบเขตของงานวิจัย

1. เตรียมคอมพอสิตระหว่างพอลิยูรีเทนและคาร์บอนนาโนทิวบ์แบบผนังหลายชั้น โดยใช้พอลิยูรีเทนที่มีโครงสร้างส่วนนี้ (soft segment) ที่ต่างกัน
2. เตรียมคอมพอสิตโดยวิธีผสมแบบหลอมเหลว โดยใช้ช่วงเวลาการผสมที่แตกต่างกัน
3. ขึ้นรูปวัสดุคอมพอสิตเพื่อเตรียมไว้สำหรับการทดสอบ
4. ทดสอบสมบัติต่างๆของคอมพอสิต ทั้งสมบัติทางความร้อน, สมบัติเชิงกล และสมบัติทางไฟฟ้า

1.4 วิธีดำเนินการวิจัย

1. จัดซื้อสารเคมีและอุปกรณ์ต่างๆสำหรับทำการวิจัย
2. ทำการเตรียมคอมพอสิตของพอลิยูรีเทนกับคาร์บอนนาโนทิวบ์แบบผนังหลายชั้น โดยวิธีการผสมแบบหลอมเหลว
3. ขึ้นรูปชิ้นงานสำหรับนำไปทดสอบสมบัติเชิงกล, สมบัติทางความร้อน และสมบัติทางไฟฟ้าของวัสดุคอมพอสิตที่เตรียมได้
4. ส่งวิเคราะห์ชิ้นทดสอบในต่างจังหวัด เช่น พระนครศรีอยุธยา, เชียงใหม่ และขอนแก่น
5. วิเคราะห์ผลกระทบของช่วงเวลาการเตรียมคอมพอสิตต่อสมบัติของคอมพอสิต และผลกระทบของโครงสร้างส่วนนี้ของพอลิยูรีเทนต่อสมบัติของคอมพอสิต
6. สรุปองค์ความรู้เพื่อนำไปประยุกต์ใช้ต่อไป
7. เผยแพร่งานวิจัยออกสู่สาธารณะ

1.5 ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับ

1. สามารถทราบถึงผลกระทบของช่วงเวลาและอุณหภูมิในการผสมต่อพฤติกรรมการกระจายตัวของ MWCNT ในพอลิยูรีเทนที่เตรียม โดยวิธีการผสมแบบหลอมเหลว
2. นำเอาความรู้ความเข้าใจที่ได้ไปใช้ในการพัฒนาและปรับปรุงการกระจายตัวของ MWCNT เพื่อให้ได้สมบัติการนำไฟฟ้าของวัสดุคอมพอสิตที่ดีขึ้น

บทที่ 2

ทฤษฎีและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

2.1 วิธีการเตรียมนาโนคอมพอลิต

วิธีการเตรียมนาโนคอมพอลิต สามารถแบ่งเป็นวิธีต่างๆได้ดังนี้

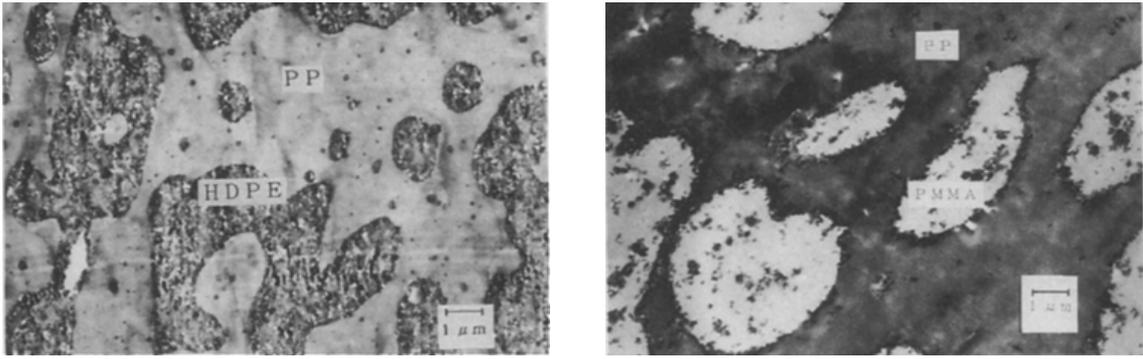
1. Solution mixing (การผสมแบบสารละลาย) สารเติมแต่งที่มีอนุภาคระดับนาโนเมตรและพอลิเมอร์จะถูกผสมภายในตัวทำละลายที่เหมาะสม โดยวัสดุผสมคอมพอลิตจะถูกกวนผสมด้วยการกวนระบบแมกเนติก, การผสมโดยใช้แรงเฉือน, การรีฟลักซ์ หรือการกวนระบบอัลตราโซนิก[4] หลังจากนั้นคอมพอลิตที่เตรียมได้จะถูกแยกออกมาโดยการตกตะกอนหรือระเหยเอาตัวทำละลายออกไป

2. Melt mixing (การผสมแบบหลอมเหลว) วิธีนี้เป็นวิธีที่เหมาะสมกับพอลิเมอร์ประเภทเทอร์โมพลาสติกที่สามารถอ่อนตัวหรือหลอมเหลวเมื่อได้รับความร้อน พอลิเมอร์หลอมเหลวจะถูกผสมกับสารเติมแต่งที่มีอนุภาคระดับนาโนเมตรด้วยแรงเฉือน แล้วถูกนำไปขึ้นรูปด้วยวิธี compression moulding, injection moulding หรือ extrusion ต่อไป

3. In situ polymerization (การผสมในระหว่างปฏิกิริยาการเกิดพอลิเมอร์) โดยวิธีนี้จะทำการผสมสารเติมแต่งที่มีอนุภาคระดับนาโนเมตรในขณะที่มอนอเมอร์กำลังทำปฏิกิริยาพอลิเมอไรเซชัน วิธีนี้จะเป็นวิธีการเตรียมวัสดุคอมพอลิตชนิดที่ไม่สามารถเตรียมโดย 2 วิธีข้างต้นได้[6]

2.2 การกระจายแบบเลือกที่ของสารเติมแต่งในวัสดุคอมพอลิต

ในพอลิเมอร์ที่ประกอบไปด้วยหลายเฟส (multiphase polymers) ตัวอย่างเช่น พอลิเมอร์ผสมที่มีความไม่เข้ากัน (immiscible polymer blends) และโคพอลิเมอร์แบบบล็อก (อาทิเช่นพอลิยูรีเทนที่ใช้ในงานวิจัยนี้) สารเติมแต่งจะสามารถกระจายตัวอยู่ในบริเวณที่แตกต่างกันได้ Sumita et al.[7] พบว่าสารเติมแต่งคาร์บอนแบล็คมีบริเวณกระจายตัวที่แตกต่างกันในระบบพอลิเมอร์ผสมที่มีความไม่เข้ากัน ในพอลิเมอร์ผสมของ HDPE กับ PP คาร์บอนแบล็คจะกระจายตัวอยู่ในเนื้อ HDPE ดังที่แสดงในภาพที่ 3ก ส่วนในพอลิเมอร์ผสมของ PP กับ PMMA คาร์บอนแบล็คจะกระจายตัวอยู่ที่บริเวณพื้นผิว (interface) ระหว่างพอลิเมอร์ทั้ง 2 เฟส ดังที่แสดงในภาพที่ 3ข



ก)

ข)

ภาพที่ 2.1 การกระจายตัวแบบเลือกที่ของคาร์บอนแบล็คในระบบ

พอลิเมอร์ผสมของ ก) HDPE/PP และ ข) PP/PMMA

ที่มา : Masao Sumita et al., 1991 [7]

Gubbels et al.[8] ได้ศึกษาถึงความสัมพันธ์ของการกระจายตัวแบบเลือกที่ของคาร์บอนแบล็คต่อค่าความเข้มข้นที่จุดนำไฟฟ้าในพอลิเมอร์ผสม PE กับ PS พวกเขาได้ค้นพบว่าลักษณะการกระจายตัวของคาร์บอนแบล็คสามารถปรับแต่งได้จากช่วงเวลาในการผสมคอมพอสิตแบบหลอมเหลว ในพอลิเมอร์ผสม PE/PS ที่อัตราส่วน 45/55 หากคาร์บอนแบล็คกระจายตัวอยู่ในเนื้อ PE คอมพอสิตจะมีจุดนำไฟฟ้าอยู่ที่ 3wt% แต่ถ้าปรับแต่งเวลาการผสมให้คาร์บอนแบล็คไปกระจายตัวอยู่ที่ระหว่างพื้นผิว (interface) ของ PE กับ PS จะทำให้จุดนำไฟฟ้าลดลงไปอยู่ที่ 0.4wt% ซึ่งแสดงให้เห็นอย่างชัดเจนว่าการปรับแต่งการกระจายตัวของสารเติมแต่งมีผลต่อการลดลงของค่าความเข้มข้นที่จุดนำไฟฟ้าเป็นอย่างมาก

Segal et al.[9] ทำการศึกษาการกระจายตัวของคาร์บอนแบล็คในพอลิยูรีเทน คอมพอสิตของพอลิยูรีเทนที่มีโครงสร้างส่วนนึ่งเป็นพอลิอีเทอร์กับคาร์บอนแบล็คถูกเตรียมโดยวิธีการผสมแบบหลอมเหลว จากผลของเครื่อง rheometry ทำให้ทราบว่า ที่ปริมาณความเข้มข้นต่ำคาร์บอนแบล็คจะมีการกระจายตัวอยู่ที่โครงสร้างส่วนแข็ง แต่เมื่อเพิ่มปริมาณความเข้มข้นของคาร์บอนแบล็คให้สูงขึ้นกลับพบว่าคาร์บอนแบล็คก็สามารถไปกระจายตัวอยู่ในโครงสร้างส่วนนึ่งได้ด้วยเช่นกัน

Liao et al.[10] ทำการวิจัยผลกระทบของการใช้วิธีการกระจายตัวที่แตกต่างต่อสมบัติเชิงกลของนาโนคอมพอสิตระหว่างอีพอกซีกับคาร์บอนนาโนทิวป์แบบผนังชั้นเดียว (single-walled carbon nanotubes หรือ SWCNT) โดยได้ทำการเตรียมคอมพอสิตด้วย 4 ปัจจัยที่แตกต่างกันคือ อัลตราโซนิคเคชั่นแบบหัวโพรบ (probe-ultrasonication), อัลตราโซนิคเคชั่นแบบอ่าง (bath-ultrasonication), สารลดแรงตึงผิว (surfactant)

และตัวทำละลาย (acetone) พบว่าคอมพอสิตที่ความเข้มข้นของ SWCNT ที่ 0.5 wt% ซึ่งถูกเตรียมด้วยวิธีอัลตราโซนิคเคชั่นแบบหัวโพรบและใช้ acetone ช่วยในการเจือจางของผสมคอมพอสิต จะมีค่า storage modulus เพิ่มขึ้น 50.8%

บทที่ 3

วิธีดำเนินการวิจัย

3.1 แผนการดำเนินงาน

งานวิจัยนี้จัดทำคอมพอสิตระหว่าง PU และ MWCNT เพื่อศึกษาการกระจายตัวของ MWCNT ใน PU ที่มีโครงสร้างส่วนนึ่งที่แตกต่างกัน โดยทำการศึกษาปัจจัยต่างๆ ในกระบวนการเตรียมคอมพอสิต ที่อาจส่งผลกระทบต่อสมบัติต่างๆ คือ สมบัติเชิงกล, ความร้อนและไฟฟ้า ในงานวิจัยได้แบ่งการศึกษาออกเป็น 2 ตอน ดังนี้

ตอนที่ 1 การทดสอบสมบัติของ PU ที่มีโครงสร้างส่วนนึ่งที่แตกต่างกัน (PU-ester และ PU-ether

ตอนที่ 2 ศึกษาผลกระทบของเวลาการผสมต่อการกระจายตัวของ MWCNT ใน PU ที่มีโครงสร้างส่วนนึ่งที่แตกต่างกัน

3.2 สารเคมีและอุปกรณ์

1. PU-ester: Desmopan 3695AU DPS101 จากบริษัท Bayer มีค่า tensile strength 550 Kg/cm^2 , 100% modulus 120 Kg/cm^2 และความหนาแน่น 1.20 g/cm^3
2. PU-ether: Utechllan UE-95 AU จากบริษัท Bayer มีค่า tensile strength 450 Kg/cm^2 , 100% modulus 130 Kg/cm^2 และความหนาแน่น $1.14 \pm 0.02 \text{ g/cm}^3$
3. MWCNT จากบริษัท Sigma-Aldrich
4. กาวอีพอกซีชนิดนำไฟฟ้า: EPO-TEX EE129-4 จากบริษัท Epoxy Technology
5. PELCO Conductive silver paint จากบริษัท Ted Pella
6. สายไฟ AWG 26 เส้นผ่านศูนย์กลาง 0.2 mm จากบริษัท ALPS industrial
7. โถดูดความชื้น (Desiccator)
8. Melt flow index tester ของบริษัท CEAST
9. ATR-FTIR ของบริษัท Thermo Scientific
10. เครื่องผสมภายใน (Internal mixer) ของบริษัท BrabenderPlasti-Corder รุ่น PL 2100
11. เครื่องกดอัด (Compression machine) ของบริษัท MACH GROUP (1992)
12. Thermogravimetric analyzer (TGA) ของบริษัท Perkin Elmer รุ่น Pyris 1 TGA
13. Differential Scanning Calorimeter (DSC) ของบริษัท METTLER TOLEDO รุ่น DSC822°

14. Field emission scanning electron microscope (FESEM) ของบริษัท Zeiss รุ่น Merlin
15. LCR Meter ของบริษัท Agilent รุ่น E4980A

3.3 วิธีการทดลอง

3.3.1 การวิเคราะห์สมบัติของ PU-ester และ PU-ether

1. ทดสอบความหนืดหลอมเหลว

เครื่อง melt flow index ใช้สำหรับทดสอบความหนืดขณะหลอมเหลว และอัตราการไหลขณะหลอมเหลวของเทอร์โมพลาสติกหลักการทำงานคือหลอมเหลวพอลิเมอร์ในกระบอกทดสอบ (cylinder) ด้วยอุณหภูมิที่เหมาะสม จากนั้นใช้น้ำหนักกดตามมาตรฐานวางลงบนแท่งกด (piston) พอลิเมอร์หลอมเหลวจะถูกดันออกมาผ่านหัวฉีด ซึ่งน้ำหนักพอลิเมอร์ที่ไหลออกมาในเวลา 1 นาที แล้วนำมาเปรียบเทียบหน่วยเป็น g/10min ในงานวิจัยนี้ทดสอบความหนืดขณะหลอมเหลวของเม็ด PU-ester และ PU-ether ที่อบไล่ความชื้นที่อุณหภูมิ 80 °C เป็นเวลา 12 ชั่วโมง โดยกำหนดสถานะในการทดสอบครั้งนี้ อุณหภูมิหลอมเหลว 230 °C ระยะเวลาที่ใช้ในการหลอมเหลว 5 นาที และใช้น้ำหนักหัวกด 2.16 กิโลกรัม

2. ทดสอบสมบัติทางความร้อน

ทำการทดสอบสมบัติทางความร้อนของ PU ด้วยเทคนิค Thermogravimetric analysis (TGA) และการเปลี่ยนแปลงสี

1) Thermogravimetric analysis

Thermogravimetric analysis (TGA) เป็นเทคนิคที่ใช้วิเคราะห์เสถียรภาพทางความร้อนของวัสดุ ด้วยการวัดน้ำหนักที่เปลี่ยนไปในแต่ละช่วงอุณหภูมิ โดยน้ำหนักที่เปลี่ยนแปลงไปนั้นจะเกิดขึ้นที่อุณหภูมิเฉพาะของวัสดุแต่ละชนิด ที่เกิดจากการระเหยการย่อยสลาย หรือการเกิดปฏิกิริยาต่างๆ ในการวิเคราะห์เสถียรภาพทางความร้อนด้วย TGA ตัวอย่างจะถูกวางบนจานขนาดเล็กที่เชื่อมต่อกับเครื่องชั่งน้ำหนักที่มีความไวต่อการเปลี่ยนแปลงน้ำหนักสูง แล้วนำเข้าเตาให้ความร้อนที่สามารถควบคุมอุณหภูมิและบรรยากาศได้

ในงานวิจัยนี้ทดสอบเสถียรภาพทางความร้อนของเม็ด PU-ester และ PU-ether ที่อบไล่ความชื้นแล้ว (80 °C 12 ชั่วโมง) โดยกำหนดสถานะการทดสอบภายใต้บรรยากาศไนโตรเจน และภายใต้บรรยากาศออกซิเจน ที่ช่วงอุณหภูมิ 25°C ถึง 900°C ด้วยอัตราการให้ความร้อน 10 °C/min

2) การเปลี่ยนแปลงสี

การทดสอบการเปลี่ยนแปลงสีของ PU-ester และ PU-ether เมื่อได้รับแรงเฉือนจากเครื่อง Brabender ที่อุณหภูมิและระยะเวลาที่แตกต่างกัน แล้วสังเกตสีของ PU ที่เปลี่ยนแปลงไปด้วยสายตา วิธีนี้เป็นการทดสอบการทนความร้อนของเม็ด PU เบื้องต้นถ้าหากเกิดการเปลี่ยนแปลงสีมาก หมายความว่า PU อาจเกิดการเสถียรภาพ ซึ่งมีวิธีการเตรียมชิ้นงาน โดยนำเม็ด PU-ester และ PU-ether ที่อบไล่ความชื้นแล้ว ชนิดละ 60 กรัม มาใส่ในเครื่อง Brabender โดยกำหนดความเร็วในการหมุนสกรู 60 rpm ที่อุณหภูมิ 190 °C เป็นเวลา 4, 6, 8, 10 และ 12 นาที

3. วิเคราะห์หมู่ฟังก์ชันด้วยเครื่อง ATR-FTIR

ATR-FTIR ใช้สำหรับวิเคราะห์โครงสร้างหมู่ฟังก์ชันที่พื้นผิวของวัสดุ หลักการทำงานคือ แสงอินฟราเรด (IR) เดินทางผ่าน crystal (reflective element) และทะลุเข้าไปในผิวของตัวอย่าง ทำให้เกิดการดูดกลืนแสงบางส่วน และสะท้อนกลับออกมาสู่ตัวรับสัญญาณ

การเตรียมตัวอย่างสำหรับวิเคราะห์หมู่ฟังก์ชันทำได้โดย นำเม็ด PU-ester และ PU-ether ที่อบไล่ความชื้นแล้ว (80 °C 12 ชั่วโมง) ขึ้นรูปด้วยกระบวนการกดอัด โดยใช้อุณหภูมิ 190 °C เป็นเวลา 5 นาทีจากนั้นตัดชิ้นงานเป็นรูปสี่เหลี่ยมผืนผ้าขนาดกว้าง 1.5 นิ้ว และยาว 1.5 นิ้ว

3.3.2 การเตรียมวัสดุคอมพอสิต

เตรียมคอมพอสิตระหว่าง PU และ MWCNT โดยการผสมแบบหลอมเหลวด้วยเครื่อง Brabender มีขั้นตอนการเตรียมดังนี้

1. เตรียมเม็ด PU โดยนำเม็ด PU แต่ละชนิด มาอบไล่ความชื้นที่อุณหภูมิ 80 °C เป็นเวลา 12 ชั่วโมง
2. อบไล่ความชื้น MWCNT ที่อุณหภูมิ 80 °C เป็นเวลา 6 ชั่วโมง
3. ชั่ง PU แต่ละสูตร สูตรละ 60 กรัม และชั่ง MWCNT 0.25 %wt (0.15 กรัม) จากนั้นผสม PU แต่ละชนิดกับ MWCNT ในเครื่อง Brabender กำหนดความเร็วในการหมุนสกรู 60 rpm ที่อุณหภูมิ 190°C และเวลา 4-12 นาที ชื่อเรียกสูตรผสมต่างๆเป็น ชื่อ โครงส่วนนี้ม-เวลาการผสม เช่น Es-4 คือ PU-ester ผสมที่เวลา 4 นาที และ Et-8 คือ PU-ether ผสมที่เวลา 8 นาที เป็นต้น

3.3.3 กระบวนการขึ้นรูปวัสดุคอมพอสิต

หลังจากผ่านกระบวนการเตรียมวัสดุคอมพอสิตแล้ว นำคอมพอสิตที่ได้ในแต่ละสูตรมาขึ้นรูปด้วยกระบวนการกดอัดสำหรับแม่พิมพ์ที่ใช้ในการขึ้นรูปวัสดุคอมพอสิตมีความหนา 2 มิลลิเมตร และกำหนดสถานะในการขึ้นรูปแตกต่างกัน ดังนี้

1. คอมพอสิตระหว่าง PU-ester และ MWCNT ใช้อุณหภูมิในการขึ้นรูป 190 °C เวลาในการขึ้นรูป 8 นาทีและหล่อเย็น 8 นาที
2. คอมพอสิตระหว่าง PU-ether และ MWCNT ใช้อุณหภูมิในการขึ้นรูป 200 °C เวลาในการขึ้นรูป 5 นาทีและหล่อเย็น 5 นาที

3.3.4 การวิเคราะห์สมบัติของวัสดุคอมพอสิต

1. การศึกษาการเปลี่ยนแปลงทางความร้อนด้วยเทคนิค Differential Scanning Calorimetry (DSC)

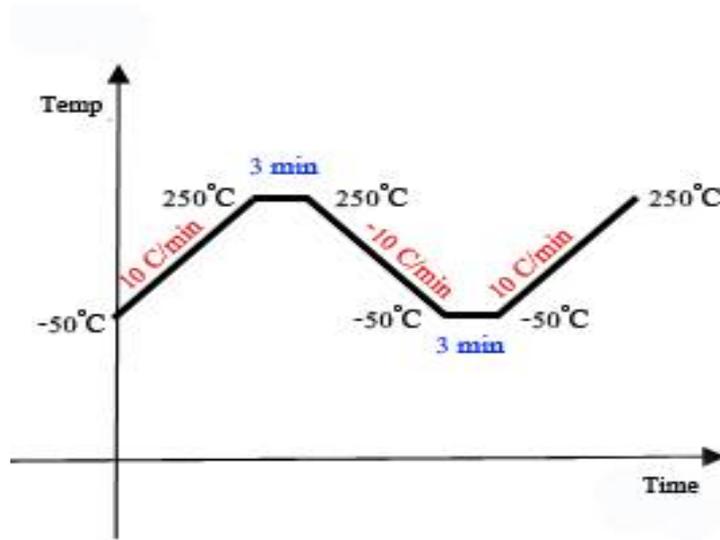
DSC เป็นเทคนิคสำหรับวิเคราะห์วัสดุโดยการวัดค่าพลังงานความร้อนและอุณหภูมิของสารตัวอย่างเปรียบเทียบกับสารมาตรฐานเมื่อมีการเปลี่ยนแปลงทางกายภาพ หรือการเปลี่ยนแปลงทางเคมี เช่น การหลอมเหลว การเปลี่ยนสถานะ การเปลี่ยนรูปผลึก และการเกิดปฏิกิริยาเคมี เป็นต้น โดยที่พื้นที่ใต้กราฟที่เกิดขึ้นจะมีความสัมพันธ์โดยตรงกับการเปลี่ยนแปลงทางความร้อนของสารตัวอย่าง ในการวิเคราะห์ตัวอย่างจะถูกวางในถาดอลูมิเนียมที่อยู่ภายในเตาที่ควบคุมอุณหภูมิได้ โดยภายในเตาจะมีถาดอ้างอิงซึ่งเป็นถาดอลูมิเนียมเปล่า เพื่อใช้เป็นตัวเปรียบเทียบตัวอย่างภายใต้สภาวะเดียวกัน ข้อมูลที่สามารถวิเคราะห์ได้จาก DSC ได้แก่ จุดหลอมเหลว, อุณหภูมิเปลี่ยนสถานะคล้ายแก้ว, เสถียรภาพต่อการเกิดปฏิกิริยาออกซิเดชัน, จลนพลศาสตร์ของการเกิดปฏิกิริยา และปริมาณความเป็นผลึก เป็นต้น

เนื่องจาก PU เป็น block copolymer ที่มีทั้งโครงสร้างส่วนแข็งและส่วนนิ่ม ดังนั้นจึงอาจตรวจพบอุณหภูมิเปลี่ยนสถานะคล้ายแก้วของทั้ง โครงสร้างส่วนแข็งและส่วนนิ่ม, พลังงานที่ใช้ในการเกิด microphase separation และพลังงานที่ใช้ในกระบวนการ microphase mixing ข้อมูลนี้ที่ได้จาก DSC จะใช้ในการศึกษาการแยกตัวของวัฏภาค โครงสร้างส่วนแข็งและส่วนนิ่มของ PU ในวัสดุคอมพอสิต ชิ้นงานที่ใช้ในการทดสอบคือ PU-ester, PU-ether และวัสดุคอมพอสิตทุกสูตรที่ผ่านกระบวนการขึ้นรูปแล้ว ตัดชิ้นงานตัวอย่างน้ำหนักประมาณ 6-7 มิลลิกรัม ใส่ในถาดอลูมิเนียมชนิดมีฝาปิดชั้นตอนในการทดสอบมีดังนี้

- 1) เทียบมาตรฐาน (calibration) เครื่อง DSC ด้วยอินเดียม

2) นำชิ้นงานที่เตรียมไว้ในถาดอลูมิเนียมเรียบร้อยแล้วใส่ในเตาที่มีถาดอลูมิเนียมเปล่าเป็นถาดอ้างอิง

3) ทำการทดสอบภายในสภาวะ heat-cool-heat ภายใต้บรรยากาศแก๊สไนโตรเจน โดยกำหนดช่วงอุณหภูมิทดสอบระหว่าง -50 ถึง 250°C ด้วยอัตราการเพิ่มหรือลดอุณหภูมิที่ $10^{\circ}\text{C}/\text{min}$ ลักษณะสภาวะการทดสอบแสดงดังภาพที่



ภาพที่ 3.1 การกำหนดอุณหภูมิและอัตราการให้อุณหภูมิที่ใช้ในการทดสอบด้วยเทคนิค DSC

2. การศึกษาสัณฐานวิทยาด้วย Field Emission Scanning Electron Microscopy (FESEM)

FESEM เป็นกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนที่ใช้ในการศึกษาสัณฐานและรายละเอียดของพื้นผิวของตัวอย่างในขนาดเล็กระดับไมครอนหรือนาโนเมตร เหมาะสำหรับการสร้างภาพของกลุ่มสัญญาณในการศึกษาโครงสร้างลักษณะพื้นผิวภายนอกหน้าตัดของวัสดุ หลักการทำงานของ FESEM ประกอบด้วยแหล่งกำเนิดอิเล็กตรอนทำหน้าที่ผลิตอิเล็กตรอน เมื่ออิเล็กตรอนเหล่านั้นผ่านเลนส์รวบรวมรังสีกลายเป็นลำอิเล็กตรอน จากนั้นจะถูกปรับระยะโฟกัสโดยเลนส์ใกล้วัตถุลงบนพื้นผิวชิ้นงานที่ต้องการศึกษา หลังจากลำอิเล็กตรอนถูกกราดลงบนชิ้นงานทำให้เกิดอิเล็กตรอนทุติยภูมิขึ้น สัญญาณจากอิเล็กตรอนทุติยภูมินี้จะถูกบันทึกและแปลงไปเป็นสัญญาณทางอิเล็กทรอนิกส์ นำไปสร้างเป็นภาพต่อไป เนื่องจากใช้ลำอิเล็กตรอนที่มีขนาดเล็กมาก จึงทำให้ภาพที่ได้มีการแจกแจงความละเอียดสูง

การเตรียมตัวอย่างสำหรับ FESEM เริ่มจากนำชิ้นงานตัวอย่างที่ผ่านกระบวนการขึ้นรูปแล้ว ตัดชิ้นงานให้มีลักษณะเป็นแท่งกว้างประมาณ 2-3 มิลลิเมตร จากนั้นนำมาหักในไนโตรเจนเหลว ตัดแต่ง ชิ้นงานให้มีความสูงประมาณ 2 มิลลิเมตรจากพื้นผิวหน้าตัด เคลือบผิวชิ้นงานด้วย Palladium แล้วนำไป ถ่ายภาพเพื่อทำการวิเคราะห์ผลต่อไป

3. การศึกษาสมบัติทางไฟฟ้าด้วยเครื่อง LCR meter

LCR meter เป็นเครื่องมือที่ใช้วิเคราะห์วัดค่าปริมาณทางไฟฟ้า โดยสามารถวัดการเหนี่ยวนำ (Inductance), วัดตัวเก็บประจุ (Capacitance) และวัดความต้านทานต้าน (Resistance) ของวัสดุ ในงานวิจัยนี้ใช้ LCR meter ในการวัดค่าความต้านทาน ที่ความถี่ 20 - 1×10⁶ Hz ทดสอบด้วยไฟฟ้ากระแสสลับ กำหนด พลังงานที่ใช้ทดสอบคือ Lp-Rp และความต่างศักย์ 5V การเตรียมตัวอย่างสำหรับทดสอบทางไฟฟ้าทำโดยตัด ตัวอย่างชิ้นงานวัสดุคอมพอสิตที่ผ่านกระบวนการขึ้นรูปแล้วให้มีความกว้าง 10 มิลลิเมตรความยาว 10 มิลลิเมตรและหนา 2 มิลลิเมตร นำชิ้นงานมาต่อกับสายไฟ ด้วยกาวอีพอกซีชนิดนำไฟฟ้า แล้วนำไปอบที่ อุณหภูมิ 80 °C เป็นเวลา 1 ชั่วโมง เพื่อบ่มกาว (curing) จากนั้นนำมาทา silver paint โดยทาให้ทั่วพื้นที่ ด้านหน้าตัดที่ต่อกับสายไฟ เมื่อเตรียมชิ้นงานเสร็จแล้ว นำชิ้นงานตัวอย่างไปวัดค่าความต้านทานไฟฟ้าด้วย LCR meter นำค่าความต้านทานไฟฟ้าที่ได้มาแปลงเป็นค่า volumeresistivity ด้วยสมการที่ 1 จากนั้นแปลง เป็นค่าการนำไฟฟ้า (conductivity) ด้วยสมการที่ 2 แล้วนำค่าการนำไฟฟ้าที่ได้มาพลอต กราฟความสัมพันธ์ กับค่าความถี่

$$\text{Volume resistivity} = \frac{\text{resistance} \times \text{cross section area}}{\text{length}} \quad (\text{สมการที่ 1})$$

$$\text{Conductivity (s/cm)} = \frac{1}{\text{volume resistivity}} \quad (\text{สมการที่ 2})$$

บทที่ 4

ผลการวิจัย

4.1 การวิเคราะห์ PU-ester และ PU-ether

4.1.1 ความหนืดขณะหลอมเหลว

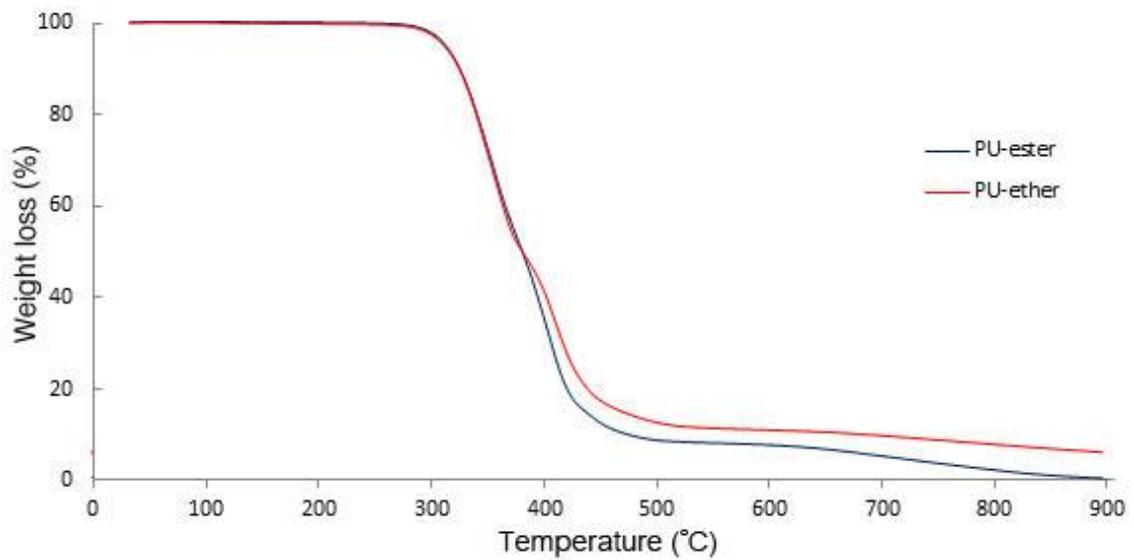
ทำการทดสอบพฤติกรรมการหลอมเหลว (MFI) ด้วยเครื่อง melt flow index tester ของเม็ด PU-ester และ PU-ether ที่อุณหภูมิ 230 °C และน้ำหนักกด 2.16 กิโลกรัม พบว่า PU-ether มีค่า MFI = 9.06 g/10 นาที ซึ่งมีค่าต่ำกว่า PU-ester (31.05 g/10 นาที) แสดงให้เห็นว่าขณะหลอมเหลว PU-ether จะมีความหนืดที่สูงกว่า PU-ester ซึ่งความหนืดขณะหลอมเหลวที่แตกต่างกันนี้ ส่งผลทำให้พอลิเมอร์เมทริกซ์ได้รับแรงเฉือนในขณะผสมแตกต่างกันไป และอาจส่งผลไปยังลักษณะการกระจายตัวของ MWCNT ในเมทริกซ์ได้อีกด้วย

4.1.2 การทดสอบสมบัติทางความร้อน

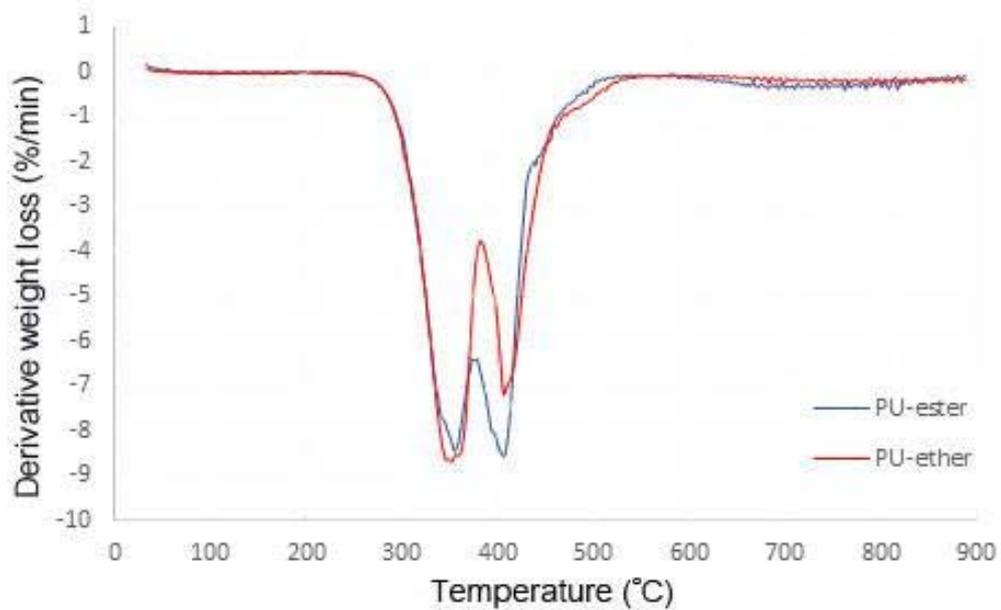
1. การวิเคราะห์เสถียรภาพทางความร้อนด้วย TGA

1) ภายใต้บรรยากาศก๊าซไนโตรเจน

จากภาพที่ 4.1 แสดงผลการวิเคราะห์เสถียรภาพทางความร้อนด้วยเครื่อง TGA ของ PU-ester และ PU-ether โดย PU-ester พบ $T_{d0.05}$ (อุณหภูมิที่น้ำหนักหายไป 5%) ที่ 313.05 °C ส่วน PU-ether พบ $T_{d0.05} = 311.55$ °C จะเห็นได้ว่าทั้ง PU-ester และ PU-ether มีเสถียรภาพทางความร้อนภายใต้บรรยากาศไนโตรเจนที่ใกล้เคียงกัน และเมื่อวิเคราะห์กราฟ DTG (ภาพที่ 4.2) แสดงให้เห็นถึงกระบวนการสลายตัวของ PU ที่มี 2 ขั้นตอนหลัก อุณหภูมิการสลายตัวและน้ำหนักที่หายไปในแต่ละขั้นตอนของการสลายตัวแสดงในตารางที่ 4.1



ภาพที่ 4.1 กราฟ TGA ของ PU-ester และ PU-ether ภายใต้บรรยากาศ N_2



ภาพที่ 4.2 กราฟ DTG ของ PU-ester และ PU-ether ภายใต้บรรยากาศ N_2

จากกราฟ DTG ของ PU-ester และ PU-ether ปรากฏ 2 พีกที่แสดงถึงการสลายตัว 2 ขั้นตอน ซึ่งสอดคล้องกับลักษณะของ PU ที่มีโครงสร้างแบ่งเป็น 2 ส่วน คือ โครงสร้างส่วนแข็งกับโครงสร้างส่วนนิ่ม โดยในขั้นแรกเป็นการสลายตัวของพันธะยูรีเทนในโครงสร้างส่วนแข็ง ส่วนขั้นที่สองเป็นการสลายตัวของโครงสร้างส่วนนิ่ม โดย PU-ester และ PU-ether จะมีค่า $T_{d(max)}$ ของโครงสร้างส่วนแข็ง

และโครงสร้างส่วนนึ่งที่ใกล้เคียงกันที่ประมาณ 350 และ 400 °C ตามลำดับ เมื่อพิจารณาถึงสัดส่วนของ น้ำหนักที่หายไปในการสลายตัวขั้นที่ 2 PU-ester จะมีน้ำหนักที่หายไปมากกว่า PU-ether ประมาณ 10% แสดงให้เห็นว่า PU-ester น่าจะมีสัดส่วนของโครงสร้างนึ่งที่มากกว่า PU-ether

ตารางที่ 4.1 ผลการวิเคราะห์กราฟ DTG ของ PU-ester และ PU-ether ภายใต้บรรยากาศ N₂

การสลายตัว		PU-ester	PU-ether
ขั้นที่ 1	T _{d(max)} (°C)	354.8	351.6
	น้ำหนักที่หายไป (%)	46.97	50.54
ขั้นที่ 2	T _{d(max)} (°C)	405.7	401.64
	น้ำหนักที่หายไป (%)	52.68	43.5

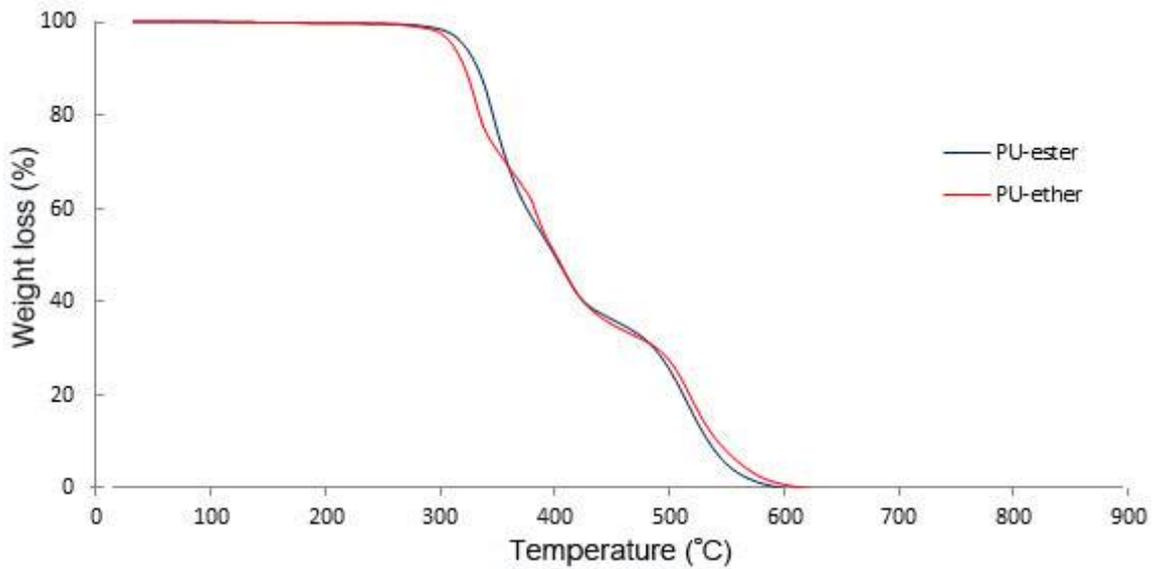
หมายเหตุ T_{d(max)} = อุณหภูมิที่มีอัตราการสลายตัวสูงที่สุด

2) ภายใต้บรรยากาศก๊าซออกซิเจน

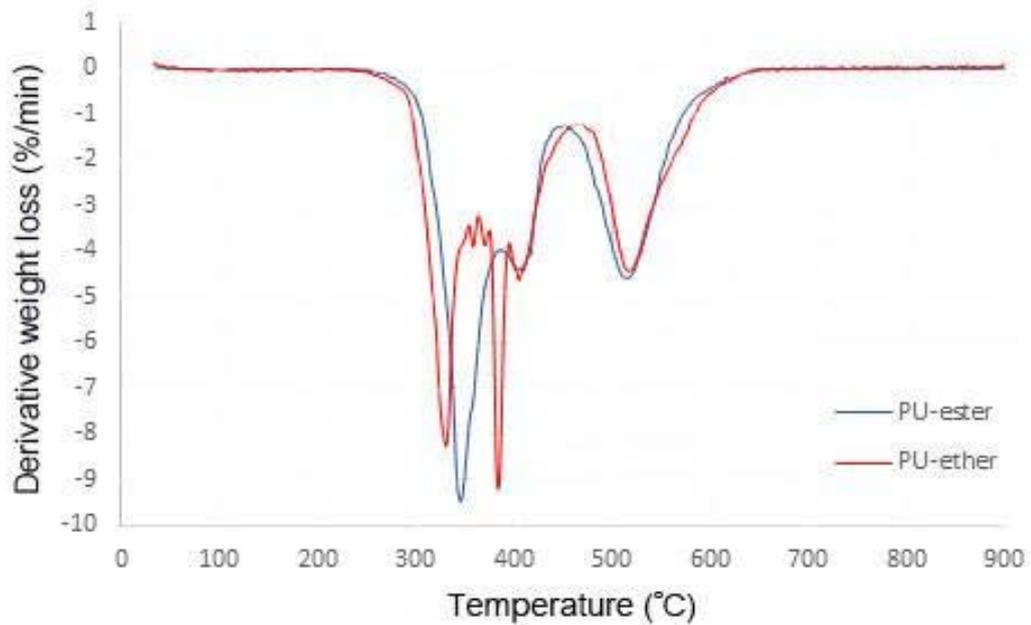
จากภาพที่ 4.3 แสดงกราฟ TGA ของ PU-ester และ PU-ether ภายใต้บรรยากาศก๊าซออกซิเจน PU-ester มีการสลายตัวที่อุณหภูมิ T_{d0.05} = 320.93 °C และ PU-ether พบ T_{d0.05} = 311.22 °C แสดงให้เห็นว่า PU-ester มีเสถียรภาพทางความร้อนที่สูงกว่า PU-ether จากภาพที่ 4.4 กราฟ DTG ของ PU-ester และ PU-ether ปรากฏพีคการสลายตัวหลายพีค ซึ่งแสดงถึงกระบวนการสลายตัวแบบหลายขั้นตอนของทั้ง PU-ester และ PU-ether เนื่องจากการให้ความร้อนในบรรยากาศก๊าซออกซิเจนสามารถทำให้เกิดปฏิกิริยาออกซิเดชันได้ ส่งผลให้สายโซ่โมเลกุลของ PU อาจเกิดการตัดขาดสายโซ่โมเลกุลหรืออาจเกิดปฏิกิริยากับหมู่ ester หรือ ether ต่อไปได้นั่นเอง

การที่ PU-ester เริ่มมีการสลายตัวภายใต้บรรยากาศก๊าซไนโตรเจนที่อุณหภูมิสูงกว่า PU-ether เล็กน้อย อาจเนื่องจากหมู่เอสเทอร์สามารถเกิดพันธะไฮโดรเจนได้ทำให้แรงยึดเหนี่ยวระหว่างโมเลกุลสูงกว่า และเมื่อทำการเปรียบเทียบ T_{d0.05} ระหว่างภายใต้บรรยากาศก๊าซออกซิเจนกับไนโตรเจน พบว่ามีค่า T_{d0.05} ที่ใกล้เคียงกัน แต่โดยทั่วไปแล้วภายใต้บรรยากาศออกซิเจน น่าจะมีอุณหภูมิการสลายตัวที่ต่ำกว่า

เนื่องจากเกิดปฏิกิริยาออกซิเดชัน แต่เนื่องจากในกระบวนการผลิตเม็ด PU ผู้ผลิตมีการใส่สารเติมแต่ง UV-stabilizer ลงไป จึงอาจส่งผลให้ PU-ester และ PU-ether มีความต้านทานการสลายตัวภายใต้บรรยากาศออกซิเจนได้ใกล้เคียงกับบรรยากาศไนโตรเจนนั่นเอง



ภาพที่ 4.3 กราฟ TGA ของ PU-ester และ PU-ether ในบรรยากาศ O₂



ภาพที่ 4.4 กราฟ DTG ของ PU-ester และ PU-ether ในบรรยากาศ O₂

1. การทดสอบการเปลี่ยนแปลงสีด้วยสายตา

ทำการทดสอบและสังเกตการเปลี่ยนแปลงสีของ PU-ester และ PU-ether ด้วยสายตาภายใต้การให้ความร้อนและแรงเหนือนด้วยเครื่อง Barbender ที่อุณหภูมิ 190 °C ในช่วงเวลาการผสมที่ 4 ถึง 12 นาที และทำการเทียบกับ PU มาตรฐาน (ผ่านการให้ความร้อน 2 นาที) ผลการเปลี่ยนแปลงสีแสดงตารางที่ 4.2

ตารางที่ 4.2 ผลการทดสอบการเปลี่ยนแปลงสี

เวลาผสม (นาที)	PU-ester	PU-ether
สีมาตรฐาน		
4		
6		
8		
10		
12		

เมื่อเทียบสีของ PU-ester และ PU-ether ที่ผ่านความร้อนตามสภาวะต่างๆแล้ว พบว่าสีของชิ้นงานทั้ง PU-ester และ PU-ether ไม่มีการเปลี่ยนสีอย่างชัดเจน ดังนั้นการเตรียมนาโนคอมพอสิตสามารถเตรียมที่อุณหภูมิ 190 °C และใช้เวลาการผสมได้นานถึง 12 นาที โดยที่ PU เมทริกซ์ไม่มีการเสียหาย

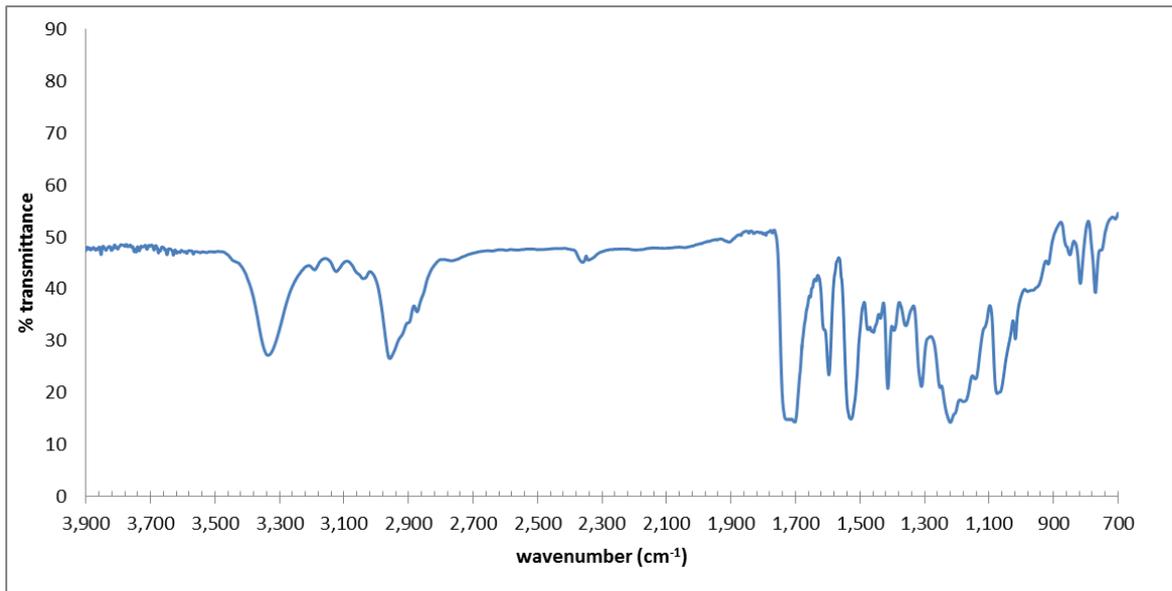
4.1.3 วิเคราะห์หมู่ฟังก์ชันด้วยเครื่อง ATR-FTIR

การตรวจวิเคราะห์หมู่ฟังก์ชันของ PU ด้วยเครื่อง ATR-FTIR พบว่า PU-ester (ภาพที่ 4.5a) และ PU-ether (ภาพที่ 4.5b) มีการสั่นของหมู่คาร์บอนิลและหมู่อะมิโนที่มีความยาวคลื่นที่แตกต่างกัน โดยตารางการดูดกลืนแสงของหมู่ฟังก์ชันที่ค่าความยาวคลื่นต่างๆแสดงดังตารางที่ 4.3 [11]

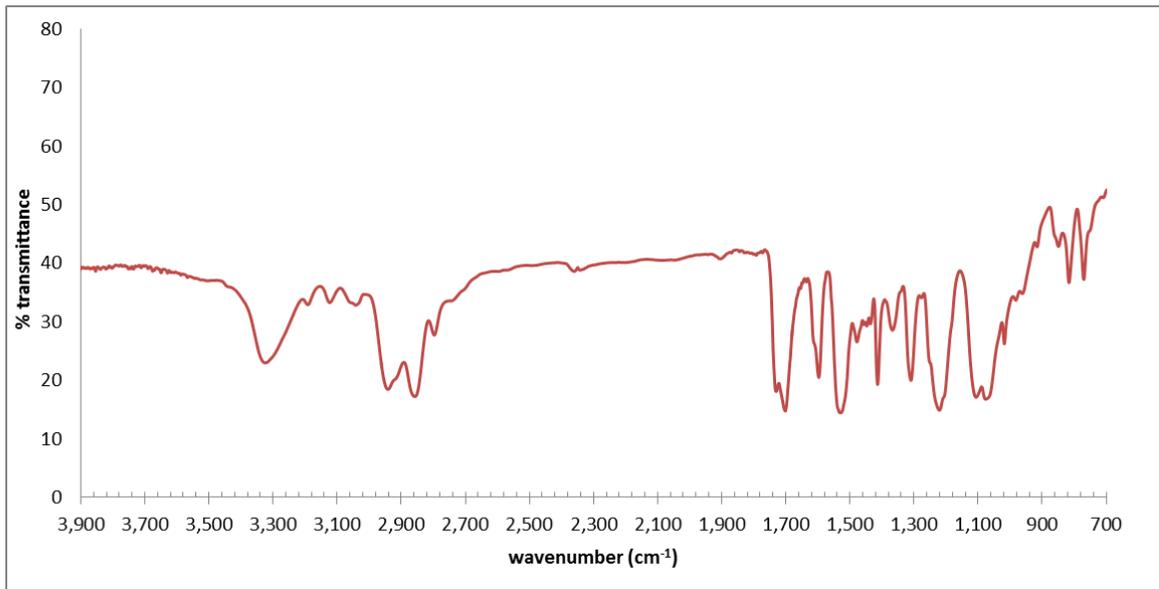
เมื่อวิเคราะห์การดูดกลืนแสงของหมู่ N-H stretching (ช่วงความยาวคลื่นประมาณ 3300 cm^{-1}) ของ PU เทียบกับตารางที่ 4.3 พบว่า PU-ester จะปรากฏ N-H stretching ที่ความยาวคลื่น 3331 cm^{-1} แสดงถึงการที่หมู่ N-H เกิดพันธะไฮโดรเจนกับออกซิเจนของหมู่คาร์บอนิล ส่วนของ PU-ether พบหมู่ N-H stretching ปรากฏที่ความยาวคลื่น 3315 cm^{-1} จึงคาดว่าจะเกิดจากผลกระทบของพันธะไฮโดรเจนระหว่างหมู่ N-H กับออกซิเจนของ ether

จากนั้นทำการวิเคราะห์การดูดกลืนแสงของหมู่ C=O stretching (ช่วงความยาวคลื่นประมาณ 1700 cm^{-1}) ของ PU เทียบกับตารางที่ 4.3 ปรากฏว่าทั้ง PU-ester และ PU-ether จะพบการดูดกลืนแสงที่ความยาวคลื่น 2 ค่า คือ ที่ความยาวคลื่นประมาณ 1730 และ 1700 cm^{-1} แสดงถึง C=O stretching ใน PU ที่อิสระ (ไม่เกิดพันธะไฮโดรเจน) และ C=O stretching ใน PU ที่มีการเกิดพันธะไฮโดรเจนขึ้น ตามลำดับ

จากผลการตรวจวิเคราะห์หมู่ฟังก์ชันของเม็ด PU-ester และ PU-ether ด้วยเครื่อง ATR-FTIR ทำให้สามารถยืนยันได้ว่าเม็ด PU ที่ใช้ในการวิจัยมีหมู่ฟังก์ชันตรงตามที่ต้องการ



(a)



(b)

ภาพที่ 4.5 กราฟ ATR-FTIR ของ (a) PU-ester และ (b) PU-ether

ตารางที่ 4.3 การดูดกลืนแสงที่ค่าความยาวคลื่นต่างๆของหมู่ฟังก์ชันที่พบใน ATR-FTIR [11]

หมู่ฟังก์ชัน	ความยาวคลื่น (cm ⁻¹)
N-H stretching (ether)	3290-3310
N-H stretching (carbonyl)	3300-3350
C=O stretching (aliphatic ester)	1750-1735
C=O stretching (urethane, H-bond)	1700
C=O stretching (urethane, free H-bond)	1730
C-O stretching	1100-1300

4.2 ผลการวิเคราะห์สมบัติของวัสดุนาโนคอมพอสิต

4.2.1 ผลการศึกษาการเปลี่ยนแปลงทางความร้อนด้วยเทคนิค DSC

PU จัดเป็น block copolymer ที่ประกอบด้วย 2 ส่วนหลัก คือ โครงสร้างส่วนนิ่มและโครงสร้างส่วนแข็ง ซึ่งทั้งสองส่วนนี้มีขอบเขตความสามารถในการเข้ากันได้จำกัด จึงทำให้เกิดลักษณะพื้นฐานทั้งแบบ microphase separation (โครงสร้างส่วนนิ่มและส่วนแข็งแยกส่วนกัน) และแบบ microphase mixing (โครงสร้างทั้งสองผสมกันอยู่) ดังนั้นเมื่อทำการวิเคราะห์ PU ด้วยเทคนิค DSC ทำให้สามารถพบการเปลี่ยนแปลงทางความร้อนต่างๆ ได้ดังนี้ อุณหภูมิเปลี่ยนสถานะคล้ายแก้วของโครงสร้างส่วนนิ่ม ($T_{g(SS)}$), อุณหภูมิเปลี่ยนสถานะคล้ายแก้วของโครงสร้างส่วนแข็ง ($T_{g(HS)}$), อุณหภูมิเปลี่ยนสถานะคล้ายแก้วของโครงสร้างผสมระหว่างส่วนนิ่มและส่วนแข็ง ($T_{g(MP)}$), อุณหภูมิที่เกิด microphase separation (T_{MST}) ที่อุณหภูมินี้โครงสร้างส่วนนิ่มและส่วนแข็งจะเกิดการแยกส่วนกันออกไป และอุณหภูมิที่เกิด microphase mixing (T_{MMT}) ซึ่งเป็นอุณหภูมิที่ผลึกในโครงสร้างส่วนแข็งละลายตัวและผสมเป็นเนื้อเดียวกันกับโครงสร้างส่วนนิ่ม

ในการทดสอบจะกำหนดสภาวะการทดสอบแบบ heat-cool-heat ซึ่งในขั้นตอนการให้ความร้อนจะสามารถพบค่า $T_{g(SS)}$, $T_{g(MP)}$, $T_{g(HS)}$, T_{MMT} และพลังงานที่ใช้ในการเกิด microphase mixing ($\Delta H_{(MMT)}$) ส่วนในขั้นตอนการหล่อเย็นจะสามารถพบค่า T_{MST} และพลังงานที่ใช้ในการเกิด microphase separation ($\Delta H_{(MST)}$) ผลวิเคราะห์การเปลี่ยนแปลงทางความร้อนด้วยเทคนิค DSC ของ PU-ester /MWCNT และ PU-ether /MWCNT นาโนคอมพอสิต แสดงดังตารางที่ 4.4

ตารางที่ 4.4 ผลการวิเคราะห์ DSC ของ PU-ester /MWCNT และ PU-ether /MWCNT นาโนคอมพอสิต

สูตร	ความร้อนครั้งที่ 1				หล่อเย็น		ความร้อนครั้งที่ 2		
	$T_{g(SS)}$	$T_{g(MP)}$	T_{MMT}	$\Delta H_{(MMT)}$	T_{MST}	$\Delta H_{(MST)}$	$T_{g(SS)}$	T_{MMT}	$\Delta H_{(MMT)}$
PU-ester	-19.1	-	116.7	20.1	79.6	10.6	-10.9	160.0	10.8
Es-4	-15.7	63.2	172.3	7.9	131.3	11.1	-16.7	180.1	7.1
Es-6	-21.3	59.9	171.2	6.3	131.5	10.2	-14.4	180.0	5.8
Es-8	-19.5	61.7	161.2	8.5	131.8	10.9	-16.2	179.9	6.6
Es-10	-21.9	60.7	179.3	5.5	133.8	11.2	-18.9	180.0	6.6
Es-12	-23.3	61.2	176.2	6.4	136.5	12.1	-18.6	180.7	7.8
PU-ether	-	-	170.5	0.5	98.0	10.9	-	177.5	26.0
Et-4	-	65.2	200.4	5.6	148.5	13.0	-	194.4	8.5
Et-6	-	63.4	208.7	6.6	153.2	14.4	-	194.7	8.9
Et-8	-	61.7	204.8	8.6	153.7	15.4	-	194.2	9.1
Et-10	-	62.5	198.8	9.0	153.3	14.9	-	195.0	9.3
Et-12	-	62.9	205.0	7.1	152.8	14.8	-	194.0	11.4

หมายเหตุ:

- $T_{g(SS)}$ คือ อุณหภูมิเปลี่ยนสถานะคล้ายแก้วของโครงสร้างส่วนนุ่ม (°C)
- $T_{g(HS)}$ คือ อุณหภูมิเปลี่ยนสถานะคล้ายแก้วของโครงสร้างส่วนแข็ง (°C)
- $T_{g(MP)}$ คือ อุณหภูมิเปลี่ยนสถานะคล้ายแก้วของโครงสร้างผสมส่วนนุ่มและส่วนแข็ง (°C)
- T_{MMT} คือ อุณหภูมิการเกิด microphase mixing (°C)
- T_{MST} คือ อุณหภูมิการเกิด microphase separation (°C)
- $\Delta H_{(MMT)}$ คือ พลังงานที่ใช้ในการเกิด microphase mixing (J/g)
- $\Delta H_{(MST)}$ คือ พลังงานที่ใช้ในการเกิด microphase separation (J/g)

ค่า $\Delta H_{(MMT)}$ จะบ่งชี้ถึงพลังงานที่ใช้หลอมผลึกในโครงสร้างส่วนแข็ง และเกิดการผสมกันของโครงสร้างส่วนนุ่มและส่วนแข็ง โดยหากวัสดุมีความเป็นผลึกมาก ค่า $\Delta H_{(MMT)}$ ก็จะสูงตามไปด้วย จากผลการวิเคราะห์ DSC ในตารางที่ 4.4 พบว่า $\Delta H_{(MMT)}$ ของ PU-ester นาโนคอมพอสิต มีค่าต่ำกว่า PU-ester แสดงให้เห็นว่า MWCNT ที่เติมลงไปได้กระจายตัวอยู่ในโครงสร้างส่วนแข็ง และเข้าไปขัดขวางการเกิดผลึกในโครงสร้างส่วนแข็ง ส่งผลให้ค่า $\Delta H_{(MMT)}$ ลดต่ำลง

หากพิจารณาถึงโครงสร้างผสมส่วนนุ่มและส่วนแข็ง เมื่อ MWCNT ได้เข้าไปกระจายตัวในโครงสร้างส่วนแข็งของ PU-ester ส่งผลให้โครงสร้างส่วนนุ่มเกิดการแยกตัวออกมา จากตารางที่ 4.4 ที่อุณหภูมิ 190 °C เมื่อใช้เวลาในการผสมนานขึ้น พบว่า $T_{g(SS)}$ มีแนวโน้มต่ำลง แสดงว่าเมื่อใช้เวลาในการผสมมากขึ้น MWCNT สามารถกระจายตัวในโครงสร้างส่วนแข็งได้ดีขึ้น และโครงสร้างส่วนนุ่มก็ยังคงมีการแยกตัวออกมาได้มากขึ้น

ในขั้นตอนการหล่อเย็นจะพบค่า T_{MST} ของ PU-ester ที่ประมาณ 80 °C แต่เมื่อใส่ MWCNT เข้าไป T_{MST} จะมีค่าเพิ่มขึ้นกว่า 50 °C และในขั้นตอนการให้ความร้อนครั้งที่สองพบค่า T_{MMT} ของ PU-ester ประมาณ 160 °C เมื่อใส่ MWCNT เข้าไปทำให้ T_{MMT} มีค่าเพิ่มขึ้นเป็น 180 °C ดังนั้นจึงสรุปได้ว่าเมื่อเติม MWCNT ลงไปส่งผลทำให้ PU-ester นาโนคอมพอสิตมีอุณหภูมิการหลอมเหลวเพิ่มขึ้น 20 °C

จากผลการวิเคราะห์ DSC ของ PU-ether /MWCNT นาโนคอมพอสิต ในการให้ความร้อนครั้งแรก ค่า $\Delta H_{(MMT)}$ ของนาโนคอมพอสิตมีค่าสูงกว่าค่า $\Delta H_{(MMT)}$ ของ PU-ether แสดงว่าการใส่ MWCNT เข้าไปกลับทำให้โครงสร้างส่วนแข็งสามารถเกิดผลึกได้มากขึ้น จึงเป็นไปได้ว่า MWCNT ไปกระจายตัวในโครงสร้างส่วนนุ่ม ส่งผลให้โครงสร้างส่วนแข็งสามารถแยกตัวออกมาและเกิดเป็นผลึกได้มากขึ้นนั่นเอง อีกทั้งยังพบว่าค่า $\Delta H_{(MMT)}$ มีแนวโน้มสูงขึ้นเมื่อเวลาในการผสมนานขึ้น ดังนั้นจึงสรุปได้ว่า MWCNT สามารถกระจายตัวในโครงสร้างส่วนนุ่มได้ดีขึ้นเมื่อใช้เวลาในการผสมนานขึ้น

ใน PU-ether /MWCNT นาโนคอมพอสิต จะพบค่า $T_{g(MP)}$ แต่ไม่พบ $T_{g(SS)}$ ซึ่งสามารถอธิบายได้จากผลของ DTG ที่พบว่า PU-ether มีสัดส่วนของโครงสร้างส่วนนุ่มที่น้อยกว่า PU-ester จึงส่งผลให้สามารถพบ $T_{g(SS)}$ ได้เฉพาะใน PU-ester เท่านั้น และเมื่อพิจารณาถึงค่า $T_{g(MP)}$ นั้น ไม่พบว่ามีค่าแตกต่างกันอย่างมีนัยยะสำคัญ

ส่วนขั้นตอนการหล่อเย็นพบค่า T_{MST} ของ PU-ether ที่ประมาณ 100 °C แต่เมื่อใส่ MWCNT เข้าไป T_{MST} จะมีค่าเพิ่มขึ้นกว่า 50 °C ส่วนในขั้นตอนการให้ความร้อนครั้งที่สองพบค่า T_{MMT} ซึ่ง PU-ether ที่

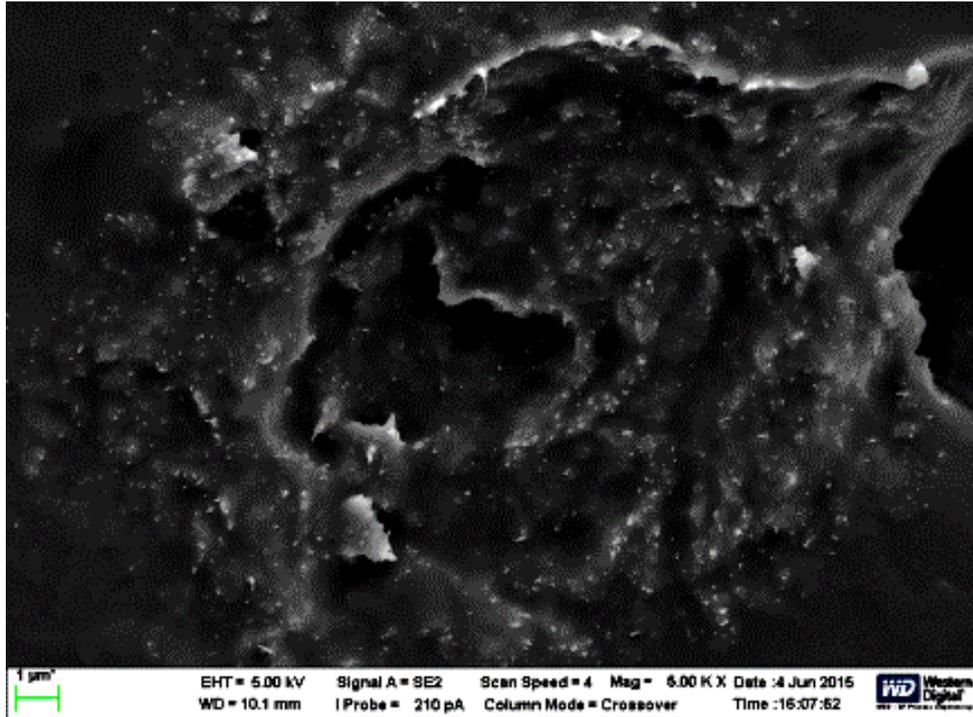
ประมาณ 178 °C แต่เมื่อใส่ MWCNT เข้าไปทำให้ T_{MMT} มีค่าเป็น 195 °C ดังนั้นเมื่อเติม MWCNT ลงไป ส่งผลทำให้ PU-ester นาโนคอมพอสิตมีอุณหภูมิการหลอมเหลวเพิ่มขึ้นประมาณ 17 °C

4.2.2 ผลการศึกษาพื้นฐานวิทยาศาสตร์ด้วย FESEM

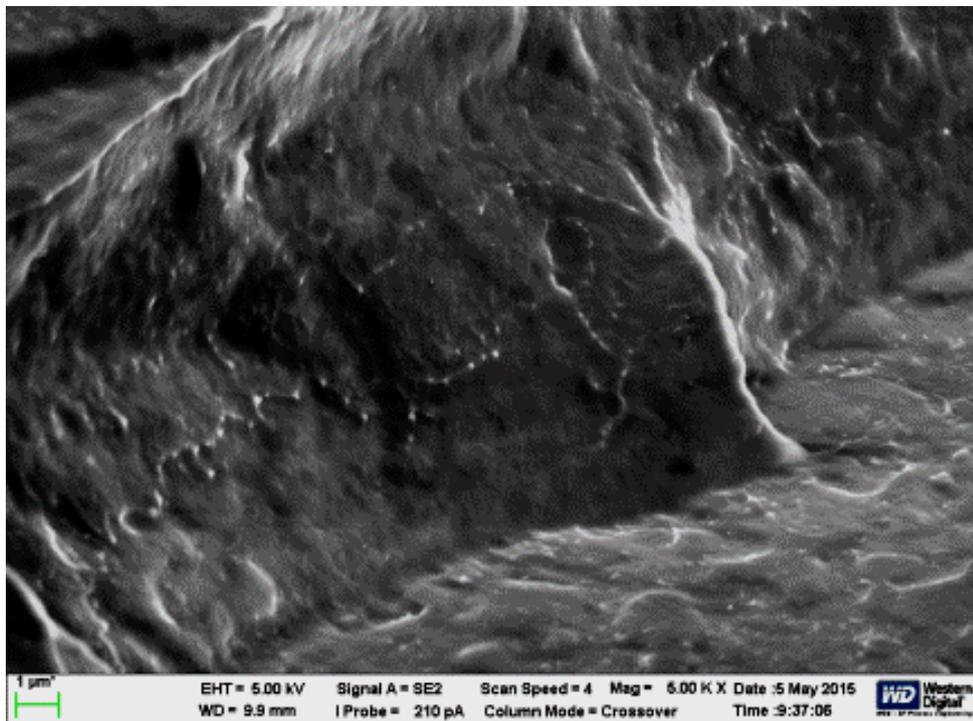
ในงานวิจัยนี้ใช้ FESEM เพื่อศึกษาการกระจายตัวของอนุภาค MWCNT ในวัสดุคอมพอสิตให้ผลการวิเคราะห์ ดังภาพที่ 4.6 ถึง 4.8 โดยบริเวณที่เป็นจุดสว่าง คือ MWCNT จากภาพที่ 4.6 เป็นการเปรียบเทียบการกระจายตัวของ MWCNT ใน PU-ester นาโนคอมพอสิต โดยภาพ (a) และ (b) เป็นการเตรียมคอมพอสิตที่ใช้เวลาในการผสมที่ 4 และ 12 นาทีตามลำดับ จะสังเกตเห็นว่า MWCNT สามารถกระจายตัวได้ดีในวัสดุคอมพอสิต ดังนั้นจึงสรุปได้ว่าการเตรียมคอมพอสิตระหว่าง PU-ester กับ MWCNT แม้จะถูกเตรียมโดยใช้ช่วงเวลาในการผสมสั้น แต่ MWCNT ก็สามารถกระจายตัวได้ดีใน PU-ester เมทริกซ์

จากภาพที่ 4.7 เป็นการเปรียบเทียบการกระจายตัวของ MWCNT ในชิ้นงาน PU-ether/MWCNT นาโนคอมพอสิต ภาพ (a) และ (b) เป็นการเตรียมคอมพอสิตที่ใช้เวลาในการผสมที่ 4 และ 12 นาทีตามลำดับ สูตรที่ใช้เวลาในการผสมสั้น (Es-4) พบทั้งส่วนที่ MWCNT กระจายตัวและส่วนที่เกาะกันเป็นกลุ่มอยู่ (aggregate) ดังภาพที่ 4.8 แต่เมื่อใช้เวลาในการผสมนานขึ้นเป็น 12 นาที (Et-12) จะเห็นได้ว่า MWCNT มีการกระจายตัวที่ดีกว่า ไม่พบกลุ่มก้อนของ aggregation ดังนั้นจึงสรุปได้ว่า ในการใช้ช่วงเวลาการผสมที่สั้น (4 นาที) MWCNT มีการกระจายตัวไม่ดี ยังคงมีที่บางส่วนที่เกาะกลุ่มกันเป็นก้อนอยู่ แต่เมื่อใช้เวลาในการผสมนานขึ้น MWCNT จะเกิดการกระจายตัวได้ดียิ่งขึ้น

จากที่กล่าวมาข้างต้นจะเห็นได้ว่า PU-ester/MWCNT นาโนคอมพอสิต แม้จะใช้สภาวะการผสมในเวลาสั้น MWCNT ก็สามารถเกิดการกระจายตัวได้ดี แต่สำหรับ PU-ether/MWCNT นาโนคอมพอสิตนั้น ในการใช้ช่วงเวลาการผสมที่สั้น ยังคงมี MWCNT บางส่วนที่จับตัวกันเป็นก้อนอยู่ ซึ่งสอดคล้องกับผลการทดสอบ MFI โดย PU-ether มีค่า MFI ที่ต่ำกว่า PU-ester แสดงถึง PU-ether มีความหนืดขณะหลอมเหลวที่สูงกว่า PU-ester ทำให้ MWCNT มีการกระจายตัวใน PU-ether ไม่ดี จึงจำเป็นต้องใช้เวลาในการผสมที่นานขึ้น เพื่อให้ MWCNT สามารถเกิดการกระจายตัวได้ดีนั่นเอง นอกจากนี้จากผลการวิเคราะห์สมบัติทางความร้อนด้วย DSC พบว่า PU-ester/MWCNT นาโนคอมพอสิต มีอุณหภูมิการเกิด microphase mixing ที่ต่ำกว่า PU-ether/MWCNT นาโนคอมพอสิต (ผลของ DSC แสดงดังตารางที่ 4.4 และ 4.5) ซึ่งแสดงให้เห็นว่า PU-ether ต้องการพลังงานที่มากกว่าในการทำให้เกิดการหลอมเหลวของโครงสร้างส่วนแข็งและส่วนนิ่ม เพื่อให้สามารถผสมเข้ากับ MWCNT ได้

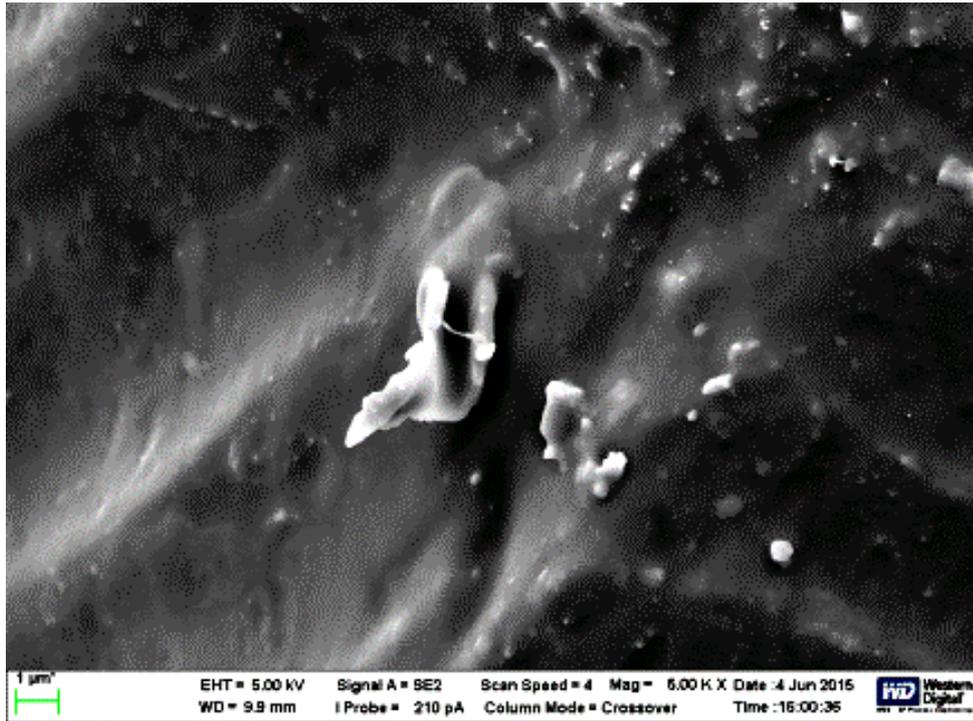


(a)

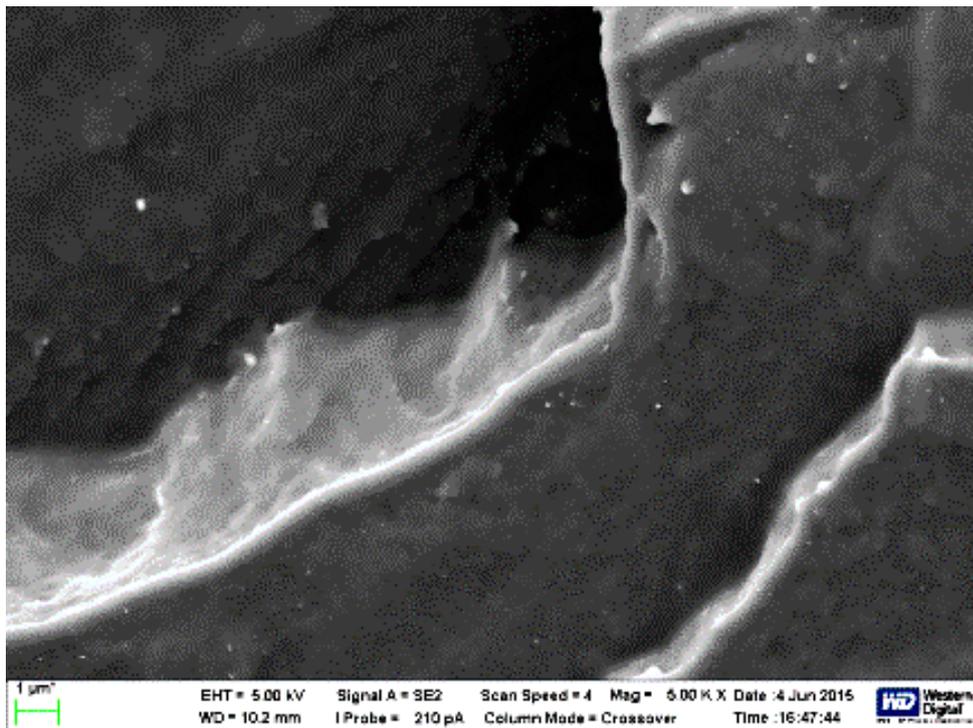


(b)

ภาพที่ 4.6 ภาพ FESEM ที่กำลังขยาย 5000 เท่าของ (a) Es-4 และ (b) Es-12

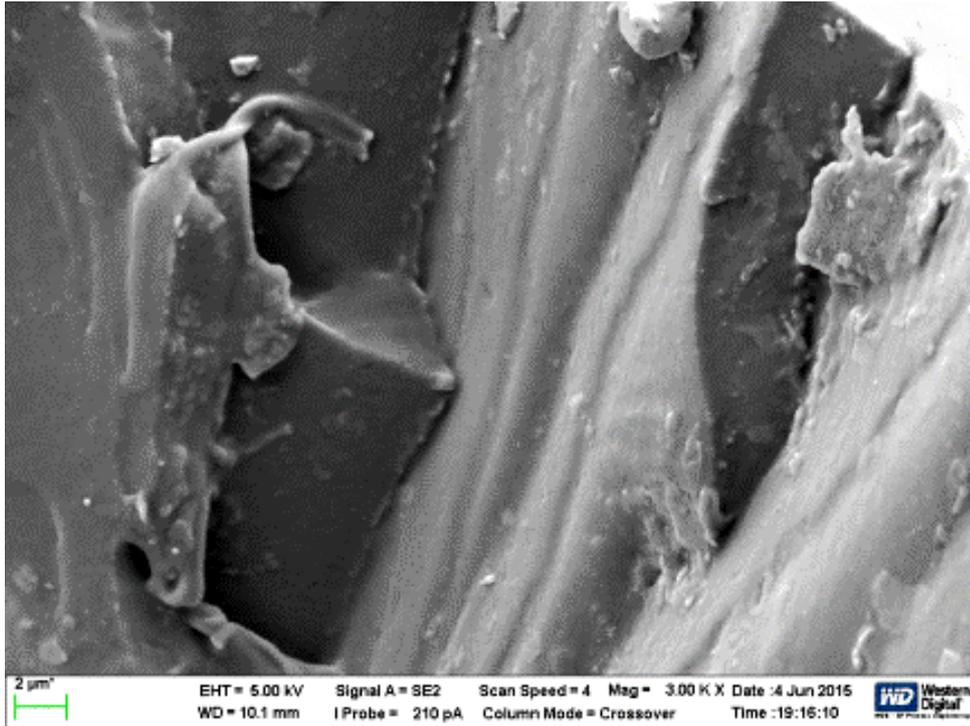


(a)



(b)

ภาพที่ 4.7 ภาพ FESEM ที่กำลังขยาย 5000 เท่าของ (a) Et-4 และ (b) Et-12

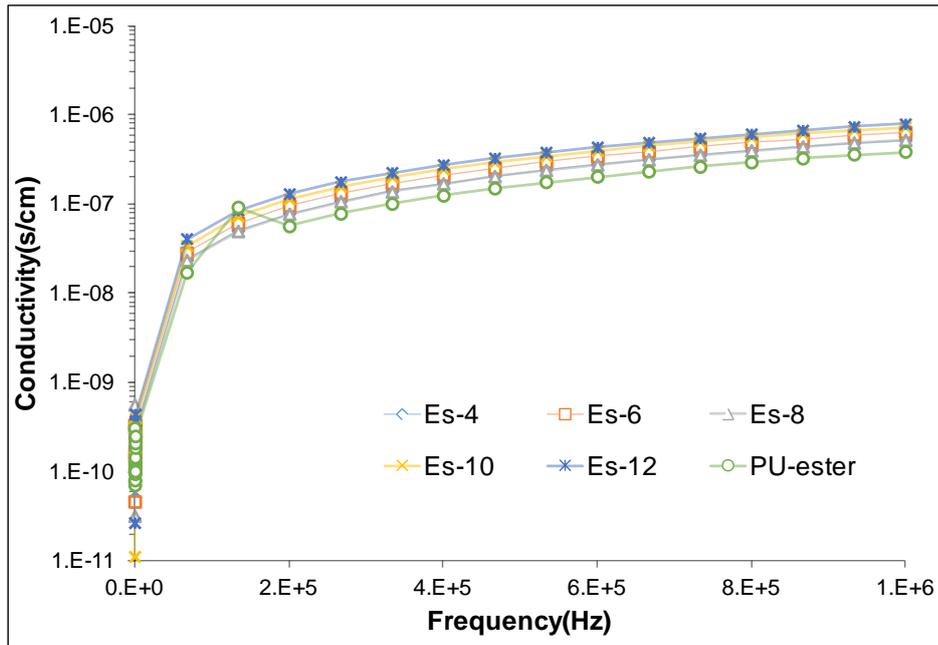


ภาพที่ 4.8 ภาพ FESEM ที่กำลังขยาย 3000 เท่าของ Et-4

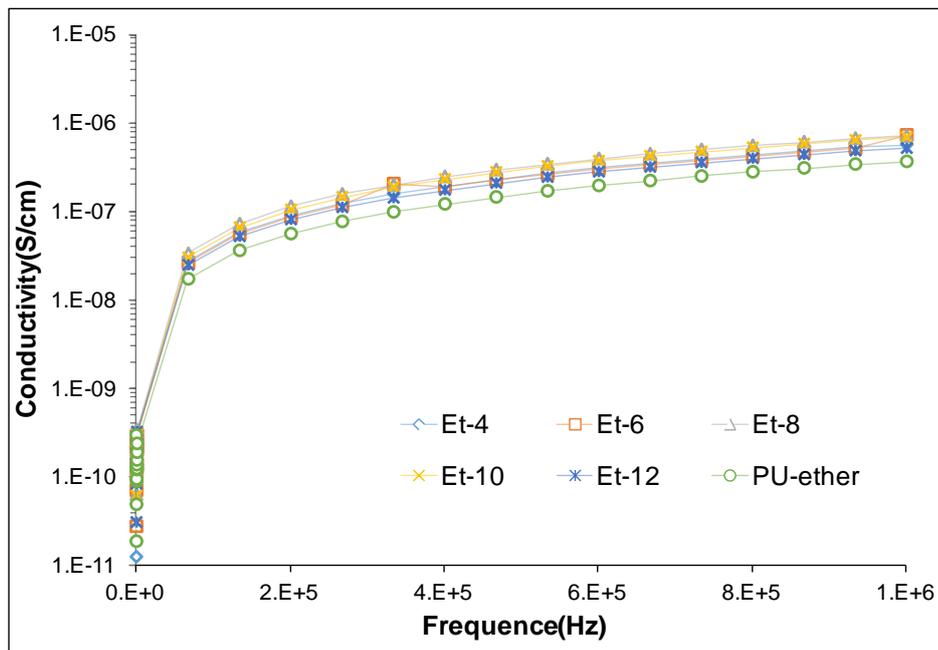
4.2.3 ผลการศึกษาสมบัติทางไฟฟ้าด้วยเครื่อง LCR meter

เมื่อศึกษาค่าการนำไฟฟ้าของ PU-ester/MWCNT และ PU-ether/MWCNT นาโนคอมพอสิต โดยหาค่าการนำไฟฟ้าที่ความถี่ 20 ถึง 1×10^6 Hz ดังแสดงในภาพที่ 4.9 พบว่าค่าการนำไฟฟ้าของทั้ง PU-ester และ PU-ether นาโนคอมพอสิตเพิ่มขึ้นตามความถี่ที่เพิ่มขึ้น จนค่าการนำไฟฟ้าเริ่มคงที่ที่ความถี่ 70 KHz

เมื่อนำค่าการนำไฟฟ้าที่ค่าความถี่ 200 KHz มาเขียนกราฟเพื่อทำการเปรียบเทียบค่าการนำไฟฟ้าที่เวลาการผสมต่างๆ โดยแสดงในภาพที่ 4.10 ใน PU-ester/MWCNT นาโนคอมพอสิต ค่าการนำไฟฟ้ามีแนวโน้มเพิ่มสูงขึ้นเมื่อใช้เวลาในการผสมนานขึ้น ส่วน PU-ether/MWCNT นาโนคอมพอสิตค่าการนำไฟฟ้าสูงสุดที่เวลาการผสมที่ 8 นาที

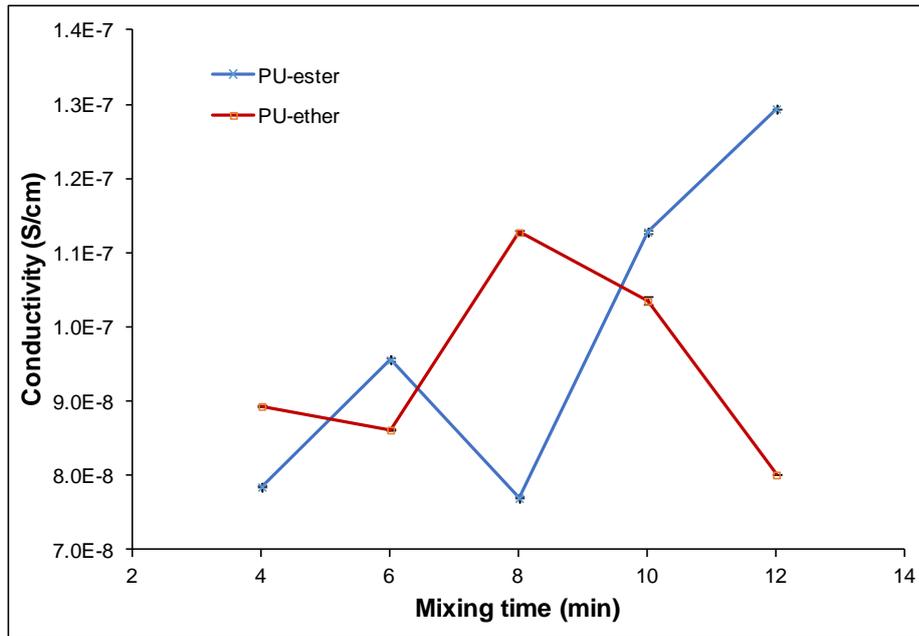


(a)



(b)

ภาพที่ 4.9 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างค่าการนำไฟฟ้ากับความถี่ของ (a) PU-ester และ (b) PU-ether นาโนคอมพอสิต



ภาพที่ 4.10 กราฟความสัมพันธ์ระหว่างค่าการนำไฟฟ้ากับเวลาในการผสมของ MWCNT นาโนคอมพอสิต

การที่ค่าการนำไฟฟ้าของ PU-ester/MWCNT นาโนคอมพอสิตมีแนวโน้มที่สูงขึ้น อาจเกิดจากการที่ PU-ester มีความหนืดต่ำ จึงอาจทำให้ MWCNT ใน PU-ester สามารถกระจายตัวได้ที่อุณหภูมิต่ำ (190 °C) ซึ่งสามารถยืนยันด้วยผลของ FESEM ที่ MWCNT สามารถเกิดการกระจายตัวได้โดยไม่มีการเกาะกลุ่มกัน และจากผลการวิเคราะห์ DSC การกระจายของ MWCNT ในโครงสร้างส่วนแข็งมีแนวโน้มเพิ่มสูงขึ้นตามเวลาการผสมที่นานขึ้น ซึ่งสอดคล้องกับค่าการนำไฟฟ้าที่สูงขึ้นนั่นเอง

ส่วน PU-ether มีความหนืดมาก MWCNT จึงกระจายตัวยากที่เวลาการผสมสั้น ซึ่งยืนยันได้ด้วยภาพจาก FESEM ที่เวลาในการผสมที่ 4 นาที ยังพบกลุ่มก้อน MWCNT ในเนื้อ PU-ether เมทริกซ์ แต่เมื่อใช้เวลาในการผสมนานขึ้น MWCNT ก็จะสามารถกระจายตัวได้ดีมากขึ้น แต่อย่างไรก็ตามค่าการนำไฟฟ้าของ PU-ether/MWCNT นาโนคอมพอสิตก็ไม่มีการเปลี่ยนแปลงให้เห็นอย่างมีนัยสำคัญในช่วงเวลาการผสมที่ต่างกัน

บทที่ 5

สรุปผลการวิจัยและข้อเสนอแนะ

5.1 สรุปผลการวิจัย

เมื่อทำการศึกษาเสถียรภาพทางความร้อนของ PU-ester และ PU-ether พบว่า PU ทั้งสองชนิดมีอุณหภูมิการสลายตัวของโครงสร้างส่วนนิ่มและส่วนแข็งที่ใกล้เคียงกัน คือ 350°C และ 400°C ตามลำดับ โดยที่ PU-ester น่าจะมีสัดส่วนของโครงสร้างนิ่มที่มากกว่า PU-ether

การศึกษาผลกระทบของเวลาในการผสมแบบหลอมเหลวที่มีต่อการกระจายตัวของ MWCNT ในพอลิยูรีเทนที่มีโครงสร้างส่วนนิ่มเป็น polyester และ polyether พบว่านาโนคอมพอสิตระหว่าง MWCNT และ PU-ester มีค่าการนำไฟฟ้าเพิ่มขึ้นเมื่อใช้ในเวลาในการเตรียมที่นานขึ้น และจากผลของ DSC แสดงถึง MWCNT สามารถกระจายตัวในโครงสร้างส่วนแข็งของ PU-ester แต่นาโนคอมพอสิตระหว่าง MWCNT และ PU-ether มีค่าการนำไฟฟ้าสูงสุดเมื่อใช้สภาวะการเตรียมที่อุณหภูมิ 190°C เป็นเวลา 8 นาที โดย MWCNT สามารถกระจายตัวในโครงสร้างส่วนนิ่มของ PU-ether

เนื่องจาก PU-ester มีความหนืดหลอมเหลวที่ต่ำ (ค่า MFI สูง) ทำให้ PU-ester/MWCNT นาโนคอมพอสิต แม้จะใช้สภาวะการผสมในเวลาสั้น MWCNT ก็สามารถเกิดการกระจายตัวได้ดี แต่สำหรับ PU-ether/MWCNT นาโนคอมพอสิตนั้น ในการใช้ช่วงเวลากการผสมที่สั้น ยังคงมี MWCNT บางส่วนที่จับตัวกันเป็นก้อนอยู่

5.2 ข้อเสนอแนะ

จากการศึกษาการกระจายตัวของ MWCNT เมื่อใช้อุณหภูมิในการผสมที่ต่างกัน ในพอลิยูรีเทนที่มีโครงสร้างส่วนนิ่มแตกต่างกัน สามารถสรุปข้อเสนอแนะสำหรับงานวิจัยต่อไปได้ดังนี้

1. ควรทำการศึกษาผลกระทบของอุณหภูมิการผสมต่อสมบัติของพอลิยูรีเทนนาโนคอมพอสิต
2. ควรทำการศึกษาผลกระทบของปริมาณ MWCNT ที่มีต่อค่าการนำไฟฟ้าเนื่องจากในงานวิจัยใช้เพียง 0.25 %wt MWCNT ซึ่งอาจเป็นปริมาณที่น้อยเกินไปทำให้เห็นค่าการนำไฟฟ้าที่ไม่ชัดเจน

บทที่ 6

สรุปผลผลิตงานวิจัย

1. K. Jirakittidul, Selective Dispersion of Carbon Nanotubes in Segmented Polyurethane Prepared by Melt Mixing Process. Oral presentation at 2nd Internatinal Conference on Chemical and Material Engineering (ICCME 2015); 2015 Dec 27-28; Phuket, Thailand.

เอกสารอ้างอิง

1. Saunders, J.H. and K.C. Frisch, Polyurethanes Chemistry and Technology. Part II Technology. 1964, New York: Interscience Publishers.
2. Ionescu, M., Chemistry and Technology of Polyols for Polyurethanes. 2005: Rapra Technology Limited.
3. Harris, P.J.F., Carbon Nanotube Science: Synthesis, Properties and Applications. 2009, Cambridge: Cambridge University Press.
4. Coleman, J.N., U. Khan, W.J. Blau, and Y.K. Gun'ko, Small but Strong: a Review of the Mechanical Properties of Carbon Nanotube–Polymer Composites. Carbon, 2006. 44(9): p. 1624-1652.
5. Spitalsky, Z., D. Tasis, K. Papagelis, and C. Galiotis, Carbon Nanotube-Polymer Composites: Chemistry, Processing, Mechanical and Electrical Properties. Progress in Polymer Science, 2010. 35(3): p. 357-401.
6. Huang, W.M., B. Yang, and Y.Q. Fu, Polyurethane Shape Memory Polymers. 2012: CRC Press.
7. Sumita, M., K. Sakata, S. Asai, K. Miyasaka, and H. Nakagawa, Dispersion of Fillers and the Electrical Conductivity of Polymer Blends Filled with Carbon Black. Polymer Bulletin, 1991. 25(2): p. 265-271.
8. Gubbels, F., R. Jérôme, P. Teyssie, E. Vanlathem, R. Deltour, A. Calderone, V. Parente, and J.-L. Brédas, Selective Localization of Carbon Black in Immiscible Polymer Blends: a Useful Tool to Design Electrical Conductive Composites. Macromolecules, 1994. 27(7): p. 1972-1974.
9. Segal, E., R. Tchoudakov, M. Narkis, and A. Siegmann, Thermoplastic Polyurethane–Carbon Black Compounds: Structure, Electrical Conductivity and Sensing of Liquids. Polymer Engineering & Science, 2002. 42(12): p. 2430-2439.
10. Liao, Y.-H., O. Marietta-Tondin, Z. Liang, C. Zhang, and B. Wang, Investigation of the Dispersion Process of SWNTs/SC-15 Epoxy Resin Nanocomposites. Materials Science and Engineering: A, 2004. 385(1): p. 175-181.
11. **Chemistry**. [Online]. Available from: <http://chemistrytextbookcrawl.blogspot.com/2012/12/carboxylic-acid-infrared-spectra.html#infrared-spectra.html> [Accessed 20 May 2015]

ภาคผนวก ก



Certificate of Presentation

THIS CERTIFICATE IS PROUDLY AWARDED TO

Kittimon Jirakittidul

King Mongkut's Institute of Technology Ladkrabang, Thailand

Paper Title: Selective Dispersion of Carbon Nanotubes in Segmented Polyurethane Prepared by Melt Mixing Process

For your excellent oral presentation at the conference and your significant contribution to the success of 2015 2nd International Conference on Chemical and Material Engineering (ICCME 2015), Phuket, Thailand, December 27-28, 2015

ID Number: ME2015-201P

Certificate Number: SAISE2015A00379

Tatani Lertos

Session Chair
Session I

Conference Chair
ICCME 2015



South Asia Institute of Science and Engineering

ภาคผนวก ข

งบดำเนินงาน (ค่าใช้จ่าย ค่าวัสดุ ค่าสาธารณูปโภค)		
1. ค่าใช้จ่าย		
1) ค่าเดินทาง	2,000	
2) ค่าจ้างเหมาบริการ	15,000	
3) ค่าจ้างวิเคราะห์	18,000	
4) ค่าจัดทำรูปเล่ม	1,000	
	รวม	36,000
2. ค่าวัสดุ		
1) ค่าวัสดุสำนักงาน เช่น กระดาษ, อุปกรณ์เย็บกระดาษ และอุปกรณ์เครื่องเขียน	1,500	
2) ค่าวัสดุการศึกษา		
— ค่าวัสดุวิทยาศาสตร์	6,500	
— ค่าสารเคมี	4,000	
— ค่าถ่ายเอกสาร	1,000	
	รวม	13,000
3. ค่าสาธารณูปโภค		
— ค่าไปรษณีย์	1,000	
	รวม	1,000
รวมงบดำเนินงาน		50,000
รวมงบประมาณที่เสนอขอ		50,000

หมายเหตุ ถัวจ่ายงบดำเนินงานประเภทค่าใช้จ่ายและวัสดุเท่านั้น