

บทที่ 2

วิธีดำเนินการวิจัย

2.1 วัสดุดิบ

เส้นใยธรรมชาติที่ใช้ในการศึกษาในครั้งนี้ คือ เส้นใยป่านศรนารายณ์ที่มีอยู่ในประเทศไทย ซึ่งจากกลุ่มแม่บ้านผลิตเครื่องจักสานจากป่านศรนารายณ์หนึ่งตำบลหนึ่งผลิตภัณฑ์ ต.บ้านเก่า อ.ด่านขุนทด จ.นครราชสีมา โดยเส้นใยป่านศรนารายณ์ที่ใช้ในการเตรียมพอลิเมอร์คอมโพสิตจะถูกตัดให้อยู่ในรูปของเส้นใยสั้นความยาวประมาณ 2 มิลลิเมตร สารเคมีที่ใช้ในการเตรียมเส้นใย ได้แก่ เมทานอล (methanol) เบนซีน (benzene) โซเดียมไฮดรอกไซด์ (sodium hydroxide, NaOH) เอทิลแอลกอฮอล์ (ethyl alcohol) และกรดอะซิติก (acetic acid) มีการปรับสภาพผิวเส้นใยโดยสารประสานไซเลน 2 ชนิด คือ สารประสานไซเลน A-187 (γ -glycidoxypolytrimethoxysilane, GPMS) และสารประสานไซเลน A-1100 (γ -aminopropyltriethoxy, APES) ซึ่งผลิตโดยบริษัท Optimal Tech Co.,Ltd. (ตารางที่ 2.1) อีพอกซีเรซินเมทริกซ์เตรียมขึ้นจากอีพอกซีเรซิน เกรด YD-535 และตัวทำแข็ง เกรด TH-7256 จากบริษัท Thai Epoxy and Allied Products, Co. Ltd.

ตารางที่ 2.1 แสดงโครงสร้างทางเคมีของสารประสานไซเลนที่ใช้ในการทดลอง

สารประสานไซเลน	โครงสร้างทางเคมี
3-aminopropyltriethoxysilane (APES)	$\text{NH}_2\text{-CH}_2\text{-CH}_2\text{-CH}_2\text{-Si-(OCH}_2\text{CH}_3)_3$
glycidoxypolypropyltrimethoxysilane (GPMS)	 $\text{-CH}_2\text{O-CH}_2\text{-CH}_2\text{-CH}_2\text{-Si-(OCH}_3)_3$

2.2 การเตรียมเส้นใย

ก่อนการนำเส้นใยป่านศรนารายณ์ไปผสมกับพอลิเมอร์เพื่อขึ้นรูปจะต้องนำไปผ่านขั้นตอนในการเตรียม ได้แก่ การล้างเส้นใยป่านศรนารายณ์ด้วยน้ำสะอาด เรียกว่า เส้นใยที่ไม่ผ่านการทำความสะอาดเบื้องต้น (Nonpretreated, NP), เส้นใยที่ผ่านการสกัดด้วยตัวทำละลายผสมและการทำอัลคาไลน์เชน (cleaned, CL)

นำเส้นใยป่านศรนารายณ์ไปสกัดด้วยตัวทำละลายผสมโดยวิธีการต้ม (boiling method) เพื่อเป็นการกำจัดองค์ประกอบพวกไขมัน (wax) และสารที่มีน้ำหนักโมเลกุลต่ำอื่น ๆ ตัวทำละลายผสมที่

ใช้ คือ เมทานอล และ เบนซีน (benzene) ที่อัตราส่วน 1:1 อัตราส่วนตัวทำละลายและเส้นใยคือ ตัวทำละลาย 100 มิลลิลิตร ต่อเส้นใย 10 กรัม (liquor ratio 10:1) ขั้นตอนต่อไป คือ การทำอัลคาไลน์เซชันด้วยสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ความเข้มข้น 2 เปอร์เซ็นต์ โดยใช้น้ำหนักอัตราส่วนระหว่างสารละลายต่อเส้นใยคือ 10 ต่อ 1 (liquor ratio 10:1)

การปรับสภาพพื้นผิวเส้นใยด้วยสารประสานไซเลนชนิด APES (γ -aminopropyltriethoxysilane) เตรียมสารละลายไซเลนที่ความเข้มข้น 2 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนักของเส้นใย วิธีการเตรียมสารละลายไซเลน คือ ละลาย APES ด้วยน้ำกลั่น ปรับ pH ของสารละลายด้วยกรดอะซิติกให้ได้ pH 3.5 นำเส้นใยมาแช่ในสารละลายไซเลน เป็นเวลา 3 ชั่วโมง หรือ 24 ชั่วโมง โดยอัตราส่วนระหว่างสารละลายไซเลนกับเส้นใยคือ 10:1 (liquor ratio 10:1) กวนตลอดเวลา หลังจากแช่สารละลายไซเลนนำเส้นใยมาล้างด้วยน้ำกลั่นและอบที่ 110 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 4 ชั่วโมง

การปรับสภาพพื้นผิวเส้นใยด้วยสารประสานไซเลนชนิด GPMS (γ -glycidoxypopyl trimethoxysilane) เตรียมสารละลายไซเลนที่ความเข้มข้น 2 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนักของเส้นใย วิธีการเตรียมสารละลายไซเลน คือ ละลาย GPMS ด้วยน้ำกลั่น ปรับ pH ของสารละลายด้วยกรดอะซิติกให้ได้ pH 3.5 นำเส้นใยมาแช่ในสารละลายไซเลน เป็นเวลา 3 ชั่วโมง หรือ 24 ชั่วโมง โดยอัตราส่วนระหว่างสารละลายไซเลนกับเส้นใยคือ 10:1 (liquor ratio 10:1) กวนตลอดเวลา หลังจากแช่สารละลายไซเลนนำเส้นใยมาล้างด้วยน้ำกลั่นและอบที่ 110 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 4 ชั่วโมง

2.3 การเตรียมพอลิเมอร์คอมโพสิต

2.3.1 วิธีการเตรียมแม่พิมพ์

ในการศึกษาครั้งนี้ทำการขึ้นรูปชิ้นงานโดยใช้แม่พิมพ์ขนาดความกว้าง 25 เซนติเมตร ความยาว 25 เซนติเมตร ความหนา 6 มิลลิเมตร การเตรียมแม่พิมพ์ทำโดยเคลือบผิวแม่พิมพ์ด้วยการทาขี้ผึ้ง (wax) และนำแผ่นใส วางรองไว้ในแม่พิมพ์เพื่อป้องกันชิ้นงานติดแม่พิมพ์ นำแม่พิมพ์ไปวางไว้ในถาดอลูมิเนียมจัดให้อยู่กึ่งกลางของถาด ปรับระดับด้วยตัววัดระดับน้ำ วัดระดับของแม่พิมพ์ให้มีระดับที่เท่ากันทั่วทั้งแม่พิมพ์

2.3.2 การเตรียมอีพอกซีเรซินคอมโพสิตและการขึ้นรูปชิ้นงาน

ตัวแปรที่ใช้ในการศึกษาครั้งนี้ คือ อัตราส่วนโดยน้ำหนักระหว่างเส้นใยป่าน ทรายละเอียด น้ำหนักโดยรวมของชิ้นงานคอมโพสิต และผลของการปรับสภาพพื้นผิวเส้นใยด้วยสารประสานไซเลนจำนวน 2 ชนิด คือ สารประสานไซเลน A-187 (γ -glycidoxypopyl trimethoxysilane, GPMS) และ A-1100 (γ -aminopropyltriethoxysilane, APES)

การเตรียมอีพอกซีเรซินคอมโพสิต ทำโดยผสมเส้นใยป่านศรนารายณ์กับอีพอกซีเรซิน ในอัตราส่วนต่าง ๆ โดยกำหนดน้ำหนักของเส้นใยต่อน้ำหนักของชิ้นงานคอมโพสิตที่ 10, 15, 20 และ 25 % โดยน้ำหนักรวมของชิ้นงานคอมโพสิต โดยกำหนดให้น้ำหนักรวมของชิ้นงานคอมโพสิต คงที่ที่ 1800 กรัม อัตราส่วนผสมระหว่างอีพอกซีเรซินและตัวทำแข็งคือ 100:35 สัดส่วนของปริมาณ เส้นใยป่านศรนารายณ์ น้ำยาเรซิน และปริมาณตัวทำแข็งที่ใช้ในการเตรียมอีพอกซีเรซินคอมโพสิตที่ อัตราส่วนต่างๆ แสดงในตารางที่ 2.2

ตารางที่ 2.2 อัตราส่วนผสมระหว่างน้ำหนักของเส้นใยป่านศรนารายณ์ต่อน้ำหนักรวมของอีพอกซีเรซินคอมโพสิต

เส้นใยต่อน้ำหนักรวมของ คอมโพสิต (W/W)	น้ำหนักป่าน ศรนารายณ์ (g)	น้ำหนักน้ำยาอีพอก ซีเรซิน (g)	น้ำหนักของตัวทำ แข็ง (g)
0	0	1333	467
10	180	1200	420
15	270	1133	397
20	360	1067	373
25	450	1000	350

ในการเตรียมชิ้นงานอีพอกซีเรซินคอมโพสิตจากเส้นใยป่านศรนารายณ์ที่ไม่ผ่านการทำความสะอาดเบื้องต้น เส้นใยป่านศรนารายณ์ที่ผ่านกระบวนการทำความสะอาดพื้นผิว และเส้นใยป่านศรนารายณ์ที่ผ่านการปรับสภาพพื้นผิว จะเตรียมชิ้นงานโดยวิธีที่เหมือนกัน ตัวอย่างเช่น การเตรียมชิ้นงานที่ 10 เปรอร์เซ็นต์เส้นใยต่อน้ำหนักรวมของคอมโพสิต โดยใช้เส้นใยป่านศรนารายณ์ที่ไม่ผ่านการทำความสะอาดเบื้องต้น เริ่มต้นด้วยนำเส้นใยป่านศรนารายณ์ที่ผ่านขบวนการเตรียมเส้นใยเรียบร้อยแล้ว นำไปอบไล่ความชื้นที่อุณหภูมิ 110 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 4 ชั่วโมงและปล่อยให้เย็นในโถดูดความชื้น ทำการชั่งน้ำหนักเส้นใยป่านศรนารายณ์ที่เย็นแล้วจำนวน 180 กรัม เตรียมน้ำยาอีพอกซีเรซินและตัวทำแข็ง โดยชั่งน้ำยาอีพอกซีเรซิน 1333 กรัม และ ตัวทำแข็ง 467 กรัม ใส่ภาชนะที่เตรียมไว้ ผสมน้ำยาอีพอกซีเรซินและเส้นใยทั้งหมดให้เข้ากัน สังเกตได้จากความชุ่มชื้นของเส้นใยที่เปียกน้ำยาและทิ้งไว้สักครู่ เติมตัวทำแข็งลงไปและกวนผสมให้เข้ากันโดยใช้เครื่องปั่นผสม (Mixer) เทส่วนผสมดังกล่าวลงในแม่พิมพ์ที่เตรียมไว้ แล้วปิดแม่พิมพ์ด้วยแผ่นเหล็ก จากนั้นเทน้ำเย็นลงในถาดอลูมิเนียมเพื่อช่วยในการระบายความร้อนของชิ้นงานขณะเกิดปฏิกิริยา ปล่อยให้ทิ้งไว้นาน 24 ชั่วโมงแล้วแกะชิ้นงานออกจากแม่พิมพ์ ตัดชิ้นงานขนาดต่าง ๆ ตามมาตรฐานการทดสอบแต่ละชนิด

โดยใช้เลื่อยชนิดสายพาน ขัดขอบของชิ้นงานด้วยเครื่องกระดาษทรายชนิดสายพานเพื่อให้ผิวเรียบ นำชิ้นงานที่ได้ไปทำการอบบ่ม (post cure) โดยการอบในตู้อบ อุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียส นาน 12 ชั่วโมง เมื่อครบกำหนดให้ปล่อยทิ้งไว้ที่อุณหภูมิห้อง นาน 24 ชั่วโมงจึงนำไปทดสอบ

2.4 การตรวจสอบสมบัติของอีพอกซีเรซินคอมโพสิต

2.4.1 การตรวจสอบสมบัติทางความร้อน

2.4.1.1 อุณหภูมิการบิดเบี้ยว (Heat Distortion Temperature, HDT)

ทดสอบตามมาตรฐาน ASTM D648 โดยการเตรียมชิ้นงานให้มีขนาดความยาว 130 มิลลิเมตร และความกว้าง 12.7 มิลลิเมตร ทดสอบโดยเครื่องทดสอบที่ผลิตจากบริษัท Atlas Elective Device Company รุ่น HDV-1 Manual DTVL / VICAT และใช้ Silicone Oil เป็นตัวกลางในการนำความร้อน ใช้แรงกดมาตรฐาน 1820 กิโลปาสกาล (KPa) เพิ่มอุณหภูมิในอัตราคงที่ 2 ± 0.2 องศาต่อวินาที หาค่าอุณหภูมิเฉลี่ยจากการทดสอบชิ้นงานจำนวน 5 ชิ้นงาน

2.4.2 การตรวจสอบสมบัติทางกล

2.4.2.1 ความทนต่อแรงดึง (Tensile Properties)

ทดสอบตามมาตรฐาน ASTM D 5083-96 โดยเตรียมชิ้นงานขนาดความยาว 210 มิลลิเมตรและความกว้าง 25 มิลลิเมตร ทดสอบโดยเครื่อง Universal Testing Machine (UTM) ยี่ห้อ Instron รุ่น 5569, เซลล์วัดแรงขนาด (load cell) 50 กิโลนิวตัน ความยาวเกท (gauge length) 115 เซนติเมตร ความเร็วในการดึง 5 มิลลิเมตรต่อนาที หาค่าเฉลี่ยจากการทดสอบชิ้นงานจำนวน 10 ชิ้น

2.4.2.2 ความทนต่อแรงกระแทก (Impact Properties)

ทดสอบตามมาตรฐาน ASTM D5941 โดยเตรียมชิ้นงานยาว 63.5 มิลลิเมตร กว้าง 12.7 มิลลิเมตร ไม่มีการบากชิ้นงาน ใช้เครื่อง Basic Pendulum Impact (BPI) บริษัท Atlas Polymer Evaluation Products ใช้ load 2.7 J หาค่าเฉลี่ยจากการทดสอบชิ้นงานจำนวน 10 ชิ้น

2.4.2.3 ความทนต่อแรงดัด (Flexural Properties)

ทดสอบการดัดงอแบบ 3 จุด (3-point bending) ตามมาตรฐาน ASTM D790-97 เตรียมชิ้นงานกว้าง 130 มิลลิเมตร ยาว 27 มิลลิเมตร นำไปทดสอบค่าความทนต่อแรงดัดโดยเครื่อง Universal Testing Machine (UTM) ยี่ห้อ Instron รุ่น 5569, เซลล์วัดแรงขนาด (load cell) 50 กิโลนิวตัน ใช้อัตราเร็วในการกด 2.52 มิลลิเมตรต่อนาที โดยใช้ระยะกว้างระหว่างแท่งค้ำยัน (support span) 96 มิลลิเมตร หาค่าเฉลี่ยจากการทดสอบชิ้นงานจำนวน 10 ชิ้น

2.4.3 ลักษณะทางสัณฐานวิทยา (Morphology)

ทดสอบโดยใช้เครื่อง Scanning electron microscope (SEM) รุ่น JSM 6400 ที่ 10 keV ใช้กำลังขยาย 50 เท่า และ 2000 เท่า โดยใช้ชิ้นงานที่ผ่านการทดสอบความทนต่อแรงดึง ขยายตรงบริเวณที่เป็นรอยหักของชิ้นงาน โดยศึกษาจากบริเวณรอยแตกของชิ้นงานที่ผ่านการทดสอบความทนต่อแรงดึง