บทที่ 3

เครื่องมือและวิธีการทดลอง

3.1 สารเคมีที่ใช้ในการวิจัย

1.	พอลิพรอพิลีน : เกรด 1100NK	อุตสาหกรรมปิโตรเคมีกัลไทย จำกัด มหาชน (TPI)
2.	อะเซทิลีนแบล็ค : HICON BLACK 50P	อุตสาหกรรมปิโตรเคมีกัลไทย จำกัด มหาชน (TPI)
3.	เส้นใยคาร์บอน : AGM 94	Asbury Graphite Mills, Inc
4.	แกรไฟต์	BDH
5.	ซิลเวอร์เพ้นท์	SPI Supplies
6.	ซิงค์สเตียเรท : PURUM	Singma - Aldrich
7.	ไทเทเนียมไดออกไซด์ : Commercial Grade	เบนไมเยอร์ จำกัด

3.2 เครื่องมือและอุปกรณ์

1.	เครื่องผสมสองลูกกลิ้ง (two-roll mill)	: Labtech
2.	เครื่องอัดขึ้นรูป (compression molding)	: Labtech LP20
3.	Potentiostat	: Autolab PGSTATO
4.	Digital multimeter	: Digicon DM-940
5.	Scanning electron microscope	: JEOL JSM 5800LV
6.	เครื่องมือทดสอบสมบัติการโค้งงอ	: LLOYD LR 10 K PLUS
7.	เครื่องมือทดสอบความแข็ง	: IDENTEC 4150 AK
8.	เครื่องบดพลาสติก (crusher)	
9.	เวอร์เนีย	
10.	เครื่องชั่งน้ำหนัก ชั่งได้ละเอียดทศนิยม 2 และ 4 ตำแหน่ง	
11.	นาฬิกาจับเวลา	
12.	ตู้อบ	
13.	โถดูดความชื้น (Dessicator)	

14. บีกเกอร์

15. กระจกนาฬิกา

3.3 การดำเนินการวิจัย

3.3.1 การวิเคราะห์สมบัติทางกายภาพของสารเติมแต่งที่นำไฟฟ้า

สารเติมแต่งที่นำไฟฟ้าที่นำมาหาสมบัติทางกายภาพคือ อะเซทิลีนแบล็คและแกรไฟต์โดยวิเคราะห์หาพื้นที่ผิวสัมผัส (Surface area) และขนาดรูพรุน โดยอาศัยหลักการดูดซับแก๊สไนโตรเจน (N_2 adsorption) และภาพถ่ายโครงสร้างสัณฐานวิทยาด้วยเครื่อง Scanning Electron Microscope

การวิเคราะห์ความหนาแน่นของสารเติมแต่งที่นำไฟฟ้า ทำโดยนำสารเติมแต่งที่นำไฟฟ้าไปอบให้แห้งที่อุณหภูมิ 100 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 1 ชั่วโมง จากนั้นทำให้เย็นในโถดูดความชื้น แล้วนำไปอัดในกระบอกตวงให้ได้ปริมาตร 4 มิลลิลิตร พร้อมชั่งน้ำหนัก ความหนาแน่นของสารเติมแต่งที่นำไฟฟ้าแสดงในภาคผนวก ข

3.3.2 การเตรียมพอลิเมอร์คอมโพสิตด้วยเครื่องผสมสองลูกกลิ้ง

งานวิจัยนี้เตรียมพอลิเมอร์คอมโพสิตระหว่างพอลิพรอพิลีนและสารเติมแต่งที่นำไฟฟ้า ได้แก่ อะเซทิลีนแบล็ค แกรไฟต์และเส้นใยคาร์บอนด้วยเครื่องผสมสองลูกกลิ้ง(Two-roll mill) โดยพอลิเมอร์คอมโพสิตที่เตรียมนั้นแบ่งเป็น 2 ประเภท ประเภทที่ 1 คือ พอลิเมอร์คอมโพสิตที่ใช้สารเติมแต่งที่นำไฟฟ้าชนิดเดียวได้แก่ พอลิเมอร์คอมโพสิตของอะเซทิลีนแบล็ค พอลิเมอร์คอมโพสิตของแกรไฟต์และพอลิเมอร์คอมโพสิตของเส้นใยคาร์บอน ประเภทที่ 2 คือ พอลิเมอร์คอมโพสิตที่ใช้สารเติมแต่งที่นำไฟฟ้าร่วมกันของอะเซทิลีนแบล็คและเส้นใยคาร์บอน ส่วนประกอบของแต่ละพอลิเมอร์คอมโพสิตแสดงดังตารางที่ 3.1

การเตรียมพอลิเมอร์คอมโพสิตด้วยเครื่องผสมสองลูกกลิ้งใช้อุณหภูมิ 190 องศาเซลเซียส เพื่อทำให้พอลิพรอพิลีนหลอมก่อน จากนั้นค่อยๆ เติมสารเติมแต่งที่นำไฟฟ้าเข้าไปผสมกับพอลิพรอพิลีนจนกระทั่งหมด เวลาที่ใช้ในการผสมขึ้นอยู่กับปริมาณของสารเติมแต่งที่นำไฟฟ้าที่ใช้ (0.5 – 3 ชั่วโมง)

ตารางที่ 3.1 ส่วนประกอบของพอลิเมอร์คอมโพสิต

สารเติมแต่งที่นำกระแสไฟฟ้า (ร้อยละโดยน้ำหนัก)	ร้อยละโดยน้ำหนักของพอลิพรอพิลีน					
	90	80	70	60	50	40
อะเซทิลีนแบล็ค : AB	10	20	30	40	50	
แกรไฟต์ : G			30	40	50	60
เส้นใยคาร์บอน : CF		20	30	40	50	
อะเซทิลีนแบล็ค +เส้นใยคาร์บอน : AB+CF		10+10	10+20	10+30	10+40	
			20+10	20+20	20+30	
				30+10	30+20	
					40+10	

3.3.3 เตรียมชิ้นงานเพื่อทดสอบสมบัติทางกายภาพ

การเตรียมชิ้นงานของพอลิเมอร์คอมโพสิตเพื่อใช้ทดสอบสมบัติทางกายภาพทำโดยนำพอลิเมอร์คอมโพสิตที่เตรียมจาก 3.3.2 ไปบดให้มีขนาดเล็กๆ แล้วนำไปอบที่อุณหภูมิ 100 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 1 ชั่วโมงเพื่อกำจัดความชื้น จากนั้นนำไปขึ้นรูปด้วยเครื่องอัดขึ้นรูป ภาวะในการขึ้นรูปมีดังนี้

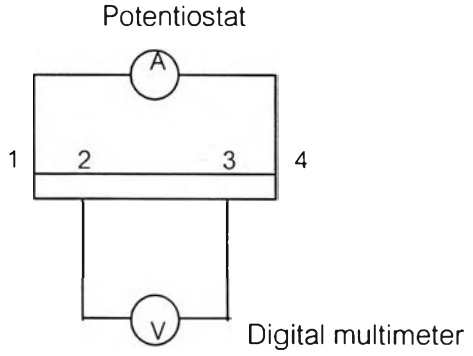
- อุณหภูมิ 190 องศาเซลเซียส
- ความดัน 140 กิโลกรัม/ตารางเซนติเมตร
- เวลาในการให้ความร้อนเบื้องต้น (Preheat) 5 นาที
- เวลาในการกดอัดด้วยความร้อน
  - พอลิเมอร์คอมโพสิตของอะเซทิลีนแบล็ค 30 นาที
  - พอลิเมอร์คอมโพสิตของแกรไฟต์ 30 นาที
  - พอลิเมอร์คอมโพสิตของเส้นใยคาร์บอน 40 นาที
  - พอลิเมอร์คอมโพสิตของอะเซทิลีนแบล็คร่วมกับเส้นใยคาร์บอน 75 นาที
- เวลาในการหล่อเย็น 12 นาที

3.3.4 ศึกษาโครงสร้างสัณฐานวิทยาด้วยเครื่อง Scanning Electron Microscopy

นำชิ้นงานไปหักในไนโตรเจนเหลว ทำให้ผิวหน้าชิ้นงานเรียบและขนาดของชิ้นงานพอเหมาะกับที่รองรับชิ้นงานตัวอย่าง จากนั้นเคลือบผิวหน้าชิ้นงานด้วยทอง แล้วนำไปส่องด้วยเครื่อง Scanning electron microscopy เลือกกำลังขยายตามที่ต้องการ

3.3.5 วัดค่าการนำไฟฟ้าของพอลิเมอร์คอมโพสิตตามมาตรฐาน ASTM C611 [34]

เตรียมชิ้นงานกว้าง 2 เซนติเมตร ยาว 12 เซนติเมตรและหนา 0.3 เซนติเมตร จากนั้นนำไปอบในตู้อบอุณหภูมิ 110 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง ทำให้เย็นในโถดูดความชื้น (Desiccator) ทดสอบสมบัติการนำไฟฟ้าของชิ้นงานโดยใช้เทคนิค Four-point probe (ASTM C611) แสดงดังรูปที่ 3.1 ควบคุมการให้กระแสไฟฟ้าในช่วง 10 ไมโครแอมแปร์ - 0.1 แอมแปร์ ด้วยโปรแกรม GPES ของเครื่อง Potentiostat วัดความต่างศักย์ด้วยเครื่อง Digital multimeter ลดความต้านทานของการสัมผัส (Contact resistivity) โดยการทาขอบชิ้นงานตามความกว้างด้วยซิลเวอร์เพ้นท์ (Silver paint) การหาค่าการนำไฟฟ้าแสดงในภาผนวก ข



รูปที่ 3.1 การวัดค่าการนำไฟฟ้าด้วยเทคนิค Four-point probe

3.3.6 ความหนาแน่นของพอลิเมอร์คอมโพสิต

เตรียมชิ้นงานให้มีความกว้าง 1.4 เซนติเมตร ยาว 2.5 เซนติเมตรและหนา 0.3 เซนติเมตร โดยประมาณ (จำนวน 3 ชิ้นงาน) คำนวณหาปริมาตรของชิ้นงาน จากนั้นนำไปชั่งน้ำหนักแล้วบันทึกผล การหาความหนาแน่นแสดงในภาคผนวก ข

3.3.7 ทดสอบการดูดซับน้ำตามมาตรฐาน ASTM D570 [35]

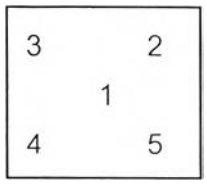
นำชิ้นงานขนาดกว้าง 2.5 เซนติเมตร ยาว 7.5 เซนติเมตร และหนา 0.3 เซนติเมตร (จำนวน 3 ชิ้นงาน) ไปอบในตู้อบอุณหภูมิ 105 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 1 ชั่วโมง ทำให้เย็นและเก็บในโถดูดความชื้น จากนั้นนำชิ้นงานไปชั่งน้ำหนัก บันทึกผลเป็นน้ำหนักแห้ง (Dry weight) นำชิ้นงานไปแช่ในน้ำกลั่นเป็นเวลา 24 ชั่วโมง จากนั้นนำผ้ามาซับน้ำออกจากชิ้นงานแล้วชั่งน้ำหนักอย่างรวดเร็วบันทึกผลเป็นน้ำหนักเปียก (Wet weight) การหาร้อยละการดูดซับน้ำแสดงในภาคผนวก ข

3.3.8 ทดสอบการโค้งงอตามมาตรฐาน ASTM D790 [36]

เตรียมชิ้นงานกว้าง 1.25 เซนติเมตร ยาว 12.5 เซนติเมตร และหนา 0.3 เซนติเมตร จากนั้นนำไปทดสอบการโค้งงอ โดยใช้ความเร็ว 13.89 มิลลิเมตร/นาที ความยาวสแปน (span) 50 มิลลิเมตร แล้วบันทึกผล ทำการทดสอบซ้ำ 5 ครั้ง รายงานผลเป็นความแข็งแรงโค้งงอ (Flexural strength)

3.3.9 ทดสอบความแข็งของชิ้นงานโดยใช้เครื่อง Hardness Testing ตามมาตรฐาน ASTM D785-98 [37]

เตรียมชิ้นงานกว้าง 3.75 เซนติเมตร ยาว 3.75 เซนติเมตร และหนา 0.3 เซนติเมตร จากนั้นนำไปวัดความแข็งด้วยเครื่อง Hardness แบบ Rockwell สเกล M ใช้หัวกด กดลงบนชิ้นงาน 5 จุด ตามรูปที่ 3.2 แต่ละจุดห่างกัน 8 เท่าของรอยกด แล้วบันทึกค่าความแข็งแต่ละจุด รายงานผลเป็นค่าความแข็งเฉลี่ย



รูปที่ 3.2 ตำแหน่งในการวัดความแข็งของพอลิเมอร์คอมโพสิต

3.3.10 การศึกษาผลของสารเติมแต่งที่มีต่อสมบัติของพอลิเมอร์คอมโพสิต

การนำพอลิเมอร์คอมโพสิตมาศึกษาผลของสารเติมแต่ง จะพิจารณาจากพอลิเมอร์คอมโพสิตของสารเติมแต่งที่นำไฟฟ้าที่ให้ความสามารถในการนำไฟฟ้า ความหนาแน่น การดูดซับน้ำและความแข็งแรงโค้งงอยู่ในเกณฑ์มาตรฐานของแผ่นนำไฟฟ้าสองขั้ว อีกทั้งต้องคำนึงถึงราคาในการเตรียมพอลิเมอร์คอมโพสิตนั้นๆ ใน 1 กิโลกรัม จากนั้นนำมาเติมสารเติมแต่งได้แก่ ซิงค์สเตียเรทและไทเทเนียมไดออกไซด์ ในปริมาณ 1, 3 และ 5 phr องค์ประกอบของสารเติมแต่งทั้ง 2 ในพอลิเมอร์คอมโพสิตแสดงดังตารางที่ 3.2 ขั้นตอนในการศึกษาผลของสารเติมแต่งที่มีต่อสมบัติของพอลิเมอร์คอมโพลิตมีดังนี้

- ศึกษาโครงสร้างสัณฐานวิทยาของสารเติมแต่งด้วย Scanning Electron Microscopy
- ศึกษาการนำไฟฟ้า ความหนาแน่น การดูดซับน้ำ ความแข็งแรงโค้งงอและความแข็งของพอลิเมอร์คอมโพสิตเช่นเดียวกับวิธีการที่กล่าวมาข้างต้น

ตารางที่ 3.2 องค์ประกอบของสารเติมแต่งในพอลิเมอร์คอมโพสิต

พอลิเมอร์คอมโพสิต			
ซิงค์สเตียเรท (phr)	ไทเทเนียมไดออกไซด์ (phr)		
	1	3	5
1	✓	✓	✓
3	✓	✓	✓
5	✓	✓	✓