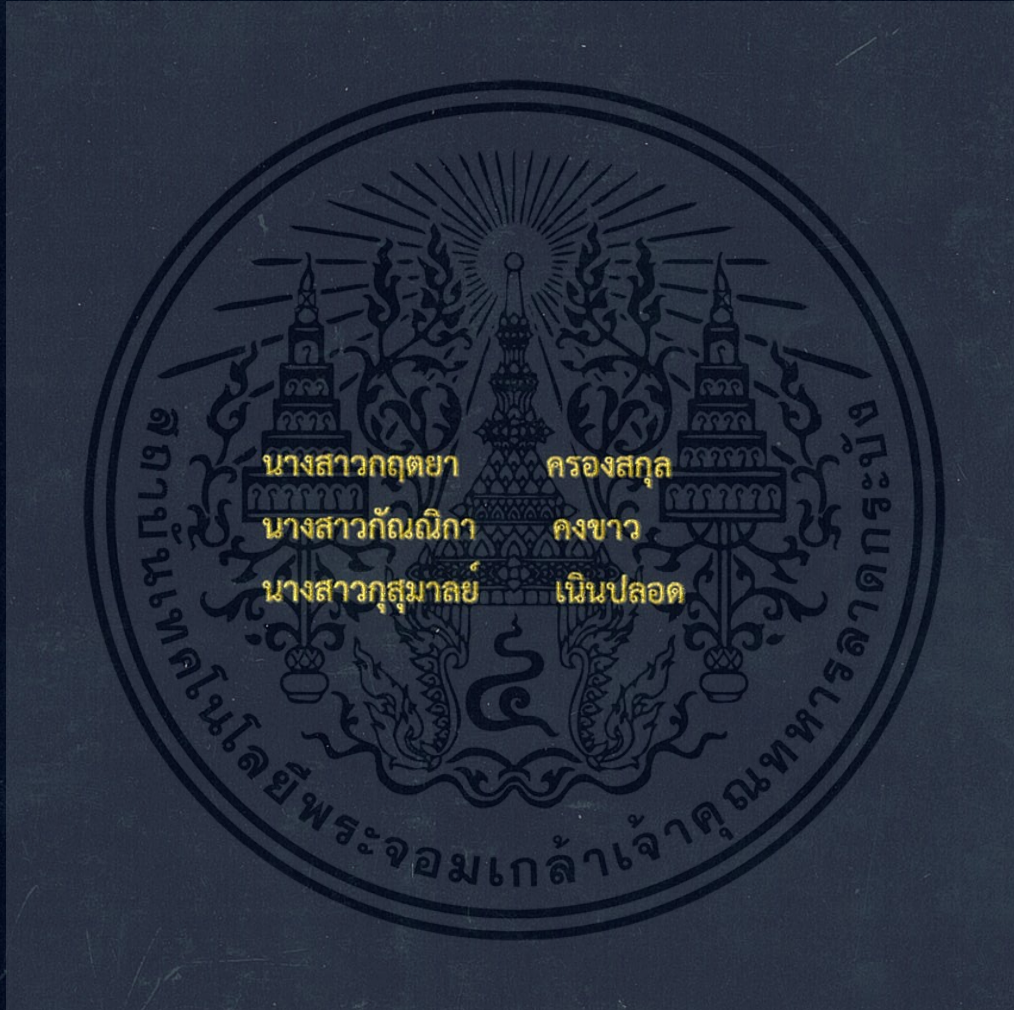


การศึกษาการกระจายตัวแบบเลือกตำแหน่งของคาร์บอนนาโนทิวบ์ที่เตรียม
โดยวิธีผสมแบบหลอมเหลว

STUDY OF SELECTIVE CARBON NANOTUBE DISPERSION IN
POLYURETHANE PREPARED BY MELT MIXING METHOD



โครงการพิเศษนี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตร
ปริญญาวิทยาศาสตรบัณฑิต สาขาวิชาเคมีอุตสาหกรรม
ภาควิชาเคมี คณะวิทยาศาสตร์
สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง
ปีการศึกษา 2557

สำนักหอสมุดกลาง พระจอมเกล้าลาดกระบัง

การศึกษาการกระจายตัวแบบเลือกตำแหน่งของคาร์บอนนาโนทิวป์ที่เตรียม
โดยวิธีผสมแบบหลอมเหลว

STUDY OF SELECTIVE CARBON NANOTUBE DISPERSION IN
POLYURETHANE PREPARED BY MELT MIXING METHOD



T142287

นางสาวกฤตยา ครองสกุล
นางสาวกัญญิกา คงขาว
นางสาวสุสมาลัย เนินปลอด

ร.พ.
ก 276 ก
2007

เลขหมู่.....
เลขทะเบียน.....142287
วัน,เดือน,ปี...2.9 เม.ย. 2559

บ. 12770486
.....

โครงการพิเศษนี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตร
ปริญญาวิทยาศาสตรบัณฑิต สาขาวิชาเคมีอุตสาหกรรม
ภาควิชาเคมี คณะวิทยาศาสตร์
สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง
ปีการศึกษา 2557

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

STUDY OF SELECTIVE CARBON NANOTUBE DISPERSION IN
POLYURETHANE PREPARED BY MELT MIXING METHOD



A SPECIAL PROJECT SUBMITTED IN PARTIAL FULFILLMENT
OF THE REQUIREMENTS FOR THE DEGREE OF BACHELOR OF SCIENCE
IN INDUSTRIAL CHEMISTRY
FACULTY OF SCIENCE
KING MONGKUT'S INSTITUTE OF TECHNOLOGY LADKRABANG
ACADEMIC YEAR 2014

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

หัวข้อโครงการพิเศษ การศึกษาการกระจายตัวแบบเลือกตำแหน่งของคาร์บอนนาโนทิวบ์ที่เตรียม
โดยวิธีผสมแบบหลอมเหลว

Study of Selective Carbon Nanotube Dispersion in
Polyurethane Prepared By Melt Mixing Method

ชื่อนักศึกษา	นางสาว กฤตยา	ครองสกุล	รหัสนักศึกษา	54050118
	นางสาว กัณณิกา	คงขาว	รหัสนักศึกษา	54050124
	นางสาว กุสุมาลย์	เนนปลอด	รหัสนักศึกษา	54050134

ปริญญา วิทยาศาสตร์บัณฑิต (เคมีอุตสาหกรรม)

ภาควิชา เคมี

ปีการศึกษา 2557

อาจารย์ที่ปรึกษา ดร.กิตติมนต์ จิระกิตติคุณ

คณะวิทยาศาสตร์ สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง อนุมัติให้
โครงการพิเศษนี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรปริญญาวิทยาศาสตรบัณฑิต สาขาวิชาเคมี
อุตสาหกรรม ประจำปีการศึกษา 2557

คณะกรรมการสอบ	ลายมือชื่อ
ดร. ขวาลย์ ศรีวงษ์ ประธานกรรมการ	
ดร. เอกรัฐ เดชศรี กรรมการ	
ดร. กิตติมนต์ จิระกิตติคุณ กรรมการและที่ปรึกษา	

ลิขสิทธิ์ของคณะวิทยาศาสตร์

สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

หัวข้อโครงการพิเศษ	การศึกษาการกระจายตัวแบบเลือกตำแหน่งของคาร์บอนนาโนทิวบ์ที่เตรียมโดยวิธีผสมแบบหลอมเหลว			
ชื่อนักศึกษา	นางสาว กฤตยา	ครองสกุล	รหัสนักศึกษา	54050118
	นางสาว กัญฉิกา	คงขาว	รหัสนักศึกษา	54050124
	นางสาว กุสุมาลย์	เนินปลอด	รหัสนักศึกษา	54050134
ปริญญา	วิทยาศาสตร์บัณฑิต (เคมีอุตสาหกรรม)			
ภาควิชา	เคมี			
ปีการศึกษา	2557			
อาจารย์ที่ปรึกษา	ดร.กิตติมนต์ จิระกิตติคุณ			

บทคัดย่อ

ในปัจจุบันพอลิยูรีเทนถูกนำมาใช้งานอย่างแพร่หลาย เนื่องจากสามารถปรับปรุงสมบัติให้หลากหลายตามการใช้งานได้แต่ยังมีข้อด้อยด้านสมบัติทางไฟฟ้า ในงานวิจัยนี้จึงได้ทำการเตรียมนาโนคอมพอสิตระหว่างพอลิยูรีเทนกับคาร์บอนนาโนทิวบ์แบบผนังหลายชั้น (Multi-wall carbonnanotube, MWCNT) ด้วยวิธีการผสมแบบหลอมเหลว โดยทำการศึกษาผลกระทบของเวลาและอุณหภูมิการผสมต่อการกระจายตัวของ MWCNT ในพอลิยูรีเทนที่มีโครงสร้างส่วนนึ่งที่แตกต่างกัน โดยเตรียมจาก MWCNT 0.25 %wt ผสมกับพอลิยูรีเทนที่มีโครงสร้างส่วนนึ่งเป็น polyester และ polyether ในเครื่อง Barbender ใช้เวลา 4-12 นาทีและอุณหภูมิ 190-200 °C และขึ้นรูปด้วยเทคนิคกดอัดแล้วนำไปทำการทดสอบสัณฐานวิทยาด้วยเทคนิคด้วย FESEM ทดสอบสมบัติเชิงความร้อนโดยใช้เทคนิคเทคนิค DSC ทดสอบสมบัติทางไฟฟ้าด้วยเครื่อง LCR-meter และผลการทดสอบสรุปได้ว่า นาโนคอมพอสิตระหว่าง MWCNT กับ PU-ester มีค่าการนำไฟฟ้าสูงสุดเมื่อใช้อุณหภูมิผสม 200 °C เป็นเวลา 10 นาที โดย MWCNT จะกระจายอยู่ในโครงสร้างส่วนแข็ง และสามารถกระจายตัวได้ดีแม้ใช้สภาวะการเตรียมที่อุณหภูมิมผสมต่ำ แต่นาโนคอมพอสิตระหว่าง MWCNT กับ PU-ester มีค่าการนำไฟฟ้าสูงสุดเมื่อใช้อุณหภูมิมผสม 210 °C เป็นเวลา 8 นาที โดย MWCNT จะกระจายอยู่ในโครงสร้างส่วนนึ่ง และสามารถกระจายตัวได้ดีเมื่อใช้สภาวะการเตรียมที่อุณหภูมิมผสมสูง หากใช้อุณหภูมิต่ำต้องใช้เวลาการผสมนาน

คำสำคัญ: คาร์บอนนาโนทิวบ์แบบผนังหลายชั้น ค่าการนำไฟฟ้า นาโนคอมพอสิต พอลิยูรีเทน วิธีการผสมแบบหลอมเหลว

Special Project Title Study of Selective Carbon Nanotube Dispersion in Polyurethane Prepared by Melt Mixing Method

Students	Miss Krittaya	Khongsakun	Student ID	54050118
	Miss Kannika	Khongkhaw	Student ID	54050124
	Miss Kusuman	Nernplod	Student ID	54050134
Degree	Bachelor of Science (Industrial Chemistry)			
Department	Chemistry			
Academic Year	2014			
Advisor	Dr. Kittimon Jirakittidul			

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 and temperature 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 190-210 °C then shaped into sheet by compression moulding. Morphology of nanocomposite was investigated by FESEM. Thermal properties were tested by DSC, and LCR meter was used to test electrical conductivity. It was found that MWCNT/PU-ester nanocomposites prepared at 200 °C for 10 minutes showed maximum conductivity. MWCNT dispersed in hard segment of PU-ester and well MWCNT dispersion could be achieved at low mixing temperature. On the other hand, MWCNT/PU-ether nanocomposite prepared at 210 °C for 8 minutes showed maximum conductivity. MWCNT dispersed in soft segment of PU-ether and well MWCNT dispersion could be achieved at high temperature or low temperature but using long mixing time.

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

กิตติกรรมประกาศ

โครงการพิเศษสำเร็จลุล่วงมาได้ด้วยดี ด้วยความกรุณาชี้แนะแนวทาง ให้คำปรึกษาในการทำโครงการพิเศษจาก ดร.กิตติมนต์ จิระกิตติดุลย์ ที่ปรึกษาโครงการพิเศษ นอกจากนี้ยังให้กำลังใจและการดูแลอย่างดีทำให้โครงการพิเศษสำเร็จลุล่วงมาได้

ขอขอบพระคุณ ดร.เอกรัฐ เดชศรี และ ดร.ชวาลย์ ศรีวงษ์ ที่เข้าร่วมเป็นคณะกรรมการสอบโครงการพิเศษ พร้อมทั้งให้คำแนะนำและเสนอข้อคิดเห็นที่เป็นประโยชน์เพื่อนำไปแก้ไขโครงการพิเศษให้มีความสมบูรณ์มากยิ่งขึ้น

ขอขอบพระคุณคณาจารย์ภาควิชาเคมี คณะวิทยาศาสตร์ สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบังทุกท่านที่ได้ประสิทธิ์ประสาทวิชาในระดับบัณฑิตศึกษา

ขอขอบพระคุณ บริษัท เวสเทิร์น ดิจิตอล (ประเทศไทย) จำกัด ที่ให้ความอนุเคราะห์ในการใช้เครื่องมือ Attenuated Total Reflectance Fourier Transform Infrared Spectroscopy (ATR-FTIR), Differential Scanning Calorimetry (DSC) และ Field Emission Scanning Electron Microscopy (FESEM) และขอขอบคุณพี่ๆที่ได้สละเวลาให้ความรู้ คำแนะนำในการทำวิจัยนี้

ขอขอบคุณเจ้าหน้าที่ห้องปฏิบัติการภาควิชาเคมีทุกท่าน ที่ให้คำปรึกษาและอำนวยความสะดวกในการทดลอง

ขอขอบคุณเพื่อนๆน้องๆ สาขาเคมีอุตสาหกรรม คณะวิทยาศาสตร์ทุกคน ที่เป็นกำลังใจและช่วยเหลือในด้านต่างๆ ให้คำปรึกษา ให้ข้อคิด ให้สติ ให้ความรู้สึกรักๆตลอดการวิจัย

สุดท้ายขอกราบขอบพระคุณบิดา มารดาของเราทั้งสามคนตลอดจนครอบครัว ที่เป็นแรงผลักดัน ให้กำลังใจและคอยสนับสนุนทางด้านการศึกษาดูแลมา จนทำให้การทำโครงการพิเศษเล่มนี้ประสบความสำเร็จ

นางสาว กฤตยา ครองสกุล

นางสาว กัญญิกา คชขาว

นางสาว กุสุมาลย์ เนินปลอด

สารบัญ

	หน้า
บทคัดย่อภาษาไทย.....	ก
บทคัดย่อภาษาอังกฤษ.....	ข
กิตติกรรมประกาศ.....	ค
สารบัญ.....	ง
สารบัญตาราง.....	ช
สารบัญรูป.....	ฉ
บทที่ 1 บทนำ.....	1
1.1 ความเป็นมาและความสำคัญของงานวิจัย.....	1
1.2 วัตถุประสงค์ของงานวิจัย.....	4
1.3 ขอบเขตการดำเนินงานวิจัย.....	4
1.4 ผลที่คาดว่าจะได้รับ.....	5
บทที่ 2 ทฤษฎีและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง.....	6
2.1 พอลิยูรีเทน.....	6
2.1.1 ปฏิกริยาพื้นฐาน.....	6
2.1.2 โครงสร้างของเทอร์โมพลาสติกพอลิยูรีเทน.....	7
2.1.2.1 โครงสร้างส่วนนิม.....	8
2.1.2.2 โครงสร้างส่วนแข็ง.....	10
2.1.3 วิธีการสังเคราะห์พอลิยูรีเทน.....	13
2.1.3.1 กระบวนการแบบ One-shot.....	13
2.1.3.2 กระบวนการแบบ Prepolymer.....	14
2.2 Carbon nanotubes (CNT).....	15
2.2.1 ประเภทของ CNT.....	15
2.2.2 การสังเคราะห์ CNT.....	16
2.2.2.1 Arc discharge.....	16
2.2.2.2 Laser ablation.....	16
2.2.2.2 Chemical Vapor Deposition (CVD).....	16

สารบัญ(ต่อ)

	หน้า
2.2.3 สมบัติของ CNT	16
2.2.3.1 สมบัติทางไฟฟ้า.....	16
2.2.3.2 สมบัติเชิงกล	17
2.2.3.3 สมบัติทางความร้อน.....	17
2.3 PU/CNT นาโนคอมพอสิต	17
2.3.1 คอมพอสิต	17
2.3.2 พอลิเมอร์นาโนคอมพอสิต.....	20
2.3.2.1 อนุภาคนาโน.....	21
2.3.2.2 การเตรียมนาโนคอมพอสิต.....	21
2.3.2.3 ประโยชน์และการใช้งานคอมพอสิต.....	22
2.4 การทบทวนวรรณกรรมที่เกี่ยวข้อง	22
2.4.1 ผลกระทบจากพอลิเมอร์เมทริกซ์	22
2.4.2 ผลกระทบจากวิธีการเตรียมนาโนคอมพอสิต	23
2.4.3 ผลกระทบจากพารามิเตอร์ในกระบวนการเตรียมนาโนคอมพอสิต	23
บทที่ 3 วิธีการดำเนินงานวิจัย.....	27
3.1 แผนการดำเนินงาน	27
3.2 สารเคมีและอุปกรณ์.....	27
3.3 วิธีการทดลอง.....	28
3.3.1 การวิเคราะห์สมบัติของ PU-ester และ PU-ether.....	28
3.3.1.1 ทดสอบความหนืดหลอมเหลว.....	28
3.3.1.2 ทดสอบสมบัติทางความร้อน.....	28
3.3.1.3 วิเคราะห์หมู่ฟังก์ชันด้วยเครื่อง ATR-FTIR	29
3.3.2 การเตรียมวัสดุคอมพอสิต.....	30
3.3.3 กระบวนการขึ้นรูปวัสดุคอมพอสิต.....	30
3.3.4 การวิเคราะห์สมบัติของวัสดุคอมพอสิต	31
3.3.4.1 การศึกษาการเปลี่ยนแปลงทางความร้อนด้วยเทคนิค	31
Differential Scanning Calorimetry (DSC)	

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

สารบัญ(ต่อ)

หน้า

3.3.4.2. การศึกษาสัณฐานวิทยาด้วย Field Emission	32
Scanning Electron Microscopy (FESEM)	
3.3.4.3 การศึกษาสมบัติทางไฟฟ้าด้วยเครื่อง LCR meter	32
บทที่ 4 ผลการวิจัยและอภิปรายผล	34
4.1 ผลการวิเคราะห์สมบัติของ PU-ester และ PU-ether.....	34
4.1.1 ผลการทดสอบความเหนียวขณะหลอมเหลว	34
4.1.2 ผลการทดสอบสมบัติทางความร้อน.....	34
4.1.2.1 ผลการวิเคราะห์เสถียรภาพทางความร้อนด้วย.....	34
Thermogravimetric analysis (TGA)	
4.1.2.2 ผลการเปลี่ยนแปลงสี.....	39
4.1.2.3 วิเคราะห์หมู่ฟังก์ชันด้วยเครื่อง ATR-FTIR	41
4.2 ผลการวิเคราะห์สมบัติของวัสดุคอมพอสิต.....	43
4.2.1 ผลการศึกษาการเปลี่ยนแปลงทางความร้อนด้วยเทคนิค.....	43
Differential Scanning Calorimetry (DSC)	
4.2.2 การศึกษาสัณฐานวิทยาด้วย Field Emission.....	47
Scanning Electron Microscopy (FESEM)	
4.2.3 การศึกษาสมบัติทางไฟฟ้าด้วยเครื่อง LCR meter.....	55
บทที่ 5 สรุปผลวิจัยและข้อเสนอแนะ.....	59
5.1 สรุปผลการวิจัย	59
5.2 ข้อเสนอแนะ	59
เอกสารอ้างอิง	60
ภาคผนวก	63

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

สารบัญตาราง

ตารางที่	หน้า
ตารางที่ 2.1 สมบัติของ polyether polyol ที่เกิดจากสารตั้งต้นที่แตกต่างกัน.....	9
ตารางที่ 2.2 สมบัติของ polyester polyol ที่เกิดจากสารตั้งต้นที่แตกต่างกัน.....	9
ตารางที่ 2.3 Aliphatic diisocyanate	11
ตารางที่ 2.4 ตัวอย่าง Cycloaliphatic diisocyanate.....	11
ตารางที่ 2.5 Aromatic diisocyanate.....	12
ตารางที่ 2.6 ลักษณะของวัสดุพอลิเมอร์นาโนคอมพอสิต.....	20
ตารางที่ 3.1 สภาวะในการทดสอบการเปลี่ยนแปลงสี	29
ตารางที่ 3.2 อุณหภูมิและเวลาสำหรับการผสม PU – ester กับ MWCNT	30
ตารางที่ 3.3 อุณหภูมิและเวลาสำหรับการผสม PU – ether กับ MWCNT.....	30
ตารางที่ 4.1 ผลการทดสอบความหนืดขณะไหล.....	34
ตารางที่ 4.2 แสดงผลการวิเคราะห์ที่ได้จากกราฟ DTG.....	35
ตารางที่ 4.3 การดูดกลืนค่าความยาวคลื่นของหมู่ฟังก์ชันที่พบใน ATR-FTIR	42
ตารางที่ 4.4 ผลการวิเคราะห์ DSC ของ MWCNT/PU-ester นาโนคอมพอสิต.....	44
ตารางที่ 4.5 ผลการวิเคราะห์ DSC ของ MWCNT/PU-ether นาโนคอมพอสิต.....	45

สารบัญรูป

รูปที่	หน้า
รูปที่ 1.1	องค์ประกอบของวัสดุคอมพอสิต..... 1
รูปที่ 1.2	โครงสร้างของพอลิยูรีเทน..... 2
รูปที่ 1.3	โครงสร้างโมเลกุล (a) Polyether และ (b) Polyester..... 3
รูปที่ 1.4	โครงสร้างของคาร์บอนนาโนทิวบ์ (a) SWCNT และ (b) MWCNT..... 4
รูปที่ 2.1	สมการการเกิด urethane..... 6
รูปที่ 2.2	สมการการเกิด PU จาก diisocyanate และ hydroxyl compound 6
รูปที่ 2.3	สมการการเกิด urea จาก isocyanate และ amine 6
รูปที่ 2.4	สมการการเกิดปฏิกิริยาระหว่าง isocyanate กับน้ำ..... 7
รูปที่ 2.5	สมการการเกิด amide, allophanate และ biuret..... 7
รูปที่ 2.6	โครงสร้างของเทอร์โมพลาสติก PU..... 8
รูปที่ 2.7	ปฏิกิริยาการเกิด polyether polyol..... 8
รูปที่ 2.8	โครงสร้าง polyuria 13
รูปที่ 2.9	โครงสร้าง prepolymer 14
รูปที่ 2.10	ชนิดของ CNT..... 15
รูปที่ 2.11	โครงสร้าง 3 รูปแบบของ SWCNT..... 15
รูปที่ 2.12	แสดงลักษณะต่างๆของเฟสที่กระจายตัวอยู่ที่ส่งผลต่อสมบัติสุดท้ายของคอมพอสิต ... 18
รูปที่ 2.13	แสดงแผนผังการแบ่งประเภทของคอมพอสิต..... 18
รูปที่ 2.14	สัดส่วนพื้นที่ของกลุ่มก้อน MWCNT ใน PC/MWCNT คอมพอสิตที่เตรียม โดยใช้อุณหภูมิและความเร็วในการผสมแตกต่างกัน..... 24
รูปที่ 2.15	ปริมาณการต้านทานไฟฟ้าของ PA66/MWCNT นาโนคอมพอสิตที่ 5 %wt 25 ที่เตรียมภายใต้อุณหภูมิต่างกัน
รูปที่ 2.16	ปริมาณการต้านทานไฟฟ้าของ PA6/MWCNT นาโนคอมพอสิตที่เตรียมภายใต้ ความเร็วรอบที่ต่างกัน..... 26
รูปที่ 2.17	ปริมาณการต้านทานไฟฟ้าของ PA6/MWCNT นาโนคอมพอสิตที่ 5 %wt 26 เตรียมภายใต้เวลาในการผสมเท่ากัน ที่ความเร็วรอบต่างกัน
รูปที่ 3.1	หลักการทำงานของ ATR-FTIR..... 29
รูปที่ 3.2	การกำหนดอุณหภูมิและอัตราการให้อุณหภูมิที่ใช้ในการทดสอบด้วยเทคนิค DSC..... 32
รูปที่ 4.1	ผล TGA ของ PU-ester และ PU-ether ในบรรยากาศไนโตรเจน..... 35
รูปที่ 4.2	ผล DTG ของ PU-ester และ PU-ether ในบรรยากาศไนโตรเจน..... 35

สารบัญรูป (ต่อ)

รูปที่	หน้า
รูปที่ 4.3 ผล TGA ของ PU-ester และ PU-ether ในบรรยากาศออกซิเจน	36
รูปที่ 4.4 ผล DTG ของ PU-ester และ PU-ether ในบรรยากาศออกซิเจน	37
รูปที่ 4.5 ผล isothermal ของ (a) PU-ester และ (b) PU-ether	38
รูปที่ 4.6 ผลการเปลี่ยนแปลงสี (a) PU-ester (b) PU-ether และ (c) ชิ้นงานมาตรฐาน	40
รูปที่ 4.7 กราฟ ATR-FTIR ของ (a) PU-ester และ (b) PU-ether	42
รูปที่ 4.8 กราฟ DSC ของนาโนคอมพอสิต (a) PU-ester/MWCNT และ	44
(b) PU-ester/MWCNT	
รูปที่ 4.9 ภาพ FESEM แสดงสัณฐานวิทยาที่กำลังขยาย 5000 เท่าของ (a) ester 190-4	49
(b) ester 190-12 และ (c) ester 210-4	
รูปที่ 4.10 ภาพ FESEM แสดงสัณฐานวิทยาของ (a) ether 190-4 และ (b) ether 210-10	51
ที่กำลังขยาย 20000 เท่า	
รูปที่ 4.11 ภาพ FESEM แสดงสัณฐานวิทยาที่กำลังขยาย 5000 เท่าของ (a) ether 190-4	53
(b) ether 190-12 และ (c) ether 210-4	
รูปที่ 4.12 ภาพ FESEM แสดงสัณฐานวิทยาที่กำลังขยาย 3000 เท่าของ ether 190-4	54
รูปที่ 4.13 ภาพ FESEM แสดงสัณฐานวิทยาของ ether 210-8 ที่กำลังขยาย 10000 เท่า	54
รูปที่ 4.14 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างค่าการนำไฟฟ้ากับความถี่ของ	56
(a) ester 200-10 และ (b) ether 210-8 ที่เวลาในการผสมต่างกัน	
รูปที่ 4.15 กราฟความสัมพันธ์ระหว่างค่าการนำไฟฟ้ากับเวลาในการผสมของนาโนคอมพอสิต	57
(a) PU-ester และ (b) PU-ether	

บทที่ 1

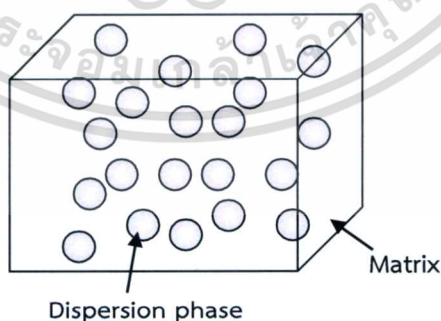
บทนำ

1.1 ความเป็นมาและความสำคัญของงานวิจัย

พอลิเมอร์เป็นวัสดุที่ถูกนำมาใช้งานอย่างแพร่หลาย เนื่องจากมีหลากหลายประเภทและมีสมบัติเด่นที่สำคัญ ได้แก่ มีน้ำหนักเบา สามารถขึ้นรูปได้ง่าย ทนทานต่อสภาพแวดล้อมต่างๆ ได้ดี มีความเป็นฉนวนไฟฟ้า และราคาถูก อีกทั้งมีการปรับแต่งสมบัติต่างๆ ของเนื้อพอลิเมอร์ด้วยการใส่สารเติมแต่ง (Additives) ตัวอย่างเช่น Lubricant, Plasticizer, Processing aid, Impact modifier, UV stabilizer, UV absorber และ Thermal stabilizer เป็นต้น [1] จึงทำให้สามารถนำเอาวัสดุพอลิเมอร์ไปประยุกต์ใช้ในอุตสาหกรรมได้หลากหลายชนิด

เนื่องจากมีความต้องการวัสดุที่มีสมบัติพิเศษหลายอย่างรวมอยู่ด้วยกันมากขึ้น ทำให้มีการพัฒนาทำเป็นวัสดุคอมโพสิต (Composite) ขึ้น โดยนำเอาวัสดุที่มีองค์ประกอบหรือโครงสร้างทางเคมีที่แตกต่างกันตั้งแต่สองชนิดขึ้นไปมาผสมกัน เพื่อให้เกิดสมบัติเฉพาะตัวที่แตกต่างไปจากวัสดุดั้งเดิม ตัวอย่างเช่น นำเอาพอลิเมอร์ที่เป็นฉนวนไฟฟ้ามาปรับปรุงสมบัติทางการนำไฟฟ้า โดยการเติมอนุภาคที่สามารถนำไฟฟ้าได้ดี อาทิเช่น คาร์บอนแบล็ค (Carbon black; CB) และคาร์บอนนาโนทิวบ์ (Carbon nanotube; CNT) ลงไปผสมกับพอลิเมอร์ ทำให้ได้คอมโพสิตที่มีสมบัติทางไฟฟ้าที่ดีขึ้น

โดยทั่วไปแล้วคอมโพสิตประกอบด้วยสองเฟส คือ เนื้อหลัก (Matrix) และเฟสที่กระจายตัว (Dispersion phase) [2] ดังรูปที่ 1.1 โดยเนื้อหลักจะเป็นเฟสต่อเนื่อง (Continuous phase) ที่คอยล้อมรอบเฟสที่กระจายอยู่ ซึ่งโดยส่วนใหญ่แล้วเฟสที่กระจายจะทำหน้าที่ช่วยเสริมแรงให้กับเนื้อหลัก จึงสามารถเรียกเฟสที่กระจายได้อีกอย่างว่า เฟสเสริมแรง (Reinforce phase)



รูปที่ 1.1 องค์ประกอบของวัสดุคอมโพสิต

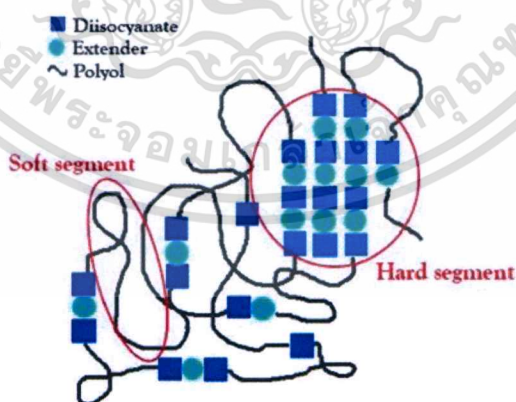
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

โดยทั่วไปแล้วคอมพอสิตประกอบด้วยสองเฟส คือ เนื้อหลัก (Matrix) และเฟสที่กระจายตัว (Dispersion phase) [2] ดังรูปที่ 1.1 โดยเนื้อหลักจะเป็นเฟสต่อเนื่อง (Continuous phase) ที่คอยล้อมรอบเฟสที่กระจายอยู่ ซึ่งโดยส่วนใหญ่แล้วเฟสที่กระจายจะทำหน้าที่ช่วยเสริมแรงให้กับเนื้อหลัก จึงสามารถเรียกเฟสที่กระจายได้อีกอย่างว่า เฟสเสริมแรง (Reinforce phase)

ในงานวิจัยนี้ทำการศึกษาการกระจายตัวของ CNT ในพอลิยูรีเทน พอลิยูรีเทนจัดเป็นพลาสติกวิศวกรรม (Engineering plastic) ที่สามารถเป็นได้ทั้ง เทอร์โมพลาสติก (Thermoplastic) และเทอร์โมเซต (Thermosetting) นิยมใช้พอลิยูรีเทนในรูปของ Flexible foam, Rigid foam และ CASE (CASE ประกอบด้วย Coating, Adhesive, Sealants และ Elastomers) [3] โดยพอลิยูรีเทนในรูปต่างๆเหล่านี้ถูกใช้งานอย่างแพร่หลายในอุตสาหกรรมหลากหลายชนิด เช่น เฟอร์นิเจอร์, อุปกรณ์ชิ้นส่วนรถยนต์, ฉนวนความร้อน และการก่อสร้าง เป็นต้น พอลิยูรีเทนจึงเป็นวัสดุที่น่าสนใจในการทำวัสดุคอมพอสิต

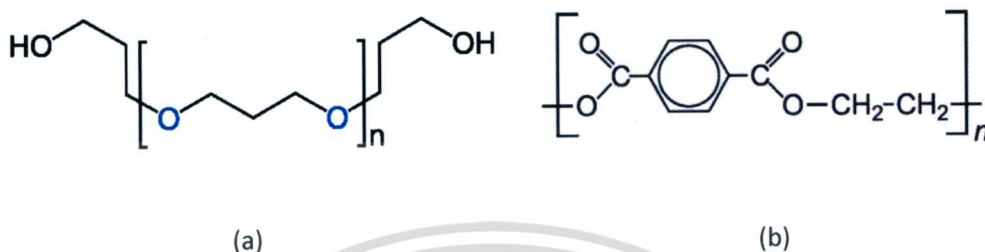
เทอร์โมพลาสติกพอลิยูรีเทนจัดเป็นโคพอลิเมอร์แบบบล็อก (Block copolymer) ที่มีส่วนประกอบของพันธะยูรีเทนอยู่ในโมเลกุล ดังรูปที่ 2 โครงสร้างหลักของพอลิยูรีเทนแบ่งเป็นสองส่วนหลัก คือ [3]

1. โครงสร้างส่วนนิ่ม (Soft segment) เป็นส่วนของสายโซ่ที่มีความยืดหยุ่น เช่น Polyester polyol หรือ Polyether polyol
2. โครงสร้างส่วนแข็ง (Hard segment) เป็นส่วนของสายโซ่ที่มีความแข็งตรึง ประกอบด้วย Isocyanate และ Chain extender



รูปที่ 1.2 โครงสร้างของพอลิยูรีเทน

สมบัติเด่นของพอลิยูรีเทนคือโครงสร้างของพอลิยูรีเทนสามารถปรับแต่งให้เกิดสมบัติต่างๆที่เหมาะสมกับการใช้งานได้ เช่น การเปลี่ยนหมู่ฟังก์ชันในส่วนของ soft segment เป็น polyether, polyester จะได้พอลิยูรีเทนที่มีลักษณะนุ่ม มีโครงสร้างโมเลกุลดังรูปที่ 1.3



รูปที่ 1.3 โครงสร้างโมเลกุล (a) Polyether polyol [4] และ (b) Polyester [5]

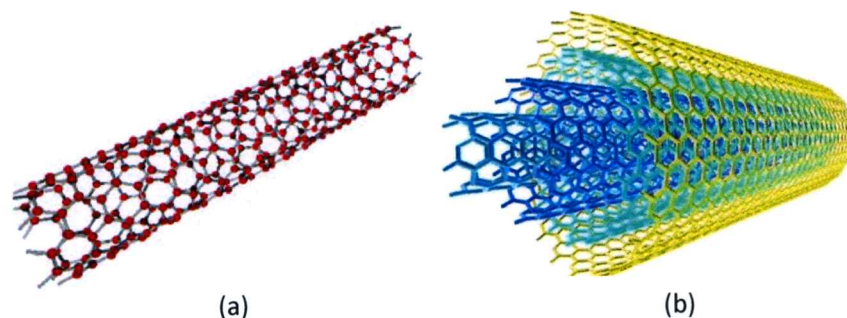
เพื่อเพิ่มสมบัติเชิงกลและสมบัติการนำไฟฟ้าให้กับพอลิเมอร์ที่เป็นฉนวนไฟฟ้า จึงนิยมนำเอาสารตัวเติม (Filler) ที่มีสมบัติเด่นทั้งทางเชิงกลและทางไฟฟ้า เช่น CB หรือ CNT มาทำคอมพอสิตกับพอลิเมอร์เหล่านั้น และ CNT จะให้สมบัติที่แตกต่างกับ CB จะช่วยเพิ่มสมบัติเชิงกลให้กับวัสดุคอมพอสิต แต่จำเป็นต้องใช้ในปริมาณที่มากกว่า CNT อีกทั้ง CNT ยังให้ประสิทธิภาพในการเสริมแรงที่เหนือกว่า ให้ค่าความแข็งแรงดึง (tensile strength) และ Young's modulus ที่สูงขึ้นในด้านสมบัติทางไฟฟ้า เนื่องจาก CNT มีความต้านทานไฟฟ้าต่ำมาก ทำให้สามารถส่งผ่านกระแสไฟฟ้าได้ดี เป็นได้ทั้งสารตัวนำและสารกึ่งตัวนำ [7] แตกต่างจาก CB ที่มีสมบัติความต้านทานไฟฟ้าสูงกว่า ทำให้ความสามารถในการส่งผ่านกระแสไฟฟ้าต่ำ แต่เมื่อเปรียบเทียบราคา CB มีราคาถูกกว่า CNT มาก ทำให้ CB เป็นที่นิยมใช้ในอุตสาหกรรม

CNT แบ่งออกเป็น 2 ชนิดหลัก คือ

1. Single-walled carbon nanotube (SWCNT) ประกอบด้วยแผ่นกราฟีน 1 แผ่น (แผ่นกราฟีน คือ วัสดุที่มีโครงสร้างอันเกิดจากการจัดเรียงกันของคาร์บอนอะตอมแบบวงหกเหลี่ยม (Hexagonal configuration) ในแนวระนาบ 2 มิติ หลากๆวงต่อกัน [6]) ม้วนแบบไร้ตะเข็บรูปทรงกระบอก มีเส้นผ่านศูนย์กลางประมาณ 1 นาโนเมตร [6] ดังแสดงในรูป 1.4 (a)

2. Multi-walled carbon nanotube (MWCNT) ประกอบด้วยการจัดเรียงแผ่นกราฟีนเป็นทรงกระบอกหลายๆ ชั้นซ้อนกัน มีเส้นผ่านศูนย์กลางระหว่าง 2-100 นาโนเมตร [6] ดังแสดงในรูป 1.4 (b)

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 1.4 โครงสร้างของคาร์บอนนาโนทิวป์ (a) SWCNT และ (b) MWCNT [6]

จากที่กล่าวมาข้างต้น CNT จึงเป็นสารตัวเติมที่น่าสนใจในการนำมาเตรียมเป็นวัสดุคอมพอสิตกับพอลิยูรีเทน เพื่อช่วยปรับปรุงสมบัติเชิงกล และสมบัติทางไฟฟ้าของพอลิยูรีเทน ในงานวิจัยนี้ทำการเตรียมคอมพอสิตระหว่าง MWCNT และพอลิยูรีเทนที่มีโครงสร้างส่วนนึ่งที่แตกต่างกันด้วยวิธีการผสมแบบหลอมเหลว และทำการศึกษาลักษณะของช่วงเวลา และอุณหภูมิในขั้นตอนการเตรียมคอมพอสิตที่ต่างกัน ต่อการกระจายตัวแบบเลือกที่ของ MWCNT ในพอลิยูรีเทน โดยปัจจัยในการเตรียมคอมพอสิตที่ต่างกันอาจจะมีผลต่อลักษณะการกระจายตัวของ MWCNT ในโครงสร้างส่วนนึ่งและโครงสร้างส่วนแข็งของพอลิยูรีเทนที่ต่างกัน นอกจากนี้ยังจะทำการเปรียบเทียบการกระจายตัวของ MWCNT ในพอลิยูรีเทนที่มีโครงสร้างส่วนนึ่งที่ต่างกันอีกด้วย

1.2 วัตถุประสงค์ของงานวิจัย

1. ศึกษาผลกระทบของช่วงเวลาและอุณหภูมิในการผสมต่อการเลือกที่ในการกระจายตัวของ MWCNT ของพอลิยูรีเทน
2. เปรียบเทียบการกระจายตัวของ MWCNT ในพอลิยูรีเทนที่มีโครงสร้างทางเคมีของส่วนนึ่งที่ต่างกัน

1.3 ขอบเขตการดำเนินงานวิจัย

ในงานวิจัยนี้จะทำการศึกษาประเด็นต่างๆดังต่อไปนี้

1. ศึกษางานวิจัยที่เกี่ยวข้อง โดยศึกษาชนิดและสมบัติของพอลิยูรีเทน ศึกษาสมบัติของ CNT และวิธีการเตรียมคอมพอสิตผสมแบบหลอมเหลว (melt mixing)
2. เตรียมคอมพอสิตระหว่างพอลิยูรีเทนและ MWCNT ด้วยวิธีผสมแบบหลอมเหลว โดยใช้พอลิยูรีเทนที่มีโครงสร้างส่วนนึ่งที่ต่างกัน

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

3. เตรียมคอมพอสิตโดยวิธีผสมแบบหลอมเหลว โดยใช้ช่วงเวลาและอุณหภูมิการผสมที่แตกต่างกัน
4. ขึ้นรูปชิ้นงานคอมพอสิตเพื่อใช้ในการทดสอบ
5. ทดสอบสมบัติต่างๆของคอมพอสิต ทั้งสมบัติทางความร้อน และทางไฟฟ้า

1.4 ผลที่คาดว่าจะได้รับ

1. สามารถทราบถึงผลกระทบของช่วงเวลาและอุณหภูมิในการผสมต่อพฤติกรรมกระจายตัวของ MWCNT ในพอลิยูรีเทนที่เตรียมโดยวิธีการผสมแบบหลอมเหลว
2. นำเอาความรู้ความเข้าใจที่ได้ไปใช้ในการพัฒนาและปรับปรุงการกระจายตัวของ MWCNT เพื่อให้ได้สมบัติการนำไฟฟ้าของวัสดุคอมพอสิตที่ดีขึ้น



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

บทที่ 2

ทฤษฎีและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

2.1 พอลิยูรีเทน

พอลิยูรีเทน (Polyurethane, PU) เป็น block copolymer ที่ผลิตจากกระบวนการสังเคราะห์พอลิเมอร์แบบเติมระหว่าง diisocyanate, polyol และ chain extender โดยมีพันธะ urethane เชื่อมโยงระหว่างสายโซ่ ผลิตภัณฑ์ของ PU มีหลายประเภท ได้แก่ เทอร์โมพลาสติก, เทอร์โมเซต, โฟม และสารเคลือบ เป็นต้น ข้อดีของ PU คือ สามารถปรับปรุงสมบัติได้ จึงทำให้ได้ผลิตภัณฑ์ที่มีสมบัติตรงตามความต้องการ

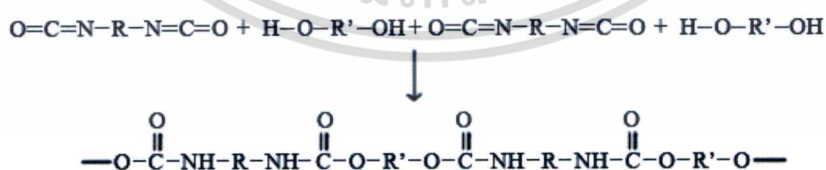
2.1.1 ปฏิกริยาพื้นฐาน

ปี ค.ศ.1849 เริ่มมีการสังเคราะห์ยูรีเทน โดยการเกิดปฏิกิริยาระหว่าง alcohol กับ isocyanate ได้เป็น urethane [3] แสดงในสมการดังรูปที่ 2.1

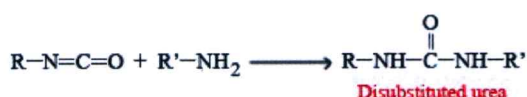


รูปที่ 2.1 สมการการเกิด urethane

ปี ค.ศ.1937 Otto Bayer เริ่มมีการศึกษากระบวนการสังเคราะห์ PU ด้วยกระบวนการสังเคราะห์พอลิเมอร์แบบเติมจาก di/poly-functional isocyanate และ hydroxyl compound ได้ PU ที่มีลักษณะเป็นเส้นตรง, โซ่กิ่งหรือโครงสร้างร่างแห [3] แสดงในสมการดังรูปที่ 2.2 แต่เมื่อใช้ amine แทน alcohol ในการสังเคราะห์ PU ได้สารประกอบยูเรีย แสดงในสมการดังรูปที่ 2.3



รูปที่ 2.2 สมการการเกิด PU จาก diisocyanate และ hydroxyl compound



รูปที่ 2.3 สมการการเกิด urea จาก isocyanate และ amine

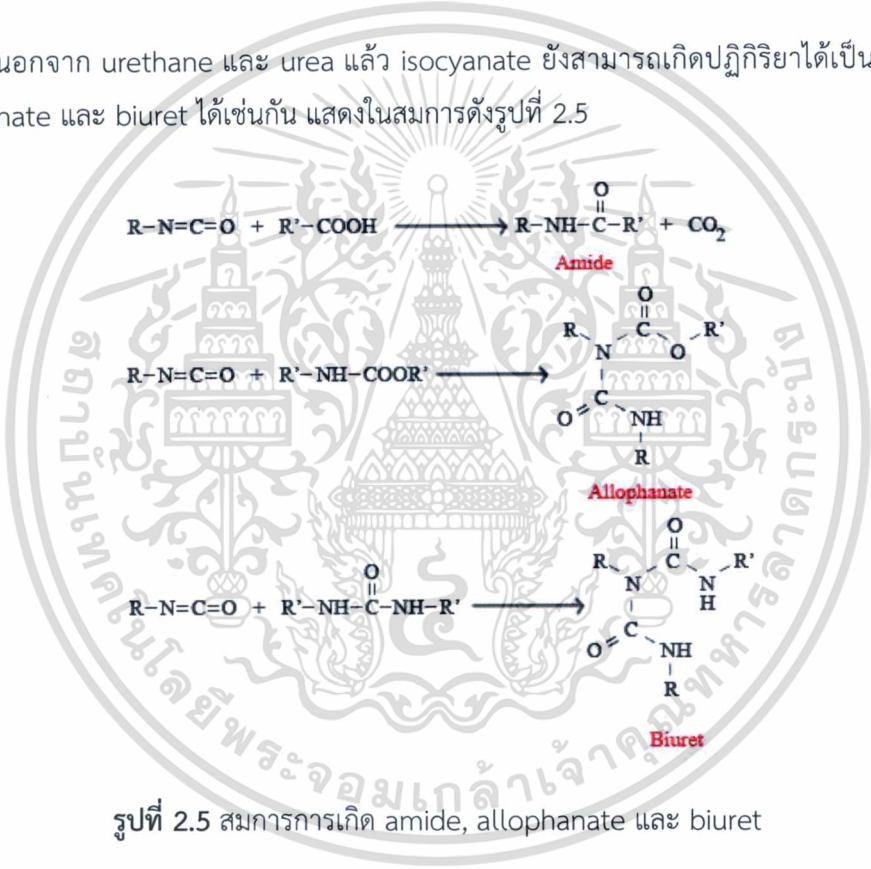
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ในปฏิกิริยาการเกิดพอลิยูรีเทน หากมีน้ำอยู่ในระบบด้วย จะทำให้ isocyanate เกิดปฏิกิริยากับน้ำได้เป็น carbamic acid ในขั้นตอนแรก จากนั้นกรดจะแตกตัวให้ amine และก๊าซคาร์บอนไดออกไซด์ (CO₂) แสดงในสมการดังรูปที่ 2.4 เมื่อ isocyanate ที่เหลืออยู่ทำปฏิกิริยากับ amine ที่เกิดขึ้นจะได้สารประกอบยูเรียโดย PU-polyurea ที่ได้จะมีลักษณะเป็นโฟม เนื่องจาก CO₂ ที่เกิดขึ้นทำหน้าที่เป็น blowing agent



รูปที่ 2.4 สมการการเกิดปฏิกิริยาระหว่าง isocyanate กับน้ำ

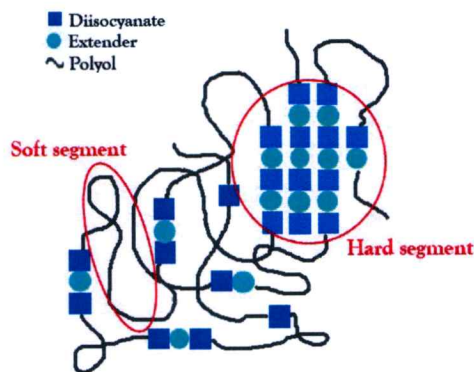
นอกจาก urethane และ urea แล้ว isocyanate ยังสามารถเกิดปฏิกิริยาได้เป็น amide, allophanate และ biuret ได้เช่นกัน แสดงในสมการดังรูปที่ 2.5



รูปที่ 2.5 สมการการเกิด amide, allophanate และ biuret

2.1.2 โครงสร้างของเทอร์โมพลาสติกพอลิยูรีเทน

เทอร์โมพลาสติก PU เป็น block copolymer แบบเส้นที่มีโครงสร้างแบ่งเป็นส่วนต่างๆ (segment) ได้แก่ โครงสร้างส่วนนิ่ม และโครงสร้างส่วนแข็ง ดังรูปที่ 2.6



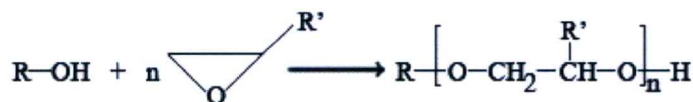
รูปที่ 2.6 โครงสร้างของเทอร์โมพลาสติก PU

2.1.2.1 โครงสร้างส่วนนิ่ม

โครงสร้างส่วนนิ่ม (soft segment) คือ ส่วนของ polyol ที่มีมวลโมเลกุลสูง มีแรง Van der Waals ยึดเหนี่ยวระหว่างโมเลกุล ทำให้ PU มีความยืดหยุ่นสูง ลักษณะนิ่มคล้ายยางและมีอุณหภูมิเปลี่ยนสถานะคล้ายแก้ว (T_g) ต่ำกว่าอุณหภูมิห้อง polyol เป็นองค์ประกอบสำคัญที่ใช้ในการทำปฏิกิริยากับหมู่ isocyanate เกิดเป็นหมู่ urethane ขึ้นมา ส่วนประกอบทางเคมีและมวลโมเลกุลของ polyol จึงส่งผลต่อสมบัติของ PU ซึ่ง polyol กลุ่มที่นิยมใช้มากที่สุด คือ polyether และ polyester polyol ตัวอย่างชนิดของ polyol ต่างๆ มีดังนี้ [3]

1. Polyether polyol

Polyether polyol เตรียมได้จากปฏิกิริยาระหว่าง สารที่มีหมู่ hydroxyl และ cyclic ether เช่น propylene oxide (PO) และ ethylene oxide (EO) แสดงในสมการดังรูปที่ 2.7 โดย ethylene oxide เมื่อใช้ทำปฏิกิริยาแล้วเกิดหมู่ primary hydroxyl ซึ่งมีความว่องไวในการเกิดปฏิกิริยาเป็น PU มากกว่า propylene oxide ที่เป็นหมู่ secondary hydroxyl หมู่ hydroxyl ที่ใช้ในการผลิต polyether polyol ในอุตสาหกรรมส่วนใหญ่ ได้แก่ ethylene glycol (EG), 1,2-propanediol (PG), bisphenol A (BPA), trimethylpropane (TMP) และ glycerol (GLY) เป็นต้น ซึ่งการใช้สารตั้งต้นแต่ละชนิดมาทำปฏิกิริยากันจะทำให้ polyether polyol ที่มีค่าไฮดรอกซิล (hydroxyl value, OHV), ค่า functionality และน้ำหนักโมเลกุลแตกต่างกัน แสดงดังตารางที่ 2.1



รูปที่ 2.7 ปฏิกิริยาการเกิด polyether polyol

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ตารางที่ 2.1 สมบัติของ polyether polyol ที่เกิดจากสารตั้งต้นที่แตกต่างกัน

Hydroxyl group	Alkylene oxide	functionality	น้ำหนักโมเลกุล (g/mol)	ค่าไฮดรอกซิล (mgKOH/g)	ความหนืดที่ 25°C (mPa.s.)
PG	PO/EO	2	4000	28	870
PG	PO	2	2000	56	310
TMP/PG	PO	2.8	3750	42	630
GLY	PO/EO	3	4800	35	860

สมบัติเด่นของ polyether polyol ที่ส่งผลต่อ PU คือ สามารถนำไปใช้ในที่อุณหภูมิต่ำได้ดี และมีความทนทานต่อการเกิดปฏิกิริยาไฮดรอลิซิส ความหนืดของ polyether ขณะหลอมเหลวอยู่ที่ 40-15000 mPa.s. แต่ข้อเสียคือ เกิด thermo-oxidative degradation เมื่อสัมผัสกับความร้อนและอากาศ และยังสามารถเกิด light-induced degradation เมื่อสัมผัสกับรังสี UV ดังนั้นจึงต้องใช้ antioxidants และ UV stabilizers ควบคู่กันไปด้วย

2. Polyester polyol

Polyester polyol มีน้ำหนักโมเลกุลเฉลี่ย 500-4000 g/mol ผลิตได้จากกระบวนการสังเคราะห์พอลิเมอร์แบบควบแน่นระหว่าง di/trifunctionalhydroxyl กับ dicarboxylic หรือ acid anhydride โดย di/trifunctionalhydroxyl ที่ใช้ทั่วไปได้แก่ ethylene glycol, 1,2-propanediol, 1,4-butanediol, 1,6-hexanediol, neopentyl glycol, diethylene glycol, glycerol และ thimethylolpropane ส่วนกรด dicarboxylic ที่นิยมใช้ได้แก่ succinic acid, glutaric acid, adipic acid, phthalic anhydride, isophthalic acid และ terephthalic acid

Polyester ที่ได้จาก glycol และ dicarboxylic เหล่านี้จะมีอะตอม C อย่างน้อย 5 อะตอม ทำให้ความไม่ชอบน้ำมากขึ้น น้ำไม่สามารถเข้ามาทำปฏิกิริยาและตัดขาดสายโซ่ได้ จึงทำให้ทนต่อความชื้นและสมบัติอื่นๆ แสดงดังตารางที่ 2.2

ตารางที่ 2.2 สมบัติของ polyester polyol ที่เกิดจากสารตั้งต้นที่แตกต่างกัน

Acid	Glycol	Functionality	น้ำหนักโมเลกุล (g/mol)	ค่าไฮดรอกซิล (mgKOH/g)	ความหนืด (mPa.s.)
Adipic acid	EG	2	2000	56	500-600 (75°C)
Adipic acid	Diethylene glycol/TMP	2.5	2300	60	900-1100 (75°C)

Phthalicanh /adipic acid	EG	2	1750	64	2200-3200 (75°C)
Phthalicanh /adipic acid	Diethylene glycol	2	560	200	6300-7600 (25°C)
Terephthalic acid	Diethylene glycol	2	450	250	2700-7700 (25°C)

3. Polycarbonate polyol

Polycarbonate polyol ได้จากกระบวนการ transesterification ระหว่าง dimethylene carbonate (DMC) หรือ diphenyl carbonate (DPC) กับ glycol หรือใช้กระบวนการ copolymerization ระหว่าง alkylene oxide กับ carbondioxide แต่วิธีนี้ยังไม่นิยมใช้ในอุตสาหกรรม polycarbonate มีสมบัติเด่น คือ ทนต่อกระบวนการ hydrolysis ได้สูง

4. Polyol อื่นๆ

สามารถใช้ oligomer หรือ polymer ที่มีหมู่ฟังก์ชัน hydroxyl, carboxylic, sulfhydryl หรือ amine ในการสังเคราะห์ PU ได้ ตัวอย่างเช่น polythioether, polyacetal, polyester amide, alkyl resin และ polysiloxane เป็นต้น

2.1.2.2 โครงสร้างส่วนแข็ง

โครงสร้างแข็ง (hard segment) คือส่วนของ diisocyanate และ chain extender ทำให้สามารถยึดเหนี่ยวโมเลกุลด้วยพันธะไฮโดรเจนได้จำนวนมาก จึงทำให้มีความแข็งแรงสูง มีลักษณะแข็ง แต่สามารถเกิดการเคลื่อนที่และจัดเรียงใหม่ของสายโซ่โมเลกุลเมื่อได้รับแรงกระทำ ในส่วนของโครงสร้างส่วนแข็งมีส่วนช่วยให้ PU มีสมบัติเชิงกลต่างๆ ดีขึ้น ได้แก่ ความแข็งแรงดึง, การทนต่อการฉีกขาด, ความแข็ง (hardness), permanent elongation และทน compression set

1. Diisocyanate

Isocyanate ที่ใช้ในการสังเคราะห์ PU มีหลายชนิด มีทั้ง aromatic, aliphatic และ cycloaliphatic diisocyanate ลักษณะโครงสร้างของ isocyanate ที่ต่างกัน จะทำให้ PU มีสมบัติแตกต่างกัน โดยมากกว่า 90% ของ PU เป็น aromatic isocyanate เนื่องจากมีความว่องไวต่อการเกิดปฏิกิริยากับหมู่ hydroxyl ให้ PU ที่มีความแข็งแรงสูง แต่สำหรับ aliphatic และ cycloaliphatic diisocyanate มีสมบัติพิเศษคือ ทำให้ PU ที่ได้ไม่เปลี่ยนสี มีความทนต่อแสงแดดและความร้อน จึงมักนำไปใช้ในกลุ่มงานสารเคลือบผิว เช่น สี, สารขัดเงา, สารเคลือบเส้นใย, สารเคลือบเส้นใยแก้ว เป็นต้น [3]

1.) Aliphatic diisocyanate แสดงตัวอย่างดังตารางที่ 2.3

ตารางที่ 2.3 Aliphatic diisocyanate

Aliphatic diisocyanate	โครงสร้างโมเลกุล
Hexamethylenediisocyanate (HDI)	$\text{OCN}-[\text{CH}_2]_6\text{NCO}$
Biuret based on HDI	
Unsymmetrical trimer based on HDI	

2.) Cycloaliphatic diisocyanate แสดงตัวอย่างดังตารางที่ 2.4

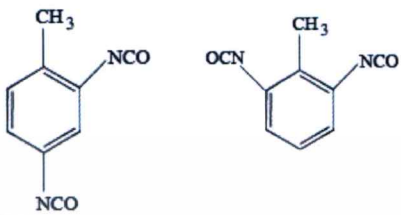
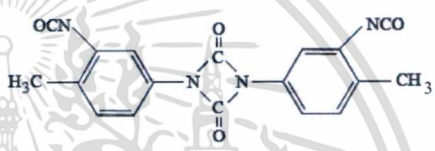
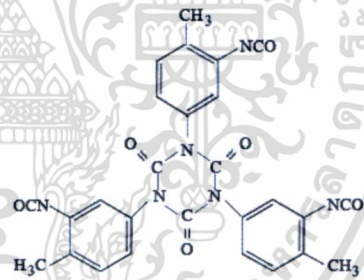
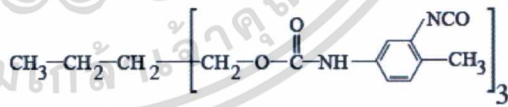
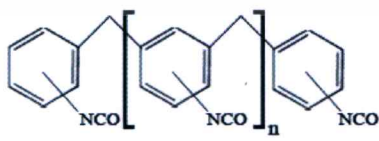
ตารางที่ 2.4 ตัวอย่าง Cycloaliphatic diisocyanate

Cycloaliphatic diisocyanate	โครงสร้างโมเลกุล
Trimer based on HDI	
Isophoronediiisocyanate (IPDI)	

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

3.) Aromatic diisocyanate แสดงตัวอย่างดังตารางที่ 2.5

ตารางที่ 2.5 Aromatic diisocyanate

Aromatic diisocyanate	โครงสร้างโมเลกุล
Toluenediisocyanate (TDI) มี 2 isomer คือ 2,4-TDI และ 2,6-TDI	
1,3-Bis(3-isocyanato-4-methylphenyl)-2,4-di-oxo-1,3-diazetidine (uretdione)	
1,3,5-Tris(3-isocyanato-4-methylphenyl)-2,4,6-trioxohexahydro-1,3,5-triazine (TDI-trimer)	
Adduct of TDI และ trimethylolpropane	
Polymeric MDIs (PMDI)	

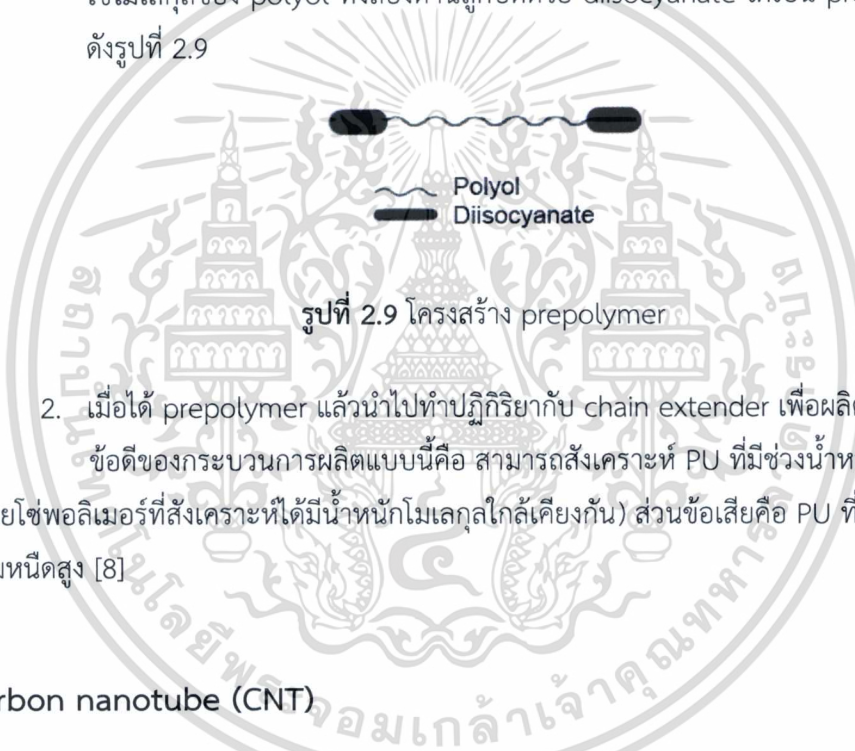
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ปฏิกิริยาและยังอาจต้องมีกระบวนการ post cure ประมาณ 24-48 ชั่วโมง ในกรณีที่ต้องการสังเคราะห์โครงสร้างแบบร่างแห เพื่อให้ได้อัตราการผลิตที่สูงขึ้นวัตถุดิบทั้งหมดต้องเป็นของเหลว มีความหนืดต่ำ และสามารถผสมเข้ากันได้ดี ข้อดีของกระบวนการนี้คือ เป็นกระบวนการที่ง่าย แต่มีข้อเสียคือ ไม่สามารถควบคุมอัตราการเกิดปฏิกิริยาได้ ทำให้ช่วงการกระจายของน้ำหนักโมเลกุลกว้าง [8]

2.1.3.2 กระบวนการแบบ Prepolymer

กระบวนการแบบ Prepolymer สามารถแบ่งออกได้เป็น 2 ขั้นตอน คือ

1. การทำปฏิกิริยาระหว่าง polyol และ diisocyanate ที่มากเกินไป ทำให้ปลายสายไฮดรอกซิลของ polyol ทั้งสองด้านถูกปิดด้วย diisocyanate ได้เป็น prepolymer ดังรูปที่ 2.9



รูปที่ 2.9 โครงสร้าง prepolymer

2. เมื่อได้ prepolymer แล้วนำไปทำปฏิกิริยากับ chain extender เพื่อผลิตเป็น PU ข้อดีของกระบวนการผลิตแบบนี้คือ สามารถสังเคราะห์ PU ที่มีช่วงน้ำหนักโมเลกุลแคบ (สายโซ่พอลิเมอร์ที่สังเคราะห์ได้มีน้ำหนักโมเลกุลใกล้เคียงกัน) ส่วนข้อเสียคือ PU ที่สังเคราะห์ได้มีความหนืดสูง [8]

2.2 Carbon nanotube (CNT)

Carbon nanotube เป็นวัสดุที่นำไปสร้างสรรค์ผลงานได้อย่างมากมายให้กับวงการวิทยาศาสตร์และวิศวกรรมศาสตร์ เนื่องจาก CNT แสดงสมบัติเชิงกล, ความร้อน และไฟฟ้าได้ดี [9] CNT มีความแข็งและแข็งแรงสูง มี Young's modulus สูงกว่า 1 TPa และค่าความแข็งแรงดึงสูงถึง 63 GPa มีสมบัติเด่นทางไฟฟ้า โดยสามารถเป็นได้ทั้งสารตัวนำไฟฟ้า หรือสารกึ่งตัวนำไฟฟ้า ขึ้นอยู่กับโครงสร้าง และเส้นผ่านศูนย์กลางของ CNT [10]

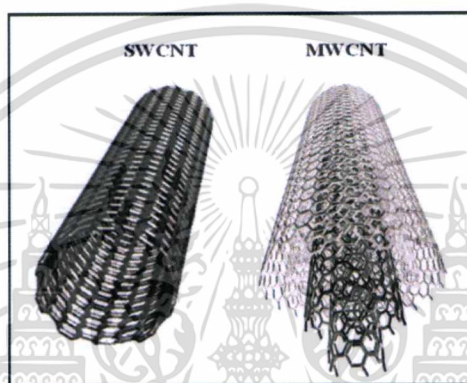
CNT มีโครงสร้างท่อที่สมบูรณ์แบบโดดเด่นทั้งทางด้านความเป็นสารตัวนำไฟฟ้าและนำความร้อน มีความแข็งแรง การศึกษา CNT คือ การเรียนรู้เกี่ยวกับธรรมชาติและอันตรกิริยาของ CNT มีการวิจัยและพัฒนามากมายทำให้เราเข้าใจ CNT มากขึ้น CNT มีการใช้งานที่กว้างในหลากหลายเทคโนโลยี เช่น ยานอวกาศ, พลังงาน, automobile, การแพทย์ หรือในอุตสาหกรรมเคมี ในปัจจุบัน

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

เนื่องจาก CNT มีความแข็งแรง เป็นวัสดุที่ยืดหยุ่น เป็นตัวนำไฟฟ้าและความร้อนที่ดี ซึ่งความโดดเด่นของสมบัติทางกายภาพเหล่านี้ทำให้ CNT ถูกนำมาทำเป็นวัสดุคอมพอสิต โดยใช้เป็นส่วนเสริมแรง เพื่อเพิ่มสมบัติของวัสดุให้ดีขึ้น [11]

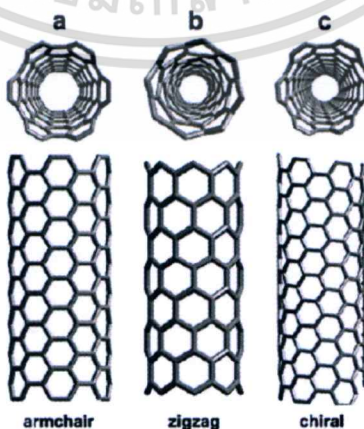
2.2.1 ประเภทของ CNT

Sumio Iijima ค้นพบ CNT ในปี ค.ศ.1991 โดยจากการใช้ high resolution transmission electron microscopy (HRTEM) ตรวจสอบผลผลิตที่เกิดขึ้นจากการนำแกรไฟต์มาผ่านกระบวนการ arc evaporation ภายใต้บรรยากาศของฮีเลียม [11] CNT แบ่งเป็น 2 ชนิดหลัก ดังรูปที่ 2.10



รูปที่ 2.10 ชนิดของ CNT [12]

1. Single-wall carbonnanotube (SWCNT) ประกอบด้วยแผ่นกราฟีน 1 แผ่น ม้วนแบบไร้ตะเข็บเป็นรูปทรงกระบอกมีเส้นผ่านศูนย์กลาง 1 nm (แผ่นกราฟีน คือ วัสดุที่มีโครงสร้างอันเกิดจากการจัดเรียงกันของคาร์บอนอะตอมแบบวงหกเหลี่ยม (Hexagonal configuration) ในแนวระนาบ 2 มิติ หลายๆวงต่อกัน [6]) อุปกรณ์ที่ใช้ได้แก่ ขั้วไฟฟ้าที่ทำจาก Cobalt, nickel หรือโลหะอื่นๆ 1-2 ขั้ว [9] SWCNT มีโครงสร้าง 3 รูปแบบ คือ armchair, zigzag และ chiral [11] ดังรูปที่ 2.11



รูปที่ 2.11 โครงสร้าง 3 รูปแบบของ SWCNT [13]

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

2. Multi-wall carbonnanotube (MWCNT) ประกอบด้วยการจัดเรียงตัวของแผ่นกราฟีนม้วนเป็นทรงกระบอกซ้อนกันหลายๆชั้น โดยมีเส้นผ่านศูนย์กลางประมาณ 2-100 nm [9]

2.2.2 การสังเคราะห์ CNT

วิธีการสังเคราะห์ CNT มีดังต่อไปนี้ [11]

2.2.2.1 Arc discharge

วิธี Arc discharge คือการใส่กระแสไฟฟ้าเข้าไประหว่างแท่งแกรไฟต์ 2 แท่ง แท่งแรกจะมีตัวเร่งปฏิกิริยาโลหะอยู่ (cobalt, nickel และ iron) ส่วนอีกแท่งจะเป็นแท่งแกรไฟต์บริสุทธิ์ เมื่อให้กระแสไฟฟ้าเข้าไปจะทำให้บริเวณระหว่างสองแท่งแกรไฟต์มีอุณหภูมิสูง เกิดเป็นไอ ไอจะควบแน่นกลายเป็น CNT วิธีนี้จะสังเคราะห์ใน water-cooled helium chamber ที่ความดันบรรยากาศหรือภายใต้ความดันบรรยากาศ โดยวิธีนี้สามารถผลิตได้ทั้ง MWCNT และ SWCNT

2.2.2.2 Laser ablation

โดยทั่วไปแล้ววิธี Ablation หมายถึงการเคลื่อนย้ายวัสดุออกจาก substrate ดังนั้นเทคนิค Laser ablation คือการสังเคราะห์ CNT โดยยิงเลเซอร์ไปที่พื้นผิวแกรไฟต์ทำให้แกรไฟต์แตกตัวออกกลายเป็นไอ ปกติจะไม่ใช้แกรไฟต์บริสุทธิ์ แต่จะใช้เป็นแกรไฟต์คอมพอสิตโดยใส่ตัวเร่งปฏิกิริยาโลหะผสมไปด้วย (นิยมใช้ cobalt-nickel) นาโนทิวบ์โดยทั่วไปจะยึดติดกันด้วยแรง Van der Waals ซึ่งเป็นแรงระหว่างนาโนทิวบ์ วิธี Laser ablation ส่วนใหญ่ใช้ผลิต SWCNT

2.2.2.3 Chimecal Vapor Deposition (CVD)

การสังเคราะห์โดยวิธี CVD เกิดขึ้นในเตาเผาปิดภายใต้อุณหภูมิ (500-1000 °C) โดยใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาโลหะ (iron, nickel, cobalt) ช่วยในการสังเคราะห์ CNT คาร์บอนในรูปของก๊าซไฮโดรคาร์บอน เช่น methane, ethylene, acetylene และ carbonmonoxide เป็นต้น จะถูกให้ความร้อนจากพลาสมาหรือขดลวดความร้อน ทำให้อะตอมของคาร์บอนแตกตัวออกมา แล้วก่อตัวเป็น CNT ด้วยวิธีนี้สามารถผลิต MWCNT ได้ในปริมาณมาก

2.2.3 สมบัติของ CNT

2.2.3.1 สมบัติทางไฟฟ้า

สมบัติทางไฟฟ้าขึ้นอยู่กับโครงสร้าง Chirality (ใช้อธิบายภาพสะท้อนสมมาตรระหว่างวัตถุกับภาพในกระจกของมัน) chirality แบ่งออกเป็น chiral และโครงสร้างที่ไม่เป็น chiral MWCNT จะมีรูปแบบเป็น chiral มีความสามารถเป็นสารตัวนำไฟฟ้าแต่ SWCNT มีทั้งรูปแบบที่เป็น

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

chiral และโครงสร้างที่ไม่เป็น chiral ซึ่งโครงสร้างที่ไม่เป็น chiral แบ่งออกเป็น 2 รูปแบบขึ้นกับการจัดเรียงตัวคือ armchair (สารตัวนำไฟฟ้า) และ zigzag (สารกึ่งตัวนำไฟฟ้า) [14]

2.2.3.2 สมบัติเชิงกล

ความแข็งแรงของพันธะคาร์บอน-คาร์บอน ทำให้ CNT มีสมบัติเชิงกลที่น่าสนใจเป็นอย่างมาก จุดเด่นของ CNT คือ “bend, don't break” (โค้งงอได้โดยไม่แตกหัก) ค่ามอดูลัสและค่าความแข็งแรงของ CNT จะมีค่ามากกว่าเหล็กโดยค่า Young's modulus ของ MWCNT ที่วัดได้คือ 1.0-1.8 TPa การที่มอดูลัสและความแข็งแรงจะมีค่าสูง ขึ้นอยู่กับวิธีการที่สังเคราะห์ CNT เมื่อเปรียบเทียบสมบัติเชิงกลระหว่าง SWCNT และ MWCNT จะพบว่า SWCNT จะมีความแข็งแรงโค้งงอ (bending) มากกว่า MWCNT แต่ MWCNT จะมีความแข็งแรงแรงดึง (tension) แบบ “pullout” มากกว่า SWCNT [15]

2.2.3.3 สมบัติทางความร้อน

แกรไฟต์และเพชร แสดงสมบัติการจุความร้อนและการนำความร้อน CNT จึงถูกคาดหวังให้มีสมบัติเช่นเดียวกันที่อุณหภูมิห้องและที่อุณหภูมิสูง แต่ที่อุณหภูมิต่ำมีพฤติกรรมบางอย่างที่แตกต่างจากแกรไฟต์และเพชร เนื่องจากผลกระทบของ phonon (พลังงานการสั่นที่สามารถเคลื่อนที่ผ่านผลึกได้) โดยการนำความร้อนของวัสดุที่เป็นคาร์บอนเกิดจากการสั่นของอะตอมหรือ phonon เมื่อนำทั้ง SWCNT และ MWCNT มาทำเป็นคอมพอสิตจะช่วยปรับปรุงสมบัติทางความร้อน ทำให้สามารถนำไปใช้งานได้หลากหลาย เป็นสารเติมแต่งที่มีความต้านทานความร้อนต่ำ ใช้เป็นวัสดุทางเลือกแทนอนุภาคโลหะ หรืออนุภาคอะลูมินา [15]

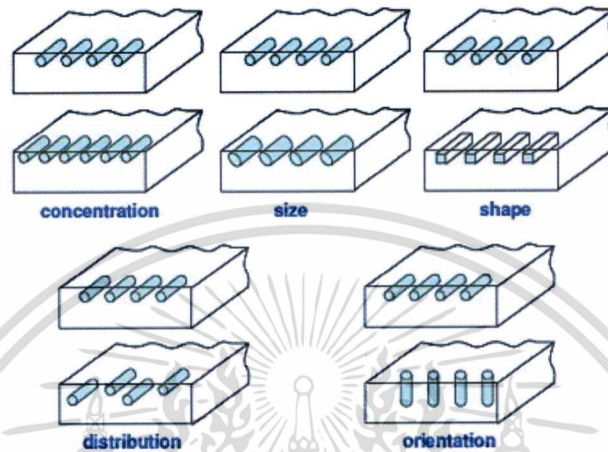
2.3 PU/CNT นาโนคอมพอสิต

2.3.1 คอมพอสิต

คอมพอสิต (composite) คือวัสดุที่มีองค์ประกอบทางเคมีหรือโครงสร้างที่แตกต่างกันตั้งแต่สองชนิดขึ้นไปมาผสมกัน ทำให้ได้สมบัติเด่นเฉพาะตัวที่แตกต่างไปจากองค์ประกอบตั้งต้น โดยทั่วไปแล้วคอมพอสิตจะประกอบด้วย 2 ส่วน คือ วัสดุภาคต่อเนื่อง (Continuous phase) หรือเมทริกซ์ (matrix) และวัสดุภาคที่กระจายตัว (dispersed phase) โดยเมทริกซ์จะทำหน้าที่เป็นเนื้อหลัก และล้อมรอบวัสดุภาคกระจายตัวไว้ วัสดุภาคที่กระจายตัวจะทำหน้าที่ช่วยเสริมแรงให้กับเมทริกซ์ จึงเรียกได้อีกชื่อว่า วัสดุภาคเสริมแรง (reinforced phase) [2]

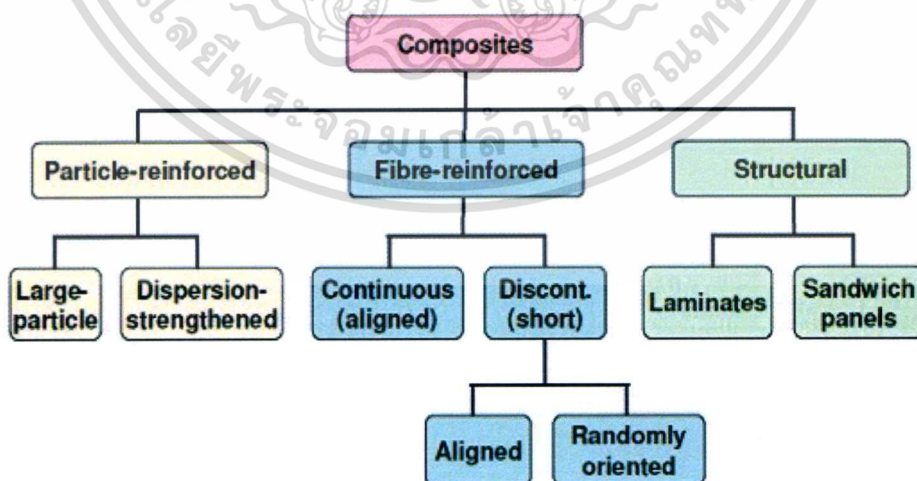
คอมพอสิตสังเคราะห์ จะถูกเตรียมขึ้นมาเพื่อให้มีสมบัติที่ดีเหมาะกับการใช้งานเฉพาะทาง โดยสมบัติของคอมพอสิตที่ได้จะขึ้นอยู่กับลักษณะของวัสดุภาคที่กระจายตัวอยู่ จากรูปที่ 2.12 แสดง

ถึงลักษณะต่างๆของวัสดุภาคที่กระจายตัวอยู่ ซึ่งส่งผลต่อสมบัติของคอมพอสิต จะเห็นได้ว่าถึงแม้จะเป็นคอมพอสิตที่เกิดจากเมทริกซ์และวัสดุภาคที่กระจายตัวอยู่เป็นชนิดเดียวกัน แต่ถ้ามีความเข้มข้น (ปริมาณ) ขนาด รูปร่าง ลักษณะการกระจาย หรือการจัดเรียงตัวของวัสดุภาคที่กระจายตัวอยู่แตกต่างกันแล้ว คอมพอสิตที่ได้ก็จะมีสมบัติที่ไม่เหมือนกัน



รูปที่ 2.12 แสดงลักษณะต่างๆของวัสดุภาคที่กระจายตัวอยู่ในคอมพอสิต [16]

คอมพอสิตสามารถแบ่งออกได้เป็น 3 ประเภทหลักๆคือคอมพอสิตเสริมแรงด้วยอนุภาค (particle-reinforced composite) คอมพอสิตเสริมแรงด้วยเส้นใย (fibre-reinforced composite) และคอมพอสิตโครงสร้าง (structural composite) นอกจากนี้แล้วคอมพอสิตแต่ละประเภทยังสามารถเป็นประเภทย่อยๆได้อีกตั้งแผนผังการแบ่งประเภทของคอมพอสิต ดังรูปที่ 2.13 [2]



รูปที่ 2.13 แสดงแผนผังการแบ่งประเภทของคอมพอสิต

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

นอกจากการแบ่งประเภทของคอมพอสิตดังกล่าวข้างต้นแล้ว ยังสามารถแบ่งประเภทของคอมพอสิตตามวัสดุที่ทำหน้าที่เป็นเมทริกซ์ได้เป็น 3 ประเภทได้แก่ Metal-Matrix Composites (MMCs), Ceramic-Matrix Composites (CMCs) และ Polymer-Matrix Composites (PMCs)

1. Metal-Matrix Composites (MMCs)

MMCs เป็นคอมพอสิตที่มีโลหะหรือโลหะผสมเป็นเมทริกซ์ส่วนวัสดุที่ทำหน้าที่เสริมแรงนั้นสามารถเป็นได้ทั้งอนุภาคหรือเส้นใย (ทั้งแบบต่อเนื่องและไม่ต่อเนื่อง) ข้อดีของ MMCs ที่เหนือกว่า PMCs คือสามารถใช้งานได้ที่อุณหภูมิสูงไม่ติดไฟแต่ว่ามีราคาแพงดังนั้นมักถูกนำไปใช้งานเฉพาะที่ต้องการสมบัติเด่นทางด้านความแข็งแรงจำเพาะ, ความต้านทานการสึกหรอ, ความต้านทาน creep, การนำความร้อนและความเสถียรของขนาด (dimensional stability) เป็นต้น

2. Ceramic-Matrix Composites (CMCs)

โดยทั่วไปแล้ววัสดุเซรามิกสามารถทนต่อปฏิกิริยาออกซิเดชันที่อุณหภูมิสูงได้ดีแต่ข้อด้อยของเซรามิก คือมีค่าความทนทานต่อการแตกหักต่ำเมื่อเทียบกับโลหะดังนั้นเพื่อเป็นการปรับปรุงสมบัติให้ดีขึ้น จึงนำมาทำเป็น CMCs ซึ่งการเสริมแรงสามารถทำได้ทั้งในรูปแบบอนุภาคหรือเส้นใย

3. Polymer-matrix composites (PMCs)

PMCs คือคอมพอสิตที่มีพอลิเมอร์เป็นเมทริกซ์ส่วนวัสดุเสริมแรงเป็นได้หลากหลายทั้งแก้วคาร์บอนและอะรามิดคอมพอสิตประเภทนี้มีการใช้งานแพร่หลายเนื่องจากมีราคาถูกและขึ้นรูปได้ง่าย พอลิเมอร์ที่นิยมใช้เป็นเมทริกซ์แบ่งได้เป็น 3 ชนิด [17] คือ

1) Thermoplastic

วัสดุ Thermoplastic จะต่างจากวัสดุอื่นๆตรงที่มีความหนาแน่นและมอดุลัสต่ำ ทำให้เป็นข้อดีของพอลิเมอร์ที่มีน้ำหนักเบา thermoplastic นิยมใช้ในหลายผลิตภัณฑ์ โดยมีส่วนนำไปปรับปรุงคุณสมบัติโดยสารเติมแต่งที่มีอนุภาคขนาดนาโนเมตร (nanocomposite) พอลิเมอร์ที่นิยมใช้ทำคอมพอสิต ได้แก่ Acetyl (POM), Polybenzimidazole (PBI), Biodegradable polymer, Polybutylene (PB), Poly (methylmethacrylate) (PMMA), Polymethylpentene (PMP), Acrylonitrile butadiene styrene (ABS), Polyamide-imide (PAI), Polyetherimide (PEI), Polyphenylene oxide (PPO), Polyphenylene sulphide (PPS), Polycarbonate (PC), Cellulose, Polyethylene copolymer, Polyester thermoplastic, Polypropylene (PP), Fluoropolymer, Polyethylene (PE), Polyacrylonitrile, Polyurethane (PU), Polyamide, Polyarylate, Polyimide (PI), Polystyrene (PS) และ Polyketone

2) Thermoset

วัสดุ Thermoset เป็นของแข็งคงรูปได้โดยการบ่มหรือปฏิกิริยาเชื่อมขวาง ทำให้มีน้ำหนักโมเลกุลสูงชัน ไม่มีจุดหลอมเหลว ปฏิกิริยาเชื่อมขวางเกิดขึ้นเมื่อเพิ่มอุณหภูมิสูงกว่า 232 °C เนื่องจากการเกิดปฏิกิริยาเชื่อมขวาง จึงทำให้ thermoset มีความแข็งแรงมากกว่า

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

thermoplastic ตัวอย่าง thermoset พอลิเมอร์ เช่น Amine, Bismaleimide (BMI), Epoxy, Polyurethane, Silicone, Phenolic, Polyester (thermosetting), Vinyl ester, Polyimide (thermosetting), Cyanate ester และ phenolic triazine

3) Elastomer

วัสดุ Elastomer มีลักษณะยืดหยุ่น (elastic) หรือของแข็งคล้ายยาง (rubberlike) มักใช้งานในรูปของ block copolymer หรือ multi-phase system ที่ประกอบด้วย soft segment (T_g ต่ำ) และ hard segment (T_g สูง หรืออาจจะเป็นผลึก) กระบวนการขึ้นรูปสำหรับ elastomer จะเหมือนกับ thermoplastic พอลิเมอร์

2.3.2 พอลิเมอร์นาโนคอมพอสิต

พอลิเมอร์นาโนคอมพอสิต (Polymer nanocomposites , PN) ประกอบด้วยเมทริกซ์ที่เป็นพอลิเมอร์ ได้แก่ thermoplastics, thermoset หรือ elastomers และอนุภาคเสริมแรงที่มีขนาดนาโนเมตร (nanoparticle) PN จะช่วยปรับปรุงสมบัติเชิงกล, สมบัติการป้องกันการซึมผ่านของแก๊ส, เสถียรภาพทางความร้อน และการหน่วงการติดไฟ โดยมีหลายปัจจัยที่มีผลต่อสมบัติ PN ได้แก่ [17]

- วิธีการสังเคราะห์ เช่น solution mixing, in situ polymerization และ melt mixing
- สัณฐานวิทยาของ PN
- ชนิดของ nanoparticle และ surface treatment
- สมบัติของพอลิเมอร์เมทริกซ์เช่น ความเป็นผลึก, น้ำหนักโมเลกุล, เคมีพอลิเมอร์ และชนิด

ของพอลิเมอร์ (thermoplastic หรือ thermosets)

อนุภาคนาโนเมตรสามารถส่งผลกระทบต่อสมบัติของ PN ตามตารางที่ 2.6 ซึ่งแสดงถึงข้อดีและข้อเสียของการใส่ nanoparticle ใน polymer matrix [17]

ตารางที่ 2.6 ลักษณะของวัสดุพอลิเมอร์นาโนคอมพอสิต

สมบัติที่เพิ่มขึ้น	ข้อเสีย
<ul style="list-style-type: none"> - สมบัติเชิงกล (ความต้านทานแรงดึง, ความแข็งแรง, ความเหนียว) - การป้องกันการซึมผ่านของแก๊ส - หน่วงการติดไฟ - ความสามารถในการคงรูป - การขยายตัวทางความร้อน 	<ul style="list-style-type: none"> - ความหนืดเพิ่มขึ้น (ข้อจำกัดในการผลิต) - การกระจายตัวยาก - ตกตะกอน - ทำให้ผลิตภัณฑ์มีสีดำ (เมื่อใช้อนุภาคนาโนในกลุ่มคาร์บอน)

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

- การนำความร้อน	
- การนำไฟฟ้า	

2.3.2.1 อนุภาคนาโน

อนุภาคนาโน (nanoparticle) ที่ใช้ใน PN มีหลายชนิด โดยแต่ละชนิดจะมีสมบัติแตกต่างกันออกไป การเลือกใช้งานจะเลือกตามสมบัติที่ต้องการ nanoparticles ที่นิยมใช้ส่วนใหญ่ ได้แก่ Montmorillonite (MMT), Carbon nanofibers (CNFs), Carbon nanotube [Multi-wall (MWCNT), Small-diameter (SDCNT) และ Single-wall (SWCNT)], Polyhedral oligomeric silsesquioxane (POSS), Nanosilica (N-silica), Nanoaluminum oxide (AlO_2) และอื่นๆ

2.3.2.2 การเตรียมนาโนคอมพอสิต

1. Solution mixing

Solution mixing เป็นวิธีที่ง่ายสำหรับการเตรียมพอลิเมอร์นาโนคอมพอสิต โดยทำการผสมอนุภาคนาโนกับสารละลายพอลิเมอร์ แต่การที่จะให้อนุภาคนาโนสามารถกระจายตัวได้ดีในพอลิเมอร์เมทริกซ์นั้น อาจมีการนำ CNT ไปปรับปรุงก่อนเพื่อให้อนุภาคนาโนสามารถเข้ากับสารละลายพอลิเมอร์ได้ ตัวอย่างของวิธีนี้คือ Windle และคณะ [10] ได้ทำการปรับปรุงการกระจายตัวของ MWCNT แล้วนำมาทำเป็นคอมพอสิตกับ PVA ทำให้ MWCNT สามารถกระจายตัวได้ดีในสารละลายของพอลิเมอร์

ปัญหาของการผสมแบบสารละลาย คือ นาโนทิวบ์อาจรวมตัวกันระหว่างที่ทำการระเหยตัวทำละลายนำไปสู่การกระจายตัวที่ไม่เข้าเป็นเนื้อเดียวกันในเมทริกซ์สามารถลดการเกิดนี้ลงได้โดยการใช้ spin-casting ซึ่งวิธีการนี้ช่วยลดเวลาในการระเหยของตัวทำละลาย และการเลือกตัวทำละลายให้เหมาะสมกับพอลิเมอร์จะช่วยในการกระจายตัวและหลีกเลี่ยงการรวมตัวกันของ CNT

2. In situ polymerization

In situ polymerization เป็นการเตรียมนาโนคอมพอสิตที่มีประสิทธิภาพ โดยการใช้มอนอเมอร์แทนการใช้พอลิเมอร์เป็นวัตถุดิบเริ่มต้น ผสมมอนอเมอร์กับอนุภาคนาโนแล้วทำการ polymerization มอนอเมอร์ให้เป็นพอลิเมอร์ ได้เป็นวัสดุนาโนคอมพอสิต Wolfgang Maser และคณะ [10] ใช้วิธีนี้ในการเตรียม MWCNT/polyaniline คอมพอสิต งานวิจัยนี้แสดงให้เห็นว่าสามารถเติม MWCNT ได้มากกว่า 50% โดยน้ำหนัก ถ้าผลิตด้วยวิธีนี้จะมีการเปลี่ยนแปลงพฤติกรรมทางด้านไฟฟ้า เนื่องจากอันตรกิริยาระหว่างนาโนทิวบ์กับพอลิเมอร์จะแข็งแรงขึ้น มีงานวิจัยจำนวนมากที่เตรียมนาโนคอมพอสิตด้วยวิธีนี้ เช่น MWCNT/PS, MWCNT/PU, MWCNT/polypyrrole และ MWCNT/nylon ข้อดีของวิธี in-situ polymerization คือจะช่วยเพิ่มการกระจายตัวของ CNT แต่มีข้อเสียคือ ต้องใช้ตัวเร่งปฏิกิริยา และมีขั้นตอนการเตรียมที่ยุ่งยาก [10]

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

3. Melt mixing

วิธีการผสมแบบหลอมเหลว (melt mixing) จะทำการผสมอนุภาคนาโนกับพอลิเมอร์ขณะหลอมเหลว วิธีนี้จึงเหมาะกับพอลิเมอร์ที่เป็นเทอร์โมพลาสติก (พอลิเมอร์ที่มีลักษณะอ่อนตัวลงและหลอมเหลวเมื่อได้รับความร้อน) การกระจายตัวที่สม่ำเสมอของ CNT ในพอลิเมอร์หลอมเหลวจะทำได้ยากกว่าการใช้วิธีแบบ solution mixing และถ้าปริมาณของ CNT เพิ่มขึ้นจะทำให้เกิดการกระจายตัวที่ยาก เนื่องจากมีความหนืดเพิ่มสูงขึ้น เทคนิคที่นิยมนำมาใช้ในการผสมแบบหลอมเหลวคือ extrusion และ twin screw extrusion เป็นต้น ข้อดีของวิธีนี้คือ ทำง่ายและรวดเร็ว อย่างไรก็ตามต้องทำการเตรียมภายใต้สภาวะที่เหมาะสมกับช่วงของการผสมระหว่างพอลิเมอร์กับ CNT เนื่องจากการให้แรงเฉือนภายใต้อุณหภูมิสูงอาจส่งผลทำให้พอลิเมอร์เสียหายได้ [10]

2.3.2.3 ประโยชน์และการใช้งานนาโนคอมพอสิต

การทำวัสดุนาโนคอมพอสิตจะทำให้วัสดุถูกนำมาใช้งานได้หลากหลายมากขึ้น อนุภาคนาโนจัดเป็นตัวเสริมแรงที่ช่วยปรับปรุงให้วัสดุคอมพอสิตมีสมบัติต่างๆที่ดีขึ้น แม้ใช้เพียงปริมาณน้อย แต่การเสริมแรงก็ขึ้นอยู่กับโครงสร้าง สัณฐานวิทยา และการกระจายตัวของอนุภาคนาโนในเมทริกซ์ อนุภาคนาโนที่ถูกนำมาใช้งานมีหลายประเภท เช่น MWCNT จะช่วยเพิ่มสมบัติเชิงกล และยังช่วยเพิ่มสมบัติการนำไฟฟ้าของวัสดุด้วยการประยุกต์ใช้งานของวัสดุนาโนคอมพอสิตมีความหลากหลายในหลายอุตสาหกรรม ทั้งอุตสาหกรรมรถยนต์ อาหารและอื่นๆ

2.4 การทบทวนวรรณกรรมที่เกี่ยวข้อง

2.4.1 ผลกระทบจากพอลิเมอร์เมทริกซ์

McNally และ Potschke [18] ทำการศึกษาการกระจายตัวของ MWCNT ในพอลิเมอร์ เมทริกซ์ต่างชนิดกันพอลิเมอร์ที่ใช้ในการศึกษาได้แก่ PP, PMMA, PS, PA66, PA12, LDPE และ PET โดยทำการเตรียมคอมพอสิตที่ 1 vol% MWCNT ด้วยกระบวนการหลอมเหลวแบบไม่ต่อเนื่อง (batch) ผลการศึกษาพบว่าความสามารถในการกระจายตัวของ MWCNT มีความแตกต่างกัน ซึ่งขึ้นกับ Interfacial energy ระหว่างพอลิเมอร์กับ MWCNT ถ้ามี Interfacial energy มากจะทำให้การกระจายตัวของ MWCNT ไม่ดี แต่อย่างไรก็ตามอาจมีปัจจัยอื่นๆที่ส่งผลต่อความสามารถในการกระจายตัวของ MWCNT McNally และ Potschke [18] ทำการศึกษาการกระจายตัวของ MWCNT ในพอลิคาร์บอเนตที่มีความหนืดขณะหลอมเหลวที่แตกต่างกัน ทำให้แรงเฉือนที่ได้รับในขณะผสมมีความแตกต่างกัน เมื่อความหนืดขณะหลอมเหลวเพิ่มขึ้นทำให้ MWCNT ได้รับแรงเฉือนสูงชันการแตกตัวของ agglomerate เกิดได้ดี ทำให้ agglomerate มีขนาดลดลงและกระจายตัวได้เร็วขึ้น

เนื่องจากน้ำหนักโมเลกุลของพอลิเมอร์เมทริกซ์สัมพันธ์กับค่าความหนืดขณะหลอมเหลว McNally และ Potschke [18] จึงทำการศึกษาการกระจายตัวของ MWCNT ในพอลิคาร์บอนเนตที่มีน้ำหนักโมเลกุลแตกต่างกันเพิ่มเติมอีก โดยเตรียมคอมพอสิตของพอลิคาร์บอนเนตที่มีน้ำหนักโมเลกุลแตกต่างกันผสมกับ MWCNT ที่อุณหภูมิต่างๆ เพื่อควบคุมให้พอลิคาร์บอนเนตแต่ละตัวมีความหนืดเท่ากัน พอลิเมอร์ที่มีสายโซ่สั้น (น้ำหนักโมเลกุลต่ำ) จะสามารถแพร่เข้าไปใน MWCNT agglomerate ได้ดีกว่า จึงทำให้ agglomerate มีการแตกตัวลดขนาดลงและกระจายได้ดีกว่า

2.4.2 ผลกระทบจากวิธีการเตรียมนาโนคอมพอสิต

Potschke และคณะ [19] ได้เตรียมนาโนคอมพอสิตระหว่าง PC กับ MWCNT ด้วยวิธีการผสมแบบหลอมเหลวซึ่งมี 2 วิธี คือ วิธี masterbatch และวิธีการผสมโดยตรงวิธีแบบ masterbatch เป็นการเตรียมคอมพอสิตที่มีความเข้มข้นของอนุภาคนาโนมาก่อน จากนั้นเตรียมวัสดุคอมพอสิตที่มีความเข้มข้นของอนุภาคนาโนตามต้องการด้วยการผสมแบบหลอมเหลวกับพอลิเมอร์เมทริกซ์ ในงานวิจัยทำการเตรียมนาโนคอมพอสิตระหว่าง PC กับ MWCNT ใน single screw extruder ในระบบนี้ การนำไฟฟ้าถูกพบที่ 0.5 %wt จากการทดสอบด้วย TEM พบว่า MWCNT สามารถกระจายตัวได้ดี ส่วนวิธีการผสมโดยตรง ทำการเตรียมนาโนคอมพอสิต PC กับ CNT 2 ชนิด คือ MWCNT และ SWCNT ในการทดลองพบว่า MWCNT พบการนำไฟฟ้าระหว่าง 1.0 - 3.0 %wt ขึ้นอยู่กับ aspect ratio และความบริสุทธิ์ของวัสดุ ส่วนทางด้าน SWCNT ที่ 0.25 %wt และ 0.5 %wt เป็นสัดส่วนที่ SWCNT กระจายตัวได้ดี ซึ่งนำไปสู่การนำไฟฟ้าที่ตนเอง

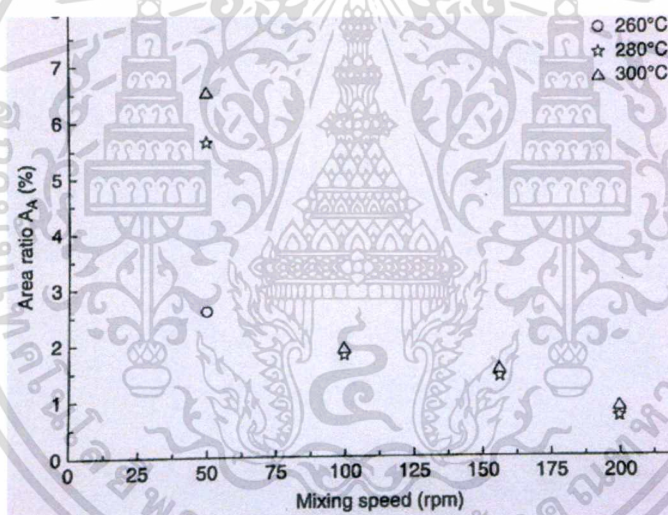
เมื่อเปรียบเทียบผลกระทบจากการใช้วิธีการเตรียมนาโนคอมพอสิตด้วยเครื่องมือในการผสม และกระบวนการเตรียมที่ต่างกันพบว่าวิธีแบบ masterbatch สามารถเตรียมนาโนคอมพอสิตที่มีสมบัตินำไฟฟ้า โดยใช้ปริมาณ CNT น้อยกว่า ส่วนวิธีการผสมโดยตรง สมบัติทางไฟฟ้าขึ้นอยู่กับสมบัติของ CNT เป็นหลักได้แก่ ประเภท, วิธีการสังเคราะห์, ความแตกต่างของขนาด, ความบริสุทธิ์ และจุดบกพร่องนั่นเอง

2.4.3 ผลกระทบจากพารามิเตอร์ในกระบวนการเตรียมนาโนคอมพอสิต

การกระจายตัวของกลุ่มก้อน CNT (CNT agglomerate) เกิดจากกลไกการแตกหักและการสีกกร่อนที่เกิดขึ้นพร้อมกัน ซึ่ง MWCNT สามารถกระจายตัวได้ยากในพอลิเมอร์แบบหลอมเหลว โดยตัวแปรที่สำคัญในกระบวนการเตรียมนาโนคอมพอสิตที่ส่งผลต่อการกระจายตัวของ MWCNT ได้แก่ ช่วงเวลาในการผสม, อุณหภูมิหลอมเหลว, ความเร็วรอบการผสม และปริมาณการผสมโดยตัวแปรต่างๆเหล่านี้จะส่งผลต่ออัตราการเฉือน, residence time และความหนืดขณะหลอมเหลว Kasaliwa และคณะ [20] ทำการศึกษากลไกการกระจายตัวทางจุลศาสตร์ของ MWCNT ใน PC โดยเตรียมคอมพอสิตที่ 1 %wt ใน microcompounder โดยกำหนดให้อุณหภูมิหลอมเหลวคงที่ แต่ใช้ความเร็วและเวลาในการผสมแตกต่างกันออกไปทำให้เกิดการเปลี่ยนแปลงความเค้นในระหว่างการ

ผสมที่แตกต่างกัน หลังจากนั้นประเมินการกระจายตัวของ agglomerate ด้วยกล้องจุลทรรศน์แบบใช้แสงและวิเคราะห์อัตราส่วนระหว่างพื้นที่ต่อขนาดอนุภาคของ agglomerate พบว่าการเพิ่มความเร็วและเวลาในการผสม จะทำให้ agglomerate เกิดการแตกหักและกระจายตัวได้มากขึ้น ส่งผลให้ค่าความต้านทานไฟฟ้าของนาโนคอมพอสิตลดลง

McNally และ Potschke [18] เตรียมคอมพอสิตระหว่าง PC กับ MWCNT ที่อุณหภูมิหลอมเหลวที่แตกต่างกัน (260, 280 และ 300 °C) กำหนดให้ความเร็วในการผสมแตกต่างกัน และใช้ระยะเวลาการผสม 5 นาที รูปที่ 2.14 แสดงสัดส่วนของกลุ่มก้อน MWCNT (Area ratio, A_A) ใน PC/MWCNT คอมพอสิตที่เตรียมในสภาวะต่างๆ ผลที่ได้คือ ที่ความเร็วในการผสมต่ำ MWCNT จะกระจายตัวได้ดีในอุณหภูมิต่ำแต่ถ้าใช้ความเร็วในการผสมสูง จะมีการกระจายตัวที่ดีเท่าๆกันทั้ง 3 อุณหภูมิ และเมื่อพิจารณาในแง่พลังงานการผสม (mixing energy) ที่พลังงานการผสมต่ำ (ความเร็วรอบในการผสมต่ำ) MWCNT สามารถกระจายตัวได้อย่างรวดเร็ว แต่เมื่อพลังงานการผสมเพิ่มสูงขึ้น (มากกว่า 4,000 J/cm³) จะไม่เห็นความแตกต่างของการกระจายตัวในทั้ง 3 อุณหภูมิ



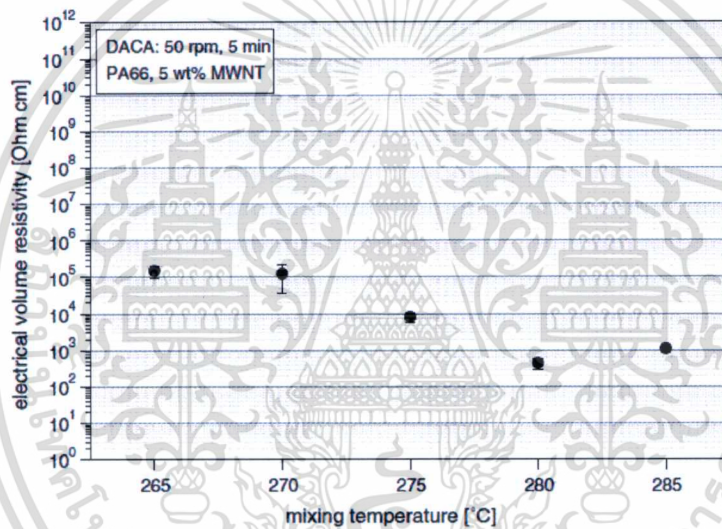
รูปที่ 2.14 สัดส่วนพื้นที่ของกลุ่มก้อน MWCNT ใน PC/MWCNT คอมพอสิตที่เตรียมโดยใช้อุณหภูมิและความเร็วในการผสมแตกต่างกัน (งานวิจัยของ McNally และ Potschke [18])

Krause และคณะ [21] เตรียมนาโนคอมพอสิตระหว่าง Polyamide6 (PA6) หรือ Polyamide6,6 (PA66) กับ MWCNT ด้วยวิธีการผสมแบบหลอมเหลวในปริมาณน้อย (small scale melt mixing) ภายใต้สภาวะการผสมที่หลากหลายทั้ง อุณหภูมิ, ความเร็วในการหมุนของสกรู และเวลาในการผสม PA66 /MWCNT นาโนคอมพอสิตพบสมบัติการนำไฟฟ้าที่ 1 %wt ซึ่งมีปริมาณของ MWCNT ต่ำกว่า PA6/MWCNT นาโนคอมพอสิต (2.5-4 %wt) และยังพบอีกว่าสภาวะในการผสมมีอิทธิพลอย่างมากต่อการกระจายตัว และปริมาณของแรงต้านทานไฟฟ้า ในขณะที่ความเป็นผลึกนั้นจะเปลี่ยนแปลงเพียงเล็กน้อย เมื่อใช้พลังงานในการผสมเพิ่มขึ้น ทำให้เกิดการรวมตัวกันน้อยลง

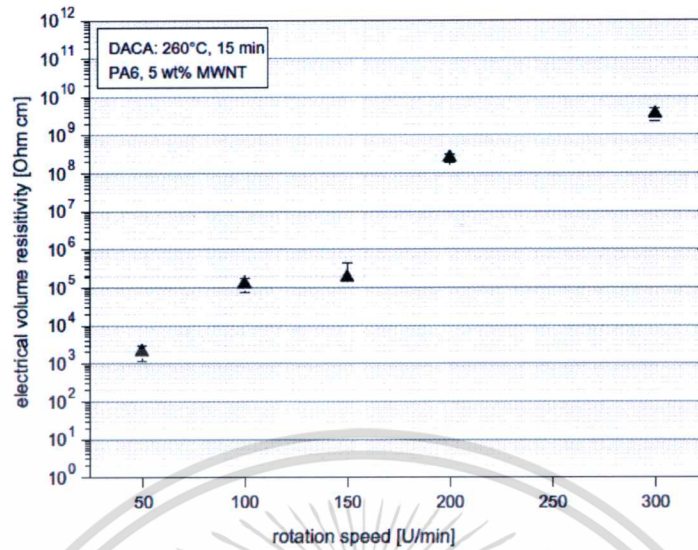
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

นำไปสู่การกระจายตัวที่ดีขึ้น แต่การใช้พลังงานในการผสมสูงขึ้นต้องระวังการแตกหักของ MWCNT ระหว่างผสม

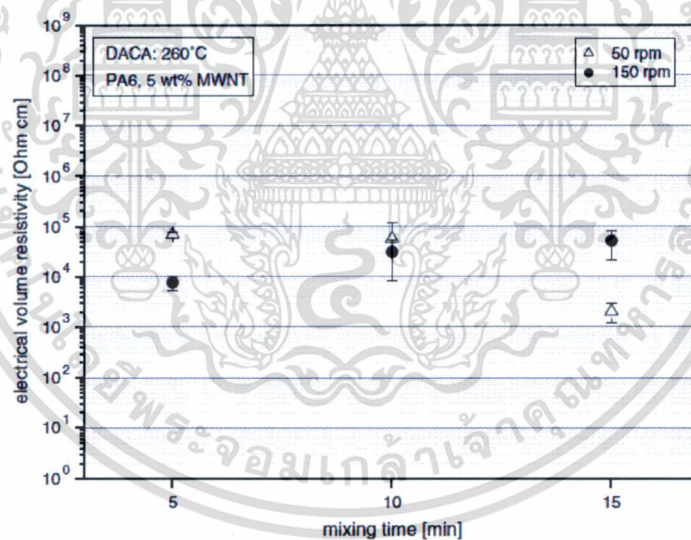
จากงานวิจัยนี้สรุปได้ว่า นาโนคอมพอสิตที่เตรียมได้มีปริมาณการต้านทานไฟฟ้าลดลงเมื่อปริมาณ MWCNT มากขึ้นและอุณหภูมิในการผสมสูงขึ้น (ดังรูป 2.15) แต่กลับพบปริมาณการต้านทานไฟฟ้าเพิ่มขึ้น เมื่อความเร็วรอบมากขึ้น (ดังรูป 2.16) เมื่อพิจารณาปัจจัยเรื่องเวลา และความเร็วยรอบในการผสม (ดังรูป 2.17) ถ้าเวลาการผสมสั้น (5 นาที) ความเร็วรอบสูงจะแสดงค่าความต้านทานไฟฟ้าที่ต่ำ แต่ถ้าเวลาการผสมยาว (15 นาที) ความเร็วรอบต่ำกลับให้ค่าความต้านทานไฟฟ้าที่ต่ำกว่าความเร็วรอบสูง ดังนั้นสภาวะที่เหมาะสมในการเตรียม PA6 หรือ PA66/MWCNT นาโนคอมพอสิตคือใช้อุณหภูมิการผสมสูง (260 °C) ความเร็วรอบต่ำ (50 rpm) และใช้เวลาในการผสมมาก (15 นาที)



รูปที่ 2.15 ปริมาณการต้านทานไฟฟ้าของ PA66/MWCNT นาโนคอมพอสิตที่ 5 %wt ที่เตรียมภายใต้อุณหภูมิที่ต่างกัน (งานวิจัยของ Krause และคณะ [21])



รูปที่ 2.16 ปริมาณการต้านทานไฟฟ้าของ PA6/MWCNT นาโนคอมพอสิตที่เตรียมภายใต้ความเร็วรอบที่ต่างกัน (งานวิจัยของ Krause และคณะ [21])



รูปที่ 2.17 ปริมาณการต้านทานไฟฟ้าของ PA6/MWCNT นาโนคอมพอสิตที่ 5 wt% เตรียมภายใต้เวลาในการผสมและความเร็วรอบที่ต่างกัน (งานวิจัยของ Krause และคณะ [21])

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

บทที่ 3

วิธีการดำเนินงานวิจัย

3.1 แผนการดำเนินงาน

งานวิจัยนี้จัดทำคอมพอสิตระหว่าง PU และ MWCNT เพื่อศึกษาการกระจายตัวของ MWCNT ใน PU ที่มีโครงสร้างส่วนนึ่งที่แตกต่างกัน โดยทำการศึกษาปัจจัยต่างๆในกระบวนการเตรียมคอมพอสิต ที่อาจส่งผลต่อสมบัติต่างๆคือ สมบัติเชิงกล, ความร้อนและไฟฟ้า ในงานวิจัยได้แบ่งการศึกษาออกเป็น 2 ตอน ดังนี้

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

ตอนที่ 2 ศึกษาผลกระทบของเวลาและอุณหภูมิการผสมต่อการกระจายตัวของ 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^e

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

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

3.3.1.1 ทดสอบความหนืดหลอมเหลว

เครื่อง melt flow index ใช้สำหรับทดสอบความหนืดขณะหลอมเหลว และอัตราการไหลขณะหลอมเหลวของเทอร์โมพลาสติกหลักการทำงานคือหลอมเหลวพอลิเมอร์ในกระบอกทดสอบ (cylinder) ด้วยอุณหภูมิที่เหมาะสม จากนั้นใช้น้ำหนักกดตามมาตรฐานวางลงบนแท่งกด (piston) พอลิเมอร์หลอมเหลวจะถูกดันออกมาผ่านหัวฉีด ซึ่งน้ำหนักพอลิเมอร์ที่ไหลออกมาในเวลา 1 นาที แล้วนำมาเปรียบเทียบหน่วยเป็น g/10min [22] ในงานวิจัยนี้ทดสอบความหนืดขณะหลอมเหลวของเม็ด PU-ester และ PU-ether ที่อุณหภูมิความชื้นที่อุณหภูมิ 80 °C เป็นเวลา 12 ชั่วโมง โดยกำหนดสถานะในการทดสอบดังนี้ อุณหภูมิหลอมเหลว 230 °C ระยะเวลาที่ใช้ในการหลอมเหลว 5 นาที และใช้น้ำหนักหัวกด 2.16 กิโลกรัม

3.3.1.2 ทดสอบสมบัติทางความร้อน

ทำการทดสอบสมบัติทางความร้อนของ PU ด้วยเทคนิค Thermogravimetric analysis (TGA) และการเปลี่ยนแปลงสี

1. Thermogravimetric analysis

Thermogravimetric analysis (TGA) เป็นเทคนิคที่ใช้วิเคราะห์เสถียรภาพทางความร้อนของวัสดุ ด้วยการวัดน้ำหนักที่เปลี่ยนไปในแต่ละช่วงอุณหภูมิ โดยน้ำหนักที่เปลี่ยนแปลงไปนั้นจะเกิดขึ้นที่อุณหภูมิเฉพาะของวัสดุแต่ละชนิด ที่เกิดจากการระเหยการย่อยสลาย หรือการเกิดปฏิกิริยาต่างๆ ในการวิเคราะห์เสถียรภาพทางความร้อนด้วย TGA ตัวอย่างจะถูกวางบนจานขนาดเล็กที่เชื่อมต่อกับเครื่องชั่งน้ำหนักที่มีความไวต่อการเปลี่ยนแปลงน้ำหนักสูง แล้วนำเข้าเตาให้ความร้อนที่สามารถควบคุมอุณหภูมิและบรรยากาศได้ [22]

ในงานวิจัยนี้ทดสอบเสถียรภาพทางความร้อนของเม็ด PU-ester และ PU-ether ที่อุณหภูมิความชื้นแล้ว (80 °C 12 ชั่วโมง) โดยกำหนดสถานะที่ใช้ทดสอบดังนี้

- 1.) ทดสอบภายใต้บรรยากาศไนโตรเจน และออกซิเจน ที่ช่วงอุณหภูมิ 25 °C ถึง 900 °C โดยกำหนดอัตราการให้ความร้อน 10 °C/min
- 2.) ทดสอบ Isothermal ที่อุณหภูมิ 210 °C และกำหนดอัตราการให้ความร้อน 10 °C/min

2. การเปลี่ยนแปลงสี

การทดสอบการเปลี่ยนแปลงสีของ PU-ester และ PU-ether เมื่อได้รับแรงเฉือนจากเครื่อง Brabender ที่อุณหภูมิและระยะเวลาที่แตกต่างกัน แล้วสังเกตสีของ PU ที่เปลี่ยนแปลงไปด้วยสายตาวีธีนี้เป็นการทดสอบการทนความร้อนของเม็ด PU เบื้องต้นถ้าหากเกิดการเปลี่ยนแปลงสีมาก หมายความว่า PU อาจเกิดการเสถียรภาพ ซึ่งมีวิธีการเตรียมชิ้นงาน ดังนี้

1.) การเตรียมชิ้นงานมาตรฐานสำหรับเปรียบเทียบสี

นำเม็ด PU-ester และ PU-ether มาอบไล่ความชื้นที่อุณหภูมิ 80 °C เป็นเวลา 12 ชั่วโมง จากนั้นนำเม็ด PU แต่ละชนิดมาขึ้นรูปด้วยเครื่อง Brabender โดยกำหนดความเร็วในการหมุนสกรู 60 rpm เป็นเวลา 2 นาที

2.) การเตรียมชิ้นงานตัวอย่างสำหรับการทดสอบการเปลี่ยนแปลงสี

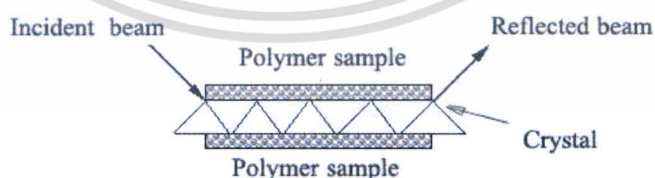
นำเม็ด PU-ester และ PU-ether ที่อบไล่ความชื้นแล้วชนิดละ 60 กรัม มาใส่ในเครื่อง Brabender โดยกำหนดความเร็วในการหมุนสกรู 60 rpm และสภาวะต่างๆ ดังตารางที่ 3.1

ตารางที่ 3.1 สภาวะในการทดสอบการเปลี่ยนแปลงสี

อุณหภูมิ (°C)	เวลา (นาที)				
190	4	6	8	10	12
200	4	6	8	10	12
210	4	6	8	10	12

3.3.1.3 วิเคราะห์หมู่ฟังก์ชันด้วยเครื่อง ATR-FTIR

ATR-FTIR ใช้สำหรับวิเคราะห์โครงสร้างหมู่ฟังก์ชันที่พื้นผิวของวัสดุ หลักการทำงานคือ แสงอินฟราเรด (IR) เดินทางผ่าน crystal (reflective element) และทะลุเข้าไปในผิวของตัวอย่าง ทำให้เกิดการดูดกลืนแสงบางส่วน และสะท้อนกลับออกมาสู่ตัวรับสัญญาณ [23] หลักการทำงานแสดงดังรูปที่ 3.1



รูปที่ 3.1 หลักการทำงานของ ATR-FTIR

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

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

3.3.2 การเตรียมวัสดุคอมพอลิต

เตรียมคอมพอลิตระหว่าง PU และ MWCNT โดยการผสมแบบหลอมเหลวด้วยเครื่อง Brabender มีขั้นตอนการเตรียมดังนี้

1. เตรียมเม็ด PU โดยนำเม็ด PU แต่ละชนิด มาอบไล่ความชื้นที่อุณหภูมิ 80 °C เป็นเวลา 12 ชั่วโมง
2. ออบไล่ความชื้น 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 ช่วงอุณหภูมิ 190 °C ถึง 210 °C และเวลา 4-12 นาที ชื่อเรียกสูตรผสมต่างๆแสดงดังตารางที่ 3.2 และ 3.3

ตารางที่ 3.2 อุณหภูมิและเวลาสำหรับการผสม PU-ester กับ MWCNT

อุณหภูมิ (°C)	เวลา (นาที)				
	4	6	8	10	12
190	ester 190-4	ester 190-6	ester 190-8	ester 190-10	ester 190-12
200	ester 200-4	ester 200-6	ester 200-8	ester 200-10	ester 200-12
210	ester 210-4	ester 210-6	ester 210-8	ester 210-10	*ester 210-12

หมายเหตุ * คือสูตรที่ไม่ได้ทำการเตรียมเนื่องจากสังเกตเห็นการเปลี่ยนแปลงสีจากการทดลองที่

3.3.1.2 ซึ่งจะกล่าวละเอียดในบทที่ 4

ตารางที่ 3.3 อุณหภูมิและเวลาสำหรับการผสม PU-ether กับ MWCNT

อุณหภูมิ (°C)	เวลา (นาที)				
	4	6	8	10	12
190	ether 190-4	ether 190-6	ether 190-8	ether 190-10	ether 190-12
200	ether 200-4	ether 200-6	ether 200-8	ether 200-10	ether 200-12
210	ether 210-4	ether 210-6	ether 210-8	*ether 210-10	*ether 210-12

หมายเหตุ * คือสูตรที่ไม่ได้ทำการเตรียมเนื่องจากสังเกตเห็นการเปลี่ยนแปลงสีจากการทดลองที่

3.3.1.2 ซึ่งจะกล่าวละเอียดในบทที่ 4

3.3.3 กระบวนการขึ้นรูปวัสดุคอมพอลิต

หลังจากผ่านกระบวนการเตรียมวัสดุคอมพอลิตแล้ว นำคอมพอลิตที่ได้ในแต่ละสูตรมาขึ้นรูปด้วยกระบวนการกดอัดสำหรับแม่พิมพ์ที่ใช้ในการขึ้นรูปวัสดุคอมพอลิตมีความหนา 2 มิลลิเมตร และกำหนดสถานะในการขึ้นรูปแตกต่างกัน ดังนี้

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

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

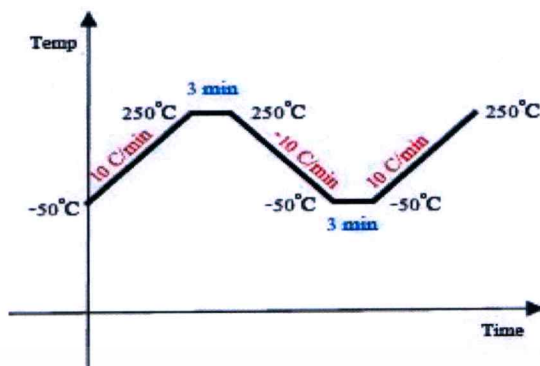
3.3.4 การวิเคราะห์สมบัติของวัสดุคอมพอสิต

3.3.4.1 การศึกษาการเปลี่ยนแปลงทางความร้อนด้วยเทคนิค Differential Scanning Calorimetry (DSC)

DSC เป็นเทคนิคสำหรับวิเคราะห์วัสดุโดยการวัดค่าพลังงานความร้อนและอุณหภูมิของสารตัวอย่างเปรียบเทียบกับสารมาตรฐานเมื่อมีการเปลี่ยนแปลงทางกายภาพ หรือการเปลี่ยนแปลงทางเคมี เช่น การหลอมเหลว การเปลี่ยนสถานะ การเปลี่ยนรูปผลึก และการเกิดปฏิกิริยาเคมี เป็นต้น โดยที่พื้นที่ใต้กราฟที่เกิดขึ้นจะมีความสัมพันธ์โดยตรงกับการเปลี่ยนแปลงทางความร้อนของสารตัวอย่าง ในการวิเคราะห์ ตัวอย่างจะถูกวางในถาดอลูมิเนียมที่อยู่ภายในเตาที่ควบคุมอุณหภูมิได้ โดยภายในเตาจะมีถาดอ้างอิงซึ่งเป็นถาดอลูมิเนียมเปล่า เพื่อใช้เป็นตัวเปรียบเทียบตัวอย่างภายใต้สภาวะเดียวกัน ข้อมูลที่สามารถวิเคราะห์ได้จาก DSC ได้แก่ จุดหลอมเหลว, อุณหภูมิเปลี่ยนสถานะคล้ายแก้ว, เสถียรภาพต่อการเกิดปฏิกิริยาออกซิเดชัน, จลนพลศาสตร์ของการเกิดปฏิกิริยา (reaction kinetics) และความบริสุทธิ์ [22]

เนื่องจาก PU เป็น block copolymer ที่มีทั้งโครงสร้างส่วนแข็งและส่วนนิ่ม ดังนั้นจึงอาจตรวจพบอุณหภูมิเปลี่ยนสถานะคล้ายแก้วของทั้งโครงสร้างส่วนแข็งและส่วนนิ่ม, พลังงานที่ใช้ในการเกิด microphase separation และพลังงานที่ใช้ในกระบวนการ microphase mixing ข้อมูลนี้ที่ได้จาก DSC จะใช้ในการศึกษาการแยกตัวของภูมิภาคโครงสร้างส่วนแข็งและส่วนนิ่มของ PU ในวัสดุคอมพอสิต ชิ้นงานที่ใช้ในการทดสอบคือ PU-ester, PU-ether และวัสดุคอมพอสิตทุกสูตรที่ผ่านกระบวนการขึ้นรูปแล้ว ตัดชิ้นงานตัวอย่างน้ำหนักประมาณ 6–7 มิลลิกรัม ใส่ในถาดอลูมิเนียมชนิดมีฝาปิดขั้นตอนในการทดสอบมีดังนี้

1. เทียบมาตรฐาน (calibration) เครื่อง DSC ด้วยอินเดียม
2. นำชิ้นงานที่เตรียมใส่ในถาดอลูมิเนียมเรียบร้อยแล้วใส่ในเตาที่มีถาดอลูมิเนียมเปล่าเป็นถาดอ้างอิง
3. ทำการทดสอบภายในสภาวะ heat-cool-heat ภายใต้บรรยากาศแก๊สไนโตรเจน โดยกำหนดช่วงอุณหภูมิทดสอบระหว่าง -50 ถึง 250 °C ด้วยอัตราการเพิ่มหรือลดอุณหภูมิที่ 10 °C/min ลักษณะสภาวะการทดสอบแสดงดังรูปที่ 3.2



รูปที่ 3.2 การกำหนดอุณหภูมิและอัตราการให้อุณหภูมิที่ใช้ในการทดสอบด้วยเทคนิค DSC

3.3.4.2 การศึกษาสัณฐานวิทยาด้วย Field Emission Scanning Electron

Microscopy (FESEM)

FESEM เป็นกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนที่ใช้ในการศึกษาสัณฐานและรายละเอียดของพื้นผิวของตัวอย่างในขนาดเล็กระดับไมครอนหรือนาโนเมตร เหมาะสำหรับการสร้างภาพของกลุ่มสัญญาณในการศึกษาโครงสร้างลักษณะพื้นผิวภายนอกหน้าตัดของวัสดุ หลักการทำงานของ FESEM ประกอบด้วยแหล่งกำเนิดอิเล็กตรอนทำหน้าที่ผลิตอิเล็กตรอน เมื่ออิเล็กตรอนเหล่านั้นผ่านเลนส์รวบรวมรังสีกลายเป็นลำอิเล็กตรอน จากนั้นจะถูกปรับระยะโฟกัสโดยเลนส์ใกล้วัตถุลงบนพื้นผิวชิ้นงานที่ต้องการศึกษา หลังจากลำอิเล็กตรอนถูกกราดลงบนชิ้นงานทำให้เกิดอิเล็กตรอนทุติยภูมิขึ้น สัญญาณจากอิเล็กตรอนทุติยภูมินี้จะถูกบันทึกและแปลงไปเป็นสัญญาณทางอิเล็กทรอนิกส์นำไปสร้างเป็นภาพต่อไป เนื่องจากใช้ลำอิเล็กตรอนที่มีขนาดเล็กมาก จึงทำให้ภาพที่ได้มีการแจกแจงความละเอียดสูง [22]

การเตรียมตัวอย่างสำหรับ FESEM เริ่มจากนำชิ้นงานตัวอย่างที่ผ่านกระบวนการขึ้นรูปแล้ว ตัดชิ้นงานให้มีลักษณะเป็นแท่งกว้างประมาณ 2-3 มิลลิเมตร จากนั้นนำมาหักในไนโตรเจนเหลว ตัดแต่งชิ้นงานให้มีความสูงประมาณ 2 มิลลิเมตรจากพื้นผิวหน้าตัด เคลือบผิวชิ้นงานด้วย Palladium แล้วนำไปถ่ายภาพเพื่อทำการวิเคราะห์ผลต่อไป

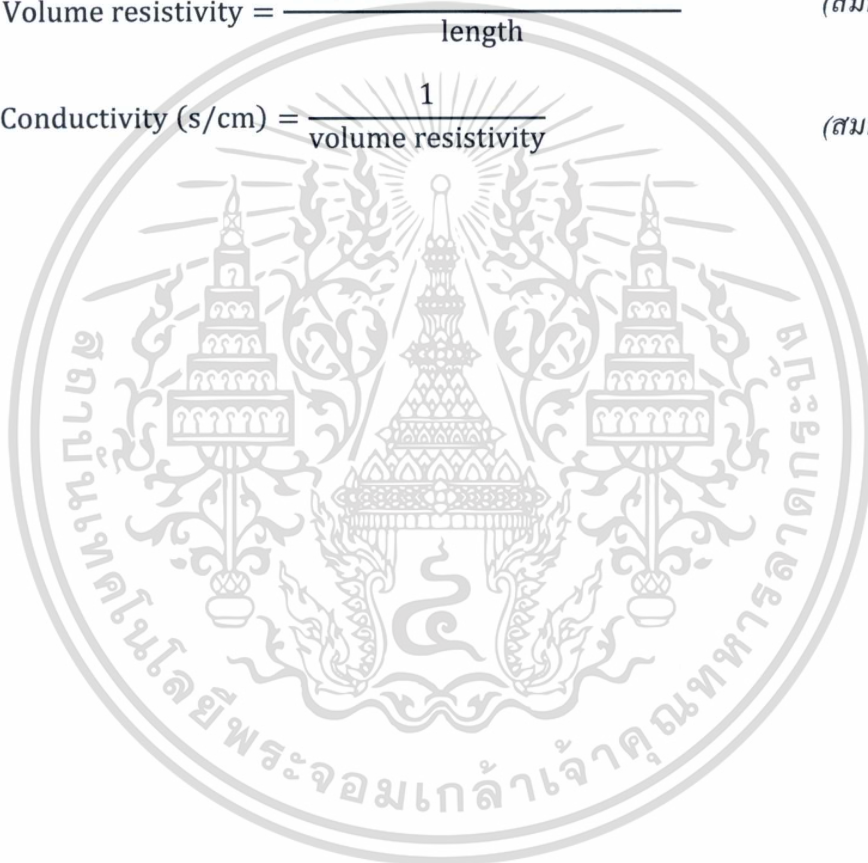
3.3.4.3 การศึกษาสมบัติทางไฟฟ้าด้วยเครื่อง LCR meter

LCR meter เป็นเครื่องมือที่ใช้วิเคราะห์วัดค่าปริมาณทางไฟฟ้า โดยสามารถวัดการเหนี่ยวนำ (Inductance), วัดตัวเก็บประจุ (Capacitance) และวัดความต้านทานต้าน (Resistance) ของวัสดุ ในงานวิจัยนี้ใช้ LCR meter ในการวัดค่าความต้านทาน ที่ความถี่ $20 - 1 \times 10^6\text{ Hz}$ ทดสอบด้วยไฟฟ้ากระแสสลับ กำหนดฟังก์ชันที่ใช้ทดสอบคือ Lp-Rp และความต่างศักย์ 5V การเตรียมตัวอย่างสำหรับทดสอบทางไฟฟ้าทำโดยตัดตัวอย่างชิ้นงานวัสดุคอมพอสิตที่ผ่านกระบวนการขึ้นรูปแล้วให้มีความกว้าง 10 มิลลิเมตรความยาว 10 มิลลิเมตรและหนา 2 มิลลิเมตร นำชิ้นงานมาต่อกับเอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

สายไฟ ด้วยกาวยีพอกซีชนิดนำไฟฟ้า แล้วนำไปอบที่อุณหภูมิ 80 °C เป็นเวลา 1 ชั่วโมง เพื่อบ่มกาว (curing) จากนั้นนำมาทา silver paint โดยทำให้ทั่วพื้นที่ด้านหน้าตัดที่ต่อกับสายไฟ เมื่อเตรียมชิ้นงานเสร็จแล้ว นำชิ้นงานตัวอย่างไปวัดค่าความต้านทานไฟฟ้าด้วย LCR meter นำค่าความต้านทานไฟฟ้าที่ได้มาแปลงเป็นค่า volumeresistivity ด้วยสมการที่ 1 จากนั้นแปลงเป็นค่าการนำไฟฟ้า (conductivity) ด้วยสมการที่ 2 แล้วนำค่าการนำไฟฟ้าที่ได้มาพลอต กราฟความสัมพันธ์กับค่าความถี่ [24]

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

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



บทที่ 4

ผลการวิจัยและอภิปรายผล

4.1 ผลการวิเคราะห์สมบัติของ PU-ester และ PU-ether

4.1.1 ผลการทดสอบความหนืดขณะหลอมเหลว

การทดสอบพฤติกรรมความหนืดขณะหลอมเหลว (MFI) ด้วยเครื่อง melt flow index tester ของเม็ด PU-ester และ PU-ether ที่อุณหภูมิ 230 °C และน้ำหนักกด 2.16 กิโลกรัม ได้ผลการทดลองดังตารางที่ 4.1

ตารางที่ 4.1 ผลการทดสอบความหนืดขณะหลอมเหลว

PU	MFI (g/10 นาที)
PU-ester	31.050
PU-ether	9.062

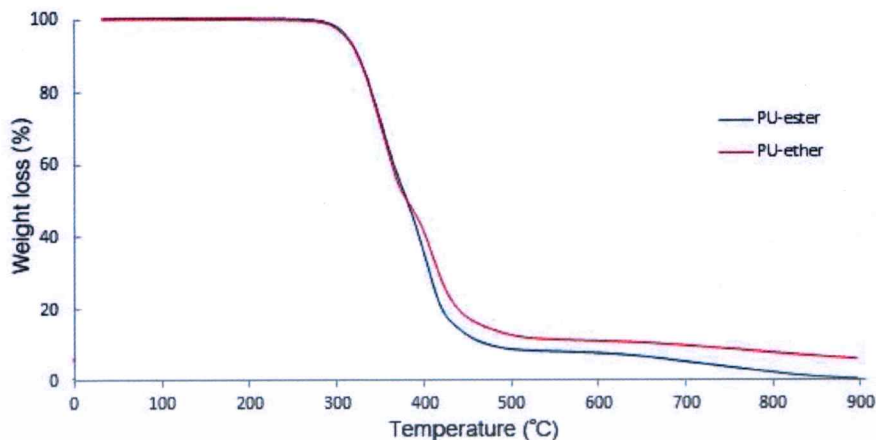
จากตาราง PU-ether มีค่า MFI ต่ำกว่า PU-ester ดังนั้นความหนืดขณะหลอมเหลวของ PU-ether จะสูงกว่า PU-ester ดังสังเกตได้จากการนำคอมพอสิตออกจากเครื่อง barbender ในขั้นตอนการผสม ชิ้นงาน PU-ether มีลักษณะหนืดมากกว่า PU-ester จึงนำชิ้นงานออกมาจากตัวเครื่องได้ยากกว่า ซึ่งความหนืดขณะหลอมเหลวที่แตกต่างกัน ส่งผลทำให้ได้รับแรงเฉือนในขณะผสมแตกต่างกันไป และอาจส่งผลไปยังลักษณะการกระจายตัวของ MWCNT ในเมทริกซ์ด้วย

4.1.2 ผลการทดสอบสมบัติทางความร้อน

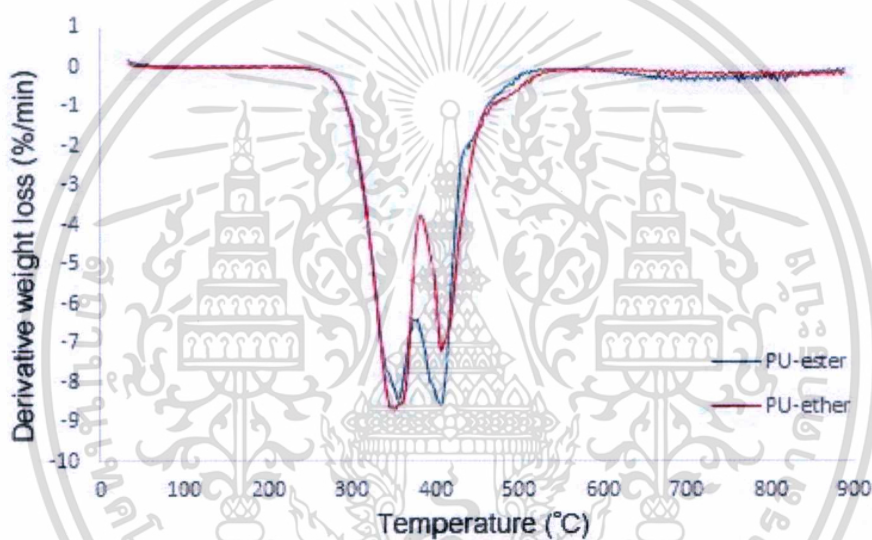
4.1.2.1 ผลการวิเคราะห์เสถียรภาพทางความร้อนด้วย TGA

1. ภายใต้บรรยากาศไนโตรเจน

รูปที่ 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 มี $T_{d0.05} = 311.55$ °C จะเห็นได้ว่าทั้ง PU-ester และ PU-ether มีเสถียรภาพทางความร้อนภายใต้บรรยากาศไนโตรเจนที่ใกล้เคียงกัน เมื่อวิเคราะห์ผลการทดลองที่ได้จากกราฟ DTG ในรูป 4.2 แสดงถึงกระบวนการสลายตัวของ PU ที่มี 2 ขั้นตอนหลัก โดยผลการวิเคราะห์แสดงในตารางที่ 4.2



รูปที่ 4.1 ผล TGA ของ PU-ester และ PU-ether ในบรรยากาศไนโตรเจน



รูปที่ 4.2 ผล DTG ของ PU-ester และ PU-ether ในบรรยากาศไนโตรเจน

ตารางที่ 4.2 แสดงผลการวิเคราะห์ที่ได้จากกราฟ DTG

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

หมายเหตุ T_{max} = อุณหภูมิที่มีอัตราการสลายตัวสูงที่สุด

จากกราฟ DTG ของ PU-ester และ PU-ether ปรากฏที่ 2 พีก ที่แสดงถึงการสลายตัว 2 ขั้นตอน ซึ่งสอดคล้องกับลักษณะของ PU ที่เป็นแบบ block copolymer จากงานวิจัยที่ผ่านมาพบว่าขั้นแรกคือการสลายตัวของพันธะยูรีเทน (โครงสร้างส่วนแข็ง) และขั้นตอนที่สองคือการ

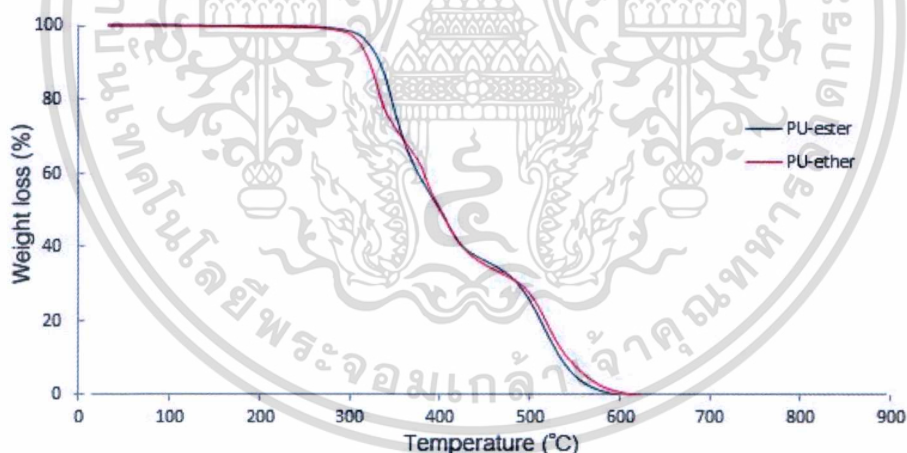
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่นิยมนำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า

ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

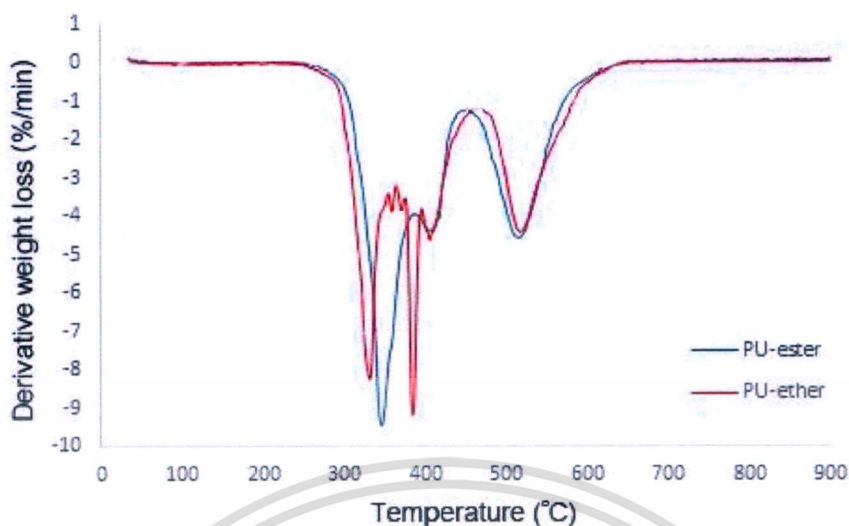
สลายตัวของโครงสร้างส่วนนึ่ง [25-27] โดย PU-ester และ PU-ether จะมีค่า T_{max} ของโครงสร้างส่วนแข็งใกล้เคียงกันที่ประมาณ 350 °C แต่ PU-ether จะมีสัดส่วนของน้ำหนักที่หายไปมากกว่า PU-ester เล็กน้อย (4%) และหลังจากนั้นเกิดการสลายตัวของโครงสร้างส่วนนึ่งตามมา โดย PU-ester ยังคงมีค่า T_{max} ของโครงสร้างส่วนนึ่งใกล้เคียงกันที่ประมาณ 406 °C ซึ่ง PU-ester นั้นมีอัตราการสลายตัวของทั้ง 2 ขั้นตอนเท่าๆกัน แต่สำหรับ PU-ether นั้นมีอัตราการสลายตัวของโครงสร้างส่วนแข็งเร็วกว่าโครงสร้างส่วนนึ่ง เมื่อพิจารณาถึงสัดส่วนของน้ำหนักที่หายไปในช่วงที่ 2 นี้ PU-ester จะมีมากกว่า PU-ether (~10%) ซึ่งทำให้สามารถสรุปได้ว่า PU-ester นำมีสัดส่วนของโครงสร้างนึ่งที่มากกว่า PU-ether

2. ภายใต้บรรยากาศออกซิเจน

จากรูปที่ 4.3 แสดงกราฟ TGA ของ PU-ester และ PU-ether ในบรรยากาศออกซิเจน PU-ester มีการสลายตัวที่อุณหภูมิ $T_{d0.05} = 320.93$ °C และ PU-ether พบ $T_{d0.05} = 311.223$ °C ดังนั้น PU-ester มีเสถียรภาพทางความร้อนสูงกว่า PU-ether จากรูปที่ 4.4 กราฟ DTG ของ PU-ether และ PU-ether ปรากฏพิคหลายพิค แสดงถึงกระบวนการสลายตัวแบบหลายขั้นตอน เนื่องจากการให้ความร้อนในบรรยากาศออกซิเจนทำให้เกิดปฏิกิริยาออกซิเดชัน ซึ่งมีผลต่อสายโซ่โมเลกุลของ PU อาจเกิดการตัดขาดสายโซ่โมเลกุลหรืออาจเกิดปฏิกิริยากับหมู่ ester หรือ ether ต่อไปได้นั่นเอง



รูปที่ 4.3 ผล TGA ของ PU-ester และ PU-ether ในบรรยากาศออกซิเจน

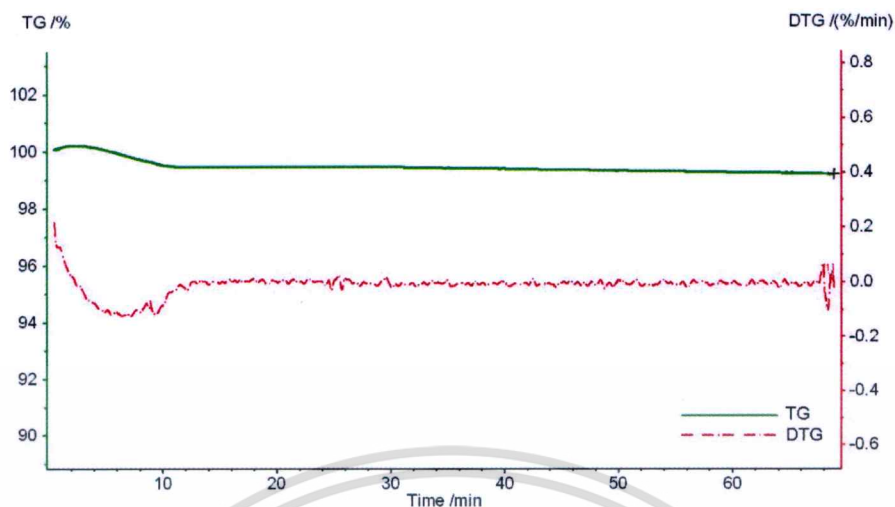


รูปที่ 4.4 ผล DTG ของ PU-ester และ PU-ether ในบรรยากาศออกซิเจน

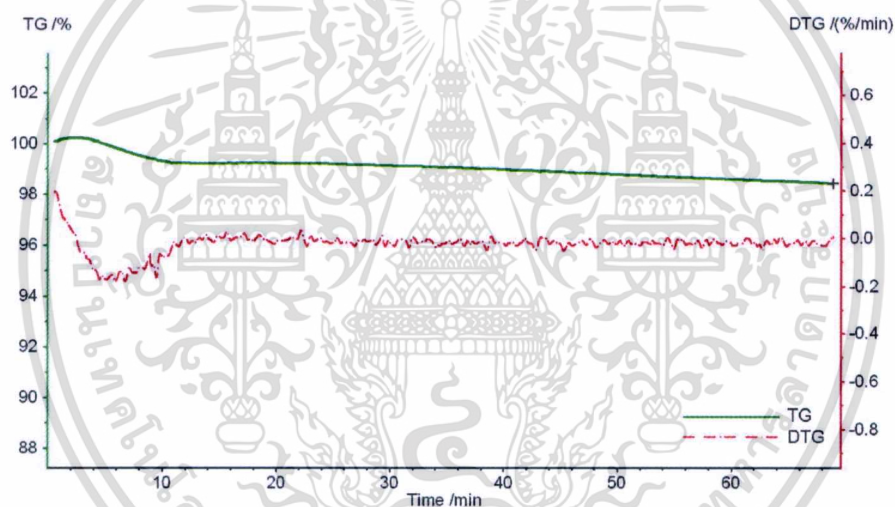
การที่ PU-ester เริ่มมีการสลายตัวที่อุณหภูมิสูงกว่า PU-ether เล็กน้อย อาจเนื่องจากหมู่ฟังก์ชันสามารถเกิดพันธะไฮโดรเจนได้ทำให้แรงยึดเหนี่ยวระหว่างโมเลกุลสูงกว่าความแข็งแรงของสายโซ่โมเลกุลจึงเพิ่มขึ้น และเมื่อทำการเปรียบเทียบระหว่างในบรรยากาศออกซิเจนและไนโตรเจนพบว่าอุณหภูมิการสลายตัว ($T_{d0.05}$) ใกล้เคียงกัน แต่โดยปกติแล้วในบรรยากาศออกซิเจนซึ่งเป็นสภาวะการใช้งานจริง ควรจะมีอุณหภูมิการสลายตัวที่ต่ำกว่าเนื่องจากเกิดปฏิกิริยาออกซิเดชัน แต่เนื่องจากในกระบวนการผลิตเม็ด PU ผู้ผลิตมีการใส่สารเติมแต่ง UV-stabilizer ลงไป จึงทำให้ PU-ester และ PU-ether มีความต้านทานการสลายตัวในบรรยากาศออกซิเจนที่อุณหภูมิใกล้เคียงกับในบรรยากาศไนโตรเจน

3. Isothermal ภายใต้อุณหภูมิออกซิเจน

จากผลการศึกษากราฟ TGA ของ PU-ester และ PU-ether ทั้งภายใต้อุณหภูมิออกซิเจนหรือออกซิเจน พบว่า PU ทั้ง 2 ชนิดสามารถทนต่อการสลายตัวได้ถึง 300 °C จึงทำการทดสอบ Isothermal เพื่อศึกษาว่าระยะเวลาจะมีผลต่อ PU-ester และ PU-ether อย่างไร โดยกำหนดอุณหภูมิคงที่ที่ 210 °C (อุณหภูมิสูงสุดที่จะใช้ในศึกษาการเตรียมนาโนคอมพอสิตในงานวิจัยนี้) ระยะเวลาทดสอบ 60 นาที ได้ผลการทดสอบดังรูปที่ 4.5



(a)



(b)

รูปที่ 4.5 ผล isothermal ของ (a) PU-ester และ (b) PU-ether

จากรูปที่ 4.5 (a) กราฟ TGA ของ PU-ester ในช่วงแรกน้ำหนักหายไป 0.61% ที่อุณหภูมิ 212 °C ใช้ระยะเวลา 11.94 นาที และหลังจากนั้นกราฟมีลักษณะเป็นเส้นตรง โดยมีแนวโน้มน้ำหนักลดลงตลอดกราฟเล็กน้อย ซึ่งในช่วงหลังนี้น้ำหนักของ PU-ester หายไป 0.26% ตลอดการทดลองเป็นเวลา 60 นาที ทำให้น้ำหนัก PU-ester หายไปตลอดการทดสอบรวมทั้งสิ้น 0.87% คาดว่าในช่วงแรกนั้นเป็นการระเหยของน้ำ (เม็ด PU ดูดความชื้นในขั้นตอนการเก็บรักษาก่อนนำไปทดสอบ) ดังนั้นน้ำหนักแท้จริงของ PU-ester ที่หายไปคือ 0.26%

จากรูปที่ 4.5 (b) กราฟ TGA ของ PU-ether จะคล้ายคลึงกับกราฟของ PU-ester โดยในช่วงแรกน้ำหนักหายไป 0.83% ที่อุณหภูมิ 213 °C ใช้ระยะเวลา 11.35 นาที และหลังจากนั้น

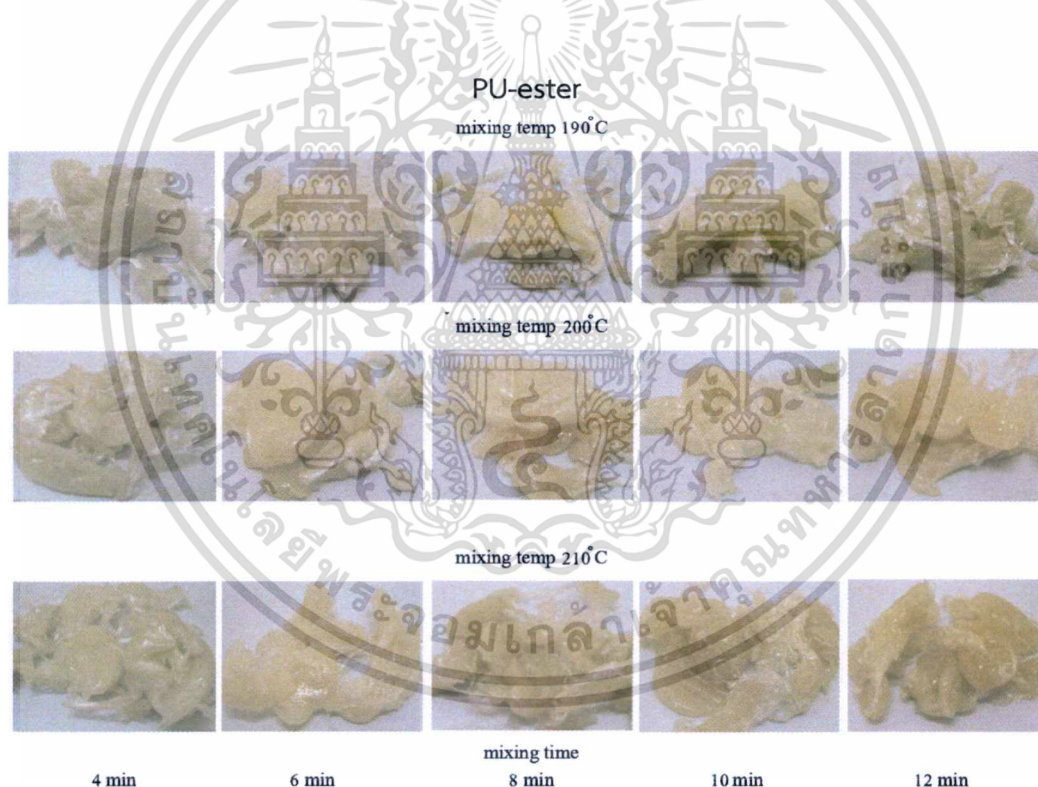
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

กราฟมีลักษณะเป็นเส้นตรง มีแนวโน้มน้ำหนักลดลงตลอดกราฟเล็กน้อย ซึ่งในช่วงหลังนี้น้ำหนักของ PU-ether หายไป 0.83% ตลอดการทดลองน้ำหนัก PU-ester หายไปรวมทั้งสิ้น 1.66% ซึ่งก็คาดว่าในช่วงแรกนั้นเป็นการระเหยของน้ำเช่นเดียวกับที่เกิดใน PU-ester ดังนั้นน้ำหนักแท้จริงของ PU-ether ที่หายไปคือ 0.83%

จากที่กล่าวมาข้างต้นสรุปได้ว่า จากการทดสอบ Isothermal ที่ 210 °C เป็นระยะเวลา 60 นาที PU ทั้งสองชนิดนี้มีน้ำหนักหายไปน้อยกว่า 1% จึงถือว่าที่อุณหภูมิ 210 °C เม็ด PU-ester และ PU-ether สามารถนำไปใช้เตรียมวัสดุคอมพอสิตได้โดยไม่เกิดการเสียดังกล่าว

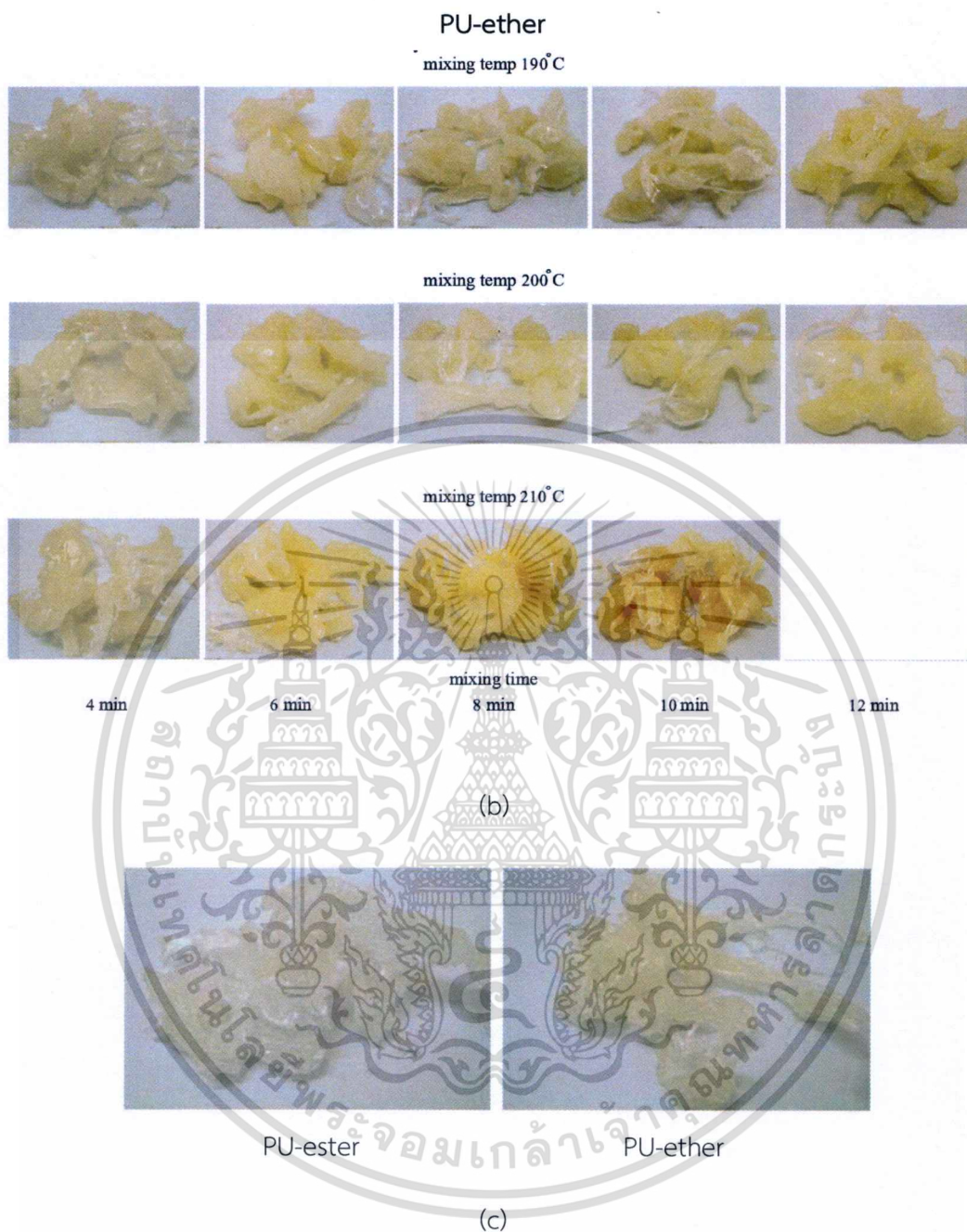
4.1.2.2 ผลการเปลี่ยนแปลงสี

การทดสอบและสังเกตการเปลี่ยนแปลงสีด้วยสายตาภายใต้การให้ความร้อนและแรงเฉือนด้วยเครื่อง Barbender ที่อุณหภูมิ 190 - 210 °C และช่วงเวลาการผสม 4-12 นาที ของ PU-ester และ PU-ether มีผลดังรูปที่ 4.6



(a)

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 4.6 ผลการเปลี่ยนแปลงสี (a) PU-ester (b) PU-ether และ (c) ชิ้นงานมาตรฐาน

เมื่อนำชิ้นงานตัวอย่างของ PU-ester และ PU-ether มาเทียบกับสีของชิ้นงานมาตรฐาน พบว่าที่อุณหภูมิ 190 °C และ 200 °C เมื่อใช้เวลาในการผสม 4, 6, 8, 10 และ 12 นาที สีของชิ้นงานตัวอย่าง ทั้ง PU-ester และ PU-ether ไม่มีการเปลี่ยนสีอย่างชัดเจน ดังนั้นจึงสามารถเตรียมคอมพอสิตได้ที่อุณหภูมิ 190 °C และ 200 °C โดยใช้เวลาการผสมได้ถึง 12 นาที โดยที่ PU เมทริกซ์ไม่มีการเสียหาย แต่ที่อุณหภูมิ 210 °C สีของชิ้นงานตัวอย่าง PU-ester มีการเปลี่ยนแปลงสีอย่างชัดเจนที่เวลาในการผสม 12 นาที ดังนั้นจึงไม่ใช้สถานะนี้ในการเตรียม MWCNT/PU-ester

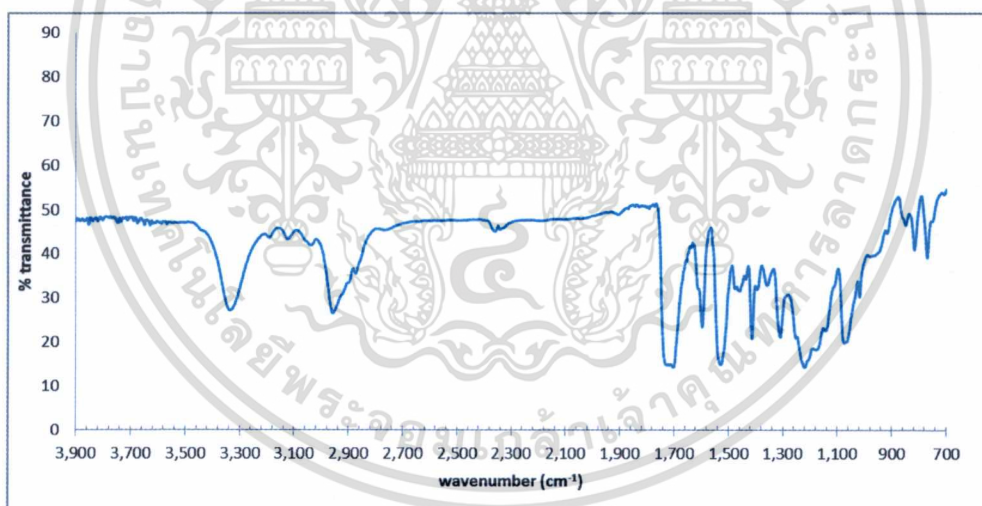
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

นาโนคอมพอสิต ส่วนสีของชิ้นงานตัวอย่าง PU-ether มีการเปลี่ยนแปลงสีอย่างชัดเจนตั้งแต่เวลาในการผสม 10 นาที ดังนั้นจึงทำการเตรียม MWCNT/PU-ether นาโนคอมพอสิต ที่อุณหภูมิ 210 °C ด้วยเวลาสูงสุดที่ 8 นาทีเท่านั้น

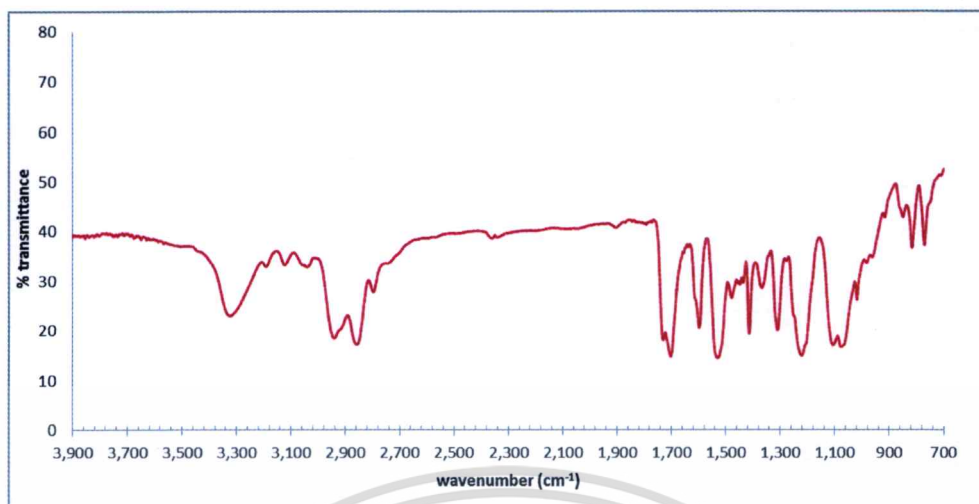
สีของชิ้นงานที่เข้มขึ้นอย่างเห็นได้ชัดนั้นเกิดจากการเสถียรภาพ (degradation) แต่เมื่อพิจารณาผลการทดสอบ TGA เม็ด PU-ester และ PU-ether เกิดการเสถียรภาพในบรรยากาศออกซิเจน $T_{d0.05}$ 320.93 °C และ 311.22 °C ตามลำดับ และจากผลการทดสอบ isothermal ที่อุณหภูมิ 210 °C เป็นเวลา 60 นาที พบว่า PU-ester และ PU-ether ไม่เกิดการเสถียรภาพ ทั้งนี้ อาจเนื่องมาจากสภาวะในการผสมมีทั้งความร้อนและแรงเฉือน จึงทำให้สังเกตเห็นการเสถียรภาพของ PU ที่อุณหภูมิและเวลาดำกว่าอุณหภูมิและเวลาที่ได้จากผลการทดสอบด้วยเครื่อง TGA

4.1.3 วิเคราะห์หมู่ฟังก์ชันด้วยเครื่อง ATR-FTIR

ทำการตรวจวิเคราะห์หมู่ฟังก์ชันของ PU ด้วยเครื่อง ATR-FTIR พบหมู่ฟังก์ชันใกล้เคียงกัน แต่จะมีความยาวคลื่นที่แตกต่างกันที่หมู่คาร์บอนิลและหมู่เอมีโนแสดงดังรูปที่ 4.7 ATR-FTIR ของ PU-ester (a) PU-ether (b) และแสดงค่าความยาวคลื่นของหมู่ฟังก์ชันต่างๆดังตารางที่ 4.3



(a)



(b)

รูปที่ 4.7 กราฟ ATR-FTIR ของ (a) PU-ester และ (b) PU-ether

ตารางที่ 4.3 การดูคลื่นค่าความยาวคลื่นของหมู่ฟังก์ชันที่พบใน ATR-FTIR [28]

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

จากตารางทำการวิเคราะห์หมู่ฟังก์ชัน N-H stretching ใน PU-ester จะปรากฏ N-H stretching ที่ความยาวคลื่น 3331 cm⁻¹ จึงคาดว่าจะเป็น N-H stretching ของการเกิดพันธะไฮโดรเจนกับออกซิเจนของหมู่คาร์บอนิลที่มีการดูดกลืนความยาวคลื่นในช่วง 3300-3350 cm⁻¹ ส่วนของ PU-ether พบหมู่ฟังก์ชัน N-H stretching ปรากฏที่ความยาวคลื่น 3315 cm⁻¹ จึงคาดว่าจะเป็น N-H stretching ของการเกิดพันธะไฮโดรเจนกับออกซิเจนของ ether ที่มีการดูดกลืนความยาวคลื่นในช่วง 3290-3310 cm⁻¹

จากนั้นทำการวิเคราะห์หมู่ฟังก์ชัน C=O stretching ใน PU-ester จะปรากฏความยาวคลื่น 2 ค่า ที่ 1724 cm⁻¹ ซึ่งมีความเป็นไปได้ว่าจะเป็น C=O stretching ของ aliphatic ester ที่มีการดูดกลืนความยาวคลื่นในช่วง 1750-1735 cm⁻¹ และที่ความยาวคลื่นประมาณ 1700 cm⁻¹ จะพบ C=O stretching ของพันธะยูรีเทน ส่วน PU-ether จะปรากฏความยาวคลื่น 2 ค่า ที่ 1701 cm⁻¹ คือ

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

หมู่คาร์บอนิลในพันธะยูริเทนที่เกิดพันธะไฮโดรเจน และที่ 1730 cm^{-1} คือหมู่คาร์บอนิลในพันธะยูริเทนที่ไม่เกิดพันธะไฮโดรเจน ซึ่งค่าที่ได้จะมีค่าใกล้เคียงกับข้อมูลในตารางที่ 4.3 เช่นกัน

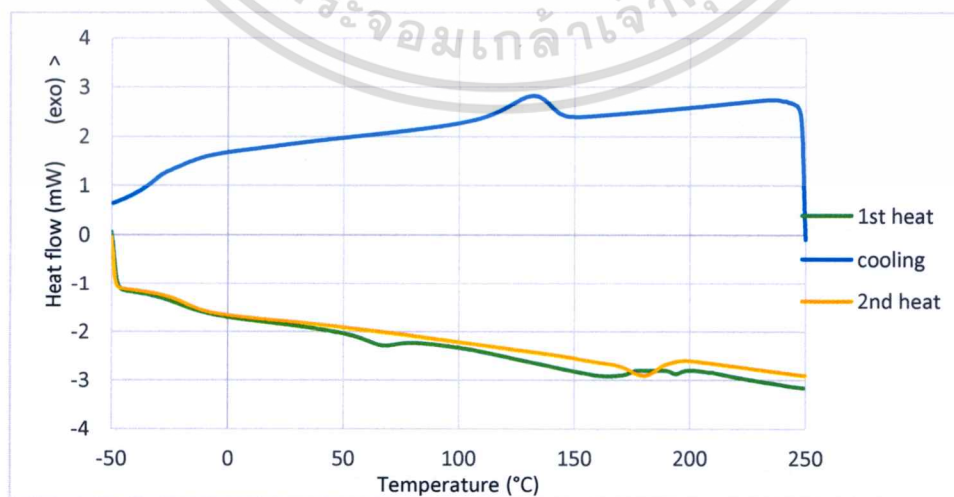
จากผลการตรวจวิเคราะห์หมู่ฟังก์ชันของเม็ด PU-ester และ PU-ether ด้วยเครื่อง ATR-FTIR ทำให้เราสามารถยืนยันได้ว่าเม็ด PU ที่เราใช้ทำการวิจัยมีหมู่ฟังก์ชันตรงตามที่เราต้องการ

4.2 ผลการวิเคราะห์สมบัติของวัสดุคอมพอสิต

4.2.1 ผลการศึกษาการเปลี่ยนแปลงทางความร้อนด้วยเทคนิค DSC

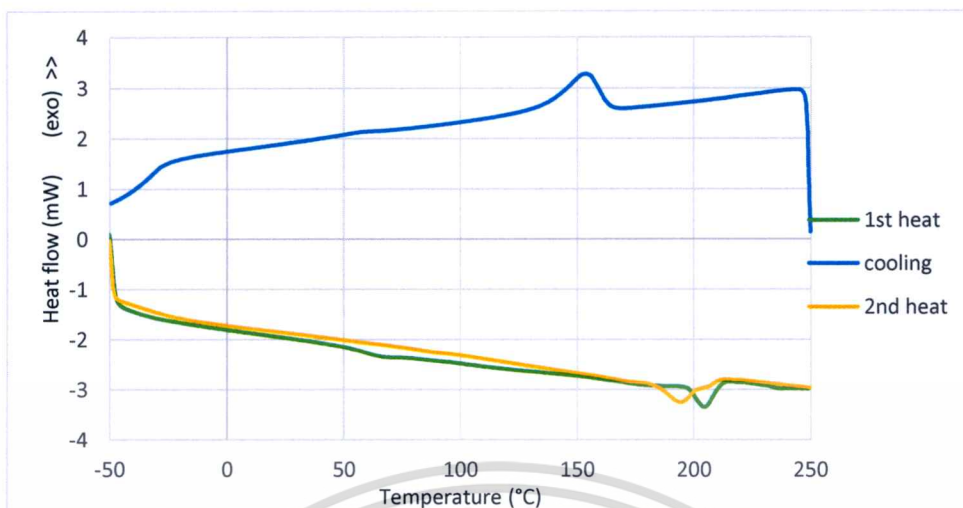
PU เป็น block copolymer ที่ประกอบด้วย 2 ส่วนหลักคือโครงสร้างส่วนนิ่มและโครงสร้างส่วนแข็ง นอกจากนี้อาจจะพบบริเวณที่โครงสร้างทั้งสองผสมกันอยู่ (mixed phase) ได้ด้วยเช่นกัน ดังนั้นเมื่อทำการวิเคราะห์ PU ด้วยเทคนิค DSC ทำให้สามารถพบการเปลี่ยนแปลงทางความร้อนต่างๆ ได้ดังนี้ อุณหภูมิเปลี่ยนสถานะคล้ายแก้วของโครงสร้างส่วนนิ่ม ($T_{g(SS)}$), อุณหภูมิเปลี่ยนสถานะคล้ายแก้วของโครงสร้างส่วนแข็ง ($T_{g(HS)}$), อุณหภูมิเปลี่ยนสถานะคล้ายแก้วของโครงสร้างนิ่มและโครงสร้างส่วนแข็งที่ผสมกัน ($T_{g(MP)}$), อุณหภูมิในการหลอมเหลว หรือเรียกอีกอย่างหนึ่งว่าอุณหภูมิที่เกิด microphase mixing (T_{MMT}) และอุณหภูมิในการเกิดผลึก หรือเรียกอีกอย่างหนึ่งว่า อุณหภูมิที่เกิด microphase separation (T_{MST})

ในการทดสอบจะกำหนดสภาวะการทดสอบแบบ heat-cool-heat ซึ่งในขั้นตอนการให้ความร้อนจะสามารถพบค่า $T_{g(SS)}$, $T_{g(MP)}$, $T_{g(HS)}$ หรือ T_{MMT} รวมถึงพลังงานที่ใช้ในการเกิด microphase mixing (ΔH_{MMT}) ส่วนในขั้นตอนการหล่อเย็นจะสามารถพบค่า T_{MST} และพลังงานที่ใช้ในการเกิด microphase separation (ΔH_{MST}) แสดงลักษณะกราฟ DSC ของนาโนคอมพอสิตที่ได้แสดงดังในรูปที่ 4.8



(a)

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



(b)

รูปที่ 4.8 กราฟ DSC ของนาโนคอมพอสิต (a) PU-ester/MWCNT และ (b) PU-ether/MWCNT

ผลวิเคราะห์การเปลี่ยนแปลงทางความร้อนด้วยเทคนิค DSC ของ MWCNT/PU-ester และ MWCNT/PU-ether นาโนคอมพอสิต แสดงดังตารางที่ 4.4 และ 4.5 ตามลำดับตารางที่ 4.4 ผลการวิเคราะห์ DSC ของ MWCNT/PU-ester นาโนคอมพอสิต

ตารางที่ 4.4 ผลการวิเคราะห์ DSC ของ MWCNT/PU-ester นาโนคอมพอสิต

สูตร	ให้ความร้อนครั้งที่ 1				หลอมเย็น		ให้ความร้อนครั้งที่ 2		
	$T_{g(SS)}$	$T_{g(MP)}$	T_{MMT}	$\Delta H_{(MMT)}$	T_{MST}	$\Delta H_{(MST)}$	$T_{g(SS)}$	T_{MMT}	$\Delta H_{(MMT)}$
ester pure	-19.11	-	116.70	20.06	79.62	10.61	-10.87	160.01	10.79
ester 190-4	-15.74	63.23	172.28	7.92	131.30	11.13	-16.71	180.11	7.10
ester 190-6	-21.30	59.86	171.18	6.34	131.46	10.16	-14.41	180.01	5.82
ester 190-8	-19.48	61.65	161.20	8.46	131.79	10.93	-16.19	179.86	6.62
ester 190-10	-21.86	60.69	179.34	5.49	133.79	11.15	-18.90	180.01	6.62
ester190-12	-23.30	61.18	176.17	6.42	136.46	12.08	-18.60	180.67	7.80
ester200-4	-25.25	60.09	179.52	8.56	132.96	10.81	-18.69	180.68	7.12
ester200-6	-25.75	59.94	176.67	5.41	134.29	11.39	-17.93	180.83	7.38
ester200-8	-25.01	60.76	181.83	6.98	132.13	10.31	-17.53	180.66	5.17

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ester200-10	-24.65	60.68	178.83	4.64	135.13	11.40	-18.54	180.65	7.25
ester200-12	-24.02	60.43	188.81	5.41	133.62	11.07	-15.98	180.16	5.79
ester210-4	-24.36	60.95	189.16	5.07	133.80	11.48	-19.26	180.49	7.67
ester210-6	-21.43	58.77	171.68	7.90	134.46	11.02	-17.61	180.01	9.34
ester210-8	-25.23	58.94	175.15	8.23	137.64	12.31	-17.66	180.64	9.39
ester210-10	-26.99	59.83	180.68	9.00	137.97	12.72	-18.14	180.34	8.38

ตารางที่ 4.5 ผลการวิเคราะห์ DSC ของ MWCNT/PU-ether นาโนคอมพอสิต

สูตร	ให้ความร้อนครั้งที่ 1				หลอมเย็น		ให้ความร้อนครั้งที่ 2		
	$T_g(SS)$	$T_g(MP)$	T_{MMT}	$\Delta H_{(MMT)}$	T_{MST}	$\Delta H_{(MST)}$	$T_g(SS)$	T_{MMT}	$\Delta H_{(MMT)}$
ether pure	-	-	170.51	0.51	97.97	10.94	-	177.51	25.98
ether190-4	-	65.16	200.43	5.55	148.48	12.96	-	194.44	8.47
ether190-6	-	63.37	208.66	6.64	153.15	14.44	-	194.67	8.88
ether190-8	-	61.66	204.83	8.61	153.65	15.44	-	194.17	9.05
ether190-10	-	62.45	198.83	9.01	153.32	14.93	-	195.02	9.27
ether190-12	-	62.86	204.99	7.12	152.83	14.84	-	194.00	11.41
ether200-4	-	62.82	202.29	7.10	151.66	12.84	-	194.47	9.10
ether200-6	-	64.59	204.09	8.86	153.16	12.69	-	194.46	9.14
ether200-8	-	61.63	203.95	8.92	154.48	13.94	-	194.8	10.28
ether200-10	-	61.26	198.16	9.58	156.31	14.25	-	194.51	8.94
ether200-12	-	61.03	201.14	8.77	155.66	13.94	-	194.49	9.37
ether210-4	-	61.57	196.46	8.38	150.83	12.57	-	194.47	8.31
ether210-6	-	61.46	203.94	9.20	154.01	13.21	-	194.8	9.58
ether210-8	-21.13	62.04	161.36	7.36	135.81	11.90	18.91	180.85	7.68

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้拿去ใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

หมายเหตุ T_g (SS)	คือ อุณหภูมิเปลี่ยนสถานะคล้ายแก้วของโครงสร้างส่วนนิ่ม (°C)
T_g (HS)	คือ อุณหภูมิเปลี่ยนสถานะคล้ายแก้วของโครงสร้างส่วนแข็ง (°C)
T_g (MP)	คือ อุณหภูมิเปลี่ยนสถานะคล้ายแก้วของโครงสร้างส่วนนิ่ม และส่วนแข็งที่ผสมกันอยู่ (mixed phase) (°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)

จากตารางที่ 4.4 คือผลการวิเคราะห์ DSC ของชิ้นงาน MWCNT/PU-ester นาโนคอมพอลิเมอร์ โดยค่า $\Delta H_{(MMT)}$ คือค่าพลังงานที่ใช้ในการหลอมให้โครงสร้างส่วนแข็งและโครงสร้างส่วนนิ่มมาผสมกัน ถ้าหากวัสดุมีความเป็นผลึกมาก ค่า $\Delta H_{(MMT)}$ ก็จะสูงตามไปด้วย จากตารางพบว่า $\Delta H_{(MMT)}$ ของ PU-ester มีค่าสูง แต่เมื่อทำเป็นนาโนคอมพอลิเมอร์ค่า $\Delta H_{(MMT)}$ ต่ำลง แสดงว่า MWCNT ที่เติมลงไปจะเข้าไปกระจายในโครงสร้างส่วนแข็ง ทำให้ขีดขวางการเกิดผลึกค่า $\Delta H_{(MMT)}$ จึงต่ำลง

โดยทั่วไปแล้วอาจมีส่วนออสถฐานของโครงสร้างส่วนแข็งและโครงสร้างส่วนนิ่มของ PU ผสมอยู่ด้วยกัน เมื่อ MWCNT เข้าไปกระจายในโครงสร้างส่วนแข็งของ PU-ester จึงทำให้โครงสร้างส่วนนิ่มแยกตัวออกมา ยิ่งกระจายตัวมากโครงสร้างส่วนนิ่มก็จะยิ่งแยกตัวออกมามาก ส่งผลให้ค่า T_g (SS) ของ PU-ester นาโนคอมพอลิเมอร์ต่ำกว่า T_g (SS) ของ PU-ester จากค่า T_g (SS) ในตารางที่ 4.4 ที่อุณหภูมิ 190 °C เมื่อใช้เวลาในการผสมนานขึ้นพบว่า T_g (SS) มีแนวโน้มต่ำลง แสดงว่าโครงสร้างส่วนนิ่มมีการแยกตัวออกมามากขึ้น ดังนั้นจึงสรุปได้ว่าที่อุณหภูมิ 190 °C MWCNT สามารถเข้าไปกระจายตัวในโครงสร้างส่วนแข็งมากขึ้นเมื่อใช้เวลาในการผสมนานขึ้น แต่ที่อุณหภูมิ 200 °C และ 210 °C ถึงแม้จะใช้เวลาในการผสมนานขึ้นแต่ค่า T_g (SS) ไม่แตกต่างกันอย่างชัดเจน ดังนั้นจึงสรุปได้ว่าที่อุณหภูมิ 200 °C และ 210 °C เวลาในการผสมไม่มีผลต่อการกระจายตัวของ MWCNT ใน PU-ester

ในขั้นตอนการหล่อเย็นจะพบค่า T_{MST} จากเดิม PU-ester มีค่า T_{MST} ประมาณ 80 °C แต่เมื่อใส่ MWCNT เข้าไป T_{MST} จะมีค่าเพิ่มขึ้น และในขั้นตอนการให้ความร้อนครั้งที่สองพบค่า T_{MMT} ของ PU-ester ประมาณ 160 °C เมื่อใส่ MWCNT เข้าไปทำให้ T_{MMT} มีค่าเพิ่มขึ้นเป็น 180 °C ดังนั้นเมื่อเติม MWCNT ลงไปส่งผลทำให้ PU-ester นาโนคอมพอลิเมอร์มีอุณหภูมิการหลอมเหลวเพิ่มขึ้น 20 °C

ตารางที่ 4.5 คือผลการวิเคราะห์ DSC ของ MWCNT/PU-ether นาโนคอมพอลิเมอร์ จากค่า $\Delta H_{(MMT)}$ ในตารางพบว่าชิ้นงาน MWCNT/PU-ether นาโนคอมพอลิเมอร์มีค่า $\Delta H_{(MMT)}$ สูงกว่าค่า $\Delta H_{(MMT)}$ ของ PU-ether แสดงว่าการใส่ MWCNT เข้าไปจะไม่ไปขัดขวางการเกิดผลึก ทำให้

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

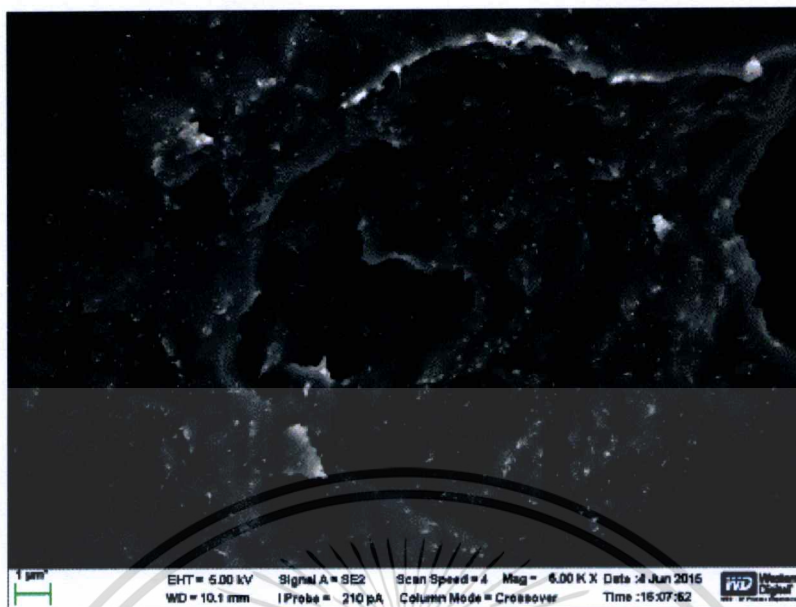
โครงสร้างส่วนแข็งสามารถก่อผลึกได้มากขึ้น จึงเป็นไปได้ว่า MWCNT ไปกระจายตัวในโครงสร้างส่วนนิ่มแทน โดยที่อุณหภูมิ 190 °C และ 200 °C พบว่าค่า $\Delta H_{(MMT)}$ มีแนวโน้มสูงขึ้นเมื่อเวลาในการผสมนานขึ้น ดังนั้นจึงสรุปได้ว่าที่อุณหภูมิ 190 °C และ 200 °C MWCNT สามารถกระจายตัวในโครงสร้างส่วนนิ่มได้ดีขึ้นเมื่อใช้เวลาในการผสมนานขึ้น ส่วนที่ 210 °C ค่า $\Delta H_{(MMT)}$ มีแนวโน้มสูงขึ้น ยกเว้น ether 210-8 มีค่าต่ำกว่าสูตรอื่นๆ

เมื่อพิจารณาที่อุณหภูมิ 190 °C และ 200 °C พบค่า $T_g (MP)$ แต่ไม่พบ $T_g (SS)$ ซึ่งจากผลของ DTG จะพบว่า PU-ether มีสัดส่วนของโครงสร้างส่วนนิ่มที่น้อยกว่า PU-ester จึงอาจส่งผลให้สามารถพบ $T_g (SS)$ ได้เฉพาะใน PU-ester เท่านั้น ส่วนค่า $T_g (MP)$ นั้นไม่มีความแตกต่างกันอย่างมีนัยยะสำคัญ แต่ที่อุณหภูมิ 210 °C ค่า $T_g (MP)$ มีแนวโน้มสูงขึ้น สามารถอธิบายได้ว่าโครงสร้างส่วนนิ่มที่มี MWCNT กระจายตัวอยู่มีการแยกตัวออกมากขึ้นเมื่อเวลาในการผสมนานขึ้น ทำให้ในวัฏภาคที่มีโครงสร้างส่วนแข็งและส่วนนิ่มผสมกันอยู่มีสัดส่วนของโครงสร้างส่วนแข็งมากขึ้น จึงต้องใช้อุณหภูมิในการขยับสายโซ่พอลิเมอร์ที่สูงขึ้นนั่นเอง และที่ ether 210-8 มีการพบทั้ง $T_g (SS)$ และ $T_g (MP)$ ซึ่งแตกต่างจากสูตรอื่นๆอย่างเห็นได้ชัด จึงอาจเป็นไปได้ว่า MWCNT มีกระจายอยู่ในระหว่างรอยต่อของโครงสร้างส่วนนิ่มและโครงสร้างส่วนแข็ง จึงทำให้ปรากฏค่า $T_g (SS)$ และ $T_g (MP)$ ซึ่งถ้าหาก MWCNT กระจายอยู่ระหว่างโครงสร้างส่วนแข็งและโครงสร้างส่วนนิ่ม ก็จะทำให้บริเวณนั้นมีความเข้มข้นของ MWCNT สูง จึงคาดว่าจะส่งผลต่อค่าการนำไฟฟ้าที่สูงขึ้น

ในขั้นตอนการหล่อเย็นพบค่า T_{MST} จากเดิม PU-ether มีค่า T_{MST} ประมาณ 100 °C แต่เมื่อใส่ MWCNT เข้าไป T_{MST} จะมีค่าเพิ่มขึ้น ส่วนในขั้นตอนการให้ความร้อนครั้งที่สองพบค่า T_{MMT} ซึ่ง PU-ether มีค่า T_{MMT} ประมาณ 178 °C แต่เมื่อใส่ MWCNT เข้าไปทำให้ T_{MMT} มีค่าเป็น 195 °C ดังนั้นเมื่อเติม MWCNT ลงไปส่งผลทำให้ PU-ester นาโนคอมพอสิตมีอุณหภูมิการหลอมเหลวเพิ่มขึ้น 17 °C

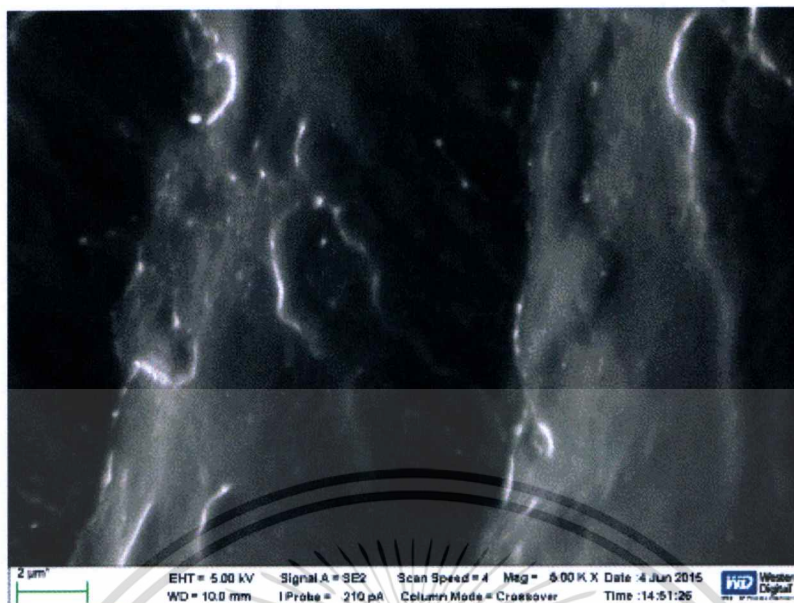
4.2.2 ผลการศึกษาสัณฐานวิทยาด้วย FESEM

ในงานวิจัยนี้ใช้ FESEM เพื่อศึกษาการกระจายตัวของอนุภาค MWCNT ในวัสดุคอมพอสิต ให้ผลการวิเคราะห์ ดังรูปที่ 4.9 ถึง 4.13 โดยบริเวณที่เป็นจุดสว่าง คือ MWCNT นั่นเอง



(b)

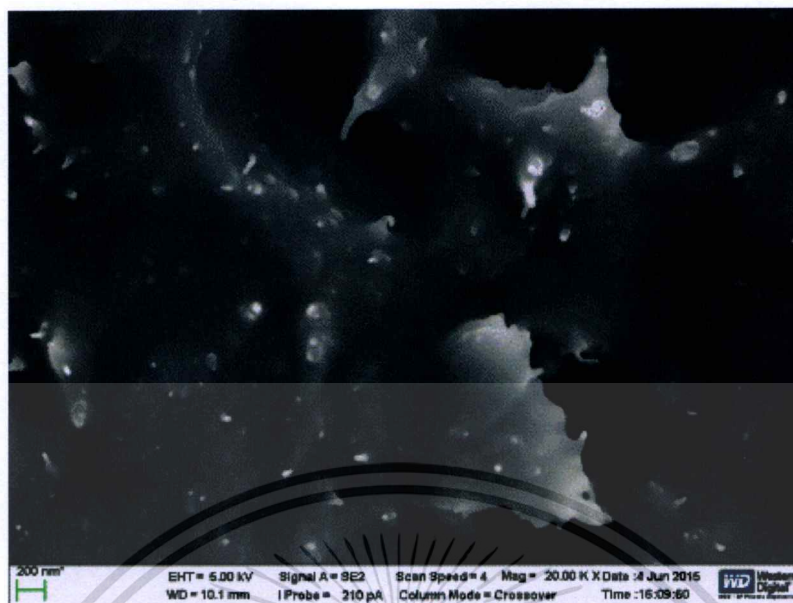
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



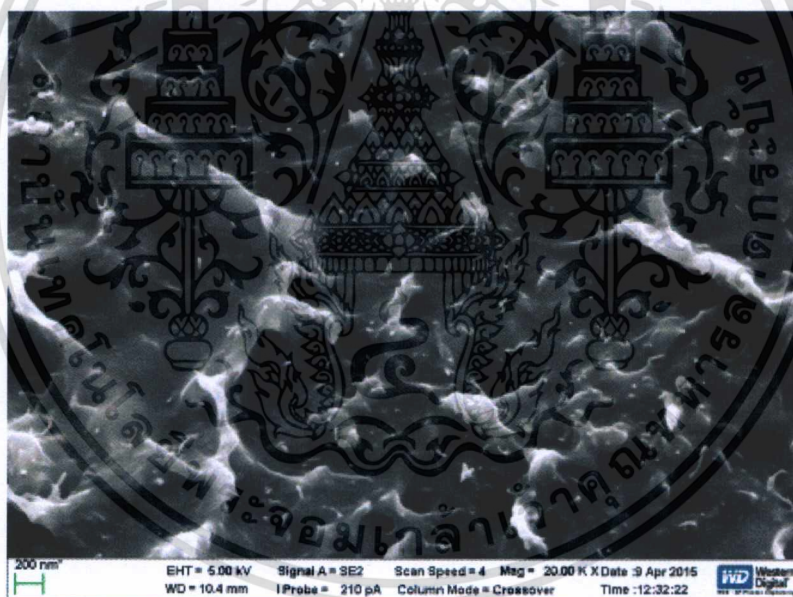
(c)

รูปที่ 4.9 ภาพ FESEM แสดงสัญญาณวิทยาที่กำลังขยาย 5000 เท่าของ (a) ester 190-4 (b) ester 190-12 และ (c) ester 210-4

จากรูปที่ 4.9 เป็นการเปรียบเทียบการกระจายตัวของ MWCNT ในชิ้นงาน MWCNT/PU-ester นาโนคอมพอสิต โดยรูป (a) และ (b) เป็นการเตรียมคอมพอสิตที่อุณหภูมิเดียวกันแต่ใช้เวลาในการผสมแตกต่างกัน (ester 190-4 และ ester 190-12) จะสังเกตเห็นว่าบริเวณ MWCNT เกิดการกระจายตัวได้ดีในวัสดุคอมพอสิต และจากรูป (a) และ (c) เป็นการเตรียมคอมพอสิตที่ใช้เวลาเท่ากันแต่อุณหภูมิในการผสมแตกต่างกัน (ester 190-4 และ ester 210-4) จะเห็นว่า MWCNT สามารถกระจายตัวได้ดีตั้งแต่ที่อุณหภูมิ 190 °C ดังนั้นจึงสรุปได้ว่าการเตรียมคอมพอสิตระหว่าง PU-ester กับ MWCNT แม้จะถูกเตรียมในสถานะที่อุณหภูมิต่ำและช่วงเวลาในการผสมสั้น แต่ MWCNT ก็สามารถกระจายตัวได้ดีใน PU-ester เมทริกซ์ และเมื่อยิ่งอุณหภูมิสูงขึ้น MWCNT ก็สามารถกระจายตัวได้ดีขึ้น

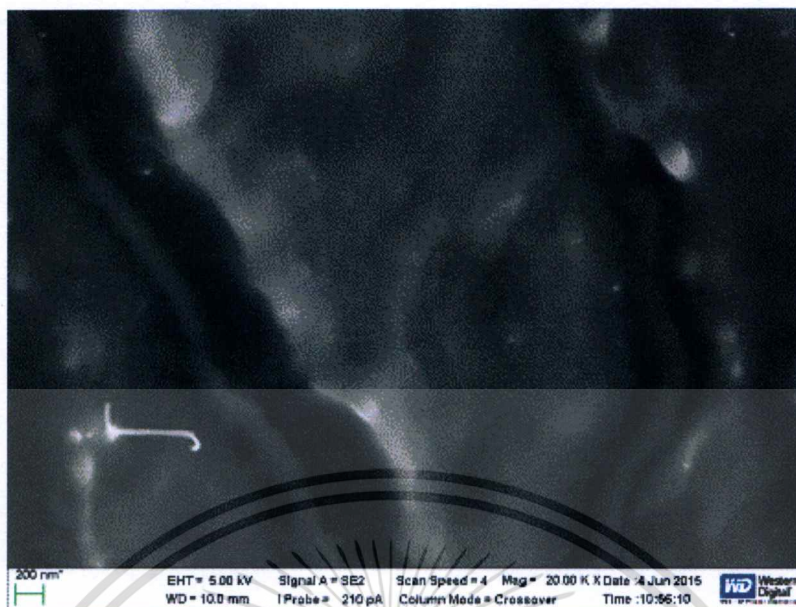


(a)



(b)

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



(c)
รูปที่ 4.10 ภาพ FESEM แสดงสัณฐานวิทยาของ (a) ester 190-4 และ (b) ester 210-10 ที่กำลังขยาย 20000 เท่า

จากรูปที่ 4.10 รูป (a) คือสูตร ester 190-4 เป็นสูตรที่ใช้สภาวะในการผสมที่อุณหภูมิต่ำสุด (190 °C) และใช้เวลาสั้นที่สุด (4 นาที) จะเห็น PU-ester มีความเหนียวจากร่องรอยการหัก และท่อหุ้ม MWCNT ที่เป็นกลุ่มก้อน ส่วนรูป (b) คือสูตร ester 210-10 เป็นสูตรที่ใช้สภาวะในการผสมที่อุณหภูมิสูงสุด (210 °C) และใช้เวลานานที่สุด (12 นาที) จะเห็น PU-ester มีความเหนียวจากร่องรอยการหัก และท่อหุ้มท่อ MWCNT จะเกิดการเหนียวรั้งกันอยู่ ดังนั้นจึงสามารถยืนยันได้ว่า MWCNT สามารถเข้ากันได้ดีกับ PU-ester ส่วน PU-ether ในรูป (c) เป็นสภาวะในการผสมที่อุณหภูมิสูงสุด (210 °C) และใช้เวลานานสุด (8 นาที) จะเห็นท่อ MWCNT ยื่นออกมาอย่างชัดเจนซึ่งแสดงให้เห็นว่า MWCNT กับ PU-ether เข้ากันได้ไม่ดีเท่ากับ PU-ester

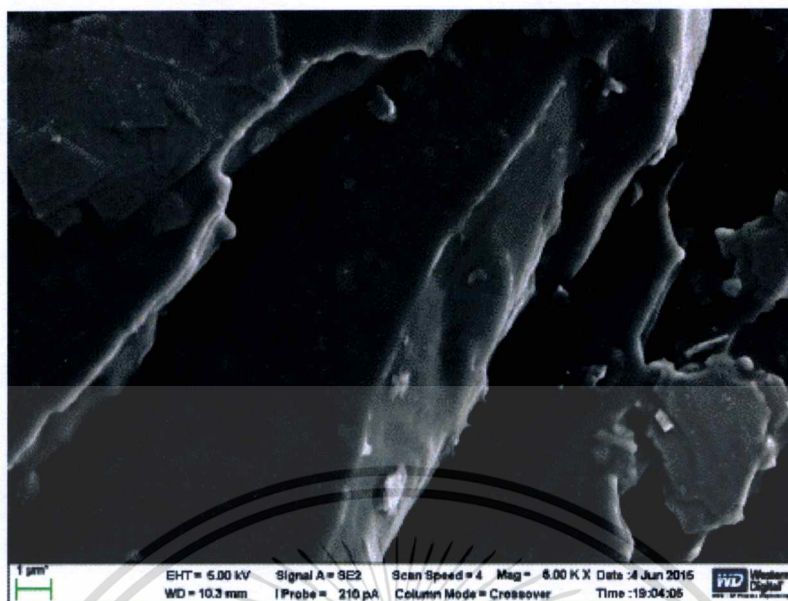


(a)



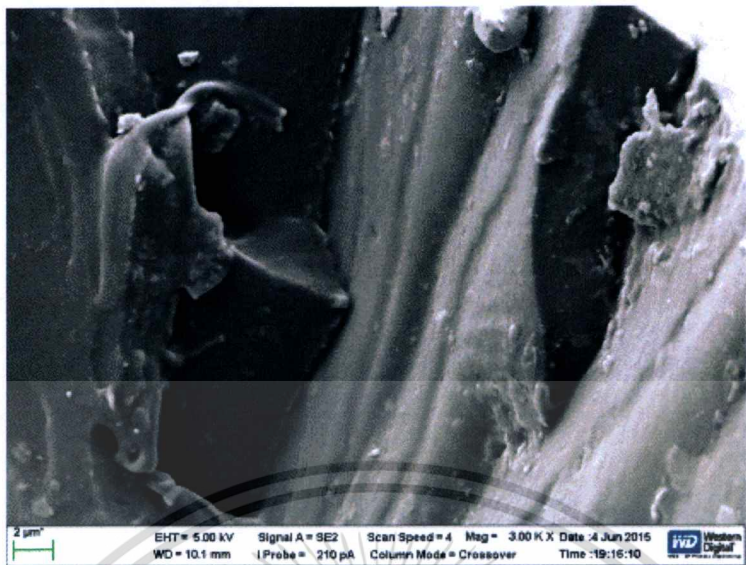
(b)

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

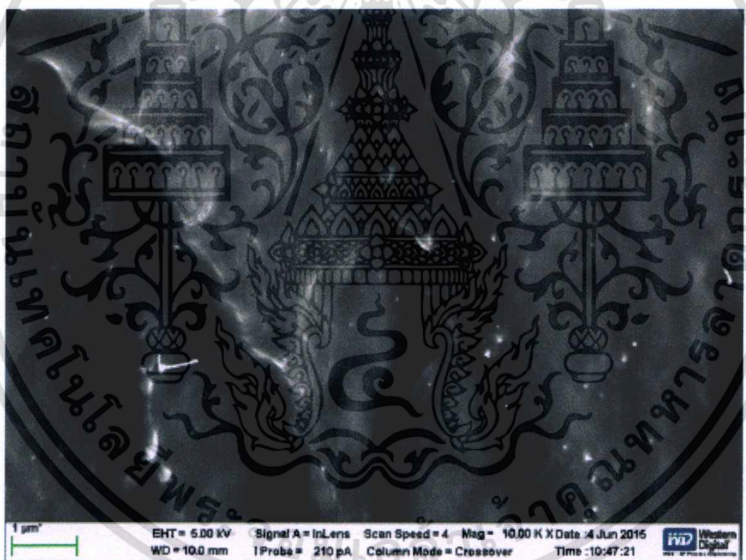


รูปที่ 4.11 ภาพ FESEM แสดงสัณฐานวิทยาที่กำลังขยาย 5000 เท่าของ (a) ether 190-4 (b) ether 190-12 และ (c) ether 210-4

จากรูปที่ 4.11 เป็นการเปรียบเทียบการกระจายตัวของ MWCNT ในชิ้นงาน MWCNT/PU-ether นาโนคอมพอสิต รูป (a) และ (b) เป็นการเตรียมคอมพอสิตที่อุณหภูมิเดียวกันแต่ใช้เวลาในการผสมแตกต่างกัน สูตรที่ใช้เวลาในการผสมสั้น (ester 190-4) พบทั้งส่วนที่ MWCNT กระจายตัวและส่วนที่เกาะกันเป็นกลุ่มอยู่ (aggregate) ดังรูปที่ 4.12 แต่เมื่อใช้เวลาในการผสมนานขึ้นเป็น 12 นาที (ether 190-12) จะเห็นได้ว่า MWCNT มีการกระจายตัวที่ดีกว่า ไม่พบกลุ่มก้อนของ aggregation และจากรูป (a) และ (c) เป็นการเตรียมคอมพอสิตที่อุณหภูมิแตกต่างกันแต่ใช้เวลาในการผสมที่เท่ากัน จะเห็นว่าที่ ether 210-4 มีการกระจายตัวของ MWCNT ที่ดี ไม่เกาะกันเป็นกลุ่มก้อน ดังนั้นจึงสรุปได้ว่า ที่อุณหภูมิในการผสมต่ำ (190°C) และช่วงเวลาการผสมสั้น MWCNT จะยังคงมีบางส่วนที่เกาะกลุ่มกันเป็นก้อนอยู่ มีการกระจายตัวที่ไม่ดี แต่เมื่อใช้เวลาในการผสมนานขึ้น และอุณหภูมิในการผสมสูงขึ้น MWCNT จะเกิดการกระจายตัวได้ดียิ่งขึ้น



รูปที่ 4.12 ภาพ FESEM แสดงสัณฐานวิทยาที่กำลังขยาย 3000 เท่าของ ether 190-4



รูปที่ 4.13 ภาพ FESEM แสดงสัณฐานวิทยาของ ether 210-8 ที่กำลังขยาย 10000 เท่า

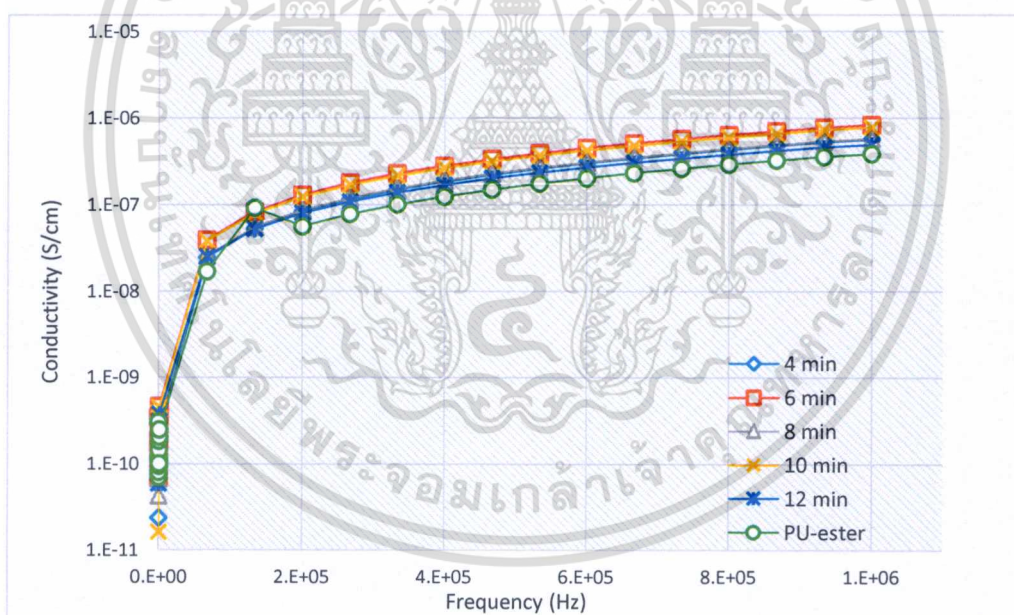
จากรูปที่ 4.12 คือ ether 190-4 เป็นสูตรที่ใช้อุณหภูมิในการผสมต่ำสุดและใช้เวลาในการผสมสั้นที่สุดในการเตรียมคอมพอสิต จะเห็น MWCNT เกาะตัวเป็นกลุ่มก้อนเกิดการกระจายตัวไม่ดี รูปที่ 4.13 คือ ether 210-8 ที่กำลังขยาย 10000 เท่า in lens(in lens คือ ภาพที่ได้จาก detector ในแนวเดียวกับลำแสงอิเล็กตรอน) ซึ่งเป็นสูตรที่ใช้อุณหภูมิในการผสมสูงสุดและใช้เวลาในการผสมนานที่สุดในการเตรียมคอมพอสิต จะเห็นการกระจายตัว MWCNT ได้ดีและเห็นท่อ MWCNT อย่างชัดเจน

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

จากที่กล่าวมาข้างต้นจะเห็นได้ว่า MWCNT/PU-ester นาโนคอมพอสิต ในสภาวะการผสมที่ อุณหภูมิต่ำและเวลาสั้น MWCNT ก็สามารถเกิดการกระจายตัวได้ดี แต่สำหรับ MWCNT/PU-ether นาโนคอมพอสิตนั้น ในสภาวะที่อุณหภูมิต่ำและช่วงเวลาการผสมสั้นๆ ยังมี MWCNT บางส่วนที่จับตัว กันเป็นก้อนอยู่ต้องใช้เวลาในการผสมนานขึ้นหรืออุณหภูมิการผสมสูงขึ้น MWCNT จึงจะสามารถเกิด การกระจายตัวได้ดีซึ่งสอดคล้องกับผล MFI ของ ether คือเมื่อความหนืดมากขึ้น เกิดการกระจายตัว ไม่ดี จึงต้องใช้เวลานานหรืออุณหภูมิในการเตรียมที่สูงขึ้น นอกจากนี้จากผลการวิเคราะห์ DSC พบว่า MWCNT/PU-ester นาโนคอมพอสิต มีอุณหภูมิการเกิด microphase mixing ต่ำกว่าชิ้นงาน MWCNT/PU-ether นาโนคอมพอสิต (ผลของ DSC แสดงดังตารางที่ 4.4 และ 4.5)

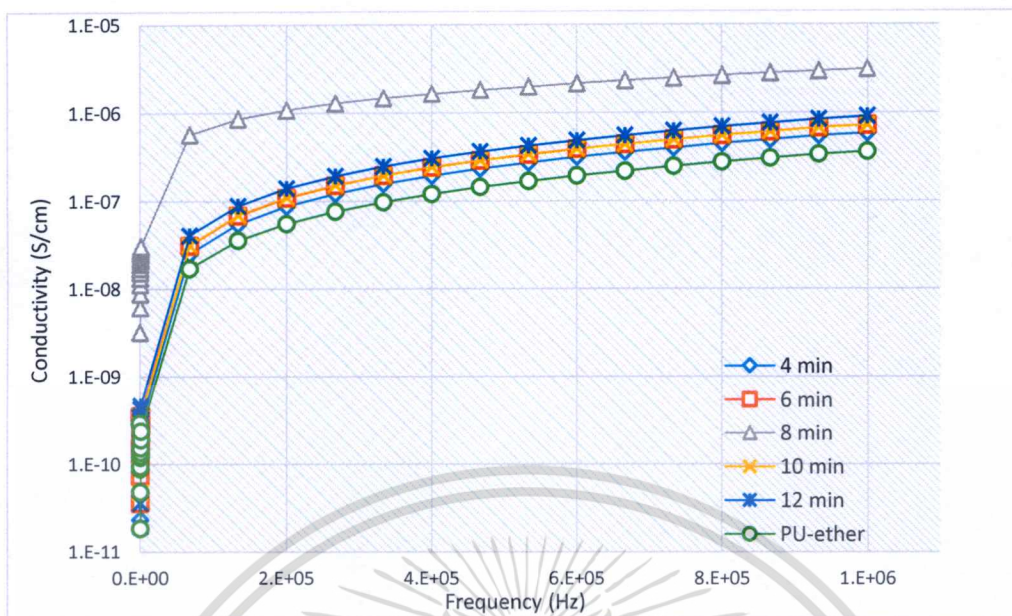
4.2.3 ผลการศึกษาสมบัติทางไฟฟ้าด้วยเครื่อง LCR meter

ศึกษาค่าการนำไฟฟ้าของ MWCNT/PU-ester และ MWCNT/PU-ether นาโนคอมพอสิต โดยหาค่าความต้านทานไฟฟ้าที่ความถี่ 20 ถึง 1×10^6 Hz เมื่อนำไปแปลงเป็นค่าการนำไฟฟ้า ปรากฏ ว่า ester 200-10 และ ether 210-8 มีค่าการนำไฟฟ้าสูงที่สุด และมีค่าการนำไฟฟ้าที่ระยะเวลาใน การผสมต่างๆ ดังรูปที่ 4.14



(a)

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



(b)

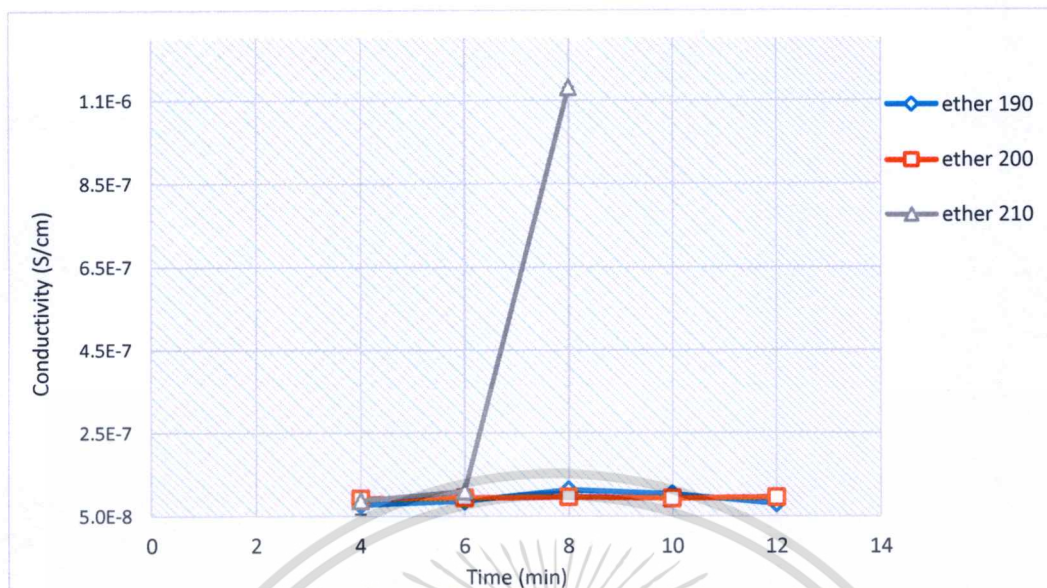
รูปที่ 4.14 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างค่าการนำไฟฟ้ากับความถี่ของ (a) ester 200-10 และ (b) ether 210-8 ที่เวลาในการผสมต่างกัน

จากรูปที่ 4.14 พบว่าในช่วงความถี่ต่ำมีค่าการนำไฟฟ้าเพิ่มสูงขึ้นจนถึงค่าความถี่ 200 KHz หลังจากนั้นค่าการนำไฟฟ้าเริ่มคงที่ จึงกำหนดค่าความถี่ที่ 200 KHz มาศึกษาความสัมพันธ์ระหว่างค่าการนำไฟฟ้ากับเวลาในการผสมที่อุณหภูมิต่าง ๆ ดังรูปที่ 4.15



(a)

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



(b)

รูปที่ 4.15 กราฟความสัมพันธ์ระหว่างค่าการนำไฟฟ้ากับเวลาในการผสมของนาโนคอมพอสิต (a) PU-ester และ (b) PU-ether

ค่าการนำไฟฟ้าของ MWCNT/PU-ester นาโนคอมพอสิต ดังแสดงในกราฟรูปที่ 4.15 (a) ที่อุณหภูมิ 190 °C ค่าการนำไฟฟ้ามีแนวโน้มเพิ่มสูงขึ้นเมื่อใช้เวลาในการผสมนานขึ้น และที่อุณหภูมิ 200 °C และ 210 °C ที่เวลาการผสมต่างๆ ค่าการนำไฟฟ้าไม่มีความแตกต่างกันอย่างชัดเจน เนื่องจาก PU-ester มีความหนืดต่ำ จึงอาจทำให้ MWCNT ใน PU-ester สามารถกระจายตัวได้ที่อุณหภูมิต่ำ (190 °C) ซึ่งสามารถยืนยันด้วยผลของ FESEM ที่อุณหภูมิ 190 °C MWCNT เกิดการกระจายตัวไม่มีการเกาะกลุ่มกัน และจากผลการวิเคราะห์ DSC ที่อุณหภูมิ 190 °C การกระจายของ MWCNT มีแนวโน้มเพิ่มสูงขึ้นตามเวลาการผสมที่นานขึ้น ซึ่งสอดคล้องกับค่าการนำไฟฟ้าที่สูงขึ้นนั่นเอง ส่วนที่อุณหภูมิ 200 °C และ 210 °C การกระจายตัวของ MWCNT ไม่พบความแตกต่างกันที่เวลาการผสมต่างๆอย่างชัดเจน ซึ่งสอดคล้องกับค่าการนำไฟฟ้าที่พบ

ค่าการนำไฟฟ้าของ MWCNT/PU-ether นาโนคอมพอสิต ดังแสดงในจากกราฟรูปที่ 4.15 (b) ที่อุณหภูมิ 190 °C และ 200 °C ที่เวลาในการผสมต่างๆ มีค่าการนำไฟฟ้าไม่แตกต่างกัน และที่อุณหภูมิ 210 °C ค่าการนำไฟฟ้ามีแนวโน้มสูงขึ้น เมื่อใช้เวลาในการผสมนานขึ้น โดยที่เวลาในการผสม 8 นาที (ether 210-8) มีค่าการนำไฟฟ้าเพิ่มสูงขึ้นมาก (เมื่อทดสอบค่าการนำไฟฟ้าที่ ether 210-10 และ 210-12 ค่าการนำไฟฟ้ากลับต่ำลง แต่เนื่องจากที่อุณหภูมิและเวลาการเตรียมเหล่านี้ PU-ether สังเกตการเปลี่ยนสีอย่างชัดเจนในผลการทดลองที่ 4.1.2.2 จึงไม่นำมารายงานในกราฟความสัมพันธ์) เนื่องจาก PU-ether มีความหนืดมาก MWCNT จึงกระจายตัวยากที่อุณหภูมิต่ำ แต่เมื่ออุณหภูมิในการผสมเพิ่มสูงขึ้นทำให้ความหนืดลดลง MWCNT สามารถกระจายตัวได้ดีขึ้น และ

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ยืนยันด้วยผลของ FESEM ที่อุณหภูมิในการผสมต่ำ (190 °C) ยังพบ MWCNT ที่เกาะกลุ่มกันอยู่ แต่เมื่อใช้เวลาในการผสมนานขึ้นหรือเพิ่มอุณหภูมิให้สูงขึ้น MWCNT ก็จะสามารถกระจายตัวได้ดีขึ้น และจากผลการวิเคราะห์ DSC มีเพียงอุณหภูมิ 210 °C เวลา 8 นาทีเท่านั้นที่พบ T_g (SS) และสูตร ether 210-8 ก็มีค่าการนำไฟฟ้าที่สูงที่สุด เนื่องจาก MWCNT กระจายในพื้นที่ระหว่างภูมิภาค โครงสร้างส่วนแข็งและโครงสร้างส่วนนิ่ม จึงทำให้ความเข้มข้นของ MWCNT ในบริเวณนั้นสูง ส่งผลต่อค่าการนำไฟฟ้าที่สูงขึ้นอย่างเห็นได้ชัด



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

บทที่ 5

สรุปผลการวิจัยและข้อเสนอแนะ

5.1 สรุปผลการวิจัย

การศึกษาผลกระทบของเวลาและอุณหภูมิในการผสมแบบหลอมเหลวที่มีผลต่อการกระจายตัวของ MWCNT ในพอลิยูรีเทนที่มีโครงสร้างส่วนนิ่มเป็น polyester และ polyether พบว่านาโนคอมพอสิตระหว่าง MWCNT และ PU-ester มีค่าการนำไฟฟ้าสูงสุดเมื่อใช้ในสถานะในการเตรียมที่อุณหภูมิ 200 °C เป็นเวลา 10 นาที PU-ester มีความหนืดต่ำ สามารถไหลตัวได้ดี MWCNT/PU-ester นาโนคอมพอสิตจึงมีความเปลี่ยนแปลงของค่าการนำไฟฟ้าตามเวลาการผสมที่เปลี่ยนไปที่อุณหภูมิต่ำ (190 °C) โดย MWCNT สามารถกระจายตัวในโครงสร้างส่วนแข็ง และจะกระจายตัวได้ดีแม้ว่าจะใช้ในสถานะการเตรียมที่อุณหภูมิมืดต่ำ แต่นาโนคอมพอสิตระหว่าง MWCNT และ PU-ether มีค่าการนำไฟฟ้าสูงสุดเมื่อใช้สถานะการเตรียมที่อุณหภูมิ 210 °C เป็นเวลา 8 นาที PU-ether มีความหนืดสูงไหลตัวได้ยาก จึงต้องใช้อุณหภูมิสูงเพื่อที่จะทำให้ไหลตัวได้ดี ดังนั้น MWCNT/PU-ether นาโนคอมพอสิตจะเห็นความเปลี่ยนแปลงของค่าการนำไฟฟ้าตามเวลาการผสมที่เปลี่ยนไปที่อุณหภูมิสูง (210 °C) โดย MWCNT สามารถกระจายตัวในโครงสร้างส่วนนิ่ม และสามารถกระจายตัวได้ดี เมื่อใช้สถานะการเตรียมที่อุณหภูมิสูง หรือถ้าหากใช้อุณหภูมิต่ำต้องใช้เวลาในการผสมนาน

5.2 ข้อเสนอแนะ

จากการศึกษาการกระจายตัวของ MWCNT ในพอลิยูรีเทนที่มีโครงสร้างส่วนนิ่มแตกต่างกัน โดยมีปัจจัยศึกษาต่างๆ ได้แก่ อุณหภูมิในการผสม และเวลาในการผสม สามารถสรุปข้อเสนอแนะสำหรับงานวิจัยต่อไปได้ดังนี้

1. ควรจะทำการศึกษาผลกระทบของปริมาณ MWCNT ที่มีต่อค่าการนำไฟฟ้าเนื่องจากในงานวิจัยใช้เพียง 0.25 %wt MWCNT ซึ่งอาจเป็นปริมาณที่น้อยเกินไปทำให้เห็นค่าการนำไฟฟ้าที่ไม่ชัดเจน
2. ควรทำการศึกษสมบัติเชิงกลโดยอาจใช้เทคนิค DMTA มาทำการทดสอบ เพื่อศึกษาสมบัติเชิงกลที่เปลี่ยนแปลงไปเมื่อเติม MWCNT
3. ควรทำการศึกษาความเป็นผลึกโดยใช้เทคนิค X-ray Diffraction
4. ควรทราบน้ำหนักโมเลกุลของ PU-ester และ PU-ether โดยใช้เทคนิค Gel permeation chromatography (GPC) เพื่อนำมาใช้ในการวิเคราะห์สมบัติของนาโนคอมพอสิต
5. ควรทำการศึกษาพอลิเมอร์ชนิดอื่นเพิ่มเติม

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

เอกสารอ้างอิง

1. รศ.ดร.มาลินี ชัยสุขกิจสินธ์. “ความรู้เบื้องต้นเกี่ยวกับวิทยาศาสตร์พอลิเมอร์”.เคมีพอลิเมอร์ 5(2552) หน้า 1-46.
2. อ.สุวันชัย พงษ์สุกิจวัฒน์, รศ.ดร.กอบบุญ หล่อทองคำ, ดร.เอกสิทธิ์ นิสารัตนพร, ดร.ธำชาย เหลืองวรานันท์, ดร.มาวิน สุประดิษฐ์ ณ อยุธยาและดร.ปฐมา วิสุทธิพิทักษ์กุล. “วัสดุผสม”.วัสดุศาสตร์และวิศวกรรมวัสดุพื้นฐาน (2548) หน้า 479-517.
3. N. Adam, G. Avar, H. Blankenheim, W. Friederichs, M. Giersig, E. Weigand, M. Halfmann, F. W. Wittbecker, D. R. Larimer, U. Maier, S. M. Ahrens, K. L. Noble and H. G. Wussow. “Polyurethanes”. 2 (2005) p. 1-56.
4. **Polyether Polyol Structural Formula.** [Online]. Available from: http://commons.m.wikimedia.org/wiki/File:Polyether_Polyol_Structural_Formula_V.2.svg [Accessed 4 March 2015]
5. **Polyesters.** [Online]. Available from:<http://www.essentialchemicalindustry.org/polymers/polyesters.html> [Accessed 4 March 2015]
6. P. J. F. Harris. “Carbon nanotube science synthesis, properties and application”. (2009) p. 1-292.
7. E.T. Marquis, E.L. Yeakey. “Polyurethane chain-extenders”. (1979) .
8. C. Prisacariu, E. Scortanu and B. Agapie. “New Insights Into Polyurethane Elastomers Obtained by Changing the Polyaddition Procedures”. Proceedings of World Congress on Engineering 3 (2011) .
9. J.N. Coleman, U. Khan, W.J. Blau, Y.K. Gun'ko. “Small but strong: A review of the mechanical properties of carbon nanotube-polymer composites” Carbon 44 (2006) p. 1624-1652.
10. P.J.F. Harris. “Carbon nanotube composites”. International Materials Reviews 49 (2004) p. 31-43.
11. H.-S. P. Wong, D. Akinwande. “Synthesis of CNTs”. Carbon Nanotube and Graphene Device Physics 1 (2011) p. 13-16.

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

12. **Polymer/Carbon Nanotube Nanocomposites**. [Online]. Available from:<http://www.intechopen.com/books/carbon-nanotubes-polymer-nanocomposites/polymer-carbon-nanotube-nanocomposites> [Accessed 20 May 2015]
13. **Carbon nanotubes**. [Online]. Available from: http://www.slideshare.net/Picasa_10/carbon-nanotubes-28857394 [Accessed 20 May 2015]
14. E.N. Ganesh. “**Single Walled and Multi Walled Carbon Nanotube Structure, Synthesis and Applications**”. International Journal of Innovative Technology and Exploring Engineering 2 (2013) p. 2278-3075.
15. Y. Gogotsi. “**Properties**”. Nanotubes and Nanofibers 1 (2006) p. 11-31.
16. **นิยามของคอมโพสิต**. [Online]. Available from:http://www.industry.in.th/dip/knowledge_detail.php?id=1849&uid=42939 [Accessed 20 May 2015]
17. J.H. Koo. “**nanocomposite**”. Polymer nanocomposite. Processing, Characterization and application. (2006).
18. T. McNally and P. Pötschke. “**Influence of material and processing parameters on carbon nanotube dispersion in polymer melts**”. Polymer-Carbon nanotube composites Preparation, properties and applications (2011) p. 93-132.
19. P. Pötschke, A.R. Bhattacharyya, A. Janke and S. Pegel. “**Melt Mixing as Method to Disperse Carbon Nanotubes into Thermoplastic Polymers**”. Fullerenes, Nanotubes, and Carbon Nanostructures 13 (2005) p.211–224.
20. G.R. Kasaliwal, S. Pegel, A. Gödel, P. Pötschke and G. Heinrich. “**Analysis of agglomerate dispersion mechanisms of multiwalled carbon nanotubes during melt mixing in polycarbonate**”. Polymer 51 (2010) p. 2708-2720.
21. B. Krause, P. Pötschke and L. Häußler. “**Influence of small scale melt mixing conditions on electrical resistivity of carbon nanotube-polyamide composites**”. Composites Science and Technology 69 (2009) p.1505–1515.

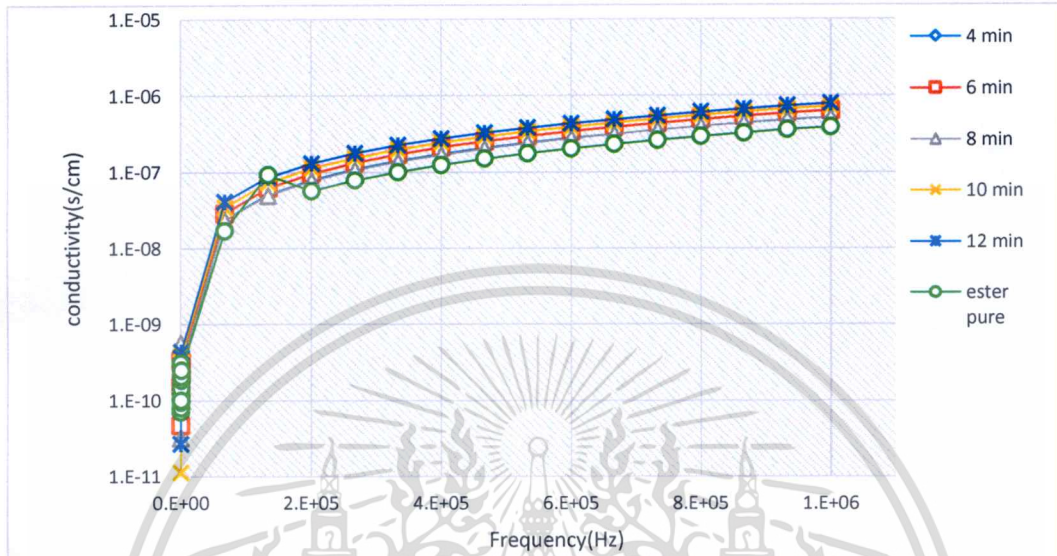
22. ผศ.ดร.ชลลดา ฤทธิวิรุฬห์. “**Characterization**”. เอกสารประกอบการเรียนวิชา Polymer characterization and testing (2013) .
23. J. Wootthikanokkhan. “**Polymer Spectroscopy**”. Division of Materials Technology, School of Energy, Environment and Materials King Mongkut’s University of Technology Thonburi.
24. D. Banfield.“**Understanding and Measuring Electrical Resistivity in Conductive Inks and Adhesives**”. SGIA (2000).
25. Duquesne, S., M. Le Bras, S. Bourbigot, R. Delobel, G. Camino, B. Eling, C. Lindsay, and T. Roels. “**Theermal Degradation of Polyurethane and Polyurethane/Expandable Graphite Coatings**”. Polymer Degradation and Stability 74(3) (2001) p.493-499.
26. Berta,M., C. Lindsay, G. Pans, and G. Carmino. “**Effect of Chemical Structure on Combustion and Thermal Behaviour of Polyurethane Elastomer Layered Silicate Nanocomposite**”. Polymer Degradation and Stability 91(5) (2006) p.1179-1191.
27. Santos, C.C., M.C. Delpech, and F.M. Coutinho. “**Thermal and Mechanical Profile of Cast Films from Waterborne Polyurethanes Based on Polyether Block Copolymers**”. Journal of Materials Science 44(5) (2009) p.1317-1323.
28. **Chemistry**. [Online]. Available
 from: <http://chemistrytextbookcrawl.blogspot.com/2012/12/carboxylic-acid-infrared-spectra.html> [Accessed 20 May 2015]



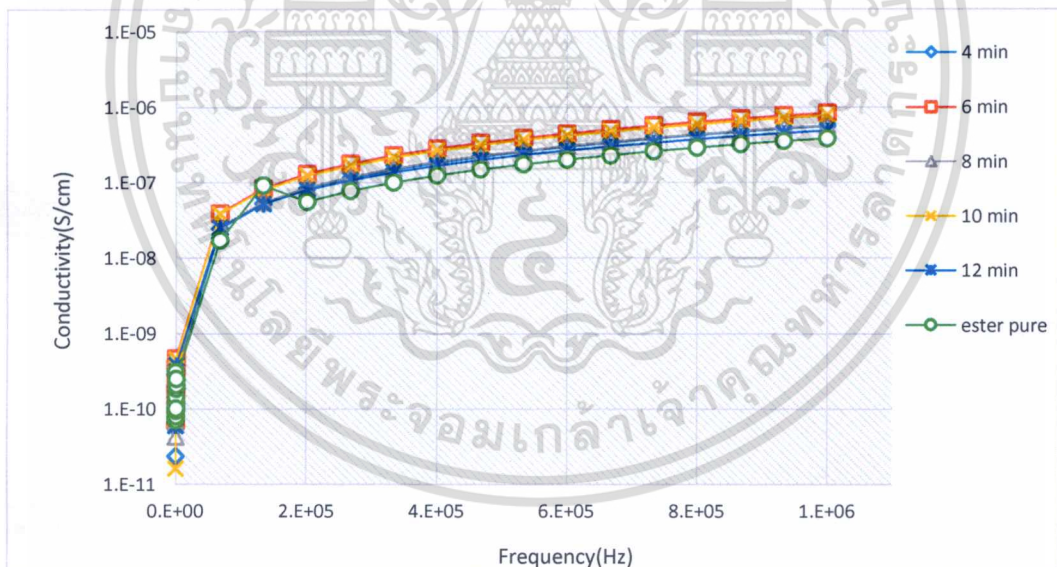
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ภาคผนวก

ผลการศึกษาสมบัติทางไฟฟ้า

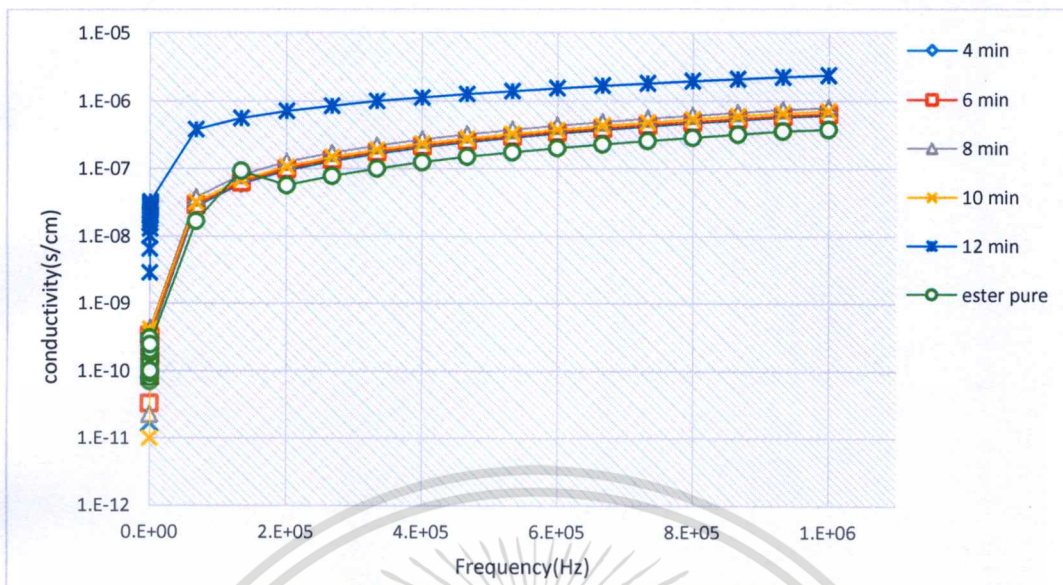


(a)



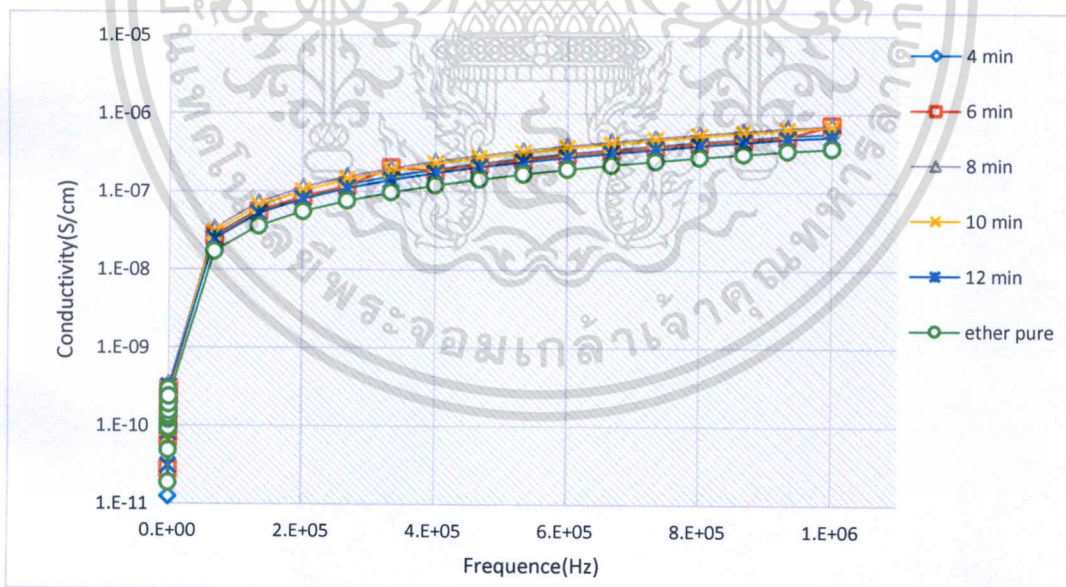
(b)

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



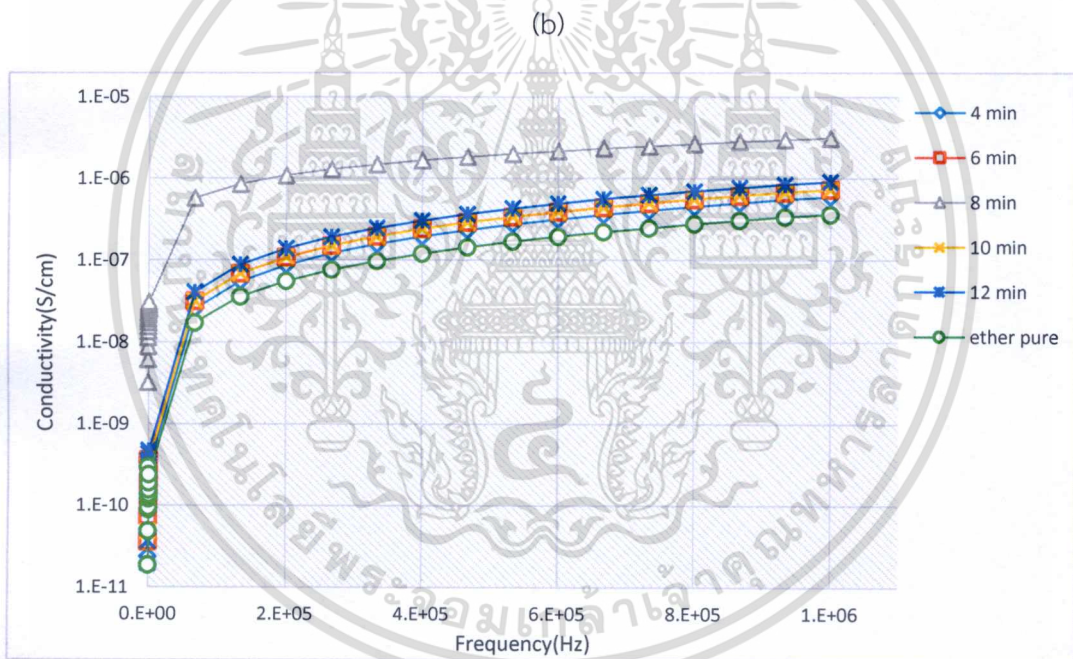
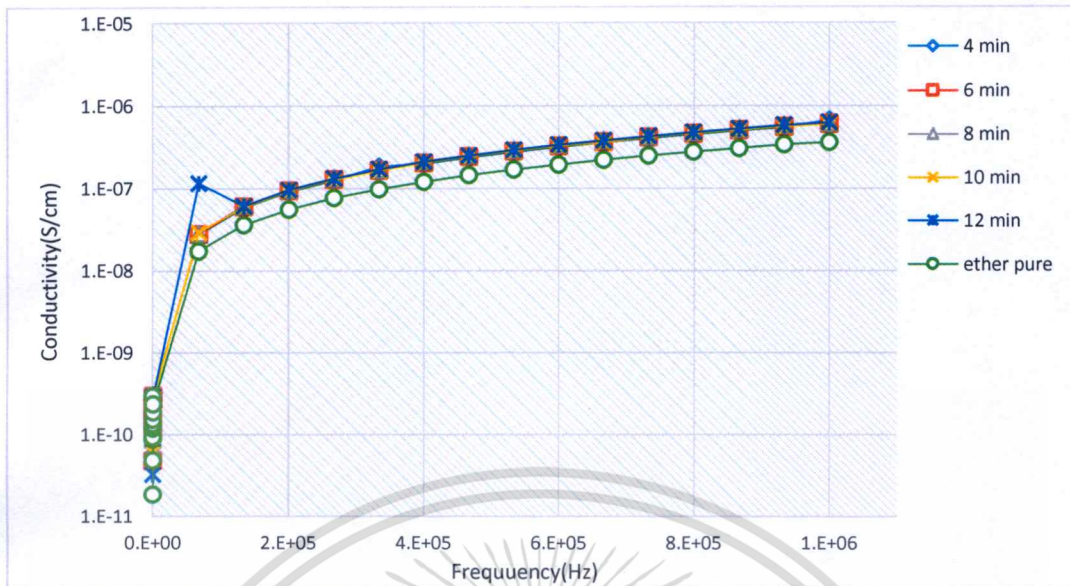
(c)

รูปที่ 1 กราฟความสัมพันธ์ระหว่างค่าการนำไฟฟ้ากับเวลาในการผสมของชิ้นงานคอมพอสิต PU-ester/MWCNT ที่อุณหภูมิ (a) 190°C (b) 200°C และ (c) 210°C



(a)

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



(c)

รูปที่ 2 กราฟความสัมพันธ์ระหว่างค่าการนำไฟฟ้ากับเวลาในการผสมของชิ้นงานคอมพอสิต

PU-ether/MWCNT ที่อุณหภูมิ (a) 190°C (b) 200°C และ (c) 210°C

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้