



## รายงานการวิจัยฉบับสมบูรณ์

ผลกระทบของอุณหภูมิและเวลาการอบอ่อนต่อคาร์บอนนาโนทิวป์แบบผนังหลายชั้น  
ในพอลิยูรีเทนนาโนคอมพอสิต

The effect of annealing temperature and time on PU/MWCNT nanocomposites

ดร. กิตติมนต์ จิระกิตติคุณย์

ภาควิชาเคมี คณะวิทยาศาสตร์ สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง

ได้รับทุนสนับสนุนงานวิจัยจากเงินงบประมาณได้ ประจำปีงบประมาณ 2561

คณะวิทยาศาสตร์ สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ชื่อโครงการ (ภาษาไทย) ผลกระทบของอุณหภูมิและเวลาการอบอ่อนต่อคาร์บอนนาโนทิวป์แบบผนังหลายชั้นในพอลิยูรีเทนนาโนคอมพอสิต

ชื่อโครงการ (ภาษาอังกฤษ) The effect of annealing temperature and time on PU/MWCNT nanocomposites

แหล่งเงิน

ทุนสนับสนุนงานวิจัยจากเงินงบประมาณได้ ประจำปีงบประมาณ 2561

คณะวิทยาศาสตร์ สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง

ประจำปีงบประมาณ

2561

จำนวนเงินที่ได้รับการสนับสนุน

50,000

บาท

ระยะเวลาทำการวิจัย

1

ปี

ตั้งแต่ 1 ตุลาคม 2560

ถึง

30 กันยายน 2561

หัวหน้าโครงการ ดร. กิตติมนต์ จิระกิตติคุณย์

สังกัด

ภาควิชา เคมี คณะวิทยาศาสตร์ สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง

### บทคัดย่อ

การอบอ่อนเป็นกระบวนการทางความร้อนที่ช่วยปรับปรุงสมบัติของคอมพอสิต สายโซ่พอลิเมอร์ จะเกิดจัดเรียงตัวเกิดโครงสร้างที่เป็นระเบียบเมื่อได้รับความร้อนในช่วงระหว่างอุณหภูมิเปลี่ยนสถานะคล้ายแก้วและจุดหลอมเหลว สันฐานวิทยาที่เปลี่ยนแปลงไปจะส่งผลต่อสมบัติของนาโนคอมพอสิต โดยเฉพาะอย่างยิ่งการจัดเรียงตัวของเครือข่ายนำไฟฟ้าในคาร์บอนนาโนทิวป์แบบผนังหลายชั้น (MWCNT) ในงานวิจัยนี้ ศึกษาการอบอ่อนพอลิยูรีเทน (PU)/MWCNT นาโนคอมพอสิต เทอร์โมพลาสติก PU จัดเป็นโคพอลิเมอร์ แบบบล็อกที่ประกอบด้วยโครงสร้างส่วนแข็งและโครงสร้างส่วนนิ่ม ซึ่งงานวิจัยนี้ใช้ PU ที่มีโครงสร้างส่วนนิ่มที่ต่างกันสองชนิด ได้แก่ พอลิเอเธอร์ (PU-ether) และ พอลิเอสเทอร์ (PU-ester) นาโนคอมพอสิตถูกเตรียมโดยวิธีการผสมแบบหลอมเหลวแล้วทำการอบอ่อนที่ 80 – 120°C เป็นเวลา 6 – 24 ชั่วโมง หลังจากนั้น สันฐานวิทยา, สมบัติทางความร้อน, สมบัติเชิงกล และสมบัติการนำไฟฟ้าจะถูกตรวจวัด นาโนคอมพอสิตที่ผ่านการอบอ่อนมีค่าการนำไฟฟ้าสูงขึ้นแสดงว่าสายโซ่ PU เกิดการเคลื่อนที่ขณะได้รับความร้อนส่งผลให้เกิดการเปลี่ยนแปลงของเครือข่ายนำไฟฟ้าของ MWCNT เมื่อเพิ่มเวลาและอุณหภูมิการอบอ่อนจึงทำให้เกิด microphase separation ใน PU และโครงสร้างส่วนแข็งมีการจัดเรียงตัวเป็นระเบียบมากขึ้น อย่างไรก็ตามการที่โครงสร้างเป็นระเบียบเพิ่มขึ้นก็สามารถทำให้เกิดการขัดขวางการสร้างเครือข่ายของ MWCNT ส่งผลให้ค่า นำไฟฟ้าลดลงได้ ใน PU-ester นาโนคอมพอสิตพบค่านำไฟฟ้าสูงสุดเมื่ออบอ่อนที่ 100°C เป็นเวลา 6 ชั่วโมง ส่วน PU-ether นาโนคอมพอสิตพบที่ 80°C เป็นเวลา 12 ชั่วโมง เมื่อพิจารณาการกระจายตัวแบบบล็อกที่ของ MWCNT ใน PU ที่มีโครงสร้างส่วนนิ่มต่างกันพบว่าส่งผลต่อสมบัติเชิงกล โดย MWCNT ที่กระจายตัวใน โครงสร้างส่วนนิ่มของ PU-ether จะทำให้การยึดถึงที่จุดแตกหักลดลงอย่างมีนัยสำคัญหลังการอบอ่อน ในขณะที่ไม่พบความแตกต่างของค่ายึดถึงที่จุดแตกหักของ PU-ester นาโนคอมพอสิตทั้งที่ผ่านและไม่ผ่านการอบอ่อน เนื่องจาก MWCNT มีการกระจายตัวในโครงสร้างส่วนแข็งนั่นเอง

**คำสำคัญ:** นาโนคอมพอสิต, คาร์บอนนาโนทิวป์แบบผนังหลายชั้น, พอลิยูรีเทน, การอบอ่อน และ การนำไฟฟ้า

เอ็กสตรัคต์เป็นเอกสารที่สงวนลิขสิทธิ์ไว้เพื่อใช้ในการศึกษาเท่านั้น เมื่อผู้ใดเห็นจำเป็นต้องใช้ในการค้า

ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

**Research Title:** The effect of annealing temperature and time on PU/MWCNT nanocomposites

**Researcher:** Kittimon Jirakittidul, PhD

**Faculty:** Science

**Department:** Chemistry

## ABSTRACT

The annealing is the heat treatment process for improvement composite properties. Polymer chains are able to rearrange ordered structure during heat at temperature between glass transition temperature and melting temperature. The morphology change affects the properties of nanocomposites particularly the formation of multi-walled carbon nanotube (MWCNT) conductive network. In this research, annealing polyurethane (PU)/ MWCNT nanocomposites were focused. Thermoplastic PU was block copolymer consisting of hard and soft segments. PU matrices used in this research were composed of two different soft segments; i.e. polyether (PU-ether) and polyester (PU-ester). Nanocomposites were prepared by melt mixing process and annealed at 80 – 120°C for 6 – 24 hours. Morphology, thermal properties, mechanical properties and electrical conductivity were determined. Nanocomposites showed higher electrical conductivity after annealing implied that the movement of PU chains during heat treatment encouraged the development of MWCNT network. The increases in annealing time and temperature resulted in more microphase separation in PU and increasing ordered structure in hard segment. However, the elevation of ordered structure could obstruct the MWCNT network resulting in lower electrical conductivity. Therefore, it was observed the highest conductivity at 100°C for 6 hours in annealed PU-ester nanocomposite. For PU-ether nanocomposite, the highest conductivity established at annealing with 80°C for 12 hours. Considering at selective dispersion of MWCNT on different soft segment PU matrices affected mechanical properties, it was found that MWCNT dispersed in soft segment of PU-ether leading to significant decrease in elongation at break after annealing. On the other hand, it was observed comparable elongation between no annealed and annealed PU-ester nanocomposites due to MWCNT dispersion in hard segment.

**Keywords:** nanocomposite; MWCNT; polyurethane; annealing; electrical conductivity

## กิตติกรรมประกาศ

งานวิจัยนี้สามารถสำเร็จลุล่วงมาได้ด้วยดี เนื่องจากการวิจัยครั้งนี้ได้รับทุนสนับสนุนการวิจัยจากสถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง จากแหล่งทุนเงินงบรายได้ ประจำปีงบประมาณ พ.ศ. 2561 คณะวิทยาศาสตร์ สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง

ขอขอบคุณรศ.ดร. นราธิป วิทยากร หน่วยวิจัยวัสดุขั้นสูงคณะวิทยาศาสตร์ สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง สำหรับความอนุเคราะห์ใช้เครื่อง LCR meter และ เจ้าหน้าที่ภาควิชาเคมี คณะวิทยาศาสตร์ สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง ที่ช่วยอำนวยความสะดวกในการวิจัยให้สำเร็จได้

ดร. กิตติมนต์ จิระกิตติคุณย์



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

## สารบัญ

	หน้า
บทคัดย่อภาษาไทย.....	I
บทคัดย่อภาษาอังกฤษ.....	II
กิตติกรรมประกาศ.....	III
สารบัญ.....	IV
สารบัญตาราง.....	VI
สารบัญภาพ.....	VII
<b>บทที่ 1 บทนำ</b> .....	<b>1</b>
1.1 ความเป็นมาและความสำคัญของปัญหา.....	1
1.2 วัตถุประสงค์ของการวิจัย.....	2
1.3 ขอบเขตของการวิจัย.....	2
1.4 วิธีดำเนินการวิจัย.....	3
1.5 ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับ.....	3
<b>บทที่ 2 ทฤษฎีและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง</b> .....	<b>4</b>
<b>บทที่ 3 วิธีดำเนินการวิจัย</b> .....	<b>7</b>
3.1 แผนการดำเนินงาน.....	7
3.2 สารเคมีและอุปกรณ์.....	7
3.3 วิธีการทดลอง.....	8
<b>บทที่ 4 ผลการวิจัย</b> .....	<b>11</b>
4.1 การศึกษาการเปลี่ยนแปลงทางความร้อนด้วยเทคนิค DSC.....	11
4.2 การศึกษาสัณฐานวิทยาด้วย FESEM.....	14
4.3 การศึกษาสมบัติทางไฟฟ้าด้วยเครื่อง LCR meter.....	16
4.4 การศึกษาสมบัติเชิงกลด้วย UTM.....	19
<b>บทที่ 5 สรุปผลการวิจัยและข้อเสนอแนะ</b> .....	<b>23</b>
5.1 สรุปผลการวิจัย.....	23
5.2 ข้อเสนอแนะ.....	23
<b>บทที่ 6 สรุปผลผลิตงานวิจัย</b> .....	<b>24</b>
6.1 รายละเอียดผลผลิตงานวิจัยที่ผลิตได้.....	24
<b>เอกสารอ้างอิง</b> .....	<b>25</b>

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

## สารบัญ (ต่อ)

	หน้า
ภาคผนวก.....	26
ภาคผนวก ก.....	26
ประวัติผู้วิจัย.....	27



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

## สารบัญตาราง

ตารางที่	หน้า
3.1 อุณหภูมิและเวลาในการอบอ่อน PU-ester และ PU-ether นาโนคอมพอสิต.....	8
4.1 ผลการวิเคราะห์ DSC ของ PU-ester/MWCNT นาโนคอมพอสิต.....	12
4.2 ผลการวิเคราะห์ DSC ของ PU-ether/MWCNT นาโนคอมพอสิต.....	13
4.3 ค่า modulus, tensile strength และ elongation ของ PU-ester นาโนคอมพอสิต.....	19
4.4 ค่า modulus, tensile strength และ elongation ของ PU-ether นาโนคอมพอสิต.....	21



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

## สารบัญญภาพ

ภาพที่	หน้า
1.1 โครงสร้างทางเคมีของพอลิยูรีเทน.....	1
1.2 การใช้งานของผลิตภัณฑ์พอลิยูรีเทน.....	1
2.1 ค่าการนำไฟฟ้าของ PU/MWCNT นาโนคอมพอสิตที่ผ่านการอบอ่อนที่เวลา 0 – 6 ชั่วโมง.....	5
2.2 ผลกระทบของอุณหภูมิการอบอ่อนต่อค่าการนำไฟฟ้าของ PS/MWCNT นาโนคอมพอสิต.....	5
2.3 ผลกระทบของเวลาในการอบอ่อนต่อค่าการนำไฟฟ้าของ PS/MWCNT นาโนคอมพอสิต.....	6
3.1 ชิ้นงานตัวอย่างสำหรับการทดสอบทางไฟฟ้า.....	10
4.1 กราฟ DSC ของ PU-ester/MWCNTนาโนคอมพอสิต.....	11
4.2 กราฟ DSC ของ PU- ether /MWCNT นาโนคอมพอสิต.....	12
4.3 FESEM พื้นผิวแตกหักที่กำลังขยาย $\times 10000$ เท่าของ (a) ester ไม่ผ่านการอบอ่อน (b) ester 80-6 (c) ester 100-6 และ (d) ester 120-6.....	14
4.4 FESEM พื้นผิวแตกหักที่กำลังขยาย $\times 10000$ เท่าของ (a) ether ไม่ผ่านการอบอ่อน (b) ether 80-12 (c) ether 100-6 และ (d) ether 120-6.....	15
4.5 ค่าการนำไฟฟ้ากับความถี่ของ PU-ester นาโนคอมพอสิตที่อุณหภูมิและเวลาในการอบอ่อนต่างกัน.....	16
4.6 ค่าการนำไฟฟ้ากับความถี่ของ PU-ether นาโนคอมพอสิตที่อุณหภูมิและเวลาในการอบอ่อนต่างกัน.....	17
4.7 ค่าการนำไฟฟ้ากับเวลาในการอบอ่อนของ PU-ester นาโนคอมพอสิต.....	17
4.8 ค่าการนำไฟฟ้ากับเวลาในการอบอ่อนของ PU-ether นาโนคอมพอสิต.....	18
4.9 ค่า Tensile strength กับสภาวะการอบอ่อนของ PU-ester นาโนคอมพอสิต.....	19
4.10 ค่า Elongation at break กับสภาวะการอบอ่อนของ PU-ester นาโนคอมพอสิต.....	20
4.11 ค่า Tensile strength กับสภาวะการอบอ่อนของ PU-ether นาโนคอมพอสิต.....	21
4.12 ค่า Elongation at break กับสภาวะการอบอ่อนของ PU-ether นาโนคอมพอสิต.....	22

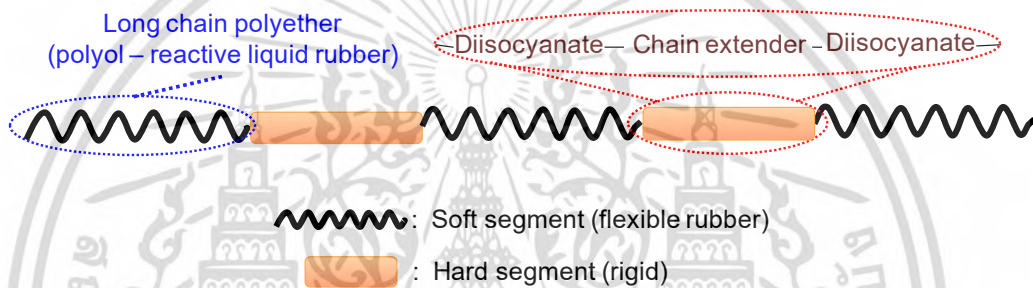
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

# บทที่ 1

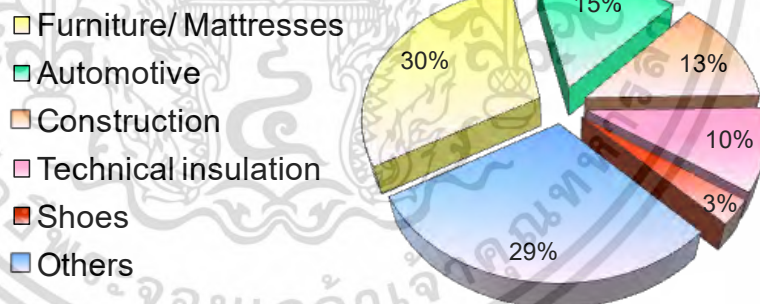
## บทนำ

### 1.1 ความเป็นมาและความสำคัญของปัญหา

เทอร์โมพลาสติกพอลิยูรีเทนจัดเป็น โคลอพลิเมอร์แบบบล็อก (block copolymer) ชนิดหนึ่ง ที่ประกอบด้วยพันธะยูรีเทน (-NHCO-O-) อยู่ในโมเลกุล โดยทั่วไปโครงสร้างทางเคมีของพอลิยูรีเทนประกอบด้วยสองส่วนหลักคือ โครงสร้างส่วนแข็ง (hard segment) และโครงสร้างส่วนนิ่ม (soft segment) ดังแสดงในภาพที่ 1 ซึ่งโครงสร้างส่วนนิ่มจะเป็นส่วนของสายโซ่ที่มีความยืดหยุ่น เช่น polyether polyol หรือ polyester polyol ส่วนโครงสร้างส่วนแข็งจะเป็นส่วนของสายโซ่ที่มีความแข็งตึง (stiffness)



ภาพที่ 1.1 โครงสร้างทางเคมีของพอลิยูรีเทน



ภาพที่ 1.2 การใช้งานของผลิตภัณฑ์พอลิยูรีเทน [2]

พอลิยูรีเทนมีสมบัติเด่นที่สำคัญอย่างหนึ่งคือ โครงสร้างทางเคมีของพอลิยูรีเทนสามารถถูกปรับแต่งเพื่อให้เกิดสมบัติที่เหมาะสมกับการใช้งานที่แตกต่างกันได้[1] ผลิตภัณฑ์พอลิยูรีเทนในการใช้งานประเภทต่างๆแสดงในภาพที่ 2 [2] อันได้แก่ งานเฟอร์นิเจอร์, งานอโต้โมทีฟ, งานด้านก่อสร้าง, งานฉนวน และงานรองเท้า เป็นต้น

เนื่องจากพอลิยูรีเทนเป็นพอลิเมอร์ที่มีสมบัติเป็นฉนวนไฟฟ้า จึงมักทำการปรับปรุงสมบัติเชิงกลและสมบัติทางไฟฟ้าของพอลิยูรีเทนโดยการทำคอมพอสิตกับสารเติมแต่งที่มีสมบัตินำไฟฟ้า เช่น คาร์บอนแบล็ก (carbon black) คาร์บอนไฟเบอร์ (carbon fiber) และคาร์บอนนาโนทิวบ์ (carbon nanotubes) เป็นต้น

ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

การที่จะได้คอมพอสิตที่มีสมบัติที่ดีจำเป็นที่จะต้องทำสารเติมแต่งเหล่านี้กระจายตัวได้ดีในเนื้อของพอลิยูรีเทน

ในโครงการวิจัยนี้จะทำการศึกษาโนคอมพอสิตระหว่างพอลิยูรีเทนกับคาร์บอนนาโนทิวบ์ (carbon nanotubes หรือ CNT) โดยคาร์บอนนาโนทิวบ์ที่ใช้ในงานวิจัยนี้คือ คาร์บอนนาโนทิวบ์แบบผนังหลายชั้น (multiwalled carbon nanotubes หรือ MWCNT) ซึ่งมีลักษณะเป็นทิวแถวของท่อกราฟีนที่มีเส้นผ่านศูนย์กลางภายนอกอยู่ระหว่าง 2.5 ถึง 30 นาโนเมตร [3] ในปัจจุบันนี้คาร์บอนนาโนทิวบ์เป็นสารเติมแต่งระดับนาโนที่ได้รับความสนใจเป็นอย่างมาก เนื่องจากมีคุณสมบัติเด่นในหลายๆด้านไว้ด้วยกัน ทั้งสมบัติทางความร้อน, สมบัติเชิงกล และสมบัติทางไฟฟ้า [4-5] แต่สืบเนื่องจากคาร์บอนนาโนทิวบ์มีค่า aspect ratio ที่สูง ทำให้คาร์บอนนาโนทิวบ์มักจะพันกันและอาจรวมตัวกันเป็นก้อน จึงนำไปสู่สมบัติของคอมพอสิตที่ด้อยลงไป

เพื่อปรับปรุงสมบัติของพอลิยูรีเทนนาโนคอมพอสิตให้ดีขึ้น งานวิจัยนี้จึงนำเอาโนคอมพอสิตไปทำการอบอ่อน (annealing) โดยการอบอ่อนนี้เป็นการให้ความร้อนแก่โนคอมพอสิตที่อุณหภูมิระหว่าง  $T_g$  และ  $T_m$  ของพอลิยูรีเทน ซึ่งจะเป็นการช่วยเหนี่ยวนำให้สายโซ่พอลิยูรีเทนเกิดการจัดเรียงตัวใหม่ และอาจนำไปสู่สมบัติเชิงกลและสมบัติทางไฟฟ้าที่ดีขึ้นได้ ซึ่งงานวิจัยนี้จะศึกษาถึงผลกระทบของอุณหภูมิและเวลาในการอบอ่อนต่อสมบัติของพอลิยูรีเทนนาโนคอมพอสิต นอกเหนือจากนี้แล้วยังจะทำการศึกษาเปรียบเทียบผลของการอบอ่อนในวัสดุคอมพอสิตที่เตรียมจากพอลิยูรีเทนที่มีโครงสร้างส่วนนึ่งที่แตกต่างกัน เนื่องจากพอลิยูรีเทนมีโครงสร้างหลักสองส่วน (ส่วนแข็งและส่วนนึ่ง) ที่มีลักษณะความมีขี้วแตกต่างกัน ทำให้คาร์บอนนาโนทิวบ์จะกระจายตัวอยู่แบบเลือกส่วนในเนื้อพอลิยูรีเทนนั่นเอง โดยกระบวนการอบอ่อนอาจจะส่งผลต่อ MWCNT ที่กระจายอยู่ในส่วนแข็งหรือส่วนนึ่งแตกต่างกันไปได้ด้วย

## 1.2 วัตถุประสงค์ของงานวิจัย

1. ศึกษาผลกระทบของช่วงเวลาในการอบอ่อนต่อโครงสร้างและสมบัติของ PU/MWCNT นาโนคอมพอสิต
2. ศึกษาผลกระทบของอุณหภูมิในการอบอ่อนต่อโครงสร้างและสมบัติของ PU/MWCNT นาโนคอมพอสิต
3. เปรียบเทียบผลกระทบของการอบอ่อนในพอลิยูรีเทนนาโนคอมพอสิตที่มีโครงสร้างส่วนนึ่งในพอลิยูรีเทนที่แตกต่างกัน

## 1.3 ขอบเขตของงานวิจัย

1. เตรียม PU/MWCNT นาโนคอมพอสิตด้วยวิธีผสมแบบหลอมเหลว (Melt mixing) โดยใช้พอลิยูรีเทนที่มีโครงสร้างส่วนนึ่งต่างกัน คือ polyester (PU-ester) และ polyether (PU-ether)

2. ขึ้นรูปชิ้นงานนาโนคอมพอสิตด้วยเครื่อง compression molding

เอกสารนี้เป็นเอกสารลิขสิทธิ์สงวนไว้เพื่อใช้ในการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

3. อบอ่อน PU/MWCNT นาโนคอมพอสิตที่อุณหภูมิและช่วงเวลาต่างกัน
4. ทดสอบ โครงสร้างและสมบัติของนาโนคอมพอสิต ได้แก่ สมบัติทางความร้อน, สมบัติทางไฟฟ้า และสมบัติเชิงกล

#### 1.4 วิธีดำเนินการวิจัย

1. จัดซื้อสารเคมีและอุปกรณ์ต่างๆสำหรับการวิจัย
2. เตรียม PU/MWCNT นาโนคอมพอสิตโดยวิธีผสมแบบหลอมเหลว โดยใช้พอลิยูรีเทนที่มีโครงสร้างส่วนนี้ เป็น polyester หรือ polyether
3. ขึ้นรูปชิ้นงานนาโนคอมพอสิต
4. อบอ่อน PU/MWCNT นาโนคอมพอสิตที่ช่วงเวลาและอุณหภูมิต่างกัน
5. เตรียมชิ้นงานสำหรับการตรวจวิเคราะห์
6. ทดสอบสมบัติของนาโนคอมพอสิต ได้แก่ สมบัติทางความร้อน, สันฐานวิทยา, สมบัติทางไฟฟ้า และสมบัติเชิงกล ด้วยเครื่อง Differential scanning calorimetry (DSC), Field Emission Scanning Electron Microscopy (FESEM), LCD meter และ Universal testing machine (UTM) ตามลำดับ
7. วิเคราะห์และสรุปผลงานวิจัย
8. จัดทำรายงานโครงการวิจัย

#### 1.5 ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับ

สามารถปรับปรุงคาร์บอนนาโนทิวบ์ในเทอร์พลาสติกพอลิยูรีเทน เพื่อนำไปสู่การพัฒนานาโนคอมพอสิตของพอลิยูรีเทนกับคาร์บอนนาโนทิวบ์แบบผนังหลายชั้น ให้ได้สมบัติของทางไฟฟ้า, สมบัติเชิงกล และสมบัติทางความร้อนที่เหมาะสมกับการนำไปประยุกต์ใช้งาน

## บทที่ 2

### ทฤษฎีและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

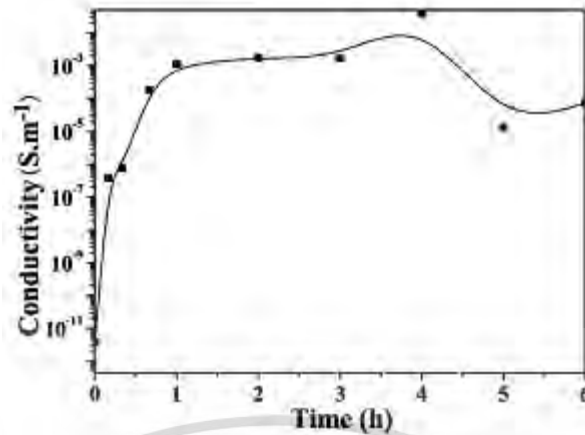
#### 1 ผลกระทบของกระบวนการอบอ่อนต่อสมบัติเชิงกล

Fengdan et al. [6] ทำการศึกษาสมบัติเชิงกลของนาโนคอมพอสิตระหว่างพอลิยูรีเทนกับ MWCNT โดยทำการเตรียมนาโนคอมพอสิตที่ MWCNT ความเข้มข้น 10 phr แล้วจึงอบอ่อนนาโนคอมพอสิตที่อุณหภูมิ 180°C เป็นเวลา 10 นาทีถึง 6 ชั่วโมง เมื่อทำการทดสอบสมบัติเชิงกลพบว่าการอบอ่อนส่งผลให้ความแข็งแรงแรงดึงและการยืดตัว ณ จุดขาดมีค่าลดลง เนื่องจากสายโซ่หลักของ PU เกิดการสลายตัวระหว่างกระบวนการอบอ่อน นอกจากนั้นแล้วการอบอ่อนให้เกิดการแยกตัวของโครงสร้างส่วนแข็งและส่วนนิ่มได้ดีขึ้น (Microphase separation) ทำให้ค่าโมดูลัสสูงขึ้น แต่หากอบอ่อนมากกว่า 2 ชั่วโมงก็จะทำให้ค่าโมดูลัสลดต่ำลงได้

Ko et al. [7] ทำการศึกษาเส้นใยนาโนพอลิคาโพรแลกโตน (Polycaprolactone ,PCL) ที่เคลือบด้วยยางซิลิโคนโดยทำการเตรียมเส้นใยนาโนที่ 15 %wt PCL ในตัวทำละลาย DMF จากนั้นจึงฉีดเส้นใยด้วยกระบวนการทางไฟฟ้าสถิตย์ (Electrospinning process) แล้วเคลือบด้วยยางซิลิโคน เมื่อนำเส้นใยนาโนไปผ่านการอบอ่อนที่อุณหภูมิ 60°C เป็นเวลา 24 ชั่วโมง พบว่าเส้นใยนาโนที่ผ่านการอบอ่อนมีค่าโมดูลัสและความแข็งแรงดึงมากขึ้น และเมื่อทำการตรวจวิเคราะห์ด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ (X-ray diffraction) พบว่าหลังผ่านการอบอ่อนความเป็นผลึกของ PCL เพิ่มขึ้น ซึ่งสอดคล้องกับค่า  $T_m$  ที่เพิ่มขึ้นจาก 60.2°C เป็น 61.1°C หลังผ่านการอบอ่อน จึงสามารถสรุปได้ว่าการอบอ่อนช่วยเพิ่มความเป็นผลึกของ PCL ส่งผลให้สมบัติเชิงกลของนาโนคอมพอสิตดีขึ้นนั่นเอง

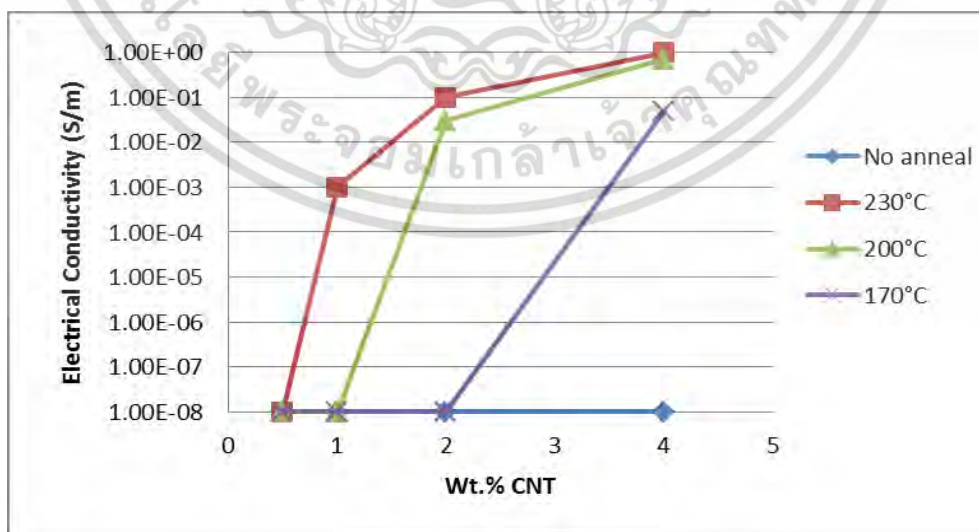
#### 2 ผลกระทบของกระบวนการอบอ่อนต่อสมบัตินำไฟฟ้า

นอกจากจะศึกษาผลกระทบของการอบอ่อนต่อสมบัติเชิงกลแล้ว Fengdan et al. [6] ยังได้ทำการศึกษาผลกระทบของการอบอ่อนต่อสมบัติการนำไฟฟ้าของนาโนคอมพอสิตด้วย ซึ่งการอบอ่อนนี้จะส่งผลทำให้ MWCNT เกิดการจัดเรียงตัวเป็นโครงสร้างร่างแหเชื่อมโยงในเนื้อพอลิเมอร์หลอมเหลวได้ง่าย แต่อย่างไรก็ตามปฏิกิริยานี้อาจเกิดอย่างต่อเนื่องจนทำให้เกิดการเกาะกลุ่มของ MWCNT ได้ จากการทดลองพบว่าค่าการนำไฟฟ้าจะเพิ่มขึ้นอย่างรวดเร็วเมื่อทำการอบอ่อนที่เวลา 1 ชั่วโมง หลังจากนั้นจะเกิดการเปลี่ยนแปลงค่าการนำไฟฟ้าเพียงเล็กน้อยเท่านั้น และค่าการนำไฟฟ้าของนาโนคอมพอสิตจะลดต่ำลงเมื่อผ่านอบอ่อนเป็นเวลา 5 ชั่วโมง (ดังแสดงในภาพที่ 3) ดังนั้นจึงสรุปได้ว่าการเกิดโครงสร้างร่างแหเชื่อมโยงของ MWCNT จะเกิดได้อย่างสมบูรณ์ เมื่อผ่านการอบอ่อนที่อุณหภูมิ 180°C เป็นเวลา 1 ชั่วโมง



ภาพที่ 2.1 ค่าการนำไฟฟ้าของ PU/MWCNT นาโนคอมพอสิตที่ผ่านการอบอ่อนเป็นเวลา 0 – 6 ชั่วโมง  
จากงานวิจัยของ Fengdan et al. [6]

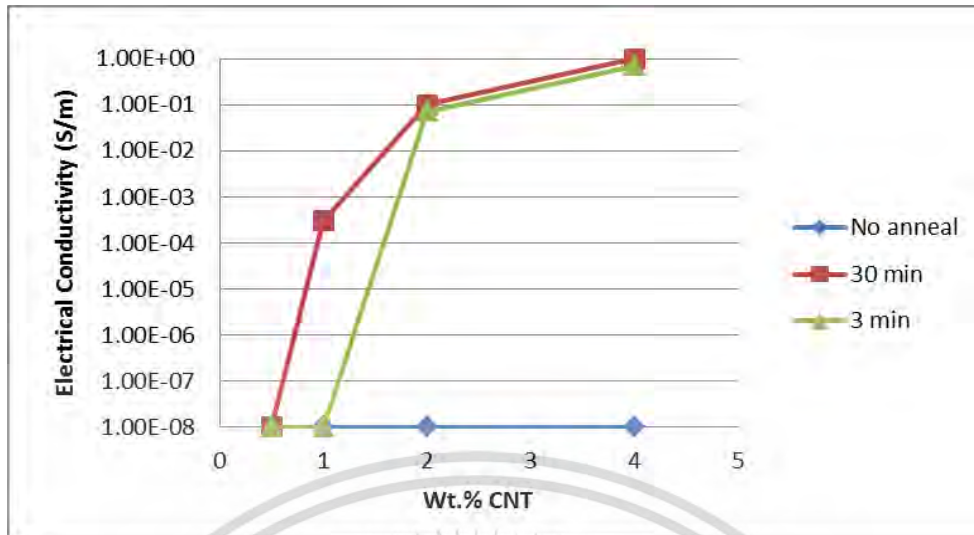
Bani et al. [8] ทำการศึกษาการอบอ่อนนาโนคอมพอสิตระหว่าง polystyrene (PS) และ MWCNT ที่อุณหภูมิ 170, 200 และ 230°C เป็นเวลา 3 และ 30 นาที โดยใช้ปริมาณ MWCNT ที่ 1, 2 และ 4 wt% จากผลการศึกษา อิทธิพลของอุณหภูมิการอบอ่อนที่เวลาการอบอ่อน 30 นาที (ดังแสดงในภาพที่ 4) พบว่าค่าการนำไฟฟ้าของนาโนคอมพอสิตหลังผ่านการอบอ่อนมีค่าสูงขึ้นในทุกช่วงปริมาณ MWCNT ซึ่งแสดงให้เห็นถึงการสูญเสียโครงสร้างร่างแหของการนำไฟฟ้าระหว่างกระบวนการผลิตนาโนคอมพอสิต แต่โครงสร้างเหล่านี้ก็สามารถจะกลับมาเชื่อมโยงกันได้หลังผ่านกระบวนการอบอ่อนนั่นเอง และเมื่อเพิ่มอุณหภูมิการอบอ่อนให้สูงขึ้นค่าการนำไฟฟ้าก็จะยิ่งสูงตามไปด้วย โดยการอบอ่อนที่อุณหภูมิ 230°C จะส่งผลกระทบต่อค่าการนำไฟฟ้าอย่างมีนัยสำคัญในทุกช่วงความเข้มข้นของ MWCNT



ภาพที่ 2.2 ผลกระทบของอุณหภูมิการอบอ่อนต่อค่าการนำไฟฟ้าของ PS/MWCNT นาโนคอมพอสิต

จากงานวิจัยของ Bani et al. [8]

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่นิยมนำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



ภาพที่ 2.3 ผลกระทบของเวลาในการอบอ่อนต่อค่าการนำไฟฟ้าของ PS/MWCNT นาโนคอมพอสิต  
จากงานวิจัยของ Bani et al. [8]

จากภาพที่ 5 แสดงผลกระทบของเวลาในการอบอ่อนต่อค่าการนำไฟฟ้าของ PS/MWCNT นาโนคอมพอสิตที่อุณหภูมิการอบอ่อน 230°C ในนาโนคอมพอสิตที่ 2 – 4 wt% ของ MWCNT การอบอ่อนที่เวลา 3 และ 30 นาที จะพบค่าการนำไฟฟ้าใกล้เคียงกัน ส่วนนาโนคอมพอสิตที่ 1 wt% MWCNT เมื่อทำการอบอ่อนเป็นเวลา 3 นาที นาโนคอมพอสิตยังคงความเป็นฉนวนไฟฟ้าอยู่ แต่เมื่อใช้เวลาในการอบอ่อน 30 นาที นาโนคอมพอสิตจะสามารถมีสมบัตินำไฟฟ้าได้

## บทที่ 3

### วิธีดำเนินการวิจัย

#### 3.1 แผนการดำเนินงาน

งานวิจัยนี้เตรียมนาโนคอมพอสิตระหว่าง PU และ MWCNT เพื่อศึกษาผลกระทบของการอบอ่อนต่อสมบัติของนาโนคอมพอสิต โดยที่ PU ที่ใช้ในงานวิจัยนี้มีโครงสร้างส่วนนี้ที่แตกต่างกันสองชนิดคือ PU-ester และ PU-ether การเตรียมนาโนคอมพอสิตใช้วิธีผสมแบบหลอมเหลว จากนั้นทำการศึกษาอุณหภูมิในการให้ความร้อนและเวลาในการอบอ่อนนาโนคอมพอสิต ซึ่งอาจส่งผลกระทบต่อสมบัติต่างๆ เช่น สมบัติทางกล สมบัติความร้อนและสมบัตินำไฟฟ้า

#### 3.2 สารเคมีและอุปกรณ์

1. PU-ester : Desmopan 3695AU DPS101 ของบริษัท Bayer มีค่าความแข็งแรงดึง เท่ากับ 550 kg/cm<sup>2</sup>, มอดูลัสที่ 100% เท่ากับ 120 kg/cm<sup>2</sup> และความหนาแน่น เท่ากับ 1.20 g/cm<sup>3</sup>
2. PU-ether : Utechllan UE-95AU ของบริษัท Bayer มีค่าความแข็งแรงดึง เท่ากับ 450 kg/cm<sup>2</sup>, มอดูลัสที่ 100% เท่ากับ 130 kg/cm<sup>2</sup> และความหนาแน่น เท่ากับ 1.14 ± 0.02 g/cm<sup>3</sup>
3. MWCNT ของบริษัท Sigma-Aldrich
4. พอลิเมอร์คอมปาวด์สำหรับล้างเครื่องผสมระบบปิด : LIOCLEAN-Z Lot No. Z610050 ของบริษัท Toyo Ink (Thailand)
5. กาวอีพอกซีชนิดนำไฟฟ้า : EPO-TEX EE129-4 ของบริษัท Epoxy Technology
6. PELCO Conductive Silver Paint ของบริษัท Ted Pella
7. สายไฟ เส้นผ่านศูนย์กลาง 0.16 mm ของบริษัท Thai Wonderful Wire Cable
8. โถดูดความชื้น (Desiccator)
9. แผ่นเทฟลอน จากบริษัท Fantastic Triumph
10. เครื่องผสมระบบปิด (Internal mixer) รุ่น PL 2100 ของบริษัท Brabender Plasti-Corder
11. เครื่องกดอัด (Compression machine) ของบริษัท Mach Group (1992)
12. Universal testing machine ของบริษัท Cometech
13. Differential Scanning Calorimeter (DSC) รุ่น 204 F1 Phoenix ของบริษัท Netzsch
14. Field Emission Scanning Electron Microscope (FESEM) รุ่น JSM-7610F ของบริษัท JEOL
15. LCR Meter รุ่น E4980A ของบริษัท Agilent

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

### 3.3 วิธีการทดลอง

#### 3.3.1 การเตรียมวัสดุนาโนคอมพอสิต

เตรียมวัสดุนาโนคอมพอสิตระหว่าง PU และ MWCNT โดยการผสมแบบหลอมเหลวด้วยเครื่อง Internal mixer มีขั้นตอนการเตรียม ดังนี้

1. เตรียมเม็ดพอลิยูรีเทน โดยนำเม็ดพอลิยูรีเทนทั้งสองชนิดคือ PU-ester และ PU-ether มาอบไล่ความชื้นที่อุณหภูมิ 80°C เป็นเวลา 12 ชั่วโมง

2. เตรียม MWCNT โดยนำ MWCNT อบไล่ความชื้นที่อุณหภูมิ 80°C เป็นเวลา 6 ชั่วโมง

3. นำ MWCNT ผสมกับเม็ดพอลิยูรีเทน

4. เตรียมผสมวัสดุนาโนคอมพอสิต PU/MWCNT ที่ 0.5%wt MWCNT

4.1 ผสมเม็ด PU-ester กับ MWCNT โดยเครื่อง Internal mixer กำหนดความเร็วสกรูที่ 60 rpm อุณหภูมิ 200°C เป็นเวลา 10 นาที

4.2 ผสมเม็ด PU-ether กับ MWCNT โดยเครื่อง internal mixer กำหนดความเร็วสกรูที่ 60 rpm อุณหภูมิ 210°C เป็นเวลา 8 นาที

#### 3.3.2 กระบวนการขึ้นรูปวัสดุนาโนคอมพอสิต

หลังจากผ่านกระบวนการเตรียมวัสดุคอมพอสิตแล้ว นำวัสดุคอมพอสิต PU/MWCNT ทั้ง PU-ester และ PU-ether มาขึ้นรูปด้วยกระบวนการกดอัด สำหรับแม่พิมพ์ที่ใช้ในการขึ้นรูปวัสดุคอมพอสิตมีความหนา 1 มิลลิเมตร โดยกำหนดอุณหภูมิ 200°C เป็นเวลา 8 นาที

#### 3.3.3 กระบวนการอบอ่อนวัสดุนาโนคอมพอสิต

นำแผ่นวัสดุนาโนคอมพอสิตที่เตรียมได้อบอ่อนในสภาวะที่แตกต่างกัน ดังตารางที่ 3.1 ตารางที่ 3.1 อุณหภูมิและเวลาในการอบอ่อน PU-ester และ PU-ether นาโนคอมพอสิต

อุณหภูมิ(°C)	เวลา (ชั่วโมง)		
	6	12	24
<b>80</b>	ester/ether 80-6	ester/ether 80-12	ester/ether 80-24
<b>100</b>	ester/ether 100-6	ester/ether 100-12	ester/ether 100-24
<b>120</b>	ester/ether 120-6	ester/ether 120-12	ester/ether 120-24

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

### 3.3.4 การวิเคราะห์สมบัติของนาโนคอมพอสิต

#### 3.3.3.1 การศึกษาการเปลี่ยนแปลงทางความร้อนด้วยเทคนิค DSC

DSC (Differential Scanning Calorimeter) เป็นเทคนิคที่ใช้วิเคราะห์วัสดุโดยการวัดค่าพลังงานความร้อนและอุณหภูมิของสารตัวอย่างเปรียบเทียบกับสารมาตรฐาน เมื่อมีการเปลี่ยนแปลงทางกายภาพหรือการเปลี่ยนแปลงทางเคมี เช่น การหลอมเหลว การเปลี่ยนสถานะ การเปลี่ยนรูปผลึก และการเกิดปฏิกิริยาเคมี โดยพื้นที่ใต้กราฟที่เกิดขึ้นมีความสัมพันธ์โดยตรงกับการเปลี่ยนแปลงความร้อนของตัวอย่าง ในการวิเคราะห์ตัวอย่างถูกวางบนจานอะลูมิเนียมที่อยู่ภายในเตาควบคุมอุณหภูมิ โดยภายในเตามีสารอ้างอิงซึ่งเป็นจานอะลูมิเนียมเปล่า เพื่อใช้เป็นตัวเปรียบเทียบกับตัวอย่างภายใต้สภาวะเดียวกัน ความสามารถในการวิเคราะห์ของ DSC ได้แก่ จุดหลอมเหลว (Melting points) ความร้อนจำเพาะ (Specific heat) ค่าพลศาสตร์ (Kinetics) ความบริสุทธิ์ของวัสดุ (Purity of materials) ความเสถียรต่ออุณหภูมิ (Thermal stability) การเปลี่ยนสถานะ (Phase transition) และสภาพเป็นผลึก (Crystallinity) [9] ข้อมูลที่ได้จากเทคนิค DSC ใช้ในการศึกษาการแยกตัวของ PU ในวัฏภาคโครงสร้าง

ส่วนแข็งและส่วนนิ่มในวัสดุนาโนคอมพอสิต ชิ้นงานที่ใช้ในการทดสอบ คือ PU-ester, PU-ether และ PU/MWCNT นาโนคอมพอสิตที่ผ่านกระบวนการขึ้นรูปแล้ว ทำการเตรียมตัวอย่างโดยการตัดชิ้นงานให้มีน้ำหนักประมาณ 12-13 มิลลิกรัม ใส่ในจานอะลูมิเนียมชนิดมีฝาปิด ในการทดสอบกำหนดสภาวะการทดสอบแบบ Heat ภายใต้บรรยากาศแก๊สไนโตรเจน โดยกำหนดช่วงอุณหภูมิตดสอบระหว่าง  $-70 - 250^{\circ}\text{C}$  อัตราการเพิ่มหรือลดของอุณหภูมิ  $10^{\circ}\text{C}/\text{min}$  ลักษณะสภาวะการทดสอบ

#### 3.3.3.2 การศึกษาพื้นฐานวิทยาด้วย FESEM

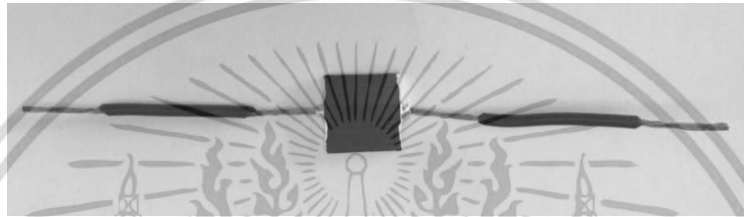
FESEM (Field Emission Scanning Electron Microscope) เป็นกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดที่มีแหล่งกำเนิดอิเล็กตรอนแบบ Schottky type field-emission (T-FE) ในงานวิจัยนี้ใช้ FESEM ในการศึกษารายละเอียดของโครงสร้างภายนอกหรือผิวของตัวอย่างที่มีขนาดเล็กระดับนาโนเมตร การเตรียมตัวอย่างสำหรับ FESEM เริ่มจากนำชิ้นงานตัวอย่างที่ผ่านกระบวนการดึงยึดแล้ว (Fracture surface) ตัดชิ้นงานให้มีลักษณะเป็นแท่งกว้างประมาณ 2-3 มิลลิเมตร ตัดแต่งชิ้นงานให้มีความสูงประมาณ 2 มิลลิเมตร จากพื้นผิวหน้าตัด เคลือบผิวชิ้นงานด้วย platinum แล้วนำไปถ่ายภาพที่กำลังขยาย 10000 เท่า เพื่อทำการวิเคราะห์ผลต่อไป

#### 3.3.3.3 การศึกษาสมบัติทางไฟฟ้าด้วยเครื่อง LCR Meter

LCR Meter เป็นเครื่องมือที่ใช้ในการวัดค่าปริมาณทางไฟฟ้า โดยสามารถวัดการเหนี่ยวนำไฟฟ้า (Inductance, L), ตัวเก็บประจุ (Capacitance, C) และความต้านทาน (Resistance, R) ของวัสดุ ซึ่งในงานวิจัยนี้ใช้เครื่อง LCR Meter ในการวัดความต้านทานในช่วงความถี่  $20-1 \times 10^6$  Hz ทำการทดสอบโดยใช้ไฟฟ้ากระแสสลับ กำหนดฟังก์ชันที่ใช้ทดสอบ คือ  $L_p-R_p$  และความต่างศักย์ 10 V

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

การเตรียมตัวอย่างสำหรับการทดสอบทางไฟฟ้าทำโดยตัดชิ้นงานนาโนคอมพอสิตที่ผ่านกระบวนการขึ้นรูปให้มีความกว้าง 10 mm ความยาว 10 mm และความหนา 1 mm นำสายไฟมาต่อกับชิ้นงานตัวอย่างด้วยกาวอีพอกซีชนิดนำไฟฟ้า แล้วนำไปอบที่อุณหภูมิ 80°C เป็นเวลา 1 ชั่วโมง เพื่อบ่มกาว (Curing) จากนั้นทา Silver paint ให้ทั่วพื้นที่หน้าตัดที่ต่อกับสายไฟ ชิ้นงานตัวอย่างที่ได้ดังแสดงในภาพที่ 3.1 ทำการวัดค่าความต้านทานไฟฟ้าของชิ้นงานตัวอย่างด้วยเครื่อง LCR Meter นำค่าความต้านทานไฟฟ้าที่วัดได้แปลงเป็นสภาพต้านทานไฟฟ้าเชิงปริมาตร (Volume resistivity) โดยใช้สมการที่ 3.1 จากนั้นแปลงเป็นค่าการนำไฟฟ้า (Conductivity) โดยใช้สมการที่ 3.2 แล้วนำค่าการนำไฟฟ้าที่ได้มาสร้างกราฟความสัมพันธ์กับความถี่ [10]



ภาพที่ 3.1 ชิ้นงานตัวอย่างสำหรับการทดสอบทางไฟฟ้า

$$\text{Volume resistivity} = \frac{\text{Resistance} \times \text{Cross section area}}{\text{Length}} \quad (\text{สมการที่ 3.1})$$

$$\text{Conductivity (S/cm)} = \frac{1}{\text{Volume resistivity}} \quad (\text{สมการที่ 3.2})$$

#### 3.3.3.4 การศึกษาสมบัติเชิงกลด้วย UTM

UTM (Universal Testing Machine) เป็นเครื่องทดสอบสมบัติเชิงกลชนิด Static สามารถทดสอบสมบัติเชิงกล ได้แก่ ทดสอบแรงกด (Compressive test) ทดสอบแรงดึง (Tensile test) ทดสอบแรงบิด (Torsion test) ทดสอบแรงดัด (Bending test) และทดสอบแรงเฉือน (Shear test) ในงานวิจัยนี้ทำการทดสอบแรงดึง โดยวิเคราะห์สมบัติเชิงกล ได้แก่ มอดูลัสที่ 100%, ความแข็งแรงดึง (Tensile strength), เปรอร์เซ็นต์การยืด ณ จุดขาด (% Elongation at break) และความเหนียว (Toughness) การทดสอบแรงดึงทำได้โดยการยึดชิ้นงานที่มีรูปร่างคล้าย “ดัมเบลล์” (Dumb-bell)

การเตรียมตัวอย่างทำโดยตัดชิ้นงานวัสดุคอมพอสิตที่ผ่านกระบวนการขึ้นรูปเป็นรูปดัมเบลล์ตามมาตรฐาน ASTM D638 Type IV จากนั้นทำการทดสอบโดยใช้ Load cell เท่ากับ 2 kN และ Crosshead speeds 50 mm/min

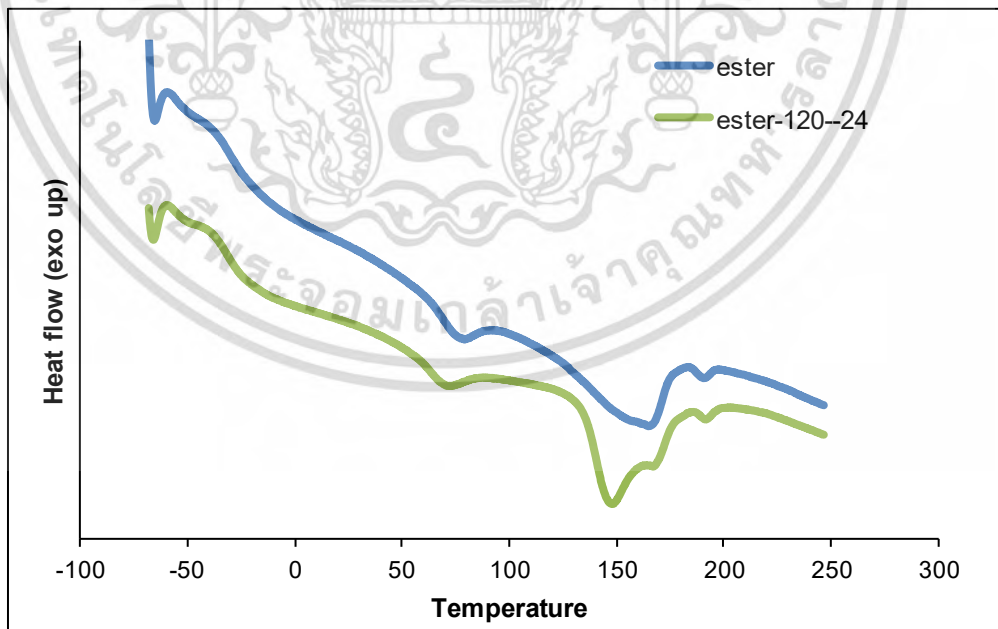
## บทที่ 4

### ผลการวิจัย

#### 4.1 การศึกษาการเปลี่ยนแปลงทางความร้อนด้วยเทคนิค DSC

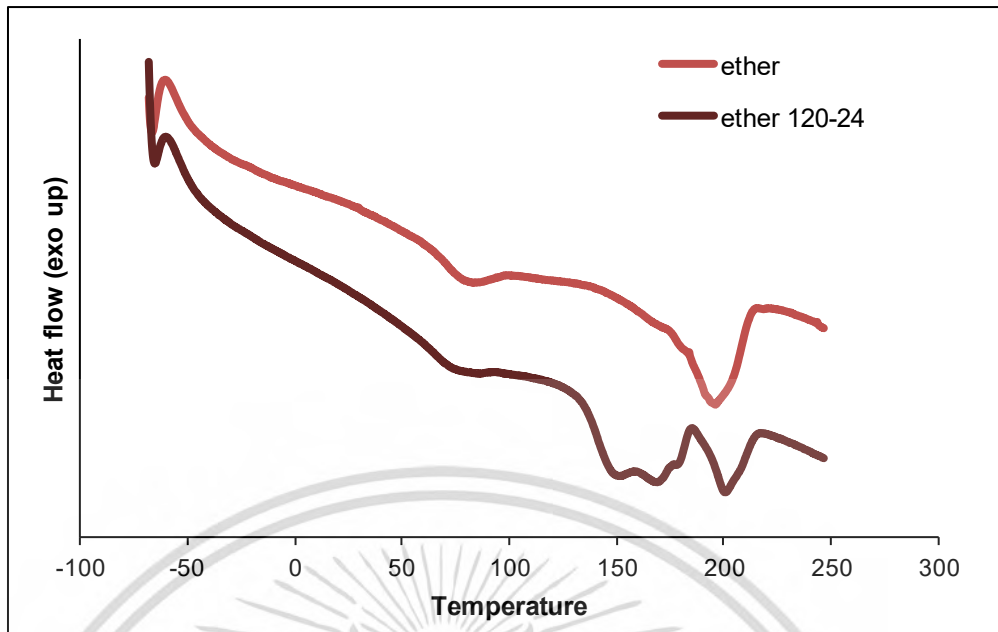
PU เป็น Block copolymer ประกอบด้วย 2 ส่วนหลัก คือ โครงสร้างส่วนนิ่มและโครงสร้างส่วนแข็ง นอกจากนั้นอาจจะพบบริเวณที่โครงสร้างทั้งสองผสมกันอยู่ (Mixed phase) ได้ด้วยเช่นกัน ดังนั้นเมื่อทำการวิเคราะห์ PU ด้วยเทคนิค DSC ทำให้สามารถพบการเปลี่ยนแปลงทางความร้อนต่างๆ ได้ดังนี้ อุณหภูมิเปลี่ยนสถานะคล้ายแก้วของโครงสร้างส่วนนิ่ม ( $T_{g(SS)}$ ), อุณหภูมิเปลี่ยนสถานะคล้ายแก้วของโครงสร้างส่วนแข็ง ( $T_{g(HS)}$ ), อุณหภูมิเปลี่ยนสถานะคล้ายแก้วของโครงสร้างส่วนนิ่มและโครงสร้างส่วนแข็งที่ผสมกัน ( $T_{g(MP)}$ ), อุณหภูมิในการหลอมเหลว หรือเรียกอีกอย่างหนึ่งว่า อุณหภูมิที่เกิด Microphase mixing ( $T_{MMT}$ ), และอุณหภูมิในการเกิดผลึก หรือเรียกอีกอย่างหนึ่งว่า อุณหภูมิที่เกิด Microphase separation ( $T_{MST}$ )

ในการทดสอบภายใต้สภาวะการให้ความร้อนจะสามารถพบค่า  $T_{g(SS)}$ ,  $T_{g(MP)}$ ,  $T_{MMT}$  และ  $\Delta H_{(MMT)}$  (พลังงานที่ใช้ในการหลอมให้โครงสร้างส่วนนิ่มและส่วนแข็งผสมกัน) ลักษณะกราฟ DSC ของ PU-ester/MWCNT และ PU-ether/MWCNT นาโนคอมพอสิต ดังแสดงในภาพที่ 4.1 และ 4.2 ตามลำดับ ผลวิเคราะห์การเปลี่ยนแปลงทางความร้อนด้วยเทคนิค DSC ของ PU-ester/MWCNT และ PU-ether/MWCNT นาโนคอมพอสิต ดังแสดงในตารางที่ 4.1 และ 4.2 ตามลำดับ



ภาพที่ 4.1 กราฟ DSC ของ PU-ester/MWCNT นาโนคอมพอสิต

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



ภาพที่ 4.2 กราฟ DSC ของ PU-ether/MWCNT นาโนคอมพอสิต

ตารางที่ 4.1 ผลการวิเคราะห์ DSC ของ PU-ester/MWCNT นาโนคอมพอสิต

สูตร	$T_{g(SS)}$	$T_{g(MP)}$	$T_{g(HS)}$	$T_{MMT}$			$\Delta H_{(MMT)}$
				$T_{MMT1}$		$T_{MMT2}$	
				A	B		
ester	-29.9	68.5	-	-	165.4	190.9	14.88
ester 80-6	-28.1	61.9	98.9	-	166.1	191.2	10.72
ester 80-12	-30.0	60.1	102.4	-	163.8	190.4	10.29
ester 80-24	-28.0	61.4	102.3	-	167.4	191.6	9.89
ester 100-6	-31.1	62.9	-	124.6	160.7	191.5	19.64
ester 100-12	-30.5	62.3	-	126.8	164.7	189.3	20.26
ester 100-24	-29.8	61.9	-	127.5	166.2	190.4	21.54
ester 120-6	-32.5	64.5	-	145.0	165.7	188.8	17.35
ester 120-12	-33.4	62.6	-	145.3	166.9	190.6	16.71
ester 120-24	-31.9	63.9	-	148.5	167.2	191.9	17.07

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ตารางที่ 4.2 ผลการวิเคราะห์ DSC ของ PU-ether/MWCNT นาโนคอมพอสิต

สูตร	$T_{g(MP)}$	$T_{g(HS)}$	$T_{MMT}$				$\Delta H_{(MMT)}$
			$T_{MMT1}$			$T_{MMT2}$	
			A	B	C		
ether	73.9	-	-	-	-	196.3	14.91
ether 80-6	67.4	100.0	-	166.9	177.2	198.9	15.25
ether 80-12	65.2	98.0	-	161.4	174.8	196.0	15.87
ether 80-24	64.7	100.0	-	166.4	177.8	198.5	11.83
ether 100-6	68.2	118.6	-	165.9	177.2	198.0	12.04
ether 100-12	67.7	119.2	-	162.7	-	196.9	11.11
ether 100-24	66.4	121.7	-	165.0	176.7	197.7	10.90
ether 120-6	67.5	-	145.1	161.4	-	196.3	19.92
ether 120-12	68.3	-	148.4	168.2	-	199.2	18.79
ether 120-24	61.7	-	151.5	169.2	179.6	200.6	19.28

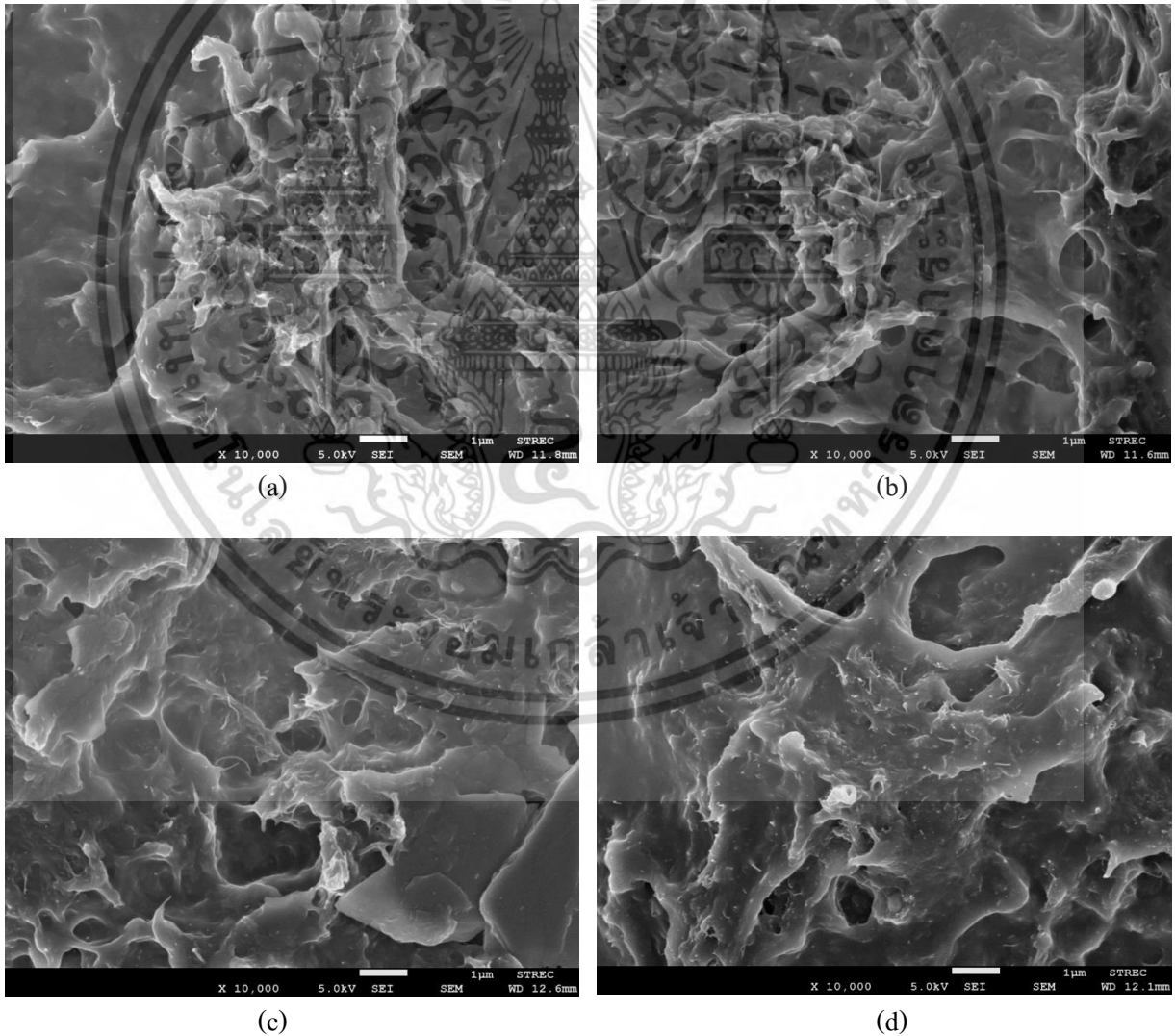
จากตารางที่ 4.1 แสดงผลการวิเคราะห์ DSC กราฟของ PU-ester/MWCNT นาโนคอมพอสิต โดยทั่วไปมีส่วนออสถฐานของโครงสร้างส่วนนิ่มและส่วนแข็งของ PU จะผสมอยู่ด้วยกัน แต่อย่างไรก็ตามส่วนแข็งและส่วนนิ่มไม่ได้ผสมกันทั้งหมดยังคงมีโครงสร้างส่วนแข็งและส่วนนิ่มบางส่วนที่แยกตัวออกมา โดยที่ MWCNT เข้าไปกระจายตัวในโครงสร้างส่วนแข็งของ PU-ester เมื่อทำการอบอ่อนทำให้เกิด microphase separation เมื่อโครงสร้างส่วนแข็งแยกตัวออกมา ค่า  $T_{g(MP)}$  จึงลดลงประมาณ  $7^{\circ}\text{C}$  ที่อุณหภูมิการอบอ่อน  $80^{\circ}\text{C}$  พบค่า  $T_{g(HS)}$  ซึ่งแสดงถึงส่วนออสถฐานของโครงสร้างส่วนแข็ง และพบ  $T_{MMT}$  2 ตำแหน่ง คือช่วงอุณหภูมิ  $164^{\circ}\text{C}$  และ  $192^{\circ}\text{C}$  แสดงถึงโครงสร้างส่วนแข็งที่จัดเรียงตัวเป็นระเบียบและโครงสร้างผลึกของส่วนแข็ง ส่วนที่อุณหภูมิการอบอ่อนที่  $100^{\circ}\text{C}$  และ  $120^{\circ}\text{C}$  พบการแยกของ peak  $T_{MMT}$  มากขึ้น ( $T_{MMT1A}$  และ  $T_{MMT2A}$ ) แสดงว่ามีโครงสร้างที่เป็นระเบียบมากขึ้น สำหรับที่เวลาในการอบอ่อนของอุณหภูมิ  $100^{\circ}\text{C}$  และ  $120^{\circ}\text{C}$  พบว่าเมื่อเวลาเพิ่มขึ้นค่า  $T_{MMT1A}$  มีแนวโน้มสูงขึ้น แสดงว่าโครงสร้างมีการจัดเรียงตัวเป็นระเบียบมากขึ้น เมื่อพิจารณาค่า  $\Delta H_{(MMT)}$  คือ ค่าพลังงานที่ใช้ในการหลอมให้โครงสร้างส่วนนิ่มและโครงสร้างส่วนแข็งมาผสมกัน ถ้าหากวัสดุมีความเป็นผลึกมาก ค่า  $\Delta H_{(MMT)}$  จะสูงขึ้นหรือค่า  $T_{MMT}$  สูงขึ้นด้วย จากผลการทดลองพบว่า  $T_{MMT}$  มีการเปลี่ยนแปลงไป ส่วนการเปลี่ยนแปลงค่า  $\Delta H_{(MMT)}$  ไม่มีทิศทางอย่างชัดเจน ดังนั้นจึงสรุปได้ว่าเมื่อทำการอบอ่อนจะเกิด microphase separation โครงสร้างส่วนแข็งแยกตัวออกมาและเมื่ออุณหภูมิและเวลาการอบอ่อนมากขึ้นจะทำให้โครงสร้างส่วนแข็งเกิดการจัดเรียงเป็นระเบียบมากขึ้น

จากตารางที่ 4.2 ผลการวิเคราะห์ DSC กราฟของ MWCNT/PU-ether นาโนคอมพอสิต พบผลกระทบของการอบอ่อนคล้ายคลึงกับที่เกิดใน PU-ester นาโนคอมพอสิต เมื่อทำการอบอ่อนเกิด microphase separation หมายความว่าทุกสิ่งทุกอย่างที่ห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

separation โครงสร้างส่วนนุ่มและส่วนแข็งแยกออกจากกัน ค่า  $T_{g(MP)}$  จึงลดลง และยังคงพบค่า  $T_{g(HS)}$  ที่อุณหภูมิ 80°C และ 100°C แสดงให้เห็นว่าโครงสร้างส่วนแข็งที่แยกออกมายังมีส่วนที่เป็นอัญฐานอยู่ด้วย และที่อุณหภูมิ 120°C พบว่ามีค่า  $T_{MMT}$  มีแนวโน้มสูงขึ้นและมีการแยก peak มากขึ้น ( $T_{MMT1A}$ ,  $T_{MMT1B}$  และ  $T_{MMT2}$ ) จากการที่โครงสร้างมีการจัดเรียงตัวเป็นระเบียบ ดังนั้นจึงสรุปได้ว่า เมื่อเพิ่มอุณหภูมิในการอบอ่อน ทำให้เกิด microphase separation มากขึ้น ทำให้โครงสร้างมีการจัดเรียงตัวเป็นผลึกมากขึ้น แต่เวลาในการอบอ่อนไม่มีทิศทางการเปลี่ยนแปลงที่ชัดเจน

#### 4.2 การศึกษาสัณฐานวิทยาด้วย FESEM

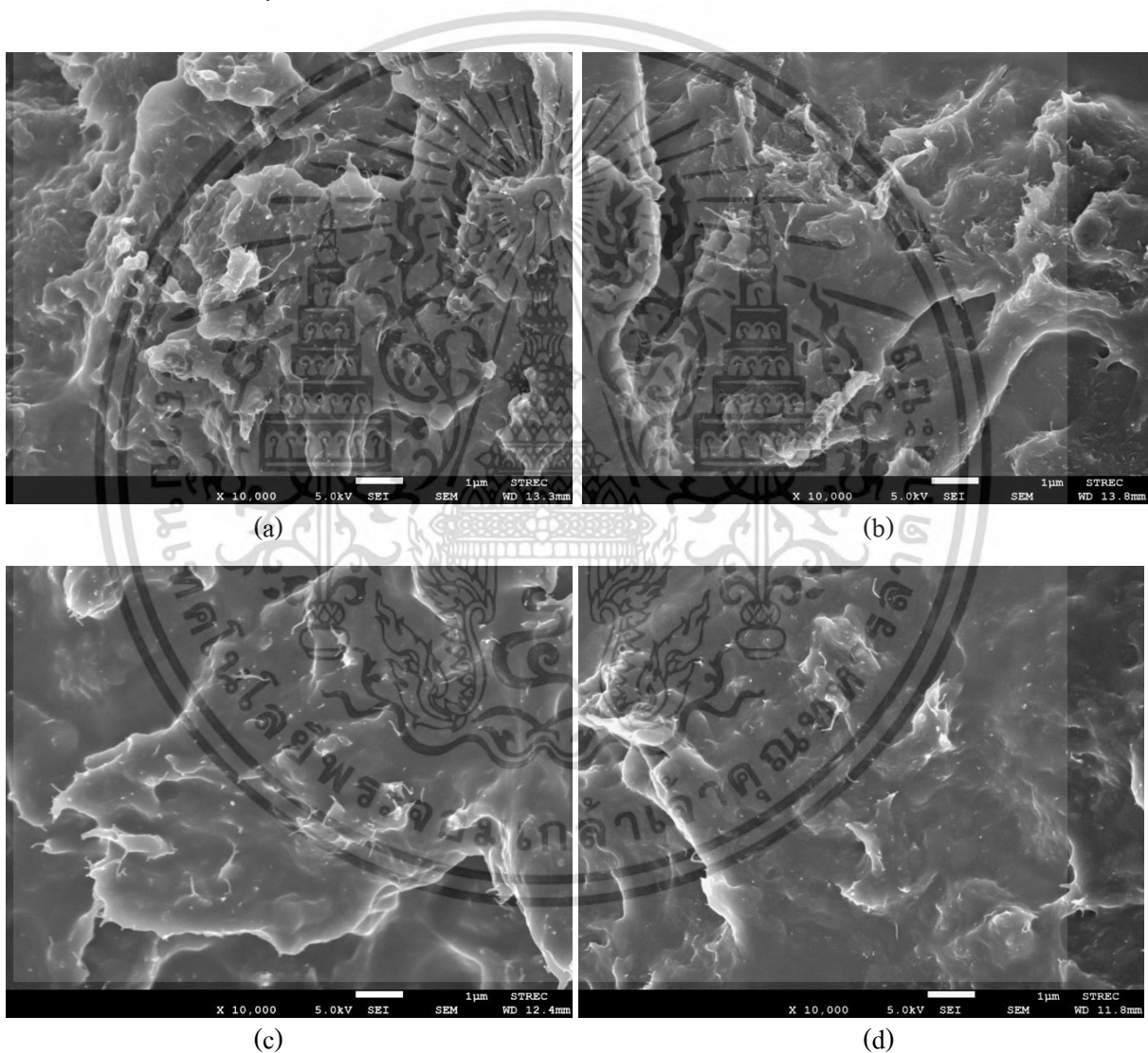
ในงานวิจัยนี้ใช้ FESEM เพื่อศึกษาการกระจายตัวของอนุภาค MWCNT ในพอลิยูรีเทนนาโนคอมพอสิตให้ผลการวิเคราะห์ ดังภาพที่ 4.3 PU-ester/MWCNT นาโนคอมพอสิต และภาพที่ 4.4 PU-ether/MWCNT นาโนคอมพอสิต โดยบริเวณที่เป็นจุดสว่างแสดงถึง MWCNT



ภาพที่ 4.3 FESEM พื้นผิวแตกหักที่กำลังขยาย  $\times 10000$  เท่าของ (a) ester ไม่ผ่านการอบอ่อน

(b) ester 80-6 (c) ester 100-6 และ (d) ester 120-6  
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาค้นคว้าเท่านั้น เมื่ออนุญาตให้ไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

การเปรียบเทียบการกระจายตัวของ MWCNT ในชิ้นงานที่แตกหักจากการทดสอบสมบัติเชิงกลของ MWCNT/PU-ester นาโนคอมพอสิตในภาพที่ 4.3 แสดงให้เห็นว่าคอมพอสิตที่เตรียมได้เป็นนาโนคอมพอสิต และเมื่อผ่านการอบอ่อนแม้จะมีการเกิด microphase separation ขึ้นแต่ MWCNT ไม่กลับมาเกาะกลุ่มกัน (Aggregate) โดยภาพ (a) เป็นนาโนคอมพอสิตที่ไม่ผ่านการอบอ่อน สังเกตเห็นว่า MWCNT มีการกระจายตัวที่ดีในวัสดุนาโนคอมพอสิต และจากภาพ (b), (c) และ (d) เป็นนาโนคอมพอสิตที่ผ่านการอบอ่อนที่เวลาเท่ากันแต่อุณหภูมิแตกต่างกัน (ester 80-6 ester 100-6 และ ester 120-6) จะเห็นว่า MWCNT ยังสามารถกระจายตัวได้ดีถึงแม้ว่าการอบอ่อนด้วยอุณหภูมิที่สูงขึ้นจะเหนี่ยวนำให้เกิดผลึกมากขึ้นแต่ไม่ทำให้ MWCNT กลับมาเกาะกลุ่มกัน



ภาพที่ 4.4 FESEM พื้นผิวแตกหักที่กำลังขยาย  $\times 10000$  เท่าของ (a) ether ไม่ผ่านการอบอ่อน (b) ether 80-12 (c) ether 100-6 และ (d) ether 120-6

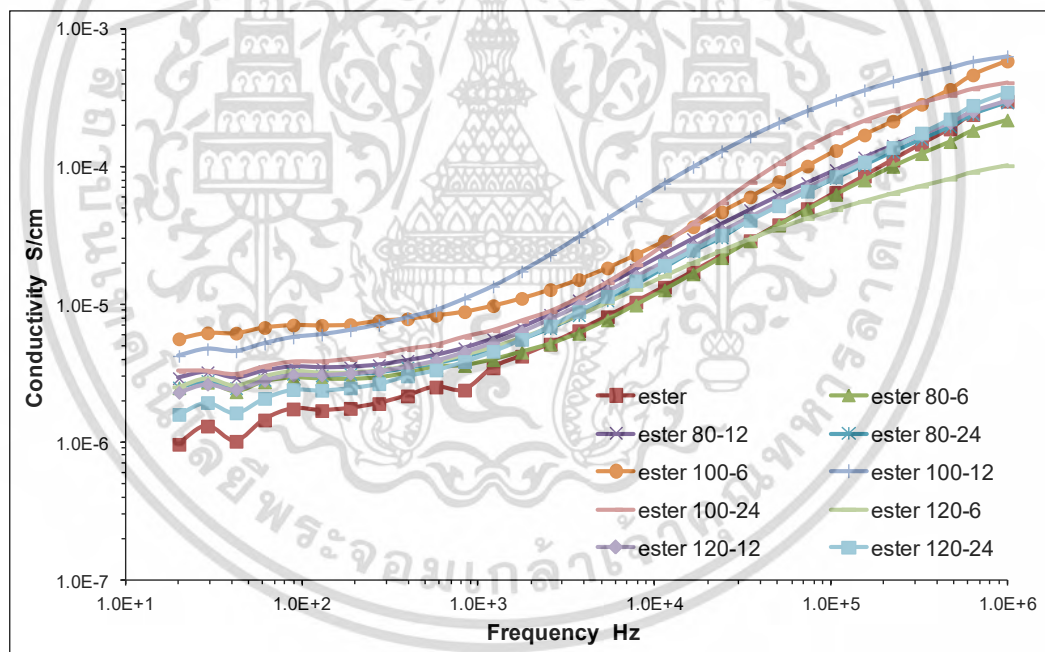
จากภาพที่ 4.4 เป็นการเปรียบเทียบการกระจายตัวของ MWCNT ในชิ้นงานที่แตกหักจากการทดสอบสมบัติเชิงกลของ MWCNT/PU-ether นาโนคอมพอสิต โดยผลที่ได้สอดคล้องกับที่พบใน PU-ester นาโนเอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

คอมพอสิต คือการอบอ่อนแม้จะทำให้เกิด microphase separation และเหนี่ยวนำให้โครงสร้างส่วนแข็งเกิด โครงสร้างที่เป็นผลึกมากขึ้น แต่ MWCNT ยังคงสามารถกระจายตัวได้ดีในเนื้อพอลิเมอร์เมตทริกซ์ ดังใน ภาพ (b), (c) และ (d) ซึ่งเป็นนาโนคอมพอสิตที่ผ่านการอบอ่อน (ether 80-12 ether 100-6 และ ether 120-6)

#### 4.3 การศึกษาสมบัติทางไฟฟ้าด้วยเครื่อง LCR meter

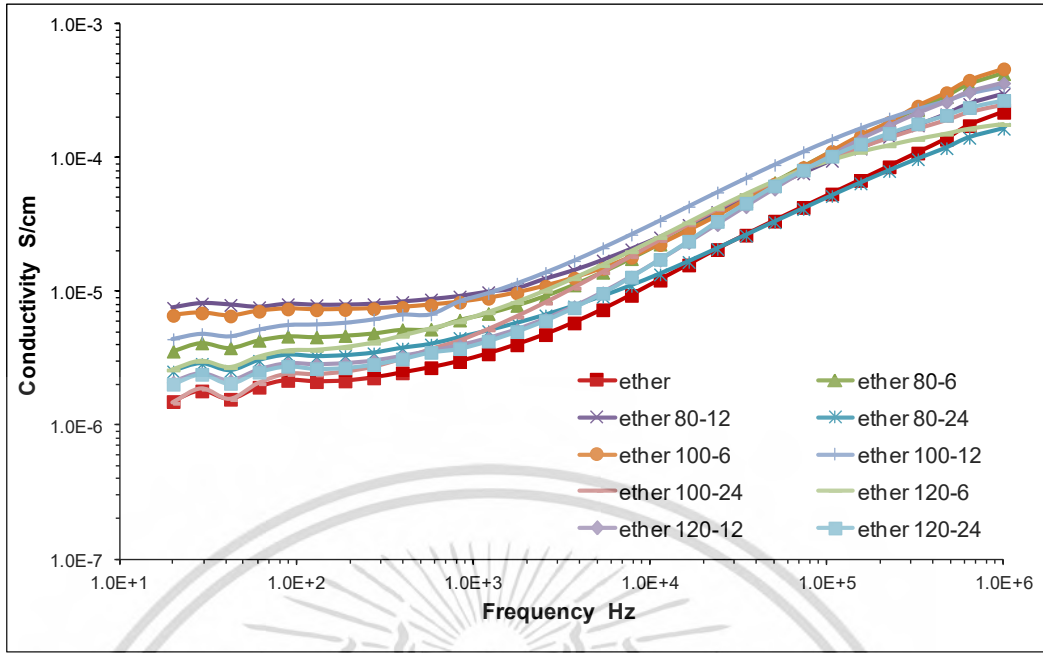
ศึกษาค่าการนำไฟฟ้าของ PU-ester และ PU-ether นาโนคอมพอสิต โดยหาค่าความต้านทานไฟฟ้าที่ ความถี่ 20 ถึง  $1 \times 10^6$  Hz เมื่อนำไปแปลงเป็นค่าการนำไฟฟ้าปรากฏความสัมพันธ์กับความถี่ที่สภาวะในการ อบอ่อนต่างๆ ดังภาพที่ 4.5 PU-ester นาโนคอมพอสิต และภาพ 4.6 PU-ether นาโนคอมพอสิต

จากภาพที่ 4.5 และ 4.6 พบว่าในช่วงความถี่ต่ำตั้งแต่ 20 ถึง 200 Hz นาโนคอมพอสิตที่สภาวะการอบ อ่อนต่างๆมีค่าการนำไฟฟ้าคงที่ หลังจากนั้นค่าการนำไฟฟ้าเพิ่มสูงขึ้นตามความถี่ที่เพิ่มสูงขึ้น จึงกำหนด ค่าความถี่ที่ 200 Hz มาใช้ศึกษาความสัมพันธ์ระหว่างค่าการนำไฟฟ้ากับเวลาในการอบอ่อนที่สภาวะต่างๆ ดังภาพที่ 4.7 และ 4.8

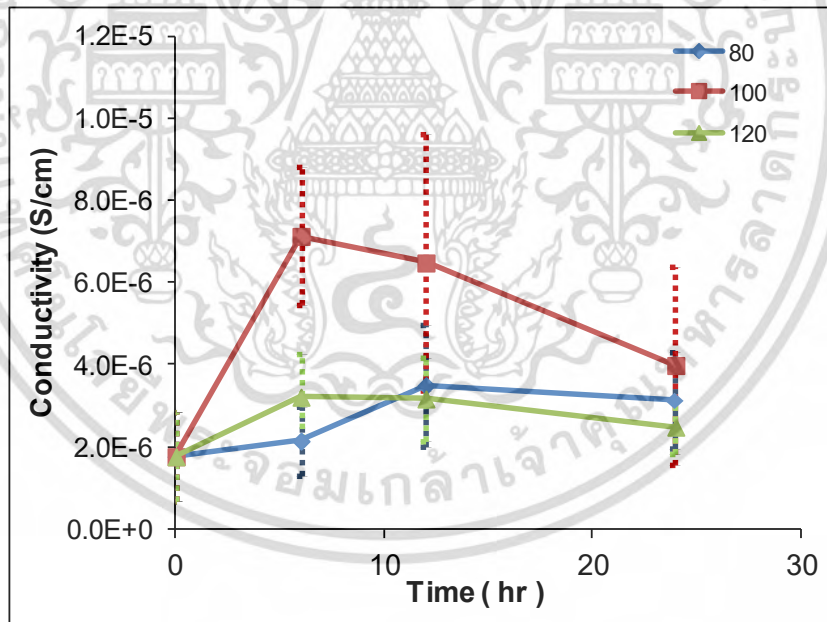


ภาพที่ 4.5 ค่าการนำไฟฟ้ากับความถี่ของ PU-ester นาโนคอมพอสิต ที่อุณหภูมิและเวลาในการอบอ่อนต่างกัน

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



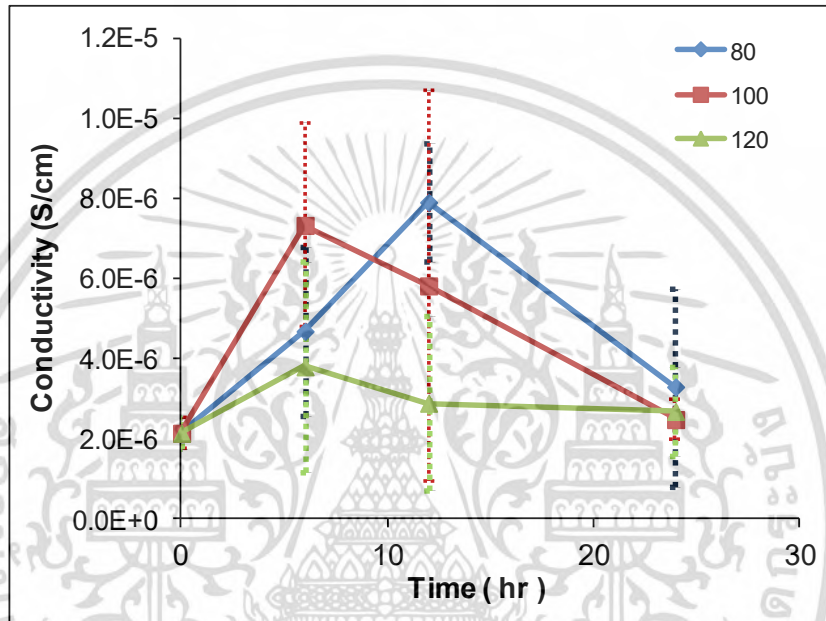
ภาพที่ 4.6 ค่าการนำไฟฟ้ากับความถี่ของ PU-ether นาโนคอมพอสิต ที่อุณหภูมิและเวลาในการอบอ่อนต่างกัน



ภาพที่ 4.7 ค่าการนำไฟฟ้ากับเวลาในการอบอ่อนของ PU-ester นาโนคอมพอสิต

ค่าการนำไฟฟ้าของ PU-ester/MWCNTนาโนคอมพอสิต ดังแสดงในกราฟภาพที่ 4.7 PU-ester นาโนคอมพอสิตที่ผ่านการอบอ่อนมีค่าการนำไฟฟ้าสูงกว่าที่ไม่ผ่านการอบอ่อน สืบเนื่องจากการอบอ่อนจะเหนี่ยวนำให้เกิด microphase separation โดยโครงสร้างส่วนแข็งแยกส่วนออกมาและจัดเรียงตัวเป็นระเบียบมากขึ้นตามเวลาและอุณหภูมิการอบอ่อนที่สูงขึ้น โดยที่อุณหภูมิต่ำ 80 °C พบ  $T_{g(HS)}$  ซึ่งแสดงถึงเอกสารนี้เป็นเอกสารที่สว่นไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

โครงสร้างอสัณฐานของโครงสร้างส่วนแข็ง เมื่อพิจารณาสมบัตินำไฟฟ้าพบว่า ที่เวลา 6 ชั่วโมง ค่าการนำไฟฟ้าเพิ่มสูงขึ้นและเริ่มคงที่ที่เวลา 12 ชั่วโมง ส่วนที่อุณหภูมิอบอุ่น 100 °C โครงสร้างส่วนแข็งมีการจัดเรียงตัวเป็นระเบียบมากขึ้น (จากการพบ  $T_{MMT}$  เพิ่มขึ้น) จึงส่งผลให้ค่าการนำไฟฟ้าเพิ่มขึ้น เมื่อใช้อุณหภูมิอบอุ่นสูงขึ้น คือที่ 120 °C โครงสร้างส่วนแข็งมีความเป็นผลึกมากขึ้น แต่พบว่ามีค่าการนำไฟฟ้าลดลง เนื่องจากมีโครงสร้างเป็นผลึกอย่างมาก จึงทำให้ไปขัดขวางการนำไฟฟ้า สรุปได้ว่าที่อุณหภูมิ 100°C เป็นเวลา 6 ชั่วโมง มีค่าการนำไฟฟ้าสูงที่สุด เนื่องจาก MWCNT ซึ่งกระจายตัวในโครงสร้างส่วนแข็ง



ภาพที่ 4.8 ค่าการนำไฟฟ้ากับเวลาในการอบอุ่นของ PU-ether นาโนคอมพอสิต

ค่าการนำไฟฟ้าของ PU-ether/MWCNT นาโนคอมพอสิต ดังแสดงในกราฟภาพที่ 4.8 PU-ether/MWCNT นาโนคอมพอสิต ผลที่ได้คล้ายคลึงกับการอบอุ่น PU-ester นาโนคอมพอสิตคือการอบอุ่นส่งผลให้ค่านำไฟฟ้าสูงขึ้น เมื่อพิจารณาผลที่ได้จาก DSC พบว่าอุณหภูมิในการอบอุ่นที่มากขึ้นทำให้เกิด microphase separation เพิ่มขึ้นและทำให้โครงสร้างส่วนแข็งมีความเป็นผลึกสูงขึ้น ซึ่งผลึกจะส่งผลให้มีค่าการนำไฟฟ้าลดลง เมื่อเกิดการจัดเรียงตัวเป็นผลึกอย่างมาก คือที่อุณหภูมิ 120°C และเนื่องจาก MWCNT กระจายตัวในโครงสร้างส่วนนี้ซึ่งไม่จำเป็นต้องใช้อุณหภูมิที่สูงมากในการอบอุ่นเพื่อให้เกิดค่านำไฟฟ้าที่สูงขึ้น คือการอบอุ่นที่อุณหภูมิต่ำกว่า 80°C เป็นเวลา 12 ชั่วโมง และที่อุณหภูมิอบอุ่น 100°C เป็นเวลา 6 ชั่วโมง หากใช้อุณหภูมิสูงจะใช้เวลาในการอบอุ่นน้อยกว่าที่อุณหภูมิต่ำ โดยสภาวะการอบอุ่นที่จะเกิดจุดที่ค่านำไฟฟ้าสูงที่สุดคือที่อุณหภูมิอบอุ่น 80°C เป็นเวลา 12 ชั่วโมง

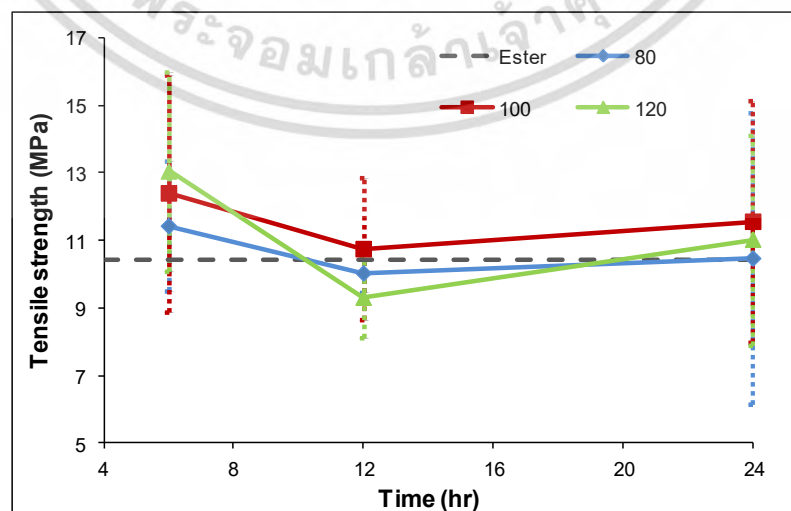
#### 4.4 การศึกษาสมบัติเชิงกลด้วย UTM

ในงานวิจัยนี้ใช้เครื่อง Universal testing machine เพื่อศึกษาสมบัติเชิงกลของ PU/MWCNT นาโนคอมพอสิต การศึกษาสมบัติเชิงกลของ MWCNT/PU-ester นาโนคอมพอสิต ให้ผลการทดสอบ ดังตารางที่ 4.3

ตารางที่ 4.3 ค่า modulus, tensile strength และ elongation ของ PU-ester นาโนคอมพอสิต

สูตร	Modulus (MPa)	Tensile strength (MPa)	Elongation (%)
ester	$30.6 \pm 1.1$	$10.4 \pm 3.1$	$429 \pm 132$
ester 80-6	$27.1 \pm 8.1$	$11.4 \pm 1.9$	$471 \pm 107$
ester 80-12	$24.0 \pm 2.2$	$10.0 \pm 0.6$	$574 \pm 22$
ester 80-24	$19.1 \pm 4.8$	$10.5 \pm 4.3$	$638 \pm 317$
ester 100-6	$30.9 \pm 6.9$	$12.4 \pm 3.5$	$382 \pm 182$
ester 100-12	$24.9 \pm 7.9$	$10.8 \pm 2.1$	$471 \pm 161$
ester 100-24	$23.1 \pm 6.0$	$11.6 \pm 3.6$	$372 \pm 239$
ester 120-6	$24.0 \pm 5.1$	$13.1 \pm 2.9$	$574 \pm 190$
ester 120-12	$24.9 \pm 1.7$	$9.3 \pm 1.2$	$471 \pm 103$
ester 120-24	$24.7 \pm 3.1$	$11.0 \pm 3.1$	$431 \pm 262$

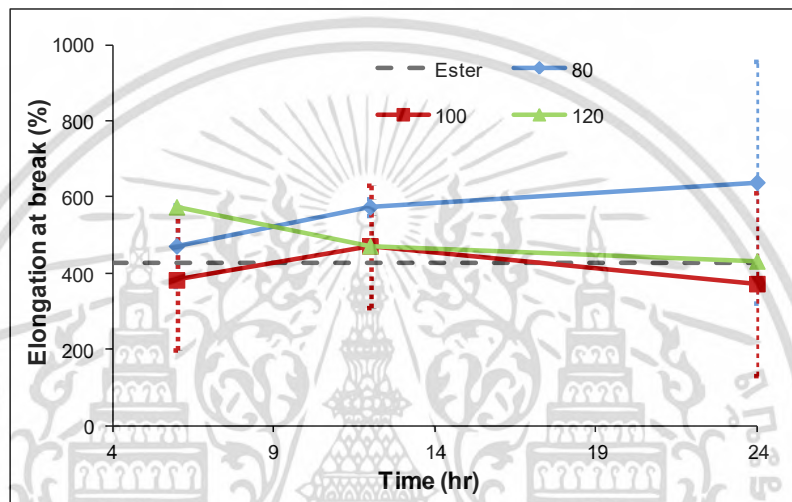
จากตารางที่ 4.3 แสดงผลการทดสอบ modulus ของ PU-ester/MWCNT นาโนคอมพอสิต พบว่าเมื่อทำการอบอ่อน modulus ไม่พบทิศทางการเปลี่ยนแปลงอย่างชัดเจนทั้งอุณหภูมิและเวลาในการอบอ่อน แต่ tensile strength และ elongation at break ของ PU-ester นาโนคอมพอสิตมีการแนวโน้มเปลี่ยนแปลงที่น่าสนใจ จึงนำไปศึกษาความสัมพันธ์กับสภาวะการอบอ่อน ดังแสดงในภาพที่ 4.9 และ 4.10



ภาพที่ 4.9 ค่า Tensile strength กับสภาวะการอบอ่อนของ PU-ester นาโนคอมพอสิต

เอกสารนี้เป็นเอกสารลิขสิทธิ์ของมหาวิทยาลัยเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง ไม่สามารถนำออกจำหน่าย หรือเผยแพร่โดยไม่ได้รับอนุญาต การนำออกจำหน่าย หรือเผยแพร่โดยไม่ได้รับอนุญาต จะถือว่าผิดกฎหมาย

จากภาพที่ 4.9 แสดงผลการทดสอบ tensile strength ของ PU-ester/MWCNT นาโนคอมพอสิต พบว่า PU-ester/MWCNT นาโนคอมพอสิตที่ผ่านการอบอ่อนมีค่า tensile strength มากกว่าที่ไม่ผ่านการอบอ่อนเนื่องจาก MWCNT จะกระจายตัวในโครงสร้างส่วนแข็งของ PU-ester จึงช่วยเสริมความแข็งแรงให้กับ นาโนคอมพอสิต ทำให้เมื่อผ่านการอบอ่อน มีค่า tensile strength สูงขึ้น ที่อุณหภูมิอบอ่อน 80°C, 100°C และ 120°C ที่เวลา 6 ชั่วโมงมีค่า tensile strength มากกว่าที่เวลา 12 และ 24 ชั่วโมง โดยที่เวลา 12 และ 24 ชั่วโมง มีค่า tensile strength ใกล้เคียงกับ PU-ester/MWCNT นาโนคอมพอสิตที่ไม่ผ่านการอบอ่อนนาโนคอมพอสิตอย่างเห็นได้ชัด



ภาพที่ 4.10 ค่า Elongation at break กับสภาวะการอบอ่อนของ PU-ester นาโนคอมพอสิต

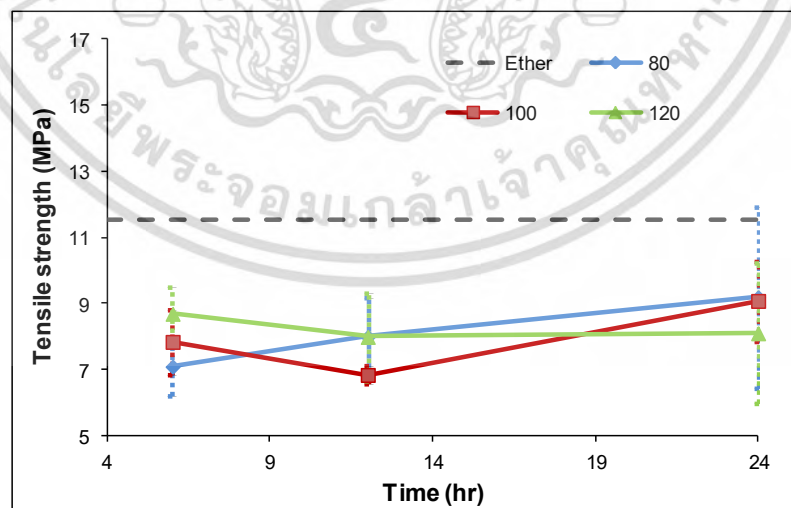
การทดสอบ elongation at break ของ PU-ester/MWCNT นาโนคอมพอสิตแสดงในภาพที่ 4.10 จากผลการวิเคราะห์พบว่าโดยส่วนใหญ่แล้ว PU-ester/MWCNT นาโนคอมพอสิตที่ผ่านการอบอ่อนมีค่า elongation ใกล้เคียงกับนาโนคอมพอสิตที่ไม่ผ่านการอบอ่อน ยกเว้น ester 80-12, ester 80-12 และ ester 120-6 ที่มีค่าสูงกว่านาโนคอมพอสิตที่ผ่านการอบอ่อนเล็กน้อย เนื่องจาก MWCNT กระจายตัวในโครงสร้างส่วนแข็งจึงไม่ได้ส่งผลต่อค่า elongation โดยตรง

เมื่อทำการศึกษามบัติเชิงกลของ PU-ether/MWCNT นาโนคอมพอสิต ให้ผลการทดสอบดังตารางที่ 4.4 หากพิจารณาผลการทดสอบค่า modulus ของ PU-ether/MWCNT นาโนคอมพอสิต จะพบว่าเมื่อทำการอบอ่อนค่า modulus เพิ่มขึ้นแต่ไม่มีทิศทางการเปลี่ยนแปลงอย่างชัดเจนทั้งปัจจัยด้านอุณหภูมิและเวลาในการอบอ่อน แต่ tensile strength และ elongation at break มีการเปลี่ยนแปลง ดังภาพที่ 4.11 และ 4.12

ตารางที่ 4.4 ค่า modulus, tensile strength และ elongation ของ PU-ether นาโนคอมพอสิต

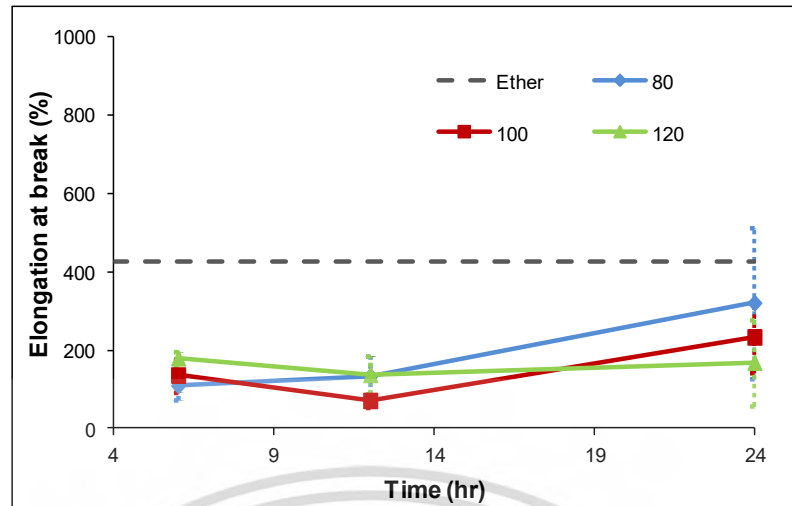
สูตร	Modulus (MPa)	Tensile strength (MPa)	Elongation (%)
ether	$27 \pm 6.6$	$11.5 \pm 4.7$	$425 \pm 261$
ether 80-6	$27.7 \pm 1.3$	$7.1 \pm 0.9$	$109 \pm 37$
ether 80-12	$29.2 \pm 2.8$	$8.0 \pm 1.2$	$133 \pm 50$
ether 80-24	$28.9 \pm 1.1$	$9.2 \pm 2.8$	$320 \pm 193$
ether 100-6	$29.1 \pm 2.2$	$7.8 \pm 1.0$	$135 \pm 41$
ether 100-12	$31.8 \pm 4.7$	$6.8 \pm 0.3$	$70 \pm 16$
ether 100-24	$29.4 \pm 1.0$	$9.1 \pm 1.2$	$232 \pm 89$
ether 120-6	$29.2 \pm 2.4$	$8.9 \pm 0.8$	$179 \pm 16$
ether 120-12	$31.8 \pm 2.1$	$8.0 \pm 1.3$	$137 \pm 47$
ether 120-24	$28.2 \pm 3.0$	$8.1 \pm 2.1$	$168 \pm 110$

จากภาพที่ 4.11 แสดงผลการทดสอบ tensile strength ของ PU-ether/MWCNT นาโนคอมพอสิต พบว่า PU-ether/MWCNT นาโนคอมพอสิตที่ผ่านการอบอ่อนมีค่า tensile strength น้อยกว่าที่ไม่ผ่านการอบอ่อน เนื่องจาก MWCNT กระจายในตัวใน โครงสร้างส่วนนึ่งของ PU-ether เมื่อผ่านการอบอ่อนเกิด microphase separation ทำให้เกิดการแยกส่วนกันระหว่างโครงสร้างส่วนนึ่งและโครงสร้างส่วนแข็ง จึงทำให้มีการส่งผ่านแรงได้ไม่ต่อเนื่อง ส่งผลให้ tensile strength ลดลง



ภาพที่ 4.11 ค่า Tensile strength กับสภาวะการอบอ่อนของ PU-ether นาโนคอมพอสิต

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



ภาพที่ 4.12 ค่า Elongation at break กับสภาวะการอบอ่อนของ PU-ether นาโนคอมพอสิต

เมื่อพิจารณากราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างการทดสอบค่า elongation at break ของ PU-ether/MWCNT นาโนคอมพอสิตจากภาพที่ 4.12 พบว่า PU-ether/MWCNT นาโนคอมพอสิตที่ผ่านการอบอ่อนมีค่า elongation น้อยกว่าที่ไม่ผ่านการอบอ่อน เนื่องจาก MWCNT มีการกระจายตัวในโครงสร้างส่วนนํ้าของ PU-ether ทำให้ MWCNT ไปขัดขวางการเคลื่อนที่ของสายโซ่พอลิเมอร์ในโครงสร้างส่วนนํ้าส่งผลให้ค่า elongation ลดลง แต่เมื่อใช้เวลาในการอบอ่อนเพิ่มขึ้น (24 ชั่วโมง) ที่อุณหภูมิ 80°C และ 100°C จะเกิด stress relaxation ส่งผลให้ค่า elongation สูงขึ้นเล็กน้อย

## บทที่ 5

### สรุปผลการวิจัยและข้อเสนอแนะ

#### 5.1 สรุปผลการวิจัย

การศึกษาผลกระทบของอุณหภูมิและเวลาในการอบอ่อน PU/MWCNT นาโนคอมพอสิต พบว่า PU-ester/MWCNT นาโนคอมพอสิต ที่อุณหภูมิการอบอ่อน 100°C เวลา 6 ชั่วโมง และ PU-ether/MWCNT นาโนคอมพอสิต ที่อุณหภูมิการอบอ่อน 80°C เวลา 12 ชั่วโมง มีค่าการนำไฟฟ้าสูงที่สุด จากผลของ DSC พบว่าเมื่อทำการอบอ่อนวัสดุนาโนคอมพอสิตที่อุณหภูมิและเวลายาวนานขึ้นจะเกิด microphase separation มากขึ้น โครงสร้างส่วนนุ่มและส่วนแข็งแยกออกจากกัน โครงสร้างส่วนแข็งเกิดการจัดเรียงตัวเป็นผลึก สำหรับ PU-ester นาโนคอมพอสิต การใช้อุณหภูมิการอบอ่อนสูง (120°C) ส่งผลให้มีความเป็นผลึกมากแต่ไม่ส่งผลให้มีค่าการนำไฟฟ้าที่ดีขึ้น เช่นเดียวกันกับการใช้อุณหภูมิการอบอ่อนต่ำ (80°C) ที่ทำให้เกิดโครงสร้างอสัณฐานของโครงสร้างส่วนแข็งก็ไม่ส่งผลต่อค่าการนำไฟฟ้า ส่วน PU-ether ที่อุณหภูมิการอบอ่อน 80 และ 100°C การเกิด microphase separation และการเกิดผลึกในโครงสร้างส่วนแข็งไม่ส่งผลต่อค่าการนำไฟฟ้าอย่างมีนัยสำคัญ เนื่องจาก MWCNT กระจายตัวในโครงสร้างส่วนนุ่ม จึงไม่จำเป็นต้องใช้การอบอ่อนที่อุณหภูมิสูงในการเหนี่ยวนำให้เกิดการจัดเรียงตัวของโครงสร้าง ในทางตรงกันข้ามการเกิดผลึกของโครงสร้างส่วนแข็งเมื่อทำการอบอ่อนที่อุณหภูมิสูง มีผลให้สมบัติการนำไฟฟ้าลดลง ส่วนสมบัติเชิงกลของ PU-ester มี MWCNT กระจายตัวในโครงสร้างส่วนแข็ง ส่งผลให้มีค่า tensile strength สูงขึ้นเมื่อผ่านการอบอ่อนแต่ไม่ได้ส่งผลต่อค่า elongation at break และ PU-ether มี MWCNT กระจายตัวในโครงสร้างส่วนนุ่ม ส่งผลให้มีค่า tensile strength และค่า elongation at break ลดลง

#### 5.2 ข้อเสนอแนะ

จากการศึกษาการอบอ่อนของ PU/MWCNT นาโนคอมพอสิตที่มีโครงสร้างส่วนนุ่มแตกต่างกันโดยมีปัจจัยศึกษาต่างๆ ได้แก่ อุณหภูมิในการอบอ่อน และเวลาในการอบอ่อน สามารถสรุปข้อเสนอแนะสำหรับงานวิจัยต่อไปได้ดังนี้

- 1) ควรทำการศึกษาผลกระทบของปริมาณ MWCNT ที่มีต่อค่าการนำไฟฟ้าเนื่องจากในงานวิจัยใช้เพียง 0.5 %wt MWCNT ซึ่งอาจเป็นปริมาณที่น้อยเกินไปทำให้เห็นค่าการนำไฟฟ้าที่ไม่ชัดเจน
- 2) ควรทำการศึกษาความเป็นผลึกโดยใช้เทคนิค x-ray Diffraction

## บทที่ 6

### สรุปผลผลิตงานวิจัย

**Jirakittidul, K.**, D. Limthin, S. Mahithithummathorn, and S. Phaewchimphlee, *Effect of annealing temperature and time on PU/MWCNT nanocomposites*, Poster presentation in *The Second Materials Research Society of Thailand International Conference 2019*: Pattaya, Thailand.



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

## เอกสารอ้างอิง

1. Saunders, J.H. and K.C. Frisch, *Polyurethanes Chemistry and Technology. Part II Technology*. 1964, New York: Interscience Publishers.
2. Ionescu, M., *Chemistry and Technology of Polyols for Polyurethanes*. 2005: Rapra Technology Limited.
3. Harris, P.J.F., *Carbon Nanotube Science: Synthesis, Properties and Applications*. 2009, Cambridge: Cambridge University Press.
4. Coleman, J.N., U. Khan, W.J. Blau, and Y.K. Gun'ko, *Small but Strong: a Review of the Mechanical Properties of Carbon Nanotube-Polymer Composites*. *Carbon*, 2006. **44**(9): p. 1624-1652.
5. Spitalsky, Z., D. Tasis, K. Papagelis, and C. Galiotis, *Carbon Nanotube-Polymer Composites: Chemistry, Processing, Mechanical and Electrical Properties*. *Progress in Polymer Science*, 2010. **35**(3): p. 357-401.
6. Jiang, F., L. Zhang, Y. Jiang, Y. Lu and W. Wang, *Effect of Annealing Treatment on the Structure and Properties of Polyurethane/Multiwalled Carbon Nanotube Nanocomposites*. *Journal of applied polymer science*, 2012. **126**: p. 845–852.
7. Ko, Y., Y. Lee, K. Devarayan, B. Kim, T. Hayashi and I. Kim, *Annealing effects on mechanical properties and shape memory behaviors of silicone-coated elastomeric polycaprolactone nanofiber filaments*. *Materials Letters*, 2014. **131**: p. 128-131.
8. Ciprianoa, B. H., A. K. Kotab, A. L. Gershonb, C. J. Laskowskib, T. Kashiwagic, H. A. Bruckb and S. R. Raghavana. *Conductivity Enhancement of Carbon Nanotube and Nanofiber-Based Polymer Nanocomposites by Melt Annealing*. *Polymer*, 2008. **49**: p. 4846-4851.
9. ศูนย์เทคโนโลยีโลหะและวัสดุแห่งชาติ. 2015. **เทคนิควิเคราะห์สมบัติทางความร้อนของวัสดุ**. [Online]. Available: <https://www.mtec.or.th/mcu/phcl/index.php/th/2014-09-04-06-23-37/14->
10. Banfield, D. *Understanding and measuring electrical resistivity in conductive inks and adhesives*. *SGIA Journal*, 2000. **6**: p.29-36.

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

## ภาคผนวก ก

บันทึกการรับ-จ่ายเงิน โครงการวิจัย สัญญาเลขที่ .....2561-01-05-57..... ตั้งแต่วันที่ .....1 ตุลาคม 2560.... ถึงวันที่ .....30 กันยายน 2561....

แหล่งทุน: ทุนอุดหนุนการวิจัย ประเภทเงินอุดหนุนทั่วไป เงินรายได้ คณะวิทยาศาสตร์ สจล.

ชื่อโครงการ : ผลกระทบของอุณหภูมิและเวลาการอบอ่อนต่อคาร์บอนนาโนทิวป์แบบผนังหลายชั้น ในพอลิยูรีเทนนาโนคอมพอสิต

ชื่อหัวหน้าโครงการ: ดร. กิตติเมธ ธีระกิตติคุณ

ว/ค/ป	รายการ	เลขที่อ้างอิง	รายการรับ - จ่าย			รายรับ	รายจ่าย					รวม รายจ่าย	
			รับ	จ่าย	คงเหลือ		ดอกเบี้ยรับ	งบบุคลากร					งบลงทุน
								ค่าจ้างชั่วคราว	ค่าตอบแทน	ค่าใช้สอย	ค่าวัสดุ		
	งบประมาณที่ได้รับการอนุมัติ (ตามแผน)		50,000.00										-
	จำนวนเงินที่ได้รับ (งวดที่ 1 = 85%)		42,500.00										
	จำนวนเงินที่ได้รับ (งวดที่ 2 = 15%)		7,500.00										
	หัก ค่าใช้จ่าย (ครั้งที่ 1)			2,621.50			-	-	-	2,621.50	-	-	2,621.50
	ค่าใช้จ่าย (ครั้งที่ 2)			39,920.00			-	-	39,920.00	-	-	-	39,920.00
	ค่าใช้จ่าย (ครั้งที่ 3)			7,538.40			-	-	4,200.00	3,338.40	-	-	7,538.40
	งบประมาณคงเหลือ		50,000.00	50,079.90	-	79.90	0.00						
	รายละเอียดค่าใช้จ่าย												
	ครั้งที่ 1												
6 ธ.ค. 60	PTFE SKIVED Sheet 1*1200*2000 mm	HS1712002							2,621.50				2,621.50
	รวมครั้งที่ 1								2,621.50				2,621.50
	ครั้งที่ 2												
4 พ.ค. 61	ค่าวิเคราะห์เครื่อง DSC	1259002132							24,280.00				24,280.00
7 พ.ค. 61	ค่าวิเคราะห์เครื่อง FESEM-EDS	1259002144							15,640.00				15,640.00
	รวมครั้งที่ 2								39,920.00				39,920.00
	ครั้งที่ 3												
9 พ.ย. 61	PTFE SKIVED Sheet 1*1200*2000 mm	HS1811143								3,338.40			3,338.40
12 พ.ย. 61	ค่าจ้างเหมาชิ้นรูปนาโนคอมพอสิต	ไม่มี							4,200.00				4,200.00
	รวมครั้งที่ 3								4,200.00	3,338.40			7,538.40

ลงชื่อหัวหน้าโครงการ ..... วันที่ .....

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

## ประวัตินักวิจัย

ชื่อ - นามสกุล (ภาษาไทย) ดร. กิตติมนต์ จิระกิตติคุณ

ชื่อ - นามสกุล (ภาษาอังกฤษ) Kittimon Jirakittidul, PhD

ตำแหน่งปัจจุบัน อาจารย์

หน่วยงาน ภาควิชาเคมี คณะวิทยาศาสตร์ สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง

โทรศัพท์ 02-3298000 ต่อ 6235

โทรสาร 02-3298428

Email Kittimon.ji@kmitl.ac.th

### ประวัติการศึกษา

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

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้