



## รายงานการวิจัยฉบับสมบูรณ์

การศึกษาจุดนำไฟฟ้าของคาร์บอนนาโนทิวส์แบบผนังหลายชั้นใน  
พอลิยูรีเทนนาโนคอมพอสิตโดยวิธีผสมแบบหลอมเหลว

**Study of electrical percolation threshold of MWCNT in polyurethane  
nanocomposites prepared by melt mixing process**

ดร. กิตติมนต์ จิระกิตติคุณย์

ภาควิชา เคมี คณะวิทยาศาสตร์ สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง

ได้รับทุนสนับสนุนงานวิจัยจากเงินงบประมาณ 2560  
คณะวิทยาศาสตร์ สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง



## รายงานการวิจัยฉบับสมบูรณ์

การศึกษาจุดนำไฟฟ้าของคาร์บอนนาโนทิวบ์แบบผนังหลายชั้นใน  
พอลิยูรีเทนนาโนคอมพอสิตโดยวิธีผสมแบบหลอมเหลว

**Study of electrical percolation threshold of MWCNT in polyurethane  
nanocomposites prepared by melt mixing process**

ดร. กิตติมนต์ จิระกิตติคุณย์

ภาควิชา เคมี คณะวิทยาศาสตร์ สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง

ได้รับทุนสนับสนุนงานวิจัยจากเงินงบประมาณ 2560  
คณะวิทยาศาสตร์ สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง

ชื่อโครงการ (ภาษาไทย) การศึกษาจุดนำไฟฟ้าของคาร์บอนนาโนทิวป์แบบผนังหลายชั้นในพอลิยูรีเทนนาโนคอมพอสิตโดยวิธีผสมแบบหลอมเหลว

ชื่อโครงการ (ภาษาอังกฤษ) Study of electrical percolation threshold of MWCNT in polyurethane nanocomposites prepared by melt mixing process

แหล่งเงิน ทุนสนับสนุนงานวิจัยจากเงินงบประมาณได้ ประจำปีงบประมาณ 2560

คณะวิทยาศาสตร์ สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง

ประจำปีงบประมาณ 2560 จำนวนเงินที่ได้รับการสนับสนุน 50,000 บาท

ระยะเวลาทำการวิจัย 1 ปี ตั้งแต่ 1 ตุลาคม 2559 ถึง 30 กันยายน 2560

หัวหน้าโครงการ ดร. กิตติมนต์ จิระกิตติคุณย์

สังกัด ภาควิชา เคมี คณะวิทยาศาสตร์ สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง

### บทคัดย่อ

โดยทั่วไปเทอร์โมพลาสติกพอลิยูรีเทนจัดเป็นบล็อกโคพอลิเมอร์ที่ประกอบด้วยโครงสร้างส่วนแข็งและส่วนนุ่ม ซึ่งจะถูกรับปรุงสมบัติการนำไฟฟ้าด้วยการเติมคาร์บอนนาโนทิวป์แบบผนังหลายชั้น (Multi-wall carbon nanotube, MWCNT) ในงานวิจัยนี้ใช้พอลิยูรีเทนที่มีโครงสร้างส่วนนุ่มที่ต่างกัน ได้แก่ พอลิเอเทอร์ (PU-ether) และพอลิเอสเทอร์ (PU-ester) นาโนคอมพอสิตที่ความเข้มข้น 0.3 – 1.5 %wt จะถูกเตรียมด้วยวิธีการผสมแบบหลอมเหลวโดยใช้อุณหภูมิการผสมที่ต่างกัน จากผลของ FESEM พบว่า MWCNT สามารถกระจายตัวได้ดีในพอลิยูรีเทนเมตริกซ์ทั้งสองชนิด เมื่อใช้ the percolation theory มาวิเคราะห์หาค่า  $p_c$  (percolation thresholds) และค่า  $t$  exponent ใน PU/MWCNT นาโนคอมพอสิต พบว่าใน PU-ester นาโนคอมพอสิตมีค่า  $p_c = 0.45$  และค่า  $t$  exponent = 2.70 ซึ่งค่า  $t$  exponent เป็นแบบ universal บ่งชี้ถึงโครงสร้างห้ำมิตติ (hypercubic structure) ของโครงข่ายเชื่อมโยงการนำไฟฟ้าของ MWCNT ส่วน PU-ether นาโนคอมพอสิตพบค่า  $p_c = 0.43$  และค่า  $t$  exponent = 5.68 ค่า  $t$  exponent เป็นแบบ non-universal บ่งชี้ถึงการเกิด tunneling effect ในนาโนคอมพอสิต เมื่อความเข้มข้นของ MWCNT ที่มากกว่าจุด  $p_c$  ค่าโมดูลัสของ PU-ester นาโนคอมพอสิตเพิ่มขึ้น 25% ในขณะที่ ค่าโมดูลัสของ PU-ether นาโนคอมพอสิตเพิ่มขึ้น 10% ซึ่งเป็นผลมาจาก MWCNT กระจายในโครงสร้างส่วนแข็งของ PU-ester จึงทำให้มีการปรับปรุงสมบัติเชิงกลที่ดีกว่า PU-ether นาโนคอมพอสิตที่ MWCNT กระจายในโครงสร้างส่วนนุ่ม

คำสำคัญ: นาโนคอมพอสิต, คาร์บอนนาโนทิวป์, พอลิยูรีเทน และ จุดนำไฟฟ้า

**Research Title:** Study of electrical percolation threshold of MWCNT in polyurethane nanocomposites prepared by melt mixing process

**Researcher:** Kittimon Jirakittidul, PhD

**Faculty:** Science

**Department:** Chemistry

### ABSTRACT

Thermoplastic polyurethanes (PU) are mostly block copolymers consisting of soft and hard segments. In order to enhance electrical conductivity, multi-walled carbon nanotubes (MWCNT) are incorporated. PU used in this research had two different soft segments; i.e. polyether (PU-ether) and polyester (PU-ester). Nanocomposites were prepared by melt mixing method with different mixing temperature at 0.3 – 1.5 %wt. From FESEM results, MWCNT were dispersed well in both PU matrices. The conducting percolation thresholds ( $p_c$ ) and  $t$  exponent in PU/ MWCNT nanocomposites were investigated by using the percolation theory. It was found  $p_c = 0.45$  and  $t$  exponent = 2.70 in PU-ester nanocomposites. The value of  $t$  exponent was the universal value implied to five dimension structure (hypercubic structure) of MWCNT conductive network. On the other hand, PU-ether nanocomposites showed  $p_c = 0.43$  and  $t$  exponent = 5.68. The non-universal value of  $t$  exponent indicated to the tunneling effect in nanocomposites incorporating with MWCNT. At MWCNT loading above the percolation threshold, modulus of PU-ester nanocomposites increased approximately 25% while modulus of PU-ether nanocomposites increased approximately 10%. It was the result of MWCNT dispersed in hard segments of PU-ester, therefore, the improvement of mechanical properties were better than that of PU-ether nanocomposites in which MWCNT dispersed in soft segments.

**Keywords:** Nanocomposite, Multiwall carbon nanotube, Polyurethane and Percolation threshold

## กิตติกรรมประกาศ

งานวิจัยนี้สามารถสำเร็จลุล่วงมาได้ด้วยดี เนื่องจากการวิจัยครั้งนี้ได้รับทุนสนับสนุนการวิจัยจากสถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง จากแหล่งทุนเงินงบประมาณ ประจำปีงบประมาณ พ.ศ. 2560 คณะวิทยาศาสตร์ สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง

ขอขอบคุณเจ้าหน้าที่ภาควิชาเคมี คณะวิทยาศาสตร์ สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง ที่ช่วยอำนวยความสะดวกในการวิจัย

ดร. กิตติมนต์ จิระกิตติคุณย์

## สารบัญ

	หน้า
บทคัดย่อภาษาไทย.....	I
บทคัดย่อภาษาอังกฤษ.....	II
กิตติกรรมประกาศ.....	III
สารบัญ.....	IV
สารบัญตาราง.....	VII
สารบัญภาพ.....	VIII
<b>บทที่ 1 บทนำ</b> .....	<b>1</b>
1.1 ความเป็นมาและความสำคัญของปัญหา.....	1
1.2 วัตถุประสงค์ของการวิจัย.....	2
1.3 ขอบเขตของการวิจัย.....	2
1.4 วิธีดำเนินการวิจัย.....	3
1.8 ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับ.....	3
<b>บทที่ 2 ทฤษฎีและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง</b> .....	<b>4</b>
<b>บทที่ 3 วิธีดำเนินการวิจัย</b> .....	<b>6</b>
3.1 แผนการดำเนินงาน.....	6
3.2 สารเคมีและอุปกรณ์.....	6
3.3 วิธีการทดลอง.....	7
<b>บทที่ 4 ผลการวิจัย</b> .....	<b>10</b>
4.1 ผลการศึกษาการเปลี่ยนแปลงทางความร้อนด้วยเทคนิค DSC.....	10
4.2 ผลการศึกษาสัณฐานวิทยาด้วย FESEM.....	13
4.3 ผลการศึกษาสมบัติเชิงกลด้วย UTM.....	14
4.4 ผลการศึกษาสมบัติทางไฟฟ้าด้วยเครื่อง LCR meter.....	17
<b>บทที่ 5 สรุปผลการวิจัยและข้อเสนอแนะ</b> .....	<b>24</b>
5.1 สรุปผลการวิจัย.....	24
5.2 ข้อเสนอแนะ.....	24
<b>บทที่ 6 สรุปผลผลิตงานวิจัย</b> .....	<b>25</b>
6.1 รายละเอียดผลผลิตงานวิจัยที่ผลิตได้.....	25
<b>เอกสารอ้างอิง</b> .....	<b>26</b>

## สารบัญ (ต่อ)

	หน้า
ภาคผนวก.....	27
ภาคผนวก ก .....	27
ประวัติผู้วิจัย.....	28

## สารบัญตาราง

ตารางที่	หน้า
3.1 สภาวะในการขึ้นรูปวัสดุนาโนคอมพอสิต.....	7
4.1 ผลการวิเคราะห์ DSC ของ PU-ester/MWCNT นาโนคอมพอสิต.....	11
4.2 ผลการวิเคราะห์ DSC ของ PU-ether/MWCNT นาโนคอมพอสิต.....	12
4.3 สมบัติเชิงกลของ PU-ester/MWCNT นาโนคอมพอสิต.....	15
4.4 สมบัติเชิงกลของ PU-ether/MWCNT นาโนคอมพอสิต.....	15

## สารบัญภาพ

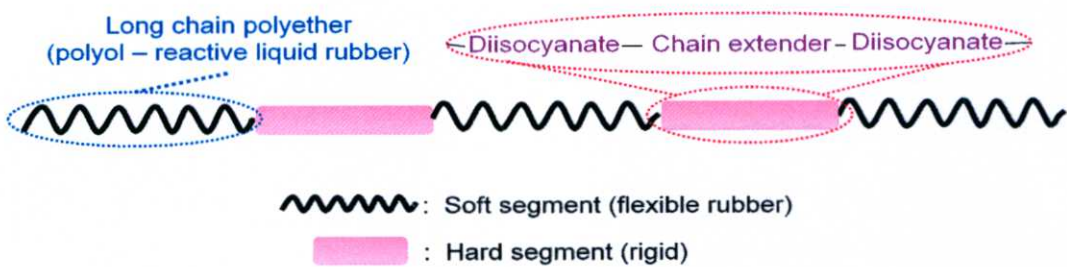
ภาพที่	หน้า
1.1 โครงสร้างทางเคมีของพอลิยูรีเทน.....	1
1.2 การใช้งานของผลิตภัณฑ์พอลิยูรีเทน.....	1
3.1 ชิ้นงานตัวอย่างสำหรับการทดสอบทางไฟฟ้า.....	9
4.1 กราฟ DSC ของ MWCNT/PU-ester นาโนคอมพอสิต.....	10
4.2 กราฟ DSC ของ MWCNT/PU-ether นาโนคอมพอสิต.....	11
4.3 FESEM ของพื้นผิวแตกหักที่กำลังขยาย $\times 10000$ เท่าของ (a) 1.5 Es-190 และ (b) 1.5 Es-200.....	13
4.4 FESEM ของพื้นผิวแตกหักที่กำลังขยาย $\times 20000$ เท่าของ (a) 0.3 Et-200 และ (b) 0.3 Et-210.....	13
4.5 FESEM ของพื้นผิวแตกหักที่กำลังขยาย $\times 20000$ เท่าของ (a) PU-ester/MWCNT นาโนคอมพอสิต และ (b) PU-ether/MWCNT นาโนคอมพอสิต.....	14
4.6 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างค่า Young's Modulus กับปริมาณ MWCNT โดยใช้ข้อมูลในการผสมต่างกัน (a) PU-ester และ (b) PU-ether นาโนคอมพอสิต.....	17
4.7 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างค่าการนำไฟฟ้ากับความถี่ของ PU-ester นาโนคอมพอสิต.....	18
4.8 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างค่าการนำไฟฟ้ากับความถี่ของ PU-ether นาโนคอมพอสิต.....	18
4.9 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างค่าการนำไฟฟ้ากับปริมาณ MWCNT ที่เติมลงใน PU-ester นาโนคอมพอสิต โดยใช้ข้อมูลในการผสม (a) 190°C และ (b) 200°C.....	19
4.10 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างค่าการนำไฟฟ้ากับปริมาณ MWCNT ที่เติมลงใน PU-ether นาโนคอมพอสิต โดยใช้ข้อมูลในการผสม (a) 200°C และ (b) 210°C.....	20
4.11 การวิเคราะห์หาสมการความสัมพันธ์ระหว่างค่าการนำไฟฟ้ากับปริมาณ MWCNT ด้วย Percolation theory ใน PU-ester นาโนคอมพอสิต โดยใช้ข้อมูลในการผสม (a) 190°C และ (b) 200°C.....	21
4.12 การวิเคราะห์หาสมการความสัมพันธ์ระหว่างค่าการนำไฟฟ้ากับปริมาณ MWCNT ด้วย Percolation theory ใน PU-ether นาโนคอมพอสิต โดยใช้ข้อมูลในการผสม (a) 200°C และ (b) 210°C.....	22

## บทที่ 1

### บทนำ

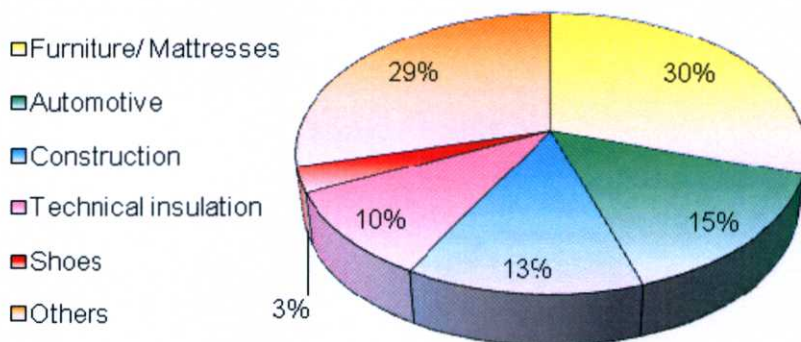
#### 1.1 ความเป็นมาและความสำคัญของปัญหา

พอลิยูรีเทนจัดเป็นโคพอลิเมอร์แบบบล็อก (block copolymer) ชนิดหนึ่ง ซึ่งมีพันธะยูรีเทน (-NHCO-O-) อยู่ในโมเลกุล โครงสร้างทางเคมีของพอลิยูรีเทนโดยทั่วไปประกอบด้วย 2 ส่วนคือ โครงสร้างส่วนแข็ง (hard segment) และ โครงสร้างส่วนนิ่ม (soft segment) ดังแสดงในภาพที่ 1.1 โครงสร้างส่วนนิ่มจะเป็นส่วนของสายโซ่ที่มีความยืดหยุ่น เช่น polyether polyol หรือ polyester polyol ส่วนโครงสร้างส่วนแข็งจะเป็นส่วนของสายโซ่ที่มีความแข็งตึง (stiffness)



ภาพที่ 1.1 โครงสร้างทางเคมีของพอลิยูรีเทน

พอลิยูรีเทนมีสมบัติเด่นที่สำคัญอย่างหนึ่งคือ โครงสร้างทางเคมีของพอลิยูรีเทนสามารถถูกปรับแต่งเพื่อให้เกิดสมบัติที่เหมาะสมกับการใช้งานที่แตกต่างกันได้ [1] การใช้งานของผลิตภัณฑ์พอลิยูรีเทนในด้านต่างๆแสดงอยู่ในรูปภาพที่ 1.2 [2] อันได้แก่ งานฟอร์นิเจอร์, งานอโต้โมทีฟ, งานด้านก่อสร้าง, งานฉนวน และ งานรองเท้า เป็นต้น



ภาพที่ 1.2 การใช้งานของผลิตภัณฑ์พอลิยูรีเทน [2]

เพื่อทำการปรับปรุงสมบัติเชิงกลและสมบัติทางไฟฟ้าให้กับพอลิยูรีเทน จึงมีการทำคอมพอสิตกับสารเติมแต่งที่มีสมบัตินำไฟฟ้า เช่น คาร์บอนแบล็ก (carbon black) และคาร์บอนนาโนทิวบ์ (carbon

nanotubes) โดยหากต้องการ ได้สมบัติของคอมพอสิตที่ดี มีปัจจัยสำคัญที่ต้องคำนึงถึงคือการกระจายตัวของสารเติมแต่งเหล่านี้ในเนื้อของพอลิยูริเทน ซึ่งหากสารเติมแต่งเหล่านี้กระจายตัวได้ดีในเนื้อเมตริกซ์ ก็จะทำให้ได้สมบัติของคอมพอสิตที่ดี

ในโครงการวิจัยนี้จะทำการศึกษาคอมพอสิตระหว่างพอลิยูริเทนกับคาร์บอนนาโนทิวป์แบบผนังหลายชั้น (multiwalled carbon nanotubes หรือ MWCNT) คาร์บอนนาโนทิวป์แบบผนังหลายชั้นมีลักษณะเป็นทิวแถวของท่อกราฟีนที่มีเส้นผ่านศูนย์กลางภายนอกระหว่าง 2.5 ถึง 30 นาโนเมตร[3] คาร์บอนนาโนทิวป์เป็นสารเติมแต่งระดับนาโนที่ได้รับความสนใจเป็นอย่างมากในปัจจุบัน เนื่องจากมีความสามารถในการแสดงสมบัติเด่นในหลายๆด้านรวมไว้ด้วยกัน ทั้งสมบัติทางความร้อน, สมบัติเชิงกล และสมบัติทางไฟฟ้า [4-5] แต่สืบเนื่องจากคาร์บอนนาโนทิวป์มีค่า aspect ratio ที่สูง ทำให้คาร์บอนนาโนทิวป์มักจะพันกันและรวมตัวเป็นก้อน จึงนำไปสู่สมบัติของคอมพอสิตที่ด้อยลงไป

นอกเหนือจากนี้การที่พอลิยูริเทนเป็น โคพอลิเมอร์แบบบล็อกที่ประกอบด้วย โครงสร้างหลัก 2 ส่วน คือส่วนแข็งและส่วนนิ่ม ซึ่งมีลักษณะความมีขี้ที่แตกต่างกัน ทำให้มีความเป็นไปได้ว่าคาร์บอนนาโนทิวป์ อาจจะมีการกระจายอยู่แบบเลือกที่ในเนื้อพอลิยูริเทน ในงานวิจัยนี้ทำการศึกษาจุนำไฟฟ้าของนาโนคอมพอสิตระหว่างพอลิยูริเทนกับคาร์บอนนาโนทิวป์แบบผนังหลายชั้น และยังจะทำการศึกษาเปรียบเทียบจุนำไฟฟ้าของวัสดุคอมพอสิตในพอลิยูริเทนที่มีโครงสร้างส่วนนิ่ม (soft segment) ที่แตกต่างกันอีกด้วย

## 1.2 วัตถุประสงค์ของงานวิจัย

1. ศึกษาจุนำไฟฟ้าของคาร์บอนนาโนทิวป์แบบผนังหลายชั้นในพอลิยูริเทนคอมพอสิต
2. เปรียบเทียบจุนำไฟฟ้าในพอลิยูริเทนที่มีโครงสร้างทางเคมีของส่วนนิ่มที่ต่างกัน คือ polyether และ polyester

## 1.3 ขอบเขตของงานวิจัย

1. เตรียมคอมพอสิตระหว่างพอลิยูริเทนและคาร์บอนนาโนทิวป์แบบผนังหลายชั้น โดยใช้พอลิยูริเทนที่มีโครงสร้างส่วนนิ่มที่ต่างกัน
2. เตรียมคอมพอสิตโดยวิธีผสมแบบหลอมเหลว (melt mixing) โดยใช้ความเข้มข้นของคาร์บอนนาโนทิวป์แบบผนังหลายชั้นที่ต่างกัน
3. ขึ้นรูปวัสดุคอมพอสิตเพื่อเตรียมไว้สำหรับการทดสอบ
4. ทดสอบสมบัติต่างๆของคอมพอสิต ทั้งสมบัติทางความร้อน, สมบัติเชิงกล และสมบัติทางไฟฟ้า

#### 1.4 วิธีดำเนินการวิจัย

1. จัดซื้อสารเคมีและอุปกรณ์ต่างๆสำหรับทำการวิจัย
2. ทำการเตรียมคอมพอสิตของพอลิยูรีเทนกับคาร์บอนนาโนทิวบ์แบบผนังหลายชั้น โดยวิธีการผสมแบบหลอมเหลว ที่ความเข้มข้นของคาร์บอนนาโนทิวบ์แบบผนังหลายชั้นที่ต่างกัน
3. ขึ้นรูปชิ้นงานสำหรับนำไปทดสอบสมบัติเชิงกล, สมบัติทางความร้อน และสมบัติทางไฟฟ้าของวัสดุคอมพอสิตที่เตรียมได้
4. ส่งวิเคราะห์ชิ้นทดสอบ
5. วิเคราะห์จุดนำไฟฟ้าของวัสดุคอมพอสิตโดยใช้ percolation theory และเปรียบเทียบกับค่านำไฟฟ้าของวัสดุคอมพอสิตที่มีโครงสร้างส่วนนึ่งของพอลิยูรีเทนที่ต่างกัน
6. สรุปองค์ความรู้เพื่อนำไปประยุกต์ใช้ต่อไป
7. เผยแพร่งานวิจัยออกสู่สาธารณะ

#### 1.5 ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับ

1. สามารถทราบถึงผลกระทบของอุณหภูมิต่อความเข้มข้นของ MWCNT ที่ทำให้เกิดจุดนำไฟฟ้าใน PU/MWCNT นาโนคอมพอสิตที่เตรียมโดยวิธีการผสมแบบหลอมเหลว
2. สามารถทราบถึงปริมาณ MWCNT ที่น้อยที่สุดที่ทำให้เกิดการนำไฟฟ้าใน PU เพื่อนำมาประยุกต์ใช้ให้เหมาะสม
3. สามารถทราบถึงผลกระทบของโครงสร้างส่วนนึ่งที่ต่างกัน ใน PU ต่อการเกิดจุดนำไฟฟ้าใน PU/MWCNT นาโนคอมพอสิตที่เตรียมโดยวิธีการผสมแบบหลอมเหลว

## บทที่ 2

### ทฤษฎีและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

จุดนำไฟฟ้า (Electrical percolation threshold) เป็นจุดที่วัสดุคอมพอสิตเกิดการเปลี่ยนแปลงสมบัติทางไฟฟ้าจากฉนวนไฟฟ้าไปเป็นตัวนำไฟฟ้า (insulator-conductor transition) โดยการเปลี่ยนแปลงนี้จะเกิดขึ้นอย่างรวดเร็วที่ความเข้มข้นวิกฤตของสารตัวเติม (critical percolation threshold,  $p_c$ ) ซึ่งการวิเคราะห์หาความเข้มข้นวิกฤตของสารตัวเติม และลักษณะโครงสร้างเชื่อมโยงของสารตัวเติมที่จุดการนำไฟฟ้า จะมีการประยุกต์เอาทฤษฎีเพอร์คอลลีชัน (percolation theory) มาช่วยในการวิเคราะห์ สมการความสัมพันธ์ของทฤษฎีเพอร์คอลลีชันแสดงไว้ดังสมการที่ 2.1 [6-7]

$$\sigma_c = \sigma_0 (p - p_c)^t \quad (\text{สมการ 2.1})$$

เมื่อ  $\sigma_c$  คือ ค่านำไฟฟ้าของวัสดุคอมพอสิต,  $\sigma_0$  คือ proportionality constant,  $p$  คือ ปริมาณสารตัวเติม,  $p_c$  คือ ความเข้มข้นวิกฤตของสารตัวเติมและ  $t$  คือ critical exponent โดยค่าของ  $t$  exponent จะเป็นตัวบ่งชี้ถึงลักษณะโครงสร้างเชื่อมโยงของสารตัวเติมที่จุดการนำไฟฟ้า หากค่าของ  $t$  exponent เท่ากับ 1.3 แสดงถึงโครงสร้างสองมิติ, เท่ากับ 2 แสดงถึงโครงสร้างสามมิติ, เท่ากับ 2.4 แสดงถึงโครงสร้างสี่มิติ และเท่ากับ 2.7 แสดงถึงโครงสร้างห้ามิติ [7]

Socher et al. [8] ทำการวิจัยผลกระทบด้านความหนืดของพอลิเมอร์เมตทริกซ์ต่อสมบัติทางไฟฟ้าในวัสดุคอมพอสิต โดยทำการศึกษาในเทอร์โมพลาสติกพอลิเมอร์ที่แตกต่างกัน 5 ชนิด อันได้แก่ polyamide 12, polybutylene terephthalate (PBT), polyetheretherketone, polycarbonate และ polyethylene ชนิดความหนาแน่นต่ำ พบค่าความเข้มข้นวิกฤตของ MWCNT ที่ต่ำที่สุดในวัสดุนาโนคอมพอสิตที่เตรียมจากพอลิเมอร์เมตทริกซ์ที่มีความหนืดต่ำที่สุด (วัสดุนาโนคอมพอสิตของ PBT ที่มีค่าความหนืด 102 Pa.s พบค่าความเข้มข้นวิกฤตของ MWCNT ที่ 0.5 wt%) และในทุกชนิดเทอร์โมพลาสติกพอลิเมอร์ที่ทำการศึกษา พบว่าเมื่อความหนืดของพอลิเมอร์เมตทริกซ์มีค่าสูงขึ้น จะทำให้ค่าความเข้มข้นวิกฤตของ MWCNT มีค่าสูงขึ้นตามไปด้วย

Krause et al.[9] เตรียมวัสดุ MWCNT นาโนคอมพอสิตด้วยวิธีการผสมแบบหลอมเหลวขนาดเล็กกับ polyamide 6 (PA 6) และ polyamide 6,6 (PA 6,6) พบว่า PA 6,6 นาโนคอมพอสิตมีค่าความเข้มข้นวิกฤตของ MWCNT ที่ 1 wt% ซึ่งต่ำกว่า PA 6 นาโนคอมพอสิต ที่พบค่าความเข้มข้นวิกฤตของ MWCNT ที่ 2.5-4wt% นอกจากนั้นแล้วคณะผู้วิจัยยังได้ทำการศึกษาถึงผลกระทบของปัจจัยในการเตรียมนาโนคอมพอสิตต่อสมบัติทางไฟฟ้าอีกด้วย พบว่าหากต้องการได้วัสดุนาโนคอมพอสิตที่มีค่านำไฟฟ้าที่สูง สภาวะการเตรียมที่เหมาะสมคือใช้อุณหภูมิการผสมที่สูง, ความเร็วรอบการผสมต่ำ และใช้เวลาการผสมที่ยาวนาน

Grossiord et al. [10] ศึกษาผลกระทบของอุณหภูมิและเวลาที่ใช้การเตรียมนาโนคอมพอสิตต่อจุดนำไฟฟ้า โดยทำการเตรียมพอลิสไตรีน/MWCNT นาโนคอมพอสิตด้วยวิธีผสมแบบลาเทกซ์ พบว่าเมื่ออุณหภูมิและเวลาที่ใช้การเตรียมนาโนคอมพอสิตเพิ่มขึ้น จะส่งผลให้ค่าความเข้มข้นวิกฤตของ MWCNT ลดต่ำลง อีกทั้งยังทำให้ค่านำไฟฟ้าของวัสดุนาโนคอมพอสิตที่ช่วงสมดุล (equilibrium state) เพิ่มสูงขึ้นอีกด้วย

## บทที่ 3

### วิธีดำเนินการวิจัย

#### 3.1 แผนการดำเนินงาน

งานวิจัยนี้ศึกษาจุดนำไฟฟ้าของ PU/MWCNT นาโนคอมพอสิตที่เตรียมโดยวิธีการผสมแบบ หลอมเหลว ในงานวิจัยนี้ได้แบ่งการศึกษาออกเป็น 2 ตอน ดังนี้

1. ศึกษาผลกระทบของอุณหภูมิในการเตรียมนาโนคอมพอสิตต่อความเข้มข้นของ MWCNT ที่ทำให้เกิดจุดนำไฟฟ้าใน PU/MWCNT นาโนคอมพอสิต
2. เปรียบเทียบจุดนำไฟฟ้าของ PU/MWCNT นาโนคอมพอสิต ใน PU ที่มีโครงสร้างทางเคมีของ ส่วนนํ้ามันที่ต่างกัน คือ Polyester และ Polyether

#### 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. เครื่องผสมระบบปิด (Internal mixer) รุ่น PL 2100 ของบริษัท Brabender Plasti-Corder
10. เครื่องกดอัด (Compression machine) ของบริษัท Mach Group (1992)
11. Differential Scanning Calorimeter (DSC) รุ่น 204 F1 Phoenix ของบริษัท Netzsch
12. Field Emission Scanning Electron Microscope (FESEM) รุ่น JSM-7610F ของบริษัท JEOL
13. LCR Meter รุ่น E4980A ของบริษัท Agilent

### 3.3 วิธีการทดลอง

#### 3.3.1 การเตรียมวัสดุนาโนคอมพอสิต

เตรียมวัสดุนาโนคอมพอสิตระหว่าง PU และ MWCNT โดยการผสมแบบหลอมเหลวด้วยเครื่อง Brabender มีขั้นตอนการเตรียม ดังนี้

1. เตรียมเม็ด PU โดยนำเม็ด PU ทั้ง 2 ชนิดอบไล่ความชื้นที่อุณหภูมิ 80°C 12 ชั่วโมง
2. อบไล่ความชื้น MWCNT ที่อุณหภูมิ 80°C เป็นเวลา 6 ชั่วโมง
3. ชั่ง PU และ MWCNT โดยกำหนดสภาวะที่ใช้ในการเตรียม ดังนี้
  - 1) ความเข้มข้นของ MWCNT = 0, 0.3, 0.5, 0.8, 1.2 และ 1.5 %wt
  - 2) PU-ester/MWCNT อุณหภูมิในการผสม 190°C และ 200°C เป็นเวลา 10 นาที และ PU-ether/MWCNT อุณหภูมิในการผสม 200°C และ 210°C เป็นเวลา 8 นาที
  - 3) กำหนดให้ความเร็วในการหมุนสกรู 60 rpm

#### 3.3.2 กระบวนการขึ้นรูปวัสดุนาโนคอมพอสิต

หลังจากผ่านกระบวนการเตรียมวัสดุนาโนคอมพอสิตแล้ว นำมาขึ้นรูปด้วยกระบวนการกดอัดด้วย Compression machine โดยใช้แม่พิมพ์ที่มีความหนา 1 mm และมีสภาวะในการขึ้นรูป ดังแสดงในตารางที่ 3.1

ตารางที่ 3.1 สภาวะในการขึ้นรูปวัสดุนาโนคอมพอสิต

นาโนคอมพอสิต	อุณหภูมิขึ้นรูป (°C)	เวลา Preheat (นาที)	เวลาขึ้นรูป (นาที)	เวลาหล่อเย็น (นาที)
PU-ester/MWCNT	200	16	5	5
PU-ether/MWCNT	200	16	5	5

#### 3.3.3 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) [11] ข้อมูลที่ได้จากเทคนิค DSC ใช้ในการศึกษาการแยกตัวของ PU ในวัฏภาคโครงสร้าง

ส่วนแข็งและส่วนนุ่มในวัสดุนาโนคอมพอสิต ชิ้นงานที่ใช้ในการทดสอบ คือ PU-ester, PU-ether และ PU/MWCNT นาโนคอมพอสิตที่ผ่านกระบวนการขึ้นรูปแล้ว ทำการเตรียมตัวอย่างโดยการตัดชิ้นงานให้มีน้ำหนักประมาณ 12-13 มิลลิกรัม ใส่ในจานอะลูมิเนียมชนิดมีฝาปิด ในการทดสอบกำหนดสภาวะการทดสอบแบบ Heat ภายใต้บรรยากาศแก๊สไนโตรเจน โดยกำหนดช่วงอุณหภูมิทดสอบระหว่าง 70-250°C อัตราการเพิ่มหรือลดของอุณหภูมิ 10°C/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 ทำโดยนำชิ้นงานตัวอย่างที่ผ่านกระบวนการทดสอบเชิงกลจนแตกหักแล้วตัดให้มีลักษณะเป็นแท่งประมาณ 2-3 mm เคลือบผิวตัวอย่างด้วย Platinum จากนั้นถ่ายภาพเพื่อทำการวิเคราะห์ผลต่อไป

### 3.3.3.3 การศึกษาสมบัติเชิงกลด้วย UTM

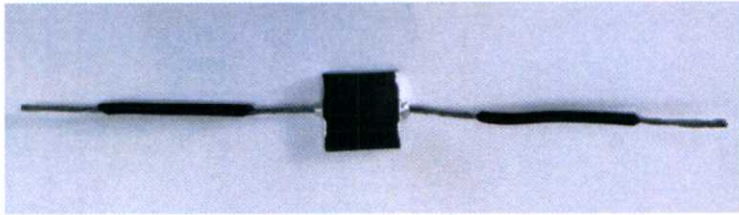
UTM (Universal Testing Machine) เป็นเครื่องทดสอบสมบัติเชิงกลชนิด Static สามารถทดสอบสมบัติเชิงกล ได้แก่ ทดสอบแรงกด (Compressive test) ทดสอบแรงดึง (Tensile test) ทดสอบแรงบิด (Torsion test) ทดสอบแรงดัด (Bending test) และทดสอบแรงเฉือน (Shear test) ในงานวิจัยนี้ทำการทดสอบแรงดึง โดยวิเคราะห์สมบัติเชิงกล ได้แก่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

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

### 3.3.3.4 การศึกษาสมบัติทางไฟฟ้าด้วยเครื่อง LCR Meter

LCR Meter เป็นเครื่องมือที่ใช้ในการวัดค่าปริมาณทางไฟฟ้า โดยสามารถวัดการเหนี่ยวนำไฟฟ้า (Inductance, L), ตัวเก็บประจุ (Capacitance, C) และความต้านทาน (Resistance, R) ของวัสดุ ซึ่งในงานวิจัยนี้ใช้เครื่อง LCR Meter ในการวัดความต้านทานในช่วงความถี่ 20-1x10<sup>6</sup> Hz ทำการทดสอบโดยใช้ไฟฟ้ากระแสสลับ กำหนดฟังก์ชันที่ใช้ทดสอบ คือ Lp-Rp และความต่างศักย์ 10 V

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 [12]



ภาพที่ 3.1 ชิ้นงานตัวอย่างสำหรับการทดสอบทางไฟฟ้า

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

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

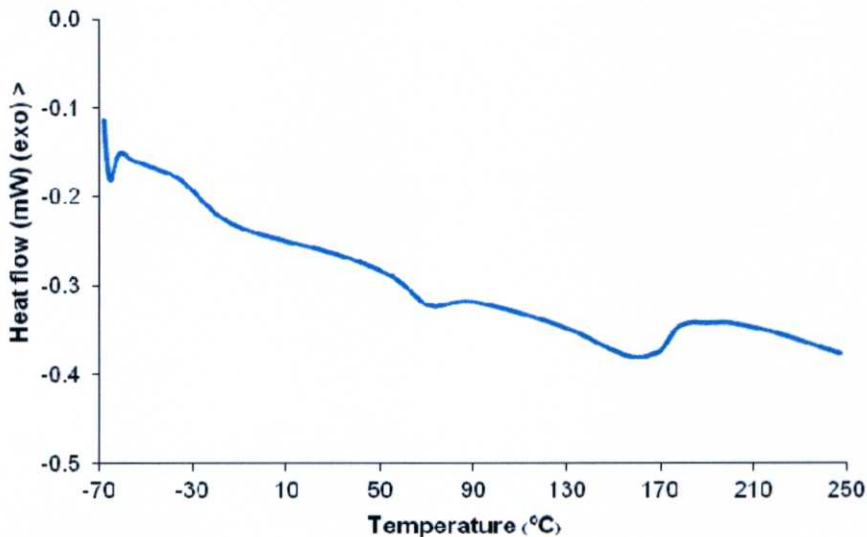
## บทที่ 4

### ผลการวิจัย

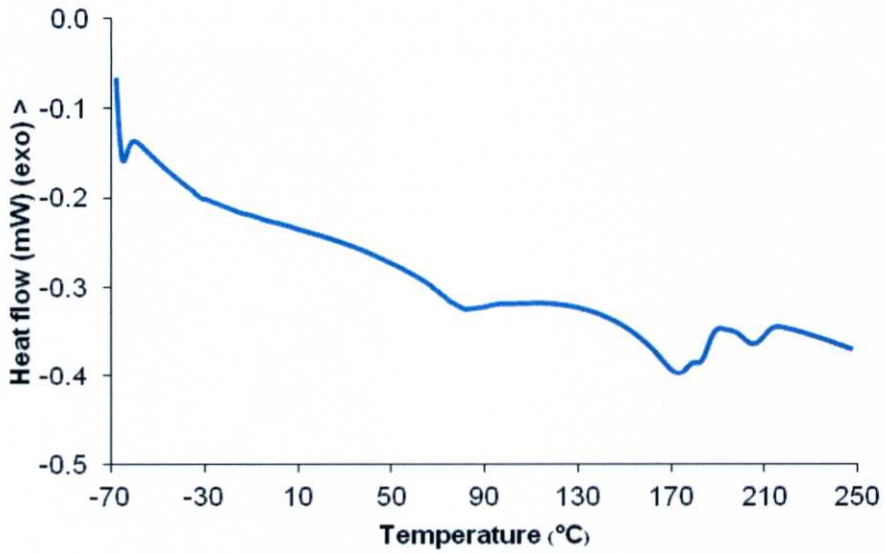
#### 4.1 ผลการศึกษาการเปลี่ยนแปลงทางความร้อนด้วยเทคนิค DSC

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 MWCNT/PU-ester นาโนคอมพอสิต



ภาพที่ 4.2 กราฟ DSC ของ MWCNT/PU-ether นาโนคอมพอสิต

ตารางที่ 4.1 ผลการวิเคราะห์ DSC ของ PU-ester/MWCNT นาโนคอมพอสิต

สูตร	T <sub>g(SS)</sub>	T <sub>g(MP)</sub>	T <sub>MMT</sub>		ΔH <sub>(MMT)</sub>
			A	B	
Unfilled Es-190	-22.7	67.4	165.3	-	14.41
0.3 Es-190	-24.3	66.4	162.7	-	14.16
0.5 Es-190	-25.5	66.8	162.8	-	12.71
0.8 Es-190	-25.1	65.3	160.8	-	12.03
1.2 Es-190	-31.9	64.3	160.1	-	13.67
1.5 Es-190	-24.3	66.1	163	-	13.14
2.0 Es-190	-25.4	63	160.5	-	12.67
5.0 Es-190	-25.2	63.3	160.5	-	11.76
Unfilled Es-200	-25.2	67.6	161.8	-	14.61
0.3 Es-200	-27	69.5	161.7	-	12.58
0.5 Es-200	-26.1	69	160	-	12.35
0.8 Es-200	-25.4	65.2	162.9	-	12.94
1.2 Es-200	-26.2	66.8	161.3	-	12.82
1.5 Es-200	-29	63.8	161.6	-	11.65
2.0 Es-200	-26.5	62.8	163	-	12.69
5.0 Es-200	-27.3	64.7	157.6	188.5	12.21

ตารางที่ 4.2 ผลการวิเคราะห์ DSC ของ PU-ether/MWCNT นาโนคอมพอสิต

สูตร	$T_{g(MP)}$	$T_{MMT1}$		$T_{MMT2}$	$\Delta H_{(MMT)}$
		A	B		
Unfilled Et-200	75	173.3	182.8	-	15.34
0.3 Et-200	73.8	173	182.6	208.7	12.46
0.5 Et-200	70.4	174.5	182.5	207.3	11.1
0.8 Et-200	68.9	173.7	-	206.7	10.93
1.2 Et-200	70.1	173.9	182.4	206.7	11.06
1.5 Et-200	74.1	171.3	183.4	205	10.51
Unfilled Et-210	69.8	174.4	182.9	-	15.09
0.3 Et-210	67.4	173.2	184.9	206.1	9.44
0.5 Et-210	75	173.9	183.9	208.5	11.81
0.8 Et-210	70.5	174.6	184.4	207.8	10.91
1.2 Et-210	71.4	173.7	183.2	205.3	11.51
1.5 Et-210	69.2	173.1	182.5	205.1	10.21

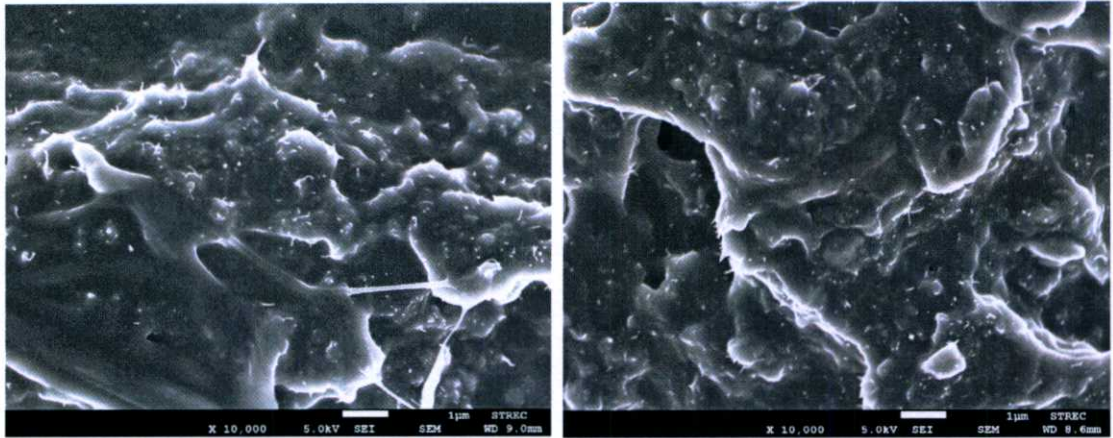
จากตารางที่ 4.1 แสดงผลการวิเคราะห์ DSC ของ PU-ester/MWCNT นาโนคอมพอสิต พบ  $T_{g(SS)}$ ,  $T_{g(MP)}$ ,  $T_{MMT}$  และ  $\Delta H_{(MMT)}$  ค่า  $T_{g(SS)}$  ของ PU-ester/MWCNT นาโนคอมพอสิตต่ำกว่า  $T_{g(SS)}$  ของ Unfilled PU-ester ที่ทำการผสมด้วยอุณหภูมิ 190 และ 200°C แสดงว่าโครงสร้างส่วนนึ่งมีการแยกตัวออกมามากขึ้น แต่เมื่อเพิ่มปริมาณ MWCNT พบว่าค่า  $T_{g(SS)}$  ไม่มีแนวโน้มอย่างมีนัยสำคัญ โดยทั่วไปแล้วหากวัสดุมีความเป็นผลึกมาก ค่า  $T_{MMT}$  หรือ  $\Delta H_{(MMT)}$  จะมีค่าสูงขึ้น ซึ่งจากผลการทดลองพบว่า เมื่อทำการเติม MWCNT นาโนคอมพอสิตมีค่า  $T_{MMT}$  และ  $\Delta H_{(MMT)}$  ต่ำลง อีกทั้งยังมีแนวโน้มลดลงเมื่อเพิ่มปริมาณ MWCNT แสดงว่า MWCNT ที่เติมลงไปจะเข้าไปกระจายในโครงสร้างส่วนนึ่ง ทำให้ขัดขวางการเกิดผลึก แต่เมื่อทำการเพิ่มอุณหภูมิการผสมเป็น 200°C พบว่าค่า  $T_{MMT}$  และ  $\Delta H_{(MMT)}$  ไม่มีแนวโน้มที่มีนัยสำคัญเมื่อเพิ่มปริมาณ MWCNT แต่ที่ MWCNT 5.0 %wt พบค่า  $T_{MMT}$  สองค่า (พีก  $T_{MMT}$  แยกเป็น 2 พีก) แสดงถึงโครงสร้างที่มีการจัดเรียงตัวเป็นระเบียบและมีการเกิดผลึก ดังนั้นสรุปได้ว่าที่อุณหภูมิการผสม 200°C MWCNT สามารถเข้าไปกระจายตัวในโครงสร้างส่วนนึ่งได้มากกว่าที่อุณหภูมิการผสม 190°C ดังนั้นที่อุณหภูมิการผสม 200°C จึงอาจไม่มีแนวโน้มที่มีนัยสำคัญของค่า  $T_{MMT}$  และ  $\Delta H_{(MMT)}$  เมื่อปริมาณ MWCNT มากขึ้น

ในตารางที่ 4.2 แสดงผลการวิเคราะห์ DSC ของ PU-ether/MWCNT นาโนคอมพอสิต พบ  $T_{g(MP)}$ ,  $T_{MMT}$  และ  $\Delta H_{(MMT)}$  กล่าวถึงมีแนวโน้มของ  $T_{g(MP)}$  ลดลงเมื่อเติม MWCNT แสดงถึงการเกิด Microphase separation โครงสร้างส่วนนึ่งมีการแยกตัวออกมา นอกจากนี้เมื่อทำการเติม MWCNT ให้เป็นนาโนคอมพอสิต พบการ

แยกเป็น 2 พีคของ  $T_{\text{MMT}}$  ( $T_{\text{MMT1}}$  และ  $T_{\text{MMT2}}$ ) เนื่องจาก MWCNT ที่เติมลงไปเข้าไปกระจายตัวในโครงสร้างส่วนนี้ จึงส่งผลให้เกิดผลึกของโครงสร้างส่วนนี้มากขึ้น

#### 4.2 ผลการศึกษาสัณฐานวิทยาด้วย FESEM

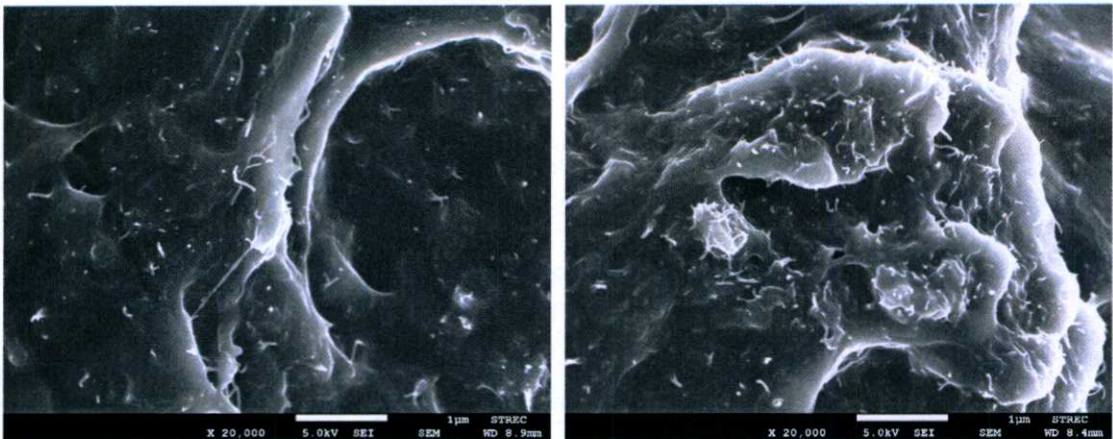
ในการวิจัยนี้ใช้ FESEM เพื่อศึกษาการกระจายตัวของอนุภาค MWCNT ในวัสดุนาโนคอมพอสิต ผลการวิเคราะห์แสดงในภาพที่ 4.3 ถึง 4.5 โดยบริเวณที่เป็นจุดสว่าง คือ MWCNT



(a)

(b)

ภาพที่ 4.3 FESEM ของพื้นผิวแตกหักที่กำลังขยาย  $\times 10000$  เท่าของ (a) 1.5 Es-190 และ (b) 1.5 Es-200



(a)

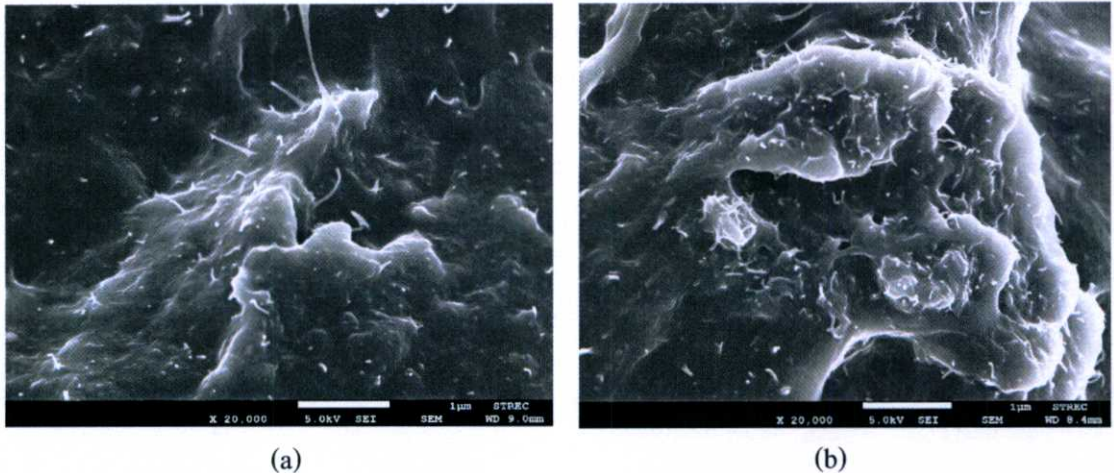
(b)

ภาพที่ 4.4 FESEM ของพื้นผิวแตกหักที่กำลังขยาย  $\times 20000$  เท่าของ (a) 0.3 Et-200 และ (b) 0.3 Et-210

จากภาพที่ 4.3 เป็นการเปรียบเทียบการกระจายตัวของ MWCNT ในชิ้นงาน PU-ester/MWCNT นาโนคอมพอสิต โดยรูป (a) และ (b) เป็นการเตรียมคอมพอสิตที่ปริมาณ MWCNT 1.5 %wt โดยใช้อุณหภูมิการผสมต่างกันว่า  $190^{\circ}\text{C}$  และ  $200^{\circ}\text{C}$  ตามลำดับ สังเกตเห็นว่าอนุภาคของ MWCNT ที่อุณหภูมิการผสม  $200^{\circ}\text{C}$  มีการกระจายตัวอยู่ใน PU-ester เมทริกซ์ได้ดีกว่าที่อุณหภูมิการผสม  $190^{\circ}\text{C}$  ดังนั้นจึงสรุปได้ว่าเมื่อทำการ

เตรียมนาโนคอมพอสิตที่อุณหภูมิการผสมสูงขึ้น ส่งผลให้ MWCNT เกิดการกระจายตัวใน PU-ester เมทริกซ์ได้ดีขึ้น

จากภาพที่ 4.4 เป็นการเปรียบเทียบการกระจายตัวของ MWCNT ในชิ้นงาน PU-ether/MWCNT นาโนคอมพอสิต โดยรูป (a) และ (b) เป็นการเตรียมคอมพอสิตที่ปริมาณ MWCNT 0.3 %wt โดยใช้อุณหภูมิการผสมต่างกันที่ 200°C และ 210°C ตามลำดับ สังเกตเห็นว่าอนุภาคของ MWCNT ที่อุณหภูมิการผสม 210°C มีการกระจายตัวอยู่ใน PU-ether เมทริกซ์ได้ดีกว่าที่อุณหภูมิการผสม 200°C โดยผลที่ได้นี้สอดคล้องกับ PU-ester นาโนคอมพอสิตที่เมื่ออุณหภูมิสูงขึ้นส่งผลให้ MWCNT สามารถกระจายตัวได้ดีขึ้น ซึ่งน่าจะมีสาเหตุมาจากการที่อุณหภูมิสูงขึ้นทำให้ความหนืดหลอมเหลวของ PU เมทริกซ์ลดลง MWCNT จึงสามารถกระจายตัวได้คั่นเอง



(a)

(b)

ภาพที่ 4.5 FESEM ของพื้นผิวแตกหักที่กำลังขยาย  $\times 20000$  เท่าของ (a) PU-ester/MWCNT นาโนคอมพอสิต และ (b) PU-ether/MWCNT นาโนคอมพอสิต

จากภาพที่ 4.5 เป็นการเปรียบเทียบความเข้ากันระหว่าง MWCNT กับ PU ในชิ้นงาน PU/MWCNT นาโนคอมพอสิต โดยรูป (a) เป็น PU-ester/MWCNT นาโนคอมพอสิตและ (b) เป็น PU-ether/MWCNT นาโนคอมพอสิต สังเกตเห็นว่ารูป (a) เห็นท่อ MWCNT ยื่นออกมาอย่างชัดเจน แสดงว่า MWCNT กับ PU-ester เข้ากันได้ไม่ดี ส่วนรูป (b) สังเกตเห็น PU-ether เมทริกซ์มีการห่อหุ้ม MWCNT ในชิ้นงานที่แตกหัก แสดงว่า MWCNT กับ PU-ether เข้ากันได้ดี

### 4.3 ผลการศึกษาสมบัติเชิงกลด้วย UTM

ในการวิจัยนี้ใช้ UTM เพื่อศึกษาสมบัติเชิงกลของวัสดุนาโนคอมพอสิต ผลการวิเคราะห์ดังแสดงในตารางที่ 4.3

**ตารางที่ 4.3** สมบัติเชิงกลของ PU-ester/MWCNT นาโนคอมพอสิต

สูตร	Young's Modulus (MPa)	Tensile strength (MPa)	% Elongation at break	Toughness ( $J/m^3$ )
Unfilled Es-190	10.0±0.5	46.6±3.0	497.3±26.9	129.4±9.4
0.3 Es-190	8.9±2.6	35.4±0.1	491.5±24.7	117.8±12.6
0.5 Es-190	12.5±0.9	38.5±4.4	361.9±17.3	95.5±8.1
0.8 Es-190	12.4±0.2	38.8±3.3	398.7±33.1	126.0±12.1
1.2 Es-190	12.3±0.3	42.7±4.1	456.8±70.8	137.6±7.8
1.5 Es-190	12.5±0.7	36.2±4.4	451.4±28.5	127.3±14.6
Unfilled Es-200	8.3±0.3	35.9±5.3	493.5±27.0	126.5±15.4
0.3 Es-200	10.2±2.6	35.3±4.7	501.4±63.7	182.6±0.3
0.5 Es-200	9.6±0.5	35.2±2.0	465.2±49.8	95.3±12.9
0.8 Es-200	9.4±0.6	38.3±7.2	455.7±55.7	82.1±6.9
1.2 Es-200	10.3±0.6	38.4±6.7	475.7±30.2	116.9±11.4
1.5 Es-200	11.4±0.5	39.3±10.2	479.6±33.4	123.5±16.3

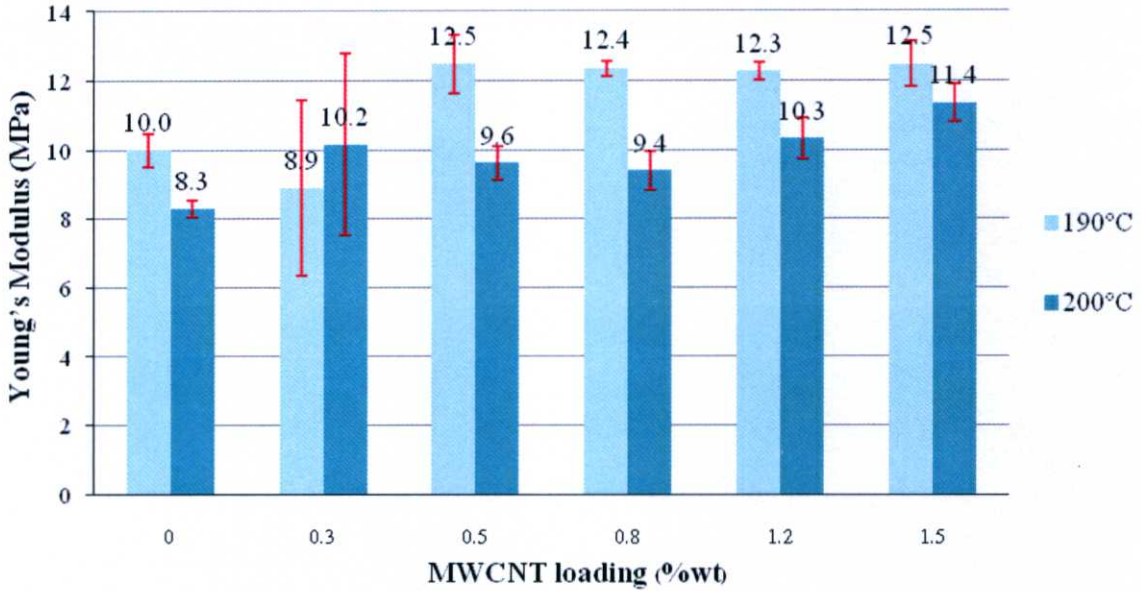
**ตารางที่ 4.4** สมบัติเชิงกลของ PU-ether/MWCNT นาโนคอมพอสิต

สูตร	Young's Modulus (MPa)	Tensile strength (MPa)	% Elongation at break	Toughness ( $J/m^3$ )
Unfilled Et-200	8.8±0.6	28.4±3.7	465.1±22.5	100.4±8.4
0.3 Et-200	8.2±0.6	25.2±5.0	415.4±0.4	84.1±14.4
0.5 Et-200	9.1±0.3	25.3±3.4	449.6±26.5	106.0±5.6
0.8 Et-200	9.0±0.3	24.1±1.4	439.8±11.7	86.8±5.5
1.2 Et-200	10.7±0.2	31.1±4.5	479.3±6.3	119.9±3.3
1.5 Et-200	10.2±0.5	25.9±3.5	539.4±21.5	130.5±8.9
Unfilled Et-210	9.4±0.1	41.0±5.3	599.3±17.4	115.9±13.6
0.3 Et-210	9.5±0.4	31.2±5.2	504.5±31.4	94.5±14.8
0.5 Et-210	10.5±0.8	33.5±2.6	469.5±26.8	130.6±4.3
0.8 Et-210	10.7±0.3	35.3±2.1	453.0±37.2	109.4±16.7
1.2 Et-210	11.1±0.5	27.9±4.3	477.3±23.6	133.7±21.3
1.5 Et-210	11.5±0.4	26.8±1.1	520.5±40.6	135.6±7.3

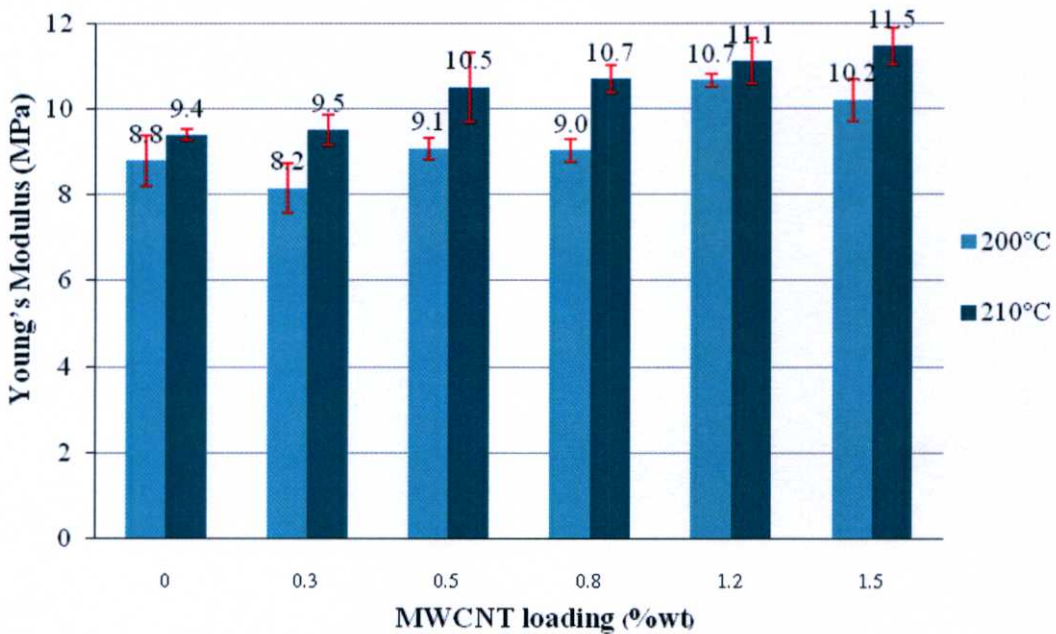
จากตารางที่ 4.3 แสดงสมบัติเชิงกลต่างๆ ได้แก่ Young's Modulus, Tensile strength, % Elongation at break และ Toughness ของ PU-ester/MWCNT นาโนคอมพอสิตที่ MWCNT ความเข้มข้นต่างๆ โดยใช้ อุณหภูมิในการผสม 190°C และ 200°C พบว่าค่าที่ Tensile strength, % Elongation at break และ Toughness ไม่มีแนวโน้มที่มีนัยสำคัญ โดย Tensile strength มีค่าอยู่ในช่วง 35-46 MPa, % Elongation at break มีค่าอยู่ในช่วง 360-500% และ Toughness มีค่าอยู่ในช่วง 82-183 J/m<sup>3</sup> ส่วนค่า Young's Modulus มีแนวโน้มสูงขึ้นเมื่อเพิ่มความเข้มข้น MWCNT ดังแสดงในภาพที่ 4.6a

จากตารางที่ 4.4 แสดงสมบัติเชิงกลต่างๆ (Young's Modulus, Tensile strength, % Elongation at break และ Toughness) ของ PU-ether/MWCNT นาโนคอมพอสิตที่ MWCNT ความเข้มข้นต่างๆ โดยใช้ อุณหภูมิในการผสม 200°C และ 210°C พบว่าค่า Tensile strength, % Elongation at break และ Toughness ไม่มีแนวโน้มที่มีนัยสำคัญ ซึ่งผลที่ได้สอดคล้องกับที่พบใน PU-ester/MWCNT นาโนคอมพอสิต โดย Tensile strength มีค่าอยู่ในช่วง 25-41 MPa, % Elongation at break มีค่าอยู่ในช่วง 415-600% และ Toughness มีอยู่ในช่วง 84-135 J/m<sup>3</sup> ส่วน Young's Modulus มีแนวโน้มสูงขึ้นเมื่อเพิ่มความเข้มข้นของ MWCNT ดังแสดงในภาพที่ 4.6b

จากค่า Young's Modulus ในภาพที่ 4.6a ของ PU-ester/MWCNT นาโนคอมพอสิตที่ใช้ อุณหภูมิในการผสม 190°C และ 200°C พบว่าในทั้งสองอุณหภูมิการผสม เมื่อเพิ่มความเข้มข้น MWCNT ตั้งแต่ 0.5 ถึง 1.5%wt ค่า Young's Modulus มีแนวโน้มเพิ่มขึ้นประมาณ 25% เนื่องจาก MWCNT เกิดการกระจายตัวใน PU เมทริกซ์ส่วนแข็ง ดังนั้น MWCNT จึงช่วยเสริมแรง PU เมทริกซ์ ส่งผลให้วัสดุนาโนคอมพอสิตมีความแข็งแรงมากขึ้น โดย PU-ester/ MWCNT นาโนคอมพอสิตพบค่า Young's Modulus สูงสุดที่ 1.5%wt (12.5±0.7 MPa) ณ อุณหภูมิการผสม 190°C ส่วนภาพที่ 4.6b แสดงค่า Young's Modulus ของ PU-ether/MWCNT นาโนคอมพอสิตที่ใช้ อุณหภูมิในการผสม 200°C และ 210°C พบว่าที่เมื่อเพิ่มความเข้มข้น MWCNT ตั้งแต่ 0.5 ถึง 1.5%wt ค่า Young's Modulus มีแนวโน้มเพิ่มขึ้นประมาณ 10% ในทั้งสองอุณหภูมิการผสม เนื่องจาก MWCNT เกิดการกระจายตัวใน PU เมทริกซ์ส่วนนิ่ม โดย PU-ether/ MWCNT นาโนคอมพอสิตพบค่า Young's Modulus สูงสุดที่ 1.5%wt (11.5±0.4 MPa) ณ อุณหภูมิการผสม 210°C จึงสรุปได้ว่าที่ความเข้มข้น MWCNT เท่ากัน PU-ether ใช้ อุณหภูมิในการผสมสูงกว่า PU-ester เนื่องจาก MWCNT กระจายตัวในส่วนนิ่มซึ่งมีความเหนียวและมีความหนืดสูงที่อุณหภูมิต่ำ ส่งผลให้ MWCNT เกิดการกระจายตัวได้ยาก ดังนั้นจึงต้องใช้ อุณหภูมิในการผสมที่สูงกว่า PU-ester เพื่อให้ MWCNT สามารถเกิดการกระจายตัวในส่วนนิ่มและเกิดการเสริมแรงใน PU เมทริกซ์ดีขึ้น เพื่อให้วัสดุนาโนคอมพอสิตมีค่า Young's Modulus สูงขึ้น



(a)



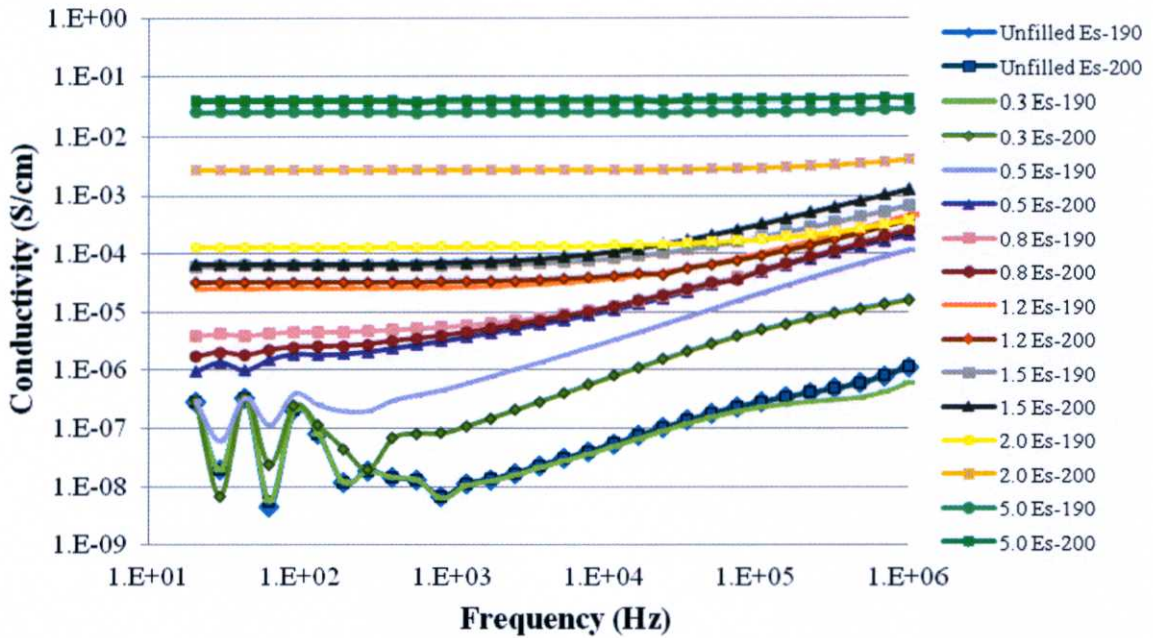
(b)

ภาพที่ 4.6 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างค่า Young's Modulus กับปริมาณ MWCNT โดยใช้อุณหภูมิในการผสมต่างกัน (a) PU-ester และ (b) PU-ether นาโนคอมพอสิต

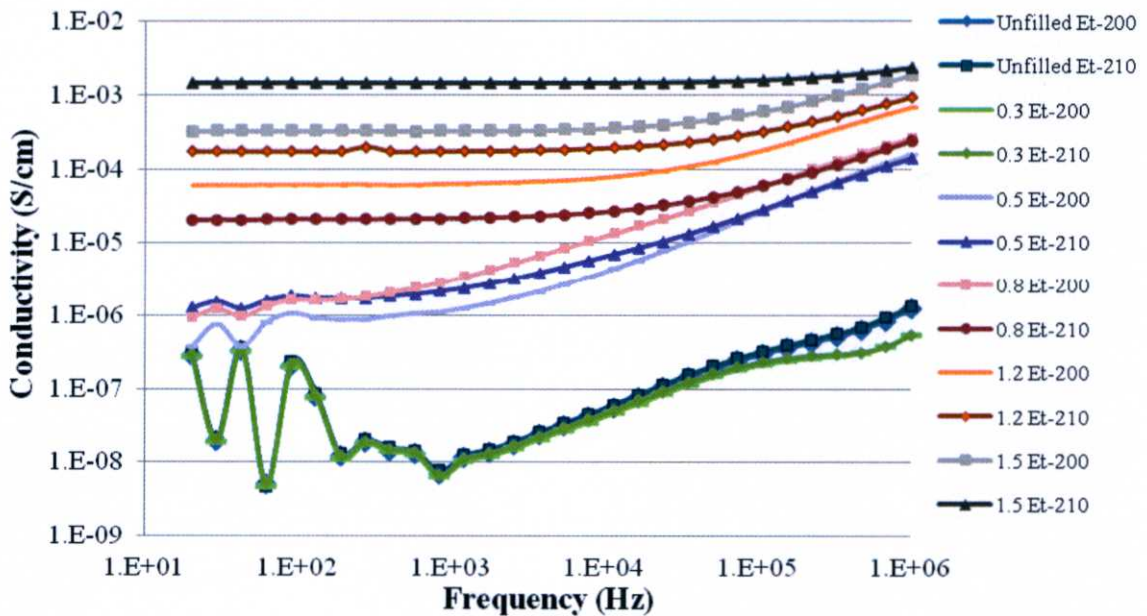
#### 4.4 ผลการศึกษาสมบัติทางไฟฟ้าด้วยเครื่อง LCR meter

การศึกษาค่านำไฟฟ้าของ MWCNT/PU-ester และ MWCNT/PU-ether นาโนคอมพอสิตโดยวัดค่าความต้านทานไฟฟ้าที่ความถี่ 20 ถึง  $1 \times 10^6$  Hz เมื่อนำไปแปลงเป็นค่าการนำไฟฟ้า พบว่า MWCNT/PU-ester นาโนคอมพอสิตที่เติม MWCNT ปริมาณ 5.0%wt และทำการผสมที่อุณหภูมิ 200°C มีค่าการนำไฟฟ้าสูงสุดที่

$4.32 \times 10^{-2}$  S/cm ดังแสดงในภาพที่ 4.7 ส่วน MWCNT/PU-ether นาโนคอมพอสิตที่เติม MWCNT ปริมาณ 1.5%wt และทำการผสมที่อุณหภูมิ 210°C มีค่าการนำไฟฟ้าสูงสุดที่  $2.39 \times 10^{-3}$  S/cm ดังแสดงในภาพที่ 4.8

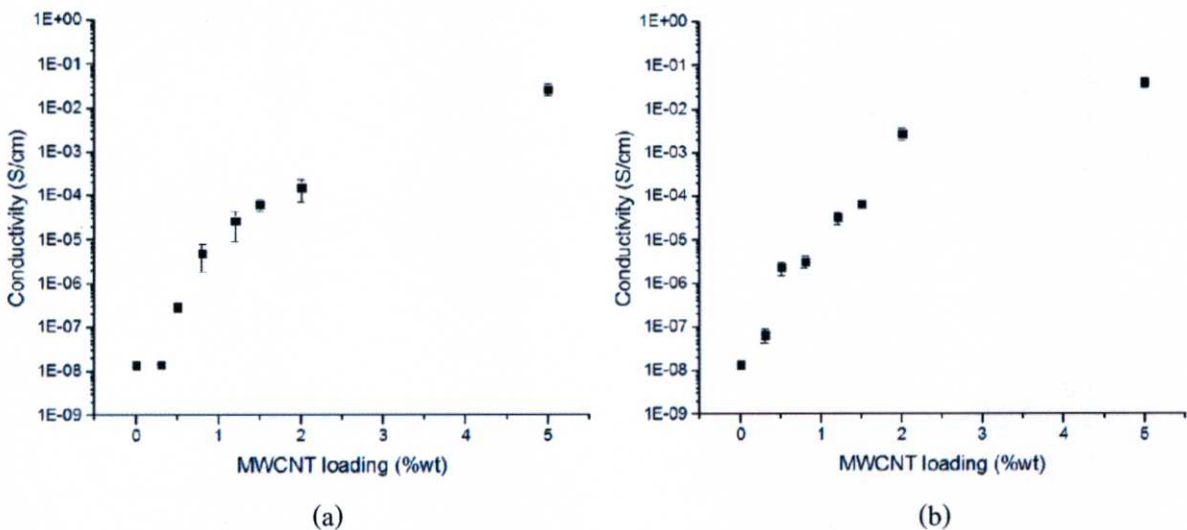


ภาพที่ 4.7 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างค่าการนำไฟฟ้ากับความถี่ของ PU-ester นาโนคอมพอสิต



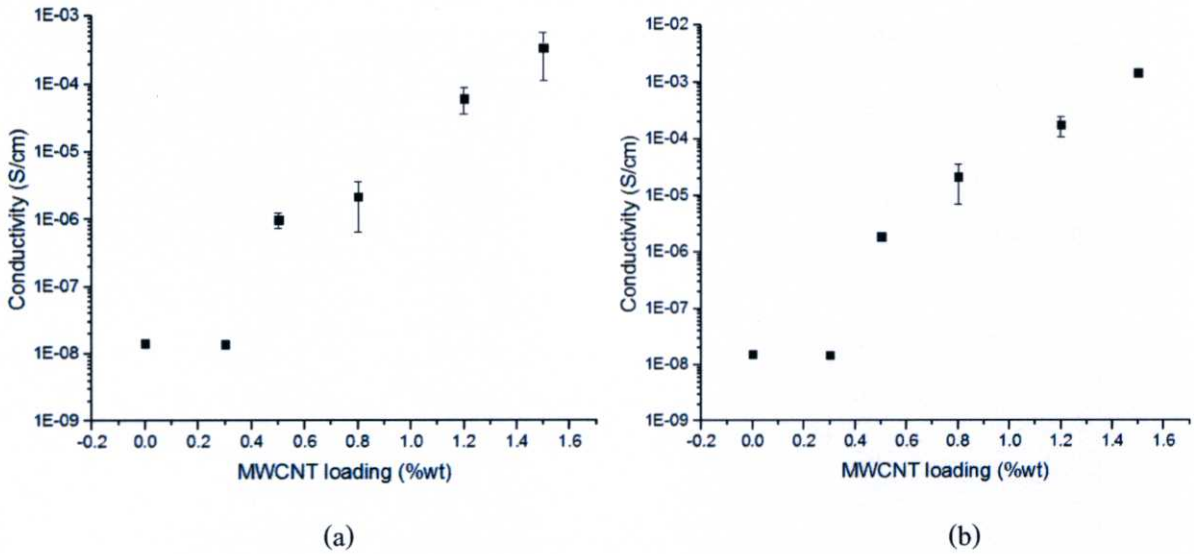
ภาพที่ 4.8 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างค่าการนำไฟฟ้ากับความถี่ของ PU-ether นาโนคอมพอสิต

จากภาพที่ 4.7 เห็นได้ว่า PU-ester ที่ไม่เติม MWCNT (Unfilled Es-190 และ Unfilled Es-200) และ MWCNT/PU-ester นาโนคอมพอสิตที่เติม MWCNT ปริมาณ 0.3%wt ในช่วงความถี่ 1 ถึง 200 Hz มีค่าการนำไฟฟ้าไม่คงที่ หลังจากนั้นค่าการนำไฟฟ้าเริ่มคงที่และเพิ่มสูงขึ้นตามค่าความถี่ที่เพิ่มขึ้น และเมื่อเพิ่มปริมาณ MWCNT จนถึง 5.0%wt พบว่ามีค่าการนำไฟฟ้าคงที่ตลอดทั้งช่วงความถี่ แสดงว่าเมื่อเติม MWCNT ลงใน PU-ester ปริมาณ 5.0%wt ความถี่ไม่ส่งผลต่อค่าการนำไฟฟ้าของนาโนคอมพอสิต ส่วนภาพที่ 4.8 เห็นได้ว่า MWCNT/PU-ether นาโนคอมพอสิตที่ไม่เติม MWCNT (Unfilled Et-200 และ Unfilled Et-210) และ MWCNT/PU-ether นาโนคอมพอสิตที่เติม MWCNT ปริมาณ จนถึง 0.5%wt ในช่วงความถี่ 1 ถึง 200 Hz มีค่าการนำไฟฟ้าไม่คงที่ หลังจากนั้นค่าการนำไฟฟ้าเริ่มคงที่และเพิ่มสูงขึ้นตามค่าความถี่ที่เพิ่มขึ้น และเมื่อเพิ่มปริมาณ MWCNT จนถึง 1.5 %wt พบว่ามีค่าการนำไฟฟ้าคงที่ตลอดทั้งช่วงความถี่ แสดงว่าเมื่อเติม MWCNT ลงใน PU-ether ปริมาณ 1.5 %wt ความถี่ไม่ส่งผลต่อค่าการนำไฟฟ้าของนาโนคอมพอสิต จึงกำหนดค่าความถี่ที่ 395.6 Hz เพื่อศึกษาความสัมพันธ์ระหว่างค่าการนำไฟฟ้ากับปริมาณ MWCNT ที่เติมลงในนาโนคอมพอสิต เนื่องจากนาโนคอมพอสิตที่เติม MWCNT ปริมาณต่างๆ แสดงว่าการนำไฟฟ้าคงที่



ภาพที่ 4.9 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างค่าการนำไฟฟ้ากับปริมาณ MWCNT ที่เติมลงใน PU-ester นาโนคอมพอสิต โดยใช้อุณหภูมิในการผสม (a) 190°C และ (b) 200°C

จากภาพที่ 4.9a แสดงให้เห็นว่า PU-ester/MWCNT นาโนคอมพอสิตที่เตรียมด้วยอุณหภูมิ 190°C เมื่อเติม MWCNT ปริมาณ 0.5 %wt มีค่าการนำไฟฟ้าเพิ่มขึ้น 1 Magnitude ของ Unfilled PU-ester โดยค่าการนำไฟฟ้าเริ่มเปลี่ยนจากจนวนไฟฟ้าไปเป็นตัวนำไฟฟ้าและเพิ่มสูงขึ้นเรื่อยๆจนมีค่าการนำไฟฟ้าสูงสุดที่  $2.62 \times 10^{-2}$  S/cm เมื่อเติม MWCNT ปริมาณ 5.0 %wt ส่วนภาพที่ 4.9b แสดงให้เห็นว่า PU-ester/MWCNT นาโนคอมพอสิตที่เตรียมด้วยอุณหภูมิ 200°C มีค่าการนำไฟฟ้าเพิ่มขึ้นอย่างเห็นได้ชัดโดยเพิ่มขึ้น 2 Magnitude ของ Unfilled PU-ester ซึ่งเปลี่ยนจากจนวนไฟฟ้าไปเป็นตัวนำไฟฟ้าที่เติม MWCNT ปริมาณ 0.5 %wt และมีค่าการนำไฟฟ้าเพิ่มสูงขึ้นเรื่อยๆจนมีค่าสูงสุดที่  $4.03 \times 10^{-2}$  S/cm เมื่อเติม MWCNT ปริมาณ 5.0 %wt



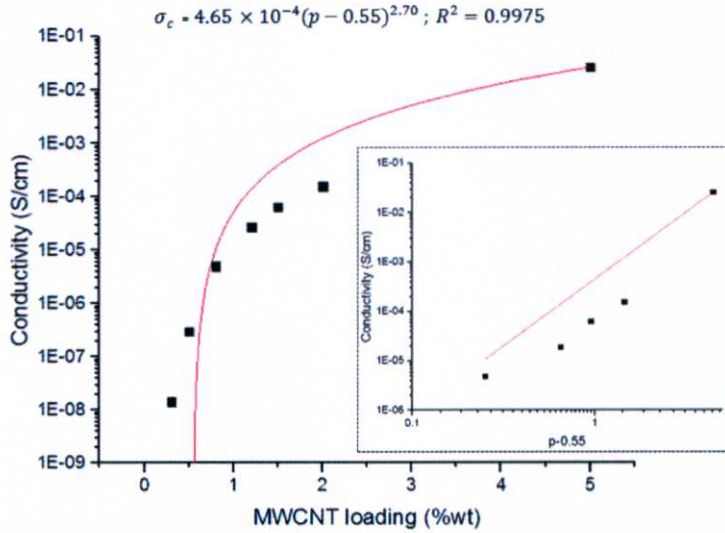
ภาพที่ 4.10 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างค่าการนำไฟฟ้ากับปริมาณ MWCNT ที่เติมลงใน PU-ether นาโนคอมพอสิต โดยใช้อุณหภูมิในการผสม (a) 200°C และ (b) 210°C

จากภาพที่ 4.10 แสดงให้เห็นว่า PU-ether/MWCNT นาโนคอมพอสิตที่เตรียมด้วยอุณหภูมิ 200°C และ 210°C มีค่าการนำไฟฟ้าเพิ่มขึ้นอย่างเห็นได้ชัดโดยมีค่าการนำไฟฟ้าเพิ่มขึ้น 2 Magnitude ของ Unfilled PU-ether เมื่อเติม MWCNT ปริมาณ 0.5%wt ซึ่งเปลี่ยนจากฉนวนไฟฟ้าไปเป็นตัวนำไฟฟ้า และมีค่าการนำไฟฟ้าเพิ่มสูงขึ้นเรื่อยๆจนมีค่าสูงสุดที่  $3.30 \times 10^{-4}$  S/cm และ  $1.44 \times 10^{-3}$  S/cm ตามลำดับ เมื่อเติม MWCNT ปริมาณ 1.5%wt

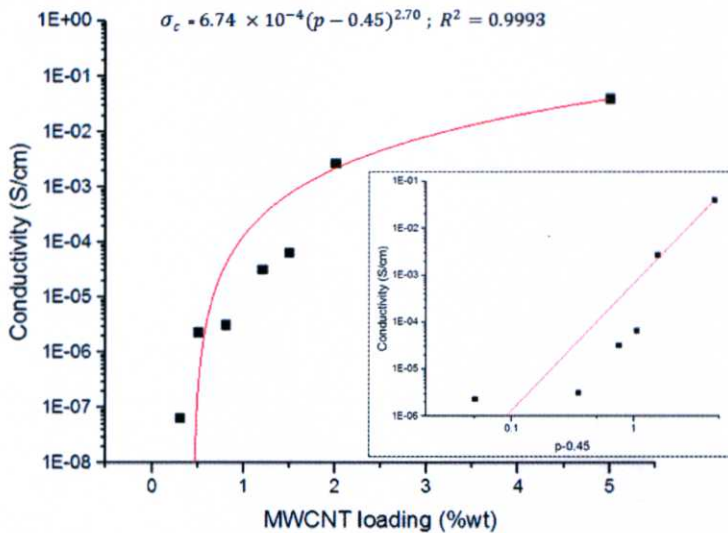
จากภาพที่ 4.11 แสดงการทำ Curve fitting เพื่อวิเคราะห์หาสมการความสัมพันธ์ระหว่างค่าการนำไฟฟ้าของนาโนคอมพอสิต, ค่า  $p_c$  (Percolation threshold) และค่า  $t$  (t exponent) ด้วย Percolation theory โดยใช้โปรแกรม Origin และใช้ค่า  $p-p_c$  ในช่วง 0.3 ถึง 0.5 %wt ซึ่งเป็นช่วงที่กราฟมีค่าการนำไฟฟ้าเพิ่มขึ้นอย่างเห็นได้ชัด (ดังแสดงในภาพที่ 4.11a) โดยเปลี่ยนจากฉนวนไฟฟ้าเป็นตัวนำไฟฟ้า ในการพลอตกราฟความสัมพันธ์ระหว่างค่าการนำไฟฟ้ากับ  $p-p_c$  แล้วปรับเส้นกราฟจนได้กราฟเส้นตรงที่เหมาะสมกับข้อมูลที่สุด (ค่า  $R^2$  เข้าใกล้ 1 มากที่สุด) จากการวิเคราะห์พบว่า PU-ester/MWCNT นาโนคอมพอสิตที่เตรียมด้วยอุณหภูมิ 190°C ได้ค่า  $p_c$  เท่ากับ 0.55%wt และค่า  $t$  เท่ากับ 2.70 แสดงดังภาพที่ 4.10a ส่วน PU-ester/MWCNT นาโนคอมพอสิตที่เตรียมด้วยอุณหภูมิ 200°C ได้ค่า  $p_c$  เท่ากับ 0.45 %wt และค่า  $t$  เท่ากับ 2.70 ดังแสดงในภาพที่ 4.11b

จากค่า  $t$  ซึ่งเป็นค่าแบบ Universal แสดงว่านาโนคอมพอสิตที่เตรียมด้วยอุณหภูมิ 190°C และ 200°C ทำให้อนุภาค MWCNT เกิดการสร้างโครงข่ายนำไฟฟ้าเป็นรูปแบบ 5 มิติ (Hypercubic) ใน PU เมทริกซ์ส่วนแข็ง เมื่อเปรียบเทียบอุณหภูมิในการเตรียมนาโนคอมพอสิตทั้ง 2 อุณหภูมิจะเห็นได้ว่าที่อุณหภูมิ 200°C มีค่า  $p_c$  ต่ำกว่าที่ 190°C เนื่องจากที่อุณหภูมิสูงขึ้นส่งผลให้ PU มีความหนืดลดลง ทำให้ MWCNT กระจายตัวใน PU เมทริกซ์ได้ดีขึ้น จึงเกิดเป็นโครงข่ายนำไฟฟ้าอย่างต่อเนื่องใน PU เมทริกซ์ได้มากกว่า ดังนั้น PU-

ester/MWCNT นาโนคอมพอสิตที่เตรียมด้วยอุณหภูมิ 200°C จึงมีจุดที่เกิดการนำไฟฟ้าต่ำกว่าการเตรียมที่ 190°C



(a)



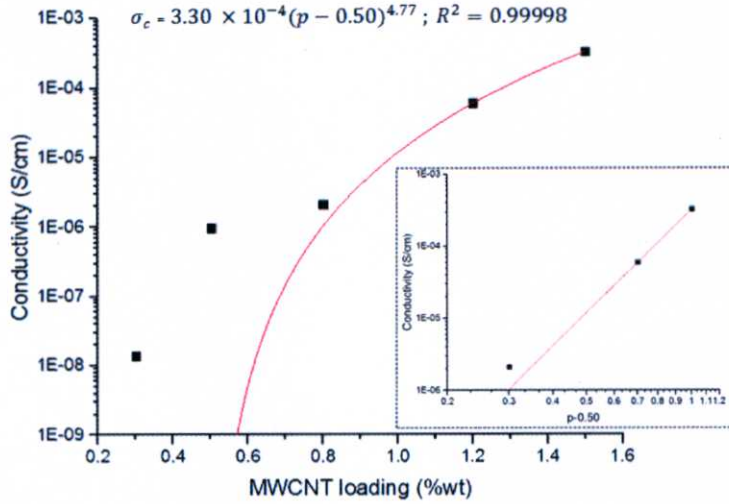
(b)

ภาพที่ 4.11 การวิเคราะห์หาสมการความสัมพันธ์ระหว่างค่าการนำไฟฟ้ากับปริมาณ MWCNT

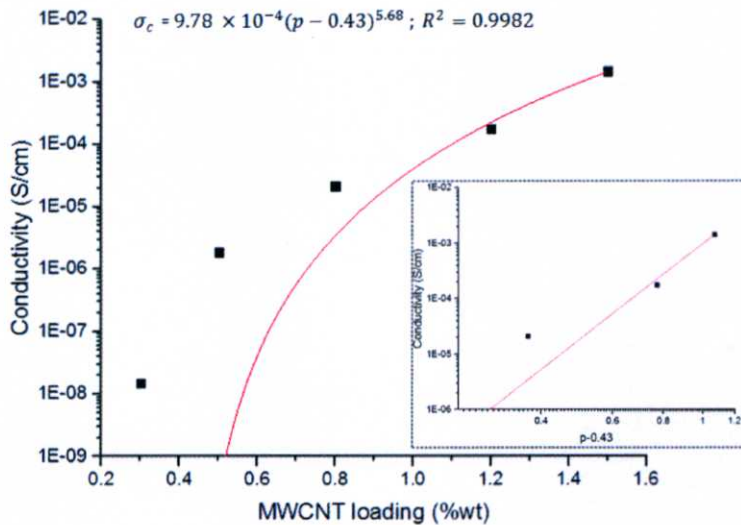
ด้วย Percolation theory ใน PU-ester นาโนคอมพอสิต โดยใช้อุณหภูมิในการผสม (a) 190°C และ (b) 200°C

จากภาพที่ 4.12 แสดงการทำ Curve fitting เพื่อหาค่า  $p-p_c$  และ  $t$  โดยใช้ค่า  $p_c$  ในช่วง 0.3 ถึง 0.6 %wt เนื่องจากในภาพที่ 4.10 ช่วงนี้เป็นช่วงที่กราฟมีค่าการนำไฟฟ้าเปลี่ยนแปลงจากฉนวนไฟฟ้าเป็นตัวนำไฟฟ้าอย่างเห็นได้ชัด จึงทำการวิเคราะห์ด้วย Percolation theory เหมือนกับที่วิเคราะห์ใน PU-ether นาโนคอมพอสิต พบว่า PU-ether/MWCNT นาโนคอมพอสิตที่เตรียมด้วยอุณหภูมิ 200°C ได้ค่า  $p_c$  เท่ากับ 0.50 %wt และ

ค่า  $t$  เท่ากับ 4.77 แสดงดังรูปที่ 4.12a ส่วน PU-ether นาโนคอมพอสิตที่เตรียมด้วยอุณหภูมิ 210°C ได้ค่า  $p_c$  เท่ากับ 0.43 %wt และค่า  $t$  เท่ากับ 5.68 ดังแสดงในภาพที่ 4.12b



(a)



(b)

ภาพที่ 4.12 การวิเคราะห์หาสมการความสัมพันธ์ระหว่างค่าการนำไฟฟ้ากับปริมาณ MWCNT

ด้วย Percolation theory ใน PU-ether นาโนคอมพอสิต โดยใช้อุณหภูมิในการผสม (a) 200°C และ (b) 210°C

จากค่า  $t$  ของ PU-ether/MWCNT นาโนคอมพอสิตที่เตรียมด้วยทั้ง 2 อุณหภูมิ พบว่าค่า  $t$  เป็นแบบ Non-universal แสดงว่าอนุภาค MWCNT มีการเกิด Tunneling effect เนื่องจาก MWCNT มีอนุภาคเป็นท่อนั่นเอง เมื่อเปรียบเทียบอุณหภูมิในการเตรียมนาโนคอมพอสิตทั้ง 2 อุณหภูมิจะเห็นได้ว่าที่อุณหภูมิ 210°C มีค่า  $p_c$  ต่ำกว่าที่ 200°C และมีค่า  $t$  สูงกว่าที่ 200°C เนื่องจาก MWCNT กระจายตัวใน PU ส่วนนึ่งซึ่งมีความเหนียวและมีความหนืดสูงเมื่ออยู่ในสถานะหลอมเหลว แต่เมื่อได้รับความร้อนที่อุณหภูมิสูงขึ้นส่งผลให้ PU มีความ

หนักลดลง ทำให้ MWCNT กระจายตัวใน PU ส่วนนี้ได้ดีขึ้น จึงเกิดเป็นโครงข่ายนำไฟฟ้าแพร่กระจายใน PU เมทริกซ์ส่วนนี้ได้มากกว่า ดังนั้น PU-ether/MWCNT นาโนคอมพอสิตที่เตรียมด้วยอุณหภูมิ 210°C จึงมีจุดที่เกิดการนำไฟฟ้าต่ำกว่าการเตรียมด้วย 200°C ซึ่งผลที่ได้นี้ก็คล้ายคลึงกับที่พบใน PU-ester นาโนคอมพอสิต

## บทที่ 5

### สรุปผลการวิจัยและข้อเสนอแนะ

#### 5.1 สรุปผลการวิจัย

การศึกษาจุดนำไฟฟ้า ( $p_c$ ) ของ PU/MWCNT นาโนคอมพอสิตที่เตรียมโดยวิธีผสมแบบหลอมเหลว ใน PU ที่มีโครงสร้างส่วนนํ้ามันแตกต่างกัน (PU-ester และ PU-ether) และยังศึกษาผลกระทบของอุณหภูมิการผสมต่อสมบัติของนาโนคอมพอสิตอีกด้วย โดย PU-ester นาโนคอมพอสิตทำการผสมที่อุณหภูมิ 190 หรือ 200°C ส่วน PU-ether นาโนคอมพอสิตทำการผสมที่อุณหภูมิ 200 หรือ 210°C พบว่า PU-ester นาโนคอมพอสิตที่เตรียมด้วยอุณหภูมิ 190 และ 200°C มีค่า  $p_c = 0.55$  และ 0.45 ตามลำดับ โดยมีค่า  $t$  exponent = 2.70 ทั้งสองอุณหภูมิการผสม จากค่า  $t$  ที่เป็นแบบ Universal แสดงว่านาโนคอมพอสิตที่เตรียมด้วยอุณหภูมิ 190 และ 200°C ทำให้อนุภาค MWCNT เกิดการสร้างโครงข่ายนำไฟฟ้าเป็นรูปแบบ 5 มิติ (Hypercubic) ใน PU เมทริกซ์ส่วนแข็ง แสดงให้เห็นว่า MWCNT สามารถกระจายตัวได้ดีกว่าที่อุณหภูมิในการเตรียมที่สูงขึ้น ส่วน PU-ether นาโนคอมพอสิตมีค่า  $p_c = 0.50$ ,  $t$  exponent = 4.77 และ  $p_c = 0.43$ ,  $t$  exponent = 5.68 ที่อุณหภูมิการเตรียม 200 และ 210°C ตามลำดับ จากค่า  $t$  ของ PU-ether/MWCNT นาโนคอมพอสิตที่เตรียมด้วยทั้ง 2 อุณหภูมิ แสดงว่าอนุภาค MWCNT มีการเกิด Tunneling effect เนื่องจาก MWCNT มีอนุภาคเป็นท่อนจึงส่งผลให้ค่า  $t$  เป็นแบบ Non-universal จึงสามารถสรุปได้ว่าอุณหภูมิในการเตรียมที่สูงขึ้นส่งผลให้ MWCNT มีจุดนำไฟฟ้าที่ต่ำลงและมีโครงข่ายเชื่อมโยงการนำไฟฟ้าที่แพร่กระจายมากกว่า ซึ่งสอดคล้องกับผลของ FESEM ที่พบว่าเมื่อใช้อุณหภูมิในการผสมสูงขึ้น MWCNT กระจายตัวอยู่ใน PU เมทริกซ์ดีขึ้น ค่า Young's Modulus ของ PU-ester นาโนคอมพอสิตมีแนวโน้มเพิ่มขึ้น 25% ส่วนค่า Young's Modulus ของ PU-ether นาโนคอมพอสิต มีแนวโน้มเพิ่มขึ้น 10% เนื่องจากใน PU-ester นาโนคอมพอสิต MWCNT กระจายตัวในโครงสร้างส่วนแข็งจึงทำให้สามารถเสริมความแข็งแรงได้มากกว่า PU-ether นาโนคอมพอสิตที่ MWCNT มีการกระจายตัวในโครงสร้างส่วนนํ้ามัน

#### 5.2 ข้อเสนอแนะ

จากการศึกษาจุดนำไฟฟ้าของพอลิยูรีเทนคาร์บอนนาโนทิวบ์คอมพอสิตที่เตรียมโดยวิธีผสมแบบหลอมเหลว โดยมีปัจจัยศึกษาต่างๆ ได้แก่ อุณหภูมิในการผสม และปริมาณคาร์บอนนาโนทิวบ์ สามารถสรุปข้อเสนอแนะสำหรับงานวิจัยต่อไป ดังนี้

- 1) ศึกษาเปรียบเทียบจุดนำไฟฟ้าในวัสดุนาโนคอมพอสิตชนิดอื่น
- 2) ศึกษาเปรียบเทียบจุดนำไฟฟ้าของวัสดุพอลิยูรีเทนนาโนคอมพอสิตด้วยวิธีผสมแบบอื่น

เพิ่มเติม

## บทที่ 6

## สรุปผลผลิตงานวิจัย

**Jirakittidul, K.**, C. Homwan, T. Vattanapanu, and P. Udomwongsak, *Determining conductive percolation threshold in segmented PU/MWCNT nanocomposites prepared by melt mixing*, Poster presentation in *The First Materials Research Society of Thailand International Conference 2017*: Chiang Mai, Thailand.



## เอกสารอ้างอิง

1. Saunders, J.H. and K.C. Frisch, *Polyurethanes Chemistry and Technology. Part II Technology*. 1964, New York: Interscience Publishers.
2. Ionescu, M., *Chemistry and Technology of Polyols for Polyurethanes*. 2005: Rapra Technology Limited.
3. Harris, P.J.F., *Carbon Nanotube Science: Synthesis, Properties and Applications*. 2009, Cambridge: Cambridge University Press.
4. Coleman, J.N., U. Khan, W.J. Blau, and Y.K. Gun'ko, *Small but Strong: a Review of the Mechanical Properties of Carbon Nanotube-Polymer Composites*. *Carbon*, 2006. **44**(9): p. 1624-1652.
5. Spitalsky, Z., D. Tasis, K. Papagelis, and C. Galiotis, *Carbon Nanotube-Polymer Composites: Chemistry, Processing, Mechanical and Electrical Properties*. *Progress in Polymer Science*, 2010. **35**(3): p. 357-401.
6. Huang, W.M., B. Yang, and Y.Q. Fu, *Polyurethane Shape Memory Polymers*. 2012: CRC Press.
7. Stauffer, D. and A. Aharony, *Introduction in Percolation Theory*. 1992: Taylor & Francis Group.
8. Socher, R., B. Krause, M.T. Müller, R. Boldt, and P. Pötschke, *The influence of matrix viscosity on MWCNT dispersion and electrical properties in different thermoplastic nanocomposites*. *Polymer*, 2012. **53**(2): p. 495-504.
9. Krause, B., P. Pötschke, and L. Häußler, *Influence of small scale melt mixing conditions on electrical resistivity of carbon nanotube-polyamide composites*. *Composites Science and Technology*, 2009. **69**(10): p. 1505-1515.
10. Grossiord, N., P.J. Kivit, J. Loos, J. Meuldijk, A.V. Kyrylyuk, P. van der Schoot, and C.E. Koning, *On the influence of the processing conditions on the performance of electrically conductive carbon nanotube/polymer nanocomposites*. *Polymer*, 2008. **49**(12): p. 2866-2872.
11. ศูนย์เทคโนโลยีโลหะและวัสดุแห่งชาติ. 2015. **เทคนิควิเคราะห์สมบัติทางความร้อนของวัสดุ (Thermal Analysis Technique, TA)**. [Online]. Available : <https://www.mtec.or.th/mcu/phcl/index.php/th/2014-09-04-06-23-37/14->
12. Banfield, D, *Understanding and measuring electrical resistivity in conductive inks and adhesives*. *SGIA Journal*, 2000. **6** : p.29-36.

## ภาคผนวก ก

บันทึกการรับ-จ่ายเงิน โครงการวิจัย สัญญาเลขที่ 2560-01-05-052 ตั้งแต่วันที่ 1 ตุลาคม 2559 ถึง วันที่ 30 กันยายน 2560

แหล่งทุน: วิทยาลัยเทคโนโลยีอาชีวศึกษา

ชื่อโครงการ: การศึกษากุณภาพน้ำดื่มของสารปนเปื้อนในน้ำดื่มบรรจุขวดที่จำหน่ายโดยวิสาหกิจชุมชน

ชื่อหัวหน้าโครงการ: นางสาว กิตติมาศ จิระกิตติคุณ

ว.ล.ป.	รายการ	เลขที่อ้างอิง	รายการรับ - จ่าย			รายการ พด.รับ	รายการจ่าย					รวม รายการจ่าย
			รับ	จ่าย	คงเหลือ		งบอุดหนุน	งบดำเนินงาน	งบดำเนินงาน	งบดำเนินงาน	งบดำเนินงาน	
	สรุปประมาณการได้รับทุนอุดหนุน (ตามแผน)											
	จำนวนเงินที่ได้รับ (ครั้งที่ 1 = 85%)		42,500.00			0						
	จำนวนเงินที่ได้รับ (ครั้งที่ 2 = 15%)		7,500.00			0						
	จำนวนเงินที่ได้รับ (ครั้งที่ 3)											
	หัก ค่าใช้จ่าย (ครั้งที่ 1)											
	หัก ค่าใช้จ่าย (ครั้งที่ 2)			30,072.52					30,560.00	19,512.52		
	สรุปประมาณคงเหลือ		30,000.00	30,072.52	-72.52	0.00			30,560.00	19,512.52		50,072.52
	รายละเอียดค่าใช้จ่าย											
	ครั้งที่ 1											
	รวมครั้งที่ 1											
	ครั้งที่ 2											
23 ก.ค. 60	ค่า Adhesives	เลขที่ RV201702044							9,756.26			9,756.26
30 มิ.ย. 60	ค่า DSC	เลขที่ 10795							21,560.00			21,560.00
15 พ.ค. 60	ค่า FESEM	เลขที่ 1259002636							4,410.00			4,410.00
15 พ.ค. 60	ค่า FESEM	เลขที่ 1259002646							4,590.00			4,590.00
15 พ.ค. 60	ค่า Adhesives	เลขที่ RE201705099							9,756.26			9,756.26
	รวมครั้งที่ 2								30,560.00	19,512.52		50,072.52

ลงชื่อหัวหน้าโครงการ

กิตติมาศ

(นางสาว กิตติมาศ จิระกิตติคุณ)

วันที่

## ประวัตินักวิจัย

ชื่อ - นามสกุล (ภาษาไทย) ดร. กิตติมนต์ จิระกิตติคุณย์

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 จาก University of Manchester ปีพ.ศ. 2556