



รายงานวิจัยฉบับสมบูรณ์

โครงการ

อีพ็อกซี-เส้นใยแก้วคอมโพสิตอบด้วยคลื่นไมโครเวฟ

(Microwave cured glass fiber-reinforced
epoxy composites)

โดย รองศาสตราจารย์ ดร. วราภรณ์ ตันรัตนกุล

31 มกราคม พ.ศ. 2549

รายงานวิจัยฉบับสมบูรณ์

โครงการ

อีพ็อกซี-เส้นใยแก้วคอมโพสิตอบด้วยคลื่นไมโครเวฟ (Microwave cured glass fiber-reinforced epoxy composites)

รองศาสตราจารย์ ดร. วราภรณ์ ตันรัตนกุล

สาขาวิทยาศาสตร์พอลิเมอร์ คณะวิทยาศาสตร์
มหาวิทยาลัยสงขลานครินทร์ หาดใหญ่ สงขลา

สนับสนุนโดยสำนักงานกองทุนสนับสนุนการวิจัย (สกว.)
(ความเห็นในรายงานนี้เป็นของผู้วิจัย สกว.ไม่จำเป็นต้องเห็นด้วยเสมอไป)

กิตติกรรมประกาศ

ขอขอบคุณผู้มีรายนามต่อไปนี้ ซึ่งมีส่วนสนับสนุนทำให้โครงการวิจัยนี้สำเร็จลุล่วงตามวัตถุประสงค์

- สำนักงานกองทุนสนับสนุนการวิจัย (สกว.) ที่ให้ทุนสนับสนุนการวิจัย
- นางสาวแก้ว แซ่เตียว และ นายดำรง เจริญดี นักศึกษาระดับปริญญาโทที่ช่วยงานวิจัย
- คุณประสงค์ เพิ่มอารยวงศ์ และ บริษัท ไทยคอมโพสิท จำกัด ที่ให้ความอนุเคราะห์สารเคมีบางส่วน
- สาขาวิทยาศาสตร์พอลิเมอร์ คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยสงขลานครินทร์ ที่ให้ความอนุเคราะห์สถานที่และอุปกรณ์ในการทำวิจัย
- Prof. Marc Abadi, University of Montpellier II ที่ให้คำแนะนำในการวิเคราะห์ข้อมูล

บทคัดย่อ

รหัสโครงการ : RSA4580041
ชื่อโครงการ : อีพ็อกซี-เส้นใยแก้วคอมโพสิตหุ้มด้วยเคลือบไมโครเวฟ
ชื่อนักวิจัย : รองศาสตราจารย์ ดร. วรภรณ์ ตันรัตนกุล
สถาบัน : สาขาวิทยาศาสตร์พอลิเมอร์ คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยสงขลานครินทร์
varaporn.t@psu.ac.th

ระยะเวลาโครงการ : 42 เดือน

โครงการวิจัยนี้มีวัตถุประสงค์เพื่อศึกษาการอบอีพ็อกซี-เส้นใยแก้วคอมโพสิตด้วยเตาไมโครเวฟ โดยเปรียบเทียบกับคอมโพสิตที่อบด้วยตู้อบความร้อน คอมโพสิตประกอบด้วยอีพ็อกซีเรซิน (ชนิด diglycidyl ether of bisphenol A) สารทำให้แข็งกลุ่มแอนไฮไดรด์ ได้แก่ methyl tetrahydrophthalic anhydride (MTHPA) และ methyl hexahydrophthalic anhydride (MHHPA) และตัวเร่งปฏิกิริยา ได้แก่ tris-2,4,6-dimethyl aminomethyl phenol, 2-ethyl-4-methyl imidazole และ N,N-dimethylbenzylamine และเส้นใยแก้วชนิด chopped strand mat ที่มีน้ำหนักเฉพาะ 300 g/m² ผสมอีพ็อกซีและสารทำให้แข็งในอัตราส่วน 100:80 โดยน้ำหนัก เติมตัวเร่งปฏิกิริยาตามน้ำหนักของอีพ็อกซีในปริมาณ 1% และ 4% ผสมเส้นใยแก้วประมาณ 15% ของเรซิน สูตรเรซินที่ศึกษามีทั้งหมด 7 สูตร โดนแปรเปลี่ยนตามชนิดของสารทำให้แข็งและตัวเร่งปฏิกิริยา อบเรซินและคอมโพสิตด้วยเตาไมโครเวฟที่ใช้ในครัวเรือน เลือกสภาวะการอบที่เหมาะสม โดยให้ได้ชิ้นงานที่แข็งทั่วทั้งแผ่น ไม่มีฟองอากาศ ไม่มีรอยไหม้ การอบด้วยเตาไมโครเวฟมี 2 แบบ คือ การอบแบบขั้นตอนเดียวและการอบแบบหลายขั้นตอน ส่วนการอบด้วยตู้อบความร้อนมีขั้นตอนเดียว คือ ใช้อุณหภูมิ 150°C และเวลาที่ซับซ้อนน้อยกว่าปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยาและความหนาของชิ้นงาน ทดสอบสมบัติเชิงกลของชิ้นงานที่อบด้วยเตาไมโครเวฟและตู้อบความร้อนตามมาตรฐาน ASTM ได้แก่ tensile properties, flexural properties (three-point bending) และ impact strength วิเคราะห์ตัวอย่างด้วยเทคนิค DSC, DMTA TGA และ SEM และตรวจสอบความหนืดของเรซินและอุณหภูมิของเรซินระหว่างการอบในระยะเวลาต่างๆ ก่อนที่เรซินจะแข็งตัว ผลการทดลองพบว่าการอบด้วยเตาไมโครเวฟแบบขั้นตอนเดียว สามารถให้สมบัติเชิงกลที่เทียบเท่ากับการอบด้วยตู้อบความร้อน ความแตกต่างของสมบัติเชิงกลระหว่างชิ้นงานที่อบด้วยเตาไมโครเวฟและตู้อบความร้อนขึ้นอยู่กับสูตรเรซินและประเภทของสมบัติเชิงกล เนื่องจากมีสมบัติเชิงกลทั้งที่สูงขึ้นและต่ำลงเมื่ออบด้วยเตาไมโครเวฟ มีสูตรเรซินบางสูตรที่เหมาะสมต่อการอบด้วยเตาไมโครเวฟ การอบด้วยเตาไมโครเวฟแบบหลายขั้นตอน ให้ค่าสมบัติเชิงกลที่สูงกว่าการอบแบบขั้นตอนเดียวและการอบด้วยตู้อบความร้อน ทั้งนี้เป็นเพราะการอบแบบหลายขั้นตอนจะมีการอุ่นเรซินในการอบขั้นตอนแรก ทำให้เรซินมีอุณหภูมิและความหนืดไม่สูงมากนัก การเกาะติดกับเส้นใยแก้วจะดีขึ้น ทำให้แรงยึดเกาะระหว่างเรซินและเส้นใยแก้ว (interfacial adhesion) สูงขึ้น ในทางตรงข้ามการอบแบบขั้นตอนเดียวจะทำให้เรซินมีอุณหภูมิสูงขึ้นทันที จึงทำให้เรซินมีความหนืดเพิ่มขึ้นอย่างรวดเร็ว การยึดเกาะระหว่างเรซินและเส้นใยแก้วจึงลดลง และทำให้มีการกักขังโมเลกุลอยู่ในโครงร่างแห สมบัติเชิงกลจึงต่ำกว่า เตาไมโครเวฟที่ใช้ในครัวเรือนจะควบคุมระดับกำลังวัตต์โดยมีระยะเวลาที่ให้คลื่นออกมา ดังนั้น ระยะเวลาที่กำหนดไว้จึงไม่ใช่ระยะเวลาที่เรซินได้รับคลื่นไมโครเวฟ ระยะเวลาที่ได้รับคลื่นขึ้นอยู่กับระดับกำลัง (power level) ที่ใช้ และจะมีค่าน้อยกว่าระยะเวลาที่ใช้ เช่น ที่ระดับกำลัง 3 เรซินจะได้รับคลื่นไมโครเวฟเป็นระยะเวลา 30% ของระยะเวลาที่ตั้งไว้ในการใช้เตาไมโครเวฟนี้ ด้วยเหตุนี้จึงกล่าวได้ว่า การอบด้วยเตาไมโครเวฟจะใช้เวลาน้อยกว่าการอบด้วยตู้อบความร้อน และสามารถให้สมบัติเชิงกลที่ดีกว่าตัวอย่างที่อบด้วยตู้อบความร้อน แต่จำเป็นต้องใช้สภาวะการอบที่เหมาะสม ข้อจำกัดของโครงการวิจัยนี้คือ ไม่สามารถสร้างเตาไมโครเวฟได้เอง ทำให้ไม่สามารถควบคุมการปล่อยคลื่นให้แม่นยำ ไม่สามารถปล่อยคลื่นให้เป็นเวลาต่อเนื่อง และควบคุมกำลังวัตต์ได้

คำหลัก : อีพ็อกซี คอมโพสิต เส้นใยแก้ว ไมโครเวฟ การอบ

Abstract

Project Code : RSA4580041

Project Title : Microwave cured glass fiber reinforced epoxy composites

Investigator : Dr. Varaporn Tanrattanakul

Polymer Science Program, Faculty of Science, Prince of Songkla University

varaporn.t@psu.ac.th

Project Period : 41 months

The objective of this study was to compare the mechanical properties between epoxy composites cured by thermal heating and microwave heating. Epoxy-anhydride (100:80, wt/wt) resins reinforced with glass fiber were cured in a domestic microwave oven and in a thermal oven. Hardening agents included methyl tetrahydrophthalic anhydride and methyl hexahydrophthalic anhydride. Tris-2,4,6-dimethyl aminomethyl phenol, 2-ethyl-4-methyl imidazole and N,N-dimethylbenzylamine were used as an accelerator. Thermal curing was performed at 150°C for various cure time depending on accelerator concentration and specimen thickness. Microwave curing was carried out at various conditions, including 1-step, 2-step, and 3-step heating cycle, whereby each cycle employed different power level and time. Tensile properties, notched Izod impact resistance and flexural properties (three-point bending) were tested according to ASTM standards. Sample characteristics were determined by using DSC, DMTA, TGA and SEM. It is found that the microwave-cured composites produced mechanical properties as good as the thermally cured composites. The 2-step and 3-step heating cycle using in the microwave curing process produced better mechanical properties higher than those obtained from the microwaved 1-step and thermally curing process. This is attributed to the slow increase in temperature during the beginning of the microwave curing process whereby the very low power level was applied in the first cycle of the multi-step heating process. This affected the slower rate of viscosity increment, resulting in better wettability of the glass fiber with enhanced interfacial adhesion between the fibers and the resins. The viscosity of resins affected the homogeneity of the crosslinked structure. Therefore, rapid increment in viscosity may cause defects in the structure because of the entrapment of uncrosslinked resins. In domestic microwave ovens, the magnetron is operated at full power. During a specified time, the current is turned on and off for segments of the period, and the average power is reduced. This on/off type of control is often referred to as duty cycle control. Therefore, the actual heating time in the microwave oven is much shorter than the setting time. The output power of the domestic microwave is governed by the duty cycle control, and the microwave output power depends on the actual heating time. Consequently, cure time in the microwave oven was shorter than that in the thermal oven. The restriction of this work is to be unable to control the system of the microwave oven such as “true” power and “true” irradiation time of microwave.

Keywords : epoxy, composites, glass fiber, microwave curing

Executive Summary

ปัญหาที่ทำการวิจัยและความสำคัญของปัญหา

โครงการวิจัยนี้เป็นโจทย์ที่ผู้ประกอบการภาคอุตสาหกรรมนำเสนอให้ผู้เสนอโครงการวิจัยทำวิจัย โดยต้องการเปลี่ยนกระบวนการอบเพื่อทำปฏิกิริยา (cure) ของอีพ็อกซีที่ใช้ในอุตสาหกรรมคอมโพสิต (glass fiber - epoxy composite) จากระบบธรรมดาที่ใช้ไอน้ำร้อน (steam) มาเป็นการใช้คลื่นไมโครเวฟ เพื่อเป็นการเพิ่มประสิทธิภาพในการผลิตและลดต้นทุนการผลิต การใช้คลื่นไมโครเวฟนี้มีข้อได้เปรียบ 3 ประการ คือ (1) ด้านสิ่งแวดล้อม: การใช้คลื่นไมโครเวฟจะไม่มีน้ำเสียเกิดขึ้น เป็นกระบวนการที่สะอาดกว่า การใช้ไอน้ำนั้นจะต้องมีการบำบัดน้ำก่อนเข้าหม้อต้มน้ำ และการบำบัดน้ำจะต้องมีการใช้สารเคมีที่มีสภาพเป็นกรด-ด่างทำให้น้ำเสียเกิดขึ้น สร้างปัญหาด้านมลพิษแก่สิ่งแวดล้อม (2) ด้านพลังงาน: การใช้คลื่นไมโครเวฟช่วยประหยัดพลังงาน เป็นการประหยัดการนำเข้าน้ำมัน (3) ด้านการผลิต: การใช้คลื่นไมโครเวฟให้ความแม่นยำในการควบคุมอุณหภูมิสูงกว่าการใช้ไอน้ำ ผู้เสนอโครงการวิจัยได้ทำการศึกษาจากผลงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง พบว่าเป็นหัวข้อวิจัยที่น่าสนใจและมีความเป็นไปได้สูง เนื่องจากเป็นวัสดุคอมโพสิต (ระบบอีพ็อกซี-แอนไฮไดรด์) ที่ยังไม่เคยมีการศึกษาวิจัยที่ปรากฏในเอกสารอ้างอิง และเทคนิคการใช้ไมโครเวฟสามารถทำได้ในอีพ็อกซีคอมโพสิต ดังนั้น โครงการวิจัยนี้นับได้ว่าเป็นการสร้างองค์ความรู้ใหม่และนำไปใช้ประโยชน์ได้จริงในภาคอุตสาหกรรม

มีการสนใจนำไมโครเวฟอบวัสดุพลาสติกคอมโพสิต เพื่อแก้ไขปัญหาที่เกิดขึ้นเมื่อผลิตชิ้นส่วนต่างๆ ซึ่งเกิดจากความยากในการอบเทอร์โมเซตด้วยไอน้ำ ที่ต้องใช้เวลาทำให้เกิดการสะสมความร้อนเนื่องจากปฏิกิริยาคายความร้อน ก่อให้เกิดความแตกต่างของอุณหภูมิในชิ้นงาน เกิดความเค้นอันเนื่องมาจากความร้อน และอาจเกิดการเสื่อมสลายจากความร้อน มีบทความที่ได้กล่าวถึงการทบทวนเอกสารงานวิจัยที่เกี่ยวข้องกับการอบพลาสติก เพื่อให้เกิดปฏิกิริยาด้วยไมโครเวฟ งานอีพ็อกซีที่มีการวิจัยการใช้ไมโครเวฟ ส่วนใหญ่จะเป็นระบบที่ใช้เอมีนทั้งสิ้น มีการรายงานไม่มากนักที่มีการใช้กลุ่มแอนไฮไดรด์

การศึกษาการอบอีพ็อกซีด้วยไมโครเวฟนี้ นอกจากจะมีประโยชน์โดยตรงกับอุตสาหกรรมคอมโพสิตแล้วยังมีประโยชน์กับอุตสาหกรรมด้านอื่นๆอีกด้วย เนื่องจากอีพ็อกซีถูกนำไปใช้งานด้านอิเล็กทรอนิกส์ กาว สารเคลือบผิว และทันตกรรม นอกจากนี้การวิจัยการอบด้วยไมโครเวฟนี้ผู้เสนอโครงการวิจัยจะนำไปประยุกต์ใช้กับการวัลคาไนซ์ยางธรรมชาติด้วย กล่าวโดยสรุปดังนี้คือ การศึกษาการอบวัสดุคอมโพสิต (อีพ็อกซี-แอนไฮไดรด์ เสริมแรงด้วยเส้นใยแก้ว) ด้วยไมโครเวฟเป็นการสร้างองค์ความรู้ใหม่ในสาขาพอลิเมอร์คอมโพสิต โดยเปรียบเทียบการอบระบบอีพ็อกซี-แอนไฮไดรด์ด้วยความร้อนกับไมโครเวฟ และทำความเข้าใจขั้นพื้นฐานการเกิดปฏิกิริยาของวัสดุระบบนี้ พัฒนาเทคนิค/กระบวนการอบด้วยไมโครเวฟให้เหมาะสม เพื่อเตรียมเข้าสู่ภาคปฏิบัติจริงในอุตสาหกรรม โครงการวิจัยนี้ยังเป็นการต้องการของภาคอุตสาหกรรมและนำไปประยุกต์ใช้กับวัสดุอื่นๆและอุตสาหกรรมอื่นๆได้

วัตถุประสงค์

1. ศึกษาการอบเพื่อทำปฏิกิริยา (curing) ระบบอีพ็อกซี-แอนไฮไดรด์ด้วยคลื่นไมโครเวฟ
2. เปรียบเทียบการอบเพื่อทำปฏิกิริยาอีพ็อกซีเรซินด้วยคลื่นไมโครเวฟที่สภาวะการอบต่างๆ
3. เปรียบเทียบผลการอบด้วยไมโครเวฟและไอน้ำที่มีต่อสมบัติเชิงกลและเชิงกายภาพของอีพ็อกซี-แอนไฮไดรด์
4. เปรียบเทียบผลการอบด้วยไมโครเวฟและไอน้ำที่มีต่อสมบัติเชิงกลและเชิงกายภาพของอีพ็อกซีคอมโพสิตเสริมแรงด้วยเส้นใยแก้ว

วิธีการดำเนินการ

1. ผสมอีพ็อกซี สารทำให้แข็ง และตัวเร่งปฏิกิริยา เข้าด้วยกันตามน้ำหนักที่กำหนด กวนให้เข้าเป็นเนื้อเดียวกัน ปั่นอย่างเร็วให้ฟองอากาศหายไป เทลงในเบ้าพิมพ์ นำไปอบด้วยตู้อบหรือเตาไมโครเวฟ ถ้าเตรียมคอมโพสิตให้

นำเรซินที่มีส่วนผสมตามที่กำหนดก่อน แล้วนำแผ่นใยแก้วที่ซังน้ำหนักรว้แล้ว จุ่มลงในเรซินนี้จนเปียกชุ่มทั่วทั้งแผ่น เทเรซินลงในเบ้าพิมพ์ให้ทั่ว วางแผ่นใยแก้วนั้นบนเรซิน และเทเรซินที่เหลือให้ท่วมแผ่นใยแก้ว

2. การอบด้วยตู้อบความร้อนจะอบที่ 150°C เป็นเวลาต่างๆ ขึ้นอยู่กับปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยาและความหนาของชิ้นงาน การอบด้วยเตาไมโครเวฟจะเลือกใช้สภาวะการอบที่แตกต่างกัน ขึ้นอยู่กับสูตรเรซินและความหนาของชิ้นงาน มีการอบ 2 แบบ ดังนี้ การอบแบบชั้นตอนเดียวและการอบแบบหลายชั้นตอน (สองชั้นตอนและสามชั้นตอน) แต่ละชั้นตอนจะใช้ระดับกำลังและเวลาต่างกัน
3. ตรวจสอบความสามารถในการอบด้วยเตาไมโครเวฟของเรซินสูตรต่างๆ วิเคราะห์ปริมาณการเกิดปฏิกิริยาที่เกิดขึ้นด้วยเทคนิค DSC
4. ทดสอบสมบัติเชิงกลของเรซินและคอมโพสิตตามมาตรฐาน ASTM สมบัติเชิงกลที่ทดสอบได้แก่ tensile properties, flexural properties (three-point bending) และ impact strength เปรียบเทียบสมบัติเชิงกลแต่ละประเภทระหว่างชิ้นงานที่อบด้วยตู้อบความร้อนและอบด้วยเตาไมโครเวฟ
5. วิเคราะห์คุณลักษณะต่างๆของเรซินและคอมโพสิตที่อบด้วยตู้อบความร้อนและเตาไมโครเวฟ ด้วยเทคนิคต่อไปนี้ DSC, DMTA, TGA และ SEM โดยตรวจสอบ T_g , α transition temperature, พลังงานกระตุ้น, การสลายตัว และ interfacial adhesion ระหว่างเรซินและเส้นใยแก้ว
6. ตรวจสอบความหนืดและอุณหภูมิของเรซินระหว่างการอบ

ขอบเขตการวิจัย

1. ใช้สารเคมีและเส้นใยแก้วที่ผลิตขายทั่วไป ไม่สังเคราะห์เอง และนำมาใช้โดยไม่มีการดัดแปลงใดๆ
2. ใช้เตาไมโครเวฟที่ใช้ในครัวเรือน และใช้ตู้อบความร้อนชนิดที่ใช้ในห้องปฏิบัติการ
3. ไม่ศึกษาจลนพลศาสตร์ของการเกิดปฏิกิริยาเคมี
4. ไม่เปรียบเทียบสมบัติเชิงกลระหว่างสูตร แต่จะเปรียบเทียบสูตรเดียวกันระหว่างที่อบด้วยตู้อบความร้อนและอบด้วยเตาไมโครเวฟ การวิเคราะห์คุณลักษณะต่างๆเป็นไปในทำนองเดียวกันคือ เปรียบเทียบตัวอย่างที่ได้จากการอบต่างกัน

สรุปผลการดำเนินการ

การทดลองบรรลุวัตถุประสงค์คือ สามารถใช้เตาไมโครเวฟอบอีพ็อกซีเรซินและอีพ็อกซีคอมโพสิต ให้มีสมบัติเชิงกลเทียบเท่าหรือดีกว่าการอบด้วยตู้อบความร้อน การอบด้วยเตาไมโครเวฟจำเป็นต้องใช้การอบแบบหลายชั้นตอน คือ มีการอุ่นเรซินก่อนแล้วจึงให้เรซินเกิดปฏิกิริยาภายหลัง วิธีนี้จะทำให้เรซินเกาะติดบนเส้นใยแก้วได้ดีขึ้น ส่งผลให้สมบัติเชิงกลสูงขึ้น การอบด้วยเตาไมโครเวฟสามารถทำให้อีพ็อกซีเกิดปฏิกิริยาเคมีได้สมบูรณ์ แต่อาจมีการเชื่อมโยงโมเลกุลหรือโครงร่างแหไม่สมบูรณ์ได้ถ้าใช้สภาวะการอบไม่เหมาะสม การอบด้วยเตาไมโครเวฟมีความซับซ้อนมากกว่าการอบด้วยตู้อบความร้อน เพราะการมีความร้อนเกิดขึ้นในเรซินแตกต่างกัน ดังนั้น การเปลี่ยนแปลงสภาวะการอบในเตาไมโครเวฟแม้เพียงเล็กน้อย ก็อาจมีผลกระทบต่อชิ้นงานที่ได้ นอกจากนี้ขนาดของชิ้นงานและสูตรเรซินมีอิทธิพลต่อการเลือกสภาวะการอบด้วยเตาไมโครเวฟด้วย เชื่อว่าการอบด้วยเตาไมโครเวฟและการอบด้วยตู้อบไม่ทำให้โครงสร้างโมเลกุลของอีพ็อกซีแตกต่างกันอย่างมีนัยสำคัญ ซึ่งตรวจสอบได้จากการมีพลังงานกระตุ้นใกล้เคียงกัน

สารบัญ

กิตติกรรมประกาศ	i
บทคัดย่อ	ii
Abstract	iii
Executive Summary	iv
บทที่ 1 บทนำ	
1.1 ทฤษฎีที่เกี่ยวข้อง	
1.1.1 อีพ็อกซีเรซินและสารทำให้แข็ง	1
1.1.2 การอบและการเกิดร่างแห	9
1.1.3 คลื่นไมโครเวฟ	10
1.1.4 อันตรกิริยาระหว่างคลื่นไมโครเวฟและวัสดุ	15
1.2 ผลงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง	20
บทที่ 2 วัสดุ อุปกรณ์ และวิธีการทดลอง	
2.1 สารเคมี	25
2.2 อุปกรณ์และเครื่องมือ	25
2.3 วิธีการทดลอง	26
บทที่ 3 ผลการทดลอง วิเคราะห์ และสรุปผลการทดลอง	
3.1 ข้อมูลเบื้องต้น	
3.1.1 การเปรียบเทียบระดับกำลังของเตาไมโครเวฟ	31
3.1.2 การวิเคราะห์หาปริมาณปฏิกิริยาเคมีของเรซิน	
ชนิด fresh sample ด้วยเทคนิค DSC	34
3.1.3 การทดลองอบอีพ็อกซีด้วยเตาไมโครเวฟและการหาปริมาณ	
ปฏิกิริยาที่เกิดขึ้น	38
3.2 อีพ็อกซีเรซินอบด้วยคลื่นไมโครเวฟสำหรับขึ้นตัวอย่างบาง	
3.2.1 สมบัติเชิงกล	43
3.2.2 สมบัติทางกลแบบพลวัตเชิงความร้อนและพลังงานกระตุ้น	72
3.2.3 ปริมาณปฏิกิริยาเคมีและอุณหภูมิกลาสทรานซิชัน	75
3.3 อีพ็อกซีเรซินอบด้วยคลื่นไมโครเวฟสำหรับขึ้นตัวอย่างหนา	
3.3.1 สมบัติเชิงกลของอีพ็อกซีเรซินที่อบแบบขั้นตอนเดียว	82
3.3.2 สมบัติเชิงกลของอีพ็อกซีเรซินที่อบแบบหลายขั้นตอน	87
3.4 อีพ็อกซี-เส้นใยแก้วคอมโพสิตอบด้วยคลื่นไมโครเวฟ	
3.4.1 สมบัติเชิงกลของอีพ็อกซีคอมโพสิตสูตรต่างๆ	92
3.4.2 สมบัติเชิงกลของอีพ็อกซีคอมโพสิตที่อบแบบหลายขั้นตอน	96
3.5 การวิเคราะห์สาเหตุการเพิ่มขึ้นของสมบัติเชิงกล	
ที่ได้จากการอบด้วยเตาไมโครเวฟแบบหลายขั้นตอน	
3.5.1 การวิเคราะห์คุณลักษณะการเกิดปฏิกิริยาเคมี	102
3.5.2 การตรวจสอบความหนืดและอุณหภูมิของเรซินในระหว่างการอบ	107
3.5.3 การวิเคราะห์การยึดเกาะของเรซินบนเส้นใยแก้วด้วยภาพ SEM	109

3.6 สรุปผลการทดลอง	113
3.7 ข้อเสนอแนะสำหรับงานวิจัยในอนาคต	113
ภาคผนวก	
ก. Reprint (J. Appl. Polym. Sci., 97, 1442-1461 (2005))	114
ข. Manuscript	135
ค. การวิเคราะห์ด้วยเทคนิค FTIR และการหาค่า relative dielectric constant	169
ง. บทความสำหรับการเผยแพร่	170
จ. Output อื่นๆที่ได้จากโครงการวิจัย	171

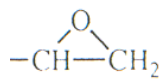
บทที่ 1

บทนำ

1.1 ทฤษฎีที่เกี่ยวข้อง

1.1.1 อีพ็อกซีเรซินและสารทำให้แข็ง

คำว่า “อีพ็อกซีเรซิน” (epoxy resins) ถูกนำมาใช้กับพรีพอลิเมอร์ (prepolymers) และเรซินที่ถูกลบแล้ว (cured resins) ส่วนที่เป็นพรีพอลิเมอร์จะประกอบด้วยโครงสร้างทางเคมีที่ว่องไวต่อการทำปฏิกิริยาที่เรียกว่า หมู่อีพ็อกซี (epoxy group) ดังแสดงในรูปที่ 1.1 เมื่อเรซินถูกลบ หมู่อีพ็อกซีจะทำปฏิกิริยาจนไม่ปรากฏในพอลิเมอร์แล้ว แต่ยังคงเรียกพอลิเมอร์ที่ได้นี้ว่าอีพ็อกซีเรซิน อีพ็อกซีเรซินมีราคาค่อนข้างแพงกว่าเรซินอื่นๆ ดังนั้นการใช้อีพ็อกซีเรซินทำเป็นผลิตภัณฑ์ จึงถูกเลือกใช้ในผลิตภัณฑ์ที่ต้องการเพิ่มมูลค่า



รูปที่ 1.1

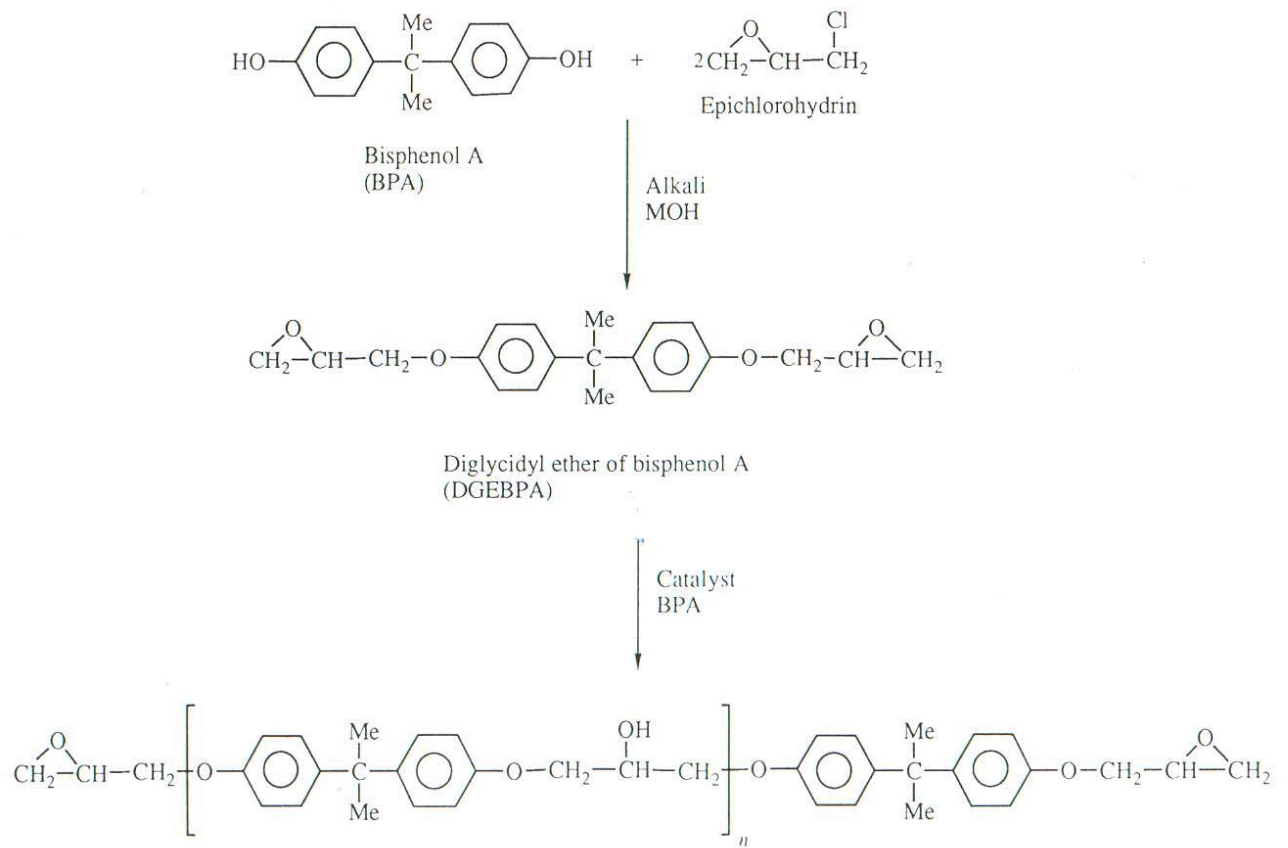
โครงสร้างทางเคมีของหมู่อีพ็อกซี

อีพ็อกซีเรซินสังเคราะห์ได้เป็นครั้งแรกในปี ค.ศ. 1891 มีการจดสิทธิบัตรในทศวรรษที่ 1930 และนำมาผลิตเชิงพาณิชย์ในราวทศวรรษที่ 1940 อีพ็อกซีเรซินชนิดแรกที่ผลิตทางการค้าได้มาจากการทำปฏิกิริยาของ bisphenol A และ epichlorohydrin นิยมเรียกว่า BPA-epoxy resins หรือ DGEBA (รูปที่ 1.2) และยังคงเป็นชนิดที่มีการใช้กันมากในปัจจุบันนี้ อีพ็อกซีเรซินมีการใช้งานหลากหลาย มากกว่า 50% เป็นงานด้านสารเคลือบผิว ถัดมาเป็นงานด้านวัสดุอิเล็กทรอนิกส์ วัสดุคอมโพสิต และกาว ตามลำดับ ตารางที่ 1.1 แสดงค่าน้ำหนักโมเลกุลของ DGEBA ที่มีขนาดต่างๆกัน

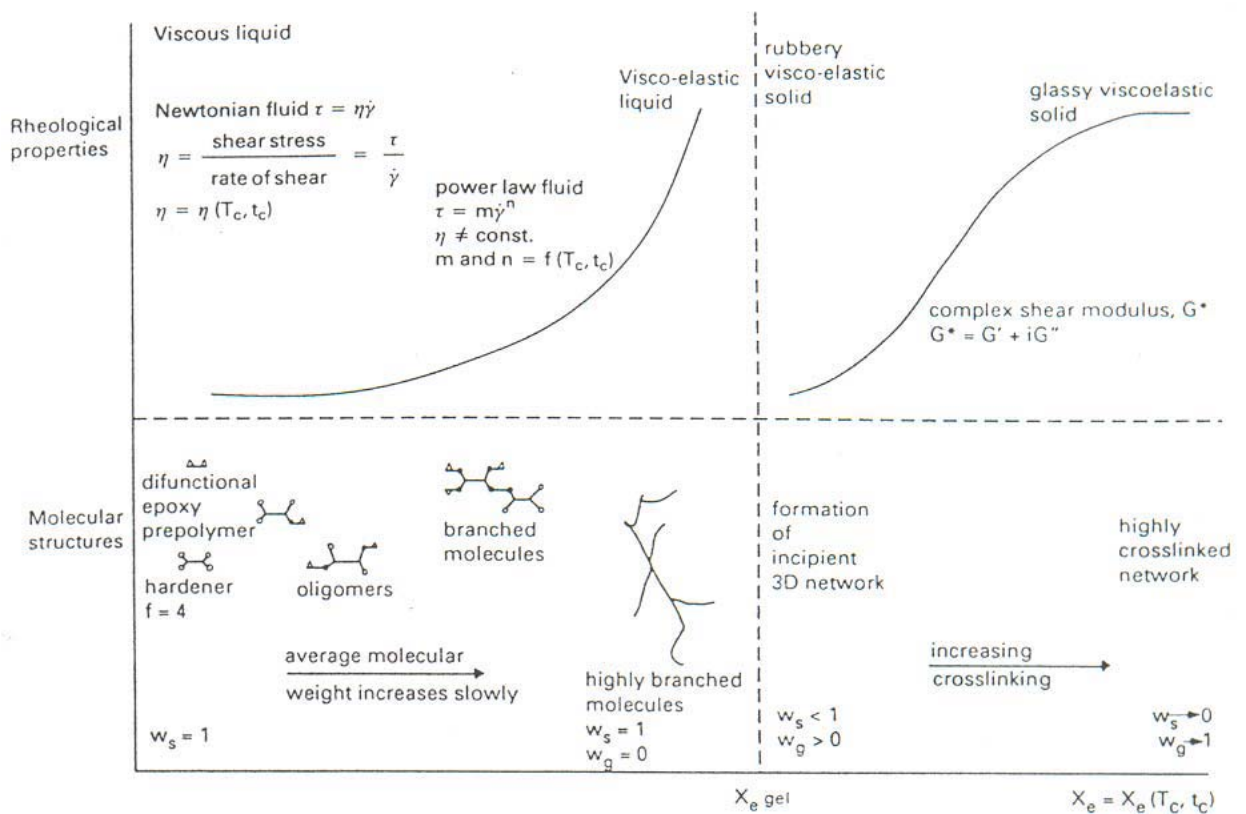
ตารางที่ 1.1 น้ำหนักโมเลกุล (M_n) ของ DGEBA แบบอุดมคติ [1]

n	M_n (340 + 284n)	No. of hydroxyl groups	Epoxy equivalent weight
0	340	0	170
1	624	1	312
2	908	2	454
10	3180	10	1590

การอบ (cure) อีพ็อกซีเรซินจะเกี่ยวข้องกับการเกิดร่างแหสามมิติ โดยการเกิดปฏิกิริยากับสารทำให้แข็ง (hardeners) การเกิดปฏิกิริยาระหว่างการอบค่อนข้างซับซ้อน ประกอบด้วยหลายขั้นตอนที่ดำเนินอย่างต่อเนื่อง ดังแสดงในรูปที่ 1.3



รูปที่ 1.2 โครงสร้างทางเคมีและการเกิดปฏิกิริยาระหว่าง bisphenol A และ epichlorohydrin [1]

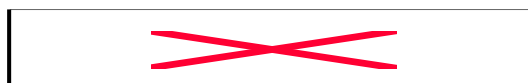


รูปที่ 1.3 สภาวะของอีพ็อกซีเรซินในช่วงต่างๆระหว่างการอบ [1]
ขอบเขตของการเกิดปฏิกิริยา (the extent of reaction, X_e) สามารถคำนวณได้ดังนี้

$$X_e = \frac{E_0 - E(t_c)}{E_0}$$

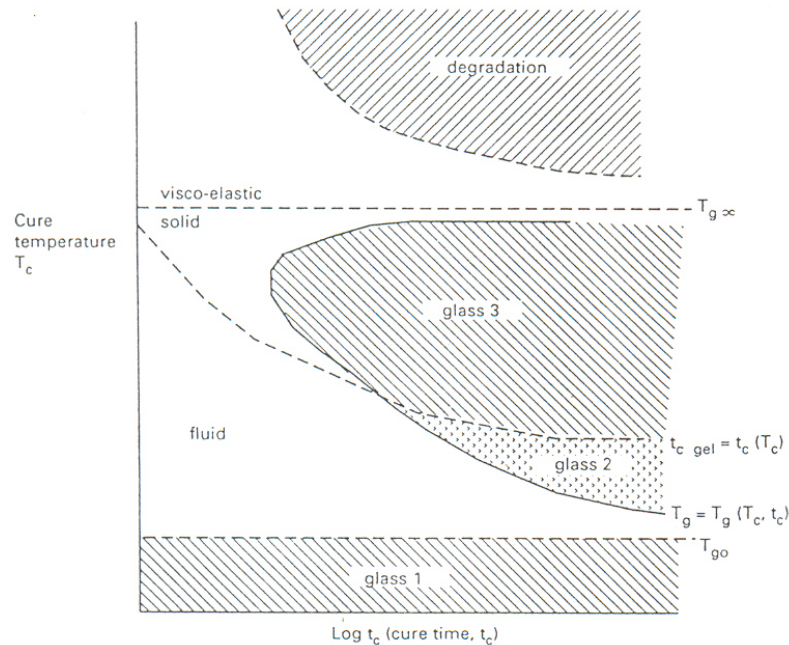
เมื่อ E_0 = ความเข้มข้นเริ่มต้นของหมู่อีพ็อกซี
 $E(t_c)$ = ความเข้มข้นของหมู่อีพ็อกซีที่เวลาอบ t_c ณ อุณหภูมิอบ T_c

สัดส่วนที่ละลายได้ (the sol fraction, w_s) และที่เกิดเป็นเจลหรือส่วนที่ละลายไม่ได้ (the gel fraction, w_g) สามารถคำนวณได้ดังนี้



ในขณะที่เกิดปฏิกิริยามีระหว่างหมู่ฟังก์ชันนอลของอีพ็อกซีและสารทำให้แข็ง จะได้โมเลกุลที่มีขนาดโตขึ้นและเป็นกึ่งก้านมากขึ้นเรื่อยๆ แต่ในภาพรวมน้ำหนักโมเลกุลยังไม่สูงมากนักที่จะจัดเป็นพอลิเมอร์ได้ จุดวิกฤตคือการเกิดเจล (gelation) ซึ่งเป็นเวลาที่ทุกโมเลกุลเกิดเป็นกึ่งก้านและเริ่มเกิดโครงสร้างร่างแห อีพ็อกซีเรซินสามารถละลายในตัวทำละลายได้ก่อนที่จะเกิดเป็นเจล แต่จะไม่ละลายในตัวทำละลายหลังจากเกิดเป็นเจลแล้ว ที่จุด

เจล (gel point) ยังคงมีโมเลกุลเล็กๆบางส่วนที่ยังไม่เป็นร่างแห ทำให้สามารถละลายได้ในตัวทำละลาย ดังนั้น ที่จุดเจลจะมีอีพ็อกซีทั้งที่ละลายได้และไม่ละลายในตัวทำละลาย ในขณะที่เรซินถูกอบต่อไป เรซินจะมีอุณหภูมิกลาสแทรนซิชัน (glass transition temperature, T_g) สูงขึ้นเรื่อยๆ ภาพแทรนซิชันระหว่างเวลาอบและอุณหภูมิอบแสดงในรูปที่ 1.4



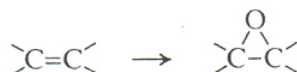
รูปที่ 1.4 ไดอะแกรม time-temperature-transition (TTT) ของอีพ็อกซีเรซิน [1]

เคมีของหมู่อีพ็อกซี

มีวิธีการสังเคราะห์หัวหน่ออีพ็อกซีอยู่หลายวิธีดังแสดงในตารางที่ 1.2 วิธีการที่ใช้ในทางการค้ามากที่สุด คือ การทำปฏิกิริยาระหว่างฮาโลไฮไดรินและหมู่ไฮดรอกซิล และการเกิดออกซิเดชันของสารประกอบที่ไม่อิ่มตัวด้วยเปอร์แอซิด

ตารางที่ 1.2 ปฏิกริยาเคมีที่ใช้ในการสังเคราะห์หมู่อีพ็อกซี [1]

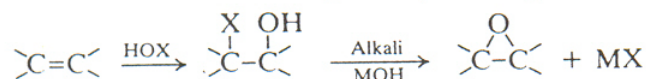
1. Oxidation of alkenes



- Direct oxidation $O_2/\text{catalyst, Ag}/100-500^\circ\text{C}$
- Inorganic oxidants e.g. chromic acid/permanganate
- Organic peroxides peroxy acids, $R-\overset{\overset{O}{\parallel}}{C}-OOH$
- Hydrogen peroxide H_2O_2

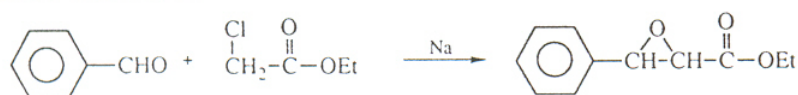
2. From halohydrin

Hypohalous addition to alkene and then cyclodehydrohalogenation

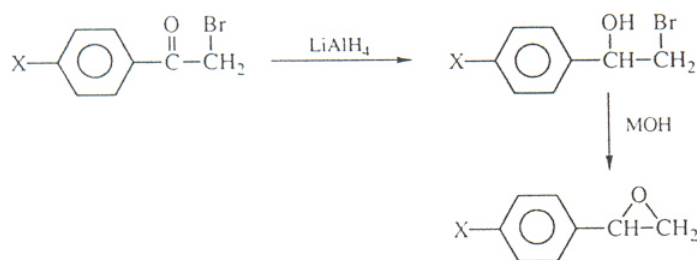


3. From α -halocarbonyl compounds

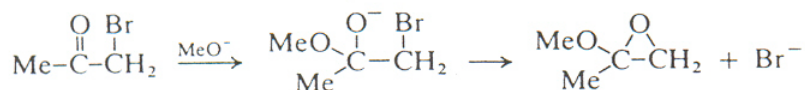
a. Darzen's condensation



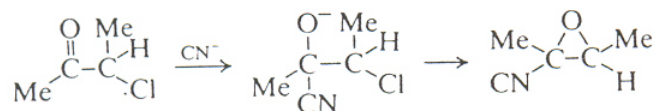
b. Reduction: lithium aluminium hydride



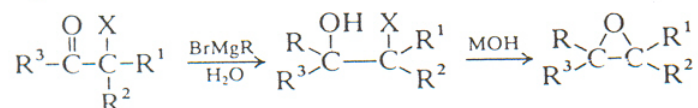
c. Addition of alkoxide ion, followed by ring closure



d. Addition of cyanide ion



e. Grignard reagent

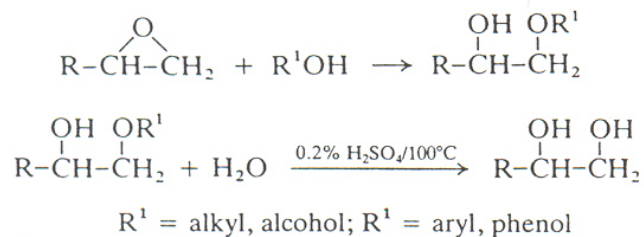


ความว่องไวในการเกิดปฏิกิริยาเคมีของหมู่ฟังก์ชันแสดงในตารางที่ 1.3

ตารางที่ 1.3 ความว่องไวในการเกิดปฏิกิริยาเคมีของหมู่ฟังก์ชัน [1]

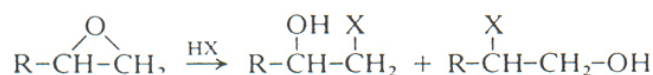
1. Addition reactions by nucleophilic substitution

a. Hydroxylic nucleophiles

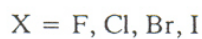


b. Acids

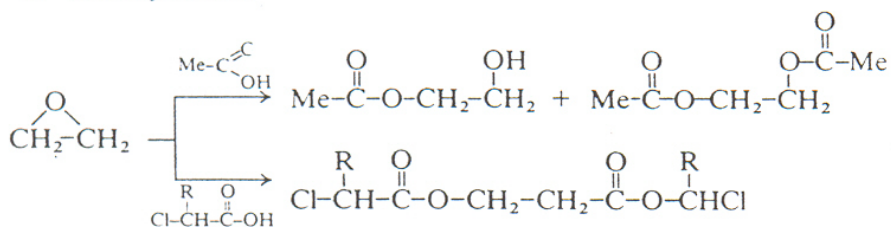
i. Mineral acids



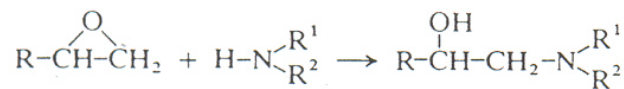
Product ratio depends on reactants and reaction conditions



ii. Carboxylic acids



iii. Ammonia and amines



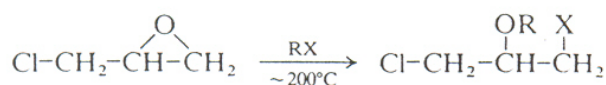
$\text{R}^1, \text{R}^2 \equiv \text{H}$: ammonia

$\text{R}^1 \equiv \text{H}; \text{R}^2 \equiv \text{alkyl, aryl}$: primary amine

$\text{R}^1, \text{R}^2 \equiv \text{alkyl, aryl}$: secondary amine

2. Electrophilic additions

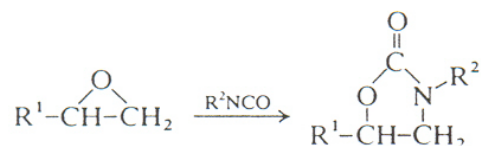
a. Alkyl halides



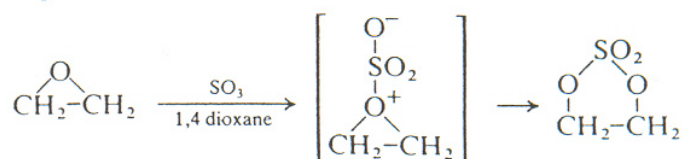
$\text{X} \equiv \text{Br}; \text{R} \equiv \text{Et}$

$\text{X} \equiv \text{I}; \text{R} \equiv \text{Me, Et, Pr}$

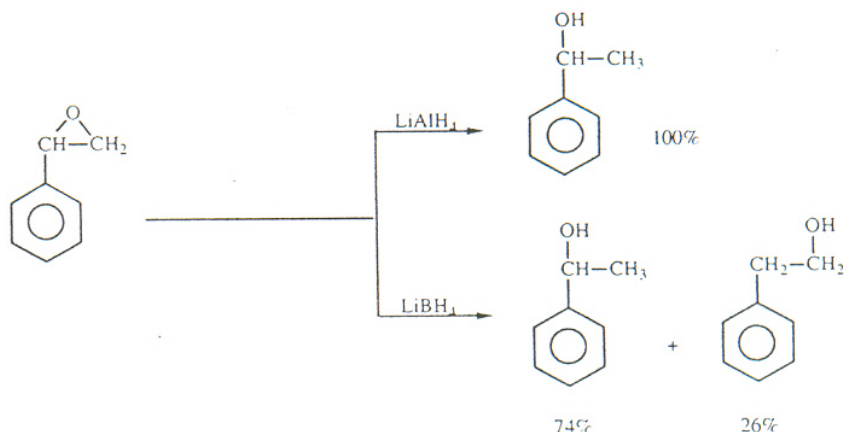
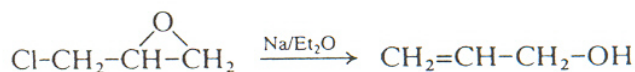
b. Isocyanates



c. Oxides of sulphur

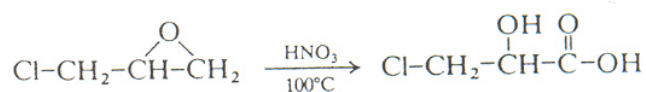


3. Reduction



Products depend on the reducing agent

4. Oxidation



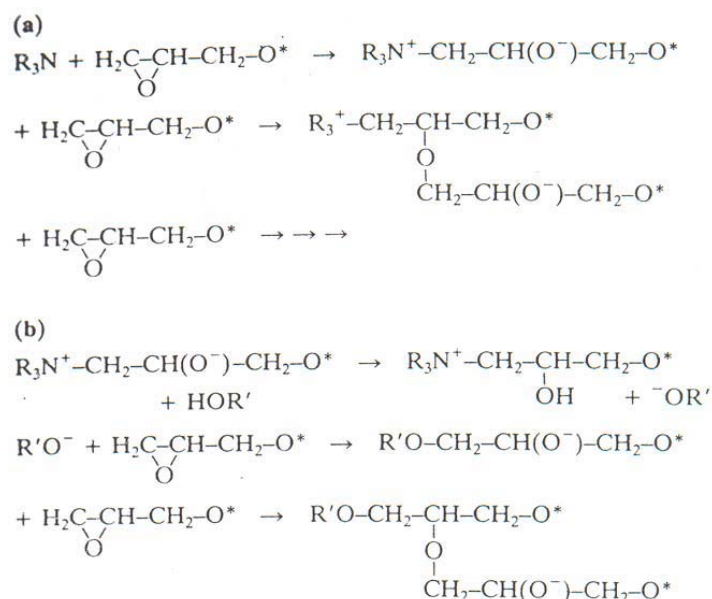
สารทำให้แข็ง

การที่จะทำให้พ็อกซีเรซินแข็งตัวเป็นร่างแหสามมิตินั้น จำเป็นต้องใช้สารทำให้แข็ง (สารเชื่อมโยงโมเลกุล) ซึ่งมีชื่อเรียกได้หลายอย่าง ได้แก่ hardener, crosslinker, crosslinking agent และ curing agent สารเหล่านี้จะช่วยให้เกิดการเชื่อมโยงระหว่างโมเลกุล ระหว่างการอบสามารถเกิดได้ทั้งการเกิดไฮโมพอลิเมอร์ไรเซชันหรือโคพอลิเมอร์ไรเซชัน หรือโพลีแอตติชัน ทั้งนี้ขึ้นอยู่กับชนิดของสารเชื่อมโยงโมเลกุลหรือสารทำให้แข็ง สารเชื่อมโยงโมเลกุลสามารถแบ่งได้เป็น 4 ประเภท ได้แก่

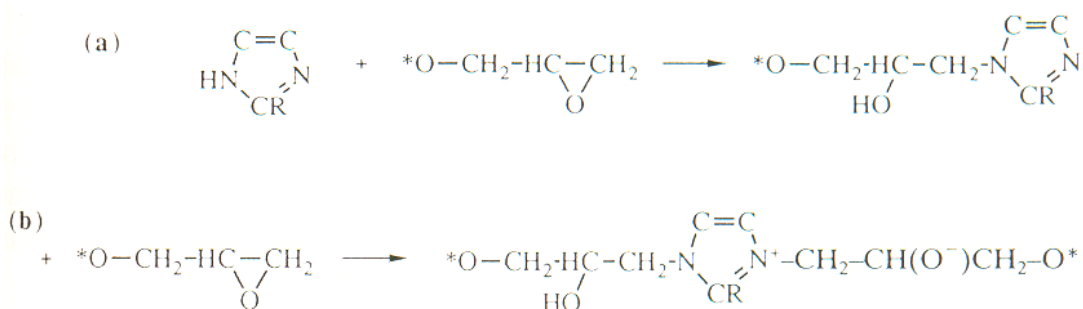
- สารเชื่อมโยงโมเลกุลชนิดที่ประกอบด้วยไนโตรเจน
- สารเชื่อมโยงโมเลกุลชนิดที่ประกอบด้วยออกซิเจน
- สารเชื่อมโยงโมเลกุลชนิดที่ประกอบด้วยซิลเฟอร์
- สารเชื่อมโยงโมเลกุลชนิดอื่นๆ

สารเชื่อมโยงโมเลกุลชนิดที่ประกอบด้วยไนโตรเจนที่นิยมใช้กัน คือ สารกลุ่มเอมีนและอิมิดาโซล (imidazoles) นอกจากนี้ยังมีสารกลุ่มนี้บางตัวถูกนำมาใช้เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา (catalyst) และเป็นตัวร่วมเกิดปฏิกิริยา (co-curing agents) เช่น tris(dimethyl amino methyl)phenol (DMP), benzyl dimethyl amine (BDMA) และ 2-ethyl-4-

methyl-imidazole (EMI) ทั้ง DMP และ BDMA เป็นเอมีนตติยภูมิ (tertiary amines) คาดว่าจะเกิดปฏิกิริยากับหมู่ฮิพอกซีดังแสดงในรูปที่ 1.5 ส่วนปฏิกิริยาระหว่างหมู่ฮิพอกซีและหมู่ฮิพอกซีแสดงในรูปที่ 1.6

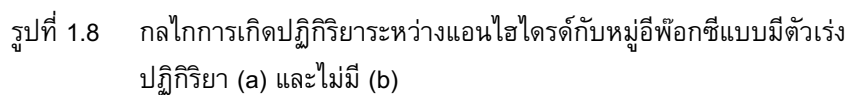
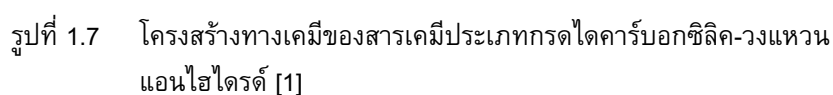


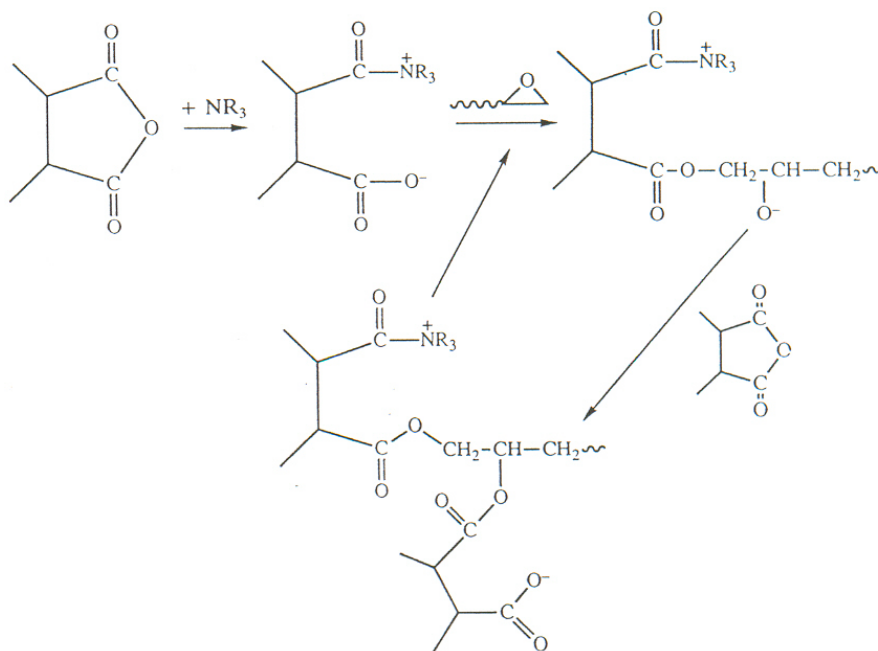
รูปที่ 1.5 กลไกการเกิดปฏิกิริยาเชื่อมโยงโมเลกุลของเอมีนตติยภูมิ [1]



รูปที่ 1.6 กลไกการเกิดปฏิกิริยาเชื่อมโยงโมเลกุลของอิมิดาโซล [1]

สารเชื่อมโยงโมเลกุลชนิดที่ประกอบด้วยออกซิเจนที่นิยมใช้กัน ได้แก่ กรดคาร์บอกซิลิกและแอนไฮไดรด์ และกลุ่มกรดไดคาร์บอกซิลิก-วงแหวนแอนไฮไดรด์ (dicarboxylic acid cyclic anhydride) เช่น phthalic anhydride (PA), hydrophthalic anhydride (THPA), hexa- hydrophthalic anhydride (HHPA), methyl tetrahydrophthalic anhydride (MTHPA), methyl hexahydrophthalic anhydride (MHPA) และ nadic methyl anhydride (NMA) รูปที่ 1.7 แสดงโครงสร้างทางเคมีของสารเคมีดังกล่าว กลไกการเกิดปฏิกิริยาระหว่างแอนไฮไดรด์กับหมู่เอพอกซีแสดงในรูปที่ 1.8 และรูปที่ 1.9





รูปที่ 1.9 กลไกการเกิดปฏิกิริยาระหว่างแอนไฮไดรด์กับหมู่อีพอกซีแบบมีตัวเร่งปฏิกิริยา [1]

1.1.2 การอบและการเกิดร่างแห

คำว่า “การอบ” ในที่นี้ตรงกับภาษาอังกฤษว่า “cure” ไม่ได้หมายถึงการทำให้แห้งหรือเปลี่ยนสถานะจากของเหลวเป็นของแข็งเพียงอย่างเดียว แต่ยังหมายถึงการเกิดปฏิกิริยาเคมีซึ่งทำให้เกิดเป็นพอลิเมอร์ที่มีโมเลกุลใหญ่และเกิดการเชื่อมโยงโมเลกุลจนกลายเป็นร่างแห (network, crosslinked structure) จุดวิกฤตของการอบคือการเกิดเจล (gelation) และการเริ่มเป็นของแข็ง (onset of vitrification) อิทธิพลของการเริ่มเกิดเป็นของแข็งจะปรากฏเมื่ออุณหภูมิกลาสทรานซิชัน (T_g) เข้าใกล้อุณหภูมิที่อบ (cure temperature, T_c) T_g เป็นฟังก์ชันกับขอบเขตการเกิดปฏิกิริยา (X_0) ถ้า T_g และ T_c ($\Delta T = T_c - T_g$) มีค่าต่างกันไม่มากนัก ปฏิกิริยาระหว่างการอบจะถูกควบคุมโดยการแพร่เพราะความสามารถในการเคลื่อนที่ของโมเลกุลจะลดต่ำลงมาก การอบยังสามารถดำเนินต่อไปอีกอย่างช้าๆถึงแม้ว่า ΔT จะมีค่าเป็นลบก็ตาม ในที่สุด T_g จะมีค่าสูงกว่า T_c

ในระยะเริ่มต้นของการอบที่ T_c สูงกว่า T_g อัตราการเกิดปฏิกิริยาเคมีถูกควบคุมโดยจลนศาสตร์ทางเคมี โมเลกุลจะเกิดกิ่งก้านสาขาจนกระทั่งเกิดเป็นร่างแห ถ้า T_c ต่ำเกินไป อาจมีการแข็งตัวก่อนเกิดเป็นเจลและทำให้ปฏิกิริยาเคมีหยุดชะงัก การผสมอีพอกซีเรซินและสารทำให้แข็งให้เป็นเนื้อเดียวกันมีความสำคัญมาก โดยเฉพาะอย่างยิ่งต้องเข้าเป็นเนื้อเดียวกันก่อนเกิดเป็นเจล เพราะความหนืดจะเพิ่มขึ้นอย่างรวดเร็วที่จุดเกิดเป็นเจลและเรซินจะไม่มีการไหลเมื่อเริ่มเกิดเป็นร่างแหแล้ว ดังนั้นโปรแกรมการอบซึ่งมีผลต่อการเกิดเจลและการแข็งตัวนี้ จึงมีอิทธิพลต่อสมบัติเชิงกลของเรซินที่อบแล้ว

ขั้นตอนการอบมักจะมีการกำหนดระยะเวลาการอบ (t_c) และอุณหภูมิที่ใช้ออบ (T_c) อุณหภูมิของเรซินอาจไม่คงที่เนื่องจากการนำความร้อนต่ำและปฏิกิริยาที่เกิดขึ้นเป็นปฏิกิริยาคายความร้อน อุณหภูมิกลางชั้นงานของชิ้นงานที่มีหนามากๆ จะขึ้นอยู่กับปัจจัยต่อไปนี้ การแพร่เชิงความร้อนของเรซินและสารทำให้แข็ง ความหนาของผลิตภัณฑ์ และการถ่ายเทความร้อนจากแม่พิมพ์ที่เป็นโลหะไปยังเรซิน สมบัติการถ่ายเทความร้อนอาจเปลี่ยนแปลงไประหว่างการอบเนื่องจากการหดตัวของเรซิน ทำให้การสัมผัสกับผิวโลหะลดลง ชิ้นงานที่หนามากจะมีอุณหภูมิกลางชิ้นงานสูงกว่าอุณหภูมิที่ผิว เนื่องจากความร้อนของการเกิดปฏิกิริยา ดังนั้น การอบชิ้นงานที่หนาจึง

มักกระทำมากกว่า 1 ขั้นตอน คืออบที่อุณหภูมิค่อนข้างต่ำก่อนแล้วจึงเพิ่มอุณหภูมิให้สูงขึ้น การอบขั้นตอนที่สอง เรียกว่า post-cure ทำเพื่อให้มั่นใจว่าหมู่ฟังก์ชันที่ตกค้างเกิดปฏิกิริยาและมี T_g สูง

ในการเกิดปฏิกิริยาเคมีของอีพ็อกซีเรซินระหว่างการอบ สันนิษฐานว่าเรซินเป็นของผสมที่มีเนื้อสม่ำเสมอทั้งหมด (homogeneity) แต่ในความเป็นจริงมีการพบว่าบางครั้งมีการแยกเฟสหรือการเกิดไมโครเจลระหว่างการอบ ปรากฏการณ์นี้ทำให้เกิดการไม่เป็นเนื้อเดียวกัน (inhomogeneity) ของเรซินที่อบแล้ว

1.1.3 คลื่นไมโครเวฟ

ไมโครเวฟเป็นคลื่นแม่เหล็กไฟฟ้าที่มีความยาวคลื่นอยู่ในช่วง 300 MHz – 300 GHz ช่วงคลื่นที่มีการนำไปใช้งานมากที่สุดอยู่ระหว่าง 1 – 40 GHz มีการนำไปใช้งานเป็นสัญญาณด้านต่างๆ เช่น โทรศัพท์มือถือ เรดาร์ และโทรทัศน์ นอกจากนี้ยังมีการนำมาใช้เป็นแหล่งให้ความร้อนแก่วัตถุ ได้แก่ เตาไมโครเวฟ คณะกรรมการของประเทศสหรัฐอเมริกาที่เรียกว่า Federal Communications Commission (FCC) ได้กำหนดความถี่ย่านไมโครเวฟให้ใช้ในงานอุตสาหกรรม งานด้านวิทยาศาสตร์และทางการแพทย์ (industrial, scientific and medical (ISM)) ความถี่ที่กำหนดไว้ได้แก่ 0.9 GHz 0.915 GHz 18 GHz และ 2.45 GHz เมื่อคลื่นไมโครเวฟกระทบวัสดุ วัสดุอาจจะมีการดูดกลืนและหรือสะท้อนคลื่นออกมา ความถี่ของคลื่นไมโครเวฟที่ถูกวัสดุดูดกลืนนี้เรียกว่า ความถี่เรโซแนนท์ (resonant frequency) ของวัสดุนั้น เป็นความถี่เฉพาะตัวของวัสดุแต่ละชนิดและขึ้นอยู่กับส่วนประกอบภายในโมเลกุล

ทฤษฎีคลื่นแม่เหล็กไฟฟ้า

เตาไมโครเวฟประกอบด้วยส่วนประกอบหลักสามส่วนดังนี้

- แหล่งกำเนิดคลื่นไมโครเวฟ
- ทราบดีคชันไลน์ (transmission lines) ทำหน้าที่ส่งพลังงานแม่เหล็กไฟฟ้าไปยังตัวรับ
- แอปพลิเคชัน (applicator) ทำหน้าที่เป็นตัวรับคลื่นไมโครเวฟ โดยวัสดุที่รับคลื่นนี้อาจจะมีการดูดซับหรือสะท้อนคลื่นไมโครเวฟก็ได้

การวิเคราะห์ทางทฤษฎี แต่ละองค์ประกอบเหล่านี้จะถูกควบคุมภายใต้สมการแมกซ์เวลล์ (Maxwell equations) ที่มีการกำหนดขอบเขตที่เหมาะสม ดังนี้

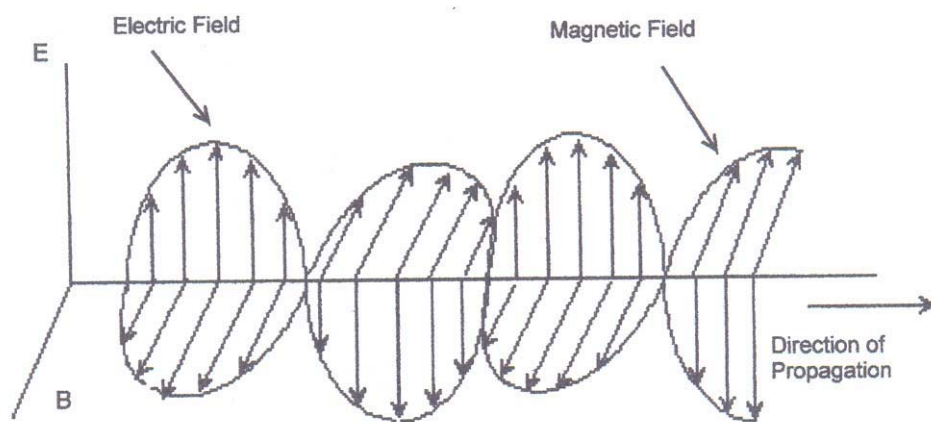
$$\nabla \times E = \frac{\partial B}{\partial t}, \quad \nabla \cdot B = 0 \quad (1)$$

$$\nabla \times H = \frac{\partial D}{\partial t} + I, \quad \nabla \cdot D = \rho$$

E	=	electric field vector
H	=	magnetic field vector
D	=	electric flux density vector
B	=	charge density

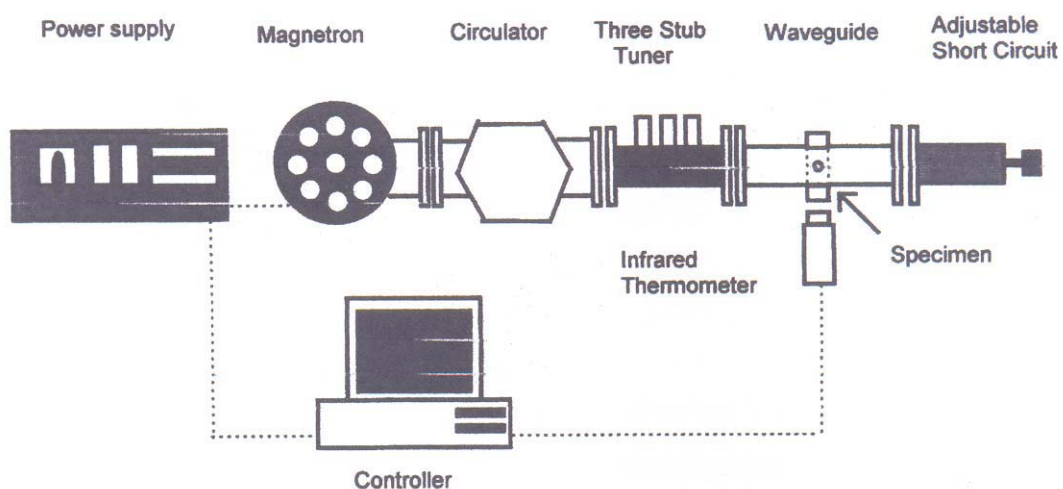
สมการแมกซ์เวลเป็นกฎทางฟิสิกส์ที่อธิบายการเปลี่ยนแปลงสนามแม่เหล็กไฟฟ้าตามเวลา การออกแบบเตาไมโครเวฟที่ประกอบด้วยองค์ประกอบทั้งสามส่วนดังกล่าวนี้ จำเป็นต้องมีความรู้ความเข้าใจทฤษฎีคลื่นแม่เหล็กไฟฟ้า

คลื่นแม่เหล็กไฟฟ้าประกอบด้วยสนามแม่เหล็ก (E) และสนามไฟฟ้า (H) ที่แกว่งไปมาแบบตั้งฉากกันและกัน และตั้งฉากกับทิศทางการเคลื่อนที่ของคลื่น ดังแสดงในรูปที่ 1.10 คลื่นแม่เหล็กไฟฟ้าเป็นคลื่นชนิดหนึ่งที่มีพลังงานและเปลี่ยนแปลงระดับพลังงานได้ในขณะที่เคลื่อนที่ผ่านตัวกลาง จะเห็นได้ว่าบางตำแหน่งในรูปที่ 1.10 ความเข้มของสนามไฟฟ้าจะเป็นศูนย์และบางจุดจะมีค่าสูงสุด ลักษณะเช่นนี้ปรากฏในสนามแม่เหล็กด้วยเช่นกัน แอมพลิจูด (amplitude) ของคลื่นที่จุดใดจุดบนแกน x แสดงด้วยค่าความเข้มสนามไฟฟ้าและความเข้มสนามแม่เหล็กซึ่งวัดได้ในรูปโวลต์หรือแอมแปร์ต่อความยาว การขึ้น-ลงเป็นช่วงๆของโพลาไรตี้ (polarity) ของคลื่นแม่เหล็กไฟฟ้าและการค่อยๆลดลงของโพลาไรตี้จนเป็นศูนย์ ทำให้เกิดความเค้น (stress) บนอ็อกอน อะตอม และโมเลกุล ซึ่งจะมีการเปลี่ยนรูปพลังงานไปเป็นความร้อน ถ้ามีความเข้มคลื่นแม่เหล็กไฟฟ้ามากก็จะมี การเปลี่ยนแปลงพลังงานมากขึ้น

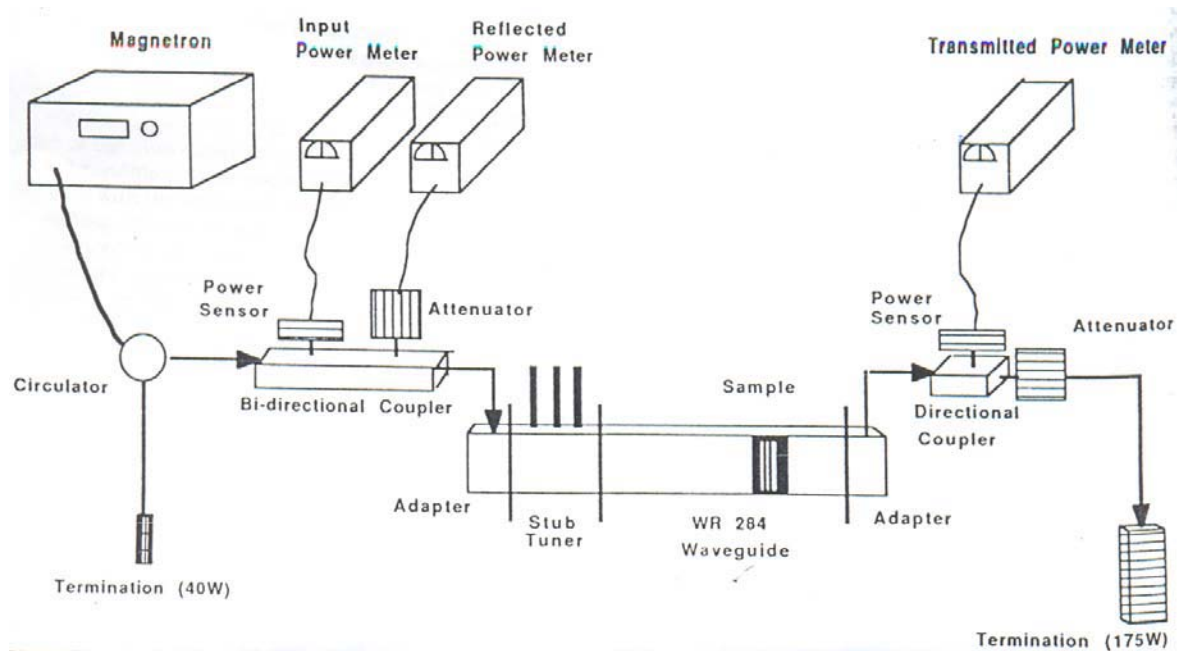


รูปที่ 1.10 การเคลื่อนที่ของคลื่นแม่เหล็กไฟฟ้า [2]

ภาพตัวอย่างเตาไมโครเวฟที่ใช้ในห้องปฏิบัติการเพื่อการทำวิจัยแสดงในรูปที่ 1.11 และ 1.12



รูปที่ 1.11 ภาพส่วนประกอบของเตาไมโครเวฟที่ใช้ในงานวิจัยของ Yarlagadda และ Check [2]



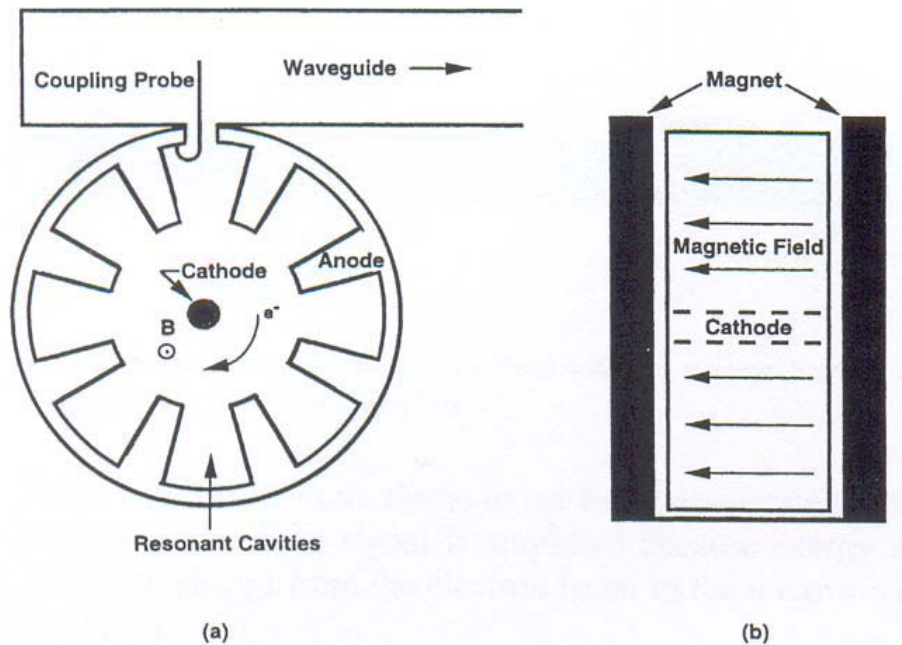
รูปที่ 1.12 ภาพส่วนประกอบของเตาไมโครเวฟที่ใช้ในงานวิจัยของ Chen และคณะ [3]

แหล่งกำเนิดคลื่นไมโครเวฟ

การกำเนิดคลื่นแม่เหล็กไฟฟ้าเป็นผลมาจากการเร่งประจุไฟฟ้า แหล่งกำเนิดคลื่นไมโครเวฟควรจะอยู่ในหลอดสุญญากาศ เพื่อที่จะได้พลังงานสูงและความถี่สูง หลอดสุญญากาศที่ใช้ในเตาไมโครเวฟทั่วไป ได้แก่ แมกนีตรอน (magnetrons) ไครสตรอน (klystrons) และท่อนำส่งคลื่น (traveling wave tubes, TWTs) เตาไมโครเวฟที่ใช้ในครัวเรือนจะใช้แมกนีตรอนเพราะสามารถผลิตแมกนีตรอนได้เป็นจำนวนมากและมีราคาถูก หลอดแมกนีตรอนใช้โครงสร้างแบบกำร (resonant structure) ในการผลิตสนามแม่เหล็กไฟฟ้า ดังนั้น หลอดแมกนีตรอนจึงผลิตคลื่นแม่เหล็กไฟฟ้าที่มีความถี่คงที่ค่าหนึ่งๆเท่านั้น ถ้าต้องการผลิตคลื่นไมโครเวฟหลายความถี่ต้องใช้ TWTs

แมกนีตรอน

ในหลอดสุญญากาศ แอนโนด (anode) มีพลังงานศักย์สูงกว่าคาโทด (cathode) ความแตกต่างของพลังงานศักย์ทำให้เกิดสนามไฟฟ้า และคาโทดถูกทำให้ร้อนเพื่อที่จะขจัดวาเลนซ์อิเล็กตรอน (valence electrons) ที่เกาะอยู่อย่างหลวมๆ อิเล็กตรอนที่ถูกกำจัดออกไปจากคาโทด จะถูกเร่งให้ไปเกาะที่แอนโนดโดยสนามไฟฟ้า ในแมกนีตรอน (รูปที่ 1.13) แม่เหล็กที่หุ้มอยู่ด้านนอกจะเป็นตัวสร้างสนามแม่เหล็กในแนวมุมฉากกับสนามไฟฟ้า และสนามแม่เหล็กที่จ่ายเข้ามานี้จะทำให้เกิดแรงรอบๆอิเล็กตรอนเป็นการเร่งให้ไปยังแอนโนดเร็วขึ้น แรงที่เกิดขึ้นทำให้เกิดการสั่น (oscillation) ของหม้ออิเล็กตรอน (electron cloud) ความถี่ของการสั่นขึ้นอยู่กับขนาดของช่องว่างในหลอดสุญญากาศนี้ พลังงานแม่เหล็กไฟฟ้าถูกส่งจากเรโซแนนท์ควิตี้ต่อไปยังทรานสมิซชันไลน์ โดยผ่านเวฟไกด์ (waveguide launcher) หรือโคแอกเซียลไลน์ (coaxial line)



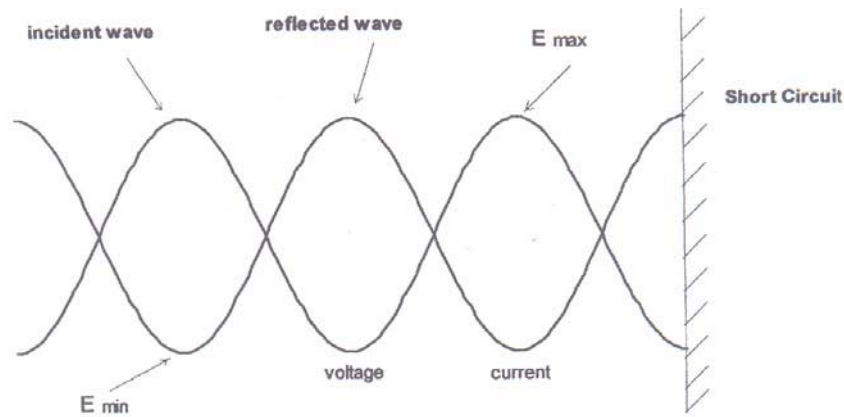
รูปที่ 1.13 ภาพวาดแสดงหลอดแมกนีตรอนที่ใช้ในเตาไมโครเวฟ (a) ภาพมองจากด้านบน (b) ภาพมองจากด้านข้าง [4]

โดยทั่วไปมีวิธีการควบคุมค่าเฉลี่ยกำลังที่ส่งออกมา (output power) ของหลอดแมกนีตรอนอยู่ 2 วิธี คือ ควบคุมโดยการปรับระยะเวลาการทำงาน และควบคุมกระแสไฟฟ้าที่คาโทดหรือความเข้มของสนามแม่เหล็ก เตาไมโครเวฟที่ใช้ในครัวเรือนนั้น แมกนีตรอนจะทำงานเต็มกำลังและจะมีการกำหนดระยะเวลาการเปิด-ปิดกระแสไฟฟ้าเป็นระยะๆ ทำให้ค่ากำลังที่ส่งออกมาเมื่อเฉลี่ยตามช่วงเวลาที่เปิดเครื่องแล้วมีค่าลดลง การควบคุมโดยการเปิด-ปิดแบบนี้เรียกว่า การควบคุมวงจรการทำงาน (duty cycle control)

ทรานส์มิชชันไลน์

ทรานส์มิชชันไลน์เป็นตัวส่งต่อพลังงานของคลื่นไมโครเวฟไปยังแอพพลิเคชัน ในเตาไมโครเวฟที่มีกำลังต่ำนิยมใช้โคแอกเชียลเคเบิลเป็นทรานส์มิชชันไลน์ เหมือนกับสายเคเบิลที่ใช้ในโทรทัศน์ ในย่านความถี่ที่สูงขึ้นหรือเตาที่มีกำลังสูงขึ้น จะมีการสูญเสียพลังงานอย่างมีนัยสำคัญถ้าใช้สายเคเบิลนี้ จึงใช้เวฟไกด์แทน เวฟไกด์มีลักษณะเป็นท่อกลวงที่คลื่นแม่เหล็กไฟฟ้าเดินทางผ่านไปได้ นิยมใช้เวฟไกด์ที่มีรูปร่างหน้าตัดเป็นสี่เหลี่ยมผืนผ้า การเคลื่อนที่ของคลื่นไมโครเวฟในเวฟไกด์มี 2 ลักษณะ คือ transverse electric (TE) และ transverse magnetic (TM) TE มีสนามไฟฟ้าตั้งฉากกับทิศทางการไหลของพลังงานและสนามแม่เหล็กมีทิศทางเดียวกันกับทิศการไหลของพลังงาน การเคลื่อนที่แบบ TE มีความเข้มของสนามไฟฟ้าในทิศทางการเคลื่อนที่เป็นศูนย์ ส่วน TM มีสนามแม่เหล็กตั้งฉากกับทิศทางการไหลของพลังงาน ความเข้มของสนามแม่เหล็กในทิศทางการเคลื่อนที่เป็นศูนย์ เวฟไกด์ที่นิยมใช้กันทั่วไปคือ TE_{10} mode ตัวเลขห้อยท้ายแสดงชนิดของการเคลื่อนที่ และ mode บ่งบอกถึงจำนวนสูงสุดและต่ำสุดของแต่ละสนามในเวฟไกด์

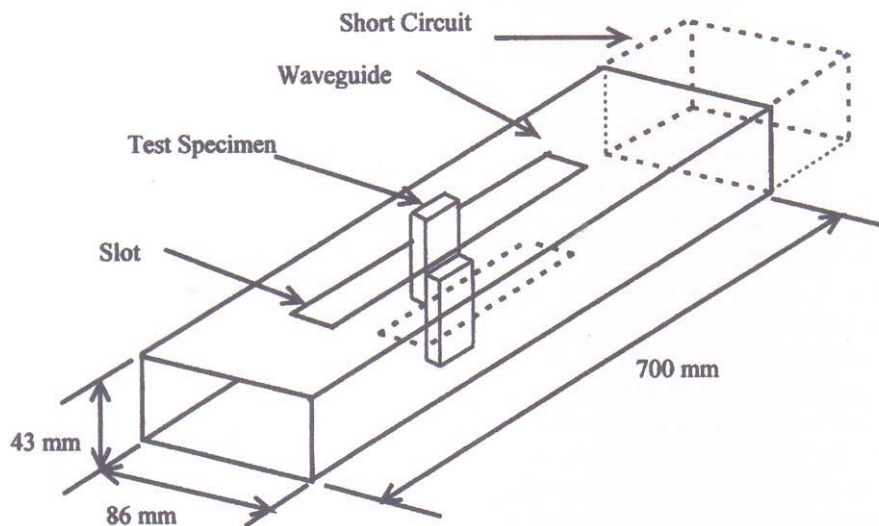
ในขณะที่คลื่นไมโครเวฟเคลื่อนที่ผ่านทรานส์มิชชันไลน์ จะมีคลื่นที่สะท้อนกลับออกมา ดังแสดงในรูปที่ 1.14 คลื่นไมโครเวฟที่เคลื่อนที่ไปข้างหน้าเรียกว่า incident wave ส่วนคลื่นที่สะท้อนกลับไปยังแหล่งกำเนิดเรียกว่า reflected wave ทั้งสองคลื่นรวมกันเรียกว่า standing wave แสดงว่ามีการสูญเสียพลังงานคลื่นแม่เหล็กไฟฟ้า ปริมาณการสูญเสียพลังงานขึ้นอยู่กับลักษณะเฉพาะของทรานส์มิชชันไลน์



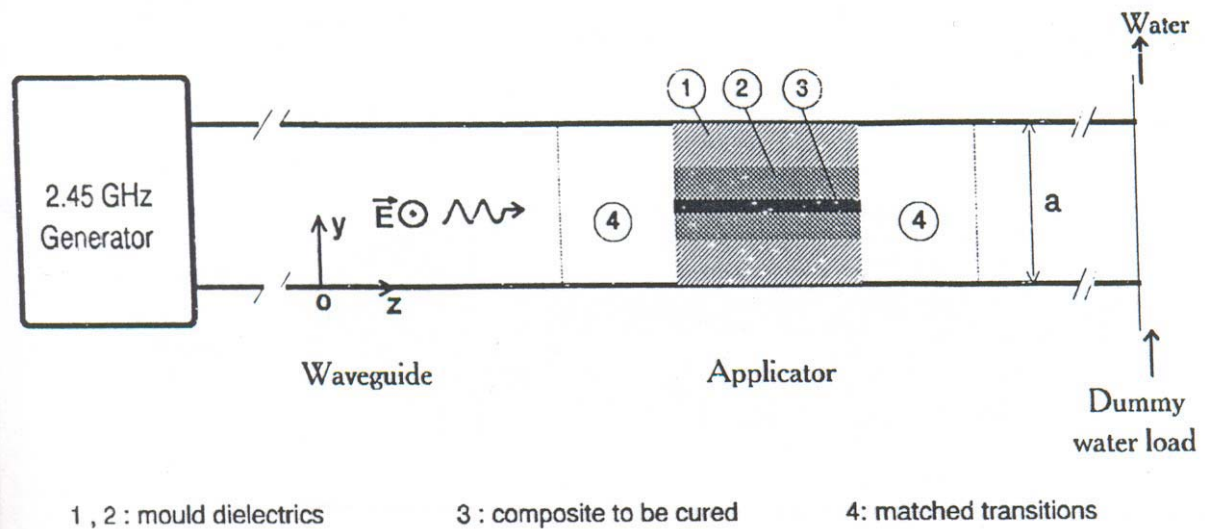
รูปที่ 1.14 การสะท้อนกลับของคลื่นไมโครเวฟในทราวนสมีซันไลน์ [2]

ไมโครเวฟแอฟพลีเคเตอร์

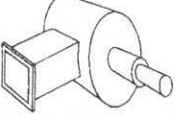
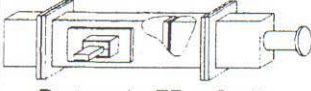
การออกแบบแอฟพลีเคเตอร์เป็นส่วนที่สำคัญที่สุดของระบบการให้ความร้อนในเตาไมโครเวฟ เพราะพลังงานไมโครเวฟจะถูกถ่ายเทไปยังวัสดุโดยผ่านแอฟพลีเคเตอร์ อุณหภูมิภายในวัสดุที่ถูกทำให้ร้อนด้วยคลื่นไมโครเวฟ จะเกี่ยวข้องกับการกระจายอิเล็กตรอนภายในแอฟพลีเคเตอร์ โดยทั่วไป แอฟพลีเคเตอร์ได้แก่ เวฟไกด์, ไมโครเวฟแอฟพลีเคเตอร์ (traveling wave applicators), ช่องแบบหนึ่งโหมด (single mode cavities) และช่องแบบหลายโหมด (multi-mode cavities) ในการแปรรูปวัสดุนิยมใช้เรโซแนนท์แอฟพลีเคเตอร์ เช่น ช่องแบบหนึ่งโหมดหรือหลายโหมด เนื่องจากต้องใช้กำลังสูง ชนิดของแอฟพลีเคเตอร์ที่จะใช้ขึ้นอยู่กับชนิดของวัสดุที่ต้องการทำให้ร้อน รูปที่ 1.15 – 1.17 เป็นภาพแอฟพลีเคเตอร์ที่ใช้ในการทดลอง



รูปที่ 1.15 Rectangular waveguide applicator [2]



รูปที่ 1.16 Rectangular waveguide applicator [5]

Applicator	Profile	Line Speed (m/min)	Power, W	Efficiency
 Cylindrical TM_{010} Cavity	Solid cylinder $d = 5 \text{ mm}$, Area = 19.6 mm^2	4.5	700	1.0
 Rectangular TE_{103} Cavity	Plate $W = 20 \text{ mm}$ $D = 3 \text{ mm}$ Area = 60 mm^2	1.0	755	0.63
 Traveling Wave (WR340)	Solid cylinder $d = 10 \text{ mm}$ Area = 78.5 mm^2	0.8	1.5	0.33

รูปที่ 1.17 แอปพลิเคชันแบบต่างๆที่ใช้ในการขึ้นรูปคอมโพสิตแบบ pultrusion [6]

1.1.4 อันตรกิริยาระหว่างคลื่นไมโครเวฟและวัสดุ

คลื่นไมโครเวฟเดินทางเช่นเดียวกับคลื่นแสง สามารถสะท้อนโดยโลหะ ถูกดูดกลืนโดยวัสดุไดอิเล็กทริกบางชนิด และสามารถทะลุผ่านวัสดุไดอิเล็กทริกบางชนิดโดยที่ไม่มีการดูดกลืนใดๆก็ได้ น้ำและคาร์บอนเป็นวัสดุที่มีการดูดกลืนคลื่นไมโครเวฟ ในขณะที่แก้วและเซรามิกส์จะดูดกลืนคลื่นไมโครเวฟได้น้อยมากหรือยอมให้ทะลุผ่านได้ทั้งหมด การดูดกลืนคลื่นไมโครเวฟของวัสดุต่างๆขึ้นอยู่กับสมบัติไดอิเล็กทริก

พลังงานถูกถ่ายเทไปยังวัสดุโดยอันตรกิริยาของสนามแม่เหล็กไฟฟ้าที่ระดับโมเลกุล และสมบัติไดอิเล็กทริกของวัสดุเป็นตัวกำหนดอิทธิพลของสนามแม่เหล็กไฟฟ้าที่มีต่อวัสดุนั้น ดังนั้นฟิสิกส์ของอันตรกิริยาระหว่างคลื่นไมโครเวฟและวัสดุจึงมีความสำคัญมากที่สุดในกระบวนการอบด้วยคลื่นไมโครเวฟ อันตรกิริยาของคลื่นไมโครเวฟกับไดโพลของโมเลกุลเป็นผลให้เกิดการหมุนของไดโพล และมีการกระจายพลังงานไปในรูปความร้อนจากความต้านทานการหมุนของภายในโมเลกุล

สมบัติไดอิเล็กทริก (dielectric properties)

เพื่อที่จะให้เกิดความร้อนภายในวัสดุ คลื่นไมโครเวฟจะต้องเข้าไปในวัสดุและกระจายพลังงาน ค่าคงที่ไดอิเล็กทริก (dielectric constant, ϵ') และค่าไดอิเล็กทริกสูญเสีย (dielectric loss, ϵ'') เป็นตัวบ่งบอกปริมาณองค์ประกอบด้านความจุไฟฟ้าและการนำไฟฟ้าของการตอบสนองแบบไดอิเล็กทริก องค์ประกอบเหล่านี้สามารถเขียนอยู่ในรูปของค่าคงที่ไดอิเล็กทริกเชิงซ้อน (ϵ^*) ได้ดังนี้

$$\epsilon^* = \epsilon' - i\epsilon''$$

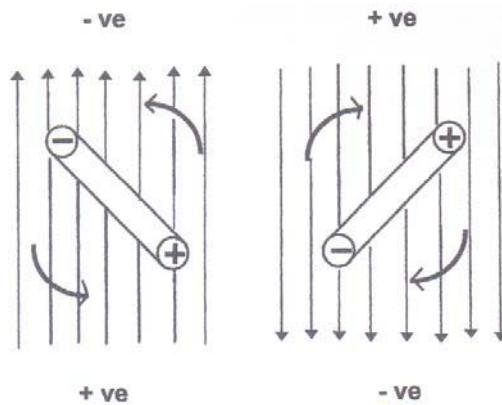
สมบัติที่เกี่ยวข้องกับการตอบสนองเชิงไดอิเล็กทริกอีกประเภทหนึ่ง คือ ลอสแทนเจนต์ (loss tangent)

$$\tan \delta = \frac{\epsilon''}{\epsilon'}$$

มีสมบัติเป็นจำนวนมากที่เกี่ยวข้องกับการตอบสนองเชิงไดอิเล็กทริกนี้ เช่น โพลาริเซชันเชิงอิเล็กตรอนิก (electronic polarization) โพลาริเซชันของอะตอม (atomic polarization) การนำไฟฟ้าของไอออน (ionic conduction) โพลาริเซชันของไดโพล (การหมุน) (dipole polarization หรือ dipole rotation) และกลไกโพลาริเซชันแบบแมกซ์เวลล์-วากเนอร์ (Maxwell-Wagner polarization mechanism) ในย่านความถี่ของคลื่นไมโครเวฟ คาดว่าโพลาริเซชันของไดโพลเป็นกลไกที่สำคัญที่สุดของการถ่ายเทพลังงานในระดับโมเลกุล นอกจากนี้ ในวัสดุคอมโพสิต กลไกโพลาริเซชันแบบแมกซ์เวลล์-วากเนอร์ ซึ่งเป็นผลจากการสะสมประจุบนผิวหน้าวัสดุ จะเป็นกลไกที่สำคัญในการทำให้เกิดความร้อนในวัสดุ

การนำไฟฟ้าของไอออนเกิดขึ้นเมื่อไอออนในสารละลายเคลื่อนที่ในการตอบสนองสนามไฟฟ้า ไอออนเหล่านี้มีประจุไฟฟ้าอยู่แล้ว จะถูกเร่งโดยสนามไฟฟ้านี้ให้เคลื่อนที่ไปยังทิศตรงข้ามกับประจุนั้น พลังงานจลน์ในไอออนที่ถูกจ่ายโดยสนามไฟฟ้า ทำให้เกิดการชนกันของไอออนต่างๆ เปลี่ยนพลังงานจลน์ไปเป็นความร้อน สารละลายที่มีความเข้มข้นมากขึ้น จะมีความถี่ของการชนกันมากขึ้นและมีการเปลี่ยนพลังงานจลน์เป็นความร้อนมากขึ้น เมื่อสนามไฟฟ้าถูกสลับเปลี่ยนในย่านความถี่คลื่นไมโครเวฟ เช่น 2.45 GHz จะเกิดการชนกันอย่างมากมายและมีความร้อนเกิดขึ้นอย่างมาก การนำไฟฟ้าของไอออนจะมีความสำคัญมากขึ้นในย่านความถี่ใกล้เคียงแสงเหนือม่วง (ultraviolet region)

โมเลกุลหลายชนิดเช่นน้ำมีลักษณะเป็นไดโพล คือ มีศูนย์กลางของประจุแบบไม่สมมาตร โมเลกุลอื่นๆอาจมีลักษณะที่สามารถเหนี่ยวนำให้เป็นไดโพลได้ โดยการจ่ายสนามไฟฟ้าทำให้มีความเครียดเกิดขึ้น การเปลี่ยนแปลงโพลาไรต์อย่างรวดเร็วภายใต้สนามไฟฟ้าทำให้เกิดไดโพล ในสภาวะปกติไดโพลจะไม่มีการจัดเรียงตัว แต่ไดโพลจะมีการจัดเรียงตัวในสนามไฟฟ้า ภายใต้ไฟฟ้ากระแสสลับ โพลาไรต์ของสนามไฟฟ้าแปรเปลี่ยนตามความถี่ของคลื่นไมโครเวฟและไดโพลพยายามที่จะจัดเรียงตัวเมื่อมีการเปลี่ยนแปลงสนามไฟฟ้า ความร้อนจึงเกิดจากการหมุนของโมเลกุล กลไกการหมุนของไดโพลแสดงในรูปที่ 1.18



รูปที่ 1.18 การหมุนของไดโพลเนื่องจากการเปลี่ยนแปลงของสนามไฟฟ้าภายใต้ไฟฟ้ากระแสสลับ [2]

ในวัสดุประเภทไดอิเล็กทริก ประจุที่อยู่ในตำแหน่งหนึ่งๆจะเคลื่อนไหวเพื่อตอบสนองสนามไฟฟ้าที่จ่ายเข้ามา ในวัสดุต่างๆจะมีทั้งประจุที่เป็นอิสระและประจุที่ถูกยึดติด การเคลื่อนไหวของประจุที่ถูกยึดติดจะทำให้เกิดโพลาริเซชัน โพลาริเซชันของประจุไฟฟ้าที่การเคลื่อนไหวถูกจำกัดหรือโพลาริเซชันของโมเลกุลที่มีการหมุนรอบถูกจำกัด ทำให้เกิดการเลื่อน (lag) ระหว่างสนามไฟฟ้าและโพลาริเซชัน หมายความว่า การเกิดโพลาริเซชันจะไม่เกิดขึ้นทันทีเมื่อได้รับสนามไฟฟ้า จะเกิดช้าไประยะหนึ่ง ระยะเวลานี้เรียกว่า เวลาคลายตัวหรือเวลาผ่อนคลาย (relaxation time) เกิดขึ้นจากการกระจายพลังงานในรูปความร้อนภายในวัสดุ ความร้อนที่เกิดจากคลื่นไมโครเวฟ (microwave heating) เป็นผลของการผ่อนคลายเชิงไดอิเล็กทริก (dielectric relaxation)

การเปลี่ยนรูปของพลังงาน

สมบัติไดอิเล็กทริกของวัสดุและสนามแม่เหล็กไฟฟ้าที่มากกระทำยังวัสดุนั้น เป็นผลทำให้มีการเปลี่ยนรูปจากพลังงานแม่เหล็กไฟฟ้าไปเป็นความร้อน การส่งผ่านกำลังของคลื่นไมโครเวฟไปยังวัตถุที่มีพื้นที่ผิว S และมีปริมาตร V สามารถคำนวณได้จากสมการแมกซ์เวลล์ดังสมการที่ 2 [4]



(2)

โดยที่ $E \times H$ คือ พอยติงเวกเตอร์ (Poynting vector) และ $*$ คือคอนจูเกตเชิงซ้อน ถ้าสนามไฟฟ้ามีความสม่ำเสมอทั้งปริมาตรของวัตถุ กำลังที่วัตถุดูดกลืนต่อหน่วยปริมาตร (P) สามารถคำนวณได้จากสมการที่ 3

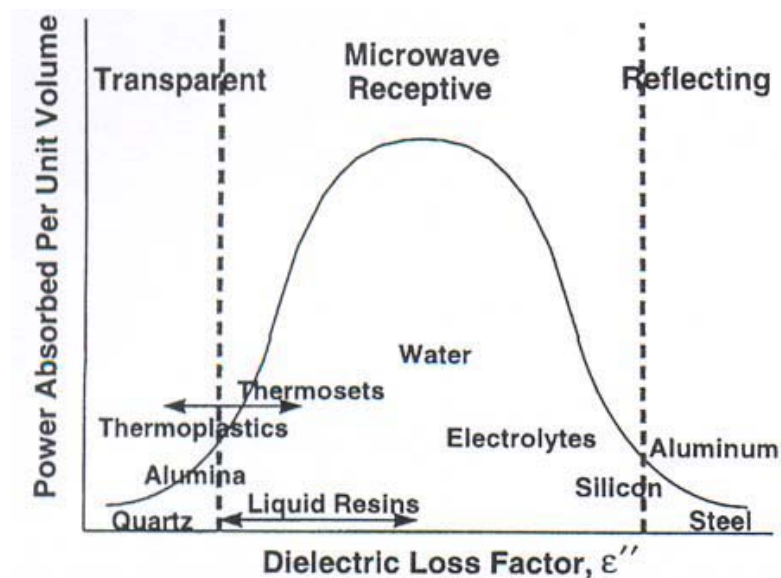
$$P = 2\pi f \epsilon'' E^2 \quad (3)$$

เมื่อ f คือความถี่ และ E คือ ความเข้มสนามไฟฟ้า ในขณะที่พลังงานถูกดูดกลืนด้วยวัสดุ สนามไฟฟ้าจะลดลงเป็นฟังก์ชันกับระยะทางจากผิวหน้าของวัสดุ สมการที่ 3 ใช้ได้ในวัสดุที่มีขนาดบางมากเท่านั้น ระยะที่คลื่นทะลุเข้าไปในวัสดุกำหนดได้จากระยะลึกจากผิวหน้าของตัวอย่างที่พลังงานที่ถูกดูดซับมีค่าเท่ากับ $1/e$ ของพลังงานที่ถูกดูดซับที่ผิวหน้า ระยะทางที่เกินจากระยะนี้จะไม่มีความร้อนเกิดขึ้นจากคลื่นไมโครเวฟ สมมติให้ค่าคงที่ไดอิเล็กทริกของระยะอิสระคือ ϵ_0 ระยะทะลุของคลื่นไมโครเวฟ (penetration depth, d) เป็นไปตามสมการที่ 4

$$d = \frac{c\varepsilon^0}{2\pi f\varepsilon''} \quad (4)$$

ระยะทะลุของคลื่นไมโครเวฟและการลดลงของสนามไฟฟ้าจากผิวหน้าวัสดุ เป็นสิ่งสำคัญที่จะต้องทราบสำหรับวัสดุที่หนา ถ้าระยะทะลุของคลื่นไมโครเวฟที่ค่าน้อยกว่าความหนาของวัสดุมาก ความร้อนจะเกิดขึ้นเฉพาะที่ผิวหน้าวัสดุเท่านั้น ส่วนที่เหลือของวัสดุจะร้อนขึ้นจากการนำไฟฟ้า สมการที่ 4 แสดงให้เห็นว่าระยะทะลุขึ้นอยู่กับความถี่ แอปพลิเคชันแบบ multi-mode นิยมใช้กับความถี่สูงเนื่องจากจะให้ระยะทะลุมากขึ้น

สมการที่ 3 และ 4 แสดงให้เห็นว่าวัสดุไดอิเล็กทริกเหมาะสมกับการใช้คลื่นไมโครเวฟ วัสดุที่มีค่าการนำไฟฟ้าสูง (high conductance) และมีค่าความจุต่ำ (low capacitance) เช่น โลหะ มีอิเล็กทริกสูญเสียสูง ถ้าค่าอิเล็กทริกสูญเสียมีค่าสูงมาก ๆ ระยะทะลุจะมีค่าใกล้ศูนย์และจะมีการสะท้อนของคลื่นไมโครเวฟเกิดขึ้น ถ้าค่านี้มีค่าต่ำลง วัสดุจะมีระยะทะลุได้มากขึ้น ทำให้มีการดูดกลืนพลังงานได้น้อยมาก เรียกว่าวัสดุโปร่งใส (transparent) สำหรับคลื่นไมโครเวฟ ดังนั้น การถ่ายเทพลังงานคลื่นไมโครเวฟจะมีประสิทธิภาพดีที่สุดเมื่อวัสดุมีค่าอิเล็กทริกสูญเสียอยู่ในระดับปานกลาง ดังแสดงในรูปที่ 1.19 ในทางตรงกันข้าม การถ่ายเทพลังงานความร้อนจะมีประสิทธิภาพดีที่สุดเมื่อวัสดุมีการนำไฟฟ้าสูง



รูปที่ 1.19 ความสัมพันธ์ระหว่างค่าไดอิเล็กทริกสูญเสียและความสามารถในการดูดซึมคลื่นไมโครเวฟของวัสดุบางชนิด [4]

พอลิเมอร์และพอลิเมอร์คอมโพสิต

เนื่องจากพอลิเมอร์มีการนำความร้อนต่ำ ดังนั้น การอบด้วยคลื่นไมโครเวฟจึงเป็นที่น่าสนใจแก่นักวิจัย การอบด้วยคลื่นไมโครเวฟเพื่อลดระยะเวลาในการอบพอลิเมอร์คอมโพสิต เป็นเป้าหมายที่สำคัญในการนำไปใช้ เนื่องจากเทอร์โมพลาสติกและเทอร์โมเซต มีความแตกต่างกันด้านสมบัติไดอิเล็กทริก สภาวะการอบในไมโครเวฟจึงต่างกัน ในพอลิเมอร์คอมโพสิต โครงสร้างระดับจุลภาคที่มีความไม่สม่ำเสมอ (non-homogeneous microstructure) จะ

มีอิทธิพลต่ออันตรกิริยาของคลื่นไมโครเวฟกับวัสดุเหล่านี้ ระหว่างที่เทอร์โมเซตกำลังเกิดปฏิกิริยาเชื่อมโยงโมเลกุลนั้น สมบัติไดอิเล็กทริกจะเปลี่ยนแปลงไปเมื่อโครงสร้างเปลี่ยนไป การเปลี่ยนแปลงของสมบัติไดอิเล็กทริกจะสอดคล้องกับการเปลี่ยนแปลงความหนืดของเรซิน ในขณะที่เกิดการเชื่อมโยงโมเลกุลและความหนืดมีค่าสูงขึ้น ค่าไดอิเล็กทริกสูญเสียจะมีค่าลดลงเนื่องจากความหนืดของเรซินมีอิทธิพลต่อความสามารถในการจัดเรียงตัวของไดโพลในสนามไฟฟ้า พฤติกรรมไดอิเล็กทริกของเทอร์โมพลาสติกมีลักษณะใกล้เคียงกับเซรามิกหลายชนิด คือ ยากที่จะทำให้อุ่นขึ้น ต้องให้อุณหภูมิสูงถึงจุดๆหนึ่งเสียก่อน ผลึกในพอลิเมอร์มีผลต่อสมบัติไดอิเล็กทริก ปริมาณผลึกเพิ่มขึ้นจะทำให้ไดอิเล็กทริกสูญเสียมีค่าลดลง พอลิเมอร์ที่มีปริมาณผลึกมากกว่า 45% จะมีลักษณะโปร่งใสคลื่นไมโครเวฟ เนื่องจากการหมุนของไดโพลถูกกีดขวางโดยผลึก ถึงแม้ว่าเทอร์โมพลาสติกจะมีไดอิเล็กทริกสูญเสียต่ำที่อุณหภูมิห้อง การเติมสารที่เป็นตัวนำไฟฟ้าจะมีผลต่อไดอิเล็กทริกสูญเสีย

ความสามารถในการนำคลื่นไมโครเวฟมาใช้กับพอลิเมอร์ขึ้นอยู่กับ โครงสร้างไดโพลของพอลิเมอร์ ความถี่ของคลื่นไมโครเวฟ อุณหภูมิ และสารตัวเติมที่ผสมในพอลิเมอร์ ในการอบพอลิเมอร์คอมโพสิตด้วยคลื่นไมโครเวฟ ไมโครเวฟจะมีอันตรกิริยากับวัสดุที่มีค่าไดอิเล็กทริกสูญเสียสูงเท่านั้น พอลิเมอร์คอมโพสิตที่มีเส้นใยที่มีการนำไฟฟ้าต่ำ เช่น เส้นใยแก้ว และเส้นใยอะรามิด คลื่นไมโครเวฟจะเกิดอันตรกิริยากับพอลิเมอร์เรซินเท่านั้น ถ้าเป็นเส้นใยคาร์บอนคอมโพสิต คลื่นไมโครเวฟจะเกิดอันตรกิริยากับเส้นใยคาร์บอนมากกว่าพอลิเมอร์เรซิน

ในการวิจัยการใช้คลื่นไมโครเวฟกับพอลิเมอร์และพอลิเมอร์คอมโพสิตนั้น มีหัวข้อหนึ่งที่มีผลการทดลองขัดแย้งกันและยังไม่มีข้อสรุป หัวข้อนี้คือ อิทธิพลของคลื่นไมโครเวฟ (microwave effect) โดยพบว่าการอบด้วยคลื่นไมโครเวฟทำให้จลนศาสตร์ของการเกิดปฏิกิริยาต่างและไม่ต่างจากการอบด้วยความร้อนแบบปกติ และมีทั้งทำให้โครงสร้างโมเลกุลต่างและไม่ต่างจากการอบด้วยความร้อนแบบปกติ นอกจากนี้ ยังพบข้อขัดแย้งเกี่ยวกับสมบัติเชิงกลของพอลิเมอร์และพอลิเมอร์คอมโพสิต การอบด้วยคลื่นไมโครเวฟสามารถให้สมบัติเชิงกลที่สูงกว่า ต่ำกว่า หรือไม่เปลี่ยนแปลง เมื่อเทียบกับตัวอย่างที่อบด้วยอุณหภูมิแบบทั่วไป ข้อที่ควรระมัดระวังในการเปรียบเทียบผลการอบด้วยความร้อนและคลื่นไมโครเวฟประการหนึ่ง คือ การเลือกกระทำของคลื่นไมโครเวฟ ถ้าวัสดุมีโครงสร้างทางเคมีไม่สม่ำเสมอ เช่น การสังเคราะห์พอลิเมอร์มีการเติมกลุ่มที่ไวต่อคลื่นไมโครเวฟ ผลการทดลองระหว่างการใช้ความร้อนและคลื่นไมโครเวฟต้องต่างกัน การอบด้วยคลื่นไมโครเวฟเหมาะกับชิ้นงานที่หนา เพราะเป็นการช่วยลดระยะเวลาในการทำให้ชิ้นงานร้อน เนื่องจากความร้อนที่เกิดขึ้นจากคลื่นไมโครเวฟ จะเกิดที่กลางชิ้นงานก่อนและความร้อนจะแผ่ออกมายังผิวหน้า นั่นคือ เกิดความร้อนจากภายในเนื้อวัสดุ จะเห็นได้ว่าถ้าเราอุ่นอาหารด้วยเตาไมโครเวฟนานเกินไป ข้างในจะไหม้ก่อน ความร้อนที่เกิดขึ้นเกิดในระดับโมเลกุล ทำให้การถ่ายเทความร้อนเกิดขึ้นได้อย่างรวดเร็ว ตรงข้ามกับการอบด้วยไอร้อนหรืออากาศร้อนดังที่ใช้กันอยู่ทั่วไป การให้ความร้อนแบบนี้ ผิวหน้าวัสดุจะร้อนก่อน การถ่ายเทความร้อนอาศัยการนำความร้อนและการพาความร้อน ทำให้วัสดุร้อนช้ากว่า ถ้าตัวอย่างมีความหนามาก จะต้องใช้เวลาในการอบนานขึ้น

เอกสารอ้างอิง

1. B. Ellis, Chemistry and technology of epoxy resins. Chapman & Hall, London, 1993.
2. P.K.D.V. Yarlagadda and E.C. Cheok, Study on the microwave curing of adhesive joints using a temperature-controlled feedback system, J. Mater. Process. Techno., 91, 128 (1999).
3. M. Chen, J.W. Hellgeth, T.C. Ward and J.E. McGrath, Microwave processing of two-phase systems: composites and polymer blends, Polym. Eng. Sci., 35, 144 (1995).
4. E.T. Thostenson and T.W. Chou, Microwave processing: fundamentals and applications. Compo A., 30, 1055 (1999).

5. L. Qutifa, H. Jullien, C. More and M. Delmotte, Buildup and optimization of a homogeneous microwave curing process for epoxy-glass composites, Ind. Eng. Chem. Res., 34, 688 (1995).
6. J.M. Methven, S.R. Ghaffariyan and A.Z. Abidin, Manufacture of fiber-reinforced composites by microwave assisted pultrusion, Polym. Compos., 21, 586 (2000).

1.2 ผลงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

การใช้ไมโครเวฟในการทำปฏิกิริยาหรืออบอีพ็อกซีเรซิน เริ่มศึกษากันมาประมาณ 30 ปีที่ผ่านมา [1-3] การศึกษาส่วนใหญ่ใช้สารทำให้แข็ง (hardeners) กลุ่มเอมีน มีการใช้สารทำให้แข็งกลุ่มแอนไฮไดรด์น้อยมาก การนำไมโครเวฟมาใช้ในอุตสาหกรรมมีวัตถุประสงค์เพื่อใช้แทนความร้อนที่เกิดจากไอน้ำ (steam) หรือลมร้อน (hot air) ซึ่งแหล่งความร้อนดังกล่าวนี้จัดเป็นแหล่งความร้อนแบบเก่า (conventional heating) มีข้อดี คือ ราคาถูก แต่มีข้อเสียหลายประการคือ ช้า ประสิทธิภาพต่ำ และอาจทำให้วัสดุเกิดการเสียหายได้ ดังนั้น การใช้ไมโครเวฟจึงแก้ไขข้อเสียดังกล่าว คือ เร็ว มีประสิทธิภาพสูงขึ้น และไม่ทำลายวัสดุ และเป็นทางเลือกใหม่ของแหล่งพลังงานความร้อนที่ใช้ได้ในอุตสาหกรรม ความถี่ที่นิยมใช้ คือ 2.45 GHz ซึ่งจัดเป็นหนึ่งใน ISM frequencies (Industrial, Scientific, and Medical) การใช้ไมโครเวฟแทนการใช้ความร้อนแบบไอรอน (จากน้ำหรือลม) เป็นที่ยอมรับในอุตสาหกรรมหลากหลาย [1,4] ช่วงแรกๆของการศึกษาการอบอีพ็อกซีด้วยคลื่นแม่เหล็กไฟฟ้านี้ มีการใช้ความถี่หลายช่วงและเป็นความถี่ที่ต่ำกว่าไมโครเวฟ โดยเป็นการศึกษาสมบัติทางไฟฟ้า (dielectric properties) เมื่ออีพ็อกซีได้รับพลังงานย่านความถี่ต่างๆ [5-15] นอกจากนี้ยังมีการศึกษาการใช้ไมโครเวฟอบโมโนเมอร์เพื่อพอลิเมอร์ไรซ์เป็นพอลิเมอร์ [16-19] และมีงานวิจัยด้านพอลิเมอร์คอมโพสิทอื่นๆที่อบด้วยไมโครเวฟโดย Scola [20-22]

ไมโครเวฟอาจใช้ในรูป multimode oven หรือ waveguides ในระบบ waveguides พลังงานจะส่งผ่านไปยังวัสดุอย่างต่อเนื่องและมีพลังงานที่ไม่ถูกดูดกลืนออกไปนอกระบบ ในขณะที่ระบบ multimode oven เช่น เตาอบไมโครเวฟที่ใช้ในครัวเรือน พลังงานจะถูกกระจายไปยังผนังของเครื่องหรือสะท้อนกลับมายังวงจร ดังนั้น ในการอบเทอร์โมเซตโดยการใช้ไมโครเวฟทั้งสองระบบนี้ จำเป็นต้องใช้พลังงานค่อนข้างสูงมากเพื่อชดเชยกับส่วนที่สูญเสียไป [2-4] การออกแบบเครื่องอบไมโครเวฟให้มีประสิทธิภาพมากขึ้นทำได้โดยการใช้ single mode resonant cavity ที่พัฒนาโดยนักวิจัยในมหาวิทยาลัยมิลวอซิกเกน [4] โดยที่ค่า coupling efficiencies (absorbed power/input power) สูงถึง 95% Boey และคณะ [2] ได้รวบรวมบทความวิชาการที่ระบุแหล่งกำเนิดไมโครเวฟที่ใช้ในการวิจัย

การใช้ไมโครเวฟอบอีพ็อกซีเรซินที่ไอเอมีนเป็น hardener เพื่อทำให้เกิดปฏิกิริยาเชื่อมโยงโมเลกุลได้วิจัยกันมานานนับ 30 ปี [2,4,23-31] โดยใช้ความถี่ 2.45 GHz ใช้กำลังไฟฟ้าที่ขนาดต่างๆ มีการใช้เครื่องไมโครเวฟทั้งสามระบบ (single-mode cavities, commercial multimode ovens, waveguides) และมีการประดิษฐ์เครื่องไมโครเวฟขึ้นมาเองหรือใช้เครื่องอบไมโครเวฟที่ใช้กันภายในครัวเรือน ปฏิบัติการหว่าอีพ็อกซีและเอมีนเป็นปฏิกิริยาคายความร้อน ดังนั้นการควบคุมกระบวนการให้ความร้อนในเตาไมโครเวฟเพื่อให้มีลักษณะเป็น isothermal processing ทำได้โดยการใช้ pulse microwave input และ การใช้ pulsed microwave นี้มีข้อดีคือ ใช้อุณหภูมิที่สูงกว่าและเวลานานกว่าการใช้ continuous power microwave และการอบด้วยไอรอน โดยที่วัสดุไม่เกิดการเสื่อมสลายด้วยความร้อน [2,4] มีการใช้เทคนิคต่างๆตรวจสอบขั้นตอนการอบและปริมาณการเกิดการเชื่อมโยงโมเลกุลของอีพ็อกซี เช่น วัดค่า dielectric loss factor [3,4,32] วัดค่า permittivity [3] วัดค่า T_g ด้วยเครื่อง DSC [23,28,30,32,33] วัดค่าการดูดกลืนแสงอินฟราเรดด้วยเครื่อง FTIR [23,25,26] วัดปริมาณความร้อนที่คายออกมาจากการวิเคราะห์ด้วยเครื่อง DSC [3,28,30,32,33] หาน้ำหนักโมเลกุลด้วยเครื่อง GPC [32] งานวิจัยในเอกสารอ้างอิงทั้งหมดนี้ บางส่วนเป็นงานที่เน้นงานด้านทฤษฎี บางส่วนมีการผสมผสาน epoxy-terminated butadiene-acrylonitrile rubber

ผลการศึกษาจลนศาสตร์การเกิดการเชื่อมโยงโมเลกุลของอีพ็อกซี-เอมีนด้วยไมโครเวฟเมื่อเทียบกับการใช้โอวอนแบบปกติมีข้อสรุปขัดแย้งกัน เอกสารอ้างอิงที่ [2,23,25,26,32,33] ได้สรุปไว้สามประเด็น คือ (1) ไมโครเวฟไม่ช่วยเร่งปฏิกิริยา (2) ช่วยเร่งปฏิกิริยาให้เร็วขึ้น และ (3) ไม่มีการเปลี่ยนแปลงอัตราเร็วของปฏิกิริยาได้ แต่โดยส่วนใหญ่พบว่าการใช้ไมโครเวฟมีผลในทางบวก เอกสารอ้างอิงที่[2,25,26]ยังได้กล่าวสรุปความคิดของเหล่านักวิจัยต่างๆที่ได้ศึกษาการอบพอลิเมอร์ด้วยไมโครเวฟไว้ดังต่อไปนี้ ไมโครเวฟอาจมีผลสองประการ ประการแรกเกี่ยวข้องกับความร้อน(thermal activation of microwave radiation) และประการที่สองไม่เกี่ยวข้องกับความร้อน(non-thermal interaction of microwave radiation) ผลประการแรกนั้นเป็นที่ยอมรับกันอยู่แล้วว่าการให้ความร้อนในไมโครเวฟขึ้นอยู่กับโครงสร้างโมเลกุลของวัสดุนั้นๆ ส่วนผลที่ไม่เกี่ยวข้องกับความร้อนนั้นระบุเป็น "accelerated kinetics" และ "microwave (specific) effect" ซึ่งยังเป็นข้อมูลที่โต้เถียงกันในเชิงวิชาการ Mijovic [25] กล่าวว่า การใช้ไมโครเวฟทำให้เวลาในการอบน้อยลงแต่ไม่ได้หมายความว่าเปลี่ยนแปลงจลนศาสตร์ของปฏิกิริยา อย่างไรก็ตามนักวิจัยทั้งหลายคาดว่าผลการทดลองที่แตกต่างกันนี้น่าจะมาจากผลของอุณหภูมิที่ไม่เท่ากันทั่วทั้งชิ้นงานระหว่างการให้ความร้อนด้วยไมโครเวฟและโอวอน และขึ้นอยู่กับชนิดของhardenersที่ใช้

การศึกษาการอบวัสดุคอมโพสิตด้วยไมโครเวฟมีหลากหลาย เช่น อีพ็อกซี-เส้นใยคาร์บอน [4] อีพ็อกซี-เส้นใยแก้ว [24] พอลิอิมิด-เส้นใยแก้ว/เส้นใยกราไฟท์ [20] พอลิอิมิด-เส้นใยคาร์บอน [21] ผลการศึกษาทั้งหมดระบุว่า การอบด้วยไมโครเวฟให้สมบัติเชิงกล เช่น ความแข็งแรง เท่าเทียมหรือดีกว่าระบบที่อบด้วยโอวอน และใช้ระยะเวลาสั้นกว่ามาก Boey [24] รายงานว่าความชื้นในเรซินอาจทำให้เกิดช่องว่างระหว่างผิวสัมผัสเรซิน-เส้นใยแก้วได้และการใช้ความดันช่วยในการอบจะช่วยลดช่องว่างนี้และทำให้คอมโพสิตมีความแข็งแรง (interfacial shear strength) มากขึ้น

อีพ็อกซีคอมโพสิตที่ใช้ในการขึ้นรูปด้วยวิธีการพันด้วยเส้นใย(filament winding)นั้น นิยมใช้hardenerในกลุ่มของแอนไฮไดรด์ ซึ่งต้องอบที่อุณหภูมิค่อนข้างสูง การศึกษาปฏิกิริยาระหว่างอีพ็อกซีและแอนไฮไดรด์คาดว่าน่าจะเกิดหลายปฏิกิริยาและมี ester linkage และหมู่ไฮดรอกซิลเกิดขึ้นเป็นช่วงๆที่ไม่สม่ำเสมอ [34] โครงสร้างและความมีขั้วของอีพ็อกซีขึ้นอยู่กับจลนศาสตร์ของปฏิกิริยาแต่ละปฏิกิริยาที่หลากหลายและขึ้นอยู่กับปริมาณความชื้น อัตราการเกิดปฏิกิริยาระหว่างอีพ็อกซีและแอนไฮไดรด์ต่ำมาก นิยมใช้ตัวกระตุ้นปฏิกิริยา (catalyst) พวกเทอร์เชียรีเอมีน (tertiary amine) ปริมาณ 0.5 - 2 phr โดยที่เทอร์เชียรีเอมีนจะเปิดวงแหวนแอนไฮไดรด์ มี O⁻ เกิดขึ้น แล้ววงแหวนอีพ็อกซีจะเข้าทำปฏิกิริยาที่ตำแหน่ง O⁻ นี้ [34] การศึกษาจลนศาสตร์ของการเกิดปฏิกิริยาระหว่างอีพ็อกซีและแอนไฮไดรด์ชนิด methylnetetrahydrophthalic anhydride (MTHPA) เป็นไปในทำนองเดียวกันกับการศึกษาจลนศาสตร์ของการเกิดปฏิกิริยาระหว่างอีพ็อกซีและเอมีน คือผสมในสัดส่วนต่างๆ นำไปอบในตู้อบที่อุณหภูมิต่างๆ แล้วนำไปวิเคราะห์ด้วยเครื่องDSCเพื่อวัดปริมาณความร้อนที่คายออกมาและหาค่าT_g [35-41] มีการศึกษาการเสื่อมสลายด้วยแสงของอีพ็อกซี-แอนไฮไดรด์โดยใช้เครื่อง FTIR-ATR [42] และ XRD [43]

การตรวจสอบเอกสารเพิ่มเติมได้บรรยายไว้ในบทนำ (Introduction) ของบทความที่ได้ตีพิมพ์แล้วและใน Manuscript ที่แสดงไว้ในภาคผนวก ก และ ภาคผนวก ข

เอกสารอ้างอิง

1. P.N. Cheremisinoff, O.G. Farah and R.P. Ouellette, Radio frequency/radiation and plasma processing: industrial applications & advances, Technomic Publishing Co., Inc., Pennsylvania, 1985.
2. J. Jacob, L.H.L. Chia, Review Thermal and non-thermal interaction of microwave radiation with materials, *J. Mater. Sci.*, **30**, 5321-5327 (1995).
3. J. Jow, M.C. Hawley, M. Finzel and T. Kern, Dielectric analysis of epoxy/amine resins using microwave cavity technique, *Polym. Eng. Sci.*, **28**, 1450-1454 (1988).

4. M.C. Hawley and J.D. DeLong in Design and Manufacturing of Advanced Composites Conference Proceedings, ASM International, Ohio, 1989, pp.153-160.
5. J.W. Lane and J.C. Seferis, Dielectric modeling of the curing process, *Polym. Eng. Sci.*, **26**, 346-353 (1986).
6. N.F. Sheppard, and S.D. Senturia, Chemical interpretation of the relaxed permittivity during epoxy resin cure, *Polym. Eng. Sci.*, **26**, 354-357 (1986).
7. W.W. Fidstrup, N.F. Sheppard and S.D. Senturia, Monitoring of laminate cure with microdielectrometry, *Polym. Eng. Sci.*, **26**, 358-361 (1986).
8. D.R. Day, Effects of stoichiometric mixing ratio on epoxy cure - a dielectric analysis, *Polym. Eng. Sci.*, **26**, 362-366 (1986).
9. R.T. Harrold and Z.N. Sanjana, Acoustic waveguide monitoring of the cure and structural integrity of composite materials, *Polym. Eng. Sci.*, **26**, 367-372 (1986).
10. Z.M. Sanjana, The use of microdielectrometry in monitoring the cure of resins and composites, *Polym. Eng. Sci.*, **26**, 373-379 (1986).
11. A. Forysth and A.K. Whittaker, Polymerization of DGEBA/DDS epoxy resins using radio frequency fields, *J. Appl. Polym. Sci.*, **74**, 2917-2923 (1999).
12. S. Pichaud, C. Duteurtre, A. Fit, F. Stephan, A. Maazouz and J.P. Pascault, Chemorheological and dielectric study of epoxy-amine for processing control, *Polym. Inter.*, **48**, 1205-1218 (1999).
13. K.S. Moon, H.D. Choi, A.E.K. Lee, K.Y. Cho, H. G. Yoon and K.S. Suh, Dielectric properties of epoxy-dielectrics-carbon black composite for phantom materials at radio frequencies, *J. Appl. Polym. Sci.*, **77**, 1294-1302 (2000).
14. G. Gallone, S. Cpaccioli, G. Levita, P.A. Rolla and S. Corezzi, Dielectric analysis of the linear polymerization of an epoxy resin, *Polym. Inter.*, **50**, 545-551 (2001).
15. G. Kortaberria, P. Arruti and I. Mondragon, Dielectric monitoring of curing of liquid oligomer-modified epoxy matrices, *Polym. Inter.*, **50**, 957-965 (2001).
16. J. Jacob, L.H.L. Chia and F.Y.C. Boey, Comparative study of methyl methacrylate cure by microwave radiation versus thermal energy, *Polym. Test.*, **14**, 343-354 (1995).
17. J. Jacob, L.H.L. Chia and F.Y.C. Boey, Microwave polymerization of poly(methyl acrylate): conversion studies at variable power, *J. Appl. Polym. Sci.*, **63**, 787-797 (1997).
18. Y. Liu, X.D. Sun, X.Q. Xie and D.A. Scola, Kinetics of the crosslinking reaction of a bisadimide model compound in thermal and microwave cure processes, *J. Polym. Sci. A: Polym. Chem.*, **36**, 2653-2665 (1998).
19. R.V. Tankiella, S.A.B. Allen and P.A. Kohl, Variable-frequency microwave curing of benzocyclobutene, *J. Appl. Polym. Sci.*, **83**, 3055-3067 (2002).
20. Y. Liu, Y. Xiao, X. Sun and D.A. Scola, Microwave irradiation of nadic-end-capped polyimide resin (RP-46) and glass-graphite-RP46 composites: cure and process studies, *J. Appl. Polym. Sci.*, **73**, 2391-2411 (1999).

21. X. Fang and D.A. Scola, Investigation of microwave energy to cure carbon fiber reinforced phenylethynyl-terminated polyimide composites, PETI-5/OM7, *J. Polym. Sci. A: Polym. Chem.*, **37**, 4616-4628 (1999).
22. X. Fang, R. Hutcheon and D.A. Scola, A study of the kinetics of the microwave cure of a phenylethynyl-terminated imide model compound and imide oligomer (PETI-5), *J. Polym. Sci. A: Polym. Chem.*, **38**, 2526-2535 (2000).
23. J. Wei, M.C. Hawley, J.D. Delong and M. Demeuse, Comparison of microwave and thermal cure of epoxy resins, *Polym. Eng. Sci.*, **33**, 1132-1140 (1993).
24. F.Y.C. Boey, Humidity and autoclave pressure effect on the interfacial shear strength of a microwave cured epoxy-glass fiber composit, *Polym. Test.*, **14**, 471-477 (1995).
25. J. Mijovic, W.V. Corso, L. Nicolais and G. Amfrosio, In situ real-time study of crosslinking kinetics in thermal and microwave fields, *Polym. Adv. Techno.*, **9**, 231-243 (1998).
26. P.K.D.V. Yarlagadda and E.C. Cheok, Study on the microwave curing of adhesive joints using a temperature-controlled feedback system, *J. Mater. Process. Techno.* **91**, 128-149 (1999).
27. B. Soesatyo, A.S. Blicblau and E. Siores, effects of microwave curing carbon doped epoxy adhesive-polycarbonate joints, *Inter. J. Adhesion Adhesives*, **20** 489-495 (2000).
28. F.Y.C. Boey and B.H. Yap, Microwave curing of an epoxy-amine system: effect of curing agent on the glass-transition temperature, *Polym. Test.*, **20**, 837-845 (2001).
29. A. Olofinjana, P.K.D.V. yarlagadda and A. Oloyede, Microwave processing of adhesive joints using a temperature controlled feedback system, *Inter. J. Machine Tools Manuf.*, **41**, 209-225 (2001).
30. C. Jedreul, J. Galy, J. Dupuy, M. Delmotte and C. More, Morphology of a linear polymer-modified epoxy-amine formulation cured by microwave energy at different heating rates, *J. Appl. Polym. Sci.*, **82**, 118-1128 (2001).
31. D.J.T. Hill, G.A. George and D.G. Rogers, A systematic study of the microwave and thermal cure kinetics of the TGDDM/DDS and TGDDM/DDM epoxy-amine resin systems, *Polym. Adv. Technol.*, **12**, 169-176 (2001).
32. C. Jedreul, J. Galy, J. Dupuy, M. Delmotte and C. More, Kinetics modeling of a modified epoxy-amine formulation cured by thermal and microwave energy, *J. Appl. Polym. Sci.*, **68**, 543-552 (1998).
33. F.Y.C. Boey, B.H. Yap and L. Chia, Microwave curing of epoxy-amine system - effect of curing agent on the rate enhancement, *Polym. Test.*, **18**, 93-109 (1999).
34. F.R. Jones, Handbook of Polymer-Fiber Composites, Longman Scientific & Technical, Essex, 1994.
35. Y.A. Cjekanov, V.N. Korotkov, B.A. Rozenberg, E.A. Dhavadyan and L.M. Bogdanova, Cure shrinkage defects in epoxy resins, *Polymer*, **36**, 2013-2017 (1995).
36. P. Cortes, S. Montserrat and J.M. Hutchinson, Addition of a reactive diluent to a catalyzed epoxy-anhydride system. II Effect on enthalpy relaxation, *J. Appl. Polym. Sci.*, **63**, 17-25 (1997).
37. Y. huang, J. Wang, B. Liao, M. Chen and G. Cong, Epoxy resins toughened by poly(propylene carbonate), *J. Appl. Polym. Sci.*, **64**, 2457-2465 (1997).
38. W.H. Park and J.K. Lee, A study on isothermal cure behavior of an epoxy-rich/anhydride system by DSC, *J. Appl. Polym. Sci.*, **67**, 1101-1108 (1998).

39. P.A. Oyanguren, C.C. Riccardi, R.J.J. Williams and I. Mondragon, Phase separation induced by a chain polymerization: polysulfone-modified epoxy/anhydride systems, *J. Polym. Sci. B: Polym. Phys.*, **38**, 1349-1359 (1998).
40. M.J. Galante, P.A. Oyanguren, K. Anfromaque, P.M. Frontint and R.J.J. Williams, Blends of epoxy/anhydride thermosets with a high-molar-mass PMMA, *Polym. Inter.*, **48**, 642-648 (1999).
41. A.N. Mauri, C.C. Riccardi and R.J.J. Williams, Epoxy/anhydride networks modified by epoxy/anhydride oligomers containing SiOH groups, *J. Appl. Polym. Sci.*, **75**, 1365-1370 (2000).
42. L. Monney, R. Belali, J. Vebrel, C. Dubois and A. Chambaudet, Photochemical deragation study of an epoxy material by IR-ATR spectroscopy, *Polym. Degra. Stabi.*, **62**, 353-359 (1998).
43. L. Monney, N. Rougei, C. Dubois and A. Chambaudet, Photo-chemical deragation study of an epoxy material by X-ray analysis, *Polym. Degra. Stabi.*, **62**, 367-371 (1998).
44. B. Parkyn, Glass Reinforced Plastics, Iliffe Books, London, 1970.
45. L. Hollaway, Glass Reinforced Plastics in Construction: Engineering Aspects, Surrey University Press, Glazgrow, 1978.
46. J.M. Charrier, Polymeric Materials and Processing :Plastics, Elastomers and Composites, Hanser Publishers, New York, 1989.
47. L. Hollaway, Polymer Composites for Civil and Structural Engineering, Chapman & Hall, Cambridge, 1993.

บทที่ 2

วิธีการทดลอง

2.1 สารเคมี

1. Epoxy Diglycidyl ether of bisphenol A (DGEBA) ผลิตโดย Dow Chemical Co.
2. Methyl tetrahydrophthalic anhydride (MTHPA1) ผลิตโดย Lindau Chemicals Co. มีตัวเร่งปฏิกิริยาเป็นส่วนประกอบแต่ไม่ทราบชนิดและปริมาณที่ผสม
3. Methyl tetrahydrophthalic anhydride (MTHPA2) ผลิตโดย LonzaSpA Co.
4. Methyl hexahydrophthalic anhydride (MHHPA) ผลิตโดย LonzaSpA Co.
5. Tris-2,4,6-dimethyl aminomethyl phenol (DMP-30) ผลิตโดย Anchor Chemical Ltd.
6. 2-ethyl-4-methyl imidazole (EMI) ผลิตโดย Anchor Chemical Ltd.
7. N,N-Dimethylbenzylamine (Benzyl dimethylamine, BDMA) ผลิตโดย Fluka Co.
8. เส้นใยแก้วแบบ chopped strand mat มีน้ำหนักเฉพาะ (specific weight) เท่ากับ 300 g/m² จำหน่ายโดย บริษัท เลิศวัฒนกิจ จำกัด
9. สารหล่อลื่นประเภทซิลิโคนแวกซ์ ชนิด Armlok™ Solarite 1894-EX-S จำหน่ายโดย บริษัท ไทยคอมโพสิต จำกัด
10. กาวซิลิโคน
11. ตัวทำละลายได้แก่ อะซิโตน

สารเคมีข้อ 2 - 4 มีหน้าที่เป็นสารทำให้แข็ง (hardener) สารเคมีข้อ 5 - 7 มีหน้าที่เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา (accelerator) สารเคมีทุกตัวเป็นสารเคมีทางการค้า (commercial grade) และเป็นเกรดทั่วไป (general purpose grade) นำมาใช้โดยไม่มีการดัดแปลงใดๆ สารเคมีรายการที่ 1 - 7 เป็นของเหลว รายละเอียดสารเคมีแสดงในตารางที่ 2.1 สูตรโครงสร้างทางเคมีของสารเคมีแสดงในรูปที่ 2.1

2.2 อุปกรณ์และเครื่องมือ

1. ตู้อบความร้อน (thermal oven) รุ่น Memmert® U500 เป็นชนิดที่ใช้ในห้องปฏิบัติการทั่วไป
2. เตาอบไมโครเวฟ (microwave oven) รุ่น Sanyo® EM-X412 มีขนาดกำลังสูงสุด 800 วัตต์ สามารถปรับระดับกำลังวัตต์ (power level) ได้ 10 ระดับ เป็นชนิดที่ใช้ในครัวเรือน
3. เบ้าเทฟลอน (Teflon mold) มี 2 ขนาด สำหรับชิ้นงานบางใช้เบ้าพิมพ์ที่มีเส้นผ่าศูนย์กลาง 17 cm และลึก 3 mm ส่วนชิ้นงานหนาและคอมโพสิตใช้เบ้าพิมพ์ที่มีเส้นผ่าศูนย์กลาง 20 cm และลึก 5 mm
4. เบ้าเหล็ก ประกอบด้วยแผ่นเหล็กชุบโครเมียมขนาด 20 cm x 20 cm จำนวน 1 แผ่น ใช้เป็นฐาน และแท่งเหล็ก 4 แท่ง เพื่อใช้ทำเป็นกรอบสี่เหลี่ยม ประกอบแท่งเหล็กทั้งสี่ให้เป็นรูปร่างสี่เหลี่ยมจัตุรัส ขนาด 18 cm x 18 cm ใช้กาวซิลิโคนทาขอบรอยต่อระหว่างแท่งเหล็กและแผ่นเหล็ก สังเกตไม่ให้มีรอยร้าวหรือช่องว่างบริเวณขอบซิลิโคนดังกล่าว
5. เครื่องทดสอบสมบัติการดึง (tensile properties testing machine) รุ่น LLOYD® 1000S และ Shimadzu® AG-100kNG
6. เครื่องทดสอบสมบัติการโค้งงอ (flexural properties testing machine) รุ่น Shimadzu® AG-100kNG
7. เครื่องทดสอบความต้านทานการฟาดกระแทกแบบค้อนเหวี่ยง (pendulum - impact tester) รุ่น Zwick® 5102

8. เครื่องทดสอบสมบัติทางความร้อนแบบ differential scanning calorimetry (DSC) รุ่น PerkinElmer[®] DSC7
9. เครื่องทดสอบสมบัติทางกลแบบพลวัตเชิงความร้อน (dynamic mechanical thermal analysis, DMTA) รุ่น Rheometric Scitific[®] DMTA V)
10. กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (scanning electron microscope, SEM) รุ่น JEOL[®] JXL5600
11. เครื่องตัดชิ้นงานด้วยใบเลื่อย
12. เทอร์โมมิเตอร์แบบแสงอินฟราเรด
13. เครื่องทดสอบความหนืดรุ่น Brookfield[®] RVDV-II+

ตารางที่ 2.1 รายละเอียดสารเคมีที่ใช้ในการทดลอง

Chemical	Grade	Viscosity (cP) (at 25 °)	EEW	AE (at 25 °)	Density (g/ml)
Epoxy	DER [®] 331	11,800	189	-	1.16
MTHPA1	Lindried [®] 46QC	60	-	166	1.24
MTHPA2	EG/NT	50	-	166	1.19
MHHPA	SW	53	-	168	1.14
DMP-30	Ancamine [®] K54	200	-	-	0.97
EMI	Imicure [®] EMI24	6,500	-	-	0.99
BDMA	purum (> 98%)	N/A	-	-	0.89

หมายเหตุ : EEW = epoxy equivalent weight

AE = anhydride equivalent

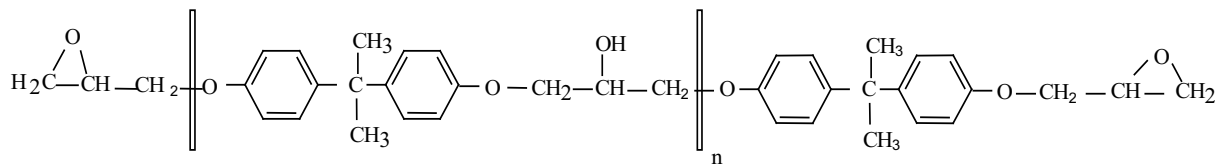
2.3 วิธีการทดลอง

2.3.1 การเทียบค่าระดับกำลังของเตาไมโครเวฟ¹

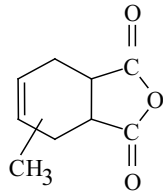
1. นำน้ำสะอาด เช่น น้ำดื่ม จำนวน 1000 g แขนในตู้เย็นให้มีอุณหภูมิอยู่ระหว่าง 8 - 12°C เรียกว่าอุณหภูมิเริ่มต้น (T_1) เทน้ำเย็นนี้ลงในภาชนะทำด้วยแก้วโพลีเอทิลีนที่มีรูปทรงกระบอกหนา 3 mm เส้นผ่าศูนย์กลางภายนอก 190 mm และสูง 100 mm ภาชนะแก้วนี้มีอุณหภูมิเท่ากับอุณหภูมิห้องก่อนบรรจุน้ำเย็น วัดอุณหภูมิเริ่มต้นของน้ำเย็นที่บรรจุอยู่ในภาชนะแก้ว ซึ่งวัดได้เท่ากับ 9°C ($T_1 = 9^\circ\text{C}$)

2. นำภาชนะเข้าเตาไมโครเวฟ ตั้งค่าระดับกำลังที่ 100% (ระดับกำลัง 10) ซึ่งเป็นค่าระดับกำลังวัตต์สูงสุดของเตาไมโครเวฟ อุ่นน้ำให้ร้อนขึ้นโดยให้มีอุณหภูมิเพิ่มขึ้น $10 \pm 2^\circ\text{C}$ เรียกอุณหภูมินี้ว่าอุณหภูมิสุดท้าย (T_2) โดยก่อนวัดอุณหภูมิ กวนน้ำด้วยแท่งแก้วให้ทั่วภาชนะเสียก่อน เพื่อให้พลังงานความร้อนเกิดการถ่ายเททั่วภาชนะ บันทึกเวลาที่ใช้ในการให้ความร้อน (t) ในการทดลองนี้บันทึกเวลาในการให้ความร้อนที่ทำให้ได้ T_2 เท่ากับ 19°C

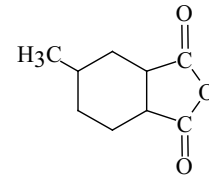
¹ นาวาอากาศตรี ดร. ธนากร พิระพันธุ์ และคณะ, โครงการ การประมาณค่ากำลังอัดของคอนกรีตโดยอาศัยค่ากำลังอัดที่ได้จากการเร่งการแข็งตัวด้วยพลังงานไมโครเวฟ, สนับสนุนโดยสำนักงานกองทุนสนับสนุนการวิจัย PDF/36/2542



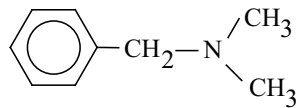
DGEBA, $n = 0.15$



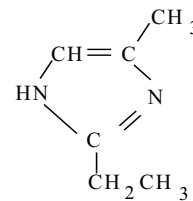
MTHPA



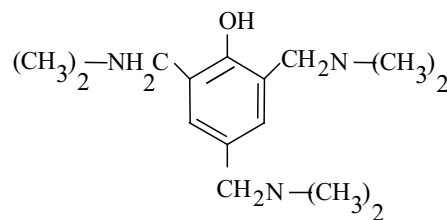
MHHPA



BDMA



EMI



DMP-30

รูปที่ 2.1 โครงสร้างทางเคมีของอีพ็อกซี (DGEBA) สารทำให้แข็ง (MTHPA และ MHHPA) และตัวเร่งปฏิกิริยา (BDMA, EMI และ DMP-30)

3. นำค่าอุณหภูมิเริ่มต้น (T_1) อุณหภูมิสุดท้าย (T_2) และเวลาในการให้ความร้อนจากเตาไมโครเวฟ (t) คำนวณค่ากำลังของเตาไมโครเวฟจากสมการที่ 2.1 ทำการทดลองวัดเวลา (t) ที่ระดับกำลังต่างๆ

$$P = 4187 * (T_2 - T_1) / t \quad (2.1)$$

โดย P = ค่ากำลังของเตาไมโครเวฟที่ใช้ (watt)
 T_1 = อุณหภูมิเริ่มต้น ($^{\circ}\text{C}$)

$$\begin{aligned} T_2 &= \text{อุณหภูมิสุดท้าย } (^{\circ}\text{C}) \\ t &= \text{เวลาที่ใช้ในการให้พลังงานไมโครเวฟ (sec)} \end{aligned}$$

สมการที่ 2.1 นี้ได้มาจากความสัมพันธ์ต่อไปนี้

$$P = \frac{mC_p\Delta T}{t} \quad (2.2)$$

$$\begin{aligned} \text{โดย } m &= \text{น้ำหนักของน้ำ (kg)} \\ C_p &= \text{ความจุความร้อนของน้ำ (4.187 kJ/kg } ^{\circ}\text{C)} \\ \Delta T &= T_2 - T_1 (^{\circ}\text{C)} \\ t &= \text{เวลาที่ใช้ในการทำให้ได้ } T_2 \text{ (sec)} \end{aligned}$$

2.3.2 การอบอีพ็อกซีเรซินด้วยตู้อบความร้อนและเตาไมโครเวฟ

ซึ่งน้ำหนักอีพ็อกซี สารทำให้แข็ง และสารเร่งปฏิกิริยา ตามสัดส่วนที่กำหนดไว้ดังนี้ อีพ็อกซี 100 ส่วน (โดยน้ำหนัก) สารทำให้แข็ง 80 ส่วน และ สารเร่งปฏิกิริยา 1 ส่วน หรือ 4 ส่วน ยกเว้นสูตรที่ใช้ MTHPA1 จะไม่มีการเติมสารเร่งปฏิกิริยา ผสมสารเคมีทั้งสามชนิดเข้าด้วยกัน กวนให้เป็นเนื้อเดียวกัน วางทิ้งไว้ประมาณ 30 นาที เพื่อให้ฟองอากาศหายไป เทเรซินลงในเบ้าพิมพ์ให้ได้ความหนาตามต้องการ โดยควบคุมปริมาณเรซินให้มีน้ำหนักเท่ากันทุกแผ่น การอบด้วยเตาไมโครเวฟจะต้องใช้เบ้าพิมพ์ทำด้วยเทฟลอน การอบด้วยตู้อบความร้อนอาจใช้เบ้าเทฟลอนหรือเบ้าเหล็ก ทาซิลิโคนแว็กซ์ที่เบ้าพิมพ์ทั้งสองชนิดให้ทั่วและใช้ผ้าเช็ดส่วนเกินออกไปก่อนที่จะเทเรซินลงในเบ้าพิมพ์ วางเบ้าพิมพ์ในตู้อบความร้อนหรือเตาไมโครเวฟ ตั้งสภาวะการอบตามที่กำหนด การอบด้วยตู้อบความร้อนจะใช้อุณหภูมิ 150°C เสมอ การอบด้วยเตาไมโครเวฟมีสองแบบ แบบแรกเป็นการอบที่ระดับกำลังเดียว เรียกการอบแบบนี้ว่า การอบขั้นตอนเดียว (single step heating process) แบบที่สองเป็นการอบที่ใช้ระดับกำลังสองระดับหรือสามระดับ เรียกการอบแบบนี้ว่า การอบหลายขั้นตอน (multi-step heating process) การอบด้วยเตาไมโครเวฟจะใช้ระดับกำลังและเวลาที่แตกต่างกันไปในแต่ละสูตร ใช้ลักษณะทางกายภาพที่มองด้วยสายตาเป็นเกณฑ์ในการพิจารณา คือ สภาวะการอบที่เหมาะสมจะต้องได้ตัวอย่างที่ไม่มีฟองอากาศ ไม่มีรอยไหม้ เป็นของแข็งทั่วทั้งชิ้นตัวอย่าง ส่วนผสมของเรซินสูตรต่างๆแสดงในตารางที่ 2.2

ตารางที่ 2.2 ชื่อย่อและส่วนผสมของเรซินสูตรต่างๆ		
Resin	Hardener	Accelerator
I	MTHPA1	Unknown
II	MHHPA	DMP-30
III	MHHPA	EMI
IV	MHHPA	BDMA
VI	MTHPA2	DMP-30
VII	MTHPA2	EMI
VIII	MTHPA2	BDMA

2.3.3 การอบฮีต็อกซีคอมโพสิตด้วยตู้อบความร้อนและเตาไมโครเวฟ

ซังฮีต็อกซี สารทำให้แข็ง และสารเร่งปฏิกิริยา ตามสัดส่วนที่กำหนดไว้ ผสมสารเคมีทั้งสามชนิดเข้าด้วยกัน กวนให้เป็นเนื้อเดียวกัน วางทิ้งไว้ประมาณ 30 นาที เพื่อให้ฟองอากาศหายไป เทเรซินลงในเบ้าพิมพ์ประมาณ 1/4 ของปริมาตรทั้งหมด จุ่มแผ่นใยแก้วในเรซินที่เหลือ วางแผ่นใยแก้วลงในเบ้าพิมพ์ และเทเรซินที่เหลือลงในเบ้าพิมพ์ นำไปอบด้วยตู้อบความร้อนหรือเตาไมโครเวฟตามสภาวะการอบที่กำหนด

2.3.4 การทดสอบสมบัติการดึง (tensile properties)

ตัดชิ้นทดสอบเป็นรูปดัมเบลตามมาตรฐาน ASTM D638 สำหรับตัวอย่างหนา 1 mm หรือเป็นรูปสี่เหลี่ยมผืนผ้าขนาด 15 mm x 130 mm ตามมาตรฐาน ASTM D3039 สำหรับตัวอย่างหนา 3.5 mm ทดสอบด้วยอัตราการดึง 5 mm/min จำนวนชิ้นทดสอบ 5 - 10 ชิ้น/ตัวอย่าง ทดสอบที่อุณหภูมิห้อง

2.3.5 การทดสอบสมบัติการโค้งงอ (flexural properties)

i) ชิ้นทดสอบที่มีความหนา 1 mm

ตัดชิ้นทดสอบเป็นรูปสี่เหลี่ยมผืนผ้าตามมาตรฐาน ASTM D790 ขนาด 25 mm x 50 mm ทดสอบแบบ three-point bending ด้วยอัตราเร็ว 8 mm/min จำนวนชิ้นทดสอบ 5 - 10 ชิ้น/ตัวอย่าง ทดสอบที่อุณหภูมิห้อง

ii) ชิ้นทดสอบที่มีความหนา 3.5 mm

ตัดชิ้นทดสอบเป็นรูปสี่เหลี่ยมผืนผ้าตามมาตรฐาน ASTM D790 ขนาด 25 mm x 120 mm ทดสอบแบบ three-point bending ด้วยอัตราเร็ว 5.3 mm/min จำนวนชิ้นทดสอบ 5 - 10 ชิ้น/ตัวอย่าง ทดสอบที่อุณหภูมิห้อง

2.3.6 การทดสอบความต้านทานการฟาดกระแทก (impact resistance)

ตัดชิ้นทดสอบตามมาตรฐาน ASTM D256 บางเป็นรูปตัววี (V-notch) จำนวนชิ้นทดสอบ 5 - 10 ชิ้น/ตัวอย่าง ทดสอบที่อุณหภูมิห้อง

2.3.7 การวัดความเหนียวของเรซิน

อบฮีต็อกซีเรซินด้วยตู้อบความร้อนและเตาไมโครเวฟ ตามสภาวะที่กำหนด โดยใช้เบ้าพิมพ์เทฟลอน และใช้ปริมาณเรซินปริมาณเท่ากับการเตรียมตัวอย่างหนา 3.5 mm แช่เรซินในช่องแช่แข็งของตู้เย็นเป็นเวลา 1 วัน เพื่อหยุดปฏิกิริยา นำเรซินออกมาวางไว้ที่อุณหภูมิห้อง รอจนกระทั่งเรซินมีอุณหภูมิเท่าอุณหภูมิห้อง วัดความเหนียวด้วยเครื่อง Brookfield[®] ไม่มีการเติมตัวทำละลายในเรซินที่นำมาวัดความเหนียว

2.3.8 การวัดอุณหภูมิของเรซิน

เป็นตัวอย่างเดียวกันกับข้อ 2.3.7 เมื่อตัวอย่างถูกนำออกมาจากตู้อบความร้อนหรือเตาไมโครเวฟ จะวัดอุณหภูมิกลางชิ้นงานทันทีด้วยเทอร์โมมิเตอร์แบบอินฟราเรดหลังจากนำออกมาจากแหล่งให้ความร้อน ใช้เวลาในการวัดไม่เกิน 5 วินาที แล้วจึงนำเบ้าพิมพ์และเรซินแช่ในตู้เย็นต่อไป การวัดอุณหภูมิจะต้องรักษาระยะห่างระหว่างเทอร์โมมิเตอร์และเรซินให้คงที่เสมอ

2.3.9 การวิเคราะห์ด้วยเครื่อง DSC

สำหรับตัวอย่างที่เรียกว่า fresh sample (เรซินที่ไม่ได้ผ่านกระบวนการอบ) ทดสอบในช่วงอุณหภูมิ 30 - 250°C ด้วยอัตราการเพิ่มอุณหภูมิเท่ากับ 20°C/min แล้วลดอุณหภูมิลงมาที่ 30°C อย่างรวดเร็วด้วยอัตราการหล่อเย็นที่ - 100°C/min แช่ทิ้งไว้ที่ 30°C เป็นเวลา 3 นาที แล้วเพิ่มอุณหภูมิไปที่ 150°C ด้วยอัตราเร็ว 20°C/min สำหรับตัวอย่างที่ผ่านการอบมาแล้ว ทดสอบในช่วงอุณหภูมิ 30 - 250°C ด้วยอัตราการเพิ่มอุณหภูมิเท่ากับ 20°C/min เท่านั้น

2.3.10 การวิเคราะห์ด้วยเครื่อง DMTA

ตัดชิ้นงานเป็นรูปสี่เหลี่ยมผืนผ้าขนาด 10 mm x 240 mm ทดสอบด้วยเทคนิค single cantilever bending ภายใต้ความถี่ที่ 1 Hz, 10 Hz และ 30 Hz เปอร์เซนต์การยืดเท่ากับ 0.1% อัตราการให้ความร้อนเท่ากับ 2°C/min ทดสอบในช่วงอุณหภูมิ 30 - 250°C คำนวณค่าช่วง glassy state และ rubbery state บันทึกจากค่ามอดุลัสที่อยู่ห่างจาก T_g เท่ากับ $T_g \pm 30^\circ\text{C}$

2.3.11 การวิเคราะห์ด้วยเครื่อง SEM

นำผิวหน้าที่แตกหักของตัวอย่างที่ได้จากการทดสอบสมบัติเชิงกลมาวิเคราะห์ โดยเคลือบผิวหน้าด้วยทองเพื่อให้ตัวอย่างนำไฟฟ้า

บทที่ 3

ผลการทดลอง วิเคราะห์และสรุปผลการทดลอง

3.1 ข้อมูลเบื้องต้น

3.1.1 การเปรียบเทียบระดับกำลังของเตาไมโครเวฟ

เตาไมโครเวฟที่ใช้ในโครงการวิจัยนี้ มีขนาด 800 วัตต์ และแมกนีตรอนอยู่ด้านบน เป็นประเภทจานหมุน มีความถี่ 2.45 GHz เป็นเตาไมโครเวฟที่ใช้ในครัวเรือน มีราคาถูก และยังไม่ผ่านกระบวนการเทียบค่ามาก่อน ระดับกำลัง (power level) ของเตาไมโครเวฟประเภทนี้โดยทั่วไปจะระบุเป็น 10% - 100% หรือ level 1 - 10 ของระดับกำลังที่สูงสุดของเตาไมโครเวฟนั้น โดยมีหน่วยเป็นวัตต์ การเทียบค่าทำได้โดยอ้างอิงตามมาตรฐานการเทียบค่าของคณะกรรมการนานาชาติทางเทคนิคไฟฟ้าดังที่สรุปในรายงานวิจัยของ ธนากร พิระพันธ์ (อ้างอิงในบทที่ 2)

นำค่าอุณหภูมิเริ่มต้น (T_1) อุณหภูมิสุดท้าย (T_2) และเวลาที่ใช้ในเตาไมโครเวฟ (t) ณ ระดับกำลังต่างๆ ของเตาอบไมโครเวฟ จำนวนตามสมการ (2.1) ค่ากำลังวัตต์ที่คำนวณได้แสดงในตารางที่ 3.1 และจะระบุว่าเป็นค่าที่ได้จากการทดลอง

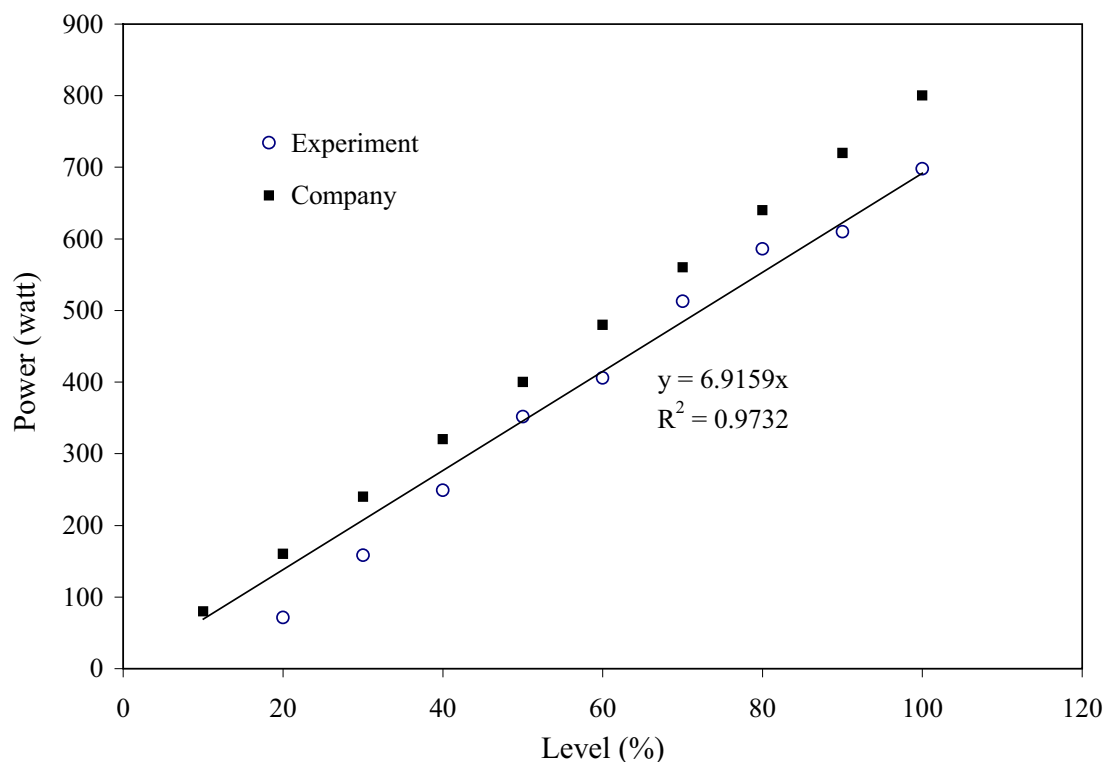
ตารางที่ 3.1 กำลังวัตต์ของเตาไมโครเวฟที่ได้จากการทดลองการอุ่นน้ำ

Power level	T_1 (°C)	T_2 (°C)	$T_2 - T_1$	t (sec)	Power (watt)
1	N/A	N/A	-	-	-
2	9.0	19.1	10.1	600	71
3	9.0	19.2	10.2	270	158
4	9.0	19.1	10.1	170	249
5	9.2	19.3	10.1	120	352
6	9.0	18.7	9.7	100	406
7	9.4	19.2	9.8	80	513
8	9.1	18.9	9.8	70	586
9	9.0	19.2	10.2	70	610
10	9.0	19.0	10.0	60	698

นำค่าที่คำนวณได้วาดกราฟระหว่างระดับกำลัง (Level, %) และกำลังวัตต์ที่คำนวณได้ (Power, watt) ดังแสดงในรูปที่ 3.1 ทำการวิเคราะห์แบบถดถอย (Regression analysis) จะได้ความสัมพันธ์ของระดับกำลังของเตาไมโครเวฟกับระดับกำลังที่ให้ในหน่วยวัตต์ ในรูปสมการเส้นตรง ดังนี้

$$P_w = 6.9159 * P_v \quad (3.1)$$

โดยที่ P_w = ค่าระดับกำลังของเตาไมโครเวฟที่ให้ในหน่วยวัตต์
 P_v = ค่าระดับกำลังของเตาไมโครเวฟที่ใช้ในหน่วยเปอร์เซ็นต์



รูปที่ 3.1 กราฟแสดงค่ากำลังวัตต์ที่วัดได้จากการทดลองและจากข้อมูลของบริษัท
กราฟเส้นตรงได้จากการวิเคราะห์แบบถดถอยของข้อมูลที่ได้จากการ
ทดลอง

นำสมการที่ได้จากการวิเคราะห์แบบถดถอย (สมการ 3.1) คำนวณหาค่ากำลังวัตต์ที่ระดับต่างๆ ตารางที่ 3.2 แสดงค่าเปรียบเทียบกำลังวัตต์ที่ได้จากการทดลอง จากการคำนวณ และจากข้อมูลที่บริษัทกำหนดไว้ สังเกตว่าค่ากำลังวัตต์ที่ได้จากการทดลองและจากการวิเคราะห์แบบถดถอย มีค่าต่ำกว่าค่าที่รายงานจากบริษัทผู้ผลิตประมาณ 14% ข้อมูลที่ได้จากการวิเคราะห์นี้สามารถนำไปเทียบกับกำลังวัตต์ของเตาไมโครเวฟอื่นๆที่มีการเทียบค่าไว้แล้ว การควบคุมกำลังวัตต์ของเตาไมโครเวฟที่ใช้ในครัวเรือนที่สามารถเปลี่ยนระดับกำลังวัตต์ได้นั้น ทำได้โดยการควบคุมระยะเวลาในการปล่อยให้ไมโครเวฟออกมาสัมผัสกับอาหารหรือวัสดุ เพราะในทางปฏิบัติ แมกนีตรอนของเตาไมโครเวฟชนิดนี้จะทำงานเต็มที่ตามกำลังวัตต์ที่ระบุไว้จากผู้ผลิต เช่น 800 วัตต์ สำหรับเตาไมโครเวฟที่ใช้ในการทดลองนี้ ระหว่างการทำงานของเตาไมโครเวฟ จะมีระบบควบคุมระยะเวลาในการปิด-เปิดกระแสไฟ¹ ทำให้ค่าเฉลี่ยของกำลังวัตต์เปลี่ยนไป ถ้าต้องการกำลังวัตต์ต่างๆ เช่น ระดับกำลัง 2 ระยะเวลาในการเปิด จะสั้นกว่าที่ระดับกำลังสูงซึ่งมีค่าวัตต์โดยเฉลี่ยสูงกว่า วงจรการทำงานปิด-เปิดนี้มีระยะเวลาเท่ากันในทุกระดับกำลัง เรียกว่า คาบ (period) ซึ่งอาจมีระยะเวลาแตกต่างกันไปขึ้นอยู่กับบริษัทผู้ผลิตและกำลังวัตต์สูงสุด ได้การทดลองวัดวงจรการทำงานของเตาไมโครเวฟโดยการฟังเสียงที่เกิดขึ้น ซึ่งเป็นเสียงปิด-เปิด บันทึกระยะเวลาในการปิด-เปิด ผลการทดลองแสดงในตารางที่ 3.3 เตาชนิดนี้ใช้เวลา 17 วินาที ภายในหนึ่งคาบ การใช้ระดับกำลังตั้งแต่ 9 ลงมา เวลาในการสัมผัสกับไมโครเวฟ (actual heating time) สั้นกว่าเวลาที่ใช้ในการตั้งเครื่อง (setting time) ดังแสดงในตารางที่ 3.4

¹ E.T. Thostenson and T.W. Chou, Compos. A, 30, 1055 (1999); Y. Liu, Y. Xiao, X Sun and D.A. Scola, J. Appl. Polym. Sci., 73, 2391 (1999).

ตารางที่ 3.2 ผลการหาค่าระดับกำลังของเตาไมโครเวฟเปรียบเทียบค่าที่วัดได้จริงกับค่าที่คำนวณได้จากการวิเคราะห์แบบถดถอยและค่าที่ระบุจากบริษัท

Power Level (%)	Power (watt)		
	Experiment	Analysis	Company
10	-	-	80
20	71	138	160
30	158	207	240
40	249	276	320
50	352	345	400
60	406	414	480
70	513	483	560
80	586	552	640
90	610	621	720
100	698	690	800

ตารางที่ 3.3 ระยะเวลาในการปิด-เปิดกระแสไฟฟ้าของเตาไมโครเวฟที่ใช้ในการทดลองนี้

Power level	Duration power on (sec)	Duration power off (sec)
10	17	-
9	15	2
8	14	3
7	12	5
6	10	7
5	9	8
4	7	10
3	5	12
2	3	14
1	2	15

ตารางที่ 3.4 ค่าเปรียบเทียบเวลาในการสัมผัสกับไมโครเวฟ (actual heating time) และเวลาในการตั้งเครื่อง (setting time) ที่ระดับกำลัง 3 และ 4

Power level	Setting time (min)	Actual heating time (min)
3	10	3
	14	4
	20	6
4	10	4
	14	6
	20	8

3.1.2 การวิเคราะห์หาปริมาณปฏิกิริยาเคมีของเรซินชนิด fresh sample ด้วยเทคนิค DSC

ทำการผสมอีพ็อกซี สารทำให้แข็ง (MTHPA1, MTHPA2, MHHPA) และ ตัวเร่งปฏิกิริยา (DMP-30, EMI, BDMA) ในสัดส่วนต่างๆกัน (โดยน้ำหนัก) ปริมาณของตัวเร่งปฏิกิริยาคิดตามน้ำหนักของอีพ็อกซี ตารางที่ 3.5 แสดงสูตรเรซินที่ใช้ในการศึกษา การเรียกชื่อส่วนผสมแต่ละสูตรจะเรียกดังนี้ สูตรที่ I/90, I/85 อักษรตัวแรก หมายถึงสูตรที่ และตัวเลขถัดมาหมายถึงปริมาณสารทำให้แข็ง เช่น I/90 คือ สูตรที่ I (Epoxy + MTHPA1) ที่มีส่วนผสมเท่ากับ 100:90 หรือ I/85 คือ สูตรที่ II (Epoxy + MTHPA1 + 1%DMP-30) ที่มีส่วนผสมเท่ากับ 100:85 เป็นต้น ผสมสารเคมีตามสูตรในตารางที่ 3.5 นำไปวิเคราะห์หาปริมาณความร้อนที่คายออกมาจากการเกิดปฏิกิริยา และค่า Tg ด้วยเครื่อง DSC

ตารางที่ 3.5 สูตรเรซินที่ใช้ในการศึกษาด้วยเทคนิค DSC จากเรซินที่ไม่ได้ผ่านการอบ

Resin	ส่วนผสม	Epoxy : Hardener (wt/wt)				
I	Epoxy + MTHPA1	100:90	100:85	100:80	100:75	100:70
II	Epoxy + MHHPA + 1%DMP-30	100:90	100:85	100:80	100:75	100:70
III	Epoxy + MHHPA + 1% EMI	100:90	100:85	100:80	100:75	100:70
IV	Epoxy + MHHPA + 1% BDMA	100:90	100:85	100:80	100:75	100:70
VI	Epoxy + MTHPA2 + 1%DMP-30	100:90	100:85	100:80	100:75	100:70
VII	Epoxy + MTHPA2 + 1% EMI	100:90	100:85	100:80	100:75	100:70
VIII	Epoxy + MTHPA2 + 1% BDMA	100:90	100:85	100:80	100:75	100:70

พื้นที่ใต้กราฟ (ΔH) ของ exothermic peak จาก 1st heating scan เป็นปริมาณความร้อนที่คายออกมาจากปฏิกิริยาเชื่อมโยงโมเลกุล (crosslinking reaction) ค่า peak temperature เป็นอุณหภูมิสูงสุดระหว่างการเกิดปฏิกิริยา ค่า Tg วัดได้จาก 2nd heating scan เลือกใช้อุณหภูมิที่ตำแหน่ง inflection point (ช่วงกลางของแทรนซิชัน) ทำการวิเคราะห์ 1 ครั้ง/ตัวอย่าง ผลการทดลองสรุปในตารางที่ 3.6 – 3.8 และในรูปที่ 3.2 – 3.4

ตารางที่ 3.6 ข้อมูลจากการวิเคราะห์ด้วยเครื่อง DSC แสดงค่าความร้อน (ΔH) ที่คายออกมาจากการเกิดปฏิกิริยาที่สมบูรณ์ (J/g) ของ fresh samples

Resin	Hardener	Accelerator	Heat of Reaction (J/g)				
			100:90	100:85	100:80	100:75	100:70
I	MTHPA1	Unknown	307	325	312	301	305
II	MHHPA	DMP-30	238	250	254	240	270
III		EMI	349	328	339	334	321
IV		BDMA	268	257	251	301	274
VI	MTHPA2	DMP-30	272	267	282	266	285
VII		EMI	348	346	363	366	350
VIII		BDMA	294	289	302	295	304

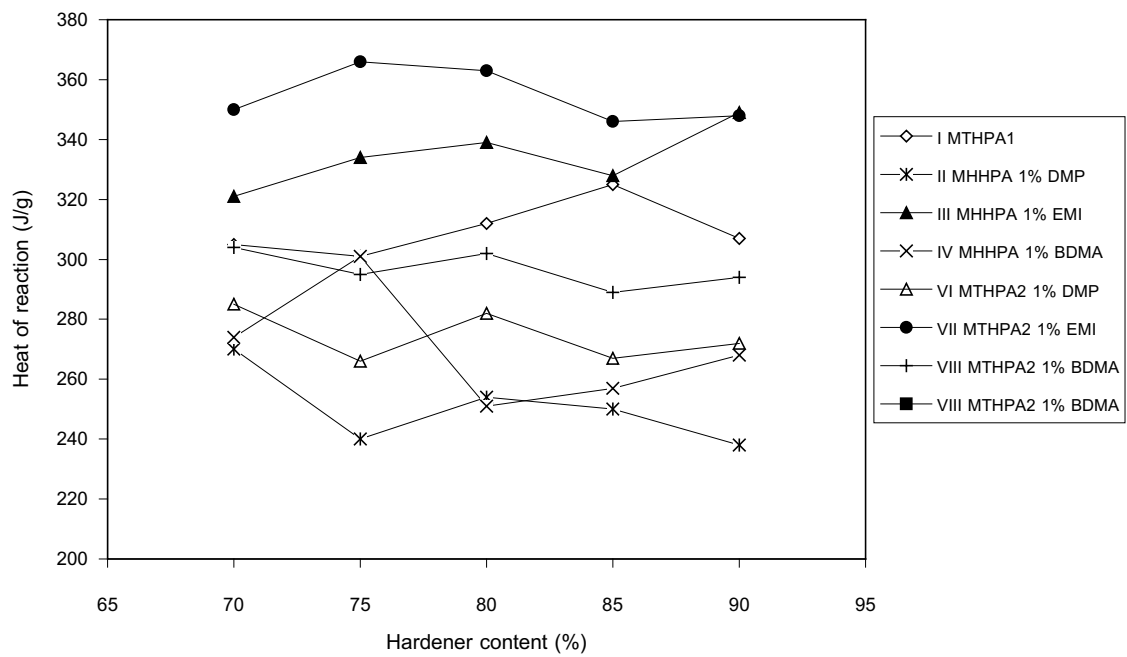
ตารางที่ 3.7 ข้อมูลจากการวิเคราะห์ด้วยเครื่อง DSC แสดงอุณหภูมิ (peak temperature) ที่พีคของการคายความร้อนที่เกิดปฏิกิริยาที่สมบูรณ์ของ fresh samples

สูตร	Hardener	Accelerator	Peak temperature ($^{\circ}\text{C}$)				
			100:90	100:85	100:80	100:75	100:70
I	MTHPA1	Unknown	158.3	158.0	157.7	158.3	158.3
II	MHHPA	DMP-30	167.3	165.3	166.3	165.3	162.3
III		EMI	166.0	162.7	162.3	161.3	160.7
IV		BDMA	166.3	168.3	169.7	163.7	165.3
VI	MTHPA2	DMP-30	168.3	169.3	167.7	167.3	163.7
VII		EMI	166.3	168.0	166.0	164.7	166.0
VIII		BDMA	168.7	168.3	168.0	166.7	165.3

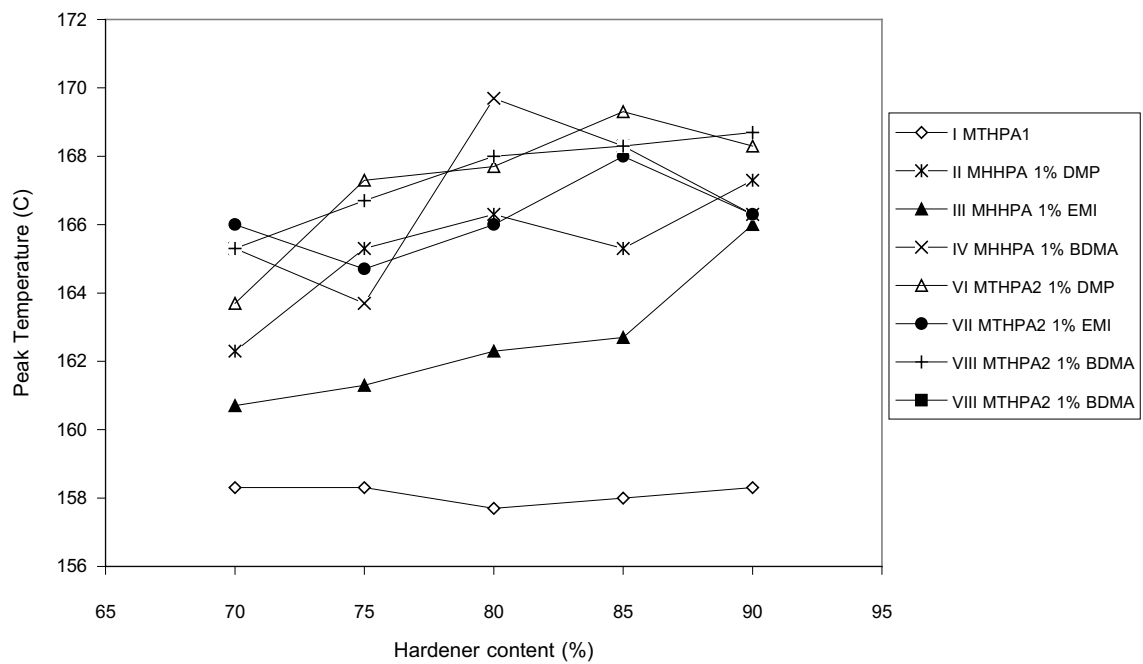
ตารางที่ 3.8 ข้อมูลจากการวิเคราะห์ด้วยเครื่อง DSC แสดง T_g ของอีพ็อกซีที่เกิดปฏิกิริยาที่สมบูรณ์ภายในเครื่อง DSC

Resin	Hardener	Accelerator	T_g ($^{\circ}\text{C}$)				
			100:90	100:85	100:80	100:75	100:70
I	MTHPA1	Unknown	114.4	119.1	115.7	113.7	119.4
II	MHHPA	DMP-30	83.4	84.7	93.1	93.1	98.1
III		EMI	146.1	147.7	146.4	146.1	139.1
IV		BDMA	97.4	93.1	88.7	108.4	101.1
VI	MTHPA2	DMP-30	75.7	70.7	83.7	73.7	88.4
VII		EMI	117.4	123.4	131.4	134.4	127.7
VIII		BDMA	75.7	75.7	85.1	80.4	89.1

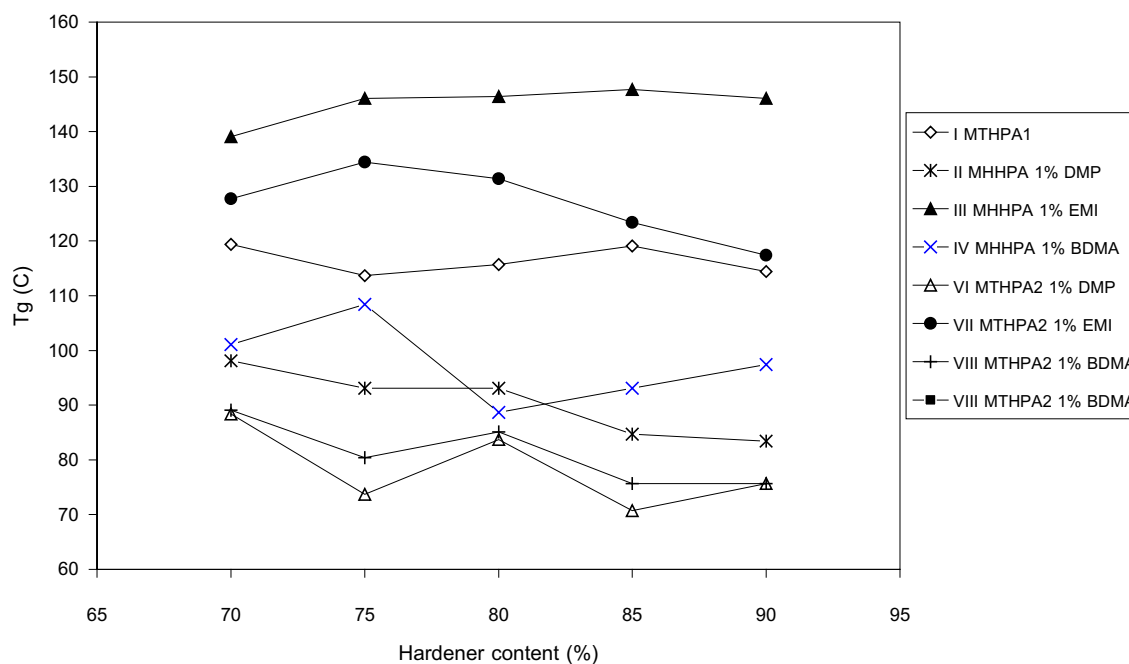
ตัวอย่างที่นำมาวิเคราะห์นี้จะเรียกว่า fresh sample เนื่องจากยังไม่ผ่านการอบและยังไม่เกิดปฏิกิริยา การได้รับความร้อนภายในเครื่อง DSC จัดว่าเป็นการอบและทำให้เกิดปฏิกิริยาที่สมบูรณ์ ดังนั้น ค่า ΔH หรือพื้นที่ใต้กราฟของ exothermic peak ที่ได้นี้จึงเทียบเท่ากับปริมาณความร้อนที่คายออกมาจากการเกิดปฏิกิริยาที่สมบูรณ์ (100% conversion) ค่า ΔH นี้จะถูกนำไปใช้ในการคำนวณหาปริมาณการเกิดปฏิกิริยาของอีพ็อกซี (curing conversion) ที่ได้จากการอบด้วยเตาไมโครเวฟและดูอุณหภูมิในการทดลองต่อไป รูปที่ 3.2 เป็นกราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างอัตราส่วนผสมของเรซินและปริมาณความร้อนที่เกิดขึ้นจากปฏิกิริยา สังเกตได้ว่าตัวเร่งปฏิกิริยามีผลต่อปริมาณความร้อนที่เกิดขึ้น สูตร VII (MTHPA2 + 1% EMI) มีปริมาณความร้อนออกมามากที่สุด รองลงมาคือสูตร III (MHHPA + 1% EMI) ในสูตรหนึ่งๆนั้น ค่าปริมาณความร้อนอยู่ในช่วงที่ใกล้เคียงกันถึงแม้ว่าอัตราส่วนผสมจะต่างกัน อาจเป็นเพราะว่าปริมาณสารทำให้แข็งที่ใช้ในช่วง 75 – 90 phr (per hundred of epoxy) นี้มีค่าใกล้เคียงกันมาก ปริมาณความร้อนที่เกิดขึ้นสามารถเรียงตามลำดับได้ดังนี้ VII > III > I > VIII > VI > IV > II



รูปที่ 3.2 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างปริมาณความร้อนจากปฏิกิริยาและส่วนผสม



รูปที่ 3.3 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างอุณหภูมิที่พีคของปฏิกิริยาและส่วนผสม



รูปที่ 3.4 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่าง T_g และส่วนผสม

เป็นที่ทราบกันว่า cross-linking reaction เป็นปฏิกิริยาคายความร้อน และอีพ็อกซีเป็นฉนวนความร้อน ดังนั้น อุณหภูมิที่จุดสูงสุดนี้น่าจะเป็นตัวบ่งชี้ว่า การให้ความร้อนเพื่อทำให้เกิดปฏิกิริยานั้นไม่ควรจะใช้เกินอุณหภูมิที่ตำแหน่งนี้ นอกจากนี้ตำแหน่งนี้น่าจะเป็นอุณหภูมิที่ทำให้เกิดปฏิกิริยาได้สมบูรณ์ แต่อย่างไรก็ตาม ข้อมูลที่ได้จากการทดลองนี้อาจไม่สอดคล้องกับกระบวนการอบจริงในภาคอุตสาหกรรม เนื่องจากอัตราการให้ความร้อนและขนาดของชิ้นงานต่างกัน สูตร I มี peak temperature ต่ำสุด และมีค่าใกล้เคียงกันในแต่ละอัตราส่วน สูตรอื่นๆมี peak temperature สูงกว่าและมีแนวโน้มเพิ่มขึ้นตามปริมาณสารทำให้แข็ง ความแตกต่างที่มากที่สุดของช่วงอุณหภูมิในสูตรหนึ่งๆมีค่าประมาณ 5°C พิจารณาอีกแง่มุมหนึ่งจะได้ว่า ถ้า peak temperature ต่ำกว่าแสดงว่ามีความไวต่อปฏิกิริยามากกว่า อย่างไรก็ตาม อุณหภูมิเหล่านี้อยู่ในช่วงเดียวกันและค่า onset temperature ของทุกสูตรจะอยู่ในช่วง 130°C ขึ้นไป แสดงว่าอุณหภูมิที่จะใช้ในการอบอีพ็อกซีควรจะสูงกว่า 130°C

Glass transition temperature (T_g) แสดงในตารางที่ 3.8 และในรูปที่ 3.4 ความสัมพันธ์ระหว่างอัตราส่วนผสมในแต่ละสูตรกับค่า T_g มีทิศทางไม่แน่นอนเมื่อสารทำให้แข็งมีปริมาณเพิ่มขึ้น นั่นคือ มีแนวโน้มเพิ่มขึ้น หรือมีทั้งค่าเพิ่มขึ้นและลดลง หรือมีค่าค่อนข้างคงที่ แต่หากดูรูปที่ 3.4 จะเห็นว่าสามารถแบ่งเรซินตามค่า T_g ได้เป็น 2 กลุ่มใหญ่ โดยกลุ่มแรกจะมีค่า T_g สูงกว่า 110°C ซึ่งได้แก่ สูตรที่ I III และ VII ส่วนที่เหลือจะมีค่า T_g ต่ำกว่า 110°C ในทุกอัตราส่วน เป็นที่น่าสังเกตว่า EMI จะให้ค่า T_g สูงสุดในบรรดากลุ่มของตัวเร่งปฏิกิริยา

สรุปผลการทดลองได้ดังนี้

1. ΔH มีค่าใกล้เคียงกันทุกอัตราส่วนผสม เมื่อใช้ hardener และ accelerator ชนิดเดียวกัน
2. สูตร VIII (MTHPA2, 1%BDMA) มีปริมาณความร้อนใกล้เคียงกับสูตร I (MTHPA1)
3. สูตร VII (MTHPA2, 1% EMI) มีปริมาณความร้อนออกมามากที่สุด

3.1.3 การทดลองอบอีพ็อกซีด้วยเตาไมโครเวฟและปริมาณปฏิกิริยาที่เกิดขึ้น

การทดลองนี้เป็นการศึกษาเบื้องต้นถึงความสามารถในการอบด้วยเตาไมโครเวฟ ของอีพ็อกซีเรซินสูตรต่าง ๆ และเปรียบเทียบปริมาณการเกิดปฏิกิริยาของเรซินภายใต้สภาวะการอบที่ต่างกัน โดยเลือกสูตรที่มีสารทำให้แข็ง 80 phr และมีตัวเร่งปฏิกิริยา 1%² (สูตร I/3 – VII/3 สูตรเดียวกันกับผลการทดลองที่ 3.1.2) เทลงในเบ้าเทฟลอนที่มีขนาดเส้นผ่าศูนย์กลาง 3 mm ลึก 2 mm อบด้วยเตาไมโครเวฟที่สภาวะต่างๆ ตัวแปรคือ ระดับกำลัง (level 2 - 5) และ เวลา (2 - 14 นาที) และวัดอุณหภูมิของตัวอย่างหลังการอบทันทีภายนอกเตาไมโครเวฟ โดยวัดให้แล้วเสร็จภายใน 10 วินาที เก็บตัวอย่างที่อบแล้วไว้ในช่องแช่แข็งของตู้เย็นจนกว่าจะนำไปวิเคราะห์ด้วยเครื่อง DSC เนื่องจากเป็นการทดลองเบื้องต้นจึงใช้เบ้าพิมพ์ขนาดเล็ก

ผลการทดลองพบว่าไม่ควรใช้ระดับกำลังสูงๆ เพราะเรซินจะไหม้หรือเกิดฟองอากาศ ดังแสดงในตารางที่ 3.9 ตัวอย่างที่มีลักษณะดี หมายถึง เป็นของแข็งและไม่มีฟองอากาศ บางตัวอย่างเกิดปฏิกิริยาไม่สมบูรณ์หรือเกิดได้น้อยจะมีลักษณะคล้ายเยลลี่ ตัวอย่างที่มีฟองอากาศจะเริ่มเกิดขึ้นที่บริเวณกลางชิ้นงานก่อน และจะมีฟองอากาศเพิ่มมากขึ้นเมื่อเวลาที่ใช้ในการอบเพิ่มขึ้น หากสภาวะในการอบรุนแรงมาก ตัวอย่างก็จะไหม้และมีฟองอากาศมากเป็นที่สังเกตว่าการไหม้ก็จะเริ่มเกิดขึ้นในส่วนกลางชิ้นงาน จะเลือกเอาบริเวณกลางชิ้นงานหรือส่วนใกล้เคียงที่มีลักษณะดี คือ ไม่มีฟองอากาศและไม่ไหม้ นำไปวิเคราะห์ด้วยเครื่อง DSC การวางเรซินในเตาไมโครเวฟ จะวางในบริเวณจุดศูนย์กลางของจานหมุน

รูปที่ 3.5 และ 3.6 แสดงปริมาณการเกิดปฏิกิริยา (conversion) ของอีพ็อกซีเรซินภายใต้การอบด้วยเตาไมโครเวฟที่สภาวะต่างๆ ของเรซินทุกสูตร พบว่าเรซินส่วนใหญ่จะเกิดปฏิกิริยามากกว่า 90% ปริมาณการเกิดปฏิกิริยาภายในเตาไมโครเวฟคำนวณได้จากการเปรียบเทียบค่าปริมาณความร้อนที่คายออกมา (heat of reaction, ΔH) ของตัวอย่างที่อบด้วยเตาไมโครเวฟเทียบกับตัวอย่างที่เรียกว่า fresh sample และเขียนเป็นสูตรดังนี้

$$\text{Conversion (\%)} = 100 - \frac{[(\Delta H_{\text{microwave cured sample}}) \times 100]}{\Delta H_{\text{fresh sample}}} \quad (3.2)$$

รูปที่ 3.7 และรูปที่ 3.8 แสดงค่าอุณหภูมิของชิ้นตัวอย่างที่วัดได้ทันทีที่อบแล้วเสร็จเมื่อใช้ระดับกำลังที่ 2 และ 3 ตามลำดับ อุณหภูมิที่วัดได้เมื่อใช้ระดับกำลัง 2 (รูปที่ 3.7) มีแนวโน้มลดลงเมื่อใช้เวลานานขึ้น ในขณะที่อุณหภูมิที่วัดได้ในรูปที่ 3.8 เมื่อใช้ระดับกำลัง 3 มีแนวโน้มคงที่ อุณหภูมิที่ลดลงเมื่อเวลาอบนานขึ้นนั้น น่าจะเกิดจากการที่เรซินเกิดปฏิกิริยาไปแล้วและอาจเป็นข้อผิดพลาดในการวัด (experimental error) เพราะข้อควรระวังในการใช้เทอร์โมมิเตอร์แบบอินฟราเรดคือระยะโฟกัส เนื่องจากเบ้าเทฟลอนที่ใช้ในการอบมีขนาดเล็กเมื่อเทียบกับช่องใส่ตัวอย่างของเตาไมโครเวฟ ซึ่งอาจเป็นขนาดที่ไม่เหมาะสมที่จะได้รับคลื่นไมโครเวฟกระจายทั่วชิ้นงาน ทำให้ปริมาณการเกิดปฏิกิริยาที่วิเคราะห์ได้มีข้อผิดพลาดเล็กน้อย แต่คิดว่าเป็นข้อผิดพลาดที่ยอมรับได้ อย่างไรก็ตามการทดลองตอนนี้เป็นการศึกษาตรวจสอบความสามารถในการอบอีพ็อกซีเรซินด้วยเตาไมโครเวฟรุ่นนี้ จึงใช้ปริมาณเรซินไม่มากนัก เป็นการประหยัตรีเรซินและเทฟลอน เมื่อจะทำการเตรียมชิ้นงานสำหรับการทดสอบสมบัติเชิงกล จะเตรียมชิ้นงานขนาดใหญ่ซึ่งจะมีพื้นที่ในการรับคลื่นไมโครเวฟมากขึ้นและสม่ำเสมอทั่วทั้งชิ้นงาน

ในการทดลองเบื้องต้นใช้ระดับกำลังวัตต์สูงและเวลาสั้นๆ เช่น ระดับ 5 ในเวลา 2 นาที ปรากฏว่าชิ้นงานไหม้หรือมีฟองอากาศมาก จึงทำการลดระดับกำลังวัตต์และเพิ่มระยะเวลาในการอบให้นานขึ้น จึงจะได้ชิ้นงานที่มีลักษณะดีขึ้น ซึ่งสอดคล้องกับผลการวิจัยของนักวิจัยอื่นๆที่ใช้เวลาอบนานขึ้น เนื่องจากงานวิจัยนี้ใช้เตาไมโครเวฟที่ใช้ในครัวเรือน ซึ่งต่างจากงานวิจัยของนักวิจัยอื่นๆที่ประดิษฐ์เตาไมโครเวฟขึ้นมาเอง ทำให้การเปรียบเทียบ

² ปริมาณที่ระบุเป็น % และ phr นี้มีความหมายเดียวกันคือ เป็นปริมาณที่เทียบกับอีพ็อกซี 100 ส่วนโดยน้ำหนัก เช่น อีพ็อกซี 100 g ใช้สารทำให้แข็ง 80 g และตัวเร่งปฏิกิริยา 1 g

เทียบผลการทดลองเป็นไปได้อันดับหนึ่งเท่านั้น อย่างไรก็ตาม เตาไมโครเวฟที่ใช้จะมีระยะเวลาในการปล่อยไมโครเวฟออกมาเป็นช่วงๆ ขึ้นอยู่กับระดับกำลังที่ใช้ เช่น ที่ระดับกำลังเท่ากับ 2 จะปล่อยไมโครเวฟออกมาเป็นเวลาเพียง 18% ของระยะเวลาที่กำหนดให้เตาไมโครเวฟทำงาน คือ ในเวลา 17 วินาที เตาไมโครเวฟจะปล่อยคลื่นออกมาเพียง 3 วินาที และที่ระดับกำลังเท่ากับ 3 จะปล่อยไมโครเวฟออกมาเป็นเวลาเพียง 29% ของระยะเวลาที่กำหนดให้เตาไมโครเวฟทำงาน คือ ในเวลา 17 วินาที เตาไมโครเวฟจะปล่อยคลื่นออกมาเพียง 5 วินาที ดังนั้นอาจกล่าวได้ว่าการทดลองที่ใช้เวลา 16 นาที นั้น แท้จริงจะใช้ระยะเวลาในการให้ความร้อนจากไมโครเวฟเพียง 2.88 นาที และ 4.64 นาที เมื่อใช้ระดับกำลังที่ 2 และ 3 ตามลำดับ จะเห็นว่าเวลาที่ใช้ในการรอบด้วยเตาไมโครเวฟนี้สั้นมากเมื่อเปรียบเทียบกับรอบด้วยตู้อบความร้อนที่ต้องใช้เวลาถึง 15 นาที ที่ 150°C ถึงแม้ว่าระดับกำลัง 2 จะให้ปริมาณการเกิดปฏิกิริยาก่อนข้างสูง (95%) ในหลายสูตร แต่เมื่อเทียบกับการใช้ระดับกำลัง 3 จะพบว่าที่ระดับกำลัง 3 นั้น ปริมาณการเกิดปฏิกิริยามีค่าตั้งแต่ 95% ขึ้นไป ผลการทดลองของ IV/3 ที่เวลา 2 นาที ในรูปที่ 3.6 มีค่าก่อนข้างต่ำ (90%) อาจจะเป็นข้อผิดพลาดในการทดลอง ขอให้สังเกตว่าผลการทดลองนี้จะไม่สอดคล้องกับผลการทดลองต่อมา ที่ใช้ขนาดเบ้าเทฟลอนขนาดใหญ่ ในขณะที่ผลการทดลองนี้แสดงให้เห็นว่า ที่ระดับกำลัง 2 สามารถทำให้อีพอกซีแข็งตัวได้ คือเกิดปฏิกิริยาเคมี ถ้าใช้เบ้าเทฟลอนที่มีขนาดเส้นผ่าศูนย์กลาง 17 – 20 mm และให้ชั้นงานมีความหนา 1 – 3 mm จะไม่สามารถใช้ระดับกำลัง 2 ได้เลย ถึงแม้ว่าจะใช้เวลาถึง 25 นาที อีพอกซีจะไม่เป็นของแข็ง อย่างไรก็ตาม ในการทดลองต่อมา ทำให้ทราบว่าไมโครเวฟเหมาะกับตัวอย่างที่มีขนาดค่อนข้างหนามากกว่าตัวอย่างที่ค่อนข้างบาง และตัวอย่างขนาดเล็กเกินไป เช่น เส้นผ่าศูนย์กลาง 1 cm ไม่เหมาะที่จะใช้กับเตาไมโครเวฟรุ่นนี้ในโครงการวิจัยนี้

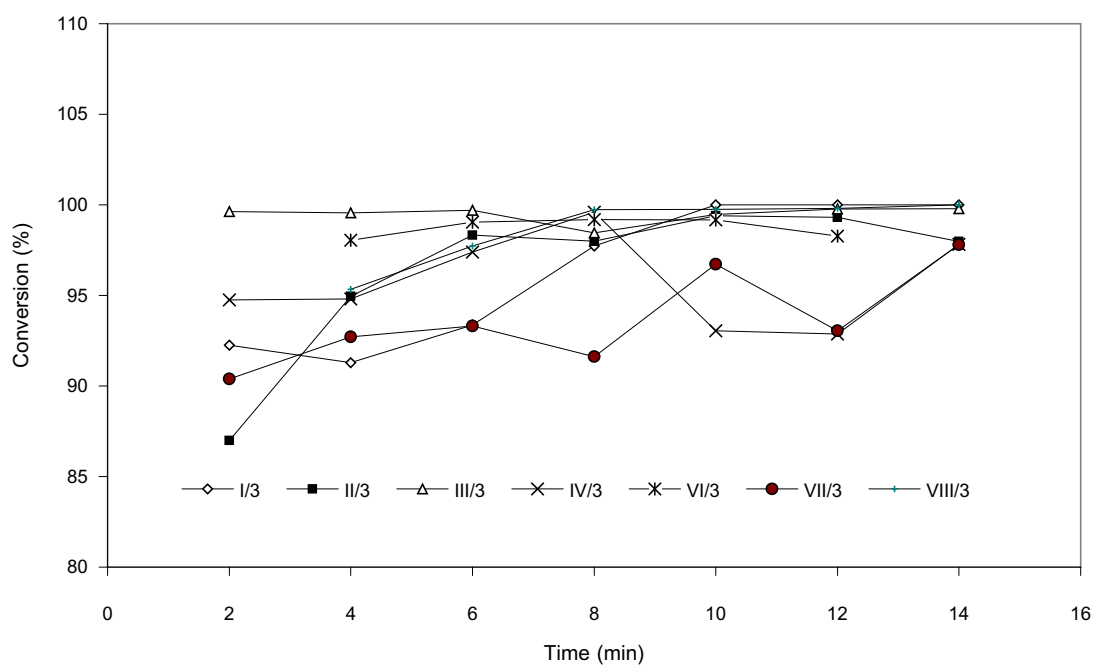
ได้มีรายงานการวิจัยที่แสดงอุณหภูมิของตัวอย่างหลังการรอบด้วยเตาไมโครเวฟ มีความสัมพันธ์กับระยะเวลาในการอบเป็นรูปประจักษ์ว่า แต่ผลการทดลองในโครงการวิจัยนี้ต่างจากรายงานดังกล่าว คือ อุณหภูมิที่วัดได้มีค่าลดลงตามเวลาเมื่อใช้ระดับกำลัง 2 และมีแนวโน้มคงที่เมื่อใช้ระดับกำลัง 3 อุณหภูมิที่วัดได้นี้ไม่แสดงความสัมพันธ์กับปริมาณปฏิกิริยาที่เกิดขึ้นอย่างชัดเจน แต่มีแนวโน้มว่าการใช้ระดับกำลังสูงกว่า จะทำให้เกิดปฏิกิริยามากกว่าและตัวอย่างมีอุณหภูมิสูงกว่า นอกจากนี้ อุณหภูมิที่วัดได้นี้ไม่สอดคล้องกับ peak temperature ของ fresh sample ที่วิเคราะห์ด้วยเครื่อง DSC (รูปที่ 3.3) อุณหภูมิที่วัดได้ทั้งในรูปที่ 3.7 และ 3.8 มีค่าต่ำกว่า peak temperature ของ fresh sample ซึ่งส่วนใหญ่มีอุณหภูมิสูงกว่า 160°C สันนิษฐานว่าอุณหภูมิที่วัดได้นี้น่าจะเป็นความร้อนที่คายออกมาจากการเกิดปฏิกิริยา และการเกิดปฏิกิริยาน่าจะเกิดได้เร็วภายในเวลาที่อบ 2 – 4 นาที (ดูปริมาณการเกิดปฏิกิริยาที่มีแนวโน้มคงที่เมื่อเวลาในการอบเพิ่มขึ้นดังแสดงในรูปที่ 3.5 และ 3.6) เมื่อให้เวลานานการอบนานขึ้นทำให้ชิ้นตัวอย่างที่เกิดปฏิกิริยาแล้วมีเวลาในการถ่ายเทความร้อนนานขึ้น ดังนั้น อุณหภูมิที่วัดได้ในระดับกำลัง 2 จึงมีค่าลดลงตามเวลาที่เพิ่มขึ้น การใช้ระดับกำลังสูงกว่า หมายถึงการใช้กำลังวัตต์หรือพลังงานสูงกว่า ส่งผลให้เกิดปฏิกิริยามากกว่าและมีความร้อนคายออกมามากกว่า ดังนั้น อุณหภูมิที่วัดได้ในระดับกำลัง 3 จึงมีค่าสูงกว่า

สรุปผลการทดลอง

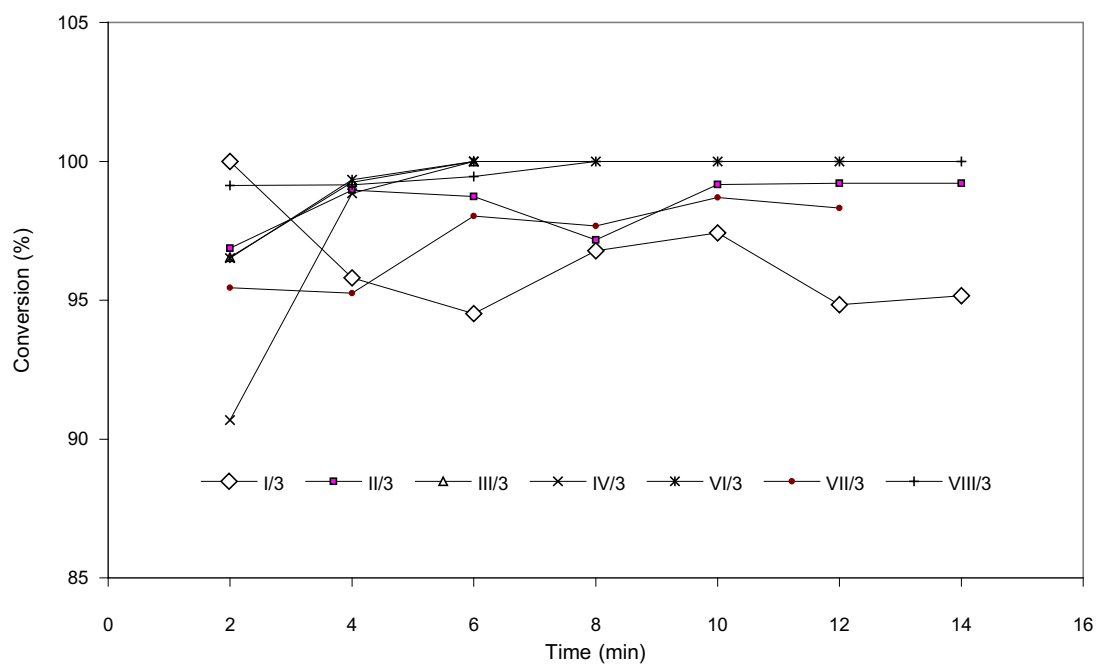
1. อีพอกซีเรซินทุกสูตรของโครงการวิจัยนี้สามารถรอบด้วยเตาอบไมโครเวฟที่ใช้ในครัวเรือนได้และสามารถทำให้เกิดปฏิกิริยาเชื่อมโยงโมเลกุลได้สมบูรณ์
2. การรอบด้วยเตาไมโครเวฟจะใช้เวลาน้อยกว่าการรอบด้วยตู้อบความร้อน
3. การรอบด้วยเตาไมโครเวฟควรใช้ระดับกำลังก่อนข้างต่ำและเวลานาน

ตารางที่ 3.9 ลักษณะทางกายภาพของตัวอย่างที่อบด้วยเตาไมโครเวฟที่สภาวะต่างๆ

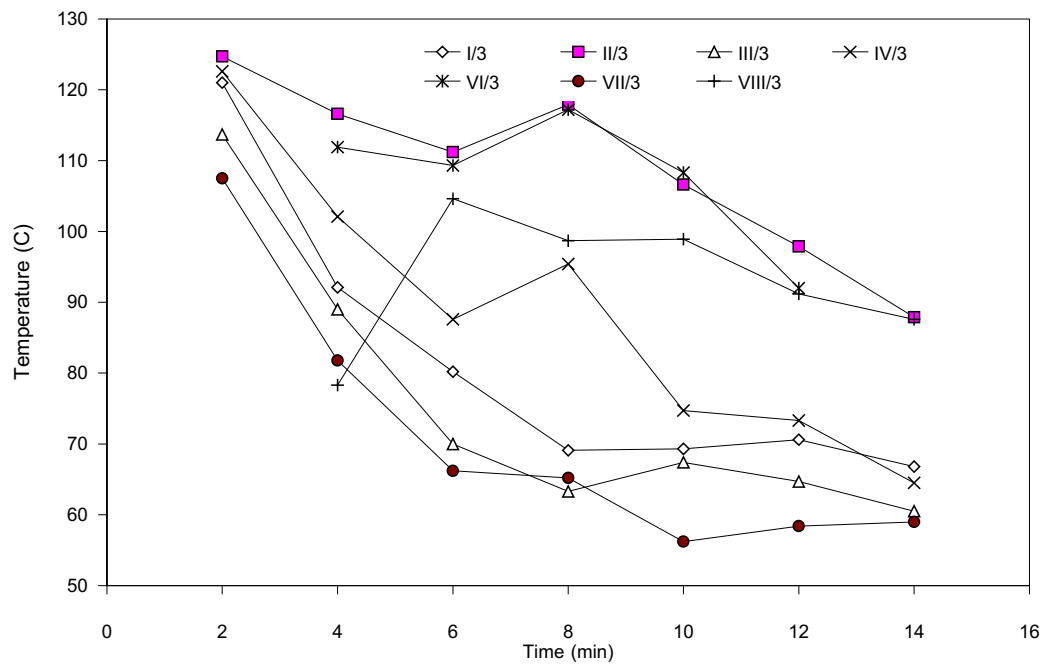
	I/3	II/3	III/3	IV/3	VI/3	VII/3	VIII/3
Level 2	ดี	ดี	ดี	ดี	เหมือนเยลลี่	ดี	เหมือนเยลลี่
2 min	ดี	ดี	ดี	ดี	ดี	ดี	ดี
4 min	ดี	ดี	ดี	ดี	ดี	ดี	ดี
6 min	ดี	ดี	ดี	ดี	ดี	ดี	ดี
8 min	ดี	ดี	ดี	ดี	ดี	ดี	ดี
10 min	ดี	ดี	ดี	ดี	ดี	ดี	ดี
12 min	ดี	ดี	ดี	ดี	ดี	ดี	ดี
14 min	ดี	ดี	ดี	ดี	ดี	ดี	ดี
Level 3	ดี	ดี	มีฟองอากาศ	มีฟองอากาศ	ดี	ดี	ดี
2 min	ดี	ดี	มีฟองอากาศ	มีฟองอากาศ	มีฟองอากาศ	ดี	ดี
4 min	ดี	ดี	มีฟองอากาศ	มีฟองอากาศ	มีฟองอากาศ	ดี	ดี
6 min	มีฟองอากาศ	มีฟองอากาศ	มีฟองอากาศ	มีฟองอากาศ	มีฟองอากาศ	ดี	ดี
8 min	มีฟองอากาศ	มีฟองอากาศ	-	-	-	ดี	มีฟองอากาศ
10 min	มีฟองอากาศ	มีฟองอากาศ	-	-	-	มีฟองอากาศ	มีฟองอากาศ
12 min	มีฟองอากาศ	มีฟองอากาศ	-	-	-	มีฟองอากาศ	มีฟองอากาศ
14 min	มีฟองอากาศ	ไม่มี	-	-	-	มีฟองอากาศ	มีฟองอากาศ
Level 4	-	ดี	มีฟองอากาศ	ไม่มี	มีฟองอากาศ	มีฟองอากาศ	มีฟองอากาศ
2 min	-	มีฟองอากาศ	มีฟองอากาศ	ไม่มี	มีฟองอากาศ	มีฟองอากาศ	มีฟองอากาศ
4 min	-	-	ไม่มี	ไม่มี	-	มีฟองอากาศ	มีฟองอากาศ
6 min	-	-	ไม่มี	ไม่มี	-	มีฟองอากาศ	มีฟองอากาศ
Level 5	-	ไม่มี	ไม่มี	-	มีฟองอากาศ	ไม่มี	มีฟองอากาศ
2 min	-	-	-	-	-	-	มีฟองอากาศ
4 min	-	-	-	-	-	-	มีฟองอากาศ



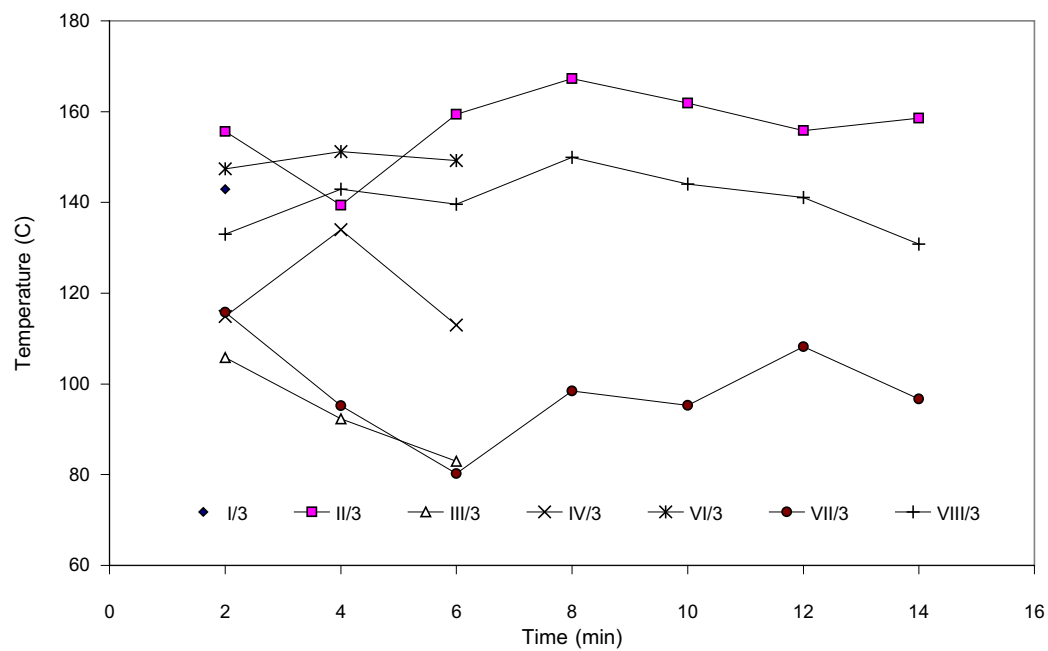
รูปที่ 3.5 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างปริมาณการเกิดปฏิกิริยาและระยะเวลาในการอบตัวอย่างด้วยเตาไมโครเวฟภายใต้ระดับกำลัง 2



รูปที่ 3.6 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างปริมาณการเกิดปฏิกิริยาและระยะเวลาในการอบตัวอย่างด้วยเตาไมโครเวฟภายใต้ระดับกำลัง 3



รูปที่ 3.7 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างอุณหภูมิของชิ้นงานภายหลังการอบและระยะเวลาในการอบตัวอย่างด้วยเตาไมโครเวฟภายใต้ระดับกำลัง 2



รูปที่ 3.8 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างอุณหภูมิของชิ้นงานภายหลังการอบและระยะเวลาในการอบตัวอย่างด้วยเตาไมโครเวฟภายใต้ระดับกำลัง 3

3.2 อีพ็อกซีเรซินอบด้วยคลื่นไมโครเวฟสำหรับขึ้นตัวอย่างบาง

3.2.1 สมบัติเชิงกล

เตรียมอีพ็อกซีเรซินสูตรต่างๆ (I – VIII) ที่มีสารทำให้แข็ง 80 phr โดยเติมตัวเร่งปฏิกิริยา 1% และ 4% การใช้เตาไมโครเวฟนี้จะใช้งานประมาณ 1 ชั่วโมง แล้วหยุดพักประมาณ 30 นาที เนื่องจากเตาจะร้อนมากและจากการทดลองพบว่าเมื่อเกิดการเกิดปฏิกิริยาของเรซิน ตัวอย่างที่ได้จากการอบด้วยเตาไมโครเวฟจะมีผิวหน้าเป็นคลื่นวงกลม เนื่องจากการหมุนของจานรอง จึงต้องขัดผิวหน้าให้เรียบ ทำให้ความหนาของชิ้นงานมีขนาดลดลง จากความหนาเดิม 1.4 mm ลดลงเป็น 1 mm หรือน้อยกว่า ได้ทำการทดลองเพิ่มความหนาของตัวอย่างให้หนากว่า 1.4 mm แต่ไม่เป็นผลสำเร็จ เนื่องจากการใส่เรซินลงในเบ้าเทฟลอนมากขึ้น จะทำให้เกิดคลื่นที่ผิวหน้ามากขึ้นและถูกเหวี่ยงล้นออกมานอกเบ้า ข้อจำกัดนี้เกิดขึ้นเพราะเบ้าเทฟลอนที่ใช้มีความลึกเพียง 4 mm หากทำให้ลึกมากกว่านี้ เช่น 6 - 8 mm จะต้องใช้แผ่นเทฟลอนที่หนากว่านี้มาก แผ่นเทฟลอนที่นำมาใช้เป็นแม่พิมพ์มีความหนาเพียง 1 cm จึงจะเสกได้เพียง 4 mm เพื่อให้แม่พิมพ์มีความหนาที่ฐาน 6 mm และรักษาความแข็งแรงของฐานนี้ไว้ ถึงแม้ว่าเทฟลอนจะดูดซับพลังงานไมโครเวฟได้น้อย แต่ปฏิกิริยาการเชื่อมโยงโมเลกุลของอีพ็อกซี เป็นปฏิกิริยาคายความร้อนและมีความร้อนออกมามาก เชื่อว่าอุณหภูมิที่เกิดขึ้นมีค่าไม่น้อยกว่า 150 °C ในการใช้เตาไมโครเวฟ 1 ชั่วโมง จะทำการอบเรซินได้ประมาณ 4 ครั้ง ดังนั้นเบ้าเทฟลอนจะเริ่มนิ่มและแอ่นขึ้นจนมาบริเวณส่วนกลาง จึงเป็นสาเหตุหลักที่ทำให้ไม่สามารถจะเสกเกิน 4 mm ได้ ตัวอย่างที่ได้จากการอบด้วยตู้อบมีผิวหน้าเรียบไม่มีการขัด การกลึงชิ้นงานเป็นรูปต้มเบลล์ การตัดชิ้นงานเป็นรูปสี่เหลี่ยมและการบากรูปตัววี ต้องใช้ความระมัดระวังและขึ้นอยู่กับทักษะของผู้ทำ เนื่องจากชิ้นตัวอย่างอีพ็อกซีเปราะมากๆ มักจะเกิดการแตกหัก ทำให้เสียเวลาในการเตรียมชิ้นงานในขั้นตอนนี้มาก

เบ้าเทฟลอนที่กล่าวในหัวข้อ 3.1.3 มีขนาดเส้นผ่าศูนย์กลาง 3 mm ปริมาณเรซินที่ใช้ประมาณ 1.5 กรัม ชิ้นตัวอย่างมีขนาดหนาประมาณ 2 mm สภาวะการอบที่เหมาะสมคือระดับกำลัง 2 เวลา 4-14 นาที เมื่อใช้ระดับกำลัง 3 ชิ้นงานมีฟองอากาศและเริ่มไหม้ถ้าใช้เวลาเพิ่มขึ้น ไม่สามารถใช้ระดับกำลัง 4 ได้ เพราะชิ้นงานไหม้ จากการทดลองต่อมาพบว่าสภาวะการอบเรซินขึ้นอยู่กับปริมาณหรือขนาดของเรซินด้วย เมื่อทำการอบเรซินที่มีปริมาณมากขึ้น จะต้องใช้สภาวะที่รุนแรงขึ้นดังเช่นการทดลองนี้ที่ใช้เรซินประมาณ 57 กรัม ความหนาของชิ้นงานในการทดลองตอนนี้ประมาณ 1 – 1.4 mm

เนื่องจากการทดลองนี้ต้องการใช้ชิ้นทดสอบที่มีขนาดตามมาตรฐาน ASTM จึงต้องเตรียมแม่พิมพ์ที่มีขนาดใหญ่ จำเป็นต้องหาสภาวะการอบที่เหมาะสมใหม่ พบว่าจำเป็นต้องใช้ระดับกำลังของเตาไมโครเวฟอยู่ในช่วง 3 และ 4 ในเวลา 10 - 14 นาที จึงจะได้ชิ้นงานที่ดี ที่ระดับกำลัง 5 จะเกิดการไหม้บริเวณกลางชิ้นงาน การเตรียมชิ้นงานในแต่ละสูตรจะเลือกใช้สภาวะที่ดีที่สุดสำหรับสูตรนั้นๆ ไม่จำเป็นต้องกำหนดใช้สภาวะเดียวกัน เรซินที่อบด้วยระดับกำลัง 2 ไม่แข็งตัวถึงแม้จะเพิ่มเวลาเป็น 20 นาที เป้าหมายในการทดลองนี้ต้องการใช้เวลาในการอบไม่เกิน 15 นาที เพราะเวลาที่ใช้ในการอบผลิตภัณฑ์ในโรงงานจะใช้เวลา 15 นาที ที่อุณหภูมิ 150°C แต่มีการทดลองใช้เวลาอบ 20 นาที ด้วยเพื่อเปรียบเทียบสมบัติเชิงกล ระดับกำลังและเวลาที่ใช้ในการอบด้วยเตาไมโครเวฟของอีพ็อกซีเรซินสูตรต่างๆแสดงในตารางที่ 3.10 ส่วนการอบด้วยตู้อบนั้น การเซตตัวของเรซินขึ้นอยู่กับปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยาและขนาดของชิ้นงาน จากการทดลองพบว่าเรซินที่มีตัวเร่งปฏิกิริยา 1% ไม่แข็งตัวสมบูรณ์เมื่ออบด้วยตู้อบใช้เวลา 15 นาที ที่อุณหภูมิ 150°C ต้องใช้เวลา 20 นาที จึงจะแข็งตัวดี ในทางตรงกันข้าม หากตัวอย่างมีขนาดเล็กๆ เช่น เส้นผ่าศูนย์กลาง 1 นิ้ว หนา 2 mm จะแข็งตัวได้ดีเมื่อใช้เวลา 15 นาที

การทดสอบสมบัติเชิงกลนี้มีการเปรียบเทียบเรซินที่อบด้วยตู้อบที่อุณหภูมิ 150°C โดยใช้เวลาในการอบที่ 14 นาที และ 20 นาที สำหรับเรซินที่มีตัวเร่งปฏิกิริยา 4% และ 1% ตามลำดับ กับเรซินที่อบด้วยเตาไมโครเวฟตามตารางที่ 3.10 ผลการทดสอบ tensile properties แสดงในตารางที่ 3.11 – 3.14 ผลการทดสอบ flexural properties

แสดงในตารางที่ 3.15 – 3.18 และผลการทดสอบ impact strength แสดงในตารางที่ 3.19 – 3.21 ค่า flexural elasticity ที่ได้จากการทดสอบแบบ 3-point bending แสดงผลในรูป modulus

ตารางที่ 3.10 สูตรเรซินและสภาวะการอบด้วยเตาไมโครเวฟ

Resin	Hardener	Accelerator	Level	Time (min)
I	MTHPA1	Unknown	4	10, 14, 20
II	MHHPA	1%, 4% DMP	4	10, 14, 20
III	MHHPA	1%, 4% EMI	3	10, 14, 20
IV	MHHPA	1%, 4% BDMA	3	10, 14, 20
VI	MTHPA2	1%, 4% DMP	4	10, 14, 20
VII	MTHPA2	1%, 4% EMI	3	10, 14, 20
VIII	MTHPA2	1%, 4% BDMA	4	10, 14, 20

ตารางที่ 3.11 Tensile properties ของเรซินที่อบด้วยตู้อบที่อุณหภูมิ 150°C เป็นเวลา 14 นาที เรซินผสมตัวเร่งปฏิกิริยา 4%

Resin	E (GPa)	σ_b (MPa)	ϵ_b (%)
I	1.07 ± 0.20	55.17 ± 8.31	4.96 ± 2.07
II	1.05 ± 0.10	37.53 ± 8.33	3.62 ± 0.82
III	1.13 ± 0.15	81.37 ± 10.49	7.27 ± 2.2
IV	1.28 ± 0.33	99.46 ± 6.22	8.92 ± 1.39
VI	1.08 ± 0.08	76.23 ± 13	5.13 ± 1.09
VII	1.02 ± 0.19	56.18 ± 9.54	6.03 ± 2.37
VIII	1.08 ± 0.25	65.60 ± 11.83	7.37 ± 2.5

ตารางที่ 3.12 Tensile properties ของเรซินที่อบด้วยตู้อบที่อุณหภูมิ 150°C เป็นเวลา 20 นาที เรซินผสมตัวเร่งปฏิกิริยา 1%

Resin	E (GPa)	σ_b (MPa)	ϵ_b (%)
I	1.22 ± 0.22	70.86 ± 2.14	9.7 ± 1.34
II	0.79 ± 0.23	33.09 ± 9.6	4.33 ± 1.18
III	0.68 ± 0.05	48.32 ± 2.76	5.5 ± 1.5
IV	1.08 ± 0.10	36.01 ± 7.49	4.37 ± 1.46
VI	0.75 ± 0.13	54.97 ± 11.65	5.50 ± 1.18
VII	0.73 ± 0.10	47.37 ± 9.91	5.77 ± 1.08
VIII	1.05 ± 0.07	54.27 ± 9.29	6.41 ± 2.05

ตารางที่ 3.13 Tensile properties ของเรซินที่อบด้วยเตาไมโครเวฟ เรซินผสมตัวเร่งปฏิกิริยา 4% ยกเว้นสูตร I

Resin	Level	Time (min)	E (GPa)	σ_b (MPa)	ϵ_b (%)
I	4	10	1.17 ± 0.12	57.32 ± 7.95	5.46 ± 0.90
		14	0.92 ± 0.21	61.03 ± 11.86	5.58 ± 0.82
		20	1.17 ± 0.06	49.64 ± 7.17	4.97 ± 0.8
II	4	10	0.98 ± 0.09	45.76 ± 8.33	4.83 ± 0.96
		14	1.02 ± 0.05	63.95 ± 12.10	6.81 ± 1.65
		20	1.1 ± 0.06	43.64 ± 5.09	4.47 ± 0.41
III	3	10	0.93 ± 0.04	33.68 ± 5.49	4.31 ± 0.7
		14	0.84 ± 0.07	41.68 ± 7.64	5.05 ± 1.02
		20	1.14 ± 0.13	43.42 ± 5.01	4.35 ± 0.64
IV	3	10	0.90 ± 0.10	53.68 ± 2.68	5.96 ± 0.55
		14	0.98 ± 0.12	48.62 ± 8.78	5.27 ± 0.45
		20	1.13 ± 0.16	42.64 ± 5.81	4.53 ± 0.48
VI	4	10	0.96 ± 0.09	48.16 ± 7.62	5.17 ± 0.64
		14	1.05 ± 0.08	52.46 ± 15.07	7.32 ± 1.53
		20	1.11 ± 0.17	43.23 ± 9.91	4.31 ± 0.62
VII	3	10	0.99 ± 0.18	56.56 ± 16.07	5.79 ± 1.55
		14	0.99 ± 0.11	43.23 ± 9.91	4.13 ± 0.18
		20	1.09 ± 0.07	49.48 ± 7.22	5.24 ± 1.02
VIII	4	10	1.22 ± 0.08	60.98 ± 5.28	5.42 ± 0.48
		14	1.05 ± 0.06	61.45 ± 4.09	6.28 ± 0.65
		20	1.29 ± 0.13	48.25 ± 4.09	4.57 ± 1.71

ตารางที่ 3.14 Tensile properties ของเรซินที่อบด้วยเตาไมโครเวฟ เรซินผสมตัวเร่งปฏิกิริยา 1% ยกเว้นสูตร I

Resin	Level	Time (min)	E (GPa)	σ_b (MPa)	ϵ_b (%)
I	4	10	1.17 ± 0.12	57.32 ± 8.31	5.46 ± 0.91
		14	0.92 ± 0.21	61.03 ± 11.86	5.58 ± 0.82
II	4	10	1.04 ± 0.10	57.91 ± 7.17	5.80 ± 0.68
		14	1.12 ± 0.03	50.29 ± 5.30	4.96 ± 0.38
III	3	14	0.91 ± 0.08	59.61 ± 8.01	7.29 ± 1.86
IV	3	14	1.29 ± 0.14	39.30 ± 4.60	3.46 ± 0.49
VI	4	10	0.25 ± 0.05	40.43 ± 12.09	4.10 ± 0.39
		14	0.99 ± 0.12	49.24 ± 10.52	5.33 ± 0.81
VII	3	14	1.13 ± 0.06	70.78 ± 7.12	9.26 ± 3.30
VIII	4	10	1.13 ± 0.12	49.48 ± 3.29	4.18 ± 0.34
		14	1.35 ± 0.11	54.23 ± 8.83	4.41 ± 0.82

ตารางที่ 3.15 Flexural properties ของเรซินที่อบด้วยตู้อบที่อุณหภูมิ 150°C เป็นเวลา 14 นาที เรซินผสมตัวเร่งปฏิกิริยา 4% ยกเว้นสูตร I

Resin	E (GPa)	σ_b (MPa)	ϵ_b (%)
I	3.25 ± 0.50	121 ± 21	6.48 ± 1.79
II	2.95 ± 0.81	64 ± 23	2.3 ± 0.68
III	3.31 ± 0.10	128 ± 9	7.15 ± 1.99
IV	3.19 ± 0.60	119 ± 18	6.01 ± 2.16
VI	3.43 ± 0.25	125 ± 23	6.37 ± 2.00
VII	3.57 ± 0.38	133 ± 14	7.77 ± 2.44
VIII	2.84 ± 1.47	108 ± 40	7.49 ± 2.65

ตารางที่ 3.16 Flexural properties ของเรซินที่อบด้วยตู้อบที่อุณหภูมิ 150°C เป็นเวลา 20 นาที เรซินผสมตัวเร่งปฏิกิริยา 1% ยกเว้นสูตร I

Resin	E (GPa)	σ_b (MPa)	ϵ_b (%)
I	2.61 ± 1.7	107 ± 5	8.24 ± 1.17
II	3.70 ± 0.4	111 ± 32	3.39 ± 1.24
III	3.32 ± 0.31	129 ± 24	5.97 ± 1.61
IV	3.62 ± 0.62	72 ± 19	2.14 ± 0.50
VI	4.24 ± 0.26	115 ± 28	3.12 ± 1.39
VII	3.33 ± 0.15	132 ± 6	6.70 ± 0.92
VIII	6.77 ± 1.39	130 ± 30	10.97 ± 0.33

ตารางที่ 3.17 Flexural properties ของเรซินที่อบด้วยเตาไมโครเวฟ เรซินผสมตัวเร่งปฏิกิริยา 4% ยกเว้นสูตร I

Resin	Level	Time (min)	E (GPa)	σ_b (MPa)	ϵ_b (%)
I	4	10	3.22 ± 0.26	122 ± 23	6.62 ± 1.91
		14	3.11 ± 0.41	96 ± 19	4.88 ± 3.03
		20	2.77 ± 0.68	75 ± 26	3.60 ± 2.68
II	4	10	2.91 ± 0.32	102 ± 34	4.79 ± 2.50
		14	3.28 ± 0.73	103 ± 62	4.29 ± 2.9
		20	3.62 ± 0.52	85 ± 35	2.84 ± 1.87
III	3	10	2.34 ± 0.27	116 ± 13	8.3 ± 1.61
		14	3.21 ± 0.80	128 ± 40	5.67 ± 2.05
		20	2.11 ± 0.46	59 ± 13	2.93 ± 0.66
IV	3	10	3.09 ± 0.27	120 ± 18	5.66 ± 2.31
		14	2.85 ± 0.34	95 ± 35	4.59 ± 2.78
		20	2.17 ± 0.54	48 ± 10	2.41 ± 0.21
VI	4	10	3.23 ± 0.37	123 ± 27	5.5 ± 1.94
		14	3.25 ± 0.43	117 ± 32	5.17 ± 2.22
		20	3.95 ± 1.64	85 ± 24	2.88 ± 1.96
VII	3	10	2.77 ± 0.59	123 ± 16	8.52 ± 1.46
		14	3.18 ± 0.33	118 ± 24	5.01 ± 1.82
		20	2.32 ± 0.55	95 ± 30	7.9 ± 3.58
VIII	4	10	2.97 ± 0.47	92 ± 19	4.05 ± 2.23
		14	3.14 ± 0.40	110 ± 24	4.87 ± 2.14
		20	2.67 ± 0.47	115 ± 18	8.46 ± 0.71

ตารางที่ 3.18 Flexural properties ของเรซินที่อบด้วยเตาไมโครเวฟ เรซินผสมตัวเร่งปฏิกิริยา 1% ยกเว้นสูตร

Resin	Level	Time (min)	E (GPa)	σ_b (MPa)	ϵ_b (%)
I	4	14	3.11 ± 0.41	96 ± 19	4.88 ± 3.03
		20	2.72 ± 0.68	75 ± 26	3.6 ± 2.68
II	4	14	3.48 ± 0.15	85 ± 19	2.50 ± 0.60
		20	3.62 ± 0.52	85 ± 35	2.84 ± 1.87
III	3	14	2.75 ± 1.24	112 ± 48	5.78 ± 2.89
		20	2.11 ± 0.46	59 ± 13	2.93 ± 0.66
IV	3	14	3.15 ± 0.24	74 ± 18	2.38 ± 0.43
		20	2.17 ± 0.54	48 ± 9	2.41 ± 0.21
VI	4	10	3.58 ± 0.38	115 ± 32	3.38 ± 0.58
		14	3.70 ± 0.35	85 ± 16	2.36 ± 0.37
		20	3.95 ± 1.64	85 ± 24	2.88 ± 1.96
VII	3	14	3.47 ± 0.45	105 ± 34	3.68 ± 1.85
		20	2.32 ± 0.55	95 ± 30	7.9 ± 3.58
VIII	4	14	3.20 ± 0.30	50 ± 13	3.36 ± 1.31
		20	2.67 ± 0.47	115 ± 18	8.46 ± 0.71

ตารางที่ 3.19 Impact strength (kJ/m^2) ของเรซินที่อบด้วยตู้อบที่อุณหภูมิ 150°C

Resin	Cure time 14 min (4% accelerator)	Cure time 20 min (1% accelerator)
I*	1.80 ± 0.07	3.84 ± 0.83
II	0.49 ± 0.24	2.63 ± 0.88
III	1.65 ± 0.49	0.41 ± 0.18
IV	0.53 ± 0.27	1.21 ± 0.44
VI	2.56 ± 0.82	2.32 ± 0.55
VII	1.93 ± 0.48	1.88 ± 0.28
VIII	2.15 ± 0.60	2.24 ± 0.21

(*ไม่ทราบชนิดและปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยา)

ตารางที่ 3.20 Impact strength ของเรซินที่อบด้วยเตาไมโครเวฟ เรซินผสมตัวเร่งปฏิกิริยา 4% ยกเว้นสูตร I

Resin	Level	Time (min)	Impact strength (kJ/m ²)
I	4	10	1.80 ± 0.46
		14	0.89 ± 0.11
		20	2.04 ± 3.06
II	4	10	1.37 ± 0.60
		14	1.15 ± 0.37
		20	0.77 ± 0.2
III	3	10	1.28 ± 0.63
		14	2.27 ± 0.50
		20	0.72 ± 0.28
IV	3	10	1.04 ± 0.31
		14	1.45 ± 0.35
		20	1.07 ± 0.58
VI	4	10	1.23 ± 0.49
		14	1.81 ± 0.60
		20	0.96 ± 0.24
VII	3	10	0.87 ± 0.16
		14	1.39 ± 0.50
		20	1.97 ± 0.6
VIII	4	10	1.84 ± 0.60
		14	1.06 ± 0.25
		20	2.04 ± 0.36

ตารางที่ 3.21 Impact strength ของเรซินที่อบด้วยเตาไมโครเวฟ เรซินผสมตัวเร่งปฏิกิริยา 1% ยกเว้นสูตร I

Resin	Level	Time (min)	Impact strength (kJ/m ²)
I	4	14	0.89 ± 0.11
II	4	10	1.10 ± 0.38
		14	1.47 ± 0.73
III	3	14	1.10 ± 0.38
IV	4	14	0.89 ± 0.35
VI	4	10	1.15 ± 0.27
		14	0.95 ± 0.18
		16	1.48 ± 0.69
VII	3	14	1.05 ± 0.32
VIII	4	10	1.78 ± 0.53

ขั้นตอนตัวอย่างที่ใช้ในการทดสอบนี้ มีสภาวะการอบและปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยาที่แตกต่างกัน ดังนั้น เพื่อเป็นการง่ายต่อการเปรียบเทียบ จึงได้วาดกราฟแสดงการเปรียบเทียบสมบัติเชิงกลของตัวแปรต่างๆ โดยมีการเปรียบเทียบดังนี้

1. ตู้อบความร้อน : 14 นาที (4%) - 20 นาที (1%)
2. เตาไมโครเวฟ (4%) : 14 นาที - 10 นาที
3. เตาไมโครเวฟ (1%) : 14 นาที - 10 นาที
4. เตาไมโครเวฟ (14 นาที) : 4% - 1%
5. เตาไมโครเวฟ (10 นาที) : 4% - 1%
6. ตู้อบความร้อน 14 นาที 4% - เตาไมโครเวฟ 10 นาที 4% - เตาไมโครเวฟ 10 นาที 1%
7. ตู้อบความร้อน 14 นาที 4% - เตาไมโครเวฟ 14 นาที 4% - เตาไมโครเวฟ 14 นาที 1%
8. ตู้อบความร้อน 20 นาที 1% - เตาไมโครเวฟ 14 นาที 1% - เตาไมโครเวฟ 10 นาที 1%
9. ตู้อบความร้อน 20 นาที 1% - เตาไมโครเวฟ 14 นาที 4% - เตาไมโครเวฟ 10 นาที 4%

รูปที่ 3.9 – 3.17 แสดง tensile properties (modulus, stress at break, strain at break) ของการเปรียบเทียบดังกล่าว่า รูปที่ 3.18 – 3.22 แสดงการเปรียบเทียบ flexural properties (modulus, stress at break, strain at break) และ รูปที่ 3.23 – 3.27 แสดงการเปรียบเทียบ impact strength ของเรซินที่ได้จากการอบในสภาวะต่างๆ ค่า impact strength ใช้พื้นที่หน้าตัดของชิ้นทดสอบบริเวณที่บากในการคำนวณ ค่าที่ได้มีหน่วยเป็น kJ/m^2 รูปที่ 3.28 แสดง tensile properties ของเรซินทุกสูตรที่อบด้วยเตาไมโครเวฟที่สภาวะต่างๆ ส่วนค่าของ flexural properties และ impact strength ของเรซินทุกสูตรที่อบด้วยเตาไมโครเวฟที่สภาวะต่างๆแสดงในรูปที่ 3.29 และ 3.30 ตามลำดับ

Tensile Properties

รูปที่ 3.9 แสดงให้เห็นว่า การอบด้วยตู้อบความร้อนนั้น การใช้ตัวเร่งปฏิกิริยามากกว่าและใช้เวลาอบน้อยกว่า จะทำให้เกิดปฏิกิริยาหรือการเซตตัวได้ดีขึ้น ตัวเร่งปฏิกิริยาเพียง 1% น่าจะใช้เวลาในการอบนานกว่า 20 นาที จึงจะให้ความแข็งแรง (modulus และ stress at break) เท่ากับที่อบ 14 นาที ของชุด 4%

รูปที่ 3.10 และ 3.11 แสดงผลการใช้เวลาในการอบต่างกันของเตาไมโครเวฟ ความแตกต่างของสมบัติในแต่ละสูตรไม่มีแนวโน้มไปทิศทางเดียวกัน มีทั้งค่าที่ใกล้เคียงกัน ต่างกันเล็กน้อย และต่างกันมาก การทดลองใช้เวลาอบต่างกันเพียง 4 นาที อาจ会有ความแตกต่างน้อยเกินไป หรือระยะเวลาอบ 10 - 14 นาที อยู่ในช่วงเดียวกัน จึงไม่ส่งผลให้เห็นอิทธิพลของเวลาที่มีต่อ Tensile properties ความแตกต่างที่เกิดขึ้นอย่างลุ่มนี้ น่าจะเกิดจากการที่ไม่สามารถควบคุมการปล่อยคลื่นไมโครเวฟและการตกกระทบได้ ปรากฏการณ์ดังกล่าวนี้เกิดขึ้นเช่นเดียวกันเมื่อพิจารณาอิทธิพลของปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยาที่อบในเวลาเท่ากัน (รูปที่ 3.12 และ 3.13) สูตร VI (10 min, 1% acc.) มีค่า modulus ต่ำมาก อาจเกิดจากชิ้นงานมีตำหนิหรือเกิดจากการเกิดปฏิกิริยาไม่สม่ำเสมอ

รูปที่ 3.14 และ 3.15 แสดงการเปรียบเทียบการอบด้วยตู้อบความร้อน (14 นาที, 4%) และเตาไมโครเวฟ การอบด้วยตู้อบความร้อนให้สมบัติดีกว่าการอบด้วยเตาไมโครเวฟพบในสูตร III, IV และ V แต่สูตร I และสูตร II แสดงสมบัติที่ดีขึ้นบางค่าเมื่ออบด้วยเตาไมโครเวฟ เรซินที่มีตัวเร่งปฏิกิริยา 1% และอบด้วยตู้อบความร้อนนาน 20 นาที มีความแข็งแรงน้อยกว่าเรซินที่อบด้วยเตาไมโครเวฟ ดังแสดงในรูปที่ 3.16 และ 3.17

ถึงแม้ว่าผลการทดสอบ tensile properties ของตู้อบความร้อน (14 นาที, 4%) จะดีกว่าเรซินที่อบด้วยเตาไมโครเวฟก็ตาม แต่หากพิจารณาการใช้ระยะเวลาในการอบจริงของเตาไมโครเวฟ จะใช้เวลาสั้นมาก คือ การตั้งเวลาอบ 14 นาที จะมีการปล่อยคลื่นไมโครเวฟประมาณ 6 นาที หากควบคุมการอบได้ในเตาไมโครเวฟ น่าจะได้

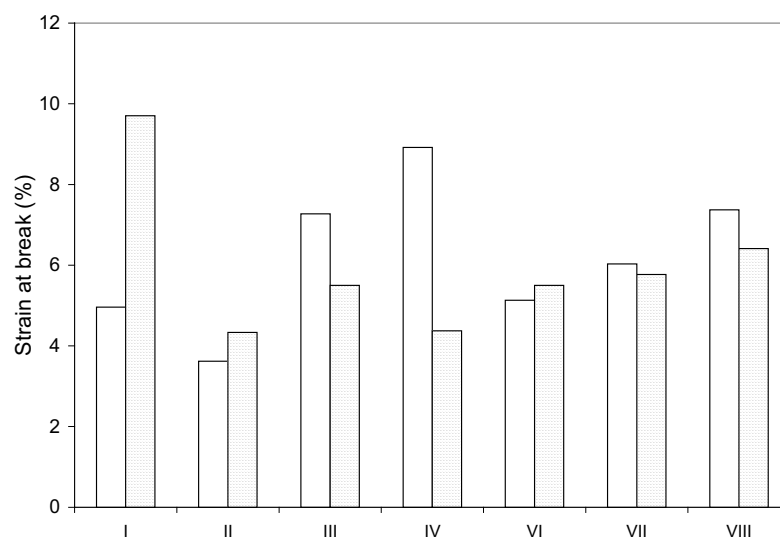
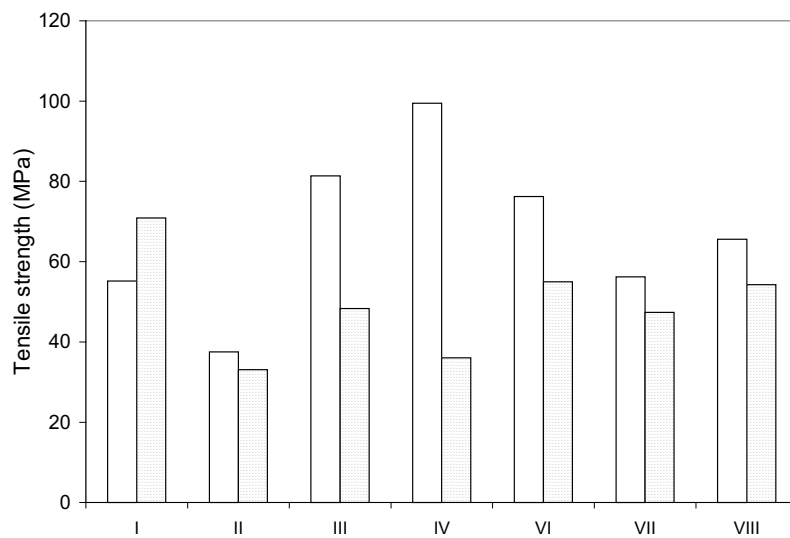
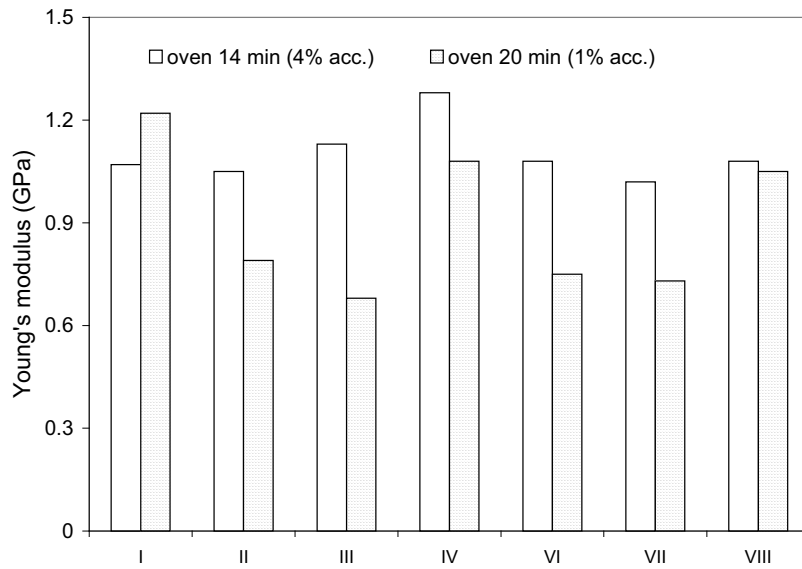
สมบัติที่ดีเท่าเทียมกัน ดังนั้นจะมีการทดลองหาสภาวะการอบในเตาไมโครเวฟที่ดีกว่านี้เพื่อให้ได้ tensile properties ที่ไม่ด้อยกว่าที่อบในตู้อบความร้อน

Flexural Properties

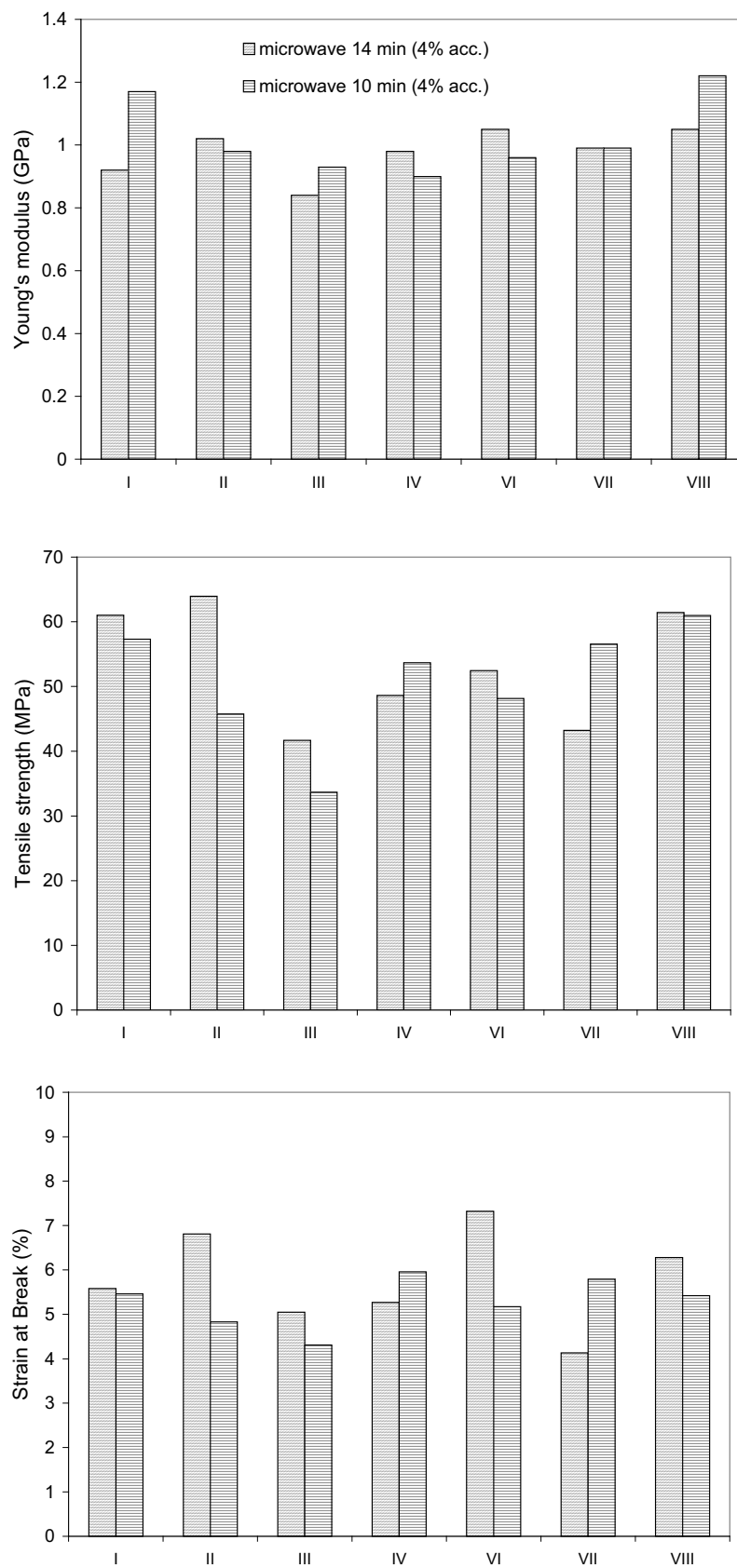
การทดสอบแบบ three - point bending จะให้ผลการทดลองที่ค่อนข้างซับซ้อน เนื่องจากมีทั้ง tension และ compression เกิดขึ้นบนชิ้นงาน ผลการทดลองที่แสดงในรูปกราฟเปรียบเทียบที่แสดงในรูปที่ 3.18 – 3.22 นั้น มีความหลากหลายเช่นเดียวกันกับที่ปรากฏในการทดสอบ tensile properties ไม่มีทิศทางที่แน่นอนของความแตกต่าง และแต่ละสูตรมีความแตกต่างที่ไม่แน่นอนด้วย

Impact Strength

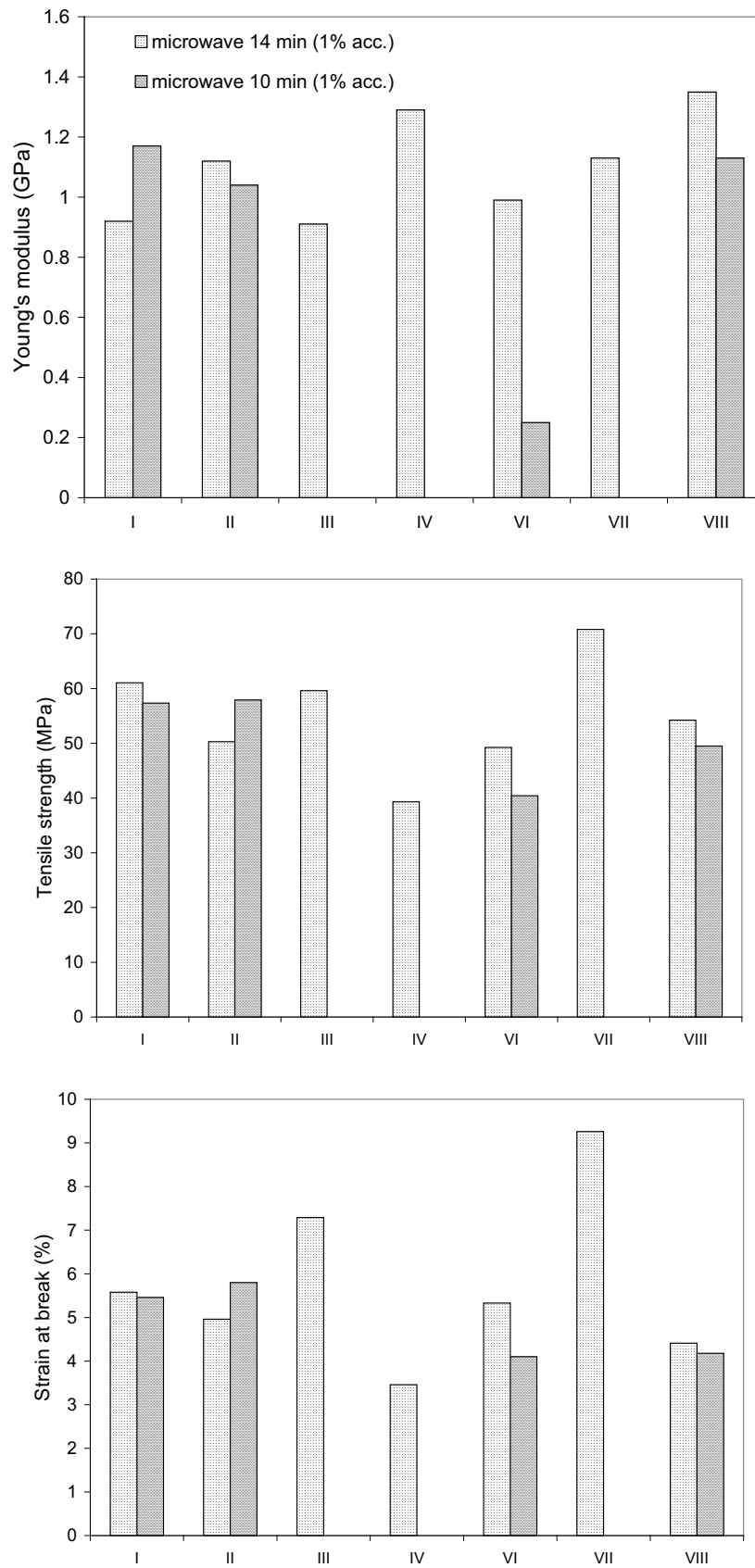
กราฟเปรียบเทียบ impact strength แสดงในรูปที่ 3.23 – 3.27 ตัวอย่างที่อบด้วยเตาไมโครเวฟใน สูตร II III และ IV แสดงค่า impact strength สูงกว่าตัวอย่างที่อบด้วยตู้อบความร้อน ดังแสดงในรูปที่ 3.26 - 3.27



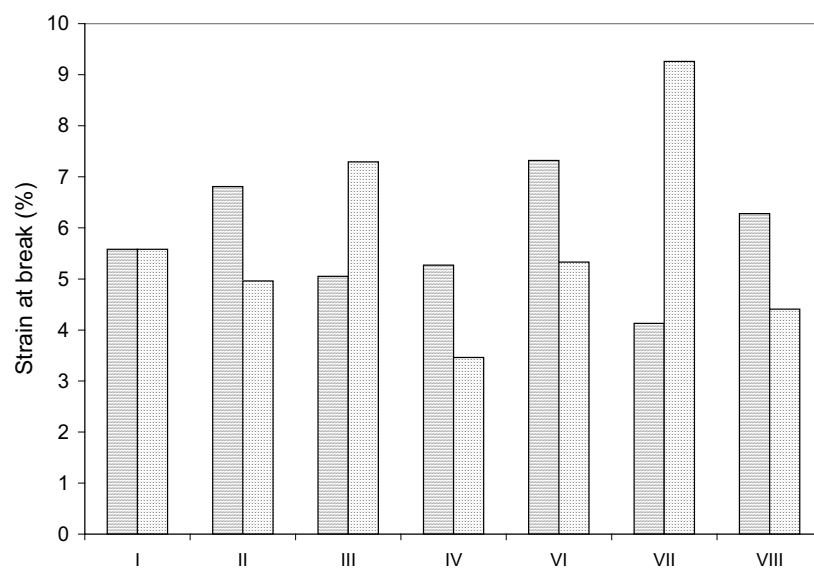
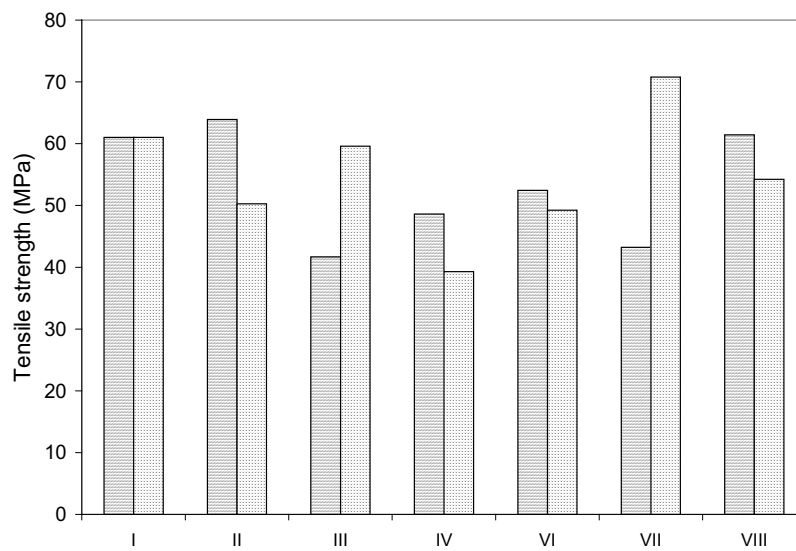
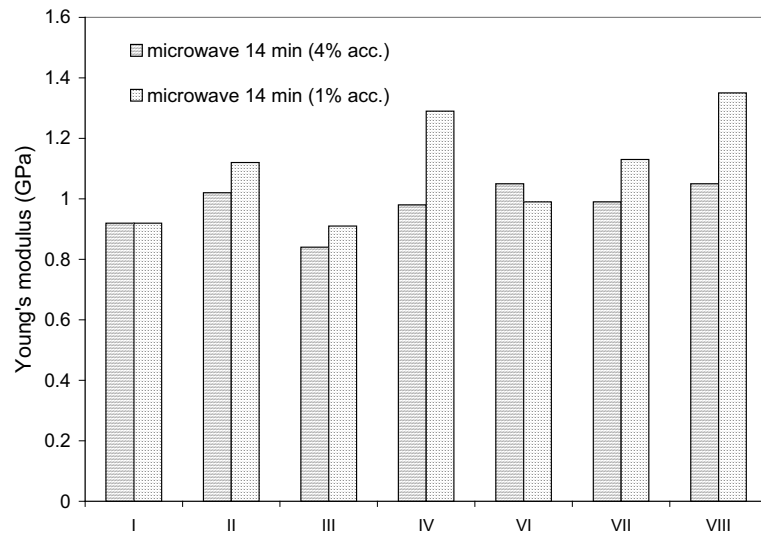
รูปที่ 3.9 Tensile properties ของชิ้นทดสอบที่อบด้วยตู้อบเป็นเวลา 14 นาที และ 20 นาที เตรียมจากเรซินที่มีตัวเร่งปฏิกิริยา 4% และ 1% ตามลำดับ



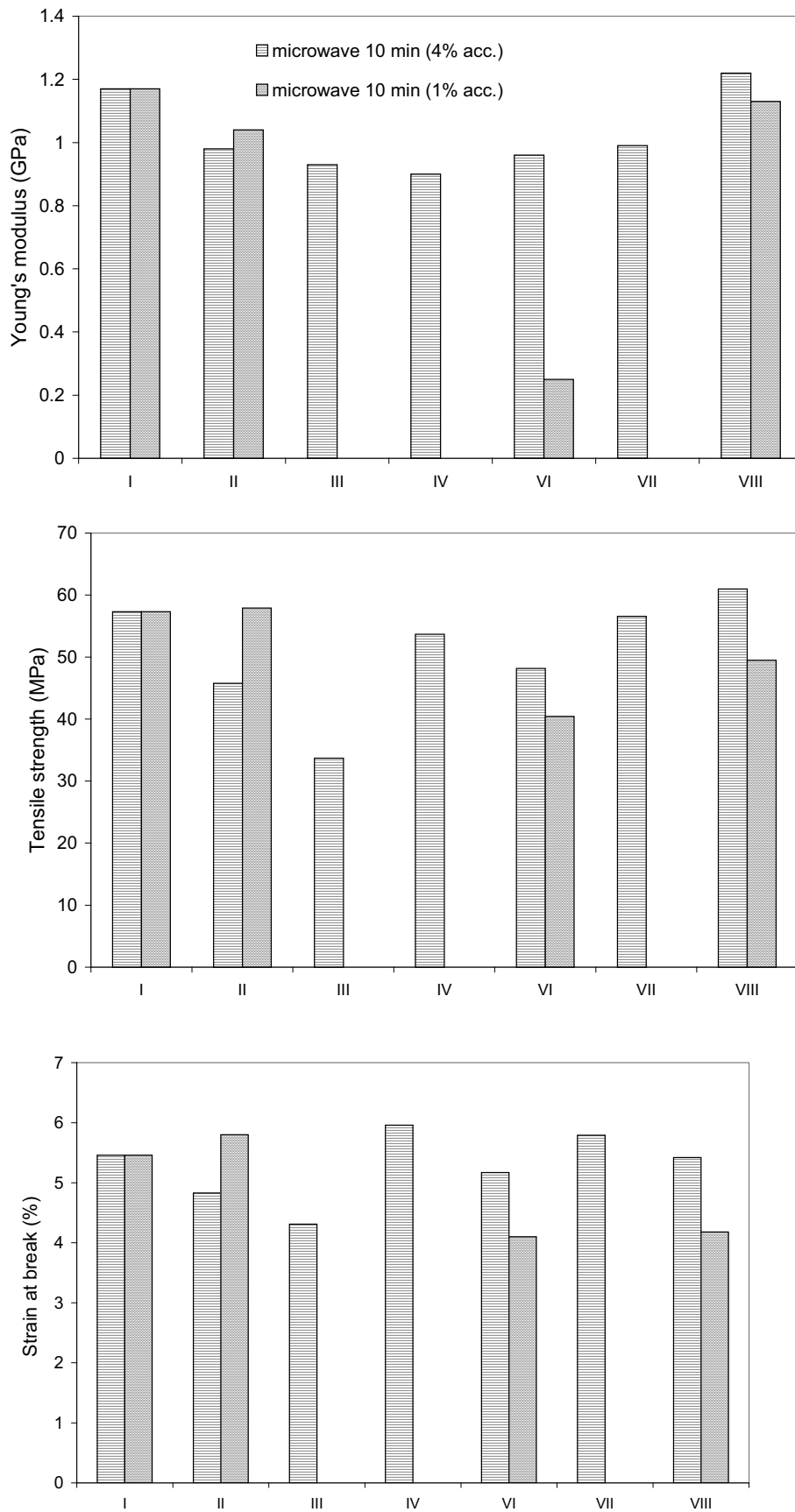
รูปที่ 3.10 Tensile properties ของชั้นทดสอบที่อบด้วยเตาไมโครเวฟเป็นเวลา 14 นาที และ 10 นาที เตรียมจากเรซินที่มีตัวเร่งปฏิกิริยา 4%



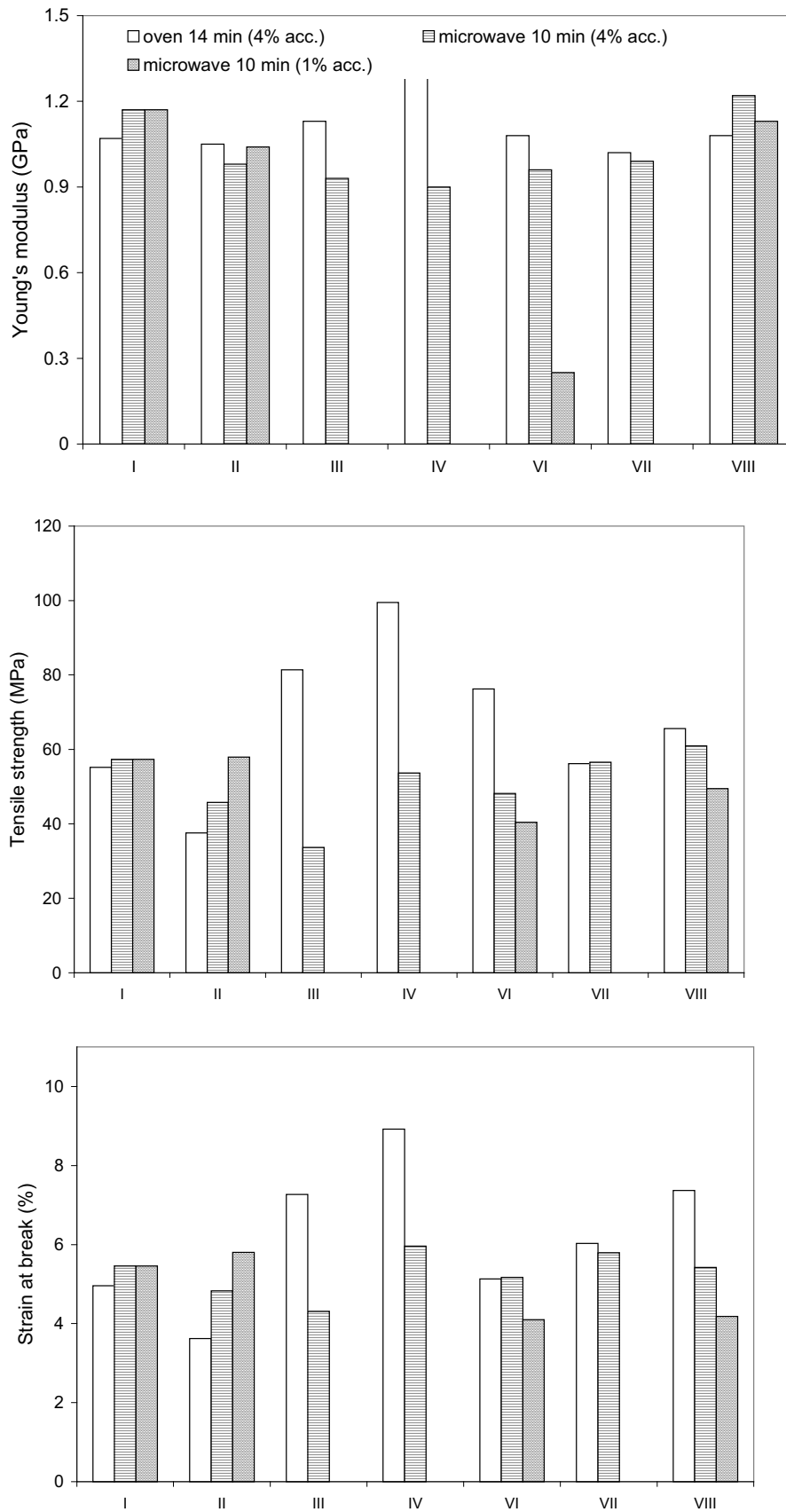
รูปที่ 3.11 Tensile properties ของชิ้นทดสอบที่อบด้วยเตาไมโครเวฟเป็นเวลา 14 นาที และ 10 นาที เปรียบจากเรซินที่มีตัวเร่งปฏิกิริยา 1%



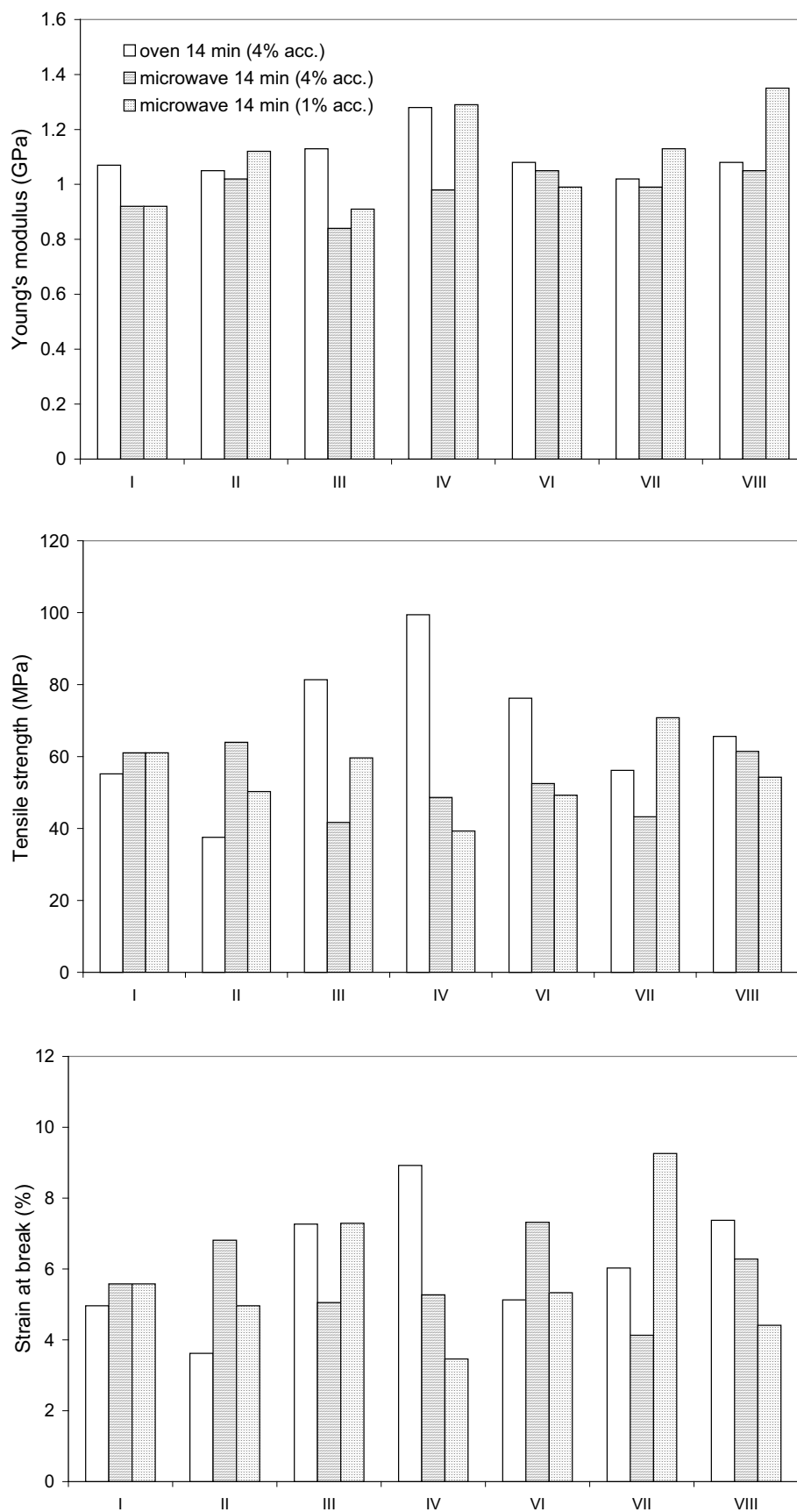
รูปที่ 3.12 Tensile properties ของชั้นทดสอบที่อบด้วยเตาไมโครเวฟเป็นเวลา 14 นาที เติร์มจากเรซินที่มีตัวเร่งปฏิกิริยา 4% และ 1%



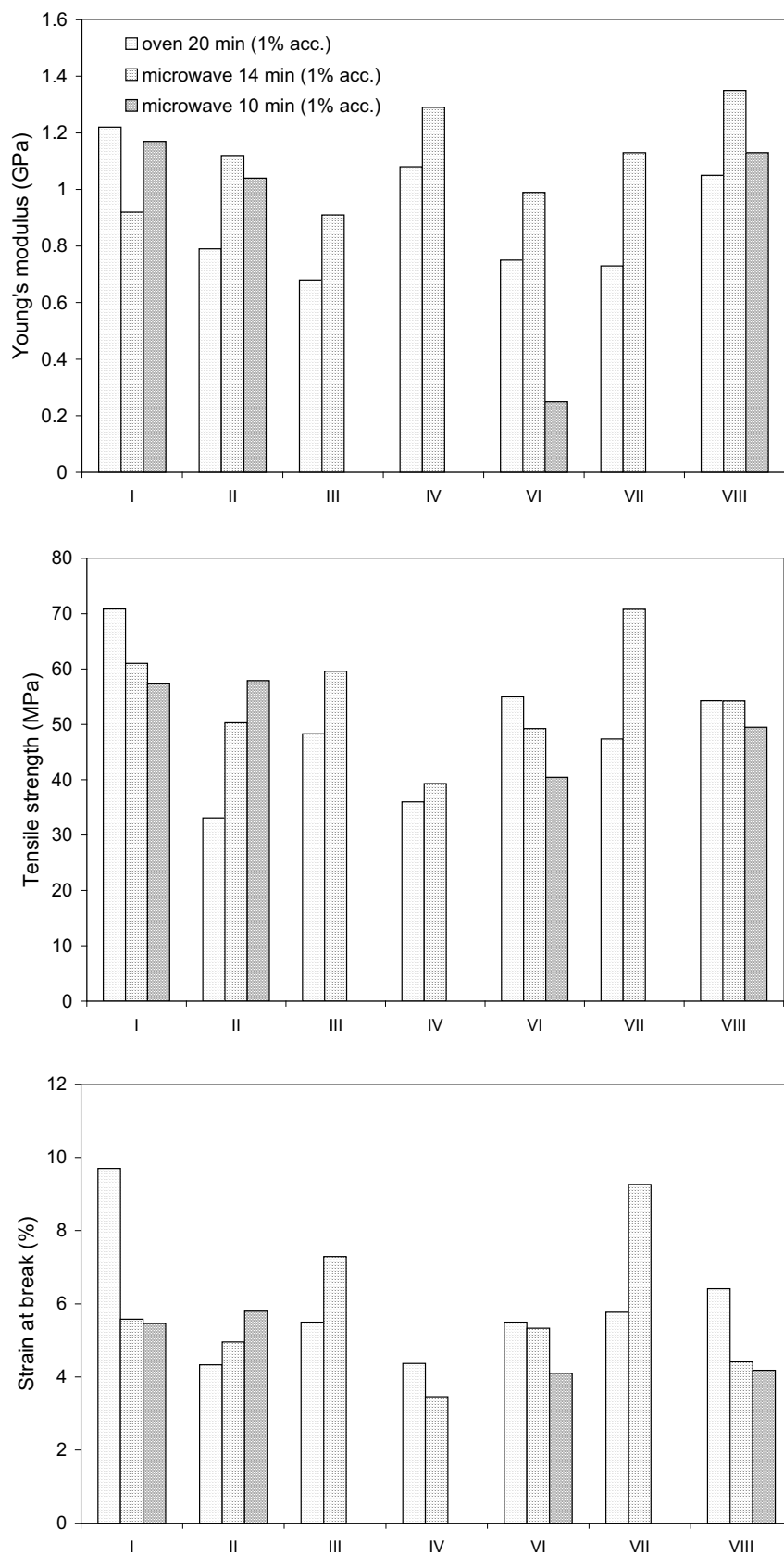
รูปที่ 3.13 Tensile properties ของชิ้นทดสอบที่อบด้วยตาไมโครเวฟเป็นเวลา 10 นาที
เตรียมจากเรซินที่มีตัวเร่งปฏิกิริยา 4% และ 1%



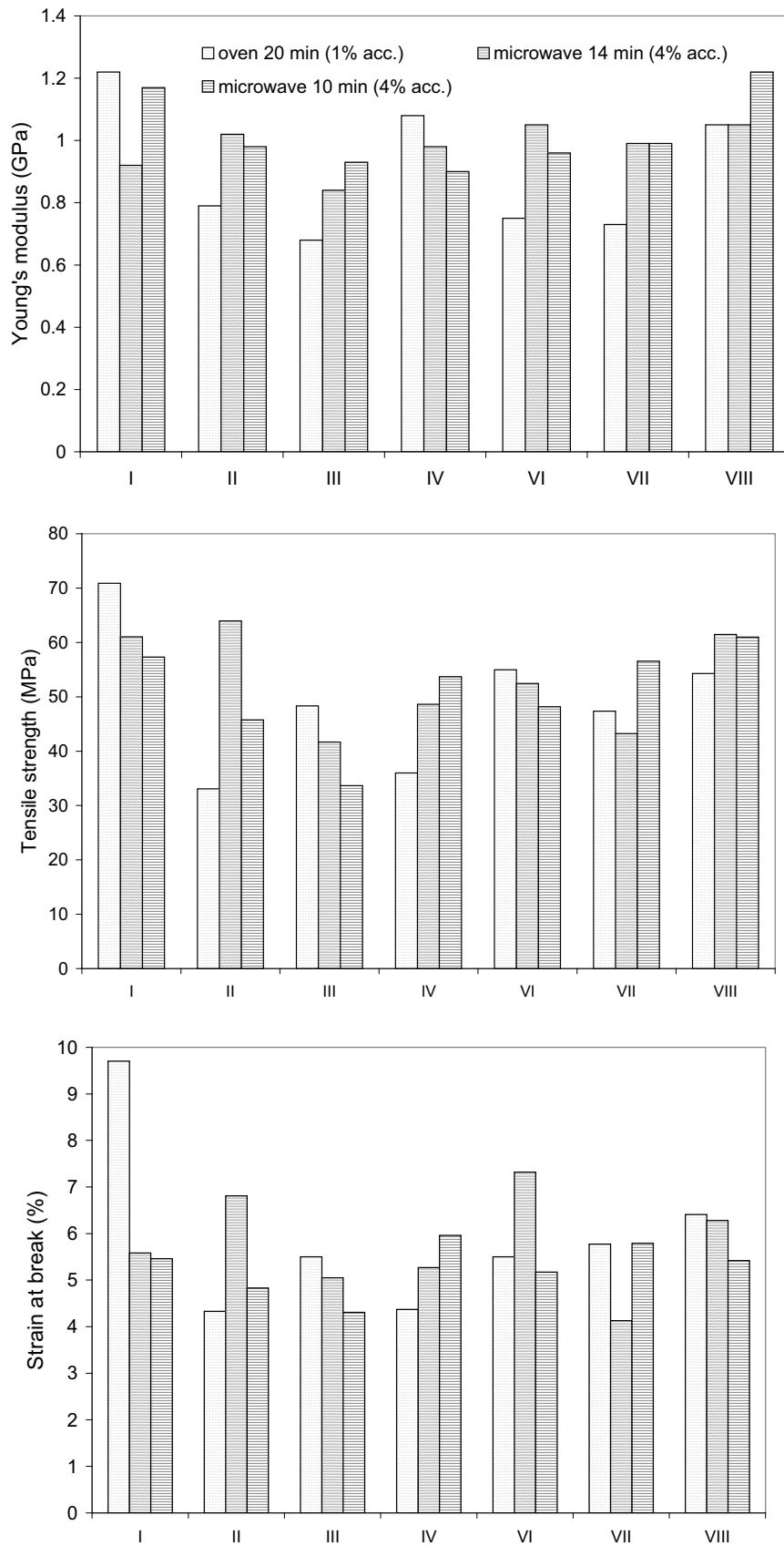
รูปที่ 3.14 Tensile properties ของชั้นทดสอบที่อบด้วยตู้อบและเตาไมโครเวฟ ใช้เวลาการอบในเตาไมโครเวฟสั้นกว่าการอบในตู้อบ



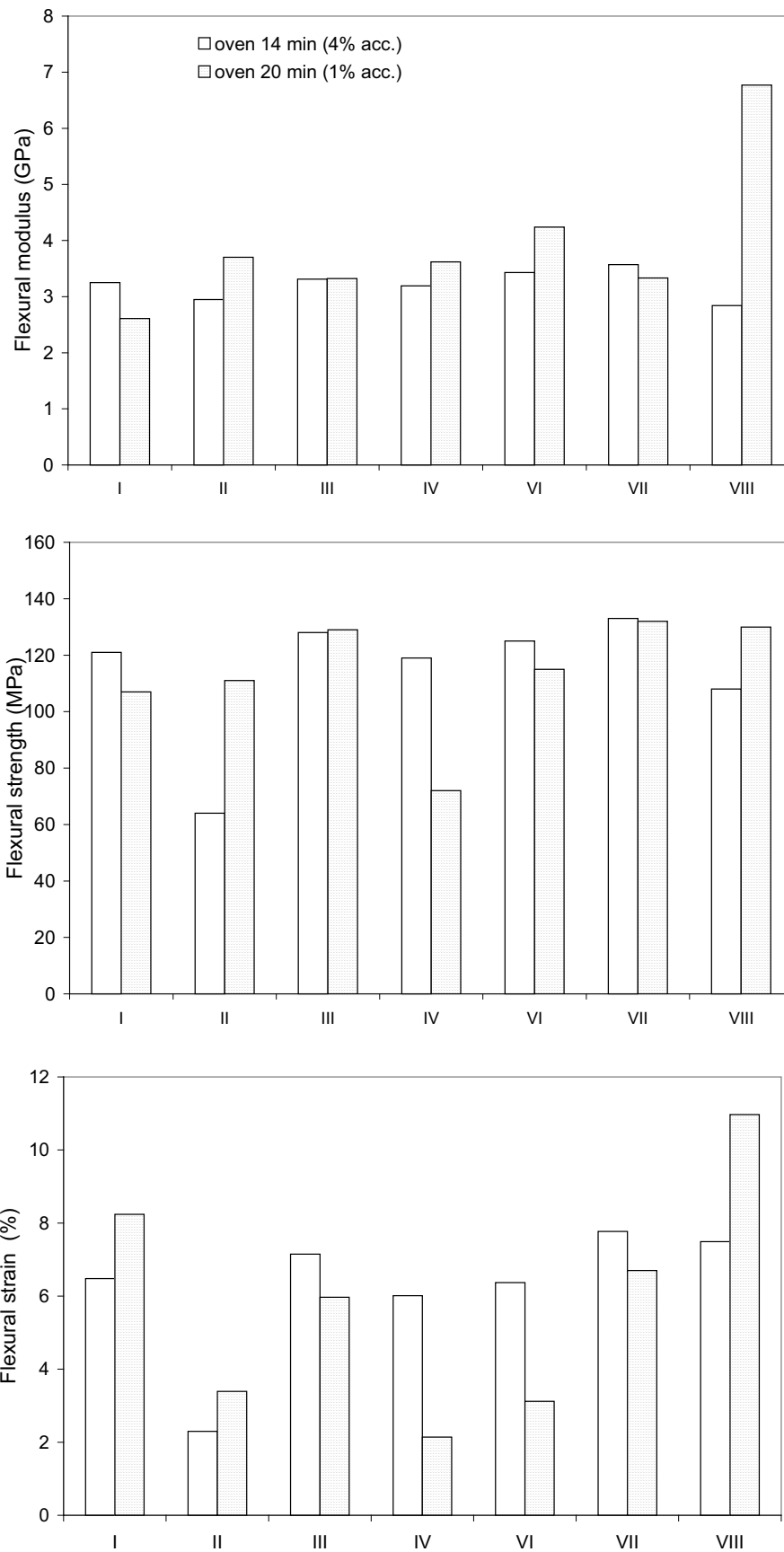
รูปที่ 3.15 Tensile properties ของชั้นทดสอบที่อบด้วยตู้อบและเตาไมโครเวฟ ใช้เวลาการอบในเตาไมโครเวฟเท่ากับการอบในตู้อบ (14 นาที)



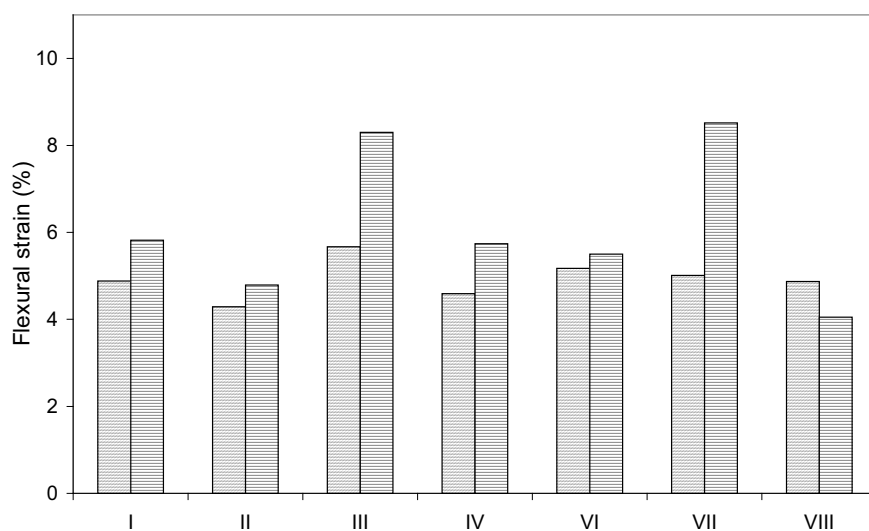
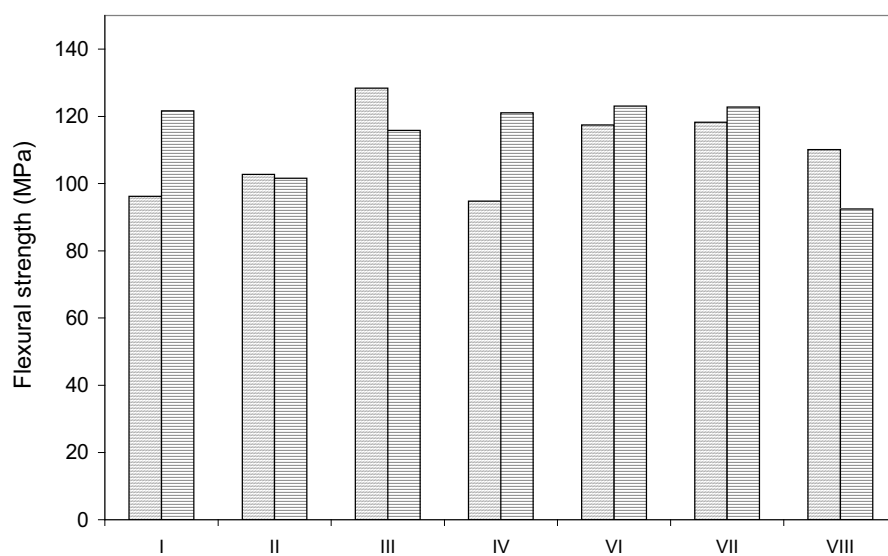
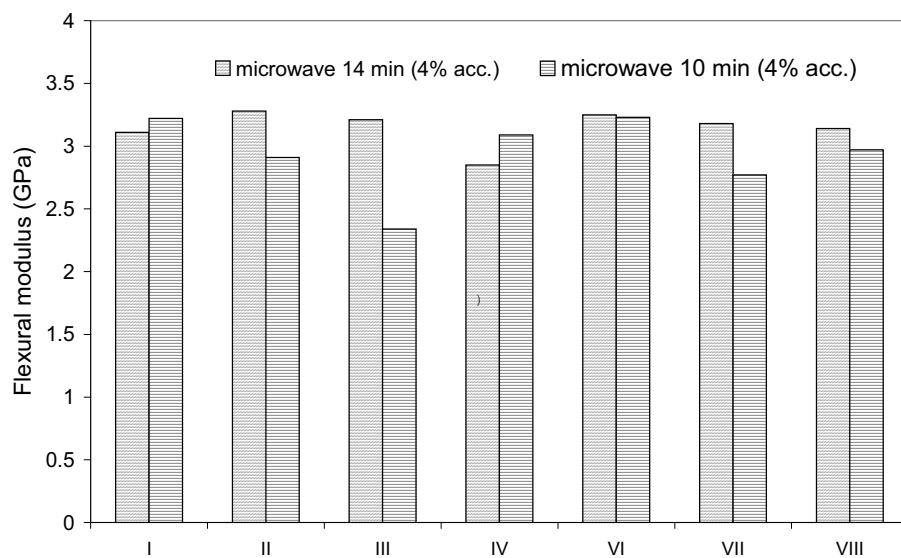
รูปที่ 3.16 Tensile properties ของชิ้นทดสอบที่อบด้วยตู้อบและเตาไมโครเวฟ ตัวอย่างมีตัวเร่งปฏิกิริยา 1 % และมีระยะเวลาในการอบต่างกัน



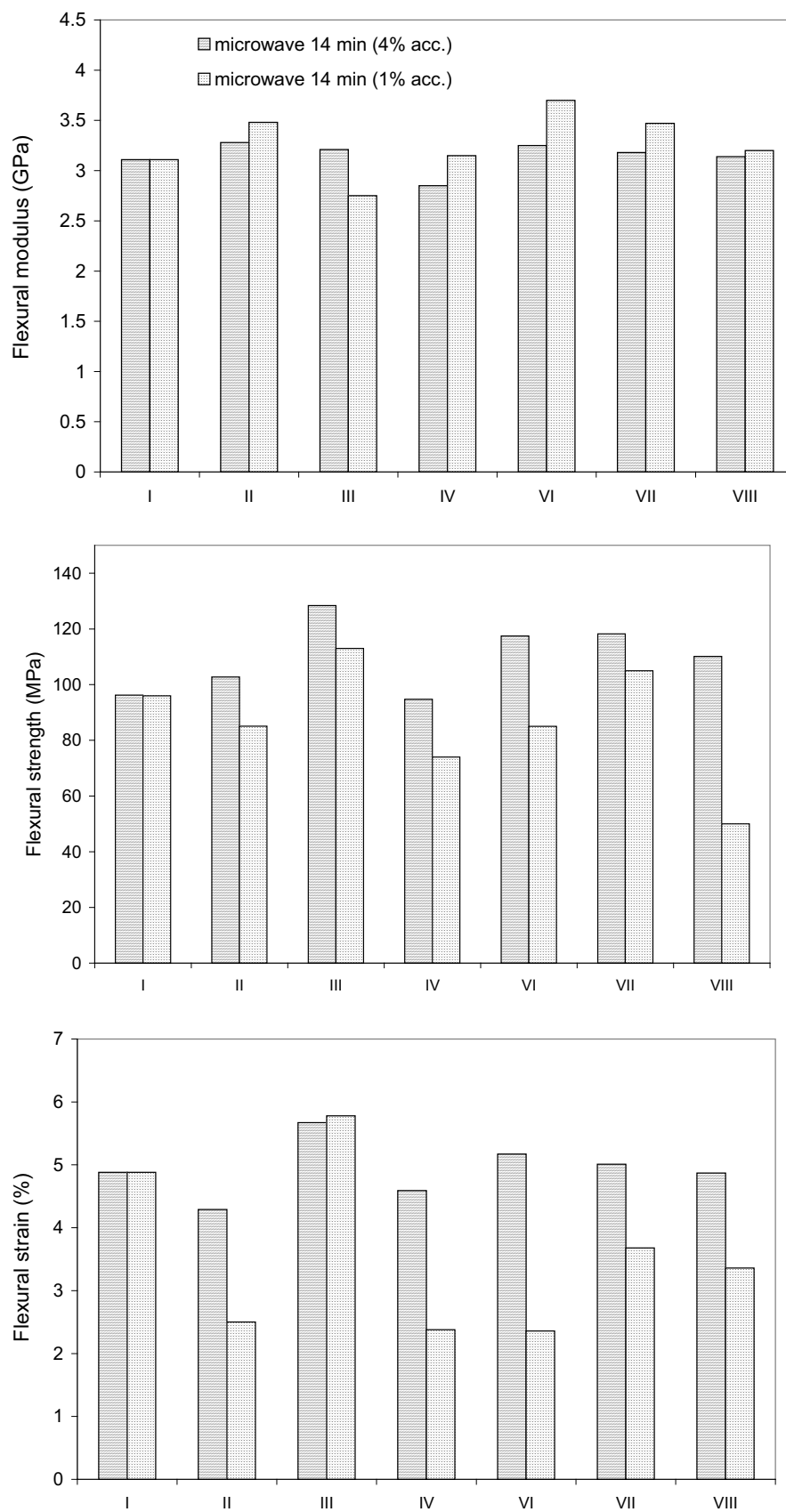
รูปที่ 3.17 Tensile properties ของชั้นทดสอบที่อบด้วยตู้อบและเตาไมโครเวฟในระยะเวลาการอบต่างกัน



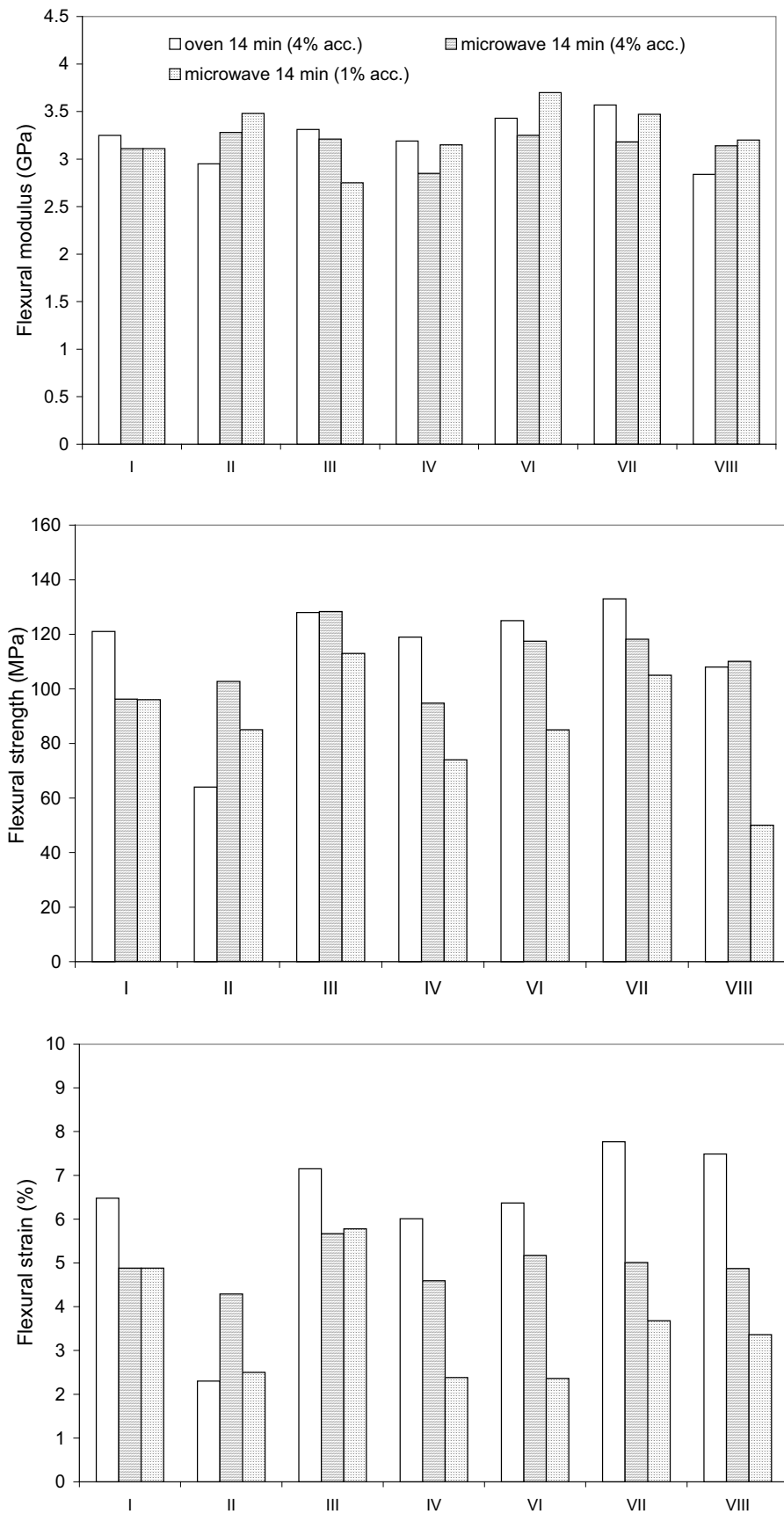
รูปที่ 3.18 Flexural properties ของชั้นทดสอบที่อบด้วยตู้อบเป็นเวลา 14 นาที และ 20 นาที เตรียมจากเรซินที่มีตัวเร่งปฏิกิริยา 4% และ 1% ตามลำดับ



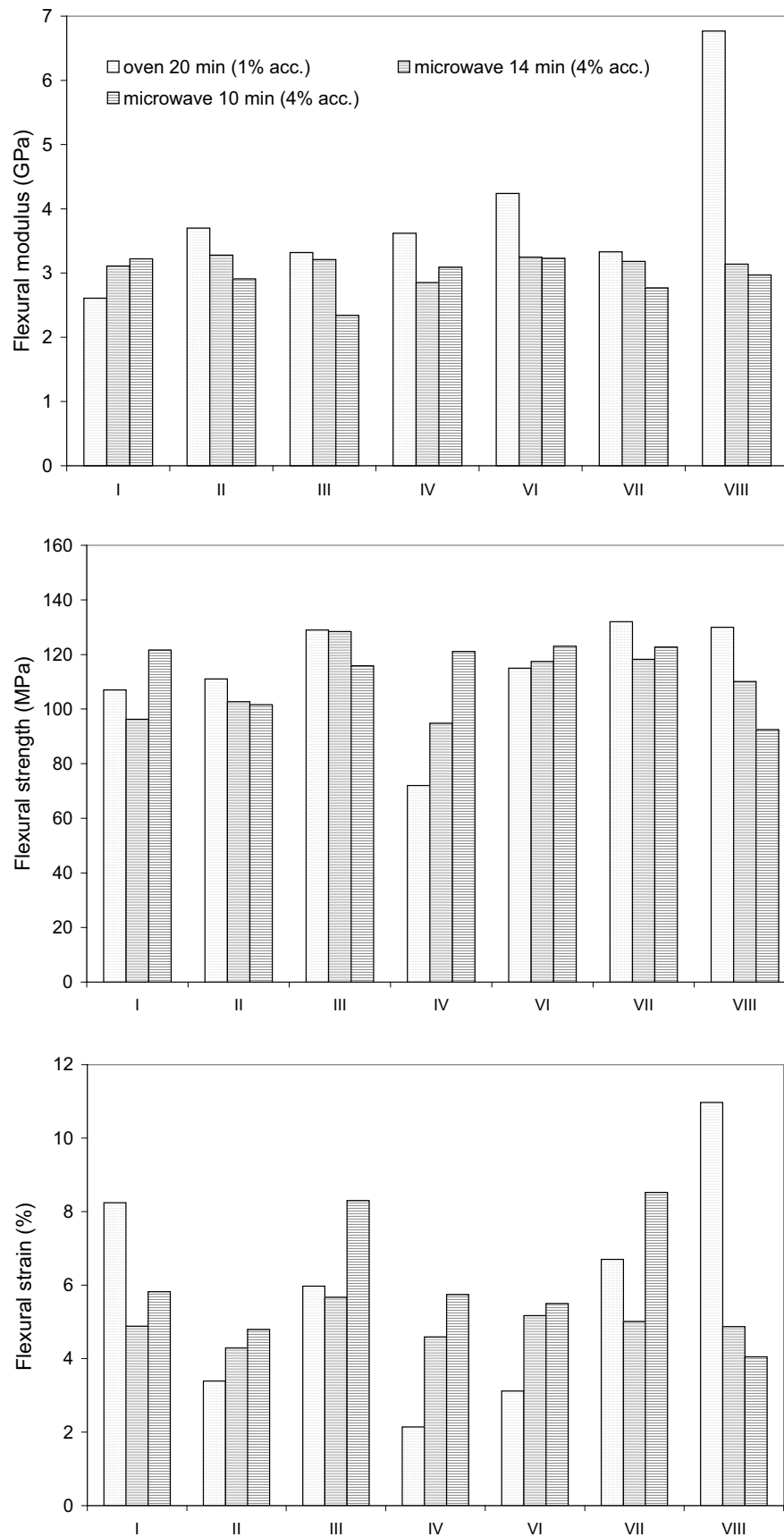
รูปที่ 3.19 Flexural properties ของชิ้นทดสอบที่อบด้วยเตาไมโครเวฟเป็นเวลา 14 นาที และ 10 นาที เตรียมจากเรซินที่มีตัวเร่งปฏิกิริยา 4%



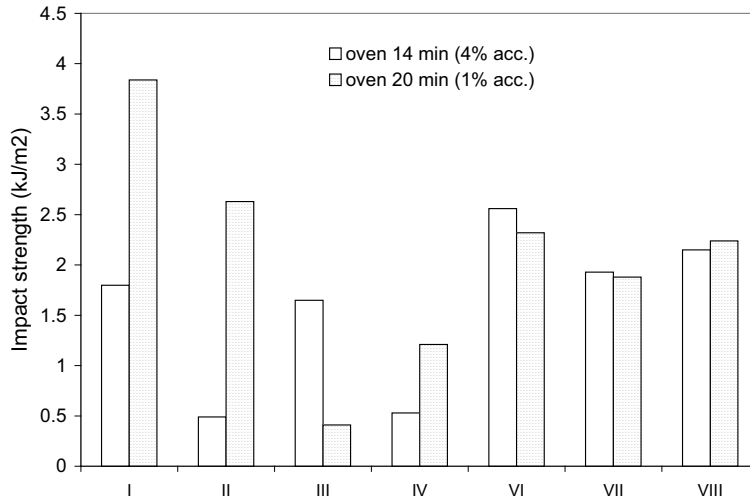
รูปที่ 3.20 Flexural properties ของชิ้นทดสอบที่อบด้วยเตาไมโครเวฟเป็นเวลา 14 นาที เติร์ยมจากเรซินที่มีตัวเร่งปฏิกิริยา 4% และ 1%



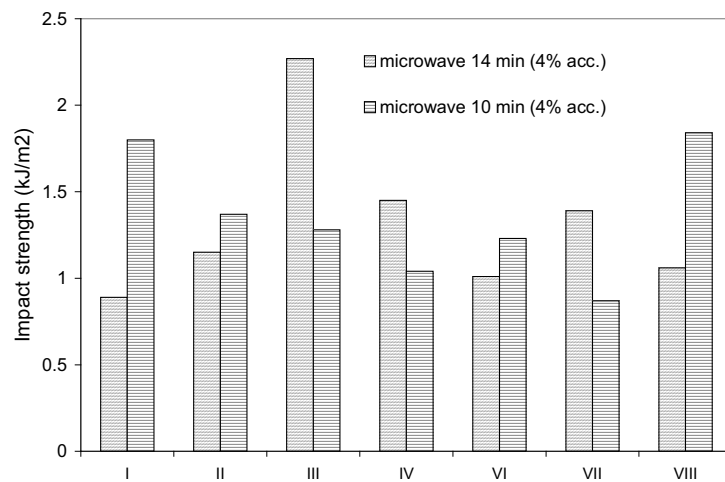
รูปที่ 3.21 Flexural properties ของชั้นทดสอบที่อบด้วยตู้อบและเตาไมโครเวฟเป็นเวลา 14 นาที เเรชนมีตัวเร่งปฏิกิริยาไม่เท่ากัน



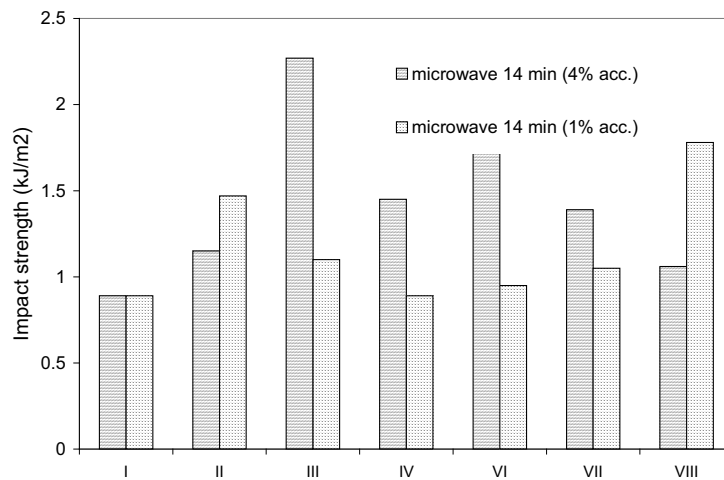
รูปที่ 3.22 Flexural properties ของชิ้นทดสอบที่อบด้วยตู้อบ 20 นาที และอบด้วยเตาไมโครเวฟเป็นเวลา 14 นาที และ 10 นาที เเรซินมีตัวเร่งปฏิกิริยาไม่เท่ากัน



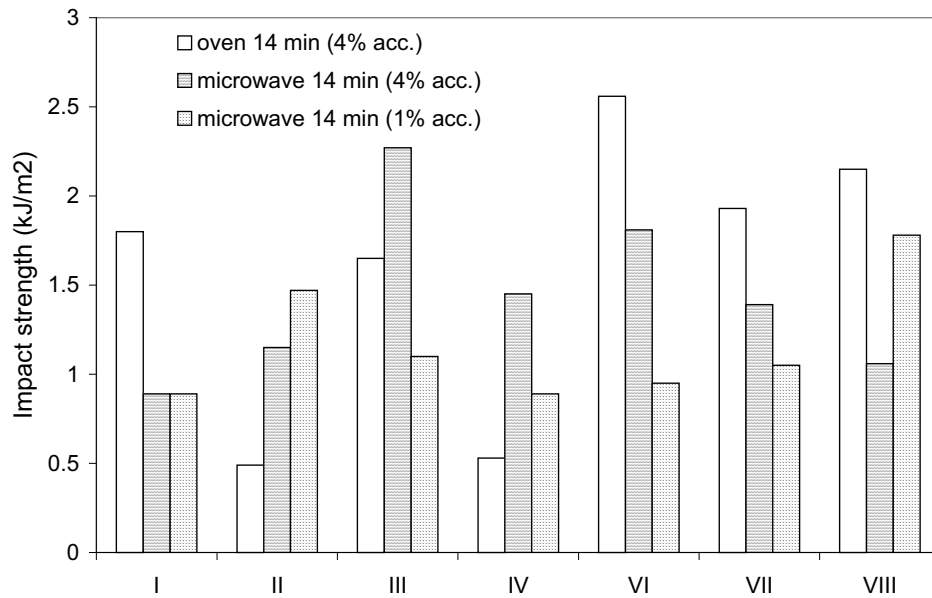
รูปที่ 3.23 Impact strength (kJ/m^2) ของชิ้นทดสอบที่อบด้วยตู้อบ 14 นาที และ 20 นาที เเรซินมีตัวเร่งปฏิกิริยาไม่เท่ากัน



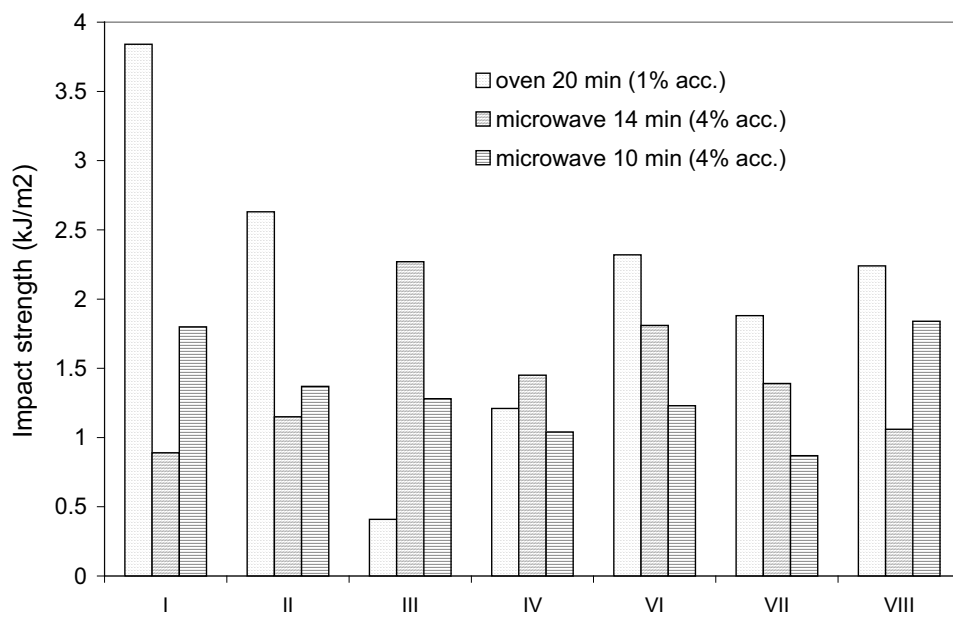
รูปที่ 3.24 Impact strength (kJ/m^2) ของชิ้นทดสอบที่อบด้วยเตาไมโครเวฟ 14 นาที และ 10 นาที เเรซินมีตัวเร่งปฏิกิริยา 4%



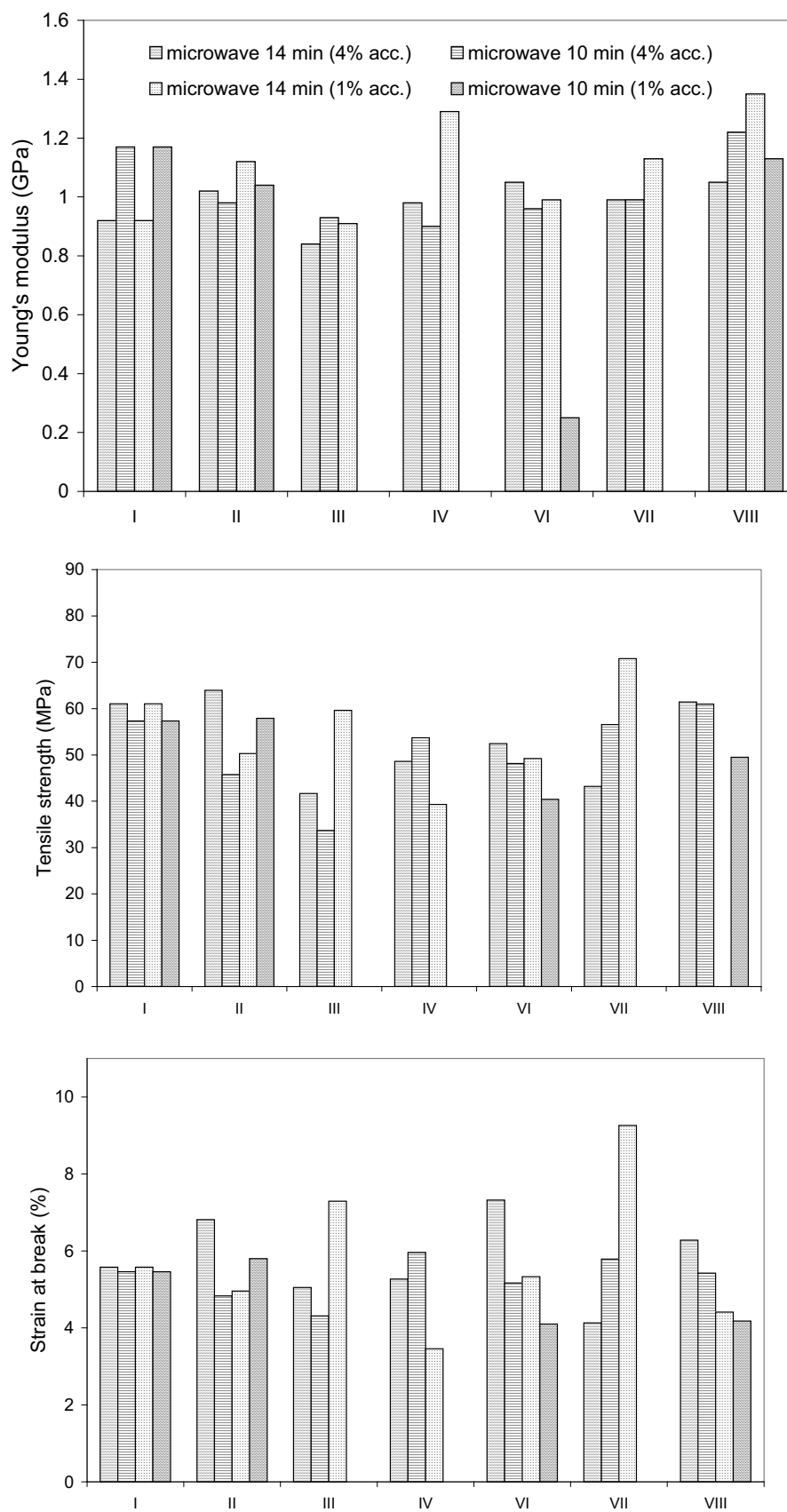
รูปที่ 3.25 Impact strength (kJ/m^2) ของชิ้นทดสอบที่อบด้วยเตาไมโครเวฟ 14 นาที เเรซินมีตัวเร่งปฏิกิริยาไม่เท่ากัน



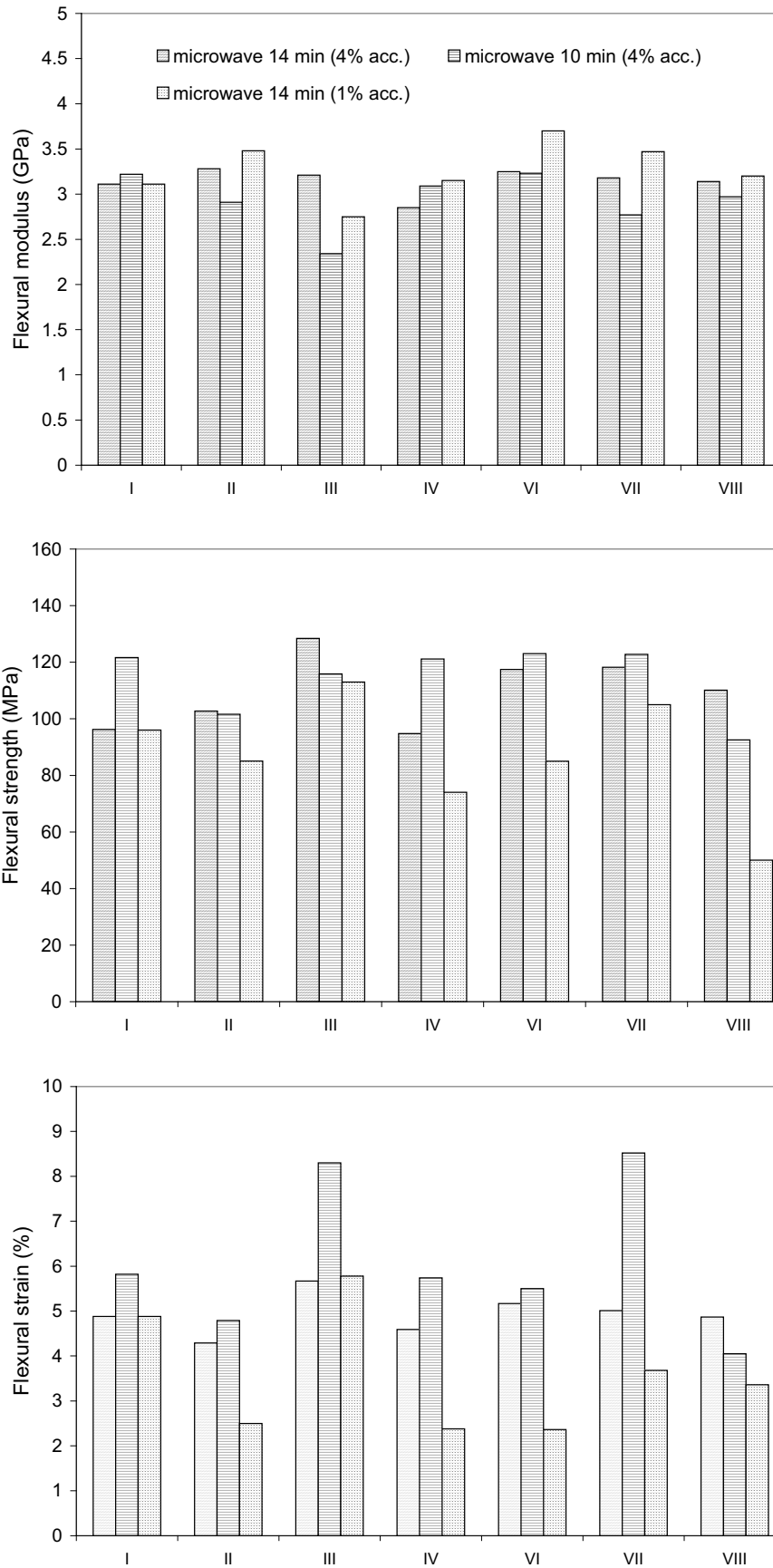
รูปที่ 3.26 Impact strength (kJ/m^2) ของชิ้นทดสอบที่อบด้วยตู้อบและเตาไมโครเวฟ 14 นาที เรซินมีตัวเร่งปฏิกิริยาไม่เท่ากัน



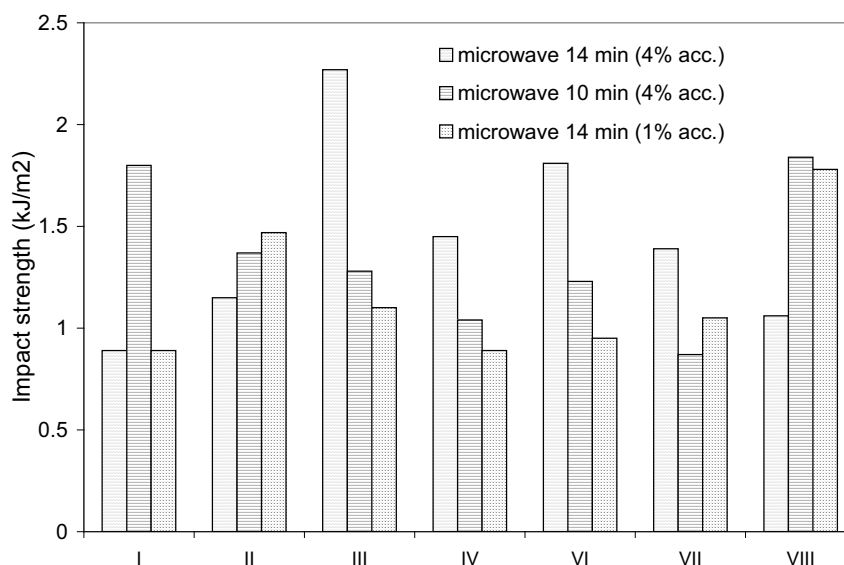
รูปที่ 3.27 Impact strength (kJ/m^2) ของชิ้นทดสอบที่อบด้วยตู้อบและเตาไมโครเวฟใน เวลาต่าง ๆ กัน เรซินมีตัวเร่งปฏิกิริยาไม่เท่ากัน



รูปที่ 3.28 Tensile properties ของชิ้นทดสอบที่อบด้วยเตาไมโครเวฟในเวลาต่าง ๆ กัน
เรซินมีตัวเร่งปฏิกิริยาไม่เท่ากัน



รูปที่ 3.29 Flexural properties ของชิ้นทดสอบที่อบด้วยเตาไมโครเวฟในเวลาต่างๆกัน
เรซินมีตัวเร่งปฏิกิริยาไม่เท่ากัน



รูปที่ 3.30 Impact strength (kJ/m^2) ของชิ้นทดสอบที่อบด้วยเตาไมโครเวฟในเวลาต่างๆกัน เรซินมีตัวเร่งปฏิกิริยาไม่เท่ากัน

จากการวิเคราะห์เปรียบเทียบแต่ละสูตรสามารถสรุปผลการทดลองของแต่ละสูตรได้ดังนี้

1. สูตร I

- () เปรียบเทียบสภาวะเตาไมโครเวฟ : ตัวอย่างอบ 14 นาที (ตัวเร่งปฏิกิริยา 4%) แสดงค่า flexural properties และ impact strength ต่ำกว่าตัวอย่างที่อบ 10 นาที (ตัวเร่งปฏิกิริยา 4%) แต่มีค่า tensile properties ใกล้เคียงกัน
- () ตัวอย่างที่อบด้วยตู้อบความร้อน 14 นาที (ตัวเร่งปฏิกิริยา 4%) แสดง tensile properties ใกล้เคียงกับตัวอย่างที่อบด้วยเตาไมโครเวฟ 10 นาที (ตัวเร่งปฏิกิริยา 4%)
- () ตัวอย่างที่อบด้วยตู้อบความร้อน 14 นาที (ตัวเร่งปฏิกิริยา 4%) แสดง flexural properties และ impact strength สูงกว่าตัวอย่างที่อบด้วยเตาไมโครเวฟ 14 นาที (ตัวเร่งปฏิกิริยา 4%)

2. สูตร II

- () เปรียบเทียบสภาวะเตาไมโครเวฟ : ตัวอย่างที่อบ 14 นาที (ตัวเร่งปฏิกิริยา 4%) แสดงสมบัติเชิงกลโดยรวมดีที่สุด โดยให้ค่าสูงกว่าตัวอย่างที่ได้จากการอบด้วยเตาไมโครเวฟที่สภาวะอื่นๆ และที่อบด้วยตู้อบความร้อน
- () ตัวอย่างที่อบด้วยตู้อบความร้อน 20 นาที (ตัวเร่งปฏิกิริยา 1%) แสดงลักษณะยืดหยุ่น (flexible) มากกว่าตัวอย่างที่อบด้วยตู้อบความร้อน 14 นาที (ตัวเร่งปฏิกิริยา 4%) และมี tensile properties ต่ำกว่าตัวอย่างที่อบด้วยเตาไมโครเวฟทุกสภาวะ
- () ตัวอย่างที่อบด้วยเตาไมโครเวฟ 14 นาที (ตัวเร่งปฏิกิริยา 4%) แสดงค่า impact strength สูงกว่าตัวอย่างที่อบด้วยตู้อบความร้อน 14 นาที (ตัวเร่งปฏิกิริยา 4%)

3. สูตร III

- () เปรียบเทียบสภาวะเตาไมโครเวฟ : tensile properties ของตัวอย่างที่อบด้วยเตาไมโครเวฟ 14 นาที (ตัวเร่งปฏิกิริยา 1%) และ (ตัวเร่งปฏิกิริยา 4%) มีค่าใกล้เคียงกัน และมีค่าต่ำกว่าตัวอย่างที่อบด้วยตู้อบความร้อน 14 นาที (ตัวเร่งปฏิกิริยา 4%)

อย่างทึบ 10 นาที่ (ตัวเร่งปฏิกิริยา 4%) แต่มีค่า flexural properties สูงกว่า และมีค่า impact strength ต่ำกว่า

- (i) เปรียบเทียบสภาวะดูดซับ : ตัวอย่างทึบ 14 นาที่ (ตัวเร่งปฏิกิริยา 4%) แสดงค่า tensile properties สูงกว่าตัวอย่างทึบ 20 นาที่ (ตัวเร่งปฏิกิริยา 1%)
- (i) ตัวอย่างที่อบด้วยดูดซับความร้อน 14 นาที่ (ตัวเร่งปฏิกิริยา 4%) แสดงค่า tensile properties ใกล้เคียงกับตัวอย่างที่อบด้วยเตาไมโครเวฟ (ตัวเร่งปฏิกิริยา 4%) ทั้ง 10 นาที่ และ 14 นาที่ แต่แสดงความแข็งแรงด้าน flexural properties ต่ำกว่า (แต่ยืดมากกว่า) และแสดงค่า impact strength สูงกว่าตัวอย่างที่อบด้วยเตาไมโครเวฟ 14 นาที่ (ตัวเร่งปฏิกิริยา 4%)

จากผลการทดลองที่ได้ จะเห็นว่าการอบด้วยเตาไมโครเวฟสามารถให้สมบัติเชิงกลที่ดีกว่าการอบด้วยดูดซับความร้อน ทั้งนี้ขึ้นอยู่กับสูตรเรซิน สภาวะการอบ และประเภทของสมบัติเชิงกล อย่างไรก็ตาม เป็นที่น่าสังเกตว่า เรซินสูตร II มีศักยภาพในการอบด้วยเตาไมโครเวฟ คือ แสดงสมบัติเชิงกลดีขึ้นในภาพรวม

3.2.2 สมบัติทางกลแบบพลวัตเชิงความร้อนและพลังงานกระตุ้น

นำชิ้นงานที่อบแล้วมาวิเคราะห์ด้วยเทคนิค DMTA เพื่อหาค่า dynamic mechanical properties ($\tan \delta$, storage modulus, loss modulus, full-width at half-maximum) และพลังงานกระตุ้น (activation energy, E_a) activation enthalpy ($\Delta H^\ddagger$) และ activation entropy ($\Delta S^\ddagger$) ณ ตำแหน่ง T_g การวิเคราะห์จะได้สมบัติต่างๆดังนี้

- (1) อุณหภูมิที่สูงที่สุดของ $\tan \delta$ ซึ่งเทียบเท่ากับ glass transition temperature (T_g)
- (2) $\tan \delta$ maximum คือตำแหน่งที่สูงที่สุดของ $\tan \delta$ เป็นตัวบ่งบอกอัตราส่วนระหว่าง loss modulus (E'') และ storage modulus (E') ถ้าค่าสูงขึ้นแสดงว่ามีสัดส่วนพลังงานที่สูญเสียไปมากขึ้น
- (3) Full-width-at-half-maximum (FWHM) เป็นความกว้างของพีค $\tan \delta$ ที่ระยะครึ่งหนึ่งของความสูง ค่านี้จะบ่งบอกถึงความสามารถในการดูดกลืนพลังงานหรือ damping ถ้าพีคกว้างขึ้นจะมี damping มากขึ้น ความสามารถในการรับพลังงานมากขึ้น

ตารางที่ 3.22 แสดงสมบัติด้านกลศาสตร์ความร้อนเชิงพลศาสตร์ (dynamic mechanical thermal properties) ของเรซินสูตรต่างๆที่มีปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยา 4 % ทดสอบด้วยความถี่ 1 Hz ในที่นี้จะเปรียบเทียบในแง่ของการอบที่แตกต่างกันเท่านั้น ไม่ได้มีความมุ่งหมายที่จะเปรียบเทียบสูตรแต่ละสูตร ค่า $\tan \delta$ หรือ T_g ของเรซินที่ได้จากการอบด้วยดูดซับและอบด้วยเตาไมโครเวฟ มีค่าใกล้เคียงกัน ค่าที่ไม่เท่ากันนี้อาจเป็นเพราะความหนาแน่นของการเชื่อมโยงโมเลกุลไม่เท่ากัน หรือความเป็นเนื้อเดียวกันสม่ำเสมอไม่เท่ากัน ไม่สามารถหาความสัมพันธ์ระหว่าง T_g จากตารางที่ 3.22 และปริมาณการเกิดปฏิกิริยาจากตารางที่ 3.24 ทั้งนี้อาจเป็นเพราะมีข้อผิดพลาดจากการทดลอง (experimental errors) แต่ยังคงอยู่ในช่วงที่ยอมรับได้ ปรากฏการณ์ที่ค่า T_g ไม่สัมพันธ์กับปริมาณการเกิดปฏิกิริยานี้พบในการทดลองของ Boey and Yap [1] ส่วนค่าอื่นๆมีค่าใกล้เคียงกันระหว่างอีพ็อกซีเรซินที่อบด้วยวิธีการทั้งสอง

ค่าพลังงานกระตุ้น (activation energy, E_a) ที่ตำแหน่ง T_g (α transition) ที่คำนวณด้วยเทคนิค DMTA ได้จากเอกสารอ้างอิง [2-6] ตามสมการอาร์เรเนียส ดังนี้

$$\ln(f) = \ln A - (E_a/R) \cdot 1/T_g \quad (3.3)$$

เมื่อ f = ความถี่ที่ทดสอบ หน่วยเป็น Hz
 R = ค่าคงที่ของก๊าซ (gas constant = 8.314 J/K mol)

T_g = อุณหภูมิที่ตำแหน่ง $\tan\delta_{\max}$ หรือ T_g หน่วยเป็น K

คำนวณพลังงานกระตุ้นจากความชันของกราฟความสัมพันธ์ระหว่าง $\ln(f)$ และ $1/T_g$ ในการทดลองนี้ใช้ค่า T_g ที่ความถี่ 1, 10 และ 30 Hz

ค่า activation enthalpy ($\Delta H^\#$) ได้จากความชัน ($\Delta H^\#/R$) ของกราฟความสัมพันธ์ระหว่าง $\ln(f/T_g)$ และ $1/T_g$ ตามสมการต่อไปนี้

$$\ln(f/T_g) = \ln(k/2\pi h) - (\Delta H^\#/R) \cdot 1/T_g - \Delta S^\#/R \quad (3.4)$$

เมื่อ h = ค่าคงที่ของพลังค์ (Planck constant = 6.626×10^{-34} Js)

K = ค่าคงที่ของโบลทซ์แมน (Boltzman constant = 1.380×10^{-23} J/K)

$\Delta S^\#$ = activation entropy คำนวณได้จากจุดตัดแกน y ($c = \ln(k/2\pi h) - \Delta S^\#/R$)

(คำนวณ activation enthalpy และ activation entropy ตามเอกสารอ้างอิง [3])

ตารางที่ 3.22 สมบัติด้าน DMTA ของเรซินที่มีปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยา 4 % ทดสอบที่ความถี่ 1 Hz

	I	II	III	IV	VI	VII	VIII
$\tan \delta$ ($^{\circ}\text{C}$)							
Thermal 14 min	104.4	144.1	147.7	135.3	134.7	115.8	115.1
Microwave 14 min	110.6	135.1	149.1	138.0	130.5	132.0	107.5
Microwave 20 min	120.7	139.7	144.1	138.4	122.9	132.9	115.4
$\tan \delta$ maximum							
Thermal 14 min	1.240	0.781	0.525	0.846	0.773	0.652	0.667
Microwave 14 min	1.185	0.734	0.534	0.915	0.832	0.649	0.875
Microwave 20 min	0.763	0.756	0.539	0.943	0.866	1.010	0.859
Full-width-at-half-maximum (FWHM) of $\tan \delta$ ($^{\circ}\text{C}$)							
Thermal 14 min	19.25	20.61	32.29	18.82	23.67	33.67	33.02
Microwave 14 min	17.58	21.43	11.83	19.67	31.18	25.15	21.42
Microwave 20 min	23.45	26.20	23.51	27.54	26.68	17.56	19.50
Glassy modulus (GPa)							
Thermal 14 min	2.43	1.58	1.57	1.81	2.20	2.39	1.72
Microwave 14 min	1.51	1.56	1.16	1.04	1.27	1.46	1.93
Microwave 20 min	1.19	1.38	1.22	1.23	0.84	1.42	1.56
Rubbery modulus (MPa)							
Thermal 14 min	24.8	15.7	16.9	16.5	18.7	14.1	10.7
Microwave 14 min	14.4	17.9	15.7	14.2	13.7	16.8	11.8
Microwave 20 min	14.7	13.1	26.8	16.1	11.4	14.1	13.9

ค่าพลังงานกระตุ้นของอีพ็อกซี-แอนไฮไดรด์เรซินที่ศึกษานี้ มีพลังงานกระตุ้นอยู่ในช่วง 327 – 597 kJ/mol ยกเว้นสูตร VI ที่มีค่าต่ำมาก (200 kJ/mol) ดังแสดงในตารางที่ 3.23 ซึ่งน่าจะเกิดจากข้อผิดพลาดในการทดลอง พลังงานกระตุ้นที่คำนวณได้นี้มีค่าใกล้เคียงกับพลังงานกระตุ้นของอีพ็อกซีที่รายงานจากนักวิจัยอื่นๆ ได้แก่ 286 - 525 kJ/mol [3], 290 -508 kJ/mol [4], และ 357 kJ/mol [5] Cook และคณะ [6] ได้รายงานค่าพลังงานกระตุ้นของอีพ็อกซีมีค่าประมาณ 500 - 600 kJ/mol ซึ่งค่าที่ได้นี้มีค่าอยู่ระหว่างค่าที่มีการรายงานมาก่อน คือ 700 – 900 kJ/mol และ 200 kJ/mol Chen และคณะ [7] ได้รายงานค่าพลังงานกระตุ้นของพอลิเมอร์ต่างๆ (PEEK, nylon 6, nylon 6/12, nylon 12, PET) มีค่าอยู่ในช่วง 230 – 790 kJ/mol จะเห็นได้ว่าค่าพลังงานกระตุ้นของอีพ็อกซีที่อบด้วยเตาไมโครเวฟมีค่าใกล้เคียงกับที่อบด้วยตู้อบ บ่งบอกว่าระบบการให้ความร้อนทั้งสองแบบนี้ไม่มีผลอย่างมีนัยสำคัญต่อโครงสร้างของโมเลกุลที่เชื่อมโยงกัน ค่าพลังงานกระตุ้นมีแนวโน้มสัมพันธ์กับ T_g หรือ $\tan \delta_{max}$ คือ เมื่อ T_g สูงขึ้นพลังงานกระตุ้นจะสูงขึ้นด้วย พฤติกรรมนี้พบในรายงานอื่นๆ ด้วย [3,4] Lasa และคณะ [4] อธิบายว่าความหนาแน่นของปริมาณการเชื่อมโยงโมเลกุลของอีพ็อกซีสัมพันธ์กับค่า T_g มากกว่าค่าพลังงานกระตุ้น ในขณะที่ผลการทดลองของโครงการวิจัยนี้ ยังไม่สามารถหาความสัมพันธ์โดยตรงระหว่างพลังงานกระตุ้นและปริมาณการเกิดปฏิกิริยา ทั้งนี้อาจเป็นเพราะค่าปริมาณการเกิดปฏิกิริยาที่คำนวณได้มีค่าใกล้เคียงกันมากเพราะใช้สูตรเรซินที่คล้ายคลึงกันมาก และโดยทั่วไปค่าพลังงานกระตุ้นของพอลิเมอร์จะอยู่ในช่วงกว้างมาก ซึ่ง Cook และคณะ [6] ได้กล่าวว่าพลังงานกระตุ้นอาจไม่ขึ้นอยู่กับปริมาณการเกิดปฏิกิริยา ส่วนค่า activation enthalpy มีทิศทางเดียวกันกับค่าพลังงานกระตุ้น ค่า activation entropy ที่คำนวณได้มีค่าสูงมาก แสดงถึงความไม่เป็นระเบียบในระดับสูง หรือกล่าวอีกนัยหนึ่งคือมีปริมาณการเคลื่อนไหวของโมเลกุลสูงในช่วง α transition (high degree of long range cooperative motion) รายละเอียดของผลการทดลองอ่านเพิ่มเติมใน reprint ที่แนบในภาคผนวก ก

ตารางที่ 3.23 พลังงานกระตุ้นที่ตำแหน่ง T_g ของเรซินที่มีปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยา 4 % คำนวณจากการวิเคราะห์ด้วยเครื่อง DMTA

	I	II	III	IV	VI	VII	VIII
Activation energy, E_a (kJ/mol)							
Thermal 14 min	365	575	315	438	521	391	354
Microwave 14 min	327	355	417	508	388	426	597
Microwave 20 min	406	474	458	515	200	442	459
Activation enthalpy, ΔH^* (kJ/mol)							
Thermal 14 min	363	571	311	435	518	388	351
Microwave 14 min	324	352	413	504	384	423	594
Microwave 20 min	402	471	455	512	197	439	456
Activation entropy, ΔS^* (J/mol)							
Thermal 14 min	728	1139	508	832	1037	765	673
Microwave 14 min	613	630	749	996	717	813	1328
Microwave 20 min	790	911	857	1012	267	850	941

เอกสารอ้างอิง

1. Boey, F.Y.C.; Yap, B.H. Polymer Testing 2001, 20, 837.
2. Cukierman, S.; Halary, J.L.; Monnerie, L. Polym Eng Sci 1991, 31, 1476.
3. Dyakonov, T.; Chen, Y.; Holland, K.; *et al.* Polym Degrad Stab 1996, 53, 217.

4. Laza, J.M., Julian, C.A., Larrauri, E., Leon, L.M. Polymer 1998, 40, 35.
5. Wingard, C.D. Thermo Acta 2000, 357-358, 293.
6. Cook, W.D., Scott, T.F., Tjevenon, S.Q., Forsythe, J.S. J Appl Polym Sci 2004, 93, 1348.
7. Chen, M.; Hellgeth, J. W.; Siochi, E.J.; Ward, T.C. ; McGrath, J.E. Polym Eng Sci 1993, 33, 1122.

3.2.3 ปริมาณปฏิกิริยาเคมีและอุณหภูมิกลาสทรานซิชัน

นำชิ้นงานที่อบแล้วมาตรวจสอบหาปริมาณการเกิดปฏิกิริยาด้วยเทคนิค DSC ปริมาณพื้นที่ใต้กราฟของพีคคายความร้อน (exothermic peak) ถูกคำนวณเพื่อบ่งบอกปริมาณการเกิดปฏิกิริยาที่เกิดขึ้นของชิ้นทดสอบนั้น เมื่อได้รับความร้อนอีกครั้งภายในเครื่องวิเคราะห์ พื้นที่ใต้กราฟของตัวอย่างที่เกิดปฏิกิริยาสมบูรณ์ (100% conversion) ได้มาจากการวิเคราะห์ด้วยเรซินที่ทำให้เกิดปฏิกิริยาภายในเครื่อง DSC นั้น โดยการผสมสารเคมีตามสูตรต่างๆที่เรียกว่า fresh sample เเทลงใน DSC pan

วิเคราะห์หาปริมาณการเกิดปฏิกิริยาเชื่อมโยงโมเลกุลของเรซินด้วยเครื่อง DSC ทำโดยตัดชิ้นงานจากชิ้นทดสอบบริเวณกลางแผ่นและบริเวณใกล้ขอบแผ่น ซึ่งเป็นตำแหน่งที่ถูกจับยึดด้วยหัวจับของเครื่องทดสอบ tensile properties ถ้าหากการเกิดปฏิกิริยาไม่สมบูรณ์ จะมีพีคคายความร้อนปรากฏบน DSC thermograms นำค่าพื้นที่ใต้พีคนี้คำนวณตามสมการต่อไปนี้

$$\chi = [1 - (\Delta H_s / \Delta H_f)] \times 100 \quad (3.5)$$

เมื่อ	χ	คือ	ปริมาณการเกิดปฏิกิริยา (extent of conversion)
	ΔH_f	คือ	ปริมาณความร้อนที่คายออกมาจาก fresh sample
	ΔH_s	คือ	ปริมาณความร้อนที่คายออกมาจากชิ้นทดสอบ

ΔH_f เป็นตัวแทนของปฏิกิริยาที่เกิดขึ้นอย่างสมบูรณ์ (100% conversion) โดยได้จากพื้นที่ของ exothermic peak เช่นเดียวกัน ตารางที่ 3.24 แสดงปริมาณปฏิกิริยาที่เกิดขึ้นจากการอบของเรซินสูตรต่างๆเมื่อมีตัวเร่งปฏิกิริยาต่างกัน เรซินส่วนใหญ่จะเกิดปฏิกิริยาในช่วง 90 – 100 % มีเพียงบางสูตรในบางสภาวะที่มีการเกิดปฏิกิริยาไม่ถึง 90% จากการทดลองเปรียบเทียบตำแหน่งที่ต่างกันระหว่างบริเวณศูนย์กลางแผ่นและบริเวณใกล้ขอบแผ่น พบว่าปริมาณการเกิดปฏิกิริยาต่างกันเล็กน้อย ผลการทดลองนี้บ่งบอกถึงความสม่ำเสมอของการเกิดปฏิกิริยาตลอดทั่วชิ้นงาน เพราะตามปกติแล้ว การอบด้วยเตาไมโครเวฟจะทำให้บริเวณศูนย์กลางแผ่นร้อนก่อนบริเวณขอบ ถ้าใช้เวลาในการอบไม่เพียงพอ บริเวณขอบแผ่นจะไม่แข็งหรือเกิดปฏิกิริยาน้อยกว่า

หากพิจารณาเวลาที่ใช้ในการอบจริงกับปริมาณการเกิดปฏิกิริยาแล้ว การอบด้วยเตาไมโครเวฟจะมีประสิทธิภาพมากกว่าการอบด้วยตู้อบ เนื่องจากเวลาที่ใช้ในการอบด้วยตู้อบจะใช้เวลา นานกว่า คือ 20 นาที สำหรับเรซินที่มีปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยา 1 % และ 14 นาที สำหรับเรซินที่มีปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยา 4 % ในขณะที่การอบด้วยเตาไมโครเวฟนั้น เวลาที่อบจริงจะสั้นกว่าเวลาที่ตั้งไว้ในตารางที่ 3.4 หน้า 33

ความสม่ำเสมอการเกิดปฏิกิริยาบนชิ้นตัวอย่าง

ผลจากการวิเคราะห์ด้วยเครื่อง DSC เพื่อคำนวณหา ปริมาณการเกิดปฏิกิริยา (extent of conversion) ของอีพ็อกซีเรซินที่อบด้วยตู้อบและเตาไมโครเวฟแสดงในตารางที่ 3.24 ชิ้นงานบริเวณกลางแผ่น (center) มีความสำคัญมากเพราะเป็นบริเวณที่นำไปทดสอบสมบัติเชิงกล ส่วนบริเวณขอบ (edge) ไม่ใช่ส่วนสำคัญในการทดสอบสมบัติเชิงกล แต่เป็นส่วนที่บ่งชี้ถึงการเกิดปฏิกิริยาอย่างสม่ำเสมอทั่วแผ่นงาน เตาไมโครเวฟที่ดีจะต้องทำให้เรซิน

เกิดความร้อนสม่ำเสมอทั่วแผ่นงาน อย่างไรก็ตาม ความสม่ำเสมอในการเกิดความร้อนนี้ขึ้นอยู่กับขนาดของชิ้นงาน (ความกว้าง) ที่เหมาะสมต่อเตาไมโครเวฟและสภาวะการอบด้วย

การอบด้วยเตาไมโครเวฟและตู้อบความร้อนของเรซินส่วนใหญ่มีปริมาณการเกิดปฏิกิริยาใกล้เคียงกันมาก มีเพียงบางตัวอย่างเท่านั้นที่มีค่าต่างกันมาก ปริมาณการเกิดปฏิกิริยาของชิ้นงานบริเวณศูนย์กลางและบริเวณขอบของเรซินส่วนใหญ่ก็มีค่าใกล้เคียงกัน แสดงว่าสภาวะการอบและขนาดของแบบหล่อมีความเหมาะสมต่อการอบ อุณหภูมิกลาสแทรนซิชันของชิ้นทดสอบเดียวกันนี้แสดงในตารางที่ รูปที่ 3.31 – 3.34 เป็นกราฟเปรียบเทียบ ปริมาณการเกิดปฏิกิริยาและอุณหภูมิกลาสแทรนซิชันของข้อมูลในตารางที่ 3.24 และ 3.25

ตารางที่ 3.24 ปริมาณการเกิดปฏิกิริยา (%) ของอีพ็อกซีเรซิน คำนวณด้วยเทคนิค DSC

สูตร	Specimen Thickness 1.5 mm ^a				Specimen Thickness 3 mm ^b			
	Accelerator 1%		Accelerator 4%		Accelerator 1%		Accelerator 4%	
	Center ^c	Edge ^d	Center ^c	Edge ^d	Center ^e	Edge ^f	Center ^e	Edge ^f
I (OV)	86.9	-	86.9	-	99.2	99.5	99.2	99.5
(MV)	92.3	92.3	92.3	92.3	96.9	97.5	96.9	97.5
II (OV)	89.7	-	97.2	-	99.6	99.4	98.8	-
(MV)	97.4	94.5	97.2	97.9	96.9	94.3	99.5	98.3
III (OV)	93.4	-	96.6	-	-	-	-	-
(MV)	99.9	85.2	99.6	94.1	-	-	-	-
IV (OV)	81.6	-	99.6	-	98.3	98.0	100	-
(MV)	96.3	88.4	99.7	97.7	94.7	94.6	99.5	99.8
VI (OV)	94.5	-	97.5	-	98.6	98.8	98.2	-
(MV)	95.0	91.3	98.2	83.4	94.6	93.7	96.2	97.7
VII (OV)	99.9	-	96.0	-	-	-	-	-
(MV)	99.9	99.1	99.3	91.4	-	-	-	-
VIII (OV)	97.3	-	99.1	-	98.5	99.2	99.2	-
(MV)	98.6	93.5	97.9	97.9	92.2	95.7	96.9	97.1

^a ใช้เวลาอบ 14 นาที สำหรับเตาไมโครเวฟ ใช้เวลาอบ 20 นาที และ 10 นาที สำหรับการอบด้วยตู้อบความร้อนของเรซินที่มีตัวเร่งปฏิกิริยา 1% และ 4% ตามลำดับ ใช้ระดับกำลังไมโครเวฟ 3 และ 4 (ดูตารางที่ 3.4 หน้า 33) ไม่ทราบปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยาในสูตร I

^b ดูสภาวะการอบในตารางที่ 3.27 หน้า 82

^c ชิ้นทดสอบตัดจากบริเวณแกวของ tensile tested specimens

^d ชิ้นทดสอบตัดจากปลายสุดของ tensile tested specimens (ส่วนที่ถูกจับยึดด้วย grip ของเครื่องทดสอบขณะดึง)

^e ชิ้นทดสอบตัดจากบริเวณกลางแผ่นชิ้นงานที่อบได้ (ใกล้จุดศูนย์กลางแผ่น)

^f ชิ้นทดสอบตัดจากบริเวณห่างจากศูนย์กลางแผ่นชิ้นงานที่อบได้ประมาณ 3-5 ซม.

ตารางที่ 3.25 Glass transition temperature ของอีพ็อกซีเรซิน คำนวณด้วยเทคนิค DSC (ข้อมูลชุดเดียวกันกับตารางที่ 3.24)

สูตร	Specimen Thickness 1.5 mm ^a				Specimen Thickness 3 mm ^b			
	Accelerator 1%		Accelerator 4%		Accelerator 1%		Accelerator 4%	
	Center ^c	Edge ^d	Center ^c	Edge ^d	Center ^e	Edge ^f	Center ^e	Edge ^f
I (OV)	82.3	-	82.3	-	118.3	118.7	118.3	118.7
(MV)	89.0	88.3	89.0	88.3	106.3	106.0	106.3	106.0
II (OV)	90	-	76.7	-	110.7	112.3	116.6	-
(MV)	93.0	91.3	96	93	80.7	81.0	112.3	115.7
III (OV)	88.7	-	99.0	-	-	-	-	-
(MV)	114.3	83.0	111.7	89.7	-	-	-	-
IV (OV)	83.3	-	77.0	-	120.7	126.0	116.6	-
(MV)	89.7	78.3	95.7	63.7	81.7	83.0	115.3	112.0
VI (OV)	88	-	89.3	-	80.7	78.7	101.9	-
(MV)	85.3	81.7	90	70	75.0	75.7	86.1	77.3
VII (OV)	89.3	-	85.7	-	-	-	-	-
(MV)	89.0	88.0	88	60	-	-	-	-
VIII (OV)	88.0	-	88.3	-	75.7	74.7	102.4	-
(MV)	82.0	80.0	100.0	91	77.7	75.7	93.3	94.7

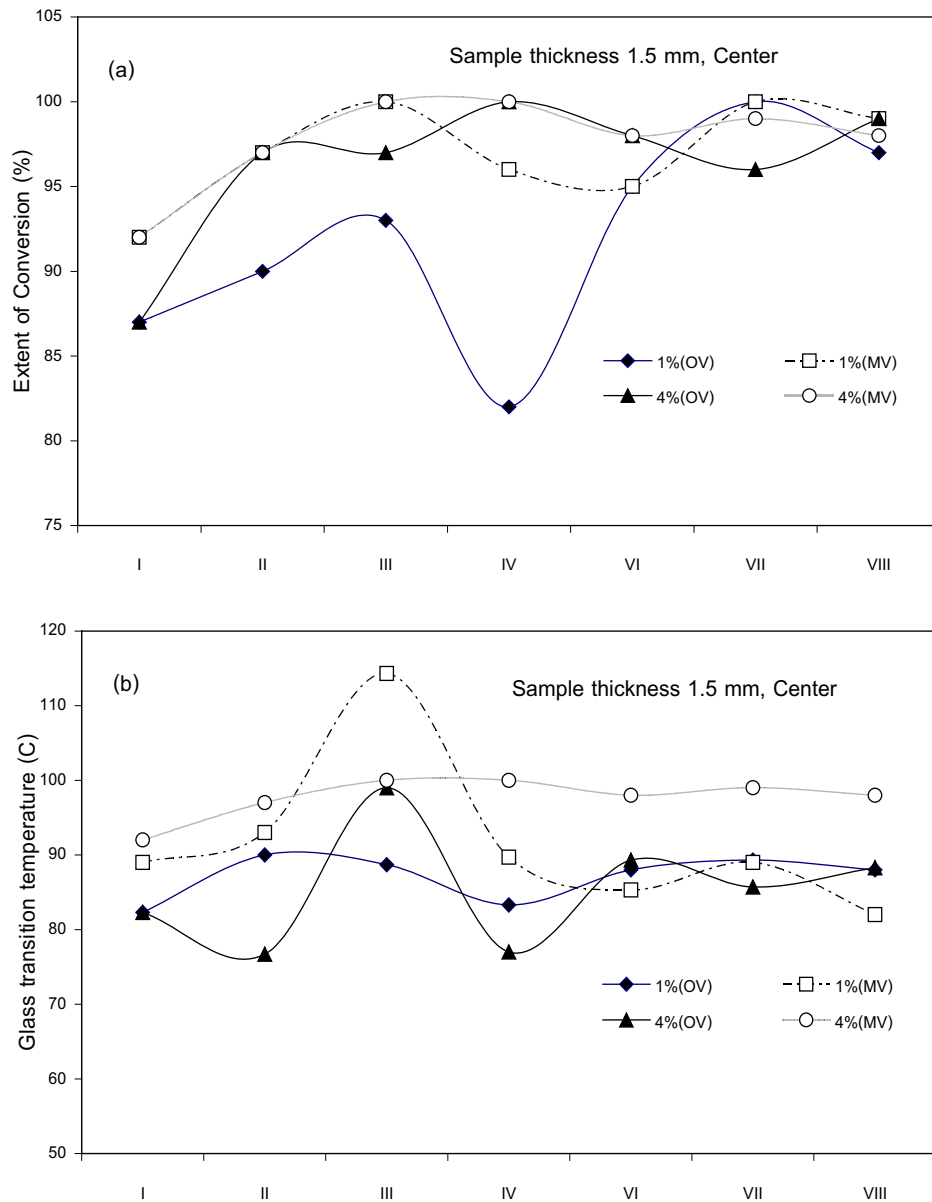
(^a – ^f เช่นเดียวกับตารางที่ 3.24)

ปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยามีผลต่อปริมาณการคายความร้อนและอุณหภูมิที่เกิดปฏิกิริยาสูงสุด ดังแสดงในตารางที่ 3.26 ซึ่งอุณหภูมิสูงสุด (T_{peak}) จะต่ำลงมากกว่า 10 °C เมื่อเพิ่มปริมาณเป็น 4% พื้นที่ใต้กราฟมีค่าเพิ่มขึ้น เช่นเดียวกัน ยกเว้นสูตร VII ที่มีปริมาณต่างกันน้อยมาก แสดงว่าตัวเร่งปฏิกิริยาทำให้เกิดปฏิกิริยาเร็วขึ้น (อุณหภูมิลดลง) และส่งผลให้มีปฏิกิริยามากขึ้น (การคายความร้อนมากขึ้น)

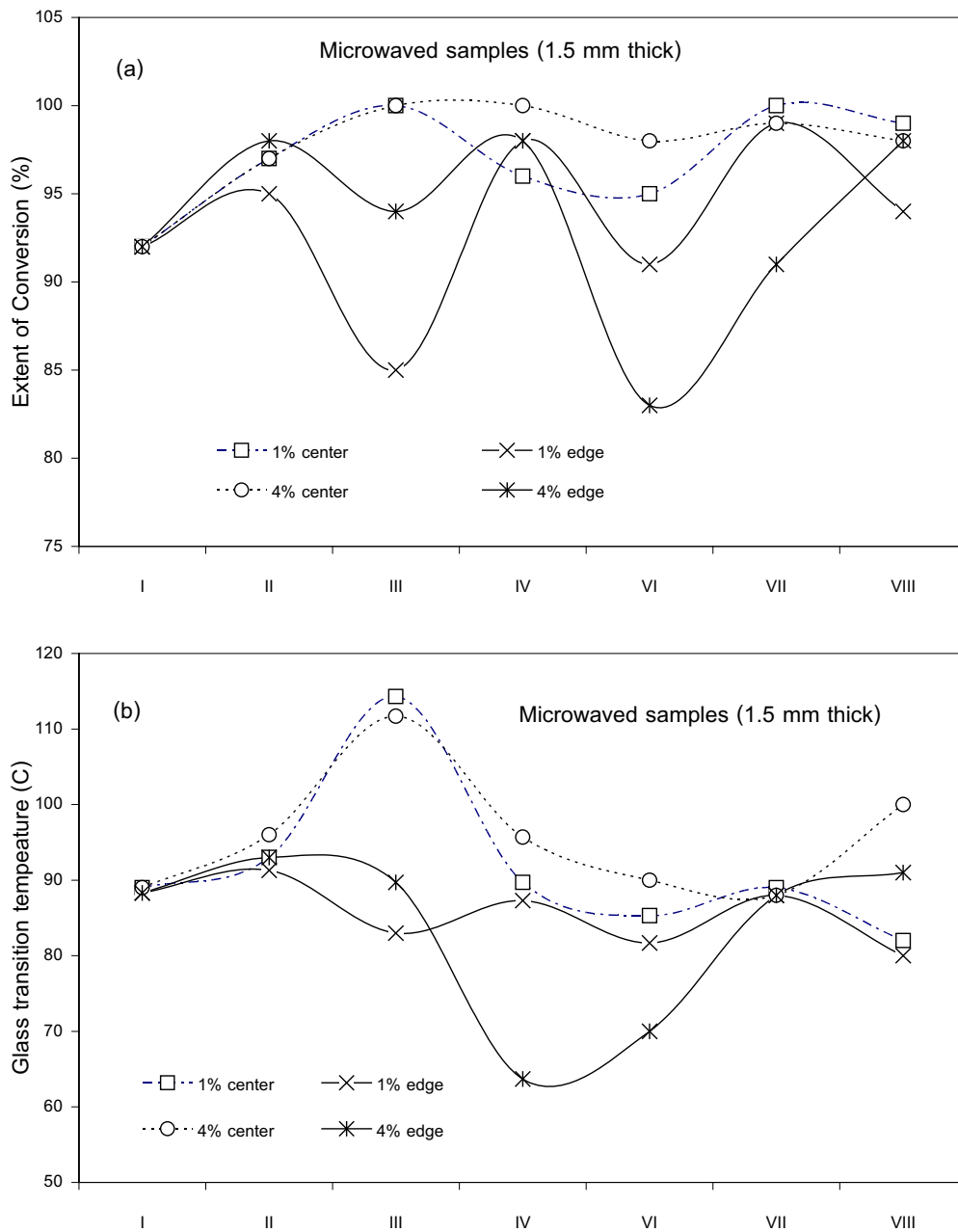
ตารางที่ 3.26 พื้นที่ใต้พีค (enthalpy, ΔH) และอุณหภูมิที่ตำแหน่งของ exothermal peak (T_{peak}) ของ fresh samples (epoxy : hardener = 100 : 80) เมื่อวิเคราะห์ด้วยเครื่อง DSC

Resin	Accelerator 1%		Accelerator 4%	
	ΔH (J/g)	T_{peak} (°C)	ΔH (J/g)	T_{peak} (°C)
I ^a	312	157.7	312	157.7
II	254	166.3	330	143.0
III	339	162.3	363	150.0
IV	252	169.7	324	146.3
VI	282	167.7	322	149.3
VII	363	166.0	367	153.7
VIII	302	168.0	340	148.7

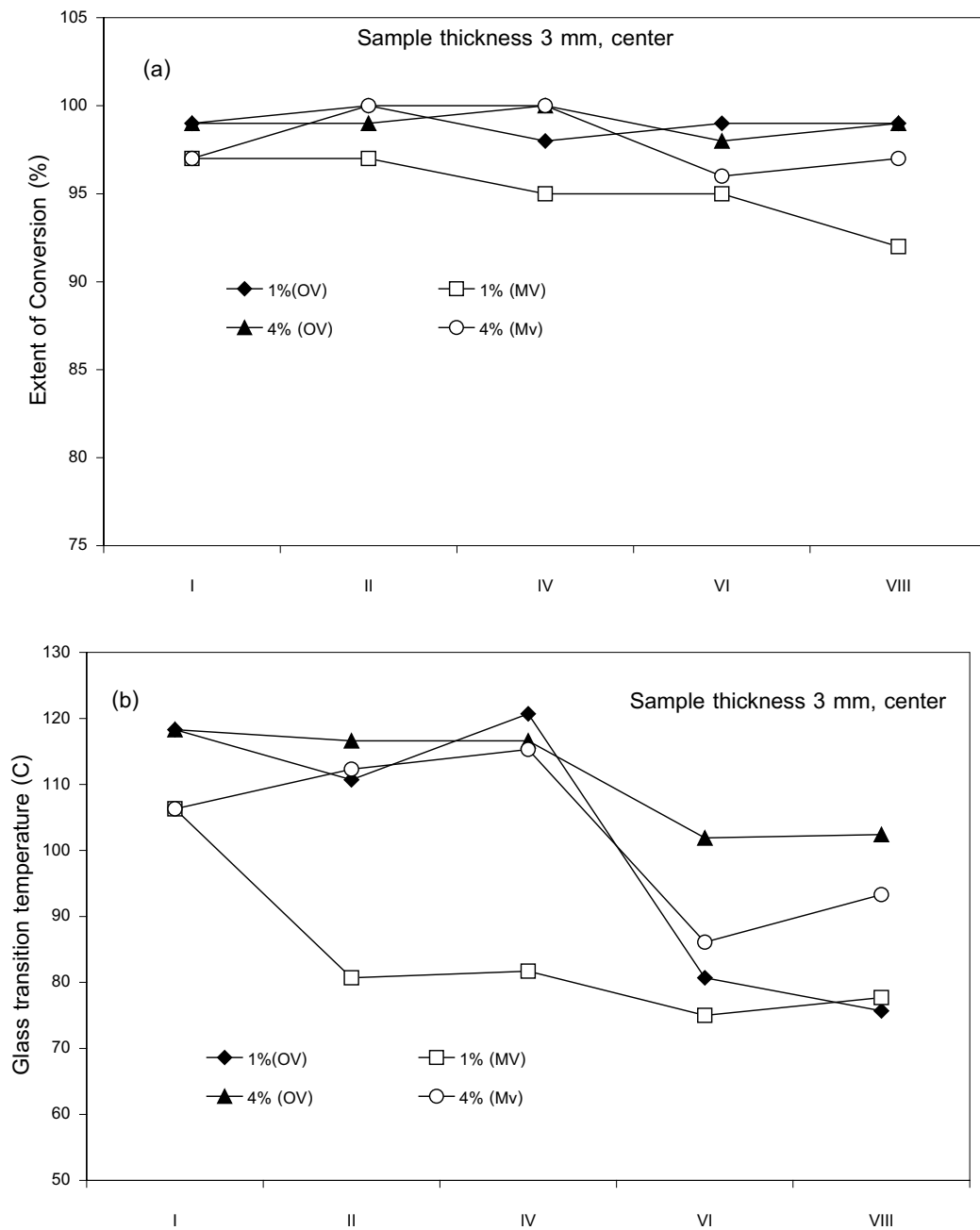
(^a ไม่ทราบปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยา)



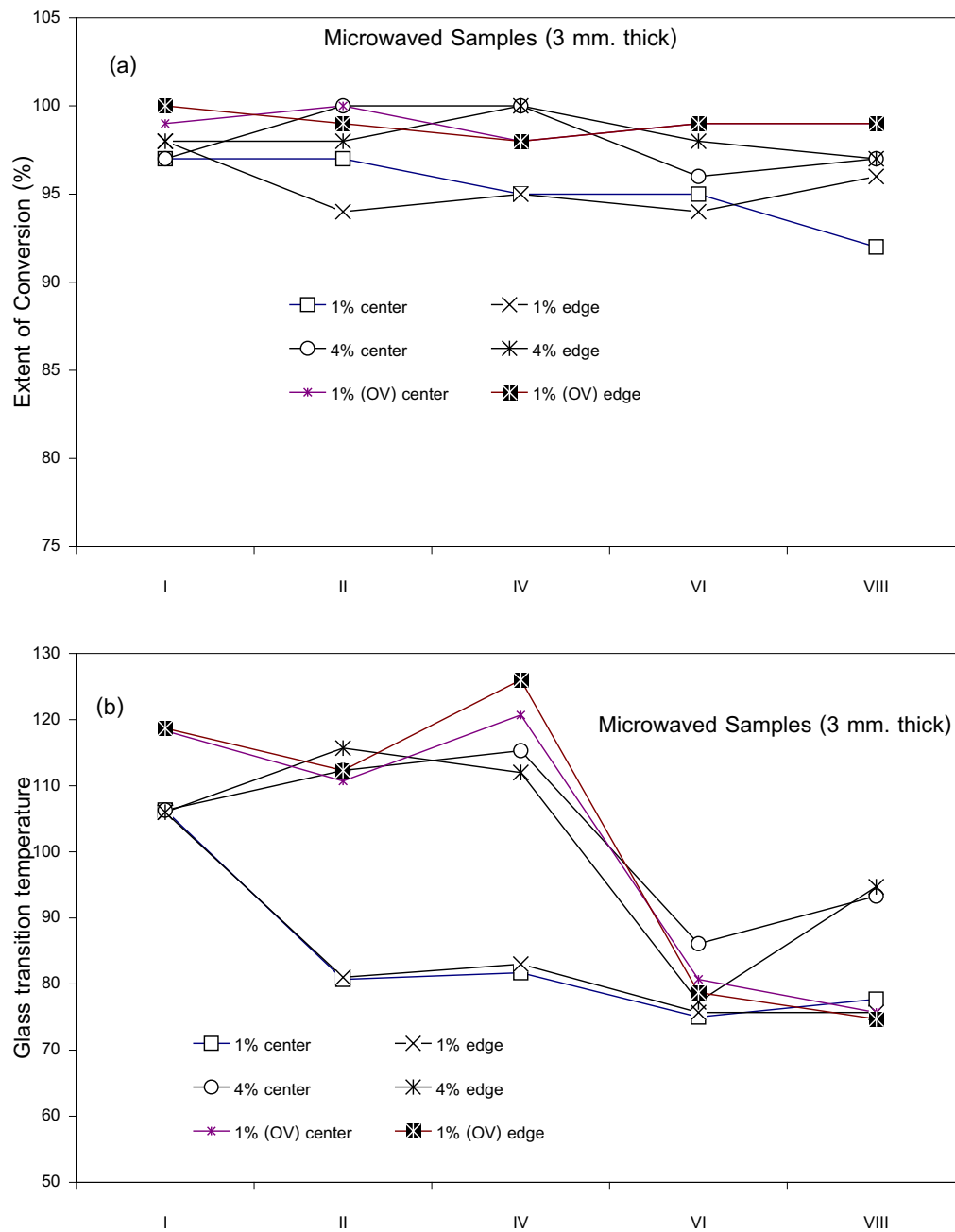
รูปที่ 3.31 กราฟแสดงปริมาณการเกิดปฏิกิริยา (a) และอุณหภูมิกลาสแทรนซิชัน (b) ของอีพ็อกซีเรซิน ที่อบด้วยตู้อบความร้อน (OV) และเตาไมโครเวฟ (MV) ชั้นงานหนา 1.5 mm และมีปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยา 1% และ 4% ตัดตัวอย่างบริเวณศูนย์กลางแผ่น



รูปที่ 3.32 กราฟแสดงปริมาณการเกิดปฏิกิริยา (a) และอุณหภูมิกลาสแทรนซิชัน (b) ของอีพ็อกซีเรซินที่อบด้วยเตาไมโครเวฟ ชั้นงานหนา 1.5 mm และมีปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยา 1% และ 4% ตัดตัวอย่างบริเวณศูนย์กลางแผ่น (center) และบริเวณขอบแผ่น (edge)



รูปที่ 3.33 กราฟแสดงปริมาณการเกิดปฏิกิริยา (a) และอุณหภูมิกลาสแทรนซิชัน (b) ของอีพ็อกซีเรซินที่อบด้วยตู้อบความร้อน (OV) และเตาไมโครเวฟ (MV) ชั้นงานหนา 3 mm และมีปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยา 1% และ 4% ตัดตัวอย่างบริเวณศูนย์กลางแผ่น



รูปที่ 3.34 กราฟแสดงปริมาณการเกิดปฏิกิริยา (a) และอุณหภูมิกลาสแทรนซิชัน (b) ของอีพ็อกซีเรซินที่อบด้วยเตาไมโครเวฟและดูดความร้อน (OV 1%) ชื้นงานหนา 3 mm และมีปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยา 1% และ 4% ตัดตัวอย่างบริเวณศูนย์กลางแผ่น (center) และบริเวณขอบแผ่น (edge)

สรุปผลการทดลอง

1. อีพ็อกซี-แอนไฮไดรด์เรซินที่ใช้ศึกษานี้ สามารถก่อให้เกิดปฏิกิริยาเชื่อมโยงโมเลกุลด้วยเตาไมโครเวฟที่ใช้ในครัวเรือนได้เช่นเดียวกันกับการอบด้วยตู้อบ โดยสมบัติเชิงกลของเรซินสูตร I และ II ที่อบด้วยเตาไมโครเวฟเหมาะสมในการที่จะนำไปศึกษาต่อเพื่อทำเป็นอีพ็อกซีคอมโพสิตที่อบด้วยเตาไมโครเวฟ เนื่องจากทั้งสองสูตรนี้เมื่ออบด้วยเตาไมโครเวฟ แสดงสมบัติเชิงกลที่ดี ไม่ด้อยกว่าชิ้นงานที่อบด้วยตู้อบความร้อน
2. การอบด้วยเตาไมโครเวฟจะใช้เวลาน้อยกว่าการอบด้วยตู้อบความร้อน เมื่อเทียบกับระยะเวลาอบจริงกับปริมาณการเกิดปฏิกิริยา
3. สมบัติที่ได้จากการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค DMTA แสดงให้เห็นว่าอีพ็อกซีที่อบด้วยเตาไมโครเวฟน่าจะมีความหนาแน่นการเชื่อมโยงโมเลกุลใกล้เคียงกับอีพ็อกซีที่อบด้วยตู้อบ
4. การวิเคราะห์ด้วยเครื่อง DSC ในการหาปริมาณการเกิดปฏิกิริยาและอุณหภูมิกลาสแทรนซิชัน ยังไม่สามารถชี้แนะความแตกต่างสมบัติเชิงกลระหว่างตัวอย่างที่อบด้วยตู้อบและเตาไมโครเวฟ

3.3 อีพ็อกซีเรซินอบด้วยคลื่นไมโครเวฟสำหรับชิ้นตัวอย่างหนา

เนื่องจากการเตรียมอีพ็อกซีคอมโพสิต จำเป็นต้องใช้ชิ้นทดสอบที่มีความหนาเพิ่มขึ้น โดยมีความหนาน้อยกว่า 3 mm ดังนั้น จึงทำการทดลองชุดใหม่ที่มีความหนา 3 mm สูตรที่มี EMI เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาไม่สามารถหาสมภาวะการอบในเตาไมโครเวฟที่เหมาะสมได้ เนื่องจากเรซินจะไหม้ คาดว่าเป็นเพราะชิ้นงานมีความหนามากขึ้น สมภาวะการอบในตู้อบความร้อนและในเตาไมโครเวฟแสดงในตารางที่ 3.27 สังเกตได้ว่าเป็นสมภาวะการอบที่แตกต่างจากการอบตัวอย่างที่มีขนาดบาง จากที่กล่าวมาแล้วว่าสามารถใช้สมภาวะการอบที่ต่างกันได้ เพราะจะใช้ลักษณะชิ้นงานที่อบได้เป็นเกณฑ์กำหนด แต่อย่างไรก็ตาม พบว่าสมภาวะการอบด้วยเตาไมโครเวฟของแต่ละสูตรยังอยู่ในช่วงเดียวกัน คือ ใช้ระดับกำลัง 3 และใช้เวลาในการอบในช่วง 6 – 10 นาที

ตารางที่ 3.27 สมภาวะการอบด้วยเตาไมโครเวฟของตัวอย่างชนิดหนาแบบอบครั้งเดียว (single step)

Resin	Thermal oven (150°C)		Microwave oven (Level 3)	
	Accelerator 1%	Accelerator 4%	Accelerator 1%	Accelerator 4%
I	25 min		10 min	
II	25 min	15 min	12 min	7 min
IV			15 min	7 min
VI			12 min	6 min
VIII			10 min	6 min

3.3.1 สมบัติเชิงกลของอีพ็อกซีเรซินที่อบแบบขั้นตอนเดียว

Tensile properties, impact strength และ flexural properties ของอีพ็อกซีเรซินสูตรต่างๆ แสดงในตารางที่ 3.28 – 3.31 และรูปที่ 3.35 – 3.37 เรซินสูตร I ไม่ทราบปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยา ส่วนเรซินสูตรอื่นๆมีการเติมตัวเร่งปฏิกิริยาปริมาณ 1% และ 4% เมื่อเปรียบเทียบสมบัติเชิงกลของแต่ละสูตรที่มีระบบการอบต่างกัน พบว่าความแตกต่างสมบัติเชิงกลของสูตรต่างๆมีความซับซ้อน จำเป็นต้องพิจารณาแต่ละสมบัติ ซึ่งจะมีความเฉพาะตัวของสูตรและปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยา สูตร I ที่อบด้วยเตาไมโครเวฟแสดง Tensile properties และ flexural properties ด้อยกว่าตัวอย่างที่อบด้วยตู้อบ ส่วนเรซินสูตร II ที่มีตัวเร่งปฏิกิริยาปริมาณ 4% เป็นสูตรที่มีศักยภาพสำหรับการอบด้วยเตาไมโครเวฟ เพราะให้สมบัติเชิงกลที่เทียบเท่าหรือดีกว่าตัวอย่างที่อบด้วยตู้อบ เรซินสูตรอื่นๆแสดงสมบัติไม่สม่ำเสมอ

ตารางที่ 3.28 สมบัติเชิงกลของอีพ็อกซีเรซินหนา 3 mm เรซินมีตัวเร่งปฏิกิริยา 1% อบด้วยตู้อบความร้อน

Resin	Tensile properties			Flexural properties			Impact Strength (kJ/m ²)
	E (GPa)	σ_b (MPa)	ϵ_b (%)	E (GPa)	σ_b (MPa)	ϵ_b (%)	
I	1.66	69.21	8.06	3.84	96.81	6.36	3.18
	$\pm$	$\pm$	$\pm$	$\pm$	$\pm$	$\pm$	$\pm$
	0.14	7.84	1.69	0.30	13.00	3.08	0.87
II	1.49	35.88	3.49	2.40	52.08	2.33	1.68
	$\pm$	$\pm$	$\pm$	$\pm$	$\pm$	$\pm$	$\pm$
	0.23	8.23	0.81	0.54	0.20	0.41	0.44
IV	1.68	17.12	1.31	2.62	62.01	2.45	1.91
	$\pm$	5.12	$\pm$	$\pm$	$\pm$	$\pm$	$\pm$
	0.33		0.39	0.35	10.88	0.39	0.29
VI	1.84	30.18	2.39	3.09	58.35	1.94	0.44
	$\pm$	6.89	$\pm$	$\pm$	$\pm$	$\pm$	$\pm$
	0.28		0.50	0.35	8.95	0.25	0.13
VII	2.06	29.34	1.74	3.84	73.08	2.78	2.04
	$\pm$	6.19	$\pm$	$\pm$	$\pm$	$\pm$	$\pm$
	0.14		0.33	0.73	5.18	0.26	1.15

ตารางที่ 3.29 สมบัติเชิงกลของอีพ็อกซีเรซินหนา 3 mm เรซินมีตัวเร่งปฏิกิริยา 4% อบด้วยตู้อบความร้อน

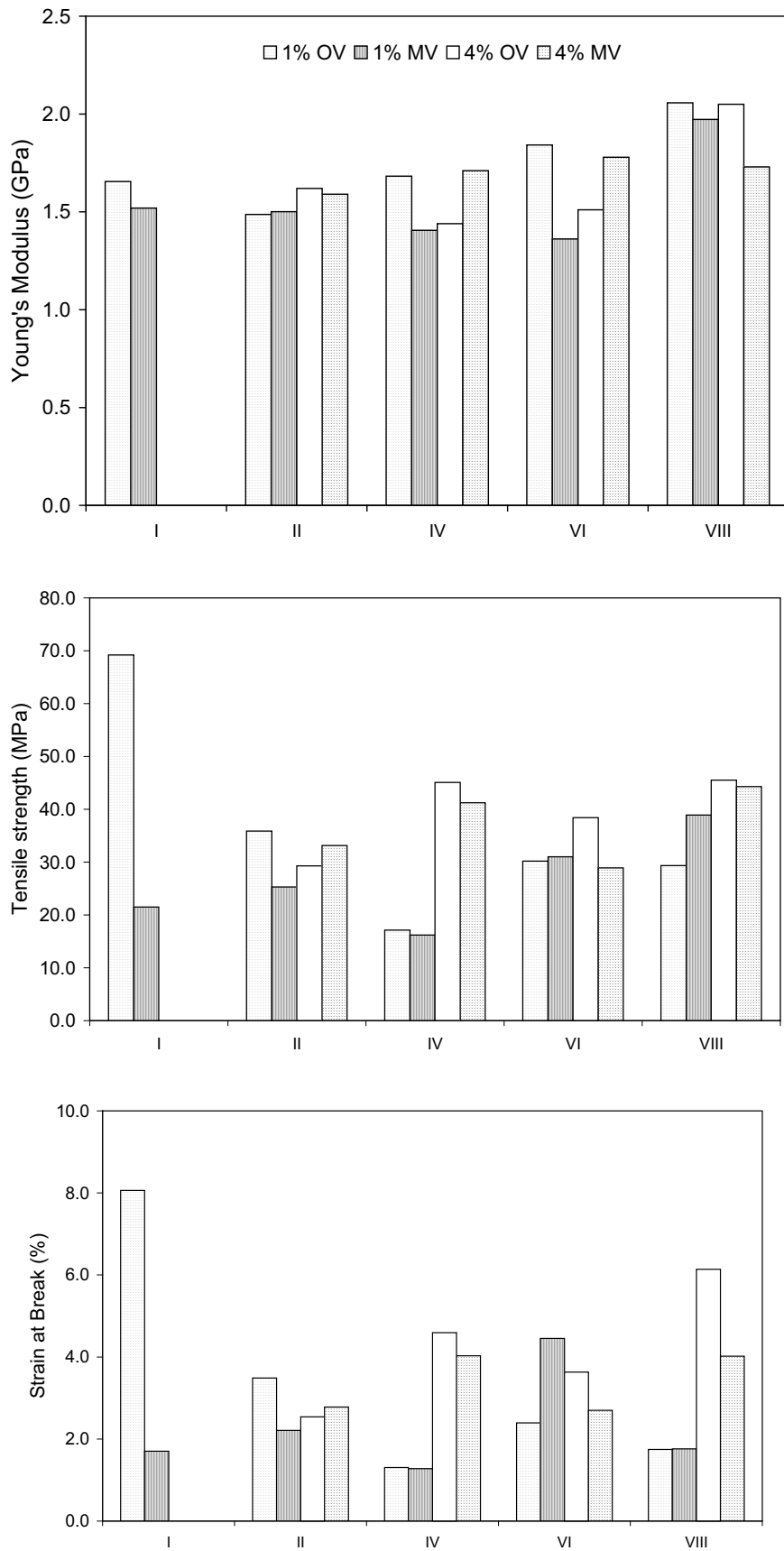
Resin	Tensile properties			Flexural properties			Impact Strength (kJ/m ²)
	E (GPa)	σ_b (MPa)	ϵ_b (%)	E (GPa)	σ_b (MPa)	ϵ_b (%)	
I	1.66	69.21	8.06	3.84	96.81	6.36	3.18
	$\pm$	$\pm$	$\pm$	$\pm$	$\pm$	$\pm$	$\pm$
	0.14	7.84	1.69	0.30	13.00	3.08	0.87
II	1.62	29.30	2.54	2.23	38.12	2.14	2.34
	$\pm$	$\pm$	$\pm$	$\pm$	$\pm$	$\pm$	$\pm$
	0.05	3.19	0.42	0.56	5.24	1.48	1.03
IV	1.44	45.07	4.59	2.64	63.24	2.51	2.52
	$\pm$	$\pm$	$\pm$	$\pm$	$\pm$	$\pm$	$\pm$
	0.07	9.04	0.73	0.23	12.73	0.39	1.00
VI	1.51	38.43	3.63	3.17	74.04	2.67	2.52
	$\pm$	$\pm$	$\pm$	$\pm$	$\pm$	$\pm$	$\pm$
	0.17	5.00	0.54	0.15	19.42	0.91	0.96
VII	2.05	45.51	6.14	3.04	63.95	2.25	2.27
	$\pm$	$\pm$	$\pm$	$\pm$	$\pm$	$\pm$	$\pm$
	0.15	7.00	2.9	0.25	8.42	0.46	0.43

ตารางที่ 3.30 สมบัติเชิงกลของอีพ็อกซีเรซินหนา 3 mm เรซินมีตัวเร่งปฏิกิริยา 1% อบด้วยเตาไมโครเวฟ

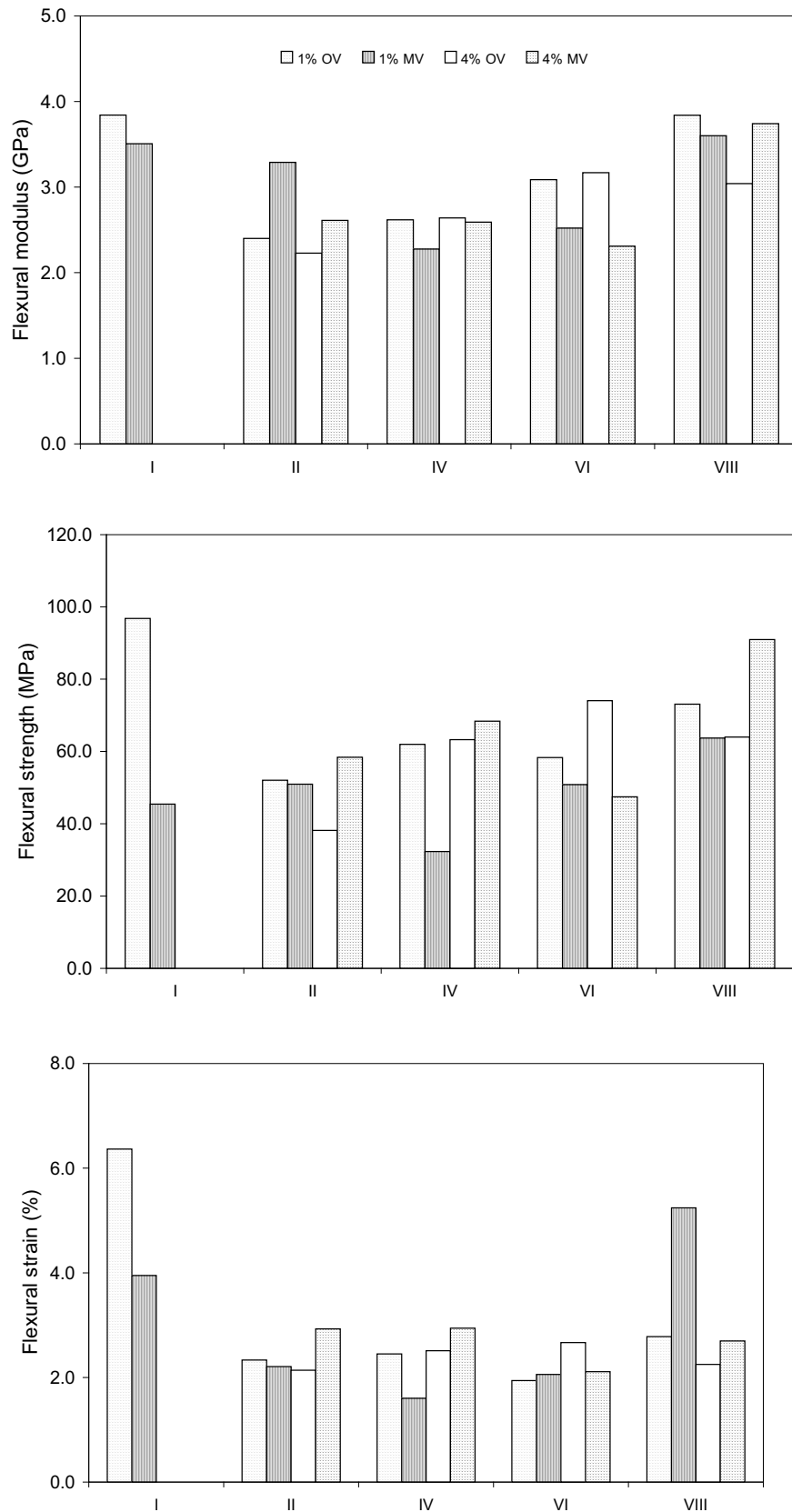
Resin	Tensile properties			Flexural properties			Impact Strength (kJ/m ²)
	E (GPa)	σ_b (MPa)	ϵ_b (%)	E (GPa)	σ_b (MPa)	ϵ_b (%)	
I	1.52	21.49	1.70	3.51	45.24	3.95	3.11
	$\pm$	$\pm$	$\pm$	$\pm$	$\pm$	$\pm$	$\pm$
	0.34	5.31	0.30	0.10	12.31	0.23	0.63
II	1.50	25.27	2.21	3.29	50.98	2.21	1.46
	$\pm$	$\pm$	$\pm$	$\pm$	$\pm$	$\pm$	$\pm$
	0.21	5.03	0.90	0.32	8.79	0.24	0.24
IV	1.41	16.23	1.28	2.28	32.30	1.61	1.81
	$\pm$	$\pm$	$\pm$	$\pm$	$\pm$	$\pm$	$\pm$
	0.44	5.54	0.38	0.11	7.04	0.31	0.52
VI	1.36	31.01	4.45	2.52	50.82	2.06	1.14
	$\pm$	$\pm$	$\pm$	$\pm$	$\pm$	$\pm$	$\pm$
	0.29	7.09	1.14	0.53	5.74	0.37	0.45
VII	1.97	38.92	1.76	3.60	63.71	5.24	1.14
	$\pm$	$\pm$	$\pm$	$\pm$	$\pm$	$\pm$	$\pm$
	0.12	9.63	1.1	0.41	16.44	0.37	0.45

ตารางที่ 3.31 สมบัติเชิงกลของอีพ็อกซีเรซินหนา 3 mm เรซินมีตัวเร่งปฏิกิริยา 4% อบด้วยเตาไมโครเวฟ

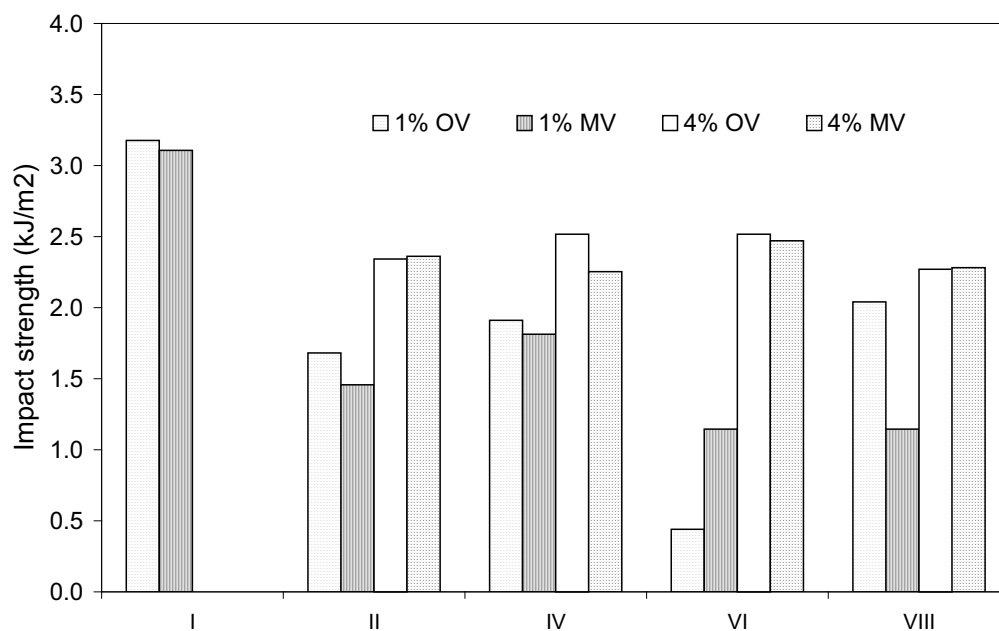
Resin	Tensile properties			Flexural properties			Impact Strength (kJ/m ²)
	E (GPa)	σ_b (MPa)	ϵ_b (%)	E (GPa)	σ_b (MPa)	ϵ_b (%)	
I	1.52	21.49	1.70	3.84	96.81	6.36	3.18
	$\pm$	$\pm$	$\pm$	$\pm$	$\pm$	$\pm$	$\pm$
	0.34	5.31	0.30	0.30	13	0.38	0.87
II	1.59	33.11	2.78	2.61	58.39	2.93	2.36
	$\pm$	$\pm$	$\pm$	$\pm$	$\pm$	$\pm$	$\pm$
	0.17	2.38	0.58	0.86	9.58	1.7	0.71
IV	1.71	41.24	4.03	2.59	68.37	2.94	2.25
	$\pm$	$\pm$	$\pm$	$\pm$	$\pm$	$\pm$	$\pm$
	0.16	6.95	0.37	0.71	9.78	0.83	0.45
VI	1.78	28.88	2.70	2.31	47.46	2.11	2.47
	$\pm$	$\pm$	$\pm$	$\pm$	$\pm$	$\pm$	$\pm$
	0.07	7.92	0.54	0.65	15.63	0.59	0.35
VII	1.73	44.28	4.02	3.74	9099	2.70	2.28
	$\pm$	$\pm$	$\pm$	$\pm$	$\pm$	$\pm$	$\pm$
	0.25	6.30	1.30	0.33	7.65	0.48	0.84



รูปที่ 3.35 Tensile properties ของอีพ็อกซีเรซินอบแบบครั้งเดียว มีตัวเร่งปฏิกิริยา 1% และ 4% ขึ้นทดสอบหนา 3 mm (OV = oven และ MV = microwave)



รูปที่ 3.36 Flexural properties ของอีพ็อกซีเรซินสูตรต่างๆ แบบอบครั้งเดียว ชี้นงานหนา 3 mm (OV = oven, MV = microwave, 1% และ 4% คือ ปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยา)



รูปที่ 3.37 Impact strength ของอีพ็อกซีเรซินสูตรต่างๆ ที่อบแบบครั้งเดียว ชั้นงานหนา 3 mm (OV = oven, MV = microwave, 1% และ 4% คือ ปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยา)

สิ่งสำคัญของโครงการวิจัยนี้ คือ การเปรียบเทียบสมบัติเชิงกลของอีพ็อกซีเรซินและคอมโพสิตระหว่างชั้นงานที่อบด้วยตู้อบ (thermal curing) และอบด้วยเตาไมโครเวฟ (microwave curing) โดยศึกษาจากเรซินสูตรต่างๆ ไม่ได้มุ่งเน้นเปรียบเทียบสมบัติเชิงกลระหว่างสูตร แต่จะคัดเลือกสูตรที่เหมาะสมต่อการอบด้วยเตาไมโครเวฟ งานวิจัยในครั้งนี้เป็นการศึกษาคอมโพสิต ในขณะที่งานวิจัยช่วงแรกเป็นการศึกษาเฉพาะอีพ็อกซีเรซิน แต่เนื่องจากการปรับความหนาของชั้นงานเมื่อทำเป็นคอมโพสิต ดังนั้น จึงมีการศึกษาอีพ็อกซีเรซินที่ความหนาใหม่นี้ด้วย โดยช่วงแรกเตรียมตัวอย่างหนาประมาณ 1 - 2 mm ต่อมาเตรียมตัวอย่างหนาประมาณ 3 - 4 mm

3.3.2 สมบัติเชิงกลของอีพ็อกซีเรซินที่อบแบบหลายขั้นตอน

ตามที่ได้กล่าวมาแล้วว่า สูตร II เป็นสูตรที่เหมาะสมต่อการอบด้วยเตาไมโครเวฟมากที่สุด ดังนั้น การทดลองต่อไปจึงเลือกใช้สูตรนี้ และทำการเปรียบเทียบกับสูตร I การทดลองตอนนี้จะเลือกใช้เรซินที่มีตัวเร่งปฏิกิริยา 4% เท่านั้น การอบหลายขั้นตอนในเตาไมโครเวฟ หมายถึงการอบโดยใช้ระดับกำลังต่ำๆ ก่อน ในระยะเวลาหนึ่งๆ แล้วเพิ่มระดับกำลังให้สูงขึ้น ทำต่อเนื่องกันไป การเลือกใช้สภาวะการอบเช่นนี้ เป็นการทดลองคล้ายกับการลองผิดลองถูกในเบื้องต้น เพื่อให้ทราบทิศทางสภาวะที่น่าจะเป็น โดยมีหลักการพื้นฐานคือ การอุ่นเรซินให้ร้อนด้วยระดับกำลังต่ำๆ ก่อน จากการทดลองที่ผ่านมา ระดับกำลัง 2 ไม่สามารถทำให้อีพ็อกซีเรซินแข็งตัวได้ จึงเลือกใช้ระดับกำลังนี้เป็นจุดเริ่มต้น แต่ระยะเวลาที่ใช้ในการอุ่นนั้น ไม่มีเกณฑ์ในการกำหนด ต้องทำการทดลองเก็บข้อมูลด้วยการใช้ระยะเวลาต่างๆ กัน สภาวะการอบในเตาไมโครเวฟแบบหลายขั้นตอนของเรซินสูตร I และสูตร II แสดงในตารางที่ 3.32 เรซินสูตร I จะนำไปทดสอบ Tensile properties เท่านั้น ส่วนเรซินสูตร II มีสมบัติเชิงกลทั้ง 3 ประเภท กราฟแสดงการเปรียบเทียบสมบัติเชิงกลของเรซินในตารางที่ 3.32 แสดงในรูปที่ 3.38 – 3.41 เป็นที่น่าสังเกตว่า การอบหลายขั้นตอนในเตาไมโครเวฟจะแสดงสมบัติเชิงกลดีกว่าการอบแบบขั้นตอนเดียวและอบด้วยตู้อบ

อุณหภูมิร้อน ยกเว้น impact strength ของเรซินสูตร II ที่การอบด้วยเตาไมโครเวฟแบบสองขั้นตอน ให้ค่าต่ำลง ทั้งนี้ ต้องตระหนักว่า สภาวะการอบที่ทำนี้อาจไม่ใช่สภาวะที่เหมาะสมก็ได้

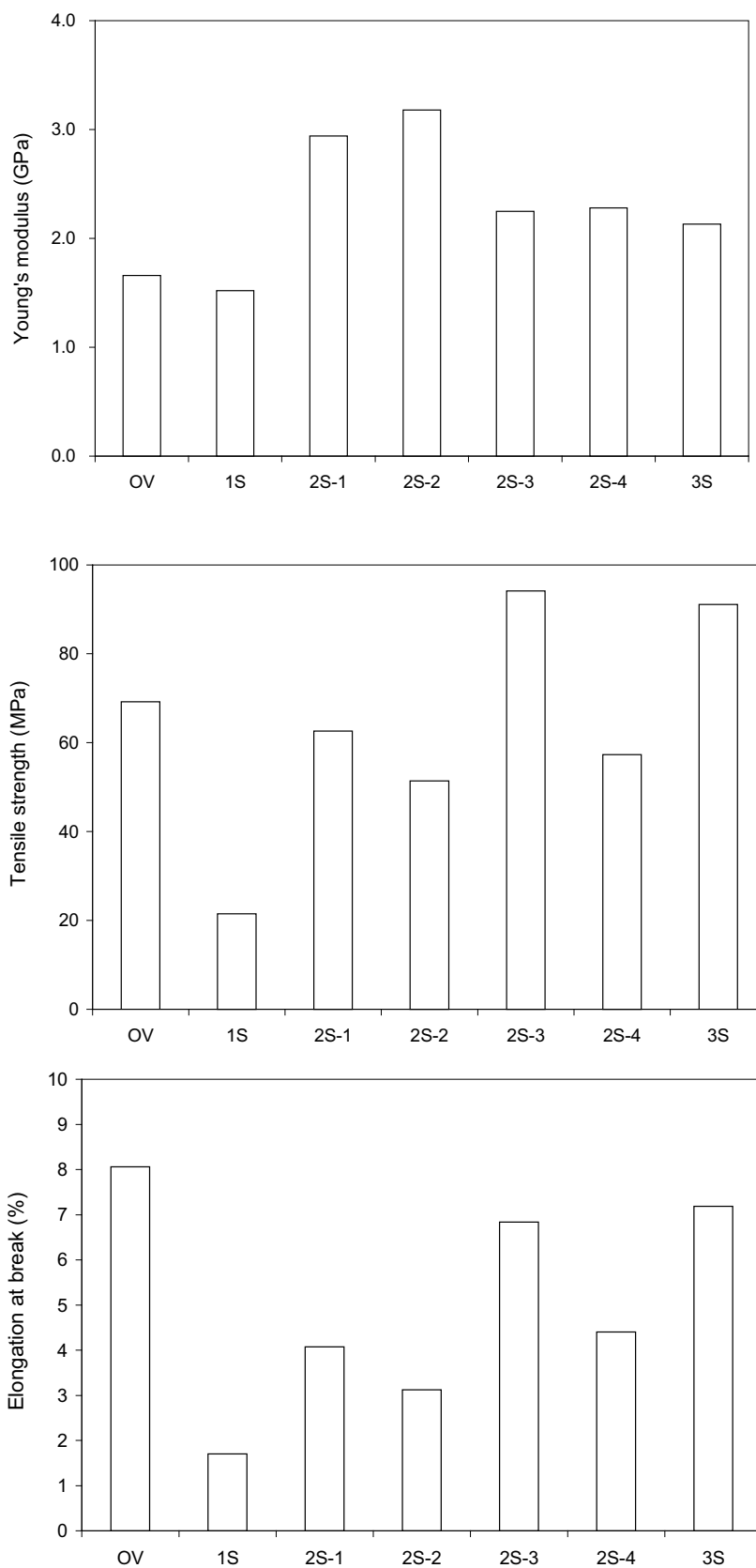
ตารางที่ 3.32 สภาวะการอบในเตาไมโครเวฟแบบหลายขั้นตอนของเรซินสูตร I และสูตร II

Code	Resin I			Resin II		
	Heat source	Condition	T* (sec)	Heat source	Condition	T* (sec)
OV	Thermal oven	150°C, 25 min	1500	Thermal oven	150°C, 15 min	900
1S	Microwave oven	L3/10	180	Microwave oven	L3/7	125
2S-1		L2/20 + L4/5	339		L2/5 + L4/3	131
2S-2		L2/25 + L3/5	357		L2/5 + L3/5	144
2S-3		L2/25 + L6/5	465		L2/3 + L4/3	110
2S-4		L2/20 + L3/10	393		L2/3 + L4/5	159
2S-5		-	-		L2/10 + L3/5	198
2S-6		-	-		L2/10 + L3/7	233
2S-7		-	-		L2/10 + L4/3	185
2S-8		-	-		L2/10 + L4/5	234
2S-9		-	-		L3/5 + L4/3	167
3S		L2/20+L3/10+L5/5	555		L2/10 + L3/7 + L4/3	310

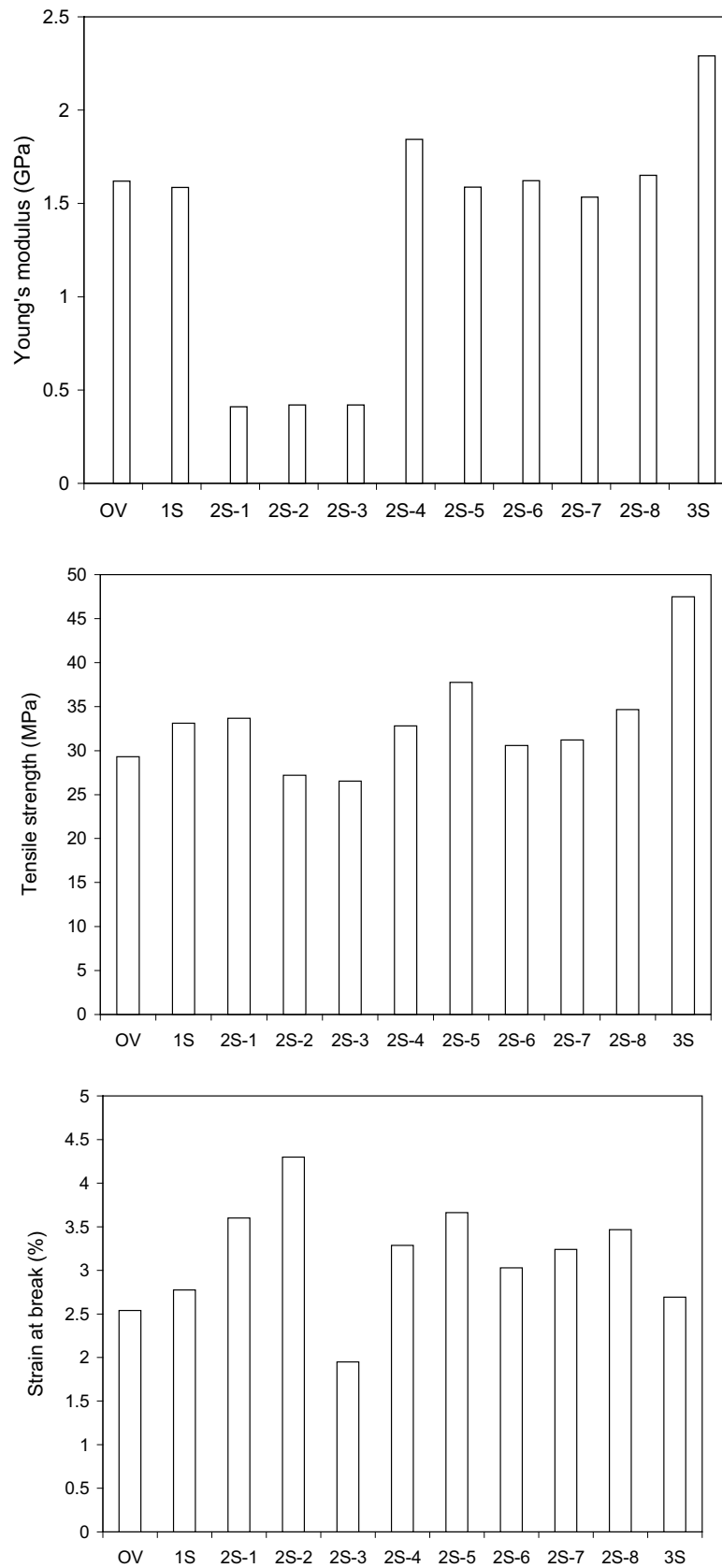
หมายเหตุ L2/20 หมายถึงใช้ระดับกำลัง 2 และตั้งเวลาไว้ 20 นาที

T* หมายถึงเวลาที่ใช้จริงในการให้คลื่นไมโครเวฟแก่ตัวอย่าง (actual heating time)

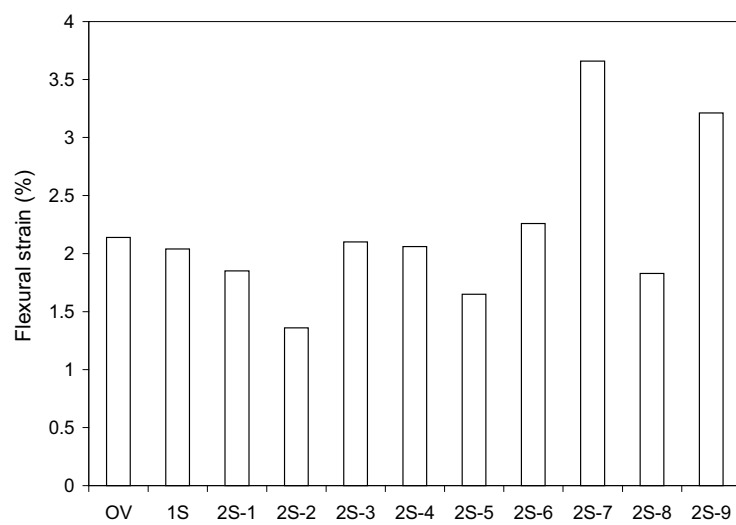
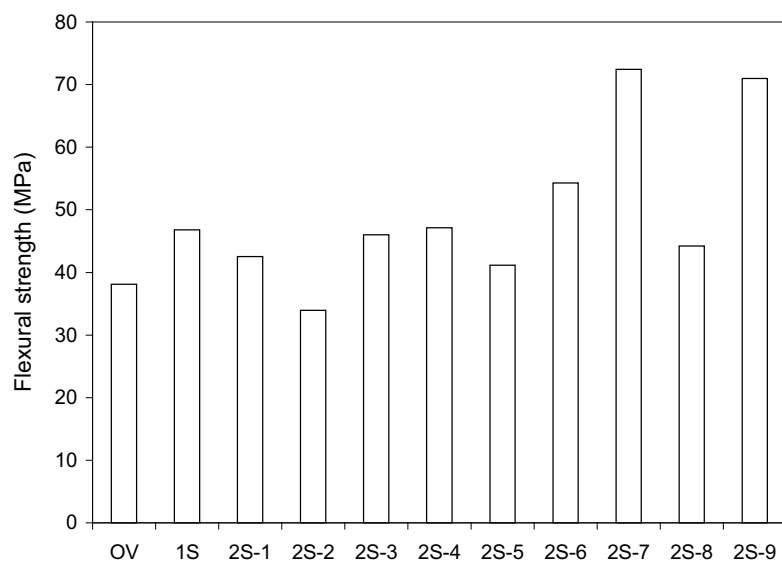
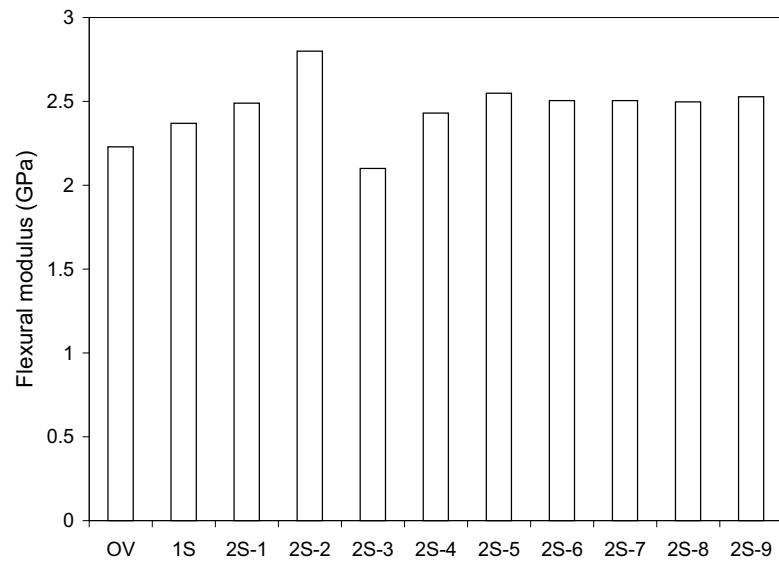
ตัวอย่างที่ใช้ในการทดลองตอนนี้เป็นตัวอย่างชนิดหนา (≥ 3 mm) ดังนั้น ระยะเวลาในการอบด้วยตู้อบความร้อนจึงค่อนข้างนาน การคิดเวลาในการอบด้วยเตาไมโครเวฟ เป็นหัวข้อที่อาจมีข้อคิดเห็นขัดแย้งกันได้ เพราะเตาไมโครเวฟที่ใช้ในครัวเรือน มีระยะเวลาในการเปิดเครื่องไม่เท่ากับระยะเวลาที่วัสดุได้รับคลื่นไมโครเวฟ เนื่องจากโครงการวิจัยนี้มีข้อจำกัด คือไม่สามารถสร้างเตาไมโครเวฟได้เอง จึงไม่สามารถควบคุมระยะเวลาปล่อยคลื่นให้ต่อเนื่องได้ ถ้าหากคิดระยะเวลาในการเปิดเครื่อง (setting time) จากผลรวมของเวลาทุกระดับ เช่น สูตร 2S-1 ที่ใช้เวลาเท่ากับ 25 นาที แต่ถ้าหากพิจารณาเวลาที่เครื่องปล่อยคลื่นไมโครเวฟออกมา (actual heating time) จะเป็นเวลาเพียง 339 วินาที เท่านั้น การพิจารณาระยะเวลาอบในตู้อบความร้อนนั้น จะต้องใช้เวลาทั้งหมดที่วัสดุอยู่ภายในตู้อบ เนื่องจากการใช้ไอร้อนในบรรยากาศภายในตู้ ด้วยเหตุนี้ จะเห็นว่าเตาไมโครเวฟใช้เวลาสั้นกว่าตู้อบความร้อน อย่างไรก็ตาม เป็นที่น่าคิดว่า หากใช้เตาไมโครเวฟที่ให้คลื่นแบบต่อเนื่อง ผลของการอบทั้งแบบขั้นตอนเดียวและหลายขั้นตอน อาจต่างจากผลการทดลองที่ปรากฏในโครงการวิจัยนี้ได้ เพราะระบบการทำงานของเตาไมโครเวฟในครัวเรือนนี้ ถึงแม้ว่าตามทฤษฎีนั้น คลื่นไมโครเวฟที่ออกมาจะเป็นแบบต่อเนื่อง แต่ระบบจะมีการปิด-เปิดสัญญาณทำให้ค่าเฉลี่ยกำลังลดลง ทำให้มีพฤติกรรมคล้ายกับ pulsed wave



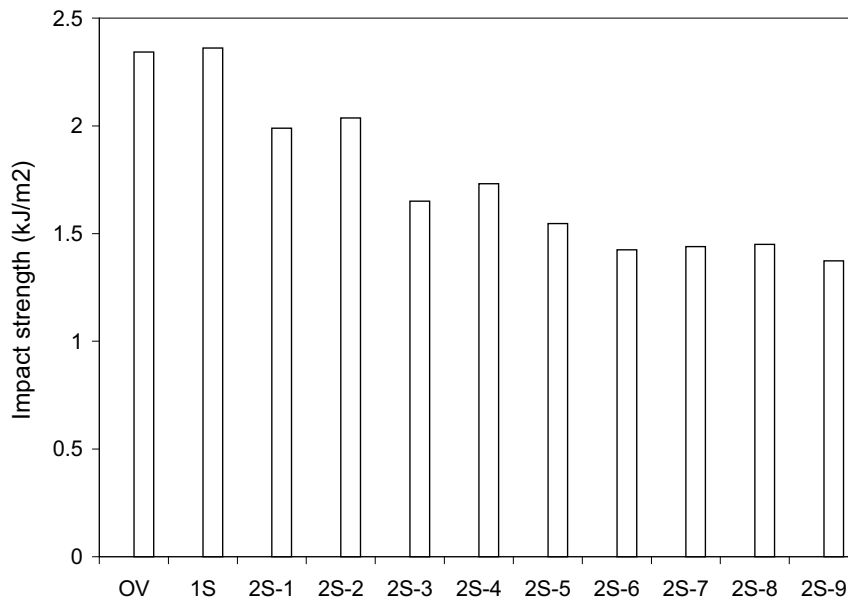
รูปที่ 3.38 Tensile properties ของเรซินสูตร I ที่อบด้วยตู้อบความร้อน (OV) และเตาไมโครเวฟแบบขั้นตอนเดียว (1S) สองขั้นตอน (2S-1 – 2S-4) และสามขั้นตอน (3S)



รูปที่ 3.39 Tensile properties ของเรซินสูตร II ที่อบด้วยตู้อบความร้อน (OV) และเตาไมโครเวฟแบบขั้นตอนเดียว (1S) สองขั้นตอน (2S-1 – 2S-8) และสามขั้นตอน (3S)



รูปที่ 3.40 Flexural properties ของเวรีนสูตร II ที่อบด้วยตู้อบความร้อน (OV) เต้าไมโครเวฟแบบขั้นตอนเดียว (1S) และสองขั้นตอน (2S-1 – 2S-9)



รูปที่ 3.41 Impact strength ของเรซินสูตร II ที่อบด้วยตู้อบความร้อน (OV) และเตาไมโครเวฟแบบขั้นตอนเดียว (1S) และสองขั้นตอน (2S-1 – 2S-9)

3.4 อีพ็อกซี-เส้นใยแก้วคอมโพสิตอบด้วยคลื่นไมโครเวฟ

3.4.1 สมบัติเชิงกลของอีพ็อกซีคอมโพสิตสูตรต่าง ๆ

Tensile properties, impact strength และ flexural properties ของอีพ็อกซีคอมโพสิตสูตรต่าง ๆ แสดงในตารางที่ 3.33 – 3.36 และรูปที่ 3.42 – 3.44 คอมโพสิตสูตร I ที่อบด้วยเตาไมโครเวฟยังคงแสดงสมบัติที่ดีกว่าตัวอย่างที่อบด้วยตู้อบ คอมโพสิตสูตร II ที่อบด้วยเตาไมโครเวฟแสดง flexural properties ดีกว่าตัวอย่างที่อบด้วยตู้อบ ส่วน tensile properties และ impact strength ต่ำกว่าเล็กน้อย

ตารางที่ 3.33 สมบัติเชิงกลของอีพ็อกซีคอมโพสิต เรซินมีตัวเร่งปฏิกิริยา 1% อบด้วยตู้อบความร้อน

Resin	Tensile properties			Flexural properties			Impact Strength (kJ/m ²)
	E (GPa)	σ_b (MPa)	ϵ_b (%)	E (GPa)	σ_b (MPa)	ϵ_b (%)	
I	2.05	60.26	4.47	4.14	99.29	3.16	12.62
	$\pm$	$\pm$	$\pm$	$\pm$	$\pm$	$\pm$	$\pm$
	0.18	7.56	1.07	0.40	18.82	1.04	1.51
II	1.77	19.48	1.73	3.81	71.07	1.92	9.58
	$\pm$	$\pm$	$\pm$	$\pm$	$\pm$	$\pm$	$\pm$
	0.08	6.27	0.56	0.55	6.63	0.12	1.50
IV	2.42	25.61	1.43	3.80	73.06	2.05	10.60
	$\pm$	$\pm$	$\pm$	$\pm$	$\pm$	$\pm$	$\pm$
	0.14	7.20	0.54	0.44	4.48	0.14	4.23
VI	1.98	43.08	3.66	4.59	77.56	1.91	3.06
	$\pm$	$\pm$	$\pm$	$\pm$	$\pm$	$\pm$	$\pm$
	0.17	5.70	0.54	0.47	8.16	0.13	0.42
VII	2.08	46.26	3.15	5.22	76.71	2.59	5.82
	$\pm$	$\pm$	$\pm$	$\pm$	$\pm$	$\pm$	$\pm$
	0.20	3.38	0.49	0.41	5.17	0.35	1.72

ตารางที่ 3.34 สมบัติเชิงกลของอีพ็อกซีคอมโพสิต เรซินมีตัวเร่งปฏิกิริยา 4% อบด้วยตู้อบความร้อน

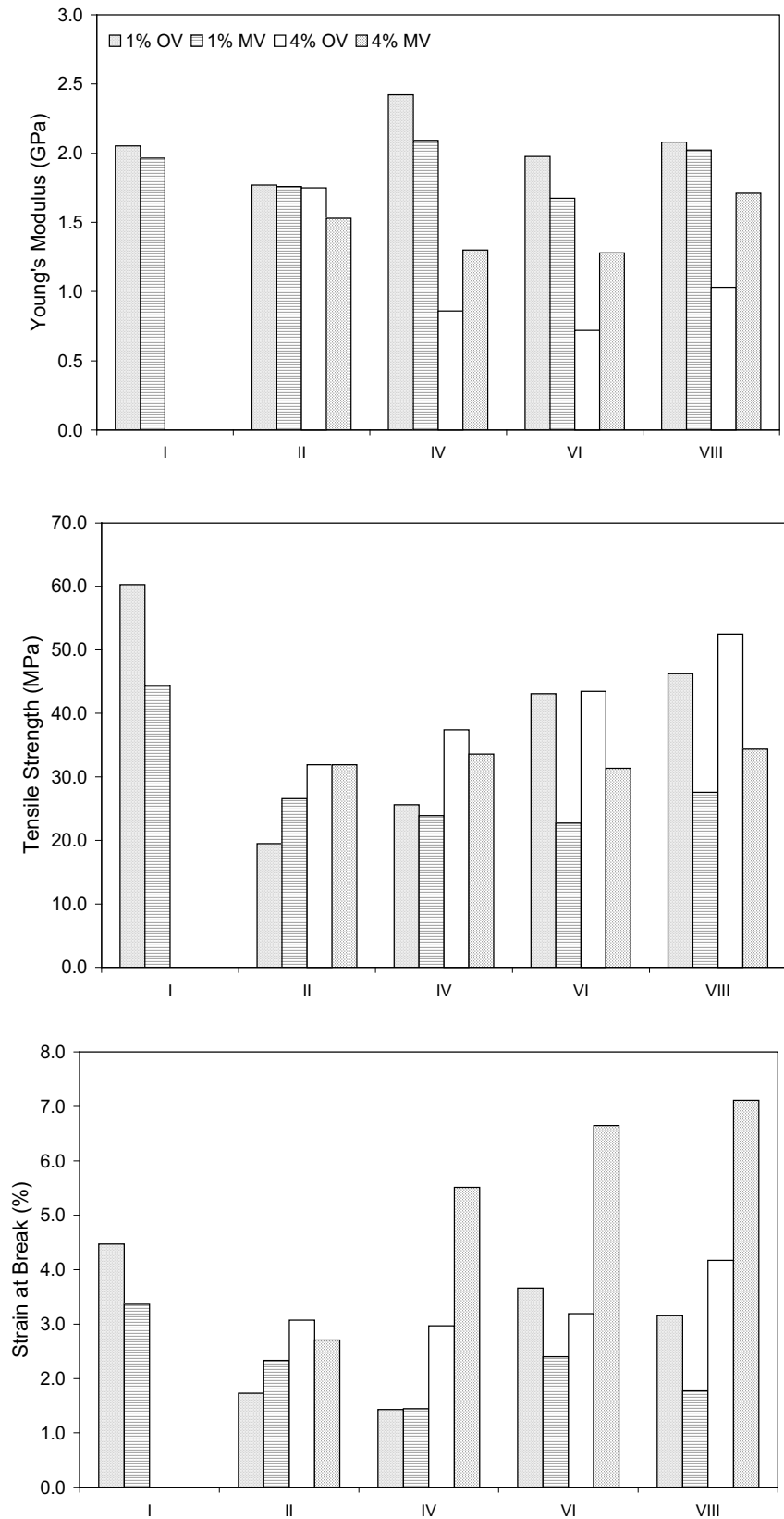
Resin	Tensile properties			Flexural properties			Impact Strength (kJ/m ²)
	E (GPa)	σ_b (MPa)	ϵ_b (%)	E (GPa)	σ_b (MPa)	ϵ_b (%)	
I	2.05	60.26	4.47	4.14	99.29	3.16	12.62
	$\pm$	$\pm$	$\pm$	$\pm$	$\pm$	$\pm$	$\pm$
	0.18	7.56	1.07	0.40	18.82	1.04	1.51
II	1.75	31.93	3.07	3.77	75.08	2.10	21.00
	$\pm$	$\pm$	$\pm$	$\pm$	$\pm$	$\pm$	$\pm$
	0.12	4.44	0.76	0.52	8.06	0.15	2.32
IV	0.86	37.41	2.97	3.77	69.86	1.96	17.97
	$\pm$	$\pm$	$\pm$	$\pm$	$\pm$	$\pm$	$\pm$
	0.35	7.57	0.62	0.50	6.27	0.16	3.78
VI	0.72	43.46	3.19	4.67	84.06	1.95	14.93
	$\pm$	$\pm$	$\pm$	$\pm$	$\pm$	$\pm$	$\pm$
	0.54	5.87	0.71	0.65	9.34	0.31	3.11
VII	1.03	52.49	4.17	4.24	71.18	1.86	20.97
	$\pm$	$\pm$	$\pm$	$\pm$	$\pm$	$\pm$	$\pm$
	0.70	6.49	1.13	0.16	7.04	0.14	1.79

ตารางที่ 3.35 สมบัติเชิงกลของอีพ็อกซีคอมโพสิต เรซินมีตัวเร่งปฏิกิริยา 1% อบด้วยเตาไมโครเวฟ

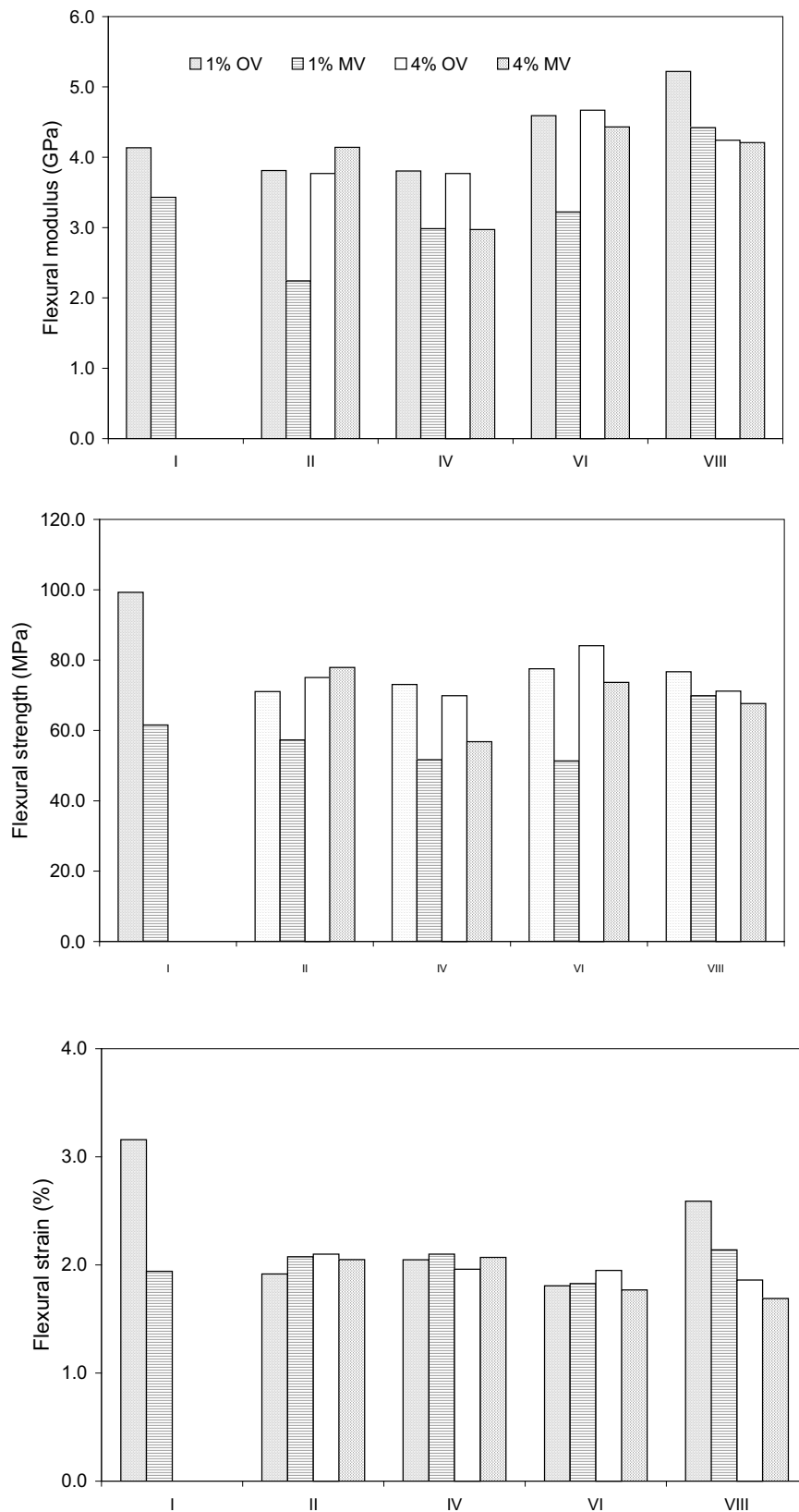
Resin	Tensile properties			Flexural properties			Impact Strength (kJ/m ²)
	E (GPa)	σ_b (MPa)	ϵ_b (%)	E (GPa)	σ_b (MPa)	ϵ_b (%)	
I	1.96	44.40	3.36	3.43	61.54	1.94	13.76
	$\pm$	$\pm$	$\pm$	$\pm$	$\pm$	$\pm$	$\pm$
	0.23	1.17	1.54	1.29	5.12	0.12	1.70
II	1.76	26.58	2.33	2.24	57.33	2.08	9.35
	$\pm$	$\pm$	$\pm$	$\pm$	$\pm$	$\pm$	$\pm$
	0.20	3.08	0.54	0.12	7.31	0.22	2.42
IV	2.09	23.89	1.44	2.98	51.66	2.10	13.18
	$\pm$	$\pm$	$\pm$	$\pm$	$\pm$	$\pm$	$\pm$
	0.34	4.01	0.21	0.30	9.35	0.29	3.98
VI	1.67	22.73	2.40	3.22	51.36	1.83	5.33
	$\pm$	$\pm$	$\pm$	$\pm$	$\pm$	$\pm$	$\pm$
	0.24	6.17	0.87	0.62	4.87	0.36	0.87
VII	2.02	27.58	1.77	4.42	69.89	2.14	6.47
	$\pm$	$\pm$	$\pm$	$\pm$	$\pm$	$\pm$	$\pm$
	1.71	8.44	0.53	0.66	5.71	0.22	1.36

ตารางที่ 3.36 สมบัติเชิงกลของอีพ็อกซีคอมโพสิต เรซินมีตัวเร่งปฏิกิริยา 4% อบด้วยเตาไมโครเวฟ

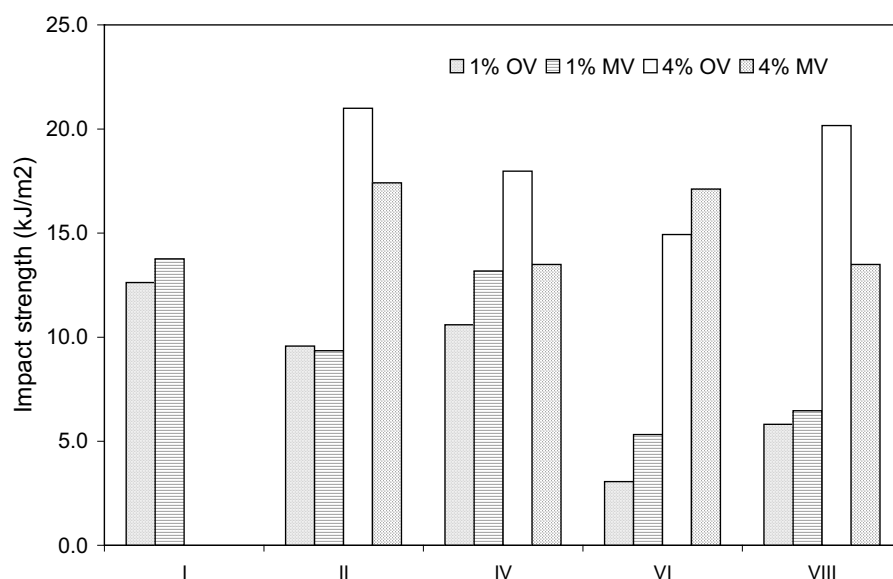
Resin	Tensile properties			Flexural properties			Impact Strength (kJ/m ²)
	E (GPa)	σ_b (MPa)	ϵ_b (%)	E (GPa)	σ_b (MPa)	ϵ_b (%)	
I	1.96	44.40	3.36	3.43	61.54	1.94	13.76
	$\pm$	$\pm$	$\pm$	$\pm$	$\pm$	$\pm$	$\pm$
	0.23	1.17	1.54	1.29	5.12	0.12	1.70
II	1.53	31.92	2.71	4.14	77.92	2.05	17.41
	$\pm$	$\pm$	$\pm$	$\pm$	$\pm$	$\pm$	$\pm$
	0.14	3.62	0.54	0.36	2.55	0.31	3.43
IV	1.3	33.6	5.51	2.97	56.81	2.07	13.49
	$\pm$	$\pm$	$\pm$	$\pm$	$\pm$	$\pm$	$\pm$
	0.41	2.96	0.97	0.51	8.75	0.27	0.90
VI	1.28	31.35	6.65	4.43	73.66	1.77	17.11
	$\pm$	$\pm$	$\pm$	$\pm$	$\pm$	$\pm$	$\pm$
	0.58	3.9	2.05	0.53	6.99	0.10	2.46
VII	1.71	34.36	7.11	4.21	67.68	1.69	13.49
	$\pm$	$\pm$	$\pm$	$\pm$	$\pm$	$\pm$	$\pm$
	0.69	5.26	3.63	0.30	9.78	0.29	3.35



รูปที่ 3.42 Tensile properties ของอีพ็อกซีคอมโพสิทส์สูตรต่างๆ อบแบบครั้งเดียว มีตัวเร่งปฏิกิริยา 1% และ 4% ชั้นทดสอบหนา 3 mm (OV = oven และ MV = microwave)



รูปที่ 3.43 Flexural properties ของอีพ็อกซีคอมโพสิตสูตรต่างๆ แบบอบครั้งเดียว ขึ้นงานหนา 3 mm (OV = oven, MV = microwave, 1% และ 4% คือ ปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยา)



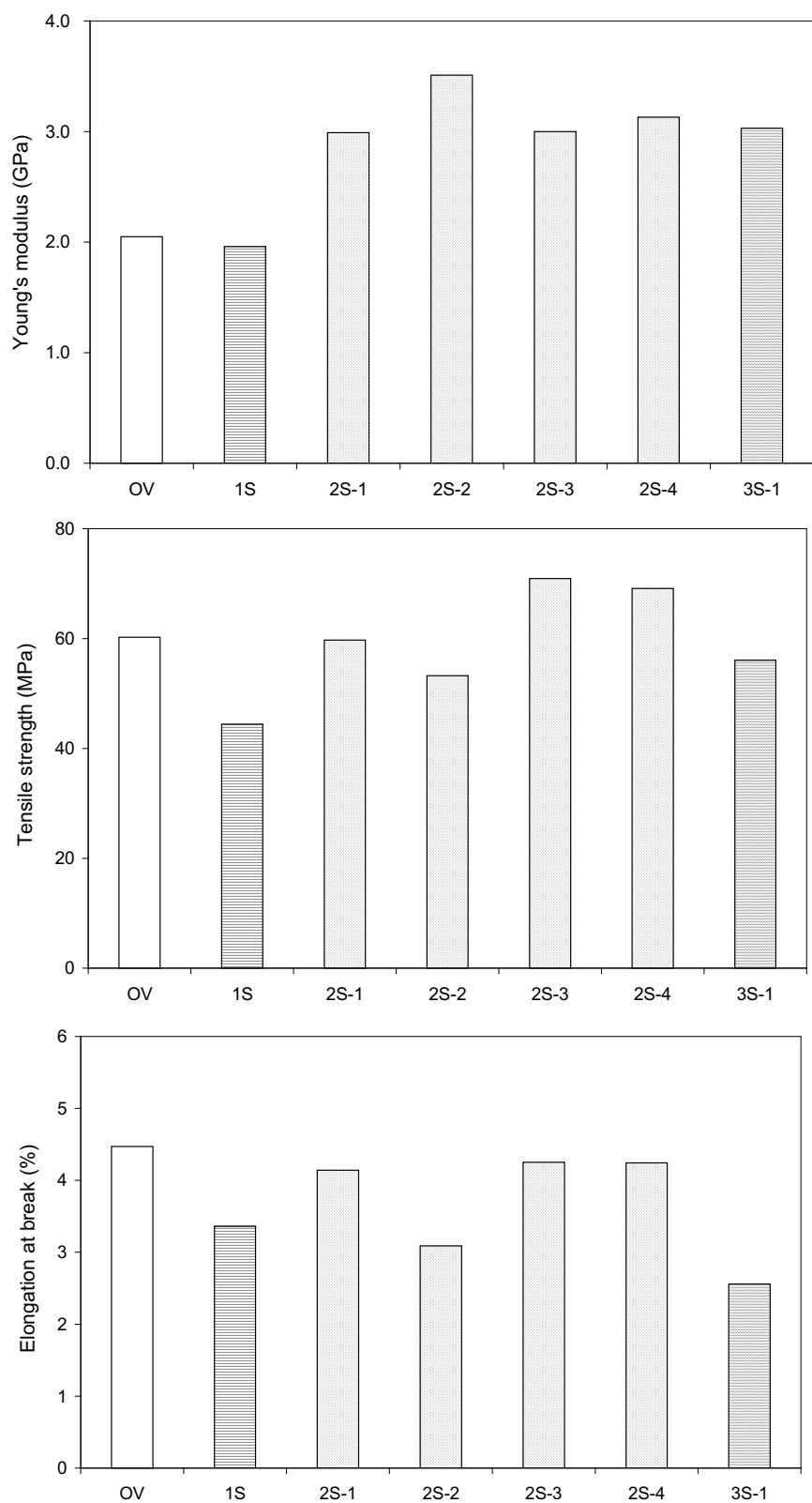
รูปที่ 3.44 Impact strength ของอีพ็อกซีคอมโพสิทสูตรต่างๆ ที่อบแบบครั้งเดียว ขึ้นงานหนา 3 mm (OV = oven, MV = microwave, 1% และ 4% คือ ปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยา)

3.4.2 สมบัติเชิงกลของอีพ็อกซีคอมโพสิทที่อบแบบหลายขั้นตอน

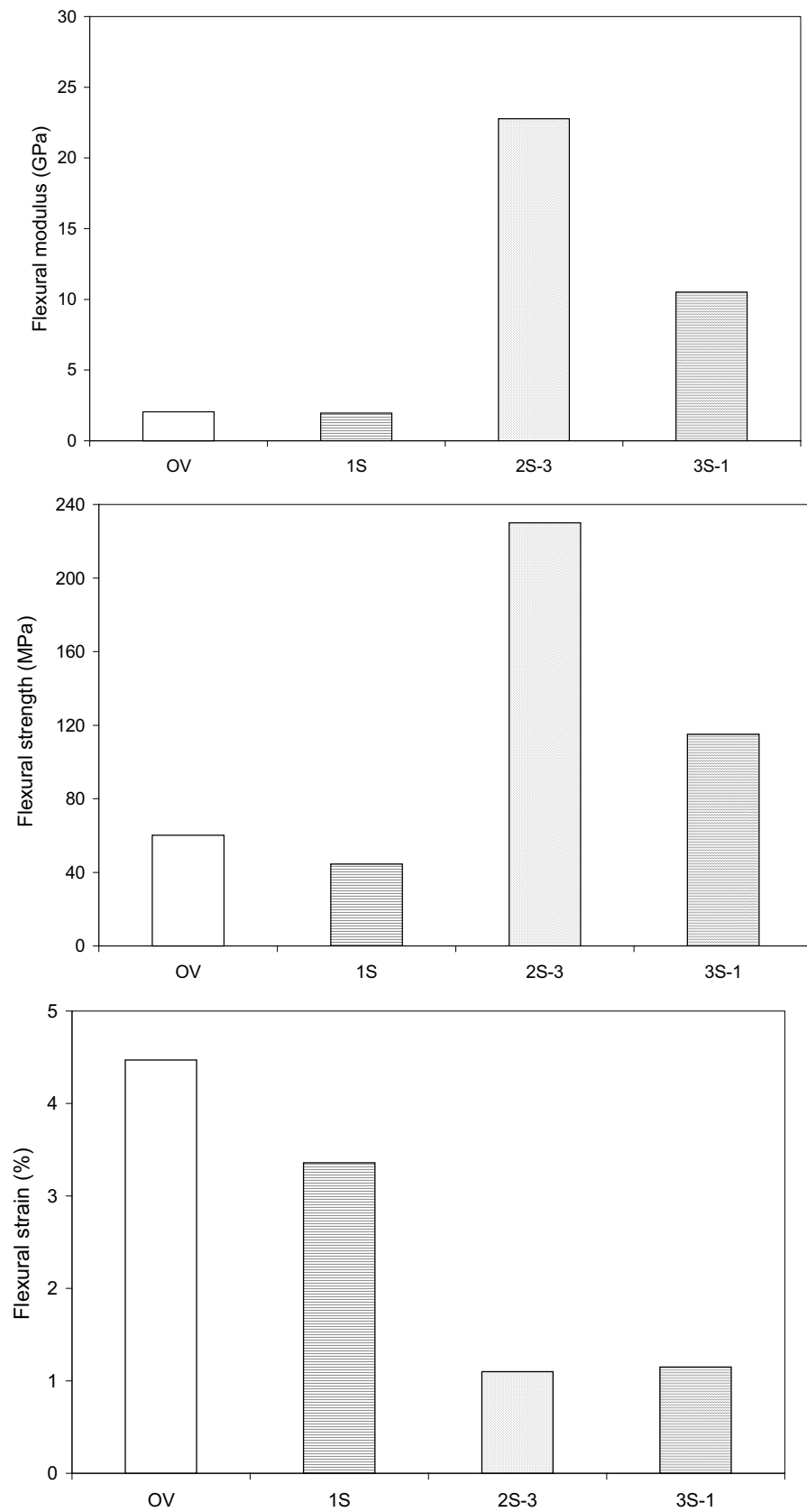
คอมโพสิทสูตร I ใช้สภาวะการอบเหมือนกับเรซินสูตร I ส่วนคอมโพสิทสูตร II จะมีบางสภาวะที่เหมือนกับที่ใช้ในการทดลองกับเรซิน แต่ข้อมูลส่วนใหญ่จะทดลองกับคอมโพสิทมากกว่า สภาวะการอบคอมโพสิทแสดงในตารางที่ 3.37 ผลการทดลองแสดงในรูปที่ 3.45 – 3.50

ตารางที่ 3.37 สภาวะการอบในเตาไมโครเวฟแบบหลายขั้นตอนของคอมโพสิทสูตร I และสูตร II

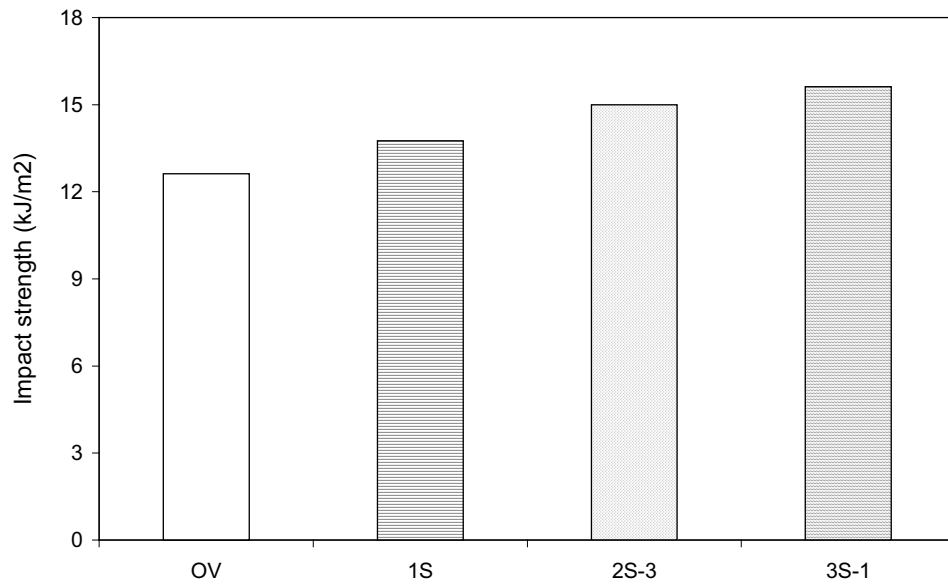
Code	Composites I			Composites II		
	Source of heat	Condition	T* (sec)	Source of heat	Condition	T* (sec)
OV	Thermal oven	150°C, 25 min	1500	Thermal oven	150°C, 15 min	900
1S	Microwave oven	L3/10	180	Microwave oven	L3/7	125
2S-1		L2/20 + L4/5	339		L2/10 + L4/5	234
2S-2		L2/25 + L3/5	357		L3/5 + L4/3	167
2S-3		L2/25 + L6/5	465		L2/15 + L4/5	285
2S-4		L2/20 + L3/10	393		L2/10 + L4/7	285
2S-5		-	-		L3/5 + L4/5	216
3S-1		L2/20+L3/10+L5/5	555		L2/10+L3/5+L4/3	275
3S-2		-	-		L2/10+L3/5+L4/5	324
3S-3		-	-		L2/10+L3/7+L4/3	310
3S-4		-	-		L2/10+L3/3+L4/7	338
3S-5		-	-		L2/15+L3/5+L4/5	375



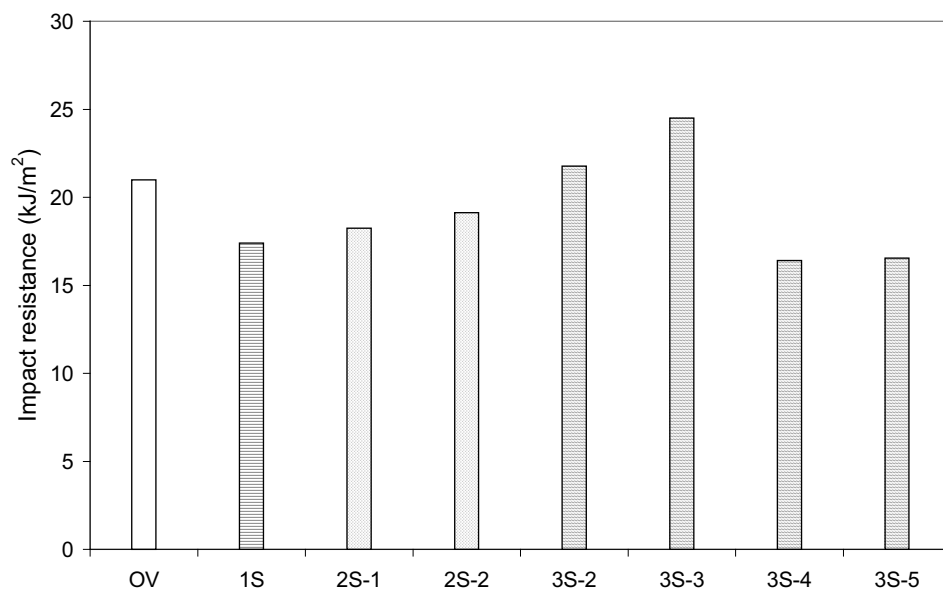
รูปที่ 3.45 Tensile properties ของคอมโพสิทสูตร I ที่อบด้วยตู้อบความร้อน (OV) และเตาไมโครเวฟแบบขั้นตอนเดียว (1S) สองขั้นตอน (2S-1 – 2S-4) และสามขั้นตอน (3S-1)



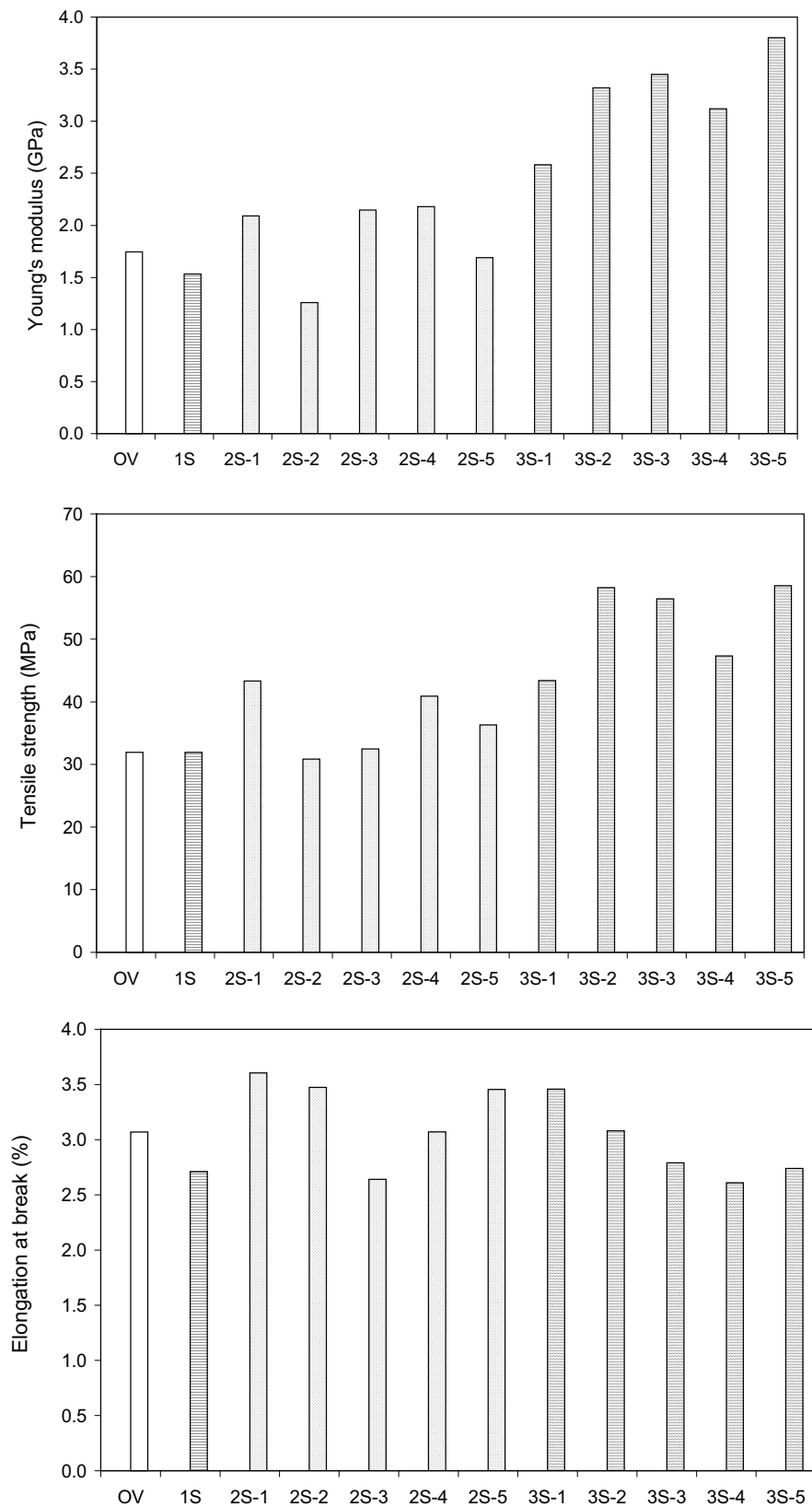
รูปที่ 3.46 Flexural properties ของคอมโพสิตวัสดุ I ที่อบด้วยตู้อบความร้อน (OV) และเตาไมโครเวฟแบบขั้นตอนเดียว (1S) สองขั้นตอน (2S-3) และสามขั้นตอน (3S-1)



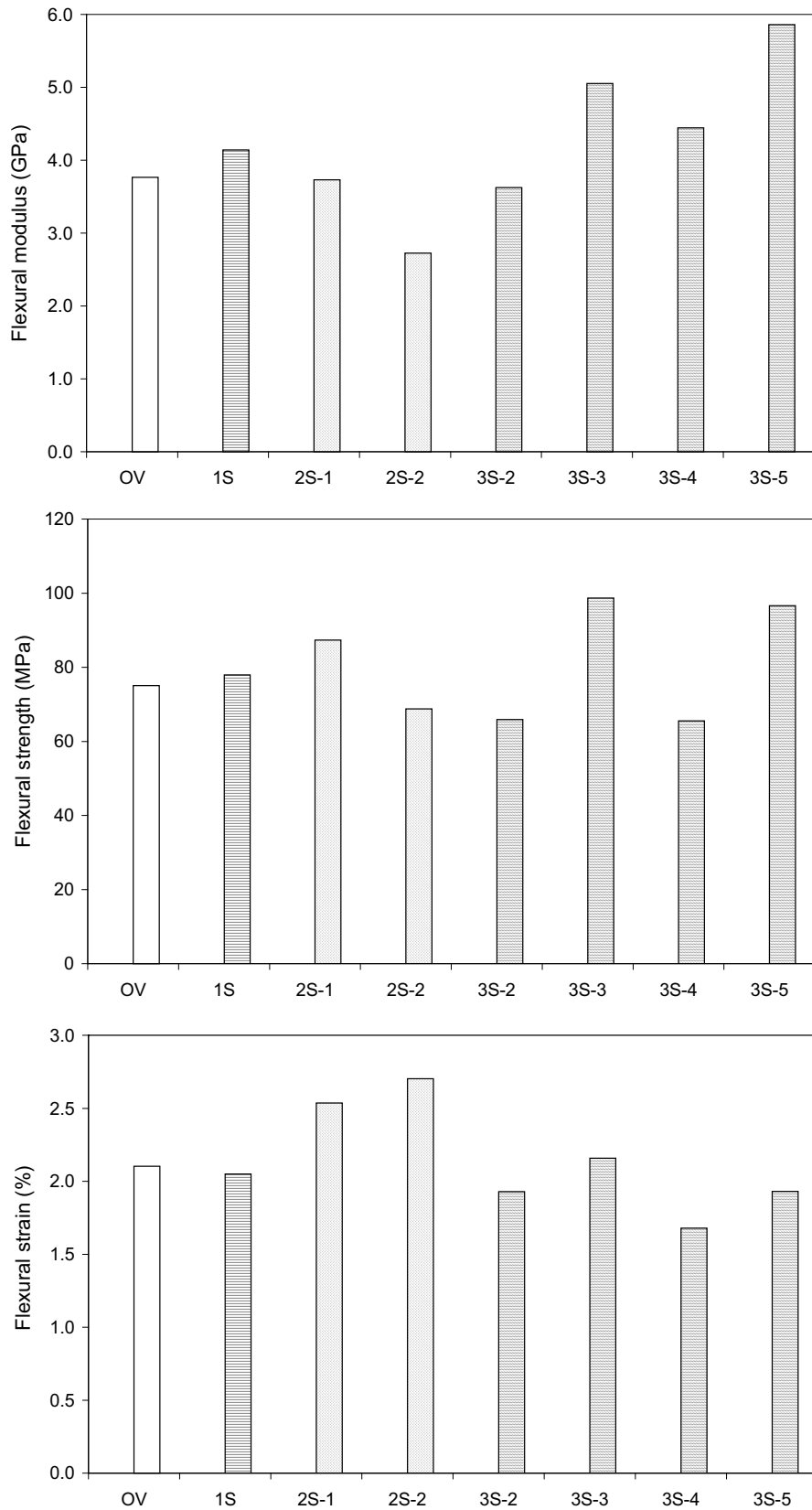
รูปที่ 3.47 Impact strength ของคอมโพสิทสูตร I ที่อบด้วยตู้อบความร้อน (OV) และเตาไมโครเวฟแบบขั้นตอนเดียว (1S) สองขั้นตอน (2S-3) และสามขั้นตอน (3S-1)



รูปที่ 3.48 Impact strength ของคอมโพสิทสูตร II ที่อบด้วยตู้อบความร้อน (OV) และเตาไมโครเวฟแบบขั้นตอนเดียว (1S) สองขั้นตอน (2S-1 – 2S-2) และสามขั้นตอน (3S-3 – 3S-5)



รูปที่ 3.49 Tensile properties ของคอมโพสิตสูตร II ที่อบด้วยตู้อบความร้อน (OV) และเตาไมโครเวฟแบบขั้นตอนเดียว (1S) สองขั้นตอน (2S-1 – 2S-5) และสามขั้นตอน (3S-1 – 3S-5)



รูปที่ 3.50 Flexural properties ของคอมโพสิทสูตร II ที่อบด้วยตู้อบความร้อน (OV) และเตาไมโครเวฟแบบขั้นตอนเดียว (1S) สองขั้นตอน (2S-1 – 2S-2) และสามขั้นตอน (3S-2 – 3S-5)

รูปที่ 3.45 – 3.47 เป็นสมบัติเชิงกลของคอมโพสิทสูตร I ดูเหมือนว่าในสภาวะการอบที่ใช้อยู่นี้ การอบแบบสองขั้นตอนจะให้สมบัติเชิงกลดีกว่าการอบแบบขั้นตอนเดียวและอบในตู้อบความร้อน ในขณะที่คอมโพสิทสูตร II จะแสดงสมบัติเชิงกลได้ดีที่สุดเมื่ออบแบบสามขั้นตอน (รูปที่ 3.48 – 3.50) ผลการทดลองตอนนี้แสดงให้เห็นว่า หากใช้สภาวะการอบที่เหมาะสมในเตาไมโครเวฟ สมบัติเชิงกลของคอมโพสิทและเรซินจะมีค่าสูงขึ้นมากและมีค่ามากกว่าชิ้นทดลองที่ได้จากการอบด้วยตู้อบ การพิจารณาเวลาที่ใช้ในการอบ เป็นไปในทำนองเดียวกันกับที่กล่าวมาแล้วในหัวข้อ 3.3.2 ค่า T^* ในตารางที่ 3.37 คือค่า actual heating time เช่นเดียวกับที่กล่าวมาแล้ว

ถึงแม้ว่าผลการทดลองแสดงให้เห็นว่าการอบในเตาไมโครเวฟแบบหลายขั้นตอนดีกว่าการอบแบบขั้นตอนเดียว และดีกว่าการอบด้วยตู้อบ แต่ยังไม่สามารถสรุปได้อย่างแน่ชัดว่า คอมโพสิทสูตร I ต้องอบแบบสองขั้นตอน และคอมโพสิทสูตร II ต้องอบแบบสามขั้นตอน เพราะการกำหนดสภาวะการอบแบบสามขั้นตอนที่ใช้กับคอมโพสิทสูตร I อาจไม่เหมาะสมก็ได้ สิ่งที่สามารถสรุปได้คือ การอบแบบหลายขั้นตอนให้สมบัติเชิงกลดีที่สุด เนื่องจากมีเวลาในการอุ่นเรซินให้ค่อยๆ ร้อน น่าจะช่วยให้การยึดเกาะระหว่างเรซินและเส้นใยแก้วดีขึ้น ส่งผลให้สมบัติเชิงกลสูงขึ้น ดังนั้น จึงทำการวิเคราะห์ interfacial adhesion ระหว่างเส้นใยแก้วและเรซิน ด้วยภาพถ่ายจากเครื่อง SEM และวิเคราะห์ลักษณะอื่นๆ ดังที่จะกล่าวต่อไป

3.5 การวิเคราะห์สาเหตุการเพิ่มขึ้นของสมบัติเชิงกลที่ได้จากการอบด้วยเตาไมโครเวฟแบบหลายขั้นตอน

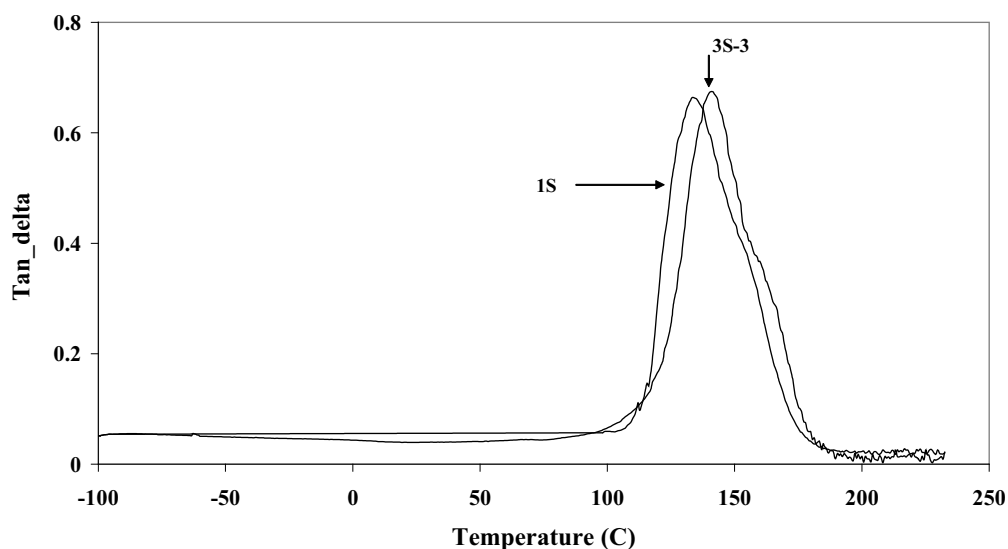
3.5.1 การวิเคราะห์คุณลักษณะการเกิดปฏิกิริยาเคมี

เนื่องจากการอบแบบหลายขั้นตอนแสดงค่ามอดุลัส (modulus) และความแข็งแรง (strength) สูงขึ้นมาก เช่น สภาวะการอบ 2S-3 และ 3S-3 ของคอมโพสิทสูตร I และ II ตามลำดับ ดังนั้น จึงเป็นที่น่าสนใจว่าเพราะเหตุใด สภาวะการอบทั้งสองนี้ทำให้สมบัติเชิงกลดีขึ้น กล่าวอีกนัยหนึ่ง เหตุใดการอบแบบสองขั้นตอนดีกว่าการอบแบบสามขั้นตอนในคอมโพสิทสูตร I และตรงข้ามกับคอมโพสิทสูตร II ที่สภาวะการอบแบบสามขั้นตอนดีกว่าแบบสองขั้นตอน จากการตรวจสอบด้วยเทคนิค DSC พบว่า ไม่ปรากฏ exothermic peaks ซึ่งบ่งบอกว่าอีพ็อกซีเกิดปฏิกิริยาได้หมด การเกิดปฏิกิริยาที่กล่าวถึงนี้ได้หมายถึงการเชื่อมโยงโมเลกุลเพียงอย่างเดียว แต่รวมถึงการเกิดพอลิเมอร์ไรเซชันของอีพ็อกซีด้วย ตามความเป็นจริง การวิเคราะห์ด้วย DSC ไม่สามารถบอกปริมาณการเชื่อมโยงโมเลกุลได้ แต่จะบอกว่าเรซินมีการเกิดปฏิกิริยาเกิดขึ้นอีกหรือไม่ระหว่างการให้ความร้อนภายในเครื่อง DSC นั้นๆ

โดยทั่วไป คอมโพสิทที่มี T_g สูงขึ้น จะให้ค่ามอดุลัสและความแข็งแรงสูงขึ้น ได้ทำการเปรียบเทียบค่า α transition temperature ของสภาวะการอบแบบ 1S และ 3S-3 ของคอมโพสิทสูตร II แสดงในรูปที่ 3.51 โดยที่สภาวะการอบแบบ 1S มีค่า T_g เท่ากับ 138°C และสภาวะการอบแบบ 3S-3 มีค่า T_g เท่ากับ 143°C เป็นที่น่าเสียดายที่ไม่สามารถตรวจพบ β transition temperature จากการวิเคราะห์ค่ามอดุลัสสะสมในช่วง 200°C (ช่วงยืดหยุ่นแบบยาง, rubbery plateau region) ของตัวอย่าง 3S-3 มีค่าสูงกว่าตัวอย่าง 1S แสดงว่าตัวอย่าง 3S-3 มีความหนาแน่นการเชื่อมโยงโมเลกุลมากกว่าตัวอย่าง 1S ถึงแม้ว่าผลการทดลองจากเทคนิค DMTA ให้ค่า T_g ต่างกันไม่มากนัก แต่ผลการวัด T_g จากเทคนิค DSC ให้ค่าที่แตกต่างกันอย่างมีนัยสำคัญ คือ ตัวอย่าง 1S, 2S-1 และ 3S-3 ของคอมโพสิทสูตร II จะมี T_g เรียงตามลำดับดังนี้ 78, 106 และ 115°C ดังนั้น ความสัมพันธ์ระหว่างสมบัติเชิงกลและโครงสร้างโมเลกุล (molecular architecture) หรือสัณฐานวิทยาของคอมโพสิทในโครงการวิจัยนี้ สอดคล้องกับสมมติฐานที่กล่าวมา อย่างไรก็ตาม ยังมีข้อพิจารณาถึงความสัมพันธ์ดังกล่าวนี้ เพราะในบางกรณี T_g ไม่สัมพันธ์กับสมบัติเชิงกล ตัวอย่างเช่น การอบพอลิเอมีด-เส้นใยคาร์บอนคอมโพสิทด้วยความร้อน แสดงค่า T_g ต่ำกว่าแต่ให้ค่า flexural strength สูงกว่าตัวอย่างที่อบด้วยเตาไมโครเวฟ³ ทั้งนี้เป็นเพราะการยึดเกาะระหว่างเรซินและเส้นใยมีบท

³ X. Fang and D.A. Scola, J. Polym. Sci. Polym. Chem., 37, 4616 (1999).

บาทที่สำคัญมากในวัสดุคอมโพสิต การพิจารณาปัจจัยที่เกี่ยวข้องกับสมบัติเชิงกลจึงไม่สามารถใช้ค่า T_g เพียงปัจจัยเดียวในการพิจารณา

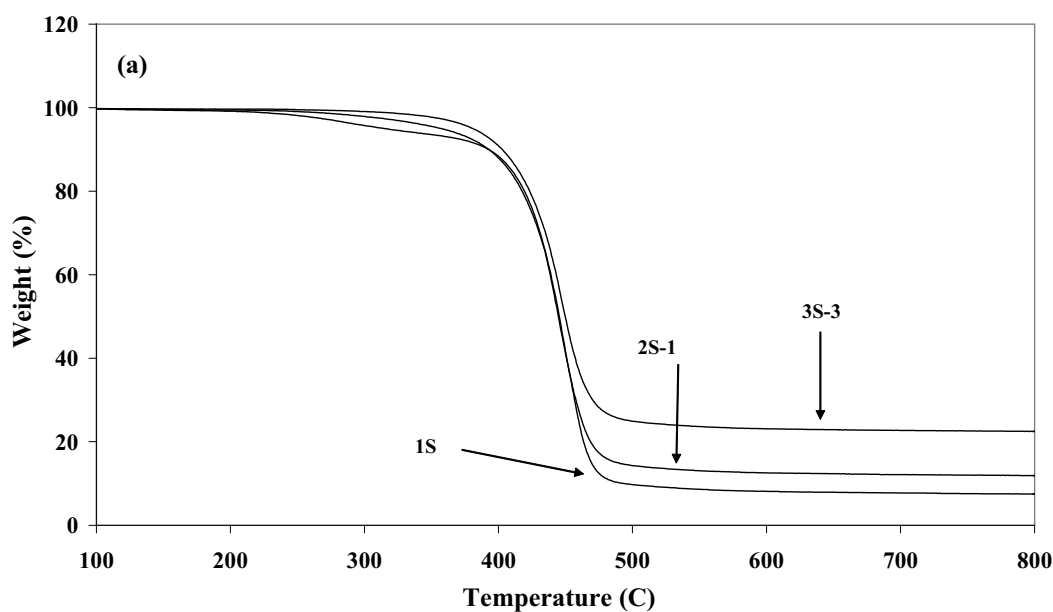


รูปที่ 3.51 α transition temperature ของคอมโพสิต II สภาวะการอบแบบขั้นตอนเดียว (1S) แสดงค่าต่ำกว่าสภาวะการอบแบบสามขั้นตอน (3S-3)

เทคนิค TGA เป็นเทคนิคการวิเคราะห์เทคนิคหนึ่งที่มีประโยชน์มาก เทอร์โมแกรมของตัวอย่าง 1S, 2S-1 และ 3S-3 ของคอมโพสิต II แสดงในรูปที่ 3.52a-b ตัวอย่าง 1S และ 2S-1 แสดงการสลายตัวแบบสองขั้นตอน (two step degradation) และเริ่มสลายตัวที่ 200°C ในขณะที่ตัวอย่าง 3S-3 มีการสลายตัวแบบขั้นตอนเดียว (one step degradation) และเริ่มสลายตัวที่ 240°C ปริมาณการสลายตัวขั้นตอนแรกของตัวอย่าง 1S (6.6%) สูงกว่าตัวอย่าง 2S-1 เล็กน้อย (4.2%) อาจกล่าวได้ว่าความหนาแน่นของการเชื่อมโยงโมเลกุล (crosslink density) ของคอมโพสิตเหล่านี้ สามารถเรียงตามลำดับได้ดังนี้ $3S-3 > 2S-1 > 1S$ ได้ทำการวิเคราะห์เพิ่มเติมเพื่อยืนยันผลสรุปนี้ ด้วยการนำเรซินสูตร II ที่อบแบบขั้นตอนเดียว (1S) และสามขั้นตอน (3S-3) วิเคราะห์ด้วย TGA พบว่าให้ผลการทดลองแบบเดียวกัน ดังแสดงในรูปที่ 3.53a-b คือตัวอย่าง 1S ยังคงแสดงการสลายตัวแบบสองขั้นตอน และตัวอย่าง 3S-3 สลายตัวแบบขั้นตอนเดียว การสลายตัวแบบสองขั้นตอนและขั้นตอนเดียวนี้อาจมีสาเหตุมาจากการมีโครงสร้างโมเลกุลต่างกัน โดยทั่วไป โมเลกุลของพอลิเมอร์ที่มีขนาดเล็กกว่า จะสลายตัวที่อุณหภูมิต่ำกว่าพวกที่มีโมเลกุลขนาดใหญ่ และที่แข็งแรงกว่า โมเลกุลแบบเส้นตรง (linear polymers) จะสลายตัวก่อนโมเลกุลร่างแห (polymer network) ปริมาณการเชื่อมโยงมากขึ้นจะทำให้สลายตัวที่อุณหภูมิสูงขึ้น ผลการทดลองชี้ให้เห็นว่า การอบแบบขั้นตอนเดียวและสองขั้นตอนในคอมโพสิตสูตร II ยังไม่สมบูรณ์ อาจมีดำหนึ่ในโครงร่างโมเลกุล อาจมีข้อบกพร่องโมเลกุลที่ไม่เกิดเป็นร่างแหและถูกกักขังไว้ในร่างแห หรือมีความไม่สม่ำเสมอในโครงสร้าง สิ่งเหล่านี้ทำให้เกิดการสลายตัวก่อนกำหนด สาเหตุนี้สามารถนำมาอธิบายการเพิ่มขึ้นของสมบัติเชิงกลในคอมโพสิตสูตร II การอบแบบสามขั้นตอนทำให้ไม่มีการกักขังโมเลกุลดังกล่าว ทำให้เกิดร่างแหที่สมบูรณ์กว่าการอบแบบขั้นตอนเดียวและสองขั้นตอน

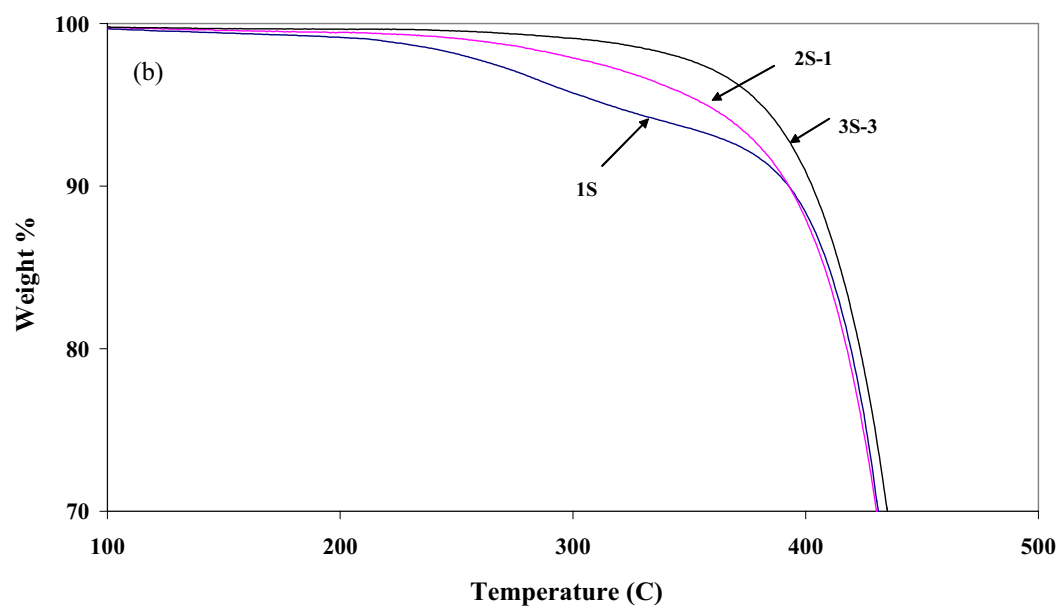
แนวความคิดเรื่องความสมบูรณ์ของโครงร่างแหหรือความสม่ำเสมอทางโครงสร้างนี้ ได้รับการสนับสนุนอีกครั้งจากผลการทดลองที่วิเคราะห์ด้วยคอมโพสิตสูตร I ดังแสดงในรูปที่ 3.54a-b ตัวอย่าง 3S-1 ที่มีสมบัติเชิงกลด้อยกว่าตัวอย่าง 2S-3 นั้น แสดงการสลายตัวแบบสองขั้นตอน โดยเริ่มสลายตัวที่ 200°C ในขณะที่ตัวอย่าง 2S-3

มีการสลายตัวแบบขั้นตอนเดียว แสดงว่าสภาวะการอบแบบสามขั้นตอนที่ใช้ในคอมโพสิทสูตร I นี้ เป็นสภาวะที่ไม่เหมาะสม ทำให้ได้โครงสร้างหยาบที่มีตำหนิ มีการกักขังโมเลกุลในร่างแหเช่นกัน ข้อมูลที่ได้จากเทคนิค TGA สอดคล้องกับสมบัติเชิงกล คอมโพสิทที่มีการสลายตัวแบบขั้นตอนเดียวและสลายตัวที่อุณหภูมิสูงกว่า จะมีสมบัติเชิงกลดีกว่า ได้มีรายงานว่า การอบเรซินด้วยไมโครเวฟ อาจทำให้เกิดปฏิกิริยาค้ำกว่าการอบด้วยความร้อน⁴ ทั้งนี้ เป็นเพราะมีการกักขังโมเลกุลที่ว่องไวต่อปฏิกิริยา (functional molecules) ไว้ภายในโครงสร้างหยาบ ทำให้ชิ้นงานเกิดปฏิกิริยาได้อีกเมื่อนำมาวิเคราะห์ด้วย DSC แต่เหตุผลดังกล่าวนี้ไม่สามารถอธิบายคอมโพสิทในโครงการวิจัยนี้ได้ เพราะผลการวิเคราะห์ด้วย DSC ของคอมโพสิททั้งสองสูตร พบว่าไม่มีการทำปฏิกิริยาเพิ่มเติมภายใต้การให้ความร้อนด้วยเครื่อง DSC แสดงว่าการอบด้วยเตาไมโครเวฟทำให้อิพ็อกซีเรซินเกิดปฏิกิริยาได้หมด แต่การเกิดปฏิกิริยานี้ไม่ได้หมายถึงการเกิดโครงสร้างร่างแหเท่านั้น การเกิดพอลิเมอร์ไรเซชันจัดว่าเป็นปฏิกิริยาเคมีที่จะต้องเกิดขึ้นด้วย แต่ความสามารถในการเชื่อมโยงโมเลกุลเพื่อให้เกิดเป็นร่างแหนั้น มีปัจจัยหลายอย่างมาควบคุม นักวิจัยเชื่อว่า มีโมเลกุลของอีพ็อกซีที่ไม่ได้เกิดเป็นร่างแห ถูกกักขังไว้ในโครงสร้างหยาบ ส่งผลให้เกิดการสลายตัวก่อนกลุ่มโมเลกุลที่เป็นร่างแห กล่าวอีกนัยหนึ่ง ชิ้นงานที่มีโมเลกุลถูกกักขังไว้ในร่างแหนี้ มีความสม่ำเสมอทางโครงสร้าง (structural homogeneity) ลดน้อยลง และน่าจะมีความหนาแน่นของการเชื่อมโยงโมเลกุลลดน้อยลงเช่นกัน สาเหตุหลักของความแตกต่างทางโครงสร้างนี้ เกิดจากการอบที่แตกต่างกัน

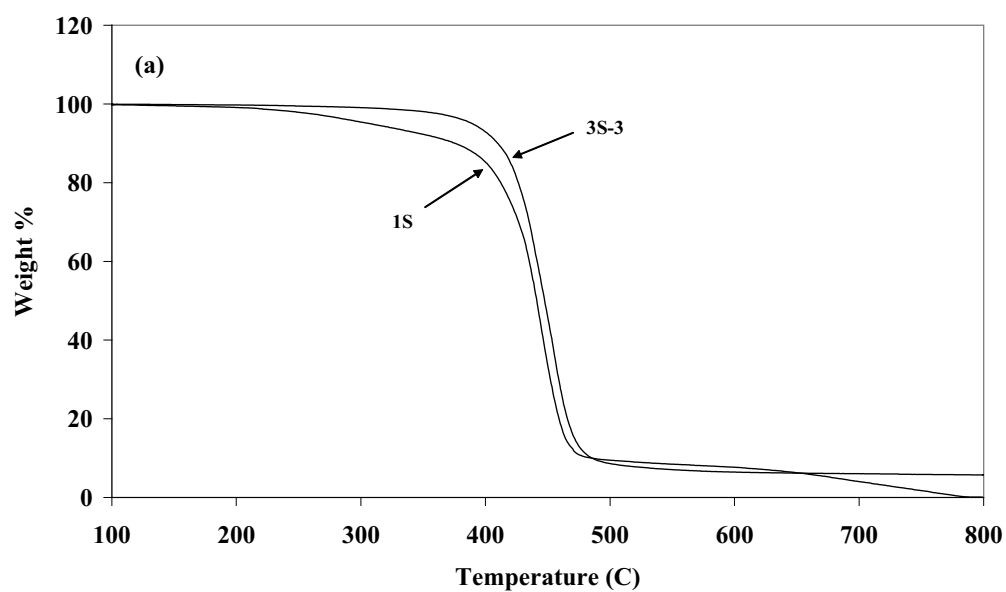


รูปที่ 3.52a TGA thermograms ของคอมโพสิทสูตร II ตัวอย่าง 1S และ 2S-1 แสดงการสลายตัวแบบสองขั้นตอนตัวอย่าง 3S-3 แสดงการสลายตัวแบบขั้นตอนเดียว

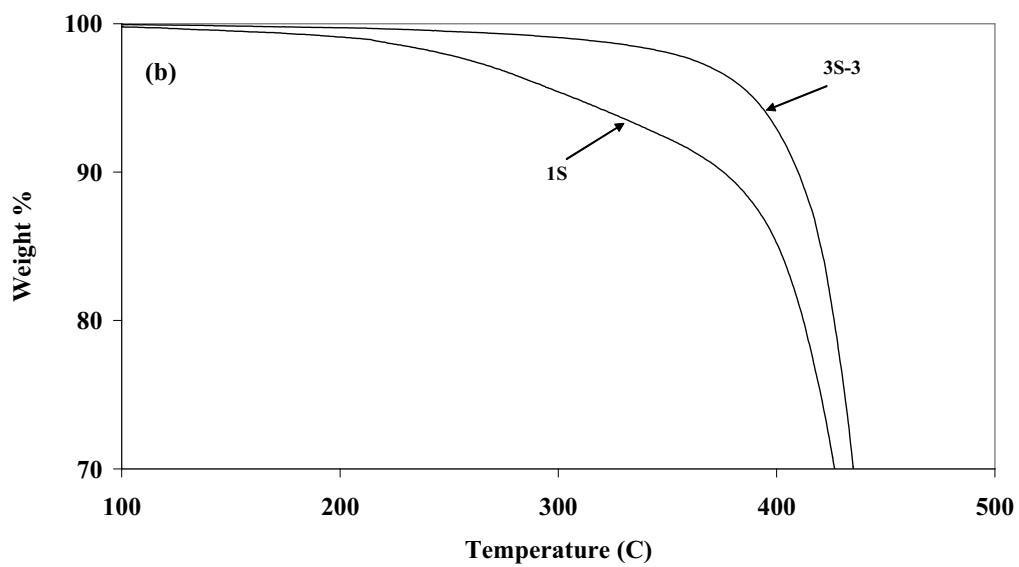
⁴ C. Jordan, J. Galy, J.P. Pascault, C. More, M. Delmotte and H. Jullien, Polym. Eng. Sci. 35, 233 (1995).



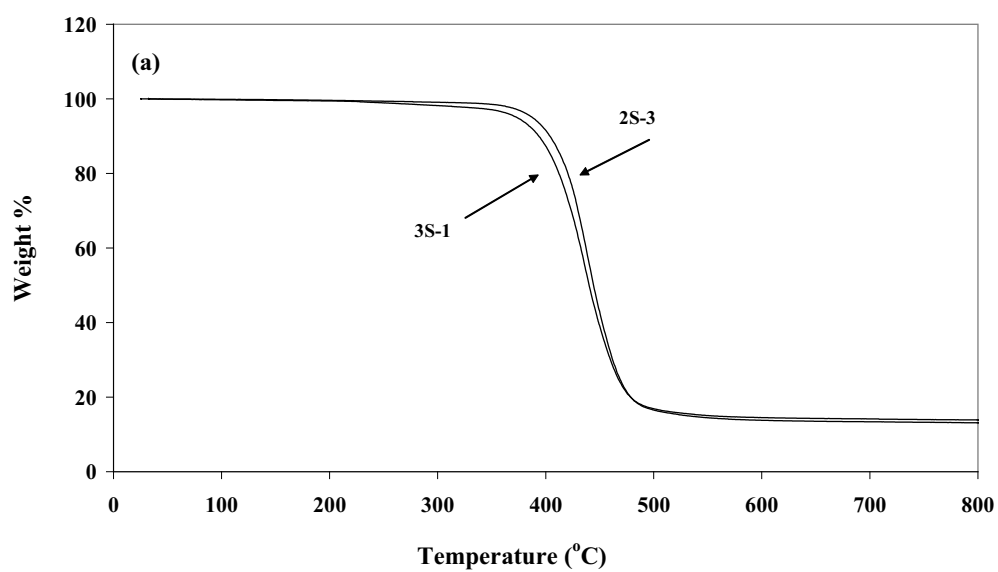
รูปที่ 3.52b TGA thermograms ของคอมพอลิเมอร์ II ตัวอย่าง 1S และ 2S-1 แสดงการสลายตัวแบบสองขั้นตอนตัวอย่าง 3S-3 แสดงการสลายตัวแบบขั้นตอนเดียว รูป b เป็นภาพขยายของรูป a



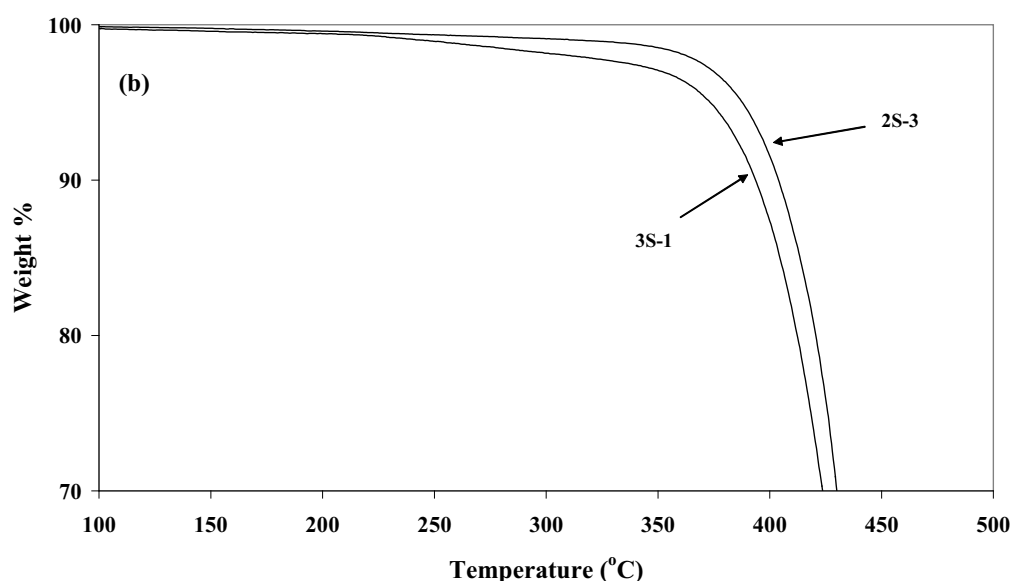
รูปที่ 3.53a TGA thermograms ของเรซินสูตร II ตัวอย่าง 1S แสดงการสลายตัวแบบสองขั้นตอน ตัวอย่าง 3S-3 แสดงการสลายตัวแบบขั้นตอนเดียว



รูปที่ 3.53b TGA thermograms ของเรซินสูตร II ตัวอย่าง 1S แสดงการสลายตัวแบบสองขั้นตอน ตัวอย่าง 3S-3 แสดงการสลายตัวแบบขั้นตอนเดียว รูป b เป็นภาพขยายของรูป a



รูปที่ 3.54a TGA thermograms ของคอมโพสิตสูตร I ตัวอย่าง 3S-1 แสดงการสลายตัวก่อนตัวอย่าง 3S-1



รูปที่ 3.54b TGA thermograms ของคอมโพสิตสูตร I ตัวอย่าง 3S-1 แสดงการสลายตัวก่อนตัวอย่าง 3S-1 รูป b เป็นภาพขยายของรูป a

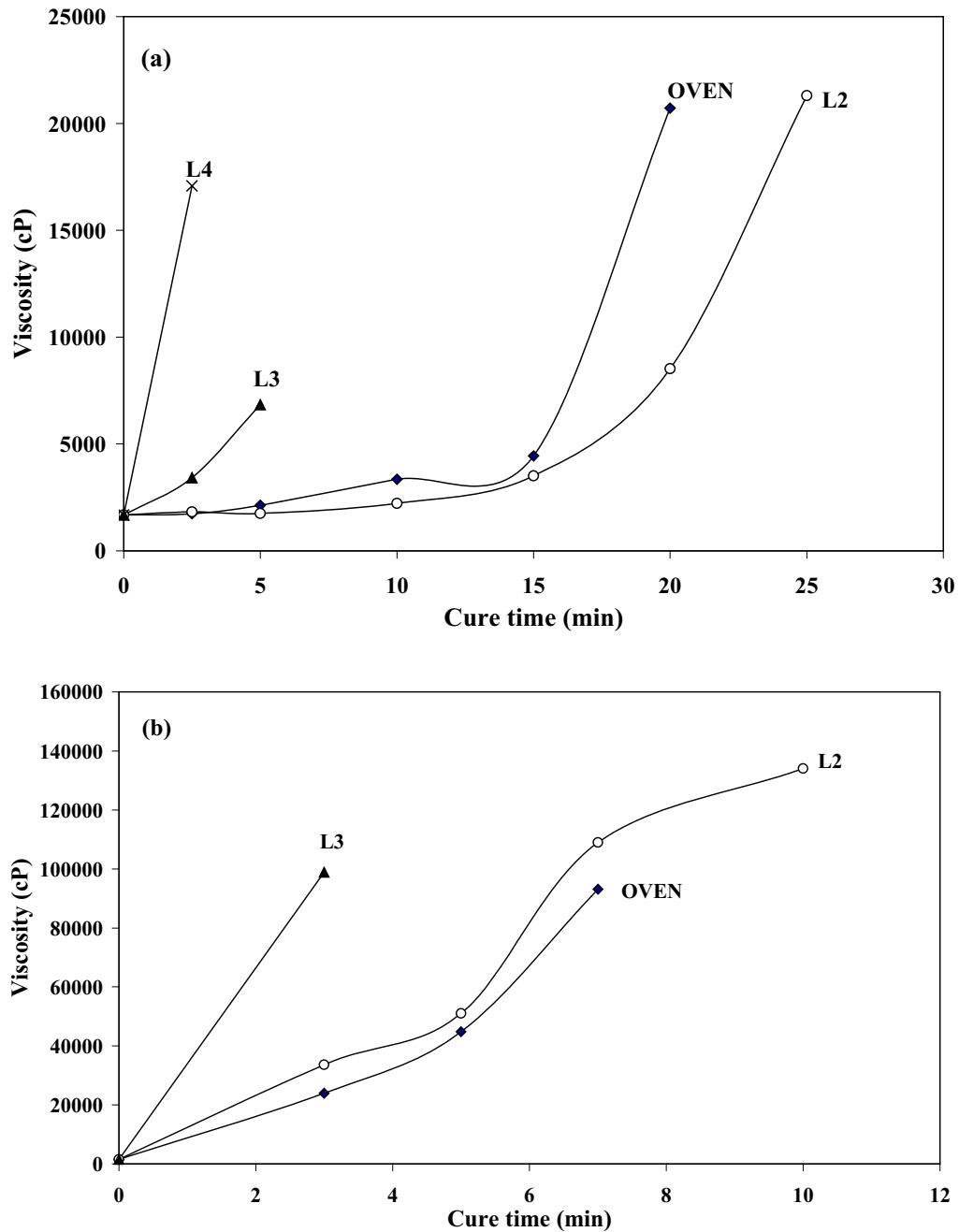
3.5.2 การตรวจสอบความหนืดและอุณหภูมิของเรซินระหว่างการอบ

จากการวิเคราะห์ด้วย TGA ทำให้เชื่อว่าการอบที่ต่างกัน (แบบขั้นตอนเดียว-สองขั้นตอน-สามขั้นตอน) ทำให้ความสม่ำเสมอของโครงสร้างต่างกัน คาดว่าปัจจัยที่มีอิทธิพลต่อความสม่ำเสมอทางโครงสร้างคือความหนืดของเรซินและอุณหภูมิที่เกิดขึ้นในเรซินระหว่างการอบ ถ้าเรซินมีความหนืดเพิ่มขึ้นอย่างรวดเร็ว จะทำให้เกิดตำหนิในโครงสร้างแหได้ เช่น มีการกักขังเรซินที่ไม่ได้เกิดการเชื่อมโยงโมเลกุล⁵ ในระยะเริ่มต้นของการเกิดร่างแห ถ้าหากเรซินมีความหนืดสูงเกินไป จะทำให้การไหลหรือการแพร่กระจายของอีพอกซีและสารทำให้แข็งมีค่าต่ำลง เมื่อปฏิกิริยาเกิดไปอย่างต่อเนื่อง เรซินจะมีความหนืดเพิ่มขึ้น การเคลื่อนไหวแบบบราวเนียนก็จะถูกจำกัดลงไปเรื่อยๆ และทำให้จลนพลศาสตร์ของการเกิดร่างแหลดลง⁶ สิ่งเหล่านี้อาจก่อให้เกิดความแตกต่างในบางพื้นที่ หรือทำให้มีความไม่สม่ำเสมอทั่วทั้งระบบ

ได้ทำการทดลองอบคอมโพสิตในระยะเวลาต่างๆเพื่อนำไปวัดความหนืด และวัดอุณหภูมิที่เกิดขึ้นภายในเรซิน โดยทำการวัดทันทีที่อบเสร็จ ใช้เวลาในการวัดไม่เกิน 5 วินาที ตัวอย่างชุดนี้เป็นชุดเดียวกันกับที่ทำการวัดความหนืด รูปที่ 3.55 แสดงผลการวัดความหนืดของคอมโพสิตสูตร I และ II การอบด้วยเตาไมโครเวฟที่ระดับกำลัง 2 จะให้ความหนืดใกล้เคียงกับการอบด้วยตู้อบความร้อน และอัตราการเพิ่มขึ้นของความหนืดก็ใกล้เคียงกัน ตรงข้ามกับการอบที่ระดับกำลัง 3 และ 4 เรซินจะมีความหนืดเพิ่มขึ้นอย่างรวดเร็ว คอมโพสิตสูตร I จะเริ่มมีลักษณะคล้ายเยลลี่หรือเกิดเป็นเจล (gel) ที่สภาวะ L3 – 7 min และ L5 – 2.5 min ในขณะที่สภาวะ L4 – L6 เป็นเวลา 5 นาที จะมีเรซินบางส่วนแข็งตัว ตัวอย่างเหล่านี้จะไม่นำมาวิเคราะห์หาความหนืด เนื่องจากการวัดความหนืดจะไม่ใช้ตัวทำละลาย เพราะต้องการวิเคราะห์ความหนืดที่แท้จริงของเรซินในคอมโพสิตนั้นๆ

⁵ J.J. Aklonis and W.J. MacKnight, Introduction to Polymer Viscoelasticity, 2nd edn., John Wiley & Sons, new York, 1983.

⁶ P. Alazardm, M. Palumbo and A. Gourdenne, Macromol. Symp. 199, 59 (2003).



รูปที่ 3.55 ความหนืดของเรซินระหว่างการอบด้วยตู้อบความร้อน (OV) ที่ 150°C และอบด้วยเตาไมโครเวฟที่ระดับกำลังต่างๆ (L2 – L4) : (a) คอมโพสิต I; (b) คอมโพสิต II

คอมโพสิตสูตร II จะเกิดเป็นเจลที่สภาวะ L2 – 15 min, L3 – 5 min และ L4 – 3 min ความหนืดที่ L2 – 25 min ของสูตร I และที่ L2 – 10 min ของสูตร II มีค่าสูงมากเมื่อเทียบกับความหนืดที่ L3 – 5 min ของสูตร I และที่ L3 – 3 min ของสูตร II เมื่อพิจารณาสภาวะการอบคอมโพสิตสูตร I ตัวอย่าง 1S จะเริ่มเกิดเป็นของแข็งเมื่อใช้ระดับกำลัง 3 ในเวลา 7.5 นาที และเป็นของแข็งในเวลา 10 นาที ถึงแม้ว่าตัวอย่าง 1S จะเป็นของแข็งก่อนตัวอย่าง 2S-3 แต่ความหนืดของตัวอย่าง 1S ในช่วงก่อนเป็นเจลซึ่งมีค่าเท่ากับ 3,420 cP (ที่ L3 – 5 min) มีค่าต่ำกว่าความหนืดของเรซินที่อบที่ L2 – 25 min (21,300 cP) อัตราเร็วในการเพิ่มขึ้นของหนืดก่อนเกิดเป็นเจลน่าจะมีความสำคัญมากกว่าค่าความหนืด และอัตราการเพิ่มขึ้นอย่างช้าๆของความหนืดน่าจะเป็นลักษณะที่พึงประสงค์

ได้ทำการตรวจวัดความหนืดของตัวอย่าง 2S-1 และ 3S-3 ของคอมโพสิทสูตร II ทั้งสองตัวอย่างเริ่มแข็งตัวเมื่ออยู่ในการอบขึ้นตอนที่สอง คือ L4 – 3 min (ตัวอย่าง 2S-1) และ L3 – 5 min (ตัวอย่าง 3S-3) โดยที่สภาวะการอบของตัวอย่าง 2S-1 คือ L2 – 10 min + L4 – 5 min และสภาวะการอบของตัวอย่าง 3S-3 คือ L2 – 10 min + L3 – 5 min + L4 – 3 min ความหนืดก่อนเกิดเป็นเจลของตัวอย่าง 1S เท่ากับ 98,900 cP (L3 – 3 min) และมีค่าต่ำกว่าความหนืดก่อนเกิดเป็นเจลของตัวอย่าง 2S-1 และ 3S-3 ที่มีค่าเท่ากับ 134,000 cP (L2 – 10 min) ในทำนองเดียวกันกับที่กล่าวไว้ในคอมโพสิทสูตร I อัตราเร็วในการเพิ่มความหนืดมีบทบาทสำคัญ และการอบที่ดีควรมีอัตราการเพิ่มความหนืดแบบช้าๆ

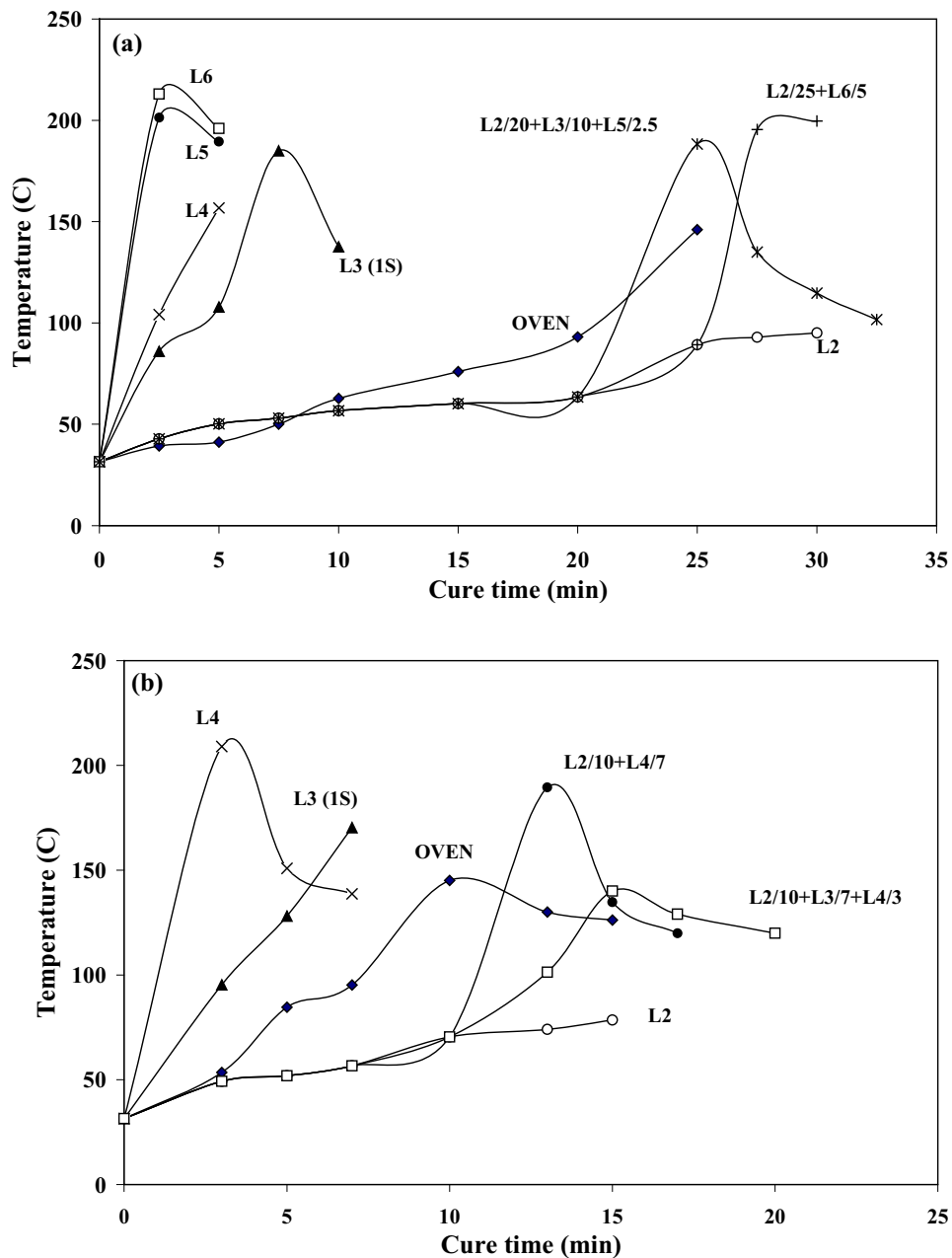
ผลของการวัดอุณหภูมิที่ได้จากการอบในระยะเวลาต่างๆนี้แสดงในรูปที่ 3.56 อุณหภูมิที่วัดได้นี้เป็นอุณหภูมิจริงของเรซิน เนื่องจากการวัดทันทีที่อบเสร็จ ใช้เวลาในการวัดไม่เกิน 5 วินาที มีการใช้เรซิน 1 ครั้ง ต่อ 1 การทดลอง ใช้เบ้าเทฟลอนขนาดเดียวกันกับที่ใช้เตรียมชิ้นงานเพื่อทดสอบสมบัติเชิงกล ดังนั้น ผลการวัดจึงมีความน่าเชื่อถือ และใช้เป็นตัวแทนชิ้นงานของแต่ละสภาวะการอบได้ อุณหภูมิของคอมโพสิทเพิ่มขึ้นตามระยะเวลาในการอบ และบางสภาวะมีอุณหภูมิลดลง ตำแหน่งที่เป็นพิกนัเป็นอุณหภูมิที่เรซินกลายเป็นของแข็ง สำหรับการอบแบบขึ้นตอนเดียวนั้น การใช้ระดับกำลังสูงขึ้นจะทำให้อัตราเร็วของการเพิ่มอุณหภูมิสูงขึ้น พฤติกรรมการเพิ่มขึ้นของอุณหภูมิมีสลักษณะเช่นเดียวกันกับการเพิ่มขึ้นของความหนืด ที่ระดับกำลัง 2 จะมีอัตราเร็วของการเพิ่มอุณหภูมิช้าที่สุด และอุณหภูมิสูงสุดมีค่าไม่เกิน 100°C ดังนั้น จึงไม่เป็นที่สงสัยว่า ที่ L2 นี้เรซินไม่แข็งตัว การที่อุณหภูมิเพิ่มขึ้นอย่างช้าๆที่ L2 นี้ทำให้อัตราการเพิ่มขึ้นของความหนืดช้าตามไปด้วย เมื่อเทียบกับระดับกำลังอื่นๆ ระดับกำลัง 3 – 6 จะมีอุณหภูมิเพิ่มขึ้นอย่างรวดเร็วตามลำดับ ส่งผลให้ความหนืดเพิ่มขึ้นอย่างรวดเร็วด้วย ซึ่งน่าจะเป็นสาเหตุให้เกิดการกักขังโมเลกุล ทำให้ไม่สามารถเกิดเป็นร่างแหได้ จากที่ได้กล่าวเบื้องต้นว่าสภาวะการอบแบบสามขั้นตอนในคอมโพสิทสูตร I นั้นเป็นสภาวะที่ไม่เหมาะสม พิสูจน์ได้จากการที่เรซินแข็งตัวเร็วกว่าการอบแบบสองขั้นตอน ซึ่งสังเกตได้จากกราฟในรูป 3.56a ในทำนองเดียวกันการอบแบบสามขั้นตอนในคอมโพสิทสูตร II จะแข็งตัวช้ากว่าการอบแบบสองขั้นตอน แสดงว่าการแข็งตัวที่ช้ากว่าจะให้สมบัติเชิงกลที่ดีกว่า นั่นคือ อัตราการเพิ่มขึ้นของอุณหภูมิและความหนืดควรจะมีอัตราเร็วที่เหมาะสม และน่าจะเป็นอัตราที่ค่อนข้างช้า

3.5.3 การวิเคราะห์การยึดเกาะของเรซินบนเส้นใยแก้วด้วยภาพ SEM

การอบคอมโพสิทในเตาไมโครเวฟด้วยระดับกำลังสูงขึ้น จะทำให้เรซินมีอุณหภูมิสูงขึ้น เนื่องจากที่ระดับกำลังสูงจะมีระยะเวลาในการให้คลื่นไมโครเวฟนานขึ้น ดังนั้นจะมีความร้อนภายในเรซินมากขึ้น เรซินเกิดปฏิกิริยามากขึ้น นี่เป็นสาเหตุของการเพิ่มขึ้นของความหนืดของเรซิน การใช้ระดับกำลังต่ำๆ เช่น L2 เพื่อใช้ในการอุ่นเรซินทำให้เรซินค่อยๆร้อนขึ้น มีความหนืดเพิ่มขึ้นอย่างช้าๆ ส่งผลให้เรซินเกาะติดเส้นใยแก้วได้มากขึ้น หรือทำให้เส้นใยแก้วเปียกมากขึ้น ได้มีงานวิจัยเกี่ยวกับการอุ่นเรซินด้วยเตาไมโครเวฟในผลิตภัณฑ์ RTM laminates⁷ พบว่าเส้นใยแก้วมีลักษณะเปียกมากขึ้นและทำให้สมบัติเชิงกลสูงขึ้น ภาพถ่ายจากเครื่อง SEM ของผิวหน้าชิ้นตัวอย่างที่แตกหักจากการทดสอบสมบัติเชิงกลแสดงในรูปที่ 3.57 และ 3.58 สำหรับคอมโพสิทสูตร I และ II ตามลำดับ บริเวณที่เป็นอีพ็อกซีเรซินจะไม่มีฟองอากาศหรือช่องว่าง (voids) ใดๆเลย สังเกตปริมาณการเกาะติดของอีพ็อกซีเรซินบนเส้นใยแก้ว เส้นใยแก้วที่มีผิวเรียบ ไม่มีเรซินเกาะติด แสดงว่า interfacial adhesion ระหว่างเรซินและเส้นใยแก้วต่ำมาก เป็นลักษณะที่ไม่ต้องการในผลิตภัณฑ์คอมโพสิท เพราะจะทำให้สมบัติเชิงกลของคอมโพสิทต่ำลง ในทางตรงกันข้าม ถ้ามีเรซินเกาะติดที่เส้นใยแก้วมาก แสดงว่ามี interfacial adhesion สูงมาก ในการตรวจสอบด้วยเครื่อง SEM นี้ ได้ทำการส่องถ่ายภาพชิ้นงานแล้วนำมาเปรียบเทียบกัน จะเห็นว่า ตัวอย่างที่มีสมบัติเชิงกลดีที่สุดจะมีเรซินเกาะติดที่เส้นใยแก้วมากที่สุด จากการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค SEM สามารถเรียงลำดับลักษณะการเกาะติดของเรซินบน

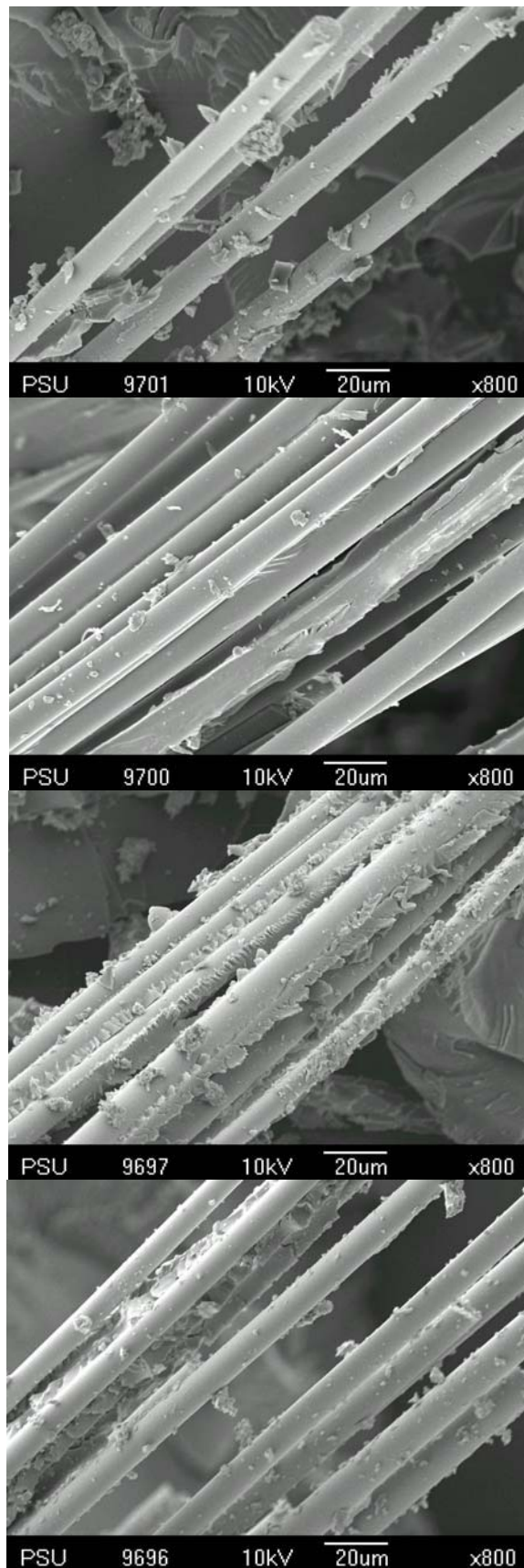
⁷ M.S. Johnson, D.D. Rudd and D.J. Hill, Polym. Compo. 18, 185 (1997).

เส้นใยแก้วได้ดังนี้ 2S-3 > 3S-1 > OV, 1S (สำหรับคอมโพสิตสูตร I) และ 3S-3 > 2S-1, 1S, OV (สำหรับคอมโพสิตสูตร II) การอบด้วยเตาไมโครเวฟในสภาวะที่เหมาะสมจะทำให้ interfacial adhesion ระหว่างเรซินและเส้นใยแก้วสูงกว่าการอบด้วยความร้อน ผลการทดลองนี้สอดคล้องกับผลการทดลองที่ได้มีการรายงานมาก่อนหน้านี้⁸

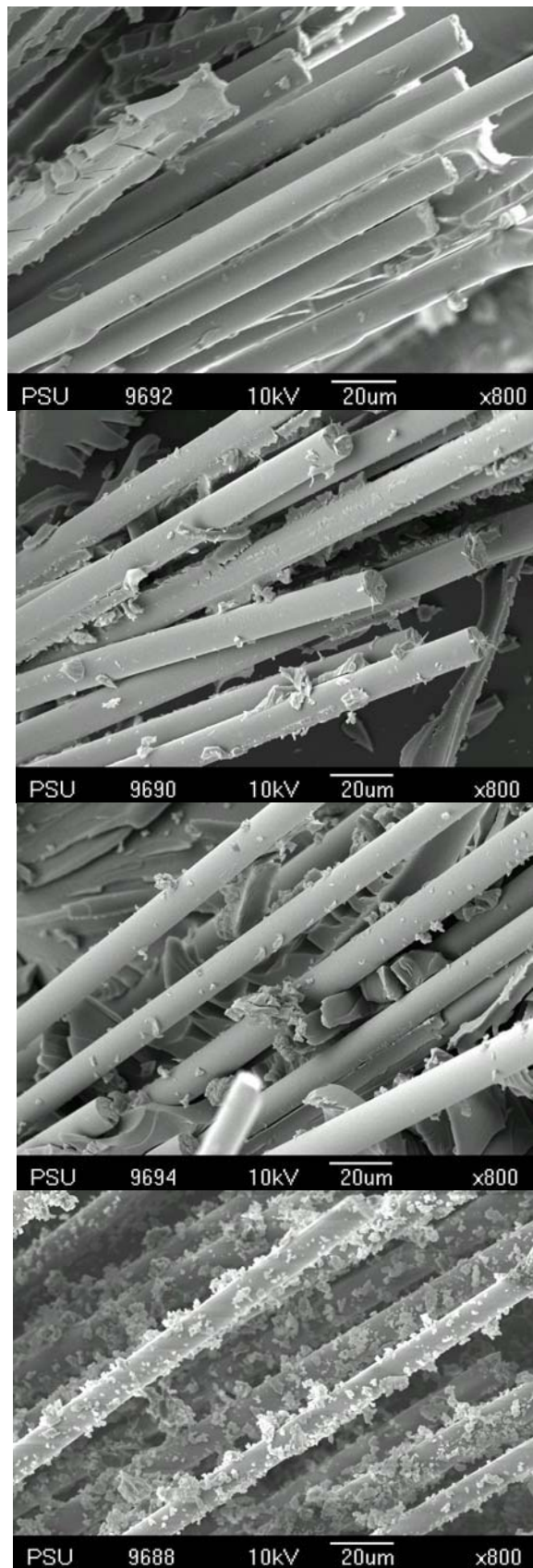


รูปที่ 3.56 อุณหภูมิในเรซินที่วัดได้ระหว่างการอบด้วยตู้อบความร้อนที่ 150°C (OV) และอบด้วยเตาไมโครเวฟที่ระดับกำลังต่างๆ (a) คอมโพสิต I (b) คอมโพสิต II

⁸ X. Fang and D.A. Scola, J. Polym. Sci. Polym. Chem. 37, 4616 (1999) และ S.L. Bai and V. Djafari, Composites 26, 645 (1995).



รูปที่ 3.57 ภาพถ่ายจาก SEM ของผิวหน้าตัวอย่างที่แตกหักจากการทดสอบสมบัติเชิงกลของคอมโพสิต I เรียงลำดับจากบนลงล่าง : OV, 1S, 2S-3, 3S-1 สังเกตตัวอย่าง 2S-3 มีเรซินเกาะติดบนเส้นใยแก้วมากที่สุด



รูปที่ 3.58 ภาพถ่ายจาก SEM ของผิวหน้าตัวอย่างที่แตกหักจากการทดสอบสมบัติเชิงกลของคอมโพสิต II เรียงลำดับจากบนลงล่าง : OV, 1S, 2S-1, 3S-3 สังเกตตัวอย่าง 3S-3 มีเรซินเกาะติดบนเส้นใยแก้วมากที่สุด

3.6 สรุปผลการทดลอง

เตาไมโครเวฟที่ใช้ศึกษานี้สามารถอบฮีฟอกซีเรซินและฮีฟอกซีคอมโพสิตได้ดีเช่นเดียวกันกับตู้อบ การอบด้วยเตาไมโครเวฟของเรซินและคอมโพสิตสูตรต่างๆ สามารถให้สมบัติเชิงกลที่ดีกว่าหรือเทียบเท่ากับการอบด้วยตู้อบ ทั้งนี้ขึ้นอยู่กับปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยา ชนิดของสมบัติ และสภาวะการอบ สูตร I และ II เป็นสูตรที่ดีที่สุดที่เหมาะสมต่อการอบด้วยเตาไมโครเวฟภายใต้สภาวะการอบที่ศึกษา การอบด้วยเตาไมโครเวฟแบบขั้นตอนเดียว สามารถให้สมบัติเชิงกลที่เทียบเท่ากับการอบด้วยตู้อบความร้อน ความแตกต่างของสมบัติเชิงกลระหว่างชิ้นงานที่อบด้วยเตาไมโครเวฟและตู้อบความร้อน ขึ้นอยู่กับสูตรเรซินและประเภทของสมบัติเชิงกล เนื่องจากมีสมบัติเชิงกลทั้งที่สูงขึ้นและต่ำลงเมื่ออบด้วยเตาไมโครเวฟ การอบด้วยเตาไมโครเวฟแบบหลายขั้นตอน ให้ค่าสมบัติเชิงกลที่สูงกว่าการอบแบบขั้นตอนเดียวและการอบด้วยตู้อบความร้อน ทั้งนี้เป็นเพราะการอบแบบหลายขั้นตอนมีการอุ่นเรซินในการอบขั้นตอนแรก ทำให้เรซินมีอุณหภูมิและความหนืดไม่สูงมากนัก เกาะติดกับเส้นใยแก้วดีขึ้น ทำให้แรงยึดเกาะระหว่างเรซินและเส้นใยแก้ว (interfacial adhesion) สูงขึ้น ในทางตรงข้ามการอบแบบขั้นตอนเดียวจะทำให้เรซินมีอุณหภูมิสูงขึ้นทันที จึงทำให้เรซินมีความหนืดเพิ่มขึ้นอย่างรวดเร็ว การยึดเกาะระหว่างเรซินและเส้นใยแก้วจึงลดลง และทำให้เกิดการกักขังโมเลกุลอยู่ในโครงร่างแห สมบัติเชิงกลจึงต่ำกว่า เตาไมโครเวฟที่ใช้ในครัวเรือนจะควบคุมระดับกำลังวัตต์โดยมีระยะเวลาที่ให้คลื่นออกมา ดังนั้น ระยะเวลาที่กำหนดไว้จึงไม่ใช่ระยะเวลาที่เรซินได้รับคลื่นไมโครเวฟ ระยะเวลาที่ได้รับคลื่นขึ้นอยู่กับระดับกำลัง (power level) ที่ใช้ และจะมีค่าน้อยกว่าระยะเวลาที่ใช้ เช่น ที่ระดับกำลัง 3 เรซินจะได้รับคลื่นไมโครเวฟเป็นระยะเวลา 30% ของระยะเวลาที่ตั้งไว้ในการใช้เตาไมโครเวฟนี้ ด้วยเหตุนี้จึงกล่าวได้ว่า การอบด้วยเตาไมโครเวฟจะใช้เวลาน้อยกว่าการอบด้วยตู้อบความร้อนและสามารถให้สมบัติเชิงกลที่ดีกว่าตัวอย่างที่อบด้วยตู้อบความร้อน แต่จำเป็นต้องใช้สภาวะการอบที่เหมาะสม ข้อจำกัดของโครงการวิจัยนี้คือ ไม่สามารถสร้างเตาไมโครเวฟได้เอง ทำให้ไม่สามารถควบคุมการปล่อยคลื่นให้แม่นยำ และให้เป็นเวลาต่อเนื่องได้โดยที่สามารถควบคุมกำลังวัตต์ได้

3.7 ข้อเสนอแนะสำหรับงานวิจัยในอนาคต

1. ควรสร้างเตาไมโครเวฟขึ้นมาเองเพื่อจะได้ควบคุมการปล่อยคลื่นไมโครเวฟได้
2. ควรซื้อเตาไมโครเวฟรุ่นเดียวกันมากกว่า 2 เครื่องขึ้นไป ตั้งแต่เริ่มการทดลอง เพราะบางครั้งบริษัทผู้ผลิตอาจไม่ผลิตรุ่นที่กำลังใช้อยู่ ทำให้หาซื้อเพิ่มเติมไม่ได้
3. ไม่ควรใช้สารทำให้แข็งกลุ่มแอนไฮไดรต์ เพราะกลิ่นและควันที่เกิดขึ้นจากการอบมีอันตรายต่อสุขภาพมาก ระหว่างทำการทดลองจะต้องสวมแว่นตานิรภัยและใส่หน้ากากปิดจมูกเสมอ กลิ่นค่อนข้างรุนแรงมาก เป็นที่รบกวนของผู้อื่นจนไม่สามารถปฏิบัติงานในห้องเดียวกันได้

ภาคผนวก ก

Reprint

Varaporn Tanrattanakul and Kaew SaeTiaw, Comparison of microwave and thermal cure of epoxy-anhydride resin: mechanical properties and dynamic characteristics, J. Appl. Polym. Sci., 97, 1442-1461 (2005)

Comparison of Microwave and Thermal Cure of Epoxy-Anhydride Resins: Mechanical Properties and Dynamic Characteristics

Varaporn Tanrattanakul,¹ Kaew SaeTiaw^{2,*}

¹Polymer Science Program, Faculty of Science, Prince of Songkla University, Hatyai, Songkla, 90112 Thailand

²Materials Engineering Program, Faculty of Engineering, Prince of Songkla University, Hatyai, Songkla, 90112 Thailand

Received 21 September 2004; accepted 16 November 2004

DOI 10.1002/app.21578

Published online in Wiley InterScience (www.interscience.wiley.com).

ABSTRACT: The objective of this work was to compare the mechanical properties of epoxy resins cured by thermal heating and microwave heating. Epoxy-anhydride (100:80) resins were cured in a domestic microwave oven and in a thermal oven. The hardening agents included methyl tetrahydrophthalic anhydride and methyl hexahydrophthalic anhydride. Three types of accelerators were employed. Thermal curing was performed at 150°C for 20 and 14 min for resins containing 1 and 4% accelerator, respectively. Microwave curing was carried out at a low power (207 or 276 W) for 10, 14, and 20 min. All cured resins were investigated with respect to their tensile properties, notched Izod impact resistance, and flexural properties (three-point bending) according to ASTM standards. The $\tan \delta$ and activation energy values were investigated with dynamic mechanical thermal analysis, and the extent of conversion was determined with

differential scanning calorimetry. The differences in the mechanical properties of the thermally cured and microwave-cured samples depended on the resin formulation and properties. Equivalent or better mechanical properties were obtained by microwave curing, in comparison with those obtained by thermal curing. Microwave curing also provided a shorter cure time and an equivalent degree of conversion. The glass-transition temperatures ($\tan \delta$) of the thermally and microwave-cured resins were comparable, and their activation energies were in the range of 327–521 kJ/mol. © 2005 Wiley Periodicals, Inc. *J Appl Polym Sci* 97: 1442–1461, 2005

Key words: activation energy; composites; crosslinking; curing of polymers; resins

INTRODUCTION

The utilization of microwaves for heating began in the 1940s. Studies of the microwave processing of polymers in the early 1960s led to several successful applications in the rubber, textile, and food industries. Since the mid-1980s, there has been a great deal of interest in the microwave processing of polymers.^{1–35} Because the mechanism of microwave heating is independent of thermal conductivity, microwave heating avoids heat-transfer-rate problems encountered in conventional thermal heating, for which the low thermal conductivity of polymers is problematic. This relatively new form of energy transfer offers many distinct advantages over conventional heating, such as volumetric, fast, directly selective, instantaneous, and

controllable heating. Microwave energy, with its long wavelength, offers deeper penetration than ultraviolet or electron-beam irradiation but does not possess sufficient energy to cause bond cleavage. Only accelerated dissipative heating occurs in microwave processing. In this way, energy may be distributed rapidly throughout the volume of a material. Surface overheating or uneven accelerator decomposition is avoided.

In conventional thermal processing, energy is transferred to the material through the convection, conduction, and radiation of heat from the surfaces of the material. In contrast, microwave energy is delivered directly to materials through molecular interactions with the electromagnetic field. This results in rapid heating throughout the material's thickness with reduced thermal gradients. Volumetric heating can also reduce the processing time and save energy. The ability to process polymeric materials with microwaves depends on the applied frequency, electric field strength, dipole structure, additives or fillers that have been included with the polymer, and dielectric properties of the polymer. When two materials are simultaneously subjected to microwave irradiation, the

Correspondence to: V. Tanrattanakul (varaporn.t@psu.ac.th).

*Present address: Thai Composites Company, Limited, Bangkok, Thailand.

Contract grant sponsor: Thailand Research Fund; contract grant number: RSA4580041.

TABLE I
Characteristics of the Chemicals

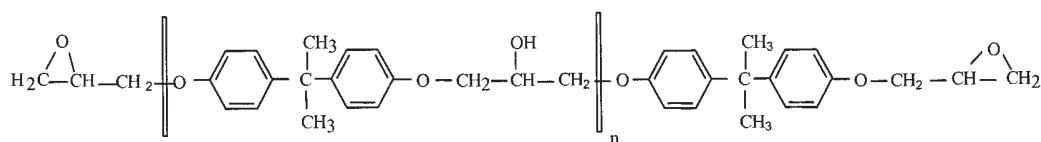
Chemical	Grade	Viscosity at 25° (cP)	EEW	AE	Supplier
Epoxy	DER 331 ^a	11,800	189	—	Dow Chemical Co. (Midland, MI)
MTHPA1	Lindried [®] 46QC	60	—	166	Lindau Chemicals Co. (Columbia, SC)
MTHPA2	EG/NT	50	—	166	LonzaSpa Co. (Milan, Italy)
MHHPA	SW	53	—	168	LonzaSpa Co. (Milan, Italy)
DMP-30	Ancamine K54	200	—	—	Anchor Chemical, Ltd. (Los Angeles, CA)
EMI	Imicure EMI24	6,500	—	—	Air Products and Chemicals, Inc.
BDMA	Purum (>98%)	—	—	—	Fluka (Buchs, Switzerland)

EEW = epoxy equivalent weight; AE = anhydride equivalent.

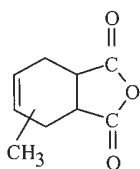
^a $n = 0.15$.

higher dielectric loss material is heated more rapidly than the lower dielectric loss material. With microwave irradiation as a heating source, chemical reactions occur. This leads to the study of microwave-

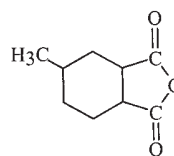
induced chemical reactions. A controversial topic in this study is whether there is a microwave effect, or nonthermal effect, on chemical reactions beyond heating. On the basis of the research published so far, there



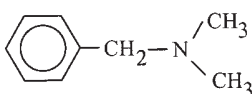
DGEBA, $n = 0.15$



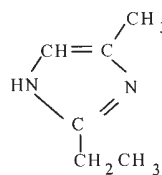
MTHPA



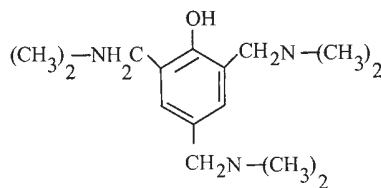
MHHPA



BDMA



EMI



DMP-30

Figure 1 Chemical structures of the epoxy (DGEBA), hardeners (MTHPA and MHHPA), and accelerators (BDMA, EMI, and DMP-30).

TABLE II
Sample Designation and Composition

Resin	Hardener	Accelerator
I	MTHPA1	Unknown
II	MHHPA	DMP-30
III	MHHPA	EMI
IV	MHHPA	BDMA
VI	MTHAP2	DMP-30
VII	MTHPA2	EMI
VIII	MTHPA2	BDMA

is still no consensus.^{9,17,19} Critics of the microwave effect often claim that differences can be attributed to poor temperature measurement and control of experimental conditions that result in systematic error. The existence or nonexistence of a microwave effect continues to be an area of considerable debate and research.

Epoxy resins are among the most important thermosets and have many major industrial applications, such as surface coatings, adhesives, and fiber-reinforced composites. Major barriers to the use of thermosetting composites in many applications include the long cure and postcure processing times required to achieve the required mechanical properties. There has been much research in the area of microwave processing for epoxy resins, including epoxy-amine systems^{4–12,15–24,27,28} and epoxy-anhydride systems.^{26,33} Some research groups have employed domestic microwave ovens without modification,^{9,14,35} and others have modified domestic microwave ovens with a magnetic stirrer⁹ or to accommodate a fiber-optic probe,³⁴ but some of them have not provided details of the modification.¹⁵ Therefore, a domestic microwave oven is applicable to scientific experimentation. Galema³² also mentioned the application of a domestic microwave oven. Most researchers have studied the kinetics or chemical reactions (extent of curing) and physical properties, that is, the glass-transition temperature (T_g) and dielectric properties. A few publications report the mechanical properties of microwave-cured epoxy.^{7,9,11,26} There is controversy over the kinetics of curing and mechanical properties of microwave-cured samples in comparison with those of thermally cured samples. The reaction rate, cure time, and T_g of microwave-cured epoxy have been reported to be dependent on the resin system (hardener/curing agents).^{4,20,21} No microwave effect on the kinetics of epoxy curing and the three-dimensional structure has been proposed,^{15,28} but some researchers have proposed rate enhancement by microwave curing.^{9,18,27} Small changes in the mechanical properties of microwave-cured epoxy have been reported,^{7,11} whereas increases and decreases in the tensile properties have been observed.⁹ Disagreements on the properties of microwave-cured samples may result from the following factors:

- The resin system: Different chemicals show different dipole structures and dielectric properties, and these result in different behaviors.
- The microwave oven: Different cavities (including the cavity shape and cavity material) and different modes affect microwave power dissipation. The irradiation of a pulsed-power microwave oven differs from that of a continuous-power microwave oven.¹⁹ The uniformity of the electric field and position of the sample are also important. Nonuniformity within the electromagnetic field will result in nonuniform heating.
- The sizes and shapes of the samples: The temperature at the center of a sample is higher than that at the sample's boundaries because of the slow heat conduction inside the sample. An increase in the curing time allows heat transfer from the center to the boundaries, and this leads to more homogeneity.⁷
- The curing conditions: The microwave power and curing time control the temperature of a sample.

In this work, we report the results of a systematic study of epoxy-anhydride resins cured in a home microwave oven. Because multimode systems are the most common processing systems used in industrial applications¹⁷ and this research involves industrial work, we used a domestic microwave oven. Data obtained from this work will be applied to industrial work in the future. The mechanical properties and dynamic mechanical thermal analysis (DMTA) of the microwave-cured epoxy resins are compared with those of conventional thermally cured resins. To the best of our knowledge, our resin systems have not yet been reported in the microwave-curing literature. Because this work is focused on the efficiency of microwave curing and the mechanical properties of the selected epoxy system, direct comparisons between the kinetics of curing activated by thermal and microwave heating are beyond the scope of this study, and the kinetic mechanisms during the polymerization of the reactive system are not the aim of this article. The mechanisms of the epoxy-anhydride system are very complex, and for that reason, many works in the references do not include the mechanisms of curing reactions. However, the mechanisms of the epoxy-anhydride reaction are reported in many publications.^{36–39}

TABLE III
Heating Conditions

Source of heat	Accelerator (%)	Condition
Oven	1	150°C, 20 min
	4	150°C, 14 min
Microwave	1	10 and 14 min
	4	10, 14, and 20 min

TABLE IV
Calibration Data of Microwave Power

Level	Setting power (W) ^a	Magnetron's output power (W) ^b	Equivalent power (W) ^c
1	80	—	—
2	160	71	138
3	240	158	207
4	320	249	276
5	400	352	345
6	480	406	414
7	560	513	483
8	640	586	552
9	720	610	621
10	800	698	690

^a Data derived from the producer.

^b Experimental data derived from measurements based on ref. 29.

^c Data derived from a linear regression with $R^2 = 0.9732$.

EXPERIMENTAL

Materials

The chemicals are listed in Table I. The epoxy resin was a general-purpose-grade diglycidyl ether of bisphenol A (DGEBA) with $n = 0.15$. Two hardeners were employed: methyl tetrahydrophthalic anhydride (MTHPA) and methyl hexahydrophthalic anhydride (MHHPA). The accelerators included tris-2,4,6-dimethyl aminomethyl phenol (DMP-30), 2-ethyl-4-methyl imidazole (EMI), and *N*-benzyl dimethylamine (BDMA). MTHPA1 contained an unknown accelerator, whereas MTHPA2 and MHHPA contained no accelerator. The chemical structures of all the materials are shown in Figure 1. All the chemicals were commercial-grade and were used as received.

Sample preparation

The main suppliers of the anhydride hardeners suggested using approximately 80–90 wt % of the anhy-

TABLE V
Comparison of the Setting Time and Heating Time of the Microwave Oven

Level	Equivalent power (W) ^a	Setting time (min)	Actual heating time (min)
3 ^b	207	10 14	3 4
4 ^b	276	20 10 14 20	6 4 6 8

^a Data from TABLE IV.

^b Refers to 30 and 40% of 800 W, respectively (= 240 and 320 W of setting power, respectively), according to the product data sheet.

dride/epoxy stoichiometric ratio to obtain better properties. For that reason, we employed a ratio of 80:100 anhydride/epoxy. The concentration of the accelerator was 1 or 4 parts per hundred parts of epoxy resin. The sample designations and compositions are listed in Table II. After good mixing, air bubbles were released from the resin before it was poured into a mold. A chromium-coated steel plate was used as a mold for thermal curing, whereas a Teflon mold (17 cm in diameter and 3 cm deep) was used for microwave curing. The amount of the resin was weighed to control the thickness of the specimens. A Memmert U500 oven (Schwabach, Germany) was employed for thermal curing. Microwave curing was performed in a Sanyo EM-X412 commercial microwave oven (Sanyo Thailand Co., Bangkok, Thailand) at a frequency of 2.45 GHz. This microwave oven was fitted with a voltage controller to facilitate the processing power (to be specified). It consisted of 10 power levels, with the maximum level equal to 800 W. In this work, the applied power was based on the physical performance of the cured samples. No air bubbles and no burning

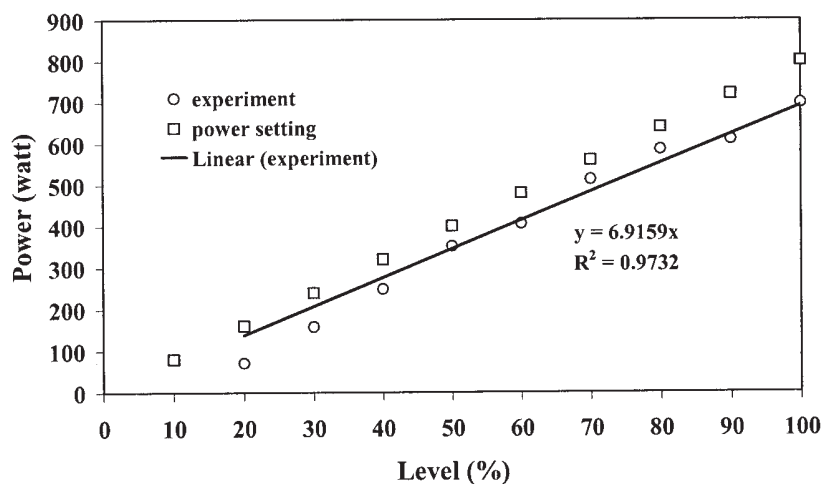


Figure 2 Calibration curve of the microwave output.

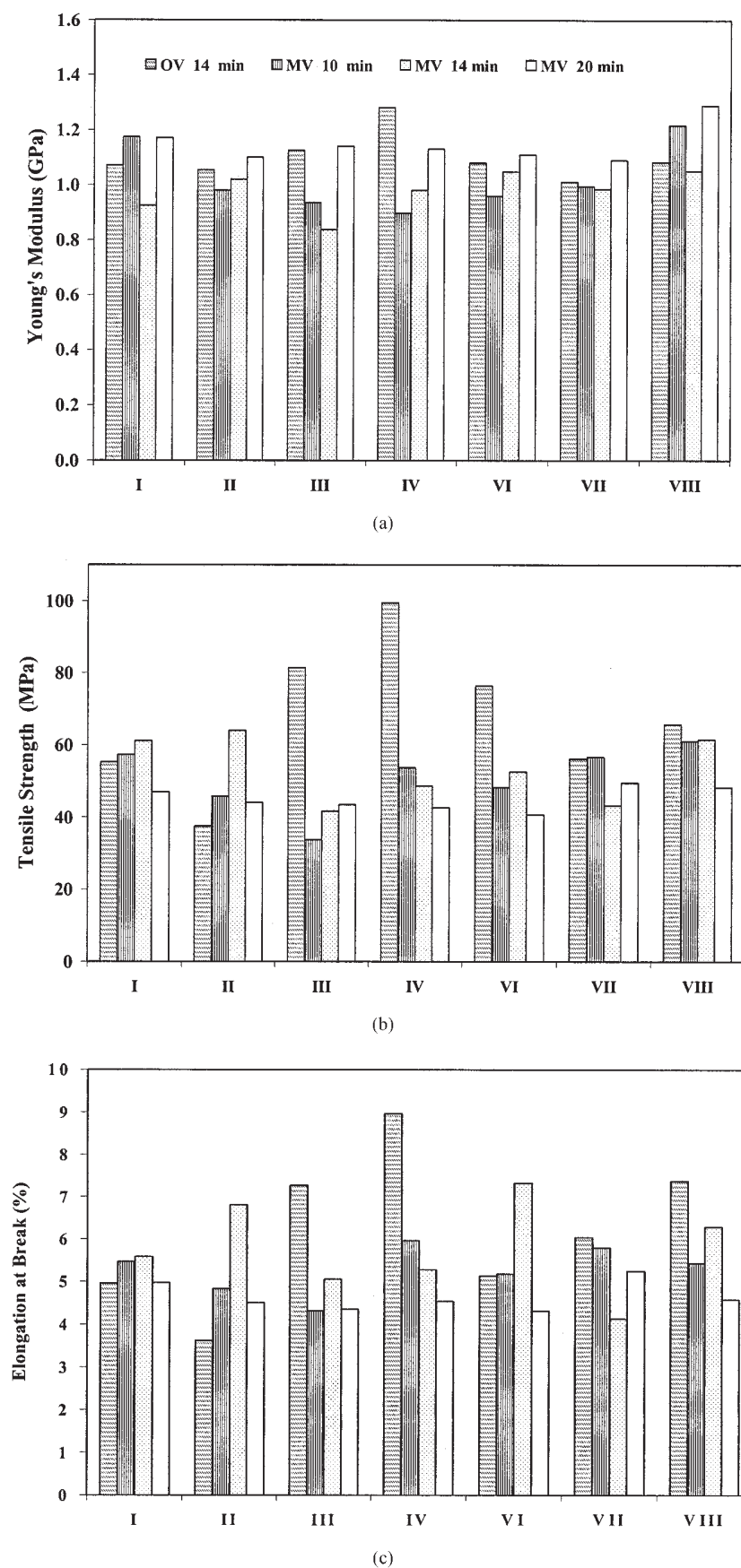


Figure 3 Tensile properties of the epoxy resins containing 4% accelerator (OV = oven cure, MV = microwave cure): (a) Young's modulus, (b) tensile strength, and (c) elongation at break. The accelerator concentration of resin I was unknown.

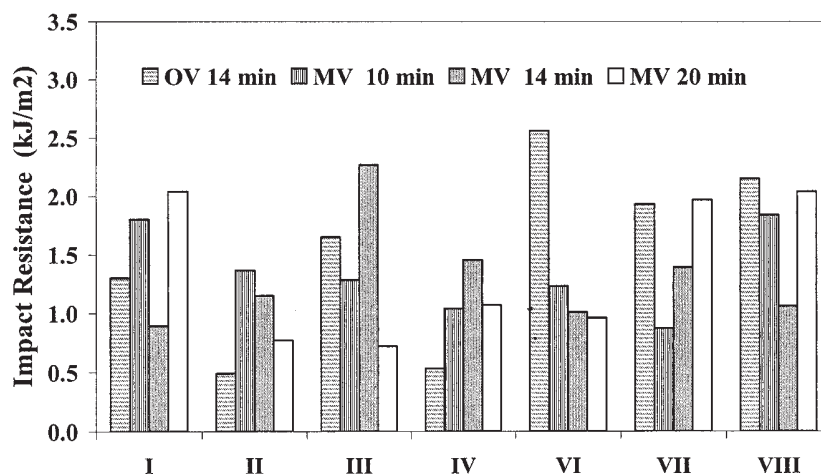


Figure 4 Impact strength of the epoxy resins containing 4% accelerator (OV = oven cure, MV = microwave cure). The accelerator concentration of resin I was unknown.

were criteria for good specimens. The optimal power level of resins I, II, VI, and VIII was the fourth level (power setting = 320 W), whereas resins III, IV, and VII were cured at the third level (power setting = 240 W). The heating conditions for microwave curing and thermal curing are described in Table III.

Mechanical property testing

The tensile properties, flexural properties (three-point bending), and notched Izod impact resistance were tested according to ASTM D 638 (type I), ASTM D 790, and ASTM D 256, respectively. The tensile testing was conducted at a tension speed of 5 mm/min and at a gauge length of 50 mm. The three-point-bending test was executed at a speed of 8 mm/min with a span width of 25 mm; the specimen dimensions were 25 × 50 mm². The specimen thickness was approximately 1.5 mm. Five specimens or more were tested for every sample for all the testing.

Differential scanning calorimetry (DSC) analysis

The extent of conversion (χ) of the cured samples was determined with a PerkinElmer DSC7 (Norwalk, CT) at a heating rate of 20°C/min from 30 to 250°C. The heat of the complete reaction was obtained through the curing of fresh resins under the DSC heating scan. The area under the exothermic peak represented the heat of reaction. The specimens were cut from the area near the center of the cured samples or along the gauge length of the tensile specimens.

DMTA

Cured resins were machined to fit the DMTA testing geometry specified by the Rheometric Scientific

DMTA V system (Piscataway, NJ) (ca. 10 mm × 240 mm × 1.5 mm). The testing was performed in a single-cantilever mode at a heating rate of 2°C/min with a strain control of 0.1%. The applied frequencies were 1, 10, and 30 Hz within the temperature range of 30–250°C. T_g was taken as the temperature at the peak of the $\tan \delta$ curve in the glass-transition region. The breadth of the glass transition in the $\tan \delta$ curve was determined as the width across the curve when it dropped to half of its peak values [full width at half-maximum (fwhm)]. The moduli in the glassy and rubbery regions were measured at $T_g - 30^\circ\text{C}$ and $T_g + 30^\circ\text{C}$, respectively.

RESULTS AND DISCUSSION

Microwave oven calibration

The microwave had 10 power levels. According to the product data sheet, the levels 1 and 10 were the lowest and highest powers (80 and 800 W), respectively. Because the microwave oven used in this study was a domestic one, we measured the magnetron's output power according to the method described by Voss and Madsen.²⁹ The magnetron's output power at each level is listed in Table IV; the experimental data were lower than those reported by the producer. The equivalent powers derived from the linear regression of experimental data are listed in Table IV and shown in Figure 2. Practically, the output power of the magnetron could be controlled through the adjustment of the period of operation or through the adjustment of the cathode current or magnetic field strength.¹⁷ In home microwave ovens, the magnetron is operated at full power. During a specified time, the current is turned on and off for segments of the period, and the average power is reduced. This on/off type of control is often called duty cycle control.

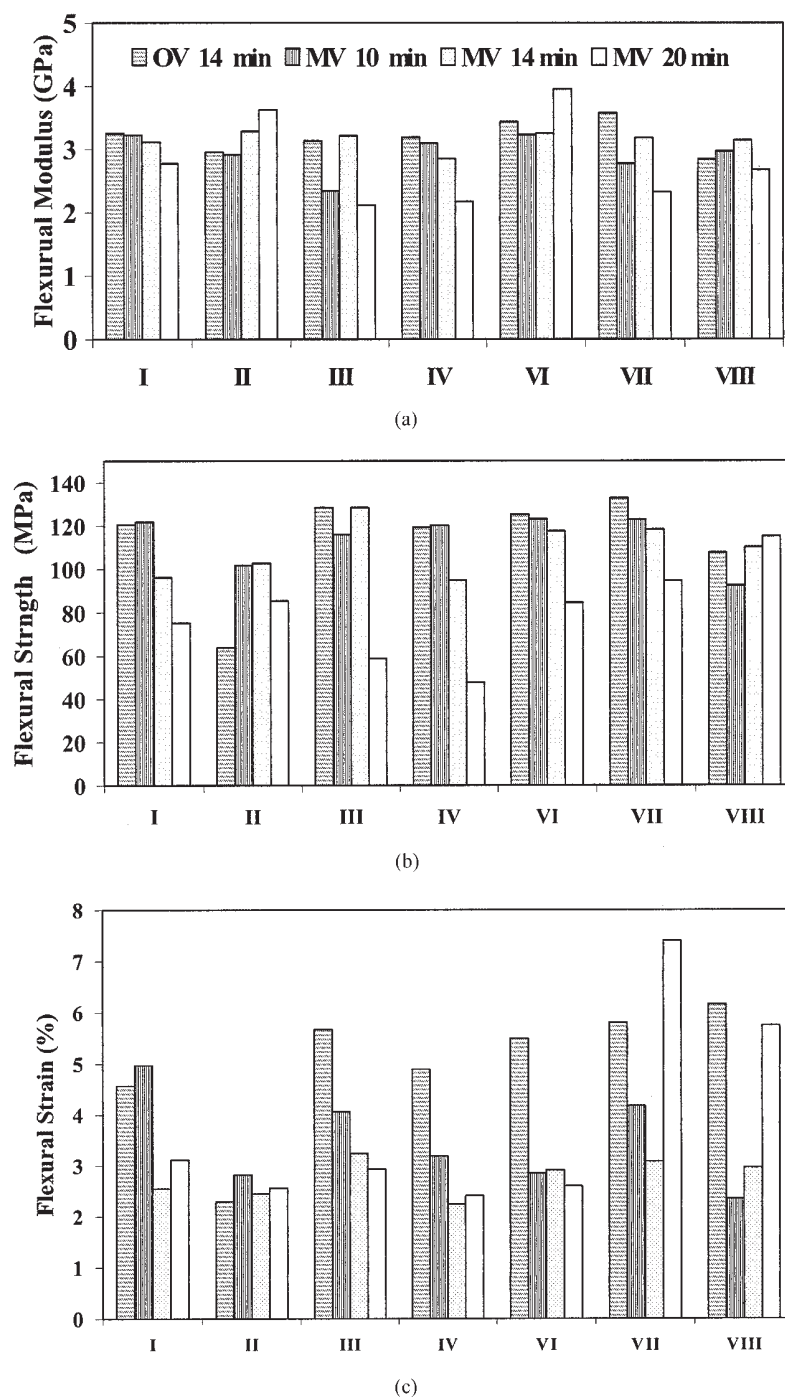


Figure 5 Flexural properties of the epoxy resins containing 4% accelerator (OV = oven cure, MV = microwave cure): (a) flexural modulus, (b) flexural strength, and (c) flexural strain. The accelerator concentration of resin I was unknown.

One period of the microwave oven used in this study was 17 s. The real heating time of the oven, therefore, was controlled by the setting power. At the setting power of level 3, in one period (17 s), the resins received microwaves for the first 5 s, and then they were heated again after 12 s. At level 4, the actual heating time was 7 s per period. The higher power level had a longer heating

time; that is, the heating times were 14 and 17 s at levels 8 and 10, respectively. Therefore, the actual heating time in the microwave oven was much shorter than the setting time, as described in Table V. This indicates that the output power of the home microwave was governed by the duty cycle control, and the microwave output power depended on the actual heating time.

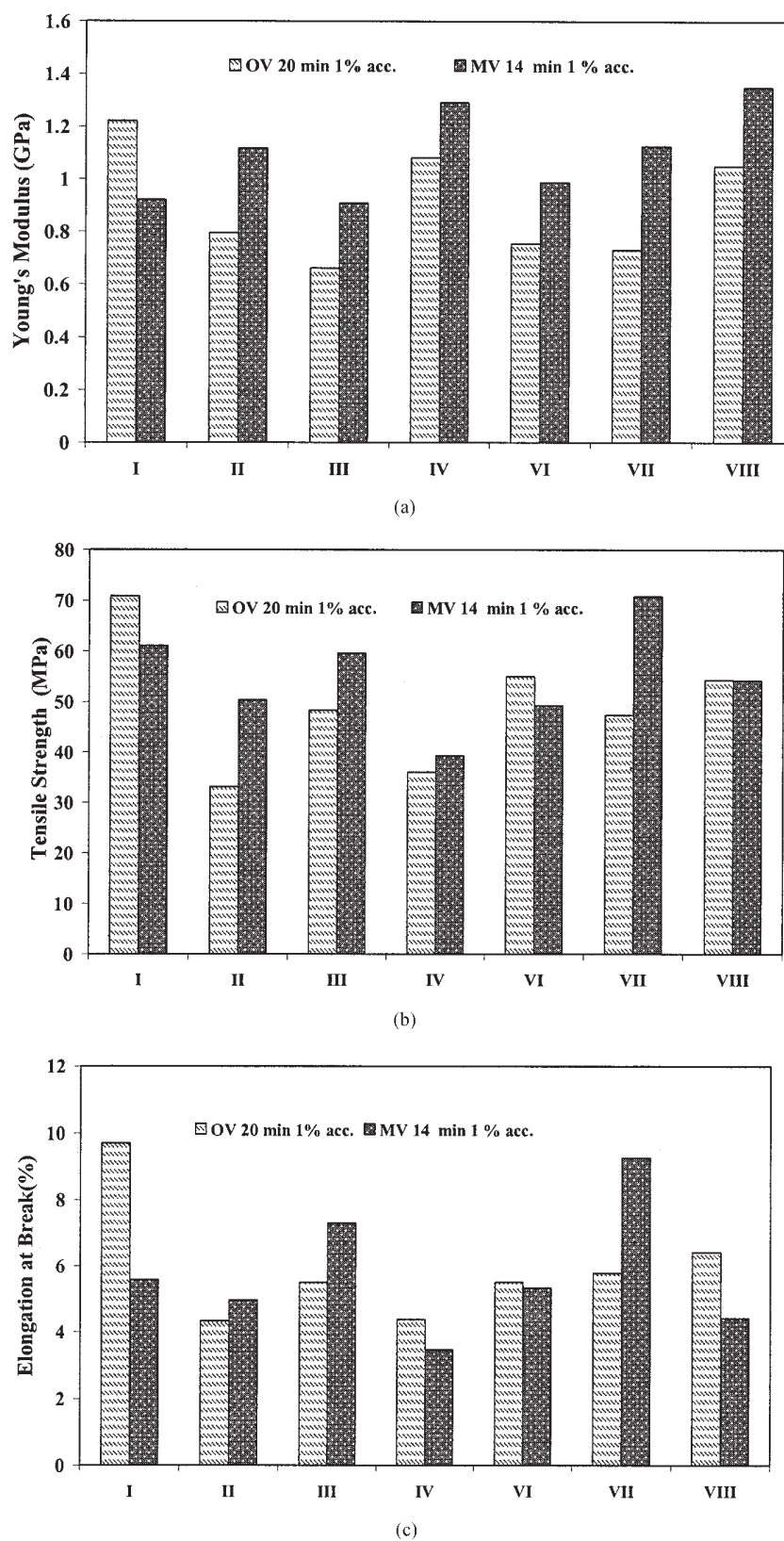


Figure 6 Tensile properties of the epoxy resins containing 1% accelerator (OV = oven cure, MV = microwave cure): (a) Young's modulus, (b) tensile strength, and (c) elongation at break. The accelerator concentration of resin I was unknown.

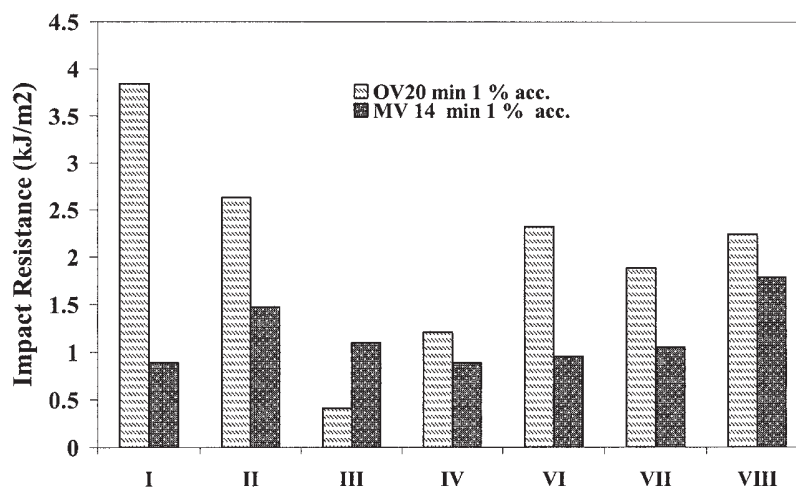


Figure 7 Impact strength of the epoxy resins containing 1% accelerator (OV = oven cure, MV = microwave cure). The accelerator concentration of resin I was unknown.

Ultimate mechanical properties

System containing 4% accelerator

The mechanical properties of the epoxy resins containing 4% accelerator are shown in Figures 3–5. Obviously, the effect of the microwave irradiation on the cure of this epoxy–anhydride system depended on the curing agents; this finding is similar to other researchers' work. This study employed three curing times in the microwave oven (10, 14, and 20 min), and eight recipes (Table II) were investigated to determine the mechanical properties. There was no attempt to seek the best mechanical properties and the best recipe. Young's moduli of the oven-cured samples and some microwave-cured samples were in the same range [Fig. 3(a)]. The tensile strengths of resins III, IV, and VI showed significant differences between the oven-cured and microwave-cured samples, whereas those of resins I, II, VII, and VIII were similar [Fig. 3(b)]. The impact resistance of the microwave-cured samples seemed to be higher than or similar to that of the oven-cured samples (Fig. 4), except for resin VI. The flexural modulus and flexural strength of certain microwaved samples were in the same range as those of thermally cured samples (Fig. 5). For resins I and II, the microwave-cured samples showed good mechanical properties like those of the samples cured in the oven, including the tensile properties, impact strength, and flexural properties. Undoubtedly, the mechanical properties of the microwaved samples were strongly dependent on the chemical structure, formulation, and curing time. Therefore, each resin exhibited its own characteristics, and it was difficult to draw a conclusion for all the resins corresponding to other previous works, as stated earlier.^{6,7,9–11} We can state that a microwave-cured epoxy with good mechanical properties can be achieved.

System containing 1% accelerator

Because the mechanical properties strongly depend on the resin composition, we investigated the effect of the accelerator concentration. By reducing the accelerator concentration to 1%, we had to increase the cure time in the oven to 20 min because the resin could not be cured in a shorter cure time. The cure time in the microwave oven was 14 min or more. We selected the shortest time to minimize the cure time, and we also had a target cure time that was not longer than 20 min. Resin I contained an unknown accelerator. Figures 6–8 present the mechanical properties of the resins containing 1% accelerator. Figure 6 shows that resin I had higher modulus and strength in oven curing, whereas the rest of the resins showed promising properties in microwave curing. The impact strength (Fig. 7), flexural modulus, and strength (Fig. 8) of the oven-cured samples were higher than those of the microwave-cured samples. This indicates that curing the resins with 1% accelerator in the microwave oven for 14 min did not improve the mechanical properties.

Comparison under the same heat source

Until now, our results have shown that microwave curing can improve and not improve mechanical properties. It is essential to design the optimal curing conditions for each resin system to obtain the optimal properties. It has been established that the stiffness and impact behavior have an optimum at an 80% epoxy conversion and decrease with higher extents of reaction,³⁰ and a higher crosslink density lowers the modulus of epoxy.⁷ To better understand each property of this system, we compared the mechanical properties of the resins cured under the same heat source. Figures 9–11 show the mechanical properties of resins

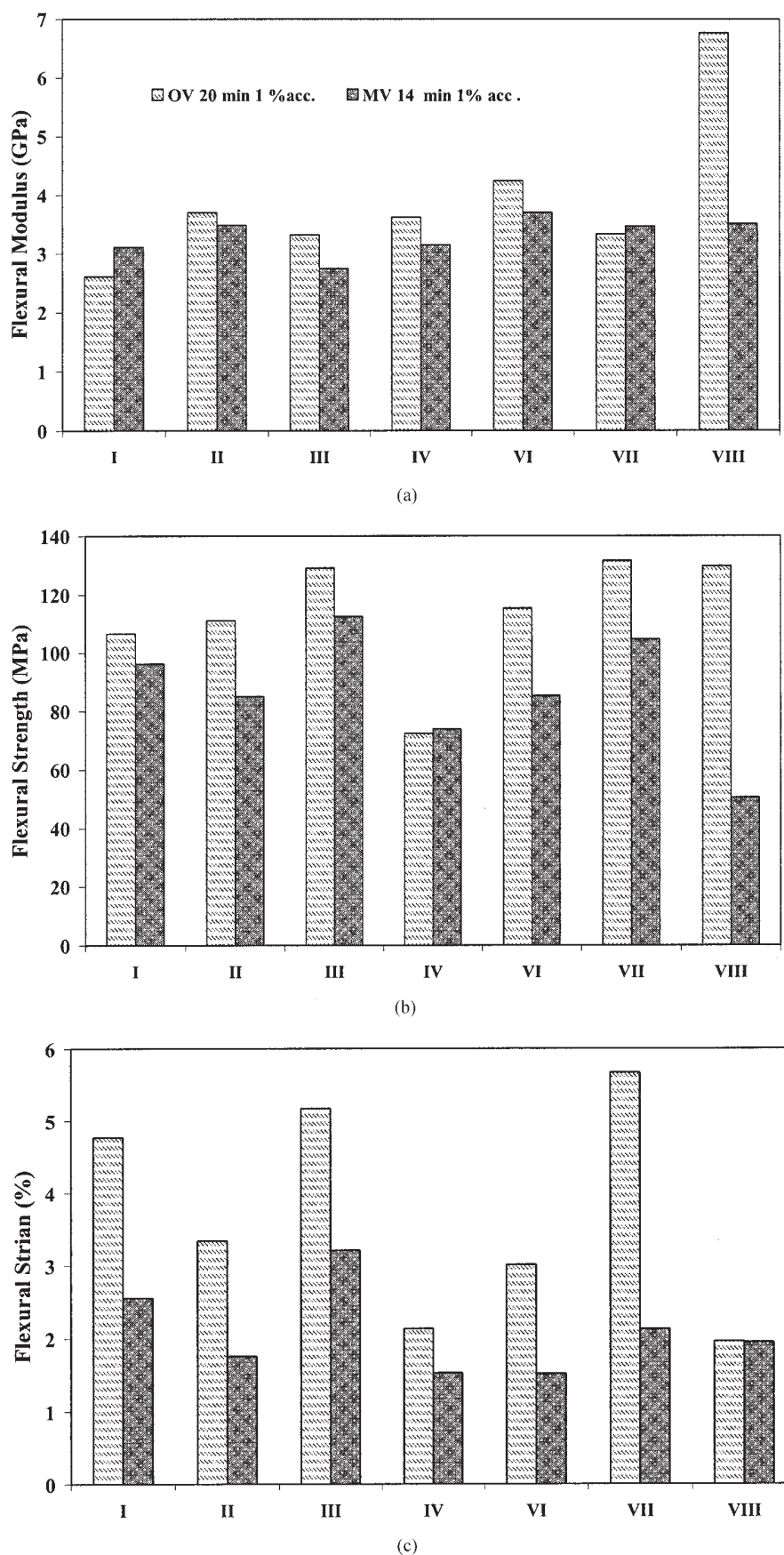


Figure 8 Flexural properties of the epoxy resins containing 1% accelerator (OV = oven cure, MV = microwave cure): (a) flexural modulus, (b) flexural strength, and (c) flexural strain. The accelerator concentration of resin I was unknown.

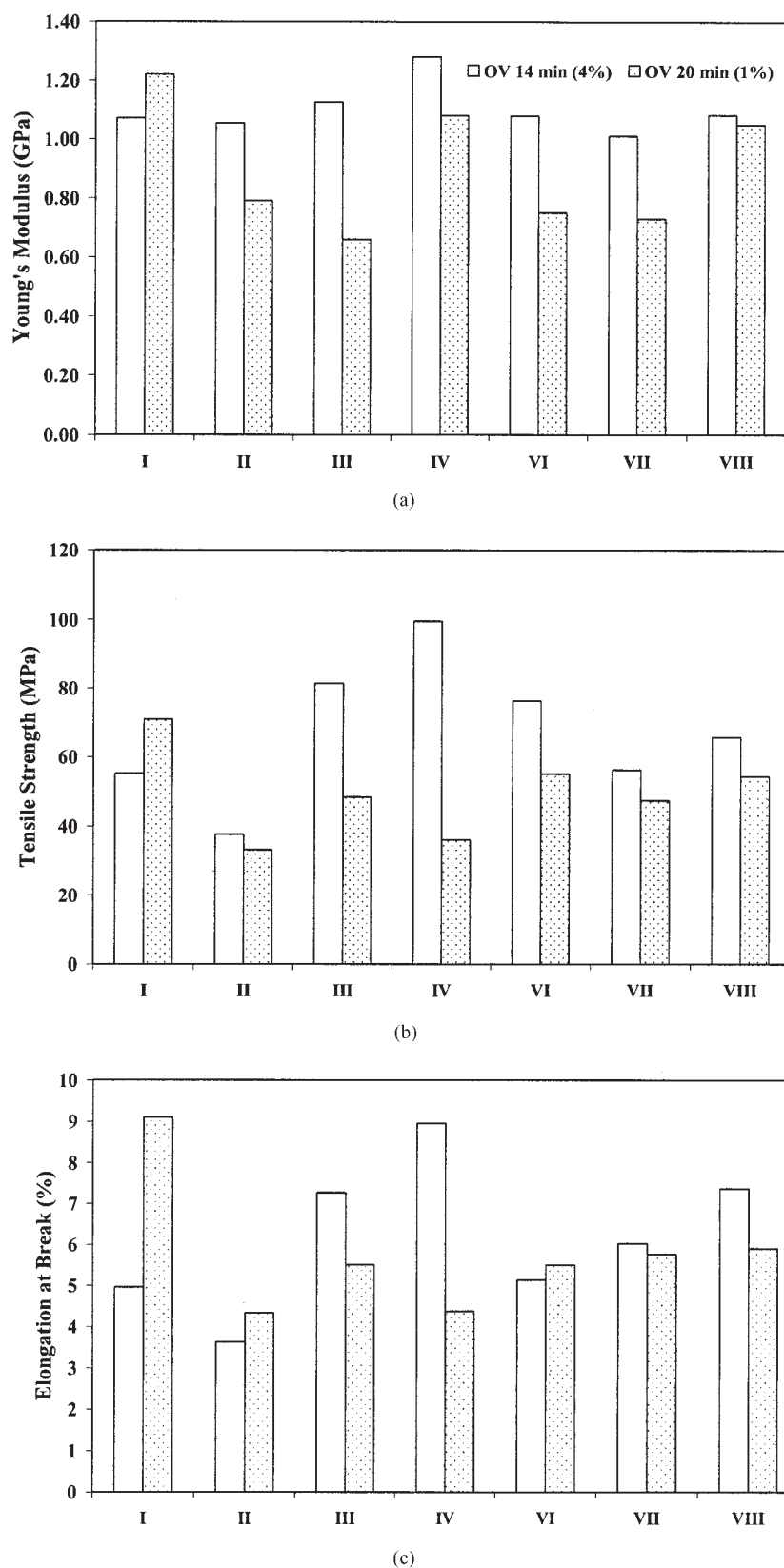


Figure 9 Tensile properties of the epoxy resins containing 1 or 4% accelerator and cured in an oven at 150°C: (a) Young's modulus, (b) tensile strength, and (c) elongation at break. The accelerator concentration of resin I was unknown.

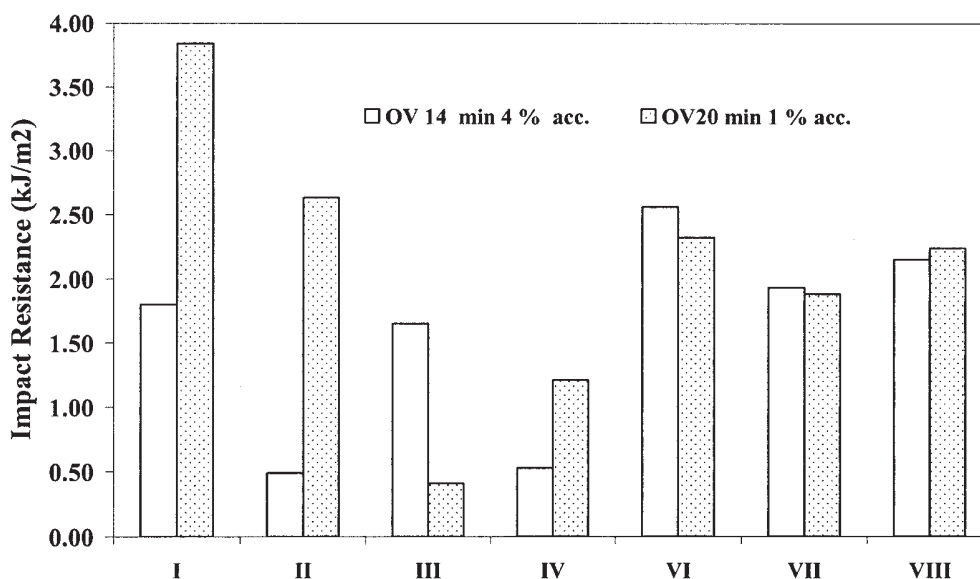


Figure 10 Impact strength of the epoxy resins containing 1 or 4% accelerator and cured in an oven at 150°. The accelerator concentration of resin I was unknown.

cured in the oven for 14 and 20 min. Resin I had higher values of Young's modulus and the tensile and impact strengths for the samples cured at longer time (20 min). In contrast, an improvement in the flexural properties of this resin was obtained with the shorter cure time (14 min). Resins II–VIII were quite complicated because of the different amounts of the accelerator. A higher tensile modulus and tensile strength were derived from the samples cured for 14 min (containing 4% accelerator). The impact strength and flexural properties of these resins showed complex results, except for their flexural moduli, which became higher in the samples cured for 20 min (containing 1% accelerator). Figures 12–14 present the mechanical properties of the microwave-cured samples containing 4 or 1% accelerator. Under the same cure time in the microwave oven (14 min), higher impact and flexural strengths of resins II–VIII were obtained from the resins containing 4% accelerator, whereas higher values of Young's modulus and the flexural modulus were obtained from the resins containing 1% accelerator. These results indicate that each mechanical property had its own requirements. To differentiate those requirements is beyond the scope of this study.

Although there are many articles reporting on microwave-cured epoxy resins,^{1–33} few report the mechanical properties of microwaved samples. Microwave-cured epoxy-amine systems show various mechanical properties,^{6,7,9–11,15,31} including slight or significant increases in the mechanical properties, strength reduction, and no significant changes in the elastic properties. Most of the microwave-cured resins have been based on an epoxy-amine system; only a few researchers have worked on epoxy-anhydride

systems.^{26,33} Zhou et al.²⁶ reported that microwave-cured epoxy-maleic anhydride resins showed higher compressive and bending strengths than those cured in a thermal oven. They cured epoxy resins for long times (e.g., 1 h for microwave curing and 3 h for thermal curing). We could not compare our results with their results because of differences in many factors, including the microwave oven, hardener, and curing conditions. For our microwave-cured epoxy-anhydride system, we found that microwave curing offered a shorter cure time and equivalent mechanical properties in comparison with oven curing. Each mechanical property could be obtained from the individual optimal curing condition and individual optimal resin composition. This agrees with work of Boey and coworkers.^{20,21} They reported that the optimal cure time was dependent on the resin system; the changes in the hardener caused changes in the cure time and T_g .

Extent of the conversion

To determine χ under microwave curing, we investigated all cured samples with the DSC technique. There have been many researchers using DSC to determine the degree of conversion of an epoxy resin from microwave curing^{7,18,20,21,30,33} and thermal curing.^{40–48} When the samples were not completely cured, the exothermic peak was obtained from the first heating scan. χ of the cured samples was calculated as follows:

$$\chi(\%) = [1 - (\Delta H_s / \Delta H_f)] \times 100$$

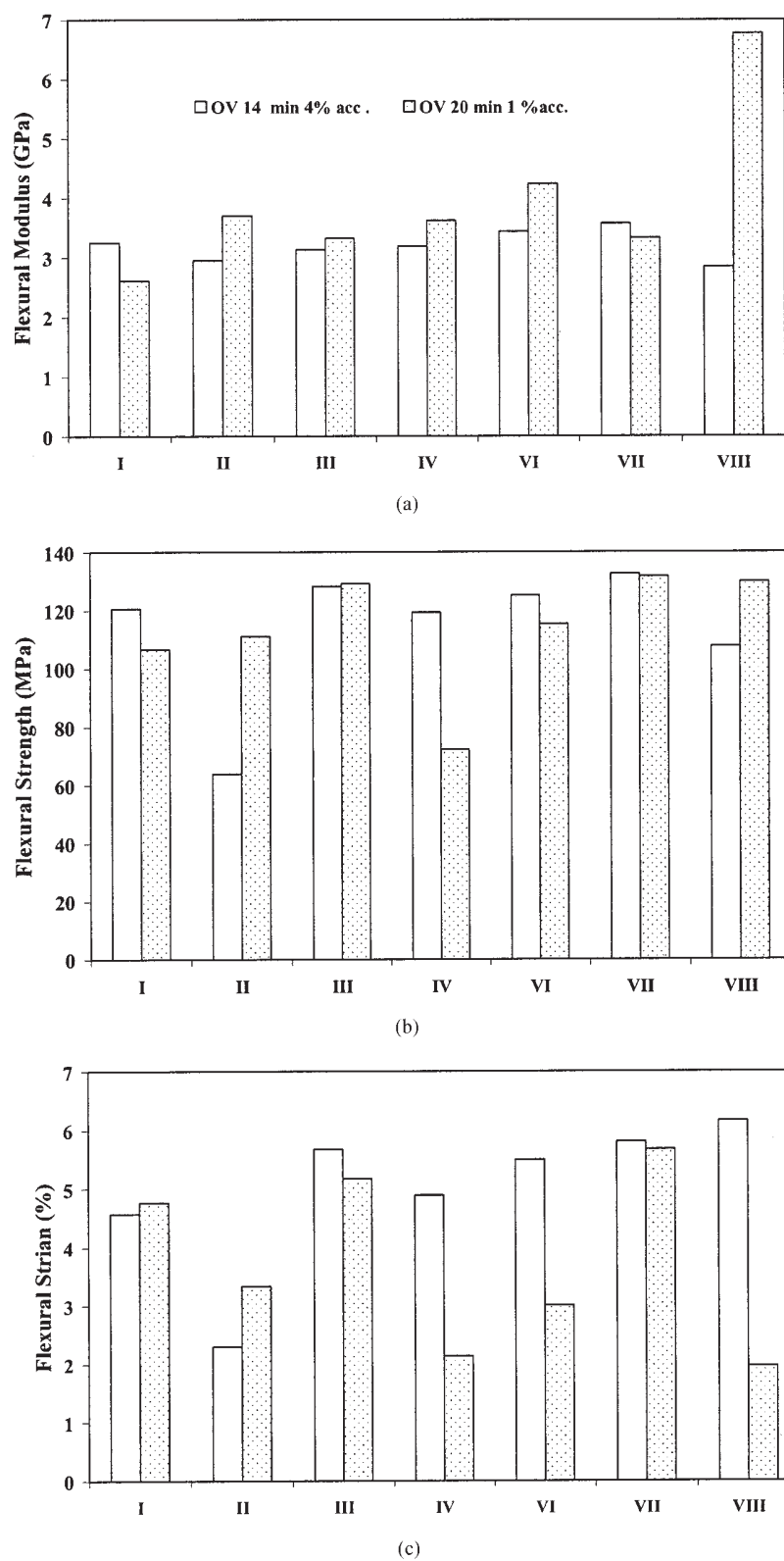


Figure 11 Flexural properties of the epoxy resins containing 1 or 4% accelerator and cured in an oven at 150°: (a) flexural modulus, (b) flexural strength, and (c) flexural strain. The accelerator concentration of resin I was unknown.

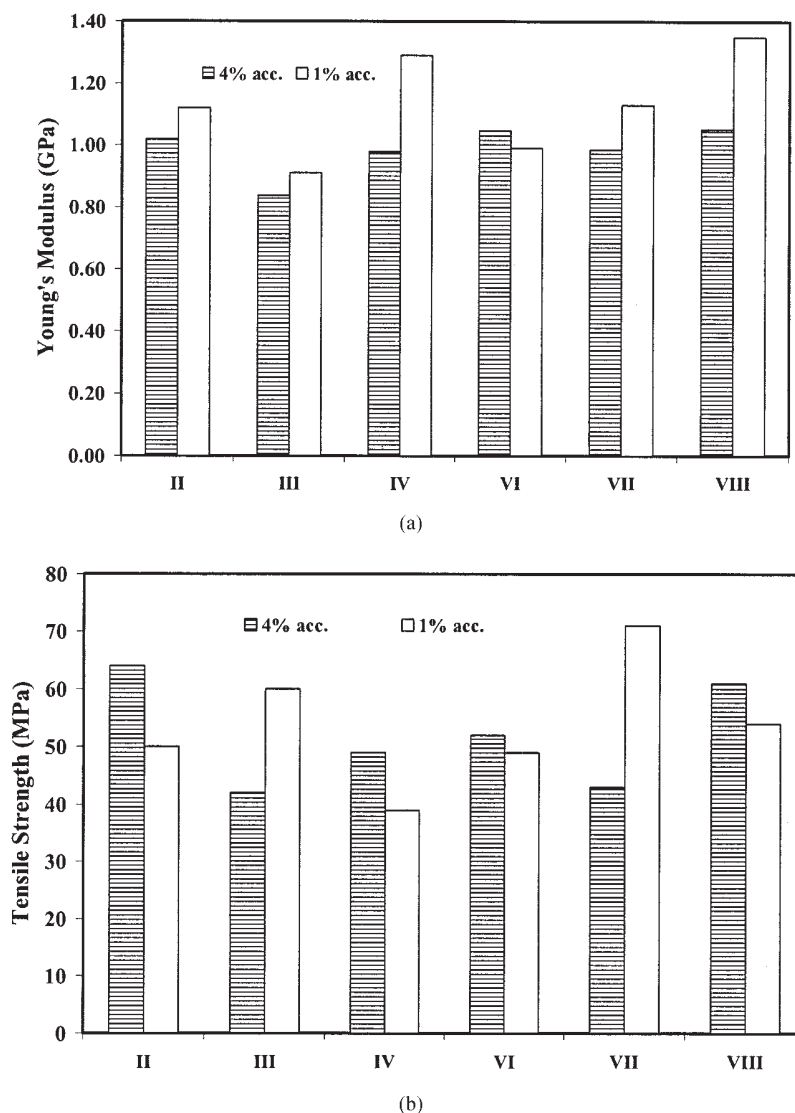


Figure 12 Tensile properties of the epoxy resins containing 1 or 4% accelerator and cured in a microwave oven for 14 min: (a) Young's modulus and (b) tensile strength.

where ΔH_s is the heat of reaction of the samples cured in the thermal oven and microwave oven and ΔH_f is the heat of reaction of fresh samples cured under the DSC heating scan, representing 100% conversion. The χ values of all the cured samples are listed in Table VI. All the samples were cured to more than 90% conversion, except for a few samples. Most samples showed 97% conversion or more. Only oven-cured resins I and IV containing 1% accelerator showed low χ values, 87 and 82%, respectively. The complete curing reaction of epoxy resins, determined with DSC, has been established.^{18,44,49–51} Particularly, the 100% conversion of microwave-cured epoxy has been reported.^{18,44} Obviously, the concentration of the accelerator (1 and 4%) did not have a significant effect on the degree of conversion for the microwave-cured samples. As stated earlier, the microwave output of our microwave

oven was controlled by the on/off current. Therefore, the actual heating time was much shorter than the setting time, as described in Table V. Again, we tabulated the effective cure times (actual heating times) for all the samples in Table VII. Noticeably, the microwave oven exhibited more efficiency in curing than the thermal oven, that is, a shorter cure time for the same or greater degree of conversion. We can state that the microwave showed rate enhancement for curing. Generally, the total process time or cure time should decrease, but the kinetic reaction may or may not change.¹⁵ Changes in the reaction rate and T_g depend on the resin system.^{4,20,21} Boey et al.¹⁸ proposed that microwave curing led to rate enhancement because the curing time in the microwave oven was shorter than that in the thermal oven and different curing agents showed different results.

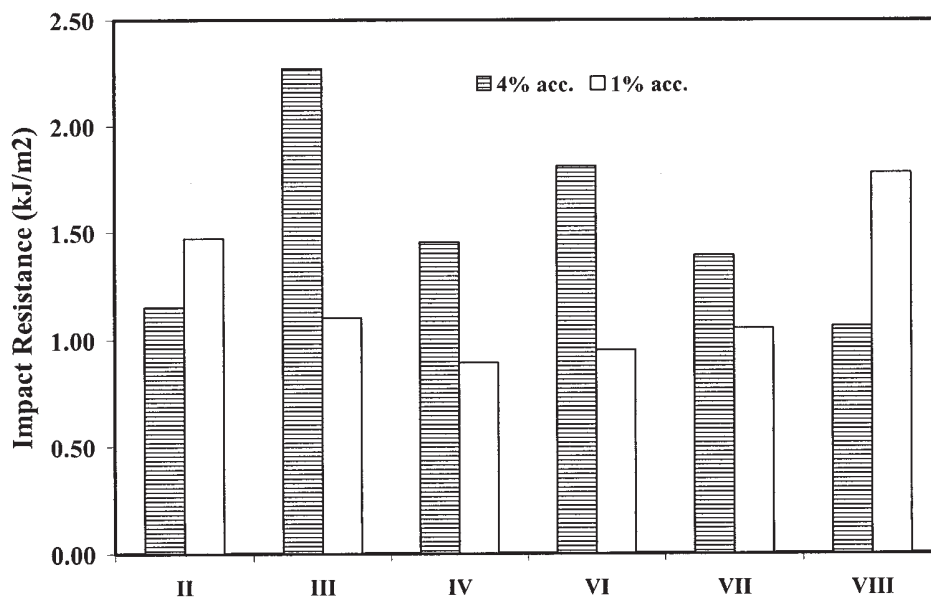


Figure 13 Impact strength of the epoxy resins containing 1 or 4% accelerator and cured in a microwave oven for 14 min.

DMTA

α Relaxation

DMTA has been used widely to characterize epoxy resins.⁵²⁻⁶³ It has been argued^{56,63} that some thermosets have a heterogeneous structure with regions of low and high crosslink densities, and this may affect their ultimate properties. Because the breadth of the glass-transition region gives an indication of the range of molecular mobility in the network, studies of the glass transition can provide information about heterogeneity. Table VIII presents DMTA results. T_g was taken as the maximum of the $\tan \delta$ curve in the glass-transition region at 1 Hz. The maximum $\tan \delta$ value corresponded to the peak height of T_g . The breadth of the glass transition of the $\tan \delta$ curve was determined as fwhm. Figure 15 presents $\tan \delta$ curves of resins I and II. They showed normal curves as common resins.

The α -transition temperatures ($\tan \delta$) of the thermally cured and microwave-cured resins were in the same range, with some deviations, as shown in Table VIII. In theory, the glass-transition region moves to a higher temperature because of the higher crosslink density. Most resins were almost completely cured and showed slight differences in χ between thermal and microwave curing, as listed in Table VI, but some resins showed different T_g 's with different curing systems, as listed in Table VIII. This was also found in the microwave-cured epoxy-amine resin reported by Boey and Yap.²¹ The values of T_g did not correlate with the degree of conversion. They mentioned that the effect of microwave curing with different curing agents on the resulting T_g was less understood. The rate of the crosslinking reaction was proportional to

the difference between T_g at that time and the cure temperature. Once T_g exceeded the curing temperature, that is, vitrification occurred, the reaction substantially stopped, and this limited any further increase in T_g . It was therefore possible that the theoretical maximum T_g was not achieved because of a nonoptimal curing process. The maximum T_g depended on the curing agents and curing conditions.

Table VIII lists the breadth of the $\tan \delta$ curve (in terms of fwhm). The breadth of the transition region was relatively dependent on the resin formulation and independent of the degree of cure, and all the values were in the same range within the experimental errors. Cook et al.⁵⁶ also found the independence of the degree of conversion, and they suggested that the crosslink density per se did not cause broadening. It has been argued⁶³ that the crosslink heterogeneity is directly reflected in the breadth of the glass transition. The single phase observed in the $\tan \delta$ curve in this study did not support the existence of a two-phase-structure, crosslink heterogeneity. However, it has been suggested⁶³ that phase-separated domains are too small to be detected by DMTA. Some conflict in the relationship between fwhm and the crosslink density of cured vinyl ester resins was reported by Scott et al.⁶³ For each resin formula, the glassy moduli of the thermally cured and microwave-cured resins tended to fall in the same range. This value was slightly higher than Young's modulus, as shown in Figure 3. The crosslink density could be calculated from the rubbery modulus.^{57,60,63} The rubbery moduli of microwave and thermally cured resins for each formula were in the same range, except for resins I and III. The DMTA results indicated that our epoxy-anhydride

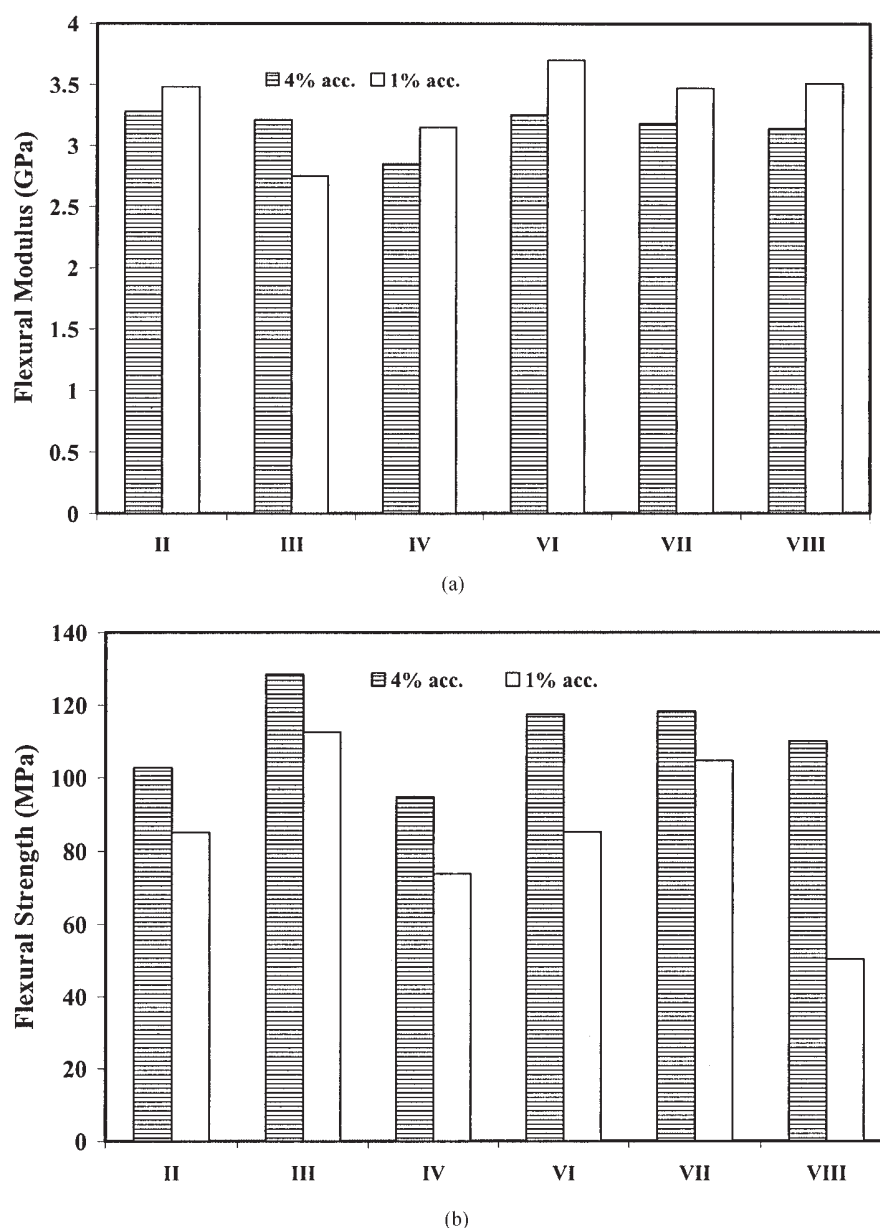


Figure 14 Flexural properties of the epoxy resins containing 1 or 4% accelerator and cured in a microwave oven for 14 min: (a) flexural modulus and (b) flexural strength.

resins had similar or only slightly different crosslink densities for both curing systems.

Apparent activation energy (E_a)

E_a of the α relaxation can be an important clue for identifying associated molecular motions.² DMTA spectroscopy was used to establish the changes in the crosslink density and measure the energetics of the α transition as quantified through E_a , the activation enthalpy (ΔH^*), and the activation entropy (ΔS^*).⁵³ The apparent E_a value for the α relaxation was calculated^{52–56} by means of the Arrhenius relationship from

the slope of a linear plot of the logarithm of the applied frequency ($\ln f$) versus the inverse of the temperature at which the maximum peak of $\tan \delta$ (T_g) appeared as follows:

$$\ln f = \ln A - (E_a/R) \times 1/T_g$$

where R is the gas constant and A is a constant. ΔH^* and ΔS^* were calculated with an Eyring-type relationship:^{52,53,62}

$$\ln (f/T_g) = \ln (k/2\pi h) - (\Delta H^*/R) \times 1/T_g - \Delta S^*/R$$

where k and h are the gas constant and Planck's constant, respectively. ΔH^* was derived from the slope,

TABLE VI
Extent of Conversion of the Cured Samples

Resin	1% Accelerator		4% Accelerator	
	Microwave (%)	Thermal (%)	Microwave (%)	Thermal (%)
II	97	90	97	97
III	≈100 ^a	93	≈100 ^a	97
IV	96	82	≈100 ^a	≈100 ^a
VI	95	95	98	97
VII	≈100 ^a	≈100	99	96
VIII	99	97	98	99

Resin I showed degrees of conversion of about 92 and 87% for microwave-cured and thermally-cured samples, respectively. The setting cure time was 14 min for both heat sources.

^a Exothermic peak was not observed.

TABLE VII
Effective Time for Curing

Resin	1% Accelerator		4% Accelerator	
	Microwave (min)	Thermal (min)	Microwave (min)	Thermal (min)
II	6	20	6	14
III	4	20	4	14
IV	4	20	4	14
VI	6	20	6	14
VII	4	20	4	14
VIII	6	20	6	14

Resin I was cured in the thermal oven for 14 min, and the effective time for microwave curing was 6 min.

and ΔS^* was derived from the intercept [$c = \ln(k/2\pi h - \Delta S^*/R)$] of a plot of $\ln(f/T_g)$ versus $(1/T_g)$.

Comparing the two different curing methods, we found that each formula showed not very different E_a

values that fell in the range of 327–597 kJ/mol, as listed in Table IX. The very low E_a value of resin VI cured in the microwave oven for 20 min may be attributed to the experimental error. E_a of this epoxy was similar to that of other works, that is, 286–525,⁵³ 290–508,⁵⁴ and 357 kJ/mol.⁵⁵ Chen et al.³ reported that the E_a values of some microwave-cured polymers [poly(ether ether ketone), nylon 6, nylon 6/12, nylon 12, and poly(ethylene terephthalate)] were in the range of 230–790 kJ/mol. Cook et al.⁵⁶ reported that E_a for the epoxy networks was approximately 500–600 kJ/mol, which was lower than the values of 700–900 kJ/mol but higher than the value of 200 kJ/mol obtained by other researchers for similar networks. This implies that our microwave-cured epoxy-anhydride resin exhibited little difference in the network structure, in comparison with the thermally cured one.

Some insight into the relationship between the structure and stiffness temperature was gained through an estimation of E_a associated with the α transition.⁵³ To the extent that the crosslink density was greater, the hindrance of the surroundings on the motions was more important, the corresponding E_a barrier was increased, and, finally, the appearance of the motions was delayed to a higher temperature (higher T_g). In this work, there seems to be a relationship between E_a and $\tan \delta$ for each formula within the limits of the experimental error; the higher E_a was, the higher $\tan \delta$ was. However, this relationship was not valid for different formulas, that is, higher T_g 's but lower E_a 's. This phenomenon also was reported in previous work.^{53,54} Furthermore, Laza et al.⁵⁴ showed that crosslink density of the epoxy resin is related to T_g but is not related to E_a . Our resin system showed no

TABLE VIII
DMTA Data Measured at a Frequency of 1 Hz for the Resins Containing 4% Accelerator

	I	II	III	IV	VI	VII	VIII
Tan δ (°C)							
Oven 14 min	104.4	144.1	147.7	135.3	134.7	115.8	115.1
Microwave 14 min	110.6	135.1	149.1	138.0	130.5	132.0	107.5
Microwave 20 min	120.1	139.7	144.1	138.4	122.9	132.9	115.4
Tan δ maximum							
Oven 14 min	1.240	0.781	0.525	0.846	0.773	0.652	0.667
Microwave 14 min	1.185	0.734	0.534	0.915	0.832	0.649	0.875
Microwave 20 min	0.763	0.756	0.539	0.943	0.866	1.010	0.859
fwhm of tan δ (°C)							
Oven 14 min	19.25	20.61	32.29	18.82	23.67	33.67	33.02
Microwave 14 min	17.58	21.43	11.83	19.67	31.18	25.15	21.42
Microwave 20 min	23.45	26.20	23.51	27.54	26.68	17.56	19.50
Glassy modulus (GPa)							
Oven 14 min	2.43	1.58	1.57	1.81	2.20	2.39	1.72
Microwave 14 min	1.51	1.56	1.16	1.04	1.27	1.46	1.93
Microwave 20 min	1.19	1.38	1.22	1.23	0.84	1.42	1.56
Rubbery modulus (MPa)							
Oven 14 min	24.8	15.7	16.9	16.5	18.7	14.1	10.7
Microwave 14 min	14.4	17.9	15.7	14.2	13.7	16.8	11.8
Microwave 20 min	14.7	13.1	26.8	16.1	11.4	14.1	13.9

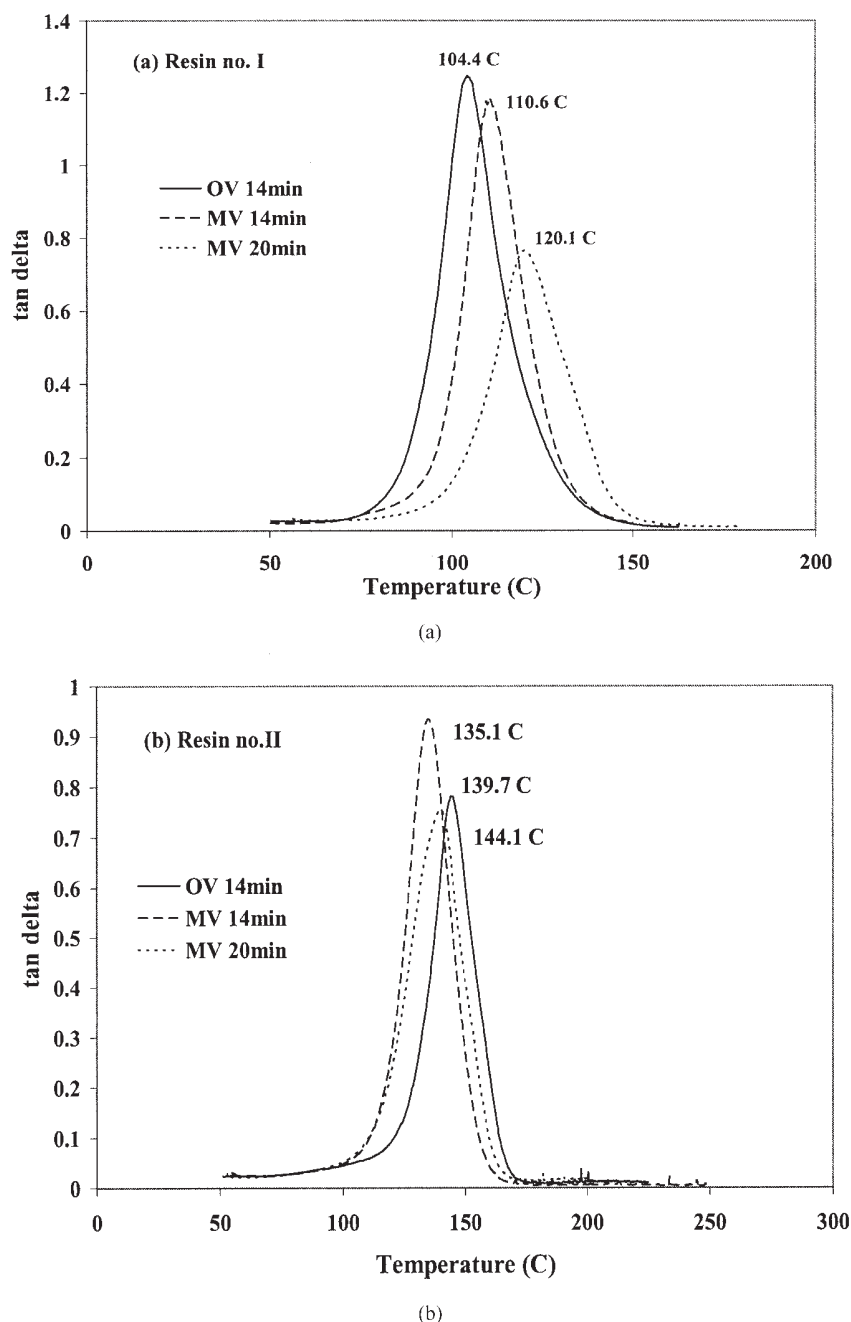


Figure 15 $\tan \delta$ values of (a) resin I and (b) resin II tested at a frequency of 1 Hz. The numbers indicate the α -transition temperature (°C) of each sample.

relationship between E_a and the degree of conversion. This may be attributed to the very close degree of conversion for each formula and a normal large range of E_a . It has been reported⁵⁶ that E_a may or may not rise with the conversion. As expected, the measured E_a and enthalpy values were similar in magnitude (Table IX). ΔS^* may provide information on the extent of the rearrangements associated with the local motions.⁵² Remarkably, ΔS^* showed a tendency similar to that of E_a and the enthalpy (Table IX). ΔS^* could be correlated

with the magnitudes of the disorder and cooperativity associated with the transitions involving similar structural units. The very large value of ΔS^* represented a substantial degree of long-range cooperativity in the α transition.

CONCLUSIONS

This work has shown that the epoxy-anhydride system can be cured with a microwave oven. The me-

TABLE IX
 E_a , ΔH^* , of and ΔS Resins Containing 4% Accelerator

	I	II	III	IV	VI	VII	VIII
E_a (kJ/mol)							
Oven 14 min	365	575	315	438	521	391	354
Microwave 14 min	327	355	417	508	388	426	597
Microwave 20 min	406	474	458	515	200	442	459
ΔH^* (kJ/mol)							
Oven 14 min	363	571	311	435	518	388	351
Microwave 14 min	324	352	413	504	384	423	594
Microwave 20 min	402	471	455	512	197	439	456
ΔS^* (J/mol)							
Oven 14 min	728	1139	508	832	1037	765	673
Microwave 14 min	613	630	749	996	717	813	1328
Microwave 20 min	790	911	857	1012	267	850	941

chanical properties of the microwaved samples (resins I and II) were comparable to those of thermally cured samples. The optimization of the electromagnetic treatment was required. The rate enhancement of curing was obtained from the microwave curing. The changes in the mechanical properties were associated with the resin formulation and curing conditions. T_g , E_a , and other DMTA results indicated slight differences in the three-dimensional epoxy structures between the thermal and microwave curing.

The authors thank Thai Composites Co., Ltd., for supplying the chemicals.

References

- Jow, J.; Hawley, M. C.; Finzel, M.; Kern, T. *Polym Eng Sci* 1988, 28, 1450.
- Chen, M.; Siochi, E. J.; Ward, T. C.; Mcgrath, J. E. *Polym Eng Sci* 1993, 33, 1092.
- Chen, M.; Hellgeth, J. W.; Siochi, E. J.; Ward, T. C.; Mcgrath, J. E. *Polym Eng Sci* 1993, 33, 1122.
- Wei, J.; Hawley, M. C.; Delong, J. D. *Polym Eng Sci* 1993, 33, 1132.
- Livi, A.; Levita, G.; Rolla, P. A. *J Appl Polym Sci* 1993, 50, 1583.
- Chen, M.; Hellgeth, J. W.; Ward, T. C.; Mcgrath, J. E. *Polym Eng Sci* 1995, 35, 144.
- Jordan, C.; Galy, J.; Pascault, J. P. *Polym Eng Sci* 1995, 35, 233.
- Wei, J.; Hawley, M. C.; Demeuse, M. T. *Polym Eng Sci* 1995, 35, 461.
- Jacob, J.; Chia, L. H. L.; Boey, F. Y. C. *J Mater Sci* 1995, 30, 5321.
- Jacob, J.; Chia, L. H. L.; Boey, F. Y. C. *Polym Test* 1995, 14, 343.
- Bai, S. L.; Djafari, V.; Andreani, M.; Francois, D. *Eur Polym J* 1995, 9, 875.
- Wei, J.; Shidaker, T.; Hawley, M. C. *Trends Polym Sci* 1996, 4, 18.
- Dabek, R. *Polym Eng Sci* 1996, 36, 1065.
- Jullien, H.; Petit, A.; Merienne, C. *Polymer* 1996, 37, 3319.
- Mijovic, J.; Corso, W. V.; Nicolais, L.; Ambrosio, G. D. *Polym Adv Technol* 1998, 9, 231.
- Hedreul, C.; Galy, J.; Dupuy, J.; Delmotte, M.; More, C. *J Appl Polym Sci* 1998, 68, 543.
- Thostenson, E. T.; Chou, T. W. *Compos A* 1999, 30, 1055.
- Boey, F. Y. C.; Yap, B. H.; Chia, L. *Polym Test* 1999, 18, 93.
- Fu, B.; Hawley, M. C. *Polym Eng Sci* 2000, 40, 2133.
- Boey, F. Y. C.; Rath, S. K. *Adv Polym Technol* 2000, 19, 194.
- Boey, F. Y. C.; Yap, B. H. *Polym Test* 2001, 20, 837.
- Hedeul, C.; Galy, J.; Dupuy, J.; Delmotte, M.; More, C. *J Appl Polym Sci* 2001, 82, 1118.
- Hill, D. J.; George, G. A.; Rogers, D. G. *Polym Adv Technol* 2001, 12, 169.
- Hill, D. J.; George, G. A.; Rogers, D. G. *Polym Adv Technol* 2002, 13, 353.
- A'Arrigo, A. C.; Focher, B.; Pellancan, G. C.; Cosentino, C.; Torri, G. *Macromol Symp* 2002, 180, 223.
- Zhou, J.; Shi, C.; Mei, B.; Yuan, R.; Fu, Z. *J Mater Process Technol* 2003, 137, 156.
- Boey, F. Y. C.; Rath, S. K. *Adv Polym Technol* 2000, 19, 194.
- Alazard, P.; Palumbo, M.; Gourdenne, A. *Macromol Symp* 2003, 199, 59.
- Voss, W. A. G.; Madsen, T. G. *J Microwave Power Electro* 1987, 22, 209.
- Jordan, C.; Galy, J.; Pascault, J. P. *J Appl Polym Sci* 1992, 46, 859.
- Bogdal, D.; Penczek, P.; Pielichowski, J.; Prociak, A. *Adv Polym Sci* 2003, 163, 193.
- Galema, S. A. *Chem Soc Rev* 1997, 26, 233.
- Acierio, D.; Frigione, M.; Fiumara, V.; Napoli, D.; Pinto, I. M.; Ricciardi, M. *Mater Res Innovat* 1998, 2, 28.
- Degamber, B.; Fernando, G. F. *J Appl Polym Sci* 2003, 89, 3868.
- Nightingale, C.; Day, R. J. *Compos A* 2002, 33, 1021.
- Ellis, B. *Chemistry and Technology of Epoxy Resins*; Chapman & Hall: London, 1993.
- Espuche, E. U.; Gerard, J. F.; Pascault, J. P.; Reffo, G.; Sautereau, H. *J Appl Polym Sci* 1993, 47, 991.
- Zhang, Z.; Beatty, E.; Wong, C. P. *Macromol Mater Eng* 2003, 288, 365.
- Park, W. H.; Lee, J. K. *J Appl Polym Sci* 1998, 67, 1101.
- Laref, F. H.; Mouzali, M.; Abadie, M. J. M. *J Appl Polym Sci* 1999, 73, 2089.
- He, Y.; Moreira, B. E.; Overson, A.; Nakamura, S. H.; Bider, C.; Briscoe, J. F. *Thermochim Acta* 2000, 357, 1.
- Gumen, V. R.; Jones, F. R.; Attwood, D. *Polymer* 2001, 42, 5717.
- Mauri, A. N.; Riccardi, C. C. *J Appl Polym Sci* 2002, 85, 2342.
- Torre, L.; Frulloni, D.; Kenny, J. M.; Manfredi, C.; Camino, G. *J Appl Polym Sci* 2003, 90, 2532.
- Ivankovic, M.; Incarnato, L.; Kenny, J. M.; Nicolais, L. *J Appl Polym Sci* 2003, 90, 3012.
- Zhou, S.; Hawley, M. C. *Compos Struct* 2003, 61, 303.
- Rocks, J.; George, G. A.; Vohwinkel, F. *Polym Int* 2003, 52, 1758.
- Park, S. J.; Seo, M. K.; Lee, J. R. *J Polym Sci Part B: Polym Phys* 2004, 42, 2419.

49. Mauri, A. N.; Riccardi, C. C. *J Appl Polym Sci* 2002, 85, 2342.
50. Zhou, S.; Hawley, M. C. *Compos Struct* 2003, 61, 303.
51. Park, S. J.; Seo, M. K.; Lee, J. R. *J Polym Sci Part B: Polym Phys* 2004, 42, 2419.
52. Cukierman, S.; Halary, J. L.; Monnerie, L. *Polym Eng Sci* 1991, 31, 1476.
53. Dyakonov, T.; Chen, Y.; Holland, K.; Drbohlav, J.; Burns, D.; Belde, V. D.; Seib, L.; Soloski, E. J.; Khun, J.; Mann, P. J.; Stevenson, W. T. K. *Polym Degrad Stab* 1996, 53, 217.
54. Laza, J. M.; Julian, C. A.; Larrauri, E.; Leon, L. M. *Polymer* 1998, 40, 35.
55. Wingard, C. D. *Thermochim Acta* 2000, 357, 293.
56. Cook, W. D.; Scott, T. F.; Tjevenon, S. Q.; Forsythe, J. S. *J Appl Polym Sci* 2004, 93, 1348.
57. Guerrero, P.; Caba, K. D. L.; Valea, A.; Corcuera, M. A.; Mondragon, I. *Polymer* 1996, 37, 2195.
58. Charlesworth, J. M. *Polym Eng Sci* 1988, 28, 221.
59. Barral, L.; Cano, J.; Lopez, J.; Bueno, I. L.; Nogueira, P.; Ramirea, C.; Torres, A.; Abad, M. J. *Thermochim Acta* 2000, 344, 137.
60. Park, S. J.; Lee, H. Y.; Han, M.; Hong, S. K. *J Colloid Interface Sci* 2004, 271, 288.
61. Simon, S. L.; McKenna, G. B.; Sindt, O. *J Appl Polym Sci* 2000, 76, 495.
62. Dargent, E.; Kattan, M.; Cabot, C.; Lebardy, P.; Ledru, J.; Grenet, J. *J Appl Polym Sci* 1999, 74, 2716.
63. Scott, T. F.; Cook, W. D.; Forsythe, J. S. *Eur Polym J* 2002, 38, 705.

ภาคผนวก ข

Manuscript

Varaporn Tanrattanakul and Dumrong Jareondee, Comparison between microwave and thermal cure of glass fiber – epoxy composites: effect of microwave – heating cycle on mechanical properties, submitted in J. Appl. Polym. Sci.

Comparison between Microwave and Thermal Cure of Glass Fiber - Epoxy Composites: Effect of Microwave - Heating Cycle on Mechanical Properties

Journal:	<i>Journal of Applied Polymer Science</i>
Manuscript ID:	APP-2006-01-0007
Wiley - Manuscript type:	Research Article
Date Submitted by the Author:	01-Jan-2006
Keywords:	composites, crosslinking, fibers, resins, mechanical properties

powered by ScholarOne
Manuscript Central™

Comparison between Microwave and Thermal Curing of Glass Fiber - Epoxy Composites: Effect of Microwave - Heating Cycle on Mechanical properties

Varaporn Tanrattanakul* and Dumrong Jaroerndee

Polymer Science Program, Faculty of Science, Prince of Songkla University, Hadyai, Songkla, 90112 Thailand

*Corresponding author (varaporn.t@psu.ac.th)

ABSTRACT:

The objective of this study was to compare the mechanical properties between epoxy composites cured by thermal heating and microwave heating. Epoxy-anhydride (100:80) resins reinforced with glass fiber were cured in a domestic microwave oven and in a thermal oven. Hardening agents included methyl tetrahydrophthalic anhydride (MTHPA) and methyl hexahydrophthalic anhydride (MHHPA). For composites containing MTHPA and MHHPA, thermal curing was performed at 150°C for 25 and 15 min respectively. Microwave curing was carried out at various conditions, including 1-step, 2-step, and 3-step heating cycle, whereby each cycle employed different power level and time. Tensile properties, notched Izod impact resistance and flexural properties (three-point bending) were tested according to ASTM standards. It is found that the microwave-cured composites produced mechanical properties as good as the thermally cured composites. The 2-step and 3-step heating cycle using in the microwave curing process produced better mechanical properties higher than those obtained from the microwaved 1-step and thermally curing process. This is attributed to the slow increase in temperature during the beginning of the microwave curing process whereby the very low power level was applied in the first cycle of the multi-step heating process. This affected the slower rate of viscosity increment, resulting in better wettability of the glass fiber with enhanced interfacial adhesion between the fibers and the resins. The viscosity of resins affected the homogeneity of the crosslinked structure. Therefore, rapid increment in viscosity may cause defects in the structure because of the entrapment of uncrosslinked resins.

Key words: composites, crosslinking, curing of polymers, resins, glass fiber, epoxy

Contract grant sponsor: Thailand Research Fund; contract grant number: RSA4580041.

INTRODUCTION

Since the mid-1980s, there has been a great deal of interest in microwave-cured processing of polymers. There have been a lot of researchers in the area of microwave-cured processing for epoxy resins as reviewed by Tanrattanakul and SaeTiaw¹. Microwave processing for polymer applications include crosslinking of polymer networks, polymerization of thermoplastics, curing of laminates, and joining and repairing of composites. The use of microwave-cured processing is expected to greatly reduce curing time and therefore the operating cost would be lower. A reduction in residual stress in the processed materials and an improvement in the final properties of the material are to be expected. Although most published articles of microwave-cured processing in polymer have been reported on crosslinking and polymerization of resins, however some researchers studied the microwave-cured composites, for examples, glass fiber/epoxy composites²⁻⁸, glass fiber/epoxy laminates⁹, carbon fiber/epoxy composites^{10,11}, glass-graphite/polyimide composites¹², carbon fiber/polyimide composites¹³, glass fiber/PMMA composites^{14,15}, graphite/epoxy laminates¹⁶, and thermoplastic composites¹⁷. Boey et al.²⁻⁴ showed that the microwave-cured epoxy-amine system reinforced with glass fiber had strength and stiffness as high as or better than that cured in a thermal curing process. They suggested that the two main process parameters affecting the final mechanical properties of the thermoset composites are the cure cycle and the reduction in void content. To effect the former, a conventional thermal process is used normally, with the cycle duration lasting a matter of hours. It is commonly known that in the case of polymer matrix composites, the load is taken mainly by the fiber and the fiber-matrix interfacial strength is very important due to load transfer. Interfacial properties of the microwave-cured composites have been reported^{6,7}. In general, the fiber-matrix interface is considered to be an intensive chemicophysical linking which depends on the local curing process, or more precisely, local thermal transfer across the interface⁶. For the E-glass fiber/epoxy system, the E-glass fiber cannot be heated by microwaves due to the transparency, the epoxy is heated and it then heats the E-glass fibers by thermal conduction. So heat passes through the interface from the epoxy to the glass fiber. In the case of thermal curing, the E-glass fibers are heated first and then the epoxy. The thermal gradient across the interface decreases from the fiber to the epoxy. Bai and Djafari⁶ reported that although the microwave-cured samples provided more voids but their mechanical properties were similar to those of the thermally cured samples, and the fiber-matrix interface of the microwave-cured samples was

stronger than that of the thermally cured samples. They proposed that if the curing is too fast and the pressure is too low, the voids are susceptible to being trapped in the materials after curing, which results in a degradation of properties. Yue and Looi⁷ also found that the interfacial shear strength of the microwave-cured composites was higher, but the strength from the pull-out test became lower. Liu et al¹² employed a domestic microwave oven for fabricating polyimide composites by using multi-step heating cycle because of the reaction path of resin used. They mentioned that the electrically conducting fibers, such as graphite and carbon fibers, absorb the microwave energy more efficiently than the nonconducting materials, and microwave process may enhance the bonding between resin and fiber matrix. Fang and Scola¹³ reported that microwave-cured carbon fiber/polyimide composites showed better interfacial adhesion than that of thermally cured composites.

The aim of this study was to study the processability of microwave curing process for epoxy-anhydride system reinforced with glass fiber by using a domestic microwave oven. Mechanical properties of the microwave-cured composites have been compared to those of the conventional thermal cured composite. The improvement of mechanical properties of the microwave-cured composites and the origin of this improvement will be discussed. The direct comparisons between the kinetics of curing activated by thermal and microwave heating are beyond the scope of this study, and the kinetic mechanisms during the polymerization of the reactive system are not the aim of this article.

EXPERIMENTAL

Materials

The epoxy resin was a general-purpose-grade of diglycidylether of bisphenol A (DGEBA) with $n = 0.15$ and epoxy equivalent weight (EEW) = 184 – 189 grams/equivalent. Two hardeners were employed: methyl tetrahydrophthalic anhydride (MTHPA) and methyl hexahydrophthalic anhydride (MHHPA). The accelerator included tris-2,4,6-dimethyl aminomethyl phenol (DMP-30). MTHPA contained an unknown accelerator, whereas MHHPA contained no accelerator. The glass fiber was chopped strand mat with specific weight = 300 g/m². All chemicals were commercial-grade and were used as received.

Sample preparation

The main suppliers of the anhydride hardeners suggested using approximately 80 – 90 wt % of the anhydride/epoxy stoichiometric ratio to obtain better properties. For that reason, we employed a ratio of 80:100 anhydride/epoxy. The concentration of the accelerator (DMP-30) was 4 parts per hundred parts of epoxy resin. The sample designation and compositions are listed in Table I. After good mixing, air bubbles were released from the resin before it was poured into a mold. A Teflon mold (20 cm in diameter and 5 cm deep) was used for both thermal and microwave curing. The resin and the glass fiber were weighed to maintain a constant resin-to-fiber ratio (15 wt% fiber). After pouring the resin for 1/4 of mold volume, a glass fiber mat soaked with the resin was placed into the mold, and the rest of the resin was filled. A conventional oven was employed for thermal curing. Microwave curing was performed in a domestic, commercial microwave oven at a frequency of 2.45 GHz. The microwave oven was equipped with a turntable to prevent formation of hot spots due to non-uniform heating. This microwave oven was fitted with a voltage controller to facilitate the processing power (to be specified). The maximum output is 800 W, and the power output can be manually adjusted between 10 to 100%, represented by power levels (L1 –L10). Each power level consisted of a time period when the power was on followed by a period when the power was off, and the timings are given in Table II. The microwave oven calibration was reported earlier¹. In this work, the applied power was based on physical performance and mechanical properties of cured samples. No air bubbles and no burning were criteria for good performance specimens. The heating conditions for microwave and thermal curing are described in Table III. Microwave curing processes were classified into 3 types: 1-step heating (1S), 2-step heating (2S) and 3-step heating (3S). The single step heating (1S) was done by using only one power level. The multi-step heating was done by using two or three power levels successively. Based on our product design, thermal curing was operated at 150°C and cure time should be between 15 – 30 min. The composite I needed 25 min to get a solid specimen, whereas the composite II could be solidified within 15 min. Initially curing condition in the microwave oven was produced by trial and error, and the aim was to use the lowest power level and the shortest time. Curing conditions for both composites were not necessary to be similar.

Mechanical property testing

The tensile properties, flexural properties (three-point bending) and notched Izod impact resistance were tested according to ASTM D638, ASTM D790 and ASTM D256 respectively. The tensile testing was conducted at a tension speed of 5 mm/min and at a gauge length of 50 mm. The three-point-bending test was executed at a speed of 5.3 mm/min with a span width of 100 mm; the specimen dimensions were 25 mm by 120 mm. The impact resistance was tested with a 2J-pendulum. The specimen thickness was approximately 3.5 mm. Five specimens or more were tested for every sample for all the testings.

Sample characterization

The extent of conversion of the cured samples was determined by using differential scanning calorimetry (DSC) at a heating rate of 10°C/min from 30 to 300°C. The dynamic mechanical thermal analysis (DMTA) was employed to investigate α transitions. The testing was performed in a three-point-bending mode at a heating rate of 5°C/min with a strain control of 0.02%. The applied frequency was 1.8 Hz within the temperature range of -120 to 250°C. The thermal gravimetric analysis (TGA) was performed at a heating rate of 10°C/min from 30 to 800°C under nitrogen environment. Fractured surfaces of impact-tested specimens were coated with gold prior to observation with a scanning electron microscope (SEM). An increase in temperature of curing resin was investigated. After curing at a certain time, the resin was taken away from the heating source and the resin temperature at the center of the mold was measured immediately by using an infrared thermometer. This process took time approximately 5 s. The temperature profile was plotted as a function of cure time. Viscosity of resin cured in a certain time was determined by using Brookfield™ viscometer. Those cured resins were kept in the freezer (-10°C) prior to measurement.

RESULTS AND DISCUSSION

Mechanical properties of composites

Figures 1 – 3 represent tensile properties, flexural properties and impact strength of the composite I respectively. The “OV” (thermal curing) and “1S” (1-step microwave curing) samples are similar in terms of single step process. The thermally cured samples showed higher tensile and flexural properties than the microwaved samples, except strain at break. In contrast,

impact strength of the microwaved samples was higher. Mechanical properties of the composite II are shown in Figures 4 – 6. Comparing the “OV” to “1S” samples, the microwaved sample exhibited higher flexural modulus and strength, whereas the rest of their mechanical properties was lower than those of thermally cured samples. Considering the curing time of both composites, the microwaved samples were cured under shorter time period. The composite I took 25 and 10 min in the thermal oven and microwave oven respectively. The composite II took 15 and 7 min in the thermal oven and microwave oven respectively. As mentioned earlier, the requirement for microwave curing condition was using the minimum power level and time. For single step curing of the composite I, the power level 3 (L3) was the minimum applicable level, however the cure time cannot be longer than 10 min because if more than 10 min used, the specimens will be burnt. Likewise, curing at L3 for 7 min was the mildest condition for 1-step heating of the composite II. The higher power level or the longer time caused the samples to be burnt or very brittle. For a domestic microwave oven, the setting time is not equal to the actual heating time¹. The actual heating time for L3 at 10 and 7 min was 180 and 125 s respectively. This means the microwave oven spent only 30% of the setting time for irradiation. Although we could obtain good mechanical properties from the single step process with shorter time in microwave oven, we realized that better mechanical properties of the microwaved samples could be derived if we used the proper heating condition.

It is well known that microwave heating is different from thermal heating. The microwave energy is absorbed by the molecules through the polarization or dipole reorientation of functional groups, which is consequently converted into thermal energy¹². As a result, heat is generated within the molecule, and, thereby, a homogeneous heating pattern is created in the materials. This process is attributed to inside-out solidification of curing resin. On the other hands, in conventional thermal heating, heat energy is transferred from the surfaces (outside) to inside of the material by the conduction of the heating medium, resulting in outside-in solidification. Different states of heating between microwave and thermal heat may cause differences in viscosity and temperature profile of curing resin, which should affect crosslinking, fiber-matrix interfacial adhesion, and homogeneity of resin-microstructure. We believed that if we increased cure time in the microwave oven, we would receive better mechanical properties. To do so, we needed to preheat the resin. Therefore, our strategy was using cycled heating by preheating in the beginning and followed by regular heating, as called “multi-step heating”.

As expected, the multi-step process (2S and 3S) increased the mechanical properties as shown in Figures 1 - 6. Remarkably, modulus and strength of both composites cured by multi-step heating were higher than those of thermally cured samples and single-step microwaved samples. Because the proper condition for multi-step heating was difficult to predict, therefore the initial experiment was by trial and error. However, we have tried several conditions for both composites, and conditions which offered good mechanical properties are shown in Table III. The composite I needed longer cure time than the composite II, this may be due to different accelerator type and content and different hardener type. Based on the preliminary study, the 3-step heating of the composite I took too much cure time, hence, we chose only one condition (3S-1). The 2S-3 heating condition seemed to be the best condition of the composite I. It showed extremely high flexural properties and higher tensile strength than the 3S-1 and OV sample. Conclusively, the 2-step heating is appropriate for the composite I in this study. There was no effort to obtain the very good mechanical properties from the 3-step heating of the composite. In contrast, the 3S-3 sample, 3-step heating, provided the best mechanical properties among the composite II. All its properties were higher than those of OV-, 1S-, and 2S-samples. In our studies it is necessary to employ the multi-step heating in the microwave oven to obtain higher mechanical properties and this procedure also yielded higher mechanical properties than the thermal curing. We believe that the interfacial adhesion will increase when the right multi-step process is used, further proved by the increase in flexural strength.

Curing characteristics

It was successful to obtain the high modulus and strength from the multi-step heating process in the microwave oven, 2S-3 and 3S-3 for the composite I and II, respectively. It was interesting to study why the multi-step heating was better than the single step heating and why the composite I preferred the 2-step heating whereas the composite II preferred the 3-step heating. Based on DSC results, no exothermic peak was observed. Normally, we expected that higher glass transition temperature of the composite showed higher modulus and strength. The α transition temperature of the 1S and 3S-3 samples of the composite II were 138 and 143°C respectively (Figure 7). Unfortunately, the β transition temperature could not be observed. The storage modulus at the plateau region (at 200°C) of the 3S-3 sample was higher than that of the 1S sample, reflecting the higher crosslink density. Although the difference in this transition

temperature was not to a great extent, DSC results showed significant differences. T_g of the 1S, 2S-1, and 3S-3 samples became 78, 106, and 115°C respectively. As a result, the relationship between mechanical properties and molecular architecture (or morphology) of the composites in this study is corresponded to the above assumption. However, we would like to state that the differences in T_g may not always relate to mechanical properties. For example, the thermally cured carbon fiber/polyimide composite¹³ showed lower T_g but higher flexural strength than the microwave-cured composite. This is because the interfacial adhesion between fiber and matrix also plays an important role on the mechanical properties.

TGA technique exhibited very useful information. The TGA thermograms of 1S, 2S-1, and 3S-3 samples of the composite II are displayed in Figure 8. The 1S and 2S-1 samples showed 2-step degradation process and started degradation around 200°C, whereas the 3S-3 sample showed 1-step degradation process and started degradation after 240°C. An extent of the first degradation decreased from 6.6 % in the 1S sample to 4.2 % in the 2S-1 sample. It seemed that the crosslink density ranked in the following order: 3S-3 > 2S-1 > 1S. We verified these phenomena by investigating the resin II, containing no glass fiber. The experimental results were similar, the 1S and 3S-3 samples showed 2-step and 1-step degradation processes respectively (Figure 9). There are differences in the 1-step and 2-step degradation process due to the differences in microstructure or structure homogeneity of the resins. For some reasons, there were some defects in the crosslinked structure, some prepolymer or some uncrosslinked epoxy in the 1S and 2S-1 samples and this imperfection was attributed to the first degradation and relatively low mechanical properties. Therefore, the 3S-3 sample of the composite II was the best sample. This assumption was supported by TGA thermograms of the composite I as illustrated in Figure 10. The 3S-1 sample showed the small degradation before 200°C, whereas this degradation was not observed in the 2S-3 sample. As stated earlier, the 2-step heating process was the preferential process for the composite I. This is because the 3S-1 sample may contain imperfection as stated earlier, represented by the first degradation before 200°C. It appeared that TGA data coincided with its mechanical properties such as the higher mechanical properties and the higher degradation temperature. It is established that the lower degree of cure was observed in microwave samples and explained by the entrapment of reactive function within the network¹⁸. This is not in our study because DSC results showed no further crosslinking reaction,

therefore, we believed that the imperfection of the samples derived from the entrapment of uncrosslinked resin in the network.

Viscosity and temperature profile effect

We assumed that factors affecting structure homogeneity of epoxy resin and fiber-matrix interfacial adhesion were resin viscosity and temperature profile during curing process. Rapid increase in viscosity may cause imperfection such as defects in crosslinking because of the entrapment of uncrosslinked resin¹⁹. When the resin became too viscous in the early state of crosslinking process, flowability or diffusion of epoxy and hardener were lowered, which caused locally inhomogeneous structure. The viscosity effect, associated with the progress of the reaction, hindered more and more the Brownian motion and lowered the kinetics of curing²⁰. We have measured viscosity of resins cured in the thermal oven and microwave oven at a certain period. The setting temperature of the thermal oven was 150°C. Changes in viscosity during curing are shown in Figure 11. Viscosity increased with curing time. Some parts of the composite I were slightly solidified or became jelly-liked at the following conditions: L3 - 7.5 min and L5 - 2.5 min, whereas the following conditions provided solid fraction: L4 – L6 for 5 min. These specimens were unable to measure viscosity. In the same way, the composite II containing jelly-liked or solid-liked fraction was disregarded, including L2 - 15 min, L3 - 5 min, and L4 – 3 min. It appeared that the increase in viscosity of the resins obtained from the thermal oven and the microwave oven at L2 was similar, and the higher power level, the higher rate of changes in viscosity. Remarkably, viscosity at L2 for 25 min and 10 min of the composite I and II respectively were very high compared to viscosity at L3 for 5 min and 3 min of the composite I and II respectively. Concerning to heating condition of the composite I, the 1S sample was converted into a partial solid around 7.5 min and became a complete solid at 10 min at L3. Although, the 1S sample solidified prior to the 2S-3 sample (curing condition: L2/25min + L6/25min), its viscosity before gelation (3,420 cP at L3 - 5 min) was lower than that of the resin cured at L2 – 25 min (21,300 cP). This indicated that the rate of change in viscosity seemed to be more important than the viscosity before gelation and the slower rate was more favorable. We also observed the viscosity changes of the multi-step composite II, the 2S-1 and 3S-3 samples. Their curing conditions were L2/10min + L4/5min and L2/10min + L3/5min + L4/3min. Both samples became a partial solid at the second heating of cure cycle, L4 – 3 min and L3 – 5 min for

the 2S-1 and 3S-3 samples respectively. The viscosity before gelation of the 1S sample (98,900 cP at L3-3min) lowered than that of the 2S-1 and 3S-3 samples (134,000 cP at L2-10min). The system preferred relatively slow rate of increase in viscosity.

The temperature profile of the curing resins elucidated the effect of curing cycle. Figure 12 illustrates the temperature profile of both composites. Fresh resin was employed for each cure time, and sample size was the same as that prepared for mechanical properties testing. The thermal oven was set at 150°C, the microwave oven was set at L2 – L6 and also set for the multi-step condition. Temperature was measured immediately after turning off the microwave power or taking away from the thermal oven. Therefore, these temperatures reflect the true sample temperature. Temperature increased with increasing cure time, and some conditions showed a peak of the maximum temperature. These peaks represented the solidification temperature. For the 1-step heating process, the higher power level provided the higher rate of temperature increment, similarly to the viscosity behavior. The lowest rate of temperature increment was obtained from L2, and the maximum temperature at L2 was lower than 100°C for both composites. Undoubtedly, the resins could not be cured at L2, no matter how long the curing duration. The slow increase in temperature of L2 lowered the viscosity increment compared to using other power levels. The faster rate of temperature increment at L3 – L6 brought about the higher viscosity, which may accelerate the local crosslinking process or entrap the uncrosslinked epoxy in the network resulting in an inhomogeneous microstructure. For the multi-step heating of the composite I, the 3-step heating condition may be inappropriate, compared to the 2-step heating process. Obviously, the 3-step sample solidified faster than the 2-step one, as represented by the maximum temperature. Similar behavior was observed in the composite II, the 2-step cured sample became a solid prior to the 3-step cured sample (the better sample). This study showed that the slower solidification produced better mechanical properties. Similarly to the viscosity results, the slow rate of increase in temperature is preferable. It should be noted that the 2-step heating process could be better or worse than the 3-step, depending on the cure cycle. In order to obtain the optimum results, the best condition allowing the slow rates of temperature and viscosity increment must be available.

Fiber-matrix interfacial adhesion

The higher power level caused the higher temperature in the resin because the higher power level provided longer time for irradiation, thus more heat generation occurred inside the resins. This was attributed to higher viscosity. By using the very low power level (L2) to act as preheating and to gradually increase viscosity, this enhanced the wettability of glass fiber and promoted interfacial adhesion between glass fiber and epoxy resin. The effect of microwave resin preheating on RTM laminates was reported²¹. It was proposed that preheating altered the viscosity and thermal “age” of the thermosetting resins. It was anticipated that a lower resin viscosity would improve fiber wet-out, increasing the mechanical properties of the laminate. SEM micrographs of the composite I and II are demonstrated in Figures 13 and 14 respectively. No void in the matrix was observed in every sample. The interfacial adhesion could be observed from the fractured surface. The cleaner, smoother surface of the glass fiber indicated the lower interfacial adhesion because lesser matrix adhered on the fiber. We observed the entire fractured surface and randomly took photographs of each sample. More resin adhered to the fiber surface of the microwave-cured (multi-step) composite than to the fiber surface of the thermally cured composites. This suggests that adhesion of the resin to the fiber surface for the microwave-cured (multi-step) composite was better than in the thermally cured composite. The 2S-3 and 3S-3 sample of the composite I and II respectively, showed a considerable amount of resin adhering to the fiber surface, whereas the failure surface of the OV and 1S samples were essentially free of resin. This was a strong indication that better wetting of the fiber by the resin occurred in the multi-step microwave-cured system than in the thermally cured system. The interfacial adhesion of the present composites may be ranked in the following order: 2S-3 > 3S-1 > OV, 1S (for the composite I); 3S-3 > 2S-1 > 1S > OV (for the composite II). This result is similar to that reported by Bai and Djafari⁶ and Fang and Scola¹³, the fiber-matrix interface of the microwave-cured composites was stronger than that of the thermally cured composites. However, in the case of microwave curing, the cure cycle is one of the most important parameter that should be of concerned.

CONCLUSIONS

This work has shown that the microwave oven was able to cure the glass reinforced epoxy composites as good as or better than the thermal oven and the multi-step heating in the

microwave oven was necessary. Appropriate heating cycle in the microwave oven was critical to provide good mechanical properties. By means of preheating, the increase in temperature was not too high, this gave rise to the slow rate of increase in viscosity which improved fiber wet-out and reduced entrapment of uncrosslinked resin in the network. The rate of change in viscosity seemed to be more important than the viscosity before gelation, and the slow rate was preferable. The improvement in mechanical properties of the appropriate multi-step heating in the microwave oven was derived from better interfacial adhesion.

ACKNOWLEDGEMENT

The authors would like to thank Thailand Research Fund and the Graduate School of Prince of Songkla University for financial supporting. The contract grant number is RSA4580041. We would like to acknowledge Prof. Marc J.M. Abadi, University Montpellier II, for useful discussions.

References

1. Tanrattanakul, V; SaeTiaw, K. *J Appl Polym Sci* 2005, 97, 1442.
2. Boey, F.Y.C.; Lee, T.H. *Inter J Radia Applica Instru C. Radia Phys Chem* 1991, 4, 419.
3. Boey, F.; Gosling, I.; Lye, S.W. *J Mater Proc Technol* 1992, 29, 311.
4. Boey, F.Y.C. *Polym Test* 1995, 14, 471.
5. Outifa, L.; Jullien, H.; More, C.; Delmotte, M. *Ind Eng Chem Res* 1995, 34, 688.
6. Bai, S.L. ; Djafari, V. *Composites* 1995, 26, 645.
7. Yue, C.Y. ; Looi, H.C. *Composites* 1995, 26, 767.
8. Metgven, J.M.; Ghaffariyan, S.R.; Abidin, A.Z. *Polym Compos* 2000, 21, 586.
9. Thostenson, E.T. ; Chou, T.W. *Polym Compos* 2001, 22, 197.
10. Nightingale, C. ; Day, R.J. *Compos A* 2002, 33, 1021.
11. Lester, E.; Kingman, S.; Wong, S.H.; Rubb, C.; Rpickering, S.; Hilal, N. *Mater Res Bull* 2004, 39, 1549.
12. Liu, Y.; Xiao, Y.; Sun, X.; Scola, D.A. *J Appl Polym Sci* 1999, 73, 2391.
13. Fang, X.; Scola, D. A. *J Polym Sci Polym Chem* 1999, 37, 4616.
14. Polyzois, G.L.; Tarantili, P.A.; Frangou, M.J.; Andreopoulos, A.G. *J Prosthe Dentis* 2001, 86, 613.

15. Bayraktar G., Duran, O.; Guvener, B. J Dentis 2003, 31, 297.
16. Chen, M.; Hellgeth, J.W.; Ward, T.C.; Mcgrath, J.E. Polym Eng Sci 1995, 35, 144.
17. Ku, H.S.; Ball, J.A.R.; Siores, E.; Horsfield, B. J Mater Process Techno 1999, 89-90, 419.
18. Jordan, C.; Galy, J.; Pascault, J.P.; More, C.; Delmotte, M.; Jullien, H. Polym Eng Sci 1995, 35, 233.
19. Aklonis J.J.; MacKnight, W.J. Introduction to Polymer Viscoelasticity, 2nd edn., John Wiley & Sons, new York, 1983.
20. Alazard, P.; Palumbo, M.; Gourdenne, A.; Macromol Symp 2003, 199, 59.
21. Johnson, M.S.; Rudd, D.D.; Hill, D.J. Polym Compo 1997, 18, 185.

TABLE I
Sample Designation and Composition

Composite	Hardener	Accelerator
I	MTHPA	Unknown
II	MHHPA	4% DMP-30

TABLE II
Duration of Microwave Heating at Each Power Level

Power setting (Level)	Duration power on (s)	Duration power off (s)
2	3	14
3	5	12
4	7	10
5	9	8
6	11	6

TABLE III
Heating Condition

Code	Composites I			Composites II		
	Source of heat	Condition	T* (sec)	Source of heat	Condition	T* (sec)
OV	Thermal oven	150°C, 25 min	1500	Thermal oven	150°C, 15 min	900
1S	Microwave oven	L3/10	180	Microwave oven	L3/7	125
2S-1		L2/20 + L4/5	339		L2/10 + L4/5	234
2S-2		L2/25 + L3/5	357		L3/5 + L4/3	167
2S-3		L2/25 + L6/5	465		L2/15 + L4/5	285
2S-4		L2/20 + L3/10	393		L2/10 + L4/7	285
2S-5		-			L3/5 + L4/5	216
3S-1		L2/20+L3/10+L5/5	555		L2/10+L3/5+L4/3	275
3S-2		-			L2/10+L3/5+L4/5	324
3S-3		-			L2/10+L3/7+L4/3	310
3S-4		-			L2/10+L3/3+L4/7	338
3S-5		-			L2/15+L3/5+L4/5	375

Note: Lx/y = curing at microwave power level “x” for “y” min. T* = actual heating time.

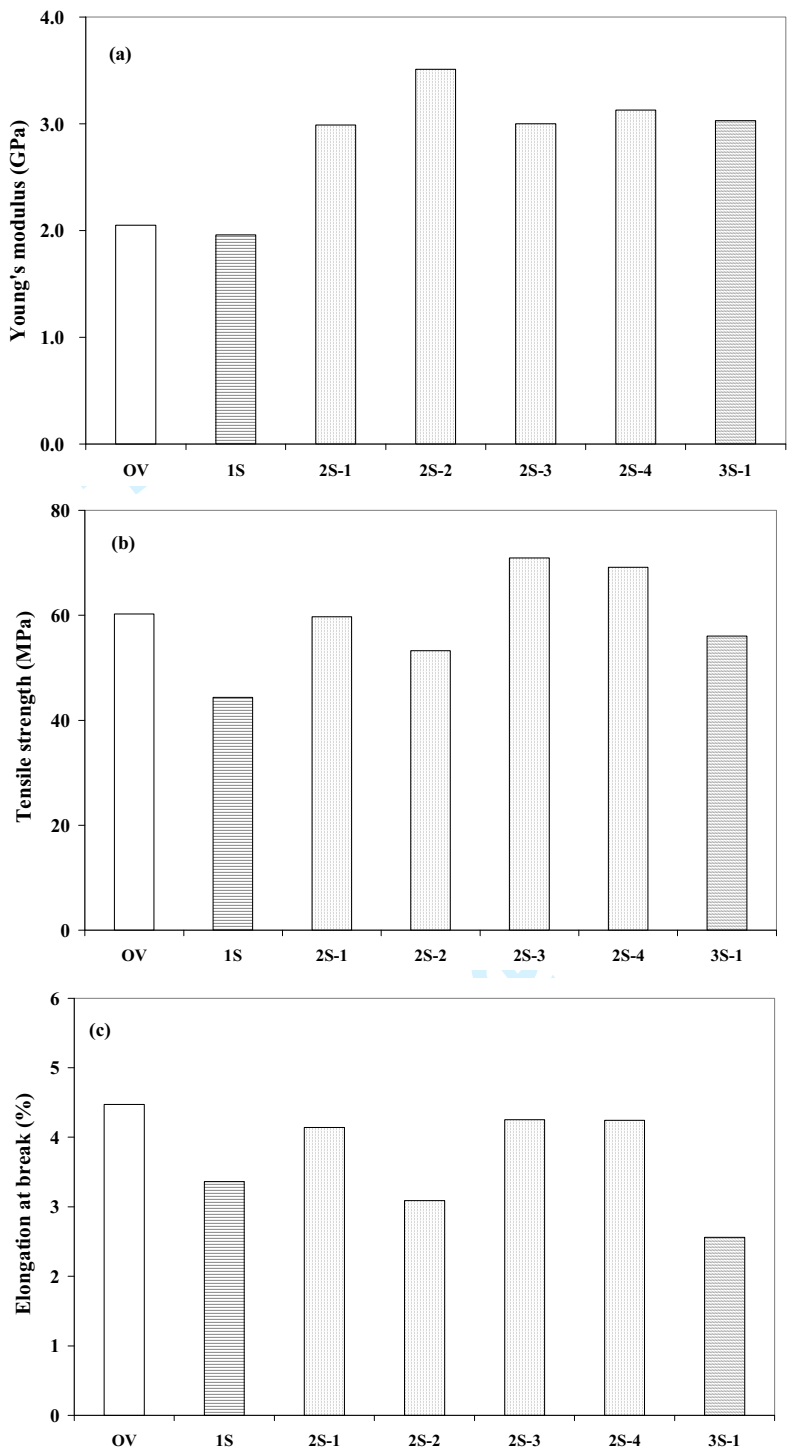


Figure 1 Tensile properties of composites I. (a) Young's modulus; (b) tensile strength; (c) elongation at break. OV= oven curing, 1S = 1-step curing, 2S = 2-step curing, and 3-S = 3-step curing.

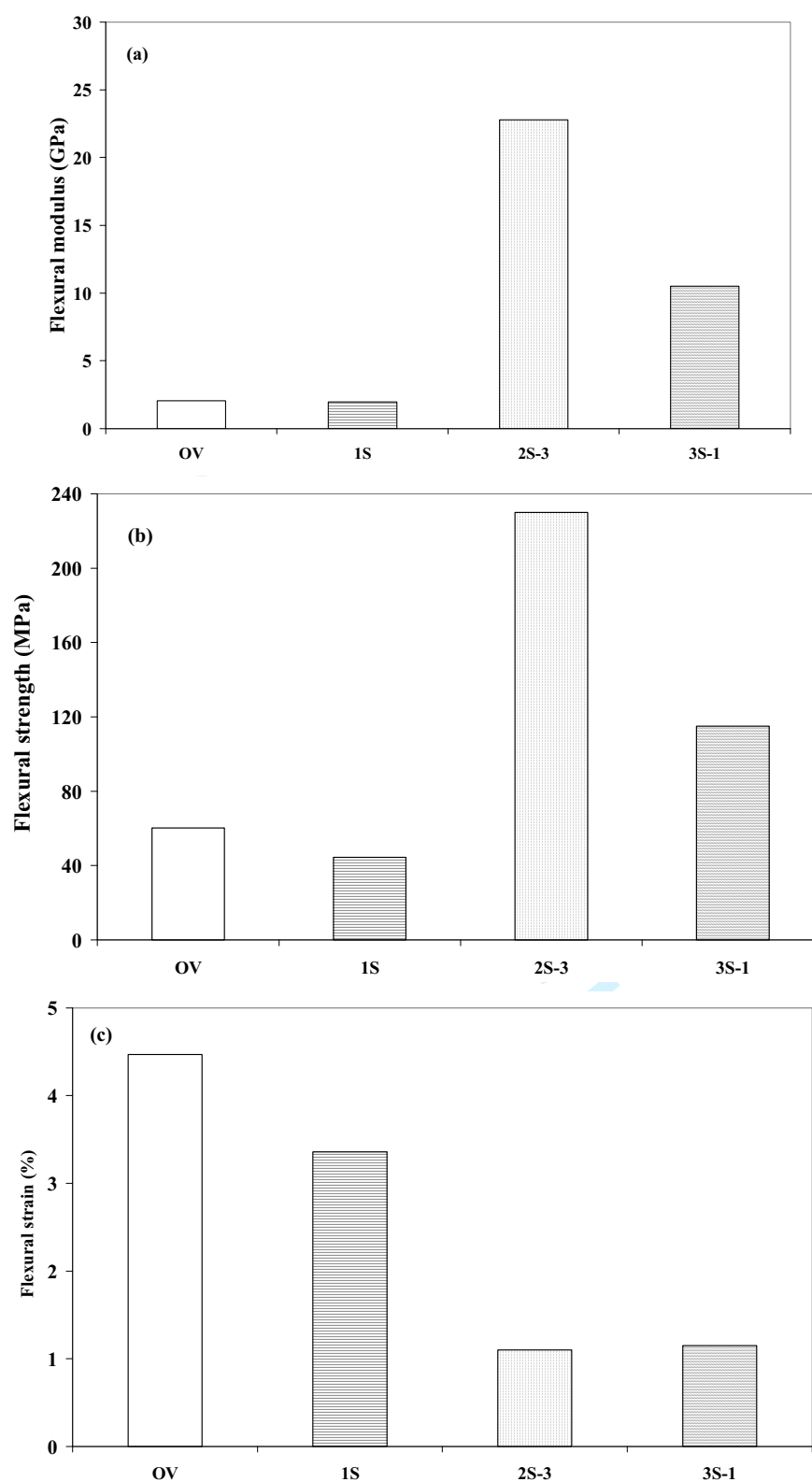


Figure 2 Flexural properties of composites I. (a) Flexural modulus; (b) flexural strength; (c) flexural strain.

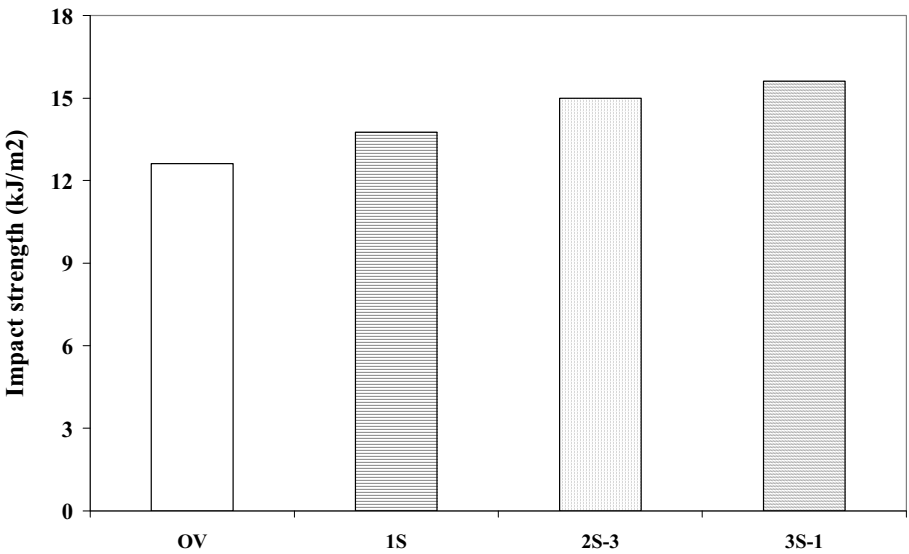


Figure 3 Impact strength of composites I.

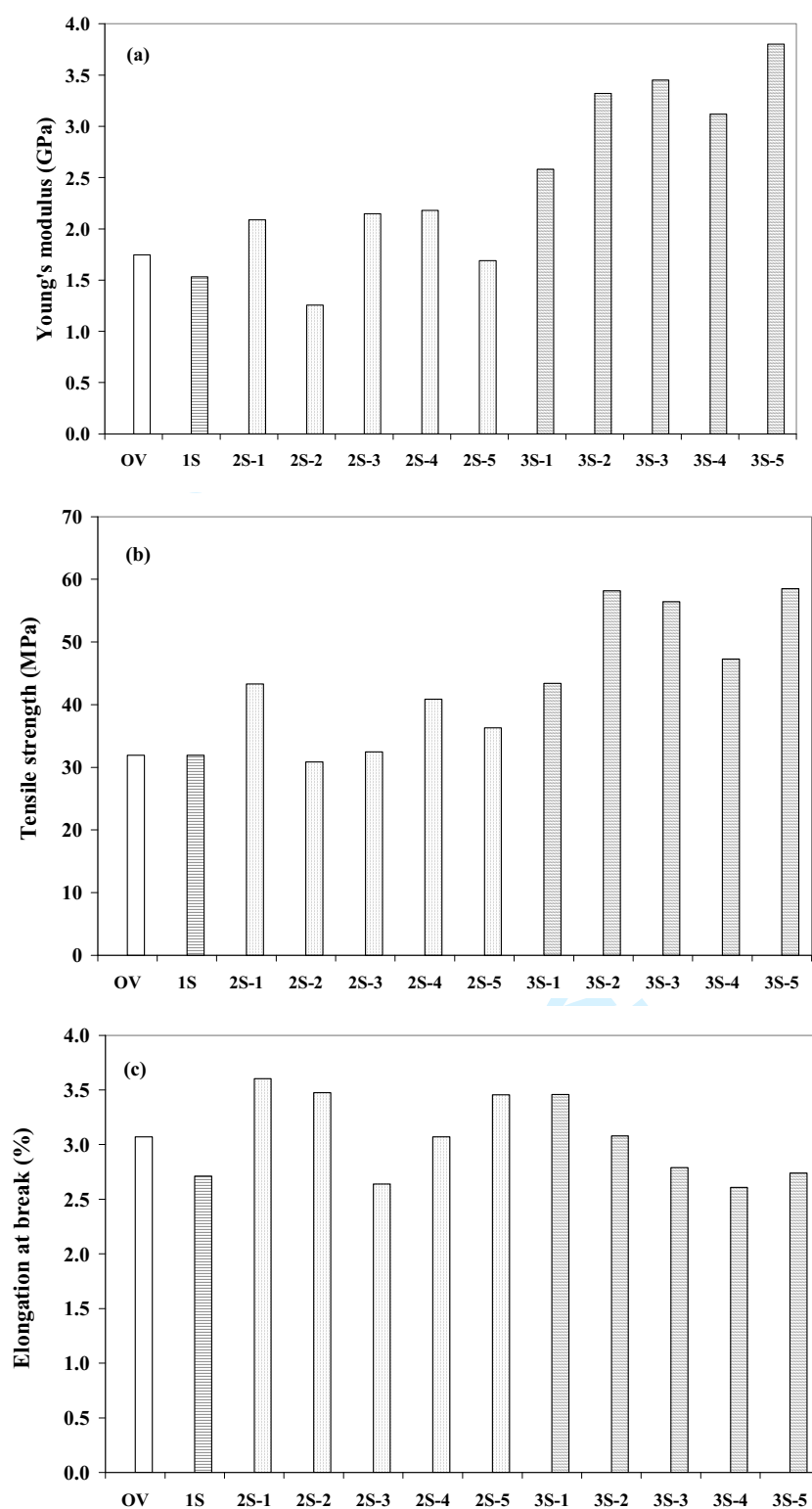


Figure 4 Tensile properties of composites II. (a) Young's modulus; (b) tensile strength; (c) elongation at break.

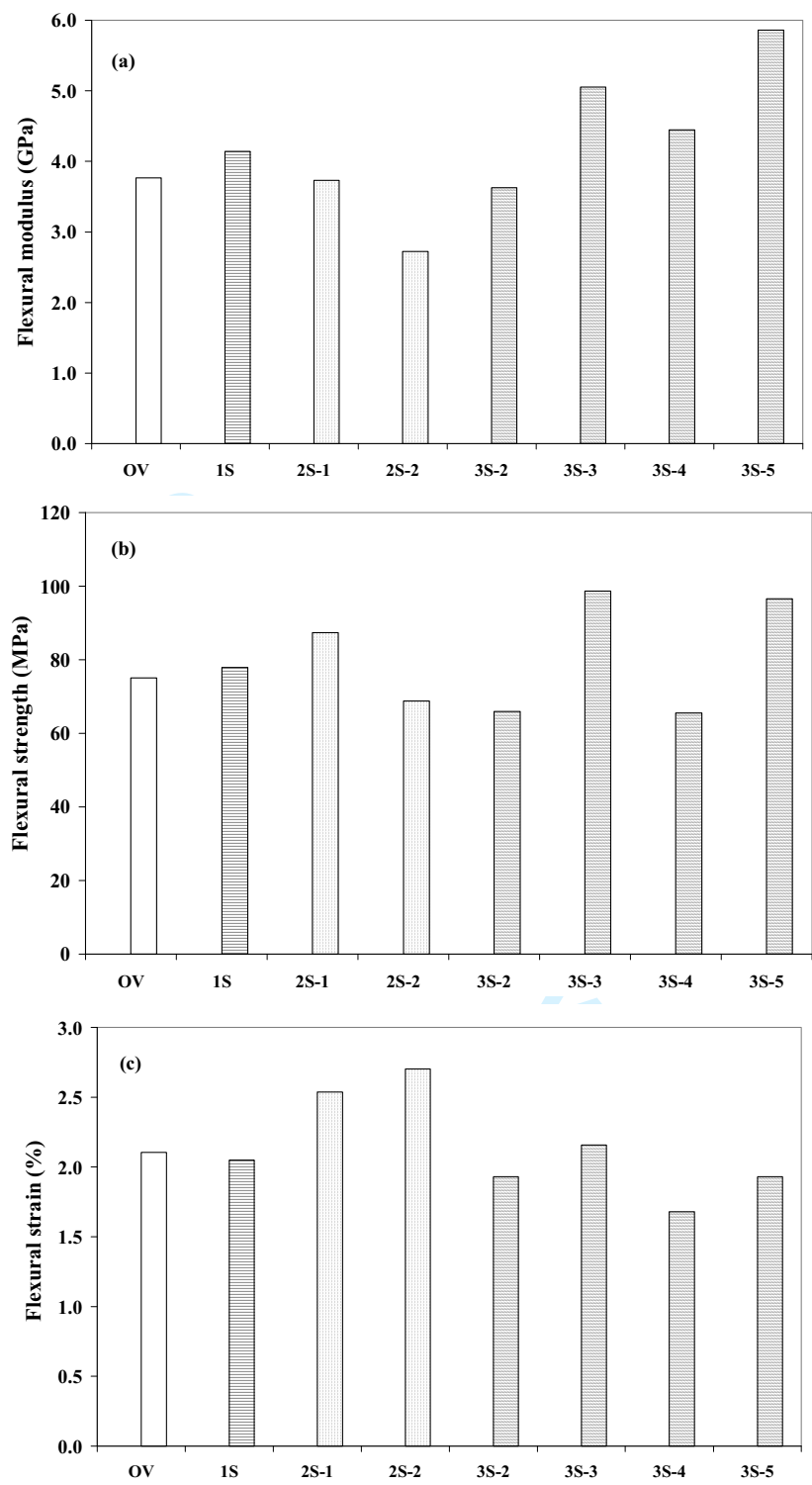


Figure 5 Flexural properties of composites II. (a) Flexural modulus; (b) flexural strength; (c) flexural strain.

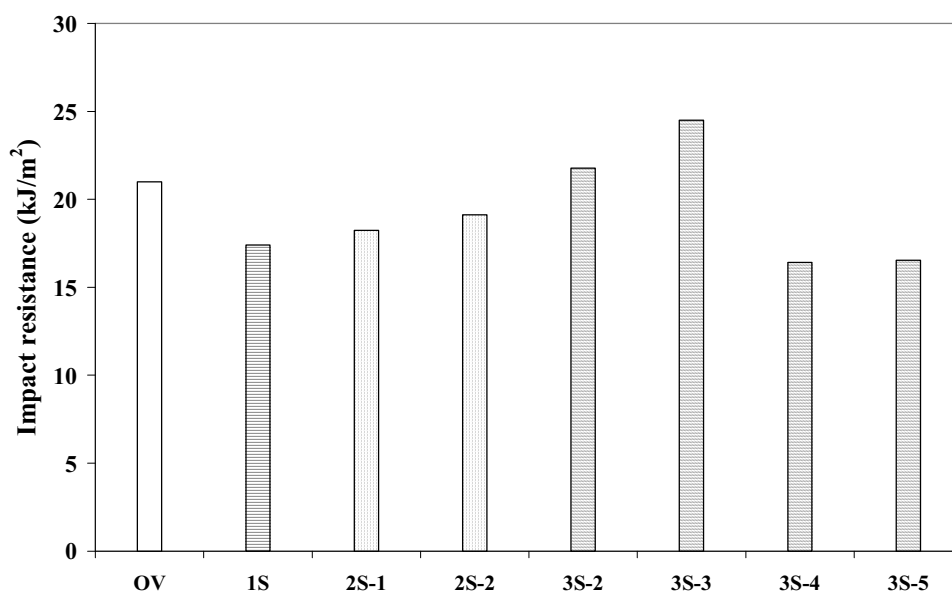


Figure 6 Impact strength of composites II.

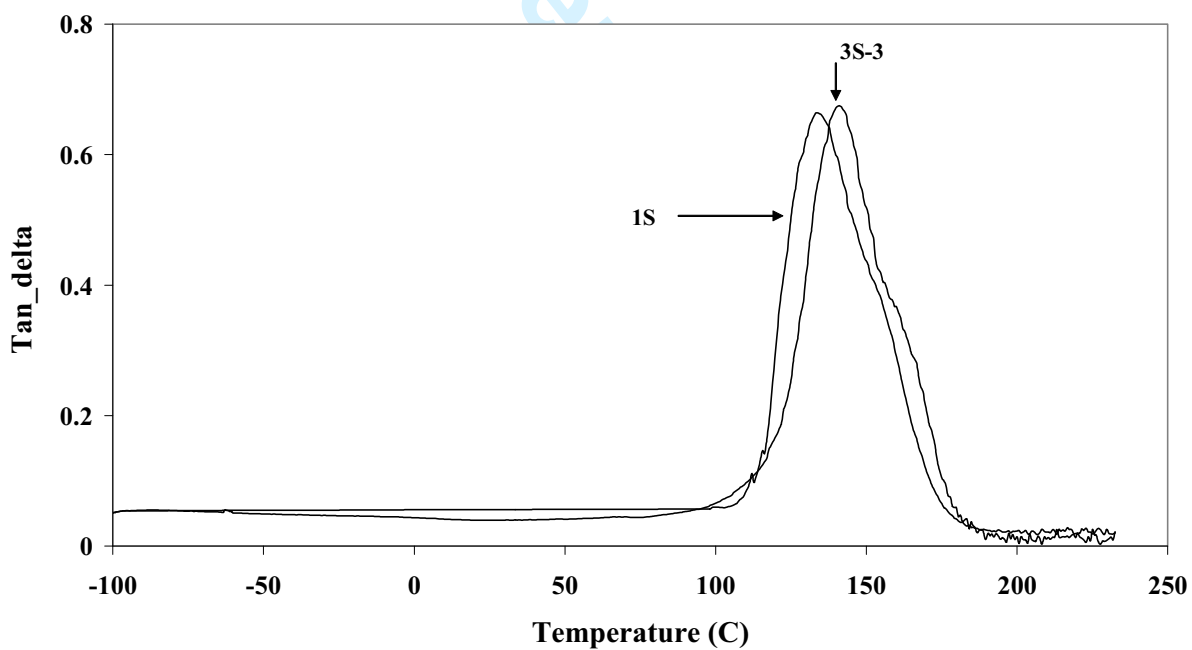


Figure 7 The α transition temperature of composites II. The 1S sample obtained from the 1-step heating process shows lower transition temperature than that obtained from the 3-step heating process.

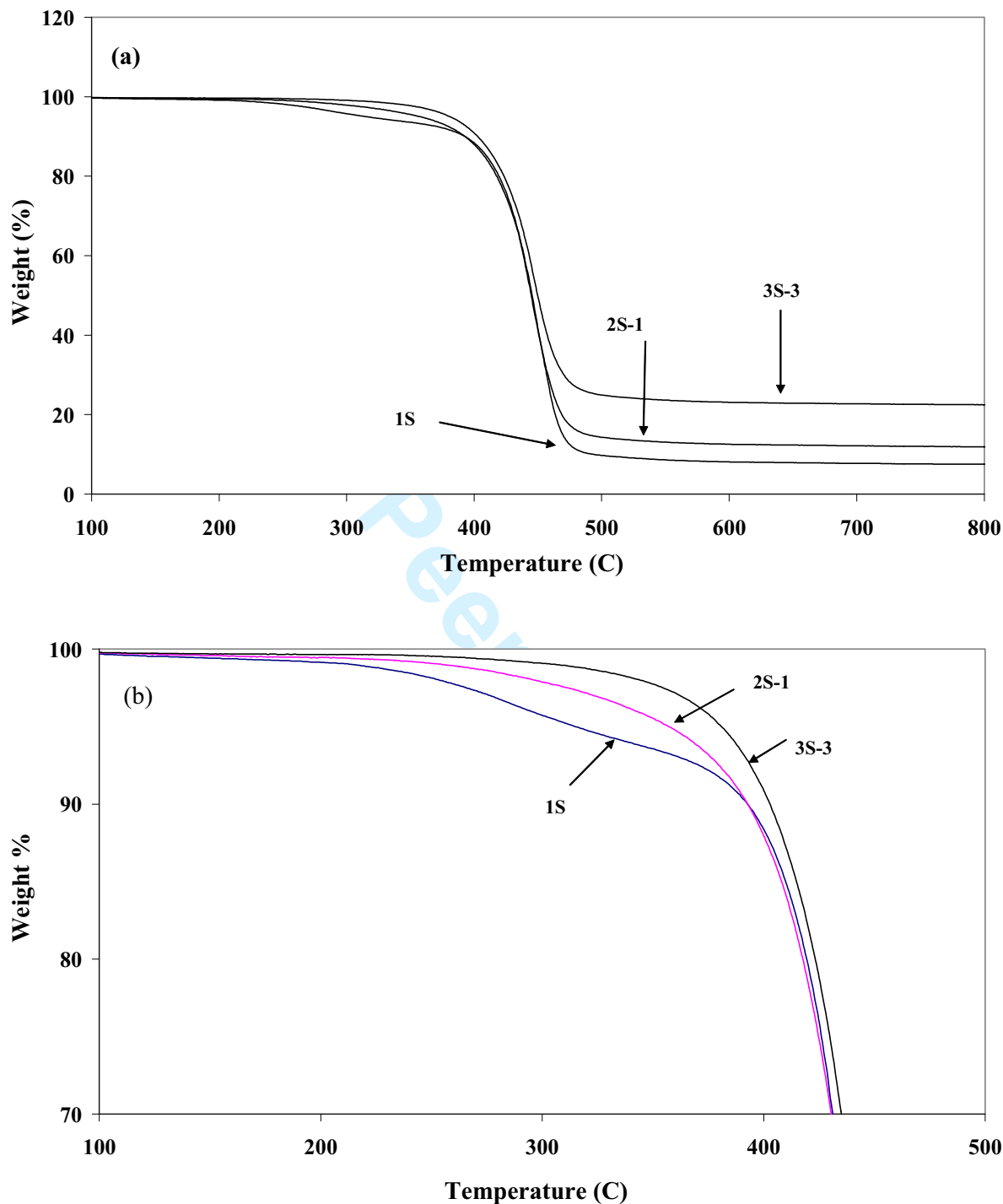


Figure 8 TGA thermograms of composites II. The 1S and 2S-1 samples (obtained from 1- and 2-step heating processes) show 2-step degradation process, indicating the entrapment of uncrosslinked epoxy in the network. The 3-step heating process offered highest crosslink density. Figure b is the enlarged scale of Figure a.

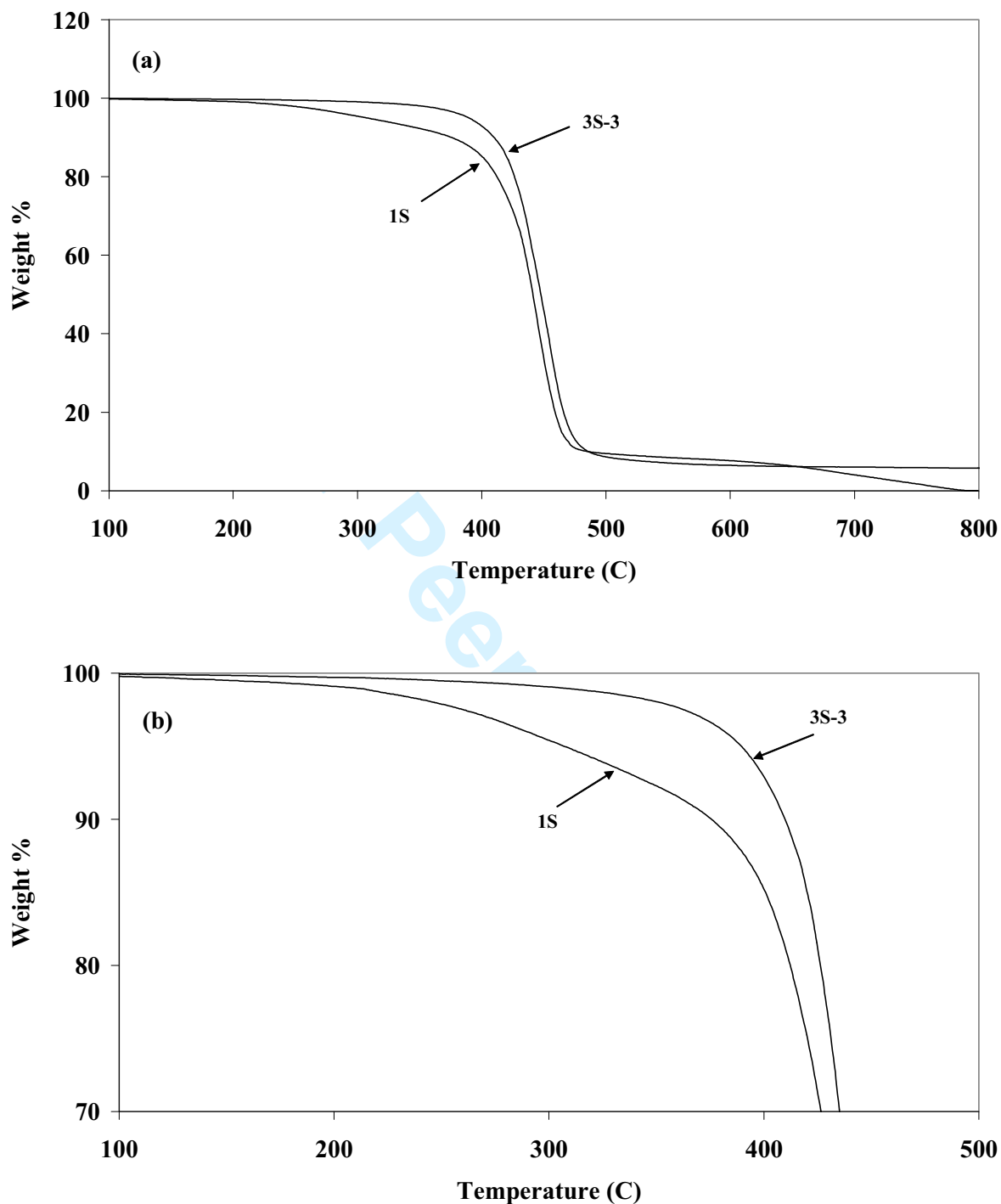


Figure 9 TGA thermograms of resins II. The 1S samples (1-step heating process) show 2-step degradation process, indicating the entrapment of uncrosslinked epoxy in the network. Figure b is the enlarged scale of Figure a.

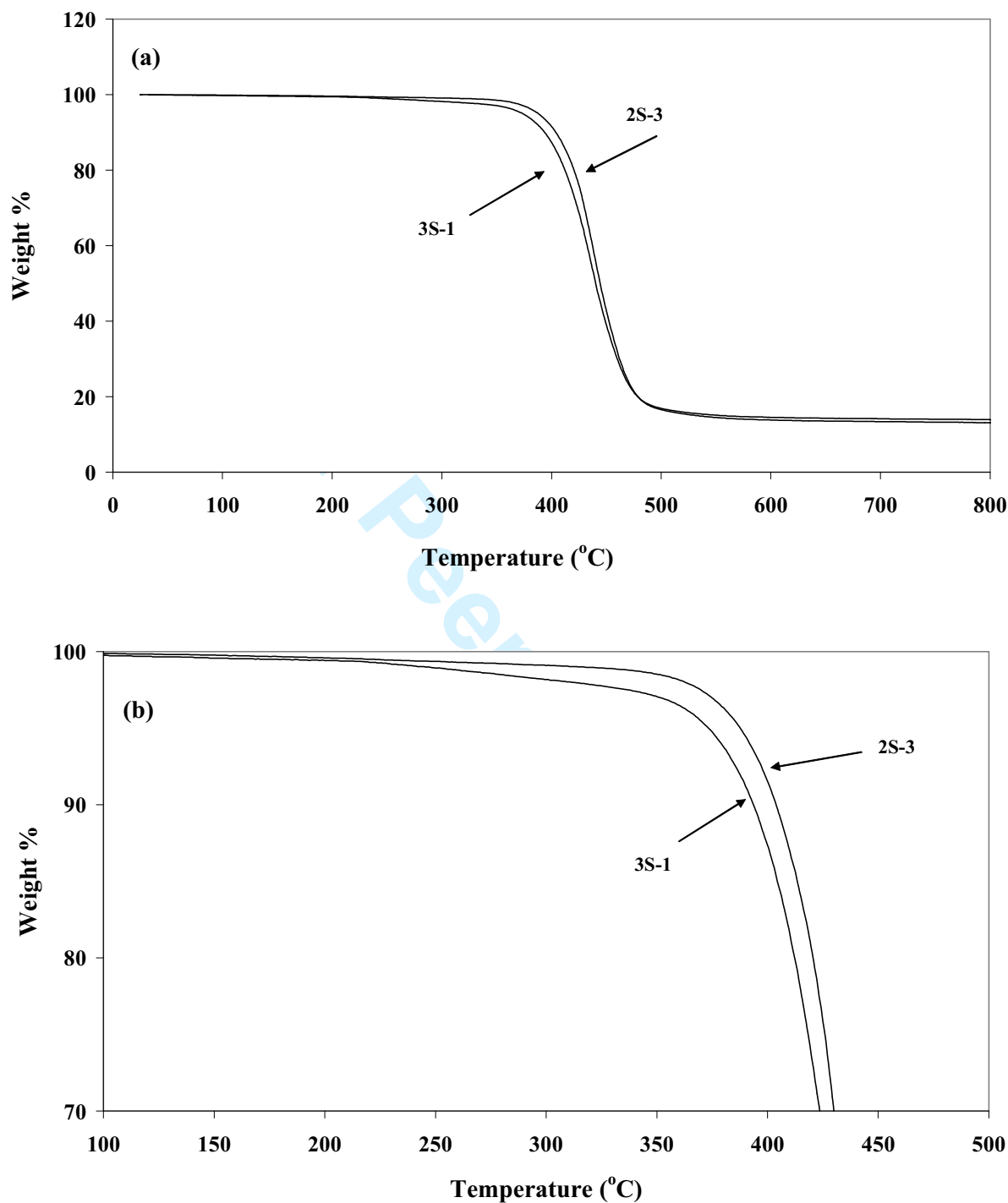


Figure 10 TGA thermograms of composites I. The 3S-1 sample degraded prior to the 2S-3 sample, indicating the higher crosslinking reaction in the 2S-3 sample. The entrapment of uncrosslinked epoxy in the network may occur in the 3S-1 sample. Figure b is the enlarged scale of Figure a.

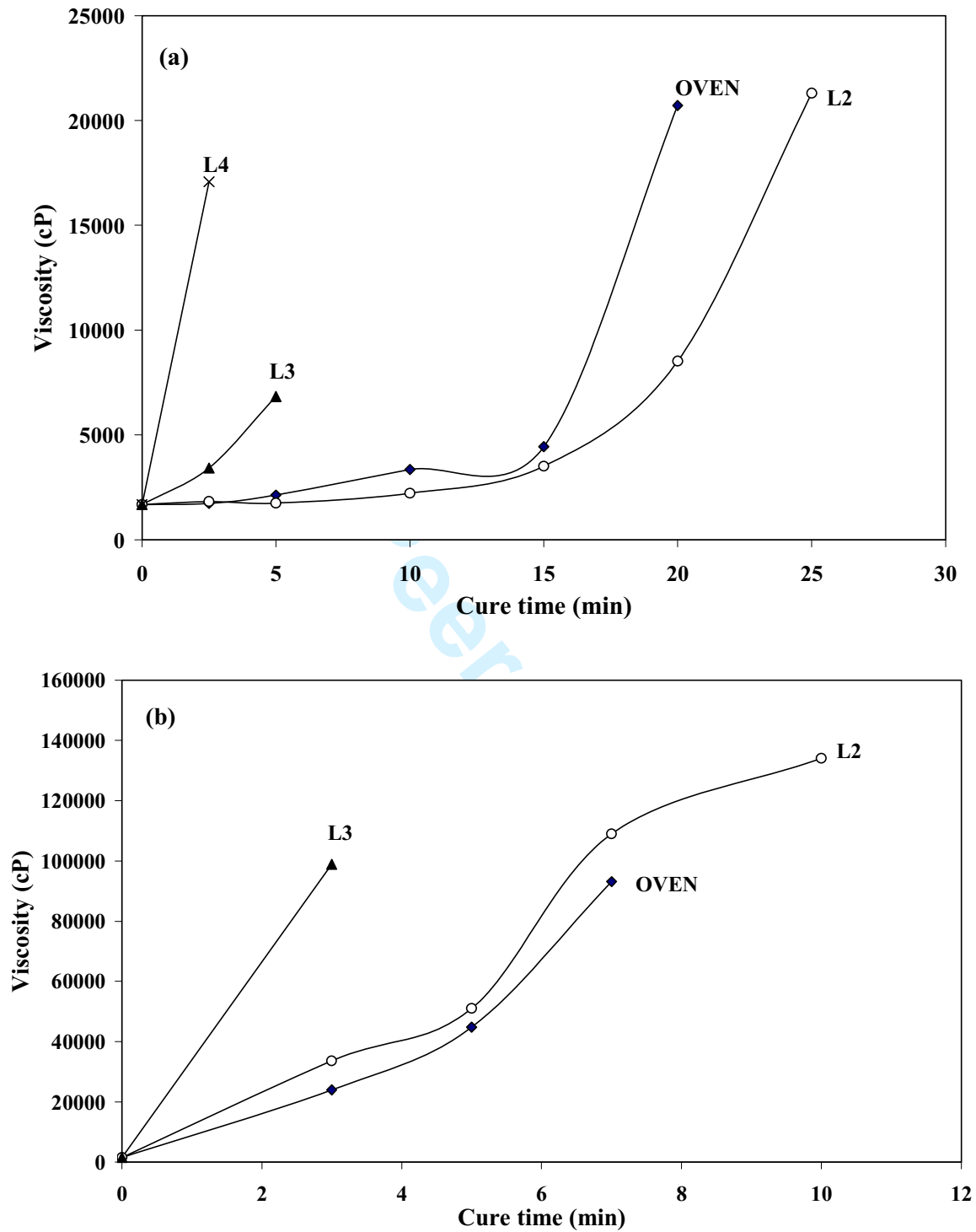


Figure 11 Viscosity of resin during curing in the thermal oven (OV) at 150°C and microwave oven at various power levels (L2 – L4) : (a) composite I; (b) composite II.

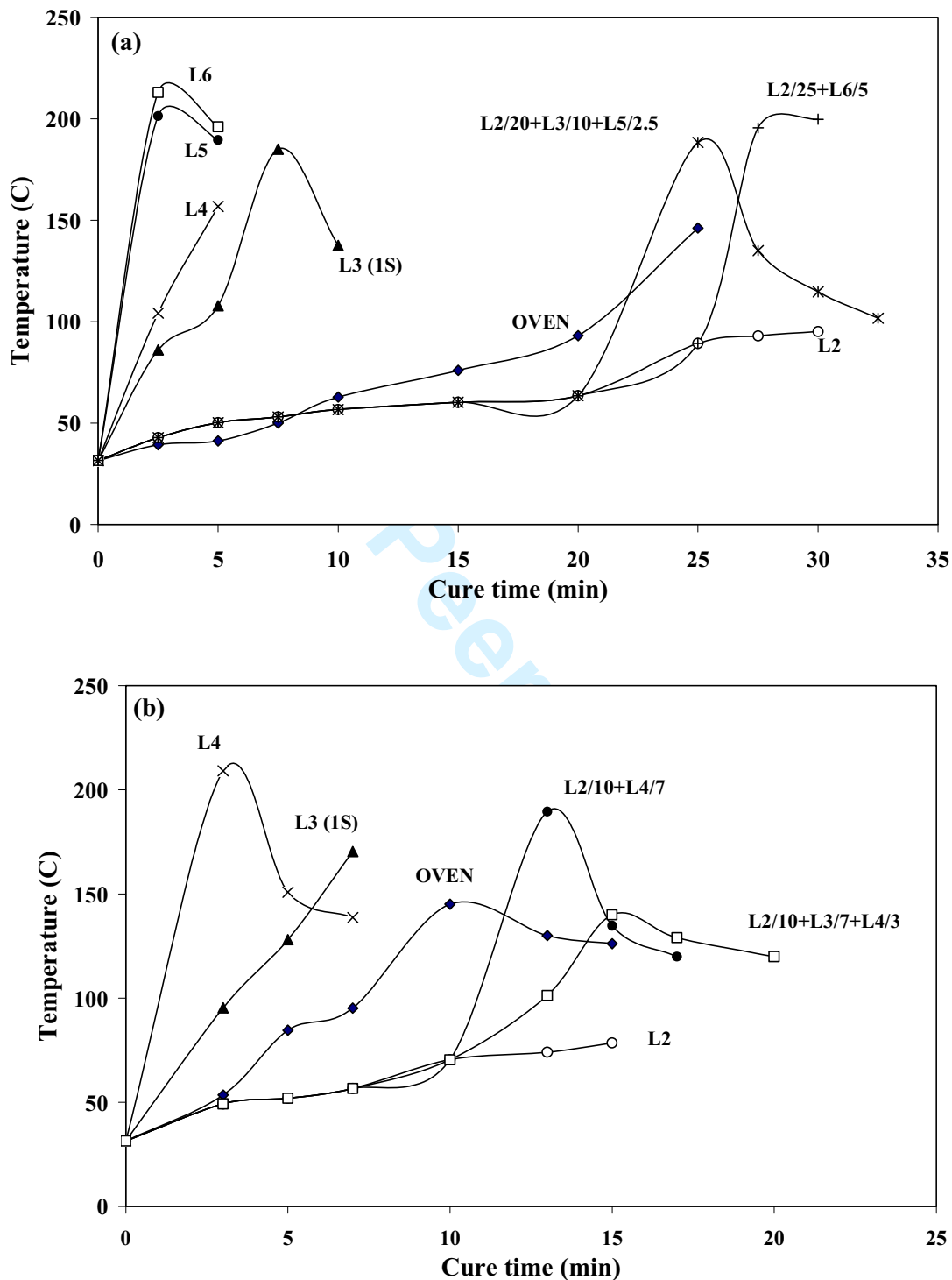


Figure 12 Temperature of resin during curing in the thermal oven (OV) at 150°C and microwave oven at various power levels : (a) composite I; (b) composite II.

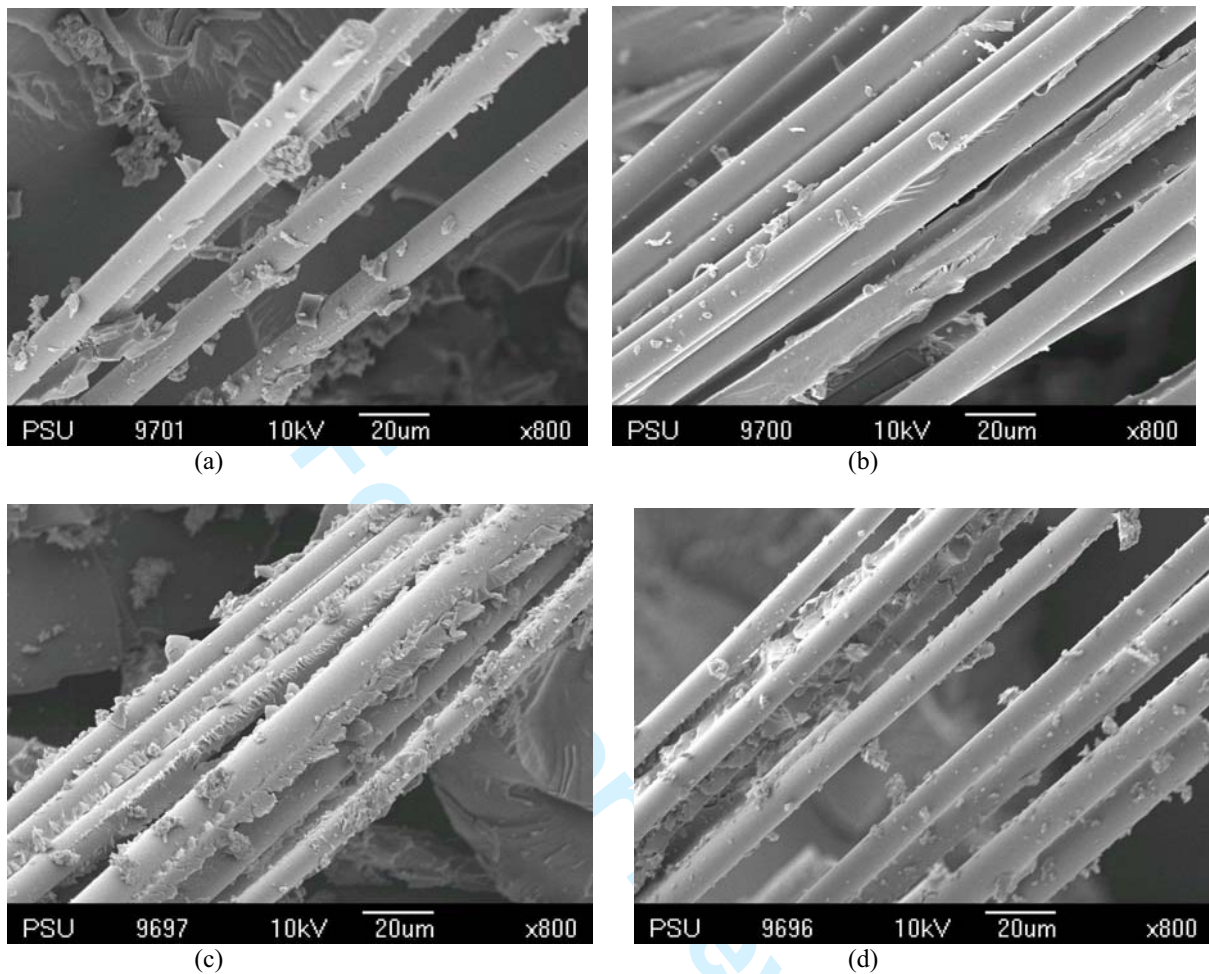


Figure 13 SEM micrographs of fractured surfaces of composites I : (a) the OV sample; (b) the 1S sample; (c) the 2S-3 sample; (d) the 3S-1 sample. The 2S-3 sample (c) showed most resin adhered on the fiber than other samples, indicating most interfacial adhesion in this sample.

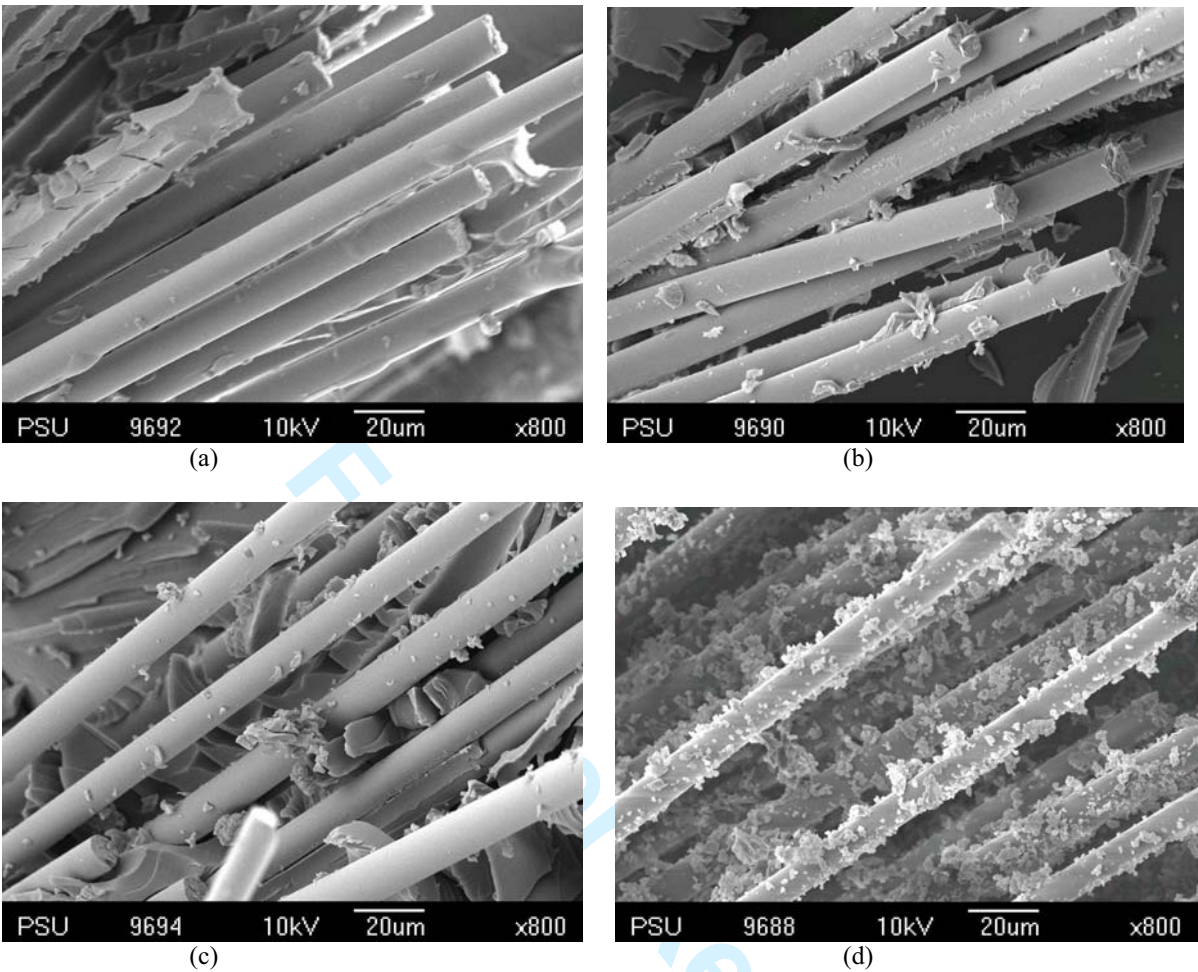


Figure 14 SEM micrographs of fractured surfaces of composites II : (a) the OV sample; (b) the 1S sample; (c) the 2S-1 sample; (d) the 3S-3 sample. The 3S-3 sample (d) showed most resin adhered on the fiber than other samples, indicating most interfacial adhesion in this sample.

ภาคผนวก ค

การวิเคราะห์ด้วย FTIR และการวัด dielectric constant

การวัดปริมาณการเกิดปฏิกิริยาโดยการวิเคราะห์ด้วยเครื่อง FTIR

วัตถุประสงค์

เพื่อวัดปริมาณการเกิดปฏิกิริยา (crosslinking reaction) ของชิ้นงานที่อบด้วยเตาไมโครเวฟ

วิธีการทดลอง

ผสม Epoxy และ MTHPA1 (100:80) หยดลงบนแผ่น KBr ที่มีความหนา 0.5 mm และมีเส้นผ่าศูนย์กลาง 1 mm ใช้แผ่น KBr อีกแผ่นประกบ ปาดเรซินส่วนเกินที่ล้นออกมาด้านข้าง นำแผ่น KBr คู่นี้อบในเตาไมโครเวฟ (ระดับกำลัง 4, 10 นาที่) และในตู้อบความร้อน (150°C , 15 นาที่) ทดสอบด้วยเครื่อง FTIR

ผลการทดลอง

ตัวอย่างที่อบในตู้อบจะมี Peak ของ Epoxide (916 cm^{-1}) ปรากฏอยู่แต่มีปริมาณลดลงไปมาก แสดงว่ามีการทำปฏิกิริยาเชื่อมโยงโมเลกุลเกิดขึ้น แต่ตัวอย่างที่อบในเตาไมโครเวฟจะมี Peak ของ Epoxide (916 cm^{-1}) ปรากฏชัดเจน และอีพอกซีไม่เกิดปฏิกิริยาเนื่องจากชิ้นงานยังคงมีลักษณะเหนียว ไม่แข็งตัว แผ่น KBr จะดูดซึมอีพอกซีได้บ้าง ทดลองเพิ่มความหนาของแผ่น KBr เป็น 1 mm เพื่อให้หยดเรซินได้มากขึ้น พบว่า Peak ที่ได้ไม่คมชัด และชิ้นงานหลังการอบไม่แข็ง ยังคงมีลักษณะเป็นของเหลวอยู่ถึงแม้ว่าจะได้ทดลองใช้เวลาอบนานขึ้นถึง 10 นาที่ ที่ระดับกำลัง 5 ซึ่งสถานะที่ได้ใช้ในการอบแผ่น KBr นี้เป็นสถานะที่รุนแรง หากเป็นชิ้นงานที่มีขนาดใหญ่แบบปกติจะเกิดการไหม้เกรียม

วิเคราะห์และสรุปผลการทดลอง

สรุปได้ว่าไม่ประสบความสำเร็จในการวิเคราะห์หาปริมาณการเกิดปฏิกิริยาด้วยเครื่อง FTIR และไม่สามารถเตรียมชิ้นงานที่ตีรวมทั้งหาสถานะและตำแหน่งในการวางแผ่น KBr ที่เหมาะสมในเตาไมโครเวฟเพื่อใช้หาปริมาณการเกิดปฏิกิริยาด้วยเทคนิค FTIR ได้ จากการทดลองการอบในเตาไมโครเวฟในเวลาต่อมา พบว่าขนาดของชิ้นงานและตำแหน่งของการวางในเตาไมโครเวฟมีผลต่อการเกิดปฏิกิริยา เนื่องจากแผ่น KBr ที่ใช้มีขนาดเล็กเกินไป จึงไม่เหมาะต่อการอบในเตาไมโครเวฟที่ใช้กันอยู่ทั่วไปภายในครัวเรือน ซึ่งจะแผ่รังสีแบบสุ่ม ไม่ทราบตำแหน่งตกกระทบที่แน่นอน ตรงข้ามกับเตาไมโครเวฟที่ประดิษฐ์ขึ้นมาเองสำหรับการทดลอง ดังที่ใช้ในเอกสารอ้างอิง (P. Cortes, S. Montserrat and J.M. Hutchinson, *J. Appl. Polym. Sci.*, **63**, 17-25, 1997) ที่ได้ระบุวิธีการวัดปริมาณปฏิกิริยาด้วยเครื่อง FTIR ดังนั้น การทดลองหาปริมาณการเกิดปฏิกิริยาด้วยเครื่อง FTIR ตามเทคนิคที่ได้ดำเนินการตามมานี้ ไม่สามารถใช้ได้กับเตาไมโครเวฟที่ใช้ในครัวเรือน จึงยุติการทดลองนี้

การวัด Dielectric constant ด้วยเครื่อง HP16451B Dielectric test fixture

วิธีการเตรียมชิ้นตัวอย่าง

1. ผสม Epoxy และ MTHPA1 ตามอัตราส่วนดังนี้คือ 100 :120, 100:110, 100:100, 100:90, 100:80, 100:70, 100:60 และ 100:50 คนให้เข้ากัน

- นำตัวอย่างที่ผสมแล้วเทบนแม่แบบที่เป็นแผ่นเหล็ก นำไปอบในตู้อบที่อุณหภูมิ 150°C 15 นาที
- นำตัวอย่างจากข้อ 2 ตัดเป็นชิ้น ขนาด 3 x 3 cm

การทดสอบ

วัดค่า Relative dielectric of material constant (ϵ_r) ตามสูตรการคำนวณดังนี้

$$\epsilon_r = \frac{T \times C_p}{A \times \epsilon_0}$$

เมื่อ	ϵ_0	=	Space permittivity = 8.854×10^{-12} (F/m)
	T	=	Thickness of test material (m)
	ϵ_r	=	Relative dielectric constant
	C_p	=	Equivalent parallel capacitance value (F)
	A	=	Area of the specimen (m^2)

เนื่องจากค่าความจุไฟฟ้า (C_p) ของ epoxy resin มีการนำไฟฟ้าต่ำ ดังนั้นจึงต้องมีการเคลือบด้วยโลหะ ในเบื้องต้นได้ทดลองใช้ silver paint ป้ายที่ผิวหน้าของชิ้น พบว่าได้ผิวหน้าไม่เรียบเนื่องจากพู่กันที่ใช้ป้ายมีขนาดเล็ก และ silver paint แห้งเร็วมากทำให้มีรอยต่อระหว่างการป้ายแต่ละครั้ง ไม่สามารถอ่านค่าการนำไฟฟ้า (C_p) ได้ เพราะมีค่าติดลบ ทดลองเปลี่ยนเป็นการติดด้วยอลูมิเนียมเทป ซึ่งได้ผลการทดลองตามตารางข้างล่าง ได้ทำการทดลองเปรียบเทียบค่าการนำไฟฟ้าของตัวอย่าง 3 ประเภท คือ #1 : ไม่ติดอลูมิเนียมเทป, #2 : ติดเทปด้านเดียว, และ #3 : ติดเทปทั้งสองด้าน

ผลการทดลอง

ค่า Relative dielectric constant แสดงในตารางที่ 1 ค่าที่ได้มีค่าไม่ใกล้เคียงกันในตัวอย่างที่ทำการทดลองซ้ำ ความหนาของตัวอย่างมีผลต่อการทดลอง

ตารางที่ 1 ผลการวัดค่า Dielectric constant

MTHPA	No.	T (mm)	A (mm^2)	Cp			ϵ_r		
				#1	#2	#3	#1	#2	#3
50	1	1.307	1250.98	0.5	37.05	7.33	0.059	4.372	0.865
	2	1.445	1234.38	0.35	6.04	2.54	0.046	0.799	0.336
60	1	1.247	1181.2	0.41	25.07	0.75	0.049	2.989	0.089
	2	1.370	1171.38	0.39	20.84	2.05	0.052	2.753	0.271
	3	2.402	1171.38	0.19	14.38	15.5	0.044	3.330	3.590
70	3	2.145	1199.23	0.22	15.37	15.49	0.044	3.105	3.129
80	1	1.280	1226.74	0.33	23.81	0.95	0.039	2.806	0.112
	2	1.540	1195.60	0.32	1.02	-ve	0.047	0.148	-ve

	3	2.122	1258.47	0.22	16.08	17.19	0.042	3.062	3.274
90	1	1.250	1276.29	0.35	0.61	0.31	0.039	0.067	0.034
	2	1.180	1253.34	0.32	1.02	-ve	0.034	0.108	-ve
	3	2.250	1215.19	0.22	16.08	17.19	0.046	3.363	3.595
100	1	1.217	1193.88	0.38	18.65	0.22	0.044	2.147	0.025
	2	1.360	1232.03	0.3	-ve	-ve	0.037	-ve	-ve
	3	1.980	1213.81	0.23	4.28	16.35	0.042	0.789	3.012
110	1	1.330	1179.90	0.35	14.46	6.91	0.045	1.841	0.880
	2	1.350	1209.07	0.33	-ve	-ve	0.042	-ve	-ve
	3	2.695	1254.78	0.16	1.75	13.11	0.039	0.425	3.180
120	1	1.59	1198.88	0.15	6.72	7.58	0.022	1.007	1.135
	2	2.9	1260.74	0.25	-ve	-ve	0.065	-ve	-ve

สรุปผลการทดลอง

ผลการทดลองยังไม่น่าเชื่อถือ หาข้อสรุปหรือแนวโน้มของผลการทดลองไม่ได้ เนื่องจากความหนาของชิ้นงานไม่สม่ำเสมอทั้งชิ้นงาน ทำให้ผิวหน้าของชิ้นงานเอียง ค่าที่วัดได้จึงมีความแตกต่างกันมาก ค่าที่ติดลบจะพบในชิ้นงานที่มีผิวหน้าเอียงอย่างเห็นได้ชัด จำเป็นต้องเตรียมชิ้นงานให้ดีกว่านำมาทดสอบ นอกจากนี้เครื่องวิเคราะห์รุ่นนี้ใช้ได้กับวัสดุที่เป็นของแข็งเท่านั้น วัสดุที่มีสภาพเป็นของเหลวหนืดคล้ายเยลลี่หรือกึ่งแข็ง-กึ่งเหลว ไม่สามารถนำมาวิเคราะห์ได้ ดังนั้น โครงการวิจัยนี้จึงยุติการวิเคราะห์ด้วยเครื่องทดสอบนี้ เพราะไม่สอดคล้องกับวัตถุประสงค์

ปัญหาที่เกิด

1. การเตรียมตัวอย่าง เนื่องจากต้องตัดตัวอย่างจากแผ่นใหญ่ด้วยเลื่อยฉลุ ดังนั้นจึงต้องเตรียมตัวอย่างที่หนาประมาณ 2 mm ซึ่งจะทำให้สามารถตัดตัวอย่างได้โดยไม่แตกหรือหัก
2. ในการตัดตัวอย่างจากตัวอย่างแผ่นใหญ่นั้น อาจทำให้เบี้ยวหรือมีพื้นที่ไม่แน่นอนซึ่งอาจมีผลต่อการคำนวณค่า ϵ_r ได้
3. เนื่องจากแผ่นหลักที่ใช้ทำเป็นแม่แบบมีลักษณะโค้งไม่แบนเรียบ ทำให้ตัวอย่างที่เตรียมได้เอียงและมีความหนาไม่เท่ากัน ทำให้ไม่สามารถวัดได้ (ค่าที่อ่านได้เป็นลบ)

การทดสอบการวัดค่า Dielectric

(9/05/2548)

วิธีคำนวณ

จากสูตร
$$\epsilon_r = \frac{C_p \times t}{A \times \epsilon_0}$$

Cp = ค่าความจุ (pF)

t = ความหนา (m)

A = พื้นที่สัมผัส (m²) เป็นวงกลมรัศมี 2.5 mm

ϵ_o = Space permittivity = 8.854×10^{-12} (F/m)

ϵ_r = Relative dielectrie constant

ตัวอย่างการคำนวณ สูตร I OV NF

ค่า Cp ที่วัดได้จากเครื่องคือ 0.17 pF

ความหนาชิ้นงาน 2.2 mm

$$\begin{aligned} \text{จากสูตรจะได้ว่า} \quad \epsilon_r &= \frac{(0.17 \times 10^{-12}) (2.2 \times 10^{-3})}{3.14 (2.5 \times 10^{-3})^2 (8.854 \times 10^{-12})} \\ &= 2.15 \end{aligned}$$

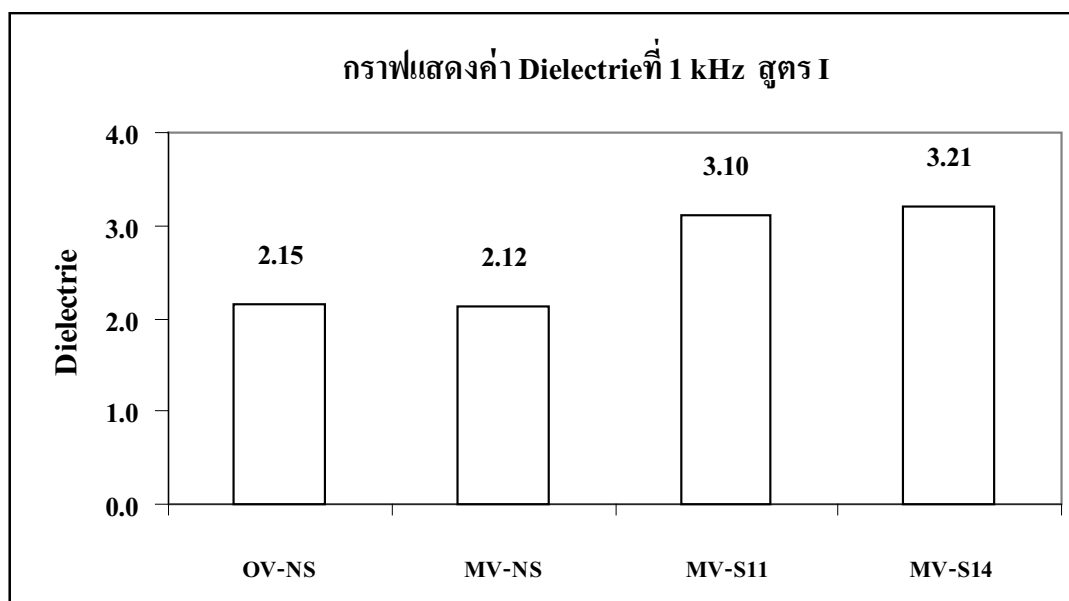
หมายเหตุ : ทำการทดสอบที่ความถี่ 1kHz

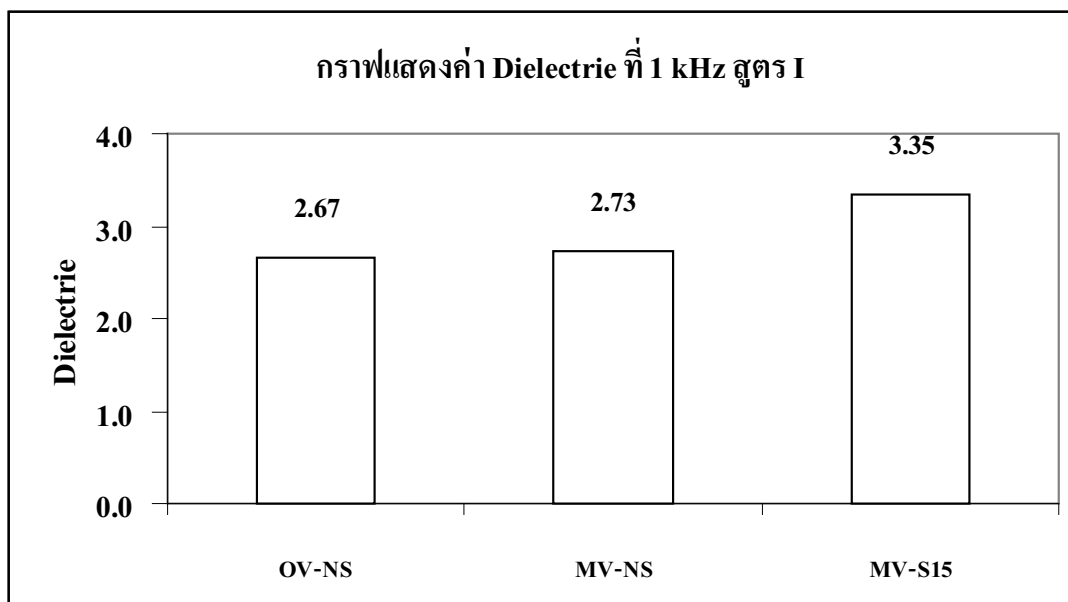
ตารางแสดงค่าการทดสอบการวัดค่า Dielectrie สูตร I

I MV NF	ค่า Cp ที่วัด จาก เครื่อง (พิโก ฟารัด)				ความหนา เฉลี่ย (m)	พื้นที่ m ²	ค่า ไดอิ เล็ก ตรีก (จากการคำนวณ)
	1	2	3	เฉลี่ย			
OV-NS	0.16	0.17	0.17	0.17	2.2×10^{-3}	1.96×10^{-5}	2.15
MV-NS	0.12	0.11	0.12	0.12	3.07×10^{-3}	1.96×10^{-5}	2.12
MV-S11	0.18	0.18	0.18	0.18	3×10^{-3}	1.96×10^{-5}	3.10
MV-S14	0.19	0.18	0.19	0.19	2.94×10^{-3}	1.96×10^{-5}	3.21

ตารางแสดงค่าการทดสอบการวัดค่า Dielectrie สูตร II

II MV NF	ค่า Cp ที่วัด จากเครื่อง (พิโ ค ฟา ร์ด)				ความหนา เฉลี่ย (m)	พื้นที่ m ²	ค่า ไดอิ เล็ก ตรีค (จากการคำนวณ)
	1	2	3	เฉลี่ย			
OV-NS	0.15	0.16	0.16	0.16	2.9x10-3	1.96x10 ⁻⁵	2.67
MV-NS	0.15	0.14	0.15	0.15	3.17x10-3	1.96x10 ⁻⁵	2.73
MV-S15	0.17	0.18	0.18	0.18	3.24x10-3	1.96x10 ⁻⁵	3.35





ภาคผนวก บทความสำหรับการเผยแพร่

โครงการวิจัย “อีพ็อกซี-เส้นใยแก้วคอมโพสิตหอบด้วยคลื่นไมโครเวฟ” มีวัตถุประสงค์เพื่อศึกษาการอบอีพ็อกซี - เส้นใยแก้วคอมโพสิตด้วยเตาไมโครเวฟ โดยเปรียบเทียบกับคอมโพสิตที่อบด้วยตู้อบความร้อน คอมโพสิตประกอบด้วยอีพ็อกซีเรซิน (ชนิด diglycidyl ether of bisphenol A) สารทำให้แข็งกลุ่มแอนไฮไดรด์ ได้แก่ methyl tetrahydrophthalic anhydride (MTHPA) และ methyl hexahydrophthalic anhydride (MHHPA) และตัวเร่งปฏิกิริยา ได้แก่ tris-2,4,6-dimethyl aminomethyl phenol, 2-ethyl-4-methyl imidazole และ N,N-dimethylbenzylamine และเส้นใยแก้วชนิด chopped strand mat ที่มีน้ำหนักเฉพาะ 300 g/m² ผสมอีพ็อกซีและสารทำให้แข็งในอัตราส่วน 100:80 โดยน้ำหนัก เติมตัวเร่งปฏิกิริยาตามน้ำหนักของอีพ็อกซีในปริมาณ 1% และ 4% ผสมแผ่นใยแก้วประมาณ 15% ของเรซิน สูตรเรซินที่ศึกษามีทั้งหมด 7 สูตร โดนแปรเปลี่ยนตามชนิดของสารทำให้แข็งและตัวเร่งปฏิกิริยา อบเรซินและคอมโพสิตด้วยเตาไมโครเวฟที่ใช้ในครัวเรือน เลือกลักษณะการอบที่เหมาะสม โดยให้ได้ชิ้นงานที่แข็งทั่วทั้งแผ่น ไม่มีฟองอากาศ ไม่มีรอยไหม้ การอบด้วยเตาไมโครเวฟมี 2 แบบ คือ การอบแบบขั้นตอนเดียวและการอบแบบหลายขั้นตอน ส่วนการอบด้วยตู้อบความร้อนมีขั้นตอนเดียว คือ ใช้อุณหภูมิ 150°C และเวลาที่ใช้ขึ้นอยู่กับปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยาและความหนาของชิ้นงาน ทดสอบสมบัติเชิงกลของชิ้นงานที่อบด้วยเตาไมโครเวฟและตู้อบความร้อนตามมาตรฐาน ASTM ได้แก่ tensile properties, flexural properties (three-point bending) และ impact strength วิเคราะห์ตัวอย่างด้วยเทคนิค DSC, DMTA TGA และ SEM และตรวจสอบความหนืดของเรซินและอุณหภูมิของเรซินระหว่างการอบในระยะเวลาต่างๆ ก่อนที่เรซินจะแข็งตัว ผลการทดลองพบว่าการอบด้วยเตาไมโครเวฟแบบขั้นตอนเดียว สามารถให้สมบัติเชิงกลที่เทียบเท่ากับการอบด้วยตู้อบความร้อน ความแตกต่างของสมบัติเชิงกลระหว่างชิ้นงานที่อบด้วยเตาไมโครเวฟและตู้อบความร้อนขึ้นอยู่กับสูตรเรซินและประเภทของสมบัติเชิงกล เนื่องจากมีสมบัติเชิงกลทั้งที่สูงขึ้นและต่ำลงเมื่ออบด้วยเตาไมโครเวฟ มีสูตรเรซินบางสูตรที่เหมาะสมต่อการอบด้วยเตาไมโครเวฟ การอบด้วยเตาไมโครเวฟแบบหลายขั้นตอน ให้ค่าสมบัติเชิงกลที่สูงกว่าการอบแบบขั้นตอนเดียวและการอบด้วยตู้อบความร้อน ทั้งนี้เพราะการอบแบบหลายขั้นตอนจะมีการอุ่นเรซินในการอบขั้นตอนแรก ทำให้เรซินมีอุณหภูมิและความหนืดไม่สูงมากนัก การเกาะติดกับเส้นใยแก้วจะดีขึ้น ทำให้แรงยึดเกาะระหว่างเรซินและเส้นใยแก้ว (interfacial adhesion) สูงขึ้น ในทางตรงข้ามการอบแบบขั้นตอนเดียวจะทำให้เรซินมีอุณหภูมิสูงขึ้นทันที จึงทำให้เรซินมีความหนืดเพิ่มขึ้นอย่างรวดเร็ว การยึดเกาะระหว่างเรซินและเส้นใยแก้วจึงลดลง และทำให้มีการกักขังโมเลกุลอยู่ในโครงร่างแห สมบัติเชิงกลจึงต่ำกว่า เตาไมโครเวฟที่ใช้ในครัวเรือนจะควบคุมระดับกำลังวัตต์โดยมีระยะเวลาที่ให้คลื่นออกมา ดังนั้น ระยะเวลาที่กำหนดไว้จึงไม่ใช่ระยะเวลาที่เรซินได้รับคลื่นไมโครเวฟ ระยะเวลาที่ได้รับคลื่นขึ้นอยู่กับระดับกำลัง (power level) ที่ใช้ และจะมีค่าน้อยกว่าระยะเวลาที่ใช้ เช่น ที่ระดับกำลัง 3 เรซินจะได้รับคลื่นไมโครเวฟเป็นระยะเวลา 30% ของระยะเวลาที่ตั้งไว้ในการใช้เตาไมโครเวฟนี้ ด้วยเหตุนี้จึงกล่าวได้ว่า การอบด้วยเตาไมโครเวฟจะใช้เวลาน้อยกว่าการอบด้วยตู้อบความร้อน และสามารถให้สมบัติเชิงกลที่ดีกว่าตัวอย่างที่อบด้วยตู้อบความร้อน แต่จำเป็นต้องใช้สภาวะการอบที่เหมาะสม ข้อจำกัดของโครงการวิจัยนี้คือ ไม่สามารถสร้างเตาไมโครเวฟได้เอง ทำให้ไม่สามารถควบคุมการปล่อยคลื่นให้แม่นยำ ไม่สามารถปล่อยคลื่นให้เป็นเวลาต่อเนื่อง และควบคุมกำลังวัตต์ได้

ภาคผนวก จ
Output อื่นที่ได้จากโครงการวิจัย

1. ผลิตมหำบัณฑิต 2 คน
2. เสนอผลงานในการประชุมเชิงวิชาการวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยีวัสดุแห่งประเทศไทย ครั้งที่ 3 (MSAT 2004) จัดโดยศูนย์เทคโนโลยีโลหะและวัสดุแห่งชาติ ในวันที่ 10 สิงหาคม 2547 ณ โรงแรม มิราเคิล แกรนด์ กรุงเทพฯ