

ผลของสารเติมแต่งซิลิกา การปรับปรุงผิว และวิธีการเชื่อมโยงสายโซ่ที่มีต่อสมบัติเชิงกลของวัสดุเชิงประกอบโพลีเอสเตอร์เรซินชนิดไม่อิ่มตัวกับสารเติมแต่งซิลิกา

Effects of Silica based Fillers, Surface Treatment and Curing Method on Mechanical Properties of Silica/Unsaturated Polyester composites

ณัฐพร ศรีลอย (Nattaporn Sriloy)* ฉันททิพย์ คำนวนทิพย์ (Chuntip Kumnuantip)**
จันทร์ฉาย ทองปิ่น (Chanchai Thongpin)*** เอกชัย วิมลมาลา (Ekachai Wimolmala)****
ณรงค์ฤทธิ์ สมบัติสมภพ (Narongrit Sombatsompop)*****

บทคัดย่อ

งานวิจัยนี้ศึกษาสมบัติของโพลีเอสเตอร์เรซินชนิดไม่อิ่มตัวที่มีการเติมเถ้าลอยหรือซิลิกาเป็นสารตัวเติม และผลของการปรับปรุงผิวเถ้าลอยหรือซิลิกาต่อสมบัติเชิงกล ที่ผ่านการเชื่อมโยงสายโซ่ด้วยความร้อนปกติ และคลื่นไมโครเวฟ พบว่า วัสดุเชิงประกอบที่เติมเถ้าลอยหรือซิลิกาที่ผ่านการเชื่อมโยงสายโซ่ด้วยคลื่นไมโครเวฟ มีเวลาในการเชื่อมโยงสายโซ่ลดลงมากกว่าการเชื่อมโยงสายโซ่ด้วยความร้อนปกติ แสดงว่าคลื่นไมโครเวฟมีความเหมาะสมในการใช้เชื่อมโยงสายโซ่ของโพลีเมอร์ที่มีเถ้าลอยหรือซิลิกาเป็นสารตัวเติมมากกว่าการเชื่อมโยงสายโซ่ด้วยความร้อนปกติ วัสดุเชิงประกอบที่เติมเถ้าลอยหรือซิลิกามีค่ามอดูลัสคดง ค่าความทนทานต่อการกระแทก และค่าความแข็งเพิ่มขึ้นตามปริมาณเถ้าลอยหรือซิลิกาที่เพิ่มขึ้น แต่ความทนทานการโค้งงอลดลง สมบัติเชิงกลของเชิงประกอบโพลีเอสเตอร์เรซินชนิดไม่อิ่มตัวที่เติมเถ้าลอยหรือซิลิกา มีแนวโน้มการเปลี่ยนแปลงที่ดีขึ้นเมื่อทำการปรับปรุงผิวของเถ้าลอยหรือซิลิกา ด้วย 3-Glycidoxypropyl thimethoxysilane (KBM403)

ABSTRACT

This research studied the properties of unsaturated polyester (UPE) resin filled with fly ash (FASi) or silica (PSi), and silane treatment on the mechanical properties of cured by conventional (CV) thermal and microwave (MW) curing methods were assessed. Microwave curing appeared to lower the cure time in greater magnitude than those cured by CV curing, implying that the microwave was more suitable to cure polymers containing FASi or PSi fillers for the purpose of reducing cure time. The flexural modulus, impact strength, hardness increased with increasing filler content for FASi and PSi fillers. The presence of FASi or PSi filler in the UPE resulted in a sudden decrease in the flexural strength, although the strength was slightly improved as the FASi or PSi content was increased. The overall mechanical properties of the UPE composites were greatly improved though use of 3-Glycidoxypropyl thimethoxysilane (KBM-403) as coupling agent on silica surfaces.

คำสำคัญ : ไมโครเวฟ เถ้าลอย ซิลิกา

Key Words : Microwave, fly ash, silica

*มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีสุรนารี สาขาวิชาเทคโนโลยีวัสดุ คณะพลังงานสิ่งแวดล้อมและวัสดุ มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีพระจอมเกล้าธนบุรี

**ผู้ช่วยศาสตราจารย์ สาขาวิชาปิโตรเคมีและวัสดุพอลิเมอร์ คณะวิศวกรรมศาสตร์และเทคโนโลยีอุตสาหกรรม มหาวิทยาลัยศิลปากร

***ผู้ช่วยศาสตราจารย์ สาขาวิชาเทคโนโลยีวัสดุ คณะพลังงานสิ่งแวดล้อมและวัสดุ มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีพระจอมเกล้าธนบุรี

****ศาสตราจารย์ สาขาวิชาเทคโนโลยีวัสดุ คณะพลังงานสิ่งแวดล้อมและวัสดุ มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีพระจอมเกล้าธนบุรี

บทนำ

กระบวนการผลิตวัสดุโดยใช้คลื่นไมโครเวฟเป็นเทคโนโลยีใหม่ที่มีประสิทธิภาพสูงสำหรับอุตสาหกรรมการผลิตวัสดุ และมีความแตกต่างจากการผลิตวัสดุด้วยวิธีอื่นๆ อีกทั้งยังเป็นเทคนิคที่ช่วยในการผลิตวัสดุบางชนิดที่ไม่สามารถผลิตได้โดยใช้การแผ่ความร้อนธรรมดา (radiant heating) เช่น เซรามิกส์ ที่ใช้ในอุตสาหกรรมเซมิคอนดักเตอร์ เนื่องจากคลื่นไมโครเวฟช่วยลดความเสียหายของตัวแผ่นกรอง (substrate) (ดาวเดือน, 2546) นอกจากนี้ การผลิตวัสดุโดยใช้ความร้อนจากคลื่นไมโครเวฟยังช่วยปรับปรุงและเพิ่มสมบัติของวัสดุให้ดีขึ้น เนื่องจากอุณหภูมิที่ได้จากคลื่นไมโครเวฟ เป็นเดี่ยวกัันทั้งหมด (uniformed temperature) คือ มีอุณหภูมิแบบเดี่ยวกัันตลอดทั้งชิ้นงาน การเชื่อมโยงสายโซ่ จึงมีความสม่ำเสมอว่าการแผ่ความร้อนธรรมดา เพราะว่าการเชื่อมโยงสายโซ่ด้วยความร้อนปกติอาศัยหลักการถ่ายเททางความร้อนเข้าสู่ภายในโมเลกุล การเชื่อมโยงสายโซ่จึงมีความสม่ำเสมอมากกว่าระบบคลื่นไมโครเวฟ (ชนวรรณ, 2548; Zhou et al., 2003) หรือแตกต่างไปจากวัสดุที่ผลิตด้วยการใช้ความร้อนแบบอื่น ประโยชน์ที่ได้รับจากการผลิตวัสดุด้วยคลื่นไมโครเวฟมีหลายประการ ได้แก่ ทำให้ความร้อนเกิดขึ้นอย่างรวดเร็วในเนื้อวัสดุ และความร้อนเกิดขึ้นภายในอย่างสม่ำเสมอทั่วทั้งชิ้นวัสดุ เทคโนโลยีการใช้ไมโครเวฟจึงเป็นวิธีที่ช่วยให้กระบวนการผลิตใช้เวลาสั้นกว่ากระบวนการผลิตโดยใช้ความร้อนวิธีอื่นๆ ทำให้ประหยัดเวลาและพลังงานที่ใช้ในกระบวนการผลิต ผลิตภัณฑ์ที่ได้มีลักษณะและคุณภาพที่ดีขึ้นและคลื่นไมโครเวฟสามารถนำมาประยุกต์ใช้ในอุตสาหกรรมการผลิตวัสดุที่หลากหลาย เช่น ใช้ในการปรุง อุ่น อบแห้ง และการทำพลาสติกโพลีเอสเตอร์ในอุตสาหกรรมอาหาร และใช้ในการอบแห้งและการเผาในอุตสาหกรรมเซรามิกส์ ใช้ในการเร่งการแข็งตัวของคอนกรีตใน

งานก่อสร้าง ใช้ในการวัลคาไนเซชัน (vulcanization) ในอุตสาหกรรมยาง ใช้ในการบ่มสาร (curing) สำหรับอีพอกซีเรซิน (epoxy resin) เพื่อลดเวลาในการผลิตสำหรับอุตสาหกรรมโพลีเมอร์ (ดาวเดือน, 2546)

งานวิจัยชิ้นนี้มีวัตถุประสงค์เพื่อ ศึกษาถึงสมบัติของโพลีเอสเตอร์เรซินชนิดไม่อิ่มตัวที่มีการเติมถั่วงอกหรือซิลิกาที่ผ่านการเชื่อมโยงสายโซ่ ด้วยคลื่นไมโครเวฟและความร้อนปกติ และผลของการปรับปรุงผิวของถั่วงอกและซิลิกาต่อสมบัติของโพลีเอสเตอร์เรซินชนิดไม่อิ่มตัว ซึ่งในงานวิจัยนี้จะทำการศึกษาสมบัติของวัสดุเชิงประกอบเพื่อเปรียบเทียบประสิทธิภาพของการเชื่อมโยงสายโซ่ด้วยคลื่นไมโครเวฟและความร้อนปกติ เปรียบเทียบประสิทธิภาพของการเติมสารตัวเติมชนิดถั่วงอกและซิลิกา และเปรียบเทียบประสิทธิภาพของการปรับปรุงผิวและไม่ปรับปรุงผิวของสารตัวเติม ซึ่งในปัจจุบันยังไม่มีงานวิจัยใด ที่ศึกษาสมบัติของวัสดุเชิงประกอบระหว่างโพลีเอสเตอร์เรซินชนิดไม่อิ่มตัวกับถั่วงอกหรือซิลิกาโดยใช้คลื่นไมโครเวฟในการเชื่อมโยงสายโซ่

อุปกรณ์และวิธีการวิจัย

วัตถุดิบที่ใช้ในงานวิจัย

1. โพลีเอสเตอร์เรซินชนิดไม่อิ่มตัว (unsaturated polyester (UPE) resin) ชื่อการค้าการค้า PolyLite เกรด SMF – 811 ซึ่งเป็นชนิดที่ไม่มีการเติมสารกระตุ้นปฏิกิริยาของบริษัท สยาม เคมีคัล อินดัสทรี จำกัด
2. ตัวริเริ่มปฏิกิริยา (initiator) ชนิดเบนโซอิลเปอร์ออกไซด์ (benzoyl peroxide : BPO) ของบริษัท สยาม เคมีคัล อินดัสทรี จำกัด
3. ถั่วงอกที่ใช้ในงานวิจัยนี้เป็นถั่วงอกที่เกิดจากกระบวนการเผาไหม้ของถ่านหินลิกไนต์ จากโรงไฟฟ้าแม่เมาะ จังหวัดลำปาง สำหรับงานวิจัยนี้ดำเนินการแยกขนาดของถั่วงอกด้วยตะแกรงร่อน

เบอร์ 325 ทำการคัดขนาดอนุภาคไม่เกิน 125 ไมครอน เถ้าลอยมีความหนาแน่น 2.65 กรัม/ลบ.ซม. จากบริษัท เค เอ็น อาร์ กรุ๊ป จำกัด โดยองค์ประกอบทางเคมีของเถ้าลอย แสดงดังในตารางที่ 1

4. ซิลิกาเกรดการค้านำมาใช้เปรียบเทียบกับสมบัติของซิลิกาที่ได้จากเถ้าลอย ซึ่งในงานวิจัยนี้ใช้ซิลิกาแบบตกผลึก (precipitated) เกรด TOKUSIL 233 มีขนาดอนุภาคไม่เกิน 125 ไมครอน ค่า pH 6.8 และมีความหนาแน่น 0.232 กรัม/ลบ.ซม. จากบริษัท โทกุยามา สยาม ซิลิกา จำกัด

5. สารคู่ควบไซเลน (aminosilane) ในงานวิจัยนี้ได้แก่ 3 - glycidoxypopyl trimethoxysilane $[(C_2H_5O)_3-Si-(CH_2)_3-O-CH_2-(C_2H_5O)]$ มีชื่อทางการค้าว่า KBM403 ของบริษัท ซิน-เอ็ดดู เคมีคอล จำกัด (ประเทศญี่ปุ่น) น้ำหนักโมเลกุลเฉลี่ยเท่ากับ 236.3 ในงานวิจัยนี้ทำการศึกษาความเข้มข้นของสารคู่ควบที่ 0.0, 0.5, 1.0 และ 1.5 %wt โดยน้ำหนักของซิลิกา

การปรับปรุงผิวของเถ้าลอยหรือซิลิกา

การปรับปรุงผิวเถ้าลอยหรือซิลิกาด้วย KBM403 มีกระบวนการปรับปรุงผิวดังนี้

1. นำเถ้าลอยหรือซิลิกาไปอบไล่ความชื้นในตู้อบที่อุณหภูมิ 80°C เป็นเวลา 24 ชั่วโมง
2. เตรียมสารละลาย KBM403 ที่ความเข้มข้นต่างๆ โดยการหยด KBM403 ในน้ำดีไอออนเซชั่น (deionized water) จากนั้นทำการกวนสารละลายด้วยแท่งกวนแบบแม่เหล็ก (magnetic stirrer) เป็นเวลา 30 นาที
3. ทำการเติมเถ้าลอยหรือซิลิกาลงไปในสารละลายแล้วจึงทำการกวนเป็นเวลา 15 นาที เมื่อถึงเวลานำเถ้าลอยหรือซิลิกาที่ถูกปรับปรุงผิวไปอบที่อุณหภูมิ 100°C เป็นเวลา 24 ชั่วโมง

ตารางที่ 1 ส่วนประกอบทางเคมีของเถ้าลอย (Thongsang et al., 2007)

Chemical compositions	Percentage (%)
Silicon dioxide (SiO ₂)	35.05
Aluminium oxide (Al ₂ O ₃)	20.14
Iron oxide (Fe ₂ O ₃)	9.13
Calcium oxide (CaO)	9.56
Magnesium Oxide (MgO)	2.28
Sodium oxide (Na ₂ O)	1.18
Potassium oxide (K ₂ O)	1.91
Sulphur dioxide (SO ₂)	1.39
Others	19.36

การผสมและขึ้นรูปชิ้นงานตัวอย่าง

ทำการเติมเถ้าลอย (FASi) (ใช้ปริมาณของเถ้าลอยที่คิดจากปริมาณซิลิกาที่มีในเถ้าลอย 35.05% โดยไม่ได้แยกซิลิกาออกจากเถ้าลอย) และซิลิกาเกรดการค้า (commercial precipitated silica; PSi) ลงในโพลีเอสเตอร์เรซินที่ปริมาณต่างๆ ได้แก่ 5, 10, 15 และ 20 ส่วน (part per hundred , pph) ลงในโพลีเอสเตอร์เรซินชนิดไม่อิมตัว 100 ส่วน ที่มีการผสมตัวริเริ่มปฏิกิริยา คือ เบนโซอิลเปอร์ออกไซด์ 2 ส่วน จากนั้นนำไปเชื่อมโยงสายโซ่ ทั้งระบบความร้อนปกติ (conventional thermal curing; CV) และคลื่นไมโครเวฟ (microwave curing ; MW)

- ความร้อนปกติ เทของผสมที่กล่าวมาลงในแม่พิมพ์ที่ทำจากโลหะที่มีความกว้าง 130 มิลลิเมตร ยาว 130 มิลลิเมตร หนา 3.2 มิลลิเมตร จนเต็ม ในตู้อบความร้อนที่อุณหภูมิ 100°C โดยเวลาในการเชื่อมโยงสายโซ่สามารถหาได้จากเทคนิค differential scanning calorimeter (DSC)

- คลื่นไมโครเวฟ เทของผสมที่กล่าวมาลงในแม่พิมพ์ที่ทำจากเทฟลอนที่มี ความกว้าง 80 มิลลิเมตร ยาว 80 มิลลิเมตร หนา 80 มิลลิเมตร จนเต็ม แล้วนำไปอบในตู้อบไมโครเวฟความถี่ 2.45 GHz รุ่นเครื่องคือ panasonic model NN - 235WF กำลังของคลื่นไมโครเวฟ 80 วัตต์ สำหรับเวลาที่เหมาะสมในการ

เชื่อมโยงสายโซ่หาด้วยเทคนิค differential scanning calorimeter (DSC)

วิธีการทดสอบ

การหาเวลาที่เหมาะสมในการเชื่อมโยงสายโซ่ด้วยความร้อนปกติและคลื่นไมโครเวฟด้วยเทคนิค differential scanning calorimeter (DSC)

การหาเวลาในการเชื่อมโยงสายโซ่ (cure time) สามารถทำได้ด้วยเทคนิค differential scanning calorimeter (DSC822°, Mettler Toledo, Switzerland) เพื่อหาเปอร์เซ็นต์การเชื่อมโยงสายโซ่ (percentage cure) ของระบบความร้อนปกติและคลื่นไมโครเวฟของวัสดุเชิงประกอบโพลีเอสเตอร์เรซินชนิดไม่อิ่มตัวกับเถ้าลอยหรือซิลิกา ทำการผสมโพลีเอสเตอร์เรซินชนิดไม่อิ่มตัว ตัวเริ่มปฏิกิริยาและเถ้าลอยหรือซิลิกา ตามอัตราส่วนที่ศึกษา จากนั้นนำของผสมที่ได้ใส่ลงในจานอะลูมิเนียมให้มีน้ำหนัก 3.0 ± 0.2 มิลลิกรัม เพื่อหาพลังงานความร้อนทั้งหมดของโพลีเอสเตอร์เรซินชนิดไม่อิ่มตัวที่ไม่ผ่านการเชื่อมโยงสายโซ่ ทำการให้ความร้อนตั้งแต่ $25 - 200^{\circ}\text{C}$ ด้วยอัตราความร้อน $10^{\circ}\text{C}/\text{min}$ นำของผสมตามอัตราส่วนต่างๆ มาผ่านการเชื่อมโยงสายโซ่ที่อุณหภูมิ 100°C และคลื่นไมโครเวฟ หาค่าพลังงานความร้อนที่ผ่านการเชื่อมโยงสายโซ่ไปบางส่วน ซึ่งพลังงานความร้อนนี้เป็นส่วนที่เหลือที่ทำให้เกิดการเชื่อมโยงสายโซ่อย่างสมบูรณ์ จากข้อมูลที่ได้สามารถหาเปอร์เซ็นต์การเชื่อมโยงสายโซ่ (percentage cure) ของโพลีเอสเตอร์เรซินชนิดไม่อิ่มตัวและตัวเร่งปฏิกิริยาได้ ดังสมการที่ 1 (ธนวรรณ, 2548)

$$\text{Percentage cure (\%)} = \frac{\Delta H_{\text{Rxn}} - \Delta H_r}{\Delta H_{\text{Rxn}}} \times 100 \quad (1)$$

เมื่อ ΔH_{Rxn} คือ ปริมาณความร้อนของโพลีเอสเตอร์เรซินชนิดไม่อิ่มตัวที่ยังไม่ผ่านการเชื่อมโยงสายโซ่

ΔH_r คือ ปริมาณความร้อนที่เหลือของโพลีเอสเตอร์เรซินชนิดไม่อิ่มตัวที่ผ่านการเชื่อมโยงสายโซ่ไปบางส่วน ณ เวลาใดๆ

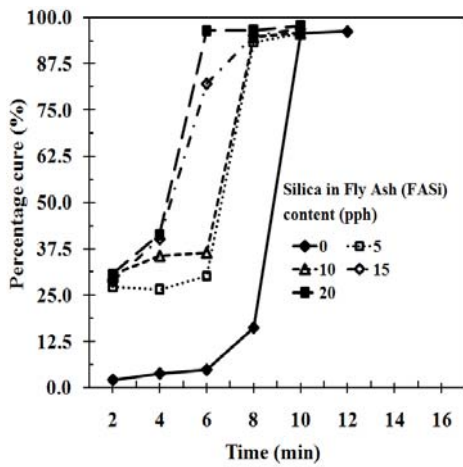
สมบัติเชิงกล

ทำการทดสอบความทนทานต่อการโค้งงอ ด้วยเครื่อง Autograph AG-1, Shimadzu (ประเทศญี่ปุ่น) ทำการทดสอบตามมาตรฐาน D790 (1999) โดยแรงกด 5 กิโลนิวตัน ความเร็วในการกด 1.3 มม./นาที ส่วนการทดสอบสมบัติความทนทานต่อการกระแทก ชนิด Izod ด้วยเครื่อง Yasuda Impact Tester รุ่น 258 ทำการทดสอบตามมาตรฐาน ASTM D256 (1997) และการทดสอบความแข็ง ด้วย Durometer Hardness Tester สเกล D ของบริษัท PTC instruments จำกัด ตามมาตรฐาน ASTM D2240 (1999)

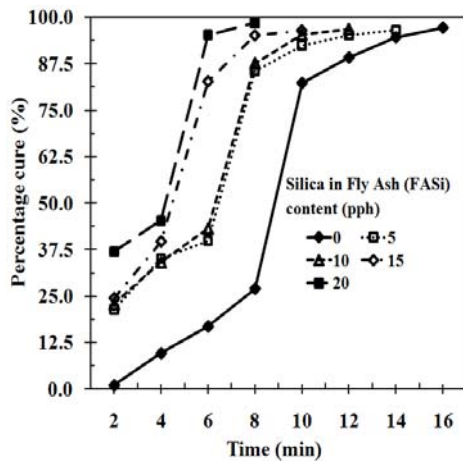
การตรวจสอบโครงสร้างจุลภาคด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด

นำชิ้นงานที่ผ่านการเคลือบทองแล้วมาตรวจสอบโครงสร้างจุลภาคด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด ของบริษัท JEOL รุ่น JSM – 5800 Scanning Electron Microscope ด้วยศักย์ไฟฟ้า 10 กิโลโวลต์

ผลการทดลองและการวิเคราะห์ผล



(a)



(b)

ภาพที่ 1 ความสัมพันธ์ระหว่างเปอร์เซ็นต์การเชื่อมโยงสายโซ่และเวลาในการให้ความร้อนของโพลีเอสเตอร์เรซินชนิดไม่อิ่มตัวที่มีการเติมเถ้าลอย (FASi) (a) ระบบความร้อนปกติ : CV (b) ระบบคลื่นไมโครเวฟ : MW

ภาพที่ 1 แสดงความสัมพันธ์ของเปอร์เซ็นต์การเชื่อมโยงสายโซ่ ณ เวลาต่างๆ ของโพลีเอสเตอร์เรซินชนิดไม่อิ่มตัวที่มีการเติมเถ้าลอย ที่เกิดจากการเชื่อมโยงสายโซ่ ด้วยความร้อนปกติ (1a) และคลื่นไมโครเวฟ (1b) สำหรับภาพที่ 1a โพลีเอสเตอร์เรซินชนิดไม่อิ่มตัวที่ไม่เติมเถ้าลอยเห็นเส้นกราฟเป็น 3 ช่วง คือ ขึ้นเริ่มต้น ขึ้นแผ่ขยาย

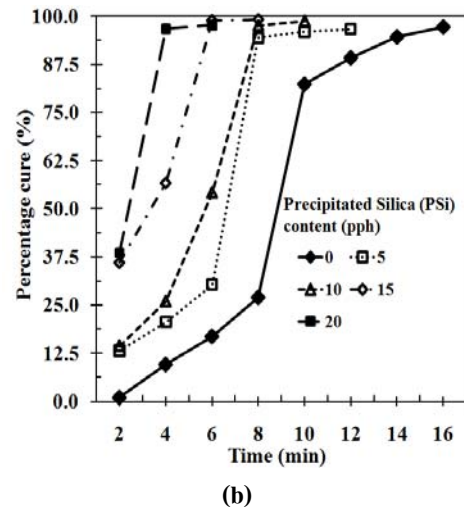
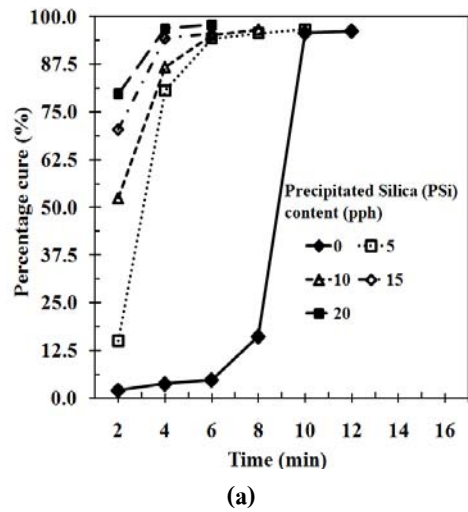
และขึ้นสิ้นสุด เมื่อมีการเติมเถ้าลอยในปริมาณที่มากขึ้นมีผลให้เวลาที่ใช้ในขั้นเริ่มต้นลดลง และมีเปอร์เซ็นต์การเชื่อมโยงสายโซ่ที่มากขึ้น เมื่อเทียบกับโพลีเอสเตอร์เรซินชนิดไม่อิ่มตัวที่ไม่มีการเติมเถ้าลอย โดยที่เวลาการเชื่อมโยงสายโซ่ (cure time) ลดลงสามารถอธิบายได้จากทฤษฎีของอาร์เรเนียส (Arrhenius theory) ที่อ้างถึงค่าคงที่ปฏิกิริยา (reaction rate constant : k) ที่ขึ้นอยู่กับอุณหภูมิของปฏิกิริยา, ปัจจัยการชน (collision factors) และพลังงานกระตุ้น (activation energy : E_a) (Margit et al., 2007) จากความสัมพันธ์นี้มีสมมุติฐานว่า เมื่อทำการเติมเถ้าลอยลงในโพลีเอสเตอร์เรซินชนิดไม่อิ่มตัว การแพร่กระจายของรีแอคทีฟสปีชีส์ (reactive species) สำหรับปฏิกิริยาโพลีเมอไรเซชันถูกขัดขวาง เนื่องจากอันตรกิริยาระหว่างสารตัวเติมกับสารตัวเติม (filler - filler interaction) แสดงให้เห็นว่า เถ้าลอยเป็นสาเหตุของการเพิ่มขึ้นของการชนกันระหว่างรีแอคทีฟสปีชีส์ในช่วงการเกิดปฏิกิริยาโพลีเมอไรเซชัน ดังนั้นจึงเกิดการเร่งปฏิกิริยาดังกล่าว (auto-acceleration reaction) ของโพลีเอสเตอร์เรซินชนิดไม่อิ่มตัวที่มีการเติมเถ้าลอย (Margit et al., 2007) ในภาพที่ 1b พบว่าโพลีเอสเตอร์เรซินชนิดไม่อิ่มตัวที่ไม่เติมเถ้าลอยแสดงเส้นกราฟเป็น 2 ช่วง โดยมีขั้นแผ่ขยาย และขึ้นสิ้นสุด เนื่องจากคลื่นไมโครเวฟเกิดกลไกที่เรียกว่า “กระบวนการโพลาริเซชัน (polarization process)” (Bogdal, 1998) ทำให้เกิดการหมุนกลับตัวไปมาของโมเลกุลโพลีเอสเตอร์เรซินชนิดไม่อิ่มตัวตามความถี่ของคลื่นไมโครเวฟ จึงเกิดการชนและเสียดสีของโมเลกุล โดยการชน การเสียดสีกัน ทำให้เกิดความร้อนขึ้นอย่างรวดเร็ว ซึ่งความร้อนที่เกิดขึ้นเป็นการเร่งให้เกิดการแตกตัวของรีแอคทีฟสปีชีส์ได้มากขึ้น ทำให้ไม่สามารถสังเกตเห็น ปฏิกิริยาขึ้นเริ่มต้นได้ และเมื่อทำการเติมเถ้าลอยลงไป พบว่า เวลาในการเชื่อมโยงสายโซ่ลดลงเมื่อเทียบกับโพลีเอสเตอร์เรซินชนิดไม่อิ่มตัวที่ไม่เติมเถ้าลอย เนื่องจากเถ้าลอยสามารถดูดซับคลื่นไมโครเวฟ ทำให้เกิดการชนกัน

และเสียดสีกันระหว่างโมเลกุลของเถ้าลอยด้วยกันเองระหว่างเถ้าลอยกับโพลีเอสเตอร์เรซิน และระหว่างโพลีเอสเตอร์เรซินด้วยกันเอง ทำให้เกิดความร้อนขึ้นที่บริเวณการชนและเสียดสีกัน คือ ที่บริเวณเถ้าลอยกับเถ้าลอย บริเวณโพลีเอสเตอร์เรซินชนิดไม่อิ่มตัวกับโพลีเอสเตอร์เรซินชนิดไม่อิ่มตัว และที่บริเวณโพลีเอสเตอร์เรซินชนิดไม่อิ่มตัวกับเถ้าลอย โดยความร้อนที่เกิดขึ้นนี้ช่วยเร่งให้เกิดปฏิกิริยาการเชื่อมโยงสายโซ่ให้เกิดได้เร็วขึ้น (ธนวรรณ, 2548; Rahmat et al., 2003)

เมื่อทำการเปรียบเทียบระบบความร้อนปกติและคลื่นไมโครเวฟ พบว่าระบบความร้อนปกติสังเกตเห็นการเปลี่ยนแปลงในช่วงปฏิกิริยาขึ้นเริ่มต้นเนื่องจากความร้อนปกติเกิดจากการที่ความร้อนถ่ายเทจากแหล่งกำเนิดความร้อนภายนอก โดยความร้อนค่อยๆ ส่งผ่านจากผิววัสดุภายนอกเข้าไปสู่ภายในเมื่อวัสดุอาศัยหลักการถ่ายเททางความร้อน ส่วนระบบคลื่นไมโครเวฟไม่สามารถสังเกตเห็นการเปลี่ยนแปลงในช่วงปฏิกิริยาขึ้นเริ่มต้น เนื่องจากที่ระบบไมโครเวฟวัสดุเกิดการดูดคลื่นคลื่นไมโครเวฟแล้วเกิดกระบวนการโพลาริเซชัน ทำให้เกิดการชนกันและเสียดสีกันระหว่างโมเลกุลภายในเมตริกซ์ โดยการชนกันและการเสียดสีเกิดขึ้นทั่วทั้งเนื้อวัสดุ ทำให้เกิดความร้อนขึ้นอย่างรวดเร็วและตลอดทั่วทั้งเนื้อวัสดุ (volumetric heating) โดยความร้อนที่กล่าวมานี้เป็นการเร่งให้เกิดการแตกตัวของรีแอคทีฟซีส์ (Bogdal, 1998)

ภาพที่ 2 แสดงความสัมพันธ์ของเปอร์เซ็นต์การเชื่อมโยงสายโซ่ ณ เวลาต่างๆ ของโพลีเอสเตอร์เรซินชนิดไม่อิ่มตัวที่มีการเติมซิลิกา ที่เกิดจากการเชื่อมโยงสายโซ่ ด้วยความร้อนปกติ (2a) และคลื่นไมโครเวฟ (2b) จากผลการทดลอง พบว่า การเติมซิลิกามีผลต่อเปอร์เซ็นต์การเชื่อมโยงสายโซ่ที่เหมือนกับการเติมเถ้าลอย เกิดจากสาเหตุเช่นเดียวกันกับเถ้าลอย แต่สิ่งที่แตกต่างกัน คือ ปริมาณซิลิกาที่เพิ่มขึ้นทำให้ไม่สามารถเห็นการเปลี่ยนแปลงของกราฟในช่วงขึ้น

เริ่มต้น มีสาเหตุเพราะมีการแพร่กระจายของรีแอคทีฟซีส์ที่สูง และมีปัจจัยการชนที่ดีมากในโพลีเอสเตอร์เรซินชนิดไม่อิ่มตัวที่มีซิลิกาเป็นผลเนื่องจากซิลิกามีขนาดเล็กมีพื้นที่ผิว (surface area) มากทำให้มีหมู่ไฮดรอกซิล (hydroxyl group : - OH) ที่ผิวหน้าจำนวนมาก (เกิดอันตรกิริยาระหว่างสารตัวเติมกับสารตัวเติมปริมาณมาก) (Thongsang et al., 2007)



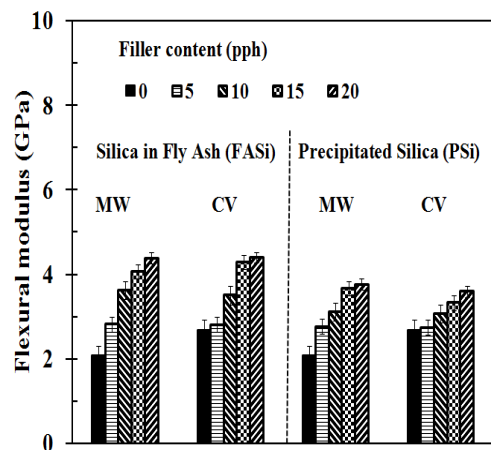
ภาพที่ 2 ความสัมพันธ์ระหว่างเปอร์เซ็นต์การเชื่อมโยงสายโซ่และเวลาในการให้ความร้อนของโพลีเอสเตอร์เรซินชนิดไม่อิ่มตัวที่มีการเติมซิลิกา (PSi) (a) การระบบความร้อนปกติ : CV (b) ระบบคลื่นไมโครเวฟ : MW

ตารางที่ 2 แสดงเวลาที่ใช้ในการเชื่อมโยงสายโซ่ และเปอร์เซ็นต์การเชื่อมโยงสายโซ่ของ โพลีเอสเตอร์เรซินชนิดไม่อิ่มตัว ที่มีการเติมเถ้าลอย หรือซิลิกา ที่ผ่านระบบการเชื่อมโยงสายโซ่ด้วยความร้อนปกติ และระบบการเชื่อมโยงสายโซ่ด้วยคลื่นไมโครเวฟ เมื่อเปรียบเทียบระบบความร้อนปกติกับระบบคลื่นไมโครเวฟ สังเกตได้ว่า ที่ระบบคลื่นไมโครเวฟ โพลีเอสเตอร์เรซินชนิดไม่อิ่มตัวที่ไม่มีการเติมเถ้าลอยหรือซิลิกาใช้เวลาในการเชื่อมโยงสายโซ่มากกว่าระบบความร้อนปกติ แต่เมื่อปริมาณเถ้าลอยหรือซิลิกาเพิ่มขึ้นส่งผลต่อการลดลงของเวลาในการเชื่อมโยงสายโซ่ได้มากกว่า เมื่อเทียบกับโพลีเอสเตอร์เรซินชนิดไม่อิ่มตัวที่ไม่มีการเติมเถ้าลอยหรือซิลิกา นั่นคือ ระบบคลื่นไมโครเวฟเหมาะสมสำหรับการเชื่อมโยงสายโซ่โพลิเมอร์ที่มีการเติมเถ้าลอยหรือซิลิกาเป็นสารตัวเติม

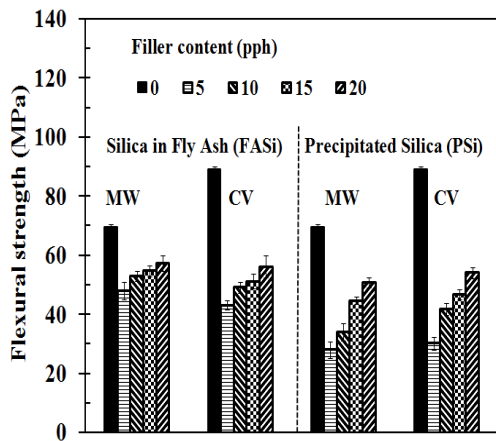
ตารางที่ 2 เวลาที่ใช้ในการเชื่อมโยงสายโซ่ และเปอร์เซ็นต์การเชื่อมโยงสายโซ่ของ โพลีเอสเตอร์เรซินชนิดไม่อิ่มตัว ที่มีการเติมเถ้าลอย (FASi) และโพลีเอสเตอร์เรซินชนิดไม่อิ่มตัวที่มีการเติมซิลิกา (PSi)

Types of silica	Content (pph)	Curing conditions			
		Conventional heating : CV		Microwave heating : MW	
		Cure time (min)	Percentage cure (%)	Cure time (min)	Percentage cure (%)
Silica in Fly Ash (FASi)	0	12	96.24	16	97.18
	5	10	95.63	14	96.61
	10	10	95.84	12	96.86
	15	10	96.82	10	96.46
	20	8	96.56	8	98.53
Precipitated Silica (PSi)	0	12	96.24	16	97.18
	5	8	96.66	12	96.62
	10	8	96.52	8	97.55
	15	6	95.49	6	98.92
	20	4	96.89	4	96.72

ในภาพที่ 3 แสดงความสัมพันธ์ระหว่างมอดูลัสตัดกับปริมาณสารตัวเติม ที่สภาวะการให้ความร้อนในการเชื่อมโยงสายโซ่โพลีเอสเตอร์เรซินชนิดไม่อิ่มตัวด้วยความร้อนปกติและคลื่นไมโครเวฟ จากผลการทดลองพบว่า เมื่อทำการเติมเถ้าลอยหรือซิลิกา ส่งผลให้ค่ามอดูลัสตัดงมีค่าเพิ่มขึ้น สาเหตุเนื่องจากการเติมเถ้าลอยหรือซิลิกาที่มีค่ามอดูลัสสูงลงไป ในโพลีเอสเตอร์เรซินชนิดไม่อิ่มตัวที่มีมอดูลัสต่ำกว่าจึงทำให้ค่ามอดูลัสของวัสดุเชิงประกอบสูงขึ้น (ธนวรรณ, 2548)

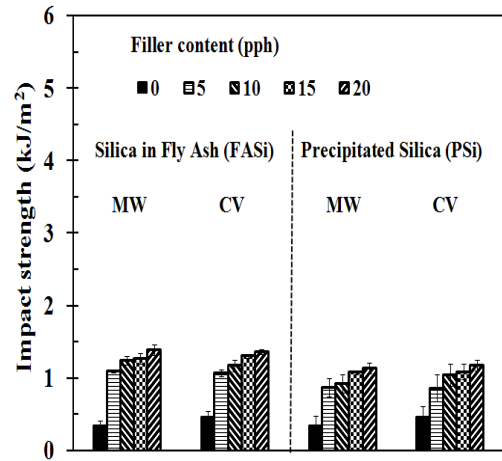


ภาพที่ 3 มอดูลัสตัดกับปริมาณสารตัวเติมในการเชื่อมโยงสายโซ่โพลีเอสเตอร์เรซินชนิดไม่อิ่มตัวด้วยคลื่นไมโครเวฟ (MW) และความร้อนปกติ (CV)

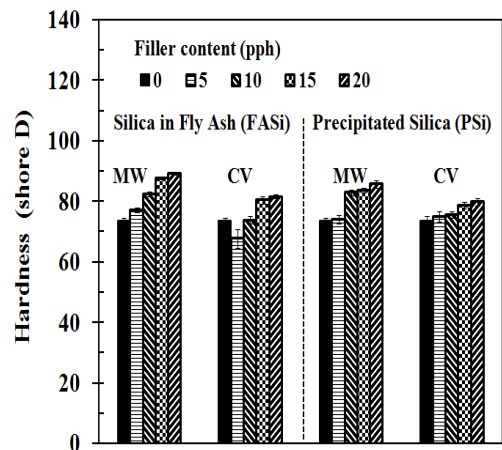


ภาพที่ 4 ความทนทานการโค้งงอกับปริมาณสารตัวเติม ในการเชื่อมโยงสายโซ่โพลีเอสเทอร์เรซินชนิดไม่อิ่มตัวด้วยคลื่นไมโครเวฟ (MW) และความร้อนปกติ (CV)

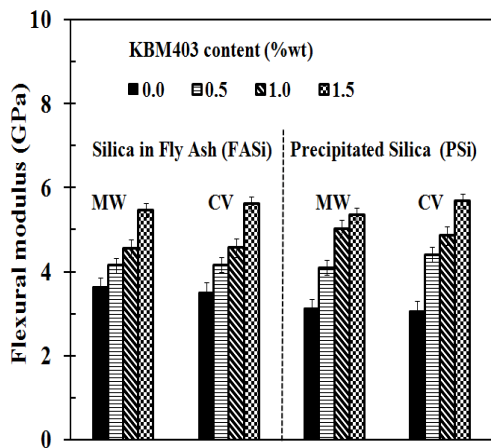
จากภาพที่ 4 แสดงความสัมพันธ์ระหว่างความทนทานการโค้งงอกับปริมาณเถ้าลอยหรือซิลิกา ที่ผ่านการเชื่อมโยงสายโซ่ ด้วยคลื่นไมโครเวฟและความร้อนปกติ พบว่า เมื่อเติมทั้งเถ้าลอยหรือซิลิกาค่าความทนทานการโค้งงอมีค่าลดลงเมื่อเปรียบเทียบกับโพลีเอสเทอร์เรซินชนิดไม่อิ่มตัวที่ไม่เติมเถ้าลอยหรือซิลิกา แต่เมื่อปริมาณเถ้าลอยมากขึ้นพบว่าค่าความทนทานการโค้งงอมีค่าใกล้เคียงกัน เมื่อพิจารณาปริมาณซิลิกาที่เพิ่มขึ้นค่าความทนทานการโค้งงอมีแนวโน้มสูงขึ้นเล็กน้อย ซึ่งสอดคล้องกับงานวิจัยของ Paramjit et al, 2006 พบว่าโพลีเอสเทอร์เรซินชนิดไม่อิ่มตัวที่มีการเติมซิลิกามีความทนทานการโค้งงอเพิ่มขึ้นเมื่อปริมาณซิลิกาเพิ่มขึ้น เพราะว่าซิลิกาเกิดการยึดติดทางเคมี (chemical absorption) ที่ผิวหน้ากับเมทริกซ์ได้ จึงเป็นการปรับปรุงความทนทานการโค้งงอของโพลีเอสเทอร์เรซินชนิดไม่อิ่มตัวให้มีค่ามากขึ้น โดยมีค่าความทนทานต่อการกระแทกและค่าความแข็งมีแนวโน้มการเปลี่ยนแปลงที่คล้ายคลึงกันดังแสดงในภาพที่ 5 และ 6



ภาพที่ 5 ความทนทานต่อการกระแทกกับปริมาณสารตัวเติม ในการเชื่อมโยงสายโซ่โพลีเอสเทอร์เรซินชนิดไม่อิ่มตัวด้วยคลื่นไมโครเวฟ (MW) และความร้อนปกติ (CV)

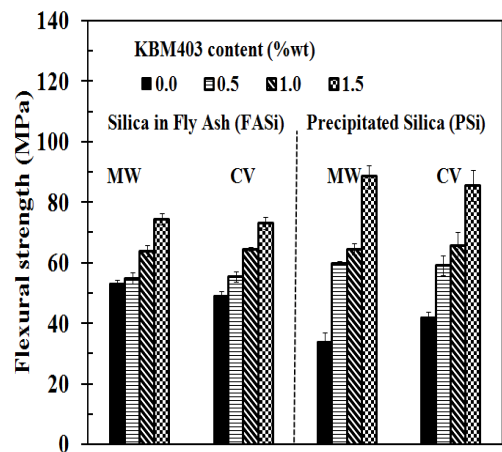


ภาพที่ 6 ความแข็งกับปริมาณสารตัวเติมในการเชื่อมโยงสายโซ่โพลีเอสเทอร์เรซินชนิดไม่อิ่มตัวด้วยคลื่นไมโครเวฟ (MW) และความร้อนปกติ (CV)



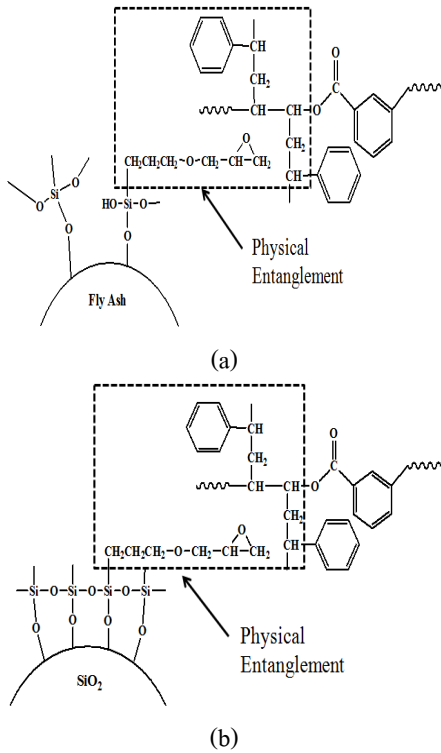
ภาพที่ 7 มอดูลัสดัดงอกับความเข้มข้น KBM403 ที่ใช้ปรับปรุงผิวของเถ้าลอยหรือซิลิกาในการเชื่อมโยงสายโซ่โพลีเอสเตอร์เรซิน ด้วยคลื่นไมโครเวฟ (MW) และความร้อนปกติ (CV) ของวัสดุเชิงประกอบ

จากภาพที่ 7 แสดงผลของการปรับปรุงของเถ้าลอยหรือซิลิกาโดยใช้ KBM403 ที่ความเข้มข้นต่างๆ ต่อค่ามอดูลัสดัดงอ โดยใช้ปริมาณเถ้าลอยหรือซิลิกาที่ 10 ส่วนมาทำการปรับปรุงผิว จากผลการทดลอง พบว่าการเติม KBM403 ทำให้ค่ามอดูลัสดัดงอมีค่าสูงขึ้นประมาณ 75% เมื่อทำการเปรียบเทียบค่ามอดูลัสดัดงอที่ไม่มีการปรับปรุงผิว โดยค่ามอดูลัสดัดงอมีค่าเพิ่มขึ้นตามความเข้มข้นของ KBM403 ที่เพิ่มขึ้น

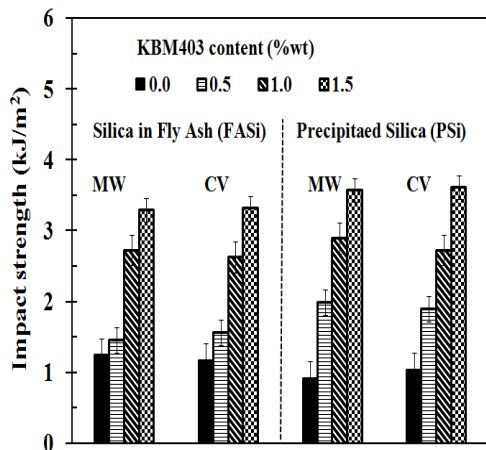


ภาพที่ 8 ความทนทานการโค้งงอกับความเข้มข้น KBM 403 ที่ใช้ในการปรับปรุงผิวเถ้าลอยหรือซิลิกา ที่ระบบคลื่นไมโครเวฟ (MW) และความร้อนปกติ (CV)

จากภาพที่ 8 แสดงผลของการปรับปรุงผิวเถ้าลอยหรือซิลิกาที่ถูกปรับปรุงด้วย KBM403 ที่ความเข้มข้นต่างๆ ต่อค่าความทนทานการโค้งงอที่ระบบคลื่นไมโครเวฟ และความร้อนปกติของวัสดุเชิงประกอบจากผลการทดลองพบว่าความทนทานการโค้งงอมีแนวโน้มที่สูงขึ้นตามความเข้มข้นของ KBM403 โดยโพลีเอสเตอร์เรซินชนิดไม่อิ่มตัวที่มีการเติมเถ้าลอย และโพลีเอสเตอร์เรซินชนิดไม่อิ่มตัวที่มีการเติมซิลิกามีแนวโน้มการเพิ่มขึ้นของความทนทานการโค้งงอที่ใกล้เคียงกัน และการเพิ่มขึ้นของความทนทานการโค้งงอพิจารณาได้ในภาพที่ 9 โดยแสดงกลไกการเสริมแรงและพันธะที่ผิวหน้าระหว่างเถ้าลอย (9a) หรือซิลิกา (9b) กับโพลีเอสเตอร์เรซินชนิดไม่อิ่มตัว โดยพันธะที่ผิวหน้าเกิดขึ้นจากการเกี่ยวพันเชิงกลของโมเลกุลระหว่างหมู่อัลคิล บน KBM403 ที่ปรับปรุงผิวหน้าของเถ้าลอยหรือซิลิกากับโพลีเอสเตอร์เรซินชนิดไม่อิ่มตัว

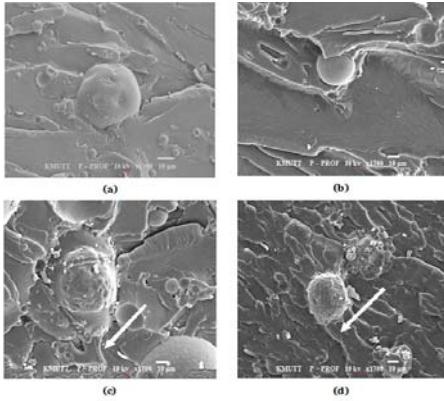


ภาพที่ 9 กลไกการเกี่ยวพันเชิงกลของโมเลกุลระหว่าง หมู่อัลคิล บนเถ้าลอยหรือซิลิกาที่ปรับปรุง ผิวหน้าโดย KBM403 กับ โพลีเอสเตอร์เรซิน ชนิดไม่อิ่มตัว (a) เถ้าลอย (b) ซิลิกา

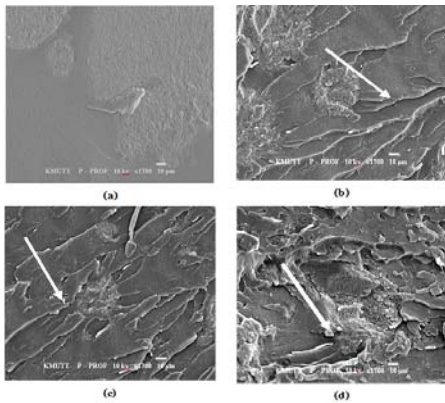


ภาพที่ 10 ความทนทานต่อการกระแทกกับความเข้มข้น KBM 403 ที่ใช้ในการปรับปรุงผิว เถ้าลอยหรือซิลิกา ที่ระบบคลื่น ไมโครเวฟ (MW) และความร้อนปกติ (CV)

จากภาพที่ 10 แสดงผลของการปรับปรุงผิว เถ้าลอยหรือซิลิกา โดยใช้ KBM403 ที่ความเข้มข้น ต่างๆ ต่อค่าความทนทานต่อการกระแทก พบว่า ความทนทานต่อการกระแทกมีแนวโน้มที่สูงขึ้นตาม ความเข้มข้นของ KBM403 ที่เพิ่มขึ้น แบบเดียวกับ ค่าความทนทานการโค้งงอ เนื่องจากเกิดอันตรกิริยา (interaction) ของเถ้าลอยกับเมตริกซ์ ดังที่กล่าวมา แล้วดังแสดงในภาพที่ 9 ซึ่งสอดคล้องกับในภาพที่ 11 แสดง โครงสร้างจุลภาคของการแตกหักชิ้นงาน โพลีเอสเตอร์เรซินชนิดไม่อิ่มตัว ที่มีการเติมเถ้าลอย ที่ผ่านการปรับปรุงผิวด้วย KBM403 ที่ความเข้มข้น ต่างๆ และผ่านการทดสอบความทนทานต่อการ กระแทก พบว่า ที่รอบอนุภาคเถ้าลอย มีเส้นการยืดตัว (elongated ductile-fractured lines) (ตามลูกศรชี้ ดังภาพที่ 11 (c), (d) ซึ่งแสดงให้เห็นว่า แรงที่มา กระทำส่วนหนึ่งถูกแบ่งไปที่รอยต่อระหว่างเฟส ของเถ้าลอย และ โพลีเอสเตอร์เรซิน ทำให้วัสดุเชิง ประกอบที่มีเติมเถ้าลอยที่ถูกปรับปรุงผิว มีการรับ – ส่งผ่านแรงที่มากระทำได้มากกว่าวัสดุเชิงประกอบที่ เติมเถ้าลอยที่ไม่มีการปรับปรุงผิว (ธนวรรณ, 2548) โดยในภาพที่ 12 แสดง โครงสร้างจุลภาคของการ แตกหักชิ้นงาน โพลีเอสเตอร์เรซินชนิดไม่อิ่มตัว ที่ม ีการเติมซิลิกาที่ผ่านการปรับปรุงผิวด้วย KBM403 ที่ ความเข้มข้นต่างๆ ซึ่งให้ผลการทดลองที่สอดคล้องกัน



ภาพที่ 11 โครงสร้างจุลภาคของการแตกหักชิ้นงานที่ผ่านการทดสอบความทนทานต่อการกระแทกของวัสดุเชิงประกอบโพลีเอสเตอร์เรซินกับเส้นใยแก้วที่ปริมาณเส้นใย 10 pph ที่ผ่านการเชื่อมโยงสายโซ่ด้วยคลื่นไมโครเวฟ ที่ความเข้มข้น KBM403 (a) 0.0 (b) 0.5 (c) 1.0 (d) 1.5% โดยน้ำหนักของเส้นใย (กำลังขยาย 1700 เท่า)



ภาพที่ 12 โครงสร้างจุลภาคของการแตกหักชิ้นงานที่ผ่านการทดสอบความทนทานต่อการกระแทกของวัสดุเชิงประกอบโพลีเอสเตอร์เรซินกับซิลิกาที่ปริมาณซิลิกา 10 pph ที่ผ่านการเชื่อมโยงสายโซ่ด้วยคลื่นไมโครเวฟ ที่ความเข้มข้น KBM403 (a) 0.0 (b) 0.5 (c) 1.0 (d) 1.5% โดยน้ำหนักของซิลิกา (กำลังขยาย 1700 เท่า)

สรุปผลการทดลอง

การศึกษาถึงสมบัติของโพลีเอสเตอร์เรซินชนิดไม่อิ่มตัวที่มีการเติมเส้นใยหรือซิลิกาที่ผ่านการเชื่อมโยงสายโซ่ ด้วยคลื่นไมโครเวฟและความร้อนปกติ และผลของการปรับปรุงผิวของเส้นใยและซิลิกาต่อสมบัติของโพลีเอสเตอร์เรซินชนิดไม่อิ่มตัว จากผลการทดลองพบว่า การเติมเส้นใยหรือซิลิกาไปเปอร์เซ็นต์การเชื่อมโยงสายโซ่เพิ่มสูงขึ้น โดยความแตกต่างของการเติมเส้นใยหรือซิลิกาเนื่องจากจำนวนหมู่ไฮดรอกซิลที่ผิวหน้า ค่ามอดูลัสค้ำค่าความทนทานต่อการกระแทก และค่าความแข็งมีค่าเพิ่มขึ้นตามปริมาณเส้นใยหรือซิลิกาที่เพิ่มขึ้น ในขณะที่ความทนทานการโค้งงอลดลงเมื่อมีการเติมเส้นใยหรือซิลิกา แต่เมื่อปริมาณเส้นใยหรือซิลิกาเพิ่มขึ้น ค่าความทนทานการโค้งงอมีค่าใกล้เคียงกัน โดยที่สมบัติเชิงกลของวัสดุเชิงประกอบโพลีเอสเตอร์เรซินชนิดไม่อิ่มตัวกับเส้นใยหรือซิลิกามีค่าสูงขึ้น เมื่อทำการปรับปรุงผิวเส้นใยหรือซิลิกาด้วย KBM403

กิตติกรรมประกาศ

ขอขอบคุณทุนพัฒนาศักยภาพในการทำงานวิจัยของอาจารย์รุ่นใหม่สำนักงานคณะกรรมการการอุดมศึกษา (สกอ.) และสำนักงานกองทุนสนับสนุนการวิจัย(สกว.) โดยมีสัญญาเลขที่ MRG5080384 ที่สนับสนุนเงินทุนในการดำเนินงานวิจัย

เอกสารอ้างอิง

- ดาวเดือน อางองค์. 2546. “วัสดุจากคลื่นไมโครเวฟ”,
วารสารศูนย์เทคโนโลยีโลหะและวัสดุแห่งชาติ –
เทคโนโลยีวัสดุ. มกราคม – มีนาคม. หน้า 13-17.
- ชนวรรณ เชาวสกุ. 2548. การศึกษาสมบัติของวัสดุเชิง
ประกอบอีพอกซีกับเถ้าลอยเป็นสารตัวเติมที่ผ่าน
การเชื่อมโยงสายโซ่ด้วยคลื่นไมโครเวฟ.
วิทยานิพนธ์ปริญญาวิศวกรรมศาสตรมหาบัณฑิต
สาขาเทคโนโลยีวัสดุ คณะพลังงานสิ่งแวดล้อมและ
วัสดุ มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีพระจอมเกล้าธนบุรี.
- Zhou, S. and Hawley, C. M. 2003. A study of microwave
reaction rate enhancement effect in adhesive
bonding of polymers and composites. *Compos.
Struct.* 61(4): 303-309.
- Thongsang, S. and Sombatsompop, N. 2007.
Reinforcement of natural rubber with fly ash
from different local sources. *Suranaree J.
Sci. Technol.* 14(1): 77-89.
- Margit, H., zsef Karger-Kocsis, J. and Marco, H. 2007.
Influence of fillers and additives on the cure kinetics
of an epoxy/anhydride resin. *Eur. Polym. J.* 43(4):
1168–1178.
- Dariusz Bogdal. 1998. Microwave–assisted organic
synthesis : one hundred reaction procedures.
Tetrahedron Organic Chemistry Series, 25: 13-21.
- Rahmat, A.R., Heatley, F. and Day, R. J. 2003.
Comparison of microwave and thermal cure of
unsaturated polyester resin. *Plast. Rubb. Compos.*
32(6): 257-264.
- Thongsang, S. and Sombatsompop, N. 2007. Dynamic
rebound properties of NR compounds filled with fly
ash particles and precipitated silica. *J. Macromol.
Sci. Part B: Physics.* 46(4): 825-840.
- Paramjit, S., Anupama, K. and Kirandeep. 2006.
Mechanical and transport properties of colloidal
silica–unsaturated polyester composites. *J. Reinf.
Plast. Compos.* 25(2): 119 – 140.