



การเตรียมและสมบัติของวัสดุคอมพอสิตพอลิเอไมด์ 11 ที่เสริมแรงด้วยเม็ดแก้วกลาง



โดย
นางสาวธณิศา แสร้งภู

วิทยานิพนธ์นี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรวิศวกรรมศาสตรมหาบัณฑิต
สาขาวิชาวิทยาการและวิศวกรรมพอลิเมอร์ แผน ก แบบ ก 2 ระดับปริญญามหาบัณฑิต

ภาควิชาวิทยาการและวิศวกรรมวัสดุ

บัณฑิตวิทยาลัย มหาวิทยาลัยศิลปากร

ปีการศึกษา 2561

ลิขสิทธิ์ของบัณฑิตวิทยาลัย มหาวิทยาลัยศิลปากร

การเตรียมและสมบัติของวัสดุคอมพอสิตพอลิเอไมต์ 11 ที่เสริมแรงด้วยเม็ดแก้วกลาง



วิทยานิพนธ์นี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรวิศวกรรมศาสตรมหาบัณฑิต
สาขาวิชาวิทยาการและวิศวกรรมพอลิเมอร์ แผน ก แบบ ก 2 ระดับปริญญามหาบัณฑิต

ภาควิชาวิทยาการและวิศวกรรมวัสดุ

บัณฑิตวิทยาลัย มหาวิทยาลัยศิลปากร

ปีการศึกษา 2561

ลิขสิทธิ์ของบัณฑิตวิทยาลัย มหาวิทยาลัยศิลปากร

PREPARATION AND PROPERTIES OF HOLLOW GLASS MICROSPHERES
REINFORCED POLYAMIDE 11 COMPOSITES



By
MISS Thanisa SEAPHU

A Thesis Submitted in Partial Fulfillment of the Requirements
for Master of Engineering (POLYMER SCIENCE AND ENGINEERING)

Department of MATERIALS SCIENCE AND ENGINEERING

Graduate School, Silpakorn University

Academic Year 2018

Copyright of Graduate School, Silpakorn University

หัวข้อ	การเตรียมและสมบัติของวัสดุคอมพอสิตพอลิเอไมด์ 11 ที่เสริมแรงด้วยเม็ดแก้วกลาง
โดย	ธณิศา แสร้งภู
สาขาวิชา	วิทยาการและวิศวกรรมพอลิเมอร์ แผนก ก แบบ ก 2 ระดับปริญญา มหาบัณฑิต
อาจารย์ที่ปรึกษาหลัก	รองศาสตราจารย์ ดร. ณิชฎกานัญ หงส์ศรีพันธ์

บัณฑิตวิทยาลัย มหาวิทยาลัยศิลปากร ได้รับพิจารณาอนุมัติให้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรวิศวกรรมศาสตรมหาบัณฑิต

..... คณบดีบัณฑิตวิทยาลัย
(รองศาสตราจารย์ ดร. จุไรรัตน์ นันทานิช)

พิจารณาเห็นชอบโดย

..... ประธานกรรมการ
(ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร. บุศรินทร์ เข้มปะบุตร)

..... อาจารย์ที่ปรึกษาหลัก
(รองศาสตราจารย์ ดร. ณิชฎกานัญ หงส์ศรีพันธ์)

..... ผู้ทรงคุณวุฒิภายนอก
(รองศาสตราจารย์ ดร. จุฑารัตน์ ปรีชญาวรรการ)

59402204 : วิทยาการและวิศวกรรมพอลิเมอร์ แผน ก แบบ ก 2 ระดับปริญญาโท

คำสำคัญ : พอลิเอไมด์ 11, เม็ดแก้วกลาง, สารเชื่อมประสานไซเลน

นางสาว ธนิตา แสร้งภู: การเตรียมและสมบัติของวัสดุคอมพอสิตพอลิเอไมด์ 11 ที่เสริมแรงด้วยเม็ดแก้วกลาง อาจารย์ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์ : รองศาสตราจารย์ ดร. ญัฐกาญจน์ หงส์ศรีพันธ์

งานวิจัยนี้เป็นการเตรียมคอมพอสิตระหว่างพอลิเอไมด์ 11 (PA11) กับเม็ดแก้วกลาง (HGM) ที่มีการใช้สารเชื่อมประสานไซเลนเพื่อเพิ่มความเข้ากันได้ โดยแบ่งออกเป็น 2 ส่วน คือ ส่วนที่ 1 เป็นการศึกษาผลของชนิดและปริมาณของไซเลน 3 ชนิดคือ 3-(aminopropyl)trimethoxysilane (APTMS), 3-(glycidylxypropyl)trimethoxysilane (GPTMS) และ 3-(trimethoxysilyl)propyl methacrylate (MPTMS) โดยใช้ปรับปรุง HGM ในคอมพอสิต PA11/HGM ที่ผสม HGM ปริมาณคงที่ที่ 6 phr และในส่วนที่ 2 เป็นการศึกษาผลของปริมาณ HGM ที่ปรับปรุงด้วยไซเลนที่เหมาะสมจากตอนที่ 1 ที่มีต่อสมบัติต่างๆ ของคอมพอสิต PA11/HGM จากผลการศึกษาพบว่าคอมพอสิตที่เติม HGM ที่ปรับปรุงด้วยไซเลนทั้งสามชนิดมีเสถียรภาพทางความร้อนที่สูงขึ้น และทำให้ค่า T_g ($\tan\delta$) ของ PA11 เพิ่มขึ้นจากการเชื่อมประสานที่ดีขึ้นซึ่งยืนยันได้จากภาพ SEM ความเหนียวเชิงซ้อนของคอมพอสิตมีค่าต่ำลงเมื่อเติม HGM ที่ปรับปรุงด้วยไซเลน เนื่องจากไซเลนช่วยในการเคลื่อนผ่านกันของสายโซ่พอลิเอไมด์ 11 และช่วยเพิ่มปริมาณผลึกให้แก่ PA11 แต่ผนังที่บางของ HGM ส่งผลให้คอมพอสิตมี Elongation at break และ Impact strength ลดลง คอมพอสิตที่เติม HGM ปรับปรุงด้วย MPTMS มีความแข็งแรงที่ดีที่สุด รองลงมาคือ APTMS และ GPTMS ตามลำดับ ดังนั้นการปรับปรุง HGM ด้วย MPTMS มีความเหมาะสมในงานวิจัยขั้นต่อไป จากผลการศึกษาพบว่าเมื่อเพิ่ม ปริมาณ HGM จาก 3 เป็น 6 และ 10 phr ทำให้เกิดการรวมกลุ่มกันของ HGM มากขึ้นในคอมพอสิต ปริมาณ HGM ที่เพิ่มขึ้นทำให้ความเหนียวเชิงซ้อน, Young's modulus และ Tensile strength at yield ของคอมพอสิตมีค่าเพิ่มขึ้น ในขณะที่ค่า Elongation at break, Impact strength และค่าคงที่ไดอิลีกทริกมีค่าลดลง ทั้งนี้ ความหนาแน่นของคอมพอสิตมีค่าลดลงเมื่อเติม HGM ลงในคอมพอสิตในปริมาณที่มากขึ้น

59402204 : Major (POLYMER SCIENCE AND ENGINEERING)

Keyword : Polyamide 11, Hollow glass microspheres, Silane coupling agent

MISS THANISA SEAPHU : PREPARATION AND PROPERTIES OF HOLLOW GLASS MICROSPHERES REINFORCED POLYAMIDE 11 COMPOSITES THESIS ADVISOR : ASSOCIATE PROFESSOR NATTAKARN HONGSRIPHAN, D.Eng.

This research aimed to study the preparation of silane treated hollow glass microspheres (HGMs) reinforced polyamide 11 (PA11) composites, which the research was divided into two parts. The first part studied effect of silane types and silane content namely 3-(aminopropyl)trimethoxysilane (APTMS), 3-(glycidylloxypropyl)trimethoxy silane (GPTMS) and 3-(trimethoxysilyl)propyl methacrylate (MPTMS) which used to treat HGMs in the PA11/HGM composite adding a fixed content of HGMs at 6 phr. The second part studied effect of HGMs content treated with the suitable silane type from the first part on properties of PA11/HGM composites. The results showed that the treated HGMs with these silanes improved thermal stability and increased T_g ($\tan\delta$) of the PA11 matrix because of good interfacial bonding between the PA11 matrix and the treated HGMs as shown in SEM micrographs. The complex viscosities of the composite decreased in the treated HGMs composites resulting chain slippage enhancement from silane. HGMs increased the degree of crystallinity whereas elongation at break and impact strength were decreased owing to thin wall of HGMs. The treated HGMs composites using the MPTMS showed the best rigidity followed by APTMS and GPTMS, respectively. Therefore, MPTMS was chosen to treat on HGMs in the next part. The agglomeration of HGMs took place when increasing HGMs content from 3 to 6 and 10 phr. There was also increasing of complex viscosities, Young's modulus and tensile strength at yield in composites, whereas elongation at break, impact strength, and dielectric constant. In addition, densities of composites decreased when adding higher content of HGMs content.

กิตติกรรมประกาศ

วิทยานิพนธ์เรื่อง การเตรียมและสมบัติของวัสดุคอมพอสิตพอลิเอไมด์ 11 ที่เสริมแรงด้วยเม็ดแก้วกลวง สามารถสำเร็จลุล่วงไปด้วยดี ผู้วิจัยต้องขอกราบขอบพระคุณ อาจารย์ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์ รองศาสตราจารย์ ดร.ณัฐกาญจน์ หงส์ศรีพันธ์ ผู้คอยให้คำปรึกษา ชี้แนะแนวทางในการดำเนินงานวิจัย และการวิเคราะห์ผลการวิจัย อีกทั้งยังสละเวลาในการตรวจสอบแก้ไขข้อบกพร่องของวิทยานิพนธ์อย่างละเอียดถี่ถ้วน

ขอขอบพระคุณผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.บุศรินทร์ เข้มพะปะบุตร และรองศาสตราจารย์ ดร. จุฑารัตน์ ปรัชญาวรรการ ที่สละเวลาในการสอบวิทยานิพนธ์ เสนอแนะและแก้ไขข้อบกพร่องต่าง ๆ ของวิทยานิพนธ์ฉบับนี้

ขอขอบคุณคณาจารย์ภาควิชาการและวิศวกรรมวัสดุ คณะวิศวกรรมศาสตร์และเทคโนโลยีอุตสาหกรรม มหาวิทยาลัยศิลปากร ที่อบรมสั่งสอน และมอบความรู้ด้านวิชาการ จนผู้วิจัยสามารถดำเนินงานวิจัยได้จนเสร็จสมบูรณ์ ขอขอบคุณภาควิชาวิทยาการและวิศวกรรมวัสดุ คณะวิศวกรรมศาสตร์และเทคโนโลยีอุตสาหกรรม มหาวิทยาลัยศิลปากร ที่สนับสนุนทุนในการดำเนินงานวิจัย รวมทั้งสถานที่และเครื่องมือวิเคราะห์ต่างๆ ขอขอบคุณคุณพินิจ เจียนระลึก นักวิทยาศาสตร์ประจำภาควิชา ที่คอยอำนวยความสะดวกทางด้านการจัดหาวัสดุอุปกรณ์และสารเคมี ขอขอบคุณคุณไพโรจน์ ตั้งศุภธวัช วิศวกรประจำภาควิชาที่คอยให้ความช่วยเหลือทางด้านเครื่องมือและเครื่องจักร และขอบคุณเจ้าหน้าที่ภาควิชาทุกท่าน ที่คอยอำนวยความสะดวกในการติดต่อประสานงานทุกด้านจนกระทั่งวิทยานิพนธ์นี้เสร็จสมบูรณ์

ขอขอบคุณบริษัท 3 เอ็ม ประเทศไทย จำกัด ที่ให้ความอนุเคราะห์เม็ดแก้วกลวงมาใช้ในการวิจัยนี้

ขอขอบคุณ นางสาวมารินทร์ เข้มพะปะบุตร ศิษย์เก่าผู้สำเร็จการศึกษาระดับปริญญาตรี ภาควิชาวิทยาการและวิศวกรรมวัสดุ คณะวิศวกรรมศาสตร์และเทคโนโลยีอุตสาหกรรม มหาวิทยาลัยศิลปากร ที่คอยผลักดัน คอยให้กำลังใจและคอยช่วยเหลือผู้วิจัยในทุกๆด้าน

สุดท้ายนี้ขอขอบพระคุณบิดา มารดา ที่ให้การอุปการะ อบรมสั่งสอน สนับสนุนด้านการศึกษา และให้กำลังใจแก่ผู้วิจัยมาโดยตลอด

ธณิศา แสร้งภู

สารบัญ

	หน้า
บทคัดย่อภาษาไทย.....	ง
บทคัดย่อภาษาอังกฤษ.....	จ
กิตติกรรมประกาศ.....	ฉ
สารบัญ.....	ช
สารบัญตาราง.....	ญ
สารบัญภาพ.....	ฎ
บทที่ 1 บทนำ.....	1
1.1 ความเป็นมาและความสำคัญของปัญหา.....	1
1.2 วัตถุประสงค์ของการวิจัย.....	3
1.3 ขอบเขตและข้อจำกัดของการวิจัย.....	3
1.4 ขั้นตอนดำเนินงานวิจัยโดยสรุป.....	3
1.5 ประโยชน์ที่ได้รับ.....	5
บทที่ 2 วรรณกรรมที่เกี่ยวข้อง.....	6
2.1 วัสดุคอมพอสิต.....	6
2.2 พลาสติกชีวภาพ (Bioplastics).....	9
2.3 พอลิเอไมด์ 11 (Polyamide 11, PA11).....	10
2.4 เม็ดแก้วกลวง (Hollow glass microspheres, HGMs).....	14
2.5 การปรับปรุงพื้นผิวด้วยสารเชื่อมประสานไซเลน.....	15
2.6 งานวิจัยที่เกี่ยวข้อง.....	17
บทที่ 3 วิธีดำเนินงานวิจัย.....	32
3.1 สารเคมีที่ใช้ในงานวิจัย.....	32

3.2 เครื่องผสมและขึ้นรูป.....	32
3.3 เครื่องมือวิเคราะห์.....	32
3.4 วิธีการวิจัย.....	33
บทที่ 4 ผลการทดลองและวิจารณ์ผลการทดลอง.....	44
4.1 ศึกษาผลของชนิดและปริมาณของสารเชื่อมประสานโซเลนต่อความเข้ากันได้และสมบัติต่างๆของคอมพอสิตพอลิเอไมด์ 11 ที่เสริมแรงด้วยเม็ดแก้วกลาง.....	44
4.1.1 การพิสูจน์เอกลักษณ์และศึกษาลักษณะทางสัณฐานวิทยาของเม็ดแก้วกลาง.....	44
4.1.2 การพิสูจน์เอกลักษณ์ของคอมพอสิต.....	47
4.1.3 ศึกษาเสถียรภาพทางความร้อนของคอมพอสิต.....	52
4.1.4 ศึกษาสมบัติทางความร้อนของคอมพอสิต.....	54
4.1.5 ศึกษาสมบัติเชิงกลแบบพลวัต.....	56
4.1.6 ศึกษาสมบัติการไหลของคอมพอสิต.....	59
4.1.7 ศึกษาสมบัติเชิงกลของคอมพอสิต.....	61
4.2 ศึกษาผลของปริมาณเม็ดแก้วกลางที่ผ่านการปรับปรุงพื้นผิวต่อสมบัติต่างๆของคอมพอสิตพอลิเอไมด์ 11.....	68
4.2.1 การศึกษาลักษณะทางสัณฐานวิทยาของคอมพอสิต.....	68
4.2.2 ศึกษาสมบัติการไหลของคอมพอสิต.....	70
4.2.3 ศึกษาสมบัติเชิงกลของคอมพอสิต.....	71
4.2.4 ศึกษาความหนาแน่นของคอมพอสิต.....	77
4.2.5 ศึกษาสมบัติทางไฟฟ้าของคอมพอสิต.....	78
บทที่ 5 สรุปผลวิจัยและข้อเสนอแนะ.....	81
5.1 สรุปผลงานวิจัย.....	81
5.1.1 ศึกษาผลของชนิดและปริมาณของสารเชื่อมประสานโซเลนต่อสมบัติต่างๆของคอมพอสิตพอลิเอไมด์ 11 ที่เสริมแรงด้วยเม็ดแก้วกลาง.....	81

5.1.2 ศึกษาผลของปริมาณเม็ดแก้วกลวงที่ผ่านการปรับปรุงพื้นผิวต่อสมบัติต่างๆของคอมพอสิตพอลิเอไมด์ 11..... 82

5.2 ข้อเสนอแนะ..... 83

รายการอ้างอิง..... 84

ภาคผนวก..... 89

 ภาคผนวก ก ข้อมูลและผลการทดสอบสมบัติต่างๆ 90

 ภาคผนวก ข ตัวอย่างการคำนวณ..... 110

 ภาคผนวก ค การนำเสนอผลงานวิจัย..... 112

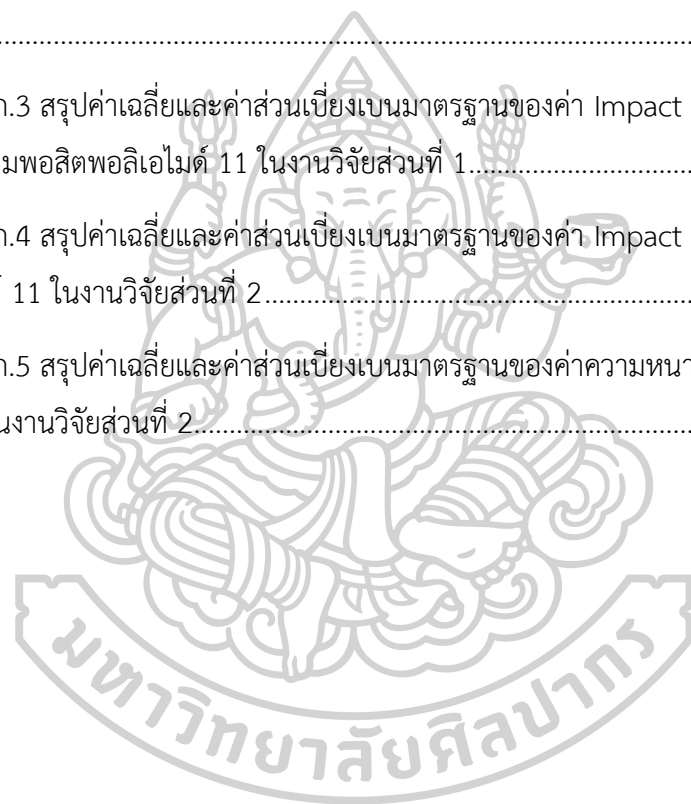
ประวัติผู้เขียน..... 125



สารบัญตาราง

	หน้า
ตารางที่ 2.1 แสดงสมบัติเชิงกลและสมบัติอื่นๆของพอลิเอไมด์แต่ละชนิด[11]	12
ตารางที่ 2.2 สมบัติต่างๆ ของเม็ดแก้วกลวงเกรด iM30K[13]	15
ตารางที่ 2.3 แสดงสมบัติทางกายภาพของ HGMs[18].....	18
ตารางที่ 2.4 ค่าพารามิเตอร์ต่างๆที่ได้จากการทดสอบ TGA ของคอมพอสิต PBS[18].....	20
ตารางที่ 2.5 แสดงอัตราส่วนของวัสดุคอมพอสิต[19]	21
ตารางที่ 2.6 แสดงอุณหภูมิ T_g และ Storage modulus ของวัสดุคอมพอสิตที่ปริมาณการเติม HGM ต่างๆ[20]	23
ตารางที่ 2.7 แสดงสมบัติเชิงกลของไนลอน 6 ที่เติมเส้นใยแก้ว 15%wt	25
ตารางที่ 2.8 แสดงสมบัติเชิงกลของไนลอน 6 ที่เติมเส้นใยแก้ว 30%wt[7].....	25
ตารางที่ 2.9 แสดงสมบัติเชิงกลของ PLLA และคอมพอสิต PLLA[23].....	28
ตารางที่ 2.10 แสดงสมบัติเชิงกลของคอมพอสิต PF[24].....	29
ตารางที่ 3.1 แสดงสัดส่วนการผสมเม็ดแก้วกลวงกับพอลิเอไมด์ 11 และปริมาณไซเลนที่ใช้ในส่วนที่ 1	35
ตารางที่ 3.2 แสดงสัดส่วนการผสมเม็ดแก้วกลวงกับพอลิเอไมด์ 11 และปริมาณไซเลนที่ใช้ในส่วนที่ 2	42
ตารางที่ 4.1 แสดงเสถียรภาพทางความร้อนของ neat PA11 และคอมพอสิตพอลิเอไมด์ 11 ที่ได้จากเทคนิค TGA.....	53
ตารางที่ 4.2 แสดงสมบัติทางความร้อนของ neat PA11 และคอมพอสิตพอลิเอไมด์ 11 ที่ได้จากเทคนิค DSC.....	55
ตารางที่ 4.3 แสดงข้อมูลพิกัด $\tan\delta$ ของ neat PA11 และคอมพอสิตพอลิเอไมด์11.....	59
ตารางที่ 4.4 แสดงความหนาแน่นของคอมพอสิตหลังจากเติมเม็ดแก้วกลวง	77

ตารางที่ 4.5 แสดงค่าคงที่ไดอิเล็กทริก (ϵ_r) ของ neatPA11 และคอมพอสิตที่ความถี่ 10^5 และ 10^6 เฮิรตซ์	80
ตารางผนวก ก.1 สรุปค่าเฉลี่ยและค่าส่วนเบี่ยงเบนมาตรฐานของค่า Young's modulus, Tensile strength at yield และ Elongation at break ของ neat PA11 และคอมพอสิตพอลิเอไมด์ 11 ในงานวิจัยส่วนที่ 1.....	104
ตารางผนวก ก.2 สรุปค่าเฉลี่ยและค่าส่วนเบี่ยงเบนมาตรฐานของค่า Young's modulus, Tensile strength at yield และ Elongation at break ของคอมพอสิตพอลิเอไมด์ 11 ในงานวิจัยส่วนที่ 2	104
ตารางผนวก ก.3 สรุปค่าเฉลี่ยและค่าส่วนเบี่ยงเบนมาตรฐานของค่า Impact strength ของ neat PA11 และคอมพอสิตพอลิเอไมด์ 11 ในงานวิจัยส่วนที่ 1.....	105
ตารางผนวก ก.4 สรุปค่าเฉลี่ยและค่าส่วนเบี่ยงเบนมาตรฐานของค่า Impact strength ของ คอมพอสิตพอลิเอไมด์ 11 ในงานวิจัยส่วนที่ 2	105
ตารางผนวก ก.5 สรุปค่าเฉลี่ยและค่าส่วนเบี่ยงเบนมาตรฐานของค่าความหนาแน่นของคอมพอสิตพอลิเอไมด์ 11 ในงานวิจัยส่วนที่ 2.....	106



สารบัญภาพ

	หน้า
ภาพที่ 2.1 แสดงการจำแนกประเภทของวัสดุเชิงประกอบตามชนิดของเมทริกซ์และ	8
ภาพที่ 2.2 แสดงการแยกประเภทของพลาสติกชีวภาพจากวัสดุที่ใช้ผลิตและความสามารถในการย่อยสลายทางชีวภาพ[9]	9
ภาพที่ 2.3 โครงสร้างทางเคมีของพอลิเอไมด์ 11.....	11
ภาพที่ 2.4 การสังเคราะห์กรด ω -aminoundecanoic จากน้ำมันละหุ่ง[2].....	11
ภาพที่ 2.5 ความสามารถในการดูดความชื้นของพอลิเอไมด์ชนิดต่างๆ[11].....	12
ภาพที่ 2.6 ลักษณะของเม็ดแก้วกลาง[12].....	14
ภาพที่ 2.7 โครงสร้างทั่วไปของสารเชื่อมประสานไซเลน[14].....	15
ภาพที่ 2.8 การเกิดปฏิกิริยาของสารเชื่อมประสานไซเลนกับหมู่ไฮดรอกซิลของสารตัวเติมผ่านปฏิกิริยาไฮโดรไลซิส[15]	16
ภาพที่ 2.9 แสดงความสัมพันธ์ระหว่างความหนืดเชิงซ้อน (η^*) กับความถี่เชิงมุม (ω) ของ neat PP และคอมพอสิต[17]	17
ภาพที่ 2.10 แสดง Stress - Strain ของคอมพอสิต PBS/HGM (a)PBS, (b)PBS/HGM-05, (c)PBS/HGM-10, (d)PBS/HGM-15 และ (e)PBS/HGM-20[18].....	18
ภาพที่ 2.11 แสดงค่า Impact strength ของวัสดุคอมพอสิต[18].....	19
ภาพที่ 2.12 แสดงค่า (a) Storage modulus และ (b) Complex viscosity ที่ความถี่ต่างๆของ PBS และ PBS/HGM คอมพอสิตที่เติม HGM ปริมาณต่างๆ[18].....	19
ภาพที่ 2.13 แสดงความสัมพันธ์ระหว่าง T_g และปริมาณของ HGM[19].....	21
ภาพที่ 2.14 แสดงภาพพื้นผิวที่แตกหักของวัสดุคอมพอสิต จากการทดสอบด้วยเทคนิคSEM[19]... 22	
ภาพที่ 2.15 แสดงความสัมพันธ์ระหว่างค่าสัมประสิทธิ์การนำความร้อนและปริมาณของ HGM[19]22	
ภาพที่ 2.16 แสดงความสัมพันธ์ระหว่างค่า Dielectric constant กับความถี่ของวัสดุคอมพอสิตที่ปริมาณการเติม HGM ต่างๆ[20].....	24

ภาพที่ 2.17 แสดงผลของ HGM ต่อความหนาแน่นของวัสดุคอมพอสิต HDPE[21].....	26
ภาพที่ 2.18 แสดงความสัมพันธ์ของค่า Storage modulus และอุณหภูมิจากวัสดุคอมพอสิต HDPE ที่เสริมแรงด้วย HGM ที่ปริมาณต่างๆ (a) ไม่มีการเติม และ(b) เติม PE-g-MAH[21].....	26
ภาพที่ 2.19 แสดงพื้นผิวการแตกหักของ (a) PLLA ที่เติม HGM ที่ไม่ผ่านการปรับปรุงพื้นผิว และ (b) PLLA ที่เติม HGM ที่ผ่านการปรับปรุงพื้นผิว[23].....	28
ภาพที่ 2.20 แสดงกลไกการปรับปรุงพื้นผิว HGM ของสารเชื่อมประสานไซเลนแต่ละชนิด[24].....	29
ภาพที่ 2.21 แสดงลักษณะทางสัณฐานวิทยาบริเวณผิวน้ำระหว่าง HGM และ PF (a) PF/pristine HGM, (b) PF/HGM-APTES, (c) PF/HGM-GA, (d) PF/HGM-NDZ311และ (e) PF/HGM-APTES-GA[24].....	30
ภาพที่ 2.22 (a) แสดงค่า Storage modulus และ (b) $\tan\delta$ ของ neat PF และคอมพอสิต PF ที่อุณหภูมิต่างๆ[24].....	31
ภาพที่ 3.1 เครื่องอินฟราเรด สเปกโตรมิเตอร์.....	34
ภาพที่ 3.2 กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM).....	34
ภาพที่ 3.3 เครื่องอัดรีดแบบสกรูคู่ (Co-rotating twin-screw extruder).....	36
ภาพที่ 3.4 เครื่องทดสอบสมบัติเชิงกลแบบทั่วไป (Universal testing machine).....	37
ภาพที่ 3.5 เครื่องทดสอบการกระแทก (Impact tester).....	38
ภาพที่ 3.6 เครื่อง Dynamic Mechanical Analyzer (DMA)[25].....	38
ภาพที่ 3.7 เครื่อง Rotational rheometer.....	39
ภาพที่ 3.8 เครื่อง Differential Scanning Calorimeter (DSC).....	40
ภาพที่ 3.9 เครื่อง Thermogravimetric Analyzer (TGA).....	40
ภาพที่ 3.10 แสดงแผนผังวิธีการวิจัยส่วนที่ 1 โดยสรุป.....	41
ภาพที่ 3.11 เครื่อง Precision Impedance Analyzer.....	42
ภาพที่ 3.12 แสดงแผนผังวิธีการวิจัยส่วนที่ 2 โดยสรุป.....	43
ภาพที่ 4.1 แสดง FTIR สเปกตรัมของเม็ดแก้วกลวง (HGM), เม็ดแก้วกลวงที่ปรับปรุงพื้นผิวด้วยไฮเดียมไฮดรอกไซด์ (HGM/NaOH), APTMS (HGMA), GPTMS (HGMG) และ MPTMS (HGMM)45	

ภาพที่ 4.2 แสดงพื้นผิวของ (a) เม็ดแก้วกลาง (HGM), เม็ดแก้วกลางที่ปรับปรุงพื้นผิวด้วย (b)โซเดียม	46
.....	
ภาพที่ 4.3 แสดงปฏิกิริยาและอันตรกิริยาที่เกิดขึ้นระหว่างหมู่ปลายสายโซ่ของพอลิเอไมด์ 11 และหมู่	
ฟังก์ชันของสารเชื่อมประสานไซเลนชนิด (a) APTMS (b) GPTMS และ (c) MPTMS ที่ผิวเม็ดแก้ว	
กลาง.....	48
ภาพที่ 4.4 แสดง FTIR สเปกตรัมของ neat PA11 และคอมพอสิตพอลิเอไมด์ 11	48
ภาพที่ 4.5 แสดงพื้นผิวการแตกหักของคอมพอสิตพอลิเอไมด์ 11ที่ได้จากการจุ่มแช่ไนโตรเจนเหลว ที่	
กำลังขยาย 300 และ 3,000 เท่า	50
ภาพที่ 4.6 แสดงกราฟ TGA thermogram ของ neat PA11 และคอมพอสิตพอลิเอไมด์ 11	52
ภาพที่ 4.7 แสดง DSC thermogram ในขั้นตอนการเย็นตัวของ neat PA11 และ คอมพอสิตพอลิเอ	
ไมด์ 11.....	55
ภาพที่ 4.8 แสดง DSC thermogram ในขั้นตอนให้ความร้อนครั้งที่สองของ neat PA11 และ คอม	
พอสิตพอลิเอไมด์ 11	56
ภาพที่ 4.9 แสดงกราฟความสัมพันธ์ระหว่างค่า Storage modulus (E') กับอุณหภูมิของ neat	
PA11 และคอมพอสิตพอลิเอไมด์ 11.....	58
ภาพที่ 4.10 แสดงกราฟความสัมพันธ์ระหว่างค่า $\tan\delta$ กับอุณหภูมิของ neat PA11 และ คอมพ	
อสิตพอลิเอไมด์ 11	58
ภาพที่ 4.11 แสดงกราฟความสัมพันธ์ระหว่างค่าความหนืดเชิงซ้อน (η^*) และค่าความถี่เชิงมุม (ω)	
ของ neat PA11 และคอมพอสิตพอลิเอไมด์ 11	59
ภาพที่ 4.12 แสดงกราฟความสัมพันธ์ระหว่างค่าความหนืดเชิงซ้อน (η^*) และค่าความถี่เชิงมุม (ω)	
ของและคอมพอสิตพอลิเอไมด์ 11.....	61
ภาพที่ 4.13 แสดงกราฟความสัมพันธ์ระหว่างความเค้นและความเครียดของ neat PA11 และ คอม	
พอสิตพอลิเอไมด์ 11	62
ภาพที่ 4.14 แสดงค่า Young's modulus ของ neat PA11 และคอมพอสิตพอลิเอไมด์ 11.....	62
ภาพที่ 4.15 แสดงค่า Tensile strength at yield ของ neat PA11 และคอมพอสิตพอลิเอไมด์ 11	
.....	63

ภาพที่ 4.16 แสดงค่า Elongation at break ของ neat PA11 และคอมพอสิตพอลิเอไมด์ 11.....	63
ภาพที่ 4.17 แสดงภาพพื้นผิวการแตกหักของชิ้นงานหลังจากการทดสอบการดึงยึดของ (a) PA11/HGM6, (b) PA11/HGM6A3, (c) PA11/HGM6G3 และ (d) PA11/HGM6M3 ที่กำลังขยาย 1500 เท่า.....	65
ภาพที่ 4.18 แสดงค่า Impact strength ของ neat PA11 และคอมพอสิตพอลิเอไมด์ 11	66
ภาพที่ 4.19 แสดงภาพพื้นผิวการแตกหักของคอมพอสิตพอลิเอไมด์ 11 ที่ได้จากการจุ่มแช่ใน ไนโตรเจนเหลวที่กำลังขยาย 300 เท่า	69
ภาพที่ 4.20 แสดงกราฟความสัมพันธ์ระหว่างค่าความหนืดเชิงซ้อน (η^*) และค่าความถี่เชิงมุม (ω) ของคอมพอสิตพอลิเอไมด์ 11 ที่เติมเม็ดแก้วลงในปริมาณต่างๆ.....	70
ภาพที่ 4.21 แสดงค่า Young's modulus ของคอมพอสิตพอลิเอไมด์ 11 ที่เติมเม็ดแก้วลงใน ปริมาณต่างๆ.....	72
ภาพที่ 4.22 แสดงค่า Tensile strength at yield ของคอมพอสิตพอลิเอไมด์ 11 ที่เติมเม็ดแก้วลงใน ปริมาณต่างๆ.....	72
ภาพที่ 4.23 แสดงค่า Elongation at break ของคอมพอสิตพอลิเอไมด์ 11 ที่เติมเม็ดแก้วลงใน ปริมาณต่างๆ.....	73
ภาพที่ 4.24 แสดงภาพพื้นผิวการแตกหักของชิ้นงานหลังจากการทดสอบการดึงยึดของ (a) PA11/HGM3, (b) PA11/HGM3M3, (c) PA11/HGM6, (d) PA11/HGM6M3, (e) PA11HGM10 และ (f) PA11HGM10M3 ที่กำลังขยาย 1500 เท่า.....	75
ภาพที่ 4.25 แสดงค่า Impact strength ของคอมพอสิตพอลิเอไมด์ 11 ที่เติมเม็ดแก้วลงใน ปริมาณต่างๆ.....	76
ภาพที่ 4.26 แสดงกราฟความสัมพันธ์ระหว่างค่าคงที่ไดอิล็กทริกและค่าความถี่ของคอมพอสิต พอลิ เอไมด์ 11 ที่เติมเม็ดแก้วลงในปริมาณต่างๆ.....	78
ภาพผนวก ก. 1 FTIR spectra ของ HGM.....	91
ภาพผนวก ก. 2 FTIR spectra ของ HGM/NaOH.....	91
ภาพผนวก ก. 3 FTIR spectra ของ HGMA.....	92
ภาพผนวก ก. 4 FTIR spectra ของ HGMG	92

ภาพผนวก ก. 5 FTIR spectra ของ HGMM.....	93
ภาพผนวก ก. 6 FTIR spectra ของ neat PA11	93
ภาพผนวก ก. 7 FTIR spectra ของ PA11/HGM6	94
ภาพผนวก ก. 8 FTIR spectra ของ PA11/HGM6A5	94
ภาพผนวก ก. 9 FTIR spectra ของ PA11/HGM6G5	95
ภาพผนวก ก. 10 FTIR spectra ของ PA11/HGM6M5	95
ภาพผนวก ก. 11 DSC thermogram ของ neat PA11	96
ภาพผนวก ก. 12 DSC thermogram ของ PA11/HGM6	96
ภาพผนวก ก. 13 DSC thermogram ของ PA11/HGM6A3	97
ภาพผนวก ก. 14 DSC thermogram ของ PA11/HGM6A5	97
ภาพผนวก ก. 15 DSC thermogram ของ PA11/HGM6G3	98
ภาพผนวก ก. 16 DSC thermogram ของ PA11/HGM6G5	98
ภาพผนวก ก. 17 DSC thermogram ของ PA11/HGM6M3.....	99
ภาพผนวก ก. 18 DSC thermogram ของ PA11/HGM6M5.....	99
ภาพผนวก ก. 19 TGA thermogram ของ neat PA11	100
ภาพผนวก ก. 20 TGA thermogram ของ PA11/HGM6	100
ภาพผนวก ก. 21 TGA thermogram ของ PA11/HGM6A3	101
ภาพผนวก ก. 22 TGA thermogram ของ PA11/HGM6A5	101
ภาพผนวก ก. 23 TGA thermogram ของ PA11/HGM6G3	102
ภาพผนวก ก. 24 TGA thermogram ของ PA11/HGM6G5	102
ภาพผนวก ก. 25 TGA thermogram ของ PA11/HGM6M3.....	103
ภาพผนวก ก. 26 TGA thermogram ของ PA11/HGM6M5.....	103
ภาพผนวก ก. 27 ภาพพื้นผิวของคอมพอสิตพอลิเอไมต์ 11 ที่ความเร็วรอบสกรู (a) 40, (b) 50, (c) 60 และ (d) 70 รอบต่อนาที	107

ภาพผนวก ข. 28 ภาพประกอบการคำนวณร้อยละความเป็นผลึกของ PA11 111



บทที่ 1

บทนำ

1.1 ความเป็นมาและความสำคัญของปัญหา

วัสดุประเภทพลาสติกเป็นวัสดุที่มีบทบาทหลากหลายในชีวิตประจำวันของมนุษย์และมีแนวโน้มในการใช้งานเพิ่มขึ้นเรื่อยๆ ในอนาคต เนื่องจากมีข้อดีต่างๆ เช่น มีความคงทนถาวร ราคาถูก และน้ำหนักเบา แต่พลาสติกที่ได้มาจากปิโตรเลียมกำลังเป็นปัญหาต่อสภาวะแวดล้อม เนื่องจากปิโตรเลียมเป็นทรัพยากรที่ใช้แล้วหมดไปและในระหว่างกระบวนการผลิตก่อให้เกิดมลภาวะต่างๆต่อสิ่งแวดล้อม รวมถึงแก๊สเรือนกระจก ทำให้พลาสติกที่สังเคราะห์ได้จากทรัพยากรหมุนเวียนในธรรมชาติจึงเป็นที่น่าสนใจในการนำมาใช้ทดแทน เนื่องจากสามารถผลิตขึ้นมาทดแทนใหม่ได้และยังมีรอยเท้าคาร์บอน (carbon footprint) ที่ต่ำอีกด้วย[1] โดยพลาสติกที่สังเคราะห์ได้จากทรัพยากรหมุนเวียนในธรรมชาติชนิดหนึ่งที่น่าสนใจคือ พอลิเอไมด์ 11 ซึ่งสังเคราะห์ได้จากน้ำมันละหุ่ง[2] พอลิเอไมด์ 11 มีสมบัติที่ดีหลายประการเมื่อเปรียบเทียบกับพอลิเอไมด์ชนิดอื่นคือ อุณหภูมิหลอมเหลวต่ำ สามารถรับแรงกระแทกได้ดี ทนต่อการขีดถู ทนทานต่อสารเคมี และดูดความชื้นต่ำ ในปัจจุบันพอลิเอไมด์ 11 มีการนำมาใช้งานในด้านต่างๆ คือ ท่อส่งน้ำมันหรือแก๊ส ปลอกหุ้มเส้นใย แก้วนำแสง ข้อต่อ อุปกรณ์กีฬา และการเคลือบโลหะ ส่วนทางด้านยานยนต์มีการใช้งานแค่เพียงส่วนท่อส่งน้ำมันและท่อระบบเบรกด้วยการอัดอากาศ[3] ทั้งนี้เหตุผลที่ยังไม่ค่อยมีการนำพอลิเอไมด์ 11 มาใช้งานทางด้านยานยนต์ อิเล็กทรอนิกส์หรืองานด้านอื่นๆมากนัก อาจเนื่องมาจากราคาที่แพง สมบัติเชิงกลหรือสมบัติด้านอื่นๆยังไม่เหมาะสมกับการนำไปใช้งาน

ในการปรับปรุงสมบัติเชิงกลพอลิเมอร์สามารถทำได้หลายวิธี เช่น การเติมสารเสริมแรง การผสมกับพอลิเมอร์อีกชนิด หรืออาจเติมทั้งสารเสริมแรงและผสมกับพอลิเมอร์อีกชนิด โดยผู้วิจัยสนใจที่จะเพิ่มสมบัติเชิงกลให้กับพอลิเอไมด์ 11 ด้วยวิธีการเติมสารเสริมแรง ซึ่งสารเสริมแรงที่เลือกใช้คือ เม็ดแก้วกลาง (HGMs) เนื่องจากเปลือกนอกของเม็ดแก้วกลางมีความแข็งแรงต่อความหนาแน่นที่สูงภายในเป็นแก๊สเฉื่อยจึงทำให้มีน้ำหนักเบา ค่าสัมประสิทธิ์การนำความร้อนและค่าคงตัวการนำไฟฟ้าต่ำ[4] เมื่อเติมลงไปพอลิเอไมด์ 11 แล้วคาดว่าจะนอกจากจะช่วยเพิ่มสมบัติเชิงกลแล้ว ยังช่วยให้ชิ้นงานมีน้ำหนักเบาและลดปริมาณการใช้พอลิเอไมด์ 11 ซึ่งมีราคาแพงอีกด้วย

อย่างไรก็ตาม การเติมสารเสริมแรงลงไปในพอลิเมอร์เพื่อเพิ่มสมบัติเชิงกลนั้นก็มีสิ่งที่ต้องคำนึงถึงนอกจากปริมาณการเติม การกระจายตัวและการจัดเรียงตัวของสารเสริมแรงแล้ว ได้แก่การยึดติดหรือความเข้ากันได้ที่บริเวณผิวหน้าของสารเสริมแรงและพอลิเมอร์เมทริกซ์ เพราะหากการยึดติดกันที่บริเวณดังกล่าวไม่แข็งแรงประสิทธิภาพในการเสริมแรงของสารที่เติมลงไปจะไม่ดีเท่าที่ควร หรืออาจไม่ได้ช่วยเสริมแรงเลย เนื่องจากกลไกการเสริมแรงคือการที่พอลิเมอร์ได้รับแรง จากนั้นโอนถ่ายแรงไปยังสารเสริมแรงที่จะช่วยดูดซับแรงดังกล่าวเอาไว้แล้วทำให้ชิ้นงานโดยรวมไม่เกิดความเสียหายหรือมีความสามารถรับแรงได้มากขึ้น ดังนั้นการถ่ายโอนแรงจะเกิดขึ้นได้ดีก็ต่อเมื่อบริเวณผิวหน้ามีการยึดติดกันที่ดี[5]

งานวิจัยของ JZ Liang และคณะ[6]ได้ศึกษาการเติมเม็ดแก้วที่ไม่ผ่านและผ่านการปรับปรุงพื้นผิวด้วยสารเชื่อมประสานไฮเลนลงในพอลิโพรพิลีน จากผลการทดสอบทางสัณฐานวิทยาพบว่าคอมพอสิตที่เติมเม็ดแก้วที่ผ่านการปรับปรุงพื้นผิวมีการยึดติดที่ผิวหน้ากับพอลิโพรพิลีนที่ดีกว่าและช่วยเพิ่มความอดลึลของยังมากกว่าการเติมเม็ดแก้วที่ไม่ผ่านการปรับปรุงพื้นผิว ต่อมางานวิจัยของ D.M. Laura และคณะ[7] ที่ศึกษาการปรับปรุงพื้นผิวเส้นใยแก้วด้วยสารเชื่อมประสานชนิดต่างๆที่เติมลงในพอลิเมอร์ผสมระหว่างไนลอน 6 และยางมาลีเอต เอทิลีน-โพรพิลีน (EPR-g-MA) พบว่าเส้นใยแก้วที่ผ่านการปรับปรุงพื้นผิวจะทำให้พอลิเมอร์ผสมมีความอดลึลของยังและความเค้นที่จุดคราก (Yield strength) มีค่าเพิ่มขึ้น ส่วนค่าการยืดตัว ณ จุดขาด (Elongation at break) และความสามารถในการรับแรงกระแทก (Impact strength) มีค่าที่ต่ำลง เมื่อเปรียบเทียบกับกรณีไม่เติมเส้นใยแก้ว เช่นเดียวกับงานวิจัยนี้ที่จะทำการเติมเม็ดแก้วกลวงผสมกับพอลิเอไมด์ 11 ซึ่งมีความเป็นขั้วที่พื้นผิวต่างกัน ทำให้การยึดติดที่ผิวหน้าระหว่างเม็ดแก้วกลวงและพอลิเอไมด์ 11 อาจไม่ตึง เป็นเหตุให้ผู้วิจัยสนใจที่จะใช้สารเชื่อมประสานไฮเลนมาใช้เพื่อปรับปรุงการยึดติดที่ผิวหน้าของคอมพอสิต

จากที่กล่าวไปข้างต้น ทำให้งานวิจัยนี้ศึกษาเกี่ยวกับการเตรียมคอมพอสิตระหว่างพอลิเอไมด์ 11 กับเม็ดแก้วกลวงที่มีการเติมสารเชื่อมประสานไฮเลนเพื่อเพิ่มการยึดติดที่ผิวหน้า 3 ชนิดคือ 3-(Trimethoxysilyl)propyl methacrylate (MPTMS), 3-(Glycidylloxypropyl)trimethoxysilane (GPTMS) และ 3-(Amino propyl)trimethoxysilane (APTMS) โดยคาดว่าหมู่เมทาคริเลตของ MPTMS และหมู่อีพอกไซด์ของ GPTMS จะทำปฏิกิริยากับหมู่อะมิโนที่ปลายสายโซ่ของพอลิเอไมด์ 11 และหมู่อะมิโนของ APTMS จะทำปฏิกิริยากับหมู่คาร์บอกซิลิกที่ปลายสายโซ่พอลิเอไมด์ 11 โดยจะศึกษาผลของชนิดสารเชื่อมประสานไฮเลนและปริมาณการเติมเม็ดแก้วกลวงต่อลักษณะสัณฐานวิทยา สมบัติเชิงกล สมบัติทางความร้อน สมบัติการไหล และสมบัติทางไฟฟ้าของคอมพอสิต

1.2 วัตถุประสงค์ของการวิจัย

1.2.1 เพื่อศึกษาความเป็นไปได้ในการพัฒนาวัสดุคอมพอสิตพอลิเอไมด์ 11 ที่เสริมแรงด้วยเม็ดแก้วกลาง

1.2.2 เพื่อศึกษาผลของชนิดและปริมาณของสารเชื่อมประสานไฮเลนต่อความเข้ากันได้และสมบัติต่างๆ ของคอมพอสิตพอลิเอไมด์ 11 ที่เสริมแรงด้วยเม็ดแก้วกลาง

1.2.3 เพื่อศึกษาผลของปริมาณเม็ดแก้วกลางที่ผ่านการปรับปรุงพื้นผิวต่อสมบัติต่างๆ ของคอมพอสิตพอลิเอไมด์ 11 ที่เสริมแรงด้วยเม็ดแก้วกลาง

1.3 ขอบเขตและข้อจำกัดของการวิจัย

1.3.1 ใช้พลาสติกพอลิเอไมด์ 11 (PA11) เกรด Rilsan® BESNO TL จากบริษัท Arkema

1.3.2 ใช้เม็ดแก้วกลางเกรด iM30K จากบริษัท 3M

1.3.3 ใช้สารเชื่อมประสานไฮเลน 3 ชนิดคือ 3-(Trimethoxysilyl)propyl methacrylate, 3-(Glycidyoxypropyl)trimethoxysilane และ 3-(Aminopropyl)trimethoxysilane จากบริษัท Sigma-Aldrich

1.3.4 ความเข้มข้นสารเชื่อมประสานไฮเลนมีการปรับเปลี่ยน 2 ระดับ คือ 3 และ 5 %wt

1.3.5 ปริมาณการเติมเม็ดแก้วมีการปรับเปลี่ยน 3 ระดับ คือ 3, 6 และ 10 phr

1.4 ขั้นตอนดำเนินงานวิจัยโดยสรุป

1.4.1 ศึกษาเอกสารและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

1.4.2 ออกแบบวิธีการทดลองและวางแผนการทดลอง

1.4.3 ดำเนินงานวิจัย ในงานวิจัยนี้แบ่งการทดลองออกเป็น 2 ส่วน ดังนี้

ส่วนที่ 1 ศึกษาผลของชนิดและปริมาณของสารเชื่อมประสานไฮเลนต่อสมบัติต่างๆของคอมพอสิตพอลิเอไมด์ 11 ที่เสริมแรงด้วยเม็ดแก้วกลาง โดยกำหนดให้ปริมาณการเติมเม็ดแก้วกลางคงที่ที่ 6 phr มีขั้นตอนดังนี้

- นำเม็ดแก้วกลางอบในตู้อบที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 12 ชั่วโมง

- ปรับปรุงพื้นผิวเม็ดแก้วกลางด้วยสารละลายไฮโดรอกไซด์ความเข้มข้น 0.5 โมลต่อลิตร ที่อุณหภูมิ 90 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 1 ชั่วโมง

- ปรับปรุงพื้นผิวเม็ดแก้วกลางด้วยสารเชื่อมประสานไฮเลนทั้ง 3 ชนิดคือ 3-(Trimethoxy silyl)propyl methacrylate, 3-(Glycidyoxypropyl)trimethoxysilane และ 3-(Aminopropyl)

trimethoxysilane ในเอทานอล โดยความเข้มข้นของสารเชื่อมประสานไซเลนที่ใช้คือ 3 และ 5 %wt

- พิสูจน์เอกลักษณ์เม็ดแก้วลวงที่ไม่ผ่านและผ่านการปรับปรุงพื้นผิวด้วยสารเชื่อมประสานไซเลนด้วยเทคนิค Fourier-transform infrared spectroscopy (FTIR) เพื่อยืนยันการปรับปรุงพื้นผิว และศึกษาลักษณะทางสัณฐานวิทยาด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning Electron Microscope, SEM)

- นำเม็ดแก้วลวงที่ไม่ผ่านและผ่านการปรับปรุงพื้นผิวมาอบในตู้อบที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 12 ชั่วโมง

- นำเม็ดพลาสติกพอลิเอไมด์ 11 อบในตู้อบสุญญากาศที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 8 ชั่วโมง จากนั้นจึงเก็บใส่กล่องที่มีซิลิกาเจล

- เตรียมคอมพอสิตระหว่างพอลิเอไมด์ 11 กับเม็ดแก้วลวงที่ไม่ผ่านและผ่านการปรับปรุงพื้นผิวด้วยสารเชื่อมประสานไซเลนด้วยเครื่องอัดรีดแบบสกรูคู่ กำหนดให้ปริมาณการเติมเม็ดแก้วลวงคงที่ที่ 6 phr

- ทำการขึ้นรูปชิ้นงานเพื่อใช้เป็นตัวอย่างชิ้นงานในการทดสอบต่างๆ ด้วยเครื่อง Injection molding

- ศึกษาโครงสร้างทางเคมีของคอมพอสิตด้วยเทคนิค Fourier-transform infrared spectroscopy (FTIR) ศึกษาลักษณะทางสัณฐานวิทยาด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning Electron Microscope, SEM) ศึกษาสมบัติเชิงกลด้วยเครื่องทดสอบสมบัติเชิงกลแบบทั่วไป (Universal testing machine) และเครื่องทดสอบแรงกระแทก (Impact tester) ศึกษาสมบัติเชิงกลแบบพลวัตด้วยเครื่อง Dynamic Mechanical Analyzer (DMA) ศึกษาสมบัติการไหลด้วยเครื่องทดสอบสมบัติการไหลแบบแผ่นคู่ขนาน (Parallel plate rheometer) และศึกษาสมบัติทางความร้อนด้วยเครื่อง Thermogravimetric analyzer (TGA) และ Differential Scanning Calorimeter (DSC)

ส่วนที่ 2 ศึกษาผลของปริมาณเม็ดแก้วลวงที่ผ่านการปรับปรุงพื้นผิวต่อสมบัติต่างๆของคอมพอสิตพอลิเอไมด์ 11 มีขั้นตอน ดังนี้

- เลือกสารเชื่อมประสานไซเลนที่ปรับปรุงความเข้ากันได้ที่ผิวหน้าของเม็ดแก้วลวงกับพอลิเอไมด์ 11 จากส่วนที่ 1 มา 1 ชนิด เพื่อนำมาใช้เป็นสารเชื่อมประสานในส่วนที่ 2

- ทำการอบเม็ดแก้วลวงและปรับปรุงพื้นผิวตามวิธีในส่วนที่ 1

- อบเม็ดพลาสติกพอลิเอไมด์ 11 ในตู้อบสุญญากาศที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 8 ชั่วโมง จากนั้นจึงเก็บใส่กล่องที่มีซิซิลิกาเจล

- เตรียมคอมพอสิตระหว่างพอลิเอไมด์ 11 กับเม็ดแก้วกลางที่ผ่านการปรับปรุงพื้นผิวด้วยสารเชื่อมประสานไซเลนที่เลือกจากส่วนที่ 1 ทั้ง 2 อัตราส่วน ด้วยเครื่องอัดรีดแบบสกรูคู่ โดยปรับเปลี่ยนปริมาณการเติมเม็ดแก้วกลางเป็น 3, 6 และ 10 phr

- ทำการขึ้นรูปชิ้นงานเพื่อใช้เป็นตัวอย่างชิ้นงานในการทดสอบต่างๆ ด้วยเครื่อง Injection molding

- ศึกษาลักษณะทางสัณฐานวิทยาด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning Electron Microscope, SEM) ศึกษาสมบัติเชิงกลด้วยเครื่องทดสอบสมบัติเชิงกลแบบทั่วไป (Universal testing machine) และเครื่องทดสอบแรงกระแทก (Impact tester) ศึกษาสมบัติเชิงกลแบบพลวัตด้วยเครื่อง Dynamic Mechanical Analyzer (DMA) ศึกษาสมบัติการไหลด้วยเครื่องทดสอบสมบัติการไหลแบบแผ่นคู่ขนาน (Parallel plate rheometer) ศึกษาสมบัติทางไฟฟ้าด้วยเครื่อง Precision Impedance Analyzer และศึกษาความหนาแน่นของคอมพอสิต

1.4.4 วิเคราะห์และสรุปผลงานวิจัย

1.4.5 นำเสนอส่วนหนึ่งของงานวิจัยในที่ประชุมวิชาการ

1.4.6 จัดทำรายงานผลวิจัย

1.4.7 การสอบโครงการวิจัย

1.5 ประโยชน์ที่ได้รับ

สามารถเตรียมวัสดุคอมพอสิตของพอลิเอไมด์ 11 ที่มีการเสริมแรงด้วยเม็ดแก้วกลางที่ผ่านการปรับปรุงพื้นผิวให้มีสมบัติเชิงกลและสมบัติอื่นๆที่ดี และเมื่อเติมเม็ดแก้วกลางลงไปจะช่วยให้น้ำหนักของคอมพอสิตลดลงและสามารถลดปริมาณการใช้พอลิเอไมด์ 11 นอกจากนี้สามารถต่อยอดในการนำไปใช้ผลิตเป็นส่วนประกอบภายในรถยนต์หรือผลิตเป็นผลิตภัณฑ์อื่นๆ

บทที่ 2

วรรณกรรมที่เกี่ยวข้อง

2.1 วัสดุคอมพอสิต

วัสดุคอมพอสิตหรือเรียกอีกอย่างว่าวัสดุเชิงประกอบ คือการรวมกันของวัสดุมากกว่า 1 ชนิด โดยการรวมกันดังกล่าวทำให้สมบัติของวัสดุรวมดีขึ้น ส่วนความหมายในเชิงวิศวกรรม หมายถึง วัสดุที่ประกอบไปด้วยวัสดุ 2 ชนิดขึ้นไปที่มีสมบัติแตกต่างกัน ผสมไม่เข้ากันเป็นเนื้อเดียวแล้วทำให้มีสมบัติร่วมกันของวัสดุที่เป็นองค์ประกอบ วัสดุคอมพอสิตประกอบด้วย 2 องค์ประกอบคือ วัสดุที่เป็นเนื้อหลัก เรียกว่า เมทริกซ์ อีกส่วนหนึ่งที่ถูกห่อหุ้มและกระจายตัวอยู่ในเมทริกซ์นั้นเรียกว่า สารเสริมแรง [8]

2.1.1 วิวัฒนาการของวัสดุคอมพอสิต

วัสดุเชิงประกอบที่มนุษย์ประดิษฐ์ขึ้นเริ่มแรกจากทำอิฐโบราณ จากการนำเอาฟางข้าวมาผสมกับดินเหนียวแล้วใช้ก่อเป็นที่อยู่อาศัย ต่อมามนุษย์เริ่มมาดำรงชีวิตจากเกษตรและเลี้ยงสัตว์จึงได้นำเอาวัสดุจากธรรมชาติมาประดิษฐ์เป็นอุปกรณ์ต่างๆ เช่น คันธนู และอาวุธจากเขาสัตว์ นอกจากนี้ยังพบการใช้ซีเมนต์ในการสร้างพีระมิด วิหาร และโรงละครสมัยโรมัน

วัสดุเชิงประกอบยุคปัจจุบันเริ่มต้นในช่วงกลางคริสต์ศตวรรษที่ 20 ในระยะแรกพอลิเมอร์ถูกสังเคราะห์และจำหน่ายในเชิงการค้าเป็นพวกเรซิน ต่อมาจึงได้มีการพัฒนากระบวนการผลิตเส้นใยแก้วจากแก้วหลอม เพื่อใช้งานเป็นฉนวนกันความร้อนและเสริมแรงให้กับเรซิน วัสดุทั้งสองได้กลายมาเป็นจุดเริ่มต้นของนวัตกรรมวัสดุเชิงประกอบ ในช่วงกลางคริสต์ศตวรรษที่ 20 เป็นช่วงที่เกิดสงครามโลกครั้งที่ 2 ขึ้น วัสดุเชิงประกอบจึงเป็นที่ต้องการอย่างมาก เนื่องจากจะนำไปผลิตเป็นส่วนประกอบของเครื่องบิน รถยนต์และยุทโธปกรณ์ต่างๆ

หลังจากจบสงครามโลกครั้งที่ 2 วัสดุเชิงประกอบถึงได้ถูกนำมาใช้งานทั่วไปมากขึ้น ก่อให้เกิดการพัฒนาและสังเคราะห์พอลิเมอร์ชนิดใหม่ที่เป็นพวกเทอร์โมพลาสติกเพื่อนำไปใช้งานในหลากหลายด้าน อีกทั้งกระบวนการขึ้นรูปได้ถูกพัฒนาเช่นเดียวกัน วัสดุเชิงประกอบยุคใหม่จึงสามารถใช้ได้สำหรับงานต่างๆไปจนถึงงานที่ต้องการความแข็งแรงมากๆ

ช่วงครึ่งหลังคริสต์ศตวรรษที่ 20 จะเป็นการค้นคว้าหาวัสดุที่สามารถทนความร้อนได้สูงเพื่อใช้สำหรับอุตสาหกรรมยานอวกาศ จึงได้มีการผลิตวัสดุเชิงประกอบที่ใช้โลหะเป็นเมทริกซ์ เนื่องจากพอลิเมอร์ยังไม่สามารถทนความร้อนระดับสูงมากๆได้ โดยใส่สารเสริมแรงพวกเส้นใยคาร์บอนและซิลิกอน

คาร์ไบด์ ต่อมาจึงเริ่มมีการพัฒนาวัสดุเชิงประกอบที่เป็นเซรามิก ส่วนวัสดุเชิงประกอบของพอลิเมอร์ นั้นมีการพัฒนาให้มีสมบัติที่หลากหลาย รวมทั้งมีการผลิตเส้นใยอะรามิดหรือชื่อทางการค้าว่า เคพลาร์

ช่วงปลายคริสต์ศตวรรษที่ 20 จนถึงปัจจุบันเป็นยุคของวัสดุเชิงประกอบขั้นสูง เนื่องจากนักวิทยาศาสตร์ได้คิดค้นและพัฒนาทั้งวัสดุเชิงประกอบและกระบวนการขึ้นรูปให้ตอบสนองต่อความต้องการและการประยุกต์ในงานด้านต่างๆมากมาย โดยวัสดุเชิงประกอบสามารถทนความร้อนมากขึ้น สมบัติดีขึ้น นอกจากนี้ยังเกิดวัสดุเชิงประกอบผสม ที่มีองค์ประกอบในวัสดุรวมมากกว่า 2 ชนิดขึ้นไป เพื่อเสริมสมบัติต่างๆต่อกัน และมีการพัฒนาให้วัสดุเชิงประกอบมีความเข้ากันได้ในระดับอนุภาคหรือที่เรียกว่าวัสดุเชิงประกอบนาโน

จากข้อมูลข้างต้นจะพบว่าวัสดุเชิงประกอบมีบทบาทอย่างมากสำหรับงานด้านวัสดุศาสตร์ และยังคงมีการพัฒนาเทคโนโลยีต่อไปอย่างก้าวกระโดด ในปัจจุบันการพัฒนาและการวิจัยจะมุ่งเน้นในด้านการควบคุมคุณภาพการผลิต ประสิทธิภาพการผลิต และเพิ่มความเข้ากันได้ของวัสดุองค์ประกอบ เพื่อให้ได้สมบัติที่เหมาะสมตรงความต้องการในด้านนั้นๆ มากที่สุด

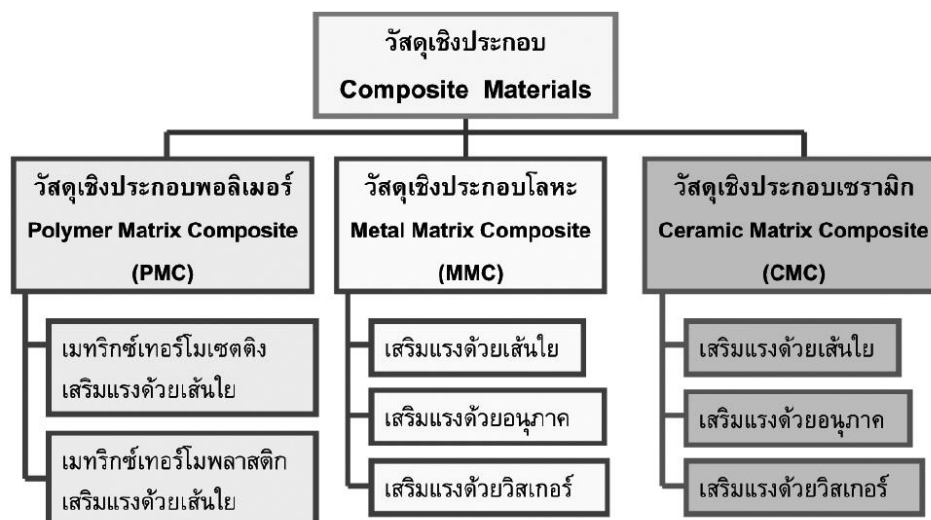
2.1.2 ประเภทของวัสดุเชิงประกอบ

การจำแนกประเภทวัสดุเชิงประกอบสามารถจำแนกได้ตามชนิดของวัสดุที่เป็นเมทริกซ์ ประกอบด้วย 3 ประเภท คือ

1. วัสดุเชิงประกอบพอลิเมอร์
2. วัสดุเชิงประกอบโลหะ
3. วัสดุเชิงประกอบเซรามิก

นอกจากนี้ยังสามารถแยกประเภทย่อยลงไปตามลักษณะของสารเสริมแรงได้อีกดังภาพที่ 2.1

สารเสริมแรงสามารถแยกออกตามลักษณะคือ อนุภาค เส้นใย และวิสเกอร์ โดยสารเสริมแรงที่เป็นอนุภาคจะมีลักษณะเป็นเม็ดหรือผง เช่น ซิลิกอนคาร์ไบด์ เม็ดแก้ว เป็นต้น ส่วนสารเสริมแรงที่มีอัตราส่วนระหว่างความยาวต่อเส้นผ่านศูนย์กลางมากกว่า 100 ขึ้นไปจะเรียกว่า เส้นใย ซึ่งสามารถแยกออกเป็นเส้นใยสั้น (มีอัตราส่วนน้อยกว่า 1,000) และเส้นใยยาว (มีอัตราส่วนมากกว่า 1,000) ได้อีกด้วย สูดท้ายคือวิสเกอร์จะมีลักษณะเป็นเส้นใยขนาดเล็กมากเส้นผ่านศูนย์กลางอยู่ในหน่วยไมโครเมตรและความยาวไม่มีลิเมตร โดยในงานวิจัยนี้เป็นการศึกษาวัสดุเชิงประกอบพอลิเมอร์ที่ใช้พอลิเอไมด์เป็นเมทริกซ์และเติมสารเสริมแรงที่มีลักษณะเป็นอนุภาคซึ่งก็คือ เม็ดแก้วกลาง



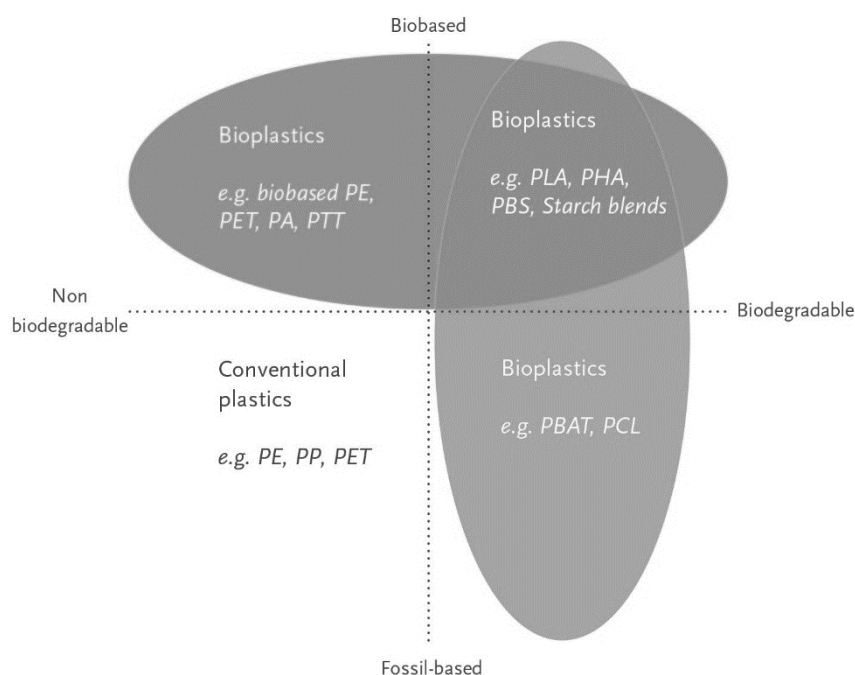
ภาพที่ 2.1 แสดงการจำแนกประเภทของวัสดุเชิงประกอบตามชนิดของเมทริกซ์และลักษณะของสารเสริมแรง[8]

2.1.3 การประยุกต์ใช้วัสดุเชิงประกอบพอลิเมอร์ด้านยานยนต์

ข้อดีของวัสดุเชิงประกอบพอลิเมอร์ในการนำมาประยุกต์ใช้ในด้านยานยนต์คือ มีความแข็งแรงจำเพาะสูง และสามารถขึ้นรูปเป็นชิ้นส่วนที่ซับซ้อนได้ ในช่วงเริ่มต้นวัสดุเชิงประกอบพอลิเมอร์ถูกนำมาผลิตเป็นวัสดุที่ไม่ใช่โครงสร้าง เช่น แผ่นรองคันเร่ง ขอบยึดกระจุก และขอบแผ่นกรอง ตามมาด้วยชิ้นส่วนกึ่งโครงสร้าง เช่น ห้องรวมท่ออากาศ ชิ้นส่วนในห้องเครื่องส่วนหน้า ต่อมาจึงเริ่มมีการนำมาใช้ในส่วนโครงสร้าง เช่น กันชน โครงสร้างร่วมในห้องโดยสาร มีการใช้พลาสติกทั้งเทอร์โมเซตติง เช่น อีพอกซี และเทอร์โมพลาสติก เช่น พอลิเอไมด์ พอลิโพรพิลีน ทางด้านยานยนต์นอกจากจะต้องการวัสดุที่มีความแข็งแรงจำเพาะสูงแล้วหากวัสดุมีน้ำหนักที่เบาโดยที่ยังคงความแข็งแรงได้ เช่นเดิมจะเป็นการประหยัดเชื้อเพลิงในการขับเคลื่อนและหากมีความคงทนต่อการใช้งานก็จะมีประโยชน์ต่อการบำรุงรักษาในระยะยาวอีกด้วย จึงเป็นเหตุที่วัสดุเชิงประกอบพอลิเมอร์นั้นมีบทบาทในอุตสาหกรรมด้านยานยนต์

2.2 พลาสติกชีวภาพ (Bioplastics)

พลาสติกชีวภาพ หมายถึง พลาสติกที่ผลิตจากวัสดุธรรมชาติ (Bio-based) และ/หรือวัสดุที่สามารถย่อยสลายได้ทางชีวภาพ (Biodegradable) หรือสามารถแยกประเภทพลาสติกชีวภาพดังภาพที่ 2.2



ภาพที่ 2.2 แสดงการแยกประเภทของพลาสติกชีวภาพจากวัสดุที่ใช้ผลิตและความสามารถในการย่อยสลายทางชีวภาพ[9]

2.2.1 ประเภทของพลาสติกชีวภาพ[9]

จากภาพที่ 2.2 สามารถแยกออกได้เป็น 3 ประเภทดังนี้

2.2.1.1 พลาสติกที่ผลิตจากวัสดุธรรมชาติ (Bio-based) หรือกึ่งผลิตจากวัสดุธรรมชาติ (Partly bio-based) คือ พลาสติกที่ทั้งหมดหรือบางส่วนผลิตจากแหล่งชีวมวลในธรรมชาติซึ่งเป็นวัสดุที่สามารถสร้างทดแทนขึ้นใหม่ได้ เช่น อ้อย มันสำปะหลัง ข้าวโพด และ เส้นใยจากพืช พลาสติกประเภทนี้มีทั้งที่สามารถและไม่สามารถย่อยสลายได้ทางชีวภาพ เช่น พอลิบิวทิลีนซัคซิเนต และพอลิเอไมด์ 11

2.2.1.2 พลาสติกที่สามารถย่อยสลายได้ทางชีวภาพ (Biodegradable) คือ พลาสติกที่แตกสลายได้จากการทำงานของจุลินทรีย์ที่มีอยู่ในธรรมชาติ เช่น แบคทีเรีย รา และสาหร่าย ในสภาวะและช่วงเวลาที่เหมาะสม แล้วได้ผลิตภัณฑ์ที่เป็นองค์ประกอบในธรรมชาติ เช่น น้ำ และแก๊ส

คาร์บอนไดออกไซด์ พลาสติกประเภทนี้มีทั้งที่ผลิตมาจากปิโตรเลียมและวัสดุธรรมชาติ เช่น พอลิไฮดรอกซีอัลคาโนเอต และพอลิบิวทิลีนอะดิเพตโคเทอเรพธาลेट

2.2.1.3 พลาสติกที่ผลิตจากวัสดุธรรมชาติและสามารถย่อยสลายได้ทางชีวภาพ คือ พลาสติกที่ผลิตจากแหล่งชีวมวลในธรรมชาติที่สามารถสร้างทดแทนขึ้นใหม่ได้ พร้อมทั้งแตกสลายได้จากการทำงานของจุลินทรีย์ที่มีอยู่ในธรรมชาติ เช่น พอลิแลคติกแอซิด

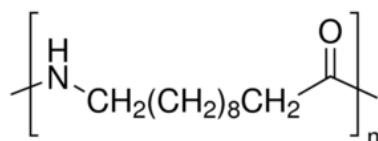
2.2.2 พลาสติกชีวภาพต่อสิ่งแวดล้อม[10]

พลาสติกชีวภาพถือเป็นพลาสติกที่เป็นมิตรต่อสิ่งแวดล้อมอย่างยั่งยืน เนื่องจากในกระบวนการผลิตจะได้มาจากแหล่งชีวมวลที่สามารถสร้างใหม่หรือเพาะปลูกทดแทนได้ นอกจากนี้โรงงานผลิตพลาสติกชีวภาพสามารถสร้างให้ใกล้กับแหล่งเพาะปลูกพืชที่เป็นวัตถุดิบได้ ลดระยะเวลาในการขนส่งและลดต้นทุนเมื่อเทียบกับการลงทุนขุดเจาะน้ำมันดิบในทะเลหรือบริเวณที่ห่างไกล อีกทั้งกระบวนการผลิตจะใช้วิธีการหมักซึ่งมีการใช้พลังงานและปลดปล่อยคาร์บอนหรือแก๊สเรือนกระจกที่น้อย ผลิตภัณฑ์พลาสติกชีวภาพเมื่อถูกใช้งานแล้วถูกทิ้งเป็นขยะ ก็เป็นขยะที่สามารถกำจัดทิ้งได้ง่าย เพราะสามารถย่อยสลายได้ทางชีวภาพจากการหมักกลายเป็นปุ๋ยอินทรีย์ ไม่ก่อให้เกิดมลพิษต่อสิ่งแวดล้อม

ในปัจจุบันพลาสติกชีวภาพมีแนวโน้มที่เป็นที่สนใจเพิ่มมากขึ้นเรื่อยๆ สำหรับประเทศไทยการพัฒนาและใช้ประโยชน์จากพลาสติกชีวภาพถือเป็นทางเลือกที่เหมาะสม เนื่องจากประเทศไทยมีศักยภาพในการผลิตวัตถุดิบชีวภาพสูง หากมีการศึกษาและวิจัยต่อเนื่องไปในอนาคตจะช่วยลดต้นทุนการผลิตให้สามารถแข่งขันกับพลาสติกที่ผลิตจากปิโตรเลียมได้ นอกจากนี้การสนับสนุนให้ใช้พลาสติกชีวภาพยังส่งผลดีต่อเศรษฐกิจการจ้างงานในการผลิตผลผลิตทางการเกษตร สร้างมูลค่าให้ผลผลิตทางการเกษตร รวมไปถึงเป็นมิตรต่อสิ่งแวดล้อมอย่างยั่งยืน

2.3 พอลิเอไมด์ 11 (Polyamide 11, PA11)

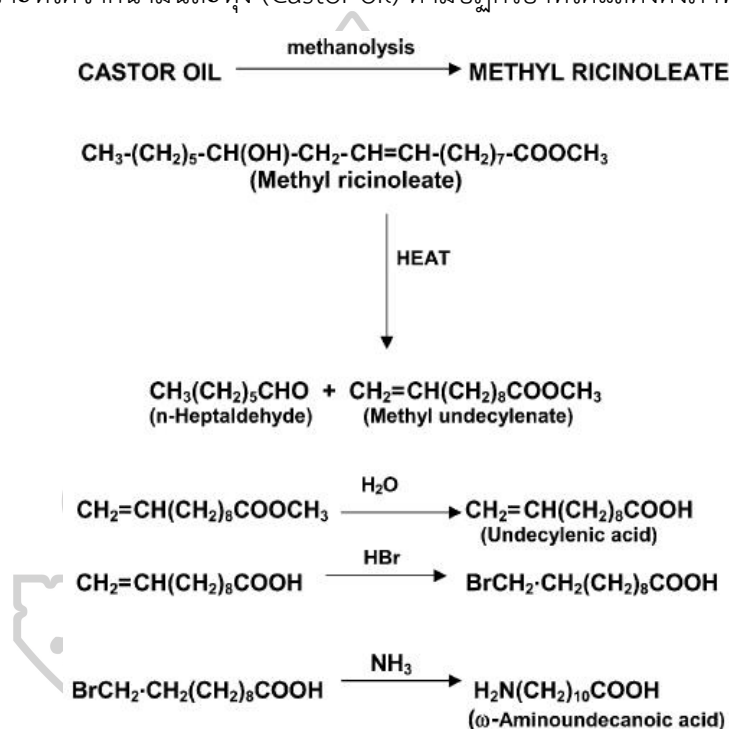
พอลิเอไมด์ 11 เป็นพลาสติกชีวภาพเชิงวิศวกรรมที่มีโครงสร้างแบบสายโซ่ตรง สังเคราะห์ได้จากปฏิกิริยา Self-condensation ของกรด ω -aminoundecanoic ซึ่งได้มาจากวัตถุดิบทางธรรมชาติคือ น้ำมันละหุ่ง ดังนั้นพอลิเอไมด์ 11 จึงจัดเป็นพลาสติกชีวภาพ โดยโครงสร้างทางเคมีของพอลิเอไมด์ 11 แสดงดังภาพที่ 2.3



ภาพที่ 2.3 โครงสร้างทางเคมีของพอลิเอไมด์ 11

2.3.1 วัตถุดิบที่ใช้ในการผลิต[2]

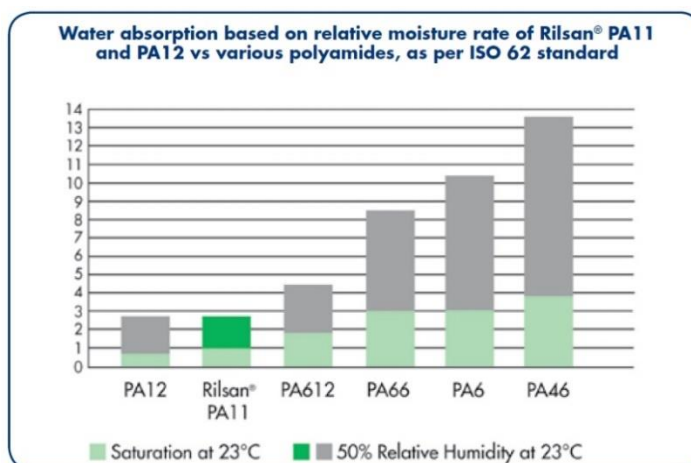
กรด ω -aminoundecanoic เป็นมอนอเมอร์ตั้งต้นที่ใช้ในการผลิตพอลิเอไมด์ 11 โดยสามารถสังเคราะห์ได้จากน้ำมันละหุ่ง (Castor oil) ตามปฏิกิริยาที่ได้แสดงดังภาพที่ 2.4



ภาพที่ 2.4 การสังเคราะห์กรด ω -aminoundecanoic จากน้ำมันละหุ่ง[2]

2.3.2 สมบัติของพอลิเอไมด์ 11[11]

พอลิเอไมด์ 11 เป็นเทอร์โมพลาสติก มีความหนาแน่น 1.03 กรัมต่อลูกบาศก์เซนติเมตร อุณหภูมิการหลอมเหลวประมาณ 180-189 องศาเซลเซียส นอกจากนี้ยังสามารถรับแรงกระแทกได้ดี ทนต่อการขีดถู ทนทานต่อสารเคมี และดูดความชื้นต่ำ โดยสมบัติเชิงกลและความต้านทานในการดูดความชื้นของพอลิเอไมด์ 11 เมื่อเทียบกับพอลิเอไมด์ชนิดอื่นแสดงดังภาพที่ 2.5 และตารางที่ 2.1



ภาพที่ 2.5 ความสามารถในการดูดความชื้นของพอลิเอไมด์ชนิดต่างๆ[11]

ตารางที่ 2.1 แสดงสมบัติเชิงกลและสมบัติอื่นๆของพอลิเอไมด์แต่ละชนิด[11]

	PA 12	PA 11	PA 6	PA 6.6
% Moisture absorption at 23 °C				
@50%RH	0.7	0.8	3	2.8
@100%RH	1.6	1.9	9.5	8.5
Density (g/cm³)	1.01	1.02	1.14	1.14
T_f Crystallization rate (injectability) °C	178	189	220	260
Impact – Notched Charpy @+23°C (kJ/m²)	6-20	10-40	10	7
@-40°C (kJ/m ²)	6	13	3.5	3
Falling weight impact @-30°C (kJ/m²)	60-80	70-90	20-50	<10
Tensile elongation, dry (%)	250-400	250-400	10-15	15-30
Tensile modulus (MPa) -Conditioned	1000	900	1200	1600

2.3.3 การนำไปใช้งานในด้านต่างๆ[11]

พอลิเอไมด์ 11 ได้มีการนำไปผลิตเป็นชิ้นงานในด้านต่างๆ ดังนี้

2.3.3.1 ยานยนต์

ผลิตเป็น สายน้ำมันเชื้อเพลิง (Fuel line) ข้อต่อ (Fitting) ตัวยึดหรือรัด (Fasteners) และส่วนประกอบในส่วนที่ต้องรับแรงเสียดทาน (Friction part)

คุณสมบัติเฉพาะคือ ทนทานต่อสารไฮโดรคาร์บอน ทนทานต่อซิงค์คลอไรด์ รับแรง
กระแทกได้ดี และมีความยืดหยุ่น

2.3.3.2 ระบบนิวแมติก (Pneumatics)

ผลิตเป็น ท่อนิวแมติก (Pneumatic hoses) สายอากาศนิวแมติก (Air line) และท่อ
ไฮดรอลิก (Hydraulic hoses)

คุณสมบัติเฉพาะคือ มีความยืดหยุ่น ทนทานต่อสารเคมี และความต้านทานแรงดัน
ทะลุ (Burst strength)

2.3.3.3 การบินและอวกาศ (Aerospace)

ผลิตเป็น ปลอกหุ้มสายเคเบิล ท่อไฮดรอลิก ถังน้ำมัน ท่อแอร์คอนดิชั่นและท่อปรับ
อากาศ

คุณสมบัติเฉพาะคือ ใช้งานได้ที่อุณหภูมิสูง รูปร่างมีเสถียรภาพ และทนทานต่อ
เชื้อเพลิง

2.3.3.4 วิศวกรรมและอุตสาหกรรมไฟฟ้า

ผลิตเป็น ปลอกหุ้มเส้นใยแก้วนำแสง ปลอกหุ้มสายทองแดง ข้อต่อ ตัวเรือน และตัว
ยึด

คุณสมบัติเฉพาะคือ ทนทานต่อสารเคมี ขึ้นรูปได้ง่าย มีพื้นผิวหลังขึ้นรูปที่เรียบ
ทนทานต่อปลวก และทนทานต่อการขัดถู

2.3.3.5 น้ำมันและแก๊ส

ผลิตเป็น ท่อส่งแก๊ส วาล์ว ข้อต่อ และสายลำเลียงของไหลที่มีความยืดหยุ่น

คุณสมบัติเฉพาะคือ ทนทานต่อสารไฮโดรคาร์บอน ขึ้นรูปง่าย และมีความยืดหยุ่น

2.3.3.6 การแพทย์และบรรจุภัณฑ์อาหาร

ผลิตเป็น อุปกรณ์ทางการแพทย์ ท่อสอด ถุงให้อาหารผู้ป่วย บรรจุภัณฑ์อาหาร และ
ท่อเครื่องดัด

คุณสมบัติเฉพาะคือ ผ่านมาตรฐานในการนำมาใช้กับอาหารและด้านการแพทย์
(Europe, FDA, USP Class VI) มีเสถียรภาพต่อสารเคมี และมีการแพร่ผ่านของแก๊สต่ำ (ออกซิเจน
และคาร์บอนไดออกไซด์)

2.3.3.7 กีฬา

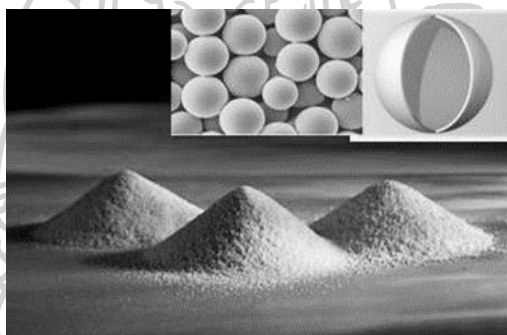
ผลิตเป็น ลูกขนไก่สำหรับกีฬาแบดมินตัน ส่วนประกอบของไม้แบดมินตัน เคลือบไม้ สกี แผ่นรองรองเท้าและพื้นรองเท้า

คุณสมบัติเฉพาะคือ น้ำหนักเบา มีความแข็งที่ผิว ทนทานต่อการขีดถู รูปร่างมี เสถียรภาพ พิมพ์ติดสี โปรงแสง และรับแรงกระแทกได้ดี

2.3.3.8 สิ่งทอและเส้นใยเดี่ยว

ผลิตเป็น แผ่นกรอง วัสดุติบในอุตสาหกรรมสิ่งทอ แปร่ง และสิ่งทอที่มีคุณภาพสูง คุณสมบัติเฉพาะคือ ทนทานต่อสารเคมี ทนทานต่อการขีดถู รูปร่างมีเสถียรภาพ ทนทานต่อความล้า และอัดขึ้นรูปได้ง่าย

2.4 เม็ดแก้วกลวง (Hollow glass microspheres, HGMs)



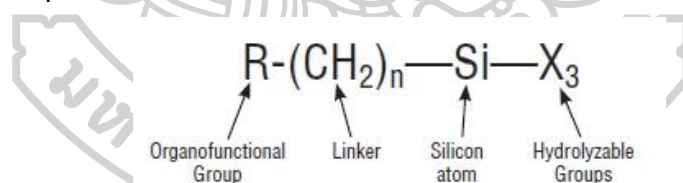
ภาพที่ 2.6 ลักษณะของเม็ดแก้วกลวง[12]

เม็ดแก้วกลวงทำมาจากแก้วโซดาไลม์บอโรซิลิเกต โดยเปลือกแก้วชั้นนอกมีความแข็งแกร่ง (Stiffness) สูงและภายในเป็นแก๊สเฉื่อย มีลักษณะดังภาพที่ 2.6 ซึ่งมีสมบัติที่เป็นเอกลักษณ์คือมีความแข็งแรงต่อความหนาแน่นที่สูง น้ำหนักเบา เฉื่อยต่อสารเคมี ผิวหน้าที่เรียบไม่มีรูพรุน ช่วยให้การไหลของระบบในระหว่างการขึ้นรูปดีขึ้นเมื่อเทียบกับการเติมสารตัวเติมอื่น ค่าสัมประสิทธิ์การนำความร้อนและค่าคงตัวการนำไฟฟ้าต่ำ[4] จึงมีการนำเอาเม็ดแก้วกลวงมาเสริมแรงให้กับพลาสติกในหลายด้าน ข้อมูลสมบัติต่างๆ ของเม็ดแก้วกลวงเกรด iM30K จากบริษัท 3M ที่ใช้ในงานวิจัยนี้ แสดงดังตารางที่ 2.2

ตารางที่ 2.2 สมบัติต่างๆ ของเม็ดแก้วกลวงเกรด iM30K[13]

Property	iM30K	Test Method
Isostatic crush strength (psi)	28,000	3M QCM 14.1.8
True density (g/cc)	0.60	3M QCM 14.24.1
Packing factor (bulk density to true particle density)	63%	
Oil absorption (g oil/100 cc)	33.5	ASTM D282-84 of polymer additive
Softening point (°C)	600	
Flotation (density<1.0 g/cc)	90% (in volume)	3M QCM 37.2
Volatile content (by weight)	0.5% max.	3M QCM 1.5.7
Alkalinity (milliequivalents)	0.5	3M QCM 55.19/gram max
pH (5% loading in water)	9.5	ASTM D3100-1982
Diameter (average)	18 microns	3M QCM 193.0

2.5 การปรับปรุงพื้นผิวด้วยสารเชื่อมประสานซิลเลน



ภาพที่ 2.7 โครงสร้างทั่วไปของสารเชื่อมประสานซิลเลน[14]

สารเชื่อมประสานซิลเลนเป็นสารประกอบทางเคมีของซิลิกอน มีโครงสร้างดังภาพที่ 2.7 คือประกอบไปด้วย 2 หมู่ฟังก์ชัน คือ หมู่ฟังก์ชันที่สามารถเกิดปฏิกิริยาไฮโดรไลซิสได้ ส่วนอีกหมู่ฟังก์ชันหนึ่งจะไม่สามารถเกิดปฏิกิริยาไฮโดรไลซิสได้ โดยบทบาทของสารเชื่อมประสานซิลเลนในด้านวัสดุคอมพอสิตพอลิเมอร์นั้นจะทำหน้าที่ช่วยให้สารตัวเติมกับพอลิเมอร์เกิดการยึดติดกันได้ดีขึ้นจากการเป็นตัวกลางในการเชื่อมต่อระหว่างสารตัวเติมและพอลิเมอร์

หากสารตัวเติมมีหมู่ฟังก์ชันที่ผิวเป็นหมู่ไฮดรอกซิล เช่น เส้นใยธรรมชาติ เส้นใยแก้ว และเม็ดแก้ว ถูกเติมลงในพอลิเมอร์ที่มีความเป็นขั้วต่ำหรือไม่มีขั้วจะก่อให้เกิดการยึดติดที่ผิวหน้าระหว่างเฟสที่ไม่ดี ผลที่ตามมาคือสมบัติต่างๆจะลดลงตามไปด้วย ดังเช่นในงานวิจัยนี้ที่จะใช้เม็ดแก้วกลวงเป็นสาร

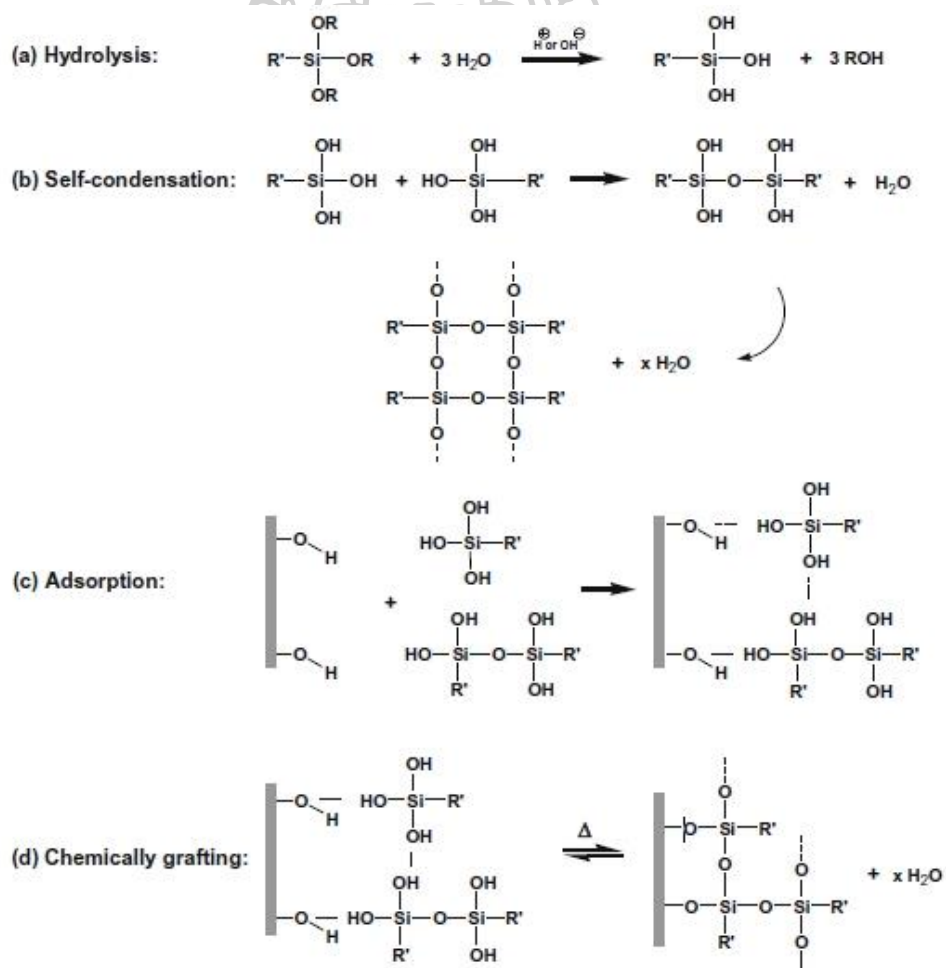
เสริมแรงให้กับพอลิเอไมด์ 11 จึงต้องมีการปรับปรุงพื้นผิวของเม็ดแก้วลวงก่อนที่จะนำมาเติมในคอมพอสิต โดยปฏิกิริยาของสารเชื่อมประสานซิลเลนกับหมู่ไฮดรอกซิลที่อยู่บนพื้นผิวของเม็ดแก้วแสดงดังภาพที่ 2.8 เริ่มจาก

(a) หมู่ฟังก์ชัน -OR ของสารเชื่อมประสานซิลเลนเกิดปฏิกิริยาไฮโดรไลซิสโดยมีกรดหรือเบสเป็นตัวเร่งแล้วได้เป็นซิลานอล

(b) หมู่ซิลานอลที่มีความว่องไวสูงเกิดปฏิกิริยาควบแน่นกันเอง เกิดเป็นโครงสร้างโมเลกุลที่มีพันธะซิลอกเซน (Siloxane linkage)

(c) ซิลานอลถูกดูดซับที่พื้นผิวสารตัวเติมหรือเม็ดแก้วด้วยหมู่ไฮดรอกซิล

(d) ภายใต้ความร้อนจึงทำให้ซิลานอลและหมู่ไฮดรอกซิลเกิดพันธะโควาเลนต์ (-C-O-Si-) ดังนั้นสารเชื่อมประสานซิลเลนจึงถูกกราฟท์ลงบนพื้นผิวสารตัวเติมหรือเม็ดแก้ว[15]

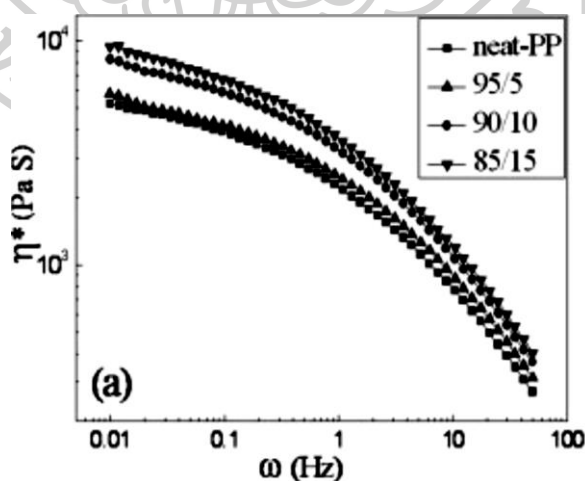


ภาพที่ 2.8 การเกิดปฏิกิริยาของสารเชื่อมประสานซิลเลนกับหมู่ไฮดรอกซิลของสารตัวเติมผ่านปฏิกิริยาไฮโดรไลซิส[15]

2.6 งานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

จากงานวิจัยของ Li Huang และคณะ[16] ได้ศึกษาสมบัติเชิงกลและสมบัติทางความร้อนของ ไนลอน 6 ที่เสริมแรงด้วยเม็ดแก้ว โดยปรับเปลี่ยนปริมาณการเติมเม็ดแก้วเป็น 0, 7.0, 14.9 และ 31.1%vol แล้วทำการผสมด้วยเครื่อง Internal mixer จากผลการทดสอบการดึงยืดแสดงให้เห็นว่า เมื่อเพิ่มปริมาณเม็ดแก้วในคอมพอสิตทำให้ค่า Tensile strength และ %Elongation at break มีค่าลดลง ในขณะที่ค่า Young's modulus มีค่าเพิ่มขึ้น นอกจากนี้ จากผลการทดสอบทางความร้อนพบว่าค่า T_g ของคอมพอสิตเพิ่มขึ้นตามปริมาณเม็ดแก้ว เป็นผลจากการมีอันตรกิริยาต่อกัน ระหว่างเม็ดแก้วและไนลอน 6 นอกจากนี้เสถียรภาพทางความร้อนของคอมพอสิตเพิ่มขึ้นตามปริมาณเม็ดแก้วอีกด้วย

จากงานวิจัยของ Lin Zhu และคณะ[17] ได้ศึกษาสมบัติการไหลและสมบัติทางความร้อนของ พอลิโพรพิลีนที่เสริมแรงด้วยเม็ดแก้วกลวง (HGM) ที่ปริมาณ 5, 10 และ 15 %wt ภาพที่ 2.9 แสดงให้เห็นว่าความหนืดเชิงซ้อนของคอมพอสิตจะเพิ่มขึ้นตามปริมาณการเติม HGM แต่คอมพอสิตยังคงมีพฤติกรรมการไหลแบบ Shear thinning เช่นเดียวกับ neat-PP อยู่ในทำนองเดียวกันค่า Storage modulus ของคอมพอสิตมีมากกว่า neat-PP การเพิ่มขึ้นของค่าความหนืดและค่า Storage modulus มาจากการที่ HGM และพอลิโพรพิลีนมี Interaction ต่อกัน จากผลการทดสอบสมบัติทางความร้อนพบว่าคอมพอสิตมีปริมาณผลึกที่ลดลงตามปริมาณการเติม HGM แสดงให้เห็นว่า HGM ที่เติมลงไปขัดขวางการเกิดผลึกของพอลิโพรพิลีน



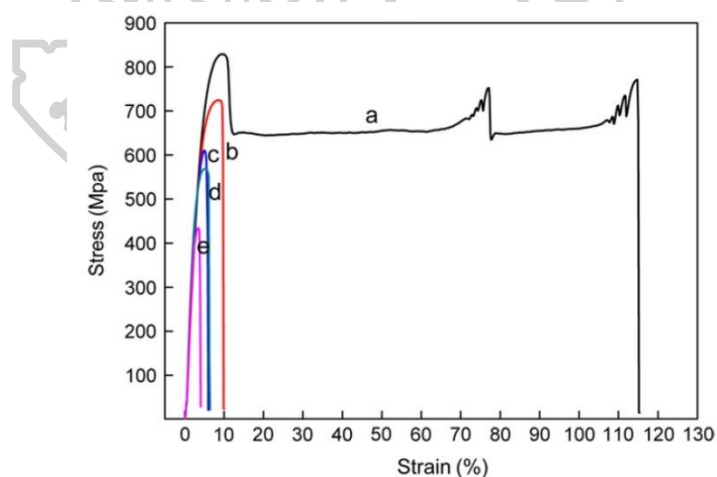
ภาพที่ 2.9 แสดงความสัมพันธ์ระหว่างความหนืดเชิงซ้อน (η^*) กับความถี่เชิงมุม (ω) ของ neat PP และคอมพอสิต[17]

จากงานวิจัยของ Jiwei Li และคณะ[18] ได้ศึกษาการเตรียมและการพิสูจน์เอกลักษณ์ของคอมพอสิตพอลิบิวทิลีนซัคซิเนต (PBS) ที่เสริมแรงด้วยเม็ดแก้วกลวง (Hallow Glass Microsphere, HGM) ที่มีสมบัติทางกายภาพดังตารางที่ 2.3 งานวิจัยนี้ได้ศึกษาสมบัติเชิงกล สมบัติการไหล และสมบัติทางความร้อนของวัสดุคอมพอสิตโดยใช้เทคนิค Masterbatch method ในการเตรียมคอมพอสิตก่อน จากนั้นจึงนำมาผสมกับ PBS ในปริมาณต่างๆ ด้วยเครื่อง Twin-screw extruder ปริมาณของ HGM ที่ใช้เพื่อเสริมแรง PBS คือ 5, 10, 15 และ 20 %wt ตามลำดับ

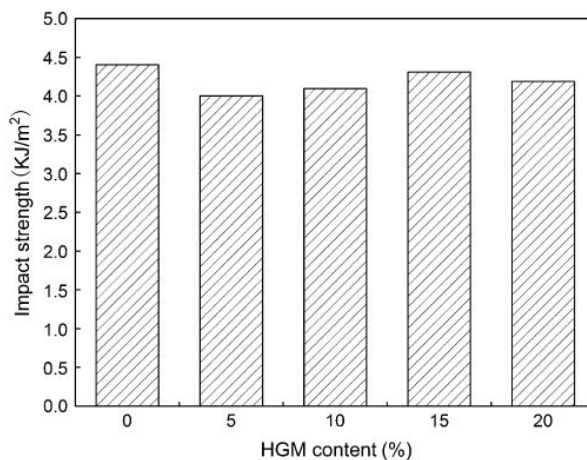
ตารางที่ 2.3 แสดงสมบัติทางกายภาพของ HGMs[18]

True density (g/cm ³)	Pressure resistance (MPa)	Particle size (μm, by volume)			Floating rate (%)	Melting point (°C)
		10th%	50th%	90th%		
0.61	60	18	40	60	>95	625

ผลการศึกษาสมบัติเชิงกลแสดงดังภาพที่ 2.10 พบว่า PBS มีพฤติกรรมการแตกหักแบบเหนียว แต่เมื่อเติม HGM ลงไปทำให้คอมพอสิตมีพฤติกรรมการแตกหักแบบเปราะ เนื่องจาก HGM ขัดขวางความสามารถในการเคลื่อนไหวของสายโซ่ซึ่งเป็นเหตุให้คอมพอสิตมีการแตกหักแบบเปราะ นอกจากนี้การเติม HGM ช่วยให้วัสดุคอมพอสิตมีค่ามอดูลัสเพิ่มมากขึ้น

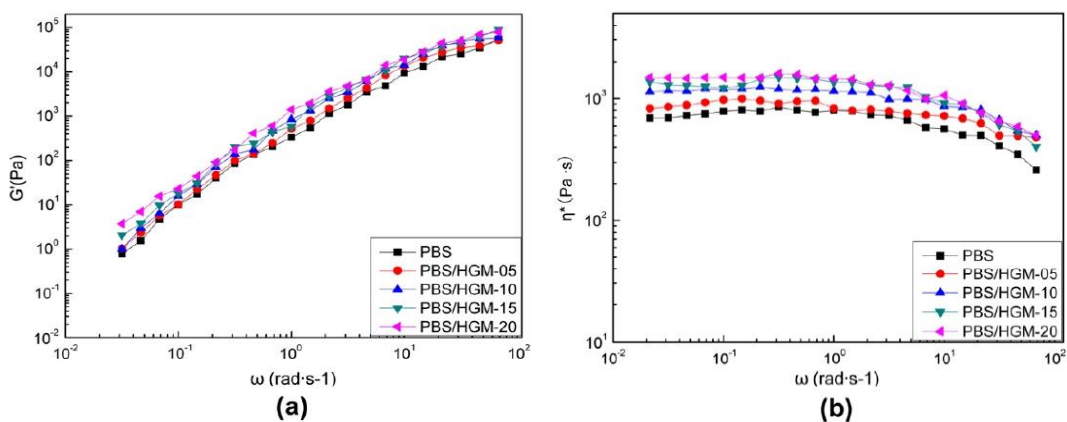


ภาพที่ 2.10 แสดง Stress - Strain ของคอมพอสิต PBS/HGM (a)PBS, (b)PBS/HGM-05, (c)PBS/HGM-10, (d)PBS/HGM-15 และ (e)PBS/HGM-20[18]



ภาพที่ 2.11 แสดงค่า Impact strength ของวัสดุคอมพอสิต[18]

ผลการศึกษาสมบัติในการรับแรงกระแทกของวัสดุคอมพอสิตแสดงดังภาพที่ 2.11 พบว่าเมื่อเติม HGM ลงไปทำให้ค่า Impact strength ของวัสดุคอมพอสิตมีค่าต่ำกว่า PBS เล็กน้อย แต่เมื่อพิจารณาที่ปริมาณการเติม HGM พบว่าการเติมที่ 15%wt จะมีค่า Impact strength สูงที่สุด เนื่องจากที่ปริมาณการเติมดังกล่าวมีการโอนถ่ายแรงที่สมบูรณ์ที่สุด



ภาพที่ 2.12 แสดงค่า (a) Storage modulus และ (b) Complex viscosity ที่ความถี่ต่างๆของ PBS และ PBS/HGM คอมพอสิตที่เติม HGM ปริมาณต่างๆ[18]

ผลการศึกษาสมบัติ Dynamic rheology แสดงดังภาพที่ 2.12 เมื่อพิจารณาภาพที่ 2.12(a) พบว่าค่า Storage modulus มีค่าเพิ่มขึ้นตามปริมาณการเติม HGM เนื่องจาก HGM ขัดขวางการไหลของ PBS ทำให้สายโซ่ไม่สามารถเกิดการผ่อนคลายแรง (Relaxation) ได้ทัน นอกจากนี้ยังเป็นผลจาก HGM เกิด Interaction กับ PBS เกิดเป็นโครงข่าย (Network) ต่อมาเมื่อพิจารณาภาพที่ 2.12(b) พบว่า PBS และวัสดุคอมพอสิตมีพฤติกรรมการไหลแบบ Shear thinning จากการลดลงของ

การเกี่ยวพันกันของสายโซ่เมื่อมี Shear stress สูงขึ้น การเพิ่มปริมาณ HGM ส่งผลให้วัสดุคอมพอสิตมีค่าความหนืดเชิงซ้อน (Complex viscosity) ที่เพิ่มขึ้น เนื่องจาก HGM และ PBS มี Interaction ต่อกันจึงทำให้ HGM เข้าไปขัดขวางการไหลและจำกัดการเคลื่อนที่ของสายโซ่ PBS

ผลการทดสอบจากเทคนิค TGA แสดงดังตารางที่ 2.4 พบว่าการเติม HGM ทำให้อุณหภูมิเริ่มเกิดการสลายตัวทางความร้อนของวัสดุคอมพอสิตเพิ่มขึ้นจาก 367.50 องศาเซลเซียส ไปเป็น 373.70 องศาเซลเซียส, 375.96 องศาเซลเซียส, 376.11 องศาเซลเซียส และ 376.20 องศาเซลเซียส เมื่อเติม HGM ปริมาณ 5, 10, 15 และ 20%wt ตามลำดับ เนื่องจากผลการเป็น Physical barrier ของ HGM และยังพบว่าปริมาณ Char residue ที่อุณหภูมิ 500 องศาเซลเซียส เพิ่มขึ้นตามปริมาณ HGM ที่เติมลงไปอีกด้วย จึงจะเห็นว่าการเติม HGM ช่วยให้วัสดุคอมพอสิตของ PBS มีเสถียรภาพทางความร้อนที่สูงขึ้น

ตารางที่ 2.4 ค่าพารามิเตอร์ต่างๆที่ได้จากการทดสอบ TGA ของคอมพอสิต PBS[18]

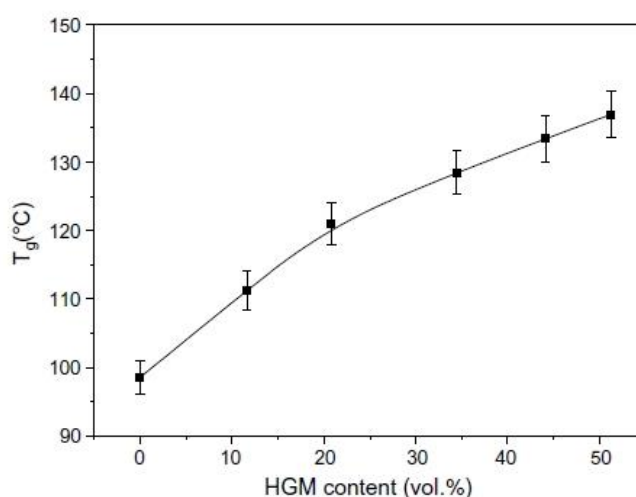
Samples	Degradation onset (°C)	Weight loss at degradation onset (%)	Charred residues 500 °C (%)
PBS	367.50	17.92	0.96
PBS/HGM-05	373.30	17.85	5.25
PBS/HGM-10	375.96	16.51	11.96
PBS/HGM-15	376.11	15.53	15.96
PBS/HGM-20	376.62	15.11	18.78

จากงานวิจัยของ K.C. Yung และคณะ[19] ได้ศึกษาการเตรียมวัสดุคอมพอสิต Epoxy ที่มีการเสริมแรงด้วย HGM โดยศึกษาผลของ HGM ต่ออุณหภูมิ T_g ค่าสัมประสิทธิ์การนำความร้อน และ สันฐานวิทยาของวัสดุคอมพอสิต ขั้นตอนการเตรียมเริ่มจากการปรับปรุงผิวหน้าของ HGM ด้วยสารเชื่อมประสานไฮโดรเจนซิลาน 3-glycidoxypropyltrimethoxysilane ปริมาณ 5%wt ของ HGM จากนั้นเติมสารละลาย Epon 8008 (Brominated epoxy resin) สารละลาย Epon 1031 (solid multifunctional epichlorohydrin/ tetraphenylol ethane epoxy resin ที่มีปริมาณของหมู่ Epoxy4350-5130 มิลลิโมลต่อกิโลกรัม ใช้เพื่อปรับปรุงระบบ Cured epoxy resin) DICY 2-MI (Dicyandiamide เป็น Curing agent) และ HGM ดังตารางที่ 2.5

ตารางที่ 2.5 แสดงอัตราส่วนของวัสดุคอมพอสิต[19]

Materials	Ratio of materials by weight
Epon 8008 solution	100
Epon 1301 solution	7.349
DICY	2.552
2-MI	0.056
HGM	0-40

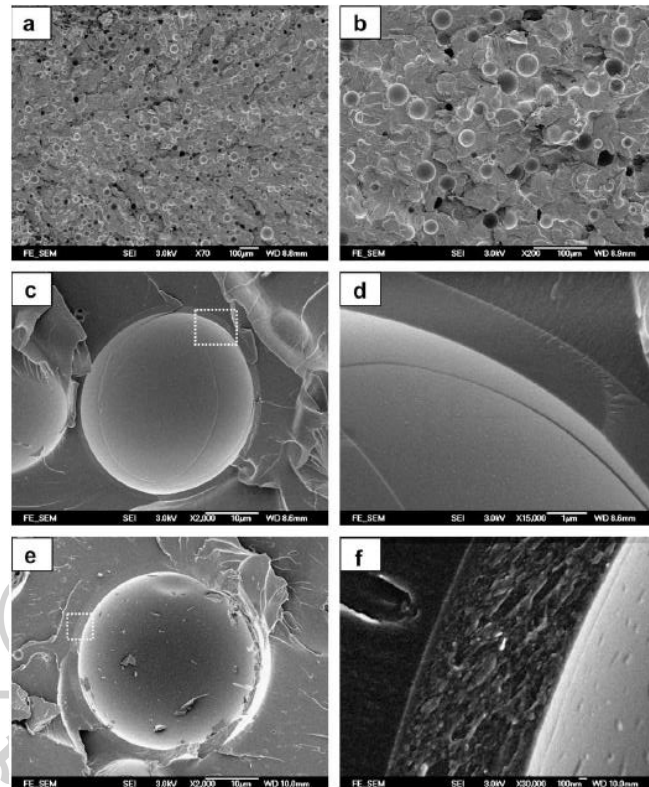
จากนั้นทำการผสม 1 ชั่วโมงด้วยเครื่อง High-speed mixing machine แล้วนำสารผสมที่ได้ไปหล่อในแม่พิมพ์และทำการป้อนเป็นเวลา 1.0-1.5 ชั่วโมง และให้ความร้อนที่อุณหภูมิ 175 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 4 ชั่วโมง เพื่อให้เกิดปฏิกิริยา Polymerization



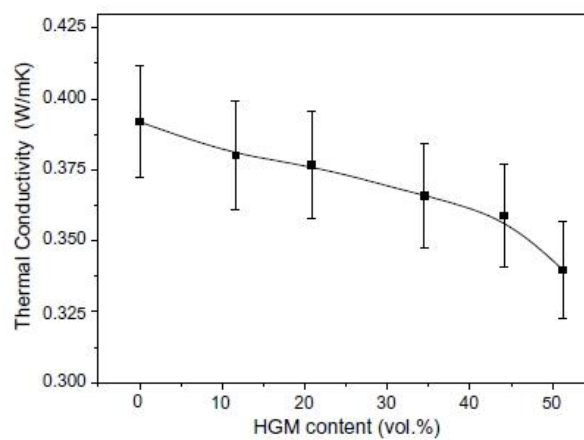
ภาพที่ 2.13 แสดงความสัมพันธ์ระหว่าง T_g และปริมาณของ HGM[19]

ผลของปริมาณการเติม HGM ต่ออุณหภูมิ T_g แสดงดังภาพที่ 2.13 จะพบว่า neat Epoxy มี T_g ที่อุณหภูมิประมาณ 98 องศาเซลเซียส และเพิ่มขึ้นจนถึง 136 องศาเซลเซียส เมื่อทำการเติม HGM ลงไป 51.3%vol เนื่องจาก HGM ที่เติมลงไปมีขนาดระดับไมโครเมตรทำให้เกิด Interaction กับ Epoxy ได้ดีส่งผลให้ลดความสามารถในการเคลื่อนไหวของสายโซ่ Epoxy ซึ่งสามารถยืนยันได้จากผลการทดสอบด้วยเทคนิค SEM ดังแสดงในภาพที่ 2.14 เมื่อพิจารณาที่ภาพที่ 2.14(a) และ (b) จะสังเกตเห็น HGM กระจายตัวสม่ำเสมอและหลุดออกจากเมทริกซ์เกิดเป็นรูขึ้นที่บริเวณผิวหน้า เมื่อเพิ่มกำลังขยายดังภาพที่ 2.14(c) และ (e) พบว่ารอยต่อของ HGM และ Epoxy มีความหนาประมาณ 0.8-2 ไมโครเมตร ส่วนภาพที่ 2.14(d) และ (f) เป็นการเพิ่มกำลังขยายเพื่อให้สังเกตเห็นชัดเจนมากขึ้นถึง Interaction ที่ดีของ HGM และ Epoxy

ค่าสัมประสิทธิ์การนำความร้อนของวัสดุคอมพอสิตแสดงดังภาพที่ 2.15 พบว่าค่าดังกล่าวมีค่าที่ลดลงตามปริมาณการเติม HGM โดย neat Epoxy มีค่าสัมประสิทธิ์การนำความร้อนเท่ากับ 0.392 W/mK และเมื่อปริมาณ HGM เพิ่มขึ้นถึง 51.3%vol ค่าดังกล่าวลดลงเหลือ 0.34 W/mK หรือลดลงประมาณ 13.3% ทั้งนี้คาดว่า เป็นผลมาจากการที่ HGM ภายในเป็นแก๊สเฉื่อยทำให้คอมพอสิตนำความร้อนได้ต่ำลง



ภาพที่ 2.14 แสดงภาพพื้นผิวที่แตกหักของวัสดุคอมพอสิต จากการทดสอบด้วยเทคนิคSEM[19]



ภาพที่ 2.15 แสดงความสัมพันธ์ระหว่างค่าสัมประสิทธิ์การนำความร้อนและปริมาณของ HGM[19]

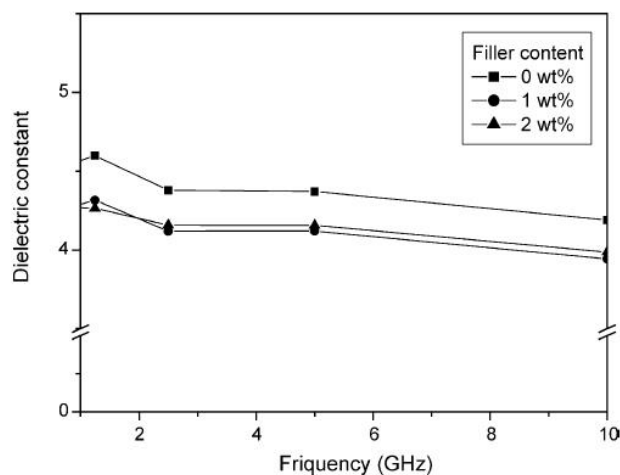
จากงานวิจัยของ Soo-Jin Park และคณะ[20] ได้ศึกษาการเตรียมและสมบัติทางกายภาพของวัสดุคอมพอสิต Diglycidyl ether of bisphenol A (DGEBA) epoxy ที่เสริมแรงด้วย HGM มีขั้นตอนการเตรียมเริ่มจากผสม DGEBA กับ HGM ที่ 1 และ 2%wt ในอ่างน้ำมันที่มีอุณหภูมิ 100 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 1 ชั่วโมง จากนั้นจึงเติม Diaminodiphenyl Methane (DDM เป็น Curing agent) ลงไป ของผสมถูกกวนด้วย Mechanical Stirrer และระเหยแก๊สออกในตู้อบสุญญากาศ จากนั้นจึงทำการขึ้นรูปชิ้นงานโดยเทของผสมลงในแม่พิมพ์ จากนั้นให้ทำการ cure โดยเพิ่มอุณหภูมิ 110 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 1 ชั่วโมง 140 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง และ 170 องศาเซลเซียส อีก 1 ชั่วโมงในตู้อบ

ตารางที่ 2.6 แสดงอุณหภูมิ T_g และ Storage modulus ของวัสดุคอมพอสิตที่ปริมาณการเติม HGM ต่างๆ[20]

	Filler content (wt%)		
	0	1	2
T_g (°C)	176	190	193
Storage modulus at 35°C (GPa)	1.35	1.68	1.74

จากตารางที่ 2.6 พบว่าค่าอุณหภูมิ T_g และ Storage modulus ของวัสดุคอมพอสิตมีค่าเพิ่มขึ้นตามปริมาณการเติม HGM เป็นผลจากการที่ HGM ถูกห่อหุ้มด้วยเมทริกซ์โดยเกิด Interaction ต่อกันทั้งทางเคมีและทางกายภาพ เช่น พันธะไฮโดรเจน จึงทำให้การเคลื่อนไหวของสายโซ่ถูกขัดขวางด้วย HGM ดังนั้นค่าอุณหภูมิ T_g และ Storage modulus ของวัสดุคอมพอสิตจึงมีค่าเพิ่มขึ้น

จากภาพที่ 2.16 แสดงถึงสมบัติทางไฟฟ้าของวัสดุคอมพอสิต Epoxy ที่เสริมแรงด้วย HGM จะพบว่า ค่า Dielectric constant ของวัสดุคอมพอสิตจะมีค่าที่ต่ำลงเมื่อเติม HGM และเพิ่มความถี่ เนื่องจาก HGM ที่เติมลงไปสามารถถ่ายเทประจุกับเมทริกซ์ได้จึงทำให้ค่า Dielectric constant มีค่าที่ต่ำลง



ภาพที่ 2.16 แสดงความสัมพันธ์ระหว่างค่า Dielectric constant กับความถี่ของวัสดุคอมพอสิตที่ปริมาณการเติม HGM ต่างๆ[20]

จากงานวิจัยของ D.M. Laura และคณะ[7] ได้ทำการศึกษาผลของการปรับปรุงพื้นผิวเส้นใยแก้วด้วยสารเชื่อมประสานชนิดต่างๆที่เติมลงในพอลิเมอร์ผสมระหว่างไนลอน 6 และยางมาลีเอตเอทิลีน-โพรพิลีน (EPR-g-MA) สารเชื่อมประสานที่ใช้ประกอบไปด้วย 3-(triethoxysilyl)propyl succinicanhydride (Anhydride silane), (3-glycidoxypropyl)trimethoxysilane (Epoxy silane), 3-aminopropyltriethoxy silane (Amino silane), γ -(polyalkylene oxide) propyltrimethoxysilane (Alkoxy silane) และ n-octyl triethoxysilane (Octyl silane) ขั้นตอนการเตรียมเริ่มจากการปรับปรุงพื้นผิวของเส้นใยด้วยสารเชื่อมประสานทั้ง 5 ชนิด แล้วจึงนำไปหลอมผสมในเครื่องอัดรีดสกรูเดียวกับไนลอน 6 ที่มีและไม่มีกรรมผสมกับยาง EPR-g-MA

ผลการทดสอบสมบัติเชิงกลของไนลอน 6 ที่เติมเส้นใยแก้วที่ผ่านการปรับปรุงพื้นผิวลงไป 15%wt แสดงดังตารางที่ 2.7 เมื่อพิจารณาผลของการเติมเส้นใยแก้วเทียบกับการไม่เติมพบว่า การเติมเส้นใยแก้วที่มีการปรับปรุงพื้นผิวจะช่วยปรับปรุงค่า Tensile modulus, Yield strength และ Impact strength ของวัสดุคอมพอสิตไนลอน 6 เมื่อเปรียบเทียบกับผลของชนิดของสารเชื่อมประสานพบว่าวัสดุคอมพอสิตที่ใช้สารเชื่อมประสานชนิด Anhydride, Epoxy และ Amine ปรับปรุงพื้นผิวเส้นใยแล้วจะมีค่า Tensile modulus, Yield strength, Elongation at break และ Impact strength ที่มากกว่าสารเชื่อมประสานชนิด Polyalkoxy และ Octyl เพียงเล็กน้อย เนื่องจากสารเชื่อมประสานชนิด Anhydride, Epoxy และ Amine สามารถเกิดปฏิกิริยากับไนลอน 6 ได้ทำให้มีความเข้ากันได้ที่ผิวหน้าที่ดีระหว่างเส้นใยแก้วและไนลอน 6 หากพิจารณาจากภาพที่ได้จากเทคนิค

SEM ของตัวอย่างหลังการทดสอบรับแรงกระแทกก็จะพบชั้นบางของไนลอน 6 เคลือบที่ผิวเส้นใยแก้วที่มีการปรับปรุงพื้นผิว

ตารางที่ 2.7 แสดงสมบัติเชิงกลของไนลอน 6 ที่เติมเส้นใยแก้ว 15%wt

Silane coupling agent	Tensile modulus (GPa)	Yield strength (MPa)	Elongation at break (%)	Notched Izod impact strength (Jm ⁻¹)
	<i>No EPR-g-MA</i>			
Anhydride	5.6	117	4.2	60
Epoxy	5.5	110	4.5	59
Amine	5.7	114	4.3	58
Polyalkoxy	5.3	92	4.0	47
Octyl	5.3	81	3.4	45
Unreinforced materials	<i>Neat nylon 6</i>			
	2.8	70	73	52

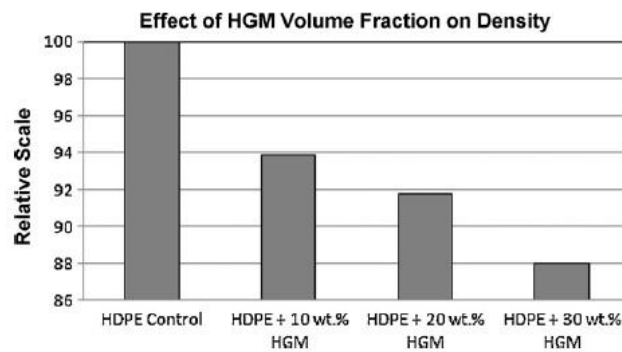
ต่อมาเติมเส้นใยแก้วที่ผ่านการปรับปรุงพื้นผิวด้วยสารเชื่อมประสานที่สามารถเกิดปฏิกิริยากับไนลอน 6 ได้ในปริมาณที่เพิ่มขึ้นเป็น 30%wt

ตารางที่ 2.8 แสดงสมบัติเชิงกลของคอมพอสิตไนลอน 6 จะพบว่าสมบัติเชิงกลมีค่าที่เพิ่มขึ้นเป็นอย่างมากเมื่อเทียบกับ neat nylon 6 ส่วนผลของชนิดสารเชื่อมประสานนั้นพบว่าค่าสมบัติเชิงกลมีค่าไม่แตกต่างกันมากนัก

ตารางที่ 2.8 แสดงสมบัติเชิงกลของไนลอน 6 ที่เติมเส้นใยแก้ว 30%wt[7]

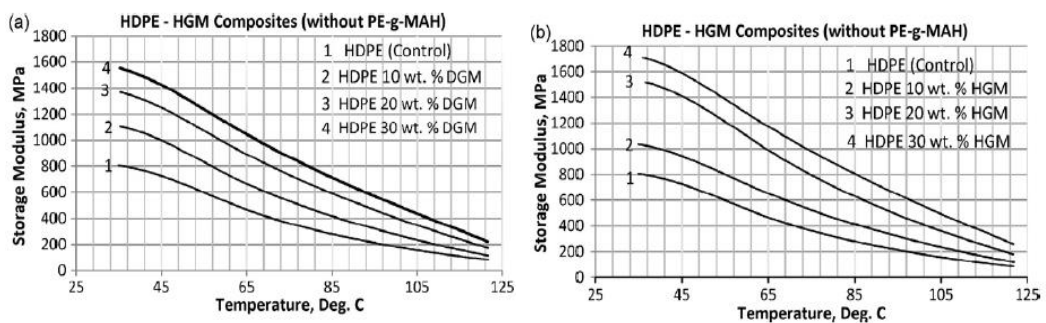
Silane coupling agent	Tensile modulus (GPa)	Yield strength (MPa)	Notched Izod impact strength (J/m)
	<i>No EPR-g-MA</i>		
Amine	9.7	155	147
Epoxy	9.6	153	135
Anhydride	9.6	159	163

จากงานวิจัยของ S.N.Patankar และคณะ[21] ได้ทำการศึกษาสมบัติทางความร้อนและสมบัติเชิงกลของพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูง (HDPE) ที่เสริมแรงด้วย HGM โดยมีการเติม PE-g-MAH เพื่อช่วยเพิ่มความเข้ากันได้ที่ผิวหน้าของ HDPE และ HGM จากภาพที่ 2.17 จะพบว่าความหนาแน่นโดยรวมของวัสดุคอมพอสิต HDPE มีค่าที่ลดลงเหลือประมาณ 88% จากความหนาแน่นเดิมเมื่อเติม HGM ลงไป 30%wt



ภาพที่ 2.17 แสดงผลของ HGM ต่อความหนาแน่นของวัสดุคอมพอสิต HDPE[21]

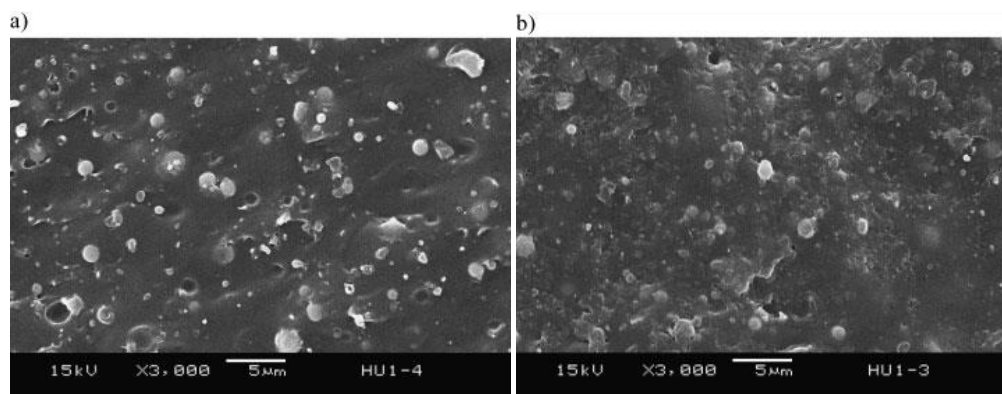
เมื่อพิจารณาภาพที่ 2.18 ที่แสดงค่า Storage modulus ของวัสดุคอมพอสิต HDPE จะพบว่า HGM ช่วยทำให้วัสดุคอมพอสิตมีค่า Storage modulus ที่สูงขึ้นตามปริมาณการเติม HGM โดยที่พฤติกรรมของการตอบสนองยังคงเดิม และเมื่อพิจารณาผลของการเติม PE-g-MAH พบว่าในกรณีที่เติมวัสดุคอมพอสิตจะมีค่า Storage modulus ที่สูงกว่าจากการช่วยให้ผิวหน้าของ HDPE และ HGM มีความเข้ากันได้จึงเกิดการส่งผ่านแรงได้ดีขึ้น วัสดุโดยรวมจึงรับแรงได้มากขึ้นนั่นเอง นอกจากนี้การที่ HGM เป็นวัสดุที่มีค่าการนำความร้อนที่ต่ำ เมื่อเติมลงไป HDPE จึงทำให้วัสดุคอมพอสิต HDPE มีค่าการนำความร้อนที่ต่ำลงตามปริมาณการเติม HGM ทั้งในกรณีที่ไม่มีเติมและเติม PE-g-MAH



ภาพที่ 2.18 แสดงความสัมพันธ์ของค่า Storage modulus และอุณหภูมิของวัสดุคอมพอสิต HDPE ที่เสริมแรงด้วย HGM ที่ปริมาณต่างๆ (a) ไม่มีการเติม และ (b) เติม PE-g-MAH[21]

จากงานวิจัยของ OU Yuchun และคณะ[22] ได้ทำการศึกษาแรงยึดเหนี่ยวระหว่างผิวที่มีผลต่อการตกผลึกและสมบัติเชิงกลของวัสดุคอมพอสิต Poly(ethylene terephthalate) (PET) ที่มีการเติมเม็ดแก้ว โดยเม็ดแก้วที่เติมลงไปมีทั้ง 3 กรณีคือ ไม่ผ่านการปรับปรุงผิวและผ่านการปรับปรุงผิวด้วย γ -Aminopropyl Triethoxy Silane (KH-550) และ Epoxy resin ร่วมกับ γ -Aminopropyl triethoxy Silane (KH-550) ผลการศึกษาทางด้านสมบัติเชิงกลและสัญญาณวิทยาแสดงให้เห็นว่าวัสดุคอมพอสิต PET ที่เติมเม็ดแก้วที่ไม่ผ่านการปรับปรุงผิวมีความเปราะ ส่วนวัสดุคอมพอสิต PET ที่เติมเม็ดแก้วที่ปรับปรุงพื้นผิวด้วย KH-550 มีการยึดติดที่ผิวเพิ่มขึ้น จากการที่หมู่เอมีนที่ปลายของสารเชื่อมประสานทำปฏิกิริยากับ PET ส่วนวัสดุ PET ที่เติมเม็ดแก้วที่ปรับปรุงพื้นผิวด้วย Epoxy resin ร่วมกับ KH-550 มีการยึดติดที่ผิวดีที่สุด เนื่องจากหมู่ปลายของ Epoxy resin ข้างหนึ่งทำปฏิกิริยากับหมู่เอมีนของ KH-550 ที่อยู่ผิวเม็ดแก้ว ส่วนอีกข้างหนึ่งของ Epoxy resin ทำปฏิกิริยากับ PET ที่หมู่ไฮดรอกซิลและคาร์บอนิล

จากงานวิจัยของ Xiao Hu และคณะ[23] ได้ศึกษาการเตรียมคอมพอสิตระหว่าง HGM ที่ผ่านการปรับปรุงพื้นผิวด้วยสารเชื่อมประสานซิลเลน aminopropyltrimethoxysilane ที่มีชื่อทางการค้าว่า KH-550 กับพอลิแอลแลคติกแอซิด (PLLA) ทำการหลอมผสมด้วยเครื่อง Twin-screw extruder โดยมีการปรับเปลี่ยนปริมาณ HGM คือ 5 และ 15%wt ลักษณะทางสัญญาณวิทยาแสดงดังภาพที่ 2.19 จะพบว่าคอมพอสิตที่เติม HGM ที่ผ่านการปรับปรุงพื้นผิวมีการหลุดออกของ HGM ที่ลดลง แสดงให้เห็นว่าการปรับปรุงพื้นผิวช่วยให้การยึดติดกันที่ผิวหน้าของ HGM และ PLLA ดีขึ้น จากผลการทดสอบสมบัติทางความร้อน พบว่า HGM สามารถเป็นสารก่อผลึก (nucleating agent) ให้กับ PLLA สังเกตได้จากปริมาณผลึกของคอมพอสิตเพิ่มขึ้นจาก 5.8 เป็น 9.8 เปอร์เซ็นต์ และเมื่อเปรียบเทียบกับคอมพอสิตที่เติม HGM ที่ผ่านการปรับปรุงพื้นผิวจะพบว่าปริมาณผลึกเพิ่มขึ้นเพียงเล็กน้อยคือ 10.0 ต่อมาตารางที่ 2.9 แสดงสมบัติเชิงกลที่ได้จากการทดสอบการดึงยึดและการทดสอบการรับแรงกระแทก พบว่าคอมพอสิตที่เติม HGM ที่ผ่านการปรับปรุงพื้นผิวจะมีค่า Elongation at break, Tensile modulus, Tensile strength และ Impact strength ที่สูงกว่าคอมพอสิตที่เติม HGM ที่ไม่ได้ผ่านการปรับปรุงผิว เนื่องจากการปรับปรุงพื้นผิวจะทำให้ HGM และ PLLA มีความเข้ากันที่ผิวหน้าที่ดีขึ้น เป็นผลให้การโอนถ่ายแรงจาก PLLA ไปยัง HGM เป็นไปได้ดีขึ้นนั่นเอง

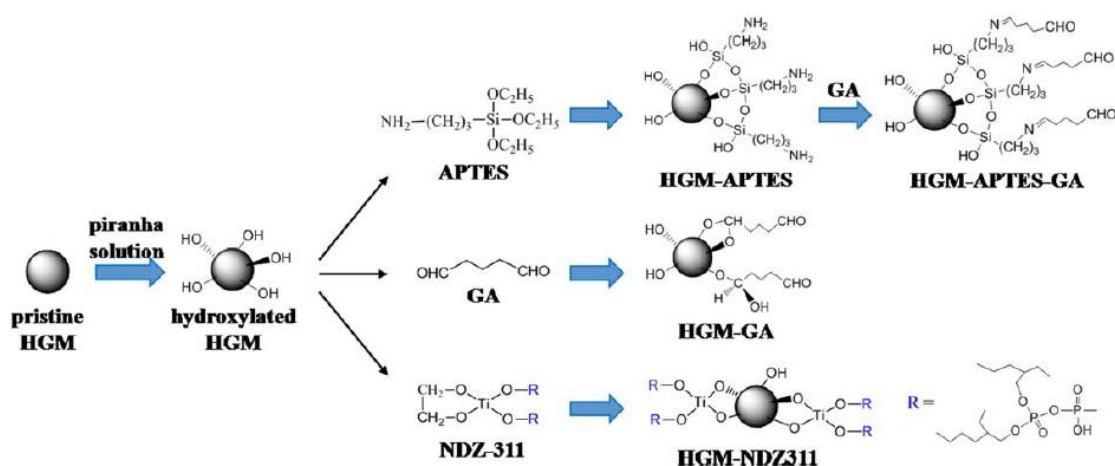


ภาพที่ 2.19 แสดงพื้นผิวการแตกหักของ (a) PLLA ที่เติม HGM ที่ไม่ผ่านการปรับปรุงพื้นผิว และ (b) PLLA ที่เติม HGM ที่ผ่านการปรับปรุงพื้นผิว[23]

ตารางที่ 2.9 แสดงสมบัติเชิงกลของ PLLA และคอมพอสิต PLLA[23]

Sample	Elongation at break (%)	Tensile Modulus (MPa)	Tensile Strength (MPa)	Impact strength (J/m ²)
PLLA	3.7±0.2	3572±155	55.2±0.6	2268±37.2
G5	2.4±0.1	3274±296	55.4±1.0	2576±32.0
G15	2.1±0.1	3728±115	54.1±0.7	2905±41.5
TG5	3.3±0.2	3200±169	54.8±0.9	2674±46.1
TG15	2.6±0.1	4470±120	54.4±0.4	3563±29.4

จากงานวิจัยของ Chi Huang และคณะ[24] ได้ศึกษาผลของชนิดสารเชื่อมประสานที่ใช้ปรับปรุงพื้นผิว HGM ที่เติมในโพลีเมอร์ phenolic (PF) โดยทำการปรับปรุงพื้นผิว HGM ด้วยสารเชื่อมประสานไฮดรอกซิล 3 ชนิด คือ γ -aminopropyltriethoxysilane (APTES), di(octylpyrophosphato) ethylene titanate (NDZ-311) และ glutaraldehyde (GA) โดย HGM ที่ปรับปรุงพื้นผิวด้วย APTES แล้วจะถูกนำไปปรับปรุงพื้นผิวด้วย GA อีกครั้งหนึ่ง ดังภาพที่ 2.20

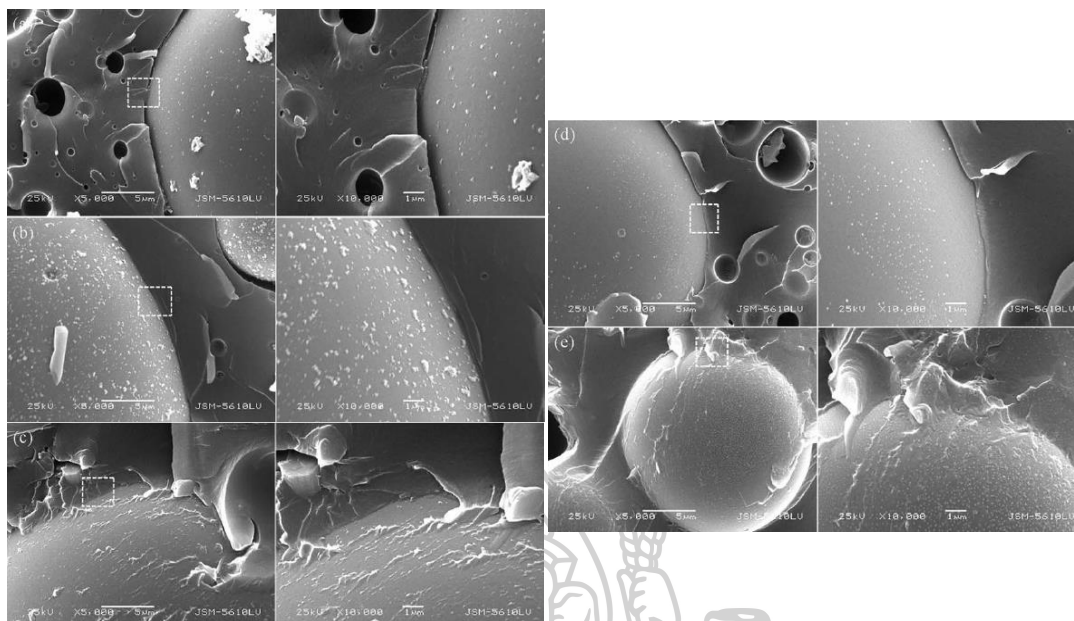


ภาพที่ 2.20 แสดงกลไกการปรับปรุงพื้นผิว HGM ของสารเชื่อมประสานโพลีเอทิลีนแต่ละชนิด[24]

ผลการทดสอบสมบัติเชิงกลแสดงดังตารางที่ 2.10 เมื่อเปรียบเทียบระหว่างคอมพอสิต PF ที่เติม HGM ที่ไม่ผ่านและผ่านการปรับปรุงพื้นผิวจะพบว่า คอมพอสิต PF ที่เติม HGM ที่ผ่านการปรับปรุงพื้นผิวจะสมบัติเชิงกลที่ดีกว่า เนื่องจากผิวหน้าของ HGM และ PF ยึดติดกันได้ดี การถ่ายโอนแรงระหว่างกันจึงเป็นไปได้ไปดี สมบัติเชิงกลจึงเพิ่มขึ้นตามไปด้วย โดยภาพที่ 2.21 ได้ยืนยันการยึดติดกันที่ผิวหน้า HGM และ PF ซึ่งสอดคล้องกับสมบัติเชิงกลที่ได้

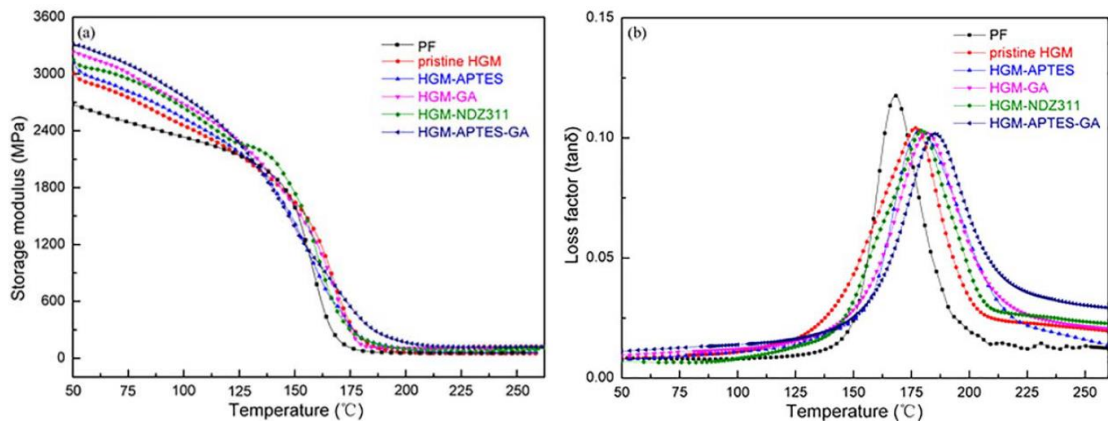
ตารางที่ 2.10 แสดงสมบัติเชิงกลของคอมพอสิต PF[24]

Sample	Flexural strength (MPa)	Flexural modulus (MPa)	Impact strength (kJ/m ²)
Neat PF	38.3±0.97	428.54±19.28	4.03±0.18
PF/pristine HGM	17.82±1.80	261.67±12.67	3.18±0.16
PF/HGM-APTES	24.11±1.48	322.31±15.41	3.57±0.13
PF/HGM-GA	26.93±1.02	378.91±18.63	3.71±0.12
PF/HGM-NDZ311	22.69±1.17	297.20±13.35	3.65±0.15
PF/HGM-APTES-GA	29.23±0.88	377.63±17.24	3.79±0.18



ภาพที่ 2.21 แสดงลักษณะทางสัณฐานวิทยาบริเวณผิวหน้าระหว่าง HGM และ PF
 (a) PF/pristine HGM, (b) PF/HGM-APTES, (c) PF/HGM-GA, (d) PF/HGM-NDZ311 และ
 (e) PF/HGM-APTES-GA[24]

ภาพที่ 2.22 แสดงสมบัติเชิงกลแบบพลวัต (DMA) เมื่อพิจารณาภาพที่ 2.22(a) พบว่าเมื่ออุณหภูมิสูงขึ้น neat PF และคอมพอสิตทุกสูตรมีค่า Storage modulus ที่ลดลง เนื่องจากสายโซ่ได้รับพลังงานมากพอให้เคลื่อนไหวได้ เมื่อสังเกตที่อุณหภูมิต่ำคอมพอสิต PF ทุกสูตรจะมีค่า Storage modulus สูงกว่า neat PF และคอมพอสิตที่เติม HGM ที่ผ่านการปรับปรุงพื้นผิวจะมีค่า Storage modulus สูงกว่า PF/pristine HGM ต่อมาพิจารณาภาพที่ 2.22(b) พิจารณาที่ peak $\tan\delta$ ซึ่งสอดคล้องกับอุณหภูมิ T_g ของคอมพอสิต พบว่า peak $\tan\delta$ ของคอมพอสิต PF ทุกสูตรมีค่ามากกว่า neat PF และคอมพอสิตที่เติม HGM ที่ผ่านการปรับปรุงพื้นผิวจะมี peak $\tan\delta$ สูงกว่า PF/pristine HGM ทั้งนี้เป็นผลจากการยึดติดกันที่ผิวหน้าที่ดีของ HGM และ PF จึงขัดขวางการเคลื่อนไหวของสายโซ่ PF ค่า Storage modulus และ peak $\tan\delta$ จึงมีค่าสูงกว่า เมื่อเปรียบเทียบผลของชนิดสารเชื่อมประสานไซเลนจะพบว่าคอมพอสิตสูตร PF/HGM-APTES-GA จะมีสมบัติต่างๆที่ดีที่สุด รองลงมาคือ PF/HGM-GA, PF/HGM-APTES, PF/HGM-NDZ311 และ PF/pristine HGM ตามลำดับ



ภาพที่ 2.22 (a) แสดงค่า Storage modulus และ (b) $\tan\delta$ ของ neat PF และคอมพอสิต PF ที่
 อุดหนุนต่างๆ[24]



บทที่ 3

วิธีดำเนินงานวิจัย

3.1 สารเคมีที่ใช้ในงานวิจัย

3.1.1 พอลิเอไมด์ 11 (Polyamide 11, PA11) ที่ใช้ในงานวิจัยนี้คือ Rilsan® เกรด BESNO TL จากบริษัท Arkema : ความหนาแน่น 1.02 กรัม/เซนติเมตร³, อุณหภูมิหลอมเหลว 186 องศาเซลเซียส และมีค่า melt flow index 1 กรัม/ลิบนาที่ สมบัติอื่นๆแสดงดังตารางที่ 2.1

3.1.2 เม็ดแก้วลวงเกรด iM30K จากบริษัท 3M : ความหนาแน่น 0.60 กรัม/เซนติเมตร³ และเส้นผ่านศูนย์กลางเฉลี่ย 18 ไมโครเมตร สมบัติอื่นๆแสดงดังตารางที่ 2.2

3.1.3 3-(Trimethoxysilyl)propyl methacrylate (MPTMS) จากบริษัท Sigma-Aldrich

3.1.4 3-(Glycidyloxypropyl)trimethoxysilane (GPTMS) จากบริษัท Sigma-Aldrich

3.1.5 3-(Aminopropyl)trimethoxysilane (APTMS) จากบริษัท Sigma-Aldrich

3.1.6 เอทานอล (Ethanol) ความบริสุทธิ์ 99.9% จากบริษัท QREC

3.1.7 โซเดียมไฮดรอกไซด์ (NaOH) จากบริษัท QREC

3.1.8 กรดอะซิติก (Acetic acid) ความบริสุทธิ์ 99.8% จากบริษัท Sigma-Aldrich

3.1.9 น้ำกลั่น

3.2 เครื่องผสมและขึ้นรูป

3.2.1 เครื่องอัดรีดแบบสกรูคู่ (Co-rotating twin-screw extruder) รุ่น Thermo Haake PolyLab mobile system ผลิตโดยบริษัท Haake ประเทศเยอรมนี

3.3.3 เครื่องฉีดขึ้นรูปพลาสติก (Injection molding) รุ่น PS40E5ASE ผลิตโดยบริษัท Nissei ประเทศญี่ปุ่น

3.3 เครื่องมือวิเคราะห์

3.3.1 กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning Electron Microscope, SEM) รุ่น TM3030 ผลิตโดยบริษัท Hitachi- High-Technologies Corporation ประเทศญี่ปุ่น

3.3.2 ศึกษาสมบัติการไหลด้วยเครื่องทดสอบสมบัติการไหลแบบแผ่นคู่ขนาน (Parallel plate rheometer) รุ่น ARES G2 ผลิตโดยบริษัท TA Instrument ประเทศสหรัฐอเมริกา

3.3.3 เครื่องอินฟราเรดสเปกโตรมิเตอร์ (Fourier Transform Infrared Spectrometer, FTIR) รุ่น Vertex 70 ผลิตโดยบริษัท BRUKER ประเทศสหรัฐอเมริกา

3.3.4 เครื่องทดสอบสมบัติเชิงกลแบบทั่วไป (Universal testing machine) รุ่น 5969 ผลิตโดยบริษัท Instron Engineering Corporation ประเทศสหรัฐอเมริกา

3.3.5 เครื่องทดสอบแรงกระแทก (Impact Tester) CEAST 9050 รุ่น 7614.000 ผลิตโดยบริษัท Instron Engineering Corporation ประเทศสหรัฐอเมริกา

3.3.6 เครื่องวิเคราะห์การเปลี่ยนแปลงน้ำหนักของสารโดยอาศัยคุณสมบัติทางความร้อน (Thermogravimetric Analyzer, TGA) รุ่น TGA/DSC1 ผลิตโดยบริษัท Mettler Toledo ประเทศสหรัฐอเมริกา

3.3.7 เครื่องดิฟเฟอเรนเชียลสแกนนิ่งแคลอริมิเตอร์ (Differential Scanning Calorimeter, DSC) รุ่น DSC1 ผลิตโดยบริษัท Mettler Toledo ประเทศสหรัฐอเมริกา

3.3.8 เครื่องทดสอบสมบัติเชิงกลแบบพลวัต (Dynamic Mechanical Analyzer, DMA) รุ่น EPLEXOR 100 N ผลิตโดยบริษัท NETZSCH GABO ประเทศเยอรมนี

3.3.9 เครื่อง Precision Impedance Analyzer รุ่น 4294A ผลิตโดยบริษัท Agilent ประเทศสหรัฐอเมริกา

3.4 วิธีการวิจัย

ส่วนที่ 1 ศึกษาผลของชนิดและปริมาณของสารเชื่อมประสานไซเลนต่อสมบัติต่างๆของคอมพอสิตพอลิเอไมต์ 11 ที่เสริมแรงด้วยเม็ดแก้วกลาง โดยกำหนดให้ปริมาณการเติมเม็ดแก้วกลางคงที่ที่ 6 phr มีขั้นตอนดังนี้

3.4.1 ขั้นตอนการเตรียมเม็ดแก้วกลางที่ผ่านการปรับปรุงพื้นผิวด้วยสารเชื่อมประสานไซเลน

3.4.1.1 นำเม็ดแก้วกลางอบในตู้อบที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 12 ชั่วโมง จากนั้นปรับปรุงพื้นผิวเม็ดแก้วกลางด้วยสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ความเข้มข้น 0.5 โมลต่อลิตร ที่อุณหภูมิ 90 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 1 ชั่วโมง จากนั้นกรองและทำการสะเทินด้วยกรดอะซิติก แล้วล้างด้วยน้ำกลั่นจนเป็นกลาง อบในตู้อบที่อุณหภูมิ 120 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 12 ชั่วโมง

3.4.1.2 นำเม็ดแก้วกลางที่ได้มาปรับปรุงพื้นผิวด้วยสารเชื่อมประสานไซเลนทั้ง 3 ชนิด คือ 3-(Trimethoxysilyl)propyl methacrylate, 3-(Glycidyloxypropyl)trimethoxysilane และ 3-(Amino propyl)trimethoxysilane ในเอทานอล โดยความเข้มข้นของสารเชื่อมประสานไซเลนที่

ใช้คือ 3 และ 5 %wt ทำปฏิกิริยาที่อุณหภูมิ 40 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 4 ชั่วโมง จากนั้นล้างเม็ดแก้วกลางด้วยเอทานอลและอบในตู้อบที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 12 ชั่วโมง

3.4.2 การพิสูจน์เอกลักษณ์เม็ดแก้วกลางที่ไม่ผ่านและผ่านการปรับปรุงพื้นผิวด้วยสารเชื่อมประสานไซเลน

3.4.2.1 เทคนิคอินฟราเรด สเปกโตรสโคปี (FTIR)

เพื่อยืนยันการปรับปรุงพื้นผิวเม็ดแก้วกลางด้วยสารเชื่อมประสานไซเลน จึงนำเม็ดแก้วกลางมาทดสอบด้วยเทคนิคอินฟราเรด สเปกโตรสโคปี (FTIR) โดยทำการอบเม็ดแก้วกลางที่จะทดสอบและ KBr ในตู้อบที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 12 ชั่วโมง จากนั้นจึงบดและอัดเม็ดแก้วกลางกับ KBr เป็นแผ่นบางเพื่อไปทดสอบผ่านคลื่น IR ทดสอบที่เลขคลื่นตั้งแต่ 4000-400 cm^{-1}



ภาพที่ 3.1 เครื่องอินฟราเรด สเปกโตรมิเตอร์

3.4.2.2 กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning Electron Microscope, SEM)

เม็ดแก้วกลางที่ไม่ผ่านและผ่านการปรับปรุงพื้นผิวจะถูกเคลือบด้วยทองและแพลทินัมด้วยเทคนิค Sputtering เพื่อนำมาศึกษาลักษณะทางสัณฐานวิทยาด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด



ภาพที่ 3.2 กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM)

3.4.3 ขั้นตอนการเตรียมคอมพอสิตที่มีการเติมเม็ดแก้วกลางที่ไม่ผ่านและผ่านการปรับปรุงพื้นผิวด้วยสารเชื่อมประสานไซเลนทั้ง 3 ชนิดในพอลิเอไมด์ 11

3.4.3.1 นำเม็ดแก้วกลางจากส่วนที่ 1 มาอบในตู้อบที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 12 ชั่วโมง และนำเม็ดพลาสติกพอลิเอไมด์ 11 อบในตู้อบสุญญากาศที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 8 ชั่วโมง จากนั้นจึงเก็บใส่กล่องที่มีซิลิกาเจล

3.4.3.2 เตรียมคอมพอสิตระหว่างพอลิเอไมด์ 11 กับเม็ดแก้วกลางที่ไม่ผ่านและผ่านการปรับปรุงพื้นผิวด้วยสารเชื่อมประสานไซเลนทั้ง 3 ชนิดด้วยเครื่องอัดรีดแบบสกรูคู่ (Co-rotating twin-screw extruder) กำหนดให้ปริมาณการเติมเม็ดแก้วกลางคงที่ที่ 6 phr ดังแสดงในตารางที่ 3.1 โดยเส้นอัดรีดของคอมพอสิตที่ไหลผ่านหน้าตายมีการหล่อเย็นด้วยอากาศ ความเร็วรอบของสกรูที่ใช้ผสมคือ 50 รอบต่อนาที และอุณหภูมิตั้งแต่โซนป้อนเม็ดจนถึงหัวตายคือ 185/215/235/240/235 องศาเซลเซียส หลังจากเส้นอัดรีดของคอมพอสิตถูกหล่อเย็นจะถูกตัดด้วยเครื่องตัดเม็ดพลาสติก

ตารางที่ 3.1 แสดงสัดส่วนการผสมเม็ดแก้วกลางกับพอลิเอไมด์ 11 และปริมาณไซเลนที่ใช้ในส่วนที่ 1

ชื่อย่อ	ปริมาณการเติม		ชนิดไซเลน	ปริมาณไซเลนที่ใช้ (%wt HGM)
	PA 11 (g)	HGM (g)		
Neat PA11	1000	-	-	-
PA11/HGM6	1000	60	-	-
PA11/HGM6A3	1000	60	APTMS	3
PA11/HGM6A5	1000	60	APTMS	5
PA11/HGM6G3	1000	60	GPTMS	3
PA11/HGM6G5	1000	60	GPTMS	5
PA11/HGM6M3	1000	60	MPTMS	3
PA11/HGM6M5	1000	60	MPTMS	5



ภาพที่ 3.3 เครื่องอัดรีดแบบสกรูคู่ (Co-rotating twin-screw extruder)

3.4.3.3 ฉีดขึ้นรูปคอมพอสิตเพื่อนำไปทดสอบสมบัติต่างๆ โดยนำเม็ดพลาสติกคอมพอสิต ที่ได้จากข้อที่ 3.4.2.2 ทุกสูตรอบในตู้อบสุญญากาศที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 8 ชั่วโมง จากนั้นจึงนำไปฉีดขึ้นรูปด้วยเครื่องฉีดขึ้นรูปพลาสติก (Injection molding) อุณหภูมิตั้งแต่ โชนป้อนเม็ดจนถึงหัวฉีดคือ 235/240/250/250 องศาเซลเซียส

3.4.4 การทดสอบสมบัติต่างๆของคอมพอสิต

3.4.4.1 พิสูจน์เอกลักษณ์ของคอมพอสิต

ทดสอบด้วยเทคนิคอินฟราเรด สเปกโตรสโคปี (FTIR) นำเม็ดพลาสติกคอมพอสิตที่จะทดสอบและ KBr อบในตู้อบที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 12 ชั่วโมง จากนั้นบดและอัดผงจากเม็ดพลาสติกคอมพอสิตกับ KBr ให้เป็นแผ่นบางเพื่อนำไปทดสอบผ่านคลื่น IR เลขคลื่นที่ใช้ทดสอบตั้งแต่ $4000-400\text{ cm}^{-1}$

3.4.4.2 ศึกษาลักษณะทางสัณฐานวิทยาของคอมพอสิต

ตัวอย่างชิ้นงานที่นำมาทดสอบประกอบด้วย ชิ้นงานที่ได้หลังจากการทดสอบการดึงยืด และชิ้นงานที่ได้จากการหักหลังจากแช่ในไนโตรเจนเหลว โดยชิ้นงานจะถูกเคลือบด้วยทองและแพลทินัมด้วยเทคนิค Sputtering เพื่อนำมาศึกษาลักษณะทางสัณฐานวิทยาด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด

3.4.4.3 การทดสอบสมบัติเชิงกล

3.4.4.3.1 ทดสอบสมบัติการดึงยึดของคอมพอลสิต

ทำการทดสอบด้วยเครื่องทดสอบสมบัติเชิงกลแบบทั่วไป (Universal testing machine) ตามมาตรฐาน ASTM D638 type I ขนาดของ Load cell ที่ใช้คือ 5 กิโลนิวตัน อัตราเร็วในการดึงยึดคือ 50 มิลลิเมตรต่อนาที ทำการบันทึกค่า Young's modulus, Tensile strength at yield และ %Elongation at break แล้วนำมาหาค่าเฉลี่ยและค่าเบี่ยงเบนมาตรฐานจากชิ้นงานที่มีค่าการทดสอบใกล้เคียงกันมากที่สุดอย่างน้อย 5 ชิ้นงาน



ภาพที่ 3.4 เครื่องทดสอบสมบัติเชิงกลแบบทั่วไป (Universal testing machine)

3.4.4.3.2 การทดสอบความสามารถในการรับแรงกระแทก

ทำการทดสอบด้วยเครื่องทดสอบการกระแทก (Impact tester) ตามมาตรฐาน ASTM D256 แบบ Notched Izod Impact โดย Pendulum ที่ใช้ทดสอบหนัก 1 จูล ทำการบันทึกค่า Impact strength มาหาค่าเฉลี่ยและค่าเบี่ยงเบนมาตรฐานจากชิ้นงานที่มีค่าการทดสอบใกล้เคียงกันมากที่สุดอย่างน้อย 5 ชิ้นงาน



ภาพที่ 3.5 เครื่องทดสอบการกระแทก (Impact tester)

3.4.4.4 การทดสอบสมบัติเชิงกลแบบพลวัตของคอมพอสิต

ทดสอบด้วยเครื่อง Dynamic Mechanical Analyzer (DMA) โหมดในการทดสอบคือ 3-point bending ทำการกวาดอุณหภูมิตั้งแต่ -50 ถึง 150 องศาเซลเซียส อัตราการให้ความร้อน 3 องศาเซลเซียสต่อนาที ที่ความถี่ 1 เฮิรตซ์ ชิ้นงานที่นำมาทดสอบมีขนาด 10x40x3 มิลลิเมตร



ภาพที่ 3.6 เครื่อง Dynamic Mechanical Analyzer (DMA)[25]

3.4.4.5 การทดสอบสมบัติการไหลของคอมพอสิต

ทดสอบด้วยเครื่อง Rotational rheometer แผ่นคู่ขนานที่ใช้ทำจากเหล็กกล้าปลอดสนิม (Stainless steel) เส้นผ่านศูนย์กลาง 25 มิลลิเมตร ระยะห่างระหว่างแผ่นคู่ขนานคือ 1.350 มิลลิเมตร ระบบในการให้ความร้อนใช้ระบบ FCO ทดสอบที่อุณหภูมิคงที่ที่ 250 องศาเซลเซียส โดยปรับเปลี่ยนความถี่เชิงมุมตั้งแต่ 0.1 ถึง 100 เรเดียนต่อวินาที



ภาพที่ 3.7 เครื่อง Rotational rheometer

3.4.4.6 การทดสอบสมบัติทางความร้อนของคอมพอสิต

ทดสอบด้วยเครื่อง Differential Scanning Calorimeter (DSC) ตัวอย่างที่นำมาทดสอบหนักประมาณ 5-10 มิลลิกรัม อุณหภูมิที่ทดสอบตั้งแต่ 20 ถึง 240 องศาเซลเซียส อัตราการให้ความร้อน 10 องศาเซลเซียสต่อนาที ภายใต้บรรยากาศแก๊สไนโตรเจน โดยสามารถแบ่งขั้นตอนการทดสอบเป็น 7 ขั้นตอน ดังนี้

ขั้นที่ 1 Hold ที่อุณหภูมิ 20 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 1 นาที

ขั้นที่ 2 Heat จากอุณหภูมิ 20 ไปที่ 240 องศาเซลเซียส อัตราการให้ความร้อน 10 องศาเซลเซียสต่อนาที

ขั้นที่ 3 Hold ที่อุณหภูมิ 240 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 1 นาที

ขั้นที่ 4 Cool จากอุณหภูมิ 240 ไปที่ 20 องศาเซลเซียส อัตราการเย็นตัว -10 องศาเซลเซียสต่อนาที

ขั้นที่ 5 Hold ที่อุณหภูมิ 20 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 1 นาที

ขั้นที่ 6 Heat จากอุณหภูมิ 20 ไปที่ 240 องศาเซลเซียส อัตราการให้ความร้อน 10 องศาเซลเซียสต่อนาที

ขั้นที่ 7 Hold ที่อุณหภูมิ 240 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 1 นาที



ภาพที่ 3.8 เครื่อง Differential Scanning Calorimeter (DSC)

3.4.4.7 การทดสอบเสถียรภาพทางความร้อนของคอมพอสิต

ทดสอบด้วยเครื่อง Thermogravimetric Analyzer (TGA) ตัวอย่างที่นำมาทดสอบหนักประมาณ 5-10 มิลลิกรัม อุณหภูมิที่ทดสอบตั้งแต่ 50 ถึง 600 องศาเซลเซียส อัตราการให้ความร้อน 10 องศาเซลเซียสต่อนาที ภายใต้บรรยากาศแก๊สไนโตรเจน โดยสามารถแบ่งขั้นตอนการทดสอบเป็น 3 ชั้น ดังนี้

ชั้นที่ 1 Hold ที่อุณหภูมิ 50 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 1 นาที

ชั้นที่ 2 Heat จากอุณหภูมิ 50 ไปที่ 600 องศาเซลเซียส อัตราการให้ความร้อน 10 องศาเซลเซียสต่อนาที

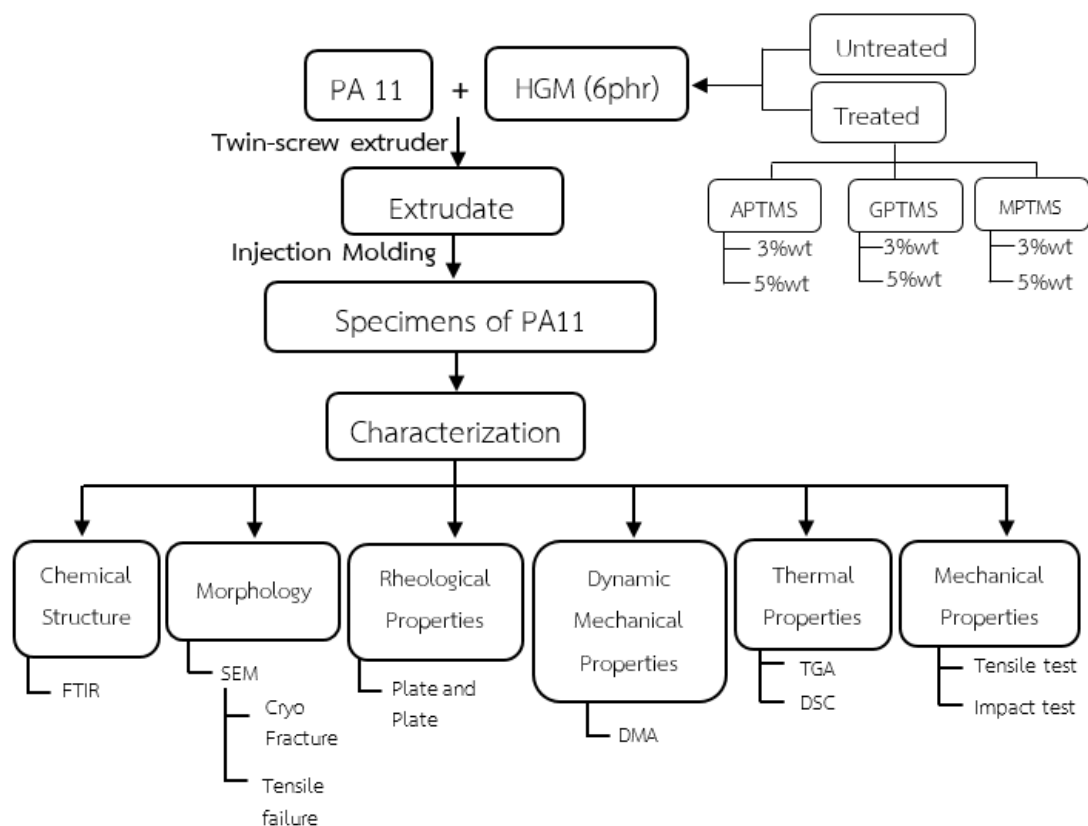
ชั้นที่ 3 Hold ที่อุณหภูมิ 600 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 1 นาที



ภาพที่ 3.9 เครื่อง Thermogravimetric Analyzer (TGA)

เมื่อทำการพิสูจน์เอกลักษณ์และทดสอบสมบัติต่างๆของคอมพอสิตในส่วนที่ 1 แล้ว ผู้วิจัยจะพิจารณาเลือกสารเชื่อมประสานโซเลน 1 ชนิด ที่ทำให้คอมพอสิตมีสมบัติต่างๆเหมาะสมที่สุดมาใช้ปรับปรุงพื้นผิวเม็ดแก้วลงเพื่อใช้ในส่วนที่ 2

โดยวิธีการวิจัยใน ส่วนที่ 1 สามารถสรุปได้ดังแผนผังภาพที่ 3.10



ภาพที่ 3.10 แสดงแผนผังวิธีการวิจัยส่วนที่ 1 โดยสรุป

ส่วนที่ 2 ศึกษาผลของปริมาณเม็ดแก้วกลางที่ผ่านการปรับปรุงพื้นผิวต่อสมบัติต่างๆของคอมพอสิตพอลิเอไมด์ 11 มีขั้นตอนดังนี้

3.4.5 ขั้นตอนการเตรียมคอมพอสิตที่มีการเติมเม็ดแก้วกลางที่ไม่ผ่านและผ่านการปรับปรุงพื้นผิวด้วยสารเชื่อมประสานไซเลนที่เลือกจากส่วนที่ 1 ลงในพอลิเอไมด์ 11

ส่วนที่ 2 จะทำการศึกษาผลของปริมาณการเติมเม็ดแก้วกลางที่ไม่ผ่านและผ่านการปรับปรุงพื้นผิวต่อสมบัติต่างๆของคอมพอสิต โดยมีการปรับเปลี่ยนปริมาณเม็ดแก้วกลาง 3, 6 และ 10 phr ดังแสดงในตารางที่ 3.2 และทำการผสมคอมพอสิตด้วยเครื่องอัดรีดแบบสกรูคู่ (Co-rotating twin-screw extruder) และขึ้นรูปชิ้นงานด้วยเครื่องฉีดขึ้นรูปพลาสติก (Injection molding) เช่นเดียวกับในส่วนที่ 1

ตารางที่ 3.2 แสดงสัดส่วนการผสมเม็ดแก้วกลางกับพอลิเอไมด์ 11 และปริมาณไซเลนที่ใช้ในส่วนที่ 2

ชื่อย่อ	ปริมาณการเติม		ปริมาณไซเลนที่ใช้ (%wt HGM)
	PA 11 (g)	HGM (g)	
Neat PA11	1000	-	-
PA11/HGM3	1000	30	-
PA11/HGM6	1000	60	-
PA11/HGM10	1000	100	-
PA11/HGM3X3	1000	30	3
PA11/HGM6X3	1000	60	3
PA11/HGM10X3	1000	100	3
PA11/HGM3X5	1000	30	5
PA11/HGM6X5	1000	60	5
PA11/HGM10X5	1000	100	5

3.4.6 การทดสอบสมบัติต่างๆของคอมพอสิต

3.4.6.1 การทดสอบสมบัติทางไฟฟ้า

ทดสอบด้วยเครื่อง Precision Impedance Analyzer เพื่อทดสอบหาค่า Dielectric constant ตามมาตรฐาน ASTM D150



ภาพที่ 3.11 เครื่อง Precision Impedance Analyzer

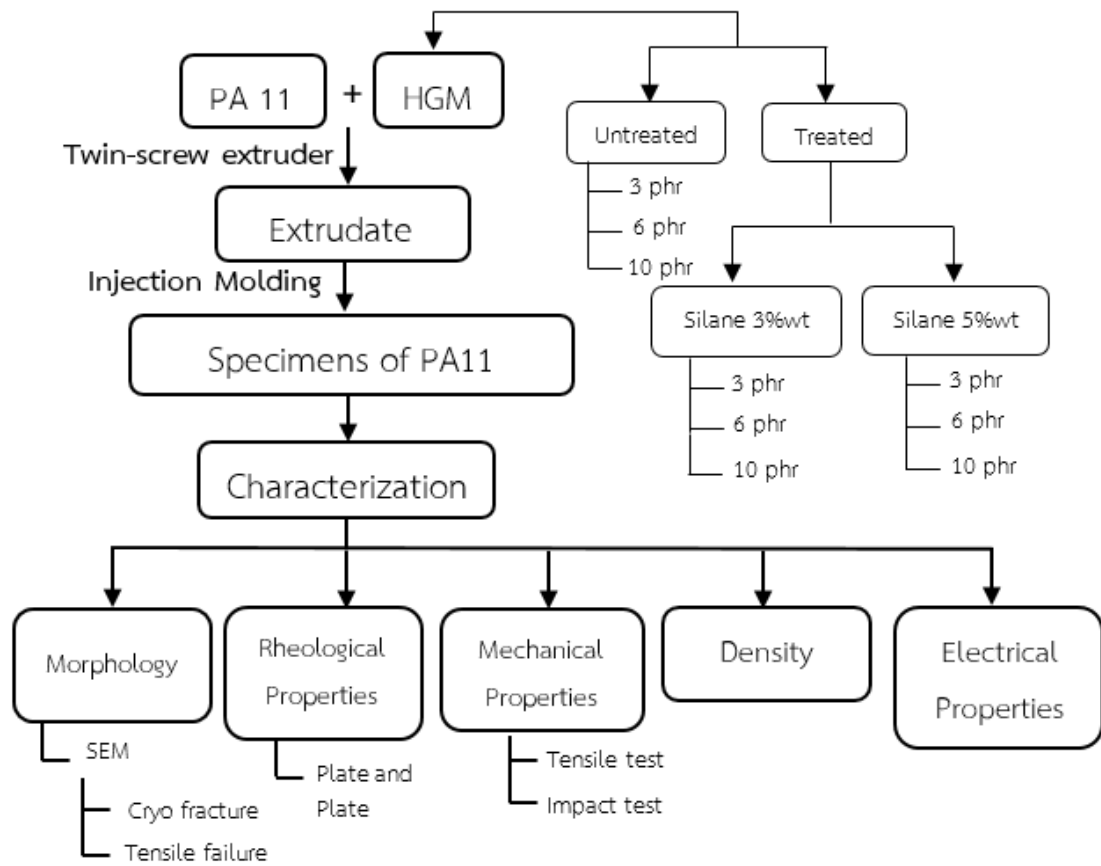
3.4.6.2 การทดสอบความหนาแน่น

ทำการทดสอบด้วย Pycnometer ตามมาตรฐาน ASTM D792

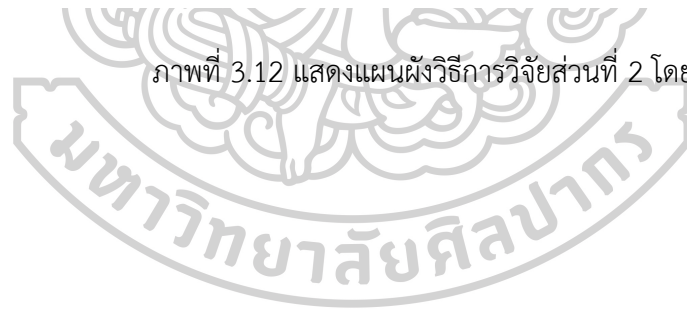
3.4.6.3 ลักษณะทางสัณฐานวิทยา สมบัติการไหล สมบัติเชิงกลแบบพลวัต สมบัติการดึงยืด และสมบัติในการรับแรงกระแทก

ทำการทดสอบเช่นเดียวกับส่วนที่ 1

โดยวิธีการวิจัยในส่วนที่ 2 สามารถสรุปได้ดังแผนผังในภาพที่ 3.12



ภาพที่ 3.12 แสดงแผนผังวิธีการวิจัยส่วนที่ 2 โดยสรุป



บทที่ 4

ผลการทดลองและวิจารณ์ผลการทดลอง

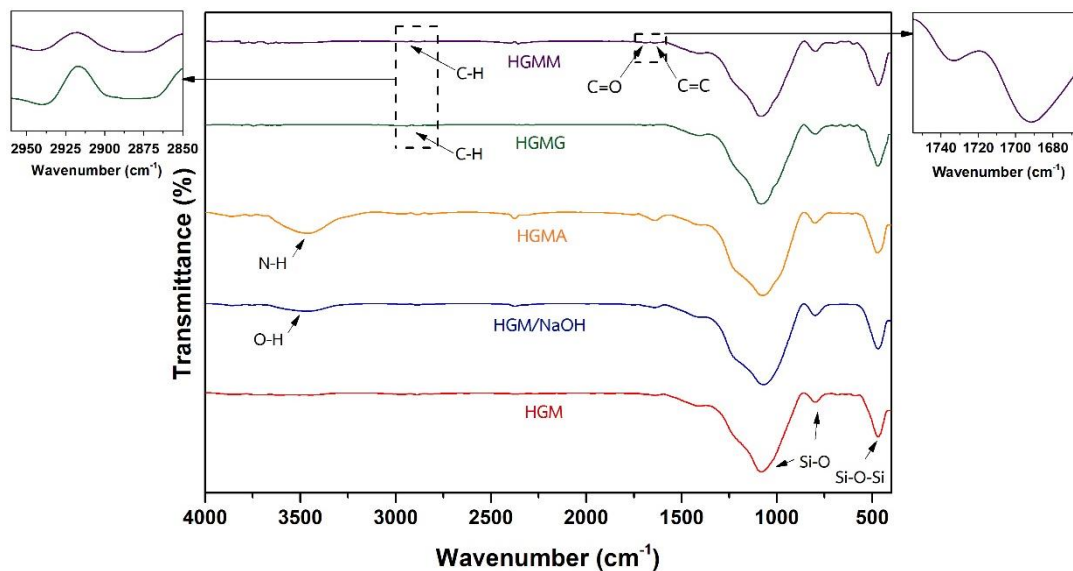
เนื่องจากปัจจุบันพลาสติกที่สังเคราะห์ได้จากปิโตรเลียมกำลังเป็นปัญหาต่อสภาวะแวดล้อม จึงทำให้พลาสติกที่สังเคราะห์ได้จากทรัพยากรหมุนเวียนเป็นทางเลือกที่น่าสนใจซึ่งหนึ่งในนั้นคือ พอลิเอไมด์ 11 แต่ยังไม่มีการนำพอลิเอไมด์ 11 มาใช้งานทางด้านยานยนต์ อิเล็กทรอนิกส์ หรือด้านอื่นๆมากนัก อาจเนื่องมาจากราคาที่แพง สมบัติเชิงกลและสมบัติทางไฟฟ้ายังไม่เหมาะสมกับการนำไปใช้งาน งานวิจัยนี้จึงได้ศึกษาความเป็นไปได้ในการพัฒนาวัสดุคอมพอสิตของพอลิเอไมด์ 11 ที่เสริมแรงด้วยเม็ดแก้วกลางที่ไม่ผ่านและผ่านการปรับปรุงพื้นผิวด้วยสารเชื่อมประสานไซเลน 3 ชนิดคือ 3 - (Trimethoxysilyl)propyl methacrylate (MPTMS), 3- (Glycidyloxypropyl)trimethoxy silane (GPTMS) และ 3-(Aminopropyl)trimethoxysilane (APTMS) เพื่อเพิ่มการยึดติดกันที่ผิวหน้าของเม็ดแก้วกลางและพอลิเอไมด์ 11 โดยงานวิจัยนี้แบ่งออกเป็น 2 ตอน ประกอบด้วย ตอนที่ 1 ศึกษาผลของชนิดและปริมาณของสารเชื่อมประสานไซเลนต่อความเข้ากันได้และสมบัติต่างๆ ของคอมพอสิตพอลิเอไมด์ 11 โดยกำหนดให้ปริมาณเม็ดแก้วกลางที่เติมลงไปคงที่ที่ 6 phr หลังจากการทดสอบสมบัติต่างๆของคอมพอสิตในตอนที่ 1 แล้วจะทำการพิจารณาเลือกสารเชื่อมประสานไซเลนที่ทำให้คอมพอสิตมีสมบัติต่างๆเหมาะสมที่สุดมาใช้ปรับปรุงพื้นผิวเม็ดแก้วกลางเพื่อใช้ในตอนที่ 2 ซึ่งตอนที่ 2 ทำการศึกษาผลของปริมาณการเติมเม็ดแก้วกลางที่ไม่ผ่านและผ่านการปรับปรุงพื้นผิวต่อสมบัติต่างๆของคอมพอสิต โดยมีการปรับเปลี่ยนปริมาณเม็ดแก้วกลางเป็น 3, 6 และ 10 phr

4.1 ศึกษาผลของชนิดและปริมาณของสารเชื่อมประสานไซเลนต่อความเข้ากันได้และสมบัติต่างๆของคอมพอสิตพอลิเอไมด์ 11 ที่เสริมแรงด้วยเม็ดแก้วกลาง

4.1.1 การพิสูจน์เอกลักษณ์และศึกษาลักษณะทางสัณฐานวิทยาของเม็ดแก้วกลาง

ก่อนที่จะนำเม็ดแก้วกลางไปปรับปรุงพื้นผิวด้วยสารเชื่อมประสานไซเลนนั้น เม็ดแก้วกลางได้ถูกปรับปรุงพื้นผิวด้วยสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ก่อน เพื่อเพิ่มประสิทธิภาพในการทำปฏิกิริยากับสารเชื่อมประสานไซเลน กล่าวคือกำจัดสิ่งเจือปนที่ผิวเม็ดแก้วกลางและเพิ่มปริมาณหมู่ไฮดรอกซิลบนพื้นผิวเม็ดแก้วกลาง[26] หลังจากนั้นเม็ดแก้วกลางจึงถูกนำไปปรับปรุงพื้นผิวด้วยสารเชื่อมประสานไซเลนเพื่อให้ผิวเม็ดแก้วกลางมีหมู่ฟังก์ชันที่สามารถทำปฏิกิริยากับพอลิเอไมด์ 11 การ

ยืนยันในการปรับปรุงพื้นผิวจะทำการพิสูจน์เอกลักษณ์หมู่ฟังก์ชันทางเคมีด้วยเครื่องอินฟราเรด สเปกโตรสโคปี (FTIR) ผลการทดสอบแสดงดังภาพที่ 4.1

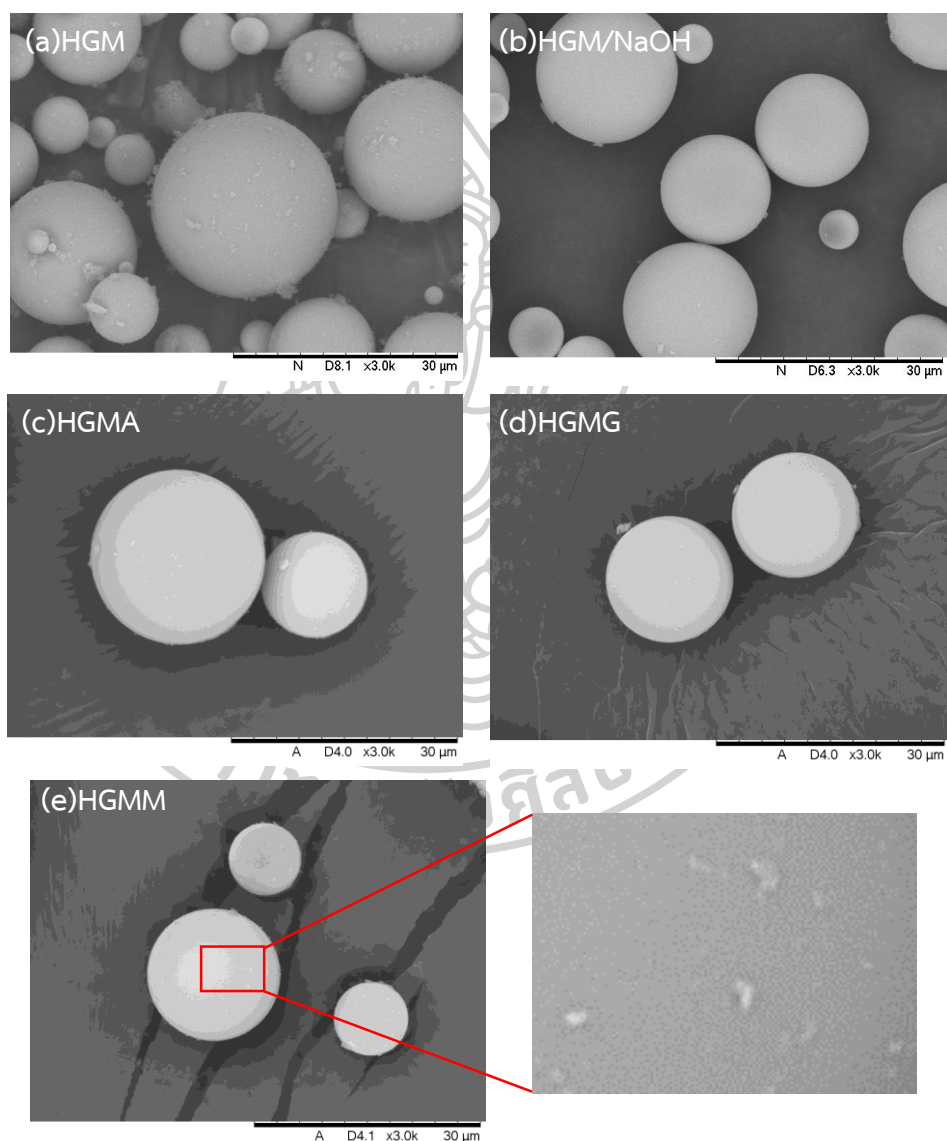


ภาพที่ 4.1 แสดง FTIR สเปกตรัมของเม็ดแก้วกลาง (HGM), เม็ดแก้วกลางที่ปรับปรุงพื้นผิวด้วยไฮโดรอกไซด์ (HGM/NaOH), APTMS (HGMA), GPTMS (HGMG) และ MPTMS (HGMM)

เมื่อพิจารณาจะพบตำแหน่งเลขคลื่นที่เป็นเอกลักษณ์ของเม็ดแก้วกลางคือ Si-O symmetric และ asymmetric stretching ที่ 1081 และ 799 cm^{-1} ตามลำดับ และ Si-O-Si ที่ 469 cm^{-1} [24] ในทุกสเปกตรัม แต่จะเห็นว่า HGM ไม่พบตำแหน่งเลขคลื่นที่เป็นเอกลักษณ์ของ O-H stretching โดยหลังจากที่มีการปรับปรุงพื้นผิวเม็ดแก้วกลางด้วยสารละลายไฮโดรอกไซด์ (HGM/NaOH) แล้วจะพบตำแหน่งเลขคลื่นที่ 3462 cm^{-1} ซึ่งเป็นเอกลักษณ์ของ O-H stretching จึงสามารถยืนยันได้ว่าการปรับปรุงพื้นผิวเม็ดแก้วกลางด้วยสารละลายไฮโดรอกไซด์ ช่วยเพิ่มปริมาณของหมู่ไฮดรอกซิลบนพื้นผิว ต่อมาพิจารณาเม็ดแก้วกลางที่ปรับปรุงพื้นผิวด้วย APTMS (HGMA) พบตำแหน่งเลขคลื่นที่เป็นเอกลักษณ์ของ N-H stretching ที่ 3459 cm^{-1} และ C-H stretching ที่ 2952 และ 2886 cm^{-1} ส่วนเม็ดแก้วกลางที่ถูกปรับปรุงพื้นผิวด้วย GPTMS (HGMG) พบตำแหน่งเลขคลื่นที่สำคัญเพียง C-H stretching ที่ 2942 และ 2879 cm^{-1} ดังแสดงในกราฟแทรกด้านซ้าย แต่ไม่พบตำแหน่งเลขคลื่นเอกลักษณ์ของ epoxide ที่ประมาณ 1250 , 950 และ 750 cm^{-1} เนื่องจากตำแหน่งดังกล่าวถูกบดบังด้วยตำแหน่งเลขคลื่นเอกลักษณ์ของเม็ดแก้วกลาง สุดท้ายคือสเปกตรัมของเม็ดแก้วกลางที่ถูกปรับปรุงพื้นผิวด้วย MPTMS (HGMM) พบตำแหน่งเลขคลื่นของ C-H stretching ที่ 2943 และ 2878 cm^{-1} ดังกราฟแทรกด้านซ้าย นอกจากนี้ยังพบ C=O stretching ที่

1733 cm^{-1} และ $\text{C}=\text{C}$ stretching ที่ 1692 cm^{-1} ดังกราฟแทรกด้านขวา จากสเปกตรัมทั้งหมดแสดงให้เห็นถึงตำแหน่งเลขคลื่นที่เป็นเอกลักษณ์ของหมู่ฟังก์ชันของสารเชื่อมประสานไซเลน ทำให้ยืนยันได้ว่าเม็ดแก้วกลางถูกปรับปรุงพื้นผิวด้วยสารเชื่อมประสานไซเลนทั้ง 3 ชนิด

นอกจากการพิสูจน์เอกลักษณ์หมู่ฟังก์ชันทางเคมีของเม็ดแก้วกลางด้วยเทคนิค FTIR แล้วยังได้ศึกษาลักษณะทางสัณฐานวิทยาด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM) ดังแสดงในภาพที่ 4.2



ภาพที่ 4.2 แสดงพื้นผิวของ (a) เม็ดแก้วกลาง (HGM), เม็ดแก้วกลางที่ปรับปรุงพื้นผิวด้วย (b)โซเดียมไฮดรอกไซด์ (HGM/NaOH), (c) APTMS (HGMA), (d) GPTMS (HGMG) และ (e) MPTMS (HGMM) ที่กำลังขยาย 3,000 เท่า

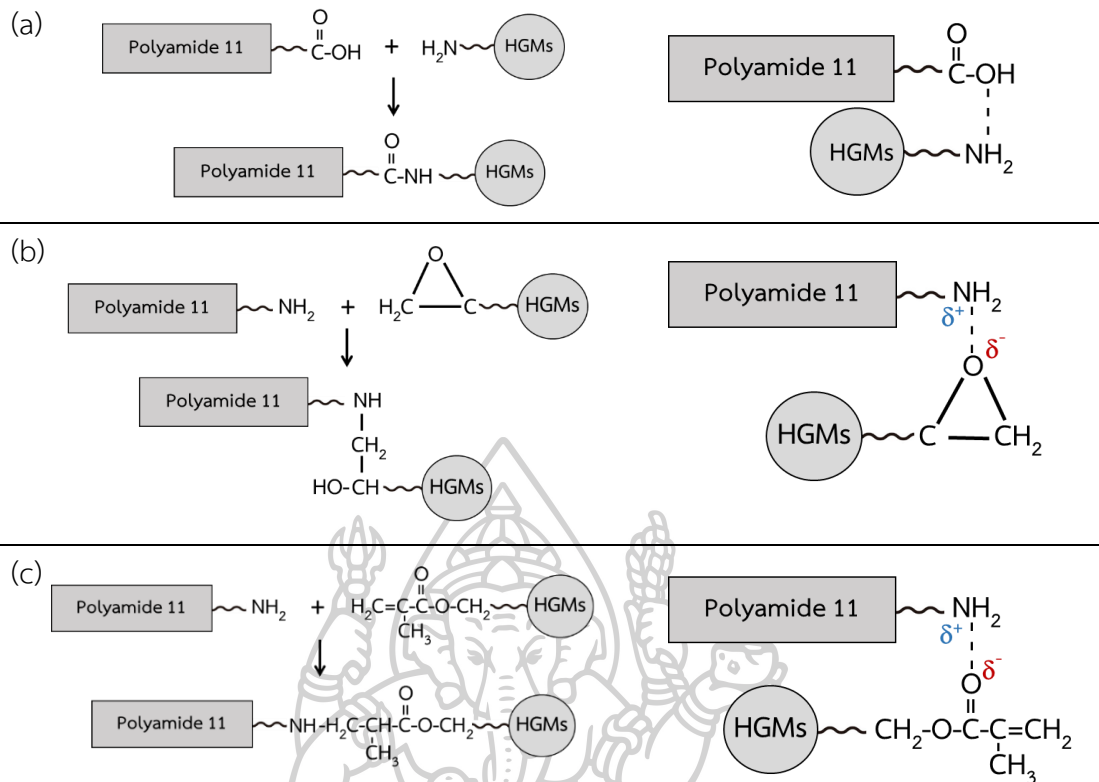
จากภาพที่ 4.2(a) แสดงพื้นผิวของเม็ดแก้วกลวงที่ไม่ผ่านการปรับปรุงพื้นผิว (HGM) พบว่าเม็ดแก้วกลวงมีสิ่งเจือปนอยู่ที่บริเวณผิวค่อนข้างมาก หลังจากทำการปรับปรุงพื้นผิวด้วยสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ (ภาพที่ 4.2b) พบว่าสิ่งเจือปนที่บริเวณผิวของเม็ดแก้วกลวงมีความเรียบมากขึ้น สิ่งเจือปนบริเวณผิวลดน้อยลง และเมื่อพิจารณาภาพที่ 4.2(c-e) พบว่าเมื่อทำการปรับปรุงพื้นผิวเม็ดแก้วกลวงด้วยสารเชื่อมประสานโซเลนแล้วพบชั้นบางๆของสารเชื่อมประสานเคลือบอยู่บนพื้นผิวเม็ดแก้วกลวง (สังเกตได้จากภาพขยายของ HGMM) ผลการทดสอบที่ได้จากเทคนิค FTIR และ SEM มีความสอดคล้องกันยืนยันให้เห็นว่าเม็ดแก้วกลวงถูกปรับปรุงพื้นผิวด้วยสารเชื่อมประสานโซเลน

หลังจากที่ได้ทำการเตรียมและพิสูจน์เอกลักษณ์เม็ดแก้วกลวงแล้ว เม็ดแก้วกลวงที่ไม่ผ่านและผ่านการปรับปรุงพื้นผิวได้นำไปหลอมผสมกับพอลิเอไมด์ 11 ตามสัดส่วนที่แสดงไว้ในตารางที่ 3.1 ด้วยเครื่องอัดรีดแบบสกรูคู่และขึ้นรูปเป็นชิ้นงานเพื่อทดสอบสมบัติต่างๆด้วยเครื่องฉีดพลาสติก

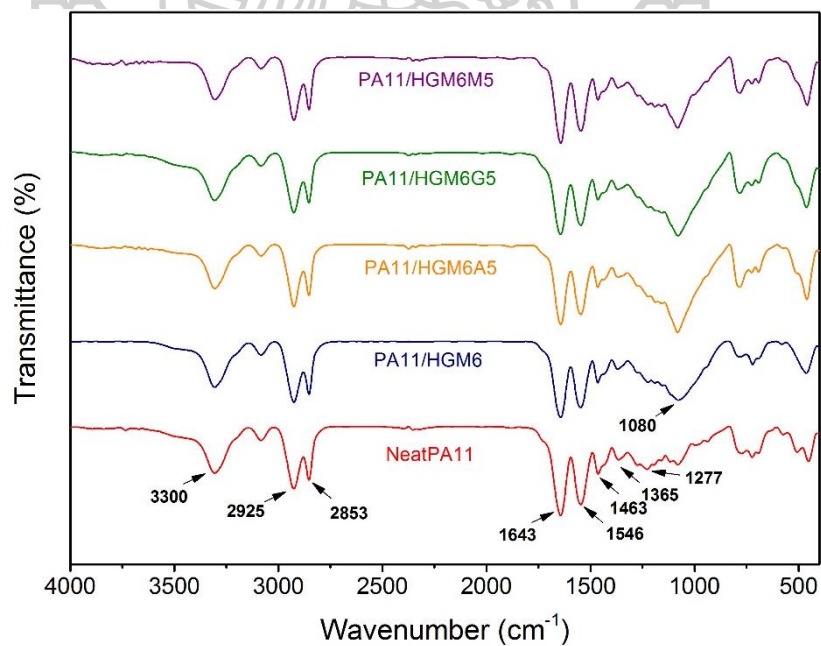
4.1.2 การพิสูจน์เอกลักษณ์ของคอมพอลิต

เมื่อทำการเตรียมคอมพอลิตของพอลิเอไมด์ 11 กับเม็ดแก้วกลวงแล้ว คอมพอลิตที่ได้ถูกนำมาพิสูจน์เอกลักษณ์หมู่ฟังก์ชันเคมีด้วยเทคนิค FTIR เพื่อติดตามการเกิดปฏิกิริยาและอันตรกิริยาของหมู่ฟังก์ชันของสารเชื่อมประสานโซเลนกับหมู่ฟังก์ชันที่ปลายสายโซ่ของพอลิเอไมด์ 11 โดยคาดว่าสารเชื่อมประสานโซเลนทั้ง 3 ชนิดจะเกิดปฏิกิริยากับหมู่ปลายสายโซ่ของพอลิเอไมด์ 11 แต่ถึงอย่างไรก็ตาม นอกจากการเกิดปฏิกิริยาดังกล่าวแล้ว ความเข้ากันได้ที่ผิวหน้าของเม็ดแก้วกลวงที่ผ่านการปรับปรุงพื้นผิวกับพอลิเอไมด์ 11 เกิดขึ้นได้จากแรงดึงดูดระหว่างโมเลกุลด้วยพันธะไฮโดรเจน แสดงดังภาพที่ 4.3

ภาพที่ 4.4 แสดง FTIR สเปกตรัมของคอมพอลิตพอลิเอไมด์ 11 โดยตำแหน่งเลขคลื่นที่เป็นเอกลักษณ์ของพอลิเอไมด์ 11 คือ N-H stretching ที่ 3300 cm^{-1} , C-H asymmetric และ symmetric stretching ที่ 2925 cm^{-1} และ 2853 cm^{-1} ตามลำดับ, amide I (C=O) stretching ที่ 1643 cm^{-1} , amide II (C-N stretching และ C=O bending) ที่ 1546 cm^{-1} , C-H bending ที่ 1463 และ 1365 cm^{-1} และ C-N stretching ที่ 1277 cm^{-1} ซึ่งสอดคล้องกับงานวิจัยของ Khairul Anwar A. Halim และคณะ[27]



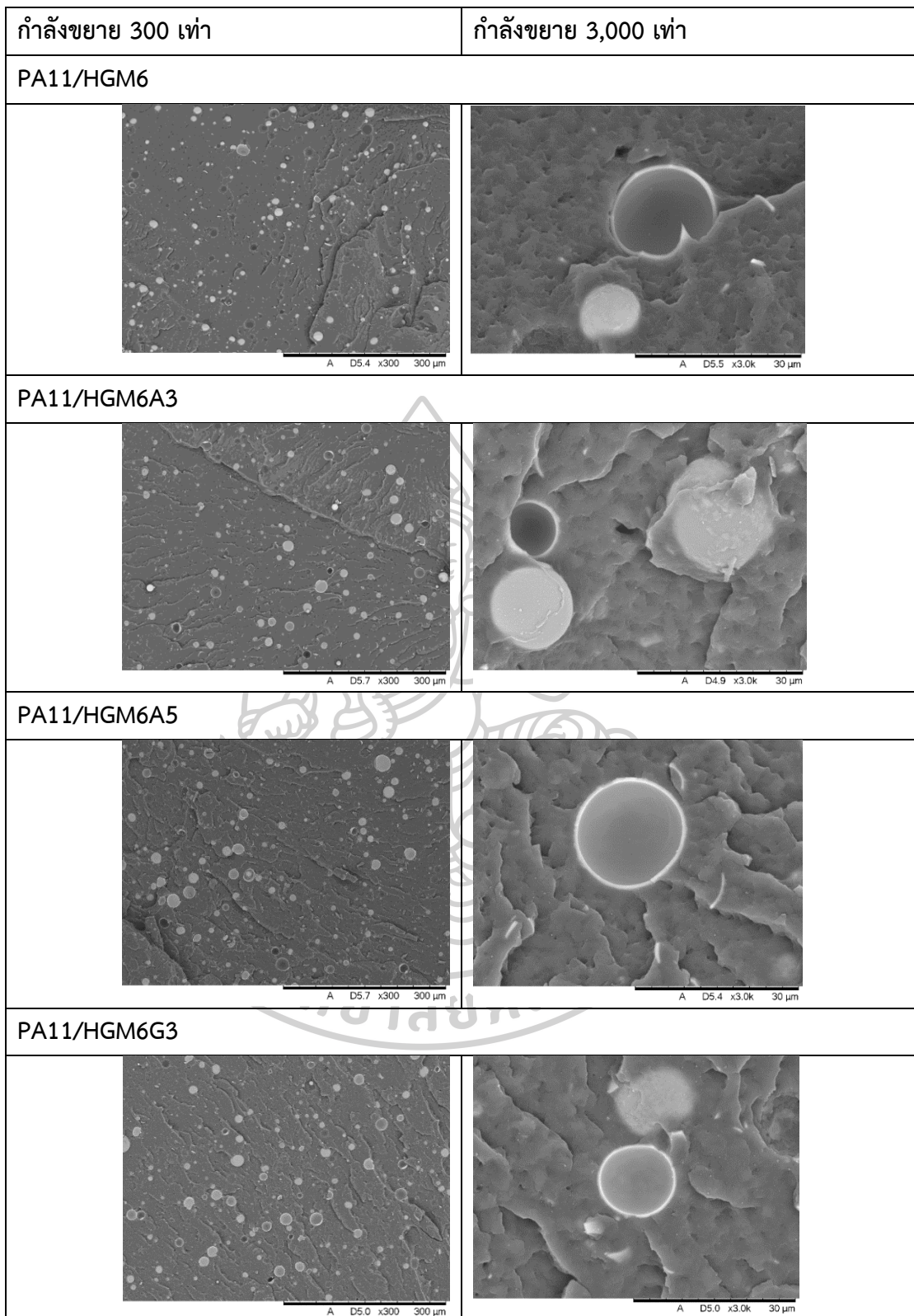
ภาพที่ 4.3 แสดงปฏิกิริยาและอันตรกิริยาที่เกิดขึ้นระหว่างหมู่ปลายสายโซ่ของพอลิเอไมด์ 11 และหมู่ฟังก์ชันของสารเชื่อมประสานไฮเลนชนิด (a) APTMS (b) GPTMS และ (c) MPTMS ที่ผิวเม็ดแก้วกลาง



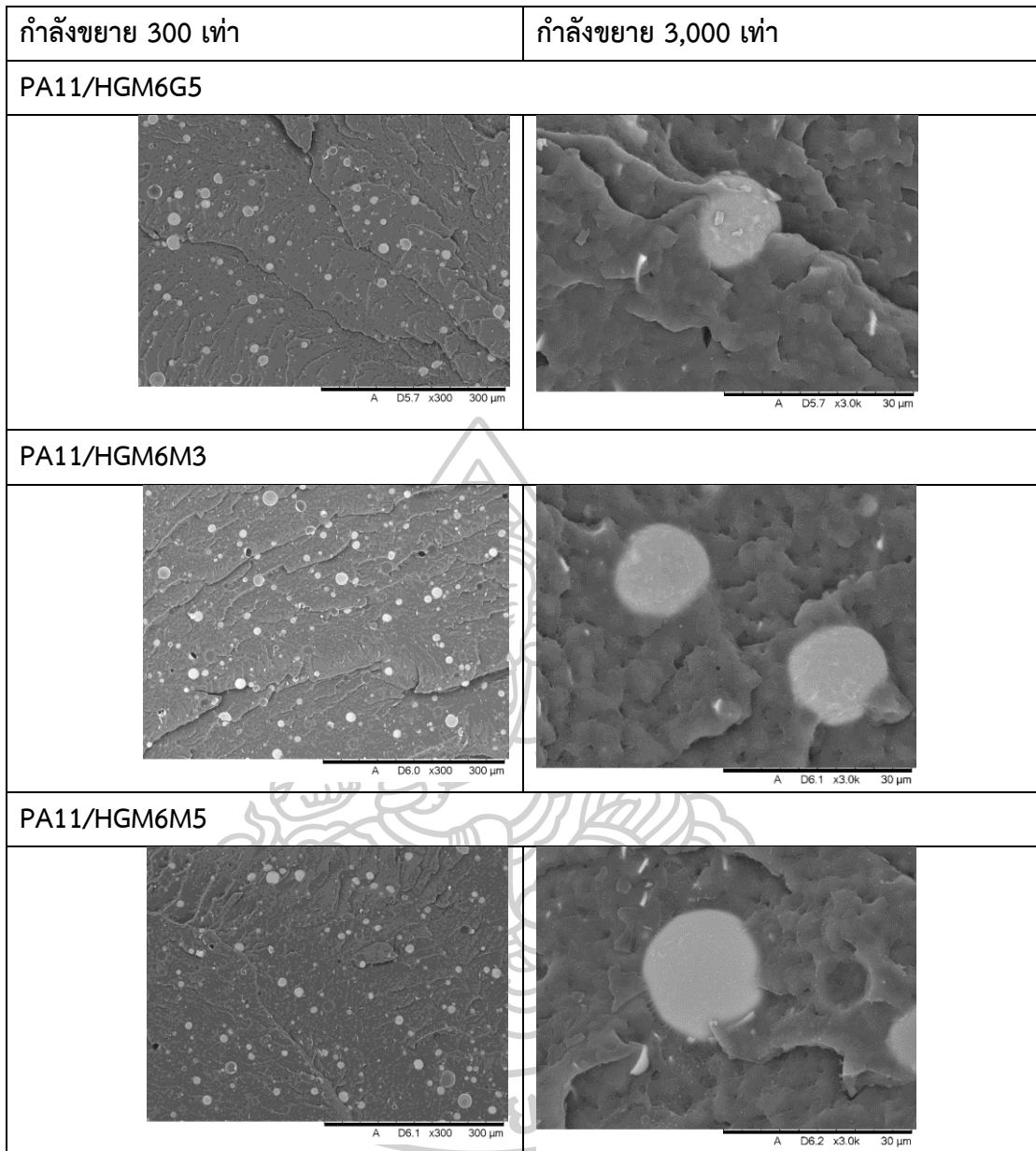
ภาพที่ 4.4 แสดง FTIR สเปกตรัมของ neat PA11 และคอมพอสิตพอลิเอไมด์ 11

FTIR สเปกตรัมของคอมพอสิตทุกสูตรปรากฏตำแหน่งเลขคลื่นเอกลักษณ์ของพอลิเอไมด์ 11 โดยตำแหน่งเลขคลื่นที่เพิ่มขึ้นมาคือ Si-O symmetric stretching ที่ 1080 cm^{-1} และ Si-O-Si ที่ 469 cm^{-1} แสดงให้เห็นว่าในคอมพอสิตนั้นมีเม็ดแก้วกลางเป็นองค์ประกอบ ขณะเดียวกันคอมพอสิตที่มีการเติมเม็ดแก้วกลางที่ผ่านการปรับปรุงพื้นผิวด้วยสารเชื่อมประสานไซเลนทั้ง 3 ชนิดมี FTIR สเปกตรัมที่คล้ายคลึงกัน และไม่สามารถสังเกตเห็นตำแหน่งเลขคลื่นที่แสดงถึงการเกิดพันธะโควาเลนต์ของหมู่ฟังก์ชันของสารเชื่อมประสานไซเลนกับหมู่ปลายสายโซ่ของพอลิเอไมด์ 11 ทั้งนี้อาจเป็นเพราะปริมาณหมู่ปลายสายโซ่มีปริมาณที่น้อยเมื่อเทียบกับปริมาณหมู่ฟังก์ชันบนสายโซ่หลัก จึงทำให้แม้หมู่ปลายสายโซ่เกิดพันธะกับสารเชื่อมประสานไซเลน การเปลี่ยนแปลงเลขคลื่นมีปริมาณที่น้อยจนไม่สามารถสังเกตเห็นได้และถูกบดบังด้วยตำแหน่งเลขคลื่นของหมู่ฟังก์ชันของพอลิเอไมด์ 11 บนสายโซ่หลัก และการเกิดพันธะไฮโดรเจนระหว่างหมู่ปลายสายโซ่ของพอลิเอไมด์ 11 และหมู่ฟังก์ชันของสารเชื่อมประสานไซเลนนั้นไม่สามารถตรวจพบได้จากเทคนิค FTIR

ด้วยเหตุดังกล่าวจึงใช้เทคนิค SEM มาสนับสนุนการยืนยันถึงการยึดติดกันที่ผิวหน้าของเม็ดแก้วกลางและพอลิเอไมด์ 11 ดังแสดงในภาพที่ 4.5 เป็นภาพที่ได้จากการหักชิ้นงานที่ถูกจุ่มแช่ในไนโตรเจนเหลว เมื่อพิจารณาภาพของชิ้นงานที่กำลังขยาย 300 เท่าจะพบว่าคอมพอสิต PA11/HGM6 มีการหลุดออกของเม็ดแก้วกลางจำนวนมาก เนื่องจากความไม่เข้ากันของเม็ดแก้วกลางและพอลิเอไมด์ 11 เป็นผลให้การยึดติดที่บริเวณผิวหน้าไม่ดี แต่ในขณะเดียวกันเม็ดแก้วกลางมีการกระจายตัวที่ดีและมีการรวมกลุ่มกันเพียงเล็กน้อย เมื่อเปรียบเทียบกับคอมพอสิตที่มีการเติมเม็ดแก้วกลางที่ผ่านการปรับปรุงพื้นผิวแล้วจะพบว่าการหลุดออกของเม็ดแก้วกลางลดลงอย่างเห็นได้ชัด และมีการกระจายตัวที่ดี พบการรวมกลุ่มกันของเม็ดแก้วกลางขึ้นเล็กน้อย



ภาพที่ 4.5 แสดงพื้นผิวการแตกหักของคอมพอสิตพอลิเอไมด์ 11 ที่ได้จากการจุ่มแช่ไนโตรเจนเหลว
ที่กำลังขยาย 300 และ 3,000 เท่า



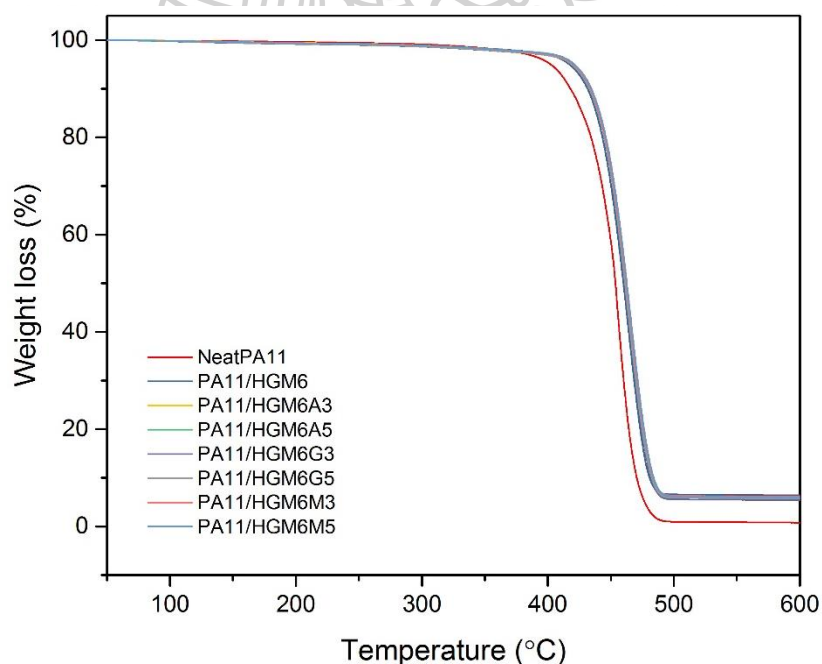
ภาพที่ 4.5 แสดงพื้นผิวการแตกหักของคอมพอลิเมอร์โพลีเอไมด์ 11 ที่ได้จากการจุ่มแช่ไนโตรเจนเหลว
ที่กำลังขยาย 300 และ 3,000 เท่า (ต่อ)

การยึดติดกันที่ผิวหน้าของเม็ดแก้วกลวงและพอลิเอไมด์ 11 สามารถดูได้จากภาพกำลังขยาย 3,000 เท่า เมื่อพิจารณาคอมพอสิต PA11/HGM6 จะพบช่องว่างระหว่างผิวเม็ดแก้วกลวงและพอลิเอไมด์ 11 ซึ่งสามารถสังเกตได้ชัดเจนที่ผิวของเม็ดแก้วกลวงที่เกิดการแตก แสดงให้เห็นว่าเม็ดแก้วกลวงและพอลิเอไมด์ 11 มีการยึดติดกันที่ไม่ดี ส่วนคอมพอสิตที่มีการเติมเม็ดแก้วกลวงที่ผ่านการปรับปรุงพื้นผิวจะพบว่าบริเวณผิวหน้ามีการยึดติดกันที่ดีอย่างเห็นได้ชัด โดยพอลิเอไมด์ 11 เคลือบไปบนผิวเม็ดแก้วกลวงอย่างทั่วถึง ซึ่งเป็นผลจากการปรับปรุงของสารเชื่อมประสานไซเลน นอกจากนี้จะพบเศษของเม็ดแก้วกลวงที่แตก เนื่องจากแรงเฉือนที่เกิดขึ้นในกระบวนการผสมและกระบวนการขึ้นรูปทำให้เม็ดแก้วกลวงที่มีผนังบางบางส่วนแตกเสียหาย

ผลการทดสอบจากเทคนิค FTIR และ SEM ดังภาพที่ 4.4 และภาพที่ 4.5 ตามลำดับ ทำให้สามารถยืนยันได้ว่าสารเชื่อมประสานไซเลนช่วยปรับปรุงการยึดติดกันที่ผิวหน้าของเม็ดแก้วกลวงและพอลิเอไมด์ 11

4.1.3 ศึกษาเสถียรภาพทางความร้อนของคอมพอสิต

เสถียรภาพทางความร้อนของคอมพอสิตจะศึกษาด้วยเทคนิค Thermogravimetric Analysis (TGA) โดยทดสอบตั้งแต่อุณหภูมิ 50 ถึง 600 องศาเซลเซียส อัตราการให้ความร้อน 10 องศาเซลเซียสต่อนาที ภายใต้บรรยากาศไนโตรเจน ผลการทดสอบแสดงดังภาพที่ 4.6 และตารางที่ 4.1



ภาพที่ 4.6 แสดงกราฟ TGA thermogram ของ neat PA11 และคอมพอสิตพอลิเอไมด์ 11

ตารางที่ 4.1 แสดงเสถียรภาพทางความร้อนของ neat PA11 และคอมพอสิตพอลิเอไมด์ 11 ที่ได้จากเทคนิค TGA

Sample	T _{on} (°C)	T _{max} (°C)	T _{end} (°C)	Residue (%)
Neat PA11	442.05	457.95	470.36	0.97
PA11/HGM6	442.57	465.73	480.20	6.58
PA11/HGM6A3	443.53	466.25	481.95	6.21
PA11/HGM6A5	444.69	467.28	482.70	6.28
PA11/HGM6G3	443.73	466.01	481.68	5.57
PA11/HGM6G5	443.84	466.18	481.94	5.91
PA11/HGM6M3	444.48	467.61	483.03	6.31
PA11/HGM6M5	444.79	468.06	483.37	6.15

จากผลการทดสอบจะพบว่า neat PA11 และคอมพอสิตทุกสูตรมีการสลายตัวเพียงขั้นเดียว โดยคอมพอสิตที่มีการเติมเม็ดแก้วกลางมีเสถียรภาพทางความร้อนและปริมาณ residue ที่เหลือสูงกว่า neat PA11 โดยอุณหภูมิที่มีการสลายตัวสูงสุด (T_{max}) ของ neat PA11 คือ 457.95 องศาเซลเซียส แต่หลังจากเติมเม็ดแก้วกลางลงไป 6 phr (PA11/HGM6) T_{max} เพิ่มขึ้นเป็น 465.73 องศาเซลเซียส เสถียรภาพทางความร้อนที่สูงขึ้นของคอมพอสิตนั้นเป็นผลจากการมี interaction ของเม็ดแก้วกลางและพอลิเอไมด์ 11 อีกทั้งการเป็น physical barrier ของเม็ดแก้วกลาง โดยเม็ดแก้วกลางนั้นไปขัดขวางการเคลื่อนไหวของสายโซ่ (chain mobility) และขัดขวางการแพร่ออกของสารผลิตภัณฑ์ที่เกิดจากการสลายตัวของพอลิเอไมด์ 11 [18, 28] นอกจากนี้เม็ดแก้วกลางยังมีค่าสัมประสิทธิ์การนำความร้อนที่ต่ำกว่าการที่ภายในเม็ดแก้วกลางบรรจุแก๊สเฉื่อย เมื่อเติมลงไปคอมพอสิตแล้วจึงทำให้คอมพอสิตโดยรวมมีการนำความร้อนที่ต่ำลง ความร้อนจึงแพร่เข้าไปในชิ้นงานได้ช้าลง เป็นผลให้สามารถช่วยหน่วงการสลายตัวของคอมพอสิตได้ [19, 29]

เมื่อเปรียบเทียบผลของชนิดและปริมาณของสารเชื่อมประสานพบว่าเสถียรภาพทางความร้อนของคอมพอสิตแต่ละสูตรนั้นมีความแตกต่างกันอย่างไม่มีนัยสำคัญ แต่หากเปรียบเทียบระหว่างผลของการไม่ผ่านและผ่านการปรับปรุงพื้นผิว พบว่าคอมพอสิตที่เติมเม็ดแก้วกลางที่ผ่านการปรับปรุงพื้นผิวมีเสถียรภาพทางความร้อนที่สูงกว่าคอมพอสิตที่เติมเม็ดแก้วกลางที่ไม่ผ่านการปรับปรุงพื้นผิวเล็กน้อย ทั้งนี้เนื่องจากการปรับปรุงพื้นผิวเม็ดแก้วกลางอาจทำให้การเชื่อมติดระหว่างเม็ดแก้วกลางและพอลิเอไมด์ 11 นั้นดีขึ้น (พิจารณาเปรียบเทียบจากภาพเม็ดแก้วกลางที่แตกออกในภาพที่

4.5) ความร้อนที่ถ่ายโอนจากพอลิเอไมด์ 11 มายังเม็ดแก้วกลวงจึงถ่ายโอนได้ดีขึ้น แต่การถ่ายโอนผ่านเม็ดแก้วกลวงนั้นต่ำเนื่องจากเม็ดแก้วกลวงมีสัมประสิทธิ์การนำค่าความร้อนที่ต่ำ จึงส่งผลให้การนำความร้อนโดยรวมของคอมพอสิตลดลง

4.1.4 ศึกษาสมบัติทางความร้อนของคอมพอสิต

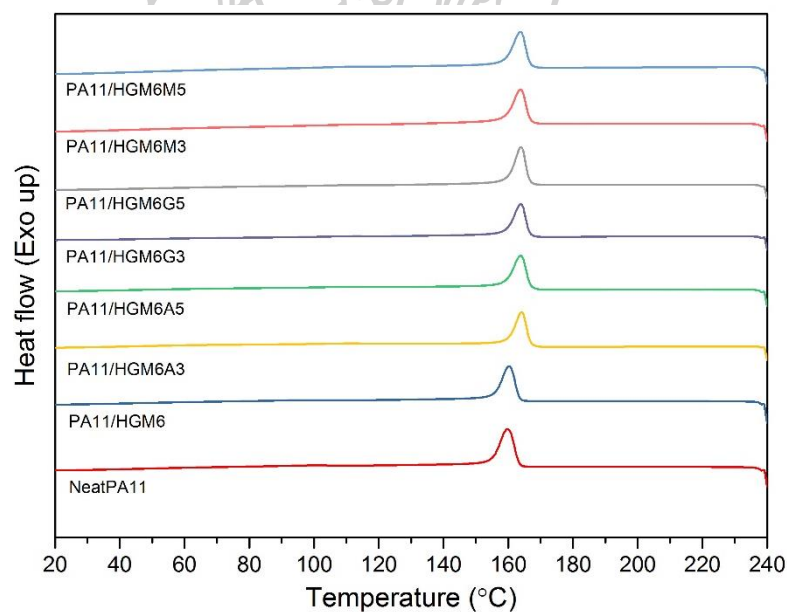
สมบัติทางความร้อนของคอมพอสิตจะศึกษาด้วยเทคนิค Differential scanning calorimetry (DSC) โดยทดสอบตั้งแต่อุณหภูมิ 20 ถึง 240 องศาเซลเซียส อัตราการให้ความร้อนและอัตราการเย็นตัวอยู่ที่ 10 องศาเซลเซียสต่อนาที ภายใต้บรรยากาศไนโตรเจน ในการให้ความร้อนครั้งแรกทำเพื่อกำจัดประวัติทางความร้อนที่เกิดจากขั้นตอนการผสมและขึ้นรูป DSC thermogram ของขั้นตอนการเย็นตัวและการให้ความร้อนครั้งที่สองแสดงดังภาพที่ 4.7 และภาพที่ 4.8 ตามลำดับ อุณหภูมิการเกิดผลึก (T_c) อุณหภูมิการหลอมผลึก (T_m) และร้อยละความเป็นผลึก (X_c) แสดงดังตารางที่ 4.2

จากภาพที่ 4.8 ซึ่งเป็น DSC thermogram ในการให้ความร้อนครั้งที่สอง พบพีค T_m อยู่ที่อุณหภูมิประมาณ 185 องศาเซลเซียส โดยพอลิเอไมด์ 11 มีโครงสร้างผลึก 2 แบบ[30-33] เนื่องจากที่บริเวณตำแหน่ง T_m จะพบไหล่พีคเกิดขึ้น โดยไหล่พีคจะเป็นการหลอมผลึกแบบ γ -form ที่ได้จากการเย็นตัวหลังจากหลอมและเป็นผลึกที่ไม่มีความเสถียร ส่วนที่พีคหลักของ T_m เป็นผลึกแบบ α -form ได้จากกระบวนการ melting-recrystallization และเป็นผลึกที่มีความเสถียร[30-33] นอกจากนี้ยังพบว่าเม็ดแก้วกลวงที่ผ่านการปรับปรุงพื้นผิวจะเหนี่ยวนำให้พอลิเอไมด์ 11 มีโครงสร้างผลึกแบบ α -form เพิ่มขึ้นสังเกตได้จากพื้นที่ใต้พีค T_m ซึ่งสอดคล้องกับงานวิจัยของ Paulina Latko และคณะ[34] ที่มีการเติม multi-walled carbon nanotubes ลงในพอลิเอไมด์ 11 แล้วทำให้พอลิเอไมด์ 11 มีโครงสร้างผลึกแบบ α -form เพิ่มขึ้น

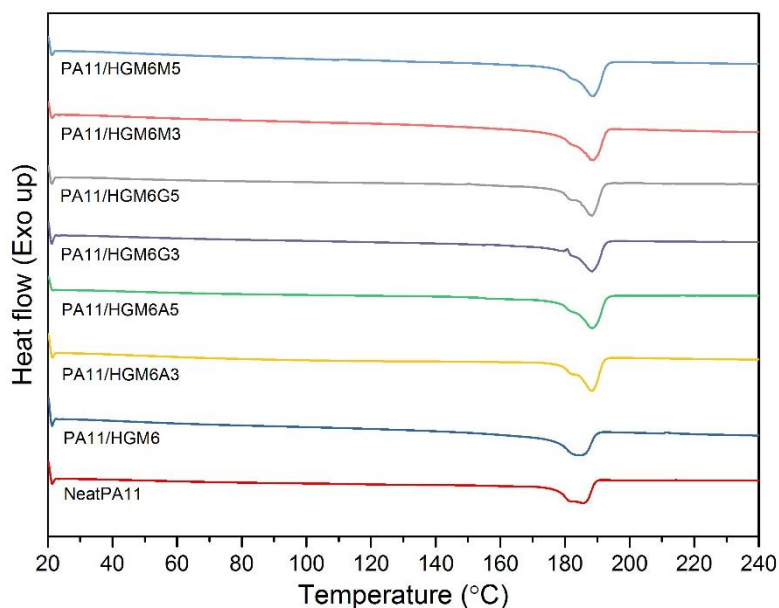
เมื่อพิจารณาผลของการเติมเม็ดแก้วกลวงต่ออุณหภูมิ T_c และร้อยละความเป็นผลึก (X_c) จะพบว่าเม็ดแก้วกลวงที่ผ่านการปรับปรุงพื้นผิวทำหน้าที่เป็นสารก่อผลึก (nucleating agent) สังเกตได้จากอุณหภูมิ T_c มีค่าเพิ่มสูงขึ้น รวมทั้งร้อยละความเป็นผลึกเพิ่มขึ้นเช่นกัน ทั้งนี้เป็นผลจากสารเชื่อมประสานไซเลนช่วยปรับปรุงความเข้ากันและการยึดติดกันที่ผิวหน้าของเม็ดแก้วกลวงและพอลิเอไมด์ 11 เหนี่ยวนำให้สายโซ่ของพอลิเอไมด์ 11 ก่อผลึกที่ผิวของเม็ดแก้วกลวง ปริมาณผลึกจึงเพิ่มขึ้นจากผลการทดสอบสมบัติทางความร้อนด้วยเทคนิค DSC พบว่าชนิดและปริมาณสารเชื่อมประสานไซเลนที่ใช้ให้ผลที่แตกต่างอย่างไม่มีนัยสำคัญ

ตารางที่ 4.2 แสดงสมบัติทางความร้อนของ neat PA11 และคอมพอสิตพอลิเอไมด์ 11 ที่ได้จากเทคนิค DSC

Sample	T_c (°C)	T_m (°C)	X_c (%)
Neat PA11	160.30	185.58	13.81
PA11/HGM6	160.78	184.64	14.54
PA11/HGM6A3	164.58	187.99	17.52
PA11/HGM6A5	164.26	188.19	18.84
PA11/HGM6G3	164.22	188.03	16.10
PA11/HGM6G5	164.43	188.03	17.55
PA11/HGM6M3	164.26	188.48	17.30
PA11/HGM6M5	164.11	188.14	19.96



ภาพที่ 4.7 แสดง DSC thermogram ในขั้นตอนการเย็นตัวของ neat PA11 และคอมพอสิตพอลิเอไมด์ 11



ภาพที่ 4.8 แสดง DSC thermogram ในขั้นตอนให้ความร้อนครั้งที่สองของ neat PA11 และ คอมพอสิตพอลิเอไมด์ 11

4.1.5 ศึกษาสมบัติเชิงกลแบบพลวัต

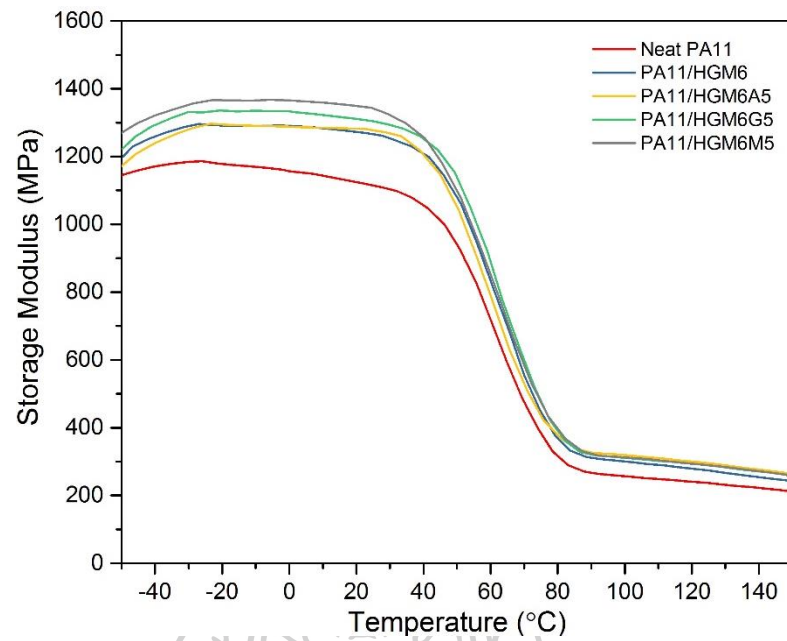
สมบัติเชิงกลแบบพลวัตของคอมพอสิตได้ทำการศึกษาด้วยเครื่อง Dynamic Mechanical Analyzer (DMA) โหมด 3-point bending โดยกวาดอุณหภูมิตั้งแต่ -50 ถึง 150 องศาเซลเซียส อัตราการให้ความร้อน 3 องศาเซลเซียสต่อนาที ที่ความถี่ 1 เฮิร์ตซ์

ภาพที่ 4.9 แสดงกราฟความสัมพันธ์ระหว่างค่า Storage modulus (E') กับอุณหภูมิของ neat PA11 และคอมพอสิตพอลิเอไมด์ 11 โดยค่า E' เป็นค่าที่บ่งบอกถึงความเป็นอีลาสติก (ความสามารถในการกักเก็บพลังงานเมื่อได้รับแรง แล้วคืนพลังงานกลับออกไปอย่างสมบูรณ์เมื่อนำแรงออก) หรือความแข็งเกร็ง (stiffness) ของวัสดุ หากพิจารณาในช่วงอุณหภูมิ -50 ถึง 40 องศาเซลเซียส พบว่าคอมพอสิตทุกสูตรมีค่า E' สูงกว่า neat PA11 แสดงให้เห็นว่าการเติมเม็ดแก้วกลางลงไปช่วยเพิ่มความแข็งเกร็งให้กับคอมพอสิต เนื่องจากเม็ดแก้วกลางที่เติมลงไปนั้นไปแทรกกระจายในเมทริกซ์ ลด free volume และขัดขวางการเลื่อนไหลแยกออกจากกันของสายโซ่พอลิเอไมด์ 11 ทำให้คอมพอสิตสามารถเก็บสะสมพลังงานไว้ได้มากขึ้น ค่า E' จึงมีค่าที่มากกว่า neat PA 11 นั้นเอง [18] เมื่อพิจารณาผลของสารเชื่อมประสานไซเลนพบว่าคอมพอสิตที่เติมเม็ดแก้วกลางที่ผ่านการปรับปรุงพื้นผิวจะมีค่า E' ที่สูงกว่า neat PA11 และ PA11/HGM6 แสดงให้เห็นถึงการปรับปรุงการยึดติดกันที่ผิวหน้าของเม็ดแก้วกลางและพอลิเอไมด์ 11 จากนั้นเมื่อให้อุณหภูมิสูงขึ้นค่า E' ของ neat PA11 และคอมพอสิตทุกสูตรจะลดลงอย่างมากในช่วงอุณหภูมิประมาณ 50-80 องศาเซลเซียส

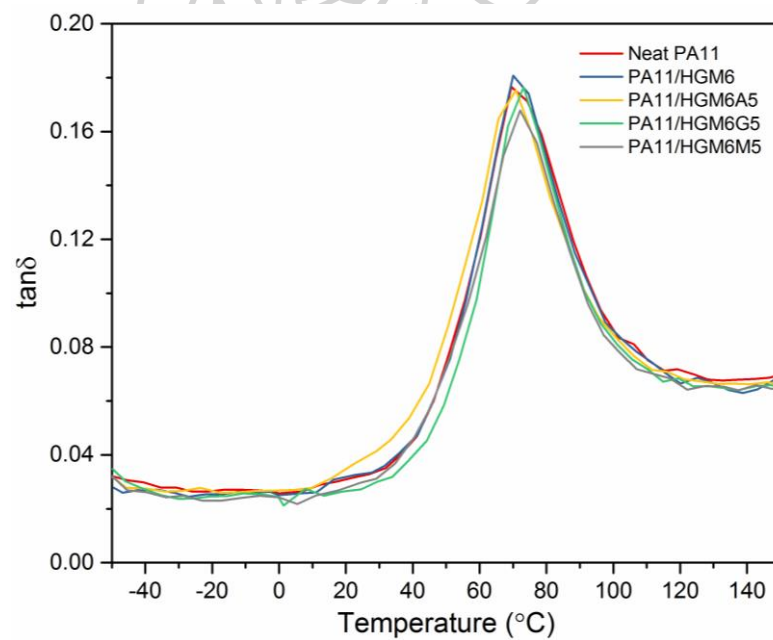
เนื่องจากการเพิ่มอุณหภูมิเหมือนเป็นการให้พลังงานกับสายโซ่ส่วนอสัณฐานของพอลิเอไมด์ 11 เพื่อใช้ในการสั่นและเคลื่อนไหว จนถึงช่วงอุณหภูมิหนึ่งที่สายโซ่มีพลังงานมากพอที่จะสั่นและเคลื่อนไหวอย่างสมบูรณ์ free volume ในระบบจึงเพิ่มขึ้นเป็นอย่างมาก ความแข็งแกร่งของวัสดุจึงลดลง ซึ่งช่วงอุณหภูมิตั้งกล่าวสอดคล้องกับค่า T_g ที่ได้จากพีค $\tan\delta$

เนื่องจากการศึกษาสมบัติทางความร้อนด้วยเทคนิค DSC ไม่สามารถสังเกตการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิ T_g ของ neat PA11 และคอมพอสิตพอลิเอไมด์ 11 ได้อย่างชัดเจนในขั้นตอนการให้ความร้อนครั้งที่สอง จึงทำการศึกษาด้วยเทคนิค DMA เพื่อเป็นการยืนยันถึงการเกิดอันตรกิริยาของสารเชื่อมประสานไซเลนบนพื้นผิวเม็ดแก้วกลางกับพอลิเอไมด์ 11 โดยค่า T_g จะสังเกตได้จากอุณหภูมิที่จุดพีคของกราฟ $\tan\delta$ แสดงดังภาพที่ 4.10 และตารางที่ 4.3 ค่า T_g ของคอมพอสิตที่เติมเม็ดแก้วกลางที่ผ่านการปรับปรุงพื้นผิวมีค่ามากกว่า neat PA11 และ PA11/HGM6 แสดงถึงการเชื่อมติดกันที่ดีระหว่างเม็ดแก้วกลางและพอลิเอไมด์ 11 โดยการเชื่อมติดกันที่ดีดังกล่าวจะขัดขวางการสั่นไหวของสายโซ่พอลิเอไมด์ 11 ค่า T_g จึงมีค่าสูงขึ้น สอดคล้องกับงานวิจัยของ K.C. Yung และคณะ[19] ที่ปรับปรุงพื้นผิวเม็ดแก้วกลางด้วยสารเชื่อมประสานไซเลนชนิด 3-glycidoxypropyltrimethoxysilane ที่เติมลงในอีพอกซีคอมพอสิตแล้วทำให้ T_g ของคอมพอสิตมีค่าสูงขึ้น

เมื่อพิจารณาผลของชนิดสารเชื่อมประสานไซเลนต่อค่า E' และพีค $\tan\delta$ นั้นมีความแตกต่างกันเพียงเล็กน้อย โดยสารเชื่อมประสานไซเลนชนิด MPTMS และ GPTMS จะช่วยปรับปรุงสมบัติเชิงกลแบบพลาสต์ของคอมพอสิตได้ดีกว่าชนิด APTMS



ภาพที่ 4.9 แสดงกราฟความสัมพันธ์ระหว่างค่า Storage modulus (E') กับอุณหภูมิของ neat PA11 และคอมพอสิตพอลิเอไมด์ 11



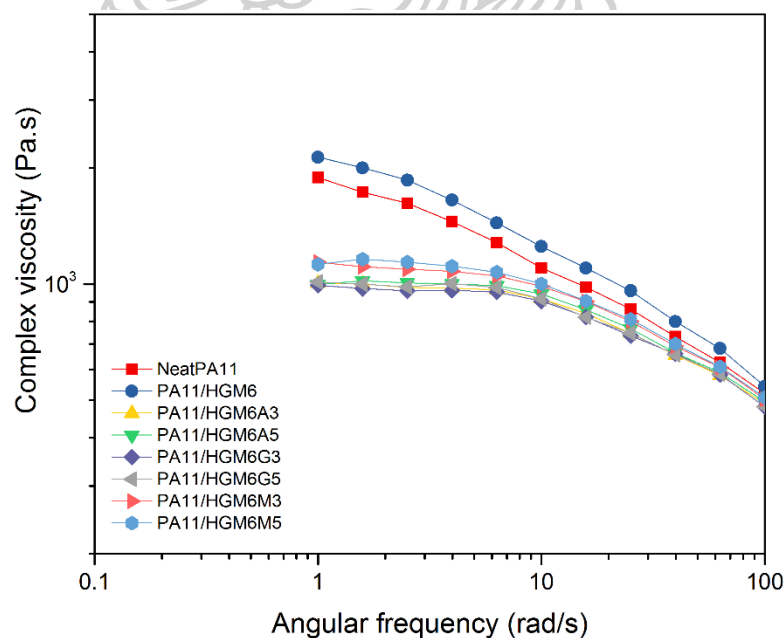
ภาพที่ 4.10 แสดงกราฟความสัมพันธ์ระหว่างค่า $\tan \delta$ กับอุณหภูมิของ neat PA11 และคอมพอสิตพอลิเอไมด์ 11

ตารางที่ 4.3 แสดงข้อมูลพีค $\tan\delta$ ของ neat PA11 และคอมพอสิตพอลิเอไมด์ 11

Sample	Peak $\tan\delta$ ($^{\circ}\text{C}$)
Neat PA11	69.5
PA11/HGM6	70.0
PA11/HGM6A5	70.9
PA11/HGM6G5	73.1
PA11/HGM6M5	72.1

4.1.6 ศึกษาสมบัติการไหลของคอมพอสิต

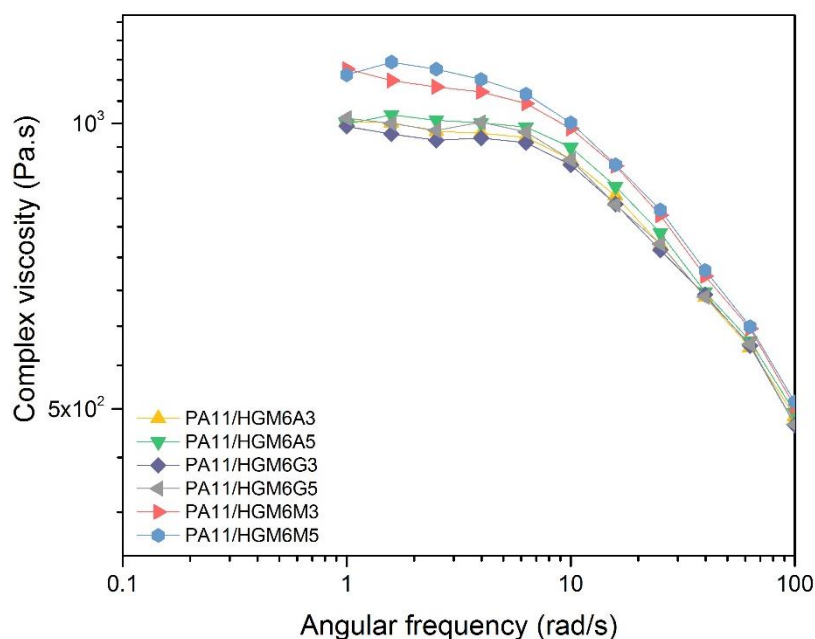
การศึกษาสมบัติการไหลของคอมพอสิตจะทำการศึกษาด้วยเครื่อง Rotational rheometer ด้วยแผ่นคู่ขนาน ทดสอบที่อุณหภูมิคงที่ที่ 250 องศาเซลเซียส ซึ่งเป็นอุณหภูมิในการขึ้นรูปชิ้นงาน โดยปรับเปลี่ยนความถี่เชิงมุม (Angular frequency, ω) ตั้งแต่ 0.1 ถึง 100 เรเดียนต่อวินาที ความหนืดเชิงซ้อน (complex viscosity, η^*) ที่ได้แสดงดังภาพที่ 4.11



ภาพที่ 4.11 แสดงกราฟความสัมพันธ์ระหว่างค่าความหนืดเชิงซ้อน (η^*) และค่าความถี่เชิงมุม (ω) ของ neat PA11 และคอมพอสิตพอลิเอไมด์ 11

จากภาพที่ 4.11 แสดงให้เห็นว่า neat PA11 และ PA11/HGM6 มีพฤติกรรมการไหล Non newtonian fluid แบบ Shear thinning (ความหนืดเชิงซ้อนมีค่าลดลงเมื่อเพิ่มความถี่เชิงมุมในการทดสอบ) โดย neat PA11 จะมีค่าความหนืดเชิงซ้อนน้อยกว่า PA11/HGM6 ตลอดช่วงความถี่ที่ทดสอบ เนื่องจากในขณะที่ทำการทดสอบพอลิเอไมด์ 11 มีสถานะหลอมเหลวแต่เม็ดแก้วกลวยยังคงสถานะเป็นของแข็งอยู่จึงขัดขวางการเคลื่อนผ่านกันหรือการไหลของสายโซ่พอลิเอไมด์ 11 เป็นผลให้สายโซ่พอลิเอไมด์มีการผ่อนคลายแรง (relaxation) ได้ยากขึ้น ความหนืดเชิงซ้อนของคอมพอสิตจึงสูงกว่า ในทางกลับกันคอมพอสิตที่มีการเติมเม็ดแก้วกลวยที่ผ่านการปรับปรุงพื้นผิวในช่วงแรก ($\omega < 7$ rad/s) จะแสดงพฤติกรรมการไหลแบบ Newtonian (ความหนืดเชิงซ้อนไม่มีการเปลี่ยนแปลงแม้เพิ่มความถี่เชิงมุมในการทดสอบ) จากนั้นจึงแสดงพฤติกรรมการไหลแบบ Shear thinning หากเปรียบเทียบกับ PA11/HGM6 แล้วพบว่าคอมพอสิตที่เติมเม็ดแก้วกลวยที่ผ่านการปรับปรุงพื้นผิวจะมีค่าความหนืดเชิงซ้อนที่ต่ำกว่า แสดงให้เห็นว่าสารเชื่อมประสานไซเลนช่วยในการเคลื่อนผ่านกันของสายโซ่พอลิเอไมด์[35] สอดคล้องกับงานวิจัยของ A Ares และคณะ[36] ที่ทำการปรับปรุงพื้นผิวของ alumina whiskers ด้วยสารเชื่อมประสานไซเลนชนิด Vinyltrimethoxysilane ที่เสริมแรงในพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูง แล้วพบว่าคอมพอสิตที่เติม alumina whiskers ที่ผ่านการปรับปรุงพื้นผิวแล้วจะมีค่าความหนืดต่ำกว่าคอมพอสิตที่เติม alumina whiskers ที่ไม่ผ่านการปรับปรุงพื้นผิว นอกจากนี้งานวิจัยที่มีการปรับปรุงพื้นผิวสารตัวเติมก่อนนำไปเติมในพอลิเมอร์คอมพอสิตอื่นๆ[37, 38] ได้รายงานผลการทดลองไว้ในทำนองเช่นเดียวกัน

เมื่อพิจารณาภาพที่ 4.12 ซึ่งเป็นกราฟที่แสดงความสัมพันธ์ระหว่างค่าความหนืดเชิงซ้อนและความถี่เชิงมุมของคอมพอสิตที่เติมเม็ดแก้วกลวยที่ผ่านการปรับปรุงพื้นผิว เมื่อเปรียบเทียบชนิดของสารเชื่อมประสานไซเลนพบว่า เม็ดแก้วกลวยที่ปรับปรุงพื้นผิวด้วย MPTMS จะมีค่าความหนืดเชิงซ้อนที่สูงกว่า APTMS และ GPTMS ตามลำดับ แสดงให้เห็นว่า MPTMS ช่วยปรับปรุงให้เม็ดแก้วกลวยและพอลิเอไมด์ 11 ให้มีการยึดติดกันที่ดี เพราะถ้าหากการยึดติดกันระหว่างเม็ดแก้วกลวยและพอลิเอไมด์ 11 แข็งแรงจะส่งผลให้สายโซ่ของพอลิเอไมด์ 11 มีการเคลื่อนไหวหรือจัดเรียงตัวไปตามแนวแรงยากขึ้น ความหนืดของคอมพอสิตจึงสูงขึ้น สอดคล้องกับผลการทดสอบที่ได้จากเทคนิค SEM และ DMA และเมื่อเปรียบเทียบผลของปริมาณสารเชื่อมประสานไซเลนพบว่าคอมพอสิตที่เติมเม็ดแก้วกลวยที่ใช้ปริมาณสารเชื่อมประสานไซเลน 5%wt จะมีความหนืดที่สูงกว่าที่ปริมาณ 3%wt เพียงเล็กน้อย คาดว่าน่าจะเป็นผลของการยึดติดกันที่มากกว่าจึงทำให้ความหนืดเพิ่มขึ้น



ภาพที่ 4.12 แสดงกราฟความสัมพันธ์ระหว่างค่าความหนืดเชิงซ้อน (η^*) และค่าความถี่เชิงมุม (ω) ของและคอมพอสิตพอลิเอไมด์ 11

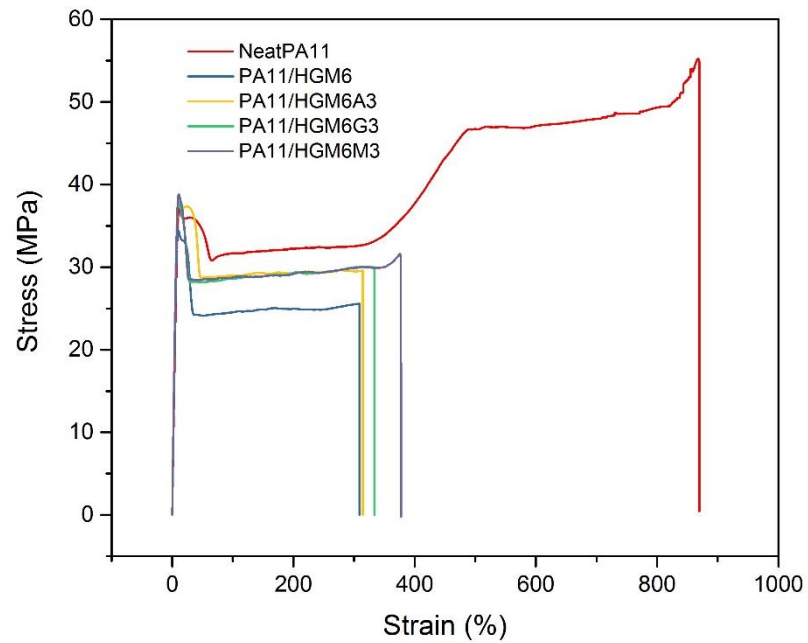
4.1.7 ศึกษาสมบัติเชิงกลของคอมพอสิต

เพื่อศึกษาผลของการเติมเม็ดแก้วกลวงและผลของการปรับปรุงพื้นผิวต่อสมบัติเชิงกลของคอมพอสิตจึงได้ทำการทดสอบการดึงยืด (Tensile testing) และความสามารถในการรับแรงกระแทก (Impact testing)

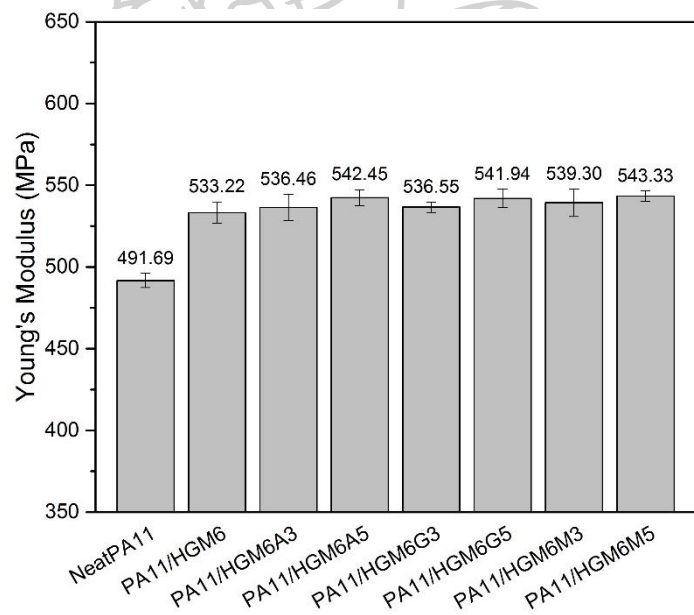
4.1.7.1 ศึกษาสมบัติการดึงยืด

การศึกษาศักยภาพการดึงยืดของคอมพอสิตทำการทดสอบด้วยเครื่อง Universal testing machine ตามมาตรฐาน ASTM D638 อัตราเร็วในการดึง 50 มิลลิเมตรต่อนาที และใช้ load cell 5 กิโลนิวตัน ในการทดสอบ

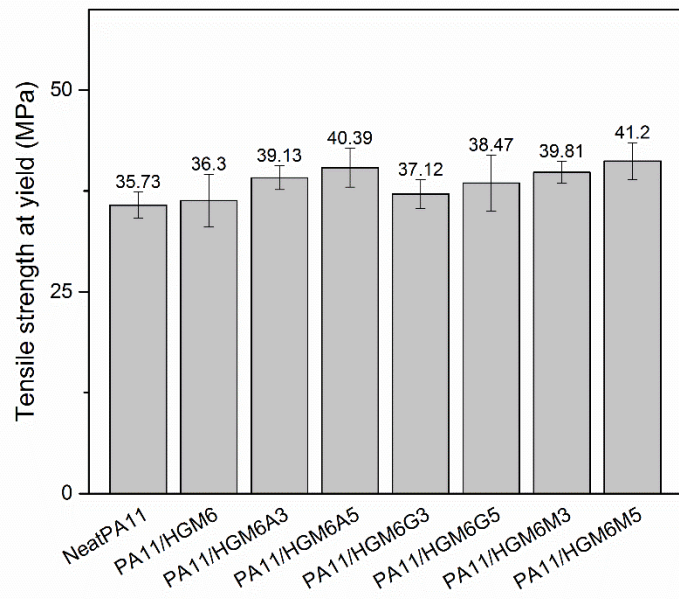
จากภาพที่ 4.13 แสดงกราฟความสัมพันธ์ระหว่างความเค้นและความเครียดของ neat PA11 และคอมพอสิตพอลิเอไมด์ 11 พบว่า neat PA11 มีพฤติกรรมการแตกหักแบบเหนียว (ductile) โดยพบจุดคราก (yield) และมีการเกิดคอคอด (necking) เกิดขึ้น เมื่อมีการเติมเม็ดแก้วกลวงที่ไม่ผ่านและผ่านการปรับปรุงพื้นผิวลงไปพฤติกรรมการแตกหักยังคงเป็นเช่นเดิม แต่มีการยืดตัวที่ลดลง โดยค่า Young's modulus, Tensile strength at yield และ Elongation at break สามารถสรุปได้ดังภาพที่ 4.14 ภาพที่ 4.15 และภาพที่ 4.16 ตามลำดับ



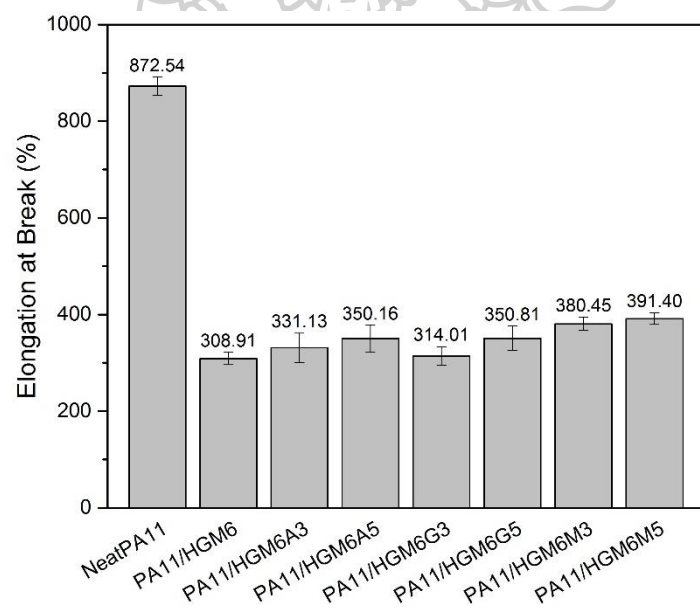
ภาพที่ 4.13 แสดงกราฟความสัมพันธ์ระหว่างความเค้นและความเครียดของ neat PA11 และคอมพอสิตพอลิเอไมด์ 11



ภาพที่ 4.14 แสดงค่า Young's modulus ของ neat PA11 และคอมพอสิตพอลิเอไมด์ 11



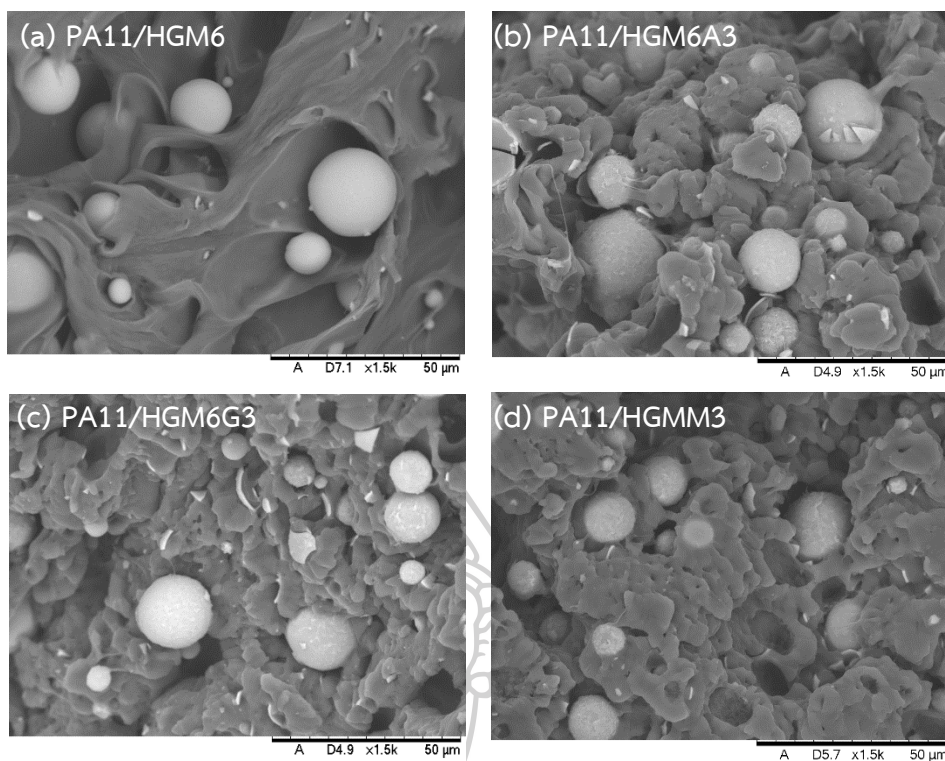
ภาพที่ 4.15 แสดงค่า Tensile strength at yield ของ neat PA11 และคอมพอสิตพอลิเอไมด์ 11



ภาพที่ 4.16 แสดงค่า Elongation at break ของ neat PA11 และคอมพอสิตพอลิเอไมด์ 11

จากภาพที่ 4.14 - ภาพที่ 4.16 พบว่าค่า Young's modulus และ Tensile strength at yield ของคอมพอลิเมอร์ทุกสูตรมีค่ามากกว่า neat PA11 ส่วนค่า Elongation at break นั้นคอมพอลิเมอร์มีค่าต่ำกว่า โดยการที่ค่า Young's modulus (ค่าที่บ่งบอกถึงความต้านทานการเปลี่ยนแปลงรูปของวัสดุ) และ Tensile strength at yield มีค่าเพิ่มขึ้นนั้นคาดว่าเป็นผลมาจากเม็ดแก้วกลางที่เติมลงไปนั้นมีความแข็งเกร็ง (stiffness) ที่มากกว่า neat PA11 เมื่อชิ้นงานได้รับแรงดึง เม็ดแก้วกลางที่กระจายตัวอยู่ในคอมพอลิเมอร์ไปขัดขวางการเคลื่อนที่ของสายโซ่พอลิเอไมด์ 11 และช่วยรับแรงดึงที่ถูกถ่ายโอนมาจากพอลิเอไมด์ 11 เป็นผลให้คอมพอลิเมอร์ต้านทานการเปลี่ยนแปลงรูปและรับแรงดึงยึดได้มากขึ้นนั่นเอง ส่วนค่า Elongation at break ที่ลดลงอาจเป็นผลจากการที่เม็ดแก้วกลางไปขัดขวางการเคลื่อนไหวและการเลื่อนผ่านกัน (slippage) ของสายโซ่พอลิเอไมด์ 11 จึงทำให้คอมพอลิเมอร์มีค่า Elongation at break ที่ต่ำลง

เมื่อเปรียบเทียบผลของการปรับปรุงพื้นผิวเม็ดแก้วกลางพบว่าคอมพอลิเมอร์ที่เติมเม็ดแก้วกลางที่ผ่านการปรับปรุงพื้นผิวนั้นมีสมบัติเชิงกลที่ดีกว่าทั้งนี้ เป็นผลจากการปรับปรุงการยึดติดกันที่ผิวหน้าของเม็ดแก้วกลางและพอลิเอไมด์ 11 ด้วยสารเชื่อมประสานไซเลน ภาพที่ 4.17 เป็นภาพที่ได้จากพื้นผิวการแตกหักของชิ้นงานหลังจากทดสอบการดึงยึด เมื่อพิจารณาภาพที่ 4.17(a) จะพบว่าเม็ดแก้วกลางไม่มีการยึดติดที่ผิวหน้ากับพอลิเอไมด์ 11 ต่อมาเมื่อพิจารณาภาพที่ 4.17(b-d) พบเศษเม็ดแก้วกลางที่แตกเนื่องจากเม็ดแก้วกลางมีผนังที่บางเม็ดแก้วกลางบางส่วนจึงเกิดการแตกเสียหายในขณะทำการขึ้นรูป นอกจากนี้ยังพบว่าที่ผิวของเม็ดแก้วกลางมีการยึดติดกับพอลิเอไมด์ 11 ที่ดีขึ้น ดังนั้นเมื่อชิ้นงานได้รับแรงดึง แรงดึงกล่าวจะถูกส่งผ่านจากพอลิเอไมด์ 11 ไปยังเม็ดแก้วกลางเพื่อดูดซับแรงเอาไว้ เป็นผลให้คอมพอลิเมอร์ที่เติมเม็ดแก้วกลางที่ผ่านการปรับปรุงพื้นผิวมีสมบัติเชิงกลที่ดีกว่า



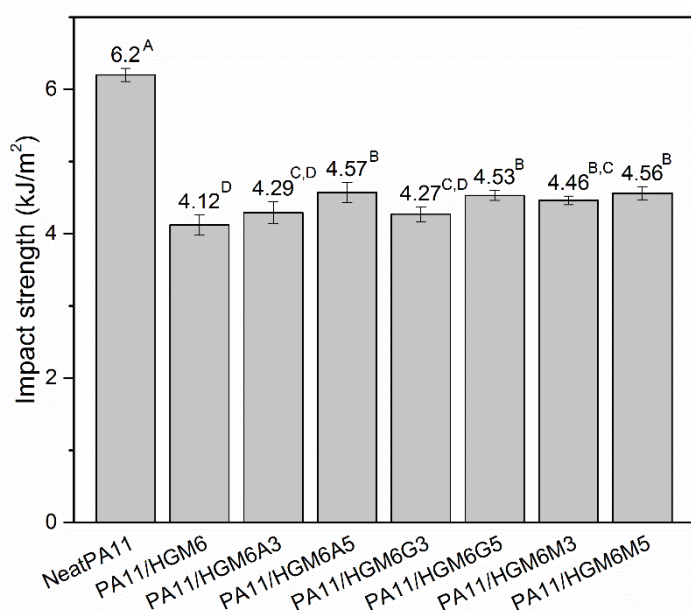
ภาพที่ 4.17 แสดงภาพพื้นผิวการแตกหักของชิ้นงานหลังจากการทดสอบการดึงยึดของ (a) PA11/HGM6, (b) PA11/HGM6A3, (c) PA11/HGM6G3 และ (d) PA11/HGM6M3 ที่กำลังขยาย 1500 เท่า

เมื่อพิจารณาผลของชนิดสารเชื่อมประสานไฮเลนต่อสมบัติเชิงกล พบว่าค่า Young's modulus ของคอมพอสิตแต่ละสูตรมีค่าแตกต่างกันอย่างไม่มีนัยสำคัญ ส่วนค่า Tensile strength at yield และ Elongation at break พบว่าคอมพอสิตที่เติมเม็ดแก้วกลางที่ปรับปรุงพื้นผิวด้วย MPTMS จะมีค่าที่มากกว่าชนิด APTMS และ GPTMS ตามลำดับ สอดคล้องกับภาพที่ 4.17 ที่ PA11/HGMM3 มีการยึดติดกันของเม็ดแก้วกลางและพอลิเอไมด์ 11 ที่ดีที่สุด ดังนั้นเมื่อชิ้นงานได้รับแรง คอมพอสิต PA11/HGMM จึงสามารถทนต่อการดึงยึดและยึดตัวออกได้มากกว่า เช่นเดียวกับงานวิจัยของ Donghwan Cho และคณะ[39] ที่ได้ศึกษาสมบัติของคอมพอสิตระหว่างเส้นใยแก้วและพอลิเอไมด์ 6 โดยเส้นใยแก้วจะถูกปรับปรุงพื้นผิวด้วยสารเชื่อมประสานไฮเลนที่แตกต่างกัน 4 ชนิด คือ N-2-Aminoethyl-3-aminopropyl-trimethoxysilane, 3-Chloropropyltrimethoxysilane, 3-Methacryloxypropyltrimethoxysilane (MPTMS) และ 3-Glycidoxylpropyltrimethoxysilane (GPTMS) จากผลการทดสอบพบว่าคอมพอสิตที่เส้นใยแก้วผ่านการปรับปรุงพื้นผิวด้วย 3-Chloropropyltrimethoxysilane มีสมบัติเชิงกลที่ดีที่สุดรองลงมาคือ MPTMS, N-2-Aminoethyl-3-aminopropyl-trimethoxysilane และ GPTMS ตามลำดับ โดยสมบัติของคอมพอสิตที่แตกต่าง

กันเป็นผลจากความว่องไวของหมู่ฟังก์ชันของสารเชื่อมประสานไซเลนและหมู่ปลายสายโซ่ของพอลิเอไมด์ 11 นอกจากนี้เมื่อเพิ่มปริมาณสารเชื่อมประสานจะช่วยปรับปรุงสมบัติเชิงกลของคอมพอสิตเพิ่มขึ้นเพียงเล็กน้อย

4.1.7.2 ศึกษาสมบัติในการรับแรงกระแทก

ทำการทดสอบการรับแรงกระแทก (Impact tester) ตามมาตรฐาน ASTM D256 แบบ Notched Izod Impact โดย Pendulum ที่ใช้ทดสอบหนัก 1 จูล



ภาพที่ 4.18 แสดงค่า Impact strength ของ neat PA11 และคอมพอสิตพอลิเอไมด์ 11

ผลการทดสอบการรับแรงกระแทกแสดงดังภาพที่ 4.18 เมื่อพิจารณาจะพบว่าคอมพอสิตทุกสูตรมีค่า Impact strength ที่ต่ำกว่า neat PA11 แสดงให้เห็นว่าเม็ดแก้วกลางทำให้คอมพอสิตมีความเปราะมากขึ้นและไม่ได้ช่วยปรับปรุงความสามารถในการรับแรงกระแทกให้กับคอมพอสิต เนื่องจากเม็ดแก้วกลางที่อยู่ในบรรจุภัณฑ์เมื่อได้รับการโอนถ่ายแรงกระแทกจากพอลิเอไมด์ 11 แล้วทำให้ผนังเม็ดแก้วกลางเกิดการแตกเสียหาย ความสามารถในการช่วยดูดซับแรงกระแทกจึงต่ำ เป็นผลให้คอมพอสิตมีความสามารถในการรับแรงกระแทกที่ต่ำลง

จากผลการวิเคราะห์ความแปรปรวนทางเดียว (One-way ANOVA) ด้วยวิธี Tukey ที่ระดับความเชื่อมั่นร้อยละ 95 แสดงดังภาพที่ 4.18 (ตัวอักษรเหมือนกันหมายถึงมีความแตกต่างอย่างไม่มีนัยสำคัญ และตัวอักษรต่างกันหมายถึงมีความแตกต่างอย่างมีนัยสำคัญ) พบว่าเมื่อเติมเม็ดแก้วกลางปริมาณ 6 phr จะทำให้คอมพอสิตมีค่า Impact strength แตกต่างไปจาก neat PA11 อย่างมีนัยสำคัญ ส่วนคอมพอสิตที่เติมเม็ดแก้วกลางที่ผ่านการปรับปรุงพื้นผิวด้วยสารเชื่อมประสานชนิด APTMS และ GPTMS ที่ปริมาณ 3%wt (PA11/HGM6A3 และ PA11/HGM6G3 ตามลำดับ) ไม่ทำให้ค่า Impact strength มีความแตกต่างอย่างมีนัยสำคัญเมื่อเทียบกับ PA11/HGM6 ยกเว้นคอมพอสิตที่เติมเม็ดแก้วกลางที่ผ่านการปรับปรุงพื้นผิวด้วย MPTMS ที่ปริมาณ 3%wt (PA11/HGM6M3) ที่มีความแตกต่างอย่างมีนัยสำคัญ และคอมพอสิตที่เติมเม็ดแก้วกลางที่ผ่านการปรับปรุงพื้นผิวด้วยสารเชื่อมประสานทั้ง 3 ชนิดที่ปริมาณ 5%wt ไม่ทำให้เกิดความแตกต่างของค่า Impact strength อย่างมีนัยสำคัญ จากผลการวิเคราะห์ดังกล่าว จึงยืนยันได้ว่าการใช้สารเชื่อมประสานไซเลนชนิด MPTMS ส่งผลต่อการเปลี่ยนแปลงค่า Impact strength มากกว่าสารเชื่อมประสานไซเลนชนิด APTMS และ GPTMS

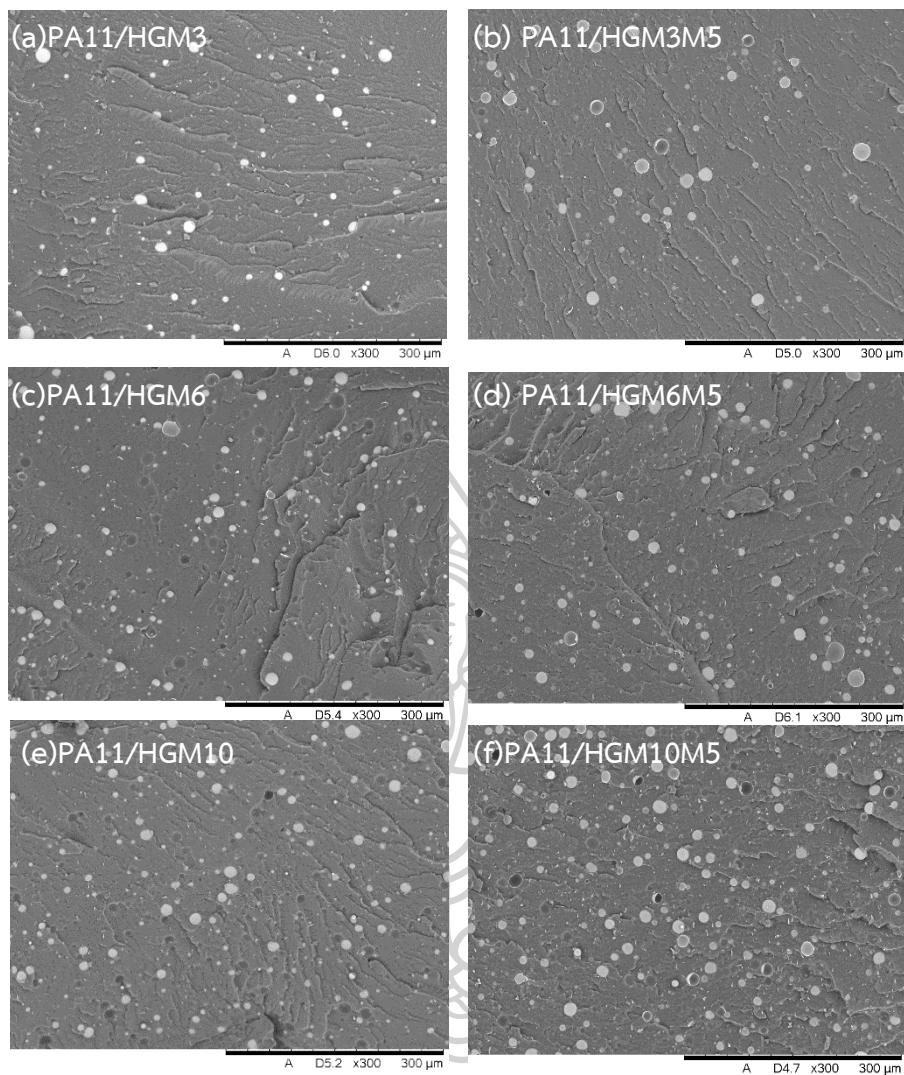
เมื่อพิจารณาผลการทดสอบสมบัติต่างๆของคอมพอสิตที่ได้ในตอนที่ 1 โดยพิจารณาจากผลการทดสอบจากเทคนิค SEM สมบัติการไหลและสมบัติเชิงกลพลวัตแสดงให้เห็นว่า MPTMS ช่วยปรับปรุงการยึดติดกันที่ผิวหน้าของเม็ดแก้วกลางและพอลิเอไมด์ 11 ได้ดีที่สุด ประกอบกับผลการทดสอบสมบัติการดึงยึด (ค่า Tensile strength at yield และ Elongation at break) และสมบัติในการรับแรงกระแทก (Impact strength) ของคอมพอสิตที่เติมเม็ดแก้วกลางที่ผ่านการปรับปรุงพื้นผิวด้วย MPTMS มีค่าที่สูงที่สุด จึงทำให้ผู้วิจัยเลือกสารเชื่อมประสานไซเลนชนิด MPTMS มาใช้ในการปรับปรุงพื้นผิวเม็ดแก้วกลางที่จะใช้ในตอนที่ 2

4.2 ศึกษาผลของปริมาณเม็ดแก้วกลางที่ผ่านการปรับปรุงพื้นผิวต่อสมบัติต่างๆของคอมพอลิเมอร์ พอลิเอไมด์ 11

หลังจากทำการพิจารณาสมบัติเชิงกลและสมบัติอื่นๆของคอมพอลิเมอร์ในตอนต้นที่ 1 แล้วพบว่าสารเชื่อมประสานไซเลนชนิด MPTMS ช่วยปรับปรุงสมบัติต่างๆของคอมพอลิเมอร์ได้ดีที่สุด จึงเลือกสารเชื่อมประสานไซเลนชนิด MPTMS มาใช้ปรับปรุงการยึดติดที่ผิวหน้าของคอมพอลิเมอร์ในตอนต้นที่ 2 โดยตอนต้นที่ 2 เป็นการศึกษาค่าผลของปริมาณการเติมเม็ดแก้วกลางต่อสมบัติต่างๆของคอมพอลิเมอร์ ทำการปรับเปลี่ยนปริมาณการเติมเม็ดแก้วกลางเป็น 3 ระดับคือ 3, 6 และ 10 phr สัดส่วนในการผสมแสดงไว้ดังตารางที่ 3.2

4.2.1 การศึกษาลักษณะทางสัณฐานวิทยาของคอมพอลิเมอร์

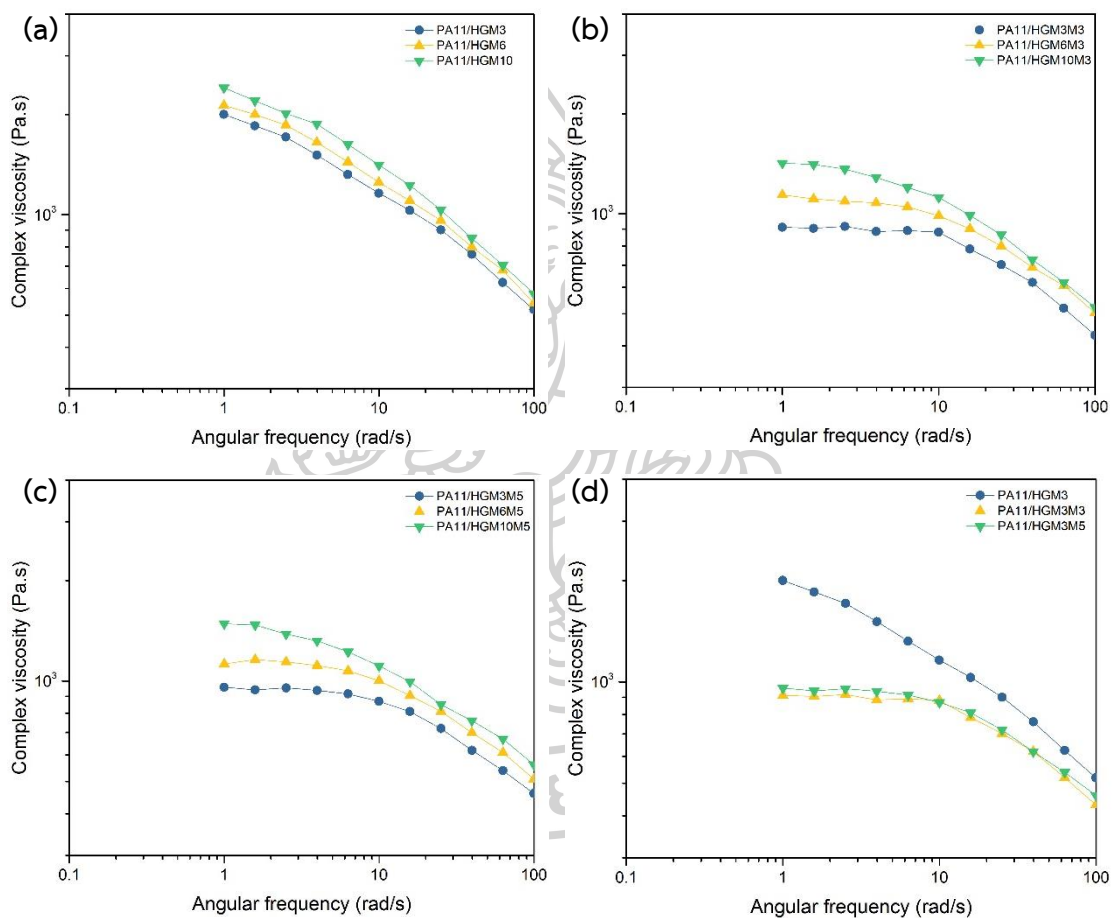
ทำการศึกษาลักษณะทางสัณฐานวิทยาของคอมพอลิเมอร์ด้วยเทคนิค SEM ซึ่งงานที่นำมาทดสอบได้จากการหักหลังจากจุ่มแช่ในไนโตรเจนเหลว ผลการทดสอบแสดงดังภาพที่ 4.19 โดยพบว่า PA11/HGM3 (ภาพที่ 4.19a) มีการกระจายตัวของเม็ดแก้วกลางที่ดี ไม่พบการรวมกลุ่มกัน ส่วน PA11/HGM6 (ภาพที่ 4.19c) และ PA11/HGM10 (ภาพที่ 4.19e) จะพบเม็ดแก้วกลางบางส่วนมีการรวมกลุ่มกันแต่อย่างไรก็ตามโดยรวมแล้วเม็ดแก้วกลางยังมีการกระจายตัวที่ค่อนข้างดี ซึ่งการรวมกลุ่มที่เกิดขึ้นเนื่องมาจากเมื่อเติมเม็ดแก้วกลางลงในคอมพอลิเมอร์ปริมาณที่มากขึ้น ระยะห่างระหว่างเม็ดแก้วกลางในคอมพอลิเมอร์จะลดลง เป็นผลให้เม็ดแก้วกลางมีโอกาสในการรวมกลุ่มกันมากขึ้น นอกจากนี้ยังพบว่าคอมพอลิเมอร์ทั้ง 3 สูตรดังกล่าวมีการหลุดออกของเม็ดแก้วกลางอย่างมาก โดย PA11/HGM10 มีการหลุดออกของเม็ดแก้วกลางมากที่สุดรองลงมาคือ PA11/HGM6 และ PA11/HGM3 ตามลำดับ จากนั้นเมื่อพิจารณาคอมพอลิเมอร์ที่เติมเม็ดแก้วกลางที่ผ่านการปรับปรุงพื้นผิว (ภาพที่ 4.19b, d และ f) พบว่าการหลุดออกของเม็ดแก้วกลางลดลงอย่างเห็นได้ชัด แสดงให้เห็นว่าสารเชื่อมประสานไซเลนช่วยปรับปรุงการยึดติดกันที่ผิวหน้าของเม็ดแก้วกลางและพอลิเอไมด์ 11



ภาพที่ 4.19 แสดงภาพพื้นผิวการแตกหักของคอมพอสิตพอลิเอไมด์ 11 ที่ได้จากการจุ่มแช่ในไนโตรเจนเหลวที่กำลังขยาย 300 เท่า

4.2.2 ศึกษาสมบัติการไหลของคอมพอสิต

เพื่อศึกษาผลของปริมาณการเติมเม็ดแก้วกลางต่อสมบัติการไหลของคอมพอสิต จึงทำการศึกษาด้วยเครื่อง Rotational rheometer ด้วยแผ่นคู่ขนาน ทดสอบที่อุณหภูมิคงที่ที่ 250 องศาเซลเซียส ซึ่งเป็นอุณหภูมิในการขึ้นรูปชิ้นงาน โดยปรับเปลี่ยนความถี่เชิงมุม (Angular frequency, ω) ตั้งแต่ 0.1 ถึง 100 เรเดียนต่อวินาที ความหนืดเชิงซ้อน (complex viscosity, η^*) ที่ได้แสดงดังภาพที่ 4.20



ภาพที่ 4.20 แสดงกราฟความสัมพันธ์ระหว่างค่าความหนืดเชิงซ้อน (η^*) และค่าความถี่เชิงมุม (ω)

ของคอมพอสิตพอลิเอไมด์ 11 ที่เติมเม็ดแก้วกลางในปริมาณต่างๆ

พิจารณาภาพที่ 4.20(a) แสดงค่าความหนืดเชิงซ้อนของคอมพอสิตที่เติมเม็ดแก้วกลางที่ไม่ผ่านการปรับปรุงพื้นผิวที่ปริมาณ 3, 6 และ 10 phr พบว่าค่าความหนืดเชิงซ้อนเพิ่มขึ้นตามปริมาณเม็ดแก้วกลาง เนื่องจากในขณะทำการทดสอบพอลิเอไมด์ 11 มีสถานะหลอมเหลวแต่เม็ดแก้วกลางยังคงสถานะเป็นของแข็งอยู่จึงขัดขวางการไหลของพอลิเอไมด์ 11 เป็นผลให้สายโซ่พอลิเอไมด์มีการ

ผ่อนคลายแรง (relaxation) ได้ยากขึ้น และเมื่อมีการเพิ่มปริมาณเม็ดแก้วกลางก็จะยิ่งเพิ่มการขัดขวางการไหลของพอลิเอไมด์ 11 ทำให้ความหนืดเชิงซ้อนมีค่าเพิ่มขึ้น[18] แต่ถึงอย่างไรคอมพอสิตทั้ง 3 สูตรยังคงมีพฤติกรรมการไหลแบบ shear thinning เช่นเดิม

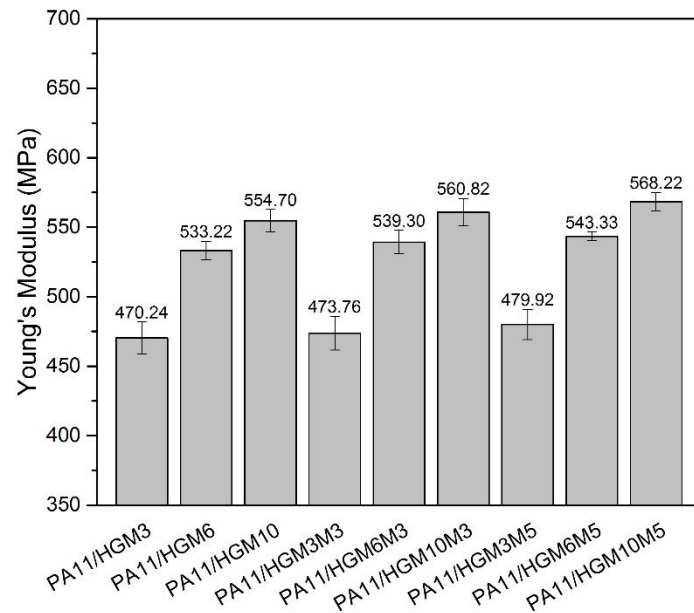
ต่อมาพิจารณาภาพที่ 4.20 (b) ซึ่งแสดงค่าความหนืดเชิงซ้อนของของคอมพอสิตที่เติมเม็ดแก้วกลางที่ผ่านการปรับปรุงพื้นผิวด้วยสารเชื่อมประสานไซเลน 3%wt พบว่าคอมพอสิตยังคงแสดงพฤติกรรมการไหลเช่นเดิม และหากเปรียบเทียบกับคอมพอสิตที่เติมเม็ดแก้วกลางที่ไม่ผ่านการปรับปรุงพื้นผิว พบว่าคอมพอสิตที่เติมเม็ดแก้วกลางที่ผ่านการปรับปรุงพื้นผิวจะมีความหนืดที่ต่ำกว่าในทุกๆปริมาณการเติมเม็ดแก้วกลาง ทั้งนี้เนื่องจากผลของการช่วยในการเลื่อนผ่านกันของสายโซ่พอลิเอไมด์ 11 ของสารเชื่อมประสานไซเลนดังที่กล่าวไว้ในการทดสอบสมบัติการไหลของคอมพอสิตในตอนต้นที่ 1 และเมื่อปริมาณของเม็ดแก้วกลางเพิ่มขึ้น ความหนืดเชิงซ้อนก็มีค่าเพิ่มขึ้นตามไปด้วย ซึ่งคอมพอสิตที่เติมเม็ดแก้วกลางที่ผ่านการปรับปรุงพื้นผิวด้วยสารเชื่อมประสานไซเลน 5%wt (ภาพที่ 4.20c) ก็ให้ผลการทดสอบเช่นเดียวกัน และเมื่อพิจารณาภาพที่ 4.20(d) เปรียบเทียบผลของสารเชื่อมประสานไซเลนต่อความหนืดเชิงซ้อนของคอมพอสิตที่เติมเม็ดแก้วกลาง 3 phr พบว่าคอมพอสิตที่เติมเม็ดแก้วกลางที่ผ่านการปรับปรุงพื้นผิวมีความหนืดเชิงซ้อนที่ต่ำกว่า และเมื่อใช้ปริมาณสารเชื่อมประสานไซเลนในการปรับปรุงพื้นผิวเม็ดแก้วกลางเพิ่มขึ้น ค่าความหนืดเชิงซ้อนมีค่าเพิ่มขึ้นเพียงเล็กน้อย เนื่องจากเมื่อใช้ปริมาณสารเชื่อมประสานไซเลนเพิ่มขึ้นจะยิ่งช่วยปรับปรุงการยึดติดที่ผิวหน้าของเม็ดแก้วกลางและพอลิเอไมด์ 11 เมื่อมีการยึดติดที่ผิวหน้าต่อกันที่ดี สายโซ่พอลิเอไมด์ 11 ก็จะถูกจำกัดความสามารถในการเคลื่อนไหว หรือถูกขัดขวางการไหลไปตามทิศทางการให้แรง เป็นผลให้ค่าความหนืดเชิงซ้อนมีค่าเพิ่มขึ้นนั่นเอง

4.2.3 ศึกษาสมบัติเชิงกลของคอมพอสิต

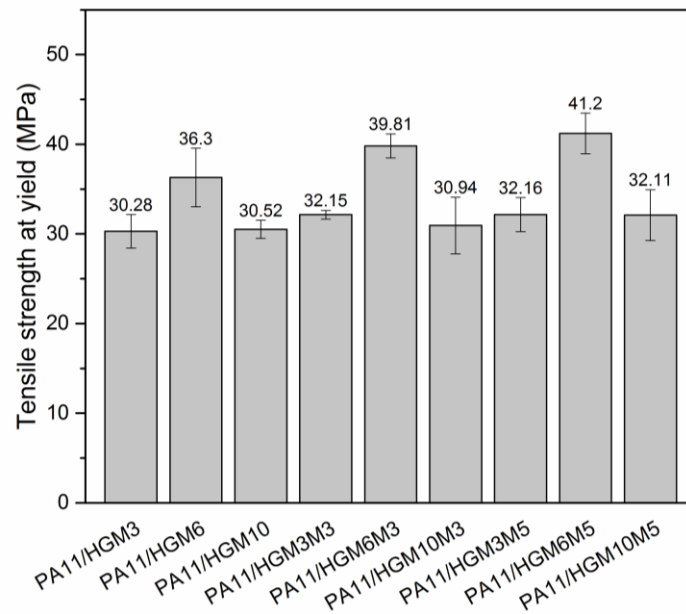
เพื่อศึกษาผลของปริมาณเม็ดแก้วกลางต่อสมบัติเชิงกลของคอมพอสิต จึงได้ทำการทดสอบสมบัติการดึงยึด (Tensile testing) และความสามารถในการรับแรงกระแทก (Impact testing)

4.2.3.1 ศึกษาสมบัติการดึงยึด

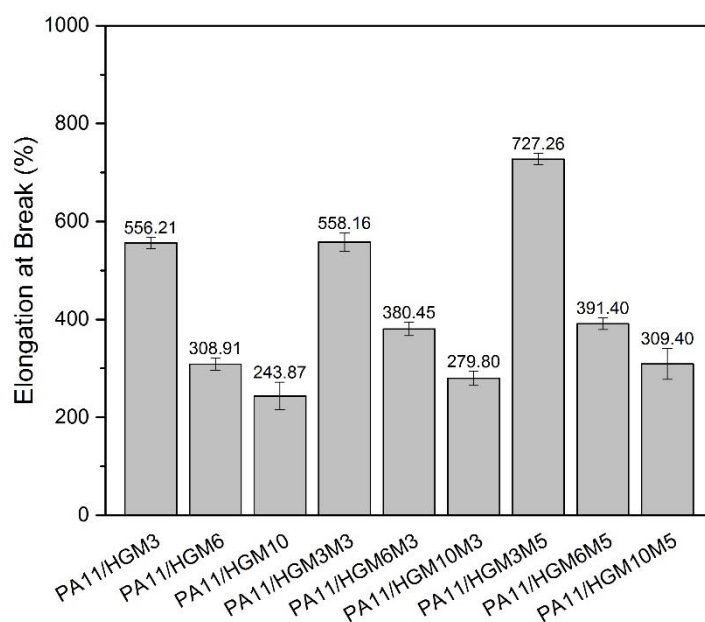
การศึกษาศักยภาพการดึงยึดของคอมพอสิตที่มีการเติมเม็ดแก้วกลางที่ปริมาณต่างๆ ด้วยเครื่อง Universal testing machine ตามมาตรฐาน ASTM D638 อัตราเร็วในการดึง 50 มิลลิเมตรต่ออนาที และใช้ load cell 5 กิโลนิวตัน ในการทดสอบ



ภาพที่ 4.21 แสดงค่า Young's modulus ของคอมพอสิตพอลิเอไมด์ 11 ที่เติมเม็ดแก้วกลางในปริมาณต่างๆ



ภาพที่ 4.22 แสดงค่า Tensile strength at yield ของคอมพอสิตพอลิเอไมด์ 11 ที่เติมเม็ดแก้วกลางในปริมาณต่างๆ



ภาพที่ 4.23 แสดงค่า Elongation at break ของคอมพอสิตพอลิเอไมด์ 11 ที่เติมเม็ดแก้วกลวงใน ปริมาณต่างๆ

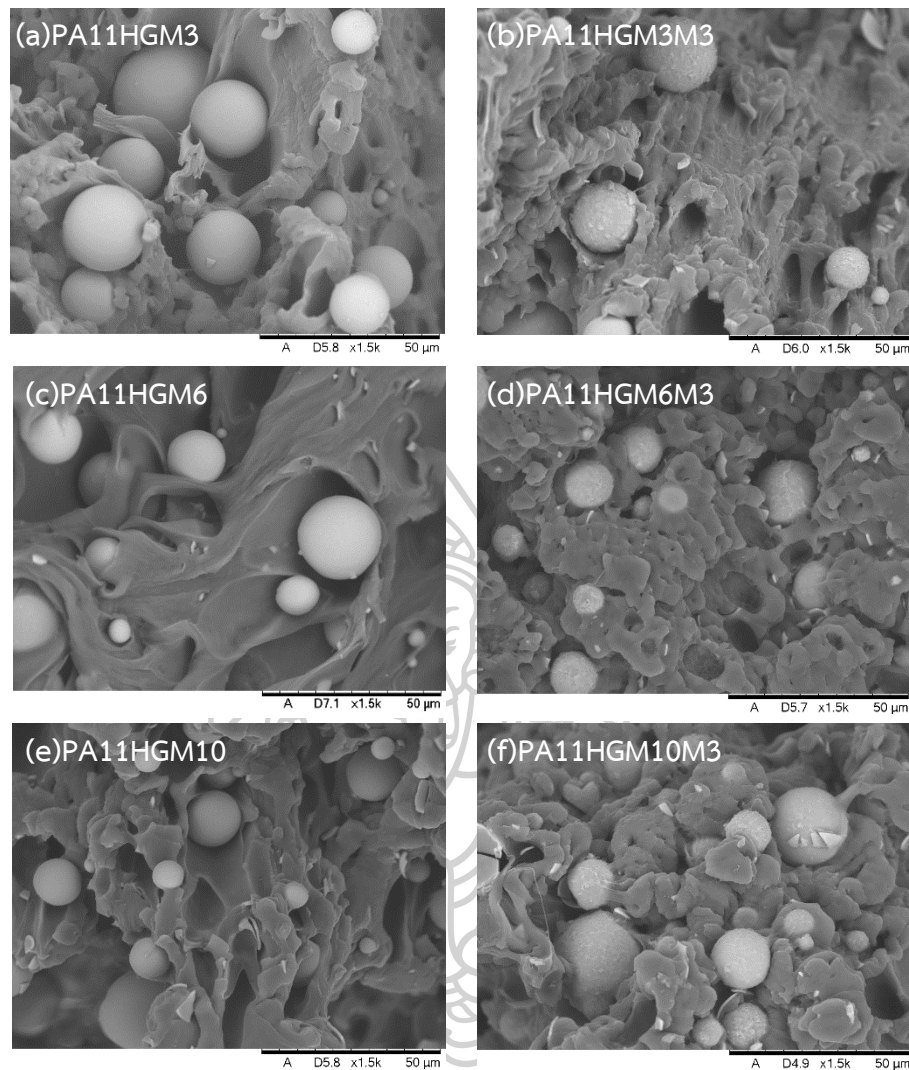
ภาพที่ 4.21 แสดงค่า Young's modulus ของคอมพอสิตที่เติมเม็ดแก้วกลวงที่ไม่ผ่านและผ่านการปรับปรุงพื้นผิวที่ปริมาณต่างๆ เมื่อพิจารณาผลของปริมาณการเติมเม็ดแก้วกลวงพบว่าค่า Young's modulus มีค่าเพิ่มขึ้นตามปริมาณการเติมเม็ดแก้วกลวง คาดว่าเป็นผลมาจากเม็ดแก้วกลวงที่เติมลงไปนั้นมีความแข็งเกร็ง (stiffness) มากกว่าพอลิเอไมด์ 11 เมื่อชิ้นงานได้รับแรงดึงเม็ดแก้วกลวงที่กระจายตัวอยู่ในคอมพอสิตจะไปขัดขวางการเคลื่อนที่ของสายโซ่พอลิเอไมด์ 11 เป็นผลให้คอมพอสิตต้านทานการเปลี่ยนแปลงรูปได้มากขึ้น ดังนั้นหากเติมเม็ดแก้วกลวงในปริมาณที่มากขึ้นก็จะยิ่งช่วยเพิ่มความแข็งเกร็งให้กับคอมพอสิต แต่การเพิ่มขึ้นของค่า Young's modulus นั้นจะเพิ่มขึ้นเป็นอย่างมากเมื่อเพิ่มปริมาณเม็ดแก้วกลวงจาก 3 เป็น 6 phr และเพิ่มขึ้นอีกเพียงเล็กน้อยเมื่อเติมเม็ดแก้วกลวงเพิ่มเป็น 10 phr คาดว่าเป็นผลจากการรวมกลุ่มกันของเม็ดแก้วกลวงในคอมพอสิต (ดังภาพที่ 4.19e) ทำให้ประสิทธิภาพในการเสริมแรงลดลง

เมื่อพิจารณาภาพที่ 4.22 ซึ่งแสดงค่า Tensile strength at yield ของคอมพอสิตพบว่าค่า Tensile strength at yield จะเพิ่มขึ้นเมื่อเติมเม็ดแก้วกลวงในปริมาณที่เพิ่มขึ้นจาก 3 เป็น 6 phr เนื่องจากในขณะที่ชิ้นงานได้รับแรงดึงยึดนั้น เม็ดแก้วกลวงที่กระจายตัวอยู่ในคอมพอสิตจะรับแรงที่ถูกโอนถ่ายมาจากพอลิเอไมด์ 11 ดังนั้นเมื่อมีปริมาณเม็ดแก้วกลวงเพิ่มขึ้นก็จะยิ่งทำให้คอมพอสิตมีความสามารถในการรับแรงดึงยึดมากขึ้นนั่นเอง ในทางกลับกันเมื่อเพิ่มปริมาณเม็ดแก้วกลวงเป็น 10 phr พบว่าค่า Tensile strength at yield มีค่าลดลง คาดว่าเป็นผลจากการรวมกลุ่ม

กันของเม็ดแก้วกลาง (ดังภาพที่ 4.19e) จึงทำให้ประสิทธิภาพในการเสริมแรงลดลงแม้จะเติมในปริมาณที่เพิ่มมากขึ้น

ภาพที่ 4.23 ซึ่งแสดงค่า Elongation at break ของคอมพอสิตที่เติมเม็ดแก้วกลางที่ไม่ผ่านและผ่านการปรับปรุงพื้นผิวที่ปริมาณต่างๆ พบว่ามีค่าลดลงเมื่อปริมาณเม็ดแก้วกลางเพิ่มขึ้น คาดว่าเป็นผลจากการที่เม็ดแก้วกลางไปขัดขวางการเคลื่อนไหวและการเลื่อนผ่านกัน (slippage) ของสายโซ่พอลิเอไมด์ 11 ดังนั้นเมื่อปริมาณเม็ดแก้วกลางเพิ่มมากขึ้นจึงทำให้คอมพอสิตมีค่า Elongation at break ที่ต่ำลงตามไปด้วย สอดคล้องกับงานวิจัยของ Jiwei Li และคณะ[18] ที่ได้ทำการศึกษาสมบัติต่างๆของคอมพอสิตพอลิบิวทิลีนซัคซิเนตที่มีการเติมเม็ดแก้วกลางปริมาณต่างๆ คือ 5, 10, 15 และ 20%wt พบว่าเมื่อเติมเม็ดแก้วกลางเพิ่มขึ้นจะทำให้ค่า Flexural modulus มีค่าเพิ่มขึ้น แต่ค่า Tensile strength มีค่าลดลง และเมื่อพิจารณาผลของปริมาณสารเชื่อมประสานไซเลน พบว่าการเพิ่มปริมาณสารเชื่อมประสานไซเลนจะทำให้คอมพอสิตมีสมบัติเชิงกลที่เพิ่มขึ้น จากการช่วยปรับปรุงการยึดติดกันที่ผิวหน้าของเม็ดแก้วกลางและพอลิเอไมด์ 11

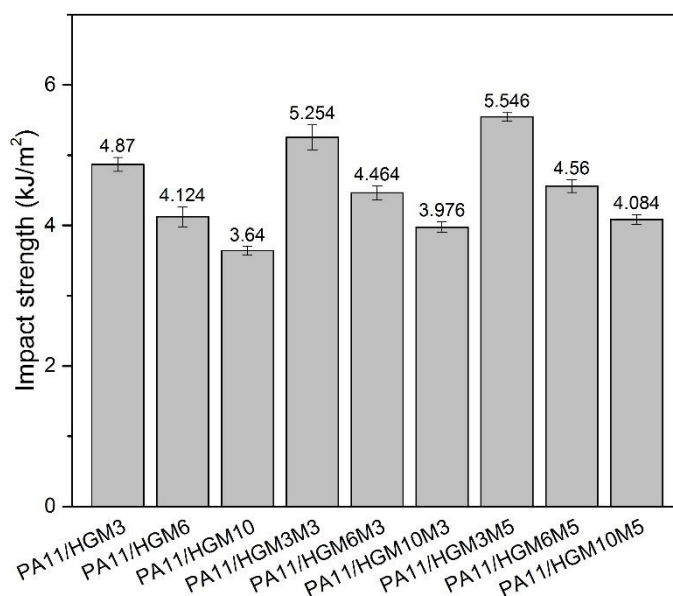
หากพิจารณาผลของสารเชื่อมประสานไซเลน พบว่าคอมพอสิตที่เติมเม็ดแก้วกลางที่ผ่านการปรับปรุงพื้นผิวนั้นมีสมบัติเชิงกลที่ดีกว่าในทุกปริมาณการเติมเม็ดแก้วกลาง ทั้งนี้เป็นผลจากการปรับปรุงการยึดติดกันที่ผิวหน้าของเม็ดแก้วกลางและพอลิเอไมด์ 11 ด้วยสารเชื่อมประสานไซเลน สามารถยืนยันได้จากภาพที่ 4.24 เมื่อเปรียบเทียบระหว่างคอมพอสิตที่เติมเม็ดแก้วกลางที่ไม่ผ่านและผ่านการปรับปรุงพื้นผิวพบว่า คอมพอสิตที่เติมเม็ดแก้วกลางที่ผ่านการปรับปรุงพื้นผิวมีการยึดติดที่ผิวหน้ากับพอลิเอไมด์ 11 ที่ดีกว่าอย่างเห็นได้ชัด ด้วยเหตุนี้จึงทำให้คอมพอสิตมีสมบัติเชิงกลที่ดีขึ้น



ภาพที่ 4.24 แสดงภาพพื้นผิวการแตกหักของชิ้นงานหลังจากการทดสอบการดึงยึดของ (a) PA11/HGM3, (b) PA11/HGM3M3, (c) PA11/HGM6, (d) PA11/HGM6M3, (e) PA11HGM10 และ (f) PA11HGM10M3 ที่กำลังขยาย 1500 เท่า

4.2.3.2 ศึกษาสมบัติการรับแรงกระแทก

ทำการทดสอบการรับแรงกระแทก (Impact tester) ตามมาตรฐาน ASTM D256 แบบ Notched Izod Impact โดย Pendulum ที่ใช้ทดสอบหนัก 1 จูล



ภาพที่ 4.25 แสดงค่า Impact strength ของคอมพอลิเมอร์โพลีเอไมด์ 11 ที่เติมเม็ดแก้วกลาง ในปริมาณต่างๆ

จากงานวิจัยของ Xiao Hu และคณะ[23] ได้ศึกษาการเตรียมคอมพอลิเมอร์ระหว่าง HGM ที่ผ่านการปรับปรุงพื้นผิวด้วยสารเชื่อมประสานไฮลีนชนิด APTMS กับพอลิแลคตีดแอซิด (PLLA) พบว่าเมื่อเปรียบเทียบกับ neat PLLA คอมพอลิเมอร์มีค่า Impact strength ที่สูงขึ้นเป็น 17.90 และ 57.10% ที่ปริมาณการเติมเม็ดแก้วกลางที่ผ่านการปรับปรุงพื้นผิว 5 และ 15%wt ตามลำดับ จึงแสดงให้เห็นว่าเม็ดแก้วกลางช่วยเพิ่มความสามารถในการรับแรงกระแทกให้กับคอมพอลิเมอร์พอลิแลคตีดแอซิด แต่เมื่อพิจารณาภาพที่ 4.25 ซึ่งแสดงผลการทดสอบความสามารถในการรับแรงกระแทกของคอมพอลิเมอร์โพลีเอไมด์ 11 พบว่าเมื่อเพิ่มปริมาณเม็ดแก้วกลาง ค่า Impact strength มีค่าลดลง เนื่องจากโพลีเอไมด์ 11 เป็นพอลิเมอร์ที่มีความสามารถในการรับแรงกระแทกสูง เมื่อชิ้นงานได้รับแรงกระแทกและโอนถ่ายแรงไปยังเม็ดแก้วกลาง แรงดังกล่าวจะทำให้ผนังเม็ดแก้วกลางที่บางเกิดการแตกเสียหาย ก่อให้เกิดจุดรวมแรงเค้นของคอมพอลิเมอร์ ความสามารถในการช่วยดูดซับแรงกระแทกจึงต่ำ ดังนั้นการเติมเม็ดแก้วกลางในปริมาณที่เพิ่มมากขึ้นจึงไม่ได้ช่วยเพิ่มความสามารถในการรับแรงกระแทกของคอมพอลิเมอร์ เมื่อพิจารณาผลของสารเชื่อมประสานไฮลีนพบว่าคอมพอลิเมอร์ที่เติมเม็ดแก้วกลางที่ผ่านการปรับปรุงพื้นผิวมีค่า Impact strength ที่สูงขึ้นตามปริมาณสารเชื่อม

ประสานไซเลนที่ใช้ปรับปรุงพื้นผิว เนื่องจากสารเชื่อมประสานช่วยปรับปรุงการยึดติดกันที่ผิวหน้าของเม็ดแก้วกลางและพอลิเอไมด์ 11 ทำให้การถ่ายโอนแรงในคอมพอสิตดีขึ้น

4.2.4 ศึกษาความหนาแน่นของคอมพอสิต

เพื่อศึกษาผลของเม็ดแก้วกลางต่อความหนาแน่นของคอมพอสิตจึงได้ทำการหาความหนาแน่นของคอมพอสิตด้วย Pycnometer ตามมาตรฐาน ASTM D792

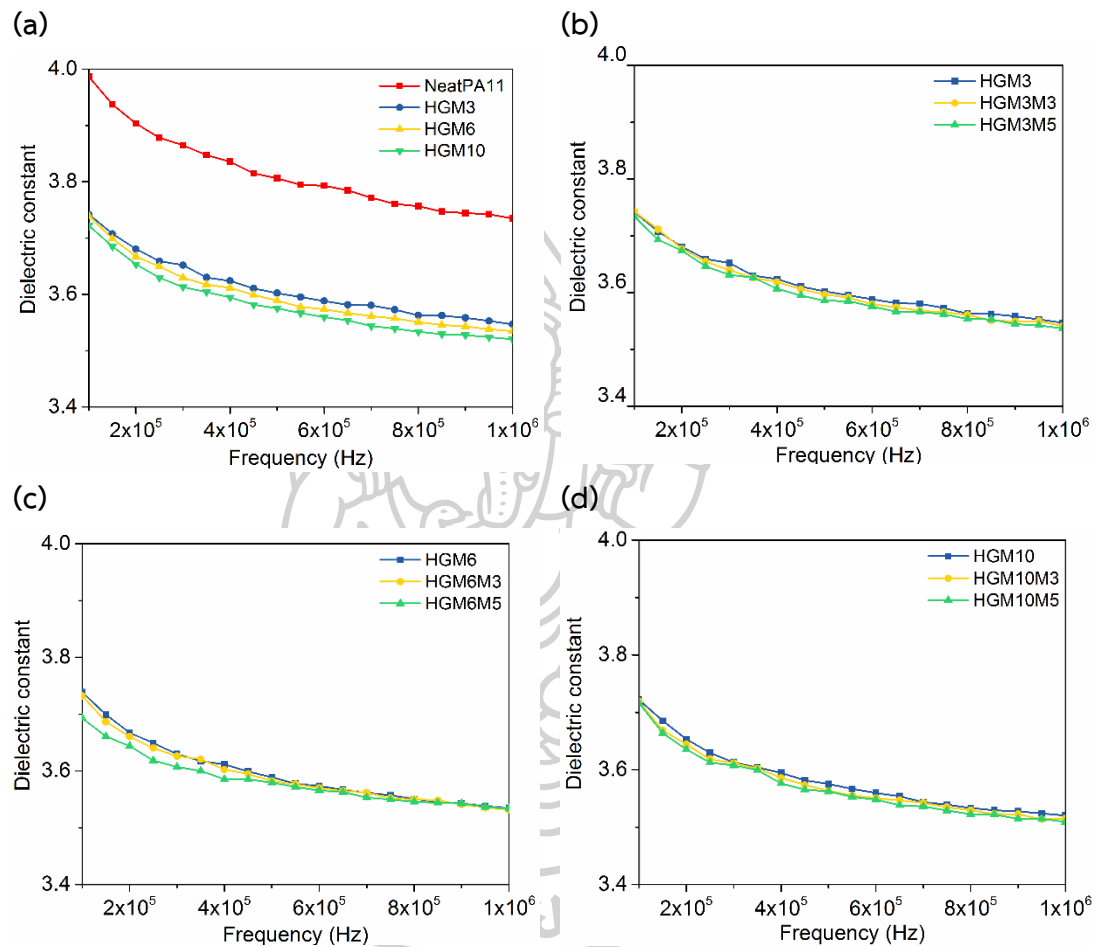
ตารางที่ 4.4 แสดงความหนาแน่นของคอมพอสิตหลังจากเติมเม็ดแก้วกลาง

Sample	Density (g/ml)	%Weight Reduction
NeatPA11	1.02	-
PA11/HGM3	0.98	3.73
PA11/HGM6	0.96	5.50
PA11/HGM10	0.92	9.52
PA11/HGM3M3	0.98	3.63
PA11/HGM6M3	0.96	5.59
PA11/HGM10M3	0.92	9.42
PA11/HGM3M5	0.98	3.63
PA11/HGM6M5	0.96	5.50
PA11/HGM10M5	0.92	9.32

จากตารางที่ 4.4 แสดงให้เห็นว่าเมื่อเติมเม็ดแก้วกลางลงไปคอมพอสิตแล้ว ทำให้คอมพอสิตมีความหนาแน่นที่ลดลงตามปริมาณการเติมเม็ดแก้วกลาง โดยปริมาณสารเชื่อมประสานไซเลนนั้นไม่ได้มีผลต่อความหนาแน่น เม็ดแก้วกลางมีลักษณะเป็นเม็ดแก้วที่ภายในกลวงบรรจุแก๊สเฉื่อยทำให้มีความหนาแน่นต่ำกว่าพอลิเอไมด์ 11 ดังนั้นเมื่อเติมลงไปคอมพอสิตเม็ดแก้วกลางจะไปแทนที่พอลิเอไมด์ 11 จึงทำให้คอมพอสิตมีความหนาแน่นที่ต่ำลง[18] โดยเม็ดแก้วกลางสามารถลดความหนาแน่นคอมพอสิตลงได้ถึง 9.52% เมื่อเติมในปริมาณ 10 phr จากผลการทดสอบที่ได้แสดงให้เห็นว่าเม็ดแก้วกลางสามารถช่วยลดความหนาแน่นหรือน้ำหนักของชิ้นงานและลดปริมาณการใช้พอลิเอไมด์ 11 ได้

4.2.5 ศึกษาสมบัติทางไฟฟ้าของคอมพอลิเมอร์

ทำการศึกษาศักยภาพทางไฟฟ้าของคอมพอลิเมอร์ โดยศึกษาค่า Dielectric constant ด้วยเครื่อง Precision Impedance Analyzer ตามมาตรฐาน ASTM D150 ทำการทดสอบที่ความถี่ตั้งแต่ 1×10^5 ถึง 1×10^6 เฮิรตซ์ ณ อุณหภูมิห้อง ผลการทดสอบแสดงดังภาพที่ 4.26



ภาพที่ 4.26 แสดงกราฟความสัมพันธ์ระหว่างค่าคงที่ไดอิเล็กทริกและค่าความถี่ของคอมพอลิเมอร์พอลิเอไมต์ 11 ที่เติมเม็ดแก้วกลวงในปริมาณต่างๆ

ค่าคงที่ไดอิเล็กทริก (ϵ_r) เป็นค่าที่บ่งบอกถึงความสามารถในการเก็บประจุไฟฟ้าหรือพลังงานไฟฟ้าของวัสดุฉนวนนั้นๆ เทียบกับสุญญากาศ ซึ่งพฤติกรรมไดอิเล็กทริกจะเกี่ยวข้องกับการจัดเรียงตัวของโมเลกุล (dipole polarization) ตามสนามไฟฟ้าภายนอกที่ให้เข้าไป โดยที่วัสดุใดที่มีค่าไดอิเล็กทริกที่สูงแสดงถึงสภาพขั้วที่สูง สามารถเก็บประจุไฟฟ้าได้ดี จึงทำให้ความสามารถการเป็นตัวนำไฟฟ้าไม่ดันทันเอง จากคุณสมบัติการเป็นฉนวนและการเก็บประจุไฟฟ้าของวัสดุพลาสติก จึงนิยมนำไปใช้งานด้านอิเล็กทรอนิกส์และไฟฟ้า เช่น พอลิเอทิลีนความหนาแน่นต่ำ [29], พอลิเอไมต์ 6 [40]

และอีพอกซี[41] มีค่า ϵ_r ที่ความถี่ 1×10^6 Hz เท่ากับ 2.343, 3.110 และ 4.641 ตามลำดับ ส่วนพอลิเอไมด์ 11 ที่ใช้ในงานวิจัยนี้มีค่า ϵ_r เท่ากับ 3.735 (ที่ความถี่ 1×10^6 Hz)

จากผลการทดสอบในภาพที่ 4.26 แสดงให้เห็นว่าเมื่อเพิ่มความถี่ในการทดสอบจะทำให้ neat PA11 และคอมพอสิตทุกสูตรมีค่า ϵ_r ที่ลดลง เนื่องจากที่ความถี่ต่ำโมเลกุลมีเวลาในการเกิด dipole polarization สามารถจัดเรียงขั้วไฟฟ้าตามทิศทางของสนามฟ้าภายนอก ทำให้มีค่า ϵ_r ที่สูง ในทางกลับกันที่ความถี่สูงโมเลกุลไม่มีเวลาในการเกิด dipole polarization ค่า ϵ_r จะมีค่าที่ต่ำ[19, 41] ต่อมาเมื่อพิจารณาผลของเม็ดแก้วกลวงพบว่าคอมพอสิตมีค่า ϵ_r ต่ำกว่า neat PA11 และเมื่อเติมเม็ดแก้วกลวงในปริมาณที่มากขึ้นค่า ϵ_r มีค่าลดลงเล็กน้อยสังเกตได้จากภาพที่ 4.26 (a) เมื่อพิจารณาตารางที่ 4.5 ที่ความถี่ 1×10^5 เฮิรตซ์ ค่า ϵ_r มีค่าลดลงเป็น 3.722, 3.732 และ 3.743 ใน PA11/HGM10, PA11/HGM6 PA11/HGM3 ตามลำดับ การลดลงของค่า ϵ_r ในคอมพอสิตเมื่อเติมเม็ดแก้วกลวงในปริมาณที่มากขึ้นนั้นเป็นผลจากเม็ดแก้วกลวงมีค่า ϵ_r (1.96 ที่ความถี่ 100 เมกะเฮิรตซ์[42]) ที่ต่ำกว่า neat PA11 เนื่องจากภายในเม็ดแก้วกลวงบรรจุแก๊สเฉื่อย ดังนั้นเมื่อเติมเม็ดแก้วกลวงลงไปคอมพอสิตในปริมาณที่มากขึ้น จะส่งผลให้ระบบโดยรวมมีค่า ϵ_r ที่ต่ำลง[41] เมื่อพิจารณาผลของสารเชื่อมประสาน พบว่าค่า ϵ_r ของคอมพอสิตที่เติมเม็ดแก้วกลวงที่ผ่านการปรับปรุงพื้นผิวจะมีค่า ϵ_r ที่ลดลงเล็กน้อยเมื่อปริมาณของสารเชื่อมประสานเพิ่มขึ้น คาดว่าเป็นผลจากการกระจายตัวของเม็ดแก้วกลวงและการยึดติดกันที่ดีระหว่างเม็ดแก้วกลวงและพอลิเอไมด์ 11 จึงไปขัดขวางการเกิด dipole polarization ของคอมพอสิต

ตารางที่ 4.5 แสดงค่าคงที่ไดอิเล็กทริก (ϵ_r) ของ neatPA11 และคอมพอลิเมอร์ที่มีความถี่ 10^5 และ 10^6 เฮิรตซ์

Sample	Dielectric constant (ϵ_r) at 1×10^5 Hz	Dielectric constant (ϵ_r) at 1×10^6 Hz
Neat PA11	3.986	3.735
PA11/HGM3	3.743	3.547
PA11/HGM6	3.732	3.535
PA11/HGM10	3.722	3.520
PA11/HGM3M3	3.742	3.541
PA11/HGM6M3	3.731	3.532
PA11/HGM10M3	3.719	3.515
PA11/HGM3M5	3.733	3.537
PA11/HGM6M5	3.703	3.531
PA11/HGM10M5	3.716	3.509



บทที่ 5

สรุปผลวิจัยและข้อเสนอแนะ

5.1 สรุปผลงานวิจัย

5.1.1 ศึกษาผลของชนิดและปริมาณของสารเชื่อมประสานไซเลนต่อสมบัติต่างๆของคอมพอลิเมอร์ 11 ที่เสริมแรงด้วยเม็ดแก้วกลาง

งานวิจัยในตอนต้นที่ 1 เป็นการศึกษาผลของชนิดและปริมาณของสารเชื่อมประสานไซเลนต่อสมบัติต่างๆของคอมพอลิเมอร์ 11 ที่เสริมแรงด้วยเม็ดแก้วกลาง โดยกำหนดให้ปริมาณการเติมเม็ดแก้วกลางคงที่ที่ 6 จากผลการศึกษาพบว่า

- จากการพิสูจน์เอกลักษณ์ของคอมพอลิเมอร์ด้วยเทคนิค FTIR เพื่อติดตามการเกิดปฏิกิริยาของหมู่ฟังก์ชันของสารเชื่อมประสานไซเลนกับหมู่ฟังก์ชันที่ปลายสายโซ่ของพอลิเมอร์ 11 ผลการทดสอบไม่สามารถยืนยันได้แน่ชัดถึงการเกิดปฏิกิริยาดังกล่าว แต่สามารถยืนยันได้จากผลการทดสอบด้วยเทคนิค SEM พบว่าเม็ดแก้วกลางที่ผ่านการปรับปรุงพื้นผิวด้วยสารเชื่อมประสานไซเลนมีการยึดติดกันที่ผิวหน้ากับพอลิเมอร์ 11 ที่ดี นอกจากนี้เทคนิค DMA ก็สามารถสนับสนุนผลดังกล่าวได้จากค่า E' และ T_g ของคอมพอลิเมอร์ที่มีค่าเพิ่มขึ้น โดยสารเชื่อมประสานไซเลนชนิด MPTMS และ GPTMS จะช่วยปรับปรุงสมบัติเชิงกลแบบพลวัตของคอมพอลิเมอร์ได้ดีกว่าชนิด APTMS
- เสถียรภาพทางความร้อนศึกษาด้วยเทคนิค TGA พบว่าคอมพอลิเมอร์ที่เติมเม็ดแก้วกลางที่ผ่านการปรับปรุงพื้นผิวจะมีเสถียรภาพทางความร้อนที่สูงกว่าการเติมเม็ดแก้วกลางที่ไม่ผ่านการปรับปรุงพื้นผิวและพอลิเมอร์ 11 เนื่องจากเม็ดแก้วกลางทำหน้าที่เป็น physical barrier โดยชนิดและปริมาณของสารเชื่อมประสานไซเลนไม่ได้มีผลต่อเสถียรภาพทางความร้อนของคอมพอลิเมอร์
- สมบัติทางความร้อนศึกษาด้วยเทคนิค DSC พบว่าเม็ดแก้วกลางทำหน้าที่เป็นสารก่อผลึก โดยคอมพอลิเมอร์ที่เติมเม็ดแก้วกลางที่ผ่านการปรับปรุงพื้นผิวจะมีปริมาณผลึกและอุณหภูมิในการตกผลึกที่สูงกว่าการเติมเม็ดแก้วกลางที่ไม่ผ่านการปรับปรุงพื้นผิวและพอลิเมอร์ 11 โดยชนิดและปริมาณของสารเชื่อมประสานไซเลนไม่ได้มีผลต่อสมบัติทางความร้อนของคอมพอลิเมอร์
- ความเหนียวของคอมพอลิเมอร์มีค่าเพิ่มขึ้นเมื่อเติมเม็ดแก้วกลางที่ไม่ผ่านการปรับปรุงพื้นผิว และจะต่ำลงเมื่อเติมเม็ดแก้วกลางที่ผ่านการปรับปรุงพื้นผิว แสดงให้เห็นว่าสารเชื่อมประสานไซเลนช่วยในการเลื่อนผ่านกันของสายโซ่พอลิเมอร์ 11 แต่ถึงอย่างไรก็ตามคอมพอลิเมอร์ทุก

สูตรยังคงมีลักษณะการไหลแบบ shear thinning เช่นเดียวกับพอลิเอไมด์ 11 โดยสารเชื่อมประสานไฮเลนชนิด MPTMS จะทำให้คอมพอสิตมีความเหนียวแข็งขึ้นที่มากที่สุด รองลงมาคือชนิด APTMS และ GPTMS ตามลำดับ

- จากการทดสอบสมบัติการดึงยืด พบว่าคอมพอสิตมีค่า Young's modulus และ Tensile strength at yield สูงกว่าพอลิเอไมด์ 11 แต่มีค่า Elongation at break ที่ต่ำกว่า แต่หากเปรียบเทียบระหว่างผลของการไม่ผ่านและผ่านการปรับปรุงพื้นผิวจะพบว่าคอมพอสิตที่เติมเม็ดแก้วกลวงที่ผ่านการปรับปรุงพื้นผิวมีสมบัติเชิงกลที่ดีกว่า เป็นผลจากการยึดติดกันที่ผิวหน้าที่ดีขึ้นของเม็ดแก้วกลวงและพอลิเอไมด์ 11 โดย MPTMS จะทำให้คอมพอสิตมีสมบัติเชิงกลที่ดีที่สุทธรองลงมาคือ APTMS และ GPTMS ตามลำดับ และปริมาณสารเชื่อมประสานที่เพิ่มขึ้นจะทำให้คอมพอสิตมีสมบัติเชิงกลที่ดีขึ้น

- จากการทดสอบความสามารถในการรับแรงกระแทก พบว่าคอมพอสิตมีค่า Impact strength ที่ต่ำกว่าพอลิเอไมด์ 11 แต่หากเปรียบเทียบระหว่างผลของการไม่ผ่านและผ่านการปรับปรุงพื้นผิวจะพบว่าคอมพอสิตที่เติมเม็ดแก้วกลวงที่ผ่านการปรับปรุงพื้นผิวมีค่า Impact strength ที่ดีกว่า เป็นผลจากการยึดติดกันที่ผิวหน้าที่ดีขึ้นของเม็ดแก้วกลวงและพอลิเอไมด์ 11 โดย MPTMS จะทำให้คอมพอสิตมีค่า Impact strength ที่ดีที่สุทธรองลงมาคือ APTMS และ GPTMS ตามลำดับและปริมาณสารเชื่อมประสานที่เพิ่มขึ้นจะทำให้คอมพอสิตมีสมบัติเชิงกลที่ดีขึ้น

- จากผลการทดสอบต่างๆทำให้ทราบว่าสารเชื่อมประสานไฮเลนชนิด MPTMS มีความว่องไวในการทำปฏิกิริยากับหมู่ปลายสายโซ่ของพอลิเอไมด์ 11 มากที่สุด รองลงมาคือชนิด APTMS และ GPTMS ตามลำดับ ทำให้ผู้วิจัยเลือกสารเชื่อมประสานไฮเลนชนิด MPTMS มาใช้ใน งานวิจัยตอนที่ 2

5.1.2 ศึกษาผลของปริมาณเม็ดแก้วกลวงที่ผ่านการปรับปรุงพื้นผิวต่อสมบัติต่างๆของคอมพอสิตพอลิเอไมด์ 11

งานวิจัยในตอนี่ 2 เป็นการศึกษาผลของปริมาณเม็ดแก้วกลวงที่ผ่านการปรับปรุงพื้นผิวต่อสมบัติต่างๆของคอมพอสิตพอลิเอไมด์ 11 จากผลการศึกษาพบว่า

- ลักษณะทางสัณฐานวิทยาที่ได้จากเทคนิค SEM แสดงให้เห็นว่าเมื่อเติมเม็ดแก้วกลวงลงในคอมพอสิตในปริมาณที่มากขึ้น จะทำให้เกิดการรวมกลุ่มกันของเม็ดแก้วกลวง
- ความเหนียวแข็งของคอมพอสิตเพิ่มขึ้นตามปริมาณการเติมเม็ดแก้วกลวงเนื่องจากเม็ดแก้วกลวงนั้นไปขัดขวางการไหลของพอลิเอไมด์ 11

- จากการทดสอบสมบัติเชิงกลพบว่าค่า Young's modulus และ Tensile strength at yield มีค่าเพิ่มขึ้น แต่ค่า Elongation at break และ Impact strength มีค่าลดลงตามปริมาณการเติมเม็ดแก้วกลาง โดยเป็นผลจากการรวมกลุ่มกันของเม็ดแก้วกลาง
- ความหนาแน่นของคอมพอสิตมีค่าลดลงเมื่อเติมเม็ดแก้วกลางลงในคอมพอสิตในปริมาณที่มากขึ้น โดยมีความหนาแน่นลดลงมากที่สุดคิดเป็นร้อยละ 9.52 ที่ปริมาณการเติมเม็ดแก้วกลาง 10 phr
- จากการทดสอบสมบัติทางไฟฟ้า พบว่าค่าคงที่ไดอิเล็กทริกของคอมพอสิตมีค่าลดลงเมื่อเติมเม็ดแก้วกลางในปริมาณที่มากขึ้น

5.2 ข้อเสนอแนะ

5.2.1 ควรสวมถุงมือและอุปกรณ์ป้องกันการสูดดมในการทำงานที่เกี่ยวข้องกับเม็ดแก้วกลาง เนื่องจากเม็ดแก้วกลางมีขนาดเล็กระดับไมโครเมตร จึงเป็นอันตรายต่อระบบทางเดินหายใจ

5.2.2 หากมีการใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาในขั้นตอนการปรับปรุงพื้นผิวเม็ดแก้วกลางด้วยสารเชื่อมประสานไซเลน จะช่วยลดเวลาในการปรับปรุงพื้นผิวได้[43]

5.2.3 ในขั้นตอนการปรับปรุงพื้นผิวด้วยสารละลายไฮดรอกไซด์ อาจใช้สภาวะที่รุนแรงน้อยลง เพื่อลดอัตราการแตกของเม็ดแก้วกลางในขั้นตอนการผสมและขึ้นรูป

5.2.4 คอมพอสิตพอลิเอไมด์ 11 ที่เสริมแรงด้วยเม็ดแก้วกลาง อาจมีการนำไปงานทางด้านการพิมพ์สามมิติ (3D printing) เนื่องจากคอมพอสิตมีอุณหภูมิในการหลอมเหลวที่ต่ำ (ประมาณ 188 องศาเซลเซียส)

รายการอ้างอิง

- [1] Sataporn Spanuchart. (2013). "Bioplastics Polymer of The Future." **Plastic Foresight** 08-02, 1-9.
- [2] D. S. Ogunniyi. (2006). "Castor oil: A vital industrial raw material." **Bioresource Technology** 97, 9: 1086-1091.
- [3] Arkema. **RILSAN™ PA 11: CREATED FROM A RENEWABLE SOURCE**. เข้าถึงเมื่อ 10 กุมภาพันธ์ 2560. เข้าถึงได้จาก <https://www.researchgate.net/file.PostFileLoader.html?id=562e92ba6307d9d5f58b4598&assetKey=AS%3A288909473927168%401445892794631>
- [4] 3M™ Glass Bubbles. **Start something big, by thinking small**. เข้าถึงเมื่อ 12 กุมภาพันธ์ 2560. เข้าถึงได้จาก <http://multimedia.3m.com/mws/media/1237832O/3m-glass-bubbles.pdf>
- [5] ปาเจรา พัฒนถาบุตร. (2012). สารเติมแต่งพลาสติก. คณะวิศวกรรมศาสตร์เทคโนโลยีอุตสาหกรรม มหาวิทยาลัยศิลปากร วิทยาเขตพระราชวังสนามจันทร์
- [6] JZ Liang, RKY Li. (2000). "Effect of filler content and surface treatment on the tensile properties of glass-bead-filled polypropylene composites." **Polymer International** 49, 2: 170-174.
- [7] D. M. Laura, H. Keskkula, J. W. Barlow and D. R. Paul. (2002). "Effect of glass fiber surface chemistry on the mechanical properties of glass fiber reinforced, rubber-toughened nylon 6." **Polymer** 43, 17: 4673-4687.
- [8] หฤทศักดิ์ และคณะ. (2553). "ภาพรวมของวัสดุเชิงประกอบ." 70, 1-15.
- [9] European Bioplastics. **What are bioplastics?** เข้าถึงเมื่อ 23 มกราคม 2560. เข้าถึงได้จาก http://docs.european-bioplastics.org/2016/publications/fs/EUBP_fs_what_are_bioplastics.pdf
- [10] ศุภณี เรียบเลิศศิริธัญ และสุณี ภูสี่ม่วง. **Bioplastics : The Choice of Sustainable Life**. เข้าถึงเมื่อ 17 มกราคม 2560. เข้าถึงได้จาก <http://www.stou.ac.th/Schools/sst/main/KM/KM%20Post/57/BioPlastic.pdf>

- [11] Arkema. **Rilsan PA 11**. เข้าถึงเมื่อ 21 กุมภาพันธ์ 2560. เข้าถึงได้จาก <http://www.extremematerials-arkema.com/en/product-families/rilsan-polyamide-family/rilsan-polyamide-resins-alloys/>
- [12] revchem composite. **hollow glass microspheres**. เข้าถึงเมื่อ 12 กุมภาพันธ์ 2560. เข้าถึงได้จาก <http://revchem.com/tag/hollow-glass-microspheres/>
- [13] 3M™ Glass Bubbles. (2008). "3M™ iM30K Hi-Strength Glass Bubbles."
- [14] Inc. Gelest. **Silane Coupling Agents Connecting Across Boundaries**. เข้าถึงเมื่อ 6 สิงหาคม 2560. เข้าถึงได้จาก www.gelest.com/wp-content/uploads/Goods-PDF-brochures-couplingagents.pdf
- [15] Yanjun Xie, Callum A. S. Hill, Zefang Xiao, Holger Militz and Carsten Mai. (2010). "Silane coupling agents used for natural fiber/polymer composites: A review." **Composites Part A: Applied Science and Manufacturing** 41, 7: 806-819.
- [16] Li Huang, Qiang Yuan, Wei Jiang, Lijia An, Shengxiang Jiang and R. K. Y. Li. (2004). "Mechanical and thermal properties of glass bead-filled nylon-6." **Journal of Applied Polymer Science** 94, 5: 1885-1890.
- [17] Lin Zhu, Xinhua Xu, Na Song and Xiangyang Tang. (2009). "Optical, rheological, and thermal properties of hollow glass bead filled isotactic polypropylene." **Polymer Composites** 30, 10: 1371-1377.
- [18] Jiwei Li, Xuegang Luo and Xiaoyan Lin. (2013). "Preparation and characterization of hollow glass microsphere reinforced poly(butylene succinate) composites." **Materials & Design** 46, 902-909.
- [19] K. C. Yung, B. L. Zhu, T. M. Yue and C. S. Xie. (2009). "Preparation and properties of hollow glass microsphere-filled epoxy-matrix composites." **Composites Science and Technology** 69, 2: 260-264.
- [20] Soo-Jin Park, Fan-Long Jin and Changjin Lee. (2005). "Preparation and physical properties of hollow glass microspheres-reinforced epoxy matrix resins." **Materials Science and Engineering: A** 402, 1: 335-340.
- [21] S. N. Patankar, Y. A. Kranov. (2010). "Hollow glass microsphere HDPE composites for low energy sustainability." **Materials Science and Engineering: A** 527, 6: 1361-1366.
- [22] OU Yuchun, Yu Zhongzhen, ZHU Jin, LI Ge and ZHU Shanguang. (1996). "EFFECT OF INTERFACIAL ADHESION ON CRYSTALLIZATION AND MECHANICAL PROPERTIES OF

POLY (ETHYLENE TEREPHTHALATE) /GLASS BEAD COMPOSITES." **Polymer Science** 14, 172-182.

[23] Xiao Hu, Hong-Sheng Xu and Zhong-Ming Li. (2007). "Morphology and Properties of Poly(L-Lactide) (PLLA) Filled with Hollow Glass Beads." **Macromolecular Materials and Engineering** 292, 5: 646-654.

[24] Chi Huang, Zhixiong Huang, Xuesong Lv, Guangwu Zhang, Qiong Wang and Bo Wang. (2017). "Surface modification of hollow glass microsphere with different coupling agents for potential applications in phenolic syntactic foams." **Journal of Applied Polymer Science** 134, 4: 44415(1-14).

[25] ศูนย์บริการวิเคราะห์และทดสอบวิทยาลัยปิโตรเลียมและปิโตรเคมี. **Dynamic Mechanical Thermal Analyzer**. เข้าถึงเมื่อ 5 ตุลาคม 2561. เข้าถึงได้จาก <https://ppcresearch.files.wordpress.com/2017/05/dma.jpg>

[26] Fredrick N. Mutua, Peijie Lin, Jacob K. Koech and Yimin Wang. (2012). "Surface Modification of Hollow Glass Microspheres." **Materials Sciences and Applications** Vol.03No.12, 5.

[27] Khairul Anwar A. Halim, Joseph B. Farrell and James E. Kennedy. (2013). "Preparation and characterisation of polyamide 11/montmorillonite (MMT) nanocomposites for use in angioplasty balloon applications." **Materials Chemistry and Physics** 143, 1: 336-348.

[28] Luis Miguel Araque, Ana Carolina Lemos de Moraes, Tatianny Soares Alves, Joyce Batista Azevedo, Laura Hecker Carvalho and Renata Barbosa. (2018). "Preparation and characterization of poly(hydroxybutyrate) and hollow glass microspheres composite films: morphological, thermal, and mechanical properties." **Journal of Materials Research and Technology**

[29] B. L. Zhu, H. Zheng, J. Wang, J. Ma, J. Wu and R. Wu. (2014). "Tailoring of thermal and dielectric properties of LDPE-matrix composites by the volume fraction, density, and surface modification of hollow glass microsphere filler." **Composites Part B: Engineering** 58, 91-102.

[30] Helena Oliver-Ortega, José Méndez, Pere Mutjé, Quim Tarrés, Francesc Espinach and Mònica Ardanuy. (2017). "Evaluation of Thermal and Thermomechanical Behaviour

of Bio-Based Polyamide 11 Based Composites Reinforced with Lignocellulosic Fibres." **Polymers** 9, 10: 522.

[31] Yunsheng Zhang, Biaobing Wang and Guosheng Hu. (2012). "Isothermal crystallization kinetics and melting behavior of polyamide 11/silica nanocomposites prepared by in situ melt polymerization." **Journal of Applied Polymer Science** 123, 1: 273-279.

[32] Gregory Stoclet, Michel Sclavons and Jacques Devaux. (2013). "Relations between structure and property of polyamide 11 nanocomposites based on raw clays elaborated by water-assisted extrusion." **Journal of Applied Polymer Science** 127, 6: 4809-4824.

[33] Lidija Mancic, Renata F. M. Osman, Antonio M. L. M. Costa, Jose R. M. d'Almeida, Bojan A. Marinkovic and Fernando C. Rizzo. (2015). "Thermal and mechanical properties of polyamide 11 based composites reinforced with surface modified titanate nanotubes." **Materials & Design** 83, 459-467.

[34] Paulina Latko, Dorota Kolbuk, Rafal Kozera and Anna Boczkowska. (2016). "Microstructural Characterization and Mechanical Properties of PA11 Nanocomposite Fibers." **Journal of Materials Engineering and Performance** 25, 1: 68-75.

[35] Edwin P. Plueddemann. (1982). **Silane Coupling Agents**. 1. Springer US

[36] A Ares, A Lasagabaster, MJ Abad, R Noguerol, C Cerecedo, V Valcárcel, JM Caamaño and F Guitián. (2014). "Effects of silane functionalization of alumina whiskers on high-density polyethylene composites." **Journal of Composite Materials** 48, 25: 3141-3151.

[37] A. Karmaker, A. Prasad and N. K. Sarkar. (2007). "Characterization of adsorbed silane on fillers used in dental composite restoratives and its effect on composite properties." **Journal of Materials Science: Materials in Medicine** 18, 6: 1157-1162.

[38] H Salmah, BY Lim and PL Teh. (2013). "Rheological and thermal properties of palm kernel shell-filled low-density polyethylene composites with acrylic acid." **Journal of Thermoplastic Composite Materials** 26, 9: 1155-1167.

[39] Donghwan Cho, Suk Hyang Yun, Junkyung Kim, Soonho Lim, Min Park, Sang-Soo Lee and Geon-Woong Lee. (2004). "Influence of silane coupling agents on the

interlaminar and thermal properties of woven glass fabric/nylon 6 composites."

Macromolecular Research 12, 1: 119-126.

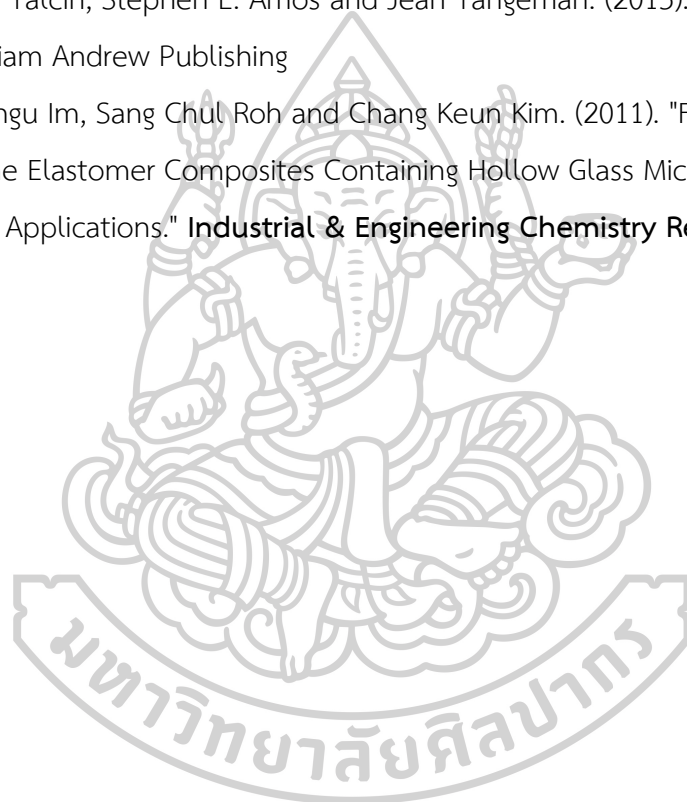
[40] A. A. Hanna. (1984). "Thermal and dielectric properties of nylon 6."

Thermochimica Acta 76, 1: 97-103.

[41] Bailin Zhu, Jing Ma, Jian Wang, Jun Wu and Dongsheng Peng. (2012). "Thermal, dielectric and compressive properties of hollow glass microsphere filled epoxy-matrix composites." **Journal of Reinforced Plastics and Composites** 31, 19: 1311-1326.

[42] Baris Yalcin, Stephen E. Amos and Jean Tangeman. (2015). 2 - Characterization. Oxford: William Andrew Publishing

[43] Hyungu Im, Sang Chul Roh and Chang Keun Kim. (2011). "Fabrication of Novel Polyurethane Elastomer Composites Containing Hollow Glass Microspheres and Their Underwater Applications." **Industrial & Engineering Chemistry Research** 50, 12: 7305-7312.

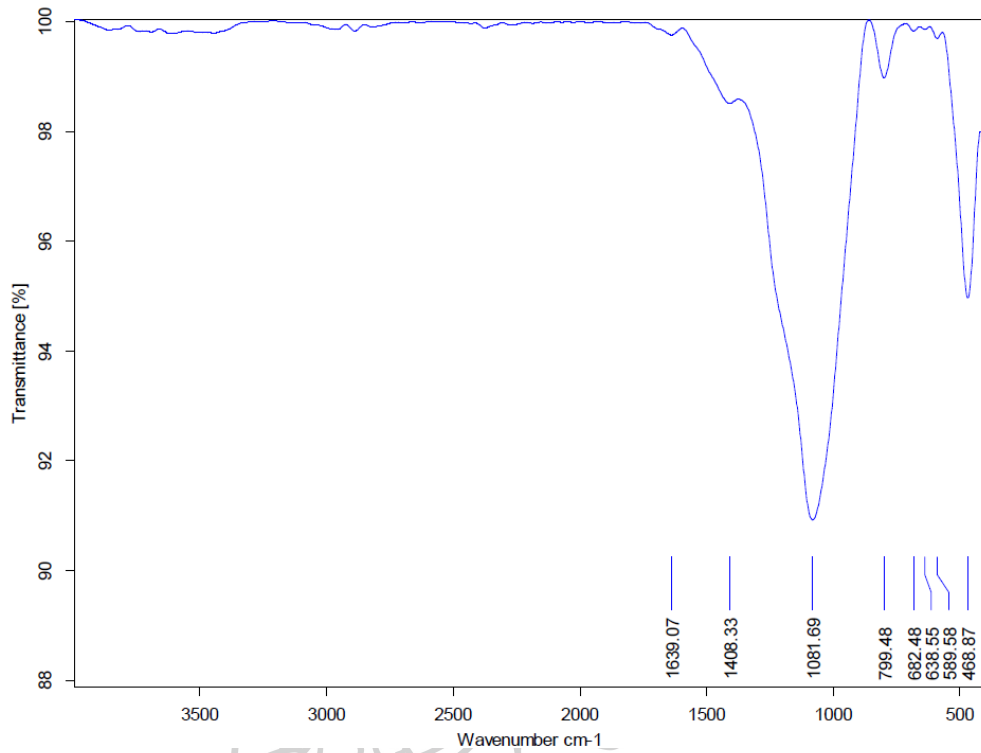




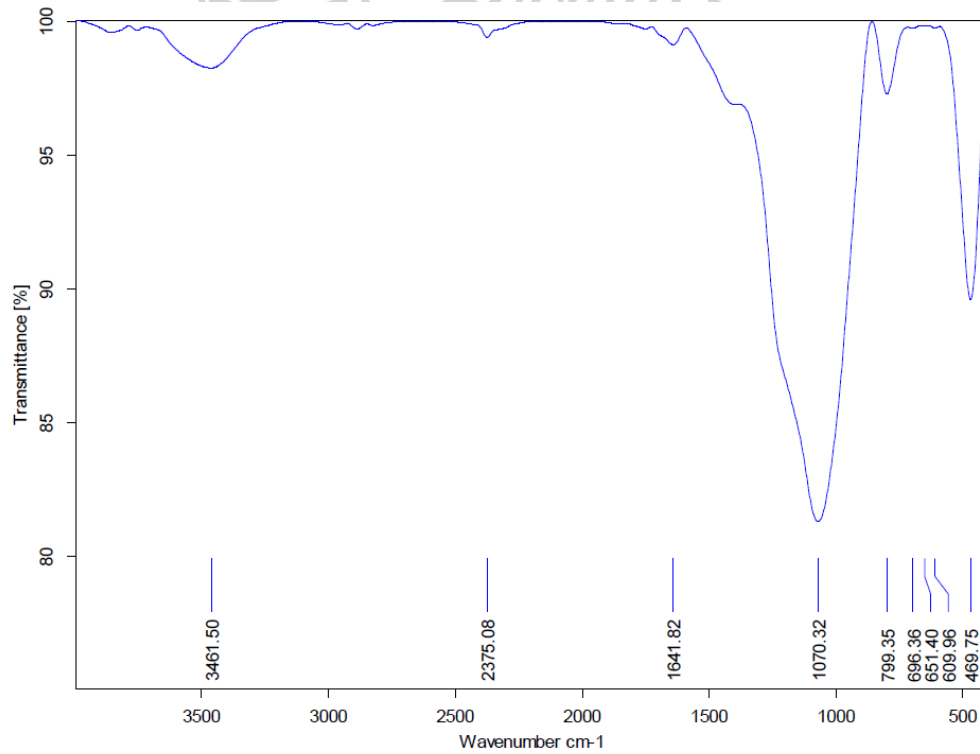
ภาคผนวก



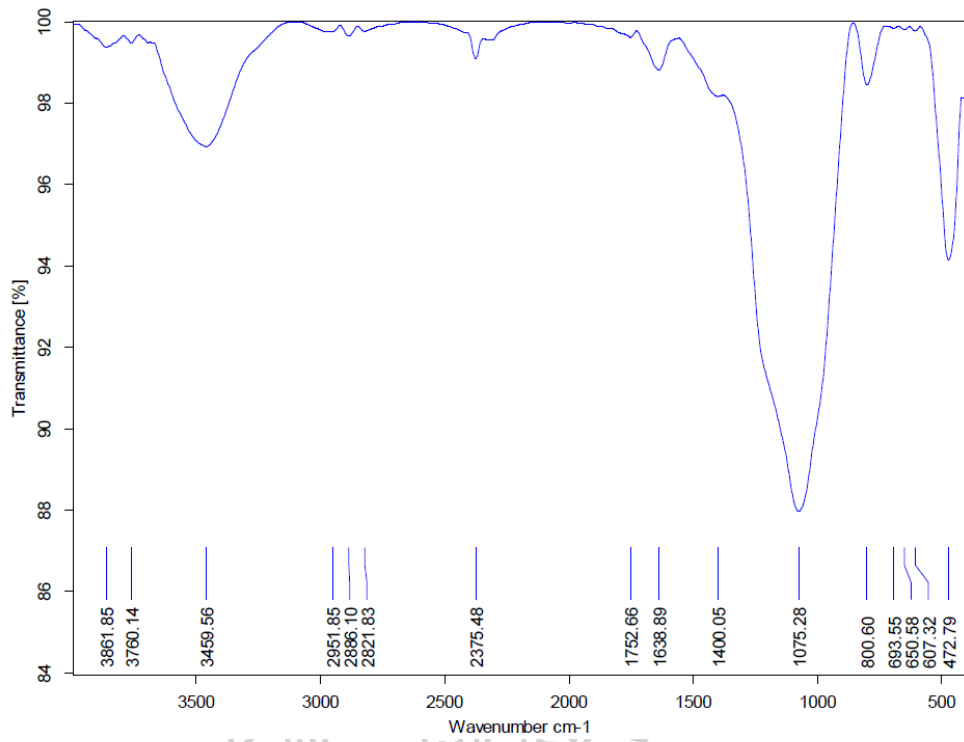
ก-1 ผลการทดสอบหมู่ฟังก์ชันที่สำคัญด้วยเทคนิค FTIR



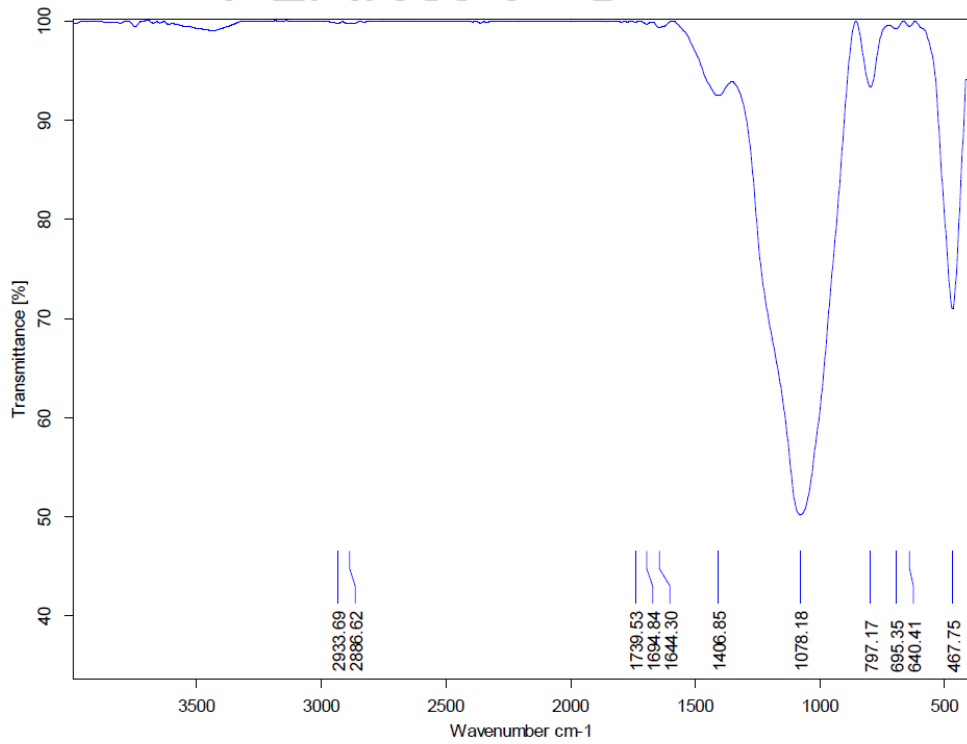
ภาพผนวก ก. 1 FTIR spectra ของ HGM



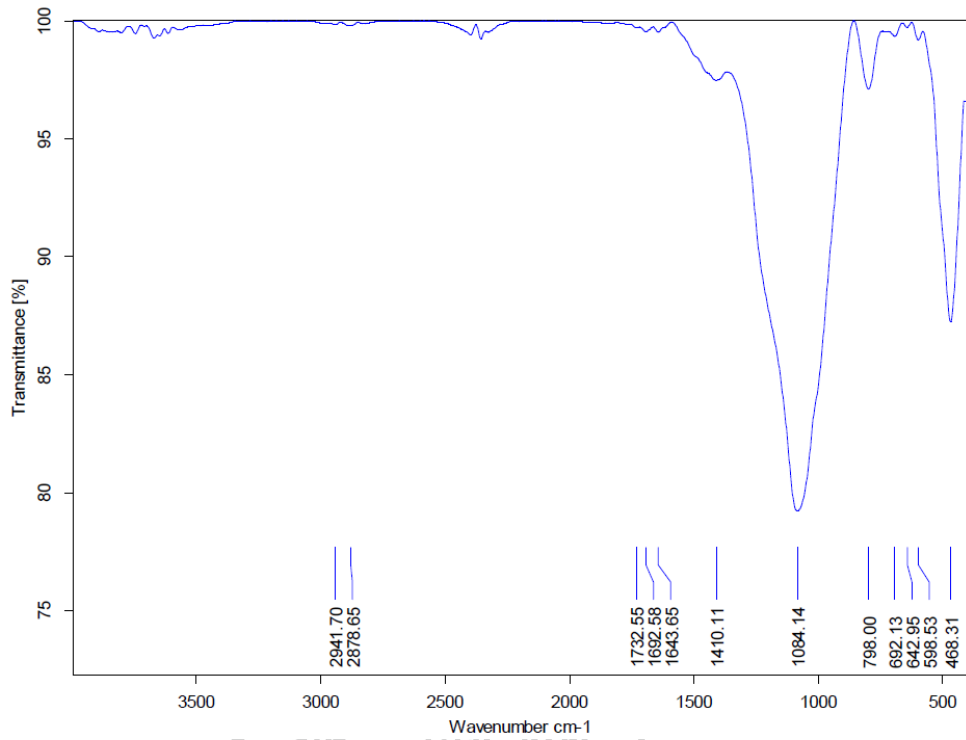
ภาพผนวก ก. 2 FTIR spectra ของ HGM/NaOH



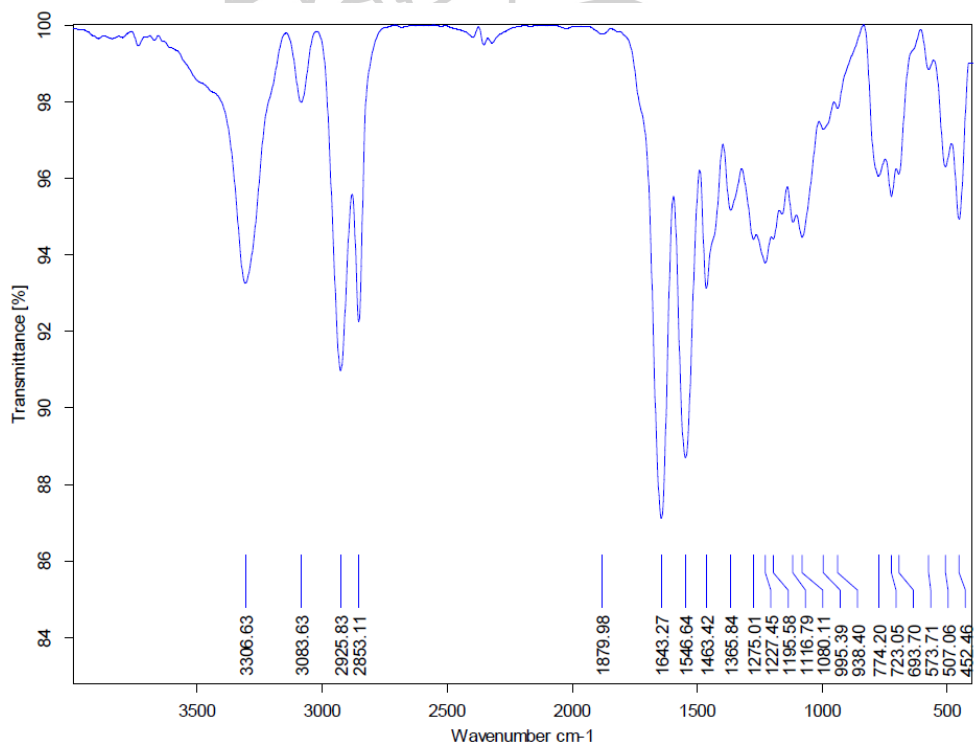
ภาพผนวก ก. 3 FTIR spectra ของ HGMA



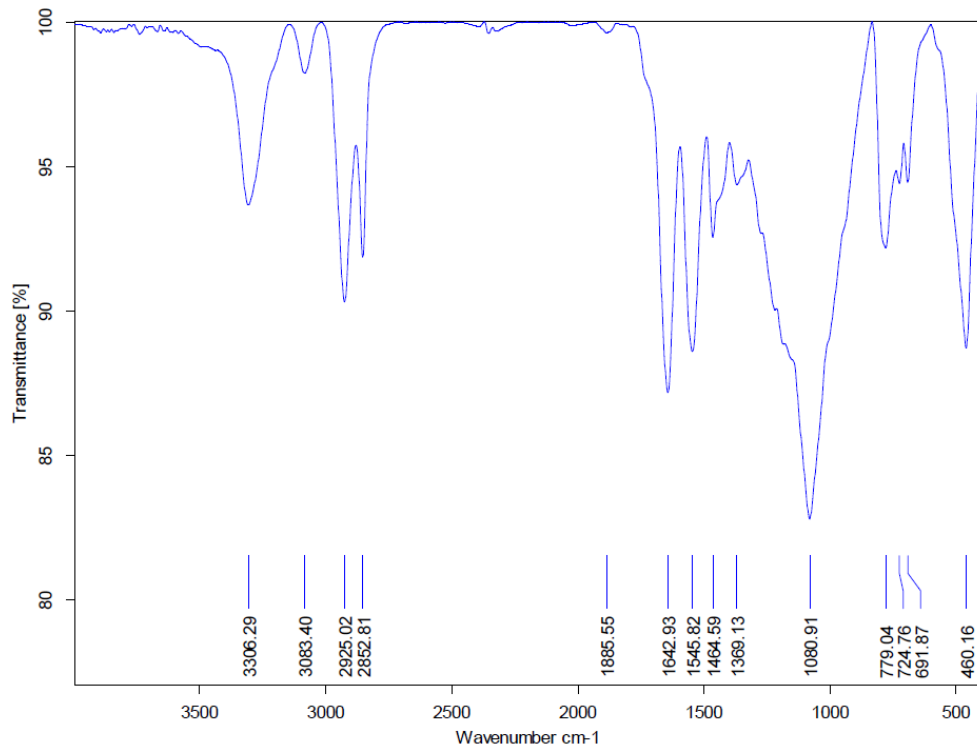
ภาพผนวก ก. 4 FTIR spectra ของ HGMG



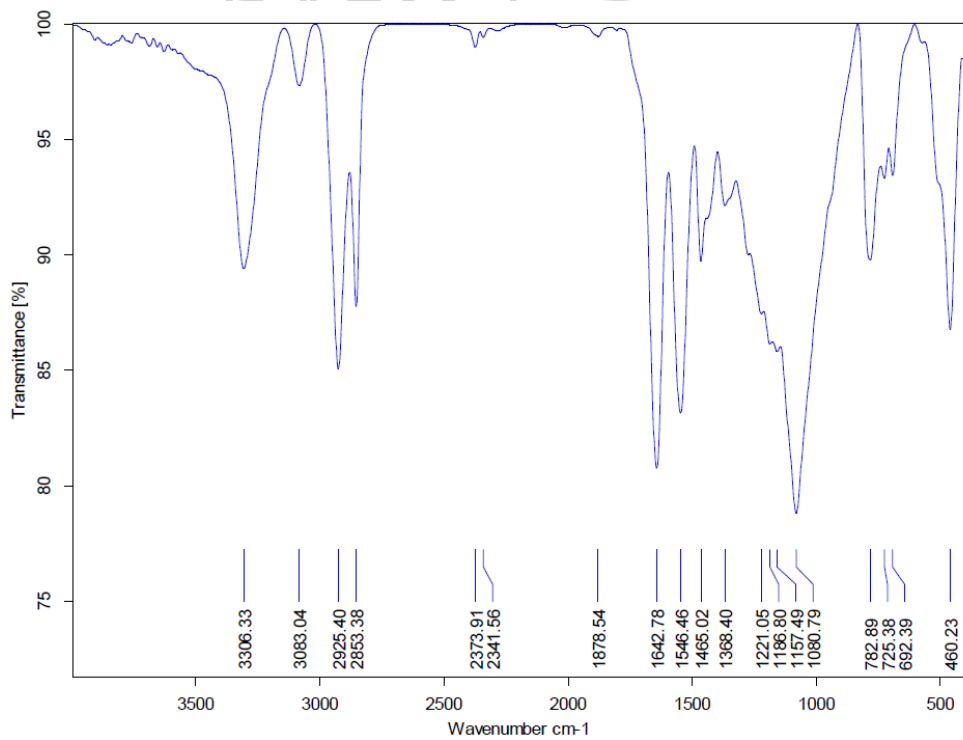
ภาพผนวก ก. 5 FTIR spectra ของ HGMM



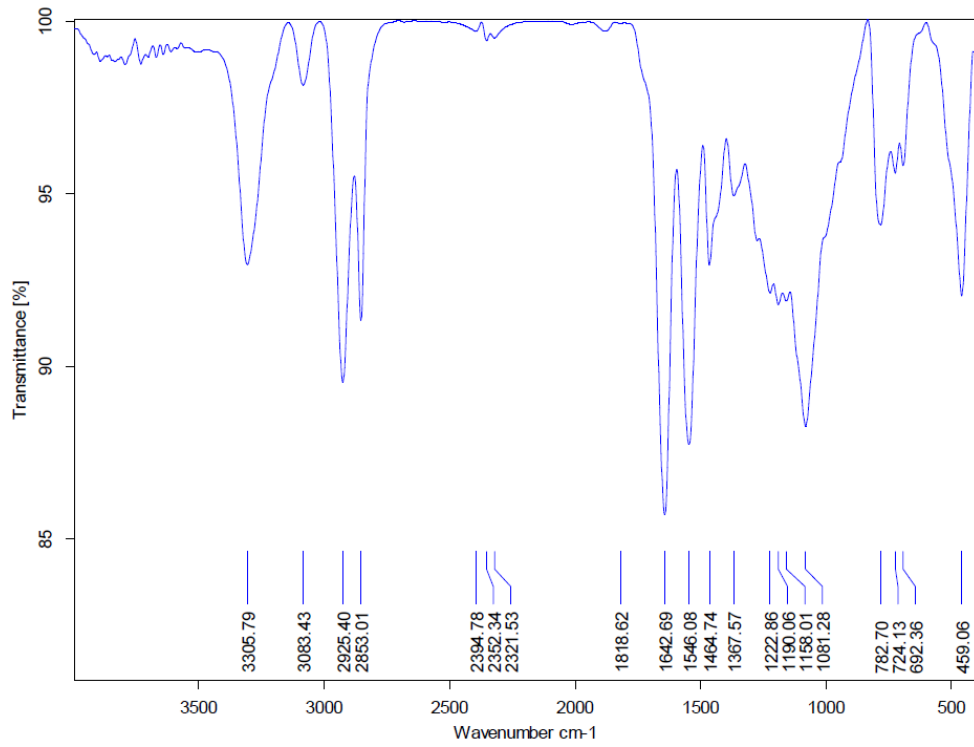
ภาพผนวก ก. 6 FTIR spectra ของ neat PA11



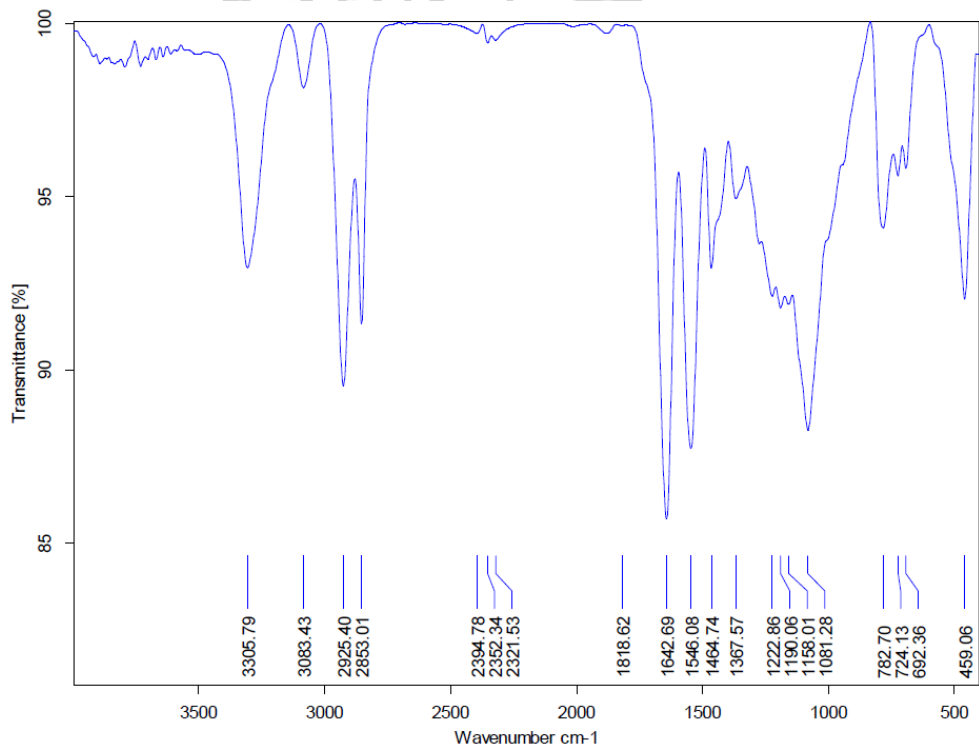
ภาพผนวก ก. 7 FTIR spectra ของ PA11/HGM6



ภาพผนวก ก. 8 FTIR spectra ของ PA11/HGM6A5

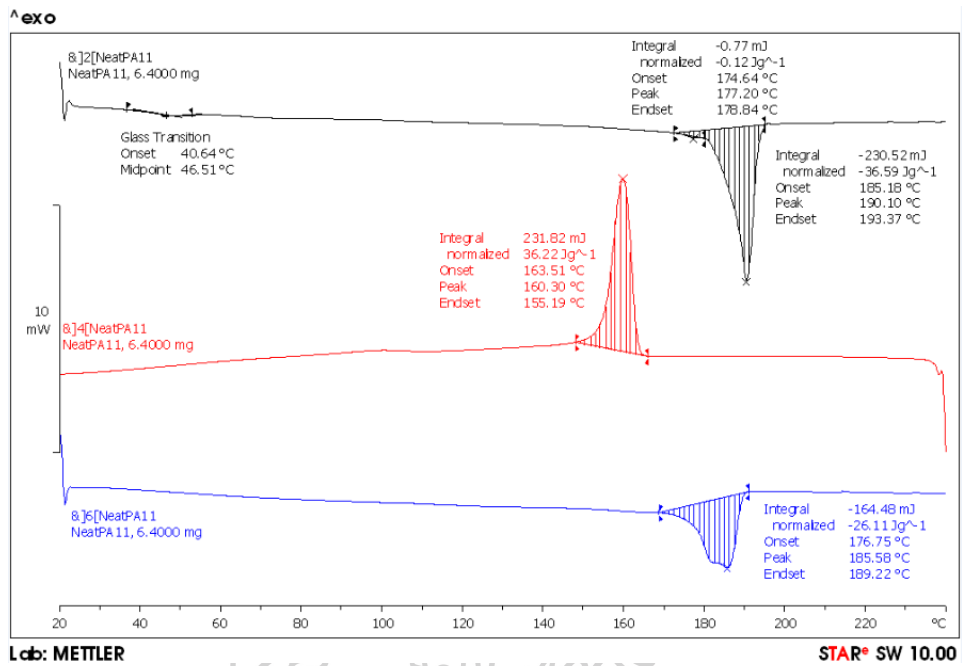


ภาพผนวก ก. 9 FTIR spectra ของ PA11/HGM6G5

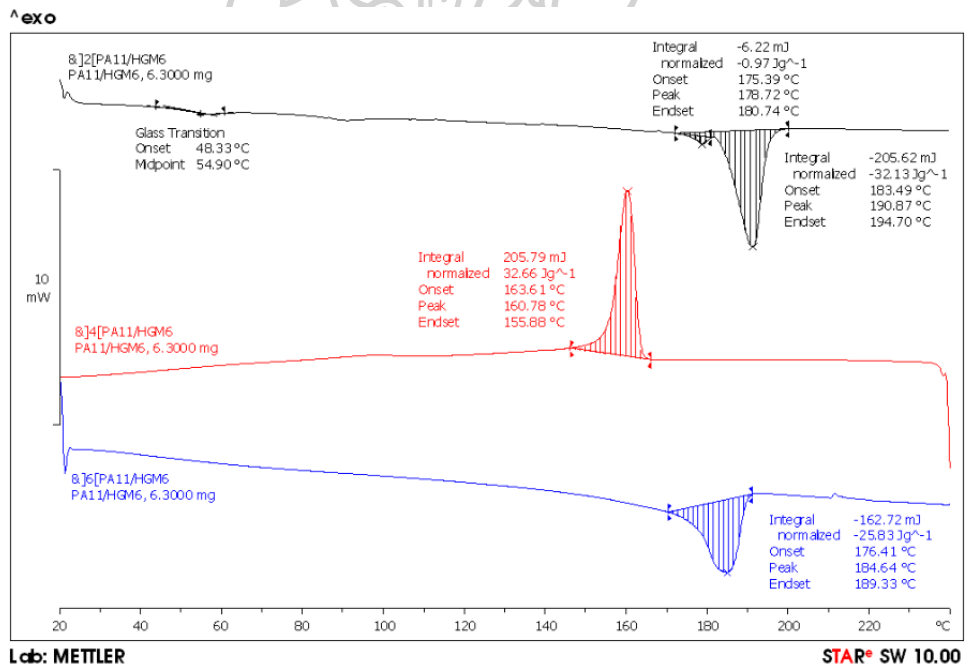


ภาพผนวก ก. 10 FTIR spectra ของ PA11/HGM6M5

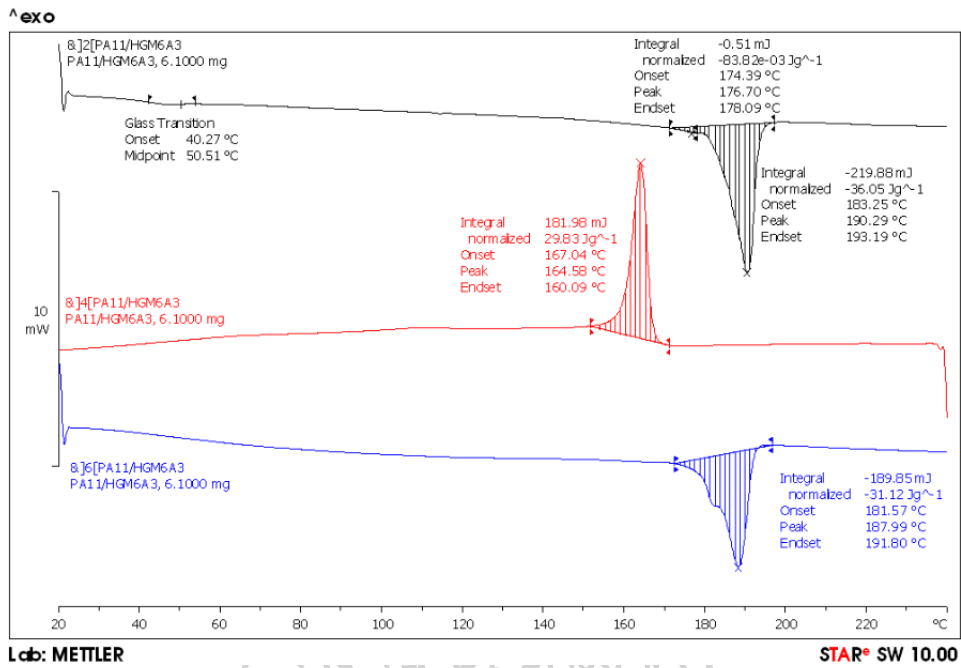
ก-2 ผลการทดสอบสมบัติทางความร้อนด้วยเทคนิค DSC



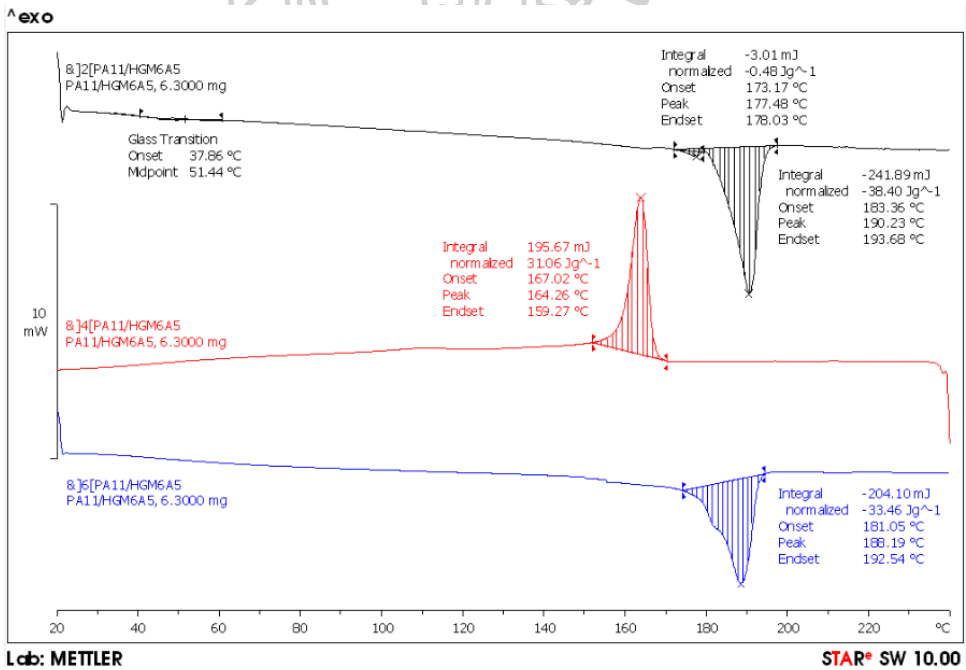
ภาพผนวก ก. 11 DSC thermogram ของ neat PA11



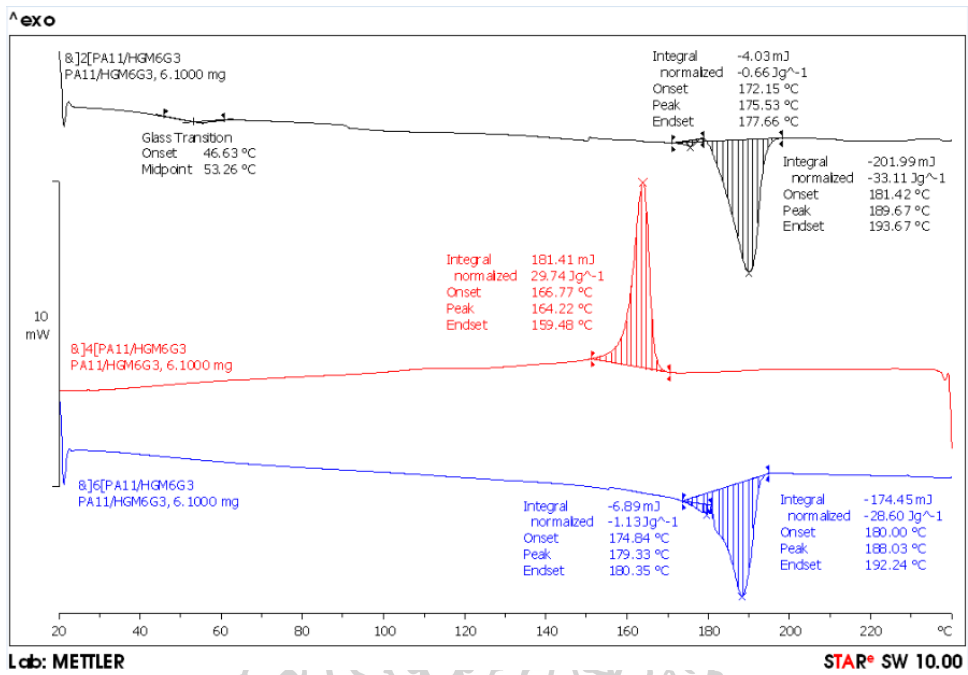
ภาพผนวก ก. 12 DSC thermogram ของ PA11/HGM6



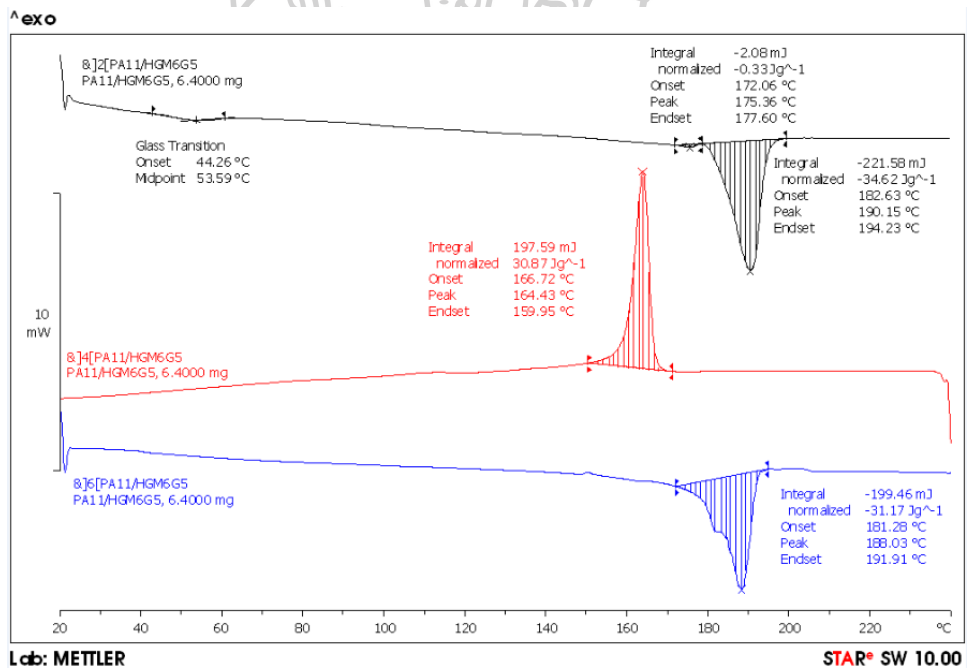
ภาพผนวก ก. 13 DSC thermogram ของ PA11/HGM6A3



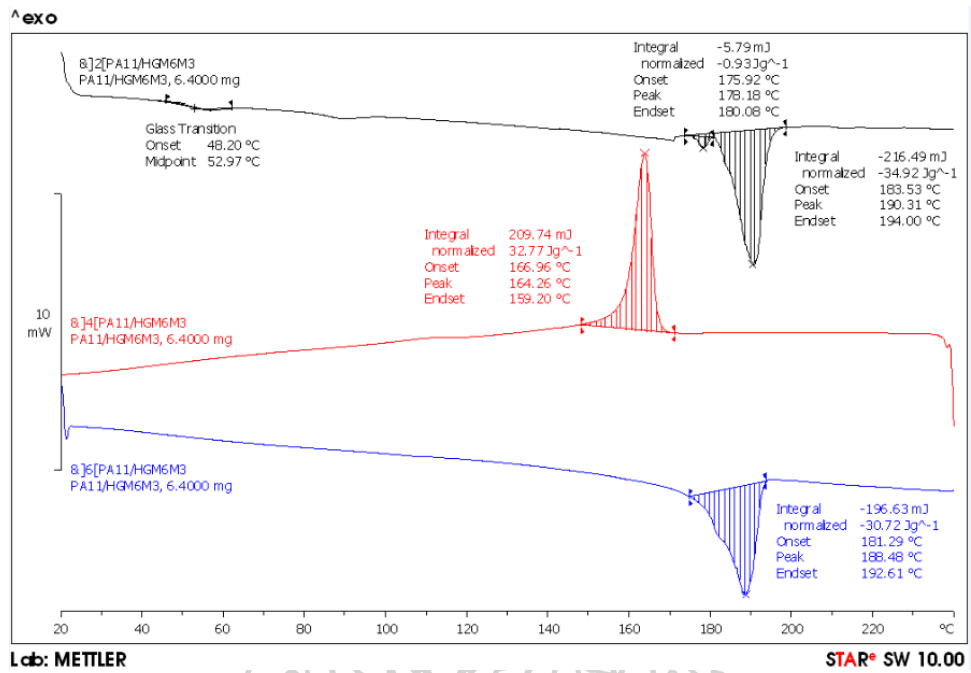
ภาพผนวก ก. 14 DSC thermogram ของ PA11/HGM6A5



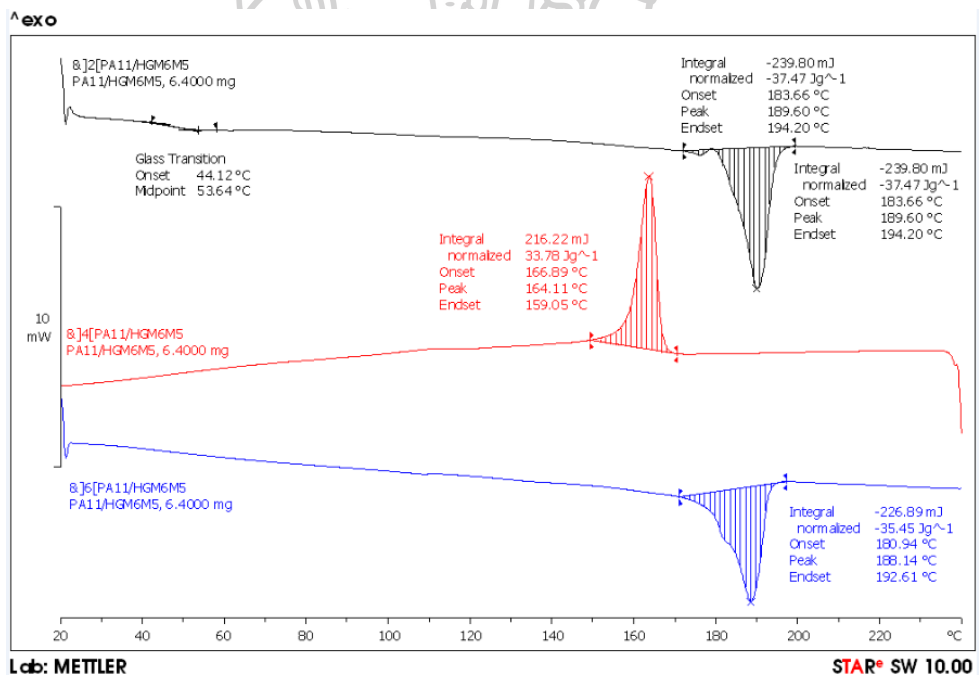
ภาพผนวก ก. 15 DSC thermogram ของ PA11/HGM6G3



ภาพผนวก ก. 16 DSC thermogram ของ PA11/HGM6G5

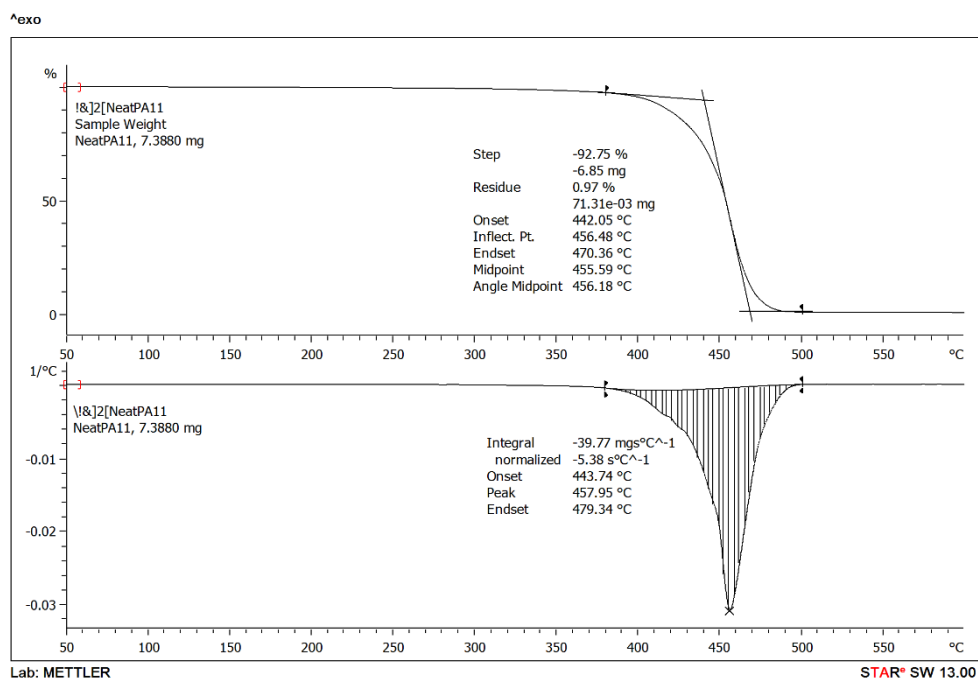


ภาพผนวก ก. 17 DSC thermogram ของ PA11/HGM6M3

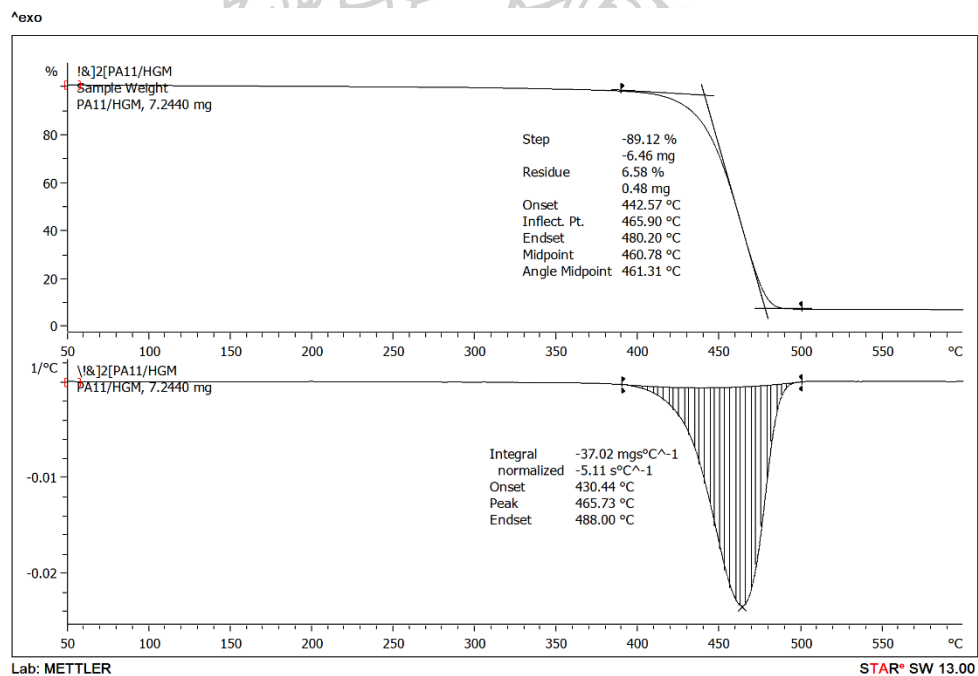


ภาพผนวก ก. 18 DSC thermogram ของ PA11/HGM6M5

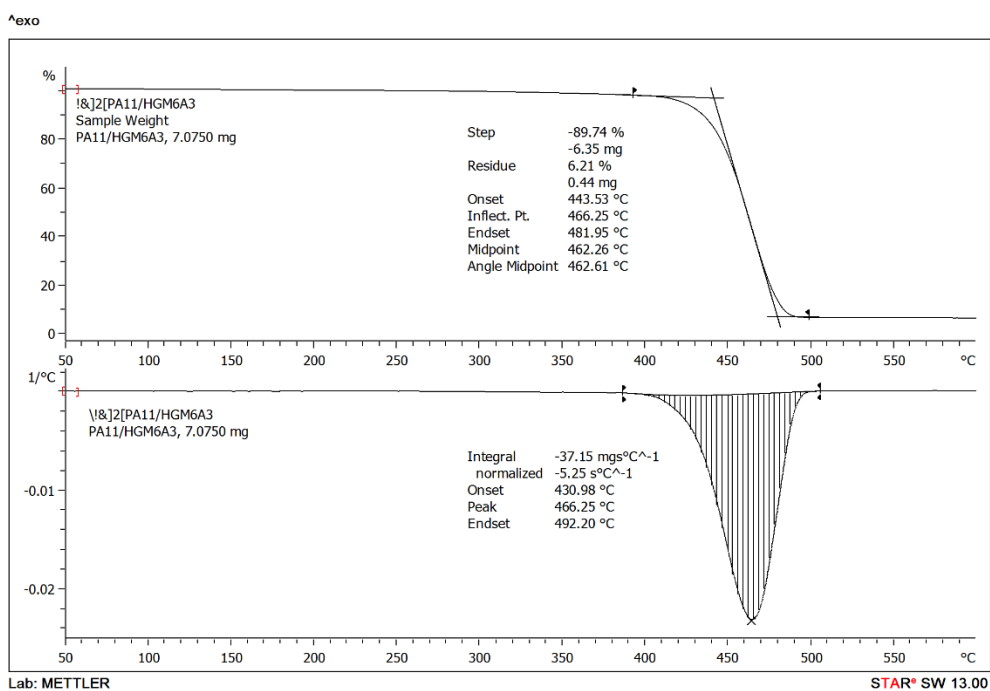
ก-3 ผลการทดสอบเสถียรภาพทางความร้อนด้วยเทคนิค TGA



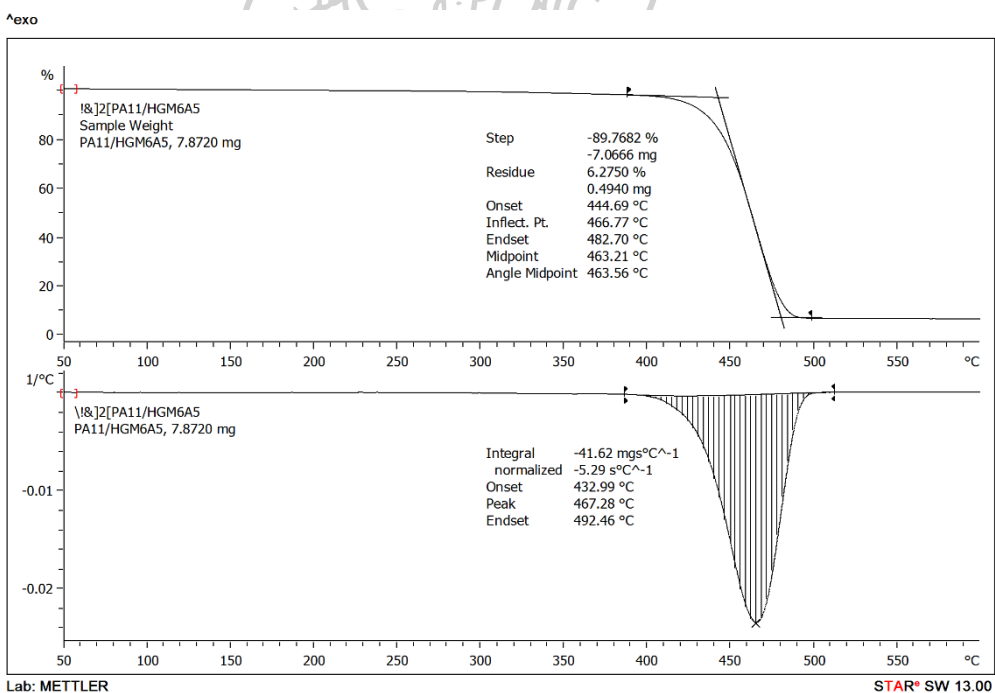
ภาพผนวก ก. 19 TGA thermogram ของ neat PA11



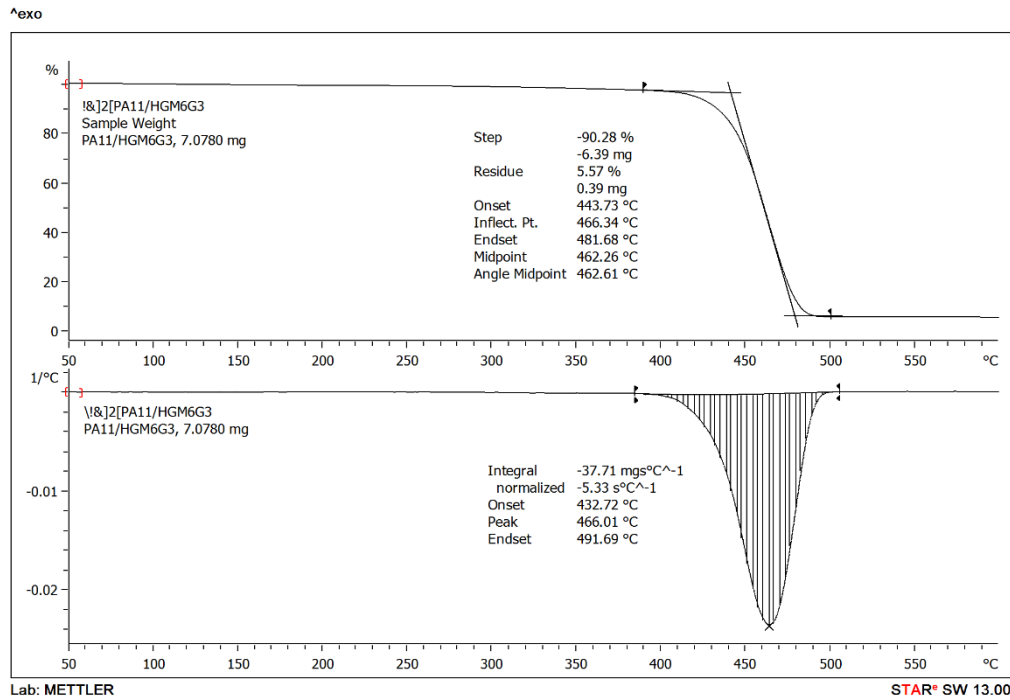
ภาพผนวก ก. 20 TGA thermogram ของ PA11/HGM6



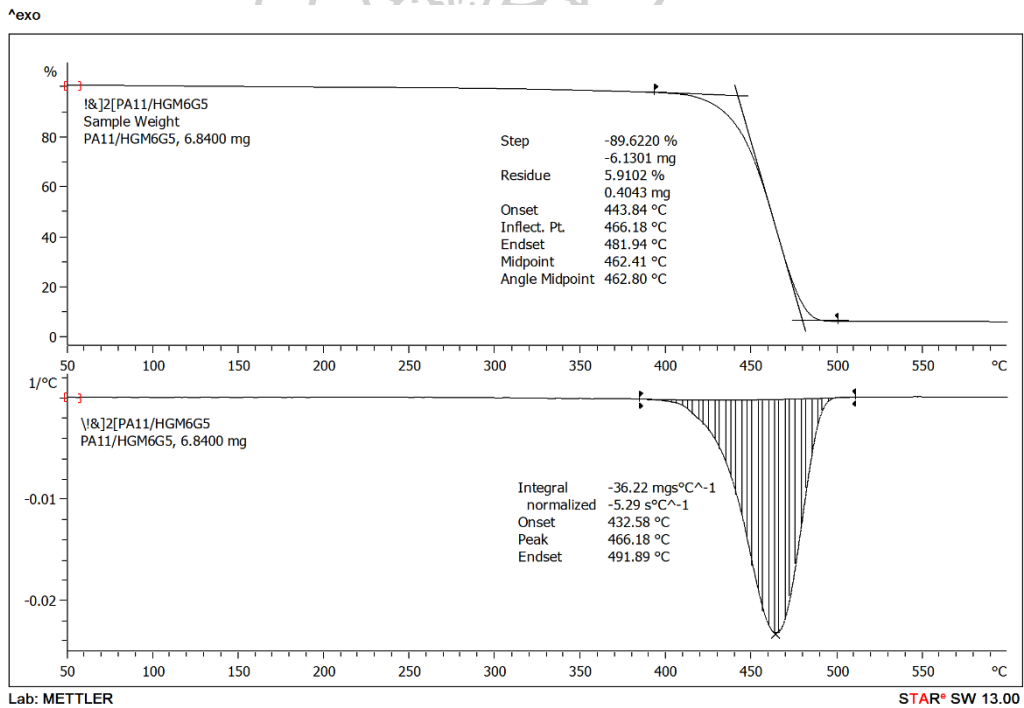
ภาพผนวก ก. 21 TGA thermogram ของ PA11/HGM6A3



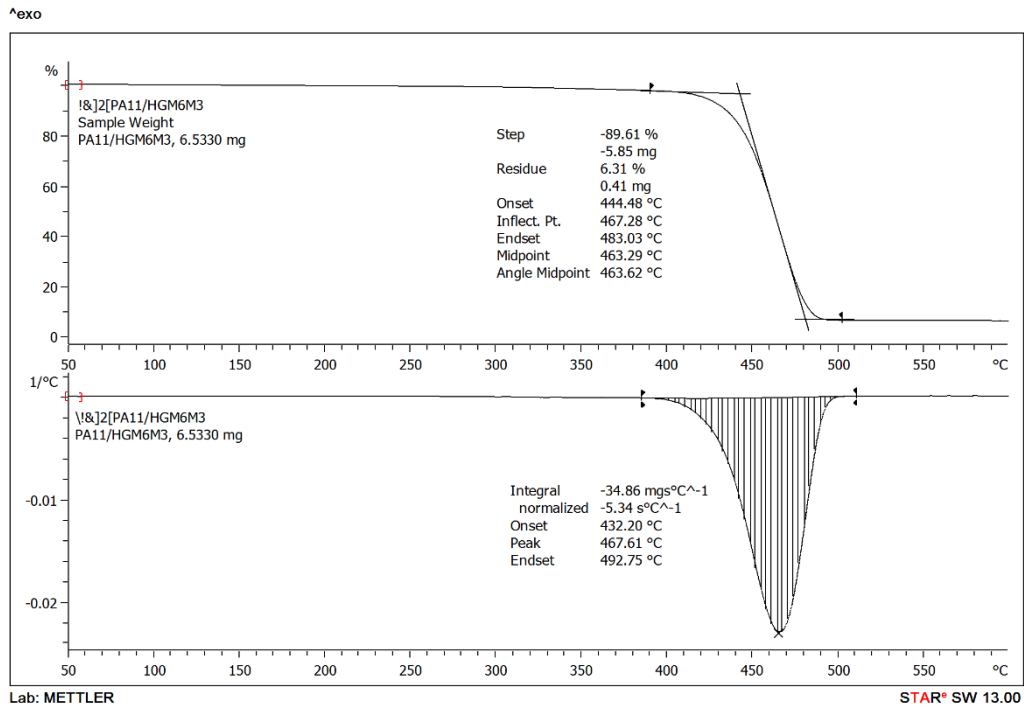
ภาพผนวก ก. 22 TGA thermogram ของ PA11/HGM6A5



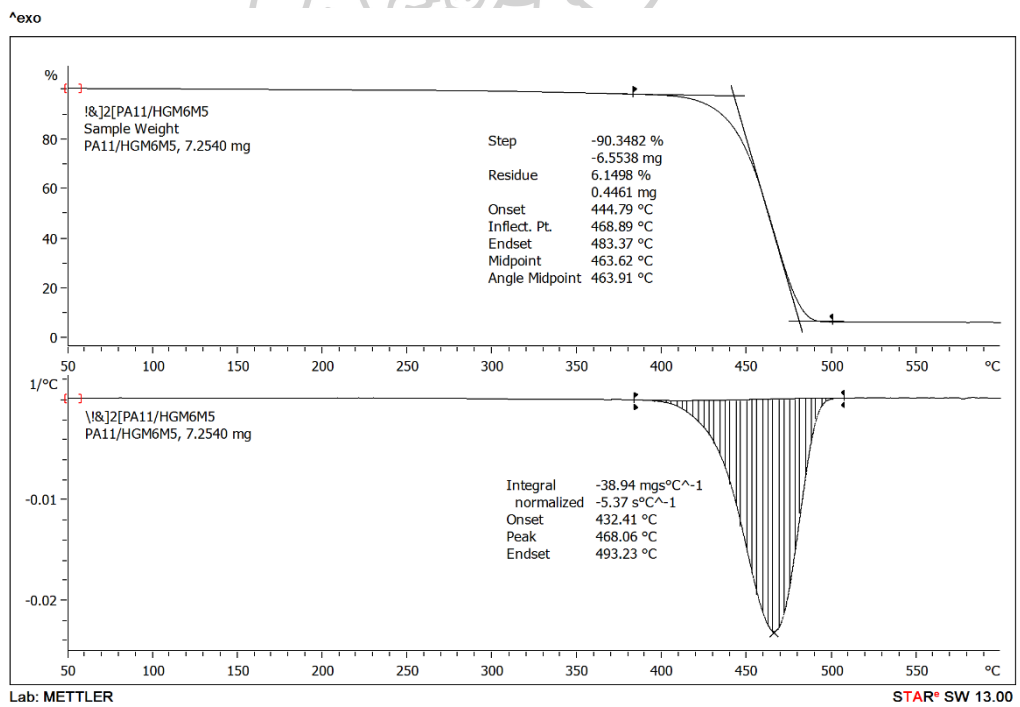
ภาพผนวก ก. 23 TGA thermogram ของ PA11/HGM6G3



ภาพผนวก ก. 24 TGA thermogram ของ PA11/HGM6G5



ภาพผนวก ก. 25 TGA thermogram ของ PA11/HGM6M3



ภาพผนวก ก. 26 TGA thermogram ของ PA11/HGM6M5

ก-4 ผลการทดสอบสมบัติเชิงกล

ตารางผนวก ก.1 สรุปค่าเฉลี่ยและค่าส่วนเบี่ยงเบนมาตรฐานของค่า Young's modulus, Tensile strength at yield และ Elongation at break ของ neat PA11 และคอมพอสิตพอลิเอไมด์ 11 ในงานวิจัยส่วนที่ 1

Sample	Young's Modulus (MPa)	Tensile Strength at yield (MPa)	Elongation at Break (%)
NeatPA11	491.69±4.34	35.73±1.64	872.54±18.71
PA11/HGM6	533.22±6.67	36.30±3.26	308.91±12.71
PA11/HGM6A3	536.46±8.05	39.13±1.47	331.13±30.30
PA11/HGM6A5	542.45±4.85	40.39±2.41	350.16±27.25
PA11/HGM6G3	536.55±3.18	37.12±1.76	314.01±19.60
PA11/HGM6G5	541.94±5.63	38.47±3.48	350.81±24.96
PA11/HGM6M3	539.30±8.41	39.81±1.35	380.45±13.78
PA11/HGM6M5	543.33±3.10	41.20±2.27	391.40±12.14

ตารางผนวก ก.2 สรุปค่าเฉลี่ยและค่าส่วนเบี่ยงเบนมาตรฐานของค่า Young's modulus, Tensile strength at yield และ Elongation at break ของคอมพอสิตพอลิเอไมด์ 11 ในงานวิจัยส่วนที่ 2

Sample	Young's Modulus (MPa)	Tensile Strength at yield (MPa)	Elongation at Break (%)
PA/HGM3	470.24±11.54	30.28±1.87	556.21±11.06
PA/HGM6	533.22±6.67	36.30±3.26	308.91±12.71
PA/HGM10	554.70±7.98	30.52±1.01	243.87±28.17
PA/HGM3M3	473.76±12.14	32.15±0.48	558.16±18.82
PA/HGM6M3	539.30±8.41	39.81±1.35	380.45±13.78
PA/HGM10M3	560.82±9.87	30.94±3.16	279.80±14.57
PA/HGM3M5	479.92±10.84	32.16±1.90	727.26±11.57
PA/HGM6M5	543.33±3.10	41.20±2.27	391.40±12.14
PA/HGM10M5	568.22±6.67	32.11±2.83	309.40±31.78

ตารางผนวก ก.3 สรุปค่าเฉลี่ยและค่าส่วนเบี่ยงเบนมาตรฐานของค่า Impact strength ของ neat PA11 และคอมพอสิตพอลิเอไมต์ 11 ในงานวิจัยส่วนที่ 1

Sample	Impact strength (kJ/m ²)
NeatPA11	6.20±0.09
PA11/HGM6	4.12±0.14
PA11/HGM6A3	4.29±0.15
PA11/HGM6A5	4.57±0.14
PA11/HGM6G3	4.27±0.10
PA11/HGM6G5	4.53±0.07
PA11/HGM6M3	4.46±0.06
PA11/HGM6M5	4.56±0.09

ตารางผนวก ก.4 สรุปค่าเฉลี่ยและค่าส่วนเบี่ยงเบนมาตรฐานของค่า Impact strength ของ คอมพอสิตพอลิเอไมต์ 11 ในงานวิจัยส่วนที่ 2

Sample	Impact strength (kJ/m ²)
PA/HGM3	4.87±0.10
PA/HGM6	4.12±0.14
PA/HGM10	3.64±0.06
PA/HGM3M3	5.25±0.17
PA/HGM6M3	4.46±0.10
PA/HGM10M3	3.98±0.08
PA/HGM3M5	5.55±0.06
PA/HGM6M5	4.56±0.09
PA/HGM10M5	4.08±0.07

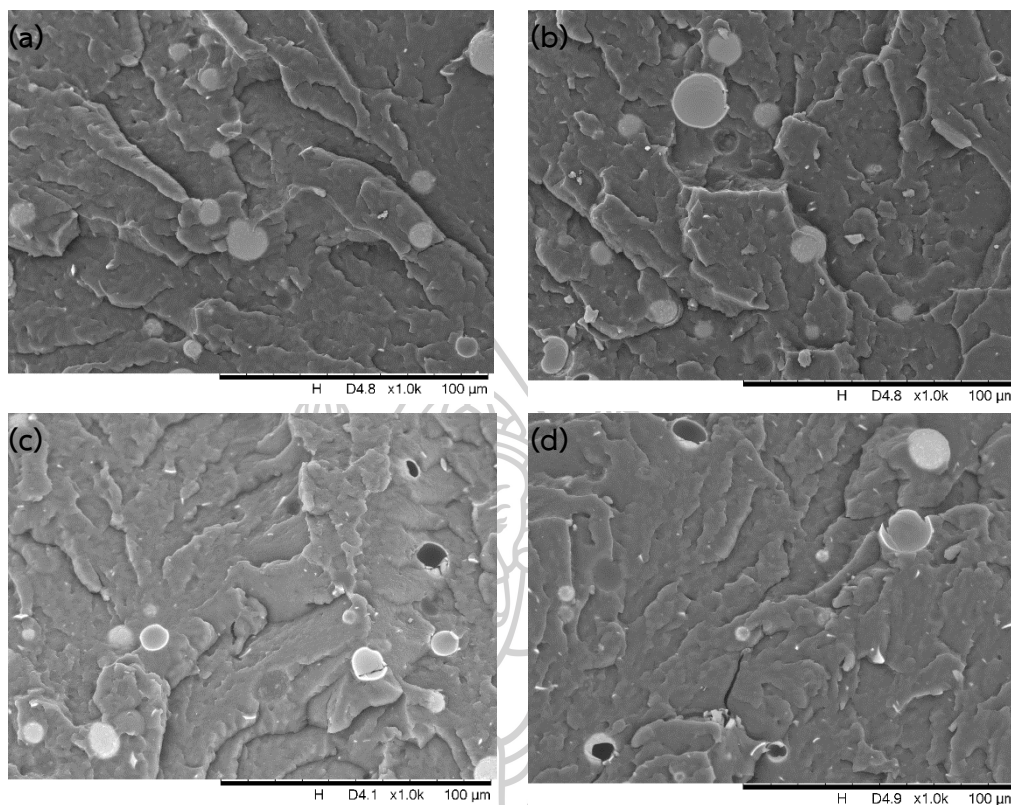
ก-5 ผลการทดสอบหาความหนาแน่น

ตารางผนวก ก.5 สรุปค่าเฉลี่ยและค่าส่วนเบี่ยงเบนมาตรฐานของค่าความหนาแน่นของคอมพอลิเมอร์พอลิเอไมด์ 11 ในงานวิจัยส่วนที่ 2

Sample	Density (g/ml)
NeatPA11	1.02±0.001
PA/HGM3	0.98±0.006
PA/HGM6	0.96±0.004
PA/HGM10	0.92±0.009
PA/HGM3M3	0.98±0.005
PA/HGM6M3	0.96±0.008
PA/HGM10M3	0.92±0.008
PA/HGM3M5	0.98±0.002
PA/HGM6M5	0.96±0.003
PA/HGM10M5	0.92±0.010



ก-6 ผลการทดสอบเพื่อหาความเร็วรอบที่เหมาะสมในการผสมคอมพอลิทีพอลิเอไมด์ 11 ด้วยเทคนิค SEM



ภาพผนวก ก. 27 ภาพพื้นผิวของคอมพอลิทีพอลิเอไมด์ 11 ที่ความเร็วรอบสกรู (a) 40, (b) 50, (c) 60 และ (d) 70 รอบต่อนาที

จากภาพผนวก ก.27 พบว่าที่ความเร็วรอบสกรู 60 และ 70 รอบต่อนาทีจะทำให้เกิดความเสียหายของเม็ดแก้วกลวงเป็นอย่างมาก แต่ที่ความเร็วรอบสกรู 40 และ 50 รอบต่อนาที จะพบว่าเม็ดแก้วกลวงมีการแตกเสียหายเพียงเล็กน้อย จึงทำให้งานวิจัยนี้เลือกความเร็วรอบสกรูที่ 50 รอบต่อนาทีในขั้นตอนการผสมเม็ดแก้วกลวงและพอลิเอไมด์ 11 ด้วยเครื่องอัดรีดแบบสกรูคู่

ก-7 ผลการวิเคราะห์ความแปรปรวนทางเดียว (One-way ANOVA) สำหรับการทดสอบ
ความสามารถในการรับแรงกระแทก (Impact test) ในงานวิจัยส่วนที่ 1

One-way ANOVA: Impact strength versus Sample

Method

Null hypothesis All means are equal
Alternative hypothesis At least one mean is different
Significance level $\alpha = 0.05$

Equal variances were assumed for the analysis.

Factor Information

Factor	Levels	Values
Sample	8	PA11, PA11/HGM6, PA11/HGM6A3, PA11/HGM6A5, PA11/HGM6G3, PA11/HGM6G5, PA11/HGM6M3, PA11/HGM6M5

Analysis of Variance

Source	DF	Adj SS	Adj MS	F-Value	P-Value
Sample	7	14.9868	2.14098	184.28	0.000
Error	32	0.3718	0.01162		
Total	39	15.3586			

Model Summary

S	R-sq	R-sq(adj)	R-sq(pred)
0.107787	97.58%	97.05%	96.22%

Means

Sample	N	Mean	StDev	95% CI
PA11	5	6.1959	0.0856	(6.0977, 6.2941)
PA11/HGM6	5	4.1240	0.1350	(4.0258, 4.2222)
PA11/HGM6A3	5	4.2940	0.1472	(4.1958, 4.3922)
PA11/HGM6A5	5	4.5700	0.1423	(4.4718, 4.6682)
PA11/HGM6G3	5	4.2700	0.0957	(4.1718, 4.3682)
PA11/HGM6G5	5	4.5260	0.0709	(4.4278, 4.6242)
PA11/HGM6M3	5	4.4640	0.0573	(4.3658, 4.5622)
PA11/HGM6M5	5	4.5600	0.0894	(4.4618, 4.6582)

Pooled StDev = 0.107787

Tukey Pairwise Comparisons

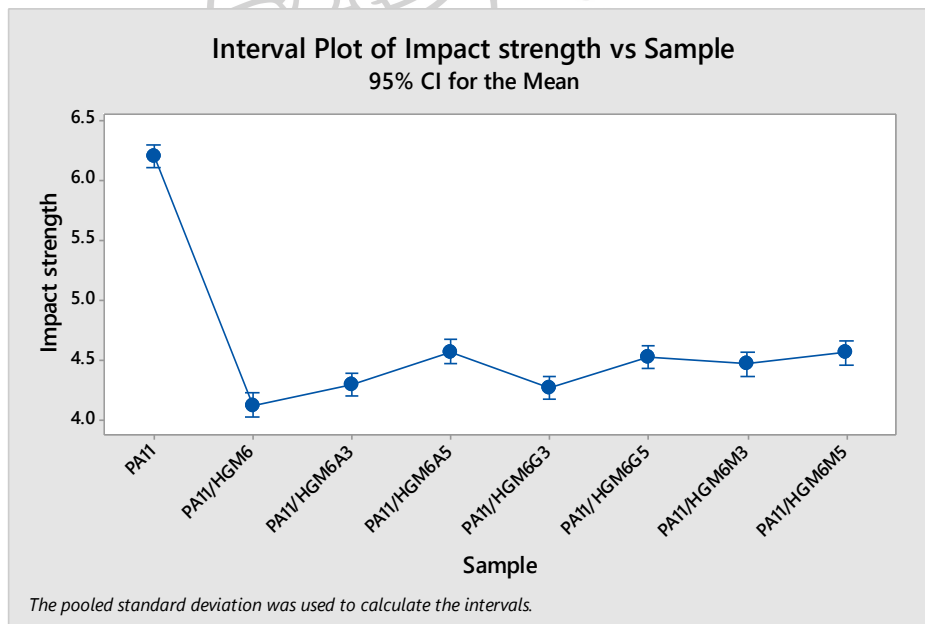
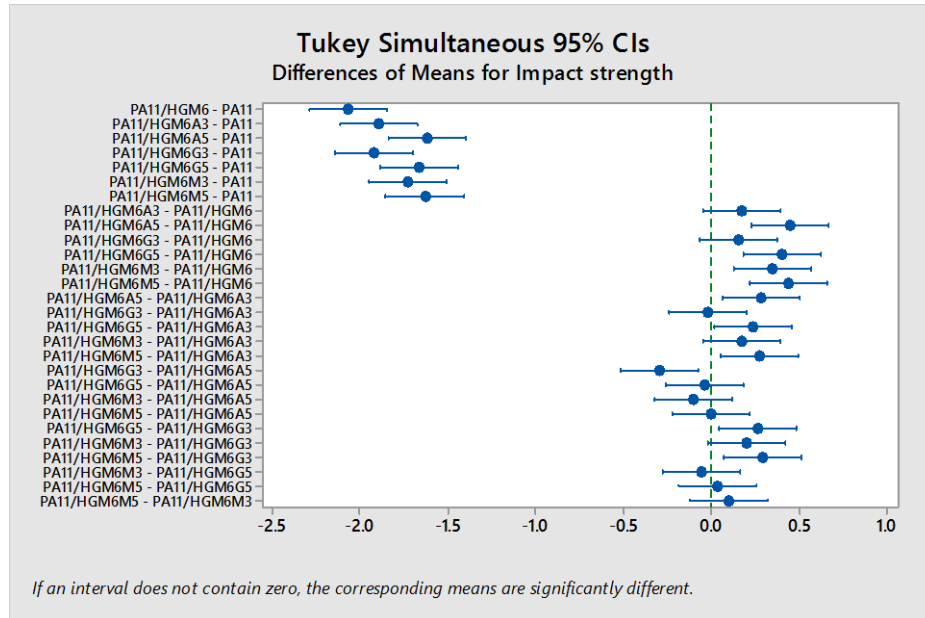
Grouping Information Using the Tukey Method and 95% Confidence

Sample	N	Mean	Grouping
PA11	5	6.1959	A
PA11/HGM6A5	5	4.5700	B
PA11/HGM6M5	5	4.5600	B
PA11/HGM6G5	5	4.5260	B
PA11/HGM6M3	5	4.4640	B C
PA11/HGM6A3	5	4.2940	C D
PA11/HGM6G3	5	4.2700	C D
PA11/HGM6	5	4.1240	D

Means that do not share a letter are significantly different.

Tukey Simultaneous 95% CIs

Interval Plot of Impact strength vs Sample





ภาคผนวก ข
ตัวอย่างการคำนวณ

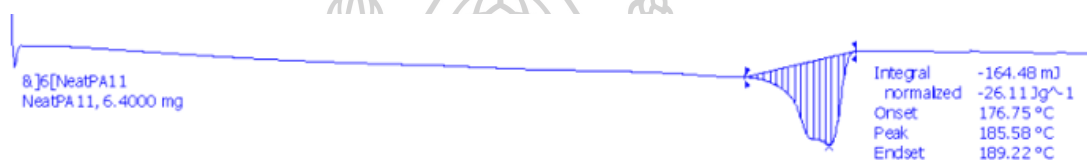
ข-1 การคำนวณหาร้อยละความเป็นผลึก (%X_c) จากเทคนิค DSC

$$X_c(\%) = \frac{\Delta H_m}{w\Delta H_m^\circ} \times 100$$

โดยที่ ΔH_m คือ ความร้อนแฝงของการหลอมเหลวตัวอย่าง (J/g), w คือสัดส่วนโดยน้ำหนักของ PA11, ΔH_m° คือ ความร้อนแฝงของการหลอมเหลวผลึกตัวอย่าง PA11 100 เปอร์เซ็นต์ (189 J/g)

ตัวอย่างการคำนวณ

หาเปอร์เซ็นต์ผลึกของ PA11 ใน neat PA11 จากขั้นตอนการให้ความร้อนครั้งที่ 2



ภาพผนวก ข. 28 ภาพประกอบการคำนวณร้อยละความเป็นผลึกของ PA11

$\Delta H_m = 26.11$ J/g, $\Delta H_m^\circ = 189$ J/g และ $w = 1.0$

$$X_c(\%) = \frac{26.11}{1.0 \times 189} \times 100 = 13.81\%$$





ภาคผนวก ค
การนำเสนอผลงานวิจัย

ค-1 การประชุมวิชาการ International Conference on Advanced and Applied Petroleum, Petrochemicals, and Polymers 2018 (ICAPPP2018)

- บันทึกถายงานการประชุม (Proceeding)



P-CBC-11
EFFECT OF HOLLOW GLASS MICROSPHERES TREATED WITH DIFFERENT
COUPLING AGENT ON PROPERTIES OF POLYAMIDE 11 COMPOSITES

*Thanisa Seaphu and Nattakarn Hongsrphan**

Department of Materials Science and Engineering, Faculty of Engineering and Industrial Technology, Silpakorn University

Keywords : Polyamide11, Hollow glass microspheres, Silane coupling agent

ABSTRACT

Polymer composites between polyamide 11 (PA11) and hollow glass microspheres (HGMs) were prepared via melt compounding with a content of HGMs at 6 phr. Three types of silane coupling agents namely 3-(amino propyl) trimethoxysilane (APTMS), 3-(glycidylxypropyl) trimethoxy silane (GPTMS) and 3-(trimethoxysilyl) propylmethacrylate (MPTMS) of 3 wt% were used to improve the interfacial adhesion between PA11 and HGMs. Prior to silane treatment, these HGMs were surface treated with 0.5 M NaOH. Treated HGMs were characterized via Fourier transform infrared spectrometry (FTIR). Morphological, thermal and tensile properties of silane treated PA11/HGM composites were investigated. The SEM micrographs showed that the surface of treated HGMs enhanced the interfacial adhesion between PA11 matrix and HGMs. From DSC results, it was observed that the incorporation of treated HGMs increased the crystallization temperature of PA11 and also indicated that the treated HGMs had no effect on the melting temperature of PA11. The composites using the MPTMS-treated HGMs showed the best tensile properties.

* Hongsrphan_N@su.ac.th

INTRODUCTION

Bio-based plastics are one of the alternative to petroleum-based plastics. The advantages of bio-based plastics are reducing greenhouse gases emissions and producing from various sustainable renewable resources, such as vegetable oils and biomass. Polyamide 11 (PA11) is a bio-based polymer produced from castor oil with high performance, such as excellent resistance to chemicals, good abrasion resistance, and low moisture sorption compared with others in the polyamide family. However, some application of PA11 is limited because of its high cost. Adding a suitable filler into polymer is typically implemented to reduce cost and also enhance properties. Hollow glass microspheres (HGMs) are the interesting inorganic fillers that consist of inner inert gas and outer stiff wall. HGMs have been filled in polymer composites to lower cost and to improve thermal and mechanical properties. In polymer composites, interfacial adhesion between filler and polymer matrix is very important to mechanical properties. The interfacial adhesion between filler and polymer matrix depends on the chemical and physical interaction between them. In this study, three types of silane coupling agents namely 3-(aminopropyl)trimethoxysilane (APTMS), 3-(glycidylxypropyl) trimethoxysilane (GPTMS) and 3-(trimethoxysilyl)propylmethacrylate (MPTMS) were used to improve the interfacial adhesion between PA11 matrix and HGMs. FTIR was used to characterize the interaction between the PA11 matrix and silane treated HGMs. Tensile

properties, thermal properties, and morphology of the treated PA11/MGM composites were evaluated and discussed.

EXPERIMENTAL

A. Materials

Polyamide 11 (PA11), Rilsan[®] BESNO TL, with the density 1.02 g/cm³, melting temperature of 186°C and melt flow index of 1 g/10min, was purchased from Arkema, France. Hollow glass microsphere (HGMs), iM30K with an average diameter 18 μm and a true density of 0.60 g/cm³, were supplied from 3M Thailand. Silane coupling agents, 3-(aminopropyl)trimethoxysilane (APTMS), 3-(glycidyloxypropyl)trimethoxysilane (GPTMS) and 3-(trimethoxysilyl)propylmethacrylate (MPTMS) were purchased from Sigma-Aldrich, USA. Figure 1 shows the chemical structures of these silane coupling agents.

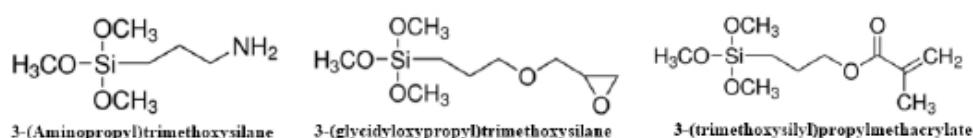


Figure 1. Chemical structure of silane coupling agents.

B. Surface treatments of HGM

The hydroxyl groups were introduced on the HGM surface by alkali treatment with 0.5 M NaOH solution. The HGMs were stirred at 90°C for 1 hour and then filtered off. The filtered HGMs were washed with distilled water and dried at 80°C for 12 hours. After that, the alkali-treated HGMs were surface treated with APTMS, GPTMS or MPTMS with a concentration of 3 wt% HGMs in ethanol solution at 40°C for 4 hours, washed with ethanol and then dried at 80°C for 12 hours.

C. Procedure for composite preparation

PA11 and silane treated HGMs were dried in a vacuum oven (Eyela VOS-301SD, USA) at 80°C for 8 hours. PA11 and treated HGMs (6 phr) were melt compounding in a co-rotating twin-screw extruder (Thermo Haake PolyLab, Germany) at a screw speed of 50 rpm, and the barrel temperature was controlled at 185-240°C. Finally, the specimens were moulded using an injection moulding machine (PS40E5ASE, Nissei, Japan). The abbreviations namely PA11/HGMA, PA11/HGMG and PA11/HGMM are used to represent the composites containing HGMs treated with APTMS, GPTMS and MPTMS, respectively.

D. Characterization

Fourier transform infrared spectrometry (FTIR): The functional groups on surface of HGMs were recorded by a FTIR spectrometer (Vertex 70, BRUKER, Germany) in the spectral range of 4000-400 cm⁻¹. All the samples were prepared by the KBr disk technique.

Scanning electron microscopy (SEM): The morphology of composite specimens after fractured in the tensile test was evaluated by SEM (Tabletop Microscope TM3030, Hitachi, Japan) at an accelerating voltage of 15 kV. Specimen surface was sputter deposited with platinum/gold to prevent electrostatic charging.

Tensile properties: Tensile properties were measured by a universal testing machine (5969, Instron Engineering Corporation) according to ASTM D638 at 25°C and 50% relative humidity to be operated at with crosshead speed of 50 mm/min and load cell 5kN. Average values of Young's modulus, tensile strength and elongation at break were reported, which at least five specimens of each sample were tested.

Differential scanning calorimetry (DSC): Thermal analysis tests were carried out by DSC (DSC1, Mettler Toledo) under nitrogen gas atmosphere (50 ml/min). First, samples were heated from 20°C to 240°C at a heating rate of 10°C/min to eliminate thermal history. Then, the samples were cooled down and subsequently re-heated again at the same condition. The percentage of crystallinity (X_c) of samples was calculated by

$$X_c(\%) = (\Delta H_m / (w \Delta H_m^0)) \times 100$$

where ΔH_m (J/g) is the heat of fusion of the sample, w is the PA11 weight fraction in the sample and H_m^0 is the theoretical heat of fusion of 100% crystallinity PA11 (189.05 J/g) (Latko, Kolbuk, Kozera, & Boczkowska, 2016).

RESULTS AND DISCUSSION

A. Characterization of untreated and treated HGMs

FTIR spectra were used to characterize the functional groups on surface of untreated and treated HGMs as shown in Figure 2. The peaks at 1081, 799 and 469 cm^{-1} are observed in the spectra of untreated and treated HGM samples, and these peaks correspond to Si-O-Si stretching vibration (Huang et al., 2017). For the alkali treated HGMs (HGM/NaOH) spectra, it is observed the peak at 3462 cm^{-1} of -OH stretching that indicates the generated hydroxyl groups on the surface of HGMs. The HGMA spectra presents the peak at 3459 cm^{-1} corresponding to N-H stretching and two peaks at 2952 and 2886 cm^{-1} corresponding to C-H stretching. Unfortunately, the vibration of epoxide group is not evident at 1250, 950 and 750 cm^{-1} in the HGMG spectra because of hidden by Si-O-Si stretching. The peaks at 2943 and 2878 cm^{-1} in the HGMM spectra are assigned to the C-H stretching. All spectral peaks confirm that the silane coupling agents interacted and coated on HGMs surface.

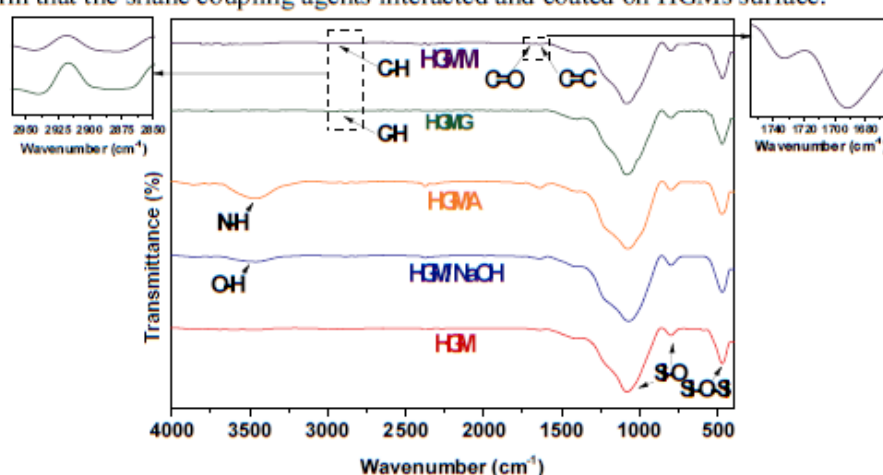


Figure 2. FTIR spectra of HGM, HGM/NaOH, HGMA, HGMG and HGMM.

B. Morphology

Figure 3 shows SEM micrographs of fracture surface after the tensile test of PA11/HGM composites. The SEM micrograph of PA11/HGM (Figure 3a) shows that there was no interfacial adhesion between PA11 matrix and HGMs although the PA11 matrix would wet the HGMs. The treated HGMs composites (Figure 3b-d) was observed to show the interfacial adhesion between the PA11 matrix and the silane treated HGMs due to interaction enhancement between them via the silane coupling agents. The interfacial adhesion of PA11/HGMM was stronger than that of PA11/HGMA and PA11/HGMG, respectively. This was due to methacrylate organo-functional groups (MPTMS) was more chemical reactive than amino (APTMS) and epoxide (GPTMS) groups (Cho et al., 2004). In addition, more broken HGMs were observed in the silane treated composites since the walls of HGMs were weakened from the alkali treatment.

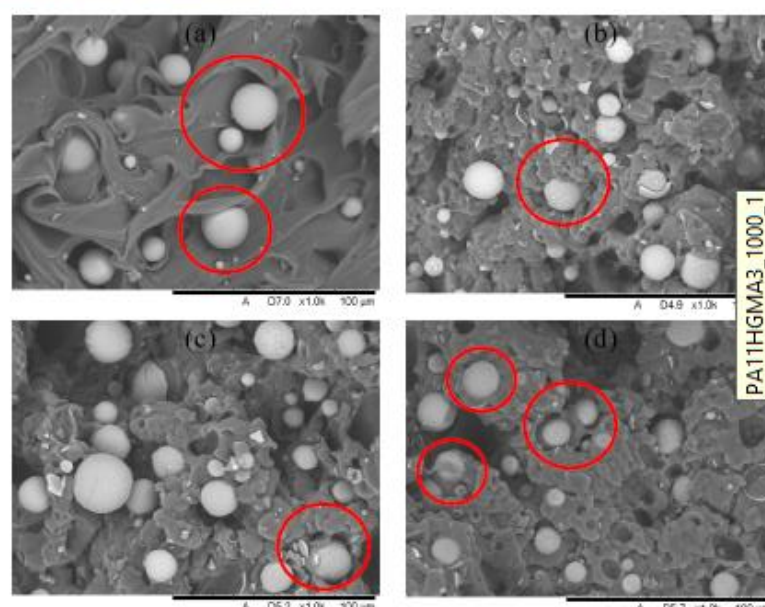


Figure 3. SEM micrographs of fracture surface from tensile test of (a) PA11/HGM, (b) PA11/HGMA, (c) PA11/HGMG and (d) PA11/HGMM

C. Tensile properties

The effect of different silane coupling agent in PA11/HGM composites was evaluated through the tensile test as shown in Figure 4. The Young's modulus of neat PA11 was the lowest compared to samples containing treated and untreated HGMs. The modulus increment was also caused by the HGMs dispersion, which improved the stiffness of the composites (Li, Luo, & Lin, 2013). On the other hand, the tensile strength and elongation at break of neat PA11 were the highest compared with the PA11/HGM composites. The presence of HGMs reduced the chain mobility of PA11. However, there was the difference in the treated and untreated HGMs composites with increasing tensile properties values in the treated HGMs. A comparative study of tensile properties improvement for treated and untreated HGMs can

be attributed to the enhanced interfacial adhesion results from the compatibilization effect of silane coupling agent (Liang & Li, 2000). The composites using the MPTMS-treated HGMs showed the best tensile properties because methacrylate organo-functional groups (MPTMS) has more chemical reactivity than amino (APTMS) and epoxide (GPTMS). Referring to tensile results, the broken HGMs (figure3b-d) had no effect on tensile properties.

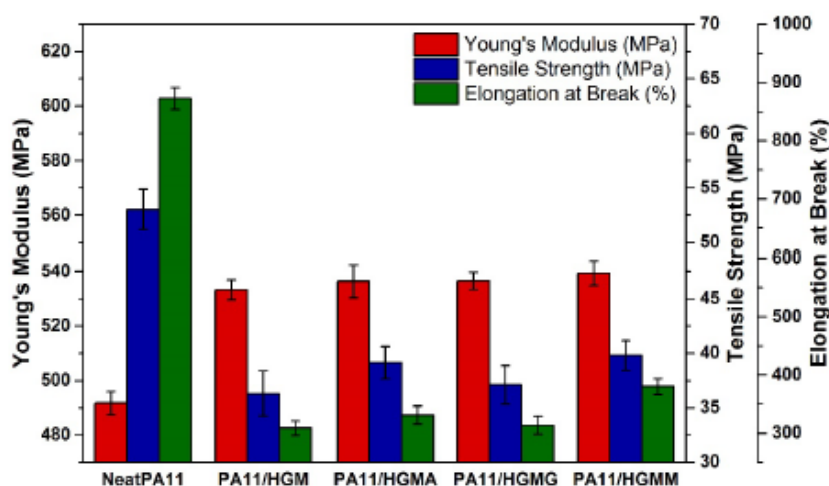


Figure 4. Tensile properties from tensile test for neat PA11 and PA11/HGM composites.

D. Thermal properties

The thermal properties of neat PA11 and the PA11/HGM composites were studied by DSC. After eliminating thermal history in the first heating scan, the crystallization temperature (T_c), melting temperature (T_m) and the degree of crystallinity (X_c) obtained during the cooling and the second heating scans are shown in Table 1. It reveals that the untreated HGMs have no effect on thermal properties of the PA11 matrix. A slight increase in T_c , T_m and X_c is observed when adding the treated HGMs because the interfacial compatibility enhances the orientation of molecular segments by silane coupling agent (Velasco, De Saja, & Martínez, 1996). The increment of T_c indicates the nucleating effect of HGMs on the PA11 molecules, and the increase of T_m implies more perfect crystal formation (Zhang, Wang, & Hu, 2012). However, there is no significant difference in silane coupling agent types.

Table 1. Thermal properties and degree of crystallinity for neat PA11 and PA11/HGM composites.

Sample	T_c (°C)	T_m (°C)	X_c (%)
Neat PA11	160.30	185.58	13.81
PA11/HGM	160.78	184.64	14.54
PA11/HGMA	164.58	187.99	17.52
PA11/HGMG	164.22	188.03	16.10
PA11/HGMM	164.26	188.48	17.30

CONCLUSION

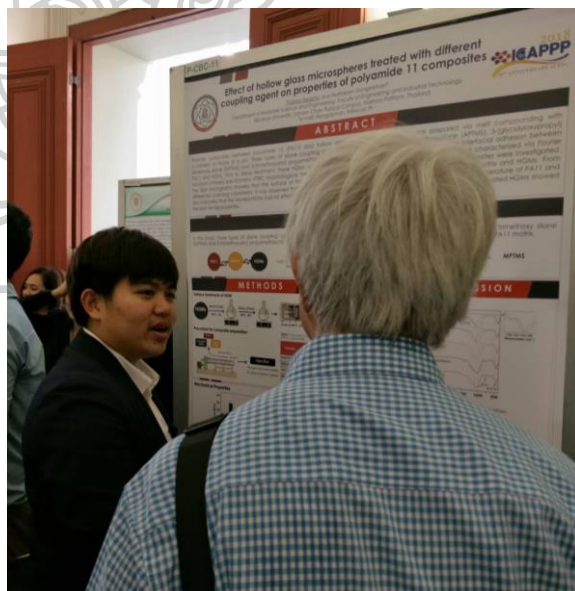
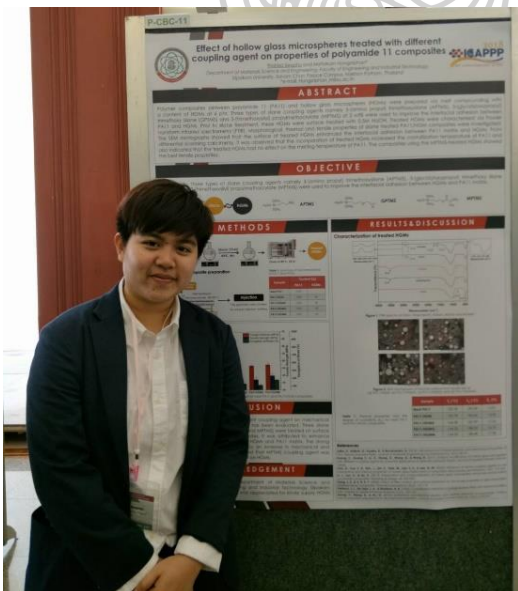
The effect of treated HGMs with different coupling agents on tensile and thermal properties of composites has been evaluated. Three silane coupling agent types (APTMS, GPTMS and MPTMS) were treated on surface of HGMs and filled in PA11 composites. SEM micrographs confirm the interfacial adhesion between the silane treated HGMs and the PA11 matrix. The improvement of interfacial adhesion was evidenced by an increase in tensile and thermal properties. These results suggested that MPTMS coupling agent was the most appropriate among these silane coupling agents for surface treatment on HGMs.

ACKNOWLEDGEMENTS

This work was supported by Department of Materials Science and Engineering, Faculty of Engineering and Industrial Technology Silpakorn University. 3M Co., Ltd. (Thailand) was appreciated for kindly supply HGMs used in this work.

REFERENCES

- Latko, P., Kolbuk, D., Kozera, R., & Boczkowska, A. (2016). *Microstructural characterization and mechanical properties of PA11 nanocomposite fibers*. Journal of Materials Engineering and Performance, **25**(1), 68-75.
- Huang, C., Huang, Z., Lv, X., Zhang, G., Wang, Q., & Wang, B. (2017). *Surface modification of hollow glass microsphere with different coupling agents for potential applications in phenolic syntactic foams*. Journal of Applied Polymer Science, **134**(4), 44415(1-14).
- Cho, D., Yun, S. H., Kim, J., Lim, S., Park, M., Lee, S.-S., & Lee, G.-W. (2004). *Influence of silane coupling agents on the interlaminar and thermal properties of woven glass fabric/nylon 6 composites*. Macromolecular Research, **12**(1), 119-126.
- Li, J., Luo, X., & Lin, X. (2013). *Preparation and characterization of hollow glass microsphere reinforced poly(butylene succinate) composites*. Materials & Design, **46**, 902-909.
- Liang, J. Z., & Li, R. K. Y. (2000). *Effect of filler content and surface treatment on the tensile properties of glass-bead-filled polypropylene composites*. Polymer International, **49**(2), 170-174.
- Velasco, J. I., De Saja, J. A., & Martínez, A. B. (1996). *Crystallization behavior of polypropylene filled with surface-modified talc*. Journal of Applied Polymer Science, **61**(1), 125-132.
- Zhang, Y., Wang, B., & Hu, G. (2012). *Isothermal crystallization kinetics and melting behavior of polyamide 11/silica nanocomposites prepared by in situ melt polymerization*. Journal of Applied Polymer Science, **123**(1), 273-279.



ค-2 การประชุมวิชาการ The International Conference on Materials Research and Innovation 2018 (ICMARI 2018)

- บันทึกถายงานการประชุม (Abstract)



BOOK OF ABSTRACTS

Organized by

1. Specialized center of Rubber and Polymer Materials in agriculture and industry (RPM), Faculty of Science, Kasetsart University.
2. The Thailand Research Fund.

Sessions	Series Seminar for FREE
<ol style="list-style-type: none"> 1. Rubbers and Composites 2. Biomaterials 3. Materials of Energy and Environmental Applications 4. Computational Model and Simulations 5. Industrial Innovations 	<p>"Rubber Science and Innovation" speaker form The University of Akron, USA.</p> <div style="display: flex; justify-content: space-around;"> <div style="text-align: center;">  <p>Dr. Li Jia (Associate Professor of Polymer Science)</p> </div> <div style="text-align: center;">  <p>Dr. Sadhan C. Jana (Professor of Polymer Engineering)</p> </div> </div>

Sponsored by



Mechanical Properties Improvement of Polyamide 11 and Silane Modified Hollow Glass Microspheres Composites

Thanisa Seaphu and Nattakarn Hongsriphan*

*Department of Materials Science and Engineering,
Faculty of Engineering and Industrial Technology, Silpakorn University,
Sanam Chan Palace Campus, Nakhon Pathom, Thailand 73000*

*Corresponding author: Hongsriphan_N@su.ac.th

A silane coupling agent, 3-(Aminopropyl)trimethoxysilane (APTMS), for the surface modification of hollow glass microspheres (HGMs) was varied 3 and 5 wt%. The silane modified HGMs were incorporated with polyamide 11 (PA11) with a content of HGMs at 6 phr by melt compounding in a twin-screw extruder. Effects of silane treatment and silane content on morphology, rheological and tensile properties of PA11/HGM composites were investigated. As seen in SEM micrographs, it was found that APTMS exhibited good interfacial interaction between HGM particles and PA11 matrix. Since HGMs were treated with alkali before silane treatment, more broken HGMs were observed in the silane treated composites. Compared with unmodified HGM composites, Young's modulus and tensile strength of the silane treated composites increased with the increase of silane content. Adding unmodified HGMs into PA11 increased the complex viscosity at 250°C because of restriction by filled solid particles [1]. However, the complex viscosity of the composite decreased in the silane modified composites with no significant difference between silane content. This is attributed to good distribution of spherical HGM particles in the molten PA11. The results showed that the organic functional group of silane and silane content played an important role in improving the properties of PA11/HGM composites.

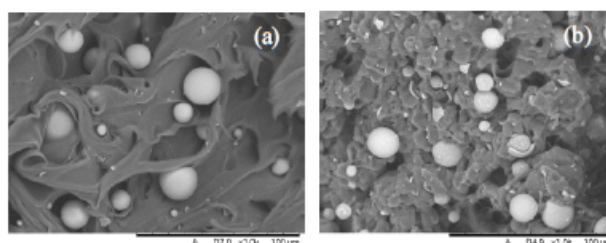
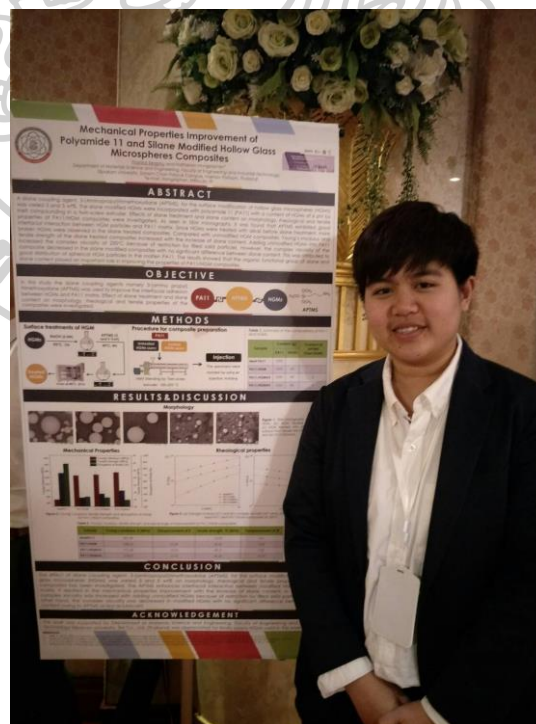


Fig. 1. SEM micrographs of tensile fracture surface from composites of (a) PA11/unmodified HGMs and (b) PA11/APTMS-treated HGMs.

References

- [1] J. Li, X. Luo, X. Lin, Preparation and characterization of hollow glass microsphere reinforced poly(butylene succinate) composites. *Materials and Design* 46, 902–909 (2013).





ประวัติผู้เขียน

ชื่อ-สกุล	นางสาวธนิศา แสร้งภู
วัน เดือน ปี เกิด	1 เมษายน 2537
สถานที่เกิด	จังหวัดลำปาง
วุฒิการศึกษา	พ.ศ.2559 สำเร็จการศึกษาปริญญาวิทยาศาสตรมหาบัณฑิต สาขาปิโตรเคมีและวัสดุพอลิเมอร์ ภาควิชาวิทยาการและวิศวกรรมวัสดุ คณะวิศวกรรมศาสตร์และเทคโนโลยีอุตสาหกรรม มหาวิทยาลัยศิลปากร พ.ศ.2559 ศึกษาต่อระดับปริญญาโท สาขาวิชาวิทยาการและวิศวกรรมพอลิเมอร์ ภาควิชาวิทยาการและวิศวกรรมวัสดุ คณะวิศวกรรมศาสตร์และเทคโนโลยีอุตสาหกรรม มหาวิทยาลัยศิลปากร
ที่อยู่ปัจจุบัน	278 หมู่ 2 ตำบล เขาท่าพระ อำเภอเมืองชัยนาท จังหวัดชัยนาท 17000
ผลงานตีพิมพ์	Thanisa Seaphu and Nattakarn Hongsriphan. "Effect of hollow glass microspheres treated with different coupling agents on properties of polyamide 11 composites". Proceedings in The International Conference on Advanced and Applied Petroleum, Petrochemicals, and Polymers 2018 (ICAPPP2018), Chulalongkorn Main Auditorium and Maha Chulalongkorn Building, Bangkok, Thailand, December 18-20, 2018.
รางวัลที่ได้รับ	พ.ศ.2559 - 2561 ได้รับทุนนักศึกษาผู้ช่วยสอน จากภาควิชาวิทยาการและวิศวกรรมวัสดุ คณะวิศวกรรมศาสตร์และเทคโนโลยีอุตสาหกรรม มหาวิทยาลัยศิลปากร