

# ผลของเทคนิคการเชื่อมโยงสายโซ่และการปรับปรุงผิวด้วยซิลเลนที่มีต่อสมบัติเชิงกลและสมบัติทางสัณฐานวิทยาของวัสดุเชิงประกอบอีพอกซีเรซินกับเถ้าลอย

ชนวรรณ เชาวสกุล<sup>1</sup> และ ณรงค์ฤทธิ์ สมบัติสมภพ<sup>2</sup>

## Abstract

Chaowasakoo, T. and Sombatsompop, N.

### Effects of curing techniques and silane treatment on mechanical and morphological properties of fly ash/epoxy composites

Songklanakarin J. Sci. Technol., 2007, 29(1) : 217-230

In this research, the effect of curing techniques and silane treatment on mechanical and morphological properties of fly ash (20 and 80 phr) filled epoxy composites were studied. The addition of N-2(amino-ethyl)-3 aminopropyltrimethoxysilane (KBM603) coupling agent was varied 0.0, 0.5, 1.0 and 1.5 % wt of the fly ash, for surface treatment of fly ash particles. The optimum curing conditions of conventional thermal and microwave curing system were determined using a differential scanning calorimetry (DSC). The conventional thermal curing was performed at 70°C for 80 min while microwave curing was carried out at 240 watt for 18 minutes in order to achieve the optimum curing conditions of the composites. The silane concentration of 0.5 wt% was recommended for the optimum mechanical properties of the fly ash, epoxy composites. Beyond these recommended contents, the mechanical properties greatly reduced, except for the flexural

Polymer Processing and Flow (P-PROF) Group, School of Energy, Environment and Materials, King Mongkut's University of Technology Thonburi (KMUTT), Thungkru, Bangkok 10140 Thailand.

<sup>1</sup>นักศึกษาลัทธิสุตร M.Eng.(Materials Technology), <sup>2</sup>Ph.D.(Polymer Processing and Rheology) ศาสตราจารย์ กลุ่มวิจัยการผลิตและขึ้นรูปพอลิเมอร์ คณะพลังงานสิ่งแวดล้อมและวัสดุ มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีพระจอมเกล้าธนบุรี แขวงบางมด เขตทุ่งครุ กรุงเทพฯ 10140

Corresponding e-mail : narongrit.som@kmutt.ac.th

รับต้นฉบับ 23 ธันวาคม 2548 รับลงตีพิมพ์ 5 กรกฎาคม 2549

moduli. By comparing microwave cured composites with conventional thermal cured composites, it was found that microwave cured composites consumed shorter cure time and had higher ultimate strengths and elongation at break than those by the conventional thermal cure. The composites with higher tensile and flexural moduli could be obtained by the conventional thermal cure. The comparative results of composites cured using different microwave powers showed that the ultimate strengths and elongation at break decreased with increasing microwave power while the effect was opposite for the tensile and flexural moduli.

**Key words :** coupling agent, epoxy resin, microwave, fly ash, polymer-matrix composites.

### บทคัดย่อ

ธนวรรณ เชาวสกุ และ ณรงค์ฤทธิ์ สมบัติสมภพ

ผลของเทคนิคการเชื่อมโยงสายโซ่และการปรับปรุงผิวด้วยไซเลนที่มีต่อสมบัติเชิงกลและสมบัติทางสัณฐานวิทยาของวัสดุเชิงประกอบอีพอกซีเรซินกับเถ้าลอย

ว. สงขลานครินทร์ วทท. 2550 29(1) : 217-230

งานวิจัยนี้ ได้ทำการศึกษาอิทธิพลของเทคนิคการเชื่อมโยงสายโซ่และการปรับปรุงผิวด้วยไซเลน ที่มีต่อสมบัติเชิงกลและสัณฐานวิทยาของวัสดุเชิงประกอบอีพอกซีเรซินที่มีการเติมเถ้าลอยในปริมาณ 20 และ 80 phr ซึ่งปรับปรุงผิวเถ้าลอยด้วยสารคู่ควบชนิด N-2(aminoethyl)-3-aminopropyltrimethoxysilane (KBM603) โดยปรับเปลี่ยนความเข้มข้นไซเลนตั้งแต่ 0.0 ถึง 1.5% โดยน้ำหนักของเถ้าลอย โดยศึกษาสภาวะที่เหมาะสมในการเชื่อมโยงสายโซ่โดยการให้ความร้อนโดยตรงและการใช้คลื่นไมโครเวฟด้วยเทคนิค Differential Scanning Calorimetry (DSC) โดยสภาวะที่เหมาะสม คือ อุณหภูมิ 70°C เป็นเวลา 80 นาที และกำลังคลื่นไมโครเวฟที่ 240 วัตต์เป็นเวลา 18 นาที ตามลำดับ เมื่อวัสดุเชิงประกอบอีพอกซีเรซินเกิดการเชื่อมโยงสายโซ่ตามสภาวะที่เหมาะสมข้างต้น พบว่า ณ ความเข้มข้นของสารคู่ควบไซเลนที่ 0.5% โดยน้ำหนักของเถ้าลอย ส่งผลให้สมบัติเชิงกลโดยรวมมีค่าสูงขึ้น แต่เมื่อความเข้มข้นไซเลนมากกว่า 0.5% โดยน้ำหนักของเถ้าลอย สมบัติเชิงกลมีแนวโน้มลดลง ยกเว้น โมดูลัสโค้งงอ เมื่อเปรียบเทียบการเชื่อมโยงสายโซ่ทั้งสองระบบของการให้ความร้อนโดยตรงและการใช้คลื่นไมโครเวฟ พบว่า การใช้คลื่นไมโครเวฟมีระยะเวลาสั้นในการเชื่อมโยงสายโซ่ โดยความต้านสูงสุดและเปอร์เซ็นต์การยืดตัว ณ จุดขาดมีค่าสูงกว่าเมื่อเทียบกับการใช้ความร้อนโดยตรง ขณะที่โมดูลัสแรงดึงและโมดูลัสโค้งงอมีค่าต่ำกว่า สำหรับผลของกำลังคลื่นไมโครเวฟที่มีต่อสมบัติของวัสดุเชิงประกอบ พบว่า การเพิ่มกำลังคลื่นไมโครเวฟ ทำให้การเชื่อมโยงสายโซ่ใช้ระยะเวลาสั้นลงและความต้านสูงสุดมีแนวโน้มลดลงต่างจากโมดูลัสแรงดึงและโมดูลัสโค้งงอ

เถ้าลอย (fly ash, pulverized fuel ash, dry ash) เกิดจากกระบวนการเผาไหม้ของถ่านหิน ซึ่งมีอนุภาคเป็นของแข็งอยู่ในแก๊สที่เกิดจากการเผาไหม้และลอยออกมาจากหม้อต้มไอน้ำพร้อมกับก๊าซอื่น ๆ และเถ้าลอยส่วนใหญ่ถูกดักเก็บโดยเครื่องดักจับทางไฟฟ้า (electrostatic precipitator) ในประเทศไทยมีโรงงานที่ใช้ถ่านหินเป็นเชื้อเพลิง และมีศักยภาพในการนำเถ้าลอยไปใช้ได้ เช่น โรงงานในนิคมอุตสาหกรรมจังหวัดระยอง สมุทรสาคร และกาญจนบุรี โรงไฟฟ้าแม่เมาะ จังหวัดลำปาง เป็นต้น ในปีพ.ศ. 2545

โรงไฟฟ้าแม่เมาะผลิตกระแสไฟฟ้าโดยใช้ถ่านหินลิกไนต์เป็นเชื้อเพลิง ซึ่งการผลิตไฟฟ้าจากโรงไฟฟ้า 10 หน่วย มีค่าเท่ากับ 1,725 เมกะวัตต์ เมื่อใช้ถ่านหินลิกไนต์ 12 ล้านตัน/ปี จะทำให้ได้เถ้าลอยแม่เมาะ 2.9 ล้านตัน เถ้าลอยส่วนหนึ่งนำไปใช้ในงานด้านโยธา 1.8 ล้านตัน (วราภรณ์, 2540 และ ชัย และคณะ, 2542) เพื่อผลิตคอนกรีตที่มีน้ำหนักเบาและความแข็งแรงสูง ด้วยสมบัติของเถ้าลอยที่มีราคาถูก น้ำหนักเบา ความแข็งแรงสูง มีความทนทานต่อการกัดกร่อน และมีความสามารถในการนำไปใช้ที่อุณหภูมิ

สูง จึงนำไปสู่การวิจัยและพัฒนาให้ถวัลย์เป็นสารตัวเติมในวัสดุเชิงประกอบ เพื่อใช้ในงานเกี่ยวกับยานยนต์และอุปกรณ์อิเล็กทรอนิกส์ เป็นต้น

งานวิจัยที่ผ่านมาส่วนใหญ่เกี่ยวข้องกับการใช้ถวัลย์เป็นสารตัวเติมในพอลิเมอร์ที่ผ่านการเชื่อมโยงสายโซ่ด้วยความร้อนโดยตรง อาทิ Kishore และคณะ (2002) ศึกษาพฤติกรรมด้านแรงกระทำของวัสดุเชิงประกอบอีพอกซีเรซินกับถวัลย์ชนิดปรับปรุงผิว 10 % โดยปริมาตรด้วยอะซีโตน สารคู่ควบประเภทไซเลนชนิด 3-(triethoxysilyl)-propylamine และด้วยน้ำมันพาราฟิน ซึ่งการปรับปรุงผิวถวัลย์เป็นการลดพลังงานพื้นผิว โดยพบว่าการปรับปรุงผิวถวัลย์ด้วยอะซีโตนและไซเลนมีความสามารถในการยึดเกาะที่สูงขึ้น เนื่องจากพลังงานในการดูดซับและการรับแรงกระทำได้สูง เมื่อเทียบกับวัสดุเชิงประกอบที่เติมถวัลย์ไม่ปรับปรุงผิว และปรับปรุงผิวด้วยน้ำมันพาราฟิน Guhanathan และคณะ (2002) ศึกษาอิทธิพลของความดันตามสภาพแวดล้อมต่างๆ ที่มีผลต่อสมบัติเชิงกลของวัสดุเชิงประกอบพอลิเอสเตอร์ไม่อิ่มตัวกับถวัลย์ที่ปรับปรุงผิวด้วยสารคู่ควบ 2 ชนิด คือ vinyltriethoxysilane (VES) และ aminopropyltrimethoxysilane (AMP) และเมื่อนำวัสดุเชิงประกอบนี้ไปไว้ในสภาพแวดล้อมต่างๆ อาทิ น้ำ น้ำเค็ม น้ำเกลือ กรด สารอัลคาไลน์ และตัวทำละลาย เป็นต้น แล้วทดสอบสมบัติเชิงกล พบว่า ในการใช้สารคู่ควบปรับปรุงผิวถวัลย์ทำให้ความทนทานต่อการกัดกร่อนพวบน้ำ น้ำเค็ม น้ำเกลือ กรด สภาพอากาศ และน้ำแข็งที่ละลายดีขึ้น แต่สำหรับการกัดกร่อนพวกตัวทำละลายและสารอัลคาไลน์ไม่ช่วยให้ความทนทานดีขึ้น สำหรับสารคู่ควบที่ช่วยทำให้ทนทานต่อการกัดกร่อนต่อสภาพแวดล้อมที่ดี คือ AMP ซึ่งมีหมู่อะมิโนที่ช่วยให้เกิดพันธะโควาเลนต์กับพอลิเอสเตอร์ไม่อิ่มตัวได้ดี Guhanathan และคณะ (2001) ศึกษาสมบัติเชิงกลของพอลิเอสเตอร์ไม่อิ่มตัว วัสดุเชิงประกอบพอลิเอสเตอร์ชนิดไม่อิ่มตัวกับถวัลย์ (FA-GPR) และแคลเซียมคาร์บอเนต ( $\text{CaCO}_3$  - GPR) พบว่า การเติมถวัลย์ลงในพอลิเอสเตอร์นั้น ทำให้ความต้านแรงดึงลดลง เนื่องจากมีพลังงานพื้นผิวของถวัลย์ที่ไม่สามารถยึดเกาะกับพอลิเอสเตอร์ได้ แต่เมื่อปรับปรุงพื้นผิวด้วยสารคู่ควบประเภทไซเลนส่งผลต่อสมบัติความต้านแรงดึง ต้านแรงดัด ต้านแรงอัด และต้านแรงกระทำได้ดีขึ้นเมื่อเทียบกับ GPR และ

$\text{CaCO}_3$  GPR เนื่องจากถวัลย์ถูกทำให้มีพลังงานพื้นผิวลดลงและสารคู่ควบสามารถทำให้เกิดพันธะเคมีได้ดีกับถวัลย์และพอลิเอสเตอร์ ซึ่งพันธะเคมีที่เกิดขึ้นเป็นสายโซ่โมเลกุลที่เชื่อมระหว่างสารอินทรีย์กับสารอินทรีย์ ขณะที่มอดูลัสแรงดึงและมอดูลัสโค้งงอลดลงเมื่อเทียบกับ GPR และ  $\text{CaCO}_3$  - GPR Sen และคณะ (2000) ศึกษาปริมาณและการปรับปรุงผิวของถวัลย์ที่มีผลต่อสมบัติเชิงกลและเวลาทรงรูปของวัสดุเชิงประกอบของถวัลย์กับพอลิเอสเตอร์ไม่อิ่มตัว พบว่า การเติมถวัลย์ลงในพอลิเอสเตอร์ไม่อิ่มตัวนั้นทำให้อัตราการเกิดปฏิกิริยาในการทำให้คงรูปช้าลง เนื่องจากความหนืดของวัสดุเชิงประกอบสูงขึ้นและการใช้สารคู่ควบ (coupling agent) ช่วยทำให้เวลาการคงรูปลดลงบ้างเล็กน้อย เนื่องจากผลของการปรับปรุงผิวของถวัลย์ทำให้ปฏิกิริยาในระหว่างการคงรูปเร็วขึ้น นอกจากนี้ความหนืดของวัสดุเชิงประกอบที่ยังไม่คงรูปพบว่า เมื่อเติมถวัลย์มากขึ้นส่งผลให้ความหนืดเพิ่มสูงขึ้นและการใช้สารคู่ควบช่วยปรับปรุงผิวทำให้ความหนืดลดลงลดการเกาะกันเป็นกลุ่มของถวัลย์ และช่วยในการกระจายตัวของพอลิเอสเตอร์ไม่อิ่มตัวได้ดีด้วย สำหรับสมบัติเชิงกลเมื่อเติมถวัลย์ปริมาณมากขึ้น ส่งผลให้ค่าความต้านแรงดึงลดต่ำลงเนื่องจากอนุภาคของถวัลย์มีความละเอียดมากเกินไป ทำให้การกระจายตัวถวัลย์ต่ำและมีการเกาะกลุ่มกันเองของอนุภาคถวัลย์ แต่เมื่อปรับปรุงผิวถวัลย์จะช่วยให้ค่าความต้านแรงดึงสูงขึ้น Thongsang และ Sombatsompop (2006) ทำการศึกษาสมบัติเชิงกลของวัสดุเชิงประกอบยางธรรมชาติกับถวัลย์ชนิดไม่ปรับปรุงผิวและปรับปรุงผิวด้วย bis-(3-triethoxysilylpropyl) tetrasulfane (Si69) ซึ่งปริมาณสารคู่ควบที่เหมาะสม คือ 2.0-4.0%wt

การเชื่อมโยงสายโซ่ของเทอร์โมเซตปกติต้องนำเข้าสู่ความร้อนโดยตรง เพื่อกระตุ้นการทำปฏิกิริยาภายในโมเลกุล ซึ่งเป็นการให้ความร้อนโดยตรงจากแหล่งจ่ายความร้อน (heater) ไปสู่เรซิน ในกระบวนการผลิตของเทอร์โมเซตที่ได้รับความร้อนโดยตรง (conventional thermal curing) มักประสบปัญหาได้แก่ ระยะเวลาในกระบวนการผลิตนาน และความแตกต่างของอุณหภูมิสูง (temperature gradients) เป็นต้น (Zhou *et al.*, 2003) คลื่นไมโครเวฟจัดเป็นแหล่งพลังงานทางเลือกใหม่ที่มีประสิทธิภาพในการเชื่อมโยงสายโซ่ของเทอร์โมเซต เนื่องจากใช้ระยะเวลาสั้น

ในการเชื่อมโยงสายโซ่ การเชื่อมโยงสายโซ่มีประสิทธิภาพ และสามารถปรับปรุงสมบัติเชิงกลได้ (Prasad and Hsu, 2004) ดังนั้น ในงานวิจัยนี้ จึงศึกษาอิทธิพลของการปรับปรุงผิวเถ้าลอยด้วยไซเลน ระบบการเชื่อมโยงสายโซ่และกำลังคลื่นไมโครเวฟที่มีผลต่อสมบัติเชิงกลและสมบัติทางสัญญาณวิทยาของวัสดุเชิงประกอบอีพอกซีกับเถ้าลอยปริมาณเถ้าลอย 20 และ 80 phr

### วิธีการทดลอง

#### 1. วัตถุดิบ

##### 1.1 อีพอกซีเรซิน (epoxyresin) และสารเชื่อมโยง (hardener)

สารที่ใช้ในงานวิจัยนี้ จัดเป็นอีพอกซีเรซินชนิด Diglycidyl ether of bisphenol-A (DGEBA) และ Iso-phorone diamine เป็นสารเชื่อมโยงของบริษัท I-Chem จำกัด (ประเทศไทย) สัดส่วนโดยน้ำหนักของ อีพอกซีเรซิน ต่อสารเชื่อมโยงที่เหมาะสมคือ 100:60 อีพอกซีเรซิน และสารเชื่อมโยงที่ใช้มีสูตรโครงสร้างดัง Table 1

##### 1.2 เถ้าลอย (fly ash, FA)

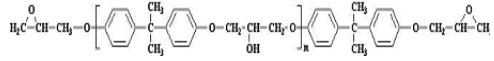
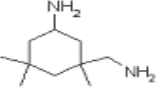
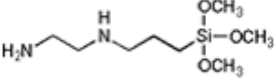
เถ้าลอยที่ใช้ในงานวิจัยนี้ เป็นเถ้าลอยที่เกิดจากกระบวนการเผาไหม้ของถ่านหินลิกไนต์ จากโรงไฟฟ้าแม่เมาะ จังหวัดลำปาง ดำเนินการแยกขนาดของเถ้าลอยด้วยตะแกรงร่อนเบอร์ 325 ความถี่จำเพาะเท่ากับ 2.650 และค่า pH = 10.4 จากงานวิจัยของ Sombatsompop และคณะ (2004) ทำการตรวจสอบคุณลักษณะของเถ้าลอยโดยดูรูปร่างด้วยเครื่องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning Electron Microscope: SEM) และส่วนประกอบของเถ้าลอยโดยใช้เทคนิค X-ray fluorescence ดัง Figure 1 และ Table 2 ตามลำดับ ในงานวิจัยนี้ เลือกเถ้าลอยที่ปริมาณ 20 และ 80 phr ลงในอีพอกซีเรซิน ซึ่งเป็นการเติมเถ้าลอยที่ปริมาณต่ำและสูง ตามลำดับ

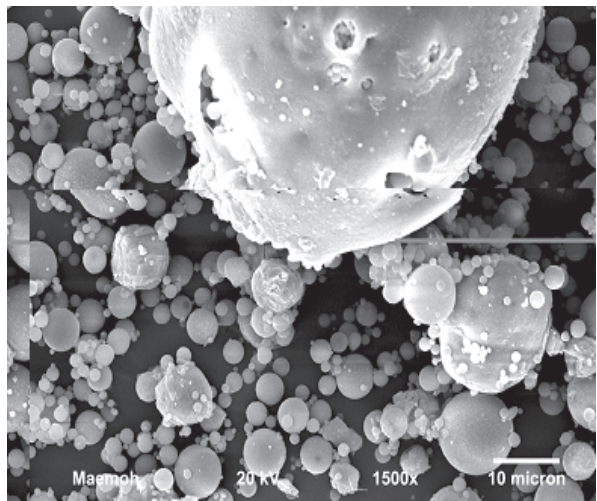
##### 1.3 สารอะมิโนไซเลน (aminosilane)

ในงานวิจัยนี้ สารคู่ควมที่ใช้ คือ N-2(aminoethyl)-3-aminopropyltrimethoxysilane (KBM603) ของบริษัท Shin-Etsu Chemical จำกัด (ประเทศญี่ปุ่น) น้ำหนักโมเลกุลเฉลี่ยเท่ากับ 222.4 มีสูตรโครงสร้างดัง Table 1 สำหรับงานวิจัยนี้ทำการปรับเปลี่ยนปริมาณสารคู่ควมตั้งแต่ 0.0 ถึง

1.5% โดยน้ำหนักของเถ้าลอย

**Table 1. The chemical structures and descriptions of the epoxy, isophorone diamine and KBM603.**

Chemical description	Chemical structure
DGEBA	
isophorone diamine	
KBM603	



**Figure1. SEM micrographs of the fly ash particles.**

#### 2. การปรับปรุงผิวเถ้าลอย

การปรับปรุงผิวเถ้าลอยด้วย N-2(aminoethyl)-3-aminopropyltrimethoxysilane โดยทำการปรับเปลี่ยนปริมาณ KBM603 ที่ 0.0, 0.5, 1.0 และ 1.5% โดยน้ำหนักของเถ้าลอย โดยมีกระบวนการปรับปรุงผิวดังนี้

2.1 นำเถ้าลอยอบไล่ความชื้นในตู้อบความร้อนโดยตรง ณ อุณหภูมิ 80°C เป็นเวลา 24 ชั่วโมง

**Table 2. The chemical compositions of the fly ash particles.**

Chemicals	Content (%)
Silica	46.25
Alumina	26.43
Iron oxide	10.71
Calcium oxide	7.61
Magnesium oxide	2.21
Sodium oxide	1.11
Potassium oxide	3.07
Sulfur dioxide	1.85

2.2 เตรียมสารละลาย KBM603 ความเข้มข้น 1% โดยน้ำหนักเตรียมโดยการหยด KBM603 ลงในน้ำที่ผ่านกระบวนการดีไอออไนเซชัน (deionised water) กวนสารละลายด้วยแท่งกวนแบบแม่เหล็ก (magnetic stirrer) เป็นเวลา 30 นาที เพื่อให้เกิดไฮโดรไลซิส (hydrolysis reaction)

2.3 นำถ้ำล่อยใส่ลงในสารละลายที่เตรียมได้ หลังจากนั้นนำมาอบที่อุณหภูมิ 100°C เป็นเวลา 24 ชั่วโมง

### 3. การผสมและขึ้นรูปชิ้นงานทดสอบ

ผสมอีพอกซีเรซินกับสารเชื่อมโยงด้วยเครื่องกวน (stirring machine) โดยอีพอกซีเรซิน 100 ส่วนและสารเชื่อมโยง 60 ส่วน ค่อยๆเติมถ้ำล่อยตามปริมาณที่กำหนดลงไปของผสม เพื่อหลีกเลี่ยงฟองอากาศที่เกิดขึ้นระหว่างการกวนผสม เป็นเวลา 20 นาที หลังจากนั้นไล่ความชื้นในระบบสุญญากาศ ณ อุณหภูมิห้อง ด้วยเตาอบสุญญากาศเป็นเวลา 15 นาที เทของผสมลงในแม่พิมพ์โลหะขนาด 160×160×3 ลบ.เมตร จนเต็ม แล้วนำไปเชื่อมโยงสายโซ่ด้วยความร้อนโดยตรง (conventional thermal curing, CV) ในตู้อบความร้อน ในกรณีของการเชื่อมโยงสายโซ่ด้วยคลื่นไมโครเวฟ (microwave curing, MW) เทของผสมลงในแม่พิมพ์เทฟลอนขนาด 160×30×3 ลบ.เมตร จนเต็มแล้วจึงนำไปเชื่อมโยงสายโซ่ด้วยคลื่นไมโครเวฟในตู้อบไมโครเวฟความถี่ 2.45 GHz (Sharp Model: R-212, ประเทศไทย) ที่กำลังคลื่นไมโครเวฟ 80 240 และ 400 วัตต์ ซึ่งหากใช้กำลังคลื่นไมโครเวฟที่สูงกว่านี้ (กำลังคลื่น

ไมโครเวฟ 540 และ 800 วัตต์) ส่งผลให้อีพอกซีเรซินมีสีเหลืองจนถึงน้ำตาลเข้ม (กรณีที่กำลังคลื่นไมโครเวฟสูงมากเกินไป) เนื่องมาจากการสลายตัวด้วยความร้อนของอีพอกซีเรซินการกำหนดอุณหภูมิและเวลาที่เหมาะสมในการเชื่อมโยงสายโซ่ด้วยความร้อนโดยตรงและไมโครเวฟสามารถหาได้โดยการทดสอบด้วยเทคนิค Differential scanning calorimetry (DSC)

### 4. การทดสอบสมบัติ

#### 4.1 การกำหนดอุณหภูมิและเวลาที่เหมาะสมในการเชื่อมโยงสายโซ่ด้วยความร้อนโดยตรงและคลื่นไมโครเวฟด้วยเทคนิค Differential Scanning Calorimetry (DSC)

งานวิจัยนี้กำหนดอุณหภูมิและเวลาในการเชื่อมโยงสายโซ่ด้วยเทคนิค Differential Scanning Calorimetry (Pyris1 DSC, Perkin-Elmer, สหรัฐอเมริกา) เพื่อหาเปอร์เซ็นต์การเชื่อมโยงสายโซ่ (percentage cure) ของการเชื่อมโยงสายโซ่ด้วยความร้อนโดยตรงนำของผสมอีพอกซีเรซินและสารเชื่อมโยงใส่ลงในจานอะลูมิเนียมให้มีน้ำหนัก 3 มก. เพื่อหาพลังงานความร้อนทั้งหมดของอีพอกซีเรซินที่ไม่ผ่านการเชื่อมโยงสายโซ่ โดยดำเนินการให้ความร้อนตั้งแต่ 25 ถึง 200°C ด้วยอัตราความร้อน 10°C/min จากงานวิจัยของ Boey และคณะ (Boey *et al.*, 1999) กล่าวว่า การกำหนดอุณหภูมิในการเชื่อมโยงสายโซ่ที่เหมาะสม (optimal cure temperature) ควรอยู่ระหว่างอุณหภูมิที่ต่ำกว่าอุณหภูมิเริ่มเกิดปฏิกิริยา ( $T_g$ ) 10°C ถึงจุดกึ่งกลางระหว่างอุณหภูมิเริ่มเกิดปฏิกิริยากับอุณหภูมิสูงสุดที่เกิดปฏิกิริยา ( $T_p$ ) สำหรับเวลาการเชื่อมโยงสายโซ่ (cure time) ของการเชื่อมโยงสายโซ่ด้วยความร้อนโดยตรงและคลื่นไมโครเวฟสามารถหาโดยการนำอีพอกซีเรซินที่ผ่านการเชื่อมโยงสายโซ่บางส่วน ณ เวลาใดๆ มาหาค่าพลังงานความร้อนที่เหลือ ที่ทำให้เกิดการเชื่อมโยงสายโซ่อย่างสมบูรณ์ โดยหาพลังงานความร้อนที่เหลือ ด้วยการเพิ่มอุณหภูมิจาก 25 จนถึง 200°C เพื่อหาเปอร์เซ็นต์การเชื่อมโยงสายโซ่ของอีพอกซีเรซินและสารเชื่อมโยงจากสมการที่ 1

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

เมื่อ  $\Delta H_{Rxn}$  คือ พลังงานความร้อนทั้งหมดของอีพอกซีเรซินที่ไม่ผ่านการเชื่อมโยงสายโซ่

$\Delta H_r$  คือ พลังงานความร้อนที่เหลือของอีพอกซีเรซินที่ผ่านการเชื่อมโยงสายโซ่ไปบางส่วน ณ เวลาใดๆ

#### 4.2 การทดสอบสมบัติเชิงกลด้านการต้านแรงดึง

ในการทดสอบสมบัติการต้านแรงดึง ทดสอบตามมาตรฐาน ASTM D638 (1990) ด้วยเครื่อง SHIMADZU รุ่น Autograph AG-1 (Japan) โดย load cell ที่ใช้นั้นมีขนาด 5 กิโลนิวตัน ความเร็วในการดึง 50 มม./นาที ซึ่งมีการควบคุมอุณหภูมิที่ใช้ในการทดสอบที่อุณหภูมิ 25°C

#### 4.3 การทดสอบสมบัติเชิงกลด้านการต้านการโค้งงอ

ในการทดสอบสมบัติการต้านการโค้งงอ ตามมาตรฐาน ASTM D790 (1990) ด้วยเครื่อง SHIMADZU รุ่น Autograph AG-I (Japan) โดยแรงกด Load cell 5 กิโลนิวตัน ระยะห่างระหว่างฐานรองรับ (support span) 50 มม. ความเร็วในการกด 1.3 มม./นาที ซึ่งมีการควบคุมอุณหภูมิที่ใช้ในการทดสอบที่อุณหภูมิ 25°C

#### 4.4 การทดสอบสมบัติเชิงกลด้านการต้านแรงกระแทก

ในการทดสอบสมบัติการต้านแรงกระแทก ชนิด Izod แบบไม่มีรอยบาก (unnotch) ชิ้นงานลักษณะแท่งสี่เหลี่ยมขนาด 10×50×3 ลบ.เมตร ด้วยเครื่องทดสอบความต้านแรงกระแทก Yasuda Imopact Tester รุ่น 258 ของบริษัท YASUDA Seiki Seisakusho LTD. Nishinomiya ประเทศญี่ปุ่น โดยใช้ตัวเหวี่ยง (pendulum) ที่มีขนาด 4 จูล

#### 4.5 การทดสอบสมบัติเชิงกลด้านการต้านแรงกระแทก อิเล็กตรอนแบบส่องกราด

สำหรับการตรวจสอบสัณฐานวิทยานั้น เป็นการศึกษารายละเอียดของแก้วลอย และการยึดเกาะระหว่างเฟส เพื่อประกอบการอธิบายผลของสมบัติเชิงกลที่เกิดขึ้น โดยตรวจสอบด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดของบริษัท JEOL จำกัด รุ่น JSM-5800 Scanning Microscope ด้วยกระแสไฟฟ้า 20 กิโลโวลต์

#### ผลการทดลองและการวิเคราะห์ผล

เวลาและเปอร์เซ็นต์ในการเชื่อมโยงสายโซ่ของอีพอกซีเรซิน ณ อุณหภูมิการเชื่อมโยงสายโซ่คงที่ที่ 50 60 และ 70°C แสดงใน Table 3 พบว่า อุณหภูมิในการเชื่อมโยงสายโซ่คงที่ที่ 50 60 และ 70°C

ไม่มีผลต่อระยะเวลาในการเชื่อมโยงสายโซ่ และเปอร์เซ็นต์การเชื่อมโยงสายโซ่โดยอุณหภูมิในการเชื่อมโยงสายโซ่คงที่ที่ 50 60 และ 70°C มีระยะเวลาในการเชื่อมโยงสายโซ่เท่ากันคือ 80 นาที ดังนั้น สภาวะที่เหมาะสมในการเชื่อมโยงสายโซ่ของวัสดุเชิงประกอบอีพอกซีเรซินกับแก้วลอยคือ อุณหภูมิการเชื่อมโยงสายโซ่ 70°C เป็นเวลา 80 นาที เนื่องจากที่อุณหภูมิการเชื่อมโยงสายโซ่สูง มีอัตราเร็วในการเชื่อมโยงสายโซ่เร็ว (Boey *et al.*, 1999)

เวลาและเปอร์เซ็นต์ในการเชื่อมโยงสายโซ่ของอีพอกซีเรซินที่กำลังคลื่นไมโครเวฟ 80 240 และ 400 วัตต์ แสดงใน Table 4 พบว่า เมื่อกำลังคลื่นไมโครเวฟสูงขึ้น ส่งผลให้ระยะเวลาในการเชื่อมโยงสายโซ่มีแนวโน้มลดลง เนื่องจากกำลังคลื่นไมโครเวฟที่สูงขึ้นสามารถกระตุ้นหมู่ฟังก์ชันที่มีขั้วให้เกิดการเคลื่อนที่เสียดสีหรือสั่นได้มากกว่า ซึ่งเมื่อเกิดการเสียดสีกันภายในโมเลกุลจึงเกิดความร้อนเป็นผลให้วัสดุสามารถทำปฏิกิริยาการเชื่อมโยงพันธะกันได้เร็วขึ้น นอกจากนี้ เปอร์เซ็นต์การเชื่อมโยงสายโซ่มีค่าเพิ่มขึ้น ตามกำลังคลื่นไมโครเวฟที่สูงขึ้นด้วย แต่อย่างไรก็ตาม กำลังคลื่นไมโครเวฟที่สูงเกินไปอาจมีฟองอากาศภายในชิ้นงาน เพราะระยะเวลาในการเชื่อมโยงสายโซ่เร็วเกินไป ซึ่ง

**Table 3. The percentage cures of the composites from the conventional thermal curing system using differential scanning calorimeter (DSC).**

Conventional thermal curing (°C)	Cure time (min)	Percentage cure (%)
50	80	99.4
60	80	99.8
70	80	99.9

**Table 4. The percentage cures of the composites from the microwave curing system using differential scanning calorimeter (DSC).**

Microwave curing (Watt)	Cure time (min)	Percentage cure (%)
80	60	95.9
240	18	96.8
400	12	98.1

ฟองอากาศนี้เกิดจากความชื้นและรอยต่อระหว่างเฟสเถ้าลอยและเมตริกซ์ ไม่สามารถแพร่เข้าสู่บริเวณผิวของชิ้นงานได้เนื่องจากความหนืดที่เพิ่มขึ้นอย่างรวดเร็วจากการทำปฏิกิริยาเชื่อมโยงสายโซ่ระหว่างอีพอกซีเรซินกับสารเชื่อมโยง ดังนั้น จึงเลือกกำลังคลื่นไมโครเวฟ 240 วัตต์ เป็นเวลา 18 นาที ในการเชื่อมโยงสายโซ่ของวัสดุเชิงประกอบอีพอกซีเรซินกับเถ้าลอยชนิดปรับปรุงผิวด้วยไซเลนที่ปริมาณต่างๆ

ความสัมพันธ์ระหว่างมอดุลัสแรงดึงกับความเข้มข้น (KBM603) ที่ปริมาณเถ้าลอย 20 และ 80 phr แสดงใน Figure 2 สามารถพิจารณาออกเป็น 2 ช่วง ในช่วงแรกมอดุลัสแรงดึงมีแนวโน้มที่เพิ่มขึ้น เมื่อปรับปรุงผิวเถ้าลอยด้วยไซเลนความเข้มข้น 0.5 % โดยน้ำหนักของเถ้าลอย สาเหตุที่ทำให้ในช่วงแรกค่ามอดุลัสแรงดึงสูงขึ้น เนื่องจากความเข้มข้นของไซเลนต่างๆ เกิดมอนอเมอร์ริไซเลนนอลปริมาณสูง ซึ่งหมู่ไฮดรอกซิล (-OH) ของไซเลนนอลเข้าทำปฏิกิริยากับหมู่ไฮดรอกซิลบนผิวของเถ้าลอยเกิดพันธะโควาเลนต์ยึดเกาะระหว่างเฟส (interfacial covalent bonds) ส่วนหมู่เอมีน (-NH<sub>2</sub>) ของไซเลนเข้าทำปฏิกิริยากับออกซิเจนอะตอมของวงแหวนอีพอกไซด์ เป็นเหตุให้วัสดุเชิงประกอบสามารถรับแรงกระทำได้มากขึ้น (Abel *et al.*, 2006) (Figure 3) ต่อมาเมื่อพิจารณาช่วงที่ 2 พบว่ามอดุลัสแรงดึงลดลงแล้วคงที่ เมื่อปรับปรุงผิวเถ้าลอยด้วยไซเลนความเข้มข้นมากกว่า 0.5 % โดยน้ำหนักของเถ้าลอย สาเหตุที่เป็นเช่นนั้น เนื่องจากปฏิกิริยาควบแน่นกันเอง (self-condensation) ของไซเลน ซึ่งคาดว่า พอลิไซลอคเซนที่เกิดขึ้นบริเวณผิวเถ้าลอย ทำหน้าที่ขัดขวางการแพร่ของอีพอกซีเรซินที่เข้าไปทำปฏิกิริยากับหมู่เอมีนของไซเลน ซึ่งสอดคล้องกับงานวิจัยของ Culler และคณะ (1986) ที่ได้ศึกษาปฏิกิริยาของ  $\gamma$ -aminopropyltriethyloxysilane ( $\gamma$ -APS) กับอีพอกซีเรซินด้วยเทคนิค FT-IR พบว่า ความว่องไวของการเกิดปฏิกิริยาระหว่าง  $\gamma$ -APS กับอีพอกซีขึ้นอยู่กับปริมาณการเกิดปฏิกิริยาควบแน่นของไซเลน โดยความว่องไวของการเกิดปฏิกิริยาระหว่าง  $\gamma$ -APS กับอีพอกซีลดลง เมื่อเกิดปฏิกิริยาควบแน่นของไซเลนมากขึ้น จึงมีพอลิไซลอคเซนไปขัดขวาง เป็นผลให้การแพร่ของอีพอกซีไปสู่ไซเลนลดลง สำหรับการเปรียบเทียบเชื่อมโยงสายโซ่ด้วยความร้อนโดยตรงและการใช้คลื่นไมโครเวฟ พบว่า การเชื่อมโยงสายโซ่ด้วยคลื่นไมโครเวฟมีค่ามอดุลัสแรงดึงต่ำกว่าการเชื่อมโยงสายโซ่ด้วยการให้ความร้อนโดยตรง

สันนิษฐานว่าเกิดจากการเชื่อมโยงสายโซ่ด้วยคลื่นไมโครเวฟมีเปอร์เซ็นต์การเชื่อมโยงสายโซ่ต่ำกว่าการเชื่อมโยงสายโซ่ด้วยการให้ความร้อนโดยตรงดังแสดงใน Table 3 และ 4

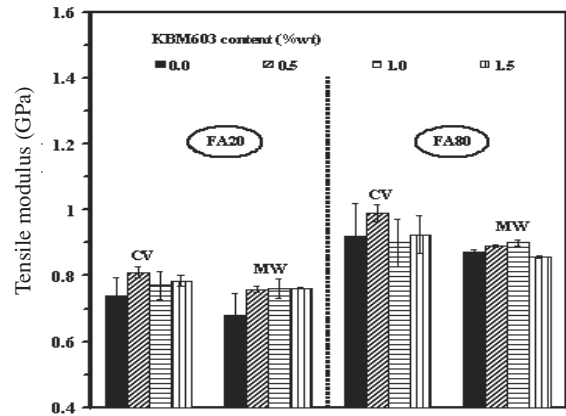


Figure 2. Tensile modulus of the fly ash/epoxy composites with 20 and 80 phr fly ash for conventional (CV) and microwave (MW) cures at different KBM603 contents.

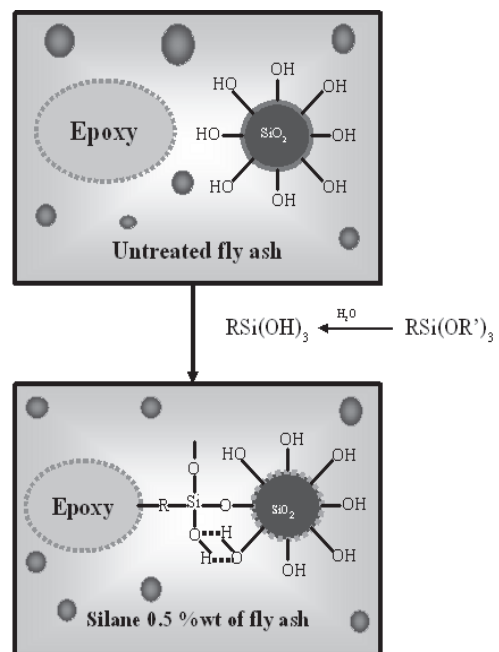


Figure 3. A model of the treated fly ash/epoxy composites using KBM603 concentration 0.5 wt% of the fly ash.

ความสัมพันธ์ระหว่างความต้านแรงดึงกับความเข้มข้นของ KBM603 ที่ปริมาณเถ้าลอย 20 และ 80 phr แสดงใน Figure 4 โดยสมบัติด้านความต้านแรงดึงมีลักษณะเช่นเดียวกับผลของค่ามอดุลัสแรงดึง นั่นคือ ค่าความต้านแรงดึงเพิ่มขึ้นที่ความเข้มข้นไซเลน 0.5 % โดยน้ำหนักของเถ้าลอย เป็นเพราะไซเลนเข้าไปทำปฏิกิริยากับอีพอกซีและอนุภาคเถ้าลอย ทำให้เกิดทำให้เกิดพันธะระหว่างเฟสที่แข็งแรงขึ้น แต่เมื่อความเข้มข้นไซเลนมากขึ้น (มากกว่า 0.5 % โดยน้ำหนักของเถ้าลอย) ค่าความต้านแรงดึงลดลงแล้วครั้งที่ โดยพฤติกรรมเช่นนี้ พบในค่าความต้านการโค้งงอแสดงใน Figure 5 ในส่วนของค่าความต้านแรงกระแทกดัง Figure 6 เห็นว่า วัสดุเชิงประกอบอีพอกซีเรซินที่ปริมาณเถ้าลอย 20 และ 80 phr ที่ผ่านการเชื่อมโยงสายโซ่ด้วยการให้ความร้อนโดยตรงมีค่าความต้านแรงกระแทกเพิ่มขึ้น ที่ความเข้มข้นไซเลน 0.5% โดยน้ำหนักของเถ้าลอย จากนั้นลดลงแล้วครั้งที่ที่ความเข้มข้นสูงกว่า 0.5% โดยน้ำหนักของเถ้าลอย ต่างกับการใช้คลื่นไมโครเวฟที่ค่าความต้านแรงกระแทกมีแนวโน้มลดลง พฤติกรรมการลดลงของค่าความต้านทานแรงกระแทกนี้เป็นเพราะพอลิไซลอคเซนที่เกิดขึ้นขัดขวางการแพร่ของอีพอกซีเรซินที่เข้าทำปฏิกิริยากับหมู่เอมีนของไซเลนดังได้กล่าวมาแล้วในข้างต้น ซึ่งสามารถเห็นได้ชัดเจนจาก Figure 7

แสดงโครงสร้างทางจุลภาคของการแตกหักชิ้นงานที่ผ่านการทดสอบความต้านแรงกระแทกของวัสดุเชิงประกอบอีพอกซีกับเถ้าลอยที่ปริมาณ 20 phr ชนิดปรับปรุงผิวที่ความเข้มข้นไซเลน 0.0 0.5 1.0 และ 1.5% โดยน้ำหนักของเถ้าลอย ที่ผ่านการเชื่อมโยงสายโซ่โดยการใช้ความร้อนพบว่า เถ้าลอยชนิดไม่ปรับปรุงผิว ปรากฏช่องว่างระหว่างเฟสเถ้าลอยกับอีพอกซี (Figure 7 (a)) ซึ่งช่องว่างระหว่าง

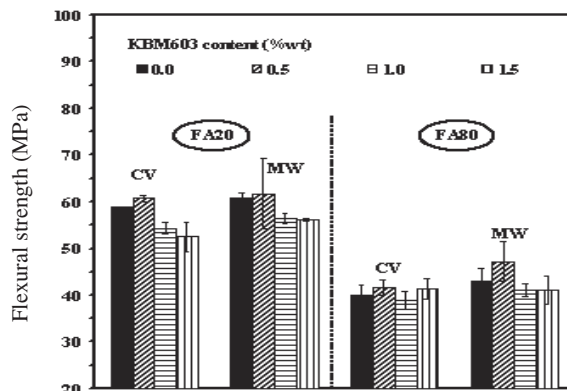


Figure 5. Effect of KBM603 content on flexural strength for conventional (CV) and microwave (MW) cured fly ash/epoxy composites with 20 and 80 phr fly ash.

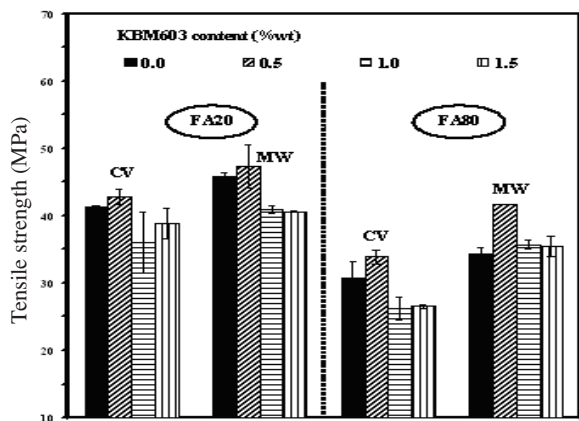


Figure 4. Effect of KBM603 content on tensile strength for conventional (CV) and microwave (MW) cured fly ash/epoxy composites with 20 and 80 phr fly ash.

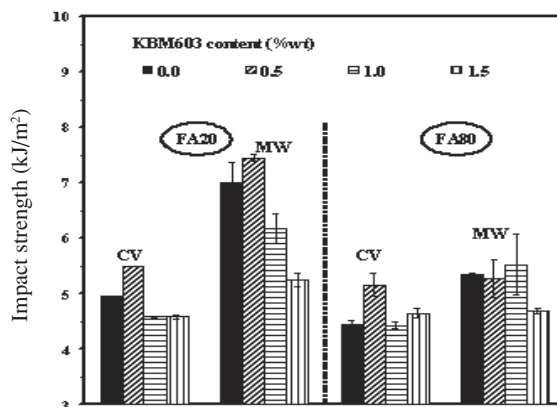


Figure 6. Impact strength of the fly ash/epoxy composites with 20 and 80 phr fly ash for conventional (CV) and microwave (MW) cures at different KBM603 contents.



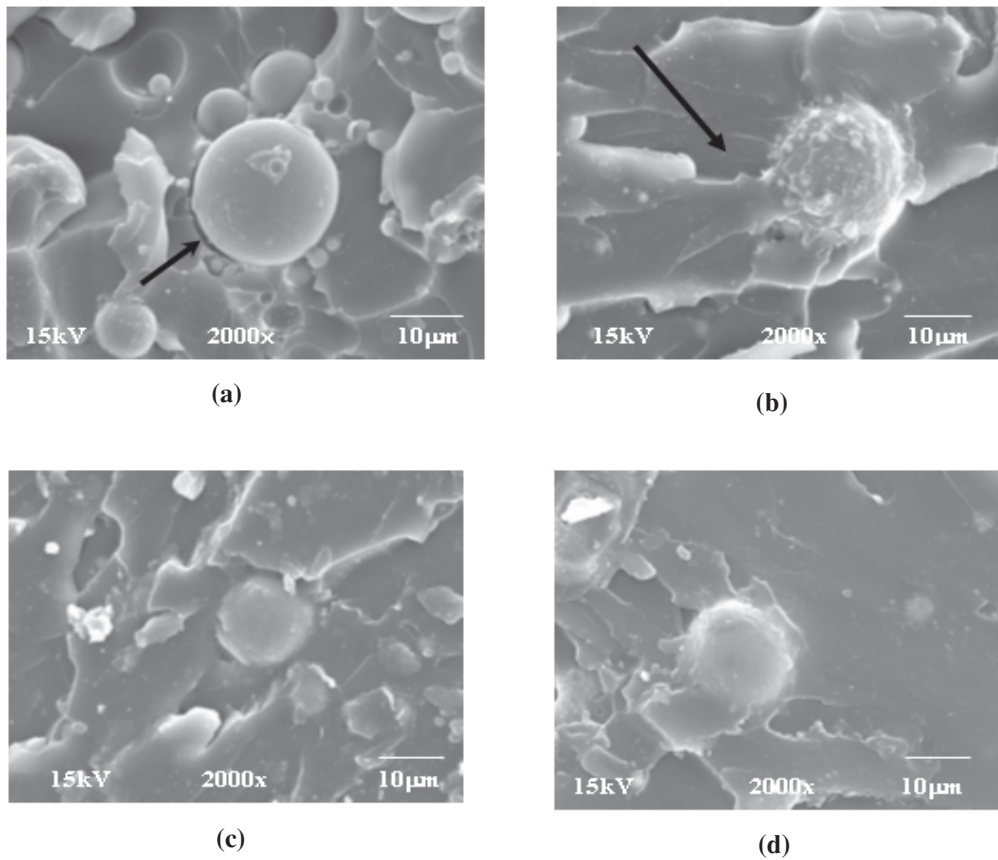


Figure 7. SEM micrographs of the conventional cured fly ash/epoxy composites with 20 phr fly ash (2000 magnification): KBM603 contents at (a) 0.0 wt%, (b) 0.5 wt%, (c) 1.0 wt%, and (d) 1.5 wt%.

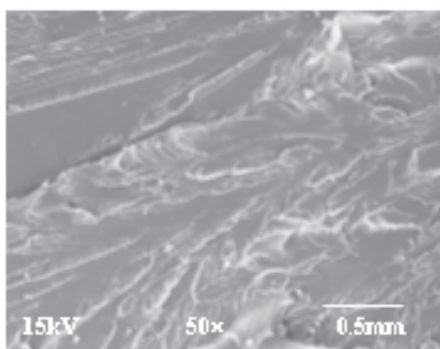
เฟสนี้ เป็นเหตุให้การส่งผ่านแรงเป็นไปได้ยากต่างจากการปรับปรุงผิวเถ้าลอยที่ความเข้มข้นไซเลน 0.5 % โดยน้ำหนักของเถ้าลอย พบว่ารอบอนุภาคเถ้าลอยมีเส้นการยืดตัว (elongated line) (ตามลูกศรชี้ดัง Figure 7 (b)) ซึ่งแสดงให้เห็นว่าแรงที่มากระทำส่วนหนึ่งถูกแบ่งไปที่รอยต่อระหว่างเฟสของเถ้าลอยและอีพอกซีเรซินต่างกับที่ความเข้มข้นไซเลนสูงกว่า 0.5% โดยน้ำหนักของเถ้าลอย Figure 7 (c) และ (d) ไม่พบเส้นการยืดตัว หมายความว่า แรงที่มากระทำไม่สามารถส่งผ่านไปได้อีก เนื่องจากเฟสพอลิไซลอคเซนที่แทรกอยู่เป็นชั้นๆระหว่างอนุภาคเถ้าลอยกับอีพอกซีเรซินขัดขวางเมื่อพิจารณาอิทธิพลของระบบการเชื่อมโยงสายโซ่ พบว่าความต้านแรงดึง ความต้านการโค้งงอและความต้านแรงกระทำของการเชื่อมโยงสายโซ่ด้วยการใช้คลีนไมโครเวฟ

มีค่าสูงกว่าการเชื่อมโยงสายโซ่โดยการให้ความร้อนโดยตรง น่าจะเป็นเพราะปฏิกิริยาการเกิดการเชื่อมโยงสายโซ่ที่แตกต่างกัน การเชื่อมโยงสายโซ่ด้วยความร้อนโดยตรง อาศัยหลักการถ่ายเททางความร้อน โดยการนำและการพาความร้อนเข้าสู่ภายในโมเลกุล เพื่อกระตุ้นหมู่ปลายสายโซ่ให้สามารถทำปฏิกิริยาได้ (Prasad and Hsu, 2004) ต่างไปจากการเชื่อมโยงสายโซ่ด้วยคลื่นไมโครเวฟ ที่อาศัยทั้งกลไกการเกิดโพลาไรเซชัน (polarization) และการนำความร้อน ดังนั้น ทำให้การเชื่อมโยงสายโซ่ด้วยความร้อนโดยตรงมีความแตกต่างของอุณหภูมิ (temperature gradient) สูงต่างกับการเชื่อมโยงสายโซ่ด้วย คลื่นไมโครเวฟที่อุณหภูมิ เป็นแบบเดียวกันทั้งหมด (uniformed temperature) การเชื่อมโยงสายโซ่จึงมีความสม่ำเสมอ เมื่อมีอุณหภูมิแบบเดียวกัน

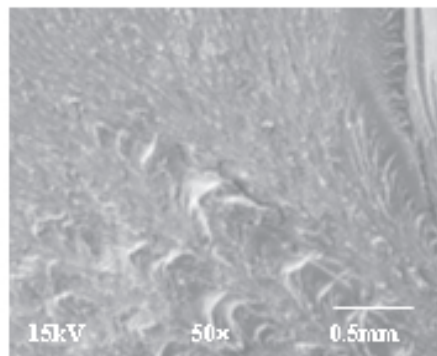
ตลอดชิ้นงาน ส่งผลให้ค่าความต้านแรงดึง ความต้านโค้งงอ และความต้านแรงกระแทกของการเชื่อมโยงสายโซ่ด้วยคลีนไมโครเวฟสูงกว่าการใช้ความร้อนโดยตรงเห็นได้ชัด เจนจาก Figure 8 แสดงโครงสร้างจุลภาคของการแตกหักชิ้นงานอีพอกซีเรซินไม่เติมเถ้าลอย ที่ผ่านการทดสอบความต้านแรงกระแทก เห็นว่า เมตริกซ์ที่ผ่านการเชื่อมโยงสายโซ่ด้วยคลีนไมโครเวฟมีพฤติกรรมการแตกหักเป็นแบบเปราะน้อยกว่าการเชื่อมโยงสายโซ่ด้วยความร้อน โดยเมตริกซ์ที่เชื่อมโยงสายโซ่ด้วยความร้อนโดยตรง มีผิวแตกหักที่ค่อนข้างเรียบ เมื่อเทียบกับการเชื่อมโยงสายโซ่ด้วยคลีนไมโครเวฟ

เมื่อพิจารณา Figure 9 แสดงความสัมพันธ์ระหว่าง

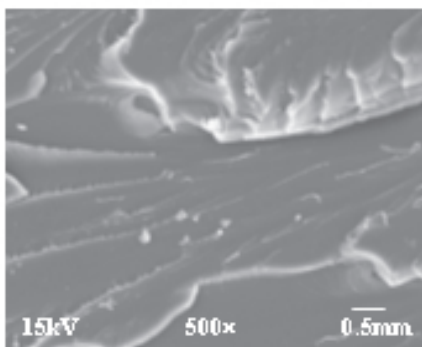
เปอร์เซ็นต์ในการยึดตัวจากแรงดึง ณ จุดขาดกับความเข้มข้น KBM603 ที่ปริมาณเถ้าลอย 20 และ 80 phr พบว่าวัสดุเชิงประกอบอีพอกซีเรซินที่เถ้าลอยปริมาณ 20 phr เมื่อปรับปรุงผิวเถ้าลอยด้วยไซเลนความเข้มข้น 0.5% โดยน้ำหนักของเถ้าลอย มีเปอร์เซ็นต์ในการยึดตัวจากแรงดึง ณ จุดขาดมีค่าสูงขึ้นจากนั้นคงที่ที่ความเข้มข้นไซเลนมากกว่า 0.5 % โดยน้ำหนักของเถ้าลอย ทั้งนี้เนื่องจากโมเลกุลของพอลิไซลอคเซนที่เกิดจากปฏิกิริยาควบแน่นของไซเลน ขัดขวางการแพร่ของอีพอกซีเรซินไปสู่หมู่เอมีนของไซเลนซึ่งต่างจากวัสดุเชิงประกอบอีพอกซีเรซิน ที่เถ้าลอยปริมาณ 80 phr ที่เปอร์เซ็นต์ในการยึดตัวจากแรงดึง ณ จุดขาดมีค่าคงที่ตลอดความเข้มข้นไซเลนที่เพิ่มขึ้น สาเหตุที่เป็นเช่นนี้



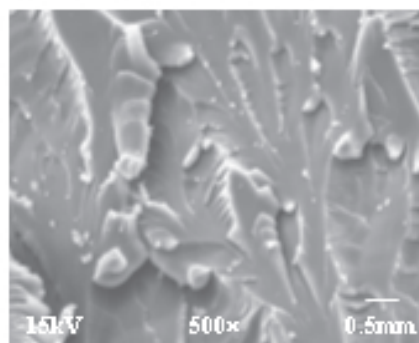
(a)



(c)



(b)



(d)

**Figure 8. SEM micrographs of the conventional and microwave cured epoxy resin (50 and 500 magnification): (a) Conventional curing (×50), (b) Conventional curing (×500), (c) Microwave curing (×50), and (d) Microwave curing (×500).**

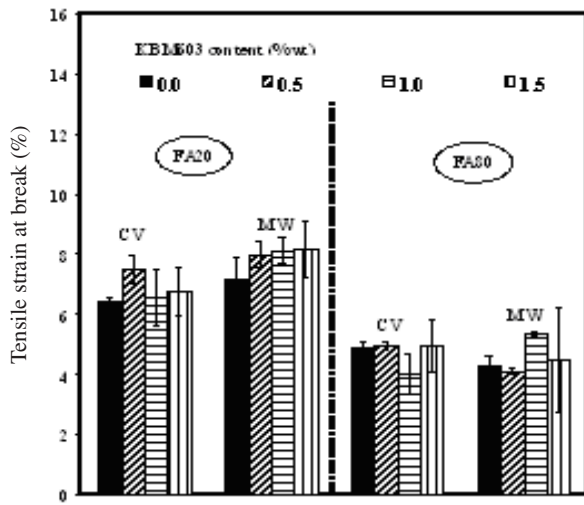


Figure 9. Tensile strain at break of the fly ash/epoxy composites with 20 and 80 phr fly ash for conventional (CV) and microwave (MW)cures at different KBM 603 contents.

เพราะเถ้าลอยปริมาณสูงมีการกระจายตัวที่ไม่สม่ำเสมอในส่วนอิทธิพลของระบบการเชื่อมโยงสายโซ่ที่มีผลต่อเปอร์เซ็นต์ในการยึดตัวจากแรงดึง ณ จุดขาดโดยเปอร์เซ็นต์ในการยึดตัวจากแรงดึง ณ จุดขาดของการเชื่อมโยงสายโซ่ด้วยคลื่นไมโครเวฟมีค่าสูงกว่า เมื่อเทียบกับการให้ความร้อนโดยตรง แต่อิทธิพลของระบบการเชื่อมโยงสายโซ่มีผลต่อวัสดุเชิงประกอบอีพอกซีเรซินที่เถ้าลอยปริมาณ 20 phr มากกว่าวัสดุเชิงประกอบอีพอกซีเรซินที่เถ้าลอยปริมาณ 80 phr เนื่องจากมีเนื้อเมตริกซ์มากกว่าทำให้เห็นผลการยึดตัวได้ชัดเจนกว่า

ความสัมพันธ์ระหว่างมอดุลัสโค้งงอกกับความเข้มข้น KBM603 ที่ปริมาณเถ้าลอย 20 และ 80 phr แสดงใน Figure 10 เห็นว่า ค่ามอดุลัสโค้งงอกมีแนวโน้มที่สูงขึ้น ตลอดความเข้มข้นไซเลนที่เพิ่มขึ้น ซึ่งขัดแย้งกับค่ามอดุลัสแรงดึงที่มีค่าเพิ่มขึ้นเมื่อปรับปรุงผิวเถ้าลอยด้วยไซเลนเข้มข้น 0.5 % โดยน้ำหนักของเถ้าลอย จากนั้นลดลงแล้วคงที่ที่ความเข้มข้นไซเลนมากกว่า 0.5 % โดยน้ำหนักของเถ้าลอย ซึ่งเป็นผลมาจากความแตกต่างของชนิดการเสียรูป (mode of deformation) เมื่อเปรียบเทียบการเชื่อมโยงสายโซ่ด้วยความร้อนโดยตรงและคลื่นไมโครเวฟ พบว่ามอดุลัสโค้งงอกของการเชื่อมโยงสายโซ่ด้วยคลื่นไมโครเวฟมีค่าต่ำกว่าการ

ใช้ความร้อนโดยตรง พฤติกรรมเช่นนี้สอดคล้องกับคำอธิบายที่กล่าวมาแล้วข้างต้น

อิทธิพลของกำลังคลื่นไมโครเวฟ ที่มีต่อสมบัติเชิงกลของวัสดุเชิงประกอบอีพอกซีเรซินกับปริมาณเถ้าลอย 20 และ 80 phr ที่ปรับปรุงผิว 0.5 % โดยน้ำหนักของเถ้าลอยดัง Figure 11 พบว่าค่ามอดุลัสแรงดึงและมอดุลัสโค้งงอกกำลัง

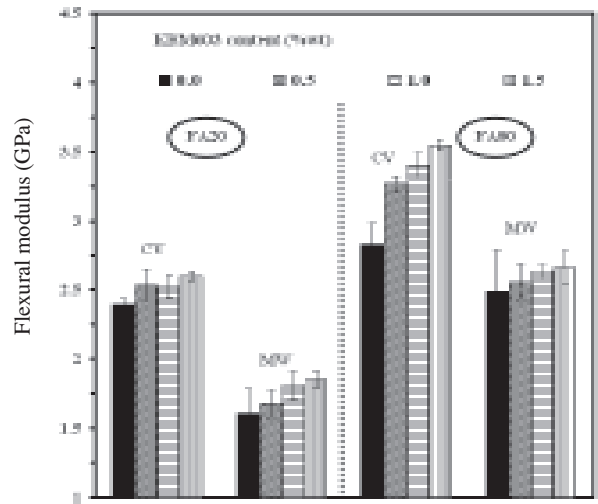


Figure 10. Effect of KBM603 content on flexural modulus for conventional (CV) and microwave (MW) cured fly ash/epoxy composites with 20 and 80 phr fly ash.

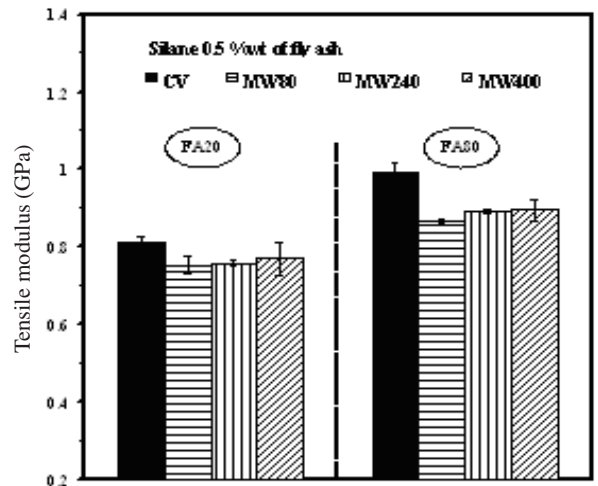


Figure 11. Tensile modulus of the fly ash/epoxy composites with 20 and 80 phr fly ash at different microwave powers.

ที่คลื่นไมโครเวฟ 80 และ 240 วัตต์ มีค่าใกล้เคียงกัน (Figure 11 และ 12) แต่ต่ำกว่ากำลังคลื่นไมโครเวฟ 400 วัตต์ เพราะเปอร์เซ็นต์การเชื่อมโยงสายโซ่ที่กำลังคลื่นไมโครเวฟ 400 วัตต์มีค่าสูงกว่าที่กำลังคลื่นไมโครเวฟ 80 และ 240 วัตต์ แต่เมื่อเทียบกับการเชื่อมโยงสายโซ่ด้วยความร้อนโดยตรง เห็นว่ามอดุลัสแรงดึงและมอดุลัสโค้งงอของการเชื่อมโยงสายโซ่ด้วยความร้อนโดยตรงมีค่าสูงกว่าการใช้คลื่นไมโครเวฟที่กำลังคลื่นไมโครเวฟ 80 240 และ 400 วัตต์ เพราะเปอร์เซ็นต์การเชื่อมโยงสายโซ่ของการให้ความร้อนโดยตรงมีค่าสูงกว่าการใช้คลื่นไมโครเวฟ

นอกจากนี้ อิทธิพลของกำลังคลื่นไมโครเวฟยังส่งผลต่อค่าความต้านแรงดึง ความต้านการโค้งงอ และความต้านแรงกระแทก (Figure 13 14 และ 15) พบว่า ค่าความต้านแรงดึง ความต้านการโค้งงอและความต้านแรงกระแทกมีแนวโน้มลดลง เมื่อกำลังคลื่นไมโครเวฟสูงขึ้น เนื่องจากที่กำลังคลื่นไมโครเวฟสูงมีระยะเวลาในการเชื่อมโยงสายโซ่สั้น (กำลังคลื่นไมโครเวฟ 80 240 และ 400 วัตต์ ใช้เวลาในการเชื่อมโยงสายโซ่ 60 18 และ 12 นาที) ส่งผลให้เกิดการกักขังของฟองอากาศเล็กๆภายในชิ้นงาน ซึ่งฟองอากาศที่เกิดขึ้นนี้มาจากสองแหล่ง คือ ความชื้นที่มีอยู่ภายในเมตริกซ์ และรอยต่อระหว่างเฟสเถ้าลอยกับเมตริกซ์ (Boey *et al.*, 1995) เมื่อเปรียบเทียบการเชื่อมโยงสายโซ่ด้วยความร้อนโดยตรงกับคลื่นไมโครเวฟ พบว่าที่กำลังคลื่นไมโครเวฟ 80 และ 240 วัตต์ มีความต้านแรงดึง ความต้านการโค้งงอ และความต้านร้อนโดยตรงและการใช้คลื่นไมโครเวฟ พบว่า การเชื่อมโยงสายโซ่ด้วยคลื่นไมโครเวฟ มีอุณหภูมิเป็นแบบเดียวกันทั้งหมด แต่สำหรับที่กำลังคลื่นไมโครเวฟ 400 วัตต์ มีค่าความต้านแรงดึง ความต้านการโค้งงอ และความต้านแรงกระแทกใกล้เคียงกับการใช้ความร้อนโดยตรง เนื่องจากเกิดการกักขังฟองอากาศเมื่อมีแรงกระทำจึงทำให้ชิ้นงานขาดและแตกหักก่อนกำหนด เมื่อพิจารณาอิทธิพลของกำลังคลื่นไมโครเวฟ ที่มีต่อเปอร์เซ็นต์ในการยึดตัวจากแรงดึง ณ จุดขาดดัง Figure 16 เห็นว่า กำลังคลื่นไมโครเวฟมีผลต่อเปอร์เซ็นต์ในการยึดตัวจากแรงดึง ณ จุดขาดของวัสดุเชิงประกอบอีพอกซีเรซินที่ปริมาณเถ้าลอย 20 phr มากกว่าวัสดุเชิงประกอบอีพอกซีเรซินที่ปริมาณเถ้าลอย 80 phr เนื่องจากวัสดุเชิง

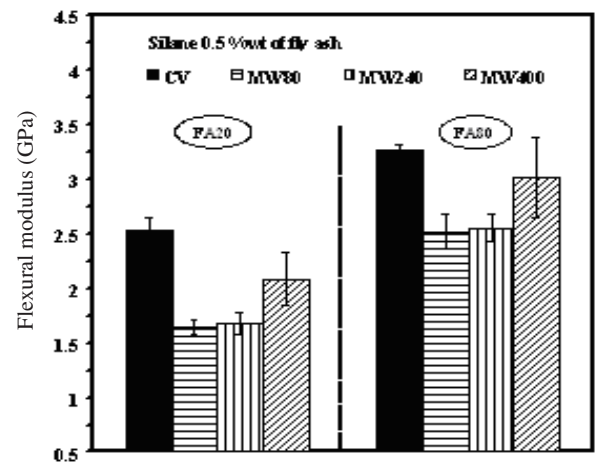


Figure 12. Effect of microwave power on flexural modulus for fly ash/epoxy composites with 20 and 80 phr fly ash.

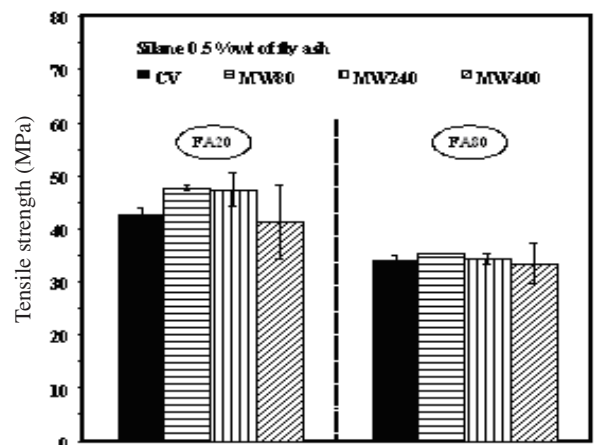


Figure 13. Effect of microwave power on tensile strength for fly ash/epoxy composites with 20 and 80 phr fly ash.

ประกอบอีพอกซีเรซินที่ปริมาณเถ้าลอย 20 phr มีเนื้อเมตริกซ์มากกว่าวัสดุเชิงประกอบอีพอกซีเรซินที่ปริมาณเถ้าลอย 80 phr ซึ่งเมตริกซ์มีผลต่อการเกิดการเชื่อมโยงสายโซ่โดยหุ้มปลายสายโซ่ภายในโมเลกุลของเมตริกซ์จะเป็นตัวที่ถูกกระตุ้นจากคลื่นไมโครเวฟให้สามารถทำปฏิกิริยา

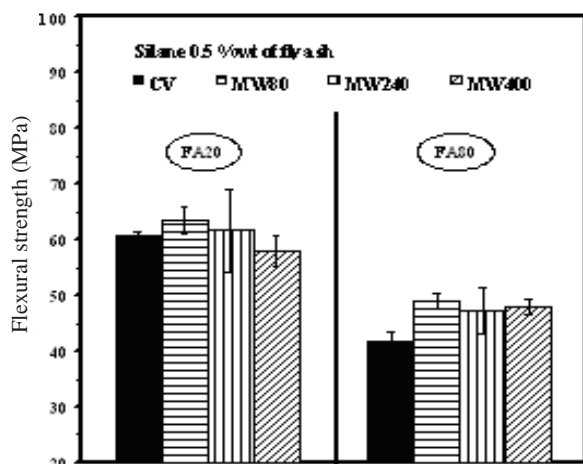


Figure 14. Effect of microwave power on flexural strength for fly ash/epoxy composites with 20 and 80 phr fly ash.

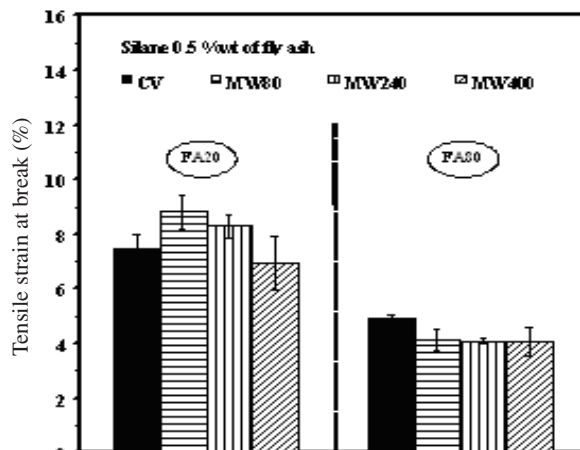


Figure 16. Tensile strain at break of the fly ash/epoxy composites with 20 and 80 phr fly ash at different microwave powers.

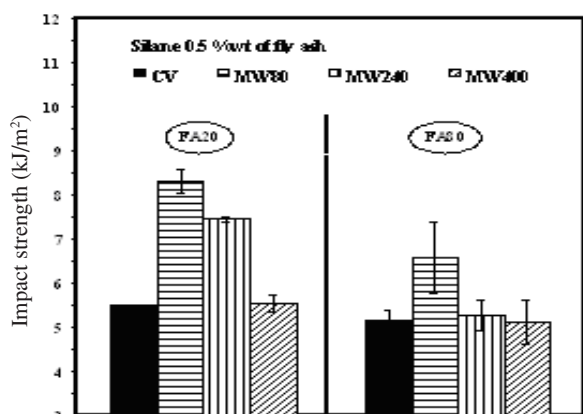


Figure 15. Impact strength of the fly ash/epoxy composites with 20 and 80 phr fly ash at different microwave powers.

การเชื่อมโยงสายโซ่ได้ ดังนั้น เมื่อเพิ่มกำลังคลื่นไมโครเวฟ จึงเห็นผลการเปลี่ยนแปลงของเปอร์เซ็นต์ในการยึดตัวจากแรงดึง ณ จุดขาดของวัสดุเชิงประกอบอีพอกซีเรซินที่ปริมาณเถ้าลอย 20 phr มากกว่าวัสดุเชิงประกอบอีพอกซีเรซินที่ปริมาณเถ้าลอย 80 phr

จากการศึกษาอิทธิพลของระบบการเชื่อมโยงสายโซ่ที่มีต่อสมบัติของวัสดุเชิงประกอบอีพอกซีเรซินกับเถ้าลอย

สามารถกล่าวโดยรวมได้ว่า การเชื่อมโยงสายโซ่ด้วยคลื่นไมโครเวฟ ส่งผลที่ดีต่อสมบัติการต้านแรงสูงสุด (ultimate properties) และการยึดตัว ณ จุดขาด (tensile strain at break) ในขณะที่การเชื่อมโยงสายโซ่ด้วยการให้ความร้อนโดยตรงส่งผลดีด้านสมบัติด้านอิลาสติกเชิงกลเช่น โมดูลัสแรงดึงและโมดูลัสโค้งงอ เป็นต้น อย่างไรก็ตาม ข้อได้เปรียบของการเชื่อมโยงสายโซ่ด้วยคลื่นไมโครเวฟ คือ ระยะเวลาในการเชื่อมโยงสายโซ่สั้นกว่าการใช้ความร้อนโดยตรง สามารถผลิตชิ้นงานได้เป็นจำนวนมาก ลดระยะเวลากระบวนการผลิต และลดการใช้พลังงาน

### สรุปผลการทดลอง

1. การปรับปรุงผิวเถ้าลอยด้วยสารคู่ควบ KBM603 สามารถปรับปรุงสมบัติเชิงกลของวัสดุเชิงประกอบอีพอกซีเรซินกับเถ้าลอยให้ดีขึ้นโดยใช้ความเข้มข้นของ KBM603 ที่ 0.5% โดยน้ำหนักของเถ้าลอย ณ ความเข้มข้นไซเลนมากกว่า 0.5% โดยน้ำหนักของเถ้าลอย พบว่า สมบัติเชิงกลมีแนวโน้มลดลง ยกเว้น โมดูลัสโค้งงอที่มีแนวโน้มสูงขึ้นตลอดความเข้มข้นไซเลนที่เพิ่มขึ้น
2. อิทธิพลของระบบการเชื่อมโยงสายโซ่ที่มีต่อสมบัติของวัสดุเชิงประกอบอีพอกซีเรซินกับเถ้าลอยพบว่า การเชื่อม

โยงสายโซ่ด้วยคลื่นไมโครเวฟ ส่งผลที่ดีต่อสมบัติการต้านแรงสูงสุด (ultimate properties) และการยืดตัวสูงสุด (tensile strain at break) ในขณะที่การเชื่อมโยงสายโซ่ด้วยความร้อนโดยตรงส่งผลดีด้านสมบัติอีลาสติกเชิงกลเช่น โมดูลัสแรงดึงและโมดูลัสค้ำงอ เป็นต้น

3. อิทธิพลของกำลังคลื่นไมโครเวฟ ส่งผลต่อสมบัติเชิงกลของวัสดุเชิงประกอบอีพอกซีเรซินกับแก้วลอยชนิดปรับปรุงผิวแก้วลอยที่ความเข้มข้น 0.5 % โดยน้ำหนักของแก้วลอย เรียงลำดับดังนี้

3.1 สมบัติการต้านแรงสูงสุดและเปอร์เซ็นต์การยืดตัว ณ จุดขาด

$80W > 240W > 400W \geq$  Conventional curing  $70^{\circ}C$

3.2 สมบัติโมดูลัสแรงดึงและโมดูลัสค้ำงอ

$80 W < 240 W < 400 W <$  Conventional curing  $70^{\circ}C$

### กิตติกรรมประกาศ

คณะวิจัยขอขอบคุณ ผศ.ดร.จันทร์ฉาย ทองปิ่น อาจารย์ประจำคณะวิศวกรรมศาสตร์และเทคโนโลยีอุตสาหกรรม มหาวิทยาลัยศิลปากร สำหรับคำแนะนำระหว่างการวิจัย ขอขอบพระคุณคณะวิศวกรรมศาสตร์และเทคโนโลยีอุตสาหกรรม มหาวิทยาลัยศิลปากร และศูนย์เทคโนโลยีโลหะและวัสดุแห่งชาติ (MTEC) ที่ให้ความอนุเคราะห์ในการใช้เครื่องมือสำหรับวิเคราะห์และทดสอบ

### เอกสารอ้างอิง

- วรารภรณ์ คุณวานากิจ. 2540. การวิเคราะห์ถ่านและถ่านลิกไนต์ในโรงไฟฟ้า,วารสาร กฟผ.6(1),1:68-77.
- ชัย จาตุรพิทักษ์กุล, สุรเชษฐ์ จิ่งเกษมโชคชัย และวรารภรณ์ คุณวานากิจ. 2542. คุณสมบัติพื้นฐานทางเคมีและทางกายภาพของแก้วลอย, วารสาร กฟผ. 8(4)4:13-23.
- Abel, M.-L., Allington, R.D., Digby, R.P., Porritt, N., Shaw, S.J. and Watts, J.F. 2006. Understanding the relationship between silane application conditions, bond durability and locus of failure, J. Adhes. Adhes., 26:2-15.

- Boey, F.Y.C. 1995. Humidity and autoclave pressure effect on the interfacial shear strength of a microwave cured epoxy-glass fiber composite, Polym. Test., 14:471-477.
- Boey, F.Y.C., Yap, B.H. and Chia, L. 1999. Microwave curing of epoxy-amine system-effect of curing agent on the rate enhancement, Polym. Test., 18; 93-109.
- Culler, S.R., Ishida, H. and Koenig, J.L. 1986. FT-IR characterization of the reaction at the silane/matrix resin interphase of composite materials, J. Coll. Inter. Sci., 109:1-10.
- Guhanathan, S., Devi, M.S. and Murugesan, V. 2001. Effect of coupling agent on the mechanical properties of fly ash/polyester particulate composites, J. App. Polym. Sci., 82:1755-1760.
- Guhanathan, S. and Devi, M.S. 2002. Effect of environmental stress on the mechanical properties of surface treated fly ash/polyester particulate composite, J. App. Polym. Sci., 82:1755-1759.
- Kishore, Kulkarni, S.M., Sunil, D. and Sharathchandra, S. 2002. Effect of surface treatment on the impact behaviour of fly-ash filled polymer composites, Polym. Inter., 51:1378-1384.
- Prasad Yarlagadda, K.D.V. and Hsu, S.H. 2004. Experimental studied on comparison of microwave curing and thermal curing of epoxy resins used for alternative mould materials, J. Mater. Proc. Tech., 155-156:1532-1538.
- Sen, S. and Nuguy, N. 2000. Uncured and cured state properties of fly ash filled unsaturated polyester composites, J. App. Polym. Sci., 77: 1128-1136.
- Sombatsompop, N., Thongsang, S., Markpin, T. and Wimolmala, E. 2004. Fly ash particles and precipitated silica as fillers in rubbers. I. Untreated fillers in natural rubber and styrene-butadiene rubber compounds, J. App. Polym. Sci., 93:2119-2130.
- Thongsang, S. and Sombatsompop, N. 2006. Effect of NaOH and Si69 treatments on the properties of fly ash/natural rubber composites, Polym. Comp., 27: 30-40.
- Zhou, J., Shi, C., Mei, B., Yuan, R. and Fu, Z. 2003. Research on the technology and the mechanical properties of the microwave processing of polymer, J. Mater. Proc. Tech., 137:156-158.