

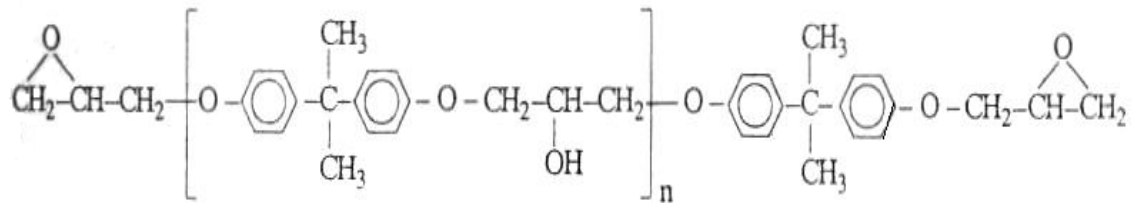
肆、實驗方法

4-1 實驗材料

基材：

(1)環氧樹脂：

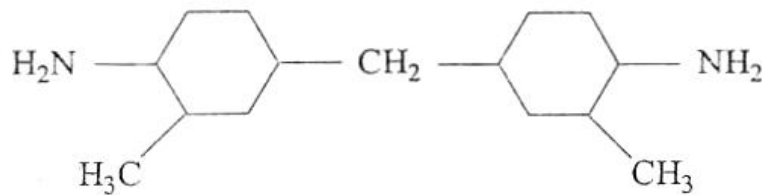
本論文使用的環氧樹脂為 Shell 公司所生產的 Epikote 828，為 Bisphenol-A 系列中的 DGEBA，其化學結構式如下：



其中 $n = 0.14$ ，分子量為 380 g/mol ， $T_g = 14$ ，官能基數為 2，環氧當量 188 g/當量 ，室溫下的黏度為 $13 \text{ Pa}\cdot\text{s}$ 。

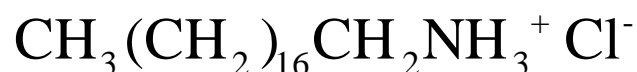
(2)交聯硬化劑：

本論文使用的交聯硬化劑為 BASF 公司所生產的 Laromin C260(4,4'-methylene-bis-(2-methylcyclohexanamine))，為一雙胺類的一級胺硬化劑，其化學結構式如下：



蒙脫土(Montmorillonite) :

有機黏土(I.30P), 由 Nanocor 公司提供, 批號為 Nanomer[®] I.30P(Octadecyl amine(ODA) modified montmorillonite), 密度為 0.2-0.6 g/cm³, 最高含水率為 3wt.%, 層間距離為 2.36 nm(2θ = 3.74, 實測), 無機成份 66%(TGA 實測, 純氮氣下燃燒至 800)。所使用的有機改質劑為 18 個碳的長烷基, 其化學式如下:



溶劑 :

學名: Methyl Ethyl Ketone(MEK), 丁酮, 由 J. T. Backer 公司提供, 沸點範圍為 79.0 ~80.5 , 室溫下的比重為 0.802, 其化學式如下:



4-2 儀器設備與操作方法

1. 熱重分析儀(Thermal Gravimetric Analyzer ; TGA)

型號：TA instrument , TGA Q50

樣品取樣約 15 ~ 20 mg , 通入 100 ml/min 的純氮氣 , 設定升溫速率為 10 °C/min , 操作溫度範圍為 25 ~ 550 °C , 測定環氧樹脂奈米複材中的有機黏土含量百分比是否準確 , 及熱裂解溫度的變化。

2. 熱機械分析儀(Thermal Mechanical Analyzer ; TMA)

型號：TA instrument , TMA 2940

試片規格為 6.5×6.5×3 mm , 通入 50 ml/min 的純氮氣 , 升溫速率為 5 °C/min , 操作溫度範圍為 25 ~ 200 °C , 設定作用力控制為 0.03N , 使用平頭膨脹式 (expansion) 探針。先進行儀器力與溫度的校正 , 再量測試片的高度 , 當達到設定溫度 25 °C 平衡後 , 開始升溫並藉探針變化量測試片於溫度改變下的變化 , 藉由量得的熱膨脹係數 α , 並做進一步分析。

3. X光繞射分析儀 (X-ray Diffractometer ; XRD)

型號：Philips , X'Pert Pro (MRD)

試片規格為直徑 2.5cm , 厚度為 3mm 的圓盤 , 使用之射線光源為銅靶 (Cu K α) , 其激發波長為 $\lambda = 0.154$ nm , 操作電壓為 40kV , 電流為 40mA , 繞射範圍為 $2\theta \sim 10^\circ$, 掃描速度為 $1^\circ/\text{min}$, 藉此特徵繞射峰的位置 , 觀察有機黏土插層的程度。

4. 穿透式電子顯微鏡(Transmission electron microscopy ; TEM)

型號：Jeol Co. Japan , JEM-1200EX II(中興大學貴重儀器中心)

將分析過X-ray繞射的試片拿至中興大學貴重儀器中心進行超薄切片，試片厚度約60-90nm，將超薄試片披覆在導電銅網上，操作電壓為120kV，放大倍率由1萬倍放大至25萬倍。藉此TEM測試，觀察有機黏土在環氧樹脂中的插層程度。

5. 動態機械性質分析儀(Dynamic Mechanical Analyzer ; DMA)

型號：Perkin Elmer , DMA 7e

試片規格為12×15×3 mm，採用矩形試片之三點撓曲試驗，其測試頻率參數設定為1Hz，動態作用力控制為100mN，靜態作用力控制為110mN，升溫速率為5 /min，操作溫度範圍為20 250 。當溫度降至20 時，量測試片的高度及施加作用力，當系統達到測試條件平衡時，於20 下先平衡10min，再開始對儲存模數及tand vs.溫度的變化關係做圖。藉此DMA測試，瞭解添加有機黏土對環氧樹脂之模數補強的物性行為。

6. 拉伸測試(Tensile Test)

型號：Instron，萬能拉力機 4467

依據ASTM D638的規格，將試片裁成啞鈴形(dumb-bell)，如圖4-1所示，load cell為30kN(最大拉伸荷重)，拉伸速率為1 mm/min。藉此拉伸測試，瞭解添加有機黏土對環氧樹脂之拉伸強度及楊氏係數物性行為的影響。

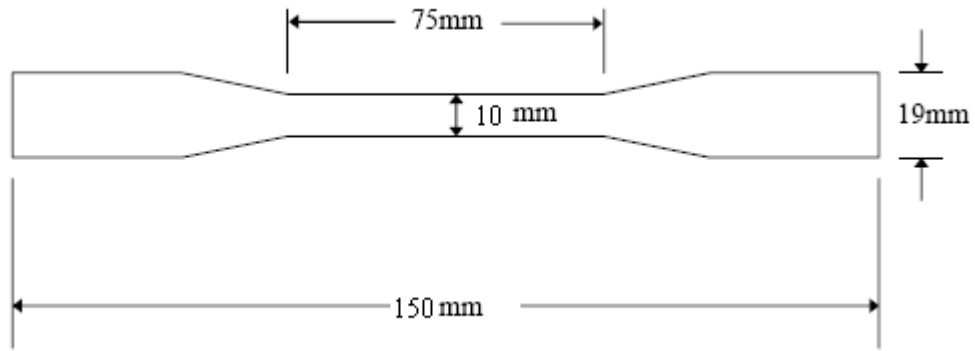


圖4-1 拉伸試片的規格

7. 冷凍乾燥機(freeze dryer)

型號：PanChum Scientific Corp. , CT-series

8. 超音波震盪儀(Ultrasonicator)

型號：Sonics & Materials Inc. , VCX400

9. 機械攪拌機(mechanical stirring Motors)

型號：Honor Percision Corp. , RW28 basic

10. 熱壓成型機

型號：StesTing Machines Corp.

4-3 實驗方法

本論文所製備出的epoxy/clay奈米複合材料，將針對I.30P有機黏土的後處理及插層複合方法的不同而分成三個系統，並分別對三個系統做TGA、TMA、XRD、TEM、DMA、拉伸試驗等一系列的分析。

4-3-1 系統一 有機黏土未經處理之epoxy/clay奈米複材

實驗步驟

1. 將Epon 828(環氧樹脂)、LC 260(硬化劑)、I.30P(有機黏土)三種實驗材料置於溫度70 °C、真空度76的烘箱中至少8小時以上，以去除材料中的水份。
2. 秤取25g的Epon 828於燒杯內，分別加入不同比例(1 2 3 4 5wt%)的I.30P。
3. 利用機械攪拌機使Epon 828與I.30P充分混合，並放在加熱平台上加熱，溫度控制在150 °C，攪拌4小時。
4. 加入8g的LC 260，在溫度70 °C下，攪拌4~5分鐘以求均勻。
5. 倒入鋁盤中，置於烘箱中抽真空1小時，以去除氣泡。
6. 倒入適當的模具(依據各分析儀器所需的規格而定)，開始硬化反應。
7. 硬化條件：
90 °C下硬化20分鐘、110 °C下硬化30分鐘、130 °C下硬化60分鐘。

實驗流程圖

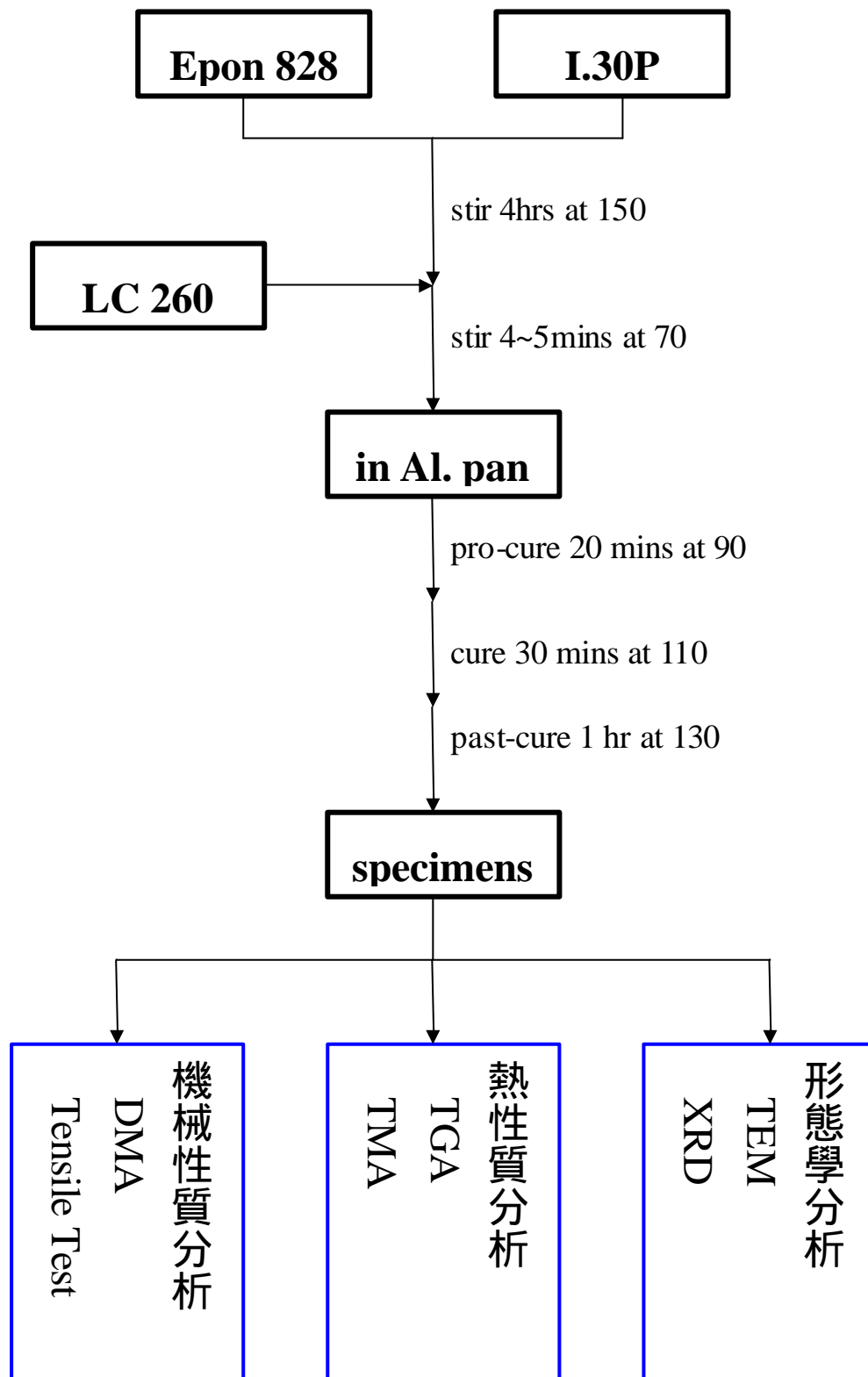


圖4-2 系統一之製備流程圖

4-3-2 系統二 有機黏土經冷凍乾燥處理之epoxy/ clay奈米複材

實驗步驟

1. 有機黏土經冷凍乾燥的前處理

取適量的I.30P及液態氮，一同置入冷凍乾燥瓶內，靜置15分鐘後，裝入冷凍乾燥機上，打開馬達抽真空，等待冷凍乾燥瓶壁上無水氣即完成。

2. 將Epon 828(環氧樹脂)、LC 260(硬化劑)二種實驗材料置於溫度70 °C、真空度76的烘箱中至少8小時以上，以去除材料中的水份。

3. 秤取25g的Epon 828於燒杯內，分別加入1、2、3、4、5wt%等預處理過的I.30P。

4. 利用機械攪拌機使Epon 828與預處理過的I.30P充分混合，並放在加熱平台上加熱，溫度控制在150 °C，攪拌4小時。

5. 加入8g的LC 260，在溫度70 °C下，攪拌4~5分鐘以求均勻。

6. 倒入鋁盤中，置於烘箱中抽真空1小時，以去除氣泡。

7. 倒入適當的模具(依據各分析儀器所需的規格而定)，開始硬化反應。

8. 硬化條件：

90 °C下硬化20分鐘、110 °C下硬化30分鐘、130 °C下硬化60分鐘。

實驗流程圖

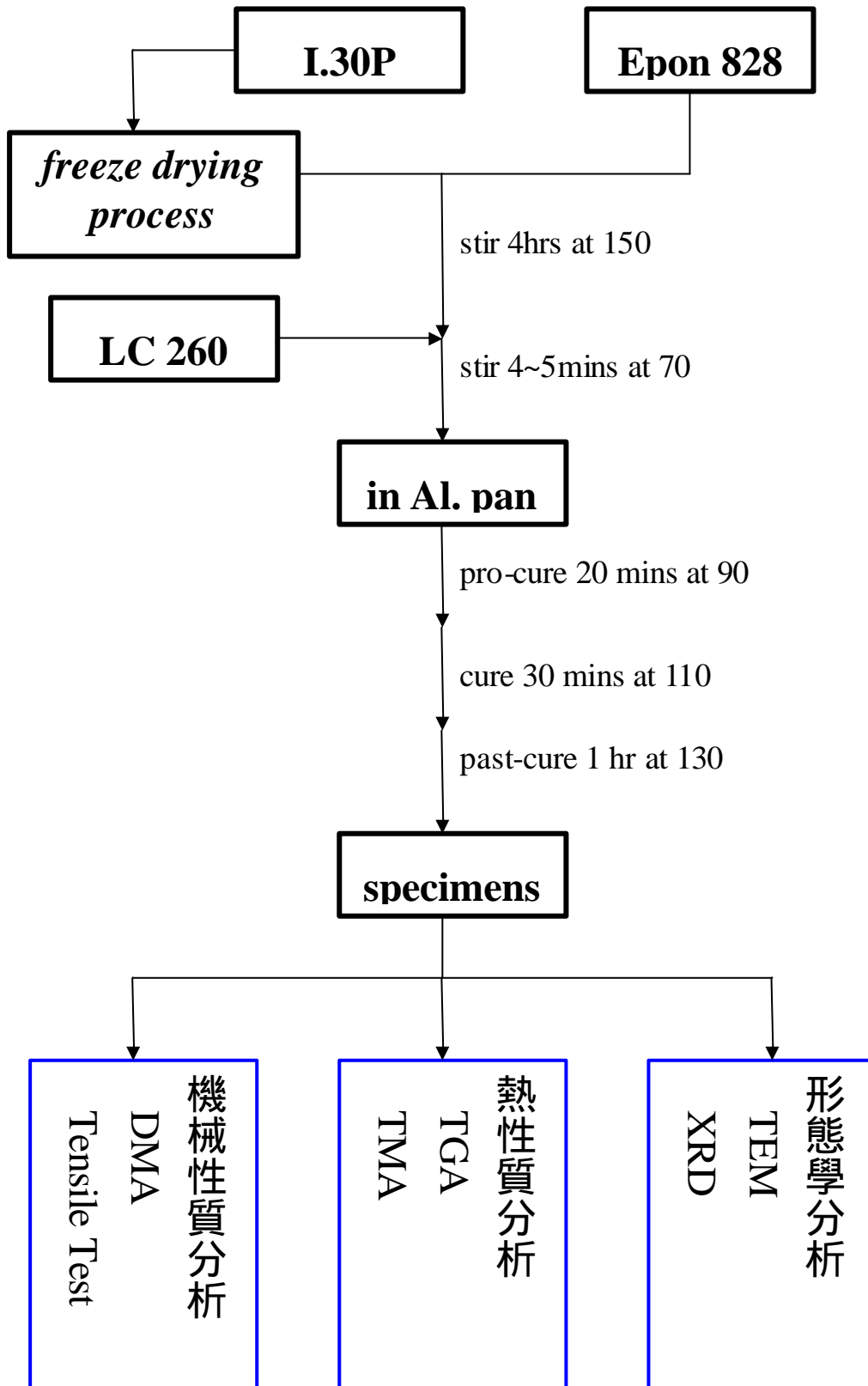


圖4-3 系統二之製備流程圖

4-3-3 系統三 超音波震盪溶液法製備epoxy/ clay奈米複材

實驗步驟

1. 有機黏土經超音波震盪的前處理

取適量的I.30P及MEK溶劑，一同置入燒杯內配製成黏土溶液，使用超音波震盪機處理，設定條件為：

Time : 3 hrs(振3秒、停2秒), Tuner : 30~35% , Amplitude : 70%。

2. 秤取25g的Epon 828溶於MEK中，並將步驟1已處理過的黏土溶液混合在一起。

9. 利用機械攪拌機使Epon 828與已處理過的黏土溶液充分混合,在室溫下，攪拌4小時。

3. 利用真空幫浦去除MEK溶劑。

4. 加入8g的LC 260，在溫度70 °C下，攪拌4~5分鐘，使之均勻。

5. 倒入鋁盤中，置於烘箱中抽真空1小時，以去除氣泡。

6. 倒入適當的模具(依據各分析儀器所需的規格而定)，開始硬化反應。

7. 硬化條件：

90 °C下硬化20分鐘、110 °C下硬化30分鐘、130 °C下硬化60分鐘。

實驗流程圖

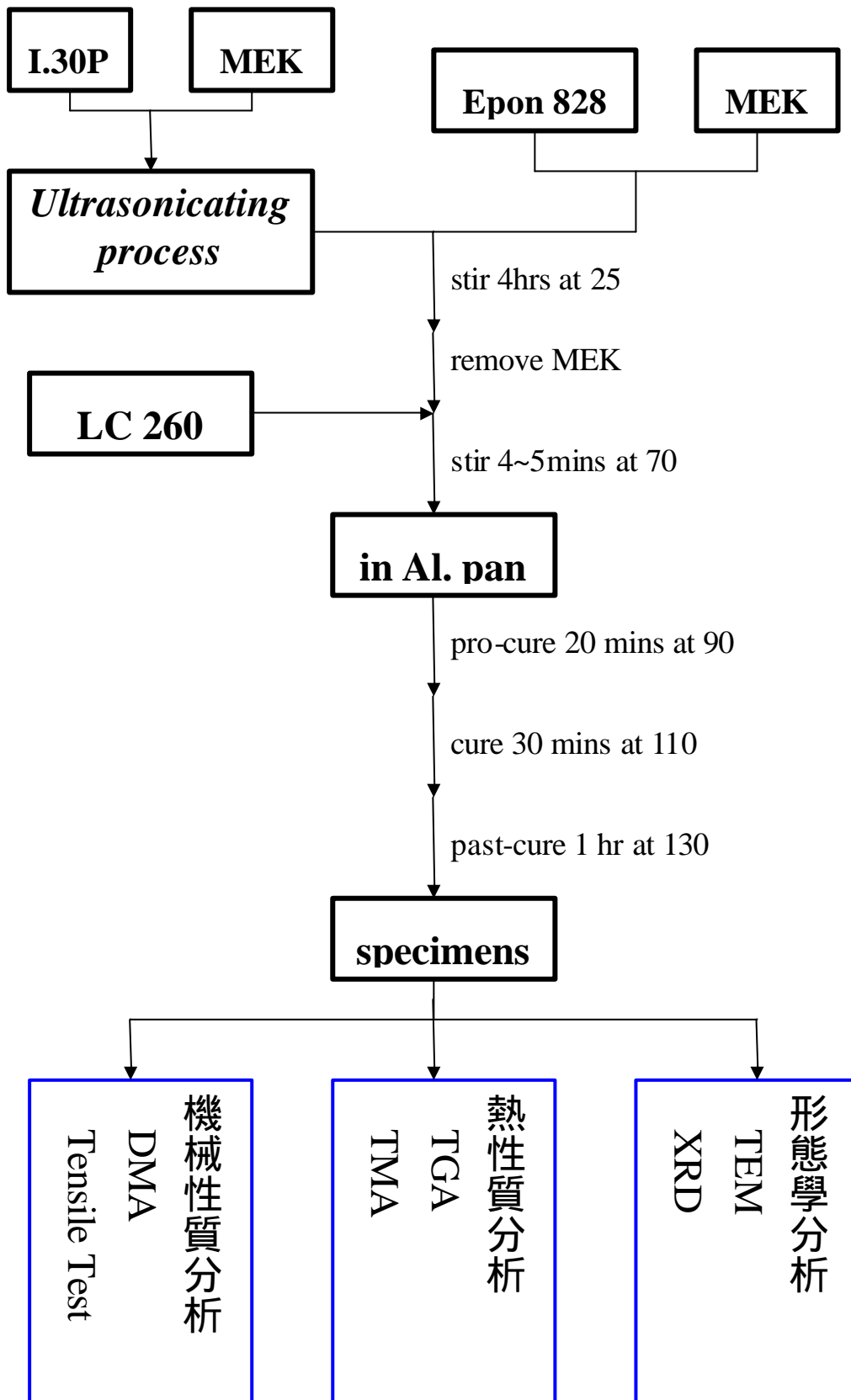


圖4-4 系統三之製備流程圖