

第四章 實驗內容及程序

本章將介紹實驗儀器、實驗材料、奈米碳管/酚醛樹脂 (CNT/phenolic resin) 複合材料之熱壓過程、試片裁切和實驗流程。

4-1 實驗儀器

本文所使用的儀器包括迷你鑽石切割機(圖 4-1)、熱壓機(圖 4-2)、超音波震動機(圖 4-3)、磁力攪拌器(圖 4-4)、真空烘箱與幫浦(圖 4-5)、拋光機(圖 4-6)、恆溫恆濕機(圖 4-7)、熱循環機(圖 4-8)、微拉伸試驗機(圖 4-9) 掃描式電子顯微鏡(SEM) (圖 4-10)、高阻計(圖 4-11)與毫歐姆計(圖 4-12)等，茲分別介紹如下：

1. 迷你鑽石切割機

為清華大學材料中心的設備，用來裁切試片，切割過程中需使用切削液，使鑽石刀片與試片保持潤滑的功能。

2. 熱壓機

此油壓式壓力機，包含熱模機台、冷模機台、冰水機及電氣控制箱。其中電氣控制箱可控制壓力及溫度範圍為：壓力範圍 500~3000psi，最高控制溫度可至 400℃。

3. 超音波震動機

其功能為利用頻率高而振幅小的震波，以槽中的水為介質傳遞震波，讓奈米碳管均分散於酚醛樹脂的溶液。

4. 磁力攪拌器

型號為 PC-420，其功能為利用磁力轉動磁石，使奈米碳管均勻分散於酚醛樹脂內。其攪拌速度為 60~1200rpm，溫度範圍 40~550°C。

5. 真空烘箱與幫浦

功能主要是經由幫浦把奈米碳管與酚醛樹脂的溶液中多餘的溶劑(solvent)抽出，真空烘箱大致分為 2 部份，第一部份為真空腔體，內部屬於密閉式的空間，且耐熱、耐腐蝕，操控溫度範圍 25°C~200°C，PID 自動溫度控制器，真空度為 1 TORR；第二部份為真空幫浦，作用是把腔體內的氣體抽出，以達到真空效果。

6. 拋光機

功能為將 end tab 多餘的毛邊去除，使 end tab 與試片的接著性更佳，並使氣動夾與實驗試片緊密接合以防止滑脫。

7. 恆溫恆濕機

其功能為藉由 PID 自動溫度控制器來控制所要的溫度與濕度，模擬試片在各種環境條件下的狀況，其溫度範圍在 0°C~100°C、濕度範圍在 20%RH~98%RH。

8. 熱循環機

其功能與恆溫恆濕機功能雷同，但其可把所需要的多種溫度條件設為一個週次(cycle)，並重複進行同一週次的溫度條件。其溫度範圍為-70~180°C、溼度範圍為 10%~98%。

9. 微拉伸試驗機

型號為 Instron-8848，微拉伸試驗機用於微小材料試片拉伸測試，考慮到不同材料試片性質及測試條件影響，微拉伸試驗機可做垂直和水平配置來進行試驗。由 Fasktrack 8800 控制器、Merlin 測試軟體和 Instron-8848 微拉伸試驗機所構成的測試系統，除了可以做一般的軸向拉伸測試(tensile test)、壓縮測試(compression test)、以及疲勞測試(fatigue test)外，配合其他不同夾具可做彎曲測試(bending test)；以下為此系統的主要架構和性能描述：

主要架構：

- (1)可調角度負載架(load frame)
- (2)制動器(actuator)
- (3)荷重元(load cell)
- (4)夾具(grip/fixture)
- (5) Fasktrack 8800 控制器(controller)
- (6)電腦(computer)



工作效能：

- (1)位移控制/量測精確度/解析度
 - (a)行程控制：軸向行程 $\pm 110\text{mm}$
 - (b)量測精確度： $\pm 0.1\%$ 之設定速度
 - (c)位移控制解析度： $\pm 0.05\mu\text{m}$
- (2)負載控制/量測精準度/解析度
 - (a)負載範圍： $\pm 1\text{Kg}$ 、 $\pm 100\text{Kg}$
 - (b)1Kg 荷重元—精準度： 0.05g 解析度： 0.004g
100Kg 荷重元—精準度： 5g 解析度： 0.4g

10. 掃描式電子顯微鏡(SEM)

可用來檢測固體試片，不過對於不導電材料如複合材料的檢測，在使用前得先行鍍金，使其能夠均勻導電，之後再將欲檢測之部份放至檢測箱內，抽真空後進行觀察及拍攝，以瞭解複合材料破壞面的情況。

11. 高阻計與毫歐姆計

利用電壓與電流的變化來量取試片的電阻值。由於純酚醛樹脂熱壓出的試片為高分子的結構，其電阻值很大需要藉由高阻計來量取，加入奈米碳管壓出的試片，因碳管為極佳的導體，可降低試片的電阻值，其電阻值量測則藉由毫歐姆計。

4-2 實驗材料

1. 酚醛樹脂：resol 型 PF-650，熱固性材料。
2. 奈米碳管：韓國仁川的多壁奈米碳管，東成昌股份有限公司代理。奈米碳管規格如下：
直徑：30-50nm
長度：10-200 μ m
純度： \approx 93%
3. 丙酮：為上原化學工業有限公司生產，作為分散碳管的溶劑與實驗器材的清潔劑。
4. end-tab 夾持板：由清華大學科儀中心製造。

5. CN 膠: 東京測器研究所製造，成分為合成樹脂、使用溫度範圍 -30°C 至 120°C 。

4-3 試片製造流程

1. 把奈米碳管與丙酮揮發性溶液經由磁力攪拌機加以攪拌，再慢慢把酚醛樹脂倒入其中使其先作初步分散。
2. 把初步分散溶液先經由超音波震動 50 分鐘，再經由磁力攪拌 50 分鐘，則此溶液可視為均勻分散溶液。
3. 把均勻分散溶液放進去真空烘箱中，抽去溶液中多餘的揮發性溶劑(solvent)，防止熱壓時氣泡的產生。讓整個過程烘箱溫度維持 75°C ，其抽真空過程如圖 4-13。
4. 把抽完真空之溶液熱壓，試片熱壓成形與模具疊層如圖 4-14，整個熱壓過程壓力為 1000psi，使酚醛與奈米碳管進行內部第一次的交聯，其流程為圖 4-15，壓製完成的試片讓它在同壓力下進行 9 個小時的自然冷卻。
5. 把壓製好的試片經由迷你鑽石切割機先去除周圍熱應力造成的部分，再把試片裁切成 $5\text{mm} \times 50\text{mm}$ 。
6. 把裁切好試片放進真空烘箱內，溫度 200°C 的真空狀況下 12 個小時，完成試片的後處理。此目的為讓 CNT/phenolic resin 複合材料交聯更完全，以增加複合材料的強度。

7. 把試片與 end tab 經由 CN 膠的接合，再用夾子夾住使其接合更緊密，經過 6 個小時，完成實驗試片的製作，試片尺寸及外觀如圖 4-16~圖 4-18。

4-4.1 實驗流程

本實驗先比較奈米碳管含量分別為 1wt%、2 wt%、3 wt%、5 wt% 複合材料的靜態強度，找出最佳碳管含量的複合材料，再和純酚醛去比較在同溫度、濕度與熱循環條件下的靜態強度、疲勞壽命與電性質，並在濕度條件下測量吸濕率。實驗流程如圖 4-19~圖 4-21，詳細測試條件及方法如 4-4.2。

4-4.2 實驗測試條件

1. 純酚醛及 1wt%、2wt%、3wt%、5wt% CNT/phenolic resin 試片在室溫下之靜態強度與電阻量測。
2. 純酚醛和 5wt% CNT/phenolic resin 試片在經溫濕條件為 25°C 及 85%RH 下 15 天的吸濕試驗。
3. 純酚醛和 5wt% CNT/phenolic resin 試片在溫濕條件為 25°C 及 85%RH 下 7 天之靜態強度。
4. 純酚醛和 5wt% CNT/phenolic resin 試片在經熱循環溫度範圍為 -40°C~125°C 下 500 週次之靜態強度。
5. 純酚醛和 5wt% CNT/phenolic resin 試片在室溫下，取其靜態強度四個應力等級之疲勞壽命。

6. 純酚醛和 5wt%CNT/phenolic resin 試片在溫濕條件為 25°C 及 85%RH 下 7 天，取其靜態強度四個應力等級之疲勞壽命。
7. 純酚醛和 5wt%CNT/phenolic resin 試片在經熱循環溫度範圍為 -40°C~125°C 下 500 週次，取其靜態強度四個應力等級之疲勞壽命。
8. 純酚醛和 5wt%CNT/phenolic resin 試片在經熱循環溫度範圍為 -40°C~125°C 下 100 週次、200 週次、300 週次、400 週次、500 週次的電阻量測。

4-4.3 實驗測試方法

1. 靜態拉伸試驗

參考 ASTM D3039-95a[51]，利用 Instron-8848 型微拉伸試驗機進行試驗時，所採取的控制模式為行程控制，夾頭拉伸速率為 0.001mm/s，求得材料的靜態強度，並瞭解不同 CNT 含量及三種環境條件下(室溫 25°C、25°C/85%RH、熱循環 500 週次)，其靜態強度的變化情形。

2. 軸向拉伸疲勞試驗

使用 Instron-8848 型微拉伸試驗機，參考 ASTM D3479-96[52]分別對試片進行拉伸—拉伸疲勞(tension-tension fatigue)試驗，所採取的控制模式為負荷控制(load control)，應力比為 0.1，頻率 3Hz，測試波形為正弦波，分別取其靜態強度四個應力等級，每個應力等級做 5 根測試，記錄破壞週次數，以取得材料的應力—疲勞壽命曲線

(S-N curve)。

3. 吸濕試驗分析

參照 ASTM D570-98 規範[53]，把試片置於高溫烤箱 115°C 的環境 24 小時，以確使試片內多餘的水分完全排出，再把試片放進恆溫恆濕箱做吸濕實驗。其環境條件為一大氣壓力下 25°C / 85%RH，測試時間為 360 小時，分段時間量測材料吸濕效應。

4. 熱循環測試分析

把試片先放入熱循環機，熱循環溫度範圍為 -40°C ~ 125°C，濕度環境設定為室溫下情況，設定 1.5 個小時 1 個週次，熱循環溫度和時間關係如圖 4-22 所示，在 500 週次時，拿出試片，做靜態強度和疲勞壽命分析，藉此瞭解材料受到極低溫和高溫時的反覆週次下，材料所能忍受的能力。

5. 電性量測

依據 ASTM D257[54] 規範，把經溫濕度和熱循環條件下 CNT/phenolic resin 試片進行電阻量測，判斷溫濕度和熱循環條件是否會影響 CNT/phenolic resin 複合材料的電性質。

6. 破壞面觀察

把各種測試條件下的破壞試片擷取一部份，經由 SEM 去觀察判斷試片在微觀的真實情形，瞭解在各種測試條件下材料本身結構改變的狀況。

4-5 試片數量

1. 靜態強度實驗

在 4-4.2 實驗測試條件 1、3、4，共 9 種試片×做 7 根測試=63 根。

2. 拉伸疲勞測試

在 4-4.2 實驗測試條件 5~7，共 6 種試片×4 種應力等級× 每個等級做 5 根測試=120 根。

3. 吸濕實驗

在 4-4.2 實驗測試條件 3，共 2 種試片×做 5 根測試=10 根。

所以靜態強度與疲勞測試試片數總合共為 183 根，但在實驗過程中可能因為製造過程或實驗操作不當，或因其它因素而造成試片損毀，故需增加約 30%的試片製造量，共 238 根。故試片實際使用數量為 238 根試片再加上吸濕實驗 10 根總共 248 根。