การสังเคราะห์และศึกษาสมบัติสารประกอบคีบุกอินทรีย์บางชนิด เพื่อใช้เป็นสารหน่วงไฟในฝ้าย

นางสาว กิตติพร แซ่จึง

วิทยานิพนธ์นี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรปริญญาวิทยาศาสตรมหาบัณฑิต
ภาควิชาเคมี
บัณฑิตวิทยาลัย จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย
พ.ศ. 2534

ISBN 974-579-593-3

ลิขสิทธิ์ของบัณฑิตวิทยาลัย จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

019103 i17826137

SYNTHESIS AND PROPERTY STUDIES OF CERTAIN INORGANIC TIN COMPOUNDS FOR USING AS FLAME RETARDANTS ON COTTON

Miss Kittiporn Saejueng

A Thesis Submitted in Partial Fulfillment of the Requirements

for the Degree of Master of Science

Department of Chemistry

Graduate School

Chulalongkorn University

1991

ISBN 974-579-593-3

หัวข้อวิทยานิพนธ์ การสังเคราะห์และศึกษาสมบัติสารประกอบดีบุกอินทรีย์บางชนิด เพื่อใช้เป็นสารหน่วงไฟในฝ้าย

โดย นางสาวกิตติพร แซ่จึง

สาขาวิชา เคมีอินทรีย์

อาจารย์ที่ปรึกษา ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร. รัตนา เสียงประเสริฐกิจ

บัณฑิตวิทยาลัย จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย อนุมัติให้วิทยานิพนธ์ฉบับนี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรปริญญามหาบัณฑิต

_____ คณบดีบัณฑิตวิทยาลัย

(ศาสตราจารย์ ดร. ถาวร วัชราภัย)

กรรมการสอบวิทยานิพนธ์

_____ ประธานกรรมการ

(รองศาสตราจารย์ ดร.โสภณ เรืองสาราญ)

_____ อาจารย์ที่ปรึกษา

(ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.รัตนา เสียงประเสริฐกิจ)

_____ กรรมการ

(อาจารย์ ดร.อรวรรณ สงวนเรือง)

_____ กรรมการ

(ดร.ฐิติวัฒน์ สืบแสง)

กิตติพร แซ่จึง : การสังเคราะห์และศึกษาสมบัติสารประกอบดีบุกอนินทรีย์บางชนิดเพื่อใช้เป็นสารหน่วงไฟในฝ้าย (SYNTHESIS AND PROPERTY STUDIES OF CARTAIN INORGANIC TIN COMPOUNDS FOR USING AS FLAME RETARDANTS ON COTTON)
อาจารย์ที่ปรึกษา : ผศ.ดร.รัตนา เสียงประเสริฐกิจ, 130 หน้า,
ISBN 974-579-593-3

ได้ทำการสังเคราะห์สารประกอบดีบุกอนินทรีย์ประเภทโลหะไฮดรอกซีสแตนเนต, $MSn(OH)_6$ เมื่อ M = Na_2, Mg, Ca, Ba, Co, Cu, Ni, Zn, Sn และ ZrO โดยปฏิกิริยาการสลายตัวแบบสองต่อในน้ำ วิเคราะห์โครงสร้างของสารประกอบดีบุกอนินทรีย์ โดยใช้เทคนิค XRD, IRS, AAS, ICP-AES, FES และการวิเคราะห์ปริมาณธาตุ CHN

สารประกอบดีบุกอนินทรีย์เหล่านี้ เมื่อตกตะกอนในฝ้ายแสดงสมบัติหน่วงไฟได้ การตกตะกอนสามารถเกิดในระบบหนึ่งหรือสองแบท ปริมาณดีบุกที่เพียงพอต่อการหน่วงไฟของสาร มีค่าระหว่าง 4-13% ของน้ำหนักฝ้าย ตรวจสอบสมบัติการติดไฟ โดยวิธี LOI และวิธีทดสอบการติดไฟแบบแนวดิ่ง ได้ตรวจสอบโครงสร้างของเส้นใยฝ้ายโดยเทคนิค SEM ด้วย

ได้ศึกษาการวิเคราะห์เชิงความร้อนและการเปลี่ยนแปลงมวล เพื่อพิสูจน์กลไกการหน่วงไฟของสารประกอบดีบุก ผลปรากฏว่าเกี่ยวข้องกับวัฏภาคควบแน่น

ภาควิชา เคมี .....
สาขาวิชา เคมีอินทรีย์ .....
ปีการศึกษา 2534 .....

ลายมือชื่อนิสิต .....
ลายมือชื่ออาจารย์ที่ปรึกษา .....
ลายมือชื่ออาจารย์ที่ปรึกษาร่วม .....

KITTIPORN SAEJUENG : SYNTHESIS AND PROPERTY STUDIES OF CERTAIN INORGANIC TIN COMPOUNDS FOR USING AS FLAME RETARDANTS ON COTTON : THESIS ADVISER : ASST. PROF. RATANA SEANGPRASERTKIJ Ph.D., 130 PP. ISBN 974-579-593-3

Inorganic tin (IV) compounds, metal hydroxy stannate, $MSn(OH)_6$ where M = Na_2, Mg, Ca, Ba, Co, Ni, Cu, Zn, Sn and ZrO have been synthesized by double decomposition reaction in aqueous solution. The structures of the inorganic tin compounds have been characterized by XRD, IRS, AAS, ICP-AES and CHN elemental analysis.

These tin compounds as deposited on cotton have shown a flame retardant property. The deposition can be either one or two bath system. The actual tin level for adequate flame retardant is between 4-13% of the cotton weight. The flammability test has been measured by LOI method and vertical flame test. The structure in the fiber of cotton has also been examined by SEM.

Thermal analysis and mass conversion have been studied to clarify the mode of action of the tin compounds, and this appears to involve the condensed phase.

ภาควิชา เคมี .....

สาขาวิชา เคมีอินทรีย์ .....

ปีการศึกษา 2534 .....

ลายมือชื่อนิสิต .....

ลายมือชื่ออาจารย์ที่ปรึกษา .....

ลายมือชื่ออาจารย์ที่ปรึกษาร่วม .....

สารบัญ

หน้า

บทคัดย่อภาษาไทย..... ก

บทคัดย่อภาษาอังกฤษ..... ข

กิตติกรรมประกาศ..... ค

รายการตารางประกอบ..... ง

รายการรูปประกอบ..... ฉ

คำอธิบายสัญญลักษณ์และคำย่อ..... ฌ

บทที่

1. บทนำ..... 1

2. การทดลอง

2.1 เครื่องมือ อุปกรณ์ และสารเคมีที่ใช้ในการทดลอง..... 40

2.2 วิธีการทดลอง..... 42

2.2.1 การสังเคราะห์สารประกอบ sodium hydroxy stannate 42

2.2.2 การสังเคราะห์สารประกอบ metal hydroxy stannate..... 43

2.2.3 การพิสูจน์เอกลักษณ์ของสารประกอบ..... 43

2.2.4 การตรวจสอบสมบัติการเป็นสารหน่วงไฟของสารประกอบดีบุกอนินทรีย์..... 44

2.2.5 การตรวจสอบปฏิกิริยาการสลายตัวเนื่องจากความร้อน โดยเครื่อง TGA..... 46

2.2.6 การตรวจสอบวัฏภาคในกลไกการเกิดปฏิกิริยาของสารหน่วงไฟในฝ้าย แบบอย่างง่าย..... 47

2.2.7 การตรวจสอบลักษณะโครงสร้างของเส้นใยฝ้าย ก่อนและหลังเติมสารหน่วงไฟ..... 47

สารบัญ (ต่อ)

หน้า

3. ผลการทดลองและวิเคราะห์ผล 48

4. สรุปผลและข้อเสนอแนะ 76

4.1 สรุปผลการทดลอง 76

4.2 ข้อเสนอแนะ 77

เอกสารอ้างอิง 78

ภาคผนวก 82

ก. การหาปริมาณลิมิตติ้ง ออกซิเจนอินเด็กซ์ 82

ข. การทดสอบการติดไฟแบบแนวดิ่ง 89

ค. หลักการคำนวณ 90

ง. น้ำหนักโมเลกุลของสารตั้งต้นและผลิตภัณฑ์ 91

จ. อินฟราเรดสเปกตรัมของสารประกอบดีบุกอินทรีย์ 92

ฉ. เอกซเรย์ดิฟแฟรกชันแพ็ทเทินของสารประกอบดีบุกอินทรีย์ 102

ช. กราฟ TGA ของสารประกอบดีบุกอินทรีย์ 112

ซ. กราฟ TGA ของผ้าฝ้าย 117

ฌ. กราฟ DTA ของผ้าฝ้าย 122

ญ. รูปลักษณะเส้นใยฝ้าย ก่อนและหลังเติมสารหน่วงไฟ 124

ประวัติผู้เขียน 130

กิตติกรรมประกาศ

ผู้วิจัยขอกราบขอบพระคุณ ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.รัตนา เสียงประเสริฐกิจ อาจารย์ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์ ที่ได้กรุณาให้คำปรึกษาแนะนำและให้ความช่วยเหลือเป็นอย่างดียิ่งตลอดเวลาที่ทำการวิจัย รวมทั้งการเขียนวิทยานิพนธ์ฉบับนี้ ให้สำเร็จลุล่วงไปด้วยดี

ขอขอบพระคุณ รองศาสตราจารย์ ดร.โสภณ เริงสำราญ ดร. อรวรรณ สงวนเรือง และดร. ฐิติวัฒน์ สืบแสง ที่ได้กรุณาตรวจ และแก้ไข ให้วิทยานิพนธ์ฉบับนี้สมบูรณ์ยิ่งขึ้น

ขอขอบพระคุณ บัณฑิตวิทยาลัยจุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัยและสำนักงานคณะกรรมการพัฒนาวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยี ที่ร่วมกันสนับสนุนด้านเงินทุนเพื่อการวิจัยนี้

ขอขอบพระคุณ คุณวัฒนา นพคุณ และคุณพิสมัย เสถียรยานนท์ จากสำนักงานพลังงานแห่งชาติ ที่ให้ความช่วยเหลือในการวิเคราะห์ด้วยเครื่อง TGA

ขอขอบพระคุณ เจ้าหน้าที่ศูนย์เครื่องมือจุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย ที่ให้ความร่วมมือในการวิจัยเป็นอย่างดียิ่ง

ขอขอบพระคุณเพื่อน พี่ และน้องนิสิตปริญญาโทเคมีทุกท่าน ที่ให้ความร่วมมือและช่วยเหลือตลอดการทดลอง

ผู้วิจัยขอรำลึกในความกรุณาของท่านที่กล่าวนามมาข้างต้น รวมทั้งบิดา มารดา และสมาชิกทุกคนในครอบครัว ที่ให้กำลังใจแก่ผู้วิจัยเสมอมาจนสำเร็จการศึกษา จึงขอกราบขอบพระคุณเป็นอย่างสูงมา ณ ที่นี้ด้วย

กิตติพร แซ่จึง

รายการตารางประกอบ

ตารางที่		หน้า
1.1	ค่า LOI ของสาร (37-41)	3
1.2	ผลของสารประกอบดีบุกอินทรีย์ต่อการติดไฟของฝ้าย (42)	7
1.3	ผลของสารหน่วงไฟชนิดต่าง ๆ ต่อการติดไฟของขนสัตว์ (43).....	10
1.4	สารประกอบดีบุกที่ใช้เป็นสารหน่วงไฟชนิดเติมแต่ง สำหรับพอลิเมอร์สังเคราะห์บางชนิด (15)	12
1.5	ผลของสารประกอบดีบุกอินทรีย์ต่อการติดไฟของ polyamides (44)	13
1.6	ผลของ tin (IV) oxide ต่อการติดไฟและการเกิดควัน ของ unsaturated polyesters (25).....	14
1.7	ผลของสารเติมแต่งชนิดต่าง ๆ ต่อการติดไฟและการเกิดควันของ PVC (27)	15
1.8	ผลของสารประกอบดีบุกอินทรีย์ต่อการติดไฟของ G.R.P. (46)	17
1.9	กลไกทั่วไปของการสลายตัวเนื่องจากความร้อนของพอลิเมอร์อินทรีย์บางชนิด	21
1.10	แก๊สที่ได้จากการเผาไหม้ของพอลิเมอร์บางชนิด (5)	22
1.11	สารหน่วงไฟประเภทสารประกอบฮาโลเจน (21).....	25
1.12	สารหน่วงไฟประเภทสารประกอบฟอสฟอรัส (21)	31
3.1	เปอร์เซ็นต์ผลผลิตและสมบัติทางกายภาพของสารประกอบ metal hydroxy stannate	49
3.2	ปริมาณธาตุในสารประกอบดีบุกอินทรีย์	50
3.3	ผลการแปลความหมาย (interpretation) อินฟราเรดสเปกตรัมของ สารประกอบดีบุกอินทรีย์	51
3.4	สภาวะที่เหมาะสมของระบบการตกตะกอน $Na_2Sn(OH)_6$ ในผ้าฝ้าย	55
3.5	สมบัติทางกายภาพของผ้าฝ้ายตัวอย่างกับการทดสอบการติดไฟ	58

รายการตารางประกอบ

ตารางที่		หน้า
3.6	ผลการทดสอบการติดไฟ (vertical flame test), ค่า LOI ของผ้าฝ้ายเมื่อตกตะกอนด้วย metal hydroxy stannate และปริมาณดีบุกในผ้าตัวอย่าง	62
3.7	แสดงความเข้มข้นของโลหะไอออนที่ใช้ตกตะกอน ปริมาณของดีบุก และ $MSn(OH)_6$ ที่ตกตะกอนในผ้าฝ้ายที่ให้ผลเพียงพอต่อการหน่วงไฟ	68
3.8	ผล TGA ของสารประกอบ metal hydroxy stannate	70
3.9	ผล TGA ของผ้าฝ้ายตัวอย่างที่ตกตะกอนด้วยสารประกอบ $MSn(OH)_6$	71
3.10	แสดงปริมาณดีบุกในตัวอย่างผ้าที่ตกตะกอนโดย $Na_2Sn(OH)_6$ และ $ZnSn(OH)_6$ ทั้งกรณีก่อนเผาและหลังเผา	74

รายการรูปประกอบ

รูปที่ หน้า

1.1 การเผาไหม้ของพอลิเมอร์ในวัฏภาคแก๊ส 20

ก.1 แผนภาพแสดงเครื่องมือหาค่า LOI ตาม ASTM D 2863 - 77 83

ก.2 แผนภาพแสดงเครื่องมือหาค่า LOI ตาม ASTM D 2863 - 77 84

ก.3 ภาพแสดงเครื่องมือ LOI ที่จัดทำขึ้น 84

ก.4 เครื่องวัดอัตราการไหลของแก๊ส 86

ข.1 แผนภาพเครื่องทดสอบการติดไฟแบบแนวดิ่ง 89

จ.1 อินฟาเรดสเปกตรัมของ $Na_2Sn(OH)_6$ 92

จ.2 อินฟาเรดสเปกตรัมของ $MgSn(OH)_6$ 93

จ.3 อินฟาเรดสเปกตรัมของ $CaSn(OH)_6$ 94

จ.4 อินฟาเรดสเปกตรัมของ $BaSn(OH)_6$ 95

จ.5 อินฟาเรดสเปกตรัมของ $CoSn(OH)_6$ 96

จ.6 อินฟาเรดสเปกตรัมของ $NiSn(OH)_6$ 97

จ.7 อินฟาเรดสเปกตรัมของ $CuSn(OH)_6$ 98

จ.8 อินฟาเรดสเปกตรัมของ $ZnSn(OH)_6$ 99

จ.9 อินฟาเรดสเปกตรัมของ $SnSn(OH)_6$ 100

จ.10 อินฟาเรดสเปกตรัมของ $ZrOSn(OH)_6$ 101

ฉ.1 เอ็กซเรย์ดิฟแฟรกชันแพ็ทเทินของ $Na_2Sn(OH)_6$ 102

ฉ.2 เอ็กซเรย์ดิฟแฟรกชันแพ็ทเทินของ $MgSn(OH)_6$ 103

ฉ.3 เอ็กซเรย์ดิฟแฟรกชันแพ็ทเทินของ $CaSn(OH)_6$ 104

ฉ.4 เอ็กซเรย์ดิฟแฟรกชันแพ็ทเทินของ $BaSn(OH)_6$ 105

ฉ.5 เอ็กซเรย์ดิฟแฟรกชันแพ็ทเทินของ $CoSn(OH)_6$ 106

รายการรูปประกอบ (ต่อ)

รูปที่ หน้า

ฉ.6 เอกซเรย์ดิฟแฟรกชันแพ็ทเทินของ $NiSn(OH)_6$ 107

ฉ.7 เอกซเรย์ดิฟแฟรกชันแพ็ทเทินของ $CuSn(OH)_6$ 108

ฉ.8 เอกซเรย์ดิฟแฟรกชันแพ็ทเทินของ $ZnSn(OH)_6$ 109

ฉ.9 เอกซเรย์ดิฟแฟรกชันแพ็ทเทินของ $SnSn(OH)_6$ 110

ฉ.10 เอกซเรย์ดิฟแฟรกชันแพ็ทเทินของ $ZrOSn(OH)_6$ 111

ช.1 กราฟ TGA ของ $Na_2Sn(OH)_6$ 112

ช.2 กราฟ TGA ของ $MgSn(OH)_6$ 112

ช.3 กราฟ TGA ของ $CaSn(OH)_6$ 113

ช.4 กราฟ TGA ของ $BaSn(OH)_6$ 113

ช.5 กราฟ TGA ของ $CoSn(OH)_6$ 114

ช.6 กราฟ TGA ของ $NiSn(OH)_6$ 114

ช.7 กราฟ TGA ของ $CuSn(OH)_6$ 115

ช.8 กราฟ TGA ของ $ZnSn(OH)_6$ 115

ช.9 กราฟ TGA ของ $SnSn(OH)_6$ 116

ช.10 กราฟ TGA ของ $ZrOSn(OH)_6$ 116

ช.1 กราฟ TGA ของ ผ้าฝ้าย 117

ช.2 กราฟ TGA ของ ผ้าฝ้ายที่ตกตะกอนด้วย $SnSn(OH)_6$ 1.0 %
ใน solvent น้ำ 118

ช.3 กราฟ TGA ของ ผ้าฝ้ายที่ตกตะกอนด้วย $SnSn(OH)_6$ 1.3 %
ใน solvent น้ำ..... 118

ช.4 กราฟ TGA ของ ผ้าฝ้ายที่ตกตะกอนด้วย $NiSn(OH)_6$ 2.0 %
ใน solvent น้ำ..... 119

รายการรูปประกอบ (ต่อ)

รูปที่ หน้า

ช.5 กราฟ TGA ของ ผ้าฝ้ายที่ตกตะกอนด้วย $NiSn(OH)_6$ 2.5 %
ใน solvent น้ำ..... 119
ช.6 กราฟ TGA ของ ผ้าฝ้ายที่ตกตะกอนด้วย $CaSn(OH)_6$ 1.0 %
ใน solvent น้ำ..... 120
ช.7 กราฟ TGA ของ ผ้าฝ้ายที่ตกตะกอนด้วย $CaSn(OH)_6$ 1.5 %
ใน solvent น้ำ..... 120

ช.8 กราฟ TGA ของ ผ้าฝ้ายที่ตกตะกอนด้วย $ZnSn(OH)_6$ 1.0 %
ใน solvent น้ำ 121
ช.9 กราฟ TGA ของ ผ้าฝ้ายที่ตกตะกอนด้วย $ZnSn(OH)_6$ 2.0 %
ใน solvent น้ำ 121
ฌ.1 กราฟ DTA ของ ผ้าฝ้ายที่ตกตะกอนด้วย $MgSn(OH)_6$ 1.0 %
ใน solvent น้ำ 122
ฌ.2 กราฟ DTA ของ ผ้าฝ้ายที่ตกตะกอนด้วย $CoSn(OH)_6$ 1.0 %
ใน solvent น้ำ 122
ฌ.3 กราฟ DTA ของ ผ้าฝ้ายที่ตกตะกอนด้วย $SnSn(OH)_6$ 1.0 %
ใน solvent น้ำ 123
ฌ.4 กราฟ DTA ของ ผ้าฝ้ายที่ตกตะกอนด้วย $ZrOSn(OH)_6$ 3.0 %
ใน solvent น้ำ 123

คำอธิบายสัญญลักษณ์และคำย่อ

R,R	=	หมู่ alkyl หรือ aryl
Me	=	หมู่ methyl
Et	=	หมู่ ethyl
Bu	=	หมู่ butyl
Ph	=	หมู่ phenyl
PE	=	polyethylene
PP	=	polypropylene
PS	=	polystyrene
PAN	=	polyacrylonitrile
PET	=	polyethylene terephthalate
PVC	=	polyvinylchloride
PVAL	=	polyvinyl alcohol
PTFE	=	polytetrafluoroethylene
PMMA	=	polymethyl methacrylate
ABS	=	copolymer acrylonitrile-butadiene-styrene
SBR	=	styrene-butadiene rubber
GRP	=	glass reinforced polyester
$MSn(OH)_6$	=	metal hydroxy stannate ที่โลหะมีเวเลนซีสอง
o.m.f.	=	on the mass of fabric
phr	=	parts per hundred of resin