

การเตรียมและสมบัติของไฟของเส้นใยเชิงประกอบเซลลูโลสฟอสเฟต/พอลิโพรพิลีน

นางสาวเกาทัฑธา ธรรมานุกิจเจริญ

วิทยานิพนธ์นี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรปริญญาวิทยาศาสตรมหาบัณฑิต
สาขาวิชาวิทยาศาสตร์พอลิเมอร์ประยุกต์และเทคโนโลยีสิ่งทอ ภาควิชาวัสดุศาสตร์
คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

ปีการศึกษา 2554

ลิขสิทธิ์ของจุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

บทคัดย่อและแฟ้มข้อมูลฉบับเต็มของวิทยานิพนธ์ตั้งแต่ปีการศึกษา 2554 ที่ให้บริการในคลังปัญญาจุฬาฯ (CUIR)

เป็นแฟ้มข้อมูลของนิสิตเจ้าของวิทยานิพนธ์ที่ส่งผ่านทางบัณฑิตวิทยาลัย

The abstract and full text of theses from the academic year 2011 in Chulalongkorn University Intellectual Repository (CUIR)
are the thesis authors' files submitted through the Graduate School.

PREPARATION AND FLAME RETARDANT PROPERTIES OF CELLULOSE
PHOSPHATE/POLYPROPYLENE COMPOSITE FIBERS

Miss Phaophuttra Thummanukitcharoen

A Thesis Submitted in Partial Fulfillment of the Requirements
for the Degree of Master of Science Program in Applied Polymer Science and Textile Technology
Department of Materials Science
Faculty of Science
Chulalongkorn University
Academic Year 2011

หัวข้อวิทยานิพนธ์	การเตรียมและสมบัติของไฟของเส้นใยเชิงประกอบ เซลลูโลสฟอสเฟต/พอลิโพรพิลีน
โดย	นางสาวเกาภัทธา ธรรมานุกิจเจริญ
สาขาวิชา	วิทยาศาสตร์พอลิเมอร์ประยุกต์และเทคโนโลยีสิ่งทอ
อาจารย์ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์หลัก	รองศาสตราจารย์ ดร.กาวิ ศรีกุลกิจ
อาจารย์ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์ร่วม	อาจารย์ ดร.สรินทร์ ลีมนานาท

คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย อนุมัติให้รับวิทยานิพนธ์ฉบับนี้เป็นส่วน
หนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรปริญญาวิทยาศาสตรบัณฑิต

..... คณบดีคณะวิทยาศาสตร์
(ศาสตราจารย์ ดร. สุพจน์ หารหนองบัว)

คณะกรรมการสอบวิทยานิพนธ์

..... ประธานกรรมการ
(รองศาสตราจารย์ ดร.ประณัฐ โพธิยะราช)

..... อาจารย์ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์หลัก
(รองศาสตราจารย์ ดร.กาวิ ศรีกุลกิจ)

..... อาจารย์ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์ร่วม
(อาจารย์ ดร.สรินทร์ ลีมนานาท)

..... กรรมการ
(ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.สิริรัตน์ จารุจินดา)

..... กรรมการภายนอกมหาวิทยาลัย
(รองศาสตราจารย์ ไพพวรรณ สันติสุข)

ภาควิชา ธรรมานุกิจเจริญ : การเตรียมและสมบัติหนองไฟของเส้นใยเชิงประกอบ เซลลูโลสฟอสเฟต/พอลิโพรพิลีน. (PREPARATION AND FLAME RETARDANT PROPERTIES OF CELLULOSE PHOSPHATE/POLYPROPYLENE COMPOSITE FIBERS) อ. ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์หลัก: รศ. ดร. กาวี ศรีกุลกิจ, อ. ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์ร่วม ดร. สรินทร์ ลิ้มปนาท, 148 หน้า.

งานวิจัยนี้มีจุดมุ่งหมายในการเตรียมเซลลูโลสฟอสเฟตเพื่อนำไปใช้งานเป็นสารเติมแต่งที่มีสมบัติหนองไฟในเส้นใยพอลิโพรพิลีน โดยเริ่มจากการเตรียมไมโครคริสตัลไลน์เซลลูโลสด้วยการย่อยสลายเศษเส้นใยฝ้ายเหลือทิ้งจากอุตสาหกรรมด้วยกรดไฮโดรคลอริก จากนั้นจึงนำไมโครคริสตัลไลน์เซลลูโลสไปทำปฏิกิริยาฟอสฟอริลเลชันกับกรดฟอสฟอริกซึ่งอาศัยยูเรียเป็นตัวเร่ง ทำให้ได้ผลิตภัณฑ์หลักคือเซลลูโลสฟอสเฟตและเซลลูโลสคาร์บาเมตเป็นผลิตภัณฑ์ข้างเคียง จากการวิเคราะห์โดยเทคนิค EPMA, SEM-EDX และ FTIR พบว่าการใช้ปริมาณยูเรียสูงขึ้น จะได้เซลลูโลสฟอสเฟตที่มีปริมาณธาตุฟอสฟอรัสและไนโตรเจนอยู่ในองค์ประกอบเพิ่มขึ้น จากนั้น จึงนำเซลลูโลสฟอสเฟตที่ได้มาดัดแปรด้วยออร์แกโนซิลีน เพื่อให้เซลลูโลสฟอสเฟตเข้ากับพอลิโพรพิลีนได้ดีขึ้นดังแสดงด้วยผลการตรวจสอบสัณฐานวิทยาด้วยเทคนิค SEM และจากการตรวจสอบสมบัติทางความร้อนด้วยเทคนิค TGA ยังพบว่าการดัดแปรเซลลูโลสฟอสเฟตด้วยออร์แกโนซิลีนเพิ่มเสถียรภาพทางความร้อนให้แก่เซลลูโลสฟอสเฟตได้ ส่งผลให้สามารถเตรียมเซลลูโลสฟอสเฟตดัดแปรด้วยออร์แกโนซิลีน/พอลิโพรพิลีนเป็นมาสเตอร์แบทช์ที่อุณหภูมิสูงได้ เมื่อนำมาสเตอร์แบทช์ที่มีความเข้มข้นของตัวเติมอยู่ร้อยละ 30 โดยน้ำหนักมาผสมกับพอลิโพรพิลีนให้มีความเข้มข้นของตัวเติมร้อยละ 5, 7.5, 10 และ 15 โดยน้ำหนัก แล้วนำไปฉีดเป็นเส้นใยเชิงประกอบ พบว่าอนุภาคของตัวเติมมีขนาดใหญ่กว่ารูสปินเนอเรตทำให้เกิดการอุดตันเป็นอุปสรรคสำคัญต่อการขึ้นรูปเส้นใยเชิงประกอบจนส่งผลให้เส้นใยที่ได้มีปริมาณฟิลเลอร์เป็นองค์ประกอบน้อยมาก (ประมาณร้อยละ 1 โดยน้ำหนัก) จึงไม่มีผลให้เส้นใยเชิงประกอบหนองไฟได้ แต่พบว่าฟิลเลอร์ยังคงช่วยเพิ่มเสถียรภาพทางความร้อนให้แก่เส้นใยเชิงประกอบได้ เมื่อเปรียบเทียบกับเส้นใยพอลิโพรพิลีน โดยฟิลเลอร์นี้ทำหน้าที่เป็นตัวหล่อลื่นจึงช่วยลดแรงเสียดทานระหว่างสายโซ่โมเลกุลของพอลิโพรพิลีนระหว่างการหลอมเหลว ทำให้ลดการสลายตัวของพอลิโพรพิลีน อย่างไรก็ตามเส้นใยเชิงประกอบที่ได้มีสมบัติเชิงกลที่ด้อยเนื่องจากอนุภาคฟิลเลอร์นี้ไม่มีค่า aspect ratio จึงไม่มีผลในการเสริมแรงให้แก่เส้นใย

ภาควิชา.....วัสดุศาสตร์.....ลายมือชื่อ.....
 สาขาวิชา วิทยาศาสตร์พอลิเมอร์ประยุกต์และเทคโนโลยีสิ่งทอ ลายมือชื่อ อ.ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์หลัก.....
 ปีการศึกษา 2554.....ลายมือชื่อ อ.ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์ร่วม.....

5272484523 : MAJOR APPLIED POLYMER SCIENCE AND TEXTILE TECHNOLOGY

KEYWORDS : POLYPROPYLENE / CELLULOSE PHOSPHATE / FLAME RETARDANT

PHAOPHUTTRA THUMMANUKITCHAROEN: PREPARATION AND FLAME RETARDANT PROPERTIES OF CELLULOSE PHOSPHATE/POLYPROPYLENE COMPOSITE FIBERS. ADVISOR: ASSOC. PROF. KAWEE SRIKULKIT, Ph.D., CO-ADVISOR : SARINTORN LIMPANART, Ph.D., 148 pp.

Cellulose phosphate was prepared and subsequently applied as a functional filler for polypropylene in order to impart flame retardant property. First, microcrystalline cellulose (MCC) was prepared by acid hydrolysis of cotton fiber waste. Then, the preparation of cellulose phosphate (MCCP) was carried out using the phosphorylation reaction of microcrystalline cellulose with phosphoric acid in the present of molten urea as catalyst. The amount of urea catalyst governed the reaction yield of cellulose phosphate. Cellulose carbamate as a by-product was inevitably found dependent on the urea concentrations; the more the urea concentration the more the nitrogen content. This claim was confirmed by EPMA, SEM-EDX and FTIR techniques. Further surface modification of cellulose phosphate was performed by treating MCCP with organosilane coupling agent (SiMCCP) in order to obtain hydrophobic MCCP with good compatibility with PP as seen in SEM micrographs. It was found that silane treated fillers (SiMCC and SiMCCP) exhibited higher thermal stability as confirmed by TGA analysis. As a result, these fillers were able to withstand melt processing temperatures, resulting in controlled thermal degradability in masterbatch preparation. The masterbatch containing 30% silane treated fillers was mixed with PP to obtain spinning recipes loading with 5%, 7.5%, 10% and 15 % filler content prior to melt spinning to produce polypropylene composite fibers. Difficulty in spinning was experienced due to the problem of large particle sizes, resulting in significantly low filler content found in the spun fibers (about 1%). Fortunately, the results demonstrated that composite fibers exhibited higher thermal stability when compared to PP fibers due to the lubricant effect of filler particles which prevented polypropylene degradation arising from shear force during melt processing. However, tensile properties of composite fibers were relatively lower than PP fibers, indicating that fillers due to their no aspect ratio failed to act as a reinforcing material. For flammability property, even though SiMCCP itself was an excellent flame retardant but composite fibers containing SiMCCP failed to exhibit flame retardancy. This was due to the fact that the actual amount of filler content in the spun fibers was too low to impart flame retardancy property.

Department : Materials Science Student's Signature.....

Field of Study : Applied Polymer Science and Textile Technology Advisor's Signature.....

Academic Year : 2011 Co-advisor's Signature

กิตติกรรมประกาศ

วิทยานิพนธ์ฉบับนี้สำเร็จลุล่วงตามวัตถุประสงค์ที่ตั้งไว้อย่างสมบูรณ์เป็นเพราะได้รับคำแนะนำทางวิชาการ ความเชื่อเพื่อด้านเครื่องมือ วัสดุดิบและสถานที่ทำวิทยานิพนธ์ อีกทั้งยังได้รับความช่วยเหลือและแนะนำในการทำวิทยานิพนธ์จากผู้ทรงคุณวุฒิด้านต่างๆ เป็นอย่างนี้ ข้าพเจ้าจึงใคร่ขอขอบคุณบุคคล และหน่วยงานที่เกี่ยวข้องกันดังรายนาม ต่อไปนี้

1. รองศาสตราจารย์ ดร. กาวี ศรีภูลกิจ อาจารย์ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์ และ อาจารย์ ดร. สรินทร ลิ้มปนาท อาจารย์ที่ปรึกษาร่วม ที่ให้คำปรึกษาในการแก้ไขปัญหาและแนวทางในการทำวิทยานิพนธ์ รวมถึงการจัดทำวิทยานิพนธ์ฉบับสมบูรณ์
2. สถาบันวิจัยโลหะและวัสดุ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย
3. ภาควิชาวัสดุศาสตร์ คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย
4. ภาควิชาวิศวกรรมสิ่งทอ คณะวิศวกรรมศาสตร์ มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีราชมงคลธัญบุรี
5. ศูนย์เครื่องมือวิจัยวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยี จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย
6. ศูนย์ความเป็นเลิศแห่งชาติด้านปิโตรเลียม ปิโตรเคมี และวัสดุขั้นสูง และสำนักงานพัฒนาวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยีแห่งชาติ (สวทช.) ที่ให้ทุนสนับสนุนในการวิจัย

ท้ายสุดนี้ขอกราบขอบพระคุณ บิดา มารดา ที่ให้การสนับสนุนและให้กำลังใจในการทำวิทยานิพนธ์จนสำเร็จลุล่วงด้วยดี อีกทั้งอาจารย์ทุกท่านที่ช่วยประสิทธิ์ประสาทความรู้ให้แก่ข้าพเจ้าจนสามารถสร้างสรรค์วิทยานิพนธ์ฉบับนี้ได้สำเร็จ

สารบัญ

	หน้า
บทคัดย่อภาษาไทย.....	ง
บทคัดย่อภาษาอังกฤษ.....	จ
กิตติกรรมประกาศ.....	ฉ
สารบัญ.....	ช
สารบัญตาราง.....	ฐ
สารบัญภาพ.....	ฅ
บทที่	
1 บทนำ.....	1
1.1 ความเป็นมาและความสำคัญของปัญหา.....	1
1.2 วัตถุประสงค์ของการวิจัย.....	2
1.3 ขอบเขตของการวิจัย.....	2
1.4 ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับ.....	3
2 เอกสารและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง.....	4
2.1 พอลิโพรพิลีน (Polypropylene, PP).....	4
2.1.1 ประเภทของพอลิโพรพิลีน.....	4
2.1.2 การสังเคราะห์พอลิโพรพิลีน.....	5
2.1.3 สมบัติของพอลิโพรพิลีนและการใช้ประโยชน์.....	5
2.2 เส้นใยพอลิโพรพิลีน (Polypropylene fiber).....	6
2.2.1 สมบัติของเส้นใยพอลิโพรพิลีน.....	7
2.2.2 ข้อเสียของเส้นใยพอลิโพรพิลีน.....	8
2.3 การผลิตเส้นใยแบบหลอมเหลว.....	8
2.4 เซลลูโลส.....	10
2.4.1 เส้นใยฝ้าย.....	10
2.4.2 ไมโครคริสตัลลีนเซลลูโลส (Microcrystalline cellulose).....	13

บทที่	หน้า
2.4.3 กลไกการเกิดซาร์ของเซลลูโลส.....	14
2.5 สารหน่วงไฟ.....	16
2.5.1 ประเภทของสารหน่วงไฟ.....	16
2.5.2 กลไกการหน่วงไฟของสารประกอบประเภทฟอสฟอรัส.....	18
2.6 ออร์แกโนซิลิโคน.....	20
2.7 งานวิจัยที่เกี่ยวข้อง.....	22
3 วิธีดำเนินการวิจัย.....	25
3.1 สารเคมีที่ใช้ในการทดลอง.....	25
3.2 อุปกรณ์และเครื่องมือที่ใช้ในการทดลอง.....	26
3.3 วิธีการทดลอง.....	28
3.3.1 การเตรียมไมโครคริสตัลไลน์เซลลูโลสจากเศษเส้นใยฝ้าย.....	28
3.3.2 การเตรียมเซลลูโลสฟอสเฟตจากไมโครคริสตัลไลน์เซลลูโลส.....	29
3.3.3 การดัดแปรเซลลูโลสและเซลลูโลสฟอสเฟตด้วย เฮกซะเดซิลไตรเมทอกซีซิลิโคน.....	30
3.3.4 การเตรียมมาสเตอร์แบทช์ (เข้มข้นร้อยละ 30)	32
3.3.5 เตรียมเส้นใยเชิงประกอบเซลลูโลสฟอสเฟต/พอลิโพรพิลีน เซลลูโลสที่ดัดแปรด้วยออร์แกโนซิลิโคน/พอลิโพรพิลีน และ เซลลูโลสฟอสเฟตที่ดัดแปรด้วยออร์แกโนซิลิโคน/พอลิโพรพิลีน.....	33
3.4 การวิเคราะห์และตรวจสอบ.....	35
3.4.1 การวิเคราะห์โครงสร้างของไมโครคริสตัลไลน์เซลลูโลส เซลลูโลสฟอสเฟต เซลลูโลสดัดแปรด้วยออร์แกโนซิลิโคน และเซลลูโลสฟอสเฟตดัดแปรด้วยออร์แกโนซิลิโคน และ เส้นใยเชิงประกอบด้วยเทคนิค X-Ray diffractometry (XRD).....	35
3.4.2 การวิเคราะห์หมู่ฟังก์ชันของไมโครคริสตัลไลน์เซลลูโลส เซลลูโลสฟอสเฟต เซลลูโลสดัดแปรด้วยออร์แกโนซิลิโคน และ เซลลูโลสฟอสเฟตดัดแปรด้วยออร์แกโนซิลิโคนด้วยเทคนิค Fourier Transform Infrared Spectroscopy (FT-IR).....	36

<p>3.4.3 การตรวจสอบสัณฐานวิทยาไมโครคริสตัลไลน์เซลลูโลส เซลลูโลสฟอสเฟต เซลลูโลสตัดแปรด้วยออร์แกโนซิลิโคน และเซลลูโลสฟอสเฟตตัดแปรด้วยออร์แกโนซิลิโคน และมาสเตอร์แบทช์ด้วยเทคนิค Scanning electron microscopy (SEM).....</p>	<p>36</p>
<p>3.4.4 การศึกษาสมบัติทางความร้อนของไมโครคริสตัลไลน์เซลลูโลส เซลลูโลสฟอสเฟต เซลลูโลสตัดแปรด้วยออร์แกโนซิลิโคน และ เซลลูโลสฟอสเฟตตัดแปรด้วยออร์แกโนซิลิโคนและเส้นใยเชิง ประกอบด้วยเทคนิค Thermal gravimetric analysis (TGA).....</p>	<p>37</p>
<p>3.4.5 การศึกษาสมบัติทางความร้อนของเส้นใยเชิงประกอบเซลลูโลส ตัดแปรด้วยออร์แกโนซิลิโคน/พอลิโพรพิลีน และเซลลูโลสฟอสเฟต ตัดแปรด้วยออร์แกโนซิลิโคน/พอลิโพรพิลีน ด้วยเทคนิค Differential scanning calorimetry (DSC).....</p>	<p>38</p>
<p>3.4.6 การหาค่าดัชนีการไหลของมาสเตอร์แบทช์เซลลูโลสตัดแปรด้วย ออร์แกโนซิลิโคน/พอลิโพรพิลีน และเซลลูโลสฟอสเฟตตัดแปรด้วย ออร์แกโนซิลิโคน/พอลิโพรพิลีน.....</p>	<p>38</p>
<p>3.4.7 การศึกษาลักษณะภายนอกของเส้นใยและเส้นผ่านศูนย์กลาง ของเส้นใยเชิงประกอบเซลลูโลสตัดแปรด้วยออร์แกโนซิลิโคน/ พอลิโพรพิลีน และเซลลูโลสฟอสเฟตตัดแปรด้วยออร์แกโนซิลิโคน/ พอลิโพรพิลีนด้วยกล้อง Optical microscope.....</p>	<p>39</p>
<p>3.4.8 การศึกษาสมบัติเชิงกลของเส้นใยเชิงประกอบเซลลูโลสตัดแปร ด้วยออร์แกโนซิลิโคน/พอลิโพรพิลีน และเซลลูโลสฟอสเฟตตัดแปร ด้วยออร์แกโนซิลิโคน/พอลิโพรพิลีน ด้วยเครื่อง Universal testing machine.....</p>	<p>40</p>
<p>3.4.9 การศึกษาสมบัติหน่วงไฟของเส้นใยเชิงประกอบเซลลูโลสตัดแปร ด้วยออร์แกโนซิลิโคน/พอลิโพรพิลีน และเซลลูโลสฟอสเฟตตัดแปร ด้วยออร์แกโนซิลิโคน/พอลิโพรพิลีน.....</p>	<p>40</p>

บทที่	หน้า
4 ผลการทดลองและวิจารณ์ผลการทดลอง.....	43
4.1 การสังเคราะห์เซลลูโลสฟอสเฟตและเซลลูโลสฟอสเฟตดัดแปรด้วย ออร์แกโนซิลีน.....	43
4.1.1 การวิเคราะห์โครงสร้างผลึก.....	43
4.1.1.1 ไมโครคริสตัลไลน์เซลลูโลสและเซลลูโลสฟอสเฟต.....	43
4.1.1.2 เซลลูโลสดัดแปรด้วยออร์แกโนซิลีน.....	44
4.1.1.3 เซลลูโลสฟอสเฟตดัดแปรด้วยออร์แกโนซิลีน.....	45
4.1.2 การวิเคราะห์โครงสร้างเคมีด้วยเทคนิค FT-IR และ SEM-EDX.....	46
4.1.2.1 ไมโครคริสตัลไลน์เซลลูโลสและเซลลูโลสฟอสเฟต.....	46
4.1.2.2 เซลลูโลสดัดแปรด้วยออร์แกโนซิลีน.....	51
4.1.2.3 เซลลูโลสฟอสเฟตดัดแปรด้วยออร์แกโนซิลีน.....	53
4.1.3 การศึกษาสัณฐานวิทยาโดยเทคนิค SEM.....	56
4.1.3.1 ไมโครคริสตัลไลน์เซลลูโลสและเซลลูโลสฟอสเฟต.....	56
4.1.3.2 เซลลูโลสดัดแปรด้วยออร์แกโนซิลีน.....	57
4.1.3.3 เซลลูโลสฟอสเฟตดัดแปรด้วยออร์แกโนซิลีน.....	58
4.1.4 การศึกษาสมบัติทางความร้อนด้วยเทคนิค TGA.....	60
4.1.4.1 ไมโครคริสตัลไลน์เซลลูโลสและเซลลูโลสฟอสเฟต.....	60
4.1.4.2 เซลลูโลสดัดแปรด้วยออร์แกโนซิลีน.....	61
4.1.4.3 เซลลูโลสฟอสเฟตดัดแปรด้วยออร์แกโนซิลีน.....	63
4.2 เตรียมมาสเตอร์แบทช์ (เข้มข้นร้อยละ 30) ของวัสดุเชิงประกอบ ไมโครคริสตัลไลน์เซลลูโลส/พอลิไพโรฟิไลน์ เซลลูโลสฟอสเฟต/ พอลิไพโรฟิไลน์ และเซลลูโลสฟอสเฟตที่ดัดแปรด้วยออร์แกโนซิลีน/ พอลิไพโรฟิไลน์.....	66
4.2.1 การวิเคราะห์สมบัติทางความร้อนด้วยเทคนิค TGA.....	66
4.2.1.1 เซลลูโลสฟอสเฟต/พอลิไพโรฟิไลน์และ เซลลูโลสฟอสเฟตดัดแปรด้วยออร์แกโนซิลีน/ พอลิไพโรฟิไลน์มาสเตอร์แบทช์.....	66

บทที่	หน้า
4.2.1.2 ไมโครคริสตัลไลน์เซลลูโลส/พอลิโพรพิลีนและ เซลลูโลสตัดแปรด้วยออร์แกโนซิลิโคน/พอลิโพรพิลีน มาสเตอร์แบทช์.....	69
4.2.2 การวิเคราะห์สมบัติทางความร้อนด้วยเทคนิค DSC.....	72
4.2.3 การวิเคราะห์สัณฐานวิทยาด้วยเทคนิค SEM.....	74
4.2.4 การศึกษาดัชนีการไหลของพอลิโพรพิลีน เซลลูโลสตัดแปรด้วย ออร์แกโนซิลิโคน/พอลิโพรพิลีนและเซลลูโลสฟอสเฟตตัดแปรด้วย ออร์แกโนซิลิโคน/พอลิโพรพิลีนมาสเตอร์แบทช์.....	77
4.3 การเตรียมเส้นใยเชิงประกอบไมโครคริสตัลไลน์เซลลูโลส/พอลิโพรพิลีน เซลลูโลสฟอสเฟต/พอลิโพรพิลีนและเซลลูโลสฟอสเฟตที่ตัดแปรด้วย ออร์แกโนซิลิโคน/พอลิโพรพิลีนจากมาสเตอร์แบทช์ที่เตรียมไว้ โดยใช้ อัตราส่วนผสมระหว่างมาสเตอร์แบทช์และพอลิโพรพิลีนต่างๆ กัน คือ 1:1, 1:2, 1:3 และ 1:5.....	79
4.3.1 ลักษณะทั่วไปของเส้นใยเชิงประกอบเซลลูโลสฟอสเฟต/ พอลิโพรพิลีน.....	79
4.3.2 การศึกษาสัณฐานวิทยาโดยเทคนิค Optical Microscope.....	81
4.3.3 การศึกษาโครงสร้างผลึกโดยเทคนิค XRD.....	83
4.3.4 การศึกษาสมบัติทางความร้อนโดยเทคนิค TGA.....	84
4.3.5 การศึกษาสมบัติทางหน่วงไฟโดยเทคนิค DSC.....	86
4.3.6 การศึกษาสมบัติทางหน่วงไฟโดยเทคนิค LOI.....	88
4.3.7 การศึกษาสมบัติเชิงกลด้วยเครื่อง UI-94 HB.....	89
4.3.8 การศึกษาสมบัติเชิงกลด้วยเครื่อง Universal Testing Machine.....	89
4.3.8.1 สมบัติเชิงกลของเส้นใยเชิงประกอบเซลลูโลสตัดแปรด้วย ออร์แกโนซิลิโคน/พอลิโพรพิลีนและเซลลูโลสฟอสเฟต ตัดแปรด้วยออร์แกโนซิลิโคน/พอลิโพรพิลีน.....	89
4.3.8.1 สมบัติเชิงกลของเส้นใยเชิงประกอบเซลลูโลสตัดแปรด้วย ออร์แกโนซิลิโคนสูตรต่างๆ/พอลิโพรพิลีน ที่ความเข้มข้น ร้อยละ 7.5 โดยน้ำหนักเท่ากัน.....	92

บทที่	หน้า
5 สรุปผลการทดลองและข้อเสนอแนะ.....	95
5.1 สรุปผลการทดลอง.....	95
5.2 ข้อเสนอแนะ.....	97
รายการอ้างอิง.....	98
ภาคผนวก.....	101
ภาคผนวก ก.....	102
ภาคผนวก ข.....	110
ภาคผนวก ค.....	116
ภาคผนวก ง.....	141
ภาคผนวก จ.....	143
ภาคผนวก ฉ.....	147
ประวัติผู้เขียนวิทยานิพนธ์.....	148

สารบัญตาราง

ตารางที่		หน้า
3.1	ปริมาณของสารที่ใช้ในการสังเคราะห์เซลลูโลสฟอสเฟต ณ อัตราส่วนต่างๆ.....	30
3.2	ปริมาณของสารที่ใช้ในการดัดแปรเซลลูโลสและเซลลูโลสฟอสเฟต ณ อัตราส่วนต่างๆ.....	31
3.3	สูตรของผสมที่ใช้ในการเตรียมเส้นใยเชิงประกอบพอลิพรพิลีน/ เซลลูโลสดัดแปรด้วยออร์แกโนซิลิโคน.....	34
4.1	ตารางแสดงหมู่ฟังก์ชันที่สำคัญของเซลลูโลสฟอสเฟต.....	48
4.2	ร้อยละของปริมาณธาตุที่เป็นส่วนประกอบในผงไมโครคริสตัลไลน์เซลลูโลสและ เซลลูโลสฟอสเฟตสูตรต่างๆ จากการวิเคราะห์หาปริมาณธาตุด้วยเทคนิค SEM-EDX.....	49
4.3	ร้อยละของปริมาณธาตุที่เป็นส่วนประกอบในผงไมโครคริสตัลไลน์เซลลูโลส และเซลลูโลสฟอสเฟตสูตรต่างๆ จากการวิเคราะห์หาปริมาณธาตุด้วยเทคนิค EPMA.....	49
4.4	ตารางแสดงหมู่ฟังก์ชันที่สำคัญของเซลลูโลสฟอสเฟตดัดแปรด้วย ออร์แกโนซิลิโคน.....	52
4.5	ร้อยละของปริมาณธาตุที่เป็นส่วนประกอบในผงไมโครคริสตัลไลน์เซลลูโลส และเซลลูโลสดัดแปรด้วยออร์แกโนซิลิโคนสูตรต่างๆ.....	53
4.6	ตารางแสดงหมู่ฟังก์ชันที่สำคัญของเซลลูโลสฟอสเฟตดัดแปรด้วย ออร์แกโนซิลิโคน.....	55
4.7	ร้อยละของปริมาณธาตุที่เป็นส่วนประกอบในผงไมโครคริสตัลไลน์เซลลูโลส และเซลลูโลสดัดแปรด้วยออร์แกโนซิลิโคนสูตรต่างๆ.....	55
4.8	การสลายตัวทางความร้อนของไมโครคริสตัลไลน์เซลลูโลสและ เซลลูโลสฟอสเฟตที่สังเคราะห์จากสภาวะต่างๆ.....	60
4.9	การสลายตัวทางความร้อนของไมโครคริสตัลไลน์เซลลูโลสและ เซลลูโลสดัดแปรด้วยออร์แกโนซิลิโคน.....	63

ตารางที่	หน้า	
4.10	การสลายตัวทางความร้อนครั้งแรกของไมโครคริสตัลไลน์เซลลูโลส, เซลลูโลสฟอสเฟตและเซลลูโลสฟอสเฟตดัดแปรด้วยออร์แกโนซิลิโคน จากการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค TGA.....	64
4.11	การสลายตัวทางความร้อนของไมโครคริสตัลไลน์เซลลูโลส/พอลิโพรพิลีน มาสเตอร์แบทช์และเซลลูโลสดัดแปรด้วยออร์แกโนซิลิโคน/พอลิโพรพิลีน มาสเตอร์แบทช์.....	68
4.12	การสลายตัวทางความร้อนของเซลลูโลสฟอสเฟต/พอลิโพรพิลีน มาสเตอร์แบทช์และเซลลูโลสฟอสเฟตดัดแปรด้วยออร์แกโนซิลิโคน/ พอลิโพรพิลีนมาสเตอร์แบทช์.....	71
4.13	สมบัติทางความร้อนครั้งที่สองของไมโครคริสตัลไลน์เซลลูโลส/พอลิโพรพิลีน และเซลลูโลสดัดแปรด้วยออร์แกโนซิลิโคน/พอลิโพรพิลีนมาสเตอร์แบทช์ จากการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค DSC	74
4.14	ผลการเตรียมเส้นใยเชิงประกอบเซลลูโลสดัดแปรด้วยออร์แกโนซิลิโคน/ พอลิโพรพิลีนและเส้นใยเชิงประกอบเซลลูโลสฟอสเฟตดัดแปรด้วย ออร์แกโนซิลิโคน/พอลิโพรพิลีน.....	79
4.15	ภาพจากกล้องจุลทรรศน์แสดงลักษณะภายนอกของเส้นใยพอลิโพรพิลีนและ เส้นใยเชิงประกอบสูตรต่างๆ.....	82
4.16	เส้นผ่านศูนย์กลางกลางของเส้นใยพอลิโพรพิลีนและเส้นใยเชิงประกอบสูตรต่างๆ....	82
4.17	ผลการศึกษาเสถียรภาพทางความร้อนของการสลายตัวของเส้นใยเชิง ประกอบ SiMCC/PP fiber และ SiMCCP/PP fiber ด้วยเทคนิค TGA.....	85
4.18	สมบัติทางความร้อนของเส้นใย PP และเส้นใยเชิงประกอบ SiMCCP/PP fiber และ SiMCC/PP fiber สูตรต่างๆ จากการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค DSC.....	88
4.19	ค่า LOI ของเส้นใยพอลิโพรพิลีนและเส้นใยเชิงประกอบ SiMCC/PP fiber และ SiMCCP/PP fiber.....	88

สารบัญภาพ

ภาพที่		หน้า
2.1	กระบวนการผลิตเส้นใยแบบหลอมเหลว.....	9
2.2	โครงสร้างของเซลลูโลส.....	12
2.3	การแตกของพันธะ β -1,4 glycosidic.....	14
2.4	การสลายตัวทางความร้อนของเซลลูโลส	15
2.5	กลไกการสลายตัวทางความร้อนของเซลลูโลสตามหลักการของ Kilzer และ Broido	16
2.6	การสลายตัวทางความร้อนของเซลลูโลสฟอสเฟต (Phosphorylated Cellulose)	19
2.7	การเกิดปฏิกิริยาของออร์แกโนซิลิโคน.....	21
2.8	ปฏิกิริยาฟอสฟอริเลชันของกรดฟอสฟอริกและเซลลูโลส.....	23
3.1	ขั้นตอนการเตรียมผงไมโครคริสตัลไลน์เซลลูโลส.....	28
3.2	ขั้นตอนสังเคราะห์เซลลูโลสฟอสเฟต.....	29
3.3	ขั้นตอนการดัดแปรไมโครคริสตัลไลน์เซลลูโลสหรือเซลลูโลสฟอสเฟต ด้วยเฮกซะเดซิลไตรเมทอกซีซิลิโคน.....	31
3.4	ขั้นตอนการเตรียมมาสเตอร์แบทช์ของวัสดุเชิงประกอบของพอลิไพโรฟิไลน์.....	32
3.5	ขั้นตอนการเตรียมเส้นใยเชิงประกอบของพอลิไพโรฟิไลน์.....	34
3.6	X-ray Diffractometer ของ PHILIPS รุ่น X'Pert PW 3710.....	35
3.7	เครื่อง FT-IR spectrometer ของบริษัท Perkin Elmer รุ่น Spectrum one FT-IR spectrometer.....	36
3.8	กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดของบริษัท PHILIPS รุ่น XL 30 CP...	37
3.9	เครื่อง Thermal Gravimetric Analysis (TGA) Mettler Toledo รุ่น TGA/SDTA 851.....	37
3.10	เครื่อง Differential Scanning Calorimeter ของ PerkinElmer รุ่น DSC 7.....	38
3.11	เครื่อง Melt flow index บริษัท C.B.N.Engineering Ltd.,Part รุ่น XRL-400 series	39
3.12	กล้อง Optical microscope ของบริษัท Olympus รุ่น BX60.....	39

ภาพที่		หน้า
3.13	เครื่อง Universal testing machine ของบริษัท Instron รุ่น 5538.....	40
3.14	อุปกรณ์ในการทดสอบสมบัติห่วงไฟของเส้นใยเชิงประกอบของ พอลิโพรพิลีนตามมาตรฐาน UL-94.....	41
3.15	ชิ้นงานตัวอย่างในการทดสอบ UL-94 HB	42
3.16	เครื่องวิเคราะห์ดัดขึ้นออกซิเจนจำกัดของ Stanton Redcroft รุ่น FTA	42
4.1	XRD ดิฟแฟรกโตแกรม ของไมโครคริสตัลลีนเซลลูโลสและเซลลูโลสฟอสเฟต...	44
4.2	XRD ดิฟแฟรกโตแกรม ของไมโครคริสตัลลีนเซลลูโลสและเซลลูโลสดัดแปร ด้วยซีเลเนในอัตราส่วนของไมโครคริสตัลลีนเซลลูโลส:ออร์แกโนซีเลเนต่างกัน....	45
4.3	XRD ดิฟแฟรกโตแกรมไมโครคริสตัลลีนเซลลูโลส, เซลลูโลสฟอสเฟต และ เซลลูโลสฟอสเฟตดัดแปรด้วยออร์แกโนซีเลเน	46
4.4	ปฏิกิริยาฟอสฟอริเลชันระหว่างเซลลูโลสกับกรดฟอสฟอริกได้ เซลลูโลสฟอสเฟตและปฏิกิริยาข้างเคียงระหว่างเซลลูโลสกับยูเรีย ได้เซลลูโลสคาร์บาเมต.....	47
4.5	อินฟราเรดสเปกตรัมของไมโครคริสตัลลีนเซลลูโลสกับเซลลูโลสฟอสเฟต.....	48
4.6	ผงไมโครคริสตัลลีนเซลลูโลสและเซลลูโลสฟอสเฟตสูตรต่างๆ ย้อมด้วยสีเบสิก..	51
4.7	อินฟราเรดสเปกตรัมของไมโครคริสตัลลีนเซลลูโลสบริสุทธิ์กับเซลลูโลสดัดแปร ด้วยออร์แกโนซีเลเนสูตรต่างๆ.....	52
4.8	อินฟราเรดสเปกตรัมของไมโครคริสตัลลีนเซลลูโลส, เซลลูโลสฟอสเฟต และ เซลลูโลสฟอสเฟตดัดแปรด้วยออร์แกโนซีเลเน.....	54
4.9	ภาพถ่าย SEM ของอนุภาคของไมโครคริสตัลลีนเซลลูโลสและเซลลูโลส ฟอสเฟต	57
4.10	ภาพถ่าย SEM ของอนุภาคของไมโครคริสตัลลีนเซลลูโลสและเซลลูโลสดัดแปร ด้วยซีเลเนสูตรต่างๆ	58
4.11	ภาพถ่าย SEM ของอนุภาคเซลลูโลสฟอสเฟตและอนุภาคเซลลูโลสฟอสเฟต ดัดแปรด้วยซีเลเน	59
4.12	TGA เทอร์โมแกรมของไมโครคริสตัลลีนเซลลูโลสและเซลลูโลสฟอสเฟต.....	61
4.13	TG เทอร์โมแกรมของไมโครคริสตัลลีนเซลลูโลสและเซลลูโลสดัดแปรด้วย ออร์แกโนซีเลเนสูตรต่างๆ.....	62

ภาพที่	หน้า
4.14	TG เทอร์โมแกรมของไมโครคริสตัลไลน์เซลลูโลสบริสุทธิ์ เซลลูโลสฟอสเฟต และอนุภาคเซลลูโลสฟอสเฟตตัดแปรด้วยซิเลน..... 64
4.15	TGA เทอร์โมแกรมของพอลิโพรพิลีนมาสเตอร์แบทช์และเซลลูโลสตัดแปร ด้วยออร์แกโนซิเลน/พอลิโพรพิลีนมาสเตอร์แบทช์..... 68
4.16	TG เทอร์โมแกรมของพอลิโพรพิลีนมาสเตอร์แบทช์และเซลลูโลสฟอสเฟต ตัดแปรด้วยออร์แกโนซิเลน/พอลิโพรพิลีนมาสเตอร์แบทช์..... 71
4.17	DSC เทอร์โมแกรมแสดงช่วงอุณหภูมิหลอมเหลวของพอลิโพรพิลีนมาสเตอร์ แบทช์, เซลลูโลสตัดแปรด้วยออร์แกโนซิเลน/พอลิโพรพิลีนมาสเตอร์แบทช์และ เซลลูโลสฟอสเฟตตัดแปรด้วยออร์แกโนซิเลน/พอลิโพรพิลีนมาสเตอร์แบทช์..... 73
4.18	DSC เทอร์โมแกรมแสดงช่วงอุณหภูมิการเกิดผลึกของพอลิโพรพิลีนมาสเตอร์ แบทช์, เซลลูโลสตัดแปรด้วยออร์แกโนซิเลน/พอลิโพรพิลีนมาสเตอร์แบทช์และ เซลลูโลสฟอสเฟตตัดแปรด้วยออร์แกโนซิเลน/พอลิโพรพิลีนมาสเตอร์แบทช์..... 73
4.19	ภาพ SEM แสดงสัญญาณวิทยาของพอลิโพรพิลีนมาสเตอร์แบทช์, เซลลูโลสตัดแปรด้วยออร์แกโนซิเลน/พอลิโพรพิลีนมาสเตอร์แบทช์และ เซลลูโลสฟอสเฟตตัดแปรด้วยออร์แกโนซิเลน/พอลิโพรพิลีนมาสเตอร์แบทช์..... 76
4.20	ผลของปริมาณออร์แกโนซิเลนที่ใช้ในการตัดแปรเซลลูโลสต่อค่าดัชนีการไหล ของวัสดุเชิงประกอบเซลลูโลสตัดแปรด้วยซิเลน/พอลิโพรพิลีน..... 78
4.21	เส้นใยพอลิโพรพิลีน (PP fiber) จากการผสมและขึ้นรูปพอลิโพรพิลีนร่วมกับ มาสเตอร์แบทช์ในอัตราส่วน 1:5 และ 1:2 ตามลำดับ..... 80
4.22	เส้นใยเชิงประกอบเซลลูโลสตัดแปรด้วยออร์แกโนซิเลน/พอลิโพรพิลีน (SiMCC/PP fiber) ที่ความเข้มข้นของ SiMCC เท่ากับร้อยละ 5 โดยน้ำหนัก.... 80
4.23	เส้นใยเชิงประกอบเซลลูโลสตัดแปรด้วยออร์แกโนซิเลน/พอลิโพรพิลีน (SiMCC/PP fiber) ที่ความเข้มข้นของ SiMCC เท่ากับร้อยละ 7.5 โดยน้ำหนัก.. 80
4.24	เส้นใยเชิงประกอบเซลลูโลสตัดแปรด้วยออร์แกโนซิเลน/พอลิโพรพิลีน (SiMCC/PP fiber) ที่ความเข้มข้นของ SiMCC เท่ากับร้อยละ 10 โดยน้ำหนัก... 81
4.25	เส้นใยเชิงประกอบเซลลูโลสฟอสเฟตตัดแปรด้วยออร์แกโนซิเลน/พอลิโพรพิลีน (SiMCCP/PP fiber) ที่ความเข้มข้นของ SiMCCP เท่ากับร้อยละ 5 และ 7.5 โดยน้ำหนัก..... 81

ภาพที่	หน้า
4.26 XRD ดิฟแฟรกโทแกรมของเส้นใยพอลิโพรพิลีนและเส้นใยเชิงประกอบสูตรต่างๆ ที่ความเข้มข้นของตัวเติมร้อยละ 7.5 โดยน้ำหนักเท่ากันทุกสูตร.....	83
4.27 TG เทอร์โมแกรมของเส้นใยพอลิโพรพิลีนและเส้นใยเชิงประกอบสูตรต่างๆ ที่ความเข้มข้นแตกต่างกัน.....	85
4.28 DSC เทอร์โมแกรมแสดงอุณหภูมิหลอมของเส้นใยเชิงประกอบเซลลูโลส ดัดแปรด้วยซิเลน/พอลิโพรพิลีนและเส้นใยเชิงประกอบเซลลูโลสฟอสเฟต ดัดแปรด้วยซิเลน/พอลิโพรพิลีน.....	87
4.29 DSC เทอร์โมแกรมแสดงอุณหภูมิเกิดผลึกของเส้นใยเชิงประกอบเซลลูโลส ดัดแปรด้วยซิเลน/พอลิโพรพิลีนและเส้นใยเชิงประกอบเซลลูโลสฟอสเฟต ดัดแปรด้วยซิเลน/พอลิโพรพิลีน.....	87
4.30 ค่าความต้านแรงดึงของเส้นใยพอลิโพรพิลีนและเส้นใยเชิงประกอบเซลลูโลส ดัดแปรด้วยซิเลน/พอลิโพรพิลีนและเส้นใยเชิงประกอบเซลลูโลสฟอสเฟต ดัดแปรด้วยซิเลน/พอลิโพรพิลีน	90
4.31 ค่ามอดูลัสของเส้นใยพอลิโพรพิลีนและเส้นใยเชิงประกอบเซลลูโลสดัดแปร ด้วยซิเลน/พอลิโพรพิลีนและเส้นใยเชิงประกอบเซลลูโลสฟอสเฟตดัดแปร ด้วยซิเลน/พอลิโพรพิลีน	91
4.32 ค่าเปอร์เซ็นต์การยืดตัว ณ จุดขาดของเส้นใยพอลิโพรพิลีนและเส้นใยเชิง ประกอบเซลลูโลสดัดแปรด้วยซิเลน/พอลิโพรพิลีนและเส้นใยเชิงประกอบ เซลลูโลสฟอสเฟตดัดแปรด้วยซิเลน/พอลิโพรพิลีน.....	91
4.33 ค่าความต้านแรงดึงของเส้นใยพอลิโพรพิลีนและเส้นใยเชิงประกอบเซลลูโลส ดัดแปรด้วยซิเลนสูตรต่างๆ/พอลิโพรพิลีน.....	93
4.34 ค่ามอดูลัสของเส้นใยพอลิโพรพิลีนและเส้นใยเชิงประกอบเซลลูโลสดัดแปร ด้วยซิเลนสูตรต่างๆ/พอลิโพรพิลีน.....	93
4.35 ค่าเปอร์เซ็นต์การยืดตัว ณ จุดขาดของเส้นใยพอลิโพรพิลีนและเส้นใย เชิงประกอบเซลลูโลสดัดแปรด้วยซิเลนสูตรต่างๆ/พอลิโพรพิลีน.....	94

บทที่ 1

บทนำ

1.1 ความเป็นมาและความสำคัญของปัญหา

ปัจจุบันเส้นใยพอลิโพรพิลีนได้รับความนิยมนำมาใช้งานอย่างแพร่หลาย อาทิ ผลิตภัณฑ์ทางการแพทย์ สิ่งทอโยธา สิ่งทอสำหรับตกแต่งบ้าน เนื่องจากเส้นใยพอลิโพรพิลีนมีสมบัติเชิงกลที่ดี ขึ้นรูปง่าย และมีต้นทุนการผลิตต่ำ แต่ขณะเดียวกันก็มีข้อด้อย เช่น เสียรูปทรงง่ายเมื่อได้รับความร้อน ติดไฟง่าย และเกิดการหลอมหดเนื่องจากโครงสร้างที่ประกอบด้วยไฮโดรคาร์บอนทั้งหมด ทำให้เป็นแหล่งเชื้อเพลิงอย่างดีเมื่อเกิดอัคคีภัย การปรับปรุงเส้นใยพอลิโพรพิลีนเพื่อพัฒนาให้ได้ผลิตภัณฑ์ที่มีสมบัติด้านการหลอมหดหรือมีความคงรูปดีขึ้นจึงได้รับความสนใจ เช่น การปรับปรุงโครงสร้างทางเคมีของพอลิโพรพิลีนเพื่อเปลี่ยนแปลงกลไกปฏิกิริยาไพโรไลซิสทำให้พอลิโพรพิลีนเกิดชาร์ได้เมื่อเกิดการสลายตัวภายใต้ความร้อน การเติมสารหน่วงไฟที่สามารถยับยั้งการเกิดอนุมูลอิสระในเปลวไฟ ควบคุมความร้อนจากการเผาไหม้และปลดปล่อยน้ำออกมา รวมถึงการเติมสารหน่วงไฟที่มีพฤติกรรมเกิดชาร์ก็ได้รับความนิยมสำหรับเส้นใยพอลิโพรพิลีน โดยเฉพาะระบบของสารประกอบฟอสฟอรัสที่จับคู่กับสารประกอบคาร์บอนที่มีออกซิเจนเป็นองค์ประกอบ เช่น พอลิออล ซึ่งมีกลไกที่สามารถก่อตัวเป็นชาร์ได้เมื่อทำปฏิกิริยากับกรดฟอสฟอริกที่ถูกปลดปล่อยออกมาจากสารประกอบฟอสฟอรัสที่อุณหภูมิสูง ชาร์ที่เกิดจะปกคลุมผิวหน้าและช่วยชะลอการหลอมหดของพอลิโพรพิลีน ตลอดจนป้องกันไม่ให้ความร้อนแพร่กระจายอันเป็นผลให้ไฟลุกลามต่อไป นอกจากนี้ปฏิกิริยาการเผาไหม้ที่ปลดปล่อยโมเลกุลน้ำออกมายังช่วยเจือจางสารระเหยที่เกิดจากการเผาไหม้และลดความรุนแรงของเปลวไฟลงได้ สารประกอบคาร์บอนที่มีออกซิเจนเป็นองค์ประกอบในธรรมชาติ เช่น เซลลูโลส จึงเป็นอีกทางเลือกที่สามารถนำมาใช้งานเป็นสารทำให้เกิดชาร์ได้ในเส้นใยพอลิโพรพิลีน ในการศึกษาครั้งนี้ได้เตรียมเซลลูโลสฟอสเฟตจากปฏิกิริยาฟอสฟอริเลชันของไมโครคริสตัลไลน์เซลลูโลสกับกรดฟอสฟอริกและดัดแปรผิวของเซลลูโลสฟอสเฟตด้วยสารประสานจำพวกออร์แกโนซิลิกอนก่อนนำไปผสมและฉีดขึ้นรูปเป็นเส้นใยฟิลาเมนต์ เพื่อช่วยให้เซลลูโลสฟอสเฟตกระจายตัวในพอลิโพรพิลีนได้ดี จากนั้นจึงจะทำการวิเคราะห์สมบัติของเส้นใยที่ได้

1.2 วัตถุประสงค์ของการวิจัย

1. ศึกษาความสามารถในการเข้ากันได้ของเซลลูโลสฟอสเฟตและเซลลูโลสฟอสเฟตที่ดัดแปรด้วยออร์แกโนซิลีนกับพอลิโพรพิลีน
2. ศึกษาสมบัติด้านการหลอมหายด สมบัติหน่วงไฟ และสมบัติเชิงกลของเส้นใยเชิงประกอบเซลลูโลสฟอสเฟต/พอลิโพรพิลีน

1.3 ขอบเขตของการวิจัย

1. สังเคราะห์เซลลูโลสฟอสเฟตจากปฏิกิริยาฟอสฟอริลเลชันของไมโครคริสตัลลินเซลลูโลสกับกรดฟอสฟอริกที่อาศัยยูเรียเป็นตัวเร่งปฏิกิริยา โดยศึกษาผลจากการสังเคราะห์โดยใช้อัตราส่วนของไมโครคริสตัลลินเซลลูโลสต่อกรดฟอสฟอริกที่อยู่เรียงที่แตกต่างกันได้แก่ 1:2:4, 1:2:6 และ 1:2:10 ตามลำดับ
2. ศึกษาสมบัติของอนุภาคเซลลูโลสฟอสเฟต ได้แก่ โครงสร้าง สัณฐานวิทยา หมู่ฟังก์ชันทางเคมี และเสถียรภาพทางความร้อน
3. ดัดแปรเซลลูโลสฟอสเฟตด้วยออร์แกโนซิลีน โดยศึกษาหาอัตราส่วนที่เหมาะสมระหว่างออร์แกโนซิลีนต่อเซลลูโลสฟอสเฟตในเบื้องต้น โดยใช้ออร์แกโนซิลีนต่อไมโครคริสตัลลินเซลลูโลสในอัตราส่วนได้แก่ 1:1, 1:2, 1:3 และ 1:4
4. ศึกษาสมบัติของอนุภาคเซลลูโลสฟอสเฟตดัดแปรด้วยออร์แกโนซิลีน รวมถึงเซลลูโลสดัดแปรด้วยออร์แกโนซิลีน ได้แก่ โครงสร้าง สัณฐานวิทยา หมู่ฟังก์ชันทางเคมีและเสถียรภาพทางความร้อน
5. เตรียมมาสเตอร์แบทช์ของวัสดุเชิงประกอบเซลลูโลสฟอสเฟต/พอลิโพรพิลีน และเซลลูโลสฟอสเฟตดัดแปรด้วยออร์แกโนซิลีน/พอลิโพรพิลีน ที่มีเซลลูโลสฟอสเฟตหรือเซลลูโลสฟอสเฟตดัดแปรเข้มข้นร้อยละ 30 โดยนำหน้าด้วยกระบวนการอัดรีดด้วยความร้อน

6. ศึกษาสมบัติทางความร้อนของวัสดุเชิงประกอบเซลลูโลสฟอสเฟต/พอลิโพรพิลีน และการกระจายตัวของเซลลูโลสฟอสเฟตในพอลิโพรพิลีน
7. ขึ้นรูปเส้นใยเชิงประกอบเซลลูโลสฟอสเฟต/พอลิโพรพิลีนด้วยกระบวนการปั่นเส้นใยแบบหลอมเหลว
8. ศึกษาสมบัติทางความร้อน สมบัติเหนียวไฟ สมบัติเชิงกล และโครงสร้างสัณฐานวิทยาของเส้นใยเชิงประกอบเซลลูโลสฟอสเฟต/พอลิโพรพิลีน

1.4 ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับ

ได้เส้นใยเชิงประกอบเซลลูโลสฟอสเฟต/พอลิโพรพิลีนที่มีสมบัติด้านการหลอมหยดและเหนียวไฟ

บทที่ 2

เอกสารและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

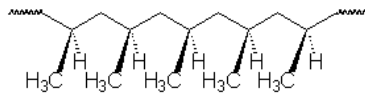
2.1 พอลิโพรพิลีน [1]

การสังเคราะห์พอลิโพรพิลีนเริ่มต้นขึ้นจากการค้นพบการเกิดพอลิเมอร์ของเอทิลีน ในช่วงปี พ.ศ. 2493 โดยศาสตราจารย์ คาร์ล ซีเกลอร์ (Prof. Karl Ziegler) ชาวเยอรมัน โดยสังเคราะห์ภายใต้เทคนิคของการใช้ความดันต่ำ เพื่อให้ได้พอลิเอทิลีนที่มีจุดหลอมเหลวสูงขึ้น แต่ก็ยังไม่เพียงพอต่อการใช้งานในเครื่องนุ่งห่ม ต่อมาศาสตราจารย์กิลลิโอ แนทตา (Prof. Giulio Natta) ชาวอิตาลีได้นำตัวเร่งปฏิกิริยาที่ศาสตราจารย์ คาร์ล ซีเกลอร์ (Prof. Karl Ziegler) ชาวเยอรมันค้นพบมาใช้ในการเตรียมพอลิโพรพิลีน โดยการปรับเปลี่ยนรูปแบบของตัวเร่งปฏิกิริยา ทำให้ได้พอลิโพรพิลีนที่มีน้ำหนักโมเลกุลสูงแตกต่างกันซึ่งส่งผลให้ได้พอลิโพรพิลีนที่มีสมบัติแตกต่างกันไป

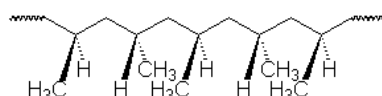
2.1.1 ประเภทของพอลิโพรพิลีน

พอลิโพรพิลีนเป็นไฮโดรคาร์บอนพอลิเมอร์ที่มีโครงสร้างเป็นเส้นตรงและประกอบด้วยโครงสร้างที่ไม่อิมิตัวน้อยมากหรือไม่มีเลย การเรียงตัวของหมู่เมทิลตามคาร์บอนอะตอมบนสายโซ่โมเลกุลนั้นเป็นตัวกำหนดโครงสร้างสเตอริโอหรือแทกติกซิตี (Tacticity) ของพอลิโพรพิลีน ส่งผลให้สมบัติของพอลิโพรพิลีนแตกต่างกัน โดยลักษณะโครงสร้างสเตอริโอของพอลิโพรพิลีนแบ่งเป็น 3 แบบดังนี้

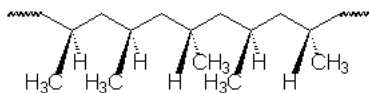
1. Isotactic เป็นลักษณะโครงสร้างที่หมู่เมทิลทั้งหมดอยู่ด้านเดียวกันของสายโซ่โมเลกุล ส่งผลให้โครงสร้างโมเลกุลมีความเป็นระเบียบสูง และมีความแข็งแรงสูงที่สุด



2. Syndiotactic เมื่อหมู่เมทิลทั้งหมดอยู่สลับกันบนสายโซ่โมเลกุลหลักอย่างเป็นระเบียบทำให้โครงสร้างมีความเป็นระเบียบน้อยกว่า Isotactic



3. Atactic เมื่อหมู่เมทิลไม่อยู่กันเป็นระเบียบบนสายโซ่โมเลกุล ลักษณะเช่นนี้ทำให้มีการตกผลึกน้อยที่สุด และมีความแข็งแรงน้อยที่สุดด้วย



2.1.2 การสังเคราะห์พอลิโพรพิลีน

พอลิโพรพิลีนสังเคราะห์ได้โดยนำมอนอเมอร์จากผลิตภัณฑ์ปิโตรเลียมด้วยวิธีการกลั่นลำดับส่วน การเกิดพอลิเมอร์ไรเซชันของแก๊สโพรพิลีนใช้ “ตัวเร่งปฏิกิริยาซีเกลอร์-นัตตา” ซึ่งเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาที่ประกอบด้วยทิตเนียมไตรคลอไรด์กับอะลูมิเนียมไตรเอทิล อะลูมิเนียมไตริวทิลหรืออะลูมิเนียมไดเอทิลโมโนคลอไรด์ในแนพธา ผ่านเข้าไปในเตาปฏิกรณ์ ภายใต้บรรยากาศของไนโตรเจน ที่อุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียส เป็นเวลาประมาณ 8 ชั่วโมง จะได้พอลิเมอร์ 80-85% เทคนิคการพอลิเมอร์ไรเซชันมักใช้แบบแขวนลอยมากกว่าแบบสารละลาย โดยควบคุมน้ำหนักโมเลกุลของพอลิเมอร์ได้โดยการใส่ไฮโดรเจนเป็นตัวถ่ายโอนสายโซ่ หรืออาจจะปรับเปลี่ยนสัดส่วนของตัวเร่ง อุณหภูมิ ความดันของมอนอเมอร์หรือความเข้มข้นของตัวเร่งปฏิกิริยา ซึ่งส่วนประกอบที่อยู่ในของผสมหลังการเกิดปฏิกิริยามี ดังนี้

1. ไอโซแทกติกพอลิโพรพิลีน
2. อะแทกติกพอลิโพรพิลีน
3. ตัวทำละลาย
4. มอนอเมอร์
5. ตัวเร่งปฏิกิริยา

ในการแยกไอโซแทกติกพอลิโพรพิลีนออก ทำได้โดยการผ่านของผสมที่ได้จากเตาปฏิกรณ์ไปยัง Flash drum เพื่อแยกมอนอเมอร์ที่เหลือออกไป จากนั้นจึงส่งต่อไปที่เครื่องปั่นเหวี่ยง เพื่อแยกตัวทำละลายซึ่งละลายอะแทกติกพอลิเมอร์อยู่ออกไป ส่วนตัวเร่งจะถูกแยกออกด้วยเมธานอลที่ผสมกรดเกลือเล็กน้อย โดยอาศัยกระบวนการปั่นเหวี่ยงอีกครั้งเพื่อแยกเมธานอล จากนั้น จึงนำพอลิเมอร์ที่ได้ไปล้างให้สะอาดและทำให้แห้งที่อุณหภูมิประมาณ 80 องศาเซลเซียส

2.1.3 สมบัติของพอลิโพรพิลีนและการใช้ประโยชน์

พอลิโพรพิลีนที่เตรียมได้โดยตัวเร่งปฏิกิริยาซีเกลอร์-นัตตาจะมีน้ำหนักโมเลกุลอยู่ในช่วง 60,000 ถึง 200,000 มีความหนาแน่นประมาณ 0.90 g/cm^3 อุณหภูมิหลอมเหลว (T_m)

164-170 องศาเซลเซียส มีสมบัติที่เฉื่อยต่อสารเคมีและความชื้น ไม่ละลายในตัวทำละลายใดๆ ที่อุณหภูมิห้อง แต่สามารถละลายในไฮโดรคาร์บอน อะโรมาติก และคลอรีเนตไฮโดรคาร์บอนที่อุณหภูมิเกิน 80 องศาเซลเซียส นอกจากนี้ พอลิโพรพิลีนยังมีสมบัติความทนแรงดึง ความแข็งและความแข็งดึงที่สูงมาก มีความมัน (gloss) สมบัติทางไฟฟ้าที่ดีมาก แต่มีเสถียรภาพทางความร้อนแสงและการเกิดออกซิเดชันที่ต่ำเมื่อเปรียบเทียบกับพอลิเอทิลีน

พอลิโพรพิลีนที่ใช้ทางการค้ามักผสมสารเติมแต่ง เช่น สี ผงคาร์บอนดำ โยแกว ยาง และสารแอนติออกซิแดนต์ เป็นต้น เพื่อให้สมบัติที่ดีและเหมาะสมกับการใช้งาน พอลิโพรพิลีนมักใช้ทำวัสดุของใช้ในครัว แผ่นฟิล์มสำหรับห่อ ถุงพลาสติกใส่ของร้อน พลาสติกกระเป๋ เชือกปอ ถังขยะ ถังน้ำ ท่อน้ำ ก่องเบตเตอรี ชิ้นส่วนตู้เย็น เส้นใยสิ่งทอทั้งแบบเส้นใยสั้นและเส้นใยยาว

2.2 เส้นใยพอลิโพรพิลีน (Polypropylene fiber)

เส้นใยพอลิโพรพิลีนเป็นเส้นใยสังเคราะห์ที่มีน้ำหนักเบา แข็งแรง ทนทานต่อการขีดถูและสารเคมี ไม่มีปัญหาทางด้านไฟฟ้าสถิตย์ และมีราคาถูก นิยมใช้ในการทำเชือก พรอม และเครื่องนุ่งห่ม ในหลากหลายรูปแบบทั้งเส้นใยยาว เส้นใยสั้นหรือเส้นใยแบน [2] โดยมีจุดกำเนิดในปี พ.ศ.2542 เมื่อครั้งที่การบริโภคเส้นใยพอลิโอเลฟินสูงกว่า 5.5 ล้านตันและมีปริมาณร้อยละ 18 ของการผลิตเส้นใยสังเคราะห์ทั่วโลก [3] ในยุคแรกของการผลิตเส้นใยพอลิโพรพิลีนยังมีขีดจำกัดเนื่องจากเหตุผลทางด้านลิขสิทธิ์จึงสามารถผลิตได้เพียงรูปแบบของเส้นใยยาวและสายเทปจนกระทั่งในช่วงต้นปี พ.ศ.2503 จึงได้มีการผลิตเส้นใยพอลิโพรพิลีนในรูปแบบของเส้นใยสั้นออกมาสู่ท้องตลาดจนในช่วงต้นปี พ.ศ. 2513 ซึ่งเป็นยุคเริ่มแรกของการนำกระบวนการอัดรีดมาใช้ในอุตสาหกรรมการผลิตฟิล์มซึ่งนำไปสู่การผลิตเส้นใยในรูปแบบที่หลากหลายขึ้น [4] ในปัจจุบันการผลิตเส้นใยพอลิโพรพิลีนทำได้โดยนำเม็ดพอลิโพรพิลีนเรซินเข้าสู่กระบวนการปั่นเส้นใยแบบหลอมเหลว (Melt spinning) ผ่านหัวรีดได้เส้นใยออกมานั้นนำเส้นใยยาวเข้าสู่กระบวนการดึงยืดให้เกิดการจัดเรียงตัวของโมเลกุลที่ดี มีความเป็นระเบียบและผลึกเพิ่มขึ้น ซึ่งลักษณะของเส้นใยที่พบมีหลากหลายรูปแบบทั้งขนาด รูปทรง ความมัน และสมบัติเฉพาะด้าน โดยขึ้นกับการใช้งานที่ต้องการ [2]

ปัจจุบันมีการใช้งานเส้นใยพอลิโพรพิลีนเพื่อทำเป็น เชือก พรอมปูพื้น สนามหญ้าเทียม ผ้าคลุมดิน ใช้ทางการแพทย์ ยานยนต์ การเกษตร ผลิตภัณฑ์ตกแต่งบ้าน ในด้านการทำเครื่องนุ่งห่ม เส้นใยพอลิโพรพิลีนสามารถนำมาผสมกับเส้นใยธรรมชาติ เพื่อทำเป็นเส้นใยกีฬา เสื้อโค้ท หรือ ผ้าห่ม [2, 5]

2.2.1 สมบัติของเส้นใยพอลิโพรพิลีน [2, 6]

สมบัติทางกายภาพ

ลักษณะภายนอก เมื่อดูจากกล้องจุลทรรศน์จะเห็นลักษณะเป็นเส้นใยหน้าตัดกลมและเป็นแท่งยาวใส มีความมันหลายระดับตั้งแต่ทึบแสง กึ่งทึบแสง โปร่งใส และมีทั้งชนิดของเส้นใยยาวและเส้นใยสั้น

ความแข็งแรง เส้นใยพอลิโพรพิลีนมีความแข็งแรงดีมาก ซึ่งขึ้นกับระดับชั้นของการเกิดพอลิเมอร์หรือน้ำหนักโมเลกุล หากนำไปใช้งานเพื่อทำเป็นเชือกจะมีความแข็งแรงประมาณ 9.0 กรัม/ดีเนียร์ เส้นใยยังมีการทนต่อแรงขาดได้ดีจึงมีความทนทานต่อการใช้งาน

สภาพยืดหยุ่น เส้นใยพอลิโพรพิลีนมีความยืดหยุ่นน้อยกว่าไนลอนเล็กน้อย หากใช้งานเป็นเวลานานก็อาจมีสภาพที่ยืดตัวอย่างถาวรได้

การคืนตัวจากแรงอัด เส้นใยพอลิโพรพิลีนมีความสามารถในการคืนตัวกลับที่ดี จึงส่งผลให้เส้นใยชนิดนี้เหมาะสำหรับใช้ทำเส้นผ้าหรือพรม

ความสามารถในการคงรูป เส้นใยพอลิโพรพิลีนนั้นสามารถถูกกำหนดรูปร่างภาคตัดขวาง และบิดเป็นเส้นด้ายได้หลายแบบขึ้นกับวิธีการผลิต ส่งผลให้สามารถผลิตเป็นผ้าที่มีความสามารถในการคงรูปอยู่ระดับที่น่าพอใจ ตามความต้องการเลือกใช้ได้

ความซึบน้ำ เส้นใยพอลิโพรพิลีนไม่ดูดซึบน้ำ ถือเป็นข้อจำกัดในการผลิตเป็นส่วนหนึ่งของเสื้อผ้าที่ต้องสัมผัสติดกับผิวหนัง แต่อีกแง่หนึ่งก็ถือเป็นผลดีในการผลิตผ้าไล่น้ำและสิ่งสกปรกต่างๆ เช่น น้ำผลไม้ เครื่องสำอาง กาแฟ ที่ติดอยู่ที่ผิวผ้าได้ เป็นต้น

ความสามารถในการดูดซึมความชื้น เส้นใยพอลิโพรพิลีนมีความสามารถในการดูดความชื้นต่ำจึงสามารถถ่ายเทความชื้นได้ดี เหมาะแก่การประยุกต์ใช้ทำผ้าอ้อมสำหรับเด็ก

ผลต่อความร้อน เนื่องจากพอลิโพรพิลีนเป็นเทอร์โมพลาสติก หากสัมผัสความร้อนที่อุณหภูมิสูงกว่า 100 องศาเซลเซียส เส้นใยพอลิโพรพิลีนจะหดตัวไปกว่า 5-12 % และจะเริ่มอ่อนตัวที่อุณหภูมิสูงกว่า 140 องศาเซลเซียส จากนั้นจะหลอมตัวอุณหภูมิสูงกว่า 160 องศาเซลเซียส หากอุณหภูมิสูงกว่า 288 องศาเซลเซียส เส้นใยจะสลายตัว จึงจำเป็นต้องหลีกเลี่ยงการทำความสะอาดเส้นใยด้วยความร้อน รวมถึงการรีดและอบผ้าที่อุณหภูมิสูง

การนำความร้อน เส้นใยพอลิโพรพิลีนมีความสามารถในการนำความร้อนต่ำกว่าเส้นใยชนิดอื่นจึงเหมาะต่อการทำผลิตภัณฑ์เสื้อผ้าหรือผ้าห่มที่ให้ความอบอุ่น

ถ่วงจำเพาะ เป็นเส้นใยที่มีความถ่วงจำเพาะต่ำกว่าน้ำ (0.91 g/cm^3) จึงเป็นเส้นใยที่ลอยน้ำได้

สมบัติทางเคมี

กรด พอลิโพรพิลีนส่วนใหญ่ทนกรดได้ดี ยกเว้นกรดไนตริกที่อุณหภูมิสูง

ด่าง พอลิโพรพิลีนทนด่างได้ดีมาก สามารถซักล้างด้วยสบู่ น้ำยาซักผ้า โดยไม่ส่งผลให้ความแข็งแรงของเส้นใยในขณะที่เปียกเปลี่ยนแปลง

สารซักฟอก พอลิโพรพิลีนทนต่อสารซักฟอกทั่วไปได้ดีในอุณหภูมิที่ต่ำกว่า 150 องศาฟาเรนไฮต์ แต่ถ้าสูงกว่านั้นจะมีผลเสียทำให้ความแข็งแรงลดลง ดังนั้นจึงไม่ควรซักผลิตภัณฑ์จากเส้นใยพอลิโพรพิลีนด้วยอุณหภูมิที่สูงเกินไป

ราและแมลง เส้นใยพอลิโพรพิลีนมีความต้านทานต่อการเกิดราและการถูกทำลายโดยแมลง

แสง ภายใต้ภาวะปกติหากเส้นใยพอลิโพรพิลีนได้รับแสงโดยตรงเป็นเวลานานติดต่อกัน จะส่งผลให้ความแข็งแรงลดลง

2.2.2 ข้อเสียของเส้นใยพอลิโพรพิลีน [6]

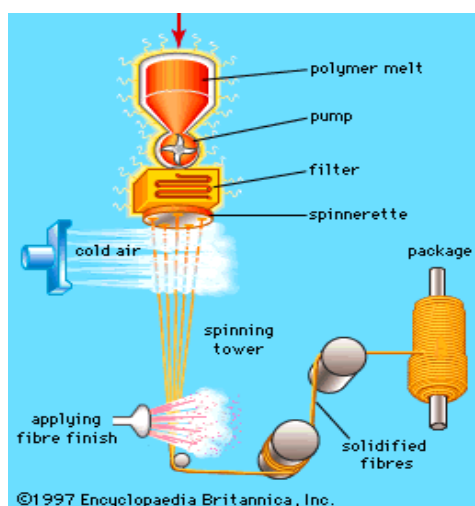
- 1) อุณหภูมิในการหลอมเหลวต่ำ ทำให้มีความไวต่อความร้อน ผลิตภัณฑ์เสียรูปทรงได้ง่าย
- 2) ย้อมสีติดยาก
- 3) มีเสถียรภาพต่อรังสียูวีและเสถียรภาพทางความร้อนต่ำ
- 4) ความสามารถในการคืนตัว (resilience) ต่ำ เมื่อเปรียบเทียบกับพอลิเอสเตอร์หรือไนลอน
- 5) แรงแยัดเกาะกับกาวและเลเทกซ์ต่ำ
- 6) ติดไฟได้ง่ายจึงต้องการสารหน่วงไฟและสารเพิ่มเสถียรภาพทางความร้อน

2.3 การผลิตเส้นใยแบบหลอมเหลว

การปั่นเส้นใยแบบหลอมเหลว (Melt spinning) ได้รับการพัฒนาขึ้นมาเพื่อรองรับการผลิตเส้นใยสังเคราะห์ที่มีความเร็วในการผลิตสูง โดยกระบวนการนี้เป็นการปั่นเส้นใยโดยตรงด้วยการทำให้พอลิเมอร์ที่สังเคราะห์มีสภาพเป็นของเหลวด้วยความร้อนแล้วฉีดผ่านหัวรีดพอลิเมอร์ที่ถูกฉีดเป็นเส้นออกมาจะเกิดการเย็นตัวลงเมื่อผ่านกระแสดลม ได้เป็นเส้นใยที่มีความแข็งแรง นับเป็นกระบวนการที่ไม่ต้องใช้สารเคมีหรือตัวทำละลาย และยังสามารถกำหนดพื้นที่ภาคตัดขวางได้อย่างแม่นยำ [3]

กระบวนการปั่นเส้นใยแบบหลอมเหลวอาจเริ่มจากกระบวนการพอลิเมอไรเซชันจนออกมาเป็นเส้นใยในสายการผลิตเดียวหรือเป็นกระบวนการผลิตแบบไม่ต่อเนื่อง โดยเริ่มจากกระบวนการพอลิเมอไรเซชันออกมาได้เป็นเม็ดพอลิเมอร์ (polymer chip) แล้วจึงนำเม็ดพอลิเมอร์ไปฉีดเป็นเส้นใยอีกทอดหนึ่ง สมบัติของพอลิเมอร์ที่สามารถผลิตด้วยกรรมวิธีแบบหลอมเหลวได้นี้ต้องสามารถทนต่อภาวะที่ใช้ในการหลอมตัว ซึ่งมีการเปลี่ยนแปลงสภาพจากของแข็งเป็นของเหลว รวมถึงผ่านการอัดรีดและเย็นตัวเป็นเส้นใยได้ โดยต้องมีสมบัติคงรูปในภาวะที่เป็นของเหลวได้ดี สำหรับกรรมวิธีที่เสร็จในขั้นตอนเดียว (one step high speed spinning) จะใช้ความเร็วในการผลิต ตั้งแต่ 1,000 - 6,000 เมตรต่อนาที และการผลิตแบบ melt-blow มีการพัฒนาให้ความเร็วในการผลิตสูงขึ้นไปถึง 10,000 เมตรต่อนาที ปัจจุบันการผลิตเส้นยาว (filaments) เป็นที่นิยมกันมาก โดยเส้นใยที่ได้มีทั้งเส้นใย POY (partially oriented yarn) และ FDY (fully draw yarn)

การเพิ่มสมบัติต่างๆ ให้กับเส้นใย มักใช้สารเติมแต่งที่ใช้กับงานพลาสติกทั่วไป ทั้งทำหน้าที่เป็นสารตัวเติม (Fillers) และสารเสริมแรง (reinforcements) เช่นการใช้เส้นใยแก้วไมกา (mica) ทัลค์ (talc) และแคลเซียมคาร์บอเนต (calcium carbonate) เพื่อเพิ่มสมบัติเชิงกล แต่อย่างไรก็ตาม สารตัวเติมที่ใช้เช่น แคลเซียมคาร์บอเนต มักใช้เพื่อเป็นสารเพิ่มเนื้อในลักษณะของการลดต้นทุนการผลิตลง และเพิ่มสมบัติเชิงกลบางอย่างเช่น stiffness และ impact strength นอกจากนี้ ในปัจจุบัน อนุภาคนาโนกำลังได้รับความนิยมนำมาใช้ปรับปรุงคุณภาพของเส้นใยสังเคราะห์ เนื่องจากอนุภาคนาโนสามารถสร้างความโดดเด่นให้กับผลิตภัณฑ์ได้ดี [7]



ภาพที่ 2.1 กระบวนการผลิตเส้นใยแบบหลอมเหลว [8]

2.4 เซลลูโลส

เซลลูโลสเป็นพอลิเมอร์อินทรีย์ที่ปรากฏอยู่ทั่วไปในธรรมชาติ เซลลูโลสกว่าร้อยละ ๕๐ ได้ถูกผลิตขึ้นจากกระบวนการสังเคราะห์แสงของพืชรวมถึงแบคทีเรียบางสายพันธุ์ในทุกๆ ปี [11] เซลลูโลสเป็นส่วนประกอบที่สำคัญในพืชทุกชนิดในส่วนของผนังเซลล์ นอกจากนี้เซลลูโลสยังมีบทบาทที่สำคัญในอุตสาหกรรม โดยเฉพาะเส้นใยไม้ (Wood fiber) ซึ่งใช้เป็นสารตั้งต้นหลักในอุตสาหกรรมสิ่งทอ กระดาษและอื่นๆ แต่เส้นใยไม้มีสั้นเกินกว่าที่จะทอเป็นเส้นด้าย ส่งผลให้มีการพัฒนาเส้นใยที่มีการปรุงแต่งจากธรรมชาติหรือ Regenerated fibers ซึ่งเป็นกระบวนการที่ละลายเส้นใยไม้ในตัวทำละลายที่เหมาะสมแล้วจึงฉีดออกมาเป็นเส้นใยต่อไป สำหรับเส้นใยเซลลูโลสที่ยาวจะสกัดได้จากพืชบางชนิดเท่านั้น ได้แก่ ฝ้าย ซึ่งได้รับความสำคัญในอุตสาหกรรมอย่างมาก ป่าน ปอ หนุ่ยจีน ลิ้นจี่ และรามี่ซึ่งกำลังได้รับความสนใจ แต่ถูกนำไปใช้งานในวงการอุตสาหกรรมน้อย

2.4.1 เส้นใยฝ้าย

ฝ้ายเป็นเส้นใยที่ได้รับความนิยมมากที่สุดในกลุ่มเส้นใยเซลลูโลส มีอัตราการผลิตและการใช้งานสูงถึงแม้ว่าในปัจจุบันจะมีการผลิตเส้นใยสังเคราะห์ขึ้นมากก็ตาม ประเทศที่ส่งออกฝ้ายเป็นหลักได้แก่ สหรัฐอเมริกา จีน อินเดีย ปากีสถาน แอฟริกาเป็นต้น [2] ฝ้ายเป็นพืชในตระกูล Gossypium และมีหลายชนิด โดยมีความแตกต่างกันในด้านของความยาว ความแข็งแรง การยืดตัว ความละเอียด (เส้นผ่านศูนย์กลาง) ซึ่งเป็นผลมาจากพันธุ์และสภาพแวดล้อมในการปลูกฝ้ายนั่นเอง ฝ้ายที่ปลูกสำหรับใช้ทางการค้า แบ่งออกได้เป็น 3 ชนิดใหญ่ๆ ได้ด้วยกันคือ

ประเภทที่ 1 เส้นใยฝ้ายที่มีความยาวประมาณ 25 – 60 มิลลิเมตร ส่วนใหญ่เป็นเส้นใยขนาดเล็กที่มีคุณภาพดี ได้แก่ ฝ้ายอียิปต์ ฝ้ายชูดานและฝ้าย Sea Island

ประเภทที่ 2 เส้นใยฝ้ายที่มีความยาวประมาณ 13 – 33 มิลลิเมตร และมีขนาดใหญ่กว่าประเภทที่ 1 ได้แก่ ฝ้ายอเมริกัน

ประเภทที่ 3 เส้นใยฝ้ายที่สั้นมาก ประมาณ 9 – 25 มิลลิเมตร ได้แก่ฝ้ายที่ผลิตได้จากกลุ่มประเทศเอเชีย

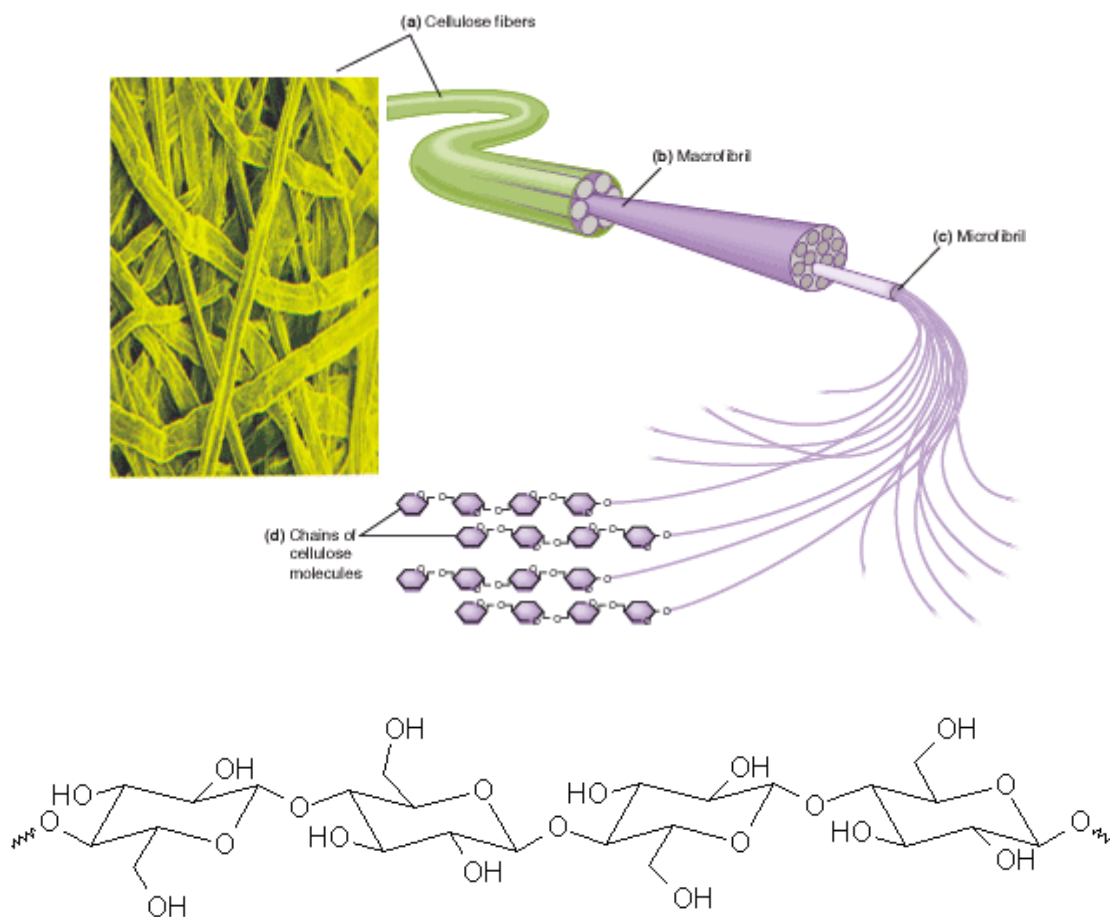
ฝ้ายจัดเป็นเส้นใยประเภทเซลลูโลสที่มีองค์ประกอบทางเคมีประกอบด้วยธาตุหลัก คือ คาร์บอนร้อยละ 44.4 ไฮโดรเจนร้อยละ 6.2 และออกซิเจนร้อยละ 49.4 มีโครงสร้างประกอบด้วยหน่วยขั้นพื้นฐานเรียกว่า anhydro-D-glucose ($C_6H_{10}O_5$) ต่อกันเป็นสายโซ่โมเลกุลยาว ซึ่งในแต่ละหน่วยของกลูโคสประกอบด้วยหมู่ไฮดรอกซิลทั้งหมด 3 หมู่ด้วยกัน (เป็น primary group 1 หมู่ และ secondary group 2 หมู่) เหมือนกับโครงสร้างของน้ำตาลทั่วไป แต่เนื่องจากโมเลกุลต่อกันเป็นสายโซ่ทำให้ไม่ละลายน้ำ ในกรณีของฝ้ายมีน้ำหนักโมเลกุลตั้งแต่ 100,000 ไปจนถึง 1-2 ล้าน น้ำหนักโมเลกุลนี้โดยทั่วไปมักคำนวณในลักษณะของค่าเฉลี่ยหน่วยย่อยที่เป็นกลูโคสแล้วคูณด้วยหน่วยย่อยที่ซ้ำกัน ทำให้เขียนสูตรทางเคมีได้เป็น $(C_6H_{10}O_5)_n$ โดย n คือ ค่าระดับชั้นของการเกิดพอลิเมอร์และฝ้าย มีชื่อเรียกทางเคมี คือ poly(1,4-β-D-anhydroglucopyranose) [3,5]

ลักษณะโครงสร้างทางเคมีนี้ ทำให้ฝ้ายมีความแข็งแรงสูง เส้นใยฝ้ายมีความเป็นผลึก (crystalline) สูงประมาณร้อยละ 65-70 และมีส่วนที่ไม่เป็นระเบียบ (amorphous) ประมาณ ร้อยละ 30-35 ส่วนโครงสร้างบริเวณที่เป็นการต่อกันของธาตุ -C-O-C- จะเป็นบริเวณที่ถูกทำลายได้ด้วยการเกิดออกซิเดชัน หรือจากการถูกทำลายด้วยสภาพภูมิอากาศ ทำให้โมเลกุลขาดลงกลายเป็นส่วนเล็กๆ ล้างน้ำตาล และกลายเป็นอาหารของพืชและสัตว์ต่อไป [1,3,5]

ส่วนประกอบทางเคมีของเส้นใยฝ้ายประกอบด้วยเซลลูโลสร้อยละ 94.0 โปรตีนร้อยละ 1.3 สารเพกตินร้อยละ 1.2 เถ้า (ash) ร้อยละ 1.2 และขี้ผึ้ง (wax) ร้อยละ 0.6 [3]

เซลลูโลสเป็นไฮโมพอลิแซคคาไรด์สายตรงของน้ำตาลกลูโคสอีกชนิดหนึ่งซึ่งถือว่าเป็นคาร์โบไฮเดรตที่มีมากที่สุดในโลก เนื่องจากเซลลูโลสเป็นองค์ประกอบหลักของผนังเซลล์ในพืชที่ให้ความแข็งแรง เซลลูโลสเกิดจากมอนอเมอร์ที่ชื่อว่า แอนไฮโดรกลูโคไพราโนส (anhydroglucopyranose) ต่อกันด้วยพันธะ β-1,4 glycosidic ดังแสดงในภาพที่ 2.2 โดยต่อกันเป็นสายยาวและไม่มีแขนง สายยาวของเซลลูโลสแต่ละสายจะมาเกาะกันตามแนวราบด้วยพันธะไฮโดรเจนโดยหมู่ไฮดรอกซิล (-OH) ในโมเลกุลของกลูโคส ทำให้ได้โครงสร้างโมเลกุลที่เป็นพอลิคิสตัลไลน์ (Polycrystalline) ยึดเกาะต่อเนื่องกันจนเป็นเส้นใยที่แข็งแรง นอกจากหมู่ไฮดรอกซิลดังกล่าว ภายในโครงสร้างของเซลลูโลสแต่ละหน่วย ยังมีหมู่ไฮดรอกซิลอิสระเหลืออยู่ ณ อะตอมของคาร์บอนตำแหน่งที่ 3 ซึ่งต่อกับอะตอมของออกซิเจนที่อยู่ในวงแหวนของโมเลกุลถัดไป และระหว่างอะตอมของคาร์บอนตำแหน่งที่ 6 ซึ่งต่อกับอะตอมของออกซิเจนที่เชื่อมระหว่างโมเลกุลของ D-glucose ในอีกโมเลกุลหนึ่ง ทำให้บางส่วนของโครงสร้างเป็นผลึกหรือสัณฐาน

(Crystalline region) ซึ่งเป็นส่วนของโครงสร้างที่สายโซ่โมเลกุลของเซลลูโลสยึดตรงจัดเรียงตัวชิดกันอย่างเป็นระเบียบ ทำให้มีช่องว่างระหว่างโมเลกุลน้อย มีแรงของพันธะไฮโดรเจนระหว่างสายโซ่สูง เซลลูโลสในแต่ละสายโซ่โมเลกุลจะอยู่รวมกันอย่างหนาแน่นในลักษณะที่ชิดเป็นเกลียวคล้ายเส้นเชือก ทำให้โครงสร้างมีความหนาแน่นมาก ดูดซึมน้ำได้น้อยและไม่สามารถละลายน้ำ รวมถึงทนทานต่อการถูกไฮโดรไลซ์ด้วยสารเคมีได้ดีกว่าส่วนที่ไม่เป็นผลึก (Noncrystalline region หรือ Amorphous region) ซึ่งในส่วนนี้ สายโซ่โมเลกุลของเซลลูโลสจะเรียงตัวกันอย่างระเกะระกะ บางสายโซ่อาจบิดตัวโค้งงอหรือพาดทับอยู่บนสายโซ่โมเลกุลเส้นอื่น ส่งผลให้เกิดช่องว่างระหว่างโมเลกุลจำนวนมากกว่าส่วนของโครงสร้างที่เป็นระเบียบ ส่งผลให้แรงของพันธะไฮโดรเจนระหว่างสายโซ่มีน้อย เส้นใยที่ประกอบด้วยส่วนอสัณฐานนี้จะยืดตัวได้ และถูกย่อยสลายได้ง่ายกว่าส่วนของผลึก



ภาพที่ 2.2 โครงสร้างของเซลลูโลส [9]

2.4.2 ไมโครคริสตัลลินเซลลูโลส (Microcrystalline cellulose, MCC)

ไมโครคริสตัลลินเซลลูโลส เตรียมได้จากการย่อยสลายส่วนที่เป็นอสัณฐานของเซลลูโลสออกจากเส้นใยเซลลูโลสให้เหลือแต่ส่วนที่เป็นผลึก โดยทั่วไปสามารถทำได้ 2 วิธี ได้แก่

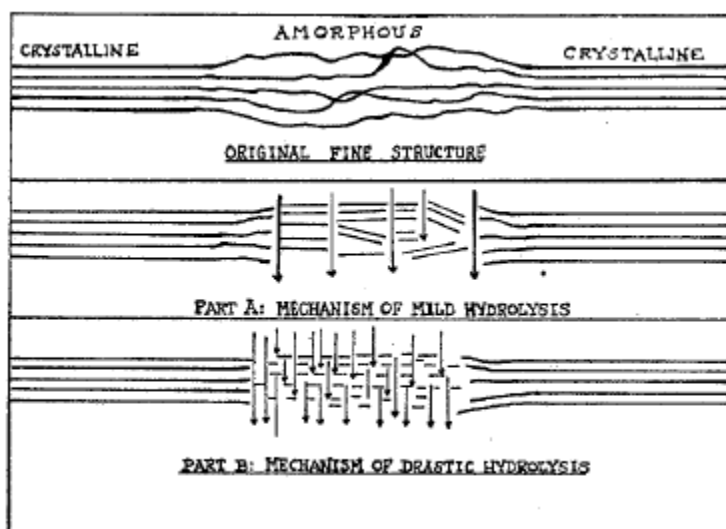
1. การไฮโดรไลซ์เซลลูโลสด้วยเอนไซม์ [10] คือ เอนไซม์สามารถเร่งการไฮโดรไลซ์เซลลูโลสที่ภาวะปกติ (อุณหภูมิห้อง และความดันปกติ) โดยที่เอนไซม์มีความเจาะจงในการเข้าทำปฏิกิริยา แต่มีข้อเสีย คือ ใช้เวลาในการไฮโดรไลซ์นานจึงจะได้ไมโครคริสตัลลินเซลลูโลส และเอนไซม์มีราคาแพงจึงไม่เหมาะในวงการอุตสาหกรรม

2. การไฮโดรไลซ์เซลลูโลสด้วยกรด คือ การนำเซลลูโลสมาทำปฏิกิริยาไฮโดรลิซิสด้วยสารละลายกรดเข้มข้น ซึ่งเป็นผลให้สายโซ่โมเลกุลของเซลลูโลสแตกออกอย่างรวดเร็วที่ส่วนของพันธะไกลโคซิดิกและมีระดับชั้นพอลิเมอร์เซชันลดลงเนื่องจากกรดจะเข้าทำปฏิกิริยากับส่วนอสัณฐานอย่างรวดเร็ว ภายหลังจากที่ส่วนอสัณฐานถูกทำลายแล้ว อนุภาคที่เหลือจะเรียกว่าไมโครคริสตัลลินเซลลูโลส [11] โดยวิธีนี้จะได้รับความนิยมที่มากกว่า เนื่องจากปฏิกิริยาที่เกิดขึ้นทำให้ได้ไมโครคริสตัลลินเซลลูโลสอย่างรวดเร็ว รวมถึงกรดที่ใช้ยังมีราคาไม่แพงและหาได้ง่ายเหมาะสมในวงการอุตสาหกรรมมากกว่าการไฮโดรไลซ์ด้วยเอนไซม์

กลไกในการเกิดการไฮโดรไลซ์ด้วยกรด มีดังนี้

1. เกิดการแตกสลายในสายโซ่โมเลกุลของเซลลูโลส (Cellulose depolymerization) โดยมีการแตกหักของพันธะที่อ่อนแอของหมู่ที่ถูกออกซิไดซ์ได้ง่ายภายในโครงสร้างของเซลลูโลส

2. เกิดการแตกหักของพันธะ β -1,4 glycosidic บนสายโซ่เซลลูโลสในบริเวณที่มีการจัดเรียงตัวที่ไม่เป็นระเบียบ (amorphous หรือ non-crystalline region) ทำให้เกิดเป็นสายสั้นๆ ดังแสดงในภาพที่ 2.2



ภาพที่ 2.3 การแตกของพันธะ β -1,4 glycosidic [12]

3. เกิด Leveling-off degree of polymerization โดยพันธะ β -1,4 glycosidic บนสายโซ่เซลลูโลสในบริเวณที่มีการจัดเรียงตัวที่เป็นระเบียบ (crystalline region) เกิดการแตกออกซึ่งในขั้นนี้จะเกิดภายหลังการแตกหักของพันธะ β -1,4 glycosidic ในขั้นที่ 2 เสร็จสมบูรณ์แล้ว

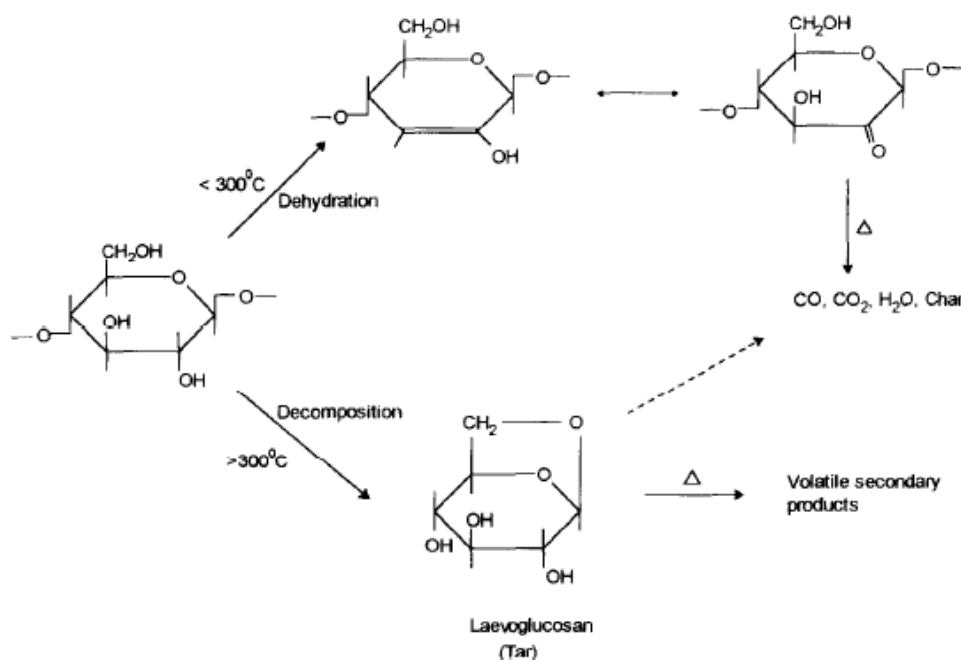
ปัจจัยที่มีผลต่อการไฮโดรไลซ์เซลลูโลสด้วยกรดได้แก่

1. ชนิดของกรด : การไฮโดรไลซ์ด้วยกรดที่แรงจะทำให้พันธะ β -1,4 glycosidic บนสายโซ่เซลลูโลสแตกออกเป็นสายที่สั้นมากๆ และใช้ระยะเวลาในการไฮโดรไลซ์น้อยกว่าเมื่อเทียบกับกรดอ่อน
2. อุณหภูมิ : การใช้อุณหภูมิในการไฮโดรไลซ์ที่สูงจะทำให้เกิดการไฮโดรไลซ์ที่ง่ายขึ้น ได้สายโซ่โมเลกุลที่สั้นมาก (Degree of polymerization ต่ำ)

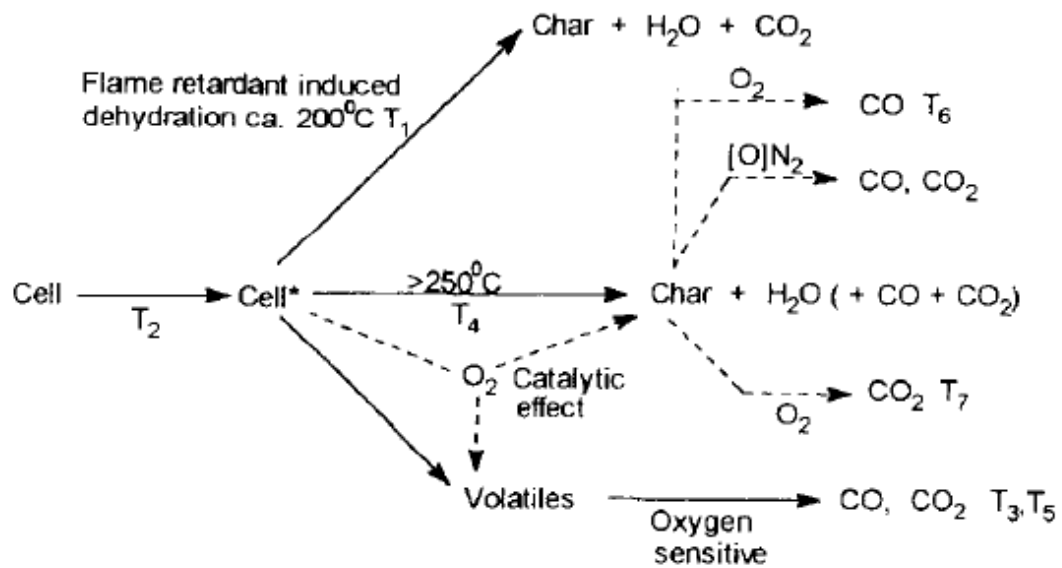
2.4.3 กลไกการเกิดซาร์ของเซลลูโลส

กลไกการเกิดซาร์ของเซลลูโลสที่แท้จริงนั้นยังไม่เป็นที่เข้าใจอย่างชัดเจน Hirata ได้กล่าวไว้ในรายงานฉบับหนึ่งของเขาว่า กลไกหลักในการเกิดซาร์ของเซลลูโลสนั้นอาศัยหลักการพื้นฐานของ Kilzer และ Broido ที่กล่าวว่า ปฏิกริยาการขจัดน้ำ (Dehydration) ออกจากโมเลกุลของเซลลูโลสจนให้ซาร์ออกมานั้น จะเกิดแข่งกับปฏิกริยา (Depolymerisation) ของเซลลูโลส

กลายเป็น laevoglucosan โดยปริมาณชาร์จะเกิดมากขึ้นเมื่อเซลลูโลสมีโครงสร้างที่ไม่เป็นระเบียบ ประกอบอยู่มาก ซึ่งสัมพันธ์กับปฏิกิริยาเชื่อมขวางสายโซ่โมเลกุลของเซลลูโลสโดยการขจัด โมเลกุลของน้ำออกเพื่อสร้างพันธะอีเทอร์ต่อไป หลักการดังกล่าวได้รับการยืนยันจากการศึกษา โครงสร้างทางเคมีของชาร์ที่เกิดจากเซลลูโลสด้วยเทคนิค MIR-infrared โดย Miller และ Gorrie พบว่า ปรากฏพันธะ C=O และ C=C เกิดขึ้นแทนที่ C-O ในโครงสร้างของชาร์ที่เกิดขึ้น ซึ่ง Shafizadeh และคณะ ได้ศึกษาการเกิดชาร์ในช่วงอุณหภูมิ 325-500 องศาเซลเซียส ภายใต้ บรรยากาศไนโตรเจน ด้วยเทคนิค ^{13}C -NMR และ FTIR พบว่า การเกิดพันธะ C=O และ C=C นี้ สัมพันธ์กับปฏิกิริยาการขจัดน้ำของเซลลูโลสที่อุณหภูมิ 325 องศาเซลเซียส ซึ่งจะเกิดการสูญเสีย น้ำหนักไปร้อยละ 37 โดยน้ำหนัก เมื่อเพิ่มอุณหภูมิจนถึง 350 องศาเซลเซียส จะพบว่าเซลลูโลส จะสูญเสียน้ำหนักไปกว่าร้อยละ 67 ซึ่งสัมพันธ์กับการเกิดโครงสร้างไม่อิ่มตัวของพันธะคู่และ วงอะโรมาติก และที่ 400 องศาเซลเซียสจะพบว่าเกิดชาร์ที่เสถียรซึ่งมีปริมาณคาร์บอนเป็น องค์ประกอบถึงร้อยละ 73.5 โดยไม่ปรากฏพันธะไกลโคซิดิก C=O และพันธะไฮดรอกซิล (OH) หลงเหลืออยู่ การให้ความร้อนแก่ชาร์ต่อเนื่องจนเกิน 400 องศาเซลเซียสจะเกิดโครงสร้างแบบ เชื่อมขวางและวงอะโรมาติกขึ้นต่อไป [13]



ภาพที่ 2.4 การสลายตัวทางความร้อนของเซลลูโลส [14]



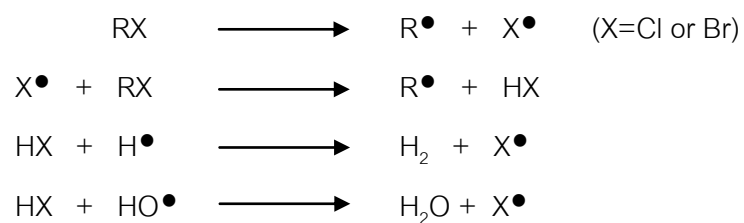
ภาพที่ 2.5 กลไกการสลายตัวทางความร้อนของเซลลูโลสตามหลักการของ Kilzer และ Broido

2.5 สารหน่วงไฟ

2.5.1 ประเภทของสารหน่วงไฟ [15]

1) สารหน่วงไฟประเภทฮาโลเจน (Halogen-based flame retardants)

สารหน่วงไฟประเภทฮาโลเจน ได้แก่ สารประกอบโบรมีน และ สารประกอบคลอรีน ถือเป็นสารหน่วงไฟที่มีประสิทธิภาพดีและมีความคงทนสูง ซึ่งมีกลไกการหน่วงไฟด้วยการขัดขวางการเกิดปฏิกิริยาของ $H\cdot$ และ $OH\cdot$ ที่เกิดจากอนุมูลอิสระซึ่งมาจากปฏิกิริยาการเผาไหม้ (Pyrolysis) ของวัสดุในวัฏภาคแก๊ส ดังแสดง



โดยทั่วไปมักใช้สารหน่วงไฟประเภทนี้ร่วมกับแอนติโมนีออกไซด์ ซึ่งมีหน้าที่เป็นสารช่วยเสริมประสิทธิภาพการหน่วงไฟ (Synergist) เช่น Antimony trioxide (Sb_2O_3) และ Pentoxide (Sb_2O_5)

อย่างไรก็ตาม สารหน่วงไฟประเภทนี้ เมื่อเกิดการเผาไหม้จะเกิดแก๊สฮาโลเจน ได้แก่ กรดไฮโดรโบรมิก (hydrobromic acid, HBr) และกรดไฮโดรคลอริก (hydrochloric acid, HCl) ถือเป็นสารก่อมะเร็ง โดยเป็นแก๊สพิษที่มีฤทธิ์ในการทำลายปอดและระบบทางเดินหายใจ หากได้รับแก๊สดังกล่าวนี้ในปริมาณมากอาจถึงแก่ความตายได้ นอกจากนี้ สารหน่วงไฟประเภทฮาโลเจนโดยเฉพาะโบรมีนเมื่อถูกเผาจะก่อให้เกิดสารจำพวกไดออกซิน (dioxine) ซึ่งเป็นอันตรายต่อสิ่งแวดล้อม ด้วยเหตุนี้ สหภาพยุโรปจึงได้ออกกฎข้อบังคับห้ามใช้สารหน่วงไฟที่มีสารประกอบฮาโลเจนบางชนิดเป็นองค์ประกอบ ได้แก่ เพนตะโบรโมไดฟีนิลอีเทอร์ (penta bromodiphenyl ether, penta BDE) ออกตะโบรโมไดฟีนิลอีเทอร์ (octa bromodiphenyl ether, octa BDE) ยกเว้นเดคะโบรโมไดฟีนิลอีเทอร์ (deca bromodiphenyl ether, deca BDE) ซึ่งยังไม่พบว่าเป็นพิษต่อสุขภาพของมนุษย์และสิ่งแวดล้อม อย่างไรก็ตาม ผลิตภัณฑ์อิเล็กทรอนิกส์ที่มีส่วนผสมของ Deca BDE ได้ถูกสั่งห้ามวางขายตั้งแต่วันที่ 1 กรกฎาคม 2551

2) สารหน่วงไฟประเภทอนินทรีย์ (Inorganic flame retardants)

สารประกอบอนินทรีย์ที่ใช้เป็นสารหน่วงไฟ หรือใช้เป็นองค์ประกอบร่วมในระบบหน่วงไฟกับสารประกอบโบรมีน สารประกอบฟอสฟอรัส หรือสารประกอบไนโตรเจน มีมากมายหลายชนิด ได้แก่ แกรไฟต์ ซิลิกา โลหะ โลหะออกไซด์ และ อลูมิเนียมซิลิเกตเคลย์ เป็นต้น สารหน่วงไฟประเภทนี้นอกจากจะมีราคาถูก ไม่เป็นพิษ มีสมบัติในการหน่วงไฟแล้ว ยังมีสมบัติในการลดควันที่เกิดจากการเผาไหม้ด้วย แต่ข้อเสียที่สำคัญได้แก่สมบัติความคงทนที่ต่ำ

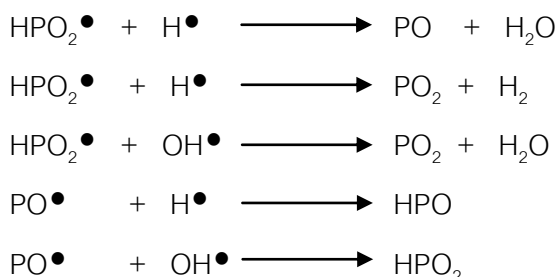
3) สารหน่วงไฟประเภทไนโตรเจน (Nitrogen-based flame retardants)

สารหน่วงไฟประเภทไนโตรเจน ได้แก่ เมลามีน เมลามีนไฮยานูเรต เมทิลอลเมลามีน สารประกอบควินดีน ยูเรีย ไชยานาไดเอไมด์ เป็นต้น ทำหน้าที่ในรูปแบบของการเกิดอินทูเมสเซนส์ (Intumescent) ในลักษณะของการพองตัวเป็นชั้นของชาร์ที่คล้ายโฟม ทำหน้าที่เป็นฉนวนป้องกันวัสดุจากการสัมผัสกับความร้อนแก๊สออกซิเจน การใช้สารประกอบไนโตรเจนเพียงชนิดเดียวจะมีประสิทธิภาพในการหน่วงไฟที่ไม่ดี อาจจำเป็นต้องใช้มากถึง 17% จึงจะช่วยให้เซลลูโลสมีความสามารถในการหน่วงไฟได้ปานกลาง

4) สารหน่วงไฟประเภทฟอสฟอรัส (Phosphorus-based flame retardants)

สารหน่วงไฟประเภทนี้หาได้ง่าย ให้ประสิทธิภาพในการหน่วงไฟกับวัสดุที่มีปริมาณออกซิเจนสูง เช่น พอลิเอทิลีน เซลลูโลส และอนุพันธ์ของเซลลูโลส โดยมีกลไกควบคุมการหน่วงไฟทั้งการขัดขวางทางกายภาพ และทางเคมีในวัฏภาคแก๊สและวัฏภาคของแข็ง การใช้สารหน่วงไฟประเภทนี้ร่วมกับฮาโลเจนหรือไนโตรเจนจะช่วยเสริมประสิทธิภาพการหน่วงไฟ (Synergism) ให้ดีขึ้นได้ เมื่อได้รับความร้อนสารหน่วงไฟชนิดนี้จะสลายตัวกลายเป็นกรดฟอสฟอริกและกรดพอลิฟอสฟอริก ซึ่งจะทำให้เกิดชั้นของของเหลวหนืดปกคลุมผิวของวัสดุ นอกจากนี้ กรดดังกล่าวยังไปเร่งให้เกิดการเผาไหม้บนผิวหน้าของวัสดุ ให้กลายเป็นชั้นของชาร์คาร์บอน (char) เคลือบผิววัสดุ ซึ่งช่วยป้องกันวัสดุจากความร้อน เปลวไฟและออกซิเจน ซึ่งจะเกิดพร้อมๆ กับการปลดปล่อยน้ำออกมาเจือจางสารระเหยที่ติดไฟและทำให้อุณหภูมิของระบบลดลง

กลไกการหน่วงไฟของสารหน่วงไฟประเภทฟอสฟอรัส แสดงได้ดังนี้



2.5.2 กลไกการหน่วงไฟของสารประกอบประเภทฟอสฟอรัส [16]

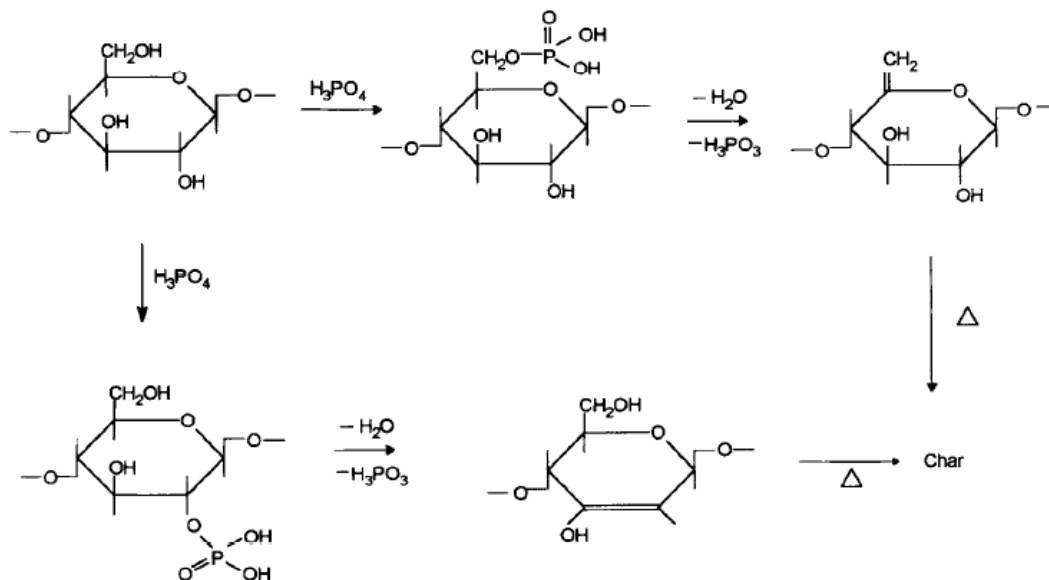
สารประกอบฟอสฟอรัสมีบทบาทการหน่วงไฟทั้งในวัฏภาคควบแน่น (Condensed phase) และในเปลวไฟ ผ่านการทำหน้าที่ทั้งเชิงกายภาพและเชิงเคมีให้ผลในการยับยั้งมิให้เปลวไฟลุกลาม การเกิดชาร์ปกคลุมผิวหน้าของวัสดุ ตลอดจนป้องกันมิให้ชาร์เกิดปฏิกิริยาออกซิเดชันและเสื่อมสลายได้

กลไกการหน่วงไฟของสารประกอบฟอสฟอรัสในวัฏภาคควบแน่น

1) การเกิดชาร์

การใช้สารประกอบฟอสฟอรัสร่วมกับพอลิเมอร์ที่มีธาตุออกซิเจนเป็นองค์ประกอบ เช่น เซลลูโลส โฟมพอลิยูรีเทนชนิดแข็ง สามารถเกิดชาร์ได้ โดยการเปลี่ยนสารที่เผา

ใหม่ได้ให้เป็นชาร์นี้ที่มีประโยชน์ต่อการหน่วงไฟหลายประการ เนื่องจาก กระบวนการเกิดชาร์ที่มี การปลดปล่อยโมเลกุลของน้ำออกมาจากปฏิกิริยาขจัดน้ำ (Dehydration) จะส่งผลให้แก๊ส เชื้อเพลิงที่เกิดจากการเผาไหม้ถูกเจือจางลงด้วยน้ำ ประกอบกับความจุความร้อนที่สูงของน้ำ สามารถช่วยกีดขวางการส่งผ่านความร้อนไปสู่ผิวหน้าของพอลิเมอร์ได้ นอกจากนี้ เมื่อถูกเผาไฟ สารประกอบฟอสฟอรัสจะสลายตัวให้กรดฟอสฟอริกและกรดพอลิฟอสฟอริกออกมาในวัฏภาค ควบแน่น ช่วยทำหน้าที่เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาขจัดน้ำซึ่งเป็นปฏิกิริยาคูดความร้อนและยังส่งผลให้ เซลลูโลสเกิดชาร์ได้มาก ชาร์ที่เกิดขึ้นบนผิวของชิ้นงานพอลิเมอร์สามารถช่วยป้องกันการคุกรุ่น ของไฟได้ โดยเฉพาะกับเทอร์โมพลาสติก การเกิดชาร์จะช่วยต้านการหลอมหยดเมื่อพอลิเมอร์ชนิด นี้สัมผัสกับความร้อน เป็นการช่วยลดความรุนแรงของเปลวไฟได้อีกทางหนึ่ง



ภาพที่ 2.6 การสลายตัวทางความร้อนของเซลลูโลสฟอสเฟต (Phosphorylated Cellulose) [14]

- 2) การเคลือบผิวด้วยสารที่มีฟอสฟอรัสเป็นส่วนประกอบในปริมาณสูง เช่น กรดพอลิฟอสฟอริก
- 3) การเร่งปฏิกิริยาการแตกสลายตัวทางความร้อนของพอลิเมอร์ ทำให้พอลิเมอร์หลอมภายใต้ภาวะที่มีไฟ ลดความหนืด เพื่อให้เกิดการไหลหยดออกจากบริเวณที่มีการเผาไหม้ ซึ่งสารที่ถูกลำมาใช้ได้แก่ โบโรไมแอลคิลฟอสเฟต

4) การยับยั้งอนุมูลอิสระที่เกิดขึ้นจากการสลายตัว โดยอาศัยสารหน่วงไฟจำพวก aryl phosphate เข้าทำปฏิกิริยากับ alkyl peroxy radical ให้กลายเป็น phenoxy radical ที่มีความว่องไวน้อยลง

กลไกการหน่วงไฟของสารประกอบฟอสฟอรัสในวัฏภาคแก๊ส

1. กลไกทางเคมี

การใช้สารประกอบฟอสฟอรัสที่ระเหยได้เมื่ออยู่ในเปลวไฟ เช่น ไตรฟีนิลฟอสเฟต และไตรฟีนิลฟอสฟีนออกไซด์ ซึ่งแตกตัวในเปลวไฟและให้โมเลกุลขนาดเล็ก ได้แก่ P, PO และ HPO ออกมา จะทำให้ความเข้มข้นของไฮโดรเจนที่เป็นสารควบคุมอัตราเร็วในการเผาไหม้มีปริมาณน้อยลง และยับยั้งขั้นตอนการเผาไหม้ ได้แก่ ขั้นแตกกิ่ง (Branching step) ไม่ให้ไฟลุกลามต่อไป

2. กลไกทางกายภาพ

กลไกการหน่วงไฟทางกายภาพขึ้นอยู่กับความจุความร้อน และการกระจายความร้อนเป็นสำคัญ โดยการปลดปล่อยน้ำออกจากปฏิกิริยาขจัดน้ำเพื่อการเกิดชาร์นั้นเอง ที่ช่วยให้ปริมาณของสารเชื้อเพลิงที่มีเชื้อจางลง

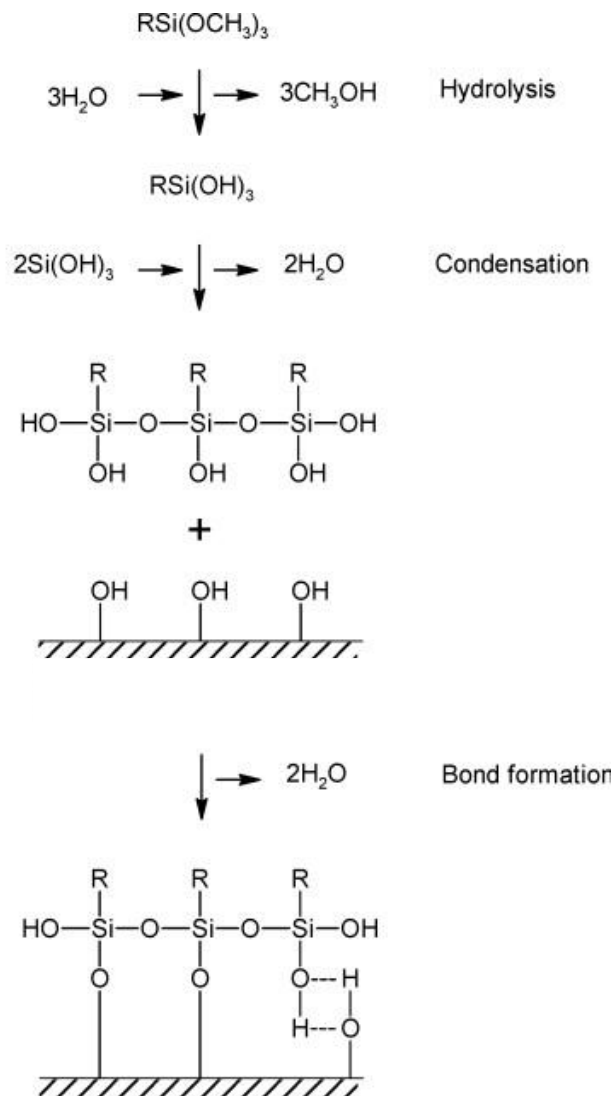
2.6 ออร์แกโนซิลิโคน [17]

ออร์แกโนซิลิโคนเป็นสารประสานที่นิยมใช้กับแก้วและวัสดุเซรามิกในการปรับปรุงพื้นผิวให้มีสมบัติไม่ชอบน้ำ โครงสร้างทางเคมีของออร์แกโนซิลิโคนมีสูตรทั่วไปคือ $R-(CH_2)_n-Si-X_3$ โดยหมู่ X เป็นสารอินทรีย์ที่เชื่อมกับอะตอมของซิลิกอน เช่น อัลคอกซี เอมีน หรือฮาโลเจน เป็นต้น โดยทั่วไปจะนิยมใช้หมู่อัลคอกซีพวาทอกซี ($-OCH_3$) และเอทอกซี ($-OC_2H_5$) เป็นหมู่ X ซึ่งเป็นหมู่ที่จะเข้าทำปฏิกิริยาไฮโดรลิซิสและปฏิกิริยาควบแน่นเกิดเป็นพันธะซิลอกเซนกับสารอื่นต่อไป

ในขณะที่หมู่ R เป็นหมู่ที่ไม่ถูกไฮโดรไลซ์จะเป็นส่วนที่ทำปฏิกิริยากับพอลิเมอร์ โดยการใช้ออร์แกโนซิลิโคนในการปรับปรุงพื้นผิวของวัสดุให้มีสมบัติไม่ชอบน้ำ จะหันหมู่อัลคิลออกด้านนอก โดยสมบัติไม่ชอบน้ำนี้จะเพิ่มขึ้นเมื่อความยาวสายโซ่ของหมู่อัลคิลมากขึ้น ยกตัวอย่างสารที่มีสมบัติไม่ชอบน้ำตามลำดับจากน้อยไปมากได้แก่ เมทิลไตรเอทอกซีซิลิโคน (Methyltriethoxysilane, C1) ไอโซ-บิวทิลไตรเอทอกซีซิลิโคน (Iso-butyltriethoxysilane, C4)

ฟีนิลไตรเอทอกซีซิลเลน (Phenyltriethoxysilane, C6) ออกทิลไตรเอทอกซีซิลเลน (Octyltriethoxysilane, C8) เฮกซะเดคซิลไตรเอทอกซีซิลเลน (Hexadecyltriethoxysilane, C16)

ปฏิกิริยาของออร์แกโนซิลเลน ดังแสดงในภาพที่ 2.7 เริ่มต้นด้วยการเกิดปฏิกิริยาไฮโดรไลซิสตรงหมู่แอลคอกซีซึ่งถูกไฮโดรไลซ์กลายเป็นหมู่ซิลานอล (Si-OH) จากนั้น หมู่ซิลานอลจะเข้าทำปฏิกิริยาควบนั่นเองและเกิดปฏิกิริยาพอลิเมอไรเซชัน เมื่อทำการระเหยตัวทำละลายออกไป จะเกิดพันธะซิลอกเซน (Si-O-Si) ซึ่งเป็นพันธะโคเวเลนต์ที่เชื่อมประสานซิลิกาเข้าด้วยกัน โดยหมู่แอลคิลจะหันออกสู่ภายนอกและแสดงสมบัติไม่ชอบน้ำต่อไป



ภาพที่ 2.7 การเกิดปฏิกิริยาของออร์แกโนซิลเลน

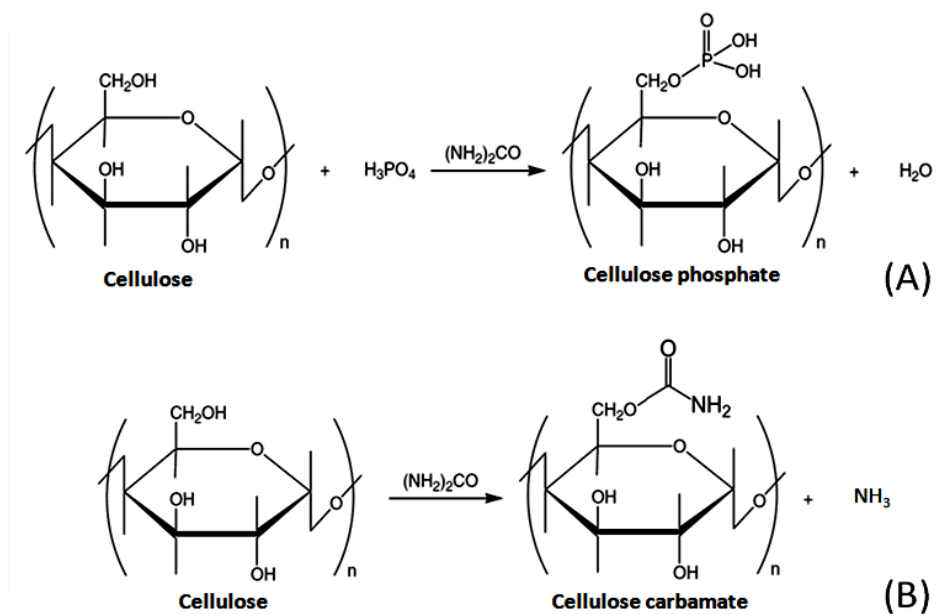
2.7 งานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

งานวิจัยที่เกี่ยวข้องกับการเตรียมไมโครคริสตัลลินเซลลูโลส เซลลูโลสฟอสเฟต และ วัสดุเชิงประกอบของเซลลูโลสและพอลิโพรพิลีน

Chuayjuljit และคณะ [18] ได้เตรียมไมโครคริสตัลลินเซลลูโลสจากเศษใยฝ้ายเหลือทิ้งจากโรงงานอุตสาหกรรม ด้วยการนำเศษใยฝ้าย 40 กรัม มาไฮโดรลิซิสด้วยกรดไฮโดรคลอริกที่เข้มข้น 2.5 นอร์มอล ปริมาณ 1000 มิลลิลิตร และกวนอย่างต่อเนื่องที่อุณหภูมิ 100 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 30 นาที จากนั้นกรองเอากากสีขาวออกมาล้างด้วย น้ำกลั่นและสารละลายแอมโมเนียไฮดรอกไซด์เข้มข้น 5 % จนมีค่าพีเอชเป็นกลาง กากสีขาวที่ได้จะถูกนำไปอบที่อุณหภูมิ 70-80 องศาเซลเซียสก่อนถูกบดจนเป็นผงละเอียดของไมโครคริสตัลลินเซลลูโลส ซึ่งมีค่าร้อยละของผลได้กว่า 90 โดยน้ำหนัก จากผลการวิเคราะห์ขนาดอนุภาคของไมโครคริสตัลลินเซลลูโลสที่ได้พบว่า มีการกระจายของขนาดอนุภาคที่กว้าง โดยมีค่าเฉลี่ยอยู่ที่ 40 ไมโครเมตร ซึ่งยังคงรูปผลึกในลักษณะของเซลลูโลสแบบที่ 1 (Cellulose I) เป็นเส้นใยสั้นๆ อันเป็นผลมาจากการแตกออกของพันธะไกลโคซิดิก (1,4 glycosidic bonds) โดยมีอุณหภูมิที่เริ่มสลายตัวและสลายตัวมากที่สุด 320.7 และ 350 องศาเซลเซียส ตามลำดับ

Kaputskii และคณะ [19] ได้สังเคราะห์เส้นใยเซลลูโลสฟอสเฟตจากปฏิกิริยาฟอสฟอริลเลชันของเซลลูโลสกับกรดฟอสฟอริก โดยอาศัยยูเรียเป็นตัวเร่ง ดังปฏิกิริยา (A) ในภาพที่ 1 ซึ่งการสังเคราะห์เซลลูโลสฟอสเฟตในสภาวะเช่นนี้ จะเป็นผลให้เกิดผลิตภัณฑ์ข้างเคียงคือเซลลูโลส คาร์บาเมต อันเป็นผลมาจากการทำปฏิกิริยาระหว่างเซลลูโลสและยูเรียที่อุณหภูมิเหนือจุดหลอมเหลวของยูเรีย (>90 องศาเซลเซียส) ดังปฏิกิริยา (B) ในภาพที่ 1 โดยงานวิจัยนี้ได้ศึกษาผลของอัตราส่วนโดยโมลระหว่างเซลลูโลสต่อกรดฟอสฟอริกต่อยูเรีย ต่างๆ กัน (Anhydroglycoside unit (AGU): H_3PO_4 : $CO(NH_2)_2$) ต่อปริมาณฟอสฟอรัสที่ติดอยู่บนเส้นใยเซลลูโลส โดยการแช่เส้นใยเซลลูโลสในสารละลายของกรดฟอสฟอริกและยูเรีย ที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 30 นาที และบีบสารละลายออกไปก่อนที่จะนำเส้นใยไปอบที่อุณหภูมิ 145 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 1 ชั่วโมง เพื่อให้เกิดปฏิกิริยาฟอสฟอริลเลชัน ผลปรากฏว่า ที่ปริมาณการใช้ยูเรียเท่ากัน การเพิ่มปริมาณของกรดฟอสฟอริกจะให้เส้นใยเซลลูโลสฟอสเฟตที่มีปริมาณฟอสฟอรัสติดอยู่ในปริมาณสูง ขณะที่ปริมาณการใช้กรดฟอสฟอริกเท่ากัน เมื่อเพิ่มปริมาณยูเรียจนถึงค่าที่เหมาะสมค่าหนึ่งจะให้เส้นใยเซลลูโลสฟอสเฟตที่มีปริมาณฟอสฟอรัสติดอยู่ในปริมาณสูงได้เช่นกัน โดยการใช้อัตราส่วนโดยโมลของ AGU: H_3PO_4 : $CO(NH_2)_2$ = 1: 2.0: 10.8 ในการสังเคราะห์เซลลูโลสฟอสเฟต จะให้ปริมาณฟอสฟอรัสและไนโตรเจนติดอยู่บนเส้นใยฝ้ายได้ใน

ปริมาณที่สูงเท่ากับ 0.4 มิลลิโมลต่อกรัม ซึ่งเท่ากับการใช้อัตราส่วนโดยโมลของ $\text{AGU: H}_3\text{PO}_4\text{: CO(NH}_2)_2 = 1\text{: 2.0: 13.5}$ ในการสังเคราะห์เซลลูโลสฟอสเฟต



ภาพที่ 2.8 ปฏิกริยาของเซลลูโลสกับกรดฟอสฟอริก และยูเรีย

- (A) ปฏิกริยาฟอสฟอริเลชันของเซลลูโลสกับกรดฟอสฟอริก
 (B) ปฏิกริยาของเซลลูโลสกับยูเรีย

Matko และคณะ [20] ได้ปรับปรุงสมบัติการหน่วงไฟของวัสดุเชิงประกอบระหว่างพอลิโพรพิลีนที่เสริมแรงด้วยผงไม้ในอัตราส่วนต่างๆ ได้แก่ร้อยละ 10, 20, 30, 40 และ 50 โดยน้ำหนักของวัสดุเชิงประกอบ และเติมสารหน่วงไฟแอมโมเนียมพอลิฟอสเฟต ในสัดส่วนร้อยละ 10 และ 20 โดยน้ำหนักของวัสดุเชิงประกอบ พบว่า การหน่วงไฟได้อย่างมีประสิทธิภาพพบในสูตรที่มีผงไม้ในสัดส่วนร้อยละ 50 โดยน้ำหนัก และแอมโมเนียมพอลิฟอสเฟตร้อยละ 10 และ 20 โดยน้ำหนัก ซึ่งให้ผลการหน่วงไฟเมื่อทดสอบด้วยมาตรฐาน UL-94 ในแนวตั้งเป็นค่า V0 และให้ค่า LOI เท่ากับ 30 และ 32 ตามลำดับ นอกจากนี้ Matko และคณะยังได้ทำการเพิ่มเสถียรทางความร้อนด้วยการนำผงไม้มาปรับปรุงผิวด้วยเทตระเอทอกซิซิลีน (tetraethoxysilane) ในปริมาณร้อยละ 20 โดยน้ำหนักของผงไม้ก่อนการนำไปขึ้นรูป พบว่า การปรับปรุงพื้นผิวของผงไม้ด้วยเทตระเอทอกซิซิลีนนั้นสามารถเพิ่มเสถียรภาพทางความร้อนให้แก่วัสดุเชิงประกอบได้ จากผลทดสอบด้วยเทคนิค Thermogravimetric Analysis (TGA) ซึ่งให้ค่าอุณหภูมิที่เริ่มสลายตัว

มากกว่า 200 องศาเซลเซียส เมื่อเทียบกับวัสดุเชิงประกอบที่ไม่ได้ปรับปรุงพื้นผิวของอนุภาคผงไม้ ซึ่งมีคุณสมบัติในการสลายตัวที่ 160 องศาเซลเซียส

Nam และคณะ [21] ได้ศึกษาผลของยูเรียที่มีต่อการสลายตัวทางความร้อนและสมบัติทางไฟของผ้าฝ้ายที่ถูกปรับปรุงด้วยไดแอมโมเนียมฟอสเฟตซึ่งเตรียมโดยการจุ่มอัดผ้าฝ้ายที่แช่ในสารละลายระหว่างไดแอมโมเนียมฟอสเฟตและยูเรีย พบว่า การใช้ปริมาณไดแอมโมเนียมฟอสเฟตสูงขึ้น จะให้ผ้าฝ้ายที่มีธาตุฟอสฟอรัส (P) และไนโตรเจน (N) เป็นส่วนประกอบในปริมาณที่สูง ส่วนการเพิ่มปริมาณยูเรีย จะส่งผลให้ธาตุ P ติดบนผ้าฝ้ายได้น้อยลง แต่ธาตุ N มีปริมาณสูงขึ้น โดยปริมาณของธาตุที่เพิ่มขึ้นทั้งสองธาตุเป็นผลให้ค่า LOI เพิ่มขึ้นเช่นกัน ทั้งนี้ การทำงานร่วมกันระหว่าง P และ N ในกลไกการหน่วงไฟระบบนี้ พบว่า ยูเรียจะช่วยเสริมประสิทธิภาพการหน่วงไฟให้แก่ผ้าฝ้ายได้ดีร่วมกับการใช้ไดแอมโมเนียมฟอสเฟตในปริมาณที่น้อยกว่า แม้ว่ายูเรียจะไม่มีผลในการหน่วงไฟแต่ก็ช่วยเปลี่ยนพฤติกรรมของการเผาไหม้โดยช่วยยับยั้งการเผาไหม้ที่ไม่สมบูรณ์ของเซลลูโลส โดยเมื่อให้ความร้อนแก่ผ้าฝ้าย ยูเรียจะทำให้เกิดหมู่คาร์บาเมตขึ้นในโครงสร้างของเซลลูโลสและทำให้ปริมาณผลึกของเซลลูโลสลดลงก่อนที่ส่วนของผลึกจะสลายตัวนั่นเอง ชาร์ที่เกิดขึ้นเมื่อเติมยูเรียลงไปจะมีลักษณะที่นุ่มและบางกว่าชาร์ที่เหนียวของเซลลูโลส โดยชาร์จากระบบที่มียูเรียจะพองกว่าและช่วยป้องกันผ้าฝ้ายที่อยู่ด้านล่างจากความร้อน ออกซิเจนและก๊าซที่ติดไฟได้ นอกจากนี้ ขนาดของเปลวไฟหลังการเผาไหม้ (after glow) ที่เล็กลง และคุณสมบัติที่ผ้าฝ้ายเริ่มเกิดการสลายตัวสูงขึ้น ยังช่วยยืนยันถึงประสิทธิภาพการหน่วงไฟได้ดีอีกด้วย

บทที่ 3

วิธีดำเนินการวิจัย

3.1 สารเคมีที่ใช้ในการทดลอง

1. เศษเส้นใยฝ้าย จากโรงงานปั่นด้าย ประเทศไทย
2. กรดไฮโดรคลอริกเข้มข้น 37% โดยน้ำหนัก จากบริษัท Carlo Erba Reagents จำกัด ประเทศอิตาลี
3. กรดฟอสฟอริกเข้มข้น 98% โดยน้ำหนัก จากบริษัท Ajax Finechem Pty Ltd ประเทศออสเตรเลีย
4. ยูเรีย จากบริษัท Fluka จำกัด ประเทศเยอรมนี
5. เฮกซะเดซิลไตรเมทอกซิซิลีน (Dynaslan 9116) ได้รับความอนุเคราะห์จากบริษัท Evonic จำกัด ประเทศไทย
6. Tween-80 จากบริษัท Acros Organic จำกัด ประเทศเยอรมนี
7. Methanol เกรดการค้า จากบริษัท Carlo Erba Reagents จำกัด ประเทศอิตาลี
8. พอลิโพรพิลีนชนิดผง ที่มีค่าดัชนีการไหล 25.8 กรัม/10 นาที จากบริษัท HMC Polymers และบดให้เป็นผงโดยบริษัท T. H. L Industry (Thailand) Ltd. ประเทศไทย
9. สารเพิ่มความเสถียรทางความร้อน (Irganox® B 215) จากบริษัท Ciba Inc. ประเทศสวิตเซอร์แลนด์

3.2 อุปกรณ์และเครื่องมือที่ใช้ในการทดลอง

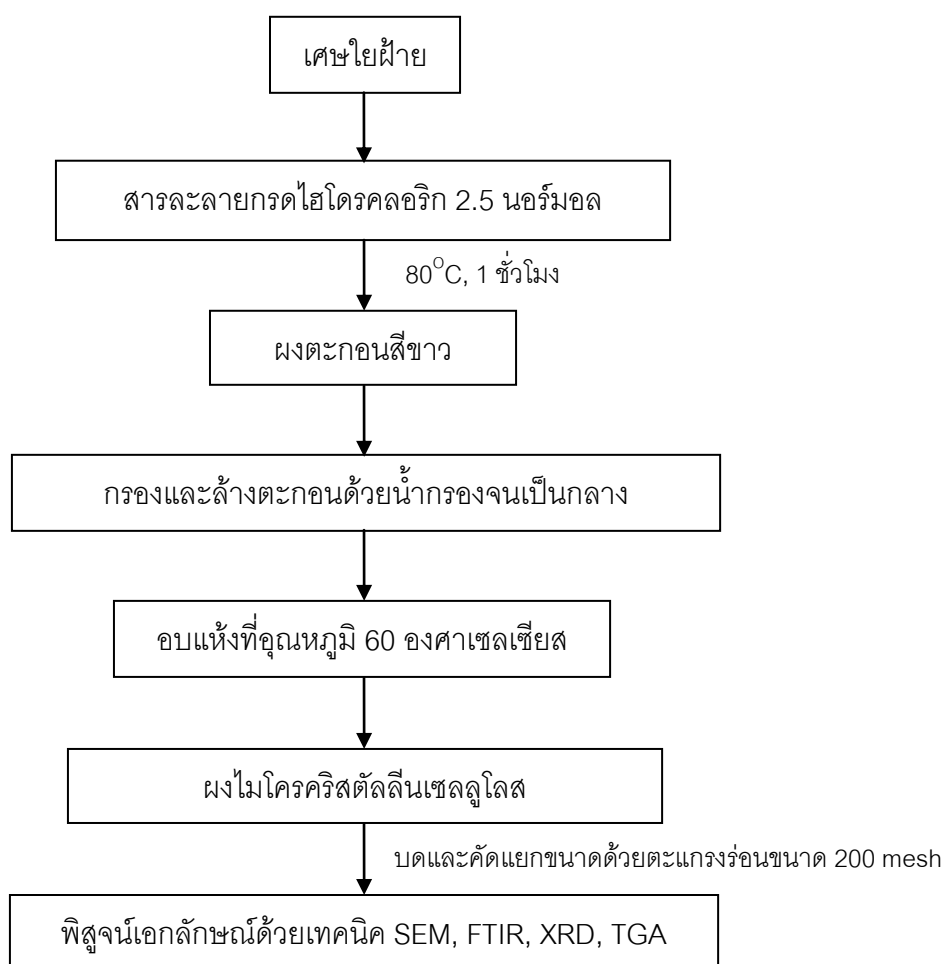
1. เครื่องแก้ว
2. เครื่องให้ความร้อนและกวนสารละลาย
3. เครื่องปั่นกวนเชิงกล
4. เครื่องกรองสุญญากาศ
5. กระดาษกรอง
6. ตู้อบสาร
7. กระดาษวัดค่าความเป็นกรด-ด่าง
8. ตะแกรงร่อนขนาด 200 mesh
9. ตะแกรงร่อนระบบสั่นสะเทือน (vibrating sieve) ของบริษัท Retsch สถาบันวิจัยโลหะและวัสดุ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย
10. Thermal gravimetric analyzer (TGA) ของบริษัท Mettler Toledo รุ่น TGA/SDTA 851 ภาควิชาวัสดุศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย
11. Differential Scanning Calorimeter (DSC) ของบริษัท Perkin Elmer PYRIS Diamond รุ่น DSC7 ภาควิชาวัสดุศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย
12. Fourier Transform Infrared Spectrophotometer ของบริษัท Perkin Elmer รุ่น Spectrum one FT-IR spectrometer จากประเทศสหรัฐอเมริกา ศูนย์เครื่องมือวิจัยวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยี จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย
13. Fourier Transform Infrared Spectrophotometer ของบริษัท Perkin Elmer รุ่น Spectrum one FT-IR spectrometer จากประเทศสหรัฐอเมริกา ภาควิชาวัสดุศาสตร์ คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

14. Scanning Electron Microscope ของบริษัท Philips รุ่น XL 30 CP ประเทศเนเธอร์แลนด์ สถาบันวิจัยโลหะและวัสดุ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย
15. X-ray diffractometer ของบริษัท Philips รุ่น X'pert PW 3710 ประเทศไทย สถาบันวิจัยโลหะและวัสดุ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย
16. เครื่องวัดดัชนีการไหล รุ่น XRL-400 series บริษัท C.B.N. Engineering Ltd., Part ประเทศจีน ภาควิชาวิศวกรรมสิ่งทอ คณะวิศวกรรมศาสตร์ มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีราชมงคล ธัญบุรี
17. เครื่องอัดรีดพลาสติกแบบหลอมเหลวชนิดเกลียวคู่ ของบริษัท BETOL จำกัด ของสถาบันวิจัยโลหะและวัสดุ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย
18. เครื่องปั่นเส้นใยแบบหลอมเหลวชนิดเกลียวเดี่ยว ของบริษัท ThermoHaake® PolyDrive จำกัด รุ่น D76227 จากประเทศเยอรมัน ภาควิชาวิศวกรรมสิ่งทอ คณะวิศวกรรมศาสตร์ มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีราชมงคลธัญบุรี
19. เครื่อง Universal Testing Machine รุ่น 5583 บริษัท Instron ประเทศสิงคโปร์ สถาบันวิจัยโลหะและวัสดุ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย
20. กล้อง Optical microscope รุ่น BX60 บริษัท Olympus ประเทศจีน สถาบันวิจัยโลหะและวัสดุ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย
21. เครื่องวิเคราะห์ดัชนีออกซิเจนจำกัดของ Stanton Redcroft รุ่น FTA จากประเทศอังกฤษ ศูนย์เครื่องมือวิจัยวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยี จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย
22. ชุดอุปกรณ์การทดสอบการติดไฟและการลามไฟในแนวนอนตามมาตรฐาน UL-94 HB ศูนย์วิเคราะห์ทดสอบสิ่งทอ สถาบันพัฒนาอุตสาหกรรมสิ่งทอ

3.3 วิธีการทดลอง

3.3.1 การเตรียมไมโครคริสตัลไลน์เซลลูโลสจากเศษเส้นใยฝ้าย

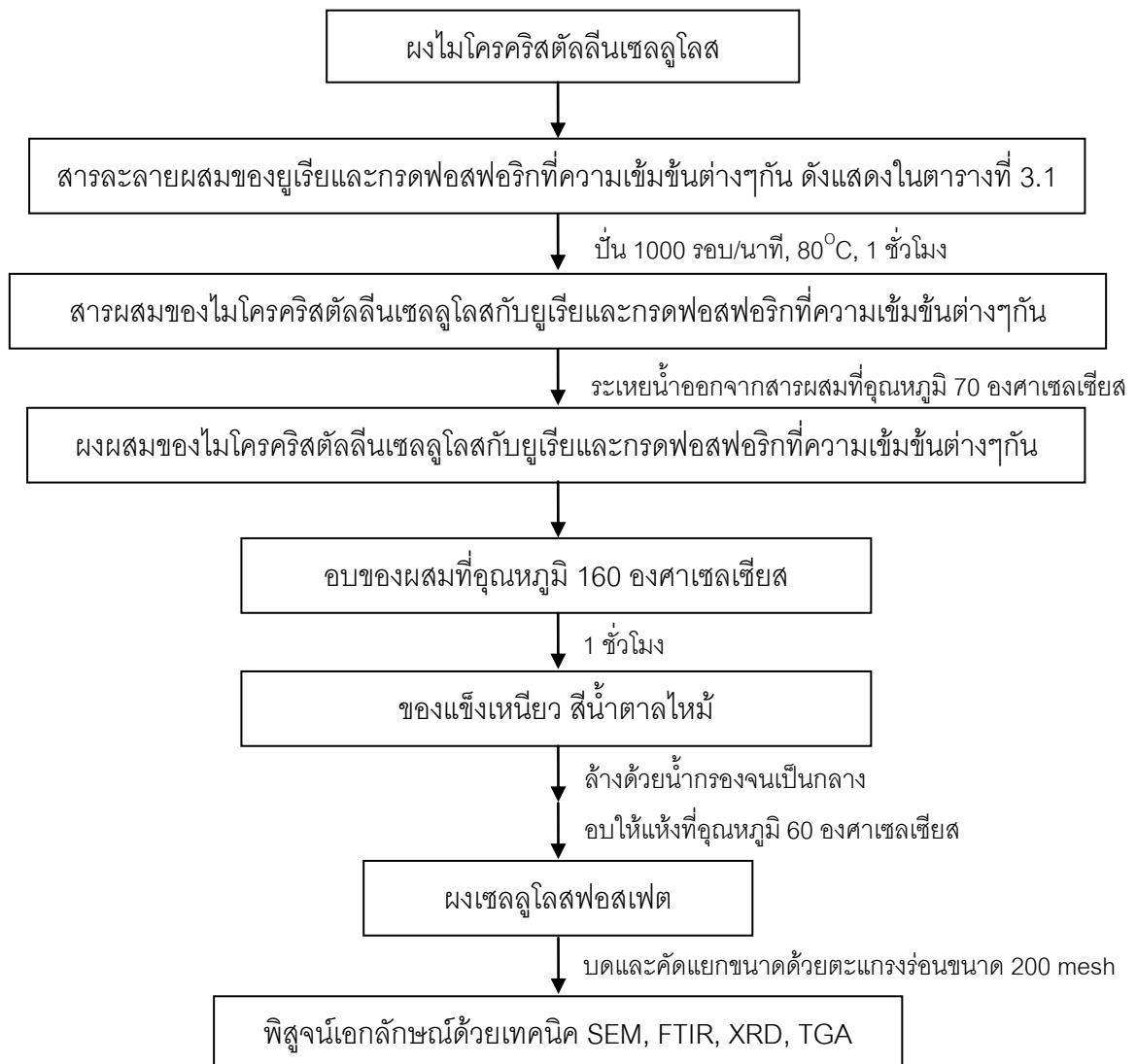
ต้มเศษใยฝ้ายปริมาณ 100 กรัมในสารละลายกรดไฮโดรคลอริก 2.5 นอร์มอล ปริมาตร 2000 มิลลิลิตร ที่อุณหภูมิ 100 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 1 ชั่วโมงในตู้ดูดควัน เพื่อให้ปฏิกิริยาไฮโดรลิซิสเกิดขึ้นอย่างสมบูรณ์ จนได้ผงตะกอนสีขาวของไมโครคริสตัลไลน์เซลลูโลส ล้างตะกอนสีขาวจนมีค่าความเป็นกรด-ด่างที่เป็นกลาง แล้วอบผงไมโครคริสตัลไลน์เซลลูโลสที่อุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียสจนแห้ง จากนั้นจึงนำผงไมโครคริสตัลไลน์เซลลูโลสไปพิสูจน์เอกลักษณ์ ด้วยเทคนิค SEM, FTIR, XRD, TGA



ภาพที่ 3.1 ขั้นตอนการเตรียมผงไมโครคริสตัลไลน์เซลลูโลส

3.3.2 การเตรียมเซลลูโลสฟอสเฟตจากไมโครคริสตัลลินเซลลูโลส

กวนผงไมโครคริสตัลลินเซลลูโลสปริมาณ 100 กรัม ในสารละลายผสมของยูเรียและกรดฟอสฟอริกด้วยเครื่องปั่นกวนเชิงกลที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 1 ชั่วโมงในตู้ดูดควัน โดยศึกษาผลจากการเตรียมเซลลูโลสฟอสเฟตที่ความเข้มข้นของยูเรียและกรดฟอสฟอริกที่แตกต่างกันดังแสดงในตารางที่ 3.1 จากนั้นนำของผสมมาทำให้แห้งแล้วบดให้เป็นผงละเอียดก่อนนำไปให้ความร้อนในตู้อบที่อุณหภูมิ 160 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 60 นาที แล้วล้างด้วยน้ำกรองจนเป็นกลาง ก่อนที่จะกรองเอาผงตะกอนออกมาอบให้แห้ง แล้วบดเพื่อคัดขนาดให้เล็กกว่า 75 ไมโครเมตร ก่อนพิสูจน์เอกลักษณ์ด้วยเทคนิค SEM, FTIR, XRD, TGA



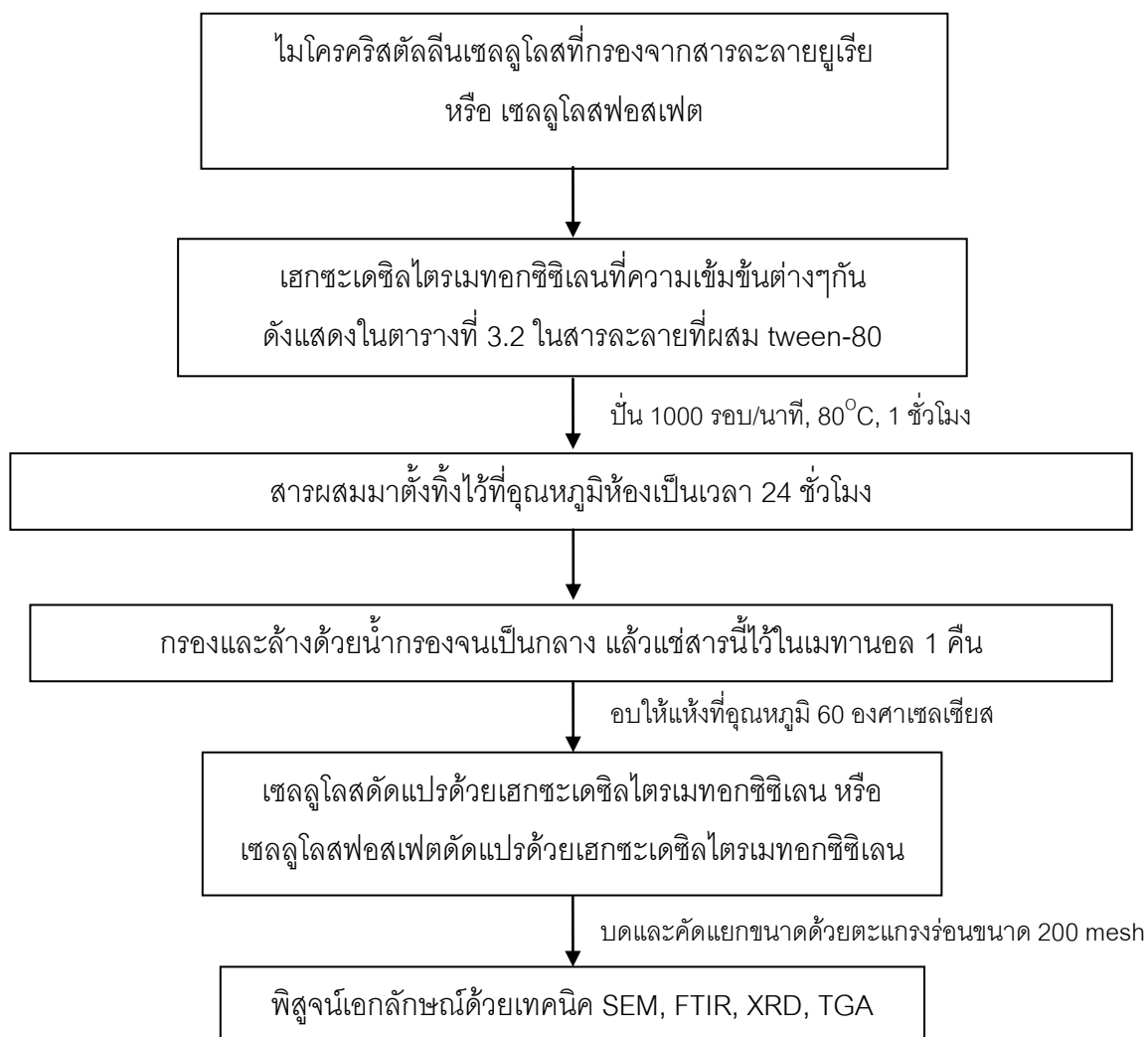
ภาพที่ 3.2 ขั้นตอนสังเคราะห์เซลลูโลสฟอสเฟต

ตารางที่ 3.1 ปริมาณของสารที่ใช้ในการสังเคราะห์เซลลูโลสฟอสเฟต ณ อัตราส่วนต่างๆ

อัตราส่วนโดยโมลที่ศึกษา	ปริมาณ MCC (g)	ปริมาณ H ₃ PO ₄ (ml)	ปริมาณ Urea (g)
MCC : H ₃ PO ₄ : Urea = 1 : 2 : 4 หรือ H ₃ PO ₄ : Urea = 1 : 2	100	84.15	148.15
MCC : H ₃ PO ₄ : Urea = 1 : 2 : 6 หรือ H ₃ PO ₄ : Urea = 1 : 3	100	84.15	222.5
MCC : H ₃ PO ₄ : Urea = 1 : 2 : 10 หรือ H ₃ PO ₄ : Urea = 1 : 5	100	84.15	370.85

3.3.3 การดัดแปรเซลลูโลสและเซลลูโลสฟอสเฟตด้วย เฮกซะเดซิลไตรเมทอกซิซิลีน

นำเซลลูโลส 100 กรัมที่ผ่านการกวนในสารละลายยูเรียที่เข้มข้นร้อยละ 22.25 โดยน้ำหนัก ด้วยเครื่องปั่นเชิงกลที่ความเร็วรอบ 1000 รอบต่อนาที เป็นเวลา 1 ชั่วโมงที่ อุณหภูมิห้อง จากนั้นกรองเอากากเซลลูโลสออกมา หรือเซลลูโลสฟอสเฟต เดิมลงในสารละลายที่ ผสม tween-80 เข้มข้นร้อยละ 1 โดยปริมาตรในน้ำกลั่น ปริมาตร 620 มิลลิลิตรกับ เฮกซะเดซิลไตรเมทอกซิซิลีนปริมาณต่างๆ ดังแสดงในตารางที่ 3.2 โดยสารละลายผสมนี้จะผ่าน การกวนจนเข้ากันเป็นเนื้อเดียวมาแล้วที่อุณหภูมิห้อง ปรับ pH ของระบบให้เป็น 1 ด้วยกรดไฮโดร คลอริกเข้มข้น 16 %wt แล้วจึงเพิ่มอุณหภูมิของระบบให้ดำเนินที่ 80 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 1 ชั่วโมง เมื่อครบกำหนดเวลาจึงนำสารผสมมาตั้งทิ้งไว้ที่อุณหภูมิห้องเป็นเวลา 24 ชั่วโมง จะ สังเกตเห็นสารผสมจับตัวกันเป็นก้อนแข็ง จากนั้นจึงนำของผสมมาล้างด้วยน้ำกรองจนเป็นกลาง ก่อนที่จะแช่เมทานอลไว้เป็นเวลา 24 ชั่วโมง และกรองเอาเซลลูโลสหรือเซลลูโลสฟอสเฟตดัดแปร ด้วยเฮกซะเดซิลไตรเมทอกซิซิลีนออกมาทำให้แห้งแล้วบดเพื่อคัดขนาดให้เล็กกว่า 75 ไมโครเมตร ก่อนนำไปพิสูจน์เอกลักษณ์ด้วยเทคนิค SEM, FTIR, XRD, TGA



ภาพที่ 3.3 ขั้นตอนการดัดแปรไมโครคริสตัลไลน์เซลลูโลสหรือเซลลูโลสฟอสเฟต
ด้วยเฮกซะเดซิลไตรเมทอกซิซิลีน

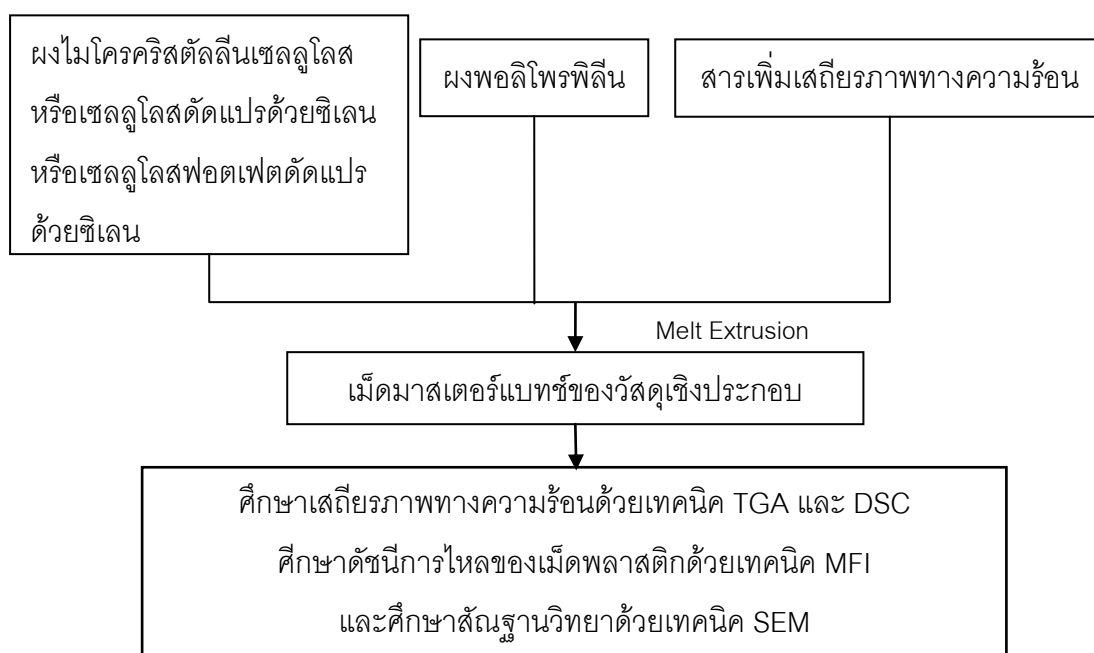
ตารางที่ 3.2 ปริมาณของสารที่ใช้ในการดัดแปรเซลลูโลสและเซลลูโลสฟอสเฟต ณ อัตราส่วน
ต่างๆ

อัตราส่วนโดยโมลที่ศึกษา	ปริมาณของไมโครคริสตัลไลน์เซลลูโลส (กรัม)	ปริมาณของไซเลน (กรัม)
MCC : Silane = 1 : 1	100	213.8
MCC : Silane = 2 : 1	100	106.9
MCC : Silane = 3 : 1	100	71.3
MCC : Silane = 4 : 1	100	53.5

3.3.4 การเตรียมมาสเตอร์แบทช์ (เข้มข้นร้อยละ 30) ของวัสดุเชิงประกอบไมโครคริสตัลไลน์เซลลูโลส/พอลิโพรพิลีน เซลลูโลสฟอสเฟต/พอลิโพรพิลีน เซลลูโลสที่ตัดแปรด้วยออร์แกโนซิลิโคน/พอลิโพรพิลีน และเซลลูโลสฟอสเฟตที่ตัดแปรด้วยออร์แกโนซิลิโคน/พอลิโพรพิลีน

เขย่าผสมผงไมโครคริสตัลไลน์เซลลูโลส เซลลูโลสฟอสเฟต เซลลูโลสที่ตัดแปรด้วยออร์แกโนซิลิโคน หรือเซลลูโลสฟอสเฟตที่ตัดแปรด้วยออร์แกโนซิลิโคน ในปริมาณร้อยละ 30 โดยน้ำหนัก ร่วมกับสารเพิ่มเสถียรทางความร้อนในปริมาณร้อยละ 5 โดยน้ำหนัก เข้ากับผงพอลิโพรพิลีน แล้วขึ้นรูปมาสเตอร์แบทช์ด้วยเครื่องอัดรีดแบบสกรูคู่ ที่ความเร็วรอบ 100 รอบ/นาที และแบ่งอุณหภูมิในการหลอมเป็น 5 โซน ดังนี้

TZ 1	200 ^o C	เป็นอุณหภูมิที่สกรู
TZ 2	205 ^o C	เป็นอุณหภูมิที่สกรู
TZ 3	210 ^o C	เป็นอุณหภูมิที่สกรู
TZ 4	220 ^o C	เป็นอุณหภูมิที่ Connector
TZ 5	225 ^o C	เป็นอุณหภูมิที่ Die

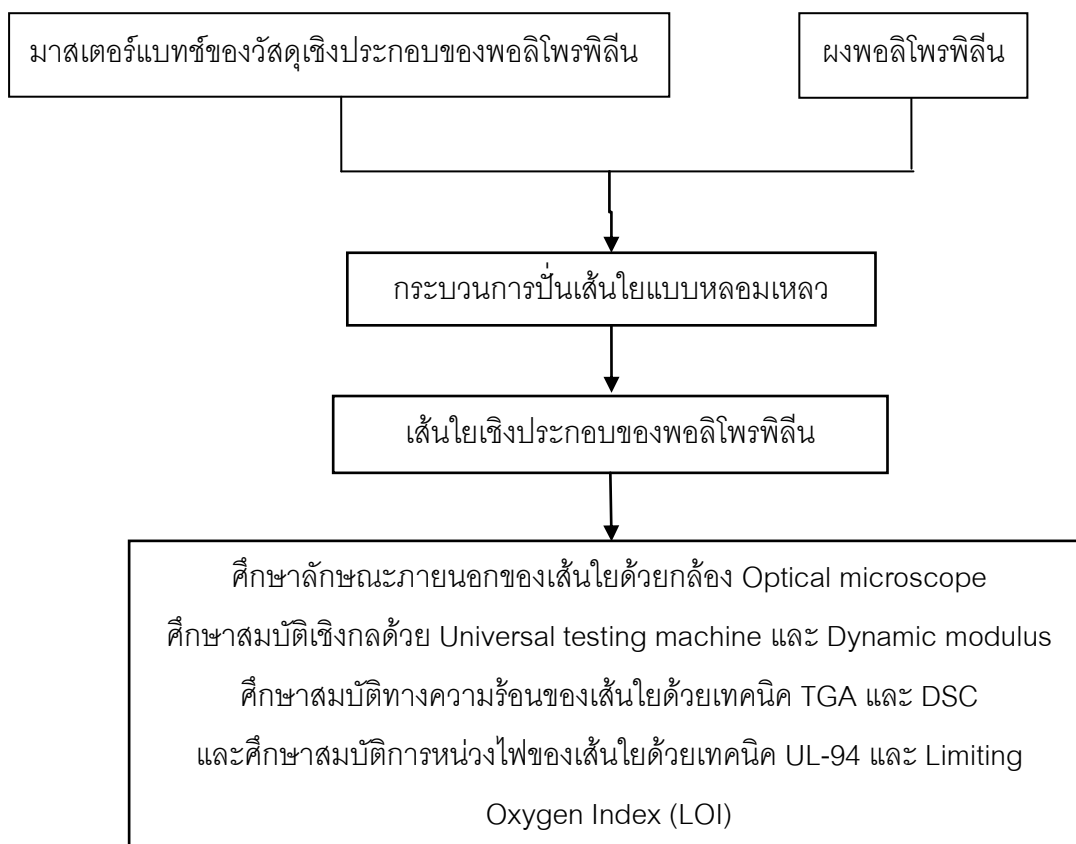


ภาพที่ 3.4 ขั้นตอนการเตรียมมาสเตอร์แบทช์ของวัสดุเชิงประกอบของพอลิโพรพิลีน

3.3.5 เตรียมเส้นใยเชิงประกอบไมโครคริสตัลลินเซลลูโลส/พอลิพรอพิลีน เซลลูโลสฟอสเฟต/พอลิพรอพิลีน เซลลูโลสที่ตัดแปรด้วยออร์แกโนซิลิโคน/พอลิพรอพิลีน และเซลลูโลสฟอสเฟตที่ตัดแปรด้วยออร์แกโนซิลิโคน/พอลิพรอพิลีนจากมาสเตอร์แบทช์ที่เตรียมไว้ โดยใช้อัตราส่วนผสมระหว่างมาสเตอร์แบทช์และพอลิพรอพิลีนต่างๆ กัน คือ 1:1, 1:2 1:3 และ 1:5 ซึ่งเทียบเท่าเป็นปริมาณเส้นใยที่มีตัวเติมเข้มข้นร้อยละ 15, 10, 7.5 และ 5 โดยน้ำหนัก

เขย่าผสมมาสเตอร์แบทช์ที่เตรียมไว้เข้ากับเม็ดพอลิพรอพิลีน โดยใช้อัตราส่วนผสมระหว่างมาสเตอร์แบทช์และพอลิพรอพิลีนต่างๆ กัน คือ 1:1, 1:2, 1:3 และ 1:5 ซึ่งเทียบเท่าเป็นปริมาณเส้นใยที่มีตัวเติมเข้มข้นร้อยละ 15, 10, 7.5 และ 5 โดยน้ำหนัก ดังแสดงโดยละเอียดในตารางที่ 3.3 ขึ้นรูปเส้นใยด้วยเครื่องอัดรีดแบบสกรูเดี่ยวที่ความเร็วรอบของสกรู 8 รอบต่อนาที และแบ่งอุณหภูมิในการหลอมเป็น 5 โซน ดังนี้

TZ 1	190°C	เป็นอุณหภูมิที่สกรู
TZ 2	195°C	เป็นอุณหภูมิที่สกรู
TZ 3	200°C	เป็นอุณหภูมิที่สกรู
TZ 4	205°C	เป็นอุณหภูมิที่ Connector
TZ 5	210°C	เป็นอุณหภูมิที่ Spinneret



ภาพที่ 3.5 ขั้นตอนการเตรียมเส้นใยเชิงประกอบของพอลิโพรพิลีน

ตารางที่ 3.3 สูตรของผสมที่ใช้ในการเตรียมเส้นใยเชิงประกอบพอลิโพรพิลีน/เซลลูโลสดัดแปรด้วยออร์แกโนซิลีน

ปริมาณสาร (กรัม)	ความเข้มข้นของเซลลูโลสดัดแปรในเส้นใยเชิงประกอบ (%)			
	5	7.5	10	15
มาตรฐานแบทช์	16.67	25	33.33	50
พอลิโพรพิลีน	83.33	75	66.67	50

3.4 การวิเคราะห์และตรวจสอบ

3.4.1 การวิเคราะห์โครงสร้างของไมโครคริสตัลไลน์เซลลูโลส เซลลูโลสฟอสเฟต เซลลูโลสตัดแปรด้วยออร์แกโนซิลิโคน และเซลลูโลสฟอสเฟตตัดแปรด้วยออร์แกโนซิลิโคน และเส้นใยเชิงประกอบด้วยเทคนิค X-Ray diffractometry (XRD)

วิเคราะห์โครงสร้างของไมโครคริสตัลไลน์เซลลูโลส เซลลูโลสฟอสเฟต เซลลูโลสตัดแปรด้วยเฮกซะเดซิลไตรเมทอกซีซิลิโคน และเซลลูโลสฟอสเฟตตัดแปรด้วยเฮกซะเดซิลไตรเมทอกซีซิลิโคน ด้วยเทคนิค XRD โดยใช้เครื่องของบริษัท PHILIPS รุ่น X'Pert PW 3710 ดังแสดงในภาพที่ 3.6 สถานที่ทดสอบ: สถาบันวิจัยโลหะและวัสดุ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย โดยใช้ภาวะของการวิเคราะห์เป็นดังนี้

หลอดรังสีเอกซ์ : Cu

แหล่งกำเนิดรังสีเอกซ์ : $\text{CuK}\alpha$

โดยเครื่องเริ่มทำการที่มุม 2θ ตั้งแต่ 3 องศา ถึง 40 องศา อัตราความเร็ว 1.2 องศา/วินาที คำนวณระยะห่างระหว่างระนาบ 001 (d_{001}) จากสมการของแบรกก์ (Bragg's equation) ดังนี้

$$n\lambda = 2d\sin\theta \quad (1)$$

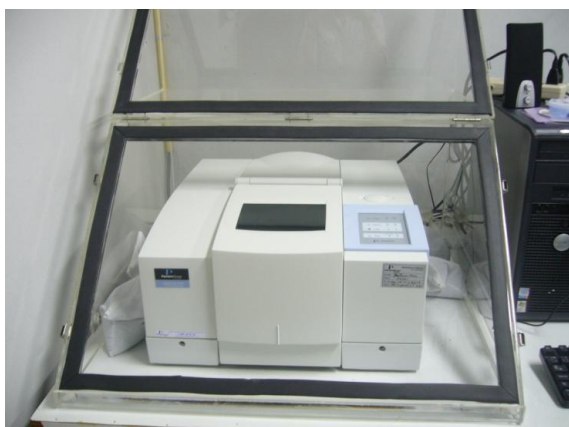
โดย	d	คือ	ระยะห่างของชั้นระหว่างผลึก
	n	คือ	ตัวเลขจำนวนเต็ม
	λ	คือ	ความยาวคลื่นของแสง ($\lambda = 1.54060 \text{ \AA}$)
	θ	คือ	มุมที่รังสีเอกซ์ตกกระทบผิวของผลึก



ภาพที่ 3.6 X-ray Diffractometer ของ PHILIPS รุ่น X'Pert PW 3710

3.4.2 การวิเคราะห์หมู่ฟังก์ชันของไมโครคริสตัลไลน์เซลลูโลส เซลลูโลส ฟอสเฟต เซลลูโลสดัดแปรด้วยออร์แกโนซิลิโคน และเซลลูโลสฟอสเฟตดัดแปรด้วยออร์แกโนซิลิโคนด้วยเทคนิค Fourier Transform Infrared Spectroscopy (FT-IR)

ศึกษาหมู่ฟังก์ชันทางเคมีของอนุภาคไมโครคริสตัลไลน์เซลลูโลส เซลลูโลส ฟอสเฟต เซลลูโลสดัดแปรด้วยเฮกซะเดซิลไตรเมทอกซิซิลิโคน และเซลลูโลสฟอสเฟตดัดแปรด้วยเฮกซะเดซิลไตรเมทอกซิซิลิโคนด้วยเทคนิค (FT-IR) โดยใช้เครื่องของบริษัท Perkin Elmer รุ่น Spectrum one FT-IR spectrometer ดังแสดงในรูป 3.7 สถานที่ทดสอบ: ศูนย์เครื่องมือวิจัย วิทยาศาสตร์และเทคโนโลยี จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย โดยการนำสารตัวอย่างมาบดกับโพแทสเซียมโบรไมด์ (KBr) แล้วนำไปอัดเป็นชิ้นทดสอบจากนั้นนำมาหาแถบการดูดกลืนที่เกิดจากหมู่ฟังก์ชันต่างๆ ซึ่งสามารถบอกถึงโครงสร้างทางเคมีของสารได้



ภาพที่ 3.7 เครื่อง FT-IR spectrometer ของบริษัท Perkin Elmer รุ่น Spectrum one FT-IR spectrometer

3.4.3 การตรวจสอบสัณฐานวิทยาไมโครคริสตัลไลน์เซลลูโลส เซลลูโลส ฟอสเฟต เซลลูโลสดัดแปรด้วยออร์แกโนซิลิโคน และเซลลูโลสฟอสเฟตดัดแปรด้วยออร์แกโนซิลิโคน และมาสเตอร์แบทช์ด้วยเทคนิค Scanning electron microscopy (SEM)

ตรวจสอบสัณฐานวิทยาของไมโครคริสตัลไลน์เซลลูโลส เซลลูโลสฟอสเฟต เซลลูโลสดัดแปรด้วยเฮกซะเดซิลไตรเมทอกซิซิลิโคน และเซลลูโลสฟอสเฟตดัดแปรด้วยเฮกซะเดซิลไตรเมทอกซิซิลิโคนด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดของ PHILIPS รุ่น XL 30 CP กำลังขยาย 75, 150, 500 และ 1,000 เท่าสำหรับตัวเต็ม และ 500, 1,000 และ 3,000 เท่าสำหรับวัสดุเชิงประกอบ ใช้กระแสไฟฟ้าความต่างศักย์ 20 กิโลโวลต์ สถานที่ทดสอบ: สถาบันวิจัยโลหะและวัสดุ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย ในภาพที่ 3.8



ภาพที่ 3.8 กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดของบริษัท PHILIPS รุ่น XL 30 CP

3.4.4 การศึกษาสมบัติทางความร้อนของไมโครคริสตัลไลน์เซลลูโลส เซลลูโลสฟอสเฟต เซลลูโลสดัดแปรด้วยออร์แกโนซิลีน และเซลลูโลสฟอสเฟตดัดแปรด้วยออร์แกโนซิลีนและเส้นใยเชิงประกอบด้วยเทคนิค Thermal gravimetric analysis (TGA)

ศึกษาสมบัติเสถียรภาพทางความร้อนของไมโครคริสตัลไลน์เซลลูโลส เซลลูโลสฟอสเฟต เซลลูโลสดัดแปรด้วยเฮกซะเดซิลไตริเมทอกซิซิลีน และเซลลูโลสฟอสเฟตดัดแปรด้วยเฮกซะเดซิลไตริเมทอกซิซิลีน และวัสดุเชิงประกอบของตัวเต็มดังกล่าวกับพอลิโพรพิลีนด้วยเทคนิค TGA โดยใช้เครื่อง Thermal Gravimetric Analysis (TGA) ของบริษัท Mettler Toledo รุ่น TGA/SDTA 851 สถานที่ทดสอบ: ภาควิชาวัสดุศาสตร์ คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย ดังแสดงในรูป 3.9 โดยนำชิ้นทดสอบซึ่งมีน้ำหนักประมาณ 10-15 มิลลิกรัม ใส่ในถาดอะลูมินาโดยใช้สภาวะในการทดสอบเริ่มจากอุณหภูมิ 50-800 องศาเซลเซียส อัตราการให้ความร้อน 20 องศาเซลเซียส/นาที ทำการทดสอบภายใต้บรรยากาศของไนโตรเจน



ภาพที่ 3.9 เครื่อง Thermal Gravimetric Analysis (TGA) Mettler Toledo รุ่น TGA/SDTA 851

3.4.5 การศึกษาสมบัติทางความร้อนของเส้นใยเชิงประกอบของ ไมโครคริสตัลลินเซลลูโลส/พอลิโพรพิลีน เซลลูโลสฟอสเฟต/พอลิโพรพิลีน เซลลูโลส ดัดแปรด้วยออร์แกโนซิลิโคน/พอลิโพรพิลีน และเซลลูโลสฟอสเฟตดัดแปรด้วย ออร์แกโนซิลิโคน/พอลิโพรพิลีน ด้วยเทคนิค Differential scanning calorimetry (DSC)

ศึกษาสมบัติทางความร้อนวัสดุเชิงประกอบของพอลิโพรพิลีนด้วยเทคนิค DSC โดยใช้ เครื่อง Differential scanning calorimeter ของบริษัท Perkin elmer รุ่น Pyris 1 ดังแสดง ในรูป 3.10 สถานที่ทดสอบ: ภาควิชาวัสดุศาสตร์ คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย โดยนำชิ้นทดสอบปริมาณ 3-5 มิลลิกรัม มาให้ความร้อนในช่วงอุณหภูมิ 50-200 องศาเซลเซียส อัตราการให้ความร้อน 10 องศาเซลเซียส/นาที แล้วทำให้เย็นตัวลงมาที่อุณหภูมิ 50 องศาเซลเซียส อัตราการทำให้เย็น 10 องศาเซลเซียส/นาที หลังจากนั้นให้ความร้อนถึง 200 องศาเซลเซียส อัตราการทำให้เย็น 10 องศาเซลเซียส/นาที อีกครั้ง



ภาพที่ 3.10 เครื่อง Differential Scanning Calorimeter ของ PerkinElmer รุ่น DSC 7

3.4.6 การหาค่าดัชนีการไหลของมาสเตอร์แบทช์เซลลูโลสดัดแปรด้วย ออร์แกโนซิลิโคน/พอลิโพรพิลีน และเซลลูโลสฟอสเฟตดัดแปรด้วยออร์แกโนซิลิโคน/ พอลิโพรพิลีน

หาค่าดัชนีการไหลของมาสเตอร์แบทช์ ตามมาตรฐาน ASTM D1230 โดยใช้ อุณหภูมิในการหลอมเหลวเท่ากับ 230 °C และน้ำหนักไหลเท่ากับ 2.15 กิโลกรัม โดยใช้เครื่อง Melt flow index บริษัท C.B.N.Engineering Ltd.,Part สถานที่ทดสอบ: ภาควิชาวิศวกรรมสิ่งทอ มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีราชมงคลธัญบุรี ดังแสดงในภาพที่ 3.11



ภาพที่ 3.11 เครื่อง Melt flow index บริษัท C.B.N.Engineering Ltd.,Part รุ่น XRL-400 series

3.4.7 การศึกษาลักษณะภายนอกของเส้นใยและเส้นผ่านศูนย์กลางของเส้นใยเชิงประกอบเซลลูโลสตัดแปรด้วยออร์แกโนซิลิโคน/พอลิพรอพิลีน และเซลลูโลสฟอสเฟตตัดแปรด้วยออร์แกโนซิลิโคน/พอลิพรอพิลีน ด้วยกล้อง Optical microscope

ศึกษาลักษณะภายนอกและวัดขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางของเส้นใยเชิงประกอบของพอลิพรอพิลีน โดยใช้กล้อง Optical microscope ของบริษัท Olympus รุ่น BX60 ดังแสดงในภาพที่ 3.12 สถานที่ทดสอบ: สถาบันวิจัยโลหะและวัสดุ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย โดยใช้กำลังขยายเท่ากับ 10 เท่า และ 20 เท่า



ภาพที่ 3.12 กล้อง Optical microscope ของบริษัท Olympus รุ่น BX60

3.4.8 การศึกษาสมบัติเชิงกลของเส้นใยเชิงประกอบเซลลูโลสตัดแปรด้วย ออร์แกโนซิลิโคน/พอลิโพรพิลีน และเซลลูโลสฟอสเฟตตัดแปรด้วยออร์แกโนซิลิโคน/ พอลิโพรพิลีน ด้วยเครื่อง Universal testing machine

ทดสอบความแข็งแรงของเส้นใยเชิงประกอบตามมาตรฐาน ASTM D3822 ด้วยเครื่อง Universal testing machine ของบริษัท Instron รุ่น 5538 ดังแสดงในรูป 3.13 สถานที่ทดสอบ: สถาบันวิจัยโลหะและวัสดุ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย โดยใช้ความยาวเส้นด้ายทดสอบ (gauge length) เท่ากับ 25 มิลลิเมตร อัตราเร็วของการดึง (crosshead speed) เท่ากับ 250 มิลลิเมตร/นาที น้ำหนักที่ใช้ในการดึงเท่ากับ 5 kN ความชื้นสัมพัทธ์ 50% และอุณหภูมิที่ใช้ทดสอบเท่ากับ 25 องศาเซลเซียส



ภาพที่ 3.13 เครื่อง Universal testing machine ของบริษัท Instron รุ่น 5538

3.4.9 การศึกษาสมบัติหน่วงไฟของเส้นใยเชิงประกอบเซลลูโลสตัดแปร ด้วยออร์แกโนซิลิโคน/พอลิโพรพิลีน และเซลลูโลสฟอสเฟตตัดแปรด้วยออร์แกโนซิลิโคน/ พอลิโพรพิลีน

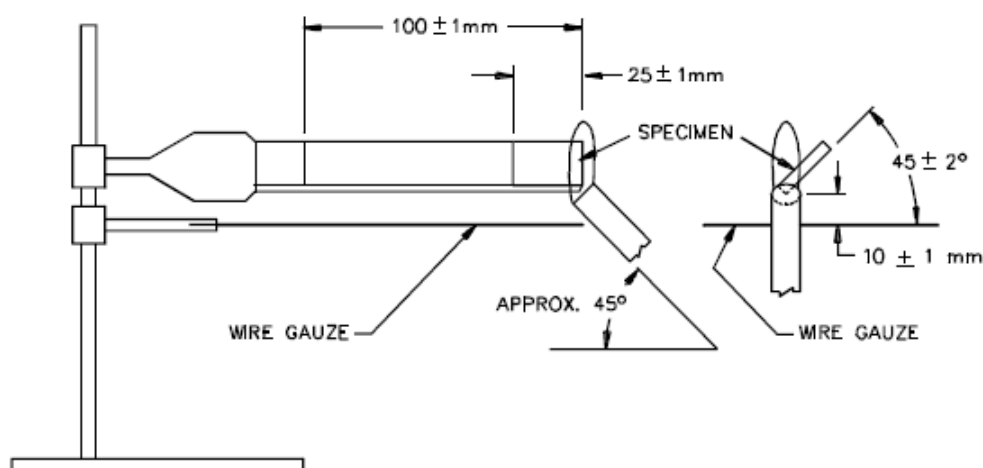
งานวิจัยนี้ได้ศึกษาสมบัติหน่วงไฟของเส้นใยโดยอาศัยเทคนิคในการทดสอบ 2 เทคนิคด้วยกัน ได้แก่

- 1) เทคนิคการทดสอบการลุกไหม้ในแนวนอนตามมาตรฐาน UL-94 แบบ HB

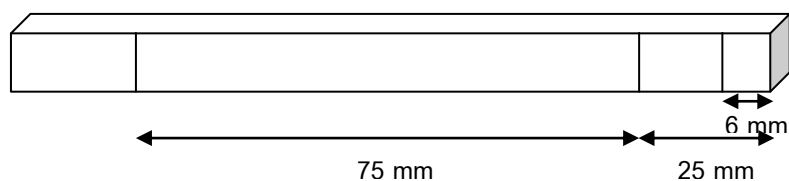
เป็นการทดสอบสมบัติหน่วงไฟของเส้นใยเชิงประกอบของพอลิโพรพิลีนตามมาตรฐาน UL-94 สถานที่ทดสอบ: ศูนย์วิเคราะห์ทดสอบสิ่งทอ สถาบันพัฒนาอุตสาหกรรมสิ่งทอ ที่สภาวะควบคุมความชื้นสัมพัทธ์ 50% และอุณหภูมิขณะทดสอบเท่ากับ 25 องศาเซลเซียส ซึ่ง

ชิ้นงานที่ใช้ในการทดสอบจะถูกตัดให้มีขนาด 130 x 13.5 มิลลิเมตรหนา 2.5 มิลลิเมตร ก่อนทำการทดสอบตามขั้นตอนดังต่อไปนี้

1. เตรียมชิ้นงานทดสอบ 3 ชิ้น โดยกำหนดตำแหน่งในการทดสอบจากปลายด้านหนึ่งทีระยะ 6 มิลลิเมตร, 25 มิลลิเมตรและ 100 มิลลิเมตร ดังแสดงในภาพที่ 3.15
2. จับยึดชิ้นงานตรงด้านที่กำหนดระยะ 25 มิลลิเมตรและเอียงชิ้นงานทดสอบ 45 องศาตามแนวจับยึดแผ่นตะแกรงด้านล่างชิ้นงาน ห่างประมาณ 10 มิลลิเมตร ดังแสดงในภาพที่ 3.14
3. ปลอ่ยแก๊สมีเทนที่อัตราการไหล 0.105 ลิตร/นาที่ ความดันกลับไม่เกิน 0.39 นิ้วปรอท ปรับแต่งความสูงของเปลวไฟให้มีความสูงเท่ากับ 20 มิลลิเมตร และมีเปลวไฟเป็นสีน้ำเงิน
4. จากนั้นเลื่อนเปลวไฟเข้าใกล้ชิ้นงาน โดยให้ขอบซ้ายของเปลวไฟชิดกับระยะ 6 มิลลิเมตรที่กำหนดไว้ จับเวลา 30 วินาที หรือจนกว่าเปลวไฟจะลามไปถึงระยะ 25 มิลลิเมตรที่กำหนดไว้ หากเกินเวลา 30 วินาทีแล้วเปลวไฟยังไม่ถึงขีดที่กำหนดระยะที่ 25 มิลลิเมตร ให้รอจนกว่าเปลวไฟจะลามไปถึงขีดกำหนดระยะที่ 25 มิลลิเมตร จึงเลื่อนตะเกียงออกแล้วจับเวลา
5. จับเวลาที่เปลวไฟลามตั้งแต่ขีดกำหนดระยะที่ 25 มิลลิเมตร จนถึงระยะ 100 มิลลิเมตร แล้วบันทึกเวลาที่ได้ เพื่อนำไปคำนวณค่าอัตราการลามไฟ (Burning rate) ต่อไป



ภาพที่ 3.14 อุปกรณ์ในการทดสอบสมบัติหน่วงไฟของเส้นใยเชิงประกอบของพอลิโพรพิลีนตามมาตรฐาน UL-94



ภาพที่ 3.15 ชิ้นงานตัวอย่างในการทดสอบ UL-94 HB

2) เทคนิคการวิเคราะห์ดัชนีออกซิเจนจำกัด (Limiting Oxygen Index Analysis, LOI) เป็นการวิเคราะห์หาปริมาณความเข้มข้นของออกซิเจนต่ำที่สุด (minimum oxygen concentration) ในบรรยากาศที่มีการไหลของออกซิเจนและไนโตรเจนผสมกัน ที่สามารถทำให้วัสดุติดไฟและมีการลามไฟได้อย่างต่อเนื่อง โดยใช้เครื่องวิเคราะห์ดัชนีออกซิเจนจำกัด (Limiting Oxygen Index Analyzer) ของ Stanton Redcroft รุ่น FTA (ภาพที่ 3.13) ทดสอบตามมาตรฐาน ISO 4589 โดยมีรายละเอียดการทดสอบดังแสดงในภาคผนวก ก

โดยปกติบรรยากาศมีออกซิเจน 21 เปอร์เซ็นต์ ดังนั้น วัสดุที่มีค่า LOI ต่ำกว่า 21 จะลุกไหม้ได้ง่ายในบรรยากาศ

เราสามารถแบ่งชนิดวัสดุสิ่งทอตามค่า LOI ดังนี้

LOI < 21 จัดอยู่ในพวกที่ติดไฟได้ (flammable)

LOI > 100 จัดอยู่ในพวกที่ไม่ติดไฟ (intrinsically non-flammable)

จากงานวิจัยหลายๆ ชิ้นที่ผ่านมาแสดงให้เห็นว่าวัสดุสิ่งทอที่มีค่า LOI มากกว่า 28 ส่วนใหญ่สามารถดับไฟเองได้ (self-extinguishing) ส่วนพวกที่มี LOI อยู่ระหว่าง 21 และ จัดอยู่ในพวกติดไฟได้ช้า (slow burning)



ภาพที่ 3.16 เครื่องวิเคราะห์ดัชนีออกซิเจนจำกัดของ Stanton Redcroft รุ่น FTA

บทที่ 4

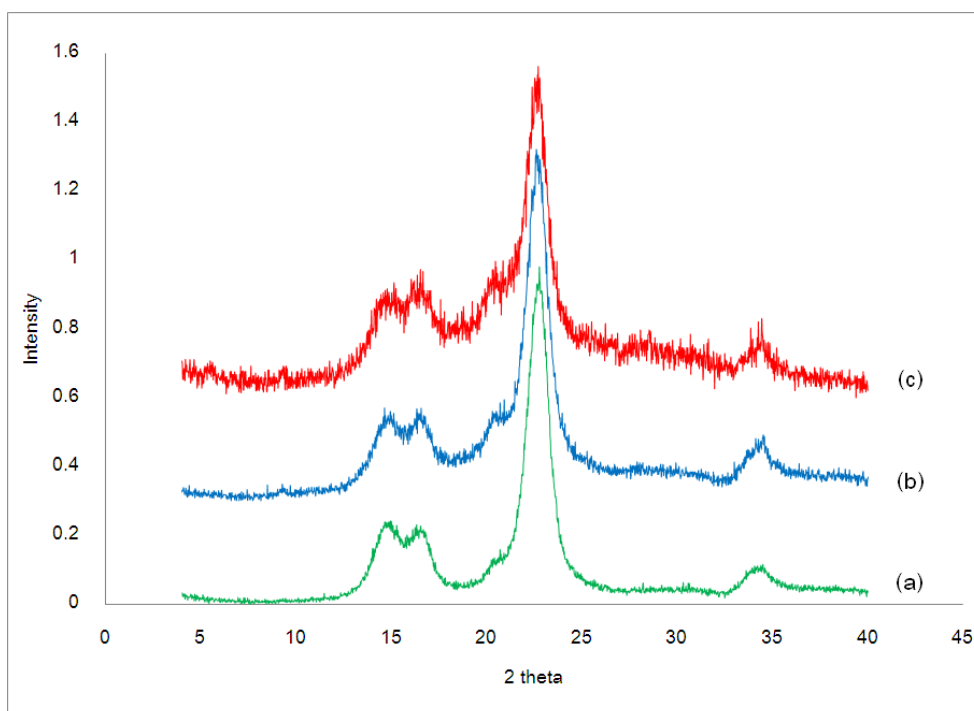
ผลการวิเคราะห์ข้อมูล

4.1 การสังเคราะห์เซลลูโลสฟอสเฟตและเซลลูโลสฟอสเฟตดัดแปรด้วย ออร์แกโนซิลีน

4.1.1 การวิเคราะห์โครงสร้างผลึก

4.1.1.1 ไมโครคริสตัลลินเซลลูโลสและเซลลูโลสฟอสเฟต

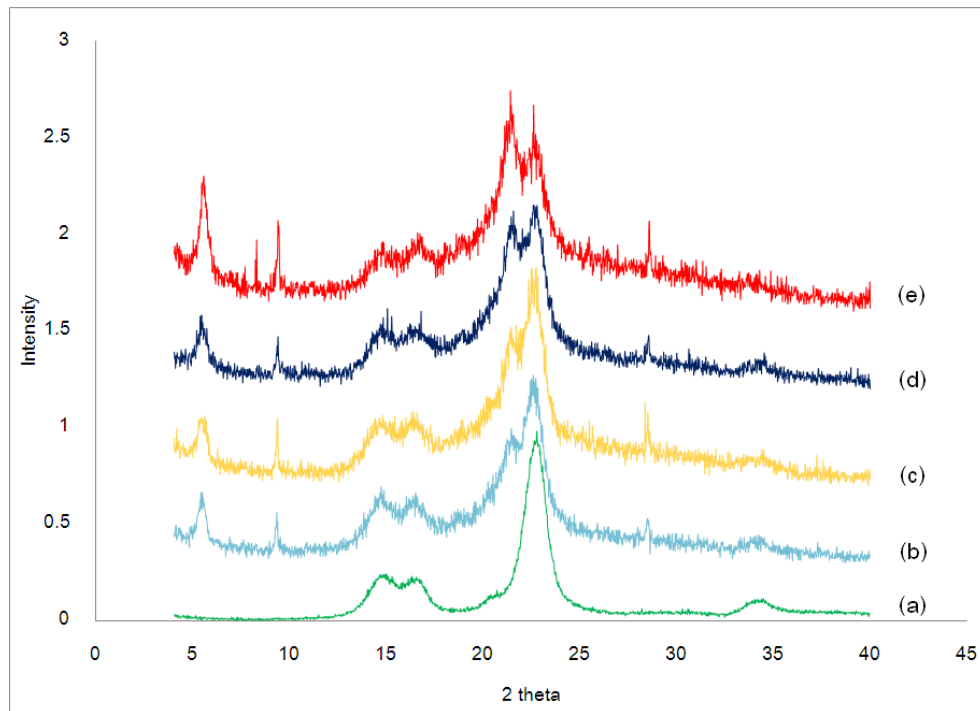
การสังเคราะห์เซลลูโลสฟอสเฟตจากไมโครคริสตัลลินเซลลูโลสโดยใช้อัตราส่วนระหว่างไมโครคริสตัลลินเซลลูโลส : กรดฟอสฟอริก : ยูเรีย เท่ากับ 1 : 2 : 6 และ 1 : 2 : 10 นั้น เมื่อนำสารที่สังเคราะห์ได้ 3UMCCP (ใช้ยูเรีย 6 เท่าโดยน้ำหนักของเซลลูโลส) และ 5UMCCP (ใช้ยูเรีย 10 เท่าโดยน้ำหนักของเซลลูโลส) ไปตรวจสอบโครงสร้างผลึกโดยใช้เครื่อง XRD ได้ผลดังปรากฏใน ภาพที่ 4.1 เปรียบเทียบกับโครงสร้างผลึกของไมโครคริสตัลลินเซลลูโลสที่ใช้เป็นวัตถุดิบเริ่มต้น พบว่าไมโครคริสตัลลินเซลลูโลสมีโครงสร้างผลึก แบบที่ 1 โดยจะปรากฏพีคที่แสดงถึงระนาบ (101), (10-1) และ (002) ในตำแหน่ง $2\theta = 14.6^\circ$, 16.4° และ 22.5° ตามลำดับ [21] เมื่อผ่านการดัดแปรด้วยกรดฟอสฟอริกและยูเรียแล้วจะเห็นว่าโครงสร้างผลึกยังคงเป็นผลึกของไมโครคริสตัลลินเซลลูโลสแบบที่ 1 เช่นเดิม แต่จากการคำนวณค่าความกว้างที่ครึ่งหนึ่งของความสูงของพีค (HFBW) ของ MCC, 3UMCCP และ 5UMCCP ได้ผลเป็น 1.35, 1.46 และ 1.57 Å ตามลำดับ แสดงให้เห็นว่าการเพิ่มปริมาณยูเรียในกระบวนการดัดแปรมีผลให้ค่าความเป็นผลึกของเซลลูโลสลดลงเป็นลำดับ



ภาพที่ 4.1 XRD ดิฟแฟรกโตแกรม ของ (a) ไมโครคริสตัลลีนเซลลูโลส (MCC) และ เซลลูโลสฟอสเฟตสูตร (b) 3UMCCP และ (c) 5UMCCP

4.1.1.2 เซลลูโลสดัดแปรด้วยออร์แกโนซิลีน

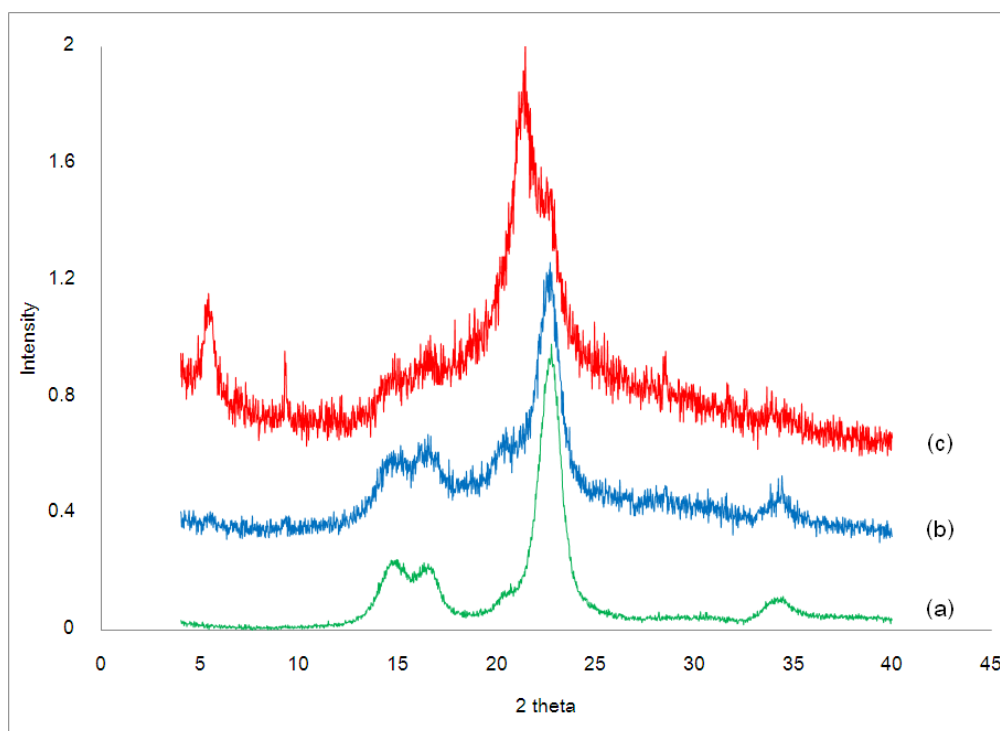
เมื่อไมโครคริสตัลลีนเซลลูโลสทำปฏิกิริยากับออร์แกโนซิลีน จะปรากฏพีคเพิ่มในช่วงตำแหน่ง $2\theta = 4.5 - 5.3^\circ$ และ $2\theta = 9.3 - 9.4^\circ$ ซึ่งจากการตรวจสอบข้อมูลคาดว่าเป็นพีคที่เกิดจากโครงสร้างของออร์แกโนซิลีนและโครงสร้างของออร์แกโนซิลีนที่เกิดปฏิกิริยาการควบแน่นเป็นพอลิออร์แกโนซิลีน [22] ซึ่งสอดคล้องกับผลความเข้มของดิฟแฟรกโตแกรมในกรณีที่มีการเพิ่มปริมาณเซลลูโลสที่ใช้ในการทำปฏิกิริยากับออร์แกโนซิลีนมากขึ้น หรืออีกนัยหนึ่งคือออร์แกโนซิลีนในสารประกอบที่ได้จากการดัดแปรที่มีปริมาณลดลง ทำให้ความเข้มของพีคที่ตำแหน่ง 22.5° จะลดลงเป็นลำดับ ส่วนโครงสร้างผลึกของไมโครคริสตัลลีนเซลลูโลสยังคงเป็นโครงสร้างผลึกแบบที่ 1 เหมือนเดิมไม่มีการเปลี่ยนแปลงเพียงแต่มีความเป็นผลึกลดลงซึ่งเป็นผลมาจากยูเรียนั่นเอง



ภาพที่ 4.2 XRD ดิฟแฟร็กโตแกรม ของ (a) ไมโครคริสตัลไลน์เซลลูโลส (MCC) และเซลลูโลส ดัดแปรด้วยซิลิกาในอัตราส่วนของไมโครคริสตัลไลน์เซลลูโลส: ออร์แกนิกซิลิกา เท่ากับ (b) 1:4 (SiMCC14), (c) 1:3 (SiMCC13), (d) 1:2 (SiMCC12) และ (e) 1:1 (SiMCC11)

4.1.1.3 เซลลูโลสฟอสเฟตดัดแปรด้วยออร์แกนิกซิลิกา

จากการดัดแปรเซลลูโลสฟอสเฟต สูตร 5UMMCP ด้วยออร์แกนิกซิลิกาในปริมาณ 1:1 นั้นเป็นผลให้รูปผลึกของเซลลูโลสฟอสเฟตดัดแปรด้วยออร์แกนิกซิลิกาแตกต่างจาก ไมโครคริสตัลไลน์เซลลูโลสในทำนองเดียวกันกับเซลลูโลสดัดแปรด้วยออร์แกนิกซิลิกา ดังแสดงใน ภาพที่ 4.3 โดยปรากฏพีคของฟอสฟอรัสออร์แกนิกซิลิกาที่ตำแหน่ง $2\theta = 5.4^\circ, 9.2^\circ, 21.5^\circ$ และ 28.6° ดังได้อธิบายไว้ในหัวข้อ 4.1.1.2 และเมื่อเปรียบเทียบกับเซลลูโลสฟอสเฟตที่ไม่ได้ดัดแปรด้วย ออร์แกนิกซิลิกาแล้วจะเห็นว่าโครงสร้างผลึกของไมโครคริสตัลไลน์เซลลูโลสลดลงแต่ยังคงโครงสร้าง แบบที่ 1 บางส่วน



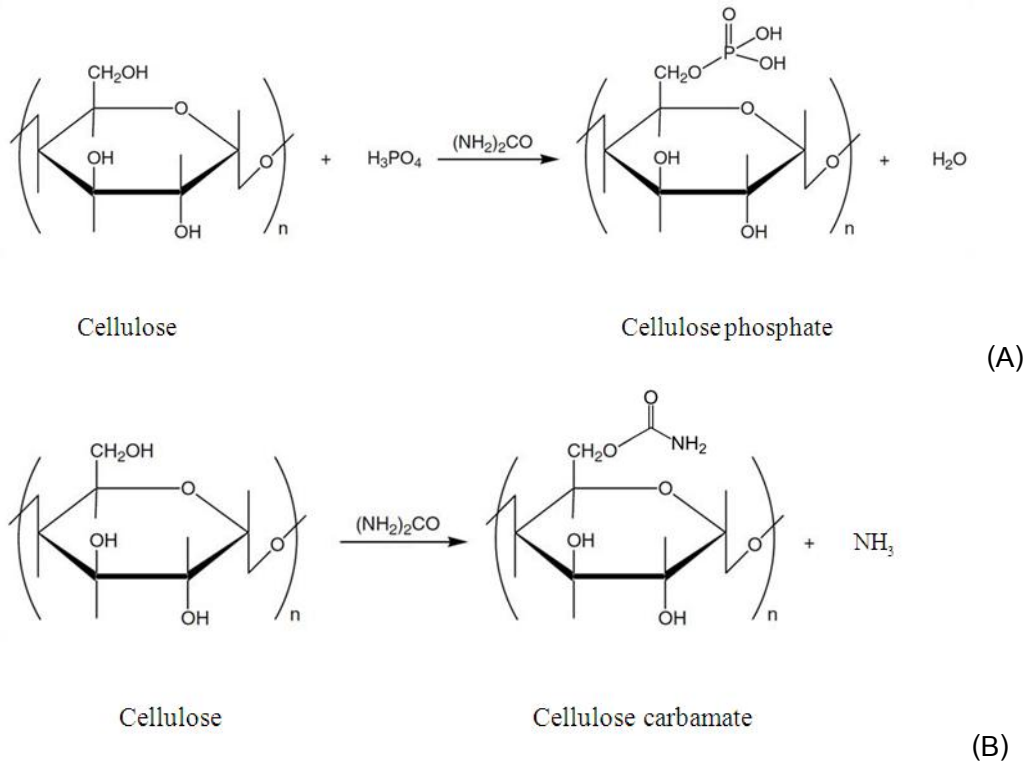
ภาพที่ 4.3 XRD ดิฟแฟร็กโตแกรม (a) ไมโครคริสตัลลีนเซลลูโลส (MCC), (b) เซลลูโลสฟอสเฟต (5UMCCP) และ (c) เซลลูโลสฟอสเฟตดัดแปรด้วย ออร์แกโนซิลเลน (Si5UMCCP)

4.1.2 การวิเคราะห์โครงสร้างเคมีด้วยเทคนิค FT-IR และ SEM-EDX

4.1.2.1 ไมโครคริสตัลลีนเซลลูโลสและเซลลูโลสฟอสเฟต

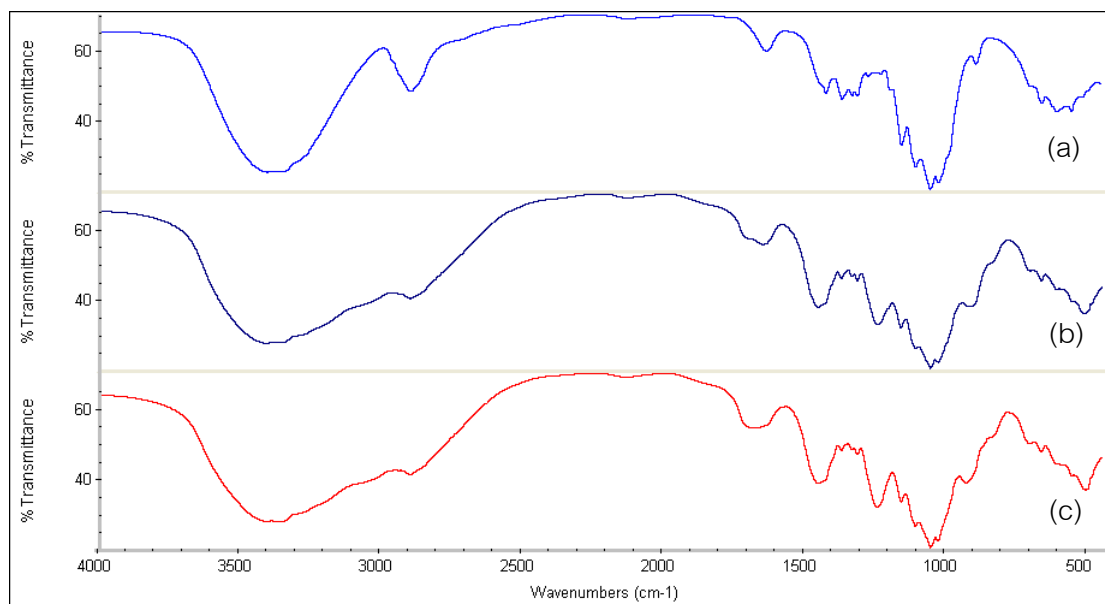
โครงสร้างทางเคมีของเซลลูโลสฟอสเฟตที่ได้จากการทำปฏิกิริยาระหว่าง ไมโครคริสตัลลีนเซลลูโลสกับกรดฟอสฟอริก โดยอาศัยยูเรียเป็นตัวเร่งนี้ ตามแผนผังการ เกิดปฏิกิริยาฟอสฟอริเลชันในภาพที่ 4.4 แสดงเป็นอินฟราเรดสเปกตรัมของเซลลูโลสฟอสเฟต (ภาพที่ 4.5) จะสังเกตเห็นพีก ณ ตำแหน่ง 810 cm^{-1} แสดงถึงหมู่ฟังก์ชัน P-O-C ที่เกิดขึ้นจาก ปฏิกิริยาฟอสฟอริเลชันระหว่างหมู่ไฮดรอกซิลของเซลลูโลสกับกรดฟอสฟอริก ไหล่ของพีก ณ ตำแหน่ง $920\text{--}1000\text{ cm}^{-1}$ แสดงถึงหมู่ฟังก์ชัน P-OH และแถบของพีกในช่วง $1200\text{--}1220\text{ cm}^{-1}$ แสดงถึงหมู่ฟังก์ชัน P=O โดยพีกดังกล่าวนี้จะไม่ปรากฏในอินฟราเรดสเปกตรัมของไมโครคริสตัล ลีนเซลลูโลส นอกจากนี้ อินฟราเรดสเปกตรัมของเซลลูโลสฟอสเฟตที่สังเคราะห์จากสภาวะที่ใช้

ยูเรียปริมาณที่สูงมาก คือ อัตราส่วนระหว่างไมโครคริสตัลไลน์เซลลูโลส : กรดฟอสฟอริก : ยูเรีย เท่ากับ 1:2:10 หรือ 5UMCCP จะมีความเข้มข้นของฟิก ณ ตำแหน่งที่กล่าวในตอนต้นสูงตามไปด้วย



ภาพที่ 4.4 ปฏิกิริยาฟอสฟอริลเลชันระหว่างเซลลูโลสกับกรดฟอสฟอริกได้เซลลูโลสฟอสเฟต (A) และปฏิกิริยาข้างเคียงระหว่างเซลลูโลสกับยูเรียได้เซลลูโลสคาร์บาเมต (B)

นอกจากนี้อินฟราเรดสเปกตรัมในภาพที่ 4.5 ยังแสดงให้เห็นถึงฟีกของหมู่เอมีน ณ ตำแหน่ง 1455 และ 3400 cm^{-1} และหมู่คาร์บอนิล ณ ตำแหน่ง 1640 cm^{-1} อันเป็นผลมาจากหมู่โครงสร้างทางเคมีของเซลลูโลสคาร์บาเมต ซึ่งเป็นผลิตภัณฑ์ข้างเคียงที่เกิดจากการทำปฏิกิริยาระหว่างหมู่ไฮดรอกซิลของเซลลูโลสกับยูเรียที่ใช้เป็นตัวเร่งในปฏิกิริยาฟอสฟอริลเลชัน โดยหมู่คาร์บาเมตที่เกิดขึ้นซึ่งมีธาตุไนโตรเจนเป็นส่วนประกอบนั้น ให้ผลดีในการทำงานร่วมกับธาตุฟอสฟอรัสในหมู่ฟอสเฟตที่มีในโครงสร้าง โดยสารที่มี $\text{P}=\text{N}$ หรือ $\text{P}-\text{NH}_2$ เป็นส่วนประกอบในโครงสร้างจะช่วยเพิ่มประสิทธิภาพในการเกิดปฏิกิริยาฟอสฟอริลเลชันและเร่งปฏิกิริยาคายน้ำระหว่างที่เกิดการเผาไหม้ นอกจากนี้ พันธะเคมีที่เกิดระหว่างธาตุฟอสฟอรัสกับไนโตรเจน (P-N) ยังมีเสถียรภาพทางความร้อนที่ดีกว่าพันธะเคมีที่เกิดระหว่างธาตุฟอสฟอรัสกับออกซิเจน (P-O) [21]



ภาพที่ 4.5 อินฟราเรดสเปกตรัมของ (a) ไมโครคริสตัลไลน์เซลลูโลส(MCC) กับ เซลลูโลสฟอสเฟตสูตร (b) 3UMCCP และ (c) 5UMCCP

ตารางที่ 4.1 ตารางแสดงหมู่ฟังก์ชันที่สำคัญของเซลลูโลสฟอสเฟต

หมู่ฟังก์ชัน	Wave number (cm ⁻¹)
	2972-2952 (asymmetric stretch)
CH ₃ -	1475-1450 (asymmetric deformation)
	1373-1377 (symmetric deformation)
-CH ₂ -	2925 (asymmetric stretch)
P=O	1200 -1220
P-OH	920-1000
P-O-C	810
N-H	1455
C=O	1640

ตารางที่ 4.2 ร้อยละของปริมาณธาตุที่เป็นส่วนประกอบในผงไมโครคริสตัลไลน์เซลลูโลสและเซลลูโลสฟอสเฟตสูตรต่างๆ จากการวิเคราะห์หาปริมาณธาตุด้วยเทคนิค SEM-EDX

ปริมาณธาตุ (ร้อยละโดยน้ำหนัก)	ผงตัวเต็ม		
	MCC	3UMCCP	5UMCCP
ธาตุคาร์บอน	74.80	74.20	76.37
ธาตุออกซิเจน	25.20	24.34	20.95
ธาตุฟอสฟอรัส	0	1.46	2.68

จากตารางที่ 4.2 แสดงร้อยละปริมาณของธาตุองค์ประกอบในสารสังเคราะห์ จากการวิเคราะห์ธาตุโดยเทคนิค SEM-EDX เห็นได้ว่าการสังเคราะห์เซลลูโลสฟอสเฟตโดยใช้ยูเรียเป็นตัวเร่งในปริมาณที่เพิ่มสูงขึ้นจะส่งผลให้ได้เซลลูโลสฟอสเฟตเพิ่มขึ้น ดังดูได้จากปริมาณของธาตุฟอสฟอรัสที่เป็นส่วนประกอบอยู่ในปริมาณที่เพิ่มสูงขึ้นด้วยเป็นลำดับ แต่อย่างไรก็ตาม หากสังเกตปริมาณคาร์บอนที่เพิ่มสูงขึ้นย่อมเป็นผลมาจากการเกิดเซลลูโลสคาร์บาเมตเพิ่มขึ้นด้วยเช่นกัน

และเมื่อตรวจสอบปริมาณไนโตรเจนในสารสังเคราะห์ด้วยเทคนิค EPMA อีกครั้ง เพื่อยืนยันการเกิดปฏิกิริยาดังแผนผังในภาพที่ 4.4 ซึ่งแสดงผลในตารางที่ 4.3 จะเห็นได้ว่าปริมาณยูเรียที่เพิ่มขึ้นจาก 6 เท่า เป็น 10 เท่าโดยน้ำหนักของเซลลูโลส จะส่งผลให้ปริมาณธาตุไนโตรเจนเพิ่มขึ้น และไนโตรเจนที่เพิ่มขึ้นนี้น่าจะเป็นผลมาจากการที่ยูเรียทำปฏิกิริยากับหมู่ไฮดรอกซิลของเซลลูโลสเกิดเป็นเซลลูโลสคาร์บาเมตซึ่งช่วยยืนยันได้ว่าการเพิ่มปริมาณยูเรียในการทำปฏิกิริยาจะเร่งการเกิดปฏิกิริยาข้างเคียงได้ดีขึ้น

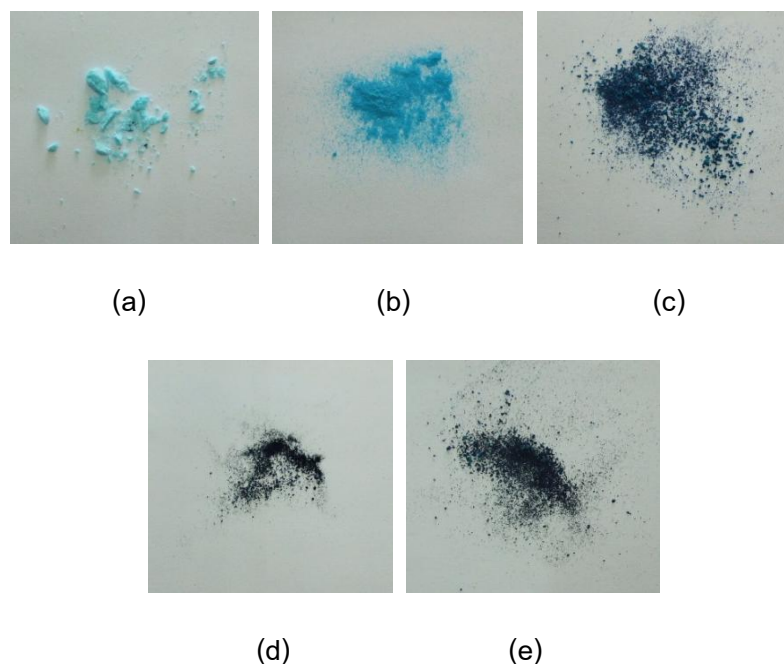
ตารางที่ 4.3 ร้อยละของปริมาณธาตุที่เป็นส่วนประกอบในผงไมโครคริสตัลไลน์เซลลูโลสและเซลลูโลสฟอสเฟตสูตรต่างๆ จากการวิเคราะห์หาปริมาณธาตุด้วยเทคนิค EPMA

ปริมาณธาตุ (ร้อยละโดยน้ำหนัก)	ผงตัวเต็ม		
	MCC	3UMCCP	5UMCCP
ธาตุออกซิเจน	100	57.81	53.00
ธาตุไนโตรเจน	0	7.11	8.02
ธาตุฟอสฟอรัส	0	34.17	38.98

จากโครงสร้างทางเคมีของเซลลูโลสฟอสเฟตที่มีหมู่ฟอสเฟต เมื่อแตกตัวในน้ำ ส่งผลให้โครงสร้างแสดงค่าประจุเป็นลบ ดังนั้นเซลลูโลสฟอสเฟตจึงมีสมบัติในการดูดซับสีเบสิกที่มีประจุบวกได้ดี ดังนั้นในการศึกษานี้จึงได้ทำการทดสอบการดูดซับสีเบสิกเพื่อใช้เป็นข้อมูลประกอบในการยืนยันผลการสังเคราะห์และแยกความแตกต่างระหว่างไมโครคริสตัลลินเซลลูโลสและเซลลูโลสฟอสเฟต ซึ่งจากผลการทดลองปรากฏว่า เซลลูโลสฟอสเฟตที่ได้จากการสังเคราะห์นี้สามารถดูดซับสีเบสิกได้ดีสังเกตได้จากความเข้มของสีที่ปรากฏในภาพที่ 4.6

ความแตกต่างระหว่างผงไมโครคริสตัลลินเซลลูโลสและเซลลูโลสฟอสเฟตจากการย้อมสีเบสิกที่มีค่าประจุเป็นบวกนี้ เนื่องจากหมู่ฟอสเฟตในโครงสร้างของเซลลูโลสฟอสเฟตเมื่อแตกตัวในน้ำ หมู่ฟอสเฟตจะแสดงค่าประจุเป็นลบได้ ส่งผลให้เกิดแรงดึงดูดทางประจุกับประจุบวกภายในโครงสร้างของสีเบสิก ความเข้มของสีเบสิกที่ติดบนผงเซลลูโลสฟอสเฟตชี้ให้เห็นถึงปริมาณของหมู่ฟอสเฟตที่มีในโครงสร้างของเซลลูโลสฟอสเฟตได้ โดยผงเซลลูโลสฟอสเฟตที่มีปริมาณหมู่ฟอสเฟตในโครงสร้างมากกว่าจะติดสีเข้มกว่า อย่างไรก็ตาม หมู่คาร์บาเมตของเซลลูโลสคาร์บาเมตซึ่งเป็นสารข้างเคียงที่เกิดขึ้นจากการสังเคราะห์เซลลูโลสฟอสเฟตจะไม่มีแรงดึงดูดกับสีเบสิกแต่อย่างใด เนื่องจากหมู่คาร์บาเมตนี้ไม่ได้แสดงประจุเป็นลบ ดังนั้น จึงกล่าวได้ว่าการดูดซับสีที่เพิ่มขึ้นเป็นผลมาจากแรงดึงดูดทางประจุระหว่างหมู่ฟอสเฟตกับประจุบวกของสีเบสิกนั่นเอง

จากภาพที่ 4.6 ยังแสดงให้เห็นถึงผลของยูเรียที่มีต่อการสังเคราะห์เซลลูโลสฟอสเฟต โดยสภาวะการสังเคราะห์เซลลูโลสฟอสเฟตที่ใช้ปริมาณยูเรียสูงขึ้น จากการทดลองปรับเปลี่ยนปริมาณยูเรียที่ใช้ในการสังเคราะห์ ในสัดส่วนตั้งแต่ 1.2, 4, 6 และ 10 เท่าโดยน้ำหนักของไมโครคริสตัลลินเซลลูโลส ขณะที่ใช้ปริมาณกรดฟอสฟอริกคงที่ คือ 2 เท่าโดยน้ำหนักของไมโครคริสตัลลินเซลลูโลส โดยกำหนดให้เซลลูโลสฟอสเฟตที่สังเคราะห์ได้มีชื่อเรียกสอดคล้องกับปริมาณยูเรียที่เพิ่มขึ้นเป็น 0.6UMCCP, 2UMCCP, 3UMCCP และ 5UMCCP ตามลำดับ จะเห็นได้ว่าความเข้มของสีในที่นี้คือสีน้ำเงินจะมีความเข้มเพิ่มขึ้นเป็นลำดับและมีความสม่ำเสมอมากขึ้น กรณีของ 3UMCCP และ 5UMCCP เมื่อสังเกตด้วยตาเปล่าอาจดูไม่แตกต่างกันมากนัก แต่เมื่อพิจารณาจากค่าที่ได้ด้วยเทคนิค EPMA และ SEM-EDX จะเห็นความแตกต่างได้ชัดเจนมากขึ้น จึงกล่าวได้ว่า การเพิ่มปริมาณยูเรียช่วยเร่งประสิทธิภาพในการเกิดปฏิกิริยาฟอสฟอริลเลชัน ทั้งนี้อาจเป็นผลจากการที่ยูเรียมีความสามารถในการทำให้เซลลูโลสบวมตัวเป็นผลให้แรงดึงดูดระหว่างหมู่ไฮดรอกซิลต่ำลง เพิ่มโอกาสในการเข้าทำปฏิกิริยาของกรดฟอสฟอริกกับหมู่ไฮดรอกซิลบนสายโซ่โมเลกุลของเซลลูโลสได้มากขึ้นนั่นเอง

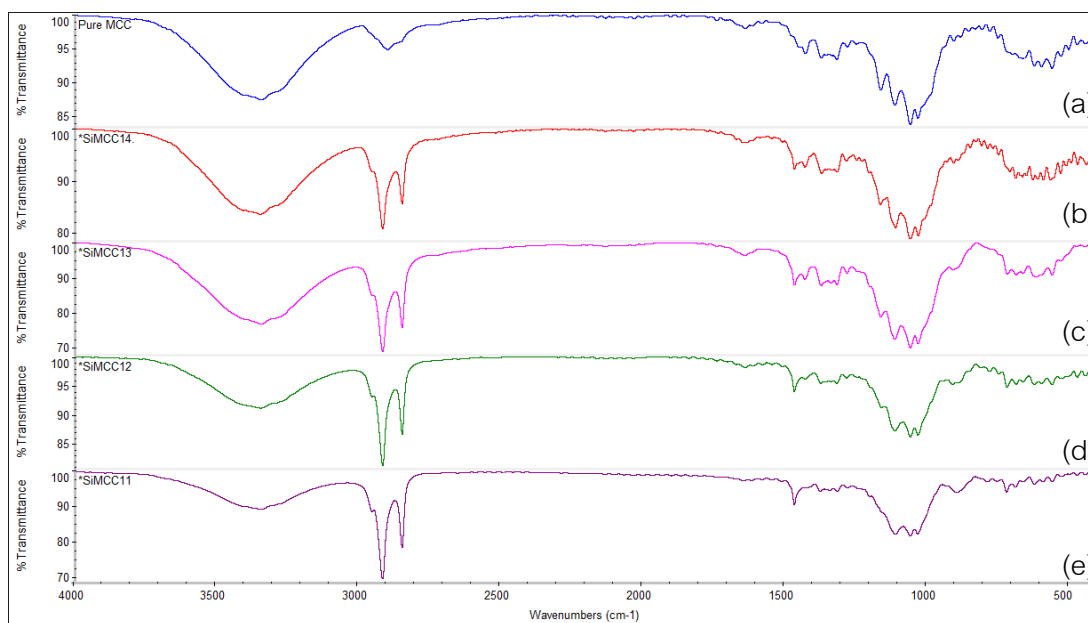


ภาพที่ 4.6 ผงไมโครคริสตัลไลน์เซลลูโลสและเซลลูโลสฟอสเฟตสูตรต่างๆ ย้อมด้วยสีเบสิก
(a) MCC (b) 0.6UMCCP (c) 2UMCCP (d) 3UMCCP และ (e) 5UMCCP

4.1.2.2 เซลลูโลสดัดแปรด้วยออร์แกโนซิลิโคน

จากการวิเคราะห์หมู่ฟังก์ชันภายในโครงสร้างของเซลลูโลสที่ดัดแปรด้วยออร์แกโนซิลิโคนโดยเทคนิค FTIR ดังแสดงในภาพที่ 4.7 พบว่าปรากฏพีกที่ตำแหน่ง $2800-3000\text{ cm}^{-1}$ ซึ่งแสดงถึงหมู่ $-\text{CH}_2-$ and $-\text{CH}_3$ ภายในโครงสร้างของเซลลูโลสดัดแปรอย่างชัดเจน ในขณะที่ไม่ปรากฏพีกนี้ ในอินฟราเรดสเปกตรัมของไมโครคริสตัลไลน์เซลลูโลส จึงกล่าวได้ว่ามีออร์แกโนซิลิโคนเป็นส่วนหนึ่งในโครงสร้างของเซลลูโลสที่ถูกดัดแปรแล้ว โดยยังพบพีกที่ตำแหน่ง 1134 cm^{-1} ซึ่งแสดงถึงการยืดออกของ Si-O-Si อีก อย่างไรก็ตาม จากอินฟราเรดสเปกตรัมไม่สังเกตพบ Si-O-C ซึ่งจะปรากฏที่ตำแหน่ง $1015-1095\text{ cm}^{-1}$ เนื่องจากที่บริเวณดังกล่าวเป็นตำแหน่งเดียวกับพีกของหมู่ฟังก์ชันภายในโครงสร้างของเซลลูโลส แต่ความเข้มของพีกที่เปลี่ยนไป ณ ตำแหน่ง 1135 และ 1200 cm^{-1} ของเซลลูโลสดัดแปรด้วยออร์แกโนซิลิโคนนั้น ได้แสดงถึงการยืดออกของพันธะ Si-O-Si และ Si-O-C ของเซลลูโลสได้ [23] นอกจากนี้ การดัดแปรไมโครคริสตัลไลน์เซลลูโลสโดยใช้ปริมาณออร์แกโนซิลิโคนที่สูงขึ้น จะส่งผลให้ได้เซลลูโลสดัดแปรที่มีออร์แกโนซิลิโคนเป็นส่วนประกอบในปริมาณที่สูงขึ้นเช่นกัน ดังแสดงจากปริมาณของธาตุซิลิกอน

และคาร์บอนที่เพิ่มขึ้นในตารางที่ 4.5 เมื่อทำการดัดแปรเซลลูโลสด้วยออร์แกโนซิลิโคน ซึ่งเป็นผลมาจากโครงสร้างของออร์แกโนซิลิโคนที่ประกอบด้วยสายโซ่คาร์บอนที่ยาวนั่นเอง



ภาพที่ 4.7 อินฟราเรดสเปกตรัมของ (a) ไมโครคริสตัลไลน์เซลลูโลสบริสุทธิ์ (MCC) กับเซลลูโลสดัดแปรด้วยออร์แกโนซิลิโคนสูตร (e) SiMCC11, (d) SiMCC12, (c) SiMCC13, (b) SiMCC14

ตารางที่ 4.4 ตารางแสดงหมู่ฟังก์ชันที่สำคัญของเซลลูโลสฟอสเฟตดัดแปรด้วยออร์แกโนซิลิโคน

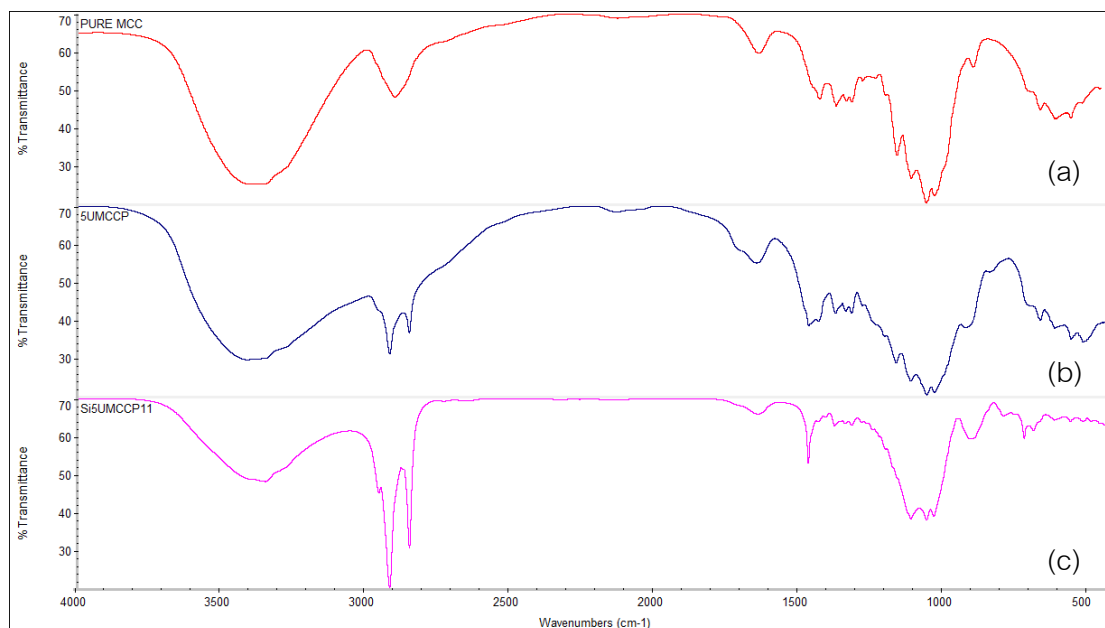
หมู่ฟังก์ชัน	Wave number (cm ⁻¹)
CH ₃ -	2972-2952 (asymmetric stretch)
	2882-2862 (symmetric stretch)
	1475-1450 (asymmetric deformation)
	1373-1377 (symmetric deformation)
-CH ₂ -	2925 (asymmetric stretch)
	2855 (asymmetric stretch)
C=O	1640
Si-O-Si	1134
Si-O-C	1015-1095

ตารางที่ 4.5 ร้อยละของปริมาณธาตุที่เป็นส่วนประกอบในผงไมโครคริสตัลไลน์เซลลูโลสและเซลลูโลสดัดแปรด้วยออร์แกโนซิลิโคนสูตรต่างๆ

ปริมาณธาตุ (ร้อยละโดยน้ำหนัก)	ผงตัวเติม				
	อัตราส่วนโดยโมลของออร์แกโนซิลิโคน(Si) : เซลลูโลส (MCC)				
	0 : 1	1 : 1	1 : 2	1 : 3	1 : 4
ธาตุคาร์บอน	74.80	86.41	85.11	81.94	83.26
ธาตุออกซิเจน	25.20	10.01	12.16	15.98	14.96
ธาตุซิลิคอน	0	3.58	2.73	2.08	1.78

4.1.2.3 เซลลูโลสฟอสเฟตดัดแปรด้วยออร์แกโนซิลิโคน

จากการวิเคราะห์หมู่ฟังก์ชันภายในโครงสร้างของเซลลูโลสฟอสเฟตที่ดัดแปรด้วยออร์แกโนซิลิโคนโดยเทคนิค FTIR ดังแสดงในภาพที่ 4.8 พบว่าปรากฏพีกที่ $2800-3000\text{ cm}^{-1}$ ซึ่งแสดงถึงหมู่ $-\text{CH}_2-$ and $-\text{CH}_3$ ภายในโครงสร้างของเซลลูโลสฟอสเฟตที่ดัดแปรอย่างชัดเจน ในขณะที่พีกนี้จะมีความเข้มที่น้อยกว่าในอินฟราเรดสเปกตรัมของเซลลูโลสฟอสเฟต จึงกล่าวได้ว่ามีออร์แกโนซิลิโคนเป็นส่วนหนึ่งในโครงสร้างของเซลลูโลสฟอสเฟตที่ถูกดัดแปรแล้ว นอกจากนี้ ยังพบพีกที่ตำแหน่ง 1134 cm^{-1} ซึ่งแสดงถึงการยืดออกของ Si-O-Si อีกด้วย นอกจากนี้ ความเข้มของพีกที่เปลี่ยนไป ณ ตำแหน่ง 1135 และ 1200 cm^{-1} ของเซลลูโลสฟอสเฟตดัดแปรด้วยออร์แกโนซิลิโคนยังแสดงถึงการยืดออกของพันธะ Si-O-Si และ Si-O-C ของเซลลูโลสได้เช่นเดียวกับเซลลูโลสดัดแปรด้วยออร์แกโนซิลิโคน [23] รวมทั้งตำแหน่งของพีกที่แสดงถึงหมู่ฟังก์ชัน P=O และ P-OH ที่รายงานไว้ในตารางที่ 4.6 ด้วยเช่นกัน เนื่องจากที่บริเวณดังกล่าวเป็นตำแหน่งเดียวกับพีกของหมู่ฟังก์ชันภายในโครงสร้างของเซลลูโลส ในขณะที่ยังคงปรากฏพีก ณ ตำแหน่ง 810 cm^{-1} ซึ่งแสดงถึงหมู่ฟังก์ชัน P-O-C ของเซลลูโลสฟอสเฟต



ภาพที่ 4.8 อินฟราเรดสเปกตรัมของไมโครคริสตัลลินเซลลูโลส (a) เซลลูโลสฟอสเฟต (b) และ เซลลูโลสฟอสเฟตดัดแปรด้วยออร์แกโนซิลิโคน (c)

การนำเซลลูโลสฟอสเฟตที่ได้จากการสังเคราะห์โดยใช้ปริมาณยูเรียเป็นตัวเร่งในปฏิกิริยาฟอสฟอริลเลชันที่แตกต่างกันคือ ที่ 6 และ 10 เท่าโดยโมลของไมโครคริสตัลลินเซลลูโลส มาทำการดัดแปรด้วยออร์แกโนซิลิโคนหรือในการทดลองนี้ใช้สารเฮกซะเดคซิลไตรเมทอกซีไซเลน ในอัตราส่วนโดยโมลของออร์แกโนซิลิโคนต่อเซลลูโลสฟอสเฟต 1:1 พบว่าเซลลูโลสฟอสเฟต 5UMCCP ซึ่งใช้ปริมาณยูเรียในการสังเคราะห์สูงถึง 10 เท่าโดยโมลจะส่งผลให้เซลลูโลสฟอสเฟตเกิดปฏิกิริยากับออร์แกโนซิลิโคนได้น้อยกว่าการใช้เซลลูโลสฟอสเฟต 3UMCCP ที่ใช้ยูเรียในการสังเคราะห์เพียง 6 เท่าโดยโมล ซึ่งยืนยันได้ด้วยผลจากการวิเคราะห์ปริมาณธาตุองค์ประกอบของเซลลูโลสฟอสเฟตดัดแปรด้วยออร์แกโนซิลิโคนสูตร Si3UMCCP กับ Si5UMCCP ด้วยเทคนิค SEM-EDX ดังแสดงในตารางที่ 4.7 สันนิษฐานได้ว่า ออร์แกโนซิลิโคนจะเกิดปฏิกิริยากับหมู่ -OH ของคาร์บอนตำแหน่งที่ 6 ในโครงสร้างของเซลลูโลสเป็นส่วนใหญ่ ดังนั้นการที่เซลลูโลสผ่านการทำปฏิกิริยากับกรดฟอสฟอริก ผ่านปฏิกิริยาฟอสฟอริลเลชันกับหมู่ -OH ของคาร์บอนตำแหน่งที่ 6 นี้ กลายเป็นหมู่ฟอสเฟตในโครงสร้างของเซลลูโลสฟอสเฟต ทำให้ปริมาณหมู่ -OH ของคาร์บอนตำแหน่งที่ 6 นี้ในเซลลูโลสลดลง และจากผลการทดลองเบื้องต้นการใช้ยูเรียในปริมาณมากก็จะส่งผลให้หมู่ -OH ที่ตำแหน่งนี้เปลี่ยนไปเป็นหมู่ฟอสเฟตมากขึ้นในเซลลูโลสฟอสเฟตสูตร Si5UMCCP จึงส่งผลให้เหลือหมู่ -OH ในคาร์บอนตำแหน่งที่ 6 ที่จะทำปฏิกิริยากับออร์แกโนซิลิโคนได้น้อยลงนั่นเอง

ตารางที่ 4.6 ตารางแสดงหมู่ฟังก์ชันที่สำคัญของเซลลูโลสฟอสเฟตดัดแปรด้วยออร์แกโนซิลีน

หมู่ฟังก์ชัน	Wave number (cm ⁻¹)
	2972-2952 (asymmetric stretch)
CH ₃ -	2882-2862 (symmetric stretch)
	1475-1450 (asymmetric deformation)
	1373-1377 (symmetric deformation)
	2925 (asymmetric stretch)
-CH ₂ -	2855 (asymmetric stretch)
P=O	1200 -1220
P-OH	920-1000
P-O-C	810
N-H	1455
C=O	1640
Si-O-Si	1134
Si-O-C	1015-1095

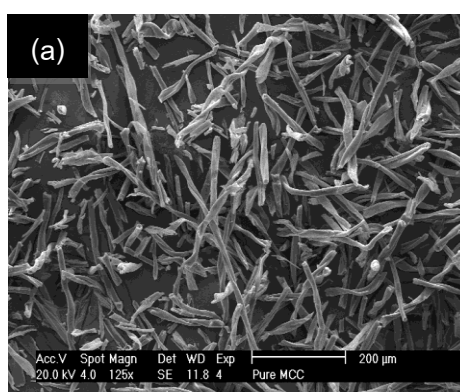
ตารางที่ 4.7 ร้อยละของปริมาณธาตุที่เป็นส่วนประกอบในผงไมโครคริสตัลไลน์เซลลูโลสและเซลลูโลสดัดแปรด้วยออร์แกโนซิลีนสูตรต่างๆ

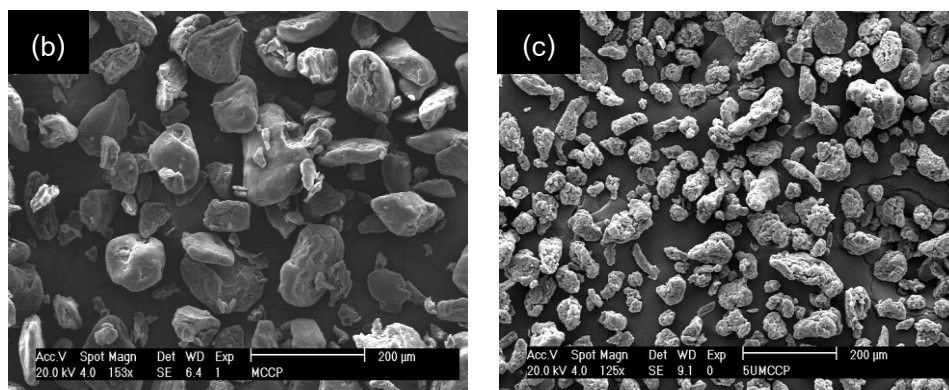
ปริมาณธาตุ (ร้อยละโดยน้ำหนัก)	ผงตัวเติม		
	MCC	Si-3UMCCP	Si-5UMCCP
ธาตุคาร์บอน	74.80	87.76	86.67
ธาตุออกซิเจน	25.20	8.73	9.95
ธาตุฟอสฟอรัส	0	0.28	0.72
ธาตุซิลิคอน	0	3.24	2.66

4.1.3 การศึกษาสัณฐานวิทยาโดยเทคนิค SEM

4.1.3.1 ไมโครคริสตัลไลน์เซลลูโลสและเซลลูโลสฟอสเฟต

จากภาพถ่ายด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนในภาพที่ 4.9(a) ที่กำลังขยาย 125 เท่า จะสังเกตเห็นอนุภาคของไมโครคริสตัลไลน์มีลักษณะเป็นเส้นขนาดสั้นๆ ความยาวประมาณ 25-200 ไมโครเมตร และมีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางประมาณ 8-12 ไมโครเมตร ขณะที่ภาพถ่ายของอนุภาคเซลลูโลสที่ผ่านการดัดแปรเป็นเซลลูโลสฟอสเฟตภายใต้กำลังขยายเท่ากัน (ภาพที่ 4.9 (b) และ (c)) มีสัณฐานแตกต่างไปจากไมโครคริสตัลไลน์เซลลูโลสอย่างสิ้นเชิง โดยมีลักษณะอนุภาคเป็นก้อนที่มีเส้นผ่านศูนย์กลางอยู่ในช่วง 25-75 ไมโครเมตร ซึ่งมีขนาดใหญ่กว่าเส้นผ่านศูนย์กลางของไมโครคริสตัลไลน์เซลลูโลส นอกจากนี้ยังพบว่า ปริมาณการใช้ยูเรียในกระบวนการดัดแปรเซลลูโลสฟอสเฟตมีผลต่อลักษณะและรูปร่างอนุภาคของเซลลูโลสฟอสเฟตที่ได้ จากการสังเกตอนุภาคของ 3UMCCP ในภาพที่ 4.9 b (ในกรณีของสูตร ไมโครคริสตัลไลน์เซลลูโลส : กรดฟอสฟอริก : ยูเรีย เท่ากับ 1 : 2 : 6) จะมีขนาดอนุภาคใหญ่กว่าอนุภาคของ 5UMCCP ในภาพที่ 4.9 (c) (เซลลูโลสฟอสเฟตที่ได้จากสูตรที่ใช้ไมโครคริสตัลไลน์เซลลูโลส : กรดฟอสฟอริก : ยูเรีย เท่ากับ 1 : 2 : 10) อาจมีสาเหตุมาจากปริมาณยูเรียที่เพิ่มขึ้นสามารถแทรกเข้าไปในช่องระหว่างสายโซ่ช่วยให้ระยะห่างระหว่างสายโซ่โมเลกุลของเซลลูโลสอยู่ห่างกัน เป็นผลให้เซลลูโลสเกิดการบวมตัวได้มากขึ้น ซึ่งสอดคล้องกับผลให้พิกที่ปรากฏใน XRD ดิฟแฟร็กโตแกรม มีความเข้มลดลงและความกว้างเพิ่มขึ้นนั่นเอง

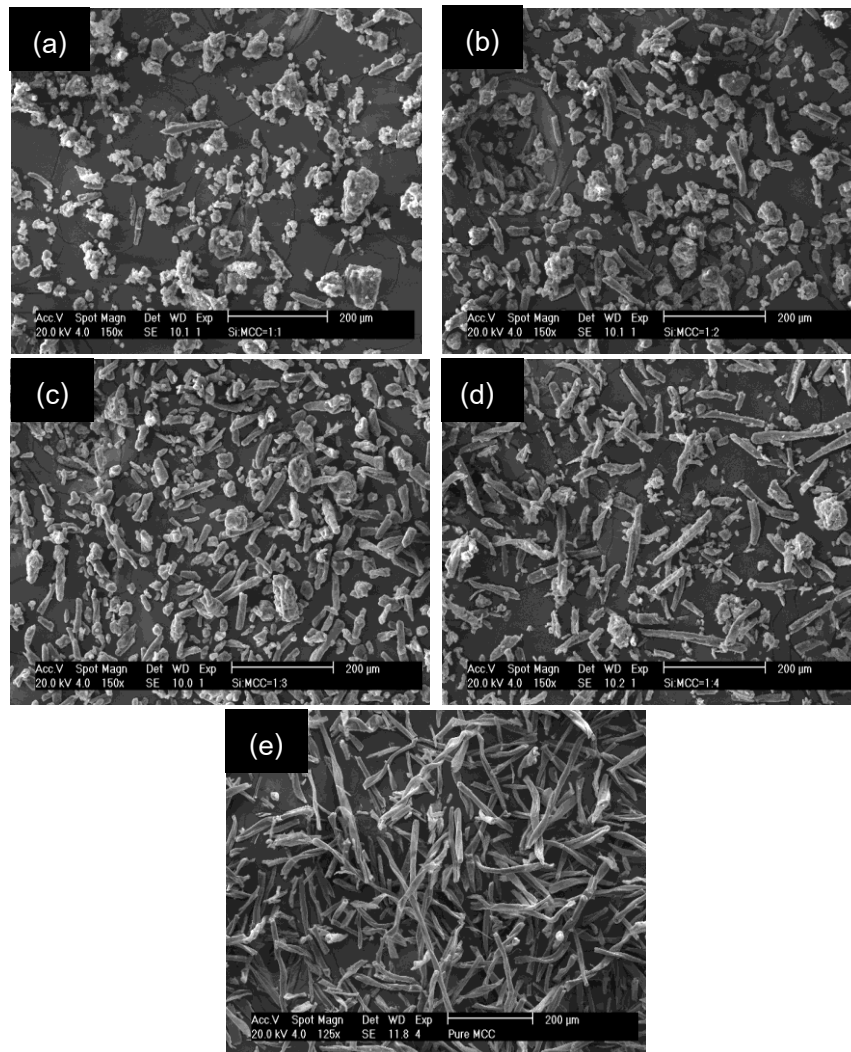




ภาพที่ 4.9 ภาพถ่าย SEM ของอนุภาคของ (a) ไมโครคริสตัลลีนเซลลูโลส (MCC) และ เซลลูโลสฟอสเฟต (b) 3UMCCP และ (c) 5UMCCP

4.1.3.2 เซลลูโลสตัดแปรด้วยออร์แกโนซิลิโคน

การตัดแปรไมโครคริสตัลลีนเซลลูโลสด้วยออร์แกโนซิลิโคนเป็นผลให้สัณฐานของ ไมโครคริสตัลลีนเซลลูโลสเปลี่ยนแปลงจากลักษณะของเส้นใยกลายเป็นก้อนดังแสดงในภาพที่ 4.10 โดยการตัดแปรในภาวะที่ใช้ออร์แกโนซิลิโคนในปริมาณสูงขึ้นก็จะให้เซลลูโลสตัดแปรที่มีสภาพ เป็นก้อนขรุขระจนไม่เหลือสภาพที่เป็นเส้นใยหรือ rod ปรากฏให้เห็น ทั้งนี้เป็นเพราะผิวของ ไมโครคริสตัลลีนเซลลูโลสที่ถูกตัดแปรได้ทำปฏิกิริยากับออร์แกโนซิลิโคนซึ่งมีสายโซ่ยาวของ ไฮโดรคาร์บอนจะทำการปกคลุมพื้นผิวของไมโครคริสตัลลีนเกิดเป็นลักษณะขรุขระ ซึ่งเห็นได้ ชัดเจนในภาพที่ 4.10 (a) และมีสภาพเป็นไฮโดรโฟบิกจนสมบูรณ์ สำหรับภาพที่ 4.10 (b), (c) และ (d) จะสังเกตเห็นลักษณะพื้นผิวที่ขรุขระลดน้อยลง เป็นเพราะปริมาณออร์แกโนซิลิโคนที่ใช้ใน การทำปฏิกิริยาการตัดแปรน้อยลง ทำให้ออร์แกโนซิลิโคนไม่เพียงพอที่จะปกคลุมผิวทั้งหมด ดังนั้น ปริมาณสายโซ่ไฮโดรคาร์บอนที่ปกคลุมผิวจึงลดลงตามเป็นลำดับ ไมโครคริสตัลลีนเซลลูโลส บางส่วนที่ไม่เกิดปฏิกิริยากับออร์แกโนซิลิโคนจึงสังเกตเห็นลักษณะเป็น Rod ของ ไมโครคริสตัลลีนเซลลูโลสปรากฏอยู่จำนวนมากคละกันไปกับอนุภาคที่มีลักษณะเป็นก้อนขรุขระ (ภาพที่ 4.10 (d))



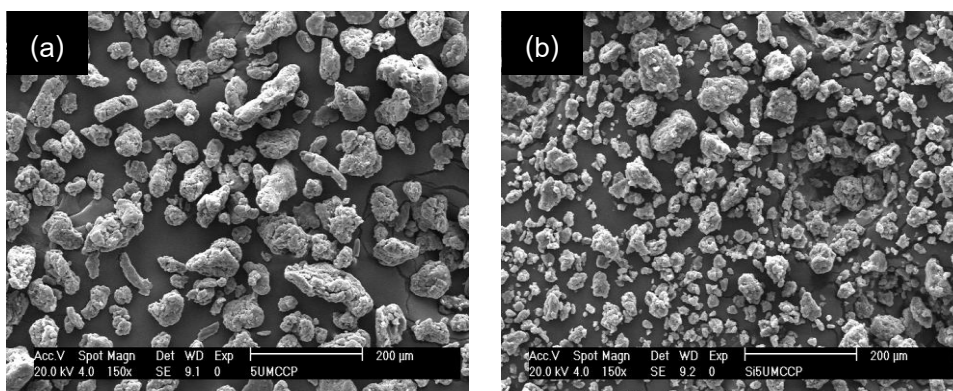
ภาพที่ 4.10 ภาพถ่าย SEM ของอนุภาคของไมโครคริสตัลลินเซลลูโลสและเซลลูโลสดัดแปรด้วยซิลิโคนสูตรต่างๆ ได้แก่ (a) SiMCC 11 (b) SiMCC 12, (c) SiMCC 13, (d) SiMCC 14 และ (e) MCC

4.1.3.3 เซลลูโลสฟอสเฟตดัดแปรด้วยออร์แกนโนซิลิโคน

ในการศึกษาพื้นฐานวิทยาของเซลลูโลสฟอสเฟตดัดแปรด้วยออร์แกนโนซิลิโคนนี้ได้เลือกเฉพาะกรณีของการดัดแปรเซลลูโลสฟอสเฟต 5UMMCP ด้วยออร์แกนโนซิลิโคน โดยใช้อัตราส่วนโดยโมลของไมโครคริสตัลลินเซลลูโลส: ออร์แกนโนซิลิโคน เท่ากับ 1: 1 เพียงอัตราเดียวเท่านั้น เนื่องจากเป็นอัตราที่มีปริมาณซิลิโคนมากที่สุด ซึ่งคาดว่าจะเป็ผลจากการที่

ออร์แกโนซิลิโคนทำปฏิกิริยากับหมู่-OH ที่คาร์บอนตำแหน่งที่ 6 ของเซลลูโลสมากที่สุด และน่าจะเป็นผลให้สารตัวเต็มนี้มีความเข้ากันได้กับพอลิโพรพิลีนมากที่สุดเช่นกัน เพราะสภาพพื้นผิวของเซลลูโลสจะถูกปกคลุมด้วยสายโซ่ไฮโดรคาร์บอนของออร์แกโนซิลิโคนมากที่สุด

จากภาพถ่ายอนุภาคเซลลูโลสฟอสเฟตดัดแปรด้วยออร์แกโนซิลิโคนผ่านกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนที่กำลังขยาย 150 เท่า ในภาพที่ 4.11 (b) เมื่อเปรียบเทียบกับภาพถ่ายอนุภาคของเซลลูโลสฟอสเฟตที่กำลังขยายเท่ากัน ในภาพที่ 4.11 (a) จะเห็นว่า ฐานของอนุภาคเซลลูโลสฟอสเฟตที่ผ่านการทำปฏิกิริยากับออร์แกโนซิลิโคนแล้ว มีลักษณะเป็นก้อนที่มีรูปร่างไม่แน่นอนเหมือนกับลักษณะของอนุภาคเซลลูโลสฟอสเฟต แต่ขนาดอนุภาคโดยรวมมีขนาดเล็กลง ทั้งนี้ น่าจะเป็นผลมาจากการที่ออร์แกโนซิลิโคนที่ใช้ในการทำปฏิกิริยามีสายโซ่ไฮโดรคาร์บอนที่ยาว สายโซ่ดังกล่าวอาจจะช่วยให้สายโซ่ของเซลลูโลสแยกห่างออกจากกันมากยิ่งขึ้นในระหว่างการทำปฏิกิริยา หลังจากการเกิดปฏิกิริยาสายโซ่ไฮโดรคาร์บอนที่ปกคลุมผิวของเซลลูโลสจะทำหน้าที่เปรียบเสมือนเกราะป้องกันไม่ให้อนุภาคเซลลูโลสมาเกาะกันเป็นอนุภาคขนาดใหญ่ จึงทำให้อนุภาคโดยรวมของเซลลูโลสดัดแปรด้วยออร์แกโนซิลิโคนมีขนาดเล็กลง



ภาพที่ 4.11 ภาพถ่าย SEM ของ (a) อนุภาคเซลลูโลสฟอสเฟต (5UMCCP) และ (b) อนุภาคเซลลูโลสฟอสเฟตดัดแปรด้วยซิลิโคน (Si5UMCCP)

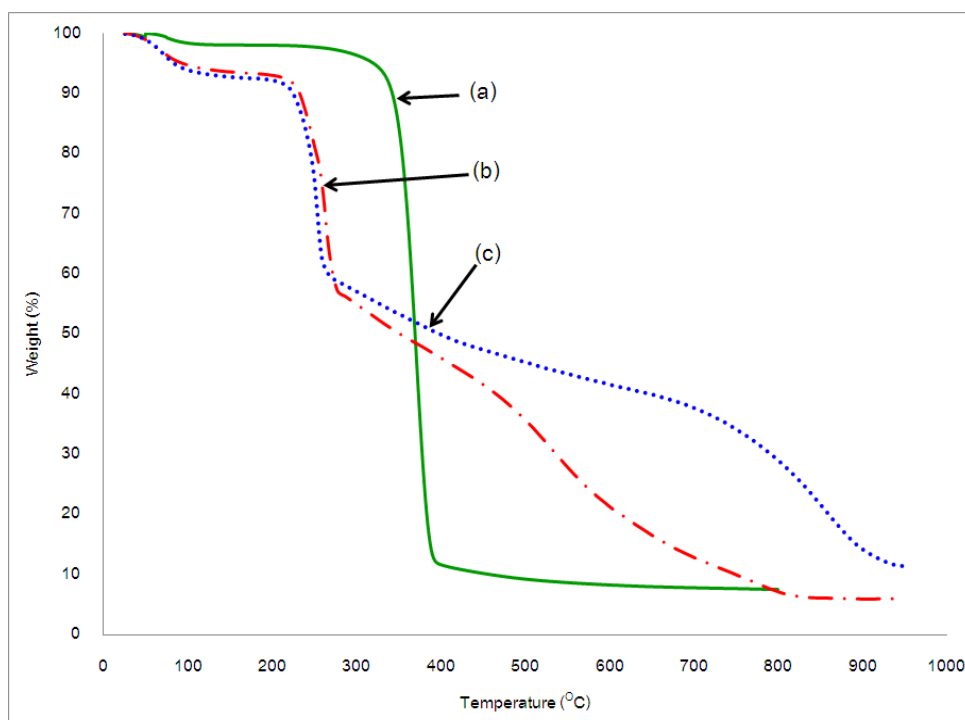
4.1.4 การศึกษาสมบัติทางความร้อนด้วยเทคนิค TGA

4.1.4.1 การศึกษาเสถียรภาพทางความร้อนของไมโครคริสตัลไลน์เซลลูโลส และเซลลูโลสฟอสเฟต

TGA เทอร์โมแกรมของเซลลูโลสฟอสเฟต 3UMCCP และ 5UMCCP ที่สังเคราะห์จากการใช้อัตราส่วนโดยโมลระหว่างไมโครคริสตัลไลน์เซลลูโลส : กรดฟอสฟอริก : ยูเรีย เท่ากับ 1 : 2 : 6 และ 1 : 2 : 10 ตามลำดับ (ภาพที่ 4.12) จะสังเกตเห็นได้อย่างชัดเจนว่า เซลลูโลสฟอสเฟตทั้งสองชนิดมีอุณหภูมิที่เริ่มเกิดการสลายตัวต่ำกว่าไมโครคริสตัลไลน์เซลลูโลส (MCC) และจากภาพที่ 4.13 อุณหภูมิการสลายตัวของ 3UMCCP และ 5UMCCP อยู่ที่ 260 และ 250 °C ตามลำดับ ซึ่งมีค่าต่ำกว่าอุณหภูมิการสลายตัวของไมโครคริสตัลไลน์เซลลูโลสที่มีค่า 368 °C ซึ่งเป็นเอกลักษณ์ของสารหน่วงไฟที่จะเกิดการสลายตัวได้ที่อุณหภูมิต่ำกว่าเพื่อทำให้เกิดเป็นชาร์ (Char) ชาร์เป็นผลผลิตที่เกิดจากการสลายตัวของเซลลูโลสฟอสเฟตที่อุณหภูมิประมาณ 240 °C มีการปลดปล่อยกรดฟอสฟอริกออกมา ซึ่งกรดนี้จะทำหน้าที่เสมือนตัวเร่งปฏิกิริยาการขจัดน้ำ ทำให้ได้ชาร์ที่มีความเสถียรและไม่ติดไฟ ชาร์ที่ได้จากการสลายตัวของเซลลูโลสฟอสเฟตเป็นเอกลักษณ์ที่ต้องการสำหรับสารหน่วงไฟ เพราะชาร์ที่เกิดขึ้นจะทำหน้าที่ช่วยดูดซับพลังงานความร้อนเอาไว้ ทำให้ไฟที่กำลังลุกไหม้ค่อยๆ มอดลงและดับไปเองในที่สุด ดังนั้นจากรูปโปรไฟล์ของการสลายตัวของเซลลูโลสฟอสเฟตจึงกล่าวได้ว่า เซลลูโลสฟอสเฟตมีสมบัติที่เป็นไปได้ในการนำไปใช้เป็นสารหน่วงไฟ นอกจากนี้ ยังพบว่าการสังเคราะห์เซลลูโลสฟอสเฟตโดยใช้ยูเรียในปริมาณที่เพิ่มสูงขึ้นเป็นตัวเร่งให้เกิดปฏิกิริยาฟอสฟอริเลชัน ส่งผลให้ได้เซลลูโลสฟอสเฟตที่มีปริมาณธาตุฟอสฟอรัสสูงขึ้น เป็นผลต่อเนื้อให้เซลลูโลสฟอสเฟตสูตร 5UMCCP นั้น ให้ชาร์ออกมาในปริมาณที่สูงขึ้นด้วย ตามผลที่แสดงนำหน้ากระดาษที่เหลืองในตารางที่ 4.8

ตารางที่ 4.8 การสลายตัวทางความร้อนของไมโครคริสตัลไลน์เซลลูโลสและเซลลูโลสฟอสเฟตที่สังเคราะห์จากสภาวะต่างๆ

ผง	อุณหภูมิเริ่มสลายตัว (°C)	อุณหภูมิการสลายตัว, Td (°C)	น้ำหนักกากที่เหลือ (%)
MCC	351	368	6.08
3UMCCP	246	260	6.00
5UMCCP	240	250	11.42



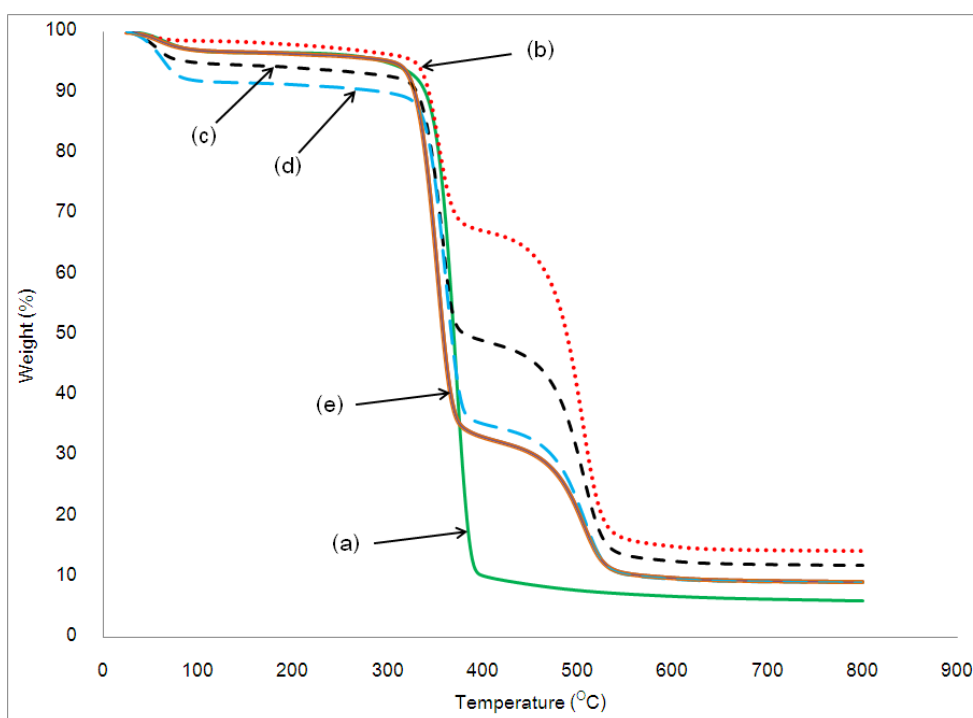
ภาพที่ 4.12 TGA เทอร์โมแกรมของ (a) ไมโครคริสตัลไลน์เซลลูโลส (MCC) กับ เซลลูโลสฟอสเฟตสูตร (b) 3UMCCP และ (c) 5UMCCP

4.1.4.2 การศึกษาเสถียรภาพทางความร้อนของเซลลูโลสตัดแปรด้วย ออร์แกโนซิลิโคน

จาก TGA เทอร์โมแกรมของไมโครคริสตัลไลน์เซลลูโลสตัดแปรด้วยออร์แกโนซิลิโคน (SiMCC) ที่แสดงไว้ในภาพที่ 4.13 จะเห็นว่า MCC สลายตัวหมดที่อุณหภูมิประมาณ 400 °C และ SiMCC มีการสลายตัวแบ่งออกเป็น 2 ช่วง คือช่วงอุณหภูมิต่ำกว่า 400 °C ซึ่งแสดงถึงการสลายตัวในส่วนของไมโครคริสตัลไลน์เซลลูโลส และในช่วงอุณหภูมิการสลายตัวสูงกว่า 400 °C แสดงถึงการสลายตัวของส่วนออร์แกโนซิลิโคน และจากตารางที่ 4.9 แสดงให้เห็นถึงอุณหภูมิการสลายตัวเมื่อได้รับความร้อนของไมโครคริสตัลไลน์เซลลูโลสตัดแปรด้วยออร์แกโนซิลิโคน (SiMCC) 2 ค่า คือ ประมาณ 350 และ 500 °C ปริมาณของออร์แกโนซิลิโคนที่ใช้ในการทำปฏิกิริยาที่เพิ่มขึ้น จะส่งผลให้น้ำหนักที่หายไปในช่วงอุณหภูมิต่ำกว่า 400 °C ลดลงเป็นลำดับ ทั้งนี้อธิบายได้ว่าเมื่อเซลลูโลสถูกตัดแปรด้วยออร์แกโนซิลิโคน สัดส่วนน้ำหนักโมเลกุลของเซลลูโลสต่อออร์แกโนซิลิโคนจึงลดลง ดังนั้นน้ำหนักที่หายไปในช่วงอุณหภูมิต่ำกว่า 400 °C ซึ่งแสดงถึงสัดส่วนปริมาณไมโครคริสตัลไลน์เซลลูโลสในสารประกอบจึงลดลงตามปริมาณออร์แกโนซิลิโคนที่เพิ่มขึ้น ซึ่งสัมพันธ์กับน้ำหนักที่

หายไปในช่วงอุณหภูมิ 500 °C และน้ำหนักตกที่เหลือ โดยที่น้ำหนักจะเพิ่มขึ้นตามการเพิ่มปริมาณออร์แกนิกซีเลนที่ใช้ในการทำปฏิกิริยา

จากการสังเกตจะเห็นว่า ปริมาณของออร์แกนิกซีเลนที่เพิ่มขึ้นมีผลต่ออุณหภูมิการสลายตัวของไมโครคริสตัลไลน์เซลลูโลสเล็กน้อย อย่างไรก็ตามในการดัดแปรนี้มีวัตถุประสงค์ในการปรับสภาพพื้นผิวของเซลลูโลสให้มีความเป็นไฮโดรโฟบิกเพื่อที่จะเข้ากันได้ดีกับพอลิโพรพิลีน ซึ่งในการทดลองนี้จึงคาดว่าจะนำเซลลูโลสดัดแปรด้วยออร์แกนิกซีเลนในอัตราส่วนโดยโมลของไมโครคริสตัลไลน์เซลลูโลสต่อออร์แกนิกซีเลนเท่ากับ 1:1 ไปใช้เป็นฟิลเลอร์ในการขึ้นรูปเส้นใยพอลิโพรพิลีนต่อไป



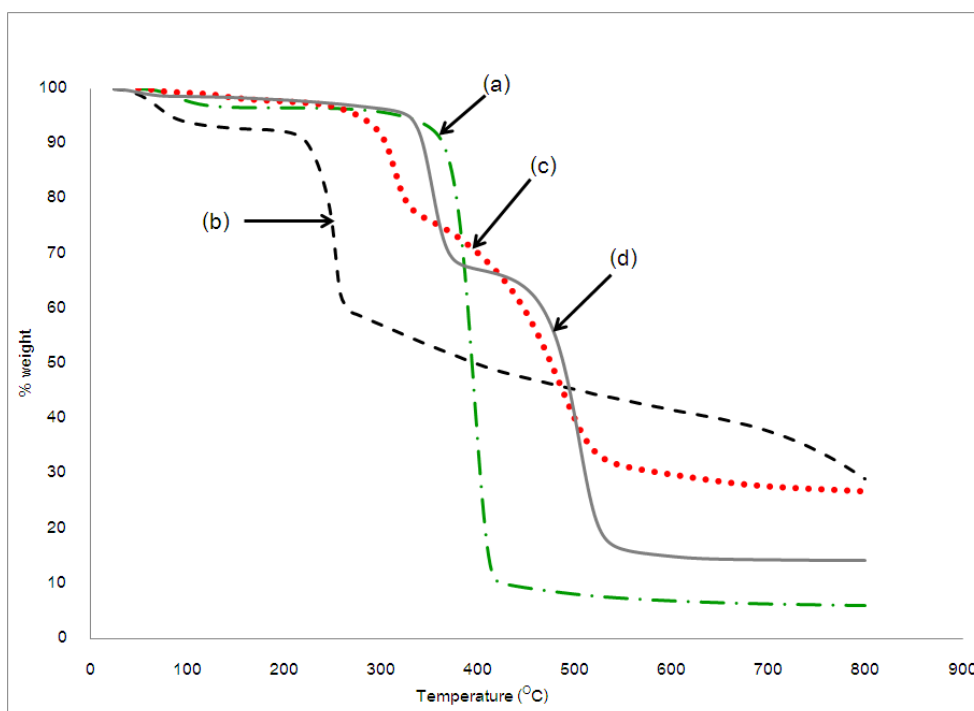
ภาพที่ 4.13 TG เทอร์โมแกรมของ (a) ไมโครคริสตัลไลน์เซลลูโลสบริสุทธิ์ (MCC) กับเซลลูโลสดัดแปรด้วยซีเลนในสภาวะที่ใช้สัดส่วนโดยโมลของซีเลนต่อไมโครคริสตัลไลน์เซลลูโลสที่แตกต่างกันได้แก่ (b) 1:1 (SiMCC11), (c) 1:2 (SiMCC12), (d) 1:3 (SiMCC13) และ (e) 1:4 (SiMCC14)

ตารางที่ 4.9 การสลายตัวทางความร้อนของไมโครคริสตัลไลน์เซลลูโลสและเซลลูโลสตัดแปรด้วยออร์แกโนซิลีน

ผง	อุณหภูมิเริ่มสลายตัว		อุณหภูมิการสลายตัว, Td (°C)		น้ำหนักที่หายไป (%)	
	(°C)		(°C)		(%)	
	1 st	2 nd	1 st	2 nd	1 st	2 nd
MCC	351	-	368	-	94	-
SiMCC11	337	478	352	502	29	57
SiMCC12	338	474	353	501	47	41
SiMCC13	342	479	359	506	61	30
SiMCC14	332	475	350	503	62	29

4.1.4.3 การศึกษาเสถียรภาพทางความร้อนของเซลลูโลสฟอสเฟตตัดแปรด้วยออร์แกโนซิลีน

TGA เทอร์โมแกรมของเซลลูโลสฟอสเฟตตัดแปรด้วยออร์แกโนซิลีน (Si5UMCCP) (c) เปรียบเทียบกับ TGA เทอร์โมแกรมของไมโครคริสตัลไลน์เซลลูโลส (MCC) (a), เซลลูโลสฟอสเฟต(5UMCCP) (b) และเซลลูโลสแปรด้วยออร์แกโนซิลีน (SiMCC11) แสดงดังภาพที่ 4.14 พบว่า เซลลูโลสฟอสเฟต (5UMCCP) ตัดแปรด้วยออร์แกโนซิลีนเป็นสารประกอบ Si5UMCCP นั้น จะมีค่าอุณหภูมิเริ่มการสลายตัวที่สูงกว่าเซลลูโลสฟอสเฟตมาก จากตารางที่ 4.8 แสดงค่าต่างกันถึงกว่า 50 °C ซึ่งค่าอุณหภูมิการสลายตัวแตกต่างกันอย่างเห็นได้ชัด คาดว่าน่าจะเป็นผลดีต่อการนำสารดังกล่าวไปใช้ในกระบวนการผสมมาสเตอร์แบทช์และขึ้นรูปเส้นใยด้วยวิธีทางความร้อน ที่ต้องใช้อุณหภูมิสูงประมาณ 200-220 °C ด้วย



ภาพที่ 4.14 TG เทอร์โมแกรมของ (a)ไมโครคริสตัลไลน์เซลลูโลสบริสุทธิ์ (MCC), (b) เซลลูโลสฟอสเฟต (5UMCCP), (c) เซลลูโลสฟอสเฟตดัดแปรด้วยออร์แกโนซิลิโคน (Si5UMCCP) และ (d) เซลลูโลสดัดแปรด้วยออร์แกโนซิลิโคนสูตร SiMCC11

ตารางที่ 4.10 การสลายตัวทางความร้อนครั้งแรกของ ไมโครคริสตัลไลน์เซลลูโลส, เซลลูโลสฟอสเฟตและเซลลูโลสฟอสเฟตดัดแปรด้วยออร์แกโนซิลิโคน จากการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค TGA

ผง	อุณหภูมิเริ่มสลายตัว(°C)		อุณหภูมิการสลายตัว, Td (°C)		น้ำหนักที่หายไป(%)		น้ำหนักกากที่เหลือ ที่ 800 °C (%)
	1 st	2 nd	1 st	2 nd	1 st	2 nd	
MCC	351	-	368	-	90	-	6.08
5UMCCP	240	-	250	-	81	-	29.07
SiMCC 11	337	478	352	501	29	57	14.30
Si5UMCCP	297	474	314	494	24	50	26.82

และจากตารางที่ 4.10 ข้างต้นนี้ เมื่อพิจารณาค่าอุณหภูมิเริ่มสลายตัวและอุณหภูมิการสลายตัวของเซลลูโลสฟอสเฟตดัดแปรด้วยออร์แกโนซิลีน (Si5UMCCP) เปรียบเทียบกับเซลลูโลสฟอสเฟต (5UMCCP) และเซลลูโลสดัดแปรด้วยออร์แกโนซิลีน (SiMCC11) จะเห็นว่า Si5UMCCP มีอุณหภูมิเริ่มสลายตัวและอุณหภูมิการสลายตัวสูงกว่า 5UMCCP แต่ต่ำกว่าของ SiMCC11 และเมื่อสังเกตปริมาณน้ำหนักกากที่เหลือที่อุณหภูมิ 800 °C พบว่ามีค่าใกล้เคียงกับค่าของ 5UMCCP ประมาณร้อยละ 30 แต่สูงกว่าน้ำหนักกากที่เหลือของ SiMCC11 ดังนั้นอาจกล่าวได้ว่า Si5UMCCP มีสมบัติการหน่วงไฟโดยกลไกการเกิดชาร์เมื่อได้รับความร้อนจึงทำให้น้ำหนักกากที่เหลือมีปริมาณสูงนั่นเอง.

4.2 เตรียมมาสเตอร์แบบทซ์ของไมโครคริสตัลลีนเซลลูโลส/พอลิโพรพิลีน เซลลูโลสฟอสเฟต/พอลิโพรพิลีน และเซลลูโลสฟอสเฟตที่ดัดแปรด้วย ออร์แกโนซิลิโคน/พอลิโพรพิลีน

4.2.1 การวิเคราะห์สมบัติทางความร้อนด้วยเทคนิค TGA

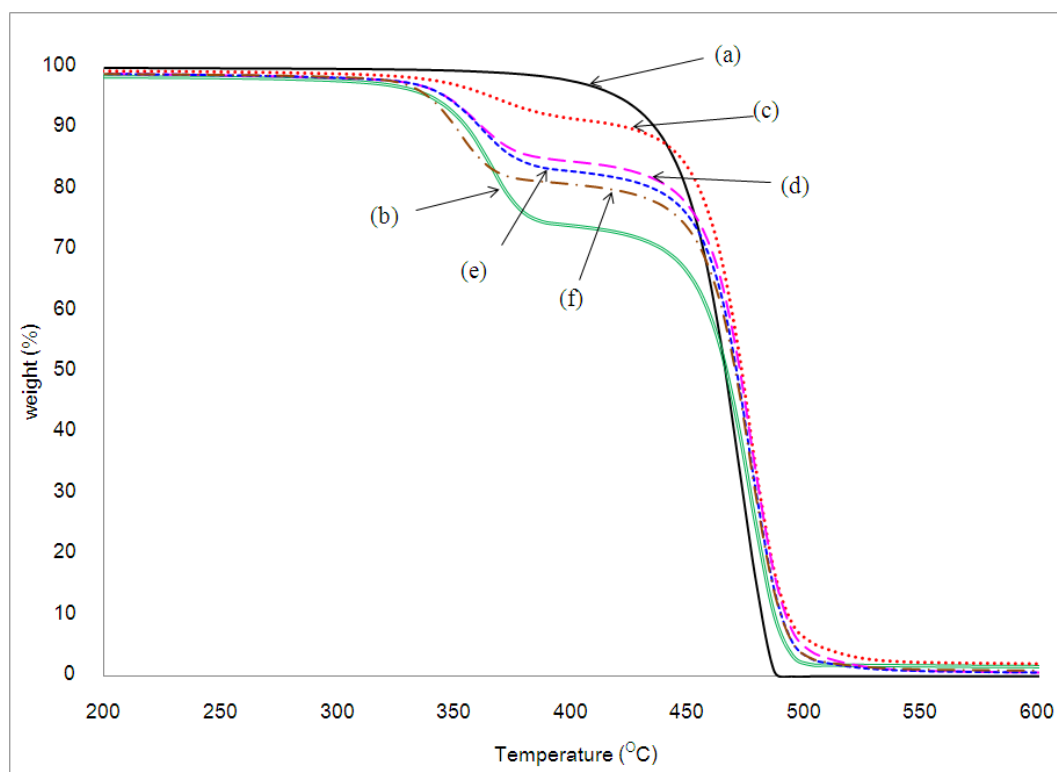
4.2.1.1 ไมโครคริสตัลลีนเซลลูโลส/พอลิโพรพิลีนและเซลลูโลสที่ดัดแปร ด้วยออร์แกโนซิลิโคน/พอลิโพรพิลีนมาสเตอร์แบบทซ์

TGA เทอร์โมแกรมของพอลิโพรพิลีน (PP MB), ไมโครคริสตัลลีนเซลลูโลส/พอลิโพรพิลีนมาสเตอร์แบบทซ์ (MCC/PP MB) และเซลลูโลสที่ดัดแปรด้วยออร์แกโนซิลิโคน/พอลิโพรพิลีนมาสเตอร์แบบทซ์ (SiMCC/PP MB) ที่มีความเข้มข้นของตัวเติมอยู่ร้อยละ 30 โดยน้ำหนัก ได้แสดงไว้ดังรูปที่ 4.15 จากเทอร์โมแกรมจะเห็นว่าพอลิโพรพิลีน สลายตัว ณ ตำแหน่งเดียวที่อุณหภูมิประมาณ 464 °C และไม่มีกากเหลือ ในขณะที่วัสดุเชิงประกอบมีการสลายตัว 2 ช่วง คือช่วงอุณหภูมิ 330-400 °C ซึ่งแสดงถึงการสลายตัวในส่วนของตัวเติม และในช่วงอุณหภูมิ การสลายตัวสูงกว่า 440 °C แสดงถึงการสลายตัวของพอลิโพรพิลีน

จากการศึกษาผลของปริมาณออร์แกโนซิลิโคนต่อไมโครคริสตัลลีนเซลลูโลสที่มีต่อเสถียรภาพทางความร้อนของมาสเตอร์แบบทซ์ แสดงในรูปแบบ TGA เทอร์โมแกรม พบว่ามาสเตอร์แบบทซ์สูตร MCC/PP MB พิลเลอร์ MCC มีอุณหภูมิเริ่มสลายตัวในช่วงแรกที่ 343 °C และมีอุณหภูมิสลายตัว (Td) ที่ 365 °C ในขณะที่อุณหภูมิจากการสลายตัวในช่วงแรกของ SiMCC ในมาสเตอร์แบบทซ์สูตร SiMCC/PP MB มีค่าอยู่ 341, 337, 337 และ 332 °C สำหรับ SiMCC11/PP, SiMCC12/PP, SiMCC13/PP และ SiMCC14/PP ตามลำดับ ซึ่งมีแนวโน้มต่ำกว่าอุณหภูมิเริ่มสลายตัวของ MCC ทั้งนี้เนื่องจากใน SiMCC มีสายโซ่ไฮโดรคาร์บอนเป็นองค์ประกอบจึงทำให้ SiMCC เริ่มสลายตัวก่อนเมื่อเทียบกับ MCC อย่างไรก็ตามเมื่อเปรียบเทียบระหว่าง SiMCC ด้วยกันเองกลับพบว่า ใน SiMCC ที่มีสัดส่วนของซิลิโคนมากกว่า (SiMCC11) มีอุณหภูมิเริ่มสลายตัวสูงกว่า SiMCC ที่มีสัดส่วนของซิลิโคนน้อยที่สุด (SiMCC14) อาจเป็นเพราะ SiMCC สูตรที่มีสัดส่วนของซิลิโคนน้อยนั้นการดัดแปรเกิดขึ้นไม่สมบูรณ์ทำให้ได้ขนาดอนุภาค SiMCC ที่หลากหลายตั้งแต่แบบรวมกันเป็นกลุ่ม (agglomerate) และแบบแท่ง (rod shape) ทำให้มีปัญหาในการกระจายตัวในพอลิโพรพิลีน จึงเป็นเหตุให้ได้ผลที่แปรปรวนไปด้วย ในทำนองเดียวกัน ค่าอุณหภูมิจากการสลายตัวของ SiMCC ก็มีค่าต่ำกว่า MCC เช่นกัน เนื่องจากใน SiMCC มีสัดส่วนของ MCC ลดลงนั่นเอง

เมื่อพิจารณาความเข้ากันได้ระหว่างฟิลเลอร์กับพอลิโพรพิลีน พบว่า MCC เข้ากับเนื้อพอลิเมอร์ได้ไม่ดี โดยสังเกตจากลักษณะความชันของกราฟที่สังเกตเห็นเป็น step แยกกันชัดเจนระหว่างรอยต่อของอุณหภูมิสลายตัวของ MCC กับอุณหภูมิเริ่มสลายตัวของพอลิโพรพิลีน ในขณะที่ SiMCC (ทุกสูตร) แสดงความเข้ากันได้ดีกับเนื้อพอลิเมอร์จากลักษณะกราฟที่มีความลาดเอียงลงมาเรื่อย (gradual decrease) ไม่สังเกตเห็น step เหมือนในกรณี MCC เมื่อพิจารณาความลาดเอียงของกราฟทำให้สรุปได้ว่า SiMCC11 มีความสามารถในการเข้ากันได้ดีที่สุด ในขณะที่ SiMCC14 มีความสามารถในการเข้ากันได้ต่ำสุดในบรรดา SiMCC ด้วยกัน

สำหรับการสลายตัว ณ ตำแหน่งที่สองซึ่งเป็นตำแหน่งการสลายตัวของพอลิโพรพิลีนในมาสเตอร์แบทช์ที่มีส่วนผสมของ MCC และ SiMCC พบว่าอุณหภูมิเริ่มสลายตัวของพอลิโพรพิลีนมาสเตอร์แบทช์ทั้งสองสูตรอยู่ที่ $454\text{ }^{\circ}\text{C}$ และอุณหภูมิสลายตัว (T_d) อยู่ที่ $479\text{ }^{\circ}\text{C}$ ซึ่งมีค่าสูงกว่าพอลิโพรพิลีนที่มีอุณหภูมิดังกล่าวอยู่ $443\text{ }^{\circ}\text{C}$ และ $464\text{ }^{\circ}\text{C}$ ตามลำดับ แสดงให้เห็นว่าส่วนของพอลิโพรพิลีนในสูตรคอมพอสิตนั้นมีเสถียรภาพทางความร้อนดีกว่า ทั้งนี้เนื่องจาก SiMCC และ MCC ทำหน้าที่เป็นตัวรักษาเสถียรภาพทางความร้อนให้กับพอลิโพรพิลีน จึงทำหน้าที่เป็น processing aid ที่ดี สามารถช่วยลดการสลายตัวของพอลิโพรพิลีน ทำให้น้ำหนักโมเลกุลของพอลิโพรพิลีนอาจลดลงเพียงเล็กน้อยเมื่อเทียบกับสูตรผสมที่ไม่ได้เติมฟิลเลอร์ เมื่อนำคอมพอสิตไปวิเคราะห์ทางความร้อนจึงพบว่าอุณหภูมิการสลายตัวของพอลิโพรพิลีนที่อยู่ในคอมพอสิตนั้นสูงกว่าสูตรไม่ผสมฟิลเลอร์อย่างเห็นได้ชัด กลไกการรักษาเสถียรภาพทางความร้อนของฟิลเลอร์สามารถอธิบายได้ว่าอนุภาคฟิลเลอร์จะเข้าไปแทรกอยู่ระหว่างสายโซ่พอลิเมอร์ทำให้แรงเสียดทานระหว่างสายโซ่พอลิเมอร์ที่มีต่อกันในระหว่างขั้นตอน melt mixing ลดลง จึงลดปัญหาการขาดของสายโซ่โมเลกุลของพอลิเมอร์ลงได้นั่นเอง



รูปที่ 4.15 TGA เทอร์โมแกรมของ(a) PP MB,(b) MCC/PP MB,(c) SiMCC11/PP MB, (d) SiMCC12/PP MB, (e) SiMCC13/PP MB และ (f) SiMCC14/PP MB

ตารางที่ 4.11 การสลายตัวทางความร้อนของไมโครคริสตัลลินเซลลูโลส/พอลิโพรพิลีน มาสเตอร์แบทช์และเซลลูโลสดัดแปรด้วยออร์แกโนซิลิโคน/พอลิโพรพิลีน มาสเตอร์แบทช์

มาสเตอร์แบทช์	อุณหภูมิสลายตัว ของฟิลเลอร์ (°C)		อุณหภูมิการ สลายตัวพีพี(°C)		น้ำหนักที่หายไป ไปที่ Onset (%)	น้ำหนัก กากที่เหลือ (%)
	onset	Td	onset	Td		
PP MB	-	-	443	464	-	0
MCC/PP	343	365	454	479	25	1.26
SiMCC11/PP	341	370	454	479	8	1.90
SiMCC12/PP	337	361	454	479.	14	0.17
SiMCC13/PP	337	361	454	479	16	0.21
SiMCC14/PP	332	351	454	479	18	0.68

4.2.1.2 เซลลูโลสฟอสเฟต/พอลิโพรพิลีนและเซลลูโลสฟอสเฟตที่ดัดแปรด้วยออร์แกโนซิลิโคน/พอลิโพรพิลีนมาสเตอร์แบทช์

จาก TGA เทอร์โมแกรมของเซลลูโลสฟอสเฟต/พอลิโพรพิลีนมาสเตอร์แบทช์ (MCCP/PP MB) เซลลูโลสฟอสเฟตดัดแปรด้วยออร์แกโนซิลิโคน/พอลิโพรพิลีนมาสเตอร์แบทช์ (SiMCCP/PP MB) ไมโครคริสตัลไลน์เซลลูโลส/พอลิโพรพิลีนมาสเตอร์แบทช์ (MCC/PP MB) และเซลลูโลสดัดแปรด้วยออร์แกโนซิลิโคน/พอลิโพรพิลีนมาสเตอร์แบทช์ (SiMCC/PP MB) ที่ความเข้มข้นของตัวเติมร้อยละ 30 โดยน้ำหนัก เมื่อนำมาเปรียบเทียบกับ TGA เทอร์โมแกรมของพอลิโพรพิลีนมาสเตอร์แบทช์ (PP MB) ดังแสดงในรูปที่ 4.16 พบว่า พอลิโพรพิลีนมาสเตอร์แบทช์สลายตัวเพียงครั้งเดียวโดยเริ่มสลายตัวที่อุณหภูมิ 443 องศาเซลเซียส ในขณะที่มาสเตอร์แบทช์สูตรต่างๆ ทุกชนิดมีการสลายตัวเมื่อได้รับความร้อนสองครั้ง โดยเริ่มสลายตัวเมื่อได้รับความร้อนครั้งแรกในช่วงอุณหภูมิ 247 - 350 °C นั้น เป็นผลมาจากการสลายตัวของสารตัวเติมในมาสเตอร์แบทช์แต่ละสูตร จากตารางที่ 4.12 แสดงค่าการสลายตัวเมื่อได้รับความร้อนของมาสเตอร์แบทช์สูตรต่างๆ จะเห็นว่ามาสเตอร์แบทช์ที่มีเซลลูโลสฟอสเฟตเป็นส่วนประกอบ (MCCP/PP MB) มีอุณหภูมิการสลายตัวต่ำที่สุดโดยจะเริ่มสลายตัวตั้งแต่อุณหภูมิ 247 °C ในขณะที่ปริมาณกากที่เหลือหลังได้รับความร้อน ณ อุณหภูมิ 900 °C สูงถึงร้อยละ 6.5 โดยน้ำหนัก

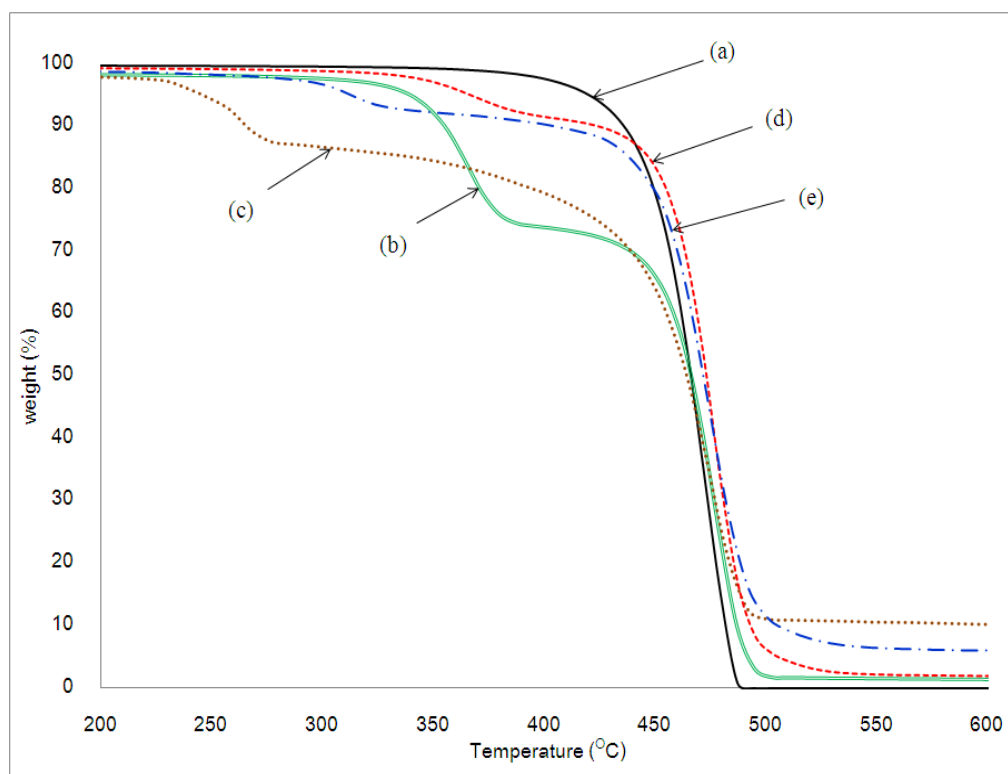
อย่างไรก็ตามถึงแม้ว่าอุณหภูมิที่ใช้ในการขึ้นรูปมาสเตอร์แบทช์ด้วยเครื่องอัดรีดแบบเกลียวหนอนคู่ตั้งค่าไว้สูงสุดไม่เกิน 220 °C แต่เมื่อพิจารณาผลของความร้อนที่เกิดจากแรงเฉือนระหว่างกระบอกลอมและสกรูทั้งสอง ทำให้เซลลูโลสฟอสเฟต 5UMCCP เริ่มสลายตัวที่อุณหภูมิ 240 °C บางส่วนเปลี่ยนสภาพกลายเป็นถ่าน มาสเตอร์แบทช์ MCCP/PP MB ที่ได้จึงเปลี่ยนเป็นสีน้ำตาลไหม้และไม่อาจนำไปศึกษาในขั้นตอนต่อไปได้

เมื่อพิจารณาผลการได้รับความร้อนของเซลลูโลสฟอสเฟตดัดแปรด้วยออร์แกโนซิลิโคน/พอลิโพรพิลีนมาสเตอร์แบทช์ (SiMCCP/PP MB) ที่เริ่มสลายตัวที่อุณหภูมิ 296 °C และมีอุณหภูมิการสลายตัวในช่วงแรกที่ 304 °C จะเห็นว่า ค่าดังกล่าวมีค่าสูงกว่ามาสเตอร์แบทช์ของเซลลูโลสฟอสเฟตที่ไม่ได้ดัดแปรด้วยออร์แกโนซิลิโคน ซึ่งเริ่มสลายตัวตั้งแต่อุณหภูมิ 247 °C กล่าวคือ การดัดแปรเซลลูโลสฟอสเฟตด้วยออร์แกโนซิลิโคนมีผลให้มาสเตอร์แบทช์เสถียรภาพทางความร้อนได้สูงขึ้น ทั้งนี้ความสัมพันธ์ดังกล่าวเป็นไปในทิศทางเดียวกับสมบัติทางความร้อนของเซลลูโลสหรือสารตัวเติมที่ผ่านการดัดแปรด้วยฟอสเฟตและออร์แกโนซิลิโคนที่รายงานไว้ในหัวข้อ

4.1 ซึ่งการที่เซลลูโลสฟอสเฟตดัดแปรด้วยออร์แกโนซิลิโคน/พอลิโพรพิลีนมาสเตอร์แบทช์ (SiMCCP/PP MB) มีค่าอุณหภูมิเริ่มต้นในการสลายตัวครั้งแรกที่เพิ่มขึ้นกว่า 50 องศาเซลเซียสนี้ ทำให้ SiMCCP/PP MB ที่ได้จากการผ่านกระบวนการผสมด้วยความร้อนที่อุณหภูมิ 200-220 °C นั้น มีสีครีม และไม่เกิดการเผาไหม้เหมือน MCCP/PP MB นั้นเอง

นอกจากนี้น้ำหนักกากที่เหลือของเซลลูโลสฟอสเฟตดัดแปรด้วยออร์แกโนซิลิโคน/พอลิโพรพิลีนมาสเตอร์แบทช์ (SiMCCP/PP MB) เมื่อได้รับความร้อน ณ อุณหภูมิ 900 °C มีปริมาณร้อยละ 4.74 โดยน้ำหนัก ซึ่งน้อยกว่ามาสเตอร์แบทช์ของเซลลูโลสฟอสเฟต/พอลิโพรพิลีน (MCCP/PP MB) แต่มากกว่าเมื่อเปรียบเทียบกับมาสเตอร์แบทช์ที่ใช้เซลลูโลสดัดแปรด้วยออร์แกโนซิลิโคน (SiMCC/PP MB) ที่มีปริมาณกากคงเหลือเพียงร้อยละ 1.90 โดยน้ำหนัก ทั้งนี้ สัมพันธ์กับปริมาณหมู่ฟอสเฟต (โครงสร้างเคมีสำคัญในกลไกการเกิดชาร์ที่เสถียร) ที่ผสมอยู่ในมาสเตอร์แบทช์แต่ละชนิด ซึ่งปริมาณหมู่ฟอสเฟตในมาสเตอร์แบทช์สามารถเรียงลำดับจากน้อยไปมากได้ดังนี้ SiMCC/PP MB < SiMCCP/PP < MCCP/PP ดังนั้นน้ำหนักกากที่เหลือ ณ อุณหภูมิ 900 °C จึงมีค่าเพิ่มขึ้นเป็น 1.90 < 4.74 < 6.50 ตามลำดับ ดังแสดงในตารางที่ 4.12

จากผลการทดสอบสมบัติการสลายตัวทางความร้อนนี้ชี้ให้เห็นว่า SiMCCP ที่เป็นส่วนผสมในมาสเตอร์แบทช์ของ SiMCCP/PP MB ยังคงมีสภาพความเป็นสารหน่วงไฟในการเร่งให้เกิดชาร์ที่เสถียรได้ จึงคาดว่า การนำ SiMCCP/PP MB ไปใช้ผสมกับพอลิโพรพิลีนเพื่อขึ้นรูปเป็นเส้นใยที่มีสมบัติหน่วงไฟนั้นอาจให้ผลดี เนื่องจากปริมาณชาร์ที่เกิดขึ้นเมื่อเส้นใยได้รับการเผาไหม้จะช่วยลดการหลอมหยดให้เส้นใยพอลิโพรพิลีนได้



รูปที่ 4.16 TG เทอร์โมแกรมของ (a) PP MB, (b) MCC/PP MB, (c) MCCP/PP MB, (d) SiMCC/PP MB และ (e) SiMCCP/PP MB

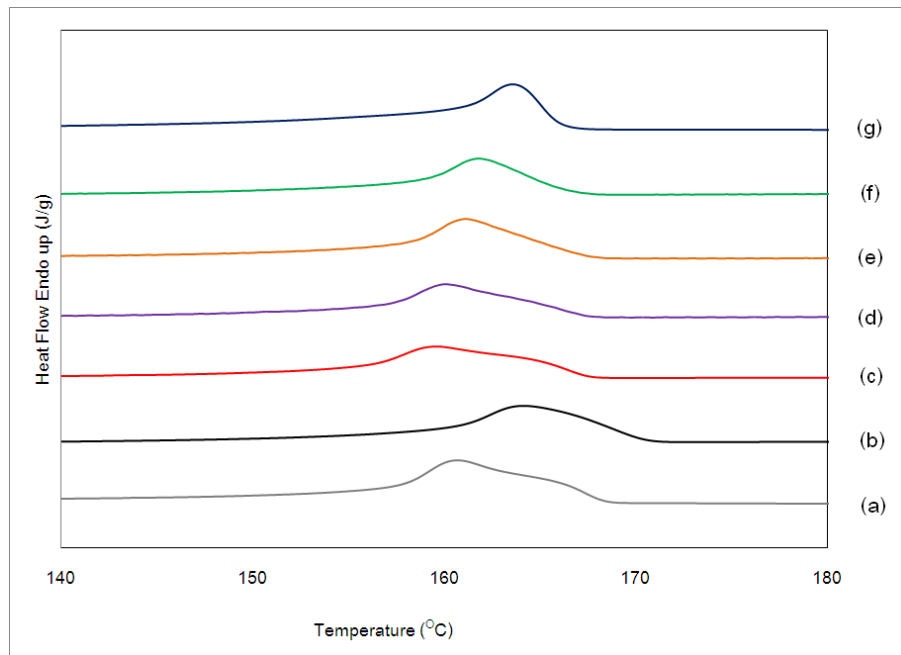
ตารางที่ 4.12 การสลายตัวทางความร้อนของเซลลูโลสฟอสเฟต/พอลิโพรพิลีนมาสเตอร์แบทช์ และเซลลูโลสฟอสเฟตดัดแปรด้วยออร์แกโนซิลิโคน/พอลิโพรพิลีนมาสเตอร์แบทช์

มาสเตอร์แบทช์	อุณหภูมิสลายตัว ของฟิลเลอร์ (°C)		อุณหภูมิการ สลายตัวพีพี (°C)		น้ำหนักที่หายไป ไปที่ Onset (%)	น้ำหนัก กากที่เหลือ (%)
	1 st	2 nd	1 st	2 nd	1 st	
PP MB	-	443	-	464	-	0
MCC/ PP MB	343	453	365	479	25.40	1.26
MCCP/ PP MB	248	332	276	471	10.53	6.55
SiMCC/ PP MB	341	454	370	479	8.00	1.90
SiMCCP/ PP MB	296	452	304	471	3.66	4.74

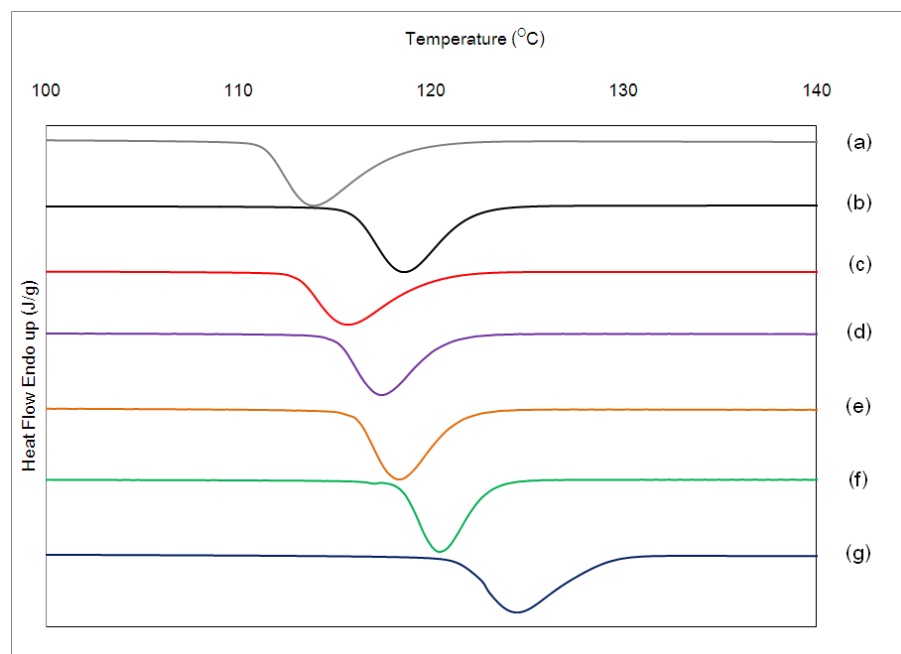
4.2.2 การวิเคราะห์สมบัติทางความร้อนด้วยเทคนิค DSC

DSC เทอร์โมแกรมของพอลิโพรพิลีนมาสเตอร์แบทช์ (PP MB) ไมโครคริสตัลไลน์ เซลลูโลส/พอลิโพรพิลีนมาสเตอร์แบทช์ (MCC/PP MB) เซลลูโลสตัดแปรด้วยออร์แกโนซิลิโคน/พอลิโพรพิลีน (SiMCC/PP MB) และเซลลูโลสฟอสเฟตตัดแปรด้วยออร์แกโนซิลิโคน/พอลิโพรพิลีน (SiMCCP/PP MB) ได้แสดงไว้ดังรูปที่ 4.17 และ 4.18 จากเทอร์โมแกรมจะพบว่า การเติม ไมโครคริสตัลไลน์เซลลูโลส (MCC) เป็นผลให้มาสเตอร์แบทช์สูตร MCC/PP MB มีอุณหภูมิการหลอมที่สูงกว่า PP MB อย่างเห็นได้ชัด รวมถึงให้ลักษณะของพีคที่แหลมขึ้น แสดงถึงการมีรูปแบบผลึกในสัณฐานวิทยาของพอลิโพรพิลีนเป็นแบบเดียว ในขณะที่พอลิโพรพิลีนเอง มีลักษณะพีคที่กว้างและเสมือนมี 2 พีคประกอบอยู่ มีปริมาณผลึกเมื่อพิจารณาอุณหภูมิการเกิดผลึกและปริมาณผลึกใน MCC/PP MB ร่วมด้วยพบว่า MCC/PP MB มีอุณหภูมิการเกิดผลึกสูงกว่า PP MB ถึง 9 °C และและปริมาณผลึกที่มากกว่าถึงร้อยละ 7 ดังแสดงในตารางที่ 4.13 อาจเป็นเพราะการเติม ไมโครคริสตัลไลน์เซลลูโลสนี้มีผลในการเหนี่ยวนำให้อัตราการเกิดผลึกขณะที่วัสดุหลอมกำลังเย็นตัวลงเร็วขึ้น ส่งผลให้ MCC/PP MB มีค่าอุณหภูมิก่อผลึกและปริมาณผลึกที่สูง ส่วนการเติม เซลลูโลสตัดแปรด้วยออร์แกโนซิลิโคนซึ่งใช้อัตราส่วนของออร์แกโนซิลิโคนต่อเซลลูโลสต่างๆ กัน ได้แก่ 1:1, 1:2, 1:3 และ 1:4 โดยโมลลงในพอลิโพรพิลีนนั้น พบว่า การเติมเซลลูโลสที่ตัดแปรโดยใช้ ออร์แกโนซิลิโคนในปริมาณที่สูงกว่า ได้แก่ SiMCC11 และ SiMCC12 จะทำให้ SiMCC11/PP MB และ SiMCC12/PP MB ตามลำดับ มีค่าอุณหภูมิการหลอมไม่แตกต่างกับ PP MB ในขณะที่ยังคง ปริมาณผลึกที่สูงไว้ดังแสดงในตารางที่ 4.14 อาจกล่าวได้ว่าออร์แกโนซิลิโคนมีผลให้อุณหภูมิของ เซลลูโลสเข้ากับพอลิโพรพิลีนได้ดีขึ้น ซึ่งการใช้ออร์แกโนซิลิโคนน้อยลงในสูตร SiMCC13/PP MB และ SiMCC14/PP MB อาจช่วยให้เซลลูโลสเข้ากับพอลิโพรพิลีนเมทริกซ์ได้บางส่วน จึงส่งผลให้ มาสเตอร์แบทช์ที่ได้มีสมบัติการหลอมใกล้เคียงกับ MCC/PP MB

ส่วนการเติมเซลลูโลสฟอสเฟตตัดแปรด้วยออร์แกโนซิลิโคน (SiMCCP) ลงใน พอลิโพรพิลีนส่งผลให้ SiMCCP/PP MB ที่ได้มีค่าอุณหภูมิการหลอมที่สูงกว่า PP MB แม้ว่าจะ ตัดแปรเซลลูโลสฟอสเฟตโดยใช้ปริมาณออร์แกโนซิลิโคนที่สูง (1:1 โดยโมล) แต่เซลลูโลสฟอสเฟต บางส่วนที่อาจสลายตัวไปเป็นซาร์ ก็อาจส่งผลต่อการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิดังกล่าวได้



รูปที่ 4.17 DSC เทอร์โมแกรมแสดงช่วงอุณหภูมิหลอมเหลวของมาสเตอร์แบทช์ (a) PP, (b) SiMCCP/PP, (c) SiMCC11/PP, (d) SiMCC12/PP, (e) SiMCC13/PP, (f) SiMCC14/PP และ (g) MCC/PP



รูปที่ 4.18 DSC เทอร์โมแกรมแสดงช่วงอุณหภูมิการเกิดผลึกของมาสเตอร์แบทช์ (a) PP, (b) SiMCCP/PP, (c) SiMCC11/PP, (d) SiMCC12/PP, (e) SiMCC13/PP, (f) SiMCC14/PP และ (g) MCC/PP

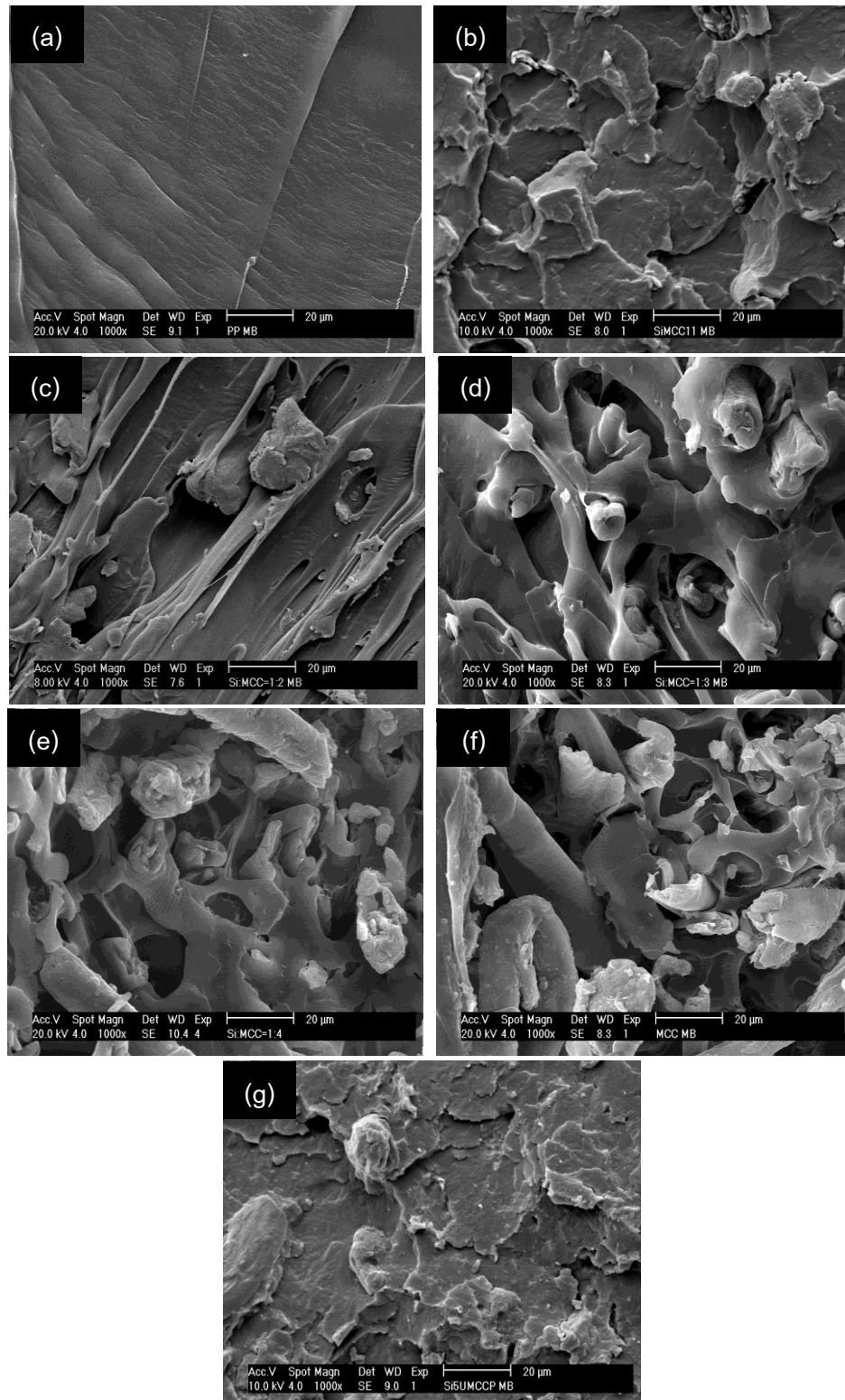
ตารางที่ 4.13 สมบัติทางความร้อนครั้งที่สองของไมโครคริสตัลไลน์เซลลูโลส/พอลิโพรพิลีนและเซลลูโลสดัดแปรด้วยออร์แกโนซิลิโคน/พอลิโพรพิลีนมาสเตอร์แบทช์จากการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค DSC

มาสเตอร์แบทช์	อุณหภูมิหลอม (Tm)			ปริมาณผลึก (%)	อุณหภูมิเกิดผลึก (Tc)	
	Onset	Peak	ΔH_f (J/g)		onset	Peak
PP MB	157	161	77.83	37.43	121	114
MCC/PP MB	160	164	64.06	44.10	130	124
SiMCC11/PP MB	156	159	66.18	45.56	122	116
SiMCC12/PP MB	156	160	69.58	47.90	122	117
SiMCC13/PP MB	157	161	67.46	46.44	123	118
SiMCC14/PP MB	158	162	50.87	35.01	124	120
SiMCCP/PP MB	160	164	69.07	47.55	123	119

4.2.3 การวิเคราะห์สัณฐานวิทยาด้วยเทคนิค SEM

การศึกษาสัณฐานวิทยาของมาสเตอร์แบทช์สูตรต่างๆ ได้อาศัยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดเพื่อวิเคราะห์ความเข้ากันได้ระหว่างฟิลเลอร์และพอลิโพรพิลีนเมทริกซ์ ดังแสดงในรูปที่ 4.19 โดยฟิลเลอร์ในที่นี้ได้แก่ไมโครคริสตัลไลน์เซลลูโลส (MCC) เซลลูโลสดัดแปรด้วยออร์แกโนซิลิโคนสูตรต่างๆ (SiMCC11, SiMCC12, SiMCC13, SiMCC14) และเซลลูโลสฟอสเฟตดัดแปรด้วยออร์แกโนซิลิโคน (SiMCCP) สมบัติของมาสเตอร์แบทช์นี้จะมีความสัมพันธ์โดยตรงกับความสามารถในการยึดติดระหว่างฟิลเลอร์และเมทริกซ์ ดังแสดงในภาพ SEM ในกรณีของเซลลูโลสดัดแปรออร์แกโนซิลิโคน/พอลิโพรพิลีนมาสเตอร์แบทช์ พบว่าเมื่อนำมาส่งขยายด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดจะไม่ปรากฏช่องว่างระหว่างฟิลเลอร์และเมทริกซ์ ซึ่งแสดงว่าเซลลูโลสดัดแปรด้วยออร์แกโนซิลิโคนมีความสามารถในการเข้ากันได้กับเนื้อพอลิเมอร์ได้ดี ในขณะที่สัณฐานวิทยาของไมโครคริสตัลไลน์เซลลูโลส/พอลิโพรพิลีนที่ไม่ได้ผ่านการดัดแปรด้วยออร์แกโนซิลิโคนยังมีช่องว่างระหว่างเซลลูโลสกับพอลิโพรพิลีนปรากฏให้เห็นอย่างชัดเจน และในบางลักษณะก็จะเห็นเส้นใยไหลออกมาภายนอกชิ้นงาน (เป็นชิ้นงานที่ผ่านการทำให้แตกหักแล้ว) ซึ่งแสดงถึงการยึดเกาะกันที่ไม่แข็งแรงพอระหว่างเซลลูโลสกับพอลิโพรพิลีนดังแสดงในรูปที่ 4.19

(f) การตัดแปรไมโครคริสตัลไลน์เซลลูโลสด้วยออร์แกโนซิลิโคนในสภาวะที่ใช้สัดส่วนโดยโมลของซิลิโคนต่อไมโครคริสตัลไลน์เซลลูโลสเท่ากับ 1:3 (SiMCC13) และ 1:4 (SiMCC14) สามารถช่วยให้เซลลูโลสตัดแปรเข้ากับพอลิโพรพิลีนได้ในระดับหนึ่ง เพราะยังมีช่องว่างที่ปรากฏระหว่างเซลลูโลสกับเนื้อเมทริกซ์พอลิโพรพิลีน แต่เป็นช่องว่างที่มีขนาดเล็กดังแสดงในรูปที่ 4.19 (d) และ (e) การตัดแปรไมโครคริสตัลไลน์เซลลูโลสด้วยออร์แกโนซิลิโคนในสภาวะที่ใช้สัดส่วนโดยโมลของซิลิโคนต่อไมโครคริสตัลไลน์เซลลูโลสเท่ากับ 1:1 (SiMCC11) และ 1:2 (SiMCC12) นั้น จะให้พื้นฐานของวัสดุเชิงประกอบที่ไม่ปรากฏช่องว่างระหว่างเซลลูโลสกับพอลิโพรพิลีนดังแสดงในรูปที่ 4.19 (b) และ (c) จึงกล่าวได้ว่า การตัดแปรไมโครคริสตัลไลน์เซลลูโลสโดยใช้ออร์แกโนซิลิโคนในปริมาณที่สูงกว่า จะทำให้เซลลูโลสตัดแปรที่ได้เข้ากับพอลิโพรพิลีนได้ดียิ่งขึ้น โดยอัตราส่วนของซิลิโคนต่อไมโครคริสตัลไลน์เซลลูโลสเท่ากับ 1:1 หรือ 1:2 เป็นสูตรที่เหมาะสมสำหรับใช้ตัดแปรเซลลูโลสเพื่อให้สามารถเข้ากับพอลิโพรพิลีนได้ดีที่สุด ดังนั้น จึงได้เลือกใช้อัตราส่วนของออร์แกโนซิลิโคนต่อเซลลูโลสฟอสเฟตเท่ากับ 1:1 ในการตัดแปรเซลลูโลสฟอสเฟต ซึ่งพบว่าเมื่อนำเซลลูโลสฟอสเฟตตัดแปรด้วยออร์แกโนซิลิโคนที่อัตราส่วนดังกล่าวนี้ (SiMCCP) ในปริมาณร้อยละ 30 โดยน้ำหนักของสูตรมาสเตอร์แบทช์มาผสมและขึ้นรูปพร้อมกับพอลิโพรพิลีนด้วยเครื่องอัดรีดแบบเกลียวหนอนคู่ พบว่าให้ผลในการเข้ากันได้กับพอลิโพรพิลีนค่อนข้างดี ดังแสดงในรูปที่ 4.19 (g)

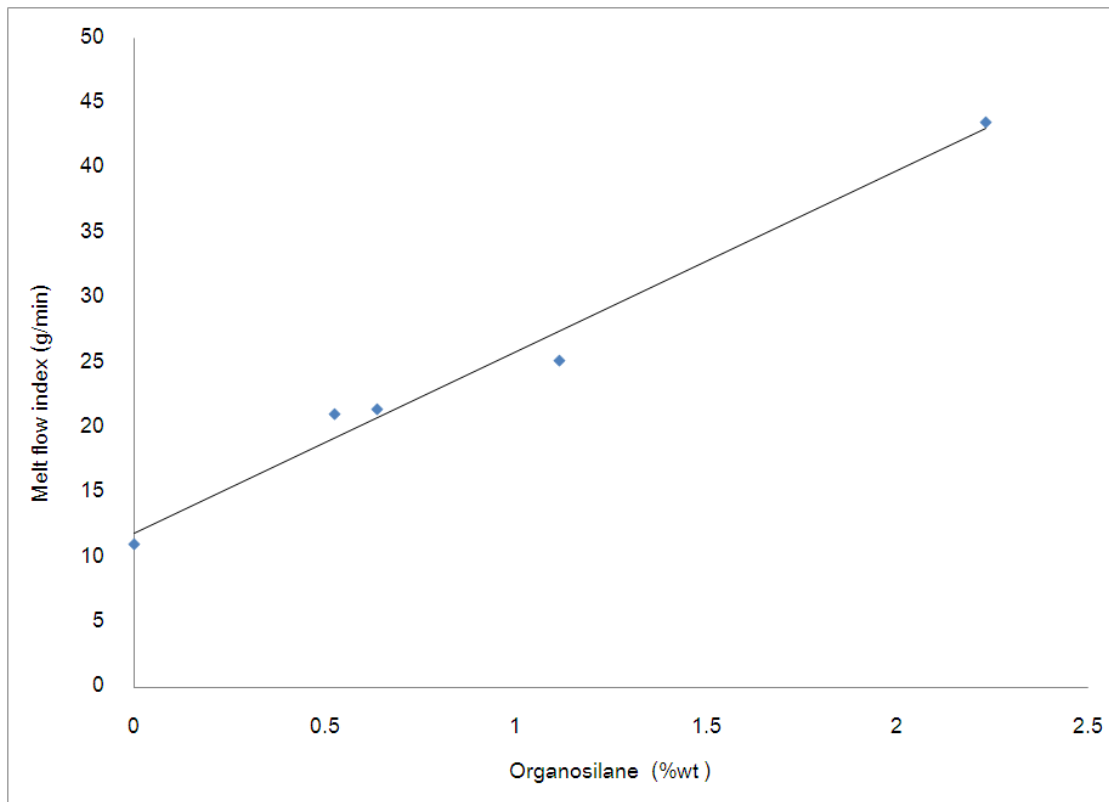


รูปที่ 4.19 ภาพ SEM แสดงลักษณะรูปร่างของ (a) PP MB, (b) SiMCC11/PP MB, (c) SiMCC12/PP MB, (d) SiMCC13/PP MB, (e) SiMCC14/PP MB, (f) MCC/PP MB และ (g) SiMCCP/PP MB

4.2.4 การศึกษาดัชนีการไหลของพอลิโพรพิลีน เซลลูโลสตัดแปรด้วย ออร์แกโนซิลิโคน/พอลิโพรพิลีนและเซลลูโลสฟอสเฟตตัดแปรด้วยออร์แกโนซิลิโคน/พอลิโพรพิลีนมาสเตอร์แบทช์

จากการศึกษาดัชนีการไหลของวัสดุเชิงประกอบเซลลูโลสตัดแปรด้วย ออร์แกโนซิลิโคน/พอลิโพรพิลีนมาสเตอร์แบทช์พบว่า ค่าดัชนีการไหลของวัสดุเชิงประกอบมีค่าสูงกว่าพอลิโพรพิลีน, PP MB (19 กรัมต่อนาที) และไมโครคริสตัลลินเซลลูโลส/พอลิโพรพิลีนมาสเตอร์แบทช์, MCC/PP MB (11 กรัมต่อนาที) การตัดแปรเซลลูโลสโดยใช้ปริมาณของ ออร์แกโนซิลิโคนที่แตกต่างกันยังส่งผลให้ค่าดัชนีการไหลแตกต่างกัน โดยมาสเตอร์แบทช์ที่ได้จาก เซลลูโลสซึ่งถูกตัดแปรโดยใช้ออร์แกโนซิลิโคนสูงกว่า จะให้ค่าดัชนีการไหลที่สูงกว่า โดยสูตร SiMCC11/PP MB, SiMCC12/PP MB, SiMCC13/PP MB และ SiMCC14/PP MB มีค่าดัชนีการไหลเท่ากับ 44, 25, 21 และ 21 กรัมต่อนาที ตามลำดับ ดังแสดงเปรียบเทียบผลเป็นปริมาณของ ออร์แกโนซิลิโคนที่มีต่อค่าดัชนีการไหลในรูปที่ 4.20 จึงกล่าวได้ว่า เนื่องจากอนุภาคฟิลเลอร์ SiMCC และ MCC ทำหน้าที่เป็นตัวรักษาเสถียรภาพทางความร้อนให้กับพอลิโพรพิลีน จึงทำหน้าที่เป็น processing aid ที่ดี สามารถช่วยลดการสลายตัวของพอลิโพรพิลีน ทำให้น้ำหนักโมเลกุลของ พอลิโพรพิลีนอาจลดลงเพียงเล็กน้อยเมื่อเทียบกับสูตรผสมที่ไม่ได้เติมฟิลเลอร์ โดยอนุภาค ฟิลเลอร์ SiMCC และ MCC จะเข้าไปแทรกอยู่ระหว่างสายโซ่พอลิเมอร์ทำให้แรงเสียดทานระหว่าง สายโซ่พอลิเมอร์ที่มีต่อกันในระหว่างขั้นตอน melt mixing ลดลง จึงลดปัญหาการขาดของสายโซ่ โมเลกุลของพอลิเมอร์ลงได้นั่นเอง สำหรับดัชนีการไหลของเซลลูโลสฟอสเฟต/พอลิโพรพิลีน มาสเตอร์แบทช์พบว่ามีค่าสูงถึง 40 กรัมต่อนาที เนื่องจากการสลายตัวของเซลลูโลสฟอสเฟต (MCCP) เมื่อได้รับความร้อนจากการขึ้นรูปส่งผลให้สารที่เกิดขึ้นกีดขวางแทรกอยู่ระหว่างสายโซ่ พอลิเมอร์ทำให้แรงเสียดทานระหว่างสายโซ่พอลิเมอร์ที่มีต่อกันลดลงเช่นกัน พอลิโพรพิลีนจึงไหล มากขึ้นนั่นเอง โดยการตัดแปรเซลลูโลสฟอสเฟตด้วยออร์แกโนซิลิโคน (SiMCCP) ยิ่งส่งผลให้ค่า ดัชนีการไหลของมาสเตอร์แบทช์สูงถึง 59 กรัมต่อนาที

จากค่าดัชนีการไหลของวัสดุเชิงประกอบทุกสูตรที่ได้เป็นค่าดัชนีการไหลที่อยู่ใน ช่วงที่เหมาะสมและเป็นตัวชี้ให้ทราบว่าสามารถนำวัสดุเชิงประกอบเหล่านี้ไปฉีดขึ้นรูปเป็นเส้น ใยต่อไปได้ ยกเว้นเซลลูโลสฟอสเฟต/พอลิโพรพิลีนมาสเตอร์แบทช์ที่เกิดการสลายตัวทางความ ร้อนในขั้นตอนการขึ้นรูปเท่านั้น ที่ไม่อาจนำไปใช้งานต่อไป



รูปที่ 4.20 ผลของปริมาณออร์แกนซิลเลนที่ใช้ในการดัดแปรเซลลูโลสต่อค่าดัชนีการไหลของ
มาตรฐานแบทช์เซลลูโลสดัดแปรด้วยออร์แกนซิลเลน/พอลิไพโรฟีน

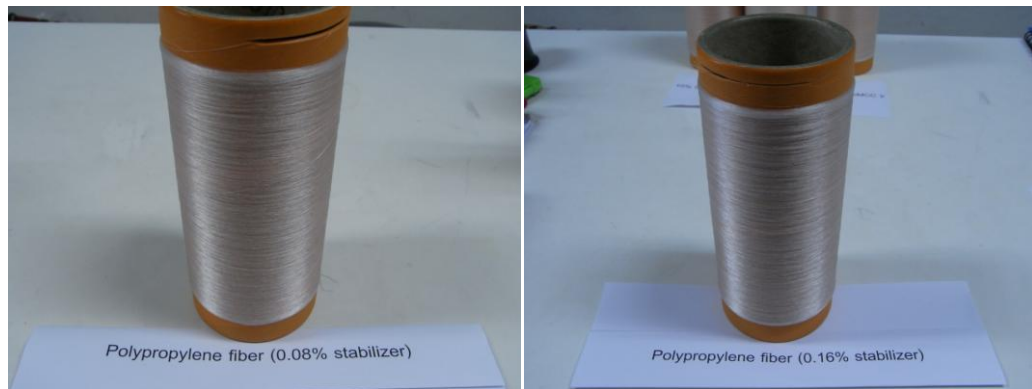
4.3 การฉีดเส้นใยเชิงประกอบเซลลูโลสฟอสเฟต/พอลิโพรพิลีน

4.3.1 ลักษณะทั่วไปของเส้นใยเชิงประกอบเซลลูโลสฟอสเฟต/พอลิโพรพิลีน

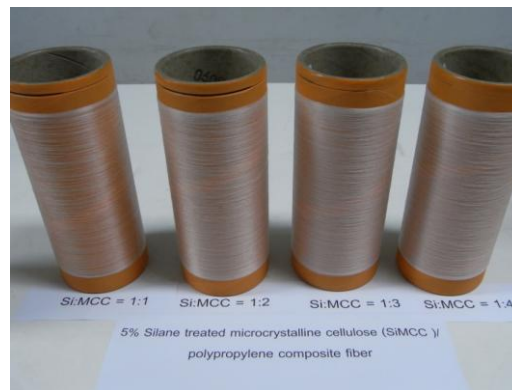
มาสเตอร์แบทช์ที่มีความเข้มข้นของเซลลูโลสดัดแปรร้อยละ 30 โดยน้ำหนักได้ถูกนำมาผสมกับเม็ดพอลิโพรพิลีนในอัตราส่วนระหว่างมาสเตอร์แบทช์ต่อพอลิโพรพิลีน ได้แก่ 1:1, 1:2, 1:3 และ 1:5 เพื่อคาดหวังว่าในเส้นใยเชิงประกอบจะมีฟิลเลอร์อยู่ร้อยละ 15, 10, 7.5 และ 5 โดยน้ำหนักตามลำดับ จากนั้นนำของผสมไปฉีดขึ้นรูปเป็นเส้นใยด้วยเครื่องอัดรีดแบบสกรูเดี่ยวที่ช่วงอุณหภูมิการหลอม 190-210 องศาเซลเซียส โดยใช้ความเร็วรอบของสกรู 8 รอบ/นาที พบว่าเส้นใยเชิงประกอบบางสูตรเท่านั้นที่สามารถขึ้นรูปและเก็บเข้าหลอดม้วนเส้นใยได้ ซึ่งจะเป็นเส้นใยเชิงประกอบที่มีความเข้มข้นของเซลลูโลสดัดแปรในปริมาณค่อนข้างต่ำ ดังแสดงผลในตารางที่ 4.14 และภาพที่ 4.21 – 4.25 เนื่องจากการใช้ปริมาณเซลลูโลสดัดแปรในปริมาณที่สูงเกินไป จะเป็นผลให้อนุภาคเซลลูโลสดัดแปรไปเกาะรวมกันตรงบริเวณปากช่องของรูสปินเนอเรตทำให้เกิดการอุดตันขึ้นภายในเวลาอันรวดเร็วจนไม่สามารถทำการฉีดเส้นใยได้ออกมาอย่างต่อเนื่อง แม้จะใช้ความเร็วรอบต่ำเพียง 50 รอบ/นาที เป็นผลให้เส้นใยขาดและไม่สามารถเก็บเข้าหลอดได้ แต่อย่างไรก็ตามด้วยความเร็วรอบในการดึงนี้ยังสามารถทำการม้วนเก็บเส้นใยเชิงประกอบที่มีเซลลูโลสดัดแปรอยู่ร้อยละ 10 โดยน้ำหนัก ยกเว้นสูตรที่ใช้เซลลูโลสดัดแปรด้วยออร์แกโนซิลิโคนสูตร SiMCC14 , SiMCCP และสูตร MCC ทั้งนี้เพราะฟิลเลอร์ในสูตรเหล่านี้มีขนาดใหญ่และมีรูปร่างเป็นแท่งจึงไปอุดตันรูสปินเนอเรตจนไม่สามารถทำการฉีดได้อย่างต่อเนื่อง

ตารางที่ 4.14 ผลการเตรียมเส้นใยเชิงประกอบเซลลูโลสดัดแปรด้วยออร์แกโนซิลิโคน/พอลิโพรพิลีนและเซลลูโลสฟอสเฟตดัดแปรด้วยออร์แกโนซิลิโคน/พอลิโพรพิลีน

เส้นใยเชิงประกอบ	ความเข้มข้นของฟิลเลอร์ (%โดยน้ำหนัก) ในเส้นใยที่ขึ้นรูปและเก็บเข้าหลอดได้			
	5	7.5	10	15
SiMCC11/PP	✓	✓	✓	-
SiMCC12/PP	✓	✓	✓	-
SiMCC13/PP	✓	✓	✓	-
SiMCC14/PP	✓	✓	-	-
SiMCCP/PP	✓	✓	-	-



ภาพที่ 4.21 เส้นใยพอลิโพรพิลีน (PP) จากการผสมและขึ้นรูปพอลิโพรพิลีนร่วมกับ มาสเตอร์แบตช์ในอัตราส่วน 1:5 และ 1:2 ตามลำดับ



ภาพที่ 4.22 เส้นใยเชิงประกอบเซลลูโลสตัดแปรด้วยออร์แกโนซิลิโคน/พอลิโพรพิลีน (SiMCC/PP) ที่ความเข้มข้นของ SiMCC เท่ากับร้อยละ 5 โดยน้ำหนัก



ภาพที่ 4.23 เส้นใยเชิงประกอบเซลลูโลสตัดแปรด้วยออร์แกโนซิลิโคน/พอลิโพรพิลีน (SiMCC/PP) ที่ความเข้มข้นของ SiMCC เท่ากับร้อยละ 7.5 โดยน้ำหนัก



ภาพที่ 4.24 เส้นใยเชิงประกอบเซลลูโลสตัดแปรด้วยออร์แกโนซิลิโคน/พอลิโพรพิลีน (SiMCC/PP) ที่ความเข้มข้นของ SiMCC เท่ากับร้อยละ 10 โดยน้ำหนัก










ภาพที่ 4.25 เส้นใยเชิงประกอบเซลลูโลสฟอสเฟตตัดแปรด้วยออร์แกโนซิลิโคน/พอลิโพรพิลีน (SiMCCP/PP) ที่ความเข้มข้นของ SiMCCP ร้อยละ 5 และ 7.5 โดยน้ำหนัก

4.3.2 การศึกษาสัณฐานวิทยาโดยเทคนิค Optical Microscope

เส้นใยเชิงประกอบเซลลูโลสตัดแปรด้วยออร์แกโนซิลิโคน/พอลิโพรพิลีน (SiMCC/PP) และเส้นใยเชิงประกอบเซลลูโลสฟอสเฟตตัดแปรด้วยออร์แกโนซิลิโคน/พอลิโพรพิลีน (SiMCCP/PP) สามารถจัดขึ้นรูปเป็นเส้นใยที่มีความยาวต่อเนื่องได้เมื่อมีฟิลเลอร์ประกอบอยู่ในปริมาณที่เหมาะสมค่าหนึ่งดังแสดงในหัวข้อที่ 4.3.1 โดยเส้นใยเชิงประกอบจะขาดในระหว่างกระบวนการฉีดเส้นใยและกระบวนการม้วนเก็บ ส่งผลให้การไหลของพอลิเมอร์ในระหว่างกระบวนการหลอมเหลวไม่ต่อเนื่อง ฟิลเลอร์ที่สามารถผ่านรูสปินเนอร์ตได้ยังพบว่ามีความใหญ่เกินไป ซึ่งจะสังเกตเห็นได้จากภาพส่องขยายด้วยเครื่อง Optical microscope จากลักษณะผิวของเส้นใยที่ขรุขระอย่างชัดเจน ซึ่งจะเห็นได้ชัดในกรณีของเส้นใยเชิงประกอบที่มีฟิลเลอร์เป็น

องค์ประกอบอยู่ในปริมาณสูงดังภาพที่แสดงในตารางที่ 4.15 นอกจากนี้ ค่าเส้นผ่านศูนย์กลางเฉลี่ยของเส้นใยที่วัดได้ขณะศึกษาฐานฐานวิทยาด้วยกล้องจุลทรรศน์พบว่า เส้นใยเชิงประกอบทุกสูตรจะมีขนาดของเส้นผ่านศูนย์กลางที่ไม่สม่ำเสมอและเล็กกว่าเส้นใยพอลิโพรพิลีน เนื่องจากค่า MFI ของคอมพอสิตมีค่าสูงกว่าพอลิโพรพิลีนดังได้อธิบายไว้ก่อนหน้านี้ การไหลตัวที่ดีกว่าทำให้เส้นใยเชิงประกอบมีเส้นผ่านศูนย์กลางที่น้อยกว่า ดังสรุปไว้ในตารางที่ 4.16

ตารางที่ 4.15 ภาพจากกล้องจุลทรรศน์แสดงลักษณะภายนอกของเส้นใยพอลิโพรพิลีนและเส้นใยเชิงประกอบสูตรต่างๆ

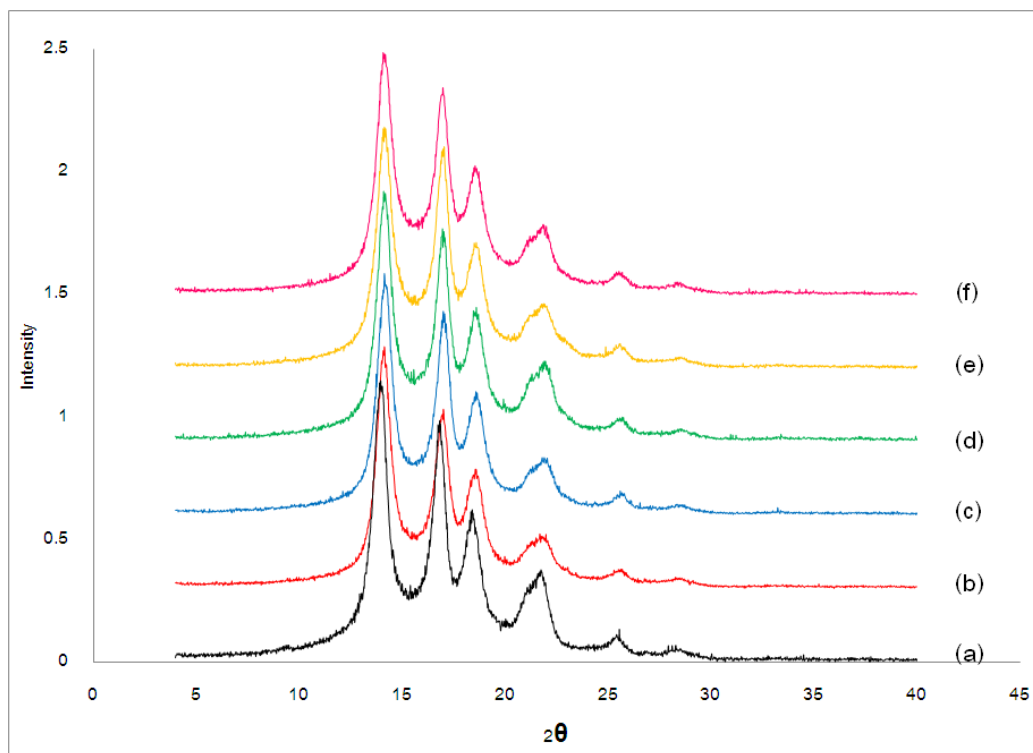
ฟิลเลอร์	ภาพจากกล้องจุลทรรศน์			
	ปริมาณสารตัวเติมในเส้นใย (%)			
	0	5	7.5	10
SiMCC				
SiMCCP				ไม่สามารถขึ้นรูปเป็นเส้นใยได้

ตารางที่ 4.16 เส้นผ่านศูนย์กลางของเส้นใยพอลิโพรพิลีนและเส้นใยเชิงประกอบสูตรต่างๆ

สูตรเส้นใย	เส้นผ่านศูนย์กลางเฉลี่ย (μm)	ความละเอียดของ เส้นใย (denier)
5% PP	200.83	259
5% SiMCC11/PP	216.40	280
5% SiMCCP/PP	177.00	174
7.5% SiMCC11/PP	130.00	105
7.5% SiMCC12/PP	128.00	93
7.5% SiMCC13/PP	122.40	70
7.5% SiMCC14/PP	140.97	112
7.5% SiMCCP/PP	141.88	123
10% SiMCC11/PP	164.45	152

4.3.3 การศึกษาโครงสร้างผลึกโดยเทคนิค XRD

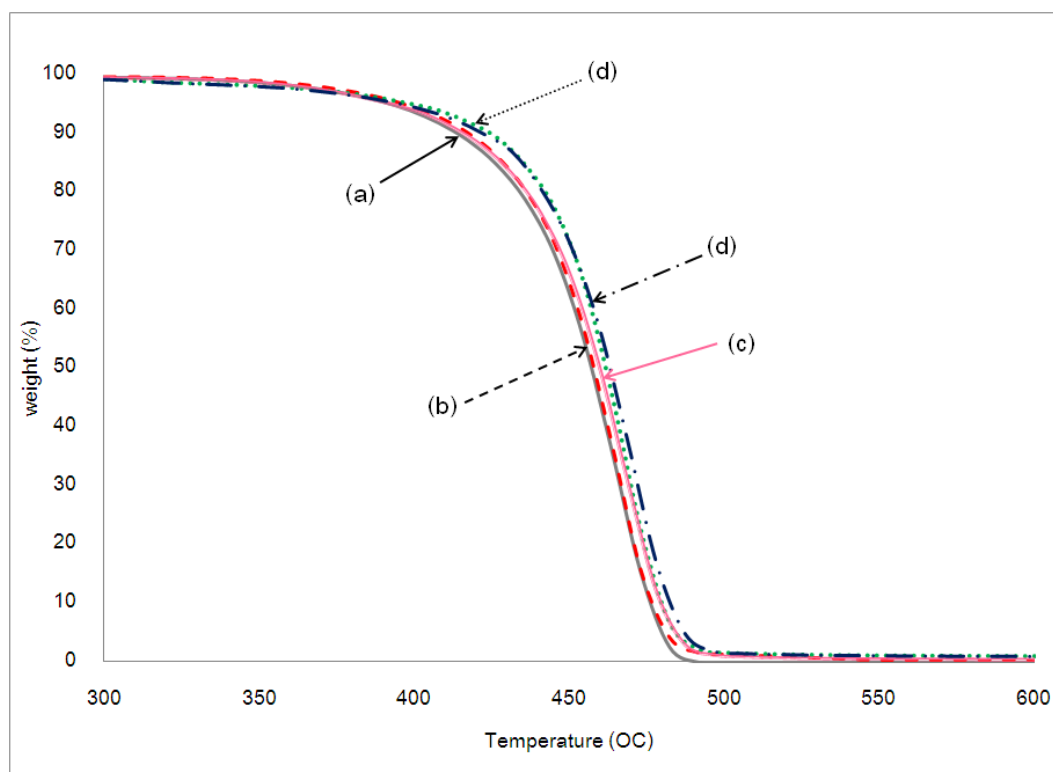
การเติมเซลลูโลสดัดแปรด้วยออร์แกโนซิลิโคน (SiMCC) สูตรต่างๆ ได้แก่ SiMCC11, SiMCC12, SiMCC13, SiMCC14 และเซลลูโลสฟอสเฟตดัดแปรด้วยออร์แกโนซิลิโคน (SiMCCP) ลงไปในพอลิโพรพิลีนและขึ้นรูปเป็นเส้นใยด้วยเครื่องอัดรีดแบบเกลียวหนอนเดี่ยวได้เป็นเส้นใยเชิงประกอบเซลลูโลสดัดแปรด้วยออร์แกโนซิลิโคน/พอลิโพรพิลีน (SiMCC/PP) และเส้นใยเชิงประกอบเซลลูโลสฟอสเฟตดัดแปรด้วยออร์แกโนซิลิโคน/พอลิโพรพิลีน (SiMCCP/PP) นั้นไม่มีผลให้ลักษณะรูปผลึกของพอลิโพรพิลีนเปลี่ยนแปลงดังแสดงในภาพที่ 4.26 พบว่าเส้นใยจะปรากฏพีคของโครงสร้างที่ตำแหน่ง $2\theta = 14.3^\circ, 16.9^\circ, 18.4^\circ$ และ 21.5° ตามลำดับ ซึ่งผลจากการเติม SiMCC และ SiMCCP ลงไปใน PP ไม่มีผลให้โครงสร้างผลึกของ PP เปลี่ยนแปลงแต่อย่างใด



ภาพที่ 4.26 XRD ดิฟแฟรกโทแกรมของ (a) เส้นใย PP และเส้นใยเชิงประกอบที่ความเข้มข้นของตัวเติมร้อยละ 7.5 โดยน้ำหนักสูตรต่างๆ ได้แก่ (b) SiMCC11/PP, (c) SiMCC12/PP, (d) SiMCC13/PP, (e) SiMCC14/PP, (f) SiMCCP/PP

4.3.4 การศึกษาสมบัติทางความร้อนโดยเทคนิค TGA

TGA เทอร์โมแกรมของเส้นใยเชิงประกอบและเส้นใยพอลิโพรพิลีน พบว่ามีการสลายตัวเกิดขึ้นแบบขั้นตอนเดียว แต่เส้นใยเชิงประกอบทุกสูตรมีค่าอุณหภูมิเริ่มสลายตัวที่สูงกว่าเส้นใยพอลิโพรพิลีนดังแสดงในตารางที่ 4.17 ซึ่งมีสาเหตุมาจากฟิลเลอร์ที่ประกอบอยู่ในเส้นใยเปลี่ยนสภาพเป็นอินเตอร์มีเดียตชาร์ที่เสถียรภาพทางความร้อนสูงจึงยังไม่เกิดการสลายตัว ปริมาณอินเตอร์มีเดียตชาร์สามารถคำนวณออกมาได้ โดยพบว่าเส้นใยเชิงประกอบที่เติมเซลลูโลสฟอสเฟต (SiMCCP) ลงไปร้อยละ 5 และ 7.5 โดยน้ำหนัก พบว่ามีอินเตอร์มีเดียตชาร์ในเส้นใยเชิงประกอบ SiMCCP/PP เพียง 1.03% และ 1.40% โดยน้ำหนักตามลำดับ ปริมาณอินเตอร์มีเดียตชาร์ที่ได้บ่งบอกให้ทราบปริมาณของฟิลเลอร์ที่อยู่ในเส้นใยจริงมีน้อยมากเมื่อเทียบกับฟิลเลอร์ที่เตรียมในสูตรผสมสาเหตุที่เป็นเช่นนี้ก็เพราะว่าขนาดของอนุภาคฟิลเลอร์นั้นใหญ่กว่าเส้นผ่านศูนย์กลางของรูสปินเนอเรต จึงไปอุดตันอยู่ภายใน จนทำให้ไม่สามารถฉีดเส้นใยออกมาได้อย่างต่อเนื่องเมื่อผ่านเวลาไปได้สักระยะหนึ่ง ผลจากการมีปริมาณฟิลเลอร์อยู่ในเส้นใยวัสดุเชิงประกอบที่ต่ำ จึงคาดว่าจะไม่ส่งผลให้เกิดสมบัตินองไฟของเส้นใยที่ดี เพราะปริมาณชาร์ที่อุณหภูมิสูง (800 องศาเซลเซียส) ก็พบว่ามีปริมาณต่ำกว่าร้อยละ 1 โดยน้ำหนักเช่นกัน อุณหภูมิสลายตัวของพอลิโพรพิลีนในเส้นใยเชิงประกอบพบว่ามีค่าต่ำกว่าอุณหภูมิของพอลิโพรพิลีนในมาสเตอร์แบทช์ ทั้งนี้เนื่องจากปริมาณ ฟิลเลอร์ที่อยู่ในเส้นใยเชิงประกอบมีน้อยมาก ดังนั้นจึงลดบทบาทในการทำหน้าที่เป็นตัวหล่อลื่นลง แรงเสียดทานระหว่างสายโซ่พอลิเมอร์ที่เกิดขึ้นในกระบวนการฉีดเส้นใยจึงมีผลทำให้สายโซ่พอลิเมอร์สั้นลง เมื่อทำการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค TGA จึงพบว่าอุณหภูมิสลายตัวของพอลิโพรพิลีนลดลงเมื่อเทียบกับมาสเตอร์แบทช์



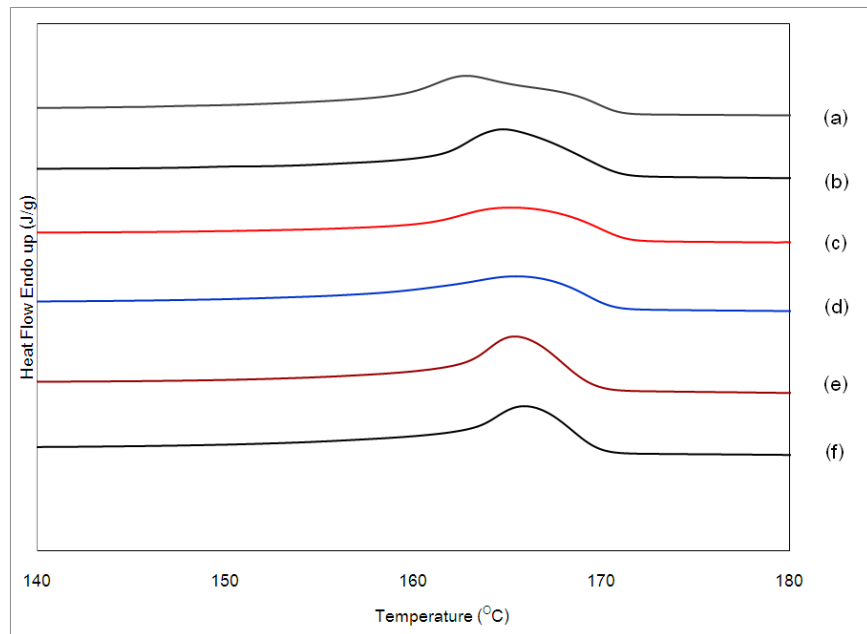
ภาพที่ 4.27 TG เทอร์โมแกรมของเส้นใย (a) PP และเส้นใยเชิงประกอบสูตรต่างๆ ได้แก่ (b) 5% SiMCC11/PP, (c) 7.5% SiMCC11/PP, (d) 5% SiMCCP/PP, (e) 7.5% SiMCCP/PP

ตารางที่ 4.17 ผลการศึกษาเสถียรภาพทางความร้อนของในการสลายตัวของเส้นใยเชิงประกอบ SiMCC/PP และ SiMCCP/PP ด้วยเทคนิค TGA

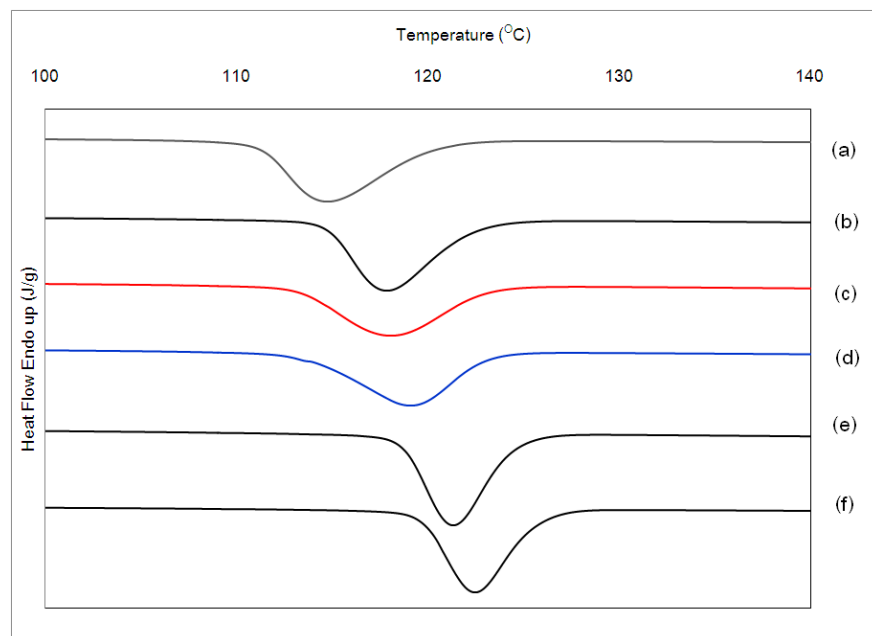
เส้นใยเชิงประกอบ	อุณหภูมิที่ เริ่มสลายตัว (°C)	อินเตอร์มีเดียต ชาร์ (%)	อุณหภูมิที่เกิด การสลายตัว, Td (°C)	น้ำหนักกาก ที่เหลือ (%)
PP	434	-	462	0
5% SiMCC/PP	437	-	463	0.21
5% SiMCCP/PP	448	1.03	466	0.52
7.5% SiMCC/PP	439	-	467	0.27
7.5% SiMCCP/PP	447	1.40	467	0.76
10% SiMCC/PP	441	-	467	0.35

4.3.5 การศึกษาสมบัติทางความร้อนโดยเทคนิค DSC

DSC เทอร์โมแกรมของเส้นใยเชิงประกอบและเส้นใยพอลิโพรพิลีนที่เตรียมจากการผสมพอลิโพรพิลีนและมาสเตอร์แบทช์ให้ความเข้มข้นของตัวเติมร้อยละ 7.5 โดยน้ำหนักเท่ากันทุกสูตร ถูกทดสอบโดยการให้ความร้อนและทำให้เย็นตัวลงด้วยอัตราเร็วคงที่ 10 องศาเซลเซียสต่อนาที เพื่อให้กำจัดผลของความร้อนที่ใช้ในการขึ้นรูปเส้นใยด้วยเครื่องอัดรีดแบบเกลียวหนอนเดี่ยว ก่อนที่จะให้ความร้อนแก่เส้นใยอีกครั้งที่อัตราเร็วเท่าเดิมดังแสดงผลในภาพที่ 4.28 เมื่อพิจารณาประกอบกับตารางที่ 4.18 จะพบว่าเส้นใยเชิงประกอบมีอุณหภูมิหลอมที่สูงกว่าเส้นใยพอลิโพรพิลีนเล็กน้อย เนื่องจากอนุภาค SiMCCP และ MCC ทุกสูตรทำหน้าที่เป็น processing aid ช่วยรักษาเสถียรภาพทางความร้อน โดยในขั้นตอนการฉีดแบบหลอมเหลวนี้ อนุภาคฟิลเลอร์จะไปแทรกสอดอยู่ระหว่างสายโซ่พอลิเมอร์ ส่งผลให้แรงเสียดทานระหว่างสายโซ่พอลิเมอร์ที่มีต่อกันลดลง จึงลดปัญหาการขาดของสายโซ่โมเลกุลของพอลิเมอร์ ส่งผลให้พอลิโพรพิลีนในเส้นใยเชิงประกอบมีอุณหภูมิหลอมเหลวสูงกว่าพอลิโพรพิลีนในเส้นใยที่ไม่ได้เติมฟิลเลอร์ เมื่อพิจารณาประกอบกับปริมาณผลึกและอุณหภูมิการเกิดผลึกของเส้นใยเชิงประกอบพบว่าเส้นใยเชิงประกอบมีปริมาณผลึกที่สูงกว่าเส้นใยพอลิโพรพิลีนก็เป็นผลมาจากพอลิโพรพิลีนในเส้นใยเชิงประกอบนั้นมีเสถียรภาพทางความร้อนดีกว่า โดยสายโซ่พอลิเมอร์ที่ยังคงมีน้ำหนักโมเลกุลที่สูงประกอบกับอนุภาคของฟิลเลอร์ช่วยเหนี่ยวนำให้พอลิโพรพิลีนเมทริกซ์ก่อตัวเป็นผลึกในปริมาณที่สูงกว่าเมื่อเทียบกับผลึกภายในโครงสร้างของเส้นใยพอลิโพรพิลีนซึ่งมีสายโซ่โมเลกุลที่ถูกตัดขาดจากกันได้ง่ายกว่านั่นเอง



ภาพที่ 4.28 DSC เทอร์โมแกรมแสดงอุณหภูมิหลอมของเส้นใย (a) PP และเส้นใยเชิงประกอบ (b) 7.5% SiMCCP/PP, (c) 7.5% SiMCC11/PP, (d) 7.5% SiMCC12/PP, (e) 7.5% SiMCC13/PP, (f) 7.5% SiMCC14/PP



ภาพที่ 4.29 DSC เทอร์โมแกรมแสดงอุณหภูมิเกิดผลึกของเส้นใย (a) PP และเส้นใยเชิงประกอบ (b) 7.5% SiMCCP/PP, (c) 7.5% SiMCC11/PP, (d) 7.5% SiMCC12/PP, (e) 7.5% SiMCC13/PP, (f) 7.5% SiMCC14/PP

ตารางที่ 4.18 สมบัติทางความร้อนของเส้นใย PP และเส้นใยเชิงประกอบ SiMCCP/PP และ SiMCC/PP สูตรต่างๆ จากการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค DSC

เส้นใยเชิงประกอบ	อุณหภูมิหลอม (Tm)				อุณหภูมิเกิดผลึก(Tc)	
	Onset	Peak	ΔH_f (J/g)	ปริมาณผลึก(%)	onset	Peak
7.5% PP	159	163	83.04	39.78	123	115
7.5% SiMCC11/PP	159	164	71.21	36.88	125	118
7.5% SiMCC12/PP	159	165	80.41	41.65	125	119
7.5% SiMCC13/PP	160	165	85.79	44.44	127	121
7.5% SiMCC14/PP	160	166	80.27	41.58	128	123
7.5% SiMCCP/PP	161	164	84.43	43.73	125	118

4.3.6 การศึกษาสมบัติหน่วงไฟโดยเทคนิค Limiting Oxygen Index, LOI

จากการทดสอบหาค่าปริมาณออกซิเจนที่น้อยที่สุดในการทำให้ไฟติดวัสดุ (LOI) หลังจากการจ่อไฟที่ชิ้นงานในภาวะที่มีการควบคุมปริมาณก๊าซออกซิเจนและไนโตรเจน จำนวนครั้งที่ 6 ครั้งละ 5 วินาที ได้แสดงไว้ในตารางที่ 4.19 พบว่า เส้นใยพอลิโพรพิลีนและเส้นใยเชิงประกอบให้ค่า LOI ไม่แตกต่างกันอย่างมีนัยสำคัญ เนื่องจากลักษณะทางกายภาพของชิ้นงานทดสอบที่ผ่านการขึ้นรูปมาด้วยเครื่องอัดขึ้นรูปนั้น มีฟองอากาศภายในชิ้นงานเยอะ อาจส่งผลให้เกิดความคลาดเคลื่อนในการทดสอบได้

ตารางที่ 4.19 ค่า LOI ของเส้นใยพอลิโพรพิลีนและเส้นใยเชิงประกอบ SiMCC/PP และ SiMCCP/PP

ฟิลเลอร์	Limiting Oxygen Index (%)			
	ปริมาณสารตัวเติมในเส้นใย (ร้อยละโดยน้ำหนัก)			
	0	5	7.5	10
SiMCC	15.5	15.5	15.7	15.6
SiMCCP		15.6	15.8	15.6

4.3.7 การศึกษาสมบัติหนองไฟโดยเทคนิค UL-94

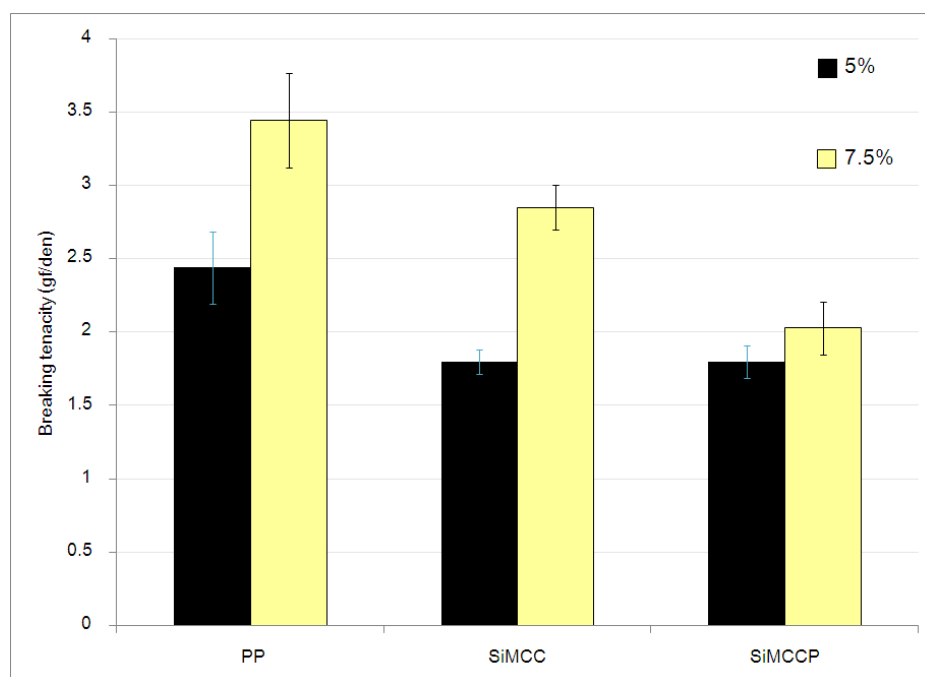
เมื่อพิจารณาประสิทธิภาพการหนองไฟของเส้นใยพอลิโพรพิลีนและเส้นใยเชิงประกอบจากอัตราการผลิตไฟที่คำนวณได้จากการทดสอบชิ้นงานเชิงประกอบตามมาตรฐาน UL-94 HB แม้ว่าเส้นใยเชิงประกอบทุกสูตรจะมีค่าอัตราการลามไฟที่สูงกว่าเส้นใยพอลิโพรพิลีนซึ่งมีค่าอัตราการลามไฟเท่ากับ 26 มิลลิเมตรต่อนาที แต่เส้นใยเชิงประกอบทุกสูตรยังมีพฤติกรรม การหนองไฟในแนวนอนตามมาตรฐาน UL 94-HB เนื่องจากเส้นใยเชิงประกอบทุกสูตร มีอัตราการลามไฟไม่เกิน 75 มิลลิเมตรต่อนาที โดยเส้นใยเชิงประกอบสูตร SiMCC/PP ที่ผสม SiMCC ในความเข้มข้นร้อยละ 5, 7.5 และ 10 โดยน้ำหนัก จะมีค่าอัตราการลามไฟเท่ากับ 29, 30 และ 31 มิลลิเมตรต่อนาที ตามลำดับ และเส้นใยเชิงประกอบสูตร SiMCCP/PP ที่ผสม SiMCCP ร้อยละ 7.5 โดยน้ำหนักในเส้นใย จะมีอัตราการลามไฟเท่ากับ 40 มิลลิเมตรต่อนาที ซึ่งพบว่ามี อัตราการลามไฟที่มากกว่าทั้งที่ SiMCCP มีสมบัติเป็นสารหนองไฟ ทั้งนี้เนื่องจากปริมาณของ SiMCCP ที่มีเหลืออยู่มีค่าน้อยมากเพียงร้อยละ 1 โดยน้ำหนักในเส้นใย ประกอบกับพบปัญหาใน ระหว่างการอัดขึ้นรูปเพื่อเตรียมตัวอย่างทดสอบ ส่งผลให้มีฟองอากาศเกิดขึ้นภายในชิ้นงานเป็น สาเหตุสำคัญประการหนึ่งที่ทำให้ผลอัตราการลามไฟคลาดเคลื่อน อย่างไรก็ตาม จากการสังเกต ลักษณะการหลอมหยดของชิ้นงานเมื่อสัมผัสเปลวไฟขณะทดสอบ พบว่าเส้นใยเชิงประกอบ SiMCCP/PP และ SiMCC/PP มีการหลอมหยดเป็นช่วงๆ ในขณะที่ PP จะหลอมหยดเชื่อมต่อกัน เป็นสายและลูกใหม่รุนแรงกว่าเส้นใยเชิงประกอบ นอกจากนี้ คิว้นที่เกิดจากการเผาไหม้เส้นใย PP ยังมีปริมาณมากและมีกลิ่นเหม็น ในขณะที่คิว้นจากการทดสอบเส้นใยเชิงประกอบจะมีปริมาณ น้อยกว่า

4.3.8 การศึกษาสมบัติเชิงกล

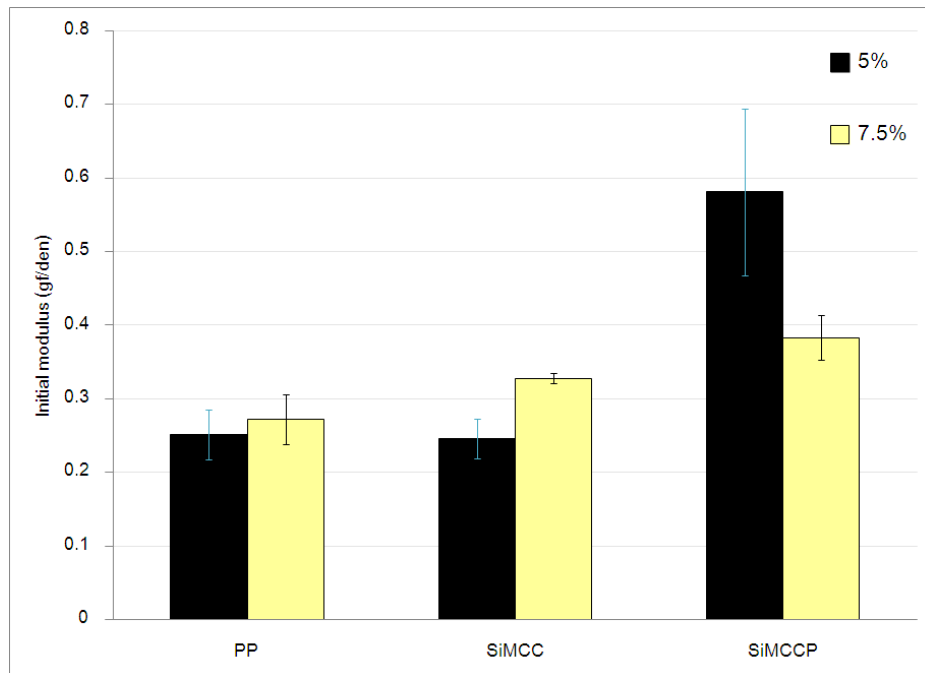
4.3.8.1 สมบัติเชิงกลของเส้นใยเชิงประกอบเซลลูโลสตัดแปรด้วย ออร์แกโนซิลิโคนและเซลลูโลสฟอสเฟตตัดแปรด้วยออร์แกโนซิลิโคน

เมื่อพิจารณาถึงสมบัติด้านการต้านแรงดึงของเส้นใย PP และเส้นใยเชิงประกอบ สูตรผสม SiMCC/PP และสูตรผสม SiMCCP/PP ดังแสดงในภาพที่ 4.30-4.32 เนื่องจากอนุภาค ของ SiMCC และ SiMCCP มีลักษณะเป็นกลุ่มก้อนไม่มี aspect ratio เหมือนกับ MCC ดังนั้นจึง พบว่าค่าความทนแรงดึงของเส้นใยลดลง โดยเส้นใยเชิงประกอบที่ร้อยละของฟิลเลอร์สูง เช่นใน สูตรผสมที่เติม SiMCCP ร้อยละ 7.5 โดยน้ำหนัก ก็จะมีส่งผลให้เส้นใยทนแรงดึงได้น้อยลง

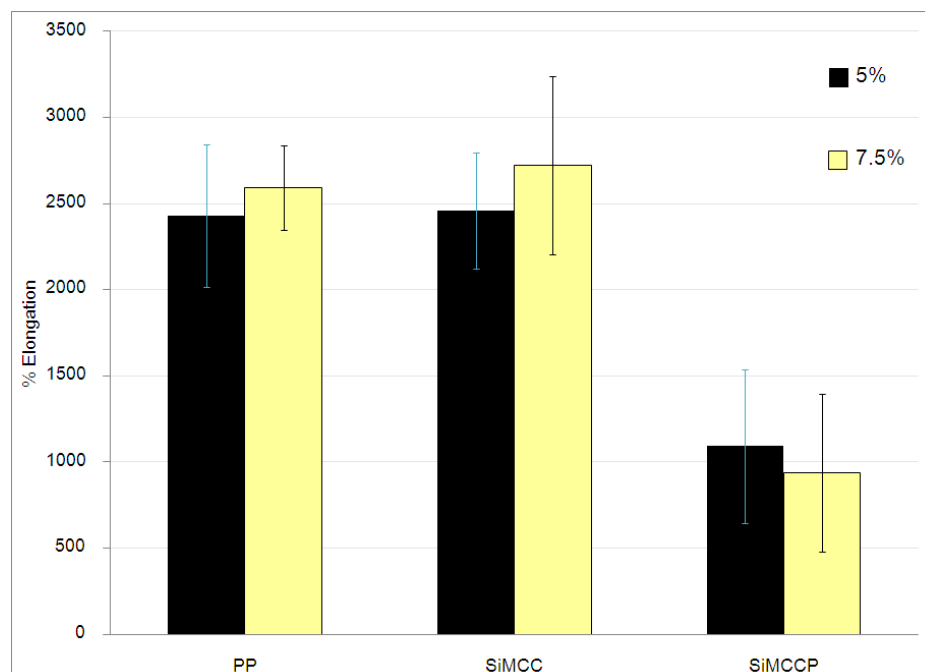
ประกอบกับ SiMCCP มีเสถียรภาพทางความร้อนต่ำจึงเกิดเริ่มสลายตัวให้เห็นในขั้นตอนของการเตรียมมาสเตอร์แบทช์ จึงอาจเป็นไปได้ว่าประสิทธิภาพการเสริมแรงของ SiMCCP ลดลงไปอีกเป็นที่ทราบกันทั่วไปว่า การมีอยู่ของฟิลเลอร์ที่ไม่มีค่า aspect ratio ไม่ช่วยทำให้ค่าทนแรงดึงของวัสดุเชิงประกอบดีขึ้น แต่ในทางกลับกันจะทำให้ค่าทนแรงดึงของวัสดุเชิงประกอบลดลง เช่นการเติมแคลเซียมคาร์บอเนตในพอลิโพรพิลีน หรือ การเติมไทเทเนียมออกไซด์ในเส้นใยพอลิเอสเตอร์ เป็นต้น ค่าร้อยละการยืดตัวที่จุดขาด (Elongation at break) ของเส้นใยเชิงประกอบก็พบว่ามีค่าต่ำลง ด้วยเหตุผลในทำนองเดียวกัน การมีอยู่ของอนุภาคฟิลเลอร์ขนาดใหญ่ การยึดเกาะกับเนื้อพอลิเมอร์จะไม่มีประสิทธิภาพแม้ว่าอนุภาคจะสามารถเข้ากันได้ดีกับพอลิเมอร์ จึงเกิดการแยกออกจากกันได้ง่ายเมื่อมีแรงดึงมากกระทำ ทำให้ค่าร้อยละการยืดตัวที่จุดขาดลดลงดังแสดงในภาพที่ 4.32 สำหรับค่ามอดุลัสเริ่มต้น (Initial Modulus) ของเส้นใยเชิงประกอบมีค่ามากกว่าพอลิโพรพิลีน แสดงว่าวัสดุเชิงประกอบเปราะและแตกหักได้ง่ายขึ้น ไม่ได้หมายความว่าค่ามอดุลัสสูงขึ้น สาเหตุเพราะอนุภาคฟิลเลอร์มีขนาดใหญ่ทำให้ยึดเกาะกับเนื้อพอลิเมอร์ด้วยแรงที่อ่อน จึงทำให้วัสดุเชิงประกอบเปราะและหักได้ง่ายกว่า



ภาพที่ 4.30 ค่าความต้านแรงดึงของเส้นใย PP, เส้นใยเชิงประกอบ SiMCC/PP และ SiMCCP/PP



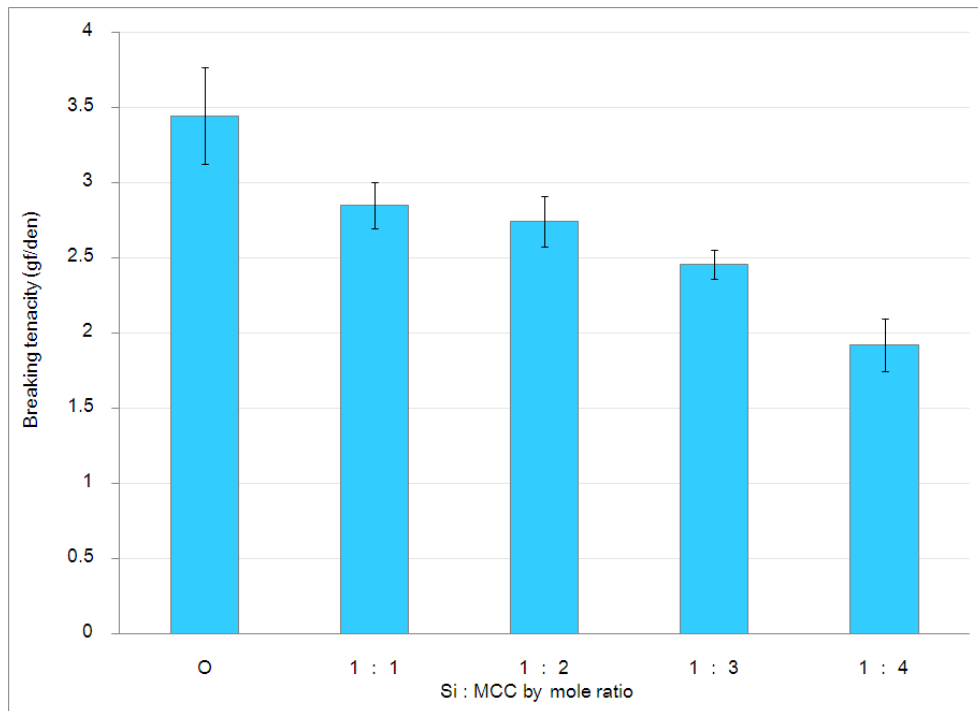
ภาพที่ 4.31 ค่ามอดุลัสของเส้นใย PP, เส้นใยเชิงประกอบ SiMCC/PP และ SiMCCP/PP



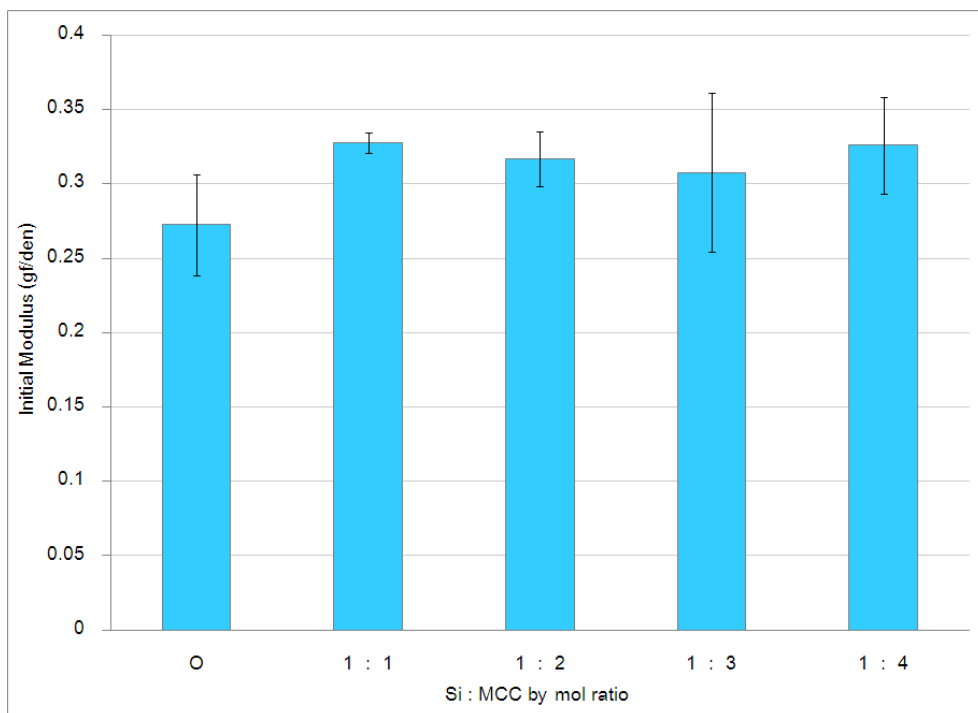
ภาพที่ 4.32 ค่าเปอร์เซ็นต์การยืดตัว ณ จุดขาดของเส้นใย PP, เส้นใยเชิงประกอบ SiMCC/PP และ SiMCCP/PP

4.3.8.2 สมบัติเชิงกลของเส้นใยเชิงประกอบเซลลูโลสตัดแปรด้วย ออร์แกโนซิลิโคนสูตรต่างๆ ที่ความเข้มข้นร้อยละ 7.5 โดยน้ำหนักเท่ากัน

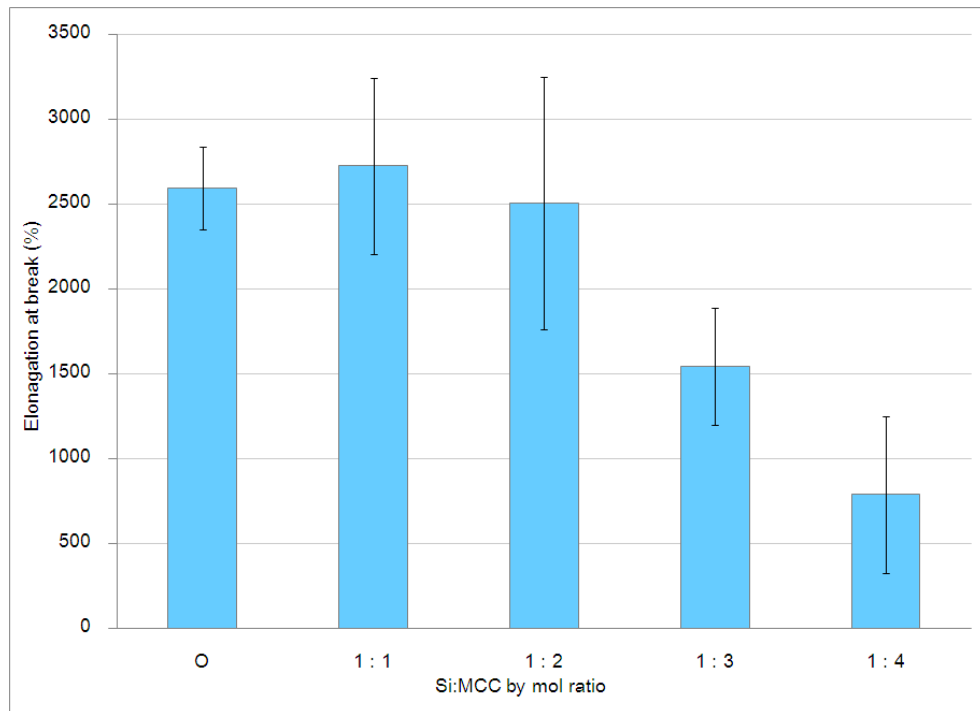
เส้นใยเชิงประกอบ SiMCC/PP fiber สูตรต่างๆ ที่ได้จากการเติมอนุภาค SiMCC ที่ตัดแปรโดยใช้อัตราส่วนโดยโมลระหว่างออร์แกโนซิลิโคน: ไมโครคริสตัลลินเซลลูโลส (Si: MCC) ที่แตกต่างกัน ได้แก่ 1:1 (SiMCC11), 1:2(SiMCC12), 1:3(SiMCC13), 1:4(SiMCC14) เป็นส่วนประกอบในเส้นใยเชิงประกอบร้อยละ 7.5 โดยน้ำหนักเท่ากัน พบว่า SiMCC ทุกสูตรซึ่งมีลักษณะเป็นกลุ่มก้อนไม่มี aspect ratio มีค่าความทนแรงดึงของเส้นใยลดลง ผลจากการใช้ออร์แกโนซิลิโคนที่แตกต่างส่งผลให้เส้นใยเชิงประกอบมีสมบัติความทนแรงดึงที่แตกต่างกันดังแสดงในภาพที่ 4.33 โดยการใช้ออร์แกโนซิลิโคนในปริมาณสูงมาตัดแปรเซลลูโลส ส่งผลให้อนุภาคของ SiMCC11 และ SiMCC12 ยึดเกาะกับเนื้อพอลิเมอร์จะมากกว่ามีความแข็งแรงแม้ว่าอนุภาคจะสามารถเข้ากันได้ดีกับพอลิเมอร์ SiMCC13 และ SiMCC14 ที่ถูกตัดแปรด้วยออร์แกโนซิลิโคนในปริมาณที่ต่ำกว่า เส้นใยที่มี SiMCC13 และ SiMCC14 ประกอบอยู่ จึงมีค่าความทนแรงดึงที่ลดลงและด้วยเหตุผลในทำนองเดียวกัน ประกอบกับการมีอยู่ของอนุภาคฟิลเลอร์ขนาดใหญ่ ที่แม้ว่าอนุภาคจะสามารถเข้ากันได้ดีกับพอลิเมอร์เพียงใด แต่การยึดเกาะกับเนื้อพอลิเมอร์ก็ยิ่งถือว่าไม่มี ความแข็งแรง จึงเกิดการแยกออกจากกันได้ง่ายเมื่อมีแรงดึงมากกระทำ ทำให้ค่าร้อยละการยืดตัวที่จุดขาดของเส้นใยเชิงประกอบ(Elongation at break) ลดลงดังแสดงในภาพที่ 4.35 สำหรับค่ามอดูลัสเริ่มต้น (Initial Modulus) ของเส้นใยเชิงประกอบมีค่ามากกว่าพอลิโพรพิลีน แสดงว่าวัสดุเชิงประกอบเปราะและแตกหักได้ง่ายขึ้น ไม่ได้หมายความว่าค่ามอดูลัสสูงขึ้น สาเหตุเพราะอนุภาคฟิลเลอร์มีขนาดใหญ่ทำให้ยึดเกาะกับเนื้อพอลิเมอร์ด้วยแรงอ่อนๆ จึงทำให้วัสดุเชิงประกอบเปราะและหักได้ง่ายกว่านั่นเอง



ภาพที่ 4.33 ค่าความต้านแรงดึงของ PP และเส้นใยเชิงประกอบ SiMCC/PP สูตรต่างๆ ที่ความเข้มข้นของตัวเติมร้อยละ 7.5 โดยน้ำหนักในเส้นใยเชิงประกอบ



ภาพที่ 4.34 ค่ามอดุลัสของเส้นใยและเส้นใยเชิงประกอบ SiMCC/PP สูตรต่างๆ ที่ความเข้มข้นของตัวเติมร้อยละ 7.5 โดยน้ำหนักในเส้นใยเชิงประกอบ



ภาพที่ 4.35 ค่าเปอร์เซ็นต์การยืดตัว ณ จุดขาดของและเส้นใยเชิงประกอบ SiMCC/PP สูตรต่างๆ ที่ความเข้มข้นของตัวเติมร้อยละ 7.5 โดยน้ำหนักในเส้นใยเชิงประกอบ

บทที่ 5

สรุปผลการทดลองและข้อเสนอแนะ

5.1 สรุปผลการทดลอง

จากผลการวิจัยการเตรียมและสมบัติหนองไฟของเส้นใยเชิงประกอบเซลลูโลสฟอสเฟต/พอลิโพรพิลีน สามารถสรุปผลได้ดังนี้

5.1.1 การสังเคราะห์เซลลูโลสฟอสเฟตจากไมโครคริสตัลลินเซลลูโลสและกรดฟอสฟอริกโดยใช้ยูเรียเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาฟอสฟอริเลชัน เพื่อให้ได้เซลลูโลสฟอสเฟตที่มีธาตุฟอสฟอรัสเป็นองค์ประกอบอยู่ในปริมาณที่สูง พบว่า อัตราส่วนโดยโมลของไมโครคริสตัลลินเซลลูโลสต่อกรดฟอสฟอริกต่อยูเรียที่เหมาะสม ได้แก่ 1:2:10 หรือเซลลูโลสฟอสเฟตสูตร 5UMCCP

5.1.2 การสังเคราะห์เซลลูโลสฟอสเฟตจากไมโครคริสตัลลินเซลลูโลสและกรดฟอสฟอริกโดยใช้ยูเรียเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาฟอสฟอริเลชัน ให้ผลิตภัณฑ์ข้างเคียง ได้แก่ เซลลูโลสคาร์บาเมต ที่เกิดการทำปฏิกิริยาระหว่างเซลลูโลสและยูเรีย เป็นผลให้เซลลูโลสฟอสเฟตที่ได้ มีทั้งธาตุฟอสฟอรัสและไนโตรเจนเป็นส่วนประกอบ

5.1.3 การดัดแปรไมโครคริสตัลเซลลูโลสด้วยออร์แกโนซิลิโคน ช่วยลดช่องว่างระหว่างอนุภาคของไมโครคริสตัลลินเซลลูโลสและเซลลูโลสฟอสเฟตกับพอลิโพรพิลีนลง โดยการดัดแปรที่ใช้ออร์แกโนซิลิโคนในปริมาณสูงจะส่งผลให้ไมโครคริสตัลลินเซลลูโลสเข้ากับพอลิโพรพิลีนได้ดี และสามารถให้ปริมาณของตัวเติมสูงขึ้นในการขึ้นรูปเส้นใยเชิงประกอบได้ ซึ่งเปรียบเทียบได้จากผลการขึ้นรูปเส้นใยเชิงประกอบ SIMCC11/PP ที่ความเข้มข้นของ SIMCC11 ร้อยละ 10 โดยในน้ำหนักได้ ในขณะที่ไม่สามารถขึ้นรูปเส้นใยเชิงประกอบจาก SIMCC14 ที่ความเข้มข้นนี้ได้

5.1.4 การดัดแปรเซลลูโลสฟอสเฟตด้วยออร์แกโนซิลิโคน ช่วยเพิ่มเสถียรภาพทางความร้อนให้แก่เซลลูโลสฟอสเฟต จนสามารถนำเซลลูโลสฟอสเฟตไปผสมร่วมกับพอลิโพรพิลีนเป็นมาสเตอร์แบทช์และเส้นใยเชิงประกอบที่อุณหภูมิสูงกว่า 200 องศาเซลเซียสได้ โดยการดัดแปรนี้ช่วยรักษาเสถียรภาพให้เซลลูโลสฟอสเฟตในระหว่างกระบวนการผสมแบบหลอมเหลวและกระบวนการฉีดเส้นใยแบบหลวมเหลว

5.1.5 เส้นใยเชิงประกอบเซลลูโลสฟอสเฟตดัดแปรด้วยออร์แกโนซิลิโคน/พอลิไพโรฟิไลน สามารถขึ้นรูปเป็นเส้นใยได้จากการผสมมาสเตอร์แบทช์ที่มีความเข้มข้นของเซลลูโลสฟอสเฟตดัดแปรด้วยออร์แกโนซิลิโคนร้อยละ 30 โดยน้ำหนักร่วมกับพอลิไพโรฟิไลนในอัตราส่วนของเซลลูโลสฟอสเฟตดัดแปรด้วยออร์แกโนซิลิโคนต่อพอลิไพโรฟิไลนได้สูงสุดเท่ากับ 1:3 หรือมีความเข้มข้นของเซลลูโลสฟอสเฟตดัดแปรด้วยออร์แกโนซิลิโคนอยู่ร้อยละ 7.5 โดยน้ำหนักในเส้นใยตามทฤษฎี แต่พบว่าปริมาณเซลลูโลสฟอสเฟตดัดแปรอยู่ในเส้นใยเชิงประกอบจริงเพียงประมาณร้อยละ 1 เนื่องจากปัญหาการอุดตันรูสปินเนอเรตของอนุภาคฟิลเลอร์ขนาดใหญ่

5.1.6 การขึ้นรูปเส้นใยเชิงประกอบเซลลูโลสฟอสเฟตดัดแปรด้วยออร์แกโนซิลิโคน/พอลิไพโรฟิไลน ส่งผลให้เซลลูโลสฟอสเฟตดัดแปรด้วยออร์แกโนซิลิโคนสลายตัวเนื่องจากได้รับความร้อนในการฉีดขึ้นรูปครั้งที่สอง กลายเป็นอินเตอร์มีเดียตชาร์ ซึ่งยังคงสามารถเพิ่มความเสถียรต่อความร้อนให้แก่เส้นใยพอลิไพโรฟิไลนได้ แต่ปริมาณของฟิลเลอร์ที่มีอยู่จริงในเส้นใยเชิงประกอบน้อยมาก ทำให้แสดงสมบัติหล่อลื่นให้กับการไหลของพอลิเมอร์ลดลง แรงเสียดทานขณะไหลทำให้น้ำหนักโมเลกุลของพอลิไพโรฟิไลนลดลง พอลิไพโรฟิไลนในเส้นใยเชิงประกอบจึงมีคุณสมบัติสลายตัวต่ำกว่า พอลิไพโรฟิไลนในสูตรมาสเตอร์แบทช์

5.1.7 เส้นใยเชิงประกอบเซลลูโลสฟอสเฟตดัดแปรด้วยออร์แกโนซิลิโคน/พอลิไพโรฟิไลนมีค่าอัตราการลามไฟที่ผ่านมาตรฐานการทดสอบ UL-94 HB แต่ยังคงมีอัตราการลามไฟที่สูงกว่าเส้นใยพอลิไพโรฟิไลน เนื่องจากปริมาณชาร์ที่มีอยู่จริงมีน้อยเกินกว่าที่จะส่งผลให้เส้นใยเชิงประกอบหน่วงไฟได้

5.2 ข้อเสนอแนะ

การขึ้นรูปเส้นใยเชิงประกอบเซลลูโลสฟอสเฟตดัดแปรด้วยออร์แกโนซิลีน/พอลิไพร์พีลีน ทำให้ฟิลเลอร์ต้องผ่านกระบวนการทางความร้อน 2 ครั้ง คือกระบวนการเตรียมมาสเตอร์แบทช์และกระบวนการขึ้นรูปเส้นใย ทำให้เกิดกระบวนการปลดปล่อยกรดฟอสฟอริกของหมู่ฟอสเฟตในโครงสร้างเซลลูโลสฟอสเฟต ไปทำปฏิกิริยาฟอสฟอริลเลชันกับสายโซ่เซลลูโลสถึง 2 ครั้งและเซลลูโลสเกิดการสลายตัวมีสีเข้มขึ้น ทำให้มาสเตอร์แบทช์และเส้นใยเชิงประกอบมีสีน้ำตาลเข้ม ซึ่งเป็นปัญหาต่อการนำไปประยุกต์ใช้จริง ดังนั้นเพื่อแก้ไขปัญหาดังกล่าว ควรลดขั้นตอนการเตรียมเซลลูโลสฟอสเฟตดัดแปรด้วยออร์แกโนซิลีน/พอลิไพร์พีลีนมาสเตอร์แบทช์ โดยการนำเซลลูโลสฟอสเฟตดัดแปรด้วยออร์แกโนซิลีนไปเติมลงในกระบวนการขึ้นรูปโดยตรง เพื่อลดปัญหาการเกิดปฏิกิริยาของเซลลูโลสลง ในกรณีการฉีดขึ้นรูปเส้นใยเชิงประกอบขนาดของฟิลเลอร์มีความสำคัญมาก เพื่อให้สามารถฉีดเส้นใยได้อย่างต่อเนื่องขนาดเซลลูโลสฟอสเฟตดัดแปรด้วยออร์แกโนซิลีนต้องเล็กกว่ารูสปินเนอเรต จึงเสนอแนะว่าควรรหาวิธีการลดขนาดเซลลูโลสฟอสเฟตดัดแปรด้วยออร์แกโนซิลีนให้ได้ เพื่อสามารถนำไปเติมเข้าไปในเส้นใยเชิงประกอบได้ และสามารถกำหนดปริมาณสารฟิลเลอร์เพิ่มมากขึ้นไปในระดับที่สามารถแสดงประสิทธิภาพการทอวงไฟได้

รายการอ้างอิง

- [1] ปรีชา พหลเทพ. พอลิเมอร์. พิมพ์ครั้งที่ 12. กรุงเทพมหานคร: สำนักพิมพ์มหาวิทยาลัยรามคำแหง, 2547.
- [2] วิมลรัตน์ ศรีจรัสสิน. เทคโนโลยีสิ่งทอเบื้องต้น. พิมพ์ครั้งที่ 1. กรุงเทพมหานคร: สำนักพิมพ์เบญจมาศ โมเดิร์นไลน์ จำกัด, 2550.
- [3] Sheng, Z., and Horrocks, A.R. A review of flame retardant polypropylene fiber. Progress in polymer science 28 (2003) : 1517-1538.
- [4] Ahmed, M. Polypropylene fiber-science and technology. Amsterdam: Elsevier, 1982.
- [5] วีระศักดิ์ อุดมกิจเดชา. อุตสาหกรรมสิ่งทอไทย. พิมพ์ครั้งที่ 1. กรุงเทพมหานคร: สำนักพิมพ์จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย, 2544.
- [6] Nattaporn Aimampaiwong. Nanoclay/Polypropylene Nanocomposite Dyed Fiber. Master's thesis, Polymer Science Program The Petroleum and Petrochemical College, Chulalongkorn University, 2008.
- [7] Gupta, V.B., and Kothari, V.K. Manufactured Fiber Technology . London: Chapman & Hall, 1997.
- [8] Encyclopedia Britannica. Melt Spinning Process [Online]. 2009. Available from: <http://library.thinkquest.org/C005271F/chemistry.html> : [2009, March 14]
- [9] Sun Grant Initiative and the University of Tennessee. Structure of cellulose polymer [Online]. 2007. Available from: <http://bioweb.sungrant.org/Technical/Biofuels/Technologies/Ethanol+Production/Ethanol+from+Cellulose+Resources/Default.htm>: [2007 December 4].
- [10] วิจารณ์ สุขุทัย. การใช้เซลลูโลสแบบผลิตภัณฑ์ระดับจุลภาคที่เตรียมจากเศษฝ้ายเป็นสารตัวเติมในฟิล์มพีวีซี. วิทยานิพนธ์ปริญญาโทมหาบัณฑิต สาขาวิชาวิทยาศาสตร์พอลิเมอร์ประยุกต์และเทคโนโลยีสิ่งทอ ภาควิชาวัสดุศาสตร์ คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย, 2549.
- [11] Hakansson, H., and Ahlgren, P. Acid hydrolysis of some industrial pulps: effect of hydrolysis conditions and raw material. Cellulose. 12 (2005): 177-183.
- [12] Battista, O. A. Hydrolysis and Crystallization of Cellulose. Industrial and Engineering Chemistry 42 (1950): 502-507.

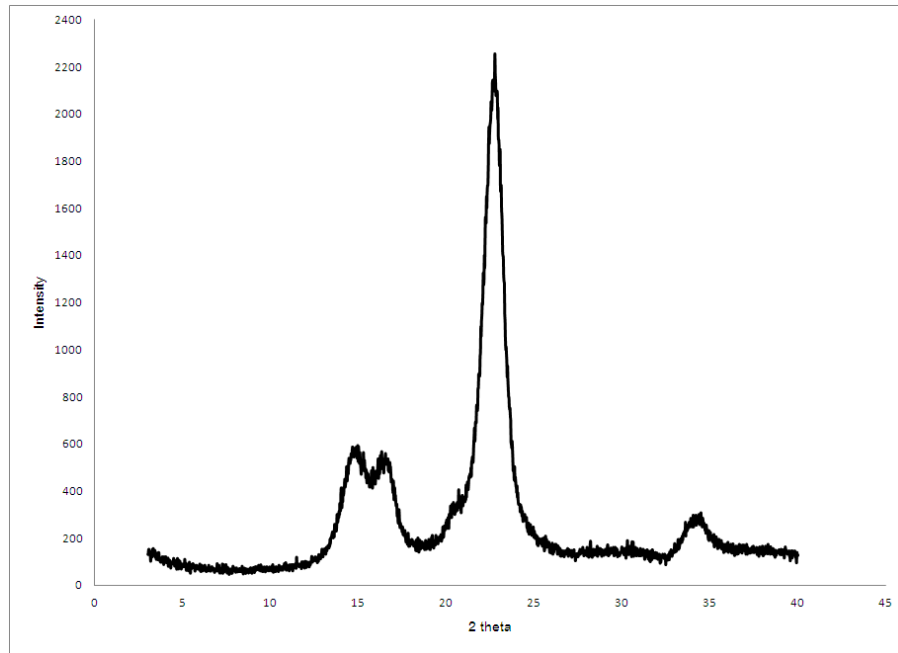
- [13] Horrocks, A.R., Developments in flame retardants for heat and fire resistant textiles—the role of char formation and intumescence. Polymer Degradation and Stability 54 (1996): 143-154.
- [14] Kandola, B. K., and Horrocks, A. R. "Complex char formation in flame-retarded fibre-intumescent combinations—II. Thermal analytical studies. Polymer Degradation and Stability 54 (1996): 289-303.
- [15] ชิดชนก ตั้บุญอนุสรณ์. การปรับปรุงสมบัติห่วงไฟและด้านการหลอมหยดของพอลิเอทิลีน เทเรฟทาเลตโดยใช้เบนโทไนด์และเบนโทไนด์ดัดแปร. วิทยานิพนธ์ปริญญาโทมหาบัณฑิต, สาขาวิชาวิทยาศาสตร์พอลิเมอร์ประยุกต์และเทคโนโลยีสิ่งทอ ภาควิชาวัสดุศาสตร์ คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย, 2554.
- [16] Horrocks, A.R., and Price, D. Fire Retardant Materials. Cambridge: Woodhead Publishing Limited, 2004.
- [17] ธีรวัฒน์ พิพัฒน์ชาญชัย. การเตรียมผ้าฝ้ายและผ้าไหมสะท้อนน้ำด้วยออร์แกนอซิลเลนร่วมกับ นาโนซิลิกอนไดออกไซด์. วิทยานิพนธ์ปริญญาโทมหาบัณฑิต, สาขาวิชาวิทยาศาสตร์พอลิเมอร์ประยุกต์และเทคโนโลยีสิ่งทอ ภาควิชาวัสดุศาสตร์ คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย, 2549.
- [18] Chuayjuljit, S., Su-uthai, S., Tunwattanaseree, C., and Charuchinda, S. Preparation of microcrystalline cellulose from waste-cotton for biodegradability enhancement of natural rubber sheets. Journal of Reinforced Plastics and Composites 28(2009): 1245-1254.
- [19] Kaputskii, F. N., Yurkshtovich, N. K., Yurkshtovich, T. L., Golub, N. V., and Kosterova, R. I. Preparation and Physicochemical and Mechanical Properties of Low-Substituted Cellulose Phosphate Fibers. Macromolecular Chemistry and polymeric materials 80(2007): 1165-1169.
- [20] Matko, Sz., Toldy, A., Keszei, S., Anna, P., Bertalan, Gy., and Marosi, Gy. Flame retardancy of biodegradable polymers and biocomposites. Polymer Degradation and Stability, 88(2005): 38-145.

- [21] Nam, S., and Condon, B. D. Effect of urea additive on the thermal decomposition of greige cotton nonwoven fabric treated with diammonium phosphate. Polymer Degradation and Stability 96 (2011): 2010-2018.
- [22] Kato, H., and Karatsu, T. Optical properties of the thin films of poly(methylpentoxysilane) homopolymers and copolymers. Polymer 44 (2003): 8005-8011.
- [23] Abdelmouleh, M., and Boufi, S. Short natural-fibre reinforced polyethylene and natural rubber composites: Effect of silane coupling agents and fibres loading. Composites Science and Technology 67 (2007): 1627-1639.

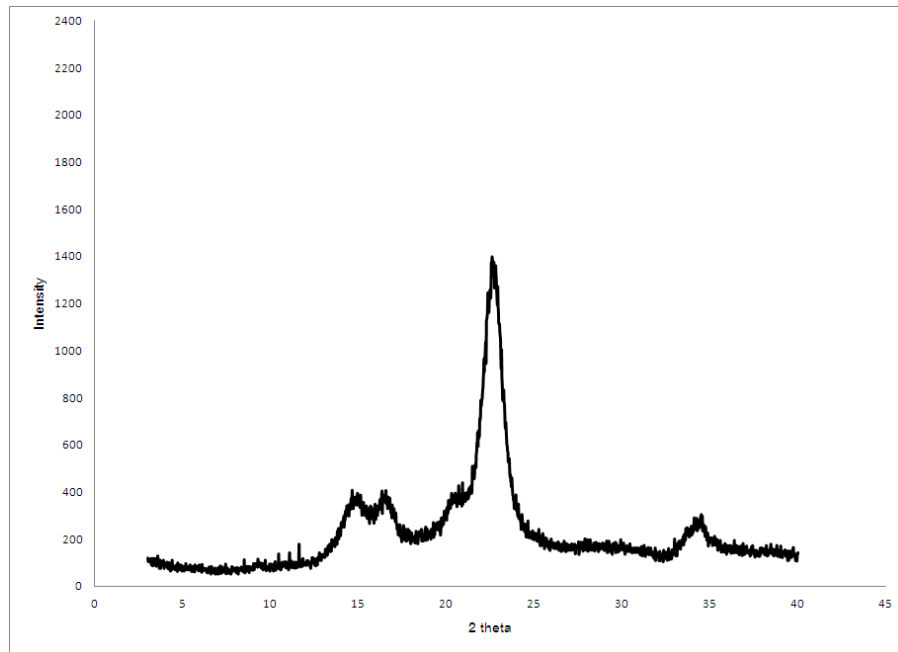
ภาคผนวก

ภาคผนวก ก

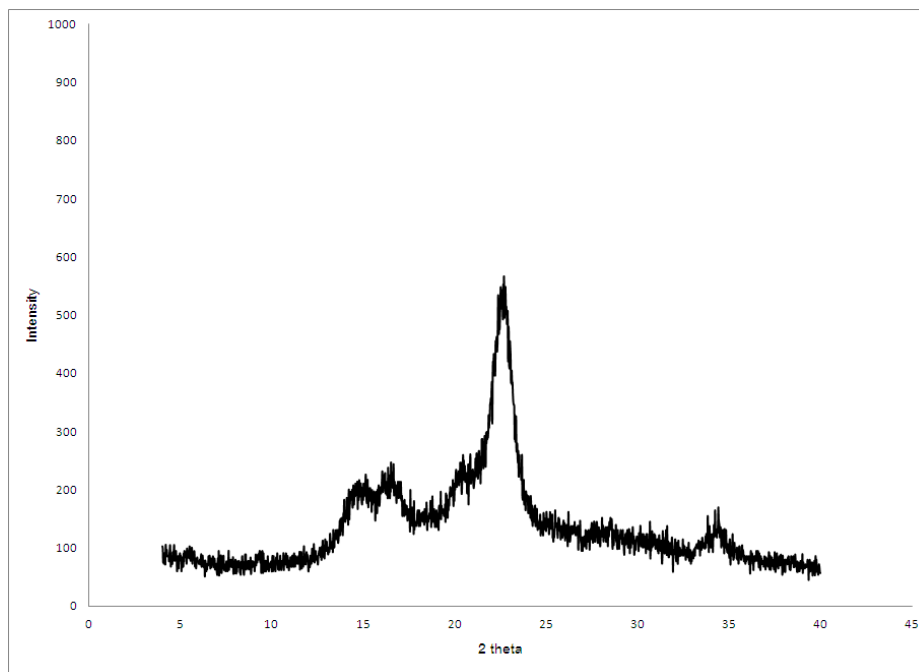
ผลการวิเคราะห์ด้วยเทคนิคการวัดการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์



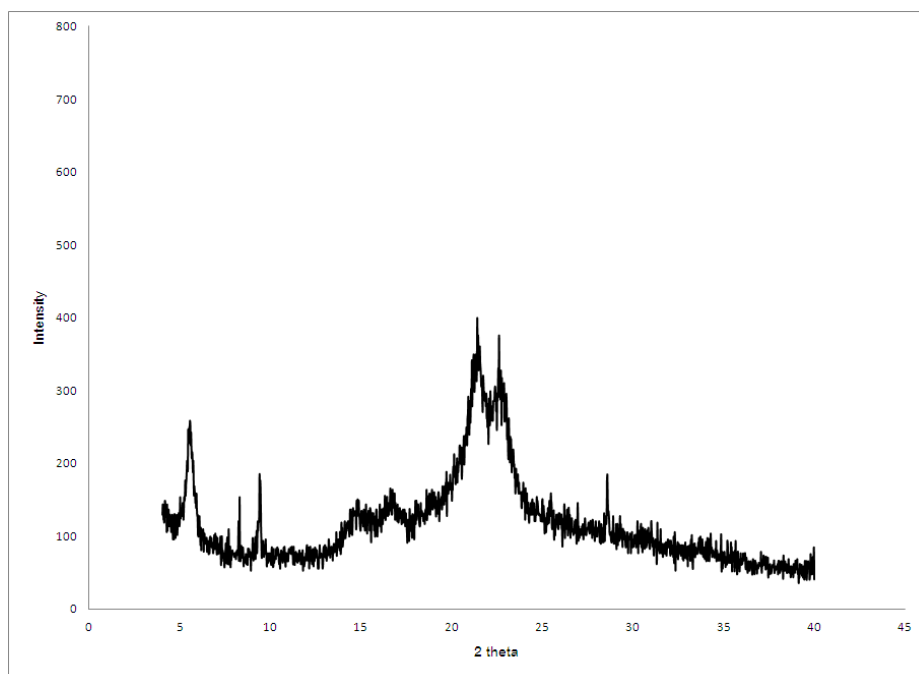
รูปที่ ก-1 XRD ดิฟแฟรกโทแกรมของไมโครคริสตัลลินเซลลูโลส (MCC)



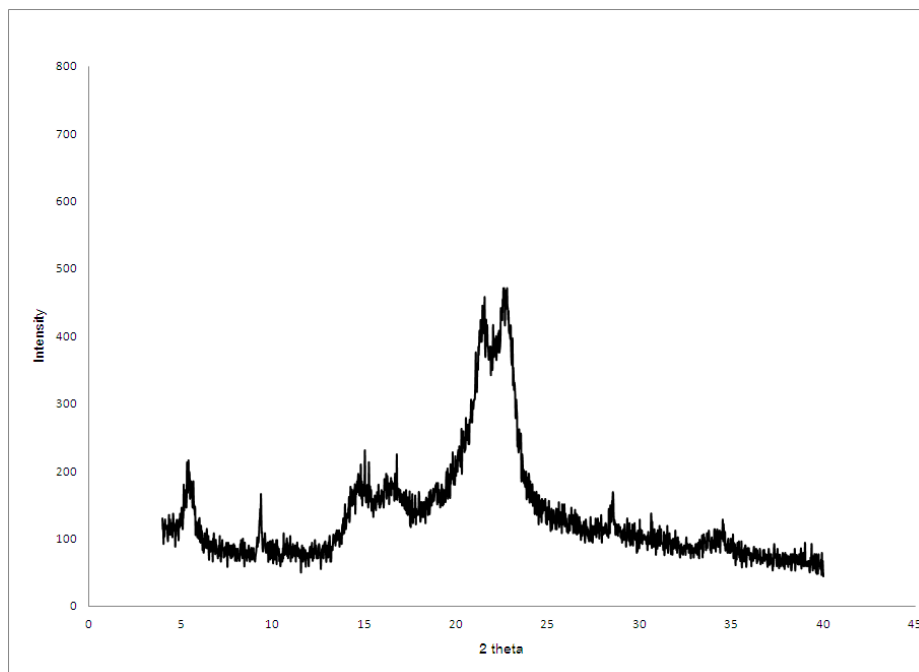
รูปที่ ก-2 XRD ดิฟแฟรกโทแกรมของเซลลูโลสฟอสเฟตที่สังเคราะห์โดยใช้อัตราส่วนของไมโครคริสตัลลินเซลลูโลส: กรดฟอสฟอริก: ยูเรีย เท่ากับ 1: 2: 6 (3UMCCP)



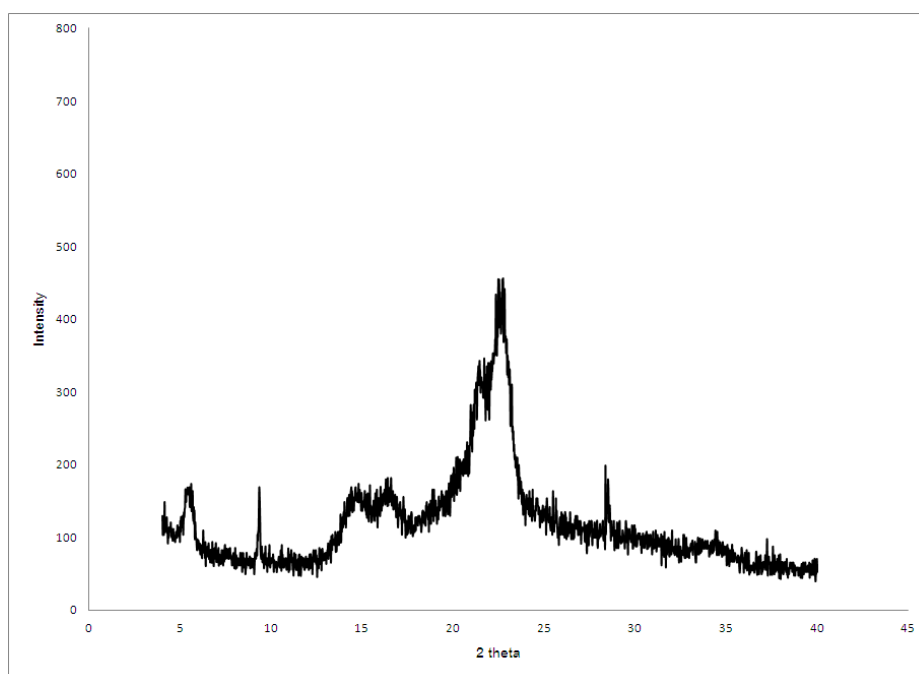
รูปที่ ก-3 XRD ดิฟแฟรกโทแกรมผงเซลลูโลสฟอสเฟตที่สังเคราะห์โดยใช้อัตราส่วนของ ไมโครคริสตัลลินเซลลูโลส: กรดฟอสฟอริก: ยูเรีย เท่ากับ 1: 2: 10 (5UMCCP)



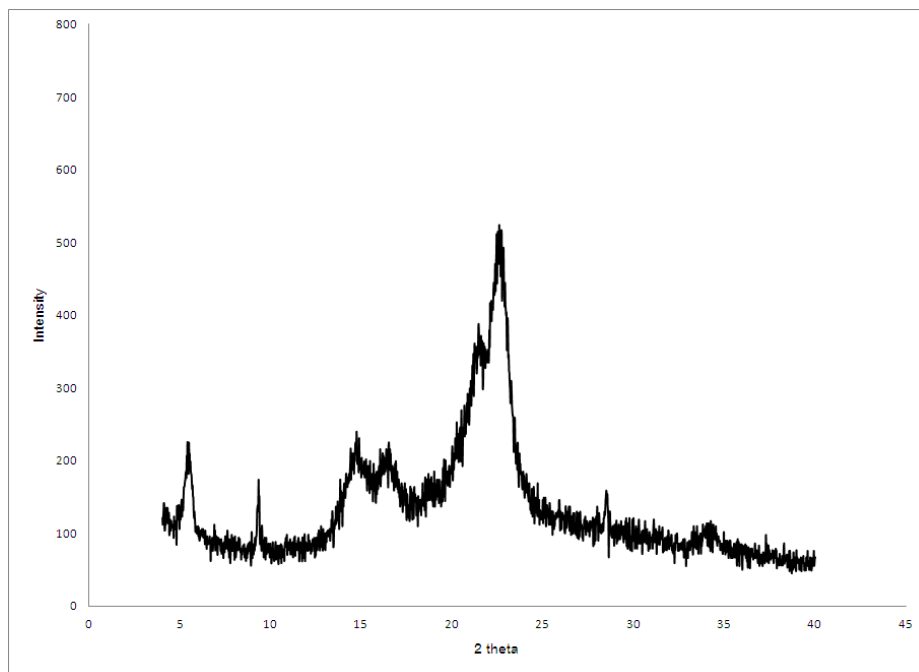
รูปที่ ก-4 XRD ดิฟแฟรกโทแกรมผงเซลลูโลสดัดแปรด้วยซิลีนอัตราส่วน Si:MCC=1:1 (SiMCC11)



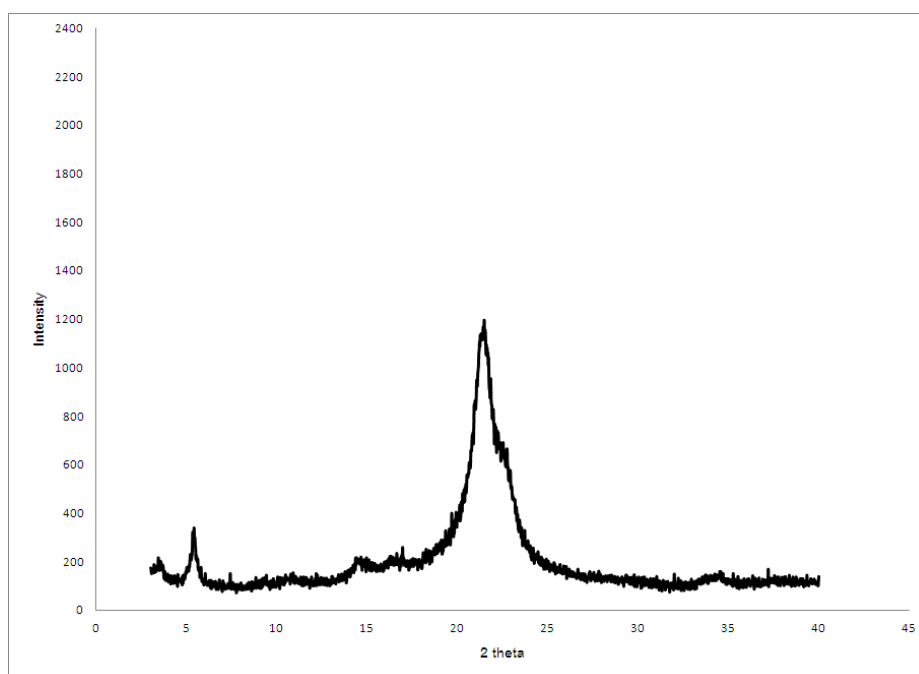
รูปที่ ก-5 XRD ดิฟแฟรกโทแกรมผงเซลลูโลสตัดแปรด้วยซิลีนอัตราส่วน Si:MCC=1:2 (SiMCC12)



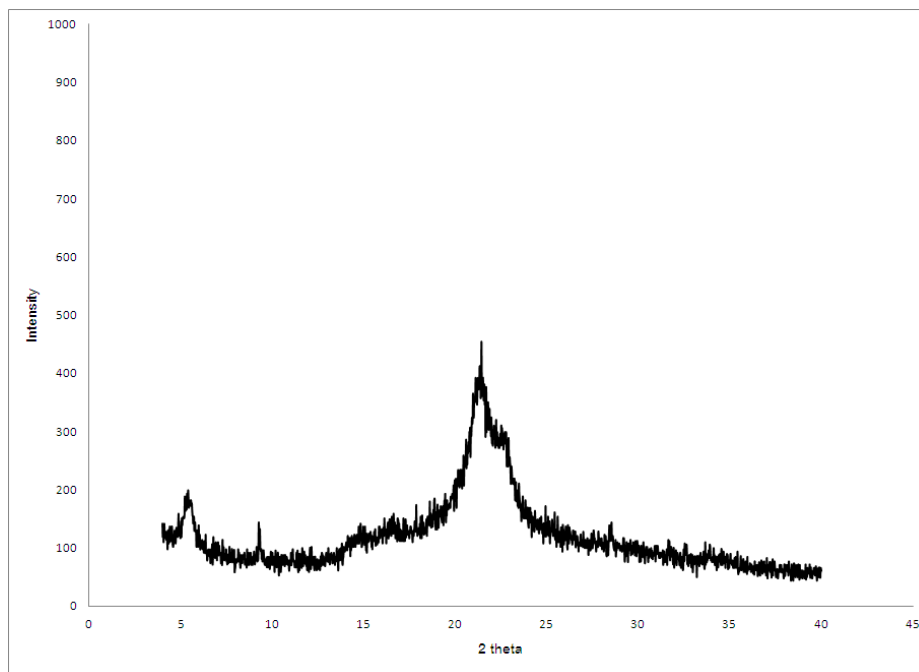
รูปที่ ก-6 XRD ดิฟแฟรกโทแกรมผงเซลลูโลสตัดแปรด้วยซิลีนอัตราส่วน Si:MCC=1:3 (SiMCC13)



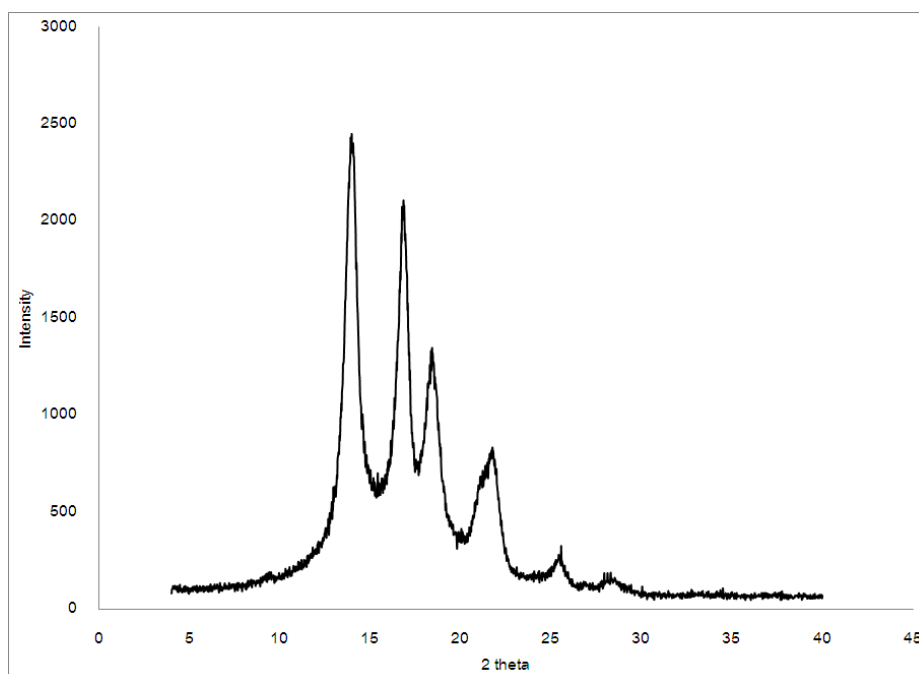
รูปที่ ก-7 XRD ดิฟแฟรกโทแกรมผงเซลลูโลสตัดแปรด้วยซิลิกาอัตราส่วน Si:MCC=1:4 (SiMCC14)



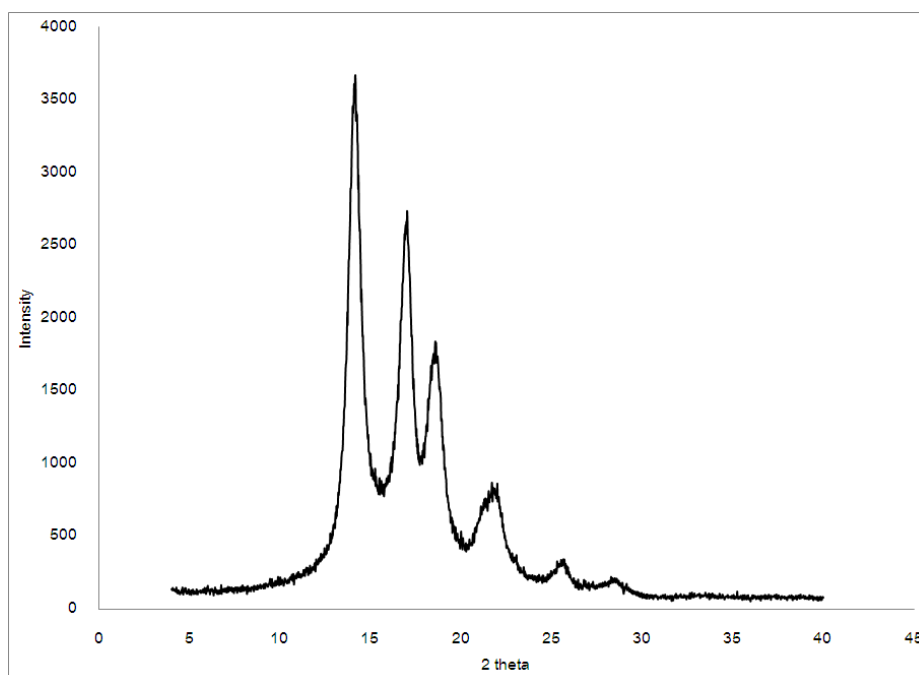
รูปที่ ก-8 XRD ดิฟแฟรกโทแกรมผงเซลลูโลสฟอสเฟตสูตร 3UMCCP ตัดแปรด้วยซิลิกาอัตราส่วน Si:3UMCCP1:1 (Si3UMCCP)



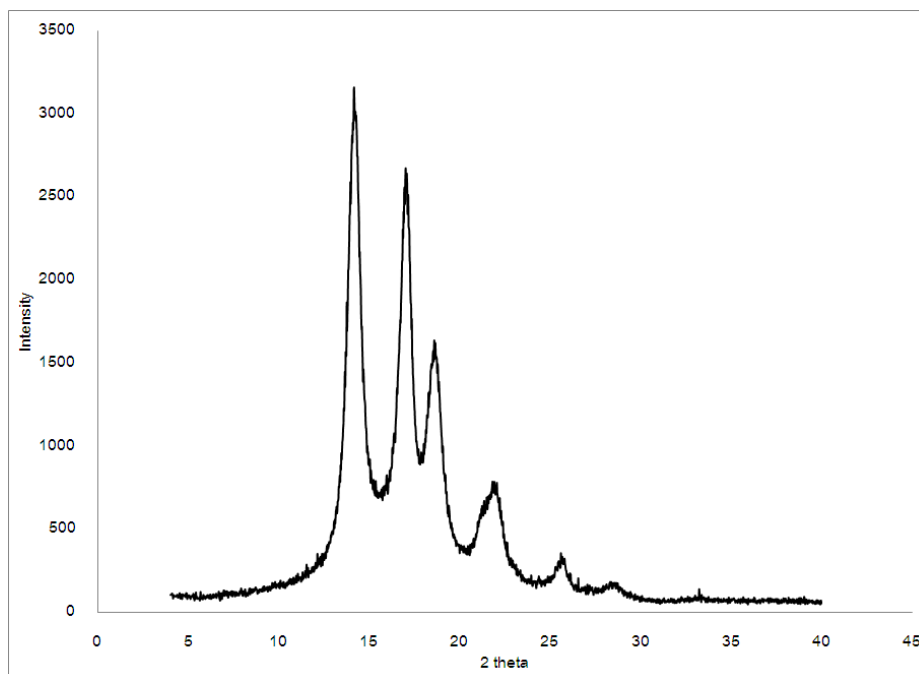
รูปที่ ก-9 XRD ดิฟแฟรกโทแกรมผงเซลลูโลสฟอสเฟตสูตร 5UMCCP ดัดแปรด้วยซิลิกาอัตราส่วน Si:5UMCCP1:1 (Si5UMCCP)



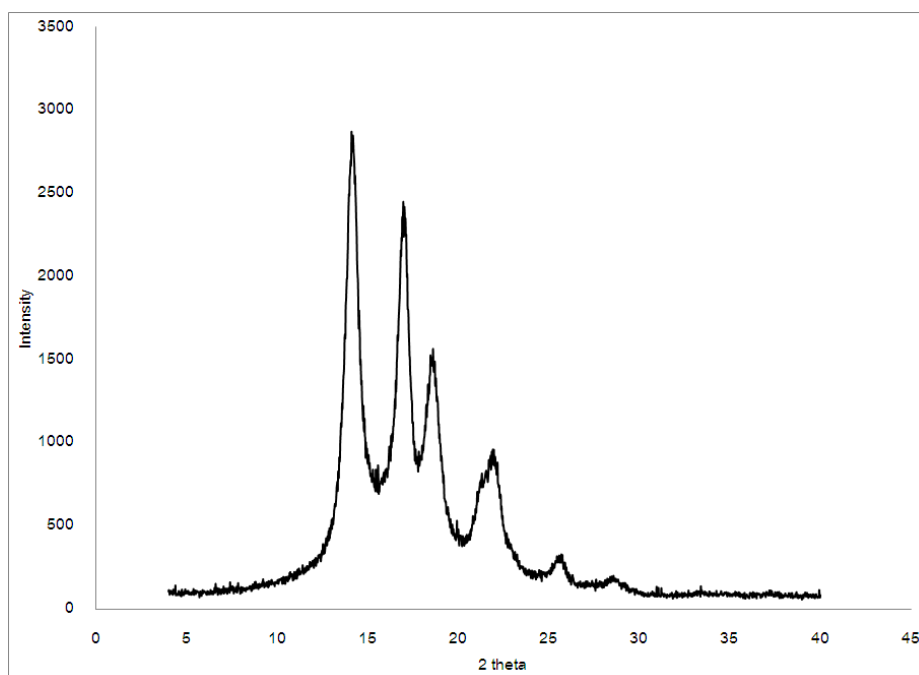
รูปที่ ก-10 XRD ดิฟแฟรกโทแกรมเส้นใยพอลิโพรพิลีน (PP fiber)



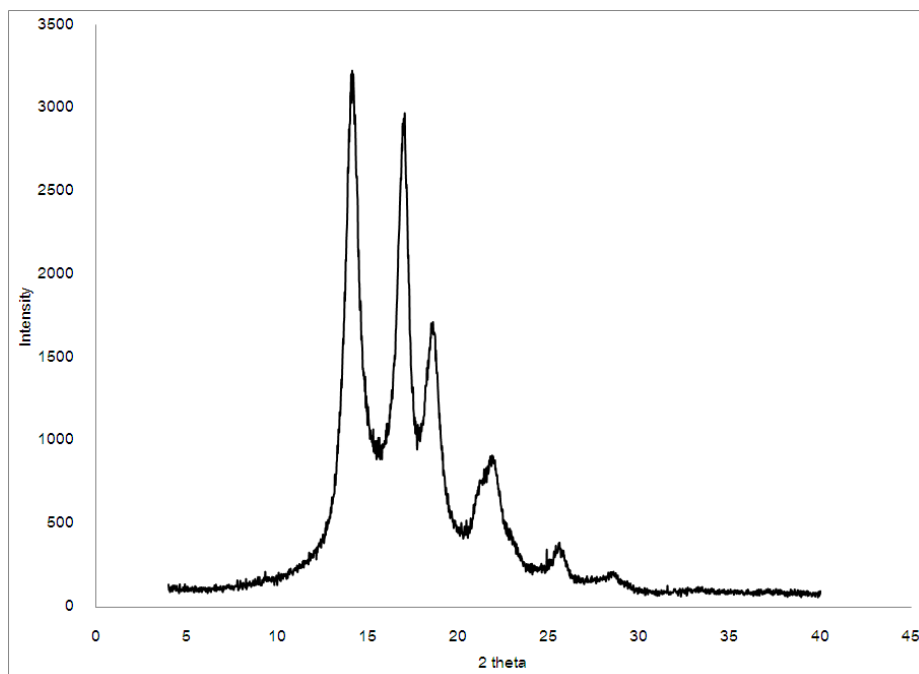
รูปที่ ก-11 XRD ดิฟแฟรกโทแกรมเส้นใยเชิงประกอบเซลลูโลสตัดแปรด้วยออร์แกโนซิลิโคนสูตร
SiMCC11/PP fiber



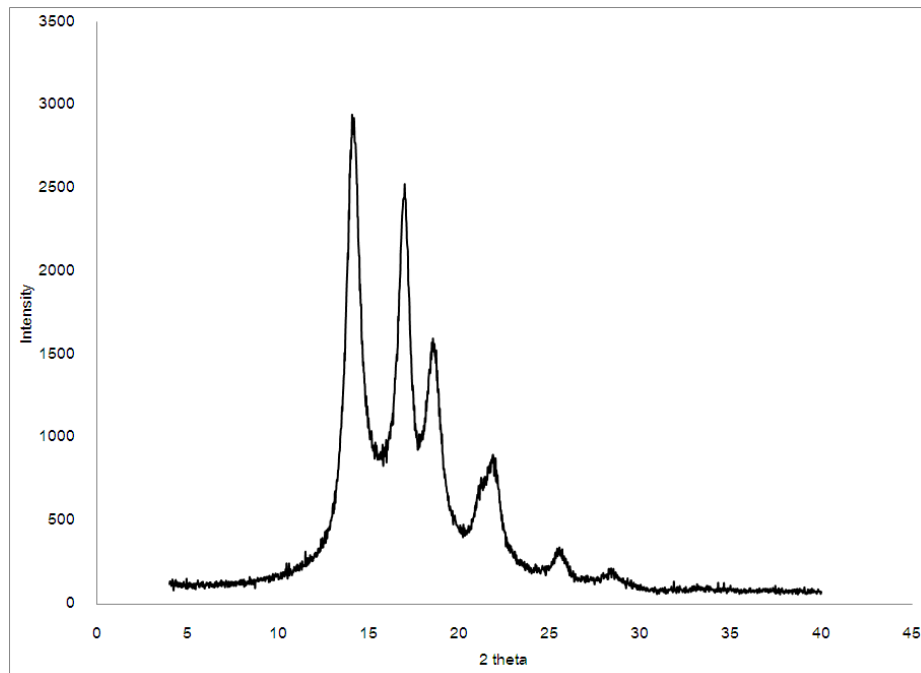
รูปที่ ก-12 XRD ดิฟแฟรกโทแกรมเส้นใยเชิงประกอบเซลลูโลสตัดแปรด้วยออร์แกโนซิลิโคนสูตร
SiMCC12/PP fiber



รูปที่ ก-13 XRD ดิฟแฟรกโทแกรมเส้นใยเชิงประกอบเซลลูโลสตัดแปรด้วยออร์แกโนซิลิโคนสูตร
SiMCC13/PP fiber



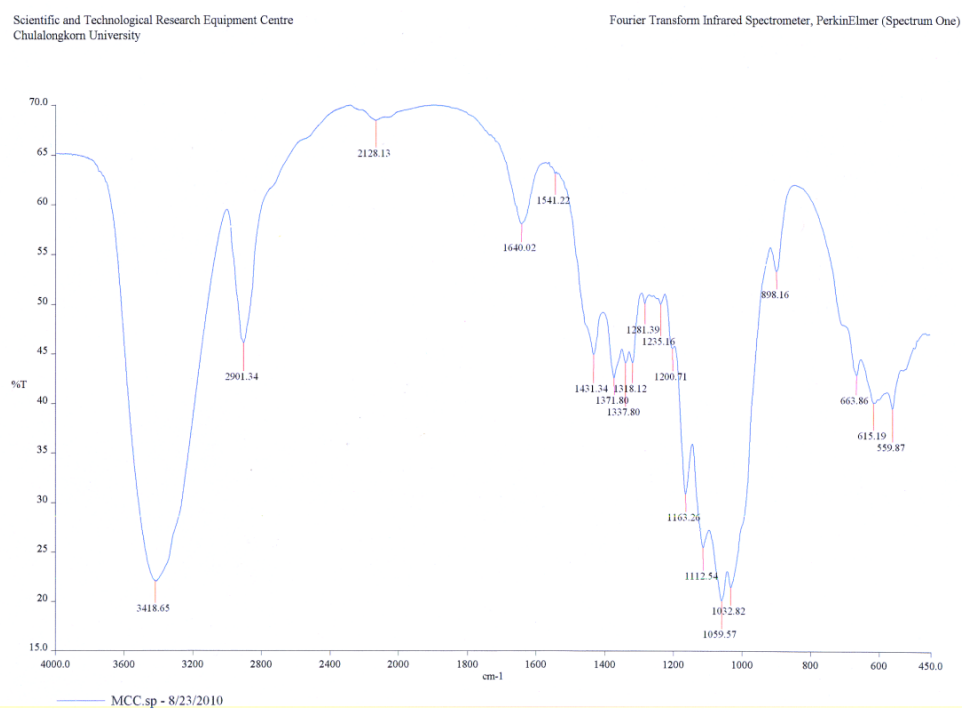
รูปที่ ก-14 XRD ดิฟแฟรกโทแกรมเส้นใยเชิงประกอบเซลลูโลสตัดแปรด้วยออร์แกโนซิลิโคนสูตร
SiMCC14/PP fiber



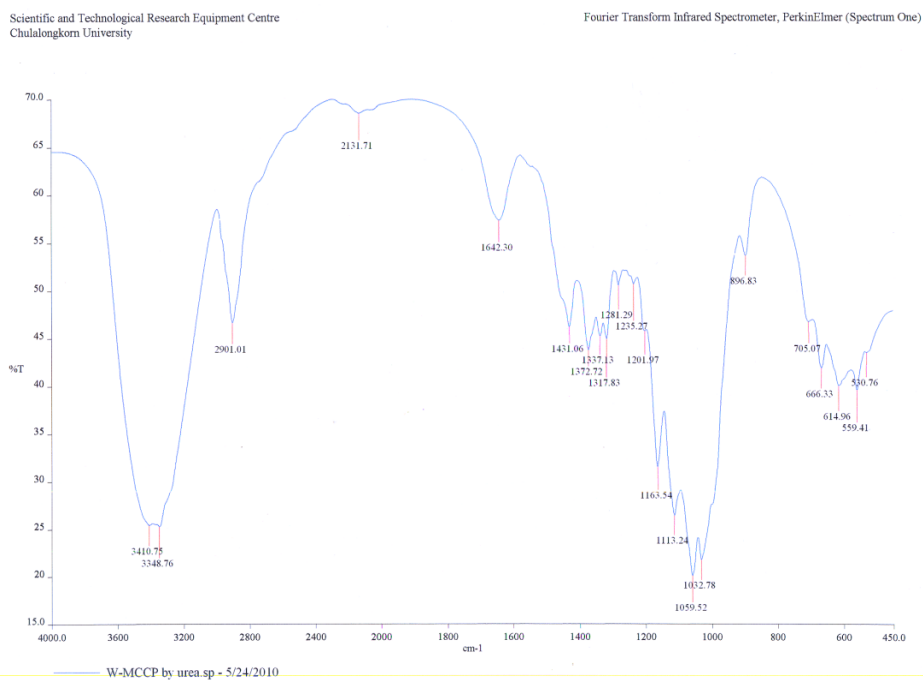
รูปที่ ก-15 XRD ดิฟแฟรกโทแกรมเส้นใยเชิงประกอบเซลลูโลสฟอสเฟตดัดแปรด้วย
ออร์แกโนซิลิโคนสูตร SiMCCP/PP fiber

ภาคผนวก ข

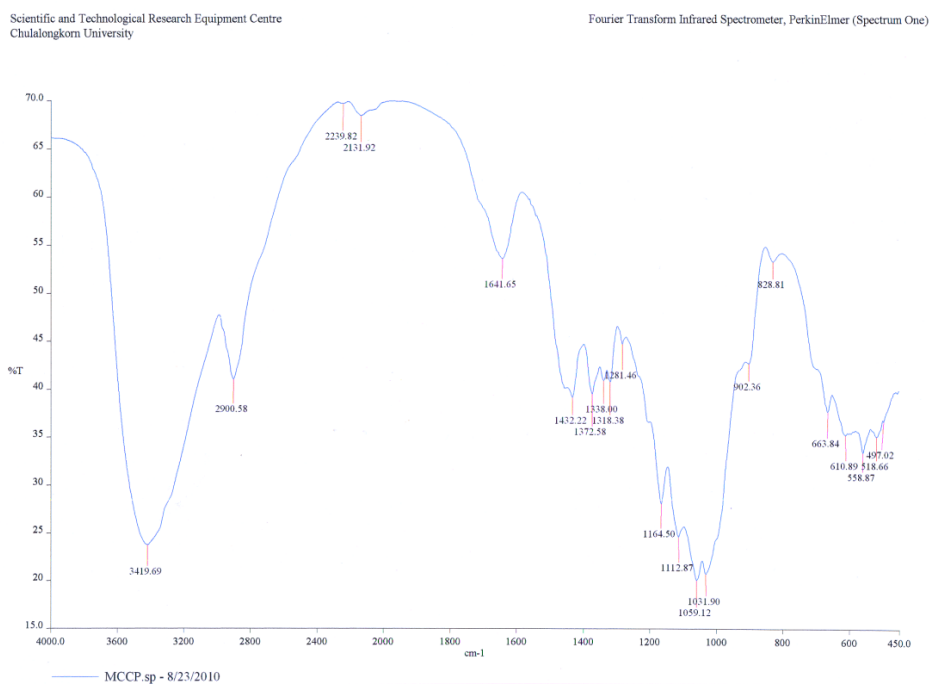
ผลการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค Fourier Transform Infrared Spectroscopy (FT-IR)



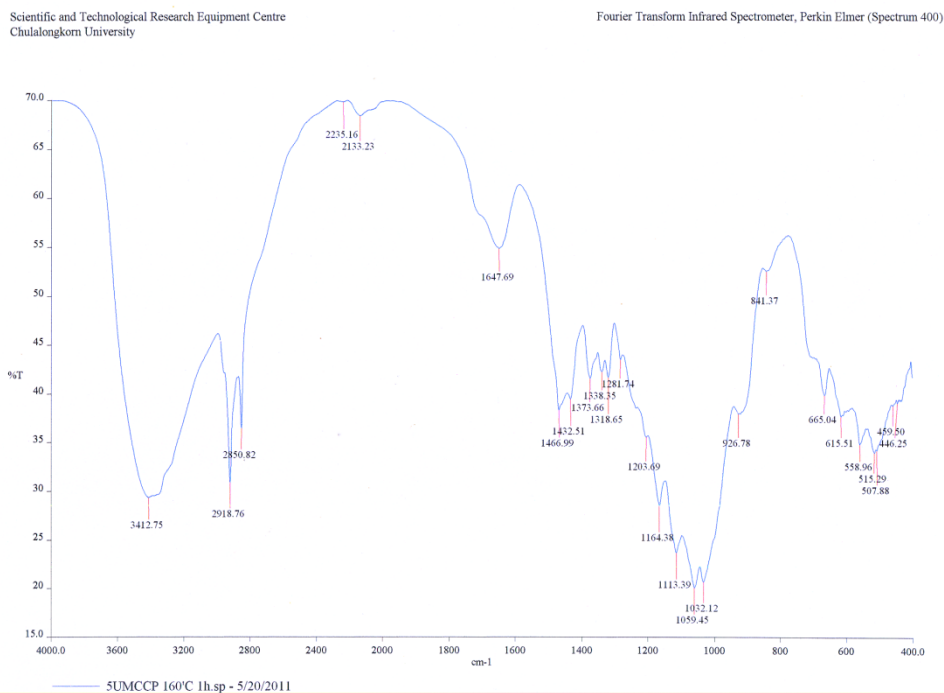
รูปที่ ข-1 อินฟราเรดสเปกตรัมของไมโครคริสตัลไลน์เซลลูโลส



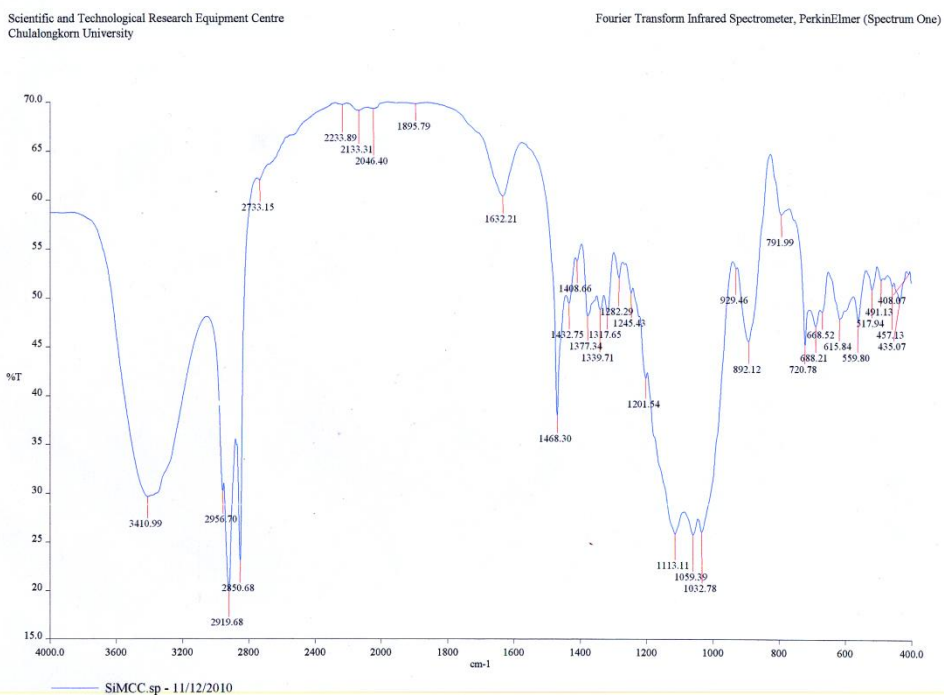
รูปที่ ข-2 อินฟราเรดสเปกตรัมของเซลลูโลสฟอสเฟตที่สังเคราะห์จากอัตราส่วนของ
ไมโครคริสตัลลินเซลลูโลส: กรดฟอสฟอริก: ยูเรียเท่ากับ 1:2:4 (3UMCCP)



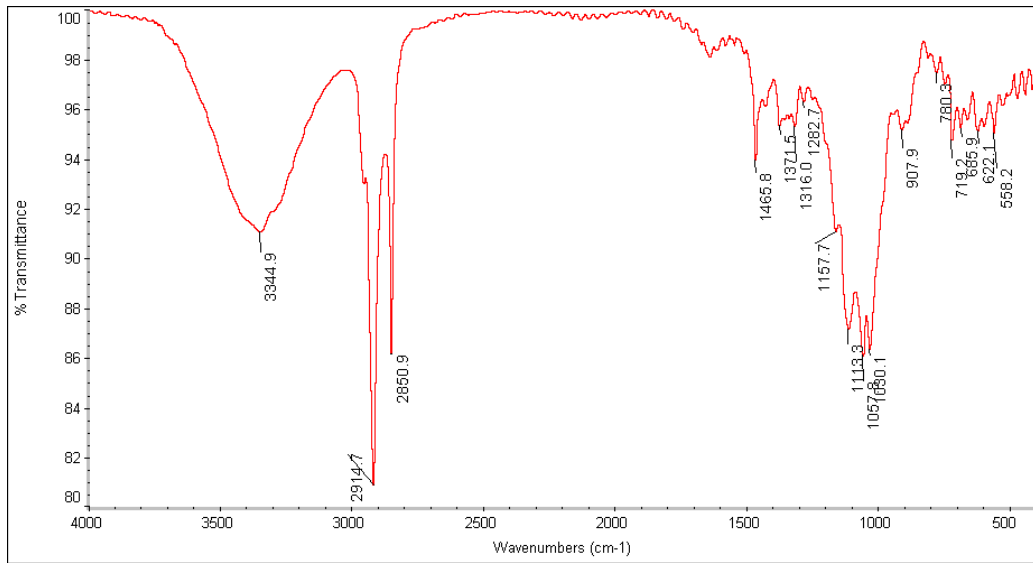
รูปที่ ข-3 อินฟราเรดสเปกตรัมของเซลลูโลสฟอสเฟตที่สังเคราะห์จากอัตราส่วนของ
ไมโครคริสตัลลินเซลลูโลส: กรดฟอสฟอริก: ยูเรียเท่ากับ 1:2:6 (3UMCCP)



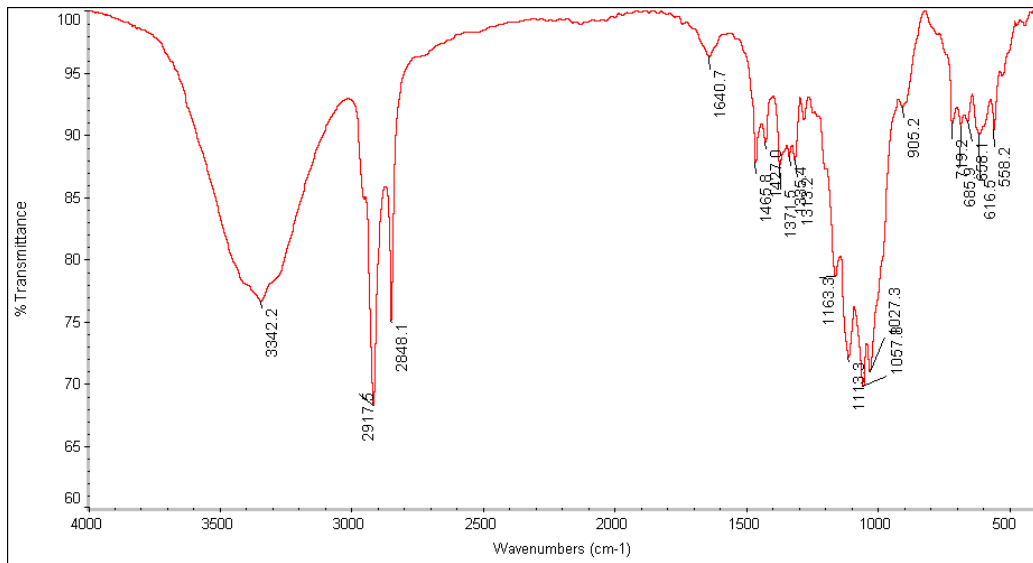
รูปที่ ข-4 อินฟราเรดสเปกตรัมของเซลลูโลสฟอสเฟตที่สังเคราะห์จากอัตราส่วนของ ไมโครคริสตัลลีนเซลลูโลส: กรดฟอสฟอริก: ยูเรียเท่ากับ 1:2:10 (5UMCCP)



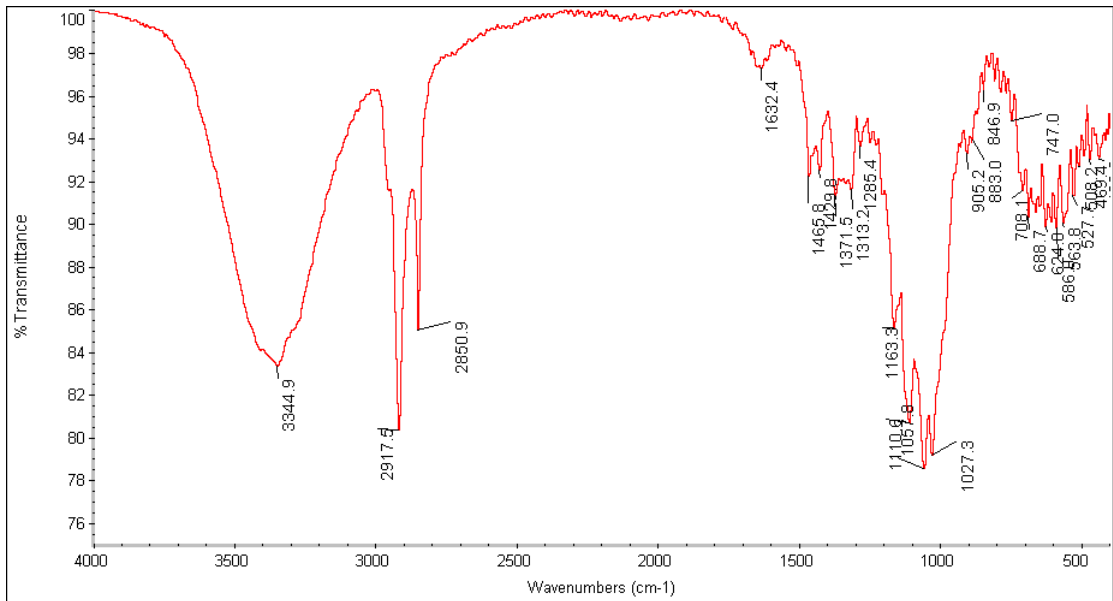
รูปที่ ข-5 อินฟราเรดสเปกตรัมของเซลลูโลสดัดแปรด้วยซิลีนอัตราส่วน Si:MCC 1:1 (SiMCC11)



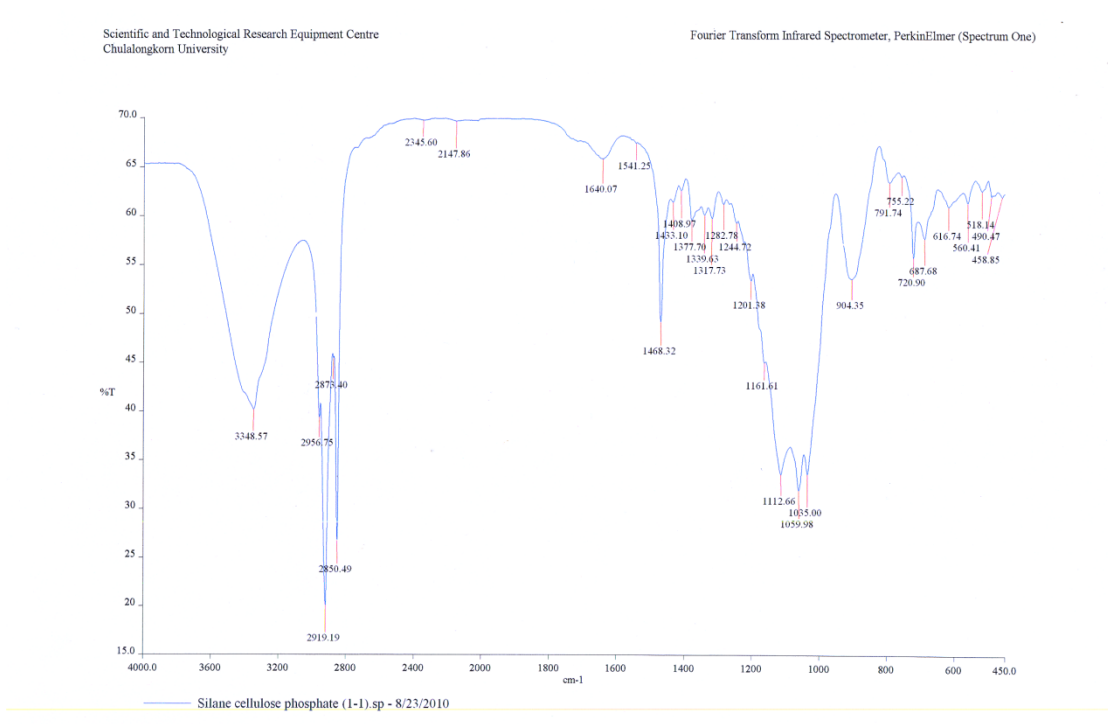
รูปที่ ข-6 อินฟราเรดสเปกตรัมของเซลลูโลสดัดแปรด้วยซิลีนอัตราส่วน Si:MCC 1:2 (SiMCC12)



รูปที่ ข-7 อินฟราเรดสเปกตรัมของเซลลูโลสดัดแปรด้วยซิลีนอัตราส่วน Si:MCC 1:3 (SiMCC13)

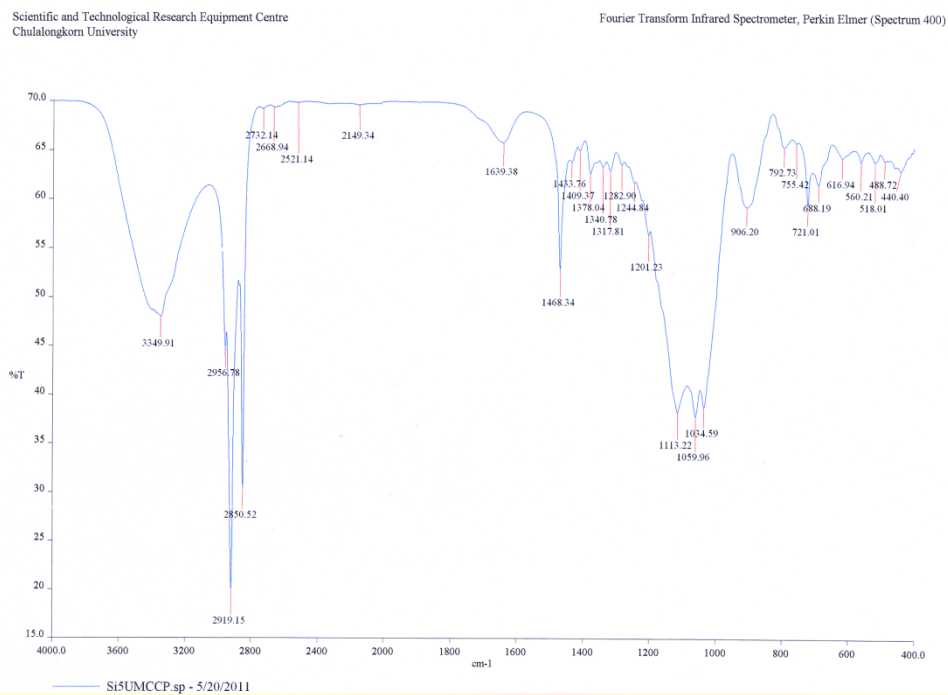


รูปที่ ข-8 อินฟราเรดสเปกตรัมของเซลลูโลสตัดแปรด้วยซิลีนอัตราส่วน Si:MCC 1:4 (SiMCC14)



รูปที่ ข-9 อินฟราเรดสเปกตรัมของเซลลูโลสฟอสเฟตสูตร 3UMCCP ตัดแปรด้วยซิลีนอัตราส่วน

Si:3UMCCP = 1:1 (Si3UMCCP)

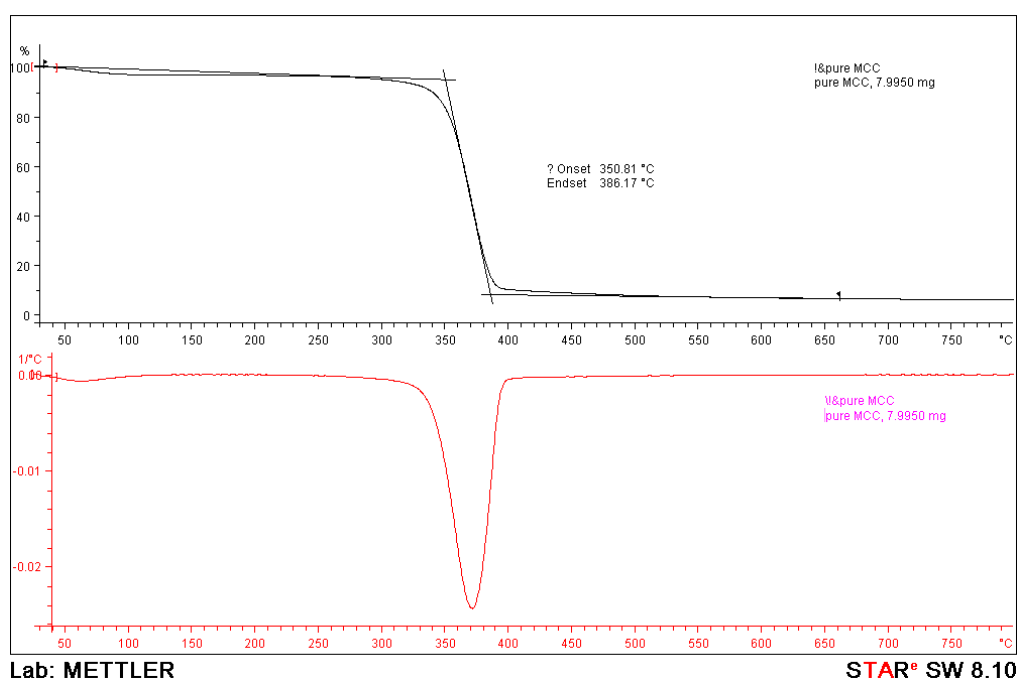


รูปที่ ข-10 อินฟราเรดสเปกตรัมของเซลลูโลสฟอสเฟตสูตร 5UMCCP ดัดแปรด้วยซิลิกาอัตราส่วน

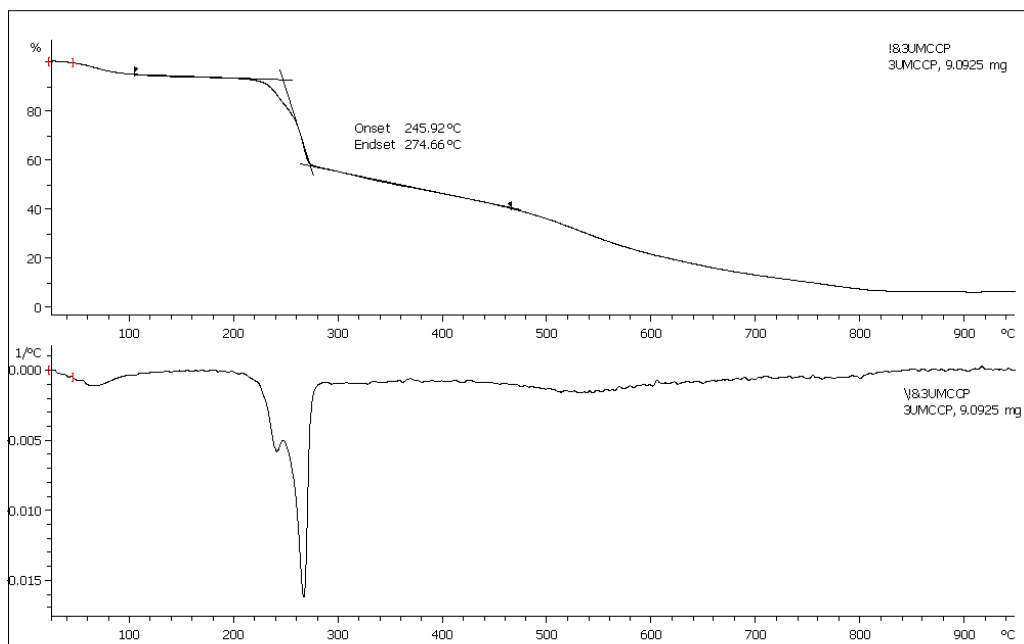
Si:5UMCCP = 1:1 (Si5UMCCP)

ภาคผนวก ค

ภาคผนวก ค.1 ผลการวิเคราะห์สมบัติทางความร้อนของผงตัวเต็ม มาตรฐานแบทช์และ
เส้นใยเชิงประกอบด้วยเทคนิค TGA และ DSC



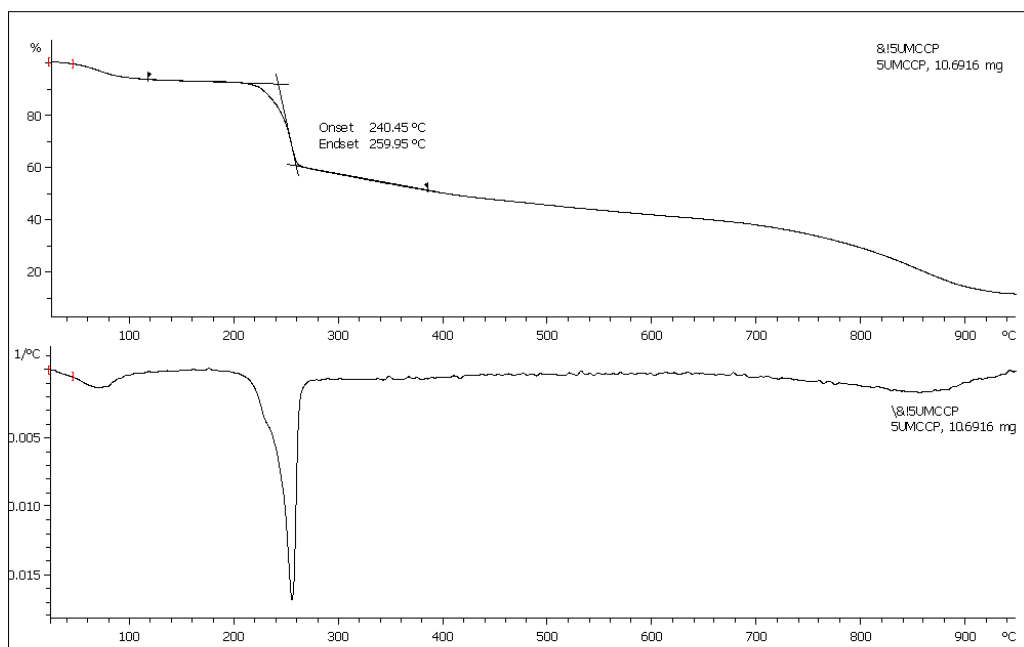
รูปที่ ค-1 TGA Thermogram ของผงไมโครคริสตัลไลน์เซลลูโลส (MCC)



Lab: METTLER

STAR[®] SW 10.00

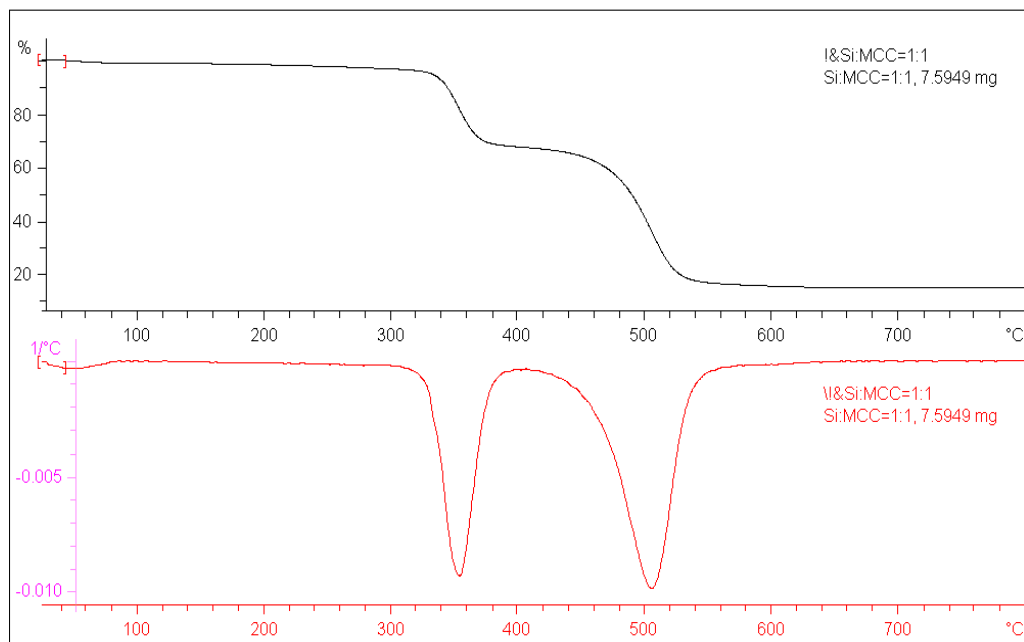
รูปที่ ค-2 TGA Thermogram ของผงเซลลูโลสฟอสเฟตที่สังเคราะห์จากอัตราส่วนของ
ไมโครคริสตัลไลน์เซลลูโลส: กรดฟอสฟอริก: ยูเรียเท่ากับ 1:2:6 (3UMCCP)



Lab: METTLER

STAR[®] SW 10.00

รูปที่ ค-3 TGA Thermogram ของผงเซลลูโลสฟอสเฟตที่สังเคราะห์จากอัตราส่วนของ
ไมโครคริสตัลไลน์เซลลูโลส: กรดฟอสฟอริก: ยูเรียเท่ากับ 1:2:10(5UMCCP)

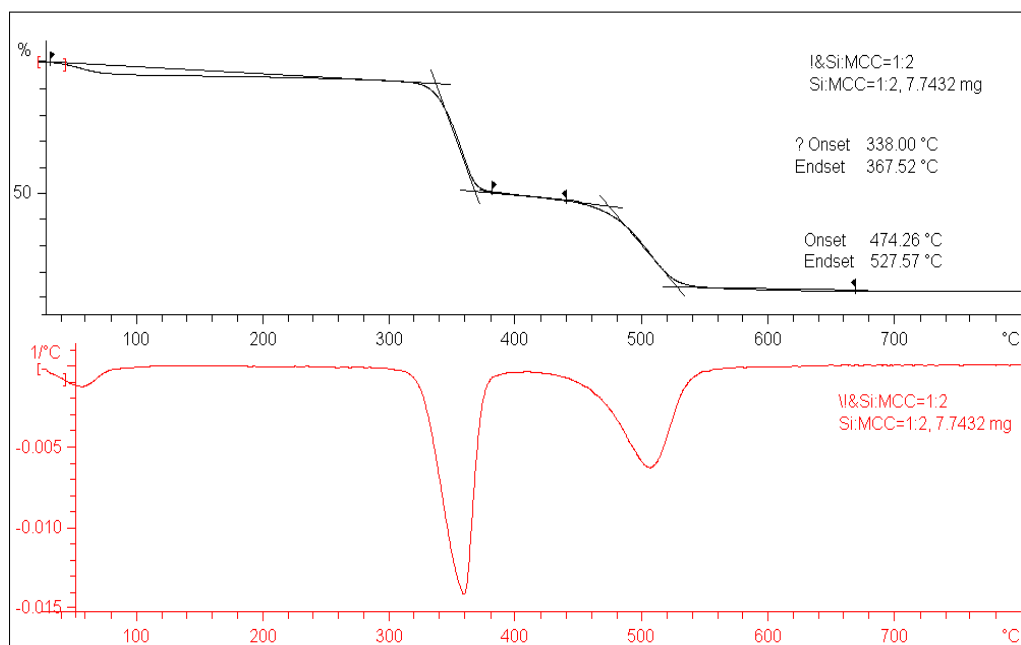


Lab: METTLER

STAR® SW 8.10

รูปที่ ค-4 TGA Thermogram ของผงเซลลูโลสตัดแปรด้วยซิเลนอัตราส่วน Si:MCC = 1:1

(SiMCC11)

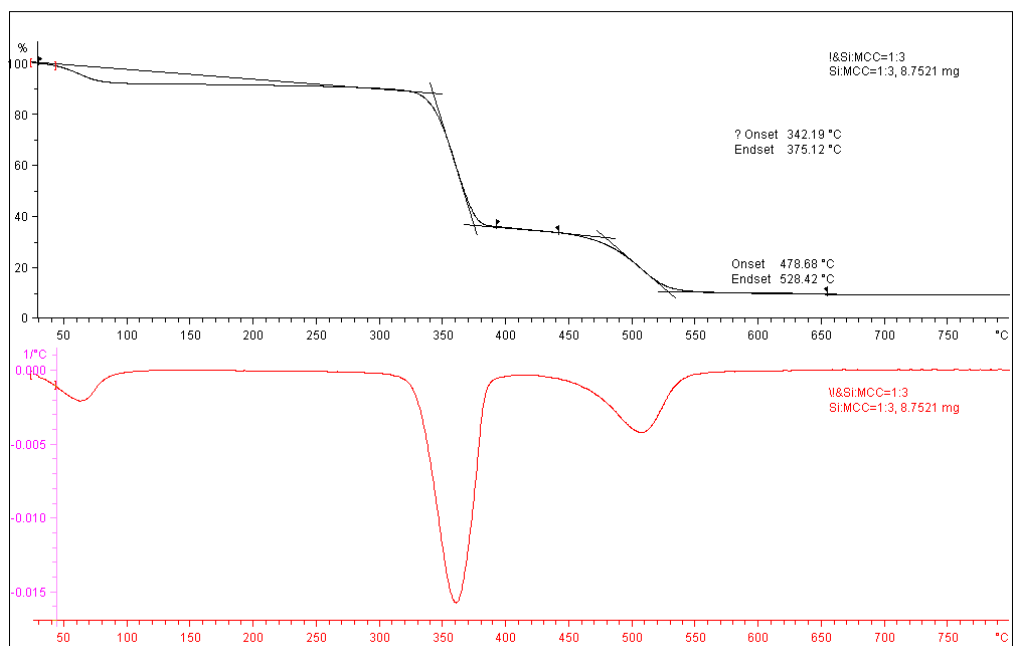


Lab: METTLER

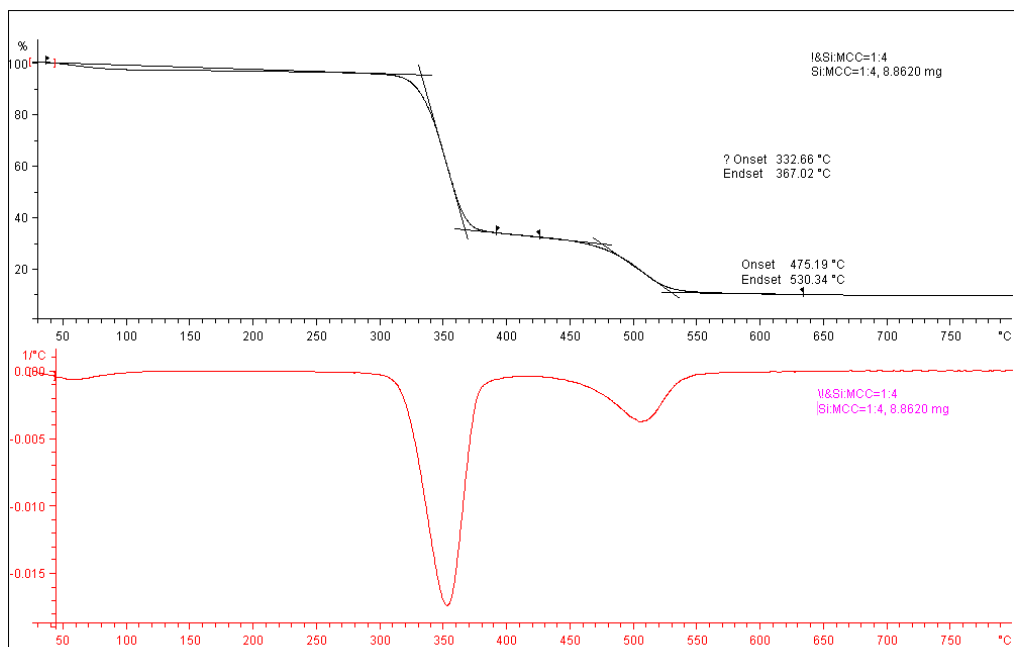
STAR® SW 8.10

รูปที่ ค-5 TGA Thermogram ของผงเซลลูโลสตัดแปรด้วยซิเลนอัตราส่วน Si:MCC = 1:2

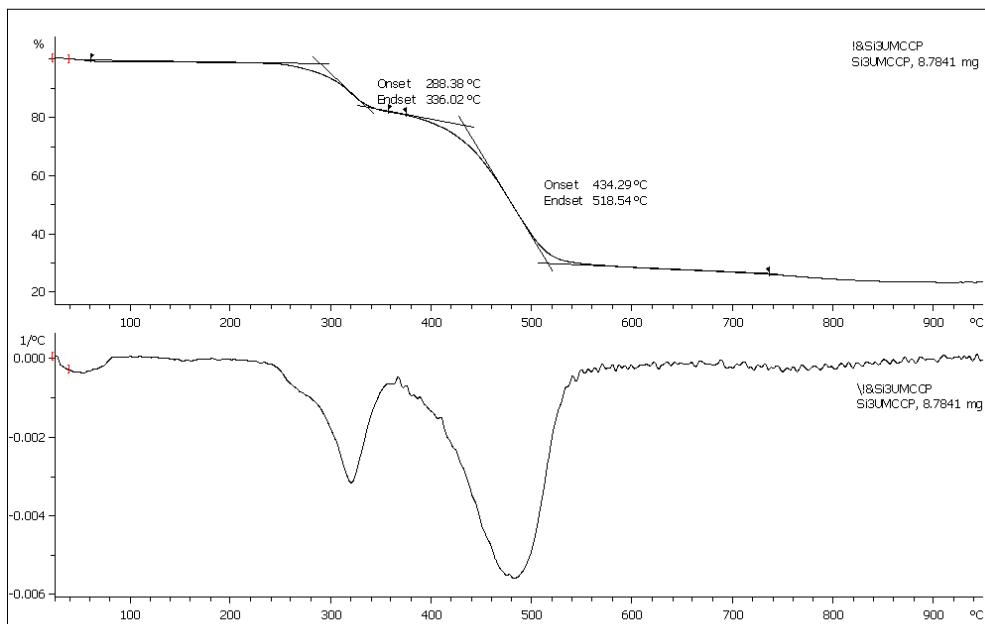
(SiMCC12)



Lab: METTLER STAR® SW 8.10
 รูปที่ ค-6 TGA Thermogram ของผงเซลลูโลสตัดแปรด้วยซิลินอัตราส่วน Si:MCC = 1:3
 (SiMCC13)



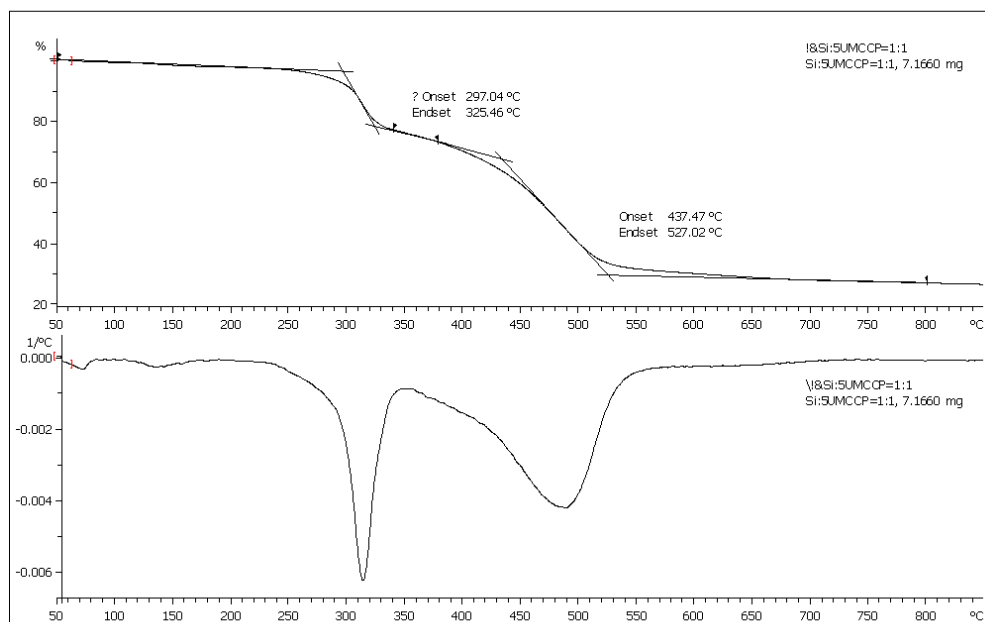
Lab: METTLER STAR® SW 8.10
 รูปที่ ค-7 TGA Thermogram ของผงเซลลูโลสตัดแปรด้วยซิลินอัตราส่วน Si:MCC = 1:4
 (SiMCC14)



Lab: METTLER

STAR® SW 10.00

รูปที่ ค-8 TGA Thermogram ของผงเซลลูโลสฟอสเฟตสูตร 3UMCCP ดัดแปรด้วยซิลิน
อัตราส่วน Si:3UMCCP1:1 (Si3UMCCP)

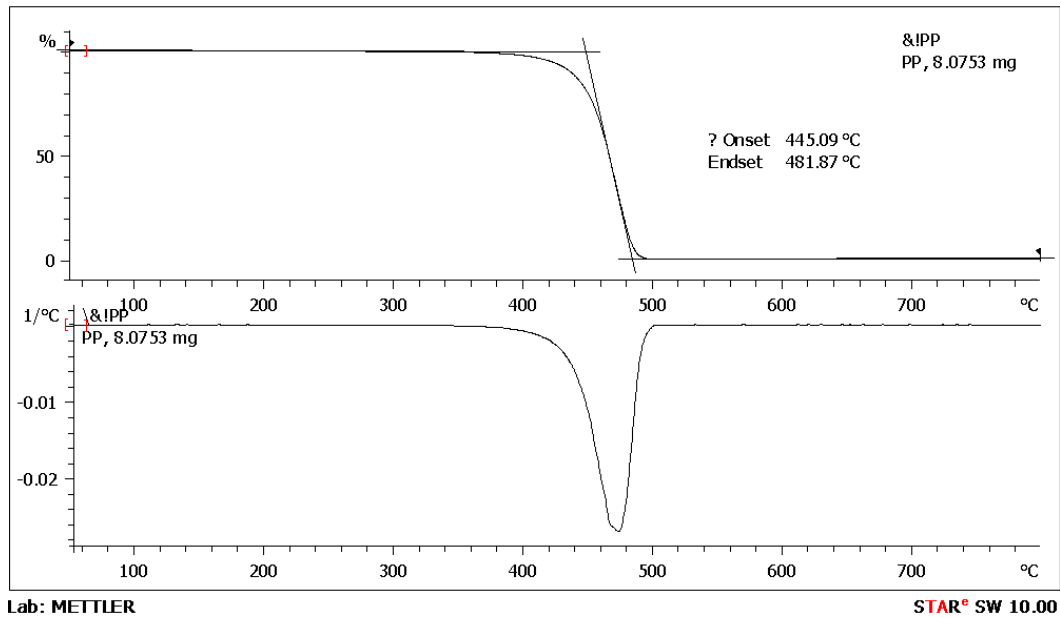


Lab: METTLER

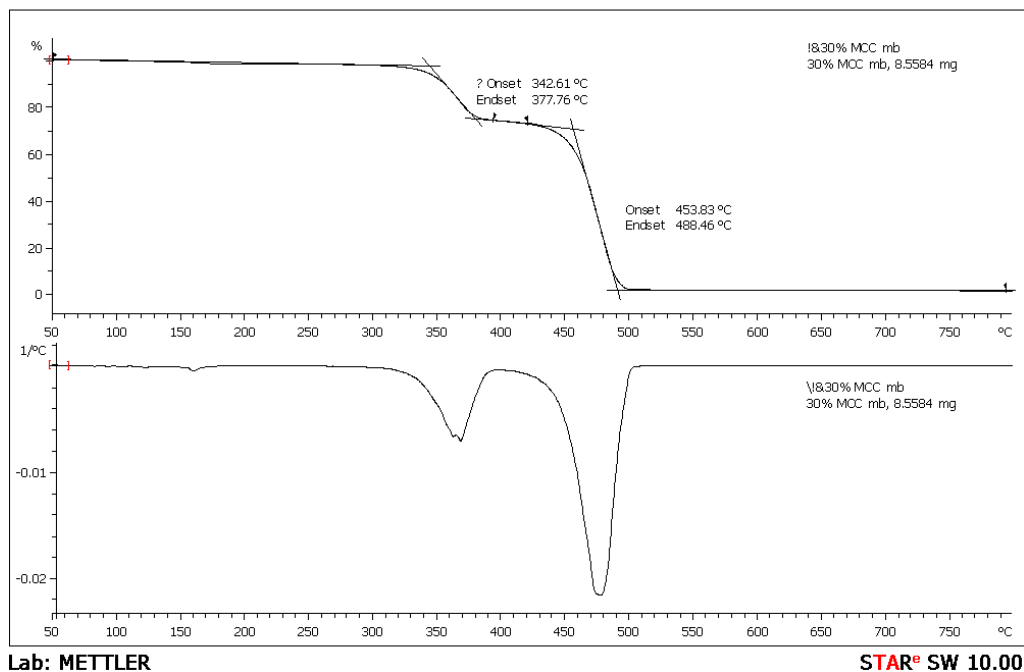
STAR® SW 10.00

รูปที่ ค-9 TGA Thermogram ของผงเซลลูโลสฟอสเฟตสูตร 5UMCCP ดัดแปรด้วยซิลิน
อัตราส่วน Si:5UMCCP1:1 (Si5UMCCP)

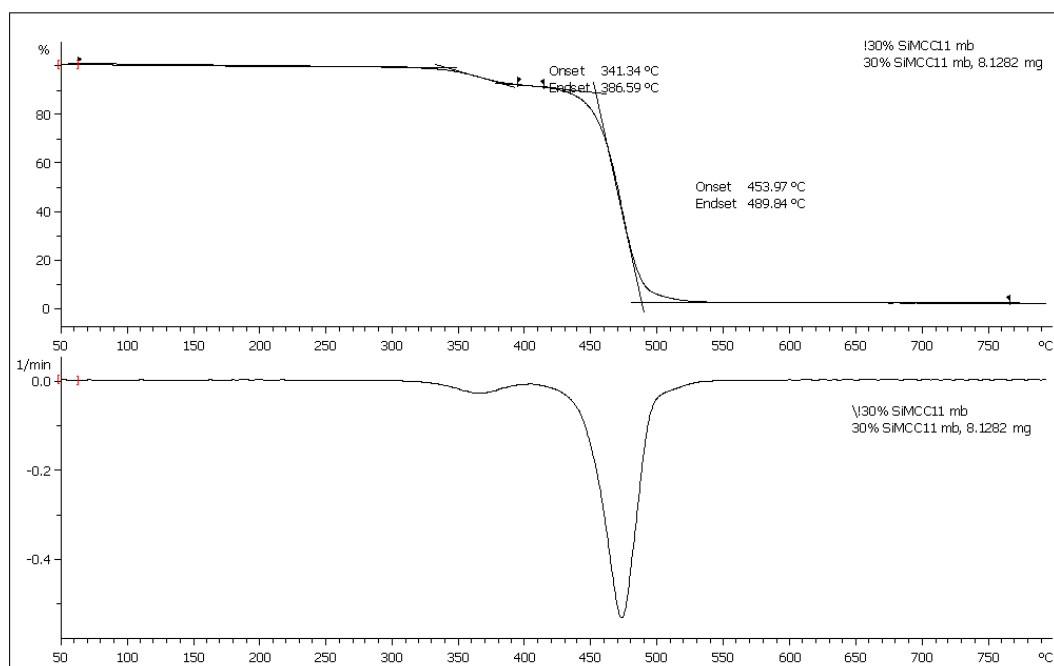
สมบัติทางความร้อนโดยเทคนิค TGA
 มาตรฐานแบทช์ เข้มข้นร้อยละ 30 โดยน้ำหนัก



รูปที่ ค-10 TGA Thermogram ของพอลิโพรพิลีน (PP MB)



รูปที่ ค-11 TGA Thermogram ของมาตรฐานแบทช์ไมโครคริสตัลไลน์เซลลูโลส เข้มข้นร้อยละ 30 ในพอลิโพรพิลีน (MCC/PP MB)

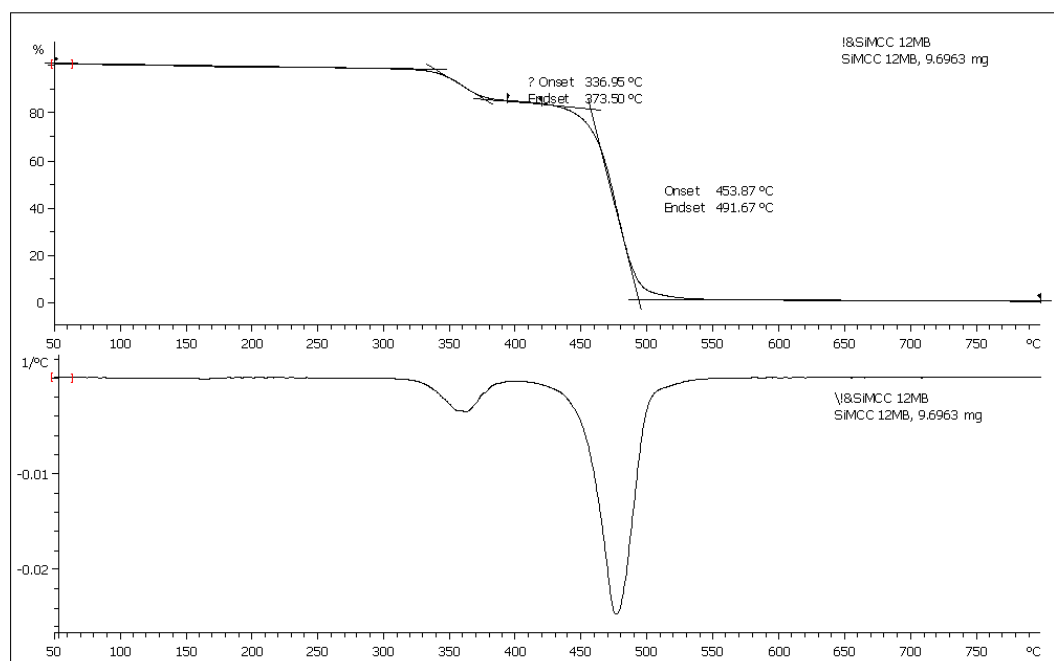


Lab: METTLER

STAR® SW 10.00

รูปที่ ค-12 TGA Thermogram ของวัสดุเทอร์เบทซ์เซลลูโลสตัดแปรด้วยออร์แกโนซิเลนสูตร

SiMCC11 เข้มข้นร้อยละ 30 ในพอลิโพรพิลีน (SiMCC11/PP MB)

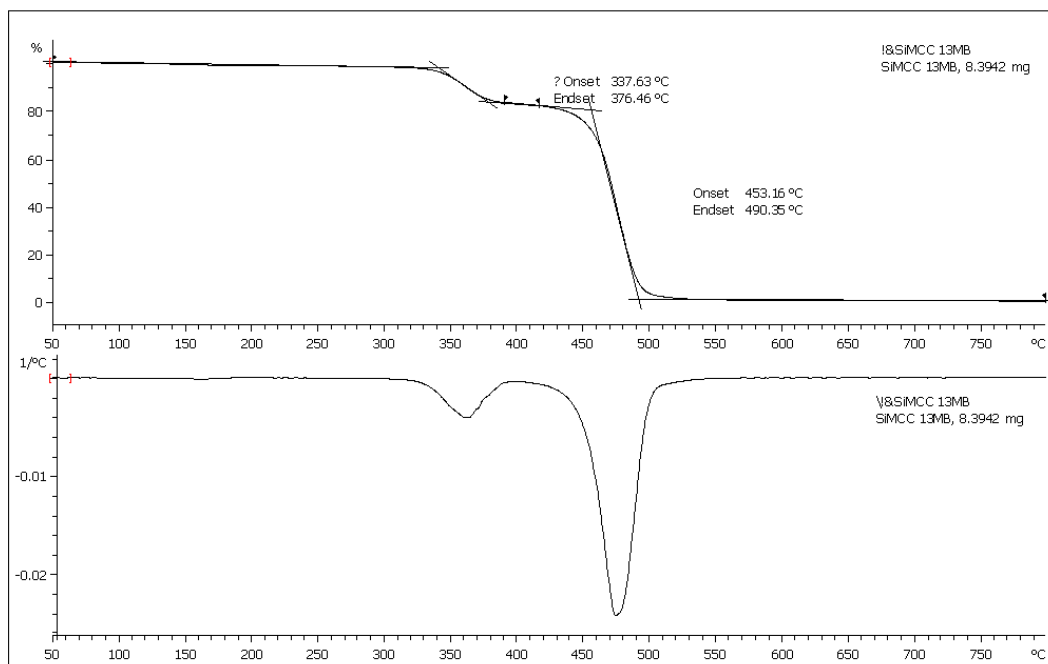


Lab: METTLER

STAR® SW 10.00

รูปที่ ค-13 TGA Thermogram ของวัสดุเทอร์เบทซ์เซลลูโลสตัดแปรด้วยออร์แกโนซิเลนสูตร

SiMCC12 เข้มข้นร้อยละ 30 ในพอลิโพรพิลีน (SiMCC12/PP MB)

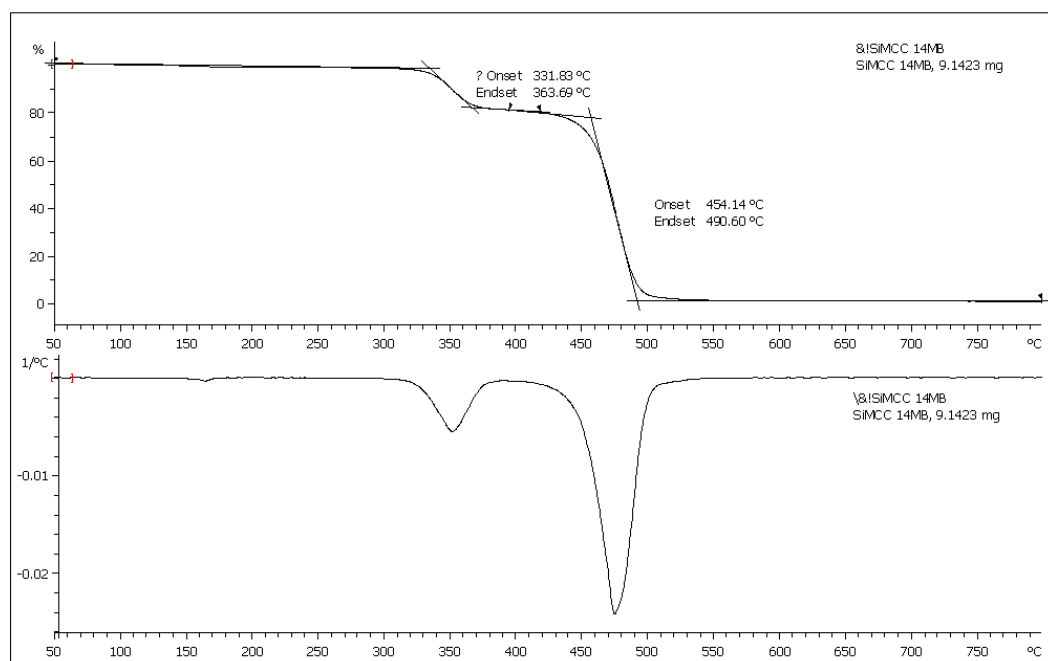


Lab: METTLER

STAR® SW 10.00

รูปที่ ค-14 TGA Thermogram ของมาตรฐานเบทซ์เซลลูโลสตัดแปรด้วยออร์แกโนซิลิโคนสูตร

SiMCC13 เข้มข้นร้อยละ 30 ในพอลิโพรพิลีน (SiMCC13/PP MB)

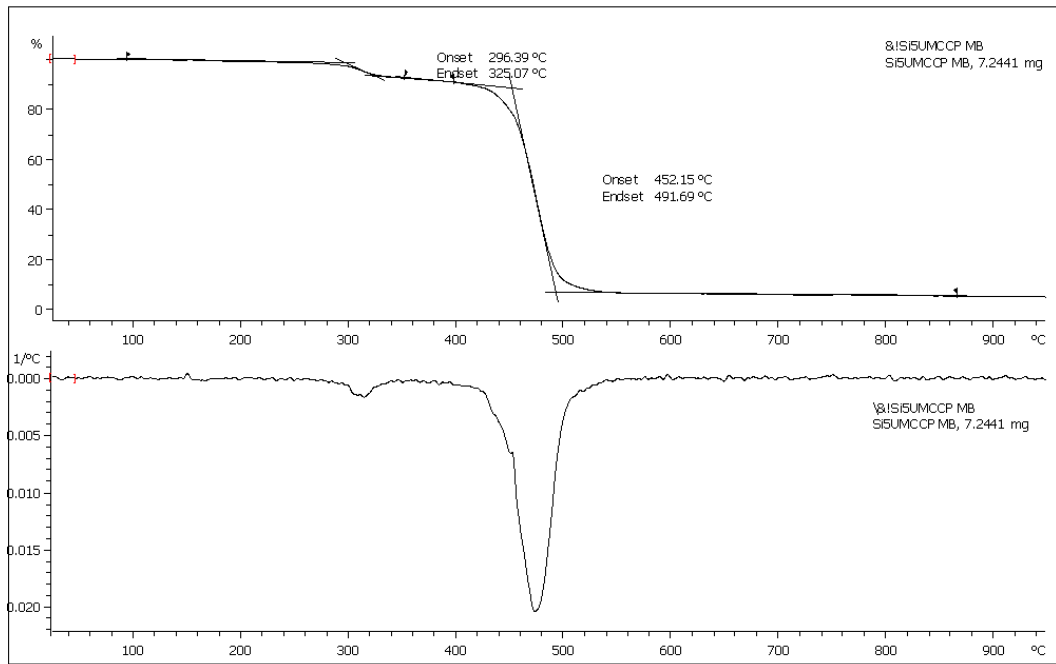


Lab: METTLER

STAR® SW 10.00

รูปที่ ค-15 TGA Thermogram ของมาตรฐานเบทซ์เซลลูโลสตัดแปรด้วยออร์แกโนซิลิโคนสูตร

SiMCC14 เข้มข้นร้อยละ 30 ในพอลิโพรพิลีน (SiMCC14/PP MB)

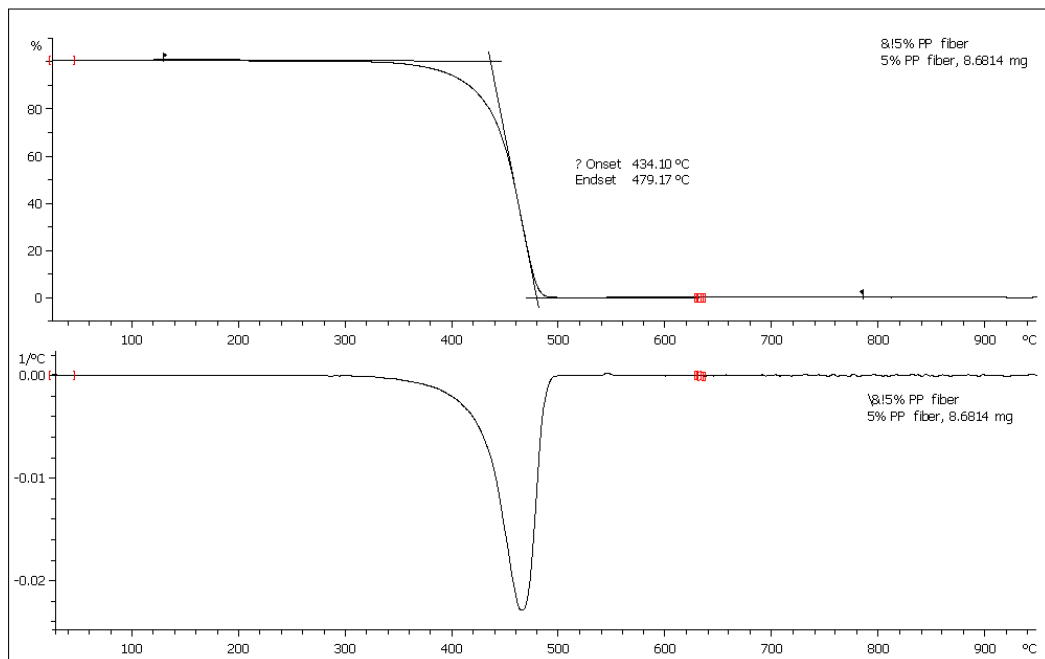


Lab: METTLER

STAR® SW 10.00

รูปที่ ค-16 TGA Thermogram ของมาตรฐานเบสเซลลูโลสฟอสเฟตตัดแปรด้วยออร์แกนอซิลเลน สูตร Si5UMCCP เข้มข้นร้อยละ 30 ในพอลิโพรพิลีน (SiMCCP/PP MB)

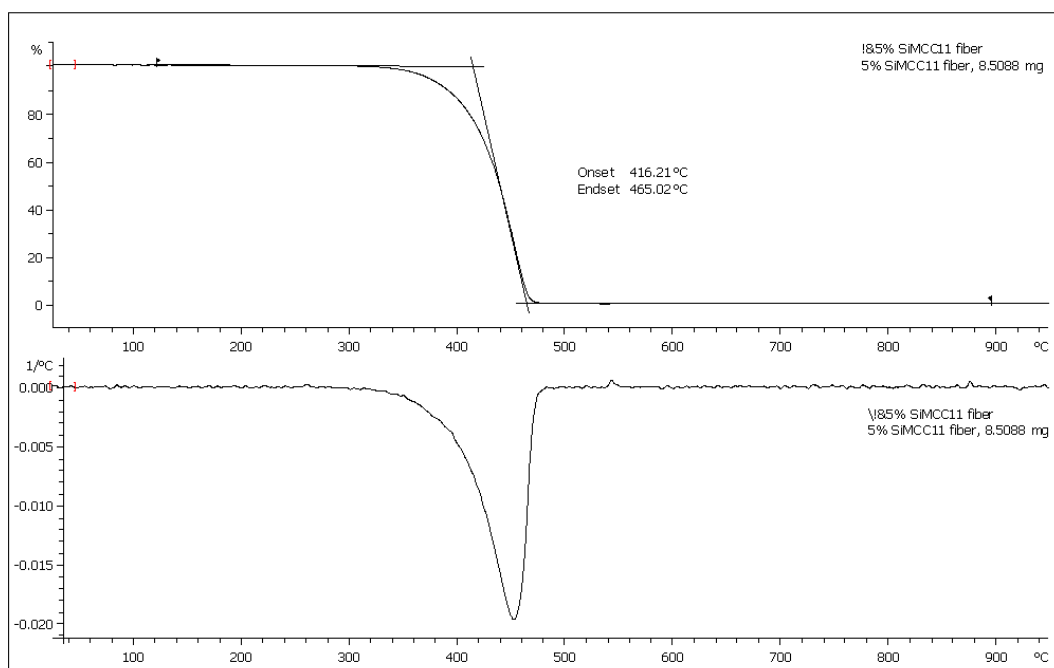
สมบัติทางความร้อนโดยเทคนิค TGA
เส้นใยเชิงประกอบ เข้มข้นร้อยละ 5 โดยน้ำหนัก



Lab: METTLER

STAR® SW 10.00

รูปที่ ค-17 TGA Thermogram ของเส้นใยพอลิโพรพิลีนเข้มข้นร้อยละ 5

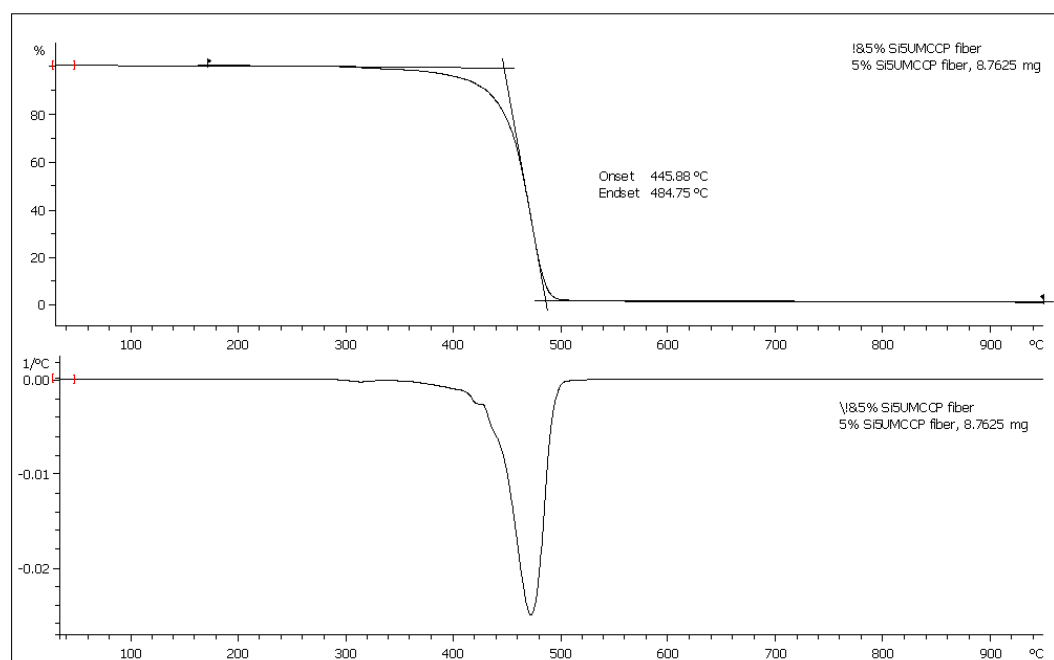


Lab: METTLER

STAR® SW 10.00

รูปที่ ค-18 TGA Thermogram ของเส้นใยเชิงประกอบเซลลูโลสตัดแปรด้วยออร์แกโนซิลิโคนสูตร

SiMCC11 เข้มข้นร้อยละ 5 ในพอลิโพรพิลีน (5% SiMCC11/PP fiber)



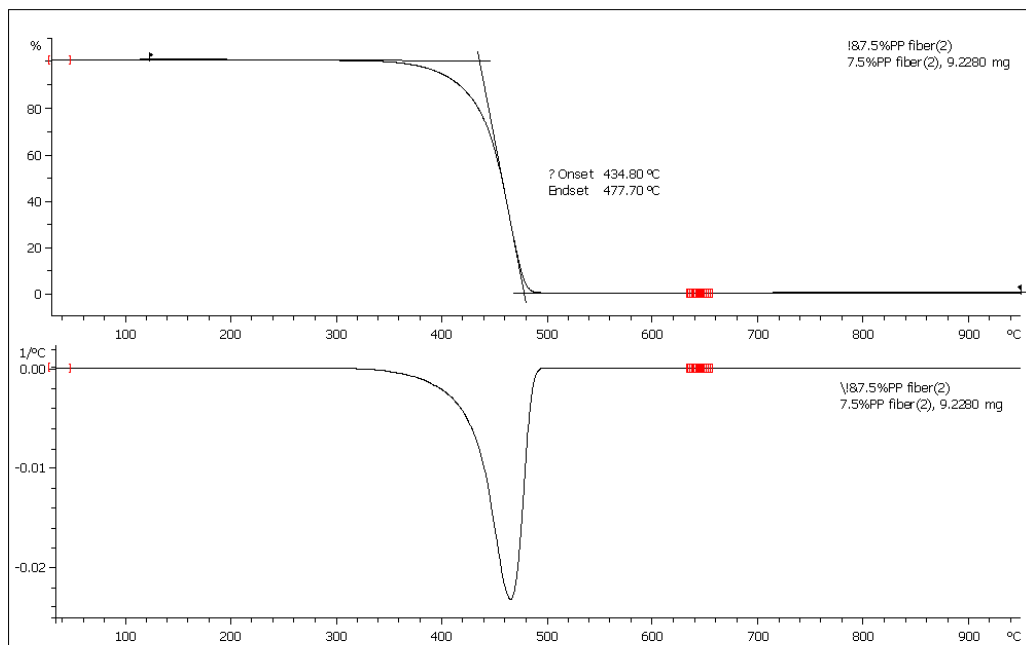
Lab: METTLER

STAR® SW 10.00

รูปที่ ค-19 TGA Thermogram ของเส้นใยเชิงประกอบเซลลูโลสฟอสเฟตตัดแปรด้วย

ออร์แกโนซิลิโคนสูตร SiMCCP เข้มข้นร้อยละ 5 ในพอลิโพรพิลีน (5% SiMCCP/PP fiber)

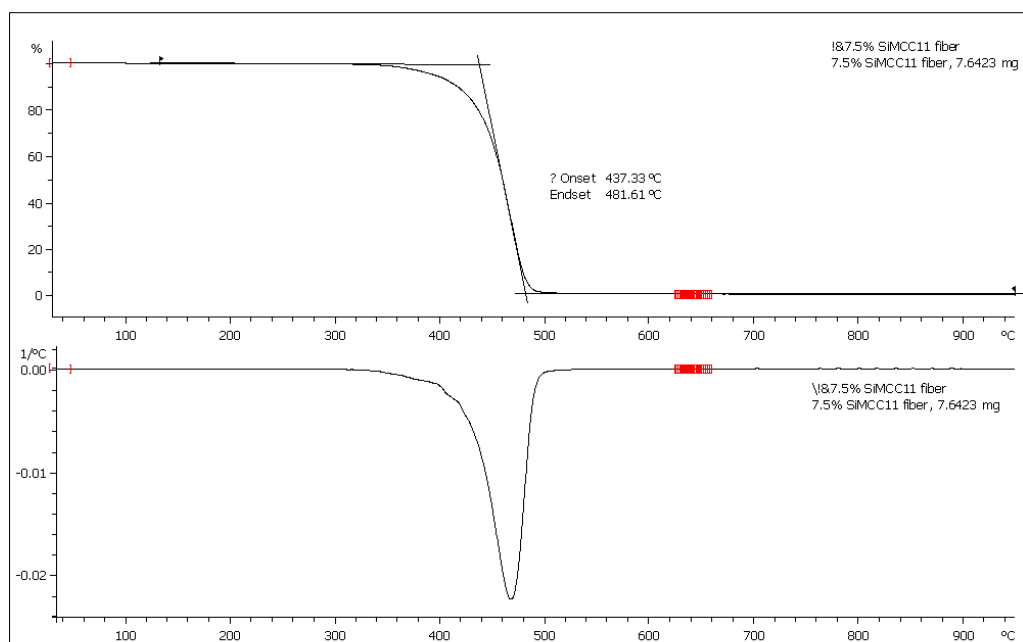
สมบัติทางความร้อนโดยเทคนิค TGA
เส้นใยเชิงประกอบ เข้มข้นร้อยละ 7.5 โดยน้ำหนัก



Lab: METTLER

STAR® SW 10.00

รูปที่ ค-20 TGA Thermogram ของเส้นใยพอลิโพรพิลีนเข้มข้นร้อยละ 7.5

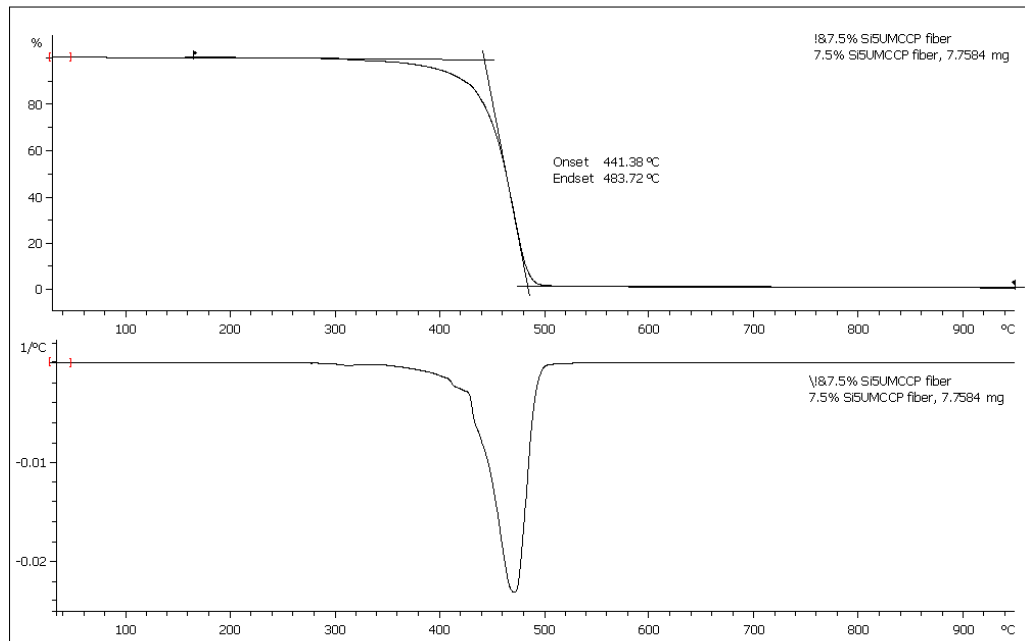


Lab: METTLER

STAR® SW 10.00

รูปที่ ค-21 TGA Thermogram ของเส้นใยเชิงประกอบเซลลูโลสตัดแปรรด้วยออร์แกโนซิลิโคนสูตร

SIMCC11 เข้มข้นร้อยละ 7.5 ในพอลิโพรพิลีน (7.5% SiMCC11/PP fiber)

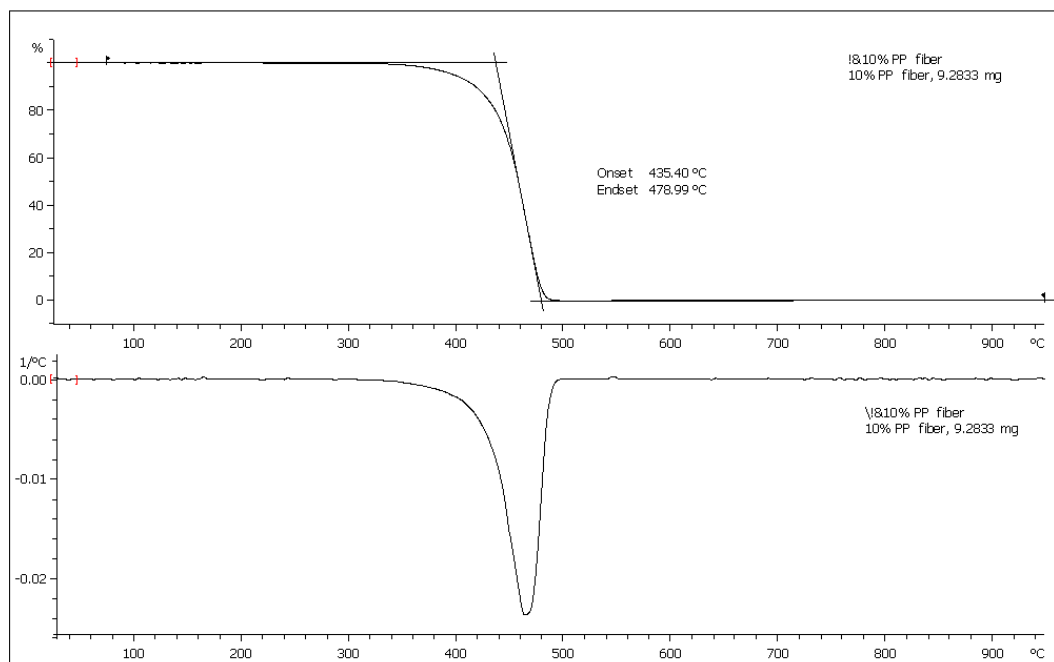


Lab: METTLER

STAR® SW 10.00

รูปที่ ค-22 TGA Thermogram ของเส้นใยเชิงประกอบเซลลูโลสฟอสเฟตตัดแปรด้วย
ออร์แกโนซิลิโคนสูตร SiMCCP เข้มข้นร้อยละ 7.5 ในพอลิโพรพิลีน (7.5% SiMCCP/PP fiber)

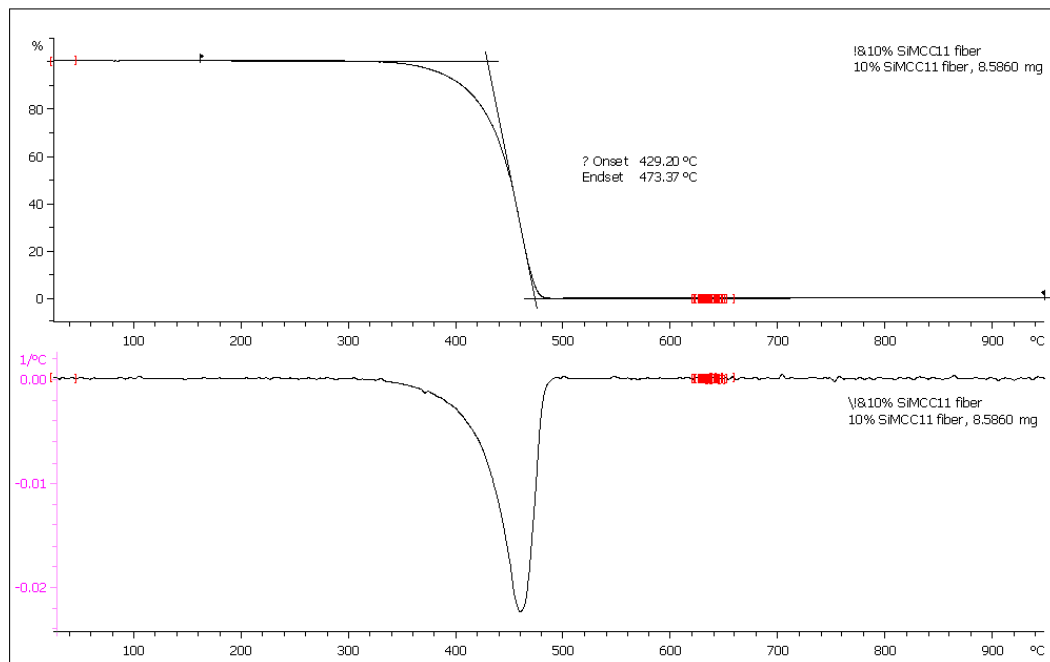
สมบัติทางความร้อนโดยเทคนิค TGA เส้นใยเชิงประกอบ เข้มข้นร้อยละ 10 โดยน้ำหนัก



Lab: METTLER

STAR® SW 10.00

รูปที่ ค-23 TGA Thermogram ของเส้นใยพอลิโพรพิลีนเข้มข้นร้อยละ 10

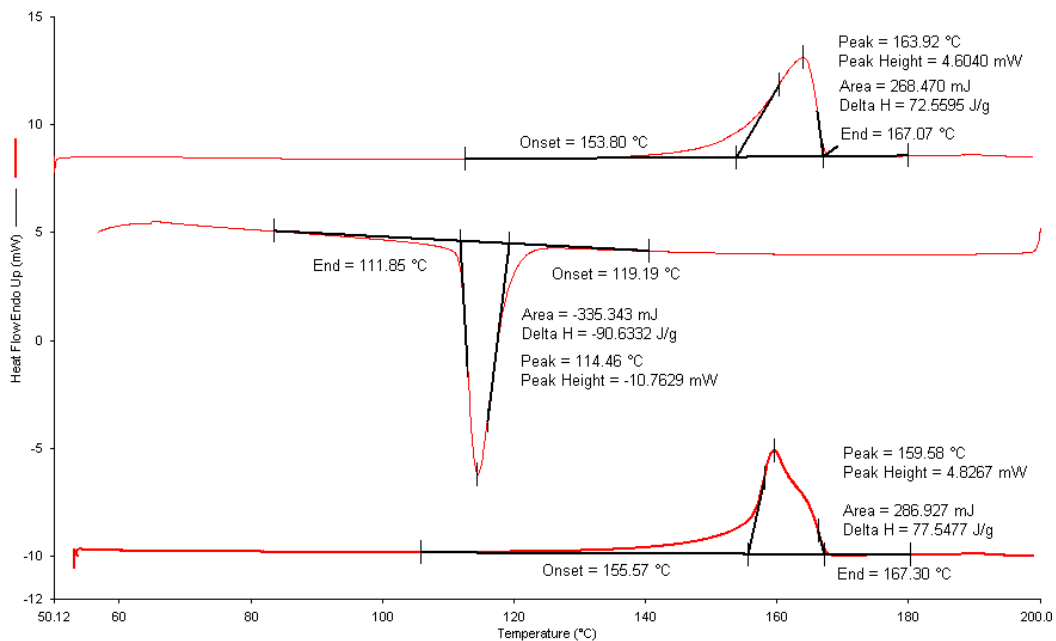


Lab: METTLER

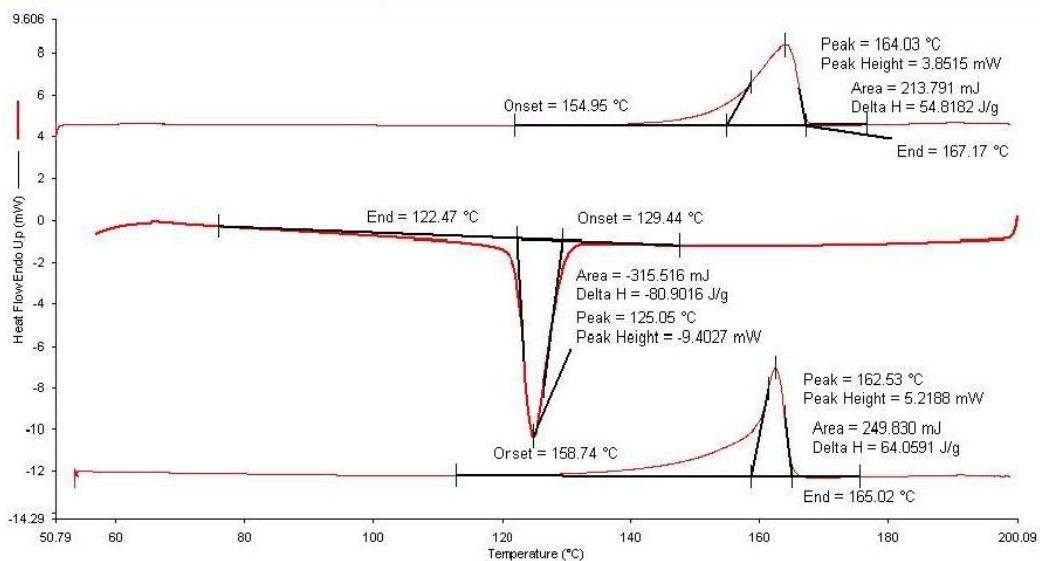
STAR® SW 10.00

รูปที่ ค-24 TGA Thermogram ของเส้นใยเชิงประกอบเซลลูโลสตัดแปรด้วยออร์แกโนซิลิโคนสูตร SiMCC11 เข้มข้นร้อยละ 10 ในพอลิโพรพิลีน (10% SiMCC11/PP fiber)

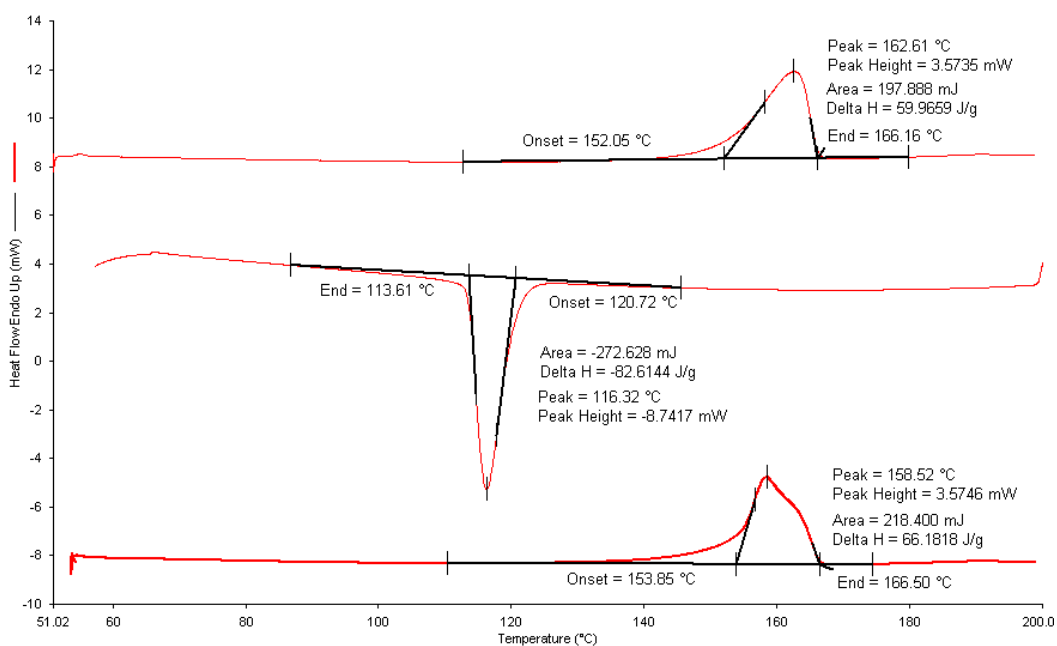
สมบัติทางความร้อนโดยเทคนิค DSC
 มาสเตอร์แบทช์ เข้มข้นร้อยละ 30 โดยน้ำหนัก



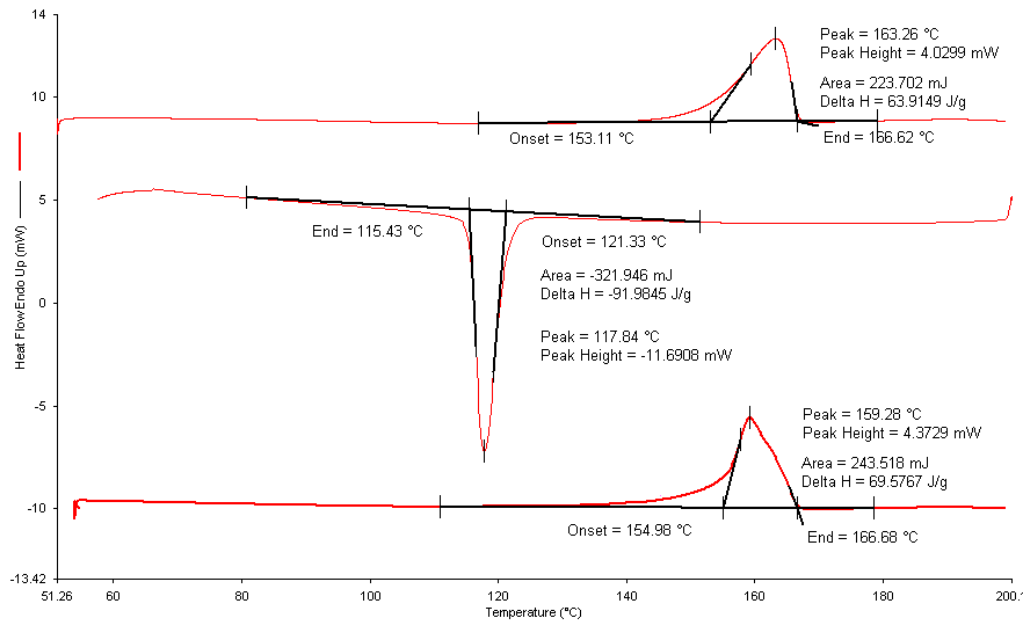
รูปที่ ค-25 DSC Thermogram ของพอลิโพรพิลีน



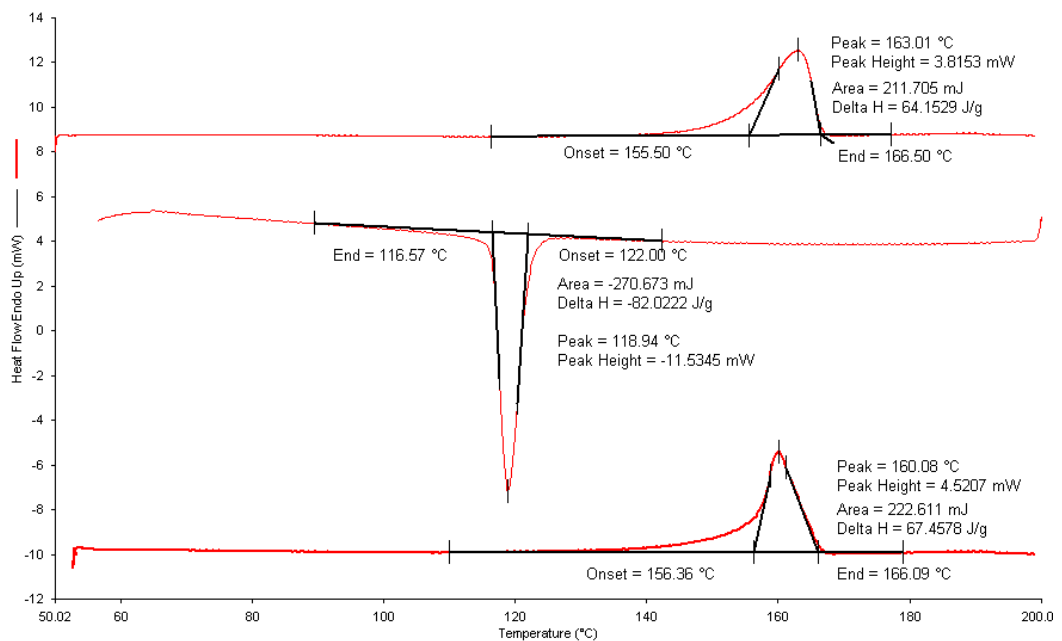
รูปที่ ค-26 DSC Thermogram ของมาสเตอร์แบทช์ไมโครคริสตัลไลน์เซลลูโลส เข้มข้นร้อยละ 30 ในพอลิโพรพิลีน (MCC/PP MB)



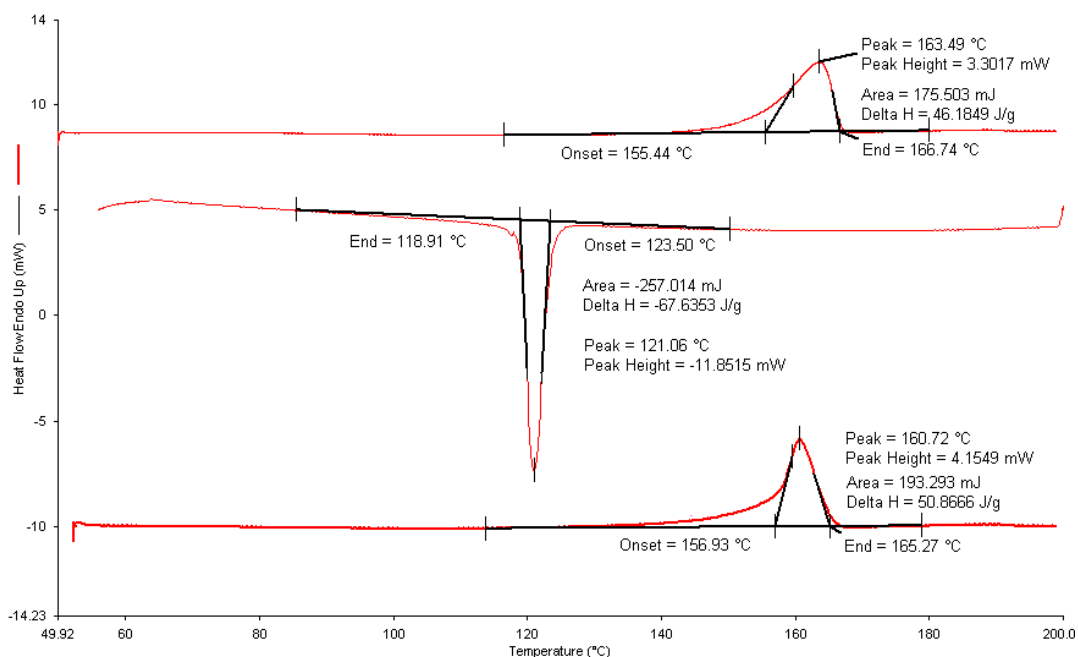
รูปที่ ค-27 DSC Thermogram ของมาสเตอร์แบทช์เซลลูโลสดัดแปรด้วยออร์แกโนซิลิโคนสูตร SiMCC11 เข้มข้นร้อยละ 30 ในพอลิโพรพิลีน (SiMCC11/PP MB)



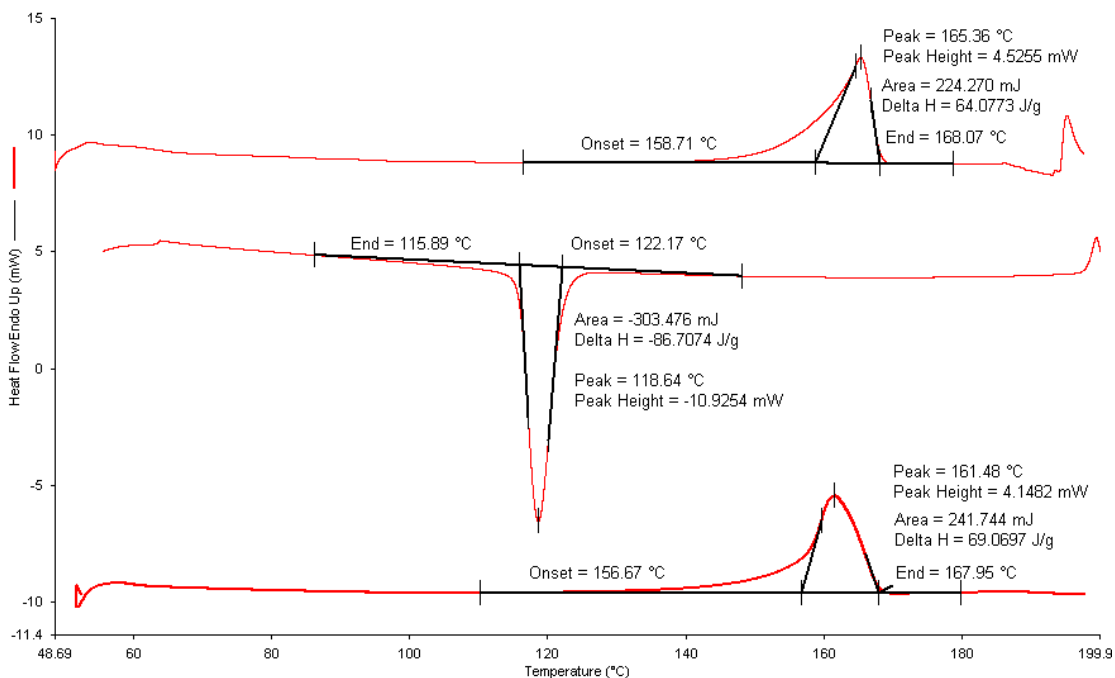
รูปที่ ค-28 DSC Thermogram ของวัสดุเทอร์เบปท์เซลลูโลสตัดแปรด้วยออร์แกนิกซิลิโคนสูตร SiMCC12 เข้มข้นร้อยละ 30 ในพอลิโพรพิลีน (SiMCC12/PP MB)



รูปที่ ค-29 DSC Thermogram ของวัสดุเทอร์เบปท์เซลลูโลสตัดแปรด้วยออร์แกนิกซิลิโคนสูตร SiMCC13 เข้มข้นร้อยละ 30 ในพอลิโพรพิลีน (SiMCC13/PP MB)

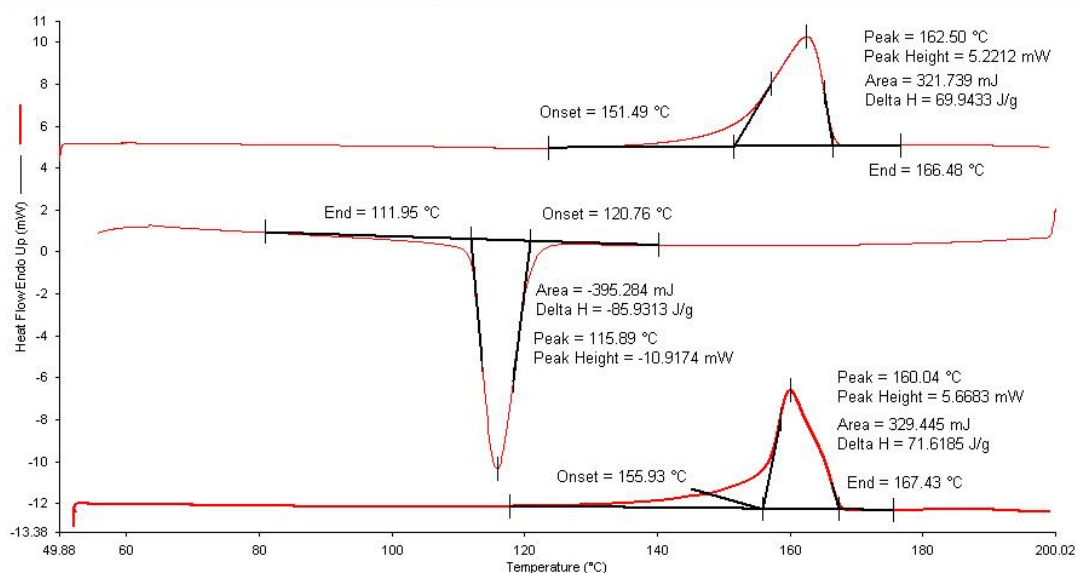


รูปที่ ค-30 DSC Thermogram ของวัสดุเทอร์แบทซ์เซลลูโลสตัดแปรรด้วยออร์แกนิกซิลิโคนสูตร SiMCC14 เข้มข้นร้อยละ 30 ในพอลิโพรพิลีน (SiMCC14/PP MB)

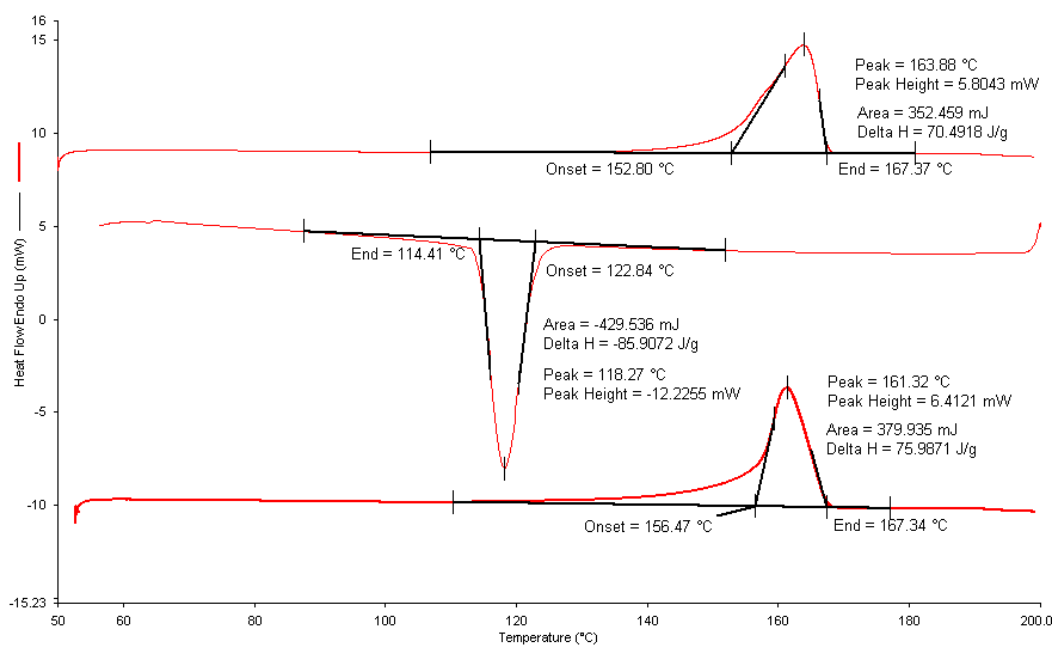


รูปที่ ค-31 DSC Thermogram ของวัสดุเทอร์แบทซ์เซลลูโลสฟอสเฟตตัดแปรรด้วยออร์แกนิกซิลิโคนสูตร SiMCCP เข้มข้นร้อยละ 30 ในพอลิโพรพิลีน (SiMCCP/PP MB)

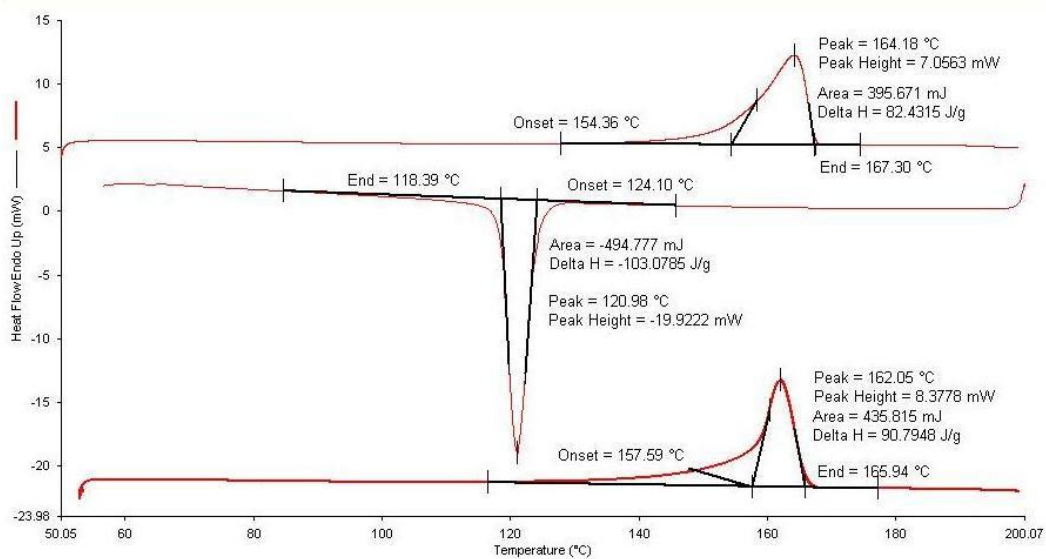
สมบัติทางความร้อนโดยเทคนิค DSC
เส้นใยที่มีความเข้มข้นของตัวเติมร้อยละ 5 โดยน้ำหนัก



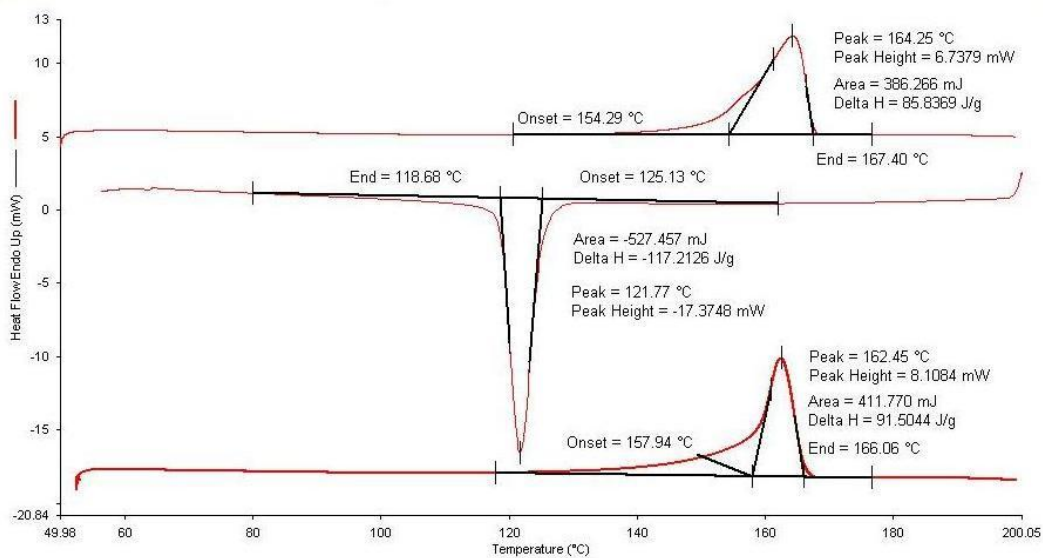
รูปที่ ค-32 DSC Thermogram ของเส้นใยพอลิโพรพิลีน



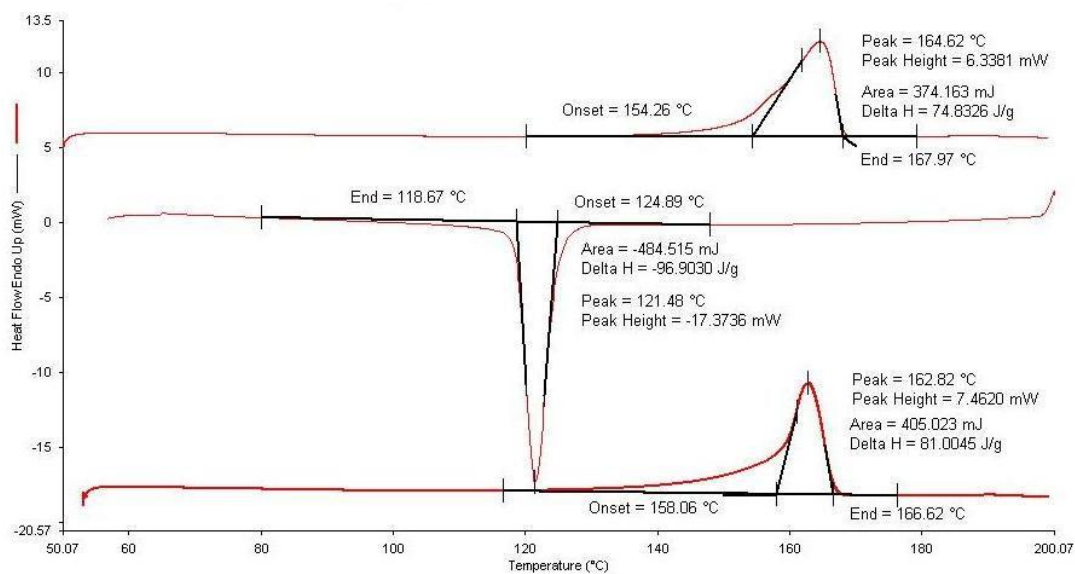
รูปที่ ค-33 DSC Thermogram ของเส้นใยเชิงประกอบเซลลูโลสตัดแปรด้วยออร์แกโนซิลิโคนสูตร
SiMCC11 เข้มข้นร้อยละ 5 โดยน้ำหนัก/พอลิโพรพิลีน (5% SiMCC11/PP fiber)



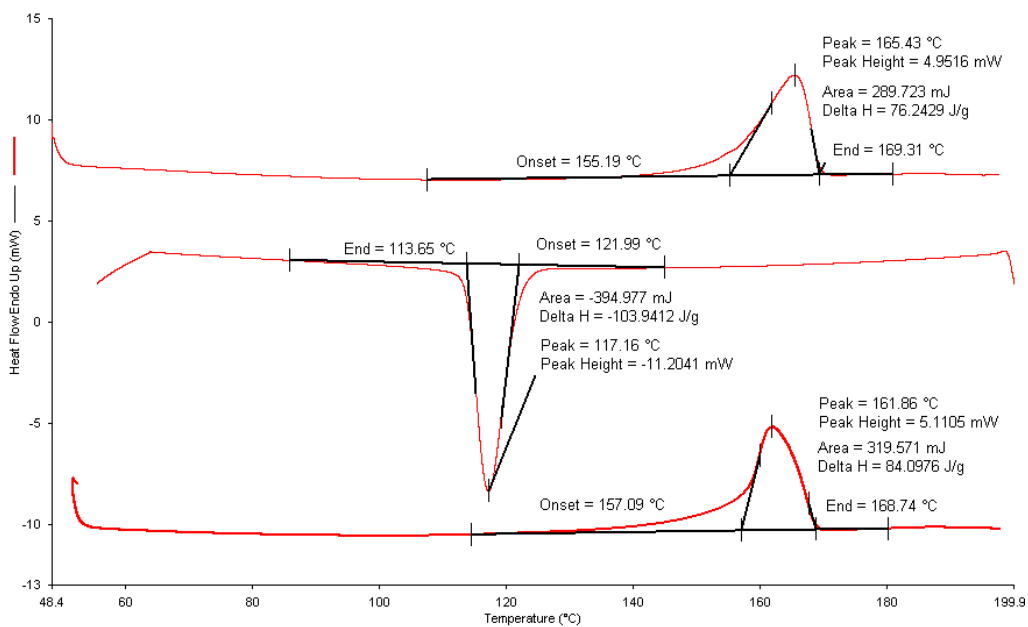
รูปที่ ค-34 DSC Thermogram ของเส้นใยเชิงประกอบเซลลูโลสตัดแปรด้วยออร์แกนอซิลเลนสูตร SiMCC12 เข้มข้นร้อยละ 5 โดยน้ำหนัก/พอลิโพรพิลีน (5% SiMCC12/PP fiber)



รูปที่ ค-35 DSC Thermogram ของเส้นใยเชิงประกอบเซลลูโลสตัดแปรด้วยออร์แกนอซิลเลนสูตร SiMCC13 เข้มข้นร้อยละ 5 โดยน้ำหนัก/พอลิโพรพิลีน (5% SiMCC13/PP fiber)

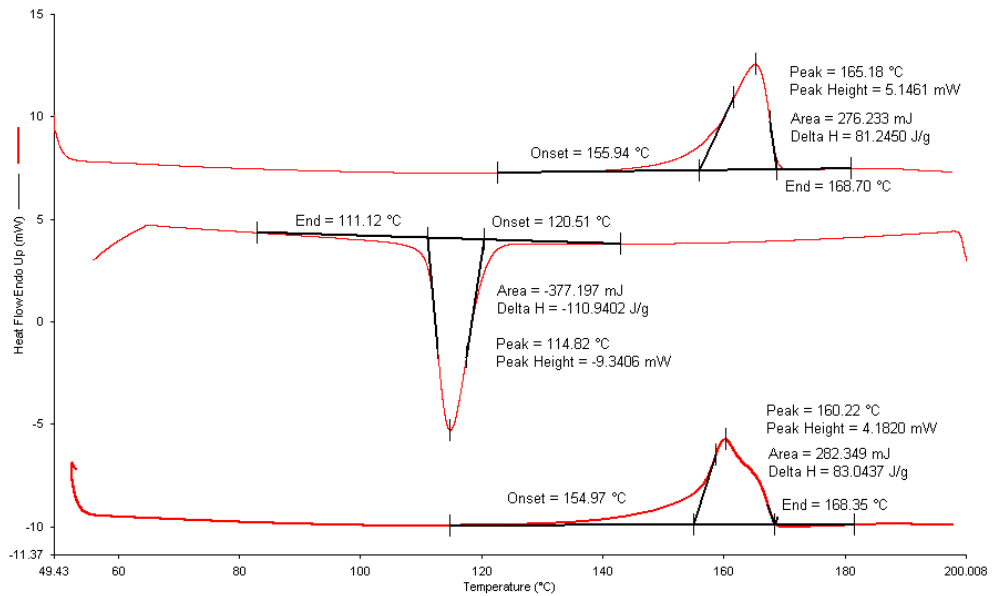


รูปที่ ค-36 DSC Thermogram ของเส้นใยเชิงประกอบเซลลูโลสตัดแปรด้วยออร์แกโนซิลิโคนสูตร SIMCC14 เข้มข้นร้อยละ 5 โดยน้ำหนัก/พอลิโพรพิลีน (5% SiMCC14/PP fiber)

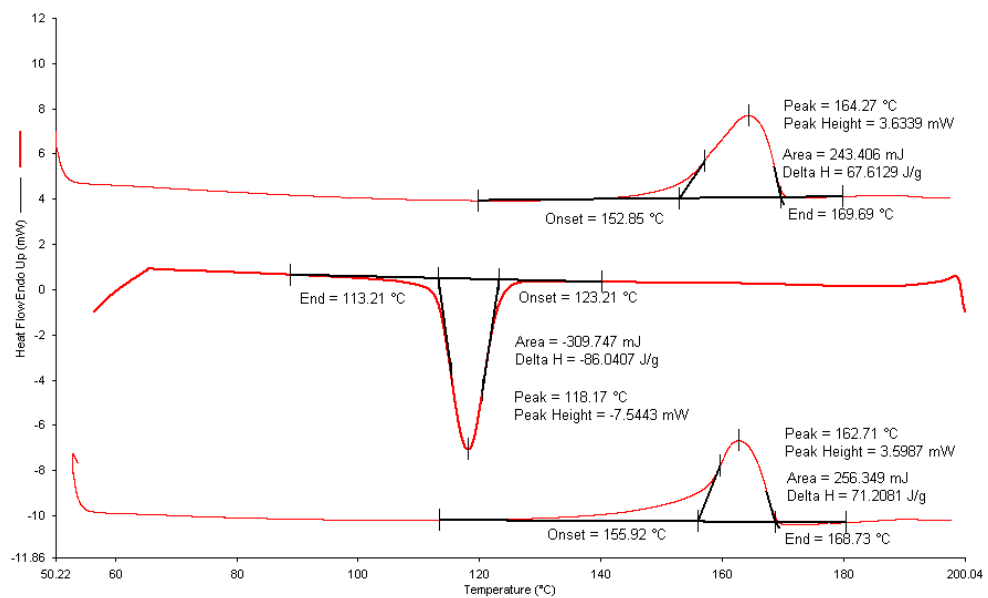


รูปที่ ค-37 DSC Thermogram ของเส้นใยเชิงประกอบเซลลูโลสฟอสเฟตตัดแปรด้วยออร์แกโนซิลิโคนสูตร SiMCCP เข้มข้นร้อยละ 5 โดยน้ำหนัก/พอลิโพรพิลีน (5% SiMCCP/PP fiber)

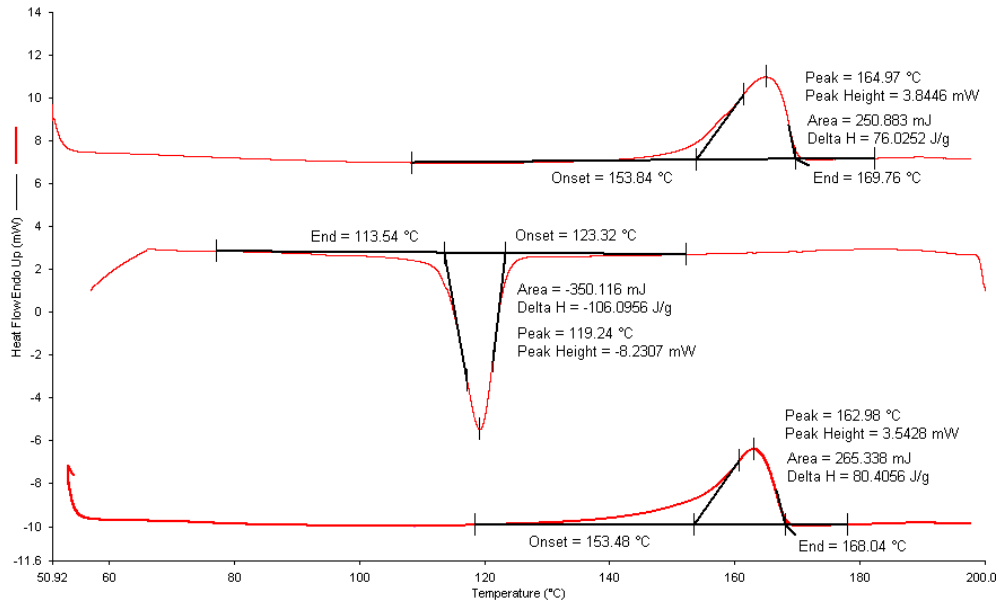
สมบัติทางความร้อนโดยเทคนิค DSC
เส้นใยที่มีความเข้มข้นของตัวเติมร้อยละ 7.5 โดยน้ำหนัก



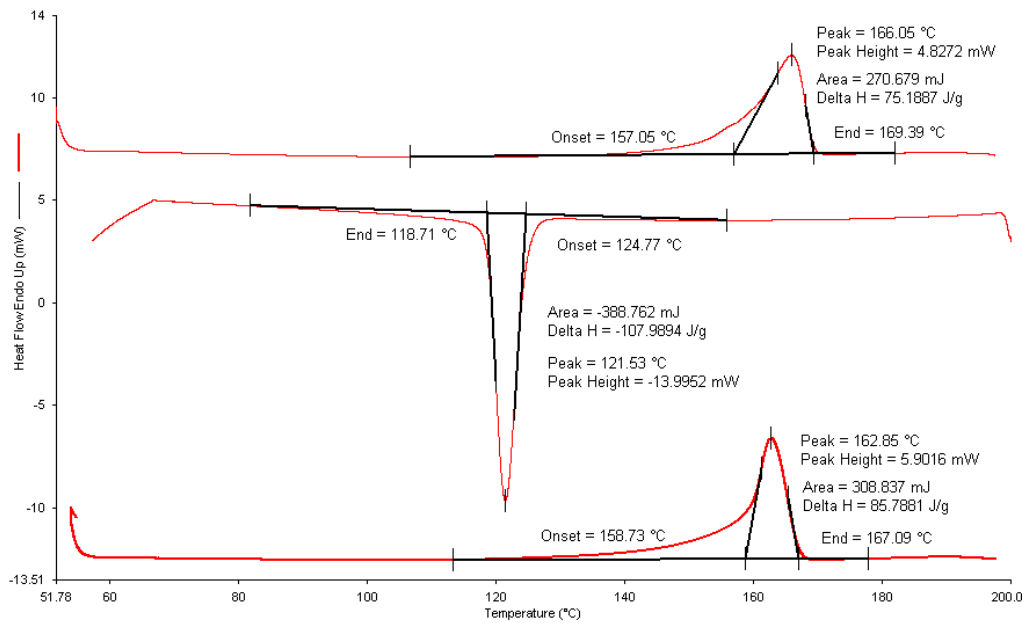
รูปที่ ค-38 DSC Thermogram ของเส้นใยพอลิพรพิลีน



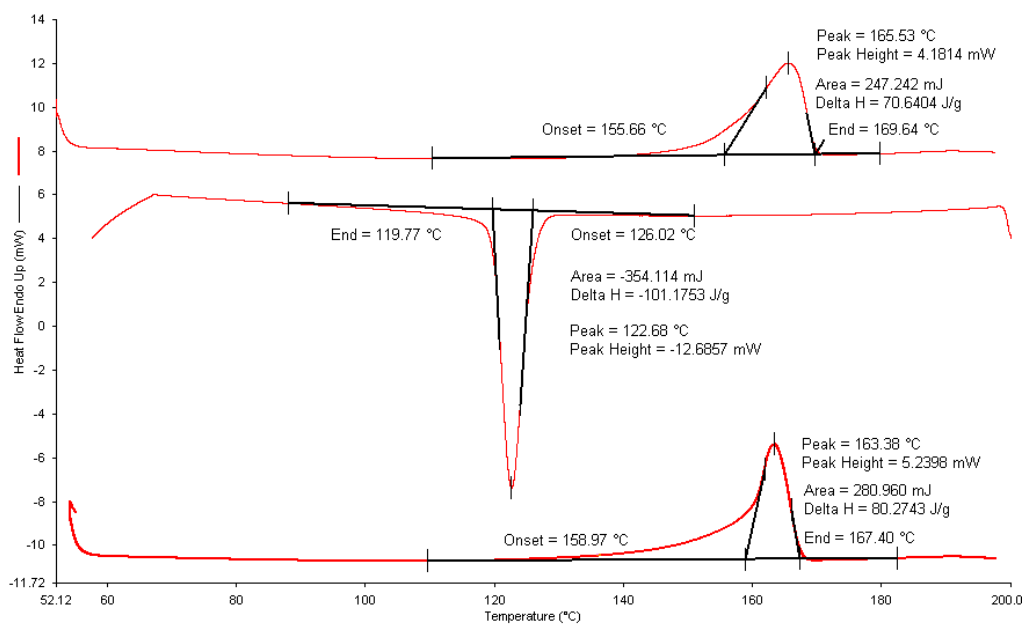
รูปที่ ค-39 DSC Thermogram ของเส้นใยเชิงประกอบเซลลูโลสตัดแปรด้วยออร์แกโนซิเลนนสูตร SiMCC11 เข้มข้นร้อยละ 7.5 โดยน้ำหนัก/พอลิพรพิลีน (7.5% SiMCC11/PP fiber)



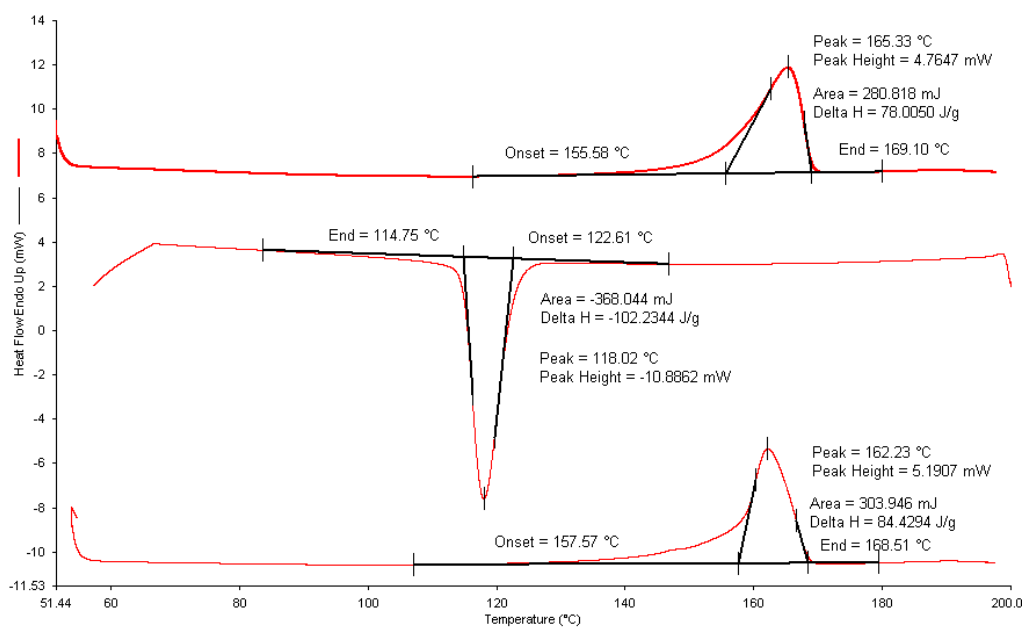
รูปที่ ค-40 DSC Thermogram ของเส้นใยเชิงประกอบเซลลูโลสตัดแปรด้วยออร์แกโนซิเลนาสูตร SiMCC12 เข้มข้นร้อยละ 7.5 โดยน้ำหนัก/พอลิโพรพิลีน (7.5% SiMCC12/PP fiber)



รูปที่ ค-41 DSC Thermogram ของเส้นใยเชิงประกอบเซลลูโลสตัดแปรด้วยออร์แกโนซิเลนาสูตร SiMCC13 เข้มข้นร้อยละ 7.5 โดยน้ำหนัก/พอลิโพรพิลีน (7.5% SiMCC13/PP fiber)

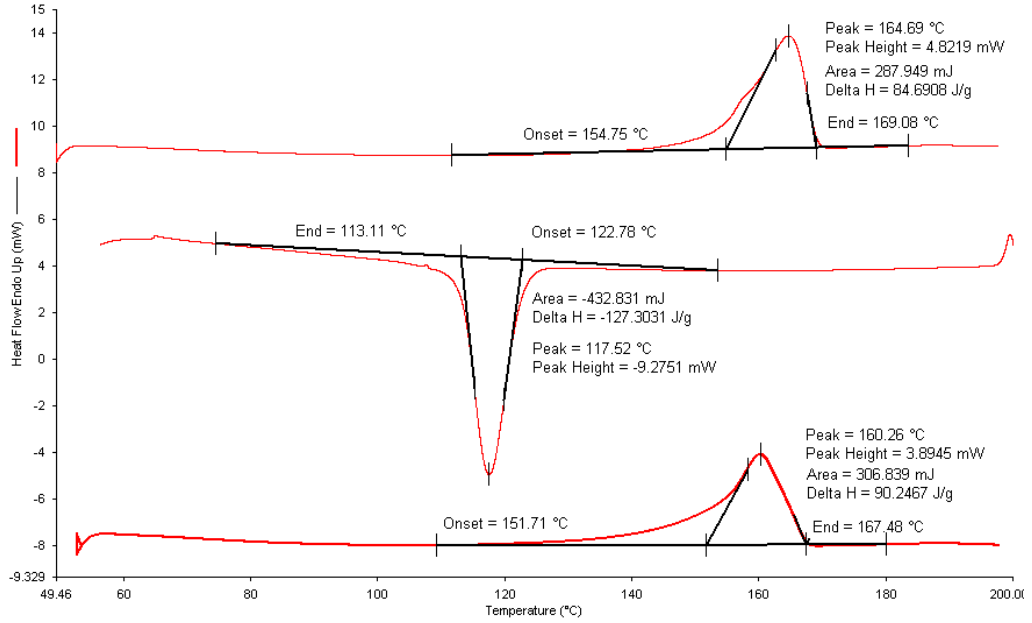


รูปที่ ค-42 DSC Thermogram ของเส้นใยเชิงประกอบเซลลูโลสตัดแปรด้วยออร์แกโนซิลิโคนสูตร SiMCC14 เข้มข้นร้อยละ 7.5 โดยน้ำหนัก/พอลิโพรพิลีน (7.5% SiMCC14/PP fiber)

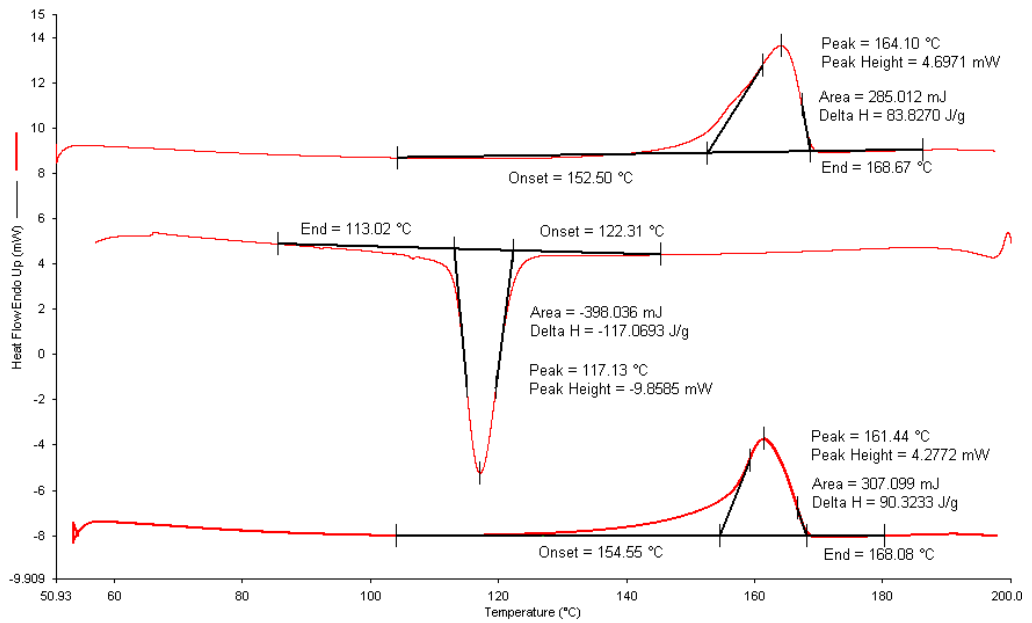


รูปที่ ค-43 DSC Thermogram ของเส้นใยเชิงประกอบเซลลูโลสตัดแปรด้วยออร์แกโนซิลิโคนสูตร SiMCCP เข้มข้นร้อยละ 7.5 โดยน้ำหนัก/พอลิโพรพิลีน (7.5% SiMCCP/PP fiber)

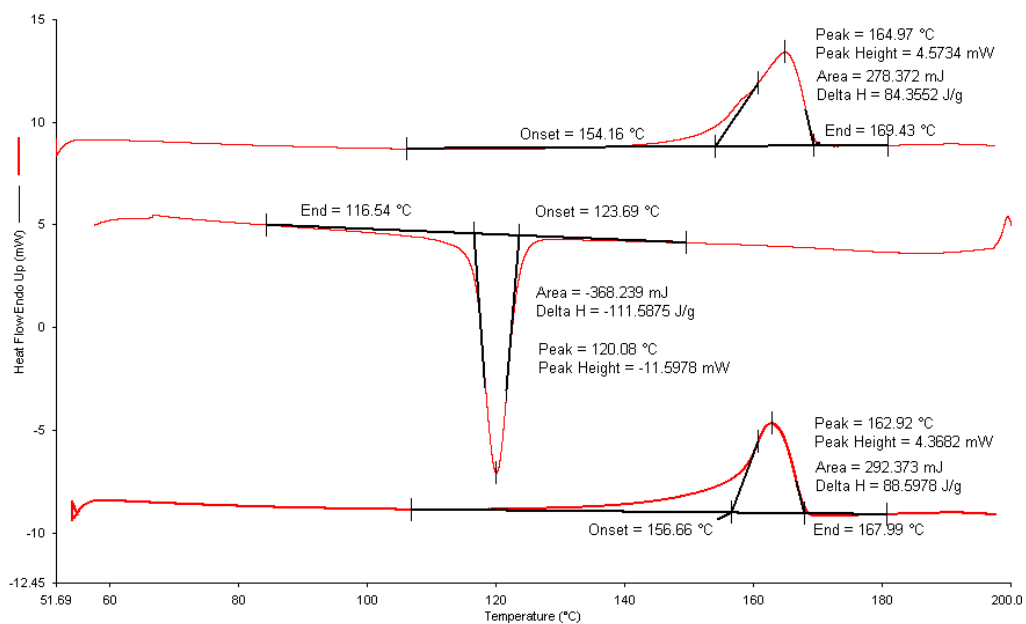
สมบัติทางความร้อนโดยเทคนิค DSC
เส้นใยที่มีความเข้มข้นของตัวเติมร้อยละ 10 โดยน้ำหนัก



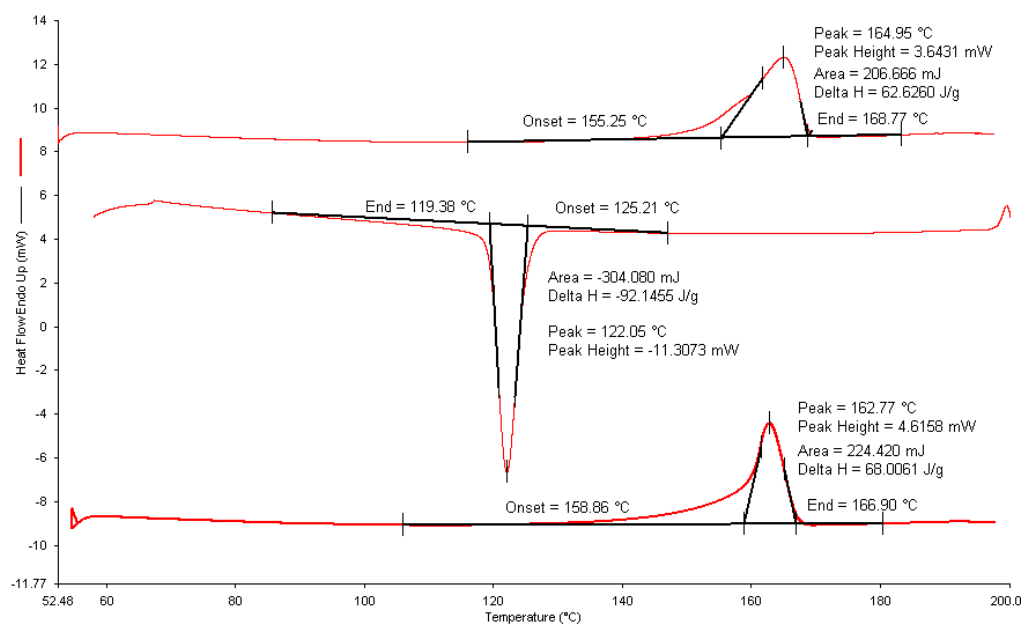
รูปที่ ค-44 DSC Thermogram ของเส้นใยพอลิโพรพิลีน



รูปที่ ค-45 DSC Thermogram ของเส้นใยเชิงประกอบเซลลูโลสตัดแปรด้วยออร์แกโนซิลิโคนสูตร SiMCC11 เข้มข้นร้อยละ 10 โดยน้ำหนัก/พอลิโพรพิลีน (10% SiMCC11/PP fiber)



รูปที่ ค-46 DSC Thermogram ของเส้นใยเชิงประกอบเซลลูโลสตัดแปรด้วยออร์แกโนซิลิโคนสูตร SiMCC12 เข้มข้นร้อยละ 10 โดยน้ำหนัก/พอลิโพรพิลีน (10% SiMCC12/PP fiber)



รูปที่ ค-47 DSC Thermogram ของเส้นใยเชิงประกอบเซลลูโลสตัดแปรด้วยออร์แกโนซิลิโคนสูตร SiMCC13 เข้มข้นร้อยละ 10 โดยน้ำหนัก/พอลิโพรพิลีน (10% SiMCC13/PP fiber)

ภาคผนวก ค.2 การคำนวณหาค่าปริมาณความเป็นผลึก (Degree of crystallinity) ของ พอลิโพรพิลีนและเส้นใยเชิงประกอบ

$$\text{Degree of crystallinity} = \frac{\text{Enthalpy of crystallization}_{\text{DSC}} \times 100}{\text{Enthalpy of 100 percent crystallinity}} \times \frac{1}{\text{weight fraction of PP}}$$

เมื่อ Enthalpy of 100 percent crystallinity ของ PP มีค่าเท่ากับ 209 J/g

ตัวอย่างการคำนวณ

เส้นใยเชิงประกอบเซลลูโลสฟอสเฟตตัดแปรด้วยออร์แกโนซิลิโคน(SiMCCP)/พอลิโพรพิลีน ที่ความเข้มข้นของ SiMCCP เท่ากับร้อยละ 7.5 โดยน้ำหนักในเส้นใยเชิงประกอบ มีค่า $\Delta H_f = 84.43 \text{ J/g}$ มีปริมาณพอลิโพรพิลีนร้อยละ 92.375 โดยน้ำหนักในเส้นใยเชิงประกอบ

$$\begin{aligned} \text{Degree of crystallinity} &= \frac{84.43 \times 100}{209} \times \frac{1}{(92.375/100)} \\ &= 43.75 \% \end{aligned}$$

ภาคผนวก ง

ผลการศึกษาสมบัติหน่วงไฟของเส้นใยเชิงประกอบตามมาตรฐาน UL-94

การคำนวณอัตราการลามไฟ (Linear burning rate)

$$V = \frac{60L}{t}$$

L = ระยะทางลามไฟ (มิลลิเมตร)

t = ระยะเวลาลามไฟ (นาที)

หมายเหตุ

- หากเปลวไฟไปถึงขีดกำหนดที่ 100 มิลลิเมตร, ค่า L = 75 มิลลิเมตร
- หน่วยของอัตราการลามไฟตามระบบ SI unit คือ เมตร/วินาที แต่ในทางปฏิบัติจะใช้หน่วย มิลลิเมตรต่อนาที
- สามารถระบุหน่วยเป็น เซนติเมตรต่อนาทีในรายงานผลได้ เช่นกัน

การจำแนกผลจากการวิเคราะห์ค่าอัตราการลามไฟ

ชิ้นงานจะมีพฤติกรรมการหน่วงไฟในแนวนอน (Horizontal burning, HB) เมื่อ

1. ชิ้นงานไม่เกิดการเผาไหม้ให้เห็นหลังจากนำแหล่งกำเนิดไฟออก
2. เปลวไฟลามไม่ถึงขีด 25 มิลลิเมตร
3. เปลวไฟลามผ่านขีด 25 มิลลิเมตรไปแล้วแต่ยังไม่ถึงขีด 100 มิลลิเมตร

4. เปลวไฟลามถึงขีด 100 มิลลิเมตร และมีค่าอัตราการลามไฟไม่เกิน 40 มิลลิเมตรต่อนาทีในกรณีที่ชิ้นงานมีความหนาอยู่ระหว่าง 3 ถึง 13 มิลลิเมตร หรือ มีค่าอัตราการลามไฟไม่เกิน 75 มิลลิเมตรต่อนาที กรณีชิ้นงานมีความหนาน้อยกว่า 3 มิลลิเมตร

ตาราง ง-1 อัตราการลามไฟจากการทดสอบการหน่วงไฟตามมาตรฐาน UL-94 HB

ตัวอย่าง	burning rate			ค่าเฉลี่ย	S.D.
	(mm/min)				
7.5% PP fiber	24.44	27.37	24.81	25.54	1.60
5% SiMCC fiber	29.45	29.66	29.05	29.16	0.52
7.5% SiMCC fiber	31.57	30.41	28.66	30.21	1.46
7.5% SiMCCP fiber	42.10	38.99	40.47	40.52	1.56
10% SiMCC fiber	33.51	29.26	30.78	31.18	2.15

ภาคผนวก จ

ผลการศึกษาสสมบัติเชิงกลของเส้นใยเชิงประกอบ

ตาราง จ-1 ค่าสมบัติด้านแรงดึงของเส้นใยพอลิโพรพิลีนสูตร 5% PP

Batch Reference	Initial Modulus gf/den	Breaking Force kgf	Breaking Tenacity gf/den	Elongation %
fibres - 5%pp-1	40.19	0.3569	7.93	48.80
fibres - 5%pp	17.89	0.564	12.53	2412
fibres - 5%pp-2	17.08	0.645	14.34	2013
fibres - 5%pp-3	19.37	0.696	15.48	3120
fibres - 5%pp-4	16.28	0.564	12.53	2343
fibres - 5%pp-5	21.02	0.686	15.25	2256
n	6	6	6	6
Mean	21.97	0.5855	13.011	2032
Std. Dev.	9.084	0.1259	2.7978	1040.0

ตาราง จ-2 ค่าสมบัติด้านแรงดึงของเส้นใยเชิงประกอบเซลลูโลสฟอสเฟตตัดแปรด้วย
ออร์แกโนซิลเลน, SiMCCP/PP fiber ที่ความเข้มข้นของ SiMCCP ร้อยละ 5 โดยน้ำหนัก

Batch Reference	Initial Modulus gf/den	Breaking Force kgf	Breaking Tenacity gf/den	Elongation %
fibres - 5%si5umccp-1	10.14	0.2825	6.28	372.0
fibres - 5%si5umccp-2	17.28	0.3334	7.41	1280
fibres - 5%si5umccp-3	17.70	0.3090	6.87	1064
fibres - 5%si5umccp-4	7.55	0.2111	4.691	18.00
fibres - 5	3.346	0.2213	4.917	38.90
fibres - 5%si5umccp-5	19.94	0.3131	6.96	1584
fibres - 5%siumccp-6	14.45	0.3233	7.18	1160
n	7	7	7	7
Mean	12.915	0.2848	6.329	788.1
Std. Dev.	6.0792	0.0495	1.1000	634.74

ตาราง ๑-3 ค่าสมบัติด้านแรงดึงของเส้นใยเชิงประกอบเซลลูโลสตัดแปรด้วยออร์แกโนซิลิโคนสูตร SiMCC11/PP fiber ที่ความเข้มข้นของ SiMCC11 ร้อยละ 5 โดยน้ำหนัก

Batch Reference	Initial Modulus gf/den	Breaking Force kgf	Breaking Tenacity gf/den	Elongation %
fibres - 5%simcc11-1	16.16	0.537	11.94	2484
fibres - 5%simcc11-2	12.84	0.4823	10.72	2373
fibres - 5%simcc11-3	17.70	0.507	11.26	3011
fibres - 5%simcc11-4	13.70	0.4793	10.65	2103
fibres - 5%simcc11-5	16.77	0.513	11.40	2328
n	5	5	5	5
Mean	15.436	0.5037	11.194	2460
Std. Dev.	2.0725	0.0239	0.5309	337.95

ตาราง ๑-4 ค่าสมบัติด้านแรงดึงของเส้นใยพอลิโพรพิลีนสูตร 7.5% PP

Batch Reference	Initial Modulus gf/den	Breaking Force kgf	Breaking Tenacity gf/den	Elongation %
fibres - 7.5%pp-1	12.99	0.707	15.70	2847
fibres - 7.5%pp-2	13.70	0.602	13.37	2424
fibres - 7.5%pp-3	12.08	0.564	12.53	2364
fibres - 7.5%pp-4	13.65	0.584	12.98	2463
fibres - 7.5%pp-5	16.13	0.656	14.57	2871
n	5	5	5	5
Mean	13.711	0.6224	13.832	2594
Std. Dev.	1.5045	0.0581	1.2916	244.79

ตาราง ๑-5 ค่าสมบัติด้านแรงดึงของเส้นใยเชิงประกอบเซลลูโลสตัดแปรด้วยออร์แกโนซิลิโคนสูตร 7.5% SiMCCP/PP fiber ที่ความเข้มข้นของ SiMCCP ร้อยละ 7.5 โดยน้ำหนัก

Batch Reference	Initial Modulus gf/den	Breaking Force kgf	Breaking Tenacity gf/den	Elongation %
d3822 - 7.5%si5umccp-1	9.96	0.2784	6.19	1440
d3822 - 7.5%si5umccp-2	8.03	0.2682	5.96	1411
d3822 - 7.5%si5umccp-3	6.51	0.2243	4.985	378.0
d3822 - 7.5%si5umccp-4	8.23	0.2549	5.67	844
d3822 - 7.5%si5umccp-5	7.97	0.2478	5.51	700
d3822 - 7.5%si5umccp-6	7.52	0.2549	5.67	1336
d3822 - 7.5%si5umccp-7	7.10	0.2172	4.827	451.5
n	7	7	7	7
Mean	7.903	0.2494	5.542	937.2
Std. Dev.	1.0868	0.0221	0.4904	456.45

ตาราง ๑-6 ค่าสมบัติด้านแรงดึงของเส้นใยเชิงประกอบเซลลูโลสตัดแปรด้วยออร์แกโนซิลิโคนสูตร 7.5% SiMCC11/PP fiber ที่ความเข้มข้นของ SiMCC11 ร้อยละ 7.5 โดยน้ำหนัก

Batch Reference	Initial Modulus gf/den	Breaking Force kgf	Breaking Tenacity gf/den	Elongation %
fibres - 7.5%simcc11-1	8.85	0.2927	6.50	2007
fibres - 7.5%simcc11-2	6.69	0.2927	6.50	2751
fibres - 7.5%simcc11-3	8.50	0.3090	6.87	3280
fibres - 7.5%simcc11-4	6.74	0.2825	6.28	2436
fibres - 7.5%simcc11-5	7.20	0.3233	7.18	3140
n	5	5	5	5
Mean	7.597	0.3000	6.667	2723
Std. Dev.	1.0102	0.0161	0.3577	519.60

ตาราง ๑-7 ค่าสมบัติด้านแรงดึงของเส้นใยเชิงประกอบเซลลูโลสตัดแปรด้วยออร์แกโนซิลิโคนสูตร 7.5% SiMCC12/PP fiber ที่ความเข้มข้นของ SiMCC12 ร้อยละ 7.5 โดยน้ำหนัก

Batch Reference	Initial Modulus gf/den	Breaking Force kgf	Breaking Tenacity gf/den	Elongation %
m d3822 - 7.5%simcc12-1	6.87	0.2447	5.44	1968
m d3822 - 7.5%simcc12-2	7.10	0.2580	5.73	2739
m d3822 - 7.5%simcc12-3	7.55	0.2784	6.19	2805
m d3822 - 7.5%simcc12-4	7.82	0.2621	5.82	3444
m d3822 - 7.5%simcc12-5	5.63	0.2376	5.28	1560
n	5	5	5	5
Mean	6.994	0.2562	5.692	2503
Std. Dev.	0.8493	0.0159	0.3527	742.94

ตาราง ๑-8 ค่าสมบัติด้านแรงดึงของเส้นใยเชิงประกอบเซลลูโลสตัดแปรด้วยออร์แกโนซิลิโคนสูตร 7.5% SiMCC13/PP fiber ที่ความเข้มข้นของ SiMCC13 ร้อยละ 7.5 โดยน้ำหนัก

Batch Reference	Initial Modulus gf/den	Breaking Force kgf	Breaking Tenacity gf/den	Elongation %
m d3822 - 7.5%simcc13-1	7.70	0.2111	4.691	1696
m d3822 - 7.5%simcc13-2	6.63	0.2111	4.691	1184
m d3822 - 7.5%simcc13-3	7.02	0.2141	4.759	2067
m d3822 - 7.5%simcc13-4	7.93	0.1937	4.305	1384
m d3822 - 7.5%simcc13-5	6.84	0.2111	4.691	1384
n	5	5	5	5
Mean	7.225	0.2082	4.627	1543.0
Std. Dev.	0.5649	0.0082	0.1823	345.48

ตาราง จ-9 ค่าสมบัติด้านแรงดึงของเส้นใยเชิงประกอบเซลลูโลสตัดแปรด้วยออร์แกโนซิลิโคนสูตร 7.5% SIMCC14/PP fiber ที่ความเข้มข้นของ SIMCC14 ร้อยละ 7.5 โดยน้ำหนัก

Batch Reference	Initial Modulus gf/den	Breaking Force kgf	Breaking Tenacity gf/den	Elongation %
m d3822 - 7.5%simcc14-1	12.75	0.2243	4.985	1344
m d3822 - 7.5%simcc14-2	12.31	0.1866	4.147	157.8
m d3822 - 7.5%simcc14-3	10.76	0.2315	5.14	1168
m d3822 - 7.5%simcc14-4	7.46	0.1907	4.237	183.9
m d3822 - 7.5%simcc14-5	8.45	0.2315	5.14	816
m d3822 - 7.5%simcc14-6	7.84	0.2315	5.14	1059
m d3822 - 7.5%simcc14-7	7.06	0.2111	4.691	772
n	7	7	7	7
Mean	9.520	0.2153	4.785	785.8
Std. Dev.	2.3791	0.0196	0.4364	463.71

ตาราง จ-10 ค่าสมบัติด้านแรงดึงของเส้นใยพอลิโพรพิลีนสูตร PP 10%

Batch Reference	Initial Modulus gf/den	Breaking Force kgf	Breaking Tenacity gf/den	Elongation %
astm d3822 - 10%pp-1	15.57	0.520	11.56	2121
astm d3822 - 10%pp-2	12.55	0.4619	10.27	2751
astm d3822 - 10%pp-3	8.99	0.4762	10.58	3059
astm d3822 - 10%pp-4	13.43	0.4589	10.20	2496
astm d3822 - 10%pp-5	11.31	0.503	11.17	3174
n	5	5	5	5
Mean	12.371	0.4840	10.755	2720
Std. Dev.	2.4464	0.0266	0.5910	427.63

ตาราง จ-11 ค่าสมบัติด้านแรงดึงของเส้นใยเชิงประกอบเซลลูโลสตัดแปรด้วยออร์แกโนซิลิโคนสูตร SIMCC11/PP fiber ที่ความเข้มข้นของ SIMCC11 ร้อยละ 10 โดยน้ำหนัก

Batch Reference	Initial Modulus gf/den	Breaking Force kgf	Breaking Tenacity gf/den	Elongation %
tm d3822 - 10%simcc11-1	11.47	0.3600	8.00	2037
tm d3822 - 10%simcc11-2	11.05	0.3396	7.55	1980
tm d3822 - 10%simcc11-3	10.27	0.3090	6.87	2211
tm d3822 - 10%simcc11-4	11.46	0.3946	8.77	2649
tm d3822 - 10%simcc11-5	8.76	0.2927	6.50	1968
n	5	5	5	5
Mean	10.601	0.3392	7.537	2169
Std. Dev.	1.1367	0.0406	0.9015	285.36

ภาคผนวก จ

ผลการศึกษาสสมบัติเชิงกลของเส้นใยเชิงประกอบ

ตาราง จ-1 แสดงลักษณะทางกายภาพของเส้นใยเชิงประกอบ

สูตรเส้นใย	เส้นผ่านศูนย์กลาง เฉลี่ย(μm)	ความละเอียดของ เส้นใย (denier)	ความหนาแน่น (g/cm^3)
5% PP fiber	201	259	0.91
5% SiMCC11/PP fiber	216	280	0.85
5% SiMCCP/PP fiber	177	174	0.79
7.5% PP fiber	165	181	0.94
7.5% SiMCC11/PP fiber	130	105	0.88
7.5% SiMCC12/PP fiber	128	93	0.81
7.5% SiMCC13/PP fiber	122	70	0.66
7.5% SiMCC14/PP fiber	141	112	0.80
7.5% SiMCCP/PP fiber	142	123	0.86
10% PP fiber	163	158	0.84
10% SiMCC11/PP fiber	164	152	0.80

ประวัติผู้เขียนวิทยานิพนธ์

นางสาวเกาภัทธา ธรรมานุกิจเจริญ เกิดวันที่ 22 กรกฎาคม 2529 ที่จังหวัดนครปฐม จบการศึกษาระดับปริญญาตรี วิทยาศาสตร์บัณฑิต สาขาปิโตรเคมีและวัสดุพอลิเมอร์ ภาควิชาวิทยาการและวิศวกรรมวัสดุ คณะวิศวกรรมศาสตร์และเทคโนโลยีอุตสาหกรรม มหาวิทยาลัยศิลปากร ในปีการศึกษา พ.ศ. 2551 หลังจากนั้นจึงเข้าศึกษาต่อในหลักสูตร วิทยาศาสตร์มหาบัณฑิต สาขาวิทยาศาสตร์พอลิเมอร์ประยุกต์และเทคโนโลยีสิ่งทอ ภาควิชาวัสดุศาสตร์ คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย เมื่อปีการศึกษา 2552 และสำเร็จการศึกษาในภาคปลายปีการศึกษา 2554

P. Thummanukitcharoen, S. Limpanart and K. Srikulkit, Effect of urea concentration on phosphorylation of microcrystalline cellulose, The 36th Congress on Science and Technology of Thailand (STT 36), October 26, 2010, Thailand.

P. Thummanukitcharoen, S. Limpanart and K. Srikulkit, Characterizations of organosilane treated microcrystalline cellulose (SiMCC)/ polypropylene composite, The 2nd Research Symposium on Petroleum, Petrochemicals, and Advanced Materials and The 17th PPC Symposium on Petroleum, Petrochemicals, and Polymers April 26, 2011, Thailand.

P. Thummanukitcharoen, S. Limpanart and K. Srikulkit, The 18th International Conference on Composite Materials (ICCM 18th), August 25, 2011, South Korea.