

การสังเคราะห์สารหน่วงการติดไฟชนิดฟอสฟอรัสจากเปลือกไข่
เพื่อใช้กับอุตสาหกรรมพลาสติก

SYNTHESIS OF PHOSPHORUS-BASED FLAME
RETARDANTS FROM EGGSHELL FOR PLASTIC
INDUSTRIES



โครงการพิเศษนี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตร
ปริญญาวิทยาศาสตรบัณฑิต (เคมีอุตสาหกรรม)
ภาควิชาเคมี คณะวิทยาศาสตร์
สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง
ปีการศึกษา 2560

การสังเคราะห์สารหน่วงการติดไฟชนิดฟอสฟอรัสจากเปลือกไข่
เพื่อใช้กับอุตสาหกรรมพลาสติก

SYNTHESIS OF PHOSPHORUS-BASED FLAME
RETARDANTS FROM EGGSHELL FOR PLASTIC
INDUSTRIES



โครงการพิเศษนี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตร
ปริญญาวิทยาศาสตรบัณฑิต (เคมีอุตสาหกรรม)
ภาควิชาเคมี คณะวิทยาศาสตร์
สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง
ปีการศึกษา 2560

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

SYNTHESIS OF PHOSPHORUS-BASED FLAME RETARDANTS FROM EGGSHELL FOR PLASTIC INDUSTRIES



A SPECIAL PROJECT SUBMITTED IN PARTIAL FULFILLMENT OF
THE REQUIREMENT FOR
THE DEGREE OF BACHELOR OF SCIENCE (INDUSTRIAL CHEMISTRY)
DEPARTMENT OF CHEMISTRY, FACULTY OF SCIENCE
KING MONGKUT'S INSTITUTE OF TECHNOLOGY LADKRABANG
ACADEMIC YEAR 2017

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

หัวข้อโครงการพิเศษ

การสังเคราะห์สารหน่วงการติดไฟชนิดฟอสฟอรัสจากเปลือกไข่เพื่อใช้กับอุตสาหกรรมพลาสติก
SYNTHESIS OF PHOSPHORUS-BASED FLAME RETARDANTS FROM EGGSHLL FOR PLASTIC INDUSTRIES

ชื่อนักศึกษา

นางสาวนภัสสร อัมมิตรเอื้อ รหัสนักศึกษา 57050428
นางสาวนันทพร อยู่มี รหัสนักศึกษา 57050435
นางสาวหฤทัย ททรัพย์ประเสริฐ รหัสนักศึกษา 57050547

ปริญญา

วิทยาศาสตร์บัณฑิต (เคมีอุตสาหกรรม)

ภาควิชา

เคมี

ปีการศึกษา

2560

อาจารย์ที่ปรึกษา

รศ.ดร.บรรจง บุญชม

อาจารย์ที่ปรึกษาร่วม

รศ.ดร.อิทธิพล แจ่มชัด

คณะวิทยาศาสตร์สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง (สจล.) อนุมัติให้โครงการพิเศษนี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรปริญญา วิทยาศาสตร์บัณฑิต (เคมีอุตสาหกรรม) ประจำปีการศึกษา 2560

คณะกรรมการสอบ	ลายมือชื่อ
ผศ.ดร.ภัทราวุธ มนต์วิเศษ ประธานกรรมการ	
ดร.พัชรภรณ์ วีระชานะศักดิ์ กรรมการ	พัชรภรณ์ วีระชานะศักดิ์
รศ.ดร.บรรจง บุญชม กรรมการและอาจารย์ที่ปรึกษา	
รศ.ดร.อิทธิพล แจ่มชัด กรรมการและอาจารย์ที่ปรึกษาร่วม	

ลิขสิทธิ์ของคณะวิทยาศาสตร์

สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับใช้เพื่อการศึกษาค้นคว้าเท่านั้น เมื่อผู้ใดเห็นนำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

หัวข้อโครงการพิเศษ	การสังเคราะห์สารหน่วงการติดไฟชนิดฟอสฟอรัสจากเปลือกไข่เพื่อใช้กับอุตสาหกรรมพลาสติก
ชื่อนักศึกษา	นางสาวนภัสสร อิ่มมิตรเอื้อ รหัสนักศึกษา 57050428 นางสาวนันทพร อยู่มี รหัสนักศึกษา 57050435 นางสาวหฤทัย ทรัพย์ประเสริฐ รหัสนักศึกษา 57050547
ปริญญา	วิทยาศาสตร์บัณฑิต (เคมีอุตสาหกรรม)
ภาควิชา	เคมี
คณะ	วิทยาศาสตร์
มหาวิทยาลัย	สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง (สจล.)
ปีการศึกษา	2560
อาจารย์ที่ปรึกษา	รศ.ดร.บรรจง บุญชม
อาจารย์ที่ปรึกษาร่วม	รศ.ดร.อิทธิพล แจ่มชัด

บทคัดย่อ

ในปัจจุบันความต้องการใช้พลาสติกที่ทนต่อการติดไฟได้เพิ่มขึ้นอย่างต่อเนื่อง อย่างไรก็ตาม สารหน่วงการติดไฟ (FR) ที่นิยมใช้ในอุตสาหกรรมเช่น ATH และ MOH ยังมีข้อเสียคือความหนาแน่นสูง ราคาแพงและต้องใช้ในปริมาณมากเพื่อการต้านการติดไฟที่ดี ดังนั้นในงานวิจัยนี้จึงได้ทำการสังเคราะห์ FR ประเภทฟอสฟอรัสจากเปลือกไข่เพื่อลดต้นทุนในการผลิต ได้แก่ $(Ca_2P_2O_7 \cdot 4H_2O; CaP)$ และ $(CaNH_4PO_4 \cdot H_2O; CaN)$ ซึ่งใช้วิธีตกตะกอนในการสังเคราะห์และในงานวิจัยได้ใช้ HDPE เป็นตัวแทนของพลาสติก จากนั้นทำการผสม HDPE และ FR ในเครื่องผสมระบบปิดและขึ้นรูปด้วยเครื่องอัดขึ้นรูป ในงานวิจัยนี้ได้ใช้ FR ในปริมาณ 30-50% โดยน้ำหนักและใช้ HDPE-g-MA เป็นสารช่วยผสมเพื่อเพิ่มความเข้ากันได้ของ HDPE และ FR ทำการทดสอบสมบัติการลามไฟตามมาตรฐาน UL-94 พบว่าเมื่อปริมาณของ FR เพิ่มขึ้น อัตราการลามไฟจะลดลง โดย HDPE:CaP มีอัตราการลามไฟต่ำกว่า HDPE:CaN และยังพบว่า HDPE:CaP ยังต้านการหยดตัวและเกิดชั้นเถ้าได้ดีกว่า HDPE:CaN อย่างไรก็ตามเมื่อปริมาณของ FR เพิ่มขึ้น สมบัติเชิงกลจะลดลงกล่าวคือความแข็งแรงโค้งงอและความทนต่อแรงกระแทกมีแนวโน้มลดลง คาดว่าเป็นปัญหาจากรอยตำหนิและกลุ่มก้อนที่รวมตัวกันของ FR จากการใส่สารช่วยผสม HDPE-g-MA พบว่าช่วยให้สมบัติเชิงกลของพลาสติกมีประสิทธิภาพมากขึ้น เนื่องจากสารช่วยผสมทำให้การกระจายตัวและการเชื่อมต่อระหว่างอนุภาคดียิ่งขึ้น ซึ่งสามารถยืนยันด้วยสัญญาณวิทยาจากเทคนิค SEM แม้ว่า CaP และ CaN ยังไม่สามารถทำให้พลาสติกดับไฟได้เอง (Self-extinguishing) ในระบบเดี่ยว แต่ CaP มีศักยภาพและเหมาะที่จะนำไปพัฒนาเป็น FR ในระบบอินสตุเมนเซนส์

คำสำคัญ : แคลเซียมแอมโมเนียมฟอสเฟตโมโนไฮเดรต ไดแคลเซียมไพโรฟอสเฟตเตตระไฮเดรต เปลือกไข่ ระบบเดี่ยว สารหน่วงการติดไฟ

Title	SYNTHESIS OF PHOSPHORUS-BASED FLAME RETARDANTS FROM EGGHELL FOR PLASTIC INDUSTRIES		
Students	Miss Napatporn Immitaur	Student ID 57050428	
	Miss Nanthaphon Yumi	Student ID 57050435	
	Miss Harutai Sapprasert	Student ID 57050547	
Degree	Bachelor of Science (Industrial Chemistry)		
Department	Chemistry		
Faculty	Science		
University	King Mongkut's Institute of Technology Ladkrabang (KMITL)		
Academic Year	2017		
Advisor	Assoc.Prof.Dr.Banjong Boonchom		
Co-advisor	Assoc.Prof.Dr.Ittipol Jangchud		

Abstract

Demands for flame-retarded plastics have been increased continuously. However, commercial flame retardants, such as ATH and MOH have some drawbacks, i.e., high density, expensive, and high loading required for self-extinguishing property. This research was aimed to study novel phosphate flame retardants from eggshell waste, i.e., $\text{Ca}_2\text{P}_2\text{O}_7 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ (CaP) and $\text{CaNH}_4\text{PO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ (CaN). Simple precipitation technique was used to synthesis and used high-density polyethylene (HDPE) as a representative of plastics. HDPE and FR were compounded by using an internal mixer and shaped into samples by a compression molding machine. FR loading (30-50%) was studied. A compatibilizer (HDPE-g-MA) was also studied to improve compatibility of HDPE and FR. It was found that burning rate of HDPE/FR was reduced as FR loading was increased. HDPE/CaP had slower burning rates compared to HDPE/CaN. It was found that CaN had incombustible and anti-dripping effect less than CaP. However, flexural and impact strengths were decreased as FR loading was increased. As expected, modulus and hardness were increased. By adding the compatibilizer, mechanical properties were improved. As revealed by SEM, defects and agglomerates were found. Better dispersion and interfacial bonding were seen as the compatibilizer was added. Although these FRs did not show self-extinguishing property in single FR system, CaP revealed interesting results to be used as intumescent flame retardants.

Keywords : Calcium ammonium phosphate monohydrate, Dicalcium pyrophosphate tetrahydrate, Egg shell, Single system, Flame retardant (FR)

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

กิตติกรรมประกาศ

โครงการพิเศษนี้สำเร็จลุล่วงได้ด้วยดี เนื่องจากคณะผู้วิจัยได้รับความกรุณาและความช่วยเหลือเป็นอย่างดีจาก รศ.ดร.บรรจง บุญชม และ รศ.ดร.อิทธิพล แจ่มชัด ที่ปรึกษาโครงการพิเศษ ที่คอยให้คำปรึกษา คำแนะนำและความช่วยเหลือมาโดยตลอด จึงขอขอบพระคุณอาจารย์ทั้งสองท่าน มา ณ ที่นี้

ขอขอบพระคุณ ผศ.ดร.ภัทธวุธ มนต์วิเศษ และ ดร.พัชราภรณ์ วีระชวนะศักดิ์ อาจารย์ คณะกรรมการตรวจสอบโครงการพิเศษที่กรุณาตรวจทาน แก้ไขวิทยานิพนธ์ และให้คำแนะนำ เพื่อให้โครงการพิเศษฉบับนี้ถูกต้องสมบูรณ์ยิ่งขึ้น

ขอขอบพระคุณ คุณกฤษณะ เกษประดิษฐ์ และ คุณสุดใจ สอนสะอาด เจ้าหน้าที่ประจำ อาคารฝึกงานทางอุตสาหกรรมเคมีและพอลิเมอร์เทคโนโลยี ที่คอยอำนวยความสะดวกตลอดการทำโครงการพิเศษ

ขอขอบพระคุณ คุณณัฐพล ไกรธรรม เจ้าหน้าที่วิทยาศาสตร์ ที่คอยอำนวยความสะดวกในเรื่องของอุปกรณ์ในการปฏิบัติการทดลองและการใช้สารเคมี

ขอขอบพระคุณ คุณกัญญา มงคลโกชน์ และ คุณสุภัทร บานเย็น เจ้าหน้าที่วิทยาศาสตร์ ที่คอยอำนวยความสะดวกในการเข้าใช้เครื่อง FT-IR เครื่อง TGA และเครื่อง DSC

ขอขอบพระคุณเจ้าหน้าที่อาคารและสถานที่ รวมจนถึงแม่บ้าน ที่ช่วยเหลืออำนวยความสะดวกในการเปิดปิดอาคารทั้งในและนอกเวลาราชการ

สุดท้ายนี้ขอขอบคุณทุกท่านที่ได้ให้ความช่วยเหลือเป็นอย่างดี รวมถึงบุคคลท่านอื่นๆ ที่ให้ความช่วยเหลือโดยไม่ได้กล่าวถึง หากโครงการพิเศษฉบับนี้ก่อให้เกิดประโยชน์แก่ผู้ที่สนใจ นับเป็นความยินดีอย่างยิ่ง และหากมีข้อผิดพลาดประการใด คณะผู้วิจัยขออภัยไว้ ณ ที่นี้

นภัสสร อัมมิตรเอื้อ
 นันทพร อยู่มี
 หฤทัย ทรัพย์ประเสริฐ

สารบัญ

	หน้า
บทคัดย่อภาษาไทย.....	ก
บทคัดย่อภาษาอังกฤษ.....	ข
กิตติกรรมประกาศ.....	ค
สารบัญ.....	ง
สารบัญตาราง.....	ฉ
สารบัญรูป.....	ช
คำย่อ/สัญลักษณ์.....	ณ
บทที่ 1 บทนำ.....	1
1.1 ความเป็นมาและความสำคัญของปัญหา.....	1
1.2 วัตถุประสงค์ของงานวิจัย.....	3
1.3 ขอบเขตของงานวิจัย.....	4
1.4 ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับ.....	4
บทที่ 2 ทฤษฎีและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง.....	5
2.1 พลาสติก.....	5
2.1.1 สมบัติทั่วไปของพลาสติก.....	5
2.1.2 พอลิเอทิลีนชนิดความหนาแน่นสูง.....	5
2.1.3 สารเติมแต่งในพลาสติก.....	6
2.2 กลไกการติดไฟและการดับไฟ.....	6
2.2.1 องค์ประกอบของไฟและกลไกการติดไฟ.....	6
2.2.2 กลไกการดับไฟ.....	8
2.3 สารหน่วงการติดไฟ.....	8
2.3.1 การยับยั้งการติดไฟของสารหน่วงการติดไฟ.....	8
2.3.2 ประเภทของสารหน่วงการติดไฟ.....	9
2.3.3 สารหน่วงการติดไฟที่นิยมใช้ในอุตสาหกรรม.....	10
2.4 สารหน่วงการติดไฟกลุ่มฟอสฟอรัสในระบบเดี่ยว.....	10
2.4.1 การสังเคราะห์สารหน่วงการติดไฟกลุ่มฟอสฟอรัส.....	11
2.4.2 กลไกการหน่วงไฟของสารหน่วงการติดไฟประเภทฟอสฟอรัส.....	13
2.5 เปลือกไข่.....	13
2.5.1 โครงสร้างของเปลือกไข่ไก่.....	13
2.5.2 ชั้นของเปลือกไข่.....	14
2.5.3 การใช้ประโยชน์เปลือกไข่.....	14
2.5.4 แคลเซียมไพโรฟอสเฟตเตตระไฮเดรต.....	14
2.5.5 แคลเซียมแอมโมเนียมฟอสเฟตโมโนไฮเดรต.....	15
2.6 งานวิจัยที่เกี่ยวข้อง.....	15

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

สารบัญ (ต่อ)

	หน้า
บทที่ 3 วิธีการดำเนินงานวิจัย	24
3.1 พลาสติกและสารเคมีที่ใช้ในงานวิจัย.....	24
3.1.1 พลาสติก.....	24
3.1.2 สารเคมีที่ใช้ในงานวิจัย.....	25
3.2 เครื่องมือที่ใช้ในงานวิจัย.....	25
3.3 ขั้นตอนการทำงานทดลอง.....	26
3.4 การศึกษาสมบัติต่างๆ ของสารหน่วงการติดไฟและ HDPE เมื่อผสมสารหน่วงการติดไฟ และร่วมกับการใช้สารช่วยผสม.....	29
3.4.1 ทดสอบสมบัติของสารหน่วงการติดไฟ.....	29
3.4.2 ทดสอบสมบัติเชิงกลของพลาสติกขึ้นรูป.....	30
3.4.3 สมบัติทางความร้อนของพลาสติกขึ้นรูป.....	31
3.4.4 สมบัติการติดไฟและลามไฟของพลาสติกขึ้นรูป.....	32
บทที่ 4 ผลการวิจัยและการอภิปรายผล	34
4.1 สังเคราะห์สารหน่วงการติดไฟประเภทฟอสเฟต.....	34
4.1.1 วิเคราะห์หมู่ฟังก์ชันด้วยเทคนิค FT-IR.....	34
4.1.2 วิเคราะห์องค์ประกอบของสารหน่วงการติดไฟด้วยเทคนิค XRF.....	34
4.1.3 ศึกษาโครงสร้างของผลึกด้วยเทคนิค XRD.....	35
4.1.4 ศึกษาเสถียรภาพทางความร้อน TGA.....	36
4.1.5 สมบัติทางกายภาพ.....	37
4.1.6 สันฐานวิทยาของสารหน่วงการติดไฟ.....	38
4.2 ผลของอัตราส่วนของ HDPE ต่อสารหน่วงการติดไฟประเภทฟอสเฟต.....	39
4.2.1 สมบัติทางความร้อน.....	39
4.2.2 ศึกษาสมบัติการลามไฟตามมาตรฐาน UL-94.....	42
4.2.3 ศึกษาสมบัติเชิงกล.....	43
4.2.4 ลักษณะทางสันฐานวิทยา.....	46
บทที่ 5 สรุปผลการวิจัยและข้อเสนอแนะ	49
5.1 สรุปผลการวิจัย.....	49
5.2 ข้อเสนอแนะ.....	50
เอกสารอ้างอิง	51
ภาคผนวก.....	54
ภาคผนวก ก.....	55
ภาคผนวก ข.....	56
ภาคผนวก ค.....	57
คำรับรองเล่มโครงการพิเศษ.....	60

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

สารบัญตาราง

ตารางที่	หน้า
2.1 สมบัติโดยทั่วไปของแคลเซียมไฟโรฟอสเฟตเตตระไฮเดรต.....	15
2.2 สมบัติโดยทั่วไปของแคลเซียมแอมโมเนียมฟอสเฟตโมโนไฮเดรต.....	15
2.3 แสดงผลการทดสอบ Calorimeter test.....	16
2.4 แสดงสถานะในการสังเคราะห์ CPPD.....	19
2.5 แสดงผลการหน่วงไฟของการทดสอบ UL-94.....	20
3.1 สมบัติบางประการของ HDPE.....	24
3.2 สมบัติบางประการของ HDPE-g-MA.....	24
3.3 อัตราส่วนของ HDPE ต่อสารหน่วงการติดไฟแคลเซียมไฟโรฟอสเฟตเตตระไฮเดรต.....	28
3.4 อัตราส่วนของ HDPE ต่อสารหน่วงการติดไฟแคลเซียมแอมโมเนียมฟอสเฟตโมโนไฮเดรต...	28
3.5 อัตราส่วนของ HDPE ต่อสารหน่วงการติดไฟ.....	28
3.6 เกณฑ์การแบ่งกลุ่มพฤติกรรมของวัสดุต่อการติดไฟตามมาตรฐาน UL-94 V.....	32
4.1 ร้อยละผลผลิตของสารหน่วงการติดไฟที่สังเคราะห์ขึ้น.....	34
4.2 การแสดงค่าปริมาณสารประกอบออกไซด์ของ $\text{Ca}_2\text{P}_2\text{O}_7 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$	35
4.3 การแสดงค่าปริมาณสารประกอบธาตุของ $\text{Ca}_2\text{P}_2\text{O}_7 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$	35
4.4 การแสดงค่าปริมาณสารประกอบออกไซด์ของ $\text{CaNH}_4\text{PO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$	35
4.5 การแสดงค่าปริมาณสารประกอบธาตุของ $\text{CaNH}_4\text{PO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$	35
4.6 ผลการศึกษาโครงสร้างผลึกของสารหน่วงการติดไฟที่สังเคราะห์ขึ้น.....	36
4.7 ผลการศึกษาหาการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิและเสถียรภาพทางความร้อนของ HDPE เมื่อผสมสารหน่วงการติดไฟ.....	42
4.8 ผลการลามไฟตามมาตรฐาน UL-94 และอัตราการลามไฟของวัสดุที่มีปริมาณ CaP และ CaN ร่วมกับสารช่วยผสมในปริมาณที่แตกต่างกัน.....	43

สารบัญรูป

รูปที่	หน้า
1.1 ปริมาณการใช้พลาสติก.....	1
1.2 ภาพความเสียหายจากการเกิดเพลิงไหม้.....	2
1.3 เปลือกไข่ไก่เหลือทิ้ง.....	3
2.1 สูตรโครงสร้างทางเคมีของ HDPE.....	5
2.2 ผลิตภัณฑ์จาก HDPE.....	5
2.3 องค์ประกอบของการเกิดไฟ.....	6
2.4 ตัวอย่างการสังเคราะห์แบบโซลเจล.....	11
2.5 ตัวอย่างการสังเคราะห์ด้วยวิธีแบบคอมบัสชัน.....	11
2.6 ตัวอย่างไฮโดรเทอร์มอล.....	12
2.7 ตัวอย่างการตกตะกอน.....	12
2.8 ตัวอย่างการสังเคราะห์ด้วยวิธีตกตะกอนร่วม.....	13
2.9 เปลือกไข่ไก่.....	14
2.10 XRD ของ $Ca_2P_2O_7$ ที่ได้จากการเผาที่อุณหภูมิต่างกัน.....	17
2.11 XRD ของ $Ca_2P_2O_7 \cdot 4H_2O$	18
2.12 FTIR ของ $Ca_2P_2O_7 \cdot 4H_2O$	19
2.13 XRD ของ $CaNH_4PO_4 \cdot H_2O$	21
2.14 TGA ของ $CaNH_4PO_4 \cdot H_2O$	22
2.15 XRD ของ $Ca_2P_2O_7 \cdot 4H_2O$ (m-CPPT).....	22
3.1 ลักษณะของวัสดุทดสอบและวิธีการทดสอบความทนต่อแรงกระแทกแบบไอซอด.....	31
3.2 ลักษณะการวัดค่าความแข็งแบบ Durometer และหัตถ์กดชนิด Shore D.....	31
3.3 การทดสอบการลามไฟมาตรฐาน UL-94 โดยการเผาชิ้นงานแบบแนวตั้ง.....	33
4.1 การสลายตัวทางความร้อนของ $Ca_2P_2O_7 \cdot 4H_2O$	36
4.2 การสลายตัวทางความร้อนของ $CaNH_4PO_4 \cdot H_2O$	37
4.3 ความหนาแน่นของสารหน่วงการติดไฟชนิดต่างๆ.....	37
4.4 สันฐานวิทยาของสารหน่วงการติดไฟที่สังเคราะห์ขึ้น.....	38
4.5 อุณหภูมิการสลายตัวของพลาสติก HDPE.....	39
4.6 แสดงอุณหภูมิการสลายตัวของพลาสติกที่ผสมสารหน่วงการติดไฟและพลาสติกผสมสารหน่วงการติดไฟร่วมกับสารช่วยผสมโดย (a) HDPE 50: CaP50 (b) HDPE50:CaP50:HDPE-g-MA (c) HDPE50:CaN50 (d) HDPE50:CaN50:HDPE-g-MA.....	41
4.7 แสดงค่าความแข็งแรงโค้งงอ (Flexural strength) ของ HDPE ผสมสารหน่วงการติดไฟ....	44
4.8 แสดงค่ามอดูลัสโค้งงอ (Flexural modulus) ของ HDPE ผสมสารหน่วงการติดไฟ.....	44
4.9 แสดงค่าความทนทานต่อแรงกระแทกของ HDPE เมื่อผสมกับสารหน่วงการติดไฟ.....	45
4.10 แสดงค่าความทนทานต่อแรงกระแทกของ HDPE เมื่อผสมกับสารหน่วงการติดไฟร่วมกับสารช่วยผสม.....	45
4.11 แสดงค่าความแข็งของ HDPE เมื่อผสมกับสารหน่วงการติดไฟ.....	46

สารบัญรูป (ต่อ)

รูปที่	หน้า
4.12 แสดงค่าความแข็งของ HDPE เมื่อผสมกับสารหน่วงการติดไฟร่วมกับสารช่วยผสม.....	46
4.13 ผลการศึกษาสัณฐานวิทยาจาก SEM โดย (a) และ (b) คือ HDPE ผสม CaP ในอัตราส่วน 50:50 (c) และ (d) คือ HDPE ผสม CaP ร่วมกับสารช่วยผสม ในอัตราส่วน 50:50.....	47
4.14 ผลการศึกษาสัณฐานวิทยาจาก SEM โดย (a) และ (b) คือ HDPE ผสม CaN ในอัตราส่วน 50:50 (c) และ (d) คือ HDPE ผสม CaN ร่วมกับสารช่วยผสม ในอัตราส่วน 50:50.....	48



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

คำย่อ/สัญลักษณ์

คำย่อ/สัญลักษณ์	คำอธิบาย
HDPE	พอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูง (High-density polyethylene)
FR	สารหน่วงการติดไฟ (Flame retardant)
CaP	ไดแคลเซียมไพโรฟอสเฟตเตตระไฮเดรต (Dicalcium pyrophosphate tetrahydrate)
CaN	แคลเซียมแอมโมเนียมฟอสเฟตโมโนไฮเดรต (Ammonium calcium phosphate monohydrate)
HDPE-g-MA	พอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูงต่อกิ่งด้วยมาเลอิกแอนไฮไดรด์ (Maleic anhydride grafted high density polyethylene)
FT-IR	Fourier-transform infrared spectroscopy
TGA	Thermogravimetric analysis
DSC	Differential scanning calorimetry
XRF	X-ray fluorescence
XRD	เครื่องวิเคราะห์การเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ (X-Ray Diffractometer)
SEM	กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning electron microscope)

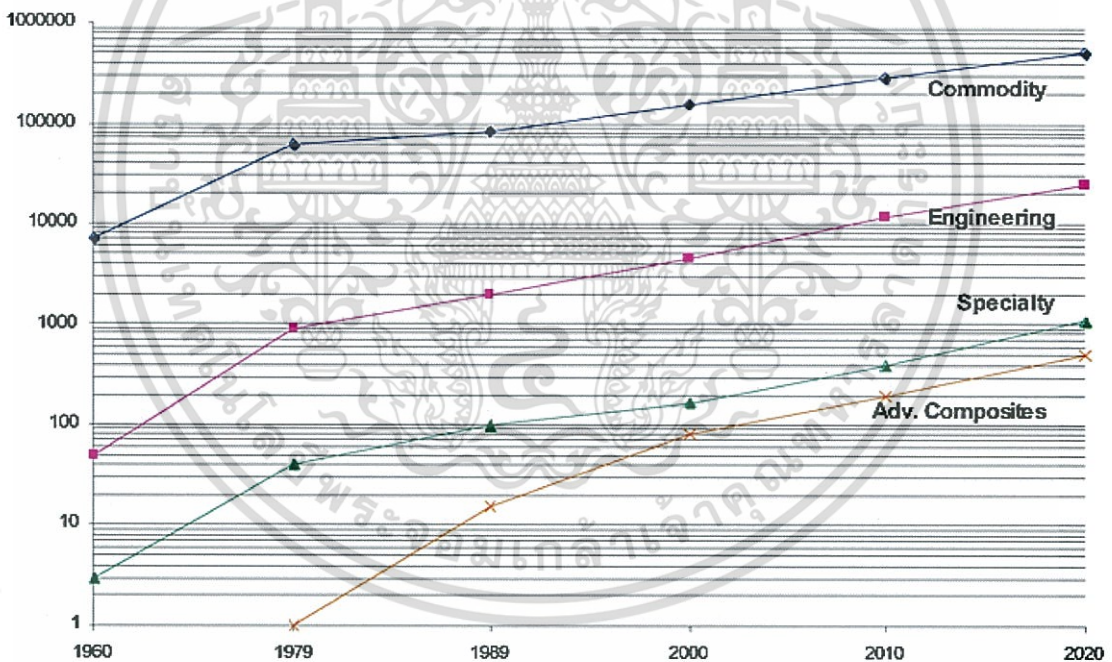
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

บทที่ 1

บทนำ

1.1 ความเป็นมาและความสำคัญของปัญหา

ปัจจุบันผลิตภัณฑ์จากพลาสติกเป็นที่นิยมใช้อย่างมากในชีวิตประจำวัน [1] เนื่องจากพลาสติกมีหลากหลายชนิด ซึ่งแต่ละชนิดมีสมบัติที่แตกต่างกันไป จึงมีความหลากหลายให้เลือกใช้ ทั้งมีความแข็งแรง คงทน น้ำหนักเบา ราคาถูกและสามารถนำมาหลอมขึ้นรูปใหม่ได้ เป็นเหตุให้มีการใช้พลาสติกแทนโลหะ กระจก แก้วและไม้อย่างแพร่หลาย แต่อย่างไรก็ตาม พลาสติกยังมีข้อจำกัดในการใช้งานคือ มีอุณหภูมิการใช้งานที่จำกัด พลาสติกบางชนิดไม่ทนต่อสภาพดินฟ้าอากาศ และมีเสถียรภาพทางความร้อนต่ำ ส่วนใหญ่พลาสติกเกิดการติดไฟและการลามไฟได้ง่าย ดังที่กล่าวมาข้างต้นผลิตภัณฑ์จากพลาสติกส่วนใหญ่จึงต้องมีการปรับปรุงสมบัติต่างๆ ของพลาสติก โดยมีการเติมสารเติมแต่ง (Additive) ซึ่งสารเติมแต่งที่ใช้กับพลาสติกมีหลากหลายชนิด โดยสารหน่วงการติดไฟ (Flame retardant; FR) เป็นหนึ่งในสารเติมแต่งที่ใช้กับพลาสติก เพื่อช่วยลดการลามไฟ และช่วยให้พลาสติกสามารถดับไฟได้เอง (Self-extinguishing)



รูปที่ 1.1 ปริมาณการใช้พลาสติก [1]

สารหน่วงการติดไฟ (Flame retardant; FR) เป็นหนึ่งในสารเติมแต่งที่ใช้กับพลาสติก เพื่อใช้ปรับปรุงสมบัติทางความร้อน ลดการติดไฟ และหน่วงการติดไฟของพลาสติก ช่วยลดความเสียหายที่อาจเกิดขึ้นได้ เนื่องจากหากมีเหตุเพลิงไหม้เกิดขึ้น พลาสติกถือเป็นเชื้อเพลิงที่ดี สามารถติดไฟและลุกลามได้ง่าย ซึ่งสารหน่วงการติดไฟที่ใช้ในปัจจุบันมีหลากหลายประเภท หากแบ่งตามองค์ประกอบทางเคมีสามารถแบ่งได้ คือ สารหน่วงการติดไฟชนิดที่มีฮาโลเจน (Halogen-based flame retardant) และ

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

สารหน่วงการติดไฟชนิดไม่มีฮาโลเจน (Halogen-free flame retardant) ซึ่งในปัจจุบันสารหน่วงการติดไฟชนิดที่มีฮาโลเจนไม่เป็นที่นิยมใช้ เนื่องจากเมื่อเกิดการเผาไหม้จะเกิดการสลายตัวให้สารพิษออกมา ทำให้เป็นอันตรายต่อสิ่งมีชีวิตและสิ่งแวดล้อม ต่างจากสารหน่วงการติดไฟชนิดไม่มีฮาโลเจนที่ให้ความปลอดภัยได้มากกว่า จึงเป็นที่นิยมใช้ในปัจจุบัน ตัวอย่างของสารหน่วงการติดไฟประเภทนี้ได้แก่ สารหน่วงการติดไฟกลุ่มโบรอน (Boron-based flame retardant) และสารหน่วงการติดไฟกลุ่มฟอสฟอรัส (Phosphorus-based flame retardant) [2]



รูปที่ 1.2 ภาพความเสียหายจากการเกิดเพลิงไหม้ [3]

สารหน่วงการติดไฟประเภทฟอสเฟตเป็นสารหน่วงการติดไฟที่มีธาตุฟอสฟอรัสเป็นองค์ประกอบ สารหน่วงการติดไฟประเภทนี้เข้ากันได้ดีกับพอลิเมอร์ที่มีส่วนประกอบของออกซิเจน ไม่เป็นอันตรายต่อสิ่งแวดล้อม และรบกวนการติดไฟได้ดี โดยสารกลุ่มฟอสฟอรัสมีข้อดีคือให้ควันน้อย เกิดความเป็นพิษต่ำ และใช้ปริมาณน้อยกว่า [4]

จากงานวิจัยโครงการพิเศษ ภาควิชาเคมี สถาบันเทคโนโลยีพระเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง ปีการศึกษา 2559 เรื่องการสังเคราะห์สารประกอบโลหะฟอสเฟตที่ใช้เป็นสารหน่วงการติดไฟในพอลิเอทิลีนชนิดความหนาแน่นสูง โดยทำการสังเคราะห์ $MgNH_4PO_4 \cdot 6H_2O$ (MgN), $CaNH_4PO_4$ (CaN), $MgHPO_4 \cdot 3H_2O$ (MgH), $Mg_3(PO_4)_2 \cdot 8H_2O$ (MgP), $Mn_3(PO_4)_2 \cdot 3H_2O$ (MnP) และ $Zn_3(PO_4)_2 \cdot 4H_2O$ (ZnP) จากนั้นทำการทดสอบการหน่วงการติดไฟตามมาตรฐาน UL-94 แบบแนวตั้งและแบบแนวนอน ใช้อัตราส่วนของพลาสติกต่อสารหน่วงการติดไฟเป็น 70:30, 60:40 และ 50:50 (โดยน้ำหนัก) โดยใช้สารหน่วงการติดไฟที่สังเคราะห์ได้เทียบกับสารหน่วงการติดไฟที่ใช้อุตสาหกรรมคืออะลูมินา ไตรไฮเดรต (Alumina trihydrate; ATH) พบว่าสารทั้ง 6 ชนิด ยังคงมีอัตราการลามไฟที่สูงกว่า ATH ซึ่งเป็นสารหน่วงการติดไฟที่ใช้ในอุตสาหกรรม โดย MgN มีอัตราการลามไฟที่น้อยสุด และ MgP เกิดการหยุดตัวของพลาสติกเมื่อได้รับความร้อนต่ำที่สุด [5] จากงานวิจัยข้างต้นพบว่า สารหน่วงการติดไฟที่สังเคราะห์ได้มีประสิทธิภาพในการหน่วงการติดไฟต่ำกว่าสารหน่วงการติดไฟที่ใช้อุตสาหกรรม

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

งานวิจัยนี้จึงได้ทำการสังเคราะห์สารหน่วงการติดไฟชนิดใหม่ โดยใช้วัสดุเหลือใช้จากธรรมชาติเพื่อเป็นการลดต้นทุนในการผลิต เช่น เปลือกไข่ซึ่งมีองค์ประกอบส่วนใหญ่เป็นแคลเซียมคาร์บอเนตและสามารถทำปฏิกิริยากับสารประเภทฟอสเฟต เกิดเป็นสารกลุ่มฟอสฟอรัสเพื่อใช้เป็นสารหน่วงการติดไฟในพลาสติกได้ และใช้พอลิเอทิลีนชนิดความหนาแน่นสูงต่อกิ่งด้วยมาเลอิกแอนไฮไดรยด์ (HDPE-g-MA) เป็นสารช่วยผสมเพื่อเปรียบเทียบความเข้ากันได้ของพลาสติกและสารหน่วงการติดไฟที่สังเคราะห์ขึ้น ซึ่งจะส่งผลต่อการเพิ่มประสิทธิภาพการหน่วงการติดไฟของพลาสติกให้ดียิ่งขึ้น วัสดุหลักที่ใช้ในงานวิจัยนี้ประกอบด้วย พอลิเมอร์และเปลือกไข่ โดยเลือกพอลิเอทิลีนชนิดความหนาแน่นสูง (High density polyethylene; HDPE) เป็นตัวแทนพอลิเมอร์ เนื่องจาก HDPE มีการใช้งานอย่างแพร่หลายในอุตสาหกรรมต่างๆ และเปลือกไข่ที่เลือกใช้ในงานวิจัยนี้คือ เปลือกไข่ไก่ เนื่องจากหาได้ง่าย ราคาถูก เป็นวัสดุที่ต้องใช้เวลานานในการย่อยสลายซึ่งจะช่วยลดปริมาณขยะและช่วยเพิ่มมูลค่าให้เศษวัสดุเหลือใช้ได้



รูปที่ 1.3 เปลือกไข่ไก่เหลือทิ้ง [6]

ดังนั้นงานวิจัยนี้ทำการสังเคราะห์ไดแคลเซียมไพโรฟอสเฟตเตตระไฮเดรต ($\text{Ca}_2\text{P}_2\text{O}_7 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$) และแคลเซียมแอมโมเนียมฟอสเฟตโมโนไฮเดรต ($\text{CaNH}_4\text{PO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$) จากเปลือกไข่ไก่ที่เป็นวัสดุเหลือใช้จากธรรมชาติเพื่อความปลอดภัยในการใช้งานและลดต้นทุนในการผลิต เพื่อใช้ในพอลิเอทิลีนชนิดความหนาแน่นสูงและมีความคาดหวังว่าสารหน่วงการติดไฟประเภทฟอสเฟตที่สังเคราะห์ได้จะมีความเป็นไปได้ที่จะใช้ทดแทนสารหน่วงการติดไฟกลุ่มฟอสฟอรัสที่ใช้ในอุตสาหกรรม

1.2 วัตถุประสงค์ของงานวิจัย

ศึกษาความเป็นไปได้ในการเตรียมไดแคลเซียมไพโรฟอสเฟตเตตระไฮเดรต ($\text{Ca}_2\text{P}_2\text{O}_7 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$) และแคลเซียมแอมโมเนียมฟอสเฟตโมโนไฮเดรต ($\text{CaNH}_4\text{PO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$) จากเปลือกไข่ เพื่อใช้เป็นสารหน่วงการติดไฟชนิดใหม่ ซึ่งเตรียมได้จากเปลือกไข่ที่เป็นวัสดุจากธรรมชาติ สำหรับใช้ในพอลิเอทิลีนชนิดความหนาแน่นสูง (HDPE) โดยทำการศึกษาปัจจัยบางประการ ได้แก่ ผลของอัตราส่วนของพลาสติกต่อสารหน่วงการติดไฟ และผลของการใช้สารช่วยผสม ร่วมกับการใช้สารหน่วงการติดไฟในพลาสติก ที่ส่งผลต่อประสิทธิภาพการหน่วงการติดไฟ สมบัติทางความร้อนและสมบัติเชิงกลของพลาสติก

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

1.3 ขอบเขตของงานวิจัย

1) ศึกษาการเตรียมสารหน่วงการติดไฟประเภทฟอสเฟตจากเปลือกไข่ เพื่อใช้เป็นสารหน่วงการติดไฟจากธรรมชาติ ด้วยกระบวนการตกตะกอน

1.1) ศึกษาการเตรียมไดแคลเซียมไฮดรอกซีฟอสเฟตเตตระไฮเดรต ($\text{Ca}_2\text{P}_2\text{O}_7 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$) จากเปลือกไข่

1.2) ศึกษาการเตรียมแคลเซียมแอมโมเนียมฟอสเฟตโมโนไฮเดรต ($\text{CaNH}_4\text{PO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$) จากเปลือกไข่

2) ศึกษาการเตรียมอัตราส่วนของพลาสติกต่อสารหน่วงการติดไฟ ได้แก่ 70:30, 60:40 และ 50:50 (โดยน้ำหนัก) และศึกษาการเตรียมพลาสติกกับสารหน่วงการติดไฟที่ใช้ร่วมกับสารช่วยผสม โดยทำการผสมด้วยเครื่องผสมระบบปิด (Internal mixer) และขึ้นรูปด้วยเครื่องอัดขึ้นรูป (Compression molding machine)

3) ศึกษาสมบัติต่างๆ ของพลาสติกที่ผสมสารหน่วงการติดไฟ ได้แก่

3.1) สมบัติการหน่วงการติดไฟตามมาตรฐาน UL-94

3.2) สมบัติเชิงกล ได้แก่ ความแข็งแรงโค้งงอ (Flexural strength) โมดูลัสโค้งงอ (Flexural modulus) ความแข็งที่ผิว (Hardness) และความแข็งแรงกระแทก (Impact strength)

3.3) สันฐานวิทยาด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning electron microscope; SEM)

3.4) สมบัติทางความร้อนด้วยเทคนิค Differential scanning calorimetry (DSC) และเทคนิค Thermogravimetric analysis (TGA)

1.4 ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับ

1) สามารถสังเคราะห์สารหน่วงการติดไฟประเภทฟอสเฟต ได้แก่ ไดแคลเซียมไฮดรอกซีฟอสเฟตเตตระไฮเดรต ($\text{Ca}_2\text{P}_2\text{O}_7 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$) และแคลเซียมแอมโมเนียมฟอสเฟตโมโนไฮเดรต ($\text{CaNH}_4\text{PO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$) ด้วยวิธีการตกตะกอนจากเปลือกไข่ ซึ่งมาจากแหล่งธรรมชาติ

2) สามารถนำเปลือกไข่ที่เป็นของเหลือทิ้งจากอุตสาหกรรมอาหารมาใช้ให้เกิดประโยชน์ และเพิ่มมูลค่าให้กับของเหลือทิ้ง ตลอดจนเป็นการลดปริมาณขยะที่เกิดขึ้นได้

3) สามารถปรับปรุงสมบัติการติดไฟและการลามไฟของพลาสติกได้

4) สามารถนำองค์ความรู้ที่ได้ไปใช้เป็นแนวทางในการศึกษาและพัฒนาสารหน่วงการติดไฟชนิดอื่นๆ ได้ในอนาคต

บทที่ 2

ทฤษฎีและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

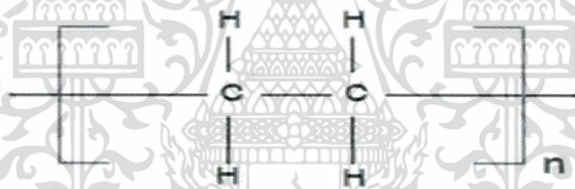
2.1 พลาสติก

2.1.1 สมบัติทั่วไปของพลาสติก

พลาสติกนับว่าเป็นวัสดุที่มีบทบาทและสำคัญมากในยุคปัจจุบันนี้ เนื่องจากมีสมบัติพิเศษอย่างมากมาย คือพลาสติกมีน้ำหนักเบา มีความเหนียวทนทาน เป็นฉนวนไฟฟ้า สามารถหลอมขึ้นรูปใหม่ได้ และพลาสติกบางประเภทยังทนทานต่อสารเคมีอีกด้วย แต่พลาสติกนั้นมีข้อเสีย คือ พลาสติกมีความแข็งแรงน้อยกว่าเมื่อเทียบกับเหล็ก และยังมีสมบัติการทนทานต่อความร้อนที่ต่ำ เมื่อพลาสติกได้รับความร้อนจะทำให้เกิดการหดตัวและเสียสภาพได้ จึงจำเป็นต้องมีการใส่สารเติมแต่งบางชนิดเพื่อปรับปรุงสมบัติบางประการ

2.1.2 พอลิเอทิลีนชนิดความหนาแน่นสูง

พอลิเอทิลีนชนิดความหนาแน่นสูง (High density polyethylene; HDPE) คือเทอร์โมพลาสติก ประเภทพอลิเอทิลีน (Polyethylene; PE) ที่มีค่าความหนาแน่นสูงประมาณ 0.941-0.965 g/cm³ [7] โครงสร้างทางเคมีมีกิ่งสาขา (Branching) น้อย แรงดึงดูดระหว่างโมเลกุลของพอลิเมอร์ค่อนข้างสูง มีความแข็งแรง ทนความร้อนได้ไม่มาก แต่ทนสารเคมีได้ดี



รูปที่ 2.1 สูตรโครงสร้างทางเคมีของ HDPE [7]

HDPE มีสีขาวขุ่น โปร่งแสง มีความลื่นมันในตัว มีความเหนียว ยืดหยุ่น ไม่มีกลิ่น ไม่มีรส มีความหนาแน่นต่ำกว่าน้ำจึงลอยน้ำได้ และสามารถผสมให้มีสีต่างๆ ได้ [8]



รูปที่ 2.2 ผลิตภัณฑ์จาก HDPE [8]

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่นิยมนำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

2.1.3 สารเติมแต่งในพลาสติก

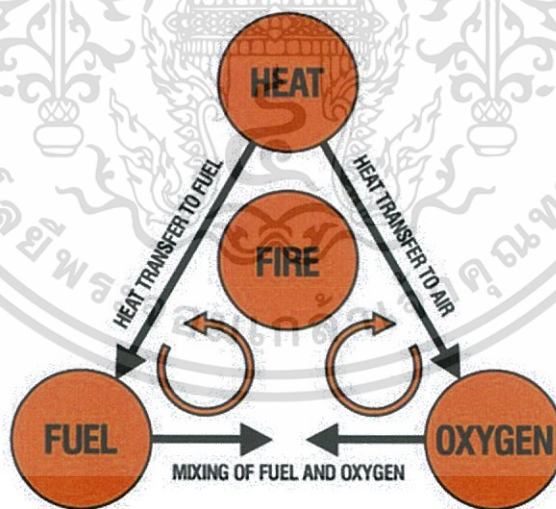
สารเติมแต่งเป็นสารที่ใช้ผสมลงในพลาสติกเพื่อปรับปรุงสมบัติบางประการของพลาสติกให้ดียิ่งขึ้น โดยสารเติมแต่งนั้นสามารถแบ่งออกได้เป็นหลายประเภท เช่น สารเพิ่มความทนทานต่อแรงกระแทก (Impact modifiers) สารตัวเติม (Filler) และสารหน่วงการติดไฟ (Flame retardant; FR) เป็นต้น

2.2 กลไกการติดไฟและการดับไฟ

2.2.1 องค์ประกอบของไฟและกลไกการติดไฟ

ไฟ (Fire) เกิดจากกระบวนการเผาไหม้หรือปฏิกิริยาออกซิเดชัน (Oxidation) ระหว่างเชื้อเพลิง (Fuel) กับออกซิเจน (Oxygen) และสามารถเกิดขึ้นได้เมื่อเชื้อเพลิงได้รับความร้อน (Ignition/Heat) จนถึงอุณหภูมิติดไฟ (Ignition temperature) กระบวนการหรือปฏิกิริยานี้เกิดขึ้นได้อย่างรวดเร็ว และคายพลังงานออกมาในรูปของความร้อนและแสงสว่าง รวมทั้งก่อให้เกิดเปลวไฟหรือกลุ่มแก๊สที่กำลังลุกไหม้และควัน (Smoke) ด้วย นอกจากนี้ ความร้อนที่เกิดขึ้นจากกระบวนการยังเป็นปัจจัยสำคัญที่ทำให้การลุกไหม้ของไฟดำเนินไปอย่างต่อเนื่อง [9] จากนิยามข้างต้นทำให้สามารถสรุปองค์ประกอบของไฟได้เป็นสามองค์ประกอบหลัก ดังแสดงในรูปที่ 2.3 สามเหลี่ยมของการเกิดไฟ (Fire triangle) โดยแต่ละด้านของรูปสามเหลี่ยมจะแทนแต่ละองค์ประกอบของการเกิดไฟ ได้แก่ เชื้อเพลิง (Fuel) ความร้อน (Heat) และออกซิเจน (Oxygen)

เมื่อองค์ประกอบทั้งสามรวมตัวกันในสัดส่วนที่พอเหมาะจะทำให้เกิดไฟขึ้น แต่ถ้าขาดหรือแยกองค์ประกอบใดองค์ประกอบหนึ่งออกไปจะดับลง



รูปที่ 2.3 องค์ประกอบของการเกิดไฟ [10]

2.2.1.1 เชื้อเพลิง เป็นองค์ประกอบสำคัญที่ทำให้เกิดการเผาไหม้ เชื้อเพลิงมีหลายชนิด หลายสถานะ ไม่ว่าจะเป็นของแข็ง ของเหลวและแก๊ส เชื้อเพลิงแต่ละชนิดมีสมบัติที่แตกต่างกันออกไป ในการดำเนินการป้องกันและระงับการเผาไหม้จึงจำเป็นต้องมีความเข้าใจเกี่ยวกับสมบัติของเชื้อเพลิง โดยสมบัติของเชื้อเพลิงที่เกี่ยวข้องกับการป้องกันและการเผาไหม้ที่สำคัญได้แก่

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่นิยมนำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

1) จุดวาบไฟ (Flash point) คืออุณหภูมิต่ำสุดที่ทำให้เชื้อเพลิงเปลี่ยนสถานะกลายเป็นไอในปริมาณมากพอผสมกับอากาศในอัตราส่วนที่เหมาะสม ทำให้เกิดเปลวไฟวาบขึ้นชั่วขณะหนึ่งเมื่อมีประกายไฟหรือแหล่งความร้อนเข้ามาใกล้ แต่ถ้านำประกายไฟหรือแหล่งความร้อนออก ไฟจะดับลงเมื่อไอเชื้อเพลิงนั้นลุกไหม้หมดแล้วหรืออาจกล่าวได้ว่า จุดวาบไฟ เป็นอุณหภูมิต่ำสุดที่ทำให้เชื้อเพลิงมีโอกาสลุกติดไฟวาบขึ้นมาไฟได้ แต่เป็นอุณหภูมิที่ไม่สูงพอที่จะทำให้กระบวนการเผาไหม้เกิดขึ้นได้อย่างต่อเนื่อง

2) อุณหภูมิติดไฟ (Ignition temperature) คืออุณหภูมิที่เชื้อเพลิงสามารถลุกไหม้ได้และมีการระเหยของไอเชื้อเพลิงในอัตราที่มากพอที่จะทำให้เกิดการลุกไหม้ได้อย่างต่อเนื่องหลังจากที่ได้รับการจุดติดไฟ ปกติอุณหภูมิติดไฟนี้จะสูงกว่าจุดวาบไฟเล็กน้อย

3) อุณหภูมิติดไฟได้เอง (Auto-ignition temperature) คืออุณหภูมิที่เชื้อเพลิงสามารถลุกติดไฟขึ้นได้เอง โดยไม่ต้องอาศัยประกายไฟหรือแหล่งความร้อนจากภายนอก

4) ช่วงความเข้มข้นของการติดไฟ (Flammable range) คือปริมาณไอของเชื้อเพลิงในอากาศที่สามารถเกิดการลุกติดไฟได้เมื่อถึงอุณหภูมิติดไฟ โดยกำหนดเป็นเปอร์เซ็นต์ส่วนผสมของเชื้อเพลิงในอากาศ (Percentage mixture) กล่าวคือ ช่วงความเข้มข้นของไอระเหยที่เหมาะสมที่ทำให้เกิดการติดไฟได้จะต้องอยู่ระหว่าง ขีดจำกัดล่างของการติดไฟหรือเปอร์เซ็นต์ส่วนผสมต่ำสุดที่ติดไฟได้ (Lower flammable limits; LFL) กับขีดจำกัดบนของการติดไฟหรือเปอร์เซ็นต์ส่วนผสมสูงสุดที่ติดไฟได้ (Upper flammable limits; UFL)

นอกจากนี้ยังมีสมบัติอื่นๆ ที่ควรนำมาพิจารณาด้วย เช่น ความสามารถในการละลายน้ำ (Water solubility) ความถ่วงจำเพาะ (Specific gravity) และความหนาแน่นไอ (Vapor density) เป็นต้น

2.2.1.2 ความร้อน ความร้อนเป็นอีกองค์ประกอบสำคัญที่จะทำให้เชื้อเพลิงมีอุณหภูมิสูงจนถึงจุดวาบไฟในกรณีที่จุดวาบไฟสูงกว่าอุณหภูมิบรรยากาศและทำให้ไอเชื้อเพลิงที่ได้รับความร้อนสูงถึงจุดติดไฟทำปฏิกิริยาเคมีอย่างรวดเร็วกับออกซิเจนจนเกิดการจุดติดไฟขึ้น

2.2.1.3 ออกซิเจน ออกซิเจนเป็นอีกองค์ประกอบหนึ่งที่มีความสำคัญสำหรับการเกิดไฟ โดยถูกนำมาใช้เป็นตัวออกซิไดซ์ (Oxidizing agent) ในกระบวนการเผาไหม้ แหล่งของออกซิเจนที่ใช้ในการเผาไหม้ส่วนใหญ่มาจากแก๊สออกซิเจนในบรรยากาศ ทั้งนี้สัดส่วนของปริมาณแก๊สออกซิเจนในบรรยากาศโดยทั่วไปมีอยู่ประมาณ 21% อย่างไรก็ตาม ปริมาณออกซิเจนในบรรยากาศจะแปรผกผันกับปริมาณไอของเชื้อเพลิงในบรรยากาศ ถ้ามีปริมาณไอเชื้อเพลิงในอากาศมากปริมาณแก๊สออกซิเจนในอากาศจะน้อย ปริมาณออกซิเจนในอากาศที่เพียงพอสำหรับการเผาไหม้เชื้อเพลิงโดยทั่วไปคือประมาณ 16%

2.2.1.4 ปฏิกิริยาต่อเนื่อง เชื้อเพลิงแต่ละชนิดมีสมบัติในการติดไฟแตกต่างกัน นอกจากนี้เชื้อเพลิงแต่ละสถานะมีกระบวนการลุกติดไฟแตกต่างกัน เชื้อเพลิงที่อยู่ในสถานะแก๊ส อาศัยหลักการแพร่ (Diffusion) และสามารถลุกติดไฟได้ในสภาพที่เหมาะสม แต่เชื้อเพลิงที่อยู่ในสถานะที่เป็นของแข็งและของเหลวจะต้องอาศัยความร้อนเป็นตัวกระตุ้นให้โมเลกุลที่ผิวสลายตัวกลายเป็นไอก่อนที่จะลุกติดไฟได้ โดยเชื้อเพลิงที่เป็นของแข็งจะกลายเป็นไอผ่านกระบวนการไพโรไลซิส (Pyrolysis) ส่วนเชื้อเพลิงที่เป็นของเหลวจะกลายเป็นไอโดยกระบวนการระเหย (Vaporization)

เมื่อไอระเหยของเชื้อเพลิงมีปริมาณมากพอในสภาวะที่เหมาะสม คือมีออกซิเจนและความร้อนพอเพียงจะเกิดการติดไฟอย่างต่อเนื่อง (Continuous reignition) ในขณะเดียวกันเปลวไฟ

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

(Flame) ที่เกิดขึ้นจะแผ่รังสีความร้อนสะท้อนกลับ (Radiative feedback) ทำให้เชื้อเพลิงที่เป็นทั้งของแข็ง ของเหลว กลายเป็นไอสามารถลุกติดไฟได้มากขึ้น เมื่อองค์ประกอบหลักของการติดไฟทั้ง 3 องค์ประกอบ ได้แก่ เชื้อเพลิง ความร้อน และออกซิเจน มีปริมาณมากเกินไป (Excess) จะเกิดปฏิกิริยาต่อเนื่องจนเกิดการลุกลามของไฟได้ (Uninhibited chain reaction)

2.2.2 กลไกการดับไฟ

การดับไฟสามารถทำได้โดยการกำจัดหรือแยกองค์ประกอบใดองค์ประกอบหนึ่งของการเกิดไฟออก ซึ่งแบ่งออกเป็น 4 กลไก ดังนี้ [11]

2.2.2.1 การลดความร้อน การลดความร้อนสามารถทำได้โดยการใช้ น้ำ น้ำเป็นตัวสำคัญที่สุดในการลดความร้อนโดยน้ำที่ละอองละเอียดจะมีประสิทธิภาพมาก โดยจะไปลดความร้อนทำให้อุณหภูมิลดจนป้องกันการระเหยเป็นไอของเชื้อเพลิงได้

2.2.2.2 การป้องกันออกซิเจนในอากาศรวมตัวกับเชื้อเพลิง การป้องกันไม่ให้ออกซิเจนรวมตัวกับเชื้อเพลิงทำได้ 2 วิธีคือ การใช้แก๊สเฉื่อยไปลดจำนวนออกซิเจนในอากาศ นิยมใช้เป็นคาร์บอนไดออกไซด์ และอีกวิธีคือ การปิดกั้นอากาศ ซึ่งสามารถทำได้โดยการใช้ผงเคมีแห้งหรือโฟม เป็นตัวกั้นอากาศกับเชื้อเพลิง ทำให้ไอของเชื้อเพลิงไม่สามารถสัมผัสกับอากาศได้ส่งผลต่อกระบวนการเผาไหม้เนื่องจากออกซิเจนไม่สามารถเข้าไปในกระบวนการเผาไหม้ได้

2.2.2.3 การกำจัดเชื้อเพลิง เมื่อขาดเชื้อเพลิงไฟจะดับลง ซึ่งสามารถทำได้โดยนำเชื้อเพลิงออกไปจากบริเวณที่มีการลุกไหม้ เมื่อไม่มีเชื้อเพลิงให้ลุกไหม้ไฟจะดับลง หรือสามารถทำได้โดยการใช้สารดับเพลิงไปเคลือบที่ผิวของเชื้อเพลิง และกั้นไม่ให้ไอเชื้อเพลิงที่ลอยไปยังบริเวณที่มีการลุกไหม้

2.2.2.4 การตัดปฏิกิริยาลูกโซ่ เป็นการควบคุมปฏิกิริยาที่เกิดขึ้นระหว่างกระบวนการเผาไหม้ ซึ่งคือปฏิกิริยาลูกโซ่ การดับไฟโดยการตัดปฏิกิริยาลูกโซ่เกิดจากการที่สารเคมีที่เป็นส่วนประกอบของสารดับเพลิงเข้าไปจับอนุมูลอิสระที่เกิดขึ้นจากกระบวนการเผาไหม้ และยับยั้งไม่ให้กระบวนการเผาไหม้สามารถดำเนินต่อไปได้

2.3 สารหน่วงการติดไฟ

สารหน่วงการติดไฟ (Fire retardant) คือสารเติมแต่งที่มีบทบาทสำคัญในการแก้ไขข้อจำกัดด้านการทนความร้อนของพลาสติก เพื่อให้เมื่อพลาสติกเกิดการติดไฟแล้วลุกลามช้าลง ช่วยลดการแพร่กระจายของไฟ ทำให้การลุกลามไฟช้าลงและยับยั้งการก่อตัวของควัน

2.3.1 การยับยั้งการติดไฟของสารหน่วงการติดไฟ

การทำงานของระบบหน่วงไฟในสารหน่วงการติดไฟ สามารถแบ่งได้เป็น 2 ประเภท คือทางกายภาพและทางเคมี [12]

2.3.1.1 การยับยั้งการติดไฟทางกายภาพ แบ่งได้เป็น 3 วิธีได้แก่

1) การลดอุณหภูมิของระบบ หลักการของกลไกนี้คือ สารหน่วงการติดไฟเกิดจะปฏิกิริยาดูดความร้อน (Endothermic reaction) เนื่องจากได้รับความร้อนจากการเผาไหม้ แล้วเกิดการสลายพันธะ ความร้อนในระบบจึงลดลง ทำให้ความร้อนที่มีในระบบนั้นไม่เพียงพอต่อการเผาไหม้อย่างต่อเนื่อง นอกจากนี้สารหน่วงการติดไฟยังสามารถเกิดปฏิกิริยาไฮเดรชัน คือเกิดน้ำขึ้นในระบบช่วยลดอุณหภูมิในระบบได้ ทำให้การเผาไหม้ของวัสดุลดลง พื้นผิวของวัสดุเย็นขึ้น ตัวอย่างของสาร

หน่วงการติดไฟประเภทนี้จะประกอบด้วยโลหะไฮดรอกไซด์ เช่น แมกนีเซียมไฮดรอกไซด์ $Mg(OH)_2$ และอะลูมินาไฮดรอกไซด์ $Al(OH)_3$ เป็นต้น

2) การเกิดชั้นเคลือบบนพื้นผิว เมื่อการเผาไหม้เกิดขึ้น สารหน่วงการติดไฟจะเกิดการหลอมแล้วเคลือบที่ผิวของวัสดุ ช่วยป้องกันวัสดุจากการสลายตัวทางความร้อนและลดการถ่ายเทความร้อนจากการเผาไหม้ไปยังวัสดุ ส่งผลให้ไม่เกิดการลามไฟไปยังบริเวณอื่น ตัวอย่างของสารหน่วงการติดไฟประเภทนี้ประกอบด้วย สารประกอบโบรอนและฟอสฟอรัส เช่น บอริก บอแรกซ์ ซิลิเกต และฟอสฟอรัส เป็นต้น

3) การลดปริมาณเชื้อเพลิง เมื่อเกิดการเผาไหม้ สารหน่วงการติดไฟจะติดไฟแล้วเกิดการสลายตัวพร้อมกับปลดปล่อยแก๊สที่ไม่ติดไฟออกมา เช่น แก๊สคาร์บอนไดออกไซด์ และไอน้ำ เป็นต้น ส่งผลให้เชื้อเพลิงที่เกิดจากการติดไฟของวัสดุมีปริมาณลดลง ซึ่งเป็นการเจือจางความเข้มข้นของเชื้อเพลิง วัสดุจึงเกิดการสลายตัวจากการเผาไหม้ลดลง และยังทำให้ระบบเย็นขึ้นได้จากไอน้ำอีกด้วย ตัวอย่างสารหน่วงการติดไฟประเภทนี้ได้แก่ โซเดียมคาร์บอเนต โซเดียมโบคาร์บอเนต แคลเซียมซัลเฟต และแคลเซียมฟอสเฟต เป็นต้น

2.3.1.2 การยับยั้งการติดไฟทางเคมี แบ่งได้ 2 วิธี ได้แก่

1) การเกิดปฏิกิริยาในวัฏภาคก๊าซ (Vapor phase) สารหน่วงการติดไฟเมื่อได้รับความร้อนจากการเผาไหม้ จะเกิดเป็นอนุมูลอิสระขึ้น ซึ่งอนุมูลอิสระนี้จะไปจับกับอนุมูลอิสระที่เกิดจากการเผาไหม้ของวัสดุ เช่น $\cdot H$, $\cdot OH$ เกิดเป็นแก๊ส เป็นโมเลกุลที่เสถียร จากการกำจัดอนุมูลอิสระที่เกิดจากการเผาไหม้จะทำให้ความร้อนในวัฏภาคไอลลดลง ระบบเย็นขึ้น และการเผาไหม้อย่างต่อเนื่องจึงลดลงได้ ตัวอย่างสารหน่วงการติดไฟประเภทนี้ประกอบด้วย สารประกอบฮาโลเจน และสารประกอบฟอสฟอรัส เป็นต้น

2) การเกิดปฏิกิริยาในวัฏภาคควบแน่น (Condensed phase) สารหน่วงการติดไฟเมื่อได้รับความร้อนจากการเผาไหม้ จะเกิดการสลายตัวให้แก๊สที่ไม่ติดไฟได้ออกมา นอกจากนี้สารหน่วงการติดไฟยังสามารถเกิดปฏิกิริยาการปลดปล่อยน้ำ (Dehydration) และสามารถทำปฏิกิริยากับพอลิเมอร์ กลายเป็นชั้นถ้ำ (Char layer) ที่มีลักษณะโครงสร้างร่างแห (Crosslinking) เคลือบผิวหน้าของวัสดุเอาไว้ ซึ่งสามารถป้องกันความร้อนจากการเผาไหม้ที่เกิดขึ้นไม่ให้เข้าถึงผิวพอลิเมอร์ และช่วยให้เนื้อพอลิเมอร์ภายในไม่ถูกเผาไหม้ จึงไม่เกิดการลุกลามของไฟ ตัวอย่างของสารหน่วงการติดไฟประเภทนี้ได้แก่ สารประกอบฟอสฟอรัส เป็นต้น

2.3.2 ประเภทของสารหน่วงการติดไฟ [13]

สารหน่วงการติดไฟสามารถแบ่งออกได้เป็นหลายประเภท โดยในที่นี้จะแบ่งตามองค์ประกอบทางเคมีในสารหน่วงการติดไฟ ซึ่งสามารถแบ่งออกได้เป็น 2 ประเภท ได้แก่

2.3.2.1 สารหน่วงการติดไฟชนิดที่มีฮาโลเจน (Halogen-based flame retardant)

สารหน่วงการติดไฟประเภทนี้เป็นสารหน่วงการติดไฟที่นิยมใช้กันอย่างแพร่หลาย เนื่องจากมีประสิทธิภาพในการทำงานสูง โดยหลักการการหน่วงไฟคือ เมื่อวัสดุเกิดการเผาไหม้ สารหน่วงการติดไฟที่มีธาตุฮาโลเจนเป็นองค์ประกอบ จะเกิดการแตกตัวเป็นอิเล็กตรอนอิสระ เข้าจับกับอนุมูลอิสระที่เกิดจากกระบวนการเผาไหม้ เกิดเป็นก๊าซที่ไม่ติดไฟคลุมบริเวณการเผาไหม้จึงสามารถลดอุณหภูมิในวัฏภาคไอลงได้ แต่สารประกอบฮาโลเจนบางชนิดเมื่อเกิดการติดไฟ จะปล่อยก๊าซพิษออกมาส่งผลอันตรายต่อสิ่งแวดล้อมและสุขภาพได้

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

2.3.2.2 สารหน่วงการติดไฟชนิดไม่มีฮาโลเจน (Halogen free flame retardant)

ในปัจจุบันสารหน่วงการติดไฟประเภทนี้เริ่มได้รับความนิยมมากขึ้น เนื่องจากเมื่อวัสดุจะไม่ก่อให้เกิดก๊าซพิษเมื่อเกิดการเผาไหม้ ปลอดภัยและเป็นมิตรต่อสิ่งแวดล้อม

1) สารหน่วงการติดไฟกลุ่มโบรอน (Boron-based flame retardant) จะใช้ในรูปของบอแรกซ์และบอริก เมื่อวัสดุเกิดการเผาไหม้จะสร้างชั้นฟิล์มเพื่อปกป้องพื้นผิวของพอลิเมอร์เพื่อป้องกันอนุมูลอิสระที่ส่งผลให้เกิดการไหม้อย่างต่อเนื่อง โดยบอแรกซ์และบอริกจะช่วยทำให้อุณหภูมิของระบบลดลง วัสดุจึงเกิดการเผาไหม้ลดน้อยลง

2) สารหน่วงการติดไฟกลุ่มฟอสฟอรัส (Phosphorus-based flame retardant) จะมีประสิทธิภาพสูงเมื่อใช้กับพอลิเมอร์ที่มีองค์ประกอบของออกซิเจนต่ำ เช่น ไนลอน พอลิस्टาเร็น เป็นต้น ซึ่งจะสามารถเพิ่มตัวของชั้นเถ้าได้มากขึ้น โดยการก่อตัวของชั้นเถ้าและเกิดการปลดปล่อยน้ำ ซึ่งจะทำให้อุณหภูมิระบบลดลง วัสดุเกิดการเผาไหม้น้อยลง เจือจางก๊าซที่เกิดการติดไฟ เป็นการลดการเผาไหม้อย่างต่อเนื่อง

2.3.3 สารหน่วงการติดไฟที่นิยมใช้ในอุตสาหกรรม

2.3.3.1 ไดแอมโมเนียมฟอสเฟต (Diammonium phosphate; DAP) [14]

เป็นสารหน่วงการติดไฟที่ใช้อย่างแพร่หลายในอุตสาหกรรม โดย DAP จะรบกวนกระบวนการสันดาปทั้งทางกายภาพและทางเคมี ส่วนที่เป็นน้ำจะลดช่วยลดอุณหภูมิของเชื้อเพลิง และลักษณะที่เป็นวุ้นหนานจะห่อหุ้มผิวเชื้อเพลิงที่ทำปฏิกิริยาลุกไหม้ ในขณะที่เกลืออนินทรีย์สารจะรบกวนขั้นตอนการลุกไหม้ทำให้เกิดก๊าซที่ไม่ติดไฟ เมื่อก๊าซที่ติดไฟได้มีน้อยลง ความร้อนที่ปลดปล่อยออกมาจากการลุกไหม้จึงลดลง มีผลให้อัตราการลุกลามของไฟลดลงตามไปด้วย

2.3.3.2 อะลูมินา ไตรไฮเดรต (Alumina trihydrate; ATH) [15]

เป็นสารหน่วงการติดไฟที่ใช้อย่างแพร่หลายในอุตสาหกรรม โดยอะลูมินา ไตรไฮเดรตเป็นสารหน่วงการติดไฟที่เป็นมิตรต่อสิ่งแวดล้อม โดยไม่ปล่อยก๊าซที่เป็นพิษออกมา เมื่อวัสดุเกิดการเผาไหม้ ATH จะสลายตัวที่อุณหภูมิประมาณ 220 °C กลายเป็นอะลูมิเนียมออกไซด์และน้ำ เกิดปฏิกิริยาดูดความร้อนโดยอน้ำจะทำให้พื้นผิวเย็นลง นอกจากนี้อะลูมิเนียมออกไซด์ยังสร้างชั้นเถ้าขึ้นมาปกคลุมพื้นผิวของวัสดุ ลดปริมาณของออกซิเจนในระบบ ทำให้การลามไฟนั้นลดลง

2.3.3.3 แมกนีเซียมไฮดรอกไซด์ (Magnesium hydroxide; MDH) [16]

เนื่องจากเป็นสารหน่วงการติดไฟที่มีราคาสูงกว่า ATH จึงได้รับความนิยมในวงการอุตสาหกรรมเป็นอันดับ 2 แต่แมกนีเซียมไฮดรอกไซด์มีประสิทธิภาพในการหน่วงไฟที่ดีกว่า และมีอุณหภูมิการสลายตัวที่ประมาณ 300 °C ซึ่งเมื่อเทียบกับ ATH แล้วเป็นอุณหภูมิที่สูงกว่า จึงนิยมนำมาใช้กับพลาสติกที่มีอุณหภูมิการขึ้นรูปสูง

2.4 สารหน่วงการติดไฟกลุ่มฟอสฟอรัสในระบบเดี่ยว

ระบบเดี่ยว ประกอบไปด้วยพลาสติกและสารหน่วงการติดไฟ โดยในงานวิจัยนี้ทำการศึกษาโดยการผสมสารหน่วงการติดไฟกับพลาสติกพอลิเอทิลีนชนิดความหนาแน่นสูง (High density-polyethylene; HDPE) และสารหน่วงการติดไฟที่ทำการศึกษาเป็นสารหน่วงที่มีส่วนประกอบของฟอสฟอรัส เนื่องจากสารหน่วงการติดไฟประเภทนี้เข้ากันได้ดีกับพอลิเมอร์ที่มีส่วนประกอบของออกซิเจน เป็นมิตรต่อสิ่งแวดล้อม และรบกวนการติดไฟได้ดี

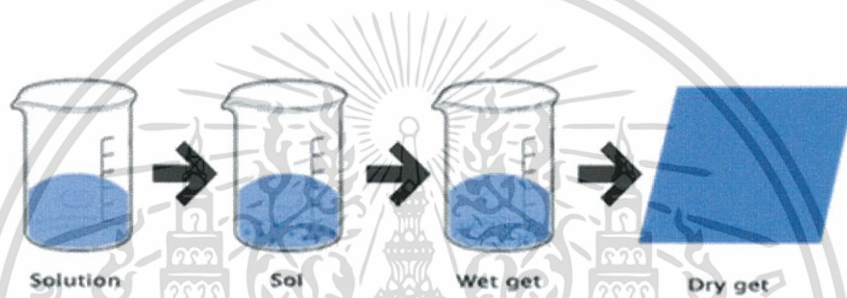
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

สารหน่วงการติดไฟที่มีธาตุฟอสฟอรัสเป็นองค์ประกอบ ถูกใช้งานแพร่หลายมากขึ้นหลังจากสารหน่วงการติดไฟประเภทฮาโลเจนถูกระงับใช้เนื่องจากก่อให้เกิดความเป็นพิษ โดยสารกลุ่มฟอสฟอรัสมีข้อดีคือให้ควันน้อยและเกิดความเป็นพิษต่ำ โดยจะเกิดปฏิกิริยาที่สถานะควบแน่นโดยเปลี่ยนเส้นทางการสลายตัวของพอลิเมอร์และลดก๊าซที่จะเผาไหม้โดยเกิดเถ้าจากการเผาไหม้คลุมที่พื้นผิวของวัสดุ ซึ่งจะทำการยับยั้งการลามไฟทั้งวิภาคควบแน่น และวิภาคก๊าซ

2.4.1 การสังเคราะห์สารหน่วงการติดไฟกลุ่มฟอสฟอรัส

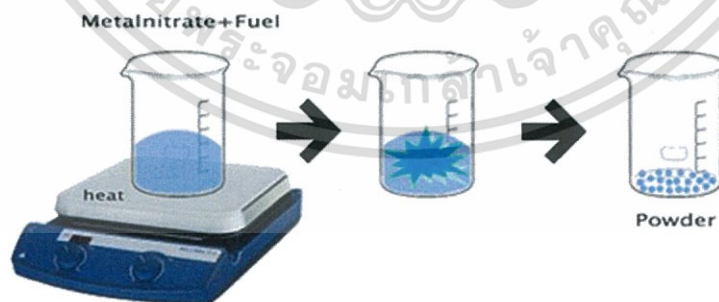
การสังเคราะห์สามารถทำได้หลายวิธี ซึ่งแต่ละวิธีจะส่งผลต่อสมบัติทางกายภาพและทางเคมีแตกต่างกัน

2.4.1.1 การสังเคราะห์แบบโซลเจล (Sol-gel) เป็นวิธีการสังเคราะห์วัสดุที่ต้องการความบริสุทธิ์สูงโดยทั่วไปกระบวนการโซลเจลเป็นกระบวนการเปลี่ยนสถานะจากของเหลวที่เรียกว่า 'Sol' ซึ่งส่วนมากอยู่ในรูปของสารแขวนลอยเป็นของแข็งความหนืดสูงที่เรียกว่า 'Gel'



รูปที่ 2.4 ตัวอย่างการสังเคราะห์แบบโซลเจล [17]

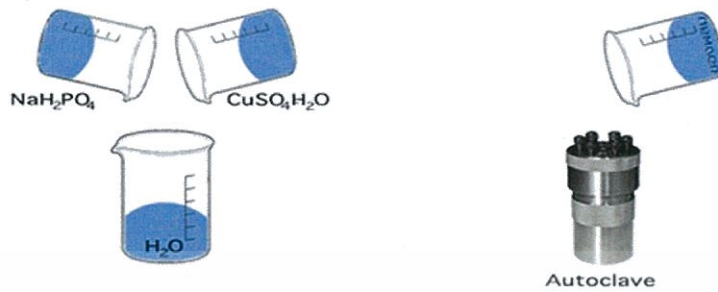
2.4.1.2 การสังเคราะห์ด้วยวิธีแบบคอมบัสชัน (Combustion) เป็นวิธีการสังเคราะห์ที่มีการใช้สารประกอบประเภทไนเตรต และเชื้อเพลิงจากสารอินทรีย์ โดยการเกิดปฏิกิริยารีดอกซ์ สารอินทรีย์จะสลายตัว ทำให้ได้พลังงานความร้อนออกมา เพื่อใช้ในการเผาไหม้



รูปที่ 2.5 ตัวอย่างการสังเคราะห์ด้วยวิธีแบบคอมบัสชัน [17]

2.4.1.3 การสังเคราะห์ด้วยวิธีไฮโดรเทอร์มอล (Hydrothermal) เป็นวิธีการสังเคราะห์ภายใต้อุณหภูมิและความดันสูงแก่ตัวทำปฏิกิริยาในตัวทำละลายที่เป็นน้ำ โดยจะทำในหม้ออัดความดัน (Autoclave) วิธีนี้สามารถสังเคราะห์สารที่มีความบริสุทธิ์สูง และสามารถควบคุมขนาดเอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่นิยมนำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ผลึกให้เล็กหรือใหญ่ได้ โดยการปรับอัตราส่วนของสารเคมีที่เป็นส่วนประกอบ และผลึกที่ได้ยังมีคุณภาพดีอีกด้วย



รูปที่ 2.6 ตัวอย่างการสังเคราะห์ด้วยวิธีไฮโดรเทอร์มอล [17]

2.4.1.4 การสังเคราะห์ด้วยวิธีการตกตะกอน (Precipitation) เป็นวิธีการสังเคราะห์แบบเปียก สังเคราะห์ได้ง่ายและใช้เวลาไม่นานแต่จะต้องมีการควบคุมพีเอช (pH) และเติมสารที่ทำให้เกิดการรวมตัวและตกตะกอน เพื่อให้สารออกมาอยู่ในรูปของไอออนในสารละลายหรืออยู่ในรูปที่สามารถจะเกิดตะกอนกับตัวตกตะกอนได้ ซึ่งตะกอนที่ได้จะมีรูปร่างแบบแอนไอโซทรอปี (Anisotropy) อันเนื่องมาจากอัตราการเติบโตของตะกอนตามแนวแกนของผลึกแตกต่างกัน



รูปที่ 2.7 ตัวอย่างการสังเคราะห์ด้วยวิธีการตกตะกอน [17]

2.4.1.5 การสังเคราะห์ด้วยวิธีตกตะกอนร่วม (Co-precipitation method) เป็นการสังเคราะห์โลหะฟอสเฟตมากกว่า 2 ชนิด ให้เข้าไปอยู่ในตำแหน่งแลคทิสในโครงสร้าง โดยวิธีการสังเคราะห์คล้ายกับวิธีการตกตะกอน แต่มีสารละลายโลหะมากกว่า 2 ชนิด ผสมกับสารประกอบฟอสฟอรัสและควบคุมพีเอช (pH) เพื่อให้เกิดการตกตะกอน

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 2.8 ตัวอย่างการสังเคราะห์ด้วยวิธีตกตะกอนร่วม [17]

2.4.2 กลไกการหน่วงไฟของสารหน่วงการติดไฟประเภทฟอสฟอรัส [18]

2.4.2.1 บทบาทของสารหน่วงการติดไฟประเภทฟอสฟอรัสในวิฤภาคควบแน่น

สารหน่วงการติดไฟกลุ่มฟอสฟอรัสช่วยเพิ่มปริมาณเถ้าเมื่อเกิดการเผาไหม้ ซึ่งการเกิดขึ้นของเถ้ามีผลทำให้การเผาไหม้ลดลง ในกระบวนการเกิดเถ้าจะมีการปลดปล่อยของน้ำซึ่งช่วยเจือจางสารประกอบที่ติดไฟ การหน่วงไฟจะเกิดขึ้นจากการเพิ่มขึ้นของโมเลกุลของน้ำ และเกิดขึ้นเถ้าที่ปกคลุมพื้นผิวของวัสดุจากการเผาไหม้ จึงช่วยลดการเผาไหม้ของวัสดุอย่างต่อเนื่องได้

2.4.2.2 บทบาทของสารหน่วงการติดไฟประเภทฟอสฟอรัสในวิฤภาคก๊าซ

1) ปฏิกิริยาทางเคมี (Chemical method) สารหน่วงการติดไฟประเภทฟอสฟอรัสที่สามารถระเหยได้จะมีความสามารถในการยับยั้งการเผาไหม้ได้ โดยสารระเหยจะแตกตัวเป็นโมเลกุลขนาดเล็ก เช่น P_2 , PO , PO_2 และ HPO โมเลกุลเหล่านี้จะช่วยยับยั้งการแตกตัวของโซ่กิ่งของพอลิเมอร์ ซึ่งเป็นปฏิกิริยาระหว่างออกซิเจนและไฮโดรเจนเกิดเป็นอนุมูลอิสระไฮดรอกไซด์ การยับยั้งการเกิดการเผาไหม้เช่นนี้จะคล้ายกับปฏิกิริยาการหน่วงไฟของสารหน่วงการติดไฟประเภทฮาโลเจน สารหน่วงการติดไฟประเภทฟอสฟอรัสจึงเป็นสารที่ยับยั้งการลามไฟที่มีประสิทธิภาพดี

2) ปฏิกิริยาทางกายภาพ (Physical method) สารประกอบฟอสฟอรัสจะมีผลต่อการเปลี่ยนแปลงค่าความจุความร้อน และความร้อนในการระเหยของพอลิเมอร์ โดยสารหน่วงการติดไฟจะดูดซับความร้อนของระบบ และปลดปล่อยน้ำส่งผลให้ความร้อนในระบบลดลง

2.5 เปลือกไข่

2.5.1 โครงสร้างของเปลือกไข่ไก่ [6]

เปลือกไข่ไก่ (Eggshell) มีสีน้ำตาลหรือสีขาวขึ้นอยู่กับชนิดของพันธุ์แม่ไก่ สีไข่ไม่มีผลต่อคุณค่าทางโภชนาการของไข่ ส่วนประกอบสำคัญของเปลือกไข่ไก่ คือ แคลเซียมคาร์บอเนต 94% แมกนีเซียมคาร์บอเนต 1% แคลเซียมฟอสเฟต 1% และสารอินทรีย์อื่นๆ 4% โดยในเปลือกไข่ไก่จะมีแคลเซียมคาร์บอเนตในปริมาณที่สูง ซึ่งแคลเซียมคาร์บอเนตถือเป็นอินทรีย์วัสดุที่มีประโยชน์อย่างมากในวงการอุตสาหกรรม โดยในประเทศไทยมีการบริโภคไข่ไก่เป็นอย่างมาก โดยเฉลี่ย 250 ฟอง/คน/ปี จึงทำให้มีเปลือกไข่ไก่เหลือทิ้งจำนวนมากซึ่งเปลือกไข่ไก่ไม่สามารถย่อยสลายได้ ก่อให้เกิดเป็นขยะและมลพิษต่อสิ่งแวดล้อม ดังนั้นหากมีการนำเปลือกไข่ไก่มาใช้ประโยชน์ได้ จะเป็นการเพิ่มมูลค่าให้กับสิ่งของเหลือใช้และกำจัดปัญหาทางมลพิษ

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 2.9 เปลือกไข่ไก่ [6]

2.5.2 ชั้นของเปลือกไข่

ชั้นของเปลือกไข่แบ่งออกเป็น 3 ชั้นดังนี้

2.5.2.1 เคลือบผิวไข่ (Cuticle) เป็นชั้นที่อยู่บนผิวนอกของเปลือกไข่หนาประมาณ 0.5-12.8 ไมโครเมตร มีหน้าที่อุดรูพรุนที่ผิวด้านนอกป้องกันจุลินทรีย์และอากาศ ซึ่งจะประกอบด้วยโปรตีน 85-87% คาร์โบไฮเดรต 3.5-4.4% ไขมัน 2.5-3.5% และเถ้า 3.5%

2.5.2.2 เปลือกไข่ชั้นนอก (Spongy หรือ Palisade layer) เป็นชั้นที่เคลือบคาร์บอเนตเรียงตัวกันอย่างหนาแน่นในรูปของผลึกแคลไซต์ (Calcite) เป็นชั้นที่หนา และมีความแข็งแรงที่สุดของเปลือกไข่

2.5.2.3 เปลือกไข่ชั้นใน (Mammillary layer) ผลึกแคลเซียมคาร์บอเนตรูป 6 เหลี่ยม (Hexagonal plates) ภายในมี Mammillary core ซึ่งเป็นมวลสารอินทรีย์ขนาดเล็กและเป็นจุดเริ่มต้นของการสร้างผลึก และ Mammillary core ยังจับแน่นกับชั้นเยื่อเปลือกไข่ ด้วยการสร้างพันธะไดซัลไฟด์ และไฮโดรเจนกับเส้นใยของเยื่อเปลือกไข่ชั้นนอก

2.5.3 การใช้ประโยชน์เปลือกไข่

เปลือกไข่สามารถใช้ประโยชน์ได้หลายด้าน เช่น

2.5.3.1 ด้านเกษตรกรรม แคลเซียมนับเป็นหนึ่งในสารอาหารที่พืชผลต้องการสามารถทำได้โดยบดเปลือกไข่ให้เป็นผงและผสมในปุ๋ย กำจัดศัตรูพืชโดยการโรยเปลือกไข่ทุบหยาบไว้บนใบของต้นไม้ จะช่วยป้องกันศัตรูพืชบางประเภทซึ่งกินใบไม้เป็นอาหาร เช่น ตัวหนอน เป็นต้น

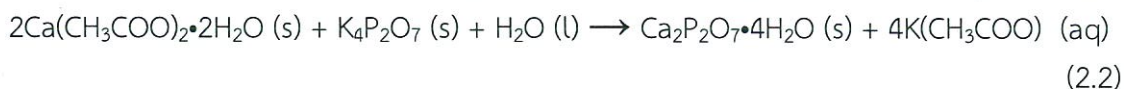
2.5.3.2 ด้านตกแต่งเพื่อความสวยงาม มีการนำเปลือกไข่มาประดิษฐ์เป็นวัสดุตกแต่งบ้านและสวน เช่น โคมไฟ โคมบาย กระถางต้นไม้ เป็นต้น

2.5.3.3 ด้านอุตสาหกรรม ในประเทศไทยมีเปลือกไข่เหลือทิ้งเป็นปริมาณมากจึงทำให้มีราคาถูกลง ซึ่งองค์ประกอบหลักของเปลือกไข่คือแคลเซียมคาร์บอเนตจึงสามารถนำมาใช้เป็นสารตัวเติมเพิ่มเนื้อในอุตสาหกรรมพลาสติกและยางได้

2.5.4 ไดแคลเซียมฟอสเฟตเตรไฮเดรต

ไดแคลเซียมฟอสเฟตเตรไฮเดรตเตรียมได้จาก แคลเซียมอะซิเตตที่ได้จากเปลือกไข่ทำปฏิกิริยากับกรดอะซิติกดังสมการที่ 2.1 จากนั้นนำแคลเซียมอะซิเตตทำปฏิกิริยากับโพแทสเซียมฟอสเฟตโดยใช้น้ำเป็นตัวทำละลายดังสมการที่ 2.2 ซึ่งสามารถเตรียมได้ที่อุณหภูมิห้อง และต้องควบคุมพีเอชเท่ากับ 7

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

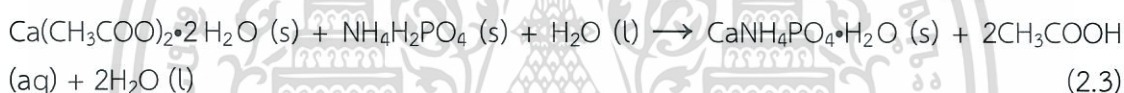


ตารางที่ 2.1 สมบัติโดยทั่วไปของไดแคลเซียมโพสเฟตเตรไฮเดรต [25]

สมบัติ	ค่าที่แสดง
ความหนาแน่น (Density, g/cm ³)	1.87 g/cm ³
จุดวาบไฟ	ไม่ติดไฟ
ลักษณะ	ผงสีขาว
จุดหลอมเหลว (Melting point, °C)	1,353

2.5.5 แคลเซียมแอมโมเนียมโพสเฟตโมโนไฮเดรต

แคลเซียมแอมโมเนียมโพสเฟตโมโนไฮเดรตเตรียมได้จากแคลเซียมอะซิเตตที่ได้จากเปลือกไข่ทำปฏิกิริยากับกรดอะซิติกดังสมการที่ 2.1 จากนั้นนำแคลเซียมอะซิเตตทำปฏิกิริยากับแอมโมเนียมไดไฮโดรเจนโพสเฟตโดยใช้น้ำเป็นตัวทำละลายดังสมการที่ 2.3 ซึ่งสามารถเตรียมได้ที่อุณหภูมิห้องและต้องควบคุมพีเอชเท่ากับ 7



ตารางที่ 2.2 สมบัติโดยทั่วไปของแคลเซียมแอมโมเนียมโพสเฟตโมโนไฮเดรต [5]

สมบัติ	ค่าที่แสดง
ความหนาแน่น (Density, g/cm ³)	1.88 g/cm ³
จุดวาบไฟ	ไม่ติดไฟ
ลักษณะ	ผงสีขาว

2.6 งานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

Laoutid, F. และคณะ [20] ศึกษาผลของสารหน่วงการติดไฟประเภทแคลเซียมไฮดรอกไซด์ 5 ชนิด คือ Hydrate lime (HS), Hydrate lime (MS), Hydrate lime (LS), Partially hydrate dolime และ Completely hydrate dolime ต่อการใช้งานในพอลิโพลีเอทิลีนชนิดต่างๆ เมื่อมีการเปรียบเทียบผลของสารหน่วงการติดไฟแคลเซียมไฮดรอกไซด์เทียบกับ ATH และ MDH ซึ่งเป็นสารหน่วงการติดไฟที่นิยมใช้ในปัจจุบัน โดยทำการผสม MDPE, PP และ PS กับสารตัวเติม (50%wt) ใน Brabender internal mixer ที่อุณหภูมิ 180 °C เป็นเวลา 10 นาที และทำการผสม EVA กับสารตัวเติม (60%wt) ใน Co-rotating twin screw extruder ที่อุณหภูมิ 180-240 °C ยกเว้น ATH จะใช้ อุณหภูมิ 160-180 °C จากนั้นนำ พอลิเมอร์ผสมมาขึ้นรูปโดยใช้ Compression mold ที่อุณหภูมิ 180°C นำพอลิเมอร์ที่ทำการขึ้นรูปแล้วไปทดสอบสมบัติการหน่วงไฟ Calorimeter test ซึ่งผลการทดสอบจากตารางที่ 2.3 จะเห็นได้ชัดใน MDPE และ EVA ที่ผสมสารหน่วงการติดไฟประเภท

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

แคลเซียมไฮดรอกไซด์ pHRR (Peak of heat release) มีการลดลงอย่างมาก ซึ่งการลดลงของ pHRR ของสารหน่วงการติดไฟประเภทแคลเซียมไฮดรอกไซด์ใกล้เคียงกับการใส่สารหน่วงการติดไฟ MDH แต่สารหน่วงการติดไฟประเภทแคลเซียมไฮดรอกไซด์จะให้สมบัติการยึดติดที่ดีกว่า แสดงให้เห็นว่าสารหน่วงการติดไฟประเภทแคลเซียมไฮดรอกไซด์มีประสิทธิภาพการหน่วงการติดไฟที่ดีใกล้เคียงกับสารหน่วงการติดไฟ MDH ที่นิยมใช้ในปัจจุบัน แต่ให้ประสิทธิภาพการยึดติดที่ดีกว่าและยังเป็นสารหน่วงการติดไฟชนิดไม่มีฮาโลเจนอีกด้วย

ตารางที่ 2.3 แสดงผลการทดสอบ Calorimeter test [20]

	TTI (s)	pHRR (kW/m ²)	TpHRR (s)	Total HR (Mj/m ²)
MDPE	54	1090	212	150
MDPE-50% Mg(OH) ₂	90	220 (-80%)	620	97
MDPE-50% Al(OH) ₃	74	210(-80%)	112	100
MDPE-50% Ca(OH) ₂	77	252(-77%)	130	100
MDPE-50% Ca(OH) ₂ •Mg(OH) ₂ •MgO	78	211(-80%)	120	122
MDPE-50% Ca(OH) ₂ •Mg(OH) ₂	74	231(-79%)	120	110
EVA	38	923	160	103
EVA-60% Mg(OH) ₂	86	394(-57%)	200	90
EVA-60% Ca(OH) ₂	50	238(-74%)	380	92
EVA-60% Ca(OH) ₂ •Mg(OH) ₂ •MgO	54	226(-75%)	385	80
EVA-60% Ca(OH) ₂ •Mg(OH) ₂	82	214(-77%)	372	74

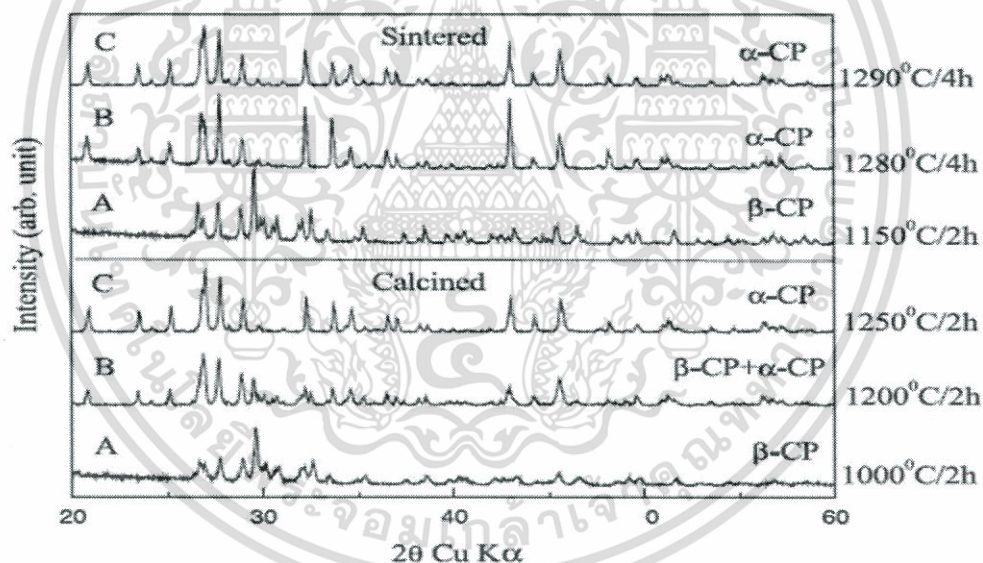
หมายเหตุ Time to ignition (TTI), peak of heat release (pHRR), time of peak of heat release (TpHRR) และ Total heat release (Total HR) ของ MDPE และ EVA คอมโพลีเมอร์

Safronova, T. V. และคณะ [21] ศึกษาเรื่องการดูดซึมของโบโอเซรามิกของ Calcium pyrophosphate (CPP) ที่ได้มาจากการสังเคราะห์ผงของ Amorphous hydrated calcium pyrophosphate (AHCPP) โดย AHCPP ที่อยู่ในรูปของผงนาโนนั้นเกิดจากการตกตะกอนของสารละลายแคลเซียมไนเตรตและสารละลายแอมโมเนียมฟอสเฟต ณ อุณหภูมิห้อง ในรูปแบบของไอออน PO₃⁻ ซึ่งในงานวิจัยจะใช้วิธีการตกตะกอนแบบเปียก โดยการผสมสารละลายแอมโมเนียมโพสเฟต (0.5 โมลาร์) กับสารละลายแคลเซียมไนเตรต (0.5 โมลาร์) และจะต้องควบคุมพีเอชให้อยู่ในช่วง 4.0-4.5 เพื่อที่จะทำให้การตกตะกอนมีประสิทธิภาพ จากนั้นทิ้งให้ตะกอนเกิดการแห้งที่อุณหภูมิห้อง ภายในระยะเวลา 48 ชั่วโมง โดยผงที่แห้งแล้วจะถูกบดโดยเครื่องบดบอลมิลล์ แล้วจะถูกกรองผ่านตะแกรงอีกที ก่อนนำเข้าไปในเตาหลอมโลหะ อุณหภูมิ 600 °C ใช้เวลาประมาณ 15 นาที และนำมาอัดภายใต้แรงกด 100 MPa ในแท่งสแตนเลสสี่เหลี่ยมผืนผ้า ขนาด 6x40 มิลลิเมตร เมื่อนำไปทดสอบด้วยการนำไปเผาที่อุณหภูมิ 900 1,000 และ 1,100 °C พบว่าความแข็งแรงและความหนาแน่นสัมพัทธ์ลดลงเมื่อมีอุณหภูมิสูงขึ้น เมื่อทำการวิเคราะห์ด้วย SEM ทำให้เห็นได้ว่ามีรอยแตกอย่างมากมาจากการแตกหักของเซรามิกเมื่ออุณหภูมิสูงขึ้น การยึดติดกันอย่างหนาแน่น

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่นับผูกพันไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ของเซรามิกก่อให้เกิดพฤติกรรมดังกล่าว ซึ่งเป็นที่ยอมรับได้ว่าการสังเคราะห์ของ AHCPP ที่เกิดจากการผสมกันระหว่างสารละลายแอมโมเนียมฟอสเฟตและแอมโมเนียมไนเตรต ทำให้เกิดการก่อตัวของผงไดแคลเซียมฟอสเฟตที่มีขนาดอนุภาคเล็กกว่า 200 นาโนเมตรและมีความหนาแน่นสัมพัทธ์เพิ่มมากขึ้นถึง 87% เซรามิกจึงมีความแข็งและประสิทธิภาพการดูดซึมดีขึ้น

Jian-Jiang Bian และคณะ [22] ศึกษาการสังเคราะห์ไดแคลเซียมฟอสเฟต ($\text{Ca}_2\text{P}_2\text{O}_7$) โดยใช้เทคนิคปฏิกิริยาสถานะของแข็ง (Solid-state reaction) โดยนำ CaCO_3 และ $(\text{NH}_4)_2\text{HPO}_4$ มาบดให้เป็นเนื้อเดียวกันด้วยลูกบอลโลหะในเอทานอล เป็นเวลา 24 ชั่วโมง และเผาที่ 1,000 1,200 และ 1,250 °C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง เพื่อให้ได้ β , เฟสผสมของ $\beta+\alpha$ และ α ของ $\text{Ca}_2\text{P}_2\text{O}_7$ จากนั้นนำผงที่เตรียมได้ไปอัดด้วยความดัน 1,000 kg/cm^2 และนำไปเผาที่ 1,150–1,290 °C เป็นเวลา 2–4 ชั่วโมง เพื่อที่จะตรวจสอบความเป็นไปได้ของการเปลี่ยนเฟสระหว่างรูปแบบ α และ β จากนั้นทำการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค X-ray diffraction (XRD) หาความหนาแน่นด้วย Archimedes' method สามารถสรุปได้ว่าที่ 1,000 °C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง / 1,200 °C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง / 1,250 °C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง จะเกิด $\text{Ca}_2\text{P}_2\text{O}_7$ ที่เฟส β , $\alpha+\beta$ และ α ตามลำดับ และพบว่าเมื่อให้ความร้อนอีกครั้งกับ $\alpha\text{-Ca}_2\text{P}_2\text{O}_7$ จะเกิดการเปลี่ยนจาก α ไปเป็น β ในช่วงอุณหภูมิ 950–1,200 °C แต่ที่อุณหภูมิตั้งแต่ 1,250 °C ขึ้นไป $\text{Ca}_2\text{P}_2\text{O}_7$ จะอยู่ในรูปของ $\alpha\text{-Ca}_2\text{P}_2\text{O}_7$



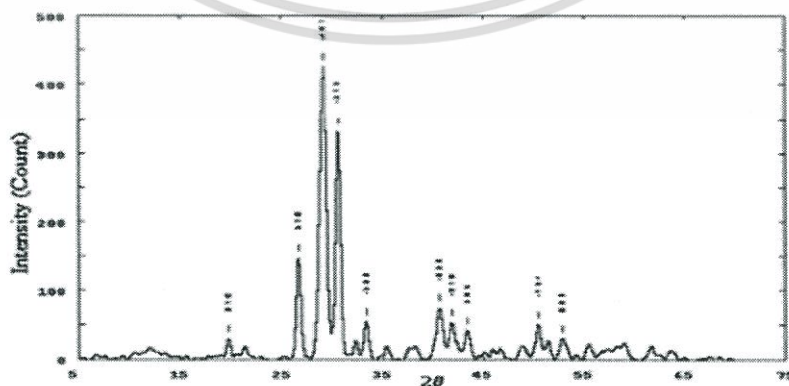
รูปที่ 2.10 XRD ของ $\text{Ca}_2\text{P}_2\text{O}_7$ ที่ได้จากการเผาที่อุณหภูมิต่างกัน [22]

Pierre Gras และคณะ [23] ศึกษาการสังเคราะห์ผลิตภัณฑ์เดียวของไดแคลเซียมฟอสเฟตโมโนไฮเดรต ($\text{Ca}_2\text{P}_2\text{O}_7\cdot\text{H}_2\text{O}$; CPPM) โดยการใช้การแพร่ในซิลิกาเจล ณ อุณหภูมิห้อง ซึ่งตัวเซลล์ที่ใช้ในการแพร่มี 3 ช่องแต่ละช่องมีปริมาตรเท่ากัน ซิลิกาเจลสามารถเตรียมได้โดยการเติมโซเดียมเมตาซิลิเกตเพนตะไฮเดรต ($\text{Na}_2\text{SiO}_3\cdot 5\text{H}_2\text{O}$, 25 กรัม) ผสมกับน้ำปราศจากไอออน (300 มิลลิลิตร) และจะต้องปั่นกวนในกรดเพื่อป้องกันการเกิดการแข็งตัวที่ไม่สม่ำเสมอ จากนั้นใส่ต่างเพื่อปรับพีเอชสุดท้ายเป็น 5.8 สารละลายที่เตรียมได้จะถูกเทลงในช่องกลางของเซลล์การแพร่ เมื่อเวลาผ่านไป 48 ชั่วโมงเจลจะมีลักษณะเป็นเนื้อเดียวกัน จากนั้นเตรียมสารละลายแคลเซียมและสารละลายฟอสเฟต โดยเทเอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่นิยมนำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

สารละลายแต่ละตัวในช่องด้านหนึ่งของเซลล์ จากนั้นเก็บไว้ไม่ให้ถูกรบกวนเป็นเวลา 2 สัปดาห์ที่อุณหภูมิห้อง จะได้ผลึก monoclinic-Calcium pyrophosphate tetrahydrate (m-CPPT) ที่มีเส้นผ่านศูนย์กลางประมาณ 1 มิลลิเมตร มีสัณฐานวิทยาเป็นเกล็ดเล็กๆ จากนั้นนำผลึกขนาดใหญ่ของ m-CPPT ไปให้ความร้อนที่อุณหภูมิ 383 K เป็นเวลา 30 นาที ส่งผลให้เกิดการตั้งน้ำออก กลายเป็น monoclinic-Calcium pyrophosphate monohydrate (m-CPPM) การตั้งน้ำออกจะทำให้ความหนาแน่นสูงขึ้นจาก $2.36 \text{ Mg}\cdot\text{m}^{-3}$ (m-CPPT β) ไปเป็น $2.60 \text{ Mg}\cdot\text{m}^{-3}$ (m-CPPM) จากการศึกษาโครงสร้างพบว่าปริมาตรของเซลล์ลดลง 25% และพบว่าโมเลกุลของน้ำอยู่ใกล้กับอะตอมของออกซิเจนที่ตำแหน่งตรงกลางของโมเลกุลไพโรฟอสเฟต

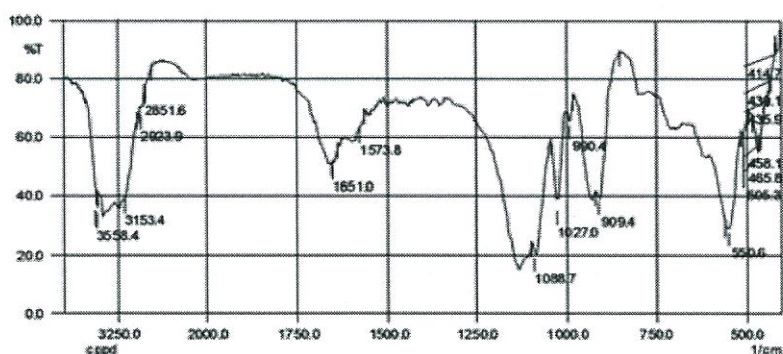
Behzad Mehdikhanian และคณะ [24] ศึกษาการสังเคราะห์ผงเซรามิกไดแคลเซียมไพโรฟอสเฟต ($\beta\text{-Ca}_2\text{P}_2\text{O}_7$) ด้วยวิธีโซลเจล โดยจะสังเคราะห์จากปฏิกิริยาของแคลเซียมไนเตรตเตรตระไฮเดรต ($\text{Ca}(\text{NO}_3)_2\cdot 4\text{H}_2\text{O}$) ที่ 1 โมลาร์กับไดแอมโมเนียมไฮโดรเจนฟอสเฟต ($(\text{NH}_4)_2\text{HPO}_4$) ที่ 0.4 และ 0.6 โมลาร์ โดยควบคุมพีเอชให้เท่ากับ 10 จากนั้นนำตะกอนที่สังเคราะห์ได้ไปหาอัตราส่วนของ Ca:P ด้วย ICP Analysis ตรวจวิเคราะห์ด้วยเทคนิค X-ray diffraction, FTIR spectroscopy และ SEM พบว่า การใช้ $(\text{NH}_4)_2\text{HPO}_4$ 0.4 โมลาร์ จะได้ Ca:P ratio เท่ากับ 1.59 ได้สารผลิตภัณฑ์เป็น Hydroxyapatite/ β -tricalcium phosphate ($\beta\text{-TCP}$) และการใช้ $(\text{NH}_4)_2\text{HPO}_4$ 0.6 โมลาร์ จะได้ Ca:P ratio เท่ากับ 1.30 และได้สารผลิตภัณฑ์เป็น nano $\beta\text{-Ca}_2\text{P}_2\text{O}_7$

Bharat B. และคณะ [25] ศึกษาการเติบโตของผลึกไดแคลเซียมไพโรฟอสเฟตเตรตระไฮเดรต ($\text{Ca}_2\text{P}_2\text{O}_7\cdot 4\text{H}_2\text{O}$) ในเจล เพื่อจำลองการเติบโตของผลึกไดแคลเซียมไพโรฟอสเฟตไดไฮเดรตไดไฮเดรต ($\text{Ca}_2\text{P}_2\text{O}_7\cdot 2\text{H}_2\text{O}$) ในเนื้อเยื่อมนุษย์ ซึ่งทำให้เกิดโรคเกาต์เทียม โดยทำการสังเคราะห์ $\text{Ca}_2\text{P}_2\text{O}_7\cdot 4\text{H}_2\text{O}$ ด้วยการเติม Meta-silicate และ $\text{Na}_4\text{P}_2\text{O}_7\cdot 10\text{H}_2\text{O}$ ลงในเจล ใช้ช่วงพีเอช 4.5-5 จากนั้นภายใน 48 ชั่วโมงจะเติมสารละลายแคลเซียมไนเตรตเตรตระไฮเดรต ($\text{Ca}(\text{NO}_3)_2\cdot 4\text{H}_2\text{O}$) ลงในเจล เพื่อให้เกิดเป็นผลึกของ $\text{Ca}_2\text{P}_2\text{O}_7$ และเกิดการเติบโตภายในเจล จากนั้นนำผลึกที่ได้ไปตรวจวิเคราะห์ด้วยเทคนิค X-ray diffraction (XRD) ได้ผลดังรูปที่ 2.11 เมื่อตรวจวิเคราะห์ด้วย FTIR spectroscopy ได้ผลดังรูปที่ 2.12 และเมื่อวิเคราะห์ด้วย Thermogravimetric analysis (TGA) พบว่ามีการหลุดของโมเลกุลน้ำที่อุณหภูมิ 110°C สามารถคำนวณจากกราฟได้ว่า $\text{Ca}_2\text{P}_2\text{O}_7$ ที่ได้มีน้ำอยู่ในโครงสร้าง 4 โมเลกุล และยืนยันได้จากการคำนวณน้ำหนักที่สูญเสียไปตามทฤษฎี สารที่ได้จึงเป็น $\text{Ca}_2\text{P}_2\text{O}_7\cdot 4\text{H}_2\text{O}$ นอกจากนี้ยังพบว่าเฟสที่เหลือจากการหลุดของโมเลกุลน้ำ คือ $\text{Ca}_2\text{P}_2\text{O}_7$ ยังคงมีเสถียรภาพถึง 900°C



รูปที่ 2.11 XRD ของ $\text{Ca}_2\text{P}_2\text{O}_7\cdot 4\text{H}_2\text{O}$ [25]

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 2.12 FTIR ของ $\text{Ca}_2\text{P}_2\text{O}_7 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ [25]

Kemie Ley-Ngardiga และคณะ [26] ทำการวิจัยและสังเคราะห์ triclinic-Calcium pyrophosphate dihydrate (t-CPPD) ด้วยวิธีการตกตะกอน ด้วยเครื่องปฏิกรณ์ปั่นกววนภายใต้สภาวะที่ควบคุมพีเอชและอุณหภูมิ และศึกษาผลของสารเติมแต่งไอออนิกที่มีผลต่อการตกตะกอน ในวิจัยนี้ไม่ได้เลียนแบบวิธีการตกตะกอนของ Calcium pyrophosphate dihydrate (CPPD) ที่เกิดขึ้นภายในร่างกายของมนุษย์ แต่เป็นงานวิจัยเพื่อเน้นการศึกษาและเปรียบเทียบผลของสารเติมแต่งไอออนิกที่มีผลต่อทางชีวภาพ ซึ่งจะสังเคราะห์ทั้ง CPPD บริสุทธิ์และ CPPD ที่ใส่สารเติมแต่งไอออนิก โดยการสังเคราะห์ CPPD บริสุทธิ์จะผสมสารละลายโพแทสเซียมไพโรฟอสเฟตและสารละลายแคลเซียมไนเตรท ลงในสารละลายบัฟเฟอร์แอมโมเนียมอะซิเตต ปั่นกววนสารผสมภายใต้อุณหภูมิและพีเอชที่ควบคุม การสังเคราะห์ CPPD ที่ใส่สารเติมแต่งไอออนิกจะสังเคราะห์คล้ายกับวิธีการแรกแต่จะใส่สารเติมแต่งไอออนิกลงไปด้วยอัตราการใช้ 2.25 มิลลิกรัม/นาที่ เมื่อนำไปวิเคราะห์ด้วย NMR สามารถบอกได้ว่าสารเติมแต่งที่มีขั้วสามารถดูดซับหรือแทรกเข้าไปในผลึกโครงสร้างตาข่ายได้ ซึ่ง amorphous-Calcium pyrophosphate dihydrate (a-CPP) อาจใช้เป็นสารตั้งต้นของ monoclinic และ triclinic ของ CPPD ได้ สมมติฐานอีกประการหนึ่งคือเฟสผลึกที่มีความเสถียรน้อยกว่า (m-CPPD) อาจเกิดขึ้นก่อนแล้วค่อยๆ เปลี่ยนเป็น t-CPPD ซึ่งสารเติมแต่งไอออนิกจะเพิ่มความเสถียรและป้องกันไม่ได้ m-CPPD เกิดการเปลี่ยนแปลงไปสู่การเกิด t-CPPD ได้ และชนิดของสารเติมแต่งไอออนิกเองมีผลต่อการสังเคราะห์ CPP ต่างกัน เช่น Zn^{2+} , Cu^{2+} และ Fe^{3+} จะสัมพันธ์กับการเกิด a-CPP คือจะช่วยเพิ่มส่วนความเป็นอสัณฐานให้มากขึ้น เป็นต้น

ตารางที่ 2.4 แสดงสภาวะในการสังเคราะห์ CPPD [26]

CPP phase synthesized	t-CPPD	m-CPPD	a-CPP
Temperature	90 °C	90 °C	25 °C
pH	3.6	5.8	5.8

ธีรพัฒน์ อุณหโชค และพจนีย์ ศรธรรมลี [27] ศึกษาสมบัติของพอลิเมอร์คอมโพสิตระหว่างพอลิเอทิลีนชนิดความหนาแน่นต่ำ (LDPE) กับเส้นใยผักตบชวาที่เตรียมจากกระบวนการเคมี ซึ่งศึกษาผลของอัตราส่วนระหว่างปริมาณเส้นใยต่อพอลิเมอร์ ผลของสารช่วยผสม Polyethylene-graft-maleic anhydride (PE-g-MA) ต่อปริมาณเส้นใยและขนาดของเส้นใยผักตบชวา โดยผสมสูตรไม่พวกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ด้วยเครื่องอัดรีด และทำการขึ้นรูปด้วยเครื่องฉีดขึ้นรูปพลาสติก จากการศึกษาพบว่าค่าความแข็งแรงดึง มอดูลัส ความแข็งกด เปอร์เซ็นต์การดูดซึมน้ำและปริมาณความเป็นผลึก มีค่าเพิ่มขึ้นเมื่อปริมาณเส้นใยผักตบชวาเพิ่มขึ้น แต่เปอร์เซ็นต์การยืด ผน จุดขาดและความแข็งแรงกระแทกมีค่าลดลง จากการศึกษาผลของสารช่วยผสมพบว่าคอมโพสิตมีสมบัติดีขึ้นเมื่อมีการใส่สารช่วยผสม PE-g-MA ปริมาณสารช่วยผสม PE-g-MA ที่เหมาะสมคือ 3% โดยน้ำหนักของเส้นใย และขนาดของเส้นใยผักตบชวาที่เหมาะสมคือ 50-80 mesh ให้สมบัติเชิงกลที่ดีที่สุด จาก SEM พบว่าสารช่วยผสม PE-g-MA ช่วยให้การยึดเกาะระหว่างพอลิเอทิลีนกับเส้นใยดีขึ้น

Yoshihiko Arao และคณะ [28] ศึกษาผลการหน่วงไฟของสารหน่วงการติดไฟ 3 ชนิด คือ Ammonium polyphosphate (APP), Melamine polyphosphate (MPP) และ Aluminum hydroxide (Al(OH)₃) ในไม้เทียม ในงานวิจัยนี้จะผสมสูตรไม้เทียมโดยใช้สารหน่วงการติดไฟ 5%wt และ 10%wt ทำการผสมและฉีดขึ้นรูปด้วย Co-rotating twin screw extruder จากนั้นทำการทดสอบการหน่วงการติดไฟตามมาตรฐาน UL-94 แบบแนวตั้งและแนวนอน และทดสอบสมบัติเชิงกลต่างๆ พบว่า 10%wt APP ให้ประสิทธิภาพในการหน่วงไฟดีที่สุด โดย UL-94 อยู่ในระดับ V-0 เนื่องจาก APP เกิดอันตรกิริยากับผงไม้ที่เป็นสารเติมแต่ง (Filler) ได้ดี และจะเกิดเป็นชั้นถั่วขึ้น ช่วยเพิ่มประสิทธิภาพในการหน่วงไฟได้ดียิ่งขึ้น แต่อีกนัยหนึ่งจะทำให้ค่า Tensile strength ลดลงประมาณ 7-14% เมื่อใช้สารหน่วงการติดไฟ 10%wt APP ในขณะที่ Al(OH)₃ ให้ผลการหน่วงไฟน้อยที่สุด

ตารางที่ 2.5 แสดงผลการหน่วงไฟของการทดสอบ UL-94 [28]

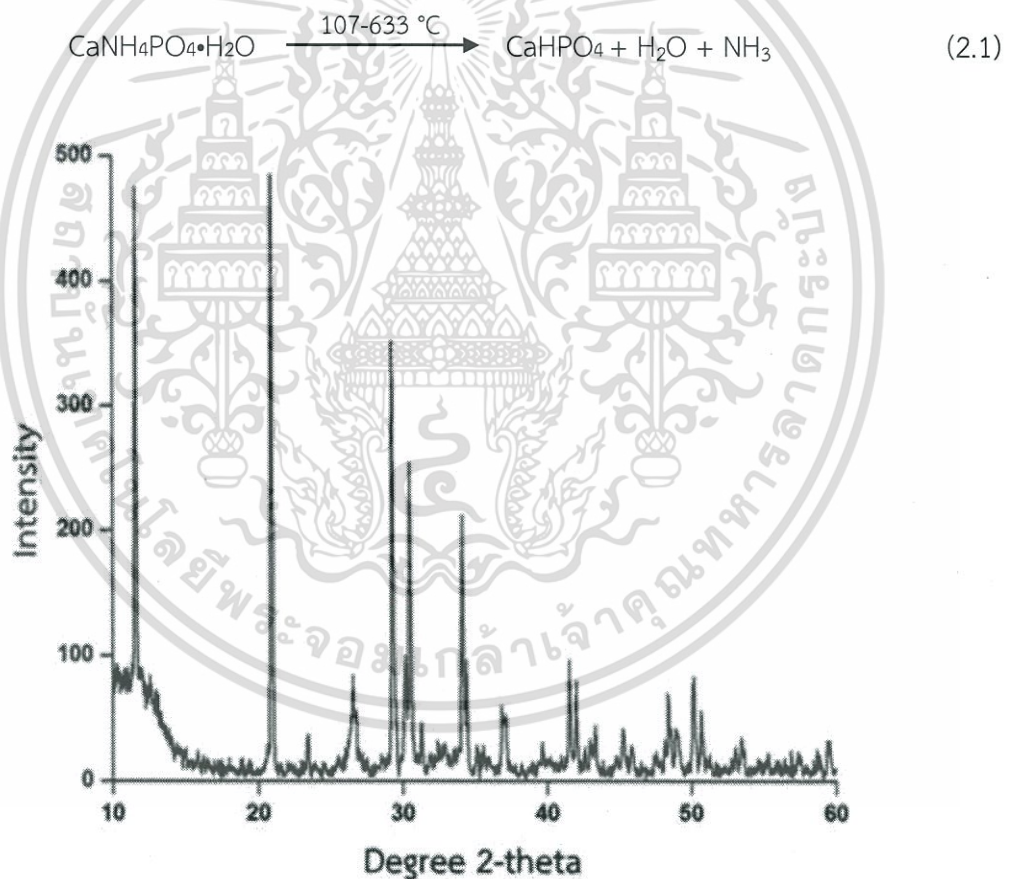
Burning rate and flame classifications of PP and WPCs with fire retardants

Composition based on weight (%)						Test results	
PP	WF	MAPP	Fire retardants			Average burning rate (mm/min)	Class based on UL94
			APP	MPP	Al(OH) ₃		
100						27.4	HB
90			10			22.7	HB
70			30			Self-extinguish	HB
90				10		25.2	HB
90					10	27.5	HB
46.7	50	3.3				32.4	HB
41.7	50	3.3	5			22.2	HB
39.7	50	3.3	7			19.2	HB
36.7	50	3.3	10			Self-extinguish	V-0
41.7	50	3.3		5		22.5	HB
36.7	50	3.3		10		Self-extinguish	HB
41.7	50	3.3			5	22.2	HB
36.7	50	3.3			10	20.9	HB
58	30	2	10			21.2	HB

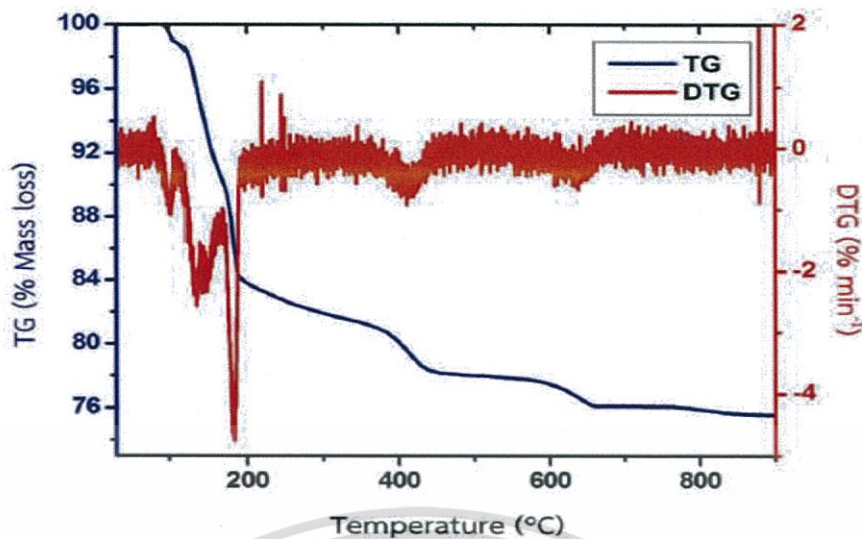
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ทางการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ณัฐสุตา และคณะ [5] ศึกษาการสังเคราะห์สารประกอบโลหะฟอสเฟตที่ใช้เป็นสารหน่วงการติดไฟในพอลิเอทิลีนชนิดความหนาแน่นสูง โดยทำการสังเคราะห์ $\text{MgNH}_4\text{PO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ (MgN), CaNH_4PO_4 (CaN), $\text{MgHPO}_4 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ (MgH), $\text{Mg}_3(\text{PO}_4)_2 \cdot 8\text{H}_2\text{O}$ (MgP), $\text{Mn}_3(\text{PO}_4)_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ (MnP) และ $\text{Zn}_3(\text{PO}_4)_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ (ZnP) ด้วยวิธีการสังเคราะห์แบบการตกตะกอนร่วม ซึ่งเป็นวิธีการสังเคราะห์ที่ง่ายและรวดเร็ว อุปกรณ์ราคาถูก แต่จะต้องมีการควบคุมพีเอชในการตกตะกอน จากนั้นทำการทดสอบการหน่วงการติดไฟตามมาตรฐาน UL-94 แบบแนวตั้งและแนวนอน และ Limiting oxygen index (LOI) ใช้อัตราส่วนของพลาสติกต่อสารหน่วงการติดไฟเป็น 70:30, 60:40 และ 50:50 (โดยน้ำหนัก) โดยใช้สารหน่วงการติดไฟที่สังเคราะห์ได้เทียบกับสารหน่วงการติดไฟที่ใช้อุตสาหกรรมคือ อะลูมินา ไตรไฮเดรต (Alumina trihydrate; ATH) พบว่าสารทั้ง 6 ชนิด ยังคงมีอัตราการลามไฟที่สูงกว่า ATH ซึ่งเป็นสารหน่วงการติดไฟที่ใช้ในอุตสาหกรรม โดย MgN มีอัตราการลามไฟที่น้อยสุด และ MgP เกิดการหยุดตัวของพลาสติกเมื่อได้รับความร้อนต่ำที่สุด

จาก $\text{CaNH}_4\text{PO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ (CaN) ที่สังเคราะห์ได้สามารถวิเคราะห์ XRD ได้ผลดังรูปที่ 2.13 และจากการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค TGA ได้ผลดังรูป 2.14 และแสดงการสลายตัวทางความร้อนดังนี้



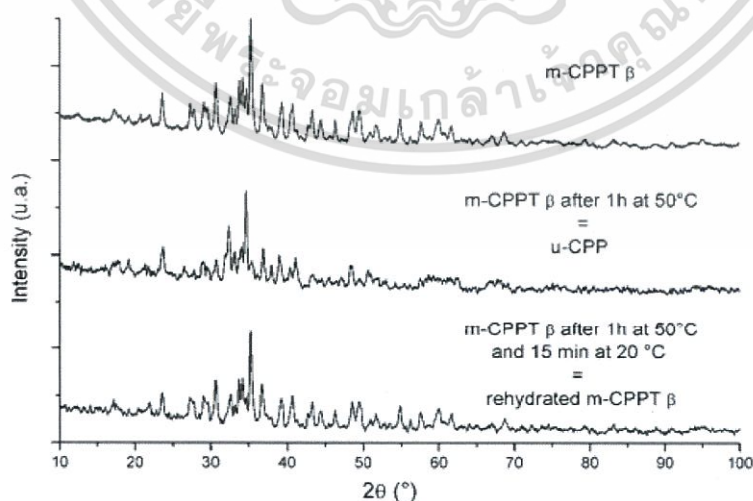
รูปที่ 2.13 XRD ของ $\text{CaNH}_4\text{PO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ [5]



รูปที่ 2.14 TGA ของ $\text{CaNH}_4\text{PO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ [5]

จิราวรรณ ไวสาหลง [29] ได้ทำการสังเคราะห์สารหน่วงการติดไฟจากโคโตซานและ $\text{NaH}_2\text{PO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ (ในสารละลายอะซีติกหรือยูเรีย) ที่อุณหภูมิ 70°C แล้วทำการตกแต่งสารหน่วงการติดไฟที่สังเคราะห์ได้ลงบนผ้าฝ้าย พร้อมทั้งทำการทดสอบการต้านไฟบนผ้า พบว่าการเผาไหม้ผ้าฝ้ายใช้เวลานานขึ้นแสดงว่าสารที่สังเคราะห์ได้สามารถหน่วงการติดไฟได้ และเมื่อนำสารหน่วงการติดไฟที่สังเคราะห์ได้ไปตรวจวิเคราะห์ด้วย NMR พบว่ามีหมู่ฟอสเฟตและไนโตรเจนอยู่ในโครงสร้าง

Pierre Gras และคณะ [30] ศึกษาการสังเคราะห์ Calcium pyrophosphate (CPP) ด้วยวิธีการตกตะกอน ด้วยเครื่องปฏิกรณ์ปั่นกวนภายใต้สภาวะที่พีเอช 4.5 และอุณหภูมิ 25°C จากสารละลายแคลเซียมไนเตรตเตตระไฮเดรต ($\text{Ca}(\text{NO}_3)_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$) และสารละลายโพแทสเซียมไพโรฟอสเฟต จากนั้นทำการตรวจวิเคราะห์ด้วยเทคนิค XRD, SEM, FT-IR และ TGA พบว่าเฟสที่ได้มีความใกล้เคียงกับเฟสของโมโนคลินิกของ $\text{Ca}_2\text{P}_2\text{O}_7 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ (m-CPPT)



รูปที่ 2.15 XRD ของ $\text{Ca}_2\text{P}_2\text{O}_7 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ (m-CPPT) [30]

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่นิยมนำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

จากการตรวจวิเคราะห์ด้วย TGA พบว่ามีการสลายตัว 2 ช่วง คือช่วงอุณหภูมิที่ 80 ถึง 110 °C สอดคล้องกับ 2H₂O และอีกช่วงคือ ระหว่าง 250 ถึง 500 °C สอดคล้องกับ 2H₂O สุดท้ายมีการสูญเสียน้ำทั้งหมดประมาณ 4H₂O ตามที่ได้คาดไว้

จากการศึกษางานวิจัยที่เกี่ยวข้องสามารถสรุปได้ดังนี้

- สารประกอบประเภทฟอสเฟตสามารถใช้เป็นสารหน่วงการติดไฟได้
- การสังเคราะห์สารหน่วงการติดไฟประเภทฟอสเฟตสามารถทำได้ทั้งวิธีการสังเคราะห์แบบโซลเจล วิธีแบบคอมบัสชัน และวิธีการตกตะกอน โดยวิธีการตกตะกอนเป็นวิธีที่ง่ายต่อการผลิตและได้ผลผลิตสูง
- พีเอชที่ใช้ในการตกตะกอนสารหน่วงการติดไฟประเภทฟอสเฟตอยู่ในช่วง 4-10
- ปริมาณสารหน่วงการติดไฟที่มากขึ้นจะส่งผลให้สมบัติลามไฟลดลง แต่ทำให้สมบัติเชิงกลลดลงเช่นกัน
- สารประกอบไฮเดรตของไดแคลเซียมไฮดรอกซีฟอสเฟตจะพบในรูปของ โมโนไฮเดรต ไดไฮเดรต และเตตระไฮเดรต



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

บทที่ 3

วิธีการดำเนินงานวิจัย

ในงานวิจัยนี้ทำการศึกษาแนวเปรียบเทียบผลของชนิดสารหน่วงการติดไฟประเภทฟอสเฟต เพื่อใช้สำหรับพลาสติกพอลิเอทิลีนชนิดความหนาแน่นสูง (HDPE) ในระบบเดี่ยว ทั้งสูตรผสมที่ใส่สารช่วยผสมและไม่ใส่สารช่วยผสม โดยแบ่งงานวิจัยเป็นดังนี้

- 1) สังเคราะห์สารประกอบโลหะประเภทฟอสเฟต
- 2) ผลการหน่วงไฟของอัตราส่วนของสารหน่วงการติดไฟประเภทฟอสเฟตต่อ HDPE
- 3) ผลการหน่วงไฟของอัตราส่วนของสารหน่วงการติดไฟประเภทฟอสเฟตต่อ HDPE ร่วมกับสารช่วยผสม
- 4) การศึกษาสมบัติต่างๆ ของ HDPE เมื่อผสมสารหน่วงการติดไฟ

3.1 พลาสติกและสารเคมีที่ใช้ในงานวิจัย

3.1.1 พลาสติก

ตาราง 3.1 สมบัติบางประการของ HDPE

สมบัติ	InnoPlus HD1600J	หน่วย	วิธีทดสอบ
ดัชนีการไหล (Melt index _{m190 °C / 2.16 kg})	12	g/10 min	ASTM D 1238
ความหนาแน่น (Density)	0.958	g/cm ³	ASTM D 1505
จุดหลอมเหลว (Melting point)	129	°C	ASTM D 3418
การยืด ณ จุดขาด (Elongation at break)	210	%	ASTM D 638
มอดุลัสโค้งงอ (Flexural modulus)	1323	MPa	ASTM D 790
ความแข็งแรงกระแทก (Notched izod impact strength)	30	kJ/m ²	ASTM D 256

หมายเหตุ ข้อมูลจากบริษัทผู้ผลิต

ตาราง 3.2 สมบัติบางประการของ HDPE-g-MA

สมบัติ	NB 1016PE	หน่วย
ความหนาแน่น (Density)	0.925	g/10 min
อุณหภูมิการหลอมเหลว	118-127	g/cm ³
ดัชนีการไหล (Melt index 190 °C / 2.16 kg)	1-2	°C
ปริมาณมาเลอิกแอนไฮไดรยด์	2	%

หมายเหตุ ข้อมูลจากบริษัทผู้ผลิต

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

3.1.2 สารเคมีที่ใช้ในงานวิจัย

1. พอลิเอทิลีนชนิดความหนาแน่นสูง (HDPE) เกรดฉีดขึ้นรูป HD1600J, บริษัท พีทีทีโกลบอล เคมิคอล จำกัด สมบัติบางประการของ HDPE ที่ใช้ในงานวิจัยนี้แสดงได้ดังตารางที่ 3.1
2. พอลิเอทิลีนชนิดความหนาแน่นสูงต่อกิ่งด้วยมาเลอิกแอนไฮไดรด์ (HDPE-g-MA) เกรด NB 1016PE, บริษัท ออฟติมอลเทค จำกัด สมบัติบางประการของ HDPE-g-MA ที่ใช้ในงานวิจัยนี้แสดงได้ดังตารางที่ 3.2
3. ไฮโดรคลอริก (Hydrochloric acid) เกรดการค้า, Dasit Group Carlo Erba
4. กรดอะซิติก (Acetic acid) เกรดการค้า, Duksan Pure Chemical Co., Ltd.
5. อะซิโตน (Acetone) เกรดการค้า, บริษัทเซนพ้อย จำกัด
6. โพแทสเซียมไพโรฟอสเฟต (Potassium pyrophosphate) เกรดการค้า, Sigma-Aldrich Co., Ltd.
7. แอมโมเนียมไดไฮโดรเจนฟอสเฟต (Ammonium dihydrogenphosphate) เกรดการค้า, Loba Chemie Pvt. Ltd

3.2 เครื่องมือที่ใช้ในงานวิจัย

1. บริภัณฑ์เครื่องแก้ว
2. ขาดั่ง (Stand), ที่จับบีวเรต (Burette clamp)
3. เครื่องปั่นกวน (Stirrer, รุ่น C-MAG HS 7)
4. เทอร์โมมิเตอร์ (Thermometer)
5. เครื่องวัดค่าพีเอช (pH meter, รุ่น 827-pH lap, Metrohm Co., Ltd.)
6. เครื่องชั่ง 2 ตำแหน่ง (รุ่น ML 3002/01, ITS (Thailand Co., Ltd.)
7. เครื่องผสมแบบปิด (Internal mixer, รุ่น MX500-D75L90, Chareon Tut Co., Ltd.)
8. เครื่องบดเม็ดพลาสติก (Grinder, Bosco Engineering Co., Ltd.)
9. เครื่องปั๊มลม (รุ่น Bebicon 400, Hitachi Co., Ltd.)
10. เครื่องอัดขึ้นรูป (Compression Molding Machine, รุ่น MGLP-2UAT, Mach Group Co., Ltd.)
11. ชุดกรองลดความดันแบบสูญญากาศและกระดาษกรองเบอร์ 41
12. ตู้อบลมร้อน (Hot airoven, รุ่น ML204, Memmert (Germany) Co., Ltd.)
13. ขวดพิคโนมิเตอร์ (Pycnometer)
14. ตะเกียงบุนเสน (Bunsen burner)
15. ไมโครมิเตอร์ (Micrometer, รุ่น G, Mitutoyo Co., Ltd.)
16. เวอร์เนียคาลิเปอร์ (Vernier caliper, Mitutoyo Co., Ltd.)
17. เครื่องทำรอยบาก (Ceast, รุ่น Yasuda No. 7686, Yausda Seiki Seisakusho Ltd.)
18. เครื่องกรองสูญญากาศ (รุ่น A-35, Tokyo Rikakokai Co., Ltd.)
19. เครื่องวัดความแข็งกด (Hardness Tester, รุ่น DSTFDDR, Italia Co., Ltd.)
20. เครื่องวัดความแข็ง shore D (รุ่น GS-720N, TECLOK Co., Ltd.)
21. เครื่อง Fourier-transform infrared spectroscope (FT-IR, รุ่น FT-IR Spectrum Gx, Perkin Co., Ltd.)

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

22. เครื่อง Thermal gravimetric analyzer (TGA, รุ่น TG 209 F3 Tarsus, Netzsch Co., Ltd.)
23. เครื่อง Differential scanning calorimeter (DSC, รุ่น DSC 204 F1, Netzsch)
24. เครื่อง X-ray diffractometer (XRD, รุ่น D8 Advance, Bruker AXS Co., Ltd.)
25. เครื่อง X-ray fluorescence spectrometer (XRF, รุ่น SRS3400, Bruker AXS Co., Ltd.)
26. เครื่องทดสอบอเนกประสงค์ (Universal testing machine, รุ่น LR5K, Lloyd Instrument Co., Ltd.)
27. เครื่องทดสอบสมบัติการรับแรงกระแทก (Impact tester, รุ่น Yasuda 199311, Yasuda Seiki Seisakusho Co., Ltd.)
28. กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM, รุ่น JSM-5410LV, Lloyd Instrument Co., Ltd.)
29. เครื่องร่อนแยกขนาด (Sieve shaker, รุ่น 01409023, Retsch Co., Ltd.)
30. ตะแกรงขนาด 100 เมช

3.3 ขั้นตอนการทำการทดลอง

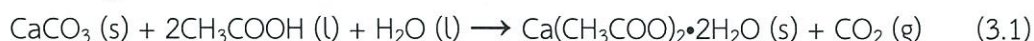
ตอนที่ 1 การเตรียมสารหน่วงการติดไฟประเภทฟอสเฟตจากเปลือกไข่

1.1 การบดเปลือกไข่และกำจัดสิ่งเจือปน

นำเปลือกไข่มาล้างด้วยน้ำสะอาด 2 ครั้ง เพื่อตัดแยกสิ่งเจือปนต่างๆ ออก นำเปลือกไข่ที่ปราศจากสิ่งเจือปนไปตากแดดให้แห้ง เพื่อเป็นการกำจัดเมดสีในเปลือกไข่ นำเปลือกไข่ที่ผ่านขั้นตอนการกำจัดสิ่งเจือปนมาบดด้วยครกหินศิลาให้เปลือกไข่แตกเป็นชิ้นขนาดเล็ก จากนั้นนำมาบดให้ละเอียดด้วยเครื่องปั่นอาหารโดยใช้ใบมีดขนาดเล็ก และจึงนำมาคัดแยกขนาดโดยใช้เครื่องร่อนที่มีตะแกรงขนาด 100 เมช เพื่อเตรียมสำหรับการใช้ในการทดลอง

1.2 การเตรียมแคลเซียมอะซิเตตจากเปลือกไข่ที่บดละเอียด

นำเปลือกไข่ที่ผ่านการร่อนด้วยตะแกรงขนาด 100 เมช ผสมกับกรดอะซิติกเข้มข้นร้อยละ 50 ด้วยอัตราส่วน 1 : 2.4 โดยผสมในภาชนะที่ผลิตจากพลาสติกทนการกัดกร่อน หลีกเลี่ยงการใช้ภาชนะที่ผลิตจากโลหะเพราะอะซิติกมีฤทธิ์เป็นกรดอ่อนอาจจะทำให้เกิดการกัดกร่อนได้ และต้องค่อยๆ เติมอะซิติกลงในแคลเซียมอะซิเตตเพื่อป้องกันการเกิดไอระเหยที่รุนแรง กวนผสมจนกว่าสารจะกลายเป็นเนื้อเดียวกันด้วยไม้พายที่อุณหภูมิห้อง จากนั้นนำสารผสมไปตากแดดกลางแจ้งเป็นเวลา 24 ชั่วโมงหรือจนกว่าสารผสมจะยวบตัว ไร้ฟองอากาศ มีลักษณะขุ่นหนืด แล้วจึงนำสารผสมเทใส่ภาชนะและอบที่อุณหภูมิ 60 °C เป็นเวลา 15 ชั่วโมง เพื่อระเหยอะซิติก จะได้แคลเซียมอะซิเตตผงละเอียดสีขาว ปฏิกิริยาที่เกิดขึ้นดังสมการ 3.1

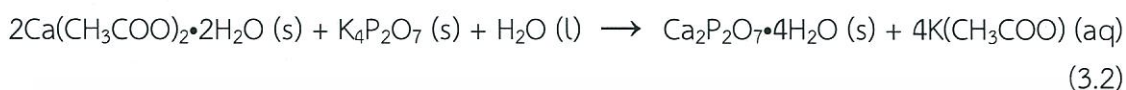


1.3 การเตรียมไดแคลเซียมไพโรฟอสเฟตเตรไฮเดรตจากแคลเซียมอะซิเตต

เตรียมสารละลายแคลเซียมอะซิเตตเข้มข้น 0.2 โมลาร์และสารละลายโพแทสเซียมไพโรฟอสเฟตความเข้มข้น 0.2 โมลาร์ เติมสารละลายทั้งสองชนิดอย่างละ 250 มิลลิลิตร ลงในบีกเกอร์ขนาด 1,000 มิลลิลิตร พร้อมทั้งทำการปั่นกวนเป็นเวลา 10 นาทีที่อุณหภูมิห้อง ทำการจุ่มวัด

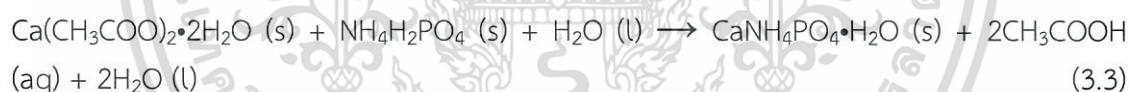
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

pH ด้วยเครื่อง pH meter ต่อมาใส่ไฮโดรคลอริกความเข้มข้น 3 โมลาร์ลงในบิวเรตขนาด 50 มิลลิลิตร แล้วไหลลงในบีกเกอร์ของสารผสมจำนวน 6 มิลลิลิตร เพื่อปรับเป็น pH 7 จากนั้นปั่นกวนจนเกิดตะกอน สามารถสังเกตได้จากการเปลี่ยนสีของสารละลายจากสีขาวใสเป็นสีขาวขุ่น ต่อมานำไปกรองตะกอนด้วยชุดกรองลดความดันแบบสุญญากาศพร้อมทั้งล้างตะกอนด้วยอะซิโตน เพื่อกำจัดน้ำออก จากนั้นนำไปอบเพื่อกำจัดอะซิโตนและน้ำอิสระที่อุณหภูมิ 50 °C เป็นเวลา 1-2 ชั่วโมง ปฏิกริยาที่เกิดขึ้นดังสมการ 3.2



1.4 การเตรียมแคลเซียมแอมโมเนียมฟอสเฟตโมโนไฮเดรตจากแคลเซียมอะซิเตด

เตรียมสารละลายแคลเซียมอะซิเตดเข้มข้น 0.2 โมลาร์และสารละลายแอมโมเนียมไฮดรอกไซด์ความเข้มข้น 0.2 โมลาร์ เติมสารละลายทั้งสองชนิดอย่างละ 250 มิลลิลิตร ลงในบีกเกอร์ขนาด 1,000 มิลลิลิตร พร้อมทั้งทำการปั่นกวนเป็นเวลา 10 นาทีที่อุณหภูมิห้อง ทำการจุ่มวัด pH ด้วยเครื่อง pH meter ต่อมาใส่สารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ความเข้มข้น 3 โมลาร์ลงในบิวเรตขนาด 50 มิลลิลิตร แล้วไหลลงในบีกเกอร์ของสารผสมจำนวน 15 มิลลิลิตร เพื่อปรับเป็นพีเอช 7 จากนั้นปั่นกวนจนเกิดตะกอน สามารถสังเกตได้จากการเปลี่ยนสีของสารละลายจากสีขาวใสเป็นสีขาวขุ่น ต่อมานำไปกรองตะกอนด้วยชุดกรองลดความดันแบบสุญญากาศพร้อมทั้งล้างตะกอนด้วยอะซิโตน เพื่อกำจัดน้ำออก จากนั้นนำไปอบเพื่อกำจัดอะซิโตนและน้ำอิสระที่อุณหภูมิ 50 °C เป็นเวลา 1-2 ชั่วโมง ปฏิกริยาที่เกิดขึ้นดังสมการ 3.3



ตอนที่ 2 การศึกษาผลของอัตราส่วนของพอลิเอทิลีนชนิดความหนาแน่นสูงต่อสารหน่วงการติดไฟระบบเดี่ยว

2.1 การเตรียมสูตรพอลิเมอร์ผสมเพื่อศึกษาผลของสารหน่วงการติดไฟต่อการหน่วงไฟ

การศึกษาสารประกอบโลหะฟอสเฟตที่มีผลต่อการหน่วงไฟโดยกำหนดอัตราส่วนระหว่างพอลิเอทิลีนชนิดความหนาแน่นสูง (HDPE) และสารหน่วงการติดไฟที่สังเคราะห์ขึ้นทั้งสองชนิด ดังตาราง 3.3 และตาราง 3.4 เป็นปริมาตร 40 กรัม โดยผสมในเครื่องผสมระบบปิด (Internal mixer) และตั้งสภาวะของเครื่องดังนี้

- อุณหภูมิที่ใช้ในการผสม 185 °C
- ความเร็วรอบ (Rotor speed) 45 rpm
- เวลาที่ใช้ในการผสม 15 นาที

จากนั้นนำไปกดด้วยเครื่องบดเม็ดพลาสติกเพื่อให้เม็ดพลาสติกมีขนาดเล็กเตรียมสำหรับการกดอัดขึ้นรูปเพื่อไม่ให้เกิดช่องว่างของฟองอากาศ แล้วจึงทำการขึ้นรูปด้วยเครื่องกดอัดขึ้นรูป (Compression molding machine) และทดสอบการลามไฟตามมาตรฐาน UL-94 แบบแนวตั้ง

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่นิยมนำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ตารางที่ 3.3 อัตราส่วนของ HDPE ต่อสารหน่วงการติดไฟไดคลอเฮกไซมไฟโรฟอสเฟตเตตระไฮเดรต

อัตราส่วน HDPE : FR	ส่วนประกอบโดยน้ำหนัก	
	HDPE	FR
70 : 30	28	12
60 : 40	24	16
50 : 50	20	20

ตารางที่ 3.4 อัตราส่วนของ HDPE ต่อสารหน่วงการติดไฟคลอเฮกไซมแอมโมเนียมฟอสเฟตโมโนไฮเดรต

อัตราส่วน HDPE : FR	ส่วนประกอบโดยน้ำหนัก	
	HDPE	FR
70 : 30	28	12
60 : 40	24	16
50 : 50	20	20

ตอนที่ 3 การศึกษาผลและเปรียบเทียบความเข้ากันได้ของสารหน่วงการติดไฟประเภทฟอสเฟตและพลาสติก

3.1 การเตรียมสูตรพอลิเมอร์ผสมเพื่อศึกษาผลของสารหน่วงการติดไฟประเภทฟอสเฟตทั้งสองชนิดต่อพลาสติกและสารช่วยผสม

การศึกษาสารประกอบโลหะฟอสเฟตที่มีผลต่อการหน่วงไฟและความเข้ากันได้เมื่อใส่สารช่วยผสมเปรียบเทียบกับสูตรที่ไม่ใส่สารช่วยผสมดังตาราง 3.3 และ 3.4 โดยกำหนดอัตราส่วนระหว่างสารหน่วงการติดไฟที่สังเคราะห์ขึ้น พอลิเอทิลีนชนิดความหนาแน่นสูง (HDPE) และสารช่วยผสมดังตาราง 3.5 เป็นปริมาตร 40 กรัม และจะใส่สารช่วยผสมเป็น 3% โดยน้ำหนักของสารหน่วงการติดไฟ ผสมในเครื่องผสมระบบปิด (Internal mixer) และตั้งสภาวะของเครื่องดังนี้

- อุณหภูมิที่ใช้ในการผสม 165 °C
- ความเร็วรอบ (Rotor speed) 45 rpm
- เวลาที่ใช้ในการผสม 15 นาที

เมื่อผสมในแต่ละสูตรแล้ว ปล่อยให้สารเย็นตัวลง จากนั้นนำไปบดด้วยเครื่องบดเม็ดพลาสติกเพื่อให้เม็ดพลาสติกมีขนาดเล็กเตรียมสำหรับการกดอัดขึ้นรูปเพื่อไม่ให้เกิดช่องว่างของฟองอากาศ แล้วจึงทำการขึ้นรูปด้วยเครื่องกดอัดขึ้นรูป (Compression molding machine) และทดสอบการลามไฟตามมาตรฐาน UL-94 แบบแนวนอนและแนวตั้ง

ตารางที่ 3.5 อัตราส่วนของ HDPE ต่อสารหน่วงการติดไฟ

อัตราส่วน HDPE : FR	ส่วนประกอบโดยน้ำหนัก		
	HDPE	FR	HDPE-g-MA
70 : 30	28	12	0.36
60 : 40	24	16	0.48
50 : 50	20	20	0.60

3.4 การศึกษาสมบัติต่างๆ ของสารหน่วงการติดไฟและ HDPE เมื่อผสมสารหน่วงการติดไฟและร่วมกับการใช้สารช่วยผสม

3.4.1 ทดสอบสมบัติของสารหน่วงการติดไฟ

1) การหาค่าความถ่วงจำเพาะโดยใช้ขวดพิกโนมิเตอร์ [31] เป็นวิธีการหาความถ่วงจำเพาะของสารในรูปแบบผง (Powder) หรือเกล็ด (Flakes) ซึ่งเป็นไปตามมาตรฐาน ASTM D 792 โดยมีขั้นตอนการทดสอบดังนี้

1. ล้างขวดพิกโนมิเตอร์และผาด้วยอะซิโตนพร้อมนำไปอบให้แห้ง
 2. ชั่งน้ำหนักขวดพิกโนมิเตอร์เปล่า พร้อมบันทึกน้ำหนัก
 3. บรรจุน้ำกลั่นลงในขวดพิกโนมิเตอร์นำไปชั่งน้ำหนัก พร้อมบันทึกน้ำหนัก
 4. เทน้ำกลั่นทิ้ง ล้างขวดพิกโนมิเตอร์แล้วนำไปอบให้แห้ง พร้อมบันทึกน้ำหนัก
 5. บรรจุสารที่ต้องการวิเคราะห์ลงในขวดพิกโนมิเตอร์ ประมาณ 3 กรัม ชั่งน้ำหนักและบันทึกผล
 6. บรรจุน้ำลงในขวดพิกโนมิเตอร์ในข้อที่ 5 พร้อมชั่งน้ำหนักและบันทึกผล
- คำนวณหาค่าความถ่วงจำเพาะของสารที่ต้องการวิเคราะห์ด้วยสมการ 3.4

$$\text{Specific gravity} = \frac{a}{(a+b)-c} \quad (3.4)$$

โดย a คือ น้ำหนักของสารที่ต้องการวิเคราะห์
b คือ น้ำหนักของขวดพิกโนมิเตอร์ที่บรรจุน้ำ
c คือ น้ำหนักของขวดพิกโนมิเตอร์ที่บรรจุน้ำและสารที่ต้องการวิเคราะห์

2) **สัณฐานวิทยา** เป็นวิธีการศึกษาการกระจายตัวของสารที่นำมาผสม ขนาดอนุภาคของสารที่นำมาผสม พื้นผิวของวัสดุทดสอบผลของความต่อเนื่องกันของเฟสพลาสติกและสารที่นำมาผสม โดยในงานวิจัยนี้มีการเตรียมชิ้นงานทดสอบโดยการขึ้นรูปพลาสติกพอลิเอทิลีนชนิดความหนาแน่นสูงที่ผสมกับสารหน่วงการติดไฟที่สังเคราะห์ขึ้น และพลาสติกพอลิเอทิลีนชนิดความหนาแน่นสูงที่ผสมกับสารหน่วงการติดไฟที่สังเคราะห์ขึ้นและสารช่วยผสม โดยนำไปเคลือบทองคำและทำการวิเคราะห์โดยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM)

3) **การวิเคราะห์โครงสร้างผลึก** โดยนำสารหน่วงการติดไฟที่สังเคราะห์ได้มาตรวจวิเคราะห์โครงสร้างผลึก โดยใช้เครื่อง XRD ใช้น้ำหนักของสารตัวอย่างประมาณ 1-2 กรัม กำหนดมุมการวิเคราะห์ (2θ) ในช่วง 10 องศา ถึง 60 องศา ที่อัตราการสแกน (Scan rate) 2 องศาต่อนาที

4) **การตรวจสอบหมู่ฟังก์ชัน** โดยนำสารหน่วงการติดไฟที่สังเคราะห์ได้มาตรวจวิเคราะห์หาหมู่ฟังก์ชันโดยทำการอัดเม็ดร่วมกับ KBr ใช้ เทคนิค FT-IR ในช่วงเลขคลื่น 370 cm^{-1} ถึง 4000 cm^{-1}

5) **วิเคราะห์หาองค์ประกอบทางเคมี** โดยนำสารหน่วงการติดไฟที่สังเคราะห์ได้มาตรวจวิเคราะห์หาองค์ประกอบทางเคมีจะใช้สารตัวอย่างปริมาณ 0.5 กรัม ทำการอัดเม็ดร่วมกับกรดบอริกปริมาณ 4.5 กรัม ผสมสารตัวอย่างและกรดบอริกให้เข้ากัน จากนั้นกดอัดเม็ดตัวอย่างด้วย เครื่องอัดไฮโดรลิกใช้แรง 150 kN จากนั้นจึงนำไปวิเคราะห์ด้วยเครื่อง XRF

6) **การวิเคราะห์อุณหภูมิการสลายตัว** โดยนำสารหน่วงการติดไฟที่สังเคราะห์ได้มาตรวจสอบหาอุณหภูมิการสลายตัว โดยใช้เครื่อง TGA ใช้น้ำหนักสารตัวอย่างประมาณ 40 มิลลิกรัม

ให้ความร้อนด้วยอัตรา 10 °C/นาที จากอุณหภูมิ 50 °C ถึงอุณหภูมิ 900 °C ภายใต้บรรยากาศของไนโตรเจน นำข้อมูลที่ได้มาวิเคราะห์องค์ประกอบของการสลายตัวที่อุณหภูมิต่างๆ

3.4.2 ทดสอบสมบัติเชิงกลของพลาสติกขึ้นรูป

1) ความแข็งแรงโค้งงอ (Flexural strength) และมอดุลัสโค้งงอ (Flexural modulus) [32] คือการวัดความสามารถของวัสดุที่ทนต่อแรงกระทำที่จะทำให้ตัวอย่างโค้งงอโดยไม่เกิดการเสียรูปหรือแตกหัก โดยในการทดสอบจะให้หัวกด (Loading pin) กดวัสดุทดสอบที่วางอยู่บนตัวรองรับ (Supporting jig) ซึ่งเป็นตัวกำหนดระยะห่าง (Span) โดยกดในลักษณะตั้งฉากกับวัสดุทดสอบ ซึ่งการทดสอบทำตามมาตรฐาน ASTM D 790 โดยมีสภาวะทดสอบดังต่อไปนี้

- ชิ้นงานทดสอบ 5 ชิ้นในแต่ละรอบการทดสอบ
- โหลดเซลล์ (Load cell) 5 kN
- ความเร็วในการกด 10 mm/min
- ระยะห่างระหว่างแท่นรองรับ 15 เท่าของความหนาชิ้นงาน

ในการทดสอบสามารถคำนวณค่า ความแข็งแรงโค้งงอ (Flexural strength) และมอดุลัสโค้งงอ (Flexural modulus) ได้ดังสมการที่ 3.5 และ 3.6

$$\text{Flexural strength} = \frac{3FL}{2Wh^2} \quad (3.5)$$

$$\text{Flexural modulus} = \frac{L^3}{4Wh^3} \times \frac{\Delta F}{\Delta d} \quad (3.6)$$

โดย

F คือ แรงกดสูงสุดที่ทำให้ชิ้นงานเกิดการโค้งงอ (N)

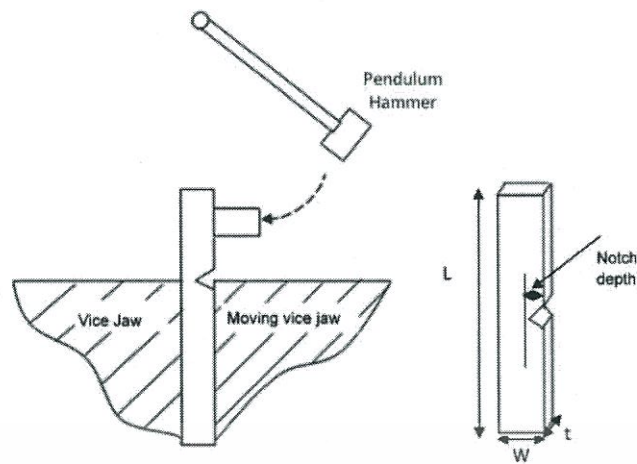
L คือ ระยะห่างระหว่างตำแหน่งของวัสดุที่รองรับชิ้นงานทดสอบ (Span length)

W คือ ความกว้างของชิ้นงานที่ทดสอบ (mm)

ΔF คือ ค่าความต่างของแรงกดในช่วงความชันเป็นเส้นตรง (N)

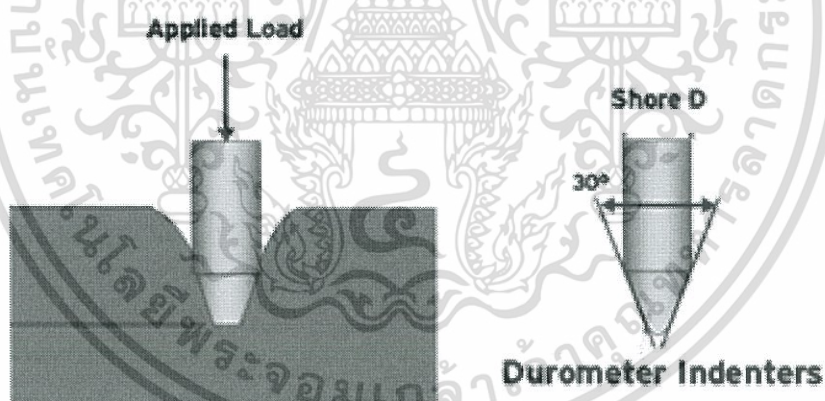
Δd คือ ระยะโค้งงอ (mm)

2) ความทนต่อแรงกระแทก (Impact strength) [33] เป็นการวัดความสามารถในการดูดซับพลังงานและรับแรงได้ของวัสดุ ซึ่งเป็นตัวบ่งบอกสมบัติทางด้านความเหนียว (Toughness) โดยวัสดุจะได้รับกระแทกอย่างฉับพลัน ทำให้วัสดุเกิดการเสียรูปแตกหัก การทดสอบเป็นไปตามมาตรฐาน ASTM D 256 ซึ่งวัสดุทดสอบจะมีลักษณะเป็นแท่งยาวและมีหน้าตัดขวางเป็นสี่เหลี่ยม ขนาด 6.4x12.7x3.2 ลูกบาศก์มิลลิเมตร (mm³) จะวางวัสดุทดสอบแบบไอซอด (Izod test) นั่นคือการวางวัสดุในแนวตั้งและทำการให้แรงกับด้านที่มีรอยบาก โดยรอยบากที่วัสดุทดสอบจะเป็นรอยบากรูปตัววี (V notch) มีความลึก 2.54 มิลลิเมตร และรัศมีร่องบาก (Root radius) 0.254 มิลลิเมตร



รูปที่ 3.1 ลักษณะของวัสดุทดสอบและวิธีการทดสอบความทนต่อแรงกระแทกแบบไอซอด [33]

3) ความแข็ง (Hardness) [34] เป็นการวัดค่าความแข็งของวัสดุที่ทนต่อแรงกระทำที่ทำให้เกิดการเปลี่ยนรูปแบบถาวรจากการให้แรงกด ภายใต้เงื่อนไขของการใช้แรงและชนิดของหัวกด การทดสอบเป็นไปตามมาตรฐาน ASTM D 2240 โดยวัดค่าความแข็งแบบ Durometer หัวกดชนิด shore D ซึ่งจะวัสดุทดสอบในแนวตั้งฉากจนสุดระยะของหัวกด ที่ระยะเวลาคงที่ (5 วินาที) ความหนาของวัสดุทดสอบควรหนาเกิน 0.25 นิ้ว และสามารถอ่านค่าความแข็งได้จากหน้าปัด



รูปที่ 3.2 ลักษณะการวัดค่าความแข็งแบบ Durometer และหัวกดชนิด Shore D [35]

3.4.3 สมบัติทางความร้อนของพลาสติกขึ้นรูป

1) Differential scanning calorimetry (DSC) [36] เป็นเทคนิคที่ใช้วิเคราะห์ทดสอบวัสดุโดยการวัดค่าพลังงานความร้อนและอุณหภูมิของสารตัวอย่างเปรียบเทียบกับสารมาตรฐานเมื่อมีการเปลี่ยนแปลงทางความร้อน และวัดการเปลี่ยนแปลงของพลังงานเมื่อถูกเพิ่มอุณหภูมิในสภาวะควบคุม หลักการทำงานคือ ในระบบจะมีสารตัวอย่างที่ต้องการวิเคราะห์และสารอ้างอิงหรือสารมาตรฐานที่เฉื่อยต่อการเกิดปฏิกิริยาซึ่งจะถูกให้ความร้อนในบรรยากาศไนโตรเจน โดยสภาวะที่ทำให้การทดสอบมีดังนี้

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

- ช่วงอุณหภูมิที่ทำการทดสอบ 50-220 °C
- อัตราการเพิ่มอุณหภูมิ 10 °C/นาที

โดย DSC สามารถคำนวณเพื่อหาปริมาณของผลึกได้ (% Crystallinity; X_c) ดังสมการ 3.7

$$\% \text{ Crystallinity} = \frac{\Delta H_f}{\Delta H^{\circ}f} \times 100 \quad (3.7)$$

โดย ΔH_f คือเอนทาลปี (Enthalpy) ของการหลอมพอลิเมอร์
 $\Delta H^{\circ}f$ คือเอนทาลปีของการหลอมเหลวของพอลิเมอร์ที่มีผลึก 100%
 โดยมีค่าเท่ากับ 293.6 J/g [37]

2) Thermogravimetric analysis (TGA) [36] เป็นเทคนิคที่ใช้วิเคราะห์ความเสถียรของพอลิเมอร์เมื่อได้รับความร้อนโดยการวัดน้ำหนักของวัสดุที่เปลี่ยนแปลงในแต่ละช่วงอุณหภูมิ โดยการดูการสลายตัวทางความร้อนของวัสดุ วัสดุจะได้รับความร้อนภายใต้สภาวะที่กำหนด พร้อมกับวัดการเปลี่ยนแปลงน้ำหนักของวัสดุที่ต้องการวิเคราะห์ด้วยเครื่องชั่งที่มีความไวสูง สภาวะที่ทำการทดสอบมีดังนี้

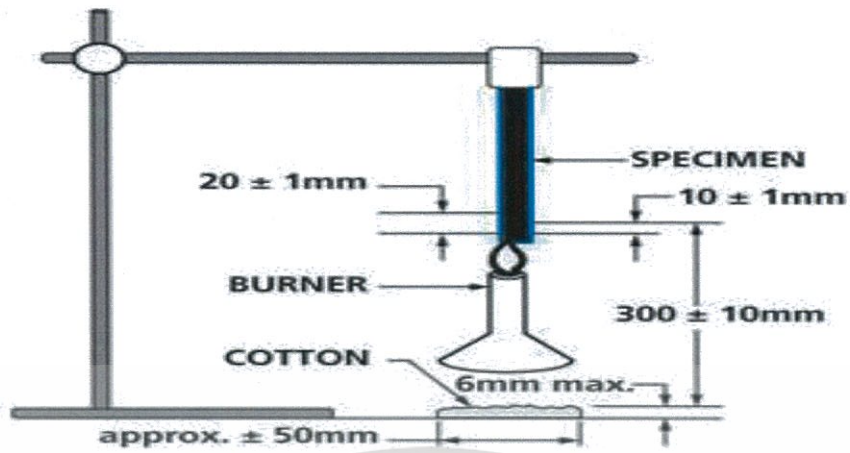
- น้ำหนักสารตัวอย่างที่ทำการวิเคราะห์ 5-15 มิลลิกรัม
- ทำการทดสอบภายใต้บรรยากาศไนโตรเจน
- ช่วงอุณหภูมิที่ทำการทดสอบ 50-900 °C
- อัตราการเพิ่มอุณหภูมิ 10 °C/นาที

3.4.4 สมบัติการติดไฟและลามไฟของพลาสติกขึ้นรูป

1) การทดสอบการลามไฟตามมาตรฐาน UL-94 (Vertical burning test) [36] การทดสอบการลามไฟของพลาสติกจะใช้ชิ้นงานทดสอบที่มีขนาด 125x13x3 ลูกบาศก์มิลลิเมตร (mm³) ซึ่งเป็นขนาดที่มาตรฐานระบุไว้ จำนวน 5 ชิ้น โดยวิธีนี้จะทำการเผาชิ้นงานแบบแนวตั้ง การทดสอบใช้เปลวไฟสีน้ำเงิน ความสูงของเปลวไฟ 20 มิลลิเมตร ดังรูป 3.5 ทำการจ่อเปลวไฟที่ชิ้นงานเป็นเวลา 10 วินาที หลังจากครบ 10 วินาทีแล้วจึงนำเปลวไฟออก จากนั้นจับเวลาจนกระทั่งไฟดับลง บันทึกผลในการทดสอบนี้ต้องทำในสถานที่ที่ไม่มีลมเนื่องจากลมจะทำให้ผลการทดสอบคลาดเคลื่อนได้ โดยประสิทธิภาพการต้านการลามไฟของวัสดุตามมาตรฐาน UL94 V แสดงในตาราง 3.6

ตารางที่ 3.6 เกณฑ์การแบ่งกลุ่มพฤติกรรมของวัสดุต่อการติดไฟตามมาตรฐาน UL94 V [36]

UL-94	ลักษณะของวัสดุ
V ₀	การเผาไหม้หยุดภายใน 10 วินาที โดยไม่มีหยดของพลาสติก
V ₁	การเผาไหม้หยุดภายใน 20 วินาที โดยไม่มีหยดของพลาสติก
V ₂	การเผาไหม้หยุดภายใน 30 วินาที โดยมีหยดของพลาสติก



รูปที่ 3.3 การทดสอบการลามไฟมาตรฐาน UL-94 โดยการเผาชิ้นงานแบบแนวตั้ง [38]



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

บทที่ 4

ผลการวิจัยและการอภิปราย

จากการสังเคราะห์สารประกอบโลหะฟอสเฟต ด้วยวิธีการตกตะกอน พบว่าสารหน่วงการติดไฟที่สังเคราะห์ขึ้นมีลักษณะเป็นผงของแข็ง สีขาว แสดงร้อยละผลผลิต (%Yield) ของสารหน่วงการติดไฟที่สังเคราะห์ได้ ดังตารางที่ 4.1

ตารางที่ 4.1 ร้อยละผลผลิตของสารหน่วงการติดไฟที่สังเคราะห์ขึ้น

สารหน่วงการติดไฟ	ร้อยละผลผลิต (%Yield)
$\text{Ca}_2\text{P}_2\text{O}_7 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ (CaP)	93.9
$\text{CaNH}_4\text{PO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ (CaN)	97.7

4.1 สังเคราะห์สารหน่วงการติดไฟประเภทฟอสเฟต

4.1.1 วิเคราะห์หมู่ฟังก์ชันด้วยเทคนิค FT-IR

จากการศึกษาหมู่ฟังก์ชันของสารหน่วงการติดไฟที่สังเคราะห์ขึ้น โดยใช้เทคนิค Fourier transform infrared spectroscopy (FT-IR) แสดงภาพการวิเคราะห์ที่ภาคผนวก ก และได้ผลการศึกษาดังต่อไปนี้

1) ไดแคลเซียมไพโรฟอสเฟตเตตระไฮเดรตจากแคลเซียมอะซิเตต ($\text{Ca}_2\text{P}_2\text{O}_7 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$)

จากการวิเคราะห์หาหมู่ฟังก์ชันของไดแคลเซียมไพโรฟอสเฟตเตตระไฮเดรตจากแคลเซียมอะซิเตต โดยใช้เทคนิค FT-IR แล้ว พบหมู่ฟังก์ชันที่สำคัญดังนี้ O-H stretching เลขคลื่นที่ 3389 และ O-H bending เลขคลื่นที่ 1652 cm^{-1} ของโมเลกุลน้ำ, P-O stretching เลขคลื่นที่ 1134 1034 และ 916 cm^{-1} , P-O bending เลขคลื่นที่ 558 cm^{-1} ซึ่งผลการวิเคราะห์ใกล้เคียงกับ Bharat B. และคณะ [25]

2) แคลเซียมแอมโมเนียมฟอสเฟตโมโนไฮเดรต ($\text{CaNH}_4\text{PO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$)

จากการวิเคราะห์หาหมู่ฟังก์ชันของแคลเซียมแอมโมเนียมฟอสเฟตโมโนไฮเดรตโดยใช้เทคนิค FT-IR แล้ว พบหมู่ฟังก์ชันที่สำคัญดังนี้ O-H stretching เลขคลื่นที่ 3543 และ O-H bending เลขคลื่นที่ 1652 cm^{-1} ของโมเลกุลน้ำ, N-H stretching เลขคลื่นที่ 3468 และ 3280 cm^{-1} , P-O stretching เลขคลื่นที่ 1132 1059 และ 986 cm^{-1} , P-O bending เลขคลื่นที่ 576 และ 524 cm^{-1} ซึ่งผลการวิเคราะห์ใกล้เคียงกับ ณัฐสุดา และคณะ [5]

4.1.2 วิเคราะห์องค์ประกอบของสารหน่วงการติดไฟด้วยเทคนิค XRF

1) $\text{Ca}_2\text{P}_2\text{O}_7 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$

จากการวิเคราะห์หาองค์ประกอบของไดแคลเซียมไพโรฟอสเฟตเตตระไฮเดรต โดยใช้เทคนิค XRF แล้ว พบว่าสารหน่วงการติดไฟที่สังเคราะห์ขึ้นมีแคลเซียม (Ca) เป็นองค์ประกอบหลัก ซึ่งมีมากถึง 26.4% นอกจากนั้นยังพบออกไซด์อื่นๆ คือ MgO และ K_2O ในปริมาณที่แตกต่างกัน และยังพบปริมาณของ P_2O_5 มากถึง 52.7% ซึ่งเกิดจากการทำปฏิกิริยากันระหว่างเปลือกไข่และโพแทสเซียมไพโรฟอสเฟต แสดงดังตาราง 4.2 และ 4.3

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ตารางที่ 4.2 การแสดงค่าปริมาณสารประกอบออกไซด์ของ $\text{Ca}_2\text{P}_2\text{O}_7 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$

FR	ปริมาณของสารประกอบ (%)				
	CaO	MgO	P ₂ O ₅	K ₂ O	Cl
$\text{Ca}_2\text{P}_2\text{O}_7 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$	37.00%	0.28%	52.70%	9.70%	0.23%

ตารางที่ 4.3 การแสดงค่าปริมาณสารประกอบธาตุของ $\text{Ca}_2\text{P}_2\text{O}_7 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$

FR	ปริมาณของสารประกอบ (%)					
	O	Mg	P	Cl	K	Ca
$\text{Ca}_2\text{P}_2\text{O}_7 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$	42.00%	0.17%	23.00%	0.23%	8.06%	26.40%

2) $\text{CaNH}_4\text{PO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$

จากการวิเคราะห์หาองค์ประกอบของแคลเซียมแอมโมเนียมฟอสเฟตโมโนไฮเดรต โดยใช้เทคนิค XRF แล้ว พบว่าสารหน่วงการติดไฟที่สังเคราะห์ขึ้นมีแคลเซียม (Ca) เป็นองค์ประกอบหลัก ซึ่งมีมากถึง 30.9% นอกจากนั้นยังพบออกไซด์อื่นๆ คือ Na_2O , MgO , SO_3 และ CuO ในปริมาณที่แตกต่างกัน และยังพบปริมาณของ P_2O_5 มากถึง 55.1% ซึ่งเกิดจากการทำปฏิกิริยากันระหว่างเปลือกไข่และแอมโมเนียมไดไฮโดรเจนฟอสเฟต แสดงดังตาราง 4.4 และ 4.5

ตารางที่ 4.4 การแสดงค่าปริมาณสารประกอบออกไซด์ของ $\text{CaNH}_4\text{PO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$

FR	ปริมาณของสารประกอบ (%)					
	Na_2O	MgO	P ₂ O ₅	SO ₃	CaO	CuO
$\text{CaNH}_4\text{PO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$	0.72	0.25	55.10	0.51	43.20	0.13

ตารางที่ 4.5 การแสดงค่าปริมาณสารประกอบธาตุของ $\text{CaNH}_4\text{PO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$

FR	ปริมาณของสารประกอบ (%)						
	O	Na	Mg	P	S	Ca	Cu
$\text{CaNH}_4\text{PO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$	44.0	0.53	0.15	24.00	0.21	30.90	0.10

4.1.3 ศึกษาโครงสร้างของผลึกด้วยเทคนิค XRD

จากการศึกษาโครงสร้างผลึกด้วยเทคนิค XRD แสดงภาพการวิเคราะห์ที่ภาคผนวก ข และพบว่าสารหน่วงการติดไฟที่สังเคราะห์ขึ้นด้วยวิธีการตกตะกอน สามารถสังเคราะห์ขึ้นได้จริง โดยแสดงค่า 2θ และมีลักษณะโครงสร้างเป็นผลึก แสดงดังตาราง 4.6 โดยผลการวิเคราะห์ CaP ใกล้เคียงกับ Pierre Gras และคณะ [30] เมื่อทำการเปรียบเทียบผลการวิเคราะห์กับข้อมูลมาตรฐานตรงกับไฟล์มาตรฐาน PDF #44-0762 และผลการวิเคราะห์ CaN ใกล้เคียงกับ ญัฐสุตา และคณะ [5] เมื่อทำการเปรียบเทียบผลการวิเคราะห์กับข้อมูลมาตรฐานตรงกับไฟล์มาตรฐาน PDF #20-0202 จึงยืนยันได้ว่าสามารถสังเคราะห์สารหน่วงการติดไฟได้จริง

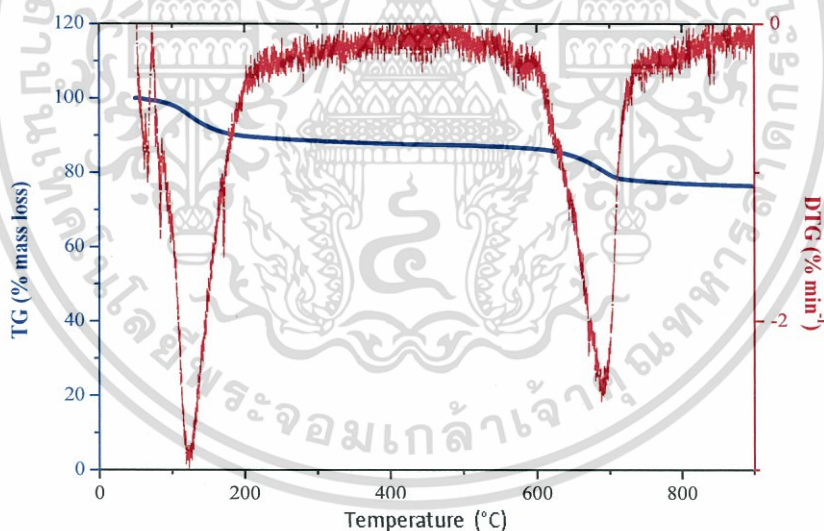
ตารางที่ 4.6 ผลการศึกษาโครงสร้างผลึกของสารหน่วงการติดไฟที่สังเคราะห์ขึ้น

FR	ไฟล์มาตรฐาน	2θ	โครงสร้างผลึก
CaP	PDF #44-0762	23.5428, 30.0271, 40.8681, 48.5020	ออร์โธโรมบิก (Orthorhombic system)
CaN	PDF #20-0202	11.305, 19.493, 29.061, 31.360, 34.465	ออร์โธโรมบิก (Orthorhombic system)

4.1.4 ศึกษาเสถียรภาพทางความร้อนด้วยเทคนิค TGA

1) $\text{Ca}_2\text{P}_2\text{O}_7 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$

จากรูปที่ 4.1 เกิดการสลายตัว 2 ช่วง คือ 50-200°C และ 600-750°C เป็นการสลายตัวของน้ำในโครงสร้างคิดเป็น 10% และ 10% โดยน่าจะเหลือ $\text{Ca}_2\text{P}_2\text{O}_7$ แสดงดังสมการที่ 4.1-4.2 ซึ่งผลการวิเคราะห์ใกล้เคียงกับ Pierre Gras และคณะ [30] โดยสุดท้ายจะเหลือ $\text{Ca}_2\text{P}_2\text{O}_7$ ซึ่งยังคงมีเสถียรภาพถึง 900 °C สอดคล้องกับ Bharat B. และคณะ [25]

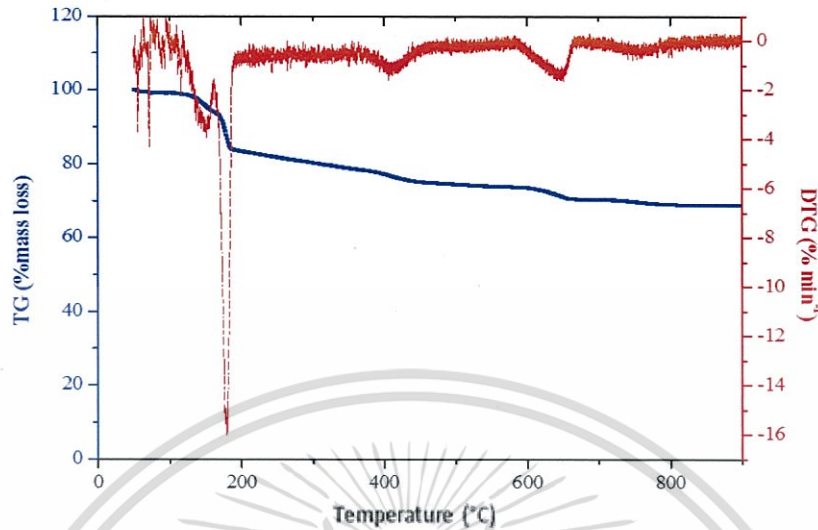


รูปที่ 4.1 การสลายตัวทางความร้อนของ $\text{Ca}_2\text{P}_2\text{O}_7 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$

2) $\text{CaNH}_4\text{PO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$

จากรูปที่ 4.2 เกิดการสลายตัว 4 ช่วง คือ 100-155°C เป็นการสลายตัวของน้ำอิสระคิดเป็น 5%, 155-190°C เป็นการสลายตัวของน้ำในโครงสร้างคิดเป็น 10%, 390-450°C และ 600-690°C เป็นการสลายตัวของ NH_3 คิดเป็น 7% โดยน่าจะเหลือ CaHPO_4 แสดงดังสมการที่ 4.3 ซึ่งผลการวิเคราะห์ใกล้เคียงกับ ณัฐสุดา และคณะ [5]

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

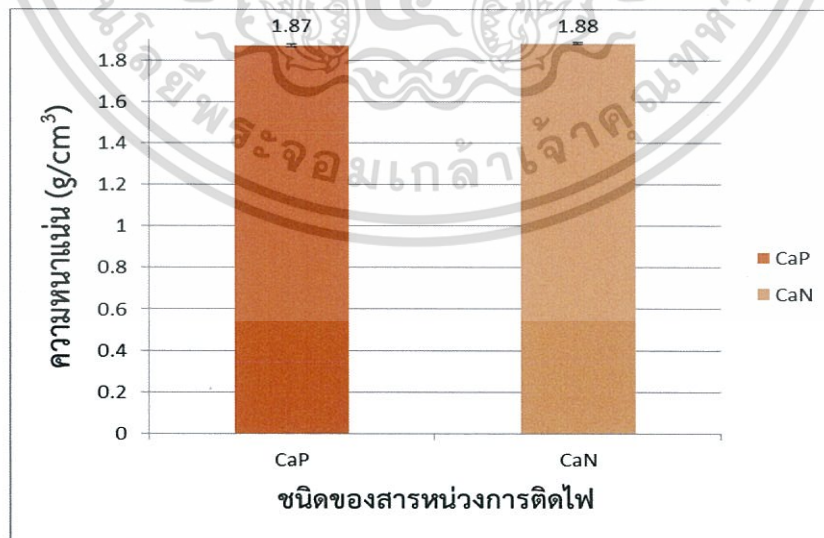


รูปที่ 4.2 การสลายตัวทางความร้อนของ $\text{CaNH}_4\text{PO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$

4.1.5 สมบัติทางกายภาพ

1) ศึกษาความหนาแน่นของสารหน่วงการติดไฟที่สังเคราะห์ขึ้น

จากรูปที่ 4.3 แสดงค่าความหนาแน่นของสารหน่วงการติดไฟทั้ง 2 ชนิด พบว่าค่าความหนาแน่นของ CaN มากกว่า CaP อย่างไม่มีนัยสำคัญคือ 1.88 และ 1.87 g/cm^3 ตามลำดับ โดยสารหน่วงการติดไฟที่มีค่าความหนาแน่นสูง จะสามารถลดปริมาณการใส่สารหน่วงการติดไฟได้ เพราะเมื่อความหนาแน่นเพิ่มขึ้นน้ำหนักของชิ้นงานจะเพิ่มขึ้นตามไปด้วย จึงอาจส่งผลต่อการใช้งาน

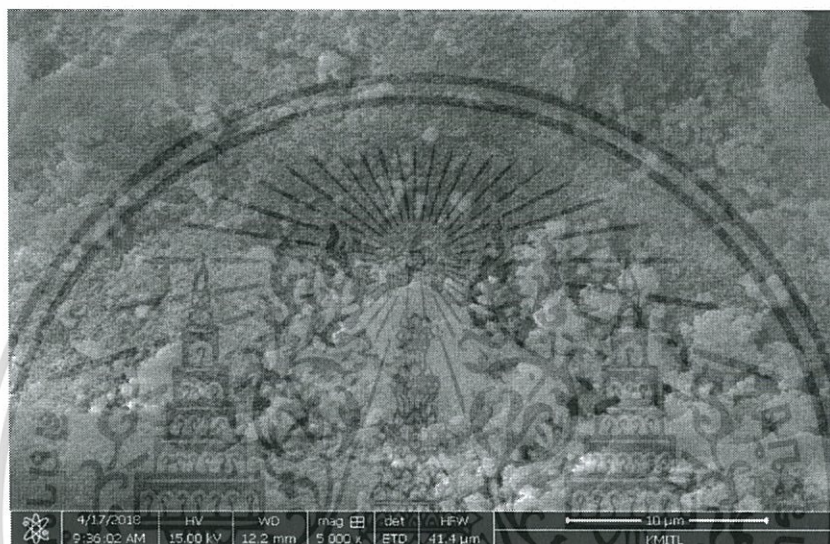


รูปที่ 4.3 ความหนาแน่นของสารหน่วงการติดไฟชนิดต่างๆ

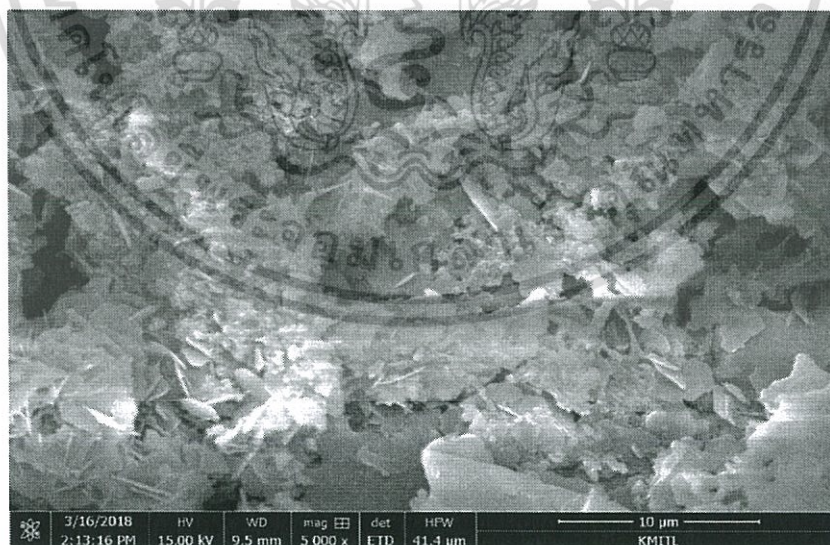
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

4.1.6 สัณฐานวิทยาของสารหน่วงการติดไฟ

ศึกษาสัณฐานวิทยาของสารหน่วงการติดไฟที่สังเคราะห์ขึ้น จากรูปที่ 4.4 ทำการศึกษา ลักษณะพื้นผิวของสารหน่วงการติดไฟไดแคลเซียมฟอสเฟตเตตระไฮเดรต ($\text{Ca}_2\text{P}_2\text{O}_7 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$; CaP) และแคลเซียมแอมโมเนียมฟอสเฟตโมโนไฮเดรต ($\text{CaNH}_4\text{PO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$; CaN) ด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning electron microscope; SEM) ที่กำลังขยาย 5000 เท่า พบว่า (a) CaP มีอนุภาคไม่สม่ำเสมอ ลักษณะเป็นก้อนกลม และอยู่รวมกันเป็นกลุ่มก้อนแอกโกเมอเรต (Agglomerate) (b) CaN มีลักษณะเป็นแผ่นบางทรงสี่เหลี่ยมเรียงซ้อนทับกันและอยู่รวมกันเป็นกลุ่มก้อน มีขนาดไม่สม่ำเสมอ



(a) CaP



(b) CaN

รูปที่ 4.4 สัณฐานวิทยาของสารหน่วงการติดไฟที่สังเคราะห์ขึ้น

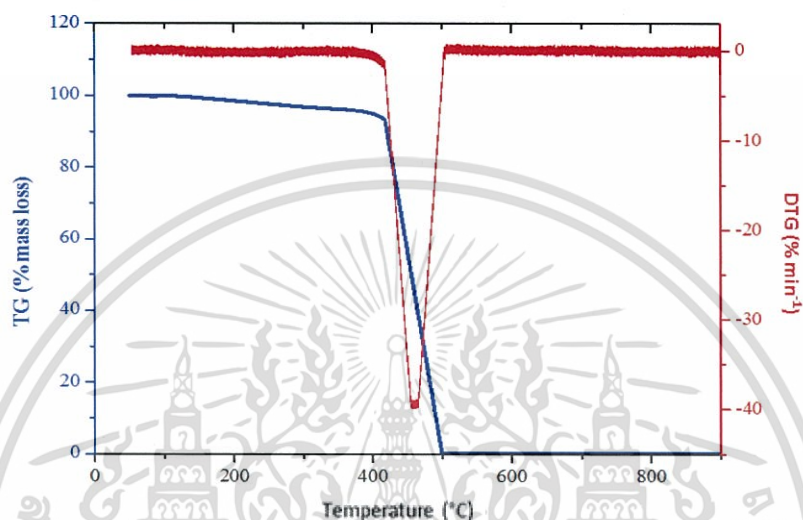
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

4.2 ผลของอัตราส่วนของ HDPE ต่อสารหน่วงการติดไฟประเภทฟอสเฟต

4.2.1 สมบัติทางความร้อน

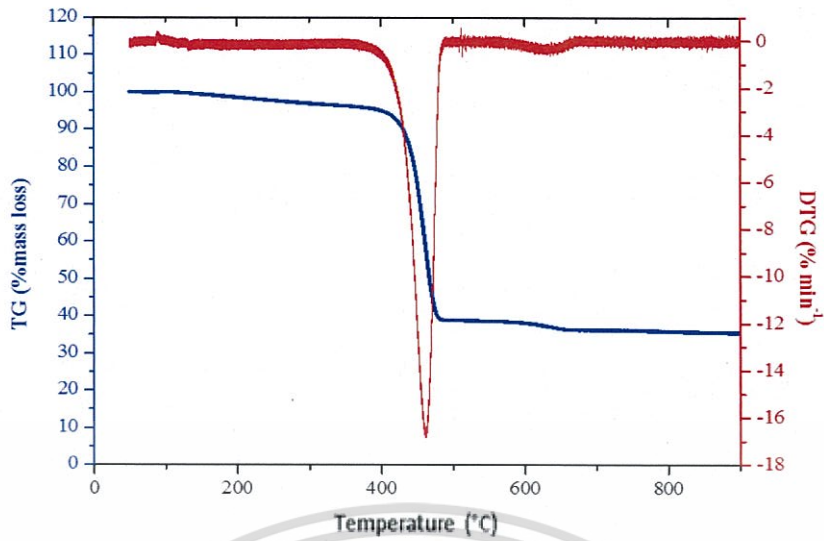
1) ศึกษาเสถียรภาพทางความร้อนด้วยเทคนิค TGA

การศึกษาสมบัติทางความร้อนโดยใช้เทคนิค TGA เป็นการศึกษาหาอุณหภูมิการสลายตัวขององค์ประกอบในวัสดุ จากรูปที่ 4.5 แสดงอุณหภูมิการสลายตัวของพลาสติก HDPE จากภาพ HDPE เกิดการสลายตัวที่อุณหภูมิ 400-500°C

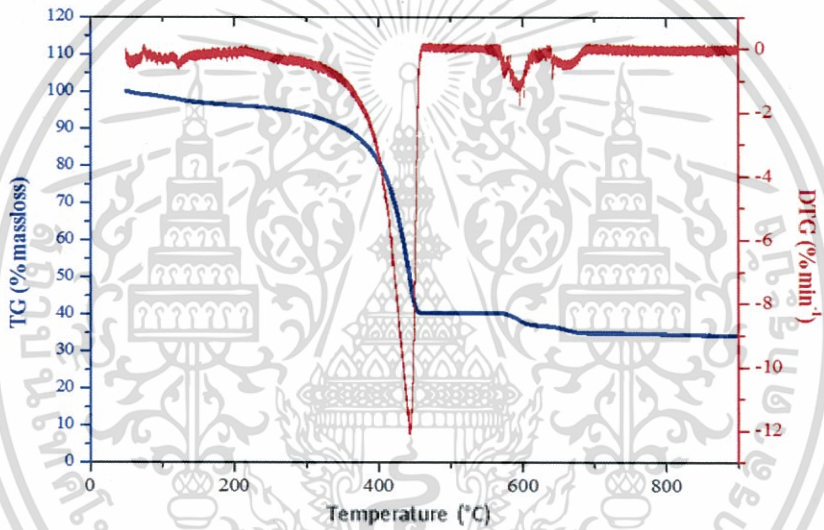


รูปที่ 4.5 อุณหภูมิการสลายตัวของพลาสติก HDPE

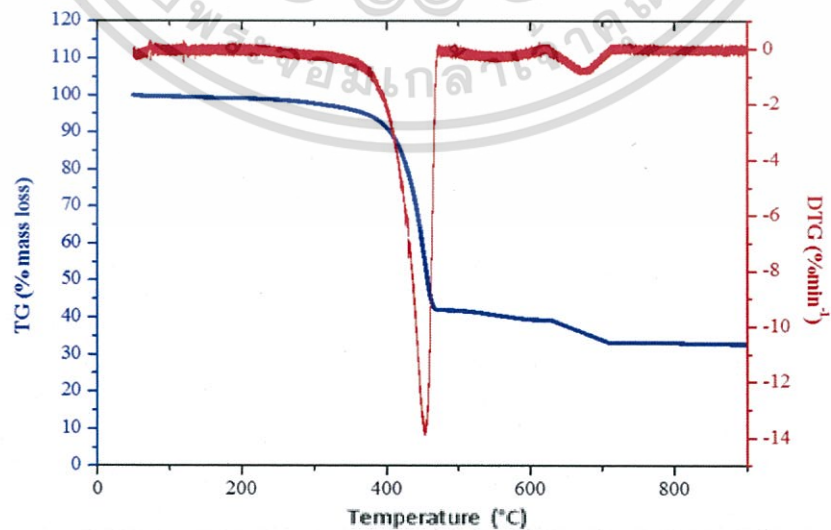
จากรูป 4.6 แสดงอุณหภูมิการสลายตัวของพลาสติกที่ผสมสารหน่วงการติดไฟโดย (a) HDPE 50:CaP50 (b) HDPE50:CaP50:HDPE-g-MA (c) HDPE50:CaN50 (d) HDPE50:CaN50:HDPE-g-MA จากภาพ (a) เกิดการสลายตัว 2 ช่วงคือ 400-500°C แสดงการสลายตัวของ HDPE และ 590-680°C เป็นการสลายตัวของน้ำในโครงสร้างของ CaP จากภาพ (b) เกิดการสลายตัว 2 ช่วงคือ 400-500°C เป็นการสลายตัวของ HDPE และ 590-690°C เป็นการสลายตัวของน้ำในโครงสร้างของ CaP จากภาพ (c) เกิดการสลายตัว 2 ช่วงคือ 400-500°C เป็นการสลายตัวของ HDPE และ 620-720°C เป็นการสลายตัวของ NH_3 จากภาพ (d) เกิดการสลายตัว 2 ช่วงคือ 400-500°C เป็นการสลายตัวของ HDPE และ 610-680°C เป็นการสลายตัวของ NH_3 โดยแต่่วัสดุแต่ละชนิดยังพบปริมาณสารเหลืออยู่ คาดว่าจะเป็นแคลเซียมและชั้นถ่านคาร์บอน



(a) HDPE50:CaP50

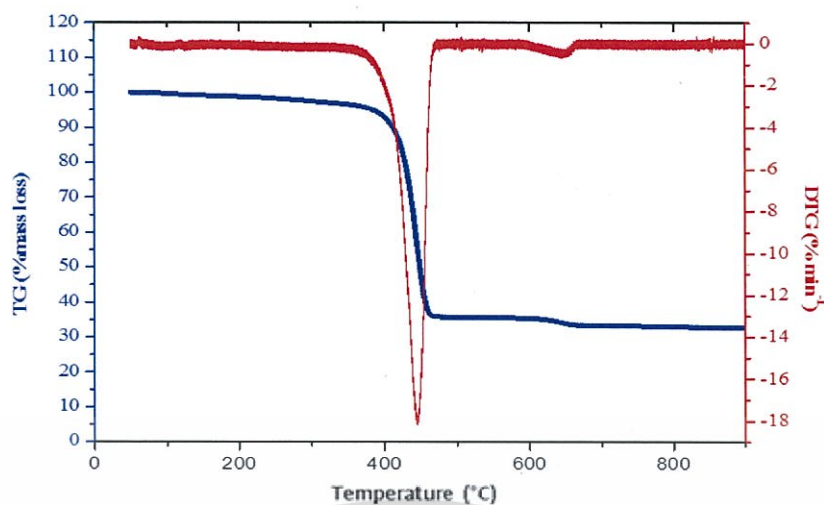


(b) HDPE50:CaP50:HDPE-g-MA



(c) HDPE50:CaN50

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



(d) HDPE50:CaN50:HDPE-g-MA

รูปที่ 4.6 แสดงอุณหภูมิการสลายตัวของพลาสติกที่ผสมสารหน่วงการติดไฟและพลาสติกผสมสารหน่วงการติดไฟร่วมกับสารช่วยผสมโดย (a) HDPE 50: CaP50 (b) HDPE50:CaP50:HDPE-g-MA (c) HDPE50:CaN50 (d) HDPE50:CaN50:HDPE-g-MA

2) ศึกษาการเปลี่ยนแปลงทางความร้อนด้วยเทคนิค DSC

การศึกษสมบัติทางความร้อนโดยใช้เทคนิค DSC เป็นการศึกษาหาการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิและเสถียรภาพทางความร้อนของ HDPE ผสมสารหน่วงการติดไฟ และ HDPE ผสมสารหน่วงการติดไฟร่วมกับสารช่วยผสมในอัตราส่วน 50:50 (w/w) แสดงภาพการวิเคราะห์ที่ภาคผนวก ค และแสดงผลในตารางที่ 4.7 พบว่าเมื่อเปรียบเทียบกับ HDPE 100% แล้วค่าอุณหภูมิการหลอมเหลวผลึก (T_m) ค่าองศาความเป็นผลึก (X_c) และเอนทาลปีมีแนวโน้มลดลง เนื่องจากการใส่สารหน่วงการติดไฟที่เป็นอนุภาคของแข็ง จะทำให้ความหนืด (Viscosity) ของพอลิเมอร์หลอมเหลวสูงขึ้น อาจส่งผลให้การเกิดผลึกที่เป็นระเบียบเกิดยากขึ้น นอกจากนี้สารหน่วงการติดไฟที่เป็นอนุภาคของแข็งได้เข้าขัดขวางการจัดเรียงตัวของสายโซ่พอลิเมอร์เกิดความไม่เป็นระเบียบขึ้น ความเป็นผลึกจึงลดน้อยลง การใช้พลังงานความร้อนในการสลายความเป็นผลึกจึงลดน้อยลงเช่นกัน เป็นผลให้การยืดเหนี่ยวระหว่างสารหน่วงการติดไฟและพอลิเมอร์ลดลง ตารางที่ 4.7 ยังแสดงให้เห็นอีกว่าเมื่อผสมสารหน่วงการติดไฟร่วมกับสารช่วยผสมจะทำให้ค่าอุณหภูมิการหลอมเหลวผลึก (T_m) และค่าองศาความเป็นผลึก (X_c) สูงกว่าการใช้สารหน่วงการติดไฟผสมกับพอลิเมอร์เพียงอย่างเดียว ทั้งนี้เนื่องจากการใช้สารช่วยผสมทำให้เกิดการยึดเกาะที่ดีที่บริเวณรอยต่อระหว่างวัฏภาค (Interfacial interaction)

ตารางที่ 4.7 ผลการศึกษาหาการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิและเสถียรภาพทางความร้อนของ HDPE เมื่อผสมสารหน่วงการติดไฟ

HDPE:FR	T _m (°C)	T _c (°C)	ΔH (J/g)	X _c (%)
HDPE 100%	129.3	114.8	137.6	46.9
HDPE50:CaP50	127.3	115.4	78.1	26.6
HDPE50:CaP50:HDPE-g-MA	129.2	117.1	93.4	31.8
HDPE50:CaN50	128.1	117.3	80.0	27.2
HDPE50:CaN50:HDPE-g-MA	128.5	116.9	95.5	32.5

4.2.2 ศึกษาสมบัติการลามไฟตามมาตรฐาน UL-94

จากตารางที่ 4.8 แสดงผลการลามไฟตามมาตรฐาน UL-94 และอัตราการลามไฟของวัสดุที่มีปริมาณของสารหน่วงการติดไฟ คือไดแคลเซียมฟอสเฟตเตตระไฮเดรต (CaP) และแคลเซียมแอมโมเนียมฟอสเฟตโมโนไฮเดรต (CaN) รวมถึงสารช่วยผสมพอลิเอทิลีนชนิดความหนาแน่นสูงต่อกิ่งด้วยมาเลอิกแอนไฮดไรต์ในปริมาณที่แตกต่างกัน จะเห็นว่าชิ้นงานที่ไม่ใส่สารหน่วงการติดไฟ ชิ้นงานที่ใส่สารหน่วงการติดไฟ และชิ้นงานที่ใส่สารหน่วงการติดไฟร่วมกับสารช่วยผสม จะใช้เวลาในการติดไฟและลุกไหม้จนหมดแตกต่างกัน เมื่อศึกษาอัตราการลามไฟ พบว่าเมื่อเพิ่มปริมาณ CaP และ CaN วัสดุเกิดการลามไฟช้าลง แต่วัสดุที่ใส่ CaP มีอัตราการลามไฟช้ากว่าวัสดุที่ใส่ CaN และวัสดุที่มีการใส่สารช่วยผสมร่วมกับสารหน่วงการติดไฟจะมีอัตราการลามไฟช้ากว่าวัสดุที่ไม่ใส่สารช่วยผสม สำหรับชิ้นงานที่ไม่ใส่สารหน่วงการติดไฟเมื่อถูกเผาไหม้ ชิ้นงานจะมีลักษณะการหยดที่ต่อเนื่อง เป็นผลมาจากพฤติกรรมของพลาสติกเมื่อได้รับความร้อนจะเกิดการหลอมละลาย ในชิ้นงานที่สารหน่วงการติดไฟจะมีลักษณะการหยดตัวแบบไม่ต่อเนื่อง เนื่องจากการเพิ่มอนุภาคของแข็งลงในวัสดุ

จากการทดลองตอนนี้ จะเห็นได้ว่าการเพิ่มปริมาณของ CaP และ CaN ในการหน่วงการติดไฟระบบเดียวจนถึงปริมาณ 50% (w/w) ยังไม่สามารถทำให้เกิดการดับไฟได้ด้วยตัวเอง (Self-extinguishing) หรือเกิดการดับไฟในระบบ V-0, V-1 หรือ V-2 แต่การเพิ่มปริมาณสารหน่วงการติดไฟ CaP และ CaN มีผลทำให้อัตราการลามไฟช้าลง และมีปริมาณชิ้นแก้วมากขึ้น โดยพบว่าการใช้สารหน่วงการติดไฟ CaP ให้ปริมาณชิ้นแก้วมากกว่าการใช้สารหน่วงการติดไฟ CaN และยังพบว่าการใช้สารหน่วงการติดไฟ CaP สามารถต้านการหยดตัวได้มากกว่าการใช้สารหน่วงการติดไฟ CaN

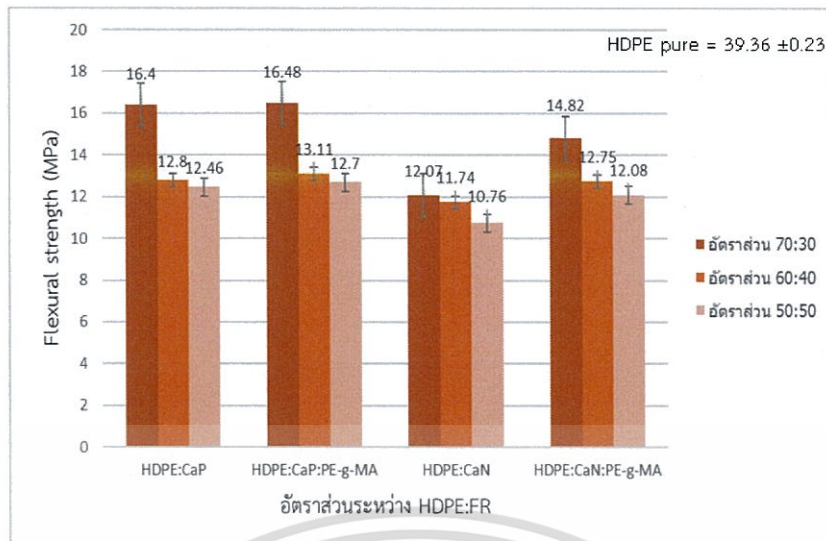
ตารางที่ 4.8 ผลการลามไฟตามมาตรฐาน UL-94 และอัตราการลามไฟของวัสดุที่มีปริมาณ CaP และ CaN ร่วมกับสารช่วยผสมในปริมาณที่แตกต่างกัน

HDPE : FR		การหยุดตัว	ผลการทดสอบตามมาตรฐาน UL-94	อัตราการลามไฟ (mm/min)
HDPE	100	หยุด	ติดไฟไหม้หมด	30.1±0.35
HDPE : CaP	70:30	หยุด	ติดไฟไหม้หมด	22.0±0.23
	60:40	หยุด	ติดไฟไหม้หมด	18.6±0.27
	50:50	ไม่หยุด	ติดไฟไหม้หมด	14.4±0.24
HDPE : CaP ผสมสารช่วยผสม	70:30	หยุด	ติดไฟไหม้หมด	21.1±0.24
	60:40	หยุด	ติดไฟไหม้หมด	18.0±0.15
	50:50	ไม่หยุด	ติดไฟไหม้หมด	13.5±0.16
HDPE : CaN	70:30	หยุด	ติดไฟไหม้หมด	24.1±0.18
	60:40	หยุด	ติดไฟไหม้หมด	20.0±0.27
	50:50	หยุด	ติดไฟไหม้หมด	17.5±0.11
HDPE : CaN-g ผสมสารช่วยผสม	70:30	หยุด	ติดไฟไหม้หมด	23.1±0.21
	60:40	หยุด	ติดไฟไหม้หมด	19.5±0.38
	50:50	หยุด	ติดไฟไหม้หมด	17.1±0.18

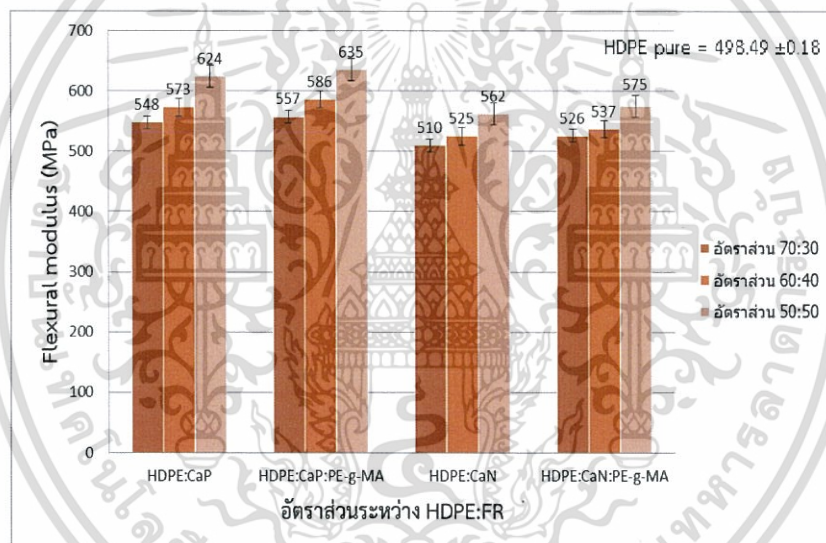
4.2.3 ศึกษาสมบัติเชิงกล

1) ความแข็งแรงโค้งงอ (Flexural strength) และมอดุลัสโค้งงอ (Flexural modulus)

จากรูปที่ 4.7 แสดงค่าความแข็งแรงโค้งงอของพอลิเมอร์ผสมสารหน่วงการติดไฟ และพอลิเมอร์ผสมสารหน่วงการติดไฟร่วมกับสารช่วยผสมที่อัตราส่วนต่างกัน พบว่าเมื่อเพิ่มอัตราส่วนของสารหน่วงการติดไฟ ค่าความแข็งแรงโค้งงอมีแนวโน้มลดลง เนื่องจากการเพิ่มปริมาณสารหน่วงการติดไฟทำให้เกิดรอยตำหนิ (Defects) ช่องว่าง (Voids) และรอยต่อเสียสภาพระหว่างวัฏภาคที่ไม่แข็งแรง เมื่อวัสดุได้รับแรงกระทำจึงเกิดการเสียรูปได้ง่ายส่งผลให้ความแข็งแรงโค้งงอลดลง แต่จากรูปที่ 4.8 แสดงค่ามอดุลัสโค้งงอที่มีแนวโน้มเพิ่มขึ้น เนื่องจากตามกฎของของผสม (Rule of mixture) กล่าวคือ สมบัติของของผสม เช่น ความแข็ง ความหนาแน่น เป็นต้น จะขึ้นอยู่กับสมบัติของแต่ละองค์ประกอบและสัดส่วนปริมาณของแต่ละองค์ประกอบ ค่ามอดุลัสโค้งงอจึงเพิ่มมากขึ้น



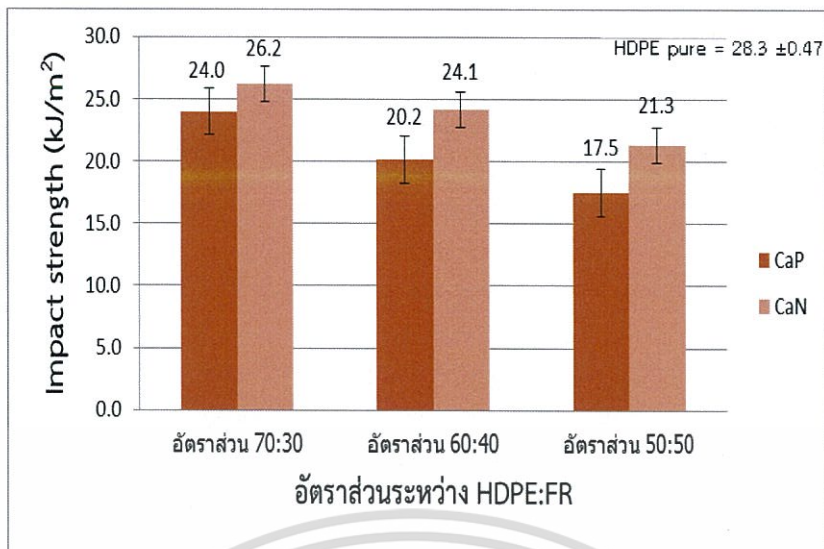
รูปที่ 4.7 แสดงค่าความแข็งแรงโค้งงอ (Flexural strength) ของ HDPE ผสมสารหน่วงการติดไฟ



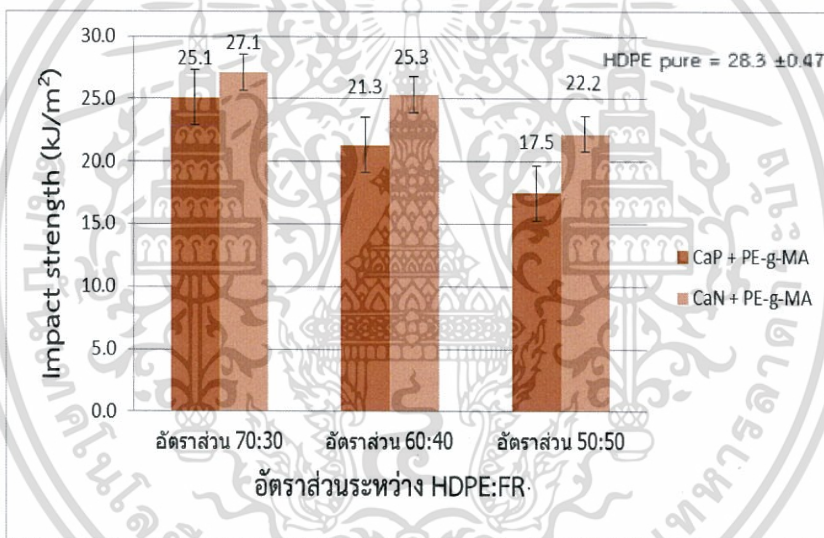
รูปที่ 4.8 แสดงค่ามอดุลัสโค้งงอ (Flexural modulus) ของ HDPE ผสมสารหน่วงการติดไฟ

2) ความทนต่อแรงกระแทก (Impact strength)

CaP และ CaN ในอัตราส่วนต่างกันคือ 70:30, 60:40 และ 50:50 พบว่าเมื่อเพิ่มปริมาณสารหน่วงการติดไฟจะทำให้ค่าความทนทานต่อแรงกระแทกตกลง ซึ่งมีผลสอดคล้องกับความแข็งแรงโค้งงอ เนื่องจากการเพิ่มปริมาณสารหน่วงการติดไฟ ทำให้เกิดรอยตำหนิ (Defects) ช่องว่าง (Voids) และรอยต่อเสียหายระหว่างวัสดุที่ไม่แข็งแรง เมื่อวัสดุได้รับแรงกระแทกจึงเกิดการเสียรูปได้ง่าย ส่งผลให้ความทนต่อแรงกระแทกตกลง และเมื่อเปรียบเทียบในอัตราส่วนที่เท่ากันพบว่าเมื่อใส่สารช่วยผสมมีความทนทานต่อแรงกระแทกมากกว่าไม่ใส่สารช่วยผสมซึ่งแสดงในรูปที่ 4.9 และ 4.10



รูปที่ 4.9 แสดงค่าความทนทานต่อแรงกระแทกของ HDPE เมื่อผสมกับสารหน่วงการติดไฟ

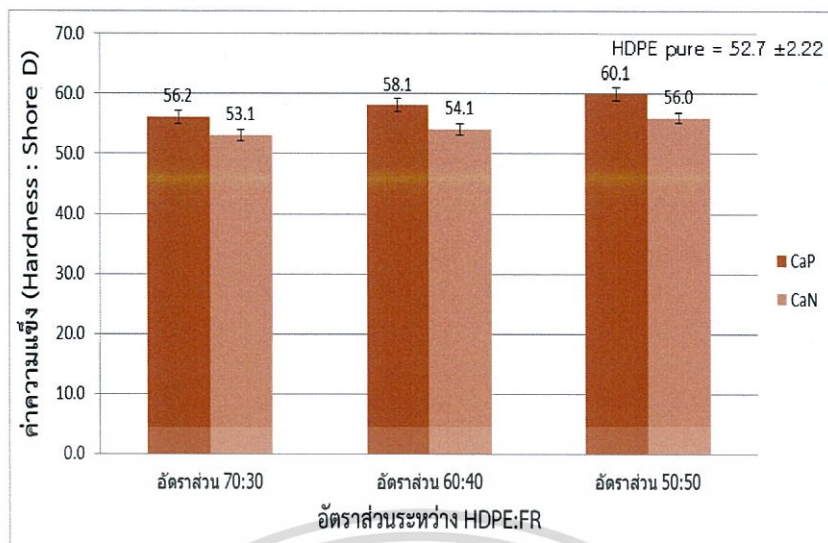


รูปที่ 4.10 แสดงค่าความทนทานต่อแรงกระแทกของ HDPE เมื่อผสมกับสารหน่วงการติดไฟพร้อมกับสารช่วยผสม

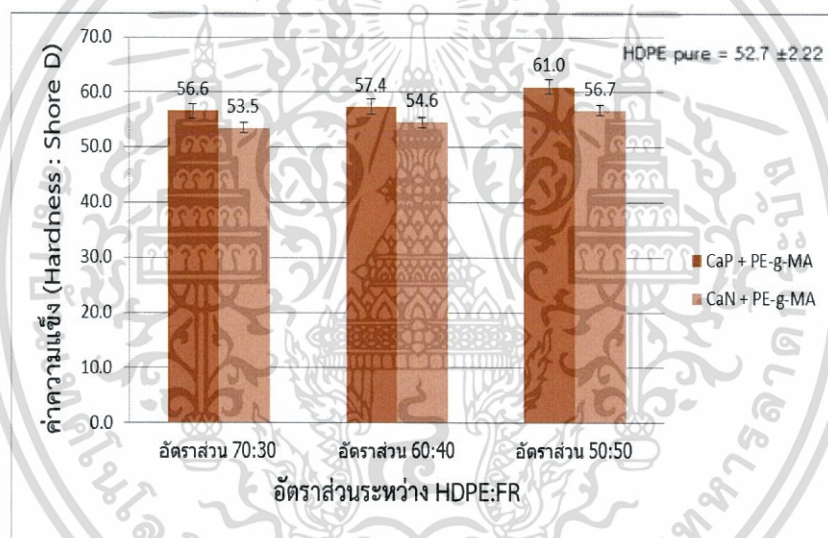
3) ความแข็ง (Hardness)

จากรูปที่ 4.11 แสดงค่าความแข็งของ HDPE เมื่อผสมกับสารหน่วงการติดไฟ CaP และ CaN ในอัตราส่วนต่างกันคือ 70:30, 60:40 และ 50:50 พบว่าปริมาณของสารหน่วงการติดไฟมีผลต่อค่าความแข็งของวัสดุ กล่าวคือเมื่อปริมาณของสารหน่วงการติดไฟเพิ่มขึ้น ความแข็งจะมีแนวโน้มเพิ่มขึ้น สอดคล้องกับค่ามอดุลัสโค้งงอ เนื่องจากตามกฎของของผสม (Rule of mixture) กล่าวคือ สมบัติของของผสม เช่น ความแข็ง ความหนาแน่น เป็นต้น จะขึ้นอยู่กับสมบัติของแต่ละองค์ประกอบและสัดส่วนปริมาณของแต่ละองค์ประกอบ และเมื่อเปรียบเทียบในอัตราส่วนที่เท่ากันพบว่าเมื่อใส่สารช่วยผสมมีค่าความแข็งมากกว่าไม่ใส่สารช่วยผสมซึ่งแสดงในรูปที่ 4.12

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 4.11 แสดงค่าความแข็งของ HDPE เมื่อผสมกับสารหน่วงการติดไฟ

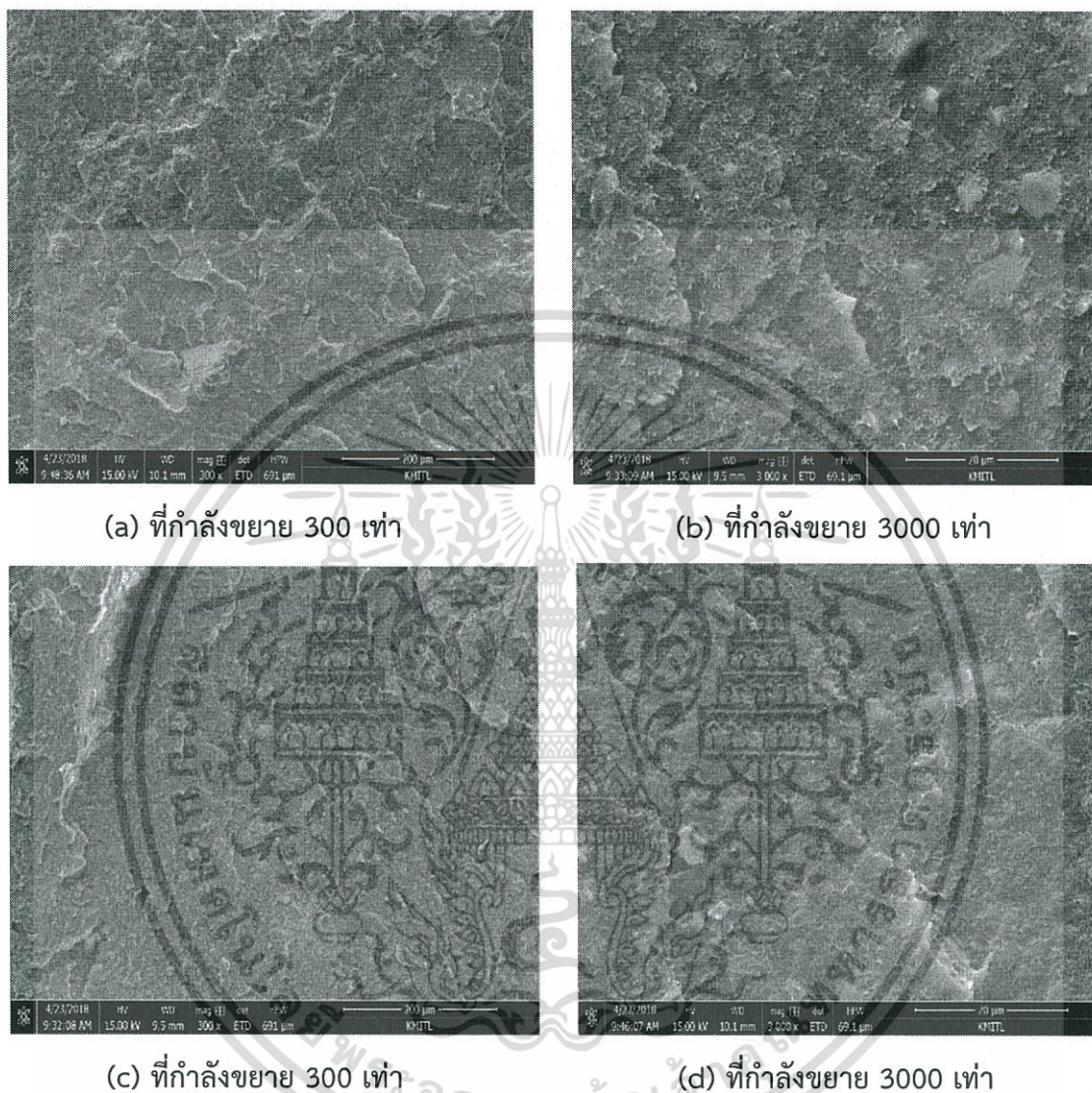


รูปที่ 4.12 แสดงค่าความแข็งของ HDPE เมื่อผสมกับสารหน่วงการติดไฟร่วมกับสารช่วยผสม

4.2.4 ลักษณะทางสัณฐานวิทยา

การศึกษาลักษณะทางสัณฐานวิทยาของพอลิเมอร์ผสมสารหน่วงการติดไฟ จะศึกษาด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning electron microscope; SEM) เพื่อดูการกระจายตัวและยึดติดกันของพอลิเมอร์และสารหน่วงการติดไฟ จากรูปที่ 4.13 แสดงลักษณะทางสัณฐานวิทยาของ HDPE ผสมสารหน่วงการติดไฟในอัตราส่วน 50:50 โดยที่ (a) และ (b) คือ HDPE ผสม CaP (c) และ (d) คือ HDPE ผสมสารหน่วงการติดไฟ CaP ร่วมกับสารช่วยผสม จากภาพ (a) จะเห็นได้ว่า CaP มีการกระจายตัวที่ดีแต่ยังพบรอยต่อของสารหน่วงการติดไฟและพอลิเมอร์ เมื่อใช้กำลังขยายที่ 3000 เท่า (b) พบว่าอนุภาคของ CaP มีการจับตัวกันเป็นกลุ่มก้อนแอกโกเมอเรต (Agglomerate) นอกจากนี้ยังพบรอยต่อระหว่างอนุภาค เนื่องจากการยึดติดที่ไม่ดีสารหน่วงการติดไฟจึงมีการหลุดออก แสดงถึงการเสียสภาพที่รอยต่อ จากภาพ (c) พบว่าเมื่อมีการใส่สารช่วยผสมแล้ว เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่นิยมนำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

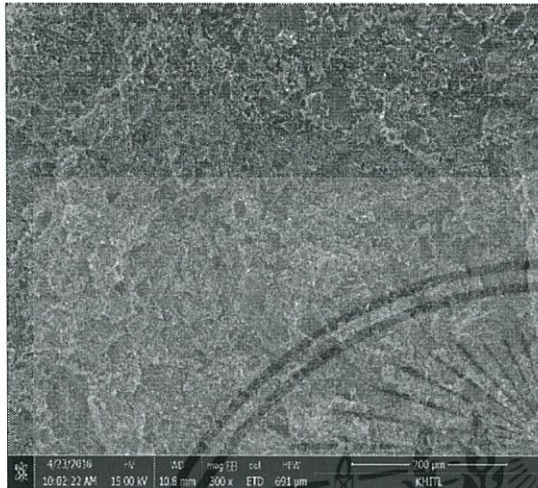
ทำให้การกระจายตัวดีขึ้น แต่ยังคงพบรอยต่อของสารหน่วงการติดไฟและพอลิเมอร์อยู่ เมื่อใช้กำลังขยายที่กำลังขยาย 3000 เท่า (d) ยังพบว่ามียุ่ก้อนแอกโกเมอเรต (Agglomerate) และรอยต่อระหว่างอนุภาค แต่น้อยกว่าพอลิเมอร์ผสมที่ไม่ใส่สารช่วยผสม



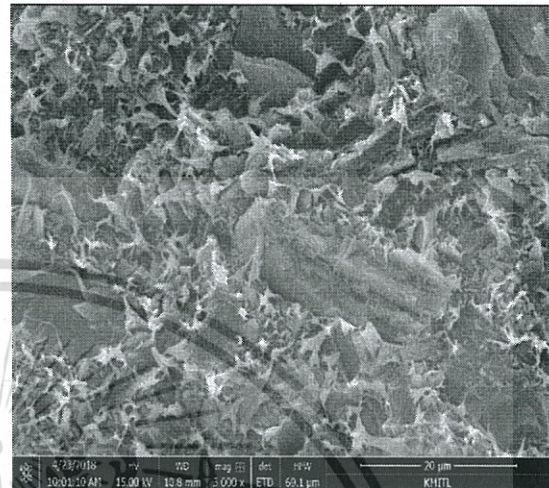
รูปที่ 4.13 ผลการศึกษาสัณฐานวิทยาจาก SEM โดย (a) และ (b) คือ HDPE ผสม CaP ในอัตราส่วน 50:50 (c) และ (d) คือ HDPE ผสม Ca ร่วมกับสารช่วยผสม ในอัตราส่วน 50:50

จากรูปที่ 4.14 แสดงลักษณะทางสัณฐานวิทยาของ HDPE ผสมสารหน่วงการติดไฟในอัตราส่วน 50:50 โดยที่ (a) และ (b) คือ HDPE ผสม CaN (c) และ (d) คือ HDPE ผสมสารหน่วงการติดไฟ CaN ร่วมกับสารช่วยผสม จากภาพ (a) จะเห็นได้ว่า CaN มีการกระจายตัวที่ดีแต่ยังพบการเกาะกันเป็นกลุ่มก้อนและรอยต่ออยู่บ้าง เมื่อใช้กำลังขยายที่ 3000 เท่า (b) สามารถสังเกตเห็นช่องว่างและรอยต่อระหว่างพอลิเมอร์และอนุภาคได้อย่างชัดเจน แสดงว่าอนุภาคของ CaN มีการหลุดออกจึงทำให้เกิดช่องว่างและรอยต่อของการเสียสภาพ จากภาพ (c) พบว่าเมื่อมีการใส่สารช่วยผสมแล้วทำให้รอยต่อระหว่างอนุภาคลดลง การกระจายตัวดีขึ้น เมื่อใช้กำลังขยายที่กำลังขยาย 3000 เท่า เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่นิยมนำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

(d) พบว่าช่องว่างของเนื้อพอลิเมอร์มีขนาดลดลง รวมถึงรอยต่อระหว่างอนุภาคมีจำนวนลดลงเช่นกัน แต่ยังคงพบ ช่องว่างที่แสดงถึงการที่ CaN นั้นถูกดึงหลุดออก เมื่อนำมาเปรียบเทียบกับสัณฐานวิทยาจากพอลิเมอร์ผสมที่ไม่ใส่สารช่วย พบว่าช่องว่างและรอยต่อของการเสียดสภาพลดน้อยลง แสดงว่าสารช่วยผสมมีส่วนช่วยให้สารหน่วงการติดไฟกระจายตัวได้ดีขึ้น



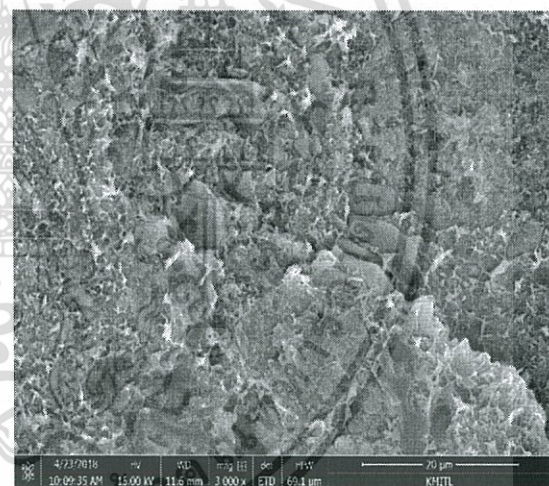
(a) ที่กำลังขยาย 300 เท่า



(b) ที่กำลังขยาย 3000 เท่า



(c) ที่กำลังขยาย 300 เท่า



(d) ที่กำลังขยาย 3000 เท่า

รูปที่ 4.14 ผลการศึกษาสัณฐานวิทยาจาก SEM โดย (a) และ (b) คือ HDPE ผสม CaN ในอัตราส่วน 50:50 (c) และ (d) คือ HDPE ผสม CaN ร่วมกับสารช่วยผสม ในอัตราส่วน 50:50

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

สรุปผลการวิจัยและข้อเสนอแนะ

5.1 สรุปผลการวิจัย

จากการวิจัยและสังเคราะห์สารหน่วงการติดไฟประเภทฟอสเฟตจากแคลเซียมธรรมชาติ เพื่อหาสารหน่วงการติดไฟที่เหมาะสมสำหรับการใช้ในระบบเดี่ยว ไม่มีมลพิษ ต้นทุนต่ำ และวิธีการสังเคราะห์ง่าย รวมถึงการศึกษาอิทธิพลของปริมาณสารหน่วงการติดไฟและสารช่วยผสมต่อสมบัติต่างๆ ของพอลิเมอร์ เช่น สมบัติทางความร้อน สมบัติเชิงกล และสมบัติทางกายภาพ เป็นต้น สามารถสรุปได้ดังนี้

ตอนที่ 1 สังเคราะห์สารหน่วงการติดไฟประเภทฟอสเฟตจากเปลือกไข่

ในงานวิจัยนี้ได้ทำการสังเคราะห์สารหน่วงการติดไฟประเภทฟอสเฟตจากเปลือกไข่ 2 ชนิด คือ ไดแคลเซียมไพโรฟอสเฟตเตตระไฮเดรตจากแคลเซียมอะซิเตต ($\text{Ca}_2\text{P}_2\text{O}_7 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$; CaP) และแคลเซียมแอมโมเนียมฟอสเฟตโมโนไฮเดรต ($\text{CaNH}_4\text{PO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$; CaN) ด้วยวิธีการตกตะกอน และทำการสังเคราะห์ได้จริง สามารถยืนยันได้จากผลการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค FTIR, XRF, XRD และ TGA

ตอนที่ 2 ผลของอัตราส่วนของ HDPE ต่อสารหน่วงการติดไฟประเภทฟอสเฟต

การศึกษาสารประกอบโลหะฟอสเฟตที่มีผลต่อการหน่วงไฟโดยกำหนดอัตราส่วนระหว่างพอลิเอทิลีนชนิดความหนาแน่นสูง (HDPE) และสารหน่วงการติดไฟ CaP และ CaN มีอัตราดังนี้ 70:30, 60:40 และ 50:50 โดยน้ำหนัก พบว่าเมื่อเพิ่มปริมาณสารหน่วงการติดไฟ จะทำให้อัตราการลามไฟลดลง และเมื่อเปรียบเทียบที่อัตราส่วนเดียวกัน CaP มีอัตราการลามไฟน้อยกว่า CaN เช่น ในอัตราส่วนพอลิเมอร์ต่อสารหน่วงการติดไฟ 50:50 ซึ่งเป็นสูตรที่ดีที่สุด CaP จะมีอัตราการลามไฟ 14.4 ± 0.24 mm/min ในขณะที่ CaN มีอัตราการลามไฟ 17.5 ± 0.11 mm/min และพบว่า CaP ที่มีอัตราส่วนพอลิเมอร์ต่อสารหน่วงการติดไฟ 50:50 สามารถต้านการหยดตัวและเกิดชั้นเถ้าได้ดีกว่า CaN แสดงว่า CaP มีประสิทธิภาพหน่วงการติดไฟดีกว่า CaN

การศึกษาเสถียรภาพทางความร้อนด้วยเทคนิค TGA พบว่า CaP เกิดการสลายตัว 2 ช่วงคือ $400-500^\circ\text{C}$ และ $590-680^\circ\text{C}$ เช่นเดียวกับ CaN ที่เกิดการสลายตัว 2 ช่วงคือ $400-500^\circ\text{C}$ และ $610-680^\circ\text{C}$ เมื่อศึกษาการเปลี่ยนแปลงทางความร้อนของพอลิเมอร์ผสมพบว่าเมื่อเพิ่มปริมาณสารหน่วงการติดไฟแล้วค่าอุณหภูมิการหลอมเหลวผลึก (T_m) ค่าองศาความเป็นผลึก (X_c) และเอนทาลปีมีแนวโน้มลดลง

ตอนที่ 3 การศึกษาผลและเปรียบเทียบความเข้ากันได้ของสารหน่วงการติดไฟประเภทฟอสเฟตและพลาสติก ร่วมกับ การใช้สารช่วยผสม

การศึกษาสารประกอบโลหะฟอสเฟตที่มีผลต่อการหน่วงไฟโดยกำหนดอัตราส่วนระหว่างพอลิเอทิลีนชนิดความหนาแน่นสูง (HDPE) และสารหน่วงการติดไฟ CaP และ CaN ร่วมกับสารช่วยผสม HDPE-g-MA ซึ่งจะใช้สารช่วยผสมเป็น 3% ของอัตราส่วนสารหน่วงการติดไฟ มีอัตราดังนี้ 70:30, 60:40 และ 50:50 โดยน้ำหนัก พบว่าผลการวิเคราะห์คล้ายคลึงกับพอลิเมอร์ผสมสารหน่วงการติดไฟ เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่นิยมนำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ทั้ง 2 ชนิด แต่เมื่อใส่สารช่วยผสมจะทำให้สารหน่วงการติดไฟมีประสิทธิภาพที่ดีขึ้น เช่น ในอัตราส่วนพอลิเมอร์ต่อสารหน่วงการติดไฟ 50:50 ซึ่งเป็นสูตรที่ดีที่สุด CaP จะมีอัตราการลามไฟ 14.4 ± 0.24 mm/min ในขณะที่ CaP+HDPE-g-MA มีอัตราการลามไฟ 13.5 ± 0.16 mm/min เช่นเดียวกับ CaN มีอัตราการลามไฟ 17.5 ± 0.11 mm/min ในขณะที่ CaN+HDPE-g-MA มีอัตราการลามไฟ 17.1 ± 0.18 mm/min แต่ในทุกอัตราส่วนไม่สามารถดับไฟได้ด้วยตัวเอง

ตอนที่ 4 การศึกษาสมบัติต่างๆ ของ HDPE เมื่อผสมสารหน่วงการติดไฟ และสารหน่วงการติดไฟร่วมกับสารช่วยผสม

การศึกษสมบัติทางกายภาพของพอลิเมอร์ผสม พบว่าค่าความหนาแน่นของสารหน่วงการติดไฟที่สังเคราะห์ขึ้น CaN มากกว่า CaP คือ 1.88 และ 1.87 g/cm^3 ตามลำดับ

จากการศึกษาสมบัติเชิงกลต่างๆ ของพอลิเมอร์ผสมพบว่า เมื่อเพิ่มอัตราส่วนของสารหน่วงการติดไฟ ค่าความแข็งแรงโค้งงอและความทนทานต่อแรงกระแทกมีแนวโน้มลดลงในขณะที่ค่ามอดูลัสโค้งงอและความแข็งที่ผิวมีแนวโน้มเพิ่มขึ้น โดยที่ความแข็งแรงโค้งงอ ค่ามอดูลัสโค้งงอ และความแข็งที่ผิวของ CaP มีมากกว่า CaN แต่ความทนทานต่อแรงกระแทกของ CaN มีมากกว่า CaP เมื่อเปรียบเทียบพอลิเมอร์ผสมสารหน่วงการติดไฟและพอลิเมอร์ผสมสารหน่วงการติดไฟร่วมกับสารช่วยผสม พบว่าเมื่อใส่สารช่วยผสมแนวโน้มของผลการทดสอบยังเป็นเช่นเดิม แต่ประสิทธิภาพของพอลิเมอร์ผสมดีขึ้น

เมื่อศึกษาสัญญาณวิทยา พบว่าสารหน่วงการติดไฟมีการกระจายตัวที่ดี แต่ยังคงพบกลุ่มก้อนแอกโกเมอเรต (Agglomerate) และการหลุดออกของอนุภาค ทำให้เกิดรอยต่อการเสียหายของพอลิเมอร์ และเมื่อใส่สารช่วยผสมพบว่า การกระจายตัวของอนุภาคสารหน่วงการติดไฟสม่ำเสมอมากขึ้น แต่ยังคงพบกลุ่มก้อนแอกโกเมอเรต (Agglomerate) และการหลุดออกของอนุภาค ทำให้เกิดรอยต่อการเสียหายของพอลิเมอร์อยู่

จากการศึกษาทดลอง พบว่า CaP และ CaN เมื่อทดสอบการติดไฟอัตราส่วนที่ดีที่สุดคือ 50:50 แต่สารหน่วงการติดไฟยังให้ประสิทธิภาพในการหน่วงไฟไม่เต็มที่เท่าที่ควร เมื่อใช้ร่วมกับสารช่วยผสมสามารถเพิ่มประสิทธิภาพการหน่วงไฟและสมบัติเชิงกลได้ อย่างไรก็ตาม สารหน่วงการติดไฟที่สังเคราะห์ขึ้นนี้มีข้อดีคือ ราคาถูก ง่ายต่อการผลิต ความหนาแน่นต่ำ และไม่มีมลพิษ นอกจากนี้ CaP ยังสามารถต้านการหดตัวของพอลิเมอร์และเกิดชั้นเถ้าได้ดี ซึ่งถือเป็นข้อดีอย่างยิ่งเพราะการหดตัวของพลาสติกและเปลวไฟเป็นสาเหตุให้เพลิงไหม้ลุกลามขึ้นอย่างต่อเนื่อง

5.2 ข้อเสนอแนะ

- 1 เพื่อประสิทธิภาพในการหน่วงการติดไฟที่ดีขึ้นควรใช้ในระบบอินตูลูเมสเซนส์
- 2 ศึกษาเปรียบเทียบกับสารหน่วงการติดไฟที่นิยมใช้ในอุตสาหกรรม
- 3 ศึกษาเปรียบเทียบความเข้ากันได้ของพลาสติกและสารช่วยผสม โดยเลือกใช้สารช่วยผสมชนิดอื่น

เอกสารอ้างอิง

- [1] Pardos F. 2004. **World plastics consumption long term**. [Online]. Available : <http://www.pardos-marketing.com/hot04.htm>
- [2] บริษัท โรงงานพิมพ์ย้อมผ้าไทย จำกัด (มหาชน). **Flame Retardant**. [Online]. Available : <http://www.ttp.co.th/Flame%20Retardant.html>
- [3] ไทยรัฐออนไลน์. 2560. **เพลิงไหม้ชุมชนแออัดย่านลาดกระบังวอดแล้ว 10 หลังคาเรือน**. [Online]. Available : <https://www.thairath.co.th/content/1143237>.
- [4] พรพรรณ หนูสวัสดิ. 2012. “สารหน่วงการติดไฟสำหรับวัสดุพอลิเมอร์ (Flame Retardant Agent)”. **กลุ่มอุตสาหกรรมพลาสติก. เอกสารอัดสำเนา**.
- [5] ณัฐสุดา สังข์เรืองยศ ธิดารัตน์ ฝอยหิรัญ และนรมน รุ่งโรจน์วิริยะ. 2559. “การสังเคราะห์สารประกอบโลหะฟอสเฟตที่ใช้เป็นสารหน่วงไฟในพอลิเอทิลีนชนิดความหนาแน่นสูง.” **โครงการพิเศษวิทยาศาสตร์บัณฑิต ภาควิชาเคมี คณะวิทยาศาสตร์, สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง**.
- [6] Lilyshop43. 2559. **เปลือกไข่กับประโยชน์อันแสนน่าทึ่ง ที่เราแทบไม่เคยรู้มาก่อน**. [Online]. Available : http://lilyshop43.blogspot.com/2016/11/blog-post_7.html
- [7] สุนทร พรจำเริญ. **พลาสติกชนิด HDPE**. [Online]. Available : http://www.neutron.rmutphysics.com/chemistryglossary/index.php?option=com_content&task=view&id=1290&Itemid=108.
- [8] พิมพ์เพ็ญ พรเฉลิมพงศ์ และนิธิยา รัตนาปนนท์. **High Density Polyethylene(HDPE)/พอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูง**. [Online]. Available : <http://www.foodnetworksolution.com/wiki/word/1909/hdpe-high-density-polyethylene>.
- [9] ปราโมช เชี่ยวชาญ. 2558. “การป้องกันและระงับอัคคีภัยในโรงงานอุตสาหกรรม ตอนที่ 1 ความรู้ทั่วไป”. **สำนักพิมพ์มหาวิทยาลัยสุโขทัยธรรมมาธิราช. เอกสารอัดสำเนา**.
- [10] ศูนย์วิจัยและพัฒนาการป้องกันและจัดการภัยพิบัติ. 2012. **อัคคีภัยกับการจำลองด้านพลศาสตร์**. [Online]. Available : <http://dpm.nida.ac.th/main/index.php/articles/fire/item/146-อัคคีภัยกับการจำลองด้านพลศาสตร์>
- [11] ศูนย์วิจัยและพัฒนาการป้องกันและจัดการภัยพิบัติ. 2013. **กลไกการดับไฟ!!!**. [Online]. Available : <http://dpm.nida.ac.th/main/index.php/articles/fire/item/159-กลไกการดับไฟ>
- [12] Horrocks, A.R., and Price, D., (2001). **Fire retardant materials**. Cambridge.
- [13] **สารหน่วงไฟ**. [Online]. Available : http://www.dnp.go.th/forestfire/FIRESCIENCE/lesson%2010/lesson10_4.htm
- [14] Products from Zhejiang Longyou Sihai Chemical Industry Co. Ltd. **Diammonium Phosphate(dap) Flame Retardant**. [Online]. Available : <http://www.global-sources.com/si/AS/Zhejiang-Longyou/6008844990906/pdt/Diammonium-Phosphatedap-Flame-Retardant/1092212384.htm>

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

- [15] Huber Engineered Materials (HEM). **How Our Fire Retardant Additives Work.** [Online]. Available : <https://www.hubermaterials.com/products/alumina-trihydrate-ath-magnesium-hydroxide-mdh/flame-retardants-smoke-suppressants/how-flame-retardants-smoke-suppressants-work.aspx>
- [16] Huber Engineered Materials (HEM). 2016. **Magnesium Hydroxide Flame Retardants (MDH).** [Online]. Available : <https://www.hubermaterials.com/products/alumina-trihydrate-ath-magnesium-hydroxide-mdh/flame-retardants-smokesuppressants/magnesium-hydroxide.aspx>
- [17] มนตรี ทองคำ และบรรจง บุญชม. 2556. “การสังเคราะห์พลังงานเชื้อเพลิงทางเลือกโดยตรงจากแก๊สสังเคราะห์บนตัวเร่งปฏิกิริยาโครเมียม (II) ซิงค์ (II) ไพโรฟอสเฟต”. งานวิจัยวิทยาศาสตร์ ภาควิชาเคมี คณะวิทยาศาสตร์, สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง.
- [18] Bernhard S. 2010. “Phosphorus-based Flame Retardancy Mechanisms Old Hat or a Starting Point for Future Development?”. *Journal of Materials (Basel)*. 3(10) : 4710–4745.
- [19] ส่วนประกอบที่สำคัญของไข่. [Online]. Available : pirun.ku.ac.th/~b521100244/ส่วนประกอบของไข่/ส่วนประกอบของไข่.html.
- [20] Laoutid, F. Lorgouilloux. M. Bonnaud, L. Lesueur, D. and Dubois, P. 2017. “Fire retardant behaviour of halogen-free calcium-based hydrated minerals.” *Journal of Polymer Degradation and Stability* 136 89-97.
- [21] Safronova, T. V. Putlayev, V. I. Bessonov, K. A. and Ivanov, V. K. 2013. “Ceramics based on calcium pyrophosphate nanopowders.” *Journal of Processing and Application of Ceramics* 7 [1] 9–14.
- [22] Bian, J.J. Kim, D.W. and Hong, K.S. 2004. “Phase transformation and sintering behavior of $\text{Ca}_2\text{P}_2\text{O}_7$.” *Journal of Materials Letters* 58 347– 351.
- [23] Gras, P. Ramond, N. Teychené, S. Rey, C. Elkaim, E. Biscans, B. Sarda, S. and Combes C. 2014. “Structure of the calcium pyrophosphate monohydrate phase ($\text{Ca}_2\text{P}_2\text{O}_7 \cdot \text{H}_2\text{O}$): towards understanding the dehydration process in calcium pyrophosphate hydrates.” *Journal of International Union of Crystallography*. vol. 70, pp. 862-866.
- [24] Mehdikhani, B. and Borhani, G. H. 2015. “Synthesis nano bio-ceramic powder $\beta\text{-Ca}_2\text{P}_2\text{O}_7$.” *Journal of Ceramic Processing Research*. Vol. 16, No. 3, pp. 308-312.
- [25] Bharat, B. P. and Mihir J. J. 2007. “Growth and characterization of gel grown calcium pyrophosphate tetrahydrate crystals.” *Journal of Cryst. Res. Technol.* 42, No. 2, 127 – 132.
- [26] Ley-Ngardigal, K. Combes, C. Teychené, S. Bonhomme, C. Coelho-Diogo, C. Gras, P.Rey, C. and Biscans, B. 2016. “Influence of Ionic Additives on Triclinic
- เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

- CalciumPyrophosphate Dihydrate Precipitation.” *Journal of Crystal Growth & Design*. vol. 17 (1), pp.37-50.
- [27] ชีรพัฒน์ อุณหโชค และพจนีย์ ศรธรรมลี. 2543. “การศึกษาไม้เทียมพอลิเมอร์คอมโพสิตจากพอลิเอทิลีนชนิดความหนาแน่นต่ำและเส้นใยผักตบชวา.” โครงการงานพิเศษวิทยาศาสตร์บัณฑิต สาขาเคมีอุตสาหกรรม คณะวิทยาศาสตร์ สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง.
- [28] Arao, Y. Nakamura, S. Tomita, Y. Takakuwa, K. Umemura, T. and Tanaka, T. 2014. “Improvement on fire retardancy of wood flour/polypropylene composites using various fire retardants.” *Journal of Polymer Degradation and Stability* 100 (2014) 79-85.
- [29] จีราวรรณ ไวสาหลง. 2559. “การสังเคราะห์สารหน่วงไฟกลุ่มฟอสฟอรัส ที่ปราศจากฮาตูลาโลเจน สำหรับใช้งานบนผ้าฝ้าย”. งานวิจัยทุนสนับสนุนจากงบประมาณเงินรายได้ประจำปีงบประมาณปี 2559 คณะอุตสาหกรรมสิ่งทอและออกแบบแฟชั่น, มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีราชมงคลพระนคร.
- [30] Gras, P. Teychene, S. Rey, C. Charvillat, C. Biscans, B. Sardac, S. and Combes, C. 2013. “Crystallisation of a highly metastable hydrated calcium pyrophosphate Phase.” *Journal of CrystEngComm*. vol. 15, pp. 2294-2300.
- [31] อุดม พุทศรี. 2010. การทดสอบหาค่าความหนาแน่น และความถ่วงจำเพาะ [Online]. Available : <https://www.gotoknow.org/posts/381941>
- [32] ASTM D790 สมบัติแรงดัดของพลาสติกและพลาสติกเสริมแรงและวัสดุสำหรับฉนวนไฟฟ้า. [Online]. Available : <http://www.instron.co.th/th-th/testing-solutions/by-material/plastics/flexure/astm-d790>
- [33] Tsigkourakos, G. 2012. “Damage Analysis of CFRP under Impact Fatigue.” *Journal of Shock and Vibration*.
- [34] CALCE and the University of Maryland. 2001. **Material Hardness**. [Online]. Available : https://www.calce.umd.edu/TSFA/Hardness_ad_.htm#3.5.
- [35] **Diagram of a durometer indenter or presser foot used for Shores A and D**. [Online]. Available : https://en.wikipedia.org/wiki/Shore_durometer#/media/File:Durometer.png.
- [36] ชลดา ฤตวิรุฬห์. 2559. เอกสารประกอบการสอนวิชาการพิสูจน์เอกลักษณ์และการทดสอบพอลิเมอร์. ภาควิชาเคมี คณะวิทยาศาสตร์ สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง.
- [37] Blaine, R. L. n.d. (no date). “**Thermal Applications Note Heats of Fusion Report**.” Available : <http://www.tainstruments.com/pdf/literature/TN048.pdf>
- [38] RTP Company. **Flammability Testing & Ratings For Plastics**. [Online]. Available : <https://www.rtpcompany.com/products/flame-retardant/flammability-testing-ratings-for-plastics/>.

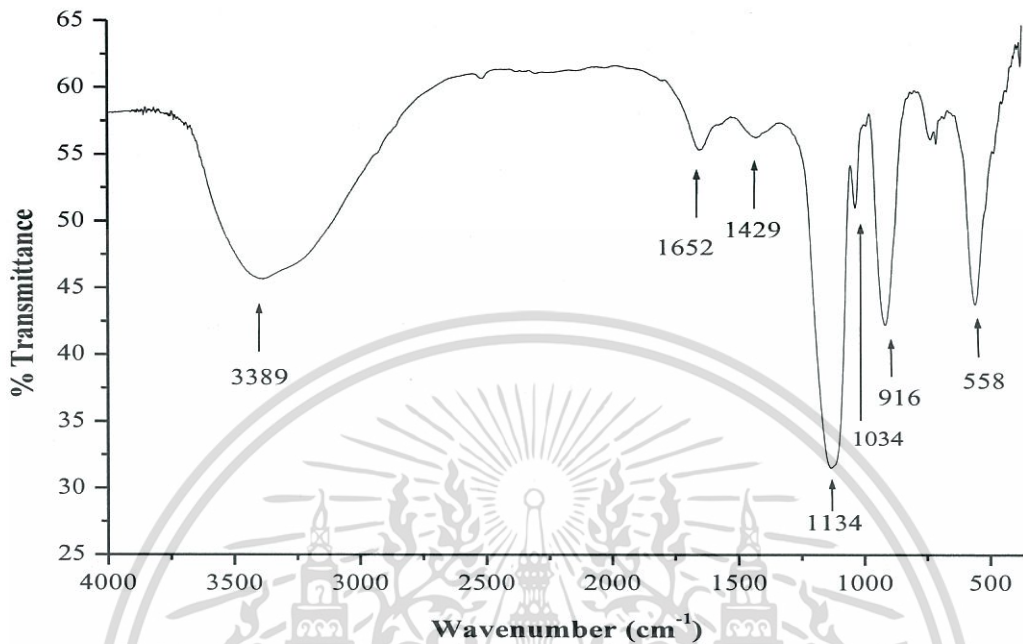
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



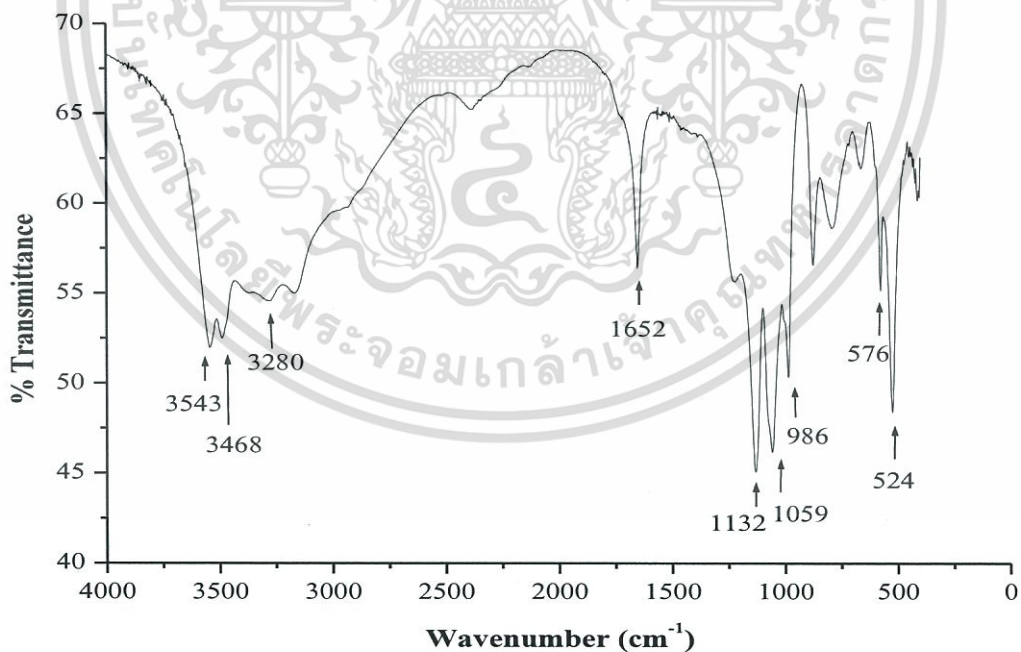
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ภาคผนวก ก

ผลการวิเคราะห์หมู่ฟังก์ชันโดยเทคนิค FT-IR



(1)



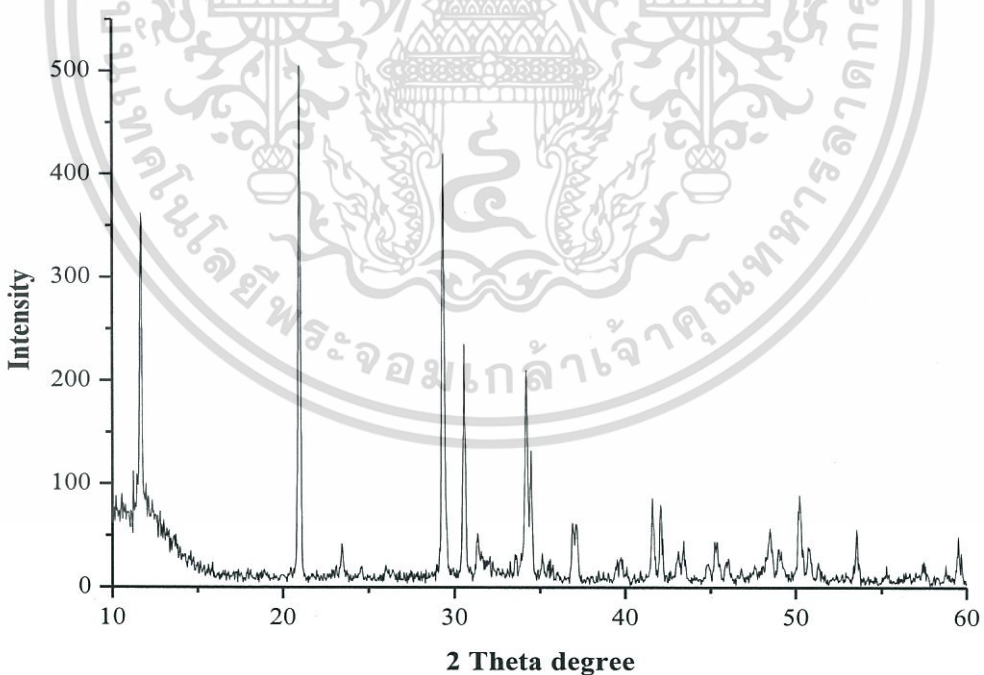
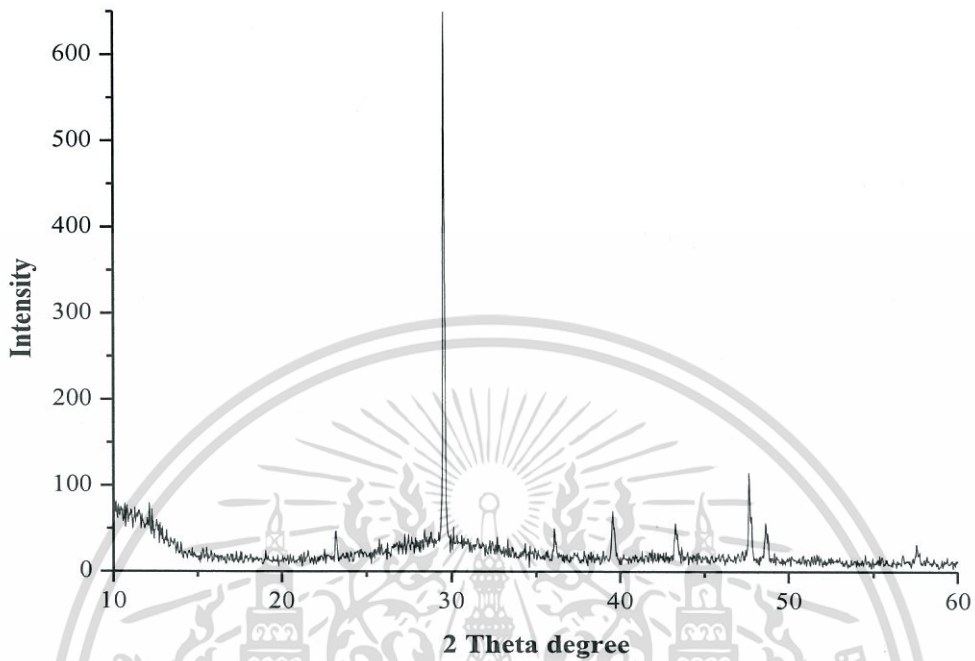
(2)

รูปที่ ก-1 และ ก-2 คือผลการวิเคราะห์ FT-IR ของ $(\text{Ca}_2\text{P}_2\text{O}_7 \cdot 4\text{H}_2\text{O})$; CaP และ $(\text{CaNH}_4\text{PO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O})$; CaN ตามลำดับ

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ภาคผนวก ข

ผลการวิเคราะห์โครงสร้างของผลึกด้วยเทคนิค XRD

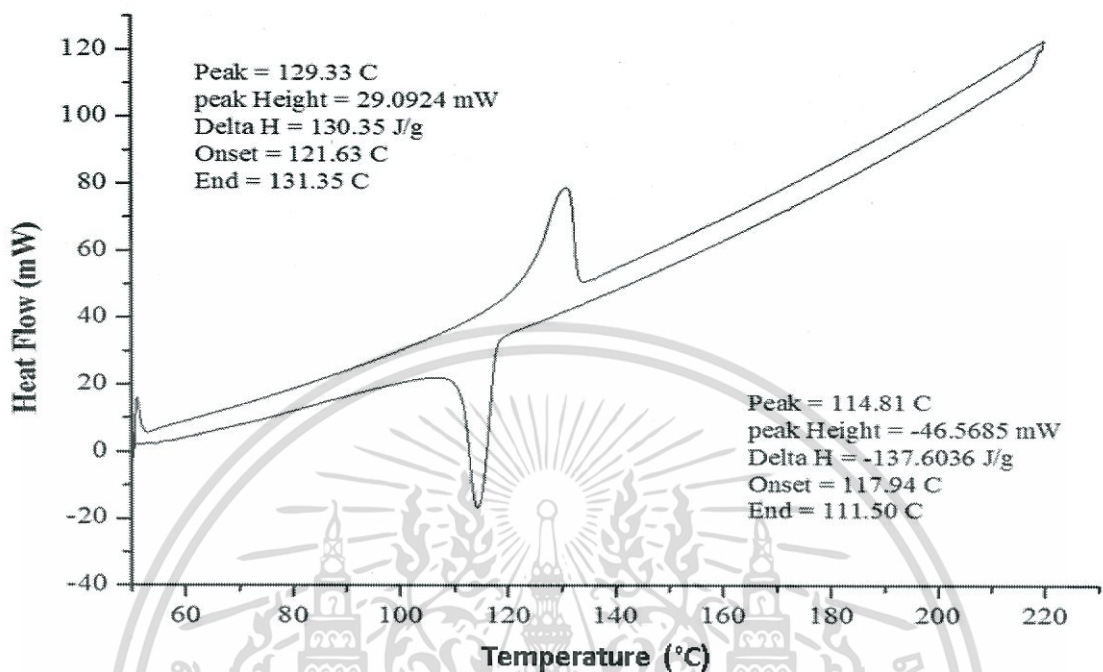


รูปที่ ข-1 และ ข-2 คือผลการวิเคราะห์โครงสร้างผลึกด้วยเทคนิค XRD ของ $(\text{Ca}_2\text{P}_2\text{O}_7 \cdot 4\text{H}_2\text{O}; \text{CaP})$ และ $(\text{CaNH}_4\text{PO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}; \text{CaN})$ ตามลำดับ

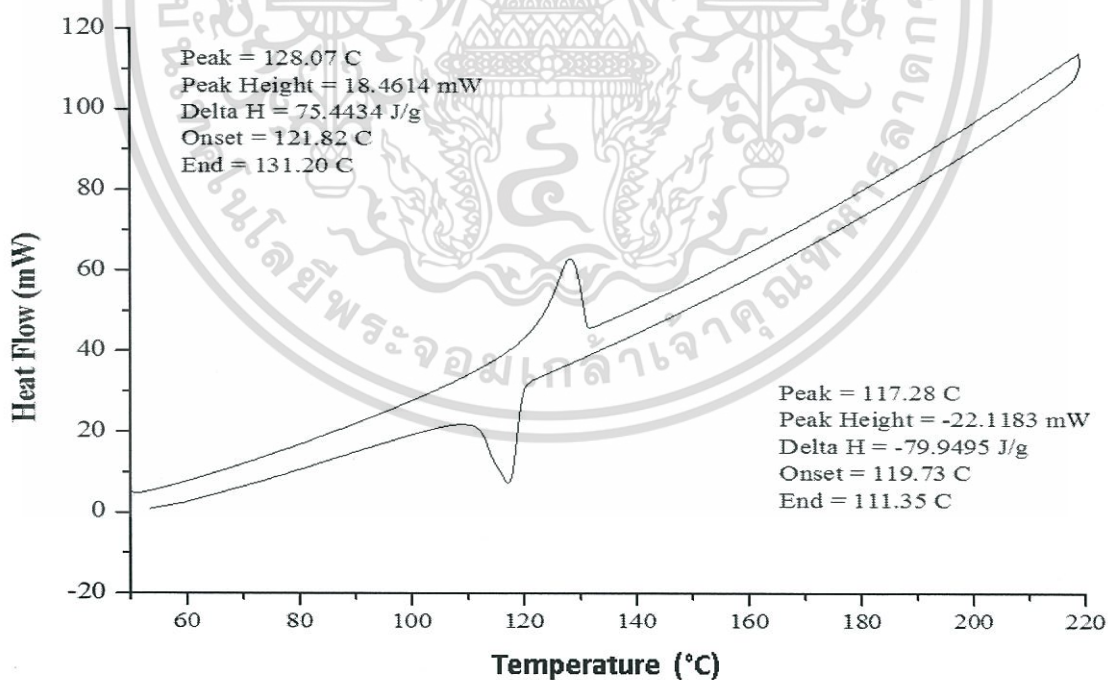
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ภาคผนวก ค

ผลการวิเคราะห์ศึกษาการเปลี่ยนแปลงทางความร้อนด้วยเทคนิค DSC



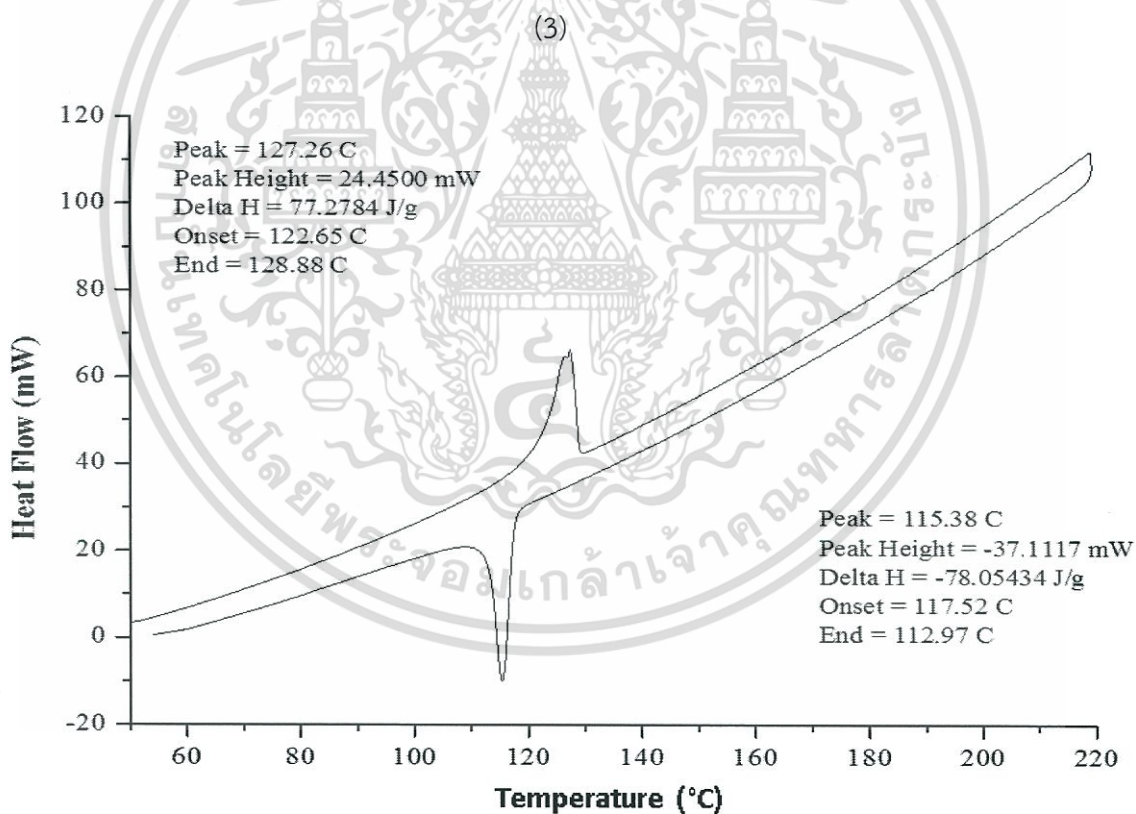
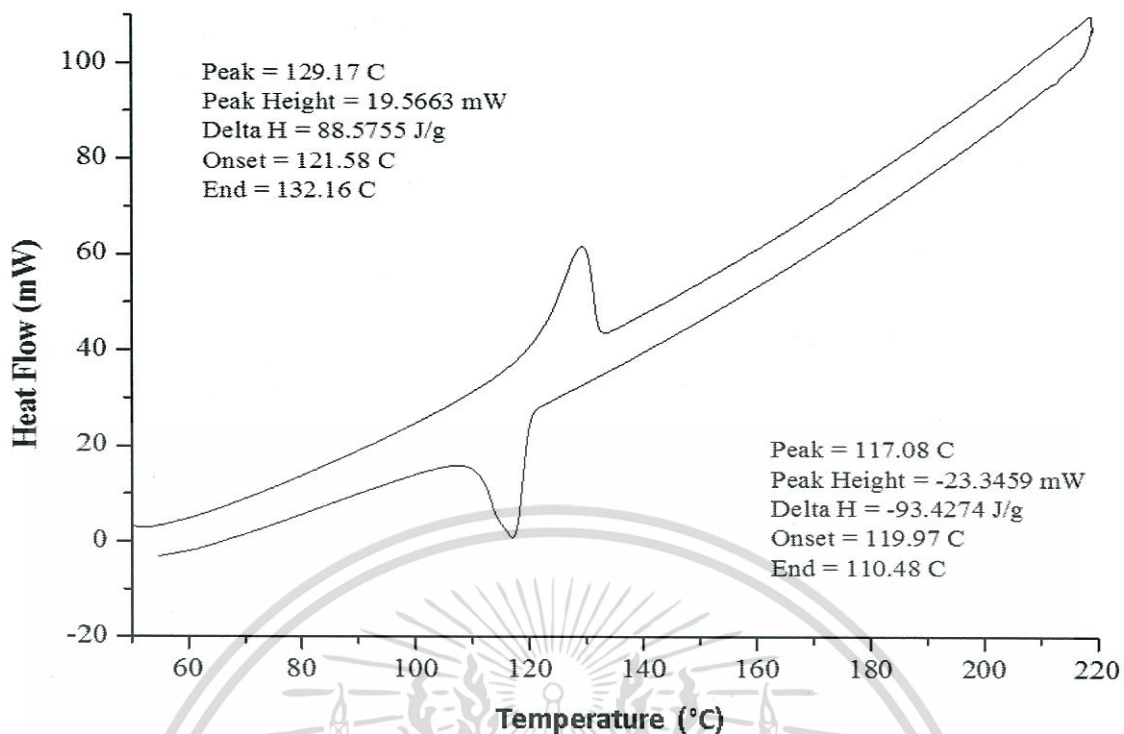
(1)



(2)

รูปที่ ค-1 และ ค-2 คือผลการวิเคราะห์สมบัติทางความร้อนโดยใช้เทคนิค DSC ของ HDPE และ พอลิเมอร์ผสม HDPE50:CaP50 ตามลำดับ

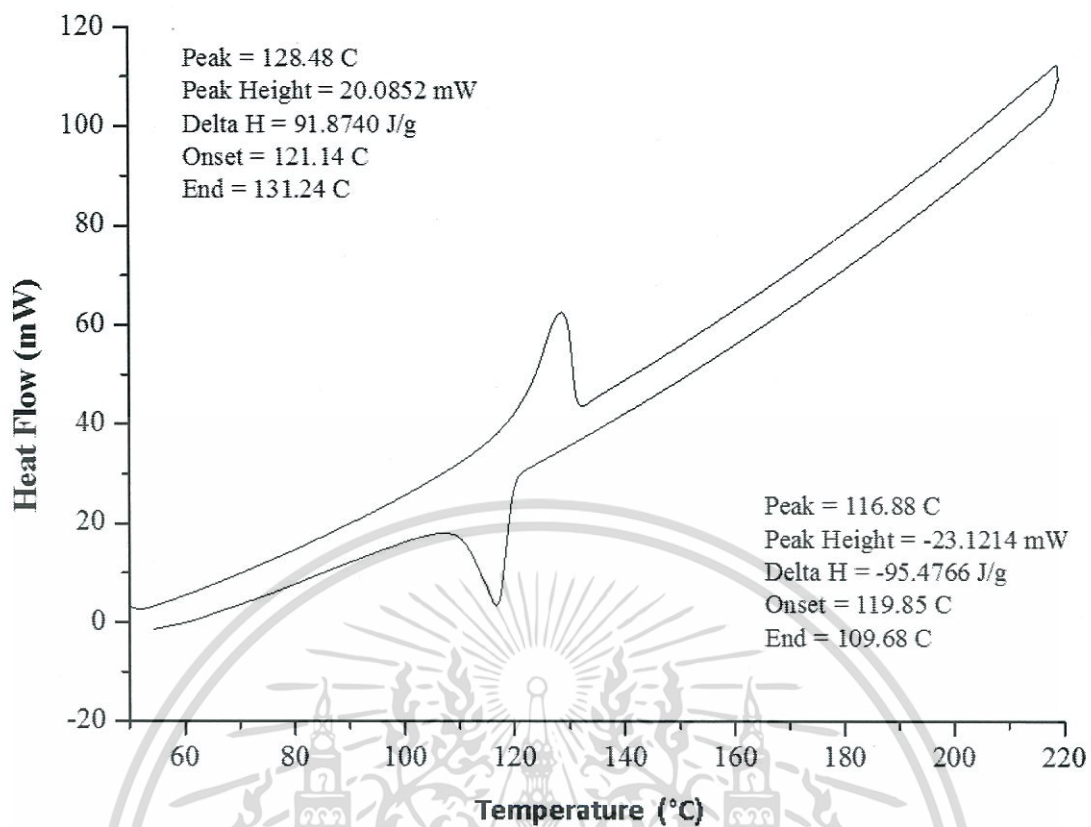
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



(4)

รูปที่ ค-3 และ ค-4 คือผลการวิเคราะห์สมบัติทางความร้อนโดยใช้เทคนิค DSC ของพอลิเมอร์ผสม HDPE50:CaP50:HDPE-g-MA และ HDPE50:CaN50 ตามลำดับ

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



(5)

รูปที่ ค-5 คือผลการวิเคราะห์สมบัติทางความร้อนโดยใช้เทคนิค DSC ของพอลิเมอร์ผสม HDPE50:CaN50:HDPE-g-MA

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



งานทะเบียนคณะวิทยาศาสตร์
สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง
คำรับรองเล่มโครงการพิเศษ

วันที่ 12 เดือน มิถุนายน พ.ศ. 2561

ข้าพเจ้า นางสาวนภัสสร อิมมิตรเอื้อ รหัสนักศึกษา 57050428
นางสาวนันทพร อยู่มี รหัสนักศึกษา 57050435
นางสาวหฤทัย ทรัพย์ประเสริฐ รหัสนักศึกษา 57050547

นักศึกษาหลักสูตรวิทยาศาสตรบัณฑิต สาขาวิชา เคมีอุตสาหกรรม ภาควิชา เคมี
ขอรับรองว่าโครงการพิเศษ เรื่อง

ชื่อภาษาไทย การสังเคราะห์สารหน่วงการติดไฟชนิดฟอสฟอรัสจากเปลือกไข่เพื่อใช้กับ
อุตสาหกรรมพลาสติก

ชื่อภาษาอังกฤษ Synthesis of Phosphorus-Based Flame Retardants from Eggshell for
Plastic Industries

ปีการศึกษา 2560

เป็นผลงานวิจัยที่มีได้คัดลอกหรือละเมิดลิขสิทธิ์ของผู้อื่นและได้ผ่านการตรวจสอบความซ้ำซ้อน
เรียบร้อยแล้ว และได้แนบเอกสารการตรวจสอบการลอกเลียนงานวรรณกรรมที่ตรวจสอบจากเล่ม
โครงการพิเศษฉบับสมบูรณ์แล้ว

โปรแกรมอักขราวิสุทธิ์ 0.60 %

ลงชื่อ..... นภัสสร อิมมิตรเอื้อ..... ลงชื่อ..... นันทพร อยู่มี..... ลงชื่อ..... หฤทัย ทรัพย์ประเสริฐ.....
(นางสาวนภัสสร อิมมิตรเอื้อ) (นางสาวนันทพร อยู่มี) (นางสาวหฤทัย ทรัพย์ประเสริฐ)
นักศึกษา นักศึกษา นักศึกษา

ข้าพเจ้า รศ.ดร.บรรจง บุญชม และ รศ.ดร.อิทธิพล แจ่มชัด อาจารย์ที่ปรึกษาโครงการพิเศษ ได้
ตรวจสอบโครงการพิเศษของนักศึกษาข้างต้นแล้ว ขอรับรองว่าเป็นผลงานวิจัยของนักศึกษาจริงและมี
เนื้อหาสมบูรณ์ จึงลงชื่อไว้เป็นหลักฐาน

ลงชื่อ..... รศ.ดร. บรรจง บุญชม..... ลงชื่อ..... รศ.ดร. อิทธิพล แจ่มชัด..... ลงชื่อ.....
อาจารย์ที่ปรึกษา อาจารย์ที่ปรึกษาร่วม อาจารย์ที่ปรึกษาร่วม