



รายงานการวิจัย

การปรับปรุงสมบัติการหน่วงไฟของพอลิโพรพิลีนคอมโพสิต
(Enhancement of flame retardancy of polypropylene composites)

ได้รับทุนอุดหนุนการวิจัยจาก
มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีสุรนารี

ผลงานวิจัยเป็นความรับผิดชอบของหัวหน้าโครงการวิจัยแต่เพียงผู้เดียว



รายงานการวิจัย

การปรับปรุงสมบัติการหน่วงไฟของพอลิโพรพิลีนคอมโพสิต
(Enhancement of flame retardancy of polypropylene composites)

ผู้วิจัย

ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร. นิธินาถ ศุภกาญจน์
สาขาวิชาวิศวกรรมพอลิเมอร์ สำนักวิชาวิศวกรรมศาสตร์

ได้รับทุนอุดหนุนการวิจัยจากมหาวิทยาลัยเทคโนโลยีสุรนารี ปีงบประมาณ 2558
ผลงานวิจัยเป็นความรับผิดชอบของหัวหน้าโครงการวิจัยแต่เพียงผู้เดียว

กรกฎาคม 2561

กิตติกรรมประกาศ

งานวิจัยนี้ได้รับเงินทุนสนับสนุนการวิจัยจากมหาวิทยาลัยเทคโนโลยีสุรนารี ประจำปีงบประมาณ 2558 และได้รับการอำนวยความสะดวกด้านการใช้สถานที่ทำการทดลอง เครื่องมือ รวมทั้งอุปกรณ์บางส่วนที่ใช้ในการทดลองจากศูนย์เครื่องมือวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยี มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีสุรนารี โดยมีผู้ช่วยวิจัย คือ นางสาว รุจิรฉัตร พลรักษา



บทคัดย่อภาษาไทย

งานวิจัยนี้เตรียมพอลิโพรพิลีนคอมโพสิตโดยใช้สารตัวเติม ได้แก่ เมลามีนซึ่งเป็นของเสียจากกระบวนการผลิตเครื่องใช้บนโต๊ะอาหาร และศึกษาผลของปริมาณของสารตัวเติมต่อสมบัติทางกลและสมบัติการหน่วงไฟของวัสดุคอมโพสิต

การเพิ่มปริมาณเมลามีนในพอลิโพรพิลีนเมทริกซ์ ช่วยเพิ่มค่า Young's Modulus ของพอลิโพรพิลีนคอมโพสิต อย่างไรก็ตาม ความสามารถในการยืด อด จุดขาด ความแข็งแรง อด จุดคราก และความสามารถในการรับแรงกระแทกมีค่าลดลง นอกจากนี้ สันฐานวิทยาจาก SEM แสดงให้เห็นถึงการยึดติดที่ไม่ดีระหว่างพอลิโพรพิลีนเมทริกซ์และเมลามีน

การสลายตัวของ PP ภายใต้บรรยากาศไนโตรเจนจะเกิดขึ้นและสิ้นสุดที่อุณหภูมิสูงกว่าการสลายตัวของ PP ภายใต้บรรยากาศปกติ โดย PP จะไม่มีเถ้าเหลืออยู่ภายหลังการสิ้นสุดการสลายตัว การสลายตัวของวัสดุ PP คอมโพสิตในบรรยากาศปกติจะเกิดขึ้นที่อุณหภูมิต่ำกว่าการสลายตัวของ PP ภายใต้บรรยากาศไนโตรเจน การสลายตัวของ PP ภายใต้บรรยากาศไนโตรเจนมีเถ้าสีดำเหลืออยู่ที่อุณหภูมิ 800°C ในปริมาณที่มากกว่าการสลายตัวของ PP ภายใต้บรรยากาศปกติ โดยปริมาณเถ้าจะเพิ่มขึ้นตามปริมาณเมลามีนที่ผสมอยู่ในวัสดุ PP คอมโพสิต

วัสดุคอมโพสิตระหว่างพอลิโพรพิลีนกับเมลามีนที่มีปริมาณเมลามีน 10%-40% โดยน้ำหนัก มีค่าออกซิเจนที่น้อยที่สุดที่ทำให้เกิดการเผาไหม้ที่สูงกว่า PP แต่อย่างไรก็ตาม ค่าออกซิเจนที่น้อยที่สุดที่ทำให้เกิดการเผาไหม้ของวัสดุคอมโพสิตระหว่างพอลิโพรพิลีนกับเมลามีนที่มีปริมาณเมลามีน 40% โดยน้ำหนัก ยังมีค่าใกล้เคียงกับปริมาณออกซิเจนที่มีอยู่ในบรรยากาศปกติ และไม่สามารถจำแนกประเภทการติดไฟได้ (NC)

ABSTRACT

In this research work, melamine, a waste from tableware production process, was used as filler for preparing polypropylene (PP) based composites. Effect of filler content on mechanical properties and flame retardancy of PP composites was investigated.

With increasing melamine content, Young's modulus of PP composites increased while elongation at break, tensile strength yield and notched impact strength decreased. Moreover, SEM micrographs of PP composites indicated poor adhesion between PP matrix and the filler.

Thermal decomposition temperature of neat PP in nitrogen atmosphere was higher than that in air atmosphere. No char residue was observed after complete decomposition. Thermal decomposition temperatures of PP composites in air atmosphere was lower than those in nitrogen atmosphere. In comparison, thermal decomposition of PP composites in nitrogen atmosphere gave higher amounts of char residues than that in air atmosphere. Moreover, the amounts of char residue of PP composites at 800°C increased with increasing melamine content.

At melamine contents of 10%-40% wt., limiting oxygen index (LOI) values of the PP composites were greater than that of PP. However, LOI of PP composite containing melamine contents of 40%wt was still close to the atmospheric oxygen concentration and the PP composites possessed NC flame retardancy rating.

สารบัญ

หน้า

กิตติกรรมประกาศ	ก
บทคัดย่อภาษาไทย	ข
บทคัดย่อภาษาอังกฤษ	ค
สารบัญ	ง
สารบัญตาราง	ฉ
สารบัญรูปภาพ	ช
บทที่ 1 บทนำ.....	1
1.1 ความสำคัญและที่มาของปัญหาในงานวิจัย.....	1
1.2 กรอบแนวความคิดของโครงการวิจัย	2
1.3 การทบทวนวรรณกรรมที่เกี่ยวข้อง.....	3
1.4 วัตถุประสงค์ของการวิจัย.....	5
1.5 ขอบเขตของการวิจัย.....	5
บทที่ 2 วิธีดำเนินการวิจัย.....	6
2.1 วัสดุและสารเคมีที่ใช้ในงานวิจัย	6
2.2 การทดลอง	6
2.2.1 การเตรียมผงเมลามีน	6
2.2.2 การเตรียม PP คอมโพสิต	7
2.2.3 การตรวจสอบสมบัติการต้านแรงดึง (Tensile properties).....	7
2.2.4 การตรวจสอบสมบัติการต้านแรงกระแทก (Impact properties).....	7
2.2.5 การตรวจสอบสมบัติทางสัณฐานวิทยา (Morphological properties).....	7
2.2.6 การตรวจสอบสมบัติทางความร้อน (Thermal Properties).....	7
2.2.7 การตรวจสอบสมบัติการหน่วงไฟ (Flame retardant properties).....	8

สารบัญ (ต่อ)

หน้า

บทที่ 3 ผลการทดลองและการอภิปรายผลการทดลอง.....	10
พอลิเมอร์คอมโพสิทระหว่างพอลิโพรพิลีนและเมลามีน	10
3.1 สมบัติเชิงกลของ PP และวัสดุคอมโพสิทระหว่าง PP กับเมลามีน	10
3.2 สัณฐานวิทยาของวัสดุคอมโพสิทระหว่าง PP กับเมลามีน	16
3.3 สมบัติทางความร้อนของ PP และวัสดุคอมโพสิทระหว่าง PP กับเมลามีน	18
3.4 สมบัติการหน่วงไฟของ PP และวัสดุคอมโพสิทระหว่าง PP กับเมลามีน	20
บทที่ 4 สรุปผลการทดลอง.....	23
บรรณานุกรม	24
ประวัติหัวหน้าโครงการวิจัย.....	25



มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีสุรนารี

สารบัญตาราง

ตาราง	หน้า
3.1 Mechanical Properties of neat PP and PP composites at various melamine contents.....	15
3.2 Decomposition temperatures ($T_{5\%}$ and $T_{50\%}$) of neat PP, neat melamine and PP composites at various melamine contents in nitrogen atmosphere and air atmosphere.....	20
3.3 Flame retardant behaviors of neat PP and PP composites at various melamine contents in nitrogen atmosphere and air atmosphere.....	22

สารบัญรูปภาพ

รูปภาพ	หน้า
2.1 (a-b) กลไก ball milling ภายในหม้อบด (c) เครื่องบดและหม้อบด.....	6
2.2 การทดสอบการติดไฟชนิด Horizontal burning test	8
2.3 การทดสอบการติดไฟชนิด Vertical burning test	9
3.1 Stress-strain curves of neat PP	10
3.2 Stress-strain curves of PP composites at various melamine contents.....	11
3.3 Young's modulus of PP composites at various melamine contents.....	12
3.4 Elongation at Break of PP composites at various melamine contents.....	13
3.5 Tensile strength at yield of PP composites at various melamine contents	14
3.6 Notched Impact strength of neat PP and PP composites at various melamine contents	15
3.7 SEM micrographs of tensile fracture surfaces of PP composites at various melamine contents: (a1-2) 10 wt%, (b1-2) 20 wt%, (c1-2) 30 wt%, and (d1-2) 40 wt%; at x75 (1) and x300 (2) magification.....	17
3.8 TGA thermograms of neat melamine in nitrogen atmosphere and air atmosphere	18
3.9 TGA thermograms of neat PP and PP composites at various melamine contents in nitrogen atmosphere and air atmosphere.....	19

บทที่ 1

บทนำ

1.1 ความสำคัญและที่มาของปัญหาในงานวิจัย

ในปัจจุบันความต้องการใช้พอลิเมอร์เพิ่มขึ้นอย่างรวดเร็ว เนื่องจากพอลิเมอร์มีสมบัติหลากหลายและยังสามารถปรับเปลี่ยนสมบัติได้ เช่น การนำพอลิเมอร์ต่างชนิดกันไปผสมกัน หรือการทำเป็นคอมโพสิตกับสารตัวเติมอินทรีย์หรืออนินทรีย์ที่มีสมบัติพิเศษ ฯลฯ อย่างไรก็ตาม พอลิเมอร์มีข้อด้อยสำคัญซึ่งจำกัดการใช้งาน คือ ความเสถียรต่อความร้อนต่ำ ติดไฟง่าย เมื่อเปรียบเทียบกับวัสดุดั้งเดิมอื่น ๆ เช่น ไม้ โลหะ และเซรามิก ดังนั้น การนำวัสดุพอลิเมอร์ไปใช้เป็นส่วนประกอบในอาคาร บ้านเรือน ยานพาหนะ อาจทำให้เกิดอันตรายที่ตามมาเมื่อเกิดอุบัติเหตุเพลิงไหม้ คือ ชิ้นส่วนพอลิเมอร์ต่าง ๆ จะเป็นเชื้อเพลิงที่ดี ทำให้เกิดการลามไฟอย่างรวดเร็ว ซึ่งเป็นอันตรายต่อชีวิตและทรัพย์สิน

พอลิโพรพิลีน (polypropylene, PP) เป็นพอลิเมอร์ทางการค้าที่มีการนำไปใช้งานหลากหลายด้าน ทั้งนี้ เนื่องจากข้อดี เช่น การขึ้นรูปได้โดยใช้อุณหภูมิในการขึ้นรูปไม่สูง สมบัติทางกลดี ราคาไม่แพง ความหนาแน่นต่ำ รวมทั้ง สามารถปรับเปลี่ยนได้สมบัติทางกลของ PP ให้เป็นไปตามลักษณะการใช้งานที่ต้องการได้ โดยนำไปเตรียมเป็นพอลิเมอร์ผสมหรือพอลิเมอร์คอมโพสิต อย่างไรก็ตาม PP เช่นเดียวกับพอลิเมอร์ชนิดอื่น ๆ เป็นสารอินทรีย์ จึงมีสมบัติการหน่วงไฟที่ต่ำ เป็นเชื้อเพลิงที่ดี ดังนั้น การปรับเปลี่ยนสมบัติการหน่วงไฟควบคู่ไปกับการปรับเปลี่ยนสมบัติเชิงกลของ PP จะช่วยให้สามารถนำไปใช้ในการผลิตผลิตภัณฑ์พลาสติกที่มีการประยุกต์ใช้งานและมีความปลอดภัยในการใช้งานหลากหลายมากขึ้น เช่น เป็นชิ้นส่วนอุปกรณ์ในยานพาหนะ (เช่น รถยนต์ เครื่องบิน รถมอเตอร์ไซด์) เป็นชิ้นส่วนโครงสร้างในอาคารและบ้านเรือน ฯลฯ

การปรับเปลี่ยนสมบัติเชิงกลของ PP ทำได้โดยการทำคอมโพสิตระหว่าง PP กับสารตัวเติมชนิดที่เป็นสารเสริมแรง (reinforcing filler) ที่มีความเข้ากันได้กับเมทริกซ์ของ PP ตัวอย่างสารเสริมแรงที่ใช้ในการปรับปรุงสมบัติเชิงกลและสมบัติทางกายภาพด้านอื่นของพอลิเมอร์ เช่น ใยแก้ว คาร์บอนไฟเบอร์ ใยคาร์บอน เส้นใยชนิดต่าง ๆ เป็นต้น ส่วนการปรับเปลี่ยนสมบัติการหน่วงไฟของ PP ทำได้โดยการเติมสารเคมีที่มีสมบัติหน่วงไฟ (flame retardant, FR) เช่น โลหะออกไซด์ (metal oxides) สารประกอบฮาโลเจน (halogenated compounds) สารประกอบฟอสฟอรัส (phosphorus compounds) สารประกอบไนโตรเจน (nitrogen compounds) เป็นต้น อย่างไรก็ตาม การใช้สารตัวเติมที่สามารถเสริมแรงพร้อมทั้งเพิ่มสมบัติการหน่วงไฟให้กับ PP รวมทั้งหาได้ง่ายในประเทศและช่วยลดมลภาวะให้สิ่งแวดล้อมได้ เป็นทางเลือกที่น่าสนใจอีกประการหนึ่งเช่นกัน

เมลามีน-ฟอร์มัลดีไฮด์ พลาสติก (melamine-formaldehyde plastic, MF) เป็นพอลิเมอร์ชนิดเทอร์โมเซตซึ่งมีการใช้งานหลากหลาย โดยผลิตภัณฑ์ที่แพร่หลายชนิดหนึ่ง คือ ภาชนะบรรจุอาหารและเครื่องดื่ม ในนครราชสีมาโรงงานศรีไทยซูเปอร์แวร์ซึ่งเป็นโรงงานขนาดใหญ่ที่ผลิตผลิตภัณฑ์เมลามีน-ฟอร์มัลดีไฮด์สำหรับบรรจุอาหารและเครื่องดื่มส่งขายทั้งในและต่างประเทศ และมีของเสียหรือส่วนเกินที่เกิดขึ้นในกระบวนการผลิตผลิตภัณฑ์จากพอลิเมอร์ชนิดนี้เกิดขึ้นเป็นปริมาณมาก ซึ่งของเสียหรือส่วนเกินเหล่านี้ ไม่สามารถนำมาหลอมขึ้นรูปใหม่ได้ การนำเมลามีนที่เป็นของเสียไปกำจัด ก่อให้เกิดความสูญเสียทั้งทางเศรษฐศาสตร์และเป็นมลภาวะต่อสิ่งแวดล้อม เนื่องจากพลาสติกจากเมลามีน-ฟอร์มัลดีไฮด์หลังผ่านการให้ความร้อนจะมีโครงสร้างร่างแหเกิดขึ้นและมีความแข็งแรงเชิงกลที่ค่อนข้างสูง การนำ MF ที่เป็นของเสียมารีไซเคิลโดยใช้เป็นสารเสริมแรงให้กับพอลิเมอร์ชนิดเทอร์โมพลาสติก จะช่วยลดปริมาณ MF ที่เป็นของเสียที่เหลือทิ้ง รวมถึงเป็นแนวทางหนึ่งที่สามารถใช้ประโยชน์จาก MF ที่เป็นของเสียได้

ในโครงการวิจัยนี้ผู้วิจัยต้องการพัฒนาพอลิโพรพิลีนคอมโพสิทชนิดที่มีสมบัติการทนวงไฟ และมีสมบัติเชิงกลที่เหมาะสม โดยศึกษาผลของสารตัวเติม คือ ผงเมลามีนที่มีต่อสมบัติการทนวงไฟ สมบัติทางกล และสมบัติทางความร้อน

1.2 กรอบแนวความคิดของโครงการวิจัย

พอลิโพรพิลีน (polypropylene, PP) เป็นพอลิเมอร์ทางการค้าที่มีการนำไปใช้งานหลากหลาย อย่างไรก็ตาม ข้อด้อยที่จำกัดการใช้งานข้อหนึ่งคือ การมีสมบัติการทนวงไฟที่ต่ำ เป็นเชื้อเพลิงที่ดี ดังนั้น การปรับเปลี่ยนสมบัติการทนวงไฟควบคู่ไปกับการปรับเปลี่ยนสมบัติเชิงกลของ PP จะช่วยให้สามารถนำ PP ไปใช้ในการผลิตผลิตภัณฑ์พลาสติกที่มีการประยุกต์ใช้งานและมีความปลอดภัยในการใช้งานหลากหลายมากขึ้น นอกจากนี้ การใช้สารตัวเติมที่สามารถเสริมแรงพร้อมทั้งเพิ่มสมบัติการทนวงไฟให้กับ PP รวมทั้งหาได้ง่ายในประเทศจะช่วยลดมลภาวะให้สิ่งแวดล้อมได้ เป็นทางเลือกที่น่าสนใจอีกประการหนึ่ง

ปัจจุบัน สารประกอบไนโตรเจนเป็นสารทนวงไฟชนิดหนึ่ง ที่ได้รับความนิยมเพิ่มมากขึ้น เนื่องจากมีความปลอดภัยต่อสิ่งแวดล้อม คือ ไม่ปล่อยก๊าซพิษออกมาระหว่างเผาไหม้ สารทนวงไฟชนิดที่เป็นสารประกอบไนโตรเจนที่สำคัญ ได้แก่ เมลามีนรวมถึงสารอนุพันธ์ เช่น เมลามีนออกซาเลต (melamine oxalate) เมลามีนฟอสเฟต (melamine phosphate) เมลามีนพทาเลต (melamine phthalate) เมลามีนไซยานูเรท (melamine cyanurate) ฯลฯ (Weil, 1995, Horacek et al., 1996 และ Camino et al., 2000) เนื่องจากสารประกอบฟอสฟอรัสและสารประกอบไนโตรเจน มีกลไกการทนวงไฟที่คล้ายคลึงกัน โดยเกิดเป็นชั้นของเถ้า (char layer) ที่ผิวหน้าของพอลิเมอร์ซึ่งแยกพอลิเมอร์ออกจากความร้อนจากการเผาไหม้และก๊าซออกซิเจน ซึ่งการจำกัดปริมาณออกซิเจนโดยการขวางจากชั้นเถ้าจะหยุดการลามของเปลวไฟ พร้อมทั้งหน่วงอัตราการสลายตัวของพอลิเมอร์เนื่องความร้อน รวมถึงลดการเกิดควันและไม่เกิดก๊าซพิษ (Troitzsch, 1990)

ผลิตภัณฑ์เมลามีน-ฟอร์มัลดีไฮด์พลาสติก (melamine-formaldehyde plastic, MF) ที่แพร่หลายและเป็นสินค้าส่งออกชนิดหนึ่ง ได้แก่ ภาชนะบรรจุอาหารและเครื่องดื่ม ของเสียหรือส่วนเกิน

ที่เกิดขึ้นในกระบวนการผลิตผลิตภัณฑ์ชนิดนี้มีปริมาณมาก ไม่สามารถนำมาหลอมขึ้นรูปใหม่ได้ และการนำไปกำจัดก่อให้เกิดความสูญเสียทั้งทางเศรษฐศาสตร์และเป็นมลภาวะต่อสิ่งแวดล้อม เนื่องจากพลาสติกจากเมลามีน-ฟอร์มัลดีไฮด์หลังผ่านการให้ความร้อนจะมีโครงสร้างร่างแหเกิดขึ้นและมีความแข็งแรงเชิงกลที่ค่อนข้างสูง ดังนั้น ของเสีย MF จากกระบวนการผลิตผลิตภัณฑ์พลาสติกน่าจะนำมารีไซเคิล โดยนำมาใช้เป็นสารเสริมแรงให้กับพอลิเมอร์ชนิดเทอร์โมพลาสติกได้ นอกจากนี้ จากโครงสร้างทางเคมีของสารประกอบ MF เป็นสารอินทรีย์ที่มีไนโตรเจนเป็นองค์ประกอบ สารตัวเติมจากของเสีย MF น่าจะช่วยเพิ่มสมบัติการหน่วงไฟให้กับ PP ซึ่งเป็นพอลิเมอร์เมทริกซ์ รวมถึงช่วยลดปริมาณ MF ที่เป็นของเสียที่เหลือทิ้งและเป็นแนวทางหนึ่งที่สามารถใช้ประโยชน์จาก MF ที่เป็นของเสียได้

ระบบการหน่วงไฟที่น่าสนใจระบบหนึ่งคือ intumescent flame retardants (IFR) เนื่องจากมีความเป็นพิษต่ำและเกิดควันน้อย ส่วนประกอบที่สำคัญของระบบนี้ ได้แก่ สารที่แตกตัวให้กรด (acid source) สารที่เป็นแหล่งของคาร์บอน (carbonization compound) และสารที่ทำให้เกิดการพองตัว (blowing agent) ซึ่งกลีบข้าวและเมลามีนสามารถทำหน้าที่เป็น carbonization compound) และ blowing agent ได้ (ตามลำดับ)

การนำกลีบข้าว และ/หรือ เมลามีน ไปผสมกับสารเคมีที่แตกตัวให้กรด (acid catalyst) เมื่อได้รับความร้อน เช่น แอมโมเนียมฟอสเฟต แล้วนำไปเป็นสารตัวเติมของ PP น่าจะช่วยทำให้พอลิเมอร์คอมโพสิตที่มีสมบัติการหน่วงไฟที่ดีขึ้นโดยไม่กระทบต่อสมบัติเชิงกลของวัสดุ

1.3 การทบทวนวรรณกรรมที่เกี่ยวข้อง

สารเคมีที่มีสมบัติหน่วงไฟ (flame retardant, FR) ที่นิยมนำมาผสมกับพอลิเมอร์เพื่อนำไปขึ้นรูปเป็นผลิตภัณฑ์พลาสติกมีหลายประเภท เช่น โลหะออกไซด์ (metal oxides) สารประกอบฮาโลเจน (halogenated compounds) สารประกอบฟอสฟอรัส (phosphorus compounds) สารประกอบไนโตรเจน (nitrogen compounds) เป็นต้น สารหน่วงไฟแต่ละชนิดมีกลไกและประสิทธิภาพในการหน่วงไฟต่างกัน การใช้สารประกอบฮาโลเจนเป็นสารหน่วงไฟจะทำให้เกิดก๊าซพิษและควันปริมาณมากซึ่งเป็นข้อจำกัดเกี่ยวกับความปลอดภัยและสิ่งแวดล้อม (Sen et al., 1991) ดังนั้น การใช้สารหน่วงไฟชนิดที่ไม่มีฮาโลเจนเป็นองค์ประกอบจึงได้รับความสนใจเพิ่มมากขึ้นเรื่อย ๆ สารหน่วงไฟชนิดโลหะออกไซด์ โดยเฉพาะแมกนีเซียมออกไซด์และอะลูมิเนียมออกไซด์ มีการใช้งานค่อนข้างกว้างขวาง เนื่องจากราคาไม่แพงและมีความปลอดภัย กลไกการหน่วงไฟหลักเกิดจากการทำให้ระบบเย็นตัวลงโดยการปลดปล่อยน้ำ ทำให้ต้องใช้สารตัวเติมชนิดนี้เป็นปริมาณค่อนข้างมากซึ่งมีผลกระทบในทางลบต่อสมบัติเชิงกลของพอลิเมอร์เมทริกซ์ (Wang et al., 1996 และ Wang et al., 2001)

สารประกอบไนโตรเจนเป็นสารหน่วงไฟอีกชนิดที่ได้รับความนิยมเพิ่มขึ้นเรื่อย ๆ เนื่องจากมีความปลอดภัยต่อสิ่งแวดล้อม คือ ไม่ปล่อยก๊าซพิษออกมาระหว่างเผาไหม้ สารหน่วงไฟชนิดที่เป็นสารประกอบไนโตรเจนที่สำคัญ ได้แก่ เมลามีนรวมถึงสารอนุพันธ์ เช่น เมลามีนออกซาเลต (melamine oxalate) เมลามีนฟอสเฟต (melamine phosphate) เมลามีนพทาเลต (melamine phthalate) เมลามีนไซยานูเรท (melamine cyanurate) ฯลฯ (Weil, 1995, Horacek et al., 1996 และ

Camino et al., 2000) เนื่องจากสารประกอบฟอสฟอรัสและสารประกอบไนโตรเจน มีกลไกการหน่วงไฟที่คล้ายคลึงกัน โดยเกิดเป็นชั้นของถ่าน (char layer) ที่ผิวหน้าของพอลิเมอร์ซึ่งแยกพอลิเมอร์ออกจากความร้อนจากการเผาไหม้และก๊าซออกซิเจน ซึ่งการจำกัดปริมาณออกซิเจนโดยการขวางจากชั้นถ่าน จะหยุดการลามของเปลวไฟ พร้อมทั้งหน่วงอัตราการสลายตัวของพอลิเมอร์เนื่องจากความร้อน รวมถึงเกิดก๊าซที่ไม่ติดไฟ ลดการเกิดควัน และไม่เกิดก๊าซพิษ (Troitzsch, 1990) จึงมีการศึกษาเกี่ยวกับผลของการใช้เมลามีน อนุพันธ์ของเมลามีน หรือ ของผสมของอนุพันธ์ของเมลามีนกับสารประกอบฟอสฟอรัส ต่อสมบัติการหน่วงไฟในพอลิเมอร์หลายชนิด เช่น พอลิเอไมด์ พอลิโพรพิลีน พอเอทิลีนไวนิลอะซิเตต อีพอกซีเรซิน พอลิบิวทิลีนเทอเรพทาเลท ฯลฯ ซึ่งผลที่ได้มีทั้งทางเสริม (synergistic effect) หรือ หักล้างกัน (antagonistic effect) (Gaan et al., 2008, Gijzman et al., 2002, Casu et al., 1997, Braun et al., 2007, Chen et al., 2006, Lv et al., 2005, Liu et al., 2007, Nyambo et al., 2009, Chen et al., 2004, Xiao et al., 2006)

Song และคณะ (Song et al., 2005) รายงานผลการทดลองที่แสดงการเสริมกันเมื่อใช้เมลามีนพอลิฟอสเฟตเป็นสารหน่วงไฟร่วมกับบอร์คาร์โบเนลในพอลิยูรีเทนอีลาสโตเมอร์ Modesti และคณะ (Modesti et. al., 2001 และ Modesti et. al., 2002) ศึกษาการใช้สารหน่วงไฟผสมระหว่างเมลามีนไซยานูเรทกับแอมโมเนียมพอลิฟอสเฟตในโพลีเอทิลีนพบว่าการหน่วงไฟดีขึ้นในขณะที่ยังคงสมบัติเชิงกลอยู่ เมื่อเพิ่มปริมาณสารตัวเติม จากการศึกษาผลของเมลามีนต่อการสลายตัวของไฟได้ ความร้อนของพอลิบิวทิลีนเทอเรพทาเลท (PBT) โดย Balabanovich (Balabanovich, 2004) และจากการศึกษาผลของสารตัวเติมผสมของเมลามีนและไตรฟีนิลฟอสเฟต โดย Xiao และ คณะ (Xiao et al., 2006) พบว่า ทั้งการใช้เมลามีนที่ปริมาณที่เหมาะสมและการใช้สารตัวเติมผสมระหว่างเมลามีนและไตรฟีนิลฟอสเฟตที่อัตราส่วนที่เหมาะสมใน PBT ทำให้พอลิเมอร์มีการหน่วงไฟที่สูงขึ้น ทั้งเมลามีนและสารตัวเติมผสมสามารถเกิดแรงกระทำกับพอลิเมอร์เมทริกซ์ทำให้เกิดการเปลี่ยนแปลงกลไกการสลายตัวภายใต้ความร้อน (pyrolysis) โดยเพิ่มปริมาณถ่านที่เหลือที่อุณหภูมิสูงและเปลี่ยนองค์ประกอบของผลิตภัณฑ์ที่อยู่ในสถานะก๊าซ นอกจากนี้ สารตัวเติมผสมยังมีผลในการเพิ่มผลึกของ PBT ด้วย

Makki และคณะ (Makki et al. 2009) เสนอทางเลือกในการนำของเสียเมลามีน-ฟอร์มัลดีไฮด์ (MF) และ ยูเรีย-ฟอร์มัลดีไฮด์ (UF) เรซินที่ผ่านการขึ้นรูปแล้ว มาบดและนำมาผสมกับพอลิเอสเตอร์ชนิดไม่อิ่มตัว (unsaturated polyester, UP) โดยใช้อัตราส่วนผสมต่าง ๆ จากการตรวจสอบสมบัติเชิงกลโดยพิจารณาจากค่าความแข็งแรงกดอัด พบว่าของเสีย UF และ MF สามารถนำมาใช้เป็นสารเสริมแรงสำหรับคอมโพสิตของพอลิเอสเตอร์ชนิดไม่อิ่มตัวได้ดีมาก การใช้เมลามีนหรืออนุพันธ์เป็นสารเสริมแรงหรือเป็นสารหน่วงไฟใน PP ตัวอย่างมีรายงานการศึกษาโดย Weil และคณะ (Weil et al., 1998) ศึกษาการหน่วงไฟของพอลิโพรพิลีนพบว่า การใช้เมกนีเซียมไฮดรอกไซด์ร่วมกับเมลามีนจะช่วยให้อัตราการเผาไหม้ช้าลงแต่พฤติกรรมการติดและลามไฟตามมาตรฐาน UL 94 ยังคงเป็น V-2 หากมีการเพิ่มโนโวแลค (novolac) ปริมาณ 1 % โดยน้ำหนักเข้าไปในระบบ จะช่วยให้พฤติกรรมการติดและลามไฟของ PP เปลี่ยนเป็น V-0 ได้

1.4 วัตถุประสงค์ของงานวิจัย

เพื่อให้ทราบถึงผลของสารตัวเติมต่อสมบัติการหน่วงไฟ สมบัติทางกล สมบัติทางความร้อน และสัณฐานวิทยาของพอลิโพรพิลีนคอมโพสิต

1.5 ขอบเขตของการวิจัย

ศึกษาและเปรียบเทียบสมบัติการหน่วงไฟ สมบัติทางกล สมบัติทางความร้อน และสัณฐานวิทยาของพอลิโพรพิลีนคอมโพสิตที่ปริมาณของสารตัวเติมต่าง ๆ



บทที่ 2

วิธีดำเนินการวิจัย

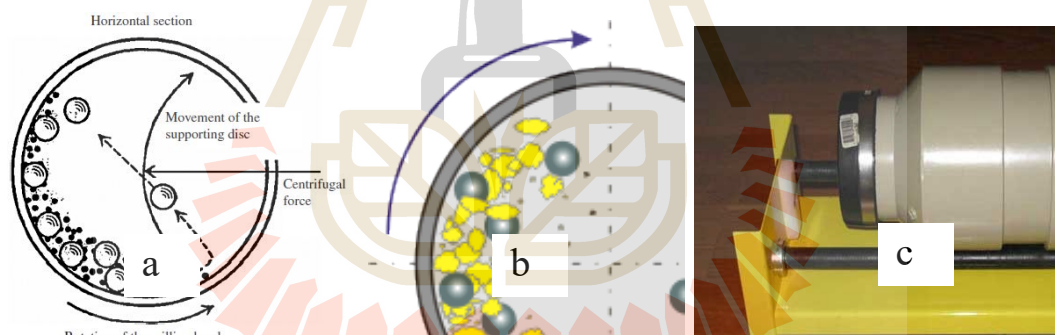
2.1 วัสดุและสารเคมีที่ใช้ในงานวิจัย

พอลิโพรพิลีน แกลบข้าว (จากโรงสีข้าวซึ่งตั้งอยู่ที่พื้นที่ใกล้มหาวิทยาลัย) และ เศษเมลามีน (จากของเสียในกระบวนการขึ้นรูปผลิตภัณฑ์พลาสติกของโรงงานศรีไทยซูเปอร์แวร์ นิคมอุตสาหกรรม สุรนารี นครราชสีมา)

2.2 วิธีการทดลอง

2.2.1 การเตรียมผงเมลามีน

เมลามีนที่ใช้ในการทดลองเป็นของเหลือใช้ที่ได้จากการบดย่อยผลิตภัณฑ์งาน ขาม ที่เป็นของเสียจากกระบวนการผลิต ซึ่งขนาดผงยังมีขนาดใหญ่ จึงต้องทำให้ขนาดอนุภาคเล็กลงถึงระดับไมโครเมตร โดยใช้เทคนิคการบดแบบ ball milling (รูปที่ 2.1) มีหลักการ คืออาศัยการตกกระทบของลูกบอลเซรามิกทำให้เกิดการแตกตัวของอนุภาค



รูปที่ 2.1 (a-b) กลไก ball milling ภายในหม้อบด (c) เครื่องบดและหม้อบด

โดยมีขั้นตอนการบด ดังนี้ นำลูกบดขนาดต่าง ๆ ใส่หม้อบดให้มีปริมาณเป็น 80 % ของปริมาตรหม้อบด ใส่ผงเมลามีนปริมาณ 200 กรัมลงในหม้อบด เติมน้ำลงในหม้อบดให้ระดับน้ำท่วมลูกบด ปิดฝาให้แน่น บดเป็นเวลา 5 ชั่วโมง แยกลูกบดออกจากน้ำ slip (ของผสมระหว่างน้ำและผงเมลามีน) นำน้ำ slip ที่กรองได้ใส่ภาชนะรองรับ ทิ้งไว้ 1 คืนให้ตกตะกอน หลังจากนั้นรินน้ำที่อยู่ชั้นบนออก นำน้ำ slip จากภาชนะที่รินได้ เทใส่ถาด นำไปอบระเหยน้ำให้แห้งที่อุณหภูมิ 100 °C นำเมลามีนที่ระเหยน้ำแล้วไปบด

ด้วยโกร่งไฟฟ้า และคัดแยกขนาดเมลามีนโดยใช้ตะแกรงร่อน (sieve) ผงเมลามีนที่ผ่านตะแกรงและมีขนาดช่วง 53-106 μm จะนำมาใช้สำหรับการเตรียม PP คอมโพลีท

2.2.2 การเตรียม PP คอมโพลีท

เตรียม PP คอมโพลีทที่ปริมาณเมลามีนต่าง ๆ โดยใช้เครื่องบดผสมภายใน (Haake, model Rheomix 3000P) อุณหภูมิการผสม 180°C ความเร็วรอบการผสม 60 รอบต่อนาทีและเวลาผสม 12 นาที ก่อนผสมนำ PP และ เมลามีนไปอบที่อุณหภูมิ 80°C เวลา 4 ชั่วโมง และ 12 ชั่วโมง ตามลำดับ วัสดุ PP คอมโพลีทที่เตรียมขึ้นมีอัตราส่วนเมลามีนในการผสม คือ ร้อยละ 10, 20, 30 และ 40 โดยน้ำหนักของ PP

จากนั้น นำชิ้นทดสอบ PP คอมโพลีท 3 ชนิด ได้แก่ ชิ้นทดสอบสมบัติการต้านแรงดึง ชิ้นทดสอบสมบัติการต้านแรงกระแทก และชิ้นทดสอบสมบัติการหน่วงไฟ มาขึ้นรูปโดยใช้เครื่องฉีด (injection molding) (Chuan Lih Fa, CLF 80T) ที่อุณหภูมิขึ้นรูป 180°C ความเร็วของการฉีด 57 mm/s ความดัน 960 kg/cm² อุณหภูมิแม่พิมพ์ 25°C

2.2.3 การตรวจสอบสมบัติการต้านแรงดึง (Tensile properties)

สมบัติการต้านแรงดึงตรวจสอบตามมาตรฐาน ASTM D256 โดยเครื่อง Universal testing machine รุ่น instron 5565 load cell 5 กิโลนิวตัน ความยาว gauge 50 เซนติเมตร และความเร็วในการดึง 5 มิลลิเมตร/นาที

2.2.4 การตรวจสอบสมบัติการต้านแรงกระแทก (Impact properties)

สมบัติการต้านแรงกระแทกตรวจสอบตามมาตรฐาน ASTM D256 โดยเครื่อง ATLAS Impact testing (Atlas, model BPI) ใช้ตุ้มถ่วงในการทดสอบ (Hammer) ชนิด 2.7 จูล ชิ้นทดสอบจะถูกบากก่อนทดสอบหาค่า notched izod impact strength

2.2.5 การตรวจสอบสมบัติทางสัณฐานวิทยา (Morphological properties)

สมบัติทางสัณฐานวิทยาตรวจสอบจากพื้นผิวของ PP คอมโพลีทภายหลังการแตกหัก โดยใช้เครื่องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (scanning electron microscope (SEM) (JEOL/JCM-5000)) โดยใช้พลังงานเท่ากับ 15 กิโลโวลต์ และฉาบตัวอย่างด้วยทองคำก่อนนำไปตรวจสอบ

2.2.6 การตรวจสอบสมบัติทางความร้อน (Thermal properties)

การเสื่อมสลายทางความร้อนและถ่วงน้ำหนักของ PP และ PP คอมโพลีท ตรวจสอบโดยใช้เครื่องเทอร์โมกราวิเมทรี (Thermogravimetric analyzer, TGA) (TA INSTRUMENT/SDT2960)) โดยนำตัวอย่าง PP เมลามีน และ PP คอมโพลีทที่เตรียมจากเครื่องบดผสมภายใน มาให้ความร้อนจาก

อุณหภูมิห้องจนถึง 800°C ด้วยอัตราการให้ความร้อน 20°C/min ในบรรยากาศปกติและบรรยากาศที่เป็นก๊าซไนโตรเจน

2.2.7 การตรวจสอบสมบัติการหน่วงไฟ (Flame retardant properties)

การตรวจสอบสมบัติการหน่วงไฟโดยใช้เครื่อง ATLAS รุ่น Plastics HVUL Horizontal/ Vertical Flame Chamber โดยตรวจสอบ 2 แบบ ได้แก่ 1) Horizontal burning test 2) Vertical burning test

Horizontal burning test กระบวนการทดสอบเริ่มโดยจับชิ้นทดสอบในลักษณะขนานกับพื้น ดังแสดงในรูปที่ 2.2 ทำเครื่องหมายกับชิ้นทดสอบที่ 25 mm. และ 100 mm. จากปลายด้านที่จะเผา ปรับไฟให้เป็นสีฟ้าที่มีความสูงของเปลวไฟประมาณ 1 เซ็นติเมตร จากนั้นเผาชิ้นทดสอบและบันทึกเวลาระหว่างการเผาจากจุดที่ทำเครื่องหมายทั้ง 2 จุดและคำนวณค่าอัตราการเผาไหม้ (Burning rate, V) จากสูตร

$$V = 60L/t$$

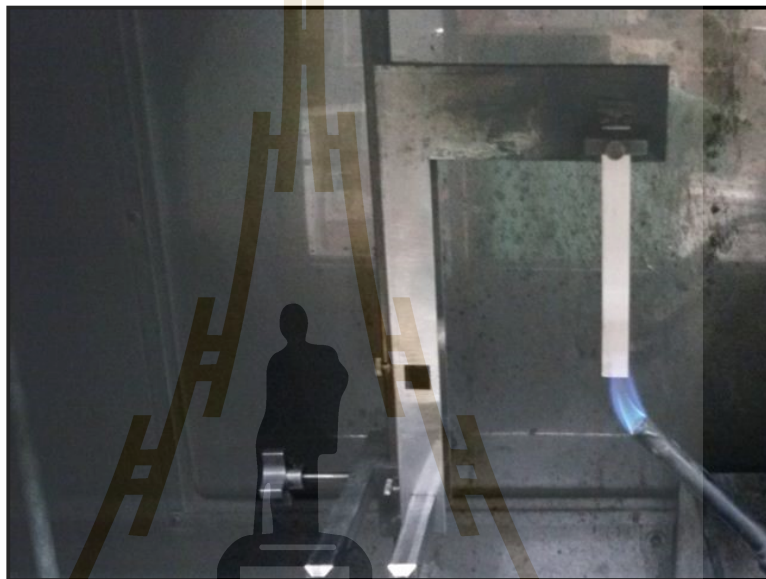
เมื่อ L = ระยะที่ไฟลาม (mm) และ t = เวลาที่ไฟลาม (s)



รูปที่ 2.2 การทดสอบการติดไฟชนิด Horizontal burning test

Vertical burning test กระบวนการทดสอบเริ่มโดยการจับชิ้นทดสอบในลักษณะตั้งฉากกับพื้น ดังแสดงในรูปที่ 2.3 ชิ้นทดสอบสูงจากฐาน 300 mm. โดยที่ฐานรองด้วยแผ่นสำลี การเผาชิ้นกระบอกเชื้อเพลิงห่างจากชิ้นทดสอบ 10 mm. จากนั้นปรับเปลวไฟให้มีสีฟ้าและมีความสูงประมาณ 1 เซ็นติเมตร การทดสอบโดยทำการเผาชิ้นทดสอบเป็นเวลา 10 วินาที แล้วนำเชื้อเพลิงออกแล้วเริ่มต้นจับเวลาจนกระทั่งไฟดับลง มีการจำแนกระดับการติดไฟดังนี้ V-0 คือ เวลาในการเผาไหม้ชิ้นทดสอบน้อย

กว่าหรือเท่ากับ 10 วินาที หลังจากนั้นไฟจะดับด้วยตัวเอง และไม่มีลูกไฟหยดที่แผ่นสำลี V-1 คือ เวลาในการเผาไหม้ขึ้นทดสอบน้อยกว่าหรือเท่ากับ 30 วินาที หลังจากนั้นไฟจะดับด้วยตัวเอง และไม่มีลูกไฟหยดที่แผ่นสำลี V-2 คือ เวลาในการเผาไหม้ขึ้นทดสอบน้อยกว่าหรือเท่ากับ 30 วินาที หลังจากนั้นไฟจะดับด้วยตัวเอง แต่มีลูกไฟหยดที่แผ่นสำลี และ NC (no classification) ไม่สามารถจัดอันดับได้เนื่องจากขึ้นทดสอบถูกเผาไหม้จนหมด



รูปที่ 2.3 การทดสอบการติดไฟชนิด Vertical burning test

Limiting oxygen index (LOI) ตรวจสอบตามมาตรฐาน ASTM D2863 โดยใช้เครื่องมือที่ประกอบเองในห้องปฏิบัติการ โดยหลักการทำงาน คือ ตรวจสอบการติดไฟของขึ้นทดสอบภายใต้บรรยากาศที่มีการไหลของออกซิเจนและไนโตรเจนผสมกันที่อัตราส่วนต่าง ๆ เพื่อหาปริมาณความเข้มข้นของออกซิเจนต่ำที่สุดที่สามารถทำให้ขึ้นทดสอบติดไฟและมีการลามไฟอย่างต่อเนื่อง LOI ที่มีค่ามากกว่า 21 แสดงถึง การไม่ติดไฟในบรรยากาศปกติ

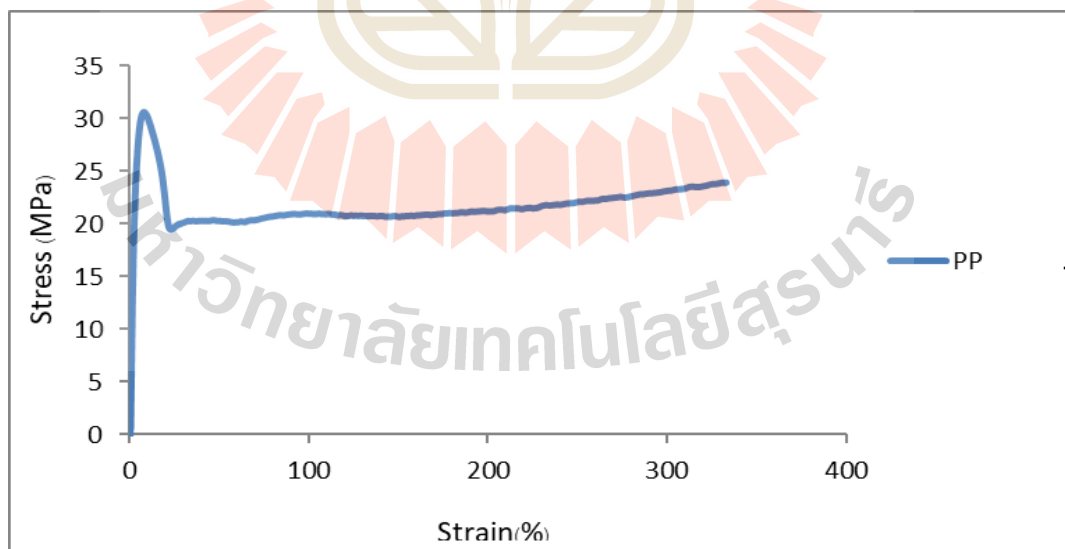
บทที่ 3

ผลการทดลองและการอภิปรายผลการทดลอง

พอลิเมอร์คอมโพสิทระหว่างพอลิโพรพิลีนและเมลามีน

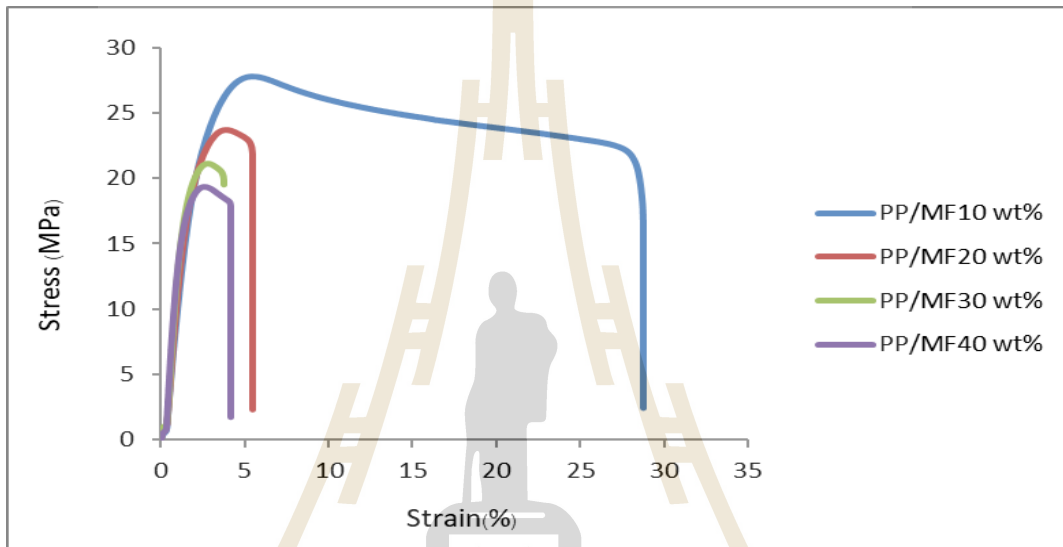
3.1. สมบัติเชิงกลของ PP และวัสดุคอมโพสิทระหว่าง PP กับเมลามีน

ลักษณะความสัมพันธ์ระหว่างความเค้น (stress) กับความเครียด (strain) ของ PP และวัสดุคอมโพสิทระหว่าง PP กับเมลามีนที่ปริมาณเมลามีนต่างๆ แสดงในรูปที่ 3.1 – 3.2 จากกราฟรูป 3.1 เมื่อขึ้นทดสอบ PP ถูกดึงยืดที่อัตราเร็วของการดึงยืด 5 mm/min จะเห็นว่า ในช่วงแรกขึ้นทดสอบแสดงการเปลี่ยนแปลง stress ที่เป็นสัดส่วนโดยตรงกับ strain ซึ่งเป็นพฤติกรรมแบบอีลาสติก (elastic behavior) จากนั้น เมื่อให้แรงดึงแก่ชิ้นทดสอบ PP ต่อไปภายใต้อัตราการดึงยืดคงที่และสังเกตลักษณะทางกายภาพของชิ้นทดสอบเทียบกับกราฟ stress - strain พบว่า กราฟความสัมพันธ์ระหว่าง stress - strain ของชิ้นทดสอบจะเบี่ยงเบนไปจากพฤติกรรมแบบอีลาสติกที่เกิดขึ้นในช่วงแรก โดยการเปลี่ยนแปลงจะเกิดอย่างทันทีทันใด (abrupt yielding) ภายหลังจากจุดคราก (yield point) strain ของชิ้นทดสอบเพิ่มขึ้นในขณะที่ stress ค่อนข้างคงที่ เมื่อสังเกตจากลักษณะกายภาพ ชิ้นทดสอบเกิดการเปลี่ยนรูปร่างอย่างถาวร และยืดตัวออก ซึ่งเป็นพฤติกรรมแบบพลาสติก (plastic behavior) แต่ไม่สามารถดึงชิ้นทดสอบให้ขาดได้



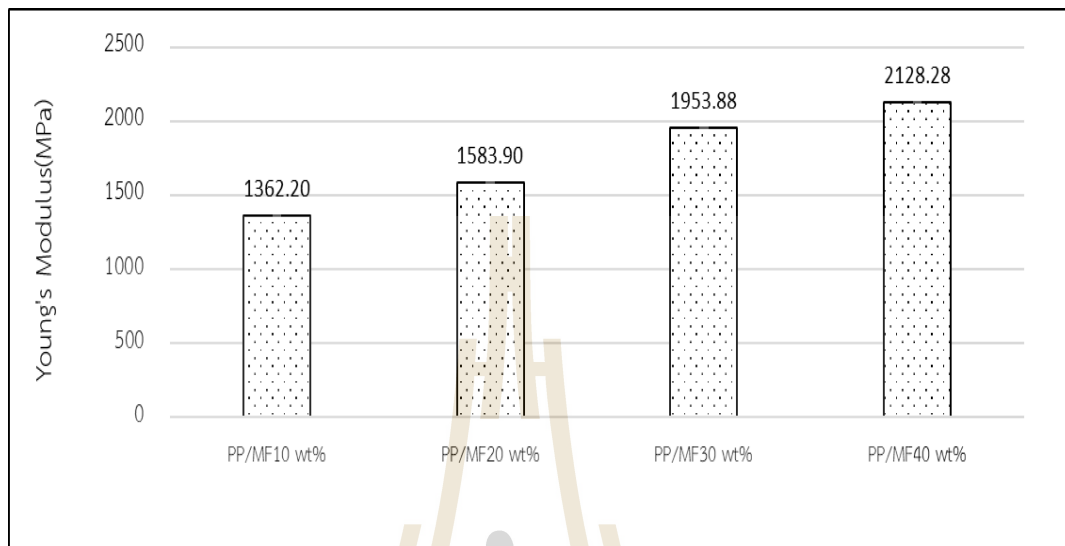
รูปที่ 3.1 Stress-strain curves of neat PP

อย่างไรก็ตาม ในรูปที่ 3.2 กราฟความสัมพันธ์ระหว่าง stress - strain ของชิ้นทดสอบ PP คอมโพสิตที่เตรียมขึ้นจากการผสมเมลามีนที่ปริมาณ 10%, 20%, 30% และ 40% wt. ที่อัตราเร็วของการดึงยืด 5 mm/min (เท่ากับที่อัตราเร็วของการดึงยืดชิ้นทดสอบ PP) แตกต่างไปจากกราฟความสัมพันธ์ระหว่าง stress - strain ของชิ้นทดสอบ PP โดยความสามารถในการต้านทานแรงดึงยืดของชิ้นทดสอบ PP คอมโพสิตจะมีค่าลดลง เมื่อปริมาณเมลามีนใน PP คอมโพสิตเพิ่มขึ้น ตามลำดับ และในสัดส่วนการผสมเมลามีน 20%-40% wt. ชิ้นทดสอบจะขาดภายหลัง yielding โดยไม่มีการยืดตัว



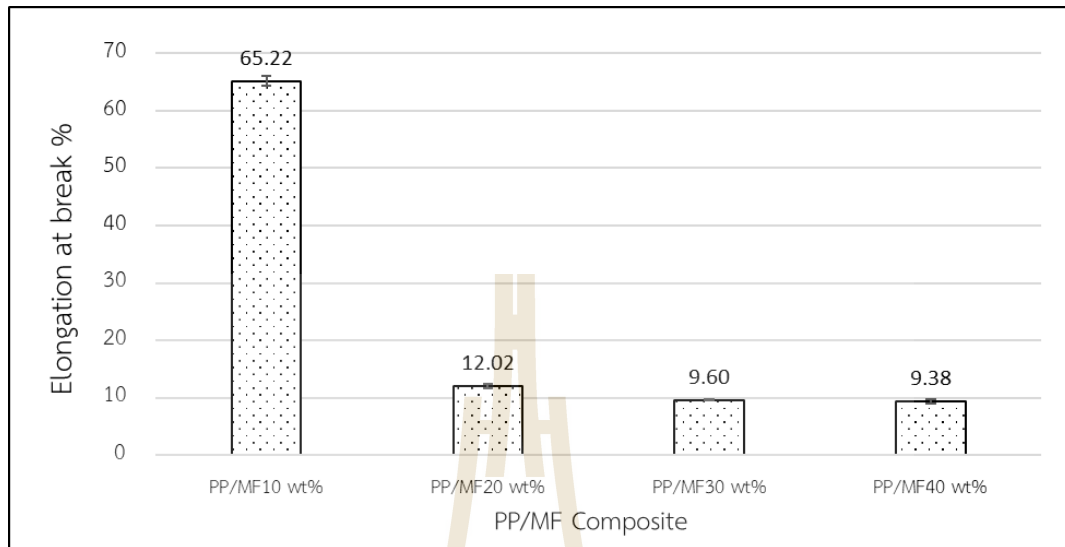
รูปที่ 3.2 Stress-strain curves of PP composites at various melamine contents

จากรูปที่ 3.3 แสดงค่า Young's modulus (Young's modulus) ของวัสดุคอมโพสิตระหว่าง PP กับเมลามีนที่ปริมาณเมลามีนต่าง ๆ พบว่าค่า Young's modulus ของวัสดุคอมโพสิตมีค่าเพิ่มขึ้นเมื่อมีการเติมเมลามีนในสัดส่วนที่มากขึ้น ซึ่งการเพิ่มขึ้นของค่า Young's modulus ของวัสดุคอมโพสิตเป็นไปตาม rule of mixture เมลามีนเป็นเทอร์โมเซตพลาสติก มีค่า Young's modulus มากกว่า PP การเพิ่มปริมาณเมลามีนในคอมโพสิต จึงเป็นผลให้ค่า Young's modulus ของวัสดุคอมโพสิตเพิ่มขึ้นตามปริมาณของเมลามีนที่เพิ่มขึ้น



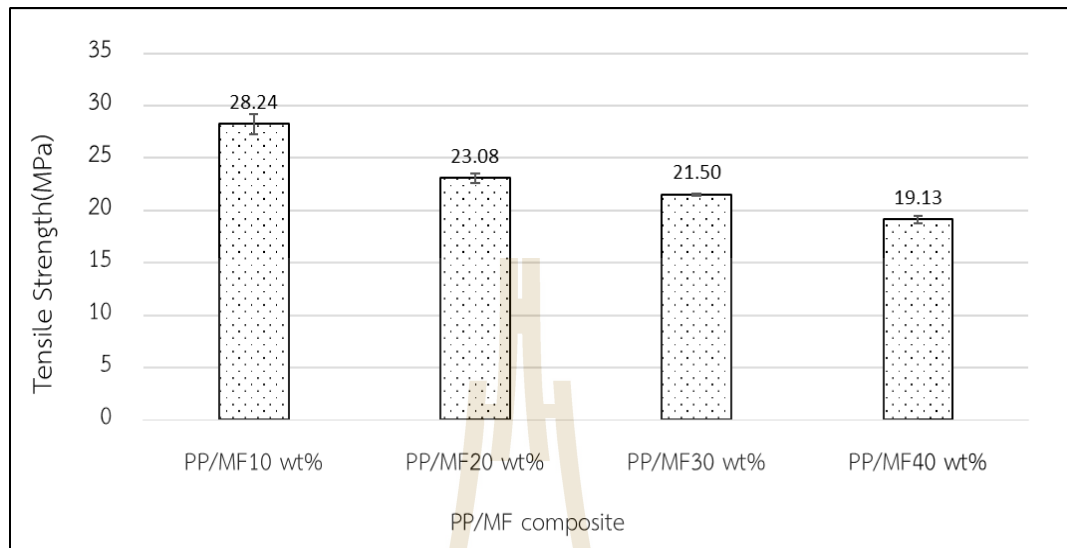
รูปที่ 3.3 Young's modulus of PP composites at various melamine contents

รูปที่ 3.4 แสดงค่าความสามารถในการยืด ณ จุดขาด (elongation at Break) ของวัสดุคอมโพสิตระหว่าง PP กับเมลามีนที่ปริมาณเมลามีนต่าง ๆ จะสังเกตเห็นแนวโน้มการลดลงของความสามารถในการยืด ณ จุดขาดเมื่อปริมาณเมลามีนในวัสดุ PP คอมโพสิตเพิ่มขึ้น เมื่อพิจารณา PP ที่ยังไม่มีการเติมเมลามีนจะเห็นว่าความต่อเนื่องของเฟสเป็น 100 % เมื่อเตรียมวัสดุ PP คอมโพสิตโดยเพิ่มปริมาณของเมลามีนที่สัดส่วนต่าง ๆ คือ 10%, 20%, 30% และ 40% wt. ความสามารถในการยืด ณ จุดขาด มีค่าลดลงตามลำดับ ทั้งนี้ เนื่องจากความไม่เข้ากันระหว่างเมลามีนและ PP สืบเนื่องจากลักษณะสัณฐานวิทยาของพอลิเมอร์คอมโพสิต (ดังแสดงในรูป 3.7) รวมถึงการกระจายตัวของเมลามีนในเนื้อของ PP ที่ขัดขวางความต่อเนื่องของเฟส PP และลดความสามารถในการยืดตัวของสายโซ่พอลิเมอร์ จึงส่งผลให้ความสามารถในการรับแรงดึงลดลงตามปริมาณสัดส่วนเมลามีนที่เพิ่มขึ้น



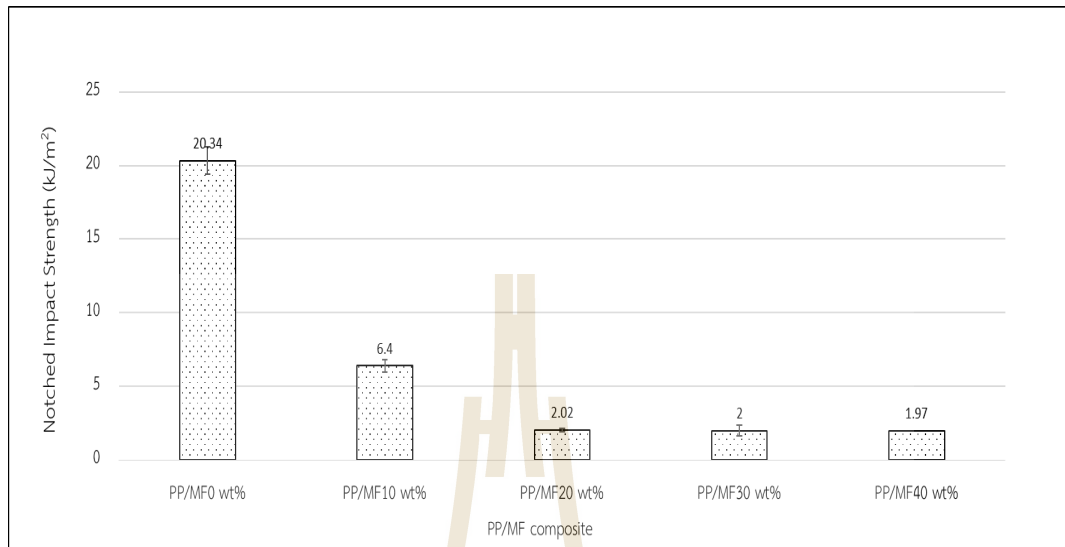
รูปที่ 3.4 Elongation at Break of PP composites at various melamine contents

จากรูปที่ 3.5 แสดงค่าความแข็งแรง ณ จุดคราก (tensile strength at yield) ของวัสดุคอมโพสิตระหว่าง PP กับเมลามีนที่ปริมาณเมลามีนต่าง ๆ จะเห็นว่าวัสดุ PP ที่เดิมมีค่าความแข็งแรง ณ จุดคราก ที่ 32.13 MPa เมื่อมีการผสมเมลามีนลงไปในอัตราส่วนต่าง ๆ คือ 10%, 20%, 30% และ 40% wt. ค่าความแข็งแรง ณ จุดคราก ลดลงเป็น 28.24, 23.08, 21.50, 19.13 MPa ตามลำดับ เนื่องจากความไม่เข้ากันระหว่างเมลามีนและ PP โดยพิจารณาจากลักษณะสีฐานวิทยาของพอลิเมอร์คอมโพสิต (ดังแสดงในรูป 3.7) ปริมาณเมลามีนที่เพิ่มขึ้นจึงทำให้พฤติกรรมของชิ้นทดสอบภายใต้การดึงยืดเปลี่ยนแปลงไป โดยยืดตัวได้น้อยลง และความแข็งแรง ณ จุดครากลดลง



รูปที่ 3.5 Tensile strength at yield of PP composites at various melamine contents

จากรูปที่ 3.6 แสดงค่าความสามารถในการต้านแรงกระแทกเมื่อมีรอยบาก (notched impact strength) ของ PP และวัสดุคอมโพสิทระหว่าง PP กับเมลามีนที่ปริมาณเมลามีนต่าง ๆ เมื่อเติมเมลามีนที่สัดส่วน 10%, 20%, 30% และ 40% wt. พบว่าค่าความสามารถในการต้านแรงกระแทกจะลดลงตามสัดส่วนการผสมที่มากขึ้นตามลำดับ เนื่องจากปริมาณเมลามีนที่เพิ่มขึ้นทำให้เกิดความเค้นสะสม (stress concentration) ที่เพิ่มขึ้น ทำให้เกิดการเริ่มการร้าว (cracking) เกิดได้ง่ายขึ้นโดยพลังงานตกกระทบบมีค่าลดลง [Mareri, Bastida, Binda., and Crespy, 1998]



รูปที่ 3.6 Notched Impact strength of neat PP and PP composites at various melamine contents

จากการทดสอบสมบัติทางกลของ PP และวัสดุคอมโพสิตระหว่าง PP กับเมลามีนที่ ปริมาณเมลามีนต่าง ๆ ค่าที่ได้สรุปดังตารางที่ 3.1

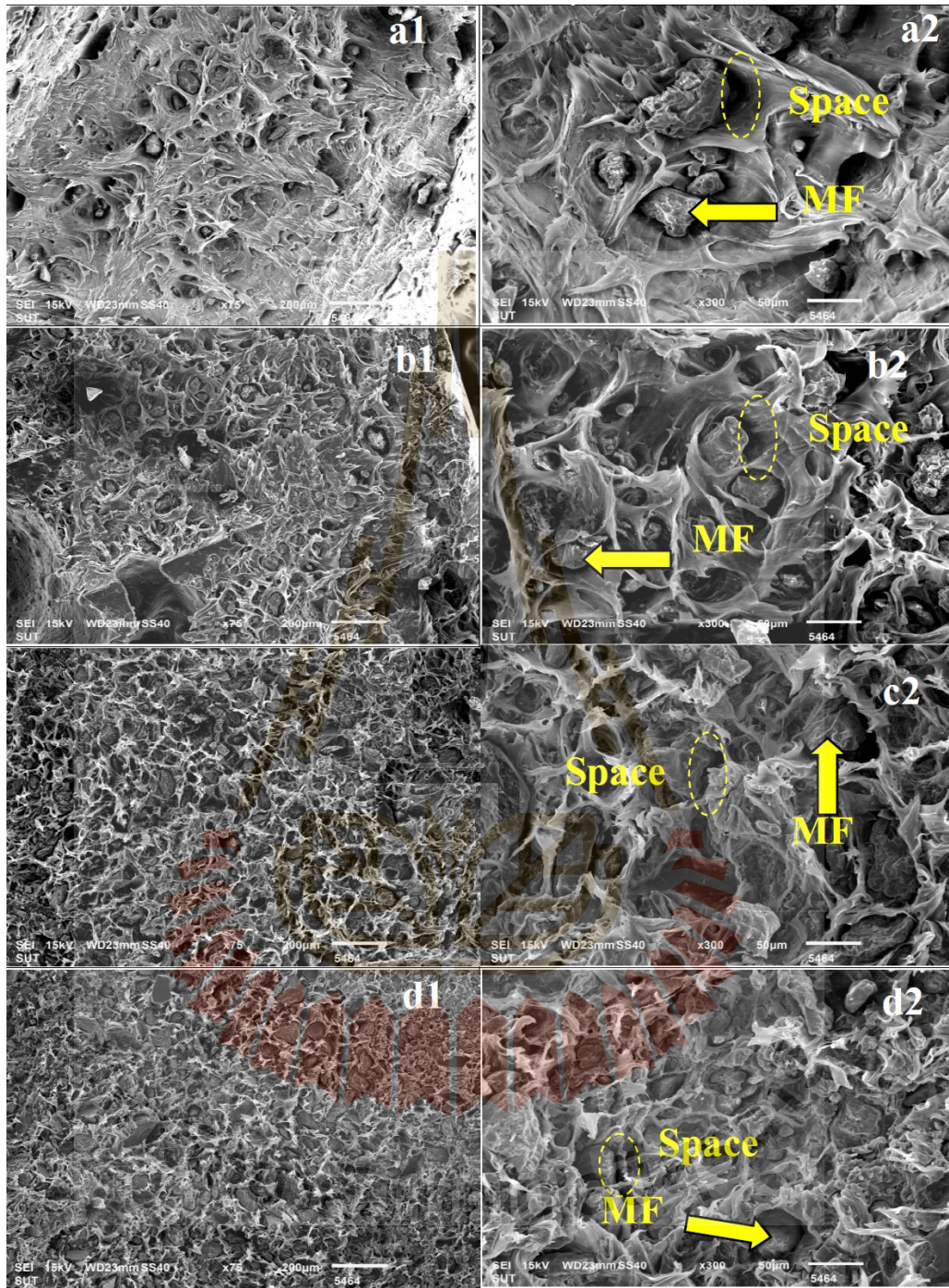
ตารางที่ 3.1 Mechanical Properties of neat PP and PP composites at various melamine contents.

Melamine content (wt%)	Tensile strength (MPa)	Young's modulus (MPa)	Elongation at break (%)	Notched Izod Impact strength (kJ/m²)
0	32.13±0.24	1179±36.75	-	20.34±4.36
10	28.24±0.27	1362±76.33	28.36±2.97	6.40 ±5.55
20	23.08±1.67	1583±100.98	5.22 ±1.90	2.02 ±0.09
30	21.50±0.78	1953±23.01	4.17 ±1.55	2.00 ±0.34
40	19.13±0.32	2128±28	4.08 ±0.18	1.97 ±0.06

3.2. สัณฐานวิทยาของวัสดุคอมโพสิตระหว่าง PP กับเมลามีน

สัณฐานวิทยา SEM ของพื้นผิวการแตกหักด้วยแรงดึงของ PP คอมโพสิตที่ปริมาณเมลามีนต่าง ๆ แสดงในรูปที่ 3.7 (a-d) ภาพถ่ายที่กำลังขยาย 75 เท่า แสดงให้เห็นว่า ผงเมลามีนมีการแตกตัวและการกระจายตัวใน PP ค่อนข้างสม่ำเสมอ เนื้อ PP เมทริกซ์ มีการยึดตัวตามแนวแรงดึง เมื่อพิจารณาเปรียบเทียบภาพถ่ายที่กำลังขยาย 300 เท่า จะสังเกตเห็นช่องว่างแยกระหว่างผงเมลามีนและ PP และพื้นผิวของเมลามีนสะอาดโดยไม่ปรากฏเนื้อของ PP บนพื้นผิวของเมลามีน และยังพบหลุมที่อาจเกิดจากการที่เมลามีนหลุดไปจากเนื้อเมทริกซ์ จากข้อมูลแสดงให้เห็นว่า เมลามีนและ PP เมทริกซ์ มีการยึดเกาะที่ไม่แข็งแรง สัณฐานวิทยาจาก SEM สนับสนุนผลการทดลองสมบัติเชิงกลที่พบว่า PP คอมโพสิตที่มีปริมาณเมลามีนเพิ่มขึ้น จะมีความแข็งแรง และการดึงยืด ณ จุดขาด ที่ลดลง

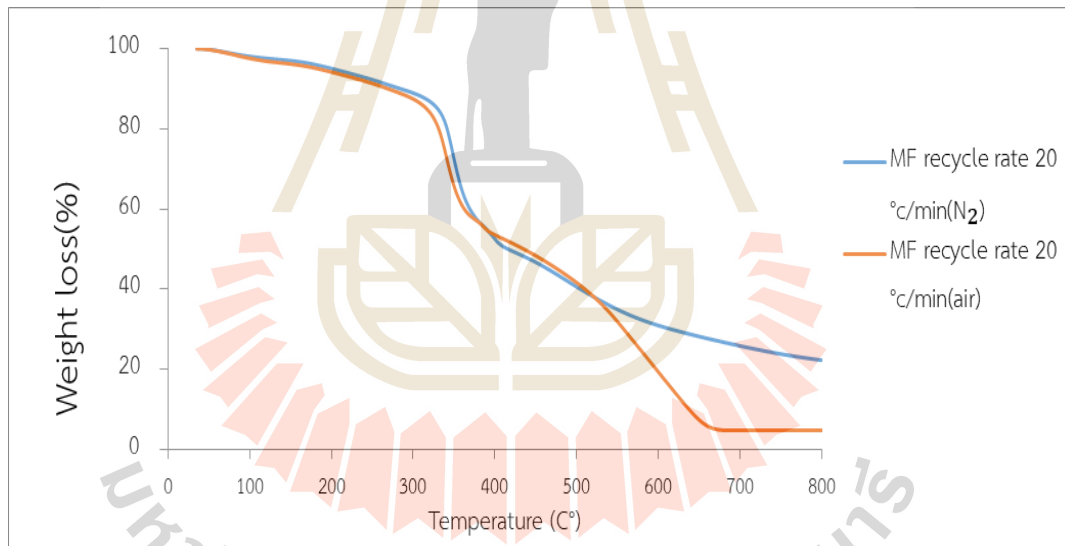




รูปที่ 3.7 SEM micrographs of tensile fracture surfaces of PP composites at various melamine contents: (a1-2) 10 wt%, (b1-2) 20 wt%, (c1-2) 30 wt%, and (d1-2) 40 wt%; at x75 (1) and x300 (2) magnification

3.3. สมบัติทางความร้อนของ PP และ วัสดุคอมโพสิตระหว่าง PP กับเมลามีน

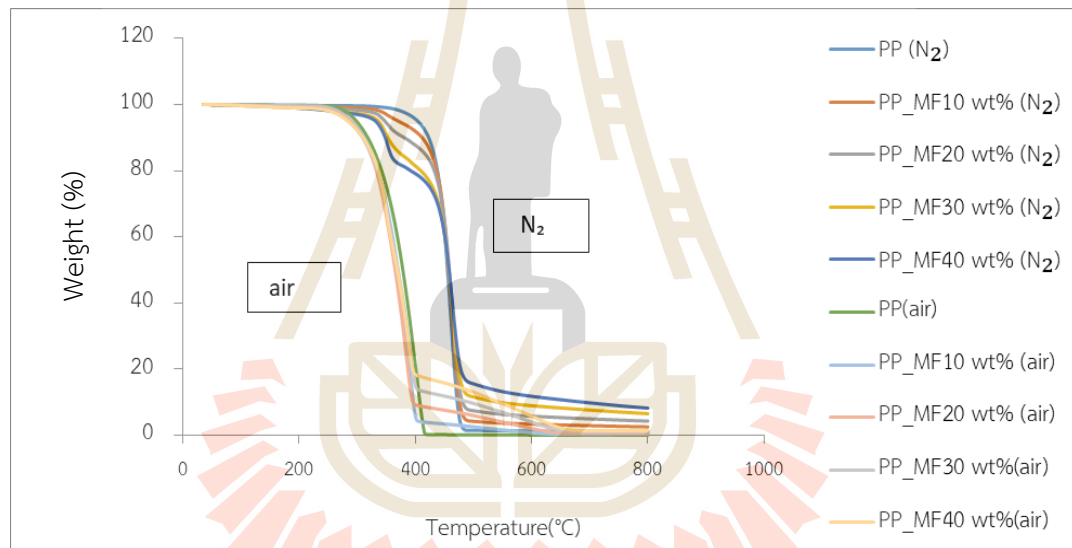
รูปที่ 3.8 แสดง TGA เทอร์โมแกรมของเมลามีนภายใต้บรรยากาศไนโตรเจนและอากาศปกติ จากรูปเมลามีนแสดงการสูญเสียน้ำหนักประมาณ 8-10 % ที่ อุณหภูมิ 100°C เนื่องจากการระเหยของน้ำที่อาจตกค้างอยู่จากการขึ้นตอนการเตรียม ในบรรยากาศปกติ การสลายตัวของเมลามีนจะเริ่มที่อุณหภูมิต่ำกว่าการสลายตัวของเมลามีนในบรรยากาศไนโตรเจน นอกจากนี้ เมื่อเปรียบเทียบกับลักษณะการสลายตัว (พิจารณาจากการสูญเสียน้ำหนัก) ของเมลามีนในบรรยากาศไนโตรเจน ลักษณะการสลายตัวของเมลามีนในบรรยากาศปกติจะเกิดขึ้นเป็นสองขั้นที่ค่อนข้างชัดเจน โดยที่อุณหภูมิสูงกว่า 500°C การสูญเสียน้ำหนักของชิ้นตัวอย่างในบรรยากาศปกติจะเกิดขึ้นมากกว่าการสูญเสียน้ำหนักของชิ้นตัวอย่างที่อยู่ในบรรยากาศไนโตรเจน เมื่อสิ้นสุดการทดลองที่อุณหภูมิ 800°C ชิ้นตัวอย่างที่อยู่ในบรรยากาศของก๊าซไนโตรเจน จะมีเถ้าสีดำเหลืออยู่ในปริมาณที่มากกว่าชิ้นตัวอย่างที่อยู่ในบรรยากาศปกติ แสดงให้เห็นว่า ที่อุณหภูมิสูงสารประกอบที่เกิดขึ้นระหว่างการสลายตัวของเมลามีนภายใต้ความร้อนสามารถเกิดปฏิกิริยากับก๊าซออกซิเจนที่อยู่ในบรรยากาศและเกิดการสลายตัว ทำให้มีเถ้าที่เหลือที่อุณหภูมิ 800°C ในปริมาณลดลง



รูปที่ 3.8 TGA thermograms of neat melamine in nitrogen atmosphere and air atmosphere

รูปที่ 3.9 แสดง TGA เทอร์โมแกรมของ PP และวัสดุ PP คอมโพสิตที่มีเมลามีนปริมาณต่าง ๆ ภายใต้บรรยากาศไนโตรเจนและบรรยากาศปกติ จากกราฟในรูป พบว่า PP มีการสลายตัวเกิดขึ้นหนึ่งขั้น โดยการสลายตัวภายใต้บรรยากาศไนโตรเจนจะเกิดขึ้นและสิ้นสุดที่อุณหภูมิสูงกว่าการสลายตัวภายใต้บรรยากาศปกติ โดยภายใต้บรรยากาศปกติ PP จะไม่มีเถ้าเหลืออยู่ภายหลังการสิ้นสุด

การสลายตัว ส่วนวัสดุ PP คอมโพสิตที่มีปริมาณเมลามีน 10%, 20%, 30%, และ 40% wt. เมื่อตรวจสอบการสลายตัว (พิจารณาจากการสูญเสียน้ำหนัก) ภายใต้บรรยากาศไนโตรเจนและบรรยากาศปกติ จะสังเกตเห็นว่า การสลายตัวของวัสดุ PP คอมโพสิตจะเป็นลักษณะผสมกันระหว่างการสลายตัวของ PP และ เมลามีน โดยการสลายตัวในบรรยากาศปกติจะเกิดขึ้นที่อุณหภูมิต่ำกว่าการสลายตัวภายใต้บรรยากาศไนโตรเจน ทั้งนี้ ค่าอุณหภูมิการสลายตัวของวัสดุ PP คอมโพสิตเมื่อพิจารณาจากน้ำหนักที่หายไป 5% ($T_{5\%}$) เมื่อตรวจสอบทั้งภายใต้บรรยากาศปกติและบรรยากาศไนโตรเจน จะมีค่าต่ำลงเมื่อเพิ่มปริมาณเมลามีนที่ผสมอยู่ในวัสดุ PP คอมโพสิต อย่างไรก็ตาม ค่าอุณหภูมิการสลายตัว $T_{50\%}$ ของวัสดุ PP คอมโพสิตภายใต้บรรยากาศไนโตรเจนจะมีค่าที่ค่อนข้างคงที่ไม่ขึ้นกับปริมาณเมลามีนที่ผสมอยู่ในวัสดุ PP คอมโพสิต นอกจากนี้ การสลายตัวในบรรยากาศปกติจะไม่มีถ้ำเหลืออยู่ภายหลังการสิ้นสุดการสลายตัว ในขณะที่การสลายตัวภายใต้บรรยากาศไนโตรเจนมีถ้ำสีดำเหลือเหลืออยู่ที่อุณหภูมิ 800°C โดยปริมาณถ้ำจะเพิ่มขึ้นตามปริมาณเมลามีนที่ผสมอยู่ในวัสดุ PP คอมโพสิต



รูปที่ 3.9 TGA thermograms of neat PP and PP composites at various melamine contents in nitrogen atmosphere and air atmosphere

จากการตรวจสอบสมบัติทางความร้อนของ เมลามีน PP และวัสดุคอมโพสิทระหว่าง PP กับเมลามีนที่ปริมาณเมลามีนต่าง ๆ โดยใช้เครื่องเทอร์โมกราวิเมทรี ค่าอุณหภูมิการสลายตัว $T_{5\%}$ และ $T_{50\%}$ และเถ้าที่เหลืออยู่ที่อุณหภูมิ 800°C สามารถสรุปได้ดังตารางที่ 3.2

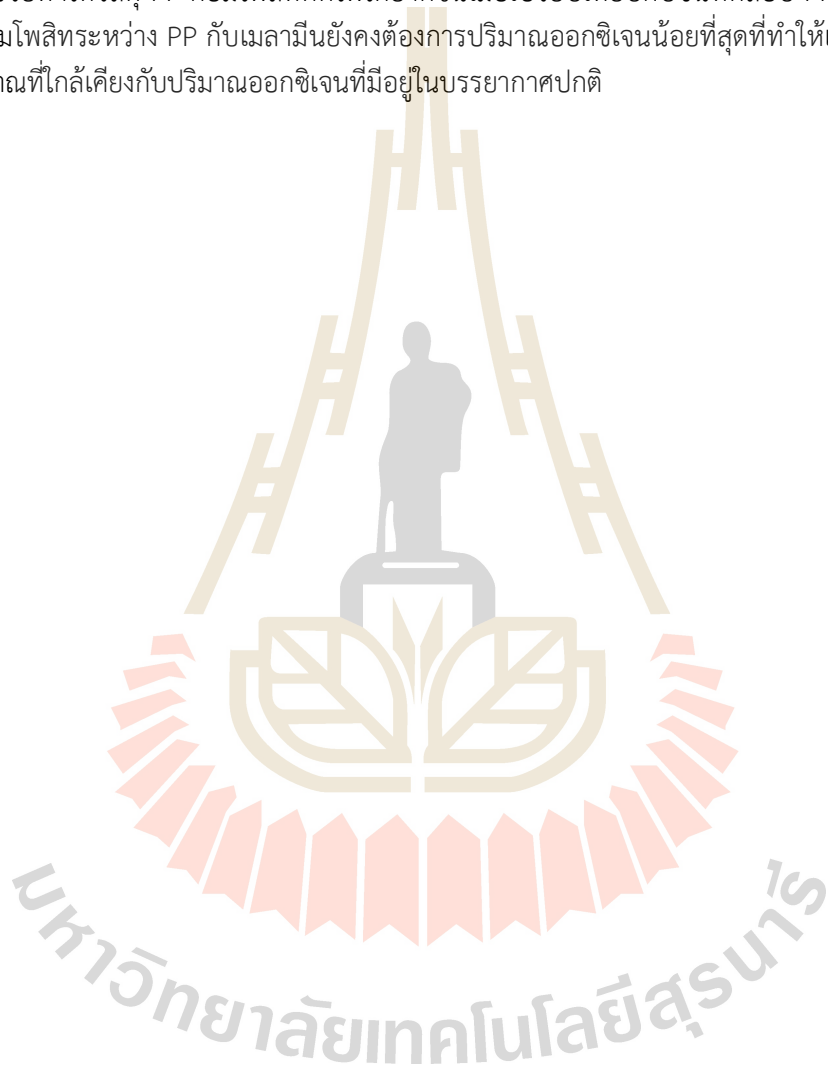
ตารางที่ 3.2 Decomposition temperatures ($T_{5\%}$ and $T_{50\%}$) of neat PP, neat melamine and PP composites at various melamine contents in nitrogen atmosphere and air atmosphere

Designation	$T_{5\%}$ (°C)	$T_{50\%}$ (°C)	Char residue @ 800°C (%)
PP (air)	307	391	0.0
MF (air)	193	440	4.8
PP/MF 10wt% (air)	298	381	0.3
PP/MF 20wt% (air)	296	375	0.5
PP/MF 30wt% (air)	293	380	1
PP/MF 40wt% (air)	291	379	1.4
PP (N ₂)	412	464	1.1
MF (N ₂)	206	425	22.4
PP/MF 10wt% (N ₂)	379	466	2.5
PP/MF 20wt% (N ₂)	356	466	4.3
PP/MF 30wt% (N ₂)	345	466	6.5
PP/MF 40wt% (N ₂)	340	466	8.3

3.4. สมบัติการหน่วงไฟของ PP และวัสดุคอมโพสิทระหว่าง PP กับเมลามีน

จากการทดสอบสมบัติการหน่วงไฟของ PP และวัสดุคอมโพสิทระหว่าง PP กับเมลามีนที่ปริมาณเมลามีนต่าง ๆ โดยใช้ Vertical burning test, Horizontal burning test และ Limiting oxygen index (LOI) ค่าที่ได้สรุปดังตารางที่ 3.3 ในการทดสอบแบบ Vertical burning test เมื่อให้เปลวไฟแก่ PP เป็นเวลา 10 วินาที ชั้นทดสอบเกิดการติดไฟ มีการหลอมไหลย่อยเป็นหยดไฟอย่างต่อเนื่องบนสำลี ทำให้สำลีลุกติดไฟ และชั้นงานถูกเผาไหม้จนหมด จึงไม่สามารถจำแนกประเภทการติดไฟได้ (NC) และเมื่อนำ PP มาทดสอบแบบ Horizontal burning test พบว่ามี burning rate 58.41 mm/min และมีค่า LOI เท่ากับ 17 เมื่อพิจารณาวัสดุ PP คอมโพสิทที่สัดส่วนการผสมเมลามีน 10%, 20%, 30% และ 40% wt. ในการทดสอบแบบ Vertical burning test หลังจากให้เปลวไฟเป็นเวลา 10 วินาทีแล้ว วัสดุเกิดการติดไฟ เกิดการหลอมไหลย่อยของหยดไฟลงบนสำลี ทำให้สำลีติดไฟ และชั้นงานถูกเผาไหม้จนหมด จึงไม่สามารถจำแนกประเภทการติดไฟได้ (NC) อย่างไรก็ตาม จากการสังเกต

พบว่า การหลอมของชิ้นทดสอบและเกิดหยดไฟจะลดลงอย่างชัดเจนเมื่อชิ้นทดสอบมีเมลามีนผสมอยู่ในปริมาณเพิ่มขึ้น เมื่อพิจารณาการทดสอบแบบ Horizontal burning test พบว่า burning rate มีค่าลดลงเมื่อชิ้นทดสอบมีเมลามีนผสมอยู่ในปริมาณเพิ่มขึ้น แสดงว่า เมลามีนมีส่วนในการช่วยลดอัตราการเผาไหม้ของวัสดุ PP คอมโพลีท นอกจากนี้ LOI ของวัสดุ PP คอมโพลีทที่ปริมาณเมลามีนเพิ่มขึ้นเป็น 40% wt. เมื่อเปรียบเทียบกับชิ้นทดสอบ PP จะมีค่าเพิ่มขึ้นจาก 17 เป็น 22 ซึ่งแสดงว่า เมลามีนมีส่วนในการช่วยทำให้วัสดุ PP คอมโพลีทติดไฟได้ยากขึ้นเมื่อเปรียบเทียบกับชิ้นทดสอบ PP อย่างไรก็ตาม วัสดุคอมโพลีทระหว่าง PP กับเมลามีนยังคงต้องการปริมาณออกซิเจนน้อยที่สุดที่ทำให้เกิดการเผาไหม้ในปริมาณที่ใกล้เคียงกับปริมาณออกซิเจนที่มีอยู่ในบรรยากาศปกติ



ตารางที่ 3.3 Flame retardant behaviors of neat PP and PP composites at various melamine contents in nitrogen atmosphere and air atmosphere

Melamine contents (%wt.)	Vertical burning: observation	Vertical burning rating*	Horizontal burning rate (mm/min)	LOI
0	ติดไฟง่าย มีการลุกไหม้อย่างรุนแรง การหลอมของชั้นทดสอบทำให้เกิดหยดไฟที่หยดอย่างต่อเนื่องจากชั้นทดสอบ การหยดทำให้แผ่นสำลี ติดไฟ ชั้นทดสอบถูกเผาไหม้จนหมด	NC	58.41	17
10	ติดไฟง่าย เกิดหยดไฟจากชั้นทดสอบเนื่องจากการหลอมของชั้นทดสอบ การหยดทำให้แผ่นสำลี ติดไฟ ชั้นทดสอบถูกเผาไหม้จนหมด	NC	32.44	18
20	ติดไฟง่าย หยดไฟจากชั้นทดสอบมีปริมาณที่น้อยลง การหยดทำให้แผ่นสำลี ติดไฟ ชั้นทดสอบถูกเผาไหม้จนหมด	NC	23.69	19
30	ชั้นทดสอบติดไฟ ปริมาณหยดไฟมีน้อยลงอย่างเห็นได้ชัด การหยดทำให้แผ่นสำลี ติดไฟ ชั้นทดสอบถูกเผาไหม้จนหมด	NC	14.15	20
40	ชั้นทดสอบติดไฟ เกิดหยดไฟจากชั้นทดสอบ ปริมาณหยดไฟมีน้อย การหยดทำให้แผ่นสำลี ติดไฟ ชั้นทดสอบถูกเผาไหม้จนหมด	NC	12.46	22

*เมื่อ V-0 = ไฟลาม \leq 10 sec. ไม่มีการหยด, V-1 = ไฟลาม \leq 30 sec. มีการหยดแต่ไม่ไหม้สำลี, V-2 = ไฟลาม \leq 30 sec. มีการหยดและไหม้สำลี, NC = no classification ชั้นทดสอบถูกเผาไหม้จนหมด

บทที่ 4

สรุปผลการทดลอง

การเพิ่มปริมาณเมลามีนในพอลิโพรพิลีนเมทริกซ์ ช่วยเพิ่มค่า Young's modulus ของพอลิโพรพิลีน-คอมโพสิต อย่างไรก็ตาม ความสามารถในการยืด ผน จุดขาด ความแข็งแรง ผน จุดคราก และความสามารถในการรับแรงกระแทกมีค่าลดลง นอกจากนี้ สันฐานวิทยาจาก SEM แสดงให้เห็นถึงการยึดติดที่ไม่ดีระหว่างพอลิโพรพิลีนเมทริกซ์และเมลามีน

การสลายตัวของ PP ภายใต้บรรยากาศไนโตรเจนจะเกิดขึ้นและสิ้นสุดที่อุณหภูมิสูงกว่าการสลายตัวภายใต้บรรยากาศปกติ โดย PP จะไม่มีเถ้าเหลืออยู่ภายหลังการสิ้นสุดการสลายตัว ส่วนการสลายตัวของวัสดุ PP คอมโพสิตจะเป็นลักษณะผสมกันระหว่างการสลายตัวของ PP และ เมลามีน โดยการสลายตัวในบรรยากาศปกติจะเกิดขึ้นที่อุณหภูมิต่ำกว่าการสลายตัวภายใต้บรรยากาศไนโตรเจน นอกจากนี้ การสลายตัวในบรรยากาศปกติแทบจะไม่มีเถ้าเหลืออยู่ภายหลังการสิ้นสุดการสลายตัว ในขณะที่การสลายตัวภายใต้บรรยากาศไนโตรเจนมีเถ้าสีดำเหลืออยู่ที่อุณหภูมิ 800°C โดยปริมาณเถ้าจะเพิ่มขึ้นตามปริมาณเมลามีนที่ผสมอยู่ในวัสดุ PP คอมโพสิต

วัสดุคอมโพสิตระหว่างพอลิโพรพิลีนกับเมลามีนที่ปริมาณเมลามีน 10%-40% โดยน้ำหนัก มีค่าออกซิเจนที่น้อยที่สุดที่ทำให้เกิดการเผาไหม้ที่สูงกว่า PP แต่อย่างไรก็ตาม ค่าออกซิเจนที่น้อยที่สุดที่ทำให้เกิดการเผาไหม้ของวัสดุคอมโพสิตระหว่างพอลิโพรพิลีนกับเมลามีนที่มีปริมาณเมลามีน 40% โดยน้ำหนัก ยังมีค่าใกล้เคียงกับปริมาณออกซิเจนที่มีอยู่ในบรรยากาศปกติ และไม่สามารถจำแนกประเภทการติดไฟได้ (NC)

ข้อเสนอแนะในการศึกษาวิจัยเพิ่มเติม

- การปรับปรุงสมบัติการหน่วงไฟและสมบัติเชิงกลของวัสดุพอลิโพรพิลีนคอมโพสิตโดยการใช้สารตัวเติมลูกผสมระหว่างระหว่างเมลามีนและแอมโมเนียมพอลิฟอสเฟต

บรรณานุกรม

- Braun U, Schartel B, Fichera MA, Jager C. **Polym. Degrad. Stab.** 2007; 92: 1528.
- Balabanovich AI. **Polym. Degrad. Stab.** 2003; 79: 85.
- Camino G, Delobel R. Intumescence. In Grand AF, Wilkie CA, (ed). **Fire retardancy of polymeric materials**. New York: Marcel Dekker; 2000. 217.
- Casu A, Camino G, Giorgi MD, Flath D, Morone V, Zenoni R. **Polym. Degrad. Stab.** 1997; 58: 297.
- Chen Y, Wang Q, Yan W, Tang H. **Polym. Degrad. Stab.** 2006; 91: 2632.
- Chen WY, Wang YZ, Chang FC. **J. Polymer. Res.** 2004; 11: 109.
- Edward DW. **J. Fire Sci.** 1995; 13: 104.
- Gaan S, Sun G, Hutches K, Engelhard MH. **Polym. Degrad. Stab.** 2008; 93: 99.
- Gijsman P, Steenbakkens R, Furst C, Kersjes J. **Polym. Degrad. Stab.** 2002; 78: 219.
- Horacek, H. and Grabner, R. **Polym. Degrad. Stab.** 1996; 54: 205.
- Junfeng X, Yuan Hu, Ling Y, Yibing C, Lei S, Zuyao C, Weicheng F. **Polym. Degrad. Stab.** 2006; 91: 2093.
- Kim HS, Kim S, Kim HJ. **Macromol. Mater. Eng.** 2006; 291: 762.
- Liu M, Liu Y, Wang Q. **Macromol. Mater. Eng.** 2007; 292: 206.
- Lv P, Wang Z, Hu K, Fan W. **Polym. Degrad. Stab.** 2005; 90: 523.
- Mareri, P., Bastide, S., Binda, N., and Crespy, A. **Compos. Sci. Technol.** 1998; 58: 747.
- Modesti M, Lorenzetti A, Siminoi F, Chechin M. **Polym. Degrad. Stab.** 2001; 74: 475.
- Modesti M, Lorenzetti A. **Polym. Degrad. Stab.** 2002; 78: 341.
- Mohamed SIM, Tariq RS, Magdy YA. **Int. J. Polym. Mater.** 2009; 58: 647.
- Nyambo C, Kandare E, Wilkie CA. **Polym. Degrad. Stab.** 2009; 94: 513.
- Sen AK, Mukherjee B, Bhattacharya AS, Sanghi LK, De PP, Bhowmick K. **J. Appl. Polym. Sci.** 1991; 43: 1674.
- Song L, Hu Y, Tang Y, Zhang R, Chen Z, Fan W. **Polym. Degrad. Stab.** 2005; 87: 111.
- Troitzsch J. **International plastics flammability handbook**. 2nd ed. New York: Hanser Publishers; 1990.
- Wang J, Tung MY, Ahmad F, Hornsby PR. **J. Appl. Polym. Sci.** 1996; 60: 1425.
- Wang ZZ, Qu BJ, Fan WC, Huang P. **J. Appl. Polym. Sci.** 2001; 81: 206.
- Weil ED, Lewin M, Lin HS. **J. Fire Sciences** 1998; 16: 383.

ประวัติหัวหน้าโครงการวิจัย

นางสาวนิธินาถ ศุภกาญจน์ ดำรงตำแหน่ง ผู้ช่วยศาสตราจารย์ สาขาวิศวกรรมพอลิเมอร์ สำนักวิชาวิศวกรรมศาสตร์ มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีสุรนารี นครราชสีมา สำเร็จการศึกษา วิทยาศาสตร์บัณฑิต (เคมี) จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย พ.ศ. 2536 วิทยาศาสตรมหาบัณฑิต (วิทยาศาสตร์พอลิเมอร์) วิทยาลัยปิโตรเลียมและปิโตรเคมี จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย พ.ศ. 2538 และ Doctor of Philosophy (Macromolecular Science and Engineering) Case Western Reserve University มลรัฐโอไฮโอ ประเทศสหรัฐอเมริกา พ.ศ. 2543 สาขาวิชาที่มีความสนใจ Polymer Characterization และ Polymer Composites มีผลงานวิจัยที่ได้รับการตีพิมพ์เผยแพร่ในวารสารระดับนานาชาติ รวมทั้งผลงานทางวิชาการ ประกอบด้วย บทความทางวิชาการ 55 บทความ และรายงานวิจัยฉบับสมบูรณ์



มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีสุรนารี