# บทที่ 3

# การทดลอง

## 3.1 ขอบเขตการทดลอง

ทดลองหาสูตรสารเคลือบผิวอินทูเมสเซนต์ที่คงทนต่อการซักล้างสำหรับปรับปรุงสมบัติหน่วงไฟของผ้าฝ้าย โดยทำการศึกษาผลขององค์ประกอบหลักของสารเคลือบผิวอินทูเมสเซนต์ต่อสมบัติหน่วงไฟของผ้าฝ้าย จากนั้นนำผ้าฝ้ายที่ผ่านและไม่ผ่านการเคลือบทั้งก่อนและหลังการซักล้างมาทดสอบหาพฤติกรรมและอัตราเร็วในการลุกลามของเปลวไฟแนว 45 องศา ตรวจสอบลักษณะพื้นผิวของผ้าฝ้ายด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด วิเคราะห์สมบัติความร้อนด้วยเทคนิค TGA และศึกษาการเปลี่ยนแปลงของสีของผ้าฝ้ายภายหลังการเคลือบ

## 3.2 วัตถุดิบ และสารเคมี

### 3.2.1 ผ้าฝ้าย (Cotton Fabric)

- โครงสร้างผ้า เป็นผ้าทอลายขัด (plain weave)
- ส่วนประกอบ ด้ายยืน (warp) และด้ายพุ่ง (weft) เป็นผ้าฝ้าย 100% ที่ผ่านการเผาขน กำจัดสิ่งสกปรกและฟอกขาว แต่ไม่ผ่านการชุบมัน
- ขนาดของเส้นด้าย ด้ายยืนและด้ายพุ่งมีขนาดเบอร์ด้าย 16 (cotton count)
- น้ำหนักผ้าต่อพื้นที่ 147 กรัมต่อตารางเมตร
- ความหนาแน่นของผ้า ด้ายยืน 70 เส้นต่อตารางนิ้ว
  ด้ายพุ่ง 60 เส้นต่อตารางนิ้ว
- ความหนา 0.32 มิลลิเมตร

3.2.2 แหล่งคาร์บอน (Carbonific Compounds) ได้แก่

(1) เพนตะเอริไทรทอล (pentaerythritol) ซึ่งได้รับความอนุเคราะห์จากบริษัทสยามเคมีคอลอินดัสตรี้ จำกัด

(2) ไดเพนตะเอริไทรทอล (dipentaerythritol) ของบริษัท Aldrich จำกัด

(3) แป้งมันสำปะหลัง ตราปลามังกร

3.2.3 แหล่งกรด (Acid Sources) ได้แก่

(1) แอมโมเนียมฟอสเฟต (ammonium phosphate) ซึ่งเตรียมขึ้นเองในห้องปฏิบัติการจากปฏิกิริยาระหว่างกรดเมตาฟอสฟอริก (metaphosphoric acid ของบริษัท Merck จำกัด) และแอมโมเนียมไฮดรอกไซด์ 28 เปอร์เซ็นต์ (ammonia solution 28% ของบริษัท APS Finechem จำกัด)

(2) แอมโมเนียมพอลิฟอสเฟต (ammonium polyphosphate) ซึ่งเตรียมได้จากจากปฏิกิริยาระหว่างกรดพอลิฟอสฟอริก (polyphosphoric acid ของบริษัท Aldrich จำกัด) และแอมโมเนียมไฮดรอกไซด์ 30 เปอร์เซ็นต์ (ammonia solution 30% ของบริษัท Carlo erba and Acros Organic จำกัด)

3.2.4 สารฟู (Spumific Compounds) ได้แก่

(1) ผงเมลามีน (melamine powder) ได้รับความอนุเคราะห์จากบริษัทสยามเคมีคอลอินดัสตรี้ จำกัด

(2) เมลามีนฟอร์มาลดีไฮด์เรซิน (melamine formaldehyde resin) มีชื่อทางการค้าคือ BECKAMINE MA ได้รับความอนุเคราะห์จากบริษัทสยามเคมีคอลอินดัสตรี้ จำกัด

3.2.5 สารยึด (Binders) ได้แก่

(1) อะคริลิกเรซินและโคพอลิเมอร์ (acrylic resin and copolymer) ได้รับความอนุเคราะห์จากบริษัทสีโจตันไทย จำกัด

- 100% อะคริลิกอิมัลชัน (100% acrylic emulsion) มีชื่อทางการค้าคือ PRIMAL™ PR-1088

- อะคริลิกโคพอลิเมอร์ (all acrylic copolymer) มีชื่อทางการค้าคือ UCAR LATEX R-7030

(2) เอทิลีน-ไวนิลอะซิเตตโคพอลิเมอร์ (ethylene-vinyl acetate copolymer) ได้รับความอนุเคราะห์จากบริษัท Dairen Chemical Corporation จำกัด

3.2.6 สารเติมแต่งอื่นๆ ได้แก่

(1) สารประกอบแคทไอออนิก มีชื่อทางการค้าคือ Neofix E 740

## 3.3 เครื่องมือและอุปกรณ์

3.3.1 เครื่องมือในการเตรียมสารเคลือบผิว

(1) เครื่องชั่งน้ำหนัก 3 ตำแหน่ง

(2) เครื่องกรองพร้อมกระดาษกรองเบอร์ 42 และบุชเนอร์

3.3.2 เครื่องมือในการตกแต่งหน่วงไฟผ้าฝ้าย

(1) เครื่องย้อมแบบแช่ Labtec และกระบอกย้อมแบบแช่

(2) เครื่องลากฟิล์มพร้อมที่ปาดฟิล์มแบบแอพพลิเคเตอร์ (4-side applicator)

(3) เครื่องอบไอน้ำ Rapid Labortex

3.3.3 เครื่องมือและอุปกรณ์ที่ใช้ในการทดสอบสมบัติต่างๆ ของผ้าฝ้าย

(1) เครื่องทดสอบหาอัตราเร็วในการลุกลามของเปลวไฟในแนว $45^{o}$ โ ดย Atlas $45^{o}$ Automatic Flammability Tester

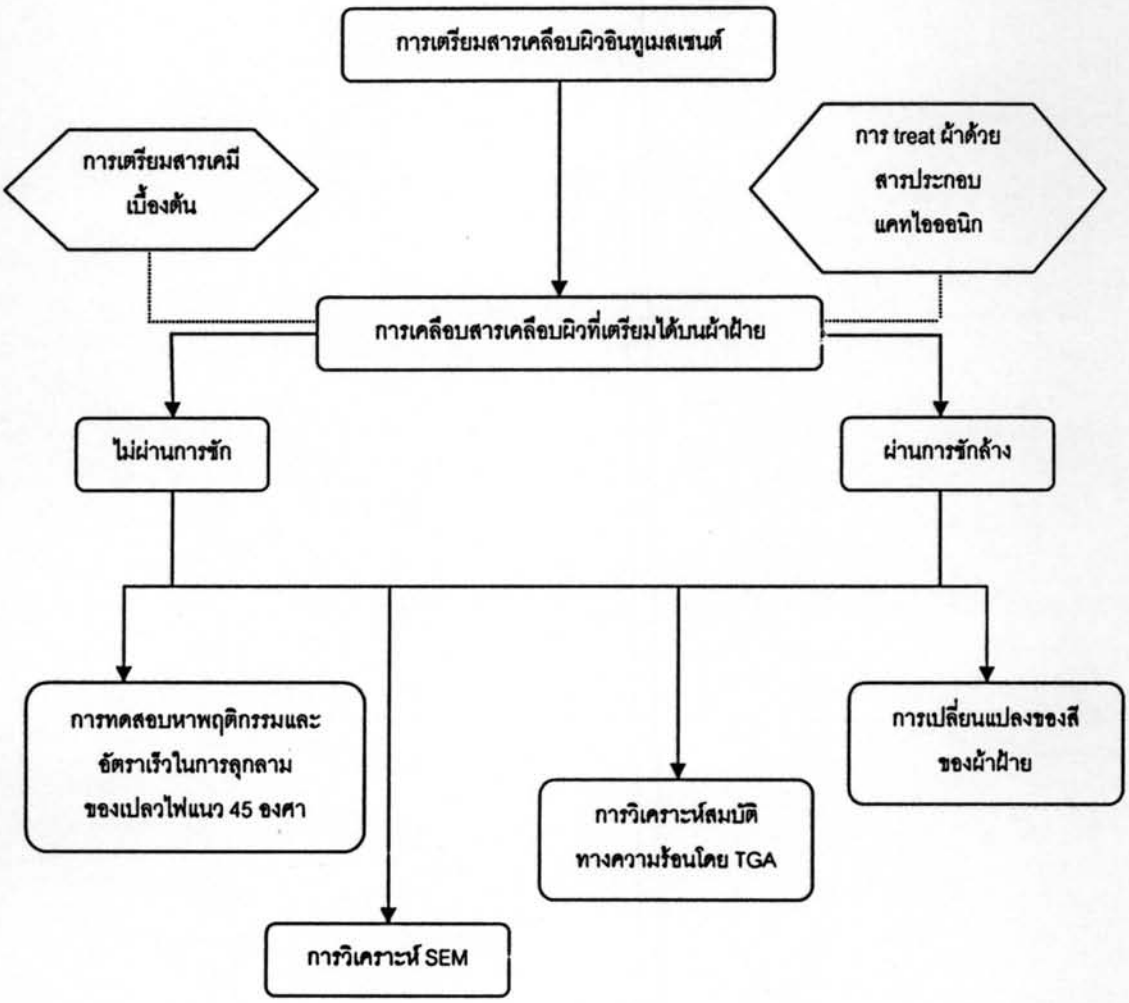
(2) กล้องบันทึกภาพเคลื่อนไหวระบบดิจิตอล Sony Digital Handycam รุ่น DRC-PC 101E PAL

(3) กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดของ JEOL รุ่น JSM-6400

(4) เครื่องวิเคราะห์สมบัติทางความร้อนโดยใช้เทคนิค TGA ของ Mettler Toledo รุ่น TGA/SDTA 851

(5) เครื่องสเปกโตรโฟโตมิเตอร์ของ Macbeth Color-Eye 7000

## 3.4 แผนภูมิการทดลอง




**รูปที่ 3.1** แผนภูมิการทดลอง

## 3.5 วิธีการทดลอง

### 3.5.1 การเตรียมสารเคมีเบื้องต้น

(1) การบดเพนตะเอริไทรทอลให้มีขนาดอนุภาค 100 เมช (mesh)

นำเพนตะเอริไทรทอลมาบดด้วยโกร่งบดแล้วนำไปร่อนด้วยแร่งขนาด 100 เมช

(2) การเตรียมสต๊อกแป้ง (cassava stock solution) ความเข้มข้นร้อยละ 3 โดยน้ำหนัก

ละลายแป้งมันสำปะหลังหนัก 3 กรัมด้วยน้ำเย็นปริมาณ 20 มิลลิลิตร จากนั้นเทลงในน้ำเดือดประมาณ 77 มิลลิลิตร กวนให้เข้ากันจนกระทั่งมีความหนืดเพิ่มขึ้น

(3) การเตรียมสต๊อกสารข้นกรดพอลิอะคริลิก (polyacrylic acid stock thickener) ความเข้มข้นร้อยละ 5 โดยน้ำหนัก

ละลายกรดพอลิอะคริลิกหนัก 5 กรัมด้วยน้ำกลั่นปริมาณ 95 มิลลิลิตร กวนให้เข้ากันด้วยความเร็วสูง จนกระทั่งได้สารข้นที่มีความหนืด

(4) การเตรียมแอมโมเนียมฟอสเฟต

ละลายกรดเมตาฟอสฟอริก 10 กรัมด้วยน้ำกลั่นปริมาณ 100 กรัม จากนั้นค่อยๆ หยดแอมโมเนียมไฮดรอกไซด์ลงไป 10 กรัม แล้วทำการปรับ pH ให้มีค่าเป็น 7 ด้วยสารละลายกรดเมตาฟอสฟอริก (โดยใช้อัตราส่วนของกรดเมตาฟอสฟอริก:น้ำกลั่นเป็น 1:10) จะได้ของเหลวใส

(5) การเตรียมแอมโมเนียมพอลิฟอสเฟต (ทั้งในรูปสารละลายและผง)

- การเตรียมแอมโมเนียมพอลิฟอสเฟตในรูปสารละลาย

ชั่งกรดพอลิฟอสฟอริก 30 กรัม จากนั้นค่อยๆ หยดแอมโมเนียม-ไฮดรอกไซด์ลงไป 30 กรัม จะได้ของเหลวใส

- การเตรียมผงแอมโมเนียมพอลิฟอสเฟต

ชั่งพอลิฟอสฟอริก 50 กรัม จากนั้นค่อยๆ หยดแอมโมเนียมไฮดรอกไซด์ลงไปให้มากเกินพอจนสังเกตเห็นตะกอน ตั้งทิ้งไว้ให้ตกตะกอนแล้วนำมากรองเพื่อแยกเอาตะกอนออก และเก็บตะกอนนี้ลงในเดซิเคเตอร์เป็นเวลา 1 สัปดาห์เพื่อป้องกันความชื้นจากบรรยากาศ จะได้แอมโมเนียมพอลิฟอสเฟตที่มีลักษณะเป็นผงของแข็งสีขาว

**3.5.2 การ treat ผ้าฝ้ายด้วยสารประกอบแคทไอออนิกก่อนเคลือบด้วยสารเคลือบผิวอินทูเมสเซนต์**

สูตร

| | | | |
|---|---|---|---|
| L:R | = | 1:7 | |
| Neofix E740 | = | 2% | (o.w.f.) |
| อุณหภูมิ | | 60 | องศาเซลเซียส |
| เวลา | | 60 | นาที |

ซึ่ง L:R คือสัดส่วนของน้ำย้อมต่อน้ำหนักวัสดุย้อม ย่อมาจาก liquor ratio นั่นคือ ผ้าฝ้าย 1 กรัมจะใช้น้ำย้อมทั้งหมด 7 กรัม

%o.w.f. คือเปอร์เซ็นต์ของสีย้อมต่อน้ำหนักวัสดุย้อม ย่อมาจาก percent based on weight of fiber นั่นคือ ผ้าฝ้าย 100 กรัมจะใช้ Neofix E740 ซึ่งเป็นแคทไอออนิก-พอลิเมอร์ (cationic polymer) 2 กรัม

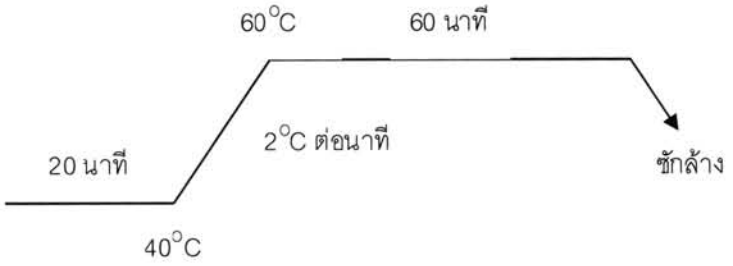
ขั้นตอนการ treat ผ้าฝ้ายด้วยสารประกอบแคทไอออนิกก่อนเคลือบด้วยสารเคลือบผิวอินทูเมสเซนต์มีดังนี้

(1) เตรียมสารละลาย Neofix E740 ตามที่ได้คำนวณจากสูตรข้างต้น เทลงในกระบอกย้อมแบบแช่

(2) นำผ้าใส่ลงในกระบอกย้อม ปิดกระบอกย้อมในสนิทแล้วนำกระบอกย้อมเข้าเครื่องย้อมแบบแช่ (เครื่องย้อมแบบแช่ Labtec) ตั้งอุณหภูมิและเวลาตามกราฟการ treat ดังรูปที่ 3.2 เริ่มจากการเติมสารละลาย Neofix E740 ลงในกระบอกย้อมจากนั้นเดินเครื่องแช่ที่อุณหภูมิ 40 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 20 นาที แล้วเพิ่มอุณหภูมิเป็น 60 องศาเซลเซียสภายในเวลา 10 นาที

(อัตราการเพิ่มอุณหภูมิ 2 องศาเซลเซียสต่อนาที) จากนั้นทำการ treat ผ้าที่อุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 60 นาที

(3) นำผ้าฝ้ายที่ผ่านการ treat ไปซักล้างด้วยน้ำประปาเป็นเวลา 60 นาที เพื่อขจัดสารละลาย Neofix E740 ส่วนเกินออกไป จากนั้นตากให้แห้งแล้วจึงนำผ้าฝ้ายที่ได้ไปทำการเคลือบผิวต่อไป




**รูปที่** 3.2 กราฟการ treat ผ้าฝ้ายด้วย Neofix E740

**รูปที่** 3.3 เครื่องย้อมแบบแช่ Labtec

### 3.5.3 การเตรียมสารเคลือบผิวอินทูเมสเซนต์

การเตรียมสูตรสารเคลือบผิวอินทูเมสเซนต์จากงานวิจัยที่ผ่านมา [5] โดยอ้างอิงสูตรสารเคลือบผิวอินทูเมสเซนต์ซึ่งประกอบด้วย

- สารละลายแอมโมเนียมพอลิฟอสเฟต 10 ส่วนโดยน้ำหนัก
- แป้ง 5 ส่วนโดยน้ำหนัก
- ผงเมลามีน 15 ส่วนโดยน้ำหนัก
- กรดพอลิอะคริลิก 30 ส่วนโดยน้ำหนัก
- เอทิลีน-ไวนิลอะซิเตตโคพอลิเมอร์ 15 ส่วนโดยน้ำหนัก
- น้ำกลั่น 25 ส่วนโดยน้ำหนัก

จากสูตรสารเคลือบผิวอินทูเมสเซนต์ดังกล่าว นำมาดัดแปรและพัฒนาสูตรสารเคลือบผิวให้เหมาะสมต่อการตกแต่งหน่วงไฟผ้าฝ้าย โดยแปรชนิดขององค์ประกอบหลักของสารเคลือบผิวอินทูเมสเซนต์ 3 ส่วน ได้แก่ แหล่งคาร์บอน สารฟู และสารยึด และแปรทั้งชนิดและปริมาณของแหล่งกรดเพื่อศึกษาผลขององค์ประกอบเหล่านั้นต่อสมบัติหน่วงไฟของผ้าฝ้าย

ตารางที่ 3.1 แสดงสูตรที่ได้ดัดแปรและพัฒนาของสารเคลือบผิวอินทูเมสเซนต์ที่เตรียมขึ้นในงานวิจัยโดยมีรายละเอียดดังนี้

- แหล่งคาร์บอน 5 ส่วนโดยน้ำหนัก
- แหล่งกรด 5-20 ส่วนโดยน้ำหนัก
- สารฟู 15 ส่วนโดยน้ำหนัก
- สารยึด 15-25 ส่วนโดยน้ำหนัก
- สารขันกรดพอลิอะคริลิก 30 ส่วนโดยน้ำหนัก
- น้ำกลั่น 10-25 ส่วนโดยน้ำหนัก

**ตารางที่ 3.1** สูตรที่ได้ดัดแปรและพัฒนาของสารเคลือบผิวอินทูเมสเซนต์

| องค์ประกอบ | สูตร (ร้อยละโดยน้ำหนัก) | | | | | | | | | |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| | A1 | A2 | B1 | B2 | B3 | B4 | C1 | C2 | C3 | C4 |
| Carbonific Compounds: | | | | | | | | | | |
| 3% แป้ง | 5 | 5 | 5 | - | - | 5 | 5 | 5 | 5 | 5 |
| Pentaerythritol | - | - | - | 5 | - | - | - | - | - | - |
| Di-pentaerythritol | - | - | - | - | 5 | - | - | - | - | - |
| Acid sources: | | | | | | | | | | |
| Ammonium phosphate (metaphosphoric acid: $NH_4OH:H_2O$ เป็น 1:1:10) | 10 | 20 | - | - | - | - | - | - | - | - |
| APP(polyphosphoric acid:$NH_4OH$ เป็น 1:1) | - | - | 20 | 20 | 20 | 20 | - | - | - | - |
| APP powder (ammonium polyphosphate powder) | - | - | - | - | - | - | 5 | 10 | 15 | 15 |
| Spumific Compounds: | | | | | | | | | | |
| Melamine powder | 15 | 15 | 15 | 15 | 15 | - | 15 | 15 | 15 | 15 |
| Melamine formaldehyde resin | - | - | - | - | - | 15 | - | - | - | - |
| Binders: | | | | | | | | | | |
| Ethylene-vinyl acetate copolymer | 15 | 15 | 15 | 15 | 15 | 15 | - | - | - | - |
| All acrylic copolymer | - | - | - | - | - | - | 25 | 25 | 25 | - |
| 100% acrylic emulsion | - | - | - | - | - | - | - | - | - | 25 |
| Others: | | | | | | | | | | |
| 5% polyacrylic acid | 30 | 30 | 30 | 30 | 30 | 30 | 30 | 30 | 30 | 30 |
| Distilled water | 25 | 15 | 15 | 15 | 15 | 15 | 20 | 15 | 10 | 10 |

ขั้นตอนการเตรียมสารเคลือบผิวจากสูตรที่ได้ดัดแปรและพัฒนามีดังนี้

1. ละลายแหล่งกรดด้วยน้ำกลั่นในบีกเกอร์แล้วกวนให้ละลายโดยใช้แท่งแก้ว ได้ของเหลวใส

2. เติมสารยึดลงไป แล้วกวนให้เป็นเนื้อเดียวกัน ได้ของเหลวสีขาวขุ่น

3. เติมกรดพอลิอะคริลิกลงไป ได้ของเหลวสีขาวขุ่นที่มีความหนืดมากขึ้น

4. เติมสารฟูและแหล่งคาร์บอน จากนั้นกวนให้เป็นเนื้อเดียวกัน

### 3.5.4 การเคลือบผิวชิ้นทดสอบ

(1) นำสารเคลือบผิวที่เตรียมได้มาเคลือบบนผ้าฝ้ายทดสอบด้วยเครื่องลากฟิล์ม โดยเคลือบ 2 ชั้นและควบคุมให้มีความหนา 30 ไมโครเมตร

(2) นำผ้าฝ้ายทดสอบที่ผ่านการเคลือบผิวแล้วอบแห้งที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 3 นาที แล้วนำไปอบผนึกด้วยความร้อนแห้งที่อุณหภูมิ 120 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 3 นาที จากนั้นนำมาเข้าตู้ดูดความชื้นเป็นเวลาอย่างน้อย 24 ชั่วโมง

(3) ซักล้างผ้าฝ้ายทดสอบที่ผ่านการเคลือบด้วยสารละลายของสารซักฟอกชนิดไม่มีประจุโดยใช้อัตราส่วน L:R คือ 1:50 ที่อุณหภูมิ 50 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 30 นาที หลังจากนั้นล้างด้วยน้ำที่ไหลผ่านตลอดเวลาเป็นเวลา 10 นาที (ทดลองตามมาตรฐานผลิตภัณฑ์อุตสาหกรรม มอก. 121 เล่มที่ 3-2518)

(4) นำผ้าฝ้ายทดสอบที่ผ่านการซักมาตากให้แห้ง แล้วนำเข้าตู้ดูดความชื้นเป็นเวลาอย่างน้อย 24 ชั่วโมง

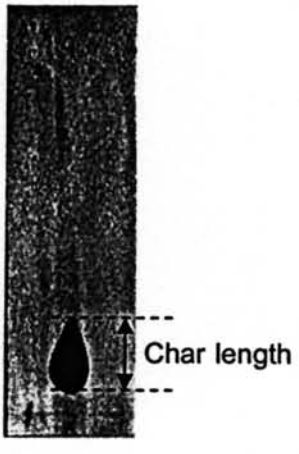
**3.6 การศึกษาพฤติกรรมและอัตราเร็วในการลุกลามของเปลวไฟแนว 45 องศา**

นำผ้าฝ้ายทดสอบทั้งก่อนและหลังผ่านการเคลือบผิวแล้วมาตัดให้มีความกว้าง 5.3 เซนติเมตร และยาว 16 เซนติเมตร ทำการทดสอบด้วยเครื่อง Atlas 45° Automatic Flammability Tester ตามมาตรฐาน ASTM D1230 ใช้เวลาในการจุดไฟ (ignition time) นาน 5 วินาที บันทึกเวลาที่เปลวไฟลามไปถึงจุด stop cord จากนั้นนำผลที่ได้ไปคำนวณหาอัตราเร็วในการลุกลามของเปลวไฟ (flame spread rate, FR) โดยใช้สูตร

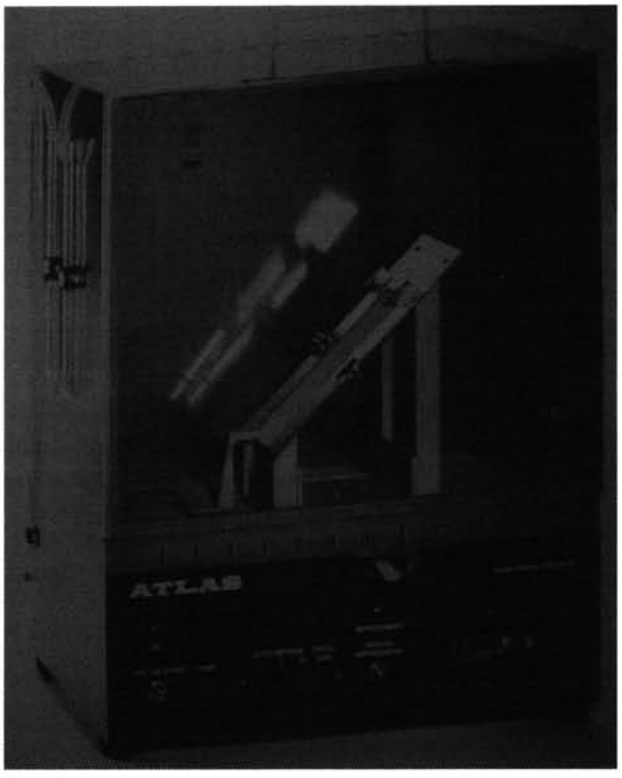
$$\text{อัตราเร็วในการลุกลามของเปลวไฟ (ซม.ต่อวินาที)} = \frac{\text{ระยะทางในการเคลื่อนที่ของเปลวไฟ(ซม.)}}{\text{เวลาที่เปลวไฟใช้ในการลุกลาม(วินาที)}}$$

ภาวะในการศึกษาพฤติกรรมและอัตราเร็วในการลุกลามของเปลวไฟที่อุณหภูมิ 30 ± 2 องศาเซลเซียส และความความชื้นสัมพัทธ์ (% humidity) ที่ 54 ± 4%

หลังจากเปลวไฟดับแล้ว ทำการวัดความยาวของชาร์ (char length) ตั้งแต่ขอบล่างสุดของตำแหน่งจุดไฟถึงขอบบนสุดของตำแหน่งที่เกิดชาร์ดังรูปที่ 3.4 ซึ่งชาร์ที่ยาว แสดงว่าเมื่อนำแหล่งต้นไฟออก เปลวไฟดับได้ช้าและยังคงลุกลามต่อไปอย่างต่อเนื่อง ในขณะที่ชาร์สั้นแสดงว่าเมื่อนำแหล่งต้นไฟออก เปลวไฟดับได้เร็วหรือดับทันที ดังนั้นชาร์ยิ่งสั้น เปลวไฟยิ่งดับได้เร็วขึ้น แสดงว่าผ้าฝ้ายยิ่งมีสมบัติหน่วงไฟที่ดีขึ้น



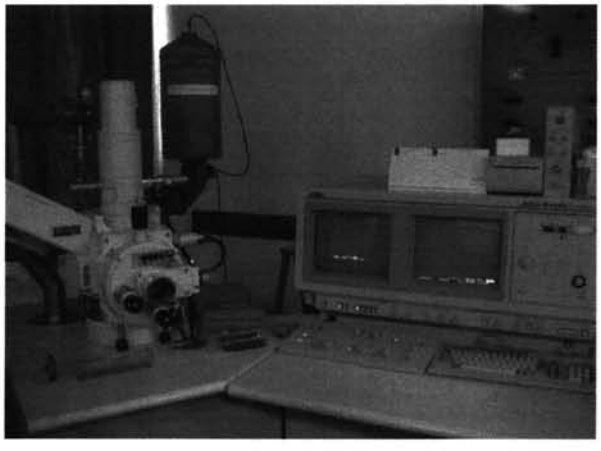

รูปที่ 3.4 การวัดความยาวชาร์




**รูปที่** 3.5 เครื่อง 45° Automatic Flammability Tester

## 3.7 การศึกษาลักษณะทางสัณฐานวิทยา

การศึกษาลักษณะทางสัณฐานวิทยา โดยการตรวจสอบลักษณะพื้นผิวของผ้าฝ้ายที่ผ่านและไม่ผ่านการเคลือบด้วยสารเคลือบผิวอินทูเมสเซนต์ทั้งก่อนและหลังการซัก โดยใช้กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดของ JEOL รุ่น JSM-6400 ที่ศักย์ไฟฟ้า 15 กิโลโวลต์



**รูปที่** 3.6 กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดของ JEOL รุ่น JSM-6400

### 3.8 การวิเคราะห์สมบัติทางความร้อนโดยใช้เทคนิค TGA

การวิเคราะห์สมบัติทางความร้อนด้วยเทคนิค TGA เป็นการศึกษาเสถียรภาพทางความร้อนของผ้าโดยการเปลี่ยนแปลงของมวล และอุณหภูมิในการสลายตัวของชิ้นทดสอบด้วยเครื่อง TGA ของ Mettler Toledo รุ่น TGA/SDTA 851 โดยนำชิ้นผ้าตัวอย่างที่มีน้ำหนักประมาณ 3-5 มิลลิกรัม บรรจุลงในภาชนะที่ทำจากอะลูมินาแล้วนำไปทดสอบในช่วงอุณหภูมิ 50-1000 องศาเซลเซียส โดยใช้อัตราการให้ความร้อน (heating rate) 20 องศาเซลเซียสต่อนาที ภายใต้บรรยากาศไนโตรเจนที่ไหลด้วยอัตราเร็ว (gas flow rate) 20 มิลลิลิตรต่อนาที

**รูปที่** 3.7 เครื่อง TGA ของ Mettler Toledo รุ่น TGA/SDTA 851

### 3.9 การศึกษาการเปลี่ยนแปลงของสีของผ้าฝ้ายเมื่อผ่านการเคลือบผิว

ศึกษาการเปลี่ยนแปลงของสีของผ้าฝ้ายที่ผ่านการเคลือบผิวด้วยสารเคลือบผิวอินทูเมสเซนต์ด้วยเครื่องสเปกโตรโฟโตมิเตอร์ของ Macbeth Color-Eye 7000 ตามมาตรฐาน ASTM E313-00 โดยนำผ้าทดสอบมาพับ 1 ทบ แล้วนำไปวัดความขาว 4 ตำแหน่ง ทำการทดสอบโดยใช้ผ้าทดสอบ 2 ผืน นำค่าความขาวที่ได้มาหาค่าเฉลี่ย

**รูปที่** 3.8 เครื่องวัดสีของ Macbeth Color-Eye 7000