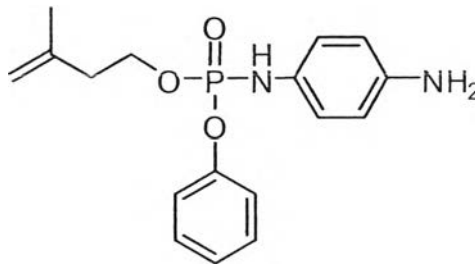


บทที่ 4

ผลการทดลองและอภิปรายผลการทดลอง

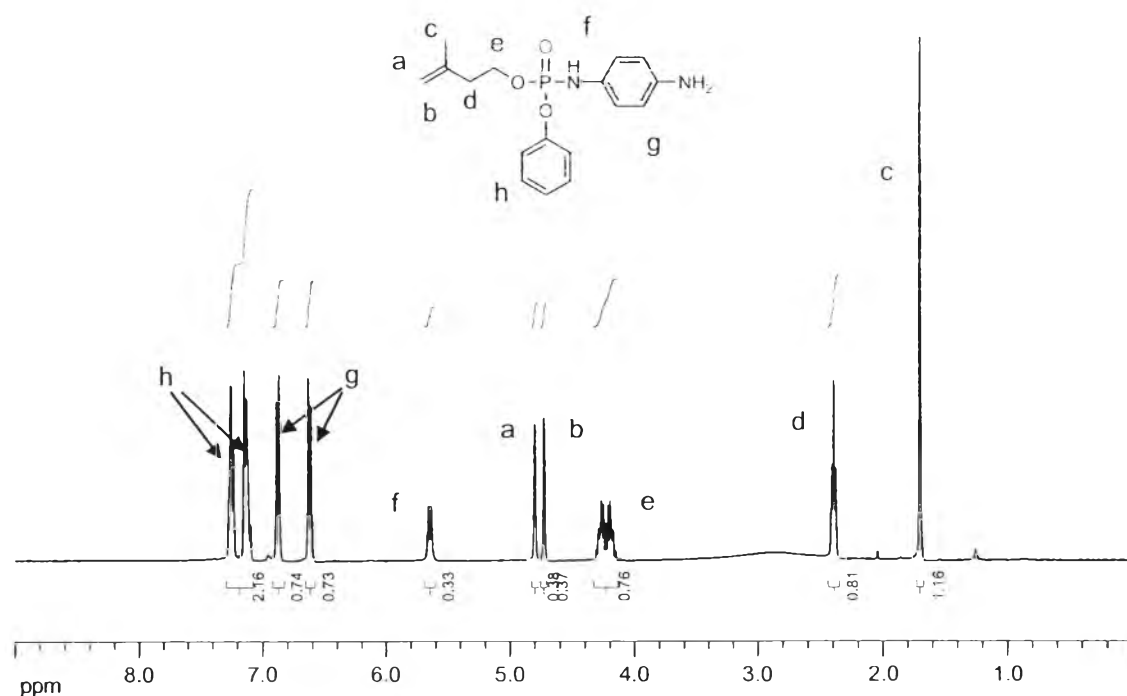
ในงานวิจัยนี้ได้แบ่งผลการทดลองออกเป็น 3 ส่วนหลัก ในส่วนแรกจะเป็นผลของการสังเคราะห์และทดสอบเอกลักษณ์เพื่อยืนยันโครงสร้างทางเคมีของสารหน่วงไฟที่มีฟอสฟอรัสและไนโตรเจนเป็นองค์ประกอบ คือ 3-เมทิล-3-บิวทีนิลฟีนิล-4-อะมิโนฟีนิลฟอสโฟรามิเดต (MPAP) ส่วนที่ 2 เป็นผลของการกราฟต์สารหน่วงไฟที่สังเคราะห์ได้ลงบนผ้าฝ้ายโดยการเหนี่ยวนำด้วยอาร์กอนพลาสมา และสุดท้ายคือผลของการพิสูจน์เอกลักษณ์เพื่อยืนยันการกราฟต์ติดของสารหน่วงไฟบนพื้นผิวของผ้าฝ้าย รวมไปถึงการทดสอบสมบัติเชิงกลและสมบัติทางความร้อนของผ้าฝ้ายที่ผ่านการกราฟต์ด้วยสารหน่วงไฟแล้ว



ภาพที่ 4. 1 โครงสร้างทางเคมีของ 3-เมทิล-3-บิวทีนิลฟีนิล-4-อะมิโนฟีนิลฟอสโฟรามิเดต (MPAP)

4.1 การสังเคราะห์และทดสอบเอกลักษณ์เพื่อยืนยันโครงสร้างทางเคมีของสารหน่วงไฟ MPAP

MPAP สังเคราะห์ได้จากการทำปฏิกิริยาของฟีนิลไดคลอโรฟอสเฟตกับ 3-เมทิล-3-บิวทีนอลและพาราฟีนิลลีนไดอะมีนในเตตระไฮโดรฟูแรน ที่อุณหภูมิ 0 องศาเซลเซียส หลังจากผ่านการทำให้บริสุทธิ์แล้วจะได้ผลิตภัณฑ์เป็นของแข็งสีเหลืองส้มและถูกนำไปวิเคราะห์เพื่อพิสูจน์ทราบโครงสร้างทางเคมีของ MPAP ด้วยเทคนิค ^1H NMR spectroscopy สเปกตรัมจากเทคนิค ^1H NMR แสดงดังใน ภาพที่ 4.2 ซึ่งเห็นได้ว่าการปรากฏของพีคของโปรตอนที่ตำแหน่งต่างๆ ดังนี้ $\delta 7.38\text{-}6.72$ ppm (m, 9H, aromatic protons) โดยที่ $\delta 7.38\text{-}7.34$ ppm เป็นโปรตอนของอะโรมาติกใน P-O-Ph และที่ $\delta 7.00\text{-}6.72$ ppm เป็นโปรตอนของอะโรมาติกใน -Ph-NH₂, $\delta 5.77$ ppm (d, J=10.0 Hz, 1H, -NH-), $\delta 4.75$ ppm (trans) (s, 1H, CH₂=C(CH₃-) และ 4.65 ppm (cis) (s, 1H, CH₂=C(CH₃-), $\delta 4.3\text{-}4.1$ ppm (m, 2H, -CH₂-O), $\delta 2.35$ ppm (t, J=6.8 Hz, 2H, -CH₂-) และ $\delta 1.67$ ppm (s, 3H, CH₃-)

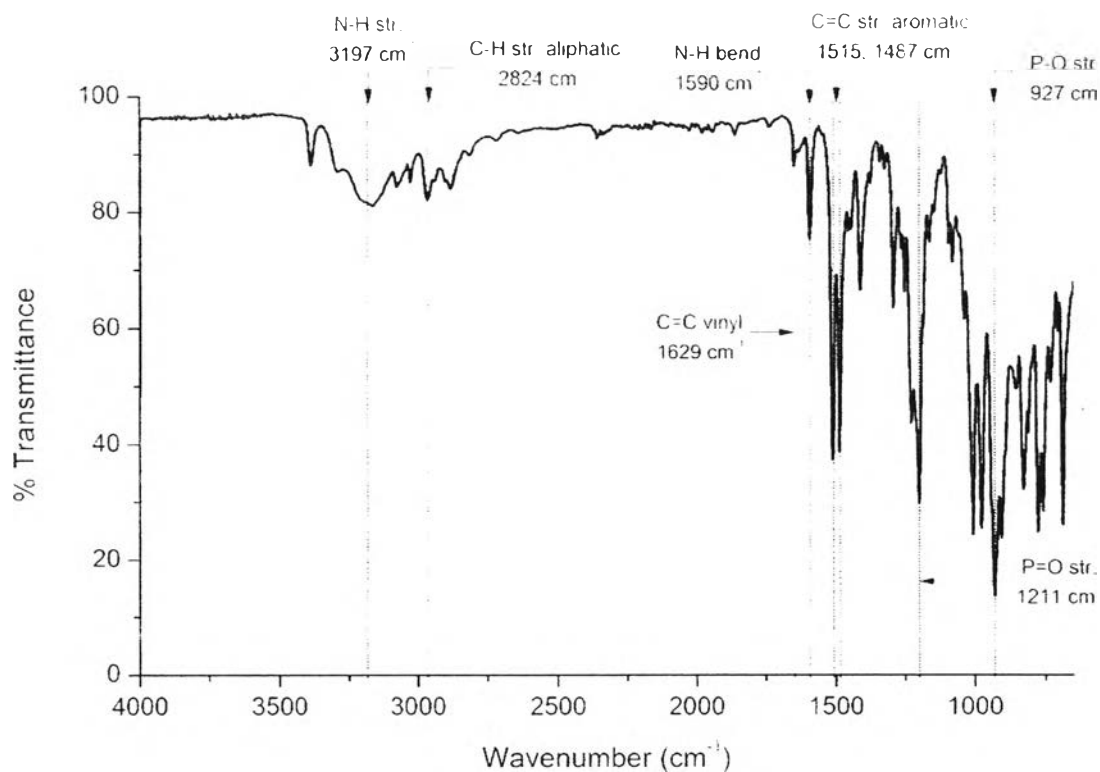


ภาพที่ 4. 2 สเปกตรัมจากเทคนิค ¹H NMR ของสารหน่วงไฟ MPAP

นอกจากนี้ยังได้มีการยืนยันโครงสร้างทางเคมีของ MPAP ด้วยการวิเคราะห์หาหมู่ฟังก์ชัน โดยใช้เทคนิคแอตเทนนูเอตีดโทที่ลรีเฟลกชันฟูเรียร์ทรานส์ฟอร์มอินฟราเรดสเปกโทรสโกปี (ATR-FTIR) สเปกตรัมที่ได้ถูกแสดงใน ภาพที่ 4.3 ซึ่งจะพบการดูดกลืนรังสีอินฟราเรดในช่วงเลขคลื่นที่ 3500 ถึง 3100 cm^{-1} แสดงถึงการสั่นแบบ stretching ของพันธะ N-H ในขณะที่การสั่นแบบ bending ของพันธะ N-H นั้นเกิดการดูดกลืนที่เลขคลื่น 1590 cm^{-1} ส่วนการสั่นแบบ stretching ของพันธะ C=C ของหมู่ไวนิล (vinyl) เกิดการดูดกลืนที่เลขคลื่น 1629 cm^{-1} และการสั่นแบบ stretching ของพันธะ C=C ของอะโรมาติกเกิดการดูดกลืนที่เลขคลื่น 1515 และ 1487 cm^{-1} สุดท้ายเป็นการสั่นแบบ stretching ของพันธะ P=O และ P-O ซึ่งจะเกิดการดูดกลืนที่เลขคลื่น 1211 และ 927 cm^{-1} ตามลำดับ ผลการวิเคราะห์ที่ได้จากเทคนิคทั้งสองที่ได้กล่าวมาในข้างต้นทำให้สามารถยืนยันได้ว่าสิ่งที่ได้จากการสังเคราะห์เป็นมอนอเมอร์ของสารหน่วงไฟ MPAP ที่เราต้องการ

4.2 การปรับปรุงสมบัติการหน่วงไฟของผ้าฝ้ายโดยการเหนี่ยวนำให้เกิดปฏิกิริยาการกราฟต์ของสารหน่วงไฟลงบนพื้นผิวของผ้าฝ้าย

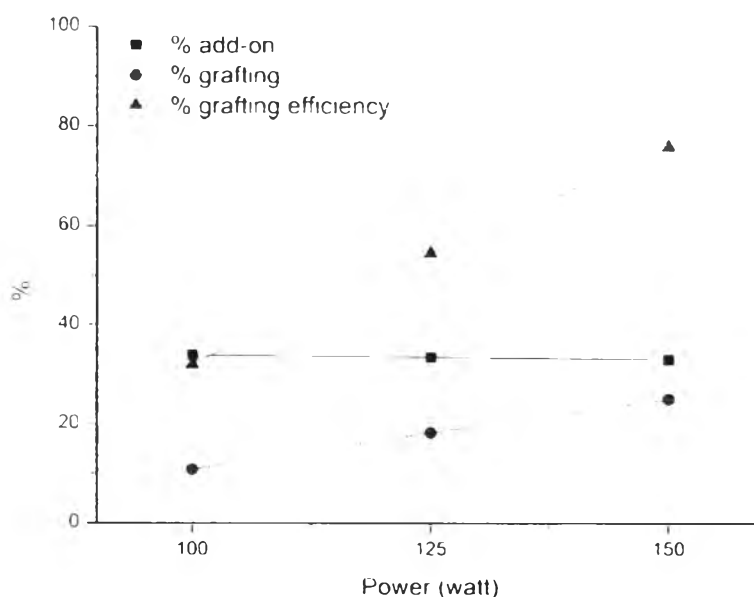
ได้กราฟต์มอนอเมอร์ของสารหน่วงไฟ MPAP ที่สังเคราะห์ลงบนผ้าฝ้ายตามขั้นตอนที่กล่าวไปในหัวข้อที่ 3.3.2 โดยมีการปรับเปลี่ยนค่ากำลังวัตต์ของเครื่องกำเนิดสัญญาณความถี่คลื่นวิทยุ (RF power) เวลาที่ใช้ในการอาบพลาสมาและปริมาณความเข้มข้นของมอนอเมอร์สารหน่วงไฟเพื่อหาสภาวะที่เหมาะสมที่ใช้ในกระบวนการอาบพลาสมา



ภาพที่ 4. 3 สเปกตรัมจากเทคนิค ATR-IR ของสารหนองไฟ MPAP

4.2.1 ผลของการปรับเปลี่ยนค่ากำลังวัตต์ของเครื่องกำเนิดสัญญาณความถี่คลื่นวิทยุ (RF power) ที่มีผลต่อปริมาณสารหนองไฟที่กราฟต์ติดลงบนผ้าฝ้าย

เนื่องจากกำลังวัตต์ของเครื่องกำเนิดสัญญาณความถี่คลื่นวิทยุที่ใช้ในกระบวนการอบพลาสมานั้นถือเป็นปัจจัยที่มีผลอย่างมากต่อปริมาณของสารหนองไฟที่กราฟต์ติดลงบนผ้าฝ้าย ดังนั้นจึงเป็นปัจจัยแรกที่ใช้ในการศึกษาหาสภาวะที่เหมาะสม โดยจะใช้ผ้าฝ้ายจุ่มแช่ในสารละลายอะซีโตนที่มีมอนอเมอร์ความเข้มข้น 300 g/L สารเริ่มต้นปฏิกิริยาด้วยแสงในปริมาณร้อยละ 5 โดยน้ำหนัก (w/w) และสารเชื่อมขวางในปริมาณร้อยละ 20 โดยน้ำหนัก (w/w) จากนั้นจึงนำเอาผ้าฝ้ายที่ผ่านการจุ่มแช่และทำให้แห้งแล้วไปเข้าสู่กระบวนการอบพลาสมาที่มีการปรับเปลี่ยนค่ากำลังวัตต์ที่ใช้เป็น 100, 125 และ 150 วัตต์ โดยควบคุมสภาวะอื่นให้คงที่ (ความดันเป็น 0.5 ทอร์ และระยะเวลาที่ใช้ในกระบวนการอบพลาสมาเป็น 15 นาที) เนื่องจากเหตุผลที่ว่า การเพิ่มค่ากำลังวัตต์เป็นการเพิ่มพลังงานที่ใช้ในการแตกตัวของอนุภาคแก๊สอาร์กอนให้มากขึ้นจึงทำให้ความหนาแน่นของอาร์กอนที่อยู่ในสภาวะที่ถูกกระตุ้นมีความหนาแน่นสูงขึ้น [29, 39] ซึ่งเป็นการเพิ่มโอกาสให้เกิดการเหนี่ยวนำและนำไปสู่ปฏิกิริยากราฟต์ของสารหนองไฟลงบนพื้นผิวของผ้าฝ้ายให้มากขึ้นตามไปด้วย ผลที่ได้เป็นไปตาม ภาพที่ 4.4



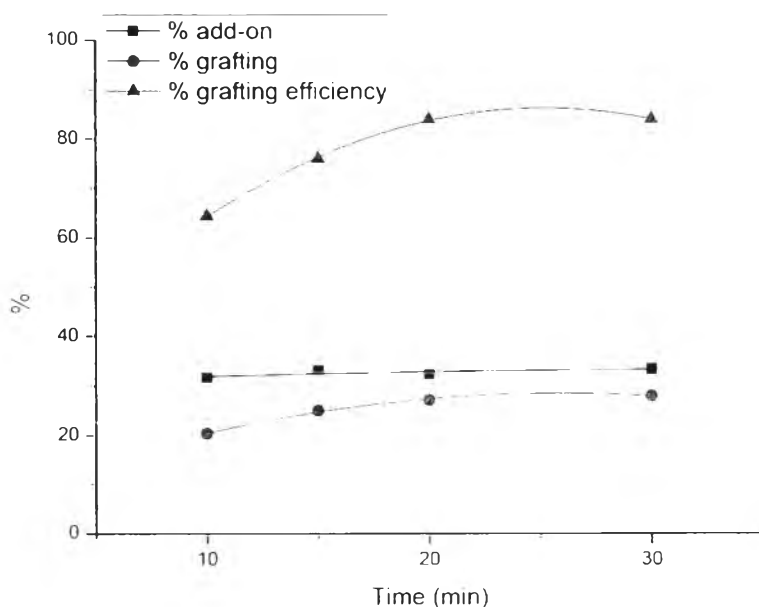
ภาพที่ 4. 4 ปริมาณของสารหน่วงไฟที่กราฟต์ติดลงบนผ้าฝ้ายโดยใช้กำลังวัตต์ที่ 100-150 วัตต์ (ความดันเป็น 0.5 ทอร์ และระยะเวลาที่ใช้ในกระบวนการอบพลาสติกเป็น 15 นาที)

จาก ภาพที่ 4.4 เมื่อจำกัดให้น้ำหนักที่เพิ่มขึ้นของผ้าฝ้ายหลังจากกระบวนการอบพลาสติก (% add-on) ให้มีค่าประมาณ 30 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก จะเห็นได้ว่าการเพิ่มค่ากำลังวัตต์ที่ใช้ในกระบวนการอบพลาสติกนั้นจะส่งผลอย่างมากต่อปริมาณสารหน่วงไฟที่กราฟต์ติดบนพื้นผิวของผ้าฝ้าย (% grafting) ดังเช่น การใช้กำลังวัตต์ที่ 150 วัตต์นั้นจะให้ปริมาณของสารหน่วงไฟที่กราฟต์ติดสูงที่สุดอยู่ที่ประมาณ 26 เปอร์เซ็นต์ และได้ประสิทธิภาพในการกราฟต์ติดของสารหน่วงไฟ (% grafting efficiency) สูงที่สุดอีกด้วย ในขณะที่การใช้กำลังวัตต์ที่ 125 และ 100 วัตต์นั้นจะมีปริมาณของสารหน่วงไฟที่กราฟต์ติดลดลงตามลำดับ นอกจากนี้ยังได้มีการทดลองปรับเปลี่ยนค่ากำลังวัตต์ให้สูงมากขึ้นจนถึง 200 วัตต์ ซึ่งผลที่ได้นั้นทำให้ผ้าฝ้ายเกิดการไหม้ขึ้นบริเวณมุมทั้งสี่ของชิ้นตัวอย่างทั้งนี้เนื่องจากสภาวะที่ใช้มีความรุนแรงและมีพลังงานสูงมากเกินไป ดังนั้นกำลังวัตต์ที่เหมาะสมต่อกระบวนการอบพลาสติกจึงเป็นที่ 150 วัตต์

4.2.2 ผลของการปรับเปลี่ยนระยะเวลาที่ใช้ในกระบวนการอบพลาสติกที่มีผลต่อปริมาณสารหน่วงไฟที่กราฟต์ติดลงบนผ้าฝ้าย

ปัจจัยต่อมาที่ส่งผลต่อปริมาณของสารหน่วงไฟที่กราฟต์ติดลงบนผ้าฝ้ายก็คือระยะเวลาที่ใช้ในกระบวนการอบพลาสติก เนื่องจากระยะเวลาที่ใช้ในกระบวนการอบพลาสติกที่เพิ่มมากขึ้นจะส่งผลให้โอกาสในการแลกเปลี่ยนพลังงานของอาร์กอนพลาสติกมีค่าสูงขึ้นตามไปด้วย [29] โดยการศึกษาผลของการปรับเปลี่ยนระยะเวลาที่ใช้ในกระบวนการอบพลาสติกนั้นจะใช้ผ้าฝ้ายจุ่มแช่ในสารละลายมอโนเมอร์ความเข้มข้น 300 g/L ในอะซีโตน ที่มีสารเริ่มต้นปฏิกิริยาด้วยแสงใน

ปริมาณร้อยละ 5 โดยน้ำหนัก (w/w) และสารเชื่อมขวางในปริมาณร้อยละ 20 โดยน้ำหนัก (w/w) จากนั้นจึงนำเอาผ้าฝ้ายที่ผ่านการจุ่มแช่แล้วไปเข้าสู่กระบวนการอบพลาสติกที่มีการปรับเปลี่ยนระยะเวลาที่ใช้ในกระบวนการอบพลาสติกเป็น 10, 15, 20 และ 30 นาที และควบคุมสภาวะอื่นให้คงที่ (ความดัน 0.5 ทอร์ และกำลังวัตต์ที่ใช้ในกระบวนการอบพลาสติกเป็น 150 วัตต์) ผลที่ได้เป็นไปตาม ภาพที่ 4.5

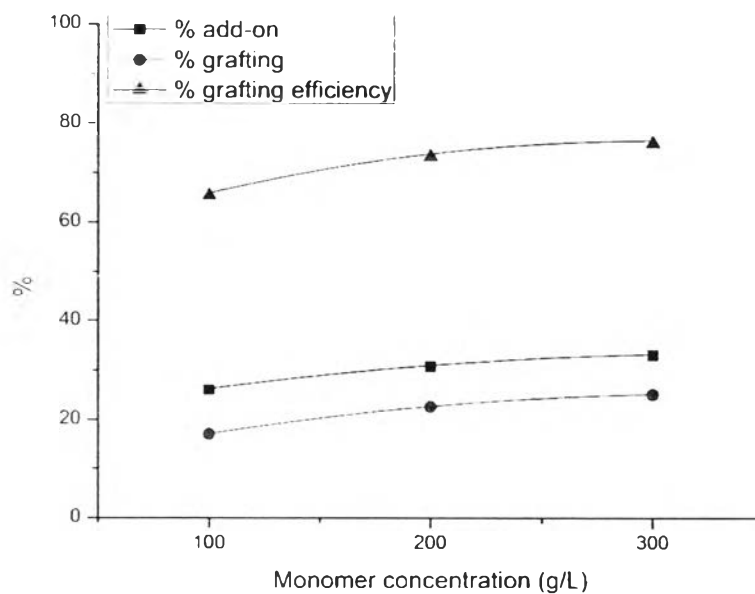


ภาพที่ 4. 5 ปริมาณของสารหน่วงไฟที่กราฟต์ติดลงบนผ้าฝ้ายโดยใช้ระยะเวลาในการอบพลาสติกเป็น 10-30 นาที (ความดันเป็น 0.5 ทอร์ และกำลังวัตต์ที่ใช้เป็น 150 วัตต์)

ซึ่งจะเห็นได้ว่าการเพิ่มระยะเวลาที่ใช้ในกระบวนการอบพลาสติกจะส่งผล ทำให้ปริมาณของสารหน่วงไฟที่กราฟต์ติดรวมไปถึงประสิทธิภาพในการกราฟต์ติดของสารหน่วงไฟมีค่าเพิ่มขึ้นในช่วงแรก (จาก 10 นาที ไปจนกระทั่ง 20 นาที) ซึ่งเหตุผลก็เป็นไปตามที่ได้กล่าวไปก่อนหน้านี้แล้ว นั่นก็คือระยะเวลาที่ใช้ในกระบวนการอบพลาสติกที่เพิ่มมากขึ้นจะส่งผลให้โอกาสในการแลกเปลี่ยนพลังงานของอาร์กอนพลาสติกมีค่าสูงขึ้น และเมื่อได้ลองเพิ่มเวลาที่ใช้ในการอบพลาสติกให้มากขึ้นเป็น 30 นาทีนั้นปริมาณของสารหน่วงไฟที่กราฟต์ติดมีแนวโน้มที่คงที่ น่าจะมาจากปริมาณของสารหน่วงไฟนั้นถูกกราฟต์ลงไปจนเต็มพื้นผิวของผ้าฝ้ายแล้วการเพิ่มระยะเวลาที่ใช้ในกระบวนการอบพลาสติกให้สูงขึ้นจึงไม่ช่วยให้ปริมาณของสารหน่วงไฟที่กราฟต์ติดมีค่าสูงขึ้น และแม้ว่าระยะเวลาที่ใช้ในกระบวนการอบพลาสติกที่ 20 นาที จะให้ปริมาณของสารหน่วงไฟที่กราฟต์ติดบนผ้าฝ้ายในปริมาณสูง แต่มีข้อจำกัดคือทำให้ชิ้นตัวอย่างเกิดเป็นสีน้ำตาลเข้มเพราะยังใช้ระยะเวลาในกระบวนการอบพลาสติกนานขึ้นจะยังเป็นการสะสมความร้อนที่เกิดขึ้นในปฏิกิริยาและทำให้ชิ้นงานเกิดความเสียหายได้ ดังนั้นระยะเวลาที่ใช้ในกระบวนการอบพลาสติกที่เหมาะสมจึงเป็น 15 นาที

4.2.3 ผลของการปรับเปลี่ยนความเข้มข้นของสารละลายมอนอเมอร์สารหน่วงไฟที่มีผลต่อปริมาณสารหน่วงไฟที่กราฟต์ติดลงบนผ้าฝ้าย

นอกจากนี้ยังได้ศึกษาถึงผลของการปรับเปลี่ยนความเข้มข้นมอนอเมอร์สารหน่วงไฟต่อปริมาณของสารหน่วงไฟที่กราฟต์ติดลงบนผ้าฝ้าย โดยมีการปรับเปลี่ยนความเข้มข้นที่ใช้เป็น 100, 200 และ 300 g/L และควบคุมสภาวะที่ใช้ในกระบวนการอบพลาสติกมาให้คงที่ (ความดัน 0.5 ทอร์ กำลังวัตต์ที่ใช้ในกระบวนการอบพลาสติกมาเป็น 150 วัตต์และระยะเวลาที่ใช้ในกระบวนการอบพลาสติกมาเป็น 15 นาที) ผลที่ได้เป็นไปตาม ภาพที่ 4.6



ภาพที่ 4. 6 ปริมาณของสารหน่วงไฟที่กราฟต์ติดลงบนผ้าฝ้ายโดยใช้ความเข้มข้นของมอนอเมอร์สารหน่วงไฟเป็น 100-300 g/L (ความดันเป็น 0.5 ทอร์ กำลังวัตต์ที่ใช้เป็น 150 วัตต์ และระยะเวลาที่ใช้ในกระบวนการอบพลาสติกเป็น 15 นาที)

ซึ่งจะเห็นได้ว่าการเพิ่มความเข้มข้นของมอนอเมอร์สารหน่วงไฟให้มากขึ้นจะส่งผลทำให้ปริมาณของสารหน่วงไฟที่กราฟต์ติดรวมไปถึงประสิทธิภาพในการกราฟต์ติดของสารหน่วงไฟมีค่าเพิ่มขึ้นเช่นกัน ทั้งนี้ก็เนื่องมาจากการเพิ่มความเข้มข้นของมอนอเมอร์สารหน่วงไฟให้มากขึ้นเป็นการเพิ่มจำนวนและโอกาสในการกราฟต์ติดบนพื้นผิวของผ้าฝ้ายให้สูงขึ้นตามไปด้วย โดยการใช้ความเข้มข้นของสารหน่วงไฟเป็น 300 g/L นั้น จะให้ปริมาณของสารหน่วงไฟที่กราฟต์ติดสูงที่สุด

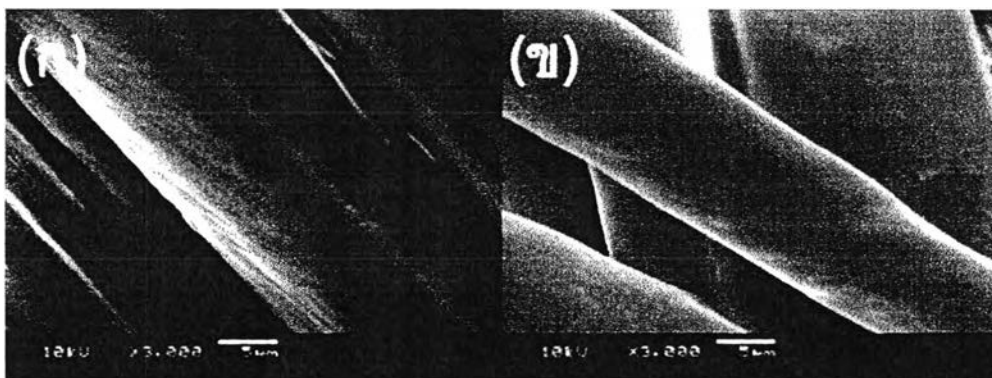
4.3 การพิสูจน์เอกลักษณ์และการทดสอบสมบัติทางกายภาพและสมบัติทางความร้อนของผ้าฝ้าย ที่ผ่านการกราฟต์ด้วยมอนอเมอร์ของสารหน่วงไฟ

หลังจากได้สภาวะที่ใช้ในกระบวนการอบพลาสติกที่เหมาะสมแล้ว (ความดัน 0.5 ทอร์ กำลังวัตต์ที่ใช้เป็น 150 วัตต์ และระยะเวลาที่ใช้ในกระบวนการอบพลาสติกเป็น 15 นาที) ผ้าฝ้าย ที่ผ่านการกราฟต์ด้วยสารหน่วงไฟจะถูกนำไปพิสูจน์เอกลักษณ์เพื่อยืนยันการกราฟต์ติดของ สารหน่วงไฟบนพื้นผิวของผ้าฝ้าย รวมไปถึงศึกษาสมบัติเชิงกลและสมบัติทางความร้อนของผ้าฝ้ายที่ ผ่านการกราฟต์ด้วยสารหน่วงไฟที่ความเข้มข้น 100 ,200 และ 300 กรัม/ลิตร

4.3.1 การพิสูจน์เอกลักษณ์เพื่อยืนยันการกราฟต์ติดของสารหน่วงไฟบนพื้นผิวของผ้า ฝ้าย

4.3.1.1 การตรวจสอบสัณฐานวิทยา

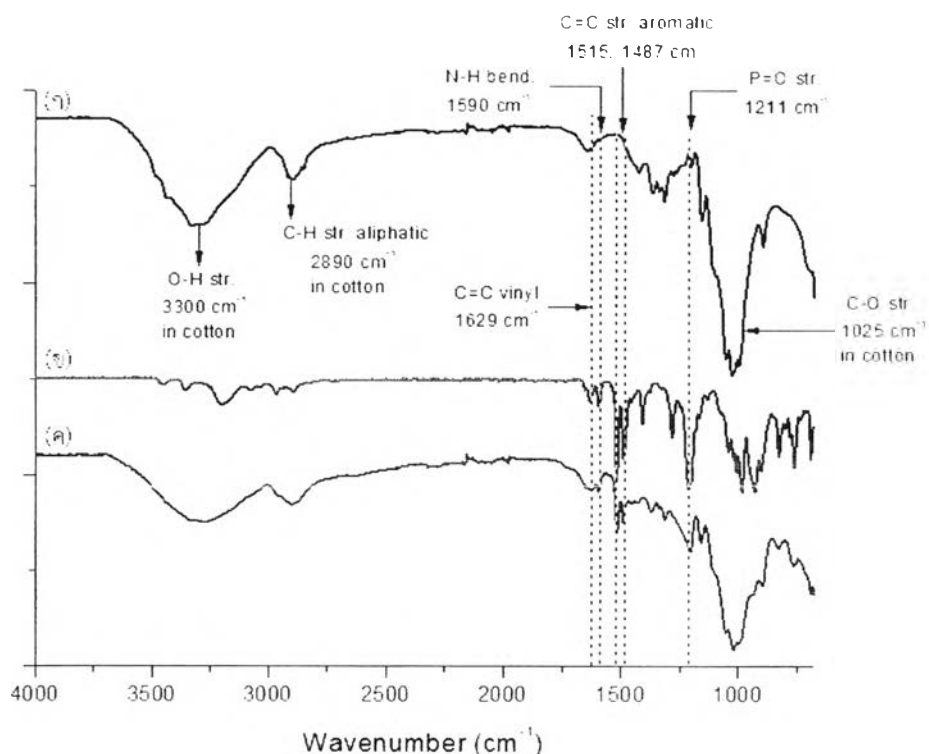
พื้นผิวของผ้าฝ้ายที่ผ่านการกราฟต์ด้วยสารหน่วงไฟจะถูกนำไปเทียบกับพื้นผิว ของผ้าฝ้ายเปล่าเพื่อดูลักษณะของสัณฐานวิทยาที่เปลี่ยนแปลงไปหลังจากผ่านการกราฟต์ด้วย สารหน่วงไฟ โดยใช้เทคนิคกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด ดังแสดงใน ภาพที่ 4.7 รูป (ก) แสดงพื้นผิวของผ้าฝ้ายเปล่า ส่วนรูป (ข) แสดงพื้นผิวของผ้าฝ้ายที่ผ่านการกราฟต์ด้วยสารหน่วงไฟ ซึ่งจะเห็นได้ว่าพื้นผิวของผ้าฝ้ายเปล่านั้นมีลักษณะเป็นร่องตามแนวยาวของเส้นใย ซึ่งถือเป็นลักษณะ เฉพาะตัวของเส้นใยฝ้าย ในขณะที่พื้นผิวของผ้าฝ้ายที่ผ่านการกราฟต์ด้วยสารหน่วงไฟเส้นใยมี ลักษณะที่เป็นผิวเรียบไม่มีร่องตามแนวยาวของเส้นใยคล้ายกับมีพอลิเมอร์มาปกคลุมพื้นผิวของเส้นใย เอาไว้ เป็นการยืนยันว่าการใช้พลาสติกอาร์กอนเป็นตัวเหนี่ยวนำสามารถทำให้เกิดการกราฟต์ติดของ สารหน่วงไฟลงบนพื้นผิวของผ้าฝ้ายได้



ภาพที่ 4. 7 ภาพถ่ายจากเทคนิคกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (ก) แสดงพื้นผิวของผ้า ฝ้ายเปล่าและ (ข) แสดงพื้นผิวของผ้าฝ้ายที่ผ่านการกราฟต์ด้วยสารหน่วงไฟ

4.3.1.2 การวิเคราะห์หมู่ฟังก์ชัน

สเปกตรัมที่ได้จากเทคนิคแอมพริบิโอสโคปีสามารถแสดงให้เห็นถึงความแตกต่างที่เกิดขึ้นของผ้าฝ้ายหลังจากผ่านการกราฟต์ด้วยสารหน่วงไฟแล้ว ดังแสดงใน ภาพที่ 4.8



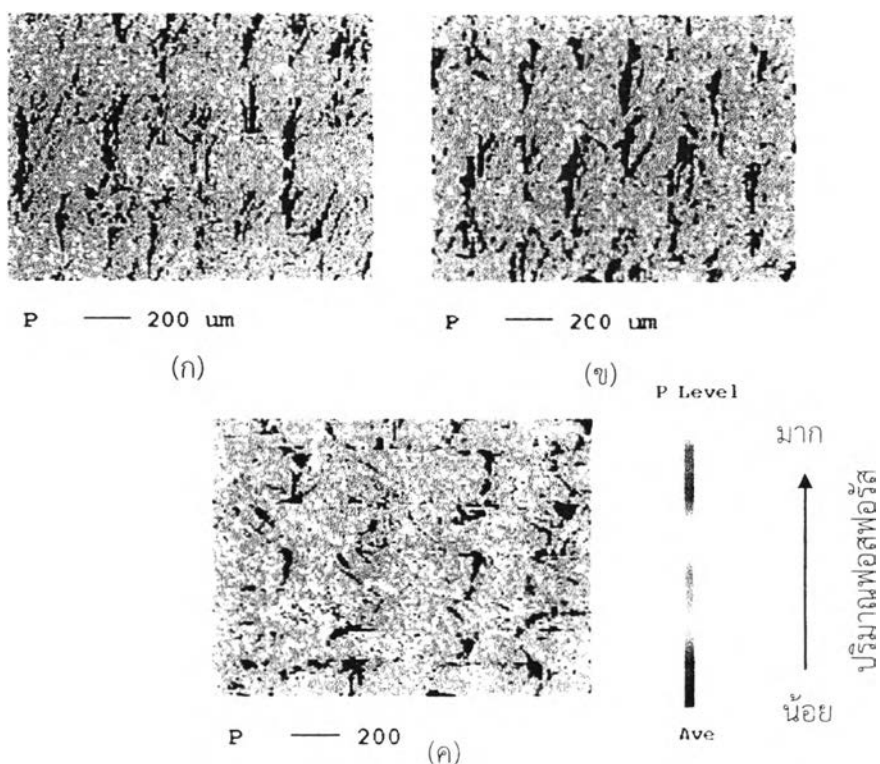
ภาพที่ 4. 8 อินฟราเรดสเปกตรัม (ก) แสดงหมู่ฟังก์ชันที่พบในผ้าฝ้ายเปล่า (ข) แสดงหมู่ฟังก์ชันที่พบในมอนอเมอร์หน่วงไฟ MPAP และ (ค) แสดงหมู่ฟังก์ชันที่พบในผ้าฝ้ายที่ผ่านการกราฟต์ด้วยสารหน่วงไฟ

จาก ภาพที่ 4.8 ในสเปกตรัม (ก) ที่แสดงหมู่ฟังก์ชันที่พบในผ้าฝ้ายเปล่าจะพบการดูดกลืนรังสีอินฟราเรดที่เลขคลื่น 3300 cm^{-1} ซึ่งแสดงถึงการสั่นแบบ stretching ของพันธะ O-H ในขณะที่การสั่นแบบ stretching ของพันธะ C-H ของ aliphatic เกิดการดูดกลืนที่เลขคลื่น 2890 cm^{-1} และสุดท้ายเป็นการสั่นแบบ stretching ของพันธะ C-O ที่เกิดการดูดกลืนที่เลขคลื่น 1025 cm^{-1} ซึ่งการดูดกลืนรังสีอินฟราเรดของหมู่ฟังก์ชันที่ได้กล่าวมานั้นสามารถพบได้ในโครงสร้างทางเคมีของเซลลูโลส [40] ในขณะที่อินฟราเรดสเปกตรัม (ค) ที่แสดงหมู่ฟังก์ชันที่พบในผ้าฝ้ายที่ผ่านการกราฟต์ด้วยสารหน่วงไฟ นอกจากจะพบการดูดกลืนรังสีอินฟราเรดของหมู่ฟังก์ชันที่อยู่ในโครงสร้างทางเคมีของเซลลูโลสแล้วยังพบการดูดกลืนรังสีอินฟราเรดของหมู่ฟังก์ชันที่อยู่ในโครงสร้างทางเคมีของสารหน่วงไฟ MPAP ที่อยู่ในสเปกตรัม (ข) เพิ่มขึ้นอีกด้วย โดยจะพบการดูดกลืนที่เลขคลื่น 1590 cm^{-1} ซึ่งแสดงถึงการสั่นแบบ bending ของพันธะ N-H นอกจากนี้ยังพบการสั่นแบบ

stretching ของพันธะ C=C อะโรมาติกโดยมีการดูดกลืนที่เลขคลื่น 1515 และ 1487 cm^{-1} และสุดท้ายพบการดูดกลืนที่เลขคลื่น 1211 cm^{-1} ที่แสดงถึงการสั่นแบบ stretching ของพันธะ P=O ส่วนการดูดกลืนรังสีอินฟราเรดของพันธะ C=C ของหมู่ vinyl นั้น ไม่ปรากฏในสเปกตรัม (ค) ทั้งนี้ก็เนื่องมาจากหมู่ vinyl ได้ถูกใช้ในการเกิดปฏิกิริยาการกราฟต์ของสารหน่วงไฟลงบนพื้นผิวของผ้าฝ้ายแล้ว และจากการที่อินฟราเรดสเปกตรัมของผ้าฝ้ายที่ผ่านการกราฟต์ด้วยสารหน่วงไฟนั้นยังสามารถเห็นการดูดกลืนรังสีอินฟราเรดของหมู่ฟังก์ชันที่อยู่ในโครงสร้างทางเคมีของเซลลูโลสอยู่ ผู้วิจัยจึงคาดว่าพอลิเมอร์ของสารหน่วงไฟที่มาปกคลุมพื้นผิวของผ้าฝ้ายนั้นมีลักษณะเป็นเพียงฟิล์มบางของพอลิเมอร์ที่มาปกคลุมเส้นใยของผ้าฝ้ายเอาไว้เท่านั้น

4.3.1.2 การตรวจสอบปริมาณฟอสฟอรัสที่อยู่บนพื้นผิว

นอกจากนี้ผู้วิจัยยังได้ใช้เทคนิคอิเล็กตรอนโพรบไมโครอนาลิซิสเพื่อตรวจสอบปริมาณฟอสฟอรัสที่อยู่บนพื้นผิวเพื่อช่วยยืนยันการมีอยู่ของสารหน่วงไฟ MPAP ที่กราฟต์อยู่บนพื้นผิวของผ้าฝ้าย ซึ่งสามารถเห็นได้จากแผนภาพการกระจายตัวของอะตอมฟอสฟอรัสบนพื้นผิวของผ้าฝ้ายที่ผ่านการกราฟต์ด้วยสารหน่วงไฟดังใน ภาพที่ 4.9 โดยดูจากสีที่แสดงในแผนภาพ เมื่อสีดำคือไม่มีอะตอมของฟอสฟอรัสอยู่ในบริเวณนั้น ส่วนสีน้ำเงินจะแสดงว่ามีอะตอมของฟอสฟอรัสอยู่ในบริเวณนั้นน้อยมาก และปริมาณอะตอมของฟอสฟอรัสจะเพิ่มมากขึ้นตามแถบสีที่แสดงไว้จนถึงสีชมพู ซึ่งแสดงว่ามีอะตอมของฟอสฟอรัสอยู่ในบริเวณนั้นเป็นจำนวนมาก



ภาพที่ 4.9 แผนภาพการกระจายตัวของอะตอมฟอสฟอรัสบนพื้นผิวของผ้าฝ้ายที่ผ่านการกราฟต์ด้วยสารหน่วงไฟที่ความเข้มข้น (ก) 100 g/L (ข) 200 g/L และ (ค) 300 g/L

ซึ่งผลที่ได้ใน ภาพที่ 4.9 (ก)-(ค) นั้นพบว่ามีการกระจายตัวของอะตอมฟอสฟอรัสบนพื้นผิวของผ้าฝ้ายที่ผ่านการกราฟต์ด้วยสารหน่วงไฟ MPAP และการเพิ่มความเข้มข้นของสารหน่วงไฟยังส่งผลต่อปริมาณของอะตอมฟอสฟอรัสที่กระจายตัวอยู่บนพื้นผิวของผ้าฝ้ายซึ่งจะสังเกตได้จากสีที่แสดงถึงปริมาณอะตอมของฟอสฟอรัสนั้นมีสีเหลืองมากขึ้นเมื่อเพิ่มความเข้มข้นของสารหน่วงไฟให้สูงขึ้น

4.3.2 การทดสอบสมบัติเชิงกลของผ้าฝ้ายที่ผ่านการกราฟต์ด้วยสารหน่วงไฟ

การกราฟต์สารหน่วงไฟลงบนพื้นผิวของผ้าฝ้ายโดยเหนียวนำด้วยพลาสมาของแก๊สอาร์กอนนั้นอาจจะทำให้สมบัติเชิงกลของผ้าฝ้ายมีความแตกต่างไปจากเดิม ค่าความต้านทานต่อแรงดึง (tensile strength) จึงถูกนำมาใช้ในการบ่งบอกถึงผลกระทบของการกราฟต์สารหน่วงไฟลงบนผ้าฝ้าย ผลที่ได้เป็นไปตาม ตารางที่ 4.1 ซึ่งจะเห็นได้ว่าผ้าที่ผ่านการกราฟต์ด้วยสารหน่วงไฟนั้นจะมีค่าความต้านทานต่อแรงดึงลดลงจากเดิม น่าจะมาจากการที่ผ้าฝ้ายผ่านกระบวนการอบพลาสมาแล้วเกิดการกัดพื้นผิว (etching) โดยไอออนของแก๊สอาร์กอนที่ถูกกระตุ้นทำให้เกิดการแตกพันธะของเซลลูโลสที่บริเวณผิวซึ่งจะส่งผลให้ความต้านทานต่อแรงดึงของผ้าลดลง (ลดลงไปประมาณ 20 หน่วย) อย่างไรก็ตามความต้านทานต่อแรงดึงของผ้าก็ไม่ได้ลดลงมากจนส่งผลต่อการใช้งาน และเมื่อเทียบระหว่างผ้าฝ้ายที่ผ่านการกราฟต์ด้วยสารหน่วงไฟด้วยกันจะเห็นได้ว่าเมื่อเพิ่มความเข้มข้นของสารหน่วงไฟให้สูงขึ้นนั้นจะทำให้ค่าความต้านทานต่อแรงดึงมีค่ามากขึ้นตามไปด้วย ทั้งนี้เนื่องจากการเพิ่มความเข้มข้นของสารหน่วงไฟนั้นจะส่งผลต่อปริมาณการกราฟต์ติดบนพื้นผิวของผ้าฝ้ายให้สูงขึ้นและยังเป็นการเพิ่มความขรุขระบนพื้นผิวของเส้นใยซึ่งเป็นผลทำให้มีความเสียดทานเพิ่มตามไปด้วย ดังนั้นความเสียดทานที่เพิ่มขึ้นนี้จึงเป็นเหตุผลสำคัญในการทำให้ค่าความต้านทานต่อแรงดึงเพิ่มสูงขึ้นเมื่อเพิ่มปริมาณความเข้มข้นของสารหน่วงไฟให้สูงขึ้น [40]

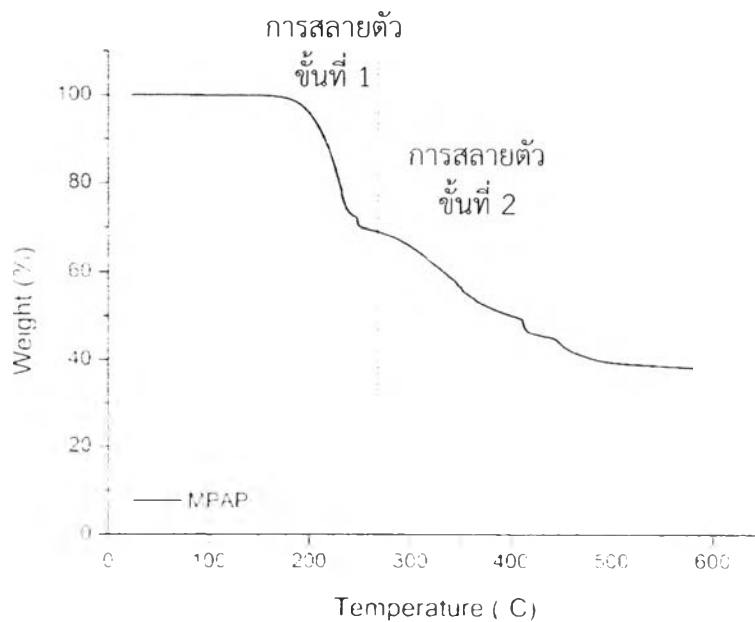
ตารางที่ 4. 1 ความต้านทานต่อแรงดึงที่เปลี่ยนแปลงไปของผ้าฝ้ายที่ผ่านการกราฟต์ด้วยสารหน่วงไฟ MPAP

ตัวอย่าง	ความต้านทานต่อแรงดึง (N)
ผ้าฝ้าย	133.91±2.98
ผ้าฝ้ายที่กราฟต์ MPAP (100g/L)	103.08±6.55
ผ้าฝ้ายที่กราฟต์ MPAP (200g/L)	107.50±11.37
ผ้าฝ้ายที่กราฟต์ MPAP (300g/L)	111.34±0.86

4.3.3 การทดสอบสมบัติทางความร้อนของผ้าฝ้ายหลังผ่านการกราฟต์ด้วยสารหน่วงไฟ

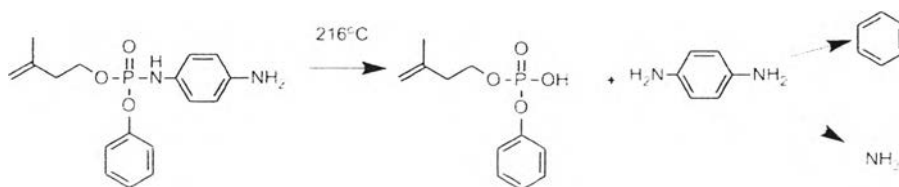
4.3.2.1 การสลายตัวทางความร้อน

พฤติกรรมของการสลายตัวทางความร้อนของ MPAP ซึ่งทำหน้าที่เป็นสารหน่วงไฟ รวมไปถึงพฤติกรรมของการสลายตัวทางความร้อนของผ้าฝ้ายเปล่าและผ้าฝ้ายที่ผ่านการกราฟต์ด้วยสารหน่วงไฟจะถูกศึกษาโดยใช้เทคนิคเทอร์โมกราวิเมตริกอนาลิซิส (TGA) ที่ช่วงอุณหภูมิ 30-600 องศาเซลเซียส และมีอัตราการให้ความร้อนที่ 10 องศาเซลเซียสต่อนาที ภายใต้สภาวะไนโตรเจน ภาพที่ 4.10 แสดงเทอร์โมแกรมของพฤติกรรมของการสลายตัวทางความร้อนของสารหน่วงไฟ MPAP ที่มีการสลายตัวทางความร้อนเป็น 2 ชั้นหลัก



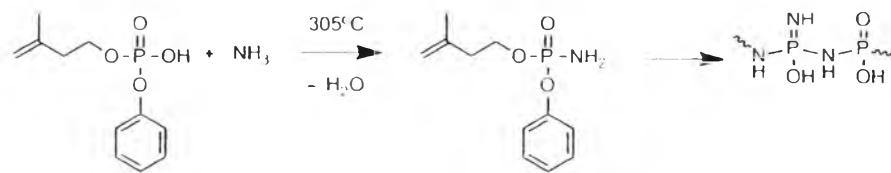
ภาพที่ 4. 10 เทอร์โมแกรมแสดงพฤติกรรมของการสลายตัวทางความร้อนของสารหน่วงไฟ MPAP

ในขั้นแรกน้ำหนักของสารหน่วงไฟมีการหายไปอย่างรวดเร็ว โดยเริ่มมีการสลายตัวที่อุณหภูมิ (T_{onset}) 216 องศาเซลเซียส ไปจนกระทั่งอุณหภูมิ 250 องศาเซลเซียส ซึ่งคาดว่าน่าจะเป็นการสลายตัวของพาราฟีนิลลีนไดอะมิน จากโครงสร้างของสารหน่วงไฟ MPAP และพาราฟีนิลลีนไดอะมินนั้นยังเกิดการสลายตัวต่อให้แก๊สแอมโมเนียออกมาอีกด้วย ดังแสดงใน ภาพที่ 4.11

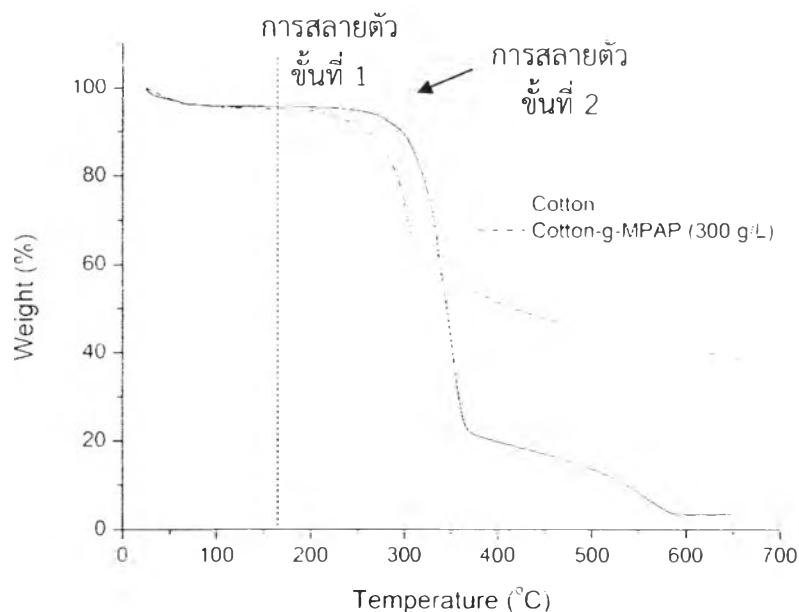


ภาพที่ 4. 11 สมการการสลายตัวทางความร้อนในขั้นแรกของสารหน่วงไฟ MPAP

ในขั้นที่สองนั้นจะเกิดการหายไปของน้ำหนักข้างลงเมื่อเทียบจากความชันของกราฟที่เกิดขึ้นในขั้นตอนแรก และจะเริ่มเกิดการสลายตัวในขั้นที่สองที่อุณหภูมิ 305 องศาเซลเซียสไปจนถึงอุณหภูมิ 480 องศาเซลเซียส ซึ่งน่าจะเป็นการสลายตัวของโครงสร้างที่เหลือโดยมีแก๊สแอมโมเนียที่ได้จากการสลายตัวในขั้นแรกทำหน้าที่ในการเร่งให้เกิดการสลายตัวและเกิดเป็นกรดฟอสฟอริก (phosphoric acid) ดังใน ภาพที่ 4.12 ซึ่งสุดท้ายจะเกิดการรวมตัวกลายเป็นกรดพอลิฟอสฟอริก (polyphosphoric acid) ซึ่งจะทำหน้าที่เป็นฉนวนกันระหว่างความร้อนและวัสดุเอาไว้ [10]



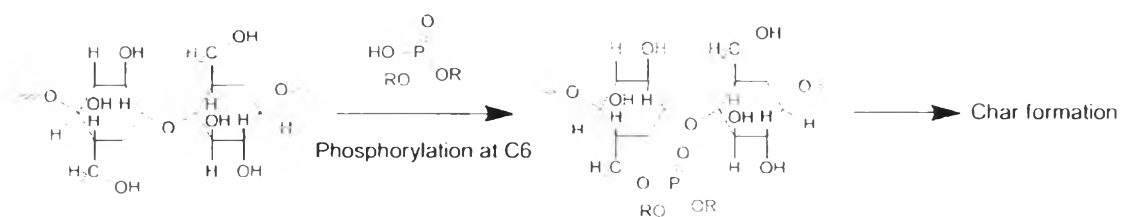
ภาพที่ 4. 12 สมการการสลายตัวทางความร้อนในขั้นที่สองของสารหน่วงไฟ MPAP



ภาพที่ 4. 13 เทอร์โมแกรมแสดงพฤติกรรมการสลายตัวทางความร้อนของผ้าฝ้ายและผ้าฝ้ายที่ผ่านการกราฟต์ด้วยสารหน่วงไฟ

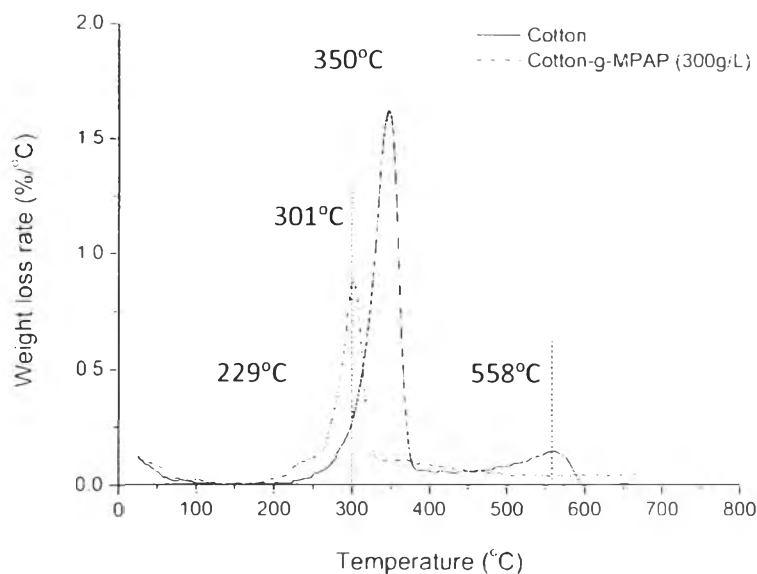
ส่วนใน ภาพที่ 4.13 เป็นเทอร์โมแกรมที่แสดงพฤติกรรมการสลายตัวทางความร้อนของผ้าฝ้ายและผ้าฝ้ายที่ผ่านการกราฟต์ด้วยสารหน่วงไฟ จะเห็นได้ว่าพฤติกรรมการสลายตัวทางความร้อนของผ้าฝ้ายนั้นมีการสลายตัวเป็นสองขั้น การสลายตัวในขั้นแรกมีการหายไปของน้ำหนักที่อุณหภูมิ 330 องศาเซลเซียส โดยเกิดการสลายตัวอย่างต่อเนื่องและรวดเร็วจนถึงอุณหภูมิ 400 องศาเซลเซียส ซึ่งน่าจะเป็นการสลายตัวของเซลลูโลส และหลังจากนั้นจะเป็นการสลายตัวของส่วนที่เหลือจากการสลายตัวหลักกลายเป็นถ่านคาร์บอน ส่วนพฤติกรรมการสลายตัวทางความร้อนของผ้าฝ้ายที่

ผ่านการกราฟต์ด้วยสารหน่วงไฟนั้นมีการสลายตัวเป็นสองขั้นเช่นเดียวกับของผ้าฝ้ายเปล่า แต่จะเกิดการสลายตัวที่อุณหภูมิต่ำกว่าโดยจะเริ่มสลายตัวที่อุณหภูมิ 244 องศาเซลเซียส เป็นการสลายตัวของสารหน่วงไฟกลายเป็นกรดฟอสฟอริกซึ่งจะไปทำหน้าที่ในการเร่งให้เกิดการสลายตัวของเซลลูโลสโดยการเกิดปฏิกิริยาฟอสโฟรีเรชัน (phosphorylation) และทำให้เกิดการสลายตัวกลายเป็นถ่านคาร์บอนของเซลลูโลสในขั้นที่สอง [11] ดังแสดงใน ภาพที่ 4.14 ซึ่งถ่านคาร์บอนที่เกิดขึ้นก็จะทำหน้าที่ในการป้องกันไม่ให้ผ้าฝ้ายสัมผัสกับความชื้น ทำให้น้ำหนักของถ่านคาร์บอนที่เหลือที่อุณหภูมิ 600 องศาเซลเซียส (37.9%) มีปริมาณมากกว่าน้ำหนักของถ่านคาร์บอนของผ้าฝ้ายเปล่าที่อุณหภูมิเท่ากัน (3.5%)



ภาพที่ 4. 14 สมการการสลายตัวทางความร้อนในขั้นที่สองของผ้าฝ้ายที่ผ่านการกราฟต์ด้วยสารหน่วงไฟ MPAP

และสามารถยืนยันจำนวนขั้นของการสลายตัวของผ้าฝ้ายได้จาก Derivative ของเทอร์โมแกรมใน ภาพที่ 4.15 ซึ่งจะเห็นพีคของการสลายตัวสูงสุด (T_{max}) เป็นสองตำแหน่งที่อุณหภูมิ 350 และ 558 องศาเซลเซียส ในขณะที่ผ้าฝ้ายที่ผ่านการกราฟต์ด้วยสารหน่วงไฟนั้นพบว่ามีพีคปรากฏขึ้นที่อุณหภูมิ 229 องศาเซลเซียส ก่อนพีคการสลายตัวหลักที่อุณหภูมิ 301 องศาเซลเซียส



ภาพที่ 4. 15 Derivative ของเทอร์โมแกรมแสดงพฤติกรรมสลายตัวทางความร้อนของผ้าฝ้ายและผ้าฝ้ายที่ผ่านการกราฟต์ด้วยสารหน่วงไฟ

ตารางที่ 4. 2 แสดงผลจากเทคนิคเทอร์โมกราวิเมตริกอนาลิซิสของผ้าฝ้ายและผ้าฝ้ายที่ผ่านการกราฟต์ด้วยสารหน่วงไฟ

ตัวอย่าง	อุณหภูมิเริ่มการสลายตัว (T_{onset}) ($^{\circ}\text{C}$)		อุณหภูมิการสลายตัวสูงสุด (T_{max}) ($^{\circ}\text{C}$)		ปริมาณถ่านคาร์บอน (char yield) ที่อุณหภูมิ 600°C
	ขั้นที่ 1	ขั้นที่ 2	ขั้นที่ 1	ขั้นที่ 2	
ผ้าฝ้าย	330	474	350	558	37.9
ผ้าฝ้ายที่กราฟต์ MPAP	244	296	229	301	3.5

4.3.2.2 ความสามารถในการหน่วงไฟของผ้าฝ้ายที่ผ่านการกราฟต์ด้วยสารหน่วงไฟ

ผ้าฝ้ายที่ผ่านการกราฟต์ด้วยสารหน่วงไฟที่มีการปรับเปลี่ยนความเข้มข้นมอนอเมอร์สารหน่วงไฟ (100-300 กรัม/ลิตร) นอกจากจะมีผลต่อปริมาณของสารหน่วงไฟที่กราฟต์ติดบนผ้าฝ้ายและปริมาณของฟอสฟอรัสที่มีอยู่บนพื้นผิวของผ้าฝ้ายแล้ว ยังมีผลต่อความสามารถในการหน่วงไฟของผ้าฝ้ายอีกด้วย ซึ่งความสามารถในการหน่วงไฟนั้นจะถูกทดสอบโดยการเผาไหม้เพื่อหาค่าปริมาณความเข้มข้นของออกซิเจนที่น้อยที่สุดที่ทำให้เกิดการติดไฟได้ (ค่า LOI)

ตารางที่ 4. 3 ผลของความเข้มข้นมอนอเมอร์สารหน่วงไฟต่อปริมาณสารหน่วงไฟที่กราฟต์ติดบนพื้นผิวของผ้าฝ้ายรวมถึงปริมาณของฟอสฟอรัสที่มีอยู่บนพื้นผิวของผ้าฝ้ายและค่า LOI ที่เกิดขึ้น

ตัวอย่าง	ปริมาณสารหน่วงไฟที่กราฟต์ติด (%grafting)	ปริมาณของฟอสฟอรัส (%atomic)	ค่า LOI (%)
ผ้าฝ้าย	-	-	18.4
ผ้าฝ้ายที่กราฟต์ MPAP (100g/L)	18.06	2.80	26.2
ผ้าฝ้ายที่กราฟต์ MPAP (200g/L)	21.86	4.52	27.5
ผ้าฝ้ายที่กราฟต์ MPAP (300g/L)	26.42	7.09	28.0

ผลของความสามารถในการหน่วงไฟที่แสดงใน ตารางที่ 4.3 จะเห็นได้ว่าค่า LOI นั้นจะมีค่าสูงขึ้นเมื่อปริมาณของสารหน่วงไฟที่กราฟต์ติดบนผ้าฝ้ายมีค่าสูงขึ้นด้วย โดยผ้าฝ้ายที่กราฟต์สารหน่วงไฟโดยใช้ความเข้มข้นมอนอเมอร์เป็น 300 กรัม/ลิตร จะทำให้มีปริมาณของสารหน่วงไฟที่กราฟต์ติดบนผ้าฝ้ายสูงที่สุดที่ 26.42% และทำให้มีค่า LOI สูงที่สุดเป็น 28.0% ซึ่งมากกว่าค่า LOI ของผ้าฝ้ายเปล่าประมาณ 10 หน่วย ในขณะที่การใช้ความเข้มข้นมอนอเมอร์เป็น 200 และ 100 กรัม/ลิตร จะให้ปริมาณของสารหน่วงไฟที่กราฟต์ติดบนผ้าฝ้ายลดลงตามลำดับและทำให้มีค่า LOI ลดลงตามไปด้วย แต่ค่า LOI ที่ได้มันยังคงมีค่าที่สูงกว่าค่า LOI ของผ้าฝ้ายเปล่า ซึ่งนั่นเป็นการยืนยันว่าสารหน่วงไฟที่สังเคราะห์ได้สามารถปรับปรุงสมบัติการหน่วงไฟของผ้าฝ้ายให้ดีขึ้นได้ และการใช้ความเข้มข้นมอนอเมอร์เพียง 100 กรัม/ลิตร ก็เพียงพอที่จะหน่วงไฟให้กับผ้าฝ้ายเนื่องจากมีค่า LOI มากกว่าปริมาณออกซิเจนในบรรยากาศปกติที่ 21%

นอกจากนี้เมื่อเปรียบเทียบกับงานวิจัยก่อนหน้าของ Jermutjarit [37] ในกลุ่มวิจัยเดียวกันที่ได้กราฟต์สารหน่วงไฟ MEDP ที่มีฟอสฟอรัสเป็นองค์ประกอบลงบนผ้าฝ้ายพบว่าการกราฟต์ด้วยสารหน่วงไฟ MPAP ที่มีฟอสฟอรัสและไนโตรเจนเป็นองค์ประกอบลงบนพื้นผิวของผ้าฝ้ายมีประสิทธิภาพในการหน่วงไฟที่สูงกว่า เพราะใช้ปริมาณของสารหน่วงไฟที่ติดอยู่บนพื้นผิวของผ้าฝ้ายในปริมาณน้อยกว่าแต่ให้ค่า LOI เท่ากัน ดังแสดงใน ตารางที่ 4.4 ทั้งนี้ก็เนื่องมาจากการทำงานร่วมกันของฟอสฟอรัสและไนโตรเจนที่ช่วยเสริมการหน่วงไฟในเซลล์ulos ให้ดีมากยิ่งขึ้นนั่นเอง

ตารางที่ 4. 4 ตารางเปรียบเทียบปริมาณสารหน่วงไฟที่กราฟต์ติดบนพื้นผิวของผ้าฝ้ายและค่า LOI ของสารหน่วงไฟ MEDP และ MPAP

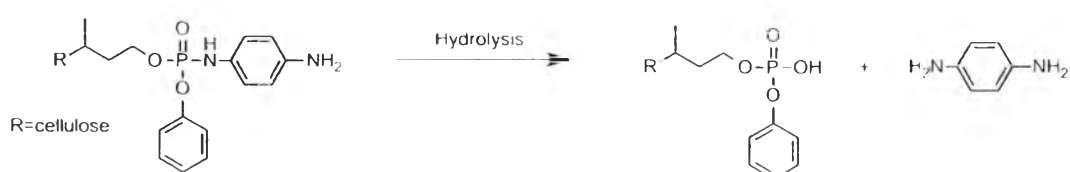
สารหน่วงไฟ MEDP		สารหน่วงไฟ MPAP	
ปริมาณสารหน่วงไฟที่กราฟต์ติด (%grafting)	ค่า LOI (%)	ปริมาณสารหน่วงไฟที่กราฟต์ติด (%grafting)	ค่า LOI (%)
19.8	26.1	18.06	26.2
37.2	27.1	21.86	27.5
47.5	28.0	26.42	28.0

การทดสอบเพื่อหาค่า LOI นั้นยังสามารถใช้เพื่อยืนยันความคงทนของสารหน่วงไฟหลังผ่านการจำลองการซักล้าง ผลการทดลองได้จะแสดงไว้ใน ตารางที่ 4.5 จากข้อมูลพบว่าปริมาณสารหน่วงไฟที่กราฟต์ติดบนพื้นผิวของผ้าฝ้ายจะลดลงเมื่อผ้าฝ้ายที่กราฟต์ด้วยสารหน่วงไฟผ่านการจำลองการซักเป็นจำนวน 50 รอบ นอกจากนั้นค่า LOI ที่ได้ก็มีค่าลดลงตามไปด้วย โดยผู้วิจัยคาดว่า เป็นผลมาจากการเกิดปฏิกิริยาไฮโดรลิซิสโดยมีเบสที่ใช้ในการจำลองการซักล้างทำหน้าที่เป็นตัวเร่งให้เกิดปฏิกิริยาขึ้นที่พันธะ P-N แล้วทำให้พาราฟินลิซีนไดอะมีนเกิดการหลุดออกจากโครงสร้าง ดังแสดงใน ภาพที่ 4.16 แต่ค่า LOI ของผ้าฝ้ายที่กราฟต์ด้วยสารหน่วงไฟหลังจากผ่านการซักล้าง

ยังคงมีค่าสูงกว่าค่า LOI ของผ้าฝ้ายเปล่า เนื่องจากยังเหลือสารหน่วงไฟที่เป็นฟอสฟอรัสคอยทำหน้าที่หน่วงไฟให้กับผ้าฝ้ายอยู่

ตารางที่ 4. 5 ปริมาณสารหน่วงไฟที่กราฟต์ติดบนพื้นผิวของผ้าฝ้ายและค่า LOI ทั้งก่อนและหลังผ่านการจำลองการซักล้างเป็นจำนวน 50 รอบ

ตัวอย่าง	ก่อนการซักล้าง		หลังการซักล้าง	
	%Grafting ₁	LOI ₁ (%)	%Grafting ₂	LOI ₂ (%)
ผ้าฝ้าย	-	18.4	-	18.4
ผ้าฝ้ายที่กราฟต์ MPAP (100g/L)	18.06	26.2	7.58	23.3
ผ้าฝ้ายที่กราฟต์ MPAP (200g/L)	21.86	27.5	11.12	24.3
ผ้าฝ้ายที่กราฟต์ MPAP (300g/L)	26.42	28.0	12.24	25.2



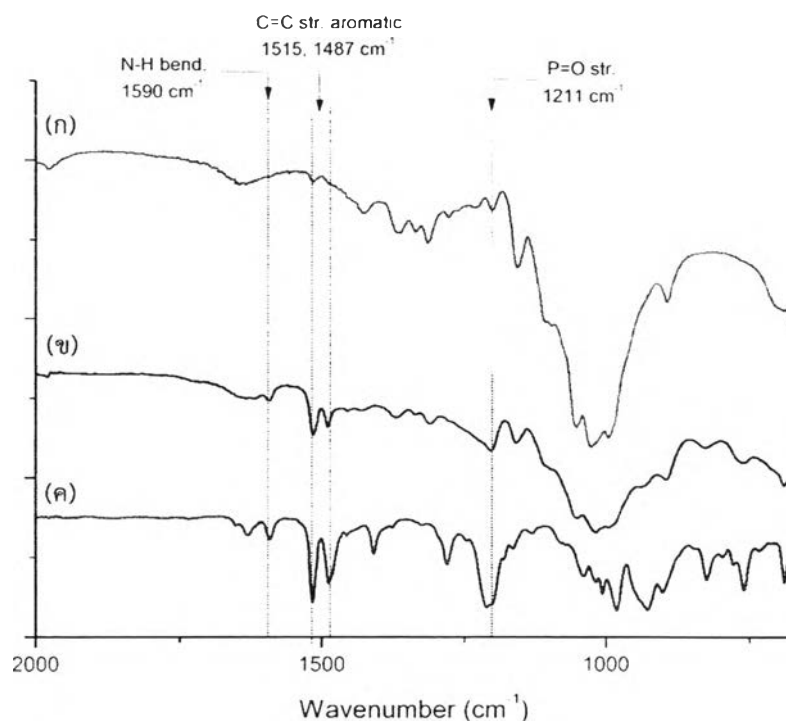
ภาพที่ 4. 16 แสดงการเกิดปฏิกิริยาไฮโดรลิซิสของสารหน่วงไฟที่ผ่านการจำลองการซักล้าง

และจากสมมติฐานที่ว่า การลดลงของปริมาณสารหน่วงไฟที่กราฟต์ติดบนพื้นผิวของผ้าฝ้ายหลังผ่านการซักล้างนั้นเกิดจากการหลุดออกของพาราฟีนิลลีนไดอะมีน ผู้วิจัยจึงได้คำนวณปริมาณการหลุดออกของพาราฟีนิลลีนไดอะมีนในโครงสร้างสารหน่วงไฟเพื่อนำไปเปรียบเทียบกับผลที่ได้จากการทดลองการซักล้างจริง พบว่าปริมาณสารหน่วงไฟที่กราฟต์ติดหลังผ่านการซักล้างที่ได้จากการคำนวณมีค่ามากกว่าผลที่ได้จากการทดลองจริง นั่นแสดงว่าไม่ได้มีการหลุดออกของพาราฟีนิลลีนไดอะมีนเพียงอย่างเดียว แต่อาจจะยังมีสารหน่วงไฟที่เป็นฟอสฟอรัสบางส่วนหลุดออกไปด้วย ดังแสดงใน ตารางที่ 4.6

และเมื่อนำผ้าฝ้ายที่กราฟต์ด้วยสารหน่วงไฟหลังจากผ่านการซักล้างมาทดสอบด้วยเทคนิคแอทเทนนูเอเทดโททัลรีเฟลกชันฟูเรียร์ทรานส์ฟอร์มอินฟราเรดสเปกโทรสโกปีเพื่อยืนยันหมู่ฟังก์ชันที่เหลืออยู่บนพื้นผิวของผ้าฝ้าย ได้ผลดังแสดงใน ภาพที่ 4.17 เมื่อสเปกตรัม (ก) แสดงหมู่ฟังก์ชันที่พบในผ้าฝ้ายที่กราฟต์ด้วยสารหน่วงไฟหลังจากผ่านการซักล้าง สเปกตรัม (ข) แสดงหมู่ฟังก์ชันที่พบในผ้าฝ้ายที่กราฟต์ด้วยสารหน่วงไฟก่อนผ่านการซักล้าง และสเปกตรัม (ค) แสดงหมู่ฟังก์ชันที่พบในสารหน่วงไฟ MPAP

ตารางที่ 4. 6 ปริมาณสารหน่วงไฟที่กราฟต์ติดหลังผ่านการชักล้างที่ได้จากการคำนวณการหลุดออกของพาราฟีนิลลีนไดอะมีนเทียบกับที่ได้จากการทดลองจริง

ตัวอย่าง	ปริมาณสารหน่วงไฟที่กราฟต์ติดหลังผ่านการชักล้าง (%Grafting ₂)	
	ได้จากการคำนวณการหลุดออก	ได้จากการทดลองจริง
	ของพาราฟีนิลลีนไดอะมีน	
ผ้าฝ้ายที่กราฟต์ MPAP (100g/L)	12.24	7.58
ผ้าฝ้ายที่กราฟต์ MPAP (200g/L)	14.82	11.12
ผ้าฝ้ายที่กราฟต์ MPAP (300g/L)	17.91	12.24



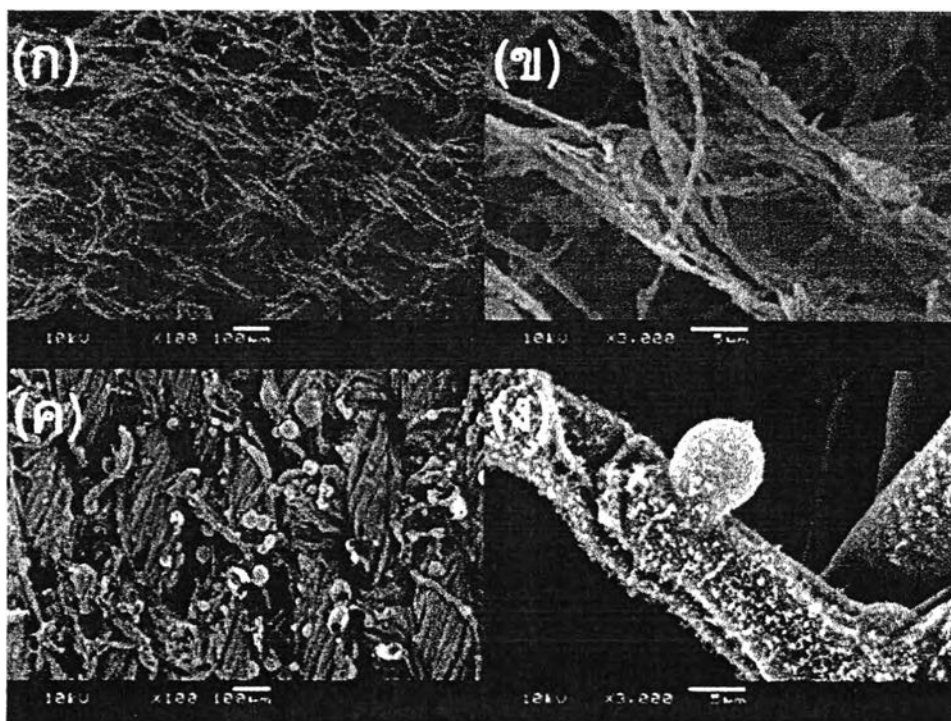
ภาพที่ 4. 17 อินฟราเรดสเปกตรัม (ก) แสดงหมู่ฟังก์ชันที่พบในผ้าฝ้ายที่กราฟต์ด้วยสารหน่วงไฟหลังจากผ่านการชักล้าง สเปกตรัม (ข) แสดงหมู่ฟังก์ชันที่พบในผ้าฝ้ายที่กราฟต์ด้วยสารหน่วงไฟก่อนผ่านการชักล้าง และสเปกตรัม (ค) แสดงหมู่ฟังก์ชันที่พบในสารหน่วงไฟ MPAP

จะเห็นได้ว่าผ้าฝ้ายที่กราฟต์ด้วยสารหน่วงไฟหลังจากผ่านการชักล้างแล้วในสเปกตรัม (ก) ไม่พบการดูดกลืนที่เลขคลื่น 1590 cm^{-1} ซึ่งเป็นเลขคลื่นที่แสดงถึงการสั่นแบบ bending ของพันธะ N-H แต่ยังคงพบการสั่นแบบ stretching ของพันธะ C=C อะโรมาติกโดยมีการ

ดูดกลืนที่เลขคลื่น 1515 และ 1487 cm^{-1} และการดูดกลืนที่เลขคลื่น 1211 cm^{-1} ที่แสดงถึงการสั่นแบบ stretching ของพันธะ P=O อยู่ ซึ่งเป็นการยืนยันถึงการเกิดปฏิกิริยาไฮโดรลิซิสชั้นที่พันธะ P-N ที่ทำให้พาราฟินิลลีนไดอะมีนเกิดการหลุดออกไปจากโครงสร้างสารหนองไฟที่กราฟต์ลงบนผ้าฝ้าย

4.3.4 การตรวจสอบสัณฐานวิทยาของถ่านคาร์บอนที่เหลือจากการเผาไหม้

สัณฐานวิทยาของพื้นผิวของถ่านคาร์บอนที่เหลือจากการทดสอบความสามารถในการหนองไฟของผ้าฝ้ายเปล่าและผ้าฝ้ายที่ผ่านการกราฟต์ด้วยสารหนองไฟจะถูกลำดับตรวจสอบโดยใช้เทคนิคกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด เพื่อใช้ในการศึกษาและอธิบายถึงความสามารถในการหนองไฟที่เกิดขึ้นของผ้าฝ้ายที่กราฟต์ด้วยสารหนองไฟ



ภาพที่ 4. 18 ภาพถ่ายจากเทคนิคกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (ก) และ (ข) จะเป็นลักษณะพื้นผิวของถ่านคาร์บอนของผ้าฝ้ายเปล่าที่กำลังขยาย 100 เท่า และ 3000 เท่า ตามลำดับ (ค) และ (ง) จะเป็นลักษณะพื้นผิวของถ่านคาร์บอนของผ้าฝ้ายที่กราฟต์ด้วยสารหนองไฟที่กำลังขยาย 100 เท่า และ 3000 เท่า ตามลำดับ

ภาพที่ 4.18 แสดงลักษณะพื้นผิวของถ่านคาร์บอน (ก) และ (ข) จะเป็นของผ้าฝ้ายเปล่าที่กำลังขยาย 100 เท่า และ 3000 เท่า ตามลำดับ ส่วนรูป (ค) และ (ง) จะเป็นลักษณะพื้นผิวของถ่าน

คาร์บอนของผ้าฝ้ายที่กราฟต์ด้วยสารหน่วงไฟที่กำลังขยาย 100 เท่า และ 3000 เท่า ตามลำดับ จะเห็นได้ว่าถ่านคาร์บอนของผ้าฝ้ายเปล่านั้นมีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางที่เล็กลงอย่างมากเมื่อเทียบกับขนาดของเส้นใยก่อนการเผาไหม้ และเมื่อดูที่กำลังขยาย 3000 เท่า พบว่าถ่านคาร์บอนมีลักษณะที่แตกและไม่เป็นรูปร่างของเส้นใยเนื่องจากเส้นใยของผ้าฝ้ายเกิดการสลายตัวออกไป ในขณะที่ลักษณะของถ่านคาร์บอนของเส้นใยที่กราฟต์ด้วยสารหน่วงไฟนั้นยังคงมีลักษณะที่เป็นเส้นใยและมีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางของเส้นใยเท่ากับเส้นใยก่อนการเผาไหม้ นอกจากนี้ยังพบฟองอากาศขนาดเล็กกระจายอยู่บนผิวของถ่านคาร์บอน ซึ่งฟองอากาศนั้นเกิดจากการบวมออกเนื่องจากการสลายตัวของสารหน่วงไฟให้แก๊สไนโตรเจนและแก๊สแอมโมเนียอีกด้วย เมื่อดูที่กำลังขยาย 3000 เท่า ก็จะได้เห็นได้ชัดเพิ่มขึ้นว่าถ่านคาร์บอนยังคงมีลักษณะเป็นเส้นใยและถูกหุ้มเอาไว้ด้วยถ่านคาร์บอนของสารหน่วงไฟที่เกิดการสลายตัวและทำหน้าที่เป็นฉนวนป้องกันความร้อนที่จะถูกส่งไปยังเส้นใยของผ้าฝ้าย นอกจากนี้แล้วชั้นของถ่านคาร์บอนยังทำหน้าที่ในการป้องกันการส่งผ่านของแก๊สเชื้อเพลิงออกไปยังเปลวไฟซึ่งเป็นการขัดขวางกระบวนการเผาไหม้ของผ้าฝ้ายจนทำให้เปลวไฟดับลงในที่สุด

