

ดิกนินที่สกัดจากน้ำดำของการผลิตเยื่อกระดาษเพื่อเป็นสารตัวเติมสำหรับพอลิโพรพิลีน

นายพงศธร จันทน์ผดุงสุข

วิทยานิพนธ์นี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรปริญญาวิทยาศาสตรมหาบัณฑิต

สาขาวิชาวิทยาศาสตร์พอลิเมอร์ประยุกต์และเทคโนโลยีสิ่งทอ ภาควิชาวัสดุศาสตร์

คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

ปีการศึกษา 2554

บทคัดย่อและแฟ้มข้อมูลฉบับเต็มของวิทยานิพนธ์ตั้งแต่ปีการศึกษา 2554 ที่ให้บริการในคลังปัญญาจุฬาฯ (CUIR)

เป็นแฟ้มข้อมูลของนิสิตเจ้าของวิทยานิพนธ์ที่ส่งผ่านทางบัณฑิตวิทยาลัย

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

LIGNIN EXTRACTED FROM PULPING BLACK LIQUOR AS FILLER FOR POLYPROPYLENE

Mr. Pongsatorn Chunpadungsuk

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

หัวข้อวิทยานิพนธ์

ลักษณะที่สกัดจากน้ำค้ำของการผลิตเยื่อกระดาษ  
เพื่อเป็นสารตัวเติมสำหรับพอลิโพรพิลีน

โดย

นายพงศธร จันทน์ดุข

สาขาวิชา

วิทยาศาสตร์พอลิเมอร์ประยุกต์และเทคโนโลยีสิ่งทอ

อาจารย์ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์หลัก

ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร. ดวงหทัย เพ็ญตระกูล

อาจารย์ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์ร่วม

ดร. จิระวุฒิ จันเกษม

คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย อนุมัติให้หัวข้อวิทยานิพนธ์ฉบับนี้เป็นส่วนหนึ่ง  
ของการศึกษาตามหลักสูตรปริญญาวิทยาศาสตรบัณฑิต

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

คณะกรรมการสอบวิทยานิพนธ์

..... ประธานกรรมการ  
(รองศาสตราจารย์ อรุณา สรวารี)

..... อาจารย์ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์หลัก  
(ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร. ดวงหทัย เพ็ญตระกูล)

..... อาจารย์ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์ร่วม  
(ดร. จิระวุฒิ จันเกษม)

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

..... กรรมการภายนอกมหาวิทยาลัย  
(ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร. วิวิญญา แก้ววัฒนนะ)

พงศธร จันทรผดุงสุข: ลิกนินที่สกัดจากน้ำดำของกระบวนการผลิตเยื่อกระดาษเพื่อเป็นสารตัวเติมสำหรับพอลิโพรพิลีน. (LIGNIN EXTRACTED FROM PULPING BLACK LIQUOR AS FILLER FOR POLYPROPYLENE). อ.ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์หลัก : ผศ. ดร. ดวงหทัย เพ็ญตระกูล, อ.ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์ร่วม : ดร. จิระวุฒิ จันเกษม, 126 หน้า.

งานวิจัยนี้เป็นการศึกษาอัตราส่วนที่เหมาะสมของลิกนิน เพื่อใช้เป็นสารตัวเติมสำหรับพอลิโพรพิลีน ลิกนินสกัดจากน้ำดำจากกระบวนการผลิตเยื่อกระดาษและตรวจสอบคุณลักษณะของลิกนินที่สกัดได้ด้วยเทคนิคฟลูออเรสเซนซ์อินฟราเรดสเปกโทรสโคปี (เอฟที-ไออาร์), การวิเคราะห์น้ำหนักภายใต้ความร้อน (ทีจีเอ), เลเซอร์ไรท์สแกตเทอริง และกล้องจุลทรรศน์แบบส่องกราด (เอสซีเอ็ม) จากนั้นนำพอลิโพรพิลีนที่เติมลิกนินในอัตราส่วนร้อยละ 5, 10, 15 และ 20 โดยน้ำหนัก และพอลิโพรพิลีนที่เติมทั้งไตรฟินิลฟอสเฟตและลิกนินในอัตราส่วนร้อยละ 15 โดยน้ำหนัก ถูกเตรียมและประเมินสมบัติทางกายภาพ สมบัติทางความร้อน สมบัติเชิงกล และสมบัติด้านการติดไฟ

จากผลการทดลอง พบว่าพอลิโพรพิลีนที่เติมลิกนินมีสมบัติทางความร้อน สมบัติเชิงกล และสมบัติด้านการติดไฟดีขึ้น โดยปริมาณที่เหมาะสม คือ ที่ปริมาณลิกนินร้อยละ 15 โดยน้ำหนัก นอกจากนี้พบว่าพอลิโพรพิลีนที่เติมไตรฟินิลฟอสเฟตและลิกนินมีสมบัติด้านการติดไฟดีขึ้น โดยอัตราส่วนที่เหมาะสมในการเติมไตรฟินิลฟอสเฟตและลิกนิน คือ อัตราส่วนไตรฟินิลฟอสเฟตร้อยละ 10 โดยน้ำหนัก และอัตราส่วนลิกนินร้อยละ 5 โดยน้ำหนัก อย่างไรก็ตามเมื่อพิจารณาจากภาพเอสซีเอ็ม พบการแยกวัฏภาคของอนุภาคลิกนินจากพอลิโพรพิลีน เมื่อเพิ่มปริมาณลิกนิน

ภาควิชา.....วัสดุศาสตร์.....ลายมือชื่อนิสิต.....  
 สาขาวิชา.....วิทยาศาสตร์พอลิเมอร์ประยุกต์และ.....  
 เทคโนโลยีสิ่งทอ.....ลายมือชื่อ อ.ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์หลัก.....  
 ปีการศึกษา 2554.....ลายมือชื่อ อ.ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์ร่วม.....

# #507266223: MAJOR APPLIED POLYMER SCIENCE AND TEXTILE TECHNOLOGY

KEYWORDS : LIGNIN / POLYPROPYLENE / FILLER / FLAME RETARDANT

PONGSATORN CHUNPADUNGSUK : LIGNIN EXTRACTED FROM PULPING BLACK LIQUOR AS FILLER FOR POLYPROPYLENE. ADVISOR: ASST. PROF. DUANGHATHAI PENTRAKON, Ph.D., CO-ADVISOR: JIRAWUT JUNKASEM, Ph.D., 126 pp.

The purpose of this research was to achieve a proper lignin ratio as a filler for polypropylene. Lignin was extracted from black liquor from pulping black liquor and characterized extracted lignin using Fourier transform infrared spectroscopy (FT-IR), Thermogravimetric analysis (TGA), laser light scattering and Scanning electron microscope (SEM) techniques. Then, the polypropylene incorporated with various amount of lignin from 5, 10, 15 and 20 percent by weight and polypropylene containing both triphenyl phosphite and lignin 15 percent by weight were prepared and assessed physical properties, thermal properties, mechanical properties and flame properties.

From the experimental results, it was found that polypropylene containing lignin shows better physical properties, thermal properties, mechanical properties and flame properties where the suitable quantity of lignin was 15 percent by weight. Moreover, it was found that polypropylene containing triphenyl phosphite and lignin has better flame properties where a suitable ratio is 10 percent by weight of triphenyl phosphite and 5 percent by weight of lignin. However, considering SEM micrographs, phase separation of lignin particle from polypropylene is detected as increasing amount of lignin.

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

Field of Study:..... Applied Polymer Science and

..... Textile Technology..... Advisor's Signature.....

Academic Year: 2011..... Co-advisor's Signature.....

## กิตติกรรมประกาศ

วิทยานิพนธ์ฉบับนี้สำเร็จลุล่วงตามวัตถุประสงค์ที่ตั้งไว้ได้อย่างสมบูรณ์นั้นเป็นเพราะได้รับคำแนะนำทางวิชาการ ความเอื้อเฟื้อในด้านเครื่องมือ วัสดุดิบและสถานที่ทำวิทยานิพนธ์ อีกทั้งยังได้รับความช่วยเหลือและแนะแนวในการทำวิทยานิพนธ์จากผู้ทรงคุณวุฒิในด้านต่างๆเป็นอย่างดี ข้าพเจ้าจึงใคร่ขอขอบพระคุณบุคคลและหน่วยงานที่เกี่ยวข้องซึ่งมีรายนามดังนี้

1. ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร. ดวงหทัย เพ็ญตระกูลอาจารย์ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์ และ ดร. จิระวุฒิ จันเกษม อาจารย์ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์ร่วม ที่ให้คำปรึกษาในการแก้ปัญหาและแนะแนวทางในการทำวิทยานิพนธ์ รวมทั้งการจัดทำวิทยานิพนธ์ฉบับสมบูรณ์

2. รองศาสตราจารย์ อรุณา สรวารี ประธานกรรมการสอบวิทยานิพนธ์ที่ให้คำแนะนำและตรวจสอบการจัดทำวิทยานิพนธ์ฉบับสมบูรณ์

3. ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร. สิริรัตน์ จารุจินดากรรมการสอบวิทยานิพนธ์ที่ให้คำแนะนำและตรวจสอบการจัดทำวิทยานิพนธ์ฉบับสมบูรณ์

4. ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร. วิริญญา แก้ววัฒนะกรรมการสอบวิทยานิพนธ์

5. ภาควิชาวัสดุศาสตร์ คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

6. บริษัท เอสซีจีเปเปอร์จำกัด(มหาชน) ที่ให้ความอนุเคราะห์วัสดุดิบ

7. บริษัท ปตท.จำกัด(มหาชน) ที่ให้ความอนุเคราะห์ในการใช้เครื่องมือ และสถานที่

8. ทุนทุนอุดหนุนวิทยานิพนธ์สำหรับนิสิต

ท้ายสุดนี้ขอกราบขอบพระคุณบิดา มารดา ที่ให้การสนับสนุนในด้านกำลังใจในการทำวิทยานิพนธ์จนสำเร็จลุล่วงด้วยดี อีกทั้งอาจารย์ทุกท่านที่ช่วยประสิทธิ์ประสาทวิชาความรู้ให้แก่ข้าพเจ้าจนสามารถสร้างสรรค์วิทยานิพนธ์ฉบับนี้ได้สำเร็จ

## สารบัญ

	หน้า
บทคัดย่อภาษาไทย.....	ง
บทคัดย่อภาษาอังกฤษ.....	จ
กิตติกรรมประกาศ.....	ฉ
สารบัญ.....	ช
สารบัญตาราง.....	ญ
สารบัญภาพ.....	ฎ
บทที่	
1. บทนำ.....	1
1.1 ความเป็นมาและความสำคัญของปัญหา.....	1
1.2 วัตถุประสงค์ของการวิจัย.....	2
1.3 ขอบเขตของการวิจัย.....	2
1.4 ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับ.....	2
2. เอกสารและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง.....	3
2.1 พอลิโพรพิลีน.....	3
2.2.1 การสังเคราะห์.....	3
2.2 สารตัวเติม.....	5
2.3 สารต้านการติดไฟ.....	6
2.3.1 กลไกการเผาไหม้.....	7
2.3.2 ประเภทของสารต้านการติดไฟ.....	7
2.4 ลิกนิน.....	9
2.4.1 โครงสร้างของลิกนิน.....	9
2.4.2 แหล่งของลิกนิน.....	10
2.4.3 ประโยชน์ของลิกนิน.....	11
2.5 น้ำดำ.....	11
2.6 งานวิจัยที่เกี่ยวข้อง.....	12

บทที่	หน้า
3. วิธีดำเนินงานวิจัย.....	16
3.1 วัตถุประสงค์และสารเคมีที่ใช้ในการวิจัย.....	16
3.1.1 วัตถุประสงค์และสารเคมีที่ใช้ในขั้นตอนการสกัดลิกนิน.....	16
3.1.2 วัตถุประสงค์และสารเคมีที่ใช้ในขั้นตอนการเตรียมชิ้นงานพอลิโพรพิลีน.....	16
3.2 เครื่องมือที่ใช้ในการวิจัย.....	16
3.2.1 เครื่องมือและอุปกรณ์ที่ใช้ในขั้นตอนการสกัดลิกนิน.....	16
3.2.2 เครื่องมือและอุปกรณ์ที่ใช้ในขั้นตอนการเตรียมชิ้นงานพอลิโพรพิลีน.....	17
3.2.3 เครื่องมือและอุปกรณ์ที่ใช้ในการวิเคราะห์ และทดสอบ.....	17
3.3 ขั้นตอนการสกัดลิกนินจากน้ำดำและตรวจสอบคุณลักษณะของลิกนิน.....	18
3.3.1 การสกัดลิกนินจากน้ำดำ.....	18
3.3.2 ตรวจสอบคุณลักษณะของลิกนินที่สกัดได้.....	18
3.4 การเตรียมชิ้นงานพอลิโพรพิลีน.....	20
3.4.1 การผสมและการขึ้นรูปชิ้นงานพอลิโพรพิลีน.....	20
3.4.2 การทดสอบของคอมพาวนด์.....	23
3.5 การทดสอบชิ้นงานพอลิโพรพิลีน.....	24
3.5.1 ตรวจสอบสมบัติทางกายภาพ.....	24
3.5.2 ตรวจสอบสมบัติเชิงกล.....	25
3.5.3 ศึกษาสมบัติทางความร้อน.....	31
3.5.4 ศึกษาสมบัติการต้านการติดไฟ.....	34
4. ผลการทดลองและวิจารณ์ผลการทดลอง.....	38
4.1 ผลการตรวจสอบคุณลักษณะของลิกนิน.....	38
4.1.1 การตรวจสอบหมู่ฟังก์ชันด้วยเทคนิค Fourier transform infrared spectrometer (FT-IR).....	38
4.1.2 การตรวจสอบสารสกัดลิกนินโดยเทคนิค Thermogravimetric analyzer (TGA).....	39
4.1.3 การตรวจสอบสารสกัดลิกนินด้วยเทคนิค Leser light scattering.....	41
4.1.4 การตรวจสอบสารสกัดลิกนินด้วยเทคนิค Scanning electron microscope (SEM).....	41



บทที่	หน้า
4.2 ผลการตรวจสอบคอมพิวเตอร์ของพอลิโพรพิลีนที่เติมลิกนิน.....	42
4.2.1 ตรวจสอบตรรกะการหลอมไหล.....	42
4.3 ผลการทดสอบชิ้นงานพอลิโพรพิลีน.....	43
4.3.1 สมบัติทางกายภาพ.....	43
4.3.2 สมบัติทางความร้อน.....	45
4.3.3 สมบัติเชิงกลของพอลิโพรพิลีน.....	53
4.3.4 สมบัติการต้านการตีไฟของพอลิโพรพิลีน.....	63
5 สรุปผลการทดลองและข้อเสนอแนะ.....	70
5.1 สรุปผลการทดลอง.....	70
5.2 ข้อเสนอแนะ.....	71
รายการอ้างอิง.....	72
ภาคผนวก.....	75
ภาคผนวก ก.....	76
ภาคผนวก ข.....	87
ภาคผนวก ค.....	107
ภาคผนวก ง.....	115
ภาคผนวก จ.....	123
ประวัติผู้เขียนวิทยานิพนธ์.....	126

## สารบัญตาราง

	หน้า
ตารางที่ 2.1 คุณสมบัติของน้ำดำ.....	12
ตารางที่ 3.1 แสดงอัตราส่วนการผสมลิกนินกับพอลิโพรพิลีน.....	21
ตารางที่ 3.2 แสดงอัตราส่วนการผสมลิกนินและไตรฟีนิลฟอสเฟตกับพอลิโพรพิลีน เพื่อใช้เป็นสารด้านการติดไฟชนิดทุติยภูมิ.....	21
ตารางที่ 3.3 แสดงขั้นตอนการขึ้นรูปด้วยเครื่องอัดแบบ.....	23
ตารางที่ 3.4 เงื่อนไขในการผ่านมาตรฐาน UL94.....	36
ตารางที่ 4.1 การดูดกลืนรังสีอินฟราเรดของหมู่ฟังก์ชันต่างๆ ของลิกนิน.....	38
ตารางที่ 4.2 อุณหภูมิสลายตัวและปริมาณเถ้าของสารสกัดลิกนิน.....	40
ตารางที่ 4.3 แสดงอุณหภูมิหลอมเหลว อุณหภูมิการเกิดผลึก และปริมาณผลึกของชิ้นงานพอลิโพรพิลีน.....	51
ตารางที่ 4.4 เปรียบเทียบสมบัติความต้านแรงดึงของชิ้นงานพอลิโพรพิลีน.....	53
ตารางที่ 4.5 เปรียบเทียบสมบัติความต้านแรงดัดโค้งของชิ้นงานพอลิโพรพิลีน.....	56
ตารางที่ 4.6 เปรียบเทียบปริมาณออกซิเจนที่ใช้ในการเผาไหม้ ของชิ้นงานพอลิโพรพิลีนที่เติมสารตัวเติม.....	64
ตารางที่ 4.7 เปรียบเทียบเวลาในการเผาไหม้ UL94 ในแนวตั้ง ของชิ้นงานพอลิโพรพิลีนที่เติมสารตัวเติม.....	65
ตารางที่ 4.8 เปรียบเทียบปริมาณออกซิเจนที่ใช้ในการเผาไหม้ ของชิ้นงานพอลิโพรพิลีนที่เติมลิกนินเพื่อเป็นสารด้านการติดไฟทุติยภูมิ.....	67
ตารางที่ 4.9 เปรียบเทียบเวลาในการเผาไหม้ UL94 ในแนวตั้ง ของชิ้นงานพอลิโพรพิลีนที่เติมลิกนินเพื่อเป็นสารด้านการติดไฟทุติยภูมิ.....	68

## สารบัญภาพ

		หน้า
ภาพที่ 2.1	โครงสร้างของพอลิโพรพิลีนชนิดไอโซแทกติก .....	3
ภาพที่ 2.2	โครงสร้างของพอลิโพรพิลีนชนิดอะแทกติก .....	4
ภาพที่ 2.3	โครงสร้างของพอลิโพรพิลีนชนิดซินดีโอแทกติก .....	4
ภาพที่ 2.4	โครงสร้างของ (A) Coumaryl alcohol (p-hydroxyphenyl), (B) Coniferyl alcohol (Guaiacyl) และ (C) Sinapyl alcohol (syringyl).....	10
ภาพที่ 3.1	เครื่อง Fourier transform infrared spectrometer (FT-IR).....	18
ภาพที่ 3.2	เครื่อง Thermogravimetric analyzer (TGA).....	19
ภาพที่ 3.3	เครื่อง Laser light scattering.....	19
ภาพที่ 3.4	เครื่อง Scanning electron microscope (SEM) .....	20
ภาพที่ 3.5	เครื่องอัดรีดแบบเกลียวคู่.....	22
ภาพที่ 3.6	เครื่องฉีดแบบ .....	22
ภาพที่ 3.7	เครื่องอัดแบบ .....	22
ภาพที่ 3.8	เครื่อง Melt flow indexer .....	23
ภาพที่ 3.9	X-ray diffraction pattern ของการวิเคราะห์ด้วยเครื่อง XRD .....	24
ภาพที่ 3.10	เครื่อง X-ray diffraction .....	25
ภาพที่ 3.11	เครื่องควบคุมสภาวะ ร้อน Binder .....	26
ภาพที่ 3.12	เครื่อง Universal testing machine .....	27
ภาพที่ 3.13	หัวทดสอบความต้านแรงดัดโค้ง .....	28
ภาพที่ 3.14	เครื่อง Impact testing machine .....	28
ภาพที่ 3.15	เครื่องบดชิ้นงานทดสอบ Impact .....	29
ภาพที่ 3.16	แสดงพฤติกรรมการเคลื่อนไหวของสายโซ่ (Relaxation behavior).....	30
ภาพที่ 3.17	เครื่อง Dynamic mechanical analyzer (DMA) .....	31
ภาพที่ 3.18	เทอร์โมแกรมจากการวิเคราะห์ด้วย TGA.....	32
ภาพที่ 3.19	เทอร์โมแกรมจากการวิเคราะห์ด้วย DSC.....	33
ภาพที่ 3.20	เครื่อง Differential scanning calorimeter (DSC) .....	34
ภาพที่ 3.21	ตู้ทดสอบการต้านการติดไฟ .....	35
ภาพที่ 3.22	ระยะและการจัดวางอุปกรณ์ทดสอบการลามไฟ (UL94).....	35
ภาพที่ 3.23	เครื่อง Limiting oxygen indexer.....	36
ภาพที่ 3.24	ระยะและการจัดวางอุปกรณ์ทดสอบ limiting oxygen index (LOI).....	37

	หน้า
ภาพที่ 4.1 อินฟราเรดสเปกตรัมของสารสกัดลิกนิน.....	38
ภาพที่ 4.2 อินฟราเรดสเปกตรัมของสารสกัดลิกนินทางการค้า.....	39
ภาพที่ 4.3 กราฟเทอร์โมแกรมของสารสกัดลิกนิน.....	40
ภาพที่ 4.4 ขนาดและการกระจายตัวของสารสกัดลิกนิน.....	41
ภาพที่ 4.5 SEM micrographs ของอนุภาคลิกนิน (A) ที่กำลังขยาย 1,000 เท่า (B) ที่กำลังขยาย 3,000 เท่า.....	42
ภาพที่ 4.6 แสดงดรขนี้การหลอมไหลของพอลิโพรพิลีนที่เติมลิกนินที่อัตราส่วนต่างๆ.....	42
ภาพที่ 4.7 SEM micrographs ที่กำลังขยาย 1000 เท่า ของ (A) pure PP (B) PP + lignin 5 %wt (C) PP + lignin 10 %wt (D) PP + lignin 15 %wt (E) PP + lignin 20 %wt และ (F) PP + TPP 15 %wt.....	43
ภาพที่ 4.8 SEM micrographs ที่กำลังขยาย 3000 เท่า ของ (A) pure PP (B) PP + lignin 5 %wt (C) PP + lignin 10 %wt (D) PP + lignin 15 %wt (E) PP + lignin 20 %wt และ (F) PP + TPP 15 %wt.....	44
ภาพที่ 4.9 SEM micrographs ที่กำลังขยาย 10,000 เท่า ของ (A) PP + lignin 5 %wt (B) PP + lignin 10 %wt (C) PP + lignin 15 %wt และ (D) PP + lignin 20 %wt.....	44
ภาพที่ 4.10 กราฟ TGA ของพอลิโพรพิลีนที่เติมลิกนินที่อัตราส่วนต่างๆ.....	45
ภาพที่ 4.11 แสดงปริมาณเถ้าของพอลิโพรพิลีนที่เติมลิกนินที่อัตราส่วนร้อยละ 0 - 20.....	46
ภาพที่ 4.12 อุณหภูมิการสลายตัวของพอลิโพรพิลีนที่เติมลิกนินในอัตราส่วนร้อยละ 0 - 20.....	46
ภาพที่ 4.13 กราฟ TGA ของพอลิโพรพิลีนที่เติมไตรฟินิลฟอสเฟตและลิกนินเป็นสารตัวเติม.....	47
ภาพที่ 4.14 ปริมาณเถ้าของพอลิโพรพิลีนเติมไตรฟินิลฟอสเฟตและลิกนินเป็นสารตัวเติม ช่วงอุณหภูมิ 220 – 320 องศาเซลเซียส.....	48
ภาพที่ 4.15 ปริมาณเถ้าของพอลิโพรพิลีนเติมไตรฟินิลฟอสเฟตและลิกนินเป็นสารตัวเติม ช่วงอุณหภูมิ 400 – 500 องศาเซลเซียส.....	48
ภาพที่ 4.16 กราฟ DSC ของพอลิโพรพิลีนที่เติมลิกนิน.....	50
ภาพที่ 4.17 กราฟ XRD ของพอลิโพรพิลีนที่เติมลิกนินก่อนให้ความร้อนด้วยเครื่อง DSC.....	52
ภาพที่ 4.18 กราฟ XRD ของพอลิโพรพิลีนที่เติมลิกนินหลังให้ความร้อนด้วยเครื่อง DSC.....	52

ภาพที่ 4.19	SEM micrographs ที่กำลังขยาย 3,000 เท่า ของ PP + lignin 15 %wt (A) ชิ้นงานทดสอบสมบัติความทนแรงกระแทก (B) ชิ้นงานทดสอบสมบัติความ ต้านแรงดึง.....	53
ภาพที่ 4.20	ค่า Tensile modulus ของพอลิโพรพิลีนที่เติมสารตัวเติม.....	54
ภาพที่ 4.21	ค่า Tensile strain at yield ของพอลิโพรพิลีนที่เติมสารตัวเติม.....	55
ภาพที่ 4.22	SEM micrographs ที่กำลังขยาย 3,000 เท่า ของ PP + lignin 15 %wt (A) ชิ้นงานทดสอบสมบัติความทนแรงกระแทก (B) ชิ้นงานทดสอบสมบัติความต้านแรงดัดโค้ง.....	57
ภาพที่ 4.23	ค่ามอดูลัสของพอลิโพรพิลีนที่เติมสารตัวเติมจากการทดสอบต้านแรงดัดโค้ง.....	58
ภาพที่ 4.24	ค่า Flexural strain at yield ของพอลิโพรพิลีนที่เติมสารตัวเติม จากการทดสอบต้านดัดโค้ง.....	59
ภาพที่ 4.25	ค่าความทนแรงกระแทกของพอลิโพรพิลีนที่เติมลิกนิน.....	60
ภาพที่ 4.26	ค่าความทนแรงกระแทกของพอลิโพรพิลีนที่เติมสารตัวเติม.....	61
ภาพที่ 4.27	ค่า storage modulus ของพอลิโพรพิลีนที่เติมลิกนิน.....	62
ภาพที่ 4.30	ค่า tan delta ของพอลิโพรพิลีนที่เติมลิกนิน.....	63

# บทที่ 1

## บทนำ

### 1.1 ความเป็นมาและความสำคัญของปัญหา

พอลิโพรพิลีนเป็นเทอร์โมพลาสติกที่นิยมใช้กันอย่างแพร่หลาย เนื่องจากพอลิโพรพิลีนมีสมบัติเด่นค่อนข้างหลากหลาย อาทิ มีความแข็งแรงสูง ความเหนียวสูง ทนทานต่อความล้าดี ป้องกันการซึมผ่านของไอน้ำและก๊าซได้ดี มีความใส และเป็นฉนวนไฟฟ้าที่ดีจากสมบัติที่กล่าวมาแล้วข้างต้นทำให้แนวโน้มการใช้งานพอลิโพรพิลีนเพิ่มสูงขึ้น

ในปัจจุบันมีการใช้งานพอลิโพรพิลีนในผลิตภัณฑ์ที่หลากหลาย เช่น บรรจุภัณฑ์ต่างๆ โฟม พิล์มเคลือบ ถุงร้อน ถุงเย็น และส่วนประกอบในอุตสาหกรรมยานยนต์ ในกระบวนการผลิตผลิตภัณฑ์ดังกล่าวมีความจำเป็นต้องปรับปรุงสมบัติให้มีความเหมาะสมกับการนำไปใช้งาน ปัญหาดังกล่าว ซึ่งมีการปรับปรุงโดยการเติมสารตัวเติม สารตัวเติมมีคุณสมบัติปรับปรุงสมบัติดังต่อไปนี้ สมบัติเชิงกล เสถียรภาพทางความร้อน และสมบัติการต้านการติดไฟ สารตัวเติมทางการค้าที่นิยมใช้เพื่อปรับปรุงสมบัติเชิงกลของพอลิโพรพิลีนคือ เส้นใยแก้ว และเส้นใยคาร์บอน สารตัวเติมดังกล่าวแม้จะมีประสิทธิภาพในการเสริมแรงที่ดี แต่มีข้อเสียคือ ราคาสูง และขัดสีกับเครื่องจักรในกระบวนการขึ้นรูป ส่วนสารตัวเติมทางการค้าเพื่อปรับปรุงสมบัติด้านการติดไฟของพอลิโพรพิลีนคือ สารต้านการติดไฟที่มีโบรมีนและแอนติโมนีเป็นองค์ประกอบ สารต้านการติดไฟดังกล่าวแม้จะมีประสิทธิภาพในการต้านการติดไฟที่สูง แต่เมื่อเกิดการเผาไหม้จะเกิดก๊าซพิษและสารก่อมะเร็ง

ด้วยเหตุนี้ผู้วิจัยจึงมีความสนใจที่จะหาสารทดแทนสารตัวเติมทางการค้าที่ใช้กันอยู่ในปัจจุบันด้วยสารที่สกัดจากธรรมชาติ คือ ลิกนิน เพื่อลดต้นทุนและความเป็นพิษของสารตัวเติม ส่งผลให้ได้ผลิตภัณฑ์ที่เป็นมิตรกับสิ่งแวดล้อม งานวิจัยนี้จะนำลิกนินที่สกัดจากน้ำดำของกระบวนการผลิตเยื่อกระดาษมาใช้เป็นสารตัวเติมสำหรับพอลิโพรพิลีน เนื่องจากน้ำดำมีลิกนินเป็นองค์ประกอบในปริมาณสูง และเมื่อสกัดแยกลิกนินออกจากน้ำดำยังเป็นการบำบัดน้ำเสียให้กลายเป็นน้ำดีอีกทางหนึ่ง จากนั้นทำการศึกษาสัณฐานวิทยา สมบัติทางกายภาพ เสถียรภาพทางความร้อน และสมบัติเชิงกลของผลิตภัณฑ์ที่เตรียมได้

## 1.2 วัตถุประสงค์ของการวิจัย

1. ศึกษาสภาวะที่เหมาะสมในการผสมและการขึ้นรูปพอลิโพรพิลีนผสมกับลิกนิน
2. ศึกษาสัณฐานวิทยา สมบัติทางกายภาพ เสถียรภาพทางความร้อน และสมบัติเชิงกลของพอลิโพรพิลีนที่ผสมลิกนิน
3. ศึกษาความเป็นไปได้ในการใช้ลิกนินเป็นสารต้านการติดไฟทุติยภูมิในพอลิโพรพิลีน

## 1.3 ขอบเขตของการวิจัย

1. สกัดลิกนินจากน้ำดำของกระบวนการผลิตเยื่อกระดาษ พร้อมตรวจสอบคุณลักษณะของสารที่สกัดได้ด้วยเทคนิค Fourier Transform Infrared Spectrophotometer (FT-IR), Thermogravimetric Analysis (TGA) และ Laser Light Scattering
2. ศึกษาอัตราส่วนที่เหมาะสมของลิกนินที่ใช้เป็นสารตัวเติมในพอลิโพรพิลีน พร้อมศึกษาสัณฐานวิทยา สมบัติทางกายภาพ เสถียรภาพทางความร้อน และสมบัติเชิงกล
3. ศึกษาอัตราส่วนที่เหมาะสมของลิกนินที่ใช้เป็นสารต้านการติดไฟทุติยภูมิในพอลิโพรพิลีน พร้อมศึกษาสมบัติต้านการติดไฟ

## 1.4 ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับ

1. สภาวะที่เหมาะสมของการผสมและการขึ้นรูปชิ้นงานพอลิโพรพิลีนที่ผสมลิกนินเป็นสารตัวเติม
2. ใช้ลิกนินเป็นสารตัวเติมในพอลิโพรพิลีนทดแทนสารตัวเติมทางการค้าเพื่อลดต้นทุนในการผลิต และเป็นมิตรกับสิ่งแวดล้อม
3. ใช้ลิกนินเป็นสารต้านการติดไฟทุติยภูมิในพอลิโพรพิลีนทดแทนการใช้สารต้านการติดไฟทางการค้าที่มีความเป็นพิษสูงและราคาแพง

## บทที่ 2

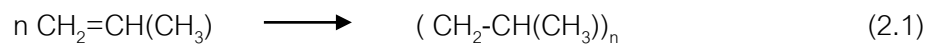
### เอกสารและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

#### 2.1 พอลิโพรพิลีน [1-3]

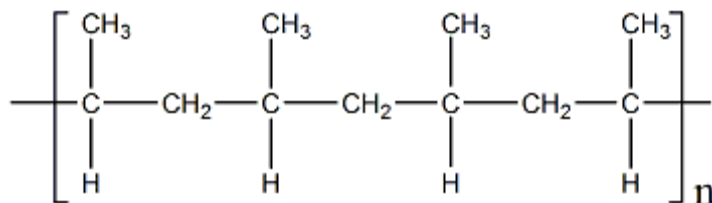
พอลิโพรพิลีน (polypropylene, PP) เป็นเทอร์โมพลาสติกที่นิยมใช้กันอย่างแพร่หลาย เนื่องจากพอลิโพรพิลีนมีสมบัติเด่น เช่น มีความแข็งแรงสูง ความเหนียวสูง ทนทานต่อความล้าดี ป้องกันการซึมผ่านของไอน้ำและก๊าซได้ดี มีความใส เป็นฉนวนไฟฟ้าที่ดี และสามารถหลอมและนำกลับมาใช้ใหม่ได้

##### 2.1.1 การสังเคราะห์

พอลิโพรพิลีนเตรียมได้จากปฏิกิริยาพอลิเมอไรเซชันแบบรวมตัวดังแสดงในสมการที่ 2.1 ปัจจุบันได้มีการพัฒนาโดยการนำตัวเร่งซีเกลอร์-เนตตามาใช้ในการสังเคราะห์ การเตรียมด้วยวิธีดังกล่าวจะมีผลทำให้ได้พอลิโพรพิลีนที่มีน้ำหนักโมเลกุลสูง และมีโครงสร้างแบบไอโซแทกติกเป็นส่วนใหญ่



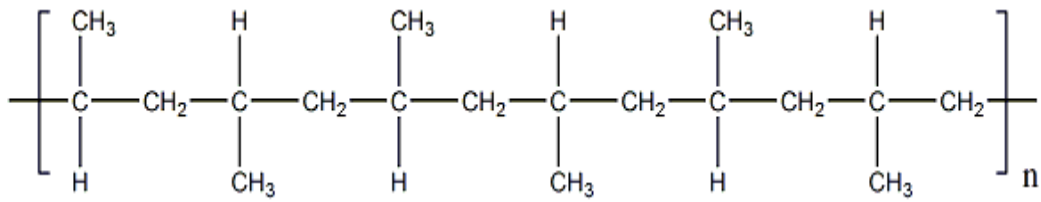
- พอลิโพรพิลีนชนิดไอโซแทกติก (*isotactic polypropylene*) โครงสร้างเป็นหมู่เมทิลที่เรียงตัวในแนวเดียวกันตลอดสายโซ่ ซึ่งจะมีความเป็นผลึกสูง ดังภาพที่ 2.1



ภาพที่ 2.1 โครงสร้างของพอลิโพรพิลีนชนิดไอโซแทกติก

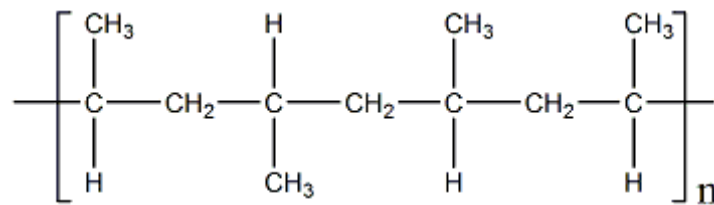
- พอลิโพรพิลีนชนิดอะแทกติก (*atactic polypropylene*) โครงสร้างเป็นหมู่เมทิลที่เรียงตัวแบบไม่สม่ำเสมอตลอดความยาวสายโซ่ ดังภาพที่ 2.2





ภาพที่ 2.2 โครงสร้างของพอลิโพรพิลีนชนิดอะแทกติก

- พอลิโพรพิลีนชนิดซินดิโอแทกติก (*syndiotactic polypropylene*) โครงสร้างเป็นหมู่เมทิลที่เรียงตัวสลับกันตลอดความยาวสายโซ่ ดังภาพที่ 2.3



ภาพที่ 2.3 โครงสร้างของพอลิโพรพิลีนชนิดซินดิโอแทกติก

พอลิโพรพิลีนเป็นพอลิเมอร์ที่มีลักษณะแข็งแรง เหนียว ทนต่อสารเคมี น้ำมัน และความร้อน มีค่าความถ่วงจำเพาะ 0.905 กรัม/ลูกบาศก์เซนติเมตร มีอุณหภูมิกลาสทรานซิชัน ( $T_g$ ) ประมาณ -20 องศาเซลเซียส มีค่าอุณหภูมิหลอมเหลว ( $T_m$ ) ประมาณ 170 องศาเซลเซียส อุณหภูมิการใช้งานไม่ควรเกิน 140 องศาเซลเซียส สมบัติการละลายของพอลิโพรพิลีนคล้ายกับพอลิเอทิลีน คือไม่สามารถละลายได้ในตัวทำละลายใดๆ ที่อุณหภูมิห้อง แต่ละลายได้ในตัวทำละลายไฮโดรคาร์บอนและคลอรีเนเตตไฮโดรคาร์บอน ที่อุณหภูมิสูงกว่า 80 องศาเซลเซียส พอลิโพรพิลีนทนต่อการกดเบสเป็นอย่างดี แต่พอลิโพรพิลีนมีความทนต่อความร้อน แสง และตัวออกซิไดซ์ได้น้อยกว่าพอลิเอทิลีน เพราะสายโซ่ของพอลิโพรพิลีนมีไฮโดรเจนอะตอมที่เกิดพันธะกับ tertiary carbon

นิยมนำพอลิโพรพิลีนไปใช้ทำชิ้นส่วนรถยนต์ อุปกรณ์เครื่องใช้ภายในบ้าน และบรรจุภัณฑ์ต่างๆ สำหรับ พอลิโพรพิลีนที่นำกลับมาใช้ใหม่ (recycle polypropylene) นิยมใช้ทำแปรงทำความสะอาด อุปกรณ์ขัด/ขัดน้ำแข็ง และกรวยสำหรับเติมน้ำมัน เป็นต้น

## 2.2 สารตัวเติม [4-5]

สารตัวเติม (fillers) คือ สารเติมแต่งซึ่งเป็นของแข็งที่ใส่ในพอลิเมอร์ เพื่อลดต้นทุนการผลิตหรือปรับปรุงสมบัติเชิงกลของพอลิเมอร์ สารตัวเติมที่ใช้กันทั่วไป มีทั้งสารอินทรีย์และอนินทรีย์ แต่ส่วนใหญ่แล้วมักเป็นสารอนินทรีย์ซึ่งจะใช้งานกับเทอร์โมพลาสติก ในขณะที่สารตัวเติมอินทรีย์ เช่น ผงไม้ จะใช้ในพลาสติกชนิดเทอร์โมเซตเป็นส่วนใหญ่

สำหรับสารตัวเติมที่ใช้เพื่อเพิ่มเนื้อผลิตภัณฑ์และลดต้นทุนการผลิตเป็นหลัก คือ สารตัวเติมเพิ่มเนื้อ (extender fillers หรือ inert fillers) อย่างไรก็ตาม การใส่สารตัวเติมประเภทนี้ก็ช่วยปรับปรุงสมบัติของพอลิเมอร์ด้วย ตัวอย่างของสารตัวเติมประเภทนี้ได้แก่

- หินปูน (calcium carbonate,  $\text{CaCO}_3$ ) เป็นสารตัวเติมที่มีปริมาณการใช้มากที่สุด ทั้งในอุตสาหกรรมพลาสติก ยาง สารเคลือบผิว สิ่งทอ กระดาษ และอุตสาหกรรมอื่นๆ เนื่องจากมีความขาวสูง มีการขัดสีต่ำ และที่สำคัญคือ หาง่ายและมีราคาถูก
- ทัลค์ (talc,  $3\text{MgO} \cdot 4\text{SiO}_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$ ) เป็นสารตัวเติมที่มีความเฉื่อยต่อเคมีภัณฑ์ ทนทานต่อความร้อนและความชื้นได้ดี เมื่อนำมาใช้ในพลาสติก จะช่วยให้พลาสติกปรับปรุงเสถียรภาพทางความร้อน นอกจากนี้ยังปรับปรุงสมบัติการเป็นฉนวนความไฟฟ้าและความทนทานต่อเคมีภัณฑ์
- เคาลิน (kaolin,  $\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 2\text{SiO}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ) เป็นสารตัวเติมที่มีอะลูมิเนียมซิลิเกตที่มีน้ำปนอยู่ มักนำมาใช้เป็นสารตัวเติมในพลาสติกเพื่อเพิ่มสมบัติการเป็นฉนวนไฟฟ้าและทนทานต่อเคมีภัณฑ์ นอกจากนี้ ยังช่วยลดการแตก (crack) ของผลิตภัณฑ์ และทำให้ความแข็งสูงขึ้น

ส่วนสารตัวเติมที่ใช้เพื่อปรับปรุงสมบัติเชิงกลหรือสมบัติอื่นๆ (เช่น การนำไฟฟ้า และการนำความร้อน) เรียกว่า สารตัวเติมตามหน้าที่ (functional fillers หรือ active fillers) และมักจะเรียกสารตัวเติมที่ช่วยเพิ่มความแข็งแรง (โดยเฉพาะอย่างยิ่ง ความทนแรงดึง) ให้กับพอลิเมอร์ว่า สารตัวเติมเสริมแรง (reinforcing fillers หรือ reinforcements) เช่น

- ไมกา (Mica,  $\text{K}_2\text{O} \cdot 3\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 6\text{SiO}_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$ ) เป็นสารตัวเติมที่มีโปแตสเซียมอะลูมิเนียมซิลิเกตที่มีน้ำปนอยู่ การใช้ไมกาเป็นสารตัวเติมในพลาสติกจะทำให้พลาสติกมีความแข็งแรง และมีเสถียรภาพทางรูปร่างสูงแม้กระทั่งที่อุณหภูมิสูง ข้อเสีย คือ กระจายตัวในพอลิเมอร์ได้ยาก โดยเฉพาะอย่างยิ่งพอลิเมอร์ที่ไม่มีขั้ว เช่น PE, PP
- วอลลาสทอนไนต์ (wollastonite,  $\text{CaSiO}_3$ ) เป็นสารตัวเติมมีลักษณะรูปร่างแบบแท่ง และมีเสถียรภาพทางความร้อนสูง เมื่อนำมาใช้ในพลาสติก จะทำให้พลาสติกมี

ความทนแรงดึง ความทนแรงดัดโค้ง ความทนทานต่อความร้อน และมีสมบัติเป็นฉนวนไฟฟ้าเพิ่มขึ้น

- ไยแก้ว (glass fiber) เป็นสารตัวเติมที่ได้รับความนิยมมากที่สุดตัวหนึ่ง ที่นำมาใช้ด้านการเสริมแรงในพลาสติกทั้งชนิดเทอร์โมพลาสติกและพลาสติกเทอร์โมเซต เนื่องจากเส้นใยแก้วมีความแข็งแรงสูง มีน้ำหนักเบา มีเสถียรภาพทางรูปร่างสูง (high dimensional stability) มีความทนทานต่อการกัดกร่อน และสามารถขึ้นรูปได้หลากหลาย

การปรับปรุงสมบัติของพอลิเมอร์มีด้วยกันหลายวิธี เช่น การปรับปรุงสถานะในการขึ้นรูป การเติมสารตัวเติม และการปรับปรุงในขั้นตอนการผสม แต่วิธีที่ได้รับความนิยมและมีประสิทธิภาพวิธีหนึ่งก็คือการเติมสารตัวเติม ถึงแม้ว่าการเติมสารตัวเติมทั้งสองชนิด คือ สารตัวเติมเพิ่มเนื้อ และสารตัวเติมตามหน้าที่ จะช่วยปรับปรุงสมบัติของพอลิเมอร์ได้ดี แต่มักจะพบปัญหาหลังทำการเติมสารตัวเติม คือ เมื่อปรับปรุงสมบัติหนึ่งแล้วมีผลทำให้อีกสมบัติหนึ่งด้อยลง สารตัวเติมมีราคาสูงมีผลทำให้ราคาของผลิตภัณฑ์สูงขึ้น และที่สำคัญสารเติมแต่งบางชนิดมีความเป็นพิษสูงเป็นอันตรายต่อผู้บริโภค

## 2.3 สารด้านการติดไฟ [6-7]

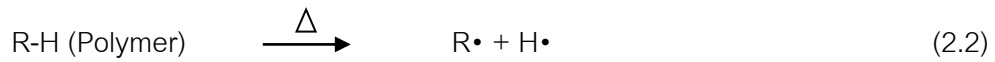
สารด้านการติดไฟ (flame retardants) คือ สารเติมแต่งที่ผสมกับพอลิเมอร์เพื่อยับยั้งการเผาไหม้หรือลดการแผ่ขยายของเปลวไฟ สารด้านการติดไฟมักมีธาตุหนึ่งธาตุใดต่อไปนี้เป็นองค์ประกอบอยู่ด้วย เช่น ฟอสฟอรัส โบรอน ฮาโลเจน และแอนติโมนี เป็นต้น

สารด้านการติดไฟแบ่งได้เป็น 2 ประเภทดังนี้

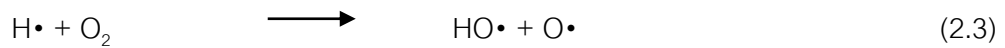
1. สารด้านการติดไฟปฐมภูมิ (primary flame retardant) สารด้านการติดไฟประเภทนี้มีความสามารถในการยับยั้งการเผาไหม้หรือลดการแผ่ขยายของเปลวไฟได้เอง โดยไม่ต้องใช้งานร่วมกับสารเติมแต่งชนิดอื่น
2. สารด้านการติดไฟทุติยภูมิ (secondary flame retardant) สารด้านการติดไฟชนิดนี้ไม่สามารถยับยั้งการเผาไหม้หรือลดการแผ่ขยายของเปลวไฟได้ด้วยตัวเอง แต่ต้องใช้ควบคู่กับสารด้านการติดไฟปฐมภูมิจึงมีประสิทธิภาพด้านการติดไฟ สารด้านการติดไฟทุติยภูมิจะมีหน้าที่เพิ่มประสิทธิภาพ และลดปริมาณของสารด้านการติดไฟปฐมภูมิ

### 2.3.1 กลไกการเผาไหม้

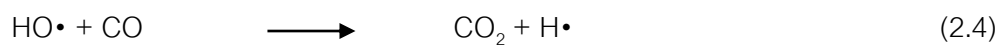
ขั้นปฏิกิริยาขั้นเริ่มต้น เมื่อพอลิเมอร์ได้รับความร้อนที่มีค่ามากพอที่เกิดการจุดติดไฟของพอลิเมอร์ จะทำให้โมเลกุลของพอลิเมอร์เกิดการสลายตัวได้แรดิคอล (สมการที่ 2.2) โดยอุณหภูมิการจุดติดไฟของพอลิเมอร์จะขึ้นอยู่กับองค์ประกอบและโครงสร้างของพอลิเมอร์หรือขึ้นอยู่กับชนิดและปริมาณของก๊าซที่ได้จากการสลายตัวของพอลิเมอร์นั้น



ขั้นทำปฏิกิริยากับออกซิเจน ไฮโดรเจนแรดิคอลทำปฏิกิริยากับออกซิเจนในอากาศทำให้เกิดการเผาไหม้สลายตัวได้ไฮดรอกซิลแรดิคอล (ไม่เสถียร และว่องไวต่อการเกิดปฏิกิริยา) (สมการที่ 2.3)



ขั้นดำเนินไปของปฏิกิริยาไฮดรอกซิลแรดิคอล จากขั้นทำปฏิกิริยากับออกซิเจนที่ไม่เสถียรเกิดปฏิกิริยากับคาร์บอนมอนอกไซด์ได้เป็นคาร์บอนไดออกไซด์ (สมการที่ 2.4)



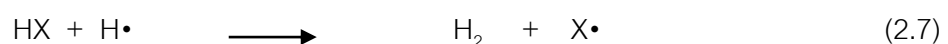
### 2.3.2 ประเภทของสารต้านการติดไฟ

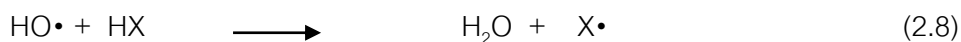
สารต้านการติดไฟทางการค้ามีหลากหลายชนิดซึ่งสารต้านการติดไฟแต่ละชนิดจะมีกลไกต้านการติดไฟที่แตกต่างกัน ดังนั้นในการเลือกสารต้านการติดไฟควรเลือกให้มีความเหมาะสมกับชนิดของพอลิเมอร์และผลิตภัณฑ์ โดยสารต้านการติดไฟทางการค้าที่นิยมใช้กับพอลิโพรพิลีนมีดังต่อไปนี้

1. สารต้านการติดไฟที่มีฮาโลเจนเป็นส่วนประกอบ สารอินทรีย์ประเภทที่มีฮาโลเจนเป็นองค์ประกอบมีประสิทธิภาพต้านการติดไฟที่สูง โดยเฉพาะสารต้านการติดไฟที่มีฮาโลโบรมีนเป็นองค์ประกอบ สารต้านการติดไฟดังกล่าวเมื่อเกิดการเผาไหม้ สารประกอบฮาโลเจนจะแตกสลายและเกิดฮาโลเจนเฮไลด์ โดยตัวไฮโดรเจนเฮไลด์นี้จะไปยับยั้งการเกิดอนุมูลอิสระในปฏิกิริยาการเผาไหม้ที่เกิดขึ้น ซึ่งปฏิกิริยาจะเป็นดังต่อไปนี้



HX คือไฮโดรเจนเฮไลด์ ซึ่งไฮโดรเจนเฮไลด์ที่เกิดขึ้นจะไปทำปฏิกิริยากับ  $\text{H}\cdot$  และ  $\text{HO}\cdot$  ดังนี้



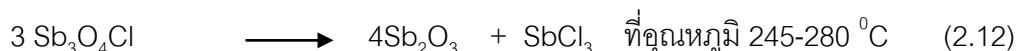
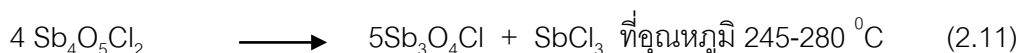
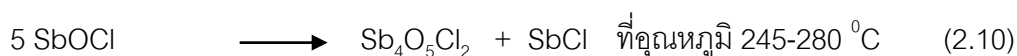


จากสมการที่ 2.7 และ 2.8 อนุมูลอิสระที่เกิดขึ้นของฮาโลเจนจะมีความเฉื่อยต่อการเกิดปฏิกิริยา จึงเป็นผลให้ปฏิกิริยาล้มเหลว แต่อย่างไรก็ตามผลิตภัณฑ์ที่เติมสารต้านการติดไฟประเภทนี้เมื่อเกิดการลุกไหม้จะให้ก๊าซพิษที่เป็นอันตราย และเป็นสารที่ก่อให้เกิดมะเร็งได้

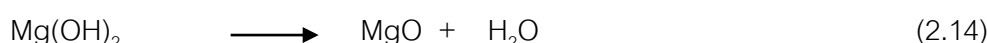
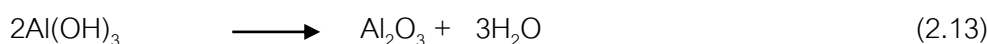
2. สารต้านการติดไฟที่มีแอนติโมนีออกไซด์ เป็นสารต้านการติดไฟที่มีสีขาว ราคาแพง ไม่ได้เป็นสารต้านการติดไฟโดยตรงแต่จำเป็นต้องใช้ร่วมกับสารต้านการติดไฟที่มีฮาโลเจนเป็นองค์ประกอบจึงจะมีคุณสมบัติต้านการติดไฟ เมื่อมีการผสมกันระหว่างสารประกอบฮาโลเจนกับแอนติโมนีออกไซด์ โดยของผสมของสารสองชนิดนี้จะทำให้เกิดแอนติโมนีออกไซด์คลอไรด์ (SbOCl) ซึ่งเป็นของแข็ง ดังสมการที่ 2.9



เมื่อเกิดการเผาไหม้ แอนติโมนีออกไซด์คลอไรด์จะเกิดก๊าซแอนติโมนีไตรคลอไรด์ (SbCl<sub>3</sub>) ดังสมการที่ 2.10 - 2.12 ก๊าซแอนติโมนีไตรคลอไรด์จะทำหน้าที่ขั้วไล่ก๊าซออกซิเจนมีผลทำให้การเผาไหม้ไม่สามารถเผาไหม้ต่อไปได้และดับในที่สุด

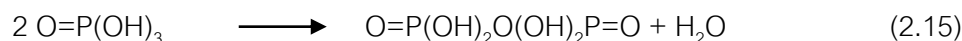


3. สารต้านการติดไฟประเภทโลหะไฮดรอกไซด์ โดยปกติสารต้านการติดไฟประเภทที่มีไฮดรอกไซด์เป็นองค์ประกอบ จะประกอบด้วยโลหะ เช่น อะลูมิเนียม (Al) และแมกนีเซียม (Mg) สารต้านการติดไฟประเภทนี้ได้รับความนิยม เนื่องจากราคาถูกและไม่เป็นพิษ แต่มีข้อจำกัดคือ ต้องใช้สารต้านการติดไฟในปริมาณมาก กลไกต้านการติดไฟ คือเมื่อสารต้านการติดไฟนี้ได้รับความร้อนโลหะไฮดรอกไซด์จะเกิดการสลายตัวเป็นโลหะออกไซด์และน้ำซึ่งโลหะออกไซด์เป็นชั้นของถ่าน (char) ปกคลุมพื้นผิวของวัสดุ มีผลทำให้การเผาไหม้สิ้นสุด ดังสมการที่ 2.13 และ 2.14



4. สารต้านการติดไฟที่มีฟอสเฟตเป็นองค์ประกอบ สารต้านการติดไฟประเภทนี้นิยมใช้อย่างแพร่หลาย เนื่องจากลดการติดไฟได้อย่างมีประสิทธิภาพโดยไม่มีการเกิดควันหรือก๊าซพิษเกิดขึ้น นิยมใช้เป็นสารตัวเติมกับพอลิเมอร์ที่มีธาตุออกซิเจนเป็นองค์ประกอบ เช่น พอลิเอสเธอร์

และพอลิเอไมด์ กลไกการเผาไหม้ของสารด้านการติดไฟชนิดนี้ คือเมื่อเกิดการเผาไหม้ สารด้านการติดไฟชนิดนี้จะสลายตัวเป็นสารประกอบฟอสฟอเรตและน้ำ สารประกอบฟอสฟอเรตเป็นชั้นของถ่าน (char) ปกคลุมพื้นผิวของวัสดุ มีผลทำให้การเผาไหม้สิ้นสุดลง ดังสมการที่ 2.15



## 2.4 ลิกนิน [8-10]

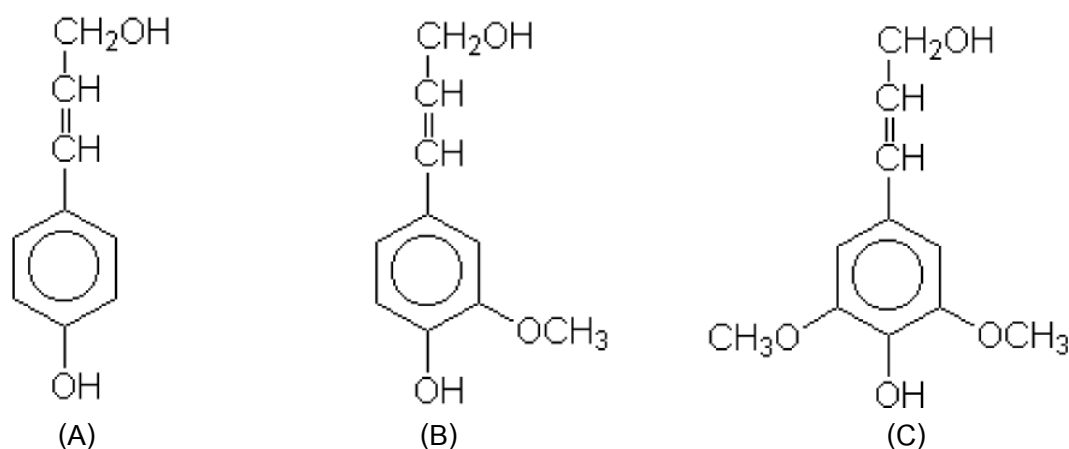
ลิกนินเป็นสารประกอบเชิงซ้อนที่มีน้ำหนักโมเลกุลสูงมักพบอยู่ร่วมกับเซลลูโลส ลิกนินทำหน้าที่เป็นเสมือนตัวเชื่อมประสานเส้นใยเซลลูโลส (cellulose) เข้าด้วยกัน มีผลทำให้เกิดเป็นโครงสร้างที่แข็งแรงของไม้ โดยทั่วไปแล้วลิกนินจะเชื่อมโมเลกุลของพอลิแซคคาไรด์ (polysaccharides) ต่างๆ โดยเฉพาะ เฮมิเซลลูโลส (hemicellulose) กับเซลลูโลส สำหรับโครงสร้างที่แท้จริงของลิกนินยังไม่ทราบโครงสร้างที่แน่นอน แต่จากการตรวจสอบโดยใช้วิธีนิวเคลียร์แมกเนติกเรโซแนนซ์ (nuclear magnetic resonance, NMR) แสดงให้เห็นว่าลิกนินที่อยู่อย่างอิสระเป็นสารพอลิเมอร์ที่มีวงอะโรมาติก (aromatic ring) เป็นส่วนประกอบ คุณสมบัติและองค์ประกอบของลิกนินขึ้นกับปัจจัยหลายอย่าง เช่น แหล่งที่มา หรือวิธีการสกัดแยก ลิกนินจึงมีหลายชนิด การเรียกชื่อของลิกนินอาจเรียกตามแหล่งที่มาของลิกนิน เช่น ลิกนินจากฟางข้าว (wheat straw lignin) ลิกนินจากไม้เนื้ออ่อน (softwood lignin) หรือเรียกตามวิธีการสกัดแยก เช่น ลิกนินที่อยู่ในไม้เรียกว่า native lignin หรือ protolignin และลิกนินที่ได้มาจากการแยกเป็นส่วนโดยวิธีทางเชิงกลเรียกว่า milled wood lignin (MWL) หรือลิกนินที่แยกได้จากการต้มเยื่อโดยกรรมวิธีแบบอัลคาไลน์เรียกว่า อัลคาไลน์ลิกนิน (alkaline lignin)

ลิกนินที่แยกได้จากการทดลอง และลิกนินในเชิงพาณิชย์เป็นของแข็งขนาดเล็กๆ โดยปกติลิกนินเป็นผงสีน้ำตาล มีความหนาแน่น 1.3-1.4 กรัมต่อตารางเซนติเมตร และดัชนีการหักเห (refractive index) 1.6 ไม่ละลายในน้ำและในสารละลายที่มีความเป็นกรด ลิกนินส่วนมากละลายในสารละลายเบส (alkaline) บางชนิดละลายใน oxygenated organic compound และในเอมีน (amine) ลิกนินให้ความร้อนจากการเผาไหม้ (heat of combustion) ประมาณ 29.5 เมกะจูลต่อกิโลกรัม

### 2.4.1 โครงสร้างของลิกนิน

จากการวิเคราะห์องค์ประกอบของลิกนิน พบว่าโครงสร้างพื้นฐานของลิกนินคือ phenylpropane ( $\text{C}_6\text{-C}_3$ ) สูตรโมเลกุลคือ  $\text{C}_9\text{H}_{7.95}\text{O}_{2.4}(\text{OCH}_3)_{0.92}$  มีมวลโมเลกุลประมาณ 184 กรัมต่อหนึ่งโมโนเมอร์ ลิกนินจะประกอบไปด้วยโมโนเมอร์เริ่มต้นคือ coumaryl alcohol (p-hydroxyphenyl), coniferyl alcohol (guaiacyl) และ sinapyl alcohol (syringyl)

(ดังภาพที่ 2.4) โดยลิกนินต่างชนิดกันจะมีอัตราส่วนของโมโนเมอร์ไม่เท่ากันมีผลทำให้โครงสร้างและคุณสมบัติของลิกนินเปลี่ยนแปลงไป



ภาพที่ 2.4 โครงสร้างของ (A) coumaryl alcohol (p-hydroxyphenyl), (B) coniferyl alcohol (guaiacyl) และ (C) sinapyl alcohol (syringyl) [10]

#### 2.4.2 แหล่งของลิกนิน

แหล่งที่พบลิกนินมาก คือ ต้นไม้ โดยทั่วไปลิกนินที่อยู่ในไม้จะไม่ละลายน้ำ ถ้าหากไม่มีการเปลี่ยนแปลงทางกายภาพและทางเคมี ซึ่งถือว่าเป็นการเปลี่ยนแปลงทางพอลิเมอร์หรือเป็นการไฮโดรไลสัฟัฒณะของลิกนินกับสารตัวอื่น ในปัจจุบันพบว่ามีหลากหลายวิธีในการแยกลิกนินออกจากต้นไม้ โดยมีการเปลี่ยนแปลงโครงสร้างน้อยที่สุด โดยทั่วไปจะใช้วิธีการละลายลิกนินแล้วกรองแยกสารอื่นออกหรืออาจใช้การละลายสารอื่นทิ้งไปก็ได้ หลักการที่นิยมใช้ในการแยกลิกนินคือคุณสมบัติและปฏิกิริยาของลิกนินที่ต่างกันในการแยก โดยทั่วไปแล้วไม้เนื้ออ่อนจะมีปริมาณลิกนินมากกว่าไม้เนื้อแข็ง

การจำแนกลิกนินจากพืชที่เป็นสารตั้งต้นในการสกัดแบ่งได้เป็น 3 ชนิด คือ

(1) ลิกนินจากไม้เนื้ออ่อน (*Softwood lignin*) ได้แก่ ลิกนินจากไม้จำพวกสนที่มีใบเขียวตลอดปีและมีลักษณะใบแคบ โดยไม้ชนิดนี้เมื่อนำไปทำเยื่อกระดาษจะได้เยื่อที่มีเส้นใยยาวซึ่งมีคุณสมบัติทำให้กระดาษมีความเหนียวและแข็งแรง

(2) ลิกนินจากไม้เนื้อแข็ง (*Hardwood lignin*) ได้แก่ ลิกนินจากไม้เบญจพรรณต่างๆ ที่ผลัดใบทุกปีและมีลักษณะใบกว้าง ไม้ชนิดนี้นิยมนำไปผลิตเยื่อกระดาษประเภทเยื่อที่มีเส้นใยสั้นซึ่งมีคุณสมบัติทำให้กระดาษมีความทึบและหน้ากระดาษเรียบ

(3) ลิกนินจากหญ้าหรือพืชล้มลุก (*Grass or Annual plant*) เป็นไม้ใบสั้นซึ่งมีคุณภาพดี เช่น ปอ กก อ้อย หญ้าขจรจบ ต้นอ้อ และต้นแขม

### 2.4.3 ประโยชน์ของลิกนิน

มีการนำลิกนินและอนุพันธ์ของลิกนินมาใช้ประโยชน์อย่างกว้างขวาง อาทิ การใช้ประโยชน์ลิกนินโดยแบ่งตามการนำไปใช้งาน ได้แก่

- ใช้เป็นสารยึดติด เช่น สารกันซึม สารเชื่อมติดและสารเคลือบในอุตสาหกรรมกระดาษ
- ใช้ในด้านเคมีภัณฑ์เกษตร ได้แก่ เคมีภัณฑ์ปรับปรุงดิน เคมีภัณฑ์ควบคุมฝุ่น ยาฆ่าแมลง ปุ๋ย ยากำจัดวัชพืช ใช้ในการหมัก และเป็นสารเติมแต่งในอุตสาหกรรมอาหารสัตว์
- ใช้ผสมในซีเมนต์ เพื่อเพิ่มคุณสมบัติ เช่น ช่วยให้การแข็งตัวของซีเมนต์ดี เพิ่มความแข็งแรงคงทน เป็นต้น
- ใช้เป็นสารช่วยกระจายตัว (dispersing agent) ในอุตสาหกรรมหลายอย่าง เช่น การกำจัดหมึกในอุตสาหกรรมกระดาษ การชุบเคลือบ และอุตสาหกรรมสิ่งทอ เช่น การฟอกย้อม
- ใช้เป็นสารต้านการติดไฟ (flame retardant) และสารต้านอนุมูลอิสระ (antioxidant) ในอุตสาหกรรมพอลิเมอร์

### 2.5 น้ำดำ [8]

น้ำดำ (black liquor) คือ น้ำทิ้งจากระบวนการทางเคมีของการต้มเยื่อกระดาษซึ่งมีสีดำ องค์ประกอบของน้ำดำจะเปลี่ยนแปลงไปตามวัตถุดิบที่นำมาใช้เป็นสารตั้งต้นในการผลิตเยื่อกระดาษ และกรรมวิธีที่ใช้ในการผลิตเยื่อกระดาษ แต่โดยเฉลี่ยแล้วน้ำดำจากทุกกระบวนการทางเคมีในการต้มเยื่อจะมีองค์ประกอบทางเคมีทั่วไปดังแสดงในตารางที่ 2.1

การสกัดแยกลิกนินออกจากน้ำดำมีด้วยกันหลากหลายวิธี เช่น วิธีการละลายลิกนินแล้วกรองแยกสารตัวอื่นออก วิธีการละลายสารตัวอื่นทิ้งไปให้เหลือแต่ลิกนิน [8] วิธีการปรับค่าความเป็นกรดต่างแล้วกรองแยกลิกนิน [9] เป็นต้น ในงานวิจัยนี้เลือกการสกัดแยกลิกนินด้วยวิธีการปรับค่าความเป็นกรดต่าง เนื่องจากวิธีดังกล่าวใช้ระยะเวลาในการสกัดที่สั้น ได้ปริมาณลิกนินสูง มีต้นทุนต่ำ และสารเคมีที่ใช้ในการสกัดมีความเป็นพิษต่ำ



## ตารางที่ 2.1 คุณสมบัติของน้ำดำ

คุณสมบัติ หรือส่วนประกอบ	ปริมาณ (ร้อยละโดยน้ำหนัก)
สารอินทรีย์	
- ลิกนิน	12-20
- อื่นๆ	3.55
สารอนินทรีย์	
- โซเดียมไฮดรอกไซด์	2.44
- โซเดียมคาร์บอเนต	2.76
- อื่นๆ	2.77

### 2.6 งานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

เอกอาทิตย์ บุญประเสริฐโพธิ์ [11] ศึกษาภาวะที่เหมาะสมในการสกัดแยกลิกนินออกจากน้ำดำในกระบวนการทำเยื่อกระดาษ โดยการปรับเปลี่ยนค่าความเป็นกรดต่าง (pH) เท่ากับ 1, 3 และ 5 พบว่าปริมาณลิกนินที่สกัดได้มีค่าเท่ากับ 4.79, 4.30 และ 2.68 กรัม ตามลำดับ จากปริมาณลิกนินที่สกัดได้พบว่าค่าความเป็นกรดต่างที่เหมาะสมในการสกัดแยกลิกนินออกจากน้ำดำในกระบวนการทำเยื่อกระดาษเท่ากับ 3

ธารินี อารงเลิศฤทธิ และคณะ [12] ศึกษาภาวะที่เหมาะสมในการสกัดแยกลิกนินออกจากน้ำดำในกระบวนการทำเยื่อกระดาษ โดยการปรับเปลี่ยนเวลาในการตกตะกอนเท่ากับ 0, 1, 2, 3 และ 5 ชั่วโมง พบว่าลิกนินที่สกัดได้มีปริมาณลิกนินเท่ากับ 19.88, 21.41, 19.98, 20.76 และ 21.13 กรัม ตามลำดับ จากปริมาณลิกนินที่สกัดได้พบว่า เวลาในการตกตะกอนที่เหมาะสมในการสกัดแยกลิกนินออกจากน้ำดำในกระบวนการทำเยื่อกระดาษเท่ากับ 0 ชั่วโมง

Garcia และคณะ [13] ศึกษาภาวะที่เหมาะสมในการสกัดแยกลิกนินออกจากน้ำดำด้วยวิธีการตกตะกอน โดยผู้วิจัยทำการสกัดลิกนินออกจากน้ำดำด้วยวิธีการปรับค่าความเป็นกรดต่าง โดยการเติมกรดซัลฟิวริก และใช้เวลาในการตกตะกอน 24 ชั่วโมง ขั้นตอนการสกัดลิกนินมีดังนี้ คือนำน้ำดำที่มีค่าความเป็นกรดต่างเท่ากับ 12.64 และปรับจนค่าความเป็นกรดต่างมีค่า 0.72 พบว่าปริมาณตะกอนลิกนินจะเพิ่มมากขึ้นเมื่อค่าความเป็นกรดต่างลดลง โดยผลจากการทดลองพบว่าเมื่อทำการลดค่าความเป็นกรดต่างปริมาณตะกอนลิกนินจะเพิ่มมากขึ้นและมีปริมาณตะกอนมากที่สุดที่ค่าความเป็นกรดต่างเท่ากับ 0.72

Alexy และคณะ [14] ศึกษาสมบัติของพอลิเอทิลีนชนิดความหนาแน่นต่ำและพอลิโพรพิลีนที่นำลิกนินมาใช้เป็นสารเติมแต่ง ผสมด้วยเครื่องอัดรีดแบบเกลียวเดี่ยว (single screw

extruder) และขึ้นรูปด้วยเครื่องอัดแบบ (compression molding) โดยทดสอบค่าดรรชนีการหลอมไหล (melt flow index) เปรียบเทียบระหว่างชิ้นงานที่ไม่มีสารอื่น, ชิ้นงานที่มีการเติมสารเพิ่มความเสถียร (stabilizer) และชิ้นงานที่มีลิกนิน พบว่าชิ้นงานพอลิเอทิลีนที่มีการเติมสารเพิ่มความเสถียรและชิ้นงานที่มีการเติมลิกนินมีค่าดรรชนีการหลอมไหลใกล้เคียงกัน โดยมีค่าดรรชนีการหลอมไหลที่ต่ำกว่าชิ้นงานที่ไม่มีสารอื่น เมื่อผ่านกระบวนการขึ้นรูปหลายครั้งดรรชนีการหลอมไหลของพอลิเอทิลีนไม่เปลี่ยนแปลงจากเดิมมากนัก แต่ในส่วนของพอลิโพรพิลีนพบว่าดรรชนีการหลอมไหลจะมีค่าเพิ่มขึ้นเรื่อยๆ และเมื่อเปรียบเทียบปริมาณลิกนินต่อดรรชนีการหลอมไหลพบว่าดรรชนีการหลอมไหลของพอลิเอทิลีนมีค่าเพิ่มขึ้นแต่สำหรับพอลิโพรพิลีนจะมีค่าเปลี่ยนแปลงเพียงเล็กน้อย ส่วนการทดสอบสมบัติเชิงกลพบว่าค่าความต้านแรงดึงของพอลิเมอร์ทั้งสองชนิดมีค่าลดลงเมื่อเพิ่มปริมาณของลิกนิน

Canetti และคณะ [15] ศึกษาผลกระทบเมื่อเติมลิกนินในอัตราส่วนร้อยละ 5 และ 15 โดยน้ำหนัก ในพอลิโพรพิลีน โดยพิจารณาการเปลี่ยนแปลงของอุณหภูมิการสลายตัว สันฐานวิทยา และโครงสร้างของพอลิโพรพิลีน ทำการผสมโดยเครื่องอัดรีดแบบเกลียวเดี่ยว วิเคราะห์การกระจายตัวของอนุภาคลิกนินในพอลิโพรพิลีนด้วยเทคนิคโพลาไรซิงออพติคอลลโฟโต้ไมโครกราฟ (Polarizing optical photomicrograph, (POM)) พบว่าขนาดของอนุภาคและการกระจายตัวของลิกนินในพอลิโพรพิลีนในอัตราส่วนร้อยละ 5 และ 15 โดยน้ำหนัก มีขนาดและการกระจายตัวของอนุภาคอยู่ในช่วง 0.2-1.1 ไมโครเมตร วิเคราะห์ความเข้ากันได้ของลิกนินที่ผสมในพอลิโพรพิลีนด้วยเทคนิคส่องกล้องจุลทรรศน์แบบส่องกราด พบว่าในอัตราส่วนพอลิโพรพิลีนที่ทำการผสมลิกนินร้อยละ 15 โดยน้ำหนัก ลิกนินจะกระจายตัวเข้ากับพอลิเมอร์เมทริกได้ดี และการยึดติดระหว่างเฟสลิกนินและพอลิโพรพิลีนยึดติดได้ดี วิเคราะห์โครงสร้างของพอลิโพรพิลีนที่มีลิกนินด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ (X-ray diffraction (XRD)) พบว่าโครงสร้างของพอลิโพรพิลีนที่มีลิกนินร้อยละ 15 โดยน้ำหนัก จัดเรียงตัวแบบเบต้ามากขึ้นและค่าอุณหภูมิการเกิดผลึก (crystallization temperature, ( $T_c$ )) มีค่าลดลง วิเคราะห์อุณหภูมิการสลายตัวโดยใช้เทคนิค TGA พบว่าเมื่อเพิ่มปริมาณลิกนินมีผลทำให้อุณหภูมิการสลายตัวและปริมาณเถ้าเพิ่มขึ้น สรุปการเติมลิกนินลงในพอลิโพรพิลีนจะทำให้พอลิโพรพิลีนมีเสถียรภาพทางความร้อนสูงขึ้น

Yantao และคณะ [16] ศึกษาผลกระทบของการผสมแลนทานัมออกไซด์ในอัตราส่วนร้อยละ 0, 1, 3, 5, 7, 9 และ 11 โดยน้ำหนักในพอลิโพรพิลีนที่มีสารต้านการติดไฟ ทำการผสมโดยใช้เครื่องผสมความเร็วสูง (high speed mixer) และเครื่องอัดรีดแบบเกลียวคู่ (twin screw extruder) ขึ้นรูปด้วยเครื่องฉีดแบบ (injection molding) ตรวจสอบสมบัติการต้านการติดไฟ พบว่าค่าดรรชนีออกซิเจนจำกัด (limiting oxygen index, (LOI)) มีค่าสูงขึ้นเมื่อใช้แลนทานัมออกไซด์ และผลการทดลอง UL94 พบว่าเมื่อใช้แลนทานัมออกไซด์ในช่วงร้อยละ 1-5 โดยน้ำหนักจะมี

ผลทำให้ค่าเวลาการเผาไหม้ลดลงและผ่านมาตรฐาน UL94 ในระดับ V-0 วิเคราะห์อุณหภูมิการสลายตัวและปริมาณเถ้าด้วยเครื่องเทอร์โมกราวิเมตริกอนาลิเซเซอร์ (thermogravimetric analyzer, (TGA)) พบว่าเมื่อเพิ่มปริมาณแลนทานัมออกไซด์มีผลทำให้อุณหภูมิการสลายตัวและปริมาณเถ้าเพิ่มขึ้น วิเคราะห์ระยะเวลาการเผาไหม้และปริมาณความร้อนที่ปลดปล่อยด้วยเครื่อง cone calorimeter พบว่าการผสมสารต้านการติดไฟและแลนทานัมออกไซด์ในพอลิโพรพิลีนมีผลทำให้ค่าปริมาณความร้อนที่ปลดปล่อยลดลงและเวลาการเผาไหม้ยาวนานขึ้น ตรวจสอบสัณฐานวิทยาของพื้นผิวที่เกิดเป็นเถ้าด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (scanning electron microscope, (SEM)) พบว่าเมื่อเติมแลนทานัมออกไซด์มีผลทำให้ความเป็นเนื้อเดียวกันของพื้นผิวดีขึ้นลักษณะพื้นผิวเรียบขึ้น สรุปรูปการเติมแลนทานัมออกไซด์มีผลทำให้ประสิทธิภาพต้านการติดไฟดีขึ้น

Chirico และคณะ [17] ศึกษาและเปรียบเทียบสมบัติของพอลิโพรพิลีนที่มีการเติมสารต้านการติดไฟชนิดต่างๆ โดยทดลองเติมลิกนินและสารผสมระหว่างลิกนินกับสารต้านการติดไฟ ดังนี้ เมลามีนฟอสเฟต (melamine phosphate), แอมโมเนียมพอลิฟอสเฟต (ammonium polyphosphate), โมโนแอมโมเนียมฟอสเฟต (monoammonium phosphate), อะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์ (aluminium hydroxide) และพอลิไวนิลแอลกอฮอล์ (poly(vinyl alcohol) โดยลิกนินที่ใช้ในการทดลองเป็นไฮโดรไลติกลิกนิน (hydrolytic lignin) เติมลงไปร้อยละ 5, 10, 15, 20 โดยน้ำหนัก จากการทดสอบสมบัติเชิงกลด้วยเครื่องทดสอบสมบัติเชิงกลแบบไดนามิกส์ (dynamic mechanical analyzer, (DMA)) พบว่าเมื่อให้แรงอย่างต่อเนื่องโดยเพิ่มอุณหภูมิ ค่า storage modulus มีค่าลดลง ผลที่ได้คือปริมาณลิกนินที่ร้อยละ 15 โดยน้ำหนักให้ค่า storage modulus มากที่สุด จากนั้นทำการทดสอบสมบัติการสลายตัวด้วยเครื่อง TGA โดยเปรียบเทียบระหว่างลิกนิน, พอลิโพรพิลีน/ลิกนิน/แอมโมเนียมฟอสเฟต, พอลิโพรพิลีน/ลิกนิน และพอลิโพรพิลีน ความสามารถต้านการติดไฟจากมากไปน้อย คือ ลิกนิน, พอลิโพรพิลีน/ลิกนิน/แอมโมเนียมฟอสเฟต, พอลิโพรพิลีน/ลิกนิน และพอลิโพรพิลีน ตามลำดับ ทดสอบระยะเวลาในการเผาไหม้และปริมาณความร้อนที่ปลดปล่อยออกมาด้วยเครื่อง cone calorimeter โดยเปรียบเทียบระหว่างพอลิโพรพิลีน และพอลิโพรพิลีนที่ผสมสารต่างๆ ดังนี้ ลิกนิน, ลิกนิน/อะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์ ลิกนิน/พอลิไวนิลแอลกอฮอล์, ลิกนิน/เมลามีนฟอสเฟต, ลิกนิน/แอมโมเนียมฟอสเฟต และลิกนิน/โมโนแอมโมเนียมฟอสเฟต จากผลการทดสอบสรุปได้ว่า ลิกนินสามารถช่วยเพิ่มประสิทธิภาพต้านการติดไฟ แต่ในการใช้ลิกนินเพียงอย่างเดียว นั้น ความสามารถต้านการติดไฟจะมีค่าน้อยกว่าการใช้ลิกนินร่วมกับสารต้านการติดไฟอื่นๆ

Jyonsik และ Eungki [18] ศึกษาผลกระทบเมื่อผสมสารต้านการติดไฟในพอลิโพรพิลีนผสม paper-sludge กำหนดอัตราส่วนสารต้านการติดไฟดังต่อไปนี้

ethylenebis(pentabromodiphenylethane) (saytex 8010), ไตรฟีนิลฟอสเฟต และแมกนีเซียมไฮดรอกไซด์ในปริมาณ 25 และ 50 ส่วนในร้อยละ วิเคราะห์อุณหภูมิการสลายตัวและปริมาณเถ้าด้วยเทคนิค TGA พบว่าการผสมพอลิโพรพิลีนกับ paper-sludge ทำให้พอลิโพรพิลีนมีอุณหภูมิการสลายตัวและปริมาณเถ้าที่สูงขึ้นเมื่อเทียบกับพอลิโพรพิลีน ทดสอบมาตรฐาน UL94 พบว่าพอลิโพรพิลีนที่ใช้ saytex 8010 เป็นสารด้านการติดไฟปริมาณ 25 ส่วนในร้อยละผ่านมาตรฐาน UL94 ในระดับ V-1 เมื่อเพิ่มปริมาณ saytex 8010 เท่ากับ 50 ส่วน ในร้อยละผ่านมาตรฐาน UL94 ในระดับ V-0 และเมื่อผสมแอนติโมนีออกไซด์ซึ่งเป็น secondary flame retardant ในพอลิโพรพิลีนที่ใช้ saytex 8010 เป็นสารด้านการติดไฟ พบว่าเวลาการเผาไหม้ น้อยลงและผ่านมาตรฐาน UL94 ในระดับ V-0 วิเคราะห์อุณหภูมิการสลายตัวของ saytex 8010 ที่ผสมแอนติโมนีออกไซด์ด้วยเทคนิค TGA พบว่าการเพิ่มปริมาณแอนติโมนีออกไซด์มีผลทำให้อุณหภูมิการสลายตัวสูงขึ้น ทดสอบความต้านแรงดัดโค้ง (flexural strength) ของระบบที่เติมสารด้านการติดไฟ 50 ส่วนในร้อยละ พบว่าระบบที่ใช้แมกนีเซียมไฮดรอกไซด์เป็นสารด้านการติดไฟมีความต้านแรงดัดโค้งสูงขึ้น ส่วนระบบที่เติม saytex 8010 และ ไตรฟีนิลฟอสเฟตเป็นสารด้านการติดไฟมีความต้านแรงดัดโค้งต่ำลง

Sain และคณะ [19] ศึกษาสมบัติเชิงกลและสมบัติด้านการติดไฟของเส้นใยพอลิโพรพิลีนที่ผสมแมกนีเซียมไฮดรอกไซด์เป็นสารด้านการติดไฟ สารตัวเติมที่ใช้ คือ ซิลิเอย และแคลบสารด้านการติดไฟที่ใช้คือแมกนีเซียมไฮดรอกไซด์ (magnesium hydroxide), ซิงค์บอเรท (zinc borate) และกรดบอริก (boric acid) ตรวจสอบสมบัติด้านการติดไฟพบว่าค่าอัตราการเผาไหม้มีค่าลดลงเมื่อผสมแมกนีเซียมไฮดรอกไซด์ และมีค่าอัตราการเผาไหม้น้อยสุดเมื่อเติมแมกนีเซียมไฮดรอกไซด์อัตราส่วน 25 ส่วนในร้อยละ ผลการทดสอบค่าดรรชนีออกซิเจนจำกัด พบว่าผสมแมกนีเซียมไฮดรอกไซด์มีผลทำให้ค่าดรรชนีออกซิเจนจำกัดสูงขึ้น ทดสอบสมบัติเชิงกล พบว่าเติมสารด้านการติดไฟมีผลให้ความต้านแรงดึงและความต้านแรงดัดโค้งต่ำลงแต่ไม่มีผลต่อความทนแรงกระแทกเมื่อเติมแคลบเป็นสารตัวเติมมีผลทำให้ความต้านแรงดึงและความต้านแรงดัดโค้งต่ำลง ขณะที่เมื่อเติมซิลิเอยเป็นสารตัวเติมไม่มีผลกระทบต่อสมบัติเชิงกล สรุปการเติมแมกนีเซียมไฮดรอกไซด์มีผลทำให้ประสิทธิภาพของสารด้านการติดไฟดีขึ้น แต่สมบัติเชิงกลลดลง

## บทที่ 3 วิธีดำเนินการวิจัย

### 3.1 วัตถุประสงค์และสารเคมีที่ใช้ในการวิจัย

#### 3.1.1 วัตถุประสงค์และสารเคมีที่ใช้ในขั้นตอนการสกัดลิกลินิน

- น้ำดำจากโรงงานผลิตเยื่อกระดาษ จากกระบวนการกึ่งเคมีแบบไม่ระเหยน้ำจากบริษัทเอสซีจีเปเปอร์ จำกัด (มหาชน)
- กรดซัลฟิวริกความเข้มข้นร้อยละ 95-97 เกรด AR จากบริษัทควอลิตี้เอเจนท์ จำกัด
- น้ำกลั่น

#### 3.1.2 วัตถุประสงค์และสารเคมีที่ใช้ในขั้นตอนการเตรียมชิ้นงานพอลิโพรพิลีน

- ไตรฟีนิลฟอสเฟต ความบริสุทธิ์ร้อยละ 99 จากบริษัทเอครอส จำกัด
- ลิกลินินที่สกัดได้
- เม็ดพลาสติกพอลิโพรพิลีน เกรด 1100RC จากบริษัทไออาร์พีซี จำกัด (มหาชน) ที่มีคุณสมบัติหลอมเหลว 130 – 170 องศาเซลเซียส, ความหนาแน่น 0.85-0.95 กรัม/ลูกบาศก์เซนติเมตร, ค่าดัชนีการหลอมไหล 20 กรัม/10 นาที และคุณสมบัติขึ้นรูปด้วยเครื่องฉีด 200 – 240 องศาเซลเซียส

### 3.2 เครื่องมือที่ใช้ในการวิจัย

#### 3.2.1 เครื่องมือและอุปกรณ์ที่ใช้ในขั้นตอนการสกัดลิกลินิน มีดังนี้

- ปีกเกอร์ขนาด 1000 มิลลิลิตร
- ถังชนิดทนกรดเบสขนาด 5000 มิลลิลิตร
- กระจกตวงขนาด 500 มิลลิลิตร
- ผ้าขาวบาง
- กรวยกระเบื้อง
- แท่งแก้วคนสาร
- เทอร์โมมิเตอร์
- เครื่องชั่ง
- เครื่องบด
- Hot Plate
- จานเพาะเชื้อ
- สายยางสูบน้ำ
- กระดาษกรองเบอร์ห้า
- ช้อนโลหะตักสาร
- เครื่องปั่น
- ไม้พายโลหะ
- เครื่องดูดสูญญากาศ
- pH-meter
- ตู้อบสารเคมี

### 3.2.2 เครื่องมือและอุปกรณ์ที่ใช้ในขั้นตอนการเตรียมชิ้นงานพอลิโพรพิลีน

- เครื่องอัดรีดแบบเกลียวคู่ (Twin screw extruder) บริษัท Brabender จำกัด รุ่น SGS 25-F4
- เครื่องฉีดแบบ (Injection moulding) บริษัท Battenfeld จำกัด รุ่น HM 65/210
- เครื่องอัดแบบ (Compression moulding) บริษัท Collin จำกัด รุ่น P500PM
- เครื่องอบสูญญากาศ บริษัท Binder จำกัด รุ่น FD 115

### 3.2.3 เครื่องมือและอุปกรณ์ที่ใช้ในการวิเคราะห์ และทดสอบ

- เครื่อง Fourier transform infrared spectrometer (FT-IR) บริษัทเทอร์โมโมไซแอนทิฟิค จำกัด รุ่น Nicolet 6700
- เครื่อง Thermogravimetric analyzer (TGA) บริษัท เมทเธอร์โทเลโด จำกัด รุ่น TG/SDTA851°
- เครื่อง Differential scanning calorimeter (DSC) บริษัท Perkin Elmer จำกัด รุ่น Diamond DSC
- เครื่อง laser light scattering บริษัทมาลเวริน จำกัด รุ่น Mastersizer 2000
- กล้องจุลทรรศน์แบบส่องกราด (Scanning electron microscope, SEM) บริษัท Jeol จำกัด รุ่น JSM-6480LV
- เครื่อง X-ray diffraction บริษัท Bruker จำกัด รุ่น Diffraktometer D 8
- เครื่องควบคุมสภาวะ รุ่น Binder
- เครื่องทดสอบสมบัติเชิงกล (Universal testing machine) บริษัท Instron จำกัด รุ่น Instron 5566
- เครื่องทดสอบความทนต่อแรงกระแทก (Impact testing machine) บริษัท Instron จำกัด รุ่น Ceast 9050
- เครื่องทดสอบสมบัติเชิงกลแบบไดนามิก (Dynamic mechanical analyzer) บริษัท เมทเธอร์โทเลโด จำกัด รุ่น DMA SDTA861°
- เครื่อง Melt flow indexer รุ่น Kayeness
- เครื่องวัดค่าพลังงานความร้อนและเวลาการเผาไหม้ Cone calorimeter ของ บริษัท Servomex จำกัด รุ่น 4100
- เครื่องวัดปริมาณออกซิเจน limiting oxygen indexer ของบริษัท PL thermal sciences จำกัด รุ่น FTA
- เครื่องทดสอบการต้านการติดไฟ (UL-94 flammability meter) บริษัท Ceast จำกัด

### 3.3 ขั้นตอนการสกัดลิกนินจากน้ำดำและตรวจสอบคุณลักษณะของลิกนิน

#### 3.3.1 การสกัดลิกนินจากน้ำดำ

กรองน้ำดำด้วยผ้าขาวบางเพื่อกำจัดสิ่งเจือปนปริมาตร 3,000 มิลลิลิตร ใส่ในถังชนิดทนกรดขนาด 5,000 มิลลิลิตร กรนด้วยความเร็ว 300 รอบต่อนาที วัดค่าความเป็นกรดต่างของน้ำดำก่อนทำการสกัด จากนั้นเติมกรดซัลฟิวริกที่ละหยด จนกระทั่งค่าความเป็นกรดต่างของน้ำดำมีค่าประมาณ 3 กรนสารละลายต่อไปจนกระทั่งค่าความเป็นกรดต่างที่ได้คงที่ กรองตะกอนด้วยเครื่องดูดสุญญากาศ โดยใช้กระดาษกรองเบอร์ห้า เมื่อตะกอนเริ่มแห้งล้างด้วยน้ำอุ่นอุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียส จนน้ำที่กรองออกมามีลักษณะใสและมีความเป็นกลาง นำตะกอนที่ได้ไปอบในตู้อบอุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียส เป็นเวลาอย่างน้อย 24 ชั่วโมง นำตะกอนลิกนินที่แห้งไปบดด้วยเครื่องบดเป็นเวลา 3 นาที ได้ลิกนินลักษณะที่เป็นผงเพื่อใช้ในขั้นตอนต่อไป

#### 3.3.2 ตรวจสอบคุณลักษณะของลิกนินที่สกัดได้

(1) ตรวจสอบหมู่ฟังก์ชันของลิกนินด้วยเทคนิค *Fourier transform infrared spectroscopy (FT-IR)* ด้วยเครื่อง *Fourier transform infrared spectrometer* บริษัทเทอร์โมไซแอนทิฟิก จำกัด รุ่น Nicolet 6700 ดังภาพที่ 3.1 สภาวะและโหมดที่ใช้ในการทดสอบ คือ โหมด *Diffused Reflectance* ความถี่ในช่วง  $4000$  ถึง  $400\text{ cm}^{-1}$  และค่าความละเอียดของภาพ (resolution) เท่ากับ  $4.0\text{ cm}^{-1}$  จากนั้นนำผลที่ได้มาเปรียบเทียบกับอินฟราเรดสเปกตรัมของสารสกัดลิกนินที่สกัดได้จากลิกนินทางการค้า



ภาพที่ 3.1 เครื่อง *Fourier transform infrared spectrometer (FT-IR)*

(2) ตรวจสอบอุณหภูมิการสลายตัวและปริมาณเถ้าด้วยเทคนิค *Thermogravimetric analysis (TGA)* โดยใช้เครื่อง *Thermogravimetric analyzer* บริษัทเมทเลอร์โทเลโด จำกัด รุ่น TG/SDTA851° ดังภาพที่ 3.2 น้ำหนักของสารตัวอย่างอยู่ในช่วง 8-10

มิลลิกรัม สภาวะที่ใช้ในการทดสอบ คือ ตั้งแต่อุณหภูมิ 50 องศาเซลเซียส ถึงอุณหภูมิ 600 องศาเซลเซียส ด้วยอัตราการให้ความร้อน 10 องศาเซลเซียสต่อนาที ภายใต้สภาวะแก๊สไนโตรเจน เพื่อเปรียบเทียบอุณหภูมิในการสลายตัวและปริมาณเถ้าที่เกิดขึ้นของสารสกัดลิกนินที่สกัดได้จากลิกนินทางการค้า



ภาพที่ 3.2 เครื่อง Thermogravimetric analyzer (TGA)

(3) ตรวจสอบขนาดอนุภาคของลิกนินด้วยเทคนิค laser light scattering โดยใช้เครื่อง laser light scattering ของบริษัท Malvern จำกัด รุ่น mastersizer ดังภาพที่ 3.3 สภาวะในการทดสอบคือ ค่า RI (reflective index) เป็น 1.6 ค่าการดูดกลืน (absorption) ตัวกลางคือ น้ำ เพื่อตรวจสอบการกระจายตัวของขนาดอนุภาคของลิกนิน



ภาพที่ 3.3 เครื่อง laser light scattering

(4) ตรวจสอบลักษณะและขนาดอนุภาคของลิกนินด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning electron microscope: SEM) โดยใช้เครื่อง Scanning electron microscope ของบริษัท Jeol จำกัด รุ่น JSM-6480LV ดังรูปที่ 3.4 สภาวะที่ตรวจสอบคือ



ความต่างศักย์ 15 กิโลโวลต์ที่กำลังขยาย 1,000 และ 3,000 เท่า เพื่อศึกษาลักษณะ รูปร่าง และขนาดของอนุภาคลิกนิน



ภาพที่ 3.4 เครื่อง Scanning electron microscope (SEM)

### 3.4 การเตรียมชิ้นงานพอลิพรพิลีน

3.4.1 การผสมและการขึ้นรูปชิ้นงานพอลิพรพิลีน ผสมลิกนินกับพอลิพรพิลีนเพื่อใช้เป็นสารตัวเติมในอัตราส่วน ดังแสดงในตารางที่ 3.1 และตารางที่ 3.2 ตามลำดับ ด้วยเครื่องอัดรีดแบบเกลียวคู่ (Twin screw extruder) บริษัท Brabender จำกัด รุ่น SGS 25-F4 ดังภาพที่ 3.5 สภาวะที่ใช้ในการผสมคือ อุณหภูมิที่ใช้ในการผสมจาก hopper ไปยังหัวดายน์ คือ 160, 180, 190, 200, 200, 190 องศาเซลเซียส จากนั้นนำคอมพาวนด์ที่ได้มาอบด้วยเครื่องอบสูญญากาศ บริษัท Binder จำกัด รุ่น FD 115 ที่อุณหภูมิประมาณ 80 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 1 ชั่วโมง เพื่อกำจัดความชื้น แล้วขึ้นรูปด้วยเครื่องฉีดแบบ (Injection moulding) บริษัท Battenfeld จำกัด รุ่น HM 65/210 ดังภาพที่ 3.6 โดยใช้สภาวะในการขึ้นรูป ดังนี้

- อุณหภูมิจาก feed ไปยัง nozzle 180, 190, 205, 205 องศาเซลเซียส
- ความดันในการฉีด 700 บาร์
- อัตราเร็วในการฉีด 80 ลูกบาศก์เซนติเมตรต่อวินาที
- ความดันควบคุม (holding pressure) 540 บาร์
- เวลาในการหล่อเย็น 20 วินาที

นอกจากนี้ ในงานวิจัยยังขึ้นรูปชิ้นงานพอลิพรพิลีนด้วยเครื่องอัดแบบ (Compression moulding) บริษัท Collin จำกัด รุ่น P500PM ดังภาพที่ 3.7 ด้วยแม่พิมพ์ขนาด 300 x 300 x 30 มิลลิเมตร และกำหนดน้ำหนักคอมพาวนด์หนัก 320 กรัม สภาวะในการขึ้นรูป ความดัน 15 และ

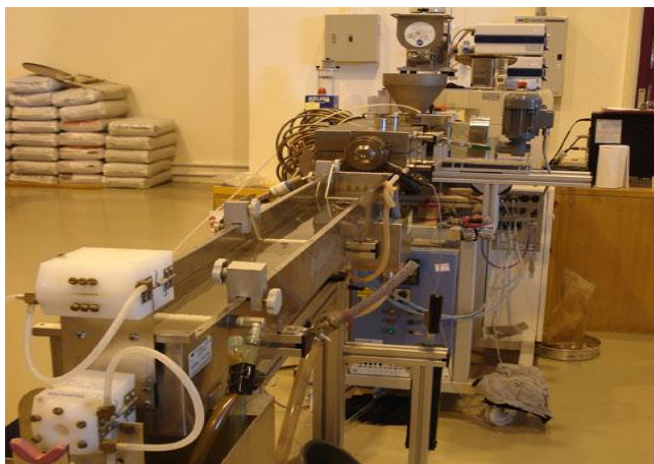
30 บาร์ อุณหภูมิในการอัดแบบ 190 องศาเซลเซียส อุณหภูมิหล่อเย็น 40 องศาเซลเซียส ขั้นตอนการอัดแบบแสดงดังตารางที่ 3.3

**ตารางที่ 3.1** แสดงอัตราส่วนการผสมลิกนินกับพอลิโพรพิลีน

สูตร	วัตถุดิบ	พอลิโพรพิลีน (ร้อยละโดยน้ำหนัก)	ลิกนิน (ร้อยละโดยน้ำหนัก)
สูตรที่ 1		100	-
สูตรที่ 2		95	5
สูตรที่ 3		90	10
สูตรที่ 4		85	15
สูตรที่ 5		80	20

**ตารางที่ 3.2** แสดงอัตราส่วนการผสมลิกนินและไตรฟินิลฟอสเฟตกับพอลิโพรพิลีน  
เพื่อใช้เป็นสารต้านการติดไฟชนิดทุติยภูมิ

สูตร	วัตถุดิบ	พอลิโพรพิลีน (ร้อยละโดย น้ำหนัก)	ลิกนิน (ร้อยละโดย น้ำหนัก)	ไตรฟินิลฟอสเฟต (ร้อยละโดย น้ำหนัก)
สูตรที่ 1		85	15	-
สูตรที่ 2		85	5	10
สูตรที่ 3		85	10	5
สูตรที่ 4		85	-	15



ภาพที่ 3.5 เครื่องอัดรีดแบบเกลียวคู่



ภาพที่ 3.6 เครื่องฉีดแบบ



ภาพที่ 3.7 เครื่องอัดแบบ

ตารางที่ 3.3 แสดงขั้นตอนการขึ้นรูปด้วยเครื่องอัดแบบ

สภาวะ	เวลาในการ อัดแบบ (วินาที)	อุณหภูมิแม่พิมพ์ แผ่นบน (องศาเซลเซียส)	อุณหภูมิแม่พิมพ์ แผ่นล่าง (องศาเซลเซียส)	ความดัน (บาร์)
1	300	190	190	1
2	10	190	190	15
3	2	190	190	0
4	10	190	190	15
5	2	190	190	0
6	300	190	190	30
7	600	40	40	30

### 3.4.2 การทดสอบของคอมพาวนด์

#### ทดสอบดัชนีการหลอมไหล (Melt flow index, MFI)

นำสารคอมพาวนด์ระหว่างพอลิโพรพิลีน ลิกนิน และไตรฟีนิลฟอสเฟต (อัตราส่วนตามตารางที่ 3.1 และ 3.2) มาทดสอบดัชนีการหลอมไหลด้วยเครื่อง Melt flow indexer (MFI) รุ่น Kayeness ดังรูปที่ 3.8 ตามมาตรฐาน ASTM 1238-04 D สภาวะในการทดสอบคือ อุณหภูมิ 230 องศาเซลเซียส และแรงกดด้วยน้ำหนัก 2.16 กิโลกรัม จับเวลาขณะคอมพาวด์ไหลออกมาเป็นเวลา 10 วินาที แล้วตัดและนำคอมพาวด์ที่ได้ไปชั่งน้ำหนัก คำนวณหาค่า Melt flow index (MFI) ในหน่วยกรัมต่อสิบนาที



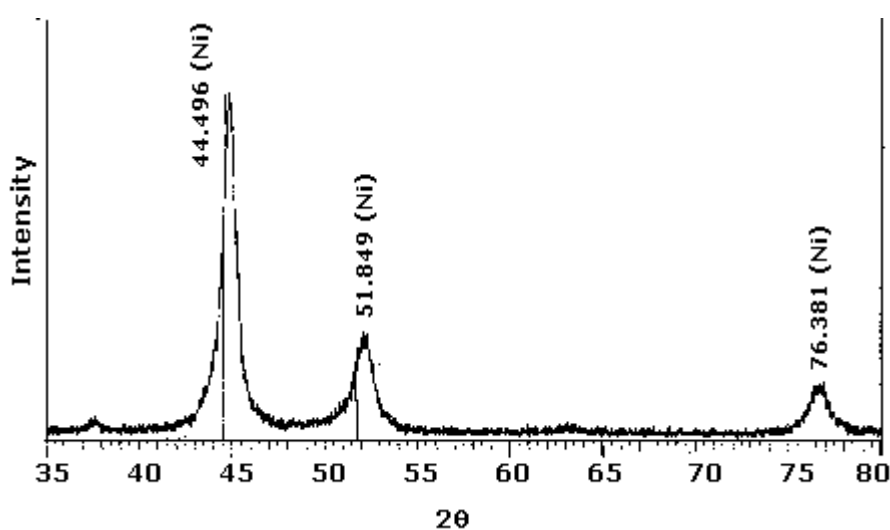
รูปที่ 3.8 เครื่อง Melt flow indexer

### 3.5 การทดสอบชิ้นงานพอลิโพรพิลีน

3.5.1 **ตรวจสอบสมบัติทางกายภาพ** ได้แก่ ตรวจสอบสัณฐานวิทยาและการกระจายตัวด้วยเครื่อง Scanning electron microscope และตรวจสอบชนิดของผลึกและขนาดของผลึกด้วยเครื่อง X-ray diffraction

1. **ตรวจสอบสัณฐานวิทยาและการกระจายตัวของลิกนิน** ด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning electron microscope: SEM) โดยใช้เครื่อง Scanning electron microscope บริษัท JEOL จำกัด รุ่น JSM-6480LV ดังภาพที่ 3.4 เตรียมชิ้นตัวอย่างโดยการเคลือบชิ้นตัวอย่างด้วยทองเพื่อให้เกิดการนำไฟฟ้า สภาวะที่ตรวจสอบคือ ความต่างศักย์ 15 กิโลโวลต์ กำลังขยาย 1,000 และ 3,000 เท่า

2. **X-ray diffraction** [20] เป็นเทคนิคหนึ่งที่ใช้ตรวจสอบสมบัติทางกายภาพ โดยอาศัยหลักการที่ว่า โครงสร้างผลึกของสารแต่ละชนิดจะมีการดิฟแฟรกของรังสีที่แตกต่างกัน และมีลักษณะเฉพาะตัว ข้อมูลจากการวิเคราะห์จะถูกบันทึกในรูปแบบ X-ray diffraction pattern ในรูปความเข้ม (intensity) กับมุมที่เปลี่ยนแปลงไป (2 theta) ดังภาพที่ 3.9 จากเทคนิคดังกล่าวสามารถตรวจสอบหาชนิดของผลึก และปริมาณผลึก



ภาพที่ 3.9 X-ray diffraction pattern ของการวิเคราะห์ด้วยเครื่อง XRD

ข้อมูลที่ได้จากการวิเคราะห์ XRD

1. การวิเคราะห์หาชนิดของผลึก นำ 2 theta ที่เกิดดิฟแฟรกชันในกราฟไปแทนค่าในสมการของ Bragg (สมการที่ 3.1) ก็สามารถคำนวณหาค่า d หรือระยะระหว่างระนาบของผลึกได้ จากนั้นนำค่า d ของหลายระนาบไปคำนวณหาค่า a, b และ c ซึ่ง

เป็นยูนิตเซลล์พารามิเตอร์ของผลึกได้ และเมื่อคำนวณหาค่ายูนิตเซลล์พารามิเตอร์ของผลึกได้ก็จะทราบถึงโครงสร้างผลึก

$$n = 2d \sin\theta \quad (3.1)$$

โดย  $n$  คือ จำนวนการเกิดดิฟแฟรคชัน  $n = 1, 2, 3, 4 \dots$   
 $d$  คือ ระยะระหว่างระนาบของผลึก  
 $\theta$  คือ มุมที่รังสีเอกซเรย์กระทำกับผิววัสดุ

2. การวิเคราะห์หาปริมาณผลึก จะคำนวณจากพื้นที่ใต้พีคของกราฟ X-ray diffraction pattern

ตรวจสอบชนิดของผลึกและขนาดของผลึก ด้วยเครื่อง X-ray diffraction บริษัท Bruker จำกัด รุ่น Diffraktometer D 8 ดังภาพที่ 3.10 สภาพวะที่ตรวจสอบคือ ความต่างศักย์ 40 กิโลโวลต์ มุมที่ตรวจสอบ 5 ถึง 40 องศา อัตราเร็วในการตรวจสอบ 0.02 องศาต่อ 0.5 วินาที



ภาพที่ 3.10 เครื่อง X-ray diffraction

3.5.2 ทดสอบสมบัติเชิงกล ได้แก่ ทดสอบความต้านแรงดึง (Tensile strength) ทดสอบความทนแรงกระแทก (impact strength) ความต้านแรงดัดโค้ง (Flexural strength) และทดสอบสมบัติเชิงกลแบบไดนามิก (Dynamic mechanical analysis)

ก่อนทำการทดสอบสมบัติเชิงกล นำชิ้นงานที่เตรียมไปเข้าเครื่องควบคุมสภาวะ รุ่น Binder ดังภาพที่ 3.11 ตามมาตรฐาน ASTM โดยสภาวะที่ใช้ คือ อุณหภูมิ  $23 \pm 2$  องศาเซลเซียส และความชื้นสัมพัทธ์อากาศร้อยละ  $50 \pm 5$  เป็นเวลา 40-48 ชั่วโมง



ภาพที่ 3.11 เครื่องควบคุมสภาวะ รุ่น Binder

1. ทดสอบความต้านแรงดึง (Tensile testing) ของชิ้นงานพอลิโพรพิลีนที่ผสมลิกนินในอัตราส่วนร้อยละ 0-20 โดยนำหน้าก ทดสอบความต้านแรงดึงตามมาตรฐาน ASTM D 638-03 ด้วยเครื่อง Universal testing บริษัท Instron จำกัด รุ่น Instron 5566 ดังภาพที่ 3.12 สภาวะในการทดสอบคือ gauge length 50 มิลลิเมตร load cell 1000 นิวตัน ระยะห่างระหว่างหัวจับชิ้นทดสอบเท่ากับ 115 มิลลิเมตร และอัตราเร็วในการดึง 50 มิลลิเมตรต่อนาที โดยทำการทดสอบ 10 ชิ้นงานต่อ 1 สูตร ทดสอบความสามารถในการต้านแรงดึง และค่าโมดูลัสการดึงยึด คำนวณได้จากสมการที่ 3.2 และ 3.3

$$\text{Tensile strength} = \frac{\text{Force (F)}}{\text{Cross section area (A)}} \quad (3.2)$$

โดย F คือ แรงที่กระทำกับชิ้นงาน

A คือ ค่าพื้นที่หน้าตัดของชิ้นงาน

$$\text{Tensile modulus} = \frac{\text{tensile stress}}{\text{tensile strain}} = \frac{F/A}{L/L_0} \quad (3.3)$$

โดย F คือ แรงที่กระทำกับชิ้นงาน

A คือ พื้นที่หน้าตัดของชิ้นงาน

L คือ ความยาวที่เปลี่ยนแปลงไป

$L_0$  คือ ความยาวเริ่มต้น



ภาพที่ 3.12 เครื่อง Universal testing machine

2. การทดสอบความต้านแรงดัดโค้ง (Flexural testing) ของชิ้นงานพอลิโพรพิลีนที่ผสมลิกนินในอัตราส่วนร้อยละ 0-20 โดยน้ำหนัก ทดสอบความต้านแรงดัดโค้งตามมาตรฐาน ASTM D 790-03 ด้วยเครื่อง Universal testing บริษัท Instron จำกัด รุ่น Instron 5566 ดังภาพที่ 3.12 แต่เปลี่ยนหัวทดสอบความต้านแรงดัดโค้ง ดังภาพที่ 3.13 ขนาดของชิ้นทดสอบคือ ความหนา 3.20 มิลลิเมตร กว้าง 12.7 มิลลิเมตร และความยาวเป็น 16 เท่าของความหนา สภาวะในการทดสอบคือ ระยะห่าง (span length) 48 มิลลิเมตร และอัตราเร็วในการกด 12.8 มิลลิเมตรต่อ นาที ทดสอบ 10 ชิ้นงาน ต่อ 1 สูตรเปรียบเทียบค่าโมดูลัสแรงดัดโค้ง คำนวณได้จากสมการที่ 3.4

$$E = \frac{Fl^3}{4bed^3} \quad (3.4)$$

- โดย F คือ แรงกระทำที่จุดกึ่งกลางชิ้นงาน  
 l คือ ระยะห่างระหว่างจุดรับแรงที่ปลายคานทั้งสอง  
 b คือ ความกว้างของชิ้นงาน  
 e คือ ความโค้งที่จุดกึ่งกลางของชิ้นงาน  
 d คือ ความหนาของชิ้นงาน



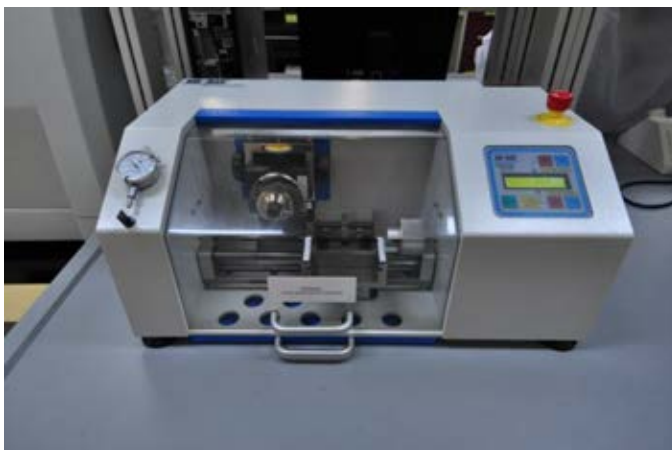


ภาพที่ 3.13 หัวทดสอบความต้านแรงดัดโค้ง

3. การทดสอบความทนแรงกระแทก (*Impact testing*) ของชิ้นงานพอลิโพรพิลีนที่ผสม  
 ลิกนินในอัตราส่วนร้อยละ 0-20 โดยน้ำหนัก ทดสอบความทนแรงกระแทกตามมาตรฐาน ASTM  
 D 256-05 ด้วยเครื่อง *Impact testing machine* บริษัท Instron จำกัด รุ่น CEAST 9050 ดังภาพที่  
 3.14 ขนาดของชิ้นทดสอบคือ ความยาว 63.5 มิลลิเมตร ความกว้าง 12.7 มิลลิเมตร ความหนา  
 3.2 มิลลิเมตร และรอยบาก  $0.25 \pm 0.05$  มิลลิเมตร บากด้วยเครื่องบากของบริษัท Ray-Ran จำกัด  
 ดังภาพที่ 3.15 ทดสอบ 10 ชิ้นงานต่อ 1 สูตร เปรียบเทียบค่าพลังงานที่ใช้ชิ้นทดสอบ  
 เกิดการแตกหัก



ภาพที่ 3.14 เครื่อง *Impact testing machine*



ภาพที่ 3.15 เครื่องบาชินงานทดสอบ Impact

4. *Dynamic Mechanical Analysis (DMA)* [21] เป็นเทคนิคหนึ่งในการวิเคราะห์สมบัติทางความร้อนของสารตัวอย่าง ที่ศึกษาสมบัติเชิงกลและสมบัติวิสโคอีลาสติกของพอลิเมอร์ที่เป็นฟังก์ชันกับอุณหภูมิ เวลา ความถี่ และความเค้น

พฤติกรรมวิสโคอีลาสติกของพอลิเมอร์ ประกอบด้วย 2 ส่วนคือ

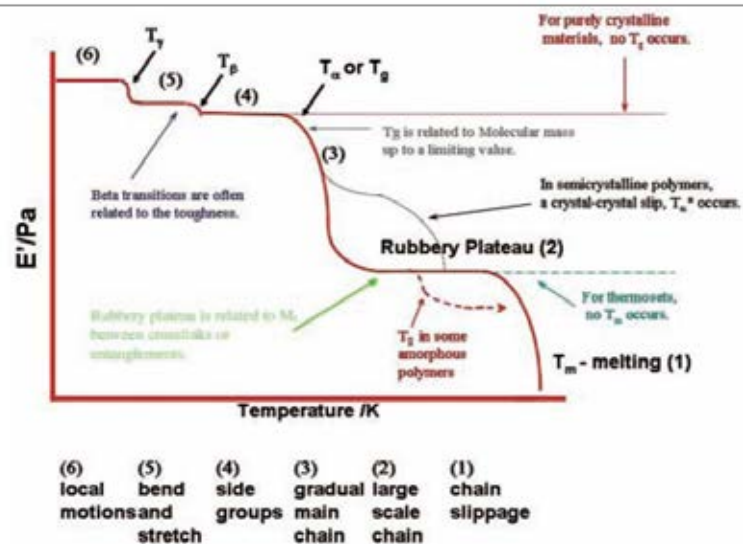
1. Storage modulus แทนส่วนที่ทำหน้าที่สะสมพลังงานเพื่อใช้ในการคืนกลับสู่สภาพเดิมหลังจากการเสียรูป
2. Loss modulus แทนส่วนที่ทำหน้าที่กระจายพลังงานออกไปในรูปแบบต่างๆ เช่น ความร้อน จะไม่สามารถคืนกลับสู่สภาพเดิมได้

Tan delta แทนมุมระหว่างความเค้น (stress) กับความเครียด (strain) ในวัสดุวิสโคอีลาสติก หาได้จากสมการดังต่อไปนี้

$$\text{Tan delta} = \frac{\text{Storage modulus}}{\text{Loss modulus}}$$

กรณีค่า Tan delta มีค่ามากแสดงถึงสมบัติของวัสดุจะโน้มเอียงไปทางสมบัติวิสคอส (viscose material)

จากเทคนิคดังกล่าวสามารถตรวจสอบ ค่าโมดูลัส (storage and loss modulus) อุณหภูมิกลาสทรานซิชัน ( $T_g$ ) และลักษณะพฤติกรรมการเคลื่อนไหวยืดของสายโซ่ (Relaxation behavior) ดังภาพที่ 3.16



ภาพที่ 3.16 แสดงพฤติกรรมการเคลื่อนไหวของสายโซ่ (Relaxation behavior) [21]

พฤติกรรมการเคลื่อนไหวของสายโซ่ ประกอบด้วย 6 ขั้นตอนดังต่อไปนี้

1. Chain slippage คือ สายโซ่เกิดการเคลื่อนที่ผ่านกันอย่างสมบูรณ์ ช่วงดังกล่าวจะสอดคล้องกับอุณหภูมิหลอมเหลว ( $T_m$ ) ของพอลิเมอร์
2. Large scale chain หรือ Rubbery plateau คือ ช่วงนี้ค่าโมดูลัสจะคงที่ เนื่องจากสายโซ่กำลังเกิดการเคลื่อนที่ผ่านกัน
3. Gradual main chain คือ สายโซ่เกิดการสั้นและเคลื่อนไหวมืดทำให้ค่าโมดูลัสมีค่าลดลง ช่วงดังกล่าวจะสอดคล้องกับอุณหภูมิกลาสทรานซิชัน ( $T_g$ ) ของพอลิเมอร์
4. Side groups คือ สายโซ่รอง (side groups) เกิดการยืดออก ช่วงดังกล่าวจะสอดคล้องกับอุณหภูมิเบต้าทรานซิชัน ( $T_\beta$ ) ของพอลิเมอร์
5. Bend and Stretch คือ สายโซ่รอง (side groups) เกิดการหมุนงอ ช่วงดังกล่าวจะสอดคล้องกับอุณหภูมิอัลฟาทรานซิชัน ( $T_\gamma$ ) ของพอลิเมอร์
6. Local motions คือ เกิดการเคลื่อนที่จากตำแหน่งสมดุลเพียงเล็กน้อย หรือเกิดการสั้นเพียงเล็กน้อย

ทดสอบสมบัติเชิงกลแบบไดนามิก (Dynamic mechanical analysis) ของชิ้นงานพอลิโพรพิลีนที่ผสมในอัตราส่วนลิกนินร้อยละ 0-20 โดยนำหนัก ทดสอบสมบัติเชิงกลแบบไดนามิกตามมาตรฐาน ASTM D 4092-07 ด้วยเครื่อง Dynamic mechanical analyzer บริษัทเมทเลอร์โทเลโด จำกัด รุ่น DMA SDTA861<sup>o</sup> ดังภาพที่ 3.17 ขนาดของชิ้นทดสอบคือ ความหนา 3.20 มิลลิเมตร ความกว้าง 12.7 มิลลิเมตร และความยาว 60.0 มิลลิเมตร สภาวะที่ใช้ในการ

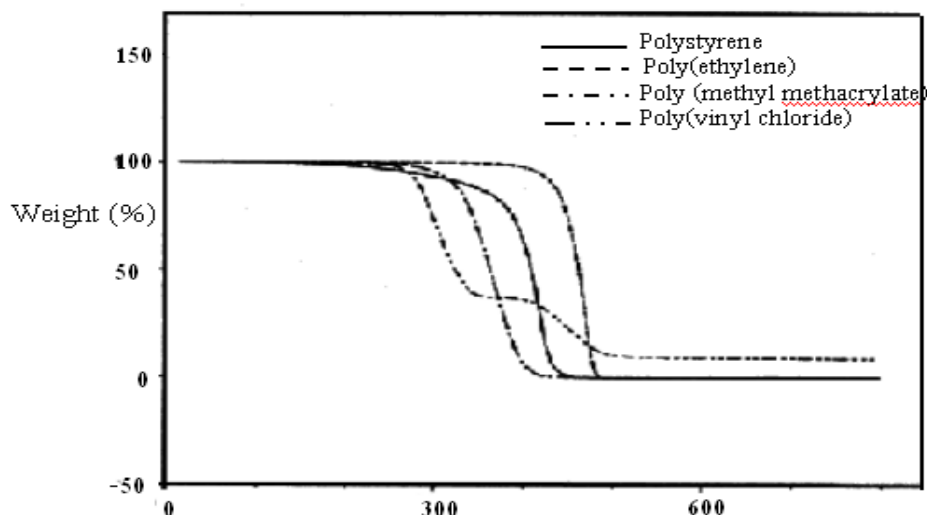
ทดสอบคือ ช่วงอุณหภูมิ -50 ถึง 130 องศาเซลเซียส ความถี่เท่ากับ 1 รอบ/นาที ด้วยอัตราทำให้ ความร้อน 3 องศาเซลเซียสต่อนาที และโหมดที่ใช้ในการทดสอบคือ แรงเฉือน (shear mode) พร้อมทำการเปรียบเทียบค่า Storage modulus, Loss modulus และ Tan delta ศึกษาพฤติกรรม การเคลื่อนไหวยของสายโซ่ (Relaxation behavior)



ภาพที่ 3.17 เครื่อง dynamic mechanical analyzer (DMA)

**3.5.3 ศึกษาสมบัติทางความร้อน** ได้แก่ ตรวจสอบอุณหภูมิการสลายตัวและปริมาณ แก้วด้วยเครื่อง Thermogravimetric Analyzer และตรวจสอบอุณหภูมิการหลอมเหลวและปริมาณ ผลึกด้วยเครื่อง Differential scanning calorimeter

1. *Thermogravimetric analysis (TGA)* [22] เป็นเทคนิคเบื้องต้นในการวิเคราะห์สมบัติ ทางความร้อนของสารตัวอย่าง โดยใช้พื้นฐานการวัดน้ำหนักอย่างต่อเนื่องด้วยเครื่องซึ่งที่มี ความไวสูง (thermobalance) ในระหว่างการวิเคราะห์ อุณหภูมิของตัวอย่างซึ่งอยู่ในบรรยากาศ ปกติ หรือก๊าซเฉื่อยจะถูกทำให้เพิ่มขึ้นอย่างต่อเนื่อง ข้อมูลการวิเคราะห์จะถูกบันทึกเป็น เทอร์โมแกรมที่แสดงการเปลี่ยนแปลงน้ำหนักของตัวอย่าง และอุณหภูมิ ดังภาพที่ 3.18 จาก เทคนิคดังกล่าวสามารถตรวจสอบอุณหภูมิการสลายตัวของสาร ( $T_d$ ) ปริมาณแก้ว (% char) และ ความเสถียรต่ออุณหภูมิของพอลิเมอร์



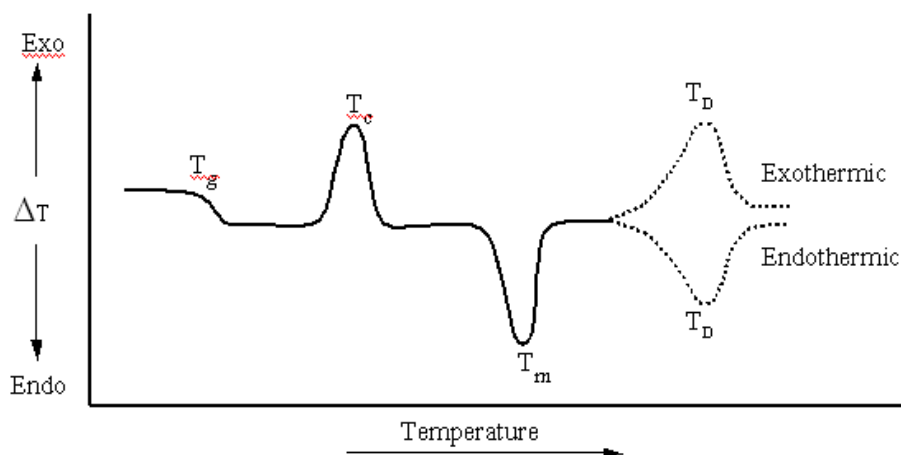
ภาพที่ 3.18 เทอร์โมแกรมจากการวิเคราะห์ด้วย TGA [22]

ตรวจสอบอุณหภูมิการสลายตัวและปริมาณเถ้าด้วยเทคนิค Thermogravimetric analysis (TGA) นำชิ้นงานพอลิโพรพิลีนที่ผสมลิกนิน กับพอลิโพรพิลีนที่ผสมลิกนินและ ไตรฟีนิลฟอสเฟตตัดเป็นชิ้นขนาดเล็ก มีน้ำหนักอยู่ในช่วง 8-10 มิลลิกรัม ตรวจสอบสมบัติทาง ความร้อนด้วยเครื่อง Thermogravimetric analyzer บริษัท เมทเลอร์โทเลโด จำกัด รุ่น TG/SDTA851<sup>o</sup> ดังภาพที่ 3.2 สภาวะที่ใช้ในการทดสอบ คือ ตั้งแต่อุณหภูมิ 50 องศาเซลเซียส ถึงอุณหภูมิ 600 องศาเซลเซียส ด้วยอัตราการให้ความร้อน 10 องศาเซลเซียสต่อนาที ภายใต้ สภาวะแก๊สไนโตรเจน เพื่อตรวจสอบอุณหภูมิในการสลายตัวและปริมาณเถ้าที่เกิดขึ้น

2. *Differential scanning calorimetry (DSC)* [23] เป็นเทคนิคหนึ่งในการวิเคราะห์ สมบัติทางความร้อนของสารตัวอย่าง ศึกษาโดยการวัดความแตกต่างของการถ่ายเทความร้อน (heat flow) ที่ให้เข้าไปเพื่อรักษาให้ สารตัวอย่าง (sample) กับสารอ้างอิง (reference) มีอุณหภูมิ เท่ากัน ข้อมูลการวิเคราะห์จะถูกบันทึกเป็นการเปลี่ยนแปลง heat flow กับอุณหภูมิ ดังภาพที่ 3.19 โดยการทดสอบเครื่อง DSC สามารถแบ่งการทดสอบออกเป็น 2 ประเภท คือ

1. Isothermal การศึกษาพฤติกรรมของสารตัวอย่างที่อุณหภูมิคงที่ค่าหนึ่ง เพื่อตรวจสอบ เวลาในการสลายตัว

2. Temperature scan การศึกษาพฤติกรรมของสารตัวอย่างโดยการเพิ่มอุณหภูมิด้วย อัตราคงที่ เพื่อตรวจสอบค่าอุณหภูมิกลาสทรานซิชัน ( $T_g$ ) อุณหภูมิหลอมเหลว ( $T_m$ ) และ ปริมาณ ผลึก



ภาพที่ 3.19 เทอร์โมแกรมจากการวิเคราะห์ด้วย DSC [23]

### ข้อมูลที่ได้จากเครื่อง DSC

1. อุณหภูมิกลาสทรานซิชัน ( $T_g$ ) ของเครื่อง DSC จะเป็นการเปลี่ยน baseline ของกราฟ เนื่องจากที่อุณหภูมิดังกล่าวเกิดการเปลี่ยนค่าความจุความร้อนจำเพาะ (heat capacity) ไม่ได้เกิดการเปลี่ยนสถานะ (phase)
2. อุณหภูมิหลอมเหลว ( $T_m$ ) ของเครื่อง DSC จะพิจารณาจากจุดต่ำสุดของกราฟที่เป็นปฏิกิริยาคูดความร้อน
3. การหาปริมาณผลึก (% crystallinity) ของเครื่อง DSC คำนวณได้จากพื้นที่ใต้กราฟของอุณหภูมิหลอมเหลว ( $T_m$ ) จากสมการดังต่อไปนี้

$$C = \frac{H}{H100\%} \times 100\%$$

C คือ ปริมาณผลึก [%]

H คือ ความร้อนแฝงของการหลอม [J/g]

H100% คือ ความร้อนแฝงในการหลอมผลึกทั้งหมด [J/g]

หมายเหตุ ค่า  $\Delta H100\%$  ของพอลิโพรพิลีน เท่ากับ 207.1 J/g [22]

ตรวจสอบอุณหภูมิการหลอมเหลวและปริมาณผลึกด้วยเทคนิค Differential scanning calorimeter (DSC) นำชิ้นงานพอลิโพรพิลีนที่ผสมลิกนินกับพอลิโพรพิลีนที่ผสมลิกนินและไตรฟีนิลฟอสเฟตตัดเป็นชิ้นขนาดเล็ก น้ำหนักอยู่ในช่วง 6-8 มิลลิกรัม ตรวจสอบสมบัติทางความร้อนด้วยเครื่อง Differential scanning calorimeter บริษัท Perkin Elmer จำกัด รุ่น Diamond DSC ดังภาพที่ 3.20 สภาวะที่ใช้ในการทดสอบ คือ ตั้งแต่อุณหภูมิ 50 องศา

เซลเซียส ถึงอุณหภูมิ 220 องศาเซลเซียส ด้วยอัตราการให้ความร้อน 10 องศาเซลเซียสต่อนาที ภายใต้สภาวะแก๊สไนโตรเจน เพื่อตรวจสอบอุณหภูมิการหลอมเหลวและปริมาณผลึก



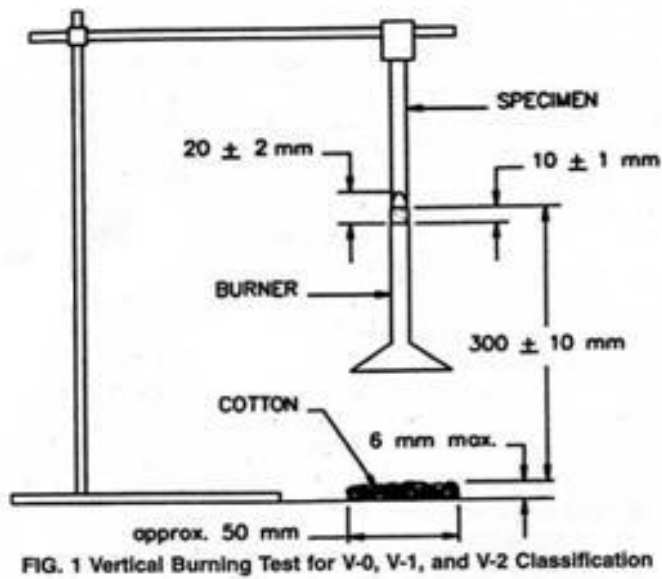
ภาพที่ 3.20 เครื่อง Differential scanning calorimeter (DSC)

**3.5.4 ศึกษาสมบัติการด้านการติดไฟ** ได้แก่ ตรวจสอบเวลาในการเผาไหม้ UL-94 ในแนวดิ่ง และตรวจสอบปริมาณออกซิเจนที่ใช้ในการเผาไหม้ด้วยเครื่อง limiting oxygen indexer

1. *ตรวจสอบเวลาในการเผาไหม้ UL94 ในแนวดิ่ง* ด้วยตู้ทดสอบการด้านการติดไฟ บริษัท Ceast จำกัด ดังภาพที่ 3.21 ขนาดของชิ้นทดสอบคือ ความยาว  $125.0 \pm 5.0$  มิลลิเมตร ความกว้าง  $13.0 \pm 0.5$  มิลลิเมตร และความหนา  $3.0 \pm 0.25$  มิลลิเมตร ทำเครื่องหมายที่ความยาว 10 และ 110 มิลลิเมตร ทดสอบ 10 ชิ้นต่อ 1 สูตร ระยะและการจัดวางอุปกรณ์ ดังภาพที่ 3.22 ก๊าซที่ใช้ในการทดสอบ คือก๊าซมีเทน โดยการให้เปลวไฟที่ปลายข้างหนึ่งของชิ้นทดสอบเป็นเวลา 10 วินาที หลังจากนั้นนำเปลวไฟออกแล้วจับเวลาจนไฟดับ กรณีเกิดการดับไฟได้เองให้ทำการให้เปลวไฟครั้งที่สองเป็นเวลา 10 วินาที แล้วนำเปลวไฟออก และในส่วนที่ทดสอบการหลอมหยด ใช้ผ้าฝ้าย 100% โดยผ้าฝ้ายมีขนาด  $75 \times 75$  เซนติเมตร น้ำหนักประมาณ 0.05-0.08 กรัม จากนั้นตรวจสอบเวลาในการเผาไหม้ และลักษณะการหลอมหยดของชิ้นงาน



ภาพที่ 3.21 ตู้ทดสอบการต้านการติดไฟ



ภาพที่ 3.22 ระยะเวลาและการจัดวางอุปกรณ์ทดสอบการลามไฟ (UL94) [24]

การตรวจสอบเวลาในการเผาไหม้ UL94 ในแนวดิ่ง สามารถจำแนกระดับการเผาไหม้เป็น 3 ระดับ ดังตารางที่ 3.4



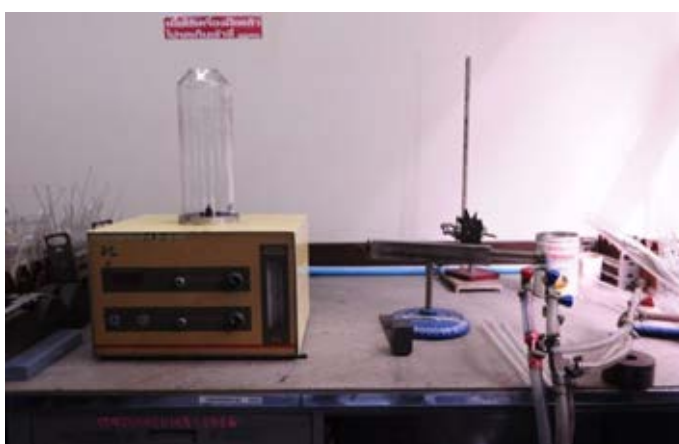
ตารางที่ 3.4 เงื่อนไขในการผ่านมาตรฐาน UL94

	V-0	V-1	V-2
ต้องมีค่า t1 หรือ ค่า t2	$\leq 10$ s	$\leq 30$ s	$\leq 30$ s
ค่า t1 + t2 ต้องมีค่า	$\leq 50$ s	$\leq 250$ s	$\leq 250$ s
ค่า t2 + t3 ต้องมีค่า	$\leq 30$ s	$\leq 60$ s	$\leq 60$ s
การลามไฟไปยัง holding clamp	ไม่	ไม่	ไม่
มีการหลอมหยดเผาไหม้ผ้าฝ้าย	ไม่	ไม่	หลอมหยด

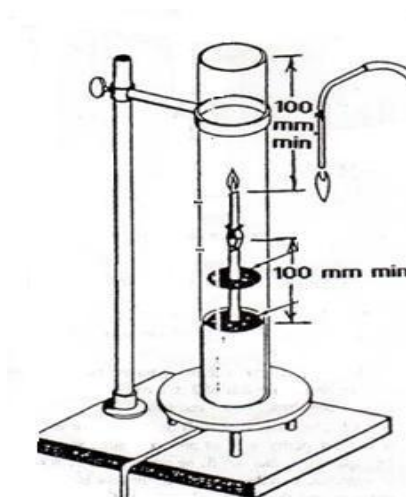
หมายเหตุ

- $t_1$  คือ เวลาการเผาไหม้ครั้งที่ 1 จนเกิดการดับ (เมื่อทำการให้ไฟเป็นเวลา 10 วินาที)
- $t_2$  คือ เวลาการเผาไหม้ครั้งที่ 2 จนเกิดการดับ (เมื่อทำการให้ไฟหลังจากเกิดการดับครั้งที่ 1 เป็นเวลา 10 วินาที)
- $t_3$  คือ เวลาที่เกิดการลามไฟต่อหลังจากเกิดการดับครั้งที่ 2

2. ตรวจสอบปริมาณออกซิเจนที่ใช้ในการเผาไหม้ *limiting oxygen index* ตามมาตรฐาน ASTM D2863-06a ด้วยเครื่อง limiting oxygen indexer ของบริษัท PL Thermal Sciences จำกัด รุ่น FTA ดังภาพที่ 3.23 ขนาดของชิ้นทดสอบคือ ความยาว  $100.0 \pm 5.0$  มิลลิเมตร กว้าง  $10.5 \pm 0.5$  มิลลิเมตร และความหนา  $4.0 \pm 0.25$  มิลลิเมตร ทดสอบ 5 ชิ้นต่อ 1 สูตร ระยะและการจัดวางอุปกรณ์ ดังภาพที่ 3.24 ก๊าซที่ใช้ในการเผาไหม้คือ ก๊าซผสมระหว่างไนโตรเจนกับออกซิเจน ให้เปลวไฟจากปลายข้างหนึ่งของชิ้นทดสอบเป็นเวลา 10 วินาที ค่อยๆ เพิ่มปริมาณแก๊สออกซิเจนจนเกิดการเผาไหม้ พร้อมบันทึกปริมาณก๊าซออกซิเจนน้อยสุดที่ทำให้ชิ้นทดสอบเกิดการเผาไหม้



ภาพที่ 3.23 เครื่อง limiting oxygen indexer



ภาพที่ 3.24 ระยะเวลาและการจัดวางอุปกรณ์ทดสอบ limiting oxygen index (LOI) [24]

เกณฑ์ของการทดสอบ limiting oxygen index (LOI) [25] สามารถจำแนกชนิดของวัสดุตามค่า LOI ดังนี้

- ค่า LOI มีค่าน้อยกว่า 21 คือวัสดุที่ติดไฟได้ (flammable)
- ค่า LOI มีค่าอยู่ในช่วง 21 ถึง 28 คือวัสดุที่ติดไฟได้ช้า (slow burning)
- ค่า LOI มีค่ามากกว่า 28 คือวัสดุที่สามารถดับไฟได้เอง (self-extinguishing)

## บทที่ 4

### ผลการทดลองและวิจารณ์ผลการทดลอง

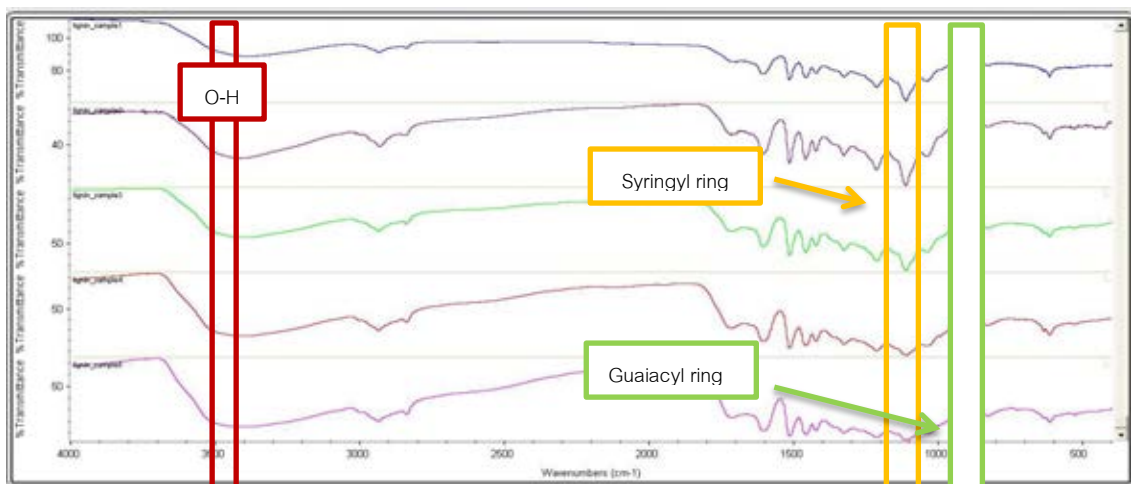
#### 4.1 ผลการตรวจสอบคุณลักษณะของลิกนิน

##### 4.1.1 การตรวจสอบหมู่ฟังก์ชันด้วยเทคนิค Fourier transform infrared spectroscopy (FTIR)

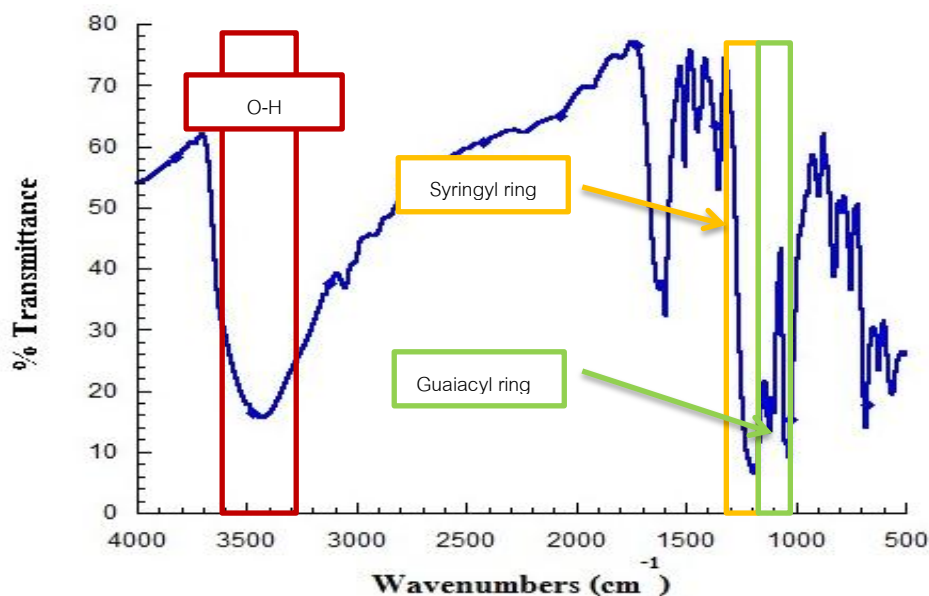
ตรวจสอบหมู่ฟังก์ชันด้วยเครื่อง Fourier transform infrared spectroscopy (FT-IR) ของลิกนินที่ได้จากการสกัด เพื่อยืนยันว่าสารที่สกัดได้ในแต่ละครั้งเป็นสารชนิดเดียวกัน และสารที่สกัดได้คือ ลิกนิน โดยอาศัยหลักการ หมู่ฟังก์ชันของสารแต่ละชนิดมีความสามารถในการดูดกลืนรังสีอินฟราเรดที่ความยาวคลื่นแตกต่างกันและมีลักษณะเฉพาะตัว ในกรณีสารที่สกัดได้ คือ ลิกนิน จะปรากฏการดูดกลืนรังสีอินฟราเรดของหมู่ฟังก์ชันต่างๆ ดังตารางที่ 4.1

ตารางที่ 4.1 การดูดกลืนรังสีอินฟราเรดของหมู่ฟังก์ชันต่างๆ ของลิกนิน [26]

Wave number (cm <sup>-1</sup> )	หมู่ฟังก์ชัน
3420	O-H stretching
2850, 2925	C-H stretching
1715	C=O nonconjugated
1515, 1600	C-C (Aromatic)
1265, 1325	Syringyl ring
1130, 1265	Guaiacyl ring



ภาพที่ 4.1 อินฟราเรดสเปกตรัมของสารสกัดลิกนิน



ภาพที่ 4.2 อินฟราเรดสเปกตรัมของสารสกัดลิกนินทางการค้า [11]

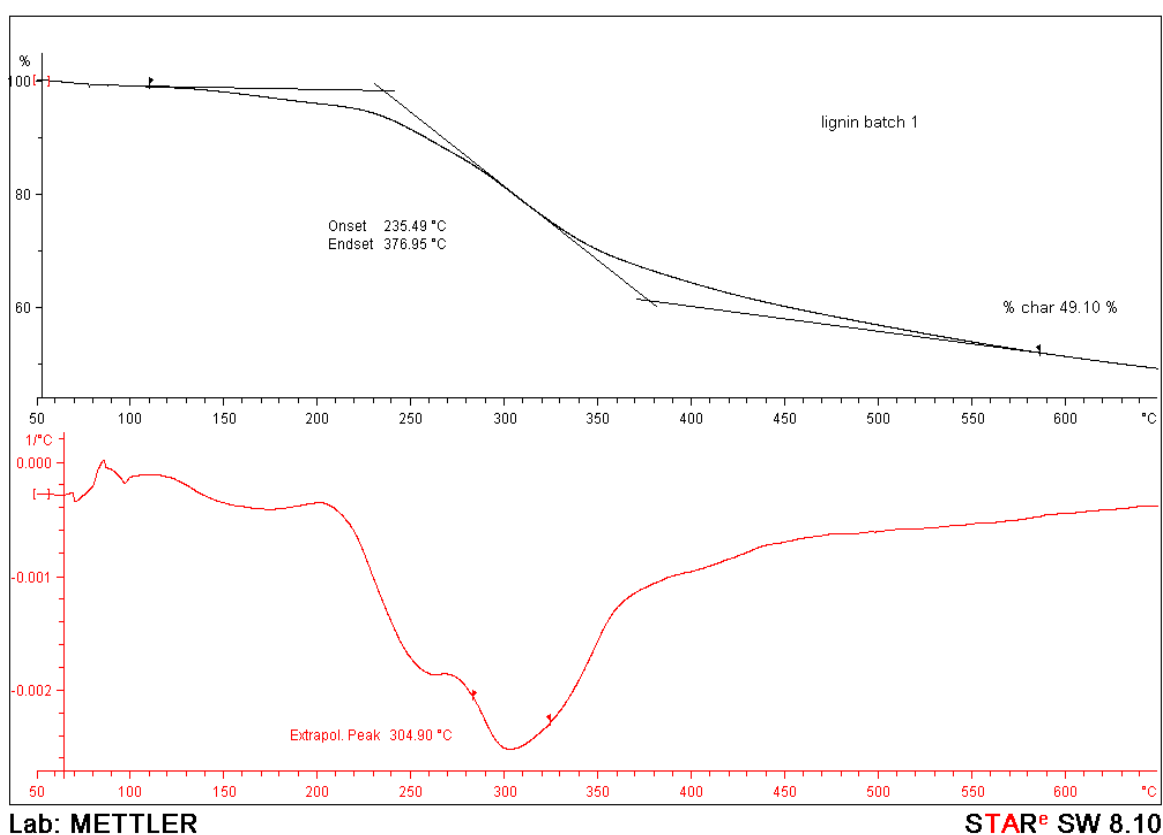
จากอินฟราเรดสเปกตรัม (ภาพที่ 4.1) ของลิกนินที่ได้จากการสกัด พบพีคที่ตำแหน่งสำคัญ ดังนี้คือ ตำแหน่ง wave number ที่  $3420\text{ cm}^{-1}$  แสดงถึงหมู่ฟังก์ชัน O-H stretching ที่  $2925$  ถึง  $2840\text{ cm}^{-1}$  แสดงถึงหมู่ฟังก์ชัน C-H stretching ที่  $1715\text{ cm}^{-1}$  แสดงถึงหมู่ฟังก์ชัน C=O nonconjugated ที่  $1600$  และ  $1515\text{ cm}^{-1}$  แสดงถึงหมู่ฟังก์ชัน C-C (Aromatic) ที่  $1325\text{ cm}^{-1}$  แสดงถึงหมู่ฟังก์ชัน Syringyl ring ที่  $1265\text{ cm}^{-1}$  แสดงถึงหมู่ฟังก์ชัน Guaiacyl ring หมู่ฟังก์ชันดังกล่าว เป็นหมู่ฟังก์ชันของลิกนิน ซึ่งสอดคล้องกับหมู่ฟังก์ชันของลิกนินทางการค้างานวิจัยของ เอกอาทิตย์ บุญประเสริฐโพธิ์ [11] (ภาพที่ 4.2) และงานวิจัยของ A. Garcia และคณะ [13] และ วิชา พิชัยณรงค์ [26] สรุปได้ว่าสารที่ทำการสกัดในแต่ละครั้งเป็นสารชนิดเดียวกัน และสารที่สกัดได้คือ ลิกนิน ผลการตรวจสอบทั้งหมดจากเครื่อง Fourier transform infrared spectroscopy (FT-IR) แสดงไว้ในภาคผนวก ก

#### 4.1.2 การตรวจสอบสารสกัดลิกนินโดยเทคนิค Thermogravimetric Analysis (TGA)

ตรวจสอบอุณหภูมิการสลายตัวด้วยเครื่อง Thermogravimetric analyzer (TGA) ของลิกนินที่ได้จากการสกัด อาศัยหลักการการสลายตัวของสารแต่ละชนิดจะมีอุณหภูมิการสลายตัวที่แตกต่างกัน จากหลักการดังกล่าวสามารถตรวจสอบลิกนินที่ได้จากการสกัด เพื่อยืนยันว่าสารที่สกัดได้ในแต่ละครั้งเป็นสารชนิดเดียวกัน และสารที่สกัดได้คือ ลิกนิน ในกรณีสารที่สกัดได้คือ ลิกนิน จะมีอุณหภูมิการสลายตัวอยู่ในช่วง 220 ถึง 400 องศาเซลเซียส [13]

ตารางที่ 4.2 อุณหภูมิการสลายตัวและปริมาณเถ้าของสารสกัดลิกนิน

	Batch 1	Batch 2	Batch 3	Batch 4	Batch 5
ช่วงอุณหภูมิการสลายตัว Onset – Endset (องศา เซลเซียส)	235.49 - 376.95	246.70 – 383.58	220.53 – 353.18	259.7 – 396.84	264.41 – 382.56
อุณหภูมิการสลายตัว ( $T_d$ ) (องศาเซลเซียส)	304.90	322.67	317.99	332.43	326.73
ปริมาณเถ้า (ร้อยละโดยน้ำหนัก)	49.10	49.61	49.26	49.72	49.51

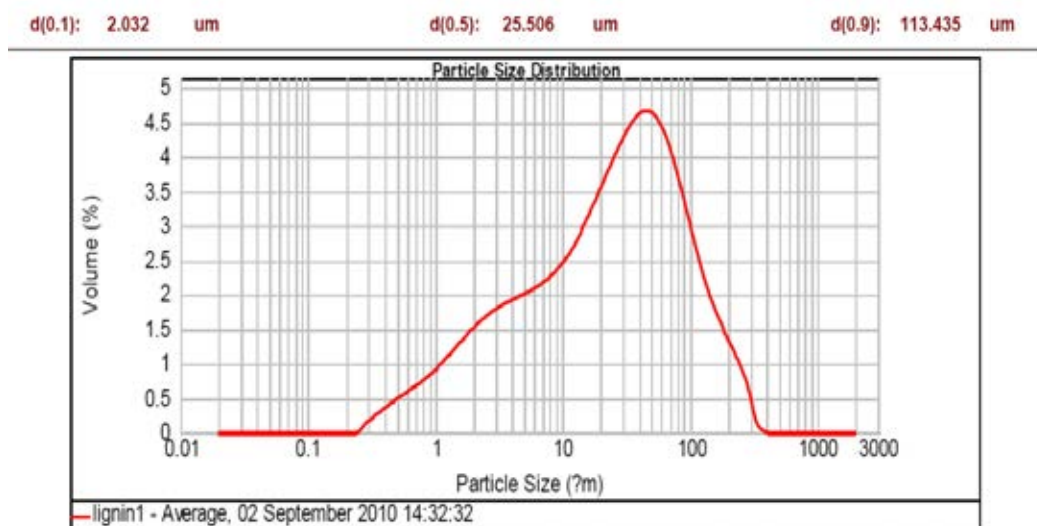


ภาพที่ 4.3 กราฟเทอร์โมแกรมของสารสกัดลิกนิน

จากตารางที่ 4.2 และ ภาพที่ 4.3 พบว่าช่วงอุณหภูมิการสลายตัว (Onset - Endset) อยู่ในช่วง 220 ถึง 400 องศาเซลเซียส อุณหภูมิการสลายตัว ( $T_d$ ) ของสารสกัดลิกนินอยู่ในช่วง 300-340 องศาเซลเซียส และปริมาณเถ้าประมาณร้อยละ 49.1 ถึง 49.7 โดยน้ำหนัก ซึ่งผลการทดลองดังกล่าวสอดคล้องกับงานวิจัยของ A. Garcia และคณะ [13] สรุปได้ว่าสารที่ทำการสกัดในแต่ละครั้งเป็นสารชนิดเดียวกัน และสารที่สกัดได้คือ ลิกนิน ผลการตรวจสอบทั้งหมดของเครื่อง Thermogravimetric analyzer (TGA) แสดงไว้ในภาคผนวก ก

#### 4.1.3 การตรวจสอบสารสกัดลิกนินด้วยเทคนิค Laser Light scattering

ตรวจสอบขนาดอนุภาคและการกระจายตัวของลิกนินด้วยเครื่อง Laser light scattering อาศัยหลักการ เมื่อลำแสงกระทบวัสดุจะทำให้ลำแสงเกิดการเปลี่ยนทิศทางจากแนวเดิม จากหลักการดังกล่าวสามารถตรวจสอบขนาดอนุภาคและการกระจายตัวของลิกนินที่ได้จากการสกัด

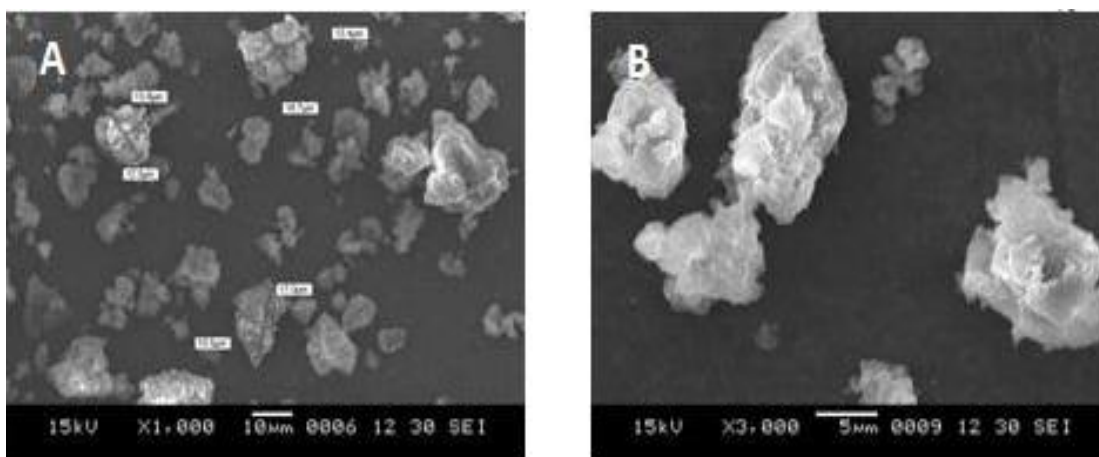


ภาพที่ 4.4 ขนาดและการกระจายตัวของสารสกัดลิกนิน

จากผลการตรวจสอบการกระจายตัวและขนาดอนุภาคด้วยเครื่อง Laser light scattering (ภาพที่ 4.4) พบว่าขนาดอนุภาคเฉลี่ยประมาณ 25.506 ไมโครเมตร โดยการกระจายตัวของขนาดอนุภาคส่วนใหญ่จะอยู่ในช่วง 10 ถึง 30 ไมโครเมตร ซึ่งคิดเป็นร้อยละ 23.95 ของอนุภาคทั้งหมด ขนาดของอนุภาคเล็กที่สุดคือ 0.275 ไมโครเมตร และขนาดใหญ่ที่สุดคือ 363.078 ไมโครเมตร ซึ่งแสดงว่าอนุภาคลิกนินที่ได้จากการสกัดมีช่วงการกระจายของอนุภาคกว้าง โดยผลการตรวจสอบทั้งหมดของเครื่อง Laser light scattering แสดงไว้ในภาคผนวก ก

#### 4.1.4 การตรวจสอบสารสกัดลิกนินด้วยเทคนิค Scanning Electron Microscope (SEM)

ตรวจสอบสัณฐานวิทยาของลิกนินด้วยเครื่อง Scanning Electron Microscope (SEM) โดยอาศัยหลักการ เมื่อลำแสงอิเล็กตรอนตกกระทบวัสดุจะทำให้ลำแสงอิเล็กตรอนเกิดการสะท้อนหรือเปลี่ยนทิศทางจากแนวเดิม (secondary electron) จากหลักการดังกล่าวสามารถตรวจสอบสัณฐานวิทยาและขนาดอนุภาคของลิกนินที่ได้จากการสกัด โดยการเตรียมชิ้นงานทดสอบ เตรียมจากชิ้นงานทดสอบสมบัติความทนแรงกระแทก แล้วทำการเคลือบด้วยทองเพื่อให้ชิ้นงานนำไฟฟ้า



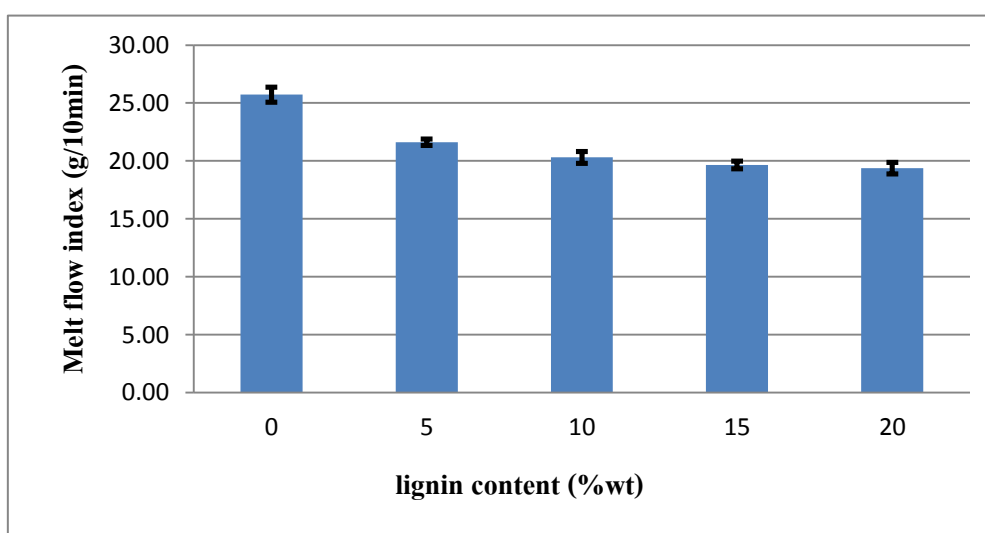
ภาพที่ 4.5 SEM micrographs ของอนุภาคลิกนิน (A) ที่กำลังขยาย 1,000 เท่า (B) ที่กำลังขยาย 3,000 เท่า

จากภาพ SEM micrographs (ภาพที่ 4.5 A และภาพที่ 4.5 B) พบว่าลักษณะรูปร่างของอนุภาคลิกนินไม่แน่นอน ลักษณะพื้นผิวขรุขระไม่สม่ำเสมอ

#### 4.2 ผลการตรวจสอบคอมพิวเตอร์ของพอลิโพรพิลีนที่เติมลิกนิน

##### 4.2.1 ตรวจสอบดัชนีการหลอมไหลของสารตัวเติมในพอลิโพรพิลีนด้วยเครื่อง Melt flow indexer

ตรวจสอบดัชนีการหลอมไหลของพอลิโพรพิลีนที่เติมลิกนินด้วยเครื่อง Melt flow indexer สภาวะในการทดสอบคือ อุณหภูมิ 230 องศาเซลเซียส และแรงกดด้วยน้ำหนัก 2.16 กิโลกรัม



ภาพที่ 4.6 แสดงปริมาณดัชนีการหลอมไหลของพอลิโพรพิลีนที่เติมลิกนินที่อัตราส่วนต่างๆ

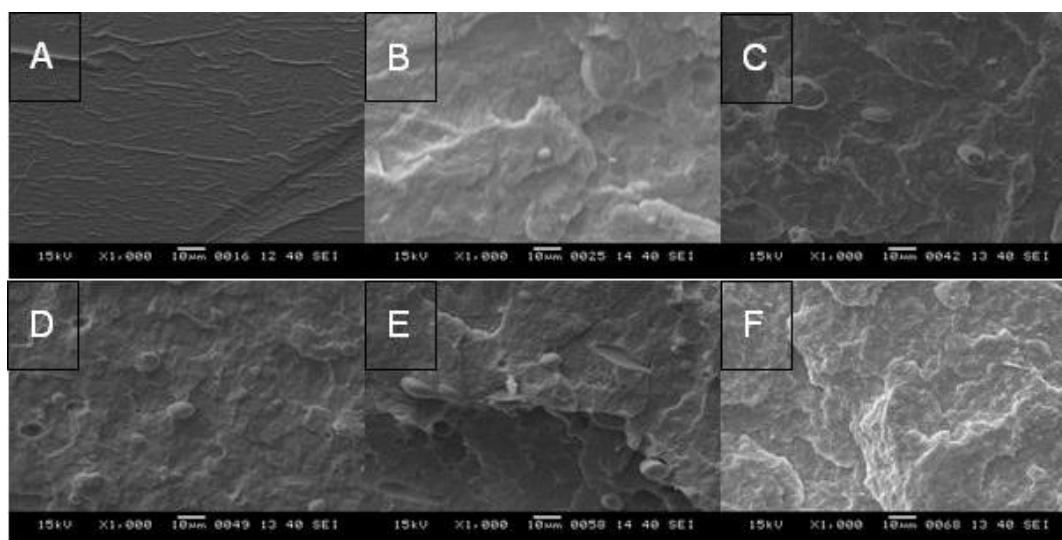
จากภาพที่ 4.6 เมื่อเติมลิกนินในพอลิโพรพิลีนในอัตราส่วนร้อยละ 0 – 20 โดยน้ำหนัก พบว่าเมื่อปริมาณลิกนินเพิ่มขึ้น มีผลทำให้ค่าดรรชนีการหลอมไหลลดลง เนื่องจากที่อุณหภูมิ 230 องศาเซลเซียส พอลิโพรพิลีนเกิดการหลอมเหลว (พิจารณาจากค่า  $T_m$  ของพอลิโพรพิลีนมีค่าประมาณ 170-171 องศาเซลเซียส จากตารางที่ 4.3) แต่ลิกนินไม่เกิดการหลอม (ไม่ปรากฏค่า  $T_m$  ของลิกนิน จากตารางที่ 4.3) มีผลทำให้อนุภาคลิกนินไปขัดขวางการไหลของพอลิโพรพิลีน

#### 4.3 ผลการทดสอบชิ้นงานพอลิโพรพิลีน

##### 4.3.1 สมบัติทางกายภาพ

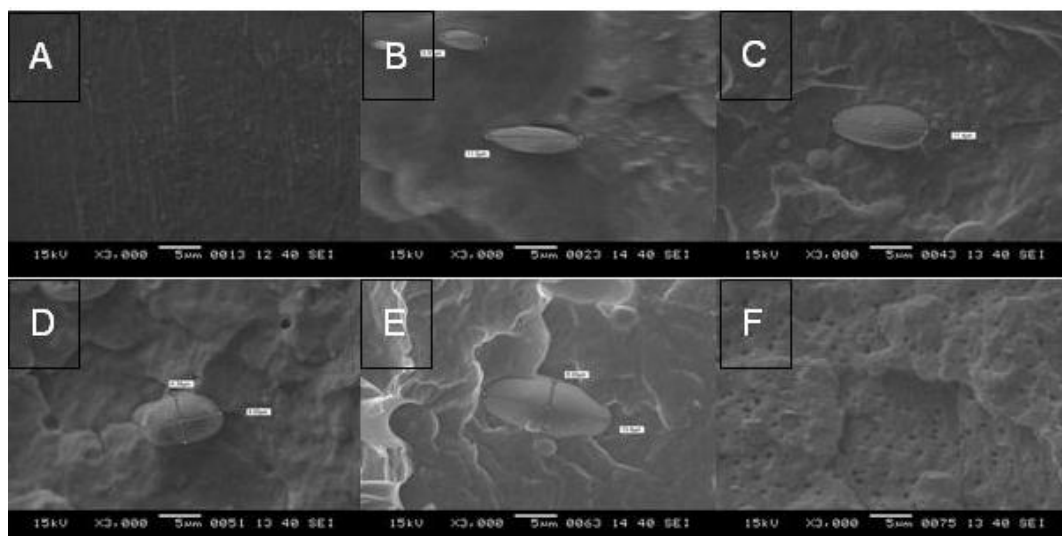
##### 4.3.1.1 ศึกษาสัณฐานวิทยา และการกระจายตัวของสารตัวเติมในพอลิโพรพิลีน ด้วยเครื่อง Scanning Electron Microscope (SEM)

ศึกษาสัณฐานวิทยา และการกระจายตัวของสารตัวเติมในพอลิโพรพิลีนด้วยเครื่อง Scanning Electron Microscope (SEM) จากภาพ SEM micrographs (ภาพที่ 4.7 และภาพที่ 4.8) แสดงภาพของพอลิโพรพิลีน พอลิโพรพิลีนผสมสารสกัดลิกนินในอัตราส่วนต่างๆ และพอลิโพรพิลีนผสมไตรฟีนิลฟอสเฟตร้อยละ 15 โดยน้ำหนัก ที่กำลังขยาย 1,000 เท่า และ 3,000 เท่า ตามลำดับ

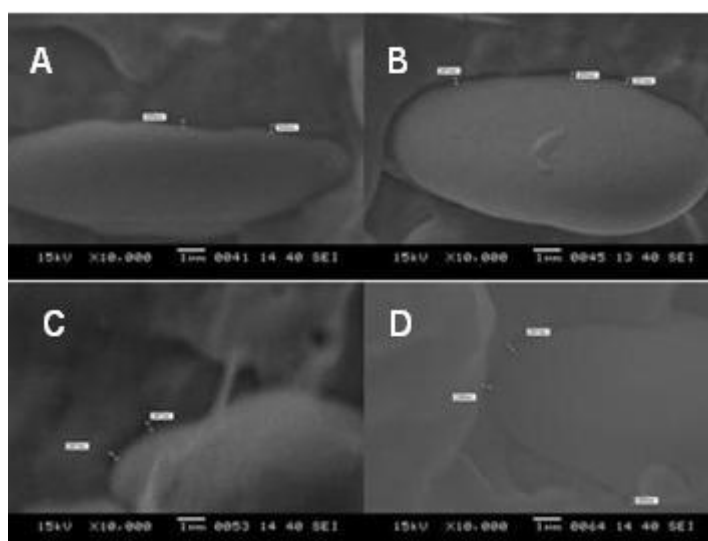


ภาพที่ 4.7 SEM micrographs ที่กำลังขยาย 1000 เท่า ของ (A) pure PP (B) PP + lignin 5 %wt (C) PP + lignin 10 %wt (D) PP + lignin 15 %wt (E) PP + lignin 20 %wt และ (F) PP + TPP 15 %wt





ภาพที่ 4.8 SEM micrographs ที่กำลังขยาย 3000 เท่า ของ (A) pure PP (B) PP + lignin 5 %wt (C) PP + lignin 10 %wt (D) PP + lignin 15 %wt (E) PP + lignin 20 %wt และ (F) PP + TPP 15 %wt



ภาพที่ 4.9 SEM micrographs ที่กำลังขยาย 10,000 เท่า ของ (A) PP + lignin 5 %wt (B) PP + lignin 10 %wt (C) PP + lignin 15 %wt และ (D) PP + lignin 20 %wt

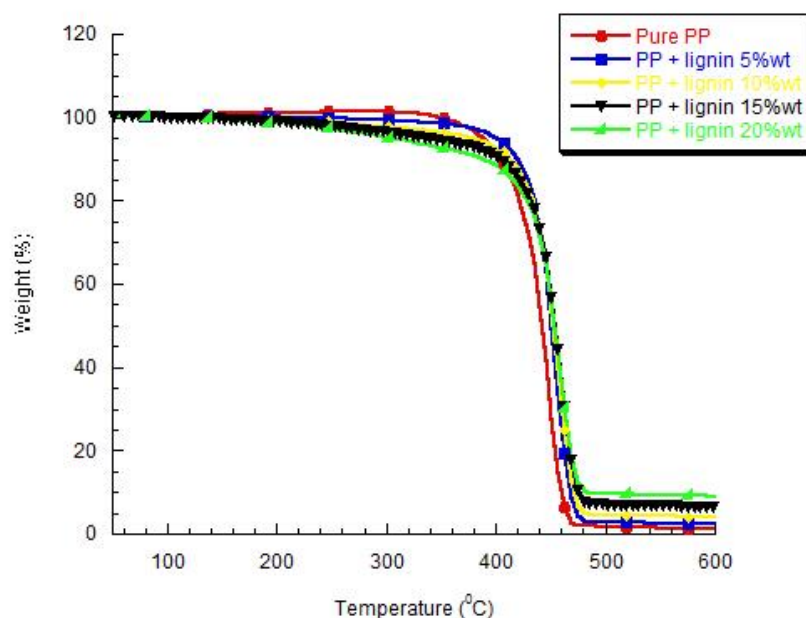
จากภาพ SEM micrographs ของพอลิพรอพิลีน ดังภาพที่ 4.7 (A) และภาพที่ 4.8 (A) พบว่าลักษณะพื้นผิวของพอลิพรอพิลีนเรียบ ไม่ขรุขระและเป็นเนื้อเดียวกัน แต่เมื่อเติมลิกนินในพอลิพรอพิลีน พบว่าลิกนินที่ผสมในพอลิพรอพิลีนจะมีความเข้ากันได้ค่อนข้างต่ำ จะสังเกตเห็นอนุภาคลิกนินแยกออกจากพอลิพรอพิลีนเมตริกซ์อย่างชัดเจน เมื่อเพิ่มอัตราส่วนลิกนินเป็นร้อยละ 5 - 20 โดยน้ำหนัก ดังภาพที่ 4.7 (B-E) และภาพที่ 4.8 (B-E) ตามลำดับ เมื่อมีการเพิ่มอัตราส่วนลิกนิน จะพบการรวมกลุ่มกันของอนุภาคลิกนิน มีผลทำให้มีขนาดใหญ่ขึ้น เนื่องจากลิกนินมีความ

เป็นข้อเมื่อผสมในพอลิโพรพิลีนที่ไม่มีข้อจะเกิดการแยกวัฏภาคกัน อย่างไรก็ตาม พบว่าการรวมกลุ่มกันของอนุภาคลิกนินไม่มีผลต่อช่องว่างระหว่างพอลิโพรพิลีนกับลิกนิน ดังภาพที่ 4.9 (A-D) คือ พอลิโพรพิลีนที่เติมลิกนินในอัตราส่วนร้อยละ 0 - 20 โดยน้ำหนัก ช่องว่างระหว่างพอลิโพรพิลีนกับลิกนินมีค่าอยู่ในช่วง 200 ถึง 400 นาโนเมตร เมื่อเปลี่ยนสารตัวเติมจากลิกนินเป็นไตรฟีนิลฟอสเฟต ดังภาพที่ 4.7 (F) และ ภาพที่ 4.8 (F) พบว่า ลักษณะพื้นผิวของพอลิโพรพิลีน ขรุขระสูงขึ้นเมื่อเทียบกับผิวของพอลิโพรพิลีน แต่ไม่พบอนุภาคไตรฟีนิลฟอสเฟตแยกออกจาก พอลิโพรพิลีนเมทริกซ์ ถึงแม้ว่าไตรฟีนิลฟอสเฟตจะเป็นสารที่มีข้อแต่ความมีข้อของสารนั้นต่ำกว่าเมื่อเทียบกับลิกนินที่มีหมู่ไฮดรอกซิลเป็นหมู่ฟังก์ชัน จึงไม่ปรากฏการแยกวัฏภาคของไตรฟีนิลฟอสเฟตกับพอลิโพรพิลีน

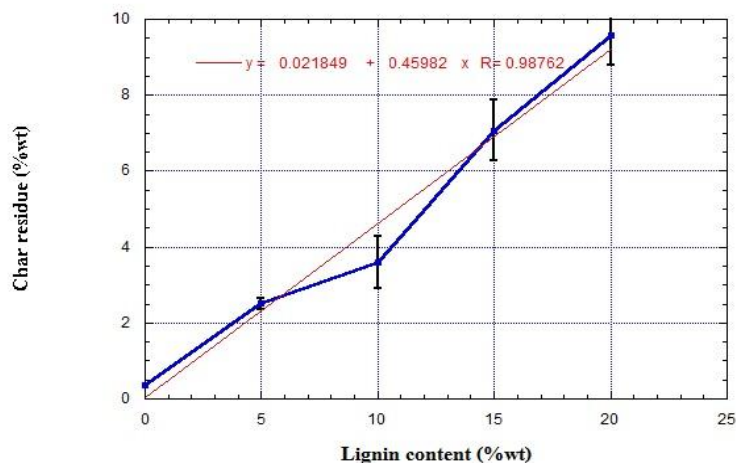
#### 4.3.2 สมบัติทางความร้อน

##### 4.3.2.1 ตรวจสอบอุณหภูมิการสลายตัวและปริมาณเถ้าด้วยเครื่อง Thermogravimetric Analyzer (TGA)

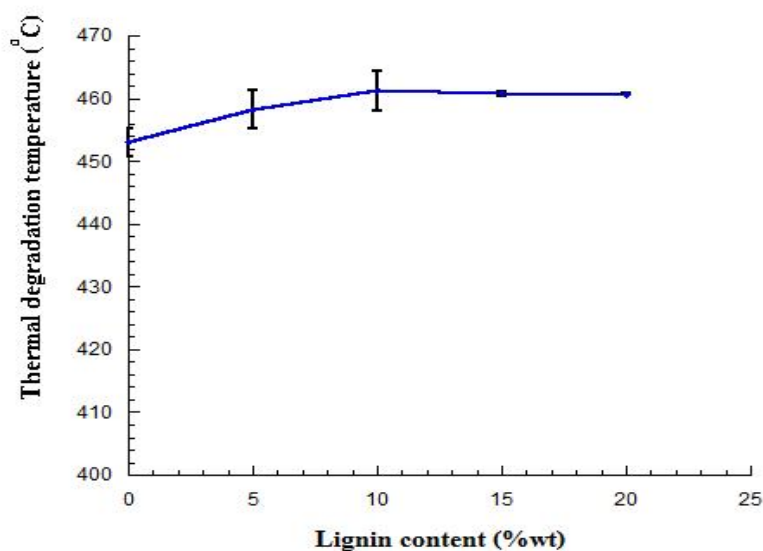
ตรวจสอบอุณหภูมิการสลายตัวและปริมาณเถ้าของลิกนินในพอลิโพรพิลีนด้วยเครื่อง Thermogravimetric analyzer (TGA) สภาวะในการทดสอบคือ อุณหภูมิ 50-600 องศาเซลเซียส อัตราการให้ความร้อน 10 องศาเซลเซียสต่อนาที ทดสอบในบรรยากาศไนโตรเจน อัตราการไหลของแก๊สไนโตรเจน 20 มิลลิลิตรต่อนาที



ภาพที่ 4.10 กราฟ TGA ของพอลิโพรพิลีนที่เติมลิกนินที่อัตราส่วนต่างๆ



ภาพที่ 4.11 แสดงปริมาณเถ้าของพอลิไพโรฟิลินที่เติมลิกนินที่อัตราส่วนร้อยละ 0-20 โดยน้ำหนัก



ภาพที่ 4.12 อุณหภูมิการสลายตัวของพอลิไพโรฟิลินที่เติมลิกนินในอัตราส่วนร้อยละ 0-20 โดยน้ำหนัก

จากภาพที่ 4.10 และภาพที่ 4.11 เมื่อเติมลิกนินในพอลิไพโรฟิลินในอัตราส่วนร้อยละ 0 – 20 โดยน้ำหนัก พบว่าเมื่ออัตราส่วนลิกนินเพิ่มขึ้น มีผลทำให้ปริมาณเถ้าสูงขึ้นจากร้อยละ 0.35 เป็น 9.57 โดยน้ำหนัก เนื่องจากเมื่อเกิดการเผาไหม้ลิกนินในพอลิไพโรฟิลินจะสลายตัวกลายเป็นเถ้า โดยปริมาณเถ้าที่เกิดขึ้นจะแปรผันตามปริมาณลิกนิน ดังสมการต่อไปนี้

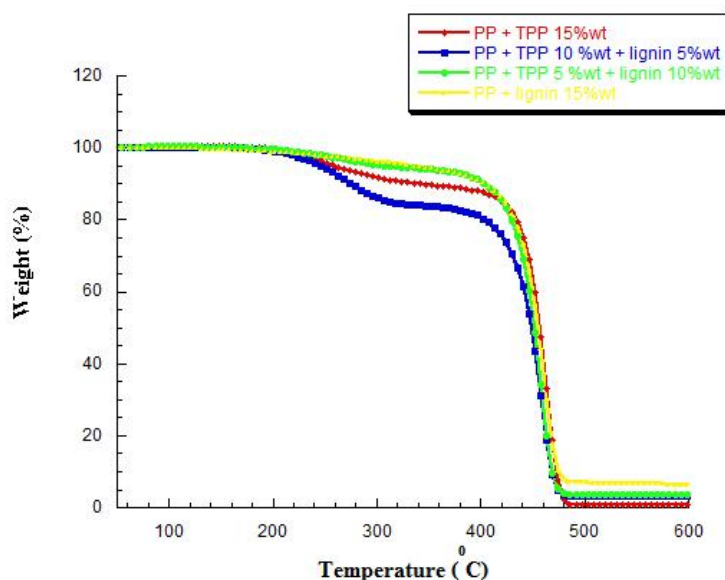
$$y = 0.45982x + 0.021849$$

โดย x คือ ปริมาณลิกนิน (ร้อยละโดยน้ำหนัก)

y คือ ปริมาณเถ้าที่เกิดขึ้น (เปอร์เซ็นต์)

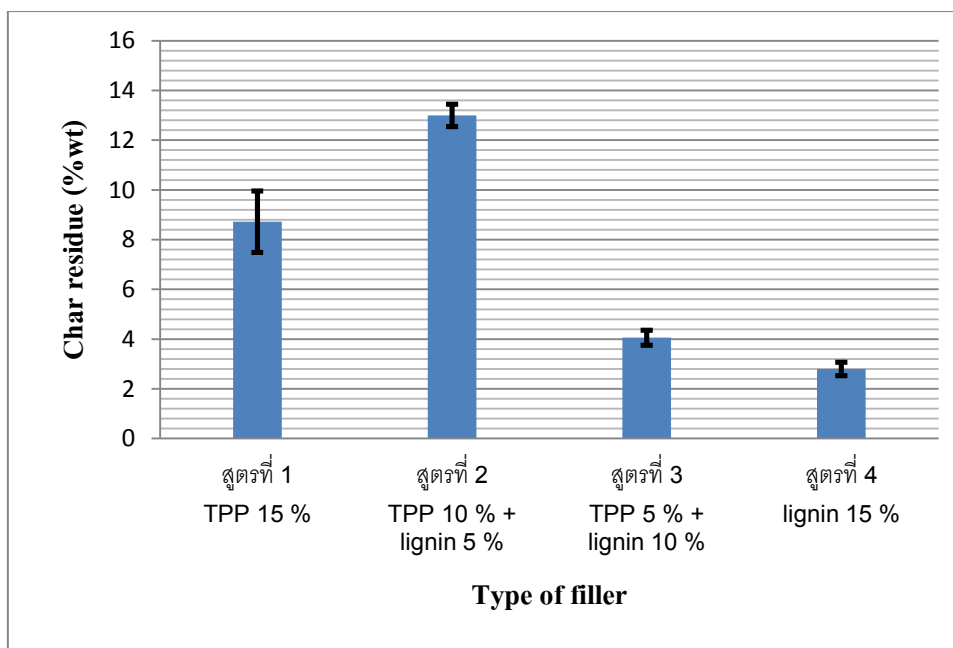
จากภาพที่ 4.12 เมื่อเติมลิกนินในพอลิโพรพิลีนในอัตราส่วนร้อยละ 0 – 20 โดยน้ำหนัก พบว่าเมื่ออัตราส่วนลิกนินเพิ่มขึ้น มีผลทำให้ค่าอุณหภูมิในการสลายตัวสูงขึ้น เนื่องจากเมื่อเกิดการเผาไหม้ ลิกนินจะสลายตัวกลายเป็นเถ้า เมื่อปริมาณเถ้ามากขึ้น ส่งผลให้ความหนาของเถ้าที่มากปกคลุมพื้นผิวของพอลิโพรพิลีนหนาขึ้น ทำให้ความร้อนเข้าสู่ระบบน้อยลง และให้อุณหภูมิการสลายตัวของระบบสูงขึ้น

ตรวจสอบอุณหภูมิการสลายตัวและปริมาณเถ้าของชิ้นงานพอลิโพรพิลีนที่เติมไตรฟีนิลฟอสเฟต และลิกนินเป็นสารตัวเติมด้วยเครื่อง Thermogravimetric analyzer (TGA) สภาวะในการทดสอบคือ อุณหภูมิ 50-600 องศาเซลเซียส อัตราการให้ความร้อน 10 องศาเซลเซียสต่อนาที ทดสอบในบรรยากาศไนโตรเจน อัตราการไหลของแก๊สไนโตรเจน 20 มิลลิลิตรต่อนาที

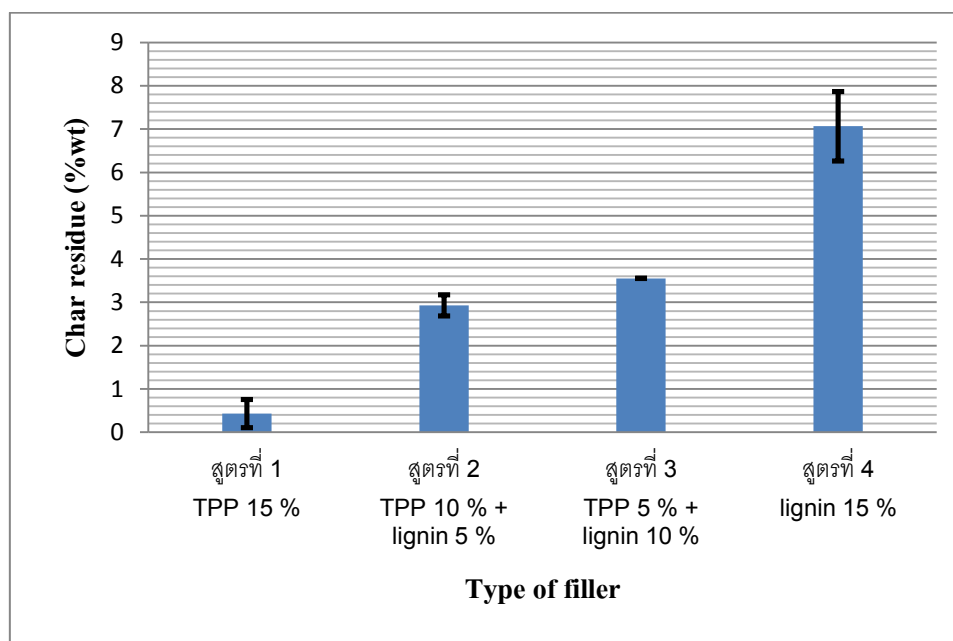


ภาพที่ 4.13 กราฟ TGA ของพอลิโพรพิลีนที่เติมไตรฟีนิลฟอสเฟตและลิกนินเป็นสารตัวเติม

จากภาพที่ 4.13 พอลิโพรพิลีนเติมไตรฟีนิลฟอสเฟตและลิกนิน โดยควบคุมสารตัวเติมทั้งสองชนิดให้อัตราส่วนรวมกันเท่ากับร้อยละ 15 โดยน้ำหนัก พบว่าเกิดการสลายตัวเป็นสองช่วง คือ ช่วงที่ 1 ที่อุณหภูมิ 220 – 320 องศาเซลเซียส และช่วงที่ 2 ที่อุณหภูมิ 400 – 500 องศาเซลเซียส



ภาพที่ 4.14 ปริมาณเถ้าของพอลิไพโรฟิลีนเติมไตรฟีนิลฟอสเฟตและลิกนินเป็นสารตัวเติม ช่วงอุณหภูมิ 220 – 320 องศาเซลเซียส



ภาพที่ 4.15 ปริมาณเถ้าของพอลิไพโรฟิลีนเติมไตรฟีนิลฟอสเฟตและลิกนินเป็นสารตัวเติม ช่วงอุณหภูมิ 400 – 500 องศาเซลเซียส

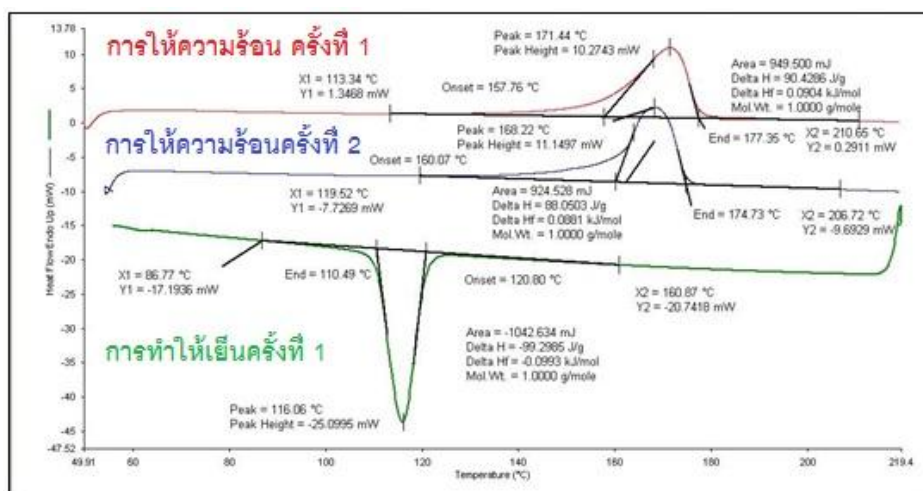
จากภาพที่ 4.14 เมื่อพิจารณาอุณหภูมิการสลายตัวช่วงที่ 1 ที่อุณหภูมิ 220 ถึง 320 องศาเซลเซียส ซึ่งเป็นช่วงอุณหภูมิการสลายตัวของไตรฟีนิลฟอสเฟตในพอลิไพโรฟิลีน ซึ่งสอดคล้องกับงานวิจัยของ S. Yeng-Fong และคณะ[27] กลไกการสลายตัวในช่วงนี้คือ เมื่อเกิด

การเผาไหม้ ไตรฟีนิลฟอสเฟตในพอลิโพรพิลีนเกิดการสลายตัวกลายเป็นแก๊สและน้ำ เมื่อพิจารณาปริมาณแก๊สจากมากไปน้อย คือ สูตรที่ 2 > สูตรที่ 1 > สูตรที่ 3 > สูตรที่ 4 เนื่องจากสูตรที่สองมีปริมาณแก๊สมากกว่าสูตรที่หนึ่งเพราะลิกนินทำหน้าที่เป็นสารต้านการติดไฟทุติยภูมิซึ่งเสริมและสนับสนุนการทำงานของไตรฟีนิลฟอสเฟตที่เป็นสารต้านการติดไฟปฐมภูมิ ส่งผลให้ปริมาณแก๊สจากการเผาไหม้ของสูตรที่สองมากกว่าปริมาณแก๊สของสูตรที่หนึ่งที่มีการเติมไตรฟีนิลฟอสเฟตเพียงอย่างเดียว แต่เมื่อพิจารณาสูตรที่สามที่เติมทั้งไตรฟีนิลฟอสเฟตในอัตราส่วนร้อยละ 5 โดยน้ำหนักและลิกนินในอัตราส่วนร้อยละ 10 โดยน้ำหนัก พบว่าเมื่อปริมาณไตรฟีนิลฟอสเฟตลดลง และเพิ่มปริมาณลิกนิน มีผลทำให้ปริมาณแก๊สของสูตรที่สามน้อยกว่าสูตรที่สอง เนื่องจากการลดปริมาณไตรฟีนิลฟอสเฟตซึ่งทำหน้าที่เป็นสารต้านการติดไฟปฐมภูมิที่มีความสามารถดับไฟและเกิดปริมาณแก๊สได้เอง แต่การเพิ่มปริมาณลิกนินซึ่งทำหน้าที่เป็นสารต้านการติดไฟทุติยภูมิที่มีความสามารถคือเสริมและสนับสนุนสารต้านการติดไฟปฐมภูมิ ไม่สามารถดับไฟ และไม่สามารถเกิดแก๊สได้ ทำให้สูตรที่สามมีปริมาณแก๊สน้อยกว่าสูตรที่สอง และสูตรที่สี่ที่มีลิกนินเป็นสารตัวเติมเพียงอย่างเดียว พบว่าปริมาณแก๊สมีปริมาณน้อยมากเนื่องจากที่ช่วงอุณหภูมิ 220 – 320 องศาเซลเซียสลิกนินที่เติมลงไปทำหน้าที่เป็นสารต้านการติดไฟทุติยภูมิ ไม่สามารถดับไฟ และไม่สามารถเกิดแก๊สได้เอง จึงมีผลทำให้สูตรที่สี่มีปริมาณแก๊สน้อยมาก

จากภาพที่ 4.15 เมื่อพิจารณาอุณหภูมิการสลายตัวช่วงที่ 2 ที่อุณหภูมิ 400 ถึง 500 องศาเซลเซียส พบว่าปริมาณแก๊สจากมากไปน้อย คือ สูตรที่ 4 > สูตรที่ 3 = สูตรที่ 2 > สูตรที่ 1 เนื่องจากช่วงอุณหภูมิ 400 ถึง 500 องศาเซลเซียส เป็นช่วงอุณหภูมิการสลายตัวของลิกนินในพอลิโพรพิลีน กลไกการสลายตัวในช่วงนี้คือ เมื่อเกิดการเผาไหม้ลิกนินในพอลิโพรพิลีนเกิดการสลายตัวกลายเป็นแก๊ส มีผลทำให้สูตรที่สี่มีปริมาณลิกนินสูงที่สุดมีแก๊สสูงที่สุด และสูตรที่หนึ่งไม่มีลิกนินมีปริมาณแก๊สต่ำที่สุด

#### 4.3.2.2 ตรวจสอบอุณหภูมิหลอมเหลว ( $T_m$ ), อุณหภูมิการเกิดผลึก ( $T_c$ ) และปริมาณผลึกด้วยเครื่อง Differential Scanning Calorimeter (DSC)

ตรวจสอบอุณหภูมิหลอมเหลว ( $T_m$ ), อุณหภูมิการเกิดผลึก ( $T_c$ ) และปริมาณผลึกของลิกนินของชิ้นงานพอลิโพรพิลีน ด้วยเครื่อง Differential Scanning Calorimeter (DSC) สภาวะในการทดสอบอุณหภูมิ 50 ถึง 220 องศาเซลเซียส อัตราการให้ความร้อน 10 องศาเซลเซียสต่อนาที ภายใต้บรรยากาศไนโตรเจน



ภาพที่ 4.16 กราฟ DSC ของพอลิโพรพิลีนที่เติมลิกนิน

ตัวอย่างการคำนวณปริมาณผลึก

$$C = \frac{H}{H_{100\%}} \times 100\%$$

C คือ ปริมาณผลึก [%]

H คือ ความร้อนแฝงของการหลอม [J/g]

H<sub>100%</sub> คือ ความร้อนแฝงในการหลอมผลึกทั้งหมด [J/g]

โดยค่า  $\Delta H_{100\%}$  ของพอลิโพรพิลีน เท่ากับ 207.1 J/g

ปริมาณผลึกของพอลิโพรพิลีนจากการทดลองครั้งที่ 1 (ภาพที่ 4.16)

โดยค่า H พิจารณาจาก H ของการให้ความร้อนครั้งที่ 2

$$C_1 = \frac{88.72 \text{ J/g}}{207.1 \text{ J/g}} \times 100\%$$

$$C_1 = 42.84 \%$$

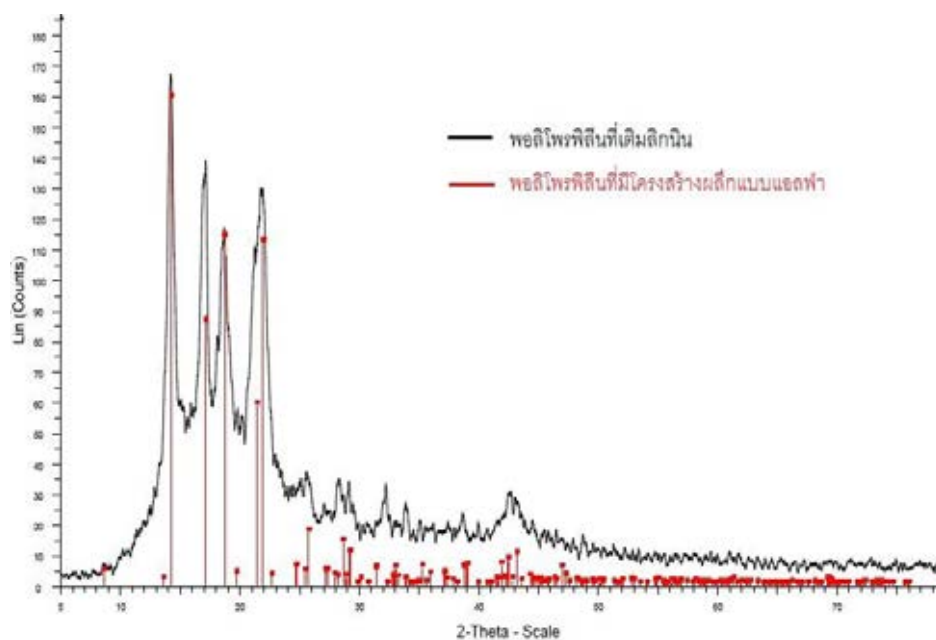
ตารางที่ 4.3 แสดงอุณหภูมิหลอมเหลว อุณหภูมิการเกิดผลึก และปริมาณผลึก  
ของชิ้นงานพอลิโพรพิลีน

	$T_m$ ของการให้ความร้อนครั้งแรก ( $^{\circ}\text{C}$ )	$T_m$ ของการให้ความร้อนครั้งที่สอง ( $^{\circ}\text{C}$ )	$T_c$ ( $^{\circ}\text{C}$ )	ค่าเฉลี่ยความเป็นผลึก (%)	หมายเหตุ
Pure PP	171.47 $\pm$ 2.64	170.77 $\pm$ 1.06	116.38 $\pm$ 0.32	46.55 $\pm$ 3.72	-
PP + lignin 5 %wt	171.18 $\pm$ 0.86	168.78 $\pm$ 0.69	115.70 $\pm$ 1.32	42.73 $\pm$ 0.22	-
PP + lignin 10 %wt	169.59 $\pm$ 1.18	165.77 $\pm$ 1.61	114.62 $\pm$ 0.63	41.68 $\pm$ 6.96	-
PP + lignin 15 %wt	171.33 $\pm$ 1.11	168.46 $\pm$ 0.68	115.78 $\pm$ 0.77	46.55 $\pm$ 6.07	-
PP + lignin 20 %wt	171.16 $\pm$ 1.04	166.35 $\pm$ 1.04, 150.60 $\pm$ 0.81	115.11 $\pm$ 1.27	14.63 $\pm$ 1.07	มีพีค $T_m$ ของการให้ความร้อนครั้งที่สอง 2 พีค
Pure lignin	-	-	-	-	ไม่ปรากฏพีค

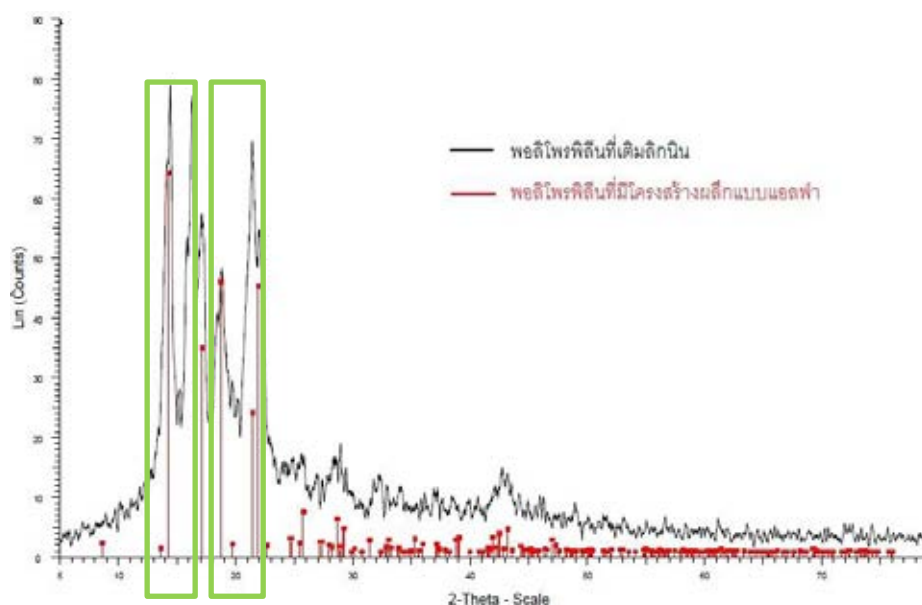
จากข้อมูลในตารางที่ 4.3 พบว่าเมื่อเพิ่มปริมาณลิกนินในพอลิโพรพิลีนที่อัตราส่วนร้อยละ 0 ถึง 15 โดยน้ำหนัก พบว่าอุณหภูมิหลอมเหลว ( $T_m$ ) อุณหภูมิการเกิดผลึก ( $T_c$ ) และปริมาณผลึกมีค่าเปลี่ยนแปลงน้อย โดยค่า  $T_m$  อยู่ในช่วง 165 ถึง 171 องศาเซลเซียส  $T_c$  อยู่ในช่วง 114 ถึง 116 องศาเซลเซียส และปริมาณผลึก 42 ถึง 46% ซึ่งมีค่าใกล้เคียงกับอุณหภูมิหลอมเหลว ( $T_m = 170$  องศาเซลเซียส) อุณหภูมิการเกิดผลึก ( $T_c = 116$  องศาเซลเซียส) และปริมาณผลึก (46%) ของพอลิโพรพิลีน เมื่อเพิ่มลิกนินในอัตราส่วนร้อยละ 20 โดยน้ำหนัก พบว่าปริมาณผลึกมีค่าลดลง เพราะปริมาณลิกนินที่มากขึ้นไปขัดขวางการจัดเรียงตัวของพอลิโพรพิลีน มีผลทำให้ปริมาณผลึกลดลง และที่อัตราส่วนลิกนินร้อยละ 20 โดยน้ำหนัก พบอุณหภูมิหลอมเหลวของการให้ความร้อนครั้งที่สอง ปรากฏเป็นสองค่า ผลเนื่องจากการเปลี่ยนแปลงชนิดของผลึก คือผลึกก่อนให้ความร้อนเป็นพอลิโพรพิลีนที่มีโครงสร้างผลึกแบบแอลฟาเพียงอย่างเดียว โดยพิจารณาจากกราฟ XRD ของพอลิโพรพิลีนที่เติมลิกนินก่อนให้ความร้อน (ภาพที่ 4.17) พบว่าพอลิโพรพิลีนที่เติมลิกนินก่อนให้ความร้อนปรากฏพีค 2 Theta ที่ 14.0, 19.5 และ 24.5 องศา ซึ่งสอดคล้องกับพอลิโพรพิลีนที่มีโครงสร้างผลึกแบบแอลฟา (ตำแหน่งพอลิโพรพิลีนที่มีโครงสร้างผลึกแบบแอลฟาอ้างอิงจากเครื่อง X-ray diffraction ของบริษัท Bruker จำกัด รุ่น Diffraktometer D 8) แต่เมื่อให้ความร้อนกับพอลิโพรพิลีนที่เติมลิกนิน พบพอลิโพรพิลีนที่มีโครงสร้างผลึกแบบแอลฟา และพอลิโพรพิลีนที่มี



โครงสร้างผลึกแบบเบต้า โดยพิจารณากราฟ XRD ของพอลิโพรพิลีนที่ผ่านการให้ความร้อน (ภาพที่ 4.18) จะปรากฏพีค 2 Theta ที่ 16.5 และ 21.5 องศา พีคดังกล่าว คือพอลิโพรพิลีนที่มีโครงสร้างผลึกแบบเบต้า (ตำแหน่งพอลิโพรพิลีนที่มีโครงสร้างผลึกแบบเบต้า [20])



ภาพที่ 4.17 กราฟ XRD ของพอลิโพรพิลีนที่เติมลิกนินก่อนให้ความร้อนด้วยเครื่อง DSC



ภาพที่ 4.18 กราฟ XRD ของพอลิโพรพิลีนที่เติมลิกนินหลังให้ความร้อนด้วยเครื่อง DSC

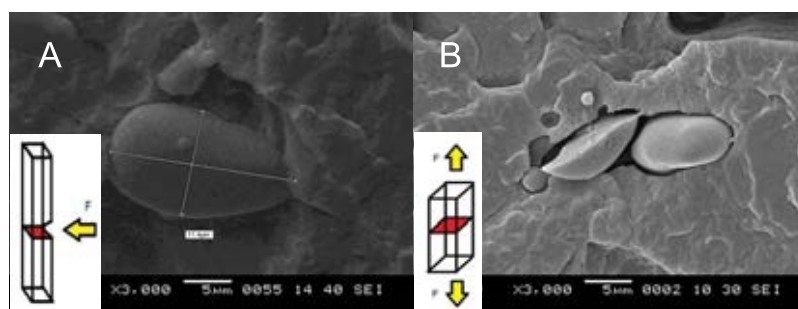
### 4.3.3 สมบัติเชิงกลของพอลิโพรพิลีน

#### 4.3.3.1 ทดสอบสมบัติความต้านแรงดึง (Tensile properties)

ตรวจสอบสมบัติความต้านแรงดึง (Tensile properties) ของพอลิโพรพิลีนที่เติมลิกนินในอัตราส่วนร้อยละ 0, 5, 10, 15 และ 20 โดยน้ำหนัก ตามมาตรฐาน ASTM D 638-03 ความเร็วการดึงยึดเท่ากับ 50 มิลลิเมตร/นาที

ตารางที่ 4.4 เปรียบเทียบสมบัติความต้านแรงดึงของชิ้นงานพอลิโพรพิลีน

	Tensile modulus (MPa)	Tensile stress at yield (MPa)	Tensile strain at yield	Tensile stress at break (MPa)	Tensile strain at break
Pure PP	1470.53 ± 16.62	36.48 ± 0.23	8.93 ± 0.23	18.85 ± 3.25	190.64 ± 9.40
PP + lignin 5 %wt	1578.09 ± 24.40	34.31 ± 0.27	7.31 ± 0.16	21.28 ± 1.17	169.48 ± 37.87
PP + lignin 10 %wt	1778.58 ± 50.60	33.60 ± 0.12	6.12 ± 0.19	26.35 ± 5.14	26.44 ± 14.99
PP + lignin 15 %wt	1980.80 ± 48.18	34.22 ± 0.19	5.03 ± 0.08	20.40 ± 2.88	44.39 ± 6.65
PP + lignin 20 %wt	1984.47 ± 60.05	32.48 ± 0.29	3.92 ± 0.10	23.22 ± 2.85	33.29 ± 6.68



ภาพที่ 4.19 SEM micrographs ที่กำลังขยาย 3,000 เท่า ของ PP + lignin 15 %wt (A) ชิ้นงานทดสอบสมบัติความทนแรงกระแทก (B) ชิ้นงานทดสอบสมบัติความต้านแรงดึง

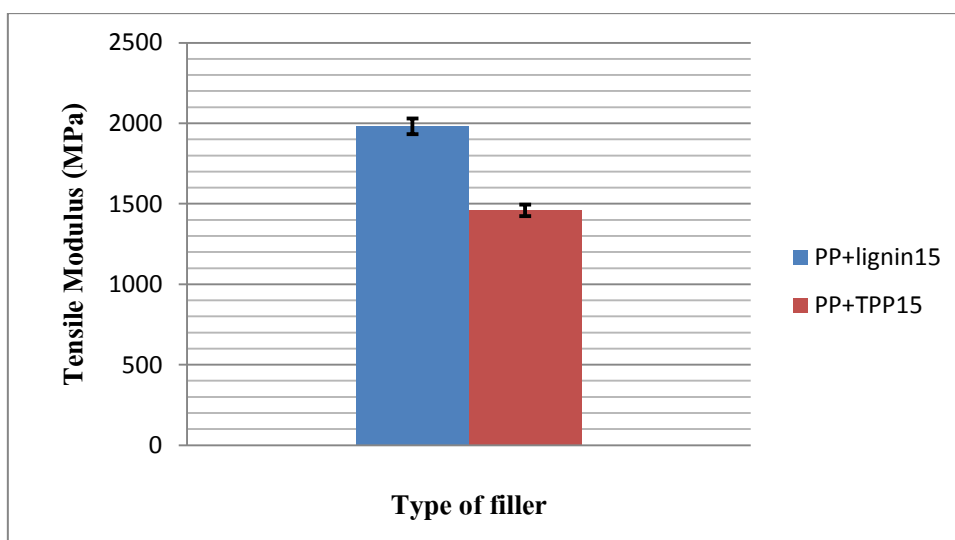
จากตารางที่ 4.4 เมื่อเติมลิกนินในพอลิโพรพิลีนด้วยอัตราส่วนร้อยละ 5, 10, 15 และ 20 โดยน้ำหนัก เมื่อพิจารณาค่ามอดุลัสความต้านแรงดึง (Tensile modulus) พบว่าค่ามอดุลัสความต้านแรงดึงมีค่าเพิ่มขึ้น เพราะเมื่อมีการให้แรงกับชิ้นงาน อนุภาคลิกนินที่กระจายอยู่ในพอลิเมอร์

เมตริกซ์เกิดการจัดเรียงตัวตามแนวแรง (จากผล SEM micrographs ภาพที่ 4.19 (B) พบว่าอนุภาคลิกนินของชิ้นงานทดสอบสมบัติความต้านแรงดึงเกิดการจัดเรียงตัวตามแนวแรงเมื่อเทียบกับอนุภาคลิกนินของชิ้นงานทดสอบสมบัติความทนแรงกระแทก ภาพที่ 4.19 (A)) และมีการสูญเสียพลังงานบางส่วน มีผลทำให้ชิ้นงานสามารถรับแรงได้มากขึ้น ค่ามอดูลัสความต้านแรงดึงเพิ่มขึ้น ค่ามอดูลัสความต้านแรงดึงเฉลี่ยมีค่าสูงสุดที่อัตราส่วนลิกนินเท่ากับร้อยละ 20 โดยน้ำหนัก

จากตารางที่ 4.4 เมื่อพิจารณาค่า Tensile strain at yield และ Tensile strain at break พบว่าเมื่ออัตราส่วนลิกนินในพอลิโพรพิลีนเพิ่มขึ้น มีผลทำให้ค่า Tensile strain at yield และ Tensile strain at break มีค่าลดลง เนื่องจากอนุภาคของลิกนินเข้าไปแทรกระหว่างพอลิเมอร์เมตริกซ์ (พิจารณาจากผล SEM micrographs จากภาพที่ 4.19 (B) พบการแทรกตัวของอนุภาคลิกนินในพอลิเมอร์เมตริกซ์) การแทรกตัวของอนุภาคของลิกนินไปขัดขวางการดึงยืดของพอลิโพรพิลีน มีผลทำให้ค่า Tensile strain at yield และ Tensile strain at break ลดลง

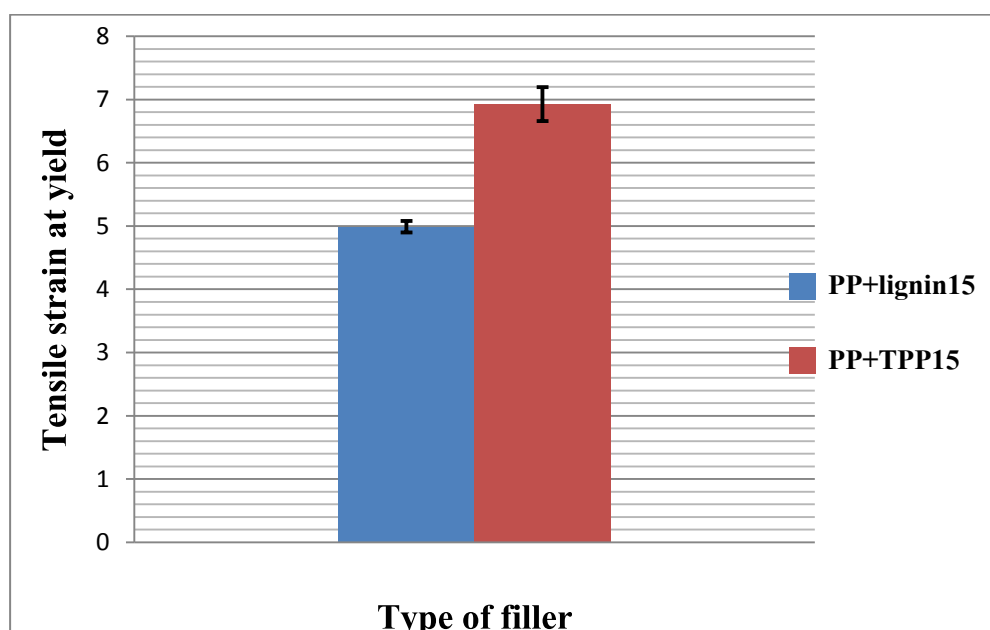
จากตารางที่ 4.4 เมื่อพิจารณาค่า Tensile stress at yield ของพอลิโพรพิลีนที่เติมลิกนินในอัตราส่วนร้อยละ 0 ถึง 20 โดยน้ำหนัก พบว่าค่า Tensile stress มีค่าเปลี่ยนแปลงน้อยมากและมีค่าใกล้เคียงกับค่า Tensile stress ของพอลิโพรพิลีน

ตรวจสมบัติความต้านแรงดึง (Tensile properties) ของพอลิโพรพิลีนที่เติมลิกนินและพอลิโพรพิลีนที่เติมไตรฟินิลฟอสเฟตเป็นสารตัวเติม โดยควบคุมอัตราส่วนเท่ากับร้อยละ 15 โดยน้ำหนัก



ภาพที่ 4.20 ค่า Tensile modulus ของพอลิโพรพิลีนที่เติมสารตัวเติม

จากภาพที่ 4.20 เมื่อพิจารณาค่า Tensile Modulus ของพอลิโพรพิลีนที่เติมลิกนิน และพอลิโพรพิลีนที่เติมไตรฟีนิลฟอสเฟตเป็นสารตัวเติม โดยควบคุมอัตราส่วนเท่ากับร้อยละ 15 โดยน้ำหนัก พบว่าพอลิโพรพิลีนที่เติมลิกนินมีค่า Tensile Modulus สูงกว่าพอลิโพรพิลีนที่เติมไตรฟีนิลฟอสเฟต เนื่องจากพอลิโพรพิลีนที่เติมลิกนินมีความเข้ากันได้ค่อนข้างต่ำ เกิดการแยกตัวออกจากพอลิโพรพิลีน แต่พอลิโพรพิลีนที่เติมไตรฟีนิลฟอสเฟตมีความเป็นเนื้อเดียว (สอดคล้องกับภาพ SEM micrographs ภาพที่ 4.7 (D) และ 4.8 (D) พบการแยกตัวออกจากระหว่างอนุภาคลิกนินกับพอลิเมอร์เมตริกซ์ แต่ภาพ SEM micrographs จากภาพที่ 4.7 (F) และ 4.8 (F) มีความเข้ากันได้ดีไม่พบการแยกตัวออกจากระหว่างไตรฟีนิลฟอสเฟตกับพอลิเมอร์เมตริกซ์) เมื่อมีการให้แรงดึงกับชิ้นงาน อนุภาคลิกนินที่เกิดการแยกตัวออกจากพอลิโพรพิลีนจะเกิดการจัดเรียงตัวตามแนวแรง และมีการสูญเสียพลังงานบางส่วนไปกับอนุภาคลิกนิน (จาก SEM micrographs ภาพที่ 4.19 พบว่าอนุภาคลิกนินจากชิ้นงานทดสอบสมบัติความต้านแรงดึงเกิดการจัดเรียงตัวตามแนวแรงเมื่อเทียบกับอนุภาคลิกนินจากชิ้นงานทดสอบสมบัติความทนแรงกระแทก) มีผลทำให้ชิ้นงานสามารถรับแรงได้มากขึ้น มีผลทำให้ค่ามอดูลัสความต้านแรงดึงเพิ่มขึ้น ดังนั้นพอลิโพรพิลีนที่เติมลิกนินเป็นสารตัวเติมมีค่า Tensile Modulus สูงกว่าพอลิโพรพิลีนที่เติมไตรฟีนิลฟอสเฟต



ภาพที่ 4.21 ค่า Tensile strain at yield ของพอลิโพรพิลีนที่เติมสารตัวเติม

จากภาพที่ 4.21 เมื่อพิจารณาค่า Tensile strain at yield ของพอลิโพรพิลีนที่เติมลิกนิน และพอลิโพรพิลีนที่เติมไตรฟีนิลฟอสเฟตเป็นสารตัวเติม โดยควบคุมอัตราส่วนเท่ากับร้อยละ 15 โดยน้ำหนัก พบว่าพอลิโพรพิลีนที่เติมไตรฟีนิลฟอสเฟตมีค่า Tensile strain at yield สูงกว่า

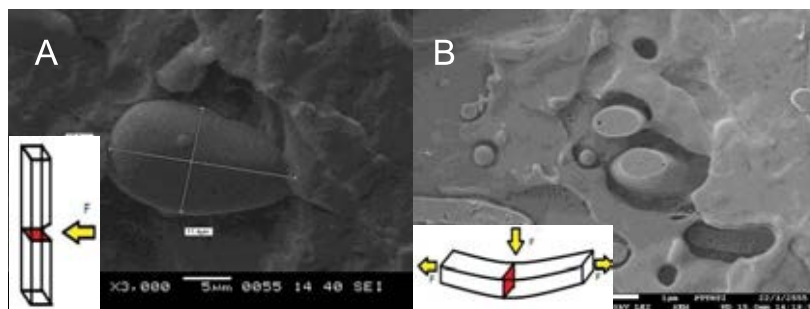
พอลิโพรพิลีนที่เติมลิกนิน เนื่องจากพอลิโพรพิลีนที่เติมไตรฟินิลฟอสเฟตมีความเป็นเนื้อเดียวกัน แต่ในกรณีพอลิโพรพิลีนที่เติมลิกนินมีความเข้ากันได้ต่ำ จึงสังเกตพบอนุภาคลิกนินแทรกในเนื้อของพอลิโพรพิลีน (พิจารณาจากภาพ SEM micrographs จากภาพที่ 4.7 (D) และ 4.8 (D) พบการแยกวัฏภาคระหว่างอนุภาคลิกนินกับพอลิเมอร์เมตริกซ์ แต่ภาพ SEM micrographs จากภาพที่ 4.7 (F) และ 4.8 (F) มีความเข้ากันได้ดีไม่พบการแยกวัฏภาคระหว่างไตรฟินิลฟอสเฟตกับพอลิเมอร์เมตริกซ์) การแทรกตัวของอนุภาคของลิกนินไปขัดขวางการดึงยืดของพอลิโพรพิลีนมีผลทำให้ค่า Tensile strain at yield ของพอลิโพรพิลีนที่เติมลิกนินมีค่าต่ำกว่าค่า Tensile strain at yield ของพอลิโพรพิลีนที่เติมไตรฟินิลฟอสเฟต

#### 4.3.3.2 ทดสอบสมบัติความต้านแรงดัดโค้ง (Flexural properties)

ตรวจสอบสมบัติความต้านแรงดัดโค้ง (Flexural properties) ของพอลิโพรพิลีนที่เติมลิกนินในอัตราส่วนร้อยละ 0, 5, 10, 15 และ 20 โดยน้ำหนัก ตามมาตรฐาน ASTM D 790-07 ความเร็วในการดัดโค้งเท่ากับ 12.8 มิลลิเมตร/นาที พบว่า

ตารางที่ 4.5 เปรียบเทียบสมบัติความต้านแรงดัดโค้งของชิ้นงานพอลิโพรพิลีน

	Flexural Modulus (MPa)	Flexural Stress at yield (MPa)	Flexural Strain at yield	Flexural Stress at break (MPa)	Flexural Strain at break
Pure PP	1479.88 ± 41.69	41.62 ± 4.34	6.68 ± 0.24	26.28 ± 2.01	15.47 ± 1.33
PP + lignin 5 %wt	1358.11 ± 33.95	26.29 ± 3.43	5.02 ± 0.42	15.81 ± 2.05	11.35 ± 1.08
PP + lignin 10 %wt	1759.86 ± 28.30	44.48 ± 3.49	5.83 ± 0.33	26.71 ± 2.09	15.40 ± 1.01
PP + lignin 15 %wt	2041.23 ± 19.29	46.72 ± 1.28	5.12 ± 0.15	28.06 ± 0.76	14.90 ± 0.29
PP + lignin 20 %wt	2224.74 ± 41.15	47.01 ± 0.44	4.51 ± 0.10	28.26 ± 0.25	13.94 ± 0.23



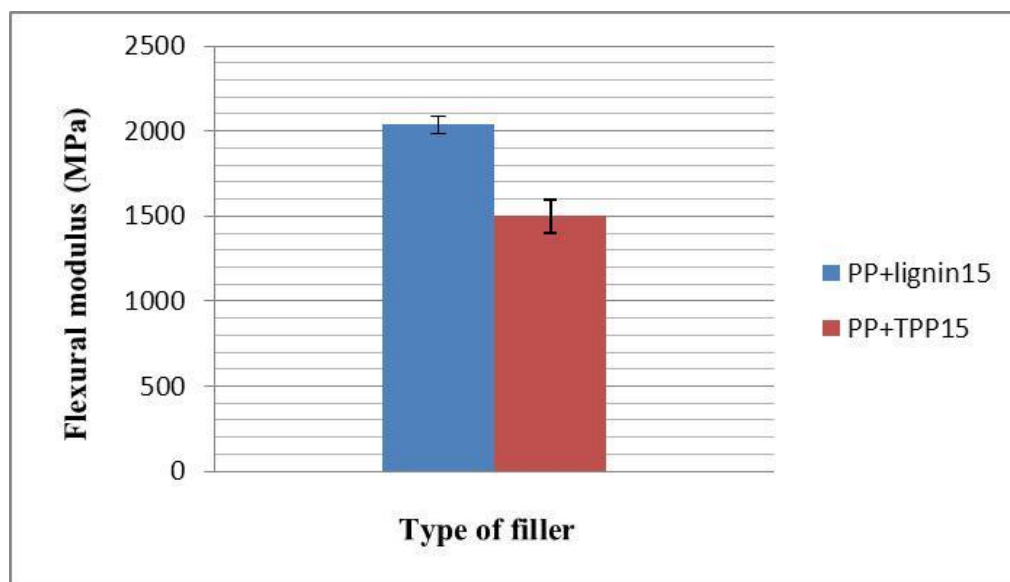
ภาพที่ 4.22 SEM micrographs ที่กำลังขยาย 3,000 เท่า ของ PP + lignin 15 %wt (A) ชิ้นงานทดสอบสมบัติความทนแรงกระทำ (B) ชิ้นงานทดสอบสมบัติความต้านแรงดัดโค้ง

จากตารางที่ 4.5 พบว่าพอลิโพรพิลีนที่เติมลิกนินในอัตราส่วนร้อยละ 5 โดยน้ำหนัก มีค่ามอดูลัสความต้านแรงดัดโค้งเปลี่ยนแปลงเพียงเล็กน้อย เนื่องจากปริมาณลิกนินที่เติมมีปริมาณน้อย จึงมีผลกระทบต่อค่ามอดูลัสความต้านแรงดัดโค้งเพียงเล็กน้อย แต่เมื่อเพิ่มอัตราส่วนลิกนินในพอลิโพรพิลีนเป็นร้อยละ 10, 15 และ 20 โดยน้ำหนัก มอดูลัสความต้านแรงดัดโค้งมีค่าเพิ่มขึ้น เนื่องจากเมื่อมีการให้แรงกับชิ้นงาน อนุภาคลิกนินที่กระจายอยู่ในพอลิเมอร์เมตริกซ์เกิดการจัดเรียงตัวตามแนวแรง (จากผล SEM micrographs ภาพที่ 4.22 (B) พบว่าอนุภาคลิกนินของชิ้นงานทดสอบสมบัติความต้านแรงดัดโค้งเกิดการจัดเรียงตัวตามแนวแรงเมื่อเทียบกับอนุภาคลิกนินของชิ้นงานทดสอบสมบัติความทนแรงกระทำ ภาพที่ 4.22 (A) และมีการสูญเสียพลังงานบางส่วน มีผลทำให้ชิ้นงานสามารถรับแรงได้มากขึ้น มีผลทำให้ค่ามอดูลัสความต้านแรงดัดโค้งเพิ่มขึ้น ค่ามอดูลัสความต้านแรงดัดโค้งเฉลี่ยมีค่าสูงสุดที่อัตราส่วนลิกนินเท่ากับร้อยละ 20 โดยน้ำหนัก

จากตารางที่ 4.5 เมื่อพิจารณาค่า Flexural strain at yield และ Flexural strain at break พบว่าเมื่อเพิ่มอัตราส่วนลิกนินลงในพอลิโพรพิลีนในอัตราส่วนร้อยละ 5, 10, 15 และ 20 โดยน้ำหนัก มีผลทำให้ค่า Flexural elongation at yield และ Flexural elongation at break มีค่าลดลง เนื่องจากอนุภาคของลิกนินเข้าไปแทรกระหว่างพอลิเมอร์เมตริกซ์ (พิจารณาจากผล SEM micrographs จากภาพที่ 4.22 (B) พบการแทรกตัวของอนุภาคลิกนินในพอลิเมอร์เมตริกซ์) การแทรกตัวของอนุภาคของลิกนินไปขัดขวางการดัดโค้งของพอลิโพรพิลีน มีผลทำให้ค่า Flexural elongation at yield และ Flexural elongation at break ลดลง

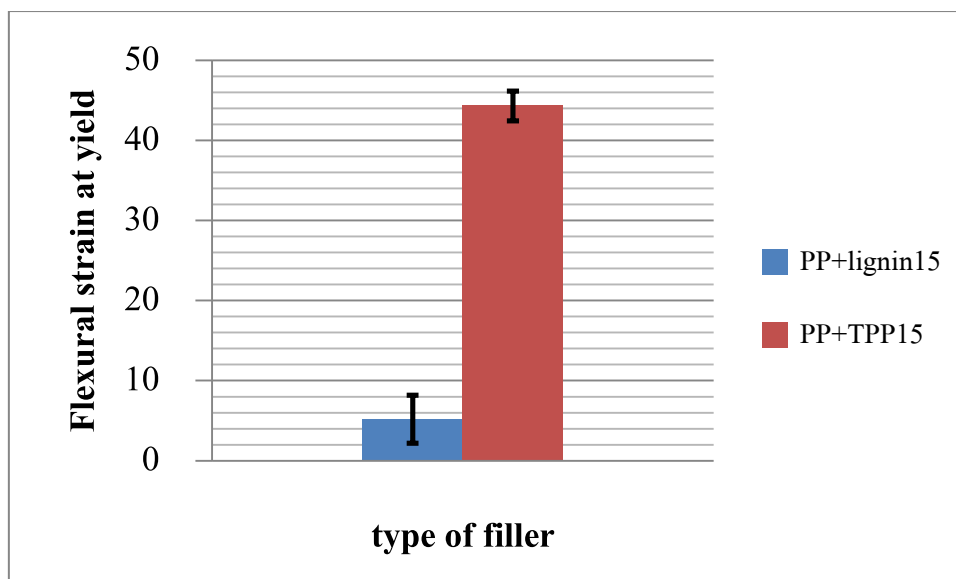
จากตารางที่ 4.5 เมื่อเพิ่มอัตราส่วนของลิกนินลงในพอลิโพรพิลีน พบว่า ค่า Flexural stress at yield ของพอลิโพรพิลีนที่เติมลิกนินในอัตราส่วนร้อยละ 0 ถึง 20 โดยน้ำหนัก มีค่าใกล้เคียงกับค่า Flexural stress at yield ของพอลิโพรพิลีน

ตรวจสอบสมบัติความต้านแรงดัดโค้ง (Flexural properties) ของพอลิโพรพิลีนที่เติมลิกนิน และพอลิโพรพิลีนที่เติมไตรฟีนิลฟอสเฟตเป็นสารตัวเติม โดยควบคุมอัตราส่วนเท่ากับร้อยละ 15 โดยน้ำหนัก



ภาพที่ 4.23 ค่ามอดุลัสของพอลิโพรพิลีนที่เติมสารตัวเติมจากการทดสอบต้านแรงดัดโค้ง

จากภาพที่ 4.23 เมื่อพิจารณาค่า Flexural Modulus ของพอลิโพรพิลีนที่เติมลิกนิน และพอลิโพรพิลีนที่เติมไตรฟีนิลฟอสเฟตเป็นสารตัวเติม โดยควบคุมอัตราส่วนเท่ากับร้อยละ 15 โดยน้ำหนัก พบว่าพอลิโพรพิลีนที่เติมลิกนินมีค่า Flexural Modulus สูงกว่าพอลิโพรพิลีนที่เติมไตรฟีนิลฟอสเฟต เนื่องจากพอลิโพรพิลีนที่เติมลิกนินมีความเข้ากันได้ค่อนข้างต่ำ เกิดการแยกตัวกับพอลิโพรพิลีน แต่พอลิโพรพิลีนที่เติมไตรฟีนิลฟอสเฟตมีความเป็นเนื้อเดียว (สอดคล้องกับภาพ SEM micrographs ภาพที่ 4.7 (D) และ 4.8 (D) พบการแยกตัวระหว่างอนุภาคลิกนินกับพอลิเมอร์เมทริกซ์ แต่ภาพ SEM micrographs จากภาพที่ 4.7 (F) และ 4.8 (F) มีความเข้ากันได้ดีไม่พบการแยกตัวระหว่างไตรฟีนิลฟอสเฟตกับพอลิเมอร์เมทริกซ์) เมื่อมีการให้แรงดัดโค้งกับชิ้นงาน อนุภาคลิกนินที่เกิดการแยกตัวกับพอลิโพรพิลีนจะเกิดการจัดเรียงตัวตามแนวแรง และมีการสูญเสียพลังงานบางส่วนไปกับอนุภาคลิกนิน (จาก SEM micrographs ภาพที่ 4.22 (B) พบว่าอนุภาคลิกนินจากชิ้นงานทดสอบสมบัติความต้านแรงดัดโค้งเกิดการจัดเรียงตัวตามแนวแรงเมื่อเทียบกับอนุภาคลิกนินจากชิ้นงานทดสอบสมบัติความทนแรงกระแทก) ทำให้ชิ้นงานสามารถรับแรงได้มากขึ้น มีผลทำให้ค่ามอดุลัสความต้านแรงดัดโค้งเพิ่มขึ้น ดังนั้นพอลิโพรพิลีนที่เติมลิกนินเป็นสารตัวเติมมีค่า Flexural Modulus สูงกว่าพอลิโพรพิลีนที่เติมไตรฟีนิลฟอสเฟต



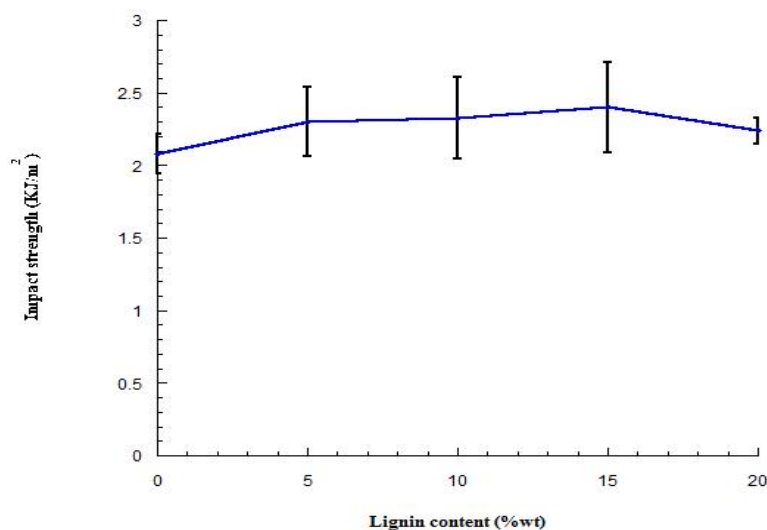
ภาพที่ 4.24 ค่า Flexural strain at yield ของพอลิโพรพิลีนที่เติมสารตัวเติม จากการทดสอบด้านดัดโค้ง

จากภาพที่ 4.24 เมื่อพิจารณาค่า Flexural strain at yield ของพอลิโพรพิลีนที่เติมลิกนิน และพอลิโพรพิลีนที่เติมไตรฟินิลฟอสเฟตเป็นสารตัวเติม โดยควบคุมอัตราส่วนเท่ากับร้อยละ 15 โดยน้ำหนัก พบว่าพอลิโพรพิลีนที่เติมไตรฟินิลฟอสเฟตมีค่า Flexural strain at yield สูงกว่าพอลิโพรพิลีนที่เติมลิกนิน เนื่องจากพอลิโพรพิลีนที่เติมไตรฟินิลฟอสเฟตมีความเป็นเนื้อเดียวกัน แต่ในกรณีพอลิโพรพิลีนที่เติมลิกนินมีความเข้ากันได้ต่ำ จึงสังเกตพบอนุภาคลิกนินแทรกในเนื้อของพอลิโพรพิลีน (พิจารณาจากภาพ SEM micrographs จากภาพที่ 4.7 (D) และ 4.8 (D) พบการแยกวัฏภาคระหว่างอนุภาคลิกนินกับพอลิเมอร์เมตริกซ์ แต่ภาพ SEM micrographs จากภาพที่ 4.7 (F) และ 4.8 (F) มีความเข้ากันได้ดีไม่พบการแยกวัฏภาคระหว่างไตรฟินิลฟอสเฟตกับพอลิเมอร์เมตริกซ์) การแทรกตัวของอนุภาคของลิกนินไปขัดขวางการดัดโค้งของพอลิโพรพิลีน มีผลทำให้ค่า Flexural strain at yield ของพอลิโพรพิลีนที่เติมลิกนินมีค่าต่ำกว่าค่า Flexural strain at yield ของพอลิโพรพิลีนที่เติมไตรฟินิลฟอสเฟต



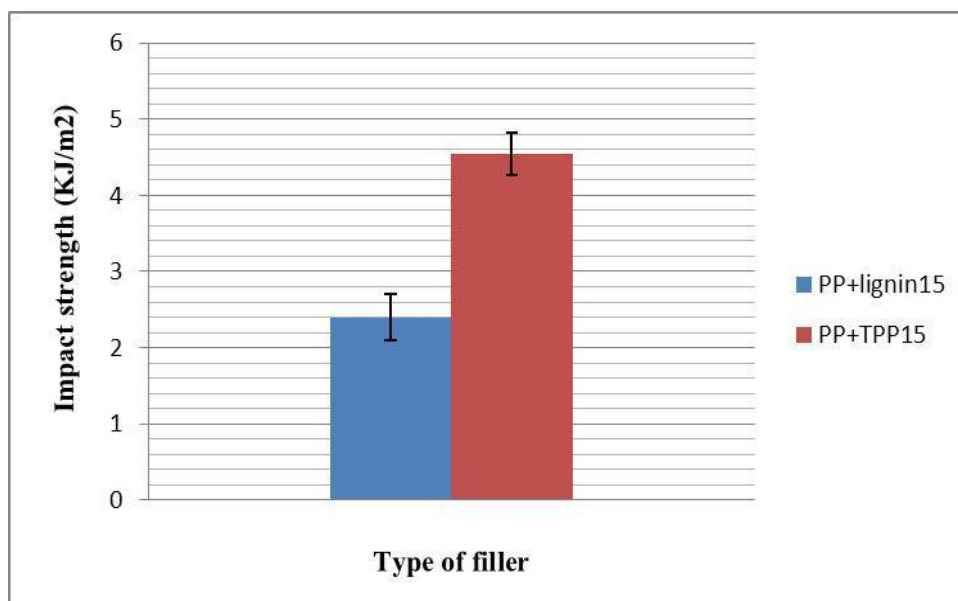
#### 4.3.3.3 ทดสอบสมบัติความทนแรงกระแทก (Impact properties)

ตรวจสอบสมบัติความทนแรงกระแทก (Impact properties) ของพอลิโพรพิลีนที่เติมลิกนินในอัตราส่วนร้อยละ 0, 5, 10, 15 และ 20 โดยน้ำหนัก ตามมาตรฐาน ASTM D256-05



ภาพที่ 4.25 ค่าความทนแรงกระแทกของพอลิโพรพิลีนที่เติมลิกนิน

จากภาพที่ 4.25 เมื่อเพิ่มอัตราส่วนลิกนินลงในพอลิโพรพิลีนในอัตราส่วนร้อยละ 5, 10, 15 และ 20 โดยน้ำหนัก พบว่าค่าความทนแรงกระแทก (Impact Strength) ไม่เปลี่ยนแปลง เนื่องจากการทดสอบสมบัติความทนแรงกระแทกเป็นการทดสอบที่ใช้เวลาสั้น (short time testing) อนุภาคลิกนินที่กระจายอยู่ในพอลิโพรพิลีนไม่สามารถตอบสนองต่อแรงกระแทกได้ทัน จึงไม่เกิดการจัดเรียงตัวของอนุภาคลิกนินตามแนวแรงเช่นเดียวกับอนุภาคลิกนินในชิ้นงานทดสอบสมบัติความต้านแรงดึง (จากผล SEM micrographs ภาพที่ 4.19 (A) พบว่าอนุภาคลิกนินของชิ้นงานทดสอบสมบัติความทนแรงกระแทกไม่เกิดการจัดเรียงตัวตามแนวแรงเมื่อเทียบกับอนุภาคลิกนินจากชิ้นงานทดสอบสมบัติความต้านแรงดึง ภาพที่ 4.19 (B)) มีผลทำให้ค่าความทนแรงกระแทกของพอลิโพรพิลีนที่เติมลิกนินอัตราส่วนต่างๆ มีค่าเปลี่ยนแปลงน้อยมากและมีค่าใกล้เคียงกับค่าความทนแรงกระแทกของพอลิโพรพิลีน

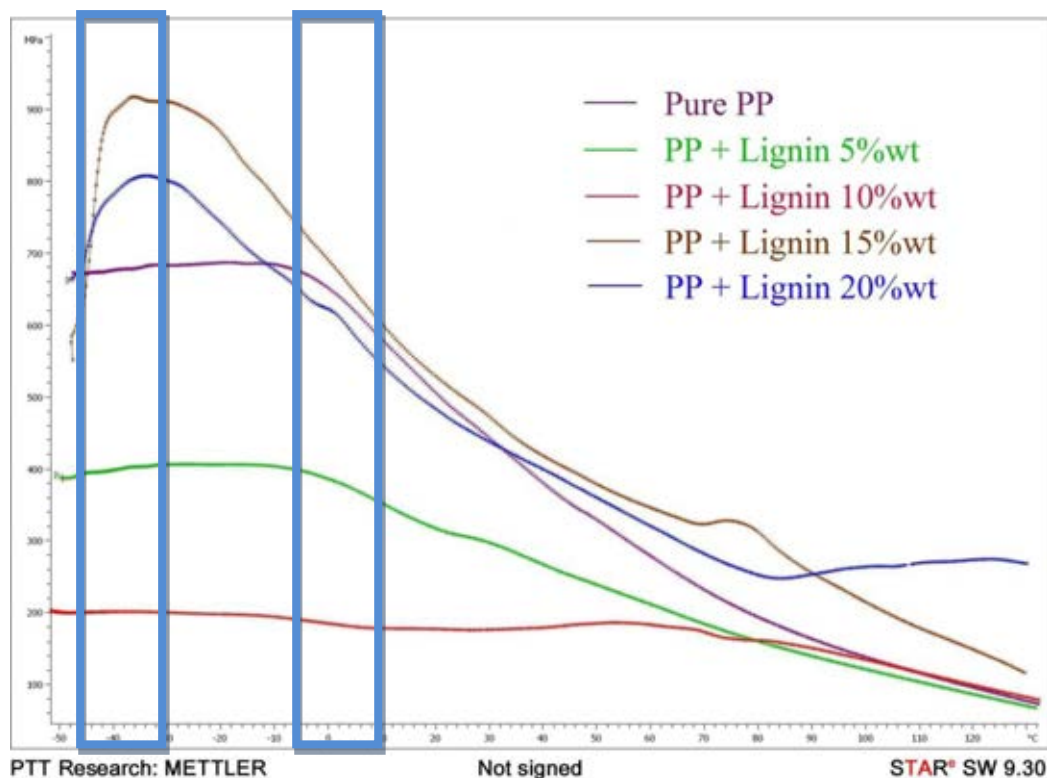


ภาพที่ 4.26 ค่าความทนแรงกระแทกของพอลิโพรพิลีนที่เติมสารตัวเติม

จากภาพที่ 4.26 เมื่อพิจารณาค่าความทนแรงกระแทกของพอลิโพรพิลีนที่เติมลิกนิน และพอลิโพรพิลีนที่เติมไตรฟีนิลฟอสเฟตเป็นสารตัวเติม โดยควบคุมอัตราส่วนเท่ากับร้อยละ 15 โดยน้ำหนัก พบว่าพอลิโพรพิลีนที่เติมไตรฟีนิลฟอสเฟตมีค่าความทนแรงกระแทกสูงกว่าพอลิโพรพิลีนที่เติมลิกนิน เนื่องจากพอลิโพรพิลีนที่เติมไตรฟีนิลฟอสเฟตเป็นสารตัวเติมมีความเข้ากันได้ดีมากกว่าพอลิโพรพิลีนที่เติมลิกนิน (สอดคล้องกับภาพ SEM micrographs ภาพที่ 4.7 (F) ภาพที่ 4.8 (F) พบว่าไตรฟีนิลฟอสเฟตเข้ากันได้ดีกับพอลิเมอร์เมตริกซ์ แต่พบแยกวัฏภาคระหว่างอนุภาคลิกนินกับพอลิเมอร์เมตริกซ์ จากภาพ SEM micrographs ภาพที่ 4.7 (D) และ 4.8 (D)) มีผลทำให้ค่าความทนแรงกระแทกของพอลิโพรพิลีนที่เติมไตรฟีนิลฟอสเฟตมีค่าสูงกว่าค่าความทนแรงกระแทกของพอลิโพรพิลีนที่เติมลิกนิน

#### 4.3.3.4 ทดสอบสมบัติเชิงกลแบบไดนามิก (dynamic mechanical properties)

ตรวจสอบสมบัติเชิงกลแบบไดนามิก (dynamic mechanical properties) ของพอลิโพรพิลีนที่เติมลิกนินในอัตราส่วนร้อยละ 0, 5, 10, 15 และ 20 โดยน้ำหนัก ตามมาตรฐาน ASTM D4092-07 ความถี่เท่ากับ 1 รอบ/นาที ด้วยอัตราการให้ความร้อน 3 องศาเซลเซียสต่อนาที และโหมดที่ใช้ในการทดสอบคือ แรงเฉือน

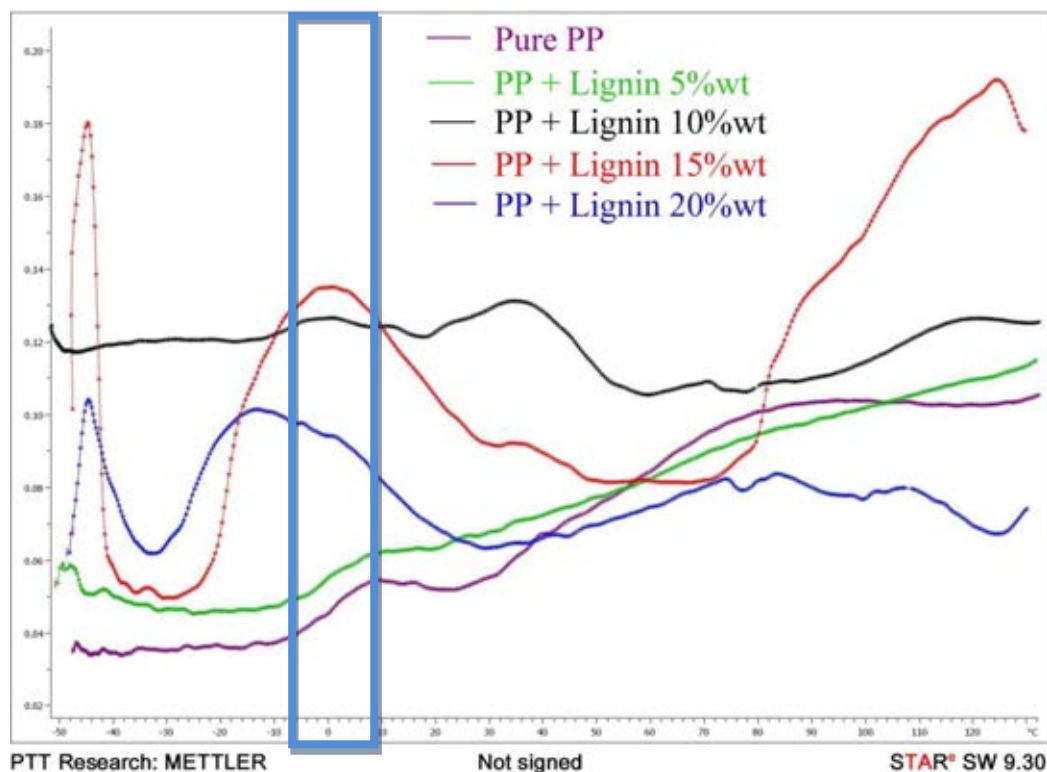


ภาพที่ 4.27 ค่า storage modulus ของพอลิโพรพิลีนที่เติมลิกนิน

จากภาพที่ 4.27 เมื่อพิจารณาพอลิโพรพิลีนที่เติมลิกนินในอัตราส่วนร้อยละ 0, 5 และ 10 โดยน้ำหนัก ที่ช่วงอุณหภูมิ -50 ถึง 0 องศาเซลเซียส เป็นช่วงอุณหภูมิก่อนอุณหภูมิ glass transition ของพอลิโพรพิลีน พบว่าค่า storage modulus มีค่าเปลี่ยนแปลงเล็กน้อย เนื่องจากที่อุณหภูมิต่ำสายโซ่พอลิเมอร์เกิดการสั่นและเคลื่อนไหวเพียงเล็กน้อย แต่เมื่อเพิ่มอัตราส่วนลิกนินเป็นร้อยละ 15 และ 20 โดยน้ำหนัก พบว่าที่อุณหภูมิ -45 องศาเซลเซียส มีการเพิ่มของค่า storage modulus เนื่องจากเมื่ออัตราส่วนลิกนินมากขึ้น อนุภาคลิกนินไปขัดขวางการสั่นและเคลื่อนไหวของสายโซ่พอลิเมอร์ มีผลทำให้ค่า storage modulus สูงขึ้น

จากภาพที่ 4.27 เมื่อพิจารณาพอลิโพรพิลีนที่เติมลิกนินในอัตราส่วนร้อยละ 0, 5, 10, 15 และ 20 โดยน้ำหนัก พบว่าที่อุณหภูมิ 0 องศาเซลเซียส ค่า storage modulus มีค่าลดลง เนื่องจากที่อุณหภูมิ 0 องศาเซลเซียสเป็นอุณหภูมิ glass transition ของพอลิโพรพิลีน สายโซ่พอลิเมอร์เกิดการสั่นและเคลื่อนไหว จึงมีผลทำให้ค่า storage modulus ลดลง

จากภาพที่ 4.27 เมื่อพิจารณาพอลิโพรพิลีนที่เติมลิกนินในอัตราส่วนร้อยละ 0, 5, 10, 15 และ 20 โดยน้ำหนัก พบว่าที่ช่วงอุณหภูมิ 0 ถึง 130 องศาเซลเซียส เมื่ออุณหภูมิสูงขึ้น ระบบมีพลังงานสูง มีผลทำให้สายโซ่พอลิเมอร์เกิดการสั่นและเคลื่อนไหวอย่างต่อเนื่องทำให้ค่า storage modulus ลดลงอย่างต่อเนื่อง



ภาพที่ 4.28 ค่า tan delta ของพอลิโพรพิลีนที่เติมลิกนิน

จากภาพที่ 4.28 เมื่อพิจารณาพอลิโพรพิลีนที่เติมลิกนินในอัตราส่วนร้อยละ 0, 5, 10, 15 และ 20 โดยน้ำหนัก พบพีคที่อุณหภูมิ 0 องศาเซลเซียส เนื่องจากที่อุณหภูมิ 0 องศาเซลเซียสเป็นอุณหภูมิ glass transition ของพอลิโพรพิลีน ซึ่งอุณหภูมิดังกล่าวพอลิโพรพิลีนจะเปลี่ยนจาก glassy state เป็น rubbery state จึงมีผลทำให้ปรากฏเป็นพีคของ tan delta

#### 4.3.4 สมบัติการต้านการติดไฟของพอลิโพรพิลีน

##### 4.3.4.1 สมบัติการต้านการติดไฟของพอลิโพรพิลีนที่เติมลิกนินเพื่อเป็นสารต้านการติดไฟปฐมภูมิ

###### 1. ตรวจสอบปริมาณออกซิเจนที่ใช้ในการเผาไหม้ limiting oxygen index

ตรวจสอบปริมาณออกซิเจนที่ใช้ในการเผาไหม้ limiting oxygen index ของพอลิโพรพิลีนที่เติมลิกนินในอัตราส่วนร้อยละ 0, 5, 10, 15 และ 20 โดยน้ำหนัก ตามมาตรฐาน D2863-06a ความหนาของชิ้นงานเท่ากับ 4.0 มิลลิเมตร ก๊าซที่ใช้ในการเผาไหม้คือ ก๊าซผสมระหว่างไนโตรเจนกับออกซิเจน

ตารางที่ 4.6 เปรียบเทียบปริมาณออกซิเจนที่ใช้ในการเผาไหม้ของชิ้นงานพอลิโพรพิลีน  
ที่เติมสารตัวเติม






อัตราส่วนลิกนิน (ร้อยละโดยน้ำหนัก)	ปริมาณออกซิเจนที่ใช้ในการ เผาไหม้ (%)
0	17.8
5	18.3
10	18.7
15	19.5
20	19.7

จากตารางที่ 4.6 เมื่อเติมลิกนินในพอลิโพรพิลีนด้วยอัตราส่วนร้อยละ 5, 10, 15 และ 20 โดยน้ำหนัก พบว่าปริมาณออกซิเจนที่ใช้ในการเผาไหม้สูงขึ้น เนื่องจากเมื่อชิ้นงานพอลิโพรพิลีนเกิดการเผาไหม้ ลิกนินที่อยู่ในชิ้นงานพอลิโพรพิลีนจะเกิดการสลายตัวกลายเป็นเถ้ามาปกคลุมพื้นผิวชิ้นงาน (สอดคล้องกับปริมาณเถ้าจากกราฟ TGA ภาพที่ 4.10 คือเมื่ออัตราส่วนลิกนินเพิ่มขึ้น ส่งผลให้ปริมาณเถ้าเพิ่มขึ้น) การเกิดเถ้าดังกล่าว ทำให้ปริมาณออกซิเจนแพร่เข้าสู่ระบบได้น้อยลง เมื่อออกซิเจนแพร่เข้าสู่ระบบได้น้อยลง จึงมีผลทำให้ค่าปริมาณออกซิเจนที่ใช้เพื่อให้เกิดการเผาไหม้สูงขึ้น

## 2. ตรวจสอบเวลาในการเผาไหม้ UL94 ในแนวตั้ง

ตรวจสอบเวลาในการเผาไหม้ UL94 ในแนวตั้งของพอลิโพรพิลีนที่เติมลิกนินในอัตราส่วนร้อยละ 0, 5, 10, 15 และ 20 โดยน้ำหนัก ความหนาของชิ้นงานเท่ากับ 3.2 มิลลิเมตร

ตารางที่ 4.7 เปรียบเทียบเวลาในการเผาไหม้ UL94 ในแนวตั้งของชิ้นงานพอลิโพรพิลีน  
ที่เติมสารตัวเติม

อัตราส่วน ลิกนิน (ร้อยละโดย น้ำหนัก)	ระยะเวลาใน การเผาไหม้ครั้ง ที่ 1 (กรณีไม่ เกิดการดับไฟ) (วินาที)	$t_1$ (วินาที)	ระยะเวลาใน การเผาไหม้ ครั้งที่ 2 (กรณีไม่เกิด การดับไฟ) (วินาที)	$t_2$ (วินาที)	ภาพ การเผาไหม้	การหลอมหยุด และการติดไฟ ผ้าฝ้าย
0	$85.7 \pm 4.69$	-	-	-		เกิดการหลอม และติดไฟผ้า ฝ้าย
5	$108.8 \pm 4.69$	-	-	-		เกิดการหลอม และติดไฟผ้า ฝ้าย
10	$112.2 \pm 5.03$	-	-	-		เกิดการหลอม และติดไฟผ้า ฝ้าย
15	$123.0 \pm 8.27$	-	-	-		เกิดการหลอม และติดไฟผ้า ฝ้าย
20	$127.2 \pm 9.11$	-	-	-		เกิดการหลอม และติดไฟผ้า ฝ้าย

หมายเหตุ

- $t_1$  คือระยะเวลาในการเผาไหม้ครั้งที่ 1 (กรณีเกิดการดับไฟ)
- $t_2$  คือระยะเวลาในการเผาไหม้ครั้งที่ 2 (กรณีเกิดการดับไฟ)

จากตารางที่ 4.7 เมื่อเติมลิกนินในพอลิโพรพิลีนในอัตราส่วนร้อยละ 5, 10, 15 และ 20 โดยน้ำหนัก พบว่าเมื่ออัตราส่วนลิกนินในพอลิโพรพิลีนเพิ่มขึ้น มีผลทำให้เวลาในการเผาไหม้นานขึ้น การหลอมหยดของชิ้นงานน้อยลง และปริมาณควันน้อยลง เนื่องจากเมื่อชิ้นงานพอลิโพรพิลีนเกิดการเผาไหม้ ลิกนินในชิ้นงานพอลิโพรพิลีนจะเกิดการสลายตัวกลายเป็นเถ้ามาปกคลุมพื้นผิวชิ้นงาน ซึ่งสอดคล้องกับกราฟ TGA ภาพที่ 4.10 คือเมื่ออัตราส่วนลิกนินเพิ่มขึ้น ส่งผลให้ปริมาณเถ้าเพิ่มขึ้น การเกิดเถ้าดังกล่าว มีผลทำให้ไปขัดขวางการแพร่ของก๊าซออกซิเจน มีผลทำให้ออกซิเจนที่ใช้ในการเผาไหม้แพร่เข้าสู่ระบบน้อยลง และควันที่เกิดจากการเผาไหม้แพร่ออกนอกระบบน้อยลง ถึงแม้ว่าที่อัตราส่วนลิกนินร้อยละ 20 โดยน้ำหนักจะมีค่าเวลาในการเผาไหม้ยาวนานที่สุด คือมีสมบัติเป็นสารต้านการติดไฟที่ดีที่สุด แต่ก็ยังไม่ผ่านมาตรฐาน UL94 เพราะปริมาณเถ้าที่เกิดจากการสลายตัวของลิกนินมีปริมาณน้อยเกินไปไม่สามารถปกคลุมพื้นผิวของชิ้นงาน ทำให้ก๊าซออกซิเจนแพร่เข้าสู่ระบบและไม่เกิดการดับไฟ

จากการศึกษาสมบัติด้านการติดไฟของพอลิโพรพิลีนที่เติมลิกนินเพื่อเป็นสารต้านการติดไฟปฐมภูมิ พบว่าพอลิโพรพิลีนที่เติมลิกนินเพื่อเป็นสารต้านการติดไฟปฐมภูมิมีสมบัติด้านการติดไฟที่ดีขึ้น เมื่อพิจารณาจากค่าเวลาในการเผาไหม้ และค่าปริมาณออกซิเจนที่ใช้ในการเผาไหม้ แต่อย่างไรก็ดียังไม่ผ่านมาตรฐาน UL-94 (เงื่อนไขการผ่านมาตรฐาน UL-94 ดังตารางที่ 3.4) ดังนั้นทางผู้วิจัยจึงมีแนวคิดที่จะพัฒนาโดยปรับเปลี่ยนหน้าที่ของลิกนินจากสารต้านการติดไฟปฐมภูมิมาเป็นสารต้านการติดไฟทุติยภูมิ และเลือกไตรฟินิลฟอสเฟตเป็นสารต้านการติดไฟปฐมภูมิแทน โดยอัตราส่วนของสารตัวเติม คือที่อัตราส่วนร้อยละ 15 โดยน้ำหนัก โดยพิจารณาจากผลของสมบัติทางความร้อน สมบัติเชิงกล และสมบัติด้านการติดไฟ พบว่าพอลิโพรพิลีนที่เติมลิกนินในอัตราส่วนร้อยละ 15 และ 20 โดยน้ำหนัก มีสมบัติทางความร้อน สมบัติเชิงกล และสมบัติด้านการติดไฟที่ใกล้เคียงกัน

#### 4.3.4.2 สมบัติการด้านการติดไฟของพอลิไพโรพิลีนที่เติมลิกนินเพื่อเป็นสารด้านการติดไฟทุกติยภูมิ

##### 1. ตรวจสอบปริมาณออกซิเจนที่ใช้ในการเผาไหม้ limiting oxygen index

ตรวจสอบปริมาณออกซิเจนที่ใช้ในการเผาไหม้ limiting oxygen index ของพอลิไพโรพิลีนที่เติมไตรฟีนิลฟอสเฟตเป็นสารด้านการติดไฟปฐมภูมิและลิกนินเป็นสารด้านการติดไฟทุติยภูมิ

**ตารางที่ 4.8** เปรียบเทียบปริมาณออกซิเจนที่ใช้ในการเผาไหม้ของชิ้นงานพอลิไพโรพิลีนที่เติมสารตัวเติม

PP : TPP : lignin	ปริมาณออกซิเจนที่ใช้ในการเผาไหม้ (%)
85 : 15 : 0 (สูตรที่ 1)	22.2
85 : 10 : 5 (สูตรที่ 2)	22.5
85 : 5 : 10 (สูตรที่ 3)	21.7
85 : 0 : 15 (สูตรที่ 4)	19.5





จากตารางที่ 4.8 ตรวจสอบปริมาณออกซิเจนที่ใช้ในการเผาไหม้ของพอลิไพโรพิลีนเติมไตรฟีนิลฟอสเฟตและลิกนิน โดยควบคุมสารตัวเติมทั้งสองชนิดให้อัตราส่วนรวมกันเท่ากับร้อยละ 15 โดยน้ำหนัก พบว่าปริมาณออกซิเจนที่ใช้ในการเผาไหม้มากไปน้อยคือ สูตรที่ 2, สูตรที่ 1, สูตรที่ 3 และสูตรที่ 4 ตามลำดับ เนื่องจากเมื่อชิ้นงานพอลิไพโรพิลีนเกิดการเผาไหม้ไตรฟีนิลฟอสเฟตและลิกนินที่อยู่ในชิ้นงานจะเกิดการสลายตัวกลายเป็นเถ้ามาปกคลุมพื้นผิวชิ้นงาน ทำให้ปริมาณออกซิเจนแพร่เข้าสู่ระบบได้น้อยลง เมื่อออกซิเจนแพร่เข้าสู่ระบบได้น้อยลง จึงมีผลทำให้ค่าปริมาณออกซิเจนที่ใช้เพื่อให้เกิดการเผาไหม้สูงขึ้น (ซึ่งสอดคล้องกับกราฟ TGA ภาพที่ 4.13 คือปริมาณเถ้าในช่วงอุณหภูมิการสลายตัว 220 – 320 องศาเซลเซียส ปริมาณเถ้าจากมากไปน้อยคือ สูตรที่ 2, สูตรที่ 1, สูตรที่ 3 และสูตรที่ 4 ตามลำดับ)



## 2. ตรวจสอบเวลาในการเผาไหม้ UL94 ในแนวดิ่ง

ตรวจสอบเวลาในการเผาไหม้ UL94 ในแนวดิ่งของพอลิโพรพิลีนที่เติมไตรฟีนิลฟอสเฟต เป็นสารต้านการติดไฟปฐมภูมิและลิกนินเป็นสารต้านการติดไฟทุติยภูมิ

**ตารางที่ 4.9** เปรียบเทียบเวลาในการเผาไหม้ UL94 ในแนวดิ่งของชิ้นงานพอลิโพรพิลีน ที่เติมสารตัวเติม

PP : TPP : Lignin	ระยะเวลาใน การเผาไหม้ ครั้งที่ 1 (กรณีไม่เกิด การดับไฟ) (วินาที)	$t_1$ (วินาที)	ระยะเวลาใน การเผาไหม้ ครั้งที่ 2 (กรณีไม่เกิด การดับไฟ) (วินาที)	$t_2$ (วินาที)	ภาพ การเผาไหม้	การหลอม หยดและการ ติดไฟของผ้า ฝ้าย
85 : 15 : 0 (สูตรที่ 1)	199.9 ± 27.1	-	-	-		เกิดการหลอม และติดไฟผ้า ฝ้าย
85 : 10 : 5 (สูตรที่ 2)	-	6.6 ± 2.6	-	21.6 ± 5.7		เกิดการหลอม และติดไฟผ้า ฝ้าย ผ่าน V-2
85 : 5 : 10 (สูตรที่ 3)	161.0 ± 17.5	-	-	-		เกิดการหลอม และติดไฟผ้า ฝ้าย
85 : 0 : 15 (สูตรที่ 4)	123.0 ± 8.3	-	-	-		เกิดการหลอม และติดไฟผ้า ฝ้าย

จากตารางที่ 4.9 ตรวจสอบเวลาในการเผาไหม้ UL94 ในแนวตั้งของพอลิโพรพิลีนที่เติม ไตรฟีนิลฟอสเฟตและลิกนิน โดยควบคุมสารตัวเติมทั้งสองชนิดให้อัตราส่วนรวมกันเท่ากับร้อยละ 15 โดยน้ำหนัก เมื่อพิจารณาจากเวลาในการเผาไหม้ การดับไฟได้เอง และปริมาณควัน พบว่า ความสามารถด้านการติดไฟจากมากไปน้อย คือ สูตรที่ 2, สูตรที่ 1, สูตรที่ 3 และสูตรที่ 4 ตามลำดับ เนื่องจากเมื่อเกิดการเผาไหม้ ไตรฟีนิลฟอสเฟตและลิกนินที่อยู่ในชิ้นงานจะเกิดการสลายตัวกลายเป็นเถ้ามาปกคลุมพื้นผิวชิ้นงาน (ซึ่งสอดคล้องกับกราฟ TGA ภาพที่ 4.12 คือ ปริมาณเถ้าในช่วงอุณหภูมิการสลายตัว 220 – 320 องศาเซลเซียส ปริมาณเถ้าจากมากไปน้อยคือ สูตรที่ 2, สูตรที่ 1, สูตรที่ 3 และสูตรที่ 4 ตามลำดับ) การเกิดเถ้าดังกล่าวมีผลทำให้ออกซิเจนที่ใช้ในการเผาไหม้ไม่สามารถแพร่เข้าสู่ระบบได้ ส่งผลระบบไม่มีก๊าซออกซิเจนในการเผาไหม้ จึงเกิดการดับไฟได้เอง เวลาในการเผาไหม้น้อยลง และควันที่เกิดจากการเผาไหม้แพร่ออกนอกระบบน้อยลง

## บทที่ 5

### สรุปผลการทดลองและข้อเสนอแนะ

#### 5.1 สรุปผลการทดลอง

(1) จากผลการตรวจสอบคุณลักษณะของสารที่สกัดได้ด้วยเทคนิค Fourier transform infrared spectroscopy เพื่อตรวจสอบหมู่ฟังก์ชัน และเทคนิค Thermogravimetric analysis เพื่อตรวจสอบอุณหภูมิการสลายตัว พบว่าสารที่สกัดได้ในแต่ละครั้งเป็นสารชนิดเดียวกัน และสารที่สกัดได้คือ ลิกนิน

(2) จากผลการตรวจสอบสมบัติทางกายภาพด้วยเทคนิค Scanning electron microscopy พบว่าพอลิโพรพิลีนเติมไตรฟีนิลฟอสเฟตเป็นเนื้อเดียวกัน แต่ในกรณีพอลิโพรพิลีนเติมลิกนินมีความเข้ากันได้ต่ำสังเกตพบการแยกวัฏภาคกันของอนุภาคลิกนินกับพอลิโพรพิลีนเมตริกซ์

(3) จากผลการตรวจสอบสมบัติทางความร้อนด้วยเทคนิค Thermogravimetric analysis และ Differential scanning calorimetry พบว่าสมบัติทางความร้อนดีขึ้นเมื่ออัตราส่วนลิกนินเพิ่มขึ้น แต่ที่อัตราส่วนลิกนินร้อยละ 15 และ 20 โดยน้ำหนัก มีสมบัติทางความร้อนใกล้เคียงกัน เมื่อพิจารณาจากอุณหภูมิการสลายตัว อย่างไรก็ตามการเพิ่มอัตราส่วนลิกนินไม่ส่งผลกับอุณหภูมิหลอมเหลวและอุณหภูมิการเกิดผลึก

(4) จากผลการทดสอบสมบัติเชิงกล คือ ทดสอบสมบัติความต้านแรงดึง (Tensile properties) ทดสอบสมบัติความต้านแรงดัดโค้ง (Flexural properties) ทดสอบสมบัติความทนแรงกระแทก (Impact properties) และทดสอบสมบัติเชิงกลแบบไดนามิก (Dynamic mechanical properties) พบว่าอัตราส่วนลิกนินร้อยละ 15 และ 20 โดยน้ำหนัก มีสมบัติเชิงกลใกล้เคียงกัน จึงเลือกอัตราส่วนลิกนินร้อยละ 15 โดยน้ำหนักเป็นอัตราส่วนที่เหมาะสมเพื่อเป็นสารตัวเติมในพอลิโพรพิลีน ต่อมาทำการเปรียบเทียบชนิดของสารตัวเติมระหว่างลิกนินและไตรฟีนิลฟอสเฟต โดยควบคุมอัตราส่วนเท่ากับร้อยละ 15 โดยน้ำหนัก พบว่าพอลิโพรพิลีนที่เติมลิกนินเป็นสารตัวเติมมีสมบัติความต้านแรงดึงและสมบัติความต้านแรงดัดโค้งสูงกว่าพอลิโพรพิลีนที่เติมไตรฟีนิลฟอสเฟต แต่พอลิโพรพิลีนที่เติมลิกนินมีสมบัติความทนแรงกระแทกต่ำกว่าพอลิโพรพิลีนที่เติมไตรฟีนิลฟอสเฟต

(5) จากผลการทดสอบสมบัติด้านการติดไฟของพอลิโพรพิลีนเติมลิกนินเป็นสารด้านการติดไฟปฐมภูมิ ด้วยเครื่อง UL-94 flammability meter และเครื่อง limiting oxygen indexer พบว่าสมบัติด้านการติดไฟดีขึ้นเมื่ออัตราส่วนลิกนินเพิ่มขึ้น ที่อัตราส่วนลิกนินร้อยละ 15

และ 20 โดยน้ำหนัก มีสมบัติด้านการติดไฟใกล้เคียงกัน แต่อย่างไรก็ดีการเติมลิกนินเพื่อเป็นสารต้านการติดไฟปฐุมภูมิไม่ผ่านมาตรฐาน UL-94 ต่อมาทำการปรับเปลี่ยนหน้าที่ของลิกนินจากสารต้านการติดไฟปฐุมภูมิมาทำหน้าที่เป็นสารต้านการติดไฟทุติยภูมิ เติมไตรฟีนิลฟอสเฟตเพื่อเป็นสารต้านการติดไฟปฐุมภูมิและลิกนินเพื่อเป็นสารต้านการติดไฟทุติยภูมิ โดยควบคุมสารตัวเติมทั้งสองชนิดให้อัตราส่วนรวมกันเท่ากับร้อยละ 15 โดยน้ำหนัก พบว่าพอลิโพรพิลีนที่เติมไตรฟีนิลฟอสเฟตเพื่อเป็นสารต้านการติดไฟปฐุมภูมิในอัตราส่วนร้อยละ 10 โดยน้ำหนัก และเติมลิกนินเพื่อเป็นสารต้านการติดไฟทุติยภูมิในอัตราส่วน 5 โดยน้ำหนัก มีสมบัติด้านการติดไฟที่ดีที่สุดคือเกิดการดับไฟได้เองและปริมาณควันน้อยลง

## 5.2 ข้อเสนอแนะ

ข้อเสนอแนะเพื่อเป็นแนวทางในการศึกษาต่อ ได้แก่

1. ศึกษาความเป็นไปได้ในการนำสารสกัดจากธรรมชาติมาใช้เป็นสารต้านการติดไฟปฐุมภูมิ
2. ศึกษาความเป็นไปนการนำสารตัวเติมชนิดสารต้านการหลอมหยด (anti-dipping) ผสมในพอลิโพรพิลีนที่เติมลิกนินเพื่อเป็นสารต้านการติดไฟชนิดปฐุมภูมิและสารต้านการติดไฟชนิดทุติยภูมิ

## รายการอ้างอิง

- [1] Edward, P. Polypropylene Handbook. 1<sup>st</sup> ED. New York : Hanser publisher, 1996.
- [2] เสาวรจณ์ ช่วยจุลจิตร์. สมบัติของพอลิเมอร์. ภาควิชาวัสดุศาสตร์ คณะวิทยาศาสตร์ : จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย, 2010. (เอกสารไม่ตีพิมพ์)
- [3] Peacock, A. Handbook of polypropylene. USA : Marcel dekker, 2006.
- [4] สมศักดิ์ วรรณกมลชัย. สารปรับแต่งพอลิเมอร์. 1<sup>st</sup> ED. กรุงเทพฯ, : บั๊คเน็ต, 2004.
- [5] อรุษา สรวารี. สารเติมแต่งพอลิเมอร์. 1<sup>st</sup> ED. กรุงเทพฯ, : โรงพิมพ์แห่งจุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย, 2003.
- [6] Arthur, F. and Charles, A. Fire retardancy of polymeric materials. 2<sup>nd</sup> ED. New York : Liton educational publishing, 2000.
- [7] อรุษา สรวารี. สารหน่วงไฟ. ภาควิชาวัสดุศาสตร์ คณะวิทยาศาสตร์ : จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย, 2009. (เอกสารไม่ตีพิมพ์)
- [8] Pichainarong, W. Separation of lignin from eucalyptus pulping black liquor. Master's Thesis, Department of Environmental Science (Inter-department), Faculty of Engineering, Chulalongkorn University, 2002.
- [9] กฤติยา เขี่ยมศิริ. ลิกนินมีคุณสมบัติอย่างไร [ออนไลน์]. 2011. แหล่งที่มา: [http://siweb.dss.go.th/Information/FAQ/search\\_FAQ.asp?QA\\_ID=75](http://siweb.dss.go.th/Information/FAQ/search_FAQ.asp?QA_ID=75) : สำนักหอสมุดและศูนย์สารสนเทศวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยี, [2011, ตุลาคม 15].
- [10] Boonyaratch, K., Rawin, P. Sulfonation of lignocellulosic. Master's Thesis Department of Chemical Science, Faculty of Science, Chulalongkorn University, 1982.

- [11] Boonprasertpoh, A. Use of lignin extracted from pulping black liquor as flame retardant for polyethylene foam. Master's Thesis Department of Materials Science, Faculty of Science, Chulalongkorn University, 2010.
- [12] ธารินี อํารงเลิศฤทธิ, กัญญรัตน์ เหลืองอรุณ และธนวรรณ ช้ําเกตุ. การสกัดลิกนินจากน้ำดำเพื่อใช้เป็นสารเติมแต่งสำหรับพอลิโพรพิลีน. รายงานโครงการการเรียนการสอนเพื่อเสริมประสบการณ์ วิทยาศาสตร์พอลิเมอร์ประยุกต์และเทคโนโลยีสิ่งทอ, วิทยาศาสตร์, จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย, 2009.
- [13] Garcia, A., Toledano, A., Serrano, L., Egues, I., Gonzalez, M., Marin, F. and Labidi, J . Characterization of lignins obtained by selective precipitation . Separation and purification technology 68 (2009) : 193-198.
- [14] Alexy, P., Kosikova, B. and Podstranska, G. The effect of blending lignin with polyethylene and polypropylene on physical properties. Polymer 41 (2000) : 4901–4908.
- [15] Canetti, M., Bertini, F., De Chirico, A. and Audisio, G. Thermal degradation behaviour of isotactic polypropylene blended with lignin. Polymer degradation and stability 91 (2006) : 494-498.
- [16] Yantao, L., Bin, L., Jinfeng, D. and Suliang G. Synergistic effect of lanthanum oxide on novel intumescent flame retardant polypropylene system. Polymer degradation and stability 93 (2008) : 9-16.
- [17] De Chirico, A., Armanini, M., Chini, P., Cioccolo, G., Provasoli, F and Audisio, G. Flame retardants for polypropylene based on lignin. Polymer degradation and stability 79 (2003) : 139-145.
- [18] Jyonsik, J. and Eungk L. Improvement of the flame retardancy of paper-sludge/polypropylene composite. Polymer testing 20 (2001) : 7-13.

- [19] Sain, M., Park, Suhara, F. and Law, S.. Flame retardant and mechanical properties of natural fibre-PP composites containing magnesium hydroxide. Polymer degradation and stability 83 (2004) : 363-367.
- [20] สุธรรม ศรีห่มสัก. เอกซเรย์ดิฟแฟรกชันเบื้องต้น.1<sup>st</sup> ED. กรุงเทพฯ, : โรงพิมพ์แห่งจุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย, 2011.
- [21] Perkinelmer. Introduction to DMA. [ออนไลน์]. แหล่งที่มา: [http://www.perkinelmer.com/CMSResources/Images/44-74546GDE\\_IntroductionToDMA.pdf](http://www.perkinelmer.com/CMSResources/Images/44-74546GDE_IntroductionToDMA.pdf) : Perkinelmer, [2011, กันยายน 2].
- [22] Wiley, J. and Sons, L. Analytical instrumentation a guide to laboratory, portable and miniaturized instruments.1<sup>st</sup> ED. New York : Wiley publishing, 2007.
- [23] ดวงดาว อัจจงงค์. การตรวจทดสอบและการวิเคราะห์พอลิเมอร์. ภาควิชาวัสดุศาสตร์ คณะวิทยาศาสตร์ : จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย, 2009. (เอกสารไม่ตีพิมพ์)
- [24] Troitzsch, J . Plastics flammability handbook.3<sup>rd</sup> ED. USA : Hanser gardner publishing, 2004.
- [25] สิรรัตน์ จารุจินดา. การทดสอบสิ่งทอสมบัติพิเศษ.1<sup>st</sup> ED. กรุงเทพฯ, : โรงพิมพ์แห่งจุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย, 2010.
- [26] Pichainarong, W. Separation of lignin from eucalyptus pulping black liquor. Master's Thesis Department of Environmental Science (Inter-department), Faculty of Engineering, Chulalongkorn University, 2002.
- [27] Shiho, Y., Takahiko, U., keiji, Y., Akiyoshi, K., Etsuo, T., and Tohiro, H. Epitaxial act of sodium 2,2-methylene-bis-(4,6-di-t-butylphenylene)phosphate on isotactic polypropylene. Polymer 42 (2001) : 9627-9631.

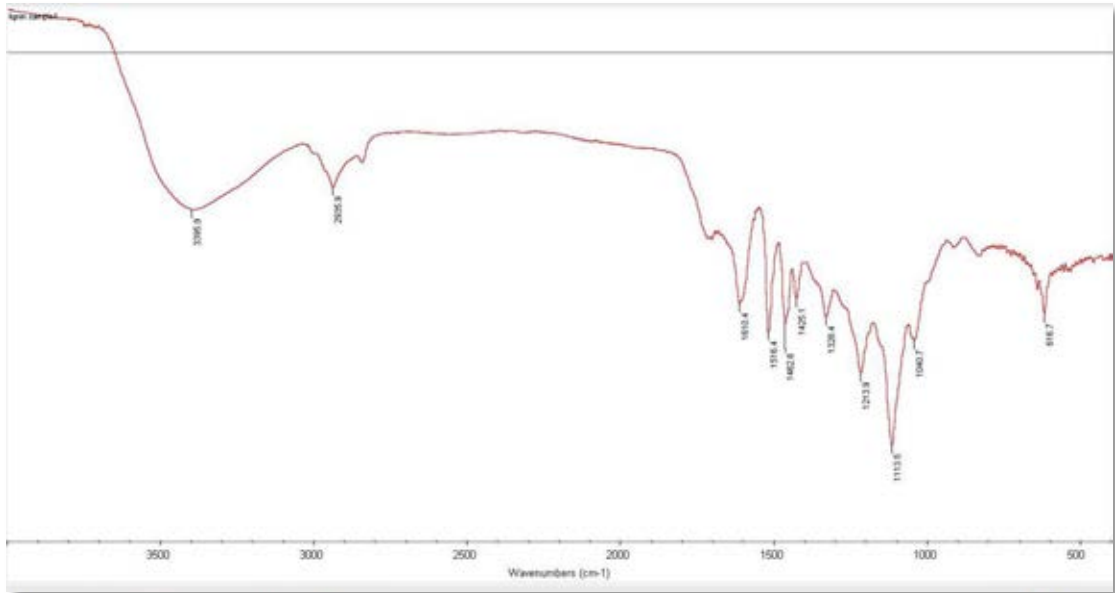
ภาคผนวก



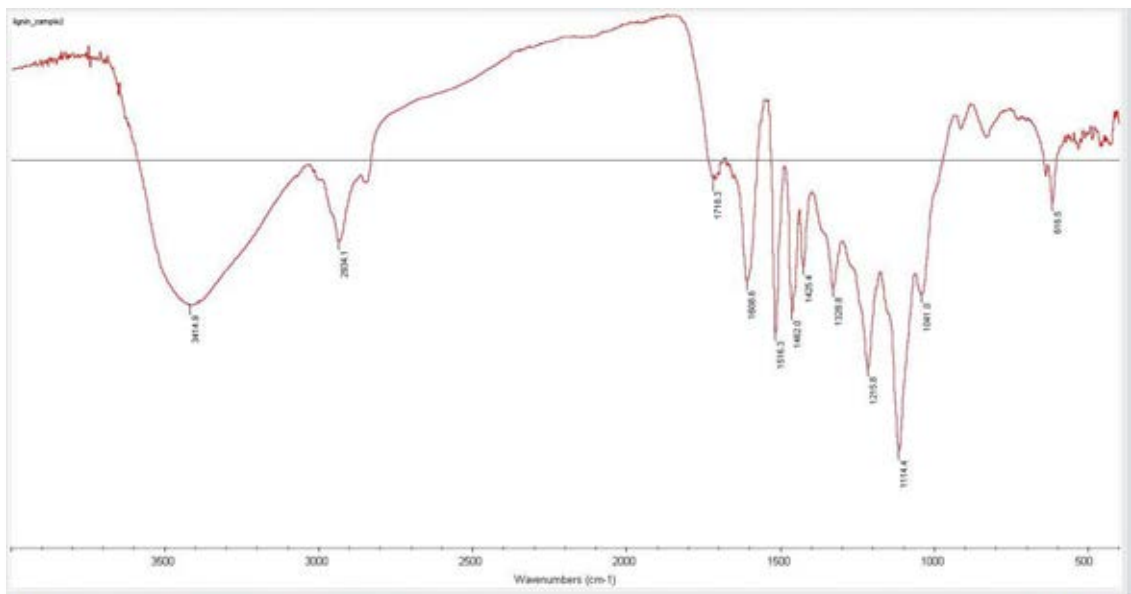
## ภาคผนวก ก

## ผลการตรวจสอบคุณลักษณะของลิกนิน

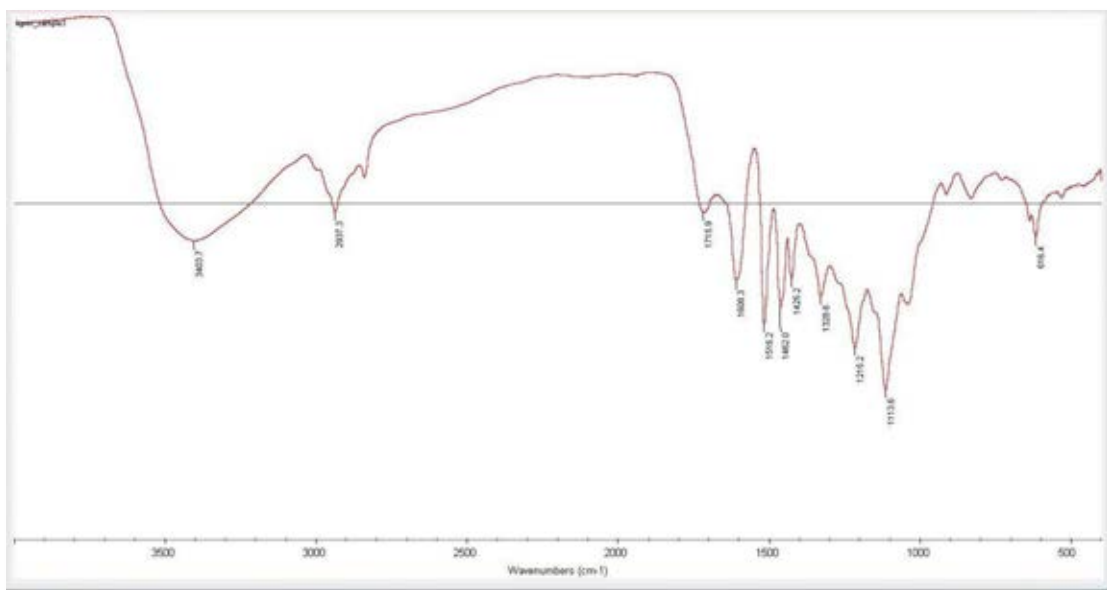
ตรวจสอบหมู่ฟังก์ชันด้วยเทคนิค Fourier transform infrared spectroscopy (FTIR)



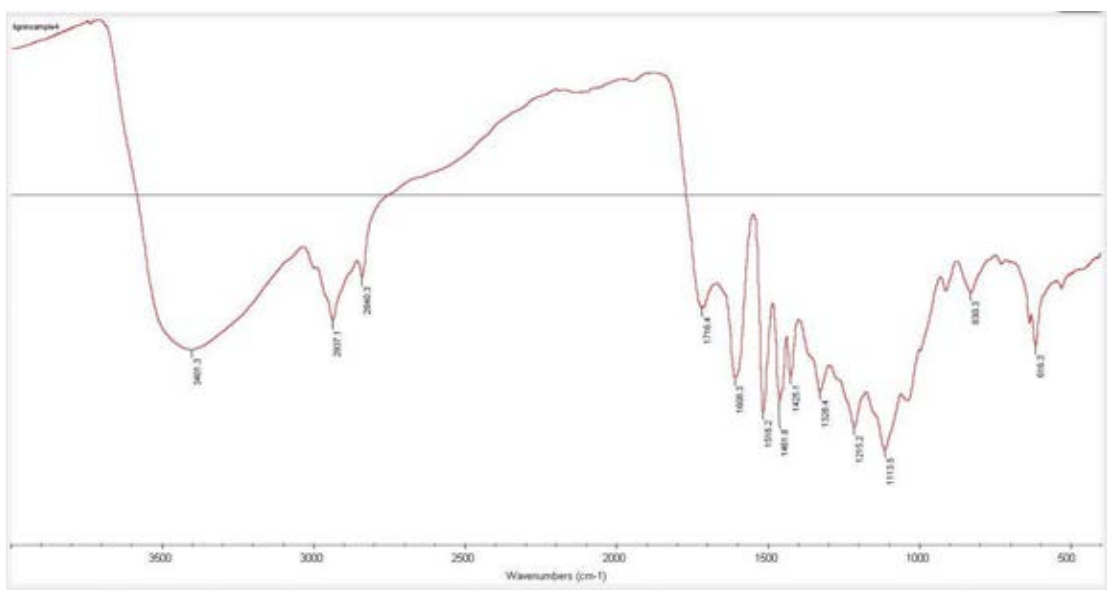
ภาพ ก-1 FT-IR spectrum ของสารที่ได้จากการสกัดตัวอย่างที่ 1



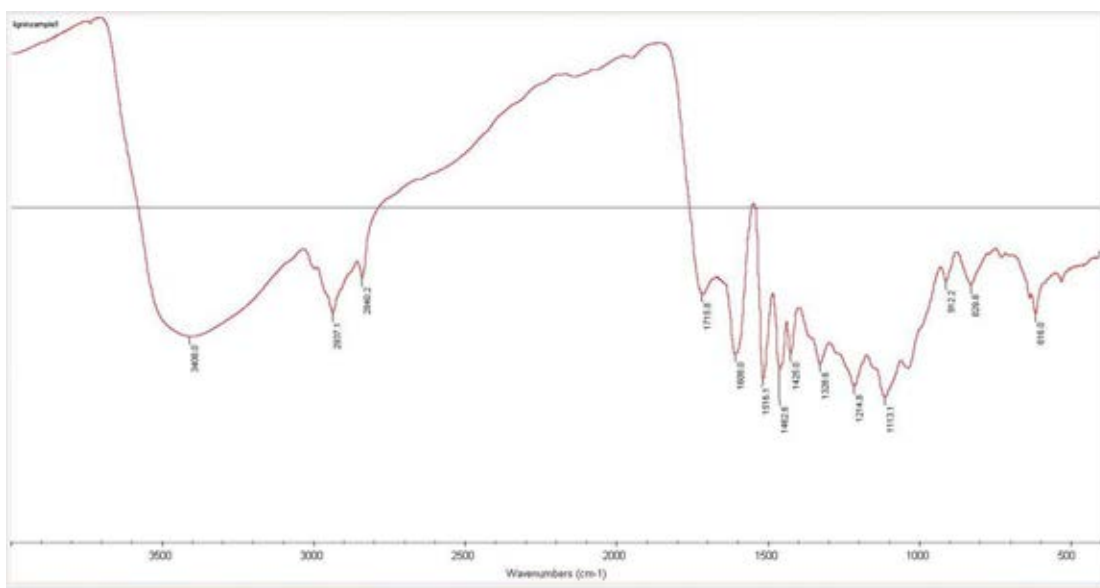
ภาพ ก-2 FT-IR spectrum ของสารที่ได้จากการสกัดตัวอย่างที่ 2



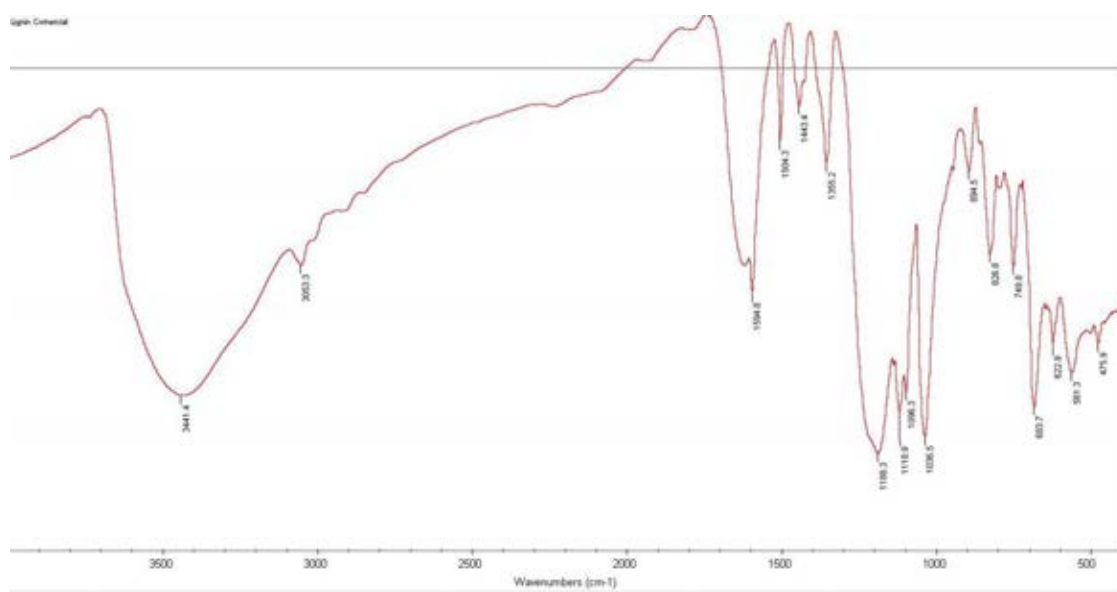
ภาพ ก-3 FT-IR spectrum ของสารที่ได้จากการสกัดตัวอย่างที่ 3



ภาพ ก-4 FT-IR spectrum ของสารที่ได้จากการสกัดตัวอย่างที่ 4

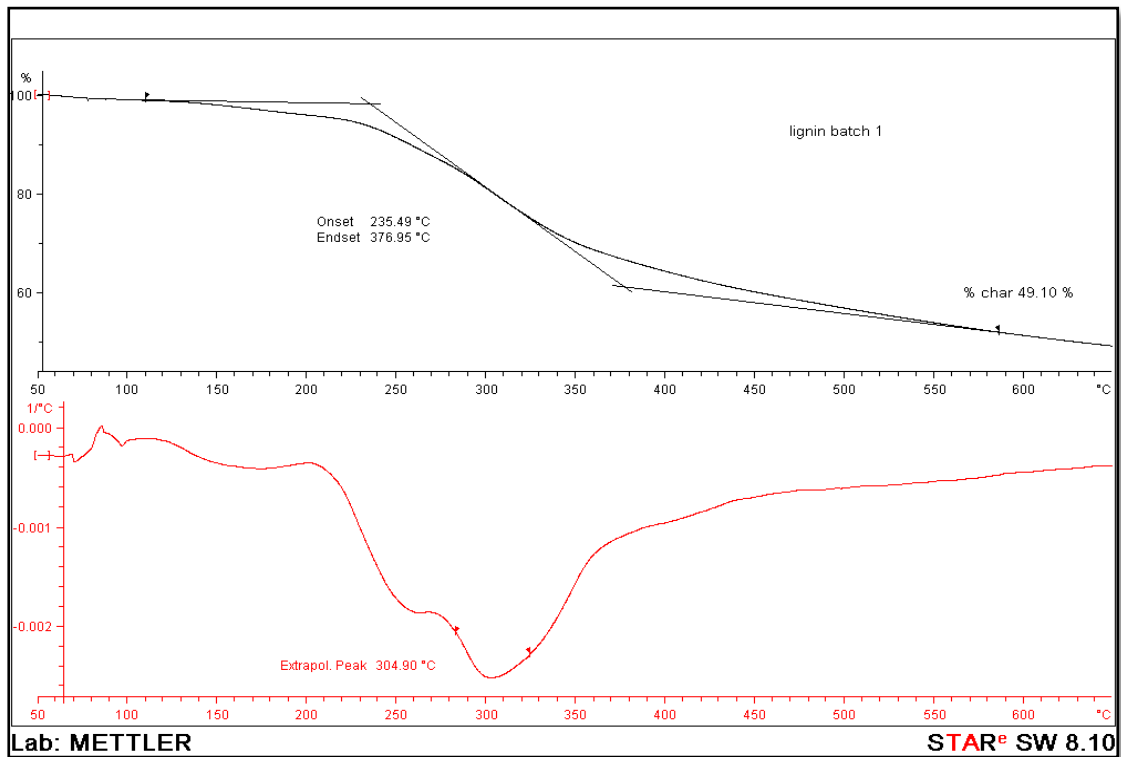


ภาพ ก-5 FT-IR spectrum ของสารที่ได้จากการสกัดตัวอย่างที่ 5

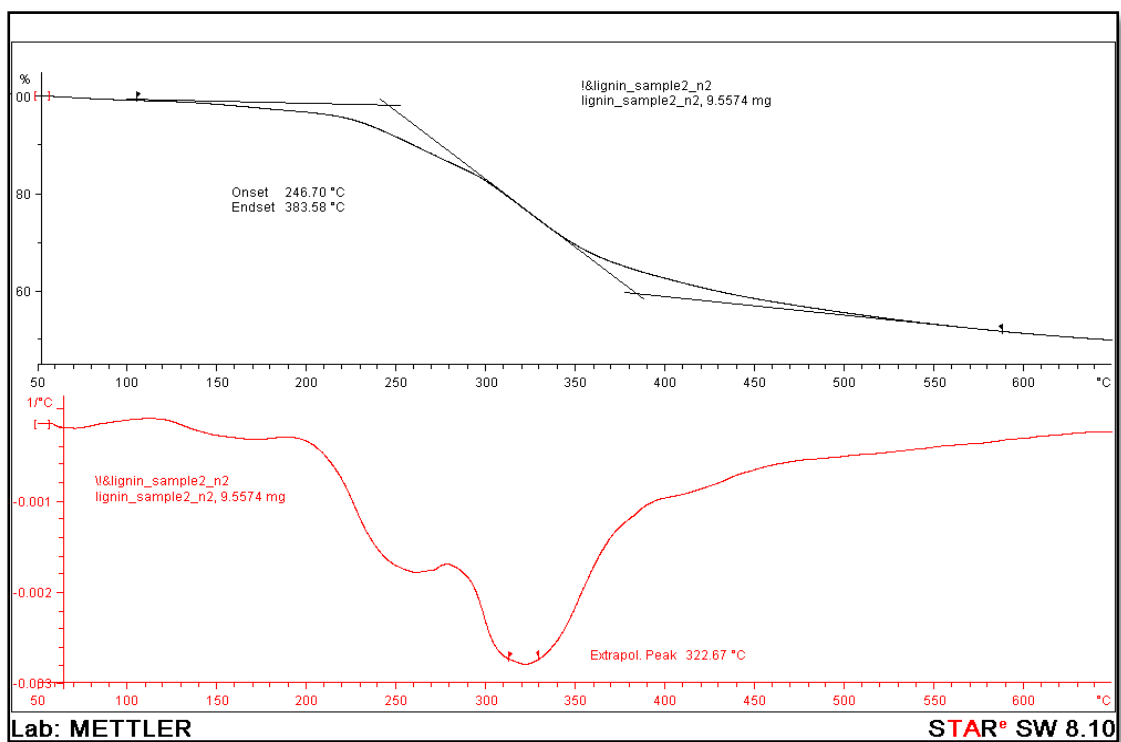


ภาพ ก-6 FT-IR spectrum ของลิกนินทางการค้า

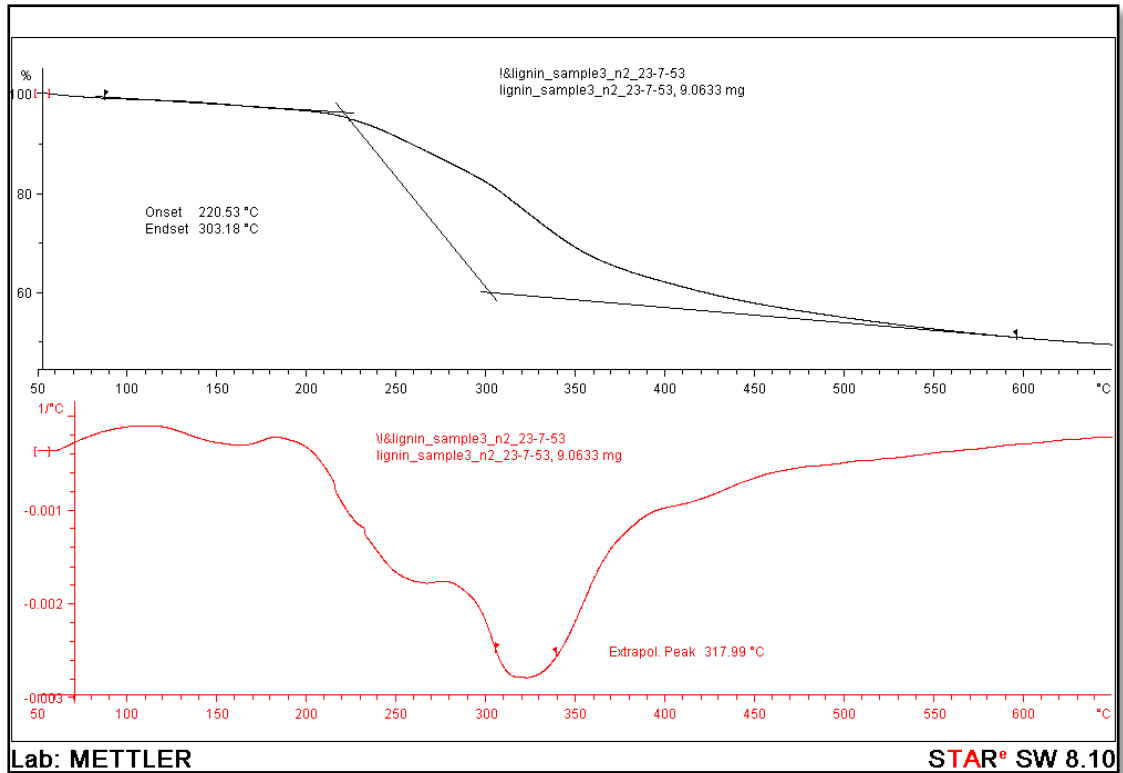
ตรวจสอบสารสกัดลิกนินโดยเทคนิค Thermogravimetric Analysis (TGA)



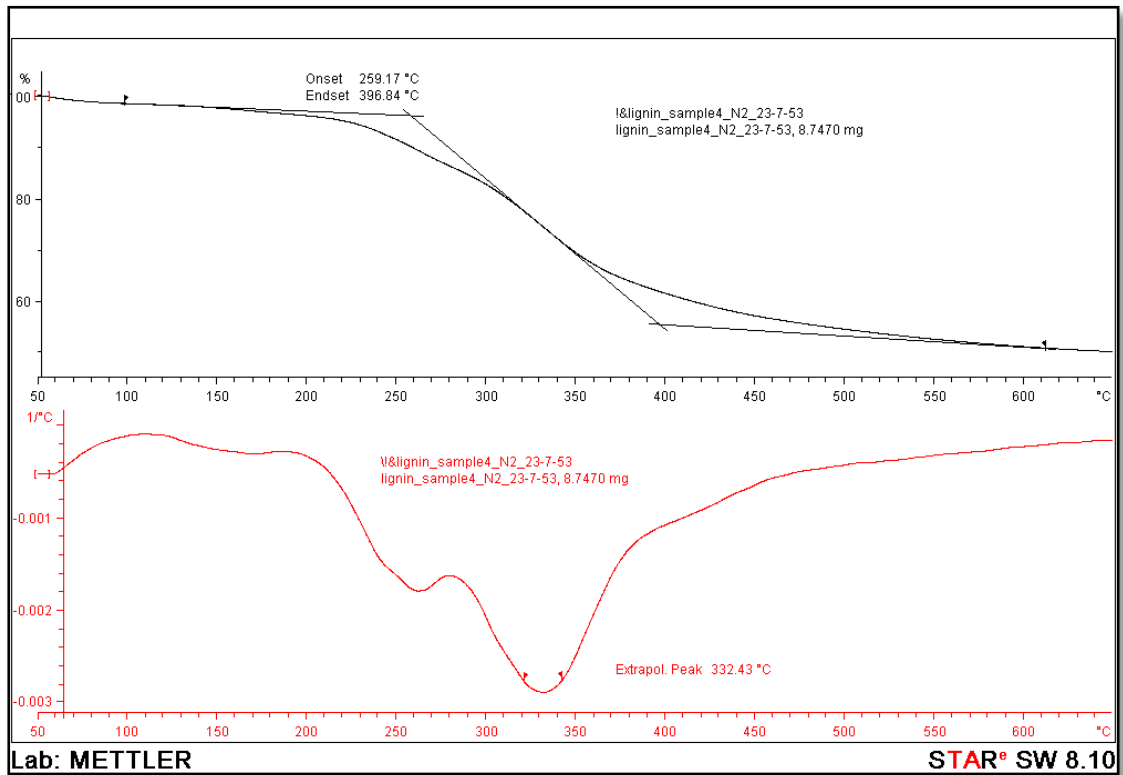
ภาพ ก-7 กราฟ TG และ DTG ของสารที่ได้จากการสกัดตัวอย่างที่ 1



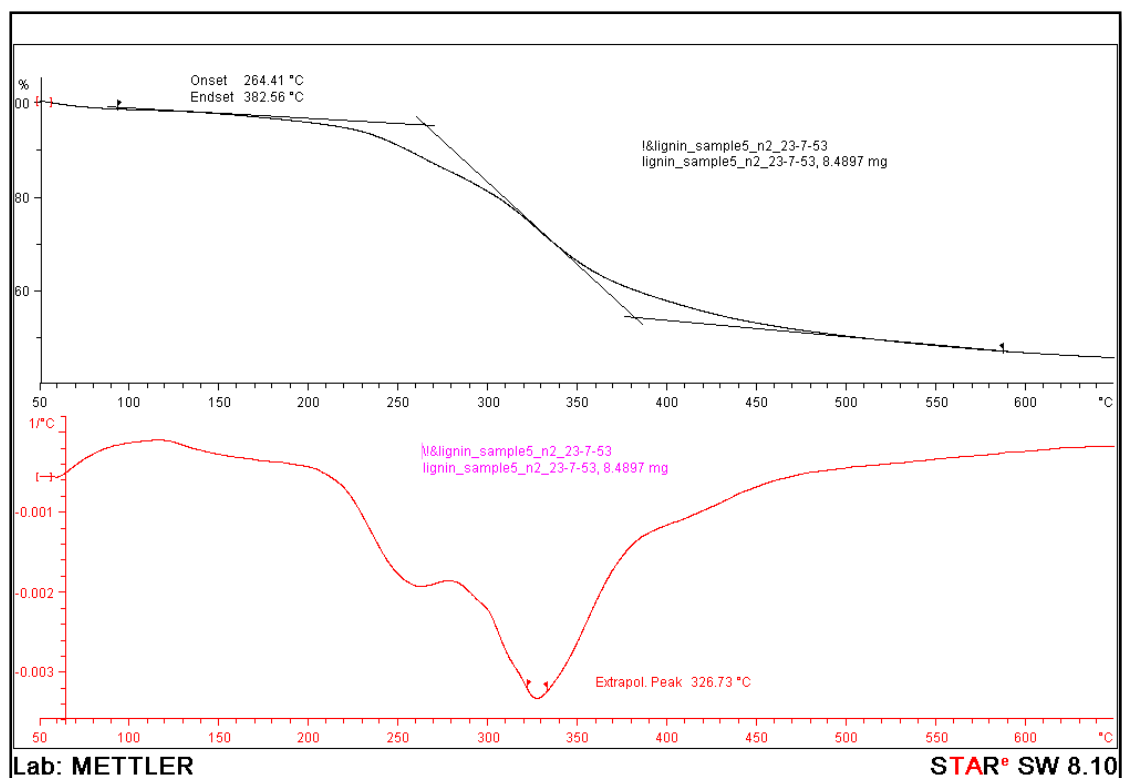
ภาพ ก-8 กราฟ TG และ DTG ของสารที่ได้จากการสกัดตัวอย่างที่ 2



ภาพ ก-9 กราฟ TG และ DTG ของสารที่ได้จากการสกัดตัวอย่างที่ 3

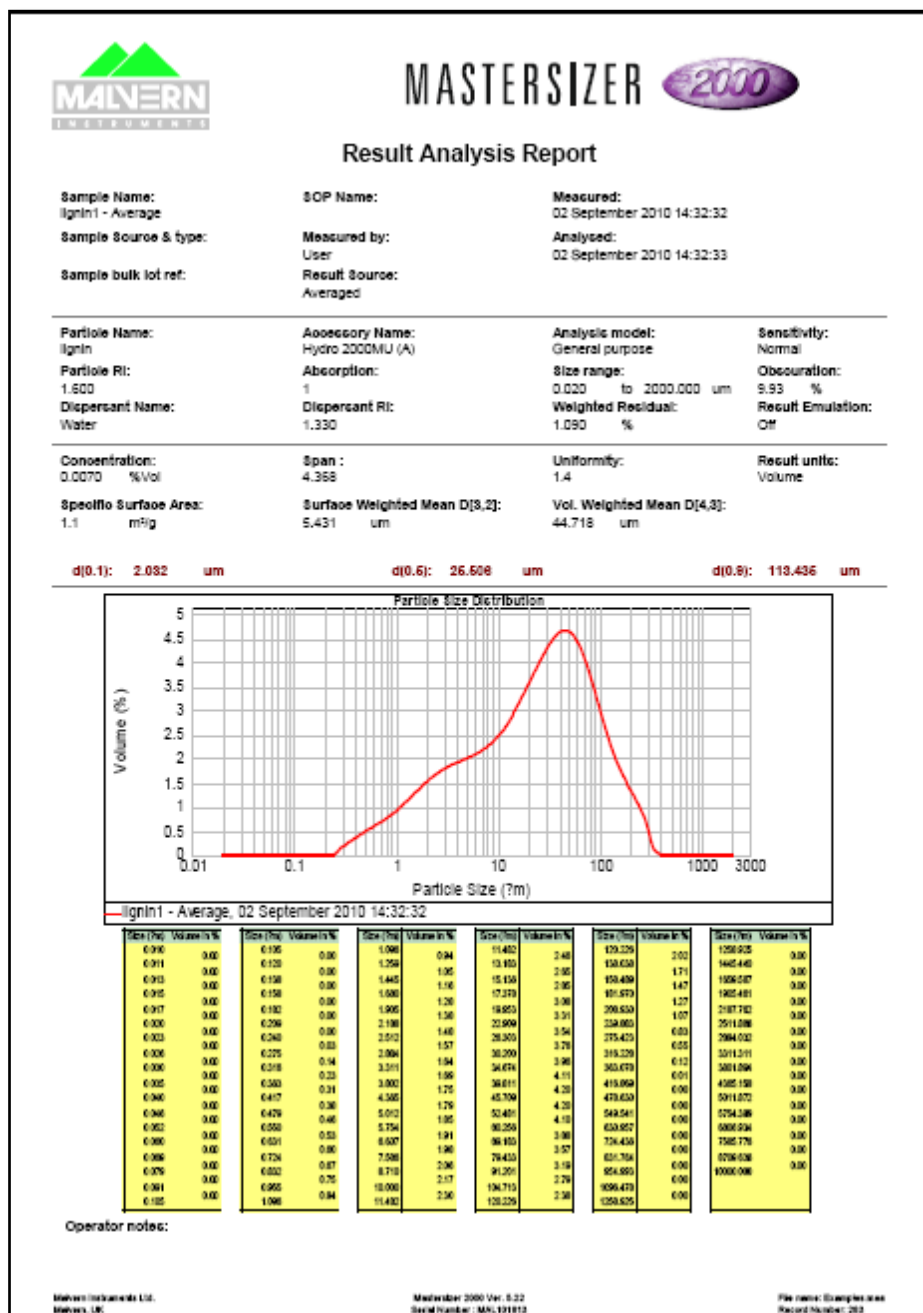


ภาพ ก-10 กราฟ TG และ DTG ของสารที่ได้จากการสกัดตัวอย่างที่ 4

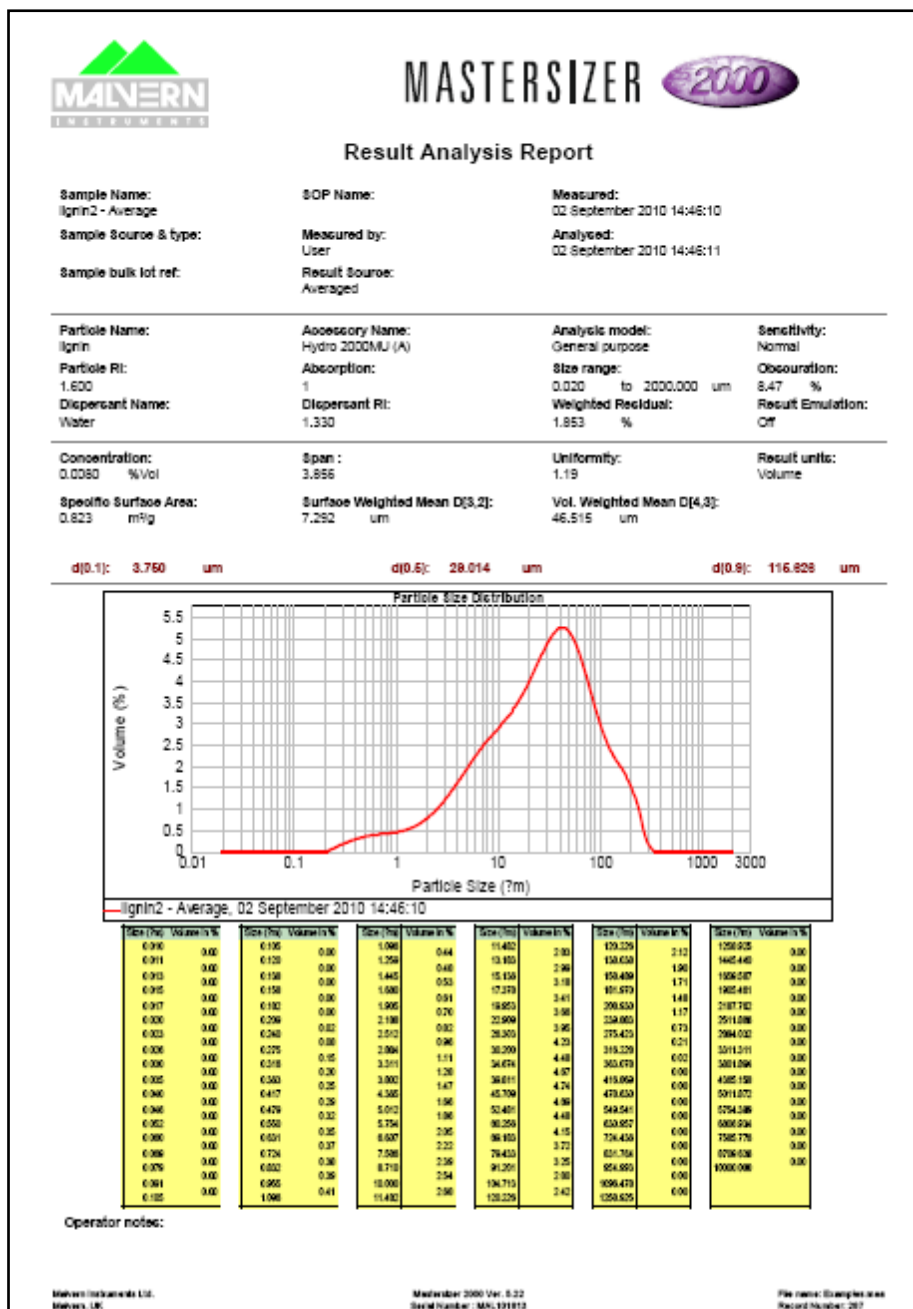


ภาพ ก-11 กราฟ TG และ DTG ของสารที่ได้จากการสกัดตัวอย่างที่ 5

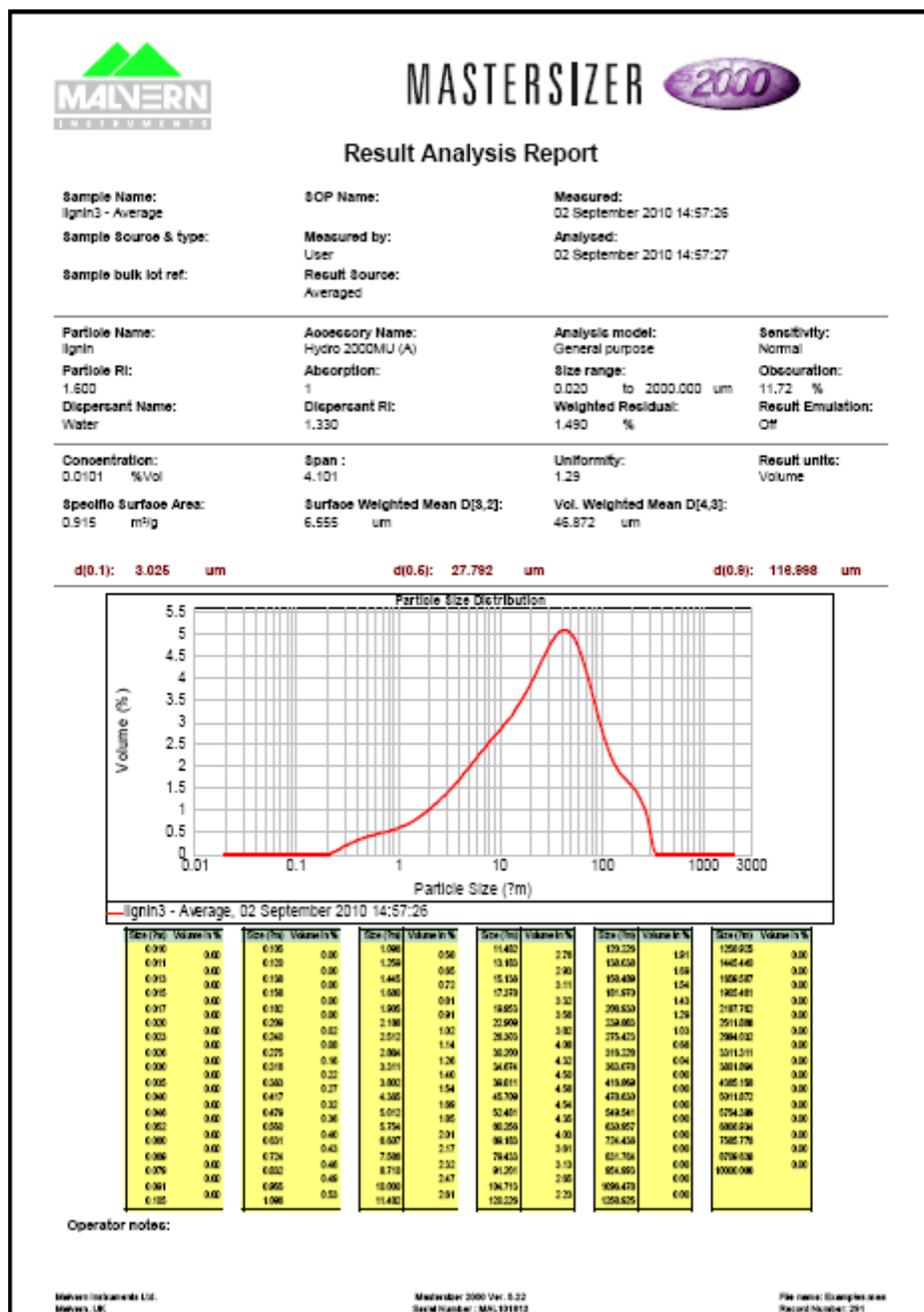
ตรวจสอบสารสกัดลินินด้วยเทคนิค Light scattering

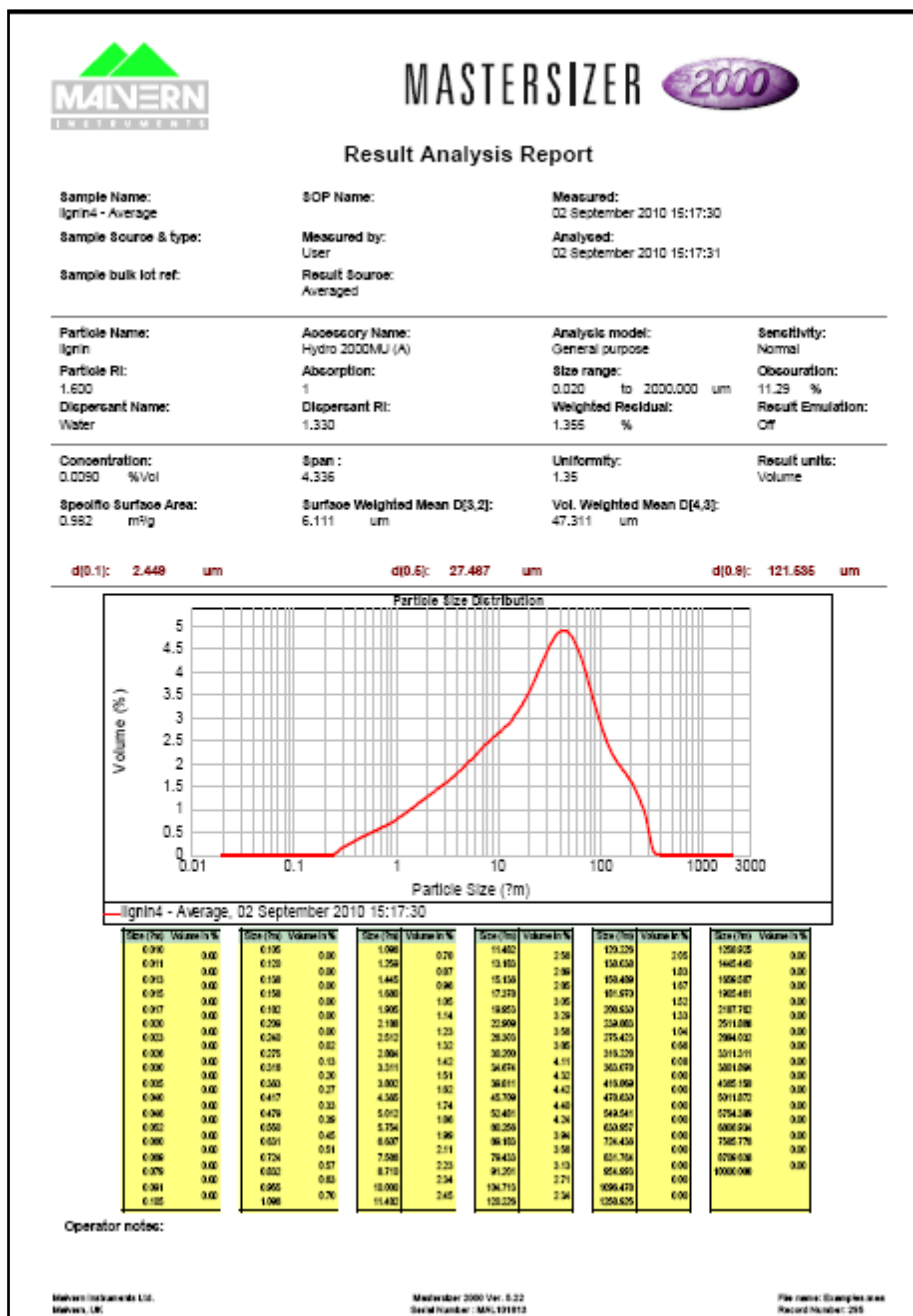


ภาพ ก-12 ผลการทดสอบด้วยเครื่อง Laser light scattering ของสารที่ได้ครั้งที่ 1

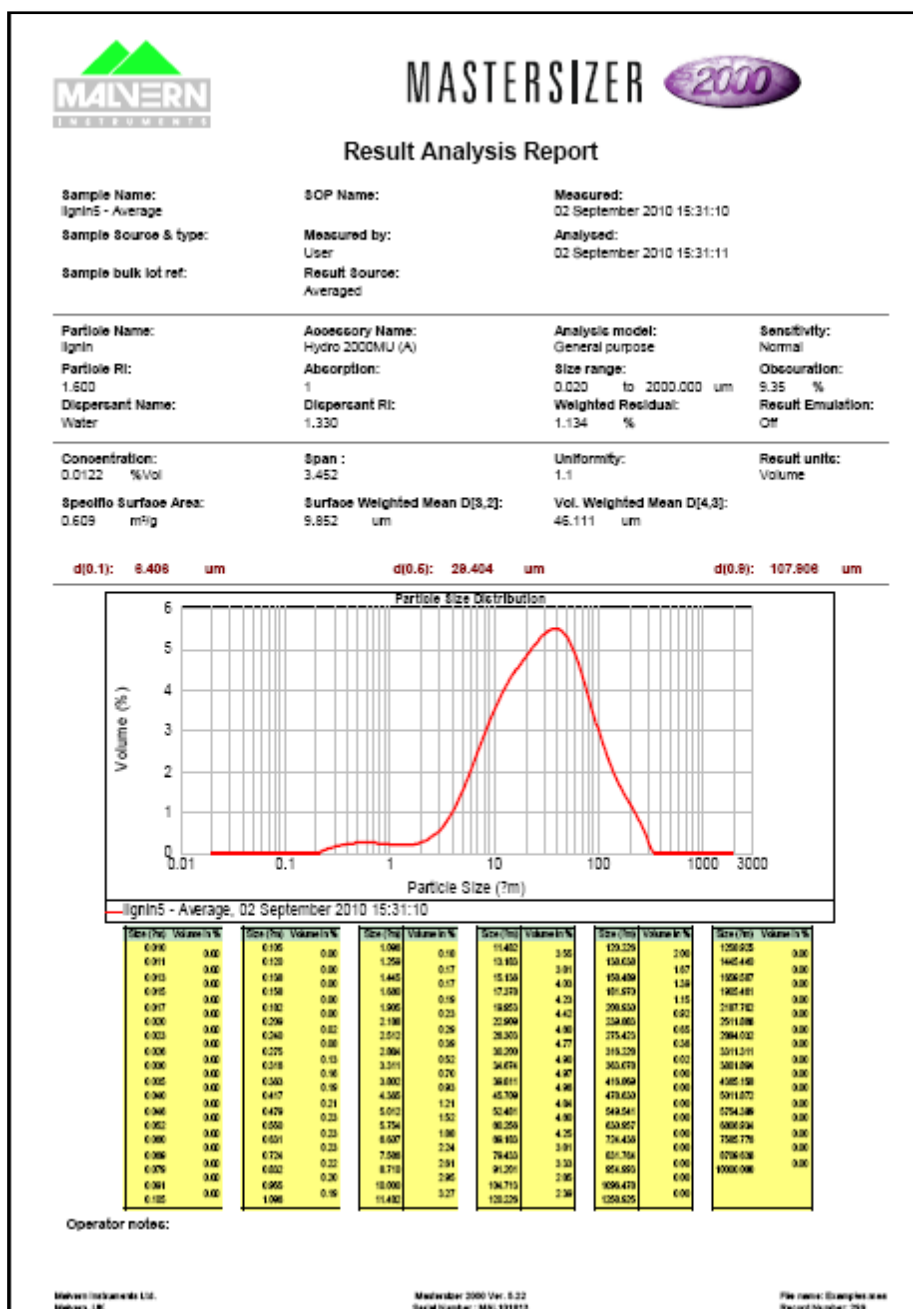








ภาพ ก-15 ผลการทดสอบด้วยเครื่อง Laser light scattering ของสารที่ได้ครั้งที่ 4

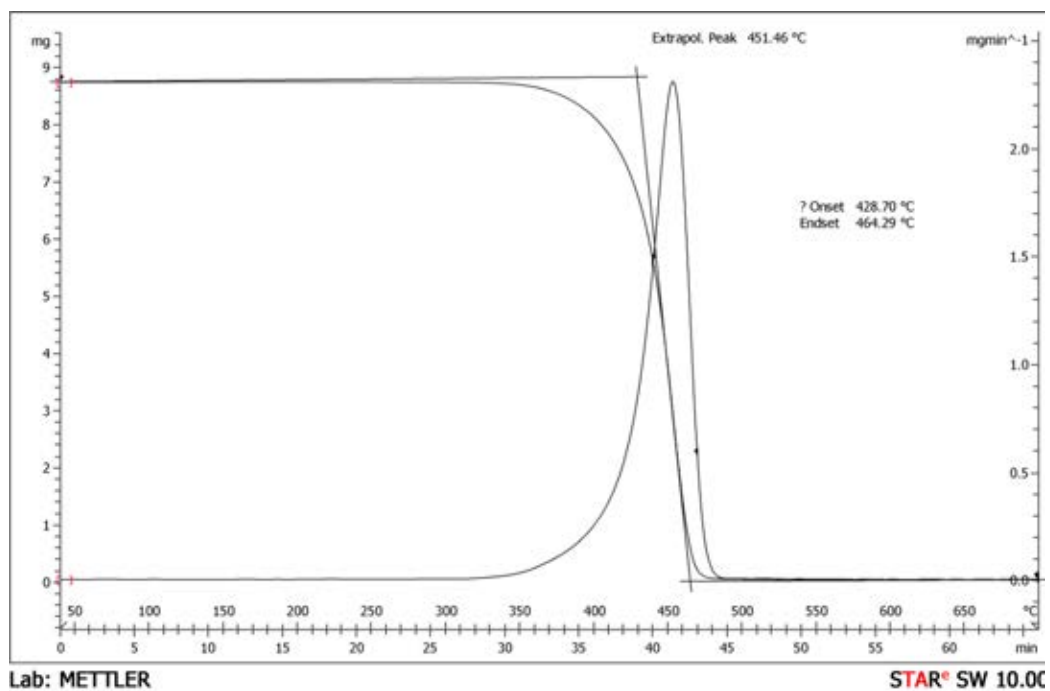


ภาพ ก-16 ผลการทดสอบด้วยเครื่อง Laser light scattering ของสารที่ได้ครั้งที่ 5

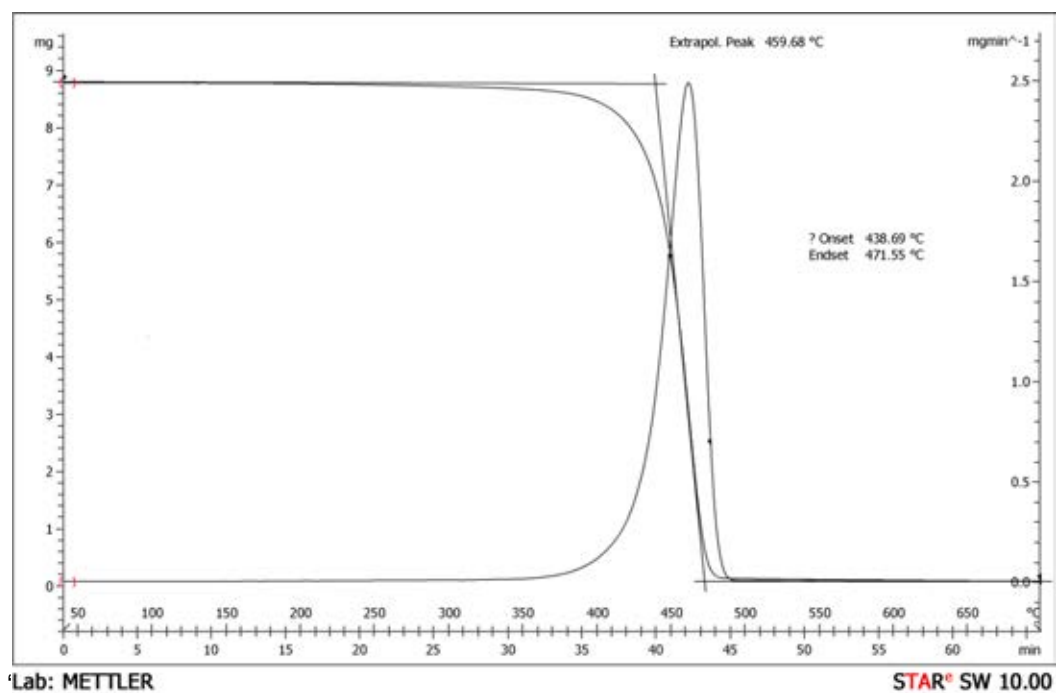
## ภาคผนวก ข

## ผลการทดสอบสมบัติทางความร้อน

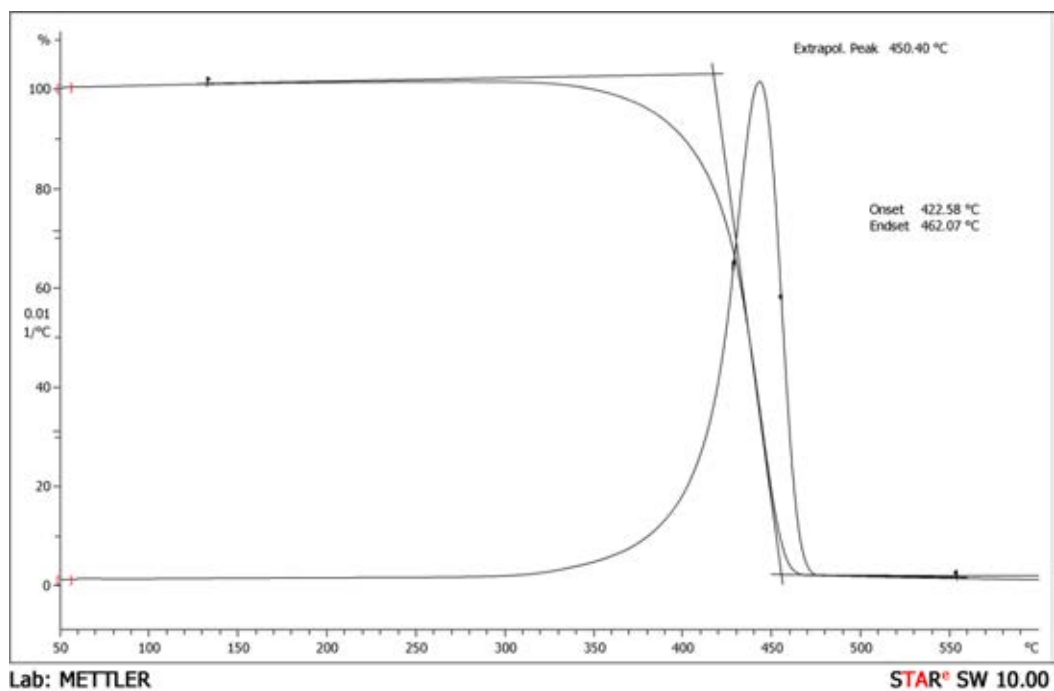
ตรวจสอบสมบัติทางความร้อนด้วยเครื่อง Thermogravimetric Analyzer (TGA)



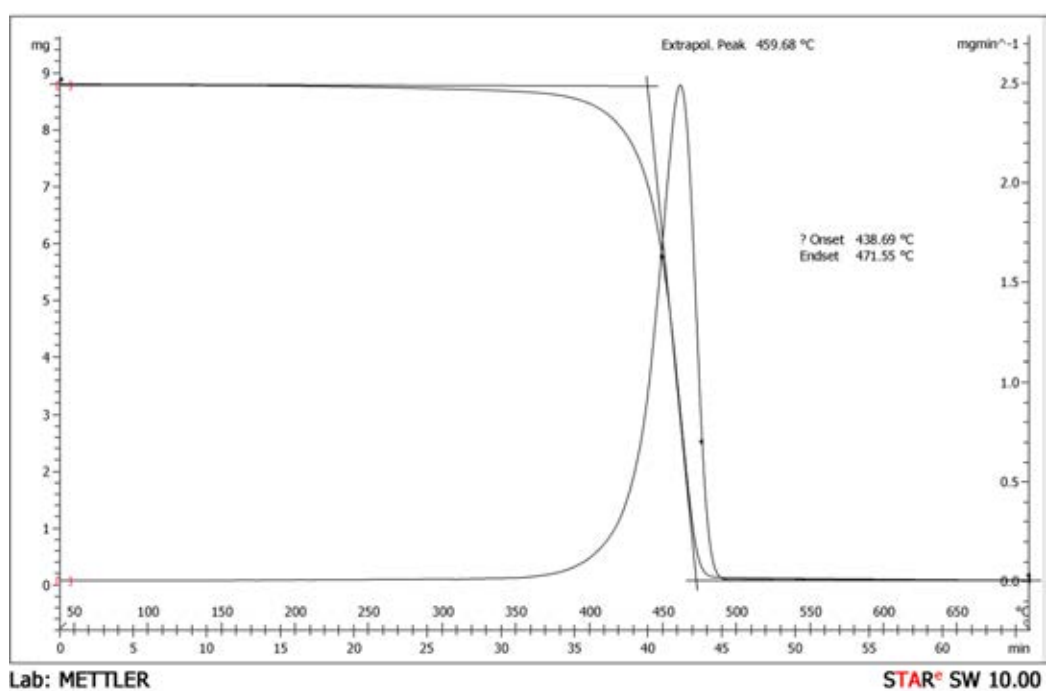
ภาพ ข-1 กราฟ TG และ DTG ของพอลิโพรพิลีน ครั้งที่ 1



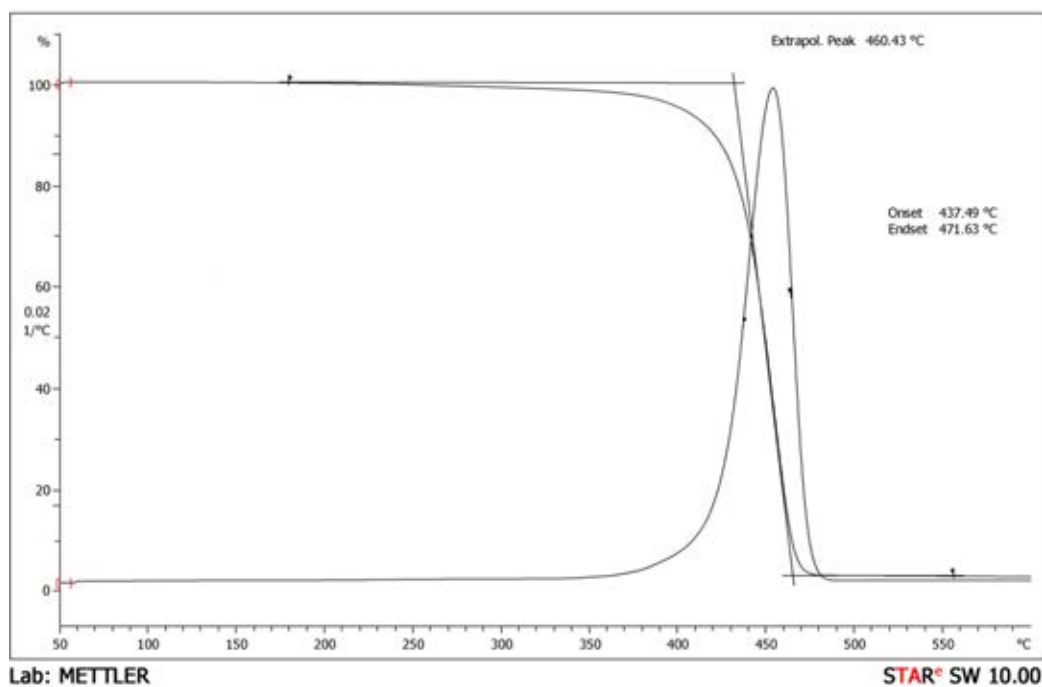
ภาพ ข-2 กราฟ TG และ DTG ของพอลิโพรพิลีน ครั้งที่ 2



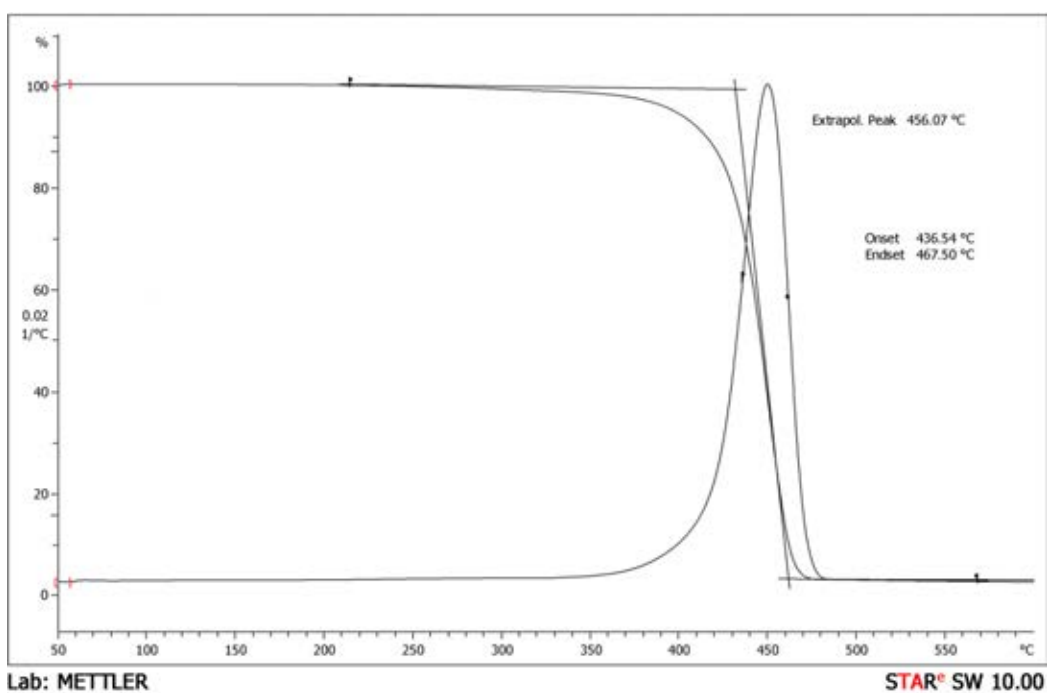
ภาพ ข-3 กราฟ TG และ DTG ของพอลิโพรพิลีน ครั้งที่ 3



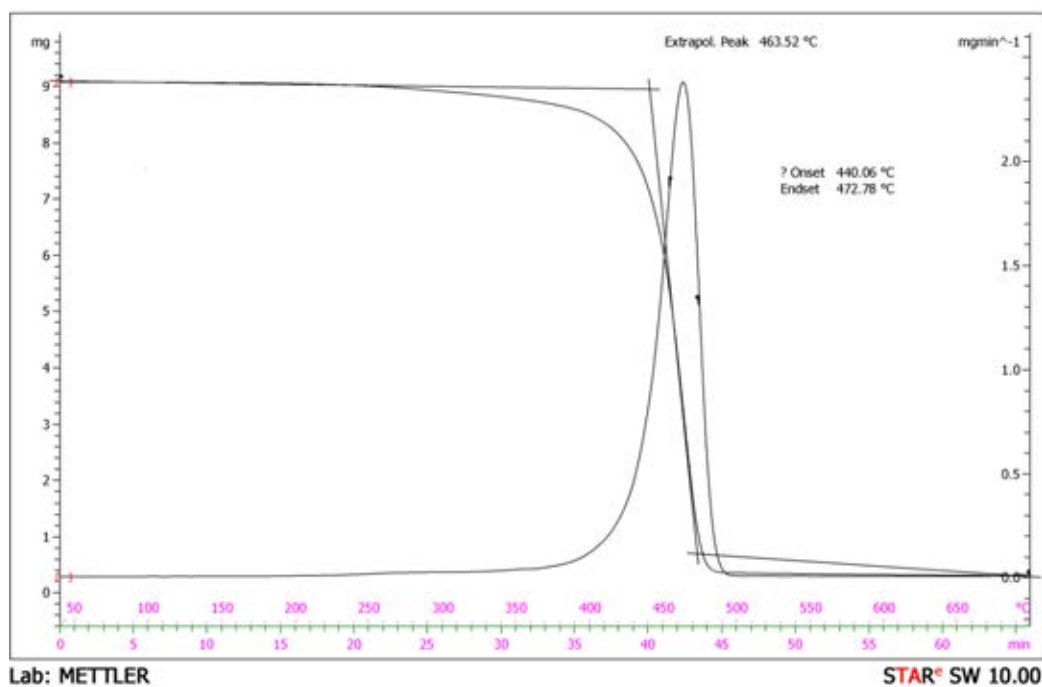
ภาพ ข-4 กราฟ TG และ DTG ของพอลิโพรพิลีนที่เติมดีกนิน 5 %wt ครั้งที่ 1



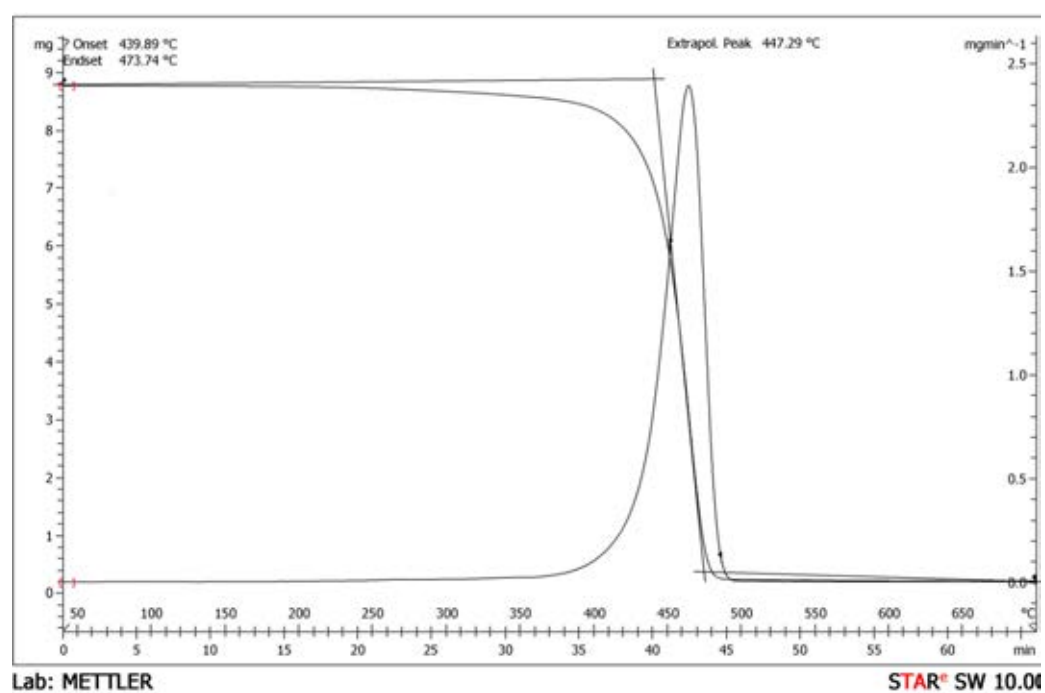
ภาพ ข-5 กราฟ TG และ DTG ของพอลิโพรพิลีนที่เติมลิกัน 5 %wt ครั้งที่ 2



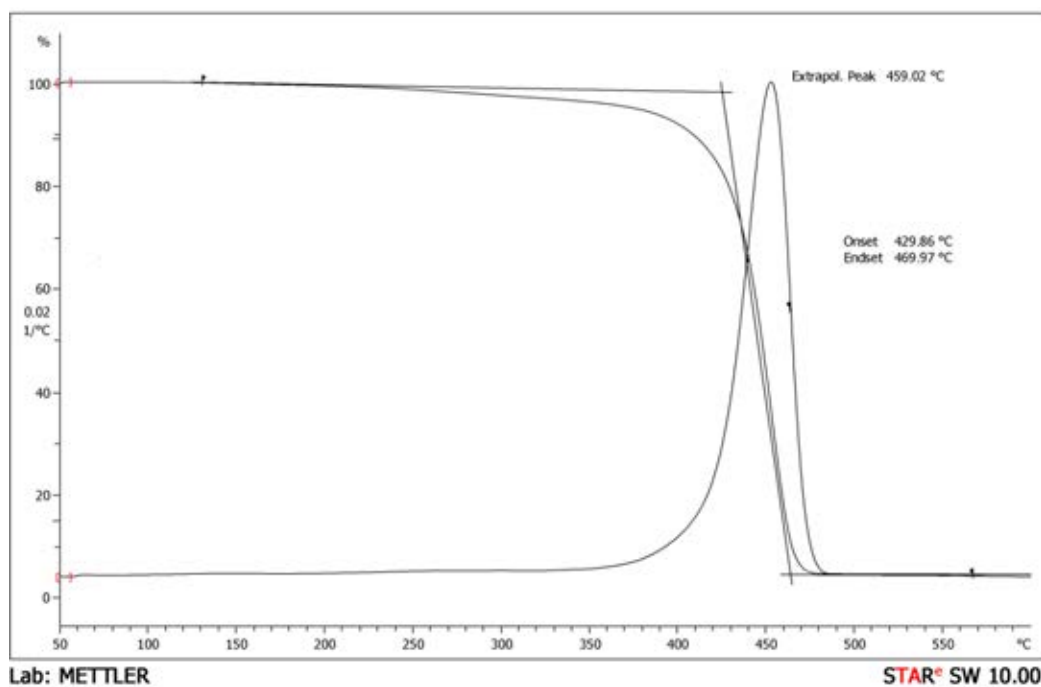
ภาพ ข-6 กราฟ TG และ DTG ของพอลิโพรพิลีนที่เติมลิกัน 5 %wt ครั้งที่ 3



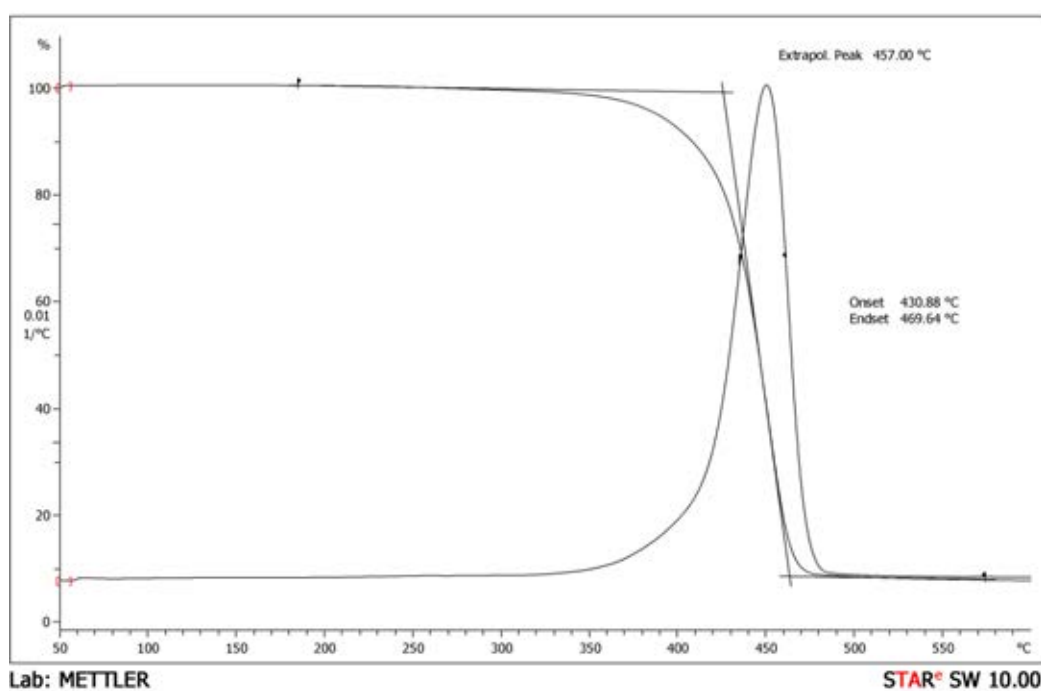
ภาพ ข-7 กราฟ TG และ DTG ของพอลิโพรพิลีนที่เติมลิกนิน 10 %wt ครั้งที่ 1



ภาพ ข-8 กราฟ TG และ DTG ของพอลิโพรพิลีนที่เติมลิกนิน 10 %wt ครั้งที่ 2

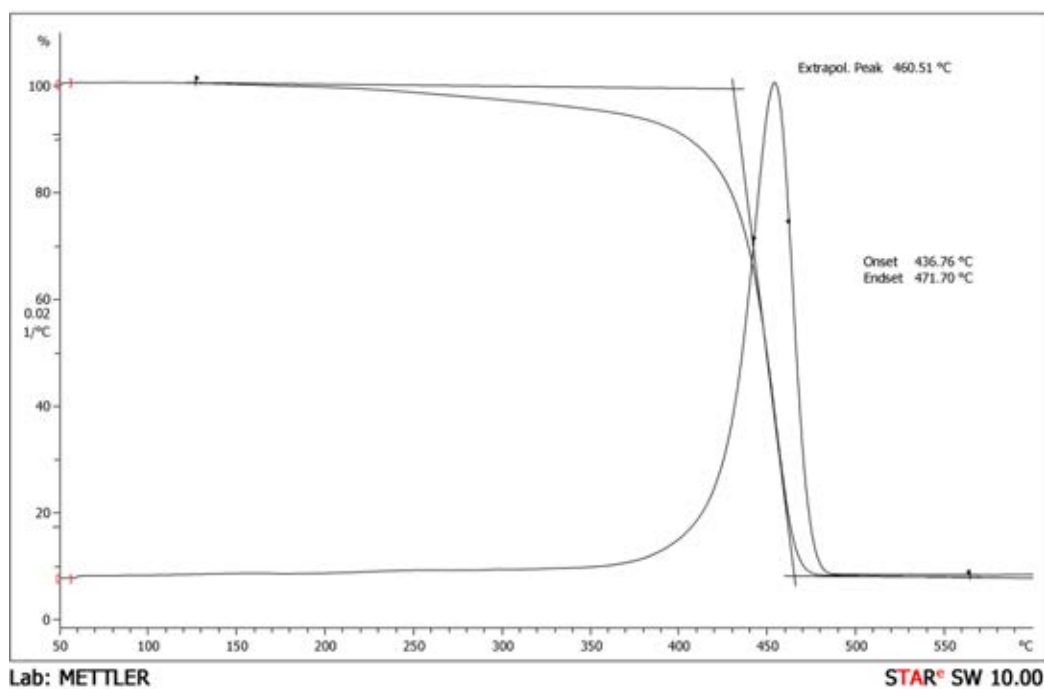


ภาพ ข-9 กราฟ TG และ DTG ของพอลิโพรพิลีนที่เติมลิกนิน 10 %wt ครั้งที่ 3

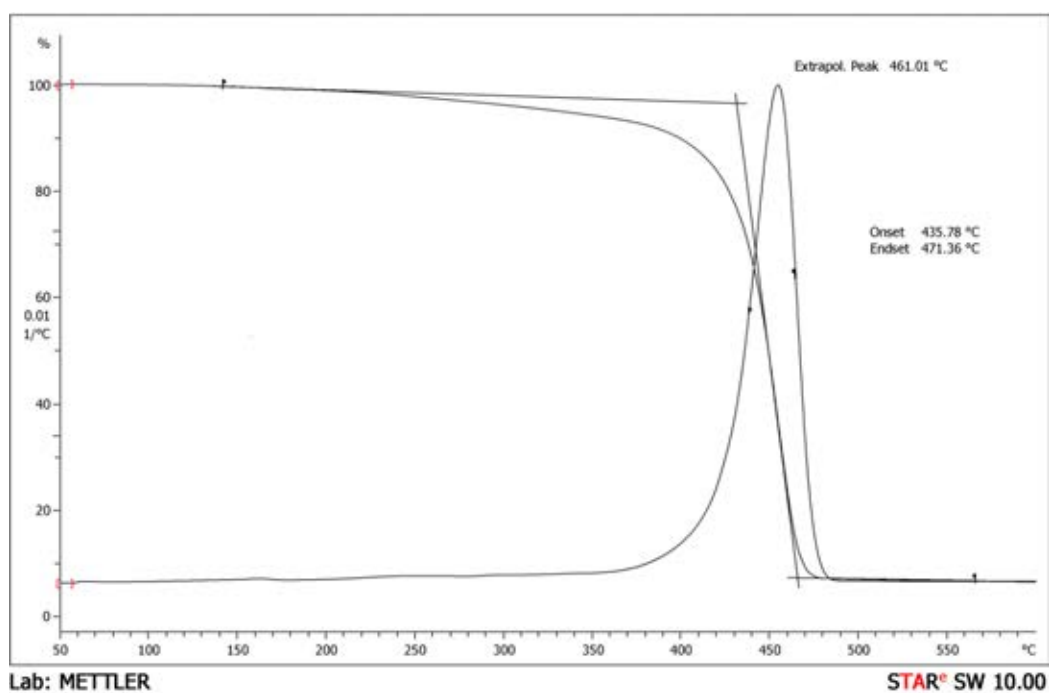


ภาพ ข-10 กราฟ TG และ DTG ของพอลิโพรพิลีนที่เติมลิกนิน 15 %wt ครั้งที่ 1

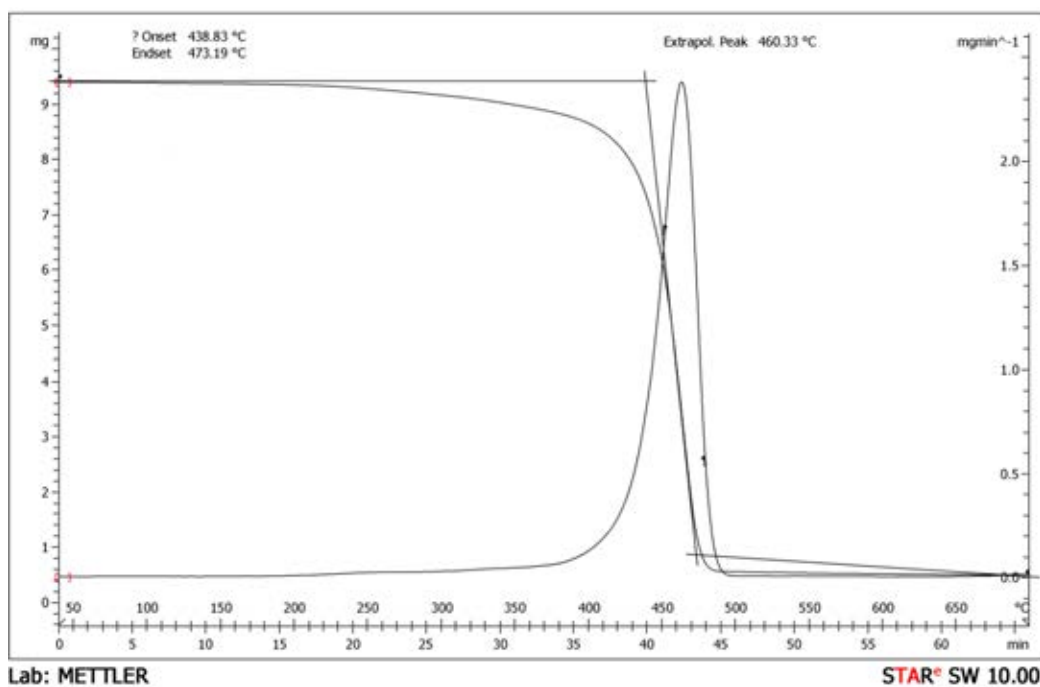




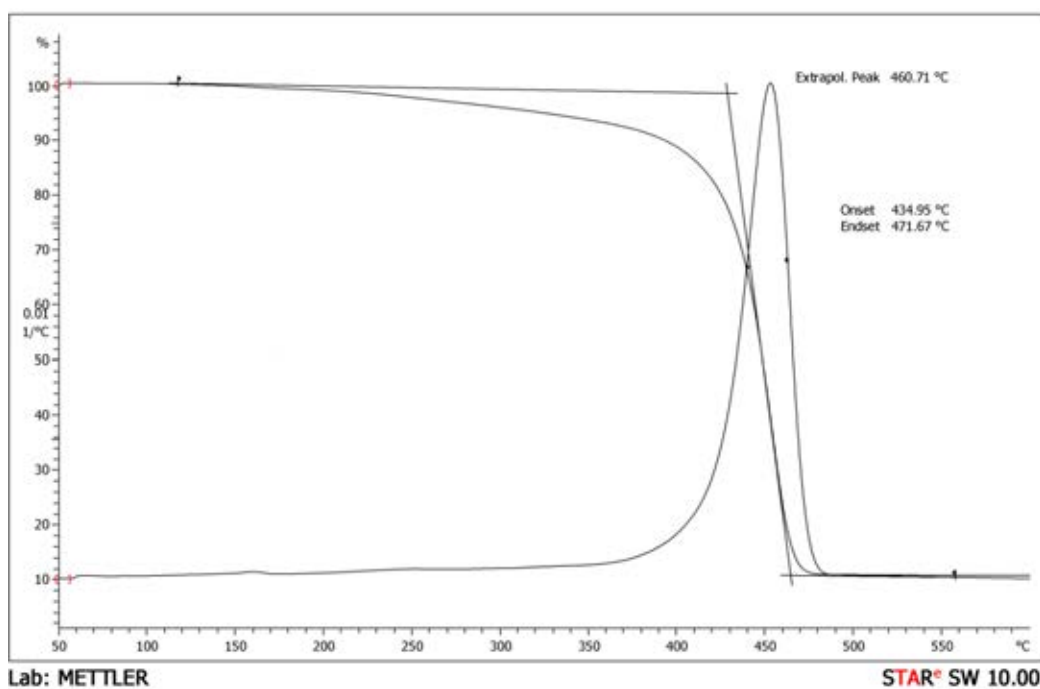
ภาพ ข-11 กราฟ TG และ DTG ของพอลิโพรพิลีนที่เติมลิกนิน 15 %wt ครั้งที่ 2



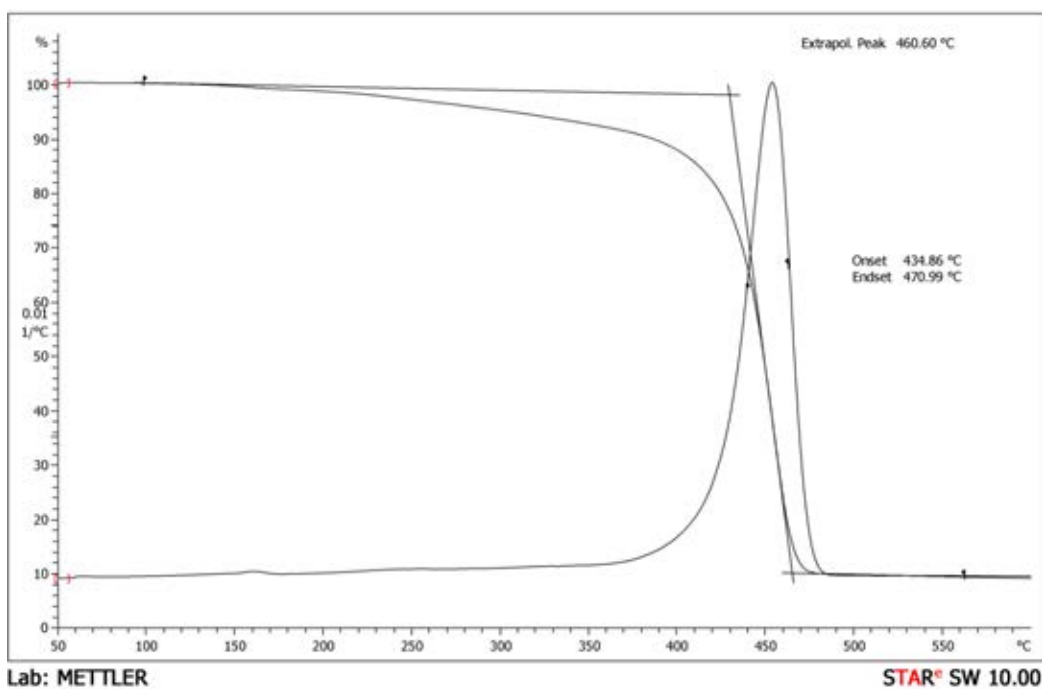
ภาพ ข-12 กราฟ TG และ DTG ของพอลิโพรพิลีนที่เติมลิกนิน 15 %wt ครั้งที่ 3



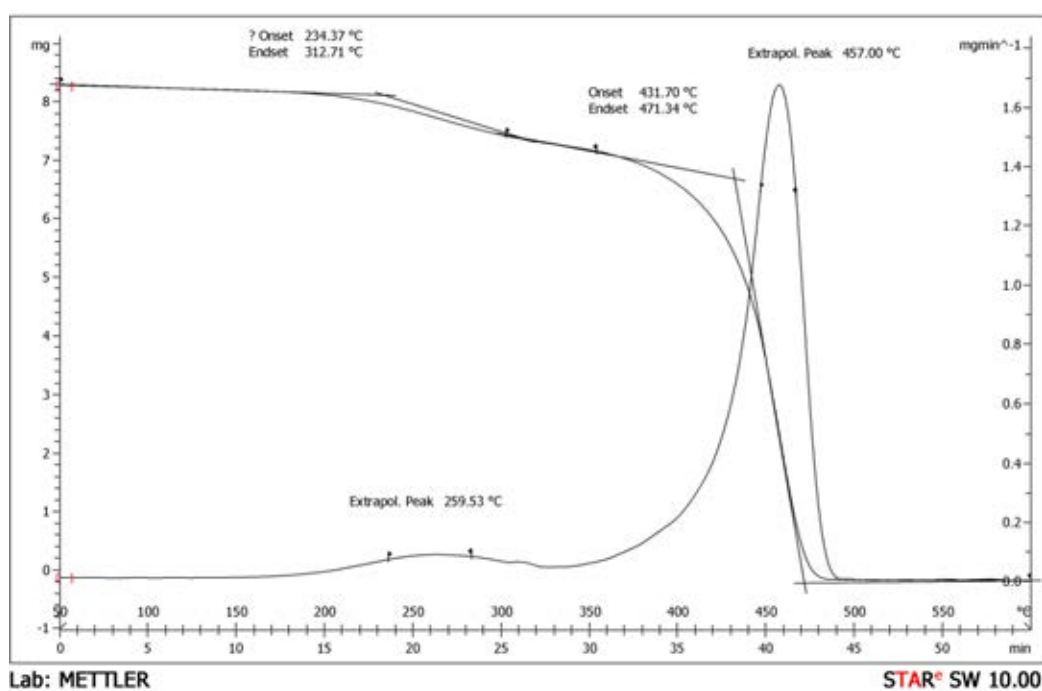
ภาพ ข-13 กราฟ TG และ DTG ของพอลิโพรพิลีนที่เติมลิกนิน 20 %wt ครั้งที่ 1



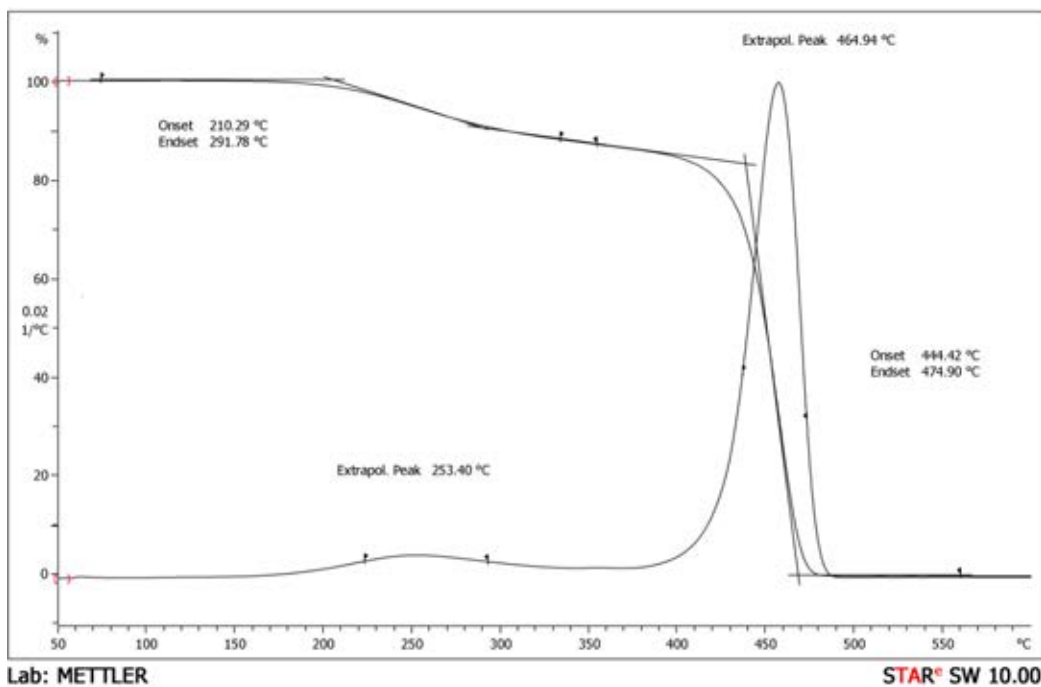
ภาพ ข-14 กราฟ TG และ DTG ของพอลิโพรพิลีนที่เติมลิกนิน 20 %wt ครั้งที่ 2



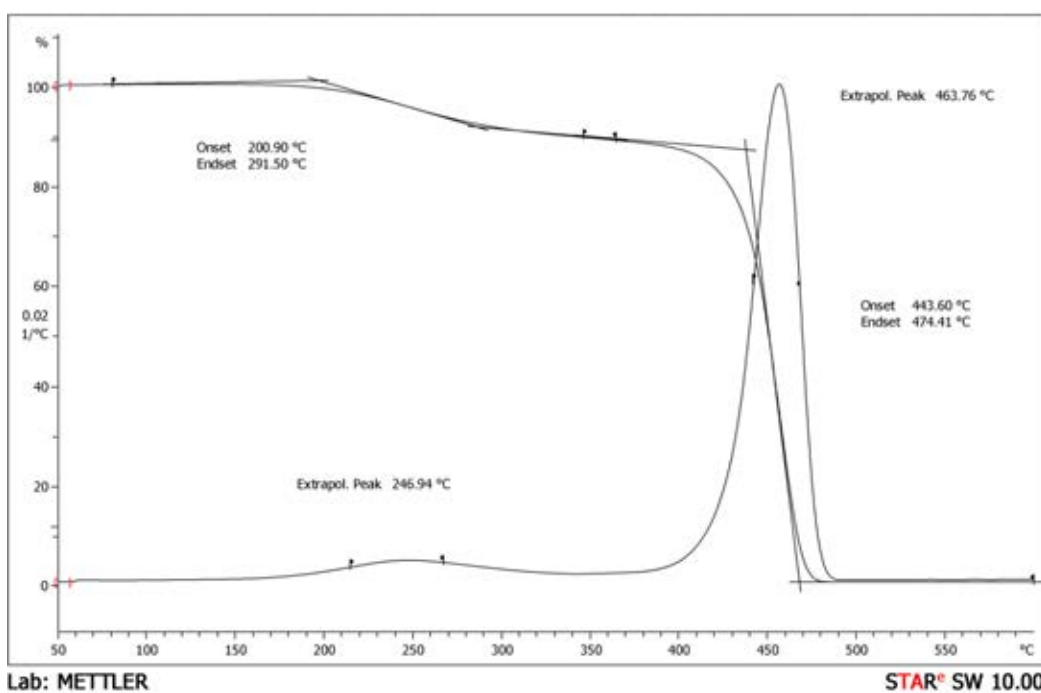
ภาพ ข-15 กราฟ TG และ DTG ของพอลิโพรพิลีนที่เติมลิกนิน 20 %wt ครั้งที่ 3



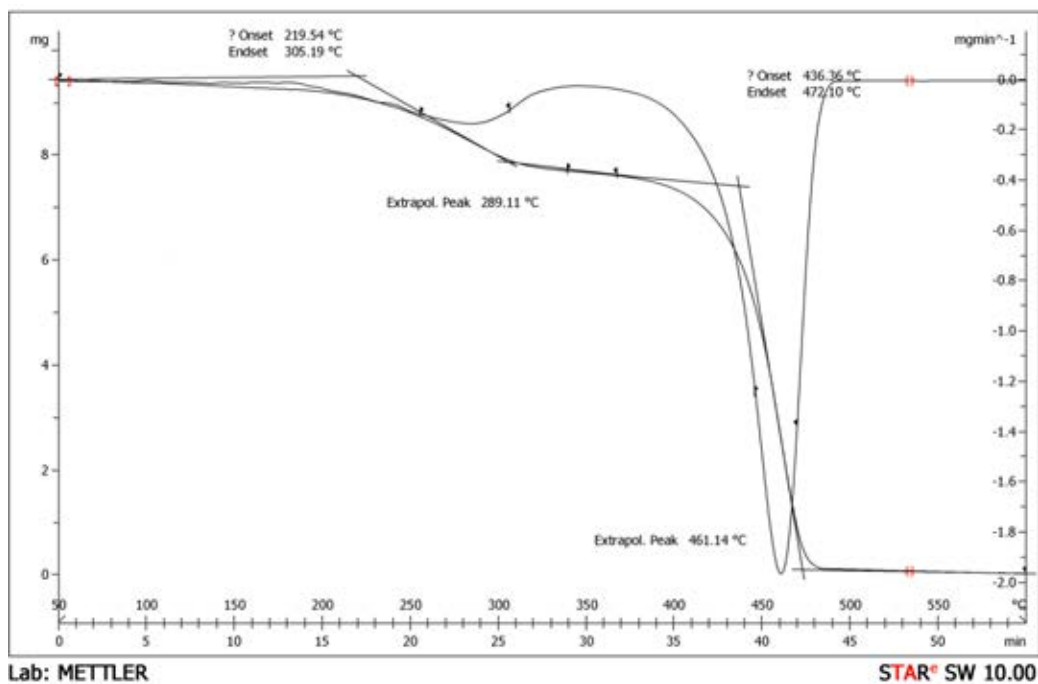
ภาพ ข-16 กราฟ TG และ DTG ของพอลิโพรพิลีนที่เติมไตรฟีนิลฟอสเฟต 15 %wt ครั้งที่ 1



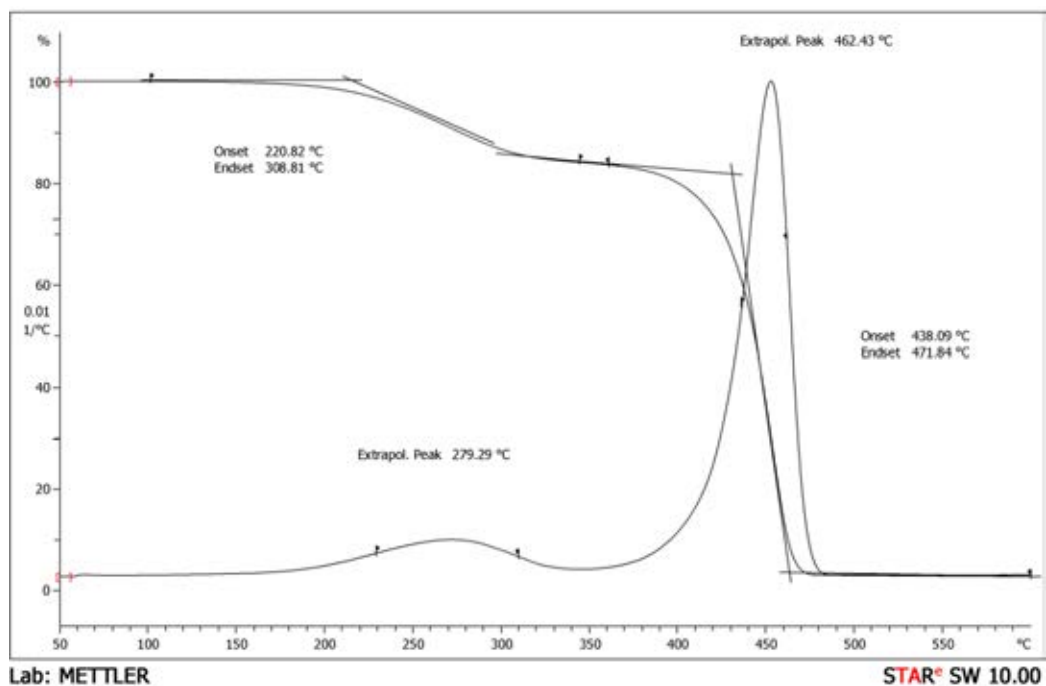
ภาพ ข-17 กราฟ TG และ DTG ของพอลิโพรพิลีนที่เติมไตรฟีนิลฟอสเฟต 15 %wt ครั้งที่ 2



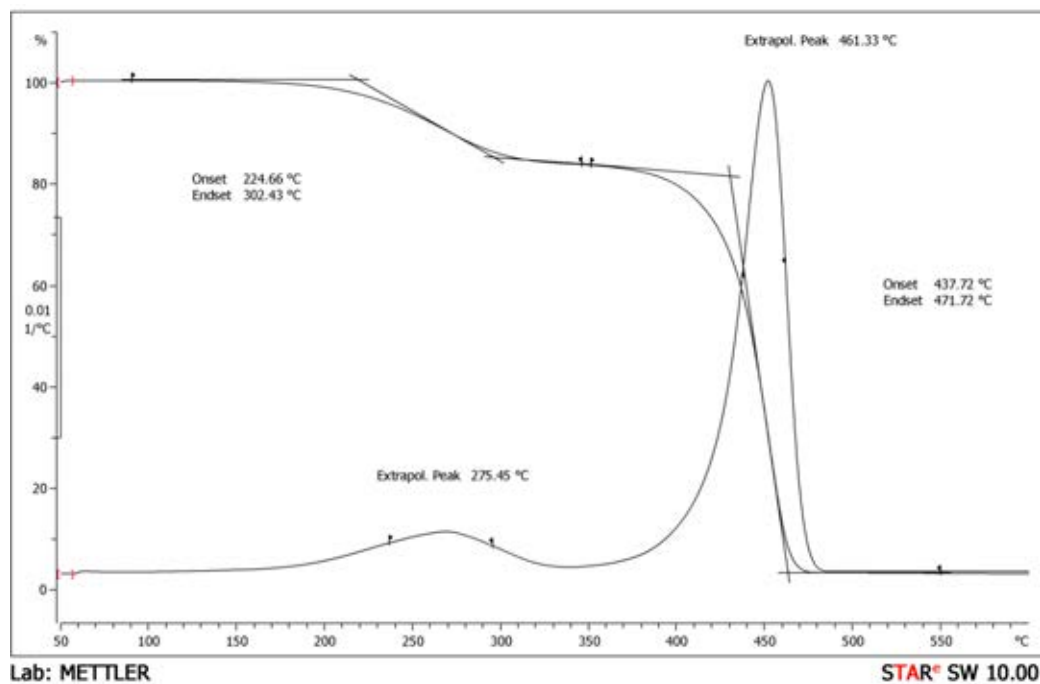
ภาพ ข-18 กราฟ TG และ DTG ของพอลิโพรพิลีนที่เติมไตรฟีนิลฟอสเฟต 15 %wt ครั้งที่ 3



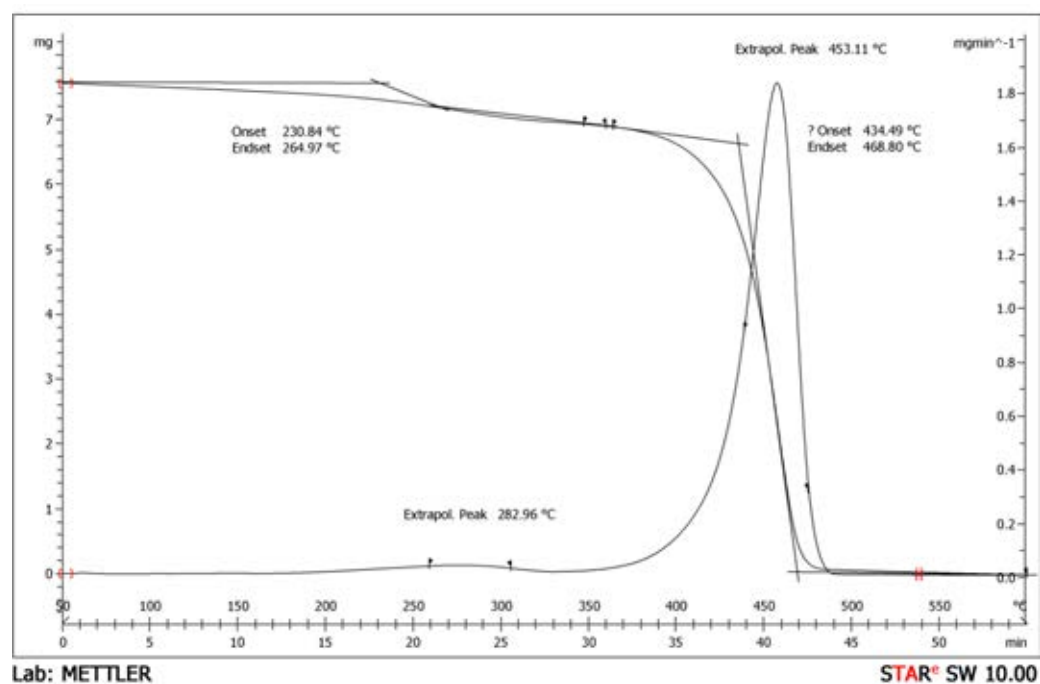
ภาพ ข-19 กราฟ TG และ DTG ของพอลิโพรพิลีนที่เติมไตรฟีนิลฟอสเฟต 10 %wt และลิเทียม 5 %wt ครั้งที่ 1



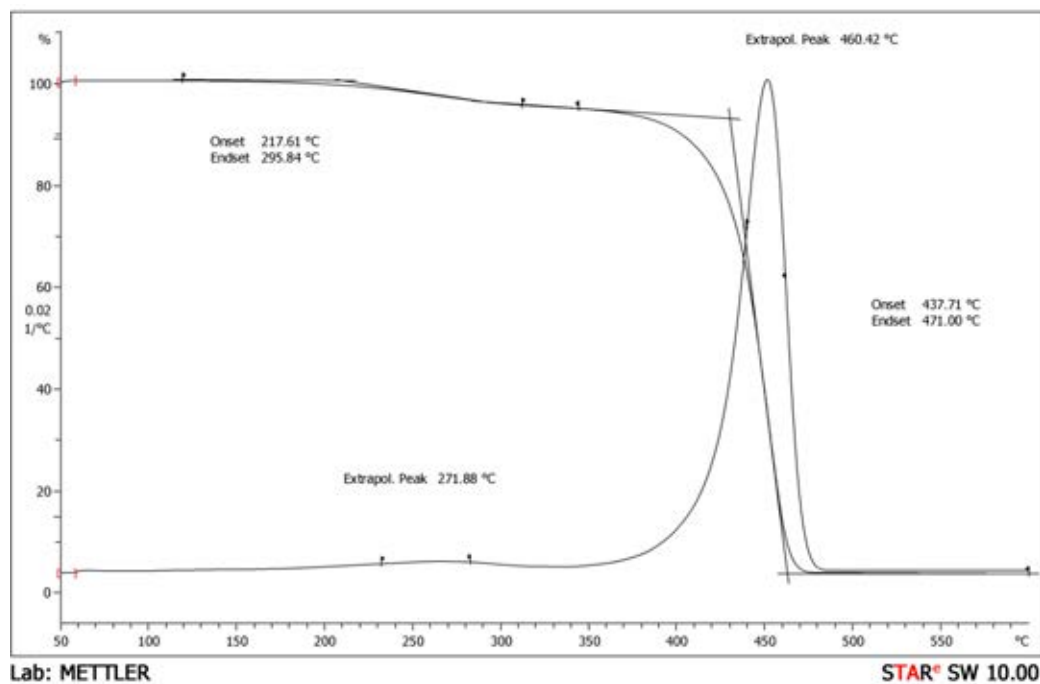
ภาพ ข-20 กราฟ TG และ DTG ของพอลิโพรพิลีนที่เติมไตรฟีนิลฟอสเฟต 10 %wt และลิเทียม 5 %wt ครั้งที่ 2



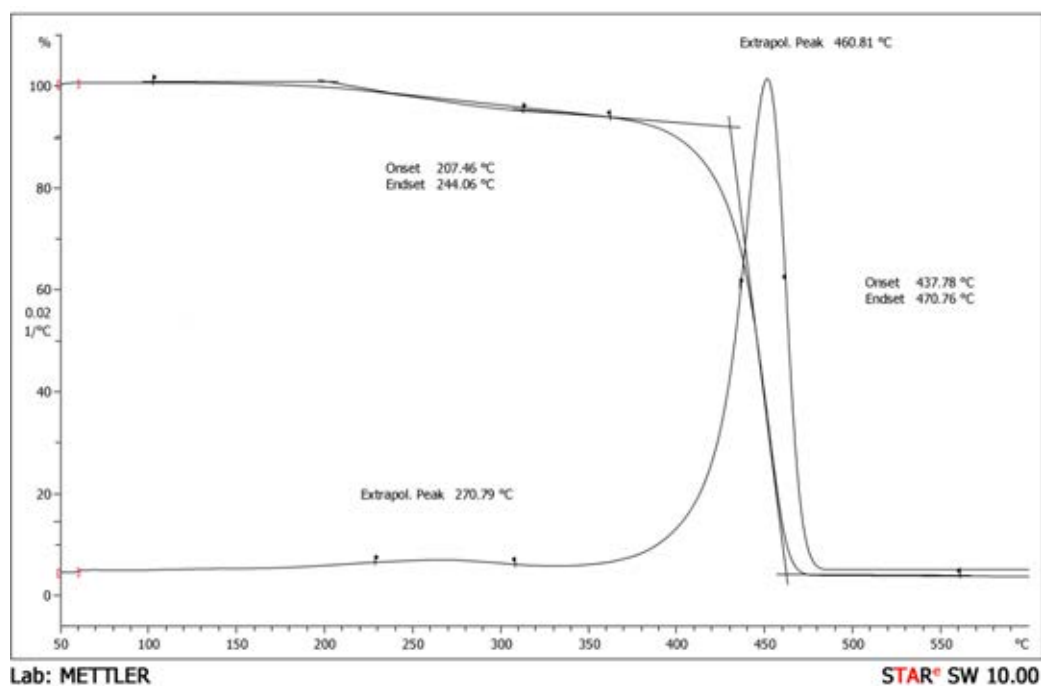
ภาพ ข-21 กราฟ TG และ DTG ของพอลิไพโรฟิลีนที่เติมไตรฟีนิลฟอสเฟต 10 %wt และลิกนิน 5 %wt ครั้งที่ 3



ภาพ ข-22 กราฟ TG และ DTG ของพอลิไพโรฟิลีนที่เติมไตรฟีนิลฟอสเฟต 5 %wt และลิกนิน 10 %wt ครั้งที่ 1

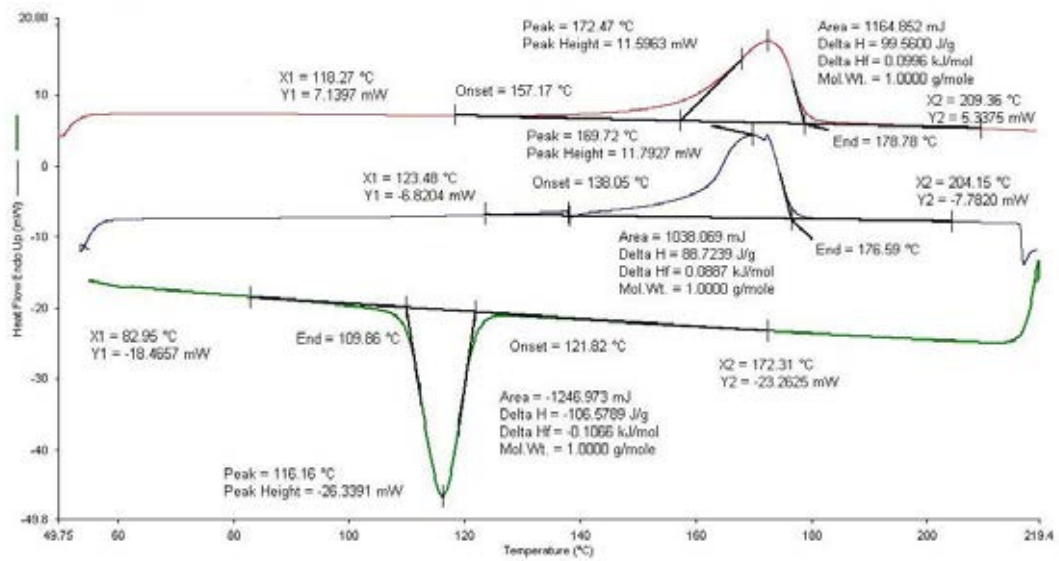


ภาพ ข-23 กราฟ TG และ DTG ของพอลิไพโรฟิลีนที่เติมไตรฟีนิลฟอสเฟต 5 %wt และลิกนิน 10 %wt ครั้งที่ 2

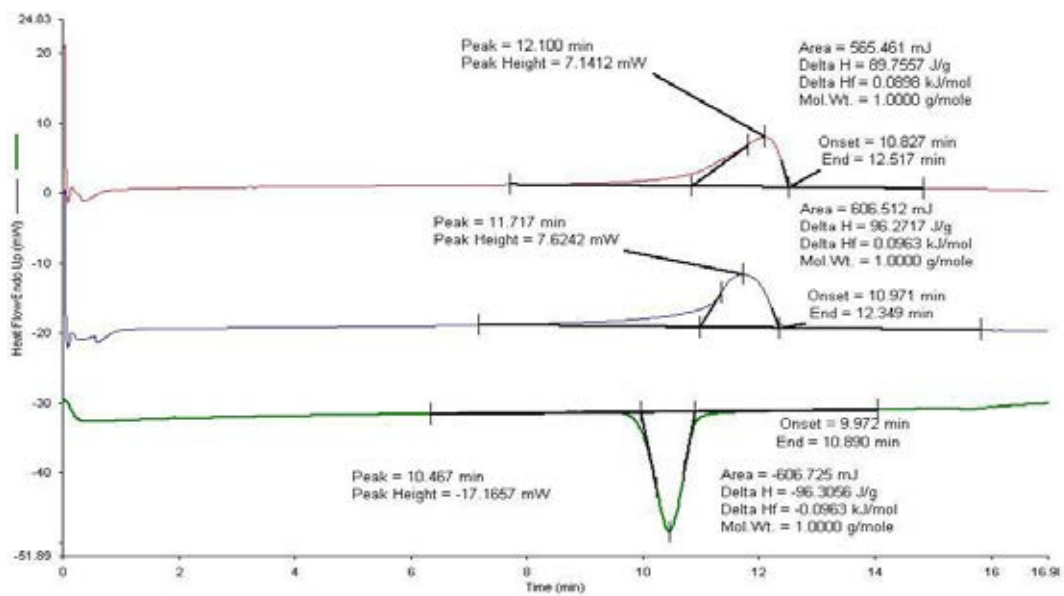


ภาพ ข-24 กราฟ TG และ DTG ของพอลิไพโรฟิลีนที่เติมไตรฟีนิลฟอสเฟต 5 %wt และลิกนิน 10 %wt ครั้งที่ 3

ตรวจสอบสมบัติทางความร้อนด้วยเครื่อง Differential Scanning Calorimeter (DSC)

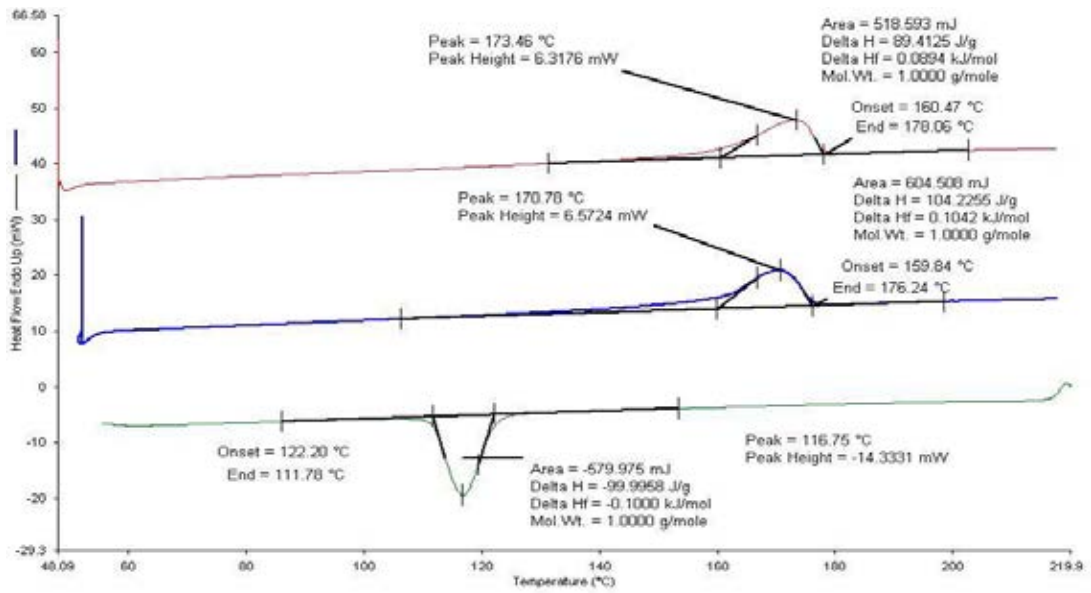


ภาพ ข-25 กราฟ DSC ของพอลิไพโรพิลีน ครั้งที่ 1

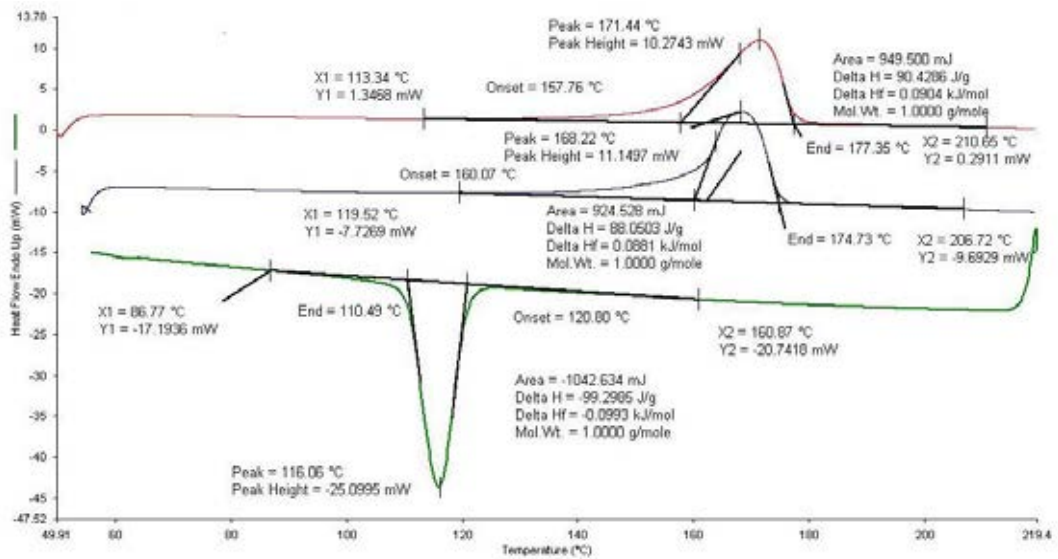


ภาพ ข-26 กราฟ DSC ของพอลิไพโรพิลีน ครั้งที่ 2

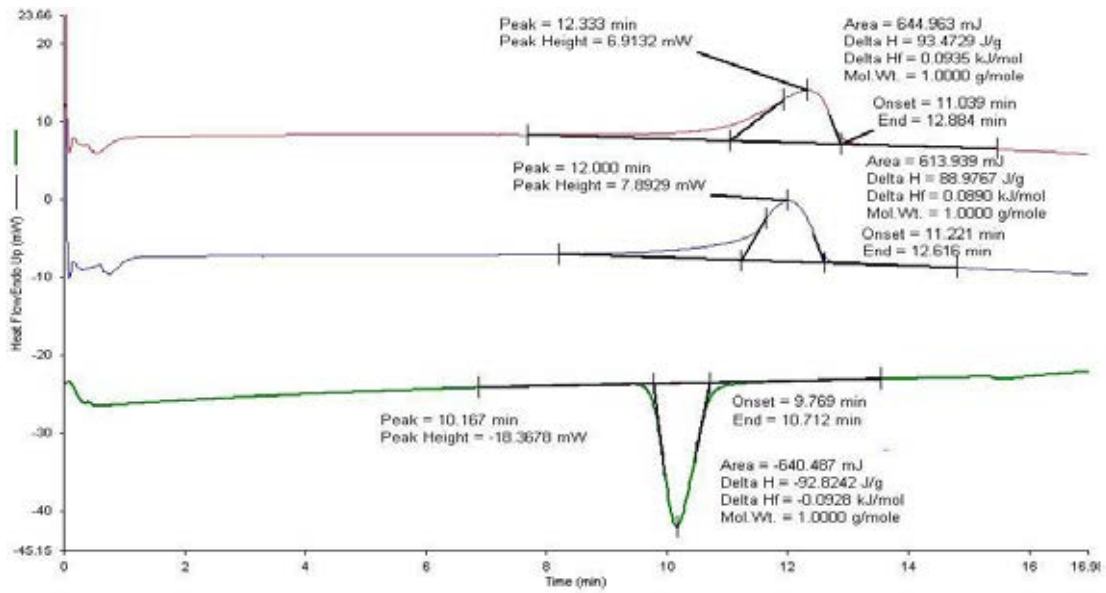




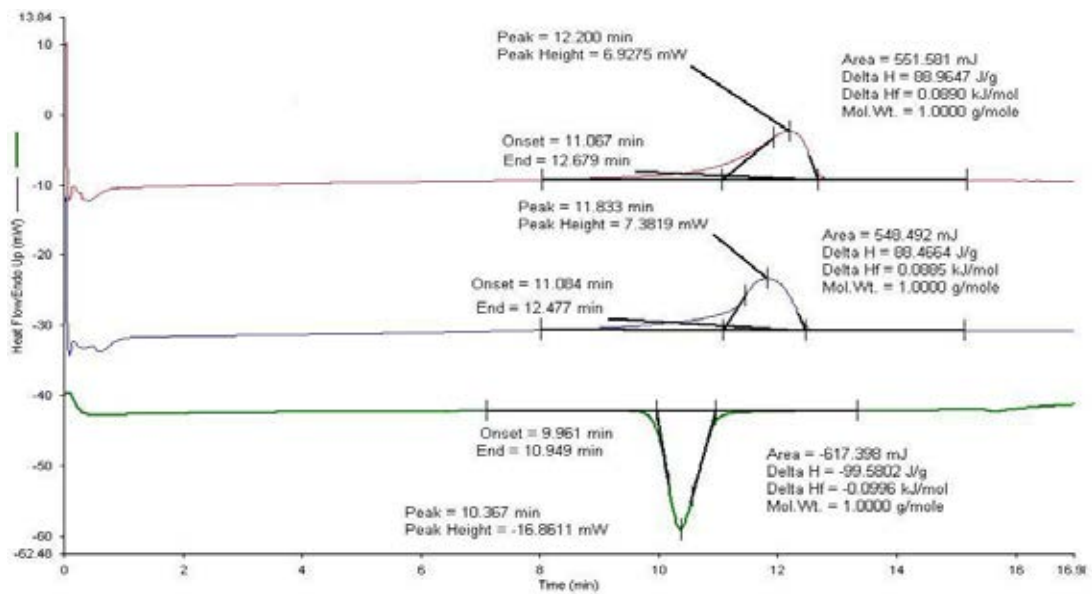
ภาพ ข-27 กราฟ DSC ของพอลิโพรพิลีน ครั้งที่ 3



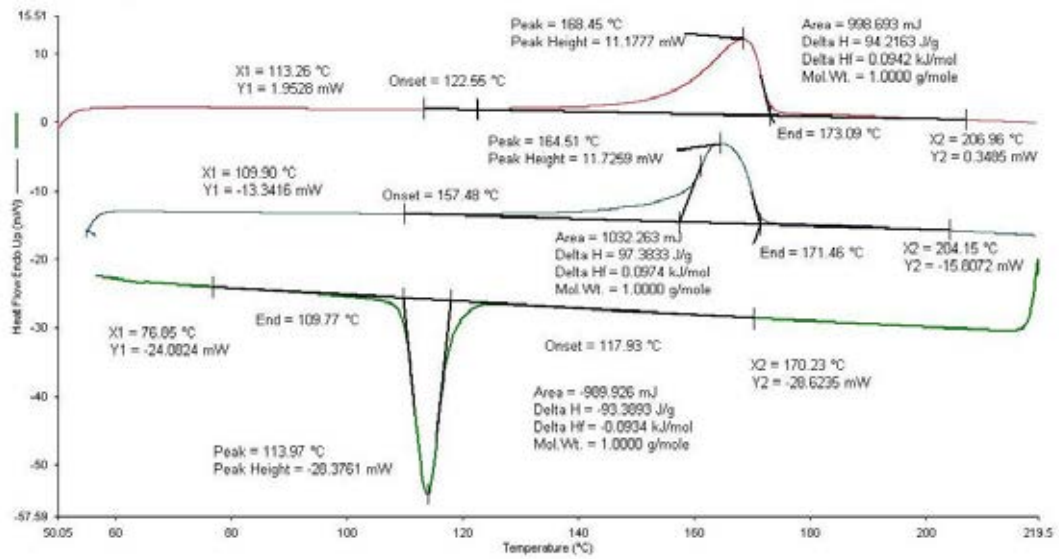
ภาพ ข-28 กราฟ DSC ของพอลิโพรพิลีนที่เติมลิกนิน 5 %wt ครั้งที่ 1



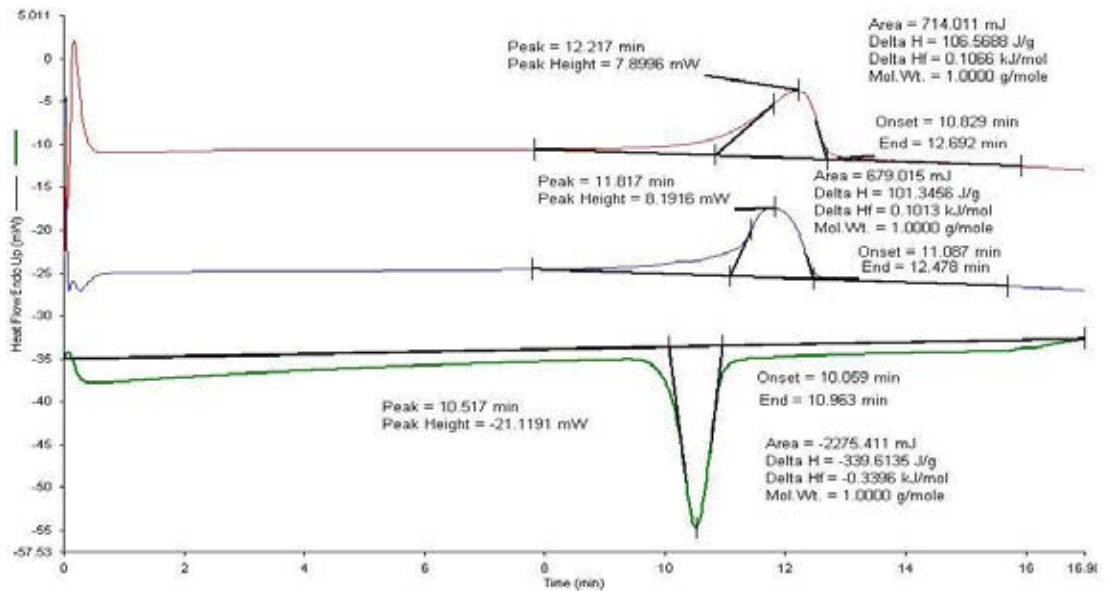
ภาพ ข-29 กราฟ DSC ของพอลิโพรพิลีนที่เติมลิกนิน 5 %wt ครั้งที่ 2



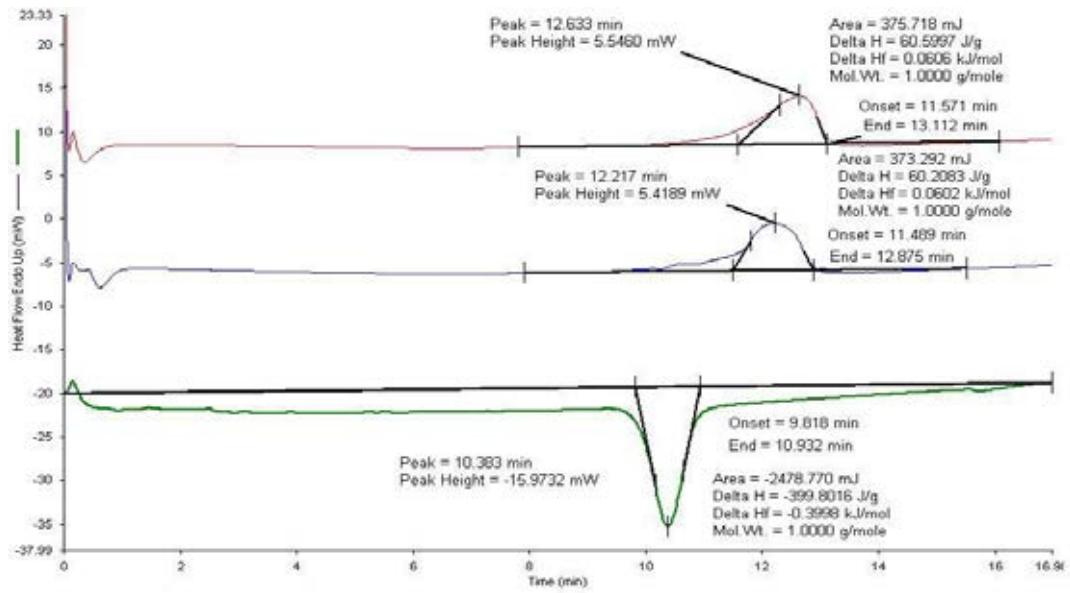
ภาพ ข-30 กราฟ DSC ของพอลิโพรพิลีนที่เติมลิกนิน 5 %wt ครั้งที่ 3



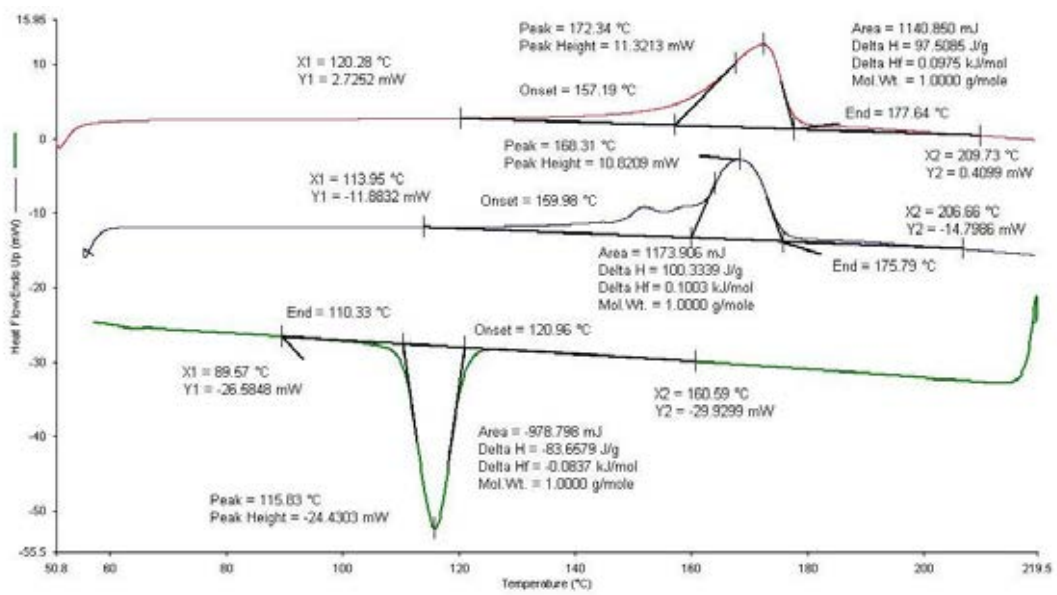
ภาพ ข-31 กราฟ DSC ของพอลิโพรพิลีนที่เติมลิกัน 10 %wt ครั้งที่ 1



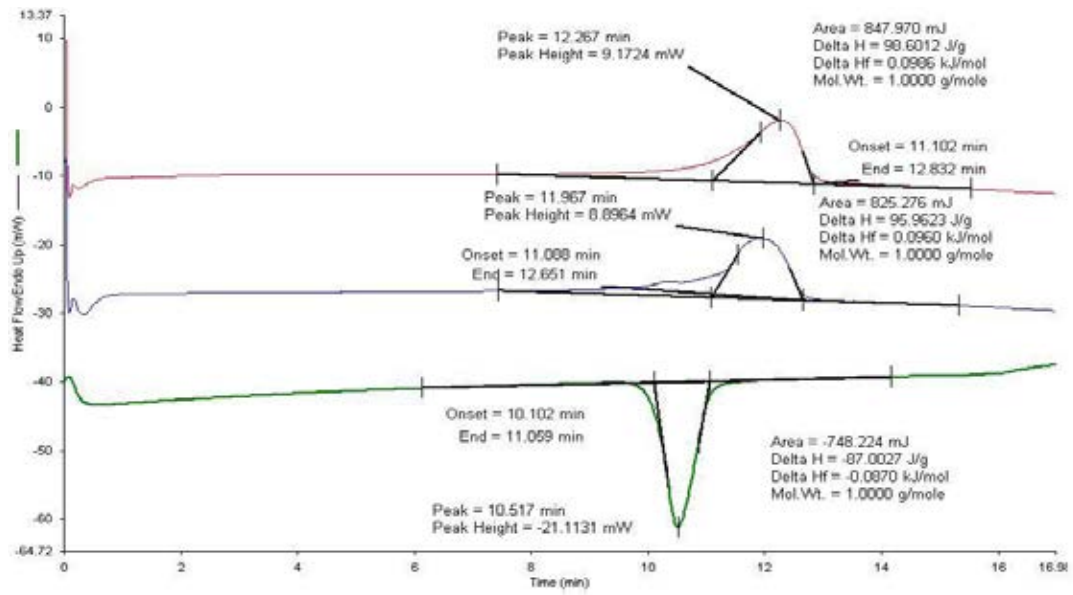
ภาพ ข-32 กราฟ DSC ของพอลิโพรพิลีนที่เติมลิกัน 10 %wt ครั้งที่ 2



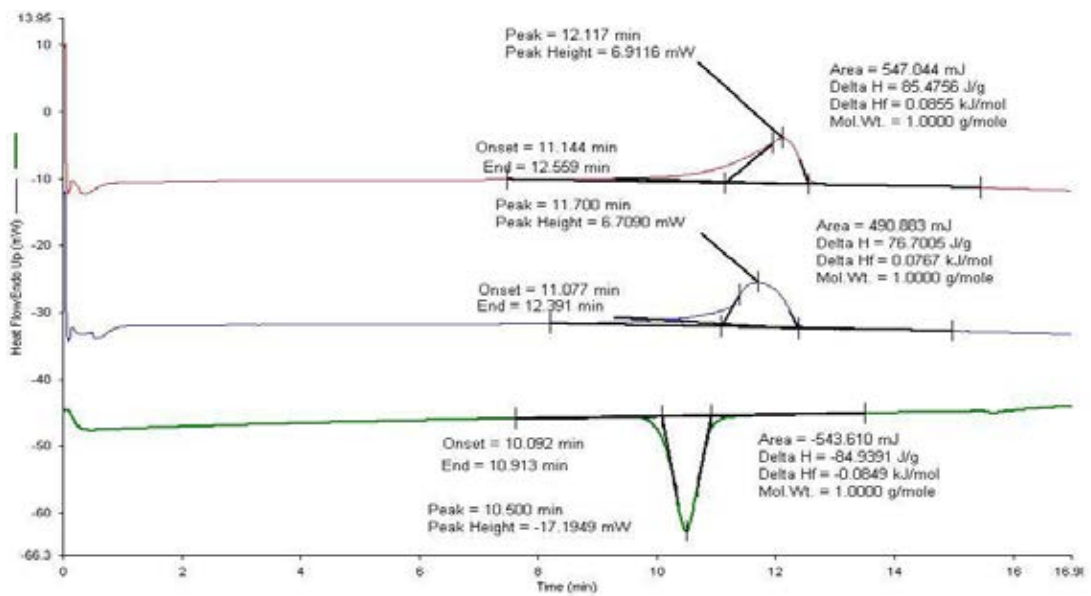
ภาพ ข-33 กราฟ DSC ของพอลิโพรพิลีนที่เติมลิกนิน 10 %wt ครั้งที่ 3



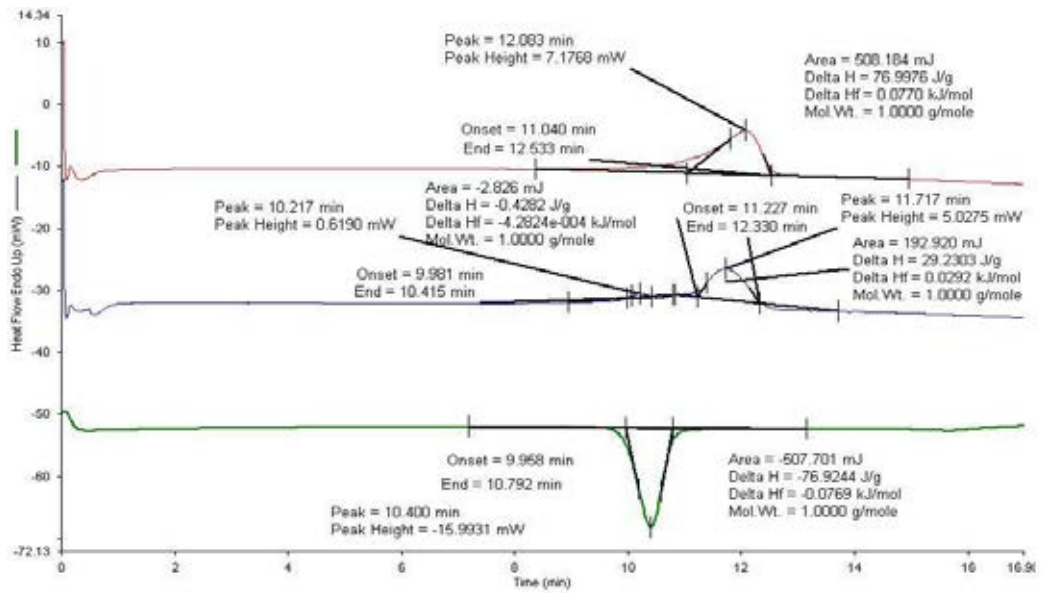
ภาพ ข-34 กราฟ DSC ของพอลิโพรพิลีนที่เติมลิกนิน 15 %wt ครั้งที่ 1



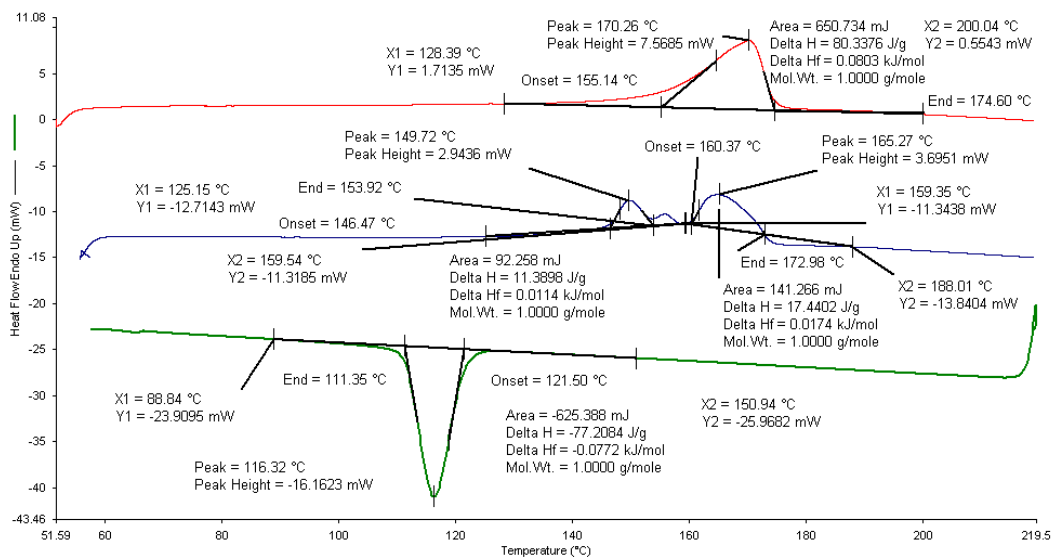
ภาพ ข-35 กราฟ DSC ของพอลิโพรพิลีนที่เติมลิกนิน 15 %wt ครั้งที่ 2



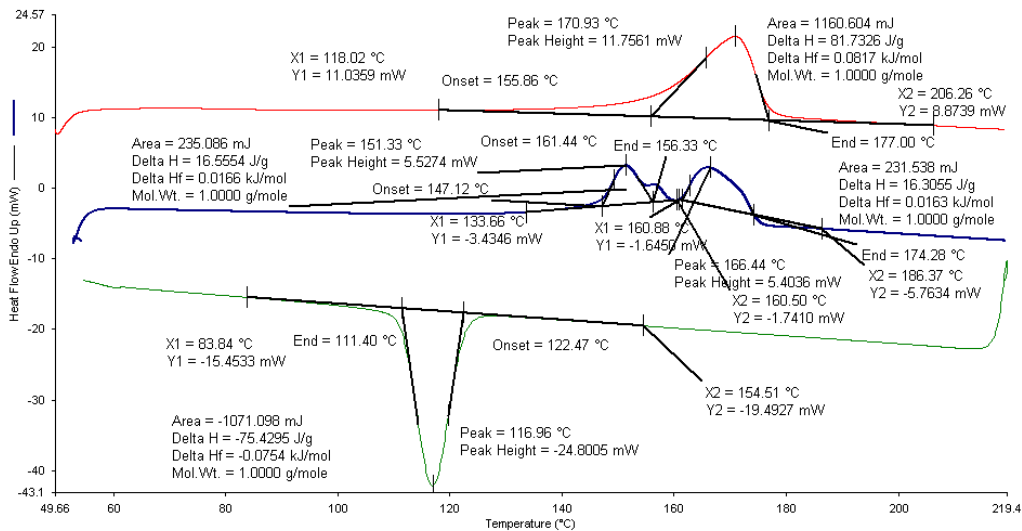
ภาพ ข-36 กราฟ DSC ของพอลิโพรพิลีนที่เติมลิกนิน 15 %wt ครั้งที่ 3



ภาพ ข-37 กราฟ DSC ของพอลิโพรพิลีนที่เติมลิกนิน 20 %wt ครั้งที่ 1



ภาพ ข-38 กราฟ DSC ของพอลิโพรพิลีนที่เติมลิกนิน 20 %wt ครั้งที่ 2



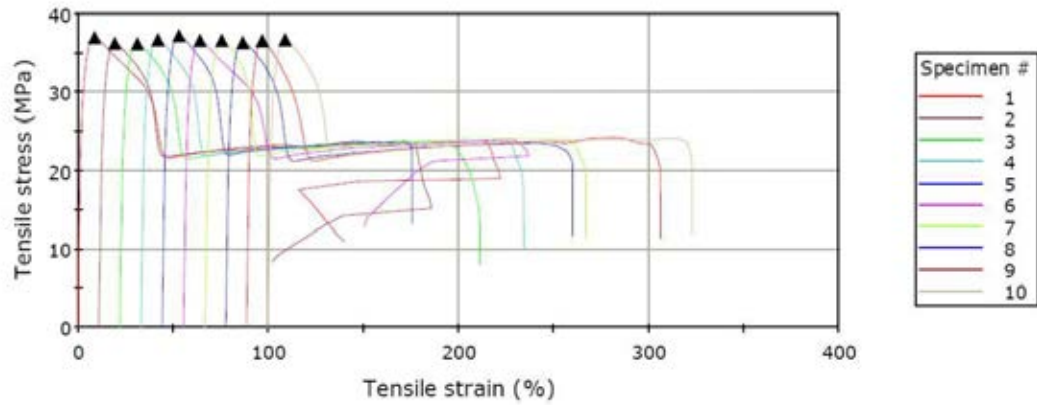
ภาพ ข-39 กราฟ DSC ของพอลิโพรพิลีนที่เติมลิกัน 20 %wt ครั้งที่ 3



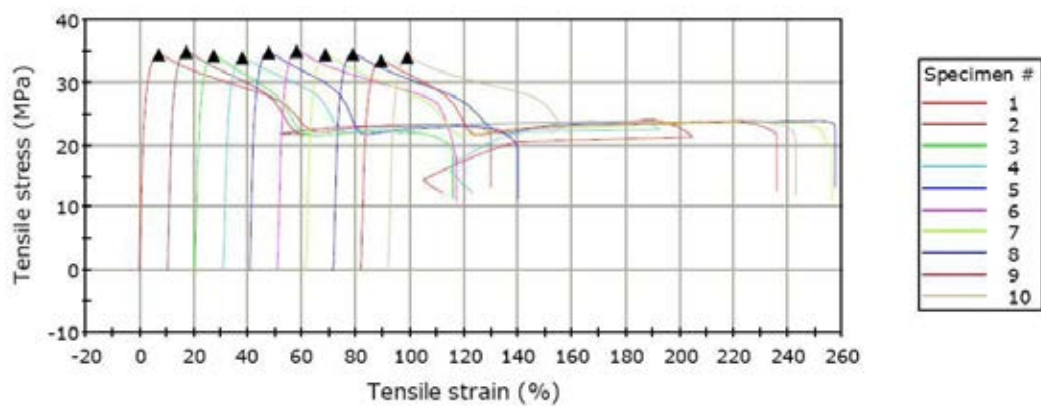
## ภาคผนวก ค

## ผลการทดสอบสมบัติเชิงกล

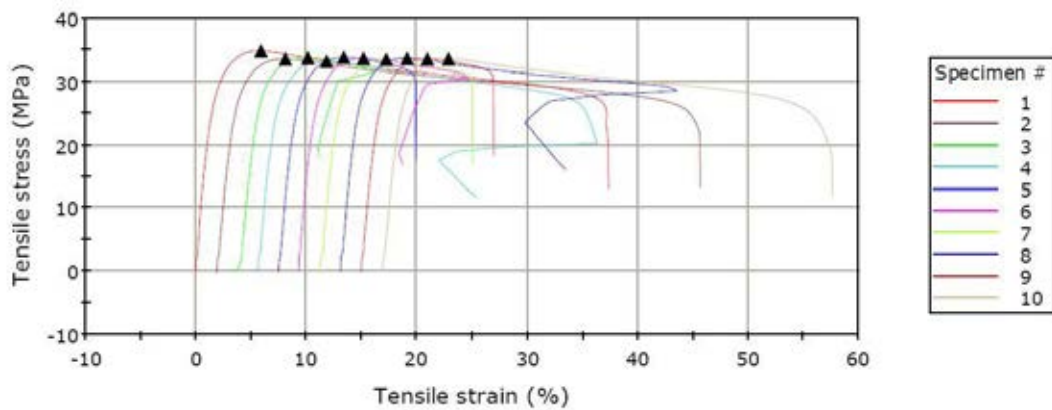
ทดสอบสมบัติความต้านแรงดึงด้วยเครื่อง Universal testing



ภาพ ค-1 กราฟการทดสอบความต้านทานแรงดึงของพอลิโพรพิลีน

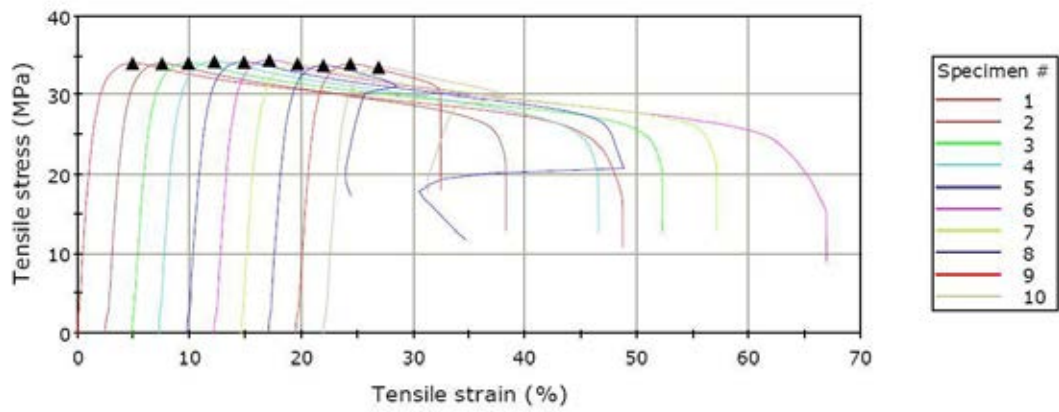


ภาพ ค-2 กราฟการทดสอบความต้านทานแรงดึงของพอลิโพรพิลีนที่เติมลิกนิน 5 %wt

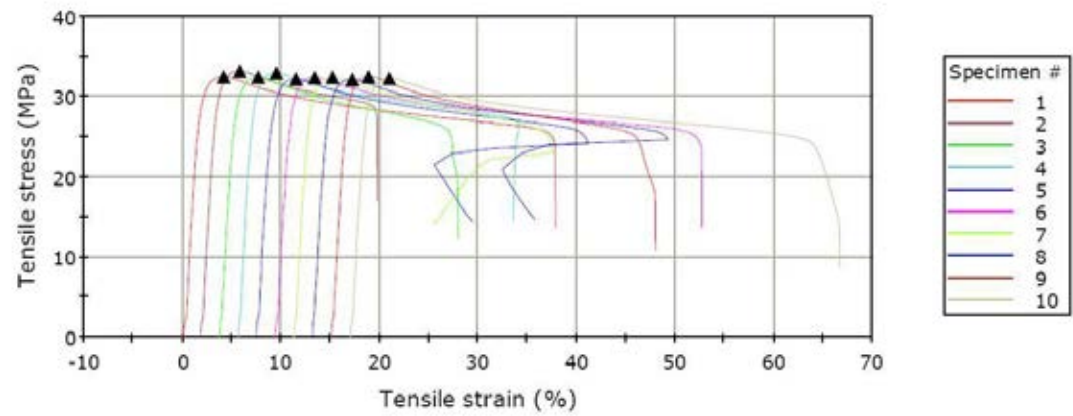




ภาพ ค-3 กราฟการทดสอบความต้านทานแรงดึงของพอลิโพรพิลีนที่เติมลิกนิน 10 %wt

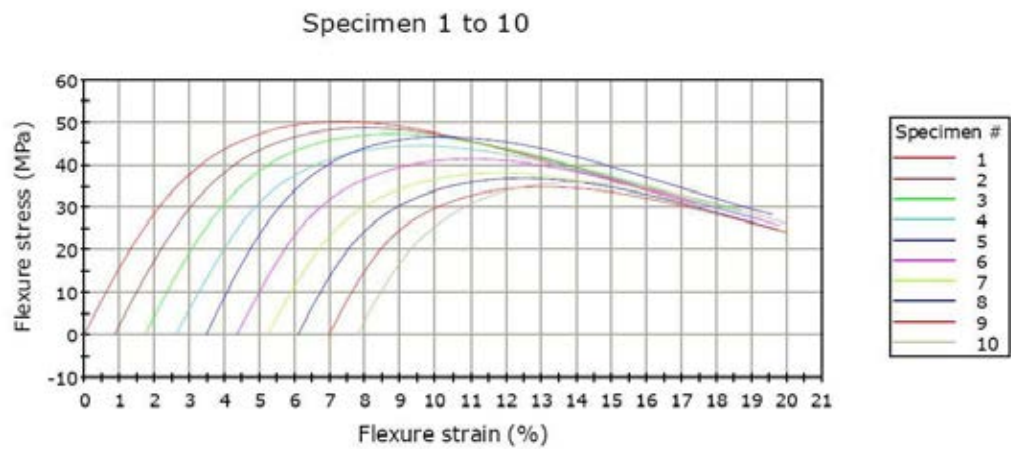


ภาพ ค-4 กราฟการทดสอบความต้านทานแรงดึงของพอลิโพรพิลีนที่เติมลิกนิน 15 %wt

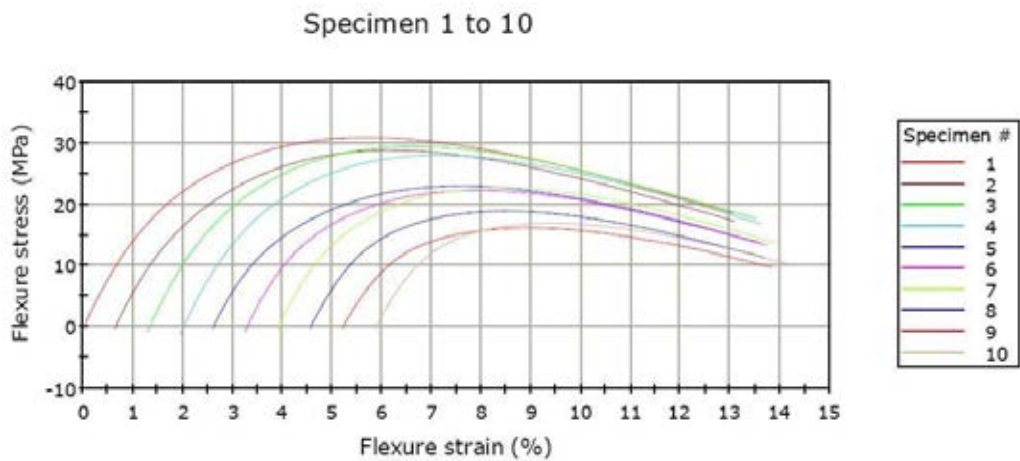


ภาพ ค-5 กราฟการทดสอบความต้านทานแรงดึงของพอลิโพรพิลีนที่เติมลิกนิน 20 %wt

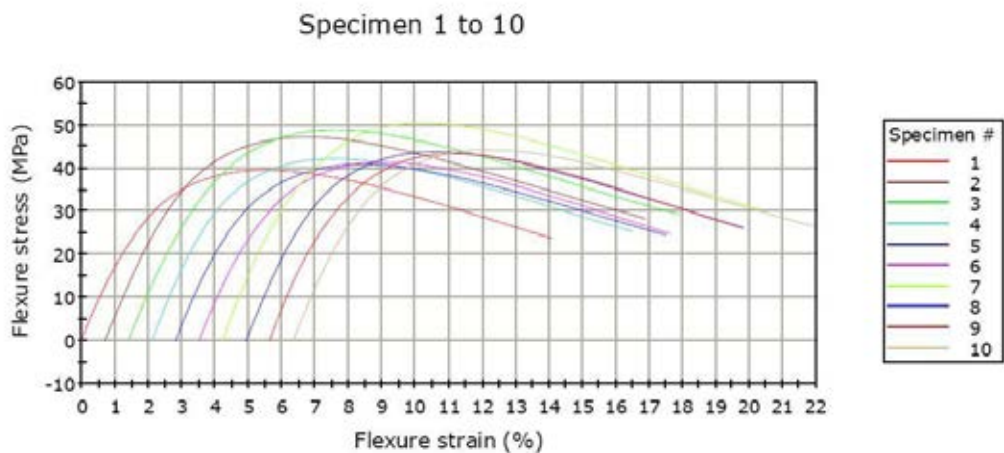
ทดสอบสมบัติความต้านแรงดัดโค้งด้วยเครื่อง Universal testing



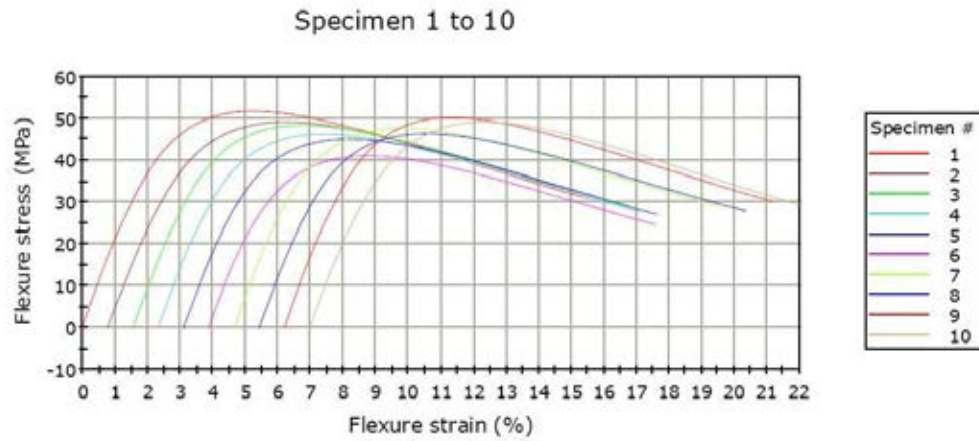
ภาพ ค-6 กราฟการทดสอบความต้านทานแรงดัดโค้งของพอลิโพรพิลีน



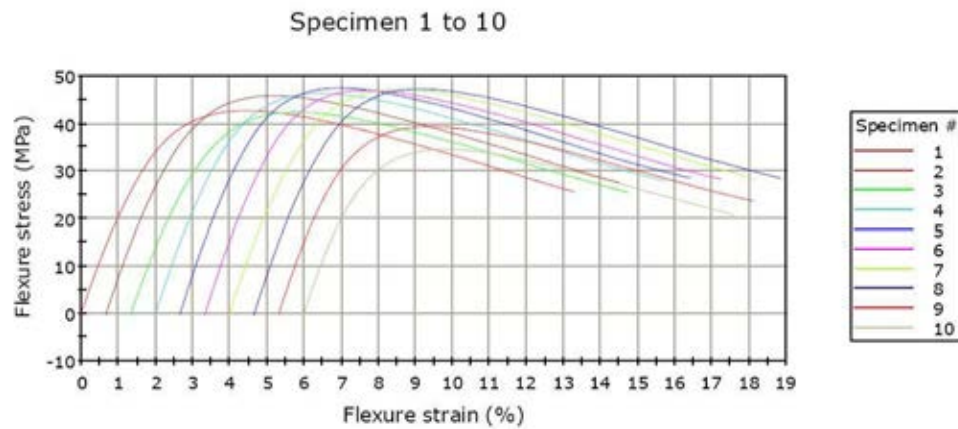
ภาพ ค-7 กราฟการทดสอบความต้านทานแรงดัดโค้งของพอลิโพรพิลีนที่เติมลิกนิน 5 %wt



ภาพ ค-8 กราฟการทดสอบความต้านทานแรงดัดโค้งของพอลิโพรพิลีนที่เติมลิกนิน 10 %wt



ภาพ ค-9 กราฟการทดสอบความต้านทานแรงดัดโค้งของพอลิโพรพิลีนที่เติมลิกนิน 15 %wt



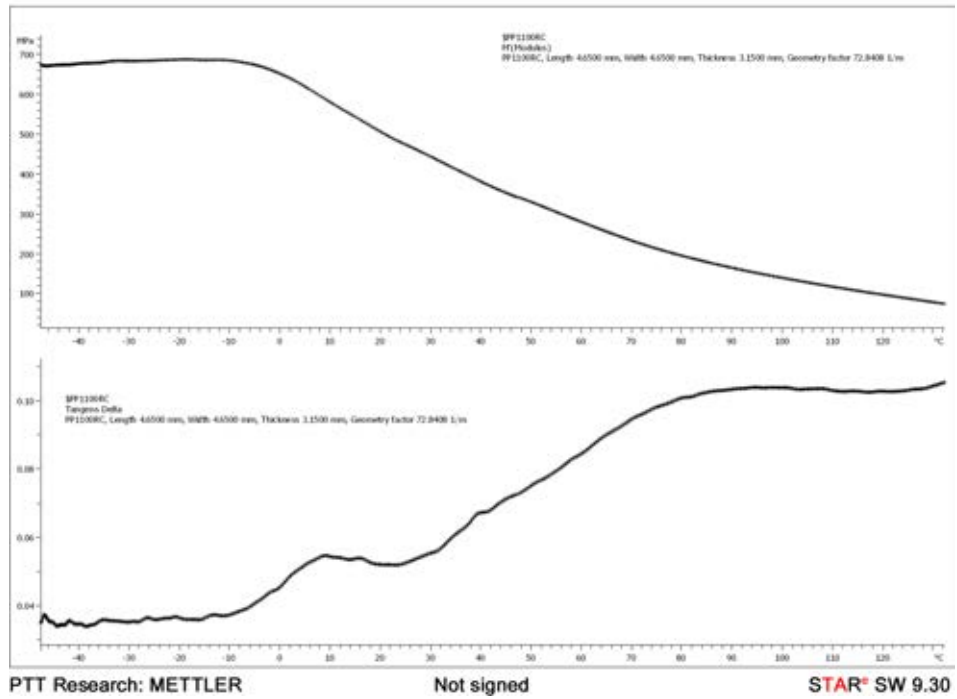
ภาพ ค-10 กราฟการทดสอบความต้านทานแรงดัดโค้งของพอลิโพรพิลีนที่เติมลิกนิน 20 %wt

ทดสอบสมบัติความทนแรงกระแทกด้วยเครื่อง Impact testing machine

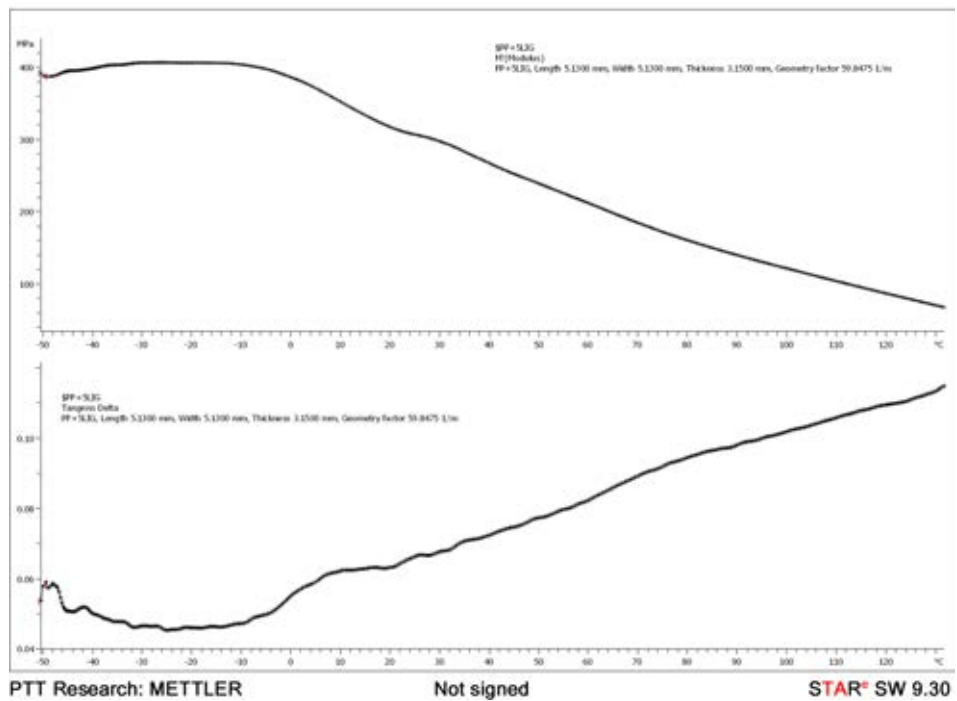
ตาราง ค-1 ผลการทดสอบสมบัติความทนแรงกระแทกของชิ้นงานพอลิโพรพิลีน

	Impact Strength (KJ/m <sup>2</sup> )					
	pure PP	PP + lignin 5%wt	PP + lignin 10%wt	PP + lignin 15%wt	PP + lignin 20%wt	PP + TPP15%wt
1	2.00	2.20	2.93	2.14	2.31	4.58
2	2.17	2.14	2.17	2.82	2.38	4.23
3	1.93	2.44	2.21	1.96	2.23	5.06
4	2.24	2.07	2.12	2.53	2.12	4.38
5	1.98	2.29	2.07	2.74	2.38	5.16
6	2.16	2.62	2.70	2.68	2.20	3.52
7	2.07	2.73	2.39	2.45	2.15	4.55
8	2.32	2.35	2.37	2.56	2.15	4.72
9	1.87	2.15	2.13	2.11	2.21	4.47
10	2.05	1.96	2.23	2.04	2.22	4.82
Mean	2.08	2.30	2.33	2.40	2.24	4.55
Standard deviation	0.14	0.24	0.28	0.31	0.09	0.46

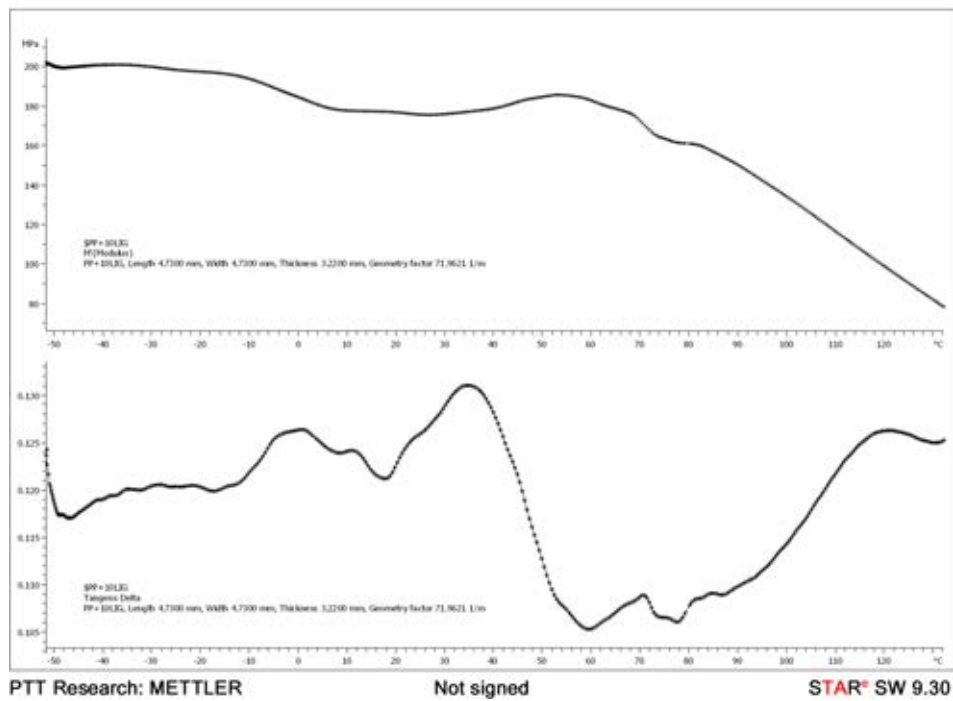
ทดสอบสมบัติเชิงกลแบบไดนามิกด้วยเครื่อง Dynamic mechanical analyzer



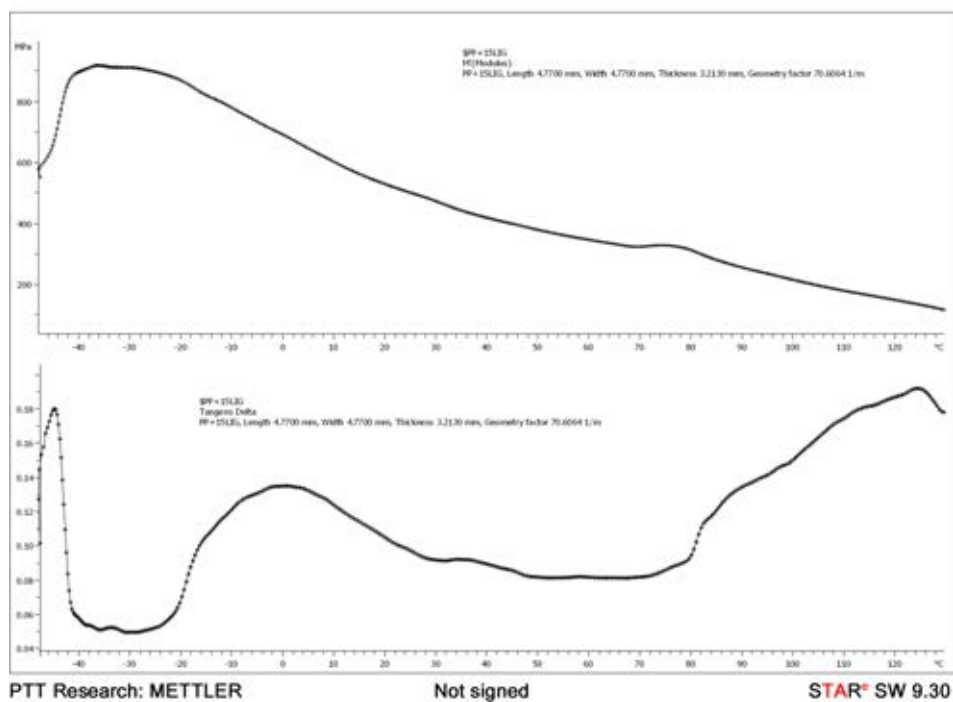
ภาพ ค-11 กราฟการทดสอบสมบัติเชิงกลแบบไดนามิกของพอลิโพรพิลีน



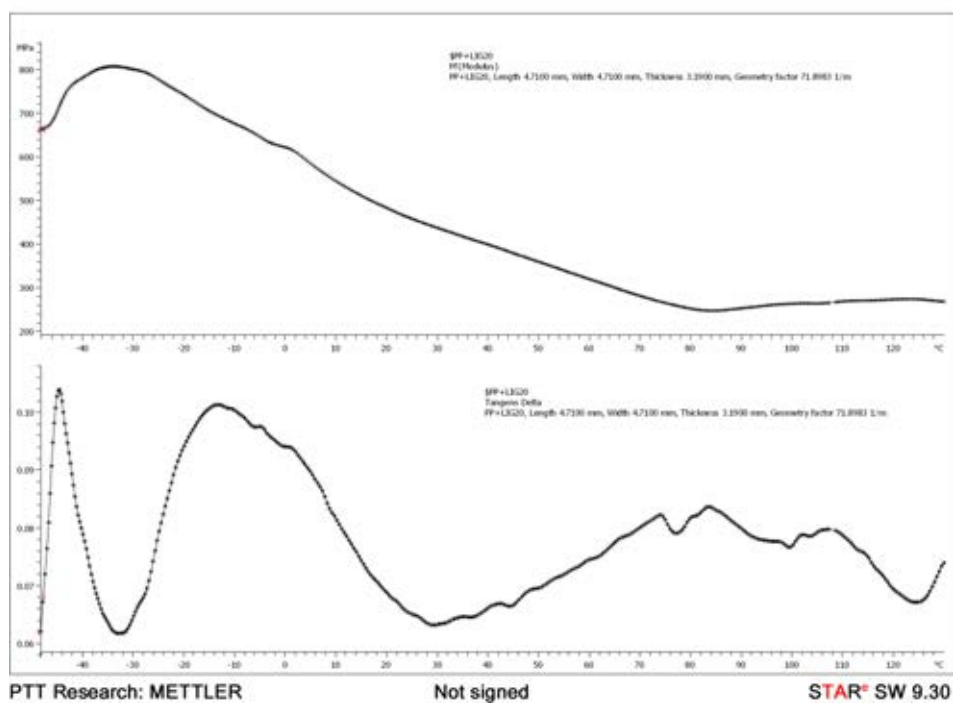
ภาพ ค-12 กราฟการทดสอบสมบัติเชิงกลแบบไดนามิกของพอลิโพรพิลีนที่เติมลิกนิน 5 %wt



ภาพ ค-13 กราฟการทดสอบสมบัติเชิงกลแบบไดนามิกของพอลิโพรพิลีนที่เติมลิกนิน 10 %wt



ภาพ ค-14 กราฟการทดสอบสมบัติเชิงกลแบบไดนามิกของพอลิโพรพิลีนที่เติมลิกนิน 15 %wt



ภาพ ค-15 กราฟการทดสอบสมบัติเชิงกลแบบไดนามิกของพอลิโพรพิลีนที่เติมลิกนิน 20 %wt

## ภาคผนวก ง

## ผลการทดสอบสมบัติด้านการติดไฟ

ตาราง ง-1 ผลการทดสอบการลามไฟตามมาตรฐาน UL-94 ในแนวตั้งของชิ้นงานพอลิโพรพิลีน

PP						
ชิ้นงาน ที่	ความหนาเฉลี่ย (มิลลิเมตร)	เวลาในการเผาไหม้ (วินาที)				ลักษณะ การเผาไหม้/ฝ้าฝ้า
		ระยะเวลาในการ เผาไหม้ครั้งที่ 1 กรณีไม่ดับไฟ (วินาที)	$t_1$ (วินาที)	ระยะเวลาใน การเผาไหม้ครั้งที่ 2 กรณีไม่ ดับไฟ (วินาที)	$t_2$ (วินาที)	
1	3.27	86	-	-	-	เกิดการหลอมหยุด/ ฝ้าฝ้าหยุดติดไฟ
2	3.27	85	-	-	-	เกิดการหลอมหยุด/ ฝ้าฝ้าหยุดติดไฟ
3	3.27	87	-	-	-	เกิดการหลอมหยุด/ ฝ้าฝ้าหยุดติดไฟ
4	3.28	77	-	-	-	เกิดการหลอมหยุด/ ฝ้าฝ้าหยุดติดไฟ
5	3.28	83	-	-	-	เกิดการหลอมหยุด/ ฝ้าฝ้าหยุดติดไฟ
6	3.27	92	-	-	-	เกิดการหลอมหยุด/ ฝ้าฝ้าหยุดติดไฟ
7	3.25	91	-	-	-	เกิดการหลอมหยุด/ ฝ้าฝ้าหยุดติดไฟ
8	3.25	89	-	-	-	เกิดการหลอมหยุด/ ฝ้าฝ้าหยุดติดไฟ
9	3.25	80	-	-	-	เกิดการหลอมหยุด/ ฝ้าฝ้าหยุดติดไฟ
10	3.27	87	-	-	-	เกิดการหลอมหยุด/ ฝ้าฝ้าหยุดติดไฟ



ตาราง ง-2 ผลการทดสอบการลามไฟตามมาตรฐาน UL-94 ในแนวตั้งของพอลิโพรพิลีนที่เติม  
ลิกนิน 5 %wt

PP + lignin 5 %wt						
ชิ้นงาน ที่	ความหนาเฉลี่ย (มิลลิเมตร)	เวลาในการเผาไหม้ (วินาที)				ลักษณะ การเผาไหม้/ผ้าฝ้าย
		ระยะเวลาในการ เผาไหม้ครั้งที่ 1 กรณีไม่ดับไฟ (วินาที)	$t_1$ (วินาที)	ระยะเวลาใน การเผาไหม้ครั้งที่ 2 กรณีไม่ ดับไฟ (วินาที)	$t_2$ (วินาที)	
1	3.24	106	-	-	-	เกิดการหลอมหยุด/ ผ้าฝ้ายรูกติดไฟ
2	3.25	113	-	-	-	เกิดการหลอมหยุด/ ผ้าฝ้ายรูกติดไฟ
3	3.25	104	-	-	-	เกิดการหลอมหยุด/ ผ้าฝ้ายรูกติดไฟ
4	3.25	106	-	-	-	เกิดการหลอมหยุด/ ผ้าฝ้ายรูกติดไฟ
5	3.24	118	-	-	-	เกิดการหลอมหยุด/ ผ้าฝ้ายรูกติดไฟ
6	3.24	112	-	-	-	เกิดการหลอมหยุด/ ผ้าฝ้ายรูกติดไฟ
7	3.25	103	-	-	-	เกิดการหลอมหยุด/ ผ้าฝ้ายรูกติดไฟ
8	3.25	106	-	-	-	เกิดการหลอมหยุด/ ผ้าฝ้ายรูกติดไฟ
9	3.24	109	-	-	-	เกิดการหลอมหยุด/ ผ้าฝ้ายรูกติดไฟ
10	3.25	111	-	-	-	เกิดการหลอมหยุด/ ผ้าฝ้ายรูกติดไฟ

ตาราง ง-3 ผลการทดสอบการลามไฟตามมาตรฐาน UL-94 ในแนวตั้งของพอลิโพรพิลีนที่เติม  
ลิกนิน 10 %wt

PP + lignin 10 %wt						
ชิ้นงาน ที่	ความหนาเฉลี่ย (มิลลิเมตร)	เวลาในการเผาไหม้ (วินาที)				ลักษณะ การเผาไหม้/ฝ้าฝ้า
		ระยะเวลาในการ เผาไหม้ครั้งที่ 1 กรณีไม่ดับไฟ (วินาที)	$t_1$ (วินาที)	ระยะเวลาใน การเผาไหม้ครั้งที่ 2 กรณีไม่ ดับไฟ (วินาที)	$t_2$ (วินาที)	
1	3.27	115	-	-	-	เกิดการหลอมหยุด/ ฝ้าฝ้าหยุดติดไฟ
2	3.33	107	-	-	-	เกิดการหลอมหยุด/ ฝ้าฝ้าหยุดติดไฟ
3	3.33	103	-	-	-	เกิดการหลอมหยุด/ ฝ้าฝ้าหยุดติดไฟ
4	3.26	118	-	-	-	เกิดการหลอมหยุด/ ฝ้าฝ้าหยุดติดไฟ
5	3.24	113	-	-	-	เกิดการหลอมหยุด/ ฝ้าฝ้าหยุดติดไฟ
6	3.27	115	-	-	-	เกิดการหลอมหยุด/ ฝ้าฝ้าหยุดติดไฟ
7	3.27	119	-	-	-	เกิดการหลอมหยุด/ ฝ้าฝ้าหยุดติดไฟ
8	3.27	113	-	-	-	เกิดการหลอมหยุด/ ฝ้าฝ้าหยุดติดไฟ
9	3.28	108	-	-	-	เกิดการหลอมหยุด/ ฝ้าฝ้าหยุดติดไฟ
10	3.30	111	-	-	-	เกิดการหลอมหยุด/ ฝ้าฝ้าหยุดติดไฟ

ตาราง ง-4 ผลการทดสอบการลามไฟตามมาตรฐาน UL-94 ในแนวตั้งของพอลิโพรพิลีนที่เติม  
ลิกนิน 15 %wt

PP + lignin 15 %wt						
ชิ้นงาน ที่	ความหนาเฉลี่ย (มิลลิเมตร)	เวลาในการเผาไหม้ (วินาที)				ลักษณะ การเผาไหม้/ผ้าฝ้าย
		ระยะเวลาในการ เผาไหม้ครั้งที่ 1 กรณีไม่ดับไฟ (วินาที)	$t_1$ (วินาที)	ระยะเวลาใน การเผาไหม้ครั้งที่ 2 กรณีไม่ ดับไฟ (วินาที)	$t_2$ (วินาที)	
1	3.26	111	-	-	-	เกิดการหลอมหยุด/ ผ้าฝ้ายรูกติตไฟ
2	3.26	114	-	-	-	เกิดการหลอมหยุด/ ผ้าฝ้ายรูกติตไฟ
3	3.27	113	-	-	-	เกิดการหลอมหยุด/ ผ้าฝ้ายรูกติตไฟ
4	3.26	121	-	-	-	เกิดการหลอมหยุด/ ผ้าฝ้ายรูกติตไฟ
5	3.26	131	-	-	-	เกิดการหลอมหยุด/ ผ้าฝ้ายรูกติตไฟ
6	3.25	122	-	-	-	เกิดการหลอมหยุด/ ผ้าฝ้ายรูกติตไฟ
7	3.26	129	-	-	-	เกิดการหลอมหยุด/ ผ้าฝ้ายรูกติตไฟ
8	3.27	124	-	-	-	เกิดการหลอมหยุด/ ผ้าฝ้ายรูกติตไฟ
9	3.26	131	-	-	-	เกิดการหลอมหยุด/ ผ้าฝ้ายรูกติตไฟ
10	3.26	134	-	-	-	เกิดการหลอมหยุด/ ผ้าฝ้ายรูกติตไฟ

ตาราง ง-5 ผลการทดสอบการลามไฟตามมาตรฐาน UL-94 ในแนวตั้งของพอลิโพรพิลีนที่เติม  
ลิกนิน 20 %wt

PP + lignin 20 %wt						
ชิ้นงาน ที่	ความหนาเฉลี่ย (มิลลิเมตร)	เวลาในการเผาไหม้ (วินาที)				ลักษณะ การเผาไหม้/ฝ้าฝ้า
		ระยะเวลาในการ เผาไหม้ครั้งที่ 1 กรณีไม่ดับไฟ (วินาที)	$t_1$ (วินาที)	ระยะเวลาใน การเผาไหม้ครั้งที่ 2 กรณีไม่ ดับไฟ (วินาที)	$t_2$ (วินาที)	
1	3.27	115	-	-	-	เกิดการหลอมหยุด/ ฝ้าฝ้าหยุดติดไฟ
2	3.25	120	-	-	-	เกิดการหลอมหยุด/ ฝ้าฝ้าหยุดติดไฟ
3	3.26	137	-	-	-	เกิดการหลอมหยุด/ ฝ้าฝ้าหยุดติดไฟ
4	3.26	131	-	-	-	เกิดการหลอมหยุด/ ฝ้าฝ้าหยุดติดไฟ
5	3.27	119	-	-	-	เกิดการหลอมหยุด/ ฝ้าฝ้าหยุดติดไฟ
6	3.27	116	-	-	-	เกิดการหลอมหยุด/ ฝ้าฝ้าหยุดติดไฟ
7	3.27	139	-	-	-	เกิดการหลอมหยุด/ ฝ้าฝ้าหยุดติดไฟ
8	3.26	128	-	-	-	เกิดการหลอมหยุด/ ฝ้าฝ้าหยุดติดไฟ
9	3.27	130	-	-	-	เกิดการหลอมหยุด/ ฝ้าฝ้าหยุดติดไฟ
10	3.26	137	-	-	-	เกิดการหลอมหยุด/ ฝ้าฝ้าหยุดติดไฟ

ตาราง ง-6 ผลการทดสอบการลามไฟตามมาตรฐาน UL-94 ในแนวตั้งของพอลิโพรพิลีนที่เติม ไตรฟินิลฟอสเฟต 15 %wt

PP + TPP 15 %wt						
ชิ้นงาน ที่	ความหนาเฉลี่ย (มิลลิเมตร)	เวลาในการเผาไหม้ (วินาที)				ลักษณะ การเผาไหม้/ผ้าฝ้าย
		ระยะเวลาในการ เผาไหม้ครั้งที่ 1 กรณีไม่ดับไฟ (วินาที)	$t_1$ (วินาที)	ระยะเวลาใน การเผาไหม้ครั้งที่ 2 กรณีไม่ ดับไฟ (วินาที)	$t_2$ (วินาที)	
1	3.25	233	-	-	-	เกิดการหลอมหยุด/ ผ้าฝ้ายลุกติดไฟ
2	3.25	194	-	-	-	เกิดการหลอมหยุด/ ผ้าฝ้ายลุกติดไฟ
3	3.24	161	-	-	-	เกิดการหลอมหยุด/ ผ้าฝ้ายลุกติดไฟ
4	3.22	170	-	-	-	เกิดการหลอมหยุด/ ผ้าฝ้ายลุกติดไฟ
5	3.22	200	-	-	-	เกิดการหลอมหยุด/ ผ้าฝ้ายลุกติดไฟ
6	3.23	189	-	-	-	เกิดการหลอมหยุด/ ผ้าฝ้ายลุกติดไฟ
7	3.23	218	-	-	-	เกิดการหลอมหยุด/ ผ้าฝ้ายลุกติดไฟ
8	3.22	-	238	35	-	เกิดการหลอมหยุด/ ผ้าฝ้ายลุกติดไฟ
9	3.22	234	-	-	-	เกิดการหลอมหยุด/ ผ้าฝ้ายลุกติดไฟ
10	3.22	-	200	39	-	เกิดการหลอมหยุด/ ผ้าฝ้ายลุกติดไฟ

ตาราง ง-7 ผลการทดสอบการลามไฟตามมาตรฐาน UL-94 ในแนวตั้งของพอลิโพรพิลีนที่เติม ไตรฟีนิลฟอสเฟต 10 %wt และลิกนิน 5 %wt

PP + TPP 10 %wt + lignin 5 %wt						
ชิ้นงาน ที่	ความหนาเฉลี่ย (มิลลิเมตร)	เวลาในการเผาไหม้ (วินาที)				ลักษณะ การเผาไหม้/ผ้าฝ้าย
		ระยะเวลาในการ เผาไหม้ครั้งที่ 1 กรณีไม่ดับไฟ (วินาที)	$t_1$ (วินาที)	ระยะเวลาใน การเผาไหม้ครั้งที่ 2 กรณีไม่ ดับไฟ (วินาที)	$t_2$ (วินาที)	
1	3.22	-	5	-	21	เกิดการหลอมหยุด/ ผ้าฝ้ายรูกติตไฟ
2	3.25	-	5	-	30	เกิดการหลอมหยุด/ ผ้าฝ้ายรูกติตไฟ
3	3.24	-	4	-	19	เกิดการหลอมหยุด/ ผ้าฝ้ายรูกติตไฟ
4	3.22	-	5	-	15	เกิดการหลอมหยุด/ ผ้าฝ้ายรูกติตไฟ
5	3.22	-	10	-	18	เกิดการหลอมหยุด/ ผ้าฝ้ายรูกติตไฟ
6	3.23	-	7	-	15	เกิดการหลอมหยุด/ ผ้าฝ้ายรูกติตไฟ
7	3.23	-	6	-	30	เกิดการหลอมหยุด/ ผ้าฝ้ายรูกติตไฟ
8	3.22	-	4	-	19	เกิดการหลอมหยุด/ ผ้าฝ้ายรูกติตไฟ
9	3.22	-	9	-	21	เกิดการหลอมหยุด/ ผ้าฝ้ายรูกติตไฟ
10	3.22	-	11	-	28	เกิดการหลอมหยุด/ ผ้าฝ้ายรูกติตไฟ

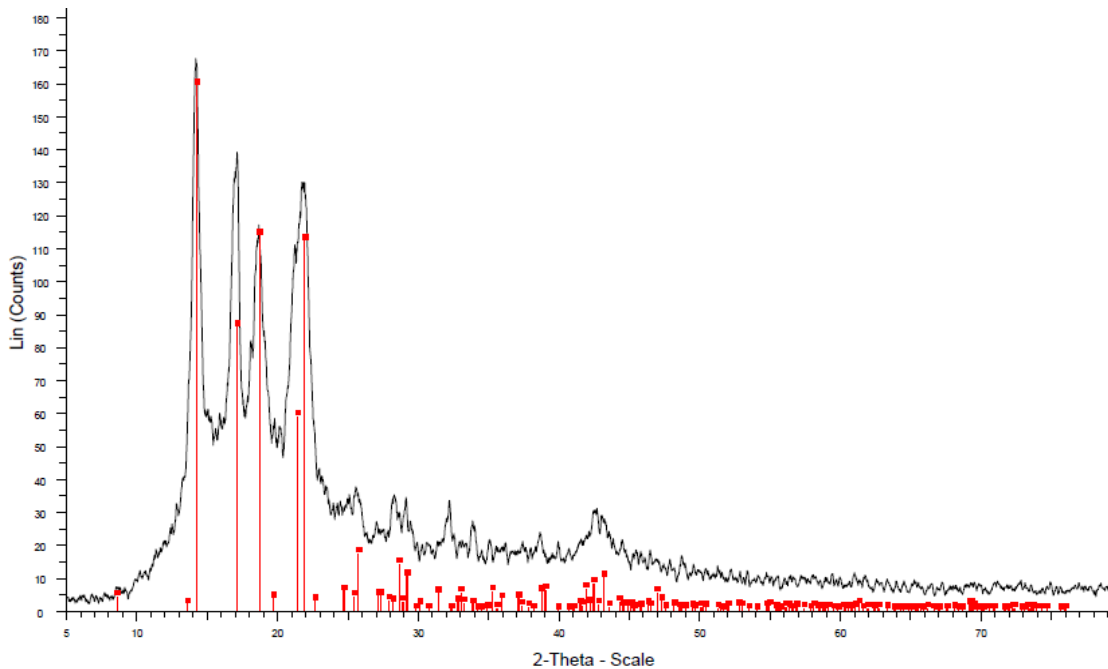
ตาราง ง-8 ผลการทดสอบการลามไฟตามมาตรฐาน UL-94 ในแนวตั้งของพอลิโพรพิลีนที่เติม ไตรฟีนิลฟอสเฟต 5 %wt และลิกนิน 10 %wt

PP + TPP 5 %wt + lignin 10 %wt						
ชิ้นงาน ที่	ความหนาเฉลี่ย (มิลลิเมตร)	เวลาในการเผาไหม้ (วินาที)				ลักษณะ การเผาไหม้/ฝ้าฝ้า
		ระยะเวลาในการ เผาไหม้ครั้งที่ 1 กรณีไม่ดับไฟ (วินาที)	$t_1$ (วินาที)	ระยะเวลาใน การเผาไหม้ครั้งที่ 2 กรณีไม่ ดับไฟ (วินาที)	$t_2$ (วินาที)	
1	3.25	168	-	-	-	เกิดการหลอมหยุด/ ฝ้าฝ้าหยุดติดไฟ
2	3.25	-	144	15	-	เกิดการหลอมหยุด/ ฝ้าฝ้าหยุดติดไฟ
3	3.24	165	-	-	-	เกิดการหลอมหยุด/ ฝ้าฝ้าหยุดติดไฟ
4	3.22	157	-	-	-	เกิดการหลอมหยุด/ ฝ้าฝ้าหยุดติดไฟ
5	3.22	164	-	-	-	เกิดการหลอมหยุด/ ฝ้าฝ้าหยุดติดไฟ
6	3.23	169	-	-	-	เกิดการหลอมหยุด/ ฝ้าฝ้าหยุดติดไฟ
7	3.23	174	-	-	-	เกิดการหลอมหยุด/ ฝ้าฝ้าหยุดติดไฟ
8	3.22	167	-	-	-	เกิดการหลอมหยุด/ ฝ้าฝ้าหยุดติดไฟ
9	3.22	181	-	-	-	เกิดการหลอมหยุด/ ฝ้าฝ้าหยุดติดไฟ
10	3.22	151	-	-	-	เกิดการหลอมหยุด/ ฝ้าฝ้าหยุดติดไฟ

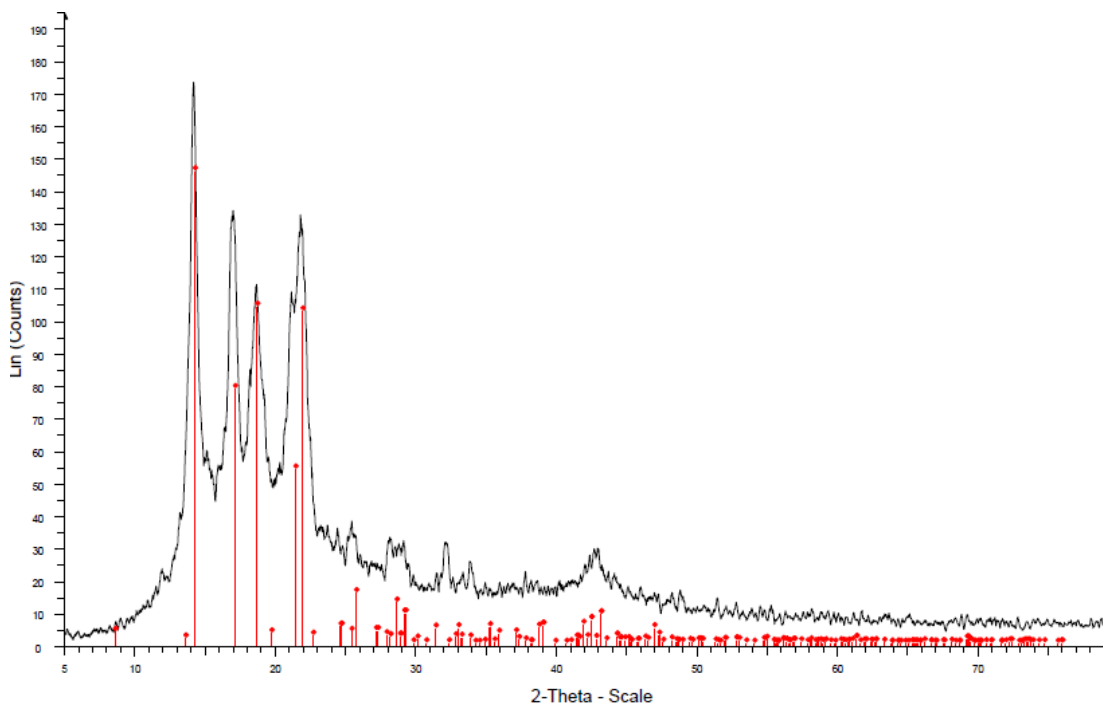
## ภาคผนวก จ

## ผลการทดสอบสมบัติกายภาพ

ตรวจสอบชนิดของผลึกด้วยเครื่อง X-ray diffraction

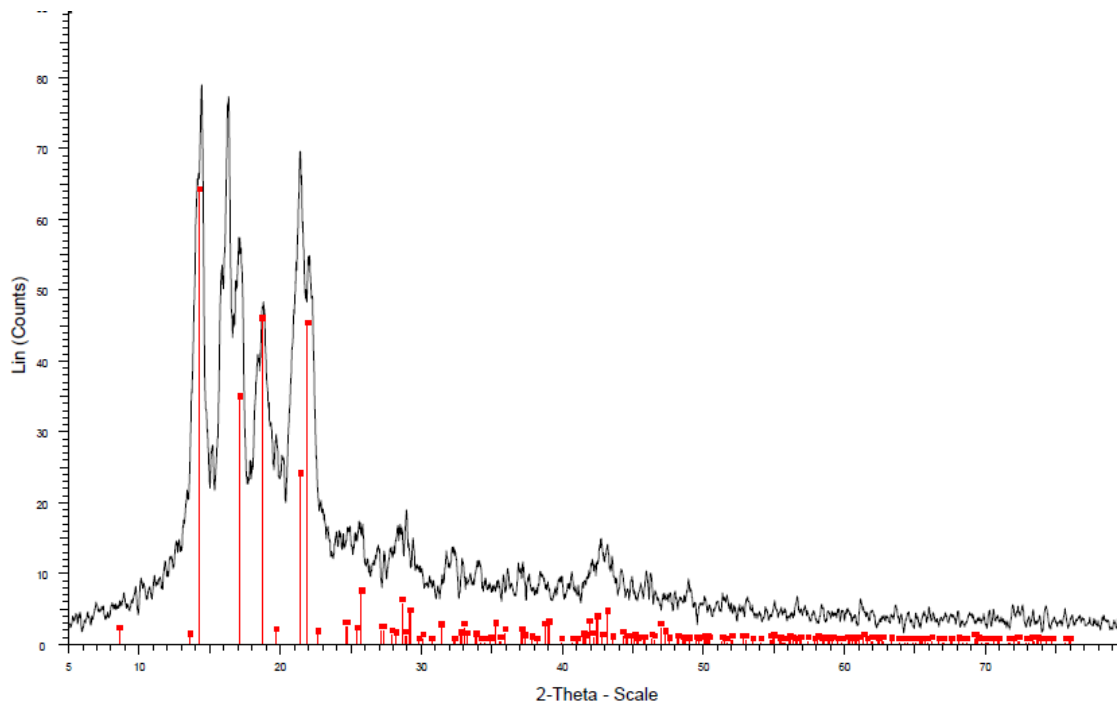


ภาพ จ-1 กราฟ XRD ของพอลิโพรพิลีนที่เติมลิกนินก่อนให้ความร้อนด้วยเครื่อง DSC ครั้งที่ 1

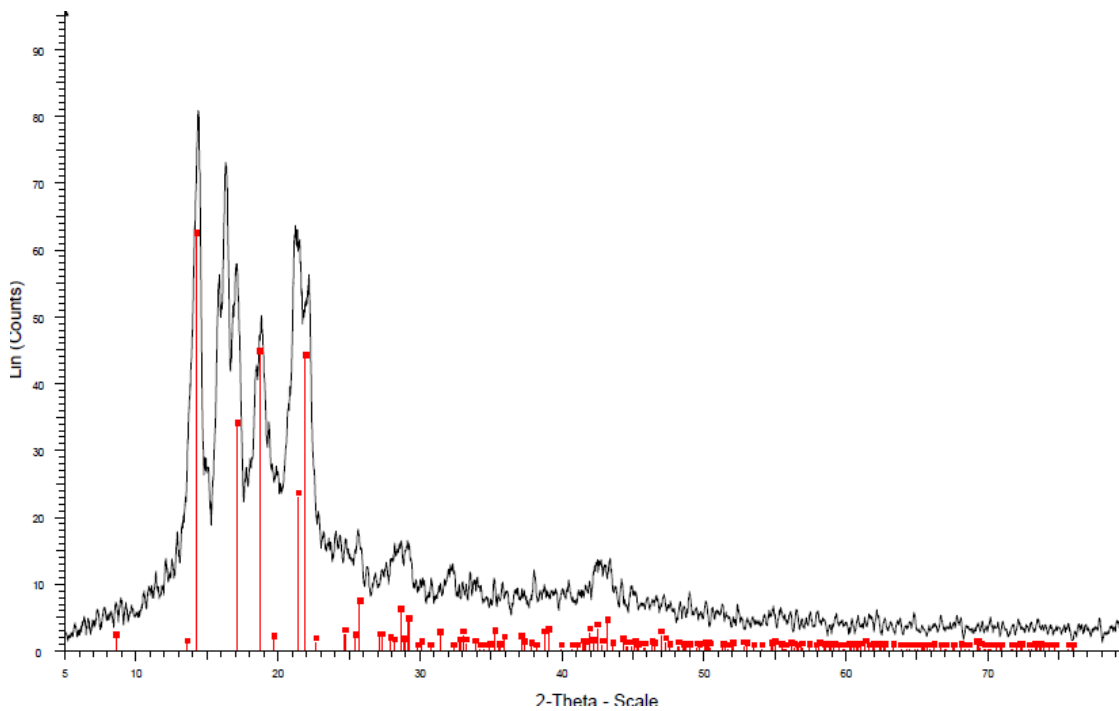


ภาพ จ-2 กราฟ XRD ของพอลิโพรพิลีนที่เติมลิกนินก่อนให้ความร้อนด้วยเครื่อง DSC ครั้งที่ 2

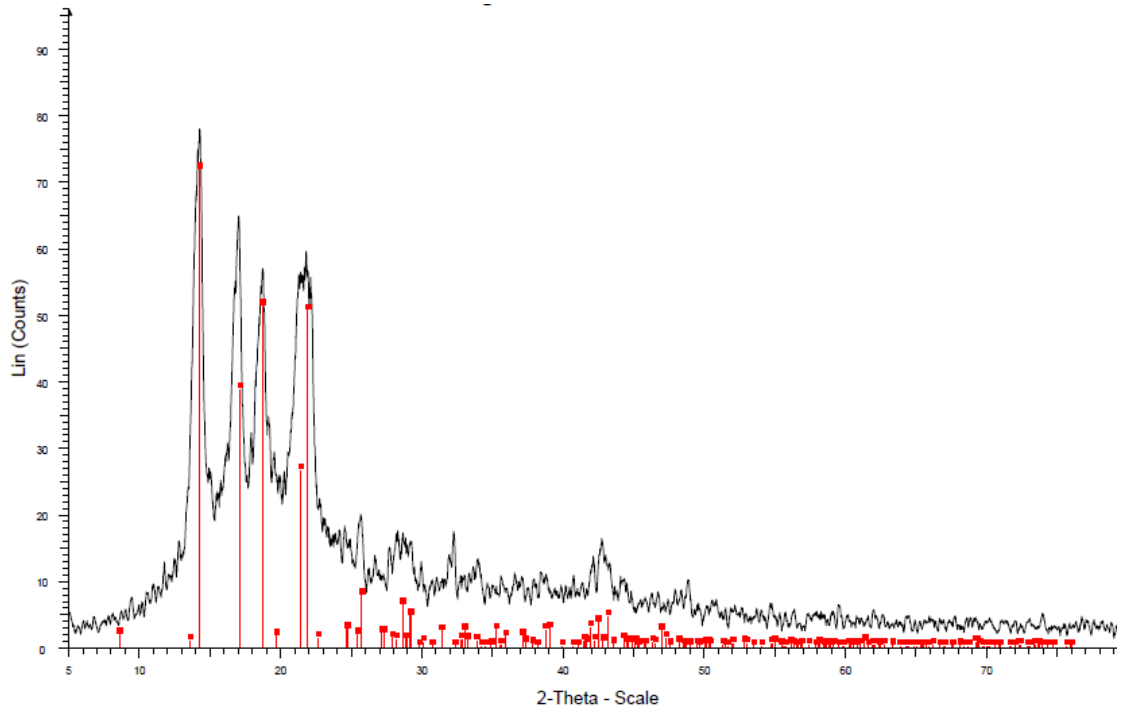




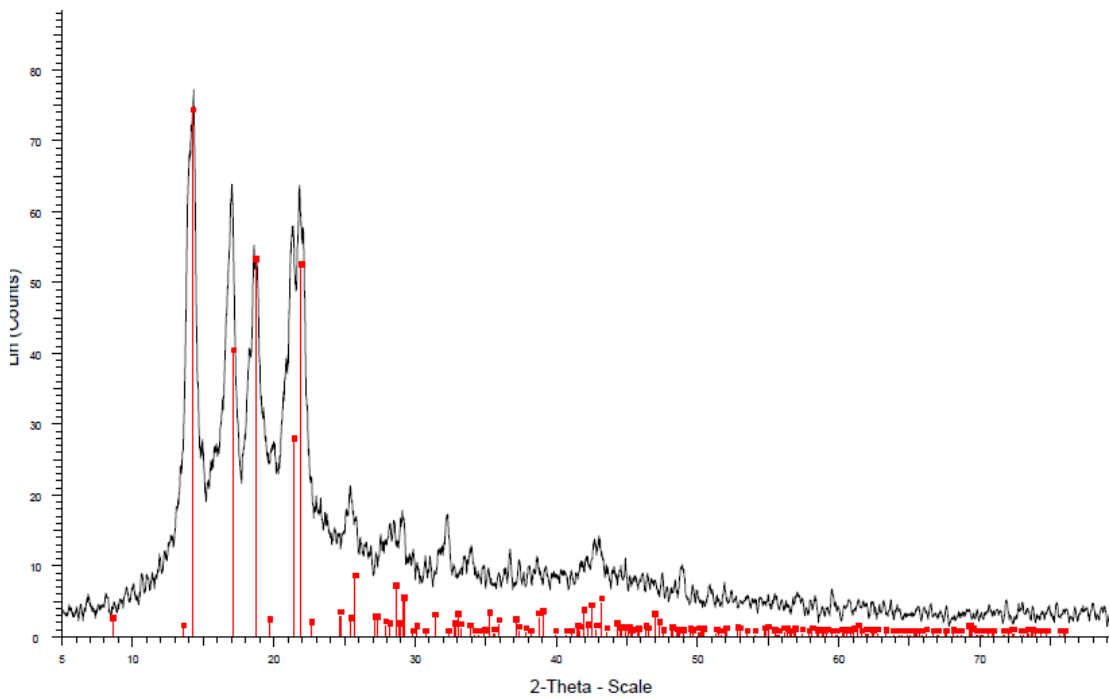
ภาพ จ-3 กราฟ XRD ของพอลิโพรพิลีนที่เติมลิกนินหลังให้ความร้อนหนึ่งครั้ง  
ด้วยเครื่อง DSC ครั้งที่ 1



ภาพ จ-4 กราฟ XRD ของพอลิโพรพิลีนที่เติมลิกนินหลังให้ความร้อนหนึ่งครั้ง  
ด้วยเครื่อง DSC ครั้งที่ 2



ภาพ จ-5 กราฟ XRD ของพอลิโพรพิลีนที่เติมลิกนินหลังให้ความร้อนสองครั้ง  
ด้วยเครื่อง DSC ครั้งที่ 1



ภาพ จ-6 กราฟ XRD ของพอลิโพรพิลีนที่เติมลิกนินหลังให้ความร้อนสองครั้ง  
ด้วยเครื่อง DSC ครั้งที่ 2

## ประวัติผู้เขียนวิทยานิพนธ์

พงศธร จันทร์ผดุงสุข เกิดเมื่อวันที่ 1 ตุลาคม พ.ศ. 2528 สำเร็จการศึกษาระดับปริญญาตรี วิศวกรรมศาสตรบัณฑิต สาขาวิชาปิโตรเคมีและวัสดุพอลิเมอร์ ภาควิชาวิทยาการและวิศวกรรมวัสดุ คณะวิศวกรรมศาสตร์และเทคโนโลยีอุตสาหกรรม มหาวิทยาลัยศิลปากร ในปีการศึกษา 2552 หลังจากนั้นจึงเข้าศึกษาต่อในหลักสูตรวิทยาศาสตรมหาบัณฑิต สาขาวิทยาศาสตร์พอลิเมอร์ประยุกต์และเทคโนโลยีสิ่งทอ ภาควิชาวัสดุศาสตร์ คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย เมื่อภาคต้นของปีการศึกษา 2552 และสำเร็จการศึกษาในภาคปลายปีการศึกษา 2554