

EFFECTS OF RAW MATERIAL COMPOSITIONS AND GRANULATION METHODS ON FIRE
RETARDANCE OF INTUMESCENT PARTICLES

Miss Petcharat Aroonpattanachai

A Thesis Submitted in Partial Fulfillment of the Requirements
for the Degree of Master of Engineering Program in Chemical Engineering

Department of Chemical Engineering

Faculty of Engineering

Chulalongkorn University

Academic Year 2008

Copyright of Chulalongkorn University

ผลของอัตราส่วนของสารตั้งต้นและวิธีการทำเมล็ดต่อสมบัติการทนไฟของอนุภาคอินทุมเมสเซนต์

นางสาวเพชรรัตน์ อรุณพัฒนชัย

วิทยานิพนธ์นี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรปริญญาวิศวกรรมศาสตรมหาบัณฑิต

สาขาวิชาวิศวกรรมเคมี ภาควิชาวิศวกรรมเคมี

คณะวิศวกรรมศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

ปีการศึกษา 2551

ลิขสิทธิ์ของจุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

หัวข้อวิทยานิพนธ์ ผลของอัตราส่วนของสารตั้งต้นและวิธีการทำเมล็ดต่อสมบัติการ
ทนไฟของอนุภาคอินทูเมสเซนส์
โดย นางสาวเพชรรัตน์ อรุณพัฒน์ชัย
สาขาวิชา วิศวกรรมเคมี
อาจารย์ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์หลัก ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร. ณ์รัฐพร โทณานนท์
อาจารย์ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์ร่วม รองศาสตราจารย์ ดร. ธวัชชัย ชรินพาณิชกุล

คณะวิศวกรรมศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย อนุมัติให้หัวข้อวิทยานิพนธ์ฉบับนี้
เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรปริญญาวิทยาศาสตรบัณฑิต
.....คณบดีคณะวิศวกรรมศาสตร์
(รองศาสตราจารย์ ดร. บุญสม เลิศหิรัญวงศ์)

คณะกรรมการสอบวิทยานิพนธ์
.....ประธานกรรมการ
(รองศาสตราจารย์ ดร. สิริรุ่ง ปรีชานนท์)
.....อาจารย์ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์หลัก
(ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร. ณ์รัฐพร โทณานนท์)
.....อาจารย์ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์ร่วม
(รองศาสตราจารย์ ดร. ธวัชชัย ชรินพาณิชกุล)
.....กรรมการ
(รองศาสตราจารย์ ดร. ธิญวัฒน์ โพธิศิริ)
.....กรรมการภายนอกมหาวิทยาลัย
(ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร. แคทลียา บัณฑพพรหม)

เพชรรัตน์ อรุณพัฒน์ชัย: ผลของอัตราส่วนของสารตั้งต้นและวิธีการทำเม็ดต่อสมบัติการทนไฟของอนุภาคอินทุมเมสเซนต์ (EFFECTS OF RAW MATERIAL COMPOSITIONS AND GRANULATION METHODS ON FIRE RETARDANCE OF INTUMESCENT PARTICLES) อ.ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์หลัก: ผศ.ดร.ณัฐพร โทณานนท์ อ.ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์ร่วม: รศ. ดร.ธวัชชัย ชรินพนนิชกุล, 57 หน้า

วัสดุทนไฟเป็นวัสดุที่ได้รับความนิยมอย่างมากในปัจจุบัน เนื่องจากสามารถป้องกันการเสียหายของทรัพย์สินและอาคารก่อนที่จะช่วยชีวิตผู้ประสบภัยจากอัคคีภัยได้ มีการนำมาประยุกต์เป็นสารเคลือบผิวที่ใช้ในการปกป้องผิวเหล็กที่เป็นโครงสร้างของอาคารเพื่อลดหรือชะลอการเสื่อมของเหล็กเมื่อได้รับความร้อน งานวิจัยนี้เสนอการสร้างอนุภาคทนไฟแบบอินทุมเมสเซนต์จาก แหล่งของคาร์บอน 2 ชนิดคือเซลลูโลส และ ไคเพนตะอิริทอล โดยใช้ แอมโมเนียม โพลีฟอสเฟต เป็นแหล่งของกรด และ เมลามีนช่วยในการขยายตัว ด้วยวิธีการทำเม็ด โดยใช้เครื่อง pan coating และ เครื่อง extrusion-spheronization และเตรียมสารเคลือบผิวอินทุมเมสเซนต์โดยนำอนุภาคที่เตรียมได้มาผสมกับสารยึดติด โดยงานวิจัยนี้ทำศึกษาอัตราส่วนระหว่างสารตั้งต้น, ศึกษาผลของชนิดของสารยึดติด (binder) และ วิธีการทำเม็ดที่มีต่อสมบัติการทนไฟของอนุภาคอินทุมเมสเซนต์ โดยทำการทดสอบคุณสมบัติการทนไฟของสารเคลือบผิวชนิดอินทุมเมสเซนต์ด้วยเตาเผามาตรฐานที่ควบคุมอุณหภูมิตามมาตรฐาน ASTM E119 โดยผลการทดสอบพบว่าที่ความหนา 3000 ไมครอน อัตราส่วนอัตราส่วนที่เหมาะสมอนุภาคที่เตรียมได้จากเครื่อง Pan coating มีอัตราส่วนที่เหมาะสมคือ 1:9:1 มีค่าเวลาเฉลี่ยของการทนไฟเป็น 29.45 นาที ส่วนอนุภาคที่เตรียมด้วยเครื่อง Extrusion-Spheroization มีอัตราส่วนที่เหมาะสมคือ 1:6:1 มีค่าเวลาเฉลี่ยของการทนไฟเป็น 30.12 นาที โดยทั้ง 2 วิธี ใช้สารยึดติดชนิดสไตรีน อะคริลิก (core shell) ซึ่งเป็นสารยึดติดที่ให้ผลในการทนไฟที่ดีที่สุด และเมื่อทำการทดลองเปลี่ยน แหล่งของคาร์บอน จาก เซลลูโลส เป็น ไคเพนตะอิริทอล พบว่าอนุภาคที่เตรียมได้จากเครื่อง Pan coating 1:9:1 มีค่าการทนไฟเพิ่มขึ้นเป็น 31.57 นาที ส่วนอนุภาคที่เตรียมด้วยเครื่อง Extrusion-Spheroization 1:6:1 มีค่าการทนไฟเพิ่มขึ้นเป็น 36.24 นาที

ภาควิชา..... วิศวกรรมเคมี ลายมือชื่อนิสิต.....
 สาขาวิชา..... วิศวกรรมเคมี ลายมือชื่อ อ.ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์หลัก.....
 ปีการศึกษา 2551 ลายมือชื่อ อ.ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์ร่วม.....

##4970489721 MAJOR ENGINEERING

KEY WORD: FIRE RETARDANT/INTUMESCENT COATING /PAN COATING
/EXTRUSION-SPHERONIZATION

PETCHARAT AROONPATTANACHAI: EFFECT OF RAW MATERIAL COMPOSITIONS AND GRANULATION METHODS ON FIRE RETARDANCE OF INTUMESCENT PARTICLES. THESIS PRINCIPAL ADVISOR: ASST. PROF.NATTAPORN TONANON, D.Eng., THESIS CO-ADVISOR: ASSOC. PROF. TAWATCHAI CHARINPANITKUL, D.Eng., pp.57

Fire-retardant materials have many applications in the civil works, especially for the building of the structure which mainly consisted of metal. In practical, the fire-retardant particles and the binder could be applied on steel surface in order to cover building structure from fire. This research focuses on the preparation of fire-retardant particles from two acid source (cellulose and dipentaerythritol), carbon source (ammonium polyphosphate), blowing agent (melamine), and binder with the granulate process by using pan coating and extrusion-spheronization. Intumescent coating was prepared by mixing particles and binder. Also we will study the effect of raw material composition, effects of binder, and granulation methods in the preparation of fire-retardant particles. Fire-retardant testing of intumescent coating was conducted base on the standard ASTM E119 which thickness of intumescent coating is 3.0 mm. The suitable raw material ratio of pan coating method is 1:9:1 which result in 29.45 min fire-retardant while extrusion-spheroization method is 1:6:1 which result in 30.12 min fire-retardant. Styrene acrylic (core shell) was used as binder in both methods. Anyway, it was experimentally found that use of dipentaerythritol is carbon source resulted in 31.57 min fire-retardant by using pan coating method and 36.24 min fire-retardant by using extrusion-spheronization method.

Department: ... Chemical EngineeringStudent's signature:
Field of study: .Chemical EngineeringPrincipal Advisor's signature:
Academic year:2008Co-advisor's signature:

กิตติกรรมประกาศ

วิทยานิพนธ์นี้สำเร็จลุล่วงได้ด้วยความช่วยเหลือจากหลายๆท่าน ผู้ทำวิจัยขอกราบ
 ขอบพระคุณ ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร. ณัฐพร โทณานนท์ อาจารย์ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์ รอง
 ศาสตราจารย์ ดร.ธวัชชัย ชรินพานิชกุล อาจารย์ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์ร่วม และ อาจารย์ปรีชา แสงธี
 ระปิติกุล ที่ได้กรุณาให้ความช่วยเหลือ ให้คำปรึกษาแนะนำและชี้แนะความรู้ความเข้าใจต่างๆ
 ตลอดระยะเวลาที่ทำการศึกษาวิจัย ตลอดจนตรวจทานแก้ไขวิทยานิพนธ์จนเสร็จสมบูรณ์ ขอกราบ
 ขอบพระคุณ รศ.ดร.สิริรุ่ง ประธานนท์ ประธานกรรมการ ผศ.ดร.ธัญวัฒน์ โพธิศิริ และ ผศ.ดร.แคลที
 ยา ปัทมพรหม กรรมการสอบวิทยานิพนธ์ สำหรับความช่วยเหลือตั้งแต่การตรวจสอบโครงร่าง
 วิทยานิพนธ์ ให้คำปรึกษาแนะนำ ตลอดจนแก้ไขเพิ่มเติมส่วนที่บกพร่องของงานวิจัยนี้ ขอกราบ
 ขอบพระคุณ ทิมกณอาจารย์ นักวิจัย ของศูนย์เชี่ยวชาญเฉพาะทางด้านเทคโนโลยีอนุภาคที่ได้ให้
 โอกาสได้ทำงานวิจัย รวมทั้งช่วยเหลือจัดหาอุปกรณ์ พื้นที่ และเงินทุนสำหรับการทำวิจัย ตลอดจน
 ให้คำแนะนำในการทำงาน รวมทั้งคำแนะนำต่างๆซึ่งจะเป็นประโยชน์แก่ข้าพเจ้าต่อไปในอนาคต
 และ ขอขอบคุณ คุณวรรณคารา อินทรปัญญาที่ได้ให้ช่วยเหลือในการทำงานวิจัยให้ลุล่วงและ
 อนุเคราะห์เครื่องมือต่างๆสำหรับใช้ในการวิจัย

งานวิจัยนี้ได้รับการสนับสนุนจากบริษัท Mine Tech จำกัด(ประเทศไทย) ขอขอบคุณบริษัท
 Clariant Chemicals (Thailand) จำกัดสำหรับ Ammonium phosphate และ Binder ขอขอบคุณบริษัท
 Thai KK Industry จำกัด ที่ได้ให้ความอนุเคราะห์เมลามีน ขอขอบคุณบริษัท Permpoon Pattana
 Industry จำกัด และบริษัท Allied products(Thailand)จำกัดที่ได้ให้ความอนุเคราะห์ สารเคมี
 ขอขอบคุณศูนย์วิจัยเพื่อความปลอดภัยจากอวกาศ ภาควิชาวิศวกรรมโยธา คณะวิศวกรรมศาสตร์
 จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย และขอขอบคุณศูนย์เชี่ยวชาญเฉพาะทางด้านเทคโนโลยีอนุภาค ภาควิชา
 วิศวกรรมเคมี คณะวิศวกรรมศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย ที่ได้ให้ความอนุเคราะห์เครื่องมือ
 ต่างๆสำหรับใช้ในการวิจัย

ขอขอบคุณพี่ๆ เพื่อนๆ และน้องๆ ในศูนย์เชี่ยวชาญเฉพาะทางด้านเทคโนโลยีอนุภาค ที่ได้
 คอยให้กำลังใจ ให้ความช่วยเหลือและคำแนะนำต่างๆ ตลอดเวลาที่ทำงานวิจัย ท้ายที่สุดนี้ข้าพเจ้า
 ขอขอบพระคุณ คุณพ่อ คุณแม่ และบุคคลในครอบครัว ให้ความสนับสนุน และช่วยเหลือต่างๆ ที่มี
 ความเข้าใจให้กำลังใจ จนทำให้ผู้วิจัยทำงานวิจัยสำเร็จลุล่วงไปด้วยดี

สารบัญ

	หน้า
บทคัดย่อภาษาไทย	ง
บทคัดย่อภาษาอังกฤษ.....	จ
กิตติกรรมประกาศ.....	ฉ
สารบัญ	ช
สารบัญตาราง.....	ญ
สารบัญภาพ.....	ฎ

บทที่

1. บทนำ.....	1
1.1 ความสำคัญและที่มาของงานวิจัย	1
1.2 วัตถุประสงค์โครงการวิจัย	3
1.3 ขอบเขตงานวิจัย.....	3
2. ทฤษฎีและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง.....	4
2.1 ระบบอินทูเมสเซนส์.....	4
2.1.1 แอมโมเนียมโพลีฟอสเฟต (เอพีพี)	4
2.1.2 เซลลูโลส	5
2.1.3 ไดเพนตะอิริคอลล	6
2.1.4 เมลามีน.....	7
2.2 กลไกการทำงานของอินทูเมสเซนส์.....	8
2.3 การเรียงตัวของอนุภาค	10
2.4 กระบวนการเตรียมอนุภาค	12
2.4.1 Extrusion/Spheronization	12
2.4.2 Pan Coating.....	13
2.4.3 Spray Drying.....	13
2.4.4 Freeze Granulation	14
2.4.5 Atomization.....	14

บทที่	หน้า
2.5 ชนิดของสารยึดติด	15
2.5.1 สารยึดติดสูตรน้ำหรือประเภทละลายน้ำได้	15
2.5.2 สารยึดติดสูตรน้ำมันประเภทละลายได้ในน้ำมัน	15
2.6 องค์ประกอบของการเกิดไฟ.....	18
2.7 มาตรฐาน ASTM E119.....	19
2.8 บทความวิจัยอื่นๆที่เกี่ยวข้อง	20
3. เคมีภัณฑ์ อุปกรณ์ และวิธีดำเนินการทดลอง.....	22
3.1 เคมีภัณฑ์และอุปกรณ์.....	22
3.1.1 วัสดุดิบและสารเคมี.....	22
3.1.2 อุปกรณ์ที่ใช้ในการทดลอง.....	22
3.2 วิธีการทดลอง	23
3.2.1 เตรียมอนุภาคอินทุมเนสเซนต์	23
3.2.2 เตรียมสารเคลือบผิวชนิดอินทุมเนสเซนต์	24
3.2.3 ทดสอบการทนไฟของสารเคลือบผิวชนิดอินทุมเนสเซนต์	25
4. ผลเวลาในการทดสอบการทนไฟของ Intumescent coating	
4.1 ผลของอัตราส่วนที่มีต่อคุณสมบัติการทนไฟ.....	26
4.2 ผลของชนิดสารยึดติดที่มีต่อคุณสมบัติการทนไฟ.....	28
4.3 ผลของขนาดอนุภาคอินทุมเนสเซนต์ที่มีต่อคุณสมบัติการทนไฟ	20
4.4 ผลการเติมสารเติมแต่งที่มีผลต่อคุณสมบัติการทนไฟ.....	32
4.5 ผลการเพิ่มปริมาณเมลามีนที่มีต่อคุณสมบัติการทนไฟ	35
4.6 ผลของชนิดคาร์บอนและอัตราส่วนของสารตั้งต้นโดยไม่มีคาร์บอน(ผง)ที่มีต่อ คุณสมบัติการทนไฟ	37
4.7 ผลอัตราส่วนของสารตั้งต้นโดยใช้ไดเพนตะอิริทริคอล เป็นแหล่งของคาร์บอน	39
4.8 ผลการเปรียบเทียบการเติมซิลิโคนออกไซด์ของอัตราส่วนต่างๆในลักษณะที่ไม่มีคาร์บอน (ผง) ที่มีต่อการทนไฟของอินทุมเนสเซนต์	40
4.9 ผลการเปรียบเทียบการเพิ่มความหนาที่มีต่อคุณสมบัติการทนไฟ.....	41
4.10 ผลการเปรียบเทียบอัตราส่วนที่สามารถทนไฟได้มากที่สุดของแต่ละวิธีในการสร้าง อนุภาค	43
5. สรุปผลการทดลอง.....	44

บทที่	หน้า
รายงานอ้างอิง.....	45
ภาคผนวก.....	47
ประวัติผู้เขียนวิทยานิพนธ์	57

สารบัญตาราง

ตารางที่	หน้า
4.1	แสดงผลอัตราส่วนของสารตั้งต้นที่มีต่อคุณสมบัติการทนไฟ..... 26
4.2	แสดงผลชนิดของสารยึดติดที่มีต่อคุณสมบัติการทนไฟ 28
4.3	แสดงผลการเปรียบเทียบขนาดอนุภาคอินทนูเมสเซนต์ที่มีต่อคุณสมบัติการทนไฟ 30
4.4	แสดงผลการเติมสารเติมแต่งที่มีต่อคุณสมบัติการทนไฟ..... 32
4.5	แสดงผลการเพิ่มเมลามีนที่มีต่อคุณสมบัติการทนไฟ..... 35
4.6	แสดงผลเวลาของคาร์บอนที่เป็นเซลลูโลสที่อัตราส่วนต่างๆของสารตั้งต้นโดยไม่มีกำปั้น เม็ด (ผง) 37
4.7	แสดงผลเวลาของคาร์บอนที่เป็นไดเพนตะอิริคคอลลที่อัตราส่วนต่างๆของสารตั้งต้นโดย ไม่มีกำปั้นเม็ด (ผง)..... 38
4.8	แสดงผลเวลาของอัตราส่วนของสารตั้งต้นโดยใช้ไดเพนตะอิริคคอลล เป็นแหล่งของ คาร์บอนเปรียบเทียบกับเซลลูโลส..... 39
4.9	แสดงผลการเปรียบเทียบความหนาของสารเคลือบผิวชนิดอินทนูเมสเซนต์..... 41
4.10	แสดงผลการเปรียบเทียบอัตราส่วนที่สามารถทนไฟได้มากที่สุดของแต่ละวิธีในการสร้าง อนุภาค 43

สารบัญภาพ

รูปที่	หน้า
2.1 โครงสร้างโมเลกุลของแอมโมเนียมโพลีฟอสเฟต (เอพีพี).....	4
2.2 โครงสร้างของเซลลูโลส	5
2.3 แสดงกลไกในการเกิดขึ้นคาร์บอนของเซลลูโลส	6
2.4 โครงสร้างของไดเพนตะอิริคอดอล	6
2.5 โครงสร้างโมเลกุลของเมลามีน	7
2.6 กลไกของปฏิกิริยา	8
2.7 แสดงการจัดเรียงตัวของอนุภาคทรงกลม.....	10
2.8 รูปแสดงการขยายตัวของอินทูเมสเซนส์ในกรณีที่ทำกรผสมสารตั้งต้นแบบผง	11
2.9 รูปแสดงการขยายตัวของอินทูเมสเซนส์โดยเสนอการเตรียมสารตั้งต้นด้วยการสร้างเป็นอนุภาคทรงกลม	11
2.10 เครื่อง Extrusion-spheronizer	12
2.11 เครื่อง Pan Coating.....	13
2.12 รูปโครงสร้างของสารยึดติดชนิด Styrene acrylic (core shell).....	17
2.13 สามเหลี่ยมการเกิดไฟ	18
2.14 กราฟมาตรฐานระหว่างเวลาและอุณหภูมิ ของการทดสอบการทนไฟ ตามมาตรฐาน ASTM E119	19
3.1 เครื่อง Pan coating	23
3.2 เครื่อง Extrusion-spheronizer	24
3.3 รูปการเตรียมแผ่นเหล็กโดยการขัดและทาสีรองพื้น.....	25
3.4 ตำแหน่งการติดติดสายวัดอุณหภูมิ.....	25
4.1 กราฟแสดงผลเวลาในการทดสอบการทนไฟที่อัตราส่วนต่างๆ	27
4.2 กราฟแสดงผลเวลาในการทดสอบการทนไฟโดยเปรียบเทียบชนิดของสารยึดติด	29
4.3 กราฟแสดงผลการทดสอบการทนไฟของสารเคลือบผิวเปรียบเทียบขนาดอนุภาค.....	31
4.4 กราฟแสดงผลเวลาในการทดสอบการทนไฟของการเติมสารเติมแต่งของสารเคลือบผิวชนิดอินทูเมสเซนส์ ที่สร้างโดยเครื่อง Extrusion-Spheroization ที่อัตราส่วน 1:6:1	33
4.5 กราฟแสดงผลเวลาในการทดสอบการทนไฟของการเติมสารเติมแต่งของ สารเคลือบผิวชนิดอินทูเมสเซนส์ ที่สร้างโดยเครื่อง Pan coating ที่อัตราส่วน 1:9:1.....	34
4.6 กราฟแสดงผลการเพิ่มปริมาณเมลามีนที่มีผลต่อคุณสมบัติการทนไฟ	36

รูปที่	หน้า
4.7 แสดงชั้นคาร์บอนของอัตราส่วนในกรณีที่เป็นผงที่มีการเติมซิลิโคนออกไซด์	40
4.8 แสดงชั้นคาร์บอนของอัตราส่วนในกรณีที่เป็นผงที่ไม่มีการเติมซิลิโคนออกไซด์.....	40
4.9 กราฟแสดงผลการเพิ่มความหนาที่มีผลต่อคุณสมบัติการทนไฟ.....	42

บทที่ 1

บทนำ

1.1 ความสำคัญและที่มาของงานวิจัย

ปัจจุบันวัสดุทนไฟเป็นที่ได้รับความสนใจเป็นอย่างมาก และได้ถูกนำมาใช้ประโยชน์ในด้านการโยธากันอย่างแพร่หลาย เนื่องจากสามารถป้องกันการเสียหายของทรัพย์สินและอาคารก่อนที่จะช่วยชีวิตผู้ประสบภัยจากเหตุเพลิงไหม้ได้ แต่วัสดุทนไฟเหล่านี้ยังมีราคาค่อนข้างสูง จากการศึกษาพบว่ามีการผลิตสารที่ใช้ในการป้องกันโครงสร้างอาคารจากไฟไหม้ในลักษณะที่เป็นสารเคลือบผิวที่ขยายตัวได้หรืออินทนูเมสเซนต์ โดยเฉพาะอย่างยิ่งได้มีการนำมาประยุกต์ใช้ในการป้องกันโครงสร้างเหล็กของอาคาร ซึ่งวัสดุทนไฟชนิดอินทนูเมสเซนต์เมื่อได้รับความร้อนจะมีการขยายตัวขึ้นเป็นชั้นของคาร์บอนที่มีสมบัติความเป็นฉนวน ช่วยในการป้องกันความร้อนและเพลิงไหม้ โดยทั่วไป ระบบอินทนูเมสเซนต์ ประกอบด้วย แหล่งของคาร์บอน(นิยมใช้ไดเพนตะอิริคิคอล), แหล่งของกรด(นิยมใช้แอมโมเนียมโพลีฟอสเฟต) และ สารที่ช่วยในการขยายตัว(เช่น เมลามีน) เมื่อสารอินทนูเมสเซนต์ได้รับความร้อน แหล่งของคาร์บอนจะทำปฏิกิริยากับ กรดฟอสฟอริก ที่สลายตัวมาจาก แอมโมเนียมโพลีฟอสเฟต(แหล่งของกรด) และจะเกิดเป็นชั้นคาร์บอนป้องกันผิววัสดุจากความร้อนและเพลิงไหม้ นอกจากนี้ แอมโมเนียมโพลีฟอสเฟต ยังสลายตัวให้ก๊าซแอมโมเนียซึ่งเมื่อทำปฏิกิริยากับออกซิเจนในอากาศจะได้ก๊าซไนโตรเจนและน้ำ โดยก๊าซไนโตรเจนจะช่วยเจือจางออกซิเจนในอากาศซึ่งเป็นองค์ประกอบในการเกิดไฟอีกด้วย [1] ซึ่งงานวิจัยนี้ได้นำวัตถุดิบที่เหลือใช้(เซลลูโลส)และเทคโนโลยีที่มีอยู่ภายในประเทศมาใช้เพื่อเป็นการลดต้นทุนในการผลิตอีกด้วย

โดยทั่วไปสารเคลือบผิวชนิดอินทนูเมสเซนต์จะเป็นการนำสารตั้งต้นในลักษณะที่เป็นผงผสมลงในสารยึดติด เช่นเดียวกับกับเทคโนโลยีการผลิตสีตามท้องตลาด แต่ในงานวิจัยนี้สนใจที่จะนำสารตั้งต้นมารวมกันและสร้างเป็นอนุภาคทรงกลมก่อนที่จะผสมลงในสารยึดติดเนื่องจากเป็นที่ทราบกันดีว่าอนุภาคทรงกลมเป็นอนุภาคที่มีพื้นที่ผิวมาก ซึ่งวิธีการสร้างอนุภาคมีหลายวิธี เช่น, Spray drying, Emulsion, Extrusion-Spheronization และ Pan-Coating ซึ่งวิธี spray drying เป็นวิธีหนึ่งสำหรับการสร้างอนุภาคที่มีใช้กันอย่างแพร่หลายโดยมีการนำมาประยุกต์ใช้ในอุตสาหกรรมอาหาร ยา และอุตสาหกรรมเคมีเป็นต้นวิธี spray drying นี้สามารถสร้างอนุภาคขนาดเล็กด้วยการปรับหัวฉีดซึ่งจำเป็นต้องใช้สารเคมีที่สามารถละลายเข้าด้วยกันได้[2,3] ส่วนอนุภาคขนาดเล็กๆนั้นสามารถสร้างได้โดยวิธี Emulsion โดยวิธีนี้บางครั้งจำเป็นต้องใช้ตัวทำละลายในการช่วยแยกอนุภาคด้วย สำหรับการสร้างอนุภาคด้วย Extrusion-Spheronization นั้นแบ่งเป็น 2 ส่วนหลักๆคือกระบวนการ Extrusion และกระบวนการ Spheronization ซึ่งวิธีนี้จะ

ทำโดยการนำสารมาผสมให้เข้ากันและใช้หลักการเหวี่ยงหนีศูนย์กลางจึงทำให้ได้อนุภาคทรงกลมที่ขนาดใกล้เคียงกัน[2,4] ส่วนเครื่อง Pan-Coating ได้มีการใช้มาเป็นเวลานานแล้วแต่มักใช้ในอุตสาหกรรมเคลือบ[5] ซึ่งหลักการของเครื่อง Pan-Coating นี้ใช้หลักการเหวี่ยงเช่นเดียวกับ Extrusion-Spheronization จึงเป็นอีกวิธีที่น่าสนใจที่จะนำมาสร้างอนุภาคขนาดเล็กได้โดยไม่ต้องใช้ตัวทำละลายที่เป็นพิษ

ดังนั้นงานวิจัยนี้จึงนำเสนอการเตรียมสารเคลือบผิวที่ขยายตัวได้จากอนุภาคทนไฟชนิดอินทนูเมสเซนต์ ที่เตรียมจาก แหล่งของคาร์บอน 2 ชนิดคือเซลลูโลส และ ไดเพนตะอิริธรีออล โดยใช้แอมโมเนียม โพลีฟอสเฟต เป็นแหล่งของกรด และ เมลามีนช่วยในการขยายตัว ด้วยวิธีการทำเม็ดโดยใช้เครื่อง Pan-Coating และ เครื่อง Extrusion-Spheronization ซึ่งในงานวิจัยนี้สนใจที่จะศึกษาอัตราส่วนระหว่างสารตั้งต้น ศึกษาผลของชนิดของสารยึดติด (binder) และ วิธีการทำเม็ดที่มีต่อสมบัติการทนไฟของอนุภาคอินทนูเมสเซนต์

1.2. วัตถุประสงค์โครงการวิจัย

เพื่อสร้างอนุภาคอินทูลเมสเซนส์สำหรับการเคลือบผิวที่ขยายตัวได้โดยเปรียบเทียบกับสีที่มีขายตามท้องตลาด และศึกษาอิทธิพลของอัตราส่วนของสารตั้งต้นและวิธีการบ่มเม็ดที่มีต่อการทนไฟของอนุภาคอินทูลเมสเซนส์

1.3 ขอบเขตงานวิจัย

1.3.1 การผลิตอนุภาคทนไฟ (อินทูลเมสเซนส์)

1.3.1.1 ศึกษาผลที่มีต่อวิธีการทำเม็ดโดยใช้เครื่อง Extrusion Spheronization และเครื่อง Pan Coating

1.3.1.2 ศึกษาผลของอัตราส่วนของสารตั้งต้น

1.3.1.3 ศึกษาผลที่มีต่อการเติมสารเติมแต่ง

1.3.2 การพัฒนาเพื่อการสร้างสารเคลือบผิวชนิดอินทูลเมสเซนส์

1.3.2.1 ศึกษาผลขนาดอนุภาคที่มีต่อคุณสมบัติการทนไฟ

1.3.2.2 ศึกษาผลของชนิดของสารยึดติดที่มีต่อคุณสมบัติการทนไฟ

1.3.2.3 ศึกษาผลของความหนาในการเคลือบผิวที่มีต่อคุณสมบัติการทนไฟ

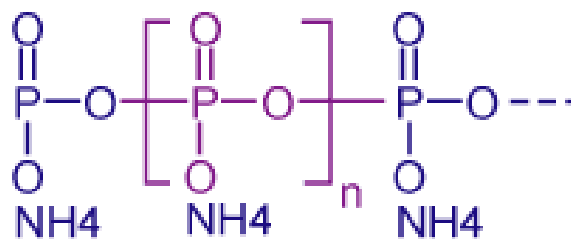
บทที่ 2 ทฤษฎีและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

2.1 ระบบอินทนูเมสเซนส์

ระบบทไฟแบบอินทนูเมสเซนส์จะเกิดขึ้นได้จำเป็นต้องประกอบด้วยองค์ประกอบหลัก 3 องค์ประกอบคือ 1. แหล่งของคาร์บอน(โดยทั่วไปนิยมใช้ไคเพนตะอิริคคอลล)ซึ่งเป็นตัวที่ทำให้เกิดชั้นของคาร์บอนเพื่อเป็นฉนวนในการกันความร้อน 2. แหล่งของกรด (โดยทั่วไปนิยมใช้แอมโมเนียม โพลีฟอสเฟต) และ 3. สารที่ช่วยในการขยายตัว (เช่น เมลามีน) [1] ซึ่งในงานวิจัยนี้เลือกใช้ แหล่งของคาร์บอน 2 ชนิด คือ เซลลูโลส และ ไคเพนตะอิริคคอลล โดยมีแอมโมเนียม โพลีฟอสเฟต เป็น แหล่งของกรด และ เมลามีน ช่วยในการขยายตัวของชั้นคาร์บอน

2.1.1 แอมโมเนียมโพลีฟอสเฟต (เอพีที) [1, 6]

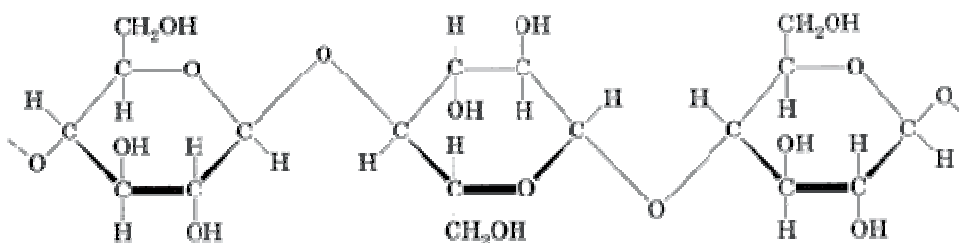
แอมโมเนียมโพลีฟอสเฟต เป็น เกลือแอมโมเนียมของกรดโพลีฟอสฟอริก ซึ่งแอมโมเนียม โพลีฟอสเฟต เป็นสารประกอบพอลิเมอร์ที่มี n มากกว่า 1000 โดยสายโซ่หลักของสารแอมโมเนียม โพลีฟอสเฟตจะสลายตัวให้ กรดโพลีฟอสฟอริก และแอมโมเนีย ที่อุณหภูมิ 300 องศาเซลเซียส ส่วนโซ่กิ่งจะเริ่มสลายตัวที่อุณหภูมิ 150 องศาเซลเซียส โดยกรดฟอสฟอริก เมื่อทำปฏิกิริยากับแหล่งของคาร์บอนจะเกิดเป็นชั้นคาร์บอนป้องกันผิววัสดุจากความร้อนและเพลิงไหม้ ส่วนก๊าซแอมโมเนียเมื่อทำปฏิกิริยากับออกซิเจนในอากาศจะได้ก๊าซไนโตรเจนและน้ำ โดยก๊าซไนโตรเจน จะช่วยเจือจางออกซิเจนในอากาศซึ่งเป็นองค์ประกอบในการเกิดไฟอีกด้วย ซึ่งสูตรโครงสร้างโมเลกุลของแอมโมเนียมโพลีฟอสเฟต คือ $[NH_4 PO_3]_n$ (n มากกว่า 1000) ดังรูปที่ 2.1



รูปที่ 2.1 โครงสร้างโมเลกุลของแอมโมเนียมโพลีฟอสเฟต (เอพีที)

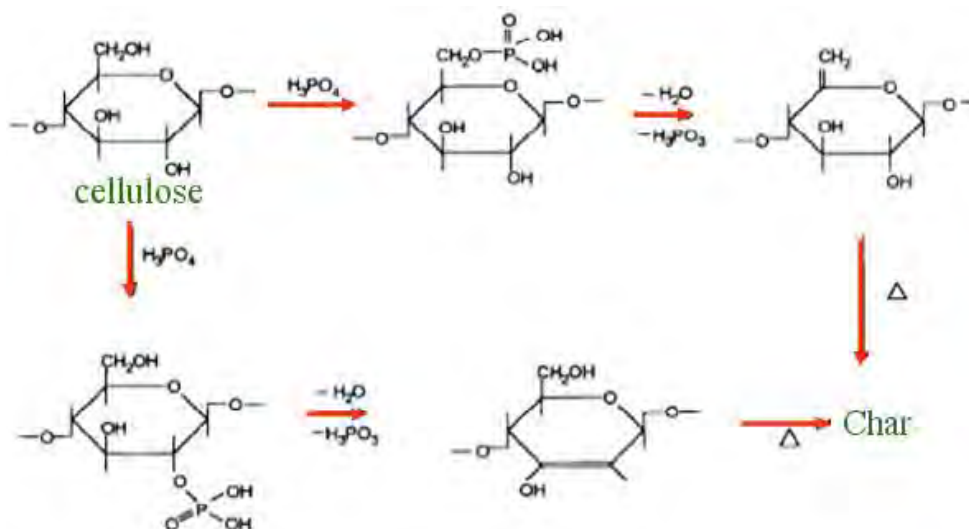
2.1.2 เซลลูโลส [7, 8]

เซลลูโลส $(C_6H_{10}O_5)_n$ เป็นคาร์โบไฮเดรตชนิดหนึ่งที่เป็นพอลิเมอร์ของกลูโคส (ประกอบด้วยน้ำตาลกลูโคสรวมตัวกัน) เกิดจากเซลลูโลสยึดเกาะกันด้วยพันธะเคมีเป็นโมเลกุลใหญ่แต่มีโครงสร้างต่างจากแป้งและไกลโคเจน คือโมเลกุลของกลูโคสต่อกันเป็นโซ่ยาวแบบไม่มีกิ่งก้านสาขาแต่ลักษณะการต่อกัน(เกิดพันธะ) ระหว่างกลูโคสแต่ละคู่ต่างจากในแป้งและไกลโคเจน เซลลูโลส มีมวลโมเลกุลประมาณ 200,000 ถึง 400,000 เซลลูโลสเป็นองค์ประกอบสำคัญของผนังเซลล์ของพืช เซลลูโลสซึ่งพบในพืช เช่น เนื้อไม้ สำลี และฝ้าย เป็นต้น (สำลีสีเซลลูโลสประมาณ 90%) โครงสร้างและการยึดเกาะของโมเลกุลแสดงดังรูปที่ 2.1



รูปที่ 2.2 โครงสร้างของเซลลูโลส

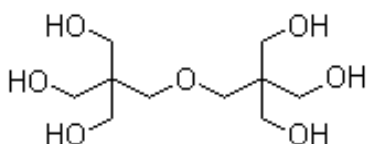
ในโมเลกุลเซลลูโลสจะเกิดจากหน่วยโมเลกุลซ้ำยึดจับกันเป็นสายยาว หน่วยโมเลกุลซ้ำ คือ เซลโลไบโอส เกิดจากบีต้า กลูโคส 2 โมเลกุลยึดเกาะกันด้วยพันธะ C-O-C ในโมเลกุลเซลลูโลสจะมีหมู่ไฮดรอกซิล (-OH) อยู่มากมายจะทำหน้าที่ดึงดูดน้ำ หรือเกิดปฏิกิริยาจับกับหมู่ธาตุอื่นๆ การจัดเรียงตัวของโมเลกุลเซลลูโลสมีความเป็นระเบียบ ค่อนข้างมากคือ 85 – 95 % และระหว่างสายโมเลกุลจะมีการยึดจับกันด้วยพันธะไฮโดรเจน เป็นระยะๆ ซึ่งมีผลทำให้เส้นใยเซลลูโลสมีความเหนียวแข็งแรงค่อนข้างสูง เมื่อเซลลูโลสทำปฏิกิริยากับกรดฟอสฟอริกโดยทำปฏิกิริยาที่หมู่ไฮดรอกซิลของเซลลูโลสจะเกิดเป็นโครงสร้างของเซลลูโลสฟอสเฟตและเมื่อได้รับความร้อนอย่างต่อเนื่องและมีการดีไฮเดรชันจะเกิดเป็นชั้นคาร์บอนป้องกันผิววัสดุจากความร้อนและเพลิงไหม้ดังรูปที่ 2.3



รูปที่ 2.3 แสดงกลไกในการเกิดชั้นคาร์บอนของเซลลูโลส

2.1.3 ไคเพนตะอิริคคอลล [9, 10]

ไคเพนตะอิริคคอลลเป็นสารประกอบประเภทโพลีออลส์ หรือน้ำตาลแอลกอฮอล์ ที่มีหมู่ไฮดรอกซิลหลายหมู่ ไคเพนตะอิริคคอลลเกิดจากผลพลอยได้ของปฏิกิริยาระหว่างฟอร์มัลดีไฮด์และอะซีตัลดีไฮด์และมีการถูกแยกออกมาจากเพนตะอิริคคอลลโดยการทำคริสตัลไลเซชันในระบบปิด ลักษณะของไคเพนตะอิริคคอลล เป็นผงผลึกสีขาว ซึ่งได้มีการนำมาใช้ในอุตสาหกรรมสีและหมึกพิมพ์ สำหรับโครงสร้างของไคเพนตะอิริคคอลลจะมีหมู่ไฮดรอกซิลประมาณ 37 เปอร์เซ็นต์ มีจุดเดือด 356 องศาเซลเซียส และจุดหลอมเหลว 215-225 องศาเซลเซียส สูตรโครงสร้างโมเลกุลของไคเพนตะอิริคคอลล คือ $C_{10}H_{22}O_7$ ดังรูปที่ 2.4

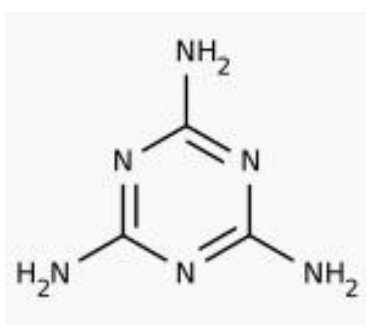


รูปที่ 2.4 โครงสร้างของเซลลูโลสไคเพนตะอิริคคอลล

เมื่อไคเพนตะอิทธิคอลลทำปฏิกิริยากับกรดฟอสฟอริกที่หมู่ไฮดรอกซิลของไคเพนตะอิทธิคอลลจะเกิดเป็นโครงสร้างของฟอสเฟตเอสเตอร์และเมื่อได้รับความร้อนอย่างต่อเนื่องและมีการดีไฮเดรชันจะเกิดเป็นชั้นคาร์บอนป้องกันผิววัสดุจากความร้อนซึ่งชั้นคาร์บอนที่เกิดจากไคเพนตะอิทธิคอลล นี้จะมีความยืดหยุ่นและความชื้นมากกว่าชั้นคาร์บอนจากเซลลูโลสเนื่องจากโครงสร้างของไคเพนตะอิทธิคอลลเป็นอีเทอร์ซึ่งมีความยืดหยุ่นมากและโครงสร้างไคเพนตะอิทธิคอลลยังมีหมู่ไฮดรอกซิลมากกว่าเซลลูโลสอยู่ 2 เท่า กระบวนการดีไฮเดรชันจึงมีการดึงน้ำออกมากกว่าเซลลูโลสดังนั้นชั้นคาร์บอนที่เกิดจากไคเพนตะอิทธิคอลลจึงความชื้นที่มากกว่าชั้นคาร์บอนจากเซลลูโลส

2.1.4 เมลามีน [11]

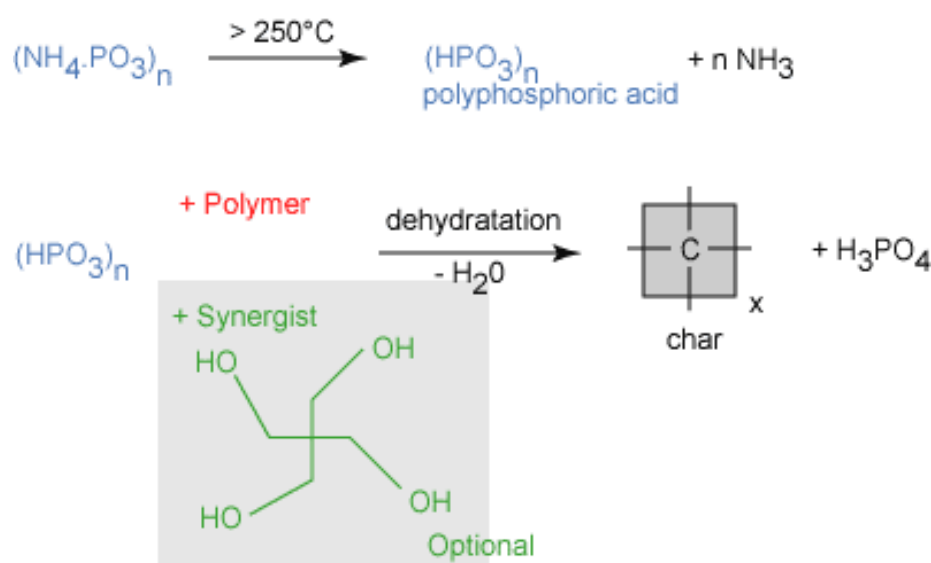
เมลามีนเป็นสารประกอบที่มีไนโตรเจน เป็นองค์ประกอบถึง 66 เปอร์เซ็นต์ มีลักษณะเป็นผงผลึกสีขาว ความหนาแน่น 1574 กิโลกรัมต่อลูกบาศก์เมตร จุดหลอมเหลว 350 องศาเซลเซียส เมื่อเมลามีนสลายตัว จะให้ก๊าซไนโตรเจนจำนวนมาก จึงมีการนำมาใช้ในเป็นสารช่วยในการขยายตัว ซึ่งในงานวิจัยนี้เมลามีนมีส่วนช่วยในการให้ ก๊าซไนโตรเจนเพื่อช่วยในการขยายตัวของชั้นคาร์บอน อีกทั้งก๊าซไนโตรเจนยังสารารถเจือจางออกซิเจนในอากาศได้อีกด้วย สูตรโครงสร้างโมเลกุลของเมลามีนเป็น $(C_3H_3N_3)_6$ ดังรูปที่ 2.5



รูปที่ 2.5 โครงสร้างโมเลกุลของเมลามีน

2.2 กลไกการทำงานของอินทนูเมสเซนต์

เมื่ออนุภาคอินทนูเมสเซนต์ได้รับความร้อน แอมโมเนียมโพลีฟอสเฟต (แหล่งของกรด) จะสลายตัวให้ กรดฟอสฟอริก และก๊าซแอมโมเนีย ซึ่งกรดฟอสฟอริก ทำปฏิกิริยากับ หมู่ไฮดรอกซิลของเซลลูโลส (แหล่งของคาร์บอน) ทำให้เกิดเป็นสารประกอบฟอสเฟตเอสเทอร์ ซึ่งมีการเกิดกระบวนการดีไฮเดรชันของ ฟอสเฟตเอสเทอร์ต่อมา จากนั้นมีการเกิดชั้นคาร์บอนขึ้น [6] ดังรูปที่ 2.6



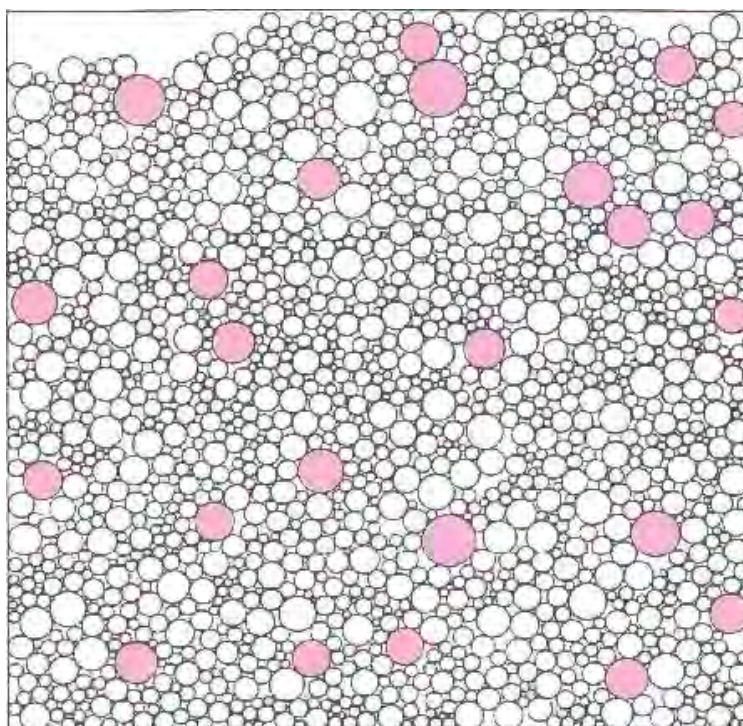
รูปที่ 2.6 กลไกของปฏิกิริยา

โดยชั้นของคาร์บอนที่เกิดขึ้นจะทำหน้าที่เป็นฉนวนป้องกันความร้อนและป้องกันการไหลผ่านของก๊าซออกซิเจนบริเวณผิวที่ทำการป้องกัน นอกจากนี้ก๊าซแอมโมเนียที่เกิดขึ้นจากแอมโมเนียมโพลีฟอสเฟต (แหล่งของกรด) และเมลามีน (สารที่ช่วยในการขยายตัว) จะทำปฏิกิริยากับออกซิเจนในอากาศจะได้ก๊าซไนโตรเจนและน้ำ ซึ่งก๊าซไนโตรเจนจะช่วยทำให้เกิดการขยายตัวของชั้นคาร์บอนอีกทั้งยังเจือจางออกซิเจนในอากาศซึ่งเป็นองค์ประกอบในการเกิดไฟอีกด้วย

Richard. A. [12] ได้อธิบายกลไกของอินพุเมสเซนส์ว่า แอมโมเนียมีโพสเฟตจะเริ่มสลายตัวที่อุณหภูมิ 210 องศาเซลเซียส และในกระบวนการฟอสฟอไรเลชันของโพสเฟต (เช่น ไดเพนตะอิริคคิออล) มีการปล่อยก๊าซออกมาด้วย จากกระบวนการฟอสฟอไรเลชัน ทำให้เกิดวงของฟอสเฟตเอสเตอร์ ก๊าซแอมโมเนีย และน้ำ ส่วนในช่วงอุณหภูมิระหว่าง 280-330 องศาเซลเซียส นั้น พบว่าโพสเฟตมีการสลายตัวให้คาร์บอนพร้อมด้วยกรดฟอสฟอริกในปริมาณมาก น้ำ และก๊าซแอมโมเนีย และในช่วงนี้จะมีการฟูขึ้นของคาร์บอนมากที่สุด จากนั้นสารที่ช่วยในการขยายตัว เช่น เมลามีน จะกลายเป็นก๊าซและจะสลายตัวในช่วงอุณหภูมิ 270-400 องศาเซลเซียส ซึ่งก๊าซไนโตรเจนจากเมลามีนจะช่วยเพิ่มการฟูของชั้นคาร์บอน

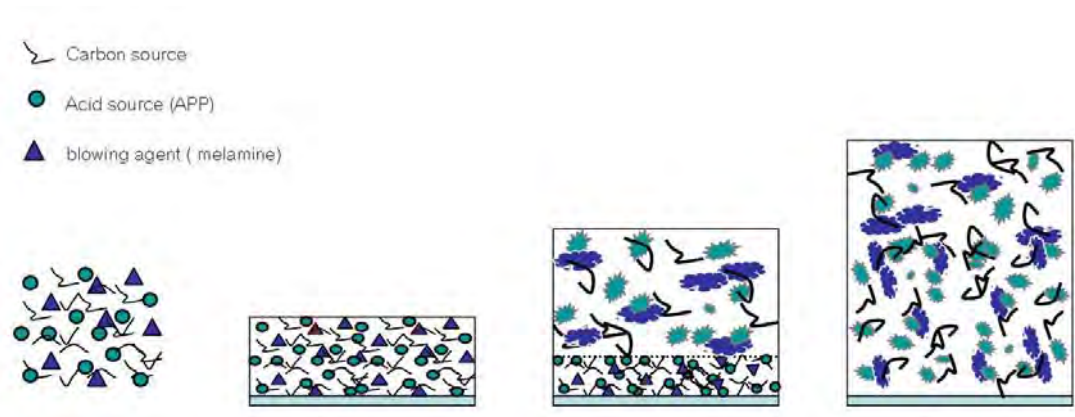
2.3 การเรียงตัวของอนุภาค

รูปแบบ ในการจัดเรียงตัวของอนุภาคทรงกลมคือ อนุภาคที่มีขนาดเล็กกว่า จะถูกบรรจุ และถูกทำให้ กระจายตัว อยู่ในช่องว่าง ที่เกิดจากการเรียงตัวของอนุภาคขนาดใหญ่กว่า และอนุภาค ที่เล็กกว่าจะถูกกระจายตัว อยู่สม่ำเสมอ ซึ่งอนุภาค ที่มีขนาดเล็กกว่าต้องเล็ก พอที่จะแทรกตัว ไปอยู่ระหว่าง ช่องว่างได้ดัง รูปที่ 2.7



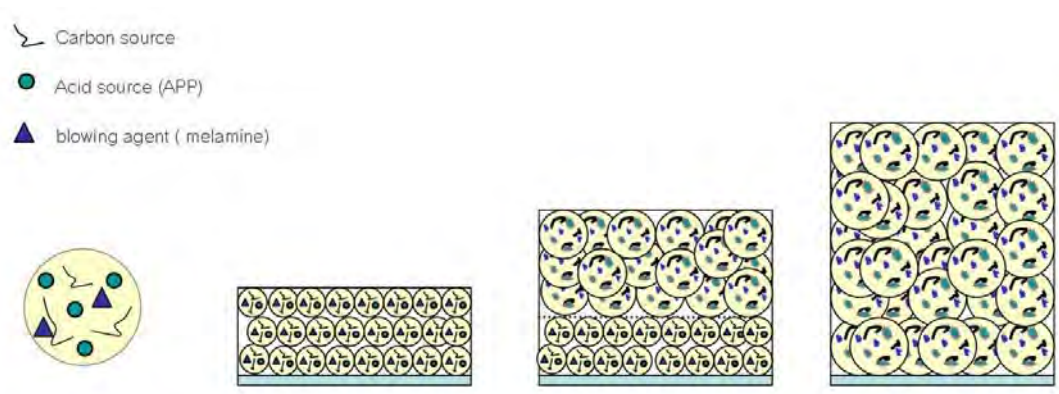
รูปที่ 2.7 แสดงการจัดเรียงตัวของอนุภาคทรงกลม

Jimenez และคณะ [1] ได้ศึกษาการเกิดขึ้นของคาร์บอนโดยเตรียมจากองค์ประกอบในลักษณะที่เป็นผงผสมให้เข้ากันกับการยึดติดที่เป็นเทอร์โมเซตด้วยเครื่องผสมและทำการทดสอบ โดยได้อธิบายถึงองค์ประกอบที่มีผลต่อการเกิดของชั้นคาร์บอนโดยผ่านสถานะกึ่งของเหลวซึ่งหมายถึงองค์ประกอบของก๊าซและการขยายตัวของพื้นผิวซึ่งก๊าซได้ถูกปล่อยออกมาจากองค์ประกอบในระบบอินทูลเมสเซนส์โดยเฉพาะสารที่ช่วยในการขยายตัวและจะมีการแพร่อย่างช้าๆขณะที่สารมีการสลายตัวและเกิดเป็นชั้นของคาร์บอนซึ่งแสดงดัง รูปที่ 2.8



รูปที่ 2.8 รูปแสดงการขยายตัวของอินทูเมสเซนต์ในกรณีที่ทำการผสมสารตั้งต้นแบบผง

อาจารย์ปรีชา แสงธีระปิติกุล ได้เสนอความคิดที่เกี่ยวกับการเตรียมองค์ประกอบในระบบอินทูเมสเซนต์ว่าหากมีการรวมตัวขององค์ประกอบในลักษณะที่เป็นอนุภาคทรงกลมก่อนที่จะผสมกับสารยึดติดองค์ประกอบทั้งหมดจะมีการกระจายตัวได้ดีกว่าการเตรียมเป็นผงเนื่องจากอนุภาคทรงกลมจะทำหน้าที่กักเก็บสารตั้งต้นไม่ให้เกิดการกระจายอยู่ในสารยึดติด อีกทั้งเมื่อได้รับความร้อนจะมีการขยายตัวเป็นชั้นของคาร์บอนในอนุภาคแต่ละอนุภาคดัง รูปที่ 2.9



รูปที่ 2.9 รูปแสดงการขยายตัวของอินทูเมสเซนต์โดยเสนอการเตรียมสารตั้งต้นด้วยการสร้างเป็นอนุภาคทรงกลม

2.4 กระบวนการเตรียมอนุภาค

การเตรียมอนุภาคทรงกลมมีหลายวิธี เช่น Extrusion/Spheronization, Pan Coating และ Spray drying. โดยแต่ละวิธีมีลักษณะการทำงานดังนี้

2.4.1 Extrusion/Spheronization [2, 4]

ในการสร้างอนุภาคด้วย Extrusion/Spheronization นั้นแบ่งเป็น 2 ส่วนหลักๆ คือ กระบวนการ extrusion และกระบวนการ spheronization ซึ่งวิธีนี้จะทำโดยการนำสารมาผสมให้เข้ากันและใช้หลักการเหวี่ยงหนีศูนย์กลางจึงทำให้ได้อนุภาคทรงกลมที่ขนาดใกล้เคียงกัน



รูปที่ 2.10 เครื่อง Extrusion-spheronizer

Alvarez และคณะ [3] ได้ทำการศึกษาการเตรียมอนุภาคทรงกลมของฟูโรซีไมด์ด้วยเครื่อง extrusion-spheronization และทำการศึกษาเปรียบเทียบระหว่าง ผงเซลลูโลส และ ไมโครคริสตัลไลน์เซลลูโลส โดยเตรียมอนุภาคจากผงเซลลูโลสกับ 25 หรือ 50 เปอร์เซ็นต์ ฟูโรซีไมด์ พบว่าสามารถเตรียมอนุภาคทรงกลมขนาดเล็กๆ สม่่าเสมอกันได้และพบว่าอนุภาคที่ได้มีความเปราะ และผิวที่หยาบกว่าที่เตรียมด้วยไมโครคริสตัลไลน์เซลลูโลสซึ่งเตรียมด้วยวิธีเดียวกัน

2.4.2 Pan Coating

เครื่อง Pan coating ได้มีการใช้มาเป็นเวลานานแล้วแต่มักใช้ในอุตสาหกรรมเคลือบ [5] ซึ่งหลักการของเครื่อง Pan coating นี้ใช้หลักการเหวี่ยงเช่นเดียวกับเครื่อง Extrusion/Spheronization จึงเป็นอีกวิธีที่น่าสนใจที่จะนำมาสร้างอนุภาคขนาดเล็กได้โดยไม่ต้องใช้ตัวทำละลาย



รูปที่ 2.11 เครื่อง Pan Coating

2.4.3 Spray Drying

Spray Drying เป็นกระบวนการที่อาศัยหลักให้กลายเป็นเม็ดทรงกลม ขนาดเล็กที่แห้ง และร้อน เม็ดทรงกลมที่ได้ จะมีความเป็นเนื้อเดียวกัน (Homogeneous) ที่สูง เนื่องจากการกระจายตัวของ Slurry ตอนที่ถูกเสปร์ย์เป็นหยดน้ำ จะมีบริเวณที่เป็น อัตราส่วนของพื้นที่ผิวต่อมวล (Specific Surface Area) มาก ในอากาศที่แห้ง จึงทำให้ Granule ที่ได้ มีคุณภาพสูง กระบวนการ Spray Drying ใช้อย่างกว้างขวางในการเตรียม Granule โดยเฉพาะผงเฟอโรไรต์ ไทเทเนียม วัสดุผสมเซรามิก ที่นำไฟฟ้าได้ อะลูมิเนียมคาไบด์ ไนไตรต์ และกระเบื้องเคลือบ

2.4.4 Freeze Granulation

การทำแกรนูลด้วยการแช่แข็งเป็นการทำ แกรนูล ในกระบวนการเซรามิก บนพื้นฐานการทำ โดยการฉีดพ่นให้เป็น แกรนูล และอาศัยความเย็น เข้ามาช่วยหลังจากมี เทคโนโลยีนี้ทำให้ คุณภาพของ แกรนูล สูงขึ้น ส่วนของการกระจายตัว ให้เป็นเนื้อเดียว โดยอาศัยความดันและตัว เติมเข้าไปช่วย เกิดเป็นผงแขวนลอย ที่มีมาตรฐาน ในกระบวนการที่สามารถ ควบคุมความหนาแน่นของ แกรนูล และการเคลื่อนที่ของ แกรนูลในกระบวนการและในการทำ แกรนูลต้องอาศัย ความดันที่เหมาะสม เพื่อให้ แกรนูล ในสารประกอบมีลักษณะเนื้อเดียว ข้อดีวิธีนี้คือ สามารถ ควบคุมความหนาแน่นของ แกรนูล ได้ไม่มีรูพรุนไม่เกิดการเคลื่อนที่ของอนุภาคเล็กๆ และผลผลิต สูง คุณภาพดี ส่วนข้อเสียคือในการทำจะต้องมีขั้นตอน 2 ขั้นตอน คือ Freezing และ Batch-Wise Freeze-Drying และต้องอาศัยความดันที่สูงมาก

2.4.5 Atomization

การอะตอมมิเซชันเป็นการเตรียมอนุภาคโดยอาศัยการเคลื่อนที่ของอนุภาค ในการแยก สารละลายและพ่นเป็นละออง โดยใช้หัวฉีด ที่มีความดันเป็นตัวเร่ง ทำให้สารละลาย ผ่านช่อง เล็กๆ เกิดความแปรปรวน และแยกตัวเป็นเม็ด ซึ่งความดัน จะเป็นตัวควบคุมขนาดของเม็ด ใน ละอองสเปรย์การฉีดพ่น

2.5 ชนิดของสารยึดติด [13, 14]

สารยึดติดคือสารที่ทำหน้าที่ยึดประสานอนุภาคของสารประกอบในสีเข้าไว้ด้วยกันให้เกิดเป็นฟิล์มของสีติดแน่นกับพื้นผิวที่ถูกเคลือบ ตัวอย่างของสารยึดติด ได้แก่ น้ำมันแห้งเร็ว เรซินธรรมชาติ เรซินสังเคราะห์ เป็นต้น ในปัจจุบันมีสารยึดติดอยู่มากมายชนิด แบ่งได้ 2 กลุ่มใหญ่ๆ คือ

2.5.1 สารยึดติดสูตรน้ำหรือประเภทละลายน้ำได้ (Water base binding agent)

สารน้ำสีประเภทนี้มีคุณสมบัติละลายได้ในน้ำ เรียกว่าสีน้ำ หรือ สีพลาสติก ซึ่งมีหลากหลายชนิด เช่น สีอิมัลชัน สีรองพื้น สีที่ละลายในน้ำ สีที่กระจายตัวในน้ำ สีน้ำเข้มข้น เป็นต้น สีทาบ้านที่เราพบเห็นทั่วไปทั้งที่เป็นสีน้ำ สีน้ำมัน และสีอิมัลชันหรือสีพลาสติก สีน้ำเป็นสีที่มีสารยึดติดเป็นอิมัลชันกระจายตัวในน้ำ หรือมีองค์ประกอบที่ทำปฏิกิริยาเคมีกับน้ำ ส่วนสีอิมัลชันหมายถึงสีที่มีสารยึดติดเป็นอิมัลชัน ของสารยึดติดกับน้ำ ซึ่งเป็นที่นิยมใช้กันมาก เนื่องจากใช้ง่าย และสะดวกในการ ทำความสะอาด ตัวอย่างเช่น Latex, vinyl acetate resins, acrylic resins, polyvinyl acetate copolymer

2.5.2 สารยึดติดสูตรน้ำมันประเภทละลายได้ในน้ำมัน (Oil base binding agent)

สารยึดติดประเภทนี้มีคุณสมบัติละลายได้ในน้ำมัน เป็นสีที่มีน้ำมันแห้งเอง หรือน้ำมันวานีนิช เป็น องค์ประกอบมูลฐาน นิยมใช้กับสีทาอาคารบ้านเรือน เรียกว่า สีน้ำมัน ตัวอย่างเช่น alkyl resins, melamine resins, epoxy resins, formaldehyde resins, hydrocarbon resins

สารยึดติดที่ใช้ในงานวิจัยนี้จะเลือกใช้เป็นสารยึดติดสูตรน้ำเนื่องจากกำลังเป็นที่นิยม ใช้งานง่าย สะดวกในการทำความสะอาด อีกทั้งยังไม่ก่อให้เกิดมลพิษอีกด้วย โดยเลือกเป็นสารประกอบอะคริลิก เนื่องจากกรดอะคริลิกมีคุณสมบัติในการยึดเกาะ ทนทานและสามารถรวมตัวกับตัวมันเองหรือโมโนเมอร์อื่นๆได้ง่ายโดยการทำปฏิกิริยาที่พันธะคู่ได้เป็นโคโพลิเมอร์

โดยในงานวิจัยนี้ได้มีการเลือกใช้ ไวนิล อะซีเตต และสไตรีน เป็นโมโนเมอร์ที่จะทำปฏิกิริยากับกรดอะคริลิก ซึ่งสไตรีนเป็นสารที่มีคุณสมบัติในการหน่วงไฟ ทนความร้อนสูง ทนกรดต่างได้ดีและมีความเป็นฉนวนไฟฟ้าที่ดี โดยสารยึดติดที่นำมาใช้เป็นผลิตภัณฑ์จากบริษัท Clariant Chemicals (Thailand) จำกัด โดยมี 3 ชนิด คือ

- Vinyl acrylic (DM510)

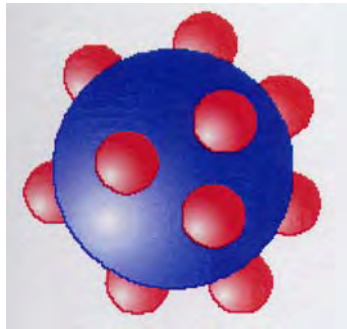
ไวนิล อะคริลิก เป็นโคโพลิเมอร์ระหว่าง ไวนิล อะซีเตต ($\text{CH}_3\text{COOCH}=\text{CH}_2$) และ กรดอะคริลิก ($\text{CH}_2=\text{CHCOOH}$) ซึ่งไวนิล อะคริลิกมีโครงสร้างที่มีลักษณะเป็นโซ่กิ่ง และสมบัติในการทนต่อน้ำและด่างต่ำ ไม่ควรใช้กับสีที่ต้องการความเงาสูง ไวนิล อะคริลิกมีความหนาแน่นประมาณ 1.06 กรัมต่อลูกบาศก์เซนติเมตร มีค่า Tg เท่ากับ 20 ซึ่งโพลิเมอร์ที่มีค่า Tg สูง จะมีฟิล์มที่แข็ง ทำให้มีคุณสมบัติบดบังที่ดี แต่อาจจะต้องใช้ตัวทำละลายในปริมาณมาก เพื่อให้เกิดฟิล์มที่อุณหภูมิต่ำ มักมีราคาแพง และใช้เวลานานในการแห้งตัว

- Styrene acrylic (DM61) [15]

สไตรีน อะคริลิก เป็นโคโพลิเมอร์ระหว่าง สไตรีน ($\text{C}_6\text{H}_5\text{CH}=\text{CH}_2$) และ กรดอะคริลิก ($\text{CH}_2=\text{CHCOOH}$) ซึ่งไวนิล อะคริลิกมีความหนาแน่นประมาณ 1.03 กรัมต่อลูกบาศก์เซนติเมตร มีค่า Tg เท่ากับ 16 และมักมีความหนืดที่ต่ำกว่า ไวนิล อะคริลิก ซึ่งสไตรีน อะคริลิก มีโครงสร้างเป็นอะโรมาติก ซึ่งมีความแข็งแรง โดยโพลิเมอร์ชนิดนี้จะเหลืองเมื่อโดนแสงแดดเนื่องจากถูกทำลายโดยแสงอุลตราไวโอเล็ต

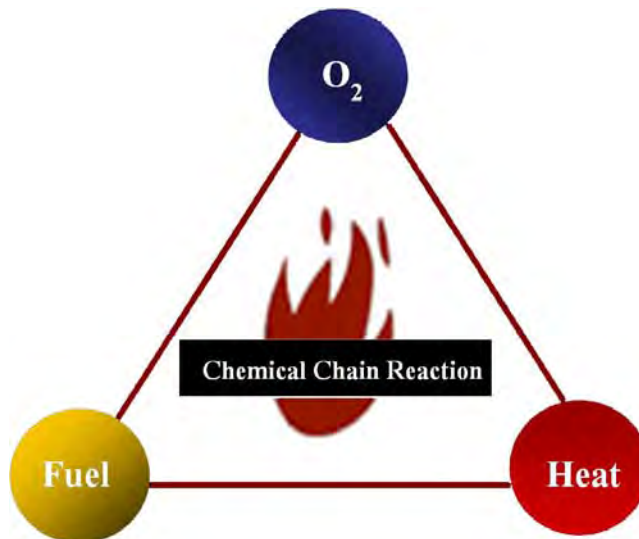
- Styrene acrylic (core shell) (LDM 7451)

สไตรีน อะคริลิก เป็นโคโพลิเมอร์ระหว่าง สไตรีน ($C_6H_5CH=CH_2$) และ กรดอะคริลิก ($CH_2=CHCOOH$) โดยมีค่า Tg สองค่า คือ มีทั้ง Tg สูงและ Tg ต่ำ โดยชั้นที่เป็นแกนจะเป็น อะคริลิก ซึ่งมีความยืดหยุ่นสูงกว่าโดยจะมีค่า Tg ต่ำ ส่วนที่เปลือกจะเป็นสารสไตรีน ที่มีความแข็งแรงในการยึดเกาะซึ่งจะมีค่า Tg สูง



รูปที่ 2.12 รูปโครงสร้างของสารยึดติดชนิด Styrene acrylic (core shell)

2.6 องค์ประกอบของการเกิดไฟ [16]



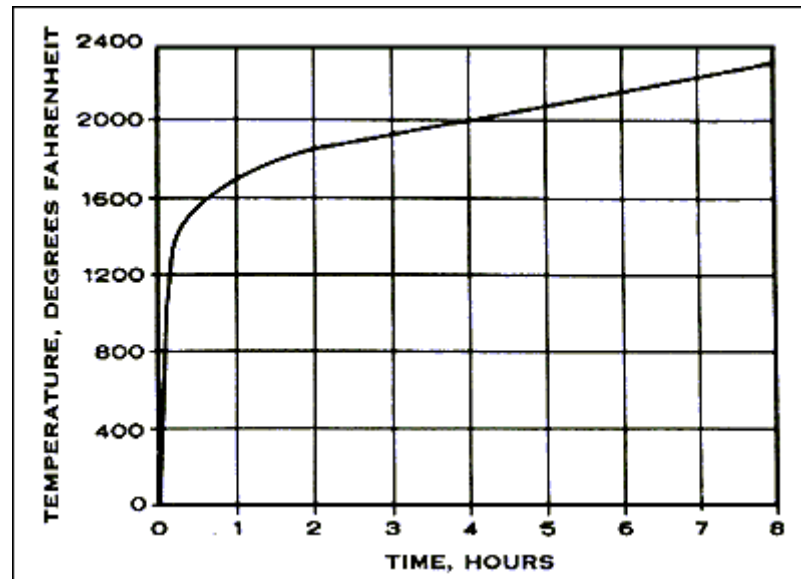
รูปที่ 2.13 สามเหลี่ยมการเกิดไฟ

องค์ประกอบของการเกิดไฟมี 3 องค์ประกอบคือ พลังงานและเชื้อเพลิง ออกซิเจน ปฏิกริยาการเผาไหม้จะไม่สามารถเกิดขึ้นได้ถ้าปราศจากองค์ประกอบอย่างใดอย่างหนึ่ง

- พลังงาน - สามารถถ่ายโอนสู่เชื้อเพลิงได้โดยการแผ่รังสี(Radiation) การเกิดเปลวไฟ(Flame)และการช็อต(Spark) ความต่อเนื่องของการลุกติดไฟขึ้นกับระยะห่างระหว่างต้นกำเนิดพลังงานกับวัตถุที่เกิดการเผาไหม้ และความทนทานของวัตถุที่เกิดการเผาไหม้
- เชื้อเพลิง - มีผลต่อการเกิดไฟโดยตรง ขึ้นอยู่กับลักษณะของเชื้อเพลิง เช่น รูปร่าง ลักษณะพื้นผิว การกระจายตัว ความหนาแน่น และคุณสมบัติทางฟิสิกส์ และเคมีของเชื้อเพลิง (Flash point, thermal Conductivity, Specific heat and heat combustion)
- ออกซิเจน - เป็นสิ่งจำเป็นที่ต้องใช้ในกระบวนการเผาไหม้ ซึ่งจะต้องมีปริมาณเพียงพอ กับเชื้อเพลิงที่ใช้

2.7 มาตรฐาน ASTM E119 [17]

มาตรฐาน American Society for Testing and Materials (ASTM) เป็นมาตรฐานของการทดสอบอัตรากรรณไฟของโครงสร้างละวัสดุ (E119) ตามที่กำหนด โดยแสดงผลออกมาเป็นความสามารถในการทนไฟซึ่งควบคุมด้วยกราฟมาตรฐานระหว่างเวลาและอุณหภูมิ ดังรูปที่ 2.14



รูปที่ 2.14 กราฟมาตรฐานระหว่างเวลาและอุณหภูมิ ของการทดสอบการทนไฟ ตามมาตรฐาน ASTM E119

2.8 บทความวิจัยอื่น ๆ ที่เกี่ยวข้อง

ได้รวบรวมข้อมูลเกี่ยวกับการค้นคว้าผลงานวิจัยที่เกี่ยวข้องกับการสังเคราะห์สารทนไฟ และการ พัฒนาในด้านงานทนไฟ ซึ่งสามารถสรุปได้ดังต่อไปนี้

Stephane และคณะ [18] ได้ทำการศึกษาการทนไฟชนิดอินทนูเมสเซนต์โดยเตรียมเป็นไมโครแคปซูลของไดแอมโมเนียม ไฮโดรเจนฟอสเฟต (DAHP) เคลือบด้วย โพลีเอเทอร์-โพลียูรีเทน และ นำไปพัฒนาใช้สำหรับเคลือบบนสิ่งทอ และยังคงศึกษาปฏิกิริยาของไฟต่อเส้นใยฝ้ายที่เคลือบด้วยสารโพลียูเรียหรือไมโครแคปซูลของไดแอมโมเนียม ไฮโดรเจนฟอสเฟต (DAHP) อีกด้วย

Duquesne และคณะ. [19] ทำการศึกษาเกี่ยวกับบทบาทของสารยึดติดที่มีผลต่อสีชนิดอินทนูเมสเซนต์ โดยมีองค์ประกอบหลักที่ใช้เตรียมสีอินทนูเมสเซนต์คือ แหล่งของกรด (แอมโมเนียม โพลีฟอสเฟต) แหล่งคาร์บอน (ไดเพนตะอิริคธิคอลล) และสารที่ช่วยในการขยายตัว (เมลามีน) ซึ่งนำองค์ประกอบเหล่านี้มาใช้เพื่อเคลือบบนผิวของแผ่นเหล็ก โดยศึกษาผลที่มีต่อคุณสมบัติของโมโนเมอร์ และทำการวัดความร้อน ซึ่งผลในการศึกษาสมบัติการเป็นฉนวนกันความร้อนพบว่าเมื่อทำการผสมสารยึดติดที่เป็นโคโพลีเมอร์ที่เป็นโซ่ตรงนั้นมีปฏิกิริยาทามเคมีที่ดีต่อแหล่งของกรดและยังมีการเชื่อมโยงกันของสารยึดติดที่เป็นโคโพลีเมอร์อีกด้วย

Richard [12] ทำการศึกษาและอธิบายกลไกของอินทนูเมสเซนต์ว่า แอมโมเนียมโพลีฟอสเฟตจะเริ่มสลายตัวที่อุณหภูมิ 210 องศาเซลเซียส และในกระบวนการฟอสฟอไรเซชันของโพลีออล (เช่น ไดเพนตะอิริคธิคอลล) มีการปล่อยก๊าซออกมาด้วย จากกระบวนการฟอสฟอไรเซชันทำให้เกิดวงของฟอสเฟตเอสเตอร์ ก๊าซแอมโมเนีย และน้ำ ส่วนในช่วงอุณหภูมิระหว่าง 280-330 องศาเซลเซียสนั้น พบว่าโพลีฟอสเฟตมีการสลายตัวให้คาร์บอนพร้อมด้วยกรดฟอสฟอริกในปริมาณมาก น้ำ และก๊าซแอมโมเนีย และในช่วงนี้จะมีการฟูขึ้นของคาร์บอนมากที่สุด จากนั้นสารที่ช่วยในการขยายตัวเช่น เมลามีน จะกลายเป็นก๊าซและจะสลายตัวในช่วงอุณหภูมิ 270-400 องศาเซลเซียส ซึ่งก๊าซไนโตรเจนจากเมลามีนจะช่วยเพิ่มการฟูของชั้นคาร์บอน

Jimenez และคณะ [1] สนใจในความหลากหลายขององค์ประกอบอินทนูเมสเซนส์สำหรับการป้องกันผิวเหล็กโดยได้เตรียมการเคลือบผิวจากเทอร์โมเซต อีพ็อกซี เอมีน เรซิน โดยมี กรดบอริกและแอมโมเนียมโพลีฟอสเฟตเป็นองค์ประกอบในการทนไฟ ในการทดสอบการรวมกันของส่วนประกอบอินทนูเมสเซนส์และเทอร์โมเซต เรซินนั้นสังเกตเห็นได้ว่าการรวมกันขององค์ประกอบภายในเรซิน ส่วนในการหาประสิทธิภาพของสารเคลือบผิวชนิดอินทนูเมสเซนส์บนผิวเหล็กจากการทดสอบการทนไฟ พบว่าชั้นของคาร์บอนมีความแน่น และยึดติดที่ผิวเหล็กได้ดี

Bourbigot และคณะ [20] ได้ทำการศึกษากลไกปฏิกิริยาของกรดบอริกและการเคลือบแอมโมเนียมโพลีฟอสเฟตด้วยอีพ็อกซีและทำการวิเคราะห์ด้วยเครื่อง TGA (thermo gravimetric analyses) และ solid-state NMR ผลที่ได้คือ แอมโมเนียมโพลีฟอสเฟตเริ่มให้ก๊าซแอมโมเนียที่อุณหภูมิ 200 องศาเซลเซียส และเกิดสารโบโรฟอสเฟต ซึ่งสามารถช่วยในการยึดติดของชั้นคาร์บอนกับผิวเหล็กดีขึ้น

Zhua และคณะ [22] ได้ทำการศึกษาเกี่ยวกับการสลายตัวด้วยความร้อนของเส้นใยธรรมชาติ และเส้นใยธรรมชาติที่ปรับปรุงให้สามารถทนไฟได้ โดยใช้การวิเคราะห์จากเครื่อง TGA (thermo gravimetric analyses) และ เครื่อง DSC (differential scanning calorimeter) ซึ่งสามารถแบ่งขั้นตอนการไพโรไลซิสของเส้นใยเซลลูโลสได้เป็น 3 ขั้นตอน ดังนี้คือ ขั้นตอนที่ 1 เป็นการเริ่มกระบวนการจะเกิดในช่วงอุณหภูมิที่ต่ำกว่า 300 องศาเซลเซียส ซึ่งขั้นตอนนี้มีความสำคัญคือจะมีการเปลี่ยนแปลงสมบัติทางกายภาพของเส้นใยและมีการเสียน้ำหนักโดยมวลเล็กน้อย ขั้นตอนที่ 2 เป็นขั้นตอนหลักของการไพโรไลซิส เกิดช่วงอุณหภูมิ 300-380 องศาเซลเซียส โดยในขั้นตอนนี้จะเกิดคาร์บอน (char) ที่อุณหภูมิประมาณ 430 องศาเซลเซียส สุดท้ายจะเป็นกระบวนการดึงน้ำออก โดยกระบวนการไพโรไลซิสของเส้นใยธรรมชาติที่ปรับปรุงแล้ว จะแบ่งได้เป็น 3 ขั้นตอนเช่นเดียวกันกับเส้นใยเซลลูโลส แต่ใช้อุณหภูมิในการสลายตัวที่ต่ำกว่าและมีการสูญเสียน้ำหนักมวลน้อยกว่าเส้นใยที่ไม่มีการปรับปรุง

Zhang และคณะ [23] ได้ทำการเตรียมสารเคลือบผิวทนไฟชนิดอินทนูเมสเซนส์โดยใช้ โพลีเอสเตอร์และอีพ็อกซีเรซิน ใช้แอมโมเนียมโพลีฟอสเฟต (APP) เป็นแหล่งของกรด เมลามีน (Mel) เป็นสารที่ช่วยในการขยายตัวและ เพนตะอิริทริคอล (PER) เป็นแหล่งของกรด พบว่าสามารถเกิดการพองตัวของชั้นเกรไฟต์ได้ และในงานนี้ยังมีการเติมไทเทเนียมไดออกไซด์ (TiO_2) ซึ่งผลการทดลองพบว่ามีความสัมพันธ์ทางกายภาพ และเคมีของสารเคลือบผิวดี เมื่อมีความหนาของสารเคลือบผิวที่เคลือบบนพื้นไม้ประมาณ 2 มิลลิเมตร พบว่าสามารถทนไฟได้ 210 นาที

บทที่ 3

เคมีภัณฑ์ อุปกรณ์ และวิธีดำเนินการทดลอง

3.1 เคมีภัณฑ์และอุปกรณ์

ในการศึกษาวิจัยนี้มีความจำเป็นต้องใช้อุปกรณ์พื้นฐาน และสารเคมีต่างๆที่สามารถสรุปได้ตามรายการดังต่อไปนี้

3.1.1 วัตถุดิบและสารเคมี

1. แอมโมเนียมโพสเฟต($\text{NH}_4\text{H}_2\text{PO}_4$) (Exolit AP422) บริษัท Clariant Chemicals (Thailand) จำกัด
2. เซลลูโลส บริษัท เพิ่มพูนพัฒนาอุตสาหกรรม จำกัด และบริษัท Mine Tech จำกัด
3. เมลามีน บริษัท Thai KK Industry จำกัด
4. ซิลิโคนออกไซด์
5. สารยึดติด 3 ชนิด บริษัท Clariant Chemicals (Thailand) จำกัด
 - ไวนิล อะคริลิก (DM 510)
 - สไตรีน อะคริลิก (DM61)
 - สไตรีน อะคริลิก (core shell) (LDM 7451)

3.1.2 อุปกรณ์ที่ใช้ในการทดลอง

1. เครื่อง Pan-coating
2. เครื่อง Extrusion-spheronization
3. เตาเผามาตรฐาน ตามมาตรฐาน ASTM E119 (ศูนย์วิจัยเพื่อความปลอดภัยจากอค์คีภัย จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย)

3.2 วิธีการทดลอง

3.2.1 เตรียมอนุภาคอินทุมเอสเซนส์

มีวิธีการดังนี้

1. ผสมสาร แอมโมเนียมโพสเฟต ($\text{NH}_4\text{H}_2\text{PO}_4$) เซลลูโลส และ เมลามีน ให้เข้ากัน ด้วยเครื่องผสมตามอัตราส่วนดังตารางที่ 1

ตารางที่ 3.1 อัตราส่วนระหว่างสารตั้งต้นโดยน้ำหนัก

เซลลูโลส	แอมโมเนียมโพสเฟต	เมลามีน
1	1	1
1	3	1
1	6	1
1	9	1

2. สเปรย์น้ำใส่สารตั้งต้นที่ผสมแล้วเพื่อเตรียมปั้นเม็ดโดยเครื่อง:

ก. เครื่อง Pan-Coating

- นำสารตั้งต้นที่ผสมแล้วใส่ในเครื่อง Pan-Coating
- จากนั้นสเปรย์น้ำใส่สารตั้งต้นขณะที่เครื่องทำการหมุน จะได้อนุภาคทรงกลม



รูปที่ 3.1 เครื่อง Pan coating

ข. เครื่อง Extrusion-Spheronization.

- สเปรย์น้ำใส่สารตั้งต้นขณะที่ผสมในเครื่องผสมให้พอหมาด
- นำสารใส่เครื่องฉีด(Extrusion) เพื่อฉีดเป็นเส้น

-นำสารที่ฉีดเป็นเส้นใส่ในเครื่อง Spheronization เพื่อตัดและเหวี่ยงให้ได้อนุภาคทรงกลม



รูปที่ 3.2 เครื่อง Extrusion-spheronizer

3. นำอนุภาคที่เตรียมได้มาอบที่อุณหภูมิ 40 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 24 ชั่วโมง
4. ทำการคัดแยกขนาดอนุภาคโดยใช้ตะแกรง (น้อยกว่า 425 ไมครอน)

3.2.2 เตรียมสารเคลือบผิวชนิดอินทนูเมสเซนส์

มีวิธีการเตรียมดังนี้

- นำอนุภาคอินทนูเมสเซนส์ที่ผลิตได้ทำการผสมกับซิลิโคนออยล์ เพื่อป้องกันการละลายของอนุภาค ที่อัตราส่วนอนุภาคต่อซิลิโคนออยล์ เท่ากับ 13 ต่อ 10 โดยน้ำหนัก
- นำอนุภาคที่ผสมด้วยซิลิโคนออยล์ แล้วผสมกับสารยึดติดที่อัตราส่วนของอนุภาคต่อสารยึดติด เท่ากับ 1 ต่อ 3 โดยน้ำหนัก
- เตรียมทาบนิ่งงานเพื่อทดสอบอัตราการทนไฟ ของสารเคลือบผิวที่ขยายตัวได้

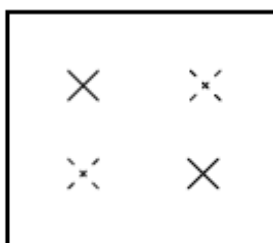
3.2.3 ทดสอบการทนไฟของสารเคลือบผิวชนิดอินทนูเมสเซนต์.

- เตรียมแผ่นเหล็กหนา 10 มิลลิเมตรขนาด 30×30 เซนติเมตรทำการขัดและทาสีรองพื้นดังรูปที่ 3.3



รูปที่ 3.3 รูปการเตรียมแผ่นเหล็กโดยการขัดและทาสีรองพื้น

- ทำการติดสายวัดอุณหภูมิ บนแผ่นเหล็กทั้งสองด้าน(4 จุด) ดังรูปที่ 3.4



รูปที่ 3.4 ตำแหน่งการติดติดสายวัดอุณหภูมิ

- นำสารเคลือบผิวชนิดอินทนูเมสเซนต์ที่เตรียมไว้ทาบนแผ่นเหล็ก จากนั้นนำไปทดสอบด้วยเตาเผามาตรฐาน ซึ่งได้รับความร่วมมือจากศูนย์วิจัยเพื่อความปลอดภัยจากอัคคีภัย ภาควิชาวิศวกรรมโยธา คณะวิศวกรรมศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย โดยทำการควบคุมทำการควบคุมอุณหภูมิภายในเตาให้เป็นไปตามมาตรฐาน ASTM E119 ดังรูปที่ 2.12 โดยอุณหภูมิที่ผิวเหล็กต้องมีอุณหภูมิสูงสุดไม่เกิน 649 องศาเซลเซียสและอุณหภูมิเฉลี่ยไม่เกิน 538 องศาเซลเซียส

บทที่ 4 ผลการทดลองและวิเคราะห์ผล

ผลเวลาในการทดสอบการทนไฟของ Intumescent coating

ผลการทดสอบการทนไฟนี้จะแสดงค่าเป็นเวลา(นาที)ซึ่งเวลาที่แสดงมาจากเวลาเฉลี่ยของอนุภาคนิวเมติกที่มีค่า 538 องศาเซลเซียสซึ่งเป็นอนุภาคนิวเมติกสูงสุดที่โครงสร้างเหล็กยังสามารถใช้งานได้

4.1 ผลของอัตราส่วนที่มีต่อคุณสมบัติการทนไฟ

การศึกษาอัตราส่วนของสารตั้งต้นที่มีผลต่อคุณสมบัติการทนไฟด้วยเตาเผามาตรฐาน จากสารเคลือบผิวชนิดอินทนูเมสเซนส์ที่เตรียมอนุภาคโดยเครื่อง Pan coating และ เครื่อง Extrusion-Spheroization(E-S) โดยเปรียบเทียบอัตราส่วนของ เซลลูโลส: แอมโมเนียมโพลีฟอสเฟต: เมลามีน ที่อัตราส่วน 1:3:1, 1:6:1 และ 1:9:1 ซึ่งทำการทดลองโดยใช้สารยึดติด ชนิด styrene acrylic (core shell) ดังแสดงในตารางที่4.1

ตารางที่ 4.1 แสดงผลอัตราส่วนของสารตั้งต้นของสารเคลือบผิวชนิดอินทนูเมสเซนส์ที่เตรียมอนุภาคโดยเครื่อง Pan coating และ เครื่อง Extrusion-Spheroization (E-S)

อัตราส่วน*	วิธีที่ใช้สร้างอนุภาค	เวลา (นาที)
1:3:1	Pan Coating	20.12
1:6:1	Pan Coating	24.57
1:9:1	Pan Coating	28.09
1:3:1	E-S	26.42
1:6:1	E-S	28.24
1:9:1	E-S	27.33

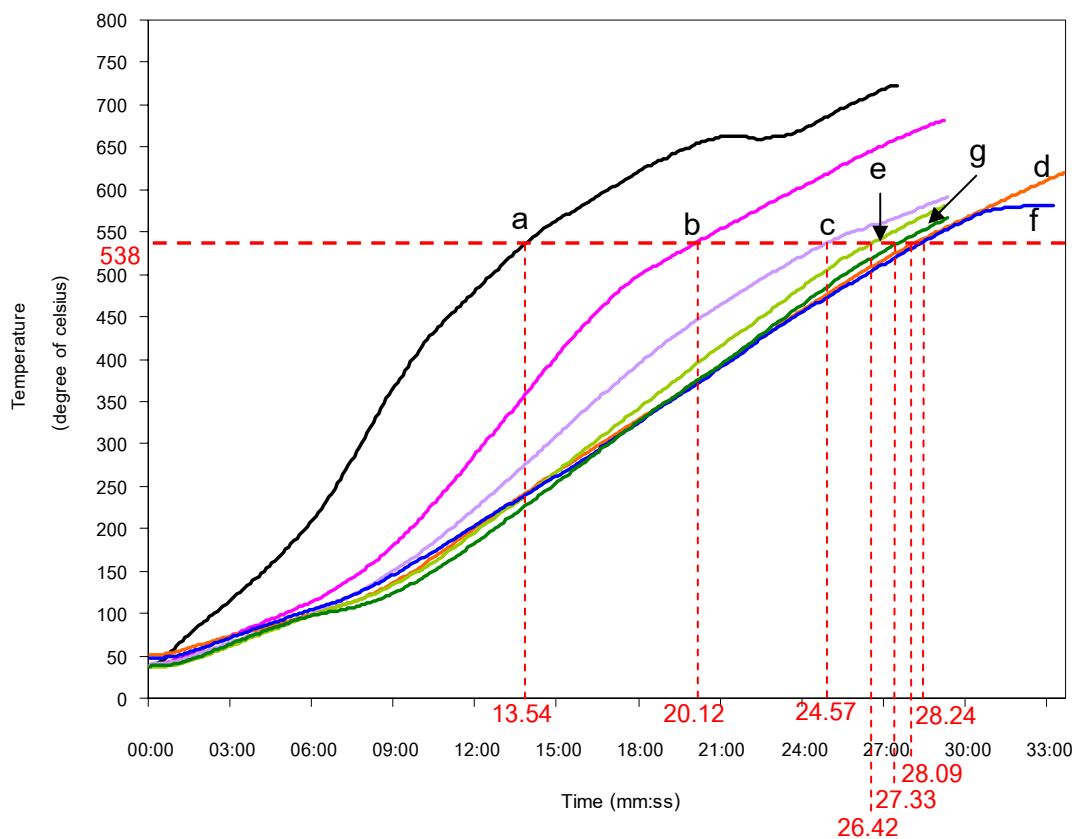
*อัตราส่วน ระหว่าง เซลลูโลส:แอมโมเนียมโพลีฟอสเฟต:เมลามีน

หมายเหตุ

มีการเติมซิลิโคนออกไซด์ ที่อัตราส่วนของอนุภาคต่อ ซิลิโคนออกไซด์ เท่ากับ 13 ต่อ10 โดยน้ำหนัก

จากการทดลองการผสมอนุภาคกับสารยึดติดนั้นอนุภาคที่เตรียมด้วยเครื่อง Pan Coating เมื่อทำการผสมพบว่ายังมีอนุภาคบางส่วนละลายอยู่ในสารยึดติดซึ่งอาจเกิดจากสารตั้งต้นบาง

ชนิดในอนุภาคละลายในสารยึดติดทำให้การกระจายตัวของสารตั้งต้นไม่ดีพอซึ่งสาเหตุนี้ทำให้อัตราการทนไฟของสารเคลือบผิวที่เตรียมอนุภาคด้วย Pan Coating มีค่าน้อยกว่าอนุภาคที่เตรียมโดย Extrusion-Spheronization (E-S) ซึ่งไม่มีการละลายของอนุภาคในสารยึดติด



รูปที่ 4.1 กราฟแสดงผลเวลาในการทดสอบการทนไฟของ Intumescent coating ที่อัตราส่วนต่างๆ โดยที่ (a) แผ่นเหล็กที่ไม่มีการเคลือบ (b) Pan coating 1:3:1 (c) Pan coating 1:6:1 (d) Pan coating 1:9:1 (e) E-S 1:3:1 (f) E-S 1:6:1 และ (g) E-S 1:9:1

จากรูปที่ 4.1 พบว่าอัตราส่วนที่สามารถทนไฟได้ดีที่สุดสำหรับอนุภาคอินทูเมสเซนต์ที่เตรียมโดยเครื่อง Pan coating คืออัตราส่วน 1:9:1 โดยมีค่าเวลาเฉลี่ยของการทนไฟเป็นเวลา 28.09 นาที ส่วนอนุภาคอินทูเมสเซนต์ที่เตรียมโดยเครื่อง Extrusion-Spheronization (E-S) อัตราส่วนที่ดีที่สุดคือ 1:6:1 มีค่าเวลาเฉลี่ยของการทนไฟเป็นเวลา 28.24 นาที

4.2 ผลของชนิดของสารยึดติดที่มีต่อคุณสมบัติการทนไฟ

การศึกษาผลของชนิดสารยึดติดที่มีต่อคุณสมบัติการทนไฟด้วยเตาเผามาตรฐานของสารเคลือบผิวชนิดอินทนูเมสเซนส์ที่เตรียมอนุภาคโดยเครื่อง Pan coating และ เครื่อง Extrusion-Spheroization(E-S) โดยทำการศึกษากับสารยึดติด 3 ชนิดคือ vinyl acrylic, styrene acrylic และ styrene acrylic (core shell) แสดงผลดังตารางที่ 4.2

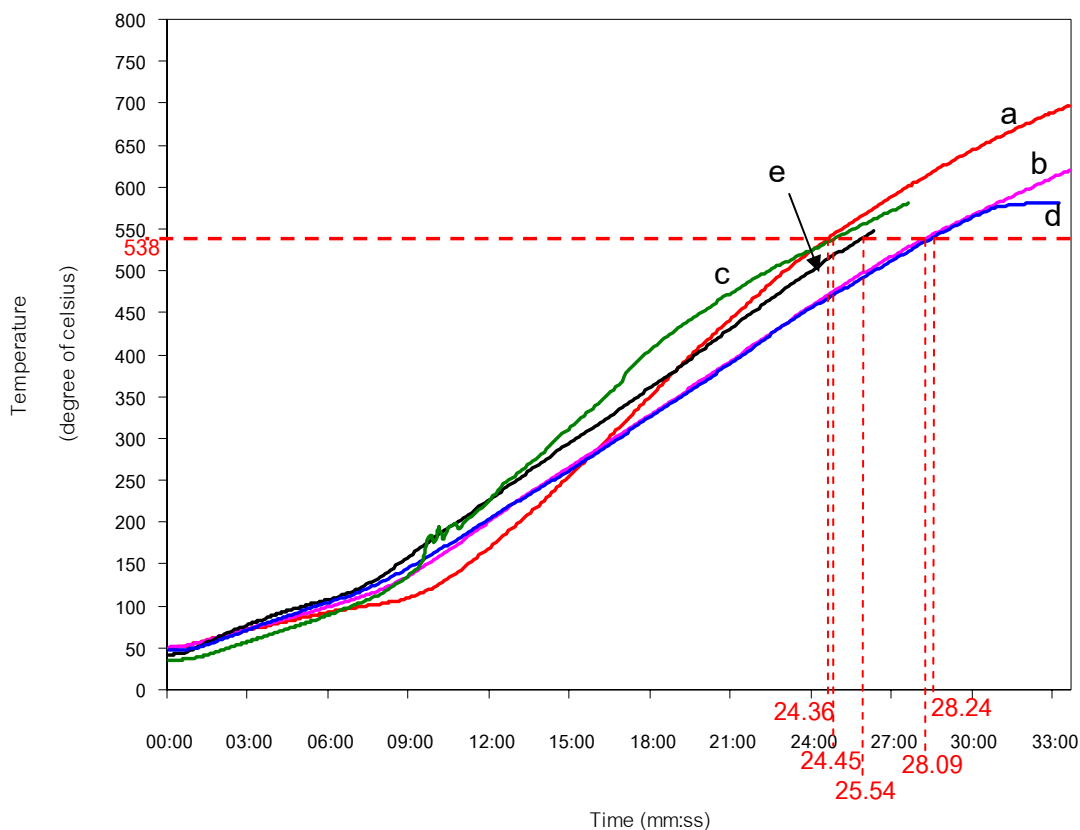
ตารางที่ 4.2 แสดงผลชนิดสารยึดติดของสารเคลือบผิวชนิดอินทนูเมสเซนส์ที่เตรียมอนุภาคโดยเครื่อง Pan coating และ เครื่อง Extrusion-Spheroization (E-S)

อัตราส่วน*	วิธีที่ใช้สร้างอนุภาค	ชนิดสารยึดติด			เวลา (นาที)
		styrene acrylic	vinyl acrylic	styrene acrylic (core shell)	
1:9:1	Pan Coating		/		24.36
1:9:1	Pan Coating			/	28.09
1:6:1	E-S		/		25.54
1:6:1	E-S			/	28.24
1:6:1	E-S	/			24.45

*อัตราส่วน ระหว่าง เซลลูโลส:แอมโมเนียมโพลีฟอสเฟต:เมลามีน

หมายเหตุ

มีการเติมซิลิโคนออกไซด์ ที่อัตราส่วนของอนุภาคต่อ ซิลิโคนออกไซด์ เท่ากับ 13 ต่อ10 โดยน้ำหนัก



รูปที่ 4.2 กราฟแสดงผลเวลาในการทดสอบการทนไฟของ Intumescent coating โดยเปรียบเทียบชนิดของสารยึดติด ของอนุภาคที่เตรียมจากเครื่องเครื่อง Pan coating ที่ อัตราส่วน 1:9:1 และอนุภาคที่เตรียมด้วยเครื่อง Extrusion/Spheronization (E-S) ที่ อัตราส่วน 1:6:1 โดยที่ (a) Pan coating / vinyl acrylic (b) Pan coating / styrene acrylic (core shell) (c) E-S / vinyl acrylic (d) E-S / styrene acrylic (core shell) และ (e) E-S / styrene acrylic

จากรูปที่ 4.2 จะเห็นได้ว่าทั้งสองวิธีมีผลไปในทางเดียวกันคือสารยึดติดที่ให้ผลในการทดสอบการทนไฟที่ดีที่สุดคือสารชนิด Styrene acrylic (core shell) ซึ่งจากการเปรียบเทียบกราฟ c d และ e พบว่าอัตราการทนไฟของชนิดสารยึดติดคือ styrene acrylic < vinyl acrylic < styrene acrylic (core shell) ตามลำดับ ซึ่งเป็นผลมาจากการทดสอบการทนไฟที่พบว่าชั้นของคาร์บอนมีการแตกและหลุดร่อนเล็กน้อยของสารเคลือบผิวที่เตรียมด้วยสารยึดติดชนิด Vinyl acrylic ขณะที่ Styrene acrylic มีการแตกของชั้นคาร์บอนค่อนข้างมากเนื่องจาก Vinyl acrylic มีโครงสร้างที่เป็นโซ่กิ่งจึงมีความยืดหยุ่นมากกว่า Styrene acrylic ที่มีโครงสร้างเป็นอะโรมาติกซึ่งมีความแข็งแรง ส่วนสารยึดติดชนิด styrene acrylic (core shell) นั้นพบว่าชั้นของคาร์บอนมีการยึดติดกับผิวของแผ่นเหล็กได้ดีที่สุดเนื่องจากโครงสร้างที่มีความแข็งแรงและความยืดหยุ่นในตัวเดียวกัน

ซึ่งโครงร่างที่มีความยืดหยุ่นจะอยู่ในส่วนที่เป็นแกน ส่วนเปลือกจะเป็นโครงร่างที่แข็งแรงที่ช่วยในการยึดติดกับผิวเหล็กจึงทำให้มีการแตกและหลุดร่อนน้อยที่สุด

4.3 ผลของขนาดอนุภาคที่มีต่อคุณสมบัติการทนไฟ

การศึกษาผลของขนาดอนุภาคที่มีต่อคุณสมบัติการทนไฟด้วยเตาเผามาตรฐานของสารเคลือบผิวชนิดอินทนูเมสเซนส์ที่เตรียมอนุภาคโดยเครื่อง Extrusion-Spheroization(E-S) โดยทำการศึกษาเปรียบเทียบอนุภาคที่ขนาด 825-1180 ไมครอน, ขนาดน้อยกว่า 425 ไมครอน และสารตั้งต้นที่ไม่ผ่านการบั่นเม็ด (ผง) ซึ่งทำการทดลองที่อัตราส่วนเดียวกันคือ 1:6:1 และ ใช้สารยึดติดชนิด styrene acrylic (core shell) แสดงผลดังตารางที่ 4.3

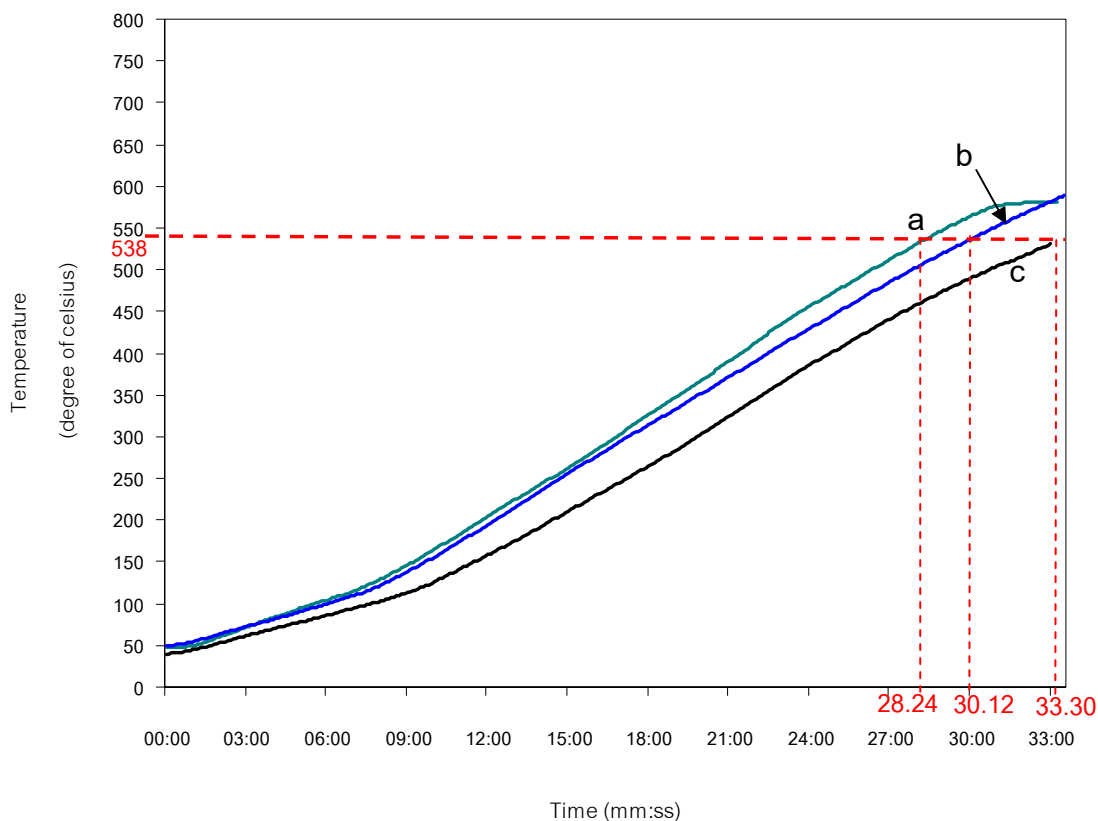
ตารางที่ 4.3 ตารางผลการทดสอบการทนไฟของสารเคลือบผิวโดยเปรียบเทียบขนาดอนุภาคอินทนูเมสเซนส์

อัตราส่วน*	ขนาดอนุภาค(ไมครอน)	เวลา (นาที)
1:6:1	825-1180	28.24
1:6:1	<425	30.12
1:6:1 (ผง)	ผง	33.30

*อัตราส่วน ระหว่าง เซลลูโลส:แอมโมเนียมโพลีฟอสเฟต:เมลามีน

หมายเหตุ

มีการเติมซิลิโคนออยล์ ที่อัตราส่วนของอนุภาคต่อ ซิลิโคนออยล์ เท่ากับ 13 ต่อ10 โดยน้ำหนัก



รูปที่ 4.3 กราฟแสดงผลเวลาในการทดสอบการทนไฟของสารเคลือบผิวโดยเปรียบเทียบขนาดอนุภาคอินทูลเมสเซนต์ที่อุณหภูมิเฉลี่ยบนผิวเหล็กมีค่า 538 องศาเซลเซียส ของอนุภาคที่เตรียมจากเครื่องเครื่อง Extrusion/Spheronization (E-S) ที่ อัตราส่วน 1:6:1 โดยที่ (a) 825-1180 ไมครอน (b) <425 ไมครอน และ (c) ผง

จากตารางผลการทดลองพบว่าอนุภาคขนาดเล็กจะสามารถทนไฟได้เวลานานขึ้นโดยเวลาในการทนไฟของอนุภาคขนาด 1000-1180 ไมครอน, ขนาดน้อยกว่า 425 ไมครอน และสารตั้งต้นที่ไม่ผ่านการบด (ผง) คือ 28.24 30.12 และ 33.30 นาที ตามลำดับ ซึ่งเป็นผลมาจากอนุภาคขนาดเล็กมีการเรียงตัวที่ชิดกันมากกว่าอนุภาคขนาดใหญ่จึงทำให้เกิดช่องว่างจากการเรียงตัวน้อยกว่าซึ่งทำให้มีการเพิ่มสารตั้งต้นได้มากกว่าอนุภาคขนาดใหญ่ในกรณีที่มีความหนาเท่ากันคือ 3000 ไมครอน อนุภาคขนาดเล็กจึงมีอัตราการทนไฟที่ดีกว่าอนุภาคขนาดใหญ่

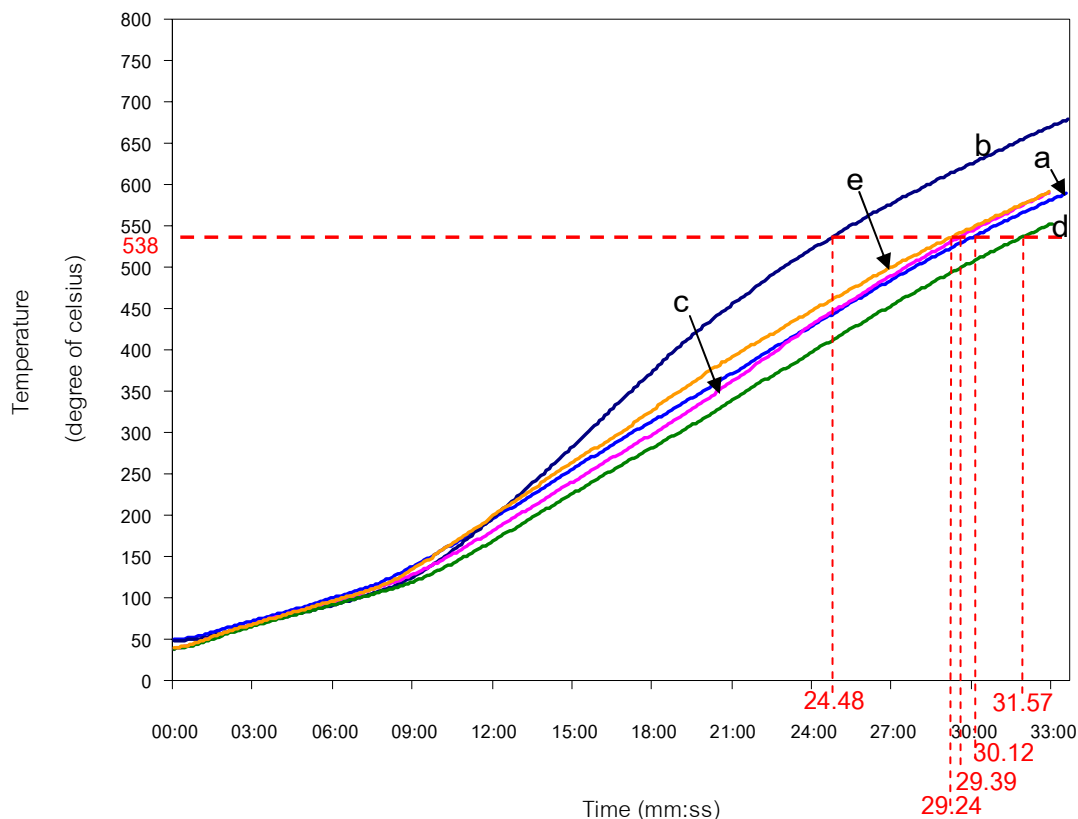
4.4 ผลการเติมสารเติมแต่งที่มีต่อคุณสมบัติการทนไฟ

การศึกษาผลการเติมสารเติมแต่งที่มีต่อคุณสมบัติการทนไฟด้วยเตาเผามาตรฐานของสารเคลือบผิวชนิดอินทูลเมสเซนส์ที่เตรียมอนุภาคโดยเครื่อง Pan coating และ เครื่อง Extrusion-Spheroization (E-S) โดยทำการทดลอง เติมสารเติมแต่ง 4 ชนิด คือ 1.เคลือบอนุภาคด้วยผงอลูมิเนียมโดยใช้พาราฟิน 2.เคลือบผงอลูมิเนียมบนชั้นบนสุดของชิ้นงาน 3.เคลือบผงอะลูมินาบนชั้นบนสุดของชิ้นงาน และ 4.เคลือบผงไททาเนียมไดออกไซด์บนชั้นบนสุดของชิ้นงาน ซึ่งแสดงผลดังตารางที่ 4.4

ตารางที่ 4.4 แสดงผลการเติมสารเติมแต่งสารเคลือบผิวชนิดอินทูลเมสเซนส์ที่เตรียมอนุภาคโดยเครื่อง Pan coating และ เครื่อง Extrusion-Spheroization(E-S)

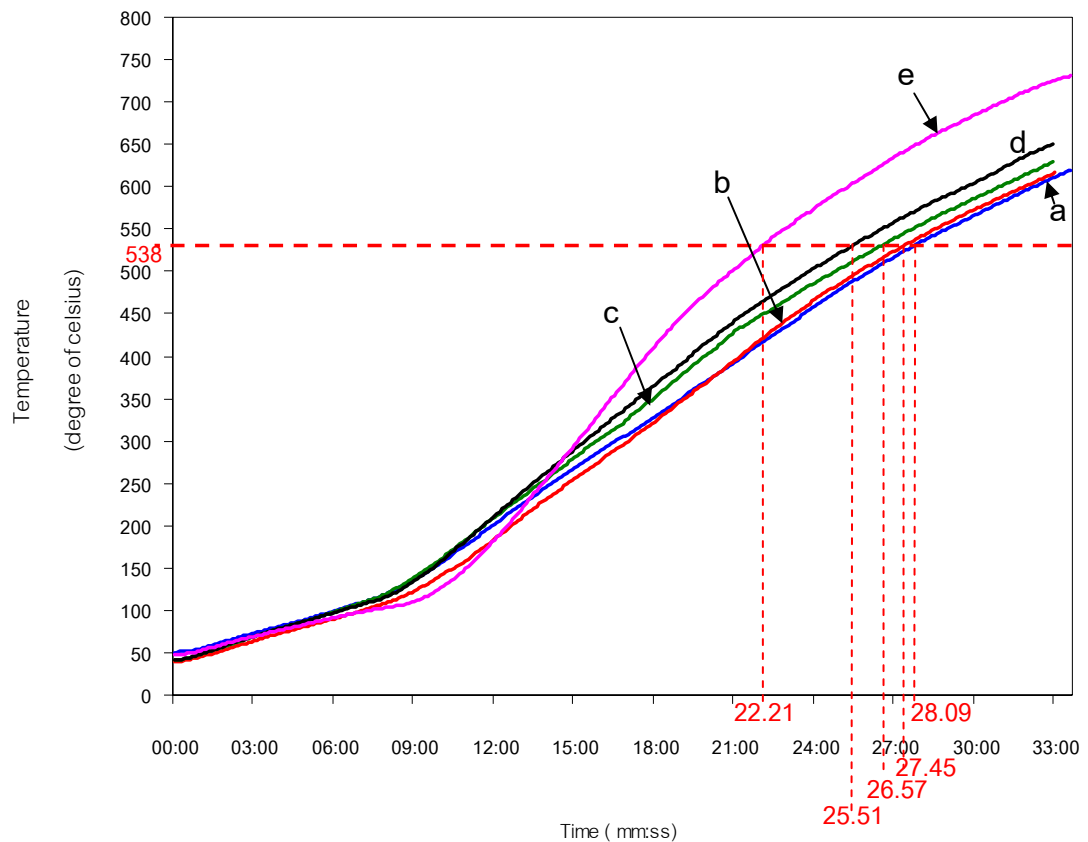
สารเติมแต่ง	อัตราส่วน*	วิธีที่ใช้สร้างอนุภาค	ชนิดสารยึดติด	เวลา (นาที)
ไม่เติมสารเติมแต่ง	1:6:1	E-S	Core shell	30.12
	1:6:1	Pan Coating	Vinyl acrylic	25.42
	1:9:1	Pan Coating	Core shell	28.09
1.เคลือบอนุภาคด้วยผงอลูมิเนียมโดยใช้พาราฟิน	1:6:1	E-S	Core shell	24.48
	1:6:1	Pan Coating	Vinyl acrylic	22.21
2.เคลือบอลูมิเนียมชั้นบนสุดของชิ้นงาน	1:6:1	E-S	Core shell	29.39
	1:9:1	Pan Coating	Core shell	27.45
3.เคลือบอะลูมินาชั้นบนสุดของชิ้นงาน	1:6:1	E-S	Core shell	31.57
	1:9:1	Pan Coating	Core shell	26.57
4.เคลือบไททาเนียมไดออกไซด์ชั้นบนสุดของชิ้นงาน	1:6:1	E-S	Core shell	29.24
	1:9:1	Pan Coating	Core shell	25.51

*อัตราส่วน ระหว่าง Cellulose : APP : Melamine



รูปที่ 4.4 กราฟแสดงผลเวลาในการทดสอบการทนไฟของการเติมสารเติมแต่งของ สารเคลือบผิวชนิดอินทนูเมสเซนต์ ที่อุณหภูมิเฉลี่ยบนผิวเหล็กมีค่า 538 องศาเซลเซียส ด้วยที่อนุภาคที่สร้างโดยเครื่อง Extrusion-Spheroization ที่อัตราส่วน 1:6:1 โดย(a) ไม่เติมสารเติมแต่ง (b) Al/paraffin (c) Al/Top (d) Al₂O₃/Top และ (e) TiO₂/Top

จากรูปที่ 4.4 จะเห็นได้ว่าผลการทดสอบการทนไฟของสารเคลือบผิวที่มีการเติมสารเติมแต่งด้วยที่อนุภาคที่สร้างโดยเครื่อง Extrusion-Spheroization ที่อัตราส่วน 1:6:1 พบว่ามีผลการทนไฟคือ การเติมโดยการเคลือบผงอลูมินาชั้นบนสุด > เคลือบผงอะลูมิเนียมชั้นบนสุด > เคลือบผงไททาเนียมไดออกไซด์ชั้นบนสุด >เคลือบอนุภาคด้วยผงอลูมิเนียมโดยใช้พาราฟิน โดยมีอัตราการทนไฟเป็น 31.57 29.39 29.24 และ 24.48 นาที ตามลำดับ ซึ่งจากการเปรียบเทียบกับสารเคลือบผิวที่ไม่เติมสารเติมแต่งพบว่ามีการทนไฟดีขึ้นเมื่อมีการเคลือบด้วยเคลือบอะลูมินาชั้นบนสุดของชั้นงาน เนื่องจากผงอะลูมินา มีสามารถสะท้อนอินฟราเรตได้สูงกว่า ทำให้มีอัตราการทนไฟได้ดีที่กว่าสารเติมแต่งชนิดอื่น



รูปที่ 4.5 กราฟแสดงผลเวลาในการทดสอบการทนไฟของการเติมสารเติมแต่งของ สารเคลือบผิวชนิดอินทนูเมสเซนส์ ที่อุณหภูมิเฉลี่ยบนผิวเหล็กมีค่า 538 องศาเซลเซียส ด้วยที่อุณหภูมิที่สร้างโดยเครื่อง Pan coating ที่อัตราส่วน 1:9:1 โดย (a) ไม่เติมสารเติมแต่ง (b) Al/Top (c) Al₂O₃/Top (d) TiO₂/Top และ (e)Al/paraffin

จากรูปที่ 4.5 จะเห็นได้ว่าผลการทดสอบการทนไฟของสารเคลือบผิวที่มีการเติมสารเติมแต่ง ด้วยที่อุณหภูมิที่สร้างโดยเครื่อง Pan coating พบว่ามีผลการทนไฟ คือ การเติมโดยการเคลือบผง อลูมิเนียมชั้นบนสุด > เคลือบผงอะลูมินาชั้นบนสุด > เคลือบผงไททาเนียมไดออกไซด์ชั้นบนสุด > เคลือบอนุภาคด้วยผงอลูมิเนียมโดยใช้พาราฟิน โดยมีอัตราการทนไฟเป็น 27.45 26.57 25.51 และ 22.21 นาที ตามลำดับ โดยจากเส้นกราฟ e จะเห็นได้ว่าการทดลองเพิ่มเคลือบอนุภาค ด้วยผงอลูมิเนียมโดยใช้พาราฟินในช่วงแรกจะให้ผลการทนไฟที่ดีที่สุดเนื่องจากการสะท้อนอิน ฟาเรตของแต่ละอนุภาคแต่เมื่ออุณหภูมิสูงขึ้นจะมีอัตราการทนไฟต่ำลงอย่างรวดเร็วเนื่องจาก จุดหลอมเหลวที่ต่ำของพาราฟิน

4.5 ผลการเพิ่มปริมาณเมลามีนที่มีต่อคุณสมบัติการทนไฟ

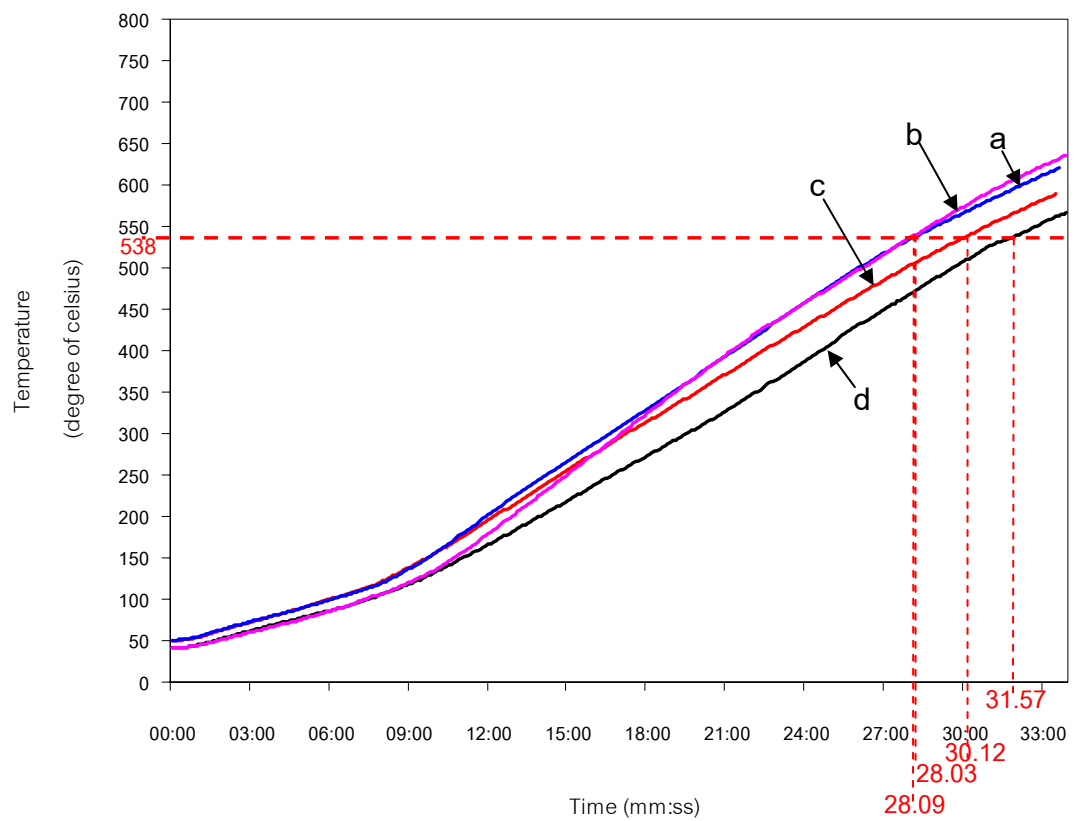
การศึกษาผลการเพิ่มปริมาณเมลามีนที่มีต่อคุณสมบัติการทนไฟด้วยเตาเผามาตรฐานของสารเคลือบผิวชนิดอินทูลูเมสเซนส์ที่เตรียมอนุภาคโดยเครื่อง Pan coating และ เครื่อง Extrusion-Spheroization (E-S) โดยทำการทดลองที่อัตราส่วน 1:9:3 และ 1:6:2 ตามลำดับ โดยใช้สารยึดติดชนิด styrene acrylic (core shell) ซึ่งแสดงผลดังตารางที่ 4.5

ตารางที่ 4.5 ตารางผลการทดสอบการทนไฟของสารเคลือบผิวโดยเปรียบเทียบการเพิ่มเมลามีน

อัตราส่วน*	วิธีที่ใช้สร้างอนุภาค	เวลา (นาที)
1:9:1	Pan Coating	28.09
1:9:3	Pan Coating	28.03
1:6:1	Extrusion Spheronization	30.12
1:6:2	Extrusion Spheronization	31.57

*อัตราส่วน ระหว่าง Cellulose: APP: Melamine

จากตารางผลการทดลองเพิ่มปริมาณสารเมลามีนในอัตราส่วนของสารตั้งต้นแสดงให้เห็นว่าในสารเคลือบผิวชนิดอินทูลูเมสเซนส์ที่เตรียมอนุภาคโดยเครื่อง Extrusion-Spheroization (E-S) มีผลทำให้ค่าเวลาเฉลี่ยในการทดสอบการทนไฟมีค่าเพิ่มขึ้นในขณะที่สารเคลือบผิวที่เตรียมอนุภาคโดยเครื่อง Pan coating พบว่าเมื่อเพิ่มเมลามีนแล้วมีค่าการทนไฟไม่เปลี่ยนจากเดิมซึ่งแสดงดังรูปที่ 4.6



รูปที่ 4.6 กราฟแสดงผลการเพิ่มปริมาณเมลามีนที่มีผลต่อคุณสมบัติการทนไฟด้วยเตาเผา มาตรฐานของสารเคลือบผิวชนิดอินทนูเมสเซนส์ที่เตรียมอนุภาคโดยเครื่อง Pan coating และ เครื่อง Extrusion-Spheroization(E-S)โดย(a) Pan coating /1:9:1 (b) Pan coating /1:9:3 และ (c) E-S /1:6:1 (d) E-S /1:6:2

4.6 ผลของชนิดคาร์บอนและอัตราส่วนของสารตั้งต้นโดยไม่มีคาร์บอนบ่ม (ผง) ที่มีต่อคุณสมบัติการทนไฟ

การศึกษาผลของชนิดคาร์บอนและอัตราส่วนของสารตั้งต้นโดยไม่มีคาร์บอนบ่ม (ผง) ที่มีต่อคุณสมบัติการทนไฟด้วยเตาเผามาตรฐานของสารเคลือบผิวชนิดอินทนูเมสเซนส์ ซึ่งทำการทดลองผลิตสารเคลือบผิวชนิดอินทนูเมสเซนส์จากผงของสารตั้งต้นรวมกัน โดยมีความแตกต่างของแหล่งของคาร์บอนคือ เซลลูโลส และ ไคเพนตะอิริคคอลล ที่อัตราส่วนต่างๆ ดังตารางที่ 4.6 และ 4.7

ตารางที่ 4.6 แสดงผลเวลาของคาร์บอนที่เป็นเซลลูโลสที่อัตราส่วนต่างๆของสารตั้งต้นโดยไม่มีคาร์บอนบ่ม (ผง)

อัตราส่วน*	เวลา (นาที)
1:6:1	33.30
1:9:1	29.45

*อัตราส่วน ระหว่าง เซลลูโลส:แอมโมเนียมโพลีฟอสเฟต:เมลามีน

หมายเหตุ

มีการเติมซิลิโคนออกไซด์ ที่อัตราส่วนของอนุภาคต่อ ซิลิโคนออกไซด์ เท่ากับ 13 ต่อ 10 โดยน้ำหนัก

จากตารางผลการทดลองแสดงให้เห็นว่าเมื่อเปรียบเทียบค่าเวลาในการทนไฟที่อัตราส่วน 1:6:1 และ 1:9:1 ในการใช้ เซลลูโลส เป็นแหล่งของคาร์บอนพบว่าที่อัตราส่วน 1:6:1 มีค่าเวลาเฉลี่ยในการทนไฟสูงกว่า อัตราส่วน 1:9:1

ตารางที่ 4.7 แสดงผลเวลาของคาร์บอนที่เป็นไดเพนตะอิริคคอลที่อัตราส่วนต่างๆของสารตั้งต้นโดยไม่มีคาร์บอนเม็ด (ผง)

อัตราส่วน*	เวลา (นาที)
1:3:1	26.45
1:6:1	25.06
1:9:1	21.30
3:8:5	27.42

*อัตราส่วน ระหว่าง ไดเพนตะอิริคคอล:แอมโมเนียมโพสเฟต:เมลามีน

หมายเหตุ

มีการเติมซิลิโคนออยล์ ที่อัตราส่วนของอนุภาคต่อ ซิลิโคนออยล์ เท่ากับ 13 ต่อ 10 โดยน้ำหนัก

จากตารางผลการทดลองแสดงให้เห็นว่าเมื่อเปรียบเทียบค่าเวลาในการทนไฟที่อัตราส่วนต่างๆกันในการใช้ ไดเพนตะอิริคคอล เป็นแหล่งของคาร์บอนพบว่าที่อัตราส่วนมีค่าเวลาเฉลี่ยในการทนไฟ คือ $3:8:5 > 1:3:1 > 1:6:1 > 1:9:1$ ตามลำดับ

4.7 ผลอัตราส่วนของสารตั้งต้นโดย ใช้ไดเพนตะอิริธรีคอลล เป็นแหล่งของคาร์บอน

ในการศึกษาอัตราส่วนของสารตั้งต้นที่มีผลต่อคุณสมบัติการทนไฟด้วยเตาเผามาตรฐาน สารเคลือบผิวชนิดอินทนูเมสเซนส์ที่เตรียมอนุภาคโดยเครื่อง Pan coating ที่อัตราส่วน 1:9:1 และ เครื่อง Extrusion-Spheroization (E-S) ที่อัตราส่วน 1:6:1 โดยเปรียบเทียบชนิดของคาร์บอน ซึ่งทำการทดลองโดยใช้สารยึดติด ชนิด styrene acrylic (core shell) แสดง ดังตารางที่ 4.8

ตารางที่ 4.8 แสดงผลเวลาของอัตราส่วนของสารตั้งต้นโดย ใช้ไดเพนตะอิริธรีคอลล เป็นแหล่งของคาร์บอนเปรียบเทียบกับเซลลูโลส

อัตราส่วน*	ชนิดของคาร์บอน	วิธีที่ใช้สร้างอนุภาค	เวลา (นาที)
1:9:1	เซลลูโลส	Pan Coating	28.09
1:9:1	ไดเพนตะอิริธรีคอลล	Pan Coating	31.57
1:6:1	เซลลูโลส	E-S	30.12
1:6:1	ไดเพนตะอิริธรีคอลล	E-S	36.24

*อัตราส่วน ระหว่างชนิดของคาร์บอน:แอมโมเนียมโพลีฟอสเฟต:เมลามีน

หมายเหตุ

มีการเติมซิลิโคนออกไซด์ ที่อัตราส่วนของอนุภาคต่อ ซิลิโคนออกไซด์ เท่ากับ 13 ต่อ 10 โดยน้ำหนัก

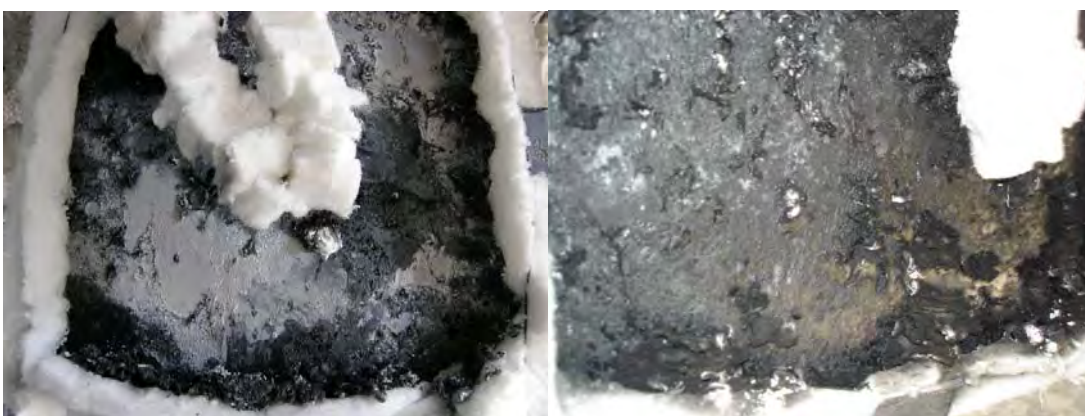
จากผลการทดลองดังตารางที่ 7 เมื่อทำการทดลองเปรียบเทียบ ชนิดคาร์บอนที่ใช้ในการเตรียมสารเคลือบผิวชนิดอินทนูเมสเซนส์ที่เตรียมอนุภาคโดยเครื่อง Pan coating ที่อัตราส่วน 1:9:1 และ เครื่อง Extrusion-Spheroization ที่อัตราส่วน 1:6:1 พบว่าสารเคลือบผิวที่เตรียมอนุภาคด้วย ไดเพนตะอิริธรีคอลล ให้ผลการทดสอบการทนไฟที่ดีกว่า เซลลูโลส ในทั้งสองวิธีการทำเม็ด

4.8 ผลการเปรียบเทียบการเติมซิลิโคนออกไซด์ของอัตราส่วนต่างๆในลักษณะที่ไม่มีการปั้นเม็ด (ผง) ที่มีต่อการทนไฟของอิฐมวลเบา

การศึกษาผลของสารเคลือบผิวที่เตรียมด้วยการนำผงของสารตั้งต้นมารวมกันในกรณีที่ไม่มีการปั้นเม็ด(ผง)ที่มีผลต่อคุณสมบัติการทนไฟด้วยเตาเผามาตรฐานของสารเคลือบผิวชนิดอิฐมวลเบา โดยมีการเติมซิลิโคนออกไซด์และไม่เติมซิลิโคนออกไซด์ นั้นพบว่าในทุกอัตราส่วนที่มีการเติมซิลิโคนออกไซด์เมื่อทำการทดสอบแล้ว ชั้นของคาร์บอนที่ได้มีการยึดเกาะกับกับผิวเหล็กซึ่งต่างจากทุกๆอัตราส่วนที่ไม่มีการเติมซิลิโคนออกไซด์ คือ กรณีที่ไม่มีการเติมซิลิโคนออกไซด์นั้น ชั้นของคาร์บอนจะไม่ยึดติดกับผิวเหล็กซึ่งจะมีการหลุดร่อนออกไปเกือบหมด เนื่องจากซิลิโคนออกไซด์เป็นตัวช่วยประสานให้มีการยึดกันระหว่างชั้นของคาร์บอน ซึ่งแสดงดัง รูปที่ 4.7 และรูปที่ 4.8



รูปที่ 4.7 แสดงชั้นคาร์บอนของอัตราส่วนในกรณีที่เป็นผงที่มีการเติมซิลิโคนออกไซด์



รูปที่ 4.8 แสดงชั้นคาร์บอนของอัตราส่วนในกรณีที่เป็นผงที่ไม่มีการเติมซิลิโคนออกไซด์

4.9 ผลการเปรียบเทียบการเพิ่มความหนาที่มีต่อคุณสมบัติการทนไฟ

การศึกษาผลการเพิ่มความหนาที่มีต่อคุณสมบัติการทนไฟด้วยเตาเผามาตรฐานของสารเคลือบผิวชนิดอินทนูเมสเซนส์ที่เตรียมอนุภาคโดย เครื่อง Extrusion-Spherionization (E-S) โดยทำการทดลองที่อัตราส่วน 1:6:1 ด้วยความหนา 3000 และ 5000 ไมครอนโดยใช้สารยึดติดชนิด styrene acrylic (core shell) แสดงผลดังตารางที่ 4.9

ตารางที่ 4.9 ตารางแสดงผลการเปรียบเทียบความหนาของสารเคลือบผิวชนิดอินทนูเมสเซนส์ที่เตรียมอนุภาคโดย เครื่อง Extrusion-Spherionization(E-S) โดยทำการทดลองที่อัตราส่วน 1:6:1 ด้วยความหนา 3000 และ 5000 ไมครอน

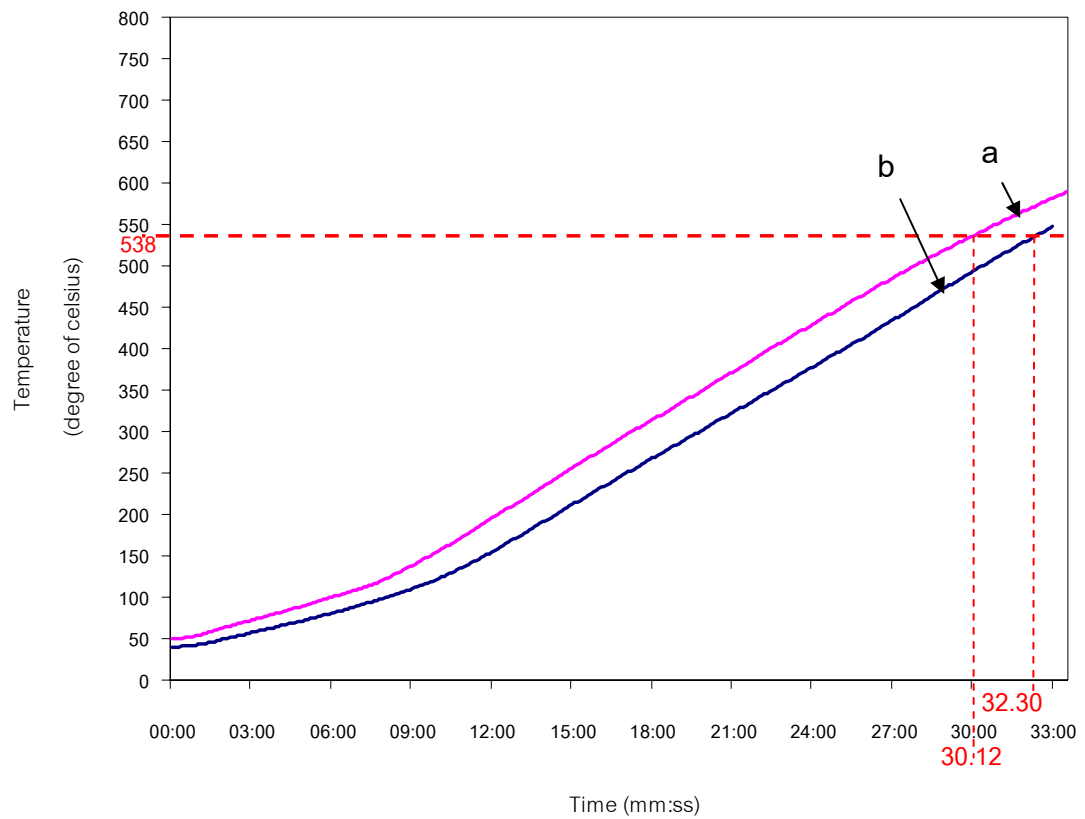
อัตราส่วน*	ความหนา(ไมครอน)	เวลา (นาที)
1:6:1	3000	30.12
	5000	32.30

*อัตราส่วน ระหว่าง เซลลูโลส:แอมโมเนียมโพลีฟอสเฟต:เมลามีน

หมายเหตุ

มีการเติมซิลิโคนออยล์ ที่อัตราส่วนของอนุภาคต่อ ซิลิโคนออยล์ เท่ากับ 13 ต่อ10 โดยน้ำหนัก

จากผลการทดลองการเพิ่มความหนาของสารเคลือบผิวที่มีอัตราส่วนเดียวกันแสดงให้เห็นว่าเมื่อความหนาเพิ่มขึ้นมีผลทำให้ความสามารถในการทนไฟเพิ่มขึ้นด้วยโดยจะแสดงอัตราการทนไฟดังรูปที่ 4.9



รูปที่ 4.9 กราฟแสดงผลการเพิ่มความหนาที่มีผลต่อคุณสมบัติการทนไฟด้วยเตาเผามาตรฐานของสารเคลือบผิวชนิดอินทูลเมสเซนส์ที่เตรียมอนุภาคโดย เครื่อง Extrusion-Spheriozation(E-S) โดยทำการทดลองที่อัตราส่วน 1:6:1 โดย(a) ความหนา 3000 ไมครอน(b) ความหนา 5000 ไมครอน

4.10 ผลการเปรียบเทียบอัตราส่วนที่สามารถทนไฟได้มากที่สุดของแต่ละวิธีในการสร้างอนุภาค

จากการทดสอบการทนไฟด้วยเตาเผามาตรฐานที่ความหนาเดียวกันของสารเคลือบผิวชนิดอินทุมเอสเซนส์โดยทดลองผลิตอนุภาคทนไฟด้วยวิธีการต่างๆ ได้ผลดังตารางที่ 4.10

ตารางที่ 4.10 ตารางเปรียบเทียบอัตราส่วนที่สามารถทนไฟได้มากที่สุดของแต่ละวิธีในการสร้างอนุภาค

วิธีที่ใช้สร้างอนุภาค	อัตราส่วน* โดยน้ำหนัก(กรัม)	สารตั้งต้น ต่อ1แผ่น (กรัม)	ซิลิโคน (หรือ ซิลิโคน ออกไซด์)ต่อ1แผ่น (กรัม)	สารยึดติด ต่อ1แผ่น (กรัม)	เวลา (นาที)
Emulsion	1:9:1 (16.36 :147.24 : 16.36)	180	120	480	33.18
Pan Coating	1:9:1 (10.78 : 97.07 : 10.78)	118.70	91.30	630	28.09
E/S	1:6:1 (14.83 : 88.98 : 14.83)	118.70	91.30	630	30.12

*อัตราส่วน ระหว่าง เซลลูโลส:แอมโมเนียมโพลีฟอสเฟต:เมลามีน

จากผลการทดลองที่ความหนาเดียวกันพบว่าอัตราการทนไฟที่ดีที่สุดคือ Emulsion > Pan Coating > Extrusion Spheronization ซึ่งสามารถทนไฟได้ 33.18 นาที 30.12 นาที และ 28.09 นาที ตามลำดับ ซึ่งจะเห็นได้ว่าวิธีการสร้างอนุภาคโดยใช้ Emulsion ให้ผลการทนไฟได้ดีที่สุดอาจเนื่องมาจากในการเคลือบที่ผิวเหล็กที่ความหนาเดียวกันนั้น อนุภาคที่มาจากวิธี Emulsion สามารถที่จะเติมอนุภาคลงในสารยึดติดได้มากกว่าวิธีอื่นจึงทำให้มีสารตั้งต้นที่ใช้ในการทำปฏิกิริยาได้มากขึ้น อัตราการทนไฟจึงมากขึ้นด้วย

บทที่ 5

สรุปผลการทดลอง

ในงานวิจัยนี้สามารถผลิตสารเคลือบผิวชนิดอินทนูเมสเซนต์ได้จากอนุภาคอินทนูเมสเซนต์ที่เตรียมจาก เซลลูโลส แอมโมเนียมโพสเฟต และเมลามีนด้วยเครื่อง Pan coating และ เครื่อง Extrusion-Spheroization โดยได้อนุภาคทรงกลมที่มีขนาดน้อยกว่า 425 ไมครอน ซึ่งจากการทดลองหาอัตราส่วนที่เหมาะสมในการเตรียมสารเคลือบผิวที่ความหนา 3000 ไมครอนพบว่าอนุภาคที่เตรียมได้จากเครื่อง Pan coating มีอัตราส่วนที่เหมาะสมคือ 1:9:1 โดยมีค่าเวลาเฉลี่ยของการทนไฟเป็น 29.45 นาที ส่วนอนุภาคที่เตรียมด้วยเครื่อง Extrusion-Spheroization มีอัตราส่วนที่เหมาะสมคือ 1:6:1 มีค่าเวลาเฉลี่ยของการทนไฟเป็น 30.12 นาที โดยทั้ง 2 วิธี ใช้สารยึดติดชนิดสไตรีน อะคริลิก (core shell) ซึ่งเป็นสารยึดติดที่ให้ผลในการทนไฟดีที่สุดเนื่องจากพบว่าหลังการทดสอบการทนไฟทำให้ชั้นของคาร์บอนสามารถยึดเกาะกับพื้นผิวได้ดีและมีการแตกหลุดร่อนน้อยที่สุด และเมื่อทำการเพิ่มความหนาของสารเคลือบผิวเป็น 5000 ไมครอน พบว่ามีค่าเวลาเฉลี่ยในการทนไฟเพิ่มมากขึ้นเป็น 32.30 นาที

ในการปรับปรุงสารเคลือบผิวชนิดอินทนูเมสเซนต์ ได้มีการปรับปรุงอัตราส่วนของสารตั้งต้นโดยการเพิ่มเมลามีนในอนุภาคอินทนูเมสเซนต์ที่เตรียมโดยเครื่อง Extrusion-Spheroization ที่อัตราส่วน 1:6:2 พบว่ามีค่าเวลาเฉลี่ยในการทนไฟเพิ่มขึ้นเป็น 31.59 นาที และเมื่อทำการทดลองเปลี่ยน แหล่งของคาร์บอน จาก เซลลูโลส เป็น ไคเพนตะอิริทคอลล พบว่าทั้ง 2 วิธีในการเตรียมอนุภาคให้ผลการทนไฟที่ดีขึ้นโดยมีค่าเวลาเฉลี่ยในการทนไฟมากขึ้น ส่วนในการศึกษาการเติมสารเติมแต่งของอนุภาคที่เตรียมโดยเครื่อง Extrusion-Spheroization ที่อัตราส่วน 1:6:1 พบว่ามีค่าการทนไฟเพิ่มขึ้นเมื่อทำการเคลือบอลูมินาที่ชั้นบนสุดของสารเคลือบผิวโดยมีค่าเวลาเฉลี่ยในการทนไฟเป็น 31.57 นาที

ในงานวิจัยนี้แสดงให้เห็นว่าการนำสารประกอบต่างๆมารวมกันเพื่อเตรียมเป็นอนุภาคก่อนมีส่วนช่วยในการผสมสารตั้งต้นให้เข้ากันทำให้เมื่อเตรียมเป็นสารเคลือบผิวจะกระจายตัวดีกว่าเตรียมจากสารตั้งต้นแบบผงและยังมีผลจากการศึกษาการเติมซิลิโคนออกไซด์พบว่าการเติมซิลิโคนออกไซด์ในสารตั้งต้นมีส่วนช่วยในการเสริมโครงสร้างของชั้นคาร์บอนให้ยึดติดกับพื้นผิวได้ดีขึ้นด้วย

เอกสารอ้างอิง

- [1] Jimenez, M., Duquesne, S. and Bourbigot, S. Characterization of the performance of an intumescent fire protective coating. *Surface & Coating Technology* 201 (2006): 979-987.
- [2] Prabhakaran, K., Beigh, J. and Lakra, Characteristics of 8 mol% yttria stabilized zirconia powder prepared by spray drying process. *Journal of Materials Processing Technology* 189. (2007) 178–181.
- [3] Lisardo, A., Angel, C. and Consuelo, S., Powdered cellulose as excipient for extrusion–spheronization pellets of a cohesive hydrophobic drug, *European Journal of Pharmaceutics and Biopharmaceutics* 55, (2003) 291–295.
- [4] Chatlapalli, R. and Rohera, B. D. Physical characterization of HPMC and HEC and investigation of their use as pelletization aids. *Int. J. Pharm.* 161. (1998) 179-193
- [5] Sandeepa, S. Preetanshu, P. and Richard, T. In situ, near real-time acquisition of particle motion in rotating pan coating equipment using imaging techniques *Chemical Engineering Science*, Volume 59, Issue 24 (2004) 5807-5817.
- [6] Bernard, H. Additive Center. [online]. Available from:
<http://www.specialchem4polymers.com/tc/ammoniumpolyphosphate/> (2007)
- [7] Senese, F. [online]. Available from:
<http://antoine.frostburg.edu/chem/senese/101/consumer/faq/what-is-cellulose.shtml> (2007)
- [8] Available from: <http://en.wikipedia.org/wiki/Cellulose> (2008)
- [9] Available from: <http://www.chemblink.com/products/126-58-9.htm> (2008)
- [10] Available from: <http://en.wikipedia.org/wiki/Pentaerythritol> (2008)
- [11] Bernard, H. Additive Center. [online]. Available from:
<http://www.specialchem4polymers.com/tc/melamine-flame-retardants/> (2007)

- [12] Richard, A. Development in flame retardants for heat and fire resistant textiles the role of char formation and intumescence. *Polymer Degradation and Stability*, Volume 54. (1996) 143-154.
- [13] Available from: http://webdb.dmsc.moph.go.th/ifc_toxic/a_tx_1_001c.asp?info_id=70 (2008)
- [14] Available from: <http://www.supradit.com/learning/colour/paint.htm> (2008)
- [15] Available from: <http://203.151.120.20/searchName.asp?VID=1654> (2008)
- [16] Available from: <http://www.ou.edu/oupd/fireprim.htm#START> (2008)
- [17] Brick Industry. Fire Resistance of Brick Masonry. TECHNICAL NOTES on Brick Construction. [online]. Available from: www.bia.org/BIA/technotes/t16.htm (2008)
- [18] Stephane, G., Serge, B. and Maryline, R. Flame retarded polyurea with microencapsulated ammonium phosphate for textile coating. *Polymer Degradation and Stability* 88 (2005) 106-113
- [19] Duquesne, S., Magnet, S. and Delobel, R., Intumescent paints: fire protective coatings for metallic substrates. *Surface and Coatings Technology* 180-181. (2004) 302-307.
- [20] Bourbigot, S., Jimenez, M., and Duquesne, S. Intumescent fire protective coating: Toward a better understanding of their mechanism of action *Thermochimica Acta*, Volume 449,1-2, (2006).16-26
- [21] Baljinder, K. and Richard, H., Complex char formation in flame-retarded fibre-intumescent combinations. *Polymer Degradation and Stability*, Volume 54. (1996), 289-303
- [22] Zhua, P., Sui, S. and Wang, B., A study of pyrolysis and pyrolysis products of flame-retardant cotton fabrics by DSC, TGA, and PY-GC-MS. *Anal. Appl. Pyrolysis* 71. (2004), 645-655
- [23] Zhang, G., Gu, J. and Shan, D., Study on preparation and fire-retardant mechanism analysis of intumescent flame-retardant coatings. *Surface and Coatings Technology*, Volume 201. (2007), 7835-7841

ภาคผนวก

ภาคผนวก ก

ราคาวัตถุดิบ และ ราคาสารเคมีเมื่อเตรียมเป็นสารเคลือบผิวต่อ1แผ่นการทดลอง

ราคาวัตถุดิบ

ตารางที่ ก1 ตารางแสดงราคาสารเคมีที่ใช้ในการทดลอง

สารเคมี	ราคา (บาท/กิโลกรัม)
Binder styrene acrylic core shell	75.00
Ammonium polyphosphate	200.00
Di-pentaerythritol	156.00
Melamine	60.00
Silicone	240.00
Silicone oil	165.85
Mineral oil	125.00
Triton-X100	1920.00
Span-80	380.00

ราคาสารเคมีเมื่อเตรียมเป็นสารเคลือบผิว ต่อ 1 แผ่นการทดลอง

ตารางที่ ก2 แสดงปริมาณสารตั้งต้นและราคาในกรณีที่ใช้ไดเพนตะอริธริคอลลเป็นแหล่งของคาร์บอนด้วยวิธี อิมัลชัน ที่อัตราส่วน 1:9:1 (Di-pentaerythritol : Ammonium polyphosphate: Melamine) ต่อ 1 แผ่นการทดลอง(1 ft × 2 ft) ที่ความหนา 3000 ไมครอน ซึ่งผลการทดสอบพบว่าสามารถทนไฟได้ 30.12 นาที

สารเคมี	ปริมาณต่อ 1แผ่น (กรัม)	ราคาต่อ 1แผ่น (บาท)
Binder core shell	630.00	47.25
Ammonium polyphosphate	128.84	25.77
Di-pentaerythritol	14.31	2.23
Melamine	14.31	0.86
Silicone	105.00	25.20
Mineral oil	52.50	6.56
Triton-X100	8.75	16.80
Span-80	1.75	0.66
รวม	955.46 กรัม	125.33 บาท

อินทุมเสเชนซ์ที่เตรียมด้วยวิธีอิมัลชัน ต่อ1 การทดลอง(1 ft × 2 ft) ที่ความหนา 3000 ไมครอน ซึ่งผลการทดสอบพบว่าสามารถทนไฟได้ 30.12 นาที โดยใช้ปริมาณสารทั้งสิ้นรวม 955.465 กรัม และมีราคาสารเคมีรวมมูลค่าทั้งสิ้น 125.43 บาท

ตารางที่ ก3 แสดงปริมาณสารตั้งต้นและราคาในกรณีที่ใช้ไดเพนตะอิริทรีคอลลเป็นแหล่งของคาร์บอนด้วยวิธี Pan Coating ที่อัตราส่วน 1:9:1 (Di-pentaerythritol : Ammonium polyphosphate: Melamine) ต่อ 1 แผ่นการทดลอง(1 ft × 2 ft) ที่ความหนา 3000 ไมครอน ซึ่งผลการทดสอบพบว่าสามารถทนไฟได้ 31.57 นาที

สารเคมี	ปริมาณต่อ 1แผ่น (กรัม)	ราคาต่อ 1แผ่น (บาท)
Binder core shell	630.00	47.25
Ammonium polyphosphate	97.11	19.42
Di-pentaerythritol	10.79	1.68
Melamine	10.79	0.65
Silicone oil	91.30	15.14
รวม	839.99 กรัม	84.14 บาท

อินทูเมสเซนส์ที่เตรียมด้วยวิธี Pan Coating ต่อ1 การทดลอง (1 ft × 2 ft) ที่ความหนา 3000 ไมครอน ซึ่งผลการทดสอบพบว่าสามารถทนไฟได้ 31.57 นาทีโดยใช้ปริมาณสารทั้งสิ้นรวม 839.99 กรัม และมีราคาสารเคมีรวมมูลค่าทั้งสิ้น 84.14 บาท

ตารางที่ ก4 แสดงปริมาณสารตั้งต้นและราคาในกรณีที่ใช้โคเพนตะอิริทริคอลลเป็นแหล่งของคาร์บอนด้วยวิธี Extrusion-spheronization (E-S) ที่อัตราส่วน 1:6:1 (Di-pentaerythritol: Ammonium polyphosphate: Melamine) ต่อ 1 แผ่นการทดลอง (1 ft × 2 ft) ที่ความหนา 3000 ไมครอน ซึ่งผลการทดสอบพบว่าสามารถทนไฟได้ 36.24 นาที

สารเคมี	ปริมาณต่อ 1แผ่น (กรัม)	ราคาต่อ 1แผ่น (บาท)
Binder core shell	630.00	47.25
Ammonium polyphosphate	89.02	17.80
Di-pentaerythritol	14.84	2.31
Melamine	14.84	0.89
Silicone oil	91.30	15.14
รวม	840.00 กรัม	83.39 บาท

อินทูเมสเซนส์ที่เตรียมด้วยวิธี Pan Coating ต่อ1 การทดลอง (1 ft × 2 ft) ที่ความหนา 3000 ไมครอน ซึ่งผลการทดสอบพบว่าสามารถทนไฟได้ 36.24 นาทีโดยใช้ปริมาณสารทั้งสิ้นรวม 839.99 กรัม และมีราคาสารเคมีรวมมูลค่าทั้งสิ้น 83.39 บาท

ราคาสี่ตามท้องตลาดที่นำมาทำการทดสอบที่ความหนา 3000 ไมครอน มี 2 ชนิด คือ

ชนิด A มีราคา 300 บาท/กิโลกรัม สามารถทนไฟได้ 1 ชั่วโมง

- ในการทาที่ความหนา 500 ไมครอน (2 ชั้น) ซึ่งสามารถทนไฟได้ 30 นาที
(ใช้สารประมาณ 300 กรัม) มีราคา 90 บาท

ชนิด B มีราคา 473 บาท/ลิตร

สามารถทนไฟได้ 54 นาที

ภาคผนวก ข
อุปกรณ์เครื่องมือในการทดลอง

เครื่อง Pan Coating

(Type C-20, 60 rpm, Mine Tech Co.,Ltd., Thailand)



รูปที่ ข1 เครื่อง Pan Coating

เครื่อง Extrusion

(Model EXKS-1, Fuji Paudal Co.,Ltd., Osaka, Japan)



รูปที่ ข2 เครื่อง Extrusion

เครื่อง Spheronization

(Model S320, Aeromatic-Field, Hamshire, England)



รูปที่ ข3 เครื่อง Spheronization

ประวัติผู้เขียนวิทยานิพนธ์

นางสาว เพชรรัตน์ อรุณพัฒน์ชัย เกิดเมื่อวันที่ 26 ตุลาคม พ.ศ. 2526 จบการศึกษาระดับมัธยมศึกษาตอนปลายจากโรงเรียนนวมินทราชินูทิศสตรีวิทยา 2 กรุงเทพมหานคร จากนั้นได้เข้าศึกษาต่อในระดับปริญญาบัณฑิต ที่ภาควิชาวิศวกรรมเคมี คณะวิศวกรรมศาสตร์ มหาวิทยาลัยศรีนครินทรวิโรฒ เมื่อเดือนมิถุนายน พ.ศ.2545 และสำเร็จการศึกษาเมื่อปี 2548 และได้ทำการศึกษาต่อในระดับปริญญาโทที่ภาควิชาวิศวกรรมเคมี คณะวิศวกรรมศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย ในปี พ.ศ.2549 และสำเร็จการศึกษาในปีการศึกษา 2551