

การปรับปรุงผ้าไหมไทยให้มีความทนวงไฟมากขึ้นโดยใช้กระบวนการพลาสมาที่เป็นมิตรต่อสิ่งแวดล้อม

Improvement of Flame Retardancy of Thai Silk Fabric by Environmentally-Friendly Plasma Treatment Process

วิจิตตรา วงศ์ใจคำ¹ และ ดุลยพงศ์ วงศ์แสง *

¹ภาควิชาวิศวกรรมอุตสาหการ คณะวิศวกรรมศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

*ภาควิชาวิศวกรรมนิวเคลียร์ คณะวิศวกรรมศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

E-mail: 'wiitra_vive@hotmail.com. Doonyapong.W@Chula.ac.th * Corresponding author

บทคัดย่อ

งานวิจัยนี้ได้สร้างพลาสมาแอมเบอร์โดยใช้คลื่นวิทยุความถี่ 13.56 MHz ในการเหนี่ยวนำให้เกิดอาร์กอนพลาสมาเพื่อใช้แอคติเวตพื้นผิวผ้าไหมไทยเพื่อเคลือบสารหน่วงไฟ เริ่มจากแอคติเวตผ้าไหมในพลาสมาที่ระดับกำลัง 50 100 และ 150 W ความดันก๊าซ 2×10^{-1} และ 8×10^{-1} Torr ระยะเวลาในการแอคติเวต 5 และ 10 นาที แล้วนำมาจุ่มในสารหน่วงไฟ 3 ชนิดที่ศึกษา (Ciba® Pyrovatim® PBS, Diethyl 2-(acryloyloxyethyl) phosphate และ 2-carboxyl ethyl(phenyl) phosphinic acid) จากการวิเคราะห์ด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด สามารถสังเกตเห็นสารหน่วงไฟเคลือบเกาะติดอยู่บนเส้นใยผ้าไหมอย่างต่อเนื่องหลายบริเวณ จากการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค FTIR สามารถสังเกตเห็นบางพีคซึ่งเป็นเอกลักษณ์ของสารหน่วงไฟที่เคลือบติดอยู่เมื่อทดสอบการหน่วงไฟและความคงทนต่อการซักล้าง สารหน่วงไฟทั้ง 3 ตัวที่ได้เคลือบเกาะติดบนพื้นผิวผ้าไหมทำหน้าที่ได้เป็นอย่างดีและคงทน ถึงแม้สารหน่วงไฟบางชนิดจะติดไฟ แต่ไฟก็ดับลงได้ภายในเวลาไม่กี่วินาที และเกิดเขม่าดำขึ้นบริเวณที่ติดไฟ

คำสำคัญ

13.56 MHz พลาสมาคลื่นความถี่วิทยุ สารหน่วงไฟ ผ้าไหมไทย

Abstract

A plasma chamber was constructed using a 13.56 MHz radio frequency to generate argon plasma. The plasma was used to activate silk surface in order to graft flame retardant chemicals. The process started with activating silk specimens in the plasma at the RF power of 50, 100 and 150 W, gas pressure of 2×10^{-1} and 8×10^{-1} Torr and activation time of 5 and 10 minutes. Afterwards, the specimens were quickly submerged into each of the 3 studied

flame retardant solutions (Ciba® Pyrovatim® PBS, Diethyl 2-(acryloyloxyethyl) phosphate and 2-carboxyl ethyl(phenyl) phosphinic acid). From observation with scanning electron microscope, the surfaces clearly appeared to be continuously coated with flame retardant chemicals at numerous locations. From FTIR analysis, some characteristic peaks of the flame retardant chemicals could be observed. From the flame retardant and laundering durability test, all the 3 flame retardant chemicals performed well and durably because although some grafted specimens caught fire, the flame extinguished within a few seconds with char formation in the burnt area.

Keywords

13.56 MHz, RF plasma, flame retardant, Thai silk

1. บทนำ

กระบวนการปรับปรุงสิ่งทอด้วยพลาสมา (Plasma treatment process) โดยทั่วไปแบ่งออกเป็น 3 กระบวนการ คือ 1. Plasma polymerization เป็นการเคลือบฟิล์มพอลิเมอร์บางๆ บนพื้นผิวโดยใช้พลาสมา กระบวนการนี้มีข้อดีคือ สามารถเคลือบฟิล์มบางมากๆ ในระดับ 500 Angstrom - 1 μm ได้ และการ Polymerization สามารถเกิดขึ้นได้โดยไม่ต้องใช้ตัวทำละลาย 2. Plasma grafting เป็นการต่อมอนอเมอร์ (Monomer) ลงบนพื้นผิวโดยใช้พลาสมาซึ่งสามารถต่อมอนอเมอร์ได้หลายชนิดบนพื้นผิว อีกทั้งหมู่ฟังก์ชัน (Functional group) ของมอนอเมอร์สามารถทำให้เกิดคุณลักษณะที่ต้องการบนพื้นผิวได้ เช่น การกันน้ำ การหน่วงไฟ 3. การปรับปรุงพื้นผิว (Surface modification) โดยใช้พลาสมา เช่น การกัดพื้นผิว (Etching) เป็นต้น พลาสมาสามารถนำมาใช้ในการปรับปรุงคุณสมบัติต่างๆ ของพื้นผิวผ้าไหมได้เป็นอย่างดี โดยใช้พลาสมากราฟต์ (Graft) มอนอเมอร์ที่เหมาะสมลงบนพื้นผิวของผ้าไหม โดยที่ไม่ส่งผลกระทบต่อคุณสมบัติเชิงกลของเส้นใยไหม เช่น เพิ่มคุณสมบัติการกันน้ำ [1-6] ไม่เคยมีการศึกษา

การใช้พลาสมาที่เหนียวนำกำลังด้วยคลื่นความถี่วิทยุ (RF Plasma) ในการเคลือบสารหน่วงไฟบนผ้าไหมไทยมาก่อน ซึ่งการเคลือบสารหน่วงไฟบนผ้าไหมไทยด้วยวิธีนี้ทำให้ผ้าไหมไทยมีคุณภาพที่ดีและคงทนมากขึ้น นอกจากนี้การเคลือบด้วยวิธี RF Plasma มีข้อได้เปรียบอย่างมากเมื่อเปรียบเทียบกับวิธีการผลิตผ้ากันไฟทั่วไปที่ใช้เทคนิคที่เรียกว่า การจุ่มอัด-อบแห้ง (Pad-dry) ผ้าที่ได้จะค่อนข้างแข็งและสวมใส่ไม่สบายเนื่องจากสารเคมีที่อัดเข้าไปทำให้เกิดการอุดตันรูระหว่างเส้นใย ทำให้คุณสมบัติการระบายความร้อนและการดูดซับความชื้นเปลี่ยนไป และสารหน่วงไฟบางตัวต้องใช้ Formaldehyde ซึ่งเป็นสารก่อมะเร็งในกระบวนการเคลือบด้วย ดังนั้นการเคลือบสารหน่วงไฟด้วยวิธี RF Plasma นี้จึงเป็นอีกเทคโนโลยีทางเลือกหนึ่งที่เป็นมิตรต่อสิ่งแวดล้อม และผู้สวมใส่ เนื่องจากไม่ต้องใช้สารเคมีใดๆ ในการเคลือบนอกจากสารหน่วงไฟ

งานวิจัยนี้ศึกษาสารหน่วงไฟ 3 ชนิดคือ Ciba® Pyrovatim® PBS, Diethyl 2-(acryloyloxyethyl) phosphate (DEAEP) และ 2-carboxyl ethyl(phenyl) phosphinic acid (CEPPA) โดยมีวัตถุประสงค์เพื่อ

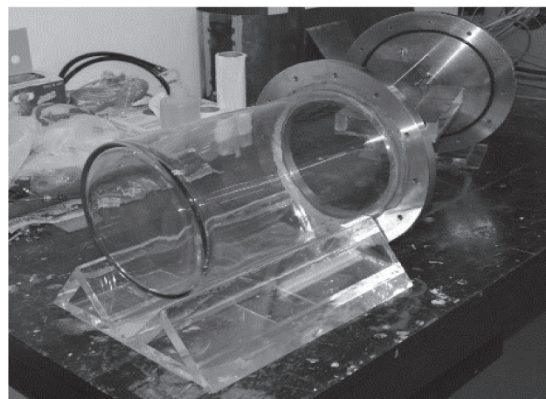
ศึกษาว่าสารหน่วงไฟชนิดใดจะเกาะติดบนผ้าไหมได้อย่างคงทน โดย Ciba® Pyrovatim® PBS เป็นสารหน่วงไฟแบบกึ่งถาวร (Semi-durable) ที่มีฟอสฟอรัสเป็นองค์ประกอบ และมีการใช้ในเชิงพาณิชย์ในการเคลือบสิ่งทอต่างๆ ที่ไม่ต้องซักล้างบ่อยๆ เช่น พรหมเบาะ ผ้าม่าน เป็นต้น จึงเหมาะสมที่จะนำมาศึกษาในการเคลือบผ้าไหมไทยในงานวิจัยนี้ เนื่องจากเสื้อผ้าที่ทำจากผ้าไหมไทยจะไม่ซักล้างบ่อยๆ เช่นกัน ส่วน DEAEPA เป็น Acrylate monomer ที่มีฟอสฟอรัสเป็นองค์ประกอบ และได้มีการศึกษาเคลือบผ้าไหมโดยใช้ 2.46 GHz microwave plasma [5] จึงเป็นที่น่าสนใจที่จะศึกษาเคลือบผ้าไหมไทยโดยใช้ 13.56 MHz plasma ส่วน CEPPA เป็น “Biofunctional copolymerizable phosphorus monomer” [8] และเป็นสารหน่วงไฟแบบถาวร (Durable) ที่สามารถใช้เคลือบสิ่งทอ จึงเป็นที่น่าสนใจในการศึกษาเคลือบผ้าไหมไทยเช่นกัน นอกจากนี้ตัวแปรที่ศึกษาคือ กำลังวิทยุ ระยะเวลาที่ทำการเอกทิตเวตผ้าไหมในพลาสมาและความดันก๊าซอาร์กอน โดยเมื่อเพิ่มกำลังวิทยุและ/หรือระยะเวลา จะเกิด Active site บนผ้าไหมมากขึ้น ส่งผลให้เกิดการเคลือบสารหน่วงไฟได้มากขึ้น ส่วนความดันก๊าซเมื่อเพิ่มขึ้นก็จะมีปริมาณพลาสมาที่มากขึ้น ซึ่งจะก่อให้เกิด Active site บนผ้าไหมมากขึ้น และส่งผลให้เกิดการเคลือบสารหน่วงไฟได้มากขึ้นเช่นกัน

2. การดำเนินงาน

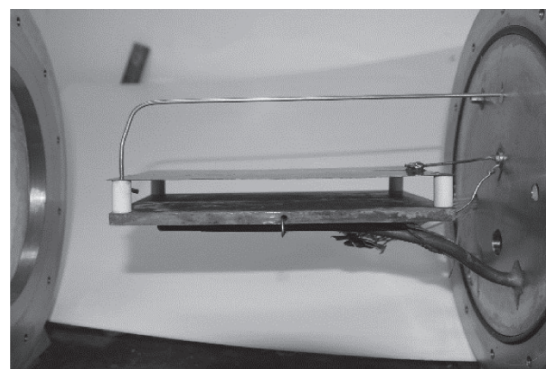
2.1 การเอกทิตเวตผ้าไหมในพลาสมา

เริ่มจากการสร้างพลาสมาแชมเบอร์เพื่อใช้ในการเอกทิตเวตชิ้นงานผ้าไหม โดยพลาสมาแชมเบอร์เชื่อมต่อกับแฟลนจ์ (Flange) ที่ทำจากเหล็กกล้าไร้สนิม ซึ่งแฟลนจ์มีช่องสำหรับนำกำลังวิทยุเข้ามายังพลาสมาแชมเบอร์ โดยภาพที่ 1(a) แสดงพลาสมาแชมเบอร์ที่มี

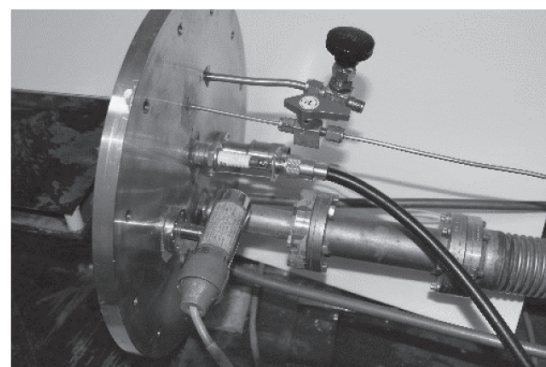
อุปกรณ์ต่างๆ ดังแสดงภาพที่ 1 (b) และภาพที่ 2 แสดงแฟลนจ์ที่มีช่องต่อหลายช่องและสายต่างๆ ที่ต่อเชื่อมเข้าไปยังภายในของพลาสมาแชมเบอร์



ภาพที่ 1 (a) พลาสมาแชมเบอร์



ภาพที่ 1 (b) อุปกรณ์ต่างๆ ภายในพลาสมาแชมเบอร์



ภาพที่ 2 แฟลนจ์ที่มีช่องต่อหลายช่องและสายต่างๆ ที่ต่อเชื่อมเข้าไปยังภายในของพลาสมาแชมเบอร์

ตัวอย่างผ้าไหมไทยสำหรับแต่ละการทดลองผลิตจากไหมไทยธรรมชาติ 100% และไม่ได้ผ่านการย้อมสีหรือผ่านกระบวนการฟอกขาวแต่อย่างใด ตัดเป็นรูปสี่เหลี่ยมผืนผ้าขนาด 5 x 10 ซม. ก่อนนำมาทดลองจะล้างหลายครั้งด้วยเมทิลแอลกอฮอล์ เพื่อกำจัดคราบไขมันต่างๆ ที่อาจเกาะอยู่บนพื้นผิว และนำไปอบในตู้อบที่มีลมเป่าที่อุณหภูมิ 50 °C เป็นเวลาประมาณ 20 นาที เพื่อให้แห้งสนิท จากนั้นนำตัวอย่างผ้าไหมที่ทำความสะอาดและอบแห้ง แล้ววางลงบนแท่นวางชิ้นงาน ปิดฉนวนกันความร้อนทั้ง 2 เข้าด้วยกัน ปิดปั๊มสุญญากาศ และรอให้ความดันอากาศในแชมเบอร์ลดลงถึงประมาณ 8×10^{-2} Torr ปล่องก๊าซอาร์กอนเข้าไปในแชมเบอร์อย่างช้าๆ โดยปรับวาล์วเข็ม (Needle valve) จนได้ความดันที่ต้องการ ที่ 2×10^{-1} หรือ 8×10^{-1} Torr หลังจากนั้นเปิดระบบกำเนิดกำลังวิทยุ และปรับระดับกำลังบนเครื่องให้ได้ค่าที่ต้องการที่ 50 100 หรือ 150 W และแอกติเวตผ้าไหมเป็นเวลา 5 หรือ 10 นาที

2.2 การเคลือบสารหน่วงไฟ

2.2.1 การเคลือบสารหน่วงไฟชนิดที่

1 : Ciba® Pyrovatim® Poly (butylene succinate) (PBS)

หลังแอกติเวตพื้นผิวจนครบเวลาแล้ว ปิดเครื่องกำเนิดกำลังวิทยุ ปิดปั๊มสุญญากาศ และปล่อยก๊าซอาร์กอนเข้าไปในแชมเบอร์อย่างรวดเร็ว เพื่อให้แชมเบอร์มีความดัน 1 บรรยากาศ และรับนำตัวอย่างผ้าไหมออก และแช่ลงในสารละลาย PBS : น้ำ Deionized water ที่ 50 : 50 โดยปริมาตร เป็นเวลา 2 นาที โดยกวนผ้าไหมในสารละลายด้วย หลังจากนั้นล้างผ้าไหมด้วยน้ำ Deionized water 5 ครั้งเพื่อให้มั่นใจว่า PBS

ที่ไม่ได้เคลือบบนพื้นผิวจะหลุดออกไปทั้งหมด ท้ายสุดแล้วนำไปอบในตู้อบที่มีพัดลมดูดอากาศที่อุณหภูมิ 50 °C จนแห้งสนิท

ปริมาณสารหน่วงไฟ PBS ที่เกิดการเคลือบบนพื้นผิวผ้าไหมสามารถคำนวณได้จากน้ำหนักของผ้าไหมก่อนและหลังเคลือบสารหน่วงไฟ โดยสามารถคำนวณได้จากสูตร

$$\text{Degree of coating(\%)} = \frac{(W_1 - W_0)}{W_0} \times 100 \quad (1)$$

โดย W_0 คือน้ำหนักแห้งก่อนการเคลือบและ W_1 คือน้ำหนักแห้งหลังการเคลือบ

2.2.2 การเคลือบสารหน่วงไฟชนิดที่

2 : DEAEP

หลังแอกติเวตพื้นผิวจนครบเวลาแล้ว ปิดเครื่องกำเนิดกำลังวิทยุ ปิดปั๊มสุญญากาศ และปล่อยก๊าซอาร์กอนเข้าไปในแชมเบอร์อย่างรวดเร็ว เพื่อให้แชมเบอร์มีความดัน 1 บรรยากาศ จากนั้นรับนำตัวอย่างผ้าไหมจุ่มและกวนลงในสารละลาย DEAEP ที่สังเคราะห์ขึ้นมา [7] เป็นเวลา 2 นาที ล้างผ้าไหมด้วยเมทานอล 5 ครั้ง เพื่อให้มั่นใจว่า DEAEP ที่ไม่ได้เคลือบบนพื้นผิวจะหลุดออกไปทั้งหมด (DEAEP ละลายในเมทานอล) นำไปอบในตู้อบที่มีพัดลมดูดอากาศ ที่อุณหภูมิ 50 °C จนแห้งสนิท

2.2.3 การเคลือบสารหน่วงไฟชนิดที่

3 : CEPPA

ในการเคลือบ CEPPA เตรียมสารละลาย CEPPA โดยนำผง CEPPA ไปผสมน้ำ Deionized water ในปริมาณที่มากจนไม่สามารถละลายได้อีก (จนถึง Solubility limit) โดยขั้นตอนการเคลือบเช่น

เดียวกับการเคลือบสารหน่วงไฟ 2 ชนิดแรกข้างต้น water 5 ครั้ง และสรุปพารามิเตอร์ที่ใช้ในการเคลือบ และล้างผ้าไหมในขั้นตอนสุดท้ายด้วยน้ำ Deionized ผ้าไหมไทยด้วยสารหน่วงไฟชนิดต่างๆ ดังตารางที่ 1

ตารางที่ 1 สรุปพารามิเตอร์ที่ใช้ในการเคลือบผ้าไหมด้วยสารหน่วงไฟชนิดต่างๆ

พารามิเตอร์/ สารหน่วงไฟ	PBS	DEAEP	CEPPA
กำลังวิทยุ (W)	50, 100, 150	50, 100, 150	50, 100, 150
ระยะเวลา (นาท)	5, 10	5, 10	5, 10
ความดัน ก๊าซอาร์กอน (Torr)	2 x 10 ⁻¹ , 8 x 10 ⁻¹	8 x 10 ⁻¹	8 x 10 ⁻¹

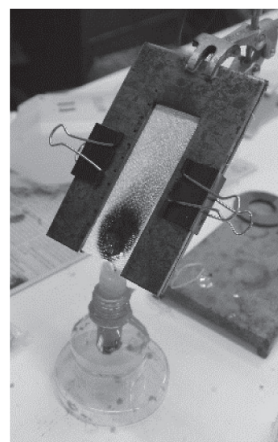
2.3 การทดสอบความคงทนต่อการซักล้าง

ได้ทดสอบความคงทนต่อการซักล้างตามมาตรฐาน TIS-121 (3-1975) โดยใส่น้ำประปาที่ผสมด้วยผงซักฟอกยี่ห้อ แอทแทค รุ่น ซอฟท์พลัส (Active ingredient: Anionic Surfactant, Zeolite, Sodium Carbonate, Sodium Carboxymethyl, etc.) ที่ความเข้มข้น 1 g/L ในบีกเกอร์ขนาด 5 ลิตร และควบคุมอุณหภูมิให้อยู่ในช่วง 35 – 36 °C และซักล้างโดยกวนอย่างสม่ำเสมอเป็นเวลาครึ่งชั่วโมง

2.4 การทดสอบการหน่วงไฟ

การทดสอบการหน่วงไฟของผ้าไหมจะทดสอบหลังจากผ่านการทดสอบความคงทนต่อการซักล้างแล้ว ในการทดสอบการหน่วงไฟ ใช้วิธี “45-Degree flame test” ตามมาตรฐาน ASTM D1230 โดยใช้เครื่องมือที่สร้างขึ้นเองอย่างง่าย ดังภาพที่ 3 คือ ยึดตัวอย่าง

ผ้าไหมแห้งที่ต้องการทดสอบระหว่างแผ่นอะลูมิเนียมหนา 2 แผ่น แล้วเอียงแผ่นให้ได้มุม 45 องศาจากพื้นราบ หลังจากนั้นเลื่อนเปลวไฟให้ไปอยู่ใต้ผ้าไหม และสังเกตการติดไฟรวมถึงวัดอัตราการเคลื่อนที่ของเปลวไฟ (ในกรณีที่เปลวไฟลาม)



ภาพที่ 3 การทดสอบการหน่วงไฟ

2.5 การวิเคราะห์เอกลักษณ์ของสารหนองไฟ ด้วยเทคนิค FTIR และการวิเคราะห์พื้นผิวด้วย กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด

ได้วิเคราะห์เอกลักษณ์ของสารหนองไฟด้วย
เทคนิค FTIR เพื่อพิจารณาเลขคลื่นที่ควรปรากฏที่
ตำแหน่งต่างๆ ซึ่งแสดง Chemical bond ของสาร
หนองไฟชนิดต่างๆ รวมถึงได้วิเคราะห์พื้นผิวด้วย
กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดเพื่อสังเกต
การเกาะติดของสารหนองไฟบนผ้าไหม

3. ผลการทดลอง

3.1 ค่า Degree of coating

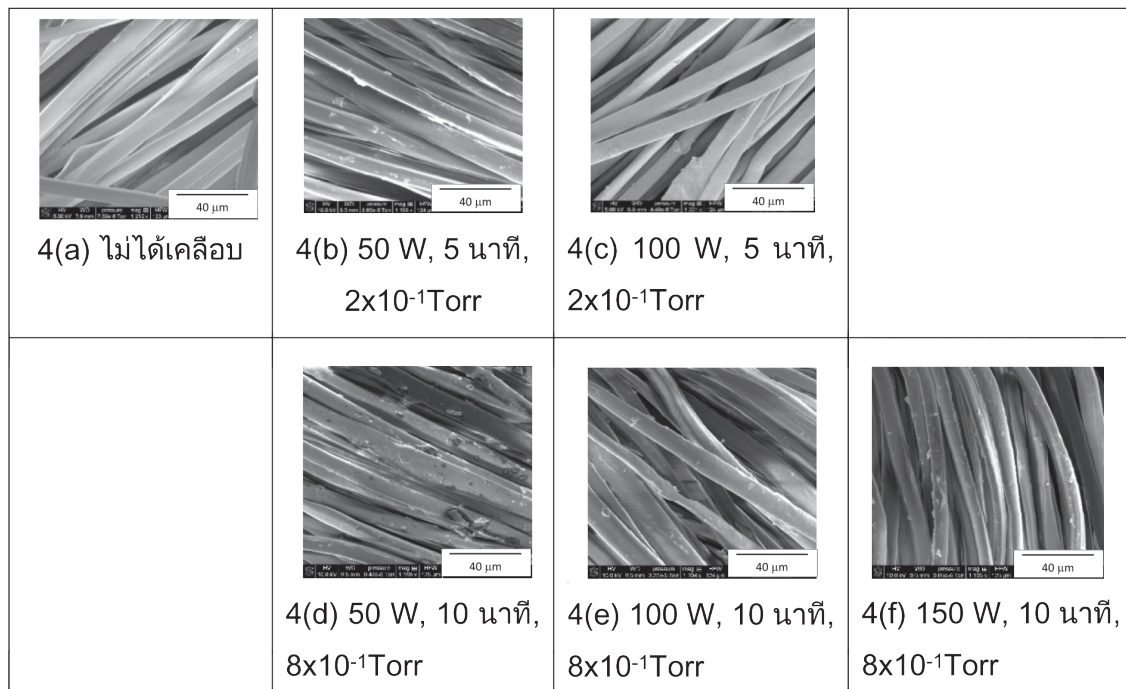
แสดงค่า Degree of coating (%) ของผ้าไหม
ที่เคลือบด้วย PBS ดังตารางที่ 2

ตารางที่ 2 ค่า Degree of coating (%) ของผ้าไหมที่เคลือบด้วย PBS โดยใช้กำลังวิทยุ 100 W และ 150 W
และใช้เวลาแอกติเวท 5 และ 10 นาที

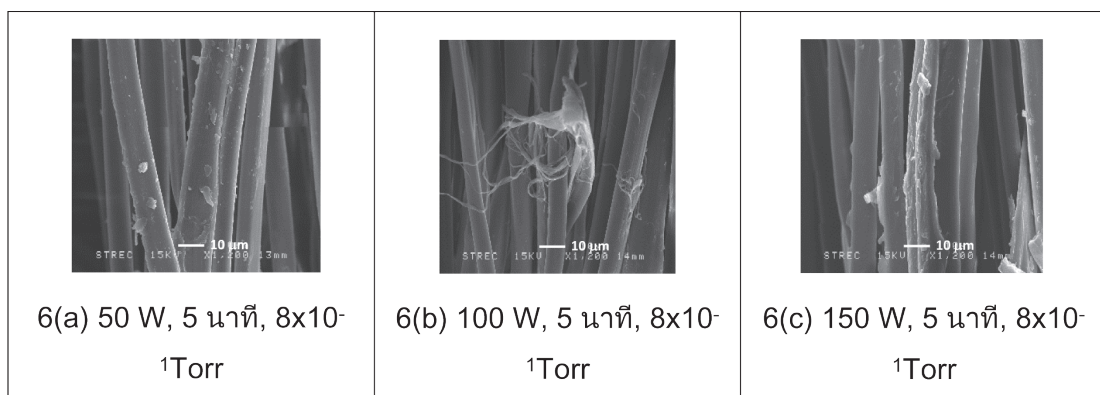
พารามิเตอร์	กำลังวิทยุ 100 W				กำลังวิทยุ 150 W	
	เวลาแอกติเวท 5 นาที		เวลาแอกติเวท 10 นาที		เวลาแอกติเวท 5 นาที	
	ตัวอย่างที่ 1	ตัวอย่างที่ 2	ตัวอย่างที่ 1	ตัวอย่างที่ 2	ตัวอย่างที่ 1	ตัวอย่างที่ 2
มวลก่อนเคลือบ (g)	0.6986	0.6298	0.6852	0.7112	0.7026	0.6642
มวลหลังเคลือบ (g)	0.7025	0.6312	0.6941	0.7198	0.7155	0.6720
Degree of coating	0.56	0.22	1.30	1.21	1.84	1.17
Average degree of coating(%)	0.39		1.26		1.51	

ตารางที่ 2 แสดงค่า Degree of coating ของผ้าไหมที่เคลือบด้วย PBS ซึ่งจะเห็นได้ว่าที่ระดับกำลังวิทยุเท่า
กัน เมื่อแอกติเวทนานขึ้น ค่า Degree of coating ก็จะมีสูงขึ้น และหากแอกติเวทที่ระยะเวลาเท่ากัน ค่า Degree
of coating จะสูงกว่าในกรณีที่ใช้กำลังวิทยุที่สูงกว่า ซึ่งผลเหล่านี้แสดงให้เห็นว่าระยะเวลาที่แอกติเวทที่นานขึ้น
และ/หรือระดับกำลังวิทยุที่สูงขึ้นจะส่งผลให้เกิด Active site บนผ้าไหมมากขึ้น ทำให้มีปริมาณการเคลือบเกาะ
ติดของสารหนองไฟที่มากขึ้น

3.2 การวิเคราะห์พื้นผิวด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด

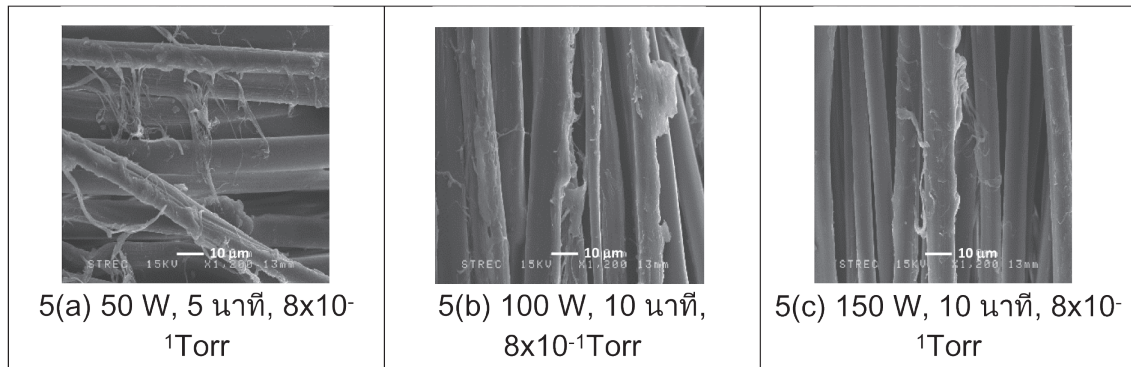


ภาพที่ 4 ภาพจากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนของผ้าไหมที่ไม่ได้เคลือบและเคลือบด้วย PBS ที่สภาวะต่างๆ (กำลังขยาย 1,200 เท่า)



ภาพที่ 5 ภาพจากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนของผ้าไหมที่เคลือบด้วย DEAP ที่สภาวะต่างๆ (กำลังขยาย 1,200 เท่า)

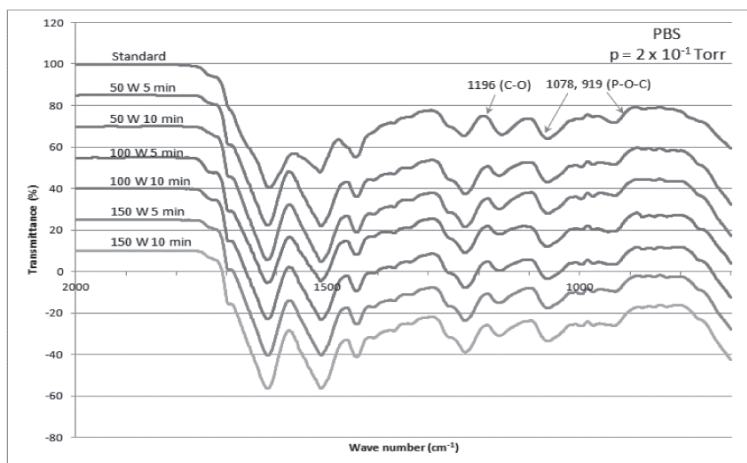
ในภาพที่ 5(a) ผ้าไหมผ่านการเอกทิวเวต 5 นาที ส่วนภาพที่ 5(b) และ 5(c) ผ้าไหมผ่านการเอกทิวเวต 10 นาที จึงไม่สามารถนำมาเปรียบเทียบโดยตรงได้ อย่างไรก็ตามสามารถกล่าวได้ว่าในภาพที่ 5(a) หากเอกทิวเวต นาน 10 นาที ควรจะมี DEAAP เกาะติดมากขึ้น ดังนั้นภาพที่ 5(a) จึงแสดงจำนวน DEAAP ที่เกาะติดเป็นอย่างน้อย)



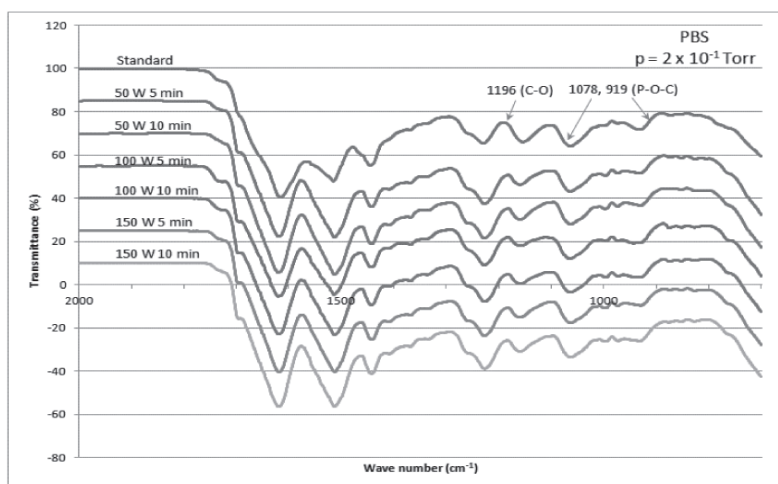
ภาพที่ 6 ภาพจากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนของผ้าไหมที่เคลือบด้วย CEPPA ที่สภาวะต่างๆ (กำลังขยาย 1,200 เท่า)

จากภาพที่ 4-6 แสดงให้เห็นอย่างชัดเจนว่าในทุกการทดลองเคลือบสารหน่วงไฟ เมื่อเทียบกับรูป 3(a) ว่ามีสารหน่วงไฟเคลือบเกาะติดอยู่บนเส้นใยผ้าไหมในทุกสภาวะของการเคลือบ ไม่ว่าจะใช้ระดับกำลังวิทยุที่สูงหรือต่ำ หรือระยะเวลาเอกทิวเวตที่นานหรือสั้นก็ตาม

3.3 การวิเคราะห์เอกลักษณ์ของสารหน่วงไฟด้วยเทคนิค FTIR



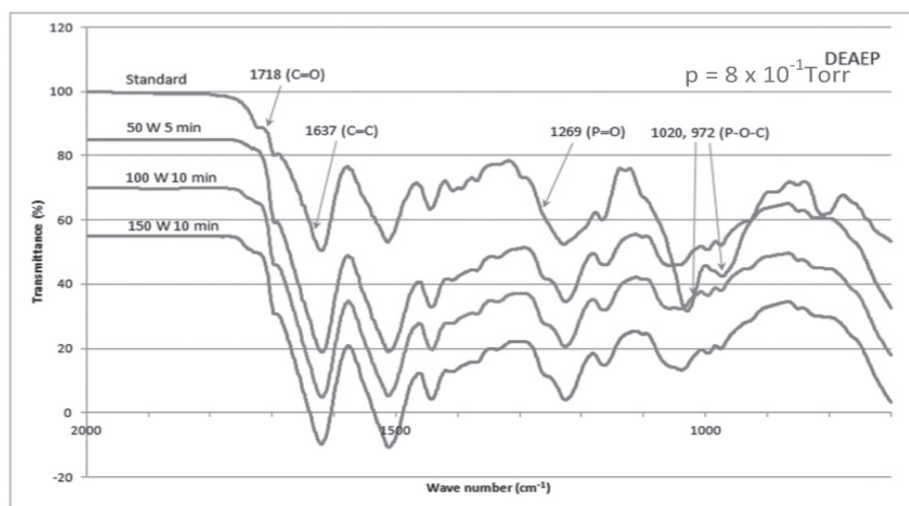
ภาพที่ 7(a) - 7(b) FTIR spectrum ของผ้าไหมที่เคลือบด้วย PBS



ภาพที่ 7(a) - 7(b) FTIR spectrum ของผ้าไหมที่เคลือบด้วย PBS

ภาพที่ 7(a) - 7(b) แสดง FTIR spectrum ของผ้าไหมที่เคลือบด้วย PBS ในสภาวะต่างๆ กัน โดย Standard คือผ้าไหมที่จุ่มในสารละลาย PBS โดยตรง นำเข้าตู้อบให้แห้งและไม่ได้มีการล้าง PBS ออกแต่อย่างใด เพื่อให้ได้ตัวอย่างที่มี PBS เกาะติดอยู่ในปริมาณที่มาก (ถึงแม้จะเกาะอยู่อย่างไม่ถาวร) จากผลการวิเคราะห์โดยใช้เทคนิค FTIR สำหรับการเคลือบด้วย PBS

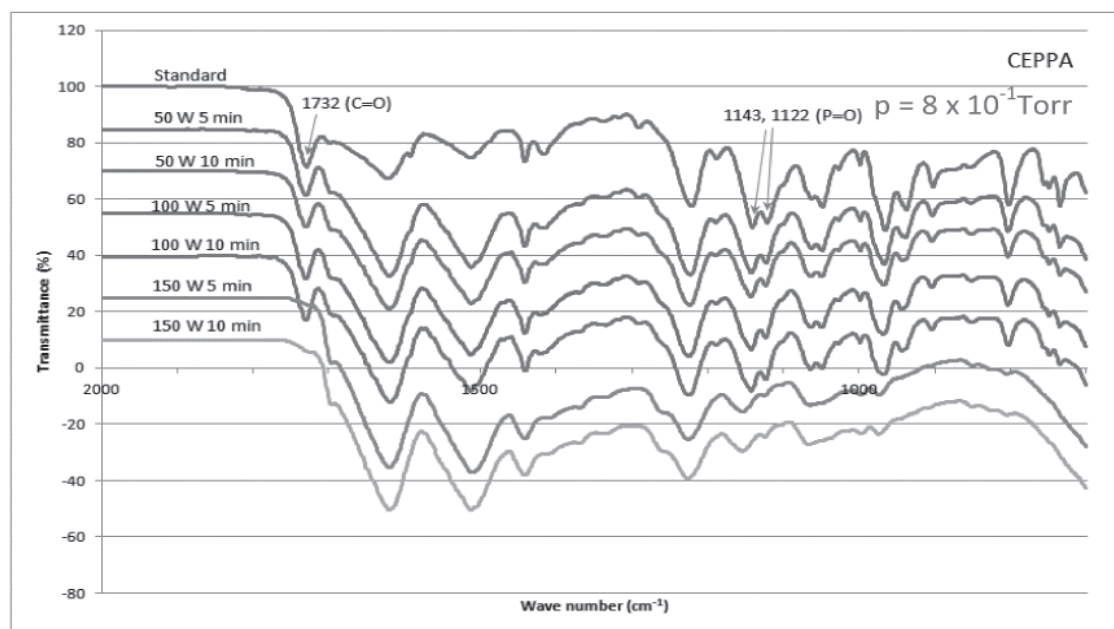
จะเห็นได้ว่าที่เลขคลื่น 1196 cm^{-1} ซึ่งเป็นเอกลักษณ์ของ C-O bond ไม่สามารถสังเกตเห็นพิกของตัว Standard และในการเคลือบทุกสภาวะ นอกจากนี้ที่เลขคลื่น 1078 และ 919 cm^{-1} ซึ่งเป็นเอกลักษณ์ของ P-O-C bond ก็ไม่สามารถสังเกตเห็นพิกใดๆ เช่นกัน แสดงให้เห็นว่ามี PBS เคลือบอยู่ในปริมาณเล็กน้อยเท่านั้น



ภาพที่ 8 แสดง FTIR spectrum ของผ้าไหมที่เคลือบด้วย DEAP

ภาพที่ 8 แสดง FTIR spectrum ของผ้าไหมที่เคลือบด้วย DEAP ในสภาวะต่างๆ กัน จากการวิเคราะห์โดยใช้เทคนิค FTIR จะเห็นได้ว่าที่เลขคลื่น 1269 และ 972 cm^{-1} ซึ่งเป็นเอกลักษณ์ของ P=O bond เกิด

พิกเล็กน้อย ขึ้นในการเคลือบทุกสภาวะ แสดงให้เห็นว่ามีการเคลือบเกาะของสารหน่วงไฟที่มีฟอสฟอรัสเป็นองค์ประกอบนี้อยู่บนผ้าไหม



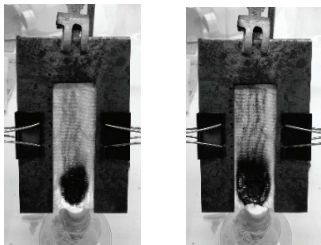
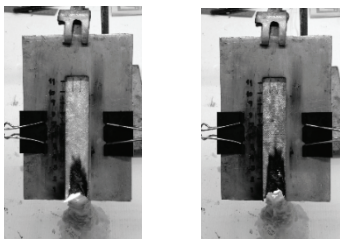
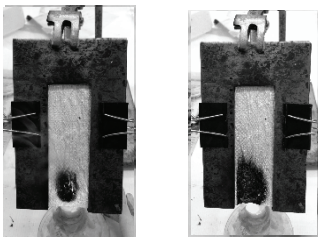
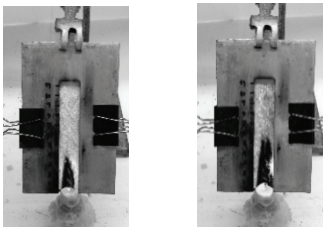
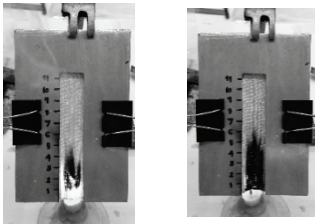
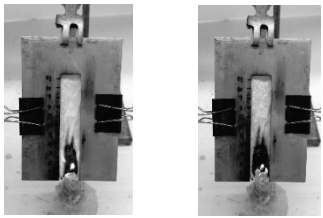
ภาพที่ 9 แสดง FTIR spectrum ของผ้าไหมที่เคลือบด้วย CEPPA

ภาพที่ 9 แสดง FTIR spectrum ของผ้าไหมที่เคลือบด้วย CEPPA ในสภาวะต่างๆ กัน จากการวิเคราะห์โดยใช้เทคนิค FTIR จะเห็นได้ว่าที่เลขคลื่น 1732 cm^{-1} ซึ่งเป็นเอกลักษณ์ของ C=O bond และที่เลขคลื่น 1143 และ 1122 cm^{-1} ซึ่งเป็นเอกลักษณ์ของ P=O bond สามารถสังเกตเห็นพิกได้อย่างชัดเจนสำหรับทุกสภาวะการเคลือบ ยกเว้นที่ระดับกำลัง RF power 150 W ที่แอกติเวทผิวนาน 5 นาที และ 10 นาที

3.4 การทดสอบการหน่วงไฟ

ผลการทดสอบการหน่วงไฟของผ้าไหมที่ผ่านและที่ไม่ได้ผ่านการทดสอบความคงทนต่อการซักล้างแสดงในตารางที่ 3

ตารางที่ 3 ตัวอย่างชิ้นงานเปรียบเทียบผลการทดสอบการหน่วงไฟของผ้าไหมที่เคลือบด้วยสารหน่วงไฟทั้ง 3 ชนิด หลังผ่านการทดสอบการทดสอบความคงทนต่อการซักล้าง เป็นเวลาประมาณ 10 วินาทีและ 2 นาที

พารามิเตอร์ในการเคลือบ	การทดสอบการหน่วงไฟ	
	ผ้าไหมที่ไม่ได้ผ่านการทดสอบความคงทนต่อการซักล้าง	ผ้าไหมที่หลังผ่านการทดสอบความคงทนต่อการซักล้าง
50 W, 10 mins, 8×10^{-1} Torr (PBS)	 10 seconds 2 minutes	 10 seconds 2 minutes
50 W, 10 mins, 8×10^{-1} Torr (DEAEP)	 10 seconds 2 minutes	 10 seconds 2 minutes
50 W, 10 mins, 8×10^{-1} Torr (CEPPA)	 10 seconds 2 minutes	 10 seconds 2 minutes

เมื่อทดสอบการหน่วงไฟและความคงทนต่อการชักล้าง สารหน่วงไฟทั้ง 3 ชนิดที่ได้เคลือบเกาะติดบนพื้นผิว ผ้าไหมทำหน้าที่เป็นอย่างดีและอย่างคงทน โดยตัวอย่าง ที่เคลือบด้วย PBS หลังจากให้เปลวไฟที่ด้านล่างของ ผ้าไหมเป็นเวลานานถึง 2 นาทีก็ยังไม่ติดไฟ และเกิดเป็น เขม่าดำขึ้นบริเวณที่ถูกเปลวไฟเท่านั้น ส่วนตัวอย่างที่ เคลือบด้วย DEAP และ CEPPA หลังจากให้เปลวไฟ ที่ด้านล่างของผ้าไหม ได้เกิดการติดไฟขึ้น แต่ไฟก็ได้ดับ ลงภายในเวลาไม่กี่วินาทีและเกิดเขม่าดำขึ้นบริเวณที่ถูก เปลวไฟและไหมไฟ ส่วนตัวอย่างที่ผ่านการทดสอบความ คงทนต่อการชักล้างแล้ว ผลการทดสอบคือทุกตัวอย่าง ติดไฟ (รวมถึงที่เคลือบด้วย PBS ด้วย) แต่ไฟก็ได้ดับลง ภายในเวลาไม่กี่วินาที ซึ่งเกิดจากสารประกอบฟอสฟอรัส ในสารหน่วงไฟที่เคลือบติดอยู่ [9] ผลการทดลองที่ได้ นี้เป็นไปในลักษณะเดียวกับผลที่ C. Chaiwong et al. [3] ได้กล่าวคือเมื่อชักล้างแล้วคุณสมบัติการหน่วงไฟ ก็ยังคงมีอยู่เนื่องจากถึงแม้ตัวอย่างจะติดไฟ แต่ไฟก็ ไม่ลาม และเกิดเป็นเขม่าดำขึ้น

4. สรุปผลการทดลอง

การเคลือบสารหน่วงไฟบนผ้าไหมไทยโดยใช้ กระบวนการพลาสมา สามารถทำได้อย่างมีประสิทธิภาพ โดยสารหน่วงไฟ 3 ชนิดที่ใช้ศึกษาการเคลือบคือ Ciba® Pyrovatim® Poly(butylene succinate) (PBS), Diethyl 2-(acryloyloxyethyl) phosphate (DEAP) และ 2-carboxyl ethyl(phenyl) phosphinic acid (CEPPA) โดยเอกติเวทผ้าไหมทั้งในพลาสมา

ก๊าซอาร์กอนก่อนที่ระดับกำลังวิทยุ 50-150 W ความดันก๊าซอาร์กอน 2×10^{-1} และ 8×10^{-1} Torr ใช้ระยะเวลาในการเอกติเวท 5 และ 10 นาที พบว่า ค่า Degree of coating ที่คำนวณได้จากการเคลือบ ด้วย PBS มีค่าต่ำ อย่างไรก็ตามมีแนวโน้มที่สูงขึ้นตาม ระยะเวลาเอกติเวทที่นานขึ้น และตามระดับกำลังวิทยุที่ สูงขึ้น เนื่องจากเกิด Active site บนพื้นผิวของเส้นใย ผ้าไหมมากขึ้น ซึ่งเอื้อต่อการเกิดการกราฟต์สารหน่วง ไฟในปริมาณมากขึ้น และเมื่อนำผ้าไหมไปเคลือบสาร หน่วงไฟ พบว่า ผ้าไหมที่ผ่านการเคลือบสารหน่วง ไฟเหล่านี้ในทุกสภาวะการทดลอง เมื่อสังเกตด้วยตา เปล่ามีลักษณะพื้นผิวไม่แตกต่างจากผ้าไหมที่ไม่ได้ผ่าน การเคลือบ จากการวิเคราะห์พื้นผิวด้วยกล้องจุลทรรศน์ อิเล็กตรอนแบบส่องกราด พบว่าสภาพพื้นผิวของเส้นใย ผ้าไหมที่ไม่ได้เคลือบมีลักษณะเรียบเนียน ส่วนที่เคลือบ สารหน่วงไฟ DEAP และ CEPPA แล้วในทุกสภาวะ สามารถสังเกตเห็นสารหน่วงไฟเคลือบเกาะติดอยู่ใน หลายตำแหน่ง ส่วนกรณีของ PBS สังเกตเห็นสาร หน่วงไฟเคลือบเกาะติดอยู่น้อยมาก ซึ่งสนับสนุนผล การคำนวณค่า Degree of coating ก่อนหน้านี้ และ จากการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค FTIR สามารถสังเกตเห็นบางพีคซึ่งเป็นเอกลักษณ์ของสารหน่วงไฟที่เคลือบ ติดอยู่ และเมื่อทดสอบการหน่วงไฟหลังจากทดสอบ ความคงทนต่อการชักล้างแล้ว สารหน่วงไฟทั้ง 3 ตัว ได้เคลือบเกาะติดบนพื้นผิวผ้าไหมจริงและคงทนเป็น อย่างดี เนื่องจากถึงแม้จะติดไฟสำหรับ DEAP และ CEPPA แต่ไฟก็ได้ดับลงภายในเวลาไม่กี่วินาที และเกิด เขม่าดำขึ้นบริเวณที่ถูกเปลวไฟและไหมไฟ

5. กิตติกรรมประกาศ

ผู้วิจัยขอขอบคุณ ศูนย์ส่งเสริมการวิจัยในภูมิภาคเอเชียของมูลนิธิเกาหลีเพื่อการศึกษาขั้นสูง ณ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย ที่ได้ให้การสนับสนุนงบประมาณสำหรับดำเนินงานวิจัยนี้ และบริษัท Huntsman (ประเทศไทย) จำกัด ที่ได้ให้ความอนุเคราะห์สารหน่วงไฟ Ciba® Pyrovatim® PBS

6. เอกสารอ้างอิง

- [1] Chaivan P., Pasaja N., Boonyawan D., Suanpoot P. and Vilaithong T., (2005), “Low-temperature plasma treatment for hydrophobicity improvement of silk”. Surface & Coatings Technology, Vol.193, pp 356– 360.
- [2] Suanpoot P., Kueseng K., Ortmann S., Kaufmann R., Umongno C., Nimmanpipug P., Boonyawan D. and Vilaithong T., (2008), “Surface analysis of hydrophobicity of Thai silk treated by SF₆ plasma”. Surface and Coatings Technology, Vol. 202, pp 5543-5549.
- [3] Chaiwong C., Tunma S., Sangprasert W., Nimmanpipug P. and Boonyawan D., (2010), “Graft polymerization of flame-retardant compound onto silk via plasma jet”. Surface & Coatings Technology, Vol. 204, pp 2991–2995.
- [4] Li S. and Jinjin D., (2007) “Improvement of hydrophobic properties of silk and cotton by hexafluoropropene plasma treatment”. Applied Surface Science, Vol. 253, pp 5051–5055.
- [5] Kamlangkla K., Hodak S. K. and Grützmacher-L. J., (2011) “Multifunctional silk fabrics by means of the plasma induced graft polymerization (PIGP) process”. Surface & Coatings Technology, Vol.205, pp 3755–3762.
- [6] Gogoi D., Choudhury A. J., Chutiaa J., Pal A. R., Dass N. N., Devi D. and Patil D. S., (2011) “Enhancement of hydrophobicity and tensile strength of muga silk fiber by radiofrequency Ar plasma discharge”. Applied Surface Science, Vol.258, pp 126– 135.
- [7] Siriviriyannun A. Rear A. E. and Yanumet N., (2008) “Improvement in the Flame Retardancy of Cotton Fabric by Admicellar Polymerization of 2-Acryloyloxyethyl Diethyl Phosphate Using an Anionic Surfactant”. Journal of Applied Polymer Science, Vol.109, pp 3859–3866.
- [8] Chen M., Yan W., Chen Y., Jia Z. and Zhu Y., (2007) “Determination of impurities in flame retardant monomer 2-carboxyl ethyl (phenyl) phosphinic acid by ion chromatography”. Journal of Chromatography A, Vol.1155, pp 47–49.

[9] Tsafack M. J. and Levalois-Grützmacher J., (2006) “Flame retardancy of cotton textiles by plasma-induced graft-polymerization (PIGP)”. Surface & Coatings Technology, Vol.201, pp 2599-2610.