การใช้ลิกนินที่สกัดจากน้ำดำของกระบวนการผลิตเยื่อกระดาษเป็นสารหน่วงไฟสำหรับโฟมพอลิเอทิลีน

นายเอกอาทิตย์ บุญประเสริฐโพธิ์

วิทยานิพนธ์นี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรปริญญาวิทยาศาสตรมหาบัณฑิต
สาขาวิชาวิทยาศาสตร์พอลิเมอร์ประยุกต์และเทคโนโลยีสิ่งทอ ภาควิชาวัสดุศาสตร์
คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย
ปีการศึกษา 2553

ลิขสิทธิ์ของจุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

USE OF LIGNIN EXTRACTED FROM PULPING BLACK LIQUOR AS FLAME RETARDANT FOR POLYETHYLENE FOAM

Mr. Aekartit Boonprasertpoh

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 2010

Copyright of Chulalongkorn University

หัวข้อวิทยานิพนธ์	การใช้ลิกนินที่สกัดจากน้ำดำของกระบวนการผลิตเยื่อกระดาษเป็นสารหน่วงไฟสำหรับโฟมพอลิเอทิลีน
โดย	นายเอกอาทิตย์ บุญประเสริฐโพธิ์
สาขาวิชา	วิทยาศาสตร์พอลิเมอร์ประยุกต์และเทคโนโลยีสิ่งทอ
อาจารย์ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์หลัก	ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร. ดวงหทัย เพ็ญตระกูล
อาจารย์ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์ร่วม	ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร. วรินทร ชวศิริ

คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย อนุมัติให้นับวิทยานิพนธ์ฉบับนี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรปริญญามหาบัณฑิต

.....คณบดีคณะวิทยาศาสตร์

(ศาสตราจารย์ ดร. สุพจน์ หารหนองบัว)

คณะกรรมการสอบวิทยานิพนธ์

.....ประธานกรรมการ

(ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร. ศิริธันว์ เจียมศิริเลิศ)

.....อาจารย์ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์หลัก

(ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร. ดวงหทัย เพ็ญตระกูล)

.....อาจารย์ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์ร่วม

(ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร. วรินทร ชวศิริ)

.....กรรมการ

(ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร. สิรีรัตน์ จารุจินดา)

.....กรรมการภายนอกมหาวิทยาลัย

(อาจารย์ ดร. ณัฐพงศ์ นิธิอุทัย)

เอกอาทิตย์ บุญประเสริฐโพธิ์ : การใช้ลิกนินที่สกัดจากน้ำดำของกระบวนการผลิตเยื่อกระดาษเป็นสารหน่วงไฟสำหรับโฟมพอลิเอทิลีน. (USE OF LIGNIN EXTRACTED FROM PULPING BLACK LIQUOR AS FLAME RETARDANT FOR POLYETHYLENE FOAM). อ.ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์หลัก : ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร. ดวงหทัย เพ็ญตระกูล, อ.ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์ร่วม : ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร. วรินทร ชวศิริ, 97 หน้า

งานวิจัยนี้เป็นการศึกษาภาวะที่เหมาะสมในการสกัดลิกนินจากน้ำดำของกระบวนการผลิตเยื่อกระดาษเพื่อนำมาใช้เป็นสารหน่วงไฟสำหรับโฟมพอลิเอทิลีนด้วยกรดซัลฟิวริก ที่ค่าความเป็นกรด-ด่างต่างๆ ได้แก่ 1, 3 และ 5 ตรวจสอบคุณลักษณะของลิกนินที่สกัดได้ด้วยเทคนิค FTIR, TGA และ NMR พร้อมทั้งตรวจสอบปริมาณผลิตผลด้วยเทคนิคการวัดค่าการดูดกลืนแสงยูวี ต่อมาศึกษาภาวะที่เหมาะสมสำหรับการขึ้นรูปโฟมพอลิเอทิลีน เตรียมโฟมพอลิเอทิลีน โฟมพอลิเอทิลีนที่เติมลิกนินในสัดส่วน 5, 10, 15 และ 20 phr และโฟมพอลิเอทิลีนที่เติมสารหน่วงไฟเชิงการค้าในสัดส่วน 0.75 phr และ 10 phr นำโฟมที่เตรียมมาเปรียบเทียบสมบัติทางกายภาพ เชิงกล และการติดไฟ

จากผลการทดลองพบว่าภาวะที่เหมาะสมต่อการสกัดลิกนินคือ ที่ค่าความเป็นกรด-ด่าง 3 ให้ปริมาณผลิตผลที่ร้อยละ 46.29 ภาวะที่เหมาะสมต่อการขึ้นรูปโฟมพอลิเอทิลีน คือ อุณหภูมิ 175 องศาเซลเซียส ความดัน 50 บาร์ ระยะเวลาให้ความร้อน 15 นาทีและปล่อยให้โฟมเย็นตัวจนถึง 50 องศาเซลเซียส เมื่อวิเคราะห์สมบัติทางกายภาพ สมบัติเชิงกล และสมบัติการติดไฟของโฟม พบว่าโฟมที่เติมลิกนินแสดงสมบัติทางกายภาพและสมบัติเชิงกลที่ดีขึ้น โดยปริมาณลิกนินที่เหมาะสม คือ ที่ปริมาณ 10 phr ในขณะที่โฟมที่ผสมสารหน่วงไฟเชิงการค้ามีแนวโน้มทำให้สมบัติเชิงกลลดลง นอกจากนี้ พบว่าสมบัติการติดไฟจะดีขึ้นตามปริมาณของลิกนินและปริมาณของสารหน่วงไฟเชิงการค้าที่เติม

ภาควิชา วัสดุศาสตร์ ลายมือชื่อนิสิต.....

สาขาวิชา วิทยาศาสตร์พอลิเมอร์ประยุกต์และ

เทคโนโลยีสิ่งทอ ลายมือชื่ออ.ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์หลัก.....

ปีการศึกษา 2553 ลายมือชื่ออ.ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์ร่วม.....

#507266223: MAJOR APPLIED POLYMER SCIENCE AND TEXTILE TECHNOLOGY

KEYWORDS : LIGNIN / POLYETHYLENE / FLAME RETARDANT

AEKARTIT BOONPRASERTPOH : USE OF LIGNIN EXTRACTED FROM PULPING BLACK LIQUOR AS FLAME RETARDANT FOR POLYETHYLENE FOAM. THESIS ADVISOR: ASST. PROF. DUANGHATHAI PENTRAKOON, PhD., THESIS CO-ADVISOR: ASST. PROF. WARINTHORN CHAVASIRI, Ph.D., 97 pp.

This research is to study an optimum condition for extracting lignin from pulping black liquor to be used as a flame retardant for polyethylene foam using sulfuric acid at various pH values, i.e. 1, 3 and 5. The extracted lignin was characterized using FTIR, TGA and NMR techniques while the yielding was determined by UV-visible spectrophotometer. Then, an optimum process condition for preparing polyethylene foam was studied. Polyethylene foam, polyethylene foam incorporating with lignin 5, 10, 15 and 20 phr, and polyethylene foam incorporating with commercial flame retardant 0.75 and 10 phr were prepared for comparing physical, mechanical, and flammability properties.

From the experimental results, the optimum condition for extracting lignin was at pH 3 providing 46.29% yielding. The optimum process condition for preparing polyethylene foam was 175 °C, pressure 50 bar, heating time 15 minutes and cooling until 50°C. Considering physical, mechanical, and flammability properties, it appeared that polyethylene foam incorportating with lignin showed better physical and mechanical properties while an appropriate amount of lignin was 10 phr. Whereas the polyethylene foam incorporating with commercial flame retardant tended to have poorer mechnical properties. Besides, the flammability properties improved as increasing amount of ligning and amount of commercial flame retardant.

Department: Materials Science Student's Signature Aekartit Booprasertpoh

Field of Study: Applied Polymer Science and Textile Technology Advisor's Signature

Academic Year: 2010 Co-Advisor's Signature W. Chavasiri

กิตติกรรมประกาศ

วิทยานิพนธ์ฉบับนี้สำเร็จลุล่วงตามวัตถุประสงค์ที่ตั้งไว้ได้อย่างสมบูรณ์นั้นเป็นเพราะได้รับคำแนะนำทางวิชาการ ความเอื้อเฟื้อด้านเครื่องมือ วัตถุดิบและสถานที่ทำวิทยานิพนธ์ อีกทั้งยังได้รับความช่วยเหลือและแนะแนวในการทำวิทยานิพนธ์จากผู้ทรงคุณวุฒิในด้านต่างๆเป็นอย่างดี ข้าพเจ้าจึงใคร่ขอขอบพระคุณบุคคลและหน่วยงานที่เกี่ยวข้องซึ่งมีรายนามดังนี้

1. ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร. ดวงหทัย เพ็ญตระกูลอาจารย์ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์ และ ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร. วรินทร ชวศิริ อาจารย์ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์ร่วม ที่ให้คำปรึกษาในการแก้ปัญหาและแนะแนวทางในการทำวิทยานิพนธ์ รวมทั้งการจัดทำวิทยานิพนธ์ฉบับสมบูรณ์

2. ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร. ศิริธันว์ เจียมศิริเลิศ ประธานกรรมการสอบวิทยานิพนธ์ที่ให้คำแนะนำและตรวจสอบการจัดทำวิทยานิพนธ์ฉบับสมบูรณ์

3. ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร. สิรีรัตน์ จารุจินดากรรมการสอบวิทยานิพนธ์ที่ให้คำแนะนำและตรวจสอบการจัดทำวิทยานิพนธ์ฉบับสมบูรณ์

4. อาจารย์ ดร. ณัฐพงศ์ นิธิอุทัยกรรมการสอบวิทยานิพนธ์

5. ภาควิชาวัสดุศาสตร์ คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

6. บริษัทเอสซีจีเคมิคอลส์ จำกัด และ บริษัทเอ.เอฟ.กู๊ดริช เคมิคอลส์ ที่ให้ความอนุเคราะห์วัตถุดิบ

7. บริษัท ปตท.จำกัด(มหาชน) ที่ให้ความอนุเคราะห์ในการใช้เครื่องมือ และสถานที่

8. บริษัท เอ็ม-พีอี อินซูเลชั่นจำกัด ที่ให้ความอนุเคราะห์สารเคมีและคำปรึกษา

9. ทุนโครงการส่งเสริมการสร้างนวัตกรรมทางวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยีภายใต้แผนพัฒนาจุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย 100 ปี ที่ให้ทุนสนับสนุนด้านการศึกษาและงานวิจัย

10. ทุนทุนอุดหนุนวิทยานิพนธ์สำหรับนิสิต

ท้ายสุดนี้ขอกราบขอบพระคุณบิดา มารดา ที่ให้การสนับสนุนในด้านกำลังใจในการทำวิทยานิพนธ์จนสำเร็จลุล่วงด้วยดี อีกทั้งอาจารย์ทุกท่านที่ช่วยประสิทธิ์ประสาทวิชาความรู้ให้แก่ข้าพเจ้าจนสามารถสร้างสรรค์วิทยานิพนธ์ฉบับนี้ได้สำเร็จ

สารบัญ

หน้า

บทคัดย่อภาษาไทย ..... ง

บทคัดย่อภาษาอังกฤษ ..... จ

กิตติกรรมประกาศ ..... ฉ

สารบัญ ..... ช

สารบัญตาราง ..... ญ

สารบัญภาพ ..... ฏ

บทที่

1. บทนำ 1

2. เอกสารและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง 3

2.1 พอลิเอทิลีน 3

2.2 สารหน่วงไฟ 5

2.2.1 การเผาไหม้ 5

2.2.2 ประเภทของสารหน่วงไฟ 6

2.3 โฟม 8

2.3.1 กระบวนการเกิดโฟม 9

2.3.2 สารฟู 10

2.3.3 สารเชื่อมขวาง 12

2.4 โฟมพอลิเอทิลีน 12

2.4.1 การใช้งาน 13

2.5 ลิกนิน 14

2.5.1 โครงสร้างของลิกนิน 14

2.5.2 คุณสมบัติโดยทั่วไปของลิกนิน 15

2.5.3 แหล่งของลิกนิน 15

2.5.4 การแยกประเภทของลิกนิน 16

2.5.5 ประโยชน์ของลิกนิน 16

2.6 กระบวนการผลิตเยื่อกระดาษ 17

2.7 น้ำดำ 19

หน้า

บทที่

2.8 งานวิจัยที่เกี่ยวข้อง 21
3. วิธีดำเนินงานวิจัย 25
3.1 วัตถุดิบและสารเคมีที่ใช้ในการวิจัย 25
3.1.1 วัตถุดิบและสารเคมีที่ใช้ในขั้นตอนการสกัดและตรวจสอบคุณลักษณะของลิกนิน 25
3.1.2 วัตถุดิบและสารเคมีที่ใช้ในขั้นตอนการเตรียมชิ้นงานโฟม 25
3.2 เครื่องมือที่ใช้ในการวิจัย 25
3.2.1 เครื่องมือและอุปกรณ์ที่ใช้ในขั้นตอนการสกัดลิกนิน 25
3.2.2 เครื่องมือและอุปกรณ์ที่ใช้ในขั้นตอนการเตรียมชิ้นงานโฟม 26
3.2.3 เครื่องมือและอุปกรณ์ที่ใช้ในการวิเคราะห์ และทดสอบ 26
3.3 การสกัดและการตรวจสอบคุณลักษณะของลิกนิน 27
3.3.1 ศึกษาภาวะที่เหมาะสมในการสกัดลิกนินจากน้ำดำ 27
3.3.2 ตรวจสอบปริมาณผลิตผล (yielding) ของลิกนินที่สกัดได้ 27
3.3.3 ตรวจสอบคุณลักษณะของลิกนิน 28
3.4 การเตรียมและทดสอบชิ้นงานโฟม 30
3.4.1 การเตรียมชิ้นงานโฟม 30
3.4.2 การทดสอบของคอมพาวนด์ 32
3.4.3 การทดสอบชิ้นงานโฟม 32
4. ผลการทดลองและวิจารณ์ผลการทดลอง 37
4.1 การสกัดและการตรวจสอบคุณลักษณะของลิกนิน 37
4.1.1 ศึกษาภาวะที่เหมาะสมในการสกัดลิกนินจากน้ำดำ 37
4.1.2 ปริมาณผลิตผล (yielding) ของลิกนินที่สกัดได้ 38
4.1.3 ผลการตรวจสอบคุณลักษณะของลิกนิน 40
4.2 การเตรียมและทดสอบชิ้นงานโฟม 44
4.2.1 ภาวะที่เหมาะสมสำหรับการเตรียมชิ้นงานโฟม 44
4.2.2 ค่าความหนืดของคอมพาวนด์ 49
4.2.3 ผลการทดสอบชิ้นงานโฟม 50
5 สรุปผลการทดลองและข้อเสนอแนะ 64

หน้า

บทที่

5.1 สรุปผลการทดลอง 64
5.2 ข้อเสนอแนะ 64
รายการอ้างอิง 65
ภาคผนวก 69
ภาคผนวก ก 70
ภาคผนวก ข 76
ภาคผนวก ค 77
ภาคผนวก ง 78
ภาคผนวก จ 86
ภาคผนวก ฉ 90
ภาคผนวก ช 94
ประวัติผู้เขียนวิทยานิพนธ์ 97

สารบัญตาราง

หน้า

ตารางที่ 2.1 ชนิดและคุณสมบัติของสารฟูที่ใช้สำหรับพอลิเอทิลีน 11
ตารางที่ 2.2 คุณสมบัติของน้ำดำ 20
ตารางที่ 2.3 ส่วนประกอบของธาตุในน้ำดำ (น้ำหนักแห้ง) 21
ตารางที่ 3.1 สารเคมีที่ใช้ในการเตรียมชิ้นงานโฟมที่มีการเติมลิกนิน 31
ตารางที่ 3.2 สารเคมีที่ใช้ในการเตรียมชิ้นงานโฟมที่มีการเติมสารหน่วงไฟเชิงการค้า 32
ตารางที่ 3.3 การแบ่งเกณฑ์ HF1 และ HF2 36
ตารางที่ 4.1 ปริมาณของลิกนินที่ตกตะกอนได้ที่ความเป็นกรด-ด่างต่างๆ กัน 38
ตารางที่ 4.2 ค่าการดูดกลืนแสงยูวีที่ความเข้มข้นของลิกนินต่างๆ กัน 39
ตารางที่ 4.3 หมู่ฟังก์ชันของลิกนินที่ตำแหน่ง Wave number ต่างๆ 41
ตารางที่ 4.4 หมู่ฟังก์ชันของลิกนินที่ช่วงสัญญาณต่างๆ 44
ตารางที่ 4.5 ลักษณะของโฟมที่เตรียมได้ในภาวะขึ้นรูปต่างๆ 47
ตารางที่ 4.6 อัตราการเผาไหม้ของโฟม 59
ตารางที่ 4.7 ผลการทดสอบด้วยเครื่อง TGA ของโฟมที่สภาวะไนโตรเจน 61
ตารางที่ 4.8 ผลการทดสอบด้วยเครื่อง TGA ของโฟมที่สภาวะออกซิเจน 63

สารบัญภาพ

หน้า

รูปที่ 2.1 โครงสร้างโมเลกุลของพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูง 3

รูปที่ 2.2 โครงสร้างโมเลกุลของพอลิเอทิลีนความหนาแน่นต่ำ 4

รูปที่ 2.3 โครงสร้างโมเลกุลของพอลิเอทิลีนความหนาแน่นต่ำเชิงเส้น 5

รูปที่ 2.4 โครงสร้างของเซลล์โฟม 9

รูปที่ 2.5 โครงสร้างของ (A) Coumary' alcohol (p-hydroxyphenyl), (B) Coniferyl alcohol (Guaiacyl) และ (C) Sinapyl alcohol (syringyl) 15

รูปที่ 3.1 เครื่องวัดค่าการดูดกลืนแสงยูวี 28

รูปที่ 3.2 เครื่อง Fourier transform infrared spectrometer 28

รูปที่ 3.3 เครื่อง Thermogravimetric analyzer 29

รูปที่ 3.4 เครื่อง Laser light scattering 29

รูปที่ 3.5 กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด 30

รูปที่ 3.6 เครื่องผสมสองลูกกลิ้ง 31

รูปที่ 3.7 เครื่องอัดแบบ 31

รูปที่ 3.8 เครื่อง Melt flow indexer 32

รูปที่ 3.9 เครื่องยูนิเวอร์ซอล เทสติง 34

รูปที่ 3.10 เครื่องมือทดสอบความสามารถในการคืนตัว 34

รูปที่ 3.11 อุปกรณ์ทดสอบความสามารถในการลามไฟ (UL-94) 35

รูปที่ 4.1 ลักษณะของลิกนินที่ยังไม่ผ่านการบด 37

รูปที่ 4.2 ลักษณะของลิกนินที่ผ่านการบด 38

รูปที่ 4.3 กราฟมาตรฐานระหว่างความเข้มข้นของลิกนินและค่าการดูดกลืนแสงยูวี 39

รูปที่ 4.4 Infrared spectrum ของลิกนินที่สกัดได้ 40

รูปที่ 4.5 แสดงกราฟ TG และ DTG ของลิกนินที่สกัดได้ 42

รูปที่ 4.6 ขนาดอนุภาคของลิกนินที่ตรวจสอบด้วยเครื่อง Laser light scattering 43

รูปที่ 4.7 รูปที่ 4.7 ^{1}H NMR สเปกตรัมของลิกนินที่ได้จากผลการทดสอบ NMR 43

รูปที่ 4.8 ลักษณะของลิกนิน A) กำลังขยาย 1,000 เท่า และ B) กำลังขยาย 5,000 เท่า 44

รูปที่ 4.9 ลักษณะชิ้นงานที่ขึ้นรูปตามภาวะที่เลือก 46

รูปที่ 4.10 ลักษณะชิ้นงานโฟมที่มีการผสมลิกนินลงไป 48

รูปที่ 4.11 ลักษณะชิ้นงานโฟมที่มีการผสมสารหน่วงไฟเชิงการค้าลงไป 48

หน้า

รูปที่ 4.12 ค่าความหนืดของโฟมที่มีส่วนผสมของลิกนิน 49
รูปที่ 4.13 ค่าความหนืดของโฟมที่มีการเติมสารหน่วงไฟเชิงการค้า 49
รูปที่ 4.14 ลักษณะโครงสร้างเซลล์ของโฟมที่กำลังขยาย 30 เท่า 51
รูปที่ 4.15 การกระจายตัวของขนาดเซลล์โฟมพอลิเอทิลีน 51
รูปที่ 4.16 การกระจายตัวของขนาดเซลล์โฟมที่มีการเติมลิกนินลงไป 5 phr 52
รูปที่ 4.17 การกระจายตัวของขนาดเซลล์โฟมที่มีการเติมลิกนินลงไป 10 phr 52
รูปที่ 4.18 การกระจายตัวของขนาดเซลล์โฟมที่มีการเติมลิกนินลงไป 15 phr 52
รูปที่ 4.19 การกระจายตัวของขนาดเซลล์โฟมที่มีการเติมลิกนินลงไป 20 phr 53
รูปที่ 4.20 การกระจายตัวของขนาดเซลล์โฟม
ที่มีการเติมสารหน่วงไฟเชิงการค้าลงไป 0.75 phr 53
รูปที่ 4.21 การกระจายตัวของขนาดเซลล์โฟม
ที่มีการเติมสารหน่วงไฟเชิงการค้าลงไป 10 phr 53
รูปที่ 4.22 ลักษณะพื้นผิวของโฟมที่กำลังขยาย 1,000 เท่า 54
รูปที่ 4.23 ลักษณะพื้นผิวของโฟมที่กำลังขยาย 5,000 เท่า 55
รูปที่ 4.24 ค่าความหนาแน่นของชิ้นงานโฟมที่สูตรต่างๆ กัน 56
รูปที่ 4.25 ความทนแรงกดของโฟมที่สูตรต่างๆ 57
รูปที่ 4.26 ความสามารถในการคืนตัวของโฟมที่สูตรต่างๆ 58
รูปที่ 4.27 การสลายตัวของโฟมที่มีการเติมลิกนินลงไปที่สภาวะไนโตรเจน 61
รูปที่ 4.28 การสลายตัวของโฟมที่มีการเติมสารหน่วงไฟเชิงการค้าลงที่สภาวะไนโตรเจน 62
รูปที่ 4.29 การสลายตัวของโฟมที่มีการเติมลิกนินลงไปที่สภาวะออกซิเจน 63