

บทที่ 3

วิธีดำเนินการวิจัย

3.1 สารเคมี

1. ยางสน
2. ฟลักซ์เชื่อมสภาพจากโรงงานอิเล็กทรอนิกส์
3. แก๊สออกซิเจน (ความบริสุทธิ์สูง) จากบริษัท ทีไอจี จำกัด
4. แก๊สไฮโดรเจน (ความบริสุทธิ์สูง) จากบริษัท ทีไอจี จำกัด
5. แก๊สไนโตรเจน (ความบริสุทธิ์สูง) จากบริษัท ทีไอจี จำกัด
6. น้ำแข็งแห้ง, $\text{CO}_2(\text{s})$ จากบริษัท แพรกเนอร์ จำกัด
7. อะซิโตน จากบริษัท เจทีเบเคอร์
8. โฟแทลเซียมไอโอไดด์, KI จากบริษัท เจทีเบเคอร์
9. ไอโซโพรพิลแอลกอฮอล์, IPA จากบริษัท เจทีเบเคอร์
10. โซเดียมซัลเฟตแอนไฮไดรด์, $\text{Anh. Na}_2\text{SO}_4$ จากอเมริกา
11. กรดซัลฟูริก, H_2SO_4 จากบริษัท เจทีเบเคอร์
12. กรดฟอร์มิก, HCOOH 90% จากบริษัท เจทีเบเคอร์
13. เมทิลคลอไรด์, CH_2Cl_2 จากบริษัท เจทีเบเคอร์
14. ไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์, H_2O_2 40% จากบริษัท คาโล เออร์บาร์
15. แพลทินัม 10% บนแอคติเวเตดชาโคล จากอเมริกา
16. โมเลกุลาสีฟชนิด 4A จากบริษัท ยูเนียน คาร์ไบด์ จำกัด
17. นิกเกิลซัลเฟต, $\text{NiSO}_4 \cdot 6 \text{H}_2\text{O}$ จากบริษัท เจทีเบเคอร์
18. กรดคลอโรแพลตินิก จากบริษัท เจทีเบเคอร์

3.2 อุปกรณ์และเครื่องมือ

1. เครื่องกำเนิดโอโซน (Ozone Generator)

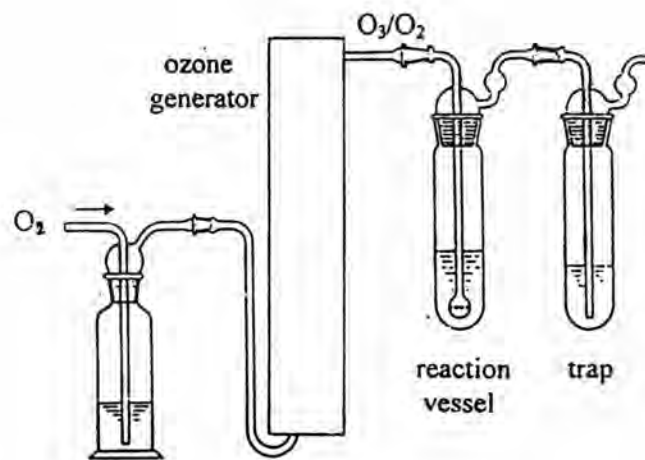
แก๊สโอโซนได้มาจากการผ่านแก๊สออกซิเจนผ่านกระแสไฟฟ้า โดยใช้เครื่องกำเนิด

โอโซนยี่ห้อ Fischer OZ 500 M

2. ระบบควบคุมแก๊สของเครื่องกำเนิดโอโซน (Gas Controller system for ozone generator)

ระบบนี้ประกอบด้วยถังออกซิเจนกับวาล์วปรับความดัน 0 – 2,000 ปอนด์ต่อตารางนิ้ว

3. ชุดอุปกรณ์สำหรับทำปฏิกิริยาโอโซนในไลซิสของพอลิเมอร์เสื่อมสภาพ



รูป 3.1 อุปกรณ์สำหรับทำปฏิกิริยาโอโซนในไลซิสของพอลิเมอร์เสื่อมสภาพ

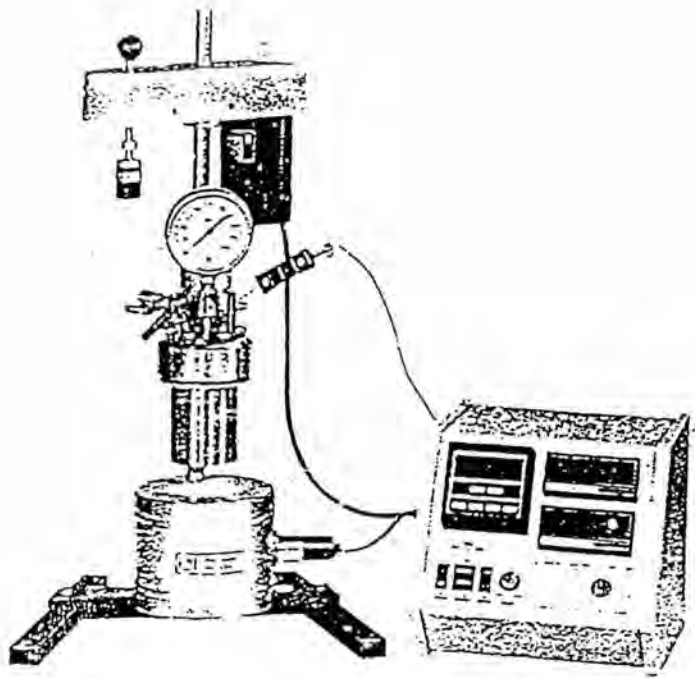
4. เตาเผา (Calcintor)

ยี่ห้อ Carbolite Furnances รุ่น GSM

5. ชุดอุปกรณ์ทำปฏิกิริยาที่ความดันสูง (High Pressure Reactor) ประกอบด้วยส่วนต่าง ๆ 3 ส่วนดังนี้

5.1 อุปกรณ์ทำปฏิกิริยา (Reactor)

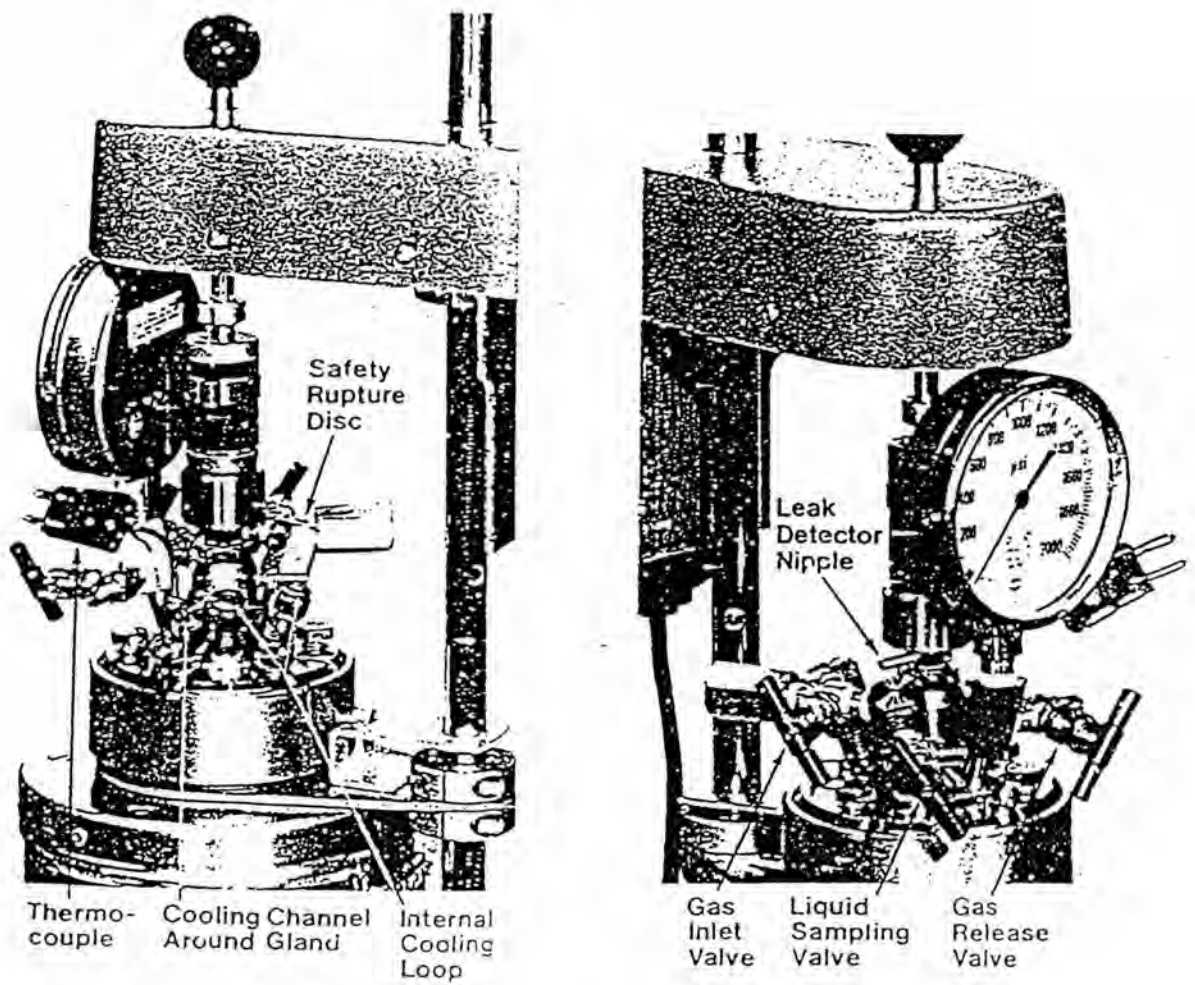
ประกอบด้วยอุปกรณ์ทรงกระบอกที่ทำด้วยสแตนเลสสตีลขนาด 600 มิลลิลิตร รุ่น 4562 จากบริษัท Parr Instrument อุปกรณ์มีวงแหวนกันซึม และสามารถเสียบแท่งให้ความร้อนได้ ความดันที่ใช้ไม่เกิน 3,000 ปอนด์ต่อตารางนิ้ว เกจ อุณหภูมิในการใช้งานไม่เกิน 350 องศาเซลเซียส



รูป 3.2 อุปกรณ์ทำปฏิกิริยาและอุปกรณ์ให้ความร้อน (Reactor with heater removed)

5.2 อุปกรณ์ควบคุมการทำงาน (Reactor fitting)

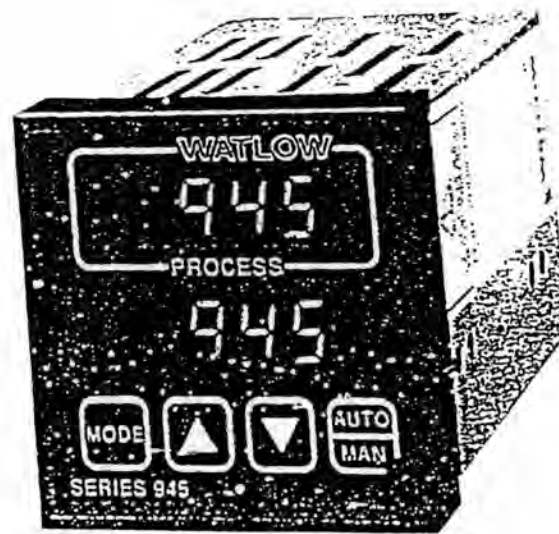
ประกอบด้วยแท่งคน วาล์วต่าง ๆ ที่มาประกอบกับอุปกรณ์ทรงกระบอก



รูป 3.3 อุปกรณ์ควบคุมการทำงาน

5.3 ตัวควบคุมอุณหภูมิ

ตัวควบคุมเป็นรุ่น 482 Watlow Series 945 เป็นไมโครโพรเซสเซอร์ควบคุมอุณหภูมิจากบริษัท Parr Instrument ซึ่งอุปกรณ์นี้มีเทอร์โมคอปเปิล (Thermocouple) กับ จอแอลอีดี (LED)



รูป 3.4 ตัวควบคุมอุณหภูมิ ($1/4$ DIN microprocessor – based auto – turning control)

6. ระบบการควบคุมแก๊สที่ความดันสูง
ระบบประกอบด้วยถังแก๊สไฮโดรเจนและถังแก๊สไนโตรเจนติดกับวาล์ว 0 –2,000 ปอนด์ต่อตารางนิ้วเกจ
7. นิวเคลียส แมกนีติก เรโซแนนซ์ สเปกโตรมิเตอร์ (Nuclear Magnetic Resonance Spectrometer, NMR)
ยี่ห้อ Bruker รุ่น AC – F 200 ที่ 50 MHz สำหรับ ^{13}C และ 200 MHz สำหรับ ^1H
8. เครื่องระเหยตัวทำละลาย
9. ดิฟเฟอเรนเชียล สแกนนิ่ง คาลอริมิเตอร์
(Differential Scanning Calorimeter, DSC) ยี่ห้อ Dupont 2100 รุ่น DSC 910
10. เทอร์มัล กราวิตี อานาไลซิส (Thermal Gravity Analysis, TGA)
ยี่ห้อ Netzsch รุ่น STA 409 cell

3.3 การหาคุณสมบัติทางเคมีและคุณสมบัติทางกายภาพของยางสนและฟลักซ์เชื่อมสภาพ

3.3.1 การหาโครงสร้างทางเคมีของยางสนและฟลักซ์เชื่อมสภาพโดยเอ็นเอ็มอาร์ สเปกโตรมิเตอร์

นำยางสนละลายในตัวทำละลาย CDCl_3 แล้วนำไปวิเคราะห์โครงสร้างโดยเครื่องเอ็นเอ็มอาร์ สำหรับฟลักซ์เชื่อมสภาพ นำมากลั่นด้วยไอน้ำ เพื่อแยกตัวทำละลาย สารเติมแต่ง (Activator) และยางสน ให้ออกจากกัน จากนั้นนำตัวทำละลายมาละลายใน CDCl_3 สารเติมแต่ง ละลายใน D_2O และยางสนละลายใน CDCl_3 แล้วนำไปวิเคราะห์โครงสร้างโดยเครื่องเอ็นเอ็มอาร์

3.3.2 การหาเปอร์เซ็นต์ของตัวทำละลายในฟลักซ์เชื่อมสภาพโดยวิธีกลั่น

นำฟลักซ์เชื่อมสภาพ 100 กรัม ใส่ในขวดก้นกลม แล้วนำไปกลั่นแบบธรรมดา เก็บตัวทำละลายที่ได้จากการกลั่น ซึ่งน้ำหนักปริมาณตัวทำละลายที่กลั่นได้ ทำการทดลองซ้ำ 3 ครั้ง

3.3.3 การหาปริมาณของแข็งที่ไม่ระเหย (Solid Content) ในฟลักซ์เชื่อมสภาพโดยวิธีระเหย

นำฟลักซ์เชื่อมสภาพ 100 กรัม ใส่ในบีกเกอร์ขนาด 250 มิลลิลิตร แล้วนำไปอบในตู้อบที่อุณหภูมิ 110 องศาเซลเซียส เป็นเวลาหลายชั่วโมง จนกระทั่งน้ำหนักของฟลักซ์เชื่อมสภาพมีน้ำหนักคงที่ บันทึกน้ำหนักที่ได้ ทำการทดลองซ้ำ 3 ครั้ง

3.4 การบำบัดฟลักซ์เชื่อมสภาพด้วยวิธีต่าง ๆ

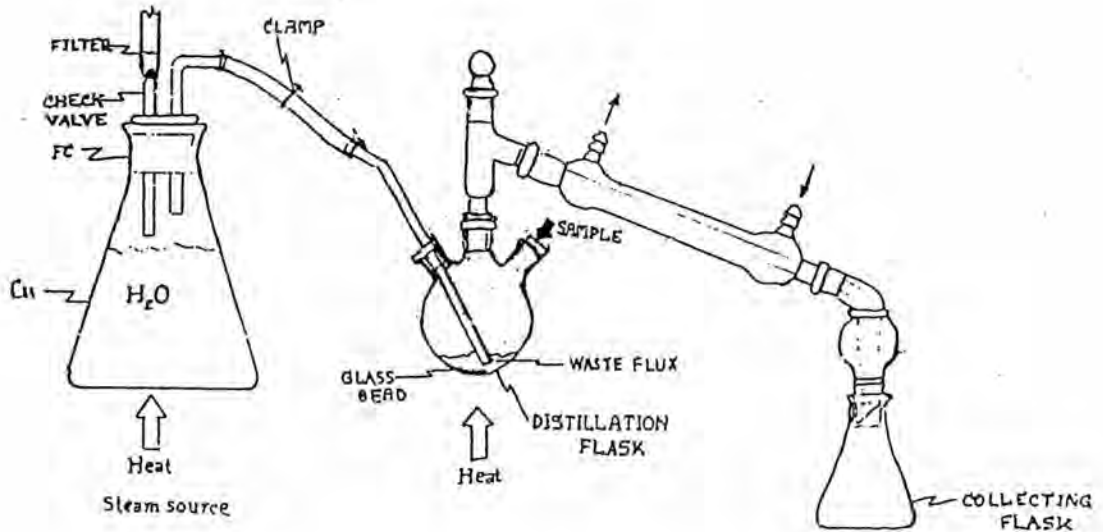
3.4.1 การดูดซับด้วยแอคติเวเตดคาร์บอน

นำฟลักซ์เชื่อมสภาพ 100 กรัม ใส่ในบีกเกอร์ แอคติเวเตดคาร์บอน 1 กรัม จากนั้นนำไปวางในอ่างน้ำร้อน 80 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 3 ชั่วโมง กรองแอคติเวเตดคาร์บอนออก สังเกตสีของฟลักซ์เชื่อมสภาพที่ได้เทียบกับของเดิมก่อนทำการบำบัด ทำการทดลองซ้ำโดยเปลี่ยนปริมาณแอคติเวเตดคาร์บอนเป็น 2, 5 และ 10 กรัม

3.4.2 การกลั่นด้วยไอน้ำ

นำฟลักซ์เสื่อมสภาพ 100 กรัม ใส่ในขวดกลมขนาด 250 มิลลิลิตร จัดชุดกลั่น

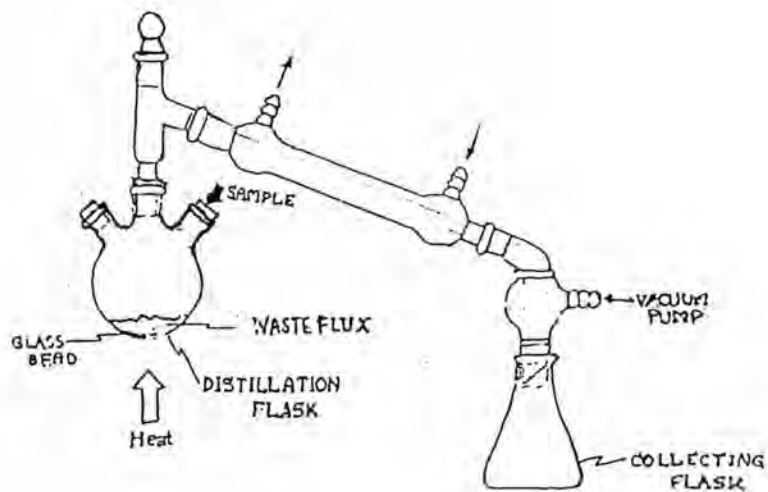
ตามรูป 3.5



รูป 3.5 การกลั่นด้วยไอน้ำ

3.4.3 การกลั่นโดยลดความดัน

นำฟลักซ์เสื่อมสภาพ 100 กรัม ใส่ในขวดก้นกลม จัดชุดกลั่นตามรูป 3.6



รูป 3.6 การกลั่นแบบลดความดัน

3.4.4 การเผา

นำฟลักซ์เสื่อมสภาพ 5 กรัม ใส่ในถ้วยระเหย แล้วเผาโดยใช้ตะเกียงบุนเสน สังเกตการเปลี่ยนแปลงของฟลักซ์เสื่อมสภาพ

3.4.5 การบำบัดฟลักซ์เสื่อมสภาพโดยใช้ไอโซน

3.4.5.1 ผลของระยะเวลาที่ใช้ในการไอโซนไลซิสอย่างสั้น

นำยางสน 10 กรัม ใส่ลงในขวดแก้วใช้ทำปฏิกิริยา เต็มไอโซโพรพิลแอลกอฮอล์ 100 มิลลิลิตร ทำให้ขวดที่ใช้ทำปฏิกิริยาเย็นจัดที่อุณหภูมิ 70 องศาเซลเซียส โดยใช้ น้ำแข็งแห้ง - อะซิโตน หล่อรอบ ๆ ขวด ผ่านแก๊สไอโซน ลงไปในขวดที่ใช้ทำปฏิกิริยา 10 ชั่วโมง จับก๊าซไอโซนส่วนเกิน โดยใช้สารละลายผสมระหว่างโพแทสเซียมไฮไดรด์ 15% จำนวน 100 มิลลิลิตร ในสารละลายกรดซัลฟูริก 25% จำนวน 10 มิลลิลิตร หลังจากเสร็จสิ้นทุกปฏิกิริยา แล้วระเหยตัวละลายออก นำผลิตภัณฑ์ที่ได้ไปวิเคราะห์โดยใช้ เอ็นเอ็มอาร์ สเปกโตรมิเตอร์ ทำการทดลองซ้ำโดยใช้เวลาในการไอโซน 16, 24 และ 30 ชั่วโมง ทำการทดลองซ้ำทั้งหมด โดยใช้ตัวทำละลายเมทิลีนคลอไรด์ 100 มิลลิลิตร แทนไอโซโพรพิลแอลกอฮอล์

3.4.5.2 ผลของอุณหภูมิที่ใช้ในการออกซิไดส์ยางสนหลังจากไอโซนไลซิสอย่างสั้นแล้ว

นำยางสน 4 กรัม ใส่ลงในขวดแก้วที่ใช้ทำปฏิกิริยา เต็ม เมทิลีนคลอไรด์ 100 มิลลิลิตร ทำให้ขวดที่ใช้ทำปฏิกิริยาเย็นจัดที่อุณหภูมิ -70 องศาเซลเซียส โดยใช้ น้ำแข็งแห้ง - อะซิโตน หล่อรอบ ๆ ขวด ผ่านแก๊สไอโซนลงไปในขวดที่ใช้ทำปฏิกิริยา เป็นเวลา 12 ชั่วโมง (จาก 3.4.5.1) จับก๊าซไอโซนส่วนเกินโดยใช้สารละลายผสมระหว่างโพแทสเซียมไฮไดรด์ 15% จำนวน 100 มิลลิลิตร ในสารละลายกรดซัลฟูริก 25% จำนวน 10 มิลลิลิตร หลังจากเสร็จสิ้นทุกปฏิกิริยา แล้ว แบ่งผลิตภัณฑ์ที่ได้ออกเป็น 4 ส่วนเท่า ๆ กัน แต่ละส่วนเติม ไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ 40% จำนวน 1.7 มิลลิลิตร กรดฟอร์มิก 90% จำนวน 4.7 มิลลิลิตร คนสารละลายแต่ละส่วนเป็นเวลา 6 ชั่วโมง ที่อุณหภูมิ 30, 60, 90 และ 120 องศาเซลเซียส แยกชั้นของเมทิลีนคลอไรด์ออก (ชั้นล่าง) ล้างชั้นเมทิลีนคลอไรด์ด้วยน้ำกลั่น 2 ครั้ง ครั้งละ 50 มิลลิลิตร เต็ม แอนไฮดริสโซเดียมซัลเฟตลงไปในผลิตภัณฑ์เพื่อดูตัวออก ระเหยตัวทำละลายออกจากผลิตภัณฑ์ที่ได้ จนน้ำหนักของผลิตภัณฑ์ที่ได้คงที่ นำไปวิเคราะห์โดยใช้ เอ็นเอ็มอาร์ สเปกโตรมิเตอร์, ทีจีเอ, ดีเอสซี และหาเอสดีเอ็มเบอร์

3.4.5.3 การบำบัดฟลักซ์เสื่อมสภาพโดยไฮโซโนไลซิส

ระเหยตัวทำละลายออกจากฟลักซ์เสื่อมสภาพ นำฟลักซ์เสื่อมสภาพที่ไม่มีตัวทำละลายมา 4.5 กรัม แล้วทำตามการทดลองใน 3.4.5.2 แต่ใช้ฟลักซ์เสื่อมสภาพแทนยางสน เวลาที่ใช้ทำปฏิกิริยาไฮโซโนไลซิสคือ 14 ชั่วโมง หลังเสร็จสิ้นปฏิกิริยาไฮโซโนไลซิสแล้ว เติมนไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ 40% จำนวน 8 มิลลิลิตร กรดฟอร์มิก 90% จำนวน 21 มิลลิลิตร คนสารละลายเป็นเวลา 6 ชั่วโมง ที่อุณหภูมิ 30 องศาเซลเซียส จากนั้นนำสารละลายมาแยกด้วยกรวยแยก เก็บชั้นเมทิลลีนคลอไรด์ (ชั้นล่าง) ล้างชั้นเมทิลลีนคลอไรด์ด้วยน้ำกลั่น 2 ครั้ง ครั้งละ 100 มิลลิลิตร เติมนไฮดรอกไซด์เดียมซัลเฟตเพื่อลดน้ำ แล้วกรองเอาสารละลายไประเหยเมทิลลีน คลอไรด์ออกไป จะได้สารที่ต้องการในขวดก้นกลม ซึ่งน้ำหนักของผลิตภัณฑ์ที่ได้แล้วนำไปวิเคราะห์โดยใช้เอ็นเอ็มอาร์ สเปกโตรมิเตอร์, ทีจีเอ, ดีเอสซี และค่าเอสดีนัมเบอร์

3.4.6 ไฮโดรจีเนชัน

3.4.6.1 การวัด pore volume ของโมเลกุลลาซิฟชนิด 4A

ซึ่งโมเลกุลลาซิฟชนิด 4A มา 100 กรัม วางบน Suction Flask ซึ่งมีบี๊มต่ออยู่ ค่อย ๆ ปล่อยน้ำกลั่นที่อยู่ในบิวเรตลงไปในโมเลกุลลาซิฟอย่างช้า ๆ หาปริมาณน้ำที่ใช้ ทำการทดลองซ้ำจนปริมาตรของน้ำที่ใช้คงที่ ผลจากการทดลองพบว่า pore volume ของโมเลกุลลาซิฟชนิด 4A คือ 0.52 มิลลิลิตรต่อกรัม

3.4.6.2 การเตรียมตัวเร่งปฏิกิริยา

3.4.6.2.1 การเตรียมตัวเร่งปฏิกิริยานิกเกิล 10% บนโมเลกุลลาซิฟ

อบโมเลกุลลาซิฟที่ 120 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 4 ชั่วโมง ก่อนนำไปใช้ละลายนิกเกิล (II) ซัลเฟต แอนไฮดรัส 53.74 กรัม (0.2 โมล) ในน้ำ 60 มิลลิลิตร แล้วเทลงไปในโมเลกุลลาซิฟ 120 กรัม ที่อบไว้แล้ว จากนั้นนำโมเลกุลลาซิฟที่เติมสารละลายนิกเกิลแล้วไปอบที่อุณหภูมิ 120 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 1 คืน จากนั้นนำไปเผาที่อุณหภูมิ 500 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2.5 ชั่วโมง

3.4.6.2.2.การเตรียมตัวเร่งปฏิกิริยาแพลทินัม 0.3% บนโมเลกุลลาซิฟ

วิธีการเตรียมเหมือน 3.4.6.2.1. ยกเว้นใช้คลอโรแพลทินิกแอสไซด์ 1.00 กรัม แทนนิกเกิล (II) ซัลเฟต

3.4.6.3 กระบวนการไฮโดรจิเนชัน

ตัวเร่งปฏิกิริยานิกเกิล

3.4.6.3.1 ผลของอุณหภูมิที่ใช้ทำปฏิกิริยาไฮโดรจิเนชันของตัวเร่งปฏิกิริยานิกเกิล บนโมเลกุลลาซิฟ

นำพลาซึ่มเสื่อมสภาพ 100 กรัม เติลงใน Reactor สแตนเลสที่ใช้ทำปฏิกิริยาเติมตัวเร่งปฏิกิริยานิกเกิลที่เตรียมไว้ 20 กรัม ผ่านแก๊สไฮโดรเจนลงไป แล้วปรับความดันไปที่ 450 ปอนด์ต่อตารางนิ้ว ที่อุณหภูมิ 100 องศาเซลเซียส ขณะทำปฏิกิริยาไฮโดรจิเนชันคนสารละลายอย่างสม่ำเสมอด้วยความเร็ว 150 รอบต่อนาทีเป็นเวลา 12 ชั่วโมง จากนั้นปล่อยให้ผลิตภัณฑ์เย็นลงจนถึงอุณหภูมิต่ำๆ ปล่อยให้แก๊สไฮโดรเจนที่อัดความดันไว้ ออก เทผลิตภัณฑ์ที่ได้ลงในบีกเกอร์ 250 มิลลิลิตร กรองตัวเร่งปฏิกิริยาออก จะได้พลาซึ่มเสื่อมสภาพที่ถูกไฮโดรจิเนตแล้ว ทำการทดลองซ้ำทั้งหมดแต่เปลี่ยนอุณหภูมิปฏิกิริยาไฮโดรจิเนชันเป็น 150 และ 200 องศาเซลเซียส

ตัวเร่งปฏิกิริยาแพลทินัม

3.4.6.3.2. ผลของอุณหภูมิที่ใช้ทำปฏิกิริยาไฮโดรจิเนชัน ของตัวเร่งปฏิกิริยาแพลทินัมบนโมเลกุลลาซิฟ

ทำการทดลองเหมือน 3.4.6.3.1. แต่เปลี่ยนตัวเร่งปฏิกิริยาจากนิกเกิลเป็นแพลทินัมบนโมเลกุลลาซิฟ 20 กรัม ความดัน 100 ปอนด์ต่อตารางนิ้ว อุณหภูมิ 100 องศาเซลเซียส และทำการทดลองซ้ำทั้งหมดแต่เปลี่ยนอุณหภูมิของปฏิกิริยาไฮโดรจิเนชันเป็น 150 และ 330 องศาเซลเซียส

ตัวเร่งปฏิกิริยาพัลลาเดียม

3.4.6.3.3 ผลของอุณหภูมิที่ใช้ทำปฏิกิริยาไฮโดรจิเนชันของตัวเร่งปฏิกิริยาพัลลาเดียมบนแอคติเวเตดชาโคล

ซึ่งยางสน 15 กรัม ใส่ลงใน Reactor สแตนเลส เติมไอโซโพรพิลแอลกอฮอล์ 100 กรัม และพัลลาเดียมบนแอคติเวเตดชาโคล 1 กรัม ผ่านแก๊สไฮโดรเจนลงไป แล้วปรับความดันไว้ของแก๊สไฮโดรเจนไว้ที่ 450 ปอนด์ต่อตารางนิ้ว อุณหภูมิ 40 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 6 ชั่วโมง ขณะทำปฏิกิริยาไฮโดรจิเนชันคนสารละลายอย่างสม่ำเสมอด้วยความเร็ว 150 รอบต่อ

นาที่ จากนั้นปล่อยให้ผลิตภัณฑ์เย็นลงจนถึงอุณหภูมิห้อง ค่อย ๆ ปล่อยแก๊สไฮโดรเจนที่อัดความดันไว้ ออก จะได้ยางสนที่ถูกไฮโดรจีเนตแล้ว ทำการทดลองซ้ำทั้งหมดแต่เปลี่ยนอุณหภูมิของปฏิกิริยาไฮโดรจีเนชันเป็น 100 และ 150 องศาเซลเซียส

3.4.6.3.4 ผลของเวลาที่ใช้ทำปฏิกิริยาไฮโดรจีเนชันของตัวเร่งปฏิกิริยาพัลลาเดียมบนแอคติเวเตดชาโคล

ทำการทดลองเหมือน 3.4.6.3.3. โดยใช้อุณหภูมิที่เหมาะสมจาก 3.4.6.3.3. แต่ใช้เวลา 6 ชั่วโมง และ 12 ชั่วโมง

3.4.6.3.5 ผลของความเข้มข้นของตัวเร่งปฏิกิริยาที่ใช้ทำปฏิกิริยาไฮโดรจีเนชันของยางสน

ทำการทดลองเหมือน 3.4.6.3.2 แต่เปลี่ยนปริมาณยางสนที่ใช้เป็น 50 กรัม โดยใช้อุณหภูมิที่เหมาะสมจาก 3.4.6.3.3 และใช้เวลาที่เหมาะสมจาก 3.4.6.3.4

3.4.6.3.6 ผลของความเข้มข้นของตัวเร่งปฏิกิริยาที่ใช้ทำปฏิกิริยาไฮโดรจีเนชันของฟลักซ์เชื่อมสภาพ

ทำการทดลองเหมือน 3.4.6.3.2 แต่เปลี่ยนจากยางสนเป็นฟลักซ์เชื่อมสภาพ 100 กรัม ความดัน 450 ปอนด์ต่อตารางนิ้ว ใช้อุณหภูมิที่เหมาะสมจาก 3.4.6.3.3 และเวลาที่เหมาะสมจาก 3.4.6.3.4 ทำการทดลองซ้ำ แต่เปลี่ยนปริมาณฟลักซ์เชื่อมสภาพจาก 100 กรัม เป็น 200 กรัม