

## บทที่ 4

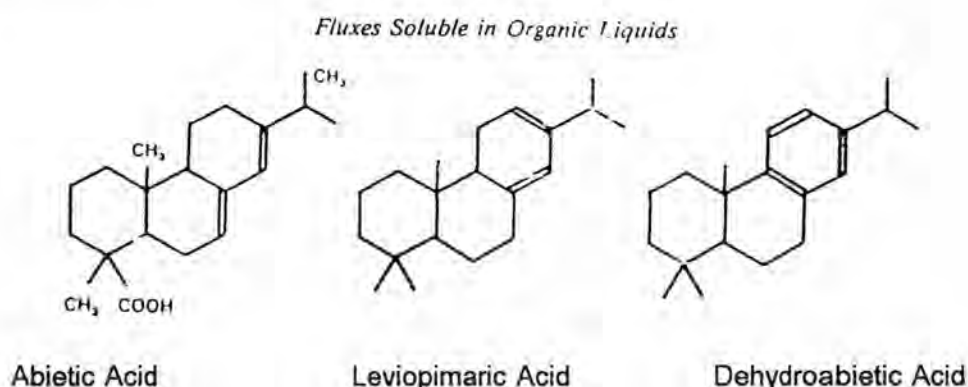
### ผลการวิจัยและอภิปรายผลการวิจัย

การศึกษานี้ต้องการหาวิธีที่เหมาะสมในการบำบัดฟลักซ์เสื่อมสภาพจากอุตสาหกรรมอิเล็กทรอนิกส์ซึ่งจากการทดลอง ได้ใช้วิธี การดูดซับด้วยแอคติเวเตดคาร์บอน การกลั่นด้วยไอน้ำ การกลั่นแบบลดความดัน การเผาในอากาศ ไอโซโนไลซิส และไฮโดรจิเนชัน ซึ่งผลการทดลองได้แสดงดังต่อไปนี้

#### 4.1 การหาคุณสมบัติทางกายภาพและทางเคมีของยางสนและฟลักซ์เสื่อมสภาพ

##### 4.1.1 การหาโครงสร้างทางเคมีของยางสนและฟลักซ์เสื่อมสภาพ

จากเอ็นเอ็มอาร์ สเปกตรัม ยางสนที่ละลายในตัวทำละลาย  $\text{CDCl}_3$  (รูปที่ 1) จะปรากฏ เคมีคอลลิฟของอัลเคนอยู่ในช่วง 0 – 80 ppm เคมีคอลลิฟของอัลคีนอยู่ในช่วง 80 – 145 ppm ซึ่งยางสนจะมีเคมีคอลลิฟที่ประมาณ 120 ppm สำหรับเคมีคอลลิฟของหมู่ CO ของอนุพันธ์คาร์บอกซิล มีค่าอยู่ในช่วง 160 – 180 ppm ซึ่งสอดคล้องกับโครงสร้างของกรดอะเบียติก (Abietic acid) และอนุพันธ์ของมัน ซึ่งมีโครงสร้างดังนี้



สำหรับโครงสร้างของฟลักซ์เสื่อมสภาพเมื่อกลั่นแยกตัวทำละลายและแอคติเวเตอร์ ออกไปแล้ว พบว่ามีเอ็นเอ็มอาร์ สเปกตรัมสอดคล้องกับยางสน จึงสรุปได้ว่า ฟลักซ์เสื่อมสภาพนั้น ยังมียางสนเป็นส่วนประกอบหลัก สำหรับตัวทำละลายที่แยกออกมาได้ (รูปที่ 3) จากการพิจารณาค่าเคมีคอลลิฟ พบว่าสอดคล้องกันกับค่าเคมีคอลลิฟของไอโซโพรพิลแอลกอฮอล์



#### 4.1.2 การหาร้อยละของตัวทำละลายในฟลักซ์เชื่อมสภาพ

ตารางที่ 4.1 ปริมาณของตัวทำละลายในฟลักซ์เชื่อมสภาพ

ครั้งที่	น้ำหนักฟลักซ์เชื่อมสภาพ (กรัม)	น้ำหนักของตัวทำละลาย (กรัม)	ร้อยละของตัวทำละลาย
1	100.92	79.11	78.58
2	100.80	79.21	78.57
3	100.15	78.69	78.57
		เฉลี่ย	78.57

ในฟลักซ์เชื่อมสภาพมีตัวทำละลายซึ่งคือ ไอโซโพรพิลแอลกอฮอล์อยู่ร้อยละ 78.57 ซึ่งหาได้โดยการกลั่นแยกตัวทำละลายออกจากฟลักซ์เชื่อมสภาพ โดยในการทดลองนี้ทำซ้ำ 3 ครั้ง แล้วค่าที่ได้มาเฉลี่ยกัน

#### 4.1.3 การหาร้อยละของแข็งในฟลักซ์เชื่อมสภาพ

ตารางที่ 4.2 ปริมาณของแข็งในฟลักซ์เชื่อมสภาพ

ครั้งที่	น้ำหนักฟลักซ์เชื่อมสภาพ (กรัม)	น้ำหนักของของแข็ง (กรัม)	ร้อยละของของแข็ง
1	100.03	21.83	21.83
2	100.07	21.83	21.83
3	100.14	21.84	21.81
		เฉลี่ย	21.82

ในฟลักซ์เชื่อมสภาพมีร้อยละของของแข็งซึ่งคือยางสนอยู่ร้อยละ 21.82 ซึ่งหาได้จากการนำฟลักซ์เชื่อมสภาพไปอบที่อุณหภูมิ 110 องศาเซลเซียส เพื่อให้ตัวทำละลาย และสารที่ระเหยได้ ระเหยออกไปเหลือแต่ของแข็งที่ไม่ระเหย โดยในการทดลองนี้ทำซ้ำ 3 ครั้ง แล้วนำค่าที่ได้มาเฉลี่ยกัน

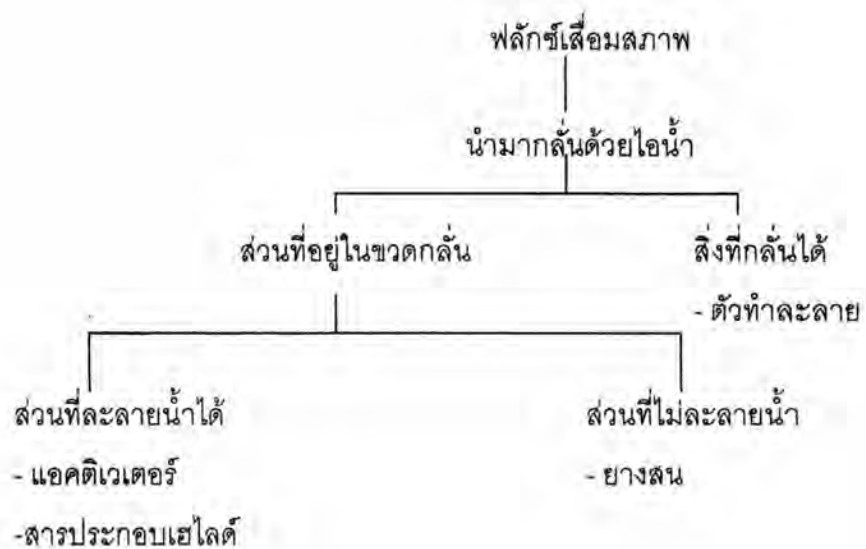


## 4.2 การบำบัดฟลักซ์เสื่อมสภาพด้วยวิธีต่าง ๆ

### 4.2.1 การดูดซับด้วยแอคติเวเตดคาร์บอน

การใช้แอคติเวเตดคาร์บอน 1, 2, 5 และ 10 กรัม ในการฟอกสีของฟลักซ์เสื่อมสภาพจำนวน 100 กรัม ที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 3 ชั่วโมง จากการทดลองพบว่า แอคติเวเตดคาร์บอนจำนวนดังกล่าวไม่สามารถฟอกสีฟลักซ์เสื่อมสภาพให้จางลงได้ แม้ว่าจะทิ้งระยะเวลาให้นานกว่า 3 ชั่วโมง ในอ่างน้ำร้อนแล้วก็ตาม

### 4.2.2 การกลั่นด้วยไอน้ำ



วิธีนี้ต้องต้มน้ำในหม้อน้ำ แล้วผ่านไอน้ำลงไปในฟลักซ์เสื่อมสภาพ ไอน้ำจะทำให้ฟลักซ์เสื่อมสภาพอ่อนตัวลง แอคติเวเตอร์ที่ปนอยู่ในฟลักซ์เสื่อมสภาพจะละลายออกมาอยู่ในชั้นน้ำ ส่วนยางสนจะจับตัวกันอยู่ที่ก้นของขวดกลั่น และในส่วนที่ได้จากการกลั่นจะได้ตัวทำละลายคือ ไอโซโพรพิลแอลกอฮอล์ สามารถนำกลับมาใช้ใหม่ได้ แต่ปัญหาของวิธีบำบัดฟลักซ์เสื่อมสภาพวิธีนี้ คือ ยางสนที่ได้ออกมา จะไม่สามารถนำกลับมาใช้ใหม่ได้ เนื่องจากยางสนบางส่วนมีการสลายตัวอยู่เมื่อถูกใช้งาน จึงต้องการวิธีบำบัดยางสนต่อไป ซึ่งทำได้ด้วยหาวิธีแปรสภาพยางสนหรือฝังกลบยางสน เนื่องจากยางสนเป็นสารอินทรีย์ จุลินทรีย์สามารถย่อยสลายได้อย่างช้าๆ และยางสนจับตัวเป็นก้อนแข็ง มีคุณสมบัติไม่ละลายน้ำ การฝังกลบยางสนจะใช้ได้ดีถ้ามียางสนที่เสื่อมสภาพแล้วเป็นจำนวนมาก ๆ แต่ถ้าเป็นการฝังกลบยางสนจะไม่ได้ประโยชน์จากยางสนอีกเลย ซึ่งน่าจะหาวิธีการอื่นที่สามารถนำยางสนที่เสื่อมสภาพแล้วมาแปรรูปให้สามารถใช้งานได้ในรูปแบบอื่นต่อไปอีก ซึ่งถือว่าเป็นการใช้ทรัพยากรได้อย่างคุ้มค่ายิ่งขึ้น ในงานวิจัยนี้ได้มีการคิดค้นวิธี



เปลี่ยนโครงสร้างของยางสนเสื่อมสภาพในฟลักซ์ที่ใช้งานแล้ว ให้เป็นโครงสร้างใหม่ โดยเติมหมู่  $\text{COOH}$  ลงไป, แล้วโครงสร้างใหม่ที่ได้กลายเป็นแอคติเวเตอร์ชนิดใหม่ สามารถนำมาใช้ประโยชน์ได้อีกในรูปแบบที่แตกต่างกัน การทดลองที่กล่าวมานี้ได้อธิบายไว้ใน การบำบัดฟลักซ์เสื่อมสภาพ โดยใช้โอโซน

#### 4.2.3 การกลั่นแบบลดความดัน

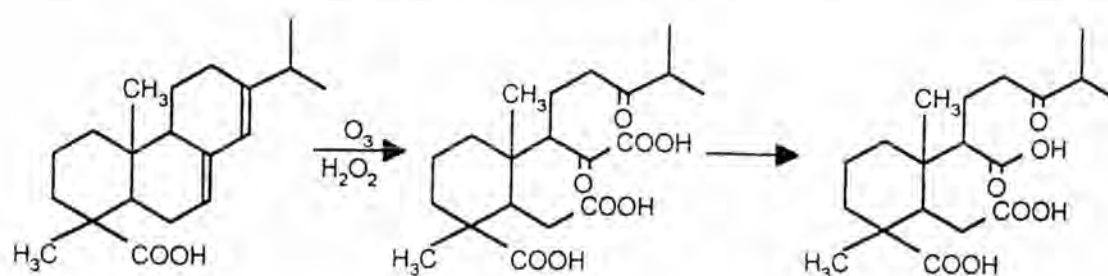
เมื่อลดความดันลงจะทำให้การแยกส่วนประกอบต่างๆของฟลักซ์เสื่อมสภาพดีขึ้น แต่เนื่องจากบีมที่มีอยู่ในห้องปฏิบัติการทำให้ความดันลดลงน้อยมากไม่เพียงพอที่จะทำให้ฟลักซ์แยกออกมาเป็นส่วนๆได้ซึ่งทำได้เพียงแค่แยกตัวทำละลายออกจากฟลักซ์เสื่อมสภาพเท่านั้น

#### 4.2.4 การเผา

เมื่อเผาฟลักซ์เสื่อมสภาพไปเรื่อยๆ ในถ้วยระเหยด้วยตะเกียงเบนเสน ตัวทำละลายจะระเหยออกไปจนฟลักซ์เสื่อมสภาพเริ่มแห้ง ถ้ายังเผา ฟลักซ์เสื่อมสภาพต่อไป จะเกิดควันขาวจำนวนมาก และฟลักซ์เสื่อมสภาพจะไม่ไหม้ไฟ

#### 4.2.5 การบำบัดฟลักซ์เสื่อมสภาพโดยใช้โอโซน

การบำบัดฟลักซ์เสื่อมสภาพโดยโอโซนนี้มีวัตถุประสงค์เพื่อให้พันธะคู่แตกออกโดยใช้โอโซน จากนั้นออกซิไดซ์เพื่อให้เกิดหมู่  $-\text{COOH}$  โดยใช้  $\text{H}_2\text{O}_2$  /  $\text{HCOOH}$  ดังสมการ



เติมกรดอะบียติก (Abietic Acid) ที่ใช้เป็นสารตั้งต้น มีหมู่  $-\text{COOH}$  อยู่ 1 หมู่ ถ้าเติมหมู่  $-\text{COOH}$  เข้าไปในกรดอะบียติก ซึ่งเป็นส่วนประกอบหลักของยางสน จะทำให้โครงสร้างของกรดอะบียติกเปลี่ยนไป กล่าวคือ มีหมู่  $-\text{COOH}$  เพิ่มขึ้นอีก 2 หมู่ จะกลายเป็นสารเติมแต่งชนิดใหม่ที่สามารถนำมาเติมลงไปในการผลิตฟลักซ์ได้ โดยสารเติมแต่งนี้จะมีโครงสร้างคล้ายยางสนแต่มีหมู่  $-\text{COOH}$  3 หมู่



ในการทดลองนี้จะหา เวลาที่เหมาะสมในการทำปฏิกิริยาไอโซไนไลซิส อุณหภูมิของการออกซิไดส์ยางสน และขั้นตอนการสังเคราะห์ทั้งหมด โดยผลิตภัณฑ์ที่ได้จะถูกตรวจสอบโดยเอ็นเอ็มอาร์ สเปกโตรมิเตอร์

#### 4.2.5.1 ผลของเวลาที่ใช้ในการไอโซไนไลซิสยางสน

การทดลองนี้ได้ศึกษาระยะเวลาที่ทำให้พันธะคู่ในโครงสร้างของยางสนหมดไป โดยการเติมไอโซนซึ่งการทดลองนี้ใช้ยางสน 10 กรัม ในไอโซโพรพิลแอลกอฮอล์ 100 มิลลิลิตร เวลาที่ใช้คือ 10, 16, 24 และ 30 ชั่วโมง

ตาราง 4.3 เวลาที่ใช้ในการไอโซไนไลซิสยางสน 10 กรัม

ครั้งที่	เวลา (ชั่วโมง)	ตัวทำละลาย	พันธะคู่ของยางสน
1	10	ไอโซโพรพิลแอลกอฮอล์	ยังพบพันธะคู่
2	16	ไอโซโพรพิลแอลกอฮอล์	ยังพบพันธะคู่
3	24	ไอโซโพรพิลแอลกอฮอล์	ยังพบพันธะคู่
4	30	ไอโซโพรพิลแอลกอฮอล์	ไม่พบพันธะคู่
5	10	อะซีโตน	ยังพบพันธะคู่
6	16	อะซีโตน	ยังพบพันธะคู่
7	24	อะซีโตน	ยังพบพันธะคู่
8	30	อะซีโตน	ไม่พบพันธะคู่

จากตาราง 4.4 สามารถสรุปผลการทดลองได้ว่า

1. เวลาที่เหมาะสมในการไอโซไนไลซิสยางสน 10 กรัม คือ 30 ชั่วโมง และสามารถทำซ้ำได้ด้วย
2. ตัวทำละลายที่ใช้คือ ไอโซโพรพิลแอลกอฮอล์ และอะซีโตน ไม่มีความแตกต่าง เมื่อใช้เวลาเท่ากัน
3. ยางสน 1 กรัม ใช้เวลาในการไอโซไนไลซิสนาน 3 ชั่วโมง

#### 4.2.5.2 ผลของอุณหภูมิที่ใช้ในการออกซิไดส์ยางสนหลังจากไอโซไนไลซิสยางสนแล้ว

ในการทดลองนี้ศึกษาผลของอุณหภูมิต่อการออกซิไดส์ยางสนคือ 30, 60, 90 และ 120 องศาเซลเซียส และคนสารตั้งต้นเป็นเวลา 6 ชั่วโมง อย่างสม่ำเสมอ ผลการทดลอง



แสดงในรูปที่ 6, 7, 8 และ 9 ซึ่งพบว่าทุกช่วงอุณหภูมิสามารถทำให้เกิดผลิตภัณฑ์ได้ ดังนั้นจึงเลือกอุณหภูมิ 30 องศาเซลเซียส ในการออกซิไดส์ยางสน

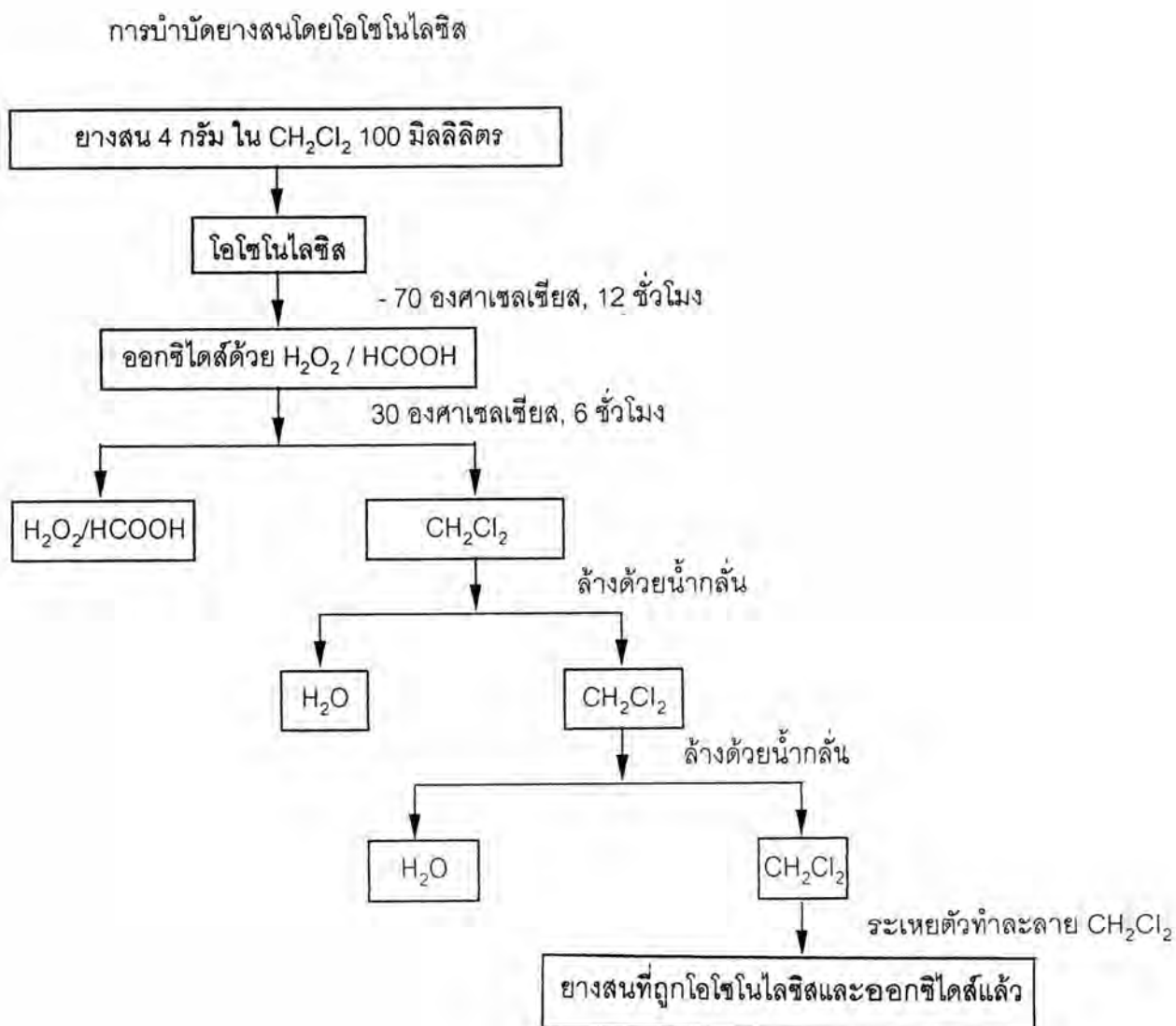
#### 4.2.5.3 การบำบัดฟลักซ์เสื่อมสภาพโดยโอโซนในไลซิส

การบำบัดยางสนโดยวิธีเติมโอโซน วิธีนี้ทำโดยนำยางสนมา 4 กรัม ใส่ลงในขวดแก้วที่ใช้ทำปฏิกิริยา เติมตัวทำละลาย เมทิลีนคลอไรด์ 100 มิลลิลิตร แล้วผ่านโอโซนเป็นเวลา 12 ชั่วโมง โดยยางสน 1 กรัมใช้เวลาในการเติมโอโซน 3 ชั่วโมง ที่อุณหภูมิ -70 องศาเซลเซียส โดยใช้ น้ำแข็งแห้ง - อะซิโตน หล่อรอบ ๆ ขวด หลังจากปฏิกิริยาลิ้นสุดแล้ว เติมนิโตรเจนเปอร์ออกไซด์ 40% จำนวน 7.2 มิลลิลิตร และกรดฟอร์มิก 90% จำนวน 18.6 มิลลิลิตร คนสารละลายเป็นเวลา 6 ชั่วโมงที่อุณหภูมิ 30 องศาเซลเซียส จากนั้นนำสารละลายมาแยกด้วย กรวยแยกเก็บชั้น  $\text{CH}_2\text{Cl}_2$  ไว้ (ชั้นล่าง) ล้างชั้น  $\text{CH}_2\text{Cl}_2$  ด้วยน้ำกลั่น 2 ครั้ง ครั้งละ 100 มิลลิลิตร เติมนิโตรเจนเปอร์ออกไซด์ 40% เพื่อดูตุน้ำออก แล้วกรองเอาสารละลายไประเหย  $\text{CH}_2\text{Cl}_2$  ออก จะได้ยางสนที่ถูกโอโซนในไลซิสแล้ว ซึ่งสีจะเปลี่ยนจากสีเหลืองเข้มเป็นสีเหลืองอ่อน สำหรับยางสนที่มีการเติมโอโซนและเพิ่มหมู่ - COOH 2 หมู่ลงไปไนโครงสร้างของกรดอะบิติก และอนุพันธ์ของมันทำให้เกิดผลิตภัณฑ์ที่ได้กลายเป็น แอคติเวเตอร์ตัวใหม่ที่มีหมู่ -COOH 3 หมู่

การใช้โอโซนบำบัด วิธีนี้จะนำฟลักซ์เสื่อมสภาพมากลั่นแยกโอโซนไฟลแอลกอฮอล์ไป แล้วชั่งฟลักซ์เสื่อมสภาพที่ไม่มีตัวทำละลายแล้วมา 4.5 กรัม เติมตัวทำละลายเมทิลีนคลอไรด์ 100 มิลลิลิตร แล้วผ่านโอโซนเป็นเวลา 14 ชั่วโมง ที่อุณหภูมิ -70 องศาเซลเซียส โดยฟลักซ์เสื่อมสภาพที่ไม่มีตัวทำละลาย 1 กรัมใช้เวลาในการเติมโอโซน 3 ชั่วโมง หลังเสร็จสิ้นปฏิกิริยา โอโซนในไลซิสแล้ว เติมนิโตรเจนเปอร์ออกไซด์ 40% จำนวน 8 มิลลิลิตร กรดฟอร์มิก 20% จำนวน 21 มิลลิลิตร คนสารละลายเป็นเวลา 6 ชั่วโมงที่อุณหภูมิ 30 องศาเซลเซียส จากนั้นนำสารละลายมาแยกด้วยกรวยแยก เก็บชั้น  $\text{CH}_2\text{Cl}_2$  ไว้ (ชั้นล่าง) ล้างชั้น  $\text{CH}_2\text{Cl}_2$  ด้วยน้ำกลั่น 2 ครั้ง ครั้งละ 100 มิลลิลิตร เติมนิโตรเจนเปอร์ออกไซด์ 40% เพื่อดูตุน้ำออก แล้วกรองเอาสารละลายไประเหย  $\text{CH}_2\text{Cl}_2$  ออกไปจะได้ฟลักซ์เสื่อมสภาพที่บำบัดแล้วหนัก 3.2 กรัม ซึ่งสีจะเปลี่ยนจากน้ำตาลเข้มเป็นสีเหลืองอ่อน สำหรับฟลักซ์เสื่อมสภาพที่มีการเติมโอโซนและเพิ่มหมู่ - COOH 2 หมู่ ลงไปไนโครงสร้างของกรดอะบิติกและอนุพันธ์ของมันทำให้เกิดผลิตภัณฑ์ที่ได้กลายเป็นแอคติเวเตอร์ตัวใหม่ที่มีหมู่ COOH 3 หมู่



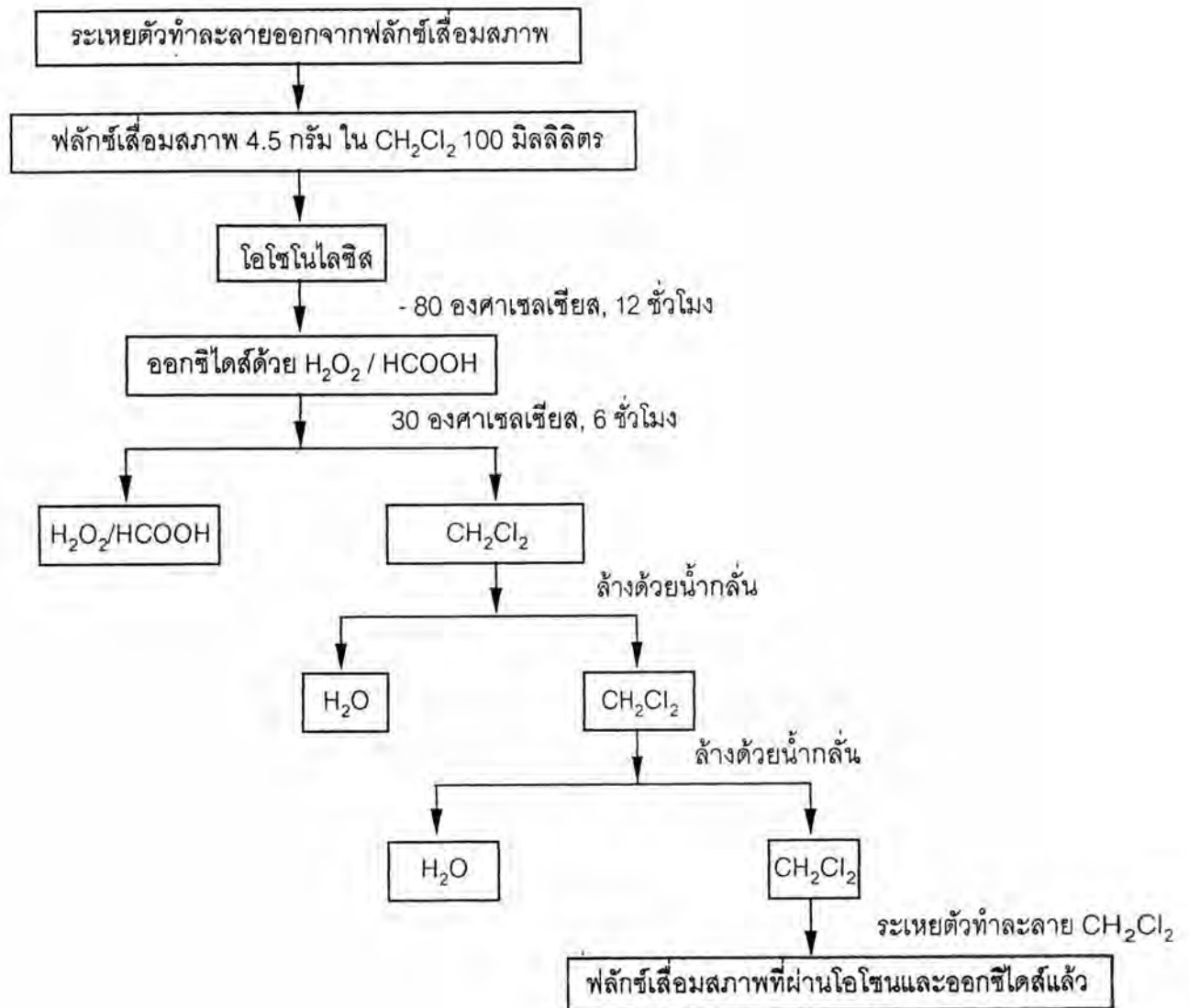
#### 4.2.5.3 การบำบัดฟลักซ์เสื่อมสภาพโดยไฮโซโนไลซิส



วิเคราะห์โดย NMR, DSC, TGA และหาแอสิตันัมเบอร์



## การบำบัดฟลักซ์เสื่อมสภาพโดยไอโซโนไลซิส



วิเคราะห์โดย NMR, DSC, TGA และหาแอสิดนัมเบอร์



ตารางที่ 4.4 การหาแอสดินัมเบอร์

ชนิด	แอสดินัมเบอร์			
	1	2	3	เฉลี่ย
ยางสน	146.9	148.5	148.5	148.0
ยางสนที่ถูกโอโซนโอไซด์	179.0	180.1	179.4	179.5
ฟลักซ์เสื่อมสภาพที่ถูกโอโซนโอไซด์	170.3	175.3	176.3	172.9

แอสดินัมเบอร์ หรือ แอสดินัมเบอร์ของยางสนหรือ ฟลักซ์อินทรีย์ที่ได้จากตาราง 4.5 คือ จำนวนมิลลิกรัมของโพแทสเซียมไฮดรอกไซด์ที่ใช้ในการทำให้กรดอินทรีย์อิสระเป็นกลางต่อจำนวนส่วนประกอบที่เป็นของแข็งของฟลักซ์ 1 กรัม ภายใต้สภาวะการทดสอบ คำนี้นหาได้โดยการไตเตรทสารละลายฟลักซ์ในแอลกอฮอล์ ด้วยสารละลายมาตรฐาน โพแทสเซียมไฮดรอกไซด์ โดยใช้ฟีนอล์ฟทาไลน์เป็นอินดิเคเตอร์

ค่าแอสดินัมเบอร์ เป็นวิธีง่าย ๆ ที่บอกว่าการดอินทรีย์ที่เติมลงไปเป็นชนิดใด โดยตาราง 4.5 จะบอกค่าแอสดินัมเบอร์ของยางสน ยางสนที่ถูกโอโซนโอไซด์และออกซิไดส์ และฟลักซ์เสื่อมสภาพที่ผ่านกระบวนการโอโซนโอไซด์และออกซิไดส์ จากค่าแอสดินัมเบอร์ที่เพิ่มขึ้นหลังจากกระบวนการโอโซนโอไซด์ แสดงว่าผลิตภัณฑ์ที่ได้มีหมู่ - COOH เพิ่มขึ้น เมื่อนำผลิตภัณฑ์ที่ได้ไปทำฟลักซ์ แทนยางสน พบว่าสามารถบัดกรีชิ้นงานได้ดีกว่ายางสน แต่มีข้อเสียคือ จะเหลือคราบสีน้ำตาลบนชิ้นงาน จึงยังไม่เหมาะสมที่จะนำไปใช้งานโดยตรง



#### 4.2.6 กระบวนการไฮโดรจิเนชัน

##### ตัวเร่งปฏิกิริยานิกเกิล

4.2.6.1 ผลของอุณหภูมิที่ใช้ทำปฏิกิริยาไฮโดรจิเนชัน ของตัวเร่งปฏิกิริยานิกเกิลบนโมเลกุลลาซิฟ

ในการทดลองนี้ศึกษาผลของอุณหภูมิที่ใช้คือ 100, 150 และ 200 องศาเซลเซียส ในการทำปฏิกิริยาไฮโดรจิเนชันโดยใช้ตัวเร่งปฏิกิริยานิกเกิล การทดลองนี้ใช้ความดัน 450 ปอนด์ต่อตารางนิ้ว เวลาที่ใช้ทำปฏิกิริยา คือ 12 ชั่วโมง โดยใช้สารตั้งต้นคือฟลักซ์เสื่อมสภาพ 100 กรัม และตัวเร่งปฏิกิริยานิกเกิลที่เตรียมไว้ 20 กรัม ผลที่ได้แสดงไว้ในตาราง 4.6

ตารางที่ 4.5 ผลของอุณหภูมิต่อปฏิกิริยาไฮโดรจิเนชันโดยใช้นิกเกิลเป็นตัวเร่งปฏิกิริยา

อุณหภูมิ (องศาเซลเซียส)	ลักษณะของฟลักซ์เสื่อมสภาพที่ได้หลังจากบำบัดแล้ว
100	ฟลักซ์เสื่อมสภาพยังคงเป็นสีน้ำตาลเข้มเหมือนเดิม
150	ฟลักซ์เสื่อมสภาพยังคงเป็นสีน้ำตาลเข้มเหมือนเดิม
200	ฟลักซ์เสื่อมสภาพใหม่

ที่อุณหภูมิ 100 และ 150 องศาเซลเซียส ไม่สามารถบำบัดฟลักซ์เสื่อมสภาพให้ดีขึ้นได้ กล่าวคือ ฟลักซ์เสื่อมสภาพยังเป็นสีน้ำตาลเข้มเหมือนเดิม เมื่อเพิ่มอุณหภูมิให้สูงขึ้นเป็น 200 องศาเซลเซียส ผลที่ได้คือ ฟลักซ์เสื่อมสภาพใหม่ สำหรับตัวเร่งปฏิกิริยานิกเกิล ต้องใช้สภาวะที่อุณหภูมิและความดันสูงจึงจะทำหน้าที่ได้ดี แต่ที่สภาวะดังกล่าวโครงสร้างของยางสนในฟลักซ์เสื่อมสภาพเปลี่ยนไปและไหม้ นิกเกิลจึงไม่เหมาะที่จะใช้เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาของปฏิกิริยาไฮโดรจิเนชัน ในการบำบัดฟลักซ์เสื่อมสภาพ

##### ตัวเร่งปฏิกิริยาแพลทินัม

4.2.6.2 ผลของอุณหภูมิที่ใช้ทำปฏิกิริยาไฮโดรจิเนชันของตัวเร่งปฏิกิริยาแพลทินัมบนโมเลกุลลาซิฟ



100 ปอนด์ต่อตารางนิ้ว เวลาที่ใช้ทำปฏิกิริยา คือ 12 ชั่วโมง โดยใช้สารตั้งต้นคือฟลักซ์เสื่อมสภาพ 100 กรัม และตัวเร่งปฏิกิริยาแพลทินัมที่เตรียมไว้ 20 กรัม ผลที่ได้แสดงไว้ในตารางที่ 4.7

ตารางที่ 4.6 ผลของอุณหภูมิต่อปฏิกิริยาไฮโดรจิเนชันโดยใช้แพลทินัมเป็นตัวเร่งปฏิกิริยา

อุณหภูมิ (องศาเซลเซียส)	ลักษณะของฟลักซ์เสื่อมสภาพที่ได้หลังจากบำบัดแล้ว
100	ฟลักซ์เสื่อมสภาพยังคงเป็นสีน้ำตาลเข้มเหมือนเดิม
150	ฟลักซ์เสื่อมสภาพยังคงเป็นสีน้ำตาลเข้มเหมือนเดิม
330	ฟลักซ์เสื่อมสภาพยังคงเป็นสีน้ำตาลเข้มเหมือนเดิม

ที่อุณหภูมิ 100 150 และ 330 องศาเซลเซียส ไม่สามารถบำบัดฟลักซ์เสื่อมสภาพให้ดีขึ้นได้กล่าวคือ ฟลักซ์เสื่อมสภาพยังเป็นสีน้ำตาลเข้มเหมือนเดิม

เหตุผลที่อาจเป็นไปได้สำหรับการทดลองนี้คือ การที่พันธะคู่ 2 ตำแหน่งที่อยู่ติดกัน (Conjugate) อยู่ทำให้ไฮโดรเจนเข้าไปแทนที่ตรงตำแหน่งนั้นได้ยาก และเหตุผลอีกข้อคือ กลุ่ม -COOH เป็นกลุ่มที่มีแอฟฟินิตีสูง (Affinity) ต่อโพรงของผลึกของโมเลกุลลาซิฟ ด้วยเหตุนี้มันจึงเป็นตัวขวางไม่ให้มีช่องว่างเพียงพอที่โมเลกุลอื่นจะเข้าไปทำปฏิกิริยาได้

ในการทดลองต่อไปจะใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาพัลลาเดียมบนแอคติเวเตดชาโคล ซึ่งจะไม่มีปัญหาเพราะไม่มีขนาดของโพรงและขนาดของโมเลกุลของสารเข้ามาเกี่ยวข้อง ผลการทดลองได้แสดงในการทดลองถัดไป

### ตัวเร่งปฏิกิริยาพัลลาเดียม

4.2.6.3 ผลของอุณหภูมิที่ใช้ทำปฏิกิริยาไฮโดรจิเนชันของตัวเร่งปฏิกิริยาพัลลาเดียมบนแอคติเวเตดชาโคล

ในการทดลองนี้ศึกษาผลของอุณหภูมิที่ใช้คือ 40, 100 และ 150 องศาเซลเซียส ในการทำปฏิกิริยาไฮโดรจิเนชันที่ใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาแพลทินัม การทดลองนี้ใช้ความดัน 450 ปอนด์ต่อตารางนิ้ว เวลาที่ใช้ทำปฏิกิริยา 6 ชั่วโมง โดยใช้สารตั้งต้นคือ ยางสน 15 กรัม ในตัวทำละลายไอโซโพรพิลแอลกอฮอล์และตัวเร่งปฏิกิริยาพัลลาเดียม 1 กรัม ผลที่ได้แสดงไว้ในตาราง 4.8 และผลการวิเคราะห์โดยเอ็นเอ็มอาร์ สเปกโตรมิเตอร์ แสดงไว้ในภาคผนวกรูปที่ 10 DSC แสดงไว้ในภาคผนวกรูปที่ 11 และ TGA แสดงไว้ในภาคผนวกรูปที่ 12



ตารางที่ 4.7 ผลของอุณหภูมิต่อการปฏิบัติยาไฮโดรจีนชันของยางสนโดยใช้ เป็นพัลลาเดียมบน  
แอคติเวเตดชาโคล

อุณหภูมิ (องศาเซลเซียส)	ลักษณะของยางสนที่ได้	ผลจากเอ็น เอ็ม อาร์
40	ยางสนเปลี่ยนสีจากเหลืองเข้ม เป็นสีเหลืองอ่อน	พันธะคู่ลดลง
100	ยางสนเปลี่ยนสีจากเหลืองเข้ม เป็นสีเหลืองอ่อน	พันธะคู่ลดลงมากที่สุด
150	ยางสนเปลี่ยนสีจากเหลืองเข้ม เป็นสีเหลืองอ่อน	พันธะคู่ลดลง

จากตาราง 4.8 อุณหภูมิ 40, 100 และ 150 องศาเซลเซียส สามารถทำให้พันธะคู่ของยางสน ลดลง แต่อุณหภูมิที่ทำให้ไฮโดรเจนแทนที่ในโครงสร้างของยางสนได้ดีที่สุด คือ 100 องศาเซลเซียส ซึ่งสามารถดูได้จากเอ็นเอ็มอาร์ สเปกตรัม ในช่วง 80 –120 พี พี เอ็ม ซึ่งจะแสดงเคมีคอลชิฟของพันธะคู่ในช่วงนี้ ซึ่งพบว่าที่อุณหภูมิ 100 องศาเซลเซียส ภายใต้สภาวะควบคุมเดียวกัน มีเคมีคอลชิฟของเอ็นเอ็มอาร์ แสดงเป็นสเปกตรัมในช่วงนั้นเหลืออยู่น้อยที่สุด จึงเลือกอุณหภูมิ 100 องศาเซลเซียสเป็นอุณหภูมิที่เหมาะสมของการทดลองนี้

#### 4.2.6.4 ผลของเวลาต่อการปฏิบัติยาไฮโดรจีนชันของยางสนโดยใช้เป็นพัลลาเดียมบนแอคติเวเตดชาโคล

ในการทดลองนี้ใช้สภาวะเดียวกับ 4.2.6.3 และใช้อุณหภูมิที่เหมาะสมจาก 4.2.6.3 โดยแปรผันเวลา 2 ค่า คือ 6 ชั่วโมง และ 12 ชั่วโมง ผลการทดลองได้แสดงไว้ในตาราง 4.9 และผลการวิเคราะห์โดยเอ็นเอ็มอาร์ สเปกโตรมิเตอร์ แสดงไว้ในภาคผนวกรูปที่ 13 และ 14



ตารางที่ 4.8 ผลของเวลาต่อปฏิกิริยาไฮโดรจิเนชันของยางสนเป็นพัลลาเดียมบน  
แอคติเวเตดชาโคล

เวลาที่ใช้ (ชั่วโมง)	ลักษณะของยางสน	ผลจากเอ็นเอ็มอาร์
6	ยางสนเปลี่ยนสีจากเหลืองเข้มเป็นสีเหลืองอ่อน	พันธะคู่ลดลง
12	ยางสนเปลี่ยนสีจากเหลืองเข้มเป็นสีเหลืองอ่อน	พันธะคู่ลดลงมากกว่า

จากตาราง 4.9 เวลา 6 และ 12 ชั่วโมง ทำให้ยางสนที่ถูกเติมไฮโดรเจนแล้วเปลี่ยนโครงสร้างไป กล่าวคือ สีของยางสนเปลี่ยนจากสีเหลืองเข้มเป็นสีเหลืองอ่อน เนื่องจากพันธะคู่ของกรดอะบิเติกลดลงโดย เมื่อปล่อยให้ปฏิกิริยาไฮโดรจิเนชันนานขึ้นเป็น 12 ชั่วโมง พันธะคู่ในโครงสร้างของยางสนจะลดลงมากขึ้น จึงทำให้สีของยางสนที่ถูกบำบัดแล้วมีสีอ่อนลงกว่าเมื่อใช้เวลา 6 ชั่วโมง ดังนั้นเวลาที่เหมาะสมสำหรับการทดลองนี้คือ 12 ชั่วโมง

#### 4.2.6.5 ผลของความเข้มข้นของตัวเร่งปฏิกิริยาต่อปฏิกิริยาไฮโดรจิเนชันของยางสน

การทดลองนี้จะใช้พัลลาเดียมบนแอคติเวเตดชาโคล 1 กรัม เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา แล้วแปรค่าปริมาณยางสนที่ใช้คือ 15 กรัม และ 50 กรัม เป็นสารตั้งต้น ในตัวทำละลายคือ ไอโซโพรพิลแอลกอฮอล์ 100 มิลลิลิตร ปฏิกริยานี้ใช้ความดัน 450 ปอนด์ต่อตารางนิ้ว เวลาที่ใช้ทำปฏิกิริยา คือ เวลาที่ได้จากการทดลอง 4.2.6.4 คือ 12 ชั่วโมง ที่อุณหภูมิ 100 องศาเซลเซียส ผลการทดลองแสดงในตาราง 4.10 และผลการวิเคราะห์โดยเอ็นเอ็มอาร์ สเปกโตรมิเตอร์ แสดงไว้ในภาคผนวกรูปที่ 15 และ 16

ตารางที่ 4.9 ผลของความเข้มข้นของตัวเร่งปฏิกิริยาต่อปฏิกิริยาไฮโดร จิเนชันของยางสน

อัตราส่วนของพัลลาเดียม : ยางสน	ลักษณะของยางสน	ผลจาก เอ็นเอ็มอาร์
1 : 15	ยางสนเปลี่ยนสี จากสีเหลืองเข้มเป็นสีเหลืองอ่อน	พันธะคู่ลดลง
1 : 50	ยางสนเปลี่ยนสี จากสีเหลืองเข้มเป็นสีเหลืองอ่อน	พันธะคู่ลดลง

จากผลการทดลองพบว่า อัตราส่วนระหว่างพัลลาเดียมต่อยางสน คือ 1 : 15 และ 1 : 50 ทำให้ยางสนถูกแทนที่ด้วยไฮโดรเจนได้ดีใกล้เคียงกัน ดูได้จากเอ็นเอ็มอาร์ สเปกตรัมช่วง 80 – 120 พีพีเอ็ม พันธะคู่ลดลงมากเมื่อเทียบกับยางสนที่ยังไม่ผ่านกระบวนการใด ๆ ดังนั้นจึง



เลือกอัตราส่วนระหว่างพัลลาเดียมต่อทองคำ คือ 1 : 50 เป็นความเข้มข้นที่เหมาะสมในการทำปฏิกิริยาไฮโดรจีเนชันทองคำ

#### 4.2.6.6 ผลของความเข้มข้นของตัวเร่งปฏิกิริยาต่อปฏิกิริยาไฮโดรจีเนชันของฟลักซ์เชื่อมสภาพ

การทดลองนี้จะใช้พัลลาเดียมบนแอคติเวเตดคาร์บอน 1 กรัม เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาแล้วแปรค่าปริมาณฟลักซ์เชื่อมสภาพที่ใช้คือ 100 กรัม และ 200 กรัม ปฏิกิริยานี้ใช้ความดัน 450 ปอนด์ต่อตารางนิ้ว เวลาที่ใช้ทำปฏิกิริยา คือเวลาที่ได้จากการทดลอง 4.2.6.4 คือ 12 ชั่วโมง ที่อุณหภูมิ 100 องศาเซลเซียส ผลการทดลองได้แสดงไว้ในตารางที่ 4.11 และผลการวิเคราะห์โดยเอ็นเอ็มอาร์ สเปกโตรมิเตอร์ แสดงไว้ในรูปที่ 17 และ 18

ตารางที่ 4.10 ผลของความเข้มข้นของตัวเร่งปฏิกิริยาต่อปฏิกิริยาไฮโดรจีเนชันของฟลักซ์เชื่อมสภาพ

อัตราส่วนของตัวเร่ง ปฏิกิริยาพัลลาเดียม : ฟลักซ์เชื่อมสภาพ	ลักษณะของฟลักซ์เชื่อมสภาพ	ผลจาก เอ็น เอ็ม อาร์
1 : 100	ฟลักซ์เชื่อมสภาพเปลี่ยนสีจาก น้ำตาลเข้มเป็นสีเหลืองอ่อน	พันธะคู่ลดลง
1 : 200	ฟลักซ์เชื่อมสภาพเปลี่ยนสีจาก น้ำตาลเข้มเป็นสีเหลืองอ่อน	พันธะคู่ลดลง

จากผลการทดลองพบว่า อัตราส่วนระหว่างพัลลาเดียมต่อฟลักซ์เชื่อมสภาพคือ 1 : 100 และ 1 : 200 ทำให้ฟลักซ์เชื่อมสภาพมีสีจางลงใกล้เคียงกัน กล่าวคือ จากสีน้ำตาลเข้มกลายเป็นสีเหลืองอ่อน ซึ่งจะพบว่าพันธะคู่ในโครงสร้างข้างบนที่อยู่ในฟลักซ์เชื่อมสภาพ ลดลงมากได้จากเอ็นเอ็มอาร์ สเปกโตรมิเตอร์ ช่วง 80 – 120 พีพีเอ็ม ดังนั้นจึงเลือกอัตราส่วนระหว่างพัลลาเดียม ต่อ ฟลักซ์เชื่อมสภาพคือ 1 : 200 เป็นความเข้มข้นที่เหมาะสมของปฏิกิริยาไฮโดรจีเนชันฟลักซ์เชื่อมสภาพ