โครงการ

การเรียนการสอนเพื่อเสริมประสบการณ์

ชื่อโครงการ การพัฒนาเครื่องปฏิกรณ์ขนาดเล็กด้วยวิธีชุบทองคำลงบนท่อซิลิโคน
Development of microreactor by gold coating method on silicone tube

ชื่อนิสิต นางสาวจินต์จุฑา แจ้งสว่าง เลขประจำตัว 5933010023

ภาควิชา เคมี

ปีการศึกษา 2562

คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

การพัฒนาเครื่องปฏิกรณ์ขนาดเล็กด้วยวิธีชุบทองคำลงบนท่อซิลิโคน

Development of microreactor by gold coating method on silicone tube

โดย

นางสาวจินต์จุฑา แจ้งสว่าง

รายงานนี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตร

ปริญญาวิทยาศาสตรบัณฑิต

ภาควิชาเคมี คณะวิทยาศาสตร์

จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

ปีการศึกษา 2562

โครงการ การพัฒนาเครื่องปฏิกรณ์ขนาดเล็กด้วยวิธีชุบท่องค้าลงบนท่อซิลิโคน

โดย นางสาวจินต์จุฑา แจ้งสว่าง

ได้รับอนุมัติให้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรปริญญาวิทยาศาสตรบัณฑิต สาขาวิชาเคมี ภาควิชาเคมี คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

คณะกรรมการสอบโครงการ

1. ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร. ภัสสร์พล งามอุโฆษ ประธานกรรมการ
2. รองศาสตราจารย์ ดร. สัมฤทธิ์ วัชรสินธุ์ กรรมการ
3. รองศาสตราจารย์ ดร.วิวัฒน์ วชิรวงศ์กวิน อาจารย์ที่ปรึกษา

รายงานฉบับนี้ได้รับความเห็นชอบและอนุมัติโดยหัวหน้าภาควิชาเคมี

(รองศาสตราจารย์ ดร. วิวัฒน์ วชิรวงศ์กวิน)
อาจารย์ที่ปรึกษา

(รองศาสตราจารย์ ดร.วุฒิชัย พาราสุข)
หัวหน้าภาควิชาเคมี

วันที่ 19 เดือนมิถุนายน พ.ศ. 2563

ชื่อโครงการ การพัฒนาเครื่องปฏิกรณ์ขนาดเล็กด้วยวิธีการชุบทองคำลงบนท่อซิลิโคน

ชื่อนิสิตในโครงการ นางสาวจินต์จุฑา แจ้งสว่าง เลขประจำตัว 5933010023

ชื่ออาจารย์ที่ปรึกษา รองศาสตราจารย์ ดร. วิวัฒน์ วชิรวงศ์กวิน

ภาควิชาเคมี คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย ปีการศึกษา 2562

บทคัดย่อ

การสังเคราะห์สารอินทรีย์โดยใช้เซลล์ไฟฟ้าเคมี เป็นการสังเคราะห์สารอินทรีย์ในรูปแบบหนึ่งที่ได้รับความสนใจและมีการใช้ประโยชน์อย่างกว้างขวางในวงการอุตสาหกรรม โดยหนึ่งในเครื่องมือที่ใช้ในการสังเคราะห์สารอินทรีย์โดยใช้เซลล์ไฟฟ้าเคมีคือ การใช้เครื่องปฏิกรณ์ขนาดเล็กที่มีการไหลอย่างต่อเนื่อง ซึ่งเครื่องมือดังกล่าวประกอบไปด้วยขั้วแคโทด ขั้วแอโนดและช่องคดไมโครแชนนัลที่ทำหน้าที่ให้สารตั้งต้นเกิดปฏิกิริยาจนเกิดเป็นผลิตภัณฑ์ แต่การสังเคราะห์สารที่ใช้เวลานานจำเป็นต้องเพิ่มความยาวของไมโครแชนนัลทำให้เกิดการจำกัดเรื่องความยาวของโฟลว์เซลล์ ผู้วิจัยจึงพัฒนาเครื่องปฏิกรณ์ขนาดเล็กที่มีการเพิ่มความยาวของโฟลว์เซลล์ด้วยการชุบโลหะทองแดงลงบนท่อพลาสติกพอลิเตตระฟลูออโรเอทิลีนโดยวิธีการพอกพูนแบบไม่ใช้ไฟฟ้า และการชุบทองคำลงบนท่อซิลิโคนโดยวิธีการพอกพูนแบบไม่ใช้ไฟฟ้า โดยการชุบโลหะทองแดงลงบนท่อพอลิเตตระฟลูออโรเอทิลีนจะเกิดได้ยากกว่าการชุบทองคำลงบนท่อซิลิโคน เนื่องจากแรงยึดเกาะกันระหว่างพื้นผิวของพลาสติกกับโลหะที่ใช้ทำปฏิกิริยา

คำสำคัญ: เครื่องปฏิกรณ์ขนาดเล็ก, การพอกพูนแบบไม่ใช้ไฟฟ้า, พอลิเตตระฟลูออโรเอทิลีน, ซิลิโคน

Project Title Development of microreactor by gold coating method on silicone tube

Student Name Miss Jinjuta Chaengsawang Student ID 5933010023

Advisor Name Associate Professor Dr. Viwat Vchirawongkwin

Department of Chemistry, Faculty of Science, Chulalongkorn University, Academic Year 2018

Abstract

Electrosynthesis is the organic synthesis using an electrochemical cell that has widely utilized in many industries. One tool used in this synthesis is flow microreactor. Flow microreactor consists of a cathode, anode and microchannel that reacts the reactant to the product. However, if the process need a long reaction time, a flow microreactor is required to increase the length of the microchannel, resulting in limiting the length of the flow cell. Then, our group aim to develop the new microreactor that increase the length of the flow cell by electroless copper plating on polytetrafluoroethylene (PTFE) and electroless gold plating on silicone. The result indicated the reaction of electroless copper plating on polytetrafluoroethylene (PTFE) is harder than electroless gold plating on silicone because of the adhesion between the surface and the metal used to make the reaction.

Keywords: Microreactor, Electroless plating, Polytetrafluoroethylene, Silicone

กิตกรรมประกาศ

โครงการการเรียนการสอนเพื่อเสริมประสบการณ์ เรื่อง การพัฒนาเครื่องปฏิกรณ์ขนาดเล็กด้วยวิธีชุบทองคำลงบนท่อซิลิโคน สำเร็จลุล่วงไปด้วยดีด้วยความอนุเคราะห์จากอาจารย์ที่ปรึกษาโครงการ รองศาสตราจารย์ ดร.วิวัฒน์ วชิรวงศ์กวิน ที่กรุณาให้ความช่วยเหลือ ให้คำปรึกษา ถ่ายทอดประสบการณ์และคำแนะนำสำหรับงานวิจัยนี้ตลอดระยะเวลาการปฏิบัติงานวิจัย

ขอขอบพระคุณ ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร. ภัสสร์พล งามอุโฆษ และรองศาสตราจารย์ ดร. สัมฤทธิ์ วัชรสินธุ์ ที่สละเวลาให้เกียรติมาเป็นประธาน และกรรมการสอบโครงการวิจัยครั้งนี้ รวมทั้งให้คำแนะนำในการแก้ไขรายงานวิจัยนี้ให้สมบูรณ์มากยิ่งขึ้น

ขอขอบคุณบิดา มารดา และครอบครัวที่ให้กำลังใจผู้วิจัยเสมอมา จนถึงเพื่อนๆ ภาควิชาเคมีทุกคนที่คอยให้คำปรึกษา และคอยให้กำลังใจจนงานวิจัยนี้สำเร็จลุล่วงไปด้วยดี

สุดท้ายนี้ขอขอบคุณภาควิชาเคมี คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย ที่สนับสนุนการใช้ห้องปฏิบัติการและเครื่องมือต่าง ๆ ในการทำงานวิจัยครั้งนี้ ผู้วิจัยขอขอบคุณทุกท่านที่ได้กล่าวถึงมาในข้างต้นและบุคคลที่ไม่ได้เอ่ยถึง ณ ที่นี้

สารบัญ

หน้า

บทคัดย่อภาษาไทย.....ค

บทคัดย่อภาษาอังกฤษ.....ง

กิตติกรรมประกาศ.....จ

สารบัญ.....ฉ

สารบัญรูป.....ซ

บทที่ 1 บทนำ.....1

1.1 ความเป็นมาและมูลเหตุจูงใจในการเสนอโครงการ 1

1.2 ทฤษฎีที่สำคัญและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง 2

1.2.1 การพอกพูนแบบไม่ใช้ไฟฟ้า (Electroless plating).....2

1.2.2 พอลิเตตระฟลูออโรเอทิลีน (Polytetrafluoroethylene, PTFE).....3

1.2.3 ซิลิโคน (Silicone) 4

1.2.4 การปรับปรุงพื้นผิวของพลาสติกพอลิเตตระฟลูออโรเอทิลีนด้วยมอนอเมอร์ไวนิลที่มีหมู่ไนโตรเจนเป็นองค์ประกอบสำหรับการชุบโลหะทองแดงด้วยวิธีการพอกพูนแบบไม่ใช้ไฟฟ้า.....4

1.2.5 เครื่องปฏิกรณ์ขนาดเล็กที่มีการไหลอย่างต่อเนื่อง (flow microreactor) และการประยุกต์ใช้ในการสังเคราะห์สารอินทรีย์โดยใช้เซลล์ไฟฟ้าเคมี (electrosynthesis) ในวงการอุตสาหกรรม.....5

1.3 วัตถุประสงค์และขอบเขตของงานวิจัย.....8

บทที่ 2 การทดลอง 9

2.1 สารเคมีและอุปกรณ์ที่เกี่ยวข้อง 9

2.1.1 สารเคมี 9

2.1.2 อุปกรณ์ที่เกี่ยวข้อง.....10

2.2 วิธีการทดลอง.....10

2.2.1 การชุบโลหะทองแดงลงบนพลาสติกพอลิเตตระฟลูออโรเอทิลีน (PTFE) โดยวิธีการพอกพูนแบบไม่ใช้ไฟฟ้า (Electroless plating).....10

2.2.2 การชุบโลหะทองแดงลงบนพลาสติกพอลิเตตระฟลูออโรเอทิลีน (PTFE) โดยมีสารละลาย Sensitized-activated โดยวิธีการพอกพูนแบบไม่ใช้ไฟฟ้า (Electroless plating).....12

2.2.3 การชุบทองคำลงบนบริเวณผิวด้านในของท่อพลาสติกซิลิโคนโดยวิธีการพอกพูนแบบไม่ใช้ไฟฟ้า (Electroless plating).....14

2.2.4 การชุบทองลงบนบริเวณด้านนอกของท่อพลาสติกซิลิโคนโดยวิธีการพอกพูนแบบไม่ใช้ไฟฟ้า (Electroless plating).....15

บทที่ 3 ผลการทดลองและอภิปรายผลการทดลอง.....17

3.1 การชุบโลหะทองแดงลงบนพลาสติกพอลิเตตระฟลูออโรเอทิลีน (PTFE) โดยวิธีการพอกพูนแบบไม่ใช้ไฟฟ้า(electroless plating).....17

3.2 การชุบโลหะทองแดงลงบนพลาสติกพอลิเตตระฟลูออโรเอทิลีน (PTFE) โดยมีสารละลาย Sensitized-activated โดยวิธีการพอกพูนแบบไม่ใช้ไฟฟ้า (Electroless plating).....13

3.3 การชุบทองคำลงบนบริเวณผิวด้านในของท่อพลาสติกซิลิโคน (Silicone) โดยวิธีการพอกพูนแบบไม่ใช้ไฟฟ้า (Electroless plating).....18

3.4 การชุบทองลงบนบริเวณด้านนอกของท่อพลาสติกซิลิโคน (Silicone) โดยวิธีการพอกพูนแบบไม่ใช้ไฟฟ้า (Electroless plating).....19

บทที่ 4 สรุปผลการทดลอง.....20

เอกสารอ้างอิง.....21

ประวัติผู้วิจัย.....23

สารบัญรูป

รูป 1.1 โครงสร้างทางเคมีของพอลิเตตระฟลูออโรเอทิลีน (PTFE).....3

รูป 1.2 โครงสร้างทางเคมีของซิลิโคน (Silicone).....4

รูป 1.3 แสดงโครงสร้างทางเคมีของ (a) 4-vinylpyridine, (b) 2-vinylpyridine, (c) 1- vinylimidazole, (d) 1-vinylpyridinone และ (e) acrylamide.....5

รูป 1.4 แสดงการสังเคราะห์เตตระเอทิล เอทิลีนเตตระคาร์บอกซิเลตผ่านเครื่องปฏิกรณ์ขนาดเล็กที่มีการไหลอย่างต่อเนื่องแบบแผ่นคู่ขนาน.....6

รูป 1.5 แสดงการสังเคราะห์แอนทราควิโนนโดยวิธี anodic oxidation จากแอนทราซีน (anthracene).....7

รูป 1.6 การสังเคราะห์กรดซักซินิกด้วยเซลล์ไฟฟ้าเคมีผ่านกระบวนการไฮโดรไลซิสของมาเลอิก แอนไฮไดรด์.....7

รูป 2.1 แสดงวิธีการทดลองการชุบโลหะทองแดงลงบนพลาสติกพอลิเตตระฟลูออโรเอทิลีน (PTFE) โดยวิธีการพอกพูนแบบไม่ใช้ไฟฟ้า (Electroless plating).....8

รูป 2.2 แสดงวิธีการทดลองการชุบทองลงบนบริเวณผิวด้านในของท่อพลาสติกซิลิโคนโดยวิธีการพอกพูนแบบไม่ใช้ไฟฟ้า (Electroless plating).....11

รูป 3.1 แสดงบริเวณการเกิดสีแดงภายในท่อพลาสติกซิลิโคนที่ถูกชุบด้วยสารละลาย $HAuCl_4$.....19

บทที่ 1

บทนำ

1.1 ความเป็นมาและมูลเหตุจูงใจในการเสนอโครงการ

เครื่องปฏิกรณ์ขนาดเล็ก (microreactor) เป็นเทคโนโลยีที่ได้รับความสนใจในเชิงอุตสาหกรรม เนื่องจากให้ความแม่นยำในการควบคุมอุณหภูมิ, สามารถควบคุมเวลาในการเกิดปฏิกิริยาของสารสังเคราะห์ และได้ผลิตภัณฑ์ที่มีผลผลิตร้อยละ (%yield) สูง โดยเครื่องปฏิกรณ์ขนาดเล็กที่มีการไหลอย่างต่อเนื่อง (flow microreactor) เป็นเทคโนโลยีที่ใช้ในการสังเคราะห์สารอินทรีย์โดยใช้เซลล์ไฟฟ้าเคมี (electrosynthesis) ผ่านช่องที่คดไปมาขนาดเล็กในไมโครแชนนัล (microchannels) ที่มีขนาดจำกัด[1] ทำให้เกิดข้อจำกัดในช่วงความยาวของโฟลว์เซลล์ (flow cell) และยากต่อการใช้งาน จึงต้องพัฒนาเครื่องปฏิกรณ์ที่มีการไหลอย่างต่อเนื่องและไม่มีการจำกัดช่วงความยาวของโฟลว์เซลล์เพื่อใช้งานได้สะดวกยิ่งขึ้น

จากงานวิจัยที่ผ่านมาในอดีต เครื่องปฏิกรณ์ขนาดเล็กที่มีการไหลอย่างต่อเนื่องถูกนำมาใช้ในการสังเคราะห์สารอินทรีย์มาหลายทศวรรษ[2] โดยประเภทที่นิยมใช้คือ เครื่องปฏิกรณ์ขนาดเล็กที่มีการไหลอย่างต่อเนื่องแบบแผ่นคู่ขนาน (parallel plate)[3] ที่มีการนำแผ่นขั้วไฟฟ้าทำงาน (working electrode) ทำหน้าที่เป็นขั้วแคโทดและแผ่นขั้วไฟฟ้าช่วย (counter electrode) ทำหน้าที่เป็นขั้วแอโนดวางขนานกัน โดยบริเวณตรงกลางระหว่างแผ่นขั้วไฟฟ้าทั้งสองจะมีไมโครแชนนัลที่ถูกทำให้มีช่องคดไปมาทำหน้าที่เป็นโฟลว์เซลล์ ซึ่งระยะห่างระหว่างขั้วแคโทดและแอโนดจะทำให้เกิดชั้นการแพร่ผ่าน (diffusion layer) ที่ซ้อนทับกัน (overlap) สารจึงสามารถเกิดปฏิกิริยาเคมีและทำการสังเคราะห์สารอินทรีย์เป็นผลิตภัณฑ์ได้ ในการใช้เครื่องปฏิกรณ์ขนาดเล็กที่มีการไหลอย่างต่อเนื่องแบบแผ่นคู่ขนานพบว่า เมื่อต้องการทำการทดลองที่ใช้ระยะเวลาในการสังเคราะห์สารเป็นเวลานานจำเป็นต้องเพิ่มความยาวของไมโครแชนนัล ซึ่งส่งผลให้แผ่นคู่ขนานที่ทำหน้าที่เป็นขั้วแคโทดและแอโนดมีขนาดใหญ่ขึ้น ทำให้เกิดความไม่สะดวกต่อการใช้งาน เนื่องจากข้อจำกัดในเรื่องของขนาดของเครื่องปฏิกรณ์ที่มีขนาดเล็ก และความยาวของโฟลว์เซลล์

จากข้อจำกัดที่เกิดขึ้น ผู้วิจัยสนใจทำการพัฒนาความยาวของโฟลว์เซลล์ด้วยการเปลี่ยนจากไมโครแชนนัลเป็นท่อพลาสติก PTFE ที่ถูกชุบด้วยทองแดง Cu(II/I) ลงบนผิวด้วยวิธีการพอกพูนแบบไม่ใช้ไฟฟ้า (electroless plating)[4-5] แทนการใช้แผ่นขั้วไฟฟ้าเพื่อที่จะทำให้ผิวของท่อพลาสติกประพฤติตัวเป็นเซลล์ไฟฟ้าเคมีที่สามารถทำ

หน้าที่เป็นเครื่องปฏิกรณ์ขนาดเล็ก ซึ่งสามารถเพิ่มความยาวของโฟลว์เซลล์ และมีน้ำหนักเบาทำให้สะดวกต่อการเคลื่อนย้ายและการใช้งาน

นอกจากนี้ผู้วิจัยยังมีความสนใจในการพัฒนาความยาวของโฟลว์เซลล์ด้วยการใช้ท่อพลาสติกซิลิโคน (Silicone) ที่ถูกชุบด้วยทองในรูปของ Gold nanoparticles (AuNPs) เนื่องจากอนุภาคทองคำระดับนาโนมีความเสถียรภาพสูงจึงทำให้เกิดแรงยึดเหนี่ยวระหว่างพื้นผิวของซิลิโคนเกิดได้ง่าย[6]

1.2 ทฤษฎีที่สำคัญและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

1.2.1 การพอกพูนแบบไม่ใช้ไฟฟ้า (Electroless plating)

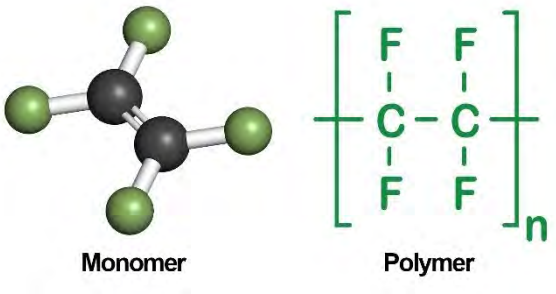
การพอกพูนแบบไม่ใช้ไฟฟ้า (Electroless plating) มีความสำคัญและถูกใช้ประโยชน์ต่อวงการอุตสาหกรรมเป็นอย่างมาก เช่น ช่วยเพิ่มความมันเงาให้แก่พื้นผิว ลดการกร่อนของวัสดุ เปลี่ยนวัสดุที่ไม่นำไฟฟ้าเป็นวัสดุกึ่งตัวนำหรือนำไฟฟ้า เป็นต้น ซึ่งการพอกพูนแบบไม่ใช้ไฟฟ้าเป็นเทคนิคที่ใช้การสะสมของโลหะอัลลอยหรือสารประกอบลงบนแผ่นฟิล์มบาง (Thin film) และไม่ต้องจ่ายกระแสไฟฟ้าจากภายนอกเพื่อทำให้เกิดปฏิกิริยาไฟฟ้าเคมี กล่าวคือการพอกพูนแบบไม่ใช้ไฟฟ้า กระบวนการที่เกิดขึ้นจะไม่มีขั้วแคโทด (Cathode) และขั้วแอโนด (Anode) แต่แหล่งให้กำเนิดอิเล็กตรอนเกิดจากการละลายของตัวรีดิวซ์ (Reducing agent) ที่อยู่ใน plating bath นอกจากนี้การพอกพูนแบบไม่ใช้ไฟฟ้าสามารถใช้กับวัสดุได้หลากหลายทั้งวัสดุที่นำไฟฟ้าและไม่นำไฟฟ้า

การชุบทองแดงโดยการพอกพูนแบบไม่ใช้ไฟฟ้า (Electroless copper plating) มีปฏิกิริยารีดอกซ์ (Redox reaction) ที่สำคัญตามสมการ[7]

$$Cu^{2+} + 2HCHO + 4OH^{-} \longrightarrow Cu(s) + 2HCOO^{-} + 2H_2O + H_2(g)$$

สำหรับอ่างชุบทองแดงแบบไม่ใช้ไฟฟ้า (copper plating bath) จะมีค่า pH ที่เหมาะสมประมาณ 12.5 โดยการเติมโซเดียมไฮดรอกไซด์ (Sodium hydroxide, NaOH) ลงในสารละลาย และมีอุณหภูมิ 60°C โดยตัวรีดิวซ์ที่นิยมใช้ในสารละลายทองแดงสำหรับชุบวัสดุ คือ ฟอร์มัลดีไฮด์ (Formaldehyde, HCHO) หรือ กรดไกลออกซีลิค (Glyoxylic acid, $HCOCO_2H$) ส่วนคู่ลิแกนด์ที่ใช้เกิดสารประกอบเชิงซ้อนกับไอออนทองแดง (Cu(II)) คือ กรดเอทิลีนไดอามีนเตตราอาเซติก (Ethylenediaminetetraacetic acid, EDTA)[8]

1.2.2 พอลิเตตระฟลูออโรเอทิลีน (Polytetrafluoroethylene, PTFE)



รูป 1.1 โครงสร้างทางเคมีของพอลิเตตระฟลูออโรเอทิลีน (PTFE)

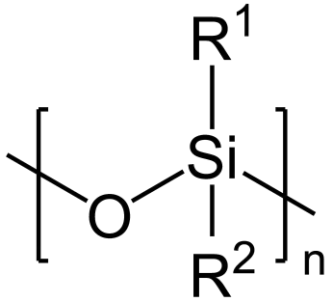
ชื่อ IUPAC: Polytetrafluoroethylene (PTFE)

สูตรทางเคมี: $(C_2F_2)_n$

พอลิเตตระฟลูออโรเอทิลีน (PTFE) หรือ เทฟลอน (Teflon) เป็นวัสดุพลาสติกที่ใช้อย่างแพร่หลายในวงการอุตสาหกรรมหลายแขนง อาทิเช่น อุตสาหกรรมไฟฟ้าที่ใช้เป็นไดอิเล็กตริก (dielectric) ในตัวเก็บประจุ (capacitors) และในอุตสาหกรรมอาหารที่นำมาใช้เป็นตัวเคลือบบนกระทะ เป็นต้น[9] โดย PTFE เกิดจากกระบวนการพอลิเมอไรเซชัน (Polymerization) ของเตตระฟลูออโรเอทิลีน (Tetrafluoroethylene) ซึ่ง PTFE เป็นพลาสติกที่มีลักษณะทางกายภาพเป็นสีขาว มีความคงตัวต่ออุณหภูมิและสารเคมีสูง เป็นวัสดุไม่นำไฟฟ้า ไม่ละลายในตัวทำละลายกรด-เบส พื้นผิวมีคุณสมบัติไม่ชอบน้ำ (hydrophobic) และมีความเสถียรสูง จึงทำให้ PTFE เกิดแรงยึดเหนี่ยวกับสารอื่นได้ยาก

เนื่องจากพื้นผิวของ PTFE มีความเสถียรสูง จึงต้องทำการกระตุ้นพื้นผิวของ PTFE เพื่อเพิ่มแรงยึดเกาะระหว่างโลหะกับพื้นผิวของ PTFE โดยวิธีการที่ใช้ได้แก่ การกร่อนที่ผิวด้วยสารเคมี เช่น โซเดียมแนฟทาลีไนด์ (Sodium naphthalenide) เป็นต้น นอกจากการใช้สารเคมีในการกร่อนพื้นผิวแล้ว ยังมีวิธีการในการทำให้พื้นผิวของ PTFE ถูกกระตุ้นได้โดยวิธีการใช้พลาสมา[10] (Plasma treatment) ซึ่งวิธีที่นิยมใช้นั้นคือการใช้พลาสมาแก๊ส (Gas plasma treatment) ในการปรับเปลี่ยนพื้นผิวของ PTFE ให้สามารถเกิดแรงยึดเกาะกับโลหะได้ดีขึ้นเพื่อจะนำไปใช้ในเชิงอุตสาหกรรมด้านต่าง ๆ

1.2.3 ซิลิโคน (Silicone)



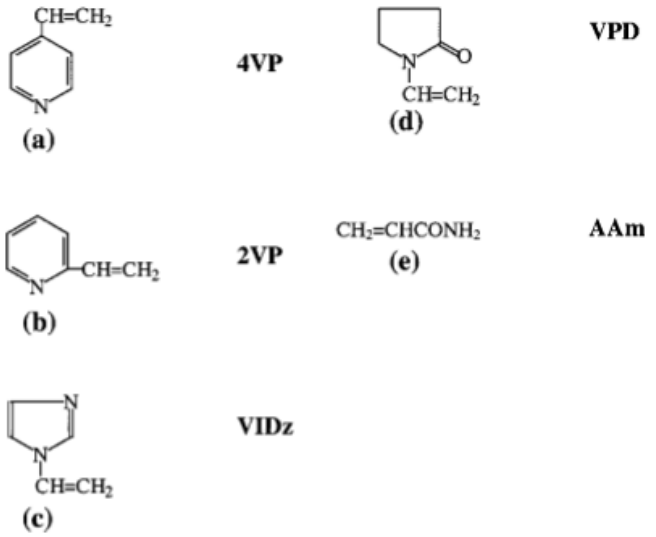
รูป 1.2 โครงสร้างทางเคมีของซิลิโคน (Silicone)

ซิลิโคน (Silicone) เกิดการจากการเชื่อมโยง (Crosslink) ระหว่างสายโซ่ของพอลิเมอร์ — $[R_1R_2SiO]_n$— เมื่อ R_1 และ R_2 เป็นหมู่ของสารอินทรีย์ (Organic groups) เช่น หมู่เมทิล (methyl group) เป็นต้น โดยซิลิโคนจะมีโครงสร้างของโซ่หลัก (backbone) คือซิลิกอน (Si) และออกซิเจน (O)

ซิลิโคนถูกใช้อย่างมากในวงการอุตสาหกรรม เนื่องจากมีความยืดหยุ่นสูง ทนต่อความร้อนและมีความเสถียรของพื้นผิวสูง ซิลิโคนมีค่าพลังงานพื้นผิวต่ำ (Low surface energy) จึงทำให้พื้นผิวมีคุณสมบัติไม่ชอบน้ำ (Hydrophobic) จึงถูกใช้เป็นตัวเคลือบสำหรับกันน้ำ และด้วยคุณสมบัติที่มีความยืดหยุ่นสูงจึงนำมาใช้ในอุตสาหกรรมผลิตยางอย่างกว้างขวาง[11]

1.2.4 การปรับปรุงพื้นผิวของพลาสติกพอลิเตตระฟลูออโรเอทิลีนด้วยมอนอเมอร์ไวนิลที่มีหมู่ไนโตรเจนเป็นองค์ประกอบสำหรับการชุบโลหะทองแดงด้วยวิธีการพอกพูนแบบไม่ใช้ไฟฟ้า

จากงานวิจัย G. H Yang และคณะได้ทำการปรับปรุงพื้นผิวพลาสติกพอลิเตตระฟลูออโรเอทิลีน (Polytetrafluoroethylene, PTFE) ด้วยการใช้พลาสมาของธาตุอาร์กอน (Argon plasma) ในการกร่อนพื้นผิวของ PTFE จากนั้นจึงทำการเพิ่มคุณสมบัติการยึดเกาะของพื้นผิวพลาสติกด้วยการใช้มอนอเมอร์ไวนิลที่มีหมู่ไนโตรเจนเป็นองค์ประกอบในการชุบโลหะทองแดงด้วยวิธีการพอกพูนแบบไม่ใช้ไฟฟ้า โดยในงานวิจัยนี้ได้เลือกมอนอเมอร์ไวนิลที่มีหมู่ไนโตรเจนสำหรับการปรับปรุงพื้นผิวทั้งหมด 5 ชนิดด้วยกันคือ 4-vinylpyridine (4VP), 2-vinylpyridine (2VP), 1- vinylimidazole (VIDz), 1-vinylpyridinone (VPD) และ acrylamide (AAm)



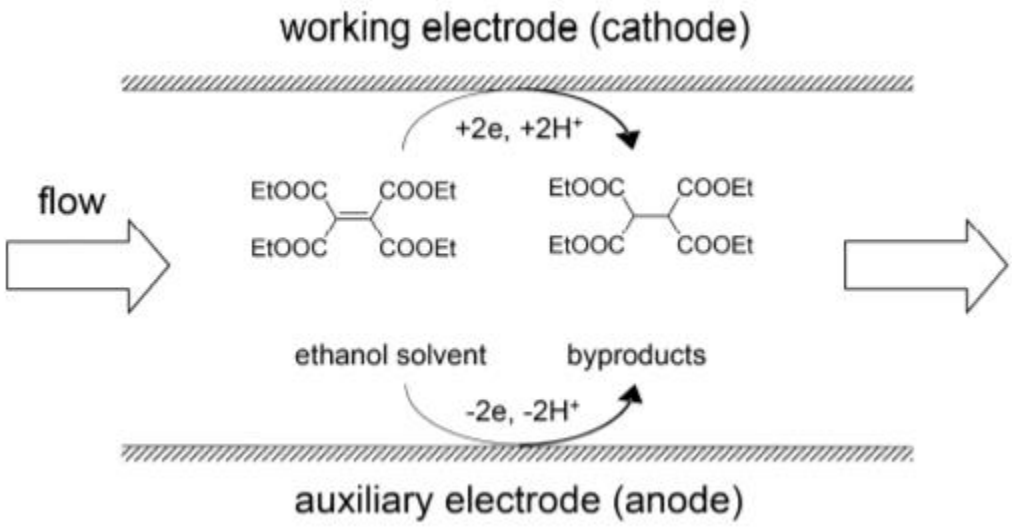
รูป 1.3 แสดงโครงสร้างทางเคมีของ (a) 4-vinylpyridine, (b) 2-vinylpyridine, (c) 1- vinylimidazole, (d) 1-vinylpyridinone และ (e) acrylamide

สำหรับการชุบโลหะทองแดงแบบวิธีการพอกพูนแบบไม่ใช้ไฟฟ้าในงานวิจัยนี้จะใช้สารละลาย $SnCl_2/PdCl_2$ เป็น Sensitized-activated solution โดยทินไอออน (Sn^{2+}) จะเป็นตัวรีดิวซ์ให้พาลาเดียมไอออน (Pd^{2+}) กลายเป็นอนุภาคพาลาเดียม (Pd^0) ซึ่งสามารถเกิดการดูดซับได้โดยตรงกับพื้นผิวที่มีหมู่ไนโตรเจนเป็นองค์ประกอบ ซึ่งอนุภาคพาลาเดียมจะเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาในการชุบโลหะทองแดงโดยวิธีการพอกพูนแบบไม่ใช้ไฟฟ้า ซึ่งในงานวิจัยนี้พบว่าการปรับปรุงพื้นผิวของพลาสติก PTFE ด้วยวิธีดังกล่าวจะช่วยให้อนุภาคทองแดงเกิดแรงยึดเกาะกับพื้นผิวพลาสติกได้ดียิ่งขึ้น ซึ่งสามารถนำไปประยุกต์ใช้ในวงการอุตสาหกรรมไฟฟ้า เช่น การพิมพ์แผงวงจรไฟฟ้า และไมโครอิเล็กทรอนิกส์ (microelectronics)[12]

1.2.5 เครื่องปฏิกรณ์ขนาดเล็กที่มีการไหลอย่างต่อเนื่อง (flow microreactor) และการประยุกต์ใช้ในการสังเคราะห์สารอินทรีย์โดยใช้เซลล์ไฟฟ้าเคมี (electrosynthesis) ในวงการอุตสาหกรรม

เครื่องปฏิกรณ์ขนาดเล็กที่มีการไหลอย่างต่อเนื่อง (flow microreactor) ถูกใช้ในการสังเคราะห์สารอินทรีย์โดยใช้เซลล์ไฟฟ้าเคมี (electrosynthesis) อย่างกว้างขวางในวงการอุตสาหกรรม โดยเฉพาะกับเทคโนโลยีด้านเซลล์เชื้อเพลิง (fuel cell technology) ตัววิเคราะห์และตรวจวัดทางเคมีไฟฟ้า (electrochemical analysis and sensing) และการศึกษาทางด้านชีวเคมี

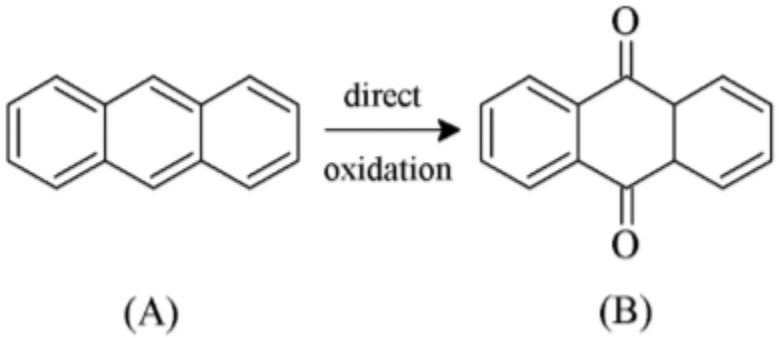
โครงสร้างของเครื่องปฏิกรณ์ขนาดเล็กที่มีการไหลอย่างต่อเนื่องสามารถแบ่งได้เป็น 2 ประเภทคือเครื่องปฏิกรณ์ขนาดเล็กที่มีการไหลอย่างต่อเนื่องแบบไม่แบ่งแยกของขั้วไฟฟ้า (undivided cell) ส่วนอีกประเภทหนึ่งคือเครื่องปฏิกรณ์ขนาดเล็กที่มีการไหลอย่างต่อเนื่องแบบแบ่งแยกของขั้วไฟฟ้า (divided cell) โดยการที่จะเลือกใช้เครื่องปฏิกรณ์ทั้งสองประเภทจะพิจารณาจากสารรบกวนที่เกิดขึ้นบริเวณขั้วไฟฟ้าช่วย (counter electrode) ในกระบวนการสังเคราะห์สาร ซึ่งในการสังเคราะห์สารอินทรีย์โดยใช้เซลล์ไฟฟ้าเคมีจะนิยมใช้เครื่องปฏิกรณ์ขนาดเล็กที่มีการไหลอย่างต่อเนื่องแบบไม่แบ่งแยกของขั้วไฟฟ้าแบบแผ่นคู่ขนาน (parallel plate-to-plate) โดยระหว่างแผ่นขั้วไฟฟ้าทำงาน (working electrode) และแผ่นขั้วไฟฟ้าช่วย (counter electrode) ที่วางขนานกันจะมีไมโครแชนนัล (microchannel) ที่มีโฟลว์เซลล์ (flow cell) ขดไปมา โดย Marken และผู้ร่วมวิจัยได้ทำการประยุกต์ใช้เครื่องปฏิกรณ์ขนาดเล็กที่มีการไหลอย่างต่อเนื่องแบบแผ่นคู่ขนานในการสังเคราะห์เตตระเอทิล เอทิลีนเตตระคาร์บอกซิเลต (tetraethyl ethylenetetracarboxylate) ในเอทานอลโดยไม่ใช้สารละลายอิเล็กโทรไลต์ (electrolyte) ซึ่งจากการสังเคราะห์ดังกล่าวได้ร้อยละผลผลิตของเตตระเอทิล เอทิลีนเตตระคาร์บอกซิเลตสูงถึง 92%[13]



รูป 1.4 แสดงการสังเคราะห์เตตระเอทิล เอทิลีนเตตระคาร์บอกซิเลตผ่านเครื่องปฏิกรณ์ขนาดเล็กที่มีการไหลอย่างต่อเนื่องแบบแผ่นคู่ขนาน

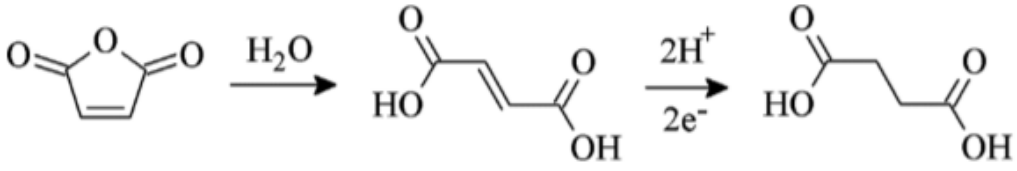
สำหรับการสังเคราะห์สารอินทรีย์โดยใช้เซลล์ไฟฟ้าเคมีในระดับวงการอุตสาหกรรมจะคำนึงถึงร้อยละผลผลิตของผลิตภัณฑ์ที่ต้องการ อัตราในการผลิต และพลังงานที่ใช้ในการสังเคราะห์สาร โดยตัวอย่างของการสังเคราะห์สารเคมีอินทรีย์โดยใช้เซลล์ไฟฟ้าเคมีในระดับวงการอุตสาหกรรม เช่น การสังเคราะห์แอนทราควิโนน

(Anthraquinone) ซึ่งเป็นสารที่พบในพืชและใช้ในอุตสาหกรรมการทำสีผสมอาหารที่ทำมาจากธรรมชาติ อุตสาหกรรมเครื่องสำอาง อุตสาหกรรมยา และอุตสาหกรรมการผลิตเยื่อกระดาษ โดยการใช้วิธีการสังเคราะห์สารแอนทราควิโนนด้วยเซลล์ไฟฟ้าเคมีนั้นมีความสำคัญในกระบวนการการผลิตเยื่อกระดาษให้เพิ่มมากขึ้น



รูป 1.5 แสดงการสังเคราะห์แอนทราควิโนนโดยวิธี anodic oxidation จากแอนทราซีน (anthracene)

หรือการสังเคราะห์กรดซักซินิก (succinic acid) ที่ใช้เป็นสารต้านมะเร็ง หรือใช้ในอุตสาหกรรมอาหารและเครื่องสำอางในการปรับสภาพความเป็นกรด-ด่าง เนื่องจากทรัพยากรที่จำกัดอย่างเชื้อเพลิงหรือทรัพยากรทางเลือกอย่างแบคทีเรียที่เป็นตัวสำคัญในการผลิตกรดซักซินิกนั้นจะต้องใช้ทรัพยากรอย่างมากทำให้การผลิตมีต้นทุนสูง จึงได้มีการวิจัยการในผลิตกรดซักซินิกผ่านการสังเคราะห์ด้วยเซลล์ไฟฟ้าเคมีโดยผ่านกระบวนการไฮโดรไลซิสของมาเลอิก แอนไฮไดรด์ (maleic anhydride hydrolysis) ซึ่งจากการสังเคราะห์กรดซักซินิกด้วยวิธีดังกล่าวโดยใช้ Ti supported RuO_2-TiO_2 เป็นขั้วแอโนด และอัลลอยตะกั่ว (Pb alloy) เป็นขั้วแคโทดจะช่วยลดต้นทุนและเพิ่มร้อยละผลผลิตของกรดซักซินิกได้ถึง 95%[14]



รูป 1.6 การสังเคราะห์กรดซักซินิกด้วยเซลล์ไฟฟ้าเคมีผ่านกระบวนการไฮโดรไลซิสของมาเลอิก แอนไฮไดรด์

1.3 วัตถุประสงค์และขอบเขตของงานวิจัย

งานวิจัยนี้มีวัตถุประสงค์เพื่อพัฒนาเครื่องปฏิกรณ์ขนาดเล็กที่มีการไหลอย่างต่อเนื่อง โดยอาศัยวิธีการทดลองสองวิธีคือการชุบโลหะทองแดงลงบนท่อพลาสติกพอลิเตตระฟลูออโรเอทิลีน (PTFE) โดยวิธีการพอกพูนแบบไม่ใช้ไฟฟ้า (Electroless plating) และการชุบทองคำลงบนท่อซิลิโคน (Silicone) โดยวิธีการพอกพูนแบบไม่ใช้ไฟฟ้า (Electroless plating) โดยจากการทดลองทั้งสองนี้ ผู้วิจัยมีสมมติฐานว่า การชุบโลหะทองแดงลงบนท่อพลาสติก PTFE โดยวิธีการพอกพูนแบบไม่ใช้ไฟฟ้านั้นจะทำให้เกิดการยึดเกาะของโลหะทองแดงบนผิวท่อ PTFE ได้ยากกว่าการชุบทองคำลงบนท่อซิลิโคน เนื่องจากความเสถียรของพื้นผิวของ PTFE นั้นสูงกว่าของซิลิโคน จึงทำให้ PTFE เกิดแรงยึดเกาะพื้นผิวกับโลหะได้ยากกว่าแม้จะทำการปรับเปลี่ยนพื้นผิวของท่อ PTFE ด้วยการใช้กระดาษทรายขัด ในขณะที่การชุบทองคำลงบนท่อซิลิโคนคาดว่าจะเห็นการยึดเกาะของอนุภาคทองคำบนพื้นผิวของท่อซิลิโคนได้ชัดเจนกว่า

บทที่ 2

การทดลอง

2.1 สารเคมีและอุปกรณ์ที่เกี่ยวข้อง

2.1.1 สารเคมี

2.1.1.1. การชุบโลหะทองแดงลงบนพลาสติกพอลิเตตระฟลูออโรเอทิลีน (PTFE) โดยวิธีการชุบแบบไม่ใช้ไฟฟ้า (electroless plating) ใช้ท่อพลาสติกพอลิเตตระฟลูออโรเอทิลีน (PTFE), Sodium hydroxide (NaOH), Ethanol (C_2H_5OH), 65-68% Nitric acid (65-68% HNO_3), 30% Hydrogen peroxide (30% H_2O_2), Ammonium fluoride (NH_4F), DI Water, Copper(I) chloride (CuCl), 37% Hydrochloric acid (37% HCl), Copper sulfate pentahydrate ($CuSO_4 \bullet 5H_2O$), Disodium ethylenediaminetetraacetic acid (EDTA-2Na) , 2,2-dipyridyl ($C_{10}H_8N_2$), 38% formalin (38% CH_2O)

2.1.1.2 การชุบโลหะทองแดงลงบนพลาสติกพอลิเตตระฟลูออโรเอทิลีน (PTFE) โดยมีสารละลาย Sensitized-activated โดยวิธีการชุบแบบไม่ใช้ไฟฟ้า (Electroless plating) ใช้ท่อพลาสติกพอลิเตตระฟลูออโรเอทิลีน (PTFE), Sodium hydroxide (NaOH), Ethanol (C_2H_5OH), 65-68% Nitric acid (65-68% HNO_3), 30% Hydrogen peroxide (30% H_2O_2), Ammonium fluoride (NH_4F), DI Water, Copper Sulfate pentahydrate ($CuSO_4 \bullet 5H_2O$), Disodium ethylenediaminetetraacetic acid (EDTA-2Na) , 2,2-dipyridyl ($C_{10}H_8N_2$), 38% formalin (38% CH_2O), Tin(II) chloride dihydrate ($SnCl_2 \bullet 2H_2O$), Palladium(II) chloride ($PdCl_2$), 37% Hydrochloric acid (37% HCl), Sodium chloride (NaCl)

2.1.1.3 การชุบทองคำลงบนบริเวณผิวด้านในของท่อพลาสติกซิลิโคน (Silicone) โดยวิธรการพอกพูนแบบไม่ใช้ไฟฟ้า (Electroless plating) ใช้ท่อพลาสติกซิลิโคน (Silicone), Chloroauric acid ($HAuCl_4$), DI Water

2.1.1.4 การชุบทองลงบนบริเวณด้านนอกของท่อพลาสติกซิลิโคน (Silicone) โดยวิธีการพอกพูนแบบไม่ใช้ไฟฟ้า (Electroless plating) ใช้ท่อพลาสติกซิลิโคน (Silicone), Chloroauric acid ($HAuCl_4$), DI Water, Sodium formate (HCOONa)

2.1.2 อุปกรณ์ที่เกี่ยวข้อง

2.1.2.1 วัสดุที่ใช้ทำความสะอาดท่อ เป็นกระดาษทรายความละเอียด 1,000 grit และ 2,000 grit

2.1.2.1 การชั่งสาร ใช้เครื่องชั่งสาร 3 ตำแหน่ง

2.1.2.3 การวัดปริมาตรสาร ใช้ไมโครปิเปต (micropipette) ขนาด 500 μL สำหรับสารที่ใช้ปริมาตรน้อย และใช้กระบอกตวงปริมาตร 10.0 mL สำหรับสารที่ใช้ปริมาตรมาก

2.1.2.4 การทำให้สารแห้ง ใช้เตาอบไฟฟ้าที่อุณหภูมิความร้อน 60°C

2.1.2.5 การฉีดสารเข้าท่อ ใช้ syringe ขนาด 2.5 mL พร้อมกระบอกฉีดยา

2.2 วิธีการทดลอง

2.2.1 การชุบโลหะทองแดงลงบนพลาสติกพอลิเตตระฟลูออโรเอทิลีน (PTFE) โดยวิธีการพอกพูนแบบไม่ใช้ไฟฟ้า (Electroless plating)

2.2.1.1 ตัดท่อพลาสติกพอลิเตตระฟลูออโรเอทิลีน (PTFE) ให้มีขนาดยาว 5 cm จากนั้นนำกระดาษทราย 1,000 grit มาขัดด้านนอกของท่อให้ทั่ว

2.2.1.2 เตรียมสารละลาย NaOH alcoholic ปริมาตร 60 mL โดยชั่ง Sodium hydroxide 0.6 g จากนั้นนำไปละลายในน้ำ DI ปริมาตร 30 mL เมื่อ NaOH ละลายจนหมดแล้วให้เติม ethanol (C_2H_5OH) ปริมาตร 30 mL จากนั้นคนสารละลายให้เข้ากัน

2.2.1.3 เตรียม Water bath ที่อุณหภูมิ 35-40°C จากนั้นให้นำสารละลาย NaOH alcoholic ที่เตรียมไว้มาต้มใน water bath ที่อุณหภูมิดังกล่าว แล้วนำท่อที่ทำการจัดด้วยกระดาษทรายใส่ลงในบีกเกอร์ที่มีสารละลาย NaOH alcoholic ทำการแช่เป็นเวลา 30 นาที

2.2.1.4 เตรียมสารละลาย aqueous โดยนำ Nitric acid (65-68% HNO_3) 30 mL เทลงในบีกเกอร์ที่มีน้ำ DI อยู่ 70 mL จากนั้นใส่ 30% Hydrogen peroxide (30% H_2O_2) 0.4-0.6 mL และตามด้วย Ammonium fluoride (NH_4F) 0.2-0.4 g คนสารละลายให้เข้ากัน โดยสารละลายที่ได้เป็นสารละลายใสไม่มีสี

2.2.1.5 นำท่อ PTFE ที่แช่ในสารละลาย NaOH alcoholic ใส่ลงในสารละลาย aqueous แล้วนำไป sonicate เป็นเวลา 30 นาที

2.2.1.6 นำท่อที่ได้มาล้างด้วยน้ำ DI

2.2.1.7 เตรียมสารละลาย $CuCl_2$ ที่เตรียมโดยการผสมระหว่าง Copper(I) Chloride (CuCl) 5.00 g กับ 37% Hydrochloric acid (37% HCl) ปริมาตร 40 mL โดยสารละลายที่ได้จะมีสีเขียวขี้ม้า

2.2.1.8 นำท่อมาแช่ในสารละลาย $CuCl_2$ ที่เตรียมไว้ โดยทำการแช่ทิ้งไว้เป็นเวลา 1 สัปดาห์

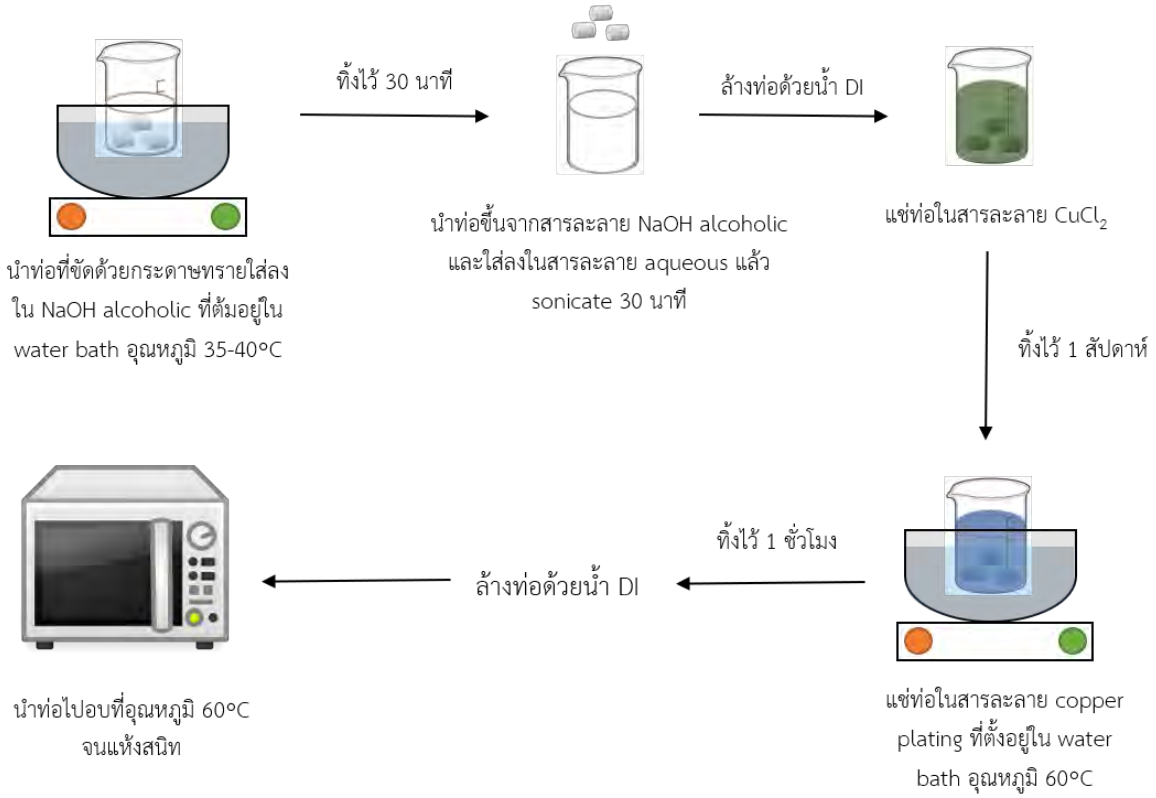
2.2.1.9 เตรียมสารละลาย copper plating ในบีกเกอร์ โดยทำการผสมระหว่าง Copper Sulfate pentahydrate ($CuSO_4 \bullet 5H_2O$) 1.2-1.5 g, ชั่ง Disodium Ethylenediaminetetraacetic acid (EDTA-2Na) 4-4.5 g, 2,2-dipyridyl ($C_{10}H_8N_2$) 4-5 mg, 38% formalin (38% CH_2O) 2-2.5 g และน้ำ DI ปริมาตร 100 mL ทำการปรับค่า pH ด้วย Sodium Hydroxide (NaOH) จนสารละลายมีค่า pH อยู่ในช่วง 8-9 สารละลายที่ได้จะเป็นสารละลายสีน้ำเงินเข้ม จากนั้นนำบีกเกอร์ไปให้ความร้อนใน Water bath ที่มีอุณหภูมิ 60°C และนำท่อที่ได้จากการแช่ในสารละลาย $CuCl_2$ มาแช่ลงในสารละลาย copper plating ที่เตรียมไว้

2.2.1.10 แช่สารทิ้งไว้เป็นเวลา 1 ชั่วโมง โดยเมื่อแช่ผ่านไป 50 นาทีให้สังเกตฟองอากาศที่อยู่บริเวณรอบท่อ หากมีฟองอากาศเกิดขึ้นแสดงว่าท่อเกิดปฏิกิริยากับสารละลาย copper plating

2.2.1.11 เมื่อครบ 1 ชั่วโมงให้นำท่อมาล้างด้วยน้ำ DI แล้วนำท่อไปอบในเตาอบที่อุณหภูมิ 60°C จนท่อแห้งสนิท

2.2.1.12 สังเกตการเปลี่ยนแปลงของท่อก่อนและหลังการชุบด้วยโลหะทองแดง

2.2.1.13 เปลี่ยนกระดาษทรายที่ใช้ขัดท่อเป็นความละเอียด 2,000 grit และทำซ้ำตามขั้นตอนเดิม



รูป 2.1 แสดงวิธีการทดลองการชุบโลหะทองแดงลงบนพลาสติกพอลิเตตระฟลูออโรเอทิลีน (PTFE) โดยวิธีการพอกพูนแบบไม่ใช้ไฟฟ้า (Electroless plating)

2.2.2 การชุบโลหะทองแดงลงบนพลาสติกพอลิเตตระฟลูออโรเอทิลีน (PTFE) โดยมีสารละลาย Sensitized-activated โดยวิธีการพอกพูนแบบไม่ใช้ไฟฟ้า (Electroless plating)

2.2.2.1 ตัดท่อพลาสติกพอลิเตตระฟลูออโรเอทิลีน (PTFE) ยาว 5 cm จากนั้นนำกระดาษทรายความละเอียด 1,000 grit มาขัดให้ทั่วบริเวณรอบนอกท่อ

2.2.2.2 นำท่อที่ขัดแล้วใส่ลงในสารละลาย NaOH alcoholic ที่ต้มอยู่ใน Water bath อุณหภูมิ 60°C เป็นเวลา 30 นาที โดยสารละลาย NaOH alcoholic สามารถเตรียมได้จากการชั่ง Sodium hydroxide 0.6 g ผสมกับน้ำ DI 30 mL คนจน Sodium hydroxide ละลายจนหมด จากนั้นเติม Ethanol (C_2H_5OH) ลงไป 30 mL แล้วคนให้สารละลายเข้ากัน

2.2.2.3 เตรียมสารละลาย aqueous บีกเกอร์ที่ 1 ซึ่งเตรียมโดยการนำสารละลาย 65-68% Nitric acid (65-68% HNO_3) ปริมาตร 30 mL เทลงในบีกเกอร์ที่มีน้ำ DI ปริมาตร 70 mL จากนั้นใส่ 30% Hydrogen

peroxide (30% H_2O_2) 0.4-0.6 mL และตามด้วย Ammonium fluoride (NH_4F) 0.2-0.4 g คนสารทั้งหมดให้เข้ากัน โดยสารละลายที่ได้จะไม่มีสี

2.2.2.4 นำท่อที่แช่ในสารละลาย NaOH alcoholic ใส่ลงในสารละลาย aqueous บีกเกอร์ที่ 1 ที่เตรียมไว้ โดยนำไป sonicate เป็นเวลา 30 นาที

2.2.2.5 เตรียมสารละลาย sensitized- activated โดยนำสารละลาย Palladium(II) chloride ($PdCl_2$) มาต้มจนเดือด จากนั้นนำสารละลายมาทิ้งให้เย็นที่อุณหภูมิห้องแล้วใช้ไมโครปิเปตต์ดูดสารละลาย $PdCl_2$ ปริมาตร 50 μL ใส่ลงในบีกเกอร์ ต่อมาชั่ง Tin(II) chloride dihydrate ($SnCl_2 \bullet 2H_2O$) 0.3 g และ Sodium chloride (NaCl) 1.6 g ใส่ลงในบีกเกอร์ใบเดิม จากนั้นใช้ไมโครปิเปตต์ดูดสารละลาย 37% Hydrochloric acid (37% HCl) ปริมาตร 500 μL เติมน้ำ DI ปริมาตร 100 mL คนสารละลายให้เข้ากันจะได้สารละลายสีน้ำตาลอมเทา

2.2.2.6 นำท่อจากสารละลาย aqueous บีกเกอร์ที่ 1 ที่ sonicate เสร็จแล้วมาใส่ลงในสารละลาย sensitized-activated ที่เตรียมไว้ โดยทำการแช่ท่อที่อุณหภูมิห้อง เป็นเวลา 30 นาที

2.2.2.7 เตรียมสารละลาย aqueous บีกเกอร์ที่ 2 ปริมาตร 100 mL โดยการนำสารละลาย 65-68% Nitric acid (65-68% HNO_3) ปริมาตร 30 mL เทลงในบีกเกอร์ที่มีน้ำ DI อยู่ 70 mL จากนั้นใส่ 30% Hydrogen peroxide (30% H_2O_2) 3-4 mL คนสารละลายทั้งหมดให้เข้ากัน

2.2.2.8 นำท่อที่จุ่มอยู่ในสารละลาย sensitized-activated มาจุ่มลงในสารละลาย aqueous บีกเกอร์ที่ 2 เป็นเวลา 30 นาที

2.2.2.9 เตรียมสารละลาย copper plating โดยชั่ง Copper Sulfate pentahydrate ($CuSO_4 \bullet 5H_2O$) 1.2-1.5 g ชั่ง Disodium Ethylenediaminetetraacetic acid (EDTA-2Na) 4-4.5 g ชั่ง 2,2-dipyridyl ($C_{10}H_8N_2$) 4-5 mg และชั่ง 38% formalin (38% CH_2O) 2-2.5 g ลงในบีกเกอร์ จากนั้นเติมน้ำ DI ปริมาตร 100 mL คนสารให้เข้ากัน จากนั้นทำการปรับ pH ของสารละลายให้ pH อยู่ในช่วง 11-12 ด้วย Sodium hydroxide (NaOH) สารละลายที่ได้จากการเตรียมจะมีสีน้ำเงินเข้ม

2.2.2.10 เตรียม water bath ที่อุณหภูมิ 60°C จากนั้นนำบีกเกอร์ที่มีสารละลาย copper plating มาให้ความร้อนใน water bath แล้วนำท่อที่ได้จากการจุ่มในสารละลาย aqueous บีกเกอร์ที่ 2 มาแช่ในสารละลาย copper plating ที่ให้ความร้อนเป็นเวลา 1 ชั่วโมง โดยสังเกตการเกิดฟองอากาศที่เกิดขึ้นบริเวณรอบท่อในนาทีที่ 50

2.2.2.11 เมื่อครบ 1 ชั่วโมงให้นำท่อมาล้างด้วยน้ำ DI

2.2.2.12 นำท่อไปอบในเตาอบที่อุณหภูมิ 60°C จนแห้งสนิท

2.2.2.13 บันทึกการเปลี่ยนแปลงของท่อก่อนและหลังการชุบด้วยโลหะทองแดง

2.2.2.14 ทำการทดลองซ้ำตามขั้นตอนเดิม แต่เปลี่ยนความละเอียดของกระดาษทรายเป็น 2,000 grit

2.2.3 การชุบทองคำลงบนบริเวณผิวด้านในของท่อพลาสติกซิลิโคนโดยวิธีการพอกพูนแบบไม่ใช้ไฟฟ้า (Electroless plating)

2.2.3.1 เตรียมสารละลายทองคำความเข้มข้น 0.005 M จากสารละลาย $HAuCl_4$ เข้มข้น 0.5 M โดยใช้ไมโครปิเปตต์ขนาด 500 μL ดูดสารละลายและนำใส่ลงในบีกเกอร์ที่มีน้ำ DI อยู่ 50 mL

2.2.3.2 ตัดท่อซิลิโคนให้มีลักษณะเป็นท่อปลายเปิดทั้งสองข้างและวางลงในบีกเกอร์ขนาด 100 mL

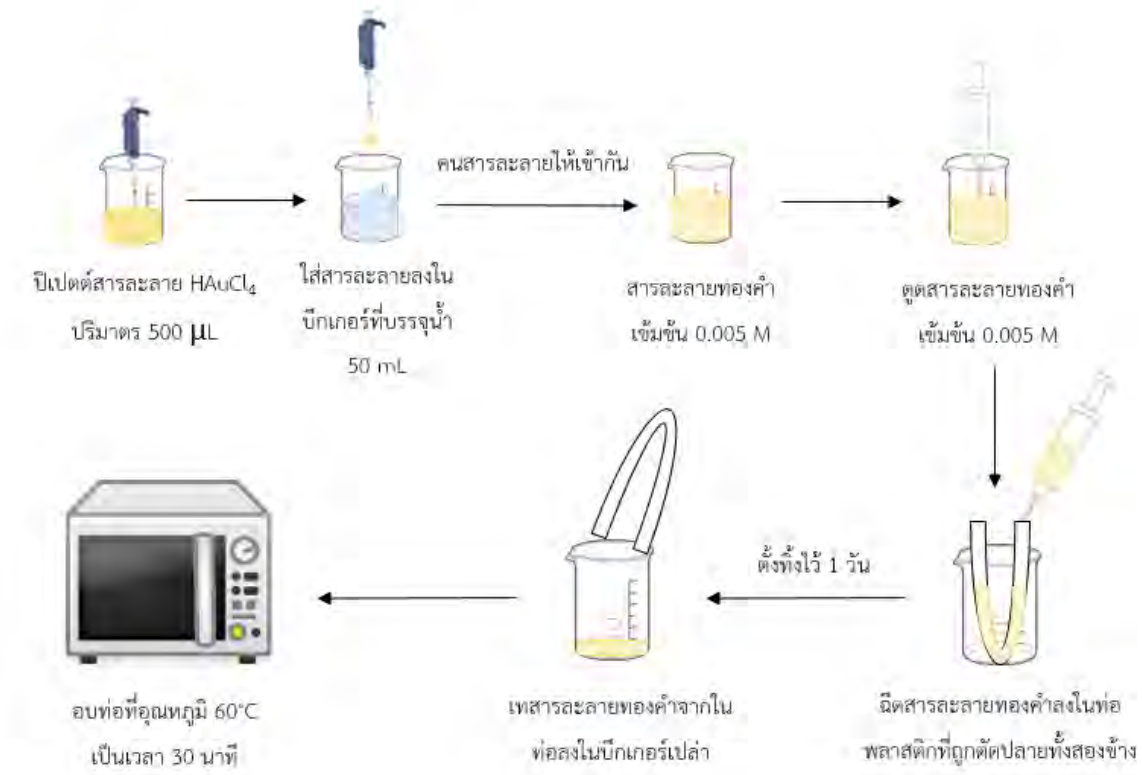
2.2.3.3 ใช้กระบอกฉีดยาขนาด 2.5 mL พร้อมเข็มฉีดยาแล้ว ดูดสารละลาย $HAuCl_4$ เข้มข้น 0.005 M ขึ้นมาเพียงเล็กน้อย ดึงปลายกระบอกฉีดยาให้สุดและทำการทำความสะอาดภายในกระบอกฉีดยา และฉีดสารละลายทิ้ง

2.2.3.4 ใช้กระบอกยาดูดสารละลายขึ้นมาอีกครั้ง จากนั้นให้ฉีดเข้าไปในท่อซิลิโคนปลายเปิด โดยในระหว่างการฉีดต้องระวังไม่ให้มีฟองอากาศแทรกอยู่ระหว่างสารละลาย

2.2.3.5 ตั้งทิ้งไว้เป็นเวลา 1 วัน

2.2.3.6 นำสารละลาย $HAuCl_4$ ในท่อซิลิโคนเทออกใส่บีกเกอร์เปล่า จากนั้นนำท่อซิลิโคนไปอบในเตาอบที่อุณหภูมิ 60°C เป็นเวลา 30 นาที

2.2.3.7 บันทึกการเปลี่ยนแปลงระหว่างก่อนใส่สารละลายและหลังใส่สารละลาย



รูป 2.2 แสดงวิธีการทดลองการชุบทองลงบนบริเวณผิวด้านในของท่อพลาสติกซิลิโคนโดยวิธีการพอกพูนแบบไม่ใช้ไฟฟ้า (Electroless plating)

2.2.4 การชุบทองลงบนบริเวณด้านนอกของท่อพลาสติกซิลิโคนโดยวิธีการพอกพูนแบบไม่ใช้ไฟฟ้า (Electroless plating)

2.2.4.1 เตรียมสารละลาย Sodium formate (HCOONa) เข้มข้น 0.5 M ปริมาตร 40 mL โดยการชั่ง HCOONa 1.36 g ใส่บีกเกอร์ขนาด 100 mL จากนั้นใส่น้ำ DI 40 mL แล้วคนสารละลายให้เข้ากัน

2.2.4.2 ทำการผสม Sodium formate เข้มข้น 0.5 M ปริมาตร 10.0 mL กับสารละลาย $HAuCl_4$ เข้มข้น 0.005 M ปริมาตร 5.00 mL ลงในบีกเกอร์ขนาด 100 mL ทำการคนสารละลายให้เข้ากันจนเห็นเป็นสารละลายสีทอง

2.2.4.3 นำท่อพลาสติกซิลิโคนที่ถูกตัดเป็นปลายเปิดทั้งสองข้างจุ่มลงในสารละลายที่ทำการผสม ตั้งทิ้งไว้เป็นเวลา 2 ชั่วโมง

2.2.4.4 นำท่อขึ้นจากสารละลาย จากนั้นนำไปอบในเตาอบที่อุณหภูมิ 60°C เป็นเวลา 30 นาที

2.2.4.5 บันทึกผลการเปลี่ยนแปลงที่เกิดขึ้น

2.2.4.6 ผสม sodium formate กับสารละลาย $HAuCl_4$ ใหม่ โดยเปลี่ยนปริมาตรของสารละลายเป็น 2.00 mL และ 0.25 mL ลงในบีกเกอร์ขนาด 100 mL โดยสารละลายที่ได้จะมีสีม่วง และสีน้ำเงินอมเทาตามลำดับ

2.2.4.7 ตัดท่อซิลิโคนเป็นปลายเปิดทั้งสองข้างและนำลงไปจุ่มในสารละลายที่ผสม ตั้งทิ้งไว้ 1 วัน

2.2.4.8 นำท่อขึ้นจากสารละลาย จากนั้นนำไปอบในเตาอบที่อุณหภูมิ 60°C เป็นเวลา 30 นาที

2.2.4.9 บันทึกผลการเปลี่ยนแปลงที่เกิดขึ้น

บทที่ 3

ผลการทดลองและอภิปรายผลการทดลอง

3.1 การชุบโลหะทองแดงลงบนพลาสติกพอลิเตตระฟลูออโรเอทิลีน (PTFE) โดยวิธีการพอกพูนแบบไม่ใช้ไฟฟ้า(electroless plating)

จากการชุบโลหะทองแดงลงบนพลาสติกพอลิเตตระฟลูออโรเอทิลีน (PTFE) โดยวิธีการพอกพูนแบบไม่ใช้ไฟฟ้า (electroless plating) พบว่าในขั้นตอนของการแช่ท่อลงในสารละลาย copper plating เมื่อเวลาผ่านไป 50 นาที บริเวณรอบท่อมีฟองอากาศเกิดขึ้น แสดงถึงการเกิดปฏิกิริยาระหว่างทองแดง (Cu) กับผิวของท่อ แต่ผลการทดลองเมื่อนำท่อ PTFE ที่อบจนแห้งมาสังเกตด้วยตาเปล่า พบว่าไม่มีการเปลี่ยนแปลงทางกายภาพเกิดขึ้นบริเวณรอบท่อ ซึ่งนั่นอาจเป็นสาเหตุมาจากแรงยึดเกาะระหว่างทองแดงกับพื้นผิวของท่อ PTFE ไม่มากพอที่จะทำให้เกิดการสะสมของทองแดงที่สังเกตเห็นได้อย่างชัดเจน

3.2 การชุบโลหะทองแดงลงบนพลาสติกพอลิเตตระฟลูออโรเอทิลีน (PTFE) โดยมีสารละลาย Sensitized-activated โดยวิธีการพอกพูนแบบไม่ใช้ไฟฟ้า (Electroless plating)

จากการชุบโลหะทองแดงลงบนพลาสติกพอลิเตตระฟลูออโรเอทิลีน (PTFE) โดยมีสารละลาย Sensitized-activated โดยวิธีการพอกพูนแบบไม่ใช้ไฟฟ้า (Electroless plating) พบว่าท่อ PTFE หลังจากทำการอบจนแห้งนั้น มีสีขาวขุ่นขึ้นบริเวณรอบท่อเมื่อเปรียบเทียบกับท่อก่อนการชุบโลหะทองแดง และท่อที่ทำการชุบโดยไม่ใช้สารละลาย Sensitized-activated โดยสารละลาย Sensitized-activated ที่มี Tin(II) Chloride dihydrate ($SnCl_2 \bullet 2H_2O$) นั้นจะทำให้พื้นผิวของพลาสติกดูดซับทินไอออน (Sn^{2+}) ที่ทำหน้าที่เป็นตัวรีดิวซ์ (reducing agent) พาลาเดียมไอออน (Pd^{2+}) ตามสมการเคมี[14]

$$Sn^{2+} + Pd^{2+} \longrightarrow Sn^{4+} + Pd^{0}$$

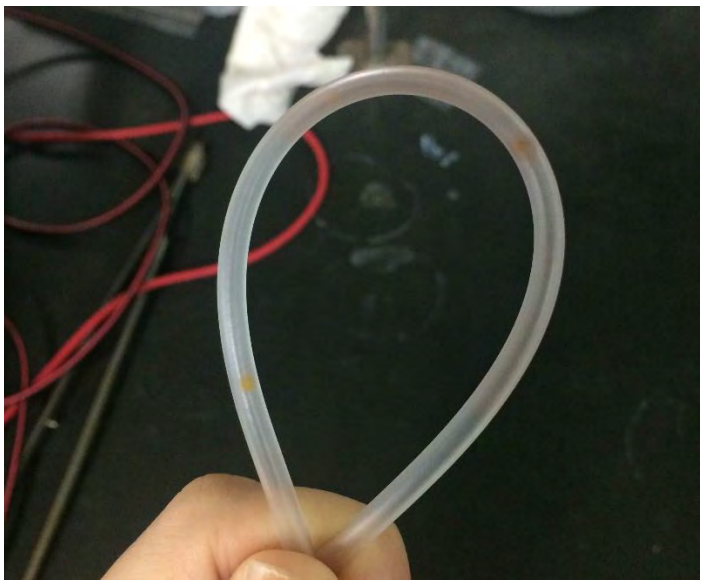
อะตอม Pd จะทำหน้าที่เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาในการชุบโลหะทองแดงโดยไม่ใช้ไฟฟ้าบนผิวของท่อพลาสติก PTFE ทำให้การชุบโลหะทองแดงลงบนผิวพลาสติกมีประสิทธิภาพมากขึ้น แต่ในงานวิจัยนี้ไม่พบการชุบติดของทองแดงบนท่อเมื่อสังเกตด้วยตาเปล่า ซึ่งอาจเป็นสาเหตุมาจากการที่มี Sn^{2+} ถูกดูดซับบริเวณรอบท่อไม่มากพอที่จะทำให้เกิดปฏิกิริยารีดอกซ์ (Redox reaction) กับ Pd อีกทั้งแรงที่ใช้ในการยึดเกาะของโมเลกุลทองแดงกับ

พื้นผิวของพลาสติกที่ไม่มากพอจึงทำให้ไม่เห็นการยึดเกาะของทองแดงบนพื้นผิวพลาสติกด้วยตาเปล่าอย่างชัดเจน และเนื่องจากระยะเวลาในการทำงานวิจัยที่จำกัดทำให้ไม่สามารถศึกษาพื้นผิวที่เกิดปฏิกิริยาด้วยเครื่อง Scanning electron microscope (SEM)

จากทั้งสองงานวิจัยที่ผ่านมานั้นจะพบว่าการชุบโลหะทองแดงลงบนพลาสติกประเภท PTFE นั้นทำได้ยาก เนื่องจาก PTFE เป็นพลาสติกที่มีความเสถียรสูง จึงทำให้เกิดแรงยึดเกาะกับโลหะทองแดงได้ยาก ผู้วิจัยจึงได้ทำการศึกษาเพิ่มเติมโดยเปลี่ยนวัสดุจากพลาสติก PTFE มาเป็นพลาสติกซิลิโคน (Silicone) และเปลี่ยนธาตุที่ใช้ยึดเกาะเป็นทองคำที่อยู่ในรูปของ Gold nanoparticle เนื่องจากมีเสถียรภาพที่สูง และสามารถเกิดแรงยึดเหนี่ยวกับพื้นผิวของซิลิโคนได้ง่าย โดยงานวิจัยที่เกี่ยวกับการชุบทองลงบนพลาสติกซิลิโคนจะแบ่งเป็น 2 บริเวณคือ บริเวณด้านในท่อและบริเวณด้านนอกท่อ การชุบทองลงบนพลาสติกซิลิโคนบริเวณด้านในท่อจะเป็นการทดสอบว่าทองสามารถเกิดแรงยึดเหนี่ยวกับพื้นผิวของซิลิโคนได้หรือไม่ และการชุบทองลงบนพลาสติกซิลิโคนด้านนอกท่อจะทำให้การระบุองค์ประกอบของธาตุและการวิเคราะห์เชิงคุณภาพทำได้สะดวกมากขึ้น

3.3 การชุบทองคำลงบนบริเวณผิวด้านในของท่อพลาสติกซิลิโคน (Silicone) โดยวิธีการพอกพูนแบบไม่ใช้ไฟฟ้า (Electroless plating)

จากการชุบทองลงบนผิวบริเวณด้านในของท่อพลาสติกซิลิโคนโดยวิธีการพอกพูนแบบไม่ใช้ไฟฟ้า (Electroless plating) โดยการใช้สารละลาย $HAuCl_4$ ที่มีความเข้มข้น 0.005 M พบว่าเมื่อแช่สารละลายทิ้งไว้เป็นเวลา 1 วัน จากนั้นเทสารละลายออกจากท่อแล้วนำไปอบ พบว่ามีสีแดงเกิดขึ้นบริเวณรอบท่อด้านใน ซึ่งเป็นบริเวณเดียวกันกับที่ใส่สารละลายลงไป แสดงให้เห็นว่ามีการติดของอนุภาคอยู่บริเวณด้านในของท่อพลาสติกซิลิโคน จากการเห็นบริเวณสีแดงบนท่อพลาสติกด้านใน ผู้วิจัยมีความเห็นว่าสีที่เห็นนั้นเป็นสีของอนุภาคทองที่เกิดการรวมตัวกันจนมีขนาดใหญ่ ทั้งนี้จะต้องนำท่อที่ได้ไปตรวจสอบองค์ประกอบของธาตุ แต่เนื่องจากระยะเวลาในการทำการทดลองที่จำกัดจึงไม่สามารถทำการทดลองระบุธาตุองค์ประกอบ



รูป 3.1 แสดงบริเวณการเกิดสีแดงภายในท่อพลาสติกซิลิโคนที่ถูกชุบด้วยสารละลาย $HAuCl_4$

3.4 การชุบทองลงบนบริเวณด้านนอกของท่อพลาสติกซิลิโคน (Silicone) โดยวิธีการพอกพูนแบบไม่ใช้ไฟฟ้า (Electroless plating)

จากการชุบทองลงบนบริเวณผิวด้านนอกของท่อพลาสติกซิลิโคนโดยวิธีการพอกพูนแบบไม่ใช้ไฟฟ้า (Electroless plating) โดยการใช้สารละลายโซเดียมฟอร์เมต (HCOONa) ความเข้มข้น 0.5 M ปริมาตร 10.0 mL ผสมกับสารละลายทองคำความเข้มข้น 0.005 M ที่ปริมาตรต่างกันทั้งหมด 3 ปริมาตรคือ 5.00 mL, 2.00 mL และ 0.25 mL ซึ่งจากปริมาตรของทองคำที่แตกต่างกันดังกล่าวทำให้สารละลายทั้ง 3 ปริมาตร มีสีของสารละลายที่ต่างกัน โดยมีสีของสารละลายเป็นสีทอง สีม่วง และสีน้ำเงินอมเทา ตามลำดับ ซึ่งสีของสารละลายข้างต้นมีความสัมพันธ์เกี่ยวข้องกับขนาดของอนุภาคทองคำที่เกิดขึ้น ผู้วิจัยต้องการศึกษาว่าปริมาตรของสารละลายที่ต่างกันมีผลต่อการยึดเกาะของอนุภาคทองบนผิวพลาสติกซิลิโคนหรือไม่ และที่ปริมาตรใดทำให้ประสิทธิภาพของการยึดเกาะของอนุภาคทองบนผิวด้านนอกของท่อพลาสติกซิลิโคนนั้นดีที่สุด แต่เนื่องจากระยะเวลาในการทำการทดลองที่จำกัดจึงไม่ได้ผลการทดลองเพื่อนำมาวิเคราะห์และศึกษาต่อไป

บทที่ 4

สรุปผลการทดลอง

จากงานวิจัยเรื่องการชุบโลหะลงบนพลาสติก ผู้วิจัยได้ทำการแบ่งงานวิจัยออกเป็นสองหัวข้อหลักคือการชุบโลหะทองแดงลงบนท่อพลาสติกพอลิเตตระฟลูออโรเอทิลีน (PTFE) โดยวิธีการพอกพูนแบบไม่ใช้ไฟฟ้า (electroless plating) และการชุบทองคำในรูปของ Gold nanoparticle ลงบนท่อพลาสติกซิลิโคน (Silicone) โดยวิธีการพอกพูนแบบไม่ใช้ไฟฟ้า (Electroless plating) พบว่าในงานวิจัยเรื่องการชุบโลหะทองแดงลงบนท่อพลาสติก PTFE แบบไม่ใช้สาร sensitized-activated โดยวิธีการพอกพูนแบบไม่ใช้ไฟฟ้า ไม่พบการเปลี่ยนแปลงทางกายภาพของท่อเมื่อเปรียบเทียบกับท่อก่อนการชุบด้วยโลหะทองแดง ส่วนการชุบโลหะทองแดงลงบนท่อพลาสติก PTFE แบบใช้สาร sensitized-activated โดยวิธีการพอกพูนแบบไม่ใช้ไฟฟ้า บริเวณรอบท่อจะมีสีขุ่นขาวขึ้นเมื่อเปรียบเทียบกับท่อที่ทำการชุบด้วยโลหะทองแดงแบบไม่ใช้สาร sensitized-activated และท่อก่อนการชุบโลหะทองแดง แต่ในงานวิจัยทั้งสองนั้นไม่พบการเกาะของโลหะทองแดงบนพื้นผิวของท่อ PTFE ทั้งนี้สาเหตุอาจจะมาจากแรงยึดเกาะระหว่างโมเลกุลของ PTFE กับ โลหะทองแดง

ในงานวิจัยการชุบทองคำในรูป Gold nanoparticle ลงบนท่อพลาสติกซิลิโคนแบบวิธีการพอกพูนแบบไม่ใช้ไฟฟ้า (Electroless plating) โดยการแบ่งบริเวณทำการทดลองสองบริเวณ คือบริเวณภายในท่อ และภายนอกท่อ พบว่า การชุบทองลงบนบริเวณภายในท่อพลาสติกซิลิโคนด้วยสารละลาย $HAuCl_4$ ที่มีความเข้มข้น 0.005 M มีอนุภาคเกาะอยู่บนผิวภายในของท่อซิลิโคนเป็นสีแดงซึ่งเป็นบริเวณเดียวกันกับที่บรรจุสารละลายลงไป ทำให้ทราบว่ามีการเกิดแรงยึดเกาะระหว่างอนุภาคกับผิวของซิลิโคนเกิดขึ้นจริง จากนั้นจึงได้ทำการวิจัยต่อในบริเวณภายนอกท่อเพื่อจะนำอนุภาคที่เกิดขึ้นบนผิวของซิลิโคนมาระบุองค์ประกอบของธาตุ พร้อมทั้งปรับปริมาตรของสารละลายทองคำที่ผสมกับสารละลายโซเดียมฟอร์เมตให้มีปริมาตรต่างกันเพื่อดูประสิทธิภาพของการยึดเกาะบนผิวที่เกิดขึ้น แต่เนื่องจากระยะเวลาในการทำวิจัยที่มีจำกัดทำให้ผู้วิจัยไม่ได้ผลการทดลองเพื่อนำมาวิเคราะห์และศึกษาต่อได้

เอกสารอ้างอิง

1. Mahito Atobe, Organic electrosynthesis in flow microreactor, *Current Opinion in Electrochemistry*, **2017**, 2, 1-6.

2. Kazuki Yoshioka, Koichi Mitsudo, Seiji Suga, Yuji Kurimoto, Combinatorial electrochemistry fir organic synthesis, *Current Opinion in Electrochemistry*, **2018**, 8, 8-13.

3. Derek Pletcher, Richard C. D. Brown, Robert A. Green, Flow Electrolysis Cells for the Synthetic Organic Chemistry Laboratory, *Electrochemistry: Technology, Synthesis, Energy, and Materials*, **2018**, 118, 4573-4591.

4. Canan URAZ, Şenay MACİT, Electroless Cu Plating on ABS Plastic by Using Environmentally Friendly Chemicals, *Journal of Science and Engineering*, **2018**, 20, 369-375.

5. Lai-Ma Luo, Ze-Long Lua, Xin-Min Huang, Xiao-Yue Tana, Xiao-Yu Ding, Ji-Gui Cheng, Liu Zhu, Yu-ChengWua, Electroless copper plating on PC engineering plastic with a novel palladium-free surface activation process, *Surface & Coatings Technology*, **2014**, 251, 69–73.

6. Dan Ma, Hengwu Chen, Zhenxia Hao, Preparation of Micro Gold Devices on Poly(dimethylsiloxane) Chips with Region-Selective Electroless Plating, *Analytical Chemistry*, **2009**, 81, 8649-8653.

7. Amina Marini, Codruta Savu, Craig J. Donahue, Hanan Yehya, Electroless Deposition on Three Substrates: Brass Washers, Cicada Exoskeletons, and Beetles, *Journal of Chemical Education*, **2019**, 96, 2279-2285.

8. Alfred B. Anderson, Lu Yu, Meng Zhao, Rohan Akolkar, Mechanism of Electroless Copper Deposition from $[Cu^{II}EDTA]^{2-}$ Complexes Using Aldehyde-Based Reductants, *The Journal of Physical Chemistry C*, **2016**, 120, 24789-24793.

9. Bruno M. Ameduri, Gerard J. Puts, Philip Crouse, Polytetrafluoroethylene: Synthesis and Characterization of the Original Extreme Polymer, *Chemical Reviews*, **2019**, 119, 1763-1805.

10. E. T. Kang, K. G. Neoh, Shaoyu Wu, Electroless Deposition of Copper on Surface Modified Poly(tetrafluoroethylene) Films from Graft Copolymerization and Silanization, *Langmuir*, **2000**, 16, 5192-5198.

11. Stephen J. Clarson, Synthesis and Properties of Silicones and Silicone-Modified Materials, *ACS Symposium Series*, **2003**, 838, 1-10.

12. E. T. Kang, G. H. Yang, K. G. Neoh, Surface Graft Copolymerization of Poly(tetrafluoroethylene) Films with N-Containing Vinyl Monomers for the Electroless Plating of Copper, *Langmuir*, **2001**, 17, 211-218.

13. Hiroyuki Tateno, Mahito Atobe, Yoshimasa Matsumura, Applications of Flow Microreactors in Electrosynthetic Processes, *Chemical reviews*, **2018**, 118, 4541-4572.

14. Biljana S̆ljukic, Cesar A. C. Sequeira, David S. P. Cardoso, Diogo M. F. Santos, Organic Electrosynthesis: From Laboratorial Practice to Industrial Applications, *Organic process research & development*, **2017**, 21, 1213-1226.

15. Bruce Pierson, Kenneth W. Nebesny, Quintus Fernando, Palladium-Tin Ratios in Electroless Copper Plating Catalysts Determined by Rutherford Backscattering Spectrometry, *Analytical Chemistry*, **1988**, 60, 2661-2665.

ประวัติของผู้วิจัย

นางสาวจินต์จุฑา แจ้งสว่าง เกิดเมื่อวันที่ 2 มกราคม พ.ศ. 2541 จังหวัดกรุงเทพมหานคร สำเร็จการศึกษาชั้นมัธยมศึกษาตอนปลายจากโรงเรียนฤทธิยะวรรณาลัย จังหวัดกรุงเทพมหานคร เมื่อปีการศึกษา 2558 เข้าศึกษาต่อในหลักสูตรวิทยศาสตรบัณฑิตสาขาวิชาเคมี ภาควิชาเคมี คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย เมื่อปีการศึกษา 2559 ที่อยู่ที่สามารถติดต่อได้ บ้านเลขที่ 123/125 ถนนสายไหม 29 แขวงสายไหม เขตสายไหม จังหวัด กรุงเทพมหานคร รหัสไปรษณีย์ 10220 อีเมล Jinjuta.csw@gmail.com