

การศึกษาสารปนเปื้อนในกระบวนการผลิต  
แผงวงจรพิมพ์ไฟฟ้าชนิดยืดหยุ่นได้



T119180

นางสาวนพมาศ

วุฒิกุลประพันธ์

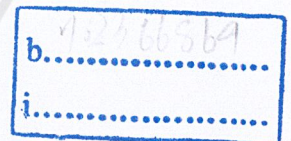
นางสาวแพรวพกุล

ศีลธรรม

นางสาวสุรัชฎา

สุขรัตน์อมรกุล

เลขหมู่.....  
เลขทะเบียน.....119180  
วัน,เดือน,ปี..... 6 S.A. 2554



ปริญญานิพนธ์นี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรปริญญาวิศวกรรมศาสตรบัณฑิต

สาขาวิศวกรรมเคมี

คณะวิศวกรรมศาสตร์

สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง

ปีการศึกษา 2553



**A STUDY OF CONTAMINANTS IN  
FLEXIBLE PRINTED CIRCUIT PROCESS**

**NOPPAMAS**

**WUTIKUNPRAPAN**

**PRAEWPAKUN**

**SINTHARM**

**SURATCHADA**

**SUKRATAMONKUL**

**THIS THESIS IS SUBMITTED IN PARTIAL FULFILLMENT  
OF THE REQUIREMENTS FOR THE DEGREE OF  
BACHELOR OF CHEMICAL ENGINEERING IN  
FACULTY OF ENGINEERING  
KING MONGKUT'S INSTITUTE OF TECHNOLOGY LADKRABANG  
ACADEMIC YEAR 2010**

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



ปริญญานิพนธ์เรื่อง

การศึกษาสารปนเปื้อนในกระบวนการผลิตแผงวงจรพิมพ์ไฟฟ้า  
ชนิดยืดหยุ่นได้

โดย

นางสาวนพมาศ วุฒิกุลประพันธ์  
นางสาวแพรวพุกุล ศิลธรรม  
นางสาวสุรชญา สุขรัตน์อมรกุล

อาจารย์ที่ปรึกษา

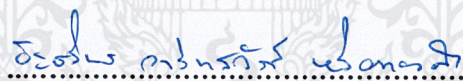
รศ.ดร.อัญชลีพร วาริตสวัสดิ์ หล่อทองคำ

อาจารย์ที่ปรึกษาร่วม

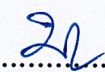
อาจารย์ ธรรมบุญ อุคมมัน  
ภาควิชาวิศวกรรมเคมี คณะวิศวกรรมศาสตร์  
มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีมหานคร

ปริญญานิพนธ์นี้ได้รับการพิจารณาอนุมัติให้นับเป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตร  
ปริญญาวิศวกรรมศาสตรบัณฑิต สาขาวิศวกรรมเคมี

คณะกรรมการตรวจสอบปริญญานิพนธ์

.....ประธานกรรมการ  
(รศ.ดร.อัญชลีพร วาริตสวัสดิ์ หล่อทองคำ)

.....กรรมการ  
(รศ.ดร.ประกอบ กิจไชยา)

.....กรรมการ  
(อ.บุญชัย โชติวิริยานิชย์)



|                      |                                                                                          |                 |
|----------------------|------------------------------------------------------------------------------------------|-----------------|
| ปริญญานิพนธ์เรื่อง   | การศึกษาสารปนเปื้อนในกระบวนการผลิตแผงวงจรพิมพ์ไฟฟ้าชนิดยืดหยุ่นได้                       |                 |
| โดย                  | นางสาวนพมาศ                                                                              | วุฒิกุลประพันธ์ |
|                      | นางสาวแพรวพกุล                                                                           | ศิลาธรรม        |
|                      | นางสาวสุรัชญา                                                                            | สุขรัตน์อมรกุล  |
| ปริญญญา              | วิศวกรรมศาสตรบัณฑิต                                                                      |                 |
| สาขาวิชา             | วิศวกรรมเคมี                                                                             |                 |
| ปีการศึกษา           | 2553                                                                                     |                 |
| อาจารย์ที่ปรึกษา     | รศ.ดร.อัญชลีพร วาริตสวัสดิ์ หล่อทองคำ                                                    |                 |
| อาจารย์ที่ปรึกษาร่วม | อ.ธรรมบุญ อุดมมัน<br>ภาควิชาวิศวกรรมเคมี คณะวิศวกรรมศาสตร์<br>มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีมหานคร |                 |

#### บทคัดย่อ

ในการเคลือบแผ่นทองแดงที่ใช้ทำแผงวงจรพิมพ์ไฟฟ้าชนิดยืดหยุ่นได้ซึ่งเป็นส่วนประกอบของอุปกรณ์อิเล็กทรอนิกส์ด้วยกระบวนการ Entek ใช้สารละลายอินทรีย์ Entek ที่เป็นอนุพันธ์ของ Benzimidazole พบสารปนเปื้อนบนแผ่นทองแดง โรลเลอร์และเฟืองในถังบรรจุสารละลาย Entek และภายในถังเหนือสารละลาย Entek ทำให้ไม่สามารถส่งแผ่นทองแดงเข้ากระบวนการลำดับต่อไปได้ สารปนเปื้อนที่พบมีสีขาว สีม่วง และสีน้ำตาล จากการวิเคราะห์สารปนเปื้อนด้วยเทคนิค FT-IR (Fourier Transform Infrared Spectroscopy) พบว่าเป็นสารประกอบที่มีองค์ประกอบของ Benzimidazole ตัวแปรในกระบวนการ Entek ที่คาดว่าเป็นสาเหตุของการเกิดสารปนเปื้อนที่ทดสอบในระดับห้องปฏิบัติการซึ่งจำลองจากกระบวนการผลิต ได้แก่ ความเข้มข้นของสารละลาย Entek (9 และ 14% โดยปริมาตรของสารละลาย Entek Replenisher ซึ่งเป็นสารละลายเริ่มต้นในการเตรียมสารละลาย Entek) อุณหภูมิ (40 และ 47 องศาเซลเซียส) ค่าพีเอช (2.5 และ 2.8) ซึ่งปรับด้วยสารละลายแอมโมเนียมไฮดรอกไซด์ การเติมและไม่เติมอากาศในสารละลาย Entek และชนิดของไอออนโลหะที่เป็นองค์ประกอบส่วนใหญ่ในสารละลาย Entek (ทองแดงและสังกะสี) ด้วยน้ำหนักที่เท่ากัน



เมื่อความเข้มข้นของสารละลาย Entek เท่ากับ 14 % โดยปริมาตรของสารละลาย Entek Replenisher อุณหภูมิ 40 องศาเซลเซียส ค่าพีเอช 2.8 และไม่เติมอากาศ พบว่าประมาณชั่วโมงที่ 3 ของการทดสอบจะเกิดตะกอนสีขาวค่อนข้างมาก เมื่อวิเคราะห์ด้วยเทคนิค FT-IR อธิบายได้ว่า ตะกอนสีขาวเกิดจากอนุพันธ์ของ Benzimidazole สร้างพันธะกับแคตไอออนเชิงซ้อน Hexaamminecopper(II),  $[\text{Cu}(\text{NH}_3)_6]^{2+}$  ของหมู่เอมีนจากสารละลายแอมโมเนียมไฮดรอกไซด์ที่ใช้ปรับค่าพีเอชกับไอออนทองแดงที่เป็นองค์ประกอบในสารละลาย Entek และเมื่อปล่อยตะกอนสีขาวไว้ในบรรยากาศประมาณ 2-3 วัน โมเลกุลของน้ำในบรรยากาศ 2 โมเลกุลจะเข้าไปแทนที่หมู่เอมีนในโครงสร้างของ  $[\text{Cu}(\text{NH}_3)_6]^{2+}$  ได้ไอออนเชิงซ้อน Tetraamminediaquacopper(II),  $[\text{Cu}(\text{H}_2\text{O})_2(\text{NH}_3)_4]^{2+}$  แล้วสร้างพันธะกับอนุพันธ์ของ Benzimidazole เปลี่ยนเป็นสีม่วง สำหรับที่ภาวะของการทดสอบเดียวกัน แต่เติมอากาศด้วยอัตรา 3 ลิตรต่อนาที ประมาณชั่วโมงที่ 3 ของการทดสอบพบของเหลวหนืดสีน้ำตาลค่อนข้างมากแทนตะกอนสีขาว คาดว่าของเหลวสีน้ำตาลนี้เกิดจากปฏิกิริยาออกซิเดชันของ CuCl ในสารละลาย Entek ได้  $\text{CuCl}_2$  ซึ่งจะรวมตัวกับไอออนของคลอไรด์ที่อยู่ในสารละลาย Entek ให้เสถียรขึ้นเป็น  $[\text{Cu}_2\text{Cl}_6]^{2-}$  แล้วสร้างพันธะกับอนุพันธ์ของ Benzimidazole เกิดเป็น  $\text{Benz}_2[\text{Cu}_2\text{Cl}_6]$  และจากการวิเคราะห์สารปนเปื้อนทั้งสามชนิดด้วย Inductively Couple Plasma-Optical Emission Spectrometer พบทองแดง 4.064 ppm สังกะสี 0.252 ppm ในตะกอนสีขาว ส่วนในตะกอนสีม่วงพบทองแดง 37.21 ppm สังกะสี 0.203 ppm สำหรับในของเหลวหนืดสีน้ำตาลพบทองแดง 51.69 ppm สังกะสี 0.124 ppm กล่าวได้ว่าสารปนเปื้อนเกิดขึ้นจากไอออนของทองแดงกับไอออนเชิงซ้อนที่เกิดขึ้นในกระบวนการ



**Report Title** A Study of Contaminants in Flexible Printed Circuit Process

**By** Miss Noppamas Wutikunprapan  
Miss Praewpakun Sintharm  
Miss Suratchada Sukratamonkul

**Advisor** Assoc. Prof. Dr. Anchaleeporn Waritswat Lothongkum

**Co-Advisor** Mr. Tammanoon Udommun  
Department of Chemical Engineering, Faculty of Engineering  
Mahanakorn University of Technology

**Report for** Bachelor Degree of Chemical Engineering  
Department of Chemical Engineering, Faculty of Engineering  
King Mongkut's Institute of Technology Ladkrabang

### Abstract

Coating of copper plates for flexible printed circuits of electronic devices by Entek process uses benzimidazole-derivative solution, so-called Entek solution. Contaminants were found on the Entek-coated copper plates, rollers and gears in Entek solution tank and in the tank above the solution. Therefore the Entek-coated copper plates could not be transferred to the following process step and became rework. White and purple solid contaminants and brown paste were observed. According to the Fourier Transform Infrared Spectroscopy (FT-IR) spectra, all of the contaminants were composed of benzimidazole. The possible parameters causing the contaminants were studied in the laboratory simulated from the Entek process. The concentration of Entek solution (9 and 14% by volume of Entek Replenisher in Entek solution), temperature of 40 and 47 °C, pH of 2.5 and 2.8 (adjusted by  $\text{NH}_4\text{OH}$  solution), the effect of aeration in the solution (0 and 3 L/min), and types of main metals (copper and zinc) in Entek solution were studied.

About the 3rd hour of the experiment at the concentration of Entek solution of 14% by volume of Entek Replenisher, 40 °C and pH 2.8 without aeration, a large amount of white solid contaminants were observed. From the FT-IR spectrum it could be explained that the white solid



was  $[\text{Cu}(\text{NH}_3)_6]^{2+}$ , a Hexaamminecopper(II) cation of amine groups from  $\text{NH}_4\text{OH}$  solution and copper ion from Entek solution, bonded with benzimidazole derivatives. After leaving the white contaminant in the atmosphere for about 2-3 days, most of them became purple. It was presumed that two molecules of water from the atmosphere were substituted two amine groups in  $[\text{Cu}(\text{NH}_3)_6]^{2+}$  obtaining a Tetraamminediaquacopper(II) cation,  $[\text{Cu}(\text{H}_2\text{O})_2(\text{NH}_3)_4]^{2+}$  to react with benzimidazole derivatives. In case of the same conditions but with aeration of 3 L/min, about the 3rd hour of the experiment, a number of brown contaminants were found. It was due to  $\text{CuCl}_2$  (from the oxidation of  $\text{CuCl}$  in Entek solution) forming a more stable ion of  $[\text{Cu}_2\text{Cl}_6]^{2-}$  with chloride ions in Entek solution, and then  $[\text{Cu}_2\text{Cl}_6]^{2-}$  ion reacted with Benzimidazole derivatives to  $\text{Benz}_2[\text{Cu}_2\text{Cl}_6]$ . According to results by the Inductively Couple Plasma-Optical Emission Spectroscopy (ICP-OES), copper of 4.064 and zinc 0.252 ppm were observed in white solid. While in the purple contaminant, the copper and zinc were 37.21 and 0.203 ppm, and those in brown contaminant were 51.69 and 0.124 ppm, respectively. These contaminants can be attributed to the reaction of copper ions in Entek solution with complex ions generated in the process.



## กิตติกรรมประกาศ

ขอขอบพระคุณ บริษัท เม็กเท็ค แมนูแฟคเจอริ่ง คอร์ปอเรชั่น ประเทศไทย คุณสาธิต จิตต์จรงค์ คุณปราโมทย์ เกศิสำอาง คุณเข้มเพชร จินวรรณ คุณชวลิต จริตธรรม คุณทวีเกียรติ ประพทธิไตระกุล คุณภาสนันท์ วงศ์เหลื่อง คุณปัทมา กาบคำ และคุณพรวลี อ่อนสนิท ฝ่าย Advance Technology คุณธิดา เอ็งฉ้วน คุณชนินทร เกตุลอย ฝ่าย Process Engineer ที่สนับสนุน การทำโครงการ ให้โอกาสในการเรียนรู้และการฝึกการทำงานกับบริษัท พนักงานในสายการผลิต กระบวนการ Entek ที่ให้คำแนะนำ

ศูนย์วิจัยและพัฒนาเทคโนโลยีบริษัท เม็กเท็ค แมนูแฟคเจอริ่ง คอร์ปอเรชั่น ประเทศไทย จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย และสาขาวิชาวิศวกรรมเคมี สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหาร ลาดกระบัง ที่เอื้อเฟื้อสารเคมี สถานที่ และเครื่องมือวิเคราะห์

ขอขอบพระคุณ รศ.ดร.อัญชลีพร วาริตสวัสดิ์ หล่อทองคำ อาจารย์ที่ปรึกษา อาจารย์ ธรรมบุญ อุคมมัน มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีมหานคร อาจารย์ที่ปรึกษาร่วม ที่ให้คำปรึกษาและ ข้อคิดเห็นในการแก้ไขปัญหาต่างๆ ในระหว่างการทำวิจัย ตลอดจนแก้ไขและเพิ่มเติมรายละเอียด ของปริญญานิพนธ์ฉบับนี้

ท้ายที่สุดนี้ ขอขอบพระคุณบิดา มารดา สมาชิกในครอบครัวและเพื่อนทุกท่านที่ให้อำนาจใจ ตลอดมา



# สารบัญ

หน้า

|                                                                                                     |     |
|-----------------------------------------------------------------------------------------------------|-----|
| บทคัดย่อภาษาไทย.....                                                                                | I   |
| บทคัดย่อภาษาอังกฤษ.....                                                                             | III |
| กิตติกรรมประกาศ.....                                                                                | V   |
| สารบัญ.....                                                                                         | VI  |
| สารบัญตาราง.....                                                                                    | IX  |
| สารบัญรูป.....                                                                                      | X   |
| <br>                                                                                                |     |
| บทที่ 1 บทนำ.....                                                                                   | 1   |
| 1.1 ความเป็นมาและความสำคัญของโครงการ.....                                                           | 1   |
| 1.2 วัตถุประสงค์.....                                                                               | 1   |
| 1.3 ขอบเขตการศึกษา.....                                                                             | 2   |
| 1.4 ประโยชน์ที่ได้รับ.....                                                                          | 2   |
| <br>                                                                                                |     |
| บทที่ 2 ทฤษฎีและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง.....                                                          | 3   |
| 2.1 แผงวงจรพิมพ์ไฟฟ้าชนิดยืดหยุ่นได้.....                                                           | 3   |
| 2.2 กระบวนการผลิตแผงวงจรพิมพ์ไฟฟ้าชนิดยืดหยุ่นได้.....                                              | 4   |
| 2.3 รายละเอียดของกระบวนการ Entek.....                                                               | 5   |
| 2.4 สารปรับปรุงคุณภาพของสารละลาย Entek .....                                                        | 8   |
| 2.5 การเคลือบแผ่น FPC ด้วยสารละลายอินทรีย์ Organic solderability preservative (OSP) .....           | 9   |
| 2.6 งานวิจัยที่เกี่ยวข้อง.....                                                                      | 10  |
| <br>                                                                                                |     |
| บทที่ 3 ขั้นตอนการดำเนินงาน.....                                                                    | 13  |
| 3.1 การวิเคราะห์สาเหตุของการเกิดสารปนเปื้อนในกระบวนการ Entek .....                                  | 13  |
| 3.1.1 ศึกษาลักษณะและบริเวณที่พบสารปนเปื้อน .....                                                    | 13  |
| 3.1.2 วิเคราะห์ชนิดและปริมาณโลหะในตัวอย่างสารปนเปื้อน น้ำ DI และสารเคมีต่างๆ ในกระบวนการ Entek..... | 13  |
| 3.1.3 ระดมสมองเพื่อหาสาเหตุที่เป็นไปได้ของการเกิดสารปนเปื้อน .....                                  | 13  |
| 3.2 การทดสอบในระดับห้องปฏิบัติการ .....                                                             | 13  |

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



## สารบัญ (ต่อ)

หน้า

|                                                                                                             |    |
|-------------------------------------------------------------------------------------------------------------|----|
| บทที่ 4 ผลการดำเนินงานและการวิเคราะห์ผล .....                                                               | 16 |
| 4.1 สาเหตุที่เป็นไปได้ของการเกิดสารปนเปื้อนในกระบวนการ Entek .....                                          | 16 |
| 4.2 ลักษณะและบริเวณที่พบสารปนเปื้อนในกระบวนการ Entek .....                                                  | 17 |
| 4.3 ชนิดและปริมาณของโลหะในสารปนเปื้อน น้ำ DI และสารเคมีต่างๆ<br>ในกระบวนการ Entek ด้วยเครื่อง ICP-OES ..... | 19 |
| 4.4 การวิเคราะห์หมู่ฟังก์ชันในสารปนเปื้อนในกระบวนการ Entek<br>ด้วยเครื่อง FT-IR .....                       | 21 |
| 4.5 ตัวแปรที่คาดว่าจะสาเหตุของการเกิดสารปนเปื้อน<br>ในถังบรรจุสารละลาย Entek .....                          | 24 |
| 4.6 การกำหนดตัวแปรและระดับของตัวแปรเพื่อทดสอบในระดับห้องปฏิบัติการ .....                                    | 25 |
| 4.7 ผลการทดสอบในระดับห้องปฏิบัติการ .....                                                                   | 27 |
| 4.8 ชนิดและปริมาณ โลหะในสารปนเปื้อนที่พบจากการทดสอบ<br>ในระดับห้องปฏิบัติการด้วยเครื่อง ICP-OES .....       | 30 |
| 4.9 การวิเคราะห์หมู่ฟังก์ชันในสารปนเปื้อนที่พบจากการทดสอบ<br>ในระดับห้องปฏิบัติการด้วยเครื่อง FT-IR .....   | 31 |
| 4.10 ผลการวิเคราะห์องค์ประกอบในสารปนเปื้อน .....                                                            | 31 |
| บทที่ 5 สรุปผลการดำเนินงาน .....                                                                            | 36 |
| 5.1 สาเหตุของการเกิดสารปนเปื้อน .....                                                                       | 36 |
| 5.1.1 ตะกอนสีขาว .....                                                                                      | 36 |
| 5.1.2 ตะกอนสีม่วง .....                                                                                     | 36 |
| 5.1.3 ของเหลวหนืดสีน้ำตาล .....                                                                             | 36 |
| 5.2 แนวทางการลดสารปนเปื้อน .....                                                                            | 37 |
| 5.2.1 แนวทางการลดตะกอนสีขาวและสีม่วง .....                                                                  | 37 |
| 5.2.2 แนวทางการลดของเหลวหนืดสีน้ำตาล .....                                                                  | 37 |
| 5.3 ข้อเสนอแนะ .....                                                                                        | 38 |
| เอกสารอ้างอิง .....                                                                                         | 39 |



## สารบัญ (ต่อ)

หน้า

|                                                                               |    |
|-------------------------------------------------------------------------------|----|
| ภาคผนวก ก Inductively Couple Plasma-Optical Emission Spectrometer (ICP – OES) |    |
| Fourier Transform Infrared Spectrometer (FT-IR) .....                         | 41 |
| ภาคผนวก ข การเตรียมสารละลาย Entek.....                                        | 44 |
| ภาคผนวก ค ผลการทดลองตามการออกแบบการทดลองแบบ Full factorial design .....       | 48 |





# สารบัญตาราง

| ตารางที่                                                                                                    | หน้า |
|-------------------------------------------------------------------------------------------------------------|------|
| 4.1 ลักษณะและบริเวณที่พบสารปนเปื้อนในถังบรรจุสารละลาย Entek.....                                            | 18   |
| 4.2 ชนิดและปริมาณ โลหะในสารปนเปื้อน น้ำ DI และสารเคมีในกระบวนการ Entek.....                                 | 20   |
| 4.3 ตัวแปรและระดับของตัวแปรของสารละลาย Entek ที่มีผลต่อการเกิดสารปนเปื้อนใน<br>ถังบรรจุสารละลาย Entek ..... | 26   |
| 4.4 การทดลองแบบ Full factorial design จำนวนการทดลอง $2^4 = 16$ การทดลอง .....                               | 26   |
| 4.5 ผลการทดสอบตัวแปรต่อการเกิดสารปนเปื้อนในถังบรรจุสารละลาย Entek .....                                     | 27   |
| 4.6 ชนิดและปริมาณ โลหะในสารปนเปื้อนที่ได้จากการทดสอบในระดับห้องปฏิบัติการ .....                             | 30   |
| ข.1 ค่าตัวแปรและวิธีการปรับค่าตัวแปรของสารละลาย Entek .....                                                 | 47   |





# สารบัญรูป

| รูปที่ | หน้า                                                                                                                                                                                                                                                                                                       |
|--------|------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|
| 2.1    | แผงวงจรพิมพ์ไฟฟ้าชนิดยืดหยุ่น ได้แบบ Single side..... 3                                                                                                                                                                                                                                                    |
| 2.2    | กระบวนการ Front process ..... 4                                                                                                                                                                                                                                                                            |
| 2.3    | กระบวนการ Middle process ..... 4                                                                                                                                                                                                                                                                           |
| 2.4    | กระบวนการ Back process ..... 5                                                                                                                                                                                                                                                                             |
| 2.5    | กระบวนการ Assembly process ..... 5                                                                                                                                                                                                                                                                         |
| 2.6    | ขั้นตอนย่อยของกระบวนการ Entek ..... 6                                                                                                                                                                                                                                                                      |
| 2.7    | ภาพจำลองกระบวนการ Entek ..... 6                                                                                                                                                                                                                                                                            |
| 2.8    | สูตรโครงสร้างของสารอินทรีย์สำหรับการเคลือบผิวทองแดง..... 9                                                                                                                                                                                                                                                 |
| 2.9    | โครงสร้างชั้นของการเคลือบด้วยสารละลาย Entek..... 9                                                                                                                                                                                                                                                         |
| 2.10   | การจัดเรียงโมเลกุลของผลึกของสารประกอบ Benzimidazole..... 10                                                                                                                                                                                                                                                |
| 2.11   | การเกิดปฏิกิริยาของสารกลุ่ม Azole กับทองแดงรูปแบบต่างๆ (ก) สาร Azole สร้างพันธะ<br>ไอออนิกกับผิวของโลหะทองแดง (ข) การเกิดสารประกอบเชิงซ้อนของสาร Azole กับ<br>ไอออนของทองแดงที่ผิวของโลหะทองแดง (ค) การเกิดสารประกอบเชิงซ้อนของสาร<br>Azole กับไอออนของทองแดงเป็นชั้นฟิล์มอยู่ที่ผิวของโลหะทองแดง ..... 11 |
| 2.12   | โครงสร้างของ $\text{Cu}(\text{BIMDA})_2$ ..... 12                                                                                                                                                                                                                                                          |
| 2.13   | โครงสร้างของ $\text{Cu}(\text{BIMDAH})_2\text{Cl}_2$ ..... 12                                                                                                                                                                                                                                              |
| 2.14   | โครงสร้างของ $\text{Cu}(\text{BIMDAH})_4\text{Cl}_2$ ..... 12                                                                                                                                                                                                                                              |
| 3.1    | แบบจำลองอุปกรณ์และถังบรรจุสารละลาย Entek ..... 14                                                                                                                                                                                                                                                          |
| 3.2    | ชุดจำลองอุปกรณ์และถังบรรจุสารละลาย Entek ..... 14                                                                                                                                                                                                                                                          |
| 3.3    | ถังจำลองถังบรรจุสารละลาย Entek ..... 15                                                                                                                                                                                                                                                                    |
| 4.1    | แผนภูมิแสดงสาเหตุและผลของการเกิดสารปนเปื้อนในกระบวนการ Entek..... 17                                                                                                                                                                                                                                       |
| 4.2    | แบบจำลองอุปกรณ์และถังบรรจุสารละลาย Entek ..... 18                                                                                                                                                                                                                                                          |
| 4.3    | สเปกตรัมของตะกอนสีขาวจากกระบวนการ Entek ..... 21                                                                                                                                                                                                                                                           |
| 4.4    | สเปกตรัมของตะกอนสีม่วงจากกระบวนการ Entek ..... 22                                                                                                                                                                                                                                                          |
| 4.5    | สเปกตรัมของของเหลวหนืดสีน้ำตาลจากกระบวนการ Entek..... 22                                                                                                                                                                                                                                                   |
| 4.6    | ผลการวิเคราะห์หมู่ฟังก์ชันในสารปนเปื้อนจากกระบวนการ Entek ด้วยเครื่อง FT-IR..... 23                                                                                                                                                                                                                        |
| 4.7    | สเปกตรัมมาตรฐานของ Benzimidazole..... 23                                                                                                                                                                                                                                                                   |
| 4.8    | แผนภูมิแสดงสาเหตุและผลของการเกิดสารปนเปื้อนในถังบรรจุสารละลาย Entek..... 24                                                                                                                                                                                                                                |



## สารบัญรูป (ต่อ)

| รูปที่                                                                                                                                                                                                                             | หน้า |
|------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|------|
| 4.9 ตะกอนสีขาวยที่พบจากการทดสอบในระดับห้องปฏิบัติการ.....                                                                                                                                                                          | 28   |
| 4.10 ของเหลวหนืดสีน้ำตาลที่พบจากการทดสอบในระดับห้องปฏิบัติการ .....                                                                                                                                                                | 29   |
| 4.11 การเปลี่ยนสีของตะกอนสีขาวเป็นสีม่วง (ก) ตะกอนสีขาวที่พบ (ข) ตะกอนสีขาวเกิด<br>จุดสีม่วงกระจายอยู่เมื่อผ่านไป 2 วัน (ค) ตะกอนสีขาวส่วนใหญ่เปลี่ยนเป็นสีม่วงเมื่อ<br>ผ่านไป 3 วัน.....                                          | 30   |
| 4.12 ผลการวิเคราะห์ตะกอนสีขาวด้วยเครื่อง FT-IR (ก) ตะกอนจากการทดสอบในระดับ<br>ห้องปฏิบัติการ (ข) การเปรียบเทียบหมู่ฟังก์ชันของตะกอนจากการทดสอบในระดับ<br>ห้องปฏิบัติการกับกระบวนการ Entek .....                                    | 32   |
| 4.13 ผลการวิเคราะห์ตะกอนสีม่วงด้วยเครื่อง FT-IR (ก) ตะกอนจากการทดสอบในระดับ<br>ห้องปฏิบัติการ (ข) การเปรียบเทียบหมู่ฟังก์ชันในตะกอนจากการทดสอบในระดับ<br>ห้องปฏิบัติการกับกระบวนการ Entek .....                                    | 33   |
| 4.14 ผลการวิเคราะห์ของเหลวหนืดสีน้ำตาลด้วยเครื่อง FT-IR (ก) ของเหลวหนืดสีน้ำตาลจาก<br>การทดสอบในระดับห้องปฏิบัติการ (ข) การเปรียบเทียบหมู่ฟังก์ชันในของเหลวหนืดสี<br>น้ำตาลจากการทดสอบในระดับห้องปฏิบัติการกับกระบวนการ Entek..... | 34   |
| 4.15 ไอออนเชิงซ้อน Hexaamminecopper (II) .....                                                                                                                                                                                     | 31   |
| 4.16 ไอออนเชิงซ้อน Tetraamminediaquacopper (II) .....                                                                                                                                                                              | 35   |
| 5.1 ส่วนรองรับสารละลาย Entek.....                                                                                                                                                                                                  | 37   |
| ก.1 ICP – OES .....                                                                                                                                                                                                                | 42   |
| ก.2 FT-IR Spectrometer.....                                                                                                                                                                                                        | 43   |



# บทที่ 1

## บทนำ

### 1.1 ความเป็นมาและความสำคัญของโครงการ

โครงการนี้เป็นงานวิจัยร่วมกับบริษัท เม็กเท็ค แมนูแฟกเจอริ่ง คอร์ปอเรชั่น (ประเทศไทย) จำกัด (MMCT) ซึ่งเป็นหนึ่งในผู้นำการผลิตแผงวงจรพิมพ์ไฟฟ้าชนิดยืดหยุ่นได้ (Flexible printed circuit: FPC) ที่ใช้ในอุตสาหกรรมอิเล็กทรอนิกส์โดยเป็นส่วนของวงจรในฮาร์ดดิสก์ไดรฟ์ โทรศัพท์เคลื่อนที่ กล้องถ่ายภาพดิจิทัล กระบวนการผลิต FPC ประกอบด้วย 1) Front process 2) Middle process 3) Back process และ 4) Assembly process

Middle Process เป็นขั้นตอนการใช้สารละลายที่บริษัทเรียกว่าสารละลาย Entek เคลือบบนตำแหน่งที่บัดกรีโลหะเพื่อติดแผ่นทองแดงที่ใช้ทำ FPC กับชิ้นส่วนอิเล็กทรอนิกส์ เช่น ตัวเชื่อมต่อ ไอซี หรือวงจรรวม (Integrated circuit) เพื่อปิดเส้นลายวงจรบนแผ่นทองแดงไม่ให้ถูกออกซิไดส์และเป็นสนิม และช่วยให้มีการกระจายของโลหะบัดกรีบนพื้นผิวของทองแดงดี สารละลาย Entek เป็นสาร Organic solderability preservative (OSP) ชนิดหนึ่ง องค์ประกอบสำคัญของสารละลาย Entek คือสารประกอบอินทรีย์ประเภท Benzimidazole บริษัทเรียกกระบวนการเคลือบนี้ว่า “กระบวนการ Entek” นอกจากสารละลาย Entek แล้วยังมีสารเคมีอีกหลายชนิดที่ใช้อยู่ในกระบวนการ เช่น สารละลายสำหรับกัดทองแดง (CPE-750) กรดซัลฟิวริก สารปรับค่าความเป็นกรดของสารละลาย Entek ได้แก่ สารละลาย Entek additive และสารปรับค่าความเป็นเบสของสารละลาย Entek ได้แก่ สารละลายแอมโมเนียมไฮดรอกไซด์ เป็นต้น

ปัญหาในกระบวนการ Entek คือพบสารปนเปื้อนลักษณะและสีต่างกันตามตำแหน่งต่างๆ เช่น ลักษณะเป็นตะกอนสีขาวที่โรลเลอร์และเฟือง เป็นตะกอนสีม่วงที่เฟืองและรอบข้างของถังบรรจุสารละลาย Entek เป็นของเหลวหนืดสีน้ำตาลที่ส่วนล่างของถังบรรจุสารละลาย Entek และที่ตัวกรองสารละลาย Entek ตะกอนสีขาวที่โรลเลอร์จะติดชิ้นงานทำให้ไม่สามารถส่งชิ้นงานเข้ากระบวนการในขั้นตอนต่อไปได้ เกิดรีเวิร์ก (Rework) จากการนำชิ้นงานกลับไปทำความสะอาดและต้องล้างถังบรรจุสารละลาย Entek และอุปกรณ์ต่างๆ ทำให้เสียเวลาการผลิตและสารเคมีในการทำความสะอาด

### 1.2 วัตถุประสงค์

เพื่อศึกษาสารปนเปื้อนที่เกิดขึ้นในกระบวนการ Entek



### 1.3 ขอบเขตการศึกษา

- 1.3.1 ศึกษากระบวนการผลิต FPC และสารเคมีที่ใช้ โดยเฉพาะที่กระบวนการ Entek
- 1.3.2 เก็บข้อมูลลักษณะและตำแหน่งของสารปนเปื้อนที่พบในกระบวนการ Entek
- 1.3.3 ระดมสมองโดยใช้หลักการ 4 M (Man, Machine, Materials, Method) เพื่อหาสาเหตุที่เป็นไปได้ของการเกิดสารปนเปื้อนในกระบวนการ Entek ด้วยแผนภูมิแสดงสาเหตุและผล
- 1.3.4 วิเคราะห์ชนิดและปริมาณโลหะในตัวอย่างสารปนเปื้อน น้ำที่ปราศจากไอออน (Deionized water) และสารเคมีต่างๆ ที่ใช้ในกระบวนการ Entek ด้วยเครื่อง ICP-OES (Inductively Couple Plasma-Optical Emission Spectrometer) และวิเคราะห์หมู่ฟังก์ชันในสารปนเปื้อนด้วยเครื่อง FT-IR (Fourier Transform Infrared Spectrometer)
- 1.3.5 วิเคราะห์ตัวแปรที่คาดว่าจะป็นสาเหตุของการเกิดสารปนเปื้อนในกระบวนการ Entek
- 1.3.6 ออกแบบการทดลองแฟกทอเรียลแบบเต็ม (Full factorial design) แบบ 2<sup>n</sup> จากตัวแปรที่คาดว่าจะป็นสาเหตุของการเกิดสารปนเปื้อน และทดสอบในระดับห้องปฏิบัติการเพื่อหาสาเหตุของการเกิดสารปนเปื้อน
- 1.3.7 วิเคราะห์หมู่ฟังก์ชันในสารปนเปื้อนที่พบจากการทดสอบในระดับห้องปฏิบัติการด้วยเครื่อง FT-IR เพื่อเปรียบเทียบกับหมู่ฟังก์ชันในสารปนเปื้อนที่พบในกระบวนการ Entek
- 1.3.8 สรุปผลและเขียนรายงาน

### 1.4 ประโยชน์ที่ได้รับ

- 1.4.1 ทราบองค์ประกอบในสารปนเปื้อนที่พบในกระบวนการ Entek
- 1.4.2 ทราบสาเหตุที่เป็นไปได้ และแนวทางที่จะลดการเกิดสารปนเปื้อน



## บทที่ 2

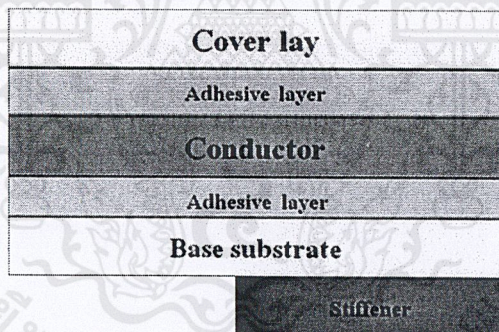
### ทฤษฎีและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

#### 2.1 แผงวงจรพิมพ์ไฟฟ้าชนิดยืดหยุ่นได้ [1-2]

แผงวงจรพิมพ์ไฟฟ้าชนิดยืดหยุ่นได้มีโครงสร้างบางและสามารถโค้งงอได้ขณะใช้งาน (Flexible printed circuit: FPC) แตกต่างจากแผงวงจรพิมพ์ชนิดแข็ง (Printed circuit board: PCB) แผงวงจรพิมพ์ไฟฟ้าชนิดยืดหยุ่นได้แบ่งตามความซับซ้อนของวงจรได้ 3 ประเภท คือ

1. Single side FPC มีชั้นของตัวนำที่ทำหน้าที่เป็นเส้นลายวงจร 1 ชั้น
2. Double side FPC มีชั้นของตัวนำที่ทำหน้าที่เป็นเส้นลายวงจร 2 ชั้น
3. Multilayer FPC มีชั้นของตัวนำที่ทำหน้าที่เป็นเส้นลายวงจร 2 ชั้นขึ้นไป

บริษัทเม็กเท็ค แมนูแฟกเจอริ่ง คอร์ปอเรชั่น (ประเทศไทย) จำกัด ผลิตแผงวงจรไฟฟ้าชนิดยืดหยุ่นได้แบบ Single side ซึ่งมีโครงสร้างและวัสดุที่เป็นองค์ประกอบ ดังรูปที่ 2.1



รูปที่ 2.1 แผงวงจรพิมพ์ไฟฟ้าชนิดยืดหยุ่นได้แบบ Single side

1. Cover lay เป็นชั้นที่ปกคลุมผิวหน้าของเส้นลายวงจรเพื่อป้องกันความเสียหายจากการเกิดสนิมและรอยขีดข่วน วัสดุที่ใช้ทั่วไป เช่น Polyimide film, PET film และ Flexible solder mask
2. Adhesive layer เป็นชั้นที่ทำหน้าที่ยึดชั้นของ Cover lay กับ Conductor และ Conductor กับ Base substrate วัสดุที่ใช้ทั่วไป เช่น Acrylic resin, Epoxy resin, Phenolic resin และ Pressure-sensitive adhesive



3. Conductor เป็นชั้นของตัวนำซึ่งปกติคือทองแดง ทำหน้าที่เป็นเส้นลายวงจรนำไฟฟ้าของ FPC วัสดุที่ใช้ทั่วไป เช่น Rolled and annealed copper foil, Electro deposited copper foil และ Stainless steel foil

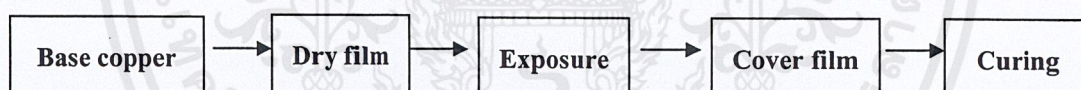
4. Base substrate เป็นชั้นรองรับ เพื่อป้องกันความเสียหายของเส้นลายวงจรจากการเกิดสนิม และรอยขีดข่วน วัสดุที่ใช้ทั่วไป เช่น Polyimide film, PET film และ Polyester film

5. Stiffener เป็นชั้นเพิ่มความแข็งแรงให้แก่ส่วนที่ต้องติดอุปกรณ์อิเล็กทรอนิกส์ วัสดุที่ใช้ทั่วไป เช่น Resin glass พลาสติกผสมโลหะ

## 2.2 กระบวนการผลิตแผงวงจรพิมพ์ไฟฟ้าชนิดยืดหยุ่นได้

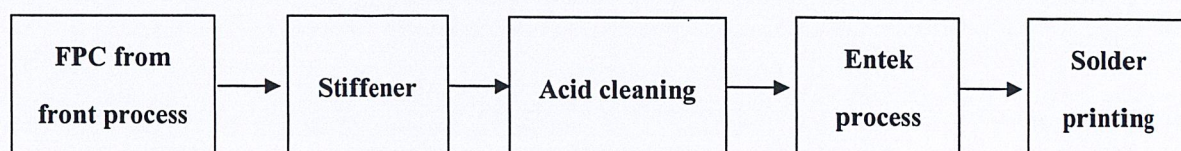
กระบวนการผลิตแผงวงจรพิมพ์ไฟฟ้าชนิดยืดหยุ่นได้ มี 4 ขั้นตอน ดังนี้

กระบวนการที่ 1: Front process มีขั้นตอน ดังรูปที่ 2.2 นำ Base copper (แผ่นทองแดงที่ติด Base film) มาติด Dry film เพื่อช่วยการขึ้นรูปเส้นลายวงจร จากนั้นจะฉายแสงอัลตราไวโอเลตใน ขั้นตอน Exposure ให้เกิดเป็นเส้นลายวงจร แล้วนำ Cover film ติดบน Base copper และอบให้ความร้อน (Curing) เพื่อให้ Cover film ยึดติดกับ Base copper หลังจากผ่าน Front process จะเรียก Base copper ว่า FPC



รูปที่ 2.2 กระบวนการ Front process

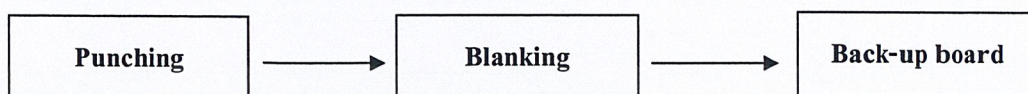
กระบวนการที่ 2: Middle process มีขั้นตอน ดังรูปที่ 2.3 ติด FPC กับ Stiffener เพื่อเพิ่มความแข็งแรง แล้วล้างทำความสะอาดผิวหน้าของ FPC ด้วยกรด (Acid cleaning) โดยใช้กรดซัลฟิวริก แล้วเคลือบผิวด้วยสารละลาย Entek จากนั้นบัดกรีโลหะผสม เช่น SAC (Sn-Ag-Cu solder) ลงบน FPC ใน ขั้นตอน Solder printing ตามรูปแบบของงานที่ต้องการ



รูปที่ 2.3 กระบวนการ Middle process

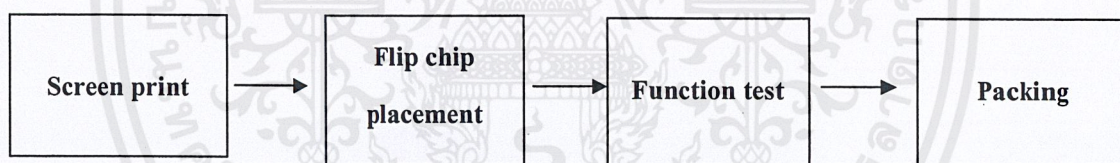


กระบวนการที่ 3: Back process มีขั้นตอน ดังรูปที่ 2.4 เจาะรู (Punching) FPC ตามตำแหน่งที่ออกแบบไว้ และตัดชิ้นงานออก (Blanking) ก่อนติดกับ Back-up board เพื่อเสริมความแข็งแรงและช่วยระบายความร้อนจากชิ้นส่วนอิเล็กทรอนิกส์ที่จะติดบน FPC ในกระบวนการ Assembly process



รูปที่ 2.4 กระบวนการ Back process

กระบวนการที่ 4: Assembly process มีขั้นตอนดังรูปที่ 2.5 สกรีนโลหะผสมลงบน FPC แล้วติดชิ้นส่วนอิเล็กทรอนิกส์กับ FPC (Flip chip placement) จากนั้นผ่านการอบให้ความร้อนเพื่อให้โลหะบัดกรีเชื่อมชิ้นส่วนอิเล็กทรอนิกส์กับ FPC จากนั้นตรวจสอบค่าทางกระแสไฟฟ้า และความสมบูรณ์ของการเชื่อม FPC (Function test) และชิ้นส่วนอิเล็กทรอนิกส์ บรรจุ FPC ที่สมบูรณ์ลงกล่องเพื่อส่งมอบให้กับลูกค้า

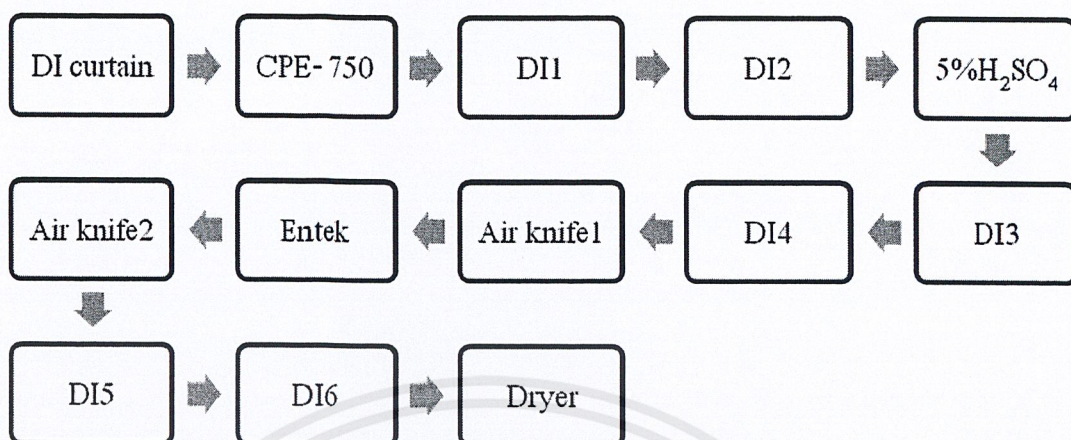


รูปที่ 2.5 กระบวนการ Assembly process

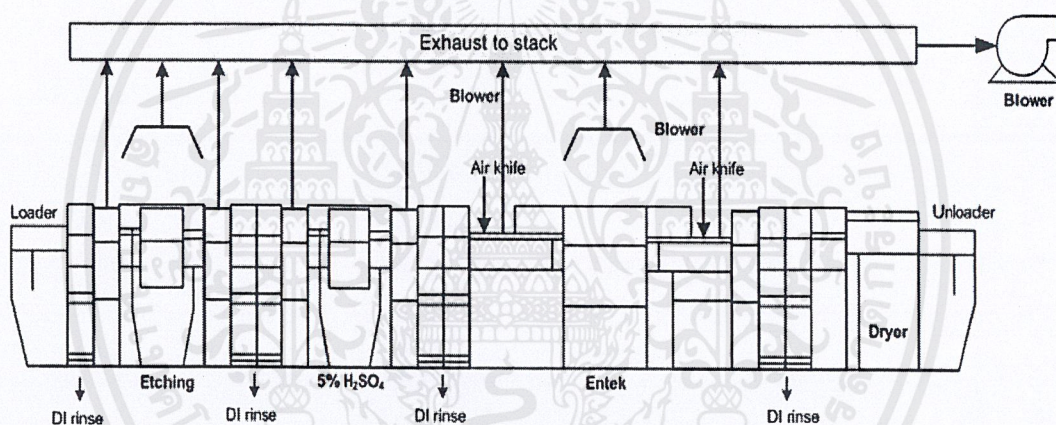
## 2.3 รายละเอียดของกระบวนการ Entek [3-7]

กระบวนการ Entek เป็นส่วนหนึ่งของ Middle process ซึ่งมี 7 ขั้นตอนย่อย ดังรูปที่ 2.6 ได้แก่ DI curtain การกัดทองแดงด้วยสารละลาย CPE-750 (Etching) การล้าง FPC ด้วยสารละลายกรดซัลฟิวริกเข้มข้น 5% โดยปริมาตร การใช้อากาศด้วยระบบ Air knife การเคลือบ FPC ด้วยสารละลาย Entek การล้าง FPC ด้วยน้ำ DI และการอบแห้ง FPC รูปที่ 2.7 แสดงภาพจำลองของกระบวนการ Entek





รูปที่ 2.6 ขั้นตอนย่อยของกระบวนการ Entek



รูปที่ 2.7 ภาพจำลองกระบวนการ Entek

แต่ละขั้นตอนและอุปกรณ์ในกระบวนการ Entek มีหน้าที่ดังนี้

1. DI curtain เป็นการล้าง FPC ด้วยน้ำที่ปราศจากไอออน (Deionized water: DI) เพื่อกำจัดสารปนเปื้อนที่ติดมากับ FPC โดยการสเปรย์น้ำจากหัวจ่ายด้วยความดัน 0.03-0.05 เมกะปาสกาล
2. Etching เป็นขั้นตอนของการใช้สารละลาย CPE-750 กัดทองแดงบริเวณที่จะเคลือบด้วยสารละลาย Entek เพื่อกำจัดออกไซด์และเพิ่มพื้นที่ผิวในการเคลือบ โดยกัดทองแดงออกประมาณ 1.3-1.6 ไมโครเมตร ถ้ากัดต่ำกว่า 1.3 ไมโครเมตร จะทำให้ FPC เกิดสนิมได้ง่าย ความดันในการสเปรย์สารละลาย CPE-750 ประมาณ 0.03-0.05 เมกะปาสกาล



3. สารละลายกรดซัลฟิวริกเข้มข้น 5% โดยปริมาตร ใช้ล้างสารละลาย CPE-750 ออกจาก FPC ก่อนที่จะนำไปเคลือบด้วยสารละลาย Entek ความดันในการสเปรย์ 0.03-0.05 เมกะปาสกาล

4. Air knife เป็นการใช้อากาศเป่าเพื่อกำจัดน้ำ DI และสารเคมีที่ติดอยู่กับ FPC ถ้าความเร็วและทิศทางของอากาศในการเป่าไม่เหมาะสมจะทำให้ FPC เสียหายจากรอยต่างของน้ำ DI หรือสารเคมี

5. Entek เป็นขั้นตอนการเคลือบผิวของทองแดงเพื่อป้องกันการเกิดสนิมด้วยสารละลาย Entek ซึ่งมีอนุพันธ์ของ Benzimidazole เป็นองค์ประกอบหลัก ความหนาของการเคลือบ 0.2-0.5 ไมโครเมตร ความเข้มข้นของสารละลาย Entek บริษัทกำหนดควบคุมที่ 9 และ 14% โดยปริมาตรของสารละลาย Entek Replenisher ซึ่งเป็นสารละลายเริ่มต้นในการเตรียมสารละลาย Entek ส่วนอุณหภูมิและค่าพีเอชที่เหมาะสม คือ 40-47 องศาเซลเซียส และ 2.5-2.8 ตามลำดับ ในกรณีที่ความเข้มข้นและค่าพีเอชสูง และอุณหภูมิต่ำจะเกิดการตกผลึกของสารประกอบ Benzimidazole ซึ่งอาจเป็นสาเหตุของการเกิดสารปนเปื้อน

6. การล้างด้วยน้ำ DI เพื่อล้างสารเคมี สารละลาย Entek และสารปนเปื้อนที่อาจติดมากับ FPC ก่อนส่งเข้าเครื่องอบแห้ง ใช้ความดันในการสเปรย์น้ำ 0.03-0.05 เมกะปาสกาล ค่าพีเอชของ DI6 (รูปที่ 2.6) ไม่ควรต่ำกว่า 5 เพื่อไม่ให้ชั้นของสารละลาย Entek ที่เคลือบ FPC ถูกทำลายด้วยกรด

7. การอบแห้ง FPC ก่อนส่งไปยังต่อไปกระบวนการ Back process อุณหภูมิที่ใช้อบ คือ 50-90 องศาเซลเซียส

8. สายพาน (Conveyor) ทำหน้าที่เป็นตัวส่ง FPC ผ่านแต่ละขั้นตอนของกระบวนการ Entek ความเร็วของสายพาน (Conveyor speed) ขึ้นกับจำนวนของผลิตภัณฑ์ที่ต้องการ ระยะเวลาที่ FPC อยู่ในกระบวนการ (Dwell time) มีผลกระทบมากต่อความหนาของการกัดผิวทองแดงด้วยสารละลาย CPE-750 และความหนาของการเคลือบด้วยสารละลาย Entek ซึ่งมีค่าเพิ่มขึ้นตาม Dwell time โดยปกติจะควบคุมความเร็วของสายพานอยู่ในช่วง 1.9-2.1 เมตรต่อนาที

9. Roller ทำหน้าที่ช่วยพยุงหรือรองรับสายพานให้เคลื่อนที่ไปในแนวเส้นตรงโดยที่ FPC ไม่หลุดจากสายพาน นอกจากนี้ Roller จะช่วยลดการกระเด็นของน้ำ DI และสารเคมีต่างๆ จากถังบรรจุสารละลายอื่นเข้าถังบรรจุสารละลาย Entek ควรตรวจสอบสภาพและล้างทำความสะอาด Roller อย่างสม่ำเสมอ ถ้า Roller สกปรกอาจทำให้เกิดคราบสกปรกบน FPC

10. Air exhaust system เป็นระบบที่ใช้ในการดูดไอสารที่ระเหยได้ต่างๆ จากกระบวนการ Entek เช่น ไอของกรดซัลฟิวริก ไอของสารละลาย Entek ไอของสารละลาย CPE-750 เพื่อไม่ให้เป็นอันตรายต่อพนักงานที่ปฏิบัติงานอยู่ในสายการผลิต แต่ถ้าอัตราการดูดไอสารสูงเกินไป อาจทำให้



สมบัติของสารละลาย Entek เช่น ความเข้มข้น ค่าพีเอช เปลี่ยนแปลงได้ จึงควรปรับอัตราการดูดไของสารที่ระเหยได้ให้เหมาะสม

11. Spray nozzles ทำหน้าที่สเปรย์น้ำ DI และสารเคมีลงบน FPC โดยกำหนดความดันในการสเปรย์ 0.03-0.05 เมกะปาสกาล ถ้าความดันในการสเปรย์สูงเกินไป อาจทำให้ FPC เสียหายได้ เช่น ผิวของการเคลือบด้วยสารละลาย Entek จะถูกทำลาย แต่ถ้าต่ำเกินไปอาจทำให้น้ำ DI หรือสารเคมีสัมผัสกับ FPC ไม่ได้ คุณภาพของผลิตภัณฑ์ที่ได้จะต่ำกว่ามาตรฐาน เช่น ความหนาของการเคลือบด้วยสารละลาย Entek ไม่อยู่ในช่วงที่กำหนดหรือไม่สม่ำเสมอ

## 2.4 การปรับปรุงคุณภาพของสารละลาย Entek [7]

สมบัติของสารละลาย Entek สำคัญต่อคุณภาพของ FPC และเปลี่ยนแปลงตามระยะเวลาของการใช้งานคือเมื่อระยะเวลาของการใช้งานเพิ่มขึ้น ค่าพีเอชจะเพิ่มขึ้นเนื่องจากการระเหยของกรดฟอริกที่เป็นองค์ประกอบหนึ่งในสารละลาย Entek ส่วนความเข้มข้นของสารละลาย Entek จะลดลงเพราะถูกใช้ในการเคลือบ FPC และเพราะมีน้ำ DI จากขั้นตอนต่างๆ ปนเข้ามา อย่างไรก็ตามการปรับความเข้มข้นของสารละลาย Entek สูง จะทำให้เกิดการตกผลึกของ Benzimidazole

สารปรับปรุงคุณภาพของสารละลาย Entek ดังนี้

1. Entek replenisher ใช้เพิ่มความเข้มข้นของสารละลาย Entek มีองค์ประกอบเป็นอนุพันธ์ของ Benzimidazole และกรดอินทรีย์ การเติมสารละลาย Entek replenisher มีผลต่อความหนาของการเคลือบ FPC

2. แอมโมเนียมไฮดรอกไซด์ ( $\text{NH}_4\text{OH}$ ) บริษัทใช้สารละลายแอมโมเนียมไฮดรอกไซด์ควบคุมค่าพีเอชของสารละลาย Entek ระหว่าง 2.5-2.8 เนื่องจาก Benzimidazole มีความไวในการสร้างชั้นของการเคลือบในช่วงพีเอชนี้ ถ้าค่าพีเอชสูงเกินไปจะทำให้ Benzimidazole มีโอกาสตกผลึก

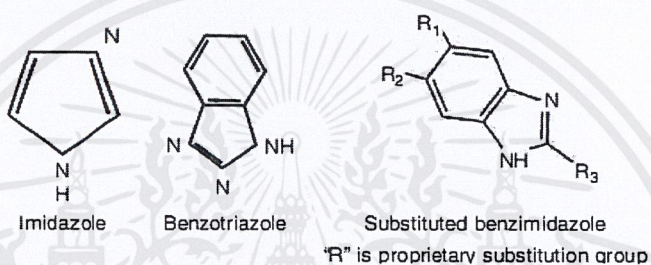
3. Entek additive กรณีที่พบว่าค่าพีเอชของสารละลาย Entek สูงขึ้น จะใช้ Entek additive ปรับลดค่าพีเอช

4. น้ำ DI ใช้เพื่อล้างผิวของ FPC ก่อนและหลังแต่ละขั้นตอนการผลิตของกระบวนการ Entek เพื่อไม่ให้มีไอออนชนิดอื่นปนในสารละลาย Entek ที่ใช้เคลือบ FPC ในขั้นตอน Entek แต่ถ้ามีปริมาณน้ำ DI ในสารละลาย Entek มาก จะทำให้ความเข้มข้นของสารละลาย Entek ลดลง และความหนาของการเคลือบลดลง



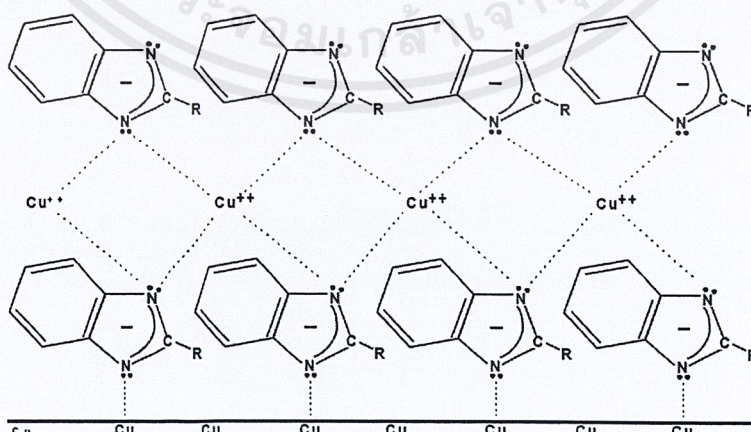
## 2.5 การเคลือบแผ่น FPC ด้วยสารละลายอินทรีย์ Organic solderability preservative (OSP)

การเคลือบปิดผิวทองแดงจะใช้สารอินทรีย์ เช่น Imidazole, Benzotriazole และอนุพันธ์ของ Benzimidazole ที่มีสูตรโครงสร้างดังรูปที่ 2.8 เพื่อป้องกันการเกิดปฏิกิริยาออกซิเดชันของทองแดง ไม่ให้เกิดสนิม และยังช่วยให้การบัดกรีโลหะผสมลงบน FPC เกิดได้ดีขึ้น ความหนาของการเคลือบที่ควบคุมอยู่ในช่วง 0.2-0.5 ไมครอน ถ้าความหนาดำกว่า 0.2 ไมครอน ทองแดงจะถูกออกซิไดส์ได้ง่าย แต่ถ้าความหนาเกิน 0.5 ไมครอน จะสิ้นเปลืองสารเคลือบผิวที่มีราคาสูง



รูปที่ 2.8 สูตรโครงสร้างของสารอินทรีย์สำหรับการเคลือบผิวทองแดง [3]

กลไกของการเคลือบ FPC ชั้นแรกเกิดจากอิเล็คตรอนคู่โดดเดี่ยวของไนโตรเจนในอนุพันธ์ของ Benzimidazole ในสารละลาย Entek เกิดพันธะเคมีกับไอออนของทองแดงบนผิว FPC สำหรับการเคลือบชั้นที่สองเกิดจากไอออนของทองแดงในสารละลาย Entek เกิดพันธะเคมีกับอิเล็คตรอนคู่โดดเดี่ยวของไนโตรเจนในอนุพันธ์ของ Benzimidazole และจะเกิดกลไกเช่นนี้ไปเรื่อยๆ ดังรูปที่ 2.9 จนได้ความหนาตามที่ต้องการ



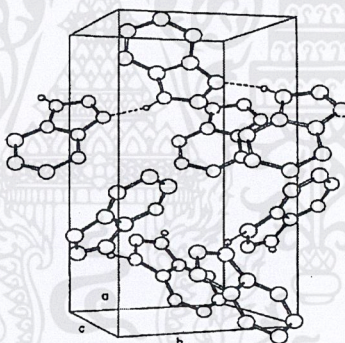
รูปที่ 2.9 โครงสร้างชั้นของการเคลือบด้วยสารละลาย Entek [3]



## 2.6 งานวิจัยที่เกี่ยวข้อง (Literature review)

**Materazzi S. และคณะ [8]** ศึกษาสารประกอบเชิงซ้อนของโลหะทองแดงกับ Benzimidazole ( $\text{CuBenz}_4\text{X}_2$ ) เมื่อ X คือ คลอรีน โบรมีน ไนเตรต และซัลเฟต พบว่าสารประกอบเชิงซ้อนมีสีต่างกัน และเปลี่ยนตามอุณหภูมิ  $\text{CuBenz}_4\text{Cl}_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$  มีสีน้ำเงิน  $\text{CuBenz}_4\text{Br}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$  มีสีเทา  $\text{CuBenz}_4(\text{NO}_3)_2$  และ  $\text{CuBenz}_4(\text{SO}_4) \cdot \text{H}_2\text{O}$  มีสีม่วง

**N. Vijayan และคณะ [9]** ศึกษาการเกิดผลึกของสารประกอบ Benzimidazole ในตัวทำละลาย เมทานอล พบว่าผลึกเกิดจากการระเหยของเมทานอลที่อุณหภูมิห้อง (35 องศาเซลเซียส) อย่างช้าๆ ลักษณะผลึกเป็นทรงสี่เหลี่ยมด้านไม่เท่าหรือออร์โธโรมบิก (Orthorhombic) มีขนาดผลึกสม่ำเสมอ ระหว่าง 125-150 ไมโครเมตร ดังรูปที่ 2.10 และจากการวิเคราะห์ทางความร้อนโดยใช้หลักการ TGA/DTA ระหว่างอุณหภูมิ 20-600 องศาเซลเซียส พบว่าผลึกของสารประกอบ Benzimidazole หลอมเหลวที่อุณหภูมิ 173 องศาเซลเซียส และจะกลายเป็นไอที่อุณหภูมิ 312 องศาเซลเซียส



รูปที่ 2.10 การจัดเรียงโมเลกุลของผลึกของสารประกอบ Benzimidazole [9]

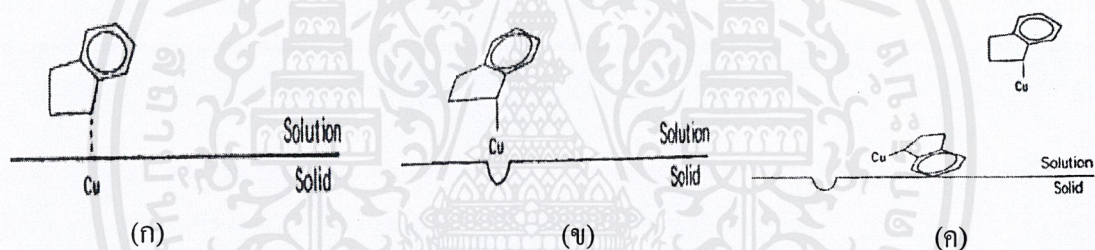
**Rahul Bhattacharya และคณะ [10]** ศึกษาปฏิกิริยารีดอกซ์ของสารประกอบเชิงซ้อน Benzimidazole กับคอปเปอร์ (II) คลอไรด์ พบว่าผลึกของสารประกอบเชิงซ้อน  $(\text{HBz})_2[\text{Cu}_2\text{Cl}_6]$  มีสีน้ำตาล ผลึกของสารประกอบเชิงซ้อน  $(\text{HBz})_2[\text{Cu}_2\text{Cl}_6] \cdot \text{H}_2\text{O}$  มีสีเขียว ผลึกของสารประกอบเชิงซ้อน  $\text{Cu}_2\text{Bz}_2\text{Cl}_2$  และ  $\text{Cu}_2\text{Bz}_2\text{Cl}_4$  มีสีฟ้า

**K. S. Bose และ C. C. Patel [11]** ศึกษาสารประกอบเชิงซ้อนคอปเปอร์ (II) ของ 1-benzyl-2-phenyl-benzimidazole ( $\text{Cu}(\text{BPBI})_2\text{X}_2 \cdot n\text{H}_2\text{O}$ ) และชนิดของลิแกนด์ X คือ คลอรีน โบรมีน และไนเตรต พบว่าสารประกอบเชิงซ้อนที่เกิดขึ้นมีสีและลักษณะต่างกัน  $\text{Cu}(\text{BPBI})_2\text{Cl}_2$  เป็นตะกอนสีเขียว



$\text{Cu}(\text{BPBI})_2\text{Br}_2$  เป็นตะกอนสีน้ำตาล  $\text{Cu}(\text{BPBI})_2(\text{NO}_3)_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$  เป็นตะกอนสีเขียวอมฟ้า และ  $\text{Cu}(\text{BPBI})_2(\text{NO}_3)_2$  เป็นผลึกสีดำ

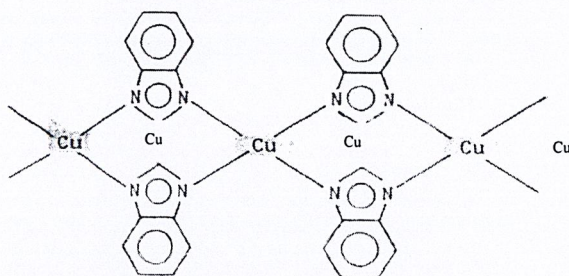
H. G. Tompkins และ S. P. Sharma [12] ศึกษาการทำปฏิกิริยาระหว่างสารกลุ่ม Azole ได้แก่ Imidazole, Benzimidazole, Benzotriazole และ 2-Methyl benzimidazole กับไอออนของทองแดง พบว่าการเกิดปฏิกิริยาที่ผิวของทองแดงมี 3 ลักษณะ แบบแรกสาร Azole จะสร้างพันธะไอออนิกกับผิวของโลหะทองแดง ดังรูปที่ 2.11 (ก) แบบที่สอง เกิดสารประกอบเชิงซ้อนของสาร Azole กับไอออนของทองแดงที่ผิวของโลหะทองแดง ดังรูปที่ 2.11 (ข) แบบสุดท้ายเกิดสารประกอบเชิงซ้อนของสาร Azole กับไอออนของทองแดงที่ผิวของโลหะทองแดง ซึ่งสารประกอบเชิงซ้อนส่วนหนึ่งจะละลายอยู่ในสารละลาย และอีกส่วนหนึ่งจะก่อตัวเป็นชั้นฟิล์มคลุมอยู่ที่ผิวของโลหะทองแดง ชั้นฟิล์มของ Benzimidazole และ 2-Methyl benzimidazole มีความหนาประมาณ 500-1,000 อังสตรอม ดังรูปที่ 2.11 (ค)



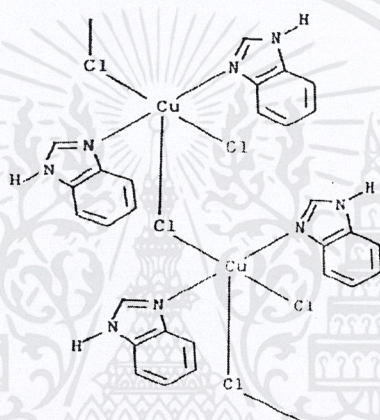
รูปที่ 2.11 การเกิดปฏิกิริยาของสารกลุ่ม Azole กับทองแดงรูปแบบต่างๆ (ก) สาร Azole สร้างพันธะไอออนิกกับผิวของโลหะทองแดง (ข) การเกิดสารประกอบเชิงซ้อนของสาร Azole กับไอออนของทองแดงที่ผิวของโลหะทองแดง (ค) การเกิดสารประกอบเชิงซ้อนของสาร Azole กับไอออนของทองแดงเป็นชั้นฟิล์มอยู่ที่ผิวของโลหะทองแดง

Denis P. Drolet และคณะ [13] วิเคราะห์สารประกอบเชิงซ้อนของคอปเปอร์ (II) กับ Imidazole Benzimidazole และ Benzotriazole ด้วยวิธี FT-IR และ XPS พบว่าสารประกอบเชิงซ้อน  $\text{Cu}(\text{BIMDA})_2$  มีสีแดง  $\text{Cu}(\text{BIMDAH})_2\text{Cl}_2$  มีสีเขียว และ  $\text{Cu}(\text{BIMDAH})_4\text{Cl}_2$  มีสีฟ้า ตามโครงสร้างดังรูปที่ 2.11-2.13

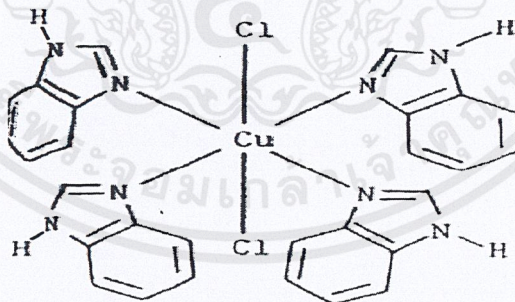




รูปที่ 2.12 โครงสร้างของ  $\text{Cu}(\text{BIMDA})_2$  [13]



รูปที่ 2.13 โครงสร้างของ  $\text{Cu}(\text{BIMDAH})_2\text{Cl}_2$  [13]



รูปที่ 2.14 โครงสร้างของ  $\text{Cu}(\text{BIMDAH})_4\text{Cl}_2$  [13]

จากงานวิจัยที่เกี่ยวข้องดังกล่าวพบว่าสารประกอบเชิงซ้อนของ Benzimidazole กับไอออนของทองแดงมีสีต่างกันขึ้นกับชนิดของไอออนที่สร้างพันธะ เช่น  $(\text{HBz})_2[\text{Cu}_2\text{Cl}_6]$  มีสีน้ำตาลเนื่องจากไอออนของคลอไรด์  $(\text{HBz})_2[\text{Cu}_2\text{Cl}_4] \cdot \text{H}_2\text{O}$  มีสีเขียวเนื่องจากไอออนของคลอไรด์และโมเลกุลน้ำ ดังนั้นจึงนำไปเป็นแนวทางในการศึกษาและวิเคราะห์สารปนเปื้อนในกระบวนการ Entek



### บทที่ 3

## ขั้นตอนการดำเนินงาน

โครงการนี้ต้องการหาสาเหตุของการเกิดสารปนเปื้อนในกระบวนการ Entek ที่อยู่ใน Middle process ของกระบวนการผลิต FPC ซึ่งประกอบด้วย 1) Front process 2) Middle process 3) Back process และ 4) Assembly process ในเบื้องต้นศึกษาทุกกระบวนการในการผลิต FPC และเน้นกระบวนการ Entek จากนั้นวิเคราะห์สารเคมีที่ใช้ ตัวอย่างสารปนเปื้อนที่พบในกระบวนการ Entek แล้ววิเคราะห์ตัวแปรของการเกิดสารปนเปื้อน จากผลการวิเคราะห์สารปนเปื้อนที่พบในการทดสอบระดับห้องปฏิบัติการเปรียบเทียบกับที่พบในกระบวนการ Entek

### 3.1 การวิเคราะห์สาเหตุของการเกิดสารปนเปื้อนในกระบวนการ Entek

#### 3.1.1 ศึกษาลักษณะและบริเวณที่พบสารปนเปื้อน

3.1.2 วิเคราะห์ชนิดและปริมาณโลหะในตัวอย่างสารปนเปื้อน น้ำ DI และสารเคมีต่างๆ ในกระบวนการ Entek ด้วยเครื่อง ICP-OES รุ่น Optima 2100 DV AS93PLUS และวิเคราะห์หมู่ฟังก์ชันในสารปนเปื้อนด้วยเครื่อง FT-IR รุ่น Nicolet 6700 (น้ำ DI และสารเคมีเก็บวันละ 2 ครั้ง คือ ช่วงเช้าเวลา 10.00 น. และช่วงบ่ายเวลา 15.00 น.) รายละเอียดและหลักการของเครื่องมือวิเคราะห์แสดงในภาคผนวก ก

3.1.3 ระดมสมองเพื่อหาสาเหตุที่เป็นไปได้ของการเกิดสารปนเปื้อน ด้วยแผนภูมิแสดงสาเหตุและผล โดยใช้หลักการ 4 M (Man, Machine, Material, Method) และวิเคราะห์ตัวแปรที่คาดว่าจะมีผลต่อการเกิดสารปนเปื้อนในกระบวนการ Entek

### 3.2 การทดสอบในระดับห้องปฏิบัติการ

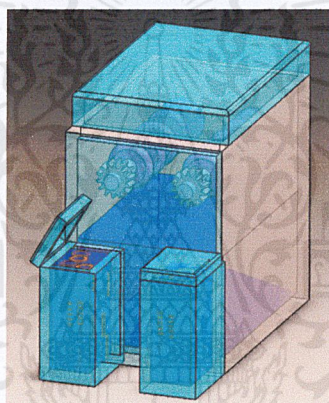
ออกแบบการทดลองแบบ Full factorial design [14] แบบ  $2^n$  จากตัวแปรที่คาดว่าจะมีผลต่อการเกิดสารปนเปื้อนจากผลการวิเคราะห์ด้วยแผนภูมิแสดงสาเหตุและผล เพื่อทดสอบในระดับห้องปฏิบัติการซึ่งจำลองตามกระบวนการผลิตของบริษัท

#### อุปกรณ์และสารเคมีที่ใช้

1. เครื่องแก้วสำหรับเตรียมสารเคมี เช่น บีกเกอร์ ปีเปต ขวดวัดปริมาตร ขวดรูปชมพู่ กระบอกตวง แท่งคนสาร เป็นต้น



2. ชุดจำลองโรตเลอรี เฟือง และถังบรรจุสารละลาย Entek ตามกระบวนการของบริษัท ดังรูป  
ที่ 3.1-3.3
3. เครื่อง UV Spectrophotometer รุ่น UV-1800
4. พีเอชมิเตอร์
5. สารละลาย Entek replenisher
6. สารละลาย Entek additive
7. สารละลายแอมโมเนียเข้มข้น 25% โดยปริมาตร
8. สารละลายกรดฟอสฟอริกเข้มข้น 98% โดยปริมาตร
9. สารละลายกรดซัลฟิวริกเข้มข้น 1% โดยปริมาตร
10. น้ำ DI



รูปที่ 3.1 แบบจำลองอุปกรณ์และถังบรรจุสารละลาย Entek



รูปที่ 3.2 ชุดจำลองอุปกรณ์และถังบรรจุสารละลาย Entek

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้





รูปที่ 3.3 ถังจำลองถังบรรจุสารละลาย Entek

#### วิธีการทดลอง

1. เตรียมสารละลาย Entek ตามความเข้มข้น ค่าพีเอช ตามข้อกำหนดของบริษัท รายละเอียดแสดงในภาคผนวก ข
2. นำสารละลาย Entek ที่เตรียมได้มาทดสอบตัวแปรและภาวะตามการออกแบบการทดลอง
3. เก็บตัวอย่างสารละลาย Entek ทุก 1 ชั่วโมง มาวัดความเข้มข้น อุณหภูมิ และค่าพีเอช และสังเกตการเปลี่ยนแปลงที่เกิดขึ้น ทำการทดลองจนครบ 4 ชั่วโมง กรณีเกิดสารปนเปื้อนเก็บตัวอย่างไปวิเคราะห์ชนิดและปริมาณโลหะด้วยเครื่อง ICP-OES รุ่น Optima 2100 DV AS93PLUS และวิเคราะห์หมู่ฟังก์ชันด้วยเครื่อง FT-IR รุ่น Nicolet 6700
4. หลังจากทดลองเสร็จ 1 ชุดการทดลอง ทำความสะอาดชุดจำลองอุปกรณ์และถังบรรจุสารละลาย Entek ด้วยสารละลายกรดซัลฟิวริกเข้มข้น 1% โดยปริมาตร แล้วแช่ทิ้งไว้อย่างน้อย 3 ชั่วโมง เพื่อทำการทดลองที่ภาวะอื่นต่อไป ตามวิธีปฏิบัติงานในกระบวนการผลิตของบริษัท



## บทที่ 4

### ผลการดำเนินงานและการวิเคราะห์ผล

#### 4.1 สาเหตุที่เป็นไปได้ของการเกิดสารปนเปื้อนในกระบวนการ Entek

การระดมสมองเพื่อวิเคราะห์สาเหตุที่เป็นไปได้ทั้งหมดของการเกิดสารปนเปื้อนสีขาว สีม่วง และสีน้ำตาลในกระบวนการ Entek ใช้หลักการ 4 M (Man, Machine, Materials, Method) ด้วยแผนภูมิแสดงเหตุและผล แสดงดังรูปที่ 4.1 สรุปสาเหตุสำคัญที่เกี่ยวข้อง ได้แก่ ความเข้มข้น อุณหภูมิ และค่าพีเอชของสารละลาย Entek ไม่อยู่ในช่วงที่ควบคุม

ก. สาเหตุที่ส่งผลให้ความเข้มข้นของสารละลาย Entek ไม่อยู่ในช่วงที่ควบคุม เช่น

- พนักงานในกระบวนการผลิตอาจเตรียมหรือปรับความเข้มข้นของสารละลายผิด
- สารเคมีจากขั้นตอนอื่นในกระบวนการ Entek กระเด็นเข้ามาในถังบรรจุสารละลาย Entek

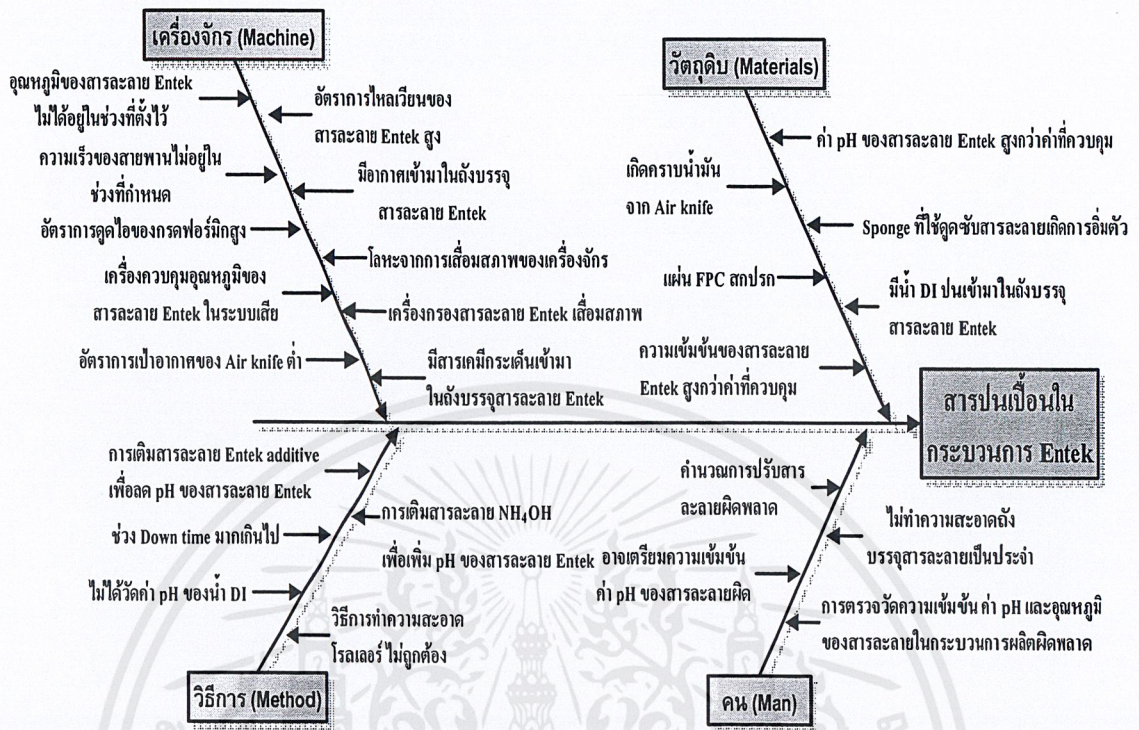
ข. สาเหตุที่ส่งผลให้อุณหภูมิของสารละลาย Entek ไม่อยู่ในช่วงที่ควบคุม เพราะบางครั้งเครื่องควบคุมอุณหภูมิของสารละลาย Entek เสีย

ค. สาเหตุที่ส่งผลให้ค่าพีเอชของสารละลาย Entek ไม่อยู่ในช่วงที่ควบคุม เช่น

- พนักงานในกระบวนการผลิตอาจเตรียมหรือปรับค่าพีเอชของสารละลาย Entek ผิด
- อัตราการดูดไอของกรดฟอสฟอริกสูงทำให้สารละลาย Entek มีค่าพีเอชสูงขึ้น
- การเติมสารละลายแอมโมเนียมไฮดรอกไซด์เพื่อเพิ่มค่าพีเอชของสารละลาย Entek
- การเติมสารละลาย Entek additive เพื่อลดค่าพีเอชของสารละลาย Entek
- มีน้ำ DI ปนเข้ามาในถังบรรจุสารละลาย Entek ทำให้ค่าพีเอชของสารละลาย Entek สูงขึ้น (เพราะน้ำ DI มีไอออนปนเปื้อน ดูผลการวิเคราะห์ในตารางที่ 4.2)

พบสารปนเปื้อนในกระบวนการ Entek มีลักษณะเป็นตะกอนสีขาว สีม่วง และของเหลวหนืดสีน้ำตาลภายในถังบรรจุสารละลาย Entek ดังนั้นจึงสนใจตรวจวิเคราะห์สารที่เกี่ยวข้องต่าง ๆ ในกระบวนการ Entek เพื่อหาชนิดและปริมาณของโลหะในสารปนเปื้อน น้ำ DI และสารเคมีต่างๆ ที่ใช้ในกระบวนการ Entek และพิจารณาสาเหตุการเกิดสารปนเปื้อนภายในถังบรรจุสารละลาย Entek





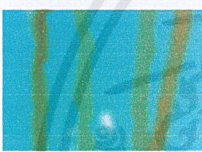
รูปที่ 4.1 แผนภูมิแสดงสาเหตุและผลของการเกิดสารปนเปื้อนในกระบวนการ Entek

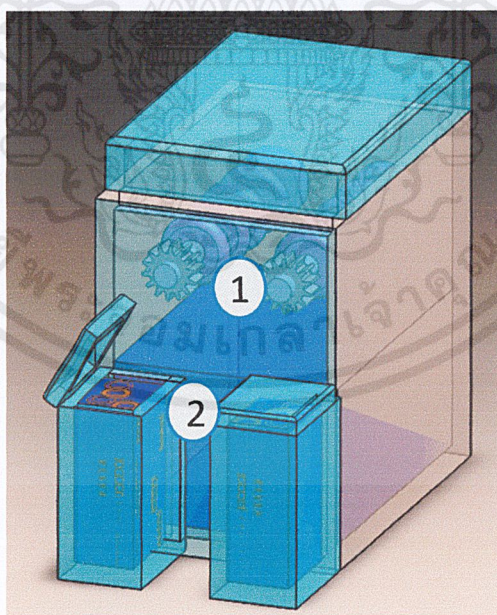
## 4.2 ลักษณะและบริเวณที่พบสารปนเปื้อนในถังบรรจุสารละลาย Entek

จากการสำรวจกระบวนการ Entek พบสารปนเปื้อนภายในถังบรรจุสารละลาย Entek และที่อุปกรณ์ในถัง ได้แก่ โรลเลอร์และเฟือง สารปนเปื้อนมีลักษณะและสีต่างกันตามตำแหน่งที่พบ ดังตารางที่ 4.1 พบได้ 2 บริเวณ ในรูปที่ 4.2 คือ เหนือสารละลาย Entek (รูปที่ 4.2 หมายเลข 1) และบริเวณสารละลาย Entek (รูปที่ 4.2 หมายเลข 2)



ตารางที่ 4.1 ลักษณะและบริเวณที่พบสารปนเปื้อนในถังบรรจุสารละลาย Entek

| ชนิดของสารปนเปื้อน                                                                                           | ลักษณะ                        | บริเวณที่พบ                                                          |
|--------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-------------------------------|----------------------------------------------------------------------|
| 1. สารปนเปื้อนสีขาว<br>     | เป็นของแข็งรวมตัวเป็นก้อนใหญ่ | โรตเตอร์และเฟือง<br>(เหนือสารละลาย Entek)                            |
| 2. สารปนเปื้อนสีม่วง<br>    | เป็นของแข็งไม่รวมตัวเป็นก้อน  | เฟืองและข้างถังบรรจุ<br>สารละลาย Entek<br>(เหนือสารละลาย Entek)      |
| 3. สารปนเปื้อนสีน้ำตาล<br> | เป็นของเหลวหนืดรวมตัวเป็นก้อน | ส่วนล่างของถังและ<br>ตัวกรองสารละลาย Entek<br>(บริเวณสารละลาย Entek) |



รูปที่ 4.2 แบบจำลองอุปกรณ์และถังบรรจุสารละลาย Entek

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



### 4.3 ชนิดและปริมาณของโลหะในสารปนเปื้อน น้ำ DI และสารเคมีต่างๆ

#### ในกระบวนการ Entek ด้วยเครื่อง ICP-OES

ผลการตรวจวิเคราะห์สารที่เกี่ยวข้องต่าง ๆ ในกระบวนการ Entek เพื่อหาสาเหตุของการเกิดสารปนเปื้อน ด้วยเครื่อง ICP-OES ดังตารางที่ 4.2 สรุปดังนี้

1. ในสารปนเปื้อนสีขาว สีม่วง และสีน้ำตาลที่พบมีโลหะทองแดงและสังกะสีเป็นองค์ประกอบหลัก รองลงมาคือ อะลูมิเนียม ส่วนเหล็ก และโครเมียมพบในปริมาณน้อย
2. ในน้ำ DI พบชนิดของโลหะเช่นเดียวกับที่พบในสารปนเปื้อน ได้แก่ สังกะสีปริมาณสูงสุด รองลงมาคือ เหล็ก ทองแดง และอะลูมิเนียม ตามลำดับ สำหรับโครเมียมพบน้อย เนื่องจากกระบวนการ Entek ใช้น้ำ DI ทุกขั้นตอน ดังนั้นคาดว่าโลหะที่พบในสารปนเปื้อนมาจากน้ำ DI
3. พบทองแดงปริมาณมากในของสารละลาย CPE-750 ที่ใช้ในขั้นตอน Etching (เพื่อกำจัดออกไซด์จากผิวทองแดงให้ได้ Active surface สำหรับการเคลือบด้วยสารละลาย Entek ดีไซน์) และ 5%  $H_2SO_4$  ที่ใช้ล้างสารละลาย CPE-750
4. ในสารละลาย Entek พบทองแดงปริมาณมาก เพราะทองแดงเป็นองค์ประกอบในสารละลาย Entek replenisher ที่ใช้เป็นสารละลายเริ่มต้นในการเตรียมสารละลาย Entek
5. สำหรับองค์ประกอบของสารละลาย Entek additive บริษัทไม่ได้รายละเอียดที่ชัดเจนจากตัวแทนจำหน่าย แต่จากการวิเคราะห์พบโครเมียมปริมาณมาก ดังนั้นเนื่องจากสารละลาย Entek additive เป็นสารเริ่มต้นตัวหนึ่งที่ใช้เตรียมสารละลาย Entek ดังนั้นคาดว่าโครเมียมที่พบในสารละลาย Entek มาจากสารละลาย Entek additive



ตารางที่ 4.2 ชนิดและปริมาณโลหะในสารปนเปื้อน น้ำ DI และสารเคมีในกระบวนการ Entek

| ชนิดของสาร                                   | Cu (mg/l) | Al (mg/l) | Zn (mg/l) | Cr (mg/l) | Fe (mg/l) |
|----------------------------------------------|-----------|-----------|-----------|-----------|-----------|
| ตะกอนสีขาว                                   | 2.324     | 0.059     | 1.252     | 0.000     | 0.095     |
| ตะกอนสีม่วง                                  | 26.28     | 0.053     | 1.746     | 0.004     | 0.131     |
| ของเหลวหนืดสีน้ำตาล                          | 11.248    | 0.045     | 2.493     | 0.009     | 0.092     |
| สารละลาย Entek replenisher                   | 514.700   | 0.045     | 1.410     | 0.009     | 0.264     |
| สารละลาย Entek additive                      | 0.168     | 0.030     | 0.000     | 0.655     | 0.054     |
| น้ำ DI เริ่มต้น                              | 0.159     | 0.025     | 0.908     | 0.003     | 0.213     |
| น้ำจาก Water curtain                         | 0.082     | 0.023     | 0.958     | 0.003     | 0.027     |
| สารละลาย CPE-750                             | 562       | 0.371     | 1.036     | 0.021     | 1.495     |
| DI1                                          | 0.105     | 0.016     | 0.489     | 0.003     | 0.031     |
| DI2                                          | 0.061     | 0.078     | 0.492     | 0.009     | 0.151     |
| สารละลาย 5% H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>   | 1.420     | 0.063     | 0.877     | 0.005     | 0.148     |
| DI3                                          | 0.055     | 0.048     | 0.642     | 0.004     | 0.040     |
| DI4                                          | 0.007     | 0.044     | 0.333     | 0.002     | 0.012     |
| สารละลาย Entek                               | 77.180    | 0.065     | 0.495     | 0.054     | 0.198     |
| DI5                                          | 0.028     | 0.019     | 0.289     | 0.003     | 0.012     |
| DI6                                          | 0.017     | 0.029     | 1.520     | 0.003     | 0.183     |
| น้ำจาก Water curtain*                        | 0.410     | 0.074     | 0.652     | 0.004     | 0.195     |
| สารละลาย CPE-750*                            | 480.700   | 0.490     | 1.413     | 0.095     | 1.308     |
| DI1*                                         | 0.314     | 0.034     | 0.458     | 0.004     | 0.057     |
| DI2*                                         | 0.055     | 0.029     | 0.610     | 0.002     | 0.033     |
| สารละลาย 5% H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> * | 1.100     | 0.079     | 0.484     | 0.009     | 0.146     |
| DI3*                                         | 0.034     | 0.018     | 0.978     | 0.004     | 0.023     |
| DI4*                                         | 0.030     | 0.03      | 0.342     | 0.004     | 0.039     |
| สารละลาย Entek*                              | 77.350    | 0.045     | 0.705     | 0.053     | 0.199     |
| DI5*                                         | 0.034     | 0.029     | 0.482     | 0.003     | 0.031     |
| DI6*                                         | 0.018     | 0.022     | 0.220     | 0.003     | 0.031     |

หมายเหตุ \* ค่าที่เก็บช่วงปลายส่วนใหญ่มีค่าสูงกว่าค่าที่เก็บช่วงเช้าในวันเดียวกัน



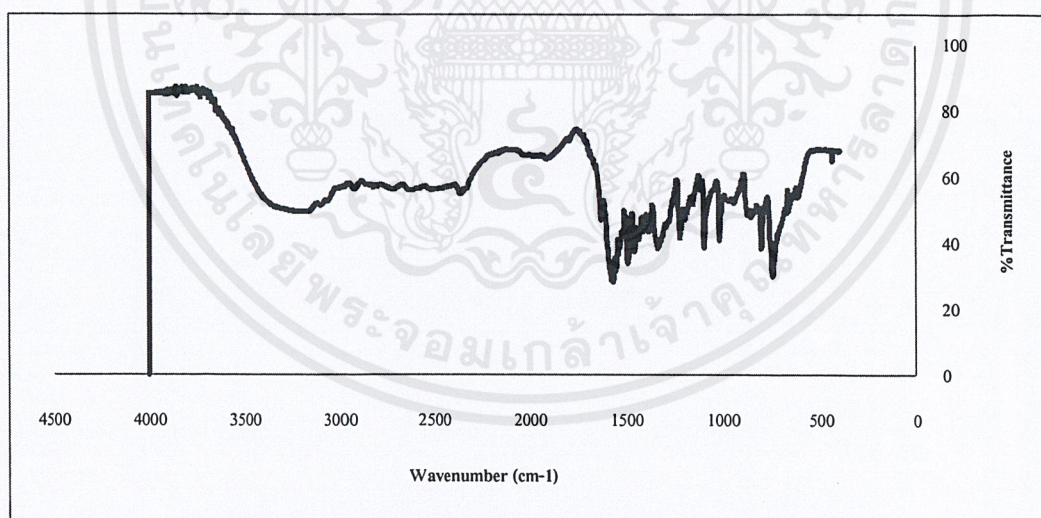
#### 4.4 การวิเคราะห์หมู่ฟังก์ชันในสารปนเปื้อนในกระบวนการ Entek ด้วยเครื่อง FT-IR

ผลการวิเคราะห์สารปนเปื้อนจากกระบวนการ Entek ด้วยเครื่อง FT-IR แสดงในรูปสเปกตรัมของความสัมพันธ์ระหว่างร้อยละของแสงที่ส่องผ่าน (% Transmittance) และ Wavenumber ( $\text{cm}^{-1}$ ) พบว่าสเปกตรัมของสารปนเปื้อนทั้งสามชนิดมีลักษณะคล้ายกัน ดังรูปที่ 4.3-4.5 และแสดงฟังก์ชันของหมู่ฟังก์ชันในสารปนเปื้อน ดังรูปที่ 4.6 ดังนี้

- พิกัดพันธะคู่ของคาร์บอน 4 พิกัด ที่ Wavenumber 1,450 1,500 1,580 และ 1,600 ต่อเซนติเมตร และพิกัดของพันธะเดี่ยวระหว่างคาร์บอนและไฮโดรเจนที่ Wavenumber 750 ต่อเซนติเมตร ซึ่งบ่งบอกถึงวงเบนซีน

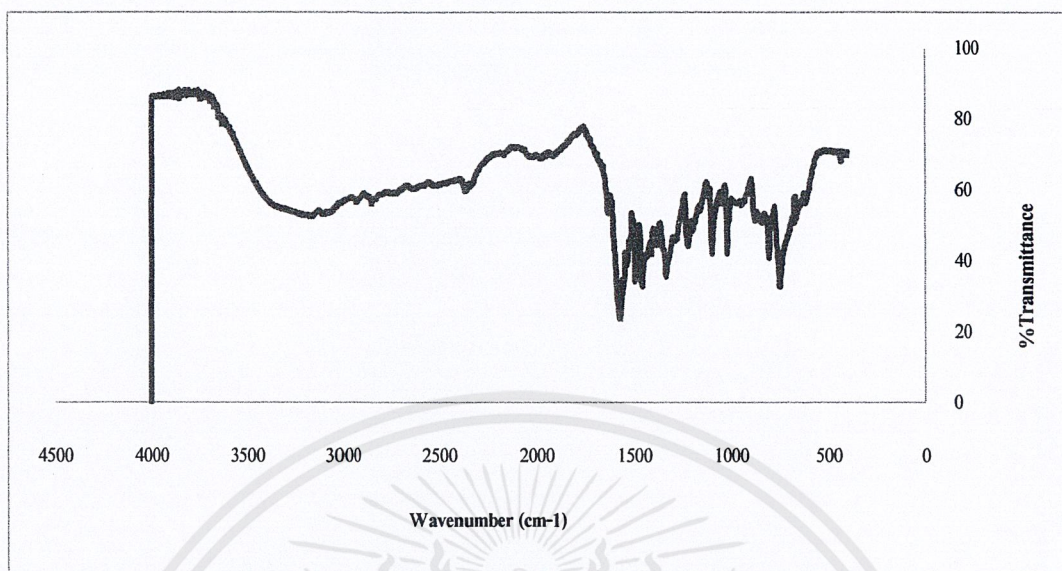
- พิกัดของหมู่เอมีนระหว่าง Wavenumber 3,000-3,500 ต่อเซนติเมตร

วงเบนซีนและหมู่เอมีนที่พบอธิบายได้ว่ามาจากหมู่ฟังก์ชันของ Benzimidazole แสดงผลเปรียบเทียบกับสเปกตรัมของสารปนเปื้อนทั้งสามชนิดเทียบกับสเปกตรัมมาตรฐานของ Benzimidazole [15] ดังรูปที่ 4.7 ลักษณะและตำแหน่งของ 3 พิกัด ที่ Wavenumber ระหว่าง 600-800, 1,200-1,600 และ 3,000-3,500 ต่อเซนติเมตร ใกล้เคียงกับพิกัดของวงเบนซีนและหมู่เอมีนของ Benzimidazole สรุปได้ว่าสารปนเปื้อนทั้งสามชนิดที่พบมีอนุพันธ์ของ Benzimidazole เป็นองค์ประกอบ

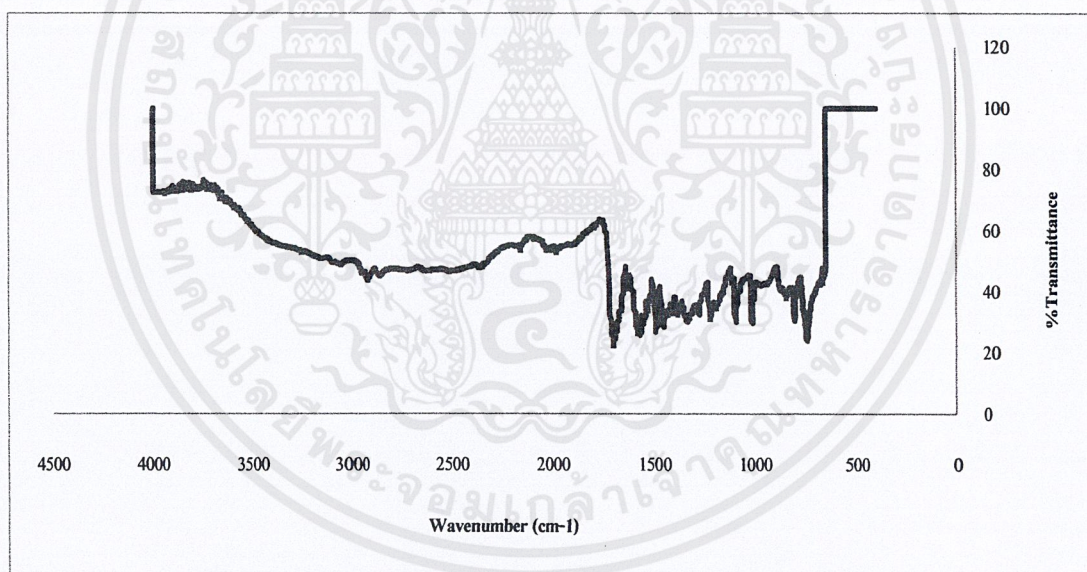


รูปที่ 4.3 สเปกตรัมของตะกอนสีขาวจากกระบวนการ Entek





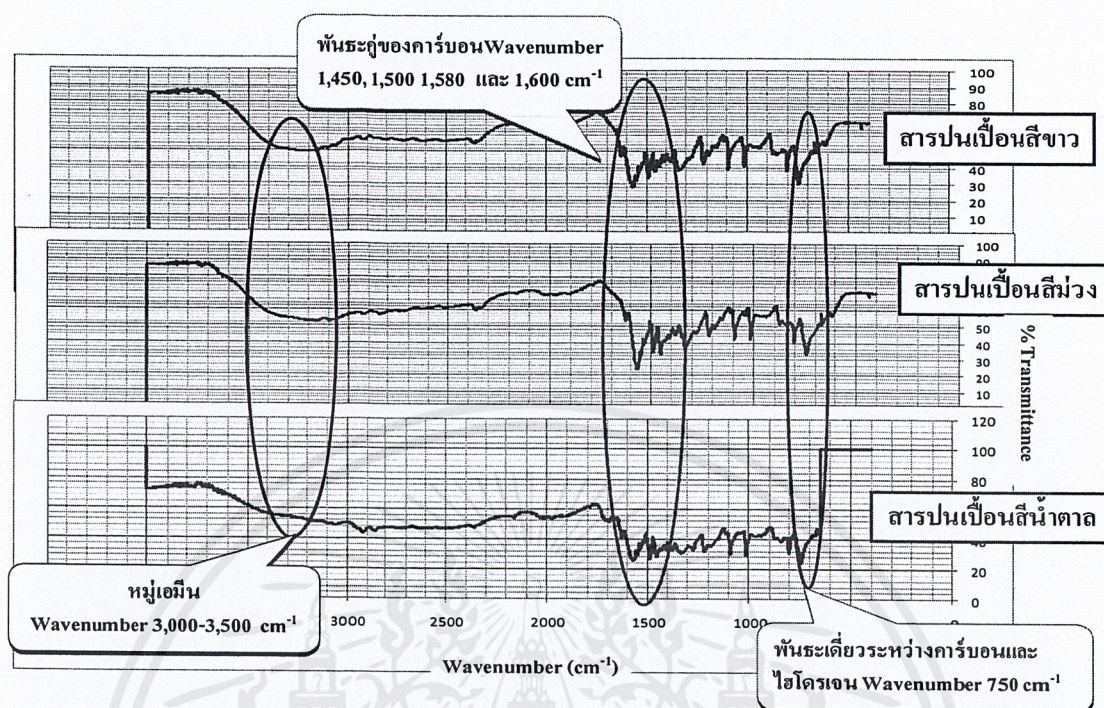
รูปที่ 4.4 สเปกตรัมของตะกอนสีม่วงจากกระบวนการ Entek



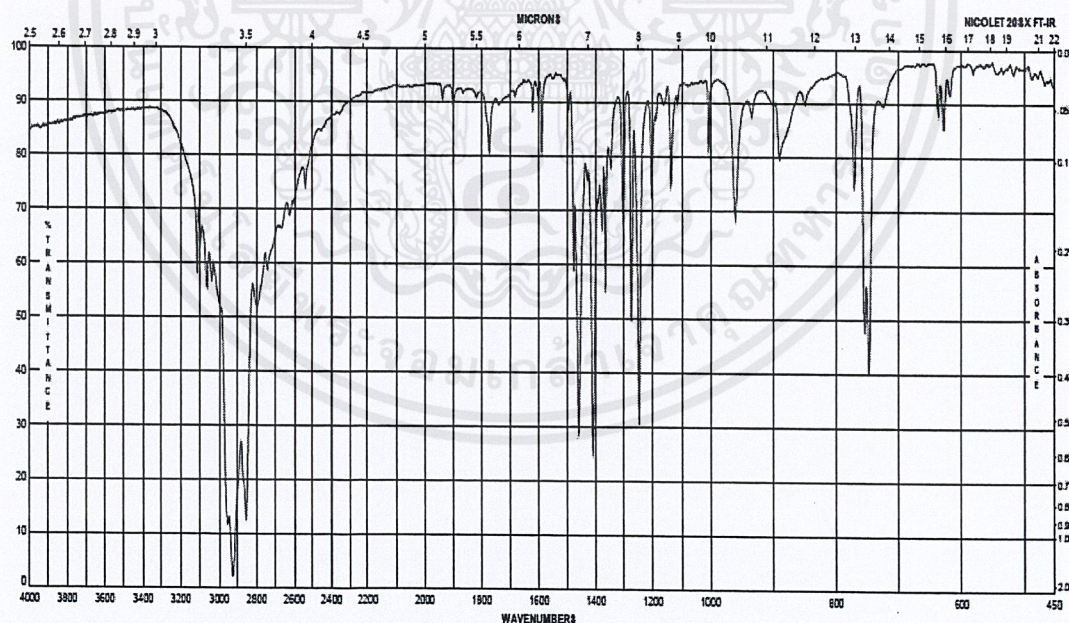
รูปที่ 4.5 สเปกตรัมของของเหลวหนืดสีน้ำตาลจากกระบวนการ Entek

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้





รูปที่ 4.6 ผลการวิเคราะห์หมู่ฟังก์ชันในสารปนเปื้อนจากกระบวนการ Entek ด้วยเครื่อง FT-IR

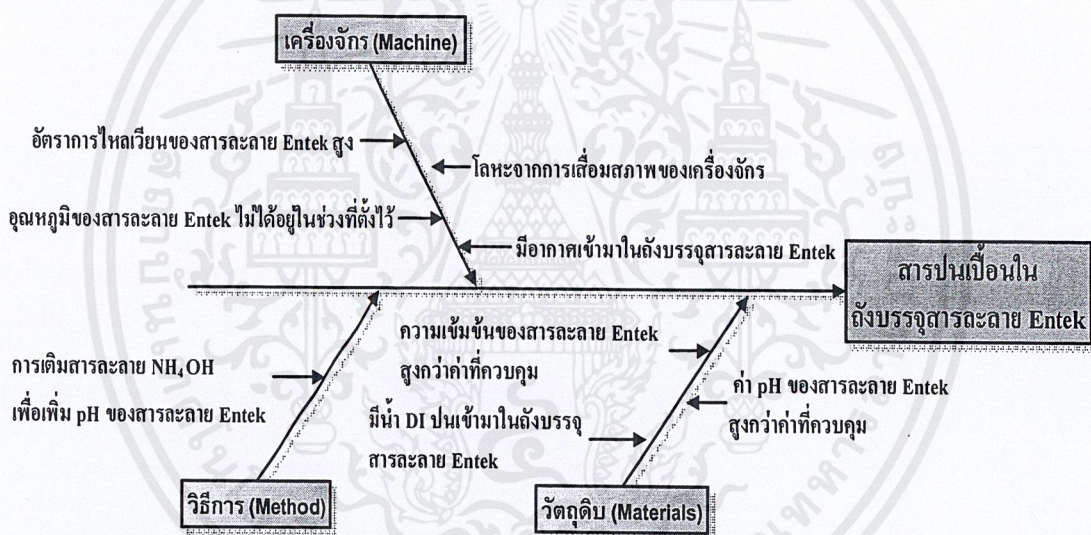


รูปที่ 4.7 สเปกตรัมมาตรฐานของ Benzimidazole [15]



#### 4.5 ตัวแปรที่คาดว่าเป็นสาเหตุของการเกิดสารปนเปื้อนในถังบรรจุสารละลาย Entek

จากผลการระดมสมองพิจารณาเฉพาะสาเหตุที่เป็นไปได้ของการเกิดสารปนเปื้อนในถังบรรจุสารละลาย Entek แสดงด้วยแผนภูมิแสดงสาเหตุและผล ดังรูปที่ 4.8 จากหลักการ 4M แต่ไม่นำ Man มาวิเคราะห์เนื่องจากบริษัทมีการฝึกพนักงานก่อนลงมือปฏิบัติงานที่กระบวนการ Entek เสมอ จึงไม่มีผลต่อการเกิดสารปนเปื้อน นอกจากความเข้มข้น อุณหภูมิ และค่าพีเอชของสารละลาย Entek ไม่อยู่ในช่วงที่ควบคุม ที่ได้วิเคราะห์ในหัวข้อที่ 4.1 ว่าอาจเป็นสาเหตุของการเกิดสารปนเปื้อนแล้ว จากการสังเกตว่าสารละลาย Entek มีโอกาสสัมผัสกับอากาศสูงที่บริเวณส่วนล่างของถังและตัวกรองสารละลาย Entek ดังนั้นอากาศอาจทำให้สารเคมีหรือไอออนในกระบวนการเกิดปฏิกิริยาเคมีและเป็นสาเหตุของสารปนเปื้อนที่เกิดขึ้นในถังบรรจุสารละลาย Entek



รูปที่ 4.8 แผนภูมิแสดงสาเหตุและผลของการเกิดสารปนเปื้อนในถังบรรจุสารละลาย Entek

จากแผนภูมิแสดงสาเหตุและผลเมื่อพิจารณาแต่ละสาเหตุที่คาดว่าทำให้เกิดสารปนเปื้อนสามารถแยกสาเหตุต่างๆ ได้ตามประเภทของตัวแปรในถังบรรจุสารละลาย Entek และวิเคราะห์ได้ดังนี้

1. ความเข้มข้นของสารละลาย Entek คือ ความเข้มข้นของสารละลาย Entek ที่สูงกว่าค่าควบคุมระดับสูงคือ 140% โดยปริมาตร (14% โดยปริมาตรของสารละลาย Entek Replenisher) ดังตารางที่ 4.3 อาจทำให้เกิดการตกผลึกของอนุพันธ์ของ Benzimidazole



2. อุณหภูมิของสารละลาย Entek คือ ถ้าอุณหภูมิต่ำกว่าค่าควบคุมระดับต่ำคือ 40 องศาเซลเซียส (ตารางที่ 4.3) มีโอกาสเกิดการตกผลึกของอนุพันธ์ของ Benzimidazole

3. ค่าพีเอชของสารละลาย Entek

- ค่าอาจเกิดการตกผลึกของอนุพันธ์ของ Benzimidazole ถ้าพีเอชของสารละลาย Entek สูงกว่าค่าควบคุมระดับสูงคือ 2.8 (ตารางที่ 4.3)
- การเติมสารละลายแอมโมเนียมไฮดรอกไซด์เพื่อปรับเพิ่มค่าพีเอชของสารละลาย Entek ไอออนของสารละลายอาจทำให้เกิดปฏิกิริยาเคมีได้กับอนุพันธ์ของ Benzimidazole เป็นตะกอนหรือผลึก
- น้ำ DI ที่ใช้ในขั้นตอนต่างๆ มีไอออนของสังกะสี ฯลฯ (ตารางที่ 4.2) และมีค่าพีเอชประมาณ 6 เมื่อปนในถังบรรจุสารละลาย Entek ทำให้ค่าพีเอชของสารละลาย Entek สูงขึ้น

4. ปริมาณอากาศที่มีในถังบรรจุสารละลาย Entek เกิดจาก

- อัตราการไหลเวียนของสารละลาย Entek สูง ทำให้มีโอกาสที่อากาศจะสัมผัสกับสารละลาย Entek สูง
- มีอากาศเข้ามาในถังบรรจุสารละลาย Entek เพราะปิดฝาไม่ดีสนิท

ดังนั้นตัวแปรที่คาดว่าจะมีผลต่อการเกิดสารปนเปื้อนในถังบรรจุสารละลาย Entek และใช้ทดสอบในระดับห้องปฏิบัติการมีดังนี้

1. ความเข้มข้นของสารละลาย Entek
2. อุณหภูมิของสารละลาย Entek
3. ค่าพีเอชของสารละลาย Entek
4. ปริมาณอากาศในถังบรรจุสารละลาย Entek

#### 4.6 การกำหนดตัวแปรและระดับของตัวแปรเพื่อทดสอบในระดับห้องปฏิบัติการ

ออกแบบการทดลองเพื่อทดสอบตัวแปรที่คาดว่าจะมีผลต่อการเกิดสารปนเปื้อนในถังบรรจุสารละลาย Entek แบบ Full factorial design แบบ  $2^n$  [14] โดยมีตัวแปรและระดับของตัวแปรที่ทำการศึกษา ดังตารางที่ 4.3 จำนวนการทดลอง 16 การทดลอง ดังตารางที่ 4.4



ตารางที่ 4.3 ตัวแปรและระดับของตัวแปรของสารละลาย Entek ที่มีผลต่อการเกิดสารปนเปื้อนในถังบรรจุสารละลาย Entek

| ตัวแปร       | หน่วย        | ระดับต่ำ | ระดับสูง |
|--------------|--------------|----------|----------|
| ความเข้มข้น  | % โดยปริมาตร | 90       | 140      |
| อุณหภูมิ     | องศาเซลเซียส | 40       | 47       |
| ค่าพีเอช     | -            | 2.5      | 2.8      |
| การเติมอากาศ | -            | ไม่เติม  | เติม     |

หมายเหตุ

1. ระดับต่ำและสูงที่ใช้ในการทดลองใช้ค่าต่ำสุดและค่าสูงสุดของช่วงที่บริษัทกำหนด
2. ค่าความเข้มข้นของสารละลาย Entek 90 และ 140% โดยปริมาตร หมายถึง ความเข้มข้นของสารละลาย Entek เป็น 9 และ 14% โดยปริมาตรของสารละลาย Entek Replenisher ซึ่งเป็นสารละลายเริ่มต้นในการเตรียมสารละลาย Entek

ตารางที่ 4.4 การทดลองแบบ Full factorial design จำนวนการทดลอง  $2^4 = 16$  การทดลอง

| การทดลองครั้งที่ | ความเข้มข้น | อุณหภูมิ | ค่าพีเอช | ปริมาณอากาศ |
|------------------|-------------|----------|----------|-------------|
| 1                | 90          | 40       | 2.5      | ไม่เติม     |
| 2                | 140         | 40       | 2.5      | ”           |
| 3                | 90          | 47       | 2.5      | ”           |
| 4                | 140         | 47       | 2.5      | ”           |
| 5                | 90          | 40       | 2.8      | ”           |
| 6                | 140         | 40       | 2.8      | ”           |
| 7                | 90          | 47       | 2.8      | ”           |
| 8                | 140         | 47       | 2.8      | ”           |
| 9                | 90          | 40       | 2.5      | เติม        |
| 10               | 140         | 40       | 2.5      | ”           |



ตารางที่ 4.4 การทดลองแบบ Full factorial design จำนวนการทดลอง  $2^4 = 16$  การทดลอง (ต่อ)

| การทดลองครั้งที่ | ความเข้มข้น | อุณหภูมิ | ค่าพีเอช | ปริมาณอากาศ |
|------------------|-------------|----------|----------|-------------|
| 11               | 90          | 47       | 2.5      | เต็ม        |
| 12               | 140         | 47       | 2.5      | ”           |
| 13               | 90          | 40       | 2.8      | ”           |
| 14               | 140         | 40       | 2.8      | ”           |
| 15               | 90          | 47       | 2.8      | ”           |
| 16               | 140         | 47       | 2.8      | ”           |

#### 4.7 ผลการทดสอบในระดับห้องปฏิบัติการ

รายละเอียดของผลการทดสอบสรุปดังตารางที่ 4.4 แสดงในภาคผนวก ค

ตารางที่ 4.5 ผลการทดสอบตัวแปรต่อการเกิดสารปนเปื้อนในถังบรรจุสารละลาย Entek

| การทดลองที่ | ความเข้มข้น (% โดยปริมาตร) | อุณหภูมิ (องศาเซลเซียส) | ค่าพีเอช | การเติมอากาศ | ผลการสังเกต*            |
|-------------|----------------------------|-------------------------|----------|--------------|-------------------------|
| 1           | 90                         | 40                      | 2.5      | ไม่เติม      | ไม่เกิดสารปนเปื้อน      |
| 2           | 140                        | 40                      | 2.5      | ”            | ”                       |
| 3           | 90                         | 47                      | 2.5      | ”            | ”                       |
| 4           | 140                        | 47                      | 2.5      | ”            | ”                       |
| 5           | 90                         | 40                      | 2.8      | ”            | ”                       |
| 6           | 140                        | 40                      | 2.8      | ”            | เกิดตะกอนสีขาว          |
| 7           | 90                         | 47                      | 2.8      | ”            | ไม่เกิดสารปนเปื้อน      |
| 8           | 140                        | 47                      | 2.8      | ”            | ”                       |
| 9           | 90                         | 40                      | 2.5      | เต็ม         | ”                       |
| 10          | 140                        | 40                      | 2.5      | ”            | เกิดของเหลวหนืดสีน้ำตาล |



ตารางที่ 4.5 ผลการทดสอบตัวแปรที่มีผลต่อการเกิดสารปนเปื้อนในถังบรรจุสารละลาย Entek (ต่อ)

| การทดลองที่ | ความเข้มข้น (% โดยปริมาตร) | อุณหภูมิ (องศาเซลเซียส) | ค่าพีเอช | การเติมอากาศ | ผลการสังเกต*            |
|-------------|----------------------------|-------------------------|----------|--------------|-------------------------|
| 11          | 90                         | 47                      | 2.5      | เติม         | ไม่เกิดสารปนเปื้อน      |
| 12          | 140                        | 47                      | 2.5      | ”            | เกิดของเหลวหนืดสีน้ำตาล |
| 13          | 90                         | 40                      | 2.8      | ”            | ไม่เกิดสารปนเปื้อน      |
| 14          | 140                        | 40                      | 2.8      | ”            | เกิดของเหลวหนืดสีน้ำตาล |
| 15          | 90                         | 47                      | 2.8      | ”            | ไม่เกิดสารปนเปื้อน      |
| 16          | 140                        | 47                      | 2.8      | ”            | เกิดของเหลวหนืดสีน้ำตาล |

หมายเหตุ ทำการทดลองเป็นระยะเวลา 4 ชั่วโมง

\* หมายถึง การเกิดหรือไม่เกิดสารปนเปื้อนในถังบรรจุสารละลาย Entek ภายในเวลา 4 ชั่วโมง

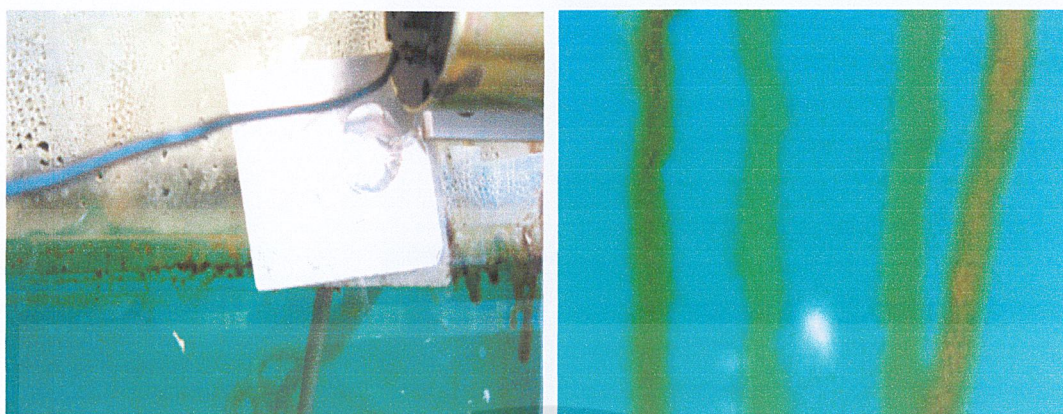
จากตารางที่ 4.5 การทดลองที่ 6 ในชั่วโมงที่ 3 ของการทดลองพบตะกอนสีขาวบริเวณข้างถังระดับเดียวกับสารละลาย Entek ปริมาณค่อนข้างมาก ดังรูปที่ 4.9



รูปที่ 4.9 ตะกอนสีขาวที่พบจากการทดสอบในระดับห้องปฏิบัติการ

การทดลองที่ 10, 12, 14 และ 16 ในชั่วโมงที่ 1-2 ของการทดลองเกิดของเหลวหนืดสีน้ำตาลบริเวณข้างถังบรรจุสารละลาย Entek ระดับเดียวกับสารละลาย Entek และไหลลงสู่ด้านล่างของถังบรรจุสารละลาย Entek ดังรูปที่ 4.10 และชั่วโมงที่ 3-4 ของการทดลองพบของเหลวหนืดสีน้ำตาลบริเวณด้านล่างของถังบรรจุสารละลาย Entek





รูปที่ 4.10 ของเหลวชนิดสีน้ำตาลที่พบจากการทดสอบในระดับห้องปฏิบัติการ

จากผลการทดลองข้างต้นสังเกตได้ว่าตะกอนสีขาวจะเกิดเมื่อไม่เติมอากาศ แต่ของเหลวชนิดสีน้ำตาลเกิดเมื่อมีการเติมอากาศ จะอธิบายการวิเคราะห์และเหตุผลต่อไป นอกจากนี้เห็นแนวโน้มว่าสารปนเปื้อนเกิดเมื่อความเข้มข้นของสารละลาย Entek สูง

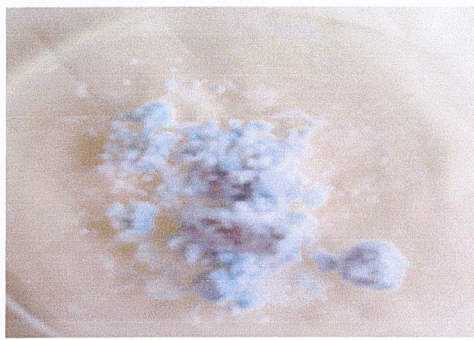
จากการทดลองที่ 1, 3, 9 และ 11 เมื่อเวลาผ่านไป 4 ชั่วโมง ไม่พบสารปนเปื้อน และเมื่อเพิ่มระยะเวลาของการทดลองเป็น 8 ชั่วโมง ก็ไม่พบสารปนเปื้อน

ในกระบวนการ Entek ของบริษัทพบตะกอนสีม่วงบริเวณเดียวกับตะกอนสีขาว แต่การทดสอบในระดับห้องปฏิบัติการไม่พบตะกอนสีม่วง เมื่อวางตะกอนสีขาวไว้ในบรรยากาศ 2 วัน จะสังเกตเห็นจุดสีม่วงกระจายอยู่บนตะกอนสีขาว และเมื่อผ่านไป 3 วัน ส่วนใหญ่ของตะกอนสีขาวจะเปลี่ยนเป็นสีม่วง ดังรูปที่ 4.11ข. และ 4.11ค.





(ก)



(ข)



(ค)

รูปที่ 4.11 การเปลี่ยนสีของตะกอนสีขาวเป็นสีม่วง (ก) ตะกอนสีขาวที่พบ (ข) ตะกอนสีขาวเกิดจุดสีม่วงกระจายอยู่เมื่อผ่านไป 2 วัน (ค) ตะกอนสีขาวส่วนใหญ่เปลี่ยนเป็นสีม่วงเมื่อผ่านไป 3 วัน

#### 4.8 ชนิดและปริมาณโลหะในสารปนเปื้อนที่พบจากการทดสอบในระดับห้องปฏิบัติการด้วยเครื่อง ICP-OES

ผลตรวจวิเคราะห์สารปนเปื้อนที่ได้จากการทดสอบด้วยเครื่อง ICP-OES แสดงดังตารางที่ 4.6

ตารางที่ 4.6 ชนิดและปริมาณ โลหะในสารปนเปื้อนที่ได้จากการทดสอบในระดับห้องปฏิบัติการ

| ชนิดของสาร          | Cu (mg/l) | Al (mg/l) | Zn (mg/l) | Cr (mg/l) |
|---------------------|-----------|-----------|-----------|-----------|
| ตะกอนสีขาว          | 4.064     | 0.002     | 0.252     | 0.000     |
| ตะกอนสีม่วง         | 37.21     | 0.175     | 0.203     | 0.000     |
| ของเหลวหนืดสีน้ำตาล | 51.69     | 0.052     | 0.124     | 0.004     |



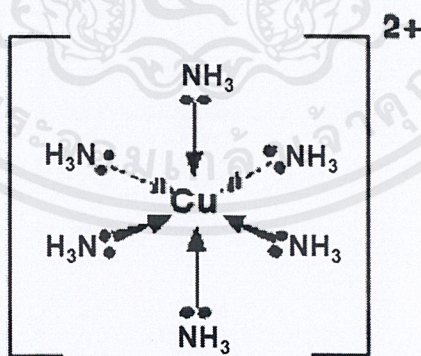
พบมีโลหะทองแดงในสารปนเปื้อนทั้งสามชนิด ซึ่งสอดคล้องกับผลการวิเคราะห์สารปนเปื้อนจากกระบวนการ Entek แสดงว่าไอออนของทองแดงที่อยู่ในสารละลาย Entek เป็นสาเหตุของการเกิดสารปนเปื้อน โลหะอื่นที่พบในน้ำ DI และสารเคมีต่างๆ เช่น สังกะสี อะลูมิเนียม ไม่ใช่ปัจจัยสำคัญ

#### 4.9 การวิเคราะห์หมู่ฟังก์ชันในสารปนเปื้อนที่พบจากการทดสอบในระดับห้องปฏิบัติการด้วยเครื่อง FT-IR

สเปกตรัมของสารปนเปื้อนที่พบจากการทดสอบในระดับห้องปฏิบัติการซึ่งวิเคราะห์ด้วยเครื่อง FT-IR แสดงดังรูปที่ 4.12 ก- 4.14 ก ส่วนรูปที่ 4.12 ข-4.14 ข เปรียบเทียบสเปกตรัมของสารปนเปื้อนจากกระบวนการ Entek และที่พบจากการทดสอบในระดับห้องปฏิบัติการ พบว่าสเปกตรัมมีลักษณะคล้ายกัน ดังนั้นสามารถใช้ผลการวิเคราะห์จากการทดสอบในระดับห้องปฏิบัติการอธิบายการเกิดสารปนเปื้อนจากกระบวนการ Entek ได้

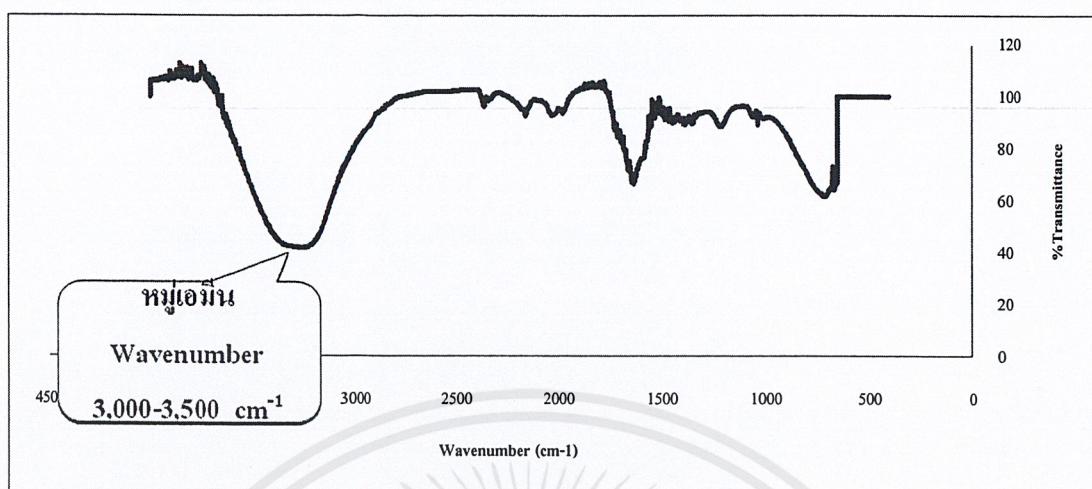
#### 4.10 ผลการวิเคราะห์องค์ประกอบในสารปนเปื้อน

จากผลการวิเคราะห์สารปนเปื้อนสีขาวด้วยเครื่อง FT-IR ในรูปที่ 4.12 ก พบพีกของหมู่เอมีนซึ่งมาจากหมู่ฟังก์ชันในสารละลายแอมโมเนียมไฮดรอกไซด์ที่ใช้ปรับค่าพีเอชของสารละลาย Entek และสร้างพันธะกับไอออนทองแดงในสารละลาย Entek เกิดไอออนเชิงซ้อน Hexaamminecopper (II),  $[\text{Cu}(\text{NH}_3)_6]^{2+}$  ดังรูปที่ 4.15 [16-17] อธิบายได้ว่าไอออนเชิงซ้อนนี้จะสร้างพันธะกับอนุพันธ์ของ Benzimidazole ที่อยู่ในสารละลาย Entek เช่นกัน

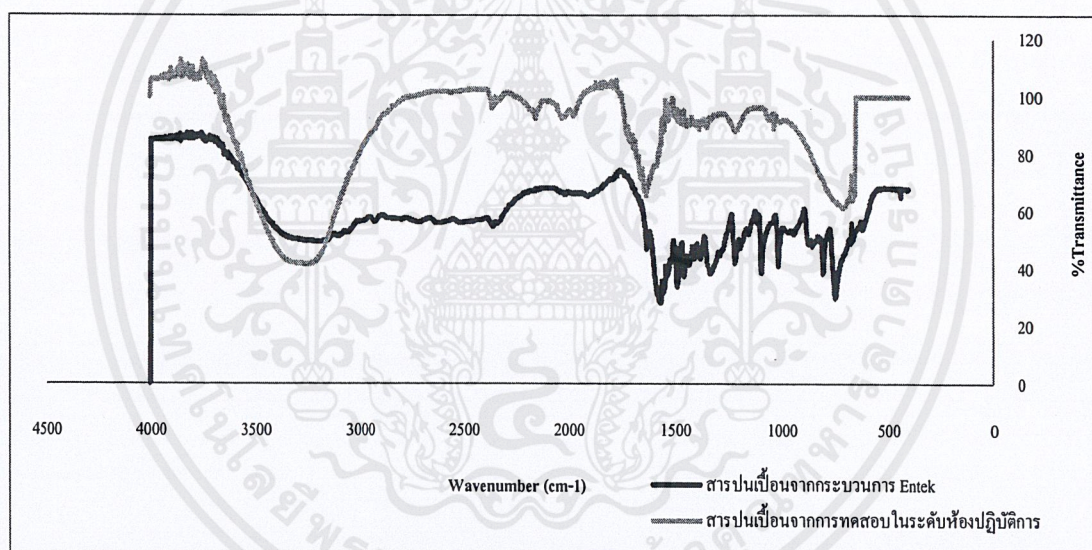


รูปที่ 4.15 ไอออนเชิงซ้อน Hexaamminecopper (II)





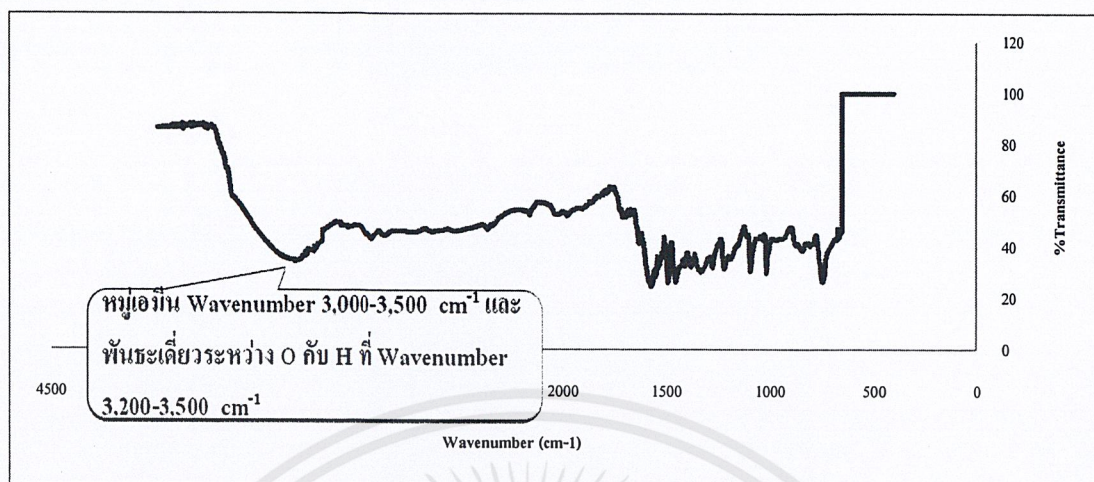
(ก)



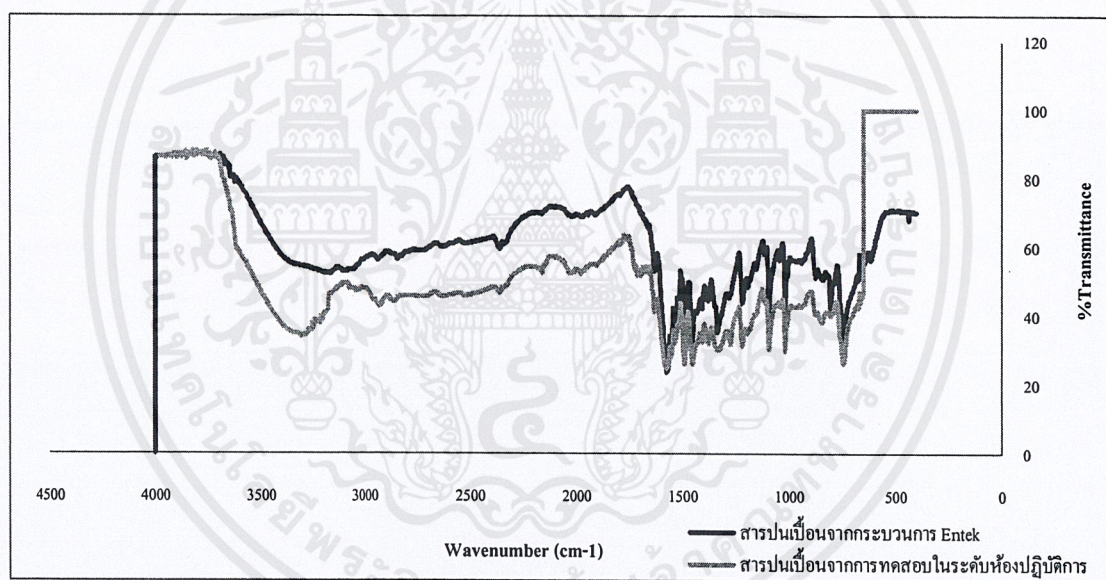
(ข)

รูปที่ 4.12 ผลการวิเคราะห์ตะกอนสีขาวด้วยเครื่อง FT-IR (ก) ตะกอนจากการทดสอบในระดับห้องปฏิบัติการ (ข) การเปรียบเทียบหมู่ฟังก์ชันของตะกอนจากการทดสอบในระดับห้องปฏิบัติการกับกระบวนการ Entek





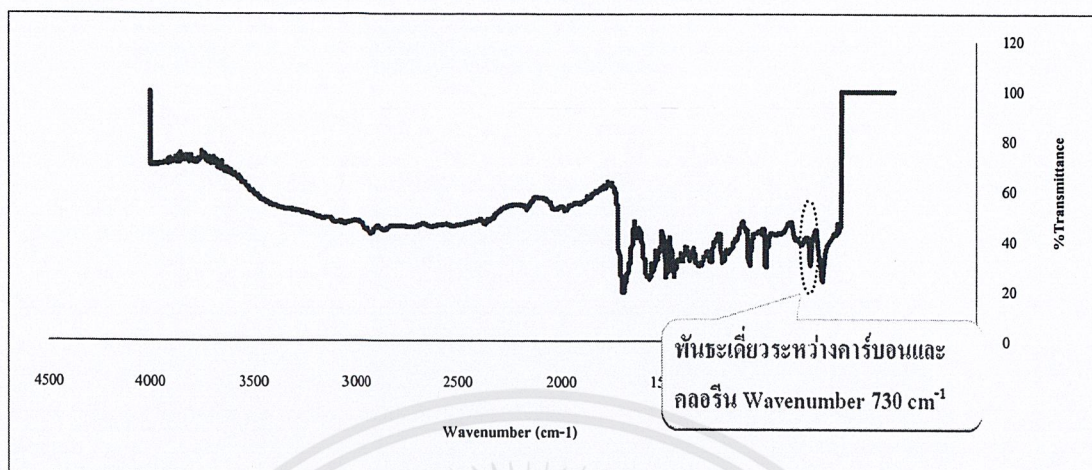
(ก)



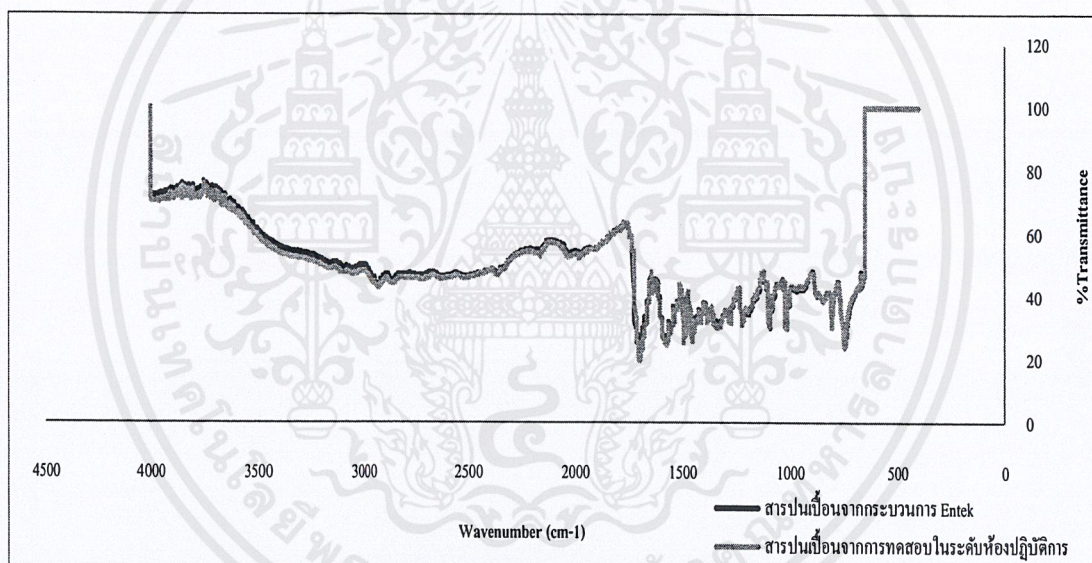
(ข)

รูปที่ 4.13 ผลการวิเคราะห์ตะกอนสีม่วงด้วยเครื่อง FT-IR (ก) ตะกอนจากการทดสอบในระดับห้องปฏิบัติการ (ข) การเปรียบเทียบหมู่ฟังก์ชันในตะกอนจากการทดสอบในระดับห้องปฏิบัติการกับกระบวนการ Entek





(ก)

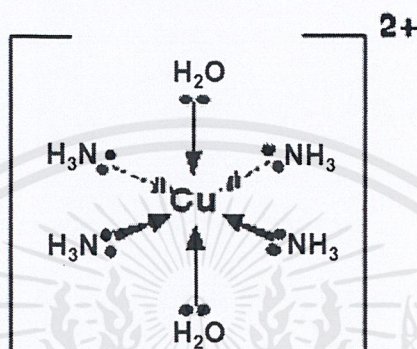


(ข)

รูปที่ 4.14 ผลการวิเคราะห์ของเหลวหนืดสีน้ำตาลด้วยเครื่อง FT-IR (ก) ของเหลวหนืดสีน้ำตาลจากการทดสอบในระดับห้องปฏิบัติการ (ข) การเปรียบเทียบหมู่ฟังก์ชันในของเหลวหนืดสีน้ำตาลจากการทดสอบในระดับห้องปฏิบัติการกับกระบวนการ Entek

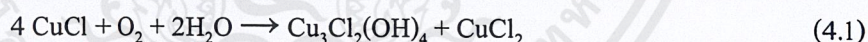


จากผลการทดสอบในระดับห้องปฏิบัติการ ตะกอนสีขาวที่วางไว้ในบรรยากาศเปลี่ยนเป็นสีม่วงอธิบายได้ว่าเพราะมีโมเลกุลของน้ำ 2 โมเลกุล จากบรรยากาศเข้าแทนที่หมู่เอมีนในตำแหน่งที่ 1 และ 4 ของไอออนสารประกอบเชิงซ้อน Hexaamminecopper (II) เกิดเป็นไอออนเชิงซ้อน Tetraamminediaquacopper (II),  $[\text{Cu}(\text{H}_2\text{O})_2(\text{NH}_3)_4]^{2+}$  ดังรูปที่ 4.16 ซึ่งไอออนเชิงซ้อนนี้จะสร้างพันธะกับอนุพันธ์ของ Benzimidazole ที่อยู่ในสารละลาย Entek

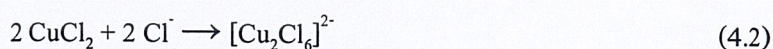


รูปที่ 4.16 ไอออนเชิงซ้อน Tetraamminediaquacopper (II)

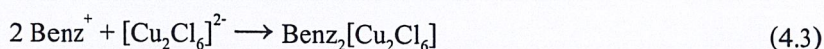
สำหรับของเหลวชนิดสีน้ำตาล เมื่อวิเคราะห์หมู่ฟังก์ชันด้วยเครื่อง FT-IR พบพีกของพันธะเดี่ยวระหว่างคาร์บอนและคลอรีน (ดังรูปที่ 4.14 ก) คลอรีนนี้มาจากสารละลาย Copper(I) chloride,  $\text{CuCl}$  ที่เป็นสารตั้งต้นในการเตรียมสารละลาย Entek และสารละลาย Copper(I) chloride จะเกิดปฏิกิริยาออกซิเดชันกับสารละลาย Entek [18-19] ดังสมการที่ 4.1



จากนั้น Copper (II) chloride,  $\text{CuCl}_2$  ที่เกิดขึ้นจะรวมตัวกับไอออนคลอไรด์ที่อยู่ในสารละลาย Entek เกิดเป็นไอออนเชิงซ้อน Hexachlorodocuprate,  $[\text{Cu}_2\text{Cl}_6]^{2-}$  เพื่อให้เสถียรขึ้น ดังสมการที่ 4.2



$[\text{Cu}_2\text{Cl}_6]^{2-}$  ที่เกิดขึ้นจะรวมตัวกับ Benzimidazole เกิดเป็น  $\text{Benz}_2[\text{Cu}_2\text{Cl}_6]$  ซึ่งเป็นของเหลวชนิดสีน้ำตาล [10] ดังสมการที่ 4.3





## บทที่ 5

# สรุปผลการดำเนินงาน

### 5.1 สาเหตุของการเกิดสารปนเปื้อน

สารปนเปื้อนที่พบมีสีแตกต่างกันเนื่องจากชนิดของไอออนเชิงซ้อนที่สร้างพันธะกับอนุพันธ์ของ Benzimidazole ต่างกัน ซึ่งมีรายละเอียดของการเกิดสารปนเปื้อนสีต่างๆ ดังนี้

#### 5.1.1 ตะกอนสีขาว

ตะกอนสีขาวเกิดเมื่อสารละลาย Entek มีความเข้มข้นและค่าพีเอชสูง หมู่เอมีนในสารละลายแอมโมเนียมไฮดรอกไซด์ที่ใช้ปรับค่าพีเอชของสารละลาย Entek สร้างพันธะกับไอออนทองแดง เกิดเป็นไอออนเชิงซ้อน Hexaamminecopper (II),  $[\text{Cu}(\text{NH}_3)_6]^{2+}$  และไอออนเชิงซ้อนนี้จะสร้างพันธะกับอนุพันธ์ของ Benzimidazole ที่อยู่ในสารละลาย Entek

#### 5.1.2 ตะกอนสีม่วง

ตะกอนสีม่วงเกิดในภาวะของการทดสอบเดียวกับตะกอนสีขาว หมู่เอมีนในไอออนเชิงซ้อน Hexaamminecopper (II) จะถูกแทนที่ด้วยโมเลกุลของน้ำ 2 โมเลกุล เกิดเป็นไอออนเชิงซ้อน Tetraamminediaquacopper (II),  $[\text{Cu}(\text{H}_2\text{O})_2(\text{NH}_3)_4]^{2+}$  และไอออนนี้จะสร้างพันธะกับอนุพันธ์ของ Benzimidazole ที่อยู่ในสารละลาย Entek

#### 5.1.3 ของเหลวหนืดสีน้ำตาล

ของเหลวหนืดสีน้ำตาลเกิดเมื่อสารละลาย Entek มีค่าความเข้มข้นสูงและมีการเติมอากาศ ทำให้ Copper (I) chloride,  $\text{CuCl}$  ในสารละลาย Entek เกิดปฏิกิริยาออกซิเดชันกับอากาศเป็นไอออนเชิงซ้อนของ Hexachlorodicuprate,  $[\text{Cu}_2\text{Cl}_6]^{2-}$  ซึ่งจะสร้างพันธะกับ Benzimidazole ได้ของเหลวหนืดสีน้ำตาล คือ  $\text{Benz}_2[\text{Cu}_2\text{Cl}_6]$



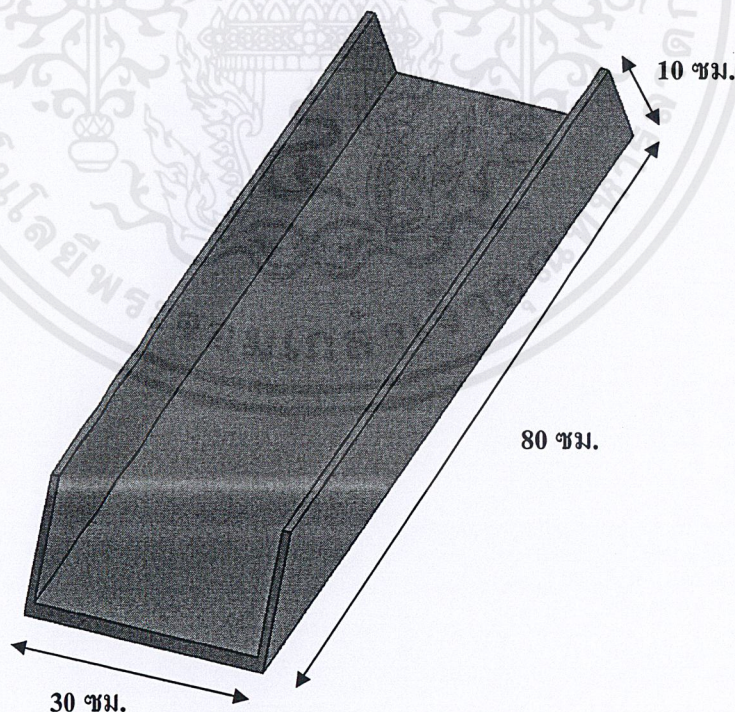
## 5.2 แนวทางการลดสารปนเปื้อน

### 5.2.1 แนวทางการลดตะกอนสีขาวและสีม่วง

1. ควรหาสารละลายที่มีสมบัติคล้ายกับสารละลายแอมโมเนียมไฮดรอกไซด์ แต่ไม่ตกตะกอนกับสารละลาย Entek สำหรับปรับเพิ่มค่าพีเอชของสารละลาย Entek
2. จากการสังเกตการณ์ปฏิบัติงานของพนักงาน ขณะเติมสารละลายแอมโมเนียมไฮดรอกไซด์เพื่อปรับค่าพีเอชของสารละลาย Entek พนักงานเติมสารละลายแอมโมเนียมไฮดรอกไซด์อย่างรวดเร็วในปริมาณมาก ทำให้มีโอกาสสูงที่สารละลายจะเกิดการตกตะกอนอย่างรวดเร็ว ดังนั้นควรฝึกอบรมพนักงานเกี่ยวกับวิธีการปฏิบัติงานเพื่อลดโอกาสการตกตะกอนของสารละลาย Entek

### 5.2.2 แนวทางการลดของเหลวชนิดสีน้ำตาล

1. ควรปรับอัตราการไหลเวียนของสารละลาย Entek ให้ช้าลง เพื่อลดการสัมผัสกับอากาศของสารละลาย Entek
2. ออกแบบส่วนรองรับสารละลาย Entek ดังรูปที่ 5.1 ให้สารละลาย Entek ไหลลงมายังส่วนด้านล่างของถัง โดยเกิดฟองอากาศน้อยที่สุด



รูปที่ 5.1 ส่วนรองรับสารละลาย Entek



### 5.3 ข้อเสนอแนะ

1. จากการศึกษาสารปนเปื้อนที่เกิดในกระบวนการ Entek ยังไม่ทราบสูตรโครงสร้างของสารปนเปื้อนแต่ละชนิด เนื่องจากไม่ทราบองค์ประกอบทั้งหมดของสารละลาย Entek เพราะเป็นความลับของ Supplier ดังนั้นควรนำสารปนเปื้อนที่พบไปตรวจวิเคราะห์หาคือด้วยเทคนิคอื่น เพื่อทราบชนิดและปริมาณขององค์ประกอบทั้งหมด
2. การทดสอบในระดับห้องปฏิบัติด้วยเวลาในการทดลองเพียง 4 ชั่วโมง อาจน้อยเกินไปสำหรับการเกิดตะกอนสีม่วง เพราะกระบวนการ Entek เป็นการผลิตต่อเนื่อง
3. การทดสอบในระดับห้องปฏิบัติการเป็นเพียงการจำลองกระบวนการผลิต ควรนำภาวะการทดสอบในระดับห้องปฏิบัติการที่เกิดสารปนเปื้อนไปทดสอบในกระบวนการผลิต





## เอกสารอ้างอิง

- [1] Clyde F., Coombs, Jr. **Printed Circuits Handbook**. 6th ed. New York : McGraw-Hill. 1976.
- [2] กระบวนการผลิตแผ่นวงจรพิมพ์ไฟฟ้าชนิดยืดหยุ่นได้. [Online].  
Available: <http://www.mektec.co.th>. 2010.
- [3] Enthone - OMI. **Wave Soldering of ENTEK® PLUS-Coated PWBs. America: Cookson Electronics**. Enthone technical data sheet. 2006.
- [4] **ENTEK PLUS OPERATING GUIDE**. [Online].  
Available: <http://www.cooksonelectronics.com>. 2010.
- [5] **หน้าที่ของลูกกลิ้ง**. [Online].  
Available: <http://www.thaiconveyorbelt.com>. 2010.
- [6] Teamwork across the board. **Entek Plus #1 PWB COPPER PROTECTIVE COATING SYSTEM**. Mektec Manufacturing Corporation (Thailand) Ltd. 2009.
- [7] AT engineer. **FPC Rapid Prototype Process Project**. Mektec Manufacturing Corporation (Thailand) Ltd. pp.1-21. 2009.
- [8] S. Materazzi, R. Curini, and G. D'Ascenzo. **Thermoanalytical study of benzimidazole complexes with transition metal ions: Copper (II) complexes**. *Thermochimica Acta*. No.286, pp. 1-15. 1996.
- [9] N. Vijayan, G. Bhagavannarayana, T. Kanagasekaran, R. Ramesh Babu, R. Gopalakrishnan, and P. Ramasamy. **Crytallization of benzimidazole by solution growth method and its characterization**. *Cryst. Res. Technol.* No. 8, pp. 784-789. 2006.
- [10] Rahul Bhattacharya, Sibdas Ray, Jayanta Ray, and Ashutosh Ghosh. **Thermally Induced Oxidative Trimerization of Benzimidazole by Copper (II) Chloride in the Solid State**. *Central European Journal of Chemistry*. No. 4, pp. 427-440. 2003.
- [11] K. S. Bose and C. C. Patel<sup>3</sup>. **Cu (II) Complex of 1-Benzyl-2-Phenyl-Benzimidazole**. *J.Inorg.Nucl.Chem.* Vol. 8, pp.1141-1146. 1970.



- [12] H. G. Tompkins and S. P. Sharma. **The Interaction of Imidazole, Benzimidazole, Benzotriazole and Azoles with a Copper Surface.** Surface and Interface Analysis. Vol. 4, pp.261 –266. 1982.
- [13] Denis P. Drolet, David M. Manuta, Alistair J. Lees, A.D. Katnani and George J. Coyle. **FT-IR and XPS Study of Copper (II) Complex of Imidazole and Benzimidazole.** Inorganica Chimica Acta. Vol. 146, pp.173 -180. 1998.
- [14] ประไพศรี สุทัศน์ ณ อยุธยา และพงษ์ชนัน เหลืองไพฑูรย์. **การออกแบบและวิเคราะห์การทดลอง.** กรุงเทพฯ : บริษัทสำนักพิมพ์ท็อป จำกัด. 2551.
- [15] สมเดช กนกเมธากุล. **สเปกโทรสโกปี.** พิมพ์ครั้งที่ 1. ขอนแก่น: หจก.ขอนแก่นการพิมพ์. 2547.
- [16] **Synthesis and titration of a copper salt.** [Online].  
Available: [http://www.uncp.edu/home/mcclurem/Synthesis\\_and\\_Titration\\_of\\_a\\_Copper\\_Salt](http://www.uncp.edu/home/mcclurem/Synthesis_and_Titration_of_a_Copper_Salt). 2010.
- [17] John Brockington. **Chemistry of copper.** ChemistryFactsheets. No.86, pp. 1-5. 2010.
- [18] **Copper(I) chloride.** [Online].  
Available: [http://en.wikipedia.org/wiki/Copper\(I\)\\_chloride](http://en.wikipedia.org/wiki/Copper(I)_chloride). 2010.
- [19] **Etching circuit board using cupric chloride and acid solution.** [Online].  
Available: <http://www.xertech.net/tech/CuCl2ech.html>. 2010.
- [20] ดวงกมล เขาวนศรีหมุด, วรณภา ตันยีนยงค์. **การทดสอบธาตุด้วยเครื่องICP-OES อย่างมีประสิทธิภาพ.**วารสารกรมวิทยาศาสตร์บริการ.56 : pp. 1-5. 2551.
- [21] **Fourier Transform Infrared Spectroscopy.** [Online].  
Available: <http://www.stkc.go.th/stportal.php?app=stportalDetail.php&id=509>. 2010.



ภาคผนวก ก

**Inductively Couple Plasma - Optical Emission Spectrometer (ICP – OES)**

**Fourier Transform Infrared Spectrometer (FT-IR)**



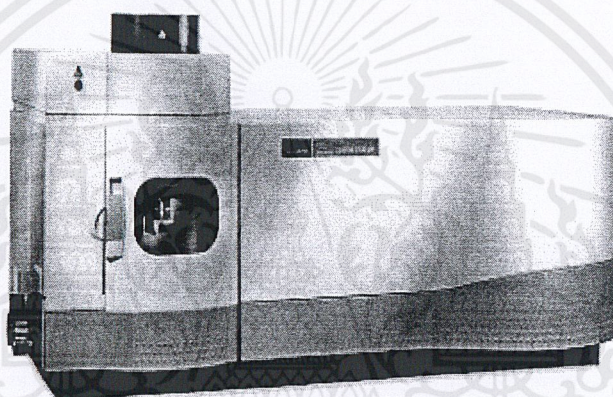
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



## 1. เครื่องมือวิเคราะห์ชนิดและปริมาณของโลหะ [20]

Inductively Couple Plasma-Optical Emission Spectrometer (ICP – OES)

ICP-OES เป็นเครื่องมือวิเคราะห์ชนิดและปริมาณของธาตุต่างๆ ในสารตัวอย่างที่มีประสิทธิภาพสูง ดังรูปที่ ก.1 โดยสามารถตรวจวัดสารได้ในระดับความเข้มข้นเป็นมิลลิกรัมต่อลิตร และบางธาตุอาจถึงระดับไมโครกรัมต่อลิตร มีช่วงการตรวจวัดที่กว้างอีกทั้งสามารถทดสอบได้หลายธาตุในคราวเดียวกัน ซึ่งสารตัวอย่างที่นำมาวิเคราะห์ต้องผ่านการย่อยสลายด้วยกรดมาก่อนและต้องอยู่ในรูปสารละลาย



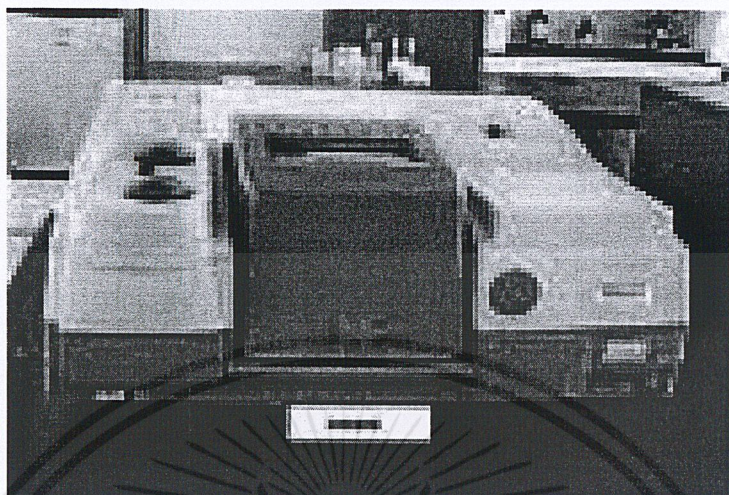
รูปที่ ก.1 ICP – OES

## 2. เครื่องมือวิเคราะห์หาหมู่ฟังก์ชันในสารปนเปื้อน [21]

Fourier Transform Infrared Spectrometer (FT-IR)

FT-IR เป็นเครื่องมือวิเคราะห์ที่ใช้ตรวจสอบสารในเชิงคุณภาพหรือเพื่อการยืนยันสูตรโครงสร้างของสารตัวอย่าง ดังรูปที่ ก.2 โดยการพิจารณาเปรียบเทียบจากอินฟราเรดสเปกตรัม (ค่าการส่องผ่านของแสง) ของสารประกอบมาตรฐานกับสารตัวอย่าง อินฟราเรดสเปกตรัมเป็นข้อมูลเฉพาะของสารแต่ละชนิด ซึ่งแตกต่างจากสารชนิดอื่นคือจะมีความถี่ของการดูดกลืนคลื่นต่างกันทำให้ทราบข้อมูลเกี่ยวกับโครงสร้างของโมเลกุลของสารนั้น ๆ ว่ามีหมู่ฟังก์ชันอะไรบ้าง ในตำแหน่ง Wavenumber ช่วงไหน เช่น หมู่เอมีน มีฟังก์ชัน N-H อยู่ที่ 3,500 ต่อเซนติเมตร ซึ่ง FT-IR สามารถวิเคราะห์สารตัวอย่างที่มีปริมาณน้อยๆ ได้ถึงระดับมิลลิกรัมต่อลิตร โดยสารตัวอย่างที่ใช้เป็นของแข็ง ของเหลว หรือแก๊สก็ได้





รูปที่ ก.2 FT-IR Spectrometer



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



ภาคผนวก ข

การเตรียมสารละลาย Entek



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



## 1. การเตรียมสารละลาย Entek [6] มีขั้นตอนดังนี้

ขั้นที่ 1 ผสมน้ำ DI 5,140 มิลลิลิตร กับ Entek replenisher 740 มิลลิลิตร และ Circulate เป็นเวลา 5 นาที หลังจากนั้นเติมน้ำ DI อีก 900 มิลลิลิตร แล้ว Circulate เป็นเวลา 1 ชั่วโมง

ขั้นที่ 2 ผสมน้ำ DI 41 มิลลิลิตรกับสารละลายแอมโมเนียมไฮดรอกไซด์ 10 มิลลิลิตร และเติมลงในชุดจำลองถังบรรจุสารละลาย Entek อย่างช้าๆ เพื่อป้องกันการตกตะกอน จำนวน 7 ครั้ง

หมายเหตุ การเติมสารละลายแอมโมเนียมไฮดรอกไซด์ ต้องเจือจางกับน้ำ DI ก่อนเสมอ (อัตราส่วนแอมโมเนีย : น้ำ DI เป็น 1:4)

ขั้นที่ 3 เติม Entek additive ปริมาตร 100 มิลลิลิตร ลงในถังบรรจุสารละลาย Entek แล้ว Circulate อย่างน้อย 30 นาที รอจนอุณหภูมิของสารละลาย Entek ถึง 43 องศาเซลเซียส หลังจากนั้นวัดและปรับค่าสารละลายให้อยู่ในช่วงที่กำหนด โดยปรับตามลำดับดังนี้ ค่าความเข้มข้น ค่าพีเอช และค่าความหนืดของการเคลือบ

## 2. การสอบเทียบเครื่อง UV Spectrophotometer

ทำการสอบเทียบเครื่อง UV Spectrophotometer เพื่อหาค่าแฟกเตอร์ Thickness factor : F(t) และค่า Operating strength analysis : F(s) โดยมีขั้นตอนดังนี้

ขั้นที่ 1 เจือจางสารละลาย Entek replenisher 5 มิลลิลิตร ด้วยน้ำ DI 50 มิลลิลิตร ใส่ลงในขวดรูปชมพู่ขนาด 200 มิลลิลิตร ปิดฝาและเขย่าให้เข้ากัน

ขั้นที่ 2 เปิดสารละลายจากขั้นที่ 1 มา 4 มิลลิลิตร ใส่ลงในขวดปรับปริมาตรขนาด 1 ลิตร และปรับปริมาตรด้วยน้ำ DI เขย่าให้เข้ากัน

ขั้นที่ 3 ปรับความยาวคลื่นของเครื่อง UV spectrophotometer 270 นาโนเมตร เติมน้ำ DI ใส่ Quartz cell ทั้งสองอัน แล้วใส่ลงในเครื่อง เพื่อปรับค่าการดูดกลืนแสง (Absorbance) ให้เป็นศูนย์ (Set zero)

ขั้นที่ 4 ถัง Quartz cell สำหรับใส่ Sample และเติมด้วยสารละลายจากขั้นตอนที่ 2 และอ่านค่า Absorbance

$$\text{Thickness factor } F(t) = F(s)/157.4$$

$$\text{Operating strength factor } F(s) = 100/\text{Absorbance}$$



### 3. การเตรียมสารละลาย Entek เพื่อวัดความเข้มข้น

อุปกรณ์และสารเคมีที่ใช้ มีดังนี้

1. บีเปตขนาด 1 มิลลิลิตร
2. ขวดวัดปริมาตรขนาด 250 มิลลิลิตร
3. เครื่อง UV Spectrophotometer
4. สารละลาย Entek
5. น้ำ DI บริสุทธิ์

ขั้นตอนการเตรียมความเข้มข้นของสารละลาย Entek มีดังนี้

1. ใส่น้ำ DI ปริมาตร 200 มิลลิลิตร ในขวดวัดปริมาตรขนาด 250 มิลลิลิตร แล้วบีเปตสารละลาย Entek 1 มิลลิลิตร ใสในขวดวัดปริมาตร จากนั้นปรับให้ถึงขีดวัดปริมาตรด้วยน้ำ DI
2. วัดค่าการดูดกลืนแสง (Absorbance) ของสารละลายที่เตรียมได้จากข้อ 1 ด้วยเครื่อง UV Spectrophotometer ที่ความยาวคลื่น 270 นาโนเมตร โดยการวัดเปรียบเทียบกับน้ำ DI
3. นำค่าการดูดกลืนแสง (Absorbance) ที่ได้คูณด้วยแฟกเตอร์ Operating strength analysis : F(s) จะได้ค่าความเข้มข้นของสารละลาย Entek ในรูปเปอร์เซ็นต์โดยปริมาตร ดังสมการ

$$\text{ความเข้มข้นของสารละลาย Entek} = \text{Absorbance} \times F(s)$$



#### 4. การปรับค่าตัวแปรของสารละลาย Entek

ตารางที่ ข.1 ค่าตัวแปรและวิธีการปรับค่าตัวแปรของสารละลาย Entek

| ค่าตัวแปร     | การปรับ | วิธีการปรับ                 | ปริมาณที่เติม                                                                                                                                                                    | หน่วย     |
|---------------|---------|-----------------------------|----------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-----------|
| % ความเข้มข้น | เพิ่ม   | เติม Entek replenisher      | $\frac{(\% \text{ ความเข้มข้นที่ต้องการ} - \% \text{ ความเข้มข้นที่วัดได้}) \times \text{ปริมาตรสารละลาย}}{1,000}$                                                               | ลิตร      |
|               | ลด      | เติมน้ำ DI                  | $\frac{(\% \text{ ความเข้มข้นที่วัดได้} - \% \text{ ความเข้มข้นที่ต้องการ}) \times \text{ปริมาตรสารละลาย}}{100}$                                                                 | ลิตร      |
| ค่าพีเอช      | เพิ่ม   | เติม $\text{NH}_4\text{OH}$ | $(\text{พีเอชที่ต้องการ} - \text{พีเอชที่วัดได้}) \times 10,000$<br>ห้ามเติมเกินครั้งละ 500 มิลลิลิตร และทุกครั้งที่ต้องเจือจางด้วยน้ำ DI ในอัตราส่วน น้ำ DI : แอมโมเนีย = 4 : 1 | มิลลิลิตร |
|               | ลด      | เติมกรดฟอร์มิค              | $(\text{พีเอชที่วัดได้} - \text{พีเอชที่ต้องการ}) \times 10,000$<br>ห้ามเติมเกินครั้งละ 1,000 มิลลิลิตร                                                                          | มิลลิลิตร |

หมายเหตุ

- ลำดับการปรับสารละลาย กำหนดให้ปรับค่าความเข้มข้นก่อนปรับค่าพีเอช
- ถ้าต้องการเพิ่มปริมาตรในถังบรรจุสารละลาย Entek ให้เติมน้ำ DI : Entek replenisher ในอัตราส่วน 9:1 ลงไปเท่ากับปริมาตรที่ต้องการ



## ภาคผนวก ค

### ผลการทดลองตามการออกแบบการทดลองแบบ Full factorial design





ผลการทดลองแบบ Full factorial design จำนวนการทดลอง 16 การทดลอง

การทดลองที่ 1

ความเข้มข้นเริ่มต้น = 94.00 % โดยปริมาตร  
อุณหภูมิ = 40.00 องศาเซลเซียส  
พีเอช = 2.50  
ไม่เติมอากาศ

| ภาวะปฏิบัติการ          | เวลา (ชั่วโมง) |       |       |       | หมายเหตุ           |
|-------------------------|----------------|-------|-------|-------|--------------------|
|                         | 1              | 2     | 3     | 4     |                    |
| ความเข้มข้น (%)         | 96.55          | 95.43 | 97.65 | 95.75 | ไม่เกิดสารปนเปื้อน |
| อุณหภูมิ (องศาเซลเซียส) | 39.90          | 39.90 | 39.90 | 39.90 |                    |
| ค่าพีเอช                | 2.57           | 2.50  | 2.52  | 2.52  |                    |

การทดลองที่ 2

ความเข้มข้นเริ่มต้น = 141.39 % โดยปริมาตร  
อุณหภูมิ = 40.00 องศาเซลเซียส  
พีเอช = 2.50  
ไม่เติมอากาศ

| ภาวะปฏิบัติการ          | เวลา (ชั่วโมง) |        |        |        | หมายเหตุ           |
|-------------------------|----------------|--------|--------|--------|--------------------|
|                         | 1              | 2      | 3      | 4      |                    |
| ความเข้มข้น (%)         | 142.42         | 143.21 | 144.15 | 142.14 | ไม่เกิดสารปนเปื้อน |
| อุณหภูมิ (องศาเซลเซียส) | 40.00          | 40.00  | 39.10  | 39.80  |                    |
| ค่าพีเอช                | 2.43           | 2.42   | 2.43   | 2.42   |                    |



## การทดลองที่ 3

ความเข้มข้นเริ่มต้น = 90.00 % โดยปริมาตร

อุณหภูมิ = 47.00 องศาเซลเซียส

พีเอช = 2.50

ไม่เติมอากาศ

| ภาวะปฏิบัติการ          | เวลา (ชั่วโมง) |       |       |       | หมายเหตุ           |
|-------------------------|----------------|-------|-------|-------|--------------------|
|                         | 1              | 2     | 3     | 4     |                    |
| ความเข้มข้น (%)         | 93.33          | 91.06 | 94.03 | 94.32 | ไม่เกิดสารปนเปื้อน |
| อุณหภูมิ (องศาเซลเซียส) | 47.00          | 46.90 | 46.90 | 46.90 |                    |
| ค่าพีเอช                | 2.43           | 2.42  | 2.43  | 2.42  |                    |

## การทดลองที่ 4

ความเข้มข้นเริ่มต้น = 139.68 % โดยปริมาตร

อุณหภูมิ = 47.00 องศาเซลเซียส

พีเอช = 2.52

ไม่เติมอากาศ

| ภาวะปฏิบัติการ          | เวลา (ชั่วโมง) |        |        |        | หมายเหตุ           |
|-------------------------|----------------|--------|--------|--------|--------------------|
|                         | 1              | 2      | 3      | 4      |                    |
| ความเข้มข้น (%)         | 140.42         | 142.13 | 141.75 | 141.10 | ไม่เกิดสารปนเปื้อน |
| อุณหภูมิ (องศาเซลเซียส) | 47.00          | 47.10  | 47.20  | 46.60  |                    |
| ค่าพีเอช                | 2.48           | 2.39   | 2.38   | 2.39   |                    |



## การทดลองที่ 5

ความเข้มข้นเริ่มต้น = 94.00 % โดยปริมาตร

อุณหภูมิ = 40.00 องศาเซลเซียส

พีเอช = 2.81

ไม่เติมอากาศ

| ภาวะปฏิบัติการ          | เวลา (ชั่วโมง) |       |       |       | หมายเหตุ           |
|-------------------------|----------------|-------|-------|-------|--------------------|
|                         | 1              | 2     | 3     | 4     |                    |
| ความเข้มข้น (%)         | 94.86          | 96.95 | 95.32 | 97.2  | ไม่เกิดสารปนเปื้อน |
| อุณหภูมิ (องศาเซลเซียส) | 41.80          | 39.80 | 40.00 | 39.80 |                    |
| ค่าพีเอช                | 2.80           | 2.82  | 2.79  | 2.780 |                    |

## การทดลองที่ 6

ความเข้มข้นเริ่มต้น = 140.00 % โดยปริมาตร

อุณหภูมิ = 40.00 องศาเซลเซียส

พีเอช = 2.80

ไม่เติมอากาศ

| ภาวะปฏิบัติการ          | เวลา (ชั่วโมง) |        |        |        | หมายเหตุ                                                         |
|-------------------------|----------------|--------|--------|--------|------------------------------------------------------------------|
|                         | 1              | 2      | 3      | 4      |                                                                  |
| ความเข้มข้น (%)         | 141.69         | 143.28 | 145.32 | 141.18 | ชั่วโมงที่ 3 เกิดตะกอนสีขาวรอบๆของถังระดับเดียวกับสารละลาย Entek |
| อุณหภูมิ (องศาเซลเซียส) | 40             | 40     | 40     | 40     |                                                                  |
| ค่าพีเอช                | 2.80           | 2.82   | 2.85   | 2.85   |                                                                  |



## การทดลองที่ 7

ความเข้มข้นเริ่มต้น = 94.00 % โดยปริมาตร

อุณหภูมิ = 47.00 องศาเซลเซียส

พีเอช = 2.8

ไม่เติมอากาศ

| ภาวะปฏิบัติการ          | เวลา (ชั่วโมง) |       |       |       | หมายเหตุ           |
|-------------------------|----------------|-------|-------|-------|--------------------|
|                         | 1              | 2     | 3     | 4     |                    |
| ความเข้มข้น (%)         | 95.39          | 94.56 | 94.89 | 95.72 | ไม่เกิดสารปนเปื้อน |
| อุณหภูมิ (องศาเซลเซียส) | 46.90          | 46.90 | 47.00 | 47.00 |                    |
| ค่าพีเอช                | 2.71           | 2.73  | 2.73  | 2.75  |                    |

## การทดลองที่ 8

ความเข้มข้นเริ่มต้น = 142.31 % โดยปริมาตร

อุณหภูมิ = 47.00 องศาเซลเซียส

พีเอช = 2.95

ไม่เติมอากาศ

| ภาวะปฏิบัติการ          | เวลา (ชั่วโมง) |        |        |        | หมายเหตุ           |
|-------------------------|----------------|--------|--------|--------|--------------------|
|                         | 1              | 2      | 3      | 4      |                    |
| ความเข้มข้น (%)         | 146.85         | 146.47 | 147.59 | 145.95 | ไม่เกิดสารปนเปื้อน |
| อุณหภูมิ (องศาเซลเซียส) | 46.90          | 46.90  | 46.90  | 46.90  |                    |
| ค่าพีเอช                | 2.91           | 2.91   | 2.92   | 2.910  |                    |



## การทดลองที่ 9

ความเข้มข้นเริ่มต้น = 90.00 % โดยปริมาตร

อุณหภูมิ = 40.00 องศาเซลเซียส

พีเอช = 2.51

เติมอากาศ

| ภาวะปฏิบัติการ          | เวลา (ชั่วโมง) |       |       |       | หมายเหตุ           |
|-------------------------|----------------|-------|-------|-------|--------------------|
|                         | 1              | 2     | 3     | 4     |                    |
| ความเข้มข้น (%)         | 91.43          | 92.03 | 94.43 | 92.55 | ไม่เกิดสารปนเปื้อน |
| อุณหภูมิ (องศาเซลเซียส) | 39.90          | 39.90 | 40.00 | 39.90 |                    |
| ค่าพีเอช                | 2.52           | 2.52  | 2.52  | 2.52  |                    |

## การทดลองที่ 10

ความเข้มข้นเริ่มต้น = 140.00 % โดยปริมาตร

อุณหภูมิ = 40.00 องศาเซลเซียส

พีเอช = 2.51

เติมอากาศ

| ภาวะปฏิบัติการ          | เวลา (ชั่วโมง) |        |        |        | หมายเหตุ                                                                                                                                                                             |
|-------------------------|----------------|--------|--------|--------|--------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|
|                         | 1              | 2      | 3      | 4      |                                                                                                                                                                                      |
| ความเข้มข้น (%)         | 142.41         | 141.22 | 141.80 | 142.69 | ชั่วโมงที่ 1-2<br>เกิดของเหลวหนืดสีน้ำตาล<br>มากบริเวณระดับเดียวกับ<br>สารละลาย Entek<br>ชั่วโมงที่ 3-4 เกิดของเหลว<br>หนืดสีน้ำตาลด้านล่างของถัง<br>บรรจุสารละลาย Entek<br>จำนวนมาก |
| อุณหภูมิ (องศาเซลเซียส) | 40.00          | 40.00  | 40.00  | 40.00  |                                                                                                                                                                                      |
| ค่าพีเอช                | 2.45           | 2.46   | 2.44   | 2.45   |                                                                                                                                                                                      |



## การทดลองที่ 11

ความเข้มข้นเริ่มต้น = 90.00 % โดยปริมาตร

อุณหภูมิ = 47.00 องศาเซลเซียส

พีเอช = 2.50

เติมอากาศ

| ภาวะปฏิบัติการ          | เวลา (ชั่วโมง) |       |       |       | หมายเหตุ           |
|-------------------------|----------------|-------|-------|-------|--------------------|
|                         | 1              | 2     | 3     | 4     |                    |
| ความเข้มข้น (%)         | 90.39          | 92.03 | 91.65 | 93.99 | ไม่เกิดสารปนเปื้อน |
| อุณหภูมิ (องศาเซลเซียส) | 47.00          | 48.10 | 44.20 | 42.80 |                    |
| ค่าพีเอช                | 2.50           | 2.42  | 2.51  | 2.46  |                    |

## การทดลองที่ 12

ความเข้มข้นเริ่มต้น = 145.00 % โดยปริมาตร

อุณหภูมิ = 46.80 องศาเซลเซียส

พีเอช = 2.51

เติมอากาศ

| ภาวะปฏิบัติการ          | เวลา (ชั่วโมง) |        |        |        | หมายเหตุ                                                |
|-------------------------|----------------|--------|--------|--------|---------------------------------------------------------|
|                         | 1              | 2      | 3      | 4      |                                                         |
| ความเข้มข้น (%)         | 146.09         | 145.75 | 147.14 | 146.90 | ชั่วโมงที่ 3 ของการ<br>ทดลองเกิดของเหลว<br>หนืดสีน้ำตาล |
| อุณหภูมิ (องศาเซลเซียส) | 46.80          | 47.00  | 47.00  | 47.00  |                                                         |
| ค่าพีเอช                | 2.51           | 2.60   | 2.60   | 2.61   |                                                         |



## การทดลองที่ 13

ความเข้มข้นเริ่มต้น = 90.00 % โดยปริมาตร

อุณหภูมิ = 40.00 องศาเซลเซียส

พีเอช = 2.80

เดิมอากาศ

| ภาวะปฏิบัติการ          | เวลา (ชั่วโมง) |       |       |       | หมายเหตุ           |
|-------------------------|----------------|-------|-------|-------|--------------------|
|                         | 1              | 2     | 3     | 4     |                    |
| ความเข้มข้น (%)         | 91.39          | 93.08 | 92.43 | 90.55 | ไม่เกิดสารปนเปื้อน |
| อุณหภูมิ (องศาเซลเซียส) | 40.00          | 40.10 | 39.70 | 40.00 |                    |
| ค่าพีเอช                | 2.77           | 2.76  | 2.77  | 2.79  |                    |

## การทดลองที่ 14

ความเข้มข้นเริ่มต้น = 140.00 % โดยปริมาตร

อุณหภูมิ = 40.00 องศาเซลเซียส

พีเอช = 2.81

เดิมอากาศ

| ภาวะปฏิบัติการ          | เวลา (ชั่วโมง) |        |        |        | หมายเหตุ                                        |
|-------------------------|----------------|--------|--------|--------|-------------------------------------------------|
|                         | 1              | 2      | 3      | 4      |                                                 |
| ความเข้มข้น (%)         | 145.20         | 147.87 | 146.54 | 146.02 | ชั่วโมงที่ 2 ของการทดลองเกิดของเหลวหนืดสีน้ำตาล |
| อุณหภูมิ (องศาเซลเซียส) | 39.90          | 39.90  | 39.90  | 39.90  |                                                 |
| ค่าพีเอช                | 2.85           | 2.85   | 2.87   | 2.85   |                                                 |



## การทดลองที่ 15

ความเข้มข้นเริ่มต้น = 93.56 % โดยปริมาตร

อุณหภูมิ = 47.00 องศาเซลเซียส

พีเอช = 2.85

เติมอากาศ

| ภาวะปฏิบัติการ          | เวลา (ชั่วโมง) |       |       |       | หมายเหตุ           |
|-------------------------|----------------|-------|-------|-------|--------------------|
|                         | 1              | 2     | 3     | 4     |                    |
| ความเข้มข้น (%)         | 95.93          | 94.48 | 94.33 | 96.59 | ไม่เกิดสารปนเปื้อน |
| อุณหภูมิ (องศาเซลเซียส) | 46.90          | 47.00 | 46.90 | 47.00 |                    |
| ค่าพีเอช                | 2.80           | 2.85  | 2.85  | 2.84  |                    |

## การทดลองที่ 16

ความเข้มข้นเริ่มต้น = 140.00 % โดยปริมาตร

อุณหภูมิ = 47.00 องศาเซลเซียส

พีเอช = 2.74

เติมอากาศ

| ภาวะปฏิบัติการ          | เวลา (ชั่วโมง) |        |        |        | หมายเหตุ                                                               |
|-------------------------|----------------|--------|--------|--------|------------------------------------------------------------------------|
|                         | 1              | 2      | 3      | 4      |                                                                        |
| ความเข้มข้น(%)          | 142.63         | 141.30 | 143.93 | 144.07 | ชั่วโมงที่ 2 ของการทดลอง<br>เกิดของเหลวเหนียว<br>สีน้ำตาลบริเวณข้างถัง |
| อุณหภูมิ (องศาเซลเซียส) | 47.00          | 46.90  | 47.00  | 47.00  |                                                                        |
| ค่าพีเอช                | 2.75           | 2.75   | 2.79   | 2.78   |                                                                        |