

## บทที่ 3 วิธีดำเนินงานวิจัย

### 3.1 เครื่องมือที่ใช้ในการวิจัย

#### 3.1.1 สารเคมี

1. สารละลายกรดซัลฟูริก ( $H_2SO_4$ ) ความเข้มข้น 5 N บริษัท BDH AnalaR ประเทศอังกฤษ
2. สารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ (NaOH) บริษัท Lion sun ประเทศไทย
3. แอมโมเนียมไฮดรอกไซด์เข้มข้น ( $NH_4OH$ ) บริษัท J.T Baker ประเทศสหรัฐอเมริกา
4. ถ้ำกลบ
5. คาร์บอกซีเมทิลเซลลูโลส, ชื่อทางการค้า NIKLACELL CH5F บริษัท SUNOLIN จากประเทศออสเตรเลีย
  - ก. สีขาว
  - ข. ปริมาณของแข็งร้อยละ 92-95
  - ค. ค่า pH เมื่อเป็นสารละลายเข้มข้นร้อยละ 1 คือ 9.5-10.5
  - ง. ความหนืดเมื่อเป็นสารละลายเข้มข้นร้อยละ 10 คือ 200-1500 mPa s วัดด้วยเครื่องวัดความหนืดยี่ห้อ Brookfield เข็มเบอร์ 4 ความเร็ว 20 RPM อุณหภูมิ 25 องศาเซลเซียส
6. ซิลิกาสังเคราะห์จากถ้ำกลบ
7. พอลิไวนิลแอลกอฮอล์ GOHSENOL NL-05 บริษัท SUNOLIN ประเทศออสเตรเลีย
  - ก. ร้อยละไฮโดรไลซิส 98.5-100
  - ข. น้ำหนักโมเลกุล 77,000-79,000 g/mol
  - ค. ความหนืดเมื่อเป็นสารละลายร้อยละ 4 คือ 4.6 – 6 cps ที่อุณหภูมิ 20 °C
  - ง. ค่า pH เมื่อเป็นสารละลายเข้มข้นร้อยละ 1 คือ 5 - 7

### 3.1.2 อุปกรณ์

1. ชุดรีฟลักซ์ ฐานให้ความร้อน ยี่ห้อ FALC Instruments ประเทศอิตาลี
2. เครื่องลดขนาดของสาร Current Jet Crusher ยี่ห้อ MAKINA รุ่น CJ 10
3. เครื่องคนและให้ความร้อน hot plate magnetic stirrer รุ่น 34532 ยี่ห้อ snijders ประเทศเนเธอร์แลนด์
4. Buchner funnel พร้อมชุดกรอง
5. เครื่องอัลตราโซนิก รุ่น D 7700 SINGEN/Htw บริษัท Elma ประเทศเยอรมนี
6. กระดาษคอมพิวเตอร์แบบม้วน น้ำหนัก 80 g/m<sup>2</sup>
7. เครื่องปรุฟเฟลกโซกราฟีใช้สำหรับเคลือบผิว JM Heaford proof press Flexography , ประเทศอังกฤษ
  - ก. ความละเอียดของลูกแอนนิลอก 550 เส้นต่อนิ้ว
  - ข. ความเร็ว 50 รอบต่อนาที
  - ค. ระยะห่างด้านซ้าย โมเพลด 5.30 ลูกแอนนิลอก 3.80  
ระยะห่างด้านขวา โมเพลด 4.04 ลูกแอนนิลอก 3.15
  - ง. เพลตขนาด 21 x 30 cm (A4) หนา 1.7 เซนติเมตร
  - จ. โมเพลดขนาด ยาว 300 มิลลิเมตร
8. เครื่องชั่งที่มีทศนิยม 4 ตำแหน่ง ยี่ห้อ METTLER TOLEDO รุ่น AB204-S ประเทศ สวิตเซอร์แลนด์
9. เครื่องพิมพ์แคนนอน Canon i9950 , ประเทศญี่ปุ่น
  - ก. ความละเอียด 4800 x 1200 จุดต่อนิ้ว
  - ข. เครื่องพิมพ์ 8 สี ขนาดหยด 2 พิโคลิตร
  - ค. หมึกพิมพ์อิงค์เจ็ต canon IBC6
  - ง. เลือกเงื่อนไขการพิมพ์แบบ standard และกระดาษแบบม้วนด้าน
10. เครื่องวัดความหนืดยี่ห้อ Brookfield Digital Viscometer : Model LVDN-II+ ประเทศสหรัฐอเมริกา
11. เครื่องวัดความดำของหมึกพิมพ์ X-Rite Spectrodensitometer รุ่น 530 ประเทศ สหรัฐอเมริกา
12. เครื่องวัด CIE L\*a\*b\* เครื่อง X-Rite Spectrophotometer รุ่น Sp62 ประเทศ สหรัฐอเมริกา



### 3.2.1 ขั้นตอนการเตรียมซิลิกาและศึกษาสมบัติของซิลิกา

3.2.1.1 นำแก้วกลมไปบดด้วยเครื่องบอลล์มิลล์

3.2.1.2 ผสมแก้วกลมบดละเอียดลงในสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ที่มีความเข้มข้นร้อยละ 10 โดยใช้สัดส่วนของแก้วกลมต่อสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ เท่ากับ 50 กรัม ต่อ 400 มิลลิลิตร

3.2.1.3 นำของผสมไปรีฟลักซ์เป็นเวลา 3 ชั่วโมง จะได้สารละลายโซเดียมซิลิเกต

3.2.1.4 กรองเพื่อแยกสารละลายโซเดียมซิลิเกต และตะกอนออกจากกัน

3.2.1.5 ล้างตะกอนด้วยน้ำร้อนปริมาตร 100 มิลลิลิตร กรองเพื่อแยกตะกอนและน้ำล้างตะกอน นำน้ำล้างตะกอนไปรวมกับสารละลายโซเดียมซิลิเกต

3.2.1.6 เติมกรดซัลฟูริกความเข้มข้น 5 N ลงในสารละลายโซเดียมซิลิเกต เพื่อให้ได้ค่าความเป็นกรด-เบสเท่ากับ 10 จะเกิดเป็นเจลขึ้นมา แล้วเติมกรดซัลฟูริกความเข้มข้น 5 N ลงในเจลจนมีค่าความเป็นกรด-เบส เท่ากับ 2 เจลจะเปลี่ยนรูปเป็นของขุ่น (slurry)

3.2.1.7 เติมแอมโมเนียมไฮดรอกไซด์เข้มข้น ให้ค่าความเป็นกรด-เบสเท่ากับ 8.5

3.2.1.8 กรองของเหลวออก นำซิลิกาไปอบที่อุณหภูมิ 150 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 1 คืนจนแห้ง

3.2.1.9 บดซิลิกาที่แห้งแล้วด้วยโกร่งบดสาร ล้างซิลิกาด้วยน้ำกลั่น 200 มิลลิลิตร

3.2.1.10 นำซิลิกาไปอบที่อุณหภูมิ 200 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 3 ชั่วโมง

3.2.1.11 บดซิลิกาเจลที่อบแห้งด้วยเครื่องเจ็ดมิลล์

3.2.1.12 ตรวจสอบลักษณะของซิลิกาเจลที่ได้ดังต่อไปนี้

- ก. การกระจายตัวของอนุภาค
- ข. ปริมาตรรูพรุนและเส้นผ่าศูนย์กลางรูพรุน
- ค. พื้นที่ผิวจำเพาะ
- ง. รูปร่างอนุภาค

### 3.2.2 การศึกษาสมบัติของดินขาวนิวซีแลนด์ และแคลเซียมคาร์บอเนตบด

- ก. การกระจายตัวของอนุภาค
- ข. ปริมาตรรูพรุนและเส้นผ่าศูนย์กลางรูพรุน
- ค. พื้นที่ผิวจำเพาะ
- ง. รูปร่างอนุภาค

### 3.2.3 คำนวณหาอัตราส่วนที่เหมาะสมโดยใช้การออกแบบส่วนผสมเชิงสถิติ (mixture design)

ใช้โปรแกรมมินิแทบในการออกแบบส่วนผสมเชิงสถิติ โดยกำหนดปริมาณซิลิกา สังกะสีจากถ้ำกลบ (องค์ประกอบที่ 1:  $X_1$ ) ดินขาวนิวซีแลนด์ (องค์ประกอบที่ 2:  $X_2$ ) และ แคลเซียมคาร์บอเนตบด (องค์ประกอบที่ 3:  $X_3$ ) อยู่ที่ร้อยละ 50 -100, 0 - 50 และ 0 - 50 ตามลำดับ โดยใช้อัตราส่วนสารสีต่อสารยึดต่อสารยึดร่วมที่ 100:30:2 ที่ร้อยละของแข็ง 22

ใช้การออกแบบซิมเพล็กซ์แลททิส 3 ระดับ ที่รวมจุดศูนย์กลางและจุดกึ่งกลาง และทำการทดลองซ้ำเฉพาะที่จุดกึ่งกลาง ได้สูตรของผสมทั้งสิ้น 13 สูตร รวมกับทำการทดลองซ้ำในสูตรที่ 11 - 13 ดังแสดงในตารางที่ 3.1

ตารางที่ 3.1 สัดส่วนของสารสี 3 ชนิดที่ได้จากการออกแบบส่วนผสมเชิงสถิติ

สูตร	ร้อยละโดยน้ำหนัก						สัดส่วน $\text{SiO}_2 : \text{Kaolin} : \text{CaCO}_3$
	ซิลิกา	ดินขาว นิวซีแลนด์	แคลเซียม คาร์บอเนตบด	พีวีเอ	ซีเอ็มซี	น้ำ	
1	16.66	0.00	0.00	5.00	0.33	78.00	100.00 : 00.00 : 00.00
2	13.89	2.78	0.00	5.00	0.33	78.00	83.33 : 16.67 : 00.00
3	13.89	0.00	2.78	5.00	0.33	78.00	83.33 : 00.00 : 16.67
4	11.12	5.56	0.00	5.00	0.33	78.00	66.67 : 33.33 : 00.00
5	11.12	2.78	2.78	5.00	0.33	78.00	66.67 : 16.67 : 16.67
6	11.12	0.00	5.56	5.00	0.33	78.00	66.67 : 00.00 : 33.33
7	8.33	8.33	0.00	5.00	0.33	78.00	50.00 : 50.00 : 00.00
8	8.33	5.56	2.78	5.00	0.33	78.00	50.00 : 33.33 : 16.67
9	8.33	2.78	5.56	5.00	0.33	78.00	50.00 : 16.67 : 33.33
10	8.33	0.00	8.33	5.00	0.33	78.00	50.00 : 00.00 : 50.00
11	13.89	1.39	1.39	5.00	0.33	78.00	83.33 : 8.33 : 8.33
12	9.72	5.56	1.39	5.00	0.33	78.00	58.33 : 33.33 : 8.33
13	9.72	1.39	5.56	5.00	0.33	78.00	58.33 : 8.33 : 33.33

### 3.3 วิธีการเตรียมสารเคลือบกระดาษพิมพ์อิงค์เจ็ทและการตรวจสอบสมบัติกระดาษเคลือบผิว

3.3.1 ชั่งพอลิไวนิลแอลกอฮอล์ผสมลงในน้ำกลั่นที่อุณหภูมิห้องจากนั้นกวนที่อุณหภูมิ 85 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 30 นาที หรือจนกว่าพอลิไวนิลแอลกอฮอล์ละลายหมดแล้วทิ้งให้เย็นที่อุณหภูมิ 25 องศาเซลเซียส

3.3.2 ละลายซีเอ็มซีในน้ำกลั่นผสมสารสีกับน้ำให้เป็นของข้น และใส่ลงไปนซีเอ็มซีที่ละลายแล้ว

3.3.3 นำสารละลายพอลิไวนิลแอลกอฮอล์ผสมกับของข้นที่ได้ในข้อ 3.3.2 กวนเป็นเวลา 20 นาที หากสารเคลือบเกิดฟอง ให้นำไปไล่ฟองในอ่างอัลตราโซนิก

3.3.4 วัดค่าความหนืด

3.3.5 นำไปเคลือบบนกระดาษสำหรับทำฐานกระดาษอิงค์เจ็ท ในงานวิจัยนี้ใช้กระดาษคอมพิวเตอร์น้ำหนัก 80 g/m<sup>2</sup> โดยใช้เครื่องพิมพ์เฟล็กโซในการเคลือบ เพื่อให้เกิดความสม่ำเสมอของชั้นผิวเคลือบ

3.3.6 นำไปตรวจสอบสมบัติต่าง ๆ ต่อไปนี้

3.3.6.1 น้ำหนักสารเคลือบ โดยตัดกระดาษให้มีขนาด 10x10 ตารางเซนติเมตร แล้วนำไปชั่ง 3 ครั้ง บันทึกค่าเฉลี่ยที่ได้

3.3.6.2 ความขาวสว่าง วัดด้วยเครื่องวัดสมบัติเชิงแสงของกระดาษ Technidyne color touch PC ที่ความยาวคลื่น 457 นาโนเมตร ทำการสุ่มตำแหน่งวัด 3 ครั้ง

3.3.6.3 ความขาว วัดด้วยเครื่องวัดสมบัติเชิงแสงของกระดาษ Technidyne color touch PC ทำการสุ่มตำแหน่งวัด 3 ครั้ง บันทึกค่าเฉลี่ยที่ได้

3.3.6.4 ความทึบแสง วัดด้วยเครื่องวัดสมบัติเชิงแสงของกระดาษ Technidyne color touch PC ทำการสุ่มตำแหน่งวัด 3 ครั้ง บันทึกค่าเฉลี่ยที่ได้

3.3.6.5 ความสม่ำเสมอของสารเคลือบบนกระดาษเคลือบผิว ด้วยภาพถ่าย SEM ทำการบันทึกภาพของพื้นผิวที่กำลังขยาย 5000 เท่า

### 3.4. การตรวจสอบคุณภาพงานพิมพ์

3.4.1 พิมพ์ QEA test chart ลงบนกระดาษอิงค์เจ็ทที่เตรียมได้ สูตรละ 2 แผ่น

3.4.2 วิเคราะห์คุณภาพงานพิมพ์ โดยการหาค่าเฉลี่ยจากกระดาษอิงค์เจ็ททั้ง 2 แผ่นที่มีสูตรสารเคลือบเหมือนกัน โดยวัดสมบัติต่าง ๆ ดังนี้

ก. ค่าความดำหมึกพิมพ์ (Ink density) ของ CMYK บนพื้นที่บ

ข. คุณภาพของเส้น (Line quality)

ค. คุณภาพของตัวอักษร (Text quality)

ง. ร้อยละของการซึมเข้าหากันของหมึกพิมพ์ (Inter-color bleed) ซึ่งสามารถคำนวณได้จากสมการที่ 2.4

3.4.3 เปรียบเทียบคุณภาพงานพิมพ์ของกระดาษเคลือบผิวทั้ง 13 สูตร

### 3.5. การวิเคราะห์หาสัดส่วนที่เหมาะสมของสารสี

3.5.1 นำค่าที่วัดได้จากการทดลองตามตารางที่ 3.1 ไปวิเคราะห์หาสัดส่วนที่เหมาะสมของสารสี โดยใช้โปรแกรมคอมพิวเตอร์มินิแทบ โดยใช้แบบจำลองสมการแบบควอดราติก ในการหาค่าสัมประสิทธิ์ของสมการความสัมพันธ์ระหว่างสมบัติของสารเคลือบที่สนใจ (response surface) และองค์ประกอบของซิลิกา ดินขาวนิวซีแลนด์ และแคลเซียมคาร์บอเนตบด

3.5.2 ทำการทดลองตามสูตรที่กำหนดโดยใช้สูตรที่มีองค์ประกอบของสารสีทั้ง 3 ชนิด เพื่อทดสอบความสามารถในการทำนายของแบบจำลองแบบควอดราติก