บทที่ 3

วิธีดำเนินการวิจัย

ขั้นตอนดำเนินการวิจัย มีดังนี้

1. หาปริมาณและชนิดของสารเพิ่มความขาวสว่างที่เหมาะสม
2. ศึกษาผลของแสง ความร้อน และรังสียูวีที่มีต่อสมบัติเชิงแสงของกระดาษ

3.1 วัสดุและสารเคมีที่ใช้ในการวิจัย

1. เยื่อยูคาลิปตัสทางการค้าจากบริษัทฟีนิกซ์ พัลพ์ แอนด์ เพเพอร์ จำกัด(มหาชน) ประเทศไทย
2. กระดาษกรองเบอร์ 1 (filter paper)
3. สารเพิ่มความขาวสว่างทางการค้า 4 ชนิดได้แก่
   - Tinopal UP บริษัทซีบา สเปเชียลตี เคมิคอลส์(ประเทศไทย) จำกัด
   - Skaywhite HCE บริษัทเอสเคย์ ดายสตัฟส์ แอนด์ ออร์แกนิก เคม ไพรเวท จำกัด
   - Leucophor AL บริษัทแคลเรียนท์ เคมิคอลส์(อินเดีย) จำกัด
   - Sunwhite APL บริษัทซันไรส์ เคมิคอลส์ จำกัด
4. เมทานอล (methanol) เกรดสำหรับการวิเคราะห์ บริษัท Merck ประเทศเยอรมัน
5. โซดียมไดไฮโดรเจนออโธฟอสเฟต เกรดสำหรับการวิเคราะห์ บริษัทเอแจ็กซ์ ไฟน์เคม ประเทศออสเตรเลีย

3.2 เครื่องมือที่ใช้ในงานวิจัย

1. เครื่องตีเยื่อ (valley beater) ยี่ห้อ Universal Engineering รุ่น UEC-2018A บริษัท Universal Engineering Corporation ประเทศอินเดีย
2. เครื่องทำแผ่นกระดาษ (sheet former) ยี่ห้อ PTI รุ่น RK-2A KWT บริษัท Paper Testing Association ประเทศออสเตรีย
3. เครื่องชั่ง (balance) ยี่ห้อ GX-30K บริษัท A&D Co., Ltd. ประเทศญี่ปุ่น

4. เครื่องชั่งละเอียด 3 ตำแหน่ง (balance) ยี่ห้อ Mettler Toledo รุ่น PM 2500 ประเทศสวิตเซอร์แลนด์
5. อ่างทำความร้อน (water bath) ยี่ห้อ Memmert รุ่น 12877-KL บริษัท Memmert ประเทศเยอรมนี
6. เครื่องหาสภาพระบายได้ (freeness tester) ยี่ห้อ Regmed รุ่น CF/A บริษัท Regmed ประเทศบราซิล
7. เครื่องวัดสมบัติเชิงแสง (optical property tester) ยี่ห้อ Technidyne รุ่น Color-Touch PC บริษัท Technidyne Corporation ประเทศสหรัฐอเมริกา
8. ตู้อบ (oven) ยี่ห้อ MMM รุ่น Venticell บริษัท MMM MedCenter Einrichtungen GmbH ประเทศเยอรมนี
9. เครื่องทดสอบความคงทนของสีต่อแสง (light fastness tester) ยี่ห้อ James H.Heal บริษัท James H.Heal & Co.Ltd. ประเทศอังกฤษ
10. เครื่องเร่งสภาวะ Q-U-V accelerated weathering tester ยี่ห้อ Q-LAB รุ่น QUV/SE บริษัท The Q-Panel Company ประเทศสหรัฐอเมริกา
11. เครื่องระเหยแบบหมุน (rotary evaporator) ยี่ห้อ BÜCHI รุ่น R-200 basic บริษัท BÜCHI Labortechnik AG ประเทศสวิตเซอร์แลนด์
12. เครื่องดิฟฟิวส์ รีเฟลกแทนซ์ ยูวีวิสิเบิล สเปกโทรโฟโตมิเตอร์ (Diffuse Reflectance UV-vis Spectrophotometry, DR-UV-vis) ยี่ห้อ shimadsu รุ่น UV-VIS 2550 shimadsu UV probe ประเทศญี่ปุ่น
13. เครื่องฟูริเออร์ ทรานสฟอร์ม อินฟราเรดสเปกโทรโฟโตมิเตอร์ (Fourier Transform Infrared spectrophotometer, FT-IR) ยี่ห้อ Nicolet รุ่น Nicolet FT-IR Impact 410 ประเทศอังกฤษ
14. เครื่องฟูริเออร์ ทรานสฟอร์ม อินฟราเรดสเปกโทรโฟโตมิเตอร์ (Fourier Transform Infrared spectrophotometer, FT-IR) ยี่ห้อ Nicolet รุ่น Nicolet Nexus 670 ประเทศสหรัฐอเมริกา
15. เครื่องฟูริเออร์ ทรานสฟอร์ม รามานสเปกโทรมิเตอร์ (Fourier Transform Raman Spectrometer, FT-Raman) ยี่ห้อ Nicolet รุ่น Nicolet NXR 9650 ประเทศสหรัฐอเมริกา
16. เครื่องไฮ เพอร์ฟอร์มานซ์ ลิควิด โครมาโทกราฟี (High Performance Liquid Chromatography, HPLC) ยี่ห้อ Varian รุ่น prostar 500 ประเทศสหรัฐอเมริกา

3.3 วิธีการดำเนินงานวิจัย

ขั้นที่ 1 : หาปริมาณและชนิดของสารเพิ่มความขาวสว่างที่เหมาะสม

1. หาปริมาณของแข็งที่มีอยู่ในสารแต่ละตัว พร้อมทั้งวิเคราะห์สารเพิ่มความขาวสว่างทั้ง 4 ชนิด ด้วยเทคนิคอินฟราเรดสเปกโทรสโกปี และ เทคนิคยูวี-วิสิเบิลสเปกโทรสโกปี เพื่อเป็นข้อมูลในการพิจารณาเลือกสารเพิ่มความขาวสว่างที่จะใช้ในการทดลอง

2. นำเยื่อกระดาษมาทำการตีบดด้วยเครื่องบดเยื่อ (valley beater) ตามมาตรฐาน TAPPI T 220 sp-01 [20] โดยให้ค่าสภาพการระบายน้ำ (freeness) อยู่ที่ 300-350 มิลลิลิตร ตามมาตรฐาน TAPPI T 227 om-99 [21] เยื่อที่ได้จะถูกเตรียมเป็นน้ำเยื่อที่มีความเข้มข้นร้อยละ 0.3 จากนั้นใส่สารเพิ่มความขาวสว่างแต่ละชนิดลงในน้ำเยื่อดังกล่าวปริมาณร้อยละ 0, 0.1, 0.2, 0.3, 0.4 และ 0.5 ของน้ำหนักเยื่อแห้ง แล้วนำไปขึ้นแผ่นตามมาตรฐาน ISO 5269 -2 [22] โดยแต่ละแผ่นมีน้ำหนักมาตรฐาน 80 กรัม/ตร.ม.

3. นำกระดาษที่ได้มาชั่งน้ำหนักเพื่อหาน้ำหนักมาตรฐาน (basis weight) จากนั้นวัดค่าความขาวสว่างตามมาตรฐาน TAPPI T 452 [23] และ ค่าการสะท้อนแสงที่ความยาวคลื่น 400-700 นาโนเมตร

4. เลือกสารเพิ่มความขาวสว่างชนิดที่เหมาะสมและปริมาณที่ให้ค่าความขาวสว่างสูงสุดแล้วทำการขึ้นแผ่นเพื่อใช้ในการเร่งอายุการเก็บด้วยวิธีต่าง ๆ ในขั้นตอนต่อไป

ขั้นที่ 2 : ศึกษาผลของความร้อน แสง และรังสียูวีต่อสมบัติเชิงแสงของกระดาษ

1. ทำการเร่งอายุการเก็บ ดังนี้

1.1 ความร้อน : นำตัวอย่างไปอบความร้อนด้วยตู้อบ (oven) ที่อุณหภูมิ 105 องศาเซลเซียส ตามมาตรฐาน ISO 5630-1 เป็นเวลา 0, 3, 6, 9 และ 12 วัน [9]

1.2 แสง : นำตัวอย่างไปอาบแสงด้วยหลอดไฟ (xenon) ของเครื่องทดสอบความคงทนสีต่อแสง (light fastness tester) ที่เวลา 0, 25, 50, 75 และ 100 ชั่วโมง ตามมาตรฐาน ASTM D 6789-02 [11]

1.3 รังสียูวี : นำตัวอย่างไปอาบรังสียูวีด้วยเครื่องเร่งสภาวะ (QUV accelerated weathering) เป็นเวลา 0, 25, 50, 75 และ 100 ชั่วโมง

2. วัดสมบัติเชิงแสงของกระดาษตัวอย่างที่ผ่านการเร่งอายุการเก็บ ได้แก่ ค่าการสะท้อนแสงและความขาวสว่างของกระดาษ ในช่วงความยาวคลื่น 400-700 นาโนเมตร ด้วยเครื่องวัดสมบัติทางแสง

3. เลือกตัวอย่างกระดาษที่ผ่านการเร่งอายุนานที่สุดหรือมีแนวโน้มค่าความขาวสว่างน้อยที่สุด จากการเร่งด้วยความร้อน แสง และรังสียูวี เพื่อนำไปศึกษาการเปลี่ยนแปลงทางเคมีเทียบกับกระดาษที่ควบคุมโดยการไม่เร่งอายุ ด้วยเทคนิคการวิเคราะห์ทางเคมี

3.4 การวิเคราะห์ข้อมูล

1. วิเคราะห์สารเพิ่มความขาวสว่างทั้ง 4 ชนิดด้วยเทคนิคดังนี้

- หาปริมาณของแข็ง (solid content) โดยระเหยสารเพิ่มความขาวสว่างเพื่อหาปริมาณของแข็งที่เหลืออยู่คิดเป็นร้อยละของสารเพิ่มความขาวสว่างแต่ละตัว โดยใช้สูตร

$$\% \text{ Solid content} = \frac{\text{น้ำหนักหลังระเหย}}{\text{น้ำหนักก่อนระเหย}} \times 100$$

- เทคนิคฟูริเออร์ ทรานสฟอร์ม อินฟราเรดสเปกโทรสโกปี (Fourier Transform Infrared spectroscopy, FT-IR) นำสารเพิ่มความขาวสว่างแต่ละตัวมาวิเคราะห์ด้วยเทคนิค FT-IR (Nicolet รุ่น Nicolet FT-IR Impact 410) เพื่อเปรียบเทียบค่าการการส่องผ่าน (%Transmittance, %T) ของสารเพิ่มความขาวสว่างแต่ละตัว

- เทคนิคดิฟฟิวส์ รีเฟลกแทนซ์ ยูวีวิสิเบิล สเปกโทรสโกปี (Diffuse Reflectance UV-vis Spectroscopy, DR-UV-vis) นำสารเพิ่มความขาวสว่างแต่ละตัวมาวิเคราะห์ด้วยเทคนิค DR-UV-vis (shimadsu รุ่น UV-VIS 2550 shimadsu UV probe) เพื่อเปรียบเทียบการดูดกลืนแสง (Absorbance, A) ของสารเพิ่มความขาวสว่างแต่ละตัว

2. วิเคราะห์ผลจากค่าการสะท้อนแสง (% Reflectance) ที่ความยาวคลื่น (400-700 นาโนเมตร) ของกระดาษที่มีสารเพิ่มความขาวสว่างปริมาณร้อยละ 0, 0.1, 0.2, 0.3, 0.4 และ 0.5 ของน้ำหนักเยื่อแห้ง (โดยแต่ละแผ่นมีน้ำหนักมาตรฐาน 80 กรัม/ตร.ม.) เพื่อหาปริมาณที่เหมาะสมของสารเพิ่มความขาวสว่างสำหรับเตรียมแผ่นกระดาษเพื่อนำไปเร่งอายุต่อไป

3. วิเคราะห์ผลจากค่าการสะท้อนแสง (% Reflectance) ที่ความยาวคลื่น (400-700 นาโนเมตร) ของกระดาษที่ผ่านการเร่งอายุด้วยการอบความร้อน อาบด้วยแสง และอาบด้วยรังสียูวี

4. วิเคราะห์ตัวอย่างกระดาษที่ผ่านการเร่งอายุด้วยความร้อน แสง และรังสียูวีด้วยเทคนิคทางเคมีดังนี้

- เทคนิคฟูริเออร์ ทรานสฟอร์ม รามานสเปกโทรสโกปี (Fourier Transform-Raman Spectroscopy, FT-Raman) กระดาษตัวอย่างที่ผ่านการเร่งแล้วถูกนำมาวิเคราะห์ด้วย

เทคนิค FT-Raman (Nicolet รุ่น Nicolet NXR 9650) เพื่อเปรียบเทียบผลระหว่างกระดาษก่อนและหลังการเร่งอายุ

- เทคนิคฟูริเออร์ทรานสฟอร์ม อิฟราเรดสเปกโทรสโกปี (Fourier Transform-Infrared Spectroscopv, FT-IR) กระดาษตัวอย่างที่ผ่านการเร่งแล้วถูกนำมาวิเคราะห์ด้วยเทคนิค Nicolet รุ่น Nicolet FT-IR Impact 410 เพื่อเปรียบเทียบผลระหว่างกระดาษก่อนและหลังการเร่งอายุ

- เทคนิคไฮ เพอร์ฟอร์มานซ์ ลิควิด โครมาโทกราฟี (High Performance Liquid Chromatography, HPLC) นำสารสกัดที่ได้จากกระดาษตัวอย่างมาวิเคราะห์ด้วยเทคนิคไฮ เพอร์ฟอร์มานซ์ ลิควิด โครมาโทกราฟี (High Performance Liquid Chromatography, HPLC) เพื่อเปรียบเทียบผลระหว่างกระดาษก่อนและหลังการเร่งอายุ โดยทำการสกัดกระดาษจำนวน 2 กรัม ด้วยเมทานอล 200 มิลลิลิตร ที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง โดยควบคุมแสงไม่ให้ส่องผ่าน จากนั้นกรองด้วยกระดาษกรองเบอร์ 1 แล้วจึงนำไประเหยเอาตัวทำละลายออกด้วยเครื่องระเหยแบบหมุน (rotary evaporator) จากนั้นนำมากรองผ่านแผ่นกรอง (membrane) ที่มีขนาดช่องว่างเท่ากับ 0.45 ไมโครเมตร ใช้อัตราส่วนตัวเคลื่อนที่ (mobile phase) ดังนี้ แอซิโตไนไตรล์, เมทานอล และ น้ำ (Milli-Q water; 10 mM โซเดียม ไดไฮโดรเจน ออร์โธฟอสเฟต, pH 5.0) โดยกำหนดตัวเคลื่อนที่มีอัตราการไหลเท่ากับ 1.0 มิลลิลิตรต่อนาที ตัวเคลื่อนที่มีอัตราส่วนแยกเป็นช่วงเวลา (gradiant elution) ดังนี้ ช่วงแรกเป็นการเทียบมาตรฐาน (calibrate) จากนั้นก็จะเริ่มช่วงของการชะสารออกด้วยตัวเคลื่อนที่ อัตราส่วนตัวทำละลายเป็นดังนี้ ที่ 0 -1 นาที: น้ำ-แอซิโตไนไตรล์-เมทานอล (75:15:10) อีก15 นาที ต่อมาตัวทำละลายมีอัตราส่วนเป็น (60:30:10) แล้วคงอัตราส่วนนี้ไว้ 4 นาที จนกระทั่งถึงที่เวลา 49 นาที จากนั้นอัตราส่วนจะเปลี่ยนเป็น (1:89:10) จนถึงที่เวลา 50 นาที ใช้คอลัมภ์ C18 ในการแยก และวิเคราะห์โดยใช้เครื่องตรวจหาสารเรืองแสง (fluorescent detector) ที่ความยาวคลื่น λ_{ex}= 350 นาโนเมตร, λ_{em}= 450 นาโนเมตร [24]