บทที่ 3

วิธีการดำเนินงานวิจัย

3.1 วัสดุและอุปกรณ์ที่ใช้ในงานวิจัย

3.1.1 สารเคมี

1. สารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ (NaOH)
   - ความเข้มข้นร้อยละ 3
   - ความเข้นข้นร้อยละ 10
   - ความเข้มข้นร้อยละ 17.5
2. สารละลายกรดซัลฟิวริก (H_2SO_4 acid) 5N
3. กรดไฮโดรคลอริกเข้มข้น (conc. HCl)
4. โซเดียมไฮโปคลอไรต์ (NaOCl)
5. ไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ (H_2O_2)
6. เอทานอล (Ethanol, C_2H_5OH)
   - ความเข้นข้นร้อยละ 80
   - ความเข้นข้นร้อยละ 85
   - ความเข้นข้นร้อยละ 95
7. โปแตสเซียมโครเมต ($K_2Cr_2O_7$) 0.5N
8. เฟอรัสแอมโมเนียมซัลเฟต (Ferrous ammounium sulfate) 0.1N
9. เฟอโรอิน อินดิเคเตอร์ (Ferroin indicator)
10. Diphenylamine reagent ใช้ Diphenylamine 0.5 g ละลายในกรด H_2SO_4 120 ml (H_2SO_4 : H_2O = 9 : 2)
11. สารละลายมาตรฐานไฮโดรคลอริก (0.3-0.5N)
12. สารละลายมาตรฐานโซเดียมไฮดรอกไซด์ (0.3-0.5N)
13. เมทานอลบริสุทธิ์
14. กรดไนตริก (HNO_3)
15. เอทิลอีเทอร์ (Ethyl ether)
16. ขี้เถ้าแกลบ

17. คาร์บอกซีเมทิลเซลลูโลส, ชื่อทางการค้า NIKLACELL CH5F บริษัท SUNOLIN
    - สีขาว, เม็ดเล็กละเอียด
    - ปริมาณของแข็งร้อยละ 92-95
    - ค่ากรด-เบส เมื่อเป็นสารละลายเข้มข้นร้อยละ 1 คือ 9.5-10.5
    - ความหนืดเมื่อเป็นสารละลายเข้มข้นร้อยละ 10 คือ 200-1,500 mPa.s วัดด้วยBrookfield เข็มเบอร์ 4ความเร็ว 20 RPM อุณหภูมิ 25°C
18. คาร์บอกซีเมทิลเซลลูโลส (CMC) จากชานอ้อย (จากการสังเคราะห์ในหัวข้อ 3.2.2)
19. ซิลิกาจากขี้เถ้าแกลบ (จากการสังเคราะห์ในหัวข้อ 3.2.1)
20. พอลิไวนิลแอลกอฮอล์ (PVOH) บริษัท J.T Baker
    - ร้อยละไฮโดรไลซิส 99-99.8
    - น้ำหนักโมเลกุล 77,000-79,000 g/mol

3.1.2 อุปกรณ์

1. ชุดรีฟลักซ์
2. เครื่องบดชนิดพ่น
3. ชุด Soxhlet extraction
4. เครื่องปั่นน้ำผลไม้
5. เครื่องบดพอลิเมอร์พร้อมตะแกรงร่อน (Sieve) ขนาด 1.00 mm.
6. เครื่องคนและให้ความร้อน (Hotplate stirrer)
7. Buchner funnel พร้อมชุดกรอง
8. Crucible
9. อุปกรณ์การไตเตรท
10. แท่งขดลวดเคลือบผิว (Wire bar) ที่ให้ความหนาขณะเปียก 100 μm
11. อ่างน้ำที่สามารถควบคุมอุณหภูมิได้
12. เครื่องอัลตราโซนิก รุ่น Transsonic 460 บริษัท Elma
13. กระดาษสำหรับทำกระดาษอิงก์เจ็ต น้ำหนัก 80 g/m^2
14. เครื่องชั่งกระดาษที่มีทศนิยม 4 ตำแหน่ง
15. เครื่องพิมพ์อิงก์เจ็ตเอปสัน : Epson Sylus Photo 2100
    - ความละเอียด 2,880 x 1,440 dpi
    - เครื่องพิมพ์ 7 สี
    - สารให้สีชนิดพิกเม้นท์

16. เครื่องพิมพ์อิงก์เจ็ตแคนนอน : Canon i9100
    - ความละเอียด 4,800 x 1,200 dpi
    - เครื่องพิมพ์ 6 สี
    - สารให้สีชนิดสีย้อม
17. เครื่องวัดความหนืดของ Brookfield : DV III programmable Rheometer, USA
18. เครื่องวัดความหนืดชนิดความเร็วสูงของ HERCULES Hi-Shear viscometer DV-10
19. เครื่องวัดความดำของหมึกพิมพ์ (Spectrodensitometer) ของ บริษัท X-Rite รุ่น 500 Series
20. เครื่องวัดสเปกตรัม (Spectrophotometer) X-Rite รุ่น SP62, USA
21. เครื่องวัดความมันเงา ของบริษัท BYK Gardner microgloss 75°
22. เครื่องวัดความขาวสว่าง รุ่น Optron Brightness No.180 ของบริษัท TOYO SEIKI, JAPAN
23. เครื่องวัดความเรียบ รุ่น Digi-Bekk Smoothness Tester No.168 บริษัท TOYO SEIKI, JAPAN
24. เครื่องวัดความพรุน รุ่น Gurley type Densometer Model B No. 158 บริษัท TOYO SEIKI, JAPAN
25. เครื่องอบและขัดผิว รุ่น Auto dryer type MR-3 บริษัท JAPO company limited
26. เครื่องวัดการอุ้มน้ำ (Gravimetric water retention meter) รุ่น AA-GWR
27. เครื่อง Scaning electron micrograph (SEM) ยี่ห้อ CamScan รุ่น Maxim 2000
28. เครื่องวัดเส้นผ่าศูนย์กลางรูพรุนและปริมาตรรูพรุน ยี่ห้อ Beckman Coulter

3.2 ขั้นตอนและวิธีการดำเนินงานวิจัย

ขั้นตอนและวิธีการดำเนินการวิจัยแบ่งออกเป็น 5 ขั้นตอนหลัก ได้แก่

- ขั้นตอนการเตรียมซิลิกาจากขี้เถ้าแกลบและวิเคราะห์สมบัติของซิลิกา
- ขั้นตอนการสังเคราะห์คาร์บอกซีเมทิลเซลลูโลส (CMC) จากชานอ้อยและตรวจสอบสมบัติของซีเอ็มซี
- ขั้นตอนการเตรียมสารเคลือบโดยมีซิลิกา พอลิไวนิลแอลกอฮอล์และซีเอ็มซีในสัดส่วนต่าง ๆ
- ขั้นตอนวิเคราะห์คุณภาพงานพิมพ์
- ขั้นตอนการเปรียบเทียบคุณภาพงานพิมพ์ระหว่างกระดาษอิงก์เจ็ตทางการค้ากับกระดาษอิงก์เจ็ตที่ผลิตได้

3.2.1 ขั้นตอนการเตรียมซิลิกาจากขี้เถ้าแกลบและวิเคราะห์สมบัติของซิลิกา

3.2.1.1 การเตรียมซิลิกาจากขี้เถ้าแกลบ

1) ชั่งขี้เถ้าแกลบ 250 g ใส่ลงในขวดก้นกลมขนาด 2000 ml

2) เติม NaOH เข้มข้นร้อยละ 10 ปริมาณ 1000 ml จากนั้นทำการรีฟลักซ์ที่อุณหภูมิ 120°C เป็นเวลา 3 ชั่วโมง

3) กรองเอาตะกอนออก นำสารละลายโซเดียมซิลิเกตที่ได้มาปรับ pH ด้วย 5N H_2SO_4 จากนั้นปรับ pH เป็น 2 จนกลายเป็นของข้น (Slurry)

4) กรองเอาของเหลวออก นำซิลิกาไปอบที่อุณหภูมิ 80°C จนแห้ง

5) ล้างซิลิกาด้วยน้ำอุ่น จนเกลือออกหมด จากนั้นอบที่อุณหภูมิ 80°C จนแห้ง แล้วผ่านเข้าเครื่องบดชนิดพ่น

6) ตรวจสอบสมบัติของซิลิกา ดังต่อไปนี้

- การกระจายตัวของขนาดอนุภาค วิเคราะห์ด้วยเครื่อง LS particle size analyzer ของ COULTER
- พื้นที่ผิวจำเพาะ วิเคราะห์ด้วยวิธี BET ด้วยเครื่อง Micromeritics รูปร่างของอนุภาค ด้วยวิธี Scanning electron microscope (SEM)
- เส้นผ่าศูนย์กลางรูพรุนเฉลี่ย ด้วยเครื่อง Beckman coulter
- ปริมาตรรูพรุน ด้วยเครื่อง Beckman coulter
- ความขาวสว่างและความขาว โดยการนำสารเคลือบที่มีซิลิกาและ พอลิไวนิลแอลกอฮอล์เป็นองค์ประกอบเคลือบลงบนกระดาษจนทึบแสง รอให้แห้ง แล้วนำไปวัดด้วยเครื่องวัดความขาวสว่าง รุ่น Optron brightness No.180

3.2.2 ขั้นตอนการสังเคราะห์คาร์บอกซีเมทิลเซลลูโลสจากชานอ้อยและวิเคราะห์สมบัติของซีเอ็มซี

3.2.2.1 การเตรียมชานอ้อย

1) ตัดชานอ้อยให้มีขนาดประมาณ 1 นิ้ว

2) นำมาบดด้วยเครื่องปั่นน้ำผลไม้

3) นำชานอ้อยที่ได้มาล้างน้ำ 2 ครั้ง แล้วนำไปตากลมให้แห้ง

4) นำมาบดด้วยเครื่องบดพอลิเมอร์ ผ่านตะแกรงร่อนขนาด 1.00 mm.

5) ชั่งน้ำหนักชานอ้อยที่บดแล้ว 50 g ใส่ลงในบีกเกอร์ขนาด 2000 ml เติมน้ำ 1500 ml

6) เติมกรดไฮโดรคลอริกปริมาณร้อยละ 1.2 ของน้ำหนักเยื่อ

7) นำไปต้มที่อุณหภูมิ 100°C พร้อมกวนเป็นเวลา 3 ชั่วโมง

8) นำชานอ้อยมากรองด้วยผ้า ล้างด้วยน้ำกลั่น 1-2 ครั้ง นำไปที่อุณหภูมิ 80°C จนแห้ง

3.2.2.2 การเตรียมเยื่อเซลลูโลส

1) ชั่งชานอ้อย 60 g ลงในขวดก้นกลมขนาด 2000 ml แล้วเติม NaOH เข้มข้นร้อยละ 3 ปริมาณ 1200 ml (liqour : material ratio = 20:1)

2) ทำ Alkali boiling โดยวิธีรีฟลักซ์ที่อุณหภูมิ 165°C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง โดยใช้ Silicone oil bath

3) กรองด้วยผ้าขาวบางแล้วล้างด้วยน้ำกลั่นหลายครั้ง นำไปอบที่อุณหภูมิ 85°C ข้ามคืน จากนั้นนำไปบดด้วยเครื่องปั่นน้ำผลไม้

4) ชั่งเยื่อเซลลูโลสลงในขวดแก้วที่ฝาปิด แล้วบันทึกค่า

5) ทำการฟอก โดยเติมสารละลายโซเดียมไฮโปคลอไรต์ความเข้มข้นร้อยละ 1 โดยน้ำหนักเยื่อ (liquor : material ratio เท่ากับ 20 : 1) เช่น เยื่อ 100 g ใช้ NaOCl 1 g และใช้น้ำ 20x100 = 2000 ml ปรับ pH เป็น 9-11 ปิดฝาแล้วกวนที่อุณหภูมิห้อง เป็นเวลา 2 ½ ชั่วโมง

6) กรองด้วยชุดกรองและล้างด้วยน้ำกลั่น

7) ทำ Alkali extraction โดยใช้สารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ความเข้มข้นร้อยละ 4 โดยน้ำหนักเยื่อ (liquor : material ratio เท่ากับ 20 : 1) ที่อุณหภูมิ 70-80°C เป็นเวลา 1 ชั่วโมง จากนั้นกรองและล้างด้วยน้ำ

8) ฟอกด้วยสารละลายโซเดียมไฮโปคลอไรต์อีกครั้ง

9) ทำ Alkali extraction

10) ฟอกด้วยสารละลายไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ความเข้มข้นร้อยละ 0.7 โดยน้ำหนัก (liqour : material ratio เท่ากับ 15 : 1) ที่อุณหภูมิ 80-90°C เป็นเวลา 1 ½ ชั่วโมง ปรับ pH 9-11 กรองและล้างด้วยน้ำ

11) ฟอกด้วยสารละลายไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ซ้ำอีก 2 ครั้ง แล้วนำไปอบที่อุณหภูมิ 80°C จนแห้ง แล้วนำมาบดด้วยเครื่องปั่นน้ำผลไม้จนละเอียด จะได้เยื่อเซลลูโลสสำหรับการสังเคราะห์ซีเอ็มซีในขั้นต่อไป

I22359916

3.2.2.3 การตรวจสอบสมบัติของเยื่อเซลลูโลส

3.2.2.3.1 การหาปริมาณแอลฟา-เซลลูโลส (มาตรฐาน TAPPI T203 om-93)

1) นำตัวอย่างที่ผ่านการฟอกแล้วจำนวน 5 g มาอบให้แห้ง จากนั้นชั่งน้ำหนักประมาณ 1.5 g โดยอ่านค่าทศนิยม 4 ตำแหน่ง

2) นำตัวอย่างใส่ลงในบีกเกอร์ขนาด 400 ml เติม NaOH ที่มีความเข้มข้นร้อยละ 17.5 ปริมาณ 75.0 ml บันทึกเวลาที่เริ่มเติมสาร จากนั้นใช้เครื่องกวน กวนสารจนกระจายทั่วกันดี

3) ยกเครื่องกวนขึ้น ล้างด้วย ปริมาณ 25.0 ml ลงในบีกเกอร์ กวนต่อด้วยแท่งแก้ว แล้วนำไปแช่ในอ่างน้ำที่อุณหภูมิ 25°C

4) เมื่อเวลาผ่านไป 30 นาที นับจากที่เติมสารครั้งแรก ให้เติมน้ำกลั่นลงไป 10 ml กวนด้วยแท่งแก้ว

5) แช่บีกเกอร์ในอ่างน้ำต่อไปอีก 30 นาที

6) เมื่อครบกำหนดเวลา ให้กวนเยื่อด้วยแท่งแก้ว แล้วเทผ่าน Buchner funnels โดยทิ้ง Filtrate 10-20 ml แรกไป แล้วเก็บ Filtrate ที่เหลือประมาณ 100 ml ใส่ใน Flask

7) ปิเปต Filtrate 25.0 ml และ 0.5 N $K_2Cr_2O_7$ 10.0 ml ลงใน Flask ขนาด 250 ml จากนั้นค่อย ๆ เติม conc. H_2SO_4 50 ml พร้อมกับแกว่ง flask ไปด้วย

8) ปล่อยให้สารละลายร้อนอยู่เช่นนั้นประมาณ 15 นาที แล้วเติมน้ำ 50 ml ทิ้งไว้ให้เย็นลงจนถึงอุณหภูมิห้อง เติม Ferroin indicator ลงไป 2-4 หยด

9) ไตเตรทกับ 0.1 N Ferrous ammonium sulfate จนได้สารละลายสีม่วง

10) ทำ Blank titration โดยใช้ NaOH ที่มีความเข้มข้นร้อยละ 17.5 ปริมาณ 12.5 ml ผสมกับน้ำ 12.5 ml แทน Filtrate

การคำนวณ

$$\%\text{แอลฟา-เซลลูโลส} = \frac{100 - [6.85(V_2 - V_1) \times N \times 20]}{A \times W} \qquad (3.1)$$

เมื่อ V_1 = ปริมาณ Filtrate ที่ใช้ในการไตไตรทกับ Pulp filtrate, ml

V_2 = ปริมาณ Filtrate ที่ใช้ในการไตไตรทกับ Blank, ml

N = นอร์แมลลิตีที่แน่นอนของสารละลาย Ferrous ammonium sulfate

A = ปริมาณของ Pulp filtrate ที่ใช้ในการทำปฏิกิริยาออกซิเดชัน, ml

W = น้ำหนักแห้งของตัวอย่าง, g

3.2.2.4 การสังเคราะห์ซีเอ็มซี

1) ชั่งน้ำหนักเซลลูโลสที่เตรียมได้

2) เติมเอทานอลร้อยละ 95 (liquor : material ratio เท่ากับ 20 : 1)

3) เติมสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ซึ่งมีจำนวนโมลเป็น 2 เท่าของกรดโมโนคลอโรแอซีติก (โดยเตรียมให้มีความเข้มข้นร้อยละ 45 โดยน้ำหนัก) พร้อมทั้งกวนจนเข้ากันดี เป็นเวลา 30 นาที

4) เติมกรดโมโนคลอโรแอซีติก อัตราส่วนต่อเยื่อ เป็น 1 : 1 กวนให้เข้ากัน ทิ้งไว้ข้ามคืน

5) กรองเอาเอทานอลออก จากนั้นทำให้บริสุทธิ์ด้วยเอทานอลเข้มข้นร้อยละ 80 โดยวิธี Soxhlet extraction เป็นเวลา 4 ชั่วโมง

6) นำซีเอ็มซีที่ได้ ไปอบที่อุณหภูมิ 80°C จนแห้งสนิท แล้วจึงนำไปบดด้วยเครื่องปั่นน้ำผลไม้

3.2.2.5 การตรวจสอบสมบัติของซีเอ็มซี

3.2.2.5.1 การหาปริมาณความชื้น

1) ชั่งตัวอย่างประมาณ 3-5 g ใส่ลงในขวดชั่ง อ่านค่าทศนิยม 4 ตำแหน่ง

2) นำขวดชั่งไปอบที่อุณหภูมิ 105°C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง โดยไม่ต้องปิดฝา เมื่อครบเวลาแล้วทิ้งให้เย็นลงในเดสซิเคเตอร์ ปิดฝาแล้วชั่งน้ำหนักอีกครั้ง

3) นำตัวอย่างไปอบต่ออีก 30 นาที ทิ้งให้เย็นแล้วชั่งอีกครั้ง

4) ทำซ้ำจนกระทั่งได้น้ำหนักหลังอบที่ต่างกันไม่เกิน 5 mg

<u>การคำนวณ</u>

$$\text{ร้อยละความชื้น} = (A/B) \times 100 \qquad (3.2)$$

เมื่อ A = น้ำหนักที่หายไป, g

B = น้ำหนักตัวอย่างก่อนอบ, g

3.2.2.5.2 การทดสอบค่าความหนืดปรากฏ (Apparent viscosity)

1) เตรียมสารละลายซีเอ็มซีความเข้มข้นร้อยละ 2 โดยใช้เครื่องกวนกวนเป็นเวลา 1 ชั่วโมง จากนั้นตั้งทิ้งไว้ที่อุณหภูมิห้องเป็นเวลา 1 ชั่วโมง

2) ก่อนทำการวัดให้เขย่าสารละลายแรง ๆ (อย่าให้มีฟองอากาศ) ประมาณ 10 วินาที

3) ทำการวัดค่าความหนืดโดยเลือกใช้ขนาดของเข็ม (Spindle) และความเร็วในการหมุนเข็มให้เหมาะสม

3.2.2.5.3 การหาค่า D.S. (Degree of Substitution)

1) เตรียมซีเอ็มซีโดยชั่งประมาณ 4 g ให้ได้น้ำหนักที่แน่นอนใส่ในบีกเกอร์ 250 ml เติมเอทานอล 95% ลงไป 75 ml คนของผสมจนเป็น Slurry เติม HNO_3 5 ml คนต่อ 1-2 นาที ให้ความร้อนจนเดือด 5 นาที ยกบีกเกอร์ออก แต่ให้คนต่ออีก 10-15 นาที

2) เทของเหลวเบาบนกระดาษกรองใช้เอทานอลเข้มข้นร้อยละ 95 ปริมาณ 50-100 ml ล้างบีกเกอร์ให้ตะกอนออกมาอยู่ในกระดาษกรองให้หมด แล้วล้างตะกอนด้วยเอทานอลเข้มข้นร้อยละ 80 ที่มีอุณหภูมิ 60°C จนกรดหมดไป

3) ทดสอบว่ามีกรดหรือไม่โดยใช้ Slurry ปริมาณเล็กน้อยจากกระดาษกรองหยดบนแผ่นกระจกโดยใช้กระดาษสีขาวรองใต้กระจก แล้วหยด Diphenylamine reagent ลงไป ถ้าเปลี่ยนเป็นสีน้ำเงินแสดงว่ามีไนเตรตเหลืออยู่ ต้องล้างใหม่โดยใช้เอทานอลเข้มข้นร้อยละ 80 อุณหภูมิ 60°C ล้างประมาณ 4-6 ครั้ง

4) สุดท้ายล้างด้วยเมทานอลเล็กน้อย ใส่ในขวดชั่ง นำไปอังบนอ่างน้ำโดยใช้ไอน้ำไล่แอลกอฮอล์จนไม่สามารถตรวจพบกลิ่น

5) นำไปอบ (ปิดฝา) ที่ 105°C เป็นเวลา 3 ชั่วโมง หลังจากนั้นทำให้เย็นในเดสซิเคเตอร์

6) ชั่งสารซีเอ็มซีที่ได้ประมาณ 1-1.5 g โดยชั่งอย่างละเอียดใส่ใน flask 500 ml เติมน้ำ 100 ml และ NaOH (0.3-0.5N) 25 ml ให้ความร้อนพร้อมคนจนเดือด 15-30 นาที แล้วนำไปไตเตรตกับสารละลายมาตรฐาน HCl ขณะร้อน NaOH ส่วนเกินจะไปทำปฏิกิริยากับ HCl โดยใช้ Phenolphthalein เป็นอินดิเคเตอร์

<u>การคำนวณ</u>

$$A = (BC - DE)/F \quad (3.3)$$

$$G = 0.612/(1 - 0.058A) \quad (3.4)$$

เมื่อ A = ปริมาณ Milliequivalents ของกรดที่ถูกใช้ไป ต่อตัวอย่าง 1 g

B = ปริมาณ NaOH ที่ใช้, ml

C = ความเข้มข้น NaOH, N

D = ปริมาณ HCl ที่ใช้ไตเตรตกับ NaOH ส่วนเกิน, ml

E = ความเข้มข้น HCl, N

F = น้ำหนัก Acid CMC ที่ใช้, g

G = ค่า D.S. ของตัวอย่าง

162 = มวลโมเลกุลของแอนไฮโดรกลูโคสหนึ่งหน่วยในเซลลูโลส

58 = Net increase ในมวลโมเลกุลของแอนไฮโดรกลูโคส สำหรับการแทนที่คาร์บอกซีเมทิลแต่ละหมู่เข้าไป

3.2.2.5.4 การหาความบริสุทธิ์ (Purity) ของซีเอ็มซี

1) ชั่งตัวอย่าง 3-5 g ใส่ในขวดชั่ง โดยอบ (เปิดฝา) ที่ 105°C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง ทำให้เย็นในเดสซิเคเตอร์ ชั่งตัวอย่าง บันทึกผล หลังจากนั้นนำไปอบเป็นเวลา 30 นาทีอีกครั้งหนึ่ง ทำให้เย็นแล้วชั่งน้ำหนัก ทำซ้ำจนน้ำหนักเปลี่ยนน้อยกว่าร้อยละ 0.1 หรือถ้าน้ำหนักเพิ่มขึ้นให้ใช้ค่าที่ต่ำที่สุด จากนั้นการคำนวณหาค่าร้อยละความชื้น (Moisture content)

2) ชั่งตัวอย่าง 3 g ใส่ในบีกเกอร์ 400 ml

3) เติมเอทานอลเข้มข้นร้อยละ 80 อุณหภูมิ 60-65 °C ปริมาณ 150 ml แล้วรีบนำไปวางในอ่างน้ำ ที่มีอุณหภูมิ 60-65 °C ทันที โดยน้ำในอ่าง ควรสูงกว่าสารในบีกเกอร์ ปิดบีกเกอร์ให้มิดชิดที่สุดโดยให้เหลือเพียงรูสำหรับก้านใบพัดกวนสาร ควรให้ใบพัดจุ่มลงในบีกเกอร์ให้ต่ำที่สุด คนเป็นเวลา 10 นาที ด้วยความเร็วที่เหมาะไม่ให้สารกระเด็นติดขอบบีกเกอร์

4) หยุดคน ปล่อยให้บีกเกอร์อยู่อ่าง จนตะกอนนอนก้นแล้วเทสารผ่าน Crucible ที่ชั่งน้ำหนักไว้แล้ว เอาเฉพาะส่วนที่เป็นของเหลวทิ้งไป ส่วนตะกอนยังอยู่ในบีกเกอร์

5) เติมเอทานอลเข้มข้นร้อยละ 80 อุณหภูมิ 60°C นำไปคนเหมือนกับข้อ 3 อีกครั้ง

6) เทสารเบา ๆ ผ่าน Crucible ใช้เอทานอลเข้มข้นร้อยละ 80 ที่มีอุณหภูมิ 60-65 °C ปริมาณ 250 ml ล้างบีกเกอร์ โดยเก็บตะกอนส่วนที่ยังติดอยู่กับบีกเกอร์ออกมาให้หมด อาจจะทำการ Suction ขณะกรองได้บ้าง แต่ไม่ควรทำจนแห้ง

7) ล้างตะกอนด้วยเอทานอลเข้มข้นร้อยละ 95 ปริมาณ 50 ml ที่อุณหภูมิห้อง และสุดท้ายใช้อีเทอร์ล้างหลาย ๆ ครั้ง (ห้าม Suction)

8) นำ Crucible ใส่ลงในบีกเกอร์ แล้วนำไปอังบนไอน้ำเพื่อไล่กลิ่นอีเทอร์

9) นำ Crucible ไปอบที่ 105 °C เป็นเวลา 1 ชั่วโมง ใช้แท่งแก้วทำให้ตะกอนแตกออกแล้วอบอีก 1 ชั่วโมง ทำให้เย็นในเดสซิเคเตอร์อย่างน้อย 30 นาที โดยปิดบีกเกอร์ด้วยแผ่นอะลูมินั่ม แล้วนำ Crucible ไปชั่ง

การคำนวณ

$$S = A \times 10000/B\,(100 - C) \qquad (3.5)$$

เมื่อ S = ร้อยละความบริสุทธิ์ของซีเอ็มซี

A = น้ำหนักตะกอนหลังทำให้บริสุทธิ์, g

B= น้ำหนักของตัวอย่างที่ใช้, g

C = ร้อยละปริมาณความชื้น

3.2.3 ขั้นตอนการเตรียมสารเคลือบ

3.2.3.1 การเตรียมสารเคลือบโดยใช้ซิลิกาและพอลิไวนิลแอลกอฮอล์

1) เตรียมสารเคลือบที่มีของแข็งร้อยละ 15-17 ที่มีสัดส่วนของซิลิกาต่อพอลิไวนิลแอลกอฮอล์เป็น 100:30 100:35 100:40 100:45 100:50 และสารเคลือบที่มีของแข็งร้อยละ 13-19 ที่มีสัดส่วนของซิลิกาต่อพอลิไวนิลแอลกอฮอล์เป็น 100:40 โดยเตรียมสูตรละ 50 ml ตามตารางที่ 3.1

ตารางที่ 3.1 สูตรสารเคลือบที่มีซิลิกาและพอลิไวนิลแอลกอฮอล์เป็นส่วนประกอบในสัดส่วนต่าง ๆ

ร้อยละของแข็ง	SiO_2 : PVOH (ส่วนโดยน้ำหนัก)	ร้อยละโดยน้ำหนัก		
		SiO_2	PVOH	H_2O
13	100 : 40	9.29	3.71	87
15	100 : 40	10.71	4.29	85
16	100 : 40	11.43	4.57	84
17	100 : 40	12.14	4.86	83
18	100 : 40	12.86	5.14	82
19	100 : 40	13.57	5.43	81

ตารางที่ 3.1 สูตรสารเคลือบที่มีซิลิกาและพอลิไวนิลแอลกอฮอล์เป็นส่วนประกอบในสัดส่วนต่าง ๆ (ต่อ)

ร้อยละของแข็ง	SiO_2 : PVOH (ส่วนโดยน้ำหนัก)	ร้อยละโดยน้ำหนัก		
		SiO_2	PVOH	H_2O
15	100 : 25	12.00	3.00	85
15	100 : 30	11.54	3.46	85
15	100 : 35	11.11	3.89	85
15	100 : 40	10.71	4.29	85
15	100 : 45	10.34	4.66	85
15	100 : 50	10.00	5.00	85
16	100 : 30	12.31	3.69	84
16	100 : 35	11.85	4.15	84
16	100 : 40	11.43	4.57	84
16	100 : 45	11.03	4.97	84
16	100 : 50	10.67	5.33	84
17	100 : 30	13.08	3.92	83
17	100 : 35	12.59	4.41	83
17	100 : 40	12.14	4.86	83
17	100 : 45	11.72	5.28	83
17	100 : 50	11.33	5.67	83
18	100 : 30	13.85	4.15	82
19	100 : 30	14.61	4.38	81

2) ชั่งพอลิไวนิลแอลกอฮอล์ตามสัดส่วนในตารางที่ 1 ลงในน้ำกลั่นที่อุณหภูมิห้อง จากนั้นกวนที่อุณหภูมิ 85 °C เป็นเวลา 30 นาที หรือจนกว่า PVOH จะละลายหมด แล้วทำให้เย็นที่อุณหภูมิ 25°C

3) นำสารละลาย PVOH ผสมกับ Silica slurry กวนเป็นเวลา 20 นาที หากสารเคลือบเกิดฟอง ให้นำไปไล่ฟองในอ่างอัลตราโซนิค

4) วัดความหนืดและค่า pH และความสามารถในการอุ้มน้ำ (Water retention)

5) นำไปเคลือบบนกระดาษสำหรับฐานกระดาษอิงก์เจ็ต น้ำหนัก 80 g/m^2 โดยใช้แท่งโลหะเคลือบผิว ที่ให้ชั้นฟิล์มขณะเปียก 100 μm

6) รอให้แห้ง นำไปอบและขัดผิวผ่านเครื่องอบแห้ง 3 รอบ ที่อุณหภูมิ 60°C

3.2.3.2 การเตรียมสารเคลือบโดยใช้ซิลิกา พอลิไวนิลแอลกอฮอล์และซีเอ็มซีทางการค้า

1) เตรียมสารเคลือบที่มีของแข็งร้อยละ 15 16 17 18 และ 19 ที่มีสัดส่วนของซิลิกาต่อพอลิไวนิลแอลกอฮอล์ต่อคาร์บอกซีเมทิลเซลลูโลสเป็น 100 : 30 : 2 และมี สูตรละ 50 ml ดังตารางที่ 3.2

ตารางที่ 3.2 สูตรสารเคลือบที่มีซิลิกา พอลิไวนิลแอลกอฮอล์และซีเอ็มซีทางการค้าเป็นส่วนประกอบ

ร้อยละของแข็ง	SiO_2:PVOH:CMC (ส่วนโดยน้ำหนัก)	ร้อยละโดยน้ำหนัก			ปริมาณซีเอ็มซีที่เติมเข้าไป(g)
		SiO_2	PVOH	H_2O	
15	100:30:2	11.54	3.46	85	0.115
16	100:30:2	12.31	3.69	84	0.123
17	100:30:2	13.08	3.92	83	0.131
18	100:30:2	13.85	4.15	82	0.136
19	100:30:2	14.62	4.38	81	0.144

2) ทำการละลายซีเอ็มซีทางการค้า จากนั้นใส่ silica slurry ลงไป 1/3 ของซิลิกาทั้งหมด กวนเป็นเวลา 20 นาที แล้วเติมส่วนที่เหลือทั้งหมดลงไป

3) เติมสารละลาย PVOH ลงไป กวนให้เข้ากัน 20 นาที

4) วัดความหนืดและค่า pH และความสามารถในการอุ้มน้ำ (Water retention)

5) นำไปเคลือบบนกระดาษสำหรับฐานกระดาษอิงก์เจ็ต โดยใช้แท่งโลหะเคลือบผิวที่ให้ชั้นฟิล์มเปียก 100 μm

6) รอให้แห้ง นำไปอบและขัดผิวผ่านเครื่องอบแห้ง 3 รอบ อุณหภูมิ 60°C

3.2.3.3 การเตรียมสารเคลือบโดยใช้ซิลิกา พอลิไวนิลแอลกอฮอล์และซีเอ็มซีจากชานอ้อย

1) เตรียมสารเคลือบที่มีของแข็งร้อยละ 15 16 17 18 และ 19 ที่มีสัดส่วนของซิลิกาต่อพอลิไวนิลแอลกอฮอล์ต่อคาร์บอกซีเมทิลเซลลูโลสเป็น 100 : 30 : 2 และมี สูตรละ 50 ml ดังตารางที่ 3.2 เช่นเดียวกับการเตรียมสารเคลือบที่มีคาร์บอกซีเมทิลเซลลูโลสทางการค้าเป็นองค์ประกอบ

2) วัดความหนืดและค่า pH และความสามารถในการอุ้มน้ำ (Water retention)

3) นำไปเคลือบบนกระดาษสำหรับฐานกระดาษอิงก์เจ็ต โดยใช้แท่งโลหะเคลือบผิวที่ให้ชั้นฟิล์มเปียก 100 μm

4) รอให้แห้ง นำไปอบและขัดผิวผ่านเครื่องอบแห้ง 3 รอบ อุณหภูมิ 60°C

3.2.3.4 ตรวจสอบกระดาษอิงก์เจ็ตที่ผลิตได้

1) น้ำหนักสารเคลือบ โดยการตัดกระดาษให้มีขนาด 10x10 cm^2 แล้วนำไปชั่ง 3 ครั้ง บันทึกค่าเฉลี่ยที่ได้

2) ความขาวสว่าง (Brightness) วัดด้วยเครื่องวัดความขาวสว่าง รุ่น Optron brightness No.180 โดยวัดผ่านฟิลเตอร์ B (สีน้ำเงิน) ที่ความยาวคลื่น 457 nm ทำการสุ่มตำแหน่งวัด 3 ครั้ง

3) ความขาว ใช้เครื่องวัดความขาวสว่าง รุ่น Optron brightness No.180 โดยวัดผ่านฟิลเตอร์ G (สีเขียว) ทำการสุ่มตำแหน่งวัด 3 ครั้ง แล้วทำการคำนวณค่าความขาวจากสมการดังต่อไปนี้

$$\text{ความขาว (Whiteness)} = 4B - 3G \qquad (3.6)$$

4) ความพรุน วัดด้วยเครื่องวัดความพรุน รุ่น Gurley type densometer model B No. 158 โดยนำด้านที่เป็นสารเคลือบหงายขึ้น ทำการวัดโดยการจับเวลาตั้งแต่กระบอกวัดอ่านค่าได้ 100 – 200 cc

5) ความเรียบ ด้วยเครื่องวัดความเรียบ รุ่น Digi-bekk smoothness tester No.168 โดยนำด้านที่เคลือบสารเคลือบคว่ำลง จากนั้นทำการจับเวลา ณ ที่ความดันเป็น 380 จนถึง 360

6) ความสม่ำเสมอของสารเคลือบบนกระดาษ ด้วยวิธี SEM ทำการบันทึกภาพของพื้นผิวไว้

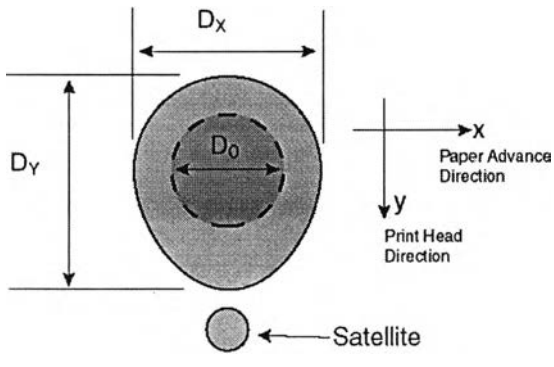
3.2.4 การวิเคราะห์คุณภาพงานพิมพ์

1) พิมพ์ QEA test target ลงบนกระดาษอิงก์เจ็ตที่เตรียมได้ และกระดาษอิงก์เจ็ตทางการค้า 3 ชนิด

2) วิเคราะห์คุณภาพงานพิมพ์ โดยการหาค่าเฉลี่ยจากกระดาษอิงก์เจ็ต 2 แผ่น ที่มีสูตรสารเคลือบเหมือนกัน

- ค่าความดำหมึกพิมพ์ (Ink density) ของ CMYK ณ บริเวณพื้นตาย
- ค่าความมันวาวหมึกพิมพ์ (Ink gloss) ของ CMYK
- คุณภาพของเส้น (Line quality) โดยพิจารณาขนาดของเส้นที่เล็กที่สุดที่สามารถผลิตได้ ในส่วนที่เป็นพอซิทีฟและเนกาทีฟ ทั้งแนวนอนและแนวตั้ง รวมถึงสังเกตุรอยหยักของเส้นด้วย
- คุณภาพของตัวอักษร (Text quality) พิจารณาความคมชัดและขนาดของตัวอักษรที่สามารถผลิตได้

- ค่าร้อยละเม็ดสกรีนบวมที่ 50 (Dot gain)
- การล้นเลอะระหว่างสี (Inter-color bleeding) ของสีดำบนพื้นสีเหลือง โดยการบันทึกภาพบริเวณเส้นสีดำบนพื้นสีเหลือง จากนั้นวัดขนาดของเส้นที่พิมพ์ได้เทียบกับขนาดของเส้นต้นฉบับ ซึ่งมีความกว้าง 1 mm
- ความกลมของเม็ดสกรีนสีดำ (Dot roundness) สามารถคำนวณได้จากสมการ ต่อไปนี้



เม็ดสกรีนบวมเชิงเส้น :

$$\Delta Dx(\%) = \left(\frac{Dx}{Do} - 1\right) \times 100\% \qquad (3.7)$$

$$\Delta Dy(\%) = \left(\frac{Dy}{Do} - 1\right) \times 100\% \qquad (3.8)$$

$$\textbf{Roundness} = \frac{Dy}{Dx} \qquad (3.9)$$

เม็ดสกรีนบวมเชิงพื้นที่ :

$$\Delta A(\%) = \left[\left(\frac{\overline{D}}{Do}\right)^2 - 1\right] \times 100\% \qquad (3.11)$$

โดยที่

$$\overline{D} = (Dy + Dx)/2 \qquad (3.12)$$

- ขอบเขตสี (Color gamut) โดยใช้เครื่อง X-Rite (Spectrophotometer)รุ่น SP62 ที่สภาวะแสง D65/2°

3.2.5 การเปรียบเทียบคุณภาพงานพิมพ์ระหว่างกระดาษอิงก์เจ็ตทางการค้าและกระดาษอิงก์เจ็ตที่ผลิตได้

เปรียบเทียบและจัดลำดับคุณภาพงานพิมพ์ทั้งหมดของกระดาษอิงก์เจ็ตที่ผลิตได้กับกระดาษอิงก์เจ็ตทางการค้าชนิด A ชนิด B และชนิด C