บทที่ 3 วิธีการดำเนินการศึกษา

ในวิทยานิพนธ์เรื่อง "การศึกษาหมึกพิมพ์ที่เหมาะสมต่อฟิล์มพลาสติกย่อยสลายได้ทางชีวภาพ" มีขั้นตอนและการดำเนินการศึกษา ดังนี้

3.1 วัสดุ อุปกรณ์และเครื่องมือที่ใช้ในงานวิจัย

3.1.1 วัสดุที่ใช้ในการทำวิจัย

1. ฟิล์มพลาสติกย่อยสลายได้ทางชีวภาพ (พอลิเมอร์ผสมระหว่าง Bio-Base : Petroleum-Base) ซึ่งมีความหนาอยู่ในช่วง 64.40 - 67.40 μm ของบริษัท แอ็ดวานซ์ แพคเกจจิ้ง จำกัด
2. ฟิล์มพลาสติกฐานปิโตรเลียมชนิด HDPE ชนิดขุ่น ซึ่งมีความหนาอยู่ในช่วง 20 – 30 μm
3. หมึกพิมพ์จากน้ำมันถั่วเหลือง (Soy-Based Ink)
4. หมึกพิมพ์จากไนโตรเซลลูโลส (Nitrocellulose Ink)
5. หมึกพิมพ์เหลวจากน้ำมันปิโตรเลียม (Petroleum Ink)
6. วาร์นิชจากน้ำมันปิโตรเลียม
7. วาร์นิชจากน้ำมันถั่วเหลือง
8. วาร์นิชจากไนโตรเซลลูโลส
9. ตัวทำละลายเช็ดทำความสะอาดหมึกพิมพ์จากน้ำมันถั่วเหลือง (Toluene)
10. ตัวทำละลายเช็ดทำความสะอาดหมึกพิมพ์จากไนโตรเซลลูโลส (Ethyl acetate)
11. ดินธรรมชาติจากสวน
12. น้ำกลั่น

3.1.2 อุปกรณ์ที่ใช้ในการทำวิจัย

1. หลอดหยด (Dropper) สำหรับทำการดูดหมึกในการทดสอบพิมพ์
2. สก๊อตเทป 3M เบอร์ 500 สำหรับการทดสอบสมบัติการยึดติด
3. ตะแกรงร่อนดิน (Sieve เบอร์ 10)
4. ภาชนะแก้ว ปริมาตร 2 ลิตร สำหรับทดสอบการย่อยสลาย+ฝาปิด
5. บีกเกอร์ ขนาด 100 ml
6. ตะแกรงเหล็กสำหรับวางรองบีกเกอร์
7. ถ้วยซาห์นวัดค่าความหนืด (Zahn cup เบอร์ 3)

3.1.3 เครื่องมือที่ใช้ในการทำวิจัย

1. เครื่องวัดค่าความดำ (Densitometer, Viptronic Vipdens 1000P)
2. เครื่องทดสอบการพิมพ์หมึกเหลว (RK Printing Proofer, KPP)
3. เครื่องทดสอบการขัดถู (Sutherland 2000, D 5918)
4. เครื่องวัดความมันเงา (Gloss Meter)
5. เครื่องชั่งน้ำหนักทศนิยม 2 ตำแหน่ง
6. เครื่องกวนสาร (Magnetic stirrer)
7. เครื่อง Scanning Electron Microscope, SEM (JSM-6400)
8. เครื่องทดสอบการต้านทานแรงดึง Tensile Strength (Hounsfield H5 K-S,0442)
9. เครื่องวัดความหนา (Micrometer)
10. เครื่อง Differential Scanning Calorimeter, DSC 204 F1 Phoenix
11. เครื่อง Gel Permeation Chromatography, GPC (Shimadzu, LC-10A dvp)

สำนักงานคณะกรรมการวิจัยแห่งชาติ ห้องสมุดงานวิจัย

3.2 วิธีดำเนินการทดลอง

3.2.1 การทดสอบพิมพ์

ในการทดสอบพิมพ์ด้วยหมึกที่ใช้วาร์นิชจากธรรมชาติ และวาร์นิชจากปิโตรเลียมบนฟิล์มพลาสติกย่อยสลายได้ทางชีวภาพ มีวิธีการทดลองดังนี้

1) ทำการวัดค่าความหนืดของหมึกพิมพ์จากน้ำมันถั่วเหลือง หมึกพิมพ์จากไนโตรเซลลูโลส และหมึกพิมพ์จากน้ำมันปิโตรเลียม ด้วยเครื่องทดสอบค่าความหนืด (Zahn Cup เบอร์3) ที่มีเส้นผ่านศูนย์กลาง 0.4 cm

โดยนำ Zahn Cup เบอร์ 3 มาทำการวัดความหนืดหมึกพิมพ์จากน้ำมันถั่วเหลือง หมึกพิมพ์จากไนโตรเซลลูโลส และหมึกจากน้ำมันปิโตรเลียม ใช้นิ้วอุดรูเปิดก้นถ้วยแล้วเติมหมึกลงในถ้วยวัดให้เต็มปาดให้ได้ระดับปากถ้วยเสมอกัน ปล่อยนิ้วที่อุดรูไว้หมึกจะไหลออกมาทันทีจับเวลาที่หมึกเริ่มไหลจนกระทั่งหมึกหมดจากถ้วย โดยหยุดนาฬิกาเมื่อสายหมึกขาดจากก้นถ้วย บันทึกเวลาการไหลเป็นวินาที ทำซ้ำจำนวน 3 ครั้ง แล้วหาค่าเฉลี่ย

2) ตัดฟิล์มย่อยสลายได้ทางชีวภาพ ขนาด 12 x 22 cm เพื่อนำไปพิมพ์ด้วยหมึกชนิดต่างๆ ในปริมาณ 5 ml ต่อ 1 แผ่นโดยใช้เครื่องทดสอบการพิมพ์หมึกชนิดเหลว (RK Printing Proofer) ใช้เพลทพื้นตาย และตั้งความเร็วของลูกกลิ้งที่ระดับ 5 ซึ่งเป็นความเร็วในระดับที่เหมาะสม โดยพิจารณาจากหมึกพิมพ์สามารถถ่ายทอดลงบนพลาสติกได้เต็มพื้นที่พิมพ์ และเกิดงานพิมพ์เสียน้อยที่สุด

3) นำไปผึ่งให้แห้งที่อุณหภูมิห้อง เป็นเวลาอย่างน้อย 24 ชั่วโมง เพื่อให้แน่ใจว่าหมึกพิมพ์แห้งสนิทแล้ว และเก็บรักษาในถุงพลาสติกแบบซิปล็อคที่มีซิลิกาดูดความชื้น ก่อนนำไปทดสอบในขั้นตอนต่อไป

3.2.2 การตรวจสอบคุณภาพงานพิมพ์

1) การวัดค่าความดำ (Density) และความสม่ำเสมอของชั้นหมึกพิมพ์บนพลาสติก โดยใช้เครื่อง Densitometer วัดค่าในบริเวณต่างๆ 5 จุด แล้วทำการหาค่าเฉลี่ย และค่าเบี่ยงเบนมาตรฐาน

2) การวัดค่าความมันเงา (Gloss) ของหมึกพิมพ์เป็นความสามารถในการสะท้อนแสงที่ตกลงบนผิวหน้าใดๆ ซึ่งขึ้นอยู่กับความเรียบของผิวหน้า ถ้ามีการหักเหและกระเจิงแสงน้อย แต่สะท้อนแสงได้มุมสะท้อนใกล้เคียงกับมุมที่ตกกระทบก็มีความมันวาวมาก การวัดความมันเงา คือ การวัดปริมาณของแสงสะท้อนแบบขนาน พื้นผิวใดมีปริมาณของแสงสะท้อนแบบขนานมาก แสดงว่าพื้นผิวนั้นมีความมันเงามาก การวัดความมันวาวทำได้โดยใช้เครื่องมือวัดความมันเงาที่เรียกว่า Gloss Meter โดยวัดที่มุม 60 องศา ทำการวัดค่าในบริเวณต่างๆ 3 จุด แล้วหาค่าเฉลี่ย

3.2.3 การทดสอบคุณสมบัติของชั้นหมึกพิมพ์

1) การทดสอบสมบัติการยึดติดของหมึกพิมพ์บนพลาสติก ตามวิธีมาตรฐาน ASTM D 3359-90 (Tape Test) โดยการตัดชิ้นฟิล์มพลาสติกตัวอย่างที่ผ่านการพิมพ์แล้ว ขนาด 9 x 15 cm ใช้เทป 3M เบอร์ 500 ขนาดพื้นที่ 1 x 3 นิ้ว ติดลงบนพลาสติกตัวอย่างที่ทดสอบ (อย่าให้เกิดฟองอากาศ) จากนั้นใช้ลูกกลิ้งทับไล่อากาศเพื่อให้แน่ใจว่า เทปกาวที่ติดลงบนพลาสติกที่ติดแน่นสนิทดีแล้ว แล้วจึงดึงเทปออกและสังเกตผลที่เกิดขึ้น (ปริมาณหมึกที่หลุดลอกออกมาติดบนเทป) แล้วนำมาเปรียบเทียบกับตาราง100 ช่อง (ช่องละ 1%) จดบันทึกผลที่นับได้ เพื่อหาระดับคะแนนการยึดติดโดยใช้เกณฑ์ต่อไปนี้

ระดับคะแนน	เกณฑ์ในการวัด
0	มีหมึกพิมพ์ออกมามากกว่า 65 % ของแถบเทปกาว
1	มีหมึกพิมพ์ออกมา 35 - 65 % ของแถบเทปกาว
2	มีหมึกพิมพ์ออกมา 15 - 35 % ของแถบเทปกาว
3	มีหมึกพิมพ์ออกมา 5 - 15 % ของแถบเทปกาว
4	มีหมึกพิมพ์ออกมา 5 % ของแถบเทปกาว
5	ไม่มีหมึกพิมพ์หลุดออกมาเลย

2) การทดสอบความทนทานต่อการขัดถูของหมึกพิมพ์บนพลาสติก (Rub Test) ตามมาตรฐาน ASTM D5264 – 98 โดยทำการตัดชิ้นพลาสติกตัวอย่างที่ผ่านการพิมพ์แล้ว ขนาด 9 x 15 cm. หุ้มหัว

ตุ้มน้ำหนัก 2 ปอนด์ ทดสอบด้วยแผ่นกระดาษ ใช้เทปใสยึดให้แน่นเพื่อไม่ให้เลื่อนไปมาขณะขัดถู จากนั้นวางแผ่นพลาสติกไว้ใต้ตุ้มน้ำหนัก แล้วให้หน้าตัดของตุ้มน้ำหนักขัดถูไปมาตามจำนวนรอบที่กำหนดไว้คือ 100 รอบ แล้วจึงนำแผ่นกระดาษที่ขัดถูบนพลาสติกที่พิมพ์แล้ว มาพิจารณาปริมาณหมึกพิมพ์ที่เปื้อนติดบนกระดาษ นำมาเปรียบเทียบกับตาราง 100 ช่อง (ช่องละ 1%) จดบันทึกผลที่นับได้เพื่อหาระดับคะแนนความทนทานต่อการขัดถูโดยใช้เกณฑ์ต่อไปนี้

ระดับคะแนน	เกณฑ์ในการวัด
0	มีหมึกพิมพ์ออกมามากกว่า 65% บนหน้าตัดของกระดาษทดสอบที่หุ้มตุ้มน้ำหนัก
1	มีหมึกพิมพ์ออกมา 35 - 65% บนหน้าตัดของกระดาษทดสอบที่หุ้มตุ้มน้ำหนัก
2	มีหมึกพิมพ์ออกมา 15 - 35% บนหน้าตัดของกระดาษทดสอบที่หุ้มตุ้มน้ำหนัก
3	มีหมึกพิมพ์ออกมา 5 - 15 % บนหน้าตัดของกระดาษทดสอบที่หุ้มตุ้มน้ำหนัก
4	มีหมึกพิมพ์ออกมา 5% บนหน้าตัดของกระดาษทดสอบที่หุ้มตุ้มน้ำหนัก
5	ไม่มีหมึกพิมพ์บนหน้าตัดของกระดาษทดสอบที่หุ้มตุ้มน้ำหนัก

3.2.4 การทดสอบสมบัติในการย่อยสลายทางชีวภาพ

การทดสอบสมบัติในการย่อยสลายของฟิล์มพลาสติกย่อยสลายได้ทางชีวภาพ เมื่อพิมพ์ด้วยหมึกต่างชนิดกัน โดยการนำชิ้นตัวอย่างไปจำลองการฝังในดินเป็นระยะเวลา 90 วัน มีวิธีการทดลองดังนี้

1) ตัดฟิล์มพลาสติกที่ย่อยสลายได้ทางชีวภาพและฟิล์มพลาสติกชนิด HDPE ขนาด 12 x 22 cm เพื่อนำไปทดลองพิมพ์ด้วยหมึกจากน้ำมันถั่วเหลือง หมึกจากไนโตรเซลลูโลส และหมึกจากปิโตรเลียม รวมทั้ง ทดลองเคลือบด้วยวาร์นิชจากน้ำมันถั่วเหลือง วาร์นิชจากไนโตรเซลลูโลส และวาร์นิชจากน้ำมันปิโตรเลียมด้วยเครื่องทดสอบการพิมพ์หมึกเหลว (RK Printing Proofer) กรณีที่ตัดพลาสติกแล้วยังไม่นำไปทำการทดลองทันที ต้องเก็บในถังพลาสติกที่ปิดสนิท และบรรจุสารซิลิกาเจลดูดความชื้นไว้ เพื่อป้องกันพลาสติกได้รับความชื้น

2) นำก้อนดินที่ขุดจากสวนมาบดให้เป็นเม็ดขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางน้อยกว่า 2 มม. โดยทำการร่อนเม็ดดินผ่านตะแกรง Sieve เบอร์ 10 และแยกเศษหินหรือเศษใบไม้ออก ทำการหาค่าความชื้นในดิน (%Moisture content) โดยทำการหาค่าทั้งก่อนการฝังดิน และหลังการฝังดิน 90 วัน โดยนำดินไปทำการชั่งน้ำหนัก ใช้น้ำหนัก 10 ± 0.02 กรัม แล้วนำไปอบที่อุณหภูมิ 105 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 24

ชั่วโมง จากนั้นนำดินที่ผ่านการอบแล้วไปทำการชั่งหาน้ำหนักอีกครั้ง นำผลต่างของน้ำหนักมาคำนวณหา % Moisture content

3) หาค่าความเป็นกรด-ด่างของดินโดยทำการหาค่าก่อนการฝังดิน และหลังการฝังดิน 90 วัน โดยนำดินที่จะทำการทดสอบไปอบไล่ความชื้นที่อุณหภูมิ 105 องศาเซลเซียส เป็นเวลา24 ชั่วโมง จากนั้นนำไปชั่งน้ำหนักโดยใช้ดิน 10 ± 0.02 กรัม นำดินที่ได้ใส่ในบีกเกอร์ 100 ml เติมน้ำกลั่น50 ml โดยอัตราส่วนที่ใช้ คือ น้ำกลั่น : ดิน = 5:1 ทำการกวนให้เข้ากัน โดยใช้เครื่องกวนสาร (Magnetic stirrer) กวนนานประมาณ 30 นาที แล้วตั้งทิ้งไว้ให้ดินตกตะกอน ทำการวัดค่า pH ของน้ำส่วนบน โดยใช้เครื่อง pH meter วัดที่น้ำส่วนใส

4) จำลองการฝังตัวอย่างในดินโดยเตรียมภาชนะทดสอบเป็นโหลแก้ว ที่มีปริมาตรภายในประมาณ 2 ลิตร ใส่เม็ดดินที่เตรียมไว้ ในปริมาณ 500 กรัมต่อ 1 ภาชนะ เพื่อการทดสอบฝังชิ้นพลาสติกทดสอบ ขนาดพื้นที่ 6 x 8 cm ประเภทละ 2 ตัวอย่างดังนี้

- พลาสติก HDPE ที่ไม่พิมพ์
- พลาสติกย่อยสลายได้ทางชีวภาพ ที่ไม่พิมพ์ (BF)
- พลาสติกย่อยสลายได้ทางชีวภาพที่พิมพ์ด้วยหมึกจากปิโตรเลียม (BF/PI)
- พลาสติกย่อยสลายได้ทางชีวภาพที่พิมพ์ด้วยวาร์นิชจากน้ำมันปิโตรเลียม (BF/PV)
- พลาสติกย่อยสลายได้ทางชีวภาพที่พิมพ์ด้วยหมึกจากน้ำมันถั่วเหลือง (BF/SI)
- พลาสติกย่อยสลายได้ทางชีวภาพที่เคลือบด้วยวาร์นิชจากน้ำมันถั่วเหลือง (BF/SV)
- พลาสติกย่อยสลายได้ทางชีวภาพที่พิมพ์ด้วยหมึกจากไนโตรเซลลูโลส (BF/NI)
- พลาสติกย่อยสลายได้ทางชีวภาพที่เคลือบด้วยวาร์นิชจากไนโตรเซลลูโลส (BF/NV)

5) ใส่ชิ้นพลาสติกทดสอบลงในภาชนะทดสอบที่บรรจุเม็ดดินแล้ว จากนั้นวางบีกเกอร์ขนาด 100 ml ที่บรรจุน้ำกลั่น 50 ml ลงบนตะแกรง เพื่อเพิ่มความชื้นสัมพัทธ์ในอากาศ ทำการปิดฝาภาชนะปิดคลุมกันแสง และทำการเก็บไว้ในห้องที่มีอุณหภูมิประมาณ 25 °C

3.2.5 การถ่ายภาพกำลังขยายสูงของพื้นผิวพลาสติกด้วยเครื่อง Scanning Electron Microscope (SEM)

ตรวจสอบลักษณะพื้นผิวของพลาสติกที่ไม่ได้ฝังและผ่านการฝังในดินนาน 90 วัน มาทำการถ่ายภาพกำลังขยายสูง โดยนำชิ้นพลาสติกที่ฝังในดินขึ้นมาทำความสะอาด หรือปัดเศษดินออกด้วยแปรงขนอ่อน จากนั้นตัดชิ้นพลาสติกทดสอบให้มีขนาดพื้นที่ 1 x 1 cm ติดบนแท่นทองเหลือง แล้วทำการฉาบทอง เพื่อให้ผิวหน้าของชิ้นพลาสติกนำไฟฟ้า จากนั้นนำชิ้นพลาสติกไปถ่ายภาพโดยใช้กำลังขยาย 1000 เท่า

3.2.6 การทดสอบความต้านทานแรงดึงขาด (Tensile Strength) ของพลาสติก

การทดสอบความต้านทานแรงดึงของพลาสติก ที่ไม่ได้ฝังและผ่านการฝัง มีวิธีการดังนี้

1) เตรียมพลาสติกที่นำมาทำการทดสอบความต้านทานแรงดึงขาด โดยทำความสะอาดชิ้นพลาสติกที่ผ่านการฝังดินมาแล้วโดยการเช็ดปัดเบาๆ ด้วยกระดาษชำระ จากนั้นตัดชิ้นฟิล์มพลาสติกที่ทำการทดสอบ โดยใช้บล็อกตัดพลาสติกที่มีขนาดพื้นที่ 15 x 150 mm โดยตัดในแนวขนานเครื่อง (MD) และแนวขวางเครื่อง (CD) ตัวอย่างละ 3 ชิ้น

2) ทดสอบความต้านทานแรงดึงขาด โดยเปิดโปรแกรม QMat เลือกมาตรฐาน D882 แล้วใส่ค่าความกว้างและความหนาของชิ้นทดสอบพลาสติก จากนั้นนำพลาสติกที่ตัดในแนวขนานเครื่อง (MD) และแนวขวางเครื่อง (CD) มาทำการทดสอบ โดยตั้งระยะห่างของตัวหนีบจับชิ้นพลาสติก ประมาณ 2 นิ้ว และใช้ความเร็วในการดึงชิ้นพลาสติก 500 mm/min และแรงที่ใช้ในการดึงเท่ากับ 10 N

3.2.7 การหาจุดหลอมเหลวของพลาสติก ด้วยเครื่อง Differential Scanning Calorimeter (DSC)

ทำการหาจุดหลอมเหลวของพลาสติกที่ไม่ได้ฝังและผ่านการฝัง ซึ่งทำความสะอาดโดยการปัดเศษดินแล้ว นำไปตัดให้เป็นชิ้นทดสอบที่มีน้ำหนักประมาณ 6 mg แล้วนำไปวางบนถาดสำหรับบรรจุสารตัวอย่าง (Sample Pan) จากนั้น นำถาดที่บรรจุสารตัวอย่าง และถาดอ้างอิง (Reference Pan) ซึ่งเป็นถาดเปล่าไปวางอยู่บนอุปกรณ์ให้ความร้อน (Furnace) ชนิดเดียวกัน โดยวางอยู่ใกล้ๆกัน จากนั้นเริ่มให้ความร้อนแก่ถาดทั้งสอง เครื่อง DSC สามารถควบคุมอัตราการเพิ่มอุณหภูมิให้คงที่ในช่วง 10°C ต่อ 1 นาที โดยกำหนดอุณหภูมิ เริ่มต้นที่ 25°C และสิ้นสุดที่ 200°C

3.2.8 การหาน้ำหนักโมเลกุลของพลาสติก ด้วยเครื่อง Gel Permeation Chromatography (GPC)

การหาน้ำหนักโมเลกุลของพลาสติก ที่ไม่ได้ฝังและผ่านการฝังดินมาแล้ว โดยตัดชิ้นทดสอบพลาสติกให้มีน้ำหนักประมาณ 1.5 mg เตรียมสารละลายตัวอย่าง โดยใช้ตัวทำละลายเตตระไฮโดรฟิวแรน (THF) ด้วยอัตราส่วน พลาสติก : THF = 1 : 1 ความเข้มข้นประมาณ 1mg/Lจากนั้น ฉีดสารละลายที่ได้เข้าไปในเครื่อง GPC เปิดโปรแกรมสำหรับการหาน้ำหนักโมเลกุลด้วยเครื่อง GPC ปริมาณสารละลายตัวอย่างที่ใช้ในการวัดแต่ละครั้งเท่ากับ 20 µL กำหนดอัตราการไหลของเฟสเคลื่อนที่เท่ากับ 1.0 ml/min ที่อุณหภูมิ 40 องศาเซลเซียส เปรียบเทียบหาน้ำหนักโมเลกุลเฉลี่ยของสารตัวอย่างกับสารมาตรฐานพอลิสไตรีนที่ทราบน้ำหนักโมเลกุลที่แน่นอนแล้ว

3.3 วิธีการวิเคราะห์ผลการวิจัย

สถิติที่นำมาใช้ในการวิเคราะห์ข้อมูลที่ได้จากการทดลองคุณสมบัติต่างๆนั้น นำมาทำการรวบรวมแล้วทำการวิเคราะห์และประเมินโดยใช้หลักทางสถิติ

1) ค่าเฉลี่ย (Mean) ได้กล่าวว่า X_1, X_2,....., X_n เป็นตัวอย่างขนาด n และค่าเฉลี่ยของตัวอย่าง (Sample Mean) คือค่าจากสถิติทางการวิจัย ค่าตัวกลางเลขคณิต (ค่าเฉลี่ย)

$$\bar{x} = \left(\sum x_n\right) / N$$

$\bar{X}$ = ค่าเฉลี่ยของกลุ่มตัวอย่าง

$\sum x_n$ = ผลรวมของกลุ่มตัวอย่าง

N = จำนวนของกลุ่มตัวอย่าง

2) ส่วนเบี่ยงเบนมาตรฐาน (Standard Deviation หรือ Std dev หรือ SD หรือ S) คือ ค่าการกระจาย ซึ่งเป็นค่าที่เกิดจากรากบวกที่สองของความแปรปรวน

การหาส่วนเบี่ยงเบนมาตรฐาน

$$SD = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^{n} x_i^2 - (x)^2}{n}}$$

SD = ค่าเบี่ยงเบนมาตรฐาน

x_i = ข้อมูลที่ได้จากการทดลองหรือทดสอบจำนวน n ชุด

$(\bar{x})$ = ค่าเฉลี่ยของข้อมูล

n = จำนวนข้อมูล