สำนักงานวิทยทรัพยากร จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

# บทที่ 3

# วิธีดำเนินการวิจัย

## 3.1 วัสดุและอุปกรณ์ที่ใช้ในการวิจัย

### 3.1.1 วัสดุและสารเคมีภัณฑ์

1. ผ้าทอสีขาวพอลิเอสเตอร์ เป็นเส้นใยทอจากโฮโมพอลิเมอร์ของพอลิเอสเตอร์ โดยไม่ผสมเส้นใยอื่น ๆ จำนวนเส้นด้ายต่อนิ้ว 182×87 (แนวยืน ×แนวพุ่ง) มวลผ้า 127.14 กรัมต่อตารางเมตร

2. ไกลซีน ความบริสุทธิ์ร้อยละ 98.5 บริษัท Ajax Finechem เมือง เซเวนฮิลล์ ประเทศออสเตรเลีย

3. ไคโทซานชนิดผง น้ำหนักโมเลกุล 57,000 กรัม โมล$^{-1}$ (g mol$^{-1}$) ค่าระดับการกำจัดหมู่แอซีทิล ร้อยละ 85 บริษัท ซีเฟรช ไคโตซาน (แลบ) จำกัด ประเทศไทย

4. กรดแอซีติกเข้มข้นร้อยละ 99.8 เกรดสำหรับห้องปฏิบัติการ บริษัท Qrec เมือง Rawang ประเทศมาเลเซีย

5. ไทรทอนเอ็กซ์ 100 (Triton X-100) จากบริษัท Merck KGaA เมืองดาร์มสตัดต์ ประเทศสหพันธรัฐเยอรมนี

6. ไดเมทิลแอมิโนเบนซัลดีไฮด์ (dimethylamino benzaldehyde) ความบริสุทธิ์ร้อยละ 99 บริษัท Asia Pacific Specialty Chemical Ltd. เมืองเซเวนฮิลล์ ประเทศออสเตรเลีย

7. เอ็น-2-ไฮดรอกซี-3-ไทรเมทิลแอมโมเนียมพรอพิลไคโทซานคลอไรด์ (N-[(2-hydroxy-3-trimethylammonium) propyl] chitosan chloride, HTACC) เตรียมจากห้องปฏิบัติการเคมีอินทรีย์ โดย ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร. วรวีร์ โฮเว่น และคณะ ภาควิชาเคมี คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย) ภายใต้โครงการเมธีวิจัยอาวุโส สำนักงานกองทุนสนับสนุนการวิจัย รหัสโครงการ RTA4780004 ซึ่งมีศาสตราจารย์ ดร. สุดา เกียรติกำจรวงศ์ เป็นหัวหน้าโครงการ

8. หมึกพิมพ์อิงก์เจ็ตฐานน้ำชนิดสารสี EPSON ULTRACHROME Ink บริษัท Seiko Epson Corporation เมืองนากาโนะ ประเทศญี่ปุ่น

9. น้ำกลั่น จากเครื่อง ELGA DEIONIZER รุ่น LA11 บริษัท Elga Labwater เมืองบักกิงแฮมเชอร์ ประเทศสหราชอาณาจักร

**3.1.2 อุปกรณ์และเครื่องมือ**

1. เครื่องพิมพ์อิงก์เจ็ต EPSON รุ่น Epson Stylus Photo 2100 บริษัท Seiko Epson Corporation เมืองนากาโนะ ประเทศญี่ปุ่น

2. เครื่องชั่งดิจิทัล METTLER TOLEDO รุ่น PB1502-S บริษัท Mettler-Toledo (Schweiz) GmbH เมือง Greifensee ประเทศสหพันธรัฐสวิสเซอร์แลนด์

3. เครื่องแพดดิง รุ่น PB-1 บริษัท Copower Technology Co., Ltd เมืองไทเป ประเทศไต้หวัน

4. เครื่องสเปกโทรโฟโตมิเตอร์ รุ่น X-Rite SP62 บริษัท X-Rite Inc. เมือง Grand rapids รัฐ Michigan ประเทศสหรัฐอเมริกา

5. เครื่องเดนซิโตมิเตอร์ รุ่น R730 IHARA บริษัท IHARA Electronic Ind. Co., Ltd. เมือง Kasugai ประเทศญี่ปุ่น

6. เครื่อง Zetasizer รุ่น NaNo-ZS บริษัท Malvern Instruments Ltd., เมือง Worcestershire ประเทศสหราชอาณาจักร

7. กล้องอิเล็กตรอนชนิดส่องกราด PERKINELMER รุ่น Spectrum one บริษัท PerkinElmer Life and Analytical Sciences Inc. เมือง Waltham รัฐ Massachusetts ประเทศสหรัฐอเมริกา

8. กล้องจุลทรรศน์ชนิดแสงของเครื่องวิเคราะห์ภาพ OLYMPUS รุ่น PM10-AD บริษัท Olympus Corporation เมืองโตเกียว ประเทศญี่ปุ่น

9. เครื่องฟูเรียร์ทรานสฟอร์มอินฟราเรดสเปกโทรมิเตอร์ รุ่น Impact 410 บริษัท Nicolet เมืองแมดิสัน มลรัฐวิสคอนซิล ประเทศสหรัฐอเมริกา

10. เครื่องกวนสารแบบให้ความร้อน (hotplate and magnetic stirrer) รุ่น 34532 บริษัท Snijders เมือง Tilburg ประเทศเนเธอร์แลนด์

11. ตู้อบ บริษัท Copower Technology Co., Ltd รุ่น M-3 เมืองไทเป ประเทศไต้หวัน

12. แท่งแม่เหล็กขนาด 3 เซนติเมตร

13. อุปกรณ์เครื่องแก้วทั่วไปในห้องปฏิบัติการวิทยาศาสตร์

**3.2 ขั้นตอนการดำเนินงาน** ประกอบด้วย ขั้นตอนต่าง ๆ ดังต่อไปนี้

**1. สังเคราะห์ เอ็น-4-ไดเมทิลแอมิโนเบนซิลอิมิโนไคโทซาน (N-[(4-dimethyl amino benzyl) imino] chitosan (DBIC)) ด้วยไดเมทิลแอมิโนเบนซัลดีไฮด์**

ชั่งไคโทซาน (น้ำหนักโมเลกุลเฉลี่ย 57,000 กรัม โมล$^{-1}$ ค่ากำจัดหมู่แอซีทิลร้อยละ 85) 5 กรัม ใส่ในขวดก้นกลมขนาด 300 มิลลิลิตร เติมไดเมทิลแอมิโนเบนซัลดีไฮด์ 9.3 กรัม และเติมเมทานอล 150 มิลลิลิตร รีฟลักซ์ (reflux) ของผสมในขวดก้นกลมที่อุณหภูมิประมาณ 65 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 10 ชั่วโมง นำของผสมที่ผ่านการรีฟลักซ์แล้วมากรองด้วยตระแกรงอะลูมิเนียมความละเอียด 100 ช่องต่อตารางนิ้ว และล้างของแข็งที่กรองได้ด้วยเมทานอลผสมกับแอซีโทนอัตราส่วน 1 ต่อ 1 ตั้งของแข็งที่ได้ไว้ในตู้ดูดควันที่อุณหภูมิห้องหนึ่งคืนได้ของแข็งสีเหลืองเข้ม นำไปตรวจหมู่ฟังก์ชันด้วยเทคนิคอินฟราเรดสเปกโทรสโกปี

**2. สังเคราะห์ เอ็น-2-ไฮดรอกซี-3-ไทรเมทิลแอมโมเนียมพรอพิลไคโทซานคลอไรด์ (N-[(2-hydroxy-3-trimethylammonium) propyl] chitosan chloride, HTACC)**

ชั่งไคโทซาน 0.5 กรัม ละลายในกรดแอซิติกความเข้มข้นร้อยละ 1 ปริมาตร 25 มิลลิลิตร หยดสารไกลซิดิลไทรเมทิลแอมโมเนียมคลอไรด์ (GTMAC) ปริมาณ 0.9 กรัม ช้า ๆ ทีละหยด ที่อุณหภูมิ 70 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 24 ชั่วโมง [Seong และคณะ, 2000] นำสารมาผ่านกระบวนการไดแอลิซิส โดยรินสารใส่ในถุงเซลลูโลสเมมเบรน และนำมาแกว่งในน้ำปราศจากประจุเป็นเวลา 5 วัน ทำสารให้แห้งด้วยเครื่องทำแห้งชนิด freeze dryer ตรวจหมู่ฟังก์ชันด้วยเทคนิคอินฟราเรดสเปกโทรสโกปี

**3. เตรียมสารปรับสภาพผิวผ้าพอลิเอสเตอร์**

เตรียมสารละลายไคโทซาน น้ำหนักโมเลกุลเฉลี่ย 57,000 กรัมต่อโมล ค่ากำจัดหมู่แอซีทิลร้อยละ 85 ที่ความเข้มข้นร้อยละ 0.1, 1, 2, 3 และ 4 โดยน้ำหนัก ด้วยกรดแอซีติกความเข้มข้นร้อยละ 2 เตรียมสารละลายไกลซีนความเข้มข้นร้อยละ 5, 10 และ15 โดยน้ำหนัก ด้วยกรดแอซีติกความเข้มข้นร้อยละ 2

เตรียมสารละลายผสมของไคโทซานและไกลซีน สารละลายผสมมีความเข้มข้นของไคโทซานคิดเป็นร้อยละ 1 โดยน้ำหนัก และความเข้มข้นของไกลซีนคิดเป็นร้อยละ 15 โดยน้ำหนัก ละลายสารทั้งสองด้วยกรดแอซีติกความเข้มข้นร้อยละ 2

เตรียมสารละลายไคโทซานดัดแปร DBIC ความเข้มข้นร้อยละ 0.1 โดยน้ำหนัก ด้วยกรดแอซีติกความเข้มข้นร้อยละ 2

เตรียมสารละลายไคโทซานดัดแปร HTACC ความเข้มข้นร้อยละ 0.1 โดยน้ำหนัก ใช้น้ำเป็นตัวทำละลาย

**4. เตรียมผ้าพอลิเอสเตอร์สำหรับพิมพ์**

นำผ้าพอลิเอสเตอร์ไปซักด้วยสารลดแรงตึงผิวไทรทอนเอ็กซ์ 100 ตากให้แห้งและรีดให้เรียบ

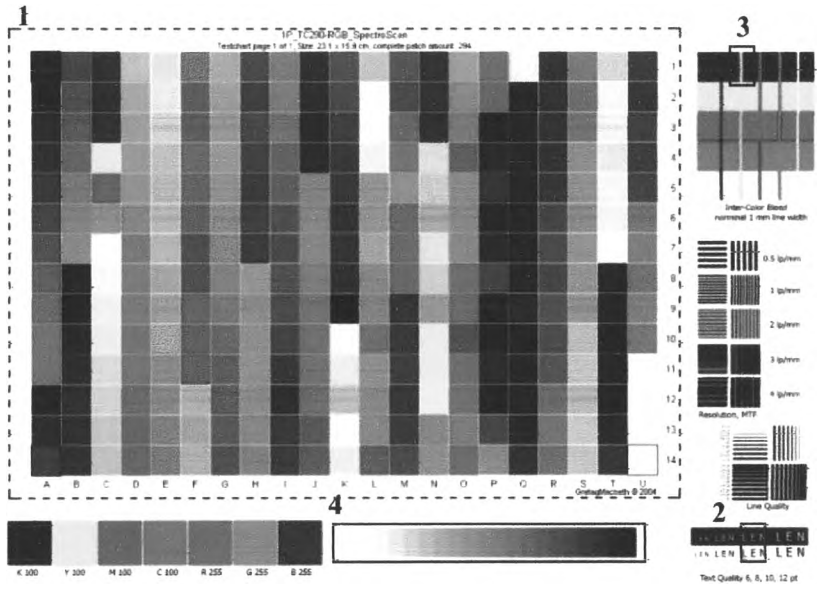
**5. เคลือบสารปรับสภาพผิวแต่ละชนิดลงบนผ้าพอลิเอสเตอร์**

การปรับสภาพผิวผ้าพอลิเอสเตอร์ทำได้โดยใช้เครื่องแพดดิง เริ่มแรกต้องปรับตั้งแรงกดเพื่อปรับระยะห่างระหว่างโมทั้งสองข้างของเครื่องให้พอดี ให้ปริมาณของสารละลายติดบนผ้าพอลิเอสเตอร์ร้อยละ 70 (70% pick up) แช่ผ้าพอลิเอสเตอร์ในสารละลายของสารปรับสภาพผิวผ้า แล้วนำผ้าพอลิเอสเตอร์อัดผ่านโมของเครื่องแพดดิง นำมาหาค่าร้อยละของการแพดดิง โดยชั่งน้ำหนักผ้าก่อนและหลังการแพดดิง นำค่าที่ได้มาคำนวณตามสมการ 3.1 ถ้าร้อยละของการแพดดิงต่ำกว่าร้อยละ 70 ให้ปรับระยะห่างระหว่างโมสองโมเพิ่มขึ้น นำพอลิเอสเตอร์ที่ผ่านการแพดดิงไปอบให้แห้งที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 5 นาที และอบผนึกที่อุณหภูมิ 110 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 นาที

$$\text{ร้อยละการแพดดิง} = \frac{(\text{น้ำหนักผ้าหลังการแพดดิง} - \text{น้ำหนักผ้าก่อนการแพดดิง})}{\text{น้ำหนักผ้าก่อนการแพดดิง}} \times 100 \qquad (3.1)$$

**6. พิมพ์ผ้าพอลิเอสเตอร์ด้วยระบบพิมพ์อิงก์เจ็ต**

ตัดผ้าพอลิเอสเตอร์ให้มีขนาดเท่ากับกระดาษ A4 นำไปติดบนแทบสติกเกอร์ พิมพ์แผ่นทดสอบที่ประกอบด้วยช่องสีสำหรับวัดขอบเขตสีตามมาตรฐานของ GretagMacbeth จำนวน 294 ช่อง ที่สร้างจากโปรแกรม Profile Maker 5.0 และบริเวณทดสอบสภาพการพิมพ์อื่น ๆ เช่น ตัวอักษรชนิดพอซิทิฟ เนกาทิฟ สำหรับตรวจสอบความคมชัด เส้นกว้างขนาด 1 มิลลิเมตรบนสีดำ สำหรับตรวจสอบการเกิดการซึมเข้าหากันของหมึกพิมพ์ เป็นต้น ด้วยโปรแกรม Photoshop และ Illustrator ที่ไม่มีการจัดการสี ความละเอียด 300 จุดต่อนิ้ว ดังภาพที่ 3.1 ลงบนผ้าพอลิเอสเตอร์ที่ไม่ผ่านการปรับสภาพผิวผ้า 1 ผืน และผ้าพอลิเอสเตอร์ที่ผ่านการปรับสภาพผิวผ้าจำนวน 1 ผืนต่อชนิดหรือความเข้มข้นของสารปรับสภาพผิวผ้า ที่เตรียมไว้ด้วยหมึกอิงก์เจ็ตฐานน้ำชนิดสารสี 7 สี ได้แก่ สีฟ้าเขียว สีม่วงแดง สีเหลือง สีดำ สีฟ้าเขียวอ่อน สีม่วงแดงอ่อน และสีดำอ่อน (cyan, magenta, yellow, black, light cyan, light magenta และ photo black) ด้วยเครื่องพิมพ์ Epson Stylus Photo 2100 โดยพิมพ์ที่ความละเอียด 300 จุดต่อนิ้ว




**ภาพที่ 3.1** แผ่นทดสอบ

**7. อบไอน้ำ**

อบไอน้ำผ้าพิมพ์ที่อุณหภูมิ 100 องศาเซลเซียส นาน 5 นาที

**8. วัดคุณภาพงานพิมพ์บนผ้าพอลิเอสเตอร์**

1. หาขอบเขตสีด้วยเครื่องสเปกโทรโฟโตมิเตอร์ X-Rite SP62 (D50, 2 degrees observer, SPEX) วัดค่าสี XYZ จากช่องสี 294 ช่องในแผ่นทดสอบภาพที่ 3.1 บริเวณที่ 1 คำนวณหาค่า L*a*b* จากสมการที่ 2.5-2.8 โดยค่า Xn Yn และ Zn ได้จากการวัดสี ณ ตำแหน่ง C7 ของแผ่นทดสอบ (บริเวณไม่พิมพ์สี) สร้างขอบเขตสีจากโปรแกรม Microsoft excel

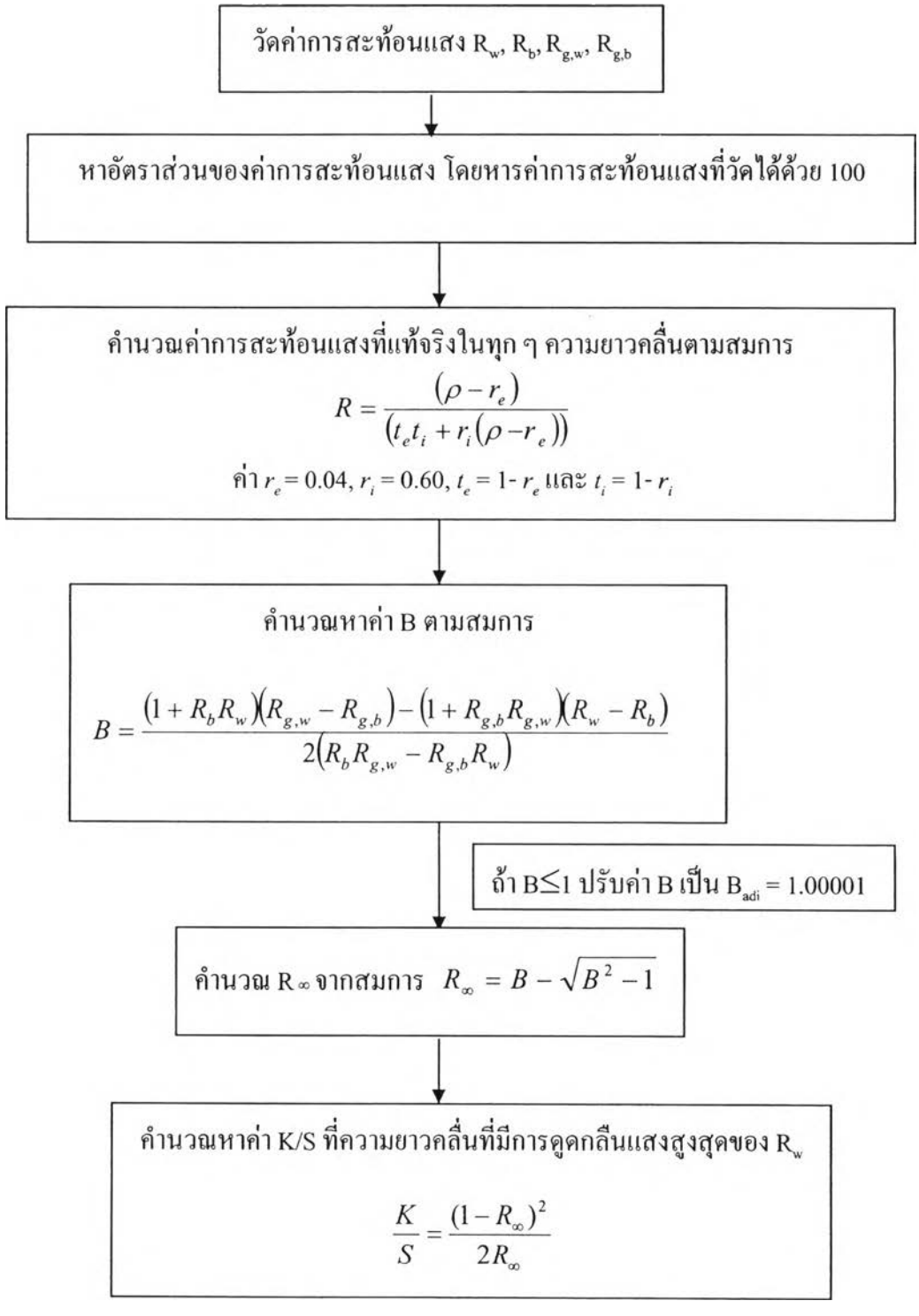
2. วิเคราะห์ความคมชัดของงานพิมพ์ตรวจดูด้วยกล้องจุลทรรศน์ที่กำลังขยาย 4 เท่าของตัวอักษร E ขนาด 10 พอยต์ ทั้งตัวอักษรพอซิทิฟและตัวอักษรเนกาทิฟจากภาพที่ 3.1 บริเวณที่ 2

3. วิเคราะห์การซึมเข้าหากันของหมึกพิมพ์จากเส้นสีเหลืองความกว้างขนาด 1 มิลลิเมตร บนพื้นทึบสีดำจากภาพที่ 3.1 บริเวณที่ 3 ตรวจดูด้วยกล้องจุลทรรศน์ที่กำลังขยาย 5 เท่า

4. การผลิตน้ำหนักสี (tone reproduction) ด้วยเครื่องสเปกโทรเดนซิโตมิเตอร์ IHARA วัดค่าความดำของแถบสีดำจากภาพที่ 3.1 บริเวณที่ 4 ขนาด 0.5×1.0 เซนติเมตร จำนวน 20 แถบที่มีปริมาณเม็ดสกรีนแตกต่างกัน ตั้งแต่ร้อยละเม็ดสกรีนต่ำไปถึงสูง

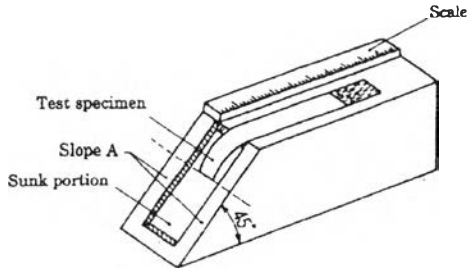
5. ความเข้มสี (color strength, K/S) หาความเข้มสีด้วยเครื่องสเปกโทรโฟโตมิเตอร์ X-Rite SP62 (SPEX) โดยวัดค่าการสะท้อนแสง 4 บริเวณต่อ 1 สี คือ ค่าการสะท้อนแสงของสีขาวของผ้าพอลิเอสเตอร์ ($R_{g,w}$) แถบบริเวณสีดำของผ้าพอลิเอสเตอร์ ($R_{g,b}$) แถบหมึกที่พิมพ์สีบนบริเวณสีขาว

ของผ้าพอลิเอสเตอร์ ($R_w$) และแถบหมึกที่พิมพ์บนบริเวณสีดำของผ้าพอลิเอสเตอร์ ($R_b$) และนำมาคำนวณหาค่า K/S ดังภาพที่ 3.2 โดยวัดค่าการสะท้อนแสงจากผ้าชนิดละ 2 ผืน




**ภาพที่ 3.2** ขั้นตอนการคำนวณค่า K/S

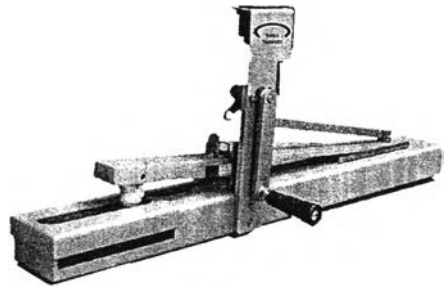
6. ความแข็งกระด้าง (stiffness) ตามมาตรฐาน JIS L 1096:1999 [JIS L 1096, 1999] ตัดผ้าพอลิเอสเตอร์ขนาดประมาณ 2 × 15 เซนติเมตร สองทิศทางคือ แนวยืน (warp direction) และแนวพุ่ง (weft direction) ทดสอบความแข็งกระด้างโดยวางชิ้นผ้าตัวอย่างขนานตามแนวพื้นเรียบของเครื่องทดสอบ เลื่อนชิ้นตัวอย่างช้า ๆ ตรงไปทางด้านลาดเอียงของเครื่อง จนกึ่งกลางของปลายชิ้นตัวอย่างไปสัมผัสกับบริเวณที่ลาดเอียงของเครื่องทดสอบ อ่านค่าระยะทางเลื่อนไถลดังภาพที่ 3.3 ทำซ้ำ และหาค่าเฉลี่ยระยะทางเลื่อนไถล




**ภาพที่ 3.3** เครื่องทดสอบความแข็งกระด้าง (Cantilever type tester) [JIS L 1096, 1999]

7. ความคงทนของสีต่อการซัก ตามมาตรฐาน ISO 105-C10:2006 (E) Test No. A(1) [ISO 105-C10, 2006] พิมพ์สีจำนวน 4 สีคือ สีฟ้าเขียว สีม่วงแดง สีเหลือง และสีดำบนชิ้นตัวอย่าง ขนาด 2.5×4 เซนติเมตรต่อหนึ่งสี จำนวน 2 ชุดคือ ชุดที่ใช้ทดสอบซักและชุดสำหรับเปรียบเทียบ ขั้นตอนการทดสอบโดยติดชิ้นตัวอย่างขนาด 10×4 เซนติเมตรกับชุด multifibre adjacent fabric โดยเย็บติดที่บริเวณขอบ นำไปซักโดยเครื่องซักผ้าที่ประกอบด้วยแกนหมุน (rotatable shaft) ความถี่ในการหมุนเท่ากับ 40 ± 2 รอบต่อนาที ซักด้วยน้ำสบู่ความเข้มข้น 5 กรัมต่อน้ำ 1,000 ลูกบาศก์เซนติเมตร ปราศจากสารเรืองแสง ชนิด fluorescent brightening agents ณ อุณหภูมิ 40± 2 องศาเซลเซียส เวลา 30 นาที ปราศจากลูกเหล็ก และโซเดียมคาร์บอเนต และแขวนทิ้งไว้ให้แห้งที่อุณหภูมิไม่เกิน 60 องศาเซลเซียส วิเคราะห์ผลการตกติดของสี และการเปลี่ยนแปลงของสีหลังซัก กับผ้าชุดสำหรับเปรียบเทียบ และแถบสีเทา (grey scales) ตามมาตรฐาน ISO 105-A02

8. ความคงทนของสีต่อการขัดถูขณะเปียกและแห้ง [AATCC TM 8, 2004] โดยพิมพ์สีทดสอบจำนวน 4 สีคือ สีฟ้าเขียว สีม่วงแดง สีเหลือง และสีดำบนชิ้นตัวอย่าง ขนาดแต่ละสี 14×20 เซนติเมตร วางแผ่นผ้าทดสอบตามแนวเฉียง 45 องศากับแนวเครื่อง ทดสอบการขัดถูขณะแห้งและเปียกตามมาตรฐาน AATCC TM 8:2004 ทดสอบโดยเครื่องทดสอบการขัดถูดังภาพที่ 3.4 ขัดถูระหว่างผ้าทดสอบและผ้า white test cloth จำนวน 10 รอบ ประเมินผลจากสีที่ตกติดบนแผ่น white test cloth ด้วยตาเปล่ากับแถบสีเทา (grey scales) ตามมาตรฐาน ISO 105-A02 การขัดถูขณะเปียกโดยใช้น้ำกลั่นปริมาตร (มิลลิลิตร) เท่ากับ 0.65 เท่าของพื้นที่ที่ขัดถู



**ภาพที่ 3.4** เครื่องทดสอบการขัดถู (Crockmeter)

[Available from http://www.marstraders.com/crock_manul.html]

**9. หาความสัมพันธ์ของผ้าพอลิเอสเตอร์ สารปรับสภาพผิวผ้า และหมึกพิมพ์อิงก์เจ็ตสีต่าง ๆ ต่อคุณภาพงานพิมพ์**

1. วัดค่า zeta-potential ของผ้าพอลิเอสเตอร์ ผ้าพอลิเอสเตอร์ที่ผ่านการปรับสภาพผิวผ้า สารปรับสภาพผิวผ้าทุกชนิด และหมึกพิมพ์อิงก์เจ็ตสีที่ใช้พิมพ์ วิธีการเตรียมสารสำหรับวัดค่า zeta-potential ดังนี้

ก. เตรียมหมึกพิมพ์โดยผสมหมึกพิมพ์ 1 หยดผสมน้ำปราศจากประจุ 10 มิลลิลิตร

ข. เตรียมสารปรับสภาพผิวผ้าโดยละลายไคโทซาน ไกลซีน ไคโทซานผสมไกลซีน ไคโทซานดัดแปร DBIC ด้วยกรดแอซิติกความเข้มข้นร้อยละ 2 ส่วน ไคโทซานดัดแปร HTACC นำสารมาละลายด้วยน้ำปราศจากประจุ

ค. เตรียมผ้าพอลิเอสเตอร์โดยตัดผ้าเป็นชิ้นเล็ก ๆ ละเอียด ใส่น้ำปราศจากประจุผสมกัน นำไปวัดค่า zeta-potential โดยไม่ผ่านการกรอง

2. ทดสอบวัดพฤติกรรมการดูดซึมของผ้าด้วยวิธี wicking test ตามมาตรฐาน INDA IST 10.0-70 Method 10.3 ตัดผ้าทดสอบขนาด 2.5×30.5 เซนติเมตร ของผ้าในสองทิศทางคือ แนวพุ่งและแนวยืน โดยทิ้งผ้าให้ห้อยในแนวดิ่งเหนือบีกเกอร์ ปลายข้างหนึ่งจุ่มในสารที่ใช้ทดสอบ มี 2 ชนิดคือ น้ำกลั่น ซึ่งแสดงสมบัติความชอบน้ำ และสารละลาย 2-ออกทานอล (2-octanol) แสดงสมบัติความไม่ชอบน้ำ แช่ผ้าในสารชนิดละ 5 นาที คำนวณอัตราส่วน wicking ratio (W/O) [Tse และ Briggs, 1998] จากระยะทางที่สารเคลื่อนที่ไปได้ของน้ำกลั่นบนผ้า (W) ต่อระยะทางที่สารละลาย 2-ออกทานอลเคลื่อนที่ไปได้บนผ้า (O)

3. ตรวจสอบผิวผ้าที่ปรับสภาพด้วยสารชนิดต่าง ๆ ด้วย เทคนิค scanning electron microscopy (SEM) โดยตัดชิ้นส่วนผ้าขนาดประมาณ 0.5×0.5 เซนติเมตรติดบนแท่นติด นำไปฉาบผิวหน้าด้วยผงทอง ถ่ายภาพด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด ด้วยกำลังขยาย 2000 เท่า