

บทที่ 4

ผลการศึกษาวิจัยและวิจารณ์

4.1 ผลการศึกษาการเตรียมและวิเคราะห์ปริมาณคลอรีนไดออกไซด์

จากการศึกษาการเตรียมสารละลายคลอรีนไดออกไซด์ (ผนวก ก) โดยใช้อุปกรณ์ในการเตรียมดังแสดงในรูปที่ 4.1 และวิเคราะห์ปริมาณคลอรีนไดออกไซด์ที่ได้จากการเตรียมในห้องปฏิบัติการโดยวิธี Iodometry (ผนวก ข) Standardize สารละลายโซเดียมไทโอซัลเฟต ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$) ด้วยสารละลายมาตรฐานโพแตสเซียมไอโอไดด์ (KIO_3 0.0100 นอร์มัล) ได้สารละลายโซเดียมไทโอซัลเฟต ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$) เข้มข้น 0.01036 นอร์มัล นำไปไตเตรทกับสารละลายคลอรีนไดออกไซด์ที่เตรียมได้ในห้องปฏิบัติการ ได้ค่าเฉลี่ยของปริมาณคลอรีนไดออกไซด์ที่เกิดขึ้นเท่ากับ 333.09 มิลลิกรัม/ลิตร



รูปที่ 4.1 อุปกรณ์ในการเตรียมสารละลายคลอรีนไดออกไซด์ในห้องปฏิบัติการ

จากวิธีการเตรียมสารละลายคลอรีนไดออกไซด์มาตรฐาน (ผนวก ก) จะมีปริมาณคลอรีนไดออกไซด์เกิดขึ้น 200-600 มิลลิกรัม/ลิตร แต่ผลการทดลองในห้องปฏิบัติการมีสารละลายคลอรีนไดออกไซด์มาตรฐานเฉลี่ยเกิดขึ้นเพียง 333.09 มิลลิกรัม/ลิตร อาจมีสาเหตุเนื่องมาจากความสามารถในการละลายของก๊าซคลอรีนไดออกไซด์ ปริมาณคลอรีนไดออกไซด์ในสารละลายจะมีปริมาณมากขึ้นได้ถ้าเพิ่มประสิทธิภาพในการละลายของก๊าซคลอรีนไดออกไซด์ โดยใช้อุปกรณ์ที่มีเพิ่มความสามารถในการละลายของก๊าซที่มีรูพรุนขนาดเล็กและมีจำนวนรูพรุนมาก เช่น glass fitz จะทำให้การละลายของก๊าซคลอรีนไดออกไซด์มีมากขึ้น สารละลายคลอรีนไดออกไซด์จะมีปริมาณมากกว่า 333.09 มิลลิกรัม/ลิตร

ในการวิเคราะห์ปริมาณคลอรีนไดออกไซด์โดยการใช้ Visible spectrophotometry นั้นสามารถใช้ รีเอเจนต์ได้หลายชนิด ดังแสดงในตารางที่ 4.1

ตารางที่ 4.1 รีเอเจนต์ ที่ใช้ในการวิเคราะห์คลอรีนไดออกไซด์ โดยใช้ Visible spectrophotometer ที่ความยาวคลื่นต่างๆ

รีเอเจนต์	ความยาวคลื่น (นาโนเมตร)	pH
Lissamine Green B (LGB)	616	9
Rhodamine B	553	10
Chlorophenol Red	574	7.3 - 7.5
Amaranth	520	8 - 9
Acid Chrome Violet K (ACVK)	548	8.1 - 8.5
N,N-diethyl-p-phenylenediamine (DPD)	550	6.2 - 6.5
Tyrosine (OTO)	490	4.5 - 4.6

DPD เป็นรีเอเจนต์ที่กำหนดให้ใช้ในการวิเคราะห์ปริมาณคลอรีนไดออกไซด์ ตามวิธีมาตรฐาน APHA (1992) แต่มีข้อจำกัดคือ DPD ถูกออกซิไดซ์ได้โดย free chlorine, chloramine, chlorite และ chlorate ได้เช่นเดียวกับคลอรีนไดออกไซด์ (ClO_2) ซึ่งจะทำให้เกิดความคลาดเคลื่อนของผลการทดลอง

Lissamine Green B (LGB) เป็น รีเอเจนต์ ที่เหมาะสมที่สุดในการวิเคราะห์ปริมาณคลอรีนไดออกไซด์ ในสภาวะที่มี chlorite, chlorate และ chloramine (Chiswell B.,1991) Lissamine Green B (LGB) เป็นสารประกอบของ triphenylmethane มีโครงสร้างดังรูปที่ 4.2

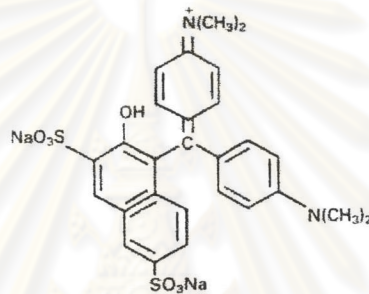


Fig. 3 Structure of LGB

รูปที่ 4.2 โครงสร้างของ Lissamine Green B

ในการทดลองนี้ได้เลือก LGB เป็นรีเอเจนต์ในการวิเคราะห์ปริมาณคลอรีนไดออกไซด์เนื่องจาก

1. LGB เป็น รีเอเจนต์ที่มีความเฉพาะเจาะจง (selectivity) ในการวิเคราะห์ปริมาณคลอรีนไดออกไซด์ ว่องไวในการเกิดปฏิกิริยา (sensitivity) ภายใต้สภาวะเป็นด่าง (pH = 9) และมีบัฟเฟอร์เป็น แอมโมเนีย แอมโมเนียมคลอไรด์
2. คลอรีนไดออกไซด์จะออกซิไดซ์ LGB ได้อย่างสมบูรณ์และรวดเร็วในขณะที่ไฮโปคลอไรท์อิออน (OCl^-) จะเกิดได้ช้ากว่า
3. ระบบที่มีบัฟเฟอร์เป็นแอมโมเนีย-แอมโมเนียมคลอไรด์ จะยับยั้งไม่ให้ free chlorine เกิดปฏิกิริยาเป็น Chloramine ดังปฏิกิริยา



4. ขั้นตอนในการวิเคราะห์ไม่ยุ่งยากซับซ้อน สามารถวิเคราะห์ได้อย่างรวดเร็ว
5. ไม่ถูกรบกวนโดย free chlorine, chloramine, chlorite (ClO_2^-), chlorate (ClO_3^-) และ Manganese dioxide
6. สีของสารประกอบที่เกิดขึ้นจะเกิดอย่างรวดเร็ว และมีความคงตัวสูง (stable)

จากค่าเฉลี่ยของปริมาณคลอรีนไดออกไซด์ที่เกิดขึ้นในห้องปฏิบัติการนี้ได้นำไปวิเคราะห์ปริมาณคลอรีนไดออกไซด์โดยใช้ Visible spectrophotometry ซึ่งมี Lissamine Green B (LGB) เป็น รีเอเจนต์ที่มีความยาวคลื่น 616 นาโนเมตร (ผนวก ค) จะได้สารละลายสีฟ้าใส โดยสารละลาย blank จะมีความเข้มของสีของสารละลายที่เกิดจากการใช้ Lissamine Green B (LGB) เป็นรีเอเจนต์มากที่สุด สารละลายคลอรีนไดออกไซด์จะมีความเข้มของสีที่เกิดจากการใช้ Lissamine Green B (LGB) เป็น รีเอเจนต์ แปรผกผันกับปริมาณคลอรีนไดออกไซด์ โดยเมื่อมีปริมาณคลอรีนไดออกไซด์ในสารละลายมาก ความเข้มของสีของสารละลายจะน้อย แสดงดังรูปที่ 4.3



รูปที่ 4.3 สารละลายคลอรีนไดออกไซด์ที่มี Lissamine Green B (LGB) เป็นรีเอเจนต์ที่ความเข้มชั้นต่าง ๆ

วิเคราะห์ปริมาณคลอรีนไดออกไซด์ที่เกิดขึ้นโดยวัดค่าการดูดกลืนคลื่นแสงที่ความยาวคลื่น 616 นาโนเมตร นำผลการทดลองที่ได้ไปหาความสัมพันธ์ระหว่างปริมาณของคลอรีนไดออกไซด์ และผลต่างระหว่างค่าการดูดกลืนคลื่นแสงของ blank และค่าการดูดกลืนคลื่นแสงของสารละลายคลอรีนไดออกไซด์มาตรฐาน (Δ Absorbance, Δ Abs) ได้ผลดังตารางที่ 4.2

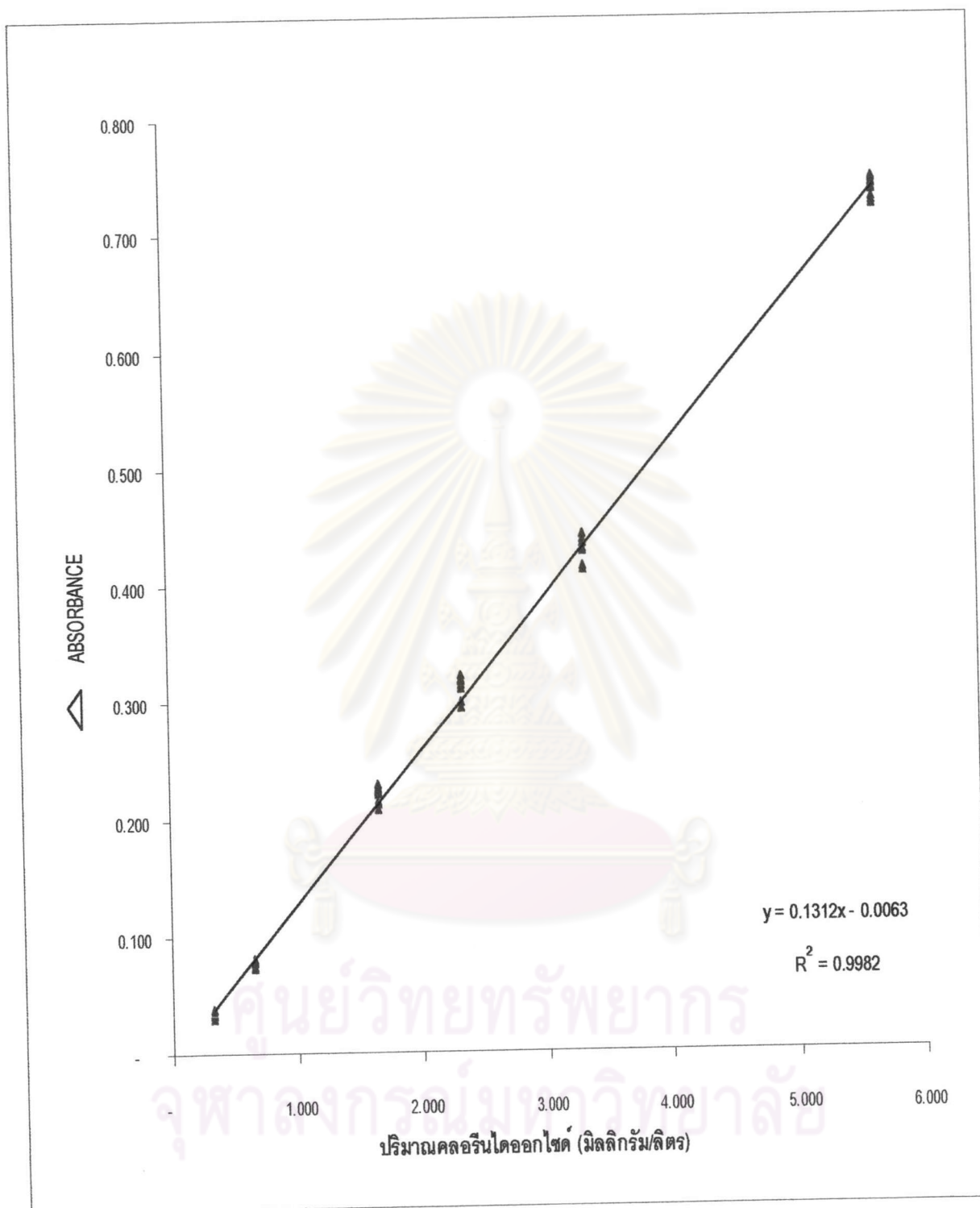
ตารางที่ 4.2 แสดงปริมาณของคลอรีนไดออกไซด์ และ ค่าเฉลี่ยของผลต่างระหว่างค่าการดูดกลืนคลื่นแสงของblank และค่าการดูดกลืนคลื่นแสงของสารละลายคลอรีนไดออกไซด์มาตรฐาน (Δ Absorbance, Δ Abs) ที่ความยาวคลื่น 616 นาโนเมตร

ปริมาณคลอรีนไดออกไซด์ (มิลลิกรัม/ลิตร)	Δ Abs \pm SD
0.333	0.032 \pm 0.003
0.667	0.075 \pm 0.003
1.667	0.221 \pm 0.007
2.334	0.310 \pm 0.010
3.335	0.428 \pm 0.010
5.669	0.734 \pm 0.009

หมายเหตุ: โดยทำการทดลองซ้ำ 10 ครั้ง

จากความสัมพันธ์ระหว่างปริมาณของคลอรีนไดออกไซด์ (แกน x) และผลต่างระหว่างค่าการดูดกลืนคลื่นแสงของ blank และของสารละลายคลอรีนไดออกไซด์มาตรฐาน (แกน y) ได้กราฟมาตรฐานเป็นเส้นตรงดังรูปที่ 4.4 และมีสมการดังนี้

$$Y = 0.1312 X - 0.0063 ; r^2 = 0.9982$$



รูปที่ 4.4 แสดงความสัมพันธ์ระหว่างปริมาณของคลอโรฟิลล์ a และผลต่างระหว่างค่าการดูดกลืนคลื่นแสงของ blank และค่าการดูดกลืนคลื่นแสงของสารละลายคลอโรฟิลล์ a มาตรฐาน (Δ Absorbance, Δ Abs) ที่ความยาวคลื่น 616 นาโนเมตร

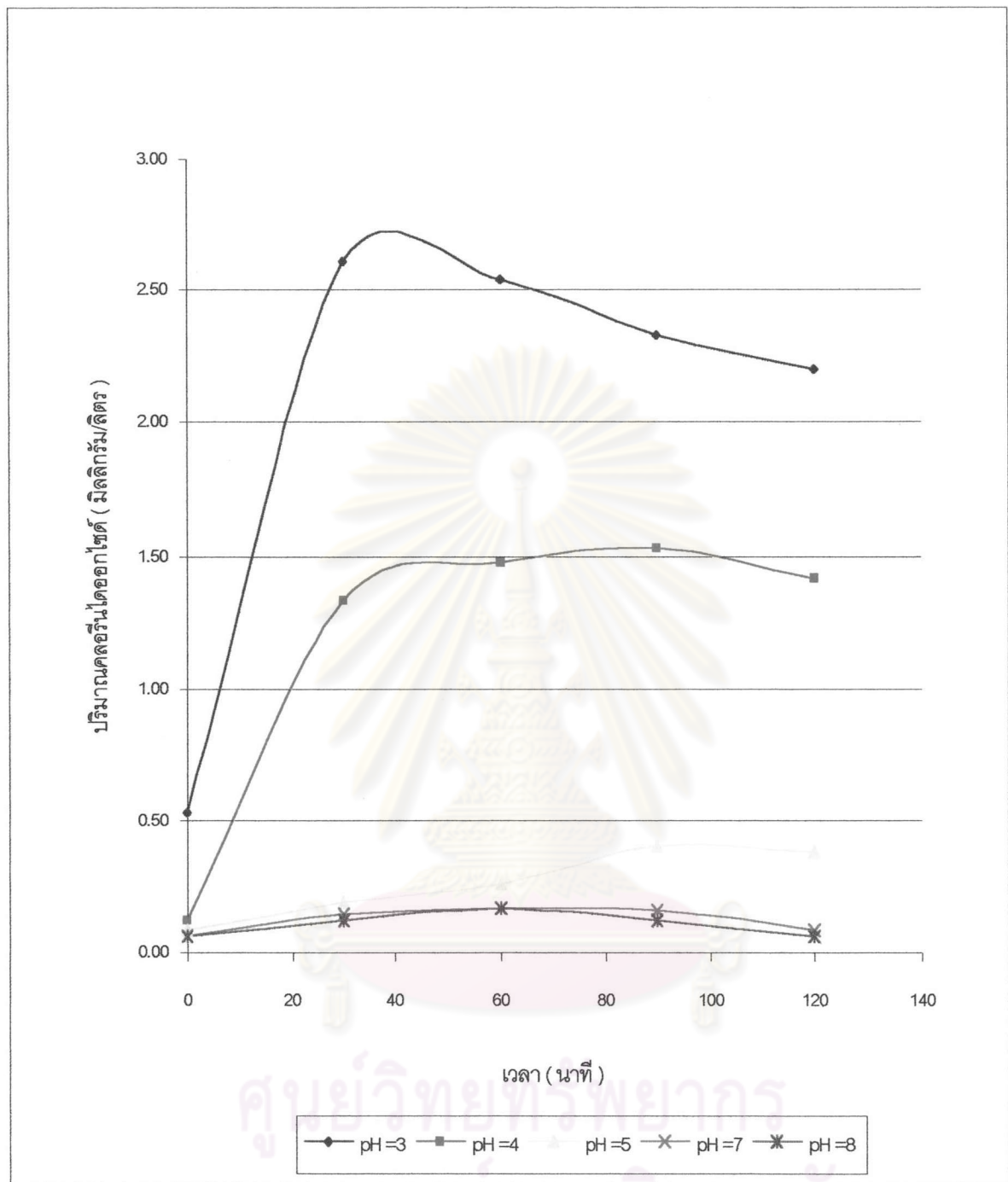
4.2 ผลการศึกษาการหาค่า pH ที่เหมาะสมในการเกิดคลอรีนไดออกไซด์

ในการศึกษาหาค่า pH ที่เหมาะสมในการเกิดคลอรีนไดออกไซด์ โดยกำหนดให้สารตั้งต้นเป็นสารละลายโซเดียมคลอไรด์ 0.01%(wt.V) จำนวน 50 มิลลิลิตร และสารละลาย NaDCC.2H₂O 0.005% (wt.V) จำนวน 25 มิลลิลิตร ในปริมาตรทั้งหมด 500 มิลลิลิตร แปรเปลี่ยนค่า pH 3.0-8.0 ของสารละลายบัฟเฟอร์กรดซิตริก-โซเดียมซิเตรท วิเคราะห์ปริมาณคลอรีนไดออกไซด์ที่เกิดขึ้นโดยใช้ Visible spectrophotometry ซึ่งมี Lissamine Green B (LGB) เป็น รีเอเจนต์ (ผนวก ค) ในระยะเวลา 0-120 นาที ผลการทดลองแสดงในตารางที่ 4.3 และรูปที่ 4.5

ตารางที่ 4.3 แสดงผลของค่า pH ของสารละลายบัฟเฟอร์และระยะเวลาของปฏิกิริยาต่อปริมาณคลอรีนไดออกไซด์ที่เกิดขึ้น

เวลา (นาที)	ปริมาณคลอรีนไดออกไซด์ (มิลลิกรัม/ลิตร)				
	pH = 3	pH = 4	pH = 5	pH = 7	pH = 8
0	0.53 ± 0.05	0.11 ± 0.03	0.08 ± 0.02	0.07 ± 0.01	0.06 ± 0.01
30	2.61 ± 0.04	1.34 ± 0.03	0.19 ± 0.04	0.14 ± 0.03	0.12 ± 0.02
60	2.54 ± 0.05	1.47 ± 0.05	0.26 ± 0.04	0.17 ± 0.03	0.17 ± 0.03
90	2.33 ± 0.06	1.53 ± 0.06	0.39 ± 0.03	0.16 ± 0.04	0.11 ± 0.02
120	2.20 ± 0.04	1.41 ± 0.04	0.38 ± 0.04	0.08 ± 0.02	0.06 ± 0.02

หมายเหตุ : โดยที่การทดลองทำซ้ำ 5 ครั้ง



รูปที่ 4.5 แสดงความสัมพันธ์ระหว่างปริมาณคลอโรฟิลล์ที่เกิดขึ้นในสารละลายละลายบัฟเฟอร์ภายในเวลา 0-120 นาที

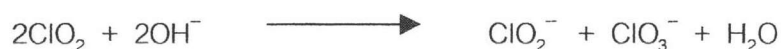
ที่ pH = 3 วิเคราะห์ปริมาณคลอรีนไดออกไซด์ที่เกิดขึ้นได้ พบว่ามีปริมาณคลอรีนไดออกไซด์เกิดขึ้นเฉลี่ยสูงสุดเท่ากับ 2.61 มิลลิกรัม/ลิตร ภายในเวลา 30 นาที และที่เวลา 60, 90 และ 120 นาที ปริมาณคลอรีนไดออกไซด์จะลดลงตามระยะเวลาที่เพิ่มขึ้นคือ 2.45, 2.33 และ 2.20 มิลลิกรัม/ลิตร ตามลำดับ

ที่ pH = 4 วิเคราะห์ปริมาณคลอรีนไดออกไซด์ที่เกิดขึ้นได้ พบว่าที่เวลา 0, 30, และ 60 นาที ปริมาณคลอรีนไดออกไซด์จะเพิ่มขึ้นตามระยะเวลาที่เพิ่มขึ้นคือ 0.11, 0.34 และ 1.47 มิลลิกรัม/ลิตรตามลำดับ ปริมาณคลอรีนไดออกไซด์เกิดขึ้นเฉลี่ยสูงสุดที่เวลา 90 นาทีเท่ากับ 1.53 มิลลิกรัม/ลิตร และมีปริมาณลดลงเหลือ 1.41 มิลลิกรัม/ลิตร ที่เวลา 120 นาที

ที่ pH = 5, 7 และ 8 พบว่าปริมาณคลอรีนไดออกไซด์ที่วิเคราะห์ได้มีปริมาณน้อยมาก และไม่เปลี่ยนแปลงเมื่อเวลาผ่านไปเมื่อเทียบกับที่ pH = 3 ทั้งที่มีปริมาณสารตั้งต้นที่เท่ากัน

จากผลการทดลองที่มีสารตั้งต้นเป็นสารละลายโซเดียมคลอไรท์ 0.01% (wt./V) จำนวน 50 มิลลิลิตร และสารละลาย NaDCC.2H₂O 0.005% (wt./V) จำนวน 25 มิลลิลิตร ในปริมาตรทั้งหมด 500 มิลลิลิตร การเกิดคลอรีนไดออกไซด์จะมีปริมาณมากที่สุด ในสารละลายบัฟเฟอร์กรดซิตริก-โซเดียมซิเตรท ที่ pH = 3 ที่เวลาไม่น้อยกว่า 30 นาที

ในการศึกษาหาค่า pH ที่เหมาะสมในการเกิดคลอรีนไดออกไซด์ที่มีสารตั้งต้น คือ โซเดียมคลอไรท์ (NaClO₂) และ Dichloroisocyanuric acid Sodium salt dihydrate (NaDCC.2H₂O) โดยมีกรดซิตริก-โซเดียมซิเตรท เป็นระบบบัฟเฟอร์ พบว่าสภาวะที่เหมาะสมในการเกิดปฏิกิริยาคือ pH = 3 ในสภาวะที่เป็นกรดคลอรีนไดออกไซด์จะมีประสิทธิภาพในการออกซิไดซ์ดีกว่าในสภาวะที่เป็นเบสซึ่งคลอรีนไดออกไซด์จะมีประสิทธิภาพในการออกซิไดซ์ลดลงเหลือเพียง 20% ซึ่งสามารถอธิบายได้ว่าในสภาวะที่เป็นเบสปฏิกิริยาจะเกิดดังสมการ



ซึ่งได้สารผลิตภัณฑ์เป็น chlorite (ClO₂⁻) และ chlorate (ClO₃⁻) ดังนั้นจึงจำเป็นต้องให้ปฏิกิริยาเกิดขึ้นในสภาวะที่เป็นกรด (pH = 3)

ในการพิจารณาระบบบัฟเฟอร์ pH ที่เหมาะสมในการเกิดคลอรีนไดออกไซด์ คือ $\text{pH} = 3$ แต่ในการวิเคราะห์ปริมาณคลอรีนไดออกไซด์ โดยการใช้ LGB เป็น รีเอเจนต์ จะต้องอยู่ภายใต้สภาวะเป็นเบส ($\text{pH} = 9$) ที่มีบัฟเฟอร์เป็นแอมโมเนีย-แอมโมเนียมคลอไรด์ ดังนั้นในระบบบัฟเฟอร์กรดซิตริก-โซเดียมซิตเรทจะต้องมี buffer capacity ที่เหมาะสมในการที่จะเปลี่ยนระบบระบบบัฟเฟอร์ที่มีสภาวะเป็นกรดให้เป็นระบบบัฟเฟอร์ที่เป็นเบสที่ประกอบด้วยแอมโมเนีย-แอมโมเนียมคลอไรด์ ($\text{pH} = 9$) ในขั้นตอนของการวิเคราะห์ปริมาณคลอรีนไดออกไซด์ โดยการใช้ LGB เป็นรีเอเจนต์

จากผลการทดลองระบบบัฟเฟอร์กรดซิตริก-โซเดียมซิตเรท ในขั้นตอนของการเกิดคลอรีน ไดออกไซด์ พบว่าสัดส่วนของกรดซิตริกและโซเดียมซิตเรทที่เหมาะสมในสภาวะนี้จะประกอบด้วย กรดซิตริก 88.5 % (wt./V) และโซเดียมซิตเรท 8.85% (wt./V) ของสัดส่วนทั้งหมด และจะเป็นสัดส่วนที่เหมาะสมที่จะเปลี่ยนไปเป็นระบบบัฟเฟอร์ที่เป็นเบส แอมโมเนีย-แอมโมเนียมคลอไรด์ ($\text{pH} = 9$) ในขั้นตอนของการวิเคราะห์ปริมาณคลอรีนไดออกไซด์ โดยการใช้ LGB เป็นรีเอเจนต์



ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

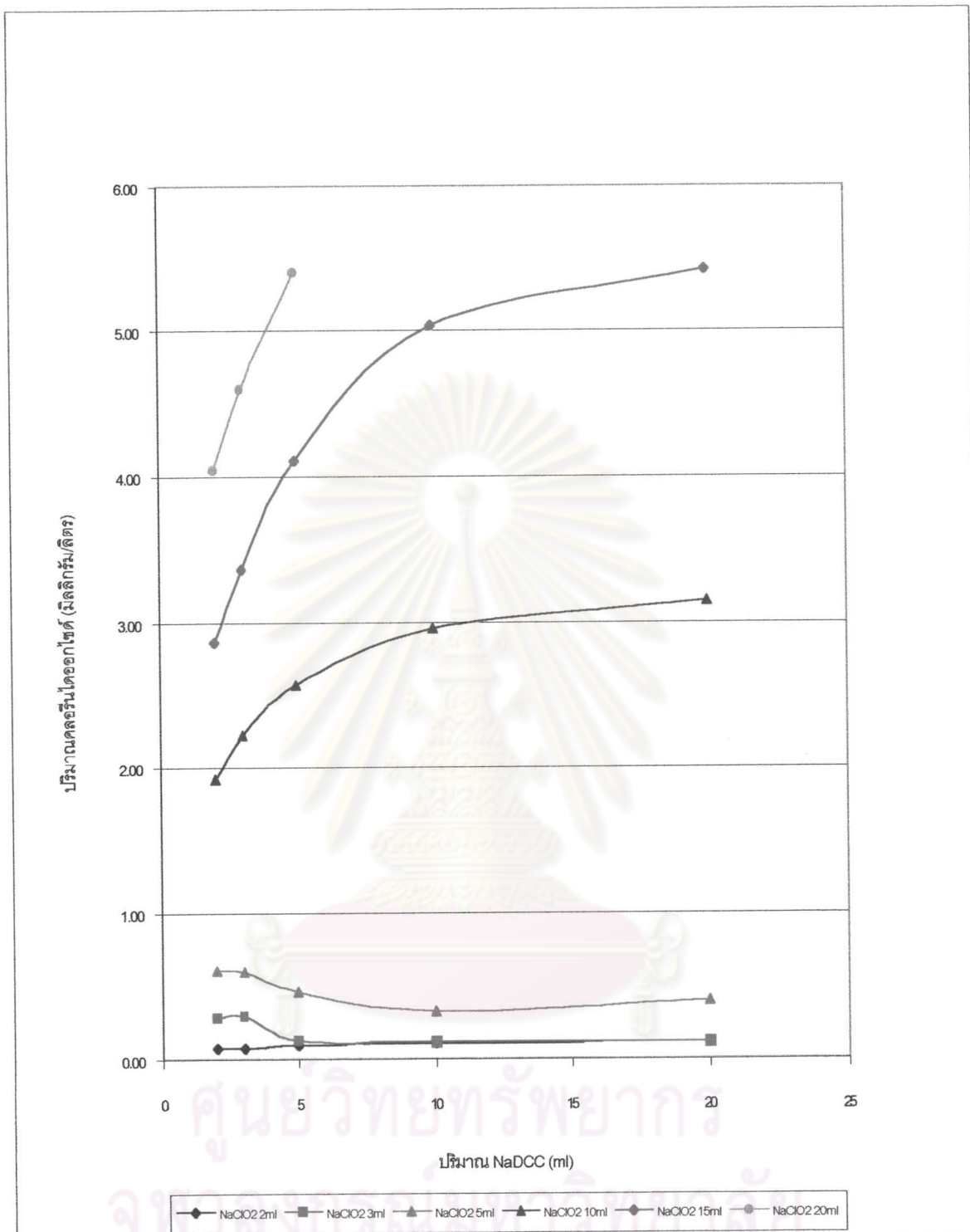
4.3 ปริมาณสารตั้งต้นที่เหมาะสมในการเกิดคลอรีนไดออกไซด์

จากการศึกษาปริมาณที่เหมาะสมในการเกิดคลอรีนไดออกไซด์ที่เกิดขึ้นจากสารตั้งต้น คือ สารละลายโซเดียมคลอไรด์ 0.01%(wt.V) และสารละลาย NaDCC.2H₂O 0.005% (wt.V) โดยแปรเปลี่ยนปริมาณของสารตั้งต้นทั้งสองชนิด ในปริมาตรของสารละลายทั้งหมด 100 มิลลิลิตร และใช้สภาวะที่เหมาะสมที่ได้จากการศึกษาในขั้นที่ 2 คือ สารละลายบัฟเฟอร์ กรดซिटริก-โซเดียมซิเตรทที่ pH = 3 วิเคราะห์ปริมาณคลอรีนไดออกไซด์ที่เกิดขึ้นโดยใช้ Visible spectrophotometry ในช่วงเวลา 30 นาที ผลการทดลองแสดงดังตารางที่ 4.4 และรูปที่ 4.6

ตารางที่ 4.4 แสดงค่าเฉลี่ยของปริมาณคลอรีนไดออกไซด์ที่เกิดขึ้นเมื่อแปรเปลี่ยนปริมาณของ สารละลายโซเดียมคลอไรด์ 0.01 %(wt.V) และ สารละลาย NaDCC.2H₂O 0.005 % (wt.V) ในเวลา 30 นาที

NaDCC.2H ₂ O 0.005% (ml)	ปริมาณ คลอรีนไดออกไซด์ (มิลลิกรัม/ลิตร)					
	0.01%NaClO ₂ 2 ml	0.01%NaClO ₂ 3 ml	0.01%NaClO ₂ 5 ml	0.01%NaClO ₂ 10 ml	0.01%NaClO ₂ 15 ml	0.01%NaClO ₂ 20 ml
2	0.07 ± 0.02	0.28 ± 0.05	0.61 ± 0.03	1.92 ± 0.07	2.86 ± 0.09	4.04 ± 0.08
3	0.07 ± 0.02	0.29 ± 0.02	0.60 ± 0.06	2.22 ± 0.08	3.36 ± 0.06	4.59 ± 0.03
5	0.09 ± 0.03	0.13 ± 0.05	0.46 ± 0.03	2.57 ± 0.05	4.10 ± 0.05	5.40 ± 0.04
10	0.10 ± 0.03	0.12 ± 0.02	0.32 ± 0.06	2.95 ± 0.07	5.03 ± 0.05	-
20	0.11 ± 0.05	0.12 ± 0.05	0.40 ± 0.03	3.14 ± 0.05	5.42 ± 0.06	-

หมายเหตุ : โดยที่ทำการทดลองซ้ำ 8 ครั้ง



รูปที่ 4.6 แสดงความสัมพันธ์ระหว่างปริมาณคลอรีนไดออกไซด์ที่เกิดขึ้นเมื่อแปรเปลี่ยนปริมาณของสารละลายโซเดียมคลอไรท์ 0.01% (wt/v) และสารละลาย NaDCC.2H₂O 0.005% (wt/v) ในเวลา 30 นาที

ในชุดที่ 1, 2 และ 3 ประกอบด้วยสารละลายโซเดียมคลอไรด์ 0.01% (wt./V) จำนวน 2, 3 และ 5 มิลลิลิตร แปรเปลี่ยนปริมาตรสารละลาย NaDCC.2H₂O 0.005% (wt./V) 2, 3, 5, 10, และ 20 มิลลิลิตร ในปริมาตรของสารละลายทั้งหมด 100 มิลลิลิตร ปริมาณคลอรีนไดออกไซด์ที่วิเคราะห์ได้มีน้อยมากและไม่เปลี่ยนแปลงเมื่อแปรเปลี่ยนปริมาณสารละลาย NaDCC.2H₂O

ชุดที่ 4 และ 5 สารละลายโซเดียมคลอไรด์ 0.01% (wt./V) จำนวน 10 และ 15 มิลลิลิตร สารละลาย NaDCC.2H₂O 0.005% (wt./V) จำนวน 2, 3, 5, 10, และ 20 มิลลิลิตร ในปริมาตรของสารละลายทั้งหมด 100 มิลลิลิตร มีปริมาณคลอรีนไดออกไซด์มากขึ้นเมื่อปริมาณสารละลาย NaDCC.2H₂O มากขึ้น

ชุดที่ 6 สารละลายโซเดียมคลอไรด์ 0.01% (wt./V) จำนวน 20 มิลลิลิตร สารละลาย NaDCC.2H₂O 0.005% (wt./V) จำนวน 2, 3 และ 5 มิลลิลิตร ในปริมาตรของสารละลายทั้งหมด 100 มิลลิลิตร มีปริมาณคลอรีนไดออกไซด์มากขึ้นเมื่อปริมาณสารละลาย NaDCC.2H₂O มากขึ้น และเมื่อมีสารละลาย NaDCC.2H₂O 0.005% (wt./V) 10 และ 20 มิลลิลิตร มีปริมาณคลอรีนไดออกไซด์เกิดขึ้นมากเกินขอบเขตของกราฟวิเคราะห์โดยการใช Visible spectrophotometry ซึ่งมี Lissamine Green B (LGB) เป็นรีเอเจนต์

ปริมาณคลอรีนไดออกไซด์ที่มีประสิทธิภาพในการฆ่าเชื้อโรคจะมีความเข้มข้นที่เหมาะสม อยู่ในช่วง 2-3 มิลลิกรัม/ลิตร ดังนั้นจากการทดลองจะเห็นว่า สัดส่วนที่เหมาะสมระหว่าง สารละลายโซเดียมคลอไรด์ 0.01% (wt./V) และสารละลาย NaDCC.2H₂O 0.005% (wt./V) ที่จะทำให้เกิดคลอรีนไดออกไซด์ในปริมาณ 2-3 มิลลิกรัม/ลิตร ในปริมาตรของสารละลายทั้งหมดจำนวน 100 มิลลิลิตรเป็นดังนี้

1. สารละลายโซเดียมคลอไรด์ 0.01% (wt./V) จำนวน 15 มิลลิลิตร และสารละลาย NaDCC.2H₂O 0.005% (wt./V) จำนวน 2 มิลลิลิตร มีคลอรีนไดออกไซด์เกิดขึ้นเฉลี่ย 2.86 มิลลิกรัม/ลิตร
2. สารละลายโซเดียมคลอไรด์ 0.01% (wt./V) จำนวน 10 มิลลิลิตร และสารละลาย NaDCC.2H₂O 0.005% (wt./V) จำนวน 3 มิลลิลิตร มีคลอรีนไดออกไซด์เกิดขึ้นเฉลี่ย 2.22 มิลลิกรัม/ลิตร

3. สารละลายโซเดียมคลอไรด์ 0.01% (wt./V) จำนวน 10 มิลลิลิตร และสารละลาย NaDCC.2H₂O 0.005% (wt./V) จำนวน 5 มิลลิลิตร มีคลอรีนไดออกไซด์เกิดขึ้นเฉลี่ย 2.57 มิลลิกรัม/ลิตร

สัดส่วนที่ 1

สารละลายโซเดียมคลอไรด์ 0.01%(wt./V) จำนวน 15 มิลลิลิตร

มีเนื้อสาร = 0.0015 กรัม

สารละลาย NaDCC.2H₂O 0.005%(wt./V) จำนวน 2 มิลลิลิตร

มีเนื้อสาร = 0.0001 กรัม

ในปริมาตรรวม 100 มิลลิลิตร ดังนั้นถ้าให้ปริมาตรรวมสุดท้ายเป็น 1 ลิตรจะต้องมีเนื้อสารดังนี้

โซเดียมคลอไรด์	0.015 กรัม
NaDCC.2H ₂ O	0.001 กรัม

สัดส่วนที่ 2

สารละลายโซเดียมคลอไรด์ 0.01% (wt./V) จำนวน 10 มิลลิลิตร

มีเนื้อสาร = 0.001 กรัม

สารละลาย NaDCC.2H₂O 0.005% (wt./V) จำนวน 3 มิลลิลิตร

มีเนื้อสาร = 0.00015 กรัม

ในปริมาตรรวม 100 มิลลิลิตร ดังนั้นถ้าให้ปริมาตรรวมสุดท้ายเป็น 1 ลิตรจะต้องมีเนื้อสารดังนี้

โซเดียมคลอไรด์	0.01 กรัม
NaDCC.2H ₂ O	0.0015 กรัม

สัดส่วนที่ 3

สารละลายโซเดียมคลอไรด์ 0.01%(wt./ V) จำนวน 10 มิลลิลิตร

มีเนื้อสาร = 0.001 กรัม

สารละลาย NaDCC.2H₂O 0.005%(wt./ V) จำนวน 5 มิลลิลิตร

มีเนื้อสาร = 0.00025 กรัม

ในปริมาตรรวม 100 มิลลิลิตร ดังนั้นถ้าให้ปริมาตรรวมสุดท้ายเป็น 1 ลิตรจะต้องมี
เนื้อสารดังนี้

โซเดียมคลอไรท์	0.01 กรัม
NaDCC.2H ₂ O	0.0025 กรัม

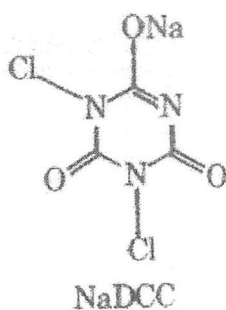
ในการพิจารณาเลือกใช้สัดส่วนได้นั้นจะพิจารณาจากปริมาณคลอรีนไดออกไซด์ที่เกิดขึ้น และความเหมาะสมของปริมาณสารตั้งต้น เนื่องจากในขั้นตอนของการเกิดปฏิกิริยากำหนดให้มีปริมาณของคลอรีนมากเกินไป (Culp, 1986) ดังนั้นสัดส่วนของสารตั้งต้นที่เป็น โซเดียมคลอไรท์และ NaDCC.2H₂O ที่เหมาะสมที่จะทำให้เกิดคลอรีนไดออกไซด์มีความเข้มข้นอยู่ในช่วง 2-3 มิลลิกรัม/ลิตร ในปริมาตรสารละลายสุดท้าย 1 ลิตร คือ โซเดียมคลอไรท์ จำนวน 0.01 กรัม และ NaDCC.2H₂O จำนวน 0.0025 กรัม ในสารละลายบัฟเฟอร์ที่มี pH = 3

ในการศึกษาเกิดคลอรีนไดออกไซด์ ที่มีสารตั้งต้นคือ โซเดียมคลอไรท์ (NaClO₂) และ Dichloroisocyanuric acid Sodium salt dihydrate (NaDCC .2H₂O) โดยมี กรดซิตริก โซเดียมซิเตรท เป็นระบบ บัฟเฟอร์ เกิดปฏิกิริยาดังสมการ

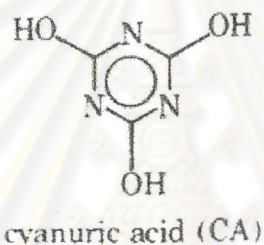


หมายเหตุ : CA คือ cyanuric acid

: MW ของ NaDCC .2H₂O = 255.98



รูปที่ 4.7 แสดงโครงสร้างของ Dichloroisocyanuric acid (NaDCC)



รูปที่ 4.8 แสดงโครงสร้างของ Cyanuric acid (CA)

จากสมการการเกิดปฏิกิริยา จะเห็นว่า Dichloroisocyanuric acid sodium salt dihydrate ($\text{NaDCC} \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) 1 โมล ทำปฏิกิริยากับไฮเดียมคลอไรท์ (NaClO_2) 2 โมล เกิดเป็นคลอรีนไดออกไซด์ (ClO_2) 2 โมล แต่จากผลการทดลองพบว่า ถ้าต้องการคลอรีนไดออกไซด์ที่มีปริมาณอยู่ในช่วง 2 – 3 มิลลิกรัม/ลิตร จะต้องใช้ ไฮเดียมคลอไรท์ (NaClO_2) 0.01 กรัม และ Dichloroisocyanuric acid Sodium salt dihydrate ($\text{NaDCC} \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) 0.0025 กรัม ในปริมาตรทั้งหมด 1 ลิตร ซึ่งไม่เป็นไปตามสัดส่วนโมลของสมการการเกิดปฏิกิริยา กลไกการเกิดปฏิกิริยาของคลอรีนไดออกไซด์ในน้ำเป็นปฏิกิริยาที่ค่อนข้างซับซ้อน การเกิดปฏิกิริยาที่ไม่เป็นไปตามสัดส่วนโมลตามสมการ อาจมีสาเหตุมาจาก

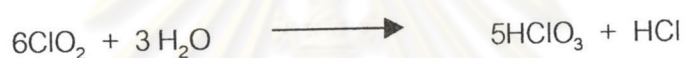
1. เกิดปฏิกิริยา hydrolysis ของโซเดียมคลอไรต์ ดังสมการ



2. เกิดปฏิกิริยาข้างเคียงของโซเดียมคลอไรต์



3. เกิดปฏิกิริยาข้างเคียงของคลอรีนไดออกไซด์



4. ในสภาวะที่เป็นกรดเกิดปฏิกิริยา reduction ดังสมการ



5. เกิดปฏิกิริยาข้างเคียงของคลอไรต์ (ClO_2^-)



4.4 ผลการศึกษาระยะเวลาที่เหมาะสมในการเกิดคลอรีนไดออกไซด์

จากผลการศึกษาในข้อที่ 4.2 และ 4.3 จะพบว่าสัดส่วนและสภาวะที่เหมาะสมในการเกิดคลอรีนไดออกไซด์ คือ โซเดียมคลอไรด์ 0.01 กรัม และ NaDCC.2H₂O 0.0025 กรัม ในสารละลายบัฟเฟอร์ที่มี pH = 3 โดยมีปริมาตรรวมทั้งหมด 1 ลิตร ในการทดลองนี้ จะใช้สารละลายโซเดียมคลอไรด์ 0.01%(wt.V) และสารละลาย NaDCC.2H₂O 0.005% (wt.V) ในปริมาตรรวม 500 มิลลิลิตรโดยแปรเปลี่ยนปริมาตรของสารละลายโซเดียมคลอไรด์ 0.01% (wt.V) และสารละลาย NaDCC.2H₂O 0.005% (wt.V) ดังนี้

ขวดที่	โซเดียมคลอไรด์ 0.01% (มิลลิลิตร)	NaDCC.2H ₂ O 0.005% (มิลลิลิตร)
1	50	10
2	50	15
3	50	25
4	50	50
5	50	100

วิเคราะห์ปริมาณคลอรีนไดออกไซด์ที่เกิดขึ้นโดยใช้ Visible spectrophotometry ในระยะเวลา 30, 60, 90, 120 และ 180 นาที ผลการศึกษาแสดงค่าเฉลี่ยของปริมาณคลอรีนไดออกไซด์ที่เกิดขึ้นโดยมีปริมาณสารละลายโซเดียมคลอไรด์ 0.01% (wt.V) จำนวน 50 มิลลิลิตร และปริมาณสารละลาย NaDCC.2H₂O 0.005% (wt.V) จำนวน 10, 15, 25, 50 และ 100 มิลลิลิตร ในปริมาตรทั้งหมด 500 มิลลิลิตร ในเวลา 30-180 นาที ตารางที่ 4.5 และรูปที่ 4.9

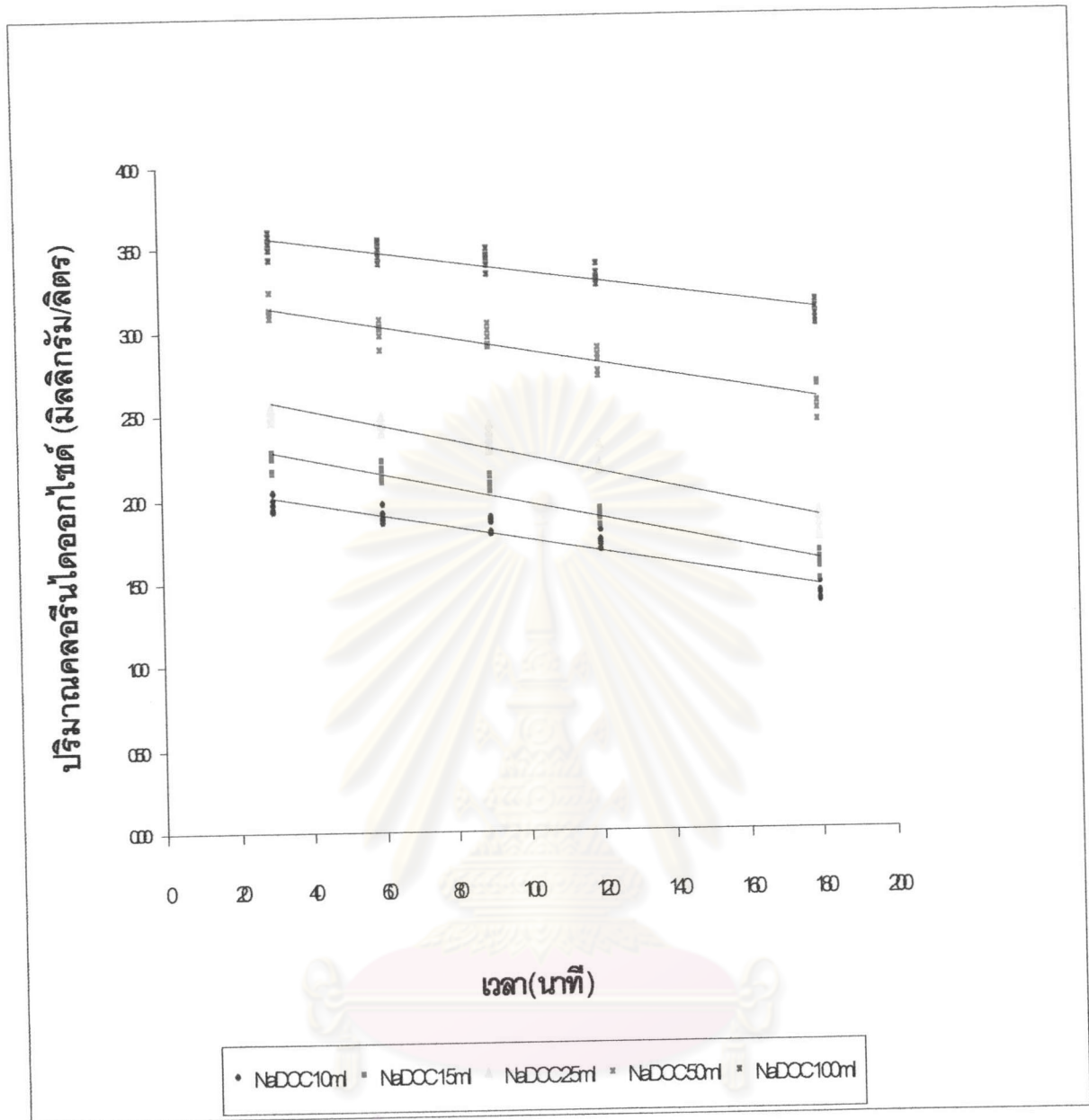
ศูนย์วิทยาศาสตร์พยากรณ์
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

ตารางที่ 4.5 แสดงปริมาณคลอรีนไดออกไซด์ที่เกิดขึ้นเมื่อมีปริมาณสารละลายโซเดียมคลอไรด์ 0.01% (wt./V) คงที่ แปรเปลี่ยนปริมาณสารละลาย NaDCC.2H₂O 0.005% (wt./V) ในเวลา 30-180 นาที

เวลา (นาที)	ปริมาณ คลอรีนไดออกไซด์ (มิลลิกรัม/ลิตร)				
	NaDCC.2H ₂ O 0.005% 10 ml	NaDCC.2H ₂ O 0.005% 15 ml	NaDCC.2H ₂ O 0.005% 25 ml	NaDCC.2H ₂ O 0.005% 50 ml	NaDCC.2H ₂ O 0.005% 100 ml
30	1.97 ± 0.05	2.22 ± 0.05	2.51 ± 0.04	3.13 ± 0.06	3.53 ± 0.07
60	1.89 ± 0.05	2.16 ± 0.05	2.44 ± 0.03	2.99 ± 0.07	3.49 ± 0.06
90	1.84 ± 0.04	2.08 ± 0.05	2.35 ± 0.06	2.96 ± 0.06	3.42 ± 0.06
120	1.73 ± 0.05	1.87 ± 0.04	2.20 ± 0.06	2.80 ± 0.07	3.32 ± 0.05
180	1.40 ± 0.04	1.58 ± 0.06	1.82 ± 0.06	2.55 ± 0.01	3.08 ± 0.06

หมายเหตุ : โดยที่การทดลองทำซ้ำ 5 ครั้ง

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย



รูปที่ 4.9 แสดงผลของการแปรเปลี่ยนปริมาณสารละลาย NaDCC.2H₂O เมื่อมีปริมาณสารละลายโซเดียมคลอไรด์คงที่ ที่เวลาต่างๆ

จากผลการทดลองจะเห็นว่าการเกิดคลอโรฟิลล์เมื่อมีสารตั้งต้นเป็น สารละลายโซเดียมคลอไรด์ 0.01% (wt./V) และสารละลาย NaDCC.2H₂O 0.005% (wt./V) ในทุกสัดส่วนของการทดลองจะมีปริมาณของการเกิดคลอโรฟิลล์เฉลี่ยมากที่สุดที่ระยะเวลา 30 นาที และจะค่อยๆลดลงในทุกสัดส่วนเมื่อเวลาผ่านไป ซึ่งสอดคล้องกับผลการทดลองในขั้นตอนของการศึกษาหาค่า pH ที่เหมาะสมในการเกิดคลอโรฟิลล์

4.5 ผลการศึกษาการควบคุมการปลดปล่อยคลอรีนไดออกไซด์โดยใช้โพลีเอทิลีนไกลคอล(PEG 6000)

การควบคุมการปลดปล่อยคลอรีนไดออกไซด์โดยใช้โพลีเอทิลีนไกลคอล (PEG 6000) จะดำเนินการโดยใช้วิธี Fluidized Bed Dryer Method Melt Granulation (Yanze, 2000) ใช้สารตั้งต้นและสภาวะที่เหมาะสม ผลจากการวิจัยสรุปได้ดังนี้

1. ปฏิกริยาจะเกิดในสารละลายบัฟเฟอร์ที่มีค่า pH = 3
2. สารตั้งต้น คือ โซเดียมคลอไรด์ 0.0125 กรัม และ NaDCC.2H₂O 0.0025 กรัม ในปริมาตรของสารละลายทั้งหมด 1 ลิตร จะมีปริมาณคลอรีนไดออกไซด์เกิดขึ้นเฉลี่ย 2.57 มิลลิกรัม/ลิตร
3. เกิดปฏิกริยามากที่สุดภายในระยะเวลา 30 นาที

จากการทดลองการที่จะทำให้สารละลายมีค่า pH = 3 ในบัฟเฟอร์ที่เป็น กรดซิตริก และโซเดียมซิเตรท โดยจะต้องทำให้มี buffer capacity พอเหมาะในการเกิดปฏิกริยา และพอเหมาะในขั้นตอนของการวิเคราะห์ปริมาณคลอรีนไดออกไซด์ที่เกิดขึ้นโดยใช้ Visible spectrophotometry คือ จะต้องใช้ กรดซิตริก 0.5 กรัม และโซเดียมซิเตรท 0.05 กรัม ในปริมาตรสารละลาย 1 ลิตร ดังนั้นส่วนผสมที่จะทำให้เกิดสารละลายที่มีปริมาณคลอรีนไดออกไซด์อยู่ในช่วง 2-3 มิลลิกรัม/ลิตร จะต้องประกอบด้วย

1. โซเดียมคลอไรด์	0.0125	กรัม
2. NaDCC.2H ₂ O	0.0025	กรัม
3. กรดซิตริก	0.5	กรัม
4. โซเดียมซิเตรท	0.05	กรัม

ในส่วนผสมทั้งหมด 100 กรัม จะต้องประกอบด้วย

1. โซเดียมคลอไรด์	2.21	กรัม
2. NaDCC.2H ₂ O	0.44	กรัม
3. กรดซิตริก	88.50	กรัม
4. โซเดียมซิเตรท	8.85	กรัม

ในการวิจัยครั้งนี้ได้ทดลองใช้โซเดียมคาร์บอเนต (Na_2CO_3) ใช้ทดแทนโซเดียมซิเตรท ซึ่งสามารถทำให้สารละลายเป็นระบบบัฟเฟอร์ได้เช่นเดียวกันกับการใช้กรดซิตริกและโซเดียมซิเตรท คือจะเกิดเป็น โซเดียมซิเตรท ก๊าซคาร์บอนไดออกไซด์ และน้ำ ดังปฏิกิริยา



ก๊าซคาร์บอนไดออกไซด์ที่เกิดขึ้นในปฏิกิริยาจะทำให้เกิดการผสมในสารละลายได้ดีกว่าการใช้บัฟเฟอร์ซิตริก-โซเดียมซิเตรท และจากการทดลองจะต้องใช้โซเดียมคาร์บอเนต 0.05 กรัมและ กรดซิตริก 0.5 กรัม ในปริมาตรของสารละลาย 1 ลิตร จึงจะทำให้มี buffer capacity พอเหมาะในการเกิดปฏิกิริยา ($\text{pH}=3$) และพอเหมาะในขั้นตอนของการวิเคราะห์ปริมาณคลอโรนไดออกไซด์ที่เกิดขึ้น โดยใช้ Visible spectrophotometry ซึ่งมี Lissamine Green B (LGB) เป็น รีเอเจนต์ ดังนั้นส่วนผสมที่จะทำให้เกิดสารละลายที่มีปริมาณคลอโรนไดออกไซด์อยู่ในช่วง 2-3 มิลลิกรัม/ลิตร จะต้องประกอบด้วย

1. โซเดียมคลอไรท์	0.0125	กรัม
2. NaDCC.2H ₂ O	0.0025	กรัม
3. กรดซิตริก	0.5	กรัม
4. โซเดียมคาร์บอเนต	0.05	กรัม

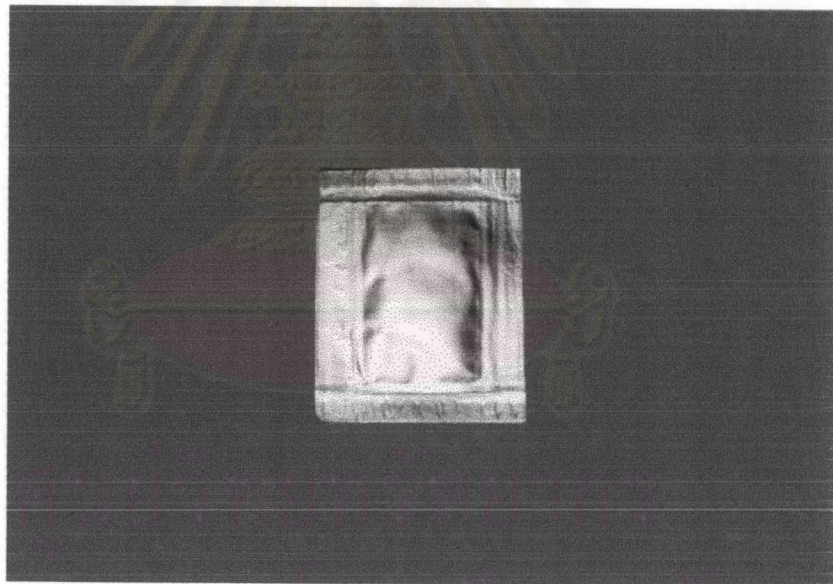
ในส่วนผสมทั้งหมด 100 กรัม จะต้องประกอบด้วย

1. โซเดียมคลอไรท์	2.21	กรัม
2. NaDCC.2H ₂ O	0.44	กรัม
3. กรดซิตริก	88.50	กรัม
4. โซเดียมคาร์บอเนต	8.85	กรัม

วิธี Fluidized Bed Dryer Method Melt Granulation (Yanze, 2000) ปริมาณ โพลีเอทิลีนไกลคอล (PEG 6000) ที่เหมาะสมในกระบวนการคือใช้ PEG 6000 3% (wt./wt.) ของสัดส่วนทั้งหมดนำไปดำเนินการตามวิธีทดลอง

ผสมในเครื่องผสมเป็นเวลา 10 นาที จากนั้นตั้งอุณหภูมิของเครื่องที่ 60 องศาเซลเซียส ความเร็ว
 ลม 0.31–0.35 ลูกบาศก์เมตร/ชั่วโมง ผ่านกระบวนการเป็นเวลา 5 นาที หลังจากนั้นเติม
 โซเดียมคลอไรด์ จำนวน 2.21 กรัม ผสมโดยใช้เครื่องผสมเป็นเวลา 5 นาที

นำส่วนผสมทั้ง 2 ส่วน คือ ส่วนที่ประกอบด้วยโซเดียมซิติเรท และส่วนที่ประกอบด้วย
 โซเดียมคาร์บอเนต บรรจุของอลูมิเนียมเคลือบพลาสติกและผนังของผลิตภัณฑ์ด้วยเครื่องผนัง
 ของสูญญากาศ โดยกำหนดให้ขนาดของส่วนผสม 1 ซองจะต้องทำให้สารละลาย จำนวน 1
 ลิตร มีปริมาณคลอรีนไดออกไซด์อยู่ในช่วง 2-3 มิลลิกรัม/ลิตร ดังนั้นใน 1 ซอง จะต้องมีส่วน
 ผสมจำนวน 0.582 กรัม แต่เพื่อชดเชยการสูญเสียปริมาณคลอรีนไดออกไซด์ในระหว่างการบรรจุ
 เนื่องจากขั้นตอนและวิธีในการบรรจุ จะกำหนดให้มีปริมาณของส่วนผสมอยู่ในช่วง
 0.60-0.65 กรัม (2.15-10.46 %) จะได้ผลิตภัณฑ์ดังรูปที่ 4.10



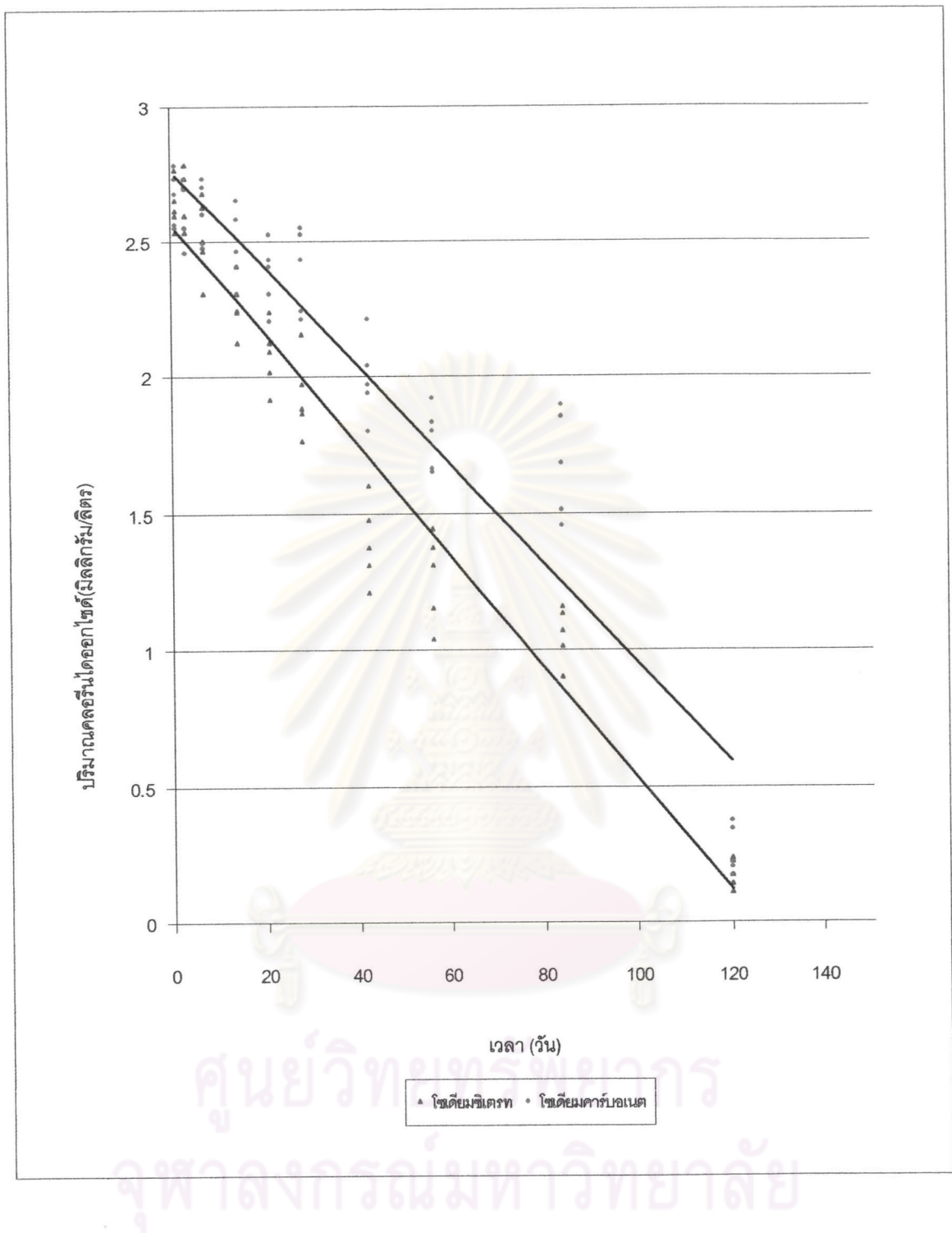
รูปที่ 4.10 ตัวอย่างผลิตภัณฑ์ที่บรรจุในซองอลูมิเนียมเคลือบพลาสติก

นำผลิตภัณฑ์ที่ได้ทั้ง 2 ส่วน วิเคราะห์ปริมาณคลอรีนไดออกไซด์ที่เกิดขึ้นโดยใช้ Visible spectrophotometry ซึ่งมี Lissamine Green B (LGB) เป็น รีเอเจนต์ (ผนวก ค) ใน เวลา 1, 3, 7, 14, 21, 28, 42, 56 และ 84 วัน ผลการทดลองแสดงในตารางที่ 4.6 และ รูปที่ 4.11

ตารางที่ 4.6 แสดงปริมาณคลอรีนไดออกไซด์ที่เกิดขึ้นจากผลิตภัณฑ์ที่มี กรดซิตริก-โซเดียม ซิเตรท และกรดซิตริก-โซเดียมคาร์บอเนต เป็นส่วนประกอบที่เวลาต่างๆ

เวลา (วัน)	ปริมาณคลอรีนไดออกไซด์ (มิลลิกรัม/ลิตร)	
	โซเดียมซิเตรท	โซเดียมคาร์บอเนต
1	2.63 ± 0.09	2.66 ± 0.10
3	2.67 ± 0.10	2.62 ± 0.12
7	2.51 ± 0.15	2.60 ± 0.20
14	2.23 ± 0.13	2.48 ± 0.14
21	2.07 ± 0.12	2.37 ± 0.12
28	1.94 ± 0.15	2.39 ± 0.16
42	1.39 ± 0.15	1.99 ± 0.15
56	1.26 ± 0.16	1.77 ± 0.12
84	1.05 ± 0.10	1.68 ± 0.20
120	0.17 ± 0.05	0.26 ± 0.09

หมายเหตุ : โดยที่การทดลองทำซ้ำ 5 ครั้ง



รูปที่ 4.11 แสดงปริมาณคลอโรฟิลล์ที่เกิดขึ้นจาก โคลโรฟิลล์เอ+โคลโรฟิลล์บี+โคลโรฟิลล์ซี และโคลโรฟิลล์เอ+โคลโรฟิลล์บี ที่เวลาต่างๆ

จากผลการทดลองปริมาณคลอรีนไดออกไซด์จะค่อยๆลดลงเมื่อเวลาผ่านไปทั้ง 2 ผลิตภัณฑ์ แต่ในผลิตภัณฑ์ที่ประกอบด้วยโซเดียมคาร์บอเนตจะมีอัตราการลดลงของปริมาณคลอรีนไดออกไซด์ช้ากว่าในผลิตภัณฑ์ที่ประกอบด้วยโซเดียมซิเตรท แต่เมื่อเวลาผ่านไป 120 วัน ผลิตภัณฑ์ทั้ง 2 ชนิด จะมีปริมาณคลอรีนไดออกไซด์เหลือน้อยกว่า 0.5 มิลลิกรัม/ลิตร

การที่ผลิตภัณฑ์ที่ผ่านกระบวนการ Fluidized Bed Dryer Method Melt Granulation (Yanze, 2000) เรียบร้อยแล้วบรรจุลงในซองอลูมิเนียมเคลือบพลาสติกเก็บรักษาไว้ที่อุณหภูมิห้อง เมื่อเวลาผ่านไปพบว่าคลอรีนไดออกไซด์ที่เกิดขึ้นมีปริมาณลดลง อาจมีสาเหตุมาจาก

1. กระบวนการในขั้นตอนของการตัดขนาด การควบคุมความชื้นและอุณหภูมิไม่พอเหมาะทำให้มีความชื้นเกิดขึ้นในสารตั้งต้น
2. ขั้นตอนของการบรรจุผลิตภัณฑ์ในซองอลูมิเนียมเคลือบพลาสติก เป็นขั้นตอนที่ทำให้เกิดข้อผิดพลาดได้มากที่สุด เพราะเป็นขั้นตอนที่ต้องใช้ระยะเวลาในการดำเนินการมาก คือในการชั่งน้ำหนักให้ได้ในปริมาณตามต้องการ การบรรจุลงในซองอลูมิเนียมเคลือบพลาสติก และการผนึกของด้วยเครื่องผนึกของสูญญากาศ ทำให้ไม่สามารถควบคุมความชื้นของผลิตภัณฑ์ได้ตามต้องการ จึงไม่สามารถควบคุมการเกิดปฏิกิริยาได้ตามต้องการ
3. การผนึกของด้วยเครื่องผนึกของสูญญากาศ บริเวณตะเข็บของการผนึกมีผลิตภัณฑ์บางส่วนติดค้างอยู่ ทำให้เกิดรอยรั่วในแนวตะเข็บ ทำให้เกิดการสูญเสียคลอรีนไดออกไซด์
4. ซองอลูมิเนียมเคลือบพลาสติกที่ใช้บรรจุผลิตภัณฑ์ เมื่อเวลาผ่านไปไม่สามารถทนการกัดกร่อนของผลิตภัณฑ์ได้ เกิดการรั่วซึม ทำให้เกิดการสูญเสียคลอรีนไดออกไซด์

จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย