

บทที่ 3

วิธีการดำเนินการวิจัย

3.1 รูปแบบและขั้นตอนการศึกษา

การศึกษาค้นคว้าครั้งนี้แบ่งเป็น 5 ขั้นตอนดังนี้

ขั้นที่หนึ่ง ศึกษาวิธีการเตรียมและวิเคราะห์ปริมาณคลอรีนไดออกไซด์ที่เกิดขึ้นในห้องปฏิบัติการตามวิธีมาตรฐาน APHA (1992) วิเคราะห์ปริมาณคลอรีนไดออกไซด์ที่เกิดขึ้นโดยวิธี Iodometry ตามวิธีมาตรฐาน APHA (1992) และโดยการใช้ Visible spectrophotometry ซึ่งมี Lissamine Green B (LGB) เป็นรีเอเจนต์ (Hofmann, 1998)

ขั้นที่สอง ศึกษาหาค่าความเป็นกรด-ด่าง (pH) ที่เหมาะสมในการเกิดคลอรีนไดออกไซด์ที่มีสารตั้งต้นเป็นโซเดียมคลอไรท์ และไดคลอโรไอโซไซยานูริกแอซิด (Dichloroisocyanuric acid Sodium salt dihydrate, NaDCC.2H₂O) แปรเปลี่ยน pH ของสารละลายโดยใช้บัฟเฟอร์ที่ประกอบด้วยกรดซิตริก และโซเดียมซิเตรท ตั้งแต่ 3, 4, 5, 7 และ 8 กำหนดให้มีสารตั้งต้นในปริมาณที่เท่ากัน วิเคราะห์และเปรียบเทียบปริมาณคลอรีนไดออกไซด์ที่เกิดขึ้นในระยะเวลา 0, 30, 60, 90 และ 120 นาที โดยใช้ Visible spectrophotometry ซึ่งมี Lissamine Green B (LGB) เป็นรีเอเจนต์

ขั้นที่สาม ศึกษาปริมาณสารตั้งต้นที่เหมาะสมในการเกิดคลอรีนไดออกไซด์ จากปฏิกิริยาระหว่างโซเดียมคลอไรท์ และไดคลอโรไอโซไซยานูริกแอซิด (Dichloroisocyanuric acid Sodium salt dihydrate, NaDCC.2H₂O) โดยใช้ค่า pH ที่เหมาะสมในการเกิดปฏิกิริยาที่ได้จากการศึกษาในขั้นที่สอง แปรเปลี่ยนปริมาณโซเดียมคลอไรท์และปริมาณ NaDCC.2H₂O วิเคราะห์และเปรียบเทียบปริมาณคลอรีนไดออกไซด์ที่เกิดขึ้น ในระยะเวลา 30, 60, 90, 120 และ 180 นาที โดยใช้ Visible spectrophotometry ซึ่งมี Lissamine Green B (LGB) เป็นรีเอเจนต์

ขั้นที่สี่ ศึกษาระยะเวลาที่เหมาะสมของการเกิดคลอรีนไดออกไซด์ที่เกิดขึ้นจากปฏิกิริยาระหว่างโซเดียมคลอไรท์ และไดคลอโรไอโซไซยานูริกแอซิด (Dichloroisocyanuric acid Sodium salt dihydrate, NaDCC.2H₂O) โดยใช้ค่า pH ที่เหมาะสมในการเกิดปฏิกิริยาที่ได้จากการศึกษาในขั้นที่สอง และใช้ปริมาณที่เหมาะสมของโซเดียมคลอไรท์และ NaDCC.2H₂O จากการศึกษาในขั้นที่สาม วิเคราะห์และเปรียบเทียบปริมาณคลอรีนไดออกไซด์ที่เกิดขึ้นในระยะเวลา 30, 60, 90, 120 และ 180 นาที โดยใช้ Visible spectrophotometry ซึ่งมี Lissamine Green B (LGB) เป็นรีเอเจนต์

ขั้นที่ห้า ศึกษาการควบคุมการปลดปล่อยคลอรีนไดออกไซด์ที่เกิดขึ้นโดยใช้โพลีเอทิลีนไกลคอล (Polyethylene glycol 6000, PEG 6000) ตามวิธี Fluidized Bed Dryer Method Melt Granulation (Yanze, 2000) และประสิทธิภาพของการควบคุมการปลดปล่อยและการเก็บรักษาผลิตภัณฑ์ที่บรรจุในซองอลูมิเนียมเคลือบพลาสติกเรียบร้อยแล้ว โดยใช้สภาวะที่เหมาะสมที่ได้จากการศึกษาในขั้นที่สอง สาม และสี่ ตรวจสอบวิเคราะห์และเปรียบเทียบปริมาณคลอรีนไดออกไซด์ที่เกิดขึ้นในระยะเวลา 1, 3, 7, 14, 21, 28, 35, 42, 49, 56, 84 และ 120 วัน โดยใช้ Visible spectrophotometry ซึ่งมี Lissamine Green B (LGB) เป็นรีเอเจนต์

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

3.2 เครื่องมือและอุปกรณ์ที่ใช้ในการวิจัย

3.2.1 เครื่องแก้ว ได้แก่ ปีเปตขนาด 1, 2, 3, 5, 10, 20, 25 และ 50 มิลลิลิตร ขวดปริมาตรขนาด 50, 100, 250, 500 และ 1000 มิลลิลิตร ปีกเกอร์ แท่งแก้ว กระจกบดวง กรวยกรอง กระจกนาฬิกา บิวเรตขนาด 50 มิลลิลิตร ขวดรูปชมพู่ขนาด 125 และ 250 มิลลิลิตร ขวดสีชาขนาด 2 ลิตร

3.2.2 เครื่องมือและอุปกรณ์ ได้แก่

1. เครื่องชั่งชนิดหยาบ (Mettler รุ่น PJ 3600 Delta Range, Switzerland)
2. เครื่องชั่งชนิดละเอียด (Mettler รุ่น AT 200, Switzerland)
3. พีเอชมิเตอร์ (Hanna รุ่น Hep[®] 3)
4. อุปกรณ์ในการเตรียมคลอรินไดออกไซด์มาตรฐาน
5. Visible spectrophotometer แสดงดังรูปที่ 3.1
6. เครื่องผึ่งของผลิตภัณฑ์สุญญากาศ (multivac) แสดงดังรูปที่ 3.2
7. เครื่อง Spray Dry (Pulvis GB22 Yamayo, Japan) แสดงดังรูปที่ 3.3



รูปที่ 3.1 Visible spectrophotometer

3.3 สารเคมีที่ใช้

3.3.1 โซเดียมคลอไรท์ (NaClO_2)

APS, Ajak Finechem. UN No. 1496 B/No. 18242910 ASSAY 85 %
(wt./wt.)

3.3.2 Dichloroisocyanuric acid Sodium salt dihydrate ($\text{NaDCC} \cdot 2\text{H}_2\text{O}$)

Fluka 35915, lot & filling code: 413924/1 41801 ASSAY 99.9 % (wt./wt.)

3.3.3 โพลีเอทิลีนไกลคอล (Polyethylene Glycol, PEG 6000)

APS, Ajak Finechem. B/No. FOL0015, apparent MW 5800 - 6800

3.3.5 Lissamine Green B (LGB)

Aldrich Chemical Company

3.3.6 กรดซิตริก (Citric acid)

Anhydrous fine – granular extra pure, ASSAY 99.5-+100.5% (wt./wt.)
Merck Germany

3.3.7 ไตรโซเดียมซิเตรท (Tri – Sodium citrate)

Anhydrous , ASSAY 99.0 - 100.5% (wt./wt.) Merck Germany

3.3.8 โซเดียมไทโอซัลเฟต ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$)

3.3.9 โพแทสเซียมไอโอเดต (KIO_3)

3.3.10 โพแทสเซียมไอโอไดด์ (KI)

3.3.11 กรดอะซิติก (Glacial Acetic acid)

3.3.12 กรดซัลฟูริกเข้มข้น 10 %



รูปที่ 3.2 เครื่องฉน้กของผลิตภณัฑ์สุญญากาศ

3.4 วิธีการทดลอง

3.4.1 การเตรียมสารละลายคลอรีนไดออกไซด์มาตรฐาน

เตรียมตามวิธีมาตรฐานของ APHA (1992) รายละเอียดตามผนวก ก

3.4.2 การวิเคราะห์ปริมาณคลอรีนไดออกไซด์โดยวิธี Iodometry

วิเคราะห์ตามวิธีมาตรฐานของ APHA (1992) รายละเอียดตามผนวก ข

3.4.3 การวิเคราะห์ปริมาณคลอรีนไดออกไซด์ด้วย Visible spectrophotometry โดยใช้ Lissamine Green B (LGB) เป็น รีเอเจนต์

วิเคราะห์ตามวิธีของ Hofmann (1998) รายละเอียดตามผนวก ค

3.4.4 การศึกษาหาค่า pH ที่เหมาะสม

1. เตรียมสารละลายให้มีค่า pH เป็น 3, 4, 5, 7 และ 8 โดยใช้กรดซิตริกและโซเดียมซิติเรท ในสัดส่วนที่เหมาะสม ปรับให้มีค่า pH ตามต้องการด้วยสารละลายกรดซิตริก 5% (wt./V) และสารละลายโซเดียมซิติเรท 5% (wt./V) เตรียมสารละลายจำนวนตัวอย่าง pH ละประมาณ 500 มิลลิลิตร
2. ปิเปตสารละลายโซเดียมคลอไรด์ 0.01% (wt./V) วิธีเตรียมตามผนวก ง จำนวน 50 มิลลิลิตร และสารละลาย NaDCC.2H₂O 0.005% (wt./V) วิธีเตรียมตามผนวก ง จำนวน 25 มิลลิลิตร ลงในขวดปริมาตร 500 มิลลิลิตร

ขวดที่ 1 เติมสารละลายบัฟเฟอร์ pH 3 ที่เตรียมได้จากข้อ 1. จนมีปริมาตร 500 มิลลิลิตร

ขวดที่ 2 เติมสารละลายบัฟเฟอร์ pH 4 ที่เตรียมได้จากข้อ 1. จนมีปริมาตร 500 มิลลิลิตร

ขวดที่ 3 เติมสารละลายบัฟเฟอร์ pH 5 ที่เตรียมได้จากข้อ 1. จนมีปริมาตร 500 มิลลิลิตร

ขวดที่ 4 เติมสารละลายบัฟเฟอร์ pH 7 ที่เตรียมได้จากข้อ 1. จนมีปริมาตร 500 มิลลิลิตร

ขวดที่ 5 เติมสารละลายบัฟเฟอร์ pH 8 ที่เตรียมได้จากข้อ 1. จนมีปริมาตร 500 มิลลิลิตร

และ ตรวจสอบ pH สุดท้ายของสารละลาย

3. นำสารละลายจากขวดที่ 1, 2, 3, 4 และ 5 ทำการตรวจวิเคราะห์ปริมาณคลอรีนไดออกไซด์ที่เกิดขึ้นโดยใช้ Visible spectrophotometer ที่มี Lissamine Green B (LGB) เป็น รีเอเจนต์ วิธีวิเคราะห์ตามผนวก ค บันทึกค่าการดูดกลืนคลื่นแสงที่ความยาวคลื่น 616 นาโนเมตร เปรียบเทียบกับ blank ที่เป็นน้ำกำจัดอิออนแทนการใช้สารละลายตัวอย่าง ดังผลการทดลองที่ 4.1
4. สร้างกราฟมาตรฐานระหว่างค่าการดูดกลืนคลื่นแสงที่ลดลง (Δ Abs) และปริมาณคลอรีนไดออกไซด์ที่เกิดขึ้นดังรูปที่ 4.4
5. ทำการตรวจวิเคราะห์ปริมาณคลอรีนไดออกไซด์ที่เกิดขึ้นในเวลา 0, 30, 60, 90 และ 120 นาที ดังผลการทดลองที่ 4.2



ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

3.4.5 การศึกษาหาปริมาณของสารตั้งต้นที่เหมาะสมในการเกิดคลอรีนไดออกไซด์

สารตั้งต้นที่ใช้ในการทดลองนี้ ได้แก่ สารละลายโซเดียมคลอไรด์ 0.01% (wt./V) วิธีเตรียมตามผนวก ง และสารละลาย NaDCC.2H₂O 0.005% (wt./V) วิธีเตรียมตามผนวก ง

1. ปิเปตสารละลายโซเดียมคลอไรด์ 0.01% (wt./V) และสารละลาย NaDCC.2H₂O 0.005% (wt./V) ในขวดปริมาตร 100 มิลลิลิตร ดังนี้

ขวดที่	โซเดียมคลอไรด์ 0.01% (มิลลิลิตร)	NaDCC.2H ₂ O 0.005% (มิลลิลิตร)
1	2	2
2	2	3
3	2	5
4	2	10
5	2	20
6	3	2
7	3	3
8	3	5
9	3	10
10	3	20
11	5	2
12	5	3
13	5	5
14	5	10
15	5	20
16	10	2
17	10	3
18	10	5
19	10	10
20	10	20
21	15	2
22	15	3
23	15	5
24	15	10
25	15	20
26	20	2
27	20	3
28	20	5
29	20	10
30	20	20

2. นำบัฟเฟอร์ค่า pH ที่เหมาะสม (pH=3) ที่ได้จากการทดลองในข้อ 3.4.4 เติมลงในขวดปริมาตรจนได้ปริมาตร 100 มิลลิลิตร ทิ้งไว้ 30 นาที
3. ทำการตรวจวิเคราะห์ปริมาณคลอรีนไดออกไซด์โดยใช้ Visible spectrophotometry ดังที่กล่าวมาแล้ว

3.4.6 การศึกษาระยะเวลาที่เหมาะสมในการเกิดคลอรีนไดออกไซด์

วิเคราะห์ปริมาณคลอรีนไดออกไซด์ที่เกิดขึ้น โดยใช้อัตราส่วนที่เหมาะสมระหว่างสารละลายโซเดียมคลอไรด์ และสารละลาย NaDCC.2H₂O ที่ได้จากการทดลองที่ 3.4.5 (โซเดียมคลอไรด์ 0.01% 50 มิลลิลิตร และ NaDCC.2H₂O 0.005% 25 มิลลิลิตร ในปริมาตรรวมทั้งหมด 500 มิลลิลิตร) และ pH ที่เหมาะสมในการเกิดคลอรีนไดออกไซด์ที่ได้จากการทดลองที่ 3.4.4 (pH=3) ที่เวลา 30, 60, 90, 120 และ 180 นาที

3.4.7 การควบคุมการปลดปล่อยคลอรีนไดออกไซด์ที่เกิดขึ้นโดยใช้โพลีเอทิลีนไกลคอล ศึกษาประสิทธิภาพของการควบคุมการปลดปล่อย และการเก็บรักษาผลิตภัณฑ์

1. นำสารตั้งต้นได้แก่ โซเดียมคลอไรด์, กรดซิตริก, โซเดียมซิติเรท, NaDCC.2H₂O และ โพลีเอทิลีนไกลคอล (PEG) มาคัดขนาดโดยใช้ตะแกรง ดังนี้
 - กรดซิตริก ผ่านตะแกรงขนาด 500 ไมครอน
 - โซเดียมคลอไรด์, โซเดียมซิติเรท, NaDCC.2H₂O และ โพลีเอทิลีนไกลคอล (PEG) ผ่านตะแกรงขนาด 250 ไมครอน
2. ใช้อัตราส่วนที่เหมาะสมระหว่างโซเดียมคลอไรด์ และ NaDCC.2H₂O ที่ได้จากการทดลองในข้อ 3.4.5 ดำเนินการตามวิธี Fluidized Bed Dryer Method Melt Granulation (Yanze, 2000) ดังนี้

2.1 นำกรดซิตริก, โซเดียมซิเตรท, $\text{NaDCC} \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ และโพลีเอทิลีนไกลคอล (PEG 6000) ที่เตรียมตามข้อ 1 จำนวนตามสัดส่วนที่เหมาะสมที่ได้จากการทดลองในข้อ 3.4.5 ผสมลงในเครื่อง Spray dry ภายในห้องที่ควบคุมอุณหภูมิที่ 20 องศาเซลเซียส ผสมโดยใช้เครื่องผสมเป็นเวลา 10 นาที จากนั้นตั้งอุณหภูมิของเครื่อง Spray dry ที่ 60 องศาเซลเซียส ความเร็วของลม 0.31-0.35 ลูกบาศก์เมตร/ชั่วโมง ผ่านกระบวนการเป็นเวลา 5 นาที

2.2 เติมโซเดียมคลอไรด์ ตามอัตราส่วนที่ได้จากการทดลองที่ 3.4.5 ลงในเครื่อง Spray dry และผสมโดยใช้เครื่องผสมเป็นเวลา 5 นาที

3. นำส่วนผสมที่ได้บรรจุในซองอลูมิเนียมเคลือบพลาสติกโดยกำหนดขนาดของการบรรจุให้เหมาะสมกับปริมาณคลอรีนไดออกไซด์ที่ต้องการในขั้นสุดท้าย ผนังซองด้วยเครื่องผนังของสูญญากาศ
4. ทำการทดสอบปริมาณคลอรีนไดออกไซด์ที่เกิดขึ้นจากผลิตภัณฑ์ที่ได้ตามระยะเวลา ระยะเวลา 1, 3, 7, 14, 21, 28, 35, 42, 49, 56, 84 และ 120 วัน



รูปที่ 3.3 เครื่อง Spray Dry