

บทที่ 3 วิธีการทดลอง/ระเบียบวิธีวิจัย

3.1 อุปกรณ์และเครื่องมือที่ใช้ในการทดลอง

- 3.1.1 เครื่องสกัดด้วยคาร์บอนไดออกไซด์เหนือวิกฤต (Super Critical Carbon Dioxide: SCCO₂) รุ่น Spe-ed™ SFE Model 680 BAR system (Applied Separations, Allentown, Pa, USA)
- 3.1.2 เครื่องวัดค่าการดูดกลืนแสงสเปกโตรโฟโตมิเตอร์ช่วง UV-VIS (UV-Visible spectrophotometer) รุ่น Hitachi U-1900
- 3.1.3 เครื่องระเหยแบบหมุน (rotary evaporator) รุ่น Buchi Rotavapor R-210/215
- 3.1.4 เครื่องชั่งน้ำหนักทศนิยม 4 ตำแหน่ง
- 3.1.5 ชุดเครื่องแก้ว

3.2 วัตถุดิบและสารเคมี

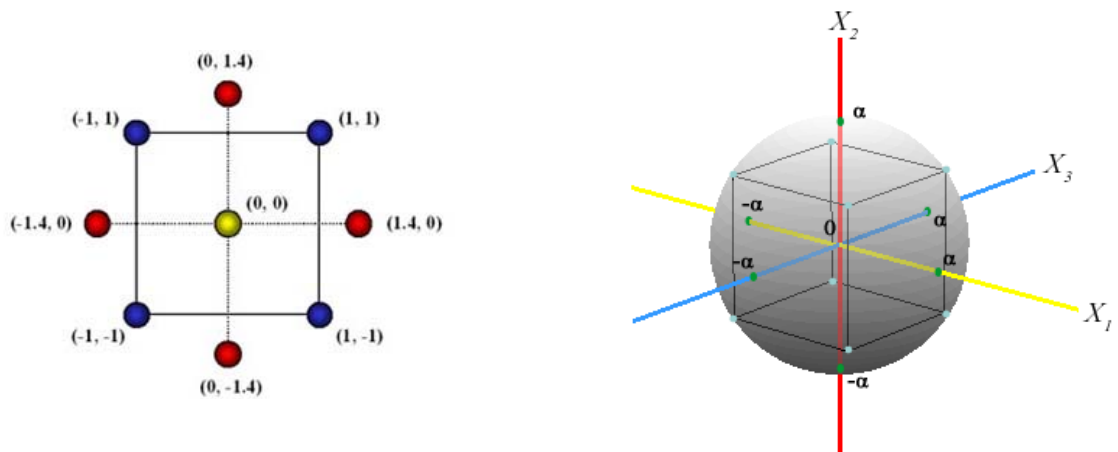
- 3.2.1 สารมาตรฐานพาราเซตามอล (4-Acetamidophenol) ยี่ห้อ Fluka CAS# 103-90-2
- 3.2.2 สารมาตรฐานกรดแกลลิก (gallic acid) ยี่ห้อ sigma aldrich CAS# 5995-86-8
- 3.2.3 เอทานอล (AR grade, 99.5%) ยี่ห้อ Mallinckrodt
- 3.2.4 ก๊าซคาร์บอนไดออกไซด์ (ความบริสุทธิ์ 99.99%) ยี่ห้อ Praxair

3.3 วิธีการทดลอง

3.3.1 การออกแบบการทดลอง

3.3.1.1 ค่าการละลายของกรดแกลลิก

การออกแบบการทดลองสำหรับกรดแกลลิกใช้การออกแบบส่วนประสมกลาง (Central Composite Design, CCD) ซึ่งเป็นวิธีการใช้หลักทางคณิตศาสตร์ด้านมิติ สามารถใช้กับการทดลองที่มีตัวแปรได้มากที่สุดถึง 6 ตัวแปร โดยจะใช้ลูกบาศก์ (cube) ในการออกแบบการทดลอง ลูกบาศก์นี้ประกอบด้วยจุดศูนย์กลางและจุดกึ่งกลางของแต่ละด้าน ซึ่งประกอบด้วย 3 ส่วน คือ จุดที่อยู่บนแกนพิกัด (coordinate) 8 จุด จุดที่อยู่บนแกนหลัก 6 จุด และจุดศูนย์กลาง 1 จุด รวมเป็นหน่วยการทดลองทั้งหมด 15 จุด ดังแสดงในรูปที่ 3.1 ตัวแปรที่จะศึกษาสำหรับการละลายของกรดแกลลิกได้แก่ อุณหภูมิ (X_1) ความดัน (X_2) และค่าความเข้มข้นของตัวทำละลายรวม (X_3) โดยแต่ละตัวแปรทำการศึกษาที่ 5 ระดับ คือ อุณหภูมิที่ 35 45 60 75 และ 85 องศาเซลเซียส ความดันที่ 8 15 25 35 และ 42 เมกกะปาสกาล และค่าความเข้มข้นของเอ-ทานอลที่ 1.31 2 3 4 และ 4.68 เปอร์เซ็นต์โดยปริมาตร ผลการออกแบบการทดลองแสดงดังตารางที่ 3.1 และ 3.2



รูปที่ 3.1 การออกแบบการทดลองแบบส่วนประสมกลางแบบ 2 และ 3 ตัวแปร [34]

ตารางที่ 3.1 สัญลักษณ์และระดับตัวแปรต่าง ๆ ในการออกแบบการทดลองแบบส่วนประสมกลาง (Central Composite Design, CCD) 3 ตัวแปร สำหรับกรดแกลลิก

ตัวแปร	สัญลักษณ์		ระดับ	
	รหัสทั่วไป	รหัสระบุ	รหัสทั่วไป	รหัสระบุ
อุณหภูมิ (องศาเซลเซียส)	T	X_1	35	-1.682
			45	-1
			60	0
			75	1
			85	1.682
ความดัน (เมกกะปาสกาล)	P	X_2	8	-1.682
			15	-1
			25	0
			35	1
			42	1.682
ความเข้มข้นของ เอทานอล (เปอร์เซ็นต์โดยปริมาตร)	C	X_3	1.31	-1.682
			2	-1
			3	0
			4	1
			4.68	1.682

ตารางที่ 3.2 ผลการออกแบบการทดลองแบบส่วนประสมกลาง (Central Composite Design, CCD)
ซึ่งใช้ 3 ตัวแปร สำหรับกรดแกลลิก

การทดลอง	รหัส					
	X_1		X_2		X_3	
	อุณหภูมิ (องศาเซลเซียส)		ความดัน (เมกกะปาสกาล)		ความเข้มข้นของเอทานอล (เปอร์เซ็นต์โดยปริมาตร)	
1	-1	(45)	-1	(15)	-1	(2)
2	-1	(45)	-1	(15)	1	(4)
3	-1	(45)	1	(35)	-1	(2)
4	-1	(45)	1	(35)	1	(4)
5	1	(75)	-1	(15)	-1	(2)
6	1	(75)	-1	(15)	1	(4)
7	1	(75)	1	(35)	-1	(2)
8	1	(75)	1	(35)	1	(4)
9	-1.682	(35)	0	(25)	0	(3)
10	1.682	(85)	0	(25)	0	(3)
11	0	(60)	-1.682	(8)	0	(3)
12	0	(60)	1.682	(42)	0	(3)
13	0	(60)	0	(25)	-1.682	(1.31)
14	0	(60)	0	(25)	1.682	(4.68)
15	0	(60)	0	(25)	0	(3)
16	0	(60)	0	(25)	0	(3)
17	0	(60)	0	(25)	0	(3)
18	0	(60)	0	(25)	0	(3)

3.3.1.2 ค่าการละลายพาราเซตามอล

ตัวแปรที่ทำการศึกษสำหรับการหาค่าการละลายของพาราเซตามอล ได้แก่ อุณหภูมิที่ 36 - 64 องศาเซลเซียส ความดันที่ 11 - 39 เมกกะปาสคาล และความเข้มข้นของเอทานอลที่ 0 - 0.5 เปอร์เซนต์โดยปริมาตร ออกแบบการทดลองแบบส่วนประสมกลาง (Central Composite Design, CCD) ตัวแปรที่ทำการศึกษสำหรับการหาค่าการละลายของพาราเซตามอล ได้แก่ อุณหภูมิ (X_1) และความดัน (X_2) โดยแต่ละตัวแปรทำการศึกษาที่ 5 ระดับ คือ อุณหภูมิที่ 36 40 50 60 และ 64 องศาเซลเซียส และความดันที่ 11 15 25 35 และ 39 เมกกะปาสคาล และใช้ความเข้มข้นของเอทานอลคงที่เท่ากับ 0.5 เปอร์เซนต์โดยปริมาตร ผลการออกแบบการทดลอง แสดงดังตารางที่ 3.3 และ 3.4

ตารางที่ 3.3 สัญลักษณ์และระดับตัวแปรต่าง ๆ ในการออกแบบการทดลองแบบส่วนประสมกลาง (Central Composite Design, CCD) 2 ตัวแปร สำหรับพาราเซตามอล

ตัวแปร	สัญลักษณ์		ระดับ	
	รหัสทั่วไป	รหัสระบุ	รหัสทั่วไป	รหัสระบุ
อุณหภูมิ (องศาเซลเซียส)	T	X_1	36	-1.414
			40	-1
			50	0
			60	1
			64	1.414
ความดัน (เมกกะปาสคาล)	P	X_2	11	-1.414
			15	-1
			25	0
			35	1
			39	1.414

ตารางที่ 3.4 ผลการออกแบบการทดลองแบบส่วนประสมกลาง (Central Composite Design, CCD) ซึ่งใช้ 2 ตัวแปร สำหรับพาราเซตามอล

การทดลอง	รหัส			
	X_1		X_2	
	อุณหภูมิ (องศาเซลเซียส)		ความดัน (เมกกะปาสกาล)	
1	-1	(40)	-1	(15)
2	-1	(40)	1	(35)
3	1	(60)	-1	(15)
4	1	(60)	1	(35)
5	-1.414	(36)	0	(25)
6	1.414	(64)	0	(25)
7	0	(50)	-1.414	(11)
8	0	(50)	1.414	(9)
9	0	(50)	0	(25)
10	0	(50)	0	(25)
11	0	(50)	0	(25)
12	0	(50)	0	(25)
13	0	(50)	0	(25)

3.4 การหาค่าการละลายในการบ่อนไดออกไซด์เหนือวิกฤต

3.4.1 นำสารมาตรฐาน 5 กรัมบรรจุในภาชนะใส่สารตัวอย่าง (sample cartridge) ซึ่งมีลักษณะเป็นทรงกระบอกกลวง นำไปใส่ในช่องใส่หน่วยสกัด (cartridge chamber)

3.4.2 ปรับสถานะการทดลองได้แก่ ความดัน อุณหภูมิ อัตราการไหลของตัวทำละลายและความเข้มข้นของตัวทำละลายรวม

3.4.3 นำหลอดทดลอง (vial) บรรจุตัวทำละลาย 10 มิลลิลิตร รองรับสารที่ถูกปล่อยออกมาโดยให้ปลายท่อจุ่มอยู่ใต้ผิวหน้าของตัวทำละลายที่บรรจุอยู่ในหลอด

3.4.4 เริ่มทำการทดลองโดยปล่อยคาร์บอนไดออกไซด์เหนือวิกฤตที่อัตราการไหลเท่ากับ 100 มิลลิลิตรต่อนาที ผ่านสารตัวอย่าง คาร์บอนไดออกไซด์เหนือวิกฤตจะละลายสารมาตรฐานออกมาและไหลออกจากท่อสู่หลอดทดลองที่บรรจุตัวทำละลายไว้ คาร์บอนไดออกไซด์เมื่อไหลออกสู่ความ

ดันและอุณหภูมิห้องจะกลายเป็นก๊าซ ส่วนสารตัวอย่างจะถูกตัวทำละลายจับเอาไว้ในรูปสารละลายภายในหลอดรองรับ

3.4.5 นำสารตัวอย่างที่ได้ไปวิเคราะห์ปริมาณสารด้วยเครื่องวัดการดูดกลืนแสง (UV-Vis Spectrophotometer) ที่ความยาวคลื่น 271 และ 244 นาโนเมตร สำหรับกรดแกลลิกและพาราเซตามอลตามลำดับ

3.4.6 เปรียบเทียบผลการทดลองของค่าการละลายของพาราเซตามอลในคาร์บอนไดออกไซด์เหนือวิกฤตกับค่าการละลายที่คำนวณได้จากแบบจำลองทางคณิตศาสตร์ โดยใช้สมการสถานะ 6 สมการ ได้แก่ สมการสถานะของโมห์เซน-เนีย-มอดดาร์เรส-มานซูรี (Mohsen-Nia Modarress and Mansoori, MMM) สมการสถานะของลี-เคสเลอร์-พล็อกเกอร์ (Lee-Kesler Plocker, LKP) สมการสถานะของเปง-โรบินสัน (Peng-Robinson, PR) สมการสถานะของเรดลิช-กวง (Redlich-Kwong, RK) สมการสถานะของแวนเดอร์วาลส์ (van der Waals, VdW) และสมการสถานะของโซฟ-เรดลิช-กวง (Soave-Redlich-Kwong, SRK) จากนั้นเลือกแบบจำลองทางคณิตศาสตร์ที่สามารถทำนายพฤติกรรมสารให้มีความสอดคล้องกับผลการทดลองมากที่สุด