

บทที่ 3

วิธีดำเนินงานวิจัย

3.1 อุปกรณ์และสารเคมี

3.1.1 สารเคมี

- 3.3.1.1 โซเดียมไฮดรอกไซด์ (Sodium hydroxide) A.R. grade บริษัท LAB SCAN
- 3.3.1.2 กรดไฮโดรคลอริก (Hydrochloric acid) A.R. grade บริษัท LAB SCAN
- 3.3.1.3 แอมโมเนียมไฮดรอกไซด์ (Ammonium hydroxide) A.R. grade บริษัท LAB SCAN
- 3.3.1.4 เอทานอล (Ethanol) A.R. grade บริษัท LAB SCAN
- 3.3.1.5 ออโธโทลิดีน (Orthotolidine) A.R. grade บริษัท Aldrich
- 3.3.1.6 แคลเซียมไฮโปคลอไรต์ (Calcium hypochlorite) A.R. grade บริษัท LAB SCAN
- 3.3.1.7 น้ำกลั่น (Distillation water) และน้ำที่ปราศจากไอออน (Deionization water : DI)
- 3.3.1.8 ซิลิกาเจล (Silica gel) เตรียมจากแคลบข้าว
- 3.3.1.9 แคลบข้าว

3.1.2 เครื่องมือและอุปกรณ์

- 3.1.2.1 เตาเผาความร้อนสูง (High temperature furnace) : CSF 1200, Carbolite Furnaces
- 3.1.2.2 กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning Electron Microscope; SEM) : 1455VP/EDAX® , LEO
- 3.1.2.3 เครื่องเทอร์โมกราวิเมตริกชอนาไลซ์เซอร์ (Thermogravimetric Analyzer; TGA) :Pyris 1 TGA, Perkin Elmer
- 3.1.2.4 เครื่องวัดพื้นที่ผิวและขนาดรูพรุน (Surface area Analyzer) : Autosorb-1, Quana Chrome
- 3.1.2.5 เครื่องวัดการกระจายตัวของอนุภาค (Particle size Analyzer) : Mastersizer X, MaLYERN
- 3.1.2.6 เครื่องฟูเรียร์ทรานสฟอร์ม อินฟราเรดสเปกโตรมิเตอร์ (Fourier transforms infrared spectrometer;FT-IR) : FTIR spectrum GX, Perkin Element
- 3.1.2.7 เครื่องอินดักทีฟคอปเปิลพลาสมาแมสสเปกโตรมิเตอร์ (Inductively Coupled Plasma Mass Spectrometer ; ICP-MS) : ELAN 6000 ICP-MS

3.1.2.8 เครื่องสเปกโตรโฟโตมิเตอร์ (Spectrophotometer) : Model type 6400

Spectrophotometer, TECHNE

3.1.2.9 เครื่องพ่นแห้ง (Spray dryer) : Model type L-8 , Ohkawara

3.1.2.10 แท่นให้ความร้อนและปั่นกวน (Hot plate and Magnetic stirrer) : Model type M21/1m

3.1.2.11 เครื่องเขย่า (Shaker) : GALLENKAMP

3.1.2.12 ป้อนดูดอากาศ (Vacuum pump) : ASPIRATOR A-35

3.1.2.13 ตู้อบ (Oven) : Isotemp Oven, Fisher Scientific

3.1.2.14 เครื่องระเหยแบบสุญญากาศ (Rotary Vacuum Evaporator) : N – N Series

3.1.2.15 เครื่องพีเอชมิเตอร์ (pH meter) : Model type 215, Denver Instrument

3.1.2.16 เครื่องร่อนคัดขนาดอนุภาค (Sieve shaker) : Refsch type vibro

3.1.2.17 ตะแกรงร่อน (Sieve) ขนาด 35 เมช (500 μm), 70 เมช (210 μm), 100 เมช (149 μm) และ 200 เมช (75 μm): ASTM E11, Endecotts Ltd.

3.1.2.18 เตาเผาความร้อนสูง (High temperature furnace) : CSF 1200, Carbolite Furnaces

3.1.2.19 มอเตอร์ปั่นกวนและใบพัด (Motor stirrer and propeller) : SL2400, StedFast™ Stirre

3.2 ขั้นตอนการดำเนินงานวิจัย

ขั้นตอนที่ 1 การเตรียมอนุภาคซิลิกาจากแกลบข้าว

- ศึกษาวิธีการเตรียมสารละลายโซเดียมเมทาซิลิเกตจากแกลบข้าว
- ศึกษาวิธีการเตรียมอนุภาคซิลิกาจากสารละลายโซเดียมเมทาซิลิเกต
- วิเคราะห์คุณลักษณะทางกายภาพของอนุภาคซิลิกาที่เตรียมจากแกลบข้าว
 - วิเคราะห์ลักษณะของอนุภาคซิลิกา
 - วิเคราะห์การกระจายตัวของอนุภาคซิลิกา
 - วิเคราะห์หาปริมาณพื้นที่ผิวและขนาดรูพรุนของอนุภาคซิลิกา
 - วิเคราะห์ความบริสุทธิ์ของอนุภาคซิลิกา
 - วิเคราะห์การเปลี่ยนแปลงเฟสของอนุภาคซิลิกา
 - วิเคราะห์หมู่ฟังก์ชันของอนุภาคซิลิกา
 - วิเคราะห์หาปริมาณธาตุที่ปนเปื้อนของอนุภาคซิลิกา

ขั้นตอนที่ 2 ศึกษาการเตรียมซิลิกา – ออโรโทลิดีน (Silica – o – tolidine)

- การเตรียมซิลิกา – ออโรโทลิดีนด้วยร้อยละการเคลือบต่างๆ
- วิเคราะห์คุณลักษณะทางกายภาพของอนุภาคซิลิกา – ออโรโทลิดีน
 - วิเคราะห์ลักษณะของอนุภาคซิลิกา – ออโรโทลิดีน
 - วิเคราะห์การกระจายตัวของอนุภาคซิลิกา – ออโรโทลิดีน
 - วิเคราะห์การเปลี่ยนแปลงเฟสของอนุภาคซิลิกา – ออโรโทลิดีน
 - วิเคราะห์หมู่ฟังก์ชันของอนุภาคซิลิกา – ออโรโทลิดีน

ขั้นตอนที่ 3 การเตรียมหลอดตรวจวัด

- การบรรจุซิลิกา – ออโรโทลิดีนที่ร้อยละของการเคลือบต่างๆ ลงในหลอดแก้วปลายปิดขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางภายใน 1.0 และ 2.6 mm
 - ศึกษาร้อยละการเคลือบออโรโทลิดีนที่เหมาะสม
 - ศึกษาระยะเวลาที่เหมาะสมในการตรวจวัด
 - ศึกษา pH ที่เหมาะสมในการตรวจวัด
 - ศึกษาการระบุสเกลข้างหลอดตรวจวัดเพื่อระบุสเกลตามความเข้มข้น

ขั้นตอนที่ 4 การทดสอบความถูกต้องของวิธี (validation method)

- การเตรียมกราฟมาตรฐานคลอโรนอิสระ
- การศึกษาความเที่ยงของหลอดตรวจวัด

- การตรวจวัดปริมาณคลอรีนอิสระใน spiked sample
- การตรวจวัดปริมาณคลอรีนอิสระตกค้างในน้ำตัวอย่าง

ขั้นตอนที่ 6 สรุปผลการวิจัยและรายงานผล

3.3 วิธีวิจัย

3.3.1 การเตรียมสาร

3.3.1.1 การเตรียมสารละลายกรดไฮโดรคลอริก 0.1 M

นำกรดไฮโดรคลอริกเข้มข้นมา 83.6 mL ใส่ในขวดวัดปริมาตรขนาด 1000 mL ปรับปริมาตรด้วยน้ำกลั่น เขย่าให้เข้ากัน

3.3.1.2 การเตรียมสารละลายกรดไฮโดรคลอริก 15 % (v/v)

นำกรดไฮโดรคลอริกเข้มข้นมา 150 mL ใส่ในขวดวัดปริมาตรขนาด 1000 mL ปรับปริมาตรด้วยน้ำกลั่น เขย่าให้เข้ากัน

3.3.1.3 การเตรียมสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ 10 % (w/v)

ชั่งโซเดียมไฮดรอกไซด์ 100 g ใส่ในบีกเกอร์ ละลายด้วยน้ำกลั่น เทใส่ในขวดวัดปริมาตรขนาด 1000 mL ปรับปริมาตรด้วยน้ำกลั่น เขย่าให้เข้ากัน

3.3.1.4 การเตรียมสารละลายแอมโมเนียมไฮดรอกไซด์ 15 % (v/v)

นำแอมโมเนียมไฮดรอกไซด์เข้มข้นมา 150 mL ใส่ในขวดวัดปริมาตรขนาด 1000 mL ปรับปริมาตรด้วยน้ำกลั่น เขย่าให้เข้ากัน

3.3.1.5 การเตรียมสารละลายอโซโทลิดีน 1.00 % (w/v)

ชั่งอโซโทลิดีน 1.0000 g ใส่ในบีกเกอร์ ละลายด้วยเอทานอล เทใส่ในขวดวัดปริมาตรขนาด 100 mL ปรับปริมาตรด้วยเอทานอล เขย่าให้เข้ากัน

3.3.1.6 การเตรียมสารละลายอโซโทลิดีน 0.10 % (w/v)

ปีเปตสารละลายอโซโทลิดีน 1.00 % (w/v) 10.00 mL ใส่ในขวดวัดปริมาตรขนาด 100 mL ปรับปริมาตรด้วยเอทานอล เขย่าให้เข้ากัน

3.3.1.7 การเตรียมสารละลายอโซโทลิดีน 0.01 % (w/v)

ปีเปตสารละลายอโซโทลิดีน 1.00 % (w/v) 1.00 mL ใส่ในขวดวัดปริมาตรขนาด 100 mL ปรับปริมาตรด้วยเอทานอล เขย่าให้เข้ากัน

3.3.1.8 การเตรียมสารละลายมาตรฐานแคลเซียมไฮโปคลอไรต์ 500 ppm

ชั่งแคลเซียมไฮโปคลอไรต์ 0.2521 g ใส่ในบีกเกอร์ ละลายน้ำกลั่น เทใส่ในขวดวัดปริมาตรขนาด 250 mL ปรับปริมาตรด้วยน้ำกลั่นเขย่าให้เข้ากัน และทำมาตรฐานสารละลาย (re – standardize) ด้วยสารละลายโซเดียมโซอซัลเฟต [35]

3.3.1.9 การเตรียมคลอรีนอิสระความเข้มข้น 3 – 100 ppm

เตรียมคลอรีนอิสระความเข้มข้น 3, 5, 7, 10, 13, 15, 17, 20, 23, 25, 27, 30, 33, 35, 37, 40, 43, 45, 47, 50, 60, 70, 80, 90 และ 100 ppm โดยปิเปตสารละลายมาตรฐานแคลเซียมไฮโปคลอไรต์ความเข้มข้น 500 ppm ปริมาตร 0.6, 1, 1.4, 2, 2.6, 3, 3.4, 4, 4.6, 5, 5.4, 6, 6.6, 7, 7.4, 8, 8.6, 9, 9.4, 10, 12, 14, 16, 18 และ 20 mL ตามลำดับลงในขวดวัดปริมาตร 100 mL ปรับปริมาตรด้วยน้ำกลั่น เขย่าให้เข้ากัน

3.3.1.10 การเตรียมอนุภาคซิลิกาจากแกลบข้าว

1. ศึกษาวิธีการเตรียมสารละลายโซเดียมเมทาซิลิเกตจากแกลบข้าว

การเตรียมสารละลายโซเดียมเมทาซิลิเกตโดยอาศัยปฏิกิริยาต่อไปนี้



เผาแกลบที่อุณหภูมิ 700 °C เป็นเวลา 1 ชั่วโมง บดให้ละเอียดแล้วร่อนผ่านตะแกรงร่อนขนาด 35 เมช ล้างแกลบที่ร่อนได้ด้วยสารละลายกรดไฮโดรคลอริก 0.1 M โดยการแช่ คนด้วยแท่งแม่เหล็กและเครื่องช่วยกวนเป็นเวลา 1 ชั่วโมง นำไปกรองด้วยกรวยกรองบุชเนอร์ ล้างด้วยน้ำกลั่นจน pH เป็นกลาง นำแกลบไปอบที่อุณหภูมิ 110 °C เป็นเวลา 12 ชั่วโมง

ชั่งแกลบ จดบันทึกน้ำหนักที่แน่นอน นำไปต้มกับสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ 10% (w/v) ที่อุณหภูมิ 80-85 °C เป็นเวลา 1 ชั่วโมง โดยปริมาตรของน้ำกลั่นที่ใช้คำนวณจากความเข้มข้นของสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ 10% (w/v) จากสมการที่ 3.2 [119]

$$\text{NaOH}_{\text{required}} = \left[\frac{X \cdot \left(\frac{Y\%}{100} \right)}{\text{MW}_{\text{SiO}_2}} \right] \times 2(\text{MW}_{\text{NaOH}}) \quad (3.2)$$

กำหนดให้	X	คือ น้ำหนักของแกลบ (g)
	Y	คือ เปอร์เซ็นต์ของซิลิกาที่มีอยู่ในแกลบ (%)
	MW_{SiO_2}	คือ น้ำหนักโมเลกุลของซิลิกา
	$\text{M.W.}_{\text{NaOH}}$	คือ น้ำหนักโมเลกุลของโซเดียมไฮดรอกไซด์

เมื่อได้สารละลายสีน้ำตาลอ่อน ปล่อยสารละลายที่ได้ให้เย็นที่อุณหภูมิห้อง กรองสารละลายด้วยกรวยกรองบุชเนอร์ จะได้สารละลายใสของโซเดียมเมทาซิลิเกต

2. ศึกษาวิธีการเตรียมอนุภาคซิลิกาจากสารละลายโซเดียมเมทาซิลิเกต

ปรับ pH ของสารละลายโซเดียมเมทาซิลิเกตด้วยสารละลายกรดไฮโดรคลอริก 15 %(v/v) ให้เป็น 10.00 จะได้เจลเกิดขึ้น แล้วปรับ pH ด้วยสารละลายกรดไฮโดรคลอริก 15 %(v/v) ให้ลดลงเป็น 1.00 เพื่อให้เจลเกิดการกระจายตัว เก็บสารละลายทิ้งไว้เป็นเวลา 24 ชั่วโมง ปรับ pH ด้วยสารละลายแอมโมเนียมไฮดรอกไซด์ 15 %(v/v) ให้เป็น 7.00 นำไปผ่านเครื่องพ่นแห้ง เพื่อให้เป็นอนุภาคซิลิกาด้วยสภาวะดังต่อไปนี้

Mechanical Stirrer Speed	2.5-3
Gel Forming Temperature	Room temperature
Atomizer (Spray dryer)	50 Hz
Atomizer Speed set	4
Cyclone P.G.	50 mm H ₂ O
Pump Speed	45

นำอนุภาคซิลิกามาล้างด้วยกรดไฮโดรคลอริกเข้มข้น โดยการแช่ คนด้วยแท่งแม่เหล็กและเครื่องช่วยกวนเป็นเวลา 20 นาที กรองด้วยกรวยกรองบุชเนอร์ ล้างด้วยน้ำกลั่นจน pH เป็นกลาง อบที่อุณหภูมิ 60 °C เป็นเวลา 12 ชั่วโมง แล้วคัดแยกขนาดของอนุภาคด้วยการผ่านตะแกรงร่อนขนาด 35, 70, 100 และ 200 เมช ตามลำดับ

3. วิเคราะห์คุณลักษณะทางกายภาพของอนุภาคซิลิกาที่เตรียมจากแคลบข้าว

- ก. วิเคราะห์ลักษณะของอนุภาคซิลิกาด้วยเทคนิค Scanning Electron Microscope (SEM)
- ข. วิเคราะห์การกระจายตัวของอนุภาคด้วยเทคนิค Light Scattering Analysis (Mastersizer X)
- ค. วิเคราะห์หาปริมาณพื้นที่ผิวและขนาดของรูพรุนด้วยเครื่อง Autosorb
- ง. วิเคราะห์ความบริสุทธิ์ด้วยเทคนิค X-ray Fluorescent (XRF)
- จ. วิเคราะห์การเปลี่ยนแปลงเฟสด้วยเทคนิค Thermal Gravimetric Analysis (TGA)
- ฉ. วิเคราะห์หมู่ฟังก์ชันด้วยเทคนิคฟูเรียร์ทรานสฟอร์ม อินฟราเรดสเปกโทรเมทรี (FT-IR)
- ช. วิเคราะห์หาปริมาณธาตุที่ปนเปื้อนในซิลิกาด้วยเทคนิค ICP-MS

3.3.2 ศึกษาการเตรียมซิลิกา – ออโรโทลิดีน (Silica – o – tolidine)

3.3.2.1 การเตรียมซิลิกา – ออโรโทลิดีนด้วยร้อยละการเคลือบ (%coat) 0.01, 0.05, 0.10, 0.50, 1.00 , 2.00, 3.00, 4.00, และ 5.00 % (w/w)

ซึ่งซิลิกา ปิเปตสารละลายออโรโทลิดีน และปิเปตเอทานอลปริมาตรตามตารางที่ 3.1 ใส่ในขวดรูปชมพู่

ตารางที่ 3.1 อัตราส่วนปริมาณซิลิกา สารละลายออโรโทลิดีน และเอทานอล ด้วยร้อยละการเคลือบ 0.01, 0.05, 0.10, 0.50, 1.00 , 2.00, 3.00, 4.00, และ 5.00 % (w/w)

ร้อยละการเคลือบออโรโทลิดีน (% : w/w)	ปริมาณซิลิกา (g)	ปริมาณออโรโทลิดีน			ปริมาณเอทานอล (mL)
		ความเข้มข้นของสารละลายออโรโทลิดีน (% : w/v)	ปริมาตรสารละลายออโรโทลิดีนที่ใช้ (mL)	คำนวณเป็นน้ำหนักของออโรโทลิดีน (g)	
0.01	0.9999	0.01	1.00	0.0001	19.00
0.05	0.9995	0.01	5.00	0.0005	15.00
0.10	0.9990	0.10	1.00	0.0010	19.00
0.50	0.9950	1.00	0.50	0.0050	19.50
1.00	0.9900	1.00	1.00	0.0100	19.00
2.00	0.9980	1.00	2.00	0.0200	18.00
3.00	0.9970	1.00	3.00	0.0300	17.00
4.00	0.9960	1.00	4.00	0.0400	16.00
5.00	0.9950	1.00	5.00	0.0500	15.00

นำสารผสมที่ได้จากตารางที่ 3.1 ไปเขย่าให้เข้ากันด้วยเครื่องเขย่าอัตราเร็ว 200 รอบต่อนาทีเป็นเวลา 1 ชั่วโมง จากนั้นนำไปประเหยเอทานอลออกด้วยเครื่องระเหยแบบสูญญากาศ นำซิลิกา - ออโรโทลิดีนมาอบที่อุณหภูมิ 80 °C เป็นเวลา 12 ชั่วโมง

3.3.2.2 วิเคราะห์คุณลักษณะทางกายภาพของอนุภาคซิลิกา – ออโรโทลิดีน

1. วิเคราะห์ลักษณะของอนุภาคซิลิกาด้วยเทคนิค Scanning Electron Microscope
2. วิเคราะห์การกระจายตัวของอนุภาคด้วยเทคนิค Light Scattering Analysis
3. วิเคราะห์การเปลี่ยนแปลงเฟสด้วยเทคนิค Thermal Gravimetric Analysis
4. วิเคราะห์หมู่ฟังก์ชันด้วยเทคนิคฟูเรียร์ทรานสฟอร์ม อินฟราเรดสเปกโทรเมทรี

3.3.3 การเตรียมหลอดตรวจวัด

3.3.3.1 การบรรจุซิลิกา – ออโรโทลิดีนลงในหลอดแก้วปลายปิดแบบต่างๆ

1. การบรรจุซิลิกา – ออโรโทลิดีนในหลอดแก้วขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางภายใน 1.0 mm ทดสอบโดยวิธีจุ่ม

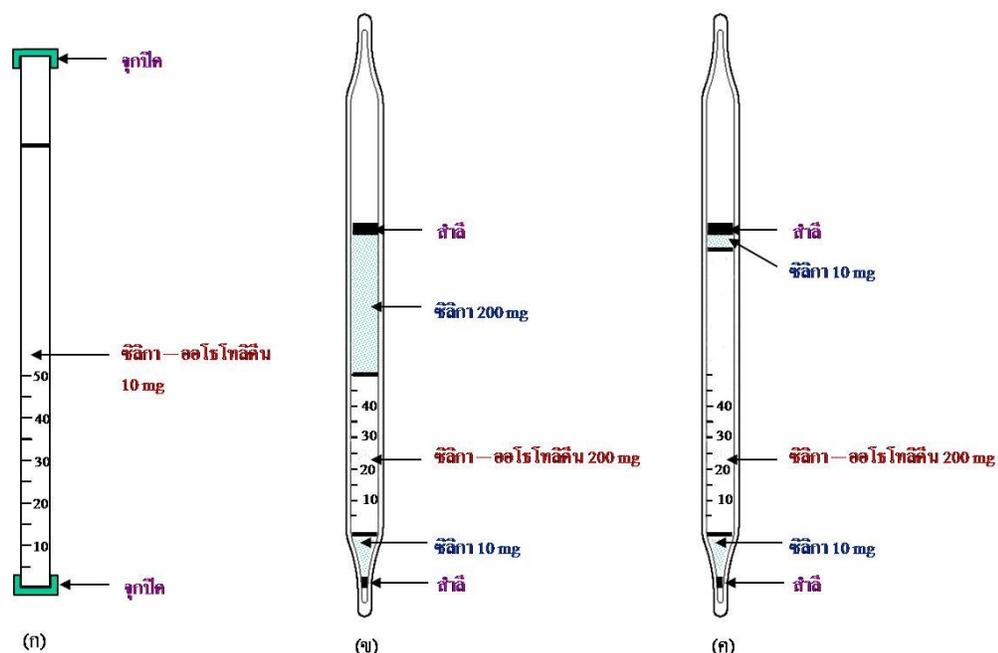
ปิดปลายหลอดแก้วด้วยจุกปิดดังแสดงในรูปที่ 3.1ก ซังซิลิกา – ออโรโทลิดีน 10 mg ใส่ในหลอดแก้ว เขย่าด้วยเครื่องเขย่าอัตราเร็ว 200 รอบต่อนาที เป็นเวลา 1 ชั่วโมงเพื่อให้ซิลิกา – ออโรโทลิดีนภายในหลอดแก้วถูกอัดแน่นและสม่ำเสมอ ปิดจุกที่ปลายหลอดแก้วอีกด้าน จะได้หลอดตรวจวัดซึ่งมีลักษณะดังแสดงในรูปที่ 3.1ก

2. การบรรจุซิลิกา – ออโรโทลิดีนในหลอดแก้วขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางภายใน 2.6 mm ทดสอบโดยวิธีจุ่ม

ใส่สำลีที่ปลายหลอดแก้วดังแสดงในรูปที่ 3.1ข ซังซิลิกา 10 mg ใส่ในหลอดแก้วแล้วผ่านแก๊สไนโตรเจนเข้าไปในหลอดแก้วเพื่อทำให้ซิลิกาที่อยู่ในหลอดแก้วถูกอัดแน่นและสม่ำเสมอ ซังซิลิกา – ออโรโทลิดีน 200 mg ใส่ในหลอดแก้วแล้วผ่านแก๊สไนโตรเจนเข้าไปในหลอดแก้ว ซังซิลิกา 200 mg ใส่ในหลอดแก้วแล้วผ่านแก๊สไนโตรเจน ใส่สำลี นำหลอดแก้วที่ได้ไปปิดปลายทั้ง 2 ข้างจะได้หลอดตรวจวัดซึ่งมีลักษณะดังแสดงในรูปที่ 3.1ข

3. การบรรจุซิลิกา – ออโรโทลิดีนในหลอดแก้วขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางภายใน 2.6 mm ทดสอบโดยวิธีฉีด

ใส่สำลีที่ปลายหลอดแก้วดังแสดงในรูปที่ 3.1ค ซังซิลิกา 10 mg ใส่ในหลอดแก้วแล้วผ่านแก๊สไนโตรเจนเข้าไปในหลอดแก้วเพื่อทำให้ซิลิกาที่อยู่ในหลอดแก้วถูกอัดแน่นและสม่ำเสมอ ซังซิลิกา – ออโรโทลิดีน 200 mg ใส่ในหลอดแก้วแล้วผ่านแก๊สไนโตรเจนเข้าไปในหลอดแก้ว ซังซิลิกา 10 mg ใส่ในหลอดแก้วแล้วผ่านแก๊สไนโตรเจน ใส่สำลี นำหลอดแก้วที่ได้ไปปิดปลายทั้ง 2 ข้างจะได้หลอดตรวจวัดซึ่งมีลักษณะดังแสดงในรูปที่ 3.1ค



รูปที่ 3.1 วิธีการบรรจุซลิคา – ออโรโทลิดีนลงในหลอดตรวจวัดขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางภายใน 1.0 และ 2.6 mm ทดสอบโดยวิธีจุ่ม (ก และ ข) กับ 2.6 mm ทดสอบโดยวิธีฉีด (ค)

3.3.3.2 ศึกษาอัตราการเคลือบออโรโทลิดีนที่เหมาะสม

นำหลอดตรวจวัดที่เตรียมขึ้นได้ทั้ง 3 แบบ ด้วยอัตราการเคลือบ 0.01, 0.05, 0.10, 0.50, 1.00, 2.00, 3.00, 4.00 และ 5.00 % (w/w) มาทดสอบกับคลอรีนอิสระความเข้มข้น 50 ppm ที่เตรียมจากสารละลายมาตรฐานแคลเซียมไฮโปคลอไรต์ ขั้นตอนการทดสอบดังต่อไปนี้

1. หลอดตรวจวัดขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางภายใน 1.0 mm ทดสอบโดยวิธีจุ่ม

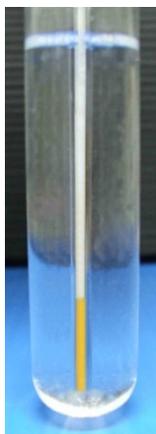
จุ่มหลอดตรวจวัดลงในคลอรีนอิสระความเข้มข้น 50 ppm ดังแสดงในรูปที่ 3.2ก เป็นเวลา 10 นาที วัดระยะทางที่เกิดการเปลี่ยนสีของซลิคา – ออโรโทลิดีนจากสีขาวเป็นสีเหลือง โดยแต่ละร้อยละการเคลือบทำซ้ำทั้งหมด 2 ครั้ง และในการทดสอบกับคลอรีนอิสระของแต่ละร้อยละการเคลือบทำซ้ำทั้งหมด 10 ครั้ง

2. หลอดตรวจวัดขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางภายใน 2.6 mm ทดสอบโดยวิธีจุ่ม

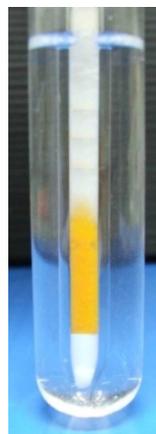
จุ่มหลอดตรวจวัดลงในคลอรีนอิสระความเข้มข้น 50 ppm ดังแสดงในรูปที่ 3.2ข เป็นเวลา 10 นาที วัดระยะทางที่เกิดการเปลี่ยนสีของซลิคา – ออโรโทลิดีนจากสีขาวเป็นสีเหลือง โดยแต่ละร้อยละการเคลือบทำซ้ำทั้งหมด 2 ครั้ง และในการทดสอบกับคลอรีนอิสระของแต่ละร้อยละการเคลือบทำซ้ำทั้งหมด 10 ครั้ง

3. หลอดตรวจวัดขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางภายใน 2.6 mm ทดสอบโดยวิธีฉีด

ฉีดคลอรีนอิสระความเข้มข้น 50 ppm ปริมาตร 0.5 mL เข้าไปในหลอดตรวจวัดดังแสดงในรูปที่ 3.2c วัดระยะทางที่เกิดการเปลี่ยนสีของซัลฟิคา – ออโซโทลิดีนจากสีขาวเป็นสีเหลือง โดยแต่ละร้อยละการเคลือบทำซ้ำทั้งหมด 2 ครั้ง และในการทดสอบกับคลอรีนอิสระ ของแต่ละร้อยละการเคลือบทำซ้ำทั้งหมด 10 ครั้ง



(ก)



(ข)



(ค)

รูปที่ 3.2 วิธีการใช้หลอดตรวจวัดขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางภายใน 1.0 และ 2.6 mm ทดสอบโดยวิธีจุ่ม (ก และ ข) กับ 2.6 mm ทดสอบ โดยวิธีฉีด (ค)

3.3.3.3 ศึกษาระยะเวลาที่เหมาะสมในการตรวจวัด

1. หลอดตรวจวัดขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางภายใน 1.0 mm ทดสอบโดยวิธีจุ่ม

จากการทดลองในข้อ 3.3.3.2 พบว่าที่ร้อยละการเคลือบ 0.10 % (w/w) ให้ผลการทดลองดีที่สุด จึงนำหลอดตรวจวัดที่บรรจุซัลฟิคา – ออโซโทลิดีน 0.10 % (w/w) มาทดสอบกับคลอรีนอิสระความเข้มข้น 50 ppm โดยจุ่มหลอดตรวจวัดลงในคลอรีนอิสระเป็นเวลา 5 นาที วัดระยะทางที่เกิดการเปลี่ยนสีของซัลฟิคา – ออโซโทลิดีนจากสีขาวเป็นสีเหลือง และทดสอบเพิ่มโดยเปลี่ยนเวลาในการทดสอบจาก 5 นาที เป็น 10, 15 และ 20 นาที ตามลำดับ การทดสอบกับคลอรีนอิสระของแต่ละช่วงเวลากการตรวจวัดทำซ้ำทั้งหมด 10 ครั้ง

จากนั้นทำการเตรียมหลอดตรวจวัดที่บรรจุซิลิกา – ออโซโทลิดีน 0.10 % (w/w) ใหม่ซ้ำอีกครั้ง และทำการทดลองเหมือนข้างต้น

2. หลอดตรวจวัดขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางภายใน 2.6 mm ทดสอบโดยวิธีจุ่ม

จากการทดลองในข้อ 3.3.3.2 พบว่าที่ร้อยละการเคลือบ 0.10 % (w/w) ให้ผลการทดลองดีที่สุด จึงนำหลอดตรวจวัดที่บรรจุซิลิกา – ออโซโทลิดีน 0.10 % (w/w) มาทดสอบกับคลอรีนอิสระความเข้มข้น 50 ppm โดยจุ่มหลอดตรวจวัดลงในคลอรีนอิสระเป็นเวลา 5 นาที วัดระยะทางที่เกิดการเปลี่ยนสีของซิลิกา – ออโซโทลิดีนจากสีขาวเป็นสีเหลือง และทดสอบเพิ่มโดยเปลี่ยนเวลาในการทดสอบจาก 5 นาที เป็น 10, 15 และ 20 นาที ตามลำดับ การทดสอบกับคลอรีนอิสระของแต่ละช่วงเวลาการตรวจวัดทำซ้ำทั้งหมด 10 ครั้ง

จากนั้นทำการเตรียมหลอดตรวจวัดที่บรรจุซิลิกา – ออโซโทลิดีน 0.10 % (w/w) ใหม่ซ้ำอีกครั้ง และทำการทดลองเหมือนข้างต้น

3. หลอดตรวจวัดขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางภายใน 2.6 mm ทดสอบโดยวิธีฉีด

จากการทดลองในข้อ 3.3.3.2 พบว่าที่ร้อยละการเคลือบ 0.05 % (w/w) ให้ผลการทดลองดีที่สุด จึงนำหลอดตรวจวัดที่บรรจุซิลิกา – ออโซโทลิดีน 0.05 % (w/w) มาทดสอบกับคลอรีนอิสระความเข้มข้น 50 ppm โดยฉีดคลอรีนอิสระปริมาตร 0.5 mL เข้าไปในหลอดตรวจวัด วัดระยะทางที่เกิดการเปลี่ยนสีของซิลิกา – ออโซโทลิดีนจากสีขาวเป็นสีเหลืองเมื่อเวลาผ่านไป 1 นาทีตั้งแต่เริ่มฉีด และทดสอบเพิ่มโดยเปลี่ยนเวลาในการทดสอบจาก 1 นาที เป็น 2, 3, 4 และ 5 นาที ตามลำดับ การทดสอบกับคลอรีนอิสระของแต่ละช่วงเวลาการตรวจวัดทำซ้ำทั้งหมด 10 ครั้ง

จากนั้นทำการเตรียมหลอดตรวจวัดที่บรรจุซิลิกา – ออโซโทลิดีน 0.05 % (w/w) ใหม่ซ้ำอีกครั้ง และทำการทดลองเหมือนข้างต้น

3.3.3.4 ศึกษา pH ที่เหมาะสมในการตรวจวัด

จากการทดลองในข้อ 3.3.3.3 พบว่าหลอดตรวจวัดที่บรรจุซิลิกา – ออโซโทลิดีน 0.05 % (w/w) ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางภายใน 2.6 mm ให้ผลการทดลองดีที่สุด จึงนำหลอดตรวจวัดที่บรรจุซิลิกา – ออโซโทลิดีน 0.05 % (w/w) มาทดสอบกับคลอรีนอิสระความเข้มข้น 50 ppm โดยฉีดคลอรีนอิสระที่ปรับ pH (ประมาณ 1 – 2) และ ไม่ปรับ pH (10.05) ปริมาตร 0.5 mL เข้าไปในหลอดตรวจวัด วัดระยะทางที่เกิดการเปลี่ยนสีของซิลิกา – ออโซโทลิดีนจากสีขาวเป็นสีเหลือง การทดสอบกับคลอรีนอิสระของแต่ละ pH ทำซ้ำทั้งหมด 10 ครั้ง

จากนั้นนำหลอดตรวจวัดที่บรรจุซิลิกา – ออโซโทลิดีน 0.05 % (w/w) มาทำการทดลองเหมือนข้างต้นใหม่ซ้ำอีกครั้ง

3.3.3.5 ศึกษาการระบุสเกลข้างหลอดตรวจวัดเพื่อระบุสเกลตามความเข้มข้น

จากการทดลองในข้อ 3.3.3.3 พบว่าหลอดตรวจวัดที่บรรจุซิลิกา – ออโซโทลิดีน 0.05 % (w/w) ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางภายใน 2.6 mm ให้ผลการทดลองดีที่สุด จึงนำหลอดตรวจวัดที่บรรจุซิลิกา – ออโซโทลิดีน 0.05 % (w/w) มาทดสอบกับคลอรีนอิสระความเข้มข้น 0, 3, 5, 7, 10, 13, 15, 17, 20, 23, 25, 27, 30, 33, 35, 37, 40, 43, 45, 47, 50, 60, 70, 80, 90 และ 100 ppm ตามลำดับ โดยฉีดคลอรีนอิสระแต่ละความเข้มข้นปริมาตร 0.5 mL เข้าไปในหลอดตรวจวัดแต่ละอัน วัดระยะทางที่เกิดการเปลี่ยนสีของซิลิกา – ออโซโทลิดีนจากสีขาวเป็นสีเหลือง ทำซ้ำทั้งหมด 10 ครั้ง

จากนั้นนำหลอดตรวจวัดที่บรรจุซิลิกา – ออโซโทลิดีน 0.05 % (w/w) มาทำการทดลองเหมือนข้างต้นใหม่ซ้ำอีกครั้ง

3.3.3.6 การเตรียมหลอดตรวจวัดคลอรีนอิสระเพื่อใช้งานจริง

นำหลอดตรวจวัดขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางภายใน 2.6 mm ที่บรรจุซิลิกา – ออโซโทลิดีน 0.05 % (w/w) มาระบุสเกลความเข้มข้น ตามการทดลองที่ได้จากข้อ 3.3.3.5

3.3.4 การทดสอบความถูกต้องของวิธี (validation method) ของหลอดตรวจวัด

3.3.4.1 การเตรียมกราฟมาตรฐานคลอรีนอิสระ

นำหลอดตรวจวัดหลอดตรวจวัดที่บรรจุซิลิกา – ออโซโทลิดีน 0.05 % (w/w) มาตรวจวัดปริมาณคลอรีนอิสระที่เตรียมขึ้นจากสารละลายมาตรฐานแคลเซียมไฮโปคลอไรต์ความเข้มข้น 0, 3, 5, 7, 10, 15, 20 และ 25 ppm ตามลำดับ โดยฉีดคลอรีนอิสระที่เตรียมขึ้นเข้าไปในหลอดตรวจวัดปริมาตร 0.5 mL วัดระยะทางที่เกิดการเปลี่ยนสีของซิลิกา – ออโซโทลิดีนจากสีขาวเป็นสีเหลือง และเปรียบเทียบกับวิธีมาตรฐานยูวี – วิสิเบิลสเปกโทรโฟโตเมทรี แต่ละความเข้มข้นทำซ้ำทั้งหมด 10 ครั้ง

3.3.4.2 การศึกษาความเที่ยงของหลอดตรวจวัด

นำผลการทดลองจากข้อ 3.3.4.1 มาคำนวณทางสถิติเพื่อทดสอบความเที่ยงของหลอดตรวจวัด

3.3.4.3 การตรวจวัดปริมาณคลอรีนอิสระใน spiked sample

นำหลอดตรวจวัดที่บรรจุซิลิกา – ออโซโทลิดีน 0.05 % (w/w) มาตรวจวัดปริมาณคลอรีนอิสระที่เติมลงในน้ำตัวอย่างจากสระว่ายน้ำสถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง ซึ่งปริมาณการเติมเท่ากับ 0, 3, 5, 7, 10, 15 และ 20 ppm ตามลำดับ โดยฉีดคลอรีนอิสระที่เติมลงในน้ำตัวอย่างจริงเข้าไปในหลอดตรวจวัด 0.5 mL วัดระยะทางที่เกิดการเปลี่ยนสีของซิลิกา – ออโซโทลิดีนจากสีขาวเป็นสีเหลือง และเปรียบเทียบกับวิธีมาตรฐานยูวี – วิสิเบิลสเปกโทรโฟโตเมทรี แต่ละความเข้มข้นที่เติมทำซ้ำทั้งหมด 10 ครั้ง

3.3.4.4 การตรวจวัดปริมาณคลอรีนอิสระตกค้างในน้ำตัวอย่าง

นำหลอดตรวจวัดที่บรรจุซิลิกา – ออโรโทลิดีน 0.05 % (w/w) มาตรวจวัดปริมาณคลอรีนอิสระตกค้างในน้ำตัวอย่างจากสระว่ายน้ำสถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง สระว่ายน้ำสวนพระนคร และสระว่ายน้ำมหาวิทยาลัยเทคโนโลยีราชมงคลคลองหก เปรียบเทียบกับวิธีมาตรฐานยูวี – วิลิเบลสเปกโทรโฟโตเมทรี วิธีเก็บตัวอย่างน้ำจะเก็บแหล่งละ 5 จุดคือบริเวณกลางสระ ด้านทิศเหนือ ด้านทิศใต้ ด้านทิศตะวันออก และด้านทิศตะวันตกของสระ และตรวจวัดคลอรีนอิสระซ้ำในแต่ละจุดที่เก็บตัวอย่างทั้งหมด 5 ครั้ง

3.4 สถานที่ทำการวิจัย

3.4.1 ภาควิชาเคมี คณะวิทยาศาสตร์ สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง

3.4.2 ศูนย์บริการและเครื่องมือวิทยาศาสตร์ คณะวิทยาศาสตร์ สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง