

บทที่ 3

วิธีการดำเนินการ

ประชากรและการสุ่มกลุ่มตัวอย่าง

กลุ่มตัวอย่าง หรือ ประชากร ของงานวิจัยนี้ คือ กากแห้งขิง จากบริษัท จินเจน พุดโปรดักส์ จำกัด

เครื่องมือในการวิจัย

1. เครื่องวัดค่าความเป็นกรด-ด่าง pH (pH meter) ยี่ห้อ Hanna Instruments รุ่น HI9321 Microprocessor
2. เครื่องเขย่า (shaker) ควบคุมอุณหภูมิ ยี่ห้อ Incu-Shaker รุ่น Mini H1000-M, เครื่องเขย่า (shaker) ยี่ห้อ IKA รุ่น HS 501 digital shaker ika
3. เครื่องยูวี-วิสิเบิล สเปกโตรโฟโตมิเตอร์ (UV-vis spectrophotometer) ยี่ห้อ jasco รุ่น V-530
4. ตู้อบความร้อน (hot oven) ยี่ห้อ memmert รุ่น UNE 400
5. เครื่องชั่งทศนิยมสี่ตำแหน่ง (analytical balance) ยี่ห้อ ohaus รุ่น PGL 1003
6. เครื่องชั่งทศนิยมสองตำแหน่ง (analytical balance) ยี่ห้อ ohaus รุ่น ARC 120 adventurer
7. เครื่องปั่นน้ำผลไม้ (blender) ยี่ห้อ Philips รุ่น HR2061
8. กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (scanning electron microscope; SEM) รุ่น JSM-7610F Field Emission Scanning Electron Microscope
9. เครื่องฟูเรียร์ทรานส์ฟอร์มอินฟราเรดสเปกโทรสโกปี (Fourier transform infrared-spectroscopy; FTIR) ยี่ห้อ Shimadzu รุ่น FTIR-8700

การตรวจสอบคุณภาพเครื่องมือ

เครื่องมือวัดทางวิทยาศาสตร์ ที่ใช้ในงานวิจัยนี้จัดเป็นเครื่องมือที่มีมาตรฐาน มีระบบกลไกที่สลับซับซ้อน ให้ผลการวัดที่น่าเชื่อถือมีความแม่นยำและแน่นอนสูง โดยก่อนการใช้เครื่องมือวัดทางวิทยาศาสตร์เหล่านี้ ต้องทำการปรับเทียบ (calibration) ก่อนการใช้เครื่องมือ

วัสดุและอุปกรณ์

1. ปีกเกอร์ (beaker)
2. หลอดทดสอบ (test tubes)
3. ขวดรูปชมพู่ (erlenmeyer flask)
4. ขวดวัดปริมาตร (volumetric flask)
5. กระจกน้ำฉีด (wash bottle)
6. กระจกตวง (graduated cylinder)
7. หลอดหยดสารละลาย (dropper)
8. แท่งแก้วสำหรับคน (stirring rod)
9. กระจกนาฬิกา (watch glass)
10. กรวยบุชเนอร์ (Buchner funnel)
11. กระดาษกรอง (filter paper) เบอร์ 42
12. โถดูดความชื้น (desiccator)
13. ตู้อบลมร้อน (hot air oven) ยี่ห้อ GmbH tCo.KG รุ่น D-91126 Schwabach Modell 400 D 06060
14. เครื่องชั่งทศนิยมสี่ตำแหน่ง (analytical balance) ยี่ห้อ Ohaus รุ่น Adventure
15. เครื่องปั่นน้ำผลไม้ ยี่ห้อ Buono รุ่น Professional Line 3
16. เครื่องเขย่า (shaker) KS501 digital 230 Ikalabortechnik ยี่ห้อ Ikalabortechnik รุ่น KS501 digital 230
17. เครื่องกรองแบบสุญญากาศ ยี่ห้อ Jeiotech รุ่น Model VE-11

สารเคมี

1. กลีเซอริน (glycerine) จากบริษัท วันรัต (หน้าเขียน) จำกัด
2. ไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ (hydrogen peroxide; H_2O_2) จากบริษัท Chem-Supply Pty Ltd จำกัด
3. โซเดียมไฮดรอกไซด์ (sodium hydroxide; NaOH) จากบริษัท Quality Reagent Chemical จำกัด
4. กรดไฮโดรคลอริก (hydrochloric acid; HCl) จากบริษัท ไทยโพลีเคมีคอล จำกัด
5. กรดซัลฟิวริก (sulfuric acid; H_2SO_4) จากบริษัท Ajax Finechem Pty Ltb จำกัด
6. ซิงค์คลอไรด์ (zinc (II) chloride; $ZnCl_2$) จากบริษัท Ajax Finechem Pty Ltb จำกัด

7. โพแทสเซียมคลอไรด์ (potassium chloride; KCl) จากบริษัท Ajax Finechem Pty Ltb จำกัด

การเก็บรวบรวมข้อมูล

การเก็บรวบรวมข้อมูลอย่างเป็นระบบโดยการทดลอง (experiment) เชิงปฏิบัติในห้องปฏิบัติการทดลองตามวิธีการทดลองที่กำหนดไว้ และการศึกษาเอกสาร (documentary study) และทบทวนวรรณกรรมต่าง ๆ ที่เกี่ยวข้อง เพื่อใช้เป็นข้อมูลประกอบการวิเคราะห์ผลการทดลอง และเพื่อสามารถหาข้อสรุปของการทดลอง

การวิเคราะห์ข้อมูล

1. ใช้ค่าเฉลี่ย (mean; \bar{X}) ในการหาค่าปริมาณการดูดซับสารให้ความชุ่มชื้นของกากแห้งซึ่งที่นำมาประยุกต์ใช้เป็นวัสดุดูดซับ โดยทำการทดลองทั้งหมด 3 ซ้ำ
2. ใช้ค่าสัมประสิทธิ์การตัดสินใจ (coefficient of determination; R^2) ในการวิเคราะห์ข้อมูล เพื่อหาความสัมพันธ์ระหว่างปริมาณการดูดซับสารให้ความชุ่มชื้นของกากแห้งซึ่ง (แกน Y) กับค่าความเข้มข้นของสารให้ความชุ่มชื้น (แกน X) ตามสมการของการดูดซับ โดยใช้โปรแกรม Microsoft Excel

วิธีการดำเนินการวิจัย

1. การเก็บตัวอย่างกากแห้งซึ่ง

1.1 เก็บตัวอย่างกากแห้งซึ่งสดหลังผ่านกระบวนการผลิตซึ่งผงสำเร็จรูปเพื่อจำหน่าย จากบริษัท จินเจน ฟูดโปรดักส์ จำกัด

1.2 ล้างและอบกากแห้งซึ่งสดให้แห้ง โดยนำเข้าตู้อบที่อุณหภูมิ 70 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 24 ชั่วโมง จากนั้นนำเข้าเก็บไว้ในเดสิคเคเตอร์เพื่อป้องกันความชื้น

2. การเตรียมวัสดุดูดซับจากกากแห้งซึ่งโดยการปรับสภาพพื้นผิวด้วยเบส

ทำการปรับสภาพพื้นผิวของกากแห้งซึ่ง โดยดัดแปลงจากวิธีปรับสภาพพื้นผิวของวัสดุธรรมชาติ จากงานวิจัยของ Demir และคณะ (Demir, Top, Balkose, & Ulku, 2008) และ Ghali และคณะ (Ghali et al., 2001) มีขั้นตอนดังนี้

2.1 นำกากแห้งมาต้มในสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ ความเข้มข้น 0.1 โมลต่อลิตร ที่อุณหภูมิ 100 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 1 ชั่วโมง เพื่อกำจัดคาร์โบไฮเดรต โปรตีน ไขมัน และสิ่งสกปรกออก ให้เหลือเฉพาะเส้นใยเซลลูโลส และเพิ่มพื้นที่ผิวในการดูดซับ

2.2 กรองและล้างกากแห้งด้วยน้ำกลั่น จนน้ำทิ้งจากการล้างมีความเป็นกรด-ด่างเท่ากับ 7 จากนั้นนำไปเข้าตู้อบที่อุณหภูมิ 70 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง

2.3 นำกากแห้งมาต้มในสารละลายไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ ความเข้มข้น 1 โมลต่อลิตร ที่อุณหภูมิ 100 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง เพื่อกำจัดสีออกจากกากแห้ง

2.4 กรองและล้างกากแห้งด้วยน้ำกลั่น จนน้ำทิ้งจากการล้างมีความเป็นกรด-ด่างเท่ากับ 7 จากนั้นนำไปเข้าตู้อบที่อุณหภูมิ 70 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 24 ชั่วโมง แล้วนำกากแห้งไปเก็บไว้ในเดสิคเคเตอร์เพื่อป้องกันกากแห้งจากความชื้น

3. การวิเคราะห์พื้นผิวของกากแห้งก่อนและหลังการปรับสภาพพื้นผิว

นำเส้นใยกากแห้งก่อนการปรับสภาพ และที่ผ่านการปรับสภาพพื้นผิวด้วยสารละลายเบสเพื่อเตรียมเป็นวัสดุดูดซับมาทำการทดสอบสมบัติพื้นฐานทางกายภาพ ได้แก่ การวิเคราะห์พื้นที่ผิวจำเพาะ (specific surface area) ด้วยเครื่องวัดพื้นที่ผิวจำเพาะ และการวิเคราะห์ลักษณะพื้นผิวของกากแห้งด้วยภาพถ่ายจากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (scanning electron microscope; SEM) รุ่น JSM-7610F Field Emission Scanning Electron Microscope

4. การศึกษาหาประจุบนพื้นผิวของกากแห้ง

4.1 ชั่งกากแห้งที่ผ่านการปรับสภาพด้วยสารละลายเบสแล้วจำนวน 0.5 กรัม จำนวนทั้งหมด 6 ชุด โดยใช้เครื่องชั่งไฟฟ้าทศนิยมสี่ตำแหน่ง บันทึกน้ำหนักที่ชั่งได้

4.2 เตรียมสารละลายโพแทสเซียมไฮดรอกไซด์ (KOH) ความเข้มข้น 0.1 โมลาร์ ใส่ในบีกเกอร์ขนาด 100 มิลลิลิตร จำนวน 6 ใบ ปริมาตรใบละ 50 มิลลิลิตร

4.3 ปรับค่าความเป็นกรด-ด่างของสารละลายโพแทสเซียมไฮดรอกไซด์ ในบีกเกอร์แต่ละใบ ทั้ง 6 ใบ ด้วยสารละลายกรดไฮโดรคลอริกหรือสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ ให้สารละลายมีค่าความเป็นกรด-ด่างเท่ากับ 2, 3, 4, 5, 6, 7, 8, 9, 10, 11 และ 12 ตามลำดับ โดยใช้เครื่องพีเอชมิเตอร์ในการตรวจวัดค่าความเป็นกรด-ด่าง

4.4 นำกากแห้งที่ชั่งไว้ใส่ลงในบีกเกอร์แต่ละใบ แช่ทิ้งไว้เป็นเวลา 24 ชั่วโมง

4.5 เมื่อครบกำหนดเวลา นำกากแห้งมากรองด้วยกระดาษกรอง และนำสารละลายส่วนใสมาวัดค่าความเป็นกรด-ด่างที่เปลี่ยนไปด้วยเครื่องพีเอชมิเตอร์ บันทึกค่าความเป็นกรด-ด่างที่ได้

5. การศึกษาหาเวลาในการเข้าสู่สมดุลการดูดซับของกากแห้งขิงในการดูดซับสารให้ความชุ่มชื้น

5.1 ชั่งน้ำหนักที่แน่นอนของกากแห้งขิงที่ผ่านการปรับสภาพด้วยเบส ปริมาณ 0.5 กรัม ใส่ลงในขวดรูปชมพู่ขนาด 125 มิลลิลิตร จำนวน 12 ใบ

5.2 ใส่กลีเซอริน ความเข้มข้น 1 กรัมต่อร้อยละมิลลิลิตร ปริมาตร 50 มิลลิลิตร ลงในขวดรูปชมพู่ที่เตรียมไว้ในข้อ 5.1

5.3 นำไปเขย่าด้วยเครื่องเขย่า โดยใช้ความเร็ว 120 รอบต่อนาที ที่อุณหภูมิ 30 องศาเซลเซียส ตามระยะเวลาต่าง ๆ ได้แก่ 1, 5, 10, 20, 30, 40, 50, 60, 120, 180, 240 และ 1440 นาที สำหรับขวดรูปชมพู่ตั้งแต่ใบที่ 1 ถึงใบที่ 12 ตามลำดับ

5.4 เมื่อครบกำหนดเวลาต่างๆ ให้กรองแยกแห้งขิงออกจากสารละลายใส และเก็บสารละลายใสไว้ เพื่อนำไปวัดหาความเข้มข้นของกลีเซอริน ที่เหลืออยู่ในสารละลายด้วยเครื่องยูวี-วิสิเบิล สเปกโตรโฟโตมิเตอร์ ที่ความยาวคลื่น 262 นาโนเมตร

5.5 ทำการทดลองเช่นเดียวกับข้อ 5.1-5.4 อีกสองซ้ำ และนำข้อมูลที่ได้จากการทำการทดลองสามซ้ำมาหาค่าเฉลี่ย

5.6 นำข้อมูลที่ได้มาพล็อตกราฟหาเวลาในการเข้าสู่สมดุล

6. การศึกษาประสิทธิภาพในการดูดซับกลีเซอรินของกากแห้งขิง

6.1 ชั่งน้ำหนักที่แน่นอนของวัสดุดูดซับ คือกากแห้งขิงที่ผ่านการปรับสภาพด้วยเบส ปริมาณ 0.5 กรัม ลงในขวดรูปชมพู่ขนาด 125 มิลลิลิตร

6.2 ใส่กลีเซอริน ที่ความเข้มข้นต่างๆ ได้แก่ 0.5, 1.0, 1.5, 2.0, 2.5 และ 3.0 กรัมต่อร้อยละมิลลิลิตร ปริมาตร 50 มิลลิลิตร ลงในขวดรูปชมพู่ในข้อ 6.1

6.3 นำไปเขย่าด้วยเครื่องเขย่าที่เวลา 180 นาที ความเร็ว 120 รอบต่อนาที ณ อุณหภูมิ 30 องศาเซลเซียส โดยเขย่าเป็นเวลาตามเวลาเข้าสู่สมดุล

6.4 แยกแห้งขิงออกจากสารละลายใสและเก็บสารละลายใสไว้ เพื่อนำไปวัดหาค่าการดูดกลืนแสงด้วยเครื่องยูวี-วิสิเบิล สเปกโตรโฟโตมิเตอร์ ที่ความยาวคลื่น 262 นาโนเมตร เพื่อคำนวณหาความเข้มข้นของกลีเซอรินที่เหลืออยู่ในสารละลาย

6.5 ทำการทดลองเช่นเดียวกับข้อ 5.1-5.5 อีกสองซ้ำ และนำข้อมูลที่ได้จากการทำการทดลองสามซ้ำมาหาค่าเฉลี่ย

6.6 นำข้อมูลที่ได้มาพล็อตกราฟเพื่อวิเคราะห์ผลของความเข้มข้นเริ่มต้นของกลีเซอรินที่มีต่อการดูดซับของกากแห้งขิง

6.7 ทำการทดลองเช่นเดียวกับข้อ 6.1-6.6 แต่เปลี่ยนอุณหภูมิทดลองเป็น 40 และ 50 องศาเซลเซียส ตามลำดับ เพื่อศึกษาผลของอุณหภูมิที่มีต่อประสิทธิภาพการดูดซับกลีเซอรินของกากแห้งข้าง

7. การศึกษาพฤติกรรมของการดูดซับ

ทำการทดลองเช่นเดียวกับการศึกษาหาความเข้มข้นเริ่มต้นของกลีเซอริน ที่มีผลต่อการดูดซับ นำข้อมูลที่ได้จากการดูดซับมาคำนวณและพล็อตกราฟตามสมการของแลงเมียร์และสมการของฟรอยด์ลิช

8. การศึกษาตัวแปรทางอุณหพลศาสตร์

8.1 นำแห้งข้างที่ปรับสภาพด้วยเบสจำนวน 0.5 กรัม ใส่ลงในขวดรูปชมพู่แต่ละใบที่บรรจุสารละลายกลีเซอรินความเข้มข้นต่าง ๆ ได้แก่ 0.5, 1.0, 1.5, 2.0, 2.5 และ 3.0 กรัมต่อร้อยมิลลิลิตร ที่เตรียมในสารละลายบัฟเฟอร์ที่มีค่าพีเอชเท่ากับ 8

8.2 นำไปเขย่าด้วยเครื่องเขย่าเป็นระยะเวลาตามเวลาเข้าสู่สมดุล ที่ความเร็ว 120 รอบต่อนาที ณ อุณหภูมิต่างๆ ได้แก่ 30, 40 และ 50 องศาเซลเซียส

8.3 เมื่อครบกำหนดเวลาต่างๆ ให้กรองแยกแห้งข้างออกจากสารละลายใส และเก็บสารละลายใสไว้เพื่อนำไปวัดหาความเข้มข้นของกลีเซอริน ที่เหลืออยู่ในสารละลายด้วยเครื่องยูวี-วิสิเบิล สเปกโตรโฟโตมิเตอร์ ที่ความยาวคลื่น 262 นาโนเมตร

8.4 ทำการทดลองเช่นเดียวกับข้อ 8.1-8.3 อีกสองซ้ำ และนำข้อมูลที่ได้จากการทำการทดลองสามซ้ำมาหาค่าเฉลี่ย

8.5 นำข้อมูลที่ได้มาพล็อตกราฟเพื่อศึกษาตัวแปรทางอุณหพลศาสตร์

9. การศึกษาทางจลนพลศาสตร์

9.1 นำแห้งข้างที่ปรับสภาพด้วยเบสจำนวน 0.5 กรัม ใส่ลงในขวดรูปชมพู่แต่ละใบที่บรรจุสารละลายกลีเซอรินความเข้มข้นต่าง ๆ ได้แก่ 1.0, 2.0 และ 3.0 กรัมต่อร้อยมิลลิลิตร

9.2 นำไปเขย่าด้วยเครื่องเขย่าด้วยความเร็ว 120 รอบต่อนาที ที่อุณหภูมิ 30 องศาเซลเซียส เป็นระยะเวลาต่าง ๆ ได้แก่ 10, 20, 30, 40, 50 และ 60 นาที

9.3 เมื่อครบกำหนดเวลาต่างๆ ให้กรองแยกแห้งข้างออกจากสารละลายใส และเก็บสารละลายใสไว้เพื่อนำไปวัดหาความเข้มข้นของกลีเซอรินที่เหลืออยู่ในสารละลาย ด้วยเครื่องยูวี-วิสิเบิล สเปกโตรโฟโตมิเตอร์ ที่ความยาวคลื่น 262 นาโนเมตร

9.4 ทำการทดลองเช่นเดียวกับข้อ 9.1-9.3 อีกสองซ้ำ และนำข้อมูลที่ได้จากการทำการทดลองสามซ้ำมาหาค่าเฉลี่ย

9.5 นำข้อมูลมาพล็อตกราฟเพื่อศึกษาอันดับของปฏิกิริยา

10. การศึกษาปริมาณการปลดปล่อย

10.1 ชั่งน้ำหนักแห้งซึ่งที่ปรับสภาพด้วยเบสซึ่งดูดซับกลีเซอรินความเข้มข้น 0.5 กรัมต่อร้อยมิลลิลิตรไว้แล้ว จำนวน 0.5 กรัม ใส่ลงในขวดรูปชมพู่

10.2 นั้นเติมน้ำกลั่นปริมาตร 50 มิลลิลิตร ลงไปแล้วนำไปเขย่าเป็นเวลา 5, 10 และ 15 นาที ภายใต้อุณหภูมิ 30 องศาเซลเซียส

10.4 เมื่อเขย่าครบเวลา กรองแยกแห้งซึ่งออก นำส่วนของสารละลายมาตรวจวัดค่าการดูดกลืนแสงด้วยเครื่องยูวี-วิสิเบิล สเปกโตรโฟโตมิเตอร์ ที่ความยาวคลื่น 262 นาโนเมตร

10.5 นำข้อมูลที่ได้มาพล็อตกราฟระหว่างเวลา และปริมาณการปลดปล่อยกลีเซอรินของกากแห้งซึ่ง