

บทที่ 5

การวิเคราะห์หาปริมาณตะกอนในดินและตะกอนท้องน้ำ

5.1 คำนำ

การวิเคราะห์หาปริมาณตะกอนมีวิธีการต่าง ๆ ทั้งที่กล่าวแล้วในบทที่ 2 แต่วิธีที่นิยมใช้ในการวิเคราะห์หาปริมาณตะกอนในดินและตะกอนท้องน้ำ มีด้วยกัน 2 วิธี คือ โดยวิธีอะตอมมิคแบบรอปสัน สเปกโตรโฟโตเมตรีและวิธีเพียสซี ส่วนวิธีสเปกโตรโฟโตเมตรีไม่ค่อยนิยมใช้นัก การวิเคราะห์หาปริมาณตะกอนในบทนี้จะทำการวิเคราะห์โดยวิธีการทั้ง 3 วิธีนี้ โดยเน้นวิธีสเปกโตรโฟโตเมตรี เพื่อหาสารที่เหมาะสมในการย่อยสลายปริมาณตะกอนในตัวอย่างและการเปรียบเทียบผลการวิเคราะห์ที่ได้จากวิธีการที่ใช้ เพื่อเป็นแนวทางเพื่อจะพัฒนาวิธีการสเปกโตรโฟโตเมตรี ให้เหมาะสมต่อไป

5.2 วิธีสเปกโตรโฟโตเมตรี

ที่ศึกษามาแล้วในบทที่ 3 และ 4 โดยโซดาเลอินและฟีนอล์ฟโธโรนเป็น complexing agent ในบทนี้จะใช้เฉพาะกาเลอิน ในการวิเคราะห์หาปริมาณตะกอน ทั้งนี้เนื่องจากว่า complexing agent ทั้ง 2 ตัว มีความสามารถต่าง ๆ ไม่แตกต่างกันนัก รวมถึงฟีนอล์ฟโธโรนมีปัญหาคาการเกิด cell ในระหว่างการวัดและการทำความสะอาด

5.2.1 การทดลอง

ก. เครื่องมือและอุปกรณ์

เช่นเดียวกับหัวข้อ 3.3.1 ในบทที่ 3

ข. สารเคมี

เช่นเดียวกับหัวข้อ 3.3.2 ในบทที่ 3

ค. การเตรียมสารละลาย

เช่นเดียวกับหัวข้อ 3.3.3 ในบทที่ 3

5.2.2 วิธีการทดลองผลการทดลองและวิจารณ์

ก. การศึกษาผลของแอมโมเนียไอโอไดค์ (33,46)

การย่อยสลายตัวอย่างแร่แอมโมเนียไอโอไดค์ ผสมคลุกเคล้าให้เข้ากันกับตัวอย่างที่ต้องการวิเคราะห์ แล้วนำไปหลอมเหลวให้แอมโมเนียไอโอไดค์หมดไป เป็นวิธีการที่นิยมมากในการวิเคราะห์ในดิน หินและตะกอนท้องน้ำ โดยที่มักในตัวอย่างที่ส่วนมากอยู่ในรูปแร่แคสสิเทไรต์ (cassiterite, SnO_2) จะถูกย่อยสลายเปลี่ยนไปอยู่ในรูปของสแตนนิกไอโอไดค์ (stannic iodide, SnI_4) โดยการย่อยสลายจะไม่ย่อยสลายตัวอย่างทั้งหมด ดังนั้น จึงจำเป็นต้องทำการศึกษาค่าของแอมโมเนียไอโอไดค์ ปริมาณต่าง ๆ ที่เหมาะสมในการย่อยสลายตัวอย่าง เพื่อจะใช้ในการวิเคราะห์



การศึกษาค่าของแอมโมเนียไอโอไดค์ ปริมาณต่าง ๆ ที่เหมาะสมในการย่อยสลายตัวอย่าง ทำได้โดย ซึ่งตัวอย่างดิน x และ y รายละเอียดอยู่ในแม่พิมพ์ 2 (ตารางที่ 9) จำนวน 0.50 g ใส่หลอดแก้วทนไฟขนาด 20 x 220 mm เติมแอมโมเนียไอโอไดค์ จำนวน 0.5 , 1.0, 1.5, 2.0, 2.5 และ 3.0 g ผสมคลุกเคล้าให้เข้ากัน ปิดปากหลอดด้วยขลุ่ยที่ต่อกับหลอดแก้วยาว 50 cm ที่ใช้เป็นหัวควบคุมป้องกันการระเหยของจันทน์ (IV) ไอโอไดค์และไอโอไดน์ ออกนอกภาชนะที่ทำการวิเคราะห์นำไปทำให้หลอมเหลวที่อุณหภูมิ 250-300°C โดยใช้เครื่อง Electric heaters จนแอมโมเนียไอโอไดค์หมดไป โดยเขย่าและหมุนหลอดอยู่เสมอเพื่อให้ความร้อนทั่วถึง ใช้เวลาประมาณ 15 นาที ปลดยंत्रให้เย็นเก็บสารละลายกรดไฮโดรคลอริก (1N) 10 cm³ ล้างสารต่าง ๆ ที่ติดข้างภาชนะที่ทำการวิเคราะห์ แล้วทำสารละลายให้เข้ากันด้วยเครื่องปั่น (mixer) นำไปอุ่นบน water bath เป็นเวลา 15 นาที นำมาทำให้สารละลายเข้ากันอีกครั้งหนึ่ง ทิ้งไว้ให้สารละลายเย็นและนอนกันอย่างน้อย 30 นาที ทดสอบสารละลายปริมาตร 1 cm³ (สำหรับการวิเคราะห์โดยวิธีสกัด

ดูดสารละลาย 2 cm^3) ไปทำการวิเคราะห์หาปริมาณตะกั่วภายใต้สภาวะที่เหมาะสม
ทั้งกล่าวแล้วในบทที่ 3 โดยทำการวิเคราะห์ทั้งวิธี direct method และ addition
method โดยเติมสารละลายตะกั่วมาตรฐาน $100.0 \text{ } \mu\text{g}/\text{cm}^3$ จำนวน 0.0, 0.05
0.10, 0.15 cm^3 ทำการทดลองซ้ำอีกครั้งหนึ่ง คำนวณหาปริมาณตะกั่วและค่าร้อยละการ
กลับคืน ผลการทดลองทั้งแสดงไว้ในตารางที่ 40

ตัวอย่างการคำนวณหาปริมาณตะกั่ว

ตัวอย่าง 0.50 g	วัดค่าการดูดกลืนแสงได้	= 0.004
จากกราฟมาตรฐานของตะกั่ว (IV) ชื่ออื่น (รูปที่ 10)	0.004 A = 1.0 μg	
สารละลายทั้งหมด 10 cm^3 ใน 1 cm^3 มีปริมาณตะกั่ว	= 1.0 μg	
$\therefore$ ใน 10 cm^3 มีปริมาณตะกั่ว	= 10.0 μg	
ตัวอย่าง 0.50 g มีปริมาณตะกั่ว	= 10.0 μg	
ตัวอย่าง 1.00 g มีปริมาณตะกั่ว	= $\frac{10.0 \times 1.00}{0.50} \mu\text{g}$	
$\therefore$ ปริมาณตะกั่วในตัวอย่าง	= 20.0 $\mu\text{g}/\text{cm}^3$	
	= 20.0 ppm	

ตัวอย่างการคำนวณค่าร้อยละการกลับคืน

ตัวอย่าง 0.50 g คำนวณหาปริมาณตะกั่วได้ 200.0 ppm (direct method)
และเมื่อเติมสารละลายตะกั่ว (IV) ชื่ออื่น 5.0, 10.0 และ 15.0 μg คำนวณหา
ปริมาณตะกั่วได้ 300.0, 410.0 และ 495.0 ppm (addition method) ตาม
ลำดับ

เติมสารละลายตะกั่ว (IV) ชื่ออื่น 5.0 μg วัดเป็นปริมาณตะกั่วในตัวอย่างได้โดย

สารละลายทั้งหมด 10 cm^3 ใน 1 cm^3 มีปริมาณตะกั่ว = $5.0 \text{ } \mu\text{g}$

$\therefore$ ใน 10 cm^3 มีปริมาณตะกั่ว = $50.0 \text{ } \mu\text{g}$

ตัวอย่าง 0.50 g มีปริมาณตะกั่ว = $50.0 \text{ } \mu\text{g}$

ตัวอย่าง 1.00 g มีปริมาณตะกั่ว = $\frac{50.0 \times 1.00}{0.50}$

$\therefore$ หาค่าเป็นปริมาณตะกั่วในตัวอย่าง = $100.0 \text{ } \mu\text{g/cm}^3$ หรือ ppm

ในทำนองเดียวกัน

เจือจางสารละลายตะกั่ว (IV) อีออน $10.0 \text{ } \mu\text{g}$ หาค่าเป็นปริมาณตะกั่วในตัวอย่าง = $200.0 \text{ } \mu\text{g}$

เจือจางสารละลายตะกั่ว (IV) อีออน $15.0 \text{ } \mu\text{g}$ หาค่าเป็นปริมาณตะกั่วในตัวอย่าง = $300.0 \text{ } \mu\text{g}$

การร้อยละการกลับคืน = $\left(\frac{\text{ปริมาณตะกั่วที่วิเคราะห์ได้} - \text{ปริมาณตะกั่วในตัวอย่าง}}{\text{ปริมาณตะกั่วที่เติม}} \right) \times 100$

การร้อยละการกลับคืนเมื่อเติมตะกั่ว (IV) อีออน $5.0 \text{ } \mu\text{g}$ = $\left(\frac{300.0 - 200.0}{100.0} \right) \times 100 = 100.0$

การร้อยละการกลับคืนเมื่อเติมตะกั่ว (IV) อีออน $10.0 \text{ } \mu\text{g}$ = $\left(\frac{410.0 - 200.0}{200.0} \right) \times 100 = 105.0$

การร้อยละการกลับคืนเมื่อเติมตะกั่ว (IV) อีออน $15.0 \text{ } \mu\text{g}$ = $\left(\frac{495.0 - 200.0}{300.0} \right) \times 100 = 98.3$

การร้อยละการกลับคืนเฉลี่ย = $\frac{100.0 + 105.0 + 98.3}{3}$
= 101.1

หมายเหตุ ในกรณีที่การร้อยละการกลับคืน (% recovery) จะเป็นค่าเฉลี่ยเมื่อเติมตะกั่ว (IV) อีออน 5.0 , 10.0 และ $15.0 \text{ } \mu\text{g}$

ตารางที่ 40 การศึกษาของแอมโมเนียมไฮดรอกไซด์โดยการย่อยสลายด้วยวิธี (วิธีไม่สกัด)
 ก. ตัวอย่างที่ x

NH ₄ I (g)	Absorbance				ปริมาณที่พบ (ppm)		% recovery
	เติม Sn(IV) 0.0 µg	เติม Sn(IV) 5.0 µg	เติม Sn(IV) 10.0 µg	เติม Sn(IV) 15.0 µg	Direct method	Addition method	
0.5	0.062	0.088	0.106	0.125	312.5	287.5	116.0
1.0	0.055	0.080	0.102	0.119	275.0	252.5	110.4
1.5	0.058	0.080	0.101	0.120	290.0	280.0	106.9
2.0	0.060	0.079	0.097	0.116	300.0	307.5	94.3
2.5	0.051	0.075	0.100	0.115	255.0	233.8	115.6
3.0	0.054	0.070	0.099	0.115	270.0	275.0	99.4

๓. ตัวอย่างที่ ๗

NH ₄ I (g)	Absorbance				ปริมาณที่เติม (ppm)		% recovery
	เติม Sn(IV) 0.0 µg	เติม Sn(IV) 5.0 µg	เติม Sn(IV) 10.0 µg	เติม Sn(IV) 15.0 µg	Direct method	Addition method	
0.5	0.088	0.102	0.116	0.129	440.0	610.0	69.0
1.0	0.099	0.112	0.134	0.139	495.0	697.5	73.9
1.5	0.110	0.123	0.135	0.166	550.0	770.0	73.9
2.0	0.096	0.108	0.125	0.142	480.0	590.0	73.7
2.5	0.090	0.105	0.120	0.136	450.0	565.0	76.7
3.0	0.095	0.115	0.127	0.145	475.0	580.0	88.2

- หมายเหตุ
1. ตัวอย่างที่ ๗ และ ๘ ดูรายละเอียดในตอนที่ 2 (ตารางที่ 9)
 2. ค่าต่าง ๆ ในตารางที่ 40 นี้เป็นค่าเฉลี่ยจากการวิเคราะห์ 2 ครั้ง

จากตารางที่ 40 พบว่าปริมาณตะกั่วที่วิเคราะห์ได้ไม่มีแนวโน้มเพิ่มขึ้นหรือลดลงจากการเปลี่ยนแปลงปริมาณแอมโมเนียมไอโอไดค์ จาก 0.50 - 3.0 g จึงนำข้อมูลผลการวิเคราะห์ที่ได้จากการทดลองทำซ้ำ 2 ครั้งเพื่อปริมาณแอมโมเนียมไอโอไดค์ต่าง ๆ รวมทั้งพบจำนวน 12 ครั้ง มาทำการวิเคราะห์ทางสถิติ โดยใช้ปริมาณตะกั่วในตัวอย่าง x โดยวิธี direct method และ addition method เท่ากับ 283.8 ± 21.08 และ 272.7 ± 26.11 ppm และในตัวอย่าง y เท่ากับ 481.7 ± 39.07 และ 628.8 ± 76.25 ppm ตามลำดับ โดยมีเปอร์เซ็นต์ความเบี่ยงเบนมาตรฐานสัมพัทธ์ในตัวอย่าง x โดยวิธี direct method และ addition method เท่ากับ 7.43 และ 9.57 และในตัวอย่าง y เท่ากับ 8.11 และ 12.13 ตามลำดับ จากการวิเคราะห์ทางสถิติพบว่า ค่าการวิเคราะห์ปริมาณตะกั่วที่มีการเปลี่ยนแปลงเพียงเล็กน้อย รวมถึงผลการวิเคราะห์ปริมาณตะกั่วที่ได้อาจไม่มีแนวโน้มเพิ่มขึ้นหรือลดลงจากการเปลี่ยนแปลงแอมโมเนียมไอโอไดค์ แสดงว่าปริมาณแอมโมเนียมไอโอไดค์ที่ใช้ (0.5-3.0 g) ไม่น่ามีผลต่อการย่อยสลายตัวอย่าง ทั้งนี้อาจเนื่องจากว่าปริมาณตะกั่วในตัวอย่างมีจำนวนน้อย จึงไม่จำเป็นต้องใช้ปริมาณแอมโมเนียมไอโอไดค์เป็นจำนวนมากในการย่อยสลาย แต่จากหลักการย่อยสลายโดยการหลอมเหลวควรใช้ปริมาณ flux ที่มากเกินไป และแอมโมเนียมไอโอไดค์ก็ยังเป็นตัวเพิ่มไอโอไดค์ (หรือ) ไอออน (Iodide, I^-) ซึ่งเป็น masking agent สำหรับ Cu, Fe, Pb และ Mn อีกด้วย⁽³³⁾ ดังนั้นในการทดลองนี้จึงเลือกใช้ปริมาณแอมโมเนียมไอโอไดค์ 2.0 g ในการย่อยสลายตัวอย่าง 0.50 g

ข. การศึกษาผลของปริมาณตัวอย่าง

การใช้สารตัวอย่างปริมาณต่าง ๆ ในการวิเคราะห์ น่าจะให้ผลการวิเคราะห์ที่เท่ากัน แต่อาจจะแตกต่างกันบ้างเนื่องจาก การชั่งตัวอย่าง การกระจายของธาตุที่จะวิเคราะห์ ผลของไอออนอื่น เครื่องมือเครื่องใช้ ฯลฯ ดังนั้น จึงจำเป็นต้องศึกษาผลของปริมาณตัวอย่างต่อการวิเคราะห์

การศึกษาผลของปริมาณหัวอย่างปริมาณต่าง ๆ ทำได้โดย ซึ่งหัวอย่างกิน x
 และ y 0.10, 0.20, 0.30, 0.40, 0.50 และ 1.00 8 ทำการย่อยสลาย
 และวิเคราะห์หาปริมาณที่ปรากฏภายใต้สภาวะที่เหมาะสม โดยวิธี direct method
 และ addition method คำนวณหาปริมาณที่ปรากฏและคำนวณการกลับคืน ผลการ
 ทดลองทั้งแสดงไว้ในตารางที่ 41

ตารางที่ 41 การศึกษาผลของปริมาณตัวอย่างทางเคมีปริมาณที่วิเคราะห์ได้โดยวิธีสเปกโตรโฟโตเมตรี (วิธีไม่สกัด)

ก. ตัวอย่างดิน x

ปริมาณตัวอย่าง (g)	Absorbance				ปริมาณที่พบ (ppm)		% recovery
	เคม. Sn (IV) 0.0 µg	เคม. Sn (IV) 5.0 µg	เคม. Sn (IV) 10.0 µg	เคม. Sn (IV) 15.0 µg	Direct method	Addition method	
0.1	0.055	0.072	0.092	0.116	1,375.0	837.5	92.5
0.2	0.044	0.070	0.089	0.114	550.0	481.2	119.4
0.3	0.052	0.078	0.096	0.118	437.5	400.0	123.4
0.4	0.058	0.080	0.099	0.122	359.4	331.2	108.2
0.5	0.061	0.080	0.099	0.118	305.0	322.5	95.3
1.0	0.075	0.086	0.109	0.130	187.5	185.0	79.7

ท. ตัวอย่าง y

ปริมาณตัวอย่าง (g)	Absorbance				ปริมาณที่เติม (ppm)		Σ recovery
	เติม Sn(IV) 0.0 µg	เติม Sn(IV) 5.0 µg	เติม Sn(IV) 10.0 µg	เติม Sn(IV) 15.0 µg	Direct method	Addition method	
0.1	0.024	0.050	0.070	0.094	587.5	612.0	122.1
0.2	0.060	0.077	0.098	0.118	750.0	693.8	97.8
0.3	0.076	0.096	0.114	0.134	637.5	637.5	96.1
0.4	0.094	0.115	0.132	0.148	587.5	725.0	93.7
0.5	0.106	0.124	0.143	0.154	530.0	565.0	84.6
1.0	0.136	0.145	0.151	0.165	340.0	725.2	64.2

- หมายเหตุ 1. ตัวอย่าง x และ y ปรากฏละเอียดในบทที่ 2 (ตารางที่ 9)
2. ค่าต่าง ๆ ในตารางที่ 41 นี้ เป็นค่าเฉลี่ยจากการวิเคราะห์ 2 ครั้ง

จากตารางที่ 41 แสดงให้เห็นว่าปริมาณตัวอย่างมีผลต่อปริมาณที่พบที่วิเคราะห์ได้ เมื่อปริมาณตัวอย่างมากขึ้น ค่าการดูดกลืนแสงเพิ่มขึ้นแต่ไม่เป็นสัดส่วนสัมพันธ์กับปริมาณตัวอย่างที่เพิ่มขึ้น เมื่อคำนวณปริมาณที่พบจึงมีค่าคลาดเคลื่อนต่ำกับ ทั้งนี้ อาจเนื่องจากว่ามีอิออนที่รบกวนเป็นจำนวนมากจน masking agent (กรดแอสคอบิก และกรดทาร์ทาริก) ที่ใช้ไม่สามารถกำจัดรบกวนของอิออนที่รบกวนได้ ค่าการดูดกลืนแสงส่วนใหญ่จึงเป็นของอิออนที่รบกวนและมากจนมีผลคงที่ต่อค่าการดูดกลืนแสงที่ปริมาณหนึ่งขึ้นกับชนิดของอิออนที่รบกวน ส่วนค่าการดูดกลืนแสงที่มีค่าเพิ่มขึ้นเล็กน้อยเมื่อใช้ปริมาณตัวอย่างเพิ่มขึ้น เนื่องจากการเพิ่มของปริมาณที่พบในสัดส่วนปริมาณตัวอย่างที่เพิ่มขึ้น จากการศึกษาที่บ่งบอกว่าการวิเคราะห์นี้มีผลรบกวนจากอิออนอื่นอย่างชัดเจน ซึ่งการวิเคราะห์โดยวิธี direct method, addition method และ % recovery ที่ปริมาณสารตัวอย่างหนึ่งไม่สามารถแสดงให้เห็นผลรบกวนของอิออนได้เนื่องจากผลการวิเคราะห์ที่ใกล้เคียงกัน ทั้งนี้อาจเนื่องจากการเพิ่มปริมาณที่พบโดยวิธี standard addition ไม่สามารถทำให้ที่พบเกินเหนืออิออนที่รบกวนได้ ดังนั้นในการทดลองเปรียบเทียบต่าง ๆ ควรใช้สารที่มีปริมาณเท่ากัน

ค. การศึกษาความแม่นยำของการวิเคราะห์ตัวอย่าง

การวิเคราะห์จำนวนหลายครั้งถ้าได้ค่าใกล้เคียงกันมาก แสดงว่ามีความแม่นยำสูง การวิเคราะห์จำนวนหลายครั้งแล้วหาค่าเฉลี่ยให้ผลการวิเคราะห์ที่ดีกว่าการวิเคราะห์เพียงครั้งเดียว แต่ก็เป็นเรื่องอื่นเปลี่ยนทั้งเวลา บุคลากร สารเคมี ฯลฯ ดังนั้นการศึกษาคความแม่นยำจึงมีความสำคัญที่จะใช้ในการพิจารณาความมั่นใจในผลการวิเคราะห์ที่ทำการวิเคราะห์หนึ่งหรือสองครั้ง และบ่งบอกถึงปริมาณตัวอย่างที่จะใช้ในการทดลอง

1. วิธีไม่สกัด ทำได้โดยชั่งตัวอย่างกิน ๗ 0.10 และ 0.50 g จำนวน 10 ครั้ง ทำการย่อยสลายและวิเคราะห์ภายใต้สภาวะที่เหมาะสม โดยวิธี direct method และ addition method คำนวณหาปริมาณที่พบและค่าร้อยละการกลับคืน ผลการทดลองทั้งแสดงไว้ในตารางที่ 42

ตารางที่ 42 ผลการวิเคราะห์หาค่าของ y โดยวิธีสเปกโตรโฟโตเมทรี (วิธีไม่สถิติ)
 ก. หาค่าของ y (ปริมาณ 0.10 g)

สารละลายที่	Absorbance				ปริมาณที่เติม (ppm)		Z recovery
	เติม Sn(IV) 0.0 μ g	เติม Sn(IV) 5.0 μ g	เติม Sn(IV) 10.0 μ g	เติม Sn(IV) 15.0 μ g	Direct method	Addition method	
1	0.042	0.065	0.088	0.105	1,050.0	937.5	111.7
2	0.055	0.060	0.095	0.115	1,375.0	1,400.0	101.8
3	0.030	0.070	0.090	0.110	750.0	1,275.0	161.1
4	0.042	0.065	0.082	0.105	1,050.0	975.0	86.7
5	0.060	0.072	0.090	0.110	1,500.0	1,400.0	72.8
6	0.040	0.065	0.085	0.108	1,000.0	1,125.0	116.9
7	0.050	0.070	0.092	0.110	1,250.0	1,250.0	101.7
8	0.042	0.062	0.085	0.108	1,050.0	850.0	105.8
9	0.050	0.075	0.090	0.112	1,250.0	1,200.0	109.4
10	0.028	0.065	0.085	0.105	700.0	1,075.0	151.9
$\bar{x}$					1,097.5	1,148.8	112.0
S.D.					253.98	190.07	26.79
Z R.S.D.					23.14	16.54	23.92

๓. ตัวอย่างดิน ๗ (ปริมาณ 0.50 g)

สารละลาย	Absorbance				ปริมาณที่เติม (ppm)		% recovery
	เติม Sn(IV) 0.0 µg	เติม Sn(IV) 5.0 µg	เติม Sn(IV) 10.0 µg	เติม Sn(IV) 15.0 µg	Direct method	Addition method	
1	0.120	0.135	0.140	0.165	600.0	800.0	66.7
2	0.122	0.140	0.155	0.158	610.0	740.0	77.5
3	0.128	0.145	0.160	0.168	640.0	790.0	77.2
4	0.128	0.145	0.160	0.172	640.0	840.0	79.4
5	0.130	0.145	0.160	0.173	650.0	880.0	73.3
6	0.122	0.138	0.158	0.165	610.0	740.0	80.6
7	0.118	0.135	0.150	0.160	590.0	575.0	78.3
8	0.120	0.135	0.150	0.162	600.0	800.0	73.3
9	0.122	0.138	0.145	0.165	610.0	790.0	69.7
10	0.148	0.160	0.175	0.190	725.0	960.0	75.0
$\bar{x}$ S.D. % R.S.D.					627.5 39.67 6.32	791.5 100.50 12.70	75.1 4.41 5.87

หมายเหตุ ตัวอย่างดิน ๗ ทรายละเอียดหมายเลข ๒ (ตารางที่ ๑)

จากการวางที่ 42 ผลการวิเคราะห์ที่ตัวอย่างกิน y ปริมาณ 0.10 และ 0.50 กรัม พบความเบี่ยงเบนมาตรฐาน (S.D.) โดยวิธี direct method เป็น 253.98 และ 39.67 โดยวิธี addition method เป็น 190.07 และ 100.50 ตามลำดับ และเปอร์เซ็นต์ความเบี่ยงเบนมาตรฐานสัมพัทธ์ (% R.S.D.) โดยวิธี direct method เป็น 23.14 และ 6.32 โดยวิธี addition method เป็น 16.54 และ 12.70 ตามลำดับ แสดงให้เห็นว่าการใช้ตัวอย่าง 0.50 กรัม ให้ความแม่นยำที่สูงกว่า การใช้ตัวอย่าง 0.10 กรัม ส่วนการทดสอบความน่าเชื่อถือของข้อมูลทางสถิติ โดยการทดสอบค่า F (The F test) ⁽⁷²⁾ ระหว่างวิธี direct method และ addition method ที่ปริมาณตัวอย่าง 0.10 กรัม ได้ F จากการคำนวณเท่ากับ 1.78 น้อยกว่าค่า F จากตาราง (ที่ระดับความเชื่อมั่น 95 % $n = 10$, $F = 2.98$) สรุปได้ว่าที่ปริมาณตัวอย่าง 0.10 กรัม วิธีวิเคราะห์ทั้ง 2 วิธีนี้ไม่แตกต่างกันตามความแม่นยำอย่างมีนัยสำคัญ ส่วนที่ปริมาณ 0.50 กรัม F จากการคำนวณได้เท่ากับ 6.42 มากกว่า F จากตาราง สรุปได้ว่าที่ปริมาณตัวอย่าง 0.50 กรัม วิธีวิเคราะห์ทั้ง 2 วิธีนี้แตกต่างกันตามความแม่นยำอย่างมีนัยสำคัญ

2. วิธีสกัด ทำได้โดยชั่งตัวอย่างกิน y 0.10 และ 0.50 กรัม

จำนวน 10 ครั้ง ทำการย่อยสลายแล้วทำให้อยู่ในรูปดีบุก (IV) ไอโอไดค์สกัดเข้าไปในชั้นโทลูอีน แล้วสกัดกลับมากในชั้นน้ำควยสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์และทำการวิเคราะห์หาไนโตรเจนที่เหมาะสม (รายละเอียดอยู่ในบทที่ 3) คำนวณหาปริมาณดีบุก ผลการทดลองทั้งนี้แสดงไว้ในตารางที่ 43

ตารางที่ 43 ผลการวิเคราะห์ตัวอย่าง γ โดยวิธีสเปกโตรโฟโตเมตรี (วิธีสกัด)

สารละลายที่	Absorbance		ปริมาณที่พบ (ppm)	
	ตัวอย่าง 0.10 g	ตัวอย่าง 0.50 g	ตัวอย่าง 0.10 g	ตัวอย่าง 0.50 g
1	0.025	0.075	653.6	392.2
2	0.012	0.070	313.7	366.0
3	0.012	0.058	313.7	303.3
4	0.030	0.065	784.3	339.9
5	0.015	0.070	392.2	366.0
6	0.032	0.082	836.6	424.8
7	0.018	0.062	470.6	324.2
8	0.030	0.080	784.3	418.30
9	0.028	0.050	732.0	261.4
10	0.022	0.042	575.2	219.6
$\bar{X}$	0.022	0.066	585.6	341.6
S.D.	7.72×10^{-3}	1.31×10^{-2}	201.83	66.40
% R.S.D.	35.09	19.85	34.46	19.44

หมายเหตุ ตัวอย่างกิน γ กราฟละเอียดในเมทที่ 2 (ตารางที่ 9)

จากตารางที่ 43 ผลการวิเคราะห์หัตถ์อย่างดิน γ ปริมาณ 0.10 g และ 0.50 g พบความเบี่ยงเบนมาตรฐาน (S.D.) เป็น 201.83 และ 66.40 และเปอร์เซ็นต์ความเบี่ยงเบนมาตรฐานสัมพัทธ์เป็น 34.46 และ 19.44 ตามลำดับ แสดงให้เห็นว่าการใช้หัตถ์อย่าง 0.50 g ให้ความแม่นยำที่สูงกว่าการใช้หัตถ์อย่าง 0.10 g สอดคล้องกับวิธีไม่สกัด ส่วนการทดสอบความน่าเชื่อถือของข้อมูลทางสถิติ โดยการทดสอบค่า F (72) (ตารางที่ 42 และ 43) ระหว่างวิธีไม่สกัด (direct method) กับวิธีสกัด ปริมาณหัตถ์อย่าง 0.10 และ 0.5 g ได้ค่า F จากการคำนวณเท่ากับ 1.58 และ 2.80 ตามลำดับ ซึ่งมีค่าน้อยกว่าค่า F จากตาราง (ที่ระดับความเชื่อมั่น 95 % $n = 10$, $F = 2.98$) ทั้งคู่สรุปได้ว่าปริมาณหัตถ์อย่าง 0.10 และ 1.50 g วิธีวิเคราะห์ทั้ง 2 นี้ ไม่แตกต่างกันด้านความแม่นยำอย่างมีนัยสำคัญ ในทำนองเดียวกัน ระหว่างวิธีไม่สกัด (addition method) กับวิธีการสกัด ปริมาณหัตถ์อย่าง 0.10 และ 0.50 g ได้ค่า F จากการคำนวณเท่ากับ 1.12 และ 2.29 ตามลำดับ ซึ่งมีค่าน้อยกว่า F จากการคำนวณทั้งคู่สรุปได้ว่าปริมาณหัตถ์อย่าง 0.10 และ 0.50 g วิธีการวิเคราะห์ทั้ง 2 วิธีนี้ไม่แตกต่างกันด้านความแม่นยำอย่างมีนัยสำคัญ

ง. การวิเคราะห์หัตถ์อย่าง

- 1) วิธีไม่สกัด ทำได้โดยชั่งหัตถ์อย่างดินและตะกอนท้องน้ำ ปริมาณ 0.50 g (ยกเว้นหัตถ์อย่างดิน 16 ปริมาณ 0.25 g) ทำการย่อยสลายและวิเคราะห์ภายใต้สภาวะที่เหมาะสม โดยวิธี direct method และ addition method คำนวณหาปริมาณที่ถูกต้องและค่าร้อยละการกลับคืน ผลการทดลองทั้งแสดงไว้ในตารางที่ 44

ตารางที่ 44 ผลการวิเคราะห์หาค่ายาทั้งและตะกอนของน้ำ โดยวิธีสเปกโตรโฟโตเมทรี (วิธีไม่สกัด)
ก. หายาก

ตัวอย่าง (Number)	Absorbance				ปริมาณที่พบ (ppm)		% recovery
	เก็บSn (IV) 0.0 µg	เก็บSn (IV) 5.0 µg	เก็บSn (IV) 10.0 µg	เก็บSn (IV) 15.0 µg	Direct method	Addition method	
1	0.051	0.070	0.091	0.105	255.0	265.0	95.0
2	0.031	0.049	0.066	0.086	150.0	155.0	90.8
3	0.058	0.074	0.094	0.112	287.5	300.0	95.6
4	0.082	0.100	0.118	0.132	407.5	462.5	90.0
5	0.048	0.064	0.086	0.105	237.5	235.0	91.9
6	0.035	0.056	0.076	0.096	175.0	180.0	104.2
7	0.060	0.076	0.089	0.111	300.0	322.5	79.2
8	0.040	0.058	0.078	0.098	200.0	192.5	93.2
9	0.045	0.066	0.088	0.108	225.0	215.0	105.1
10	0.044	0.060	0.080	0.098	220.0	235.0	86.4
11	0.106	0.122	0.138	0.150	532.5	702.5	76.7
12	0.092	0.104	0.121	0.135	457.5	605.0	67.1
13	0.088	0.101	0.120	0.139	437.5	475.0	78.2
14	0.062	0.082	0.096	0.114	312.5	360.0	88.2
15	0.061	0.076	0.095	0.115	305.0	317.5	83.3
16	0.085	0.090	0.095	0.098	850.0	1,930.0	23.9
x	0.042	0.061	0.082	0.101	212.5	200.0	96.0
y	0.094	0.115	0.132	0.152	492.5	552.5	85.3

๗. ศึกษารายละเอียดของห้องน้ำ

ตัวอย่าง (Number)	Absorbance				ปริมาณที่เติม (ppm)		%
	เติม Sn (IV) 0.0 µg	เติม Sn (IV) 5.0 µg	เติม Sn (IV) 10.0µg	เติม Sn (IV) 15.0 µg	Direct method	Addition method	
1	0.026	0.046	0.066	0.089	132.5	132.5	101.4
2	0.064	0.088	0.104	0.125	317.5	300.0	107.5
3	0.018	0.039	0.059	0.080	87.5	85.0	106.5
4	0.031	0.054	0.072	0.092	155.0	165.0	106.3
5	0.025	0.042	0.072	0.085	125.0	115.0	104.0
6	0.014	0.038	0.056	0.079	67.5	62.5	114.7
7	0.020	0.041	0.060	0.080	100.0	100.0	101.2
8	0.020	0.040	0.060	0.082	100.0	97.5	101.4
9	0.045	0.066	0.085	0.110	225.0	225.0	105.8
10	0.076	0.099	0.110	0.136	380.0	377.5	104.2
11	0.025	0.041	0.065	0.085	125.0	125.0	96.7
12	0.011	0.032	0.054	0.075	55.0	50.0	107.2
13	0.049	0.072	0.094	0.109	245.0	290.0	110.0
14	0.078	0.098	0.118	0.137	392.5	407.5	99.2
15	0.039	0.058	0.080	0.104	195.0	190.0	102.8

หมายเหตุ 1. ศึกษารายละเอียดของห้องน้ำดูรายละเอียดในตอนที่ 2 (ตารางที่ 7,8 และ 9)

2. ค่าต่าง ๆ ในตารางที่ 44 เป็นค่าเฉลี่ยจากการวิเคราะห์ 2 ครั้ง

จากการวางที่ 44 ในตัวอย่างทั้งหมดจำนวน 33 ตัวอย่าง ตัวอย่างดินและตะกอนท้องน้ำจำนวน 18 และ 15 ตัวอย่างตามลำดับ พบว่าปริมาณที่พบที่วิเคราะห์ได้โดยวิธี direct method และ addition method สูงสุดและต่ำสุดในตัวอย่างดินอยู่ในช่วง 150.0-850.0 และ 155.0-1,930.0 ppm ในตัวอย่างตะกอนท้องน้ำอยู่ในช่วง 55.0-392.5 และ 50.0-407.5 ppm ตามลำดับ และมี % recovery สูงสุดและต่ำสุดในตัวอย่างดินและตะกอนท้องน้ำในช่วง 23.9-104.2 และ 96.7-110.0 ตามลำดับ จากผลการวิเคราะห์จะเห็นได้ว่าปริมาณที่พบโดยเฉลี่ยในตัวอย่างดินสูงกว่าในตัวอย่างตะกอนท้องน้ำและการวิเคราะห์โดยวิธี direct method และ addition method มีค่าใกล้เคียงกัน ส่วนการทดสอบความน่าเชื่อถือของข้อมูลทางสถิติในการวิเคราะห์ตัวอย่างทั้งหมด 33 ตัวอย่างทั้งตัวอย่างดินและตะกอนท้องน้ำ ที่ปริมาณตัวอย่าง 0.50 g โดยการทดสอบค่า t (The t test)⁽⁷²⁾ ระหว่างวิธี direct method กับวิธี addition method (ตารางที่ 44) ได้ค่า t จากการคำนวณเท่ากับ 1.53 น้อยกว่า t จากการวาง (ที่ระดับความเชื่อมั่น 95 % $n = \infty$ $t = 1.960$) สรุปได้ว่าผลการวิเคราะห์ทั้ง 2 วิธีนี้ให้ผลการวิเคราะห์ที่ไม่แตกต่างกันอย่างมีนัยสำคัญ

2) โดยวิธีสกัด

2.1 สารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ ทำได้โดยชั่งตัวอย่างดินและตะกอนท้องน้ำ ปริมาณ 0.50 g ทำการย่อยสลายแล้วทำให้อยู่ในรูปที่บุง (IV) ไฮโอโคคสกัดเข้าไปในชั้นโพลูอินแล้วสกัดกลับมาในชั้นน้ำ ค่ายสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์และทำการวิเคราะห์ภายใต้สภาวะที่เหมาะสม คำนวณหาปริมาณที่พบได้ผลการทดลองดังแสดงไว้ในตารางที่ 45

ตารางที่ 45 ผลการวิเคราะห์ตัวอย่างดินและตะกอนท้องน้ำโดยวิธีสเปกโตรโฟโตเมตรี
(วิธีสกัดด้วยสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์)

ตัวอย่าง (Number)	Absorbance		ปริมาณที่พบ (ppm)	
	ตัวอย่างดิน	ตัวอย่างตะกอน ท้องน้ำ	ตัวอย่างดิน	ตัวอย่างตะกอน ท้องน้ำ
1	0.018	0.000	108.0	ND
2	0.008	0.032	48.0	192.0
3	0.020	0.005	120.0	30.0
4	0.045	0.005	270.0	30.0
5	0.015	0.002	90.0	12.0
6	0.005	0.002	30.0	12.0
7	0.018	0.002	108.0	12.0
8	0.000	0.005	ND	30.0
9	0.002	0.022	12.0	132.0
10	0.000	0.050	ND	300.0
11	0.035	0.008	210.0	48.0
12	0.038	0.000	228.0	ND
13	0.035	0.035	210.0	210.0
14	0.010	0.065	60.0	390.0
15	0.012	0.028	72.0	168.0
16	0.065	-	390.0	-
x	0.008	-	45.0	-
y	0.061	-	366.0	-

หมายเหตุ 1. ตัวอย่างดินและตะกอนท้องน้ำทุกรายละเอียดในแผนที่ 2 (ตารางที่ 7, 8

และ 9

2. ค่าต่าง ๆ ในตารางที่ 41 นี้ ได้จากการวิเคราะห์ 1 ครั้ง ยกเว้นใน
ตัวอย่าง x และ y เป็นค่าเฉลี่ยจากการวิเคราะห์ 2 ครั้ง

3. ND = non - detectable

4. - ไม่มีผลการวิเคราะห์

จากตารางที่ 45 พบว่าปริมาณตะกั่วที่วิเคราะห์ได้สูงสุดและต่ำสุดในตัวอย่างดินและตะกอนท้องน้ำอยู่ในช่วง 12.0 - 390.0 ppm เช่นเดียวกันและจากผลการวิเคราะห์ปริมาณตะกั่วโดยเฉลี่ยในตัวอย่างดินมากกว่าในตะกอนท้องน้ำเล็กน้อย เมื่อเปรียบเทียบกับวิธีไม่สกัด (ตารางที่ 44) ได้ผลการวิเคราะห์ปริมาณตะกั่วที่ต่ำลงในทุก ๆ ตัวอย่าง ทั้งนี้เพราะวิธีไม่สกัดไม่สามารถสกัดตะกั่วที่รวมกันได้มากพอ เมื่อใช้วิธีสกัดทำให้ตะกั่วที่รวมกันหลุดลงหรือหายไป สอดคล้องกับการศึกษาผลของปริมาณตัวอย่างที่ว่าวิธีไม่สกัดมีตะกั่วที่รวมกันที่ *masking agent* (กรดแอสคอร์บิกและกรดทาร์ทาริก) ไม่สามารถกำจัดได้ (ตารางที่ 41) ส่วนการทดสอบความน่าเชื่อถือของข้อมูลทางสถิติในการวิเคราะห์ตัวอย่างทั้งหมด 33 ตัวอย่างทั้งตัวอย่างดินและตะกอนท้องน้ำ ที่ปริมาณตัวอย่าง 0.50 g โดยการทดสอบค่า t (72) ระหว่างวิธีไม่สกัด (ทั้งวิธี *direct method* และ *addition method*) กับวิธีสกัดด้วยสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ (ตารางที่ 44 และ 45) ได้ค่า t จากการคำนวณเท่ากับ 9.07 และ 4.32 ตามลำดับ ซึ่งทั้ง 2 ค่ามีค่ามากกว่า t จากตาราง (ที่ระดับความเชื่อมั่น 95 % $n = 26$, $t = 2.060$) สรุปได้ว่าวิธีวิเคราะห์ทั้ง 2 วิธีที่เปรียบเทียบกันทั้งหมดให้ผลการวิเคราะห์ที่แตกต่างกันอย่างมีนัยสำคัญ

2.2 สารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ตามด้วยสารละลายไฮโดรคลอริก

ทำได้โดยชั่งตัวอย่างดินและตะกอนท้องน้ำ ประมาณ 0.50 g ทำการย่อยสลายแล้วทำให้อยู่ในรูปตะกั่ว (IV) ไฮโอไซด์ สกัดเข้าไปในชั้นโพธิ์แล้วสกัดกลับมาในชั้นน้ำด้วยสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ตามด้วยสารละลายกรดไฮโดรคลอริกและทำการวิเคราะห์ภายใต้สภาวะที่เหมาะสม คำนวณหาปริมาณตะกั่ว ได้ผลการทดลองดังแสดงในตารางที่ 46

ตารางที่ 46 ผลการวิเคราะห์ตัวอย่างดินและตะกอนท้องน้ำโดยวิธีสเปกโตรโฟโตเมตรี (วิธีสกัดด้วยสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ตามด้วยสารละลายกรดไฮโดรคลอริก)

ตัวอย่าง (Number)	Absorbance		ปริมาณที่พบ (ppm)	
	ตัวอย่างดิน	ตัวอย่างตะกอน ท้องน้ำ	ตัวอย่างดิน	ตัวอย่างตะกอน ท้องน้ำ
1	0.021	0.000	109.8	ND
2	0.014	0.036	73.2	188.2
3	0.027	0.012	141.2	62.7
4	0.042	0.008	222.2	39.2
5	0.021	0.005	109.8	26.1
6	0.011	0.004	57.5	18.3
7	0.025	0.000	130.7	ND
8	0.006	0.009	31.4	47.1
9	0.006	0.028	34.0	143.8
10	0.001	0.070	5.2	366.0
11	0.052	0.012	269.3	65.4
12	0.046	0.001	240.5	5.2
13	0.054	0.050	279.7	261.4
14	0.014	0.066	70.6	347.7
15	0.020	0.030	104.6	156.9
16	0.102	-	509.8	-
x	0.005	-	26.2	-
y	0.072	-	379.1	-

หมายเหตุ 1. ตัวอย่างดินและตะกอนท้องน้ำทุกรายละเอียดแยกในแผนที่ 2 (ตารางที่ 7, 8 และ 9)

2. ค่าต่าง ๆ ในตารางที่ 46 นี้เป็นค่าเฉลี่ยจากการวิเคราะห์ 2 ครั้ง ยกเว้นในตัวอย่างตะกอนท้องน้ำ 2 และ 3 ได้จากการวิเคราะห์ 1 ครั้ง

3. ND = non - detectable

4. - ไม่มีผลการวิเคราะห์

จากตารางที่ 46 พบว่าปริมาณตะกั่วที่วิเคราะห์ได้สูงสุดและต่ำสุดในตัวอย่างดินและตะกอนท้องน้ำอยู่ในช่วง 5.2 - 509.8 และ 5.2 - 366.0 ppm ตามลำดับ จากผลการวิเคราะห์ปริมาณตะกั่วโดยเฉลี่ยในตัวอย่างดินมากกว่าในตะกอนท้องน้ำ เมื่อเปรียบเทียบวิธีสกัดด้วยสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ (ตารางที่ 45) ได้ผลการวิเคราะห์ปริมาณตะกั่วมีค่าสูงกว่าบ้างหรือต่ำกว่าบ้าง แต่ส่วนมากสูงกว่า ทั้งนี้อาจเนื่องมาจากว่าประสิทธิภาพการสกัดของตะกั่ว (IV) ไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์กับน้ำด้วยสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ ตามด้วยสารละลายกรดไฮโดรคลอริก ดีกว่าการสกัดด้วยสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ (รายละเอียดอยู่ในบทที่ 3) รวมถึงการชักตัวอย่าง และเมื่อเปรียบเทียบวิธีไม่สกัด (ตารางที่ 44) ได้ผลการวิเคราะห์ปริมาณตะกั่วที่ต่ำลงในทุกตัวอย่างเช่นเดียวกันกับการสกัดด้วยสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ (ตารางที่ 45) ส่วนการทดสอบความน่าเชื่อถือของข้อมูลทางสถิติในการวิเคราะห์ตัวอย่างทั้งหมด 33 ตัวอย่าง ทั้งตัวอย่างดินและตะกอนท้องน้ำที่ปริมาณ 0.50 g โดยการทดสอบค่า t ⁽⁷²⁾ ระหว่างวิธีไม่สกัด (ทั้งวิธี direct method และวิธี addition method) กับวิธีสกัดด้วยสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ ตามด้วยสารละลายกรดไฮโดรคลอริก (ตารางที่ 44 และ 46) ได้ค่า t จากการคำนวณเท่ากับ 9.31 และ 4.23 ตามลำดับ ซึ่งทั้ง 2 ค่ามีค่ามากกว่า t จากตาราง (ที่ระดับความเชื่อมั่น 95 % $t = 26$, $t = 2.060$) ส่วนระหว่างวิธีสกัดด้วยสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์กับวิธีสกัดด้วยสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ตามด้วยสารละลายกรดไฮโดรคลอริก (ตารางที่ 45 และ 46) ได้ค่า t จากการคำนวณเท่ากับ 3.25 มากกว่าจากตาราง สรุปได้ว่าวิธีวิเคราะห์ทั้ง 2 วิธีที่เปรียบเทียบกันทั้งหมดนี้ให้ผลการวิเคราะห์ที่แตกต่างกันอย่างมีนัยสำคัญ

5.2.3 สรุปผลการทดลอง

จากการวิเคราะห์หาปริมาณตะกั่วในตัวอย่างดินและตะกอนท้องน้ำ จำนวน 33 ตัวอย่าง เป็นตัวอย่างดินและตะกอนท้องน้ำจำนวน 18 และ 15 ตัวอย่าง ตามลำดับโดยวิธีสเปกโตรโฟโตเมทรี โดยนิกาเลอินเป็น complexing agent ได้สภาวะที่เหมาะสมในการย่อยสลายคั่งนี้ ซึ่งตัวอย่าง 0.50 g ย่อยด้วยแอมโมเนียมไฮโดรอกไซด์ 2.0 g

ความแม่นยำของการวิเคราะห์ห้วยตัวอย่าง 0.50 g ให้ผลที่ดีกว่าการวิเคราะห์ห้วยตัวอย่าง 0.10 g ในการวิเคราะห์ห้วยตัวอย่างวิธีนี้ไม่สักระยะจะมีผลรวมของไอออนอื่น ซึ่งแสดงให้เห็นได้ชัดเจนจากการวิเคราะห์โดยใช้ห้วยตัวอย่างปริมาณต่าง ๆ ให้ผลการวิเคราะห์ที่แตกต่างกันมาก ซึ่งวิธี direct method และ addition method ไม่สามารถแสดงให้เห็นได้ รวมทั้ง % recovery ที่มีค่าใกล้เคียง 100 จนอาจเห็นว่าการวิเคราะห์ที่ใดไม่มีผลรวมจากไอออนอื่น ทั้งนี้เนื่องจากว่าผลรวมจากไอออนอื่นมีค่ามากจน masking agent (กรดแอสคอบิก และกรดทาร์ทาริก) ที่ใช้ไม่สามารถกำจัดผลรวมกันได้ ค่าการดูดกลืนแสงส่วนใหญ่จึงเป็นของไอออนที่รบกวน แม้ว่าจะใช้วิธี Standard addition ก็ตาม ก็ไม่สามารถทำให้ได้ (IV) ไอออนเกินกว่าไอออนที่รบกวนได้เมื่อคำนวณปริมาณที่ได้ออกมาจากการวิเคราะห์ห้วยตัวอย่างต่าง ๆ ที่มีค่าการดูดกลืนแสงใกล้เคียงกัน จึงทำให้ปริมาณที่พบในห้วยตัวอย่างที่มีปริมาณน้อยมากกว่าปริมาณที่พบในห้วยตัวอย่างที่มีปริมาณมากอย่างมาก นอกจากนี้ยังแสดงให้เห็นได้จากความแตกต่างของปริมาณที่พบในการวิเคราะห์ที่ใดโดยวิธีไม่สักระยะและวิธีสักระยะ ซึ่งมีค่าแตกต่างกันมาก โดยวิธีไม่สักระยะมีปริมาณที่พบที่วิเคราะห์ที่ใดสูงกว่าวิธีสักระยะ ทั้งนี้เนื่องจากว่าการรบกวนของไอออนที่เป็นอิสระโดยมีกาเลียมที่มากพอ เกิดสารประกอบเชิงซ้อนที่ดูดกลืนแสงที่มีความยาวคลื่นที่เขียวหรือใกล้เคียงสารประกอบเชิงซ้อน $\text{Sn(IV)}-\text{Gallein}$ ทำให้ค่าการดูดกลืนแสงสูงขึ้น เมื่อคำนวณปริมาณที่พบจึงได้มากกว่าเป็นจริง เมื่อใช้การสกัดซึ่งกำจัดไอออนต่าง ๆ ก่อนการดำเนินการปฏิบัติการกับกาเลียม ซึ่งจะเป็นการลดหรือขจัดไอออนที่รบกวนไปก่อนดำเนินการ จึงทำให้เหลือแต่ที่พบ (IV) ไอออนที่จะดำเนินการปฏิบัติการกับกาเลียม ปริมาณที่คำนวณได้จึงเป็นเฉพาะของที่พบเท่านั้น ไม่ได้มีของไอออนที่รบกวนปนอยู่ด้วย จากผลการวิเคราะห์ทั้งกล่าวนี้แสดงให้เห็นว่าวิธีไม่สักระยะไม่เหมาะสมในการวิเคราะห์ห้วยตัวอย่างปริมาณที่พบในดินและตะกอนท้องน้ำ

ดังนั้น ในการรายงานผลการวิเคราะห์ห้วยตัวอย่างดินและตะกอนท้องน้ำ จะใช้ผลการวิเคราะห์โดยวิธีสักระยะด้วยสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ และวิธีสักระยะด้วยสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ ตามด้วยสารละลายกรดไฮโดรคลอริก โดยทั้ง 2 วิธีนี้ให้

ผลการวิเคราะห์ที่ไม่แตกต่างกันนัก โดยการสกัดด้วยสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ วิเคราะห์ได้ปริมาณที่มากที่สุดและต่ำสุดในตัวอย่างดินและตะกอนท้องน้ำในช่วง 12.0-390.0 ppm เช่นเดียวกัน ส่วนการสกัดด้วยสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ตามด้วยสารละลายกรดไฮโดรคลอริก วิเคราะห์ได้ปริมาณที่มากที่สุดและต่ำสุดในตัวอย่างดินและตะกอนท้องน้ำในช่วง 5.2-509.8 และ 5.2-366.0 ppm ตามลำดับ โดยผลการวิเคราะห์ปริมาณที่พบโดยเฉลี่ยในตัวอย่างดินมากกว่าในตะกอนท้องน้ำ

จากการทดสอบความแม่นยำของข้อมูลทางสถิติในการวิเคราะห์ตัวอย่างจำนวน 10 ครั้ง โดยการทดสอบค่า F ที่ระดับความเชื่อมั่น 95 % ระหว่างวิธี direct method กับวิธี addition method ที่ปริมาณตัวอย่าง 0.10 g พบว่าวิธีวิเคราะห์ทั้ง 2 วิธีไม่แตกต่างกันด้านความแม่นยำอย่างมีนัยสำคัญ ส่วนที่ปริมาณตัวอย่าง 0.50 g พบว่าวิธีวิเคราะห์ทั้ง 2 วิธีแตกต่างกันด้านความแม่นยำอย่างมีนัยสำคัญ ส่วนระหว่างวิธีไม่สกัด (ทั้งวิธี direct method และวิธี addition method) กับวิธีสกัดด้วยสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ ที่ปริมาณตัวอย่าง 0.10 และ 0.50 g พบว่าวิธีวิเคราะห์ทั้ง 2 วิธีที่เปรียบเทียบกันทั้งหมดไม่แตกต่างกันด้านความแม่นยำอย่างมีนัยสำคัญ ส่วนการทดสอบความน่าเชื่อถือของข้อมูลทางสถิติในการวิเคราะห์ตัวอย่างทั้งหมด 33 ตัวอย่างทั้งตัวอย่างดินและตะกอนท้องน้ำ ที่ปริมาณตัวอย่าง 0.50 g โดยการทดสอบค่า t ที่ระดับความเชื่อมั่น 95 % ระหว่างวิธี direct method กับวิธี addition method พบว่าวิธีวิเคราะห์ทั้ง 2 วิธีผลการวิเคราะห์ที่ไม่ต่างกันอย่างมีนัยสำคัญ ส่วนระหว่างวิธีสกัดด้วยสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์กับวิธีสกัดด้วยสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ ตามด้วยสารละลายกรดไฮโดรคลอริก และระหว่างวิธีไม่สกัด (ทั้งวิธี direct method และวิธี addition method) กับวิธีสกัด (ทั้งสกัดด้วยสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์และสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ตามด้วยสารละลายกรดไฮโดรคลอริก) พบว่าวิธีวิเคราะห์ทั้ง 2 วิธีที่เปรียบเทียบกันทั้งหมดให้ผลการวิเคราะห์ที่ต่างกันอย่างมีนัยสำคัญ

5.3 วิธีเหิยบสี (46 ,56)

หลักการและวิธีการโดยทั่วไปเป็นเช่นเดียวกับวิธีสเปคโตรโฟโตเมทรี โดยใช้กาเลอินเป็น **complexing agent** เนื่องจากวิธีสเปคโตรโฟโตเมทรีที่ทำในวิทยานิพนธ์นี้ได้มาจากการคัดแปลงและศึกษารายละเอียดจากวิธีเหิยบสีมา เพื่อให้การวิเคราะห์ได้ข้อมูลที่มีความละเอียดและน่าเชื่อถือยิ่งขึ้น โดยใช้เครื่องมือแทนการคาดคะเนจากการเหิยบสี ซึ่งเป็นการลดความคลาดเคลื่อนของวิธีการวิเคราะห์นี้ ในการวิเคราะห์หาปริมาณที่ได้ค่าแน่นอน

5.3.1 การทดลอง

ก. เครื่องมือและอุปกรณ์ที่ใช้

เช่นเดียวกับหัวข้อ 3.3.1 ในบทที่ 3

ข. สารเคมีและการเตรียมสารละลาย

เช่นเดียวกับหัวข้อ 3.3.2 และ 3.3.3 ในบทที่ 3 ยกเว้น

สารละลายคลอโรอาซิเทค 1% เตรียมโดยชั่งกรดคลอโรอาซิติก 90.0 g โซเดียมคลอโรอาซิเทค 75.0 g และกรดแอสคอบิก 10.0 g ละลายด้วยน้ำกลั่น ทำปริมาตรให้ได้ 1 dm³ ในขวดปริมาตร หรือเตรียมโดยละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ 26.0 g ในน้ำกลั่น 400 cm³ ทิ้งให้เย็นแล้วผสมด้วยสารละลายระหว่างกรดคลอโรอาซิติก 106.0 g และกรดแอสคอบิก 10.0 g ปริมาตร 400 cm³ ในขณะที่เย็น ทำให้มีปริมาตร 1 dm³ ในขวดปริมาตร

5.3.2 วิธีการทดลองและผลการทดลอง

การวิเคราะห์หาปริมาณตะกั่วในดินและตะกอนท้องน้ำ โดยวิธีเหิยบสี โดยมีกาเลอินเป็น **complexing agent** ทำได้โดยชั่งตัวอย่างดินและตะกอนท้องน้ำ ปริมาณ 0.10 g ใส่ในหลอดแก้วทนไฟขนาด 18 x 180 mm เติมแอมโมเนียไฮดรอกไซด์ 0.50 g ผสมคลุกเคล้าให้เข้ากัน นำไปย่อยสลายโดยการหลอมเหลวโดยใช้เปลวไฟจากตะเกียงแก๊ส จนแอมโมเนียไฮดรอกไซด์หมดไป โดยระงับอย่าให้มี

ไอของคีมุก (IV) ไอไอโคคและไอไอคีนออกจากภาชนะที่วิเคราะห์ บ่อยครั้งให้เป็น
 เติมสารละลายกรดไฮโดรคลอริก (1N) 10 cm³ ล้างสารที่ตกค้างจากภาชนะที่วิเคราะห์
 ทำสารละลายให้เข้ากันด้วยเครื่องปั่น (mixer) แล้วนำไปอุ่นบน water bath
 เป็นเวลา 15 นาที ทำสารละลายให้เข้ากันอีกครั้งหนึ่ง ทำสารละลายให้เป็นและนอน
 นอนอย่างน้อย 30 นาที ตักสารละลายที่ได้ปริมาตร 10 cm³ ไปทำการวิเคราะห์หา
 ปริมาณคีมุก โดยใส่ในหลอดเกลียวขนาด 20 x 150 mm เติมสารละลายเจลาติน
 (1%) 0.2 cm³ สารละลายคลอโรอาซิแทบิฟเฟอร์ 4 cm³ และสารละลายกาเลอิน
 (0.05%) 0.1 cm³ ปั่นจนเกลียวแข็งสารละลายให้เข้ากันทิ้งไว้เป็นเวลา 30 นาที
 แล้วนำมาทำการเทียบสีกับสารละลายคีมุกมาตรฐานที่เตรียมไว้ในช่วงความเข้มข้น 0.0-
 5.0 µg / 5.3 cm³ คำนวณปริมาณคีมุก ได้ผลการวิเคราะห์ทั้งแสดงไว้ในตารางที่ 47

ตัวอย่างการคำนวณหาปริมาณคีมุก

ตัวอย่าง 0.10 g เทียบสีได้ = 2.0 µg

สารละลายทั้งหมด 10 cm³ ใน 1 cm³ มีปริมาณคีมุก = 2.0 µg

∴ ใน 10 cm³ มีปริมาณคีมุก = 20.0 µg

ตัวอย่าง 0.10 g มีปริมาณคีมุก = 20.0 µg

ตัวอย่าง 1.00 g มีปริมาณคีมุก = $\frac{20.0 \times 1.00}{0.10}$ µg

∴ ปริมาณคีมุกในตัวอย่าง = 200.0 µg/cm³

หรือ ppm

ตารางที่ 47 ผลการวิเคราะห์ตัวอย่างดินและตะกอนของน้ำโดยวิธีเทียบสี

ปริมาณ ดินที่ผสม (ppm)	ตัวอย่าง (Number)	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15	16	X	Y
ตัวอย่างดิน	25.0	ND	ND	100.0	150.0	25.0	ND	25.0	ND	25.0	ND	150.0	100.0	100.0	25.0	ND	500.0	ND	500.0
ตัวอย่างตะกอนของน้ำ	ND	ND	ND	ND	25.0	50.0	ND	ND	ND	50.0	100.0	25.0	ND	125.0	75.0	25.0	-	-	-

หมายเหตุ 1. ตัวอย่างดินและตะกอนของน้ำ ตรวจละเอียดโดยวิธี 2 (ตารางที่ 7,8 และ 9)

2. ND = non - detectable

3. - ไม่มีผลการวิเคราะห์

5.3.3 สรุปผลการทดลอง

จากผลการวิเคราะห์หาปริมาณตะกั่วในตัวอย่างดินและตะกอนท้องน้ำ โดยวิธีเพียสส์ โดยมีกาเลซินเป็น complexing agent (ตารางที่ 47) ของตัวอย่างทั้งหมด 33 ตัวอย่าง เป็นตัวอย่างดินและตะกอนท้องน้ำจำนวน 18 และ 15 ตัวอย่าง โคค่าสูงและต่ำสุดในช่วง 25.0-500.0 ppm และ 25.0-125.0 ppm ตามลำดับและปริมาณตะกั่วโดยเฉลี่ยในตัวอย่างดินมากกว่าในตะกอนท้องน้ำ

5.4 วิธีอะตอมมิคแอสซอพท์ สเปกโตรโฟโตเมทรี 73, 74, 75

อะตอมมิคแอสซอพท์ สเปกโตรโฟโตเมทรี เป็นวิธีการวิเคราะห์หาปริมาณของธาตุอนินทรีย์ต่าง ๆ โดยทั่วไป โดยการทำให้เกิดอะตอมอิสระโดยใช้เปลวไฟจาก burner หรือไม่ใช้เปลวไฟ เช่น ใช้เตาไฟฟ้า แล้วฉายแสงที่มีความเฉพาะเจาะจงของธาตุที่จะวิเคราะห์ ซึ่งเกิดจากการคายพลังงานจากสภาวะกระตุ้นมาสู่สภาวะเสถียรของ hollow cathode lamp โดยมีความยาวคลื่นพอดีกับอะตอมอิสระของธาตุนั้น ๆ ที่จะทำการวิเคราะห์สามารถดูดกลืนแสงได้ ซึ่งค่าการดูดกลืนแสงนี้จะแปรผันกับจำนวนของปริมาณธาตุที่มีอยู่ สามารถคำนวณหาปริมาณธาตุที่จะทำการวิเคราะห์ได้ จากกราฟมาตรฐานที่เตรียมขึ้น

การวิเคราะห์หาปริมาณตะกั่ว โดยวิธีอะตอมมิคแอสซอพท์ สเปกโตรโฟโตเมทรี ในตัวอย่างดินและตะกอนท้องน้ำ นิยมย่อยสลายตัวอย่างโดยใช้แอมโมเนียมไฮโอไดค์ แล้วทำการสกัดตะกั่ว (IV) อีออนออกจากสิ่งรบกวนโดยการสกัดเข้าไปในชั้น organic layer (TOPO-MIBK) ส่วนการทำตะกั่วให้เกิดอะตอมอิสระนั้นต้องใช้อุณหภูมิสูง และเปลวไฟที่ดังขึ้น จึงมีการใช้เปลวไฟแบบ nitrous oxide/acetylene หรือ hydrogen/air ส่วน resonance line ในการวัดค่าการดูดกลืนแสงนั้น ขึ้นกับชนิดของอีออนอื่นที่รบกวน sensitivity ปริมาณตะกั่วในตัวอย่าง ฯลฯ

ในการวิเคราะห์ที่พบ มีอยู่ 4 resonance lines คือ 235.48 , 286.33 300.91 และ 266.12 nm โดยนิยมใช้ที่ resonance line 286.33 nm ในการวิเคราะห์ดินและตะกอนท้องน้ำ โดยสามารถตรวจวัดปริมาณของเหล็กและสังกะสีได้

5.4.1 การทดลอง

ก. เครื่องมือและอุปกรณ์ที่ใช้

เช่นเดียวกับหัวข้อ 3.3.1 ในบทที่ 3 มีเพิ่มเติมดังนี้

1. Varian Techtron AA-7 ผลิตภัณฑ์
Varian Techtron PTY Ltd., Australia
2. Tin Hollow Cathode Lamp ผลิตภัณฑ์
Varian Techtron PTY Ltd., Australia

ข. สารเคมี

เช่นเดียวกับหัวข้อ 3.3.1 ในบทที่ 3 มีเพิ่มเติมดังนี้

1. Methyl isobutyl ketone (MIBK) ผลิตภัณฑ์
May & Baker Ltd., Dagenham, England
2. Tri octyl phosphine oxide (TOPO) ผลิตภัณฑ์
Riedel-De Hannag, Seelze-Hannover, Germany

ค. การเตรียมสารละลาย

1. สารละลายกรดไฮโดรคลอริก (10 %) v/v เตรียมโดยทางกรดไฮโดรคลอริกเข้มข้น 100 cm^3 ละลายในน้ำกลั่นปริมาตร 900 cm^3
2. สารละลายกรดแอสคอบิก (10 %) w/v เตรียมโดยชั่งกรดแอสคอบิก 10.0 g ละลายในน้ำกลั่นปริมาตร 100 cm^3
3. สารละลาย TOPO-MIBK (5 %) w/v เตรียมโดยชั่ง TOPO 20.0 g ละลายใน MIBK 400 cm^3

5.4.2 วิธีการทดลองและผลการทดลอง

การวิเคราะห์หาปริมาณตะกั่วในดินและตะกอนท้องน้ำ โดยวิธีอะตอมมิค-แอซอพชั่น สเปกโตรโฟโตเมตรี ทำได้โดยซึ่งตัวอย่างดินและตะกอนท้องน้ำ ปริมาณ 0.10 และ 0.50 g ใส่ในหลอดแก้วทนไฟขนาด 18 x 180 mm เติมแอมโมเนียมไฮโอไดค์ 0.5 และ 2.0 g ตามลำดับ ผสมคลุกเคล้าให้เข้ากัน นำไปย่อยสลายโดยการหลอมเหลวโดยใช้เปลวไฟจากตะเกียงแก๊ส จนแอมโมเนียมไฮโอไดค์หมดไป โดยระวังอย่าให้มีไอของตะกั่ว (IV) ไฮโอไดค์และไฮโอดีนออกจากภาชนะที่วิเคราะห์ปล่อยไว้ให้เย็น เติมสารละลายกรดไฮโดรคลอริก (10 %) 13 cm³ ล้างสารละลายที่ติดข้างภาชนะที่วิเคราะห์ทำสารละลายให้เข้ากันด้วยเครื่องสั่น (mixer) แล้วนำไปอุ่นบน water bath 15 นาที ทำสารละลายให้เข้ากันอีกครั้งหนึ่ง กรองสารละลายที่ไ้ปริมาณ 10 cm³ ใส่หลอด test tube stopper ขนาด 20 x 180 mm ปิดจุกทิ้งให้เย็น เติมสารละลายกรดแอสคอบิก (10 %) 2 cm³ ปิดจุกเขย่าให้สารละลายเข้ากันจนสีน้ำตาลของไฮโอดีนหายไป เติมสารละลาย TOPO-MIBK 2 cm³ ปิดจุกเขย่านาน 2 นาที ทิ้งให้สารละลายแยกชั้นอย่างสมบูรณ์ เป็นเวลาอย่างน้อย 1 ชั่วโมง ทำการวัดค่าการดูดกลืนแสงโดยเครื่องอะตอมมิคแอซอพชั่น สเปกโตรโฟโตเมตรี Varian Techron AA - 7 ที่สถานะต่าง ๆ ดังนี้ กระแสที่ใช้สำหรับ hollow cathode lamp 5 mA slit width 0.5 nm ความยาวคลื่น 286.3 nm เปลวไฟ nitrous oxide/acetylene ซึ่งเป็น strong reducing สูง 1.5 - 2.0 cm ความสูงของ burner 13 หาปริมาณตะกั่วจากค่าการดูดกลืนแสงที่วัดได้เทียบกับกราฟปริมาณมาตรฐานที่เตรียมขึ้นในช่วงความเข้มข้น 0.0 - 50.0 ppm (ตารางที่ 48 ภูมิที่ 24) ผลการทดลองดังแสดงไว้ในตารางที่ 49

ตัวอย่างการคำนวณหาปริมาณคีนูก

ตัวอย่าง 0.10 g วัดค่าการดูดกลืนแสงได้ = 0.004

จากกราฟมาตรฐานของคีนูก (IV) อีออนรูปที่ 24 $0.004 A = 1.0 \text{ ppm}$

สารละลายที่ใช้ 2 cm^3 ใน 1 cm^3 มีปริมาณคีนูก = 1.0 μg

ใน 2 cm^3 มีปริมาณคีนูก = 2.0 μg

สารละลายทั้งหมด 13 cm^3 ใน 10 cm^3 มีปริมาณคีนูก = 2.0 μg

ใน 13 cm^3 มีปริมาณคีนูก = $\frac{2.0 \times 13}{10} \mu\text{g}$

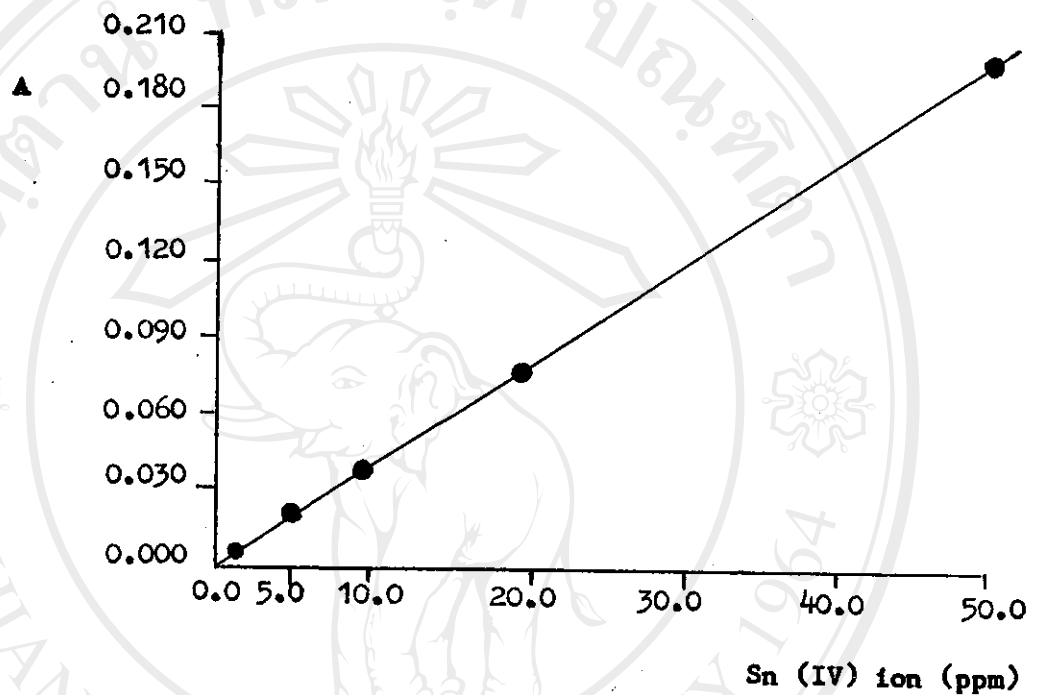
ตัวอย่าง 0.10 g มีปริมาณคีนูก = 2.6 μg

ตัวอย่าง 1.00 g มีปริมาณคีนูก = $\frac{2.6 \times 1.0}{0.1} \mu\text{g}$

$\therefore$ ปริมาณคีนูกในตัวอย่าง = 26.0 $\mu\text{g}/\text{cm}^3$ หรือ ppm

ตารางที่ 48 ความสัมพันธ์ระหว่างค่าการดูดกลืนแสงกับความเข้มข้นคีนูก (IV) อีออน
โดยวิธีอะตอมมิคแอบซอร์ปชัน สเปกโตรโฟโตเมตรี

ปริมาณคีนูก (IV) อีออน (ppm)	1.0	5.0	10.0	20.0	50.0
Absorbance ($A \times 10^2$)	0.4	2.0	4.0	7.9	19.5



รูปที่ 24 กราฟมาตรฐานของทีบุก (IV) อีออน โดยวิธีอะตอมิกแอซซายชัน
สเปกโตรโฟโตเมตรี

ตารางที่ 49 ผลการวิเคราะห์ตัวอย่างดินและตะกอนท้องน้ำโดยวิธีอะตอมมิคแอบซอร์ปชัน
สเปกโตรโฟโตเมทรี
ก. ตัวอย่างดิน

ตัวอย่าง (Number)	Absorbance		ปริมาณที่พบ (ppm)	
	ตัวอย่าง 0.10g	ตัวอย่าง 0.50g	ตัวอย่าง 0.10g	ตัวอย่าง 0.50g
1	0.010	0.037	66.3	49.1
2	0.003	0.014	19.9	18.6
3	0.014	0.042	89.5	55.7
4	0.030	0.098	198.9	130.0
5	0.014	0.039	96.1	51.7
6	0.002	0.007	13.3	9.3
7	0.018	0.022	116.0	29.2
8	0.002	0.009	16.6	11.9
9	0.004	0.014	23.2	18.6
10	0.002	0.006	13.3	8.0
11	0.034	0.110	222.1	145.9
12	0.022	0.072	149.2	95.5
13	0.026	0.102	172.4	135.2
14	0.006	0.017	39.8	22.5
15	0.008	0.041	56.4	56.4
16	0.102	0.433	679.6	574.2
x	0.002	0.013	13.3	17.2
y	0.038	0.095	248.6	126.0

ข. ตัวอย่างตะกอนท้องน้ำ

ตัวอย่าง (Number)	Absorbance		ปริมาณที่พบ (ppm)	
	ตัวอย่าง 0.10 g	ตัวอย่าง 0.50 g	ตัวอย่าง 0.10 g	ตัวอย่าง 0.50 g
1	0.001	0.003	3.3	4.0
2	0.014	0.034	96.2	45.1
3	0.001	0.003	6.6	4.0
4	0.001	0.003	3.3	4.0
5	0.002	0.007	16.6	9.3
6	0.001	0.003	6.6	4.0
7	0.001	0.002	3.3	2.7
8	0.002	0.007	9.9	9.3
9	0.015	0.046	99.5	61.0
10	0.034	0.082	225.4	108.7
11	0.004	0.021	26.5	27.8
12	0.001	0.011	6.6	14.6
13	0.026	0.113	172.4	149.8
14	0.034	0.133	228.7	176.4
15	0.014	0.039	96.1	51.7

- หมายเหตุ 1. ตัวอย่างดินและตะกอนท้องน้ำ ที่รายละเอียดในแผนที่ 2 (ตารางที่ 7, 8 และ 9)
 2. ค่าต่าง ๆ ในตารางที่ 49 ที่ปริมาณตัวอย่าง 0.10 g เป็นค่าเฉลี่ยจากการวิเคราะห์ 2 ครั้ง ที่ปริมาณตัวอย่าง 0.50 g ได้จากการวิเคราะห์ 1 ครั้ง

5.4.3 สรุปผลการทดลอง

จากผลการวิเคราะห์หาปริมาณดีบุก โดยวิธีอะตอมมิคแบบสองขั้น สเปกโทรโฟโตเมตรี (ตารางที่ 49) ของตัวอย่างทั้งหมด 33 ตัวอย่าง เป็นตัวอย่างดินและตะกอนท้องน้ำ จำนวน 18 และ 15 ตัวอย่างตามลำดับ ปริมาณดีบุกที่วิเคราะห์ได้ในตัวอย่างดินและตะกอนท้องน้ำ ได้ค่าสูงสุดและต่ำสุดที่ 0.10 g อยู่ในช่วง 13.3-679.6 และ 3.3-228.7 ppm ที่ 0.50 g อยู่ในช่วง 8.0-574.2 และ 2.7-176.4 ppm ตามลำดับ เมื่อเปรียบเทียบผลการวิเคราะห์ปริมาณดีบุกที่วิเคราะห์ได้ในตัวอย่าง 0.10 g และ 0.50 g พบว่าปริมาณดีบุกที่วิเคราะห์ได้มีค่าสูงกว่าหรือต่ำกว่าบ้าง แต่ส่วนมากการใช้ตัวอย่าง 0.10 g วิเคราะห์พบปริมาณดีบุกที่สูงกว่าการใช้ตัวอย่าง 0.50 g ทั้งนี้อาจเนื่องจากการสูญหายไปของดีบุก (IV) ไอโอไดค์ ในระหว่างการหลอมเหลว โดยการระเหยออกนอกภาชนะที่วิเคราะห์ โดยเฉพาะที่ปริมาณ 0.50 g ซึ่งผู้ทำการทดลองได้พยายามป้องกันการระเหยของดีบุก (IV) ไอโอไดค์โดยใช้น้ำเปียกน้ำพื้นทรายห่อหลอดทอมบน เพื่อให้เกิดการควบแน่นกลับมาก้อนที่จะมีการระเหยรวมกับการยกหลอดออกจากเปลวไฟเมื่อปริมาณดีบุก (IV) ไอโอไดค์และไอโอได้นึกขึ้นในหลอดเป็นจำนวนมาก แต่การป้องกันก็ยังดีไม่เพียงพอ หรือมีผลรบกวนจากอิออนอื่น ซึ่งไม่สามารถขจัดได้หมดโดยการสกัดด้วย TOPO-MIBK และการเลือก resonance line ที่ 283.6 nm แต่คาดว่าอาจจะมีผลเล็กน้อยเนื่องจาก selectivity ของวิธีการ หรือจากการชักตัวอย่างที่ทำกรวิเคราะห์ หรือปริมาณอิออนที่รบกวนที่ลดลงจากการลดปริมาณตัวอย่าง จากเหตุผลดังกล่าวรวมกับการวิเคราะห์ 2 ครั้งในตัวอย่าง 0.10 g ขณะที่ในตัวอย่าง 0.50 g ทำกรวิเคราะห์เพียง 1 ครั้ง จึงใช้ผลการวิเคราะห์ตัวอย่างที่ปริมาณ 0.1 g ในการแสดงผลการวิเคราะห์ปริมาณดีบุก โดยวิธีอะตอมมิคแบบสองขั้นสเปกโทรโฟโตเมตรี ส่วนการทดสอบความน่าเชื่อถือของข้อมูลทางสถิติในการวิเคราะห์ตัวอย่างทั้งหมด 33 ตัวอย่าง ทั้งตัวอย่างดินและตะกอนท้องน้ำ ที่ปริมาณตัวอย่าง 0.50 g โดยการทดสอบค่า t (72) ระหว่างวิธีสเปกโทรโฟโตเมตรี (ทั้งวิธีสกัดด้วย

สารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์และด้วยสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ ตามด้วยสารละลายกรดไฮโดรคลอริก) กับวิธีอะตอมมิกแอสซอร์ปชันสเปกโตรโฟโตเมทรี (ตารางที่ 45, 46 และ 49) ได้ค่า t จากการคำนวณเท่ากับ 3.77 และ 5.58 ตามลำดับ ซึ่งทั้ง 2 ค่ามีค่ามากกว่า t จากตาราง (ที่ระดับความเชื่อมั่น 95 % $n = 26$, $t = 2.060$) สรุปได้ว่าวิธีการวิเคราะห์ทั้ง 2 วิธีที่เปรียบเทียบกันทั้งหมดนี้ ให้ผลการวิเคราะห์ที่แตกต่างกันอย่างมีนัยสำคัญ

5.5 สรุปผลการทดลอง

การย่อยสลายตัวอย่างดินและตะกอนท้องน้ำ โดยใช้แอมโมเนียมไฮดรอกไซด์ ปริมาณตัวอย่างมีผลต่อความแม่นยำในการวิเคราะห์ เมื่อใช้ปริมาณตัวอย่างมาก ผลการวิเคราะห์จะมีความแม่นยำสูง ส่วนปริมาณแอมโมเนียมไฮดรอกไซด์ใช้ปริมาณมากเกินไป ผลการวิเคราะห์ตัวอย่างดินและตะกอนท้องน้ำ โดยวิธีสเปกโตรโฟโตเมทรีต่าง ๆ ก็ยังแสดงไว้ในตารางที่ 50

ลิขสิทธิ์มหาวิทยาลัยเชียงใหม่

Copyright© by Chiang Mai University

All rights reserved

ตารางที่ 50 ผลการวิเคราะห์ตัวอย่างดินและตะกอนท้องน้ำ โดยวิธีสเปกโตรโฟโตเมตรีต่าง ๆ

ก. ตัวอย่างดิน

ตัวอย่าง (Number)	ปริมาณที่พบ (ppm)					AAS
	วิธีปกติ		วิธีสกัด		Colori- metry (เทียบสี)	
	Direct method	Addition method	NaOH	NaOH&HCl		
1	255.0	265.0	108.0	109.8	25.0	66.3
2	155.0	155.0	48.0	73.2	ND	19.9
3	287.5	300.0	120.0	141.2	100.0	89.5
4	407.5	462.5	270.0	222.2	150.0	198.9
5	237.5	235.0	90.0	109.8	25.0	96.1
6	175.0	180.0	30.0	57.5	ND	13.3
7	300.0	322.5	108.0	130.7	25.0	116.0
8	200.0	192.5	ND	31.4	ND	16.6
9	225.0	215.0	12.0	34.0	25.0	23.2
10	220.0	235.0	ND	5.2	ND	13.3
11	532.5	702.5	210.0	269.3	150.0	222.1
12	457.5	605.0	228.0	240.5	100.0	149.2
13	437.5	475.0	210.0	279.7	100.0	172.4
14	312.5	360.0	60.0	70.6	25.0	39.8
15	305.0	317.5	72.0	104.6	ND	56.4
16	850.0	1,930.0	390.0	509.8	500.0	679.6
x	212.5	200.0	45.0	26.1	ND	13.3
y	492.5	552.5	366.0	379.1	500.0	248.6

ข. ตัวอย่างตะกอนท้องน้ำ

ตัวอย่าง (Number)	ปริมาณที่พบ (ppm)					
	วิธีไม่สกัด		วิธีสกัด		Colori- metry (เทียบสี)	AAS
	Direct method	Addition method	NaOH	NaOH & HCl		
1	132.5	132.5	ND	ND	ND	3.3
2	317.5	300.0	192.0	188.2	ND	96.2
3	87.5	85.0	30.0	62.7	ND	6.6
4	155.0	165.0	30.0	39.2	25.0	3.3
5	125.0	115.0	12.0	26.1	50.0	16.6
6	67.5	62.5	12.0	18.3	ND	6.6
7	100.0	100.0	12.0	ND	ND	3.3
8	100.0	97.5	30.0	47.1	ND	9.9
9	225.0	225.0	132.0	143.8	50.0	99.5
10	380.0	377.5	300.0	366.0	100.0	225.4
11	125.0	125.0	48.0	65.4	25.0	26.5
12	55.0	50.0	ND	5.2	ND	6.6
13	245.0	290.0	210.0	261.4	125.0	172.4
14	392.5	407.5	390.0	347.7	75.0	228.7
15	195.0	190.0	168.0	156.9	25.0	96.1

- หมายเหตุ 1. ตัวอย่างดินและตะกอนท้องน้ำ กรวยละเอียดในแม่พิมพ์ 2 (ตารางที่ 7, 8 และ 9)
2. ค่าต่าง ๆ ในตารางที่ 50 เป็นค่าเฉลี่ยจากการวิเคราะห์ 2 ครั้ง ยกเว้นค่าวิธี
การสกัดด้วยสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์และวิธีสกัดด้วยสารละลายโซเดียม
ไฮดรอกไซด์ตามด้วยสารละลายกรดไฮโดรคลอริก ในตัวอย่างตะกอนท้องน้ำ 2 และ
3. ND = non - detectable

ผลการวิเคราะห์ที่บอกในตัวอย่างโดยวิธีสเปกโตรสโกปี (ตารางที่ 50) พบว่าปริมาณที่บอกในตัวอย่างดินและตะกอนท้องน้ำมีดังนี้ คือ วิธีสเปกโตรโฟโตเมตรี วิธีไม่สกัด (direct method) อยู่ในช่วง 155.0-850.0 และ 55.0-392.5 ppm วิธีไม่สกัด (addition method) อยู่ในช่วง 155.0-1930.0 และ 50.0-407.5 ppm วิธีสกัด (สารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์) อยู่ในช่วง 12.0-390.0 และ 12.0-390.0 ppm วิธีสกัด (สารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ตามด้วยสารละลายกรดไฮโดรคลอริก) อยู่ในช่วง 5.2-509.8 และ 5.2-366.0 ppm วิธีอะตอมมิค แอสซอพท์สเปกโตรโฟโตเมตรี อยู่ในช่วง 13.3-679.6 และ 3.3-228.7 ppm และวิธีเพียสซี อยู่ในช่วง 25.0-500 และ 25.0-125.0 ppm ตามลำดับ และปริมาณที่บอกโดยเฉลี่ยของทุกวิธีการในตัวอย่างดินมากกว่าในตะกอนท้องน้ำ

จากผลการวิเคราะห์สนับสนุนว่า การวิเคราะห์ตัวอย่างโดยวิธีสเปกโตรโฟโตเมตรี ควรทำการวิเคราะห์โดยวิธีสกัด เนื่องจากสามารถหลีกเลี่ยงหรือลดอิทธิพลที่รบกวนได้ดีกว่าวิธีไม่สกัด ดังนั้น จึงใช้วิธีสกัดในการรายงานและการวิเคราะห์และเปรียบเทียบด้วยวิธีอื่น เมื่อเปรียบเทียบด้วยวิธีอะตอมมิคแอสซอพท์สเปกโตรโฟโตเมตรี ซึ่งเป็นวิธีที่นิยมใช้และยอมรับในปัจจุบัน พบว่าปริมาณที่บอกที่วิเคราะห์ได้มีค่าสูงกว่าบ้างหรือต่ำกว่าบ้าง แต่ส่วนมากสูงกว่า ทั้งนี้อาจเนื่องจากว่า การชักตัวอย่างหรือยังคงมีอิทธิพลที่รบกวนจากการสกัดด้วยโซลูชันและการใช้ masking agent (กรดแอสคอบิกและกรดทาร์ทาริก) กำจัดได้ไม่หมด ทำปฏิกิริยากับการเจือปนเกิดสารประกอบเชิงซ้อนที่สามารถดูดกลืนแสงใกล้มันแดงหรือที่ใกล้เคียงกับสารประกอบเชิงซ้อน $\text{Sn(IV)} - \text{Gallein}$ ส่วนการเปรียบเทียบด้วยวิธีเพียสซี พบว่ามีค่าปริมาณที่บอกที่วิเคราะห์ได้สูงกว่าบ้างหรือต่ำกว่าบ้าง แต่ส่วนมากสูงกว่า ทั้งนี้อาจเนื่องจากการชักตัวอย่าง การใช้วิธีเพียสซีโดยใช้ตัวทำปฏิกิริยาทดลองเป็น detector มีความละเอียดอ่อนน้อยกว่าเครื่องมือ อิทธิพลที่รบกวนอย่างมากในวิธีเพียสซี และการเพียสซีของสารประกอบเชิงซ้อน $\text{Sn(IV)} - \text{Gallein}$ ซึ่งเตรียมจากคอปเปอร์ (IV) อิทธิพลที่มีความบริสุทธิ์สูง ส่วนในตัวอย่างมี matrix มากมาย เมื่อ

ทำปฏิกิริยากับกาเลอีนอาจเกิดสารประกอบเชิงซ้อนที่มีสีอื่น ซึ่งสามารถบ่งชี้สมมุติฐานของ
สารประกอบเชิงซ้อน $\text{Sn(IV)} - \text{Gallein}$ ได้

จากการทดสอบความแม่นยำของข้อมูลทางสถิติ ในการวิเคราะห์ตัวอย่าง
จำนวน 10 ครั้ง โดยการทดสอบค่า F ที่ระดับความเชื่อมั่น 95 % โดยวิธีสเปก-
โตรโฟโตเมตรี ระหว่างวิธี direct method กับวิธี addition method พบว่า
ที่ปริมาณตัวอย่าง 0.10 g วิธีวิเคราะห์ทั้ง 2 วิธีไม่แตกต่างกันด้านความแม่นยำอย่าง
มีนัยสำคัญ ส่วนที่ปริมาณตัวอย่าง 0.50 g พบว่าวิธีวิเคราะห์ทั้งสองวิธีแตกต่างกันด้าน
ความแม่นยำอย่างมีนัยสำคัญ ส่วนระหว่างวิธีไม่สกัด (ทั้งวิธี direct method และวิธี
addition method) กับวิธีสกัดด้วยสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ พบว่าที่ปริมาณ
ตัวอย่าง 0.10 และ 0.50 g วิธีวิเคราะห์ทั้ง 2 วิธีที่เปรียบเทียบกันทั้งหมดไม่แตก
ต่างกันด้านความแม่นยำอย่างมีนัยสำคัญและจากการทดสอบความน่าเชื่อถือของข้อมูลทาง
สถิติ ในการวิเคราะห์ตัวอย่างทั้งหมด 33 ตัวอย่าง ทั้งตัวอย่างดินและตะกอนพองน้ำ
ที่ปริมาณตัวอย่าง 0.50 g โดยการทดสอบค่า t ที่ระดับความเชื่อมั่น 95 % โดย
วิธีสเปกโตรโฟโตเมตรี (วิธีไม่สกัด) ระหว่างวิธี direct method กับวิธี addition
method พบว่าวิธีวิเคราะห์ทั้ง 2 วิธีให้ผลการวิเคราะห์ที่ไม่แตกต่างกัน ส่วนโดยวิธี
สเปกโตรโฟโตเมตรี (วิธีสกัด) ระหว่างสกัดด้วยสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์กับ
สกัดด้วยสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ตามด้วยสารละลายกรดไฮโดรคลอริก โดยวิธี
สเปกโตรโฟโตเมตรี ระหว่างวิธีไม่สกัด (ทั้งวิธี direct method และ addition
method กับวิธีสกัด (ทั้งสกัดด้วยสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์และสารละลาย
โซเดียมไฮดรอกไซด์ ตามด้วยสารละลายกรดไฮโดรคลอริก) และระหว่างวิธีสเปกโตร
โฟโตเมตรี โดยวิธีสกัด (ทั้งด้วยสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์และสารละลายโซเดียม
ไฮดรอกไซด์ตามด้วยสารละลายกรดไฮโดรคลอริก) กับวิธีอะตอมมิคแอสซอพรี สเปกโตร
โฟโตเมตรี พบว่าวิธีวิเคราะห์ทั้ง 2 วิธีที่เปรียบเทียบกันให้ผลการวิเคราะห์ที่แตก
ต่างกันอย่างมีนัยสำคัญ