

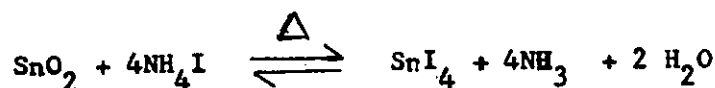
วิจารณ์สรุปผลการทดลองและข้อเสนอนะ

6.1 วิจารณ์และสรุปผลการทดลอง

การวิจัยนี้เป็นการศึกษาเพื่อหาสถานะที่เหมาะสม ความแม่นยำ ความถูกต้อง ปริมาณต่ำสุดของการวิเคราะห์ ช่วงเส้นตรงของกราฟมาตรฐานและอิทธิพลต่าง ๆ ที่มีต่อการวิเคราะห์ที่ถูกต้อง ปริมาณน้อย ๆ ในสารละลายที่ถูกต้อง (IV) อีออนมาตรฐาน โดยวิธีสเปกโตรโฟโตเมตรี ซึ่งอาศัยปฏิกิริยาระหว่างที่ถูกต้อง (IV) อีออนกับกาเลอีนและที่ถูกต้อง (IV) อีออนกับฟีนอล์ฟโธโรน ในทั้งสองกรณีให้สารประกอบเชิงซ้อน Sn(IV)-ligand ซึ่งมีสีและละลายได้บ้างในน้ำ โดยใช้ gelatin เป็น protective colloid วัดค่าการดูดกลืนแสงที่ความยาวคลื่น 520 และ 525 nm ตามลำดับ รวมถึงการวิเคราะห์หาปริมาณที่ถูกต้องในตัวอย่างดินและตะกอนหึ่งน้ำ โดยวิธีสเปกโตรโฟโตเมตรี โดยใช้กาเลอีน เป็น complexing agent วิธีเทียบสี และวิธีอะตอมลิคแอนเชอร์ชัน สเปกโตรโฟโตเมตรี เพื่อเปรียบเทียบข้อมูลที่ได้นในการวิเคราะห์ตัวอย่างทั้งหมดจำนวน 33 ตัวอย่าง เป็นตัวอย่างดินและตะกอนหึ่งน้ำจำนวน 18 และ 15 ตัวอย่างตามลำดับ โดยได้รับความอนุเคราะห์ตัวอย่างจากศูนย์ธรณีเคมี โครงการหึ่งสเทงกองเสรมฐธรณีวิทยา กรมทรัพยากรธรณี กระทรวงอุตสาหกรรม

6.1.1 การชักตัวอย่างและการย่อยสลายตัวอย่าง

ก่อนที่จะนำตัวอย่างมาทำการวิเคราะห์โดยวิธีการใด ๆ จะต้องนำตัวอย่างมาทำการชักตัวอย่างและย่อยสลายตัวอย่างภายใต้สถานะที่เหมาะสม การชักตัวอย่างทำได้โดยเทคนิค quarternary sampling และเลือกใช้แอมโมเนียไฮดรอกไซด์ในการย่อยสลายตัวอย่าง เนื่องจากความจำเพาะเจาะจงในการย่อยสลายที่ถูกต้องในตัวอย่างดินและตะกอนหึ่งน้ำที่อยู่ในรูปแบบแคลซิเทอไรต์ โดยการย่อยสลายไม่ย่อยสลายส่วนต่าง ๆ ทั้งหมดของตัวอย่าง ซึ่งมีความเหมาะสมกับตัวอย่างดินและตะกอนหึ่งน้ำที่มีส่วนประกอบของแร่ธาตุมากมาย ซึ่งมีอิทธิพลต่อการวิเคราะห์ที่ถูกต้อง (IV) ปฏิกริยาที่เกิดขึ้นในขณะที่ทำการย่อยสลายคือ



6.1.2 การวิเคราะห์ปริมาณที่มากในสารละลายมาตรฐาน

ในการวิจัยนี้มีการศึกษาสภาวะที่เหมาะสมในการวิเคราะห์ปริมาณที่มากในสารละลายมาตรฐาน โดยวิธีสเปกโตรโฟโตเมตรี โดยมีกาเลอีนและทีนดฟลูโอโรนเป็น complexing agent ศึกษาคุณสมบัติการวิเคราะห์ที่สภาวะที่เหมาะสมของ reagent ทั้งสองชนิดสำหรับวิเคราะห์ที่มาก และเลือกเทคนิคที่เหมาะสมสำหรับวิเคราะห์หาปริมาณที่มากในตัวอย่างกินและกะกอนหึ่งน้ำต่อไป รวมถึงการใช้สภาวะที่เหมาะสมของวิธีเพียสและวิธีอะตอมมิค-แชนซอว์ชั่น สเปกโตรโฟโตเมตรี

ก. วิธีสเปกโตรโฟโตเมตรี

1. การวิเคราะห์โดยมีกาเลอีนเป็น complexing agent จากการศึกษาสภาวะที่เหมาะสม โดยวิธีไม่สกัดในการเกิดสารประกอบเชิงซ้อน Sn (IV)- Gallein พบว่าปฏิกิริยาเกิดได้ที่ pH 2.5-3.0 มีสารละลายเจลาตินเป็น protective colloid สารละลายกรดแอสคอบิกและกรดทาร์ทาริก เป็น masking agent สำหรับ mask Fe(III), Sb (III), W(IV), I_2 ฯลฯ ซึ่งอาจมีในตัวอย่าง ปฏิกิริยาสมบูรณ์หลังจากปฏิกิริยาคำเนินไป 1 ชั่วโมงและจะมีเสถียรภาพคงที่กว่า 6 ชั่วโมง ได้ molar absorptivity เป็น 1.18×10^4 ปริมาณต่ำสุดของการวิเคราะห์เป็น 2.1×10^{-2} ppm Sn ช่วงเส้นตรงกราฟมาตรฐานของที่มาก (IV) ขีดอนอยู่ในช่วง 0.0-1.6 ppm Sn เปอร์เซ็นต์ ความเบี่ยงเบนมาตรฐานสัมพัทธ์ เป็น 0.87 และค่าร้อยละการกลับคืนเป็น 99.7 ± 0.88 ที่ความยาวคลื่น 520 nm จากการศึกษาผลของขีดอนอื่นที่มีผลต่อการวิเคราะห์มีทั้งขีดอนบวกและขีดอนลบ ขีดอนที่มีผลต่อการวิเคราะห์มาก (ขีดอนที่รบกวน : ที่มาก (IV) < 1) ได้แก่ Sb(III), Mo (VI), W(IV) ฯลฯ และได้ศึกษาวิธีขจัดขีดอนที่รบกวน 2 วิธี คือการใช้ masking agent (กรดแอสคอบิกและกรดทาร์ทาริก) และการใช้วิธีสกัดด้วยโพลูอีทร่วมกับการใช้ masking agent เมื่อขจัดขีดอนอื่นที่มีผลรบกวนโดยวิธีสกัดแล้วจึงนำที่มาก (IV) ขีดอนไปทำปฏิกิริยากับกาเลอีน โดยสภาวะที่เหมาะสมดังกล่าวโดยวิธีไม่สกัด วิธีสกัดที่ได้ศึกษาโดยการสกัดที่มาก (IV) ขีดอน ที่ทำให้อยู่ในสภาพที่มาก (IV) ไอโอไดค์จากสารละลายกรดซัลฟูริก เข้าไปในชั้นโพลูอีทแล้วสกัดกลับมาในชั้นน้ำ โดยวิธีการต่าง ๆ 3 วิธีคือ วิธีสกัดด้วย

สารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ วิธีสกัดด้วยสารละลายกรดไฮโดรคลอริก และวิธีสกัดด้วยสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ตามด้วยสารละลายกรดไฮโดรคลอริก โดยมีประสิทธิภาพการสกัดเป็นร้อยละของการกลับคืน เป็น 82.5, 90.0 และ 95.0 ตามลำดับ จากประสิทธิภาพการสกัดด้วยวิธีสกัดด้วยสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ ตามด้วยสารละลายกรดไฮโดรคลอริกดีกว่าวิธีสกัดทั้ง 2 วิธี จึงได้เลือกวิธีสกัดนี้มาทำการศึกษา ได้ molar absorptivity เป็น 1.14×10^4 ซึ่งต่ำกว่าวิธีไม่สกัด 1.18×10^4) $\approx 3.4\%$ ปริมาณต่ำสุดของการวิเคราะห์เป็น 2.4×10^{-2} ppm Sn ซึ่งมากกว่าวิธีไม่สกัด (2.1×10^{-2} ppm Sn) เล็กน้อย (3.0×10^{-3} ppm Sn) ช่วงเส้นตรงของกราฟมาตรฐานคัมภี (IV) อยู่ในช่วง 0.0–1.6 ppm Sn เช่นเดียวกัน เปอร์เซ็นต์ความเบี่ยงเบนมาตรฐานสัมพัทธ์เป็น 4.18 ซึ่งมีความแม่นยำน้อยกว่าวิธีสกัด และค่าร้อยละการกลับคืนเป็น 101.5 ± 4.24 ส่วนประสิทธิภาพการสกัดเป็นค่าร้อยละการกลับคืนเป็น 97.6 ± 4.08 แสดงว่ามีความถูกต้องน้อยกว่าวิธีไม่สกัด (99.7 ± 0.88) ที่ความยาวคลื่น 520 nm การที่เป็นเช่นนี้อาจเนื่องจากวิธีสกัดต้องการความชำนาญของผู้ทำการทดลอง และขั้นตอนระหว่างสกัดอาจมีคัมภี (IV) อีออนสูญเสียไปบ้างเล็กน้อย

2. การวิเคราะห์โดยมีฟีนิลฟลูออโรนเป็น complexing agent จากการศึกษาสภาวะที่เหมาะสมในการเกิดสารประกอบเชิงซ้อน Sn (IV) - Phenylfluorone ปฏิริยาเกิดได้ที่ pH 1.0–1.5 มีสารละลายเจลาตินเป็น protective colloid ปฏิริยาเกิดสมบูรณ์หลังปฏิริยาค่าเป็นไป 90 นาทีและจะมีเสถียรภาพคงที่กว่า 8 ชั่วโมง ได้ molar absorptivity เป็น 3.56×10^4 ปริมาณต่ำสุดของการวิเคราะห์เป็น 1.5×10^{-2} ppm Sn ช่วงเส้นตรงกราฟมาตรฐานของคัมภี (IV) อีออนอยู่ในช่วง 0.0–1.4 ppm Sn เปอร์เซ็นต์ความเบี่ยงเบนมาตรฐานสัมพัทธ์เป็น 0.86 และค่าร้อยละการกลับคืนเป็น 100.2 ± 0.86 ที่ความยาวคลื่น 525 nm จากการศึกษาผลของอีออนอื่นที่มีผลรบกวนต่อการวิเคราะห์มีทั้งอีออนบวกและอีออนลบ อีออนที่มีผลต่อการวิเคราะห์มาก (อีออนที่รบกวน : คัมภี (IV) < 1) ได้แก่ Cr (IV), Mo (VI) ฯลฯ

สามารถเปรียบเทียบสมบัติการวิเคราะห์ (analytical characteristics) โดยมีกาเลอิน (วิธีไม่สีก) และฟีนิลฟลูโอโรนเป็น complexing agent ได้ดังนี้

sensitivity ของการวิเคราะห์ โดยกาเลอินจะต่ำกว่าฟีนิลฟลูโอโรน ประมาณ 3 เท่า โดยมีค่า molar absorptivity เป็น 1.18×10^4 และ 3.56×10^4 ตามลำดับ ปริมาณต่ำสุดของการวิเคราะห์โดยกาเลอินจะสูงกว่าฟีนิลฟลูโอโรน 28.6 % โดยมีค่าเป็น 2.1×10^{-2} และ 1.5×10^{-2} ppm Sn ตามลำดับ ช่วงเส้นตรงกราฟมาตรฐานของ คีบุก (IV) ชีออนโดยกาเลอินจะมีช่วงเส้นตรงมากกว่าฟีนิลฟลูโอโรนเล็กน้อย (0.02 ppm Sn) โดยมีช่วงระหว่าง 0.0-1.6 และ 0.0-1.4 ppm Sn ตามลำดับ ส่วนความแม่นยำของวิธีทั้งสองมีพอ ๆ กัน โดยดูจากค่าเปอร์เซ็นต์ความเบี่ยงเบนมาตรฐานสัมพัทธ์โดยกาเลอินและฟีนิลฟลูโอโรน เป็น 0.87 และ 0.86 ตามลำดับ ซึ่งต่างกันเพียง 1.1 % รวมถึงความถูกต้องของวิธีการวิเคราะห์ทั้งสองที่ได้ใกล้เคียงกัน โดยดูจากค่าร้อยละการกลับคืนโดยกาเลอินและฟีนิลฟลูโอโรนเป็น 99.7 ± 0.88 และ 100.2 ± 0.86 ตามลำดับ และเสถียรภาพของสารประกอบเชิงซ้อน Sn (IV)-ligand ที่คงที่โดยกาเลอินและฟีนิลฟลูโอโรน อยู่ในช่วงเวลา 1:00-6:00 และ 1:30-8:00 ชั่วโมงตามลำดับ จะเห็นว่าการใช้กาเลอินใช้เวลาทำปฏิกิริยาน้อยกว่าฟีนิลฟลูโอโรน 30 นาที จากการเปรียบเทียบสมบัติการวิเคราะห์ โดยมีกาเลอินและฟีนิลฟลูโอโรนเป็น complexing agent ในการวิเคราะห์ คีบุกโดยวิธีสเปกโตรโฟโตเมตรี ที่สภาวะที่เหมาะสมของสารประกอบเชิงซ้อน Sn (IV) - ligand พบว่า การใช้กาเลอินและฟีนิลฟลูโอโรนให้สมบัติการวิเคราะห์ไม่แตกต่างกันนัก แต่ปัญหาการเกิดเชลของฟีนิลฟลูโอโรน และสารประกอบเชิงซ้อน Sn (IV) - Phenylfluorone ในระหว่างการวัดค่าการดูดกลืนแสงและการทำความสะอาดของเซลล์หลังการใช้ ดังนั้นเพื่อความสะดวกและรวดเร็วในงานวิจัยนี้ จึงเลือกกาเลอินเป็น complexing agent ในการวิเคราะห์ตัวอย่าง

ข. วิธีเทียบสี

สภาวะที่เหมาะสมในการเกิดสารประกอบเชิงซ้อน Sn (IV)-Gallein มี pH เป็น 2.5 สารละลายเจลาตินเป็น protective colloid ใช้กรดแอสคอบิก

เป็น masking agent สำหรับ Fe (III), I_2 ฯลฯ ทำการเทียบสีหลังจากทำปฏิกิริยา 30 นาที สารละลายที่มีคุณภาพมาตรฐานที่เตรียมขึ้นในช่วงความเข้มข้น 0.0-1.0 ppm Sn โดยเตรียมคัมพ (IV) อีออนที่ความเข้มข้นต่าง ๆ ดังนี้ 0.0, 0.25, 0.5, 1.0, 2.0, 3.0, 4.0 และ 5.0 $\mu\text{g}/5.3 \text{ cm}^3$ วิธีนี้เป็นวิธีที่ง่ายถึงแม้ว่าจะไม่ละเอียดนัก แต่เหมาะสมสำหรับสำรวจแหล่งแร่ โดยทำ semi-quantitative analysis ในสนาม

ก. วิธีอะตอมมิคแอสซอร์ปชัน สเปกโตรโฟโตเมตรี

สภาวะที่เหมาะสมสำหรับการสกัดคัมพ (IV) อีออนด้วย TOPO เข้าไปในชั้น MIBK ใช้เปลวไฟ nitrous oxide/acetylene วัดค่าการดูดกลืนแสงที่ความยาวคลื่น 286.3 nm ช่วงเส้นตรงกราฟมาตรฐานของคัมพ (IV) อีออน อยู่ในช่วง 0.0-100.0 ppm Sn

จากการศึกษาการวิเคราะห์หาปริมาณคัมพในสารละลายมาตรฐาน พบความสำเร็จในการประยุกต์ใช้วิธีเทียบสีมาเป็นวิธีสเปกโตรโฟโตเมตรี โดยมีกาเลอีนเป็น complexing agent สามารถขยายช่วงทำงานจากวิธีเทียบสีมาเป็นวิธีสเปกโตรโฟโตเมตรี ซึ่งสามารถใช้วิเคราะห์คัมพจาก 0.0-1.0 มาเป็น 0.0-1.6 ppm Sn หรือในการวิเคราะห์ตัวอย่างจาก 0.0-500.0 มาเป็น 0.0-800.0 ppm Sn ตามลำดับ ปริมาณต่ำสุดของการวิเคราะห์ตัวอย่างที่ทำได้ โดยวิธีเทียบสีและวิธีสเปกโตรโฟโตเมตรีเป็น 25.0 และ 10.0 ppm Sn ตามลำดับ ที่ช่วงของ scale การอ่านที่ละเอียดขึ้นในการวิเคราะห์ตัวอย่างจาก 25.0 เป็น 10.0 ppm Sn โดยเฉพาะอย่างยิ่งในช่วงความเข้มข้นมากกว่า 2.0 $\mu\text{g}/5.3 \text{ cm}^3$ อาจเป็นจาก 50.0 เป็น 10.0 ppm Sn สำหรับวิธีเทียบสีและวิธีสเปกโตรโฟโตเมตรี ตามลำดับ สำหรับการเตรียมสารละลายมาตรฐานจะต้องเตรียมสารละลายที่มีความเข้มข้นต่าง ๆ กัน อย่างน้อย 8 ค่า และ 5 ค่า สำหรับวิธีเทียบสีและวิธีสเปกโตรโฟโตเมตรี ตามลำดับ รวมถึงประสิทธิภาพของ detector จากสายตาของผู้ทำการทดลอง และเครื่องมือ การเตรียมสารละลายที่มีความเข้มข้นต่าง ๆ และการเตรียมกราฟมาตรฐานของวิธีเทียบสีและวิธีสเปกโตรโฟโตเมตรี ตามลำดับ การเลือกความยาวคลื่นที่เหมาะสม

ซึ่งทั้งหมดนี้เป็นข้อเด่นของวิธีการสเปกโตรโฟโตเมทรีเหนือวิธีเทียบสี

วิธีสเปกโตรโฟโตเมทรี มี sensitivity สูงกว่าวิธีเทียบสี เนื่องจากการใช้ photomultiplier tube ที่มีประสิทธิภาพในการตรวจวัดได้ดีกว่าการใช้ตาของผู้ทดลองเป็นเครื่องตรวจวัด อนึ่ง วิธีเทียบสีเป็นการเปรียบเทียบแบบคร่าว ๆ แท้ก็สะดวกรวดเร็วเหมาะสำหรับวัดในสนาม ซึ่งไม่ต้องการความละเอียดมากนัก ส่วนวิธีสเปกโตรโฟโตเมทรี เหมาะสำหรับงานวิจัยและการวิเคราะห์ที่ต้องการความละเอียดละเอียด

6.1.3 การวิเคราะห์ปริมาณที่มากในตัวอย่าง

ปริมาณตัวอย่างมีบทบาทสำคัญเกี่ยวกับผลการวิเคราะห์ที่ได้ความแม่นยำและความถูกต้องของการวิเคราะห์ กล่าวคือปริมาณตัวอย่างที่มากลดปัญหาการชักตัวอย่างลง การชักตัวอย่างตามหลักวิชาการที่มักเคมีวิเคราะห์ยอมรับยอมได้ตัวอย่างที่เป็นตัวแทนที่แท้จริง ทำให้ผลการวิเคราะห์ที่ได้มีความถูกต้องและมีความแม่นยำสูง โดยมีค่าเปอร์เซ็นต์ความเบี่ยงเบนมาตรฐานสัมพัทธ์ต่ำ ส่วนปริมาณแอมโมเนียมไอโอไดด์ ที่ใช้ในการย่อยสลายตัวอย่างจะใช้ปริมาณที่มากเกินไปเพื่อให้ได้ (IV) ทำปฏิกิริยาเชิงเคมี (IV) ไอโอไดด์ อย่างสมบูรณ์ ผลการวิเคราะห์ปริมาณที่มากในตัวอย่างดินและตะกอนท้องน้ำ โดยวิธีสเปกโตรโฟโตเมทรีต่าง ๆ (ตารางที่ 50) ดังได้กล่าวแล้วในบทที่ 5 แสดงให้เห็นว่าการวิเคราะห์ที่มากโดยวิธีสเปกโตรโฟโตเมทรี วิธีไม่สกัด (ทั้งวิธี direct method และ addition method) ไม่เหมาะสมในการวิเคราะห์ที่มากในตัวอย่างดินและตะกอนท้องน้ำ อาจเนื่องจากมีผลรบกวนของไอออนอื่นที่ไม่สามารถชักได้ โดยใช้ masking agent และโดยใช้ masking agent ร่วมกับการทำ standard addition แสดงให้เห็นโดยผลวิเคราะห์ปริมาณที่มาก ที่ปริมาณตัวอย่างต่าง ๆ ใกล้เคียงกันที่แตกต่างกันมาก และผลวิเคราะห์ปริมาณที่มาก โดยวิธีสกัดที่มีค่าลดลงอย่างมาก อาจเนื่องจากการชักหรือลดไอออนที่รบกวนก่อนการวิเคราะห์แสดงให้เห็นได้จากการเทียบข้อมูลกับวิธีอะตอมมิคแอสซอร์ชัน สเปกโตรโฟโตเมทรี ส่วนโดยวิธีสเปกโตรโฟโตเมทรี วิธีสกัดมีด้วยกัน 2 วิธีคือ วิธีสกัดด้วยสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ และวิธีสกัดด้วยสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ตามด้วยสารละลายกรดไฮโดรคลอริก ผลวิเคราะห์ปริมาณที่มาก โดยวิธีหลังมีค่าสูงกว่าข้างต่ำกว่าข้าง

แต่มีแนวโน้มที่สูงกว่าโดยวิธีแรกเกือบทุกตัวอย่าง อาจเนื่องจากประสิทธิภาพของวิธีการที่สูงกว่า และการชักตัวอย่างไม่ถูกต้องดังกล่าวแล้ว ส่วนวิธีเทียบสีเป็นวิธีการที่มีประสิทธิภาพต่ำ เนื่องจาก detector และการเปรียบเทียบอย่างคร่าว ๆ ดังกล่าวแล้ว หรืออาจเนื่องจากการบดบังแสงของสารประกอบเชิงซ้อน $\text{Sn(IV)}-\text{Gallein}$ จากสารประกอบเชิงซ้อน $\text{Sn(IV)}-\text{ligand}$ ที่รบกวน ทำให้ผลวิเคราะห์ปริมาณที่ได้นั้นต่ำเมื่อเทียบกับวิธีสเปกโตรโฟโตเมตรีอื่น ๆ ส่วนวิธีอะตอมิกแอบซอร์พชัน เป็นวิธีที่นิยมและยอมรับในการวิเคราะห์ที่ถูกต้องปริมาณน้อยในปัจจุบัน เนื่องจาก sensitivity และ selectivity ของวิธีการ จากผลดังกล่าวนี้โดยทั่วไปจึงเลือกเฉพาะผลการวิเคราะห์ปริมาณที่ถูกต้อง โดยวิธีสเปกโตรโฟโตเมตรี วิธีสกัดด้วยสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ตามด้วยสารละลายกรดไฮโดรคลอริก กับวิธีอะตอมิกแอบซอร์พชัน สเปกโตรโฟโตเมตรี ในตัวอย่างดินและตะกอนท้องน้ำมาพิจารณาเปรียบเทียบอีกทีหนึ่ง หลังจากได้ทำการทดลองความน่าเชื่อถือของข้อมูลทางสถิติของวิธีสเปกโตรโฟโตเมตรีต่าง ๆ ในการวิเคราะห์ตัวอย่างทั้งหมด 33 ตัวอย่าง ทั้งตัวอย่างดินและตะกอนท้องน้ำที่ปริมาณตัวอย่าง 0.50 g โดยการทดสอบค่า t พบว่าวิธีการวิเคราะห์ทางวิธีสเปกโตรโฟโตเมตรีต่าง ๆ ที่เปรียบเทียบกันทั้งหมดในการวิจัยนี้มีผลการวิเคราะห์ที่แตกต่างกันอย่างมีนัยสำคัญ ยกเว้นเพียงโดยวิธีสเปกโตรโฟโตเมตรี วิธีไม่สกัดระหว่างวิธี direct method และ addition method เท่านั้น รายละเอียดอยู่ในบทที่ 5 ส่วนรายละเอียดผลการวิเคราะห์ปริมาณที่ถูกต้อง โดยวิธีทั้ง 2 วิธี ก็แสดงในตารางที่ 51

ตารางที่ 51 ผลการวิเคราะห์ปริมาณตะกั่ว โดยวิธีสเปกโตรโฟโตเมตรี (วิธีสกัดด้วยสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ตามด้วยสารละลายกรดไฮโดรคลอริก) และวิธีอะตอมิกแอบซอร์ปชัน สเปกโตรโฟโตเมตรี

ก. ตัวอย่างดิน

ตัวอย่าง (Number)	ปริมาณที่พบ (ppm)						Absolute error (ppm)	Relative error (%)
	Spectrophotometry			AAS				
	Exp.1	Exp.2	$\bar{X}$	Exp.1	Exp.2	$\bar{X}$		
1	104.6	115.0	109.8	59.7	72.9	66.3	+43.5	+65.6
2	94.1	52.3	73.2	19.9	19.9	19.9	+53.3	+267.8
3	167.3	115.0	141.2	112.7	66.3	89.5	+51.7	+57.8
4	156.9	287.6	222.2	218.8	179.0	198.9	+23.3	+11.7
5	104.6	115.0	109.8	66.3	126.0	96.1	+13.7	+14.2
6	62.7	52.9	57.5	19.9	6.6	13.3	+44.2	+332.3
7	130.7	130.7	130.7	159.1	72.9	116.0	+14.7	+12.7
8	52.3	10.5	31.4	26.5	6.6	11.9	+19.5	+163.9
9	26.1	41.8	34.0	26.5	19.9	23.2	+10.8	+46.6
10	ND	10.5	5.2	19.9	6.6	13.3	-8.1	-60.9
11	251.0	287.6	269.3	265.2	179.0	222.1	+47.2	+21.2
12	219.6	261.4	240.5	152.5	145.9	149.2	+91.3	+61.2
13	287.6	271.9	279.7	205.5	139.2	172.4	+107.3	+62.2
14	78.4	62.7	70.6	39.8	39.8	39.8	+30.8	+77.4
15	104.6	104.6	104.6	66.3	46.4	56.4	+48.2	+85.5
16	549.0	470.6	509.8	570.2	789.0	679.6	-169.8	-25.0
x	41.8	10.5	26.1	19.9	6.6	13.3	+12.8	+96.0
y	392.2	366.0	379.1	245.3	251.9	248.6	+130.5	+52.5

ข. ตัวอย่างตะกอนท้องน้ำ

ตัวอย่าง (Number)	ปริมาณที่พบทั้งหมด (ppm)						Absolute error (ppm)	Relative error (%)
	Spectrophotometer			AAS				
	Exp.1	Exp.2	$\bar{X}$	Exp.1	Exp.2	$\bar{X}$		
1	ND	ND	ND	6.6	ND	3.3	-3.3	-100.0
2	188.2	-	188.2	92.8	99.4	96.1	+92.1	+95.8
3	62.7	-	62.7	ND	13.3	6.6	+56.1	+850.0
4	26.1	52.3	39.2	ND	6.6	3.3	+35.9	+1087.9
5	41.8	10.5	26.1	19.9	13.3	16.6	+9.5	+57.2
6	26.1	10.5	18.3	6.6	6.6	6.6	+11.7	+177.3
7	ND	ND	ND	ND	6.6	3.3	-3.3	-100.0
8	52.3	41.8	47.1	6.6	13.3	9.9	+37.2	+375.8
9	130.7	156.9	143.8	112.7	86.2	99.4	+44.4	+44.7
10	392.2	339.9	366.0	271.8	179.0	225.4	+140.6	+85.4
11	78.4	52.3	65.4	26.5	26.5	26.5	+38.9	+140.8
12	10.5	ND	5.2	6.6	6.6	6.6	+1.4	+21.2
13	209.2	313.7	261.4	192.3	152.5	172.4	+89.0	+51.6
14	339.3	355.6	347.7	311.6	145.9	228.7	+119.0	+52.0
15	146.4	167.3	156.9	112.7	79.6	96.1	+60.8	+63.0

หมายเหตุ 1) ตัวอย่างดินและตะกอนท้องน้ำถูกรายละเอียดในแผนที่ 2 (ตารางที่ 7, 8 และ 9)

2) ผลการวิเคราะห์ปริมาณที่พบโดยวิธีอะตอมมิกแอบซอร์ปชัน สเปกโตรโฟโตเมตรี
ให้เป็นค่าจริง (absolute value)

3) ND = non - detectable

4) - ไม่มีผลการวิเคราะห์

จากตารางที่ 51 แสดงให้เห็นผลวิเคราะห์ปริมาณตะกั่วในตัวอย่างทั้งคืนและตะกอนท้องน้ำ โดยวิธีเดียวกัน ที่ให้ผลการวิเคราะห์แตกต่างกันมาก เช่นในตัวอย่างคืน 8 โดยวิธีสเปกโตรโฟโตเมตรีวิเคราะห์ปริมาณตะกั่วครั้งที่ 1 และ 2 ได้ 52.3 และ 10.3 ppm ตามลำดับ ต่างกันถึง 407.8 % ส่วนโดยวิธีอะตอมมิกแอสซอพชั่น วิเคราะห์ปริมาณตะกั่ว ครั้งที่ 1 และ 2 ได้ 26.5 และ 6.6 ppm ตามลำดับ ต่างกันถึง 301.5 % ตัวอย่างตะกอนท้องน้ำ 4 โดยวิธีสเปกโตรโฟโตเมตรี วิเคราะห์ปริมาณตะกั่วครั้งที่ 1 และ 2 ได้ 26.1 และ 52.3 ppm ตามลำดับ ต่างกันถึง 100.4 % ส่วนโดยวิธีอะตอมมิกแอสซอพชั่น สเปกโตรโฟโตเมตรี วิเคราะห์ปริมาณตะกั่วครั้งที่ 1 และ 2 ได้ 6.6 และ 3.3 ppm ตามลำดับ ต่างกันถึง 100.0 % ทั้งนี้เนื่องจากวิธีการชักตัวอย่างไม่ถูกต้อง ทั้งกล่าวแล้ว การชักตัวอย่าง ปริมาณตะกั่วที่มีอยู่เล็กน้อยในตัวอย่างและธรรมชาติของแร่ตะกั่ว (cassiterite) ที่เป็นแร่ที่แข็ง หนักและมักจะจับตัวรวมกันเป็นเม็ด ทำให้การบดไม่สามารถทำได้สนิท และเกิดการสะสมของแร่ตะกั่วอยู่บริเวณส่วนล่างของภาชนะที่เก็บตัวอย่าง โดยเฉพาะเมื่อเก็บตัวอย่างไว้นาน ๆ ตัวอย่างจึงไม่ผสมคลุกเข้ากันอย่างสม่ำเสมอถึงแม้จะบดตัวอย่างให้มีขนาด 100 mesh จากผลการวิเคราะห์ดังกล่าวนี้ ปริมาณตะกั่วที่วิเคราะห์ได้ทั้งสองวิธีที่แตกต่างกัน อาจไม่แตกต่างกันก็ได้ เนื่องจากการชักตัวอย่าง แต่ตามพิจารณาเปรียบเทียบผลวิเคราะห์ปริมาณตะกั่วระหว่างทั้งสองวิธี โดยคิดเสมือนว่าวิธีอะตอมมิกแอสซอพชั่น สเปกโตรโฟโตเมตรี เป็นค่าจริง (absolute value) เนื่องจากเป็นวิธีที่นิยมและยอมรับในการวิเคราะห์ปริมาณน้อย ๆ ในปัจจุบันรวมถึง selectivity ของวิธีการและไม่มีค่าจริงที่ใช้ในการเปรียบเทียบ พบว่าผลการวิเคราะห์ปริมาณตะกั่วโดยวิธีสเปกโตรโฟโตเมตรี ที่ได้มีค่าสูงกว่าและต่ำกว่าวิธีอะตอมมิกแอสซอพชั่น สเปกโตรโฟโตเมตรี กล่าวคือ ตัวอย่างคืน 1,2,3 ฯลฯ และตะกอนท้องน้ำ 2,3,4 ฯลฯ มีค่าสูงกว่าวิธีอะตอมมิกแอสซอพชั่น สเปกโตรโฟโตเมตรี ส่วนตัวอย่างคืน 10 และ 16 และตะกอนท้องน้ำ 1 และ 7 มีค่าต่ำกว่าวิธีอะตอมมิกแอสซอพชั่น สเปกโตรโฟโตเมตรี นอกจากนี้ผลวิเคราะห์ปริมาณตะกั่วที่มีค่าใกล้เคียงวิธีอะตอมมิกแอสซอพชั่น สเปกโตรโฟโตเมตรี ให้ relative error (%) เป็น +11.7 , +14.2 , +12.7 , +21.2 , -25.0 และ +21.2 สำหรับตัวอย่าง

คิน 4, 5, 7, 11, 16 และตะกอนท้องน้ำ 12 ตามลำดับ แสดงให้เห็นว่าวิธีสเปกโตรโฟโตเมทรี ให้อัตราการวิเคราะห์ที่ถูกต้องใกล้เคียงวิธีอะตอมมิคแอสซอพทรี สเปกโตรโฟโตเมทรี เรนเคียวกัน แต่ค่าที่จากรณผลการวิเคราะห์ปริมาณที่พบโดยวิธีสเปกโตรโฟโตเมทรีของตัวอย่างทั้งหมด 33 ตัวอย่างทั้งตัวอย่างดินและตะกอนท้องน้ำ พบว่าอัตราการวิเคราะห์ปริมาณที่มีค่ามากกว่าวิธีอะตอมมิคแอสซอพทรี สเปกโตรโฟโตเมทรี เฉลี่ยเป็น 41.3 ppm ความเบี่ยงเบนมาตรฐานเป็น 47.68 และเปอร์เซ็นต์ความเบี่ยงเบนมาตรฐานสัมพัทธ์เป็น 115.53 แสดงให้เห็นว่าปริมาณที่วิเคราะห์ได้ โดยวิธีสเปกโตรโฟโตเมทรี มีค่ามากกว่าวิธีอะตอมมิคแอสซอพทรี สเปกโตรโฟโตเมทรี อยู่ 41.3 ± 47.68 ppm ทั้งนี้ อาจเนื่องมาจากข้อผิดพลาดของวิธีการที่นำมาใช้ โดยเฉพาะอย่างยิ่งขั้นตอนของการวิเคราะห์ อาจทำให้สารสูญเสียไป ซึ่งอาจมีทั้งจากวิธีสเปกโตรโฟโตเมทรีและวิธีอะตอมมิคแอสซอพทรี สเปกโตรโฟโตเมทรี นอกจากนี้ อาจเนื่องจากการรบกวนของอิออนอื่นของแร่ธาตุที่ยังคงมีอยู่ การชักตัวอย่างไม่ถูกต้องดังกล่าวแล้ว และการทดลองเพียง 2 ครั้งนั้นน้อยเกินไป แต่จะมากกว่า 2 ครั้งไม่ได้ เพราะว่าได้รับอนุเคราะห์ตัวอย่างไม่เพียงพอในการวิเคราะห์ จากผลการวิเคราะห์ปริมาณที่พบในตัวอย่างดินและตะกอนท้องน้ำโดยวิธีเพียบซี และวิธีอะตอมมิคแอสซอพทรี สเปกโตรโฟโตเมทรี ที่ใช้อยู่ในปัจจุบันและวิธีสเปกโตรโฟโตเมทรี ในงานวิจัยนี้ ให้อัตราการวิเคราะห์ปริมาณที่แตกต่างทั้ง 3 วิธี อาจมีสูงกว่าค่าที่หาได้ใกล้เคียงกันบ้าง ทั้งนี้ อาจเนื่องมาจากข้อประกอบในตัวอย่างดินและตะกอนท้องน้ำมีแร่ธาตุต่าง ๆ เป็นจำนวนมากมาปะปนอยู่มากกว่า 38 ชนิด และมีปริมาณแร่ธาตุต่าง ๆ มากกว่าที่พบที่ทำการวิเคราะห์เป็นจำนวนมาก ดังนั้น การกำจัดหรือขจัดอิออนที่รบกวนเหล่านี้ให้สมบูรณ์จึงเป็นไปได้ยากมาก จึงยังคงมีผลรบกวนของอิออนอื่น ๆ เหล่านี้มากหรือน้อยแล้วแต่วิธีการที่ใช้ ส่วนปริมาณที่พบที่มีเล็กน้อยในตัวอย่างทำให้ต้องเลือกวิธีการที่มี sensitivity สูง ซึ่งจะมีผลรบกวนจากอิออนอื่นมากตามไปด้วย รวมถึงธรรมชาติของแร่ที่พบและการชักตัวอย่างที่ไม่ถูกต้องดังกล่าวแล้ว ดังนั้น จากผลการวิเคราะห์ที่ได้จึงไม่สามารถบอกได้ว่าวิธีการใดให้ผลที่ถูกต้องกว่าวิธีใดได้ นอกจากทำการวิเคราะห์ตัวอย่างดินมาตรฐานที่ทราบปริมาณที่แน่นอน ซึ่งเป็นที่ยอมรับว่าถูกต้อง โดยวิธีที่ใช้ในงานวิจัยนี้ (วิธีสเปกโตรโฟโตเมทรี) ซึ่งใช้กาเลียมเป็น

complexing agent และวิธีอะตอมมิคแอบซอร์พชั่น สเปกโตรโฟโตเมตรี แล้วนำข้อมูลที่ได้จากการวิเคราะห์หาค่ากับหาค่าครั้งมาเฉลี่ยแล้วเปรียบเทียบกับค่าที่ระบุไว้ในตัวอย่างสินค้ามาตรฐานนั้น ๆ

6.2 ข้อเสนอแนะ

จากการค้นคว้าการวิเคราะห์หาปริมาณที่ถูกต้องสามารถทำการวิเคราะห์ได้หลายวิธีการ แต่ละวิธีมีข้อดีและข้อเสีย การเลือกใช้วิธีการใดขึ้นกับวัตถุประสงค์ sensitivity ของวิธีการวิเคราะห์ ธรรมชาติของตัวอย่าง ปริมาณสาร ความปลอดภัย อุปกรณ์ เครื่องมือ สารเคมี บุคลากร รวมถึงทุนทรัพย์ ในการวิจัยนี้เลือกวิธีสเปกโตรโฟโตเมตรีในการวิเคราะห์แล้วทำการเปรียบเทียบผลการวิเคราะห์ที่ได้กับวิธีเทียบสีและวิธีอะตอมมิคแอบซอร์พชั่น สเปกโตรโฟโตเมตรี จากการวิจัยที่ผ่านมาผู้ทำการทดลองพอให้ข้อเสนอแนะได้ดังนี้

6.2.1 การวิเคราะห์ที่ปริมาณน้อย ๆ ในตัวอย่างจากสิ่งแวดล้อม โดยวิธีสเปกโตรโฟโตเมตรี เป็นวิธีการที่ง่าย เครื่องมือไม่ยุ่งยาก ค่าใช้จ่ายในการวิเคราะห์ต่ำเมื่อเทียบกับเทคนิคอื่น เช่น NAA , AAS ฯลฯ แต่มีข้ออ่อนที่รบกวนเป็นจำนวนมาก จึงเหมาะสมในการวิเคราะห์ตัวอย่างที่ไม่มีการรบกวนจากข้ออื่นอื่นหรือมีแต่น้อย เช่น สารอินทรีย์ น้ำ ฯลฯ แต่หากต้องการวิเคราะห์ตัวอย่างที่มีผลรบกวนจากข้ออื่นอื่น ต้องใช้ร่วมกับวิธีสกัดหรือการแลกเปลี่ยนไอออน ซึ่งจะทำให้วิธีการยุ่งยากไม่เหมาะสมกับการใช้ในงานประจำ

6.2.2 การวิเคราะห์โดยวิธีสเปกโตรโฟโตเมตรี ให้ผลการวิเคราะห์ที่น่าเชื่อถือ และดีกว่าวิธีเทียบสี ทั้งยังอาจทำให้ผลรบกวนลดลงได้โดยการศึกษาความยาวคลื่นที่เหมาะสมต่อไปที่จะลดผลรบกวนจากข้ออื่นอื่น ๆ จึงเหมาะสมสำหรับการวิเคราะห์ที่ปริมาณน้อยเป็นโมโครกรัม ซึ่งต้องการความละเอียดพอสมควรแต่อย่างไรก็ตามวิธีเทียบสีเป็นวิธีที่ทำได้ง่ายและเหมาะสมในการตรวจหาปริมาณที่มากในตัวอย่างในสนาม

6.2.3 การวิเคราะห์โดยวิธีอะตอมมิคแอบซอร์พชั่น สเปกโตรโฟโตเมตรี เหมาะสมในการวิเคราะห์ปริมาณที่มากที่มีปริมาณน้อย ๆ จนถึงปริมาณสูง ทั้งที่มีและไม่มีข้ออื่นที่รบกวน แต่ต้องอาศัยเครื่องมือที่ยุ่งยากและมีราคาแพง

6.2.4 การวิเคราะห์หาปริมาณน้อยในดินและตะกอนท้องน้ำจะต้องชักตัวอย่างด้วยวิธีที่ถูกต้อง เพื่อให้ได้ตัวแทนที่ดีของตัวอย่างที่สนใจนั้น ๆ ปริมาณตัวอย่างที่เก็บมาจะต้องมากพอ ในการวิเคราะห์จะต้องใช้ sample size ที่เหมาะสม และทำการทดลองซ้ำกันหลาย ๆ ครั้ง แล้วหาค่าเฉลี่ย จะได้ข้อมูลที่ถูกต้องและแม่นยำเป็นที่เชื่อถือได้มากขึ้น

6.2.5 การสกัดด้วยของเหลว* (IV) ไอโอไดค์มาในชั้นน้ำ เพื่อให้มีประสิทธิภาพการสกัดสูง (มีค่าร้อยละการสกัดขึ้นสูง) ทำได้โดยวิธีสกัดด้วยสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ หรือสารละลายกรดไฮโดรคลอริกจำนวน 2 ครั้ง แทนวิธีสกัดด้วยสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ ตามด้วยสารละลายกรดไฮโดรคลอริก (รายละเอียดอยู่ในภาคผนวก)

6.2.6 การวิเคราะห์ปริมาณน้อย ๆ โดยวิธีสเปกโตรโฟโตเมทรี โดยการทำให้เกิดสารประกอบเชิงซ้อนระหว่างตัวถูก (IV) อีออนกับลิแกนด์นั้น ดูเหมือนว่าวิธีที่นิยมใช้ไอโอรันมีความไวที่สูงกว่าวิธีเคเลชัน แต่มีปัญหาการกีดขวางของฟีนอลฟลูโอโรนและสารประกอบเชิงซ้อน Sn(IV)-Phenylfluorone ทำให้ความไวอาจเกิดความคลาดเคลื่อนได้ รวมถึงการสูญเสียเวลาจากการล้างเซลล์ ความสะดวกและรวดเร็วในการวิเคราะห์ที่ลดลง ดังนั้น ในการวิเคราะห์ตัวอย่างจำนวนไม่มากนัก (ไม่เกิน 20 ตัวอย่าง) สามารถใช้ทั้งวิธีฟีนอลฟลูโอโรนและวิธีเคเลชัน แต่ถ้าในการวิเคราะห์ตัวอย่างจำนวนมาก (ตั้งแต่ 20 ตัวอย่าง) ควรใช้วิธีเคเลชัน