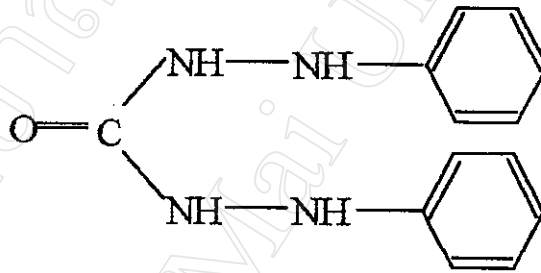


## บทที่ 2

### การวิเคราะห์หาปริมาณโครเมียมโดยใช้ 1,5-Diphenylcarbazide เป็น Complexing Reagent

#### 2.1 ทัวไป

ในการวิเคราะห์หาปริมาณโครเมียมโดยเทคนิคสเปกโทรโฟโตเมตรี มีรีเอเจนต์หลายชนิดที่ใช้ทำปฏิกิริยากับโครเมียมได้ดี ดังได้กล่าวมาแล้ว ในงานวิจัยนี้สนใจและ ได้พัฒนาวิธีวิเคราะห์ปริมาณโครเมียม โดยวิธี เอฟ ไอ เอ-คัลเลอริเมตรี (FLA - Colorimetry) โดยใช้รีเอเจนต์ 1,5-diphenylcarbazide เขียนย่อ ๆ ว่า DPC ซึ่งมีสูตรโครงสร้างดังรูป 2.1



รูป 2.1 สูตรโครงสร้างทางเคมีของ 1,5-diphenylcarbazide หรือ DPC [32]

1,5-diphenylcarbazide (DPC) [32] มีสูตรโมเลกุลคือ  $C_{13}H_{14}N_4O$  มีน้ำหนักโมเลกุล 242.28 ลักษณะเป็นผงมีสีขาวคล้ายแป้ง เมื่อสัมผัสกับอากาศจะกลายเป็นสีชมพูอ่อน DPC ละลายได้ดีในเอทานอลร้อน (hot ethanol) อะซีโตน [33] และแกลเซียลอะซีติก เอซิด DPC ละลายได้เล็กน้อยในน้ำ และไม่ละลายในอีเธอร์ DPC เกิดปฏิกิริยาได้ดีกับโครเมียม (VI) ในสภาวะที่เหมาะสม ปฏิกิริยาจะเกิดอย่างรวดเร็ว มีความเฉาะเจาะจงสูง และได้สารประกอบเชิงซ้อนที่มีสีม่วงเป็นผลิตภัณฑ์ จุดกลืนแสงได้สูงสุดที่ความยาวคลื่น 540 nm ปฏิกิริยาที่เกิดขึ้นกับค่า pH ของระบบซึ่งจะเกิดได้ดีในสภาวะเป็นกรด (pH ประมาณ 1 - 2.4) ค่าโมลาร์แอบซอบติวิตี (molar absorptivity;  $\epsilon$ ) มีค่าในช่วง  $2.6 \times 10^4$  ถึง  $4.2 \times 10^4 \text{ dm}^3 \text{ mol}^{-1} \text{ cm}^{-1}$  [22] ในงานวิจัยนี้จึงได้นำมาประยุกต์ใช้กับระบบเอฟ ไอ เอ (FLA) เพื่อใช้ในการวิเคราะห์หาปริมาณโครเมียม ในสาร

ตัวอย่างจากสิ่งแวดล้อม ซึ่งในงานวิจัยจะทำการวัดค่าการดูดกลืนแสงของสารประกอบเชิงซ้อน และ หาสภาวะที่เหมาะสมของระบบที่ใช้ในการวิเคราะห์

## 2.2 การทดลอง

### 2.2.1 เครื่องมือและอุปกรณ์

1. UV-Vis Spectrophotometer model UV-265 ผลิตโดยบริษัท Shimadzu, Kyoto, Japan.
2. Spectrophotometer, Spectronic 21 ผลิตโดยบริษัท Milton Roy, USA.
3. Atomic Absorption Spectrophotometer AA -680 ผลิตโดยบริษัท Shimadzu, Kyoto, Japan.
4. Recorder, Varian techtron ผลิตโดยบริษัท Matsushita Communication, Japan.
5. Perstaltic pump, EYELA รุ่น Cassette tube pump SMP-23S ผลิตโดยบริษัท Tokyo Rikakikal Co; Ltd. Japan.
6. flow through cell for spectrophotometer ผลิตโดย บริษัท Hellma, Germany
7. Injection port ออกแบบโดย ประสิทธิ์ ปรุชาติ [34]
8. Tygon tube ขนาด (i.d. x o.d.) 0.040 x 0.070 in.
9. Tygon tube ขนาด (i.d. x o.d.) 0.020 x 0.060 , 0.030 x 0.090 , 0.040 x 0.070 และ 0.050 x 0.090 in.
10. Teflon tube ขนาดเส้นผ่าศูนย์กลางภายใน 0.05 in.
11. Test tube ขนาดเส้นผ่าศูนย์กลางภายใน 1.20 , 1.50 , 1.80 และ 2.40 cm.
12. Disposable syringe ขนาด 1.0 ml. ผลิตโดยบริษัท Dong Bang Medical Supplie Corp.

### 2.2.2 สารเคมี

1. Potassium dichromate ( $K_2Cr_2O_7$ ), Analytical grade, E. Merck, Germany.
2. 1,5-Diphenylcarbazide ( $C_{13}H_{14}N_4O$ ), Analytical grade, BDH, Ltd. England.
3. Ethanol ( $CH_3OH$ ), Analytical grade, E. Merck, Germany.
4. Sulphuric acid ( $H_2SO_4$ ) 96.7%, J.T. Baker, USA.
5. Cadmium Nitrate 1000 ppm., AAS standard, BDH, England.
6. Lead nitrate 1000 ppm., AAS standard, BDH, England.
7. Manganese nitrate 1000 ppm., AAS standard, BDH, England.
8. Zinc nitrate 1000 ppm., AAS standard, BDH, England.

9. Nitric acid 70 % ,Carlo erba ,Italy.
10. Vanadium (IV)oxide sulfate ,E.Merck,Germany.
11. Ammniun molybdate tetrahydrate ,BDH, England.
12. Mercuric chloride,Carlo erba ,Italy.

### 2.2.3 เครื่องมือและอุปกรณ์บางส่วนที่สร้างขึ้นสำหรับระบบเอฟ ไอ เอ

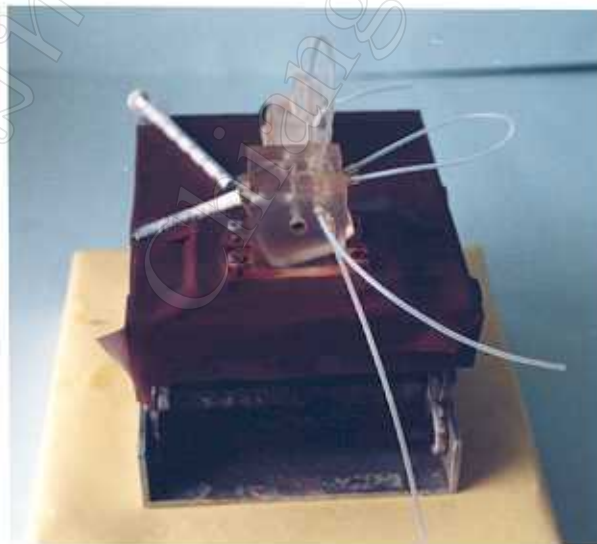
ในงานวิจัยนี้ได้จัดสร้างระบบเอฟ ไอ เอ จากอุปกรณ์ง่ายๆ และมีราคาถูกที่มีอยู่แล้วนำมาประกอบเป็นระบบเอฟ ไอ เอ สำหรับวิเคราะห์หาปริมาณโครเมียม ซึ่งอุปกรณ์ที่ใช้มีดังนี้

#### 1. ภาชนะบรรจุสารเคมี ( Reservoir )

ภาชนะบรรจุสารเคมีที่ดีควรเป็นภาชนะที่ไม่ทำปฏิกิริยากับสารที่บรรจุ ในการทดลองเลือกใช้ erenmeyer flask ขนาดบรรจุ 250 ml ทำด้วยแก้ว pyrex ซึ่งไม่ทำปฏิกิริยากับสารเคมี

#### 2. อินเจคชันวาล์ว ( Injection valve )

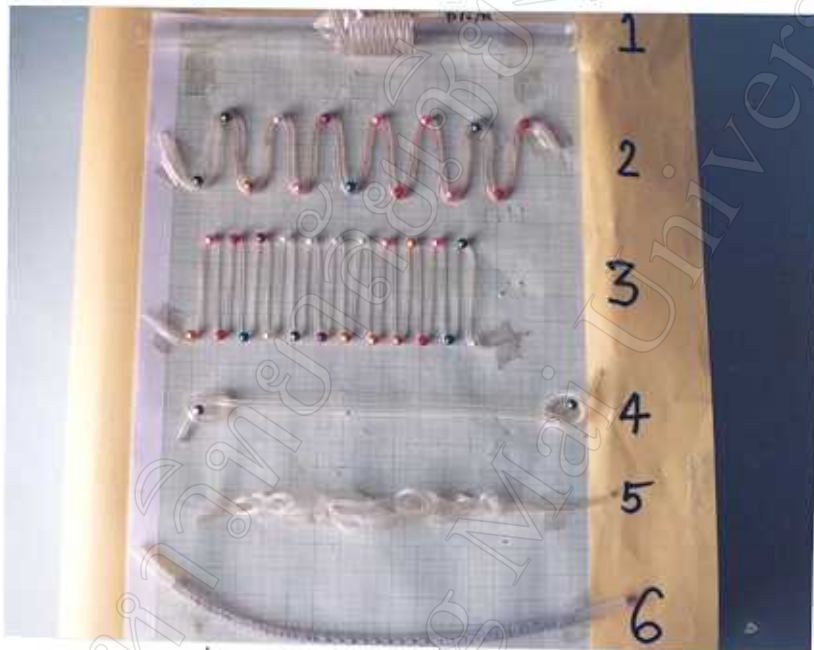
เป็นส่วนที่นำสารละลายตัวอย่างและสารละลายมาตรฐานเข้าสู่ระบบเอฟ ไอ เอ ในงานวิจัยนี้ใช้อินเจคชันวาล์วที่ออกแบบ โดย ประสิทธิ์ ประชาดี [84] ซึ่งสร้างขึ้นจากแผ่นพลาสติก perspex ในการนำสารเข้าสู่ระบบใช้การเลื่อนคันโยกขึ้นลง ดังรูป 2.2



รูป 2.2 อินเจคชันวาล์ว ( Injection valve ) ที่ใช้ในระบบ

### 3. มิกซ์เจอร์พาร์ท ( Mixing part )

เป็นบริเวณที่สารตัวอย่างเกิดปฏิกิริยากับรีเอเจนต์ก่อนที่จะผ่านไปยังโฟลว์เซลล์ในงานวิจัยนี้ได้ศึกษาชนิดของมิกซ์เจอร์พาร์ทแบบต่างๆ ที่มีผลต่อขนาดสัญญาณ ลักษณะของมิกซ์เจอร์พาร์ทที่ทำการศึกษาแสดงดังรูป 2.3 มิกซ์เจอร์พาร์ททั้ง 6 ชนิด ทำจาก tygon plastic tubing โดย mixing part ชนิด single bead string reactor [35] ทำได้โดยบรรจุ glass bead ลงใน plastic tubing ที่มีขนาดเส้นผ่าศูนย์กลางภายใน 0.30 cm โดยเรียง glass bead ที่มีขนาดเส้นผ่าศูนย์กลางประมาณ 60 - 80 % ของ plastic tubing เป็นแถวเดียวภายใน plastic tubing



รูป 2.3 มิกซ์เจอร์พาร์ทชนิดต่าง ๆ ที่ใช้ในงานวิจัย

- |                     |                               |
|---------------------|-------------------------------|
| 1) coil             | 4) ปปล่อยตรง                  |
| 2) zig zag 2 x 3 cm | 5) ลูกโซ่                     |
| 3) zig zag 1 x 4 cm | 6) single bead string reactor |

### 4. โฟลว์เซลล์ ( Flow through cell ) [36]

อาศัยหลักการของการไหลผ่านตามรูปร่างภาชนะของของเหลว โดยให้สารละลายไหลเข้าทางด้านหนึ่งแล้วไหลออกอีกทางด้านหนึ่ง ของ flow through cell โดยที่แสงจะผ่านของเหลว ซึ่งไหลอย่างต่อเนื่องทางหน้าต่าง (window) ของ cell ที่เจาะทะลุเป็นช่องเล็กๆ เมื่อแสงผ่านจะเกิดการดูดกลืนแสง และ วัดปริมาณการดูดกลืนแสง โดยเครื่องตรวจวัด (detector) ลักษณะของ flow through cell ที่ทำขึ้นแสดง ดังรูป 2.4



รูป 2.4 flow through cell ที่ทำขึ้นใช้ในงานวิจัย

#### 2.2.4 การเตรียมสารละลายที่ใช้ในการวิเคราะห์

1. สารละลาย Cr(VI) 100 ppm.

ซึ่ง potassium dichromate ( $K_2Cr_2O_7$ ) M.W. 294.19 จำนวน 0.2829 g. ละลายในน้ำกลั่นปราศจากไอออน แล้วเติมกรดซัลฟูริกเข้มข้น 2.0 ml. จากนั้นปรับปริมาตรเป็น 1000 ml. ด้วยน้ำกลั่นปราศจากไอออน

2. สารละลาย 1,5-diphenylcarbazide 0.05 % w/v

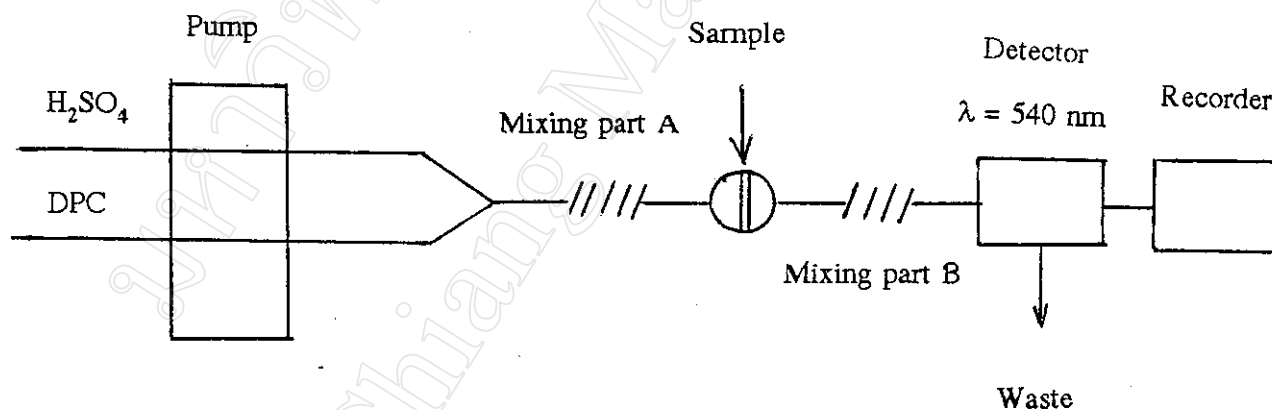
ซึ่ง 1,5-diphenylcarbazide 0.2500 g. ละลายในเอทานอลร้อน (hot ethanol) ปริมาตร 20 ml. จนกระทั่ง DPC ละลายหมด จากนั้นปรับปริมาตรสารละลายให้ครบ 500 ml. ด้วยน้ำกลั่นปราศจากไอออน

3. สารละลายกรดซัลฟูริก ( $H_2SO_4$ ) เข้มข้น 0.50 M.

ปีเปต  $H_2SO_4$  96.7% ปริมาตร 13.5 ml. ใส่ลงในขวดวัดปริมาตร 500 ml ที่มีน้ำบรรจุอยู่ประมาณ 300 ml ปรับปริมาตรจนครบ ด้วยน้ำกลั่นปราศจากไอออน

### 2.3 หลักการ

เมื่อน้ำกรดละลาย Cr (VI) เข้าไปผสมกับกระแสของสารละลายที่ผสมกันแล้ว ของสารละลายกรดซัลฟูริก 0.50 M กับสารละลาย DPC เข้มข้น 0.05 % w/v ซึ่งไหลด้วยอัตราเร็วคงที่ สารละลายจะไหลผ่าน mixing part ที่มีขนาดและรูปร่างเหมาะสม Cr(VI) ในสารละลายตัวอย่าง จะทำปฏิกิริยากับรีเอเจนต์ คือ DPC เกิดสารประกอบสีม่วง-แดง ไหลไปตามท่อสายยางขนาดเล็กๆ (plastic tube) ผ่านไปยังเครื่องตรวจวัด วัดค่าการดูดกลืนแสงที่ความยาวคลื่น 540 nm. และส่งสัญญาณไปยังเครื่องบันทึกสัญญาณ บันทึกการเปลี่ยนแปลงที่เกิดขึ้น โดยสัญญาณที่เกิดขึ้น จะเป็นสัดส่วนโดยตรงกับปริมาณของ Cr(VI) ที่มีในสารตัวอย่าง หรือ สารละลายมาตรฐานที่ฉีดเข้าในระบบแต่ละครั้ง หลังจากผ่านการตรวจวัดแล้วสารละลายจะไหลไปยัง waste ระบบ เอฟ ไอ เอ ที่ใช้ในงานวิจัยนี้ แสดงดังรูป 2.5 และ รูป 2.6



รูป 2.5 ระบบ FIA อย่างง่าย ที่ใช้วิเคราะห์หาปริมาณ Cr(VI)





รูป 2.6 ระบบ FLA ที่ใช้ในการวิเคราะห์ Cr(VI) โดยใช้ DPC เป็นรีเอเจนต์

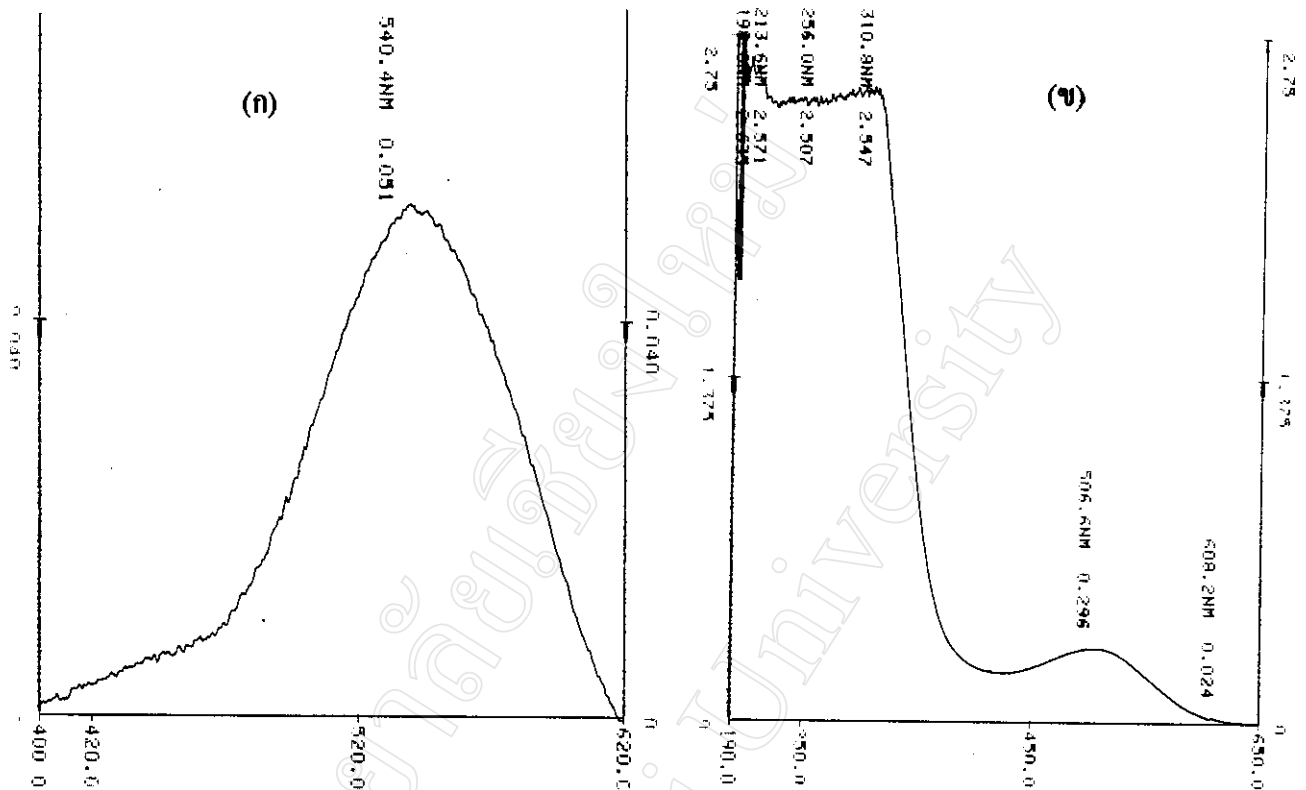
- |  |                       |
|--|-----------------------|
| 1 = reservoir DPC                            | 6 = flow through cell |
| 2 = reservoir H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> | 7 = detector          |
| 3 = peristaltic pump                         | 8 = recorder          |
| 4 = injection valve / injection port         | 9 = waste             |
| 5 = mixing part                              |                       |

## 2.4 วิธีการทดลองและผลการทดลอง

### 2.4.1 การศึกษาก่อนนำเข้าสู่ระบบ เอฟ ไอ เอ

#### 2.4.1.1 การศึกษาสเปกตรัมดูดกลืนแสงก่อนนำเข้าสู่ระบบเอฟ ไอ เอ

เตรียมสารละลายผสม 25.0 ml. ซึ่งประกอบด้วย Cr(VI) 1.0 ppm. 5 ml. สารละลาย 1,5-diphenylcarbazide เข้มข้น 0.05 % w/v 5 ml. และสารละลายกรดซัลฟูริก 0.5 M 9 ml. ปรับปริมาตรสารละลายด้วยน้ำกลั่น นำไปวัดค่าการดูดกลืนแสงของสารละลายผสมเทียบกับน้ำกลั่น โดยสแกน (scan) สเปกตรัมในช่วงความยาวคลื่น 400-620 nm. ได้ผลการทดลอง ดังรูป 2.7



รูป 2.7 สเปกตรัมดูดกลืนแสง (ก) ของสารละลาย Cr(VI) กับ DPC (ข) ของสารละลาย DPC รีเอเจนต์ เมื่อใช้ UV-Vis spectrophotometer เป็น detector

จากผลการทดลองในรูป 2.7 จะเห็นได้ว่าสารละลายผสม Cr(VI) กับ 1,5-diphenylcarbazide จะให้ค่าการดูดกลืนแสงสูงสุดที่ความยาวคลื่น 540.4 nm. และเมื่อพิจารณาค่าการดูดกลืนแสงของ DPC รีเอเจนต์ จะพบว่า ไม่ครอบคลุมการวิเคราะห์ เพราะสเปกตรัมให้ค่าการดูดกลืนแสงสูงสุดที่ความยาวคลื่นต่างกัน

#### 2.4.1.2 การศึกษาสูตรโครงสร้าง (empirical formula) ของสารประกอบเชิงซ้อน

ได้ศึกษาสูตรโครงสร้าง (empirical formula) ของสารประกอบเชิงซ้อนที่เกิดขึ้นระหว่าง Cr(VI) กับ DPC โดยใช้วิธี continuous variation method [37] มีวิธีการดังนี้

- 1) เตรียมสารละลายของ Cr(VI) และ DPC ให้มีความเข้มข้นเท่ากันคือ  $1.0 \times 10^{-3}$  M
- 2) ผสมสารละลายทั้งสองด้วยอัตราส่วนปริมาตรต่าง ๆ กัน ตามตาราง 2.1
- 3) เติมสารละลายกรดซัลฟูริก 0.50 M ลงไป 10 ml เขย่าให้เข้ากัน
- 4) นำสารละลายที่ได้ ไปวัดค่าการดูดกลืนแสงที่ความยาวคลื่น 540 nm ใช้ spectrophotometer รุ่น CE 1010 ของบริษัท Cecil ประเทศสหรัฐอเมริกา เป็นเครื่องตรวจวัด ได้ผลการทดลองดังตาราง 2.1 และ รูป 2.8

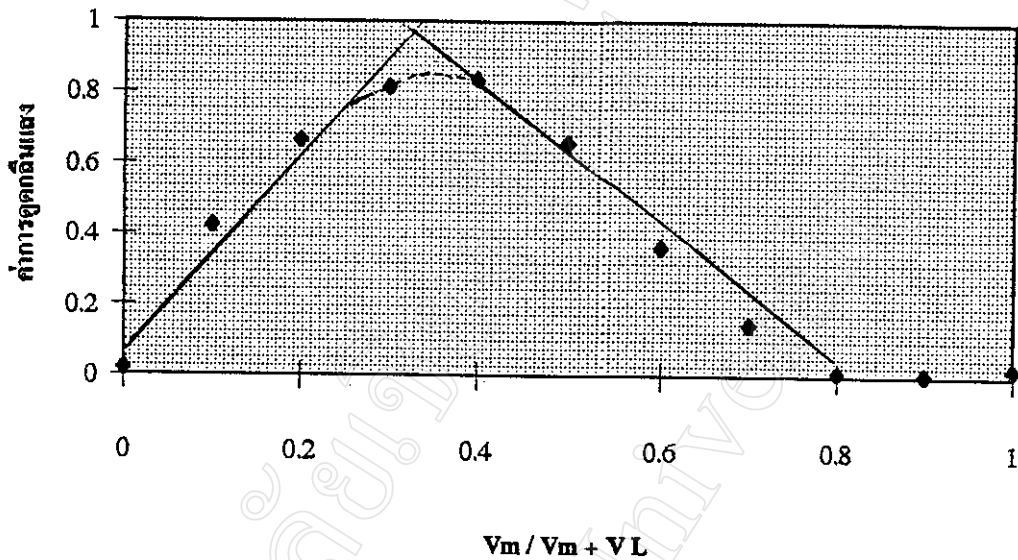


ตาราง 2.1 ค่าการดูดกลืนแสงของสารละลายผสมระหว่างCr(VI) กับ DPC ในอัตราส่วน ปริมาตร ต่างๆกัน

$V_m / V_m + V_L$	$V_L / V_m + V_L$	Absorbance
0	1.00	0.019
0.10	0.90	0.424
0.20	0.80	0.664
0.30	0.70	0.815
0.40	0.60	0.836
0.50	0.50	0.657
0.60	0.40	0.364
0.70	0.30	0.148
0.80	0.20	0.012
0.90	0.10	0.008
1.00	0	0.020

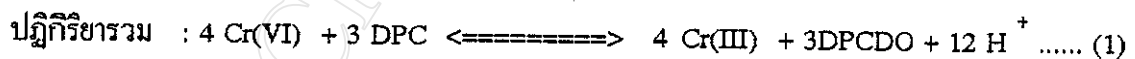
หมายเหตุ :  $V_m$  = ปริมาตรของสารละลาย Cr (VI)

$V_L$  = ปริมาตรของสารละลาย DPC reagent

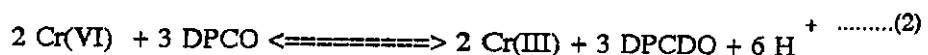
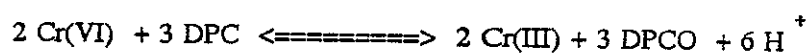


รูป 2.8 ค่าการดูดกลืนแสงของสารละลายผสมระหว่าง  $\text{Cr(VI)}$  ( $1.0 \times 10^{-3} \text{ M}$ ) กับ DPC ( $1.0 \times 10^{-3} \text{ M}$ ) ที่มีอัตราส่วนปริมาตรต่างๆกัน

จากผลการทดลองในตาราง 2.1 และ รูป 2.8 พบว่า อัตราส่วนโมลระหว่างโครเมียม ( $\text{Cr(VI)}$ ) กับ DPC ที่เข้าทำปฏิกิริยากันมีอัตราส่วนเป็น 2 : 3 ซึ่งผลการทดลองที่ได้สอดคล้องกับของ G.J. Willems และคณะ [38,39] ซึ่งได้รายงานว่าปฏิกิริยาที่เกิดขึ้นระหว่าง  $\text{Cr(VI)}$  กับ DPC มีอัตราส่วนการเกิดสารประกอบเชิงซ้อนระหว่าง  $\text{Cr(VI)}$  : DPC เป็น 2 : 3 ซึ่งปฏิกิริยาที่เกิดขึ้นสามารถเขียนกลไกได้ดังสมการ (1) และ (2)



ซึ่งจากสมการ (1) สามารถเขียนแยกได้เป็นสองปฏิกิริยา ดังนี้



หมายเหตุ : DPC = diphenylcarbazine

DPCO = diphenylcarbazon

DPCDO = diphenylcarbadiazon

ดังนั้นจากสมการแสดงการเกิดปฏิกิริยาทำให้ทราบว่าเมื่อ  $\text{Cr(VI)}$  เข้าทำปฏิกิริยากับ DPC จะได้  $\text{Cr(III)}$  และ DPCO เป็นผลิตภัณฑ์ โดยมีกลไกการเกิดปฏิกิริยาเป็นไปตามสมการ (1) และ (2)

## 2.4.2 การหาสภาวะที่เหมาะสมของการวิเคราะห์ในระบบเอฟ ไอ เอ

### 1) การศึกษาความยาวคลื่นที่เหมาะสม

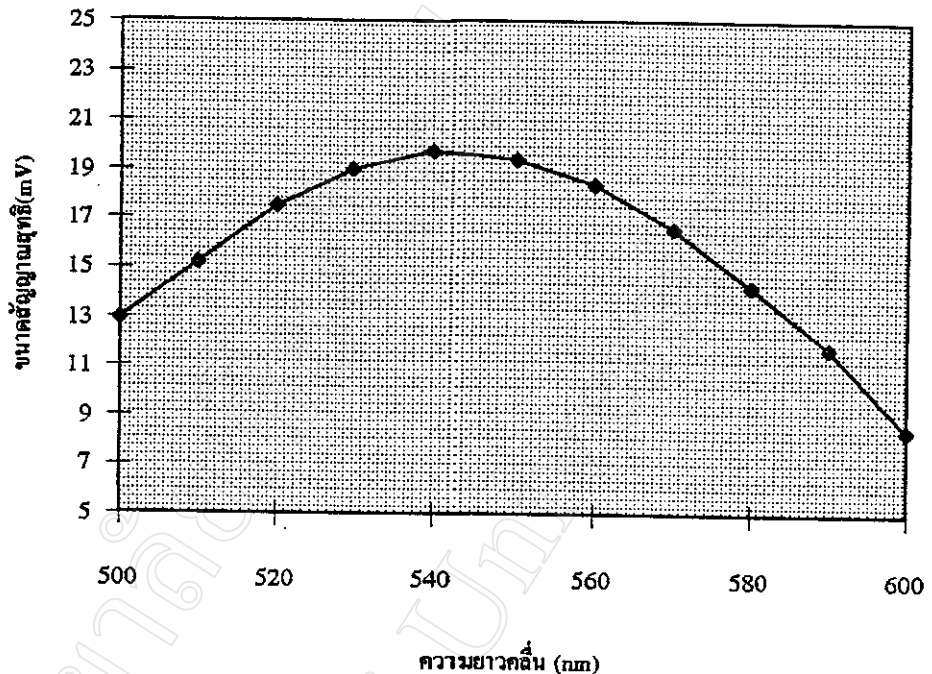
ในการวิเคราะห์หาปริมาณ Cr(VI) จำเป็นต้องเลือกใช้ความยาวคลื่นแสง ที่เหมาะสม จะทำให้วัดค่าการดูดกลืนแสง ได้สูงสุด ณ ความยาวคลื่นนั้น ในการทดลองใช้เครื่องสเปคโตรนิค 21 (spectronic 21) เป็นเครื่องตรวจวัด และ ใช้สภาวะการทดลอง ดังตาราง 2.2 และ ได้ผลการทดลองดังตาราง 2.4 และ รูป 2.9

ตาราง 2.2 สภาวะที่ใช้ในการศึกษาหาความยาวคลื่นที่เหมาะสม

ลักษณะสภาวะ	สภาวะที่ใช้
สภาวะของระบบ	
ความเข้มข้นของสารละลาย DPC	0.05 % w/v
ความเข้มข้นของสารละลาย H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>	0.5 M
ความเข้มข้นของสารละลาย Cr(VI)	2.0 ppm
ปริมาตรของสารตัวอย่างที่ใช้	100 $\mu$ l
pump flow rate	2.0 ml / min
ขนาด mixing tube (i.d. x o.d.)	0.040 x 0.070 in
ความยาวของ mixing part (A)	70.0 cm
ความยาวของ mixing part (B)	70.0 cm
รูปร่างของ mixing part	พันรอบหลอดทดสอบขนาด $\phi$ 1.50 cm
สภาวะของเครื่องตรวจวัด	
ความยาวคลื่น	500-600 nm
สภาวะของเครื่องบันทึกสัญญาณ	
chart speed	30 cm / H
sensitivity	2 mv / cm

ตาราง 2.3 ผลการศึกษาหาความยาวคลื่นที่เหมาะสม

ความยาวคลื่น (nm.)	ขนาดสัญญาณ (cm.) ครั้งที่				ขนาดสัญญาณ (mv)
	1	2	3	เฉลี่ย	
500	6.45	6.50	6.50	6.48	12.96
510	7.60	7.60	7.60	7.60	15.20
520	8.75	8.72	8.75	8.74	17.48
530	9.50	9.50	9.50	9.50	19.00
540	9.85	9.88	9.85	9.86	19.72
550	9.70	9.75	9.72	9.72	19.44
560	9.20	9.15	9.20	9.18	18.36
570	8.30	8.30	8.30	8.30	16.60
580	7.15	7.10	7.10	7.13	14.26
590	5.90	5.85	5.90	5.88	11.76
600	4.20	4.25	4.20	4.21	8.42



รูป 2.9 ความสัมพันธ์ระหว่างความยาวคลื่น ( nm ) กับขนาดสัญญาณ ( mv )

จากรูป 2.9 จะเห็นได้ว่าเมื่อ  $\text{Cr(VI)}$  ทำปฏิกิริยากับ 1,5-diphenylcarbazide ในระบบเฟส ไอ เอ สารประกอบ ที่เกิดขึ้นจะดูดกลืนคลื่นแสงได้สูงสุดที่ความยาวคลื่น (  $\lambda_{\text{max}}$  ) 540 nm. เมื่อเปรียบเทียบกับค่าการดูดกลืนแสง เมื่อใช้ UV-Vis spectrophotometer เป็น detector พบว่ามีค่าการดูดกลืนแสงสูงสุดที่ความยาวคลื่น 540.4 nm ซึ่งมีค่าใกล้เคียงกันมาก ดังนั้นจึงเลือกใช้ความยาวคลื่นที่ 540 nm ในการศึกษาขั้นต่อไป

## 2) การศึกษาผลกระทบของความเข้มข้นของสารละลายกรดซัลฟูริก ( $\text{H}_2\text{SO}_4$ ) ต่อความยาวคลื่นสูงสุด (maximum wavelength) และขนาดของสัญญาณ

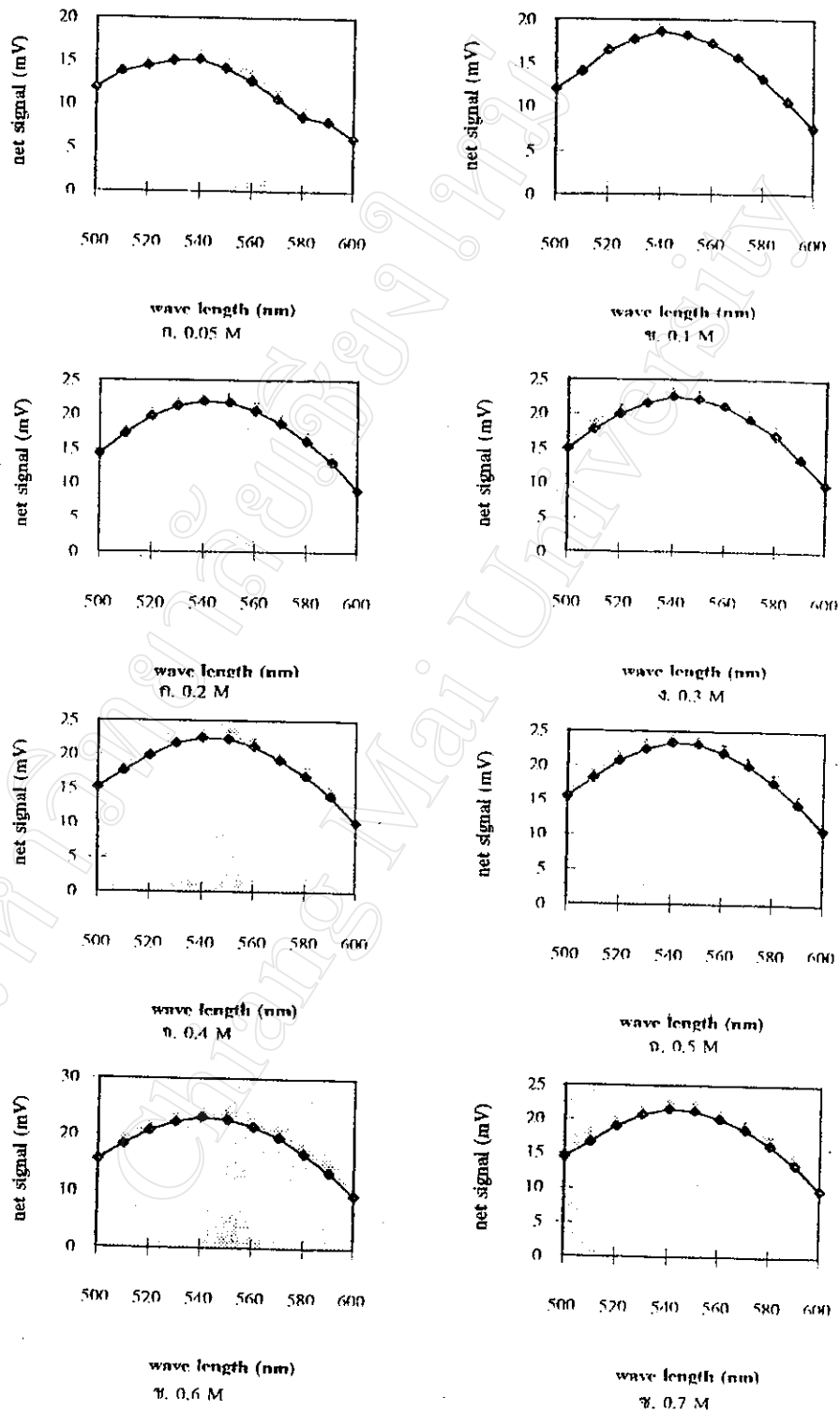
เนื่องจากว่าปฏิกิริยาระหว่าง  $\text{Cr(VI)}$  กับ 1,5-diphenylcarbazide เกิดได้ดี มีความไวและความจำเพาะสูง ในสภาพสารละลายที่มีความเป็นกรด [33] (acid solution) ในการทดลองนี้ได้ทำการศึกษาผลกระทบของความเข้มข้นของสารละลายกรดซัลฟูริกต่อความยาวคลื่นที่ให้ค่าการดูดกลืนแสงสูงสุด (  $\lambda_{\text{max}}$  ) และ ขนาดของสัญญาณ โดยเตรียมสารละลายกรดซัลฟูริก ความเข้มข้นในช่วง 0.05 - 0.7 M สภาวะต่าง ๆ ที่ใช้ในการทดลอง เป็นไปตามตาราง 2.2 ได้ผลการทดลอง ดังตาราง 2.4 รูป 2.10 และรูป 2.11

ตาราง 2.4 ผลการศึกษาผลกระทบของความเข้มข้นของกรดซัลฟูริกต่อขนาดสัญญาณและความยาวคลื่น

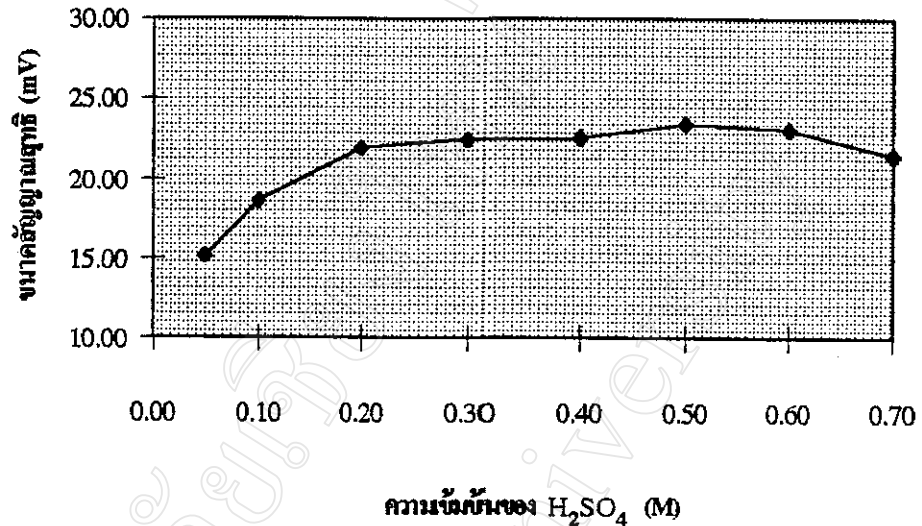
ความยาวคลื่น (nm)	ขนาดสัญญาณสุทธิ *															
	0.05		0.10		0.20		0.30		0.40		0.50		0.60		0.70	
	cm	mV	cm	mV	cm	mV	cm	mV	cm	mV	cm	mV	cm	mV	cm	mV
500	5.90	11.80	5.97	11.94	7.13	14.26	7.45	14.90	7.58	15.16	7.75	15.50	7.75	15.50	7.18	14.36
510	6.85	13.70	6.97	13.94	8.61	17.22	8.80	17.60	8.81	17.62	9.08	18.16	9.08	18.16	8.31	16.62
520	7.18	14.36	8.20	16.40	9.81	19.62	9.93	19.86	9.90	19.80	10.35	20.70	10.35	20.70	9.47	18.94
530	7.50	15.00	8.82	17.64	10.58	21.16	10.75	21.50	10.83	21.66	11.15	22.30	11.10	22.20	10.32	20.64
540	7.55	15.10	9.30	18.60	10.93	21.86	11.20	22.40	11.23	22.46	11.67	23.34	11.52	23.04	10.72	21.44
550	7.05	14.10	9.05	18.10	10.83	21.66	11.03	22.06	11.12	22.24	11.50	23.00	11.30	22.60	10.63	21.26
560	6.32	12.64	8.59	17.18	10.22	20.44	10.50	21.00	10.56	21.12	10.90	21.80	10.73	21.46	10.00	20.00
570	5.30	10.60	7.75	15.50	9.30	18.60	9.55	19.10	9.58	19.16	10.01	20.02	9.75	19.50	9.25	18.50
580	4.28	8.56	6.58	13.16	8.03	16.06	8.40	16.80	8.45	16.90	8.80	17.60	8.30	16.60	8.10	16.20
590	4.00	8.00	5.23	10.46	6.57	13.14	6.75	13.50	6.97	13.94	7.25	14.50	6.67	13.34	6.70	13.40
600	3.05	6.10	3.75	7.50	4.50	9.00	4.91	9.82	5.03	10.06	5.35	10.70	4.70	9.40	4.83	9.66

หมายเหตุ :- \* เป็นค่าเฉลี่ยที่ได้จากการทดลอง 3 ครั้ง





รูป 2.10 ความสัมพันธ์ระหว่างความยาวคลื่น (nm) กับ ขนาดของสัญญาณ (mV) เมื่อใช้ความเข้มข้นของกรดซัลฟูริกต่างกัน



รูป 2.11 ความสัมพันธ์ระหว่างขนาดของสัญญาณ(mV) ที่ความยาวคลื่น 540 nm กับความเข้มข้นของ  $H_2SO_4$  ต่างๆ กัน

จากผลการทดลองในรูป 2.10 พบว่าความเข้มข้นของกรดซัลฟูริกจะไม่มีผลต่อการ shift ของความยาวคลื่นที่เหมาะสม คือ ทุก ๆ สเปกตรัมของการดูดกลืนแสงเกิดที่ความยาวคลื่นสูงสุดที่เดียวกันคือ 540 nm แต่ความเข้มข้นของสารละลายกรดซัลฟูริก มีผลต่อการเกิดปฏิกิริยาระหว่าง Cr(VI) กับ DPC ดังแสดงในรูป 2.11 จะเห็นได้ว่า Cr(VI) จะทำปฏิกิริยากับ DPC ได้ดีที่สุดที่ความเข้มข้นของ  $H_2SO_4$  เท่ากับ 0.50 M เพราะให้ผลการทดลองที่มีขนาดสัญญาณที่สูงที่สุด ดังนั้นจึงเลือกใช้ความเข้มข้นนี้ในการศึกษาขั้นต่อไป อย่างไรก็ตามสัญญาณที่ได้จากการทดลองที่ใช้  $H_2SO_4$  ที่มีความเข้มข้นในช่วง 0.40 - 0.60 M ให้ผลการทดลองที่ไม่ต่างกันมากนัก

### 3) การศึกษาหาความเข้มข้นที่เหมาะสมของ DPC

ความเข้มข้นของรีเอเจนต์มีผลต่อการเกิดปฏิกิริยา เพราะถ้าหากความเข้มข้นของรีเอเจนต์น้อยเกินไปจะทำให้ปฏิกิริยาเกิดขึ้นไม่ได้ แต่ถ้าหากความเข้มข้นของรีเอเจนต์มากเกินไปจะทำให้สิ้นเปลือง หรือในบางกรณีรีเอเจนต์ที่มากเกินไป อาจมีผลรบกวนต่อการเกิดสารประกอบเชิงซ้อนของโลหะไอออนกับลิแกนด์ (ligand) ได้ ในการทดลองนี้จึงทำการศึกษาความเข้มข้นของ 1,5-diphenylcarbazide ที่เหมาะสม เพื่อให้ได้ความไวในการวิเคราะห์ที่ดี และ ไม่สิ้นเปลืองรีเอเจนต์มากเกินไป ซึ่งในการทดลองใช้ความเข้มข้นของ DPC ในช่วง 0.01 - 0.06 % w/v สภาพที่ใช้ในการทดลองเป็นไป ตามตาราง 2.5 ได้ผลการทดลอง ดังตาราง 2.6 รูป 2.12 และรูป 2.13

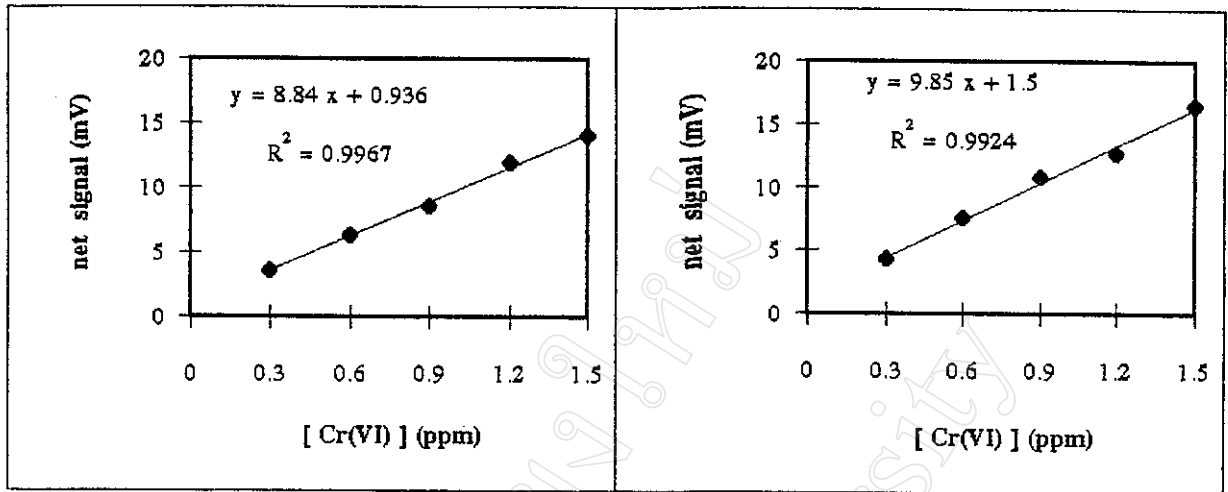
ตาราง 2.5 สภาวะที่ใช้ในการหาความเข้มข้นที่เหมาะสมของ DPC

ลักษณะสภาวะ	สภาวะที่ใช้
สภาวะของระบบ	
ความเข้มข้นของสารละลาย DPC	0.01 - 0.06 % w/v
ความเข้มข้นของสารละลาย H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>	0.5 M
ความเข้มข้นของสารละลาย Cr(VI)	0 - 1.50 ppm.
อัตราการไหลของสารละลาย DPC	1.8 ml./min.
อัตราการไหลของสารละลาย H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>	1.8 ml./min.
ปริมาตรของสารตัวอย่างที่ใช้	100 $\mu$ l.
ขนาด mixing tube (i.d. x o.d.)	0.040 x 0.070 in.
ความยาวของ mixing part (A)	70.0 cm.
ความยาวของ mixing part (B)	70.0 cm.
รูปร่างของ mixing part	พื้นรอบหลอดทดสอบขนาด $\phi$ 1.50 cm.
สภาวะของเครื่องตรวจวัด	
ความยาวคลื่น	540 nm.
สภาวะของเครื่องบันทึกสัญญาณ	
chart speed	30 cm / H
sensitivity	2 mv / cm

ตาราง 2.6 ผลการศึกษาหาความเข้มข้นที่เหมาะสมของ DPC

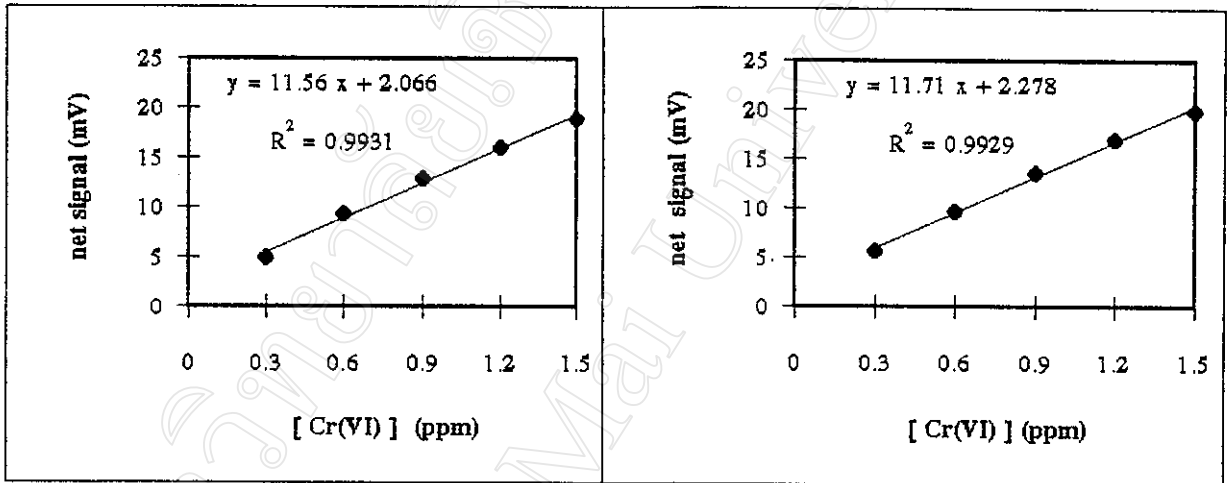
[DPC] %w/v [Cr(VI)] (ppm)	ขนาดสัญญาณสุทธิ *											
	0.01		0.02		0.03		0.04		0.05		0.06	
	cm	mV	cm	mV	cm	mV	cm	mV	cm	mV	cm	mV
0.30	1.78	3.56	2.15	4.30	2.50	5.00	2.82	5.64	2.90	5.80	2.73	5.46
0.60	3.18	6.36	3.77	7.54	4.68	9.36	4.86	9.72	4.85	9.70	4.80	9.60
0.90	4.30	8.60	5.40	10.8	6.48	12.9	6.78	13.5	6.26	12.5	6.62	13.2
1.20	5.94	11.8	6.35	12.7	8.03	16.0	8.46	16.9	7.86	15.7	8.33	16.6
1.50	7.03	14.0	8.25	16.5	9.50	19.0	9.96	19.9	10.2	20.4	9.95	19.9

หมายเหตุ :- \* เป็นค่าเฉลี่ยที่ได้จากการทดลอง 3 ครั้ง



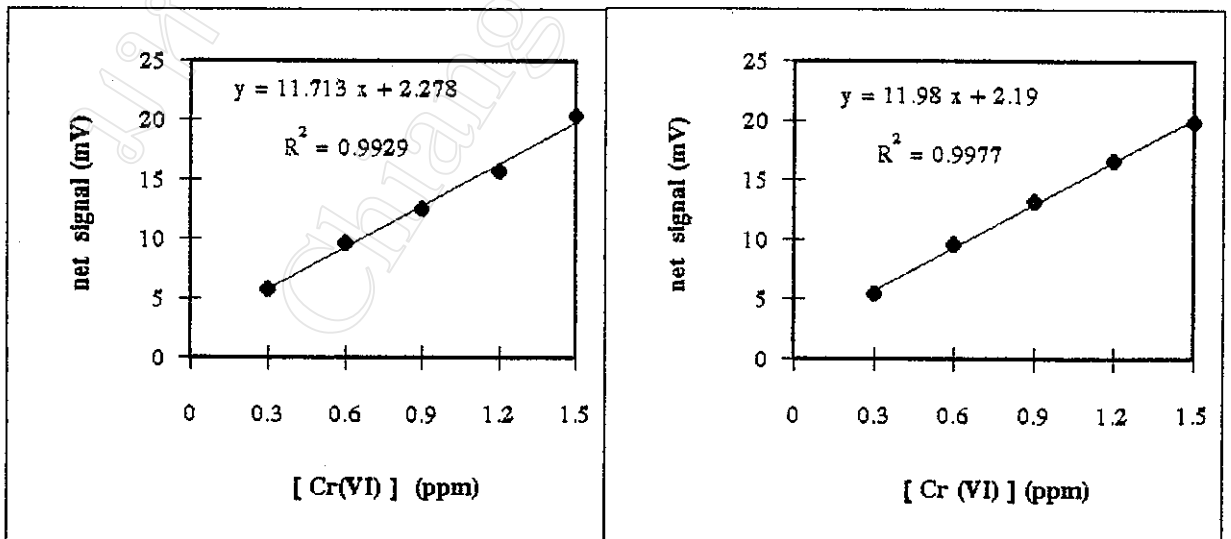
ก. 0.01 % w/v

ข. 0.02 % w/v



ค. 0.03 % w/v

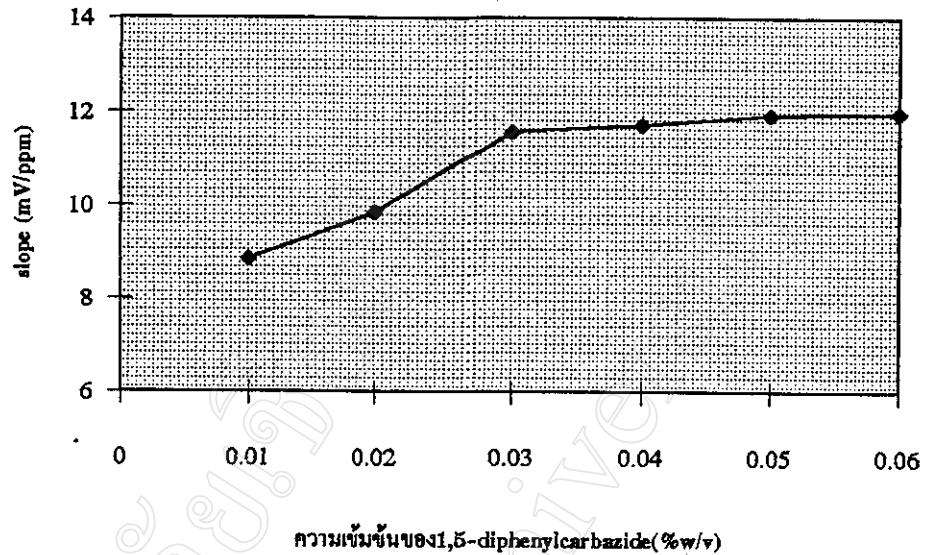
ง. 0.04 % w/v



จ. 0.05 % w/v

ฉ. 0.06 % w/v

รูป 2.12 Calibration graph เมื่อใช้ความเข้มข้นของ DPC ต่างกัน



รูป 2.13 ความสัมพันธ์ระหว่างความชัน (mv/ppm) กับความเข้มข้นของ 1,5-diphenylcarbazide (% w/v)

จากผลการทดลองในรูป 2.12 และ 2.13 พบว่าเมื่อความเข้มข้นของ DPC เปลี่ยนแปลงไป sensitivity ในการวิเคราะห์ที่ได้จะแตกต่างกัน ซึ่งพิจารณาในรูปของค่าความชันของกราฟมาตรฐาน เมื่อใช้ DPC ในช่วงความเข้มข้น 0.01-0.06 % w/v พบว่า ความไวในการวิเคราะห์จะเพิ่มขึ้นค่อนข้างรวดเร็วในช่วงความเข้มข้นของ DPC เท่ากับ 0.01 - 0.03 % w/v แต่เมื่อใช้ความเข้มข้นของ DPC เพิ่มขึ้นอีกจาก 0.03 - 0.06 % w/v พบว่าความไวในการวิเคราะห์จะเพิ่มขึ้นน้อยมาก ดังนั้นจึงเลือกใช้ความเข้มข้นของ DPC เท่ากับ 0.03 % w/v ในการศึกษาขั้นต่อไป



#### 4) การศึกษาหาอัตราเร็วของการไหลของสารละลายที่เหมาะสม

ในระบบ เอฟ ไอ เอ อัตราการไหลของสารละลายที่เข้าทำปฏิกิริยากันเป็นปัจจัยหนึ่งในการควบคุมปฏิกิริยาเคมี หรือสัญญาณที่เกิดขึ้น อัตราการไหลของสารละลายในระบบเอฟ ไอ เอ จะควบคุมการแพร่ (controlled diffusion) ซึ่งส่งผลต่อขนาดสัญญาณที่ได้ ถ้าหากใช้อัตราเร็วในการไหลของสารละลายช้าเกินไป จะทำให้เกิดการแพร่กระจายใน sample zone มาก แต่ถ้าอัตราเร็วในการไหลของสารละลายเร็วเกินไป ก็จะทำให้สิ้นเปลืองสารมากและใช้กับปฏิกิริยาที่เกิดเร็วไม่ได้ผล อัตราการไหลของสารละลายที่เหมาะสมให้ความไวในการวิเคราะห์สูง และไม่สิ้นเปลืองสารมากเกินไป ในการทดลองได้ทำการศึกษาอัตราการไหลของสารละลายกรดซัลฟูริก ( $H_2SO_4$ ) และอัตราการไหลของสารละลายรีเอเจนต์ (DPC) โดยศึกษาอัตราการไหลที่ 1.0 - 3.0 ml / min ใช้ความเข้มข้นของ DPC เท่ากับ 0.03 %w/v สภาวะที่ใช้ในการทดลองเป็นไปตามข้อ (3) ได้ผลการทดลองดังตาราง 2.7- 2.8 และ รูป 2.14 -2.16

ตาราง 2.7 ผลการศึกษาอัตราเร็วของการไหลของสารละลายที่เหมาะสม

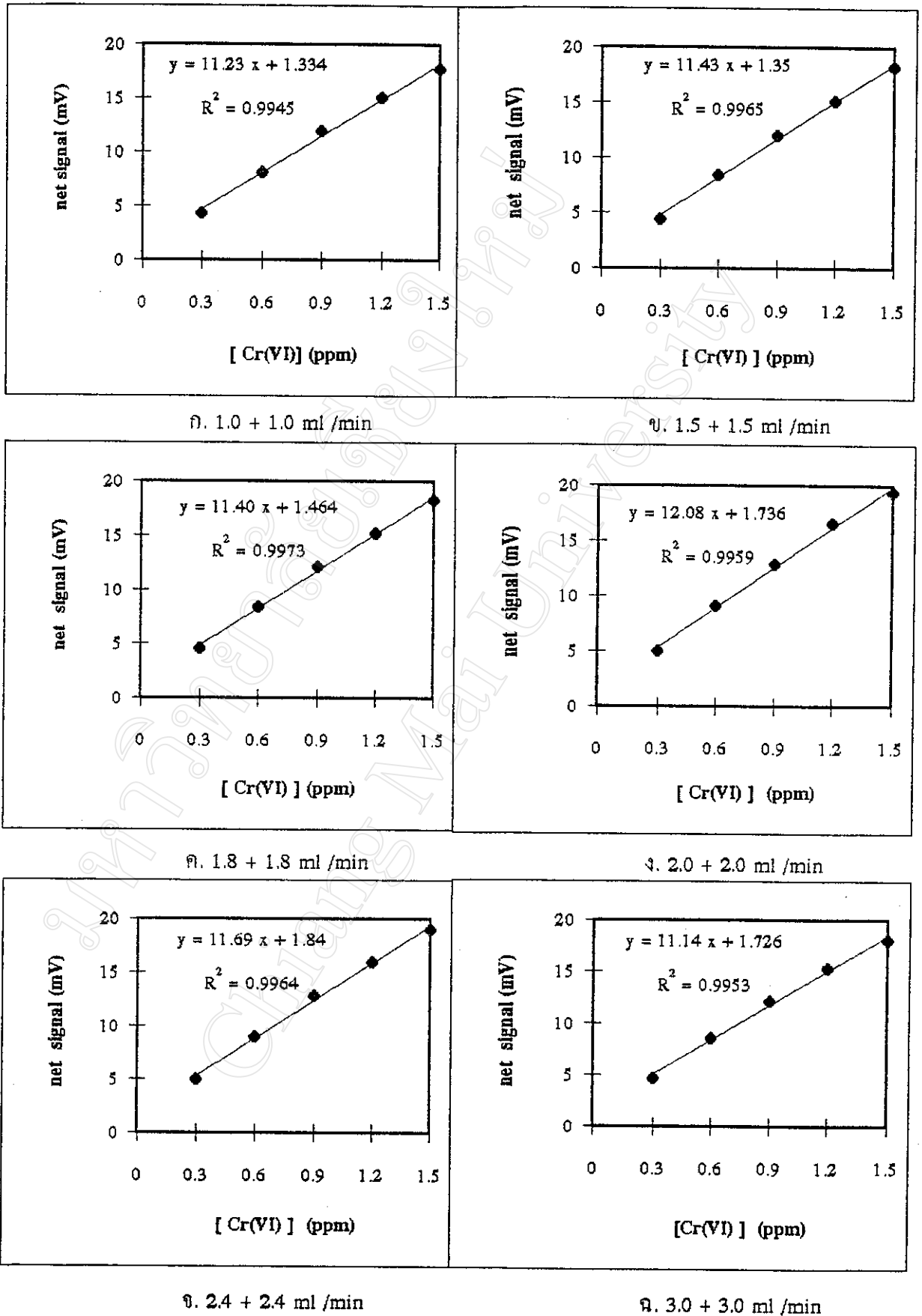
flow rate (ml/min)	ขนาดสัญญาณสุทธิ *											
	$H_2SO_4$						DPC					
	1.0		1.5		1.8		2.0		2.4		3.0	
	cm	mV	cm	mV	cm	mV	cm	mV	cm	mV	cm	mV
0.30	2.18	4.36	2.20	4.40	2.30	4.60	2.50	5.00	2.50	5.00	2.35	4.70
0.60	4.06	8.12	4.23	8.46	4.20	8.40	4.58	9.16	4.50	9.00	4.28	8.56
0.90	5.97	11.94	6.00	12.00	6.06	12.12	6.45	12.90	6.40	12.80	6.08	12.16
1.20	7.53	15.06	7.56	15.12	7.60	15.20	8.28	16.56	7.98	15.96	7.65	15.30
1.50	8.87	17.74	9.11	18.22	9.15	18.30	9.71	19.42	9.53	19.06	9.02	18.04

หมายเหตุ :- \* เป็นค่าเฉลี่ยที่ได้จากการทดลอง 3 ครั้ง

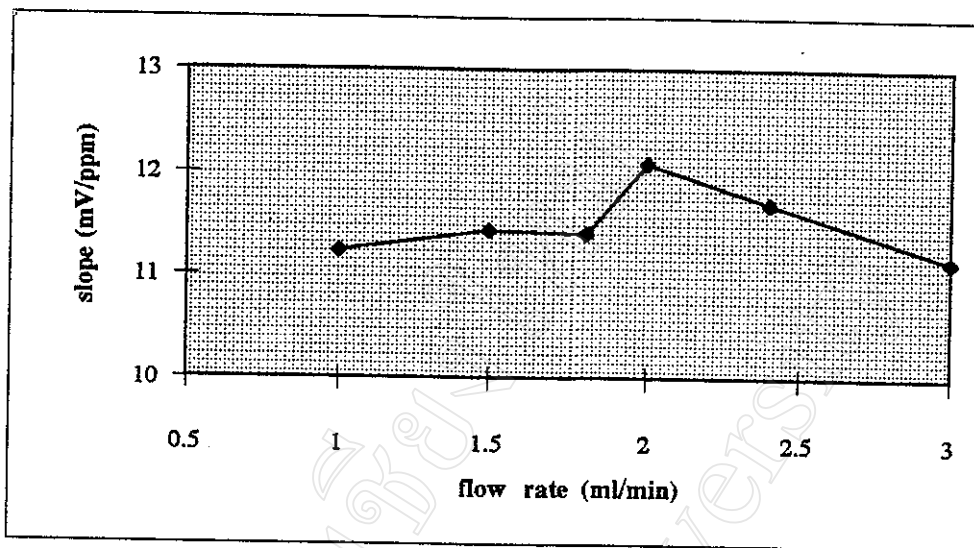
ตาราง 2.8 Analytical Characteristics สำหรับการวิเคราะห์สารละลายมาตรฐาน Cr(VI) เข้มข้น 0.90 ppm โดยใช้อัตราการไหลของสารละลายต่าง ๆ กัน

pump flow rate (ml/min)		final flow rate (ml/min)	$t_{base}$		sample / hr
H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>	DPC		cm	sec	
1.0	1.0	1.8	0.80	96.0	37
1.5	1.5	2.8	0.50	60.0	60
1.8	1.8	3.6	0.40	48.0	75
2.0	2.0	4.0	0.35	42.0	85
2.4	2.4	4.6	0.35	42.0	85
3.0	3.0	5.8	0.35	42.0	85

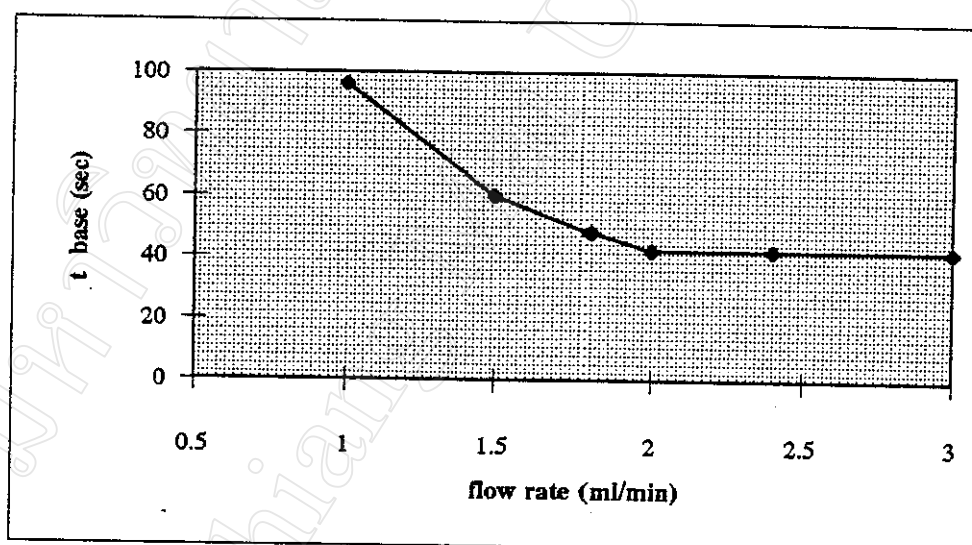
จากรูป 2.14 - 2.16 จะพบว่า เมื่อเพิ่มอัตราเร็วของการไหลของ สารละลายกรดซัลฟูริก + สารละลายรีเอเจนต์ DPC จาก 1.0 + 1.0 ml/min เป็น 2.0 + 2.0 ml/min จะทำให้ความไวในการวิเคราะห์สูงขึ้น แต่เมื่อเพิ่มอัตราการไหลขึ้นไปอีกจะทำให้ความไวในการวิเคราะห์ลดลง และ จากผลการทดลองในตาราง 2.7 และ รูป 2.15 พบว่า ที่อัตราเร็วของการไหลของสารละลายต่ำ จะได้พีค (peak) ที่มีฐาน ( $t_{base}$ ) ที่กว้างกว่าเมื่อใช้อัตราในการไหลสูง อัตราเร็วในการไหลที่เร็วเกินไป จะมีผลทำให้ปฏิกิริยาเกิดได้ไม่เต็มที่เท่าที่ควร ทำให้ sample zone ที่เกิดขึ้นไม่เหมาะสม และ เมื่อผ่านเข้าสู่โฟลทรูเซลล์ จะทำให้ความไวในการวิเคราะห์ลดลง ดังนั้นในการศึกษาขั้นต่อไป จึงเลือกใช้อัตราเร็วในการไหลของกระแสตัวพาที่ประกอบด้วย สารละลายกรดซัลฟูริกเข้มข้น 0.50 M และ สารละลาย DPC รีเอเจนต์ 0.03 % w/v ที่มีอัตราการไหลเท่ากัน คือ 2.0 ml / min เพราะให้ความไวในการวิเคราะห์สารตัวอย่างค่อนข้างสูง



รูป 2.14 Calibration graph เมื่อใช้อัตราการไหลของสารละลายกรดซัลฟูริก+ DPC รีเอเจนต์  
ในช่วง 1.0+1.0 ถึง 3.0+3.0 ml /min



รูป 2.15 ความสัมพันธ์ระหว่างความชัน(mV/ppm) กับอัตราการไหลของกระแสตัวพา(ml/min)



รูป 2.16 ความสัมพันธ์ระหว่าง t base (sec) กับอัตราการไหลของกระแสตัวพา (ml/min)

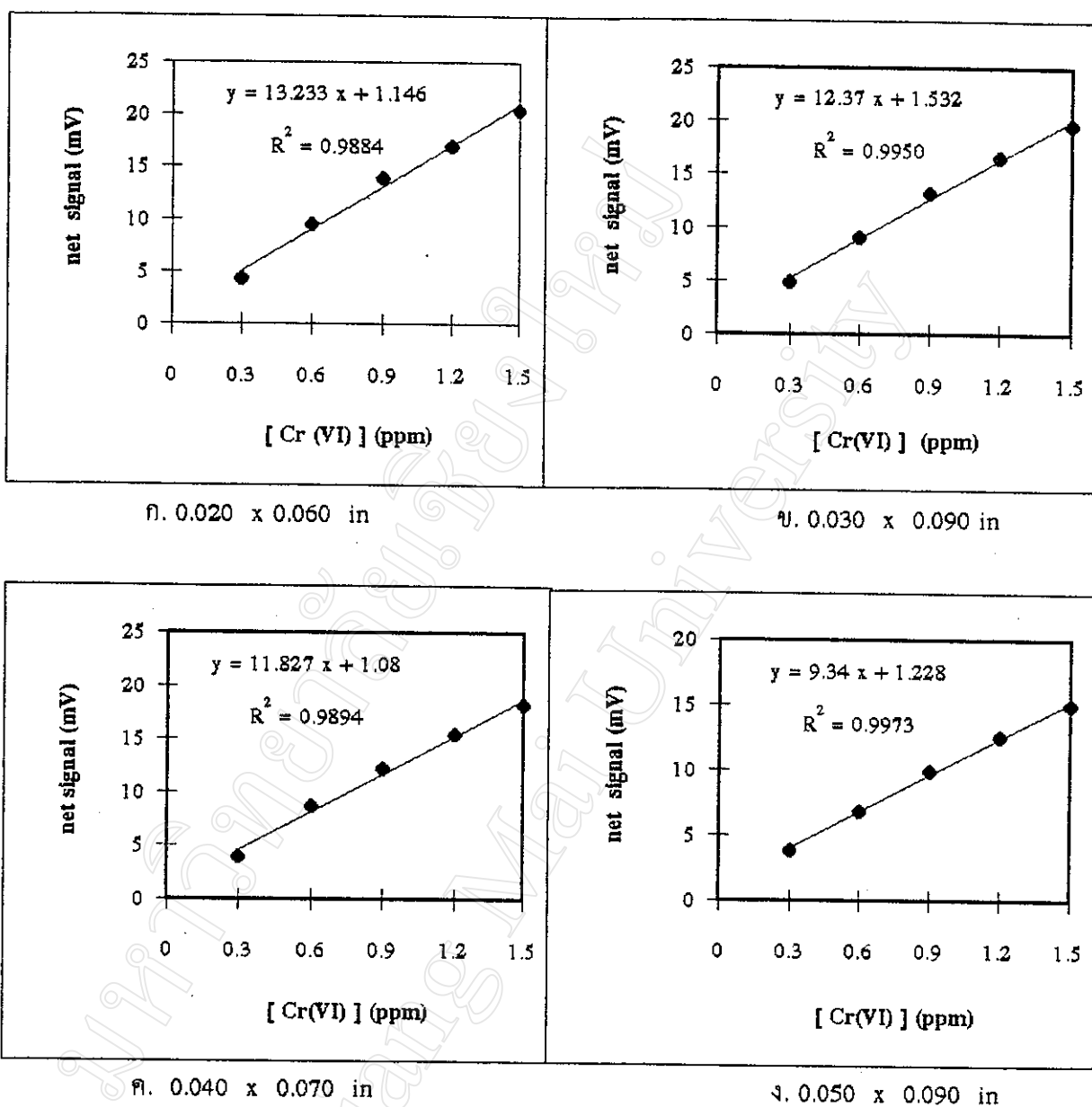
### 5) การศึกษาขนาดของ mixing tubing ที่เหมาะสม

ในระบบเฟอ ไอ เอ ขนาดของ mixing tubing มีอิทธิพลต่อโซนของสารละลายตัวอย่าง (sample zone) ที่เกิดขึ้น การเลือกใช้ขนาดของ mixing tubing ที่เหมาะสม ซึ่งสอดคล้องกับสถานะอื่นๆของระบบ จะทำให้ได้ความไวในการวิเคราะห์ที่ดี ในการทดลองได้ศึกษาโดยใช้ท่อพลาสติก (Tygon plastic tubing) ที่มีขนาดเส้นผ่าศูนย์กลางต่าง ๆ กันคือ 0.020 x 0.060 , 0.030 x 0.090 , 0.040 x 0.070 และ 0.050 x 0.090 in โดยสถานะในการทดลองอื่น ๆ เป็นไปตาม ข้อ (4) ได้ผลการทดลองดังตาราง 2.9 รูป 2.17-2.18

ตาราง 2.9 ผลการศึกษาขนาดของ mixing tubing ที่เหมาะสม

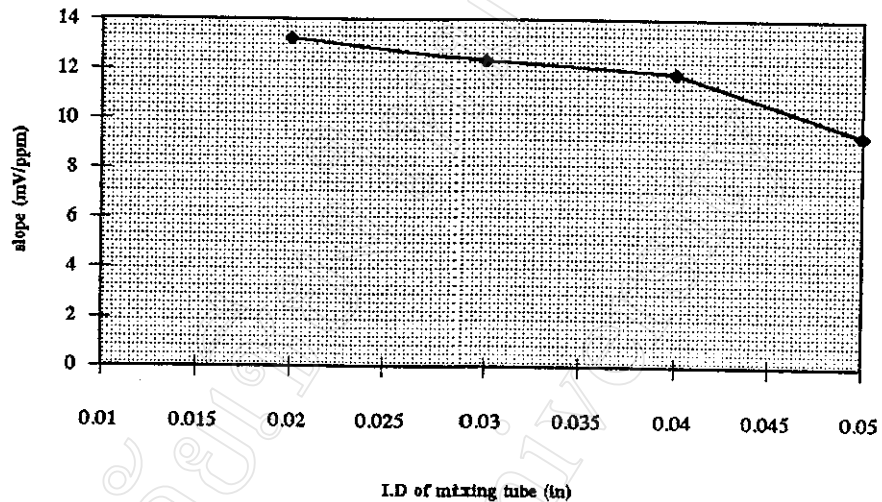
ID. x O.D. of mixing tubing [Cr(VI)] (in) (ppm)	ขนาดสัญญาณสุทธิ*							
	0.020 x 0.060		0.030 x 0.090		0.040 x 0.070		0.050 x 0.090	
	cm	mV	cm	mV	cm	mV	cm	mV
0.3	2.18	4.36	2.43	4.86	1.96	3.92	1.92	3.84
0.6	4.75	9.50	4.52	9.04	4.37	8.74	3.42	6.84
0.9	6.98	13.96	6.60	13.20	6.10	12.20	4.98	9.96
1.2	8.50	17.00	8.30	16.60	7.73	15.46	6.28	12.56
1.5	10.23	20.46	9.82	19.64	9.15	18.30	7.50	15.00

หมายเหตุ :- \* เป็นค่าเฉลี่ยที่ได้จากการทดลอง 3 ครั้ง



รูป 2.17 Calibration graph เมื่อใช้ mixing tubing ที่มีขนาดต่างกัน





รูป 2.18 ความสัมพันธ์ระหว่างความชัน(mV/ppm)กับขนาดเส้นผ่าศูนย์กลางของ mixing tube(in)

จากการทดลองพบว่าเมื่อใช้ mixing tubing ที่มีขนาดต่างกัน ความไวในการวิเคราะห์จะแตกต่างกัน เนื่องจากเส้นผ่านศูนย์กลางภายในของ mixing tubing จะมีผลกระทบต่อการแพร่กระจายของโซนของสารตัวอย่าง (sample zone) ภายในท่อ จากรูป 2.18 พบว่า เมื่อใช้ mixing tubing ที่มีขนาด 0.020 x 0.060 in จะให้ความไวในการวิเคราะห์ที่ดีที่สุด ดังนั้นจึงเลือกใช้ mixing tubing ที่มีขนาดเท่ากับ 0.020 x 0.060 in ในการศึกษาขั้นต่อไป

#### 6) การศึกษาความยาวของ mixing part ที่เหมาะสม

ในระบบ เอฟ ไอ เอ ความยาวของ mixing part จะเกี่ยวข้องกับระยะเวลาที่ใช้ในการเกิดปฏิกิริยาของระบบการวิเคราะห์ ถ้าใช้ความยาวของ mixing part เหมาะสมจะทำให้ระบบที่ใช้มีความไวในการทดลองที่ดี ได้ทดลองหาความยาวของ mixing part ที่เหมาะสม 2 ส่วน คือ ส่วนที่ 1 เป็นส่วนที่สารละลายกรดซัลฟูริก และ รีเอเจนต์ทำปฏิกิริยากัน (ดูรูป 2.5 ตำแหน่ง A) และ ส่วนที่ 2 เป็นส่วนที่สารตัวอย่าง และ รีเอเจนต์ทำปฏิกิริยากัน (ดูรูป 2.5 ตำแหน่ง B) สถานะที่ใช้ศึกษา แสดงในตาราง 2.11 ได้ผลการทดลองดังตาราง 2.10 และ รูป 2.19-2.20

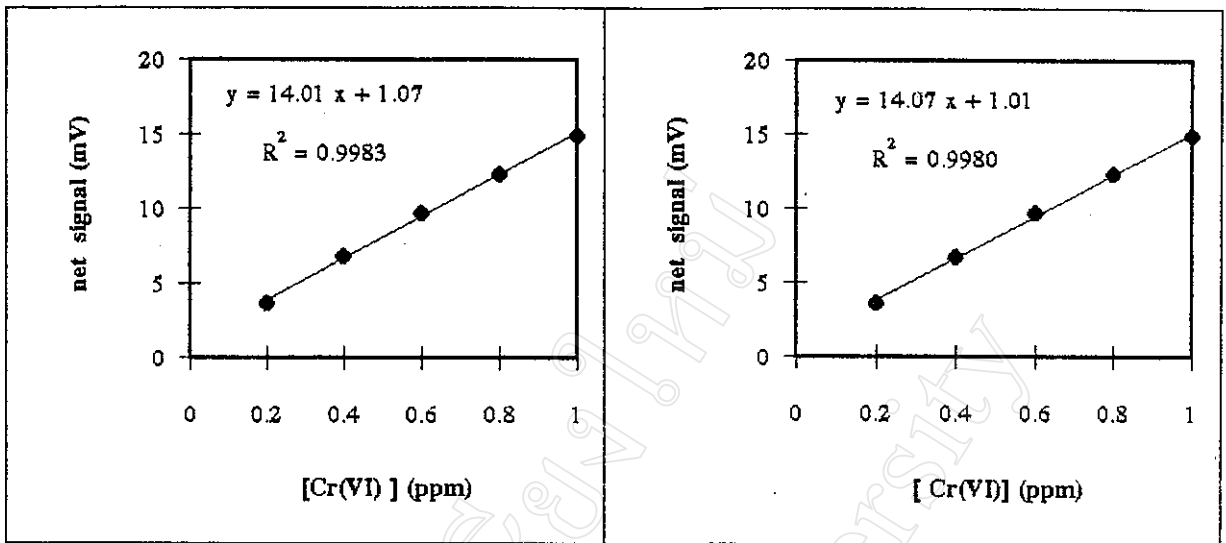
ตาราง 2.10 สภาวะที่ใช้ศึกษาหาความยาวของ mixing part ที่เหมาะสม

ลักษณะสภาวะ	สภาวะที่ใช้
<b>สภาวะของระบบ</b>	
ความเข้มข้นของสารละลาย DPC	0.03 % w/v
ความเข้มข้นของสารละลาย H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>	0.50 M
ความเข้มข้นของสารละลาย Cr (VI)	0 - 1.00 ppm
อัตราการไหลของสารละลาย DPC	2.0 ml/min
อัตราการไหลของสารละลาย H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>	2.0 ml/min
ปริมาตรสารละลายตัวอย่าง	100 $\mu$ l
ขนาด mixing tubing (i.d. x o.d.)	0.020 x 0.060 in
รูปร่างของ mixing part	พันรอบหลอดทดสอบ $\phi$ 1.50 cm
ความยาว mixing part (A)	70.0 cm
ความยาว mixing part (B)	0 - 100.0 cm
<b>สภาวะของเครื่องตรวจวัด</b>	
ความยาวคลื่น	540 nm
<b>สภาวะของเครื่องบันทึกสัญญาณ</b>	
chart speed	30 cm/H
sensitivity	2 mv/cm

ตาราง 2.11 ผลการศึกษาความยาวของ mixing part ส่วนที่ 1 (คูรูป 2.5 ตำแหน่ง A) โดยความยาวของ mixing part ส่วนที่ 2 (คูรูป 2.5 ตำแหน่ง B) ยาว 70.0 cm

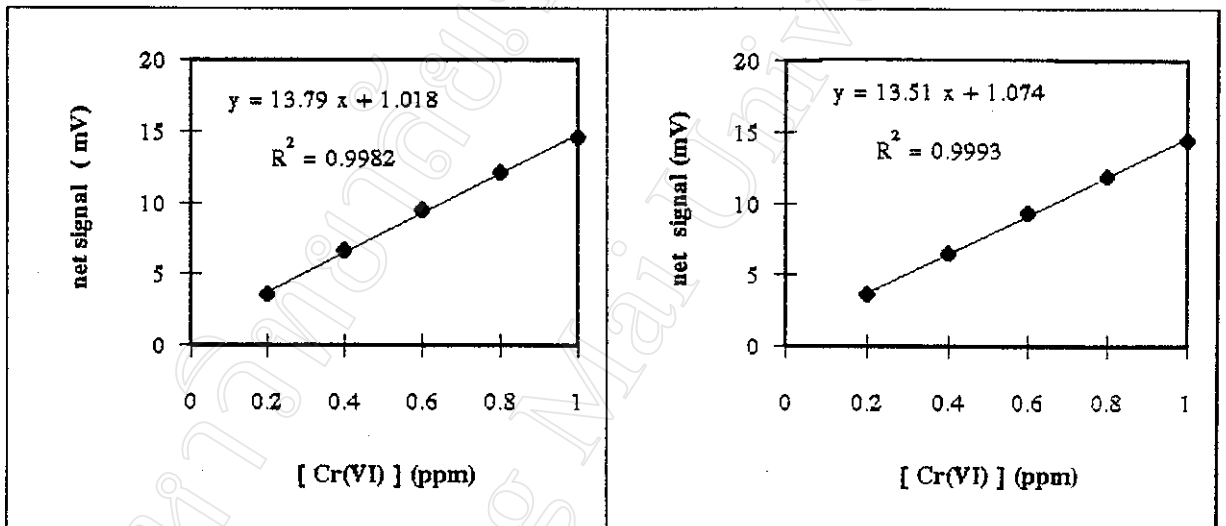
ความยาว mixing part (cm) [Cr(VI)](ppm)	ขนาดสัญญาณสุทธิต *									
	0		25.0		50.0		70.0		100.0	
	cm	mV	cm	mV	cm	mV	cm	mV	cm	mV
0.20	1.83	3.66	1.80	3.60	1.78	3.56	1.83	3.66	1.80	3.60
0.40	3.40	6.80	3.38	6.76	3.34	6.68	3.26	6.52	3.32	6.64
0.60	4.85	9.70	4.85	9.70	4.74	9.48	4.67	9.34	4.65	9.30
0.80	6.15	12.30	6.15	12.30	6.05	12.10	5.95	11.90	6.03	12.06
1.00	7.46	14.92	7.45	14.90	7.32	14.64	7.24	14.48	7.10	14.20

หมายเหตุ :- \* เป็นค่าเฉลี่ยที่ได้จากการทดลอง 3 ครั้ง



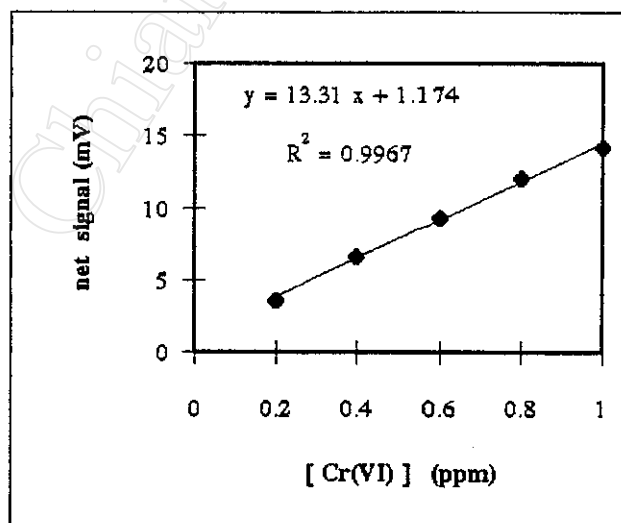
ก. 0 cm

ข. 25.00 cm



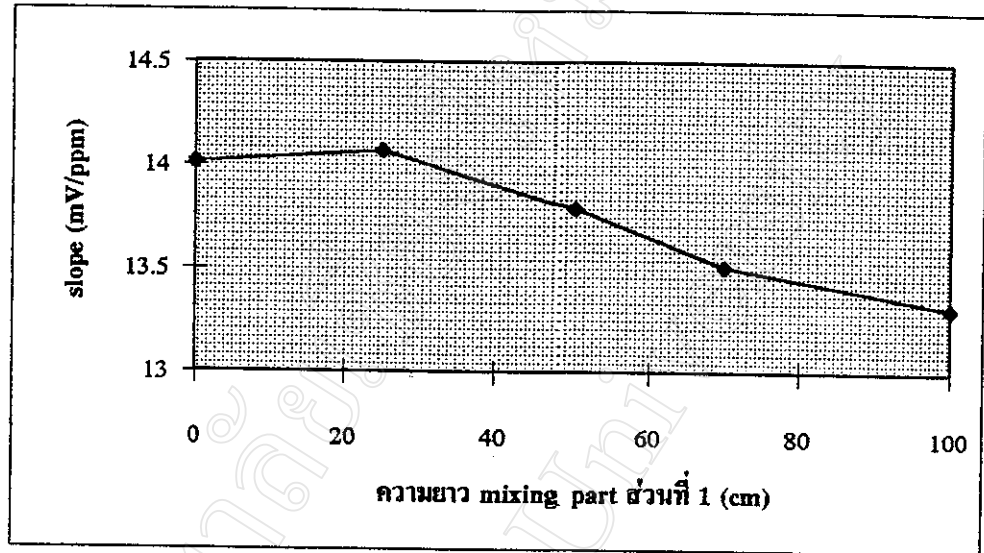
ค. 50.00 cm

ง. 70.00 cm



จ. 100.00 cm

รูป 2.19 Calibration graph เมื่อใช้ mixing part ส่วนที่ 1 ยาว 0 - 100.00 cm



รูป 2.20 ความสัมพันธ์ระหว่างความชัน(mV/ppm) กับ ความยาวของ mixing part ส่วนที่ 1(cm)

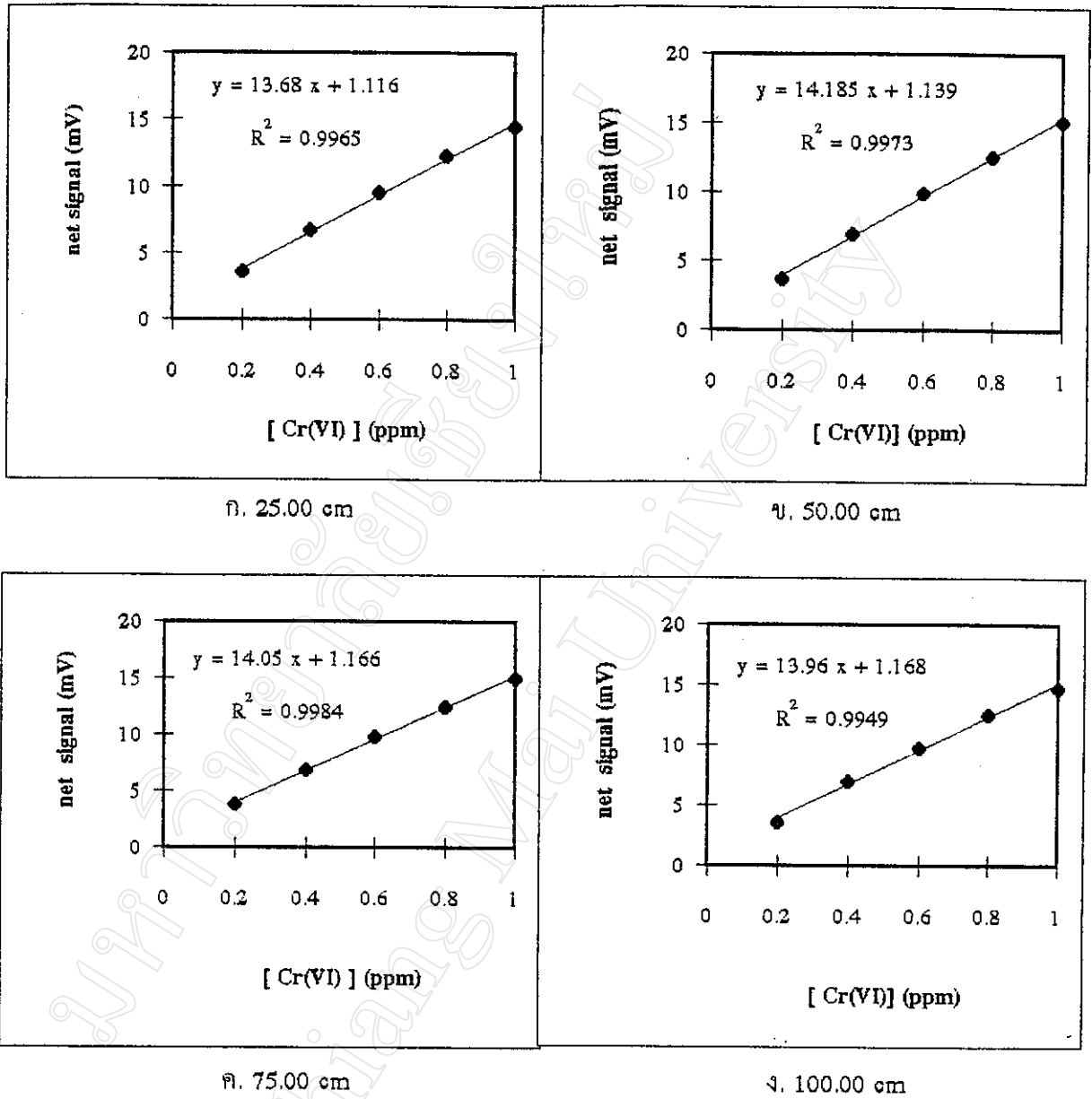
จากผลการทดลองในตาราง 2.11 และรูป 2.19-2.20 พบว่าเมื่อใช้ความยาวของ mixing part ส่วนที่ 1 ซึ่งเป็นส่วนที่สารละลายกรดซัลฟูริกผสมกับสารละลายรีเอเจนต์ (ดูรูป 2.5 ตำแหน่ง A) เพิ่มขึ้น จะทำให้ความไวในการวิเคราะห์ลดลง และจากผลการทดลอง พบว่าเมื่อใช้ mixing tubing ที่มีความยาว 25.0 cm จะให้ความไวในการวิเคราะห์สูงที่สุด ดังนั้นจึงเลือกใช้ mixing part ส่วนที่ 1 มีความยาว 25.0 cm ในการศึกษาขั้นต่อไป

ตาราง 2.12 ผลการศึกษาความยาวของ mixing part ส่วนที่ 2 (จุ่ม 2.5 ตำแหน่ง B) โดยใช้  
ความยาวของ mixing part ส่วนที่ 1 (จุ่ม 2.5 ตำแหน่ง A) ยาว 25.0 cm

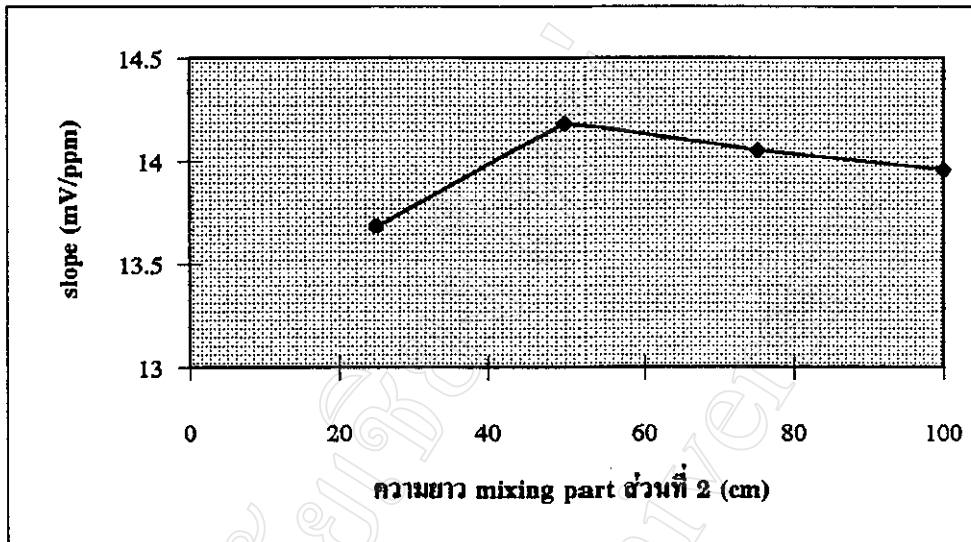
ความยาวของ mixing part (cm) [Cr(VI)] (ppm)	ขนาดสัญญาณสุทธิ *							
	25.0		50.0		70.0		100.0	
	cm	mV	cm	mV	cm	mV	cm	mV
0.20	1.80	3.60	1.85	3.70	1.90	3.80	1.80	3.60
0.40	3.35	6.70	3.50	7.00	3.42	6.84	3.50	7.00
0.60	4.78	9.56	4.95	9.90	4.92	9.84	4.9	9.80
0.80	6.13	12.26	6.26	12.53	6.23	12.46	6.26	12.52
1.00	7.25	14.50	7.56	15.12	7.52	15.04	7.40	14.80

หมายเหตุ :- \* เป็นค่าเฉลี่ยที่ได้จากการทดลอง 3 ครั้ง





รูป 2.21 Calibration graph เมื่อใช้ mixing part ส่วนที่ 2 ยาว 25.00- 100.00 cm



รูป 2.22 ความสัมพันธ์ระหว่างความชัน(mV/ppm) กับ ความยาวของ mixing part ส่วนที่ 2 (cm)

จากการทดลองในตาราง 2.12 และรูป 2.21-2.22 จะพบว่าเมื่อความยาวของ mixing part ส่วนที่ 2 ซึ่งเป็นส่วนที่สารละลายตัวอย่างและรีเอเจนต์ ทำปฏิกิริยากัน (ดูรูป 2.5 ตำแหน่ง B) เปลี่ยนแปลงไป จะทำให้ความไวในการวิเคราะห์ต่างกัน และที่ความยาว mixing part ส่วนที่ 2 ยาว 50.0 , 75.0 , และ 100.0 cm พบว่าความไวในการวิเคราะห์ไม่แตกต่างกันมากนัก อย่างไรก็ตามเมื่อใช้ mixing part ที่มีความยาว 50.0 cm จะให้ความไวในการวิเคราะห์ที่ดีที่สุด ดังนั้นในการทดลองขั้นต่อไปจึงเลือกใช้ความยาวของ mixing part ในส่วนที่ 2 เท่ากับ 50.0 cm

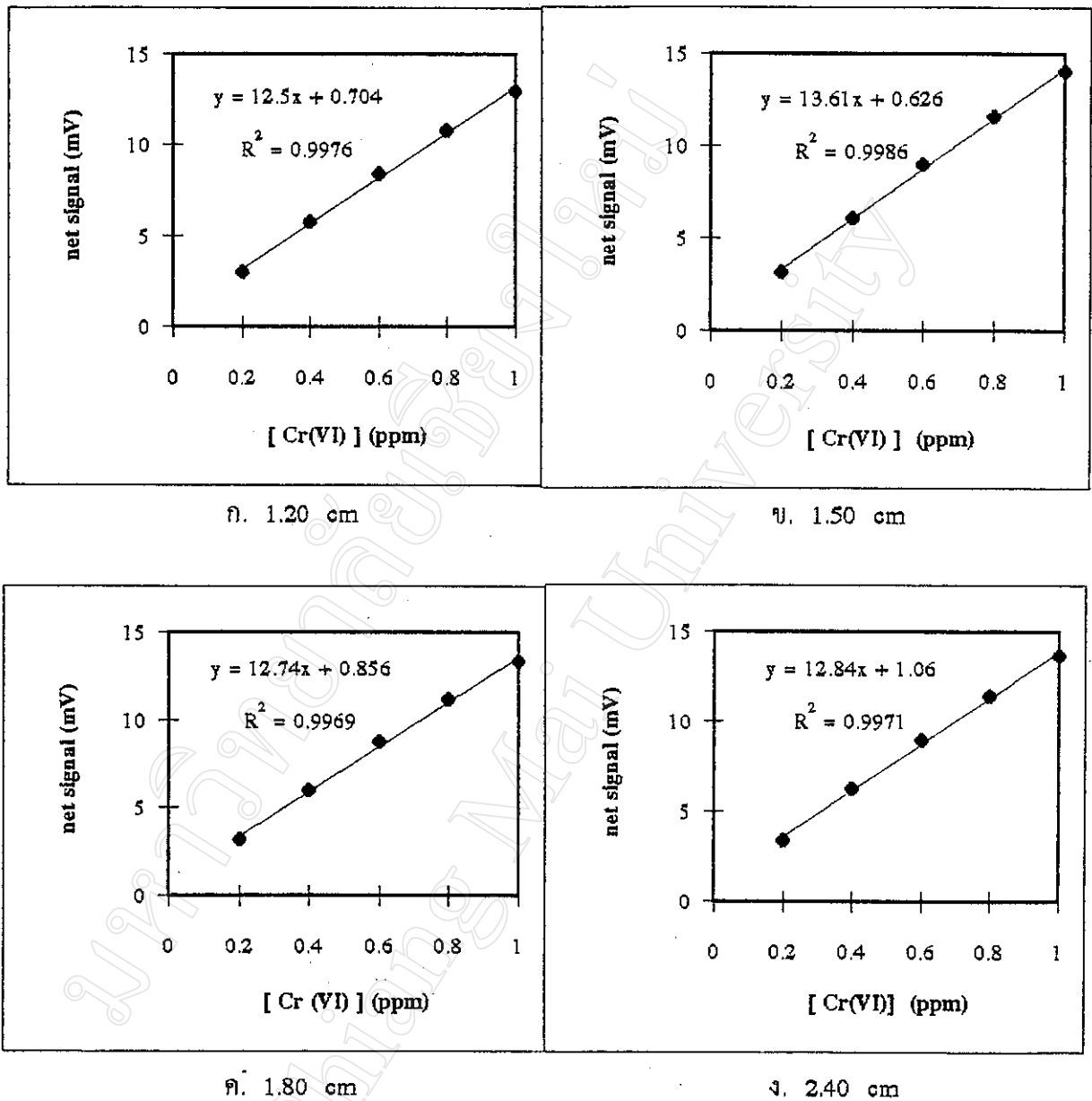
#### 7) การศึกษาขนาดของหลอดทดลองที่ใช้พัน mixing coil

ขนาดเส้นผ่าศูนย์กลางของหลอดทดลองที่ใช้พัน mixing coil เป็นปัจจัยหนึ่งที่มีอิทธิพลต่อขนาดของสัญญาณ หรือ sensitivity ในการวิเคราะห์ การเลือกใช้หลอดทดลอง ที่มีขนาดเหมาะสม จะสัมพันธ์กับอัตราการไหลของสาร และ ความสามารถในการเกิดปฏิกิริยา เพื่อให้ระบบที่ใช้วิเคราะห์มีสภาพความไวในการวิเคราะห์ที่ดี ในการทดลองได้ศึกษาการใช้หลอดทดลอง ที่มีขนาดเส้นผ่าศูนย์กลางเท่ากับ 1.20 , 1.50 , 1.80 และ 2.40 cm ทำการทดลองภายใต้สภาวะในข้อ ( 6 ) ใช้ความยาว mixing part ส่วนที่ 1 ยาว 25.0 cm , ความยาว mixing part ส่วนที่ 2 ยาว 50.0 cm , รูปร่างของ mixing part เป็นแบบพันรอบหลอดทดสอบที่มีขนาดเส้นผ่าศูนย์กลางต่าง ๆ กัน ได้ผลการทดลองดังตาราง 2.13 รูป 2.23 และ 2.24

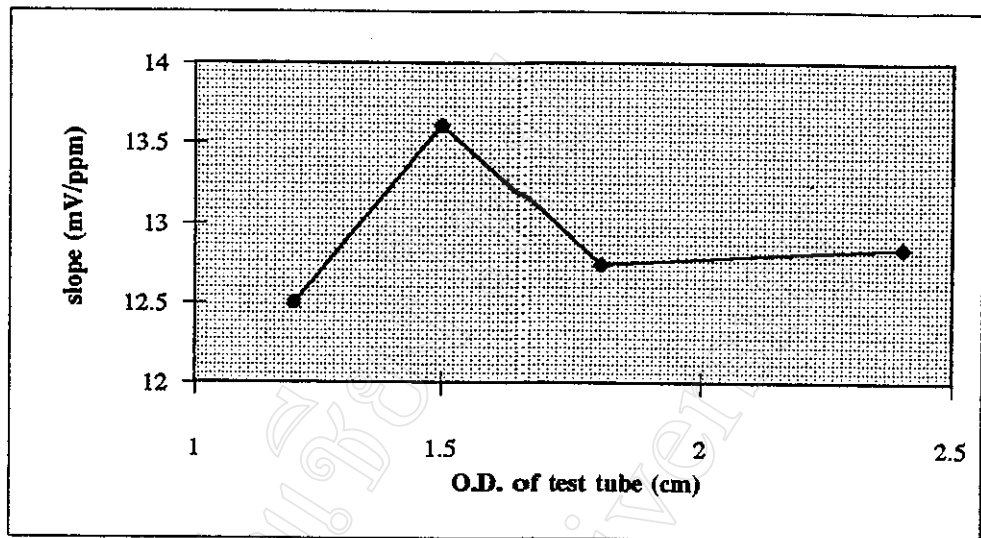
ตาราง 2.13 ผลการศึกษาขนาดของหลอดทดลองที่ใช้พัน mixing coil ที่เหมาะสม

O.D.ของหลอดทดลอง		ขนาดสัญญาณสุทธิ *							
[Cr(VI)] (ppm)	ลอง(cm)	1.20		1.50		1.80		2.40	
		cm	mV	cm	mV	cm	mV	cm	mV
0.20		1.50	3.00	1.60	3.20	1.60	3.20	1.70	3.40
0.40		2.90	5.80	3.05	6.10	3.00	6.00	3.15	6.30
0.60		4.21	8.42	4.50	9.00	4.38	8.76	4.50	9.00
0.80		5.40	10.80	5.80	11.60	5.60	11.20	5.73	11.46
1.00		6.50	13.00	7.03	14.06	6.67	13.34	6.83	13.66

หมายเหตุ :- \* เป็นค่าเฉลี่ยที่ได้จากการทดลอง 3 ครั้ง



รูป 2.23 Calibration graph เมื่อใช้ขนาดของหลอดทดสอบที่ใช้พัน mixing coil ขนาด 1.20-2.40 cm



รูป 2.24 ความสัมพันธ์ระหว่างความชัน (mV/ppm) กับ ขนาดหลอดทดลอง (O.D) ที่ใช้พัน mixing coil ( cm )

จากผลการทดลองในตาราง 2.13 และรูป 2.23-2.24 พบว่าขนาดของหลอดทดลองที่ใช้พัน mixing coil ต่างกัน จะให้ความไวในการวิเคราะห์ต่างกัน เนื่องจากขนาดของหลอดทดลอง ไม่สัมพันธ์กับการแพร่กระจายของ sample zone ที่เกิดขึ้น ซึ่งจะส่งผลต่อความไวในการวิเคราะห์ และจากการทดลองพบว่า ขนาดของหลอดทดสอบที่เหมาะสมจะนำไปศึกษาในขั้นต่อไป คือ หลอดทดสอบที่มีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางภายนอก (O.D.) เท่ากับ 1.50 cm เพราะให้ความไวในการวิเคราะห์สูงสุด

#### 8) การศึกษาหาความยาวที่เหมาะสมของ mixing part แบบ single bead string reactor (s.b.s.r)

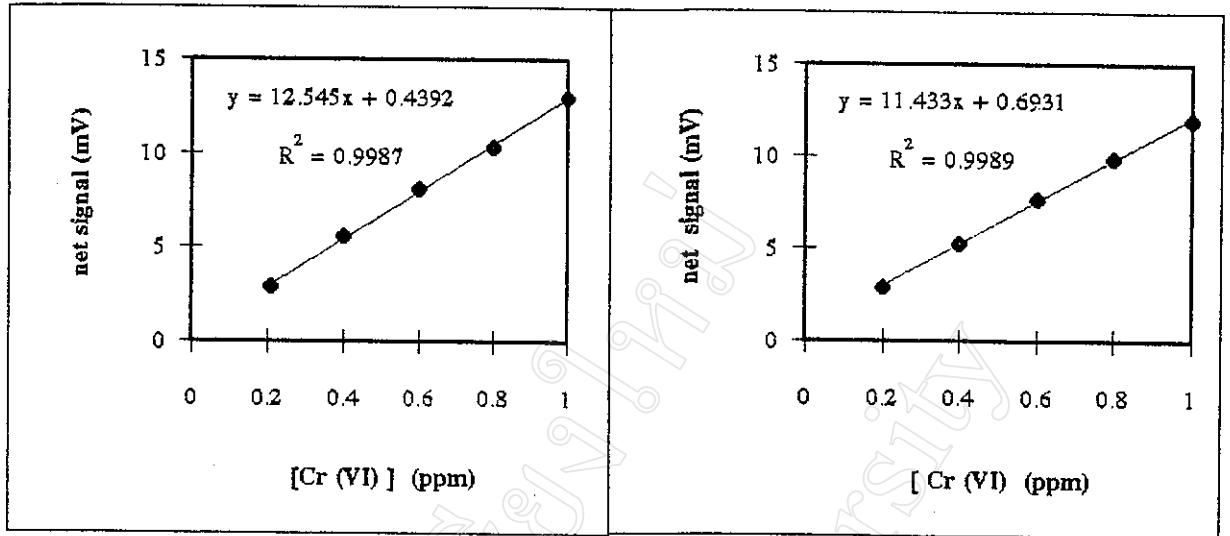
ความยาวของ mixing part ที่ใช้จะเกี่ยวข้องกับระยะเวลาในการเกิดปฏิกิริยา ถ้าใช้ความยาวของ mixing part ที่เหมาะสมในการเกิดปฏิกิริยา จะทำให้ระบบที่ใช้มีความไวในการวิเคราะห์ที่ดี ในการทดลองได้ทำการศึกษาความยาวของ mixing part แบบ single bead string reactor (s.b.s.r) 2 ส่วน คือ ส่วนที่ 1 เป็นส่วนที่กรวดซัลฟูริกผสม กับ สารละลายรีเอเจนต์ ( รูป 2.5 ตำแหน่ง A) และ ส่วนที่ 2 เป็นส่วนที่สารตัวอย่าง และ รีเอเจนต์ทำปฏิกิริยากัน ( รูป 2.5 ตำแหน่ง B ) mixing part ชนิด s.b.s.r. นี้จะต่างจาก mixing part แบบอื่นๆ เพราะมี glass bead ขวางทางเดินของสารละลาย ในการทดลองใช้สภาวะต่างๆตาม ข้อ (6) และ ได้ผลการทดลอง ดังตาราง 2.14-2.15 และรูป 2.25 - 2.26

ตาราง 2.14 ผลการศึกษาความยาวของ mixing part แบบ s.b.s.r. ส่วนที่ 1 (จากรูป 2.5 ตำแหน่ง A) โดยที่ใช้ความยาวของ mixing part แบบ s.b.s.r. ส่วนที่ 2 (จากรูป 2.5 ตำแหน่ง B) 2.00 cm

ความยาว s.b.s.r. [Cr(VI)] (cm) (ppm)	ขนาดสัญญาณสุทธิ *									
	1.00		2.00		4.00		6.00		8.00	
	cm	mV	cm	mV	cm	mV	cm	mV	cm	mV
0.20	1.45	2.90	1.45	2.90	1.45	2.90	1.30	2.60	1.10	2.20
0.40	2.80	5.60	2.65	5.30	2.60	5.20	2.40	4.80	2.20	4.40
0.60	4.05	8.10	3.85	7.70	3.76	7.52	3.60	7.20	3.20	6.40
0.80	5.16	10.32	4.95	9.90	4.85	9.70	4.75	9.50	4.15	8.30
1.00	6.50	13.00	6.00	12.00	5.98	11.96	5.92	11.84	5.10	10.20

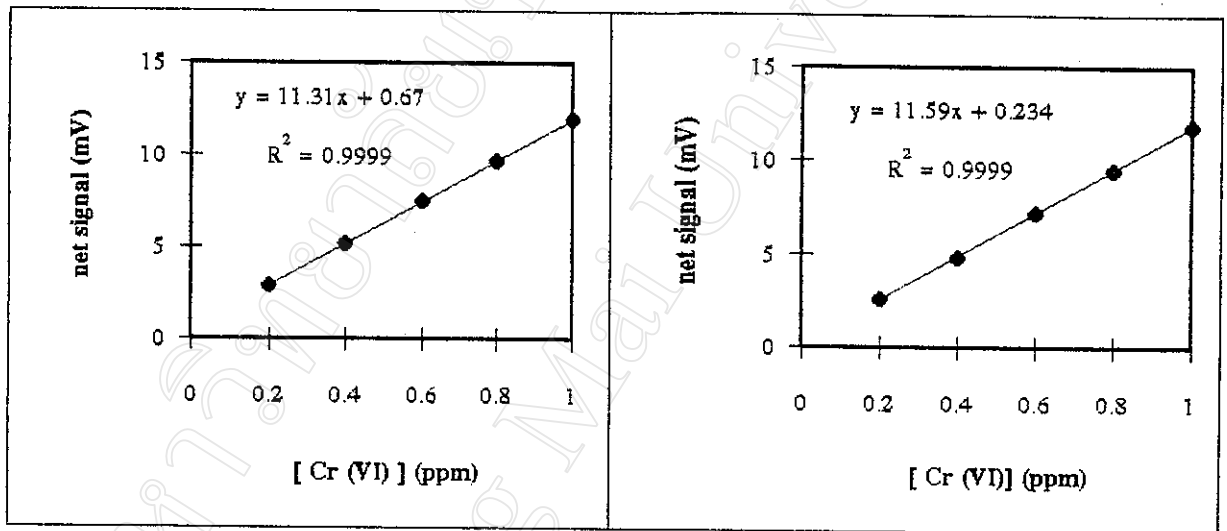
หมายเหตุ :- \* เป็นค่าเฉลี่ยที่ได้จากการทดลอง 3 ครั้ง

จากผลการทดลองในตาราง 2.14 และ รูป 2.25- 2.26 พบว่า เมื่อความยาวของ mixing part แบบ s.b.s.r. ส่วนที่ 1 เพิ่มขึ้น ความไวในการวิเคราะห์จะลดลง ซึ่ง mixing part ในส่วนที่ 1 นี้ จะทำให้ reproducibility ของการวิเคราะห์มีค่าที่ดี ในการศึกษาขั้นต่อไปจึงเลือกใช้ mixing part ชนิด s.b.s.r. ในส่วนที่ 1 ยาว 1.00 cm เพราะให้ความไวในการวิเคราะห์ที่สูงสุด



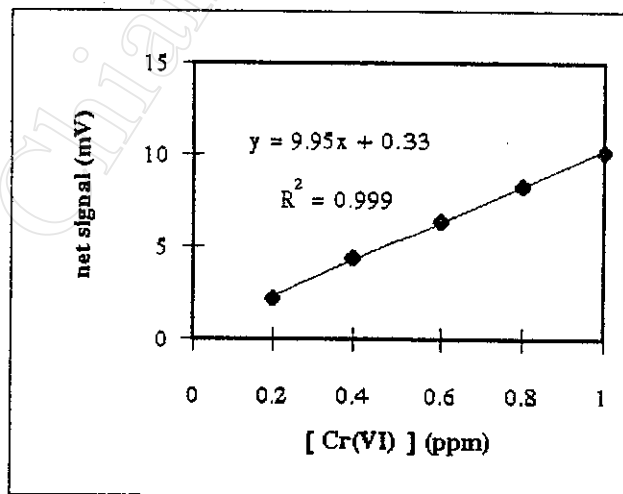
ก. 1.00 cm

ข. 2.00 cm



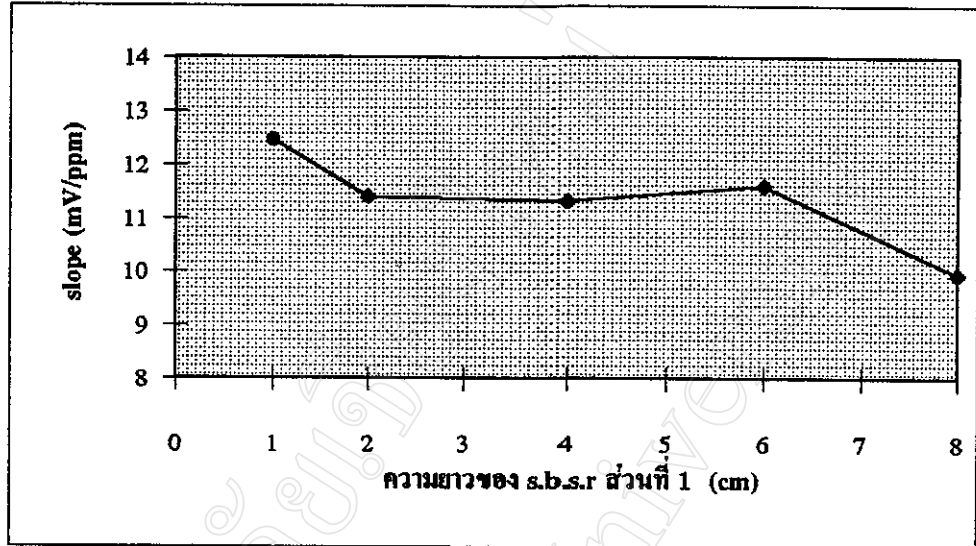
ค. 4.00 cm

ง. 6.00 cm



จ. 8.00 cm

รูป 2.25 Calibration graph เมื่อใช้ความยาว s.b.s.r ส่วนที่ 2 ยาว 1.00-8.00 cm



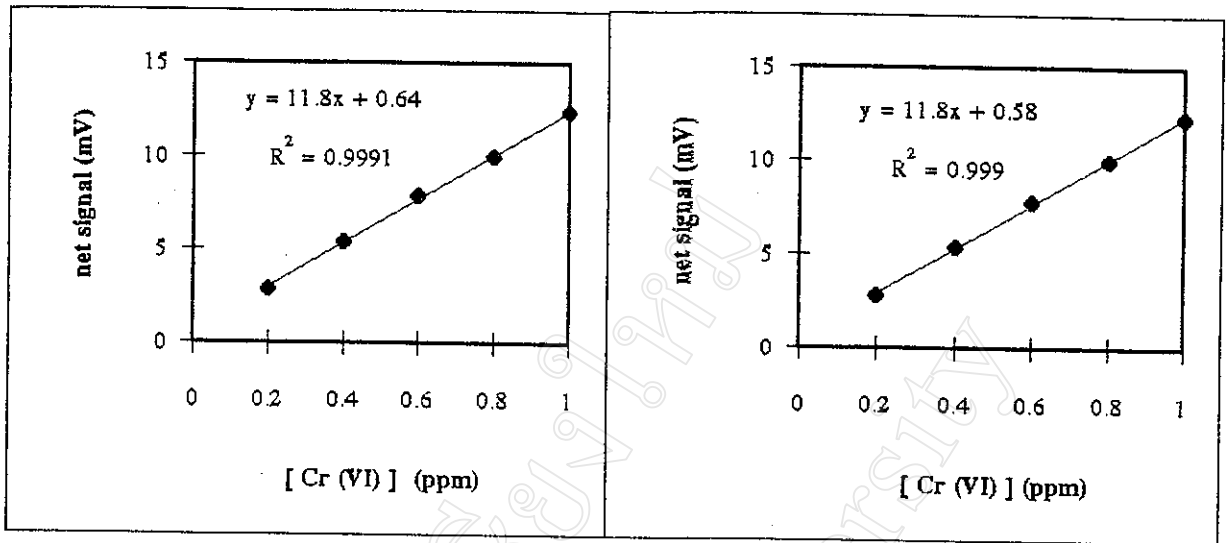
รูป 2.26 ความสัมพันธ์ระหว่างความชัน (mV/ppm) กับความยาวของ s.b.s.r. ส่วนที่ 1 (cm)

ตาราง 2.15 ผลการศึกษาความยาวของ mixing part แบบ s.b.s.r ส่วนที่ 2 (ดูรูป 2.5 ตำแหน่ง B) โดยความยาวของ mixing part แบบ s.b.s.r. ส่วนที่ 1 (ดูรูป 2.5 ตำแหน่ง A) ยาว 1.00 cm

ความยาว s.b.s.r. [Cr(VI)] (ppm)	ขนาดสัญญาณสุทธิ *									
	1.00		2.00		4.00		6.00		8.00	
	cm	mV	cm	mV	cm	mV	cm	mV	cm	mV
0.20	1.45	2.90	1.40	2.80	1.40	2.80	1.50	3.00	1.50	3.00
0.40	2.70	5.40	2.70	5.40	2.70	5.40	2.80	5.60	2.85	5.70
0.60	3.95	7.90	3.90	7.80	3.95	7.90	4.00	8.00	4.00	8.00
0.80	5.00	10.00	5.00	10.00	5.08	10.16	5.10	10.20	5.10	10.20
1.00	6.20	12.40	6.15	12.30	6.30	12.60	6.28	12.56	6.15	12.30

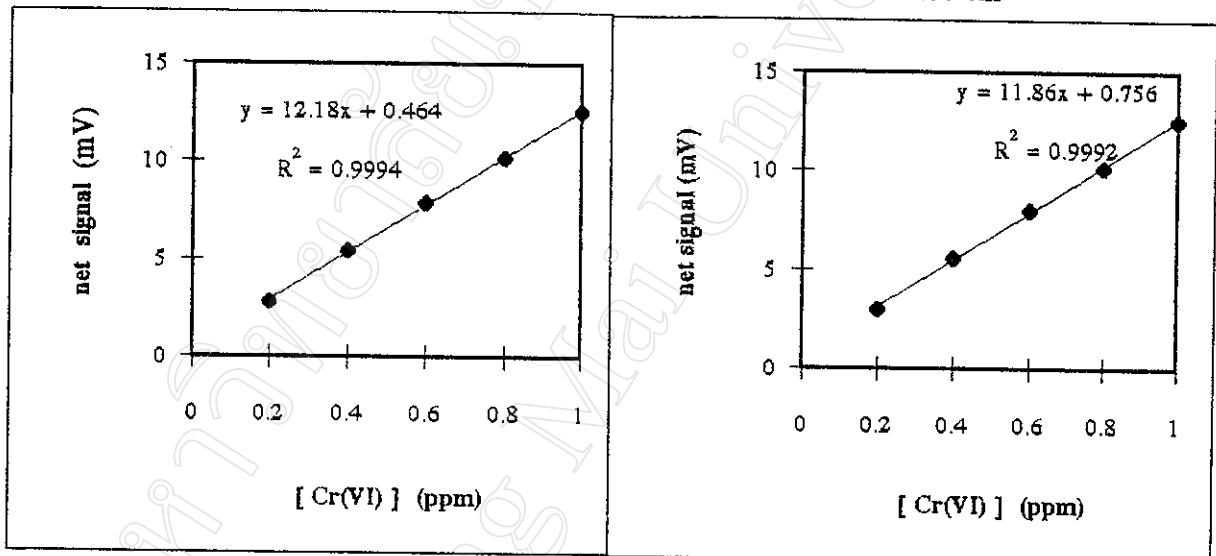
หมายเหตุ :- \* เป็นค่าเฉลี่ยที่ได้จากการทดลอง 3 ครั้ง





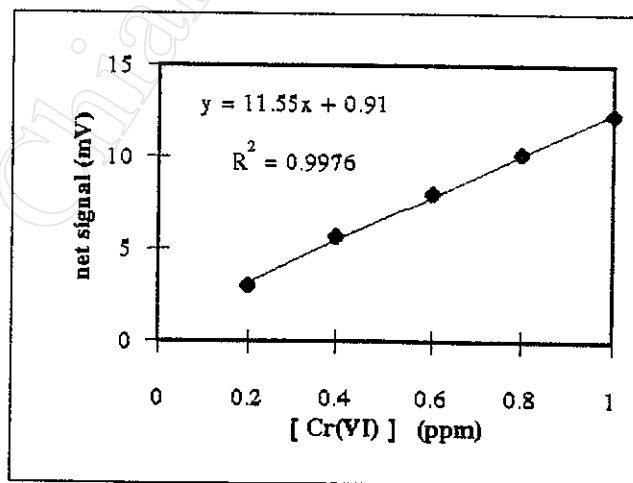
ก. 1.00 cm

ข. 2.00 cm



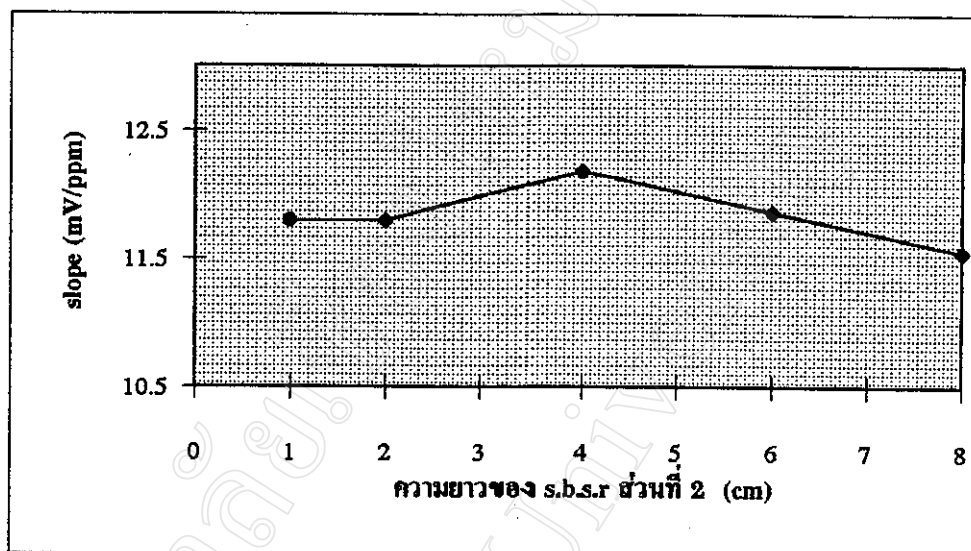
ค. 4.00 cm

ง. 6.00 cm



จ. 8.00 cm

รูป 2.27 Calibration graph เมื่อใช้ความยาว s.b.s.r ส่วนที่ 2 ยาว 1.00-8.00 cm



**รูป 2.28** ความสัมพันธ์ระหว่างความชัน(mV/ppm) กับความยาวของ s.b.s.r ส่วนที่ 2 (cm)

จากผลการทดลองในตาราง 2.15 และรูป 2.27-2.28 พบว่า เมื่อความยาวของ mixing part แบบ s.b.s.r. ส่วนที่ 2 เปลี่ยนแปลงไป จะทำให้ความไวในการวิเคราะห์ต่างกัน และพบว่า เมื่อใช้ความยาว s.b.s.r. ส่วนที่ 2 ยาว 4.00 cm ผลการทดลองที่ได้มีความไวในการวิเคราะห์ที่ดีที่สุด ดังนั้น ในการทดลองขั้นต่อไปจึงเลือกใช้ความยาวของ mixing part แบบ s.b.s.r. ในส่วนที่ 2 ยาว 4.00 cm และ เมื่อพิจารณาผลการทดลองในตาราง 2.14-2.15 และรูป 2.25-2.27 สรุปได้ว่า เมื่อใช้ mixing part ชนิด s.b.s.r. ในระบบ FIA (รูป 2.5) นั้น ความยาวของ s.b.s.r. ในส่วนที่ 1 เป็น 1.00 cm และ ความยาวในส่วนที่ 2 เป็น 4.00 cm ให้ความไวในการวิเคราะห์ที่ดีที่สุด ดังนั้นในการศึกษาขั้นต่อไป จึงเลือกใช้ความยาว s.b.s.r ส่วนที่ 1 เท่ากับ 1.00 cm และ ความยาวในส่วนที่ 2 เท่ากับ 4.00 cm ตามลำดับ

### 9) การศึกษาชนิดของ mixing part ที่เหมาะสม

mixing part เป็นบริเวณที่สารตัวอย่างทำปฏิกิริยากับสารรีเอเจนต์ที่ใช้ ชนิดของ mixing part มีผลกระทบต่อปฏิกิริยาที่เกิดขึ้น เพราะชนิดของ mixing part จะมีผลต่อการผสมกันระหว่างสารตัวอย่าง กับ รีเอเจนต์ ถ้าการผสมเกิดได้ดี ความไวในการวิเคราะห์จะสูง ในการทดลองได้ศึกษา mixing part ชนิดต่าง ๆ คือ coil , zigzag , ลูกโซ่ , ปล่อยตรง และ single bead string reactor (s.b.s.r.) สภาวะต่างๆ ที่ใช้ในการทดลองเป็นไปตามตาราง 2.10 (ข้อ 6) ได้ผลการทดลองดังตาราง 2.16 -2.17 และ รูป 2.29-2.31

ตาราง 2.16 ผลการศึกษาชนิดของ mixing part ที่เหมาะสม

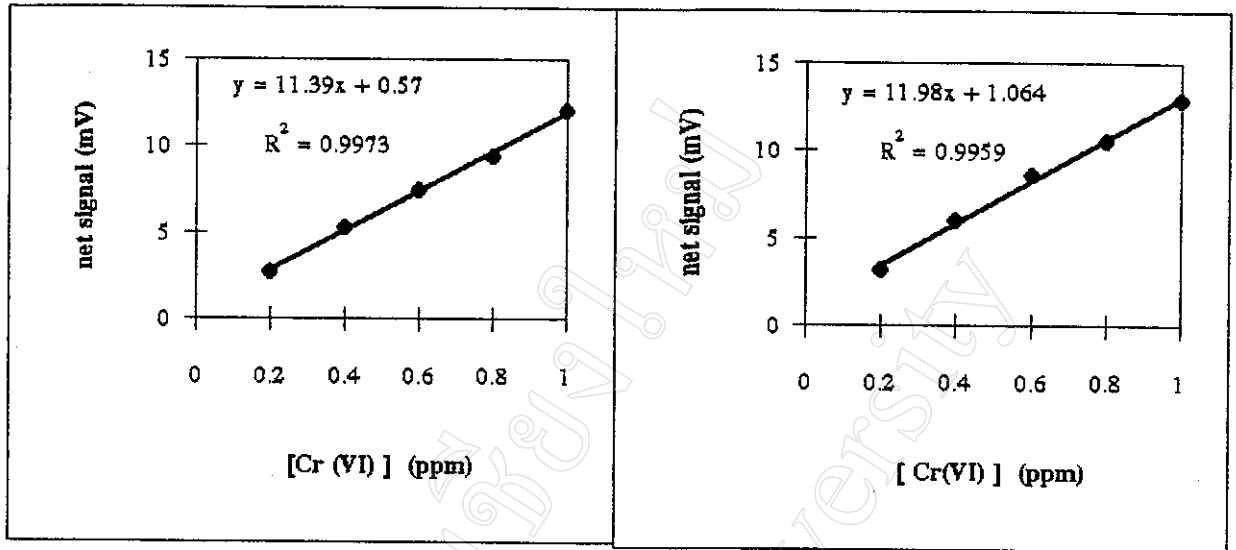
ชนิด mixing part [Cr(VI)] (ppm)	ขนาดสัญญาณสุทธิ *											
	ปล่อยตรง		zigzag 1x2		zigzag 2x3		coil		ลูกโซ่		s.b.s.r.	
	cm	mV	cm	mV	cm	mV	cm	mV	cm	mV	cm	mV
0.20	1.38	2.76	1.60	3.20	1.50	3.00	1.85	3.70	1.86	3.73	1.60	3.20
0.40	2.65	5.30	3.00	6.00	2.80	5.60	3.30	6.60	3.21	6.42	3.00	6.00
0.60	3.73	7.46	4.30	8.60	3.88	7.76	4.70	9.40	4.50	9.00	4.20	8.40
0.80	4.70	9.40	5.28	10.56	5.03	10.06	5.90	11.80	5.61	11.22	5.30	10.60
1.00	6.05	12.10	6.45	12.90	6.30	12.60	7.00	14.00	6.80	13.60	6.50	13.00

หมายเหตุ :- \* เป็นค่าเฉลี่ยที่ได้จากการทดลอง 3 ครั้ง

ตาราง 2.17 Analytical Characteristics สำหรับวิเคราะห์สารละลายมาตรฐาน Cr(VI) เข้มข้น 1.00 ppm โดยใช้ชนิดของ mixing part ต่าง ๆ กัน

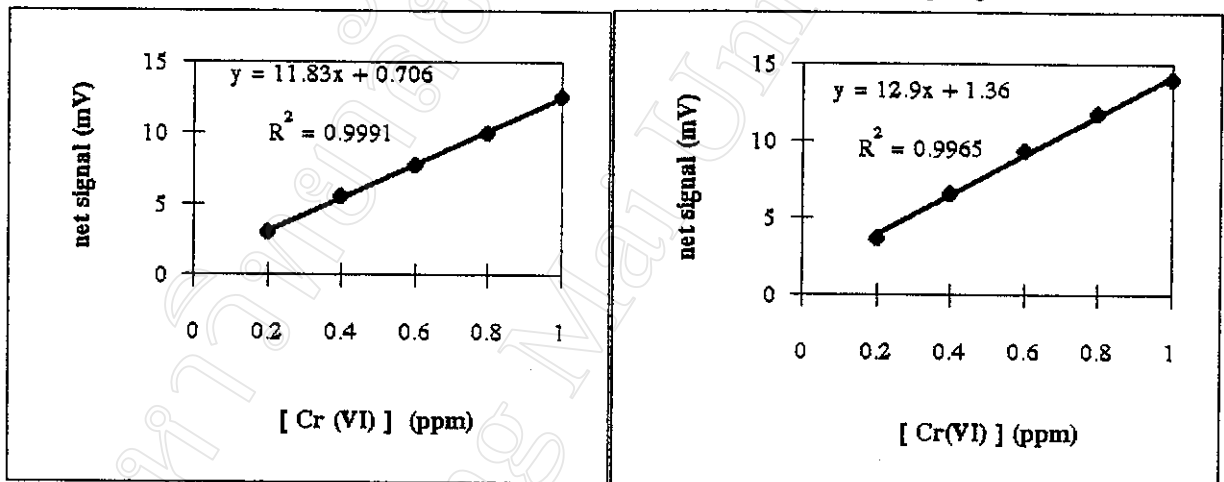
ชนิดของ mixing part	$t_{base}$		sample / hr
	cm.	sec	
ปล่อยตรง	0.30	36.0	100
zigzag 1x 2	0.28	33.6	107
zigzag 2 x 3	0.28	33.6	107
coil	0.25	30.0	120
ลูกโซ่	0.25	30.0	120
s.b.s.r.	0.26	31.2	115

จากผลการทดลองในตาราง 2.16 -2.17 และรูป 2.29-2.31 พบว่า การใช้ mixing part ต่างชนิดกัน จะมีผลกระทบต่อขนาดของสัญญาณที่ได้ และพบว่า mixing part ชนิด coil ให้ความไวในการวิเคราะห์สูงสุด และมี  $t_{base}$  ที่ไม่กว้างจนเกินไปทำให้มีอัตราการวิเคราะห์ตัวอย่างต่อชั่วโมง ( sample / hr) ค่อนข้างสูง ดังนั้น จึงเลือกใช้ mixing part ที่มีรูปร่างแบบ coil ในการศึกษาขั้นต่อไป



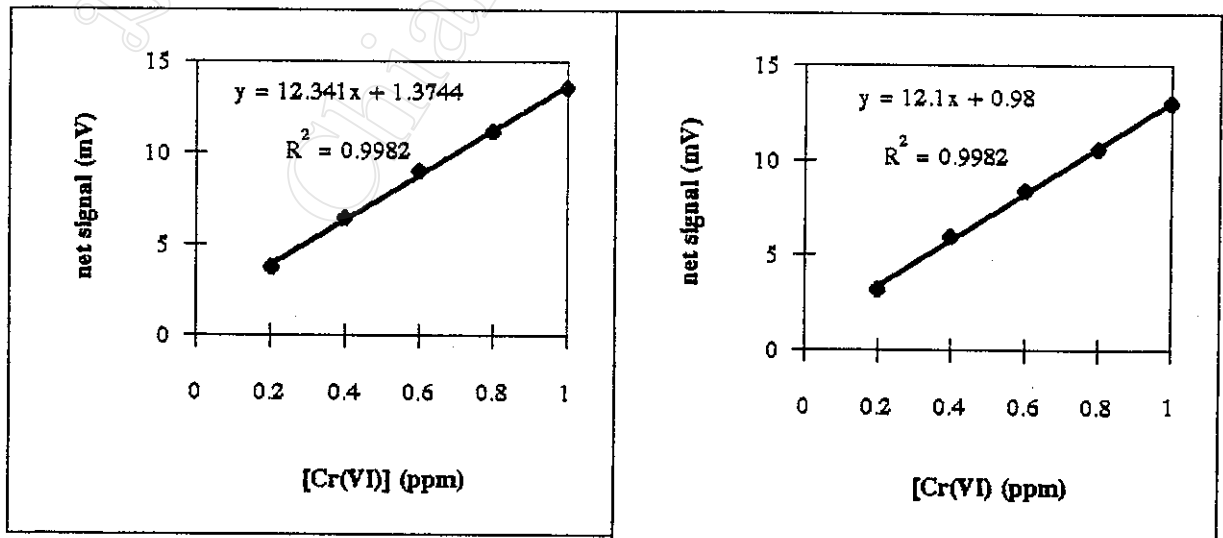
ก. ปหล่อตรง

ข. zig zag 2 X 3



ค. zig zag 1 X 2

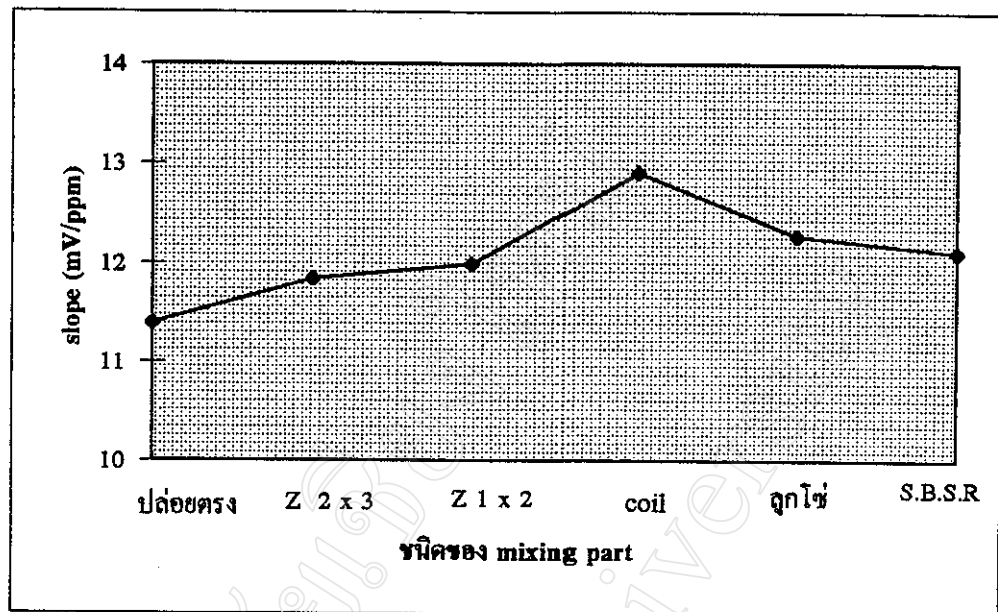
ง. coil



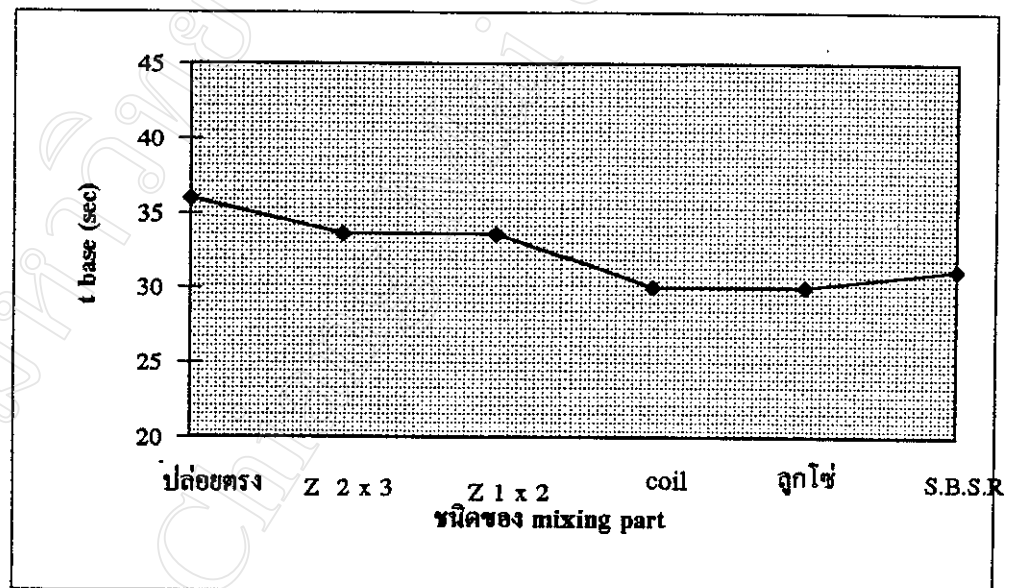
จ. ลูกโซ่

ฉ. SBSR

รูป 2.29 Calibration graph เมื่อใช้ mixing part ชนิดต่างๆ



รูป 2.30 ความสัมพันธ์ระหว่างความชัน(mV/ppm) กับ ชนิดของ mixing part



รูป 2.31 ความสัมพันธ์ระหว่าง t base (sec) กับ ชนิดของ mixing part

### 10) การศึกษาปริมาตรของสารตัวอย่างที่ใช้ในการทดลอง

ปริมาตรของสารละลายตัวอย่างที่ใช้ในการทดลอง มีผลต่อขนาดสัญญาณที่ได้จากการทดลอง เพราะถ้าใช้สารตัวอย่างในปริมาณที่มากจะทำให้เกิด dispersion ลดลง สัญญาณที่ได้จะกว้างและมีความไวในการวิเคราะห์สูง ทำให้ข้อมูลมีความถูกต้อง แต่ในการทดลองไม่ควรใช้ปริมาตรของสารตัวอย่างมากเกินไป เพราะสิ้นเปลืองสารตัวอย่าง ดังนั้นในการทดลอง จึงต้องหาปริมาตรของสารตัวอย่างที่เหมาะสม และให้ความไวในการวิเคราะห์ที่ดีในการทดลอง ได้ศึกษาปริมาตรของสารตัวอย่างต่าง ๆ กัน คือ 75 , 100 , 150 และ 200 ไมโครลิตร สภาวะที่ใช้ในการทดลองเป็นไปตามข้อ 6 (ตาราง 2.10) ใช้ mixing part แบบ coil ความยาวส่วนที่ 1 (คูรูป 2.5 ตำแหน่ง A) 25.0 cm และความยาวส่วนที่ 2 (คูรูป 2.5 ตำแหน่ง B) 50.0 cm ได้ผลการทดลอง ดังตาราง 2.18-2.19 และ รูป 2.32-2.34

ตาราง 2.18 ผลการศึกษาปริมาตรของสารตัวอย่างที่ใช้ในการทดลอง

Injection volume [Cr(VI)] ( $\mu$ l) (ppm)	ขนาดสัญญาณสุทธิ *							
	75		100		150		200	
	cm	mV	cm	mV	cm	mV	cm	mV
0.20	1.60	3.20	1.65	3.30	2.00	4.00	1.85	3.70
0.40	2.78	5.56	2.80	5.60	3.40	6.80	3.40	6.80
0.60	3.80	7.60	3.90	7.80	4.55	9.10	4.60	9.20
0.80	4.88	9.76	5.12	10.24	5.70	11.40	5.85	11.70
1.00	6.00	12.00	6.30	12.60	7.00	14.00	7.10	14.20

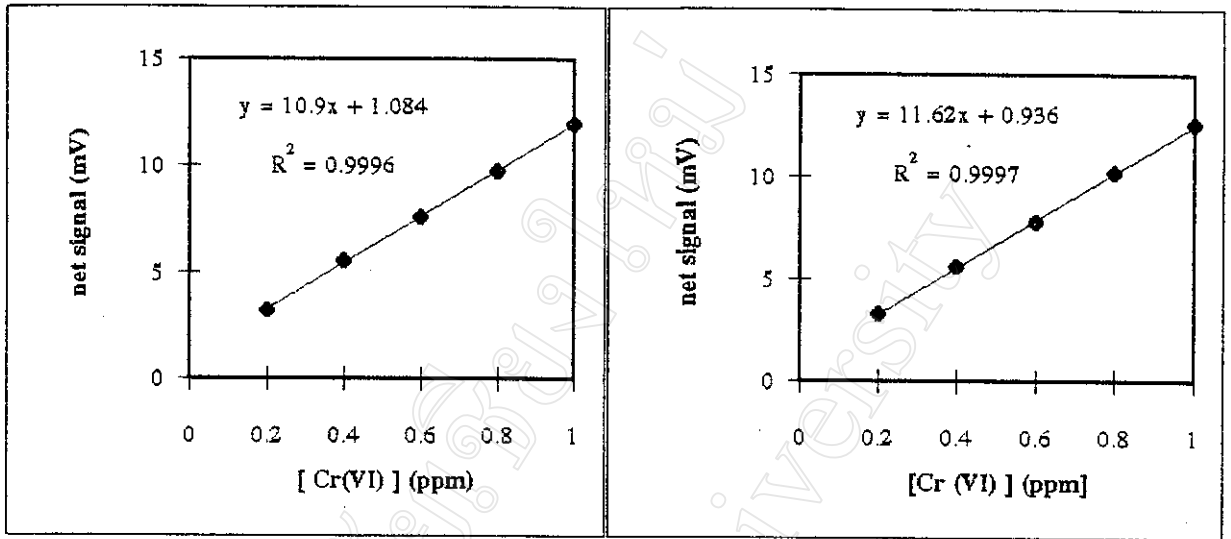
หมายเหตุ :- \* เป็นค่าเฉลี่ยที่ได้จากการทดลอง 3 ครั้ง

ตาราง 2.19 Analytical characteristics สำหรับการวิเคราะห์สารละลายมาตรฐาน  
Cr(VI)เข้มข้น 1.00 ppm โดยใช้ปริมาตรของสารละลายตัวอย่างต่างกัน

ปริมาตรของสารตัวอย่าง ( $\mu$ )	$t_{base}$		sample / hr
	cm	sec	
75	0.25	30.0	120
100	0.25	30.0	120
150	0.30	36.0	100
200	0.35	42.0	85

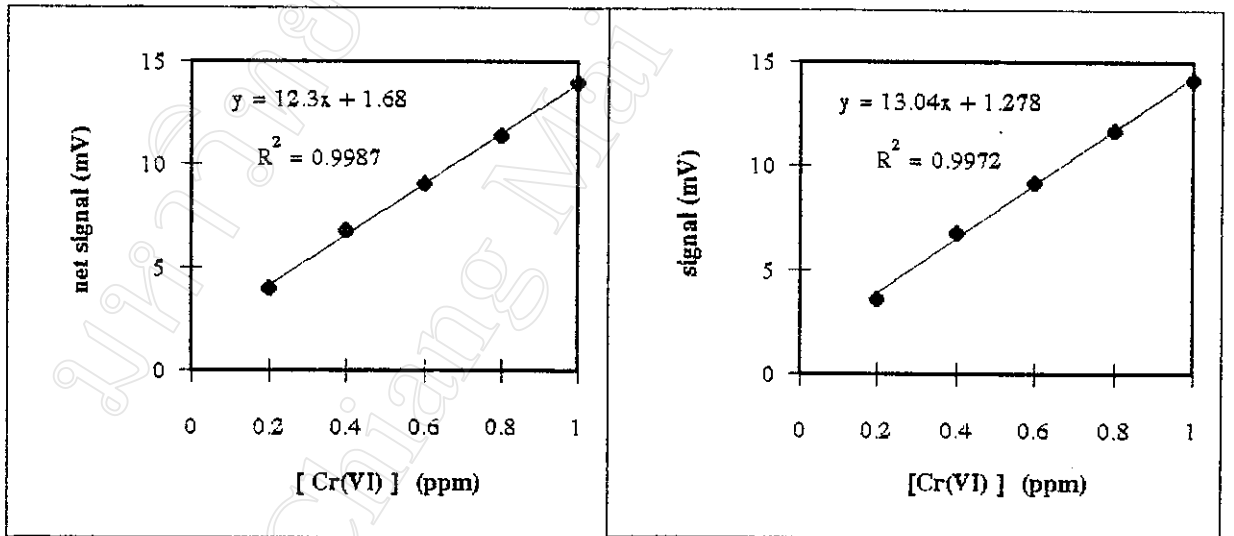
จากผลการทดลองในตาราง 2.18-2.19 และรูป 2.32 - 2.34 พบว่าเมื่อเพิ่มปริมาตรของสารละลายตัวอย่างที่ฉีดเข้าไปในระบบ ความไวในการวิเคราะห์จะเพิ่มขึ้นตามไปด้วย แต่เมื่อพิจารณา ตาราง 2.19 และรูป 2.34 พบว่าเมื่อปริมาตรของสารละลายตัวอย่างเพิ่มขึ้น ส่งผลให้  $t_{base}$  มีค่าเพิ่มขึ้นตามไปด้วย ดังนั้น ในการวิเคราะห์ควรเลือกใช้ปริมาตรสารละลายตัวอย่างที่ให้ ความไวในการวิเคราะห์สูง และไม่เปลืองสารตัวอย่างมากเกินไป ซึ่งจากผลการทดลอง จึงเลือกใช้ปริมาตรของสารตัวอย่างเท่ากับ 100  $\mu$  ในการศึกษาขั้นต่อไป เพราะให้ ความไวในการวิเคราะห์สูง ไม่เปลืองสารตัวอย่าง และให้อัตราการวิเคราะห์ตัวอย่างต่อชั่วโมงที่ค่อนข้างสูง





ก. 75 µl

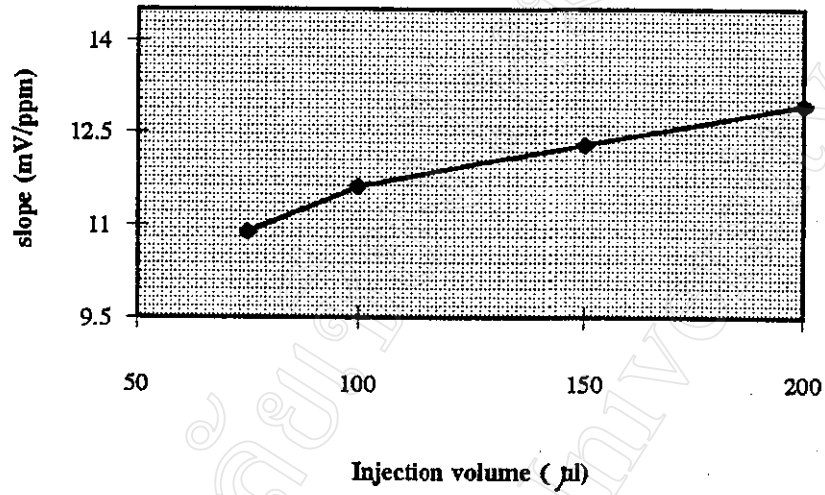
ข. 100 µl



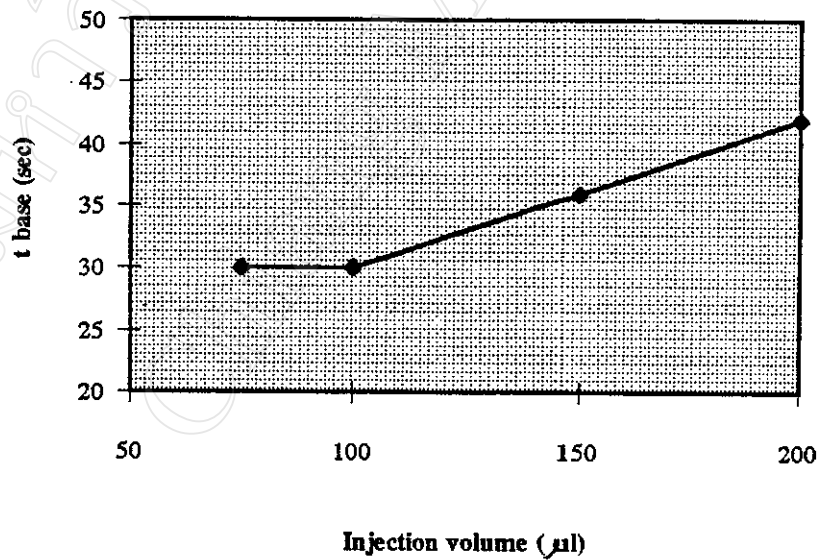
ค. 150 µl

ง. 200 µl

รูป 2.32 Calibration graph เมื่อใช้ปริมาตรสารตัวอย่างต่างกัน



รูป 2.33 ความสัมพันธ์ระหว่างความชัน(mV/ppm)กับปริมาตรสารตัวอย่างที่ใช้ ( µ l)



รูป 2.34 ความสัมพันธ์ระหว่าง  $t_{base}$  (sec) กับปริมาตรสารตัวอย่างที่ใช้ ( µ l)

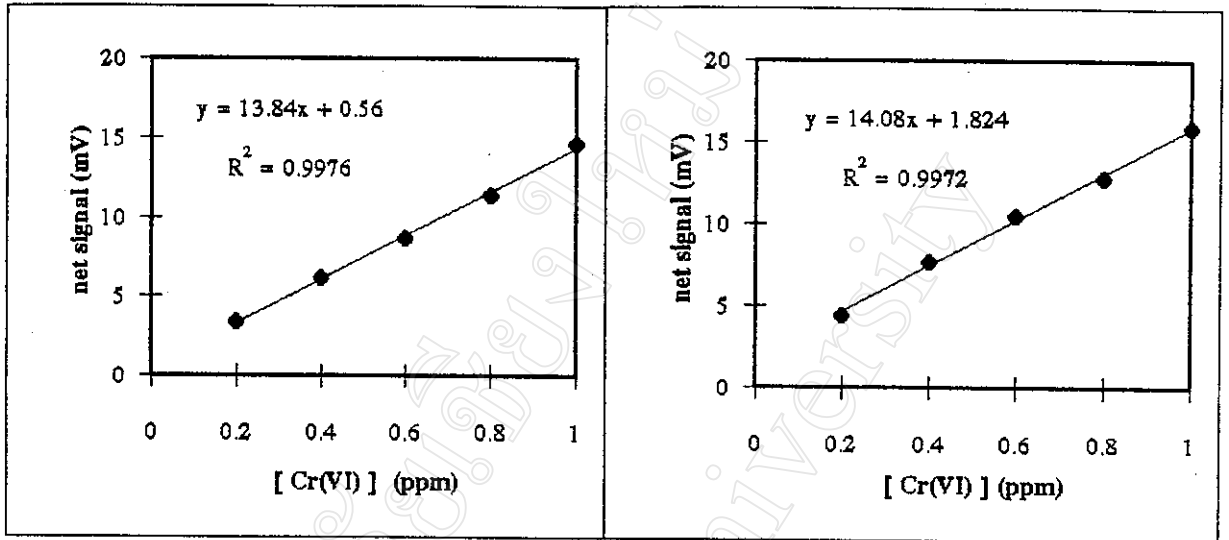
### 11) การศึกษาเปรียบเทียบชนิดของโฟลทรูเซลล์ (flow through cell) ที่ใช้ในการทดลอง

ในการทดลองได้ศึกษาการทำงานของโฟลทรูเซลล์ 2 แบบ คือ แบบที่ทำขึ้นเอง และ โฟลทรูเซลล์ของบริษัท Hellma , Germany ซึ่งได้เปรียบเทียบถึงลักษณะของสัญญาณที่ได้ และความไวในการวิเคราะห์ ซึ่งสถานะต่างๆ ที่ใช้ในการทดลองเป็นไปตามข้อ 10 ได้ผลการทดลองดังตาราง 2.20 และรูป 2.35

ตาราง 2.20 ผลการศึกษาเปรียบเทียบชนิดของโฟลทรูเซลล์ที่ใช้ในการทดลอง

ชนิด flow through cell. [Cr(VI)] (ppm)	ขนาดสัญญาณสุทธิ *			
	ทำขึ้นเอง		บริษัทHellma	
	cm	mV	cm	mV
0.20	1.70	3.40	2.20	4.40
0.40	3.10	6.20	3.85	7.70
0.60	4.35	8.70	5.25	10.50
0.80	5.68	11.36	6.43	12.86
1.00	7.33	14.60	7.95	15.90

หมายเหตุ :- \* เป็นค่าเฉลี่ยที่ได้จากการทดลอง 3 ครั้ง



ก) ทำขึ้นเอง

ข) Hellma , Germany

รูป 2.35 Calibration graph เมื่อใช้ flow through cell ต่างชนิดกัน

ตาราง 2.21 Analytical characteristics สำหรับการวิเคราะห์สารละลายมาตรฐาน

Cr(VI) ความเข้มข้น 1.00 ppm โดยใช้ flow through cell ต่างกัน

ชนิด flow through cell	t base		sample/hr
	cm	mV	
ทำขึ้นเอง	0.25	30.00	120
Hellma , Germany	0.30	36.00	100

จากผลการทดลองในตาราง 2.20-2.21 และ รูป 2.34 พบว่าเมื่อเปลี่ยน flow through cell ในการทดลอง จะทำให้ผลการทดลองเปลี่ยนแปลงไป เมื่อใช้ flow through cell ของบริษัท Hellma จะได้สัญญาณที่มีความสูงมากกว่า , มีความไวในการวิเคราะห์ตัวอย่างที่ดีกว่า ในขณะที่อัตราการวิเคราะห์ตัวอย่างต่อชั่วโมง (sample/hr) มีค่าที่ใกล้เคียงกัน ดังนั้นเพื่อความเหมาะสมในการวิเคราะห์ตัวอย่างจึงเลือกใช้ flow through cell ของบริษัท Hellma ในการศึกษาขั้นต่อไป

### 2.4.3 การศึกษาคุณลักษณะของการวิเคราะห์ (Analytical characteristics)

#### 1) การศึกษาช่วงที่เป็นเส้นตรง

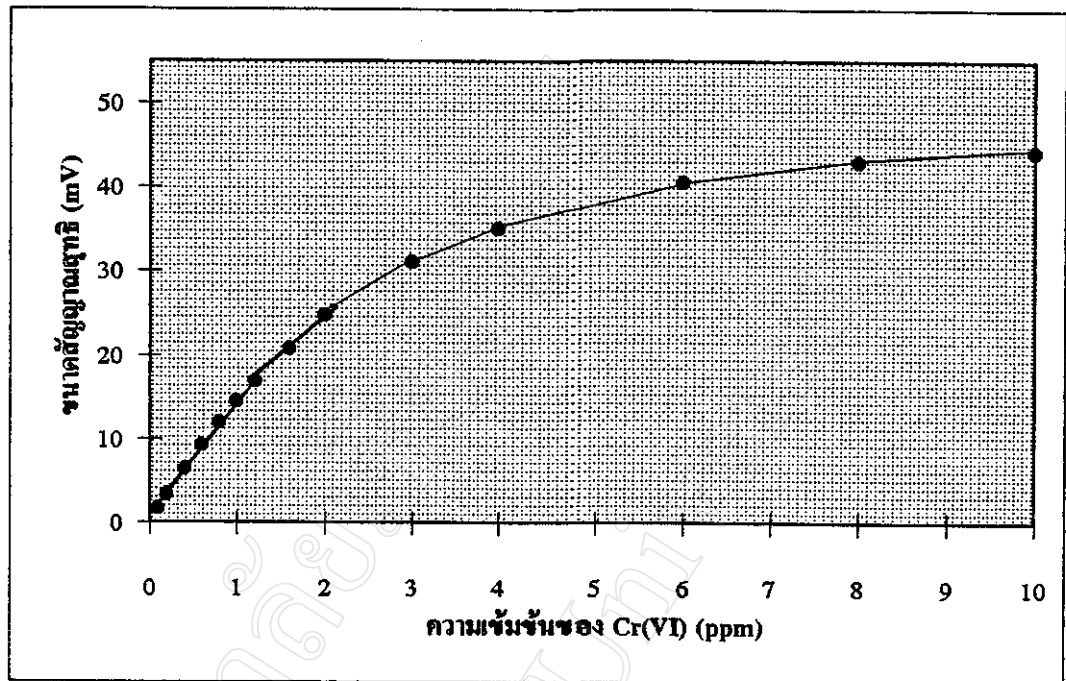
ในการวิเคราะห์ปริมาณสารใด ๆ จำเป็นต้องทราบช่วงความเข้มข้นของสารที่ให้กราฟมาตรฐานเป็นเส้นตรง เพื่อนำไปใช้เป็นค่าเปรียบเทียบกับปริมาณสารที่สนใจที่จะวิเคราะห์ในสารละลายตัวอย่าง ในการทดลองได้ใช้สารละลายมาตรฐาน Cr(VI) ในช่วงความเข้มข้น 0 -10.0 ppm โดยใช้สภาวะที่เหมาะสมในการทดลองดังตาราง 2.22 และ ได้ผลการทดลองดังตาราง 2.23 และรูป 2.36

ตาราง 2.22 สภาวะที่เหมาะสมที่ใช้ในการศึกษาช่วงที่เป็นเส้นตรง

ลักษณะสภาวะ	สภาวะที่ใช้
<b>สภาวะของระบบ</b>	
ความเข้มข้นของสารละลาย DPC	0.03 % w/v
ความเข้มข้นของสารละลาย H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>	0.50 M
ความเข้มข้นของสารละลาย Cr(VI)	0 - 10.0 ppm
อัตราการไหลของสารละลาย DPC	2.0 ml/min
อัตราการไหลของสารละลาย H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>	2.0 ml/min
ปริมาตรสารละลายตัวอย่าง	100 $\mu$ l
ขนาด mixing tubing ( i.d x o.d )	0.020 x 0.060 in
รูปร่างของ mixing part	พันรอบหลอดทดสอบ $\phi$ 1.50 cm
ความยาวของ mixing part (A)	25.0 cm
ความยาวของ mixing part (B)	50.0 cm
<b>สภาวะของเครื่องตรวจวัด</b>	
ความยาวคลื่น	540 nm
<b>สภาวะของเครื่องบันทึกสัญญาณ</b>	
chart speed	30 cm/H
sensitivity range	2 mv/cm

ตาราง 2.28 ผลการศึกษาช่วงที่เป็นเส้นตรง

ความเข้มข้น ของ Cr(VI) (ppm)	sensitivity ของ recorder (mv/cm)	ขนาดสัญญาณ ครั้งที่				ขนาด สัญญาณ (mv)	ขนาด สัญญาณ สุทธิ (mv)
		1	2	3	เฉลี่ย		
0	2	0.45	0.45	0.45	0.45	0.90	0
0.10	2	1.30	1.30	1.30	1.30	2.60	1.70
0.20	2	2.10	2.10	2.10	2.10	4.20	3.30
0.40	2	3.65	3.65	3.65	3.65	7.30	6.40
0.60	2	5.05	5.05	5.05	5.05	10.10	9.20
0.80	2	6.40	6.40	6.40	6.40	12.80	11.90
1.00	2	7.70	7.70	7.70	7.70	15.40	14.50
1.20	2	8.90	8.85	9.00	8.91	17.82	16.92
1.60	2	10.80	10.80	10.80	10.80	21.60	20.70
2.00	2	12.80	12.75	12.80	12.78	25.56	24.66
3.00	2	16.00	16.00	16.00	16.00	32.00	31.10
4.00	2	18.00	18.00	18.00	18.00	36.00	35.10
6.00	4	10.35	10.35	10.35	10.35	41.40	40.50
8.00	4	10.95	10.98	11.00	10.97	43.88	42.98
10.0	4	11.30	11.30	11.30	11.30	45.20	44.30



รูป 2.36 ความสัมพันธ์ระหว่างขนาดสัญญาณสุทธิ (mv) กับความเข้มข้นของ Cr(VI) (ppm)

จากการศึกษาช่วงที่เป็นเส้นตรงของสารละลายมาตรฐาน Cr(VI) ในช่วงความเข้มข้น 0 - 10.0 ppm พบช่วงที่เป็นเส้นตรงมี 2 ช่วง คือ 0.1 - 1.20 ppm และ 1.20 - 2.00 ppm (ดูรูป 2.36)

## 2) การศึกษาความแม่นยำในการวิเคราะห์

ความแม่นยำในการวิเคราะห์ของเทคนิคใด ๆ แบ่งออกได้เป็น ความแม่นยำของเครื่องมือที่ใช้ และ ความแม่นยำของเทคนิคที่ใช้ในการวิเคราะห์ ซึ่งในการทดลองนี้ได้ศึกษาความแม่นยำในการวิเคราะห์ ดังนี้

### ก) การศึกษาความแม่นยำของเครื่องมือที่ใช้ในการวิเคราะห์

ในการศึกษาความแม่นยำของเครื่องมือที่ใช้ ทำได้โดยใช้สารละลายที่เตรียมขึ้นมาชุดเดียวกันและใช้สภาวะการทดลองเหมือนกัน แล้วทำการทดลองซ้ำกันหลาย ๆ ครั้ง ในการทดลองได้เตรียมสารละลายมาตรฐาน Cr(VI) เข้มข้น 0.60 ppm แล้วฉีดสารละลายมาตรฐาน Cr(VI) 0.60 ppm ซ้ำกัน 12 ครั้ง ได้ผลการทดลอง ดังตาราง 2.24

ตาราง 2.24 ผลการศึกษาความแม่นยำของเครื่องมือที่ใช้ในการวิเคราะห์

ครั้งที่	ขนาดสัญญาณ Cr(VI) 0.60 ppm	
	cm	mv
1	5.45	10.90
2	5.45	10.90
3	5.52	11.04
4	5.50	11.00
5	5.45	10.90
6	5.50	11.00
7	5.42	10.84
8	5.50	11.00
9	5.45	10.90
10	5.35	10.70
11	5.42	10.84
12	5.35	10.70
$\bar{X}$	10.89 mv	
S.D.	0.11 mv	
% R.S.D.	1.01 %	



จากผลการทดลองในตาราง 2.24 พบว่าสัญญาณที่ได้มีค่าเฉลี่ย 10.89 mv มีค่าเบี่ยงเบนมาตรฐาน  $\pm 0.11$  mv มีค่าความเบี่ยงเบนมาตรฐานสัมพัทธ์ 1.01 % ดังนั้นจึงกล่าวได้ว่าเครื่องมือที่ใช้ในเทคนิคนี้มีความแม่นยำในการวิเคราะห์สูง

#### ข) การศึกษาความแม่นยำของเทคนิคที่ใช้ในการวิเคราะห์

การศึกษาคความแม่นยำของเทคนิคในการวิเคราะห์เป็นการศึกษาที่เกี่ยวข้องกับผู้ทดลองและ เทคนิคต่าง ๆ ที่ใช้ในการทดลองว่ามีความแม่นยำเพียงใด ในการทดลองได้เตรียมสารละลายมาตรฐาน Cr(VI) เข้มข้น 0.60 ppm จำนวน 12 ตัวอย่าง ทำการทดลองในทำนองเดียวกันกับวิธีการทดลองในข้อ 2 (ก) ภายใต้สภาวะการทดลองเดียวกัน แต่เปลี่ยนสารละลาย Cr(VI) ทุก ๆ การทดลองจนครบ 12 ตัวอย่าง ได้ผลการทดลองดังตาราง 2.25

ตาราง 2.25 ผลการศึกษาความแม่นยำของเทคนิคที่ใช้ในการวิเคราะห์

ครั้งที่	ขนาดสัญญาณ (cm) ครั้งที่				ขนาดสัญญาณ (mv)
	1	2	3	เฉลี่ย	
1	5.30	5.30	5.30	5.30	10.60
2	5.40	5.38	5.35	5.37	10.74
3	5.38	5.45	5.40	5.41	10.82
4	5.30	5.30	5.30	5.30	10.60
5	5.30	5.25	5.30	5.28	10.56
6	5.30	5.30	5.30	5.30	10.60
7	5.25	5.35	5.30	5.30	10.60
8	5.20	5.20	5.20	5.20	10.40
9	5.30	5.30	5.30	5.30	10.60
10	5.40	5.35	5.35	5.37	10.74
11	5.10	5.10	5.10	5.10	10.20
12	5.25	5.32	5.35	5.31	10.62
$\bar{X}$	10.59 mv				
S.D.	0.15 mv				
% R.S.D.	1.42 %				

จากการทดลองพบว่าเทคนิคที่ใช้ในการวิเคราะห์ให้สัญญาณที่มีค่าเฉลี่ย 10.59 mv ค่าความเบี่ยงเบนมาตรฐาน  $\pm 0.15$  mv และค่าความเบี่ยงเบนมาตรฐานสัมพัทธ์เท่ากับ 1.42 % ดังนั้น กล่าวได้ว่าเทคนิคที่ใช้ในการวิเคราะห์มีความแม่นยำในการวิเคราะห์ค่อนข้างสูง

### 3) การศึกษาขีดจำกัดต่ำสุดของการวิเคราะห์ (detection limit) [44]

ขีดจำกัดต่ำสุดของการวิเคราะห์ (detection limit) ในที่นี้หมายถึงความเข้มข้นของสารที่ให้สัญญาณเท่ากับขนาดสัญญาณของแบลนค์ (blank) รวมกับ 3 เท่าของค่าเบี่ยงเบนมาตรฐานของแบลนค์ที่ฉีดเข้าสู่ระบบ เอฟ ไอ เอ ภายใต้สภาวะที่เหมาะสมดังตาราง 2.22 โดยทำการปรับสภาพความไวของเครื่องบันทึกสัญญาณเป็น 2 mv/ppm และทำการศึกษาสัญญาณของสารละลาย Cr (VI) ความเข้มข้นต่ำ ๆ ในช่วง 0.01 - 0.05 ppm ได้ผลการทดลองดังตาราง 2.26-2.27

ตาราง 2.26 ขนาดสัญญาณของแบลนค์ 12 ครั้ง

ครั้งที่	ขนาดสัญญาณ	
	cm	mv
1	0.40	0.80
2	0.42	0.84
3	0.35	0.70
4	0.40	0.80
5	0.40	0.80
6	0.42	0.84
7	0.45	0.90
8	0.38	0.76
9	0.40	0.80
10	0.45	0.90
11	0.45	0.90
12	0.40	0.80
$\bar{X}$	0.82 mv	
S.D.	0.06 mv	
% R.S.D.	7.32 %	

ตาราง 2.27 ขนาดสัญญาณของสารละลายมาตรฐาน Cr(VI) ที่ความเข้มข้นต่ำๆซึ่งมีค่าใกล้เคียงกับค่า detection limit

ความเข้มข้น Cr(VI) (ppm)	ขนาดสัญญาณ (cm) ครั้งที่				ขนาด สัญญาณ (mv)
	1	2	3	เฉลี่ย	
0.005	0.45	0.42	0.45	0.44	0.88
0.010	0.50	0.50	0.50	0.50	1.00
0.020	0.55	0.55	0.55	0.55	1.10
0.030	0.60	0.65	0.60	0.62	1.24
0.040	0.70	0.70	0.70	0.70	1.40

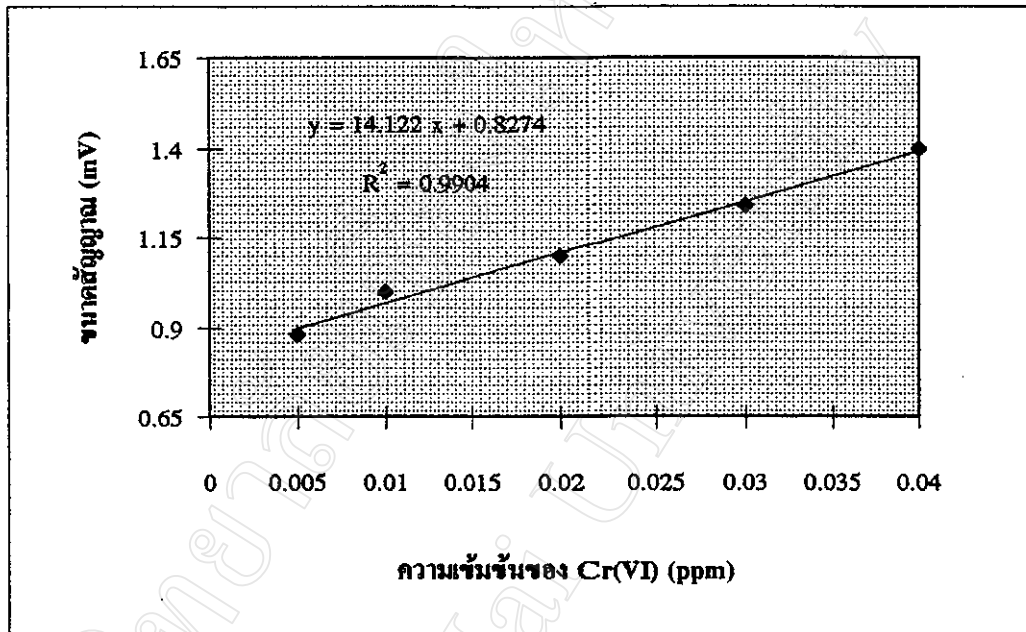
จากตาราง 2.26 และ 2.27 พบว่าสารละลาย Cr(VI) ที่ความเข้มข้น 0.010 ppm จะให้ขนาดสัญญาณที่ใกล้เคียงกับ ขนาดสัญญาณของแบลจค์รวมกับ 3 เท่าของค่าเบี่ยงเบนมาตรฐานของสารละลายแบลจค์ ซึ่งมีค่า 0.9932 mv ซึ่งเมื่อคำนวณเป็นความเข้มข้นเมื่อใช้สมการ 2.1 จะได้ความเข้มข้นเท่ากับ 0.011 ดังนั้นจึงถือได้ว่าวิธี เอฟ ไอ เอ ที่พัฒนาขึ้นมีขีดจำกัดต่ำสุดของการวิเคราะห์ Cr (VI) เท่ากับ 0.01 ppm และ เมื่อนำขนาดสัญญาณที่ความเข้มข้นต่ำ ๆ ของ Cr(VI) (ppm) มาเขียนกราฟเทียบมาตรฐานจะได้กราฟเป็นเส้นตรงในช่วงความเข้มข้น 0.005-0.040 ppm ดังรูป 2.37 โดยมีความสัมพันธ์เชิงเส้นดังสมการ 2.1

$$y = 0.8274 + 14.1219 x \quad \dots\dots\dots(2.1)$$

เมื่อ  $y$  คือ สัญญาณที่ได้จากการวิเคราะห์ (mv)

และ  $x$  คือ ความเข้มข้นของ Cr(VI) (ppm)

จากสมการ 2.1 หากค่า correlation coefficient ได้เท่ากับ 0.9952 ดังนั้นจึงกล่าวได้ว่าวิธี เอฟ ไอ เอ ที่พัฒนาขึ้นสามารถนำไปใช้ในการวิเคราะห์หาปริมาณ Cr(VI) ที่มีปริมาณน้อยๆได้



รูป 2.37 ความสัมพันธ์ระหว่างขนาดสัญญาณ (mv) ที่ความเข้มข้นต่างๆของ Cr(VI) (ppm)

#### 4) การศึกษาผลจากสารรบกวน (interfering effect)

ในการพัฒนาวิธีการวิเคราะห์ใด ๆ นอกจากจะทำการศึกษาคุณสมบัติในการวิเคราะห์ (analytical characteristics) ต่าง ๆ ข้างต้นแล้ว ต้องคำนึงถึงผลจากสารรบกวนอื่นๆ ซึ่งอาจมีผลในทางเสริม หรือ ในทางหักล้างกับสัญญาณที่ได้จากการวิเคราะห์ของสารที่สนใจ ในการทดลองนี้ได้ทำ การศึกษาผลกระทบของโลหะไอออน Cu, Mn, Na, Mo, Hg, V, Fe และ Cr(III) และได้ศึกษาผลของไอออน  $\text{Cl}^-$  และ  $\text{PO}_4^{3-}$  เมื่อเจือปนอยู่ในน้ำตัวอย่างที่เตรียมขึ้น (spiked water sample) ซึ่งประกอบด้วยน้ำตัวอย่างที่มี Cr(VI) 1.0 ppm และ ไอออนอื่นๆในอัตราส่วนต่างๆกัน แล้วฉีดสารละลายผสมดังกล่าวเข้าไปในระบบ เอฟ ไอ เอ ที่สร้างขึ้น ภายใต้สภาวะที่เหมาะสมดังตาราง 2.22 ได้ผลการทดลองดังตาราง 2.28

ตาราง 2.28 ผลการศึกษาสารรบกวนที่มีผลต่อการวิเคราะห์ Cr(VI)

interference ion	Ratio of Cr : interference ion (ppm:ppm)	ขนาดสัญญาณ (crn) ที่				ขนาดสัญญาณ (mv)	% deviation
		1	2	3	เฉลี่ย		
Cr (III)	1 : 0	8.05	8.05	8.00	8.03	16.06	-
	1 : 2	8.25	8.25	8.25	8.25	16.50	2.74
	1 : 5	8.20	8.20	8.20	8.20	16.40	2.12
	1 : 10	8.15	8.18	8.15	8.16	16.32	1.62
	1 : 20	8.12	8.10	8.15	8.13	16.26	1.24
Mn(II)	1 : 0	8.05	8.05	8.00	8.03	16.06	-
	1 : 2	8.05	8.05	8.05	8.05	16.10	0.25
	1 : 5	8.05	8.05	8.10	8.07	16.14	0.50
	1 : 10	8.10	8.10	8.05	8.08	16.16	0.62
	1 : 20	8.08	8.10	8.08	8.08	16.16	0.62
Cu(II)	1 : 0	8.05	8.05	8.00	8.03	16.06	-
	1 : 2	8.55	8.55	8.52	8.54	17.08	6.35
	1 : 5	9.00	9.00	9.00	9.00	18.00	12.08
	1 : 10	9.15	9.15	9.15	9.15	18.30	13.95
	1 : 20	9.15	9.15	9.15	9.15	18.30	13.95
Fe(II)	1 : 0	8.05	8.05	8.00	8.03	16.06	-
	1 : 1	8.05	8.10	8.10	8.08	16.16	0.62
	1 : 2	8.10	8.15	8.10	8.13	16.26	1.24
	1 : 4	8.50	8.50	8.50	8.50	17.00	5.85
	1 : 6	8.50	8.52	8.50	8.51	17.02	5.98
	1 : 10	8.60	8.60	8.60	8.60	17.20	7.09
Na(I)	1 : 0	8.05	8.05	8.00	8.03	16.06	-
	1 : 2	7.75	7.75	7.75	7.75	15.50	-3.49
	1 : 5	7.70	7.75	7.70	7.72	15.44	-3.86
	1 : 10	7.70	7.70	7.70	7.70	15.40	-4.10
	1 : 20	7.80	7.80	7.75	7.78	15.56	-3.11

ตาราง 2.28 (ต่อ)

Mo(VI)	1 : 0	8.05	8.05	8.00	8.03	16.06	-
	1 : 2	7.85	7.80	7.85	7.83	15.66	-2.49
	1 : 5	7.90	7.90	7.90	7.90	15.80	-1.62
	1 : 10	7.98	7.95	8.00	7.97	15.94	-0.75
	1 : 20	8.05	8.05	8.05	8.05	16.10	0.25
Hg(II)	1 : 0	8.05	8.05	8.00	8.03	16.06	-
	1 : 2	7.75	7.80	7.75	7.77	15.54	-3.24
	1 : 5	7.80	7.80	7.80	7.80	15.60	-2.86
	1 : 10	7.85	7.80	7.85	7.83	15.66	-2.49
	1 : 20	7.85	7.85	7.85	7.85	15.70	-2.24
PO <sub>4</sub> <sup>3-</sup>	1 : 0	8.05	8.05	8.00	8.03	16.06	-
	1 : 2	7.85	7.85	7.85	7.85	15.70	-2.24
	1 : 5	7.80	7.80	7.85	7.82	15.64	-2.61
	1 : 10	7.75	7.75	7.75	7.75	15.50	-3.48
	1 : 20	7.60	7.60	7.60	7.60	15.20	-5.35
Cl <sup>-</sup>	1 : 0	8.05	8.05	8.00	8.03	16.06	-
	1 : 2	7.90	7.90	7.90	7.90	15.80	-1.62
	1 : 5	7.95	8.00	8.05	8.00	16.00	-0.37
	1 : 10	7.95	7.95	7.95	7.95	15.90	-0.99
	1 : 20	7.90	7.85	7.85	7.87	15.73	-2.05
V(V)	1 : 0	8.05	8.05	8.00	8.03	16.06	-
	1 : 0.5	6.95	6.95	6.95	6.95	13.90	-13.45
	1 : 1	6.30	6.30	6.30	6.30	12.60	-21.54
	1 : 2	4.95	4.90	4.95	4.93	9.86	-38.60
	1 : 4	2.70	2.70	2.70	2.70	5.40	-66.38
	1 : 6	1.75	1.85	1.75	1.78	3.56	-77.83

จากผลการทดลองดังตาราง 2.28 พบว่า Cr(III), Mn(II), Fe(II), Na(I), Mo(VI), Cu(II), Hg(II), PO<sub>4</sub><sup>3-</sup> และ Cl<sup>-</sup> มีผลรบกวนต่อขนาดของสัญญาณที่ได้จากการวิเคราะห์ Cr(VI) ในทุก ๆ อัตราส่วนน้อยมาก โดยมีเปอร์เซ็นต์ของการเบี่ยงเบนจากสัญญาณของ Cr(VI) บริสุทธิ์ ดังตาราง 2.29 และพบว่า V มีผลรบกวนต่อการวิเคราะห์ Cr(VI) มากที่สุด โดยไปลดขนาดสัญญาณของ Cr(VI) ที่ทุกอัตราส่วนความเข้มข้น แต่ถ้าในตัวอย่างมี V เจือปนอยู่ในปริมาณน้อยกว่า 1 ppm จะมีผลการรบกวนจาก V น้อย ดังนั้นจึงนำวิธี เอช ไอ เอ นี้ไปวิเคราะห์หาปริมาณ Cr(VI) ในตัวอย่างที่สนใจได้ โดยปราศจากไอออนอื่น ๆ รบกวน

ตาราง 2.29 เปอร์เซนต์ของการเบี่ยงเบนจากสัญญาณของ Cr(VI) บริสุทธิ์ โดยไอออนอื่นๆ

Interfering ion	range of weight ratio (ppm: ppm)	range of % deviation
Cr(III)	1 : 0 - 1 : 20	1.24-2.74 %
Mn(II)	1 : 0 - 1 : 20	0.25-0.62 %
Fe(II)	1 : 0 - 1 : 10	6.35-13.95 %
Na(I)	1 : 0 - 1 : 20	0.62-7.09 %
Mo(VI)	1 : 0 - 1 : 20	(-4.10)-(-3.11) %
Cu(II)	1 : 0 - 1 : 20	(-2.49)-0.25 %
Hg(II)	1 : 0 - 1 : 20	(-3.24)-(-2.24) %
PO <sub>4</sub> <sup>3-</sup>	1 : 0 - 1 : 20	(-5.35)-(-2.24) %
Cl <sup>-</sup>	1 : 0 - 1 : 20	(-2.05)-(-0.37) %
V	1 : 0 - 1 : 6	(-77.83)-(-13.45) %

**5) การทำกราฟมาตรฐาน (calibration graph) และความไว (sensitivity) ของวิธีในการวิเคราะห์**

จากสถานะของการทดลองที่เหมาะสม ดังตาราง 2.22 นำมาใช้เป็นสถานะในการสร้างกราฟมาตรฐาน โดยใช้สารละลายมาตรฐาน Cr(VI) ในช่วงความเข้มข้น 0.1 - 1.0 ppm ได้ผลการทดลองดังตาราง 2.30 และรูป 2.38 - 2.39

ตาราง 2.30 ผลการศึกษากราฟมาตรฐาน (calibration graph)

ความเข้มข้นของ Cr(VI) (ppm)	ขนาดสัญญาณ (cm) ครั้งที่				ขนาดสัญญาณ (mv)	ขนาดสัญญาณสุทธิ (mV)
	1	2	3	เฉลี่ย		
blank	0.50	0.50	0.50	0.50	1.00	-
0.10	1.40	1.40	1.40	1.40	2.80	1.80
0.20	2.00	2.05	2.05	2.03	4.06	3.06
0.40	3.45	3.40	3.50	3.45	6.90	5.90
0.60	4.90	4.90	4.90	4.90	9.80	8.80
0.80	6.20	6.20	6.20	6.20	12.40	11.40
1.00	7.40	7.40	7.40	7.40	14.80	13.80

จากผลการทดลอง ได้กราฟมาตรฐานของสารละลาย Cr(VI) ที่มีความสัมพันธ์เชิงเส้น ดังสมการ (2.2)

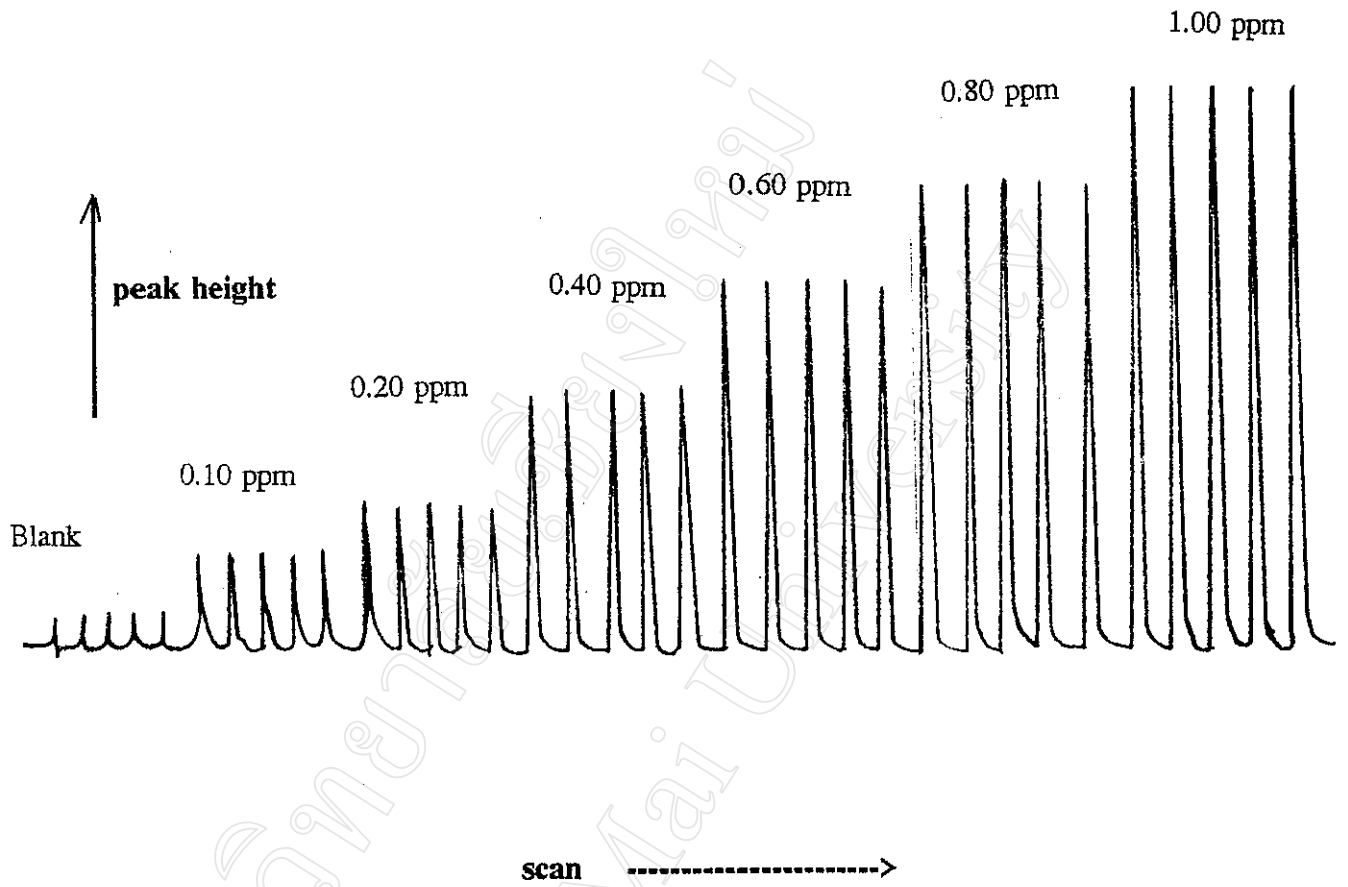
$$y = 13.522 x + 0.4735 \quad \dots\dots\dots( 2.2 )$$

เมื่อ y คือ สัญญาณที่ได้จากการวิเคราะห์ (mV)

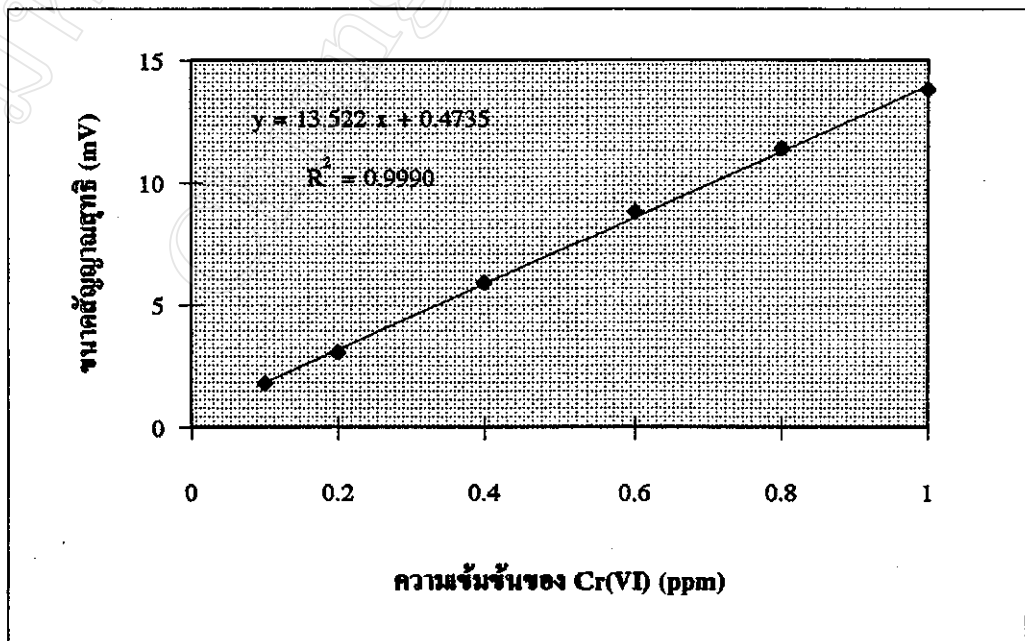
x คือ ความเข้มข้นของ Cr(VI) (ppm)

และได้ค่า correlation coefficient ( r ) เท่ากับ 0.9995 โดยมีความไวในการวิเคราะห์ซึ่งนิยามในเทอมของค่าความชันของกราฟมาตรฐานเท่ากับ 13.522 mv/ppm





รูป 2.38 ลักษณะพีคที่ได้จากการใช้สารละลาย Cr(VI) เข้มข้น 0.10-1.00 ppm



รูป 2.39 กราฟมาตรฐานที่ใช้ในการวิเคราะห์ปริมาณ Cr(VI)

### 6) การศึกษาความถูกต้องของวิธีที่พัฒนาขึ้น

ได้ทดลองหาร้อยละของการกลับคืน (% recovery) ของ Cr(VI) ของวิธีที่พัฒนาขึ้น เพื่อศึกษาความถูกต้องของวิธี โดยการทำ standard addition โดยนำน้ำตัวอย่าง  $W_1$  ใส่ในขวดวัดปริมาตรขนาด 25 ml 6 ขวด ๆ ละ 10 ml ในแต่ละขวดเติมสารละลายมาตรฐาน Cr(VI) ลงไปในปริมาณที่ให้ให้ความเข้มข้น 0 - 1.00 ppm ปรับปริมาตรด้วยน้ำกลั่น นำสารละลายที่เตรียมได้ไปวิเคราะห์หาร้อยละของการกลับคืน โดยใช้สภาวะการทดลอง ดังตาราง 2.22 ได้ผลการทดลองดังตาราง 2.31-2.32

ตาราง 2.31 ผลการศึกษาความถูกต้องของวิธีโดยการหาร้อยละของการกลับคืน

ความเข้มข้นของ Cr(VI) (ppm)	ขนาดสัญญาณ (mv)	
	standard Cr(VI)	standard Cr(VI) + sample
0	-	0.40
0.20	2.86	3.10
0.40	5.70	5.86
0.60	8.60	8.60
0.80	11.20	11.30
1.00	13.60	13.50

ตาราง 2.32 การหาร้อยละของการกลับคืน (% recovery) เมื่อใช้น้ำตัวอย่าง W<sub>1</sub>

Cr(VI) ที่เติม (ppm)	Cr(VI) รวมจาก กราฟมาตรฐาน (ppm)	Cr(VI) ที่พบ (ppm)	% recovery
0	0.007	-	-
0.20	0.208	0.201	100.50
0.40	0.412	0.405	101.25
0.60	0.615	0.608	101.33
0.80	0.815	0.808	101.00
1.00	0.979	0.972	97.20
$\bar{X}$		100.25 %	
S.D.		1.74	
% R.S.D.		1.74 %	

จากผลการทดลองศึกษาความถูกต้องของวิธีการวิเคราะห์ Cr(VI) ในน้ำตัวอย่าง W<sub>1</sub> พบว่า มีค่าเฉลี่ยร้อยละของการกลับคืนเท่ากับ 100.25 % มีค่าความเบี่ยงเบนมาตรฐาน 1.74 และ มีค่าความเบี่ยงเบนมาตรฐานสัมพัทธ์เท่ากับ 1.74 % แสดงให้เห็นว่าวิธี เอฟ ไอ เอ ที่จัดทำขึ้นให้ผลการทดลองที่มีความถูกต้องสูง ในตัวอย่างที่เลือกมาทำการวิเคราะห์

#### 2.4.4 การวิเคราะห์ปริมาณโครเมียม [Cr(VI)] ในตัวอย่าง

ได้นำวิธี เอฟ ไอ เอ ที่สร้างขึ้นมา ประยุกต์ใช้ในการวิเคราะห์หาปริมาณโครเมียม [Cr(VI)] ในน้ำตัวอย่าง จากบ่อบำบัดน้ำเสียของนิคมอุตสาหกรรมลำพูน และ น้ำตัวอย่างจาก โรงงานฟอกหนัง โดยเก็บตัวอย่าง เมื่อเดือน กุมภาพันธ์ 2539 ก่อนทำการวิเคราะห์ได้เตรียม น้ำตัวอย่างให้มีสถานะที่เหมาะสมตามวิธีในภาคผนวก (๑) และ หาปริมาณโครเมียมจากกราฟ มาตรฐานรูป 2.38 ได้ผลการทดลองดังตาราง 2.33

ตาราง 2.33 ผลการวิเคราะห์ปริมาณโครเมียม [Cr(VI)] ในน้ำตัวอย่างโดยวิธี เอฟ ไอ เอ เทียบกับวิธี AAS

น้ำตัวอย่าง	ความเข้มข้นของโครเมียม [Cr(VI)] (ppm)	
	วิธี เอฟ ไอ เอ	วิธี AAS
W <sub>1</sub>	0.117	0.120
W <sub>2</sub>	0.124	0.119
W <sub>3</sub>	0.028	0.030
W <sub>4</sub>	0.031	0.035
W <sub>5</sub>	1.709	1.675
W <sub>6</sub>	1.157	1.160

หมายเหตุ :- W<sub>1</sub> - W<sub>4</sub> = น้ำตัวอย่างจากบ่อบำบัดน้ำเสียนิคมอุตสาหกรรมภาคเหนือ  
 W<sub>5</sub> - W<sub>6</sub> = น้ำตัวอย่างจากโรงงานฟอกหนัง

ตาราง 2.34 ผลการศึกษาความแตกต่างระหว่างวิธี เอฟ ไอ เอ เทียบกับวิธี AAS

น้ำตัวอย่าง	วิธี เอฟ ไอ เอ	วิธี AAS	$D_1$
W <sub>1</sub>	0.117	0.120	-0.003
W <sub>2</sub>	0.124	0.119	0.005
W <sub>3</sub>	0.028	0.030	-0.002
W <sub>4</sub>	0.031	0.035	-0.004
W <sub>5</sub>	1.709	1.675	0.034
W <sub>6</sub>	1.157	1.160	-0.003
$\bar{D}$	4.50 x 10 <sup>-3</sup>		
S.D.	0.015		
t	0.73		

จากผลการทดลองพบว่า การวิเคราะห์หาปริมาณโครเมียม[Cr(VI)] โดยวิธี เอฟ ไอ เอ ที่จัดทำขึ้น วิเคราะห์ปริมาณโครเมียมในน้ำตัวอย่างจากนิคมอุตสาหกรรมลำพูน ได้ในช่วงความเข้มข้น 0.028-1.709 ppm เมื่อเปรียบเทียบผลที่ได้กับวิธี AAS พบว่าข้อมูลที่ได้มีค่าใกล้เคียงกัน และ เมื่อทำการทดสอบ t - test [ การคำนวณในภาคผนวก (5) ] พบว่า ได้ค่า t เท่ากับ 0.73 เมื่อเปรียบเทียบกับค่า t จากตาราง ที่ความเชื่อมั่น 95 % พบว่าค่า t จากการคำนวณมีค่าน้อยกว่าค่า t ในตาราง ดังนั้น จึงสรุปได้ว่าผลการทดลองจากวิธี เอฟ ไอ เอ และ วิธี AAS ให้ผลที่ไม่ต่างกัน