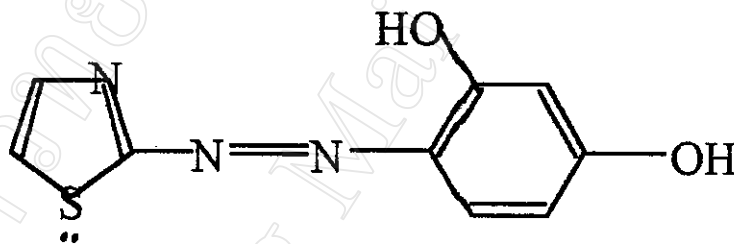


บทที่ 3

การวิเคราะห์หาปริมาณสังกะสีโดยใช้ 4-(2'-Thiazolylazo) resorcinol เป็น complexing reagent

3.1 ทัวไป

การวิเคราะห์หาปริมาณสังกะสีโดยเทคนิคสเปกโตรโฟโตเมตรีมีรีเอเจนต์ หลายชนิดที่ใช้ทำปฏิกิริยากับสังกะสีได้ดีเช่น Brilliant green and thiocyanate, dithizone, xylenol orange, zincon, 6-methoxy-3-methyl-2-[4-(N-methylanilino)phenylazo] benzothiazolium^[40] และ 4(2-pyridylazo) resorcinol เป็นต้น ในงานวิจัยนี้สนใจและได้พัฒนาวิธีวิเคราะห์หาปริมาณสังกะสี โดยวิธี เอฟ ไอ เอ- คัลเลอริเมตรี (FIA- Colorimetry) โดยใช้รีเอเจนต์ คือ 4-(2'-thiazolylazo) resorcinol (TAR) ซึ่งมีสูตรโครงสร้างดังรูป 3.1



รูป 3.1 สูตรโครงสร้างทางเคมีของ 4-(2'-thiazolylazo) resorcinol หรือ TAR [41]

TAR เป็นรีเอเจนต์ที่เกิดปฏิกิริยากับสังกะสีได้ดีในสภาวะที่เหมาะสม เกิดเป็นสารประกอบเชิงซ้อนที่ละลายน้ำได้ สามารถดูดกลืนแสงได้สูงสุดที่ความยาวคลื่น 530 nm สารเชิงซ้อน Zn-TAR จะเกิดได้ดีในสภาวะ pH ของระบบในช่วง 7.4 - 8.4 [28] ในงานวิจัยได้นำมาประยุกต์ใช้กับระบบ เอฟ ไอ เอ โดยจะทำการวัดค่าการดูดกลืนแสงของสารประกอบเชิงซ้อนที่ความยาวคลื่นที่เหมาะสม และหาสภาวะที่เหมาะสมของระบบ เอฟ ไอ เอ ในการวิเคราะห์ จากนั้นนำระบบ เอฟ ไอ เอ ที่พัฒนาขึ้นไปใช้ในการวิเคราะห์หาปริมาณสังกะสีในตัวอย่างที่สนใจต่อไป

3.2 การทดลอง

3.2.1 เครื่องมือและอุปกรณ์

1. UV-VIS Spectrophotometer model UV-265 ผลิตโดยบริษัท Shimadzu, Kyoto, Japan.
2. Spectrophotometer , Spectronic 21 ผลิตโดยบริษัท Milton Roy, USA.
3. Spectrophotometer model Cecil 1000 series CE 1010 ผลิตโดยบริษัท Cecil Instruments Limited, USA.
4. Atomic Absorption Spectrophotometry รุ่น AA-680 ผลิตโดยบริษัท Shimadzu , Kyoto, Japan.
5. Recorder , Varian techtron ผลิตโดยบริษัท Matsushita communication, Japan.
6. Peristaltic pump, EYELA รุ่น Cassette tube pump SMP-23 SผลิตโดยบริษัทTokyo Rikakikal ,Co; Ltd. Japan.
7. Flow through cell for spectrophotometer ผลิตโดยบริษัท Hellma, Germany
8. Injection port ออกแบบโดย ประสิทธิ์ ปุระชาติ [34]
9. Tygon tube ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางภายใน 0.0299 , 0.0402 , 0.0449 และ 0.060 in
10. Teflon tube ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางภายใน 0.05 in
11. Plastic tube ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางภายใน 0.30 cm
12. Testtube ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางภายใน 1.20 , 1.50 , 1.80 และ 2.40 cm
13. Disposable syringe ขนาด 1 ml ผลิตโดยบริษัท Dong Bang Medical supplies corp.
14. pH / mV meter model 5986-25 ผลิตโดยบริษัท Cole-palmer co.Ltd,USA

3.2.2 สารเคมี

1. 4-(2'-thiazolylazo) resorcinol , Analytical grade , Fluka , Switzerland
2. Methanol , Analytical grade , E.Merck , Germany.
3. Sodium acetate trihydrate , BDH , Ltd ; England.
4. Sodium tetraborate decahydrate , May & Baker , Ltd , Dagenham, England.
5. Thiosemicarbazide , Analytical grade , Fluka , Switzerland
6. Hydrochloric acid (HCl) , 36.5-38.0% , J.T Baker , USA.
7. Sodium hydroxide (NaOH) , Eka Nobel , Sweden .
8. Zinc nitrate 1000 ppm , AAS standard , BDH , England

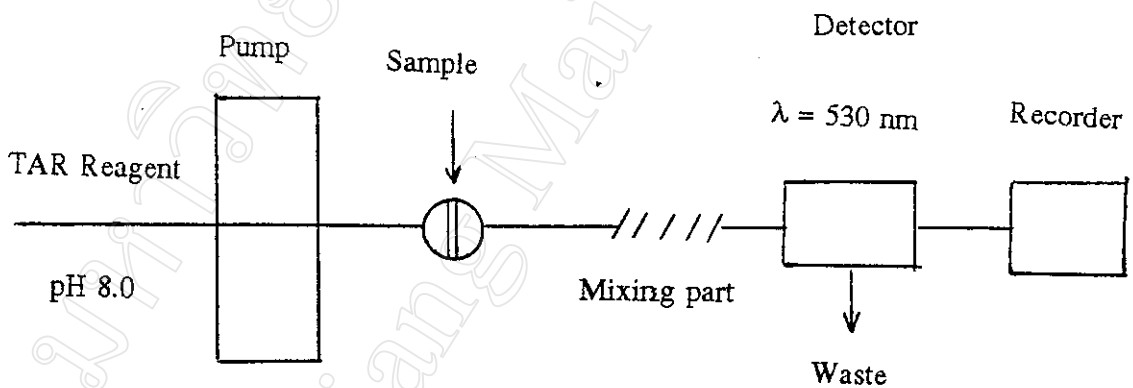
9. Copper nitrate 1000 ppm , AAS standard , BDH , England.
10. Cadmium nitrate 1000 ppm , AAS standard , BDH , England.
11. Manganese nitrate 1000 ppm , AAS standard , BDH , England.
12. Lead nitrate 1000 ppm , AAS standard , BDH , England.

3.2.3 การเตรียมสารละลายที่ใช้ในการวิเคราะห์

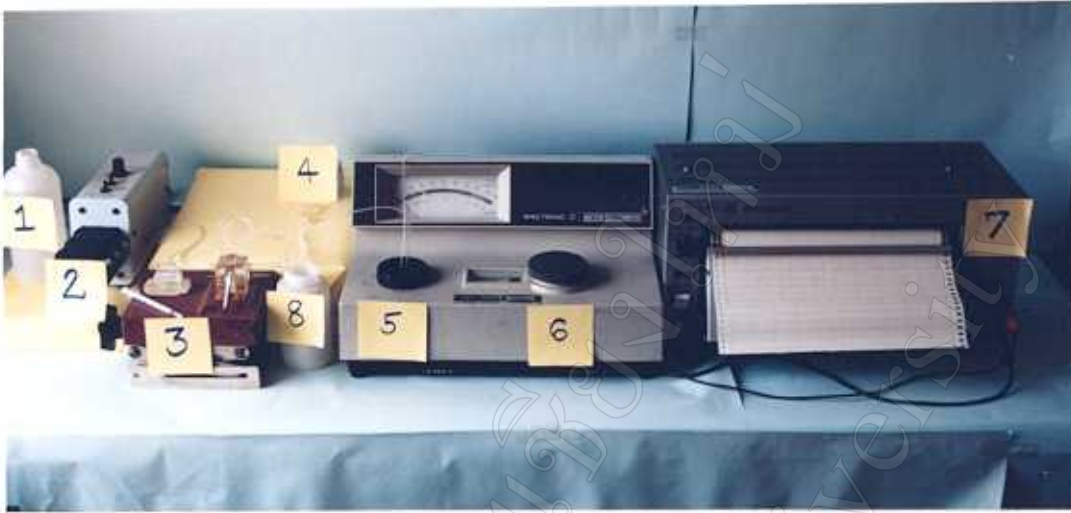
1. สารละลาย มาตรฐานสังกะสี (Zn (II)) ความเข้มข้น 100 ppm
 ปิเปตสารละลายมาตรฐานสังกะสี 1000 ppm 50.0 ml ใส่ลงในขวดวัดปริมาตร
 ขนาด 500 ml เติมกรดไนตริกเข้มข้น 1.00 ml ปรับปริมาตรให้ครบด้วยน้ำกลั่น
 ปราศจากไอออน
2. สารละลาย โซเดียมอะซิเตท-โซเดียมเตตราโบเรต (โซเดียมอะซิเตท ความเข้มข้น 0.50M)
 ชั่งโซเดียมอะซิเตท ไตรไฮเดรต 136 g และ โซเดียมเตตราโบเรต เดคาไฮเดรต 48 g
 ละลายด้วยน้ำกลั่นปราศจากไอออน ปรับปริมาตรสารละลายสุดท้ายเป็น 2000 ml
3. สารละลาย TAR ความเข้มข้น 1.0×10^{-3} M
 ชั่ง TAR ปริมาณ 0.1106 g ละลายด้วยเมธานอล แล้วปรับปริมาตรสุดท้ายเป็น 500 ml
4. สารละลาย TAR รีเอเจนต์ ความเข้มข้น 1.0×10^{-5} M
 ปิเปตสารละลาย โซเดียมอะซิเตท-โซเดียมเตตราโบเรต 50.0 ml และสารละลาย TAR
 1.0×10^{-3} M 5.0 ml ใส่ลงในบีกเกอร์ขนาด 500 ml เจือจางด้วยน้ำปราศจากไอออน
 ให้มีปริมาตรประมาณ 400 ml ปรับ pH ของสารละลายด้วย 2 N HCl ให้ได้ค่า pH 8.0
 แล้วปรับปริมาตรสารละลายสุดท้ายจนครบ 500 ml ในขวดวัดปริมาตร

3.3 หลักการ

เมื่อนำสารละลาย Zn (II) เข้าไปในกระแสดของสารละลาย TAR รีเอเจนต์ pH 8.0 ซึ่งไหลด้วยอัตราคงที่ สารละลายผสมระหว่าง Zn (II) กับ TAR จะไหลผ่านไปยัง มิกซ์เจอร์ที่มีขนาดและรูปร่างเหมาะสม Zn (II) ในสารละลายตัวอย่างจะทำปฏิกิริยากับรีเอเจนต์ เกิดผลิตภัณฑ์ที่มีสีแดง ไหลไปตามท่อพลาสติกขนาดเล็ก ๆ ผ่านไปยังเครื่องตรวจวัด ทำการวัดค่าการดูดกลืนแสงที่ความยาวคลื่น 530 nm และส่งสัญญาณไปยังเครื่องบันทึกสัญญาณ ให้บันทึกการเปลี่ยนแปลงที่เกิดขึ้น สารละลายที่ผ่านการตรวจวัดแล้วจะไหลไปยัง waste ระบบ เอฟ ไอ เอ สำหรับหาปริมาณ Zn(II) ในงานวิจัยนี้ได้ทดลองออกแบบให้มีกระแสดัวพา 2 สาย คือ สารละลายอะซีเตทบัฟเฟอร์ และ สารละลาย TAR รีเอเจนต์ โดยควบคุม pH ของระบบเท่ากับ 7.5 แต่เนื่องจากมีปัญหาในเรื่องการเข้าผสมกันของสารละลายทั้งสองกระแสด จึงได้ออกแบบระบบ เอฟ ไอ เอ โดยมีกระแสดัวพาเพียงกระแสดเดียวดังแสดงในรูป 3.2 และ 3.3



รูป 3.2 ระบบ เอฟ ไอ เอ ที่ใช้ในการวิเคราะห์หาปริมาณสังกะสี



รูป 3.3 ระบบ เอฟ ไอ เอ ที่ใช้ในการวิเคราะห์หาปริมาณสังกะสีโดยใช้ TAR เป็นรีเอเจนต์

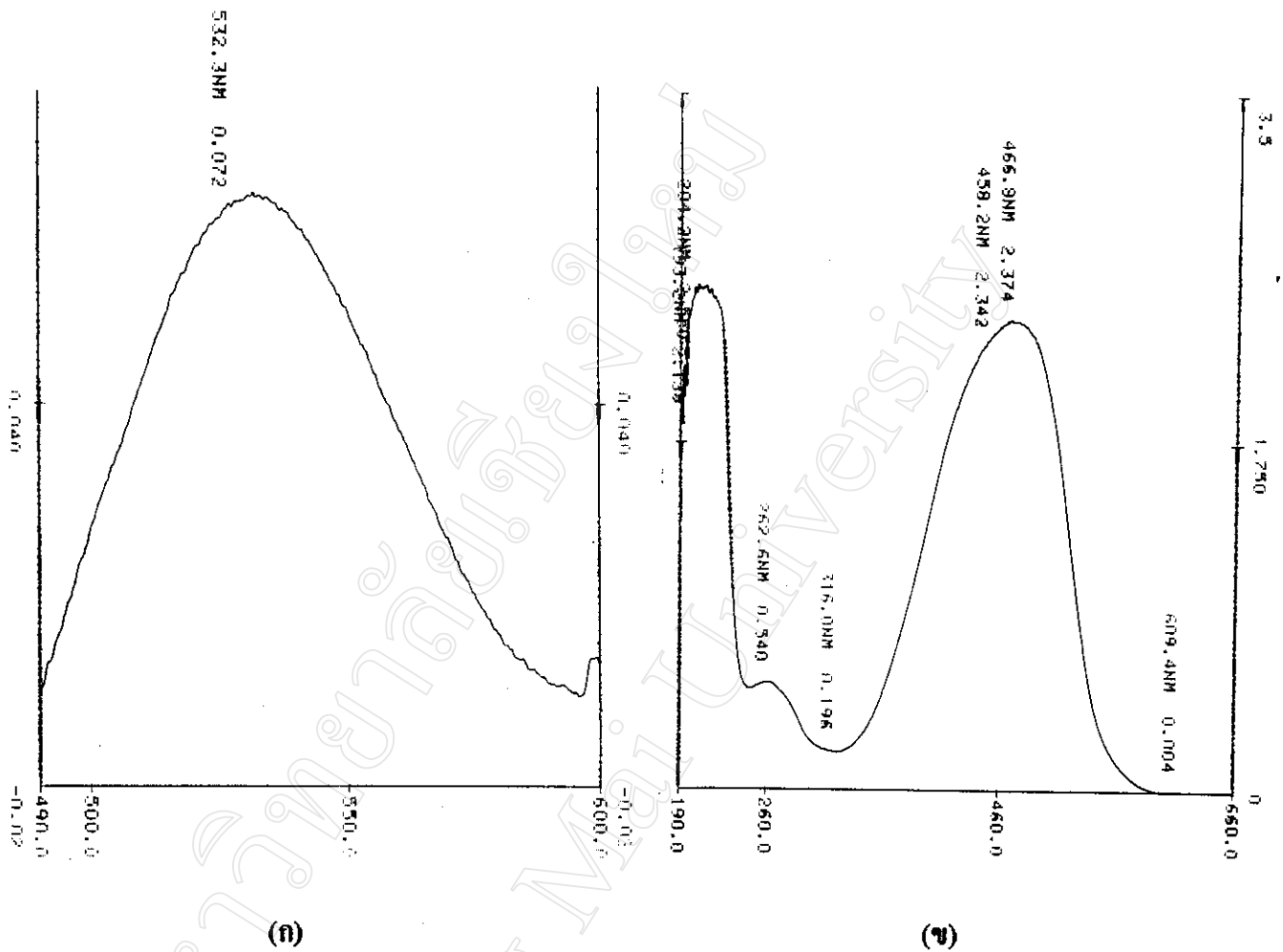
- | | |
|---|-----------------------|
| 1 = reservoir บรรจุน้ำสารละลายรีเอเจนต์ | 5 = flow through cell |
| 2 = peristaltic pump | 6 = detector |
| 3 = injection port | 7 = recorder |
| 4 = mixing part | 8 = waste |

3.4 วิธีการทดลองและผลการทดลอง

3.4.1 การศึกษาก่อนนำเข้าสู่ระบบเอฟ ไอ เอ

3.4.1.1 การศึกษาสเปกตรัมดูดกลืนแสง (Absorption spectra)

เตรียมสารละลายผสม 25.0 ml ประกอบด้วย Zn (II) 1.0×10^{-3} M 5.00 ml สารละลาย TAR รีเอเจนต์ 1.0×10^{-5} M 1.00 ml เติมสารละลายบัฟเฟอร์อะซิเตท 5.00 ml ปรับ pH ของสารละลาย เป็น 7.5 ปรับปริมาตรสารละลายให้ครบด้วยน้ำกลั่น แล้วนำไปวัดค่าการดูดกลืนแสงของสารละลายผสมเทียบกับรีเอเจนต์เบเลนซ์ โดยทำการสแกนสเปกตรัมในช่วงความยาวคลื่น 490-600 nm ได้ผลการทดลองดังรูป 3.4

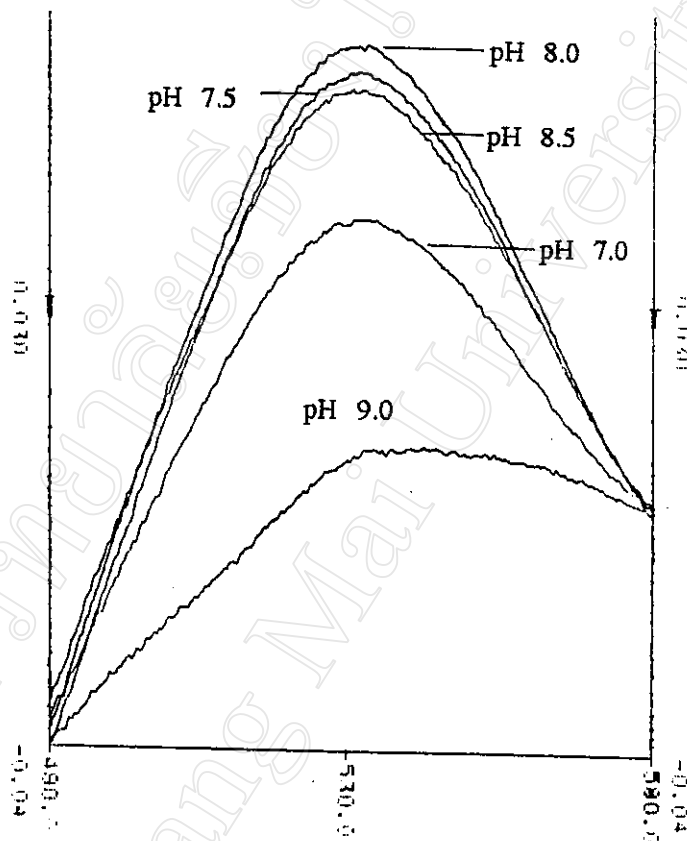


รูป 3.4 สเปกตรัมดูดกลืนแสง (ก) สารละลายผสมระหว่าง Zn(II) กับ TAR รีเอเจนต์เทียบกับ รีเอเจนต์แบลค (ข) สารละลาย TAR รีเอเจนต์

จากผลการทดลองในรูป 3.4 พบว่าสารประกอบเชิงซ้อนระหว่าง Zn (II) กับ TAR จะให้ค่าการดูดกลืนแสงสูงสุดที่ความยาวคลื่น 532.3 nm ซึ่งเป็นค่าที่ใกล้เคียงกับ E.H. Evans และ G.S. Sayers [29] ได้รายงานไว้ว่า TAR สามารถเกิดปฏิกิริยากับ Zn(II) ได้สารประกอบเชิงซ้อนที่มีสีแดง ละลายน้ำได้ เมื่อควบคุม pH ที่ 7.5 สารประกอบนี้จะให้ค่าการดูดกลืนแสงสูงสุดที่ความยาวคลื่น 530 nm และ เมื่อพิจารณาค่าการดูดกลืนแสงของสารละลาย TAR รีเอเจนต์ พบว่า จะไม่รบกวนการวิเคราะห์ เพราะให้ค่าการดูดกลืนแสงที่ความยาวคลื่นต่างกัน

3.4.1.2 การศึกษาผลของ pH ที่มีต่อสเปกตรัมดูดกลืนแสง

เตรียมสารละลายตามข้อ 3.4.1.1 ปรับ pH ของสารละลายผสมเป็น 7.0, 7.5, 8.0, 8.5 และ 9.0 ตามลำดับ นำสารละลายผสมแต่ละ pH ที่เตรียมขึ้นไปวัดค่าการดูดกลืนแสงโดยสแกน (scan) ความยาวคลื่นในช่วง 490.0 - 580.0 nm ได้ผลการทดลองดังรูป 3.5



รูป 3.5 สเปกตรัมดูดกลืนแสงของสารละลาย $Zn(II)$ กับ TAR ที่ค่า pH ต่างกัน

จากผลการทดลองในรูป 3.5 พบว่า เมื่อใช้ pH ต่างกันสารประกอบเชิงซ้อน Zn (TAR) จะให้ค่าการดูดกลืนแสงสูงสุดมีค่าต่างกัน โดยที่ pH 8.0 จะมีค่าการดูดกลืนแสงสูงสุด เมื่อเทียบกับที่ pH 7.0, 7.5, 8.5 และ 9.0 และพบว่าทุก ๆ pH ที่ทำการทดลองจะให้ค่าการดูดกลืนแสงสูงสุดที่ความยาวคลื่น 530.0 nm ซึ่งเป็นค่าที่ใกล้เคียงกับผลการทดลองในข้อ 3.4.1.1 ดังนั้นอาจกล่าวได้ว่า pH ไม่มีผลต่อการเลื่อน (shift) ของค่าความยาวคลื่นแสงที่ให้ค่าการดูดกลืนแสงสูงสุด

3.4.1.3 การศึกษาสูตรโครงสร้างของสารประกอบเชิงซ้อน

ได้ศึกษาหาสูตรโครงสร้างของสารประกอบเชิงซ้อนที่เกิดขึ้นระหว่าง Zn (II) กับ TAR ในสถานะที่มีน้ำเป็นตัวทำละลาย โดยใช้วิธี Continuous variation method [37] ซึ่งมีขั้นตอนดังนี้

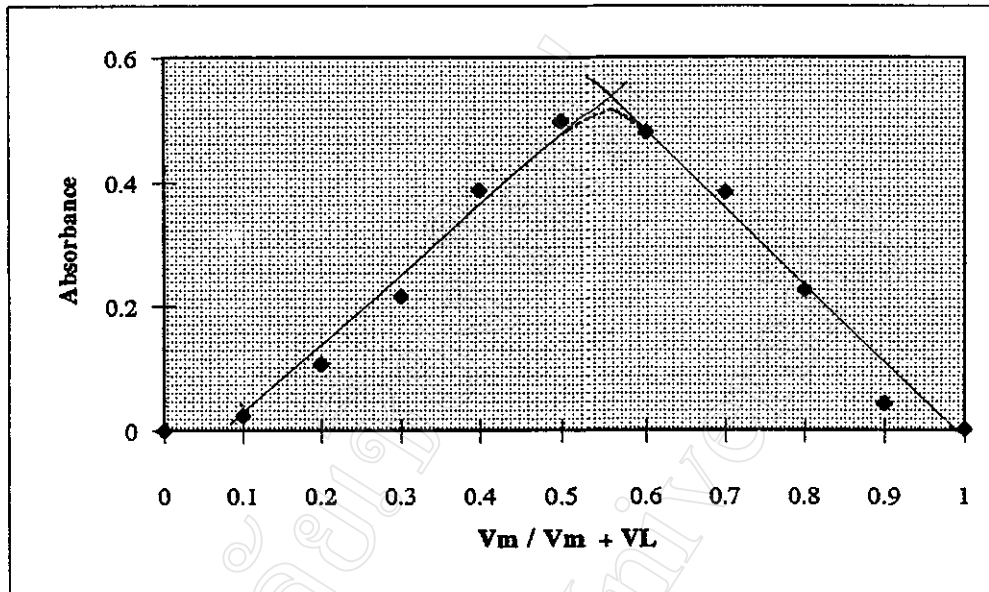
- 1) เตรียมสารละลายของ Zn (II) กับ TAR ให้มีความเข้มข้นเท่ากันคือ 1.0×10^{-4} M
- 2) ผสมสารละลายทั้งสองด้วยอัตราส่วนปริมาตรต่าง ๆ กัน ตามตารางที่ 3.1
- 3) เติมน้ำกลั่นบัพเฟอร์อะซีเตท 9 ml ปรับ pH สารละลายเป็น 7.5 ด้วย 2 N HCl ปรับปริมาตรสารละลายจนครบ 25 ml ด้วยน้ำกลั่น
- 4) เขย่าสารละลายให้เข้ากัน แล้วนำไปวัดค่าการดูดกลืนแสง ที่ความยาวคลื่น 530 nm ใช้ Spectrophotometer รุ่น Cecil 1000 series CE 1010 เป็นเครื่องตรวจวัด ได้ผลการทดลองดังตาราง 3.1 และรูป 3.6

ตาราง 3.1 ค่าการดูดกลืนแสงของสารละลายผสมระหว่าง Zn(II) กับ TAR ในอัตราส่วนปริมาตรต่างกัน

V_m/V_m+V_L	$V_L / V_m + V_L$	Absorbance
0	1.00	0
0.10	0.90	0.024
0.20	0.80	0.108
0.30	0.70	0.216
0.40	0.60	0.387
0.50	0.50	0.498
0.60	0.40	0.480
0.70	0.30	0.383
0.80	0.20	0.227
0.90	0.10	0.044
1.00	0	0.002

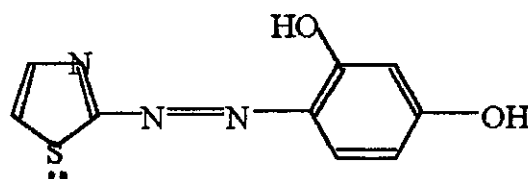
หมายเหตุ :- V_m = ปริมาตรของสารละลาย Zn (II)

V_L = ปริมาตรของสารละลาย TAR



รูป 3.6 การดูดกลืนแสงของสารละลายผสมระหว่าง Zn(II) ($1.0 \times 10^{-4}M$) กับ TAR ($1.0 \times 10^{-4} M$) ที่มีอัตราส่วนปริมาตรต่างกัน

จากผลการทดลองในตาราง 3.1 และรูป 3.6 พบว่าอัตราส่วนระหว่างโลหะกับลิแกนด์เป็น 1:1 นั่นคือโลหะสังกะสี 1 โมลจะทำปฏิกิริยาเกิดพันธะกับลิแกนด์ (TAR) จำนวน 1 โมล ซึ่งผลการทดลองที่ได้นี้สอดคล้องกับของ Adam, L. P. และคณะ [42] ที่รายงานว่า การเกิดสารประกอบเชิงซ้อนระหว่าง Zn (II) กับ TAR ที่ pH 7.3 จะมีอัตราส่วนโมลเป็นแบบ 1:1 ดังนั้นทำให้ทราบว่าสูตรโครงสร้างของสารประกอบเชิงซ้อนระหว่าง Zn (II) กับ TAR ในตัวทำละลายที่เป็นน้ำ มีสูตรเป็น $[Zn(TAR)]$



TAR

3.4.2 การศึกษาในระบบ เอฟ ไอ เอ

3.4.2.1 การศึกษาสถานะที่เหมาะสมของการวิเคราะห์ในระบบ เอฟ ไอ เอ

1) การศึกษาความยาวคลื่นที่เหมาะสม

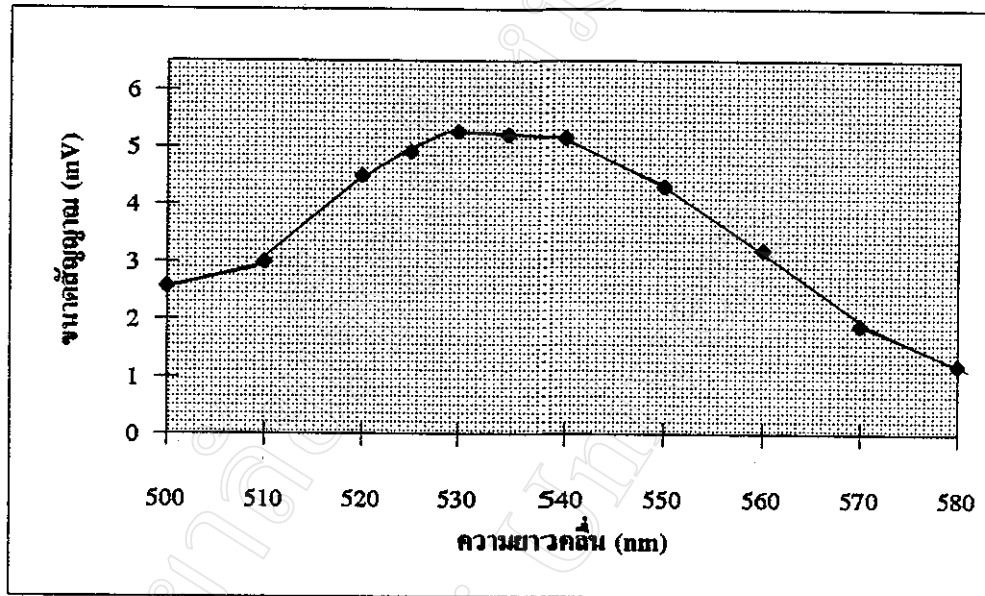
ในการวิเคราะห์หาปริมาณ Zn (II) โดยวิธี FLA- Colorimetry ความยาวคลื่นแสงที่เลือกใช้ต้องเหมาะสมคือสารที่วิเคราะห์ต้องดูดกลืนแสงได้สูงสุดที่ความยาวคลื่นนั้น เพื่อให้ได้วิธีวิเคราะห์ที่มีความไวมากที่สุด จึงได้ทำการทดลองหาความยาวคลื่นที่เหมาะสมโดยใช้สถานะต่างๆดังแสดงในตาราง 3.2 ได้ผลการทดลองแสดงในตาราง 3.3 และรูป 3.7

ตาราง 3.2 สถานะต่าง ๆ ที่ใช้ในการศึกษาหาความยาวคลื่นที่เหมาะสม

ลักษณะสถานะ	สถานะที่ใช้
สถานะของระบบ	
ความเข้มข้นของสารละลาย TAR	1.0×10^{-5} M
ความเข้มข้นของสารละลาย Zn (II)	1.00 ppm
ความเข้มข้นของสารละลายโซเดียมอะซิเตท	0.05 M
อัตราการไหลของสารละลาย TAR	3.0 ml / min
pH	7.5
ปริมาตรสารละลายตัวอย่าง	150 μ l
ขนาดของ mixing tubing (I.D)	0.0299 in
ความยาวของ mixing part	60.0 cm
รูปร่างของ mixing part	พันรอบหลอดทดสอบ \varnothing 1.20 cm
สถานะของเครื่องตรวจวัด	
ความยาวคลื่น	500 - 580 nm
สถานะของเครื่องบันทึกสัญญาณ	
ความเร็วกระดาษ (chart speed)	30 cm / H
ค่าความไว (sensitivity)	2 mV / cm

ตาราง 3.3 ผลการศึกษาหาความยาวคลื่นที่เหมาะสม

ความยาวคลื่น (nm)	ขนาดสัญญาณ (cm) ครั้งที่				ขนาดสัญญาณ (mV)
	1	2	3	เฉลี่ย	
500	1.30	1.25	1.30	1.28	2.56
510	1.50	1.50	1.50	1.50	3.00
520	2.30	2.25	2.25	2.25	4.50
525	2.45	2.45	2.45	2.45	4.90
530	2.65	2.65	2.60	2.63	5.26
535	2.60	2.60	2.60	2.60	5.20
540	2.55	2.58	2.60	2.58	5.16
550	2.15	2.15	2.15	2.15	4.30
560	1.60	1.60	1.60	1.60	3.20
570	0.95	0.95	0.95	0.95	1.90
580	0.60	0.60	0.60	0.60	1.20



รูป 3.7 ความสัมพันธ์ระหว่างขนาดสัญญาณ (mV) กับความยาวคลื่น (nm)

จากผลการทดลองในตาราง 3.3 และ รูป 3.7 พบว่า สารเชิงซ้อน Zn [TAR] ที่เกิดขึ้น ดูดกลืนคลื่นแสงได้ดีที่สุดที่ความยาวคลื่นเท่ากับ 530 nm เมื่อเปรียบเทียบกับค่าการดูดกลืนแสง โดยใช้ UV-VIS Spectrophotometer พบว่า มีค่าการดูดกลืนแสงสูงสุดที่ความยาวคลื่น 531.7 nm ซึ่งเป็นค่าที่ใกล้เคียงกัน และใกล้เคียงกับการทดลองของ W.H.Evans และ G.S.Sayers [28,29] รายงานไว้ว่าสารประกอบเชิงซ้อน Zn [TAR] ดูดกลืนคลื่นแสงได้ดีที่สุดที่ความยาวคลื่น 530 nm ดังนั้น ในการทดลองขั้นต่อไปจึงเลือกใช้ความยาวคลื่นที่ 530 nm

2) การศึกษาผลของ pH ต่อความยาวคลื่นที่เหมาะสมและขนาดสัญญาณ

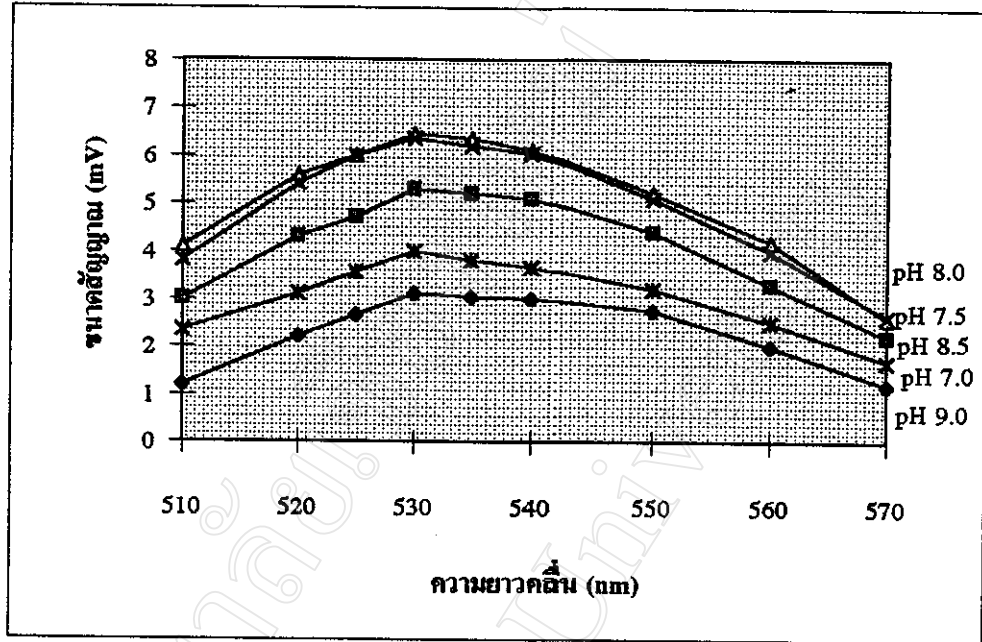
ได้ศึกษาถึงผลกระทบของ pH ที่มีต่อความยาวคลื่นที่เหมาะสม และขนาดสัญญาณ โดยใช้สภาวะต่าง ๆ ในการทดลองเป็นไปตามตาราง 3.2 แต่เปลี่ยน pH ของสารละลาย TAR รีเอเจนต์ เป็น 7.0 , 7.5 , 8.0 , 8.5 และ 9.0 ตามลำดับ ได้ผลการทดลองดังตาราง 3.4 และรูป 3.8 - 3.9

ตาราง 3.4 ผลการศึกษาผลของ pH ที่มีต่อความยาวคลื่นที่เหมาะสม และ ขนาดสัญญาณ

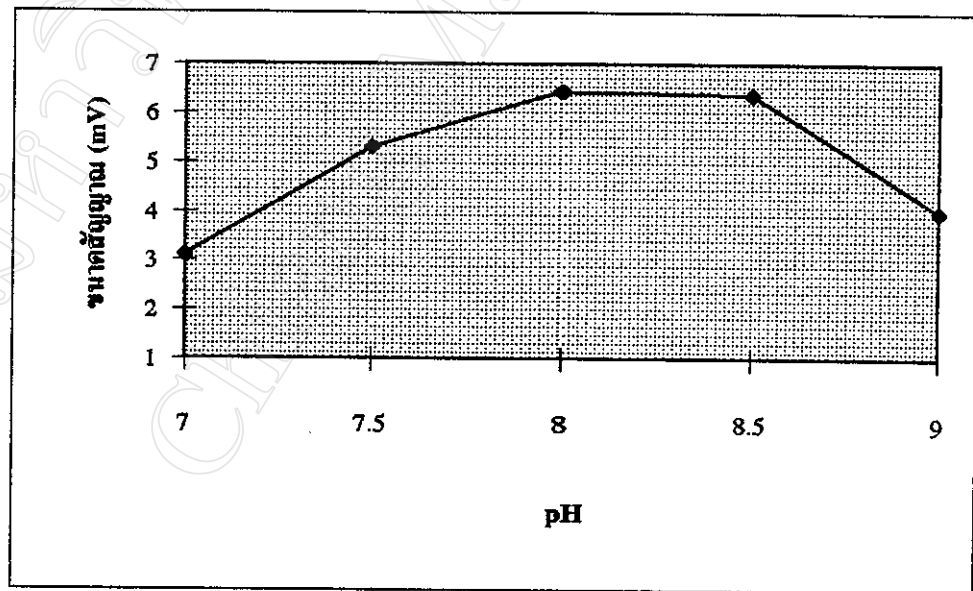
ความยาวคลื่น (nm)	7.0		7.5		8.0		8.5		9.0	
	cm	mV	cm	mV	cm	mV	cm	mV	cm	mV
510	0.60	1.20	1.50	3.00	2.05	4.10	1.90	3.80	1.17	2.34
520	1.10	2.20	2.15	4.30	2.80	5.60	2.72	5.44	1.55	3.10
525	1.33	2.66	2.35	4.70	3.00	6.00	3.00	6.00	1.78	3.56
530	1.56	3.12	2.65	5.30	3.22	6.44	3.18	6.36	2.00	4.00
535	1.52	3.04	2.60	5.20	3.15	6.30	3.12	6.24	1.90	3.80
540	1.50	3.00	2.55	5.10	3.05	6.10	3.06	6.12	1.83	3.66
550	1.38	2.76	2.20	4.40	2.60	5.20	2.60	5.20	1.60	3.20
560	1.00	2.00	1.65	3.30	2.00	4.00	2.00	4.00	1.25	2.50
570	0.60	1.20	1.10	2.20	1.30	2.60	1.32	2.64	0.85	1.70

หมายเหตุ :- * เป็นค่าเฉลี่ยที่ได้จากการทดลอง 3 ครั้ง

จากผลการทดลองในตาราง 3.4 รูป 3.8 และ 3.9 พบว่าเมื่อ pH เปลี่ยนแปลงไปจะไม่มีผลต่อการ shift ของความยาวคลื่นที่เหมาะสม ซึ่งความยาวคลื่นที่เหมาะสมยังคงเป็น 530 nm แต่ pH จะมีผลต่อการเกิดปฏิกิริยาระหว่าง Zn(II) กับ TAR พบว่า Zn(II) จะเกิดปฏิกิริยากับ TAR ได้ดีที่สุดที่ pH เท่ากับ 8.0 โดยจะให้ขนาดสัญญาณที่มีค่าสูงสุดเมื่อเปรียบเทียบกับที่ pH อื่น ๆ ซึ่งผลการทดลองในระบบ เอฟ ไอ เอ สอดคล้องกับการทดลองในข้อ 3.4.1.2 ดังนั้นในการศึกษาขั้นต่อไปจึงเลือกใช้สภาวะที่ pH ของสารละลายเท่ากับ 8.0 และ ความยาวคลื่นเท่ากับ 530 nm



รูป 3.8 ความสัมพันธ์ระหว่างขนาดสัญญาณ(mV) กับความยาวคลื่น(nm) ที่ pH ต่าง ๆ



รูป 3.9 ความสัมพันธ์ระหว่างขนาดสัญญาณ(mV) ที่ความยาวคลื่น 530 nm ที่ pH ต่าง ๆ

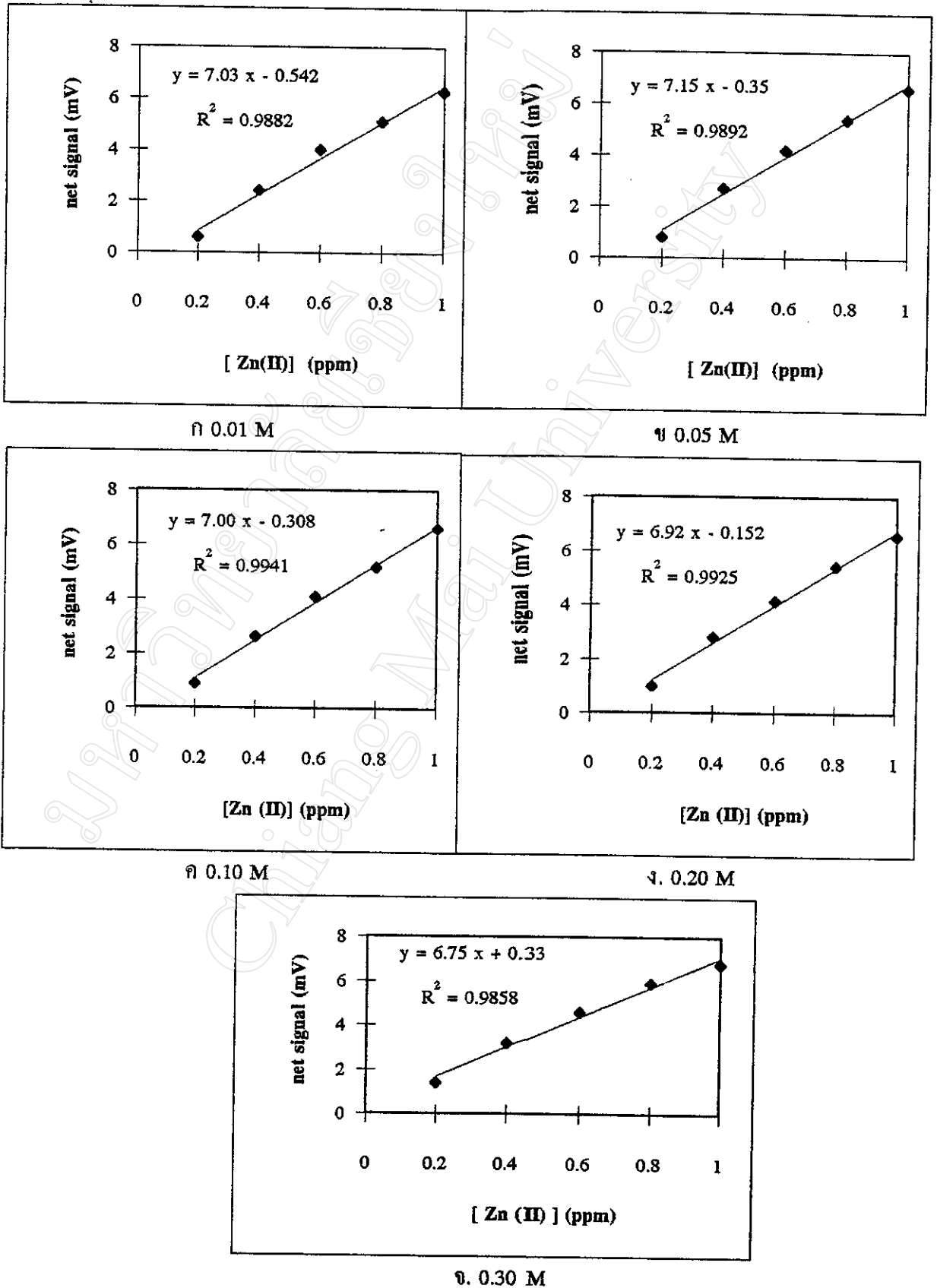
3) การศึกษาผลของความเข้มข้นของโซเดียมอะซิเตทที่เหมาะสม

เนื่องจากระบบ เอฟ ไอ เอ ที่สร้างขึ้นนี้ ใช้รีเอเจนต์เพียงชนิดเดียว ผสมกับสารละลายบัฟเฟอร์ที่เตรียมขึ้นจากโซเดียมอะซิเตทและโซเดียมเตตราโบเรต ดังนั้นในการทดลองจึงศึกษาผลของความเข้มข้นของสารละลายบัฟเฟอร์ที่มีต่อขนาดสัญญาณ โดยปรับเปลี่ยนความเข้มข้นของโซเดียมอะซิเตท สภาพะที่ใช้ในการทดลองเป็นไปตามตาราง 3.2 โดยใช้ความยาวคลื่น 530 nm pH 8.0 และ ความเข้มข้นของโซเดียมอะซิเตทในช่วง 0.01- 0.3 M ได้ผลการทดลองดังตาราง 3.5 , รูป 3.10 และ 3.11

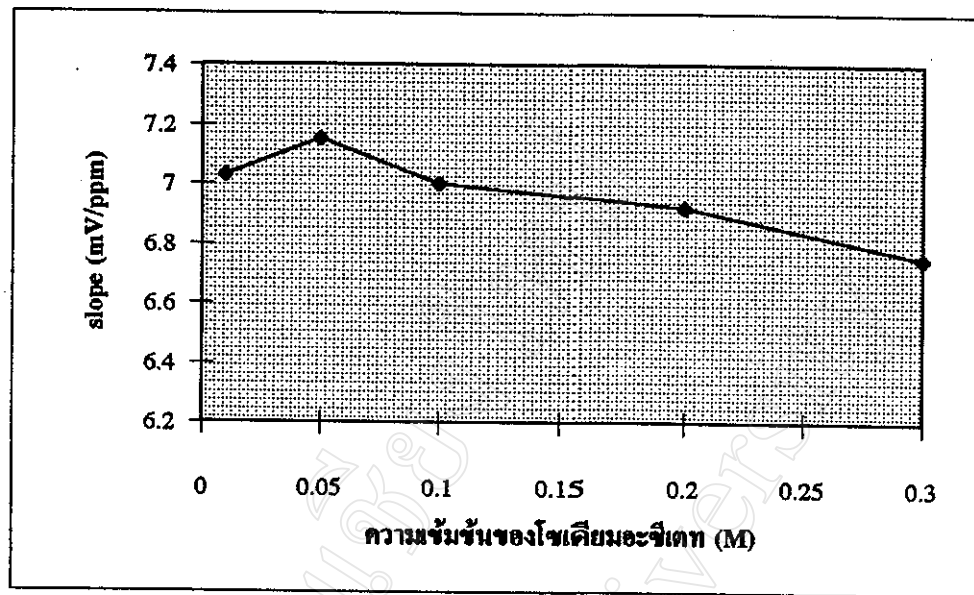
ตาราง 3.5 ผลการศึกษาผลของความเข้มข้นของโซเดียมอะซิเตทที่เหมาะสม

[CH ₃ COONa.3H ₂ O] [Zn] (ppm)	ขนาดสัญญาณสุทธิ *									
	0.01		0.05		0.10		0.20		0.30	
	cm	mV	cm	mV	cm	mV	cm	mV	cm	mV
0.20	0.30	0.60	0.40	0.80	0.45	0.90	0.50	1.00	0.70	1.40
0.40	1.20	2.40	1.35	2.70	1.32	2.64	1.40	2.80	1.60	3.20
0.60	2.00	4.00	2.10	4.20	2.05	4.10	2.08	4.16	2.30	4.60
0.80	2.55	5.10	2.70	5.40	2.60	5.20	2.72	5.44	2.95	5.90
1.00	3.14	6.28	3.30	6.60	3.31	6.62	3.30	6.60	3.40	6.80

หมายเหตุ :- * เป็นค่าเฉลี่ยที่ได้จากการทดลอง 3 ครั้ง



รูป 3.10 Calibration graph เมื่อใช้ความเข้มข้นของโซเดียมอะซิเตทในช่วง 0.01-0.30M



รูป 3.11 ความสัมพันธ์ระหว่าง slope (mV / ppm) กับความเข้มข้นของโซเดียมอะซิเตท (M)

จากผลการทดลอง พบว่า ความเข้มข้นของสารละลายบัฟเฟอร์ที่เลือกใช้ มีผลต่อขนาดสัญญาณที่ได้ กล่าวคือ เมื่อเปลี่ยนความเข้มข้นของโซเดียมอะซิเตท จาก 0.01 M ถึง 0.30 M ค่าความชันของกราฟมาตรฐานจะเริ่มลดลง และที่ 0.05 M ของโซเดียมอะซิเตท พบว่าจะให้ค่าความชันมากที่สุด เท่ากับ 7.15 mV / ppm ดังนั้นในการทดลองขั้นต่อไปจึงเลือกใช้สารละลายบัฟเฟอร์ที่มีความเข้มข้นของโซเดียมอะซิเตทเท่ากับ 0.05 M

4) การศึกษาหาความเข้มข้นที่เหมาะสมของ TAR รีเอเจนต์

ได้ทดลองศึกษาหาความเข้มข้นของ TAR รีเอเจนต์ที่เหมาะสม เพราะความเข้มข้นของ TAR จะมีผลต่อการเกิดปฏิกิริยา กล่าวคือ ถ้าความเข้มข้นของ TAR น้อยเกินไปจะทำให้ปฏิกิริยาเกิดไม่ได้ แต่ถ้าใช้ความเข้มข้นของ TAR มากเกินไปจะทำให้สิ้นเปลืองรีเอเจนต์ หรือ อาจมีผลรบกวนต่อการเกิดสารเชิงซ้อน ในการทดลองใช้ความเข้มข้นของ TAR ในช่วง 2.5×10^{-6} M ถึง 2.5×10^{-5} M สภาวะต่าง ๆ ของการทดลองแสดงในตาราง 3.6 ได้ผลการทดลองดังแสดงในตาราง 3.7 รูป 3.12 และ 3.13

ตาราง 3.6 สภาวะต่าง ๆ ที่ใช้ในการศึกษาหาความเข้มข้นของรีเอเจนต์ที่เหมาะสม

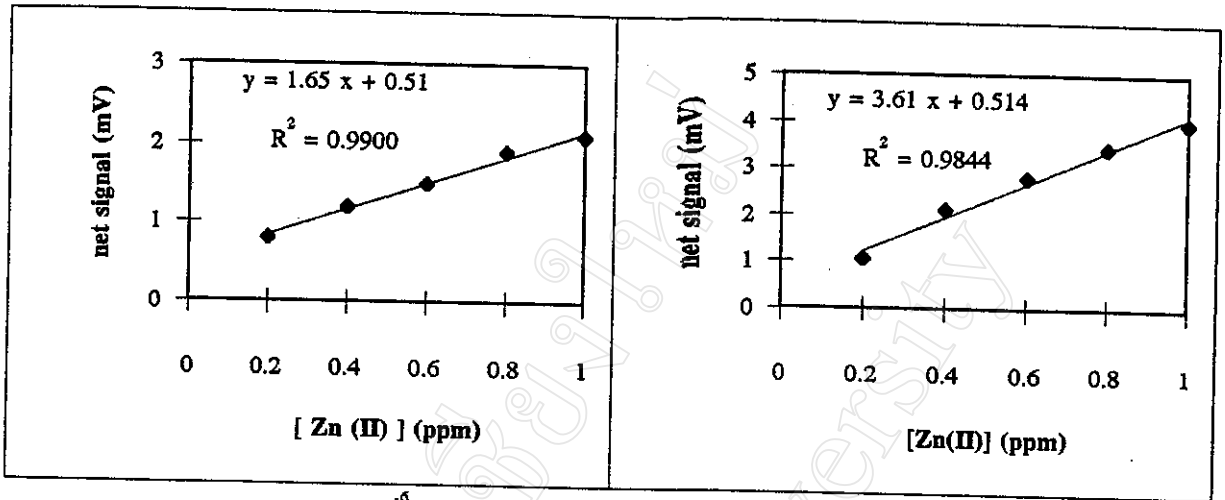
ลักษณะสภาวะ	สภาวะที่ใช้
สภาวะของระบบ	
ความเข้มข้นของสารละลาย TAR	$2.5 \times 10^{-6} \text{ M} - 2.5 \times 10^{-5} \text{ M}$
ความเข้มข้นของสารละลาย Zn (II)	0.2 - 1.0 ppm
ความเข้มข้นของสารละลายโซเดียมอะซิเตต	0.05 M
อัตราการไหลของสารละลาย TAR	3.0 ml / min
pH	8.0
ปริมาตรสารละลายตัวอย่าง	150 μ l
ขนาดของ mixing tubing (I.D.)	0.0299 in
ความยาวของ mixing part	60.00 cm
รูปร่างของ mixing part	ลูกโซ่
สภาวะของเครื่องตรวจวัด	
ความยาวคลื่น	530 nm
สภาวะของเครื่องบันทึกสัญญาณ	
ความเร็วกระดาษ (chart speed)	30 cm / H
ค่าความไว (sensitivity)	2 mV / cm

ตาราง 3.7 ผลการศึกษาหาความเข้มข้นที่เหมาะสมของ TAR รีเอเจนต์

[TAR] [Zn(II)] (M) (ppm)	ขนาดสัญญาณสุทธิ *									
	2.5×10^{-6}		5.0×10^{-6}		7.5×10^{-6}		1.0×10^{-5}		2.5×10^{-5}	
	cm	mV	cm	mV	cm	mV	cm	mV	cm	mV
0.20	0.40	0.80	0.53	1.06	0.55	1.10	0.50	1.00	-0.65	-1.30
0.40	0.60	1.20	1.05	2.10	1.25	2.50	1.25	2.50	0.85	1.70
0.60	0.75	1.50	1.40	2.80	1.74	3.48	1.93	3.86	1.95	3.90
0.80	0.95	1.90	1.72	3.44	2.24	4.48	2.58	5.16	3.00	6.00
1.00	1.05	2.10	2.00	4.00	2.65	5.32	3.20	6.40	4.00	8.00

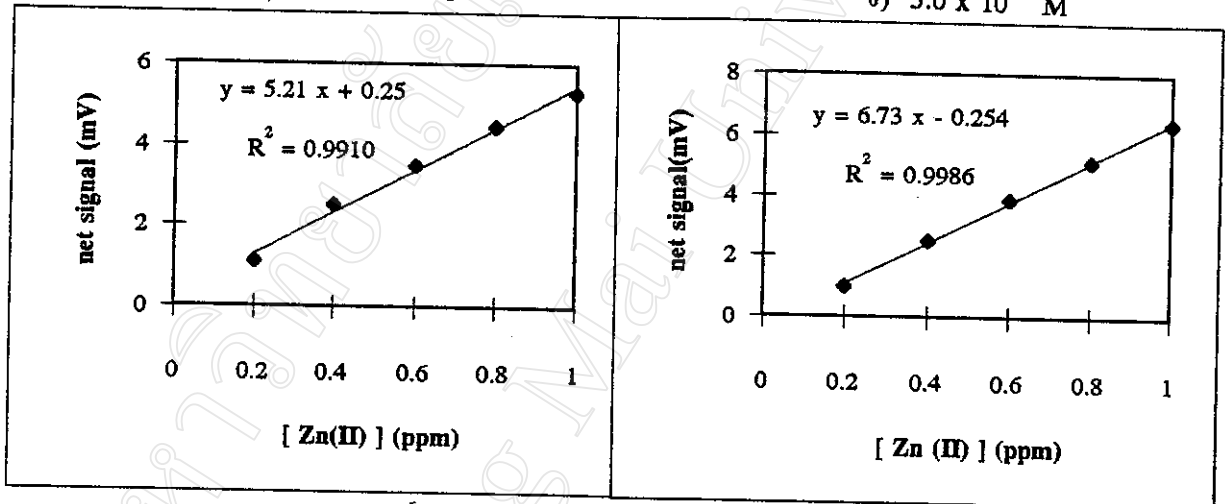
หมายเหตุ :- * เป็นค่าเฉลี่ยที่ได้จากการทดลอง 3 ครั้ง

จากผลการทดลองในตาราง 3.7 , รูป 3.12 และ 3.13 พบว่าเมื่อใช้ความเข้มข้นของ TAR เพิ่มขึ้นในช่วง 2.5×10^{-6} M ถึง 2.5×10^{-5} M จะทำให้ความไวในการวิเคราะห์ ซึ่งอยู่ในรูปของค่าความชันของกราฟมาตรฐานเพิ่มมากขึ้น และ พบว่าเมื่อใช้ความเข้มข้นของ TAR เท่ากับ 2.5×10^{-5} M จะทำให้การวิเคราะห์สารละลายสังกะสี (Zn (II)) เข้มข้น 0.20 ppm มีสัญญาณที่ติดลบ (negative peak) ดังนั้น เพื่อให้ได้วิธีการวิเคราะห์ที่มีความไว (sensitivity) สูงสุดจึงเลือกใช้ความเข้มข้นของ TAR เท่ากับ 1.0×10^{-5} M ในการศึกษาขั้นต่อไป



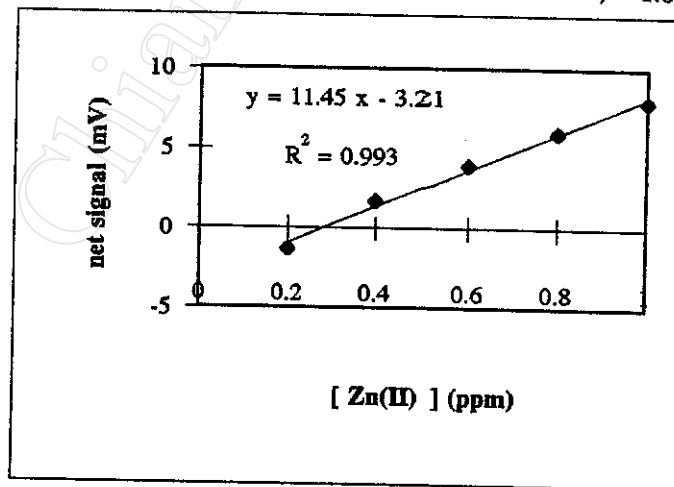
ก) $2.5 \times 10^{-6} \text{ M}$

ข) $5.0 \times 10^{-6} \text{ M}$



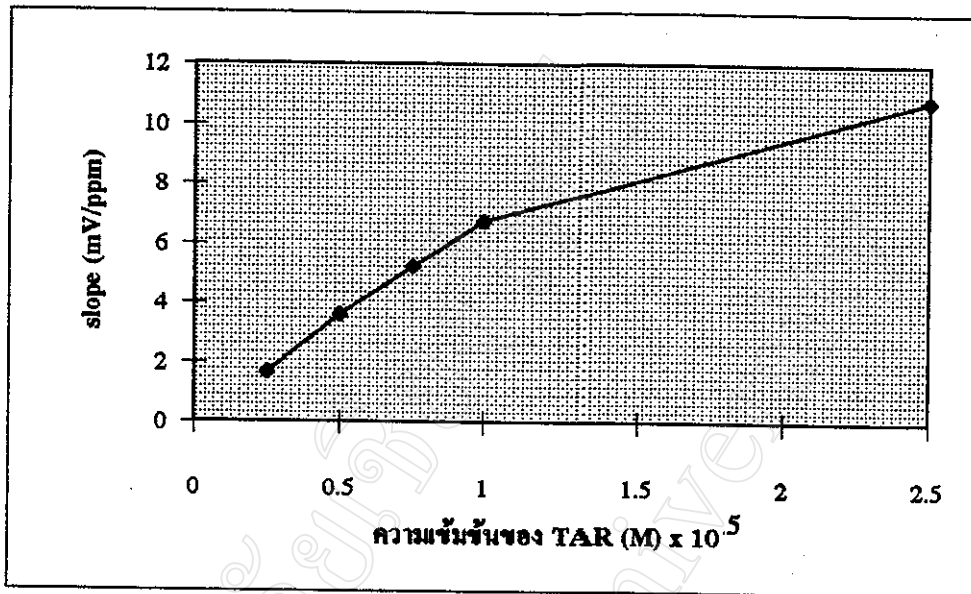
ค) $7.5 \times 10^{-6} \text{ M}$

ง) $1.0 \times 10^{-5} \text{ M}$



จ) $2.5 \times 10^{-5} \text{ M}$

รูป 3.12 Calibration graph เมื่อใช้ความเข้มข้นของ TAR ในช่วง $2.5 \times 10^{-6} \text{ M}$ ถึง $2.5 \times 10^{-5} \text{ M}$



รูป 3.13 ความสัมพันธ์ระหว่างความชัน (mV / ppm) กับความเข้มข้นของ TAR (M)

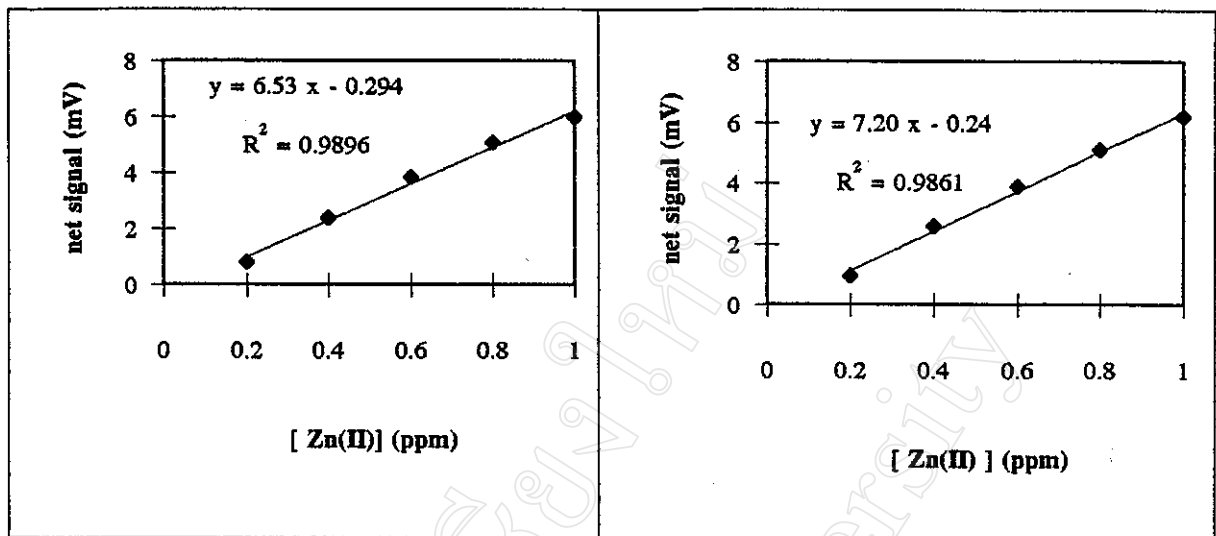
4) การศึกษาหาอัตราเร็วในการไหลของกระแสตัวพาที่เหมาะสม

เนื่องจากว่าอัตราเร็วในการไหลของกระแสตัวพาจะมีผลต่อการควบคุมปฏิกิริยาเคมี หรือ สัญญาณที่เกิดขึ้นและอัตราการไหลของกระแสตัวพาจะมีผลต่อ controlled diffusion กล่าวคือถ้าใช้อัตราเร็วในการไหลของกระแสตัวพาช้าจะทำให้เกิดการแพร่กระจายใน sample zone มาก แต่ถ้าอัตราการไหลของกระแสตัวพาเร็วเกินไปก็จะทำให้สิ้นเปลืองรีเอเจนต์ อัตราการไหลของกระแสตัวพาที่เหมาะสมจะทำให้ได้ความไวในการวิเคราะห์ที่สูง ไม่สิ้นเปลืองรีเอเจนต์มากเกินไป ในการทดลองนี้ได้ศึกษาอัตราการไหลของกระแสตัวพาซึ่งเป็นสารละลายผสมระหว่าง TAR รีเอเจนต์กับ สารละลายบัฟเฟอร์อะซิเตท ปรับ pH เป็น 8.0 โดยทำการศึกษาอัตราเร็วในการไหลที่ 2.5 ml/min ถึง 4.5 ml/min ใช้ความเข้มข้นของ TAR เป็น 1.0×10^{-5} M ส่วนสภาวะอื่นๆที่ใช้ในการทดลองเป็นไปตามข้อ (3) ได้ผลการทดลองดังตาราง 3.8-3.9, รูป 3.14, 3.15 และ 3.16

ตาราง 3.8 ผลการศึกษาหาอัตราเร็วในการไหลของกระแสตัวพาที่เหมาะสม

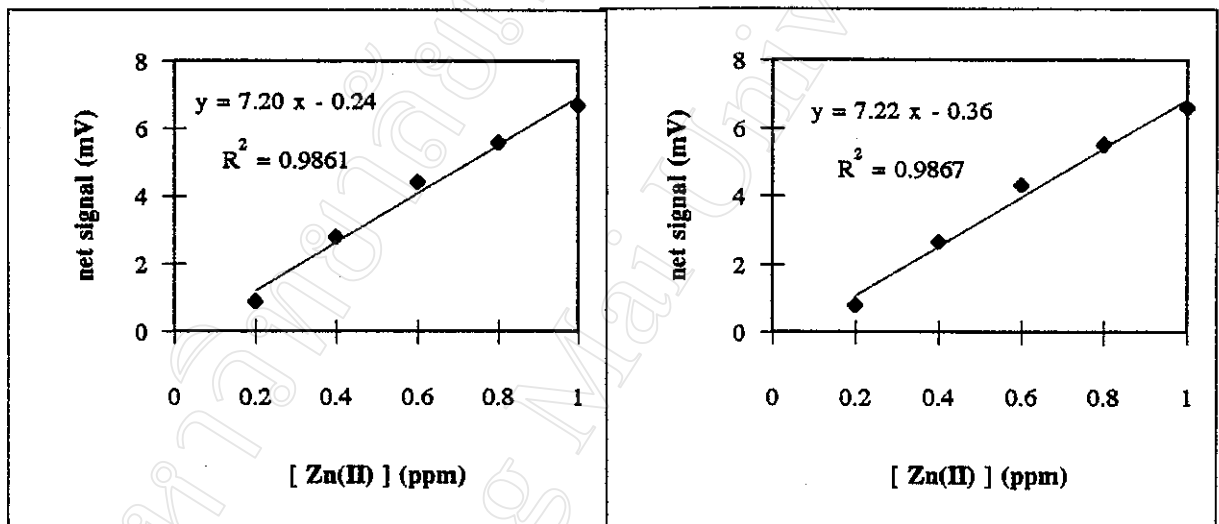
Flow rate (ml/min) [Zn(II)] (ppm)	ขนาดสัญญาณสุทธิ *									
	2.5		3.0		3.5		4.0		4.5	
	cm	mV	cm	mV	cm	mV	cm	mV	cm	mV
0.20	0.40	0.80	0.47	0.94	0.45	0.90	0.40	0.80	0.40	0.80
0.40	1.20	2.40	1.30	2.60	1.40	2.80	1.33	2.66	1.36	2.72
0.60	1.93	3.86	1.95	3.90	2.20	4.40	2.15	4.30	2.20	4.40
0.80	2.53	5.06	2.55	5.10	2.80	5.60	2.75	5.50	2.80	5.60
1.00	3.00	6.00	3.10	6.20	3.35	6.70	3.30	6.60	3.30	6.60

หมายเหตุ :- * เป็นค่าเฉลี่ยที่ได้จากการทดลอง 3 ครั้ง



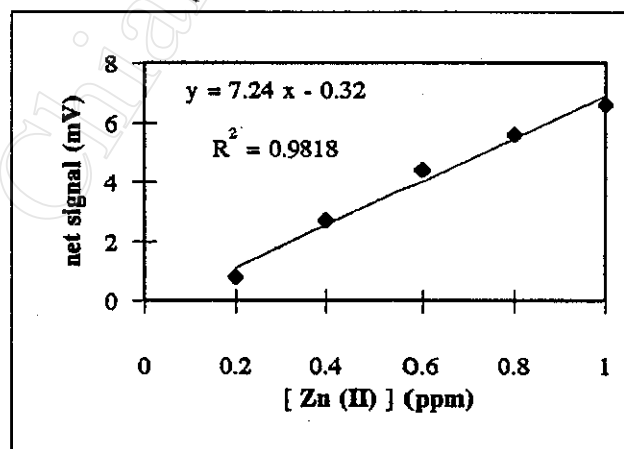
ก. 2.5 ml /min

ข. 3.0 ml /min



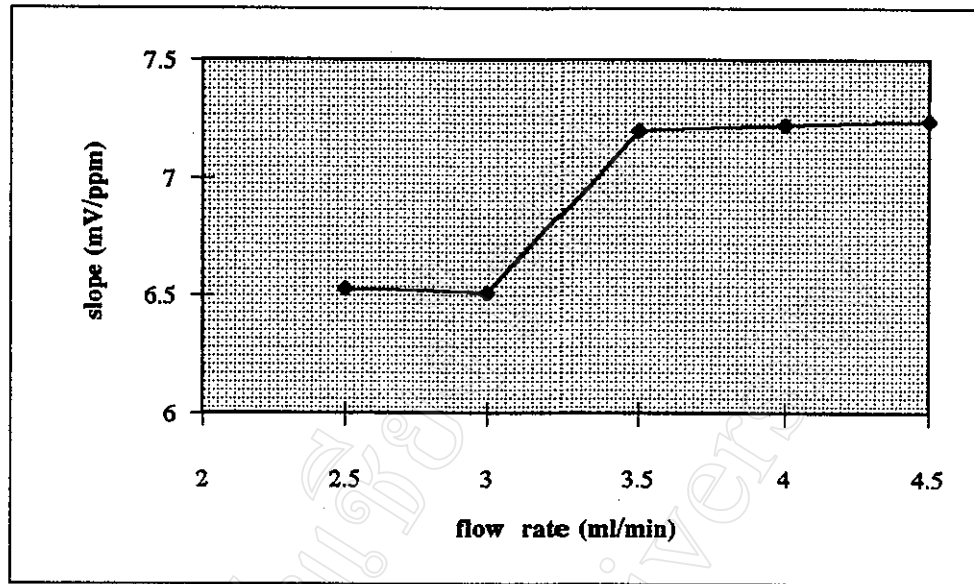
ค. 3.5 ml /min

ง. 4.0 ml /min

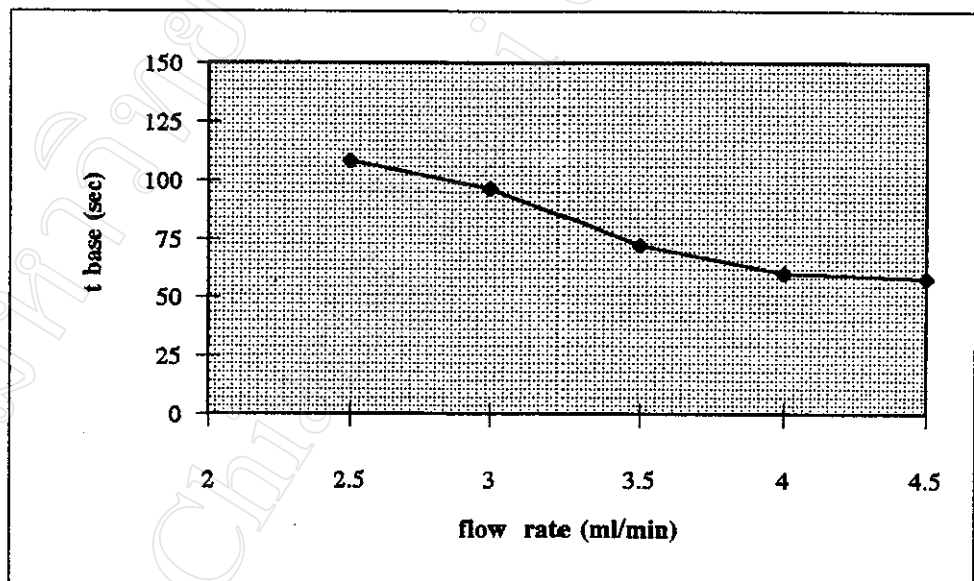


จ. 4.5 ml /min

รูป 3.14 Calibration graph ที่ได้จากการใช้อัตราการไหลของกระแสตัวพาต่างกัน



รูป 3.15 ความสัมพันธ์ระหว่างความชัน(mV/ppm) กับอัตราการไหลของกระแสตัวพา(ml/min)



รูป 3.16 ความสัมพันธ์ระหว่าง t base (sec) กับ อัตราการไหลของกระแสตัวพา (ml/min)

ตาราง 3.9 คุณสมบัติทางกายวิเคราะห้สำหรับการวิเคราะห์สารละลายมาตรฐาน Zn (II) เข้มข้น 1.00 ppm โดยใช้อัตราการไหลของกระแสตัวพาต่างกัน

pump flow rate (ml / min)	t base		sample / hr
	cm	sec	
2.5	0.90	108.0	33
3.0	0.80	96.0	37
3.5	0.60	72.0	50
4.0	0.50	60.0	60
4.5	0.48	58.0	62

จากผลการทดลองในตาราง 3.8 และ 3.9 รูป 3.14, 3.15 และ 3.16 พบว่าเมื่อเพิ่มอัตราการไหลของกระแสตัวพาจาก 2.5 ml / min เป็น 4.5 ml / min จะทำให้ความไวในการวิเคราะห์เพิ่มสูงขึ้น แต่ที่อัตราการไหลหลังจาก 3.5 ml / min ไปแล้วพบว่าความไวในการวิเคราะห์เพิ่มขึ้นเพียงเล็กน้อยเท่านั้นและจากผลการทดลองในตาราง 3.8 รูป 3.16 พบว่าที่อัตราการไหลของกระแสตัวพาต่ำสัญญาณที่ได้จะมีค่า t_{base} ที่กว้างกว่าเมื่อใช้อัตราการไหลที่สูง แต่เมื่อใช้อัตราการไหลของสารตัวพาเร็วเกินไปจะทำให้สัญญาณรีเอเจนต์ คังนั้นในการศึกษาขั้นต่อไปจึงเลือกใช้อัตราเร็วในการไหลของสารตัวพาซึ่งเป็นสารละลาย TAR รีเอเจนต์ผสมกับสารละลายบัฟเฟอร์อะซีเตท ที่อัตราเร็วเท่ากับ 3.5 ml / min เพราะให้ความไวในการวิเคราะห์ที่ดี ให้ค่า t_{base} ที่ไม่กว้างเกินไปนัก นอกจากนี้ ยังมีอัตราในการวิเคราะห์ตัวอย่างต่อชั่วโมงที่ค่อนข้างสูง และไม่ทำให้สัญญาณรีเอเจนต์มากเกินไป

5) การศึกษาขนาดของ mixing tubing ที่เหมาะสม

ขนาดของ mixing tubing มีผลต่อไซนของสารตัวอย่างที่เกิดขึ้น การใช้ขนาดของ mixing tubing ที่เหมาะสมและสอดคล้องกับสภาวะอื่น ๆ ในระบบ เอฟ โอ เอ จะทำให้ได้ความไวในการวิเคราะห์ที่ดี ในการทดลองได้ศึกษาขนาดของ mixing tubing โดยใช้ท่อพลาสติกขนาดเล็ก (Tygon plastic tubing) ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางภายในขนาดต่าง ๆ กัน คือ 0.0299 , 0.0402 , 0.0449 และ 0.0600 นิ้ว ตามลำดับ สภาวะที่ใช้ในการทดลองเป็นไปตาม ข้อ (4) ได้ผลการทดลองแสดงในตาราง 3.10-3.11 และรูป 3.17-3.19

ตาราง 3.10 ผลการศึกษาขนาดของ mixing tubing ที่เหมาะสม

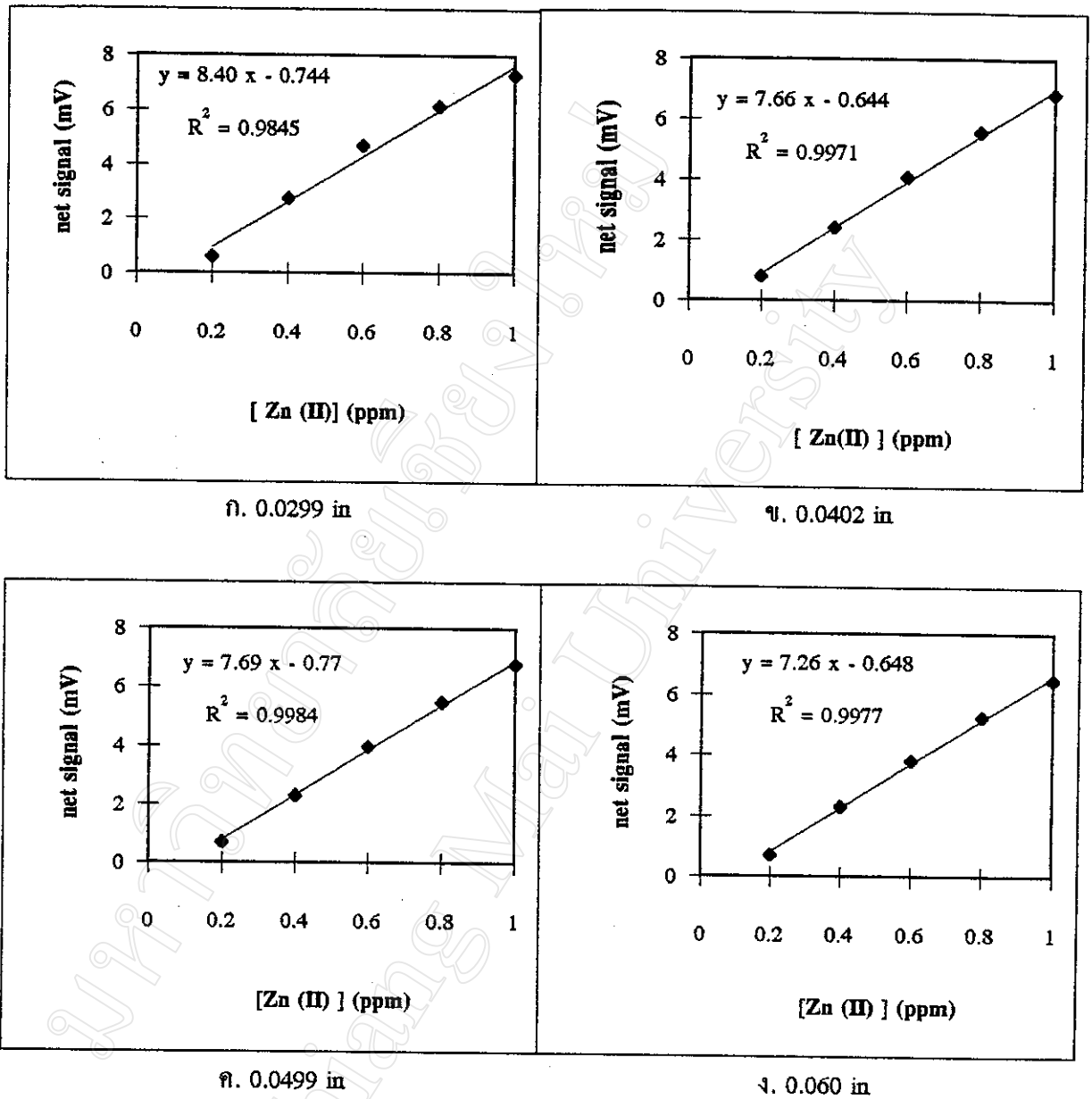
I.D. of mixing [Zn] tube (in) (ppm)	ขนาดสัญญาณสุทธิ *							
	0.0299		0.0402		0.0449		0.0600	
	cm	mV	cm	mV	cm	mV	cm	mV
0.20	0.30	0.60	0.40	0.80	0.35	0.70	0.35	0.70
0.40	1.37	2.74	1.20	2.40	1.15	2.30	1.15	2.30
0.60	2.35	4.70	2.05	4.10	1.97	3.94	1.90	3.80
0.80	3.07	6.14	2.80	5.60	2.74	5.48	2.63	5.26
1.00	3.65	7.30	3.43	6.86	3.40	6.80	3.24	6.48

หมายเหตุ :- * เป็นค่าเฉลี่ยที่ได้จากการทดลอง 3 ครั้ง

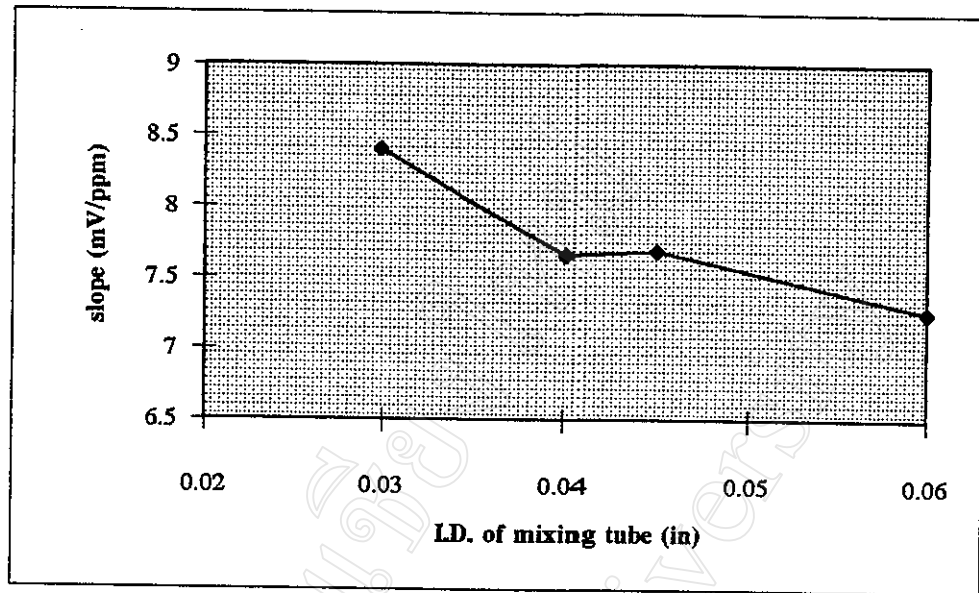
ตาราง 3.11 Analytical characteristic สำหรับการวิเคราะห์สารละลายมาตรฐาน Zn (II) เข้มข้น 1.00 ppm โดยใช้ mixing tubing ขนาดต่างกัน

I.D. of mixing tubing (in)	t_{base} *		sample / hr
	cm	sec	
0.0299	0.60	72	50
0.0402	0.62	74	48
0.0449	0.60	72	50
0.0600	0.70	84	42

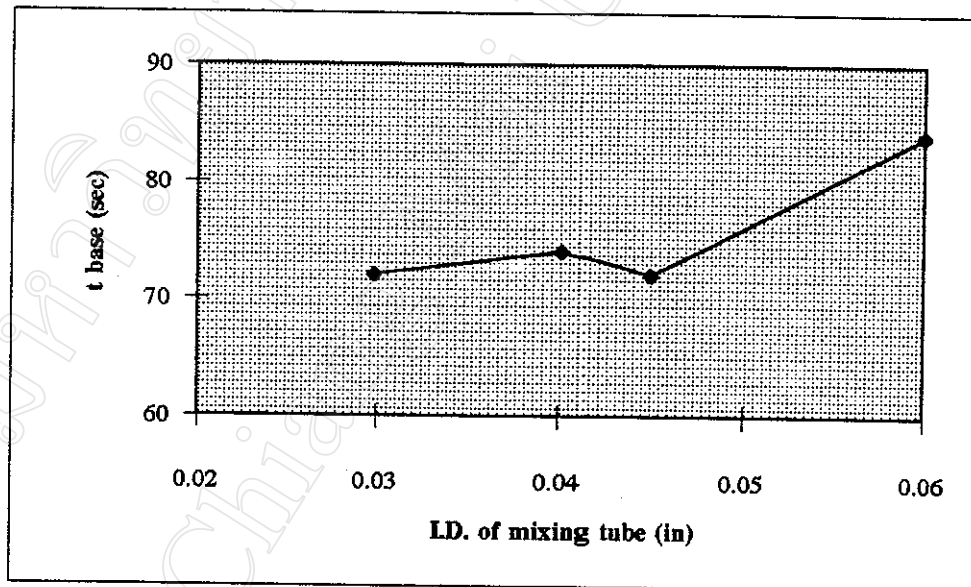
หมายเหตุ :- * เป็นค่าเฉลี่ยที่ได้จากการทดลอง 3 ครั้ง



รูป 3.17 Calibration graph เมื่อใช้ mixing tubing ที่มีขนาด 0.0299-0.0600 in



รูป 3.18 ความสัมพันธ์ระหว่างความชัน(mV/ppm) กับเส้นผ่าศูนย์กลางของ mixing tube(in)



รูป 3.19 ความสัมพันธ์ระหว่าง t base (sec) กับเส้นผ่าศูนย์กลางของ mixing tube(in)

จากผลการทดลองพบว่า เมื่อใช้ mixing tubing ที่มีขนาดต่างกัน ความไวในการวิเคราะห์จะแตกต่างกัน เนื่องจาก ขนาดของ mixing tubing มีผลกระทบต่อการแพร่กระจายของไอออนของสารตัวอย่างภายในท่อ จากรูปที่ 3.18 และ 3.19 พบว่าเมื่อใช้ mixing tubing ที่มีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางภายใน (I.D) 0.0299 in ให้ความไวในการวิเคราะห์ที่ดีที่สุดคือให้ค่าความชันเท่ากับ 8.40 mV/ppm และ ให้สัญญาณที่มีค่า t_{base} ที่ไม่กว้างมากนัก ทำให้มีอัตราการใช้ตัวอย่างต่อชั่วโมงค่อนข้างสูง ดังนั้น ในการศึกษาขั้นต่อไปจึงเลือกใช้ mixing tubing ที่มีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางภายในเท่ากับ 0.0299 นิ้ว

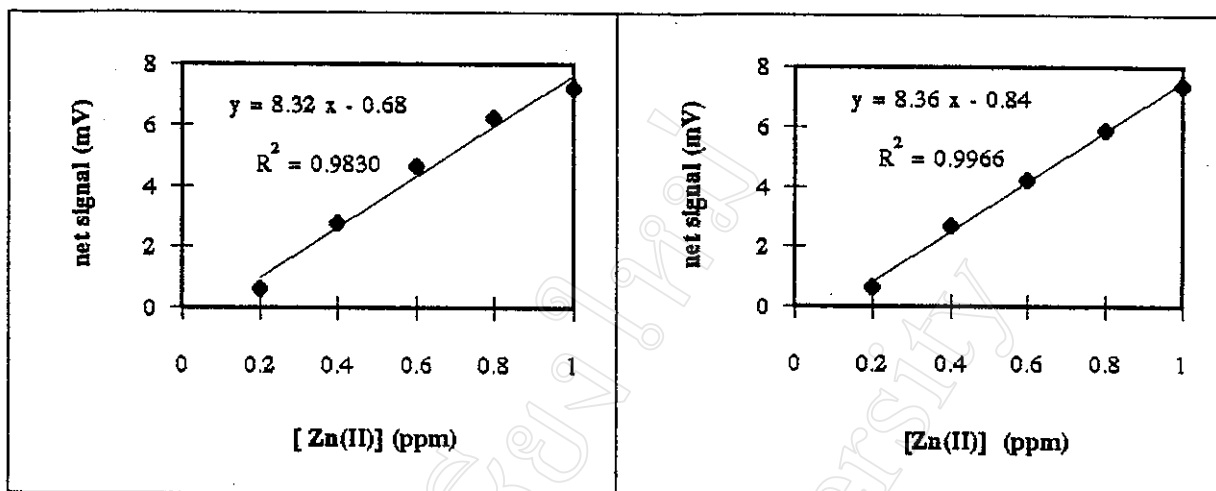
6) การศึกษาความยาวของ mixing part ที่เหมาะสม

Mixing part ในระบบ เอฟ ไอ เอ เป็นบริเวณที่สารตัวอย่างทำปฏิกิริยากับ รีเอเจนต์ ถ้าความยาวของ mixing part เหมาะสมจะทำให้ระบบที่ใช้มีความไวในการวิเคราะห์ที่ดี ปฏิกิริยาสามารถเกิดได้มาก ซึ่งทำให้สัญญาณที่ได้จากการวิเคราะห์มีค่าสูงขึ้นไปด้วย ดังนั้นจึงได้ทำการทดลองหาความยาวของ mixing part ที่เหมาะสม ในระบบที่ศึกษานี้ ได้ใช้ท่อพลาสติก (plastic tube) ที่มีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางภายในเท่ากับ 0.0299 นิ้ว มีความยาวต่างๆกันคือ 15 , 30 , 45 , 60 และ 90 cm โดยใช้สภาวะต่างๆในการทดลองตามตาราง 3.6 และสภาวะที่เหมาะสมที่ได้จากการศึกษาในข้อ 1-5 ผลการทดลองแสดงในตาราง 3.12-3.13 และ รูป 3.20-3.21

ตาราง 3.12 ผลการศึกษาความยาวของ mixing part ที่เหมาะสม

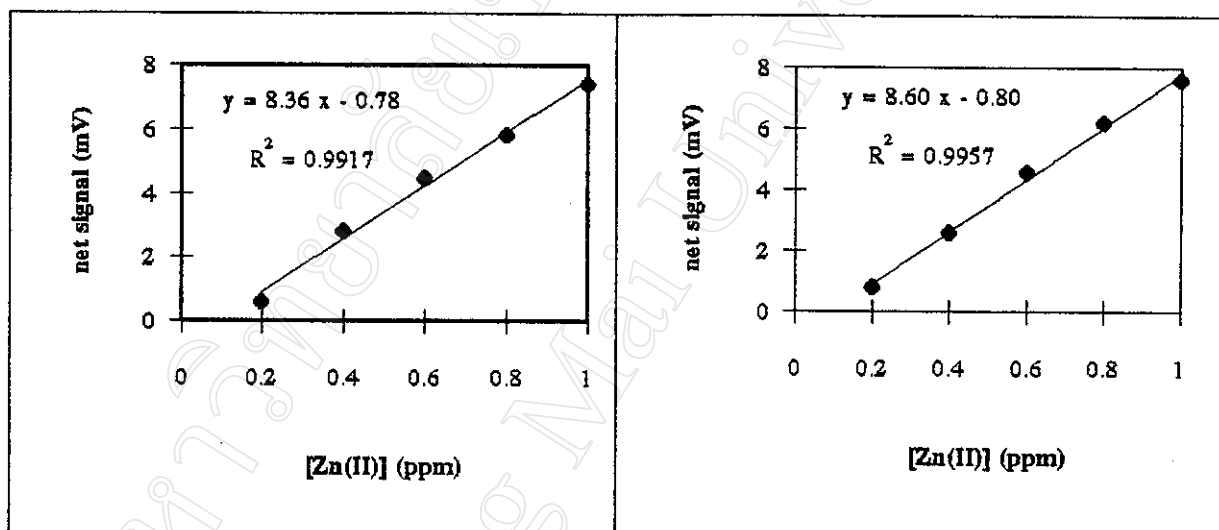
length of mixing part (cm)	ขนาดสัญญาณสุทธิ *									
	15		30		45		60		90	
	cm	mV	cm	mV	cm	mV	cm	mV	cm	mV
[Zn] (ppm)										
0.20	0.32	0.64	0.32	0.64	0.30	0.60	0.40	0.80	0.25	0.50
0.40	1.40	2.80	1.35	2.70	1.40	2.80	1.30	2.60	1.30	2.60
0.60	2.32	4.64	2.17	4.24	2.25	4.50	2.30	4.60	2.15	4.30
0.80	3.12	6.24	2.95	5.90	2.92	5.84	3.10	6.20	2.90	5.80
1.00	3.62	7.24	3.70	7.40	3.72	7.44	3.80	7.60	3.75	7.50

หมายเหตุ :- * เป็นค่าเฉลี่ยที่ได้จากการทดลอง 3 ครั้ง



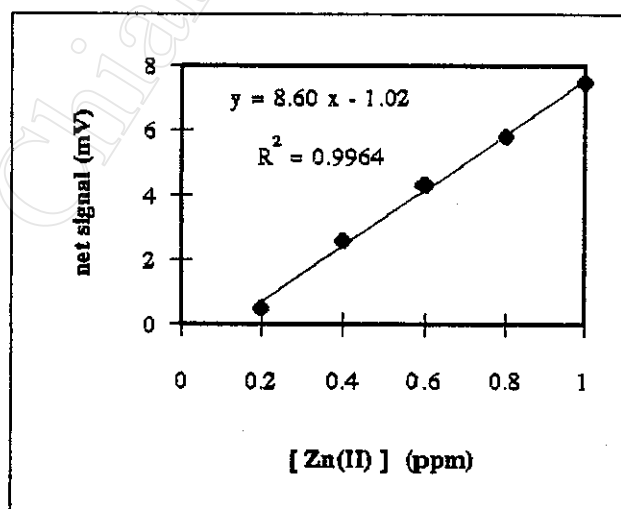
ถ. 15.00 cm

ท. 30.00 cm



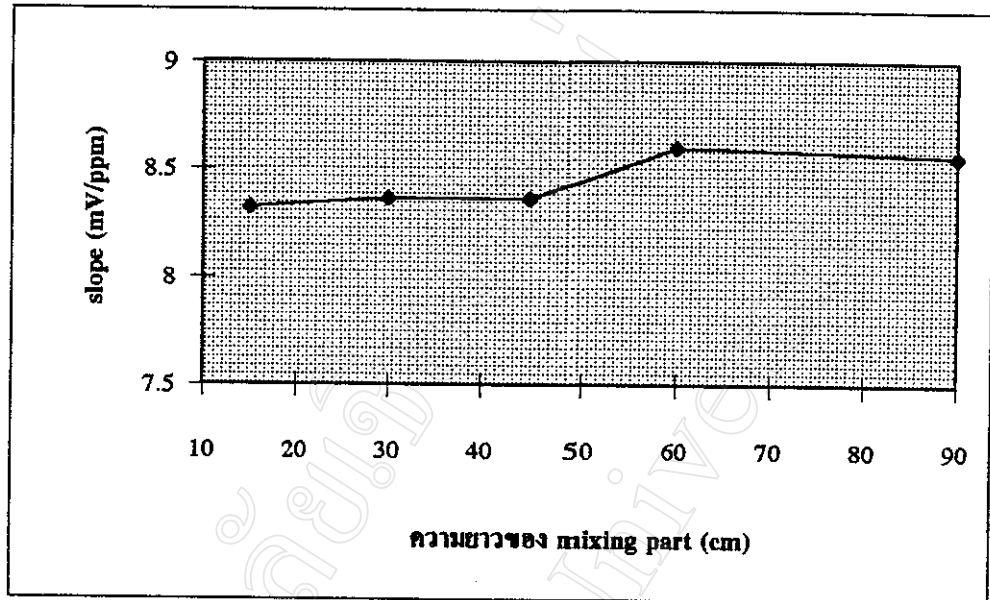
ถ. 45.00 cm

จ. 60.00 cm



จ. 90.0 cm

รูป 3.20 Calibration graph เมื่อใช้ความยาวของ mixing part ต่างกัน



รูป 3.21 ความสัมพันธ์ระหว่างความชัน (mV/ppm) กับความยาวของ mixing part (cm)

จากผลการทดลองในตาราง 3.12 และรูป 3.20-3.21 เมื่อความยาวของ mixing part เปลี่ยนไป ความไวในการวิเคราะห์จะเปลี่ยนไปด้วย ซึ่งที่ความยาวของ mixing part เท่ากับ 60.00 cm จะให้ความไวในการวิเคราะห์ที่สูงที่สุด ดังนั้นการศึกษารุ่นต่อไป จึงเลือกใช้ความยาวของ mixing part ยาว 60.00 cm

7) การศึกษาขนาดของหลอดทดสอบที่ใช้พันรอบ mixing coil ที่เหมาะสม

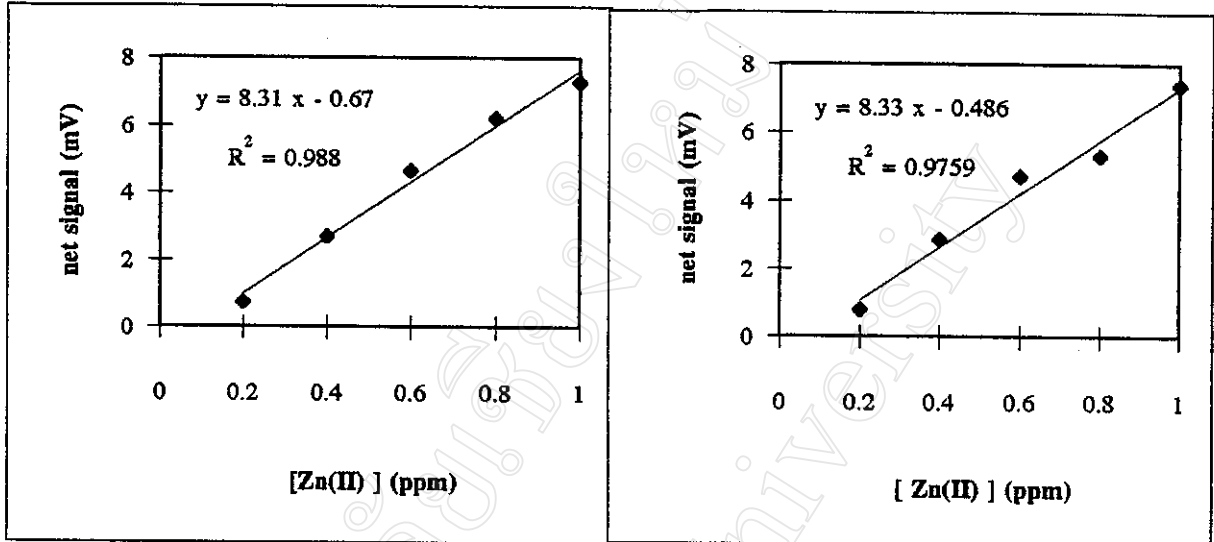
ได้ทำการศึกษา mixing part ชนิดพันรอบหลอดทดสอบ (mixing coil) โดยเลือกใช้หลอดทดสอบที่มีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางต่างกัน คือ 1.20 , 1.50 , 1.80 และ 2.40 cm และใช้ความยาวของ mixing coil ยาว 60.0 cm สภาวะอื่นๆที่ใช้ในการทดลองเป็นไปตามข้อ (6) ได้ผลการทดลองแสดงในตาราง 3.13 รูป 3.22 และ 3.23

ตาราง 3.13 ผลการศึกษาขนาดของหลอดทดสอบที่ใช้พันรอบ mixing coil ที่เหมาะสม

O.D of test tube (cm)	ขนาดสัญญาณสุทธิ *							
	1.20		1.50		1.80		2.40	
	cm	mV	cm	mV	cm	mV	cm	mV
0.20	0.37	0.74	0.40	0.80	0.40	0.80	0.40	0.80
0.40	1.35	2.70	1.42	2.84	1.47	2.94	1.40	2.80
0.60	2.32	4.64	2.36	4.72	2.35	4.70	2.32	4.64
0.80	3.10	6.20	3.15	6.30	3.13	6.26	3.15	6.30
1.00	3.65	7.30	3.70	7.40	3.72	7.44	3.65	7.30

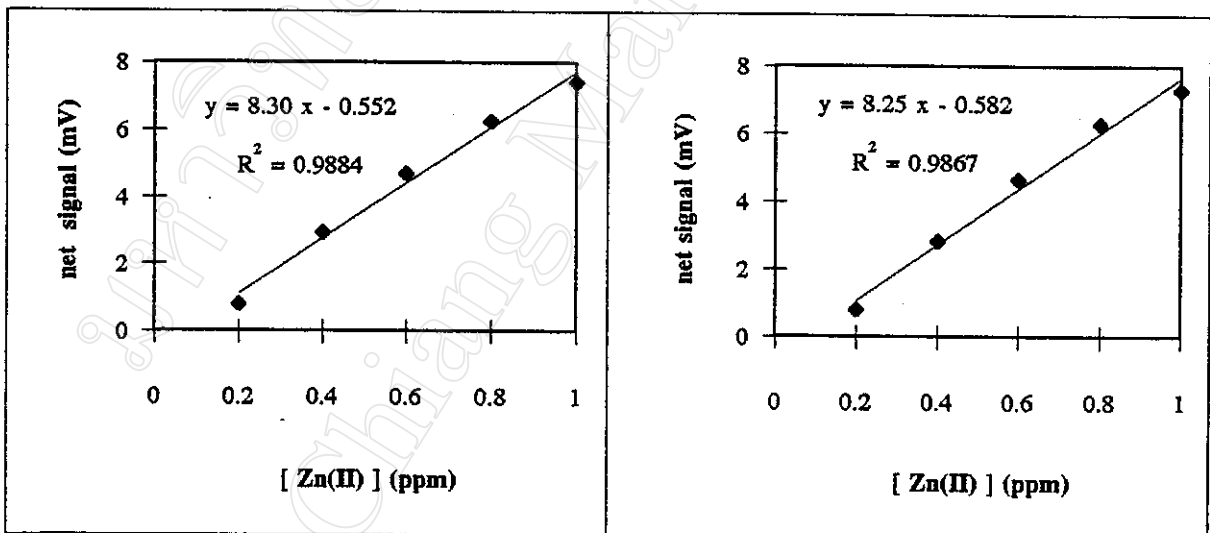
หมายเหตุ :- * เป็นค่าเฉลี่ยที่ได้จากการทดลอง 3 ครั้ง

จากผลการทดลองในตาราง 3.13 และ รูป 3.22 -3.23 จะพบว่าเมื่อเปลี่ยนขนาดของหลอดทดสอบที่ใช้พันรอบ mixing coil จะส่งผลให้สัญญาณที่ได้จากการวิเคราะห์มีความแตกต่างกัน เพราะว่าถ้าขนาดของหลอดทดสอบที่ใช้ไม่สัมพันธ์กันจะมีผลกระทบต่อค่าการแพร่กระจายของไอออนของสารตัวอย่างที่เกิดขึ้น จากการทดลองพบว่าเมื่อใช้หลอดทดสอบที่มีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางภายนอกเท่ากับ 1.50 cm จะให้ผลการวิเคราะห์ที่มีความไวในการวิเคราะห์ดีที่สุด โดยมีความชันเท่ากับ 8.33 mV/ppm ดังนั้นจึงเลือกใช้หลอดทดสอบที่มีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางภายนอกเท่ากับ 1.50 cm ในการศึกษาขั้นต่อไป



ก. 1.20 cm

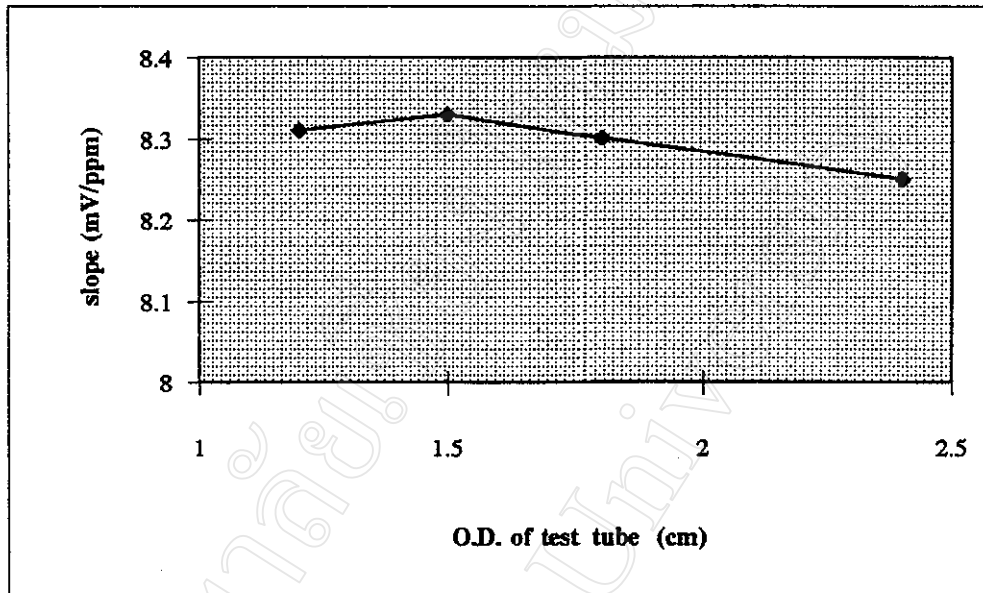
ข. 1.50 cm



ค. 1.80 cm

ง. 2.40 cm

รูป 3.22 Calibration graph เมื่อใช้หลอดทดสอบที่พันรอบ mixing coil ขนาด 1.20-2.40 cm



รูป 3.23 ความสัมพันธ์ระหว่างความชัน (mV/ppm) กับ ขนาดของหลอดทดสอบที่ใช้พันรอบ mixing coil (cm)

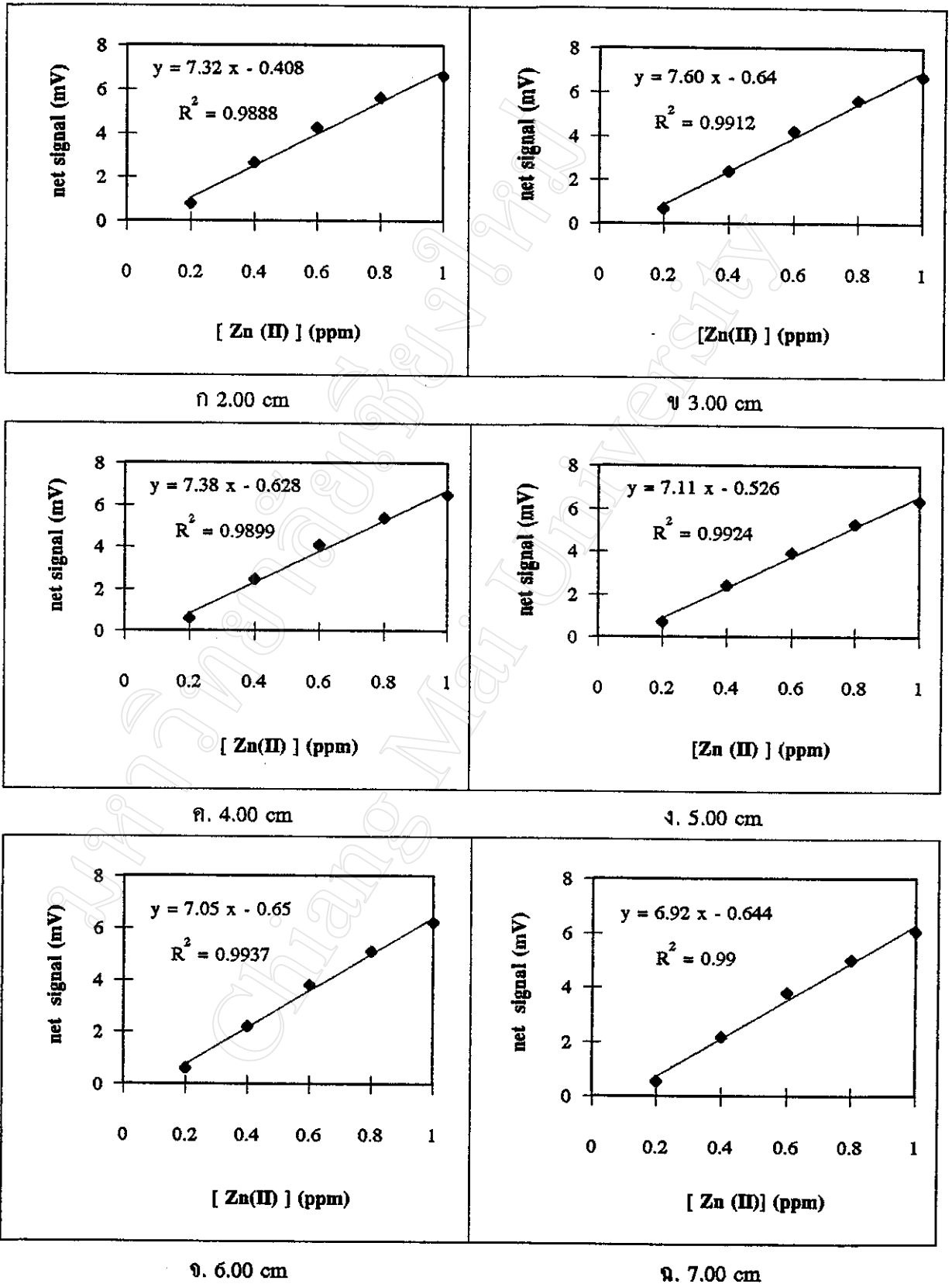
8) การศึกษาความยาวที่เหมาะสมของ mixing part แบบ single bead string reactor (s.b.s.r)

ในงานวิจัยได้สนใจศึกษา mixing part ชนิด s.b.s.r ซึ่งทำได้โดยบรรจุ glass bead ลงไปในท่อพลาสติก (plastic tubing) ที่มีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางภายในเท่ากับ 0.30 cm โดยเรียง glass bead เป็นแถวเดียวภายในท่อพลาสติกนั้น และ glass bead ควรจะมีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางประมาณ 60-80 % ของท่อพลาสติกที่ใช้ ในการทดลองได้ทำการศึกษาความยาวของ s.b.s.r ในช่วงความยาวตั้งแต่ 2.0 cm ถึง 7.0 cm สภาวะต่างๆในการทดลองเป็นไปตามข้อ (7) ได้ผลการทดลองแสดงในตาราง 3.14-3.15 และรูป 3.24-3.26

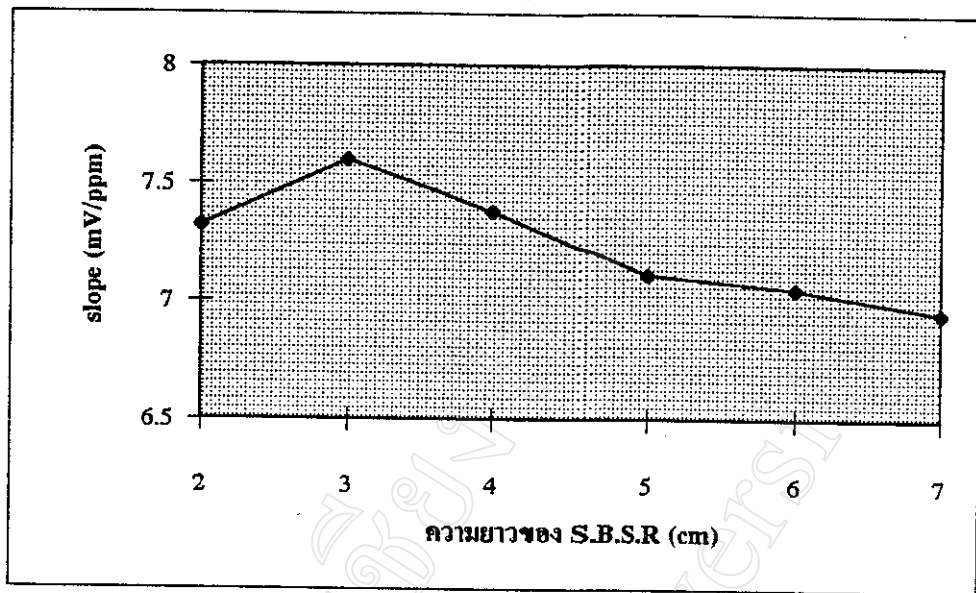
ตาราง 3.14 ผลการศึกษาความยาวที่เหมาะสมของ mixing part แบบ single bead string reactor

s.b.s.r (cm)	ขนาดสัญญาณสุทธิ *											
	2.0		3.0		4.0		5.0		6.0		7.0	
	[Zn] (ppm)	cm	mV	cm	mV	cm	mV	cm	mV	cm	mV	cm
0.20	0.40	0.80	0.35	0.70	0.30	0.60	0.35	0.70	0.30	0.60	0.27	0.54
0.40	1.32	2.64	1.20	2.40	1.22	2.44	1.20	2.40	1.10	2.20	1.08	2.16
0.60	2.12	4.24	2.10	4.20	2.03	4.06	1.97	3.94	1.90	3.80	1.90	3.80
0.80	2.80	5.60	2.80	5.60	2.70	5.40	2.65	5.30	2.55	5.10	2.50	5.00
1.00	3.32	6.64	3.35	6.70	3.25	6.50	3.18	6.36	3.10	6.20	3.02	6.04

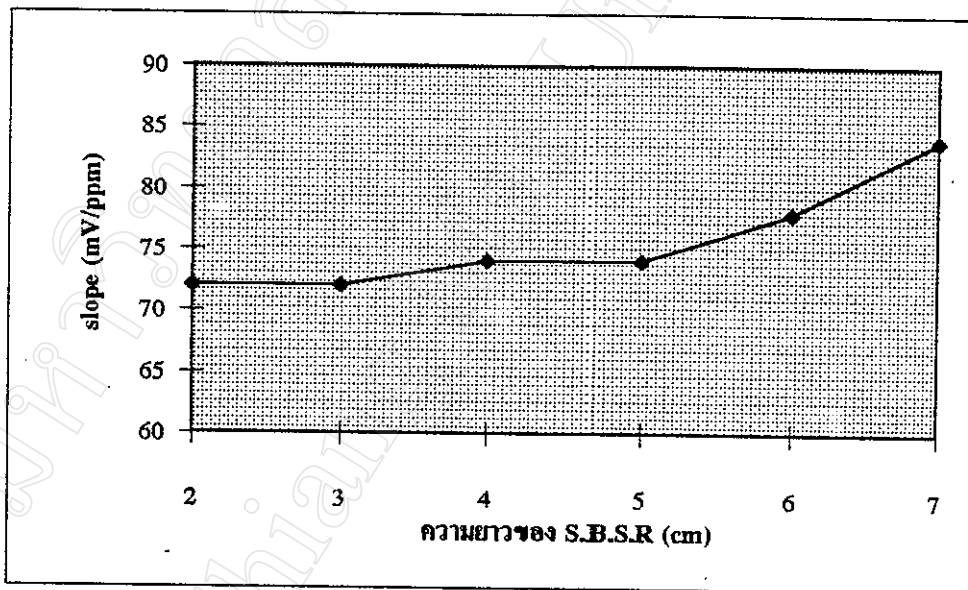
หมายเหตุ :- * เป็นค่าเฉลี่ยที่ได้จากการทดลอง 3 ครั้ง



รูป 3.24 Calibration graph เมื่อใช้ s.b.s.r ที่มีความยาวตั้งแต่ 2.00-7.00 cm



รูป 3.25 ความสัมพันธ์ระหว่างความชัน(mV/ppm) กับ ความยาวของ S.B.S.R (cm)



รูป 3.26 ความสัมพันธ์ระหว่าง t base (sec) กับ ความยาวของ S.B.S.R (cm)

ตาราง 3.15 คุณสมบัติทางการวิเคราะห์สำหรับการวิเคราะห์สารละลายมาตรฐาน Zn (II)
เข้มข้น 1.00 ppm โดยใช้ mixing part แบบ s.b.s.r.ที่มีความยาวต่างกัน

ความยาวของ s.b.s.r. (cm)	t_{base} *		sample / hr
	cm	sec	
2.0	0.60	72	50
3.0	0.60	72	50
4.0	0.62	74	48
5.0	0.62	74	48
6.0	0.65	78	46
7.0	0.70	84	42

หมายเหตุ :- * เป็นค่าเฉลี่ยที่ได้จากการทดลอง 3 ครั้ง

จากผลการทดลองในตาราง 3.15-3.16 และ รูป 3.24-3.26 พบว่าเมื่อใช้ mixing part ชนิด s.b.s.r. ที่มีความยาวแตกต่างกันออกไปจะทำให้ได้ผลการวิเคราะห์ต่างกัน และ ความยาวของ s.b.s.r. เท่ากับ 3.0 cm ให้ความไวในการวิเคราะห์ที่สูงที่สุด มีค่าความชันเท่ากับ 7.60 mV/ppm และเมื่อเปรียบเทียบความกว้างของฐานพีก (t_{base}) พบว่า เมื่อความยาวของ s.b.s.r. เพิ่มขึ้นจะทำให้ค่า t_{base} เพิ่มขึ้นด้วย ดังนั้น เพื่อให้ผลการวิเคราะห์มีความไวสูง และมีอัตราการวิเคราะห์ตัวอย่างต่อชั่วโมงที่ค่อนข้างสูง จึงเลือกความยาวของ mixing part แบบ s.b.s.r. มีความยาวเท่ากับ 3.00 cm ในการศึกษาขั้นต่อไป

9) การศึกษาชนิดของ mixing part ที่เหมาะสม

mixing part เป็นบริเวณที่สารตัวอย่างกับรีเอเจนต์ทำปฏิกิริยากัน ถ้า mixing part มีขนาด และรูปร่างเหมาะสม จะส่งผลให้ การวิเคราะห์ในระบบ เอฟ ไอ เอ มีความไวและให้ผลการวิเคราะห์ที่ดี ในการทดลองได้ศึกษาถึงผลของ mixing part ชนิดต่าง ๆ กัน คือ ปล้อยตรง , zig zag , coil , ลูกโซ่ และ s.b.s.r โดย mixing part ชนิดพันรอบหลอดทดสอบ (coil) ใช้ tygon plastic tubing ขนาดเส้นผ่าศูนย์กลางภายนอก (O.D) เท่ากับ 0.0299 in มีความยาวเท่ากับ 60.0 cm พันรอบหลอดทดสอบขนาดเส้นผ่าศูนย์กลางภายนอก 1.50 cm , s.b.s.r ที่ใช้มีความยาว 3.0 cm และ mixing part ชนิด zig zag ใช้ความสูงของแอมพลิจูด (amplitude) 2 ขนาด คือ 1 x 4 และ 2 x 3 cm ตามลำดับ สภาวะอื่น ๆ ในการทดลองเป็นไปตามข้อ (8) เพียงแต่เปลี่ยนชนิดของ mixing part ตามแบบต่าง ๆ ที่กล่าวมาข้างต้น ได้ผลการทดลอง ดังแสดงในตาราง 3.16-3.17 และ รูป 3.27-3.29

ตาราง 3.16 ผลการศึกษาชนิดของ mixing part ที่เหมาะสม

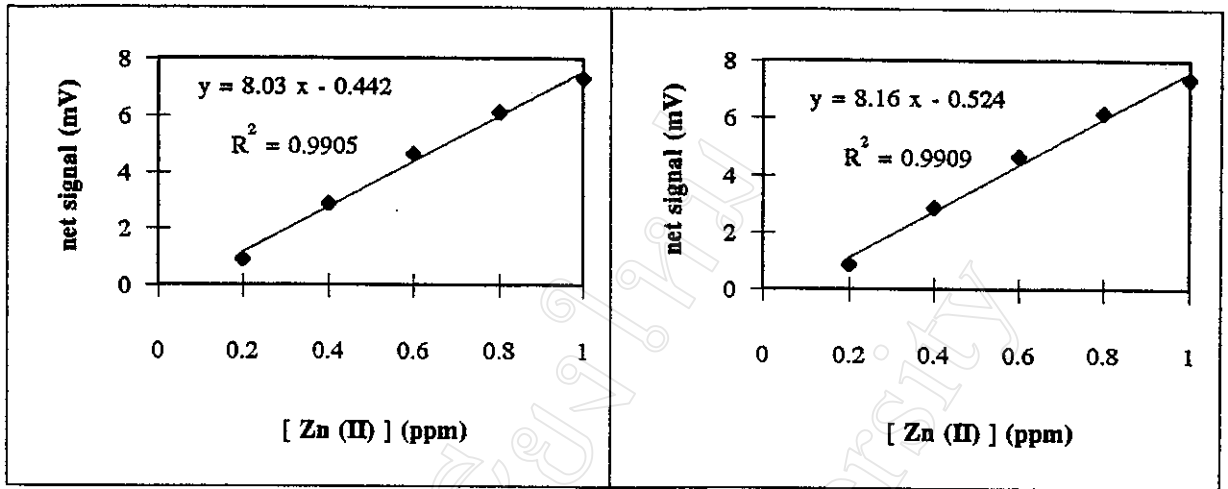
mixing part [Zn] (ppm)	ขนาดสัญญาณสุทธิ *											
	ปล่อยตรง		Z 2X3 cm		Z 1X4 cm		ลูกโซ่		coil		s.b.s.r	
	cm	mV	cm	mV	cm	mV	cm	mV	cm	mV	cm	mV
0.20	0.45	0.90	0.43	0.86	0.40	0.80	0.42	0.84	0.80	0.80	0.40	0.80
0.40	1.45	2.90	1.42	2.84	1.42	2.84	1.48	2.96	1.45	2.90	1.40	2.80
0.60	2.32	4.64	2.32	4.64	2.30	4.60	2.42	4.84	2.38	4.76	2.30	4.60
0.80	3.06	6.12	3.08	6.16	3.08	6.16	3.18	6.36	3.10	6.20	2.95	5.90
1.00	3.66	7.32	3.68	7.36	3.70	7.40	3.70	7.40	3.60	7.20	3.45	6.90

หมายเหตุ :- * เป็นค่าเฉลี่ยที่ได้จากการทดลอง 3 ครั้ง Z = mixing part แบบ zig zag

ตาราง 3.17 คุณลักษณะของการวิเคราะห์ (Analytical characteristics) สำหรับการวิเคราะห์สารละลายมาตรฐาน Zn (II) 1.00 ppm โดยใช้ mixing part ชนิดต่าง ๆ กัน

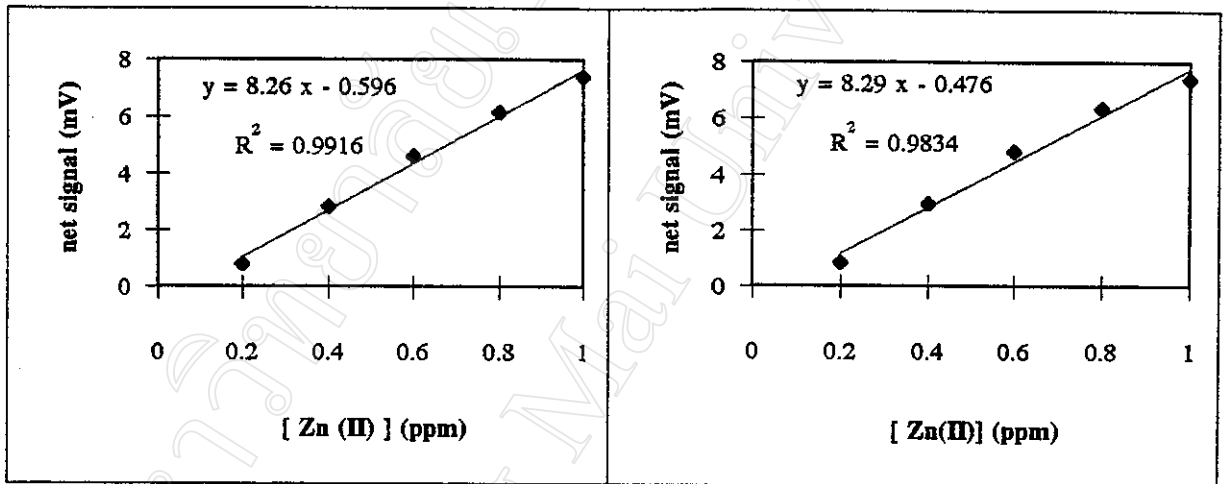
ชนิดของ mixing part	t base *		sample / hr
	cm	sec	
ปล่อยตรง	0.60	72	50
zig zag 2 x3 cm	0.58	70	51
zig zag 1 x4 cm	0.60	72	50
ลูกโซ่	0.55	66	54
coil	0.60	72	50
s.b.s.r	0.62	75	48

หมายเหตุ :- * เป็นค่าเฉลี่ยที่ได้จากการทดลอง 3 ครั้ง



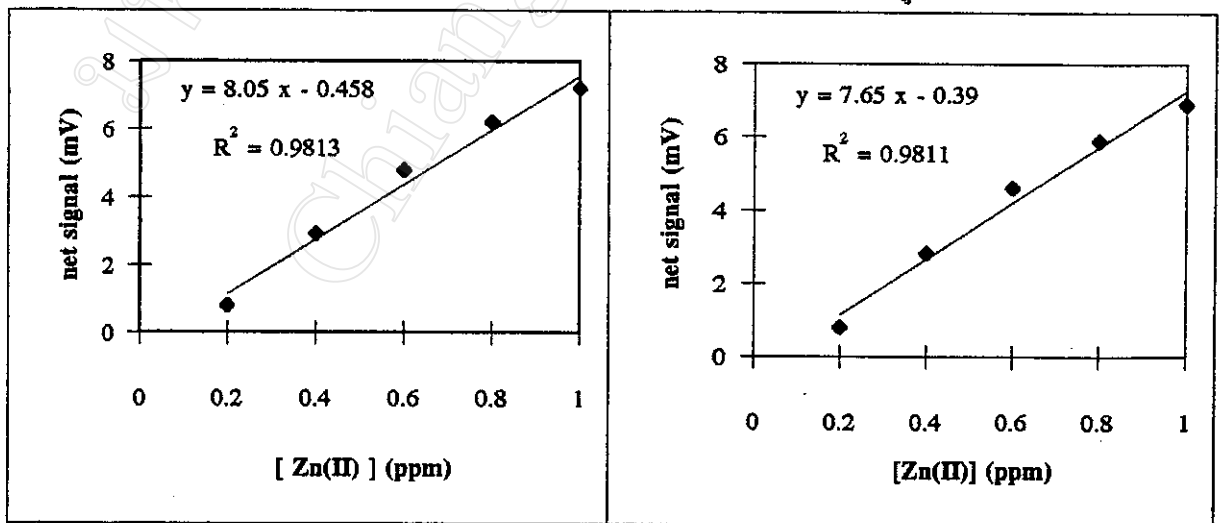
ก. ปั่นโดยตรง

ข. zig zag 2x3



ค. zig zag 1 x 4

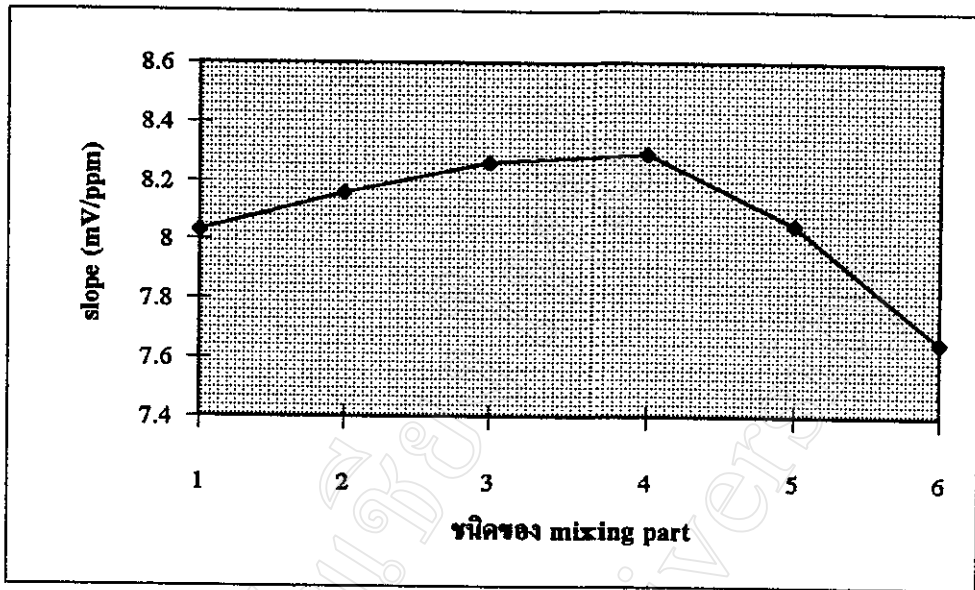
ง. ลูกโซ่



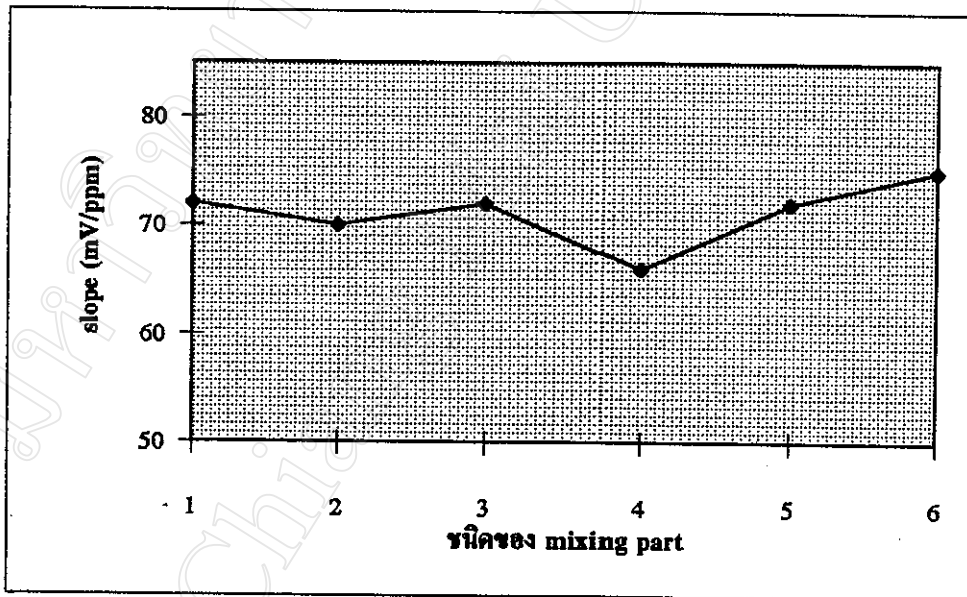
จ. coil

ฉ. S.B.S.R

รูป 3.27 Calibration graph เมื่อใช้ mixing part ต่างชนิดกัน



รูป 3.28 ความสัมพันธ์ระหว่างความชัน(mV/ppm) กับ ชนิดของ mixing part



รูป 3.29 ความสัมพันธ์ระหว่าง t base (sec) กับ ชนิดของ mixing part

note : 1 = ปกติตรง

2 = zig zag 2 x 3 cm

3 = zig zag 1 x 4 cm

4 = ลูกโซ่

5 = coil

6 = S.B.S.R

จากผลการทดลอง พบว่า เมื่อใช้ mixing part ต่างชนิดกันจะทำให้ได้ผลการวิเคราะห์มีความไวแตกต่างกัน การใช้ mixing part รูปร่างแบบลูกโซ่จะให้ผลการวิเคราะห์ที่มีความไวดีที่สุด คือ ให้ค่าความชันเท่ากับ 8.29 mV / ppm และ ให้อัตราการวิเคราะห์ตัวอย่างต่อชั่วโมงที่ค่อนข้างสูง เมื่อเปรียบเทียบกับ mixing part ชนิดอื่น ๆ ที่ใช้ในการทดลอง ส่วน mixing part ชนิด s.b.s.r จะให้ความไวในการวิเคราะห์ที่ต่ำที่สุด ทั้งนี้เพราะในระบบออฟ ไอ เอ ที่จัดสร้างขึ้นนี้ใช้อัตราการไหลของกระแสตัวพา (flow rate) ที่ค่อนข้างต่ำ (3.5 ml/min) ด้วยเหตุนี้ mixing part แบบ s.b.s.r จึงไม่เหมาะกับระบบออฟ ไอ เอ ที่สร้างขึ้น ดังนั้นเพื่อความเหมาะสมในการวิเคราะห์ จึงเลือกใช้ mixing part ที่มีรูปร่างแบบลูกโซ่ ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางภายในของ tube เท่ากับ 0.0299 นิ้ว และ มีความยาวเท่ากับ 60.0 cm ในการศึกษาขั้นต่อไป

10) การศึกษาหาปริมาณของสารตัวอย่างที่เหมาะสม

ความไวของวิธีการวิเคราะห์นอกจากจะขึ้นกับปัจจัยต่าง ๆ ข้างต้นแล้ว ยังขึ้นกับปริมาณของสารตัวอย่างที่นำเข้าสู่ระบบเอฟ ไอ เอ ด้วย ในการทดลองได้ศึกษาปริมาณของสารตัวอย่างที่ฉีดเข้าสู่ระบบเอฟ ไอ เอ ที่ศึกษาครั้งละ 75 , 100 , 150 และ 200 ไมโครลิตร โดยใช้สภาวะในการทดลองเป็นไปตามข้อ (9) ได้ผลการทดลองดังแสดงในตาราง 3.18-3.19 และ รูป 3.30-3.32

ตาราง 3.18 ผลการศึกษาหาปริมาณของสารตัวอย่างที่เหมาะสม

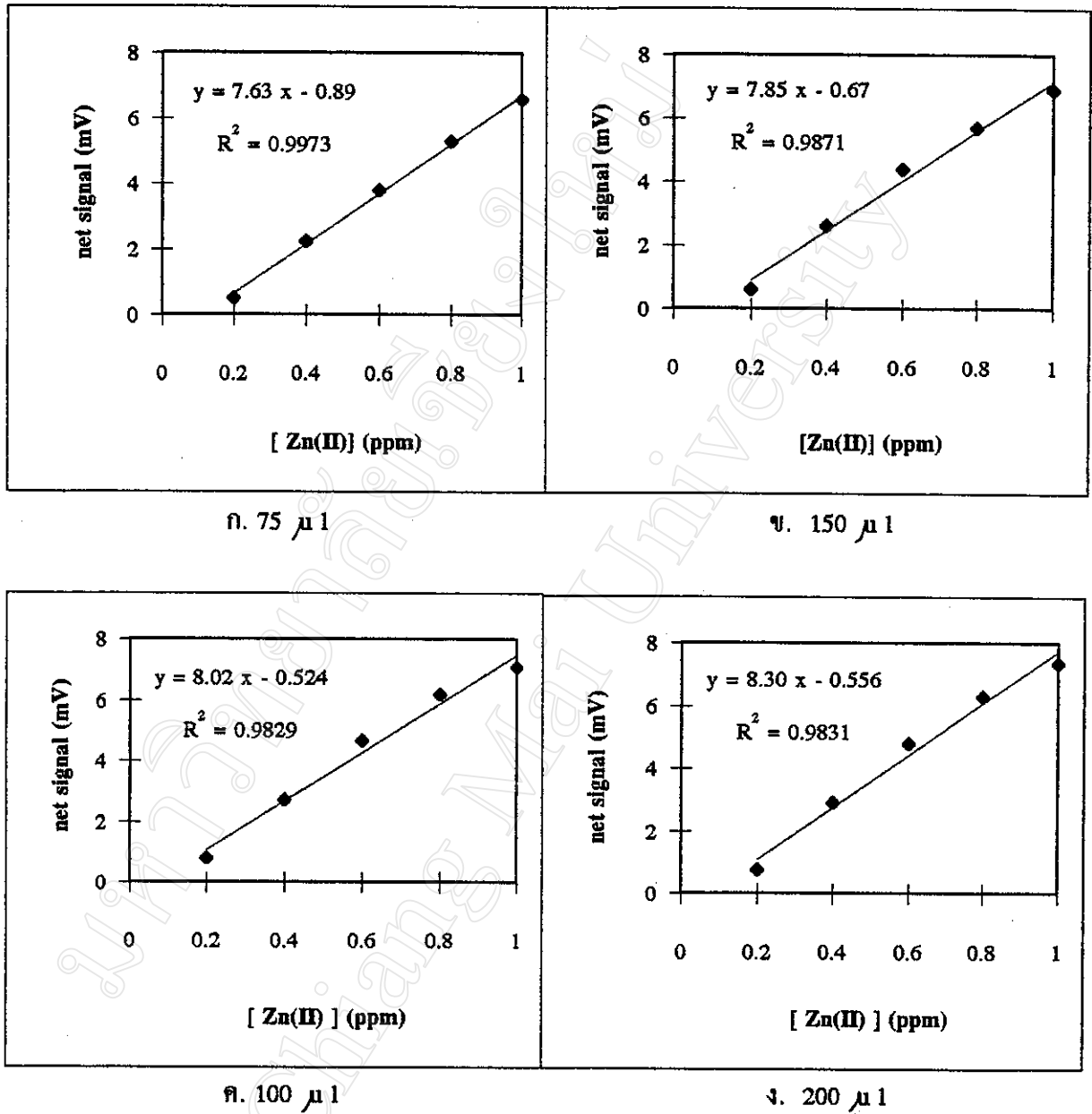
Injection vol: (μ l)	ขนาดสัญญาณสุทธิ *							
	75		100		150		200	
	cm	mV	cm	mV	cm	mV	cm	mV
[Zn] (ppm)								
0.20	0.25	0.50	0.30	0.60	0.40	0.80	0.38	0.76
0.40	1.12	2.24	1.30	2.60	1.36	2.72	1.45	2.90
0.60	1.90	3.80	2.20	4.40	2.33	4.66	2.40	4.80
0.80	2.65	5.30	2.85	5.70	3.05	6.16	3.15	6.30
1.00	3.30	6.60	3.45	6.90	3.58	7.16	3.68	7.36

หมายเหตุ :- * เป็นค่าเฉลี่ยที่ได้จากการทดลอง 3 ครั้ง

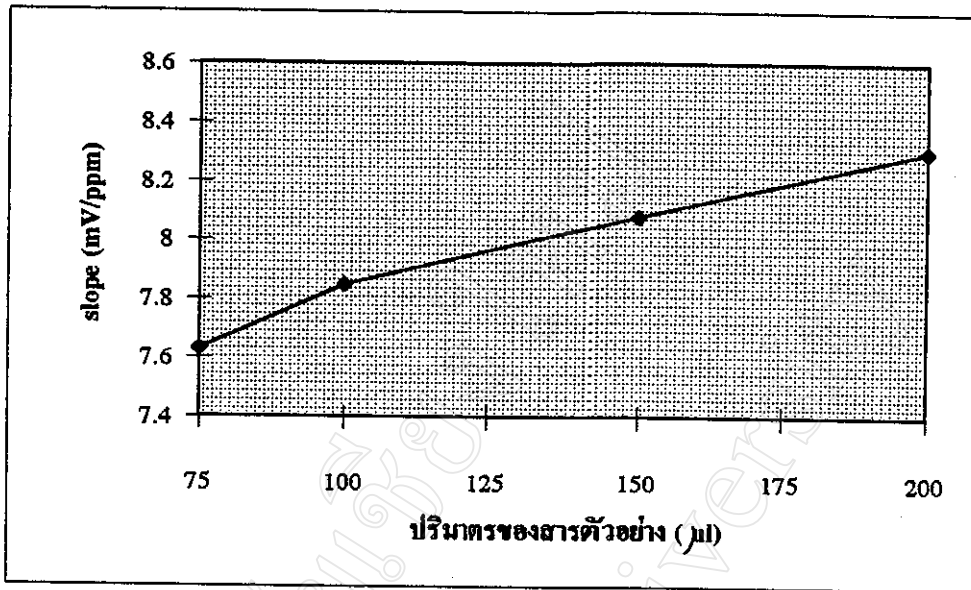
ตาราง 3.19 Analytical characteristic สำหรับการวิเคราะห์สารละลายมาตรฐาน Zn (II) เข้มข้น 1.00 ppm โดยใช้สารละลายปริมาตรต่างกัน

Injection volume (μ l)	t _{base} *		sample / hr
	cm	sec	
75	0.45	54	66
100	0.50	60	60
150	0.55	66	54
200	0.65	78	46

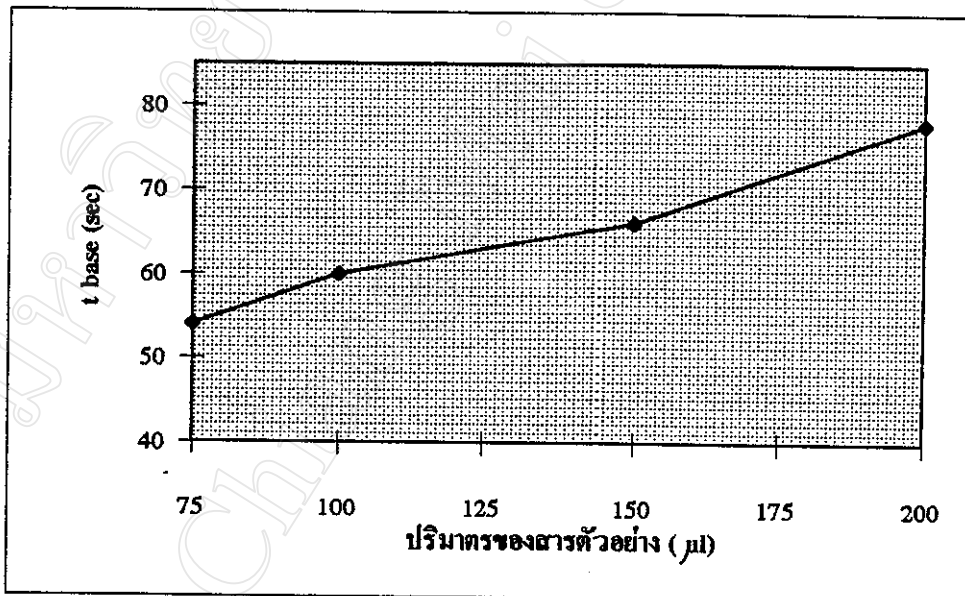
หมายเหตุ :- * เป็นค่าเฉลี่ยที่ได้จากการทดลอง 3 ครั้ง



รูป 3.30 Calibration graph เมื่อใช้ปริมาตรสารละลายตัวอย่างต่างกัน



รูป 3.31 ความสัมพันธ์ระหว่างความชัน (mV/ppm) กับ ปริมาณของสารตัวอย่าง (μl)



รูป 3.32 ความสัมพันธ์ระหว่าง t base (sec) กับ ปริมาณของสารตัวอย่าง (μl)

จากผลการทดลองในตาราง 3.18-3.19 และ รูป 3.31-3.32 พบว่า เมื่อใช้ปริมาตรของสารละลายตัวอย่างเพิ่มขึ้นในช่วง 75-200 μ l ความไวในการวิเคราะห์จะเพิ่มขึ้น และได้สัญญาณที่มีค่า t_{base} เพิ่มขึ้นตามไปด้วย ดังนั้นเพื่อความเหมาะสมในการวิเคราะห์และไม่สิ้นเปลืองสารตัวอย่างมากเกินไป จึงเลือกใช้ปริมาตรสารตัวอย่างที่ปริมาตร 150 μ l ซึ่งให้กราฟมาตรฐานมีความชันเท่ากับ 8.08 mv / ppm และมีอัตราการวิเคราะห์ตัวอย่างต่อชั่วโมงที่ค่อนข้างสูง ในการศึกษาขั้นต่อไป

11) การศึกษาผลของ pH ที่มีต่อสารรบกวน (Interferences)

เนื่องจากในการวิเคราะห์โลหะทั่ว ๆ ไป นั้นมัก มีผลรบกวนอื่น เนื่องจากไอออนอื่น ๆ ที่เจือปนอยู่ในสารตัวอย่างซึ่งส่งผลให้การวิเคราะห์เกิดความคลาดเคลื่อนไปจากความเป็นจริงได้ ดังนั้น จึงได้ทำการศึกษาผลของสารรบกวน และ เพื่อลดผลกระทบของ สารรบกวนที่มีต่อ การวิเคราะห์ จึงจำเป็นต้องเลือกใช้ pH ที่เหมาะสมโดยเลือก pH ที่มีผลรบกวนจากไอออนอื่นน้อยที่สุด ในการทดลองเลือกใช้ masking agent คือ thiosemicarbazide (TSC) เข้มข้น 5.0×10^{-3} M ผสมอยู่ในกระแสมของ TAR reagent และ ทำการศึกษาผลของ pH ที่มีต่อสารรบกวนในช่วง pH 7.0-8.5 สำหรับสารละลายที่ใช้ศึกษาผลของสารรบกวนเตรียมเป็นสารละลายผสมของ Zn : metal ion ในอัตราส่วน 1 : 2 ppm เปรียบเทียบผลกับสารละลาย Zn เข้มข้น 1.00 ppm สถานะต่าง ๆ ในการทดลอง แสดงในตาราง 3.20 ได้ผลการทดลองดังตาราง 3.21

ตาราง 8.20 สภาวะต่างๆที่ใช้ในการศึกษาผลของ pH ที่มีต่อสารรบกวน

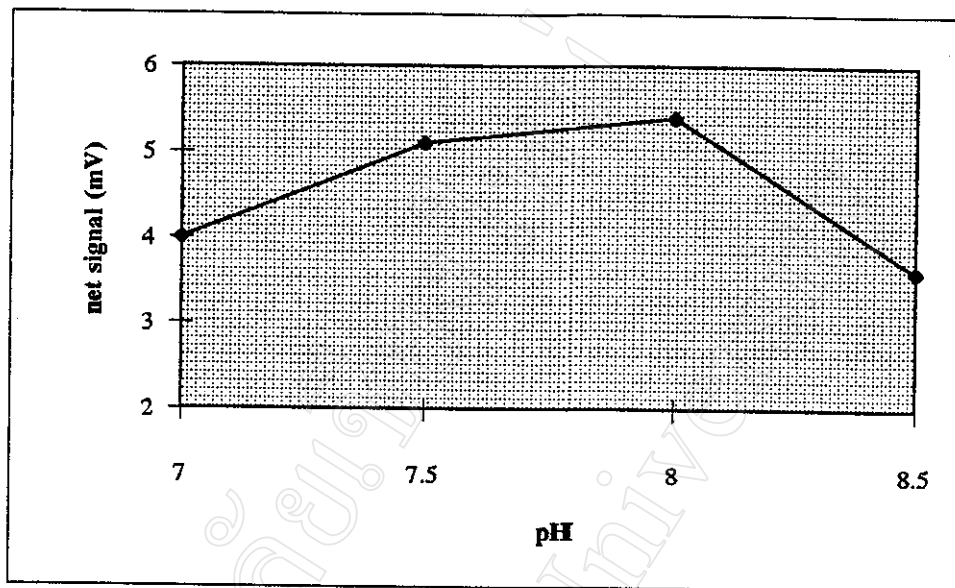
ลักษณะสภาวะ	สภาวะที่ใช้
สภาวะของระบบ	
ความเข้มข้นของสารละลาย TAR	1.0×10^{-5} M
ความเข้มข้นของโซเดียมอะซิเตท	0.05 M
ความเข้มข้นของ TSC	5.0×10^{-3} M
อัตราการไหลของรีเอเจนต์	3.5 ml/min
pH	7.0-8.5
ปริมาตรสารละลายตัวอย่าง	150 μ l
ขนาดของ mixing tubing (I.D)	0.0299 in
ความยาวของ mixing part	60.0 cm
รูปร่างของ mixing part	ลูกโซ่
สภาวะของเครื่องตรวจวัด	
ความยาวคลื่น	530 nm
สภาวะของเครื่องบันทึกสัญญาณ	
ความเร็วกระดาษ (chart speed)	30 cm / H
ความไว (sensitivity)	2 mV / cm

ตาราง 3.21 ผลการศึกษาผลของ pH ที่มีต่อสารรบกวนที่ pH ต่าง ๆ เมื่อใช้สารละลาย Zn :
metal ion ในอัตราส่วน 1.00 : 2.00 ppm

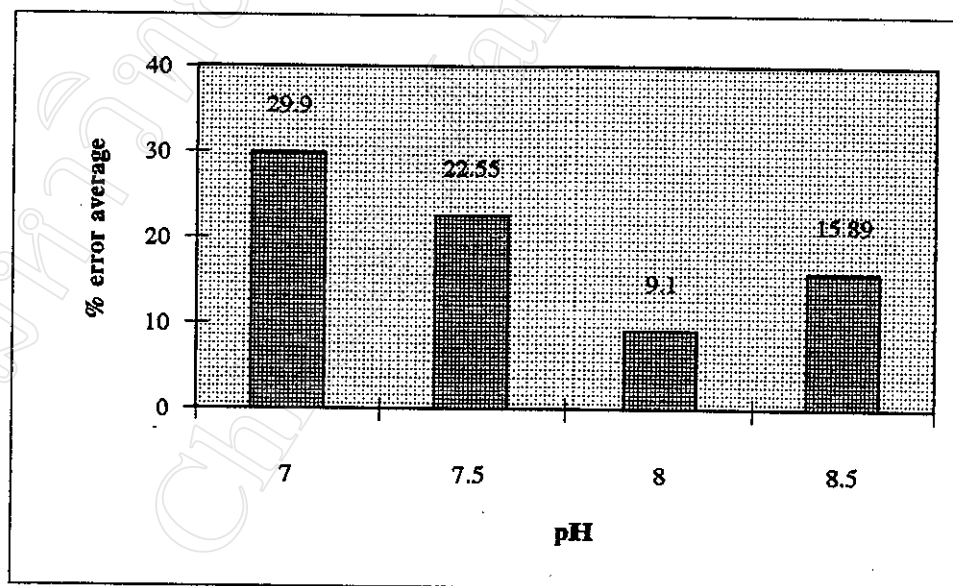
สารละลาย	pH	ขนาดสัญญาณ *							
		7.0		7.5		8.0		8.5	
		mV	relative error (%)	mV	relative error (%)	mV	relative error (%)	mV	relative error (%)
Zn	4.00	-	5.10	-	5.40	-	3.60	-	
Zn+Pb	4.74	18.50	6.80	33.33	6.20	14.81	4.40	22.22	
Zn+Fe	1.36	-66.00	3.60	-29.41	5.00	-7.400	3.00	-16.67	
Zn+Mn	2.00	-50.00	4.80	-5.88	5.44	0.74	3.86	7.22	
Zn+Cd	4.00	0.00	6.55	28.43	6.58	21.85	4.60	27.78	
Zn+Cu	4.60	15.00	5.90	15.68	5.44	0.74	3.80	5.56	
error range (%)		(-66.00 - 18.50)		(-29.41 - 33.33)		(-7.40 - 21.85)		(-16.67 - 27.78)	
error average (%)		29.90		22.55		9.10		15.89	

หมายเหตุ :- * เป็นค่าเฉลี่ยที่ได้จากการทดลอง 3 ครั้ง

จากผลการทดลองในตาราง 3.21 และ รูป 3.33 - 3.34 พบว่า เมื่อใช้กระแสตัวพาซึ่งประกอบด้วย TAR รีเอเจนต์ 1.0×10^{-5} M และ TSC 5.0×10^{-3} M ปรับ pH ของสารละลายเท่ากับ 8.0 จะให้ขนาดสัญญาณที่สูงที่สุด และ ช่วยลดผลกระทบจากสารรบกวนอื่นๆ ได้มากที่สุด ดังนั้นจึงเลือกใช้ pH ของสารละลายรีเอเจนต์ เท่ากับ 8.0 ในการศึกษาขั้นต่อไป



รูป 3.33 ความสัมพันธ์ระหว่างขนาดสัญญาณ (mV) กับ pH ของสารละลายรีเอเจนต์



รูป 3.34 ความสัมพันธ์ระหว่างค่าเฉลี่ยร้อยละของการเบี่ยงเบนไปของสัญญาณที่ได้จากการวิเคราะห์สารละลายผสมระหว่าง Zn (II) และ ไอออนอื่น ๆ กับ pH ของสารละลายรีเอเจนต์

12) การศึกษาความเข้มข้นที่เหมาะสมของ masking agent ที่มีต่อสารรบกวน

ได้ศึกษาความเข้มข้นของ masking agent ที่เหมาะสมซึ่งจะช่วยลดผลกระทบจากสารรบกวนจากไอออนอื่น ๆ ได้ โดยทำการศึกษา masking agent 2 ชนิด คือ thiosemicarbazide (TSC) และ Sodium thiosulphate ได้ผลการทดลองดังนี้

12.1 การศึกษาผลของความเข้มข้นของ thiosemicarbazide (TSC) ที่เหมาะสม

ทำการศึกษาเปรียบเทียบผลปริมาณความเข้มข้นของ TSC ต่อการลดผลการรบกวนจากไอออนโลหะอื่นๆ โดยใช้สารละลายตัวอย่างเป็นสารละลายผสมของ Zn(II) กับ metal ion อื่นๆ ในอัตราส่วน 1.0 ppm : 10.0 ppm เปรียบเทียบผลกับสารละลายตัวอย่าง Zn เข้มข้น 1.0 ppm โดยปรับ pH ของสารละลาย TAR รีเอเจนต์ เป็น 8.0 สภาวะในการทดลองเป็นไปตามตาราง 3.20 และ ได้ผลการทดลองดังตาราง 3.22

ตาราง 3.22 ผลความเข้มข้นของ TSC ที่มีต่อสารรบกวน เมื่อใช้สารละลายตัวอย่างเป็น

Zn : metal ion ในอัตราส่วน 1.00 : 10.00 ppm

[TSC] [M] สารละลาย	ขนาดสัญญาณสุทธิ *									
	0		5.0×10^{-1}		1.0×10^{-3}		5.0×10^{-3}		1.0×10^{-3}	
	mv	relative error (%)	mv	relative error (%)	mv	relative error (%)	mv	relative error (%)	mv	relative error (%)
Zn	6.60	-	6.50	-	6.12	-	4.80	-	4.36	-
Zn+Pb	10.16	53.94	7.60	16.92	10.04	64.05	7.60	58.33	7.06	61.92
Zn+Fe	4.73	-28.33	2.40	-63.07	4.86	-20.58	3.90	-18.75	3.90	-10.55
Zn+Mn	6.40	-3.03	6.24	-4.00	6.34	3.59	4.92	2.50	4.36	0.00
Zn+Cd	11.00	66.67	10.60	63.07	10.10	65.03	8.30	72.92	7.44	70.64
Zn+Cu	11.96	81.21	9.04	39.08	8.40	37.25	5.20	8.33	5.00	14.68
error range (%)	(-28.33 - 81.21)		(-63.07 - 39.08)		(-20.58 - 65.03)		(-18.75 - 72.92)		(-10.55 - 70.64)	
error average (%)	46.64		37.23		38.10		32.16		31.56	

จากผลการทดลองในตาราง 3.22 เมื่อใช้ TSC เข้มข้นในช่วง 5.0×10^{-4} M- 1.0×10^{-2} M ผสมกับสารละลาย TAR รีเอเจนต์ ปรับ pH เท่ากับ แล้วฉีดสารละลายผสมระหว่างสารละลาย Zn(II) บริสุทธิ์ ต่อสารละลายไอออนโลหะอื่นลงไปในระบบ พบว่า TSC ความเข้มข้นต่าง ๆ ที่ใช้ศึกษาจะช่วยลดผลการรบกวนจาก Cu ได้ดีมาก และ TSC ที่ความเข้มข้น 5.0×10^{-3} M จะช่วยลดผลการรบกวนจาก Pb, Mn และ Fe ได้เล็กน้อย และเมื่อพิจารณาถึงร้อยละของความคลาดเคลื่อนโดยเฉลี่ย พบว่า TSC 5.0×10^{-3} M จะมีความคลาดเคลื่อนโดยเฉลี่ยที่ต่ำ ดังนั้นเพื่อความเหมาะสมในการวิเคราะห์จึงเลือกใช้ความเข้มข้นของ TSC เท่ากับ 5.0×10^{-3} M ในการศึกษาขั้นต่อไป

12.2) ความเข้มข้นของ Sodium thiosulphate ที่เหมาะสม

ได้ศึกษาเปรียบเทียบผลความเข้มข้นของ Sodium thiosulphate ต่อการลดผลการรบกวนจากไอออนโลหะอื่นๆ โดยใช้สารละลายตัวอย่างเป็นสารละลายผสมของ Zn(II) กับโลหะไอออนอื่นๆ ในอัตราส่วน 1.00 : 10.00 ppm เปรียบเทียบผลกับเมื่อใช้สารละลาย Zn(II) เข้มข้น 1.00 ppm โดยปรับ pH ของระบบเป็น 8.0 ส่วนสภาวะในการทดลองเป็นไปตามตาราง 3.20 ได้ผลการทดลองดังตาราง 3.23

ตาราง 3.23 ผลความเข้มข้นของ Sodium thiosulphate ที่มีต่อการรบกวน เมื่อใช้สารละลาย ตัวอย่างเป็น Zn : metal ion ในอัตราส่วน 1.00 : 10.00 ppm

[Na ₂ S ₂ O ₃] (M) สารละลาย	ขนาดสัญญาณสุทธิ *									
	0		2.5 x 10 ⁻⁴		5.0 x 10 ⁻⁴		1.0 x 10 ⁻³		5.0 x 10 ⁻³	
	mv	relative error (%)	mv	relative error (%)	mv	relative error (%)	mv	relative error (%)	mv	relative error (%)
Zn	5.20	-	5.26	-	5.10	-	4.80	-	4.80	-
Zn+Pb	7.00	34.62	7.80	48.29	7.60	49.02	7.32	52.50	6.92	44.17
Zn+Fe	3.90	-25.00	4.20	-20.15	4.46	-12.55	4.04	-15.83	4.00	-16.67
Zn+Mn	5.24	0.77	5.20	-1.14	5.12	0.39	4.66	-2.92	4.60	-4.17
Zn+Cd	8.76	68.46	8.73	65.97	8.76	71.76	7.92	65.00	7.52	56.67
Zn+Cu	6.00	15.38	5.60	6.46	5.60	9.80	5.20	8.33	4.90	2.08
error range (%)	(-25.00 - 68.46)		(-20.15 - 65.97)		(-12.55 - 71.76)		(-15.83 - 65.00)		(-16.67 - 56.67)	
error average (%)	28.85		28.40		28.70		28.92		24.75	

หมายเหตุ :- * เป็นค่าเฉลี่ยที่ได้จากการทดลอง 3 ครั้ง

จากผลการทดลองในตาราง 3.23 พบว่า Sodium thiosulphate ช่วยลดผลการรบกวนของ Mn, Cu, Fe ได้ดี แต่ Pb และ Cd ยังมีรบกวนอยู่บ้าง และที่ความเข้มข้นของ Sodium thiosulphate เท่ากับ 5.0 x 10⁻³ M จะช่วยลดผลการรบกวนจาก Pb และ Cd ได้ค่อนข้างมากกว่าที่ความเข้มข้นอื่น ๆ และมีร้อยละความคลาดเคลื่อนโดยเฉลี่ยต่ำที่สุด ดังนั้นจึงเลือกใช้ความเข้มข้นของ Sodium thiosulphate เท่ากับ 5.0 x 10⁻³ M ในการศึกษาขั้นต่อไป

13) การศึกษาผลจากสารรบกวน (Interferences)

ในการวิเคราะห์ปริมาณจำเป็นต้องคำนึงถึงผลของสารรบกวนที่อาจเจือปนอยู่ในสารตัวอย่าง ซึ่งอาจมีผลในทางเสริม หรือ ในทางหักล้างกับสัญญาณที่ได้จากการวิเคราะห์ของสารที่สนใจจะวิเคราะห์ ในงานวิจัยได้ศึกษาผลของโลหะไอออนอื่นๆคือ Pb , Fe , Mn , Cd และ Cu ซึ่งเจือปนอยู่ในสารละลายมาตรฐาน Zn ที่เตรียมขึ้น โดยเตรียมสารละลายผสมของสารละลายมาตรฐาน Zn 1.0 ppm และโลหะไอออนอื่นๆในอัตราส่วน 1:0 , 1:2 , 1:5 , 1:7 และ 1:10 ppm:ppm ตามลำดับ แล้วผ่านสารละลายผสมดังกล่าวเข้าไปในระบบเอฟ ไอ เอ ที่สร้างขึ้น โดยใช้สภาวะที่เหมาะสมในการทดลองดังตาราง 3.24 ได้ผลการทดลองดังตาราง 3.25

ตาราง 3.24 สภาวะต่าง ๆ ที่ใช้ในการศึกษาผลจากสารรบกวน

ลักษณะสภาวะ	สภาวะที่ใช้
สภาวะของระบบ	
ความเข้มข้นของสารละลาย TAR	1.0×10^{-5} M
ความเข้มข้นของสารละลาย โซเดียมอะซิเตท	0.05 M
ความเข้มข้นของสารละลาย TSC	5.0×10^{-3} M
ความเข้มข้นของสารละลาย $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$	5.0×10^{-3} M
อัตราการไหลของกระแสตัวพา	3.5 ml / min
pH	8.0
ปริมาตรสารละลายตัวอย่าง	150 μ l
ขนาดของ mixing tube (I.D)	0.0299 in
ความยาวของ mixing part	60 cm
รูปร่างของ mixing part	ลูกโซ่
สภาวะของเครื่องตรวจวัด	
ความยาวคลื่น	530 nm
สภาวะของเครื่องบันทึกสัญญาณ	
ความเร็วกระดาษ (chart speed)	30 cm / H
ความไว (sensitivity)	2 mV / cm

ตาราง 3.25 ผลการศึกษาผลกระทบจากสารรบกวนต่อการวิเคราะห์สังกะสี (Zn)

Interference ion	Ratio of Zn: ion อื่นๆ (ppm : ppm)	ขนาดสัญญาณ (cm) ครั้งที่				ขนาดสัญญาณ (mV)	% deviation
		1	2	3	เฉลี่ย		
Pb	1: 0	2.70	2.70	2.70	2.70	5.40	-
	1: 2	2.70	2.65	2.70	2.68	5.36	-0.74
	1: 5	3.50	3.50	3.50	3.50	7.00	29.63
	1: 7	3.65	3.70	3.65	3.67	7.34	35.62
	1: 10	4.20	4.20	4.20	4.20	8.40	55.56
Fe	1: 0	2.70	2.70	2.70	2.70	5.40	-
	1: 1	2.60	2.65	2.65	2.63	5.26	-2.46
	1: 3	2.55	2.55	2.55	2.55	5.10	-5.55
	1: 5	2.20	2.25	2.20	2.22	4.44	-17.78
	1: 10	2.18	2.15	2.20	2.18	4.35	-19.44
Mn	1: 0	2.85	2.85	2.85	2.85	5.70	-
	1: 3	2.80	2.95	3.00	2.90	5.80	1.75
	1: 5	2.90	2.90	2.90	2.90	5.80	1.75
	1: 10	2.85	2.80	2.80	2.82	5.64	-1.05
	1: 20	2.35	2.35	2.35	2.35	4.70	-17.54
Cd	1: 0	2.85	2.85	2.85	2.85	5.70	-
	1: 2	2.95	2.95	3.00	2.96	5.92	3.85
	1: 5	3.80	3.80	3.80	3.80	7.60	33.33
	1: 7	4.10	4.00	4.00	4.03	8.06	41.52
	1: 10	4.20	4.20	4.15	4.18	8.36	46.67
Cu	1: 0	2.85	2.85	2.85	2.85	5.70	-
	1: 5	2.65	2.65	2.68	2.66	5.32	-6.67
	1: 7	2.70	2.70	2.65	2.68	5.36	-5.96
	1: 10	2.85	2.90	2.90	2.88	5.76	1.05
	1: 20	3.00	2.90	2.95	2.95	5.90	3.51

จากผลการทดลองในตาราง 3.25 พบว่า Cu และ Mn แสดงผลการรบกวนการวิเคราะห์ Zn ในทุกอัตราส่วนน้อยมาก โดยมีร้อยละของการเบี่ยงเบนไปจากสัญญาณของ Zn บริสุทธิ์ในช่วง ตั้งแต่ (-6.67 %) ถึง 3.51 % และ (-17.54%) ถึง 1.75 % ตามลำดับ ส่วน Fe แสดงผลการรบกวน ต่อขนาดสัญญาณที่ได้จากการวิเคราะห์ Zn บ้างพอสมควรกล่าว คือ Fe จะไปลดขนาดสัญญาณที่ได้จากการวิเคราะห์ Zn บริสุทธิ์ในช่วง (-2.96% ถึง -19.44 %) สำหรับ Pb และ Cd มีผลรบกวน ต่อการวิเคราะห์ Zn มากที่สุด โดยทั้งสองจะไปเพิ่มขนาดสัญญาณของ Zn โดยมีร้อยละของการ เบี่ยงเบนไปจากสัญญาณของ Zn ในช่วง (-0.74 ถึง 55.56 %) และ 3.85 ถึง 46.67% ตามลำดับ อย่างไรก็ตามจากวิธีเอฟไอ เอ ที่ได้พัฒนาขึ้นนี้ถ้านำไปใช้ในการวิเคราะห์ตัวอย่างที่มีปริมาณ Pb และ Cd เจือปนอยู่ในปริมาณที่ไม่มากกว่า 5 ppm ผลการรบกวนดังกล่าวก็จะไม่ปรากฏผลเด่นชัด มากนัก เพราะที่สารละลายผสมระหว่าง Zn: Cd และ Zn: Pb ที่อัตราส่วน 1:5 ppm นั้นสัญญาณที่ได้จากการวิเคราะห์จะเริ่มเบี่ยงเบนไปจากขนาดสัญญาณของสารละลาย Zn บริสุทธิ์ 1.0 ppm

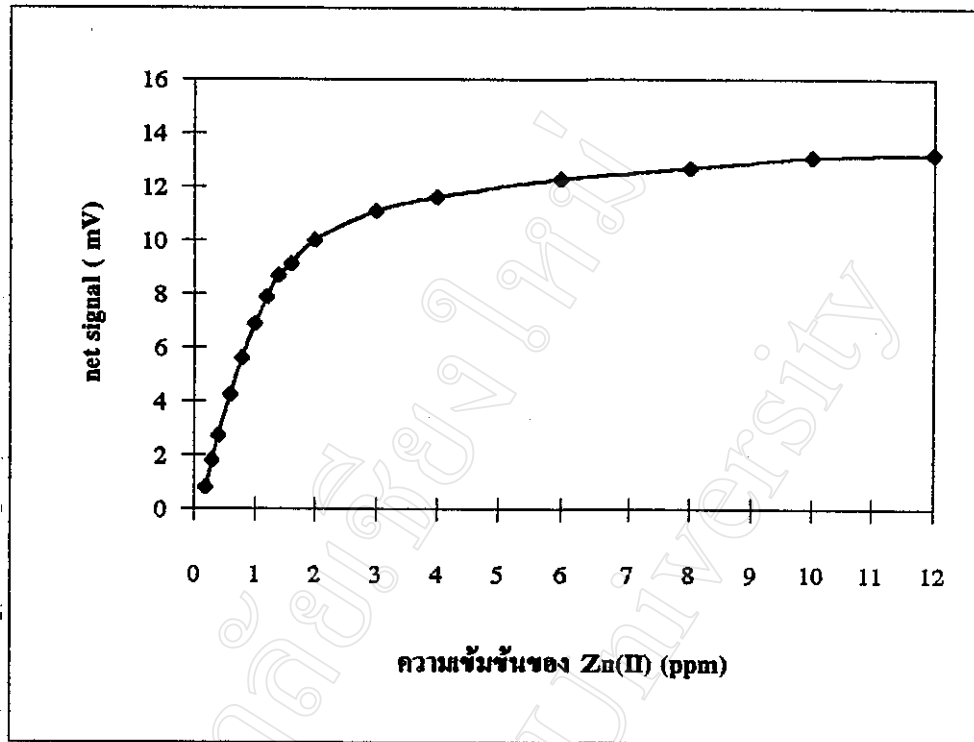
3.4.2.2 การศึกษาคุณลักษณะของการวิเคราะห์ (Analytical characteristics)

1) การศึกษาช่วงที่เป็นเส้นตรง

การทำปริมาณวิเคราะห์ใด ๆ ต้องทราบถึงช่วงความเข้มข้นของสารที่ให้กราฟมาตรฐาน เป็นเส้นตรง เพื่อนำไปใช้ในการเปรียบเทียบหาปริมาณสารที่สนใจทำการวิเคราะห์ ในการทดลอง นี้ได้ใช้สารละลายมาตรฐาน Zn ในช่วงความเข้มข้น 0 - 12.0 ppm ใช้สภาวะในการทดลองที่ เหมาะสมดังแสดงในตาราง 3.24 และได้ผลการทดลองดังตาราง 3.26 และรูป 3.35

ตาราง 3.26 ผลการศึกษาช่วงที่เป็นเส้นตรง

[Zn] (ppm)	ขนาดสัญญาณ (cm) ครั้งที่				ขนาดสัญญาณ (mV)
	1	2	3	เฉลี่ย	
0.20	0.40	0.40	0.40	0.40	0.80
0.30	0.90	0.90	0.90	0.90	1.80
0.40	1.35	1.35	1.40	1.36	2.72
0.60	2.10	2.12	2.15	2.12	4.24
0.80	2.80	2.80	2.80	2.80	5.60
1.00	3.45	3.45	3.45	3.45	6.90
1.20	3.90	3.98	3.95	3.94	7.88
1.40	4.35	4.35	4.35	4.35	8.70
1.60	4.55	4.60	4.55	4.57	9.14
2.00	4.95	5.05	5.00	5.00	10.00
3.00	5.52	5.60	5.50	5.55	11.10
4.00	5.80	5.80	5.80	5.80	11.60
6.00	6.15	6.15	6.15	6.15	12.30
8.00	6.35	6.35	6.35	6.35	13.10
10.00	6.55	6.55	6.55	6.55	13.10
12.00	6.60	6.60	6.60	6.60	13.20



รูป 3.35 ความสัมพันธ์ระหว่างขนาดสัญญาณ (mV) กับความเข้มข้นของ Zn (ppm)

จากการศึกษาช่วงที่เป็นเส้นตรงของสารละลาย Zn ในช่วงความเข้มข้น 0.20 - 12.00 ppm พบว่ามีช่วงที่ให้กราฟเป็นเส้นตรงคือในช่วงความเข้มข้น 0.20 - 1.00 ppm (ดูรูป 3.35)

2) การศึกษาความแม่นยำในการวิเคราะห์

ความแม่นยำในการวิเคราะห์แบ่งออกได้เป็น ความแม่นยำของเครื่องมือที่ใช้ และความแม่นยำของเทคนิคที่ใช้ในการวิเคราะห์ ซึ่งในการทดลองได้ศึกษาถึงความแม่นยำทั้งสองแบบ

2.1) ความแม่นยำของเครื่องมือที่ใช้

การศึกษาความแม่นยำของเครื่องมือที่ใช้ทำได้โดยใช้สารละลายที่เตรียมขึ้นมาชุดเดียวกัน และ ใช้สภาวะในการทดลองเหมือนกัน ทำการทดลองซ้ำกันหลาย ๆ ครั้ง ในการทดลองใช้สารละลายมาตรฐาน Zn ความเข้มข้น 1.0 ppm นำมาฉีดเข้าสู่ระบบเอฟ ไอ เอ ที่สร้างขึ้นซ้ำกัน 11 ครั้ง ได้ผลการทดลองดังตาราง 3.27

ตาราง 3.27 ผลการศึกษาความแม่นยำของเครื่องมือที่ใช้ในการวิเคราะห์

ครั้งที่	ขนาดสัญญาณ	
	cm	mV
1	3.30	6.60
2	3.25	6.50
3	3.18	6.36
4	3.30	6.60
5	3.20	6.40
6	3.20	6.40
7	3.25	6.50
8	3.20	6.40
9	3.20	6.40
10	3.25	6.50
11	3.30	6.60
\bar{X}	6.48 mV	
S.D	0.09 mV	
%R.S.D	1.39 %	

จากผลการทดลองในตาราง 3.28 เมื่อฉีดสารละลายมาตรฐาน Zn เข้มข้น 1.0 ppm เข้าสู่ระบบเอฟ ไอ เอ ที่จัดสร้างขึ้นซ้ำกัน 11 ครั้ง พบว่าขนาดสัญญาณที่ได้มีค่าเฉลี่ยเท่ากับ 6.48 mV มีค่าความเบี่ยงเบนเท่ากับ ± 0.09 mV และ ความเบี่ยงเบนมาตรฐานสัมพัทธ์ (%RSD) เท่ากับ 1.39 % ดังนั้น กล่าวได้ว่าเครื่องมือที่สร้างขึ้นนี้มีความแม่นยำในการวิเคราะห์สูง

2.2 การศึกษาความแม่นยำของเทคนิคที่ใช้ในการวิเคราะห์

การศึกษาความแม่นยำของเทคนิคที่ใช้ในการวิเคราะห์ เป็นการศึกษาถึงความแม่นยำของผู้ทำการทดลอง และ เทคนิคต่าง ๆ ที่ใช้ในการทดลองว่า มีความแม่นยำเพียงใด วิธีการศึกษาทำได้โดยเตรียมสารละลายมาตรฐาน Zn เข้มข้น 1.0 ppm จำนวน 12 ตัวอย่าง แล้วนำเข้าสู่ระบบเอฟ ไอ เอ ที่จัดสร้างขึ้น ได้ผลการทดลองดังแสดงในตาราง 3.28

ตาราง 3.28 ผลการศึกษาความแม่นยำของเทคนิคที่ใช้ในการวิเคราะห์

ตัวอย่างที่	ขนาดสัญญาณ (cm) ครั้งที่				ขนาดสัญญาณ (mV)
	1	2	3	เฉลี่ย	
1	3.30	3.30	3.28	3.29	6.58
2	3.15	3.20	3.15	3.17	6.34
3	3.25	3.25	3.25	3.25	6.50
4	3.25	3.22	3.20	3.22	6.44
5	3.30	3.25	3.25	3.27	6.54
6	3.18	3.20	3.20	3.19	6.38
7	3.20	3.20	3.20	3.20	6.40
8	3.10	3.25	3.18	3.18	6.36
9	3.15	3.25	3.25	3.22	6.44
10	3.20	3.15	3.20	3.18	6.36
11	3.25	3.30	3.25	3.27	6.54
12	3.25	3.25	3.25	3.25	6.50
\bar{X}	6.45				
S.D	0.08 mV				
% R.S.D	1.24 %				

จากผลการทดลอง พบว่า เทคนิคที่ใช้วิเคราะห์ ให้สัญญาณของสารละลายมาตรฐาน Zn เข้มข้น 1.0 ppm มีค่าเฉลี่ยเท่ากับ 6.45 mV ค่าความเบี่ยงเบนมาตรฐานเท่ากับ ± 0.08 mV และค่าความเบี่ยงเบนมาตรฐานสัมพัทธ์ (%RSD) เท่ากับ 1.24 % ดังนั้น กล่าวได้ว่าเทคนิคที่ใช้ในการวิเคราะห์มีความแม่นยำทางเทคนิคในการวิเคราะห์ค่อนข้างสูง

3) การศึกษาปริมาณต่ำสุดที่สามารถตรวจพบ (detection limit)

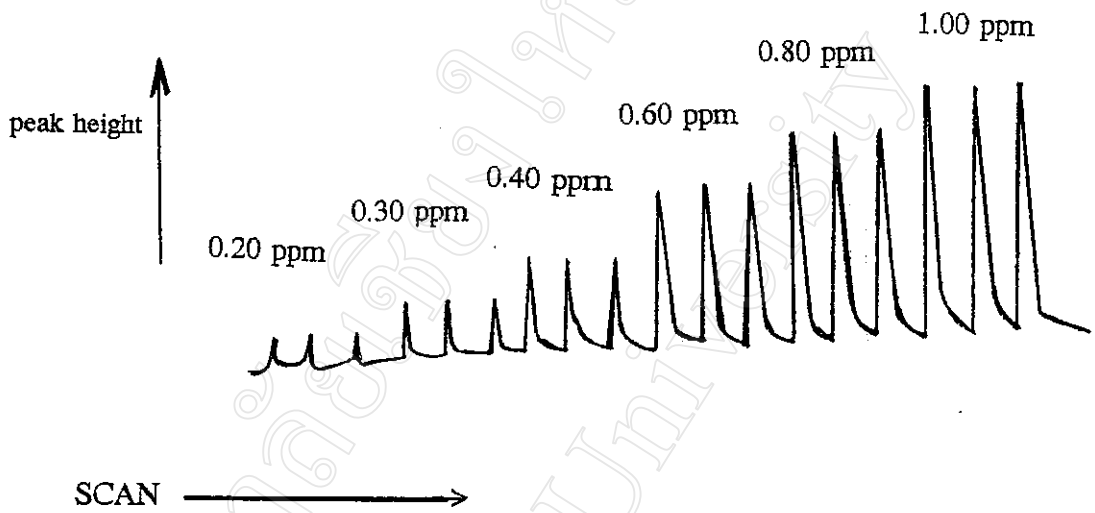
โดยปกติแล้วปริมาณต่ำสุดที่สามารถตรวจพบ หรือ ขีดจำกัดของการวิเคราะห์ (detection limit) หมายถึง ระดับต่ำสุดของสารที่ต้องการวิเคราะห์ที่ให้สัญญาณออกมาเป็น 2-3 เท่าของค่าความเบี่ยงเบนมาตรฐานของแบลนด์ (blank) [44] แต่เนื่องจากวิธีเอฟ ไอ เอ ที่ศึกษานี้ใช้สารละลายรีเอเจนต์ที่มีสีเหลืองอ่อน เมื่อนิดแบลนด์เข้าสู่ระบบจะให้สัญญาณที่ติดลบ (negative peak) ดังนั้นในการศึกษาปริมาณต่ำสุดที่สามารถตรวจพบ หรือ ขีดจำกัดของการวิเคราะห์ โดยวิธีเอฟ ไอ เอ ที่ศึกษานี้จะดูผลจากการนิตสารละลายมาตรฐาน Zn(II) ที่ความเข้มข้นระดับต่างๆ เข้าไปในระบบ แล้วให้สัญญาณปรากฏที่เป็นพีก (peak) และสามารถมองเห็นได้ ซึ่งจากผลการทดลองพบว่าที่ระดับความเข้มข้นของ Zn (II) 0.1 ppm จะไม่ปรากฏพีก และ ความเข้มข้นระดับต่ำสุดของสารละลาย Zn(II) ที่ปรากฏพีกคือ 0.20 ppm โดยให้ขนาดสัญญาณมีค่าเท่ากับ 0.40 cm หรือ 0.80 mV ดังนั้นในการทดลองนี้จึงอนุมานให้ปริมาณต่ำสุดที่สามารถตรวจพบของการวิเคราะห์ Zn(II) มีค่าเท่ากับ 0.20 ppm.

4) การทำกราฟเทียบมาตรฐาน (Calibration graph) และความไว (sensitivity) ของวิธีในการวิเคราะห์

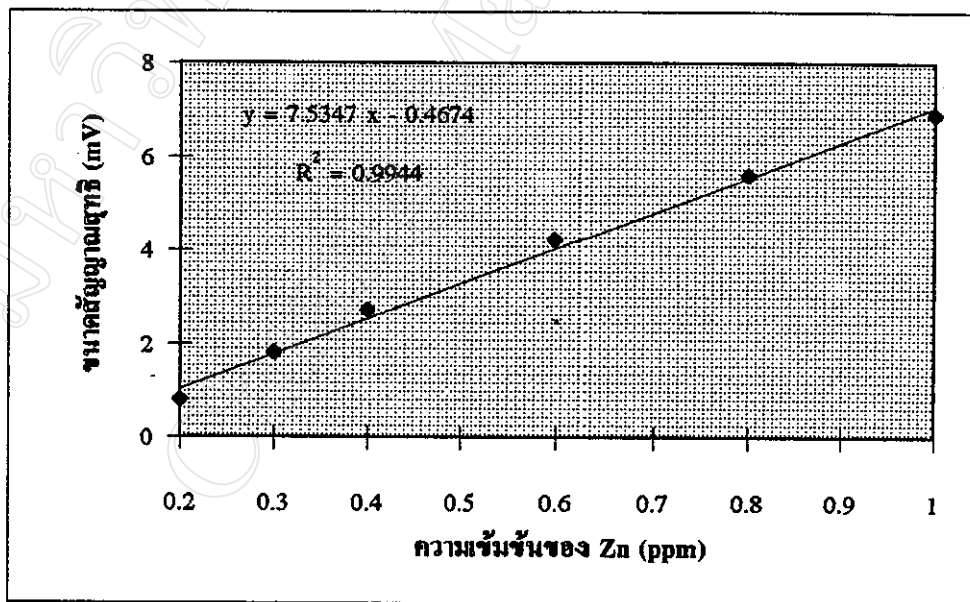
จากสถานะการทดลองที่เหมาะสมในตาราง 3.24 นำมาใช้เป็นสถานะที่เหมาะสมในการสร้างกราฟมาตรฐาน โดยใช้สารละลายมาตรฐาน Zn ความเข้มข้น 0.2 -1.0 ppm ได้ผลการทดลองดังแสดงในตาราง 3.29 และรูป 3.36 - 3.37

ตาราง 3.29 ผลการศึกษากราฟเทียบมาตรฐานของสารละลาย Zn (II)

[Zn] (ppm)	ขนาดสัญญาณ (cm) ครั้งที่				ขนาดสัญญาณ (mV)
	1	2	3	เฉลี่ย	
0.20	0.40	0.40	0.40	0.40	0.80
0.30	0.90	0.90	0.90	0.90	1.80
0.40	1.35	1.40	1.35	1.36	2.72
0.60	2.10	2.12	2.15	2.12	4.24
0.80	2.80	2.80	2.80	2.80	5.60
1.00	3.45	3.45	3.45	3.45	6.90



รูป 3.36 ลักษณะพีกที่ได้จากการใช้สารละลาย Zn เข้มข้น 0.2 - 1.0 ppm



รูป 3.37 Calibration graph ที่ใช้ในการวิเคราะห์สังกะสี [Zn(II)]

จากผลการทดลอง ได้กราฟเทียบมาตรฐานของสารละลาย Zn (II) ที่มีความสัมพันธ์เชิงเส้นตรงดังสมการ $Y = -0.467 + 7.535 X$

โดยที่ Y คือ สัญญาณที่ได้จากการทดลองในหน่วย mV

X คือ ความเข้มข้นของ Zn (II) ในหน่วย ppm

และจากสมการมีค่า correlation coefficient (r) เท่ากับ 0.997 โดยมีค่าความไวในการวิเคราะห์ซึ่งนิยามในเทอมของค่าความชันของกราฟมาตรฐานมีค่าเท่ากับ 7.53 mV/ppm

5) การศึกษาความถูกต้องของวิธีการที่พัฒนาขึ้น

ได้ทำการทดลองหาร้อยละของการกลับคืน (% recovery) ของ Zn ซึ่งทำได้โดยใช้วิธี standard addition โดยนำน้ำตัวอย่างจากน้ำแม่กวง (K 1) ใส่ในขวดวัดปริมาตรขนาด 25 ml จำนวน 6 ขวด ๆ ละ 10 ml โดยแต่ละขวดเติมสารละลายมาตรฐาน Zn ลงไปในปริมาณที่ได้ความเข้มข้น 0- 1.00 ppm แล้วปรับปริมาตรด้วยน้ำกลั่นปราศจากไอออน นำสารละลายที่เตรียมไปวิเคราะห์หาร้อยละของการกลับคืน โดยใช้สภาวะในการทดลองดังตาราง 3.24 ได้ผลการทดลองดังแสดงในตาราง 3.30 - 3.31

ตาราง 3.30 ผลการศึกษาความถูกต้องโดยการหาร้อยละของการกลับคืน (% recovery)

ความเข้มข้นของ Zn (ppm)	ขนาดสัญญาณสุทธิ (mV)	
	standard Zn	standard + sample
0	-	0.50
0.40	2.50	2.80
0.60	4.00	4.10
0.80	5.16	5.30
1.00	6.20	6.40

ตาราง 3.31 การหาร้อยละของการกลับคืน (% recovery) เมื่อใช้น้ำตัวอย่าง K 1

Zn ที่เติม(ppm)	Zn จากกราฟ (ppm)	Zn ที่พบ (ppm)	% recovery
0	0.053	-	-
0.40	0.428	0.375	93.75
0.60	0.640	0.587	97.83
0.80	0.836	0.783	97.88
1.00	1.016	0.963	96.30
\bar{X}		96.44	
S.D		1.94	
% R.S.D		2.01 %	

จากผลการทดลองที่ได้ทำการศึกษาความถูกต้องของวิธีการวิเคราะห์ Zn ในน้ำตัวอย่างจากแม่น้ำกวัง (K1) พบว่า ได้ค่าเฉลี่ยร้อยละของการกลับคืนเท่ากับ 96.44 มีค่าความเบี่ยงเบนมาตรฐานเท่ากับ ± 1.94 และค่าความเบี่ยงเบนมาตรฐานสัมพัทธ์เท่ากับ 2.01 จากค่าร้อยละของการกลับคืนที่ได้เท่ากับ 96.44 ± 1.94 แสดงให้เห็นว่า วิธีการที่พัฒนาขึ้นมาให้ผลการทดลองที่มีความถูกต้องสูงในตัวอย่างที่เลือกมาทำการวิเคราะห์

6) การวิเคราะห์หาปริมาณสังกะสี (Zn) ในตัวอย่าง

ได้นำวิธี เอฟ ไอ เอ ที่สร้างขึ้น ประยุกต์ใช้สำหรับวิเคราะห์หาปริมาณ Zn (II) ในน้ำตัวอย่างที่เก็บจาก แม่น้ำกวัง และ แม่น้ำปิง (เก็บตัวอย่าง เดือน สิงหาคม 2538) โดยใช้สภาวะที่เหมาะสมในการทดลองดังตาราง 3.24 โดยก่อนทำการวิเคราะห์ได้เตรียมน้ำตัวอย่างให้มีสภาวะที่เหมาะสมดังวิธีที่แสดงไว้ในภาคผนวก (6) และ หาปริมาณ Zn ได้จากการเปรียบเทียบกราฟมาตรฐานในรูป 3.37 ได้ผลการทดลองดังแสดงในตาราง 3.32 - 3.33

ตาราง 9.32 ผลการวิเคราะห์ปริมาณสังกะสีในน้ำตัวอย่างโดยวิธี FLA เทียบกับวิธี AAS

น้ำตัวอย่าง	ความเข้มข้นของ Zn ที่พบ (ppm)	
	FLA *	AAS
K1	0.049	0.052
K3	0.019	0.016
K4	0.011	0.013
K6	0.020	0.014
P1	0.024	0.016
P2	0.034	0.021
P3	0.018	0.020
W1	0.107	0.097
W2	0.079	0.089
W3	0.025	0.022
W4	0.028	0.031

หมายเหตุ :- * เป็นค่าเฉลี่ยที่ได้จากการทดลอง 3 ครั้ง

K 1-K 6 = น้ำตัวอย่างที่เก็บจากแม่น้ำกวัง

P 1 -P 3 = น้ำตัวอย่างที่เก็บจากแม่น้ำปิง

W1 -W4 = น้ำตัวอย่างที่เก็บจากการนิคมอุตสาหกรรมภาคเหนือ (จ.ลำพูน)

ตาราง 3.33 ผลการศึกษาค่าความแตกต่างระหว่างวิธี FIA เทียบกับวิธี AAS

นำตัวอย่าง	FIA	AAS	D i
K 1	0.049	0.052	-3.0×10^{-3}
K 3	0.019	0.016	-3.0×10^{-3}
K 4	0.011	0.013	-2.0×10^{-3}
K 6	0.020	0.014	6.0×10^{-3}
P 1	0.024	0.016	8.0×10^{-3}
P 2	0.034	0.021	0.013
P 3	0.018	0.020	-2.0×10^{-3}
W 1	0.107	0.097	0.01
W 2	0.079	0.089	-0.01
W 3	0.025	0.022	3.0×10^{-3}
W 4	0.028	0.031	-3.0×10^{-3}
\bar{D}		2.10×10^{-3}	
S.D		6.82×10^{-3}	
t		1.02	

จากผลการทดลอง พบว่า การวิเคราะห์หาปริมาณ Zn โดยระบบ เอฟ ไอ เอ สามารถใช้วิเคราะห์หาปริมาณสังกะสีในตัวอย่างน้ำได้ในช่วงความเข้มข้น 0.011 - 0.107 ppm เมื่อเปรียบเทียบผลกับการวิเคราะห์โดยวิธี AAS พบว่า ข้อมูลที่ได้มีค่าใกล้เคียงกัน และ เมื่อทำการทดสอบความแตกต่างระหว่างข้อมูลทั้งสองชุด โดยใช้วิธี t - test (ดูตาราง 3.34) พบว่าได้ค่า t จากการคำนวณเท่ากับ 1.02 ซึ่งเมื่อเปรียบเทียบกับค่า t ในตาราง t-test (ดูภาคผนวก) ที่ระดับความเชื่อมั่น 95 % พบว่าค่า t จากการคำนวณมีค่าน้อยกว่าค่า t ที่ได้จากรายการ ดังนั้นจึงสรุปได้ว่าการทดลองทั้งสองวิธีให้ผลการทดลองที่ไม่แตกต่างกัน