

บทที่ 5

สรุป อภิปรายผลการทดลองและข้อเสนอแนะ

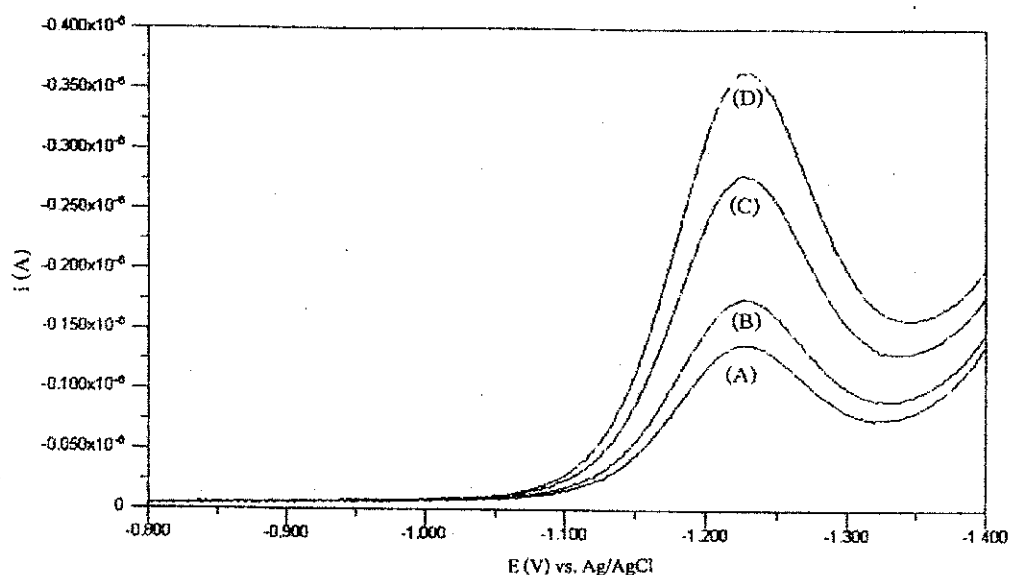
สรุปและอภิปรายผลการทดลอง

1. การหาสภาวะที่เหมาะสมในการวิเคราะห์ จากการหาสภาวะที่เหมาะสมในการวิเคราะห์โครเมียม (VI) เข้มข้น 1 ไมโครกรัมต่อลิตร พบว่าใช้สารละลายโซเดียมอะซิเตต บัฟเฟอร์ เข้มข้น 2 โมลต่อลิตรที่ pH 6.0 จำนวน 0.10 มิลลิตร สารละลายโซเดียมไนเตรดเข้มข้น 5 โมลต่อลิตร จำนวน 1.00 มิลลิตร และสารละลายไดเอทิลีนไดอะมีนเพนตะอะซิติก แอซิดเข้มข้น 0.25 โมลต่อลิตร จำนวน 0.10 มิลลิตร พบว่าในการขึ้นการทำให้โพสิชันนั้นค่าศักย์ไฟฟ้าที่ -1.0 โวลต์ vs Ag/AgCl จะให้ค่าพื้นที่พีค (กระแส) สูงสุด ซึ่งตามทฤษฎีศักย์ไฟฟ้าที่ใช้ในการดิโพสิชัน (E_d) สามารถหาได้จากค่าศักย์ครึ่งคลื่น ($E_{1/2}$) โดยทั่วไปจะเลือกมากกว่าค่า $E_{1/2}$ ประมาณ 100 – 200 มิลลิโวลต์ ซึ่งศักย์ที่เลือกต้องมีความเฉพาะเจาะจง (selectivity) กับไอออนที่ต้องการวิเคราะห์ และในกรณีที่ปฏิกิริยาที่ผันกลับได้ (reversible) ค่า $E_{1/2}$ มีค่าเกือบเท่ากับค่าศักย์ไฟฟ้ามาตรฐาน (E°) ของไอออนที่ต้องการวิเคราะห์ แต่ทั้งนี้ยังขึ้นอยู่กับปัจจัยอื่น ๆ ด้วย เช่น อิเล็กโทรไลต์ช่วย และค่า pH เป็นต้น (Riley & Watson, 1987)

ในการวิเคราะห์หาปริมาณโครเมียม (VI) เทคนิคที่ใช้เป็นเทคนิคอะนอดิกสตรIPPING แออดซอร์พทีฟ แคโทดิก สทริปปิง โวลแทมเมตรี ตามทฤษฎีบทที่ 2 มีกลไกการเกิดสารเชิงซ้อนเป็นแบบกรณีทั่วไป (สมการ 1 และ 2) และจากภาพที่ 4 มีอยู่ 2 ขั้นตอนคือขั้น adsorptive accumulation และขั้น cathodic stripping ในการขึ้น adsorptive accumulation หรือขั้นดิโพสิชันนั่นเอง เป็นการให้ศักย์ที่คงที่ เพื่อเกิดการเกาะติดของสารที่ขั้วไฟฟ้าทำงาน ซึ่งในกรณีนี้สารประกอบเชิงซ้อนของโครเมียม (III) กับ DTPA เกิดการดูดซับที่ขั้วไฟฟ้าทำงานนั่นเอง ส่วนในขั้น cathodic stripping โดยทั่วไป Wave Form มักจะใช้ดิฟเฟอเรนเชียล พัลส์ (DP mode) แต่ในงานวิจัยนี้ใช้สแควร์ เวฟ (SW mode) เนื่องจากเทคนิคแออดซอร์พทีฟ แคโทดิก สทริปปิง โวลแทมเมตรี ในขั้นดิโพสิชันจะเกิดที่ monomolecular layer ของพื้นผิวขั้วไฟฟ้า ดังนั้นกระแสรีดักชัน (reduction current) ไม่ขึ้นอยู่กับ diffusion of reactive species ซึ่งกระแสรีดักชันเป็นสัดส่วนโดยตรงกับ Scan rate ด้วยเหตุนี้จึงเป็นข้อดีของเทคนิคสแควร์ เวฟ ที่สามารถใช้ค่าความถี่สูง ๆ ได้ ซึ่งเป็นการลดความกว้างของ potential step และสอดคล้องกับงานวิจัยของแวน เดน เบิร์ก (Van den berg, 1991) โดยสรุป

จากงานวิจัยนี้ขั้น cathodic stripping จะมีค่าตัวแปรต่าง ๆ ที่เหมาะสมดังนี้ ค่า Step potential เท่ากับ 2.55 มิลลิโวลต์ ค่า modulation amplitude เท่ากับ 49.95 มิลลิโวลต์ หรือประมาณ 50 มิลลิโวลต์ และค่าความถี่เท่ากับ 100 เฮิร์ตซ์ สแกนศักย์ไปทางลบที่ - 0.8 ถึง - 1.4 โวลต์ ซึ่งสภาวะที่เหมาะสมแสดงดังตาราง 27 และเมื่อใช้สภาวะนี้วิเคราะห์สารละลายมาตรฐานโครเมียม (VI) เข้มข้น 2 ไมโครกรัมต่อลิตร พิคขึ้นที่ตำแหน่ง -1.22 ± 0.05 โวลต์ แสดงโวลแทมโมแกรม ได้ดังภาพที่ 17 ตารางที่ 27 สรุปสภาวะที่เหมาะสมในการวิเคราะห์โครเมียม (VI)

Parameter	Condition
Mode	SW
Pretreatment	
Purge time (s)	30
Condition potential (V)	0
Duration (s)	0
Deposition potential (V)	-1.0
Duration (s)	20
Equilibration	0
Measurement	
Frequency (8 – 2000Hz)	100
Potentials	
Initial potential (V)	- 0.8
End potential (V)	-1.4
Step potential (mV)	2.55
Amplitude (mV)	49.95
Standby potential (V)	0



ภาพที่ 17 ตัวอย่างโวลแทมโมแกรมของสารละลายมาตรฐานโครเมียม (VI) เข้มข้น 2 ไมโครกรัม ต่อลิตร พิกซ์ที่ตำแหน่ง -1.22 ± 0.05 โวลต์ ใช้ศักย์ไฟฟ้า deposit ที่ -1.0 โวลต์ เวลา นาน 20 วินาที

- (A) พิกซ์ของสารละลายมาตรฐาน โครเมียม (VI) 2 ไมโครกรัมต่อลิตร
- (B) พิกซ์ของสารละลายมาตรฐาน โครเมียม (VI) 100 ไมโครกรัมต่อลิตร จำนวน 0.1 มิลลิลิตรที่เติมเพิ่มในเซลล์
- (C) พิกซ์ของสารละลายมาตรฐาน โครเมียม (VI) 100 ไมโครกรัมต่อลิตร จำนวน 0.3 มิลลิลิตรที่เติมเพิ่มในเซลล์
- (D) พิกซ์ของสารละลายมาตรฐาน โครเมียม (VI) 100 ไมโครกรัมต่อลิตร จำนวน 0.5 มิลลิลิตรที่เติมเพิ่มในเซลล์

2. การศึกษาผลของ pH และความเข้มข้นของสารละลายบัฟเฟอร์, ลิแกนด์ และคะตะ- ลิสต์ จากการศึกษพบว่าใช้สารละลายมีความเข้มข้นสุดท้ายในเซลล์ที่เหมาะสมดังนี้ สารละลาย โซเดียมอะซิเตดบัฟเฟอร์ pH 6.0 เข้มข้น 0.02 โมลต่อลิตร , สารละลาย DTPA เข้มข้น 25×10^{-3} โมลต่อลิตร และสารละลายโซเดียมไนเตรด เข้มข้น 0.5 โมลต่อลิตร ซึ่งสอดคล้องกับงานวิจัยของ เบาสส์มาร์ท (Boussemart et al., 1992) ที่วิเคราะห์โครเมียมในน้ำจืดกล่าวว่าที่ pH นี้ สารประกอบเชิงซ้อนของโครเมียม (III) กับ DTPA เกิดมากที่สุด (ดังภาพที่ 28 ในภาคผนวก) และมีความเสถียรมากที่สุด โดย ionized form อยู่ในรูป DTPAH_2 ส่วนในการวิเคราะห์น้ำทะเล pH ที่เหมาะสมใน

การวิเคราะห์จะต่ำเมื่อเทียบกับการวิเคราะห์โครเมียมในน้ำจืด ทั้งนี้เนื่องจากในน้ำทะเลมีไอออนบวกที่แข่งขันกับโครเมียมในการเกิดสารประกอบเชิงซ้อนกับ DTPA ซึ่งได้แก่ แมกนีเซียม และแคลเซียม (Dobney & Greenway, 1994) แต่ในการทดลองนี้ได้ใช้ Strong acid exchanger cation Type I ในการกำจัดไอออนบวกที่รบกวนเหล่านี้ (คุณสมบัติแสดงดังตาราง 28 ภาคผนวก) จึงทำให้สามารถวิเคราะห์โครเมียมในน้ำทะเล และน้ำจืดได้ที่ pH เดียวกัน

3. การหาความเที่ยง (precision) และขีดจำกัดในการวิเคราะห์ (detection limit) ของโครเมียม (VI) การหาความเที่ยง โดยหาค่าเบี่ยงเบนมาตรฐานสัมพัทธ์ของสารละลายมาตรฐานโครเมียม (VI) เข้มข้น 2 ไมโครกรัมต่อลิตรเท่ากับ 3.342 % (ทำการวิเคราะห์ซ้ำ 11 ครั้ง) และการหาค่าขีดจำกัดการวิเคราะห์โครเมียม (VI) ใช้ศักย์ไฟฟ้าที่ -1.0 โวลต์ vs Ag/AgCl ในการ deposit เวลานาน 60 วินาที พบว่าขีดจำกัดการวิเคราะห์โครเมียม (VI) เท่ากับ 0.0250 ไมโครกรัมต่อลิตร (ทำการวิเคราะห์ซ้ำ 5 ครั้ง)

4. การหาช่วงความเข้มข้นเป็นเส้นตรงในการวิเคราะห์โครเมียม (VI) ใช้ ศักย์ไฟฟ้าที่ -1.0 โวลต์ vs Ag/AgCl ในการ deposit นาน 20 วินาที พบว่าช่วงความเข้มข้นเป็นเส้นตรงในการวิเคราะห์โครเมียม (VI) ถึง 2.609 ไมโครกรัมต่อลิตร และใช้ ศักย์ไฟฟ้าที่ -1.0 โวลต์ vs Ag/AgCl ในการ deposit เป็นเวลา 60 วินาที พบว่าช่วงความเข้มข้นเป็นเส้นตรงในการวิเคราะห์โครเมียม (VI) ถึง 3.030 ไมโครกรัมต่อลิตร เมื่อเปรียบเทียบกับการศึกษาของเบาสส์มาร์ท (Boussemart et al., 1992) พบว่ามีช่วงความเข้มข้นเป็นเส้นตรงถึง 20 นาโนโมลาร์ ใช้ศักย์ไฟฟ้าที่ -1.0 โวลต์ vs Ag/AgCl ในการ deposit นาน 60 วินาที โดยสรุปว่าการเกิด non - linear มีสาเหตุจากการอิ่มตัวของสารประกอบเชิงซ้อนโครเมียมกับ DTPA ที่ดูดซับอยู่บนพื้นผิวของหยดปรอท (HMDE)

5. การศึกษาสารรบกวนต่อการวิเคราะห์ เบาสส์มาร์ท พบว่า ไม่มีการรบกวนของโคบอลต์ (5 นาโนโมลาร์) นิกเกิล (50 นาโนโมลาร์) สังกะสี (100 นาโนโมลาร์) แมงกานีส (II) (100 นาโนโมลาร์) แต่มีการรบกวนของ เหล็ก (II) (10 ไมโครโมลาร์) ในการวิเคราะห์โครเมียม (VI) ที่ความเข้มข้น 10 นาโนโมลาร์ งานวิจัยนี้จึงศึกษาสารรบกวนของไอออนแต่ละตัวที่ความเข้มข้นต่าง ๆ กัน ดังนี้ ไอออนของแมกนีเซียมเข้มข้น 500, 1,000, 1,500 และ 2,000 มิลลิกรัมต่อลิตร ไอออนของโคบอลต์เข้มข้น 1, 2, 3 และ 150 ไมโครกรัมต่อลิตร ไอออนของนิกเกิลเข้มข้น 10, 20, 30, 100 และ 500 ไมโครกรัมต่อลิตร ไอออนของสังกะสีเข้มข้น 20, 30, 100 และ 300 ไมโครกรัมต่อลิตร ไอออนของแมงกานีสเข้มข้น 20, 30, 100 และ 300 ไมโครกรัมต่อลิตร ไอออนของคอปเปอร์เข้มข้น 100, 300, 500 ไมโครกรัมต่อลิตร ไอออนของเหล็ก (III) เข้มข้น 100 และ 500 ไมโครกรัมต่อลิตร จากตาราง 16 ในบทที่ 4 พบว่าแนวโน้มของค่ากระแสเฉลี่ยมีค่าลดลงเมื่อมีไอออนของแมกนีเซียมเข้มข้น 500, 1,000, 1,500 และ 2,000 มิลลิกรัมต่อลิตร ซึ่งมีผลทำให้สภาพ

ไวในการวิเคราะห์หาปริมาณโครเมียม (VI) เข้มข้น 2 ไมโครกรัมต่อลิตรก็ลดลงด้วย และไอออนที่มีผลรบกวนต่อการวิเคราะห์หาปริมาณโครเมียม (VI) เข้มข้น 2 ไมโครกรัมต่อลิตรอีกตัวคือไอออนของเหล็กที่ความเข้มข้น 100 และ 500 ไมโครกรัมต่อลิตร ทั้งนี้มีสาเหตุเนื่องมาจากไอออนของแมกนีเซียมและเหล็กมีการแข่งขันกับโครเมียม (III) ในการเกิดสารประกอบเชิงซ้อนกับ DTPA (Boussemart et al. , 1992)

นอกจากนี้ได้ศึกษาสารรบกวนของไอออนผสมที่ความเข้มข้นต่าง ๆ กัน ดังนี้ ไอออนของโคบอลต์ นิกเกิล สังกะสี แมงกานีส เข้มข้น 150, 150, 100, 100 ไมโครกรัมต่อลิตร และ 300, 300, 200, 200 ไมโครกรัมต่อลิตรตามลำดับ พบว่าไอออนของสารผสมปริมาณดังกล่าวไม่มีผลรบกวนต่อการวิเคราะห์หาปริมาณโครเมียม (VI) เข้มข้น 2 ไมโครกรัมต่อลิตร

6. การเตรียมตัวอย่าง ทำการศึกษาโดยการกำจัดไอออนของสารรบกวน ด้วยเรซิน (Ion exchanger I) ซึ่งจากข้อมูลปริมาณไอออนต่าง ๆ ในน้ำทะเลทั่วไป (ตาราง 29 ในภาคผนวก) พบว่ามีปริมาณแมกนีเซียมไอออน 1,280 มิลลิกรัมต่อลิตร และข้อมูลงานวิจัยนี้จากตาราง 16 ในบทที่ 4 พบว่าปริมาณไอออนของแมกนีเซียม 1,000 มิลลิกรัมต่อลิตรขึ้นไปจะมีผลรบกวนต่อการวิเคราะห์โครเมียม (VI) จึงศึกษาหาจำนวนกรัมของเรซิน (Ion exchanger I) ที่ใช้กำจัดแมกนีเซียมไอออนเข้มข้น 1,000 มิลลิกรัมต่อลิตรในการวิเคราะห์ปริมาณโครเมียม (VI) เข้มข้น 1 ไมโครกรัมต่อลิตร โดยการหาร้อยละการกลับคืน พบว่าการใช้เรซินจำนวน 5 กรัมในการกำจัดแมกนีเซียมไอออนมีค่าร้อยละการกลับคืนมากที่สุด โดยมีค่าเท่ากับ 88.8 %

งานวิจัยนี้สนใจวิเคราะห์เฉพาะโครเมียม (VI) ในตัวอย่างน้ำจากแหล่งต่าง ๆ เพราะโครเมียม (VI) เป็นพิษต่อร่างกายและพบในปริมาณที่มากกว่า (Wang, Askley, & Marlow, 1999) ถ้าเปรียบเทียบกับวิธีวิเคราะห์นี้กับวิธีของเบาส์มาร์ท (Boussemart et al., 1992) ในขั้นการเตรียมตัวอย่างไม่ต้องผ่านการย่อยสลายด้วยยูวี (UV digestion) เพื่อลดการรบกวนของสารอินทรีย์ และโครเมียม (III) ถู้ออกซิไดส์ เป็นโครเมียม (VI) ซึ่งใช้เวลานานถึง 4 ชั่วโมง และจากเอกสารอ้างอิงวิธีวิเคราะห์ส่วนใหญ่จะประยุกต์วิธีวิเคราะห์โครเมียม (VI) ในตัวอย่างน้ำจืด เช่น น้ำใต้ดิน น้ำแร่ แต่งานวิจัยนี้สามารถวิเคราะห์ในตัวอย่างน้ำทะเลและตัวอย่างน้ำทิ้งได้ด้วย กล่าวคือสามารถวิเคราะห์โครเมียม (VI) ในตัวอย่างน้ำจืด ตัวอย่างน้ำทะเลและตัวอย่างน้ำทิ้งที่มีไอออนบวกต่าง ๆ ารบกวน เช่น Na^+ NH_4^+ K^+ Be^{2+} Mg^{2+} Ca^{2+} Sr^{2+} Ba^{2+} Mn^{2+} Zn^{2+} Co^{2+} Cd^{2+} Cu^{2+} Ni^{2+} Pb^{2+} Cr^{3+} โดยเฉพาะแมกนีเซียมไอออน ซึ่งจะกำจัดสารรบกวนดังกล่าวโดยการแยกผ่านคอลัมน์แก้วที่บรรจุ Ion exchanger I (strong acid cation exchanger) สำหรับการรบกวนที่เกิดจากไอออนของเหล็กนั้นเนื่องจากในตัวอย่างน้ำทะเลมีไอออนของเหล็กน้อย (ตาราง 29 ภาคผนวก) ทำให้ไม่มีผลการรบกวนต่อการวิเคราะห์โครเมียม (VI) ในตัวอย่างน้ำทะเล

7. การวิเคราะห์โครเมียม (VI) ในตัวอย่างน้ำจากแหล่งต่าง ๆ พบว่ามีค่าความเข้มข้นอยู่ในช่วง 0.128 ± 0.017 ถึง 7.345 ± 0.491 ไมโครกรัมต่อลิตร

สรุปงานวิจัยนี้สามารถวิเคราะห์โครเมียม (VI) ปริมาณน้อยในตัวอย่างน้ำจากแหล่งต่าง ๆ ได้ โดยการกำจัดสารรบกวนด้วย Ion exchanger I (Strong acid cation exchange) ก่อนนำไปวิเคราะห์ปริมาณโครเมียม (VI) ด้วยวิธีอะตอมิซิง แอตมอซอร์ปทีฟ แคลโทดิก สทรีปปีง โวลแทมเมตรีต่อไป

ข้อเสนอแนะ

1. ควรทำการ speciation โครเมียม(III) และ โครเมียม(VI) ในตัวอย่างน้ำจากแหล่งต่าง ๆ
2. ศึกษาวิธีการกำจัดสารรบกวนที่เกิดจากไฮดรอกไซด์ของเหล็ก ในกรณีที่น้ำไฮดรอกไซด์มีค่ามากกว่า 0.1 มิลลิกรัมต่อลิตร
3. ควรเปรียบเทียบวิธีวิเคราะห์กับวิธีอื่น เช่น AAS , ICP เป็นต้น