

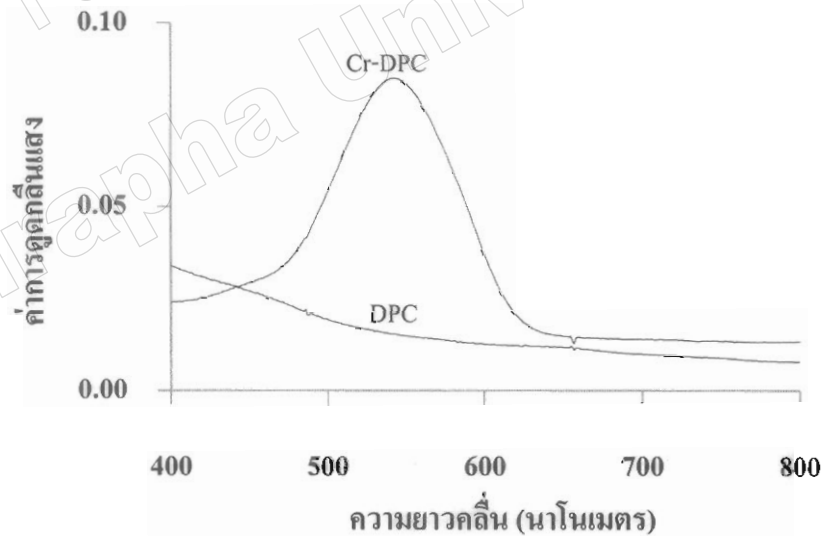
## บทที่ 4

### ผลการทดลอง

#### 4.1 การหาสภาวะที่เหมาะสมของสารเชิงซ้อนที่เกิดจาก Cr(VI) กับ DPC

##### 4.1.1 ความยาวคลื่นที่ให้ค่าการดูดกลืนแสงสูงสุดในการเกิดสารเชิงซ้อน Cr(VI) กับ DPC

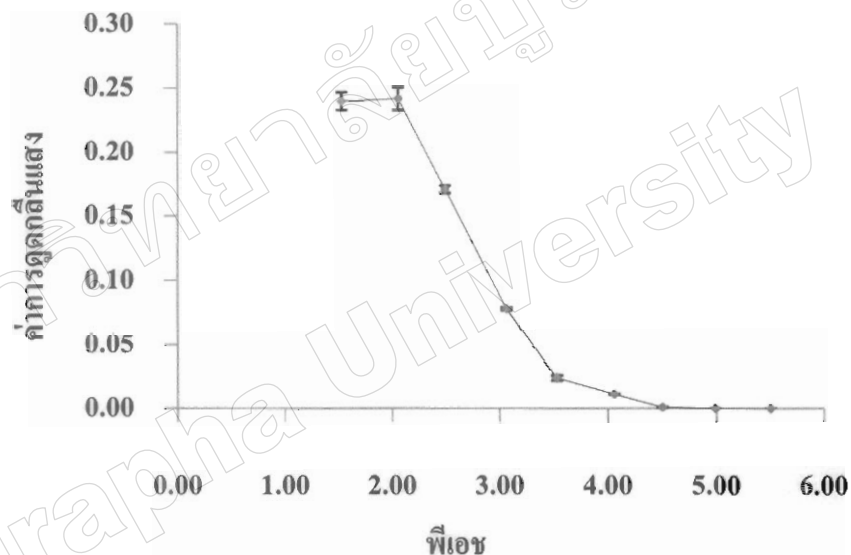
ผลการศึกษาความยาวคลื่นสูงสุดในการเกิดสารเชิงซ้อน Cr-DPC โดยศึกษาในช่วง 200-800 นาโนเมตร โดยเตรียมสารละลายมาตรฐาน Cr(VI) 0.08 มิลลิกรัมต่อลิตร และเลือกใช้ 1,5-ไดฟีนิลคาร์บาไซด์ (DPC) 0.0025% (w/v) โดยเกิดเป็นสารเชิงซ้อนสีม่วงของ Cr-DPC ให้ค่าการดูดกลืนแสงสูงสุดที่ความยาวคลื่น 540 นาโนเมตร และเมื่อไม่มี Cr(VI) สารละลายไม่มีสีและไม่มีการดูดกลืนแสงที่ความยาวคลื่น 540 นาโนเมตร ดังภาพที่ 4-1 ดังนั้นจึงเลือกความยาวคลื่น 540 นาโนเมตร เป็นสภาวะที่เหมาะสม



ภาพที่ 4-1 ค่าการดูดกลืนแสงของสารเชิงซ้อน Cr-DPC ที่ความยาวคลื่น 400-800 นาโนเมตร: Cr(VI) 0.08 มิลลิกรัมต่อลิตร, DPC 0.0025% (w/v), ฟอสเฟตบัฟเฟอร์ (พีเอช 1.50) 0.1 โมลต่อลิตร

#### 4.1.2 ความเป็นกรดเบสของสารละลาย (พีเอช)

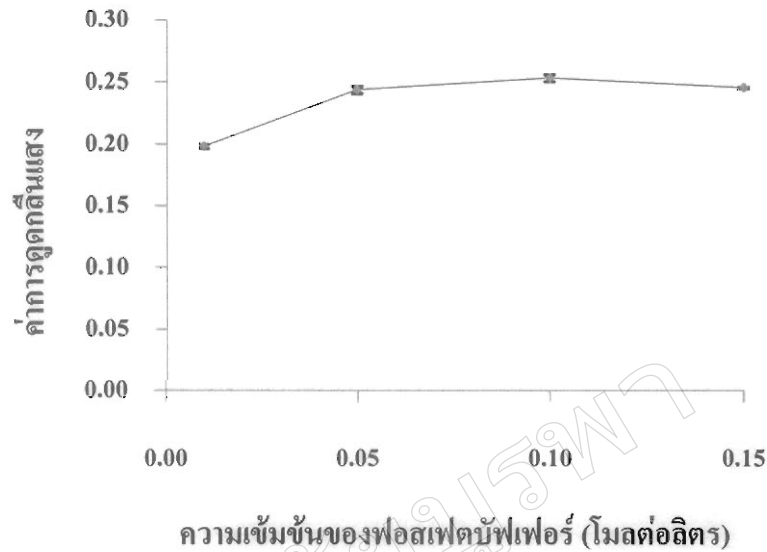
ผลการศึกษาการเกิดสารเชิงซ้อน Cr-DPC ในสารละลายฟอสเฟตบัฟเฟอร์ ความเข้มข้น 0.1 โมลต่อลิตร ศึกษาที่พีเอช 1.5-12 โดยวัดค่าการดูดกลืนแสงที่ความยาวคลื่น 540 นาโนเมตร หลังจากเกิดปฏิกิริยาของสารเชิงซ้อน Cr-DPC ในสภาวะที่เป็นกรดให้สารละลายสีม่วง จึงทำการศึกษาพีเอชที่ให้ค่าการดูดกลืนแสงสูงสุด พบว่าที่พีเอช 1.5-2.0 ให้ค่าการดูดกลืนแสงสูงสุด ซึ่งเมื่อพีเอชสูงกว่า 2.0 ค่าการดูดกลืนแสงลดลงอย่างมีนัยสำคัญ ที่พีเอชสูงกว่า 4.5 ให้ค่าการดูดกลืนแสงเป็นศูนย์ ดังภาพที่ 4-2 ดังนั้นจึงเลือกพีเอช 1.5 เป็นสภาวะที่เหมาะสม เนื่องจากให้ค่าการดูดกลืนแสงที่สูง



ภาพที่ 4-2 ค่าการดูดกลืนแสงของสารเชิงซ้อน Cr-DPC: Cr(VI) 1 มิลลิกรัมต่อลิตร, DPC 0.0025% (w/v), ฟอสเฟตบัฟเฟอร์ 0.1 โมลต่อลิตร (n = 3)

#### 4.1.3 ความเข้มข้นของสารละลายบัฟเฟอร์

ผลการศึกษาความเข้มข้นของสารละลายฟอสเฟตบัฟเฟอร์ในช่วง 0.01-0.15 โมลต่อลิตร จากภาพที่ 4-3 พบว่าที่ความเข้มข้นของสารละลายฟอสเฟตบัฟเฟอร์ 0.05-0.15 โมลต่อลิตร ให้ค่าการดูดกลืนแสงสูงสุดและคงที่ จึงเลือกสารละลายฟอสเฟตบัฟเฟอร์ที่ความเข้มข้น 0.10 โมลต่อลิตร เป็นสภาวะที่เหมาะสม



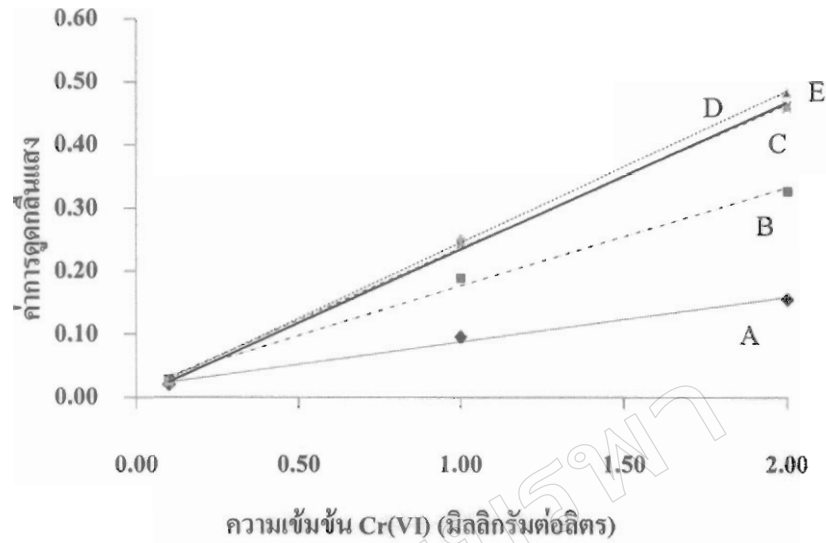
ภาพที่ 4-3 ความสัมพันธ์ระหว่างความเข้มข้นของฟอสเฟตบัฟเฟอร์กับค่าการดูดกลืนแสงของสารเชิงซ้อน Cr-DPC: Cr(VI) 1 มิลลิกรัมต่อลิตร, DPC 0.0025% (w/v), พีเอช 1.53 (n = 3)

#### 4.1.4 ความเข้มข้นของดิแกนด์ (DPC)

ผลการศึกษาความเข้มข้นของ DPC ในช่วง 0.0005–0.0100% (w/v) โดยการวัดค่าการดูดกลืนแสงแล้วเปรียบเทียบกับสภาพไวในการตรวจวัด จากภาพที่ 4-4 พบว่า DPC 0.0025% (w/v) ให้สภาพไวในการตรวจวัดสูงสุด สำหรับความเข้มข้นของ DPC น้อยกว่า 0.0025% (w/v) มีสภาพไวในการตรวจวัดต่ำกว่า 0.0025% (w/v) และสภาพไวในการตรวจวัดไม่แตกต่างกันอย่างมีนัยสำคัญที่ความเข้มข้นมากกว่า 0.0025% (w/v) ดังภาพที่ 4-5 จึงเลือก DPC 0.0025% (w/v) เป็นสภาวะที่เหมาะสม

#### 4.1.5 เวลาในการเกิดสารเชิงซ้อน (Reaction time)

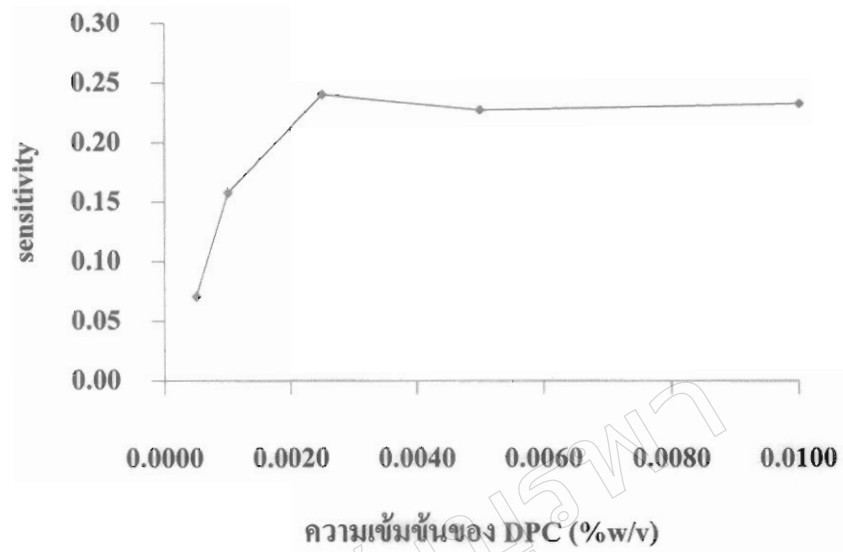
ผลการศึกษาเวลาในการเกิดปฏิกิริยาของ Cr(VI) กับ DPC เกิดเป็นสารเชิงซ้อน Cr-DPC ที่เวลา 10 วินาที ถึง 90 นาที พบว่าเมื่อเวลาเพิ่มขึ้นสีม่วงของสารเชิงซ้อน Cr-DPC ในชั้นน้ำเข้มข้นเช่นเดียวกับค่าการดูดกลืนแสงที่เพิ่มขึ้นอย่างต่อเนื่องและสูงสุดที่เวลา 35 นาที และคงที่จนถึงเวลา 90 นาที ดังภาพที่ 4-6 จึงเลือกเวลา 35 นาทีในการเกิดสารเชิงซ้อนเป็นสภาวะที่เหมาะสม เนื่องจากสารเชิงซ้อนเกิดสมบูรณ์แล้ว



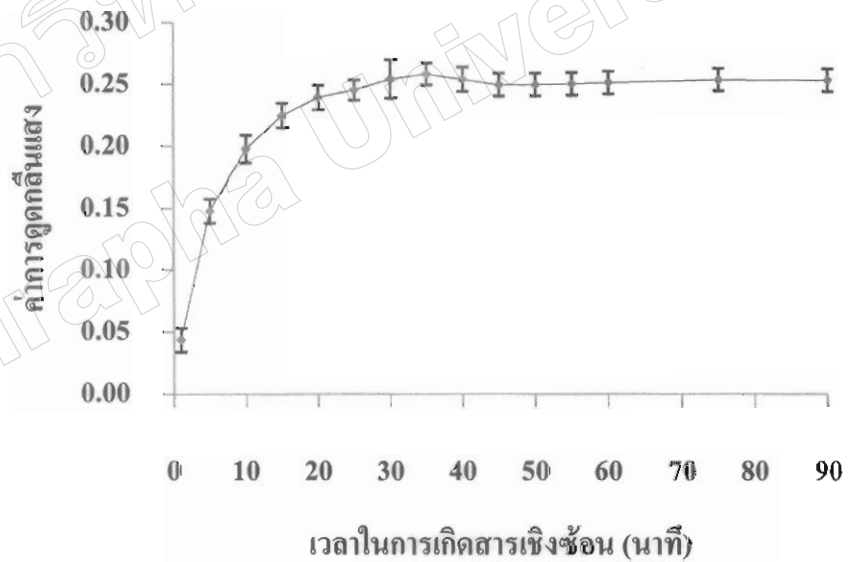
ภาพที่ 4-4 ความสัมพันธ์ระหว่างความเข้มข้นของ Cr(VI) กับค่าการดูดกลืนแสงของสารเชิงซ้อน Cr-DPC: Cr(VI) 0.1-2 มิลลิกรัมต่อลิตร, DPC 0.0005–0.01% (w/v), พีเอช 1.53, ฟอสเฟตบัฟเฟอร์ (พีเอช 1.5) 0.10 โมลต่อลิตร (n=3) เมื่อ A, B, C และ D คือ ความเข้มข้นของ DPC 0.0005, 0.0010, 0.0025, 0.0050 และ 0.0100% (w/v) ตามลำดับ

ตารางที่ 4-1 สมการเส้นตรง ความชันและสัมประสิทธิ์สหสัมพันธ์ที่ความเข้มข้นต่าง ๆ ของ DPC

เส้นกราฟ	DPC (%w/v)	สมการเส้นตรง	slope	R <sup>2</sup>
A	0.0005	Y = 0.0707x + 0.0171	0.0707	0.9905
B	0.0010	Y = 0.1577x + 0.0190	0.1577	0.9946
C	0.0025	Y = 0.2407x + 0.0043	0.2407	0.9996
D	0.0050	Y = 0.2277x + 0.0084	0.2277	0.9983
E	0.0100	Y = 0.2330x + 0.0012	0.2330	0.9990



ภาพที่ 4-5 สภาพไวในการตรวจวัดของสารเชิงซ้อน Cr-DPC ตามสภาวะจากภาพที่ 4-4



ภาพที่ 4-6 ความสัมพันธ์ระหว่างเวลากับค่าการดูดกลืนแสงของสารเชิงซ้อน Cr-DPC: Cr(VI) 1 มิลลิกรัมต่อลิตร, DPC 0.0025% (w/v), พีเอช 1.53, ฟอสเฟตบัพเฟอร์ 0.1 โมลต่อลิตร (n = 3)

## ตารางที่ 4-2 ปัจจัยและสภาวะที่เหมาะสมในการเกิดสารเชิงซ้อน

ปัจจัยที่ศึกษา	สภาวะที่เหมาะสม
ความยาวคลื่นสูงสุดในการเกิดสารเชิงซ้อน Cr-DPC	540 นาโนเมตร
ความเป็นกรดเบสของสารละลาย (พีเอช)	1.5-2
ความเข้มข้นของสารละลายบัฟเฟอร์	0.1 โมลต่อลิตร
ความเข้มข้นของ DPC	0.0025% (w/v)
เวลาในการเกิดสารเชิงซ้อน	มากกว่า 35 นาที

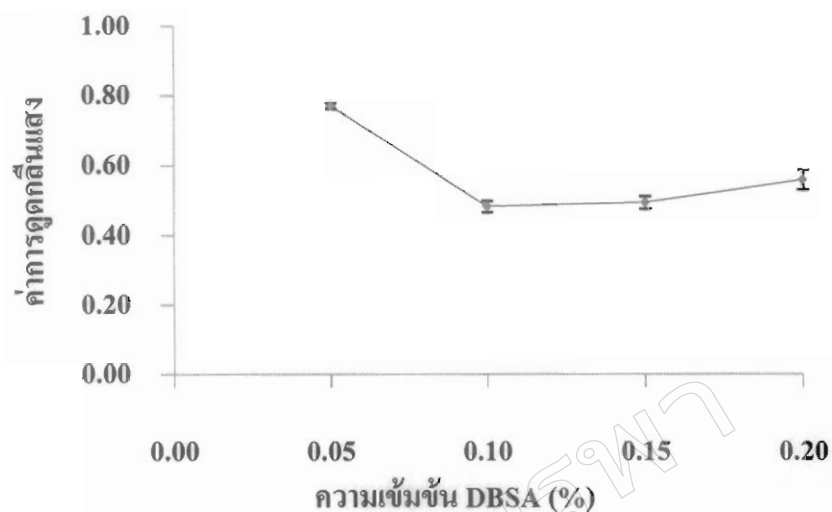
### 4.2 การหาสภาวะที่เหมาะสมของเทคนิคการสกัดด้วยตัวทำละลายของเหลวแบบแพร่กระจาย (Dispersive Liquid-Liquid Microextraction, DLLME)

#### 4.2.1 ความเข้มข้นของ ion pair reagent

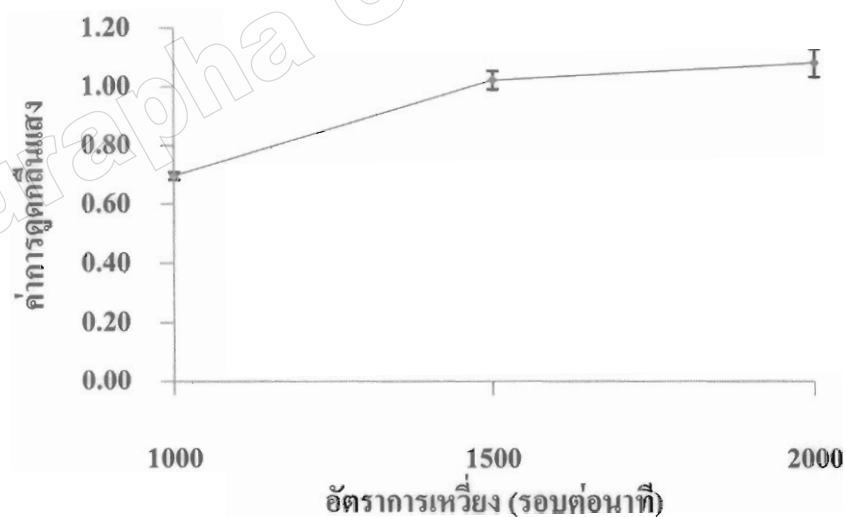
ผลการศึกษาความเข้มข้นของ ion pair reagent สำหรับสกัดสารเชิงซ้อน Cr-DPC ที่ละลายในชั้นน้ำให้เข้ามาอยู่ในชั้น ไดคลอโรมีเทน เลือก DBSA เป็น ion pair reagent ละลายในไดคลอโรมีเทนและทำการสกัดสารเชิงซ้อน Cr-DPC จากภาพที่ 4-7 พบว่าการสกัดสารเชิงซ้อน Cr-DPC ที่ความเข้มข้นของ DBSA 0.05% (w/v) สารละลายที่สกัดได้ในชั้นไดคลอโรมีเทนมีความใสและให้ค่าการดูดกลืนแสงสูงสุด เมื่อความเข้มข้นของ DBSA สูงขึ้น สารละลายที่สกัดได้มีลักษณะขุ่นและค่าการดูดกลืนแสงต่ำ จึงเลือกความเข้มข้น DBSA 0.0500% (w/v) เป็นสภาวะที่เหมาะสม เนื่องจากให้ค่าการดูดกลืนแสงสูงสุดและค่า enrichment factor สูงสุด คือ  $47.22 \pm 0.58$

#### 4.2.2 อัตราเร็วในการเหวี่ยง (Centrifugation rate)

ผลการศึกษาอัตราเร็วในการเหวี่ยงสารเชิงซ้อนเพื่อแยกชั้นน้ำกับไดคลอโรมีเทนที่อัตราเร็ว 1000-3000 รอบต่อนาที เป็นเวลา 10 นาที พบว่าการเหวี่ยงที่อัตราเร็วสูงทำให้การแยกชั้นของน้ำกับไดคลอโรมีเทนดีขึ้น สำหรับการเหวี่ยงที่อัตราเร็วสูงกว่า 2000 รอบต่อนาที ขวดแก้วฝาปิดแบบบางที่ใช้ใส่สารเชิงซ้อนเพื่อนำไปเหวี่ยงแตก การเหวี่ยงที่อัตราเร็วต่ำกว่า 2000 รอบต่อนาที ค่าการดูดกลืนแสงต่ำ โดยที่ค่าการดูดกลืนแสงสูงสุดที่อัตราเร็วในการเหวี่ยง 2000 รอบต่อนาที ดังภาพที่ 4-8 จึงเลือกอัตราเร็วในการเหวี่ยง 2000 รอบต่อนาทีเป็นสภาวะที่เหมาะสม เนื่องจากให้ค่าการดูดกลืนแสงสูงสุดและค่า enrichment factor สูงสุด คือ  $35.60 \pm 1.60$



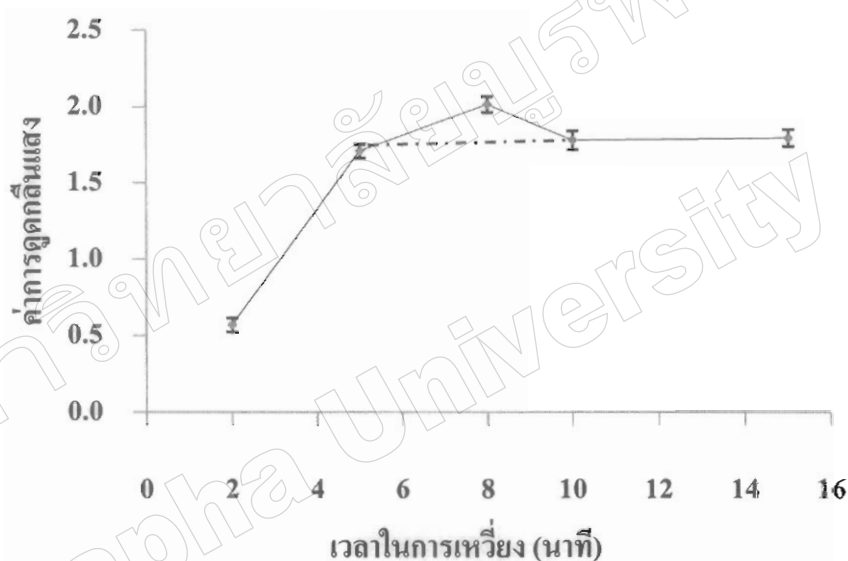
ภาพที่ 4-7 ความสัมพันธ์ระหว่างความเข้มข้นของ DBSA กับค่าการดูดกลืนแสงในสภาวะที่เหมาะสมของการเกิดสารเชิงซ้อน Cr-DPC: Cr(VI) 0.1 มิลลิกรัมต่อลิตร, NaCl 25% (w/v), ปริมาตรสกัด 500 ไมโครลิตร, อัตราเร็วในการเหวี่ยง 1000 รอบต่อนาที เป็นเวลา 10 นาที (n = 3)



ภาพที่ 4-8 ความสัมพันธ์ระหว่างอัตราเร็วในการเหวี่ยงกับค่าการดูดกลืนแสงในสภาวะที่เหมาะสมของการเกิดสารเชิงซ้อน Cr-DPC: Cr(VI) 0.1 มิลลิกรัมต่อลิตร, NaCl 25% (w/v), DBSA 0.05% (w/v) ใน  $\text{CH}_2\text{Cl}_2$  ปริมาตรสกัด 500 ไมโครลิตร, เวลาในการเหวี่ยง 10 นาที (n = 3)

#### 4.2.3 เวลาในการเหวี่ยง (Centrifugation time)

ผลการศึกษาเวลาในการเหวี่ยงสารเชิงซ้อน Cr-DPC โดยการเหวี่ยงสารเชิงซ้อนด้วยเครื่องเหวี่ยงอัตราเร็วสูง พบว่าเวลาในการเหวี่ยงนานขึ้นสารละลายที่ได้มีความใสขึ้นและให้ค่าการดูดกลืนแสงสูง สำหรับการเหวี่ยงที่เวลาน้อยสารละลายที่ได้ขุ่น ให้ค่าการดูดกลืนแสงต่ำหลังจากศึกษาเวลาในการเหวี่ยง 2-15 นาที ค่าการดูดกลืนแสงคงที่เมื่อทำการเหวี่ยงสารเชิงซ้อนมากกว่า 5 นาที และค่าการดูดกลืนแสงสูงสุดที่เวลา 8 นาที ดังภาพที่ 4-9 จึงเลือกเวลา 8 นาที เป็นสภาวะที่เหมาะสม เนื่องจากให้ค่าการดูดกลืนแสงสูงสุดและค่า enrichment factor สูงสุด คือ  $87.00 \pm 2.39$



ภาพที่ 4-9 ความสัมพันธ์ระหว่างเวลาในการเหวี่ยงกับค่าการดูดกลืนแสงในสภาวะที่เหมาะสมของการเกิดสารเชิงซ้อน Cr-DPC: Cr(VI) 0.1 มิลลิกรัมต่อลิตร, NaCl 25% (w/v), DBSA 0.05% (w/v) ใน  $\text{CH}_2\text{Cl}_2$  ปริมาตรสกัด 500 ไมโครลิตร, อัตราเร็วในการเหวี่ยง 2000 รอบต่อนาที ( $n = 3$ )

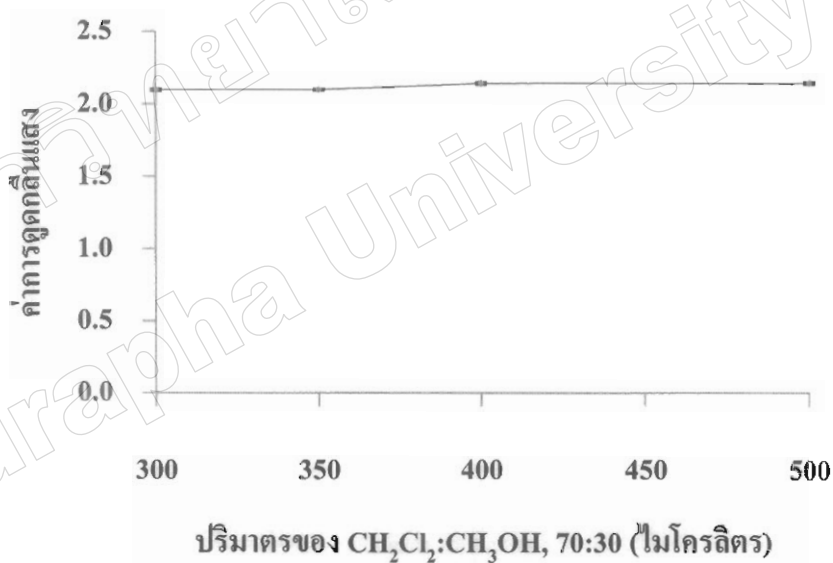
#### 4.2.4 ชนิดของตัวทำละลายในการสกัด (Extraction solvent)

ผลการศึกษาชนิดของตัวทำละลายในการสกัดสารเชิงซ้อน Cr-DPC โดย DBSA จากการทดลอง พบว่า DBSA ละลายได้ดีในไดคลอโรมีเทน ไม่ละลายในเฮกเซนและโทลูอีน จึงเลือกไดคลอโรมีเทนเป็นตัวทำละลายในการสกัด



#### 4.2.5 ปริมาตรของสารละลายผสมไดคลอโรมีเทนกับเมทานอล

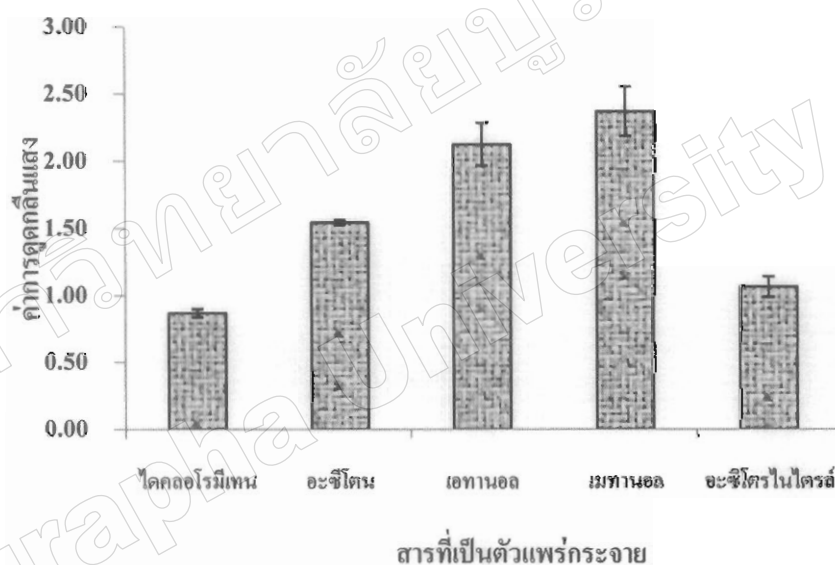
ในการศึกษานี้ได้ผสมตัวทำละลายที่ใช้ในการสกัด (ไดคลอโรมีเทน) และตัวแพร่กระจายในอัตราส่วน 70:30 ซึ่งมี DBSA 0.05% (w/v) แล้วฉีดสารละลายผสมไดคลอโรมีเทนกับเมทานอลปริมาตร 50-500 ไมโครลิตร ซึ่งมีไดคลอโรมีเทนคิดเป็น 35-350 ไมโครลิตร พบว่าปริมาตรตัวทำละลายผสม 50-100 ไมโครลิตร ไม่สามารถแยกไดคลอโรมีเทนออกจากชั้นน้ำได้ สำหรับปริมาตรตัวทำละลายผสม 150-250 ไมโครลิตร สามารถแยกไดคลอโรมีเทนออกจากชั้นน้ำได้ 10-40 ไมโครลิตร และที่ปริมาตร 300-500 ไมโครลิตร แยกไดคลอโรมีเทนออกจากชั้นน้ำได้ 150-250 ไมโครลิตร เมื่อนำไปวัดค่าการดูดกลืนแสง ค่าการดูดกลืนแสงที่ได้ไม่แตกต่างกันอย่างมีนัยสำคัญที่ปริมาตรสกัด 300-500 ไมโครลิตร ดังภาพที่ 4-10 จึงเลือกปริมาตรตัวทำละลายผสม 500 ไมโครลิตร เป็นสภาวะที่เหมาะสม



ภาพที่ 4-10 ความสัมพันธ์ระหว่างปริมาตร  $\text{CH}_2\text{Cl}_2:\text{CH}_3\text{OH}$  (70:30) กับค่าการดูดกลืนแสงในสภาวะที่เหมาะสมของการเกิดสารเชิงซ้อน Cr-DPC: Cr(VI) 0.1 มิลลิกรัมต่อลิตร, NaCl 25% (w/v), DBSA 0.05% (w/v) ใน  $\text{CH}_2\text{Cl}_2:\text{CH}_3\text{OH}$  (70:30), อัตราเร็วในการเหยียง 2000 รอบต่อนาที เป็นเวลา 8 นาที ( $n = 3$ )

#### 4.2.6 ชนิดของสารที่เป็นตัวแพร่กระจาย (Disperser solvent)

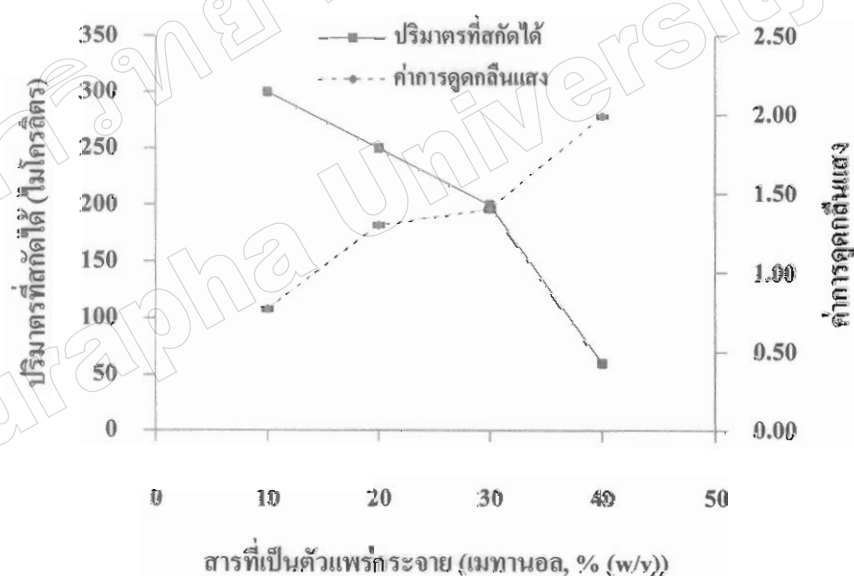
ผลการศึกษาการเติมชนิดของสารที่เป็นตัวแพร่กระจายลงไปในสารสกัดสารเชิงซ้อน Cr-DPC ที่อยู่ในชั้นที่มีขี้ของน้ำให้เข้าสู่ชั้นที่ไม่มีขี้ของไดคლოโรมีเทน ด้วยการศึกษาตัวทำละลายอินทรีย์ชนิดต่าง ๆ ได้แก่ ไดคโลโรมีเทน อะซีโตน อะซีโตรไนไตรล์ เอทานอลและเมทานอล โดยผสมกับไดคโลโรมีเทนซึ่งเป็นตัวทำละลายในการสกัด จากภาพที่ 4-11 พบว่าการเติมตัวทำละลายข้างต้นยกเว้นไดคโลโรมีเทนลงไปที่ค่าการดูดกลืนแสงเพิ่มขึ้น สำหรับเมทานอลให้ค่าการดูดกลืนแสงสูงสุด จึงเลือกเมทานอลเป็นตัวแพร่กระจายที่เหมาะสม เนื่องจากให้ค่าการดูดกลืนแสงสูงสุดและค่า enrichment factor สูงสุด คือ  $102.84 \pm 8.21$



ภาพที่ 4-11 ความสัมพันธ์ระหว่างสารที่เป็นตัวแพร่กระจายกับค่าการดูดกลืนแสงในสภาวะที่เหมาะสมของการเกิดสารเชิงซ้อน Cr-DPC: Cr(VI) 0.1 มิลลิกรัมต่อลิตร, NaCl 25% (w/v), DBSA 0.05% (w/v) สารที่เป็นตัวแพร่กระจาย 30% (v/v) ปริมาตรสกัด 500 ไมโครลิตร, อัตราเร็วในการเหวี่ยง 2000 รอบต่อนาที เป็นเวลา 8 นาที ( $n = 3$ )

#### 4.2.7 อัตราส่วนของสารที่เป็นตัวแพร่กระจาย (Disperser solvent)

ผลการศึกษาอัตราส่วนของสารที่เป็นตัวแพร่กระจาย คือ เมทานอล ในการสกัดสารเชิงซ้อน Cr-DPC โดยการเตรียมเมทานอลผสมลงไปในไดคลอโรมีเทนซึ่งเป็นตัวสกัดที่อัตราส่วนต่าง ๆ ลึกลงไปในชั้นน้ำที่มีสารเชิงซ้อนสีม่วงของ Cr-DPC จากภาพที่ 4-12 พบว่าที่อัตราส่วนของเมทานอลสูงค่าการดูดกลืนแสงที่วัดได้สูง แต่ที่อัตราส่วนของเมทานอลมากกว่า 40% (v/v) ทำให้ปริมาตรที่สกัดได้ต่ำจนไม่สามารถนำสารเชิงซ้อนไปวัดค่าการดูดกลืนแสงได้ จึงเลือกอัตราส่วนของเมทานอล 30% (w/v) เป็นสภาวะที่เหมาะสม เนื่องจากให้ค่าการดูดกลืนแสงสูงสุดและค่า enrichment factor สูงสุด คือ  $57.70 \pm 0.50$  โดยการเติมที่อัตราส่วนของเมทานอลมากกว่า 50% สารละลายผสมไดคลอโรมีเทนกับเมทานอลที่มี DBSA เริ่มขุ่น จึงไม่สามารถศึกษาอัตราส่วนของเมทานอลที่มากกว่า 40% ได้ แต่จากการทดลองพบว่า การเติมเมทานอลที่อัตราส่วน 40% ชั้นน้ำของสารละลายยังคงมีสีม่วงซึ่งเป็นสีของสารเชิงซ้อน Cr-DPC



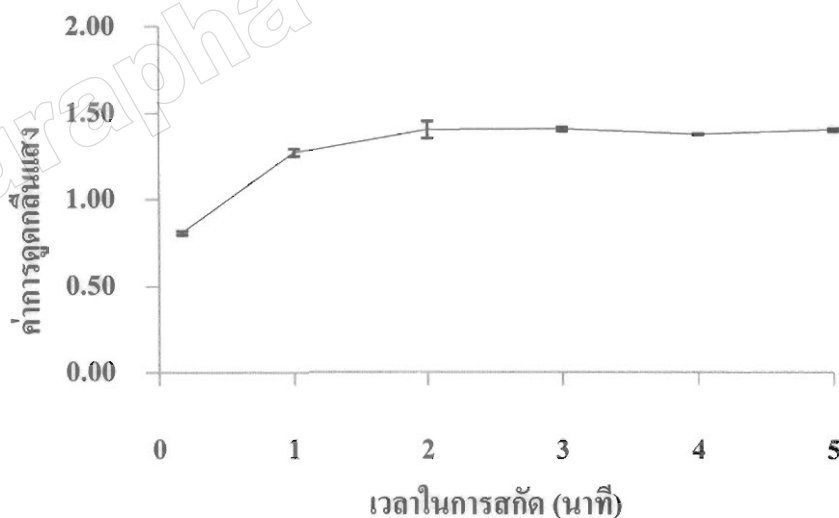
ภาพที่ 4-12 ความสัมพันธ์ระหว่างปริมาตรของสารที่เป็นตัวแพร่กระจายกับค่าการดูดกลืนแสงในสภาวะที่เหมาะสมของการเกิดสารเชิงซ้อน Cr-DPC: Cr(VI) 0.1 มิลลิกรัมต่อลิตร, NaCl 25% (w/v), DBSA 0.05% (w/v) ใน  $\text{CH}_2\text{Cl}_2:\text{CH}_3\text{OH}$ , อัตราเร็วในการเหยียด 2000 รอบต่อนาที เป็นเวลา 8 นาที ( $n = 3$ )

#### 4.2.8 เวลาในการสกัด (Extraction time)

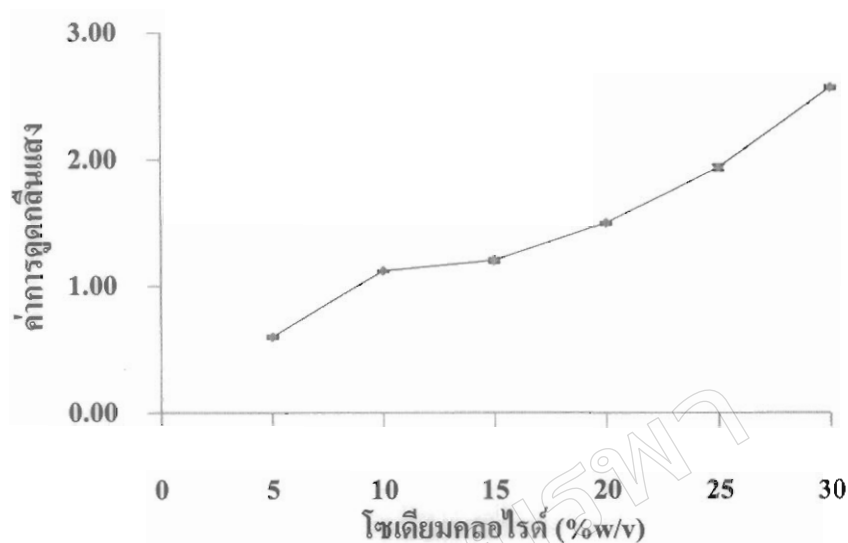
ผลการศึกษาเวลาในการสกัดสารเชิงซ้อน Cr-DPC โดยการเขย่าสารเชิงซ้อนก่อนนำไปเหวี่ยงโดยเขย่าสารละลาย 10 วินาที ถึง 5 นาที จากภาพที่ 4-13 พบว่าการเขย่าทำให้สารเชิงซ้อนมีลักษณะคล้ายหมอกมากขึ้น เมื่อทำการเขย่าสารเชิงซ้อนน้อยกว่า 2 นาที ให้ค่าการดูดกลืนแสงต่ำกว่าการเขย่าที่เวลามากกว่า 2 นาที และคงที่จนถึง 5 นาที จึงเลือกเวลา 3 นาที เป็นสถานะที่เหมาะสม เนื่องจากให้ค่าการดูดกลืนแสงสูงสุดและค่า enrichment factor สูงสุด คือ  $132.72 \pm 4.67$

#### 4.2.9 การเติมเกลือ (Effect of salting out)

ผลการศึกษาการเติมโซเดียมคลอไรด์ ที่ความเข้มข้น 0-30% (w/v) ลงไปในสารเชิงซ้อนสีม่วงของ Cr-DPC จากภาพที่ 4-14 พบว่าค่าการดูดกลืนแสงเพิ่มขึ้นเมื่อความเข้มข้นของโซเดียมคลอไรด์เพิ่มขึ้น ในการศึกษาที่ความเข้มข้นของโซเดียมคลอไรด์สูงสุดที่ 30% (w/v) เพราะเมื่อเติมโซเดียมคลอไรด์สูงกว่านี้ โซเดียมคลอไรด์ไม่ละลายน้ำและจะตกตะกอนที่ก้นขวดแก้วฝาปิดซึ่งทำให้ยากต่อการดูดสารเชิงซ้อน Cr-DPC ที่ตกลงก้นขวด เพราะสารละลายที่สกัดได้จะแทรกอยู่ได้ชั้นของโซเดียมคลอไรด์ที่เป็นของแข็ง จึงเลือกการเติมโซเดียมคลอไรด์ 30% (w/v) เป็นสถานะที่เหมาะสม เนื่องจากให้ค่าการดูดกลืนแสงสูงสุดและค่า enrichment factor สูงสุด คือ  $86.29 \pm 0.35$



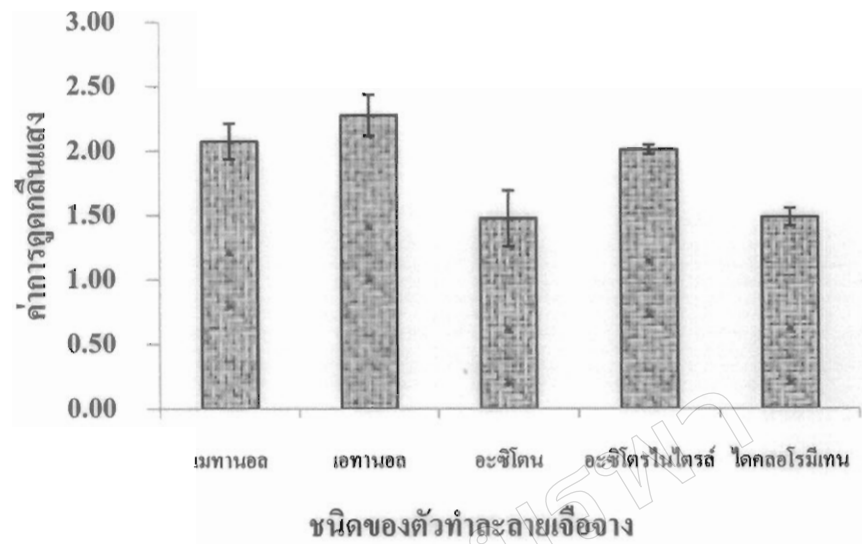
ภาพที่ 4-13 ความสัมพันธ์ระหว่างเวลาในการสกัดกับค่าการดูดกลืนแสงในสถานะที่เหมาะสมของการเกิดสารเชิงซ้อน Cr-DPC: Cr(VI) 0.1 มิลลิกรัมต่อลิตร, NaCl 25% (w/v), DBSA 0.05% (w/v) ใน  $\text{CH}_2\text{Cl}_2:\text{CH}_3\text{OH}$  (70:30) ปริมาตรสกัด 500 ไมโครลิตร, อัตราเร็วในการเหวี่ยง 2000 รอบต่อนาที เป็นเวลา 8 นาที ( $n = 3$ )



ภาพที่ 4-14 ความสัมพันธ์ระหว่างความเข้มข้นของโซเดียมคลอไรด์กับค่าการดูดกลืนแสง ในสภาวะที่เหมาะสมของการเกิดสารเชิงซ้อน Cr-DPC: Cr(VI) 0.1 มิลลิกรัมต่อลิตร, DBSA 0.05% (w/v) ใน  $\text{CH}_2\text{Cl}_2:\text{CH}_3\text{OH}$  (70:30) ปริมาตรสกัด 500 ไมโครลิตร, เวลา สกัด 4 นาที, อัตราเร็วในการเหวี่ยง 2000 รอบต่อนาที เป็นเวลา 8 นาที ( $n = 3$ )

#### 4.2.10 ชนิดของสารที่เป็นตัวช่วยสกัด

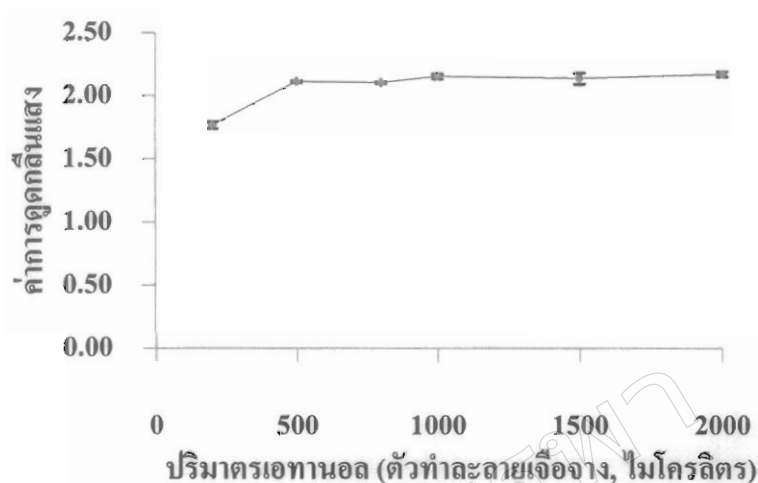
จากสภาวะที่เหมาะสมของขั้นตอนข้างต้นการสกัดสารเชิงซ้อน Cr-DPC จากชั้นน้ำยังไม่สมบูรณ์ สังเกตได้จากชั้นน้ำหลังสกัดแล้วยังมีสีม่วงของสารเชิงซ้อน Cr-DPC เหลืออยู่ จึงได้ทำการสกัดซ้ำ แต่การเติมสารที่เป็นตัวแพร่กระจายลงไปให้อัตราส่วน 50% ในขั้นตอนการสกัดครั้งแรก ทำให้ DBSA ที่ละลายในไดคลอโรมีเทนไม่ละลายทำให้ไม่สามารถเติมลงไปพร้อมกับการสกัดครั้งแรกได้ จึงได้ทำการสกัดซ้ำอีกครั้ง โดยการเติมสารที่เป็นตัวช่วยสกัดชนิดต่าง ๆ ได้แก่ เอทานอล เมทานอล อะซีโตน อะซีโตรโนไตรล์และไดคลอโรมีเทน ผลการทดลอง พบว่าการเติมไดคลอโรมีเทนซึ่งเป็นตัวทำละลายชนิดเดียวกับตัวสกัดเพิ่มปริมาตรสารละลายที่สกัดได้ซึ่งเป็นการเจือจางความเข้มข้นของสารเชิงซ้อน จากภาพที่ 4-15 พบว่าค่าการดูดกลืนแสงเพิ่มขึ้น เมื่อทำการเติมอะซีโตน เมทานอล อะซีโตรโนไตรล์และเอทานอล ตามลำดับ โดยการเติมเอทานอลให้ค่าการดูดกลืนแสงสูงกว่าการเติมตัวทำละลายชนิดอื่น จึงเลือกเอทานอลเป็นสารที่เป็นตัวช่วยสกัดซ้ำ เนื่องจากให้ค่าการดูดกลืนแสงสูงสุดและค่า enrichment factor สูงสุด คือ  $208.98 \pm 15.25$



ภาพที่ 4-15 ความสัมพันธ์ระหว่างชนิดของสารที่เป็นตัวช่วยสกัดกับค่าการดูดกลืนแสงในสภาวะที่เหมาะสมของการเกิดสารเชิงซ้อน Cr-DPC: Cr(VI) 0.1 มิลลิกรัมต่อลิตร, NaCl 30% (w/v), DBSA 0.05% (w/v) ใน  $\text{CH}_2\text{Cl}_2:\text{CH}_3\text{OH}$  (70:30) ปริมาตรสกัด 500 ไมโครลิตร, เอทานอล 500 ไมโครลิตร, เวลาสกัด 4 นาที, อัตราเร็วในการเหวี่ยง 2000 รอบต่อนาที เป็นเวลา 8 นาที ( $n = 3$ )

#### 4.2.11 ปริมาณของสารที่เป็นตัวช่วยสกัดซ้ำ

ผลการศึกษาปริมาณการเติมสารที่เป็นตัวช่วยสกัดซ้ำลงไปหลังสกัดสารเชิงซ้อน Cr-DPC โดยศึกษาปริมาณของตัวช่วยสกัดซ้ำ (เอทานอล) ที่ปริมาณ 200-2000 ไมโครลิตร พบว่าเมื่อปริมาณของเอทานอลเพิ่มขึ้น สารเชิงซ้อนสีม่วงของ Cr-DPC ในชั้นน้ำหลังการสกัดลดลงและสีม่วงเข้มขึ้นในชั้นไดคลอโรมีเทน จากภาพ 4-16 พบว่าค่าการดูดกลืนแสงสูงขึ้นเมื่อปริมาณของเอทานอลเพิ่มขึ้นและคงที่ที่ปริมาณ 500-2000 ไมโครลิตร จึงเลือกปริมาณของเอทานอลที่ 500 ไมโครลิตร เป็นสภาวะที่เหมาะสมเนื่องจากให้ค่าการดูดกลืนแสงสูงและค่า enrichment factor สูง คือ  $198.76 \pm 0.72$



ภาพที่ 4-16 ความสัมพันธ์ระหว่างปริมาณของสารที่เป็นตัวช่วยสกัดกับค่าการดูดกลืนแสงในสภาวะที่เหมาะสมของการเกิดสารเชิงซ้อน Cr-DPC: Cr(VI) 0.1 มิลลิกรัมต่อลิตร, NaCl 30% (w/v), DBSA 0.05% (w/v) ใน  $\text{CH}_2\text{Cl}_2:\text{CH}_3\text{OH}$  (70:30) ปริมาตรสกัด 500 ไมโครลิตร, เวลาสกัด 4 นาที, อัตราเร็วในการเหวี่ยง 2000 รอบต่อนาที เป็นเวลา 8 นาที (n = 3)

ตารางที่ 4-3 ปัจจัยและสภาวะที่เหมาะสมของการสกัดด้วยเทคนิคตัวทำละลายของเหลวแบบแพร่กระจาย

ปัจจัยที่ศึกษา	สภาวะที่เหมาะสม
ความเข้มข้นของ ion pair reagent	0.05% (w/v)
อัตราเร็วในการเหวี่ยง	2000 รอบต่อนาที
เวลาในการเหวี่ยง	8 นาที
ชนิดของตัวทำละลายในการสกัด	ไดคลอโรมีเทน
ปริมาตรของตัวทำละลายในการสกัด	500 ไมโครลิตร
ชนิดของสารที่เป็นตัวแพร่กระจาย	เมทานอล
อัตราส่วนของสารที่เป็นตัวแพร่กระจาย	30%
เวลาในการสกัด	3 นาที
การเติมเกลือ	30% (w/v)
ชนิดของสารที่เป็นตัวช่วยสกัดซ้ำ	เอทานอล
ปริมาตรของสารที่เป็นตัวช่วยสกัดซ้ำ	500 ไมโครลิตร

### 4.3 การหาสถานะที่เหมาะสมในการออกซิไดซ์ Cr(III) เป็น Cr(VI)

#### 4.3.1 ชนิดของตัวออกซิไดซ์

ผลการศึกษาการเปลี่ยน Cr(III) เป็น Cr(VI) โดยการออกซิไดซ์สารละลายมาตรฐาน Cr(III) โดยสารเชิงซ้อน Cr-DPC เกิดในสถานะที่เป็นกรด จึงไม่เลือกไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ ( $H_2O_2$ ) โซเดียมไฮโปคลอไรต์ ( $NaClO_3$ ) และแมงกานีสออกไซด์ ( $MnO_2$ ) เนื่องจากออกซิไดซ์ในสถานะที่เป็นเบส สำหรับโพแทสเซียมไดออกซัลเฟต ( $K_2S_2O_8$ ) โพแทสเซียมเปอร์แมงกาเนต ( $KMnO_4$ ) ซีเรียมซัลเฟต ( $Ce(IV)$ ) ออกซิไดซ์ในสถานะที่เป็นกรด แต่  $KMnO_4$  มีสีม่วงเช่นเดียวกับสารเชิงซ้อน Cr-DPC สำหรับ  $K_2S_2O_8$  เป็นตัวออกซิไดซ์ที่แรงมาก ทำให้ควบคุมยาก จึงเลือก  $Ce(IV)$  เป็นตัวออกซิไดซ์ สำหรับการศึกษาในขั้นตอนต่อไป

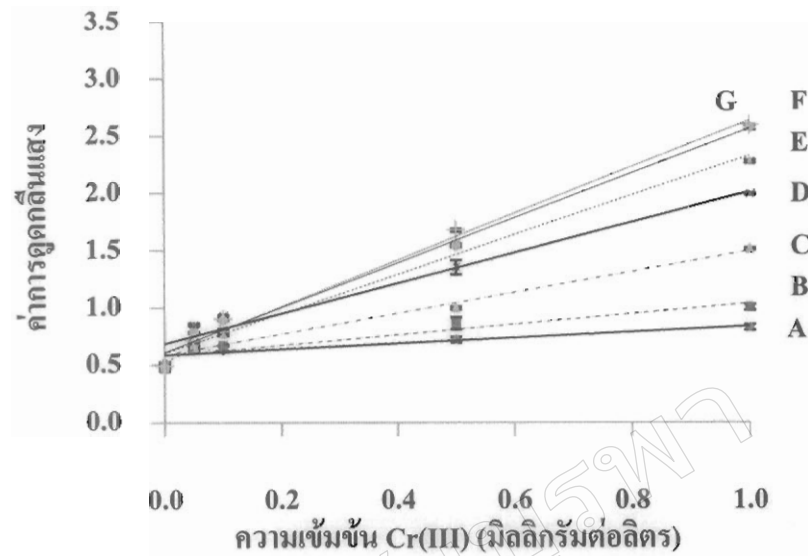
#### 4.3.2 อุณหภูมิในการออกซิไดซ์

ผลการศึกษาอุณหภูมิในการออกซิไดซ์ Cr(III) เป็น Cr(VI) โดยมี  $Ce(IV)$  เป็นตัวออกซิไดซ์ภายใต้สภาวะกรด ที่อุณหภูมิ 25-100 องศาเซลเซียส โดยวัดค่าการดูดกลืนแสงของสารเชิงซ้อน Cr-DPC แล้วเปรียบเทียบสภาพไวในการตรวจวัด จากภาพที่ 4-17 พบว่าเมื่ออุณหภูมิเพิ่มขึ้นค่าการดูดกลืนแสงของสารเชิงซ้อน Cr-DPC สูงขึ้นจนถึงอุณหภูมิ 100 องศาเซลเซียส ซึ่งเป็นจุดเดือดของน้ำ จึงไม่ศึกษาที่อุณหภูมิสูงกว่านี้ จากภาพ 4-18 พบว่าสภาพไวในการตรวจวัดสูงสุดที่อุณหภูมิ 100 องศาเซลเซียส แต่ในการศึกษานี้เลือกอุณหภูมิ 95 องศาเซลเซียส เป็นสถานะที่เหมาะสมในการออกซิไดซ์ เนื่องจากที่ 100 องศาเซลเซียส ทำให้น้ำระเหยไปจำนวนมาก

#### 4.3.3 เวลาในการออกซิไดซ์ (Oxidation time)

ผลการศึกษาเวลาในการออกซิไดซ์ Cr(III) เป็น Cr(VI) โดยมี  $Ce(IV)$  เป็นตัวออกซิไดซ์ภายใต้สภาวะกรดที่เวลา 5-50 นาที โดยวัดค่าการดูดกลืนแสงแล้วเปรียบเทียบสภาพไวในการตรวจวัด จากภาพที่ 4-19 พบว่าเวลาในการออกซิไดซ์ที่นานขึ้น ค่าการดูดกลืนแสงของสารเชิงซ้อนสูงขึ้นและสภาพไวในการตรวจวัดสูงสุดที่เวลาออกซิไดซ์ 40 นาที จากภาพที่ 4-20 พบว่าเมื่อทำการออกซิไดซ์ที่เวลานานกว่า 40 นาที สภาพไวในการตรวจวัดลดลง จึงเลือกเวลา 40 นาที เป็นเวลาที่เหมาะสมในการออกซิไดซ์

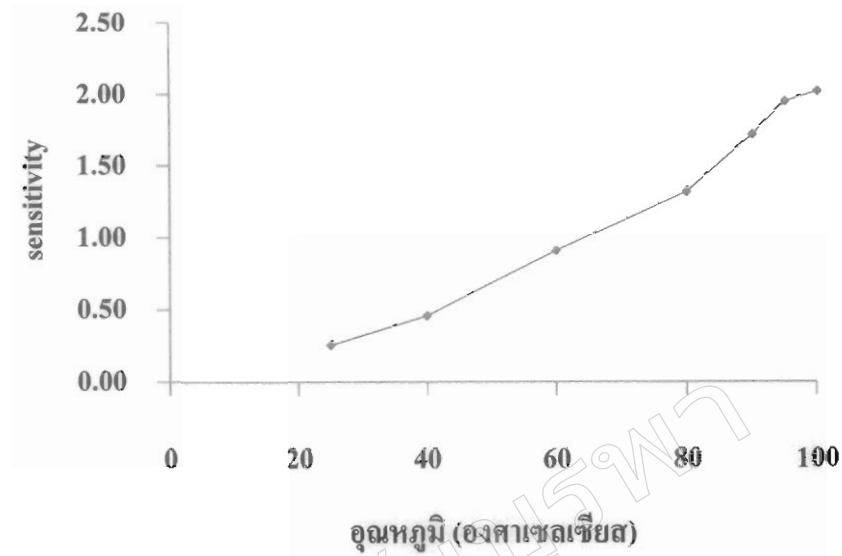




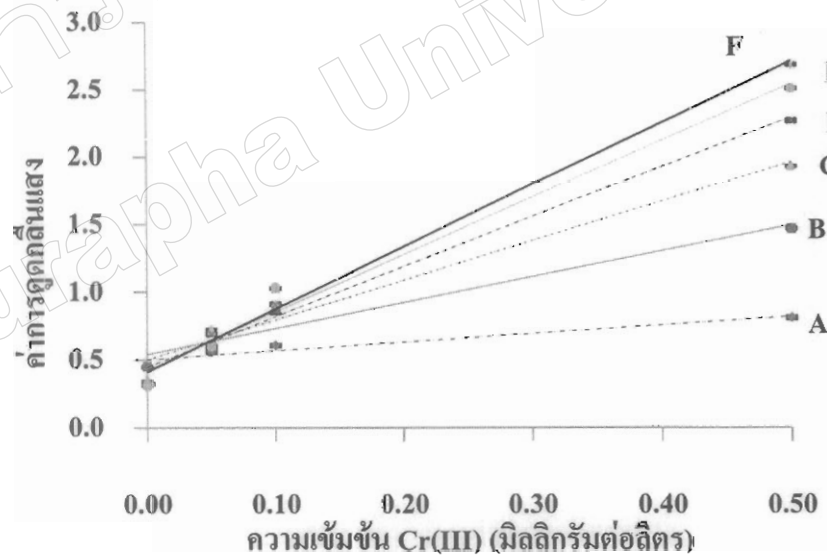
ภาพที่ 4-17 ความสัมพันธ์ระหว่างความเข้มข้นของ Cr(III) กับค่าการดูดกลืนแสงที่อุณหภูมิต่าง ๆ ในการออกซิไดซ์ ภายใต้สภาวะที่เหมาะสมของการเกิดสารเชิงซ้อน Cr-DPC และ DLLME: Cr(III) 0-1 มิลลิกรัมต่อลิตร, Ce(IV) 5 มิลลิกรัมต่อลิตร,  $H_2SO_4$  0.25 ออกซิไดซ์ 5 นาที (n=3) เมื่อ A, B, C, D, E, F และ G คือ อุณหภูมิในการออกซิไดซ์ 25, 40, 60, 80, 90, 95 และ  $100^\circ C$  ตามลำดับ

ตารางที่ 4-4 สมการเส้นตรง ความชันและสัมประสิทธิ์สหสัมพันธ์ที่อุณหภูมิต่าง ๆ ในการออกซิไดซ์

เส้นกราฟ	อุณหภูมิ (องศาเซลเซียส)	สมการเส้นตรง	slope	$R^2$
A	25	$y = 0.2521x + 0.5857$	0.2521	0.8815
B	40	$y = 0.4572x + 0.5813$	0.4572	0.8869
C	60	$y = 0.9087x + 0.5884$	0.9087	0.9698
D	80	$y = 1.3234x + 0.6856$	1.3234	0.9483
E	90	$y = 1.7194x + 0.6044$	1.7194	0.9897
F	95	$y = 1.9510x + 0.6114$	1.9510	0.9882
G	100	$y = 2.0242x + 0.6072$	2.0242	0.9909



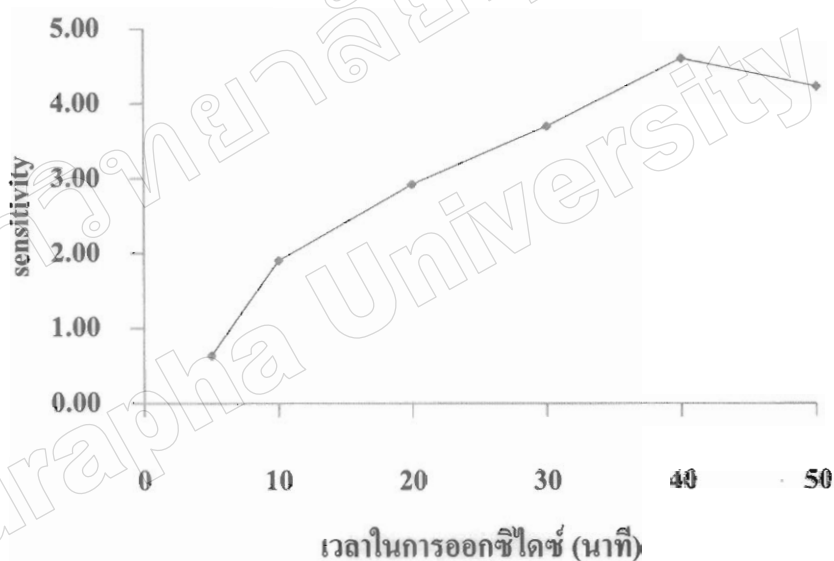
ภาพที่ 4-18 ความสัมพันธ์ระหว่างอุณหภูมิกับสภาพไวในการตรวจวัดในการออกซิไดซ์ตามสภาวะจากภาพที่ 4-17



ภาพที่ 4-19 ความสัมพันธ์ระหว่างความเข้มข้นของ Cr(III) กับค่าการดูดกลืนแสงที่เวลาต่างๆ ในการออกซิไดซ์ ภายใต้สภาวะที่เหมาะสมของการเกิดสารเชิงซ้อน Cr-DPC และ DLLME: Cr(III) 0-0.5 มิลลิกรัมต่อลิตร, Ce(IV) 5 มิลลิกรัมต่อลิตร,  $H_2SO_4$  0.25 โมลต่อลิตร, อุณหภูมิออกซิไดซ์  $95^\circ C$  ( $n = 3$ ) เมื่อ A, B, C, D, E และ F คือ เวลาในการออกซิไดซ์ 5, 10, 20, 30, 40 และ 50 นาที ตามลำดับ

ตารางที่ 4-5 สมการเส้นตรง ความชันและสัมประสิทธิ์สหสัมพันธ์ที่เวลาต่าง ๆ ในการออกซิไดซ์

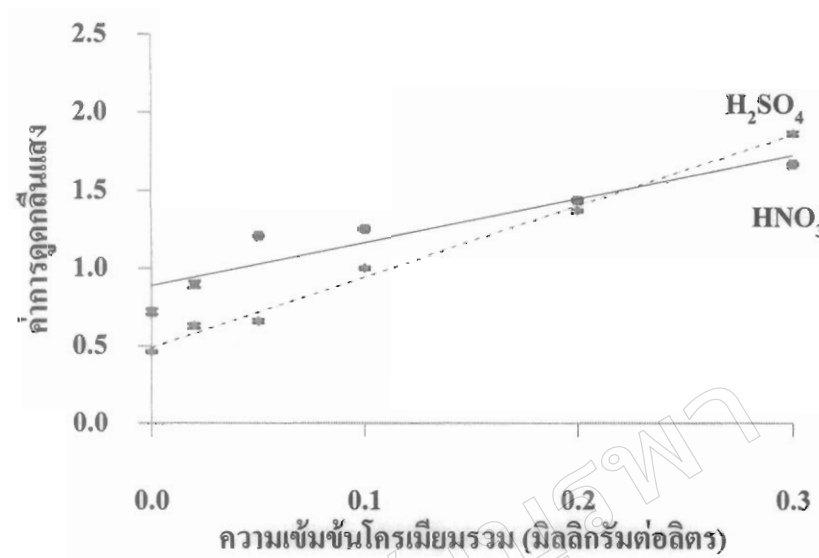
เส้นกราฟ	เวลา (นาที)	สมการเส้นตรง	slope	R <sup>2</sup>
A	5	$y = 0.6307x + 0.5028$	0.6307	0.9206
B	10	$y = 1.9038x + 0.5399$	1.9038	0.9463
C	20	$y = 2.9218x + 0.4998$	2.9218	0.9702
D	30	$y = 3.6928x + 0.4469$	3.6928	0.9872
E	40	$y = 4.6094x + 0.4098$	4.6094	0.9901
F	50	$y = 4.2375x + 0.4262$	4.2375	0.9827



ภาพที่ 4-20 ความสัมพันธ์ระหว่างเวลาในการออกซิไดซ์กับสภาพไวในการตรวจวัด ตามสภาวะจากภาพที่ 4-19

#### 4.3.8 ชนิดของกรดในการออกซิไดซ์

ผลการศึกษาชนิดกรดในการออกซิไดซ์ Cr(III) เป็น Cr(VI) โดยมี Ce(IV) เป็นตัวออกซิไดซ์ภายใต้สภาวะกรด ซึ่ง Ce(IV) ละลายในกรดไนตริกและกรดซัลฟิวริก เมื่อทำการศึกษาโดยการวัดค่าการดูดกลืนแสงแล้วเปรียบเทียบกับสภาพไวในการตรวจวัด จากภาพที่ 4-21 พบว่าเมื่อละลาย Ce(IV) ในกรดซัลฟิวริกและทำการออกซิไดซ์ สภาพไวในการตรวจวัดสูงกว่าเมื่อละลายในกรดไนตริก จึงเลือกกรดซัลฟิวริกเป็นกรดที่เหมาะสมในการออกซิไดซ์



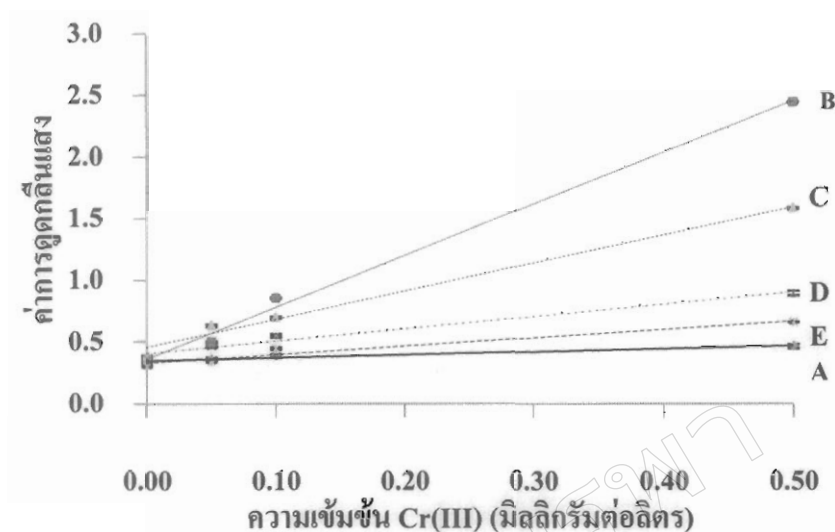
ภาพที่ 4-21 ความสัมพันธ์ระหว่างความเข้มข้นของ Cr(III) กับค่าการดูดกลืนแสงในกรดต่างชนิดของการออกซิไดซ์ ภายใต้สภาวะที่เหมาะสมของการเกิดสารเชิงซ้อน Cr-DPC และ DLLME: โครเมียมรวม 0-0.3 มิลลิกรัมต่อลิตร, Ce(IV) 5 มิลลิกรัมต่อลิตร, อุณหภูมิออกซิไดซ์ 95 °C, เวลาออกซิไดซ์ 40 นาที (n = 3)

ตารางที่ 4-6 สมการเส้นตรง ความชันและสัมประสิทธิ์สหสัมพันธ์ของกรดในการออกซิไดซ์

เส้นกราฟ	ชนิดกรด	สมการเส้นตรง	slope	R <sup>2</sup>
A	H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>	$y = 4.5244x + 0.4902$	4.5244	0.9924
B	HNO <sub>3</sub>	$y = 2.7502x + 0.8876$	2.7502	0.8735

#### 4.3.4 ความเข้มข้นกรดในการออกซิไดซ์

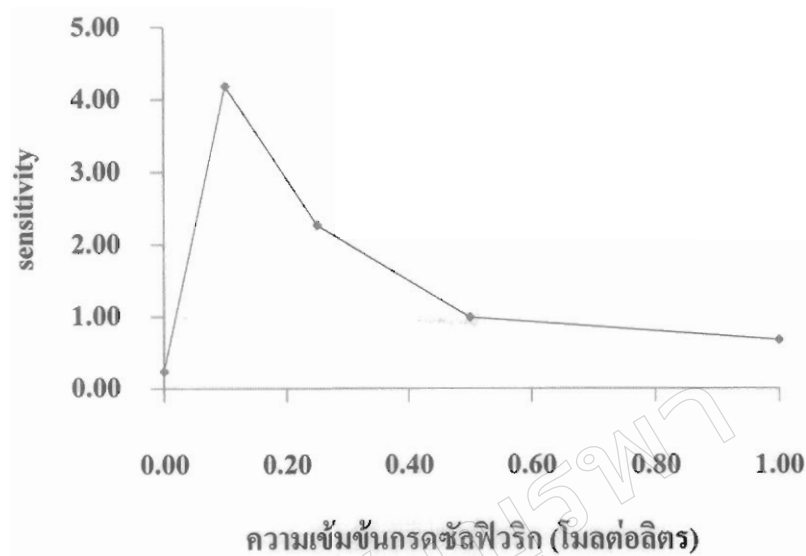
ผลการศึกษาความเข้มข้นของกรดในการออกซิไดซ์ Cr(III) เป็น Cr(VI) โดยมี Ce(IV) เป็นตัวออกซิไดซ์ภายใต้สภาวะกรด (กรดซัลฟิวริก) โดยศึกษาความเข้มข้นของกรดซัลฟิวริก ในช่วง 0-1 โมลต่อลิตร โดยวัดค่าการดูดกลืนแสงแล้วเปรียบเทียบกับสภาพไวในการตรวจวัด จากภาพที่ 4-22 พบว่าสภาพไวในการตรวจวัดของสารเชิงซ้อน Cr-DPC สูงสุดที่ความเข้มข้นของกรดซัลฟิวริก 0.1 โมลต่อลิตร จากภาพที่ 4-23 โดยความเข้มข้นต่ำและสูงกว่านี้สภาพไวในการตรวจวัดต่ำมาก



ภาพที่ 4-22 ความสัมพันธ์ระหว่างความเข้มข้นของ Cr(III) กับค่าการดูดกลืนแสงที่ความเข้มข้นต่าง ๆ ของกรดซัลฟิวริกภายใต้สภาวะที่เหมาะสมของการเกิดสารเชิงซ้อน Cr-DPC และ DLLME: Cr(III) 0-0.5 มิลลิกรัมต่อลิตร, Ce(IV) 5 มิลลิกรัมต่อลิตร, อุณหภูมิออกซิไดซ์ 95 °C, เวลาออกซิไดซ์ 40 นาที (n = 3) เมื่อ A, B, C, D และ E คือ ความเข้มข้นของกรดซัลฟิวริก 0, 0.10, 0.25, 0.50 และ 1.00 โมลต่อลิตร ตามลำดับ

ตารางที่ 4-7 สมการเส้นตรง ความชันและสัมประสิทธิ์สหสัมพันธ์ที่ความเข้มข้นต่าง ๆ ของกรดซัลฟิวริก

เส้นกราฟ	H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> (โมลต่อลิตร)	สมการเส้นตรง	slope	R <sup>2</sup>
A	0	Y = 0.2389X + 0.3471	0.2389	0.9433
B	0.10	Y = 4.1813X + 0.3599	4.1813	0.9961
C	0.25	Y = 2.2677X + 0.4569	2.2677	0.9885
D	0.50	Y = 0.9908X + 0.4068	0.9908	0.9762
E	1.00	Y = 0.6753X + 0.3288	0.6753	0.9513
CrO <sub>4</sub> <sup>2-</sup>	0.10	Y = 4.6635X + 0.4926	4.6635	0.9888



ภาพที่ 4-23 ความสัมพันธ์ระหว่างความเข้มข้นของกรดซัลฟิวริกกับสภาพไวในการตรวจวัดตามสภาวะจากภาพที่ 4-22

#### 4.3.5 ความเข้มข้นของตัวออกซิไดซ์

ผลการศึกษาความเข้มข้นของตัวออกซิไดซ์ในการออกซิไดซ์ Cr(III) เป็น Cr(VI) โดยมี Ce(IV) เป็นตัวออกซิไดซ์ภายใต้สภาวะกรดซัลฟิวริก ศึกษาความเข้มข้นของ Ce(IV) ในช่วง 0-10 มิลลิกรัมต่อลิตร โดยการวัดค่าการดูดกลืนแสงแล้วเปรียบเทียบกับสภาพไวในการตรวจวัด จากภาพที่ 4-24 พบว่าที่ความเข้มข้นของ Ce(IV) ต่ำให้สภาพไวในการตรวจวัดต่ำและสภาพไวในการตรวจวัดไม่มีการเปลี่ยนแปลงอย่างมีนัยสำคัญที่ความเข้มข้นมากกว่า 5 มิลลิกรัมต่อลิตร จากภาพที่ 4-25 สภาพไวในการตรวจวัดสูงสุดที่ความเข้มข้น 5 มิลลิกรัมต่อลิตร จึงเลือก Ce(IV) 5 มิลลิกรัมต่อลิตร เป็นสภาวะที่เหมาะสม แต่อย่างไรก็ตาม พบว่า จากสภาวะที่เหมาะสมสภาพไวที่ได้มีค่ามากกว่าสภาพไวของ Cr(VI) (slope 8.37) ซึ่งไม่ได้ผ่านการออกซิไดซ์ (slope 6.48) แสดงว่ามี Cr(VI) มากเกินไป จึงต้องทำการศึกษากำจัดตัวออกซิไดซ์ที่มากเกินไป

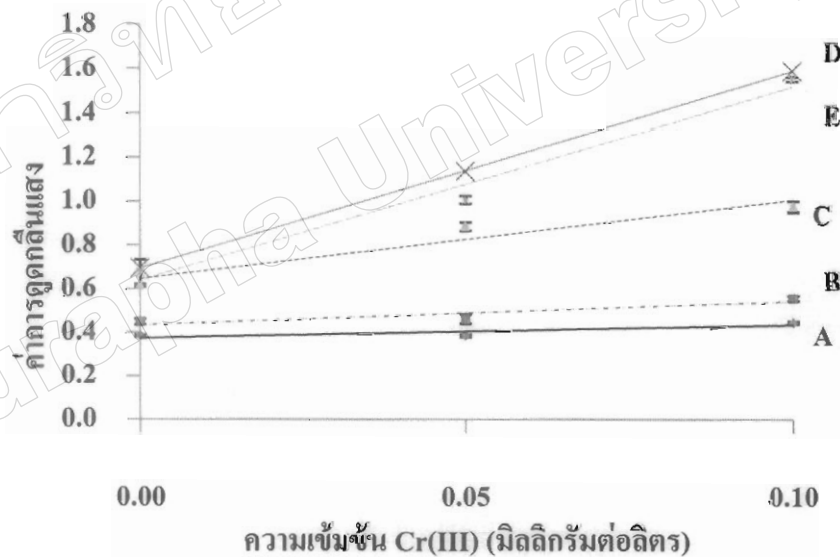
#### 4.3.6 ชนิดกรดในการกำจัดตัวออกซิไดซ์ที่มากเกินไป

ผลการศึกษาชนิดกรดในการกำจัดตัวออกซิไดซ์ที่มากเกินไป โดยมี Ce(IV) เป็นตัวออกซิไดซ์ ได้ศึกษาชนิดกรดในการกำจัด Ce(IV) ที่มากเกินไป ได้แก่ กรดโบรมิกและกรดเปอร์คลอริก จากตารางที่ 4-8 พบว่าเมื่อเติมกรดเปอร์คลอริกค่าการดูดกลืนแสงของสารเชิงซ้อนใกล้เคียงกับ Cr(VI) ที่ความเข้มข้นเดียวกัน สำหรับการเติมกรดโบรมิกลงไปค่าการดูดกลืนแสงต่ำกว่า

Cr(VI) ที่ความเข้มข้นเดียวกัน จึงเลือกกรดเปอร์คลอริกเป็นสภาวะที่เหมาะสมในการกำจัดตัวออกซิไดซ์ที่มากเกินไป

ตารางที่ 4-8 ค่าการดูดกลืนแสงของสารเชิงซ้อน Cr-DPC เมื่อเติมกรดชนิดต่าง ๆ ลงไปเพื่อกำจัดปริมาณ Ce(IV) ที่มากเกินไปในการออกซิไดซ์ Cr(III) เป็น Cr(VI)

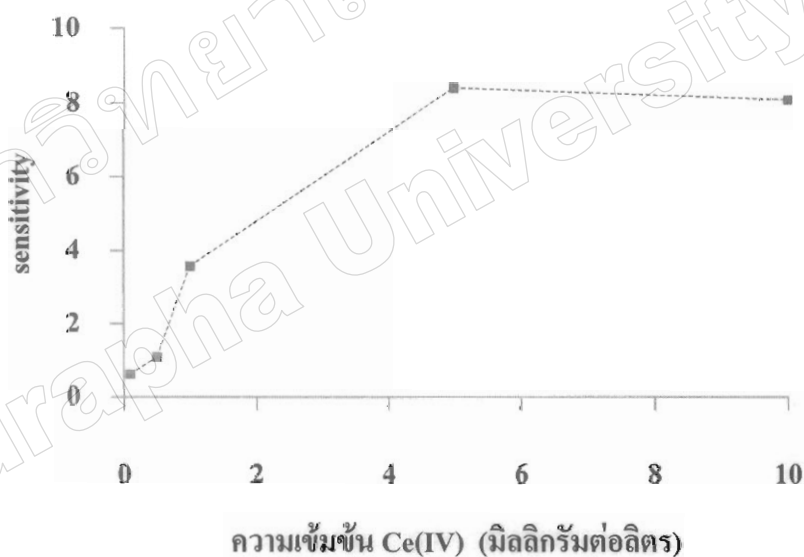
ชนิดกรด	ค่าการดูดกลืนแสงที่ความยาวคลื่น 540 นาโนเมตร			
	ครั้งที่ 1	ครั้งที่ 2	ครั้งที่ 3	mean±SD
ไม่เติมกรดเพิ่ม	0.6887	0.6644	0.6672	0.6734±0.0133
HBr	0.0722	0.0731	0.0757	0.0737±0.0018
HClO <sub>4</sub>	0.4125	0.4161	0.4042	0.4109±0.0061



ภาพที่ 4-24 ความสัมพันธ์ระหว่างความเข้มข้น Cr(III) กับค่าการดูดกลืนแสงที่ความเข้มข้นต่าง ๆ ของ Ce(IV) ภายใต้สภาวะที่เหมาะสมของการเกิดสารเชิงซ้อน Cr-DPC และ DLLME: โครเมียมรวม 0-0.10 มิลลิกรัมต่อลิตร, H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 0.1 โมลต่อลิตร, อุณหภูมิออกซิไดซ์ 95 °C, เวลาออกซิไดซ์ 40 นาที (n = 3) เมื่อ A, B, C, D และ E คือ ความเข้มข้นของ Ce(IV) 0.1, 0.5, 1.0, 5.0 และ 10.0 มิลลิกรัมต่อลิตร ตามลำดับ

ตารางที่ 4-9 สมการเส้นตรง ความชันและสัมประสิทธิ์สหสัมพันธ์ที่ความเข้มข้นต่าง ๆ ของ Ce(IV)

เส้นกราฟ	Ce(IV) (มิลลิกรัมต่อลิตร)	สมการเส้นตรง	slope	R <sup>2</sup>
A	0.1	$y = 0.6110x + 0.3729$	0.6110	0.7467
B	0.5	$y = 1.0780x + 0.4340$	1.0780	0.8372
C	1.0	$y = 3.5730x + 0.6459$	3.5730	0.9245
D	5.0	$y = 8.8790x + 0.6392$	8.3790	1.0000
E	10.0	$y = 8.0487x + 0.6500$	8.0487	0.9894
CrO <sub>4</sub> <sup>2-</sup> ไม่ออกซิไดซ์		$y = 6.4807x + 0.1076$	6.4807	0.9370



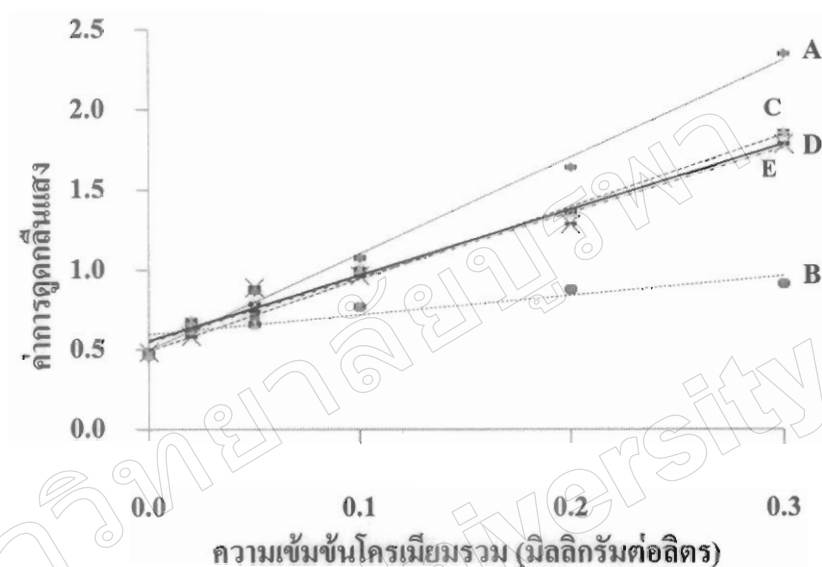
ภาพที่ 4-25 ความสัมพันธ์ระหว่างความเข้มข้นของ Ce(IV) กับสภาพไวในการตรวจวัดตามสภาวะที่เหมาะสมจากภาพที่ 4-24

#### 4.3.7 ความเข้มข้นของสารที่เป็นตัวกำจัดปริมาณที่มากเกินไปของตัวออกซิไดซ์

ผลการศึกษาความเข้มข้นของกรดในการกำจัดตัวออกซิไดซ์ที่มากเกินไปที่เกิดจากการออกซิไดซ์ Cr(III) เป็น Cr(VI) โดยมี Ce(IV) เป็นตัวออกซิไดซ์ภายใต้สภาวะกรด ซึ่งหลังออกซิไดซ์ค่าการดูดกลืนแสงสูงกว่าเมื่อเทียบกับ Cr(VI) ที่ความเข้มข้นเดียวกันโดยการเติมกรดเปอร์คลอริกลงไปที่มีความเข้มข้น 0-2 โมลต่อลิตร หลังออกซิไดซ์ Cr(III) เป็น Cr(VI) แล้ววัดค่าการ



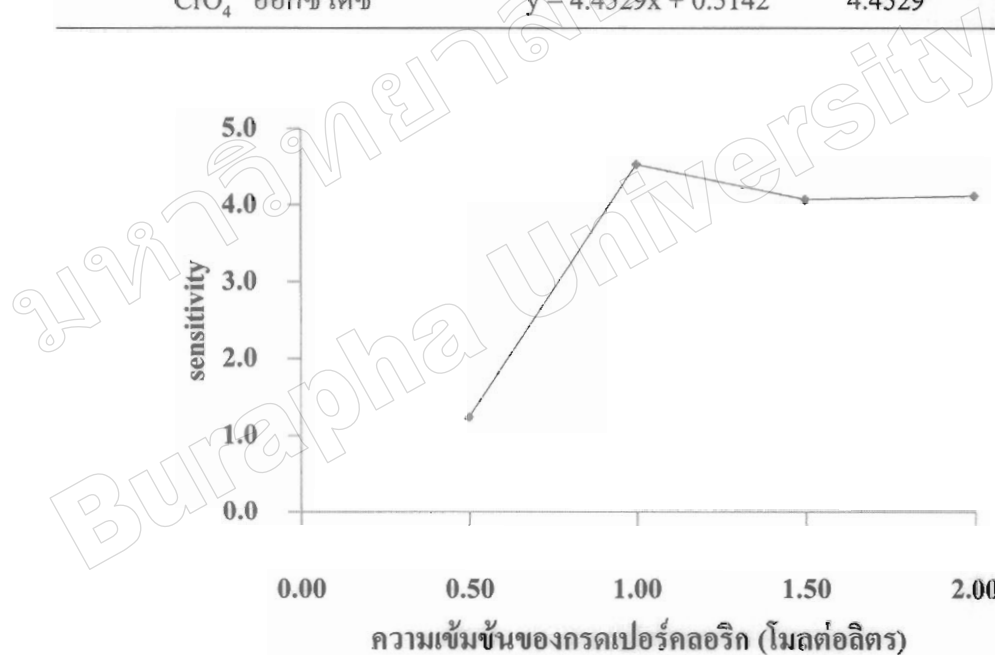
ดูดกลืนแสง เปรียบเทียบสภาพไวในการตรวจวัด จากภาพที่ 4-26 และตารางที่ 4-10 พบว่าที่ความเข้มข้นกรดเปอร์คลอริก 1 โมลต่อลิตร ให้สภาพไว (slope 4.5244) ของสารเชิงซ้อน Cr-DPC ที่ถูกออกซิไดซ์ด้วย Ce(IV) ใกล้เคียงกับสภาพไวของสารเชิงซ้อน Cr-DPC ของ Cr(VI) ที่ไม่ถูกออกซิไดซ์ (slope 4.8605) ดังภาพที่ 4-27



ภาพที่ 4-26 ความสัมพันธ์ระหว่างความเข้มข้น Cr(III) กับค่าการดูดกลืนแสงที่ความเข้มข้นต่าง ๆ ของกรดเปอร์คลอริก ภายใต้สภาวะที่เหมาะสมของการเกิดสารเชิงซ้อน Cr-DPC และ DLLME: โครเมียมรวม 0-0.3 มิลลิกรัมต่อลิตร, Ce(IV) 5 มิลลิกรัมต่อลิตร,  $H_2SO_4$  0.1 โมลต่อลิตร, อุณหภูมิออกซิไดซ์  $95\text{ }^{\circ}C$ , เวลาออกซิไดซ์ 40 นาที ( $n = 3$ ) เมื่อ A, B, C, D และ E คือ ความเข้มข้นของกรดเปอร์คลอริก 0, 0.5, 1.0, 1.5 และ 2.0 โมลต่อลิตร ตามลำดับ

ตารางที่ 4-10 สมการเส้นตรง ความชันและสัมประสิทธิ์สหสัมพันธ์ที่ความเข้มข้นต่าง ๆ ของ กรดเปอร์คลอริก

เส้นกราฟ	HClO <sub>4</sub> (โมลต่อลิตร)	สมการเส้นตรง	slope	R <sup>2</sup>
A	0	$y = 6.0336x + 0.4972$	6.0336	0.9945
B	0.5	$y = 1.2279x + 0.5957$	1.2279	0.8229
C	1.0	$y = 4.5244x + 0.4902$	4.5244	0.9924
D	1.5	$y = 4.0652x + 0.5450$	4.0652	0.9732
E	2.0	$y = 4.1097x + 0.5561$	4.1097	0.9904
CrO <sub>4</sub> <sup>2-</sup> ไม่ออกซิไดซ์		$y = 4.8605x + 0.3154$	4.8605	0.9973
CrO <sub>4</sub> <sup>2-</sup> ออกซิไดซ์		$y = 4.4529x + 0.5142$	4.4529	0.9910



ภาพที่ 4-27 ความสัมพันธ์ระหว่างความเข้มข้นกรดเปอร์คลอริกกับสภาพไวในการตรวจวัด ตามสภาวะที่เหมาะสมจากภาพที่ 4-26

ตารางที่ 4-11 ปัจจัยและสภาวะที่เหมาะสมในการออกซิไดซ์

ปัจจัยที่ศึกษา	สภาวะที่เหมาะสม
ชนิดของตัวออกซิไดซ์	Ce(IV)
อุณหภูมิในการออกซิไดซ์	95 องศาเซลเซียส
เวลาในการออกซิไดซ์	40 นาที
ความเข้มข้นกรดในการออกซิไดซ์	0.1 โมลต่อลิตร
ความเข้มข้นของตัวออกซิไดซ์	5 มิลลิกรัมต่อลิตร
ชนิดกรดในการกำจัดตัวออกซิไดซ์ที่มากเกินไป	HClO <sub>4</sub>
ความเข้มข้นของสารที่เป็นตัวกำจัดปริมาณที่มากเกินไปของตัวออกซิไดซ์	1 โมลต่อลิตร
ชนิดของกรดในการออกซิไดซ์	H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>

#### 4.4 สารรบกวนการวิเคราะห์ (Interference)

ทำการศึกษาสารรบกวนการวิเคราะห์ โดยเติมไอออนบวกและไอออนลบชนิดต่าง ๆ ลงไปในสารละลายมาตรฐาน โครเมียมรวม เพื่อดูการรบกวนต่อสัญญาณของสารเชิงซ้อน Cr-DPC

##### 4.4.1 การรบกวนสารเชิงซ้อน Cr-DPC โดยไอออนบวก

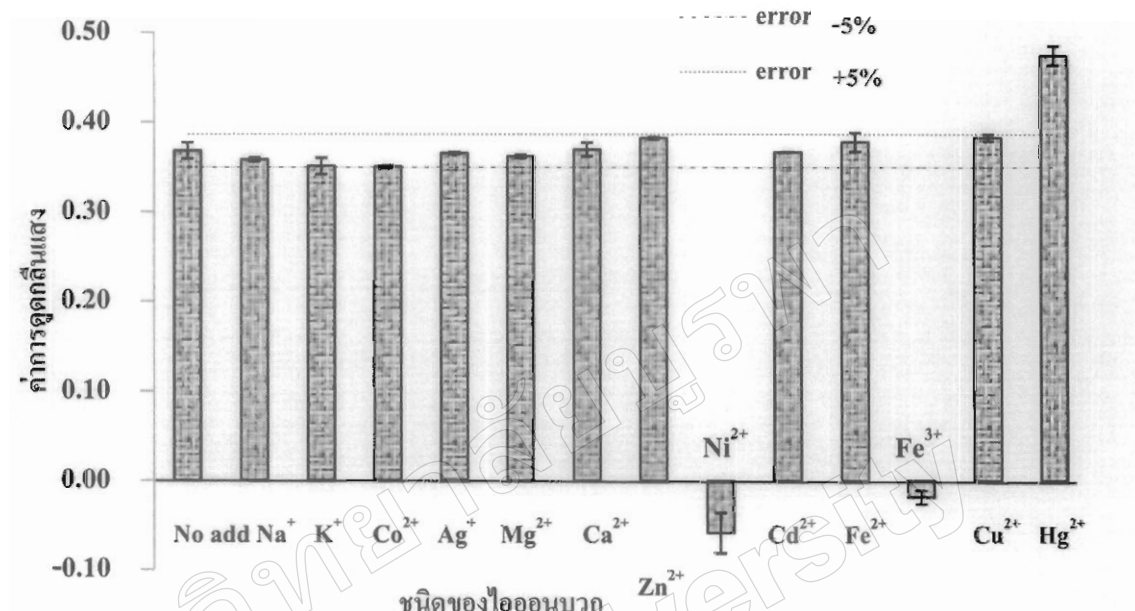
##### 1) การรบกวนของไอออนบวกที่ความเข้มข้นมากกว่าโครเมียมรวม 1000 เท่า

ผลการศึกษาการรบกวนสารเชิงซ้อนของไอออนบวกชนิดต่าง ๆ และคำนวณความแตกต่างของค่าการดูดกลืนแสง  $\pm 5\%$  โดยการเติมไอออนบวกชนิดต่าง ๆ ดังตารางที่ 2ก ในภาคผนวก ก ลงไปที่ความเข้มข้นของไอออน 100 มิลลิกรัมต่อลิตร ซึ่งมากกว่าความเข้มข้นของโครเมียมรวม (0.1 มิลลิกรัมต่อลิตร) 1000 เท่า พบว่าไอออนบวกที่มีค่าการดูดกลืนแสงของสารเชิงซ้อน Cr-DPC ต่างจากค่าการดูดกลืนแสงของสารเชิงซ้อน Cr-DPC ที่ไม่เติมไอออนบวกลงไปเกิน  $\pm 5\%$  ได้แก่ Ni<sup>2+</sup>, Fe<sup>3+</sup> และ Hg<sup>2+</sup> ดังภาพที่ 4-28

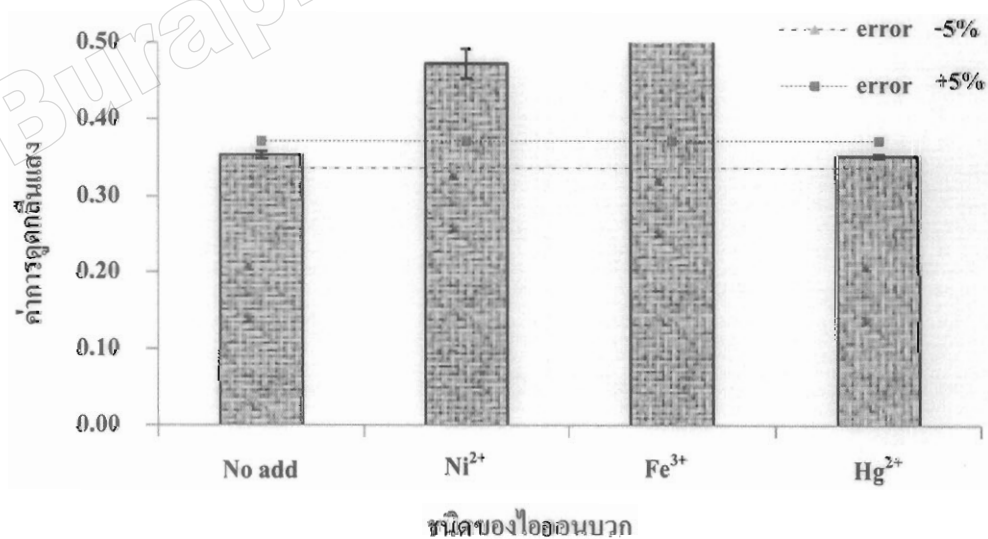
##### 2) การรบกวนของไอออนบวกที่ความเข้มข้นมากกว่าโครเมียมรวม 100 เท่า

ผลการศึกษาการรบกวนสารเชิงซ้อน Cr-DPC เมื่อเติม Ni<sup>2+</sup>, Fe<sup>3+</sup> และ Hg<sup>2+</sup> ที่ความเข้มข้นของ 10 มิลลิกรัมต่อลิตร ลงไป ซึ่งมากกว่าความเข้มข้นของโครเมียมรวม (0.1 มิลลิกรัมต่อลิตร) 100 เท่า พบว่าไอออนบวกที่มีค่าการดูดกลืนแสงของสารเชิงซ้อน Cr-DPC ต่างจากค่าการดูดกลืนแสงของสารเชิงซ้อน Cr-DPC ที่ไม่เติมไอออนบวกลงไปเกิน  $\pm 5\%$  คือ Ni<sup>2+</sup> และ Fe<sup>3+</sup> สำหรับ Hg<sup>2+</sup>

ค่าที่ได้แตกต่างจากสารเชิงซ้อน Cr-DPC ที่ไม่เติม  $\text{Hg}^{2+}$  ลงไปไม่เกิน  $\pm 5\%$  ดังภาพที่ 4-29 จึงศึกษาความทนทานสูงสุดต่อการรบกวนของ  $\text{Hg}^{2+}$  ต่อที่ความเข้มข้น 500 เท่า



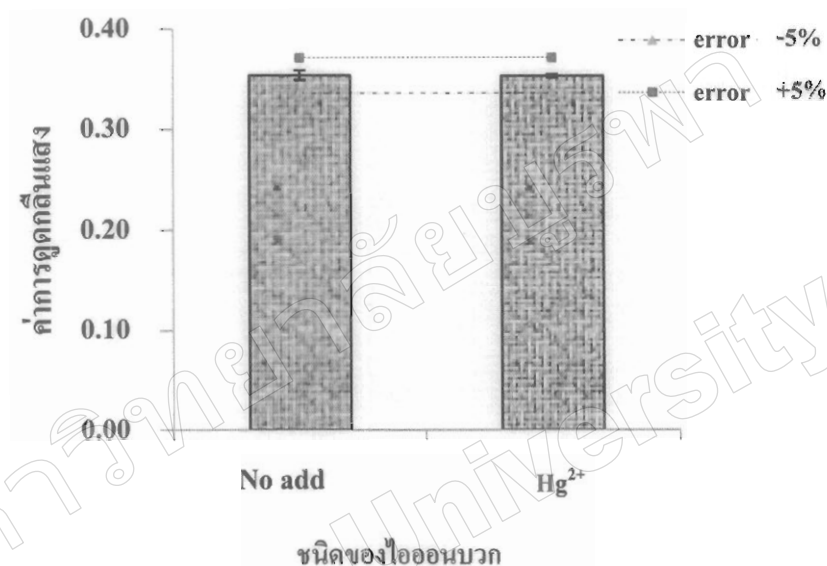
ภาพที่ 4-28 ความสัมพันธ์ระหว่างชนิดของไอออนบวกกับค่าการดูดกลืนแสง (1000:1) ในสภาวะที่เหมาะสม ( $n = 3$ )



ภาพที่ 4-29 ความสัมพันธ์ระหว่างชนิดของไอออนบวกกับค่าการดูดกลืนแสง (100:1) ในสภาวะที่เหมาะสม ( $n = 3$ )

### 3) การรบกวนของไอออนบวกที่ความเข้มข้นมากกว่าโครเมียมรวม 500 เท่า

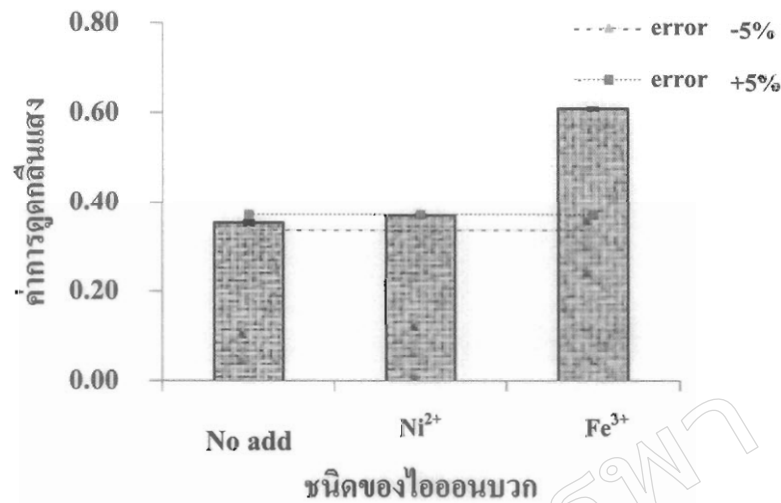
ผลการศึกษาการรบกวนสารเชิงซ้อน Cr-DPC เมื่อเติม  $\text{Hg}^{2+}$  ลงไปที่ความเข้มข้น 50 มิลลิกรัมต่อลิตร ซึ่งมากกว่าความเข้มข้นของโครเมียมรวม (0.1 มิลลิกรัมต่อลิตร) 500 เท่า พบว่าค่าการดูดกลืนแสงของสารเชิงซ้อน Cr-DPC ที่เติม  $\text{Hg}^{2+}$  แตกต่างจากค่าการดูดกลืนแสงของสารเชิงซ้อน Cr-DPC ที่ไม่เติมไอออนบวกลงไปไม่เกิน  $\pm 5\%$  ดังภาพที่ 4-30



ภาพที่ 4-30 ความสัมพันธ์ระหว่างชนิดของไอออนบวกกับค่าการดูดกลืนแสง (500:1) ในสถานะที่เหมาะสม ( $n = 3$ )

### 4) การรบกวนของไอออนบวกที่ความเข้มข้นมากกว่าโครเมียมรวม 50 เท่า

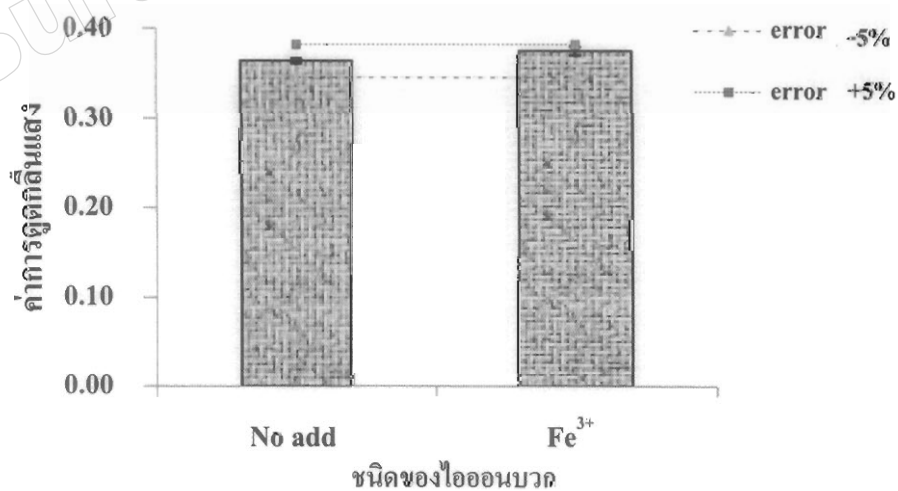
ผลการศึกษาการรบกวนสารเชิงซ้อน Cr-DPC เมื่อเติม  $\text{Fe}^{3+}$  และ  $\text{Ni}^{2+}$  ลงไปที่ความเข้มข้นของ  $\text{Fe}^{3+}$  5 มิลลิกรัมต่อลิตร ซึ่งมากกว่าความเข้มข้นของโครเมียมรวม (0.1 มิลลิกรัมต่อลิตร) 50 เท่า พบว่า  $\text{Fe}^{3+}$  มีค่าการดูดกลืนแสงของสารเชิงซ้อน Cr-DPC ต่างจากค่าการดูดกลืนแสงของสารเชิงซ้อน Cr-DPC ที่ไม่เติมไอออนบวกลงไปเกิน  $\pm 5\%$  และสำหรับ  $\text{Ni}^{2+}$  ให้ค่าการดูดกลืนแสงของสารเชิงซ้อน Cr-DPC ต่างจากค่าการดูดกลืนแสงของสารเชิงซ้อน Cr-DPC ที่ไม่เติมไอออนบวกลงไปไม่เกิน  $\pm 5\%$  ดังภาพที่ 4-31



ภาพที่ 4-31 ความสัมพันธ์ระหว่างชนิดของไอออนบวกกับค่าการดูดกลืนแสง (50:1) ในสถานะที่เหมาะสม (n=3)

#### 5) การרבกวนของไอออนบวกที่ความเข้มข้นมากกว่าโครเมียมรวม 20 เท่า

ผลการศึกษารวบกวนสารเชิงซ้อน Cr-DPC เมื่อเติม Fe<sup>3+</sup> ลงไปที่ความเข้มข้น 2 มิลลิกรัมต่อลิตร ซึ่งมากกว่าความเข้มข้นของโครเมียมรวม (0.1 มิลลิกรัมต่อลิตร) 20 เท่า พบว่าค่าการดูดกลืนแสงของสารเชิงซ้อน Cr-DPC ที่เติม Fe<sup>3+</sup> ลงไป แตกต่างจากค่าการดูดกลืนแสงของสารเชิงซ้อน Cr-DPC ที่ไม่เติม ไอออนบวกลงไปไม่เกิน ±5% ดังภาพที่ 4-32



ภาพที่ 4-32 ความสัมพันธ์ระหว่างชนิดของไอออนบวกกับค่าการดูดกลืนแสง (20:1) ในสถานะที่เหมาะสม (n=3)

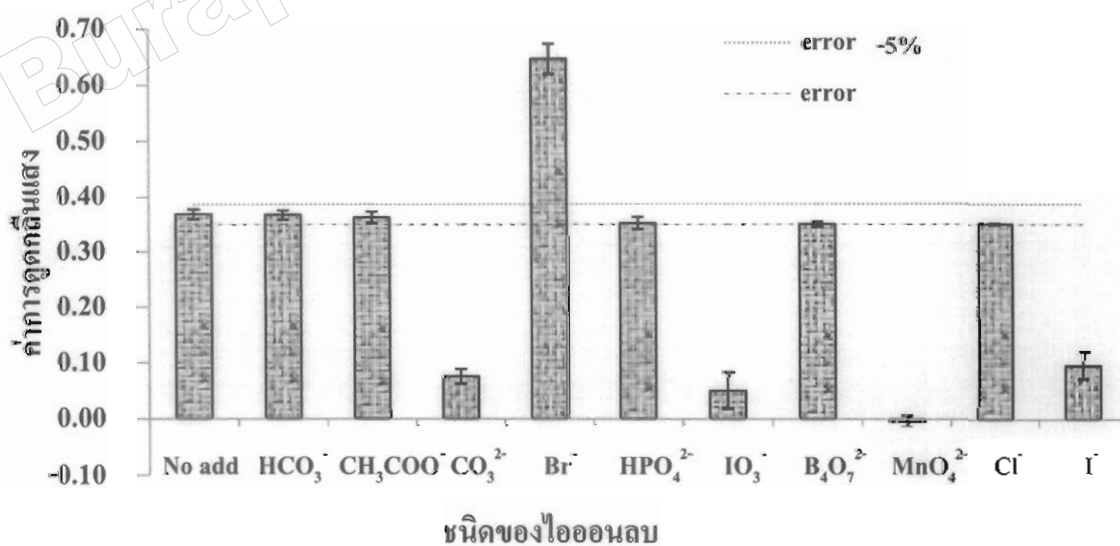
ตารางที่ 4-12 ความทนทานต่อการรบกวนของไอออนบวกในการวิเคราะห์โครเมียมรวม  
(0.1 มิลลิกรัมต่อลิตร)

ชนิดของไอออนบวก	อัตราส่วนของไอออนบวกกับโครเมียมที่ศึกษา
$\text{Na}^+, \text{K}^+, \text{Co}^{2+}, \text{Ag}^+, \text{Mg}^{2+}, \text{Ca}^{2+}, \text{Cu}^{2+}, \text{Zn}^{2+}, \text{Cd}^{2+}, \text{Fe}^{2+}$	1000:1
$\text{Hg}^{2+}$	500:1
$\text{Ni}^{2+}$	50:1
$\text{Fe}^{3+}$	20:1

#### 4.4.2 การรบกวนสารเชิงซ้อน Cr-DPC โดยไอออนลบ

##### 1) การรบกวนของไอออนลบที่ความเข้มข้นมากกว่าโครเมียมรวม 1000 เท่า

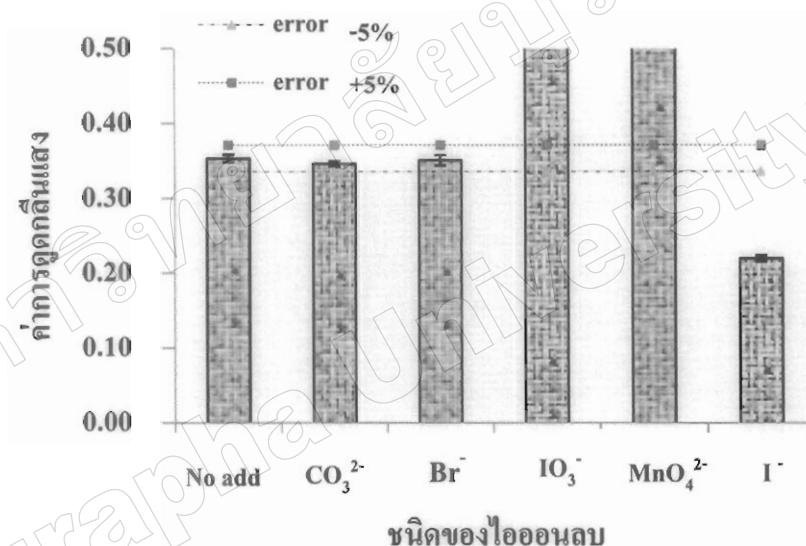
ผลการศึกษาการรบกวนสารเชิงซ้อน Cr-DPC ของไอออนลบชนิดต่าง ๆ และคำนวณความแตกต่างของค่าการดูดกลืนแสง  $\pm 5\%$  โดยการเติมไอออนลบชนิดต่าง ๆ ดังตารางที่ 3ก ในภาคผนวก ก ลงไปที่ความเข้มข้น 100 มิลลิกรัมต่อลิตร ซึ่งมากกว่าความเข้มข้นของโครเมียมรวม (0.1 มิลลิกรัมต่อลิตร) 1000 เท่า ไอออนลบที่ทำให้ค่าการดูดกลืนแสงของสารเชิงซ้อน Cr-DPC ต่างจากค่าการดูดกลืนแสงของสารเชิงซ้อน Cr-DPC ที่ไม่เติมไอออนลบลงไปเกิน  $\pm 5\%$  ได้แก่  $\text{CO}_3^{2-}$ ,  $\text{Br}^-$ ,  $\text{IO}_3^-$ ,  $\text{MnO}_4^{2-}$  และ  $\text{I}^-$  ซึ่งสังเกตได้จากค่าการดูดกลืนแสง ดังภาพที่ 4-33



ภาพที่ 4-33 ความสัมพันธ์ระหว่างชนิดของไอออนลบกับค่าการดูดกลืนแสง (1000:1)  
ในสภาวะที่เหมาะสม ( $n = 3$ )

## 2) การรบกวนของไอออนลบที่ความเข้มข้นมากกว่าโครเมียมรวม 100 เท่า

ผลการศึกษาการรบกวนสารเชิงซ้อน Cr-DPC เมื่อเติม  $\text{CO}_3^{2-}$ ,  $\text{Br}^-$ ,  $\text{IO}_3^-$ ,  $\text{MnO}_4^{2-}$  และ  $\text{I}^-$  ลงไปที่ความเข้มข้น 10 มิลลิกรัมต่อลิตร ซึ่งมากกว่าความเข้มข้นของโครเมียมรวม (0.1 มิลลิกรัมต่อลิตร) 100 เท่า พบว่า  $\text{IO}_3^-$ ,  $\text{MnO}_4^{2-}$  และ  $\text{I}^-$  ที่เติมลงไปให้ค่าการดูดกลืนแสงของสารเชิงซ้อน Cr-DPC ต่างจากค่าการดูดกลืนแสงของสารเชิงซ้อน Cr-DPC ที่ไม่เติมไอออนลบลงไปเกิน  $\pm 5\%$  แต่  $\text{CO}_3^{2-}$  และ  $\text{Br}^-$  ที่เติมลงไปให้ค่าการดูดกลืนแสงแตกต่างจากสารเชิงซ้อนที่ไม่เติมไอออนลบลงไปไม่เกิน  $\pm 5\%$  ดังภาพที่ 4-34 จึงศึกษาความทนทานสูงสุดต่อการรบกวนของ  $\text{CO}_3^{2-}$  และ  $\text{Br}^-$  ต่อที่ความเข้มข้น 500 เท่า



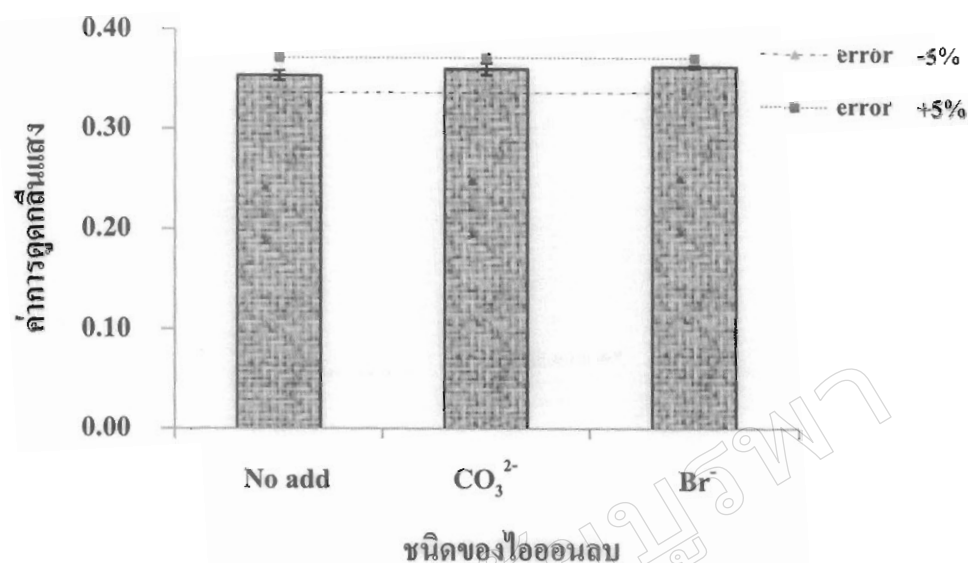
ภาพที่ 4-34 ความสัมพันธ์ระหว่างชนิดของไอออนลบกับค่าการดูดกลืนแสง (100:1)

ในสถานะที่เหมาะสม ( $n = 3$ )

## 3) การรบกวนของไอออนลบที่ความเข้มข้นมากกว่าโครเมียมรวม 500 เท่า

ผลการศึกษาการรบกวนสารเชิงซ้อน Cr-DPC เมื่อเติม  $\text{CO}_3^{2-}$  และ  $\text{Br}^-$  ลงไปที่ความเข้มข้น 50 มิลลิกรัมต่อลิตร ซึ่งมากกว่าความเข้มข้นของโครเมียมรวม (0.1 มิลลิกรัมต่อลิตร) 500 เท่า พบว่าค่าการดูดกลืนแสงของสารเชิงซ้อน Cr-DPC ที่เติมไอออนทั้งสองลงไปแตกต่างจากค่าการดูดกลืนแสงของสารเชิงซ้อน Cr-DPC ที่ไม่เติมไอออนลบลงไปไม่เกิน  $\pm 5\%$  ดังภาพที่ 4-35





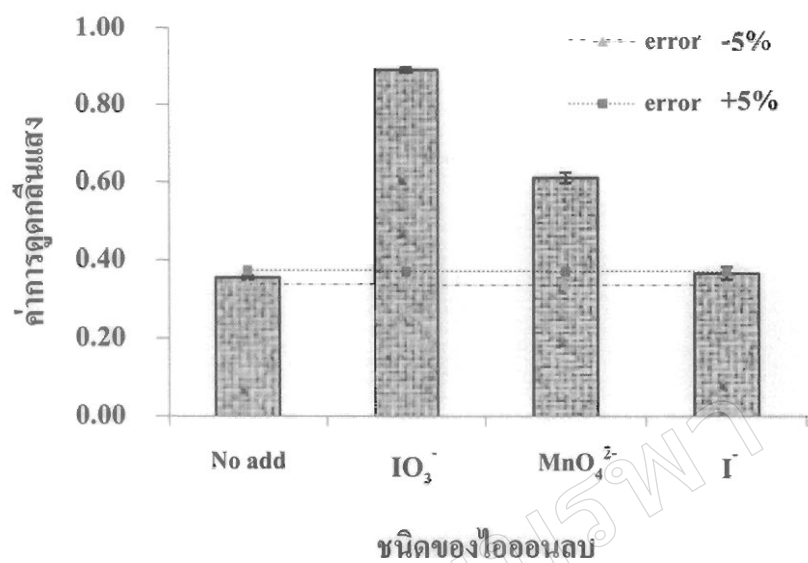
ภาพที่ 4-35 ความสัมพันธ์ระหว่างชนิดของไอออนลบกับค่าการดูดกลืนแสง (500:1) ในสภาวะที่เหมาะสม (n = 3)

#### 4) การรบกวนของไอออนลบที่ความเข้มข้นมากกว่าโครเมียมรวม 50 เท่า

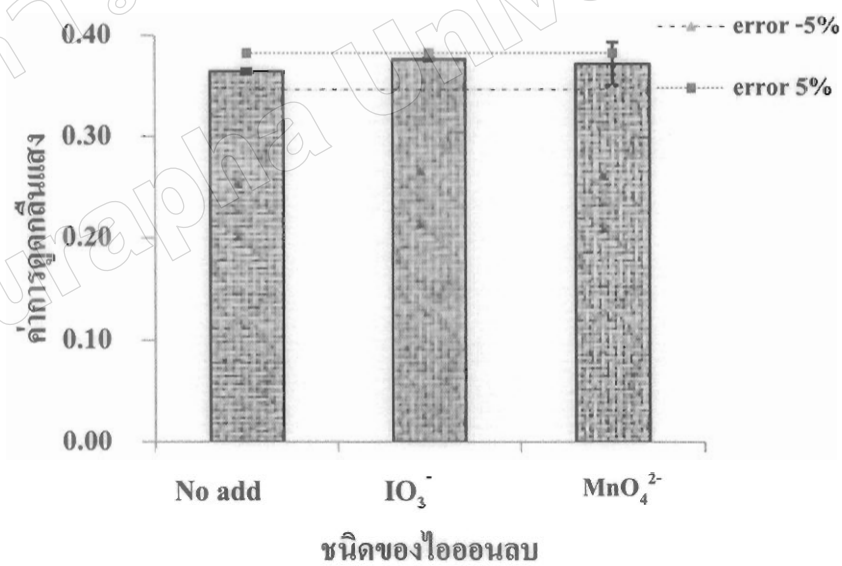
ผลการศึกษาการรบกวนสารเชิงซ้อน Cr-DPC เมื่อเติม IO<sub>3</sub><sup>-</sup>, MnO<sub>4</sub><sup>2-</sup> และ I<sup>-</sup> ลงไปที่ความเข้มข้น 5 มิลลิกรัมต่อลิตร ซึ่งมากกว่าความเข้มข้นของโครเมียมรวม (0.1 มิลลิกรัมต่อลิตร) 50 เท่า พบว่า IO<sub>3</sub><sup>-</sup> และ MnO<sub>4</sub><sup>2-</sup> ที่เติมลงไปให้ค่าการดูดกลืนแสงของสารเชิงซ้อน Cr-DPC ต่างจากค่าการดูดกลืนแสงของสารเชิงซ้อน Cr-DPC ที่ไม่เติมไอออนลบลงไปเกิน ±5% สำหรับ I<sup>-</sup> ให้ค่าการดูดกลืนแสงของสารเชิงซ้อน Cr-DPC ต่างจากค่าการดูดกลืนแสงของสารเชิงซ้อน Cr-DPC ที่ไม่เติมไอออนลบลงไปไม่เกิน ±5% ดังภาพที่ 4-36

#### 5) การรบกวนของไอออนลบที่ความเข้มข้นมากกว่าโครเมียมรวม 20 เท่า

ผลการศึกษาการรบกวนสารเชิงซ้อน Cr-DPC เมื่อเติม IO<sub>3</sub><sup>-</sup> และ MnO<sub>4</sub><sup>2-</sup> ลงไปที่ความเข้มข้น 2 มิลลิกรัมต่อลิตร ซึ่งมากกว่าความเข้มข้นของโครเมียมรวม (0.1 มิลลิกรัมต่อลิตร) 20 เท่า พบว่าไอออนทั้งสองชนิดที่เติมลงไปให้ค่าการดูดกลืนแสงของสารเชิงซ้อน Cr-DPC ต่างจากค่าการดูดกลืนแสงของสารเชิงซ้อน Cr-DPC ที่ไม่เติมไอออนลบลงไปไม่เกิน ±5% ดังภาพที่ 4-37



ภาพที่ 4-36 ความสัมพันธ์ระหว่างชนิดของ ไอออนลบกับค่าการดูดกลืนแสง (50:1)  
ในสภาวะที่เหมาะสม (n = 3)



ภาพที่ 4-37 ความสัมพันธ์ระหว่างชนิดของ ไอออนลบกับค่าการดูดกลืนแสง (20:1)  
ในสภาวะที่เหมาะสม (n = 3)

ตารางที่ 4-13 ความทนทานต่อการรบกวนของไอออนลบในการวิเคราะห์โครเมียมรวม  
(0.1 มิลลิกรัมต่อลิตร)

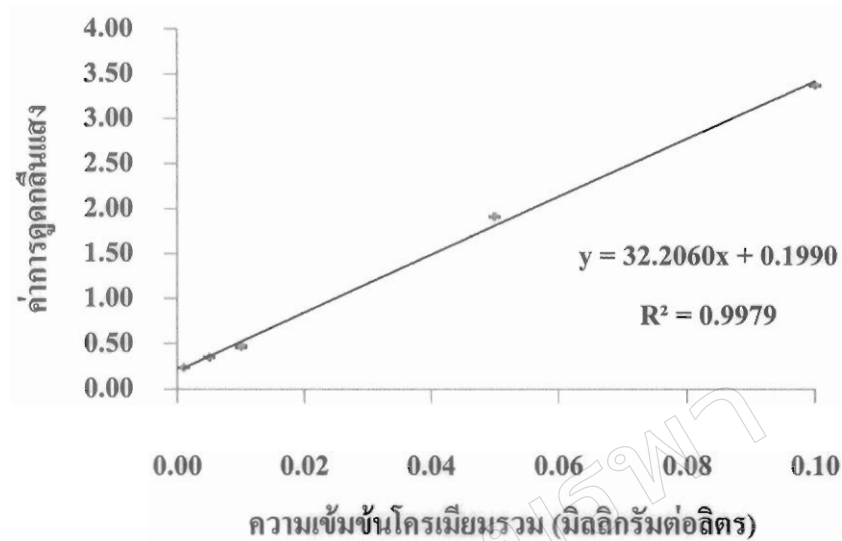
ชนิดของไอออนลบ	อัตราส่วนของไอออนลบกับโครเมียมที่ศึกษา
$\text{HCO}_3^-$ , $\text{CH}_3\text{COO}^-$ , $\text{HPO}_4^{2-}$ , $\text{B}_4\text{O}_7^{2-}$ , $\text{Cl}^-$	1000:1
$\text{CO}_3^{2-}$ , $\text{Br}^-$	500:1
$\text{I}^-$	50:1
$\text{IO}_3^-$ , $\text{MnO}_4^-$	20:1

#### 4.5 ศึกษาความน่าเชื่อถือของวิธีวิเคราะห์ (Method Validation)

ความน่าเชื่อถือของวิธีการวิเคราะห์ปริมาณ Cr(III) และ Cr(VI) โดยการสกัดด้วยตัวทำละลายของเหลวแบบแพร่กระจาย ใช้ DBSA เป็น ion pair reagent สำหรับสกัดสารเชิงซ้อน Cr-DPC ตรวจสอบด้วยเทคนิคยูวี-วิสิเบิลสเปกโตรโฟโตมิเตอร์ ได้ทำการทดสอบความเป็นเส้นตรง (Linearity) การหาขีดจำกัดในการตรวจวัด (Limit of detection: LOD) และขีดจำกัดในการวิเคราะห์ปริมาณ (Limit of quantification: LOQ) การทดสอบความเที่ยง (Precision) และความแม่นยำ (Accuracy)

##### 4.5.1 ความเป็นเส้นตรง (Linearity)

เตรียมสารละลายมาตรฐาน โครเมียมรวมที่ความเข้มข้นแตกต่างกัน 5 ความเข้มข้น โดยความเข้มข้นสูงสุดต้องให้ค่าการดูดกลืนแสงไม่เกินขีดจำกัดการตรวจวัดของเครื่องยูวี-วิสิเบิลสเปกโตรโฟโตมิเตอร์ (ค่าการดูดกลืนแสงสูงสุดที่วัดได้ คือ 4) ความเข้มข้นต่ำสุดให้ค่าการดูดกลืนแสงใกล้เคียงกับสารละลายที่ไม่เติมโครเมียมรวม (แบลนด์) จากสภาวะที่เหมาะสมในการวิเคราะห์ ความเข้มข้นสูงสุดที่สามารถวิเคราะห์ได้ คือ 0.1 มิลลิกรัมต่อลิตร เนื่องจากสภาวะที่เหมาะสมมีประสิทธิภาพในการสกัดสูง ทำให้ความเข้มข้นที่สกัดได้สูงมาก หากตัวอย่างมีความเข้มข้นสูงกว่านี้สามารถวิเคราะห์ได้โดยการเจือจางสารละลายตัวอย่าง จากภาพที่ 4-38 ความเป็นเส้นตรงของสารละลายมาตรฐาน โครเมียมรวมที่สามารถวิเคราะห์ได้ในช่วงความเข้มข้น มิลลิกรัมต่อลิตร สมการเส้นตรงที่ได้ คือ  $y = 32.2060x + 0.1990$  และค่าสัมประสิทธิ์สหสัมพันธ์คือ 0.9979



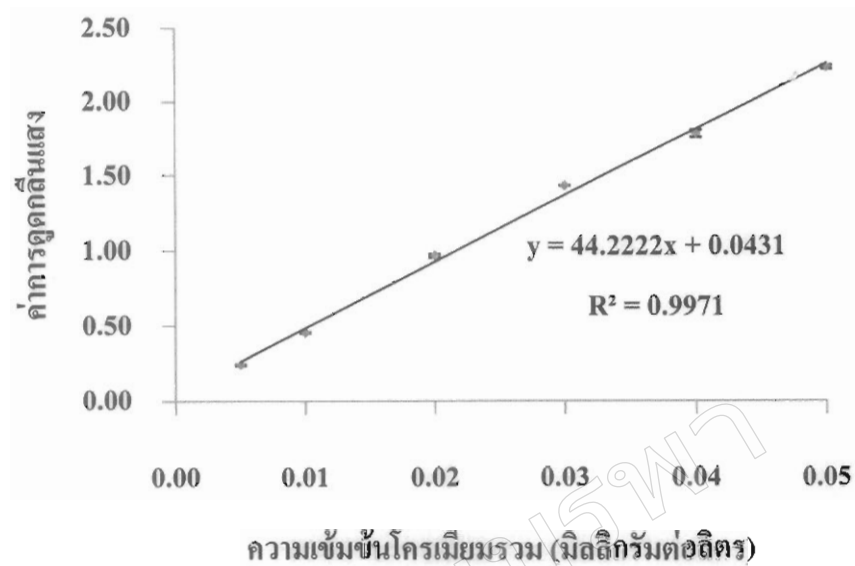
ภาพที่ 4-38 ความสัมพันธ์ระหว่างความเข้มข้นของโครเมียมรวมกับค่าการดูดกลืนแสงสำหรับการหาความเป็นเส้นตรงของสารเชิงซ้อน Cr-DPC ในสภาวะที่เหมาะสม ( $n = 3$ )

#### 4.5.2 ขีดจำกัดในการตรวจวัด (Limit of detection: LOD) และขีดจำกัดในการวิเคราะห์ปริมาณ (Limit of quantification: LOQ)

คำนวณขีดจำกัดในการตรวจวัด (LOD) และขีดจำกัดในการวิเคราะห์ปริมาณ (LOQ) โดยการสกัดและวัดค่าการดูดกลืนแสงของสารละลายแบบลงค์ 10 ครั้ง คำนวณค่าการดูดกลืนแสงโดยผลบวกของค่าเฉลี่ยของแบบลงค์กับ 3 เท่าของค่าเบี่ยงเบนมาตรฐานและ 10 เท่าสำหรับการหา LOD และ LOQ ตามลำดับ แทนค่าการดูดกลืนแสงที่ได้ลงในสมการที่ได้จากกราฟมาตรฐาน ซึ่ง LOD และ LOQ มีค่า 12 และ 14 ไมโครกรัมต่อลิตร ตามลำดับ

#### 4.5.3 การสร้างกราฟมาตรฐาน (Calibration curve)

กราฟมาตรฐานศึกษาที่ความเข้มข้นของโครเมียมรวม จำนวน 5 ความเข้มข้นในช่วงของความ เป็นเส้นตรง (Linearity) แต่ละความเข้มข้นวิเคราะห์ซ้ำ 3 ครั้ง ดังภาพที่ 4-39 สมการเส้นตรงที่ได้ คือ  $y = 44.2222x + 0.0431$  และค่าสัมประสิทธิ์สหสัมพันธ์ คือ 0.9971



ภาพที่ 4-39 ความสัมพันธ์ระหว่างความเข้มข้นของโครเมียมรวมกับค่าการดูดกลืนแสง สำหรับการสร้างกราฟมาตรฐานของสารเชิงซ้อน Cr-DPC ในสถานะที่เหมาะสม (n = 3)

#### 4.5.4 ความเที่ยงในการวิเคราะห์ (Precision)

ความเที่ยงของวิธีที่เสนอนี้ ศึกษา 3 ความเข้มข้นในช่วงกลางของกราฟมาตรฐานที่ได้จากการศึกษาความเป็นเส้นตรง โดยการวิเคราะห์ซ้ำภายในวันเดียวกัน (repeatability) คำนวณจากค่าเบี่ยงเบนมาตรฐานสัมพัทธ์ (%RSD) การวิเคราะห์สารมาตรฐานโครเมียมรวม 10 ครั้ง สำหรับ intermediate precision คำนวณค่าเบี่ยงเบนมาตรฐานสัมพัทธ์ (%RSD) จากการวิเคราะห์สารละลายมาตรฐานโครเมียมรวม 9 ครั้ง เป็นเวลา 3 วัน วันละ 3 ครั้ง ดังตารางที่ 4-13 ค่าเบี่ยงเบนมาตรฐานสัมพัทธ์ (%RSD) ของโครเมียมรวมเมื่อทำการวิเคราะห์ซ้ำภายในวันเดียวกัน (repeatability) อยู่ในช่วง 0.69-2.08% และการวิเคราะห์ซ้ำระหว่างวัน intermediate precision อยู่ในช่วง 1.29-3.77% เปรียบเทียบกับ %RSD ที่คำนวณจากสมการมาตรฐานของ AOAC

ตารางที่ 4-14 ค่าเบี่ยงเบนมาตรฐานสัมพัทธ์

โครเมียมรวม (ไมโครกรัมต่อลิตร)	ค่าเบี่ยงเบนมาตรฐานสัมพัทธ์ (%RSD)	
	Repeatability (n=10)	intermediate precision (n=9)
20	0.92	1.88
40	0.69	1.29
80	2.08	3.77

#### 4.5.5 ความแม่นยำในการวิเคราะห์ (Accuracy)

ความแม่นยำในการวิเคราะห์หาได้จากการเติมสารมาตรฐานโครเมียมรวมที่ความเข้มข้น 20, 30 และ 40 ไมโครลิตร ลงไปในตัวอย่างน้ำที่ผ่านการโคเจสต์แล้วทำการวิเคราะห์ด้วยสภาวะที่เหมาะสม คำนวณร้อยละการได้กลับคืนของแต่ละตัวอย่างที่เติมสารละลายมาตรฐานที่ความเข้มข้นต่าง ๆ ลงไป ร้อยละการได้กลับคืนที่ความเข้มข้นในช่วง 20-40 ไมโครลิตร มีค่า 69.08-104.86% ดังตารางที่ 4-14

ตารางที่ 4-15 ร้อยละการได้กลับคืนเมื่อเติมสารละลายมาตรฐานโครเมียมรวมที่ความเข้มข้นต่าง ๆ ลงไปในตัวอย่างน้ำ

ตัวอย่างน้ำ	ร้อยละการได้กลับคืน		
	เมื่อเติมโครเมียมรวมที่ความเข้มข้นต่าง ๆ (ไมโครกรัมต่อลิตร)		
	20	30	40
ตึกเคมี	69.08±0.51	77.14±0.97	-
หอสมุด	78.08±2.39	94.81±1.40	91.54±1.71
สวนนันทนาการ	93.58±2.26	94.073±1.22	101.38±1.04
ตึกมนุษย	85.65±0.93	101.01±0.38	104.86±2.30

#### 4.6 การวิเคราะห์ปริมาณ Cr(III) และ Cr(VI) ในตัวอย่างน้ำ

##### 1) ตัวอย่างน้ำสำหรับวัดด้วยเครื่องยูวี-วิสิเบิลสเปกโตรโฟโตมิเตอร์

จากสถานะที่เหมาะสมได้ทำการวิเคราะห์ปริมาณ โครเมียมรวมและ Cr(VI) ในตัวอย่างน้ำภายในมหาวิทยาลัยบูรพา จังหวัดชลบุรี ได้แก่ บ่อน้ำหลังตึกเคมี บ่อน้ำข้างหอสมุด บ่อน้ำสวนนันทนาการและบ่อน้ำข้างตึกคณะมนุษยศาสตร์ ปริมาณ โครเมียมรวมที่ตรวจพบในบ่อน้ำตึกเคมี มีค่า  $36.17 \pm 0.10$  ไมโครกรัมต่อลิตร บ่อน้ำหอสมุด บ่อน้ำสวนนันทนาการและบ่อน้ำตึกมนุษยศาสตร์ไม่ตรวจพบปริมาณ โครเมียมรวม และผลการวิเคราะห์ปริมาณ Cr(VI) จากตัวอย่างน้ำเดียวกัน โดยไม่ออกซิไดซ์ ปริมาณ โครเมียมรวมที่ตรวจพบในบ่อน้ำตึกเคมี มีค่า  $15.22 \pm 0.07$  ไมโครกรัมต่อลิตร บ่อน้ำหอสมุด บ่อน้ำสวนนันทนาการและบ่อน้ำตึกมนุษยศาสตร์ไม่ตรวจพบปริมาณ Cr(VI) ดังตารางที่ 4-16

ตารางที่ 4-16 ความเข้มข้นของโครเมียมรวมที่ตรวจพบในตัวอย่างน้ำแหล่งต่าง ๆ (ออกซิไดซ์ตัวอย่างน้ำในขั้นตอนการวิเคราะห์)

ตัวอย่างน้ำ	ความเข้มข้นที่ตรวจพบ (ไมโครกรัมต่อลิตร)		
	โครเมียมรวม (ออกซิไดซ์)	Cr(VI) (ไม่ออกซิไดซ์)	Cr(III)
ตึกเคมี	36.17	15.22	20.95
หอสมุด	N.D.	N.D.	N.D.
สวนนันทนาการ	N.D.	N.D.	N.D.
ตึกมนุษยศาสตร์	N.D.	N.D.	N.D.

เมื่อ LOD = 12 ไมโครกรัมต่อลิตร      LOQ = 14 ไมโครกรัมต่อลิตร

ผลการวิเคราะห์ตัวอย่างน้ำปราศจากไอออนที่ใช้ตลอดการทดลอง บ่อน้ำตึกเคมีและบ่อน้ำหอสมุด ที่เติมสารละลายมาตรฐานโครเมียมลงไปให้มีความเข้มข้น 70 ไมโครกรัมต่อลิตร ทำการวิเคราะห์โดยเทคนิค IP-DLLME/UV-VIS เพื่อเปรียบเทียบผลการวิเคราะห์กับ AAS ผลการวิเคราะห์ที่ได้ ดังตารางที่ 4-17

ตารางที่ 4-17 ความเข้มข้นของโครเมียมรวมที่ตรวจพบในตัวอย่างน้ำแหล่งต่าง ๆ เมื่อทำการเติมมาตรฐานโครเมียมลงไป (ออกซิไดซ์ตัวอย่างน้ำในขั้นตอนการวิเคราะห์)

ตัวอย่างน้ำ	Cr total (ไมโครกรัมต่อลิตร)	ความเข้มข้นที่ตรวจพบ (ไมโครกรัมต่อลิตร)		
		mean	SD	RSD
น้ำปราศจากไอออน	70	75.7073	0.6400	0.85
ตึกเคมี	70	92.4758	1.8851	2.04
บ่อน้ำหอสมุด	70	81.7916	1.8752	2.29

เมื่อ LOD = 12 ไมโครกรัมต่อลิตร LOQ = 14 ไมโครกรัมต่อลิตร

## 2) ตัวอย่างน้ำสำหรับวัดด้วยเครื่องอะตอมมิคส์แอฟซอร์พชัน-สเปกโตรสโกปี (AAS)

ผลการวิเคราะห์ตัวอย่างน้ำปราศจากไอออนที่ใช้ตลอดการทดลอง บ่อน้ำตึกเคมีและบ่อน้ำหอสมุด ที่เติมสารละลายมาตรฐานโครเมียมลงไปให้มีความเข้มข้น 70 ไมโครกรัมต่อลิตร ทำการวิเคราะห์โดยเทคนิค AAS เพื่อเปรียบเทียบผลการวิเคราะห์กับ IP-DLLME/UV-VIS ผลการวิเคราะห์ที่ได้ ดังตารางที่ 4-18

ตารางที่ 4-18 ความเข้มข้นของโครเมียมรวมที่ตรวจพบในตัวอย่างน้ำแหล่งต่าง ๆ ที่เติมสารละลายมาตรฐานโครเมียมลงไปแล้วทำการวิเคราะห์โดยเทคนิค AAS

ตัวอย่างน้ำ	Cr total (ไมโครกรัมต่อลิตร)	ความเข้มข้นที่ตรวจพบ (ไมโครกรัมต่อลิตร)		
		mean	SD	RSD
น้ำปราศจากไอออน	70	78.7000	2.7508	3.50
ตึกเคมี	70	104.1250	5.1975	4.99
บ่อน้ำหอสมุด	70	81.7500	3.8550	4.72

เมื่อ LOD = 50 ไมโครกรัมต่อลิตร



3) เปรียบเทียบปริมาณโครเมียมรวมจากวิธีที่เสนอ (UV-VIS) กับวิธีอะตอมมิกส์  
แอฟซอร์พชัน-สเปกโตรสโกปี (AAS)

เมื่อเปรียบเทียบปริมาณ โครเมียมรวมที่ตรวจวัดได้จากตัวอย่างน้ำของเทคนิคที่เสนอกับ  
เทคนิคอะตอมมิกแอฟซอร์พชันสเปกโตรโฟโตเมทรี (AAS) จากตารางที่ 4-18 ผลการวิเคราะห์ของ  
ทั้งสองวิธีไม่แตกต่างกันอย่างมีนัยสำคัญ เมื่อคำนวณค่าทางสถิติ จากภาคผนวก ข โดยใช้ The student  
t-test ผลการคำนวณ พบว่าค่า  $t$  ที่คำนวณ มีค่า 2.31 ซึ่งน้อยกว่า  $t$  ทฤษฎี มีค่า 3.18

ตารางที่ 4-19 การเปรียบเทียบปริมาณโครเมียมรวมที่ตรวจพบในตัวอย่างน้ำระหว่าง  
เทคนิคที่เสนอ (IP-DLLME-UV/vis) กับ AAS

ตัวอย่างน้ำ	Cr total (ไมโครกรัมต่อลิตร)	
	วิธีที่เสนอ*	AAS*
น้ำปราศจากไอออน	75.7073	78.7000
ตึกเคมี	92.4758	104.1250
บ่อน้ำหอมสด	81.7916	81.7500

\* The student t-test:  $t_{cal} = 2.31$ ,  $t_{crit} = 3.18$