ข้อมูลข่าวสารของกรมวิทยาศาสตร์บริการ
ตาม พ.ร.บ. ข้อมูลข่าวสารของราชการ พ.ศ. 2540

วศ ๓๗
อว 39

เอกสารผลงานที่เสนอให้ประเมิน
เพื่อแต่งตั้งให้ดำรงตำแหน่งนักวิทยาศาสตร์ 6 ว

การศึกษาวิเคราะห์หาปริมาณนิกเกิลในเครื่องประดับ

โดย
นางสาวปัทมา นพรัตน์
นักวิทยาศาสตร์ 5

กลุ่มงานอนินทรีย์เคมีวิเคราะห์ 1
กองเคมี กรมวิทยาศาสตร์บริการ
กระทรวงวิทยาศาสตร์ เทคโนโลยี และสิ่งแวดล้อม

กรมวิทยาศาสตร์บริการ

เอกสารผลงานที่เสนอให้ประเมิน
เพื่อแต่งตั้งให้ดำรงตำแหน่งนักวิทยาศาสตร์ 6 ว

การศึกษาวิเคราะห์หาปริมาณนิกเกิลในเครื่องประดับ

โดย
นางสาวปัทมา นพรัตน์
นักวิทยาศาสตร์ 5

เลขหมู่ วศ กม
ศว 39
เลขทะเบียน 11262
วันที่ 9 ม.ค. 46

ด้วยอภินันทนาการ
จาก
ปัทมา นพรัตน์

กลุ่มงานอนินทรีย์เคมีวิเคราะห์ 1
กองเคมี กรมวิทยาศาสตร์บริการ
กระทรวงวิทยาศาสตร์ เทคโนโลยี และสิ่งแวดล้อม

กรมวิทยาศาสตร์บริการ

บทคัดย่อ

จากการศึกษาและรวบรวมข้อมูลการวิเคราะห์ปริมาณนิกเกิลในเครื่องประดับที่กลุ่มงานอนินทรีย์เคมีวิเคราะห์ 1 ได้วิเคราะห์อยู่ในตัวอย่างจำนวน 42 ตัวอย่าง ดังนี้ แหวนเงิน 6 ตัวอย่าง จี้เงิน 7 ตัวอย่าง ต่างหู 14 ตัวอย่าง ก้านต่างหู 4 ตัวอย่าง และหัวเข็มขัด 11 ตัวอย่าง พบว่ามีแหวนเงิน 2 ตัวอย่าง จี้เงิน 1 ตัวอย่าง ต่างหู 8 ตัวอย่าง ก้านต่างหู 2 ตัวอย่าง และหัวเข็มขัด 2 ตัวอย่าง รวม 15 ตัวอย่าง ที่มีปริมาณนิกเกิลเกินกว่าร้อยละ 0.05 โดยน้ำหนัก

สารบัญ

	หน้า
บทคัดย่อ	i
สารบัญ	ii
สารบัญตาราง	iii
สารบัญภาพ	iv
บทที่ 1 บทนำ	1
1.1 คำนำ	1
1.2 ปัญหาและที่มาของการศึกษาทดลอง	4
1.3 วัตถุประสงค์	4
1.4 ประโยชน์ที่ได้รับ	4
1.5 ระยะเวลาดำเนินการ	4
1.6 ขั้นตอนการดำเนินการ	5
บทที่ 2 วัสดุ อุปกรณ์และวิธีการ	6
2.1 ตัวอย่าง	6
2.2 วัสดุ อุปกรณ์	6
2.3 สารเคมี	6
2.4 วิธีดำเนินการ	7
บทที่ 3 ผลการวิเคราะห์	13
บทที่ 4 วิจารณ์ผล	17
บทที่ 5 สรุปผลและข้อเสนอแนะ	19
กิตติกรรมประกาศ	20
เอกสารอ้างอิง	21
ภาคผนวก	22

สารบัญตาราง

หน้า

ตารางที่ 1. แสดงสภาวะที่ใช้ในการวัดค่าการดูดกลืนแสงของนิกเกิล ด้วยเครื่องเฟลมอะตอมมิกแอบซอร์พชันสเปกโทรโฟโตมิเตอร์ 8

ตารางที่ 2. แสดงสมการเชิงเส้น และ coefficient of determination ของช่วงความเข้มข้นของสารละลายมาตรฐานต่าง ๆ ของนิกเกิล ซึ่งวิเคราะห์โดยเครื่องเฟลมอะตอมมิกแอบซอร์พชันสเปกโทรโฟโตมิเตอร์ 13

ตารางที่ 3. แสดงความไว ความถูกต้องโดยใช้ t-test (two - tailed test) และขีดจำกัดต่ำสุดของการวิเคราะห์นิกเกิล โดยเครื่องเฟลมอะตอมมิกแอบซอร์พชันสเปกโทรโฟโตมิเตอร์ 14

ตารางที่ 4. แสดงปริมาณนิกเกิลที่วิเคราะห์ได้ในเครื่องประดับ โดยเครื่องเฟลมอะตอมมิกแอบซอร์พชันสเปกโทรโฟโตมิเตอร์ 14

ตารางที่ 5. แสดงข้อมูลดิบของการหาช่วงความเป็นเส้นตรงของการวิเคราะห์นิกเกิล โดยเครื่องเฟลมอะตอมมิกแอบซอร์พชันสเปกโทรโฟโตมิเตอร์ 23

ตารางที่ 6. แสดงข้อมูลดิบของการหาความไวของการวิเคราะห์นิกเกิล โดยเครื่องเฟลมอะตอมมิกแอบซอร์พชันสเปกโทรโฟโตมิเตอร์ 23

ตารางที่ 7. แสดงการหาค่าความถูกต้องของการวิเคราะห์นิกเกิล โดยเครื่องเฟลมอะตอมมิกแอบซอร์พชันสเปกโทรโฟโตมิเตอร์ 24

ตารางที่ 8. แสดงข้อมูลดิบของการหาค่าขีดจำกัดต่ำสุดโดยประมาณของการวิเคราะห์นิกเกิล โดย เครื่องเฟลมอะตอมมิกแอบซอร์พชันสเปกโทรโฟโตมิเตอร์ 25

ตารางที่ 9. แสดงข้อมูลดิบของการหาค่าขีดจำกัดต่ำสุดของการวิเคราะห์นิกเกิล โดยเครื่องเฟลมอะตอมมิกแอบซอร์พชันสเปกโทรโฟโตมิเตอร์ 26

ตารางที่ 10. แสดงข้อมูลดิบของการวิเคราะห์หาปริมาณนิกเกิลในเครื่องประดับ โดยเครื่องเฟลมอะตอมมิกแอบซอร์พชันสเปกโทรโฟโตมิเตอร์ 27

สารบัญภาพ

หน้า

ภาพที่ 1. แสดงความสัมพันธ์ระหว่างความเข้มข้นกับค่าการดูดกลืนแสงของนิกเกิล 13

บทที่ 1 บทนำ

1.1 คำนำ [3]

ปัจจุบันมีการนำนิกเกิลมาใช้กันอย่างแพร่หลายในอุตสาหกรรมต่าง ๆ เนื่องจากนิกเกิลมีคุณสมบัติพิเศษในการทนต่อการกัดกร่อน และการเกิดออกซิเดชัน (oxidation) ที่อุณหภูมิสูง ๆ ดังนั้นจึงมักถูกใช้ในอุตสาหกรรมน้ำมันและเคมี ถ้านำนิกเกิลมาผสมกับโลหะโครเมียมและโคบอลต์จะได้ nickel – base superalloys ซึ่งมีความสำคัญมากในการใช้ทำ gas turbines สำหรับเครื่องบินไอพ่น (jet) และอุปกรณ์ผลิตกระแสไฟฟ้าบางชนิด นอกจากนี้นิกเกิลบริสุทธิ์จะมีความแข็งแรง และมีความสามารถในการนำไฟฟ้าได้ดี จึงใช้ทำชิ้นส่วนไฟฟ้าและอิเล็กทรอนิกส์ และเนื่องจากนิกเกิลมีความทนต่อการกัดกร่อนได้ดี จึงเหมาะที่จะใช้ทำอุปกรณ์เครื่องมือในอุตสาหกรรมอาหาร อุตสาหกรรมชุบโลหะด้วยไฟฟ้า เพราะนิกเกิลที่ชุบลงบนโลหะอื่นจะช่วยรักษาเนื้อโลหะเดิมไม่ให้เกิดสนิมง่าย และยังช่วยทำให้โลหะที่ชุบสวยงามอีกด้วย ในวงการเครื่องประดับนิยมใช้นิกเกิลชุบรองพื้นก่อนนำชิ้นงานไปชุบหรือเคลือบด้วยทอง เงิน หรือทองขาว (โรเดียม) เพื่อทำต่างหู สร้อยคอ สร้อยข้อมือ นาฬิกาข้อมือ แหวน และจี้

ผลของนิกเกิลต่อมนุษย์ [4,7,8]

เครื่องประดับที่มีปริมาณนิกเกิลมากเกินกว่าเกณฑ์ที่กำหนดอาจทำให้ผู้สวมใส่เกิดอาการแพ้ได้ ซึ่งอาการแพ้นี้สามารถเกิดได้กับทุกเพศทุกวัย แต่มักพบในผู้หญิงมากกว่าผู้ชาย เพราะผู้หญิงนิยมสวมใส่เครื่องประดับมากกว่า นิกเกิลที่อยู่ในเครื่องประดับจะทำให้เกิดอันตรายต่อผิวหนังหรือเนื้อเยื่อบริเวณที่สัมผัสกับเครื่องประดับนั้น ตัวอย่างเช่น เมื่อแทงก้านต่างหูเข้าที่ใบหูจะเกิดบาดแผล หลังจากนั้นร่างกายจะสร้างกลไกในการขับของเหลวจำพวกพลาสมา (plasma) และ แอนติบอดี (antibody) มายังบริเวณดังกล่าว เพื่อกำจัดเชื้อโรคหรือสิ่งแปลกปลอมที่ติดมากับก้านต่างหู และซ่อมแซมเนื้อเยื่อส่วนที่ถูกทำลายนี้ ในพลาสมาและแอนติบอดีมีสารประกอบของไนโตรเจน ซึ่งจะทำปฏิกิริยากับนิกเกิลที่เคลือบบนก้านต่างหู ทำให้นิกเกิลละลายออกมาและเข้าสู่เซลล์ของร่างกายบริเวณนั้น ทำให้ระบบสร้างภูมิคุ้มกันถูกทำลาย มีผลให้ผิวหนังบริเวณนั้นเกิดอาการบวม อักเสบ เกิดผื่นคัน เป็นแผลพุพองเน่าเปื่อย ในบางรายอาจรุนแรงถึงขั้นติดเชื้อรุกลามถึงแก่ชีวิตได้ เนื่องจากนิกเกิลสามารถละลายได้ด้วยของเหลวในพลาสมาและแอนติบอดี ดังนั้นในการประดิษฐ์อุปกรณ์ที่ใช้ผ่าตัด ซึ่งต้องสัมผัสกับผิว

หนังหรือเนื้อเยื่อของร่างกายมนุษย์จึงต้องเป็นเหล็กไร้สนิม (stainless steel) ที่ปราศจากนิกเกิล เพื่อป้องกันการเกิดปัญหาดังกล่าว

นอกจากนี้ฝุ่นของนิกเกิลที่เกิดขึ้นในกระบวนการที่ทำให้นิกเกิลบริสุทธิ์ซึ่งเป็นสารที่มีพิษ จะทำให้เกิดมะเร็งในปอด ในจมูก และช่องไซนัสในมนุษย์และสัตว์ได้ ทั้งจะทำลายระบบการหายใจได้อย่างฉับพลัน สำหรับแหล่งที่ผลิตฝุ่นหรือไอของนิกเกิลที่สำคัญคือโรงงานผลิตไฟฟ้าที่ใช้ถ่านหินและน้ำมันเป็นเชื้อเพลิง จากน้ำมันเบนซินที่มีนิกเกิลผสม นอกจากนั้นนิกเกิลยังสามารถละลายได้ด้วยเหงื่อและซึมเข้าสู่ร่างกายของคนเราได้ทางผิวหนัง ถ้ามีการหยิบจับหรือสัมผัสกับผลิตภัณฑ์ที่มีนิกเกิลในปริมาณสูง เช่น เหรียญกษาปณ์ เหรียญตรา และเครื่องใช้ในครัวเรือน ฯลฯ

สำหรับการวิเคราะห์ปริมาณนิกเกิลในเครื่องประดับเงินนี้ จะใช้เครื่องเฟลมอะตอมมิกแอบซอร์พชันสเปกโทรโฟโตมิเตอร์

หลักการของอะตอมมิกแอบซอร์พชัน (Principles of Atomic Absorption) [1]

อะตอมมิกแอบซอร์พชันเป็นกระบวนการที่อะตอมอิสระของธาตุดูดกลืนแสงที่ความยาวคลื่นอันหนึ่งโดยเฉพาะ ซึ่งขึ้นอยู่กับชนิดของธาตุ ธาตุแต่ละชนิดจะมีระดับพลังงานแตกต่างกัน จึงมีการดูดกลืนพลังงานแตกต่างกัน ความยาวคลื่นเหล่านี้เป็นลักษณะเฉพาะตัวของธาตุแต่ละชนิด

ในการทำให้อะตอมของธาตุในสารประกอบเกิดเป็นอะตอมอิสระได้นั้น ต้องมีการดูดกลืนพลังงานเข้าไป ซึ่งอาจจะอยู่ในรูปต่าง ๆ กัน เช่น พลังงานความร้อนจากเปลวไฟ หรือความร้อนจากไฟฟ้าเป็นต้น ความร้อนจะทำให้เกิดกระบวนการแตกตัว (dissociation) หรือเปลี่ยนให้เป็นไอ (vaporization) หรืออาจแตกตัวเป็นอะตอม หรือทำให้อะตอมอยู่ในสถานะกระตุ้น หรืออาจกลายเป็นไอออนก็ได้

เทคนิคที่ใช้ในการวิเคราะห์ธาตุนิกเกิลสำหรับการศึกษานี้คือ Flame Atomization Technique เทคนิคนี้ใช้กระบวนการทำให้สารตัวอย่างแตกตัวเป็นอะตอมด้วยเปลวไฟ (flame) ที่เหมาะสม เครื่องมือที่ใช้เทคนิคนี้คือเครื่องเฟลมอะตอมมิกแอบซอร์พชันสเปกโทรโฟโตมิเตอร์ ซึ่งมีหลักการทำงานคือ สารละลายของตัวอย่างจะถูกดูดผ่านเนบูไลเซอร์ (nebulizer) เข้าไปที่เบอเนอร์ (burner) ที่มีเปลวไฟของก๊าซอะเซทิลีน (acetylene) กับออกซิเจน (oxygen) ทำให้เกิดเป็นอะตอมอิสระ ลำแสงจากหลอดกำเนิดแสงฮอลโลว์แคโทดแลมป์ (hollow cathode lamp) ของธาตุที่ต้องการ

วิเคราะห์ซึ่งให้พลังงานที่มีความยาวคลื่นเหมาะสม (resonance wavelength) จะผ่านเข้าไปในกลุ่มอะตอมอิสระเหล่านั้น บางส่วนของพลังงานแสงจากหลอดกำเนิดแสงจะถูกดูดกลืนไว้ด้วยอะตอมอิสระ ส่วนที่เหลือผ่านออกมาเข้าเครื่องดีเทคเตอร์ (detector) ปริมาณที่อ่านได้ถูกนำไปเปรียบเทียบกับพลังงานแสงตอนเริ่มต้น โดยปริมาณแสงที่ถูกดูดกลืนจะสัมพันธ์โดยตรงกับปริมาณอะตอมอิสระของธาตุที่ต้องการวิเคราะห์

จากความสัมพันธ์ระหว่างปริมาณของแสงที่ถูกดูดกลืน กับความเข้มข้นที่ทราบแน่นอนของสารตัวอย่าง ทำให้สามารถนำมาใช้สำหรับหาความเข้มข้นของธาตุนั้น ๆ ในตัวอย่างที่ต้องการวิเคราะห์ได้ ซึ่งเป็นไปตาม Lambert-Beer Law ดังนี้

$$\log I_o/I_t = \text{absorbance} = a \times b \times c$$

เมื่อ I_o = ความเข้มของพลังงานแสงก่อนผ่านอะตอมอิสระของธาตุ

I_t = ความเข้มของพลังงานแสงหลังผ่านอะตอมอิสระของธาตุ

a = absorption coefficient (absorptivity) ของแต่ละธาตุ

b = ความยาวของเซลล์ที่แสงตัดผ่าน

c = ความเข้มข้นของธาตุที่ต้องการวิเคราะห์

องค์ประกอบที่สำคัญต่าง ๆ ของเครื่องอะตอมมิกแอบซอร์พชันสเปกโทรโฟโตมิเตอร์มี 5 ส่วน คือ

1. แหล่งกำเนิดแสง (light source)
2. ส่วนที่ทำให้ธาตุกลายเป็นอะตอมอิสระ (atomizer)
3. โมโนโครเมเตอร์ (monochromator) ซึ่งใช้แยกแสงให้ได้ความยาวคลื่นของแสงที่ต้องการ
4. ดีเทคเตอร์ (detector)
5. เครื่องประมวลผลและอ่านผล (data system and read out unit)

1.2 ปัญหาและที่มาของการศึกษาทดลอง

ปัจจุบันมีการใช้และส่งออกเครื่องประดับไปจำหน่ายยังต่างประเทศเป็นจำนวนมาก ถ้าเครื่องประดับเหล่านั้นมีปริมาณนิกเกิลเกินกว่าเกณฑ์มาตรฐานกำหนด จะทำให้เกิดอันตรายต่อร่างกายคนเรา และอาจทำให้สินค้าเหล่านั้นถูกส่งกลับได้ ได้มีการกำหนดเกณฑ์มาตรฐานปริมาณนิกเกิลในเครื่องประดับไว้ใน Official Journal of the European Communities : L188, vol.37, 22 July 1994 [9] ไว้ดังนี้

- เครื่องประดับที่มีก้านแทงเข้าสู่เนื้อเยื่อร่างกาย เช่น ก้านต่างหู กำหนดให้มีปริมาณนิกเกิลได้ไม่เกินร้อยละ 0.05 โดยน้ำหนัก

- เครื่องประดับที่สัมผัสกับผิวหนังส่วนหนึ่งส่วนใดของร่างกาย เช่น สร้อยคอ สร้อยข้อมือ แหวน นาฬิกาข้อมือ ต่างหู กระดุม ซิป เครื่องหมาย กำหนดให้มีปริมาณนิกเกิลที่ละลายออกมาได้ไม่เกิน 0.5 ไมโครกรัมต่อพื้นที่ผิว 1 ตารางเซนติเมตรใน 1 สัปดาห์ (0.5 $\mu g / cm^2 / week$)

ดังนั้นการศึกษาวิเคราะห์หาปริมาณนิกเกิลในเครื่องประดับ จะทำให้ได้ข้อมูลที่เป็นประโยชน์แก่ผู้บริโภค และผู้ผลิตในการพัฒนาคุณภาพของผลิตภัณฑ์ให้ได้มาตรฐานสากล

1.3 วัตถุประสงค์

เพื่อประมวลผลการตรวจปริมาณนิกเกิลในเครื่องประดับที่ผู้ผลิตส่งมาวิเคราะห์ที่กลุ่มงานอนินทรีย์เคมีวิเคราะห์ 1 โดยเครื่องเฟลมอะตอมมิกแอบซอร์พชันสเปกโทรโฟโตมิเตอร์

1.4 ประโยชน์ที่ได้รับ

1.4.1 เป็นประโยชน์แก่ผู้บริโภคที่จะได้ตระหนักถึงพิษภัยของนิกเกิลในเครื่องประดับ

1.4.2 เป็นประโยชน์แก่ผู้ผลิตที่จะนำข้อมูลที่ได้ไปใช้ในการควบคุมและปรับปรุงคุณภาพของผลิตภัณฑ์ให้ได้มาตรฐานสากล

1.5 ระยะเวลาดำเนินการ

สิงหาคม - ตุลาคม 2543

1.6 ขั้นตอนการดำเนินการ

1.6.1 ตรวจสอบประสิทธิภาพของเครื่องมือ

1.6.2 ตรวจสอบความถูกต้องของการวิเคราะห์นิกเกิลด้วยเครื่องเฟลมอะตอมมิกแอบซอร์พชันสเปกโทรโฟโต โดยใช้ t-test

1.6.3 เตรียมตัวอย่างเครื่องประดับ โดยวิธีการย่อยสลายตัวอย่างด้วยกรด (acid digestion)

1.6.4 วิเคราะห์นิกเกิลในตัวอย่างด้วยเครื่องเฟลมอะตอมมิกแอบซอร์พชันสเปกโทรโฟโตมิเตอร์

บทที่ 2 วัสดุ อุปกรณ์และวิธีการ

2.1 ตัวอย่าง

เป็นตัวอย่างเครื่องประดับที่ผู้ผลิตส่งมาวิเคราะห์ปริมาณนิกเกิลในกลุ่มงานอนินทรีย์เคมี วิเคราะห์ 1

2.2 วัสดุ อุปกรณ์

2.2.1 เครื่องเฟลมอะตอมมิกแอบซอร์พชันสเปกโทรโฟโตมิเตอร์ รุ่น 880 ยี่ห้อ Varian ประเทศออสเตรเลีย

2.2.2 หลอดกำเนิดแสงฮอลโลว์แคโทดแลมป์ (hollow cathode lamp) นิกเกิล ยี่ห้อ Varian ประเทศออสเตรเลีย

2.2.3 เครื่องชั่ง รุ่น A200S ยี่ห้อ Satorious ประเทศเยอรมนี

2.2.4 แท่นให้ความร้อน (hotplate)

2.2.5 เครื่องแก้วที่ใช้ในห้องปฏิบัติการ

2.2.6 กระดาษกรอง Whatman เบอร์ 6

2.2.7 เครื่องดีไอออนไนเซอร์ (deionizer) รุ่น D4632 ยี่ห้อ Branstead E-pure ประเทศสหรัฐอเมริกา

2.3 สารเคมี

2.3.1 ก๊าซอะเซทิลีน (acetylene gas)

2.3.2 สารละลายมาตรฐานนิกเกิล (nickel standard solution) 1000 มิลลิกรัม/ลิตร

2.3.3 สารละลายมาตรฐานนิกเกิล 100 มิลลิกรัม/ลิตร

เตรียมโดยปิเปตสารละลายมาตรฐานนิกเกิลเข้มข้น 1000 มิลลิกรัม/ลิตร 10 มิลลิลิตร ใส่ขวดวัดปริมาตรขนาด 100 มิลลิลิตร แล้วเติมน้ำกลั่นจนถึงขีดปริมาตร

2.3.4 กรดไนตริกเข้มข้น (nitric acid) ชนิด AR grade

2.3.5 น้ำ D.I. (deionized water)

เตรียมโดยนำน้ำกลั่นผ่านเครื่อง deionizer เพื่อกำจัดแอนไอออนและแคตไอออน ซึ่งจะใช้น้ำนี้ในการเตรียมและเจือจางสารละลายทุกชนิด ในทุกขั้นตอนของการทดลอง

2.4 วิธีดำเนินการ

2.4.1 การหาช่วงความเป็นเส้นตรงของการวิเคราะห์นิกเกิล

เป็นการแสดงความสัมพันธ์ที่เป็นเส้นตรงระหว่างความเข้มข้นของสารละลายมาตรฐานกับค่าการดูดกลืนแสง โดยหาความสัมพันธ์ในรูปสมการเชิงเส้น (linear regression) และ coefficient of determination (R^2) วิธีหาช่วงความเป็นเส้นตรงของการวิเคราะห์นิกเกิลด้วยเครื่องเฟลมอะตอมมิกแอบซอร์พชันสเปกโทรโฟโตมิเตอร์ ทำดังนี้

- เตรียมสารละลายมาตรฐานนิกเกิลเข้มข้น 1, 2, 3, 4, 5, 8, 10, 15 และ 20 มิลลิกรัม/ลิตร โดยปิเปตสารละลายมาตรฐานนิกเกิลเข้มข้น 100 มิลลิกรัม/ลิตร 1, 2, 3, 5, และ 15 มิลลิลิตร ใส่ขวดวัดปริมาตรขนาด 100 มิลลิลิตร แล้วเติมน้ำกลั่นจนถึงขีดปริมาตร สำหรับเตรียมสารละลายมาตรฐานนิกเกิลเข้มข้น 1, 2, 3, 5 และ 15 มิลลิกรัม/ลิตร ตามลำดับ และปิเปตสารละลายมาตรฐานนิกเกิลเข้มข้น 100 มิลลิกรัม/ลิตร 2, 4, 5 และ 10 มิลลิลิตร ใส่ขวดวัดปริมาตรขนาด 50 มิลลิลิตร แล้วเติมน้ำกลั่นจนถึงขีดปริมาตร สำหรับเตรียมสารละลายมาตรฐานนิกเกิลเข้มข้น 4, 8, 10 และ 20 มิลลิกรัม/ลิตร ตามลำดับ
- นำสารละลายทั้งหมดมาวัดค่าการดูดกลืนแสง ด้วยเครื่องเฟลมอะตอมมิกแอบซอร์พชันสเปกโทรโฟโตมิเตอร์
- นำข้อมูลที่ได้มาเขียนกราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างค่าการดูดกลืนแสงกับความเข้มข้นของธาตุ
- คำนวณสมการเชิงเส้น และ coefficient of determination (R^2) โดยพิจารณาค่า R^2 ซึ่งมีค่าระหว่าง 0 ถึง 1 ถ้ามีค่าสูง ($R^2 > 0.995$) แสดงว่ากราฟที่ได้มี goodness of fit of linear graphs [6]

$$R^2 = \frac{\sum (\hat{y}_i - \bar{y})^2}{\sum (y_i - \bar{y})^2} = 1 - \frac{\sum (y_i - \hat{y}_i)^2}{\sum (y_i - \bar{y})^2}$$

เมื่อ y_i = ค่าการดูดกลืนแสงที่วัดได้

$\hat{y}_i$ = ค่าการดูดกลืนแสงที่คำนวณจากสมการเชิงเส้นที่ความเข้มข้นเดียวกันกับค่า y_i

$\bar{y}$ = ค่าเฉลี่ยของการดูดกลืนแสงที่วัดได้

หรือ $R^2 = r^2$

เมื่อ r = correlation coefficient

ผลการทดลองดังแสดงในภาคผนวกตารางที่ 5

ตารางที่ 1. แสดงสภาวะที่ใช้ในการวัดค่าการดูดกลืนแสงของนิกเกิล ด้วยเครื่องเฟลมอะตอมมิกแอบซอร์พชัน สเปกโทรโฟโตมิเตอร์ [10]

ภาวะการทดสอบ	นิกเกิล
Wavelength, nm	232.0
Slit width, nm	0.2
Lamp current, mA	8.0
Flame type	Air-acetylene
Flame stoichiometry	Oxidizing

2.4.2 การหาค่าความไวของวิธีวิเคราะห์ (sensitivity)

การหาความไวของวิธีวิเคราะห์ด้วยเครื่องเฟลมอะตอมมิกแอบซอร์พชัน สเปกโทรโฟโตมิเตอร์ จะคำนวณในรูปของ characteristic concentration คือ ความเข้มข้นของธาตุที่ทำให้สัญญาณการดูดกลืนแสงเปลี่ยนไป 0.0044 absorbance unit คำนวณจากสูตร [1]

$$\text{characteristic concentration (mg/L)} = \frac{c \times 0.0044}{\bar{x}}$$

เมื่อ c = ความเข้มข้นของสารละลายมาตรฐานที่ใช้ (มิลลิกรัม/ลิตร)

$\bar{x}$ = ค่าเฉลี่ยการดูดกลืนแสงของสารละลายมาตรฐานลบด้วยค่าเฉลี่ยการดูดกลืนแสงของแบลงค์

วิธีหาความไวของวิธีวิเคราะห์ด้วยเครื่องเฟลมอะตอมมิกแอบซอร์พชันสเปกโทรโฟโตมิเตอร์ ทำดังนี้

- วัดค่าการดูดกลืนแสงของสารละลายแบลงค์ (blank) ซ้ำ 5 ครั้ง แล้วหาค่าเฉลี่ย
- วัดค่าการดูดกลืนแสงของสารละลายมาตรฐานของธาตุ ซึ่งมีค่าการดูดกลืนแสงประมาณ 0.2 absorbance unit ซ้ำ 5 ครั้ง แล้วหาค่าเฉลี่ย

- หาค่าเฉลี่ยของค่าการดูดกลืนแสงที่ได้ลบด้วยค่าเฉลี่ยของแบลงค์
- คำนวณค่าความไวของวิธีวิเคราะห์

ผลการทดลองดังแสดงในภาคผนวกตารางที่ 6

2.4.3 การหาความถูกต้อง (accuracy) ของการวิเคราะห์

ความถูกต้องของการวิเคราะห์ หมายถึงความใกล้เคียงกันของผลการวิเคราะห์กับค่าจริง วิธีหาความถูกต้องของการวิเคราะห์ ทำดังนี้

- นำสารละลายมาตรฐานนิกเกิลที่มีความเข้มข้นอยู่ในช่วงความเป็นเส้นตรง มาวัดค่าการดูดกลืนแสงด้วยเครื่องเฟลมอะตอมมิกแอบซอร์พชัน สเปกโทรโฟโตมิเตอร์ อีกครั้ง เครื่องจะเก็บข้อมูลไว้แล้วสร้างกราฟมาตรฐาน (calibration curve) ความเข้มข้นของสารละลายมาตรฐานนิกเกิลที่ใช้ในการสร้างกราฟมาตรฐานคือ 0.5, 1, 1.5 และ 2 มิลลิกรัม/ลิตร
- นำสารละลายแบลงค์ และสารละลายมาตรฐานนิกเกิล เข้มข้น 2.0 มิลลิกรัม/ลิตร มาวัดค่าการดูดกลืนแสงด้วยเครื่องเฟลมอะตอมมิกแอบซอร์พชัน สเปกโทรโฟโตมิเตอร์ เครื่องจะประเมินผลข้อมูลออกมาในรูปของความเข้มข้นโดยเปรียบเทียบกับกราฟมาตรฐานของธาตุที่สร้างไว้

วัดค่าความเข้มข้นของสารละลายมาตรฐานข้างต้นนี้ 7 ครั้ง หักลบด้วยค่าความเข้มข้นของแบลงค์ แล้วนำข้อมูลที่ได้ไปคำนวณค่าเฉลี่ย และค่าเบี่ยงเบนมาตรฐาน

- เปรียบเทียบความถูกต้องของวิธีวิเคราะห์ โดยใช้ t-test (two-tailed test) คำนวณจากสูตร [6]

$$t = \frac{(\bar{x}-\mu)\sqrt{n}}{s} \quad \text{, degree of freedom} = (n - 1)$$

เมื่อ $\bar{x}$ = ค่าเฉลี่ยความเข้มข้นของสารละลายมาตรฐานนิกเกิลที่วิเคราะห์ได้ลบด้วยความเข้มข้นเฉลี่ยของสารละลายแบลงค์ (มิลลิกรัม/ลิตร)

μ = ค่าความเข้มข้นของสารละลายมาตรฐานนิกเกิลที่เตรียม (มิลลิกรัม/ลิตร)

n = จำนวนครั้งของการวิเคราะห์

s = ค่าเบี่ยงเบนมาตรฐาน

ถ้า $t_{คำนวณ}$ มีค่าน้อยกว่า $t_{จากตาราง}$ แสดงว่าวิธีวิเคราะห์นี้มีความถูกต้องไม่แตกต่างกันกับค่าจริงอย่างมีนัยสำคัญ

ผลการทดลองดังแสดงในภาคผนวกตารางที่ 7

2.4.4 การหาขีดจำกัดต่ำสุดของวิธีวิเคราะห์ (detection limit) [5]

ขีดจำกัดต่ำสุดของวิธีวิเคราะห์ คือ ความเข้มข้นต่ำสุดของสารละลายที่สามารถทำการวิเคราะห์ได้ที่ระดับความเชื่อมั่น 95 %

วิธีหาค่าดูดกลืนแสงและความเข้มข้นที่ขีดจำกัดต่ำสุดโดยประมาณ ทำดังนี้

- วัดค่าการดูดกลืนแสงของสารละลายแบลงค์ 8 ขวด ๆ ละ 2 ครั้ง โดยทำการวิเคราะห์วันละครั้ง
- คำนวณความเบี่ยงเบนมาตรฐาน (standard deviation) ของค่าการดูดกลืนแสงของสารละลายแบลงค์ จากสูตร

$$\text{standard deviation of blanks } (S_b) = \sqrt{\frac{\Sigma\,(\text{diff})^2}{n}}$$

เมื่อ diff = ความแตกต่างของค่าการดูดกลืนแสงของสารละลายแบลงค์ที่วิเคราะห์

n = จำนวนของสารละลายแบลงค์

- คำนวณ criterion of detection จากสูตร

$$\text{criterion of detection} = t_b S_b$$

เมื่อ t_b = 1.86 (one - tailed test) เมื่อ degree of freedom n = 8 ที่ระดับความเชื่อมั่น 95 %

- คำนวณค่าการดูดกลืนแสงที่ขีดจำกัดต่ำสุดโดยประมาณ จากสูตร

$$\text{ค่าการดูดกลืนแสงที่ขีดจำกัดต่ำสุดโดยประมาณ} = \frac{2\,S_b \times 120}{100}$$

- คำนวณความเข้มข้นที่ขีดจำกัดต่ำสุดโดยประมาณ จากสมการเชิงเส้นของกราฟมาตรฐาน โดยใช้ค่าการดูดกลืนแสงที่คำนวณได้จากข้างต้น

วิธีหาค่าขีดจำกัดต่ำสุดของการวิเคราะห์ ทำดังนี้

- เตรียมสารละลายตัวอย่างให้มีความเข้มข้นใกล้เคียงกับความเข้มข้นของขีดจำกัดต่ำสุด โดยประมาณที่คำนวณได้ จำนวน 8 ขวด
- วัดค่าการดูดกลืนแสงของสารละลายตัวอย่าง
- คำนวณค่าการดูดกลืนแสงที่ขีดจำกัดต่ำสุด จากสูตร

$$\text{reading corresponding to detection limit} = \text{criterion of detection} + t_d S_d$$

เมื่อ S_d = ความเบี่ยงเบนมาตรฐานของค่าการดูดกลืนแสง

t_d = 1.89 (one - tailed test) เมื่อ degree of freedom n - 1 = 7 ที่ระดับความเชื่อมั่น 95 %

- คำนวณค่าขีดจำกัดต่ำสุดของวิธีวิเคราะห์ (detection limit) จากสมการเชิงเส้นของกราฟมาตรฐาน โดยใช้ค่าการดูดกลืนแสงที่ขีดจำกัดต่ำสุดที่คำนวณได้จากข้างบน

ผลการทดลองดังแสดงในภาคผนวกตารางที่ 8-9

2.4.5 การวิเคราะห์ปริมาณนิกเกิลในตัวอย่างเครื่องประดับ

- นำตัวอย่างเครื่องประดับมารีดเป็นแผ่นบางเรียบ ทำความสะอาดด้วยตะไบ แล้วซอยเป็นชิ้นเล็ก ๆ ชั่งตัวอย่างประมาณ 0.3 กรัม [2] ให้ได้น้ำหนักแน่นอนลงในบีกเกอร์ขนาด 50 มิลลิลิตร เติมน้ำกลั่นลงไปเล็กน้อย จากนั้นค่อย ๆ เติมกรดไนตริกเข้มข้นลงไปจนครบ 5 มิลลิลิตร ปิดด้วยกระจกนาฬิกา นำสารละลายตัวอย่างมาย่อยสลายบนแท่นให้ความร้อนโดยไม่ทำให้สารละลายเดือดจนกระทั่งตัวอย่างละลายจนหมด จากนั้นให้ความร้อนกับสารละลายตัวอย่างต่อประมาณ 30 นาที ปล่อยให้เย็น ถ่ายสารละลายตัวอย่างลงในขวดปริมาตรขนาด 25 มิลลิลิตร เติมน้ำกลั่นจนถึงขีดปริมาตร กรองสารละลายด้วยกระดาษกรองเบอร์ 6

ทำการเตรียมสารละลายตัวอย่างทั้งหมดจำนวน 3 ซ้ำ

- เตรียมสารละลายแบลงค์ โดยใช้น้ำกลั่นแทนตัวอย่าง
- นำสารละลายแบลงค์ และสารละลายตัวอย่าง มาวัดค่าการดูดกลืนแสงด้วยเครื่องเฟลมอะตอมมิกแอบซอร์พชัน สเปกโทรโฟโตมิเตอร์ เครื่องจะประเมินผลข้อมูลออกมาในรูปของความเข้มข้นโดยเปรียบเทียบกับกราฟมาตรฐานของธาตุที่สร้างไว้ นำข้อมูลที่ได้ไปคำนวณผลต่อไป

- คำนวณหาปริมาณธาตุโดยใช้สูตร

$$\text{ธาตุ (ร้อยละ)} = \frac{A \times V \times D \times 100}{S \times 1{,}000{,}000} = \frac{A \times V \times D}{S \times 10{,}000}$$

เมื่อ A = ความเข้มข้น (มิลลิกรัมต่อลิตร) ที่วัดได้ของสารละลายตัวอย่างลบด้วยสารละลายแบลงค์

V = ปริมาตรเริ่มต้น (มิลลิลิตร)

D = สัมประสิทธิ์การเจือจาง

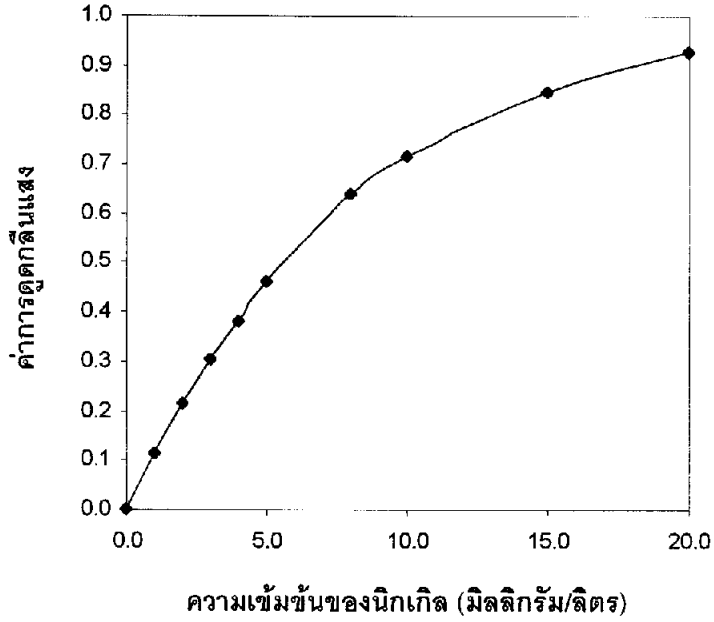
S = น้ำหนักตัวอย่าง (กรัม)

ผลการทดลองดังแสดงในภาคผนวกตารางที่ 10

บทที่ 3 ผลการวิเคราะห์

3.1 การหาช่วงความเป็นเส้นตรงของการวิเคราะห์นิกเกิล

การหาช่วงความเป็นเส้นตรงของการวิเคราะห์นิกเกิลโดยเครื่องเฟลมอะตอมมิกแอบซอร์พชันสเปกโทรโฟโตมิเตอร์ ดังแสดงในภาพที่ 1 ส่วนการคำนวณสมการเชิงเส้น และ coefficient of determination, R^2 แสดงในตารางที่ 2



ภาพที่ 1. แสดงความสัมพันธ์ระหว่างความเข้มข้นกับค่าการดูดกลืนแสงของนิกเกิล

ตารางที่ 2. แสดงสมการเชิงเส้น และ coefficient of determination ของช่วงความเข้มข้นของสารละลายมาตรฐานต่าง ๆ ของนิกเกิล ซึ่งวิเคราะห์โดยเครื่องเฟลมอะตอมมิกแอบซอร์พชันสเปกโทรโฟโตมิเตอร์

ธาตุ	ช่วงความเข้มข้นที่ใช้, มิลลิกรัม/ลิตร	สมการเชิงเส้น	R^2
นิกเกิล	0 - 20	Y = 0.0571X	0.8172
	0 - 15	Y = 0.0671 X	0.8869
	0 - 10	Y = 0.0789 X	0.9554
	0 - 8	Y = 0.0861 X	0.9696
	0 - 5	Y = 0.0965 X	0.9883
	0 - 4	Y = 0.0995 X	0.9919
	0 - 3	Y = 01041 X	0.9965

หมายเหตุ ข้อมูลดิบของการหาช่วงความเป็นเส้นตรงของการวิเคราะห์ ดังแสดงในภาคผนวกตารางที่ 5

3.2 ค่าความไว ความถูกต้อง และขีดจำกัดต่ำสุดของการวิเคราะห์นิกเกิล

ค่าความไว ความถูกต้อง และขีดจำกัดต่ำสุดของการวิเคราะห์นิกเกิล โดยเครื่องเฟลมอะตอมมิกแอบซอร์พชันสเปกโทรโฟโตมิเตอร์ แสดงในตารางที่ 3

ตารางที่ 3. แสดงความไว ความถูกต้องโดยใช้ t-test (two - tailed test) และขีดจำกัดต่ำสุดของการวิเคราะห์นิกเกิล โดยเครื่องเฟลมอะตอมมิกแอบซอร์พชันสเปกโทรโฟโตมิเตอร์

การวิเคราะห์นิกเกิล	
ค่าความไวของการวิเคราะห์, มิลลิกรัม/ลิตร	0.04
ความถูกต้องของการวิเคราะห์, t	1.90
ค่าขีดจำกัดต่ำสุดของการวิเคราะห์, มิลลิกรัม/ลิตร	0.05

หมายเหตุ 1. ข้อมูลดิบของการหาความไวของการวิเคราะห์ ดังแสดงในภาคผนวกตารางที่ 6

2. ข้อมูลดิบของการหาความถูกต้องของการวิเคราะห์ ดังแสดงในภาคผนวกตารางที่ 7

3. $t_{\text{จากตาราง}}$ ที่ระดับความเชื่อมั่น 95 % = 2.45 (n - 1 = 6)

4. ข้อมูลดิบของการหาค่าขีดจำกัดต่ำสุดของการวิเคราะห์ ดังแสดงในภาคผนวกตารางที่ 8-9

3.3 การวิเคราะห์หาปริมาณนิกเกิลในเครื่องประดับ

จากการรวบรวมข้อมูลการวิเคราะห์หาปริมาณนิกเกิลในเครื่องประดับ ได้แก่ แหวนเงิน จี้เงิน ต่างหู ก้านต่างหู และหัวเข็มขัด ที่ผู้ผลิตได้ส่งมาวิเคราะห์ที่กลุ่มงานอนินทรีย์เคมีวิเคราะห์ 1 โดยเครื่องเฟลมอะตอมมิกแอบซอร์พชันสเปกโทรโฟโตมิเตอร์ ได้แสดงไว้ในตารางที่ 4

ตารางที่ 4. แสดงปริมาณนิกเกิลที่วิเคราะห์ได้ในเครื่องประดับ โดยเครื่องเฟลมอะตอมมิกแอบซอร์พชันสเปกโทรโฟโตมิเตอร์

ประเภทตัวอย่าง	ตัวอย่าง	หมายเลขปฏิบัติการ	ปริมาณนิกเกิลร้อยละ
แหวนเงิน	1	RH.699	0.13
	2	RH.700	0.03
	3	RH.701	0.08
	4	SY.644	<LOD
	5	TG.918	<LOD
	6	TS.665	0.01
จี้เงิน	1	UO.234	<LOD
	2	UO.235	0.0007
	3	UO.236	<LOD

ตารางที่ 4. (ต่อ)

ประเภทตัวอย่าง	ตัวอย่าง	หมายเลขปฏิบัติการ	ปริมาณนิกเกิลร้อยละ
จี้เงิน	4	UQ.45	0.03
	5	UQ.46	0.15
	6	UQ.47	0.03
	7	UQ.48	0.03
ต่างหู	1	SL.65	0.24
	2	SL.66	0.27
	3	SL.67	0.25
	4	SL.68	0.29
	5	SL.69	0.22
	6	SV.110	0.0005
	7	SV.111	0.0005
	8	SV.112	<LOD
	9	SW.984	0.002
	10	TA.302	0.55
	11	TG.919	<LOD
	12	TG.920	<LOD
	13	UQ.50	0.02
	14	UQ.51	0.02
ก้านต่างหู	1	SL.71	0.09
	2	SS.992	0.001
	3	TA.303	0.22
	4	UO.488	<LOD
หัวเข็มขัด	1	SJ.329	0.02
	2	SJ.330	0.02
	3	SJ.331	0.03
	4	SJ.332	0.04
	5	SJ.854	0.02
	6	SH.810	0.02

ตารางที่ 4. (ต่อ)

ประเภทตัวอย่าง	ตัวอย่าง	หมายเลขปฏิบัติการ	ปริมาณนิกเกิลร้อยละ
หัวเข็มขัด	7	SH.811	0.01
	8	SH.812	2.2
	9	SH.813	3.1
	10	SH.814	0.01
	11	SH.815	0.03

หมายเหตุ 1. ข้อมูลดิบของการวิเคราะห์ปริมาณนิกเกิล ดังแสดงในภาคผนวกตารางที่ 10

2.ค่าขีดจำกัดต่ำสุดของการวิเคราะห์นิกเกิลโดยเครื่องเฟลมอะตอมมิกแอบซอร์พชันสเปกโทรโฟโตมิเตอร์ มีค่าเท่ากับ 0.05 มิลลิกรัม/ลิตร

บทที่ 4 วิจารณ์ผล

4.1 การหาช่วงความเป็นเส้นตรงของการวิเคราะห์

ในการวิเคราะห์หาปริมาณธาตุโดยวิธีอะตอมมิกแอบซอร์พชันสเปกโทรโฟโตมิเตอร์ ต้องทำการเปรียบเทียบกับกราฟมาตรฐาน โดยทั่วไปมักพบว่าเมื่อความเข้มข้นของสารละลายเพิ่มมากขึ้น กราฟที่ได้จะโค้ง การที่จะทราบว่ากราฟมาตรฐานมีการโค้งงอหรือไม่ โดยพิจารณาจากค่า coefficient of determination, R^2 ถ้าค่า R^2 มีค่ามากกว่า 0.995 แสดงว่ากราฟที่ได้มี goodness of fit of linear graphs ในการวิเคราะห์นิกเกิลโดยเครื่องเฟลมอะตอมมิกแอบซอร์พชัน สเปกโทรโฟโตมิเตอร์ พบว่ามีช่วงความเข้มข้นของการวิเคราะห์นิกเกิลที่เป็นเส้นตรง ตั้งแต่ 0 - 3 มิลลิกรัม/ลิตร

4.2 การหาความไวของการวิเคราะห์

ในการวิเคราะห์นิกเกิลโดยเครื่องเฟลมอะตอมมิกแอบซอร์พชันสเปกโทรโฟโตมิเตอร์ พบว่าความเข้มข้นของนิกเกิล 0.04 มิลลิกรัม/ลิตร จะทำให้สัญญาณการดูดกลืนแสงเปลี่ยนไป 0.0044 absorbance unit

4.3 การหาความถูกต้องของการวิเคราะห์

การทดสอบความถูกต้องของการวิเคราะห์นิกเกิลด้วยเครื่องเฟลมอะตอมมิกแอบซอร์พชันสเปกโทรโฟโตมิเตอร์ โดยใช้ t - test พบว่ามีความถูกต้องไม่แตกต่างกับค่าความเข้มข้นของสารละลายมาตรฐานที่เตรียมอย่างมีนัยสำคัญ ที่ระดับความเชื่อมั่นที่ 95 %

4.4 การหาขีดจำกัดต่ำสุดของการวิเคราะห์

เพื่อให้ได้ผลการวิเคราะห์ที่มีความถูกต้อง และตัดปัญหาในการบอกว่าพบธาตุนั้นในขณะที่ไม่มี หรือไม่พบขณะที่มีธาตุดังกล่าวอยู่ในตัวอย่างที่ทำการวิเคราะห์ จึงต้องกำหนดขีดจำกัดต่ำสุดของการวิเคราะห์ ซึ่งเป็นความเข้มข้นต่ำสุดของสารละลายที่สามารถทำการวิเคราะห์ได้ที่ระดับความเชื่อมั่นที่ 95 % พบว่าขีดจำกัดต่ำสุดของการวิเคราะห์นิกเกิลในเครื่องประดับโดยเครื่องเฟลมอะตอมมิกแอบซอร์พชัน สเปกโทรโฟโตมิเตอร์ มีค่าเท่ากับ 0.05 มิลลิกรัม/ลิตร

4.5 การวิเคราะห์ปริมาณนิกเกิลในเครื่องประดับ

จากการรวบรวมข้อมูลการวิเคราะห์ปริมาณนิกเกิลในเครื่องประดับที่ผู้ผลิตได้นำมาวิเคราะห์ที่กลุ่มงานอนินทรีย์เคมีวิเคราะห์ 1 โดยเครื่องเฟลมอะตอมมิกแอบซอร์พชันสเปกโทรโฟโตมิเตอร์ จำนวน 42 ตัวอย่าง ดังนี้ แหวนเงิน 6 ตัวอย่าง จี้เงิน 7 ตัวอย่าง ต่างหู 14 ตัวอย่าง ก้านต่างหู 4 ตัวอย่าง และหัวเข็มขัด 11 ตัวอย่าง พบว่ามีแหวนเงิน 2 ตัวอย่าง จี้เงิน 1 ตัวอย่าง ต่างหู 8 ตัวอย่าง ก้านต่างหู 2 ตัวอย่าง และหัวเข็มขัด 2 ตัวอย่าง รวม 15 ตัวอย่าง ที่มีปริมาณนิกเกิลเกินกว่าร้อยละ 0.05 โดยน้ำหนัก

บทที่ 5 สรุปผลและข้อเสนอแนะ

จากการศึกษาวิเคราะห์ปริมาณนิกเกิล โดยเครื่องเฟลมอะตอมมิกแอบซอร์พชันสเปกโทรโฟโตมิเตอร์ พบว่ามีช่วงความเข้มข้นของการวิเคราะห์ที่เป็นเส้นตรงตั้งแต่ 0 ถึง 3 มิลลิกรัมต่อลิตร มีความไวของการวิเคราะห์ 0.04 มิลลิกรัมต่อลิตร และมีขีดจำกัดต่ำสุดของการวิเคราะห์นิกเกิลในตัวอย่างเครื่องประดับเท่ากับ 0.05 มิลลิกรัมต่อลิตร

ในการวิเคราะห์ปริมาณนิกเกิลในเครื่องประดับ โดยเครื่องเฟลมอะตอมมิกแอบซอร์พชันสเปกโทรโฟโตมิเตอร์ ของกลุ่มงานอนินทรีย์เคมีวิเคราะห์ 1 เป็นการวิเคราะห์ปริมาณนิกเกิลทั้งหมดที่มีอยู่ในตัวอย่าง จากข้อมูลการวิเคราะห์ปริมาณนิกเกิลในเครื่องประดับจำนวน 42 ตัวอย่าง ได้แก่ แหวนเงิน 6 ตัวอย่าง จี้เงิน 7 ตัวอย่าง ต่างหู 14 ตัวอย่าง ก้านต่างหู 4 ตัวอย่าง และหัวเข็มขัด 11 ตัวอย่าง พบว่ามีแหวนเงิน 2 ตัวอย่าง จี้เงิน 1 ตัวอย่าง ต่างหู 8 ตัวอย่าง ก้านต่างหู 2 ตัวอย่าง และหัวเข็มขัด 2 ตัวอย่าง รวม 15 ตัวอย่าง ที่มีปริมาณนิกเกิลเกินกว่าร้อยละ 0.05 โดยน้ำหนัก

ตามมาตรฐานใน Official Journal of the European Communities : L188, vol.37, 22 July 1994 ได้กำหนดให้เครื่องประดับที่มีก้านแทงเข้าสู่เนื้อเยื่อร่างกาย เช่น ก้านต่างหู ต้องมีปริมาณนิกเกิลไม่เกินร้อยละ 0.05 โดยน้ำหนัก ซึ่งเป็นการวิเคราะห์หาปริมาณนิกเกิลทั้งหมดที่มีอยู่ในตัวอย่าง ส่วนเครื่องประดับที่สัมผัสกับผิวหนังส่วนหนึ่งส่วนใดของร่างกาย เช่น สร้อยคอ แหวน จี้ ต่างหู ฯลฯ เป็นการวิเคราะห์หาปริมาณนิกเกิลที่สามารถละลายออกมาได้ ซึ่งต้องมีปริมาณนิกเกิลที่ละลายออกมาได้ไม่เกิน 0.5 ไมโครกรัมต่อพื้นที่ผิว 1 ตารางเซนติเมตรใน 1 สัปดาห์ ดังนั้นในการวิเคราะห์หาปริมาณนิกเกิลในเครื่องประดับ จึงควรเลือกใช้วิธีการวิเคราะห์ให้เหมาะสมกับประเภทของตัวอย่างที่จะทำการวิเคราะห์ เพื่อเป็นประโยชน์แก่ผู้ผลิตในการควบคุมและปรับปรุงคุณภาพของผลิตภัณฑ์ให้ได้มาตรฐานสากล

กิตติกรรมประกาศ

ผู้เขียนขอขอบคุณ คุณส่องแสง เลี่ยวชวลิต ผู้อำนวยการกองเคมี คุณเรณู ตามไท หัวหน้ากลุ่มงานอนินทรีย์เคมีวิเคราะห์ 1 และผู้ร่วมงานในกลุ่มงานอนินทรีย์เคมีวิเคราะห์ 1 ที่ให้คำแนะนำ ช่วยเหลือ และเป็นกำลังใจ ขอขอบคุณกรมวิทยาศาสตร์บริการที่ให้ความเอื้อเฟื้อวัสดุ อุปกรณ์ และสารเคมีต่าง ๆ ทำให้การศึกษาครั้งนี้สำเร็จลุล่วงได้ด้วยดี

เอกสารอ้างอิง

1. แม้น อมรสิทธิ์ และ อมร เพชรสม. **หลักการและเทคนิคการวิเคราะห์เชิงเครื่องมือ**. กรุงเทพฯ : โรงพิมพ์ชวนพิมพ์. 2534. หน้า 10, 322-329.
2. สำนักงานมาตรฐานผลิตภัณฑ์อุตสาหกรรม. มาตรฐานผลิตภัณฑ์อุตสาหกรรมเครื่องเงิน. **มอก.21**. หน้า 11.
3. อนันต์ ทองมอญ. **ชุบโลหะด้วยไฟฟ้า**. กรุงเทพฯ : ภาพพิมพ์. หน้า 52.
4. อำนาจ สิทธัตตระกูล. มลพิษอันเกิดจากโลหะบางชนิด. **วารสารวิทยาศาสตร์**. ตุลาคม, 2520, หน้า 39.
5. Caulcutt, R. and Boddy R. **Statistics for Analytical Chemists**. London : Chapman and Hall, 1983. p. 201-205.
6. Miller, J.C. and Miller, J.N. **Statistics for Analytical Chemistry**. 3rd ed. Chichester : Ellis Horwood, 1993. p. 53-54, 133-137.
7. Nickel Allergy. 2000. [online] Available : http://www.skinsite.com/info_nickel_allergy.htm
8. Nickel Free. 2000. [online] Available : http://www.rings-things.com/NICKFREE.HTM
9. Official Journal of the European Communities. European Parliament and Council Directive 94/27/EC of 30 June 1994 amending for the 12th time Directive 76/759/EEC on the approximation of the laws, regulation and administrative provisions of the Member States relating to restrictions on the marketing and use of certain dangerous substances and preparation. **L-188**, vol.37, 22 July 1994, p. 1-2.
10. The Varian Australia Pty Ltd. Flame Atomic Absorption Spectrometry, **Analytical Methods**. 1989. p. 43.

ภาคผนวก

ภาคผนวก

ตารางที่ 5. แสดงข้อมูลดิบของการหาช่วงความเป็นเส้นตรงของการวิเคราะห์นิกเกิล โดยเครื่องเฟลมอะตอมมิกแอบซอร์พชันสเปกโทรโฟโตมิเตอร์

ธาตุ	ความเข้มข้นของธาตุ (มิลลิกรัม/ลิตร)	ค่าการดูดกลืนแสง
นิกเกิล	0.0	0.000
	1.0	0.042
	2.0	0.081
	3.0	0.119
	4.0	0.188
	5.0	0.252
	8.0	0.340
	10.0	0.464
	15.0	0.563
	20.0	0.713

ตารางที่ 6. แสดงข้อมูลดิบของการหาความไวของการวิเคราะห์นิกเกิล โดยเครื่องเฟลมอะตอมมิกแอบซอร์พชันสเปกโทรโฟโตมิเตอร์

ค่าการดูดกลืนแสงครั้งที่	นิกเกิล	
	แบลงค์	นิกเกิล 2.0 มิลลิกรัม/ลิตร
1	0.001	0.215
2	0.002	0.217
3	0.001	0.216
4	-0.002	0.215
5	0.001	0.218
เฉลี่ย	**0.0006**	**0.2162**
ความไวของการวิเคราะห์ (มิลลิกรัม/ลิตร)	**0.041**	

ตารางที่ 7. แสดงการหาค่าความถูกต้องของการวิเคราะห์นิกเกิล โดยเครื่องเฟลมอะตอมมิกแอบซอร์พชันสเปกโทรโฟโตมิเตอร์

ครั้งที่	ความเข้มข้นของนิกเกิล (มิลลิกรัม/ลิตร)
1	1.975
2	1.995
3	1.992
4	1.997
5	2.003
6	1.990
7	1.991
$\bar{X}$	1.9919
SD	0.0113
t	1.90

critical value of t = 2.45 (degree of freedom n-1 = 6) at confidence level 95%

ตารางที่ 8. แสดงข้อมูลดิบของการหาค่าขีดจำกัดต่ำสุดโดยประมาณของการวิเคราะห์นิกเกิล โดยเครื่องเฟลมอะตอมมิกแอบซอร์พชันสเปกโทรโฟโตมิเตอร์

ค่าการดูดกลืนแสงครั้งที่	สารละลายแบลงค์		diff	diff ^{2}
1	0.001	-0.001	0.002	0.000004
2	0.002	-0.001	0.003	0.000009
3	-0.002	-0.001	-0.001	0.000001
4	0.002	-0.001	0.003	0.000009
5	0.002	-0.001	0.003	0.000009
6	-0.002	-0.001	-0.001	0.000001
7	0.001	-0.002	0.003	0.000009
8	0.002	-0.001	0.003	0.000009

$\Sigma(\text{diff})^2$	0.000051
Standard deviation of blanks, S_b	0.00252
t_b (n=8), ที่ระดับความเชื่อมั่น 95 %	1.86
Criterion of detection, t_b S_b	0.004696
Estimating the absorbance	0.0113
Linear regression of calibration curve	Y = 0.1098 X
Estimating the concentration, mg/L	0.103

ตารางที่ 9. แสดงข้อมูลดิบของการหาค่าขีดจำกัดต่ำสุดของการวิเคราะห์นิกเกิล โดยเครื่องเฟลมอะตอมมิกแอบซอร์พชันสเปกโทรโฟโตมิเตอร์

ครั้งที่	ค่าการดูดกลืนแสงของนิกเกิล
1	0.010
2	0.010
3	0.010
4	0.011
5	0.010
6	0.010
7	0.011
8	0.010
Standard deviation, S_d	**0.000463**
ค่าการดูดกลืนแสงที่ขีดจำกัดต่ำสุด	**0.0056**
ขีดจำกัดต่ำสุดของวิธีวิเคราะห์ (มิลลิกรัม/ลิตร)	**0.051**

ตารางที่ 10. แสดงข้อมูลดิบของการวิเคราะห์หาปริมาณนิกเกิลในเครื่องประดับ โดยเครื่องเฟลมอะตอมมิกแอบซอร์พชันสเปกโทรโฟโตมิเตอร์

ประเภทตัวอย่าง	ตัวอย่าง	หมายเลขปฏิบัติการ	น้ำหนัก (g/25mL)	สัมประสิทธิ์การเจือจาง (เท่า)	ความเข้มข้นของนิกเกิลที่วัดได้ (mg/L)	ปริมาณนิกเกิล (%)	ปริมาณนิกเกิลเฉลี่ย (%)
แหวนเงิน	1	RH.699	0.2557	10	1.320	0.129	
			0.2765	10	1.420	0.128	0.13
			0.2900	10	1.505	0.130	
	2	RH.700	0.2424	2.5	1.128	0.029	
			0.2677	2.5	1.204	0.028	0.03
			0.2835	2.5	1.284	0.028	
	3	RH.701	0.2513	10	0.840	0.084	
			0.2932	10	0.965	0.082	0.08
			0.2802	10	0.930	0.083	
	4	SY.644	0.3743	1	0.027	0.00018	
			0.4065	1	0.031	0.00019	<LOD
			0.4291	1	0.038	0.00022	
	5	TG.918	0.4164	1	0.036	0.00022	
			0.5107	1	0.038	0.00019	<LOD
			0.5328	1	0.040	0.00019	
	6	TS.665	0.2743	1	1.714	0.016	
			0.2638	1	1.431	0.014	0.01
			0.2631	1	1.429	0.014	
จี้เงิน	1	UO.234	0.3868	1	0.031	0.000	
			0.3267	1	0.027	0.000	<LOD
			0.4425	1	0.033	0.000	
	2	UO.235	0.3513	1	0.101	0.001	
			0.3964	1	0.104	0.001	0.001
			0.3453	1	0.103	0.001	
	3	UO.236	0.3810	1	0.026	0.000	
			0.3910	1	0.026	0.000	<LOD
			0.5077	1	0.043	0.000	

ตารางที่ 10. (ต่อ)

ประเภทตัวอย่าง	ตัวอย่าง	หมายเลขปฏิบัติการ	น้ำหนัก (g/25mL)	สัมประสิทธิ์การเจือจาง (เท่า)	ความเข้มข้นของนิกเกิลที่วัดได้ (mg/L)	ปริมาณนิกเกิล (%)	ปริมาณนิกเกิลเฉลี่ย (%)
จี้เงิน	4	UQ.45	0.5395	5	1.148	0.027	
			0.6039	5	1.184	0.025	0.02
			0.4991	5	0.943	0.024	
	5	UQ.46	0.4737	20	1.527	0.161	
			0.5942	20	1.720	0.145	0.15
			0.5172	20	1.570	0.152	
	6	UQ.47	0.4930	5	1.075	0.027	
			0.5324	5	1.156	0.027	0.03
			0.5650	5	1.160	0.026	
	7	UQ.48	0.5068	5	1.045	0.026	
			0.5277	5	1.025	0.024	0.02
			0.7014	5	1.399	0.025	
ต่างหู	1	SL.65	0.2413	20	1.185	0.246	
			0.2463	20	1.175	0.239	0.25
			0.2637	20	1.325	0.251	
	2	SL.66	0.2404	20	1.310	0.272	
			0.2560	20	1.365	0.267	0.27
			0.2522	20	1.390	0.276	
	3	SL.67	0.2505	20	1.250	0.250	
			0.2487	20	1.215	0.244	0.25
			0.2540	20	1.250	0.246	
	4	SL.68	0.2723	20	1.575	0.289	
			0.2514	20	1.455	0.289	0.29
			0.2615	20	1.485	0.284	
	5	SL.69	0.1768	20	0.785	0.222	
			0.1576	20	0.685	0.217	0.22
			0.1583	20	0.720	0.227	
	6	SV.110	0.5206	1	0.100	0.00048	
			0.5122	1	0.120	0.00059	0.0005
			0.5518	1	0.120	0.00054	

ตารางที่ 10. (ต่อ)

ประเภทตัวอย่าง	ตัวอย่าง	หมายเลขปฏิบัติการ	น้ำหนัก (g/25mL)	สัมประสิทธิ์การเจือจาง (เท่า)	ความเข้มข้นของนิกเกิลที่วัดได้ (mg/L)	ปริมาณนิกเกิล (%)	ปริมาณนิกเกิลเฉลี่ย (%)
ต่างหู	7	SV.111	0.4967	1	0.090	0.00045	
			0.5506	1	0.110	0.00050	0.0005
			0.5181	1	0.100	0.00048	
	8	SV.112	0.4907	1	0.024	0.00012	
			0.5072	1	0.027	0.00013	0.0001
			0.5012	1	0.025	0.00012	
	9	SW.984	0.6290	1	0.620	0.00246	
			0.6911	1	0.680	0.00246	0.002
			0.7111	1	0.700	0.00246	
	10	TA.302	0.4556	100	1.065	0.584	
			0.4882	100	1.040	0.533	0.55
			0.5495	100	1.155	0.525	
	11	TG.919	0.5248	1	0.028	0.00013	
			0.4542	1	0.026	0.00014	<LOD
			0.4247	1	0.027	0.00016	
	12	TG.920	0.4856	1	0.031	0.00016	
			0.4674	1	0.030	0.00016	<LOD
			0.4877	1	0.033	0.00017	
	13	UG.50	0.5398	5	1.004	0.023	
			0.5879	5	1.099	0.023	0.02
			0.6068	5	1.102	0.023	
	14	UG.51	0.5783	5	0.955	0.021	
			0.5317	5	0.912	0.021	0.02
			0.5106	5	0.988	0.024	
ก้านต่างหู	1	SL.71	0.2650	10	0.945	0.089	
			0.2644	10	0.962	0.091	0.09
			0.2576	10	0.987	0.096	
	2	SS.992	0.5141	1	0.280	0.0014	
			0.5168	1	0.360	0.0017	0.001
			0.5346	1	0.240	0.0011	

ตารางที่ 10. (ต่อ)

ประเภทตัวอย่าง	ตัวอย่าง	หมายเลขปฏิบัติการ	น้ำหนัก (g/25mL)	สัมประสิทธิ์การเจือจาง (เท่า)	ความเข้มข้นของนิกเกิลที่วัดได้ (mg/L)	ปริมาณนิกเกิล (%)	ปริมาณนิกเกิลเฉลี่ย (%)
ก้านต่างหู	3	TA.303	0.5039	40	1.140	0.226	
			0.4922	40	1.035	0.210	0.22
			0.4877	40	1.035	0.212	
	4	UO.488	0.3376	1	0.027	0.00020	
			0.3240	1	0.027	0.00021	<LOD
			0.3295	1	0.028	0.00021	
หัวเข็มขัด	1	SJ.329	0.2512	1	1.580	0.016	
			0.2899	1	1.750	0.015	0.02
			0.2763	1	1.680	0.015	
	2	SJ.330	0.2904	2.5	1.124	0.024	
			0.2820	2.5	1.064	0.024	0.02
			0.2609	2.5	1.032	0.025	
	3	SJ.331	0.2757	2.5	1.232	0.028	
			0.2810	2.5	1.212	0.027	0.03
			0.2619	2.5	1.188	0.028	
	4	SJ.332	0.2735	2.5	1.788	0.041	
			0.2686	2.5	1.700	0.040	0.04
			0.2880	2.5	1.880	0.041	
	5	SJ.854	0.2457	1	1.470	0.015	
			0.2504	1	1.570	0.016	0.02
			0.2697	1	1.570	0.015	
	6	SH.810	0.5334	5	0.872	0.020	
			0.5927	5	1.066	0.022	0.02
			0.5115	5	0.942	0.023	
	7	SH.811	0.4631	2.5	0.828	0.011	
			0.5088	2.5	0.880	0.011	0.01
			0.5057	2.5	0.964	0.012	
	8	SH.812	0.5121	500	0.945	2.307	
			0.5351	500	0.860	2.009	2.16
			0.5065	500	0.875	2.159	

ตารางที่ 10. (ต่อ)

ประเภทตัวอย่าง	ตัวอย่าง	หมายเลขปฏิบัติการ	น้ำหนัก (g/25mL)	สัมประสิทธิ์การเจือจาง (เท่า)	ความเข้มข้นของนิกเกิลที่วัดได้ (mg/L)	ปริมาณนิกเกิล (%)	ปริมาณนิกเกิลเฉลี่ย (%)
หัวเข็มขัด	9	SH.813	0.5401	500	1.300	3.009	
			0.5264	500	1.385	3.289	3.08
			0.5323	500	1.250	2.935	
	10	SH.814	0.5230	2.5	1.156	0.014	
			0.5514	2.5	0.980	0.011	0.01
			0.5414	2.5	0.984	0.011	
	11	SH.815	0.5086	5	1.230	0.030	
			0.5204	5	1.314	0.032	0.03
			0.5352	5	1.334	0.031	