

เอกสารผลงานที่เสนอให้ประเมิน
เพื่อแต่งตั้งให้ดำรงตำแหน่งนักวิทยาศาสตร์ 7ว

ของ

นางสาวจิรสา กรงกรด
ตำแหน่งนักวิทยาศาสตร์ 6ว

เรื่องที่ 2

การตรวจสอบพารามิเตอร์ของเครื่อง
Atomic Absorption Spectrophotometer

ผู้ร่วมดำเนินการ

นางสาวไศรดา ชุนโหร
ตำแหน่งนักวิทยาศาสตร์ 6ว

โครงการเคมี

กรมวิทยาศาสตร์บริการ
กระทรวงวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยี

พ.ศ. 2547

บทคัดย่อ

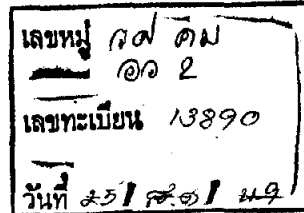
การตรวจสอบพารามิเตอร์ของเครื่องเฟลมอะตอมมิกแอ็บซอร์พชันสเปกโตรโฟโตมิเตอร์ในการวัดธาตุ ตะกั่ว แคดเมียม โครเมียม ทองแดง แมงกานีส เหล็ก และนิกเกิลนั้น ค่าขีดจำกัดต่ำสุดของเครื่องมือ(IDL)ในการวัด ได้มาจาก ผลบวกของ 3 เท่าของค่าเบี่ยงเบนมาตรฐาน (SD)ของแบลงค์ของสารละลายมาตรฐานกับค่าเฉลี่ยของแบลงค์ของสารละลายมาตรฐาน ซึ่งถ้าเครื่องมืออ่านค่าได้น้อยกว่าค่า IDL การรายงานผลจะออกว่าไม่พบ

ส่วนค่าขีดต่ำสุดของการวิเคราะห์ปริมาณ(LOQ) สามารถคำนวณได้จากผลบวกของ 10 เท่าของค่าเบี่ยงเบนมาตรฐาน(SD) ของแบลงค์ของสารละลายมาตรฐานกับค่าเฉลี่ยของแบลงค์ของสารละลายมาตรฐาน ซึ่งค่า LOQ ของ ตะกั่ว แคดเมียม โครเมียม ทองแดง แมงกานีส เหล็ก และนิกเกิล มีค่าความแม่นยำ (accuracy) อยู่ในช่วงร้อยละ 110-90 และความเที่ยง (precision) มีค่าร้อยละของความเบี่ยงเบนมาตรฐานสัมพัทธ์ (RSD)ไม่เกิน ± 10 ตามมาตรฐานกำหนด ถ้าเครื่องมืออ่านค่าได้น้อยกว่าค่า LOQ แต่ไม่ต่ำกว่าค่า IDL การรายงานผลจะออกว่าน้อยกว่า LOQ แต่ถ้าน้อยกว่าค่า IDL ออกว่าไม่พบ

สำหรับช่วงของการวัดที่เครื่องมือสามารถวัดได้อย่างถูกต้องได้จากค่าความความสัมพันธ์ที่เป็นเส้นตรงระหว่างความเข้มข้นของสารละลายมาตรฐานกับค่าการดูดกลืนแสง ค่า coefficient of determination, R^2 ได้มากกว่า 0.995 ซึ่งทำให้กราฟที่ได้มีความสัมพันธ์เป็นเส้นตรงนั่นคือมี goodness of fit of linear graphs

สารบัญ

	หน้า
บทคัดย่อ	i
สารบัญ	ii
สารบัญตาราง	iii
สารบัญภาพ	v
บทที่ 1 บทนำ	
1.1 ปัญหาและที่มาของการทดลอง	1
1.2 วัตถุประสงค์	1
1.3 ขอบเขตของการศึกษาทดลอง	1
1.4 ประโยชน์ที่ได้รับ	1
1.5 ระยะเวลาดำเนินการ	2
1.6 ขั้นตอนการดำเนินการ	2
บทที่ 2 วารสารปริทัศน์	3
บทที่ 3 วัสดุ อุปกรณ์ เครื่องมือและวิธีดำเนินการ	
3.1 วัสดุ อุปกรณ์ และเครื่องมือ	8
3.2 สารเคมี สารละลาย และวิธีเตรียม	8
3.3 วิธีดำเนินการ	12
บทที่ 4 ผลการวิเคราะห์	15
บทที่ 5 วิจารณ์ผล	26
บทที่ 6 สรุปผลและข้อเสนอแนะ	28
กิตติกรรมประกาศ	29
เอกสารอ้างอิง	30
ภาคผนวก	31



สารบัญตาราง

		หน้า
ตารางที่ 1.	แสดงพารามิเตอร์ที่ใช้ในการวัดค่าการดูดกลืนแสงของแต่ละธาตุในการวิเคราะห์	5
ตารางที่ 2.	แสดงความไวของการวิเคราะห์ ตะกั่ว โครเมียม แคดเมียม ทองแดง เหล็ก แมงกานีส นิกเกิล	15
ตารางที่ 3.	แสดงสมการเชิงเส้นและ coefficient of determination ของช่วงความเข้มข้น สารละลายมาตรฐานของตะกั่ว	16
ตารางที่ 4.	แสดงสมการเชิงเส้นและ coefficient of determination ของช่วงความเข้มข้น สารละลายมาตรฐานของโครเมียม	17
ตารางที่ 5.	แสดงสมการเชิงเส้นและ coefficient of determination ของช่วงความเข้มข้น สารละลายมาตรฐานของแคดเมียม	18
ตารางที่ 6.	แสดงสมการเชิงเส้นและ coefficient of determination ของช่วงความเข้มข้น สารละลายมาตรฐานของทองแดง	19
ตารางที่ 7.	แสดงสมการเชิงเส้นและ coefficient of determination ของช่วงความเข้มข้น สารละลายมาตรฐานของเหล็ก	20
ตารางที่ 8.	แสดงสมการเชิงเส้นและ coefficient of determination ของช่วงความเข้มข้น สารละลายมาตรฐานของแมงกานีส	21
ตารางที่ 9.	แสดงสมการเชิงเส้นและ coefficient of determination ของช่วงความเข้มข้น สารละลายมาตรฐานของนิกเกิล	22
ตารางที่ 10.	แสดงค่าขีดจำกัดต่ำสุดของเครื่องมือในการวิเคราะห์ตะกั่ว โครเมียม แคดเมียม ทองแดง เหล็ก แมงกานีส นิกเกิล	23
ตารางที่ 11.	แสดงค่าขีดจำกัดต่ำสุดของการวิเคราะห์ปริมาณ(LOQ)ของ ตะกั่ว โครเมียม แคดเมียม ทองแดง เหล็ก แมงกานีส นิกเกิล	24
ตารางที่ 12.	ผลการวิเคราะห์แสดงการหาค่าความแม่นยำ(accuracy) และความเที่ยง(precision) ของขีดจำกัดต่ำสุดของการวิเคราะห์ตะกั่ว โครเมียม แคดเมียม ทองแดง เหล็ก แมงกานีส นิกเกิล	25
ตารางที่ 13.	แสดงค่าขีดจำกัดต่ำสุดของเครื่องมือ(IDL) และค่าขีดจำกัดต่ำสุดของการวิเคราะห์ปริมาณ (LOQ) ของ ตะกั่ว โครเมียม แคดเมียม ทองแดง เหล็ก แมงกานีส นิกเกิล	26

สารบัญตาราง(ต่อ)

	หน้า
ตารางที่ 14 แสดงค่าขีดจำกัดต่ำสุดของการวิเคราะห์ปริมาณ(LOQ) ค่าความเข้มข้นสูงสุดที่วัดได้อย่างน่าเชื่อถือ (LOL) และ linear range ที่กำหนดในกลุ่มมือของตะกั่ว โครเมียม แคดเมียม ทองแดง แมงกานีส เหล็ก และนิกเกิล	28
ตารางที่ 15. ข้อมูลการหาช่วงความเป็นเส้นตรงของการวิเคราะห์ตะกั่ว	32
ตารางที่ 16. ข้อมูลการหาช่วงความเป็นเส้นตรงของการวิเคราะห์โครเมียม	33
ตารางที่ 17. ข้อมูลการหาช่วงความเป็นเส้นตรงของการวิเคราะห์แคดเมียม	34
ตารางที่ 18. ข้อมูลการหาช่วงความเป็นเส้นตรงของการวิเคราะห์ทองแดง	35
ตารางที่ 19. ข้อมูลการหาช่วงความเป็นเส้นตรงของการวิเคราะห์แมงกานีส	36
ตารางที่ 20. ข้อมูลการหาช่วงความเป็นเส้นตรงของการวิเคราะห์เหล็ก	37
ตารางที่ 21. ข้อมูลการหาช่วงความเป็นเส้นตรงของการวิเคราะห์นิกเกิล	38
ตารางที่ 22. ข้อมูลการหาความไวของการวิเคราะห์ ตะกั่ว โครเมียม แคดเมียม ทองแดง เหล็ก แมงกานีส นิกเกิล	39
ตารางที่ 23. ข้อมูลการหาค่าขีดจำกัดต่ำสุดของเครื่องมือ(Instrumental detection limit, IDL) ของ ตะกั่ว โครเมียม แคดเมียม ทองแดง เหล็ก แมงกานีส นิกเกิล	40
ตารางที่ 24. แสดงข้อมูลความแม่นยำ (accuracy)และความเที่ยง(precision)ของขีดต่ำสุดของการวิเคราะห์ปริมาณ (Limit of quantitation ,LOQ) ที่วัดได้อย่างมีความน่าเชื่อถือ	41

สารบัญภาพ

	หน้า
ภาพที่ 1. แสดงความสัมพันธ์ระหว่างความเข้มข้นกับค่าการดูดกลืนแสงของตะกั่ว	16
ภาพที่ 2. แสดงความสัมพันธ์ระหว่างความเข้มข้นกับค่าการดูดกลืนแสงของโครเมียม	17
ภาพที่ 3. แสดงความสัมพันธ์ระหว่างความเข้มข้นกับค่าการดูดกลืนแสงของแคดเมียม	18
ภาพที่ 4. แสดงความสัมพันธ์ระหว่างความเข้มข้นกับค่าการดูดกลืนแสงของทองแดง	19
ภาพที่ 5. แสดงความสัมพันธ์ระหว่างความเข้มข้นกับค่าการดูดกลืนแสงของแมงกานีส	20
ภาพที่ 6. แสดงความสัมพันธ์ระหว่างความเข้มข้นกับค่าการดูดกลืนแสงของเหล็ก	21
ภาพที่ 7. แสดงความสัมพันธ์ระหว่างความเข้มข้นกับค่าการดูดกลืนแสงของนิกเกิล	22

บทที่ 1

บทนำ

1.1 ปัญหาและที่มาขอ การศึกษาทดลอง

ในปัจจุบันเครื่องเฟลมอะตอมมิกแอบซอร์พชันสเปกโทรโฟโตมิเตอร์ นิยมใช้ในการทดสอบหาสารปริมาณน้อยกันอย่างแพร่หลาย ทั้งด้านการวิเคราะห์ และวิจัย เนื่องจากมีความสะดวก รวดเร็ว ดังนั้นวิธีที่จะทำให้การใช้เครื่องเฟลมอะตอมมิกแอบซอร์พชันสเปกโทรโฟโตมิเตอร์ในการ วัดธาตุต่างๆ มีความถูกต้องและแม่นยำสูง ทำให้ได้ผลการทดสอบเป็นที่น่าเชื่อถือ จึงเป็นสิ่งสำคัญใน การศึกษาค้นคว้า ซึ่งการที่จะใช้เครื่องมือให้ทำการวิเคราะห์ผลการทดสอบให้ได้ค่าถูกต้อง จะต้องรู้ ถึงความสามารถของเครื่องมือว่ามีขีดจำกัดความสามารถได้สูงสุดหรือต่ำสุดเท่าไรในการวัดหาค่า ของธาตุนั้นๆ เพื่อที่จะนำข้อมูลที่ได้มาใช้พิจารณาการเตรียมสารที่จะวัดธาตุต่างๆ ให้มีความเข้มข้น อยู่ในช่วงที่เครื่องมือสามารถวัดได้อย่างถูกต้อง

1.2 วัตถุประสงค์

ทำการตรวจสอบพารามิเตอร์เพื่อต้องการหาขีดจำกัดต่ำสุด และขีดต่ำสุดของการวิเคราะห์ ปริมาณของเครื่องเฟลมอะตอมมิกแอบซอร์พชันสเปกโทรโฟโตมิเตอร์ ในการหาปริมาณ ตะกั่ว แคดเมียม โครเมียม ทองแดง แมงกานีส เหล็ก และนิกเกิล นอกจากนี้ยังต้องการหาช่วงความเข้มข้น ของธาตุ ที่ทำให้การทดสอบมีความถูกต้องด้วย

1.3 ขอบเขตของการศึกษาทดลอง

ศึกษาค่าขีดจำกัดต่ำสุด (IDL, Instrumental detection limit) ขีดต่ำสุดของการวิเคราะห์ ปริมาณ (LOQ, Limit of quantitation)รวมทั้งตรวจสอบความแม่นยำ (accuracy)ในรูปของร้อยละการ กลับคืน(recovery) และความเที่ยง(precision)ในรูปร้อยละของความเบี่ยงเบนมาตรฐานสัมพัทธ์ของ ค่า LOQ นอกจากนี้ยังทำการหาค่าความเข้มข้นสูงสุดที่วัดได้อย่างน่าเชื่อถือ (LOL ,Limit of linearity) เพื่อที่จะได้ทราบถึงความสามารถสูงสุดของเครื่องมือที่วัดได้อย่างถูกต้อง

1.4 ประโยชน์ที่ได้รับ

- 1.4.1 ได้ทราบถึงขีดความสามารถสูงสุดและต่ำสุดในการวัดแคดเมียม โครเมียม ตะกั่ว ทองแดง แมงกานีส เหล็ก และนิกเกิล ของเครื่องเฟลมอะตอมมิกแอบซอร์พชันสเปกโทรโฟโตมิเตอร์

- 1.4.2 เป็นการประกันคุณภาพของเครื่องมือว่ามีประสิทธิภาพ สามารถทดสอบหาปริมาณสารได้อย่างถูกต้อง

1.5 ระยะเวลาดำเนินการ

ตุลาคม 2546 — มีนาคม 2547

1.6 ขั้นตอนการดำเนินการ

- 1.6.1 ศึกษาค้นคว้าเอกสารที่เกี่ยวข้อง
- 1.6.2 จัดหาสารมาตรฐาน เคมีภัณฑ์ เครื่องแก้ว วัสดุ และอุปกรณ์ที่จำเป็นในการหาความสามารถของเครื่องมือ
- 1.6.3 การตรวจสอบประสิทธิภาพเครื่องมือโดยหาความไวของการวิเคราะห์ การหาช่วงความเป็นเส้นตรงของการวิเคราะห์
- 1.6.4 หาขีดจำกัดต่ำสุด ขีดต่ำสุดของการวิเคราะห์ปริมาณ และ ช่วงความสามารถในการวัด ของเครื่องมือที่สามารถวัดได้อย่างมีความแน่นอน และถูกต้อง

บทที่ 2

วารสารปริทัศน์

เฟลมอะตอมมิคแอบซอร์พชันสเปกโทรโฟโตมิเตอร์ เป็นเครื่องมือที่สำหรับใช้ทดสอบหาสารปริมาณน้อย ที่นิยมใช้กันอย่างกว้างขวาง เนื่องจากเป็นเครื่องมือที่สามารถใช้ได้ง่าย สะดวก และมีความแม่นยำ สามารถวิเคราะห์หาโลหะหนักปริมาณน้อย ๆ ได้ถึงส่วนในล้านส่วน (ppm) เนื่องจากเป็นเครื่องมือวิเคราะห์ที่มีประสิทธิภาพสูง มีความจำเป็นอย่างยิ่งที่จะให้ได้ผลการทดสอบที่มีความน่าเชื่อถือและถูกต้อง ยังผลประโยชน์ต่อผู้ผลิตที่จะนำข้อมูลดังกล่าวไปใช้ประโยชน์ในการควบคุมคุณภาพของผลิตภัณฑ์

หลักการของอะตอมมิคแอบซอร์พชัน (Principle of Atomic Absorption)¹

อะตอมมิคแอบซอร์พชันเป็นกระบวนการที่อะตอมอิสระของธาตุดูดกลืนแสงที่ความยาวคลื่นอันหนึ่งโดยเฉพาะ ซึ่งขึ้นอยู่กับชนิดของธาตุ ธาตุแต่ละชนิดจะมีระดับพลังงานแตกต่างกัน จึงมีการดูดกลืนพลังงานแตกต่างกัน ความยาวคลื่นเหล่านี้เป็นลักษณะเฉพาะตัวของแต่ละธาตุ

ในการทำให้อะตอมของธาตุในสารประกอบเกิดเป็นอะตอมอิสระได้นั้น ต้องมีการดูดกลืนพลังงานเข้าไป ซึ่งอาจจะอยู่ในรูปต่างๆกัน เช่น พลังงานความร้อนจากเปลวไฟ หรือความร้อนจากไฟฟ้าเป็นต้น ความร้อนจะทำให้เกิดการแตกตัว (dissociation) หรือเปลี่ยนให้เป็นไอ (vaporization) หรืออาจแตกตัวเป็นอะตอม หรือทำให้อะตอมอยู่ในสถานะกระตุ้น หรืออาจกลายเป็นไอออนก็ได้

เทคนิคต่างๆที่ใช้ในการวิเคราะห์ธาตุด้วยวิธีอะตอมมิคแอบซอร์พชันสเปกโทรสโคปี สามารถทำได้หลายวิธีแต่ที่จะกล่าวถึงในที่นี้ได้แก่ Flame Atomization Technique เทคนิคนี้ใช้กระบวนการทำให้สารตัวอย่างแตกเป็นอะตอมด้วยเปลวไฟ (flame) ที่เหมาะสม เครื่องมือที่ใช้เทคนิคนี้ คือ เครื่องเฟลมอะตอมมิคแอบซอร์พชันสเปกโทรโฟโตมิเตอร์ ซึ่งมีหลักการทำงานคือ สารละลายของตัวอย่างจะถูกดูดผ่านเนบิวไลเซอร์ (nebulizer) เข้าไปที่เบิร์นเนอร์ (burner) ที่มีเปลวไฟของก๊าซอะเซทิลีน (acetylene) กับออกซิเจน (oxygen) ทำให้เกิดเป็นอะตอมอิสระ ลำแสงจากหลอดกำเนิดแสงซอลโลว์แคโทดแลมป์ (hollow cathode lamp) ของธาตุที่ต้องการวิเคราะห์ซึ่งให้พลังงานที่มีความยาวคลื่นเหมาะสม (resonance wavelength) จะผ่านเข้าไปในกลุ่มอะตอมอิสระเหล่านั้นบางส่วนของพลังงานแสงจากหลอดกำเนิดแสงจะถูกดูดกลืนไว้ด้วยอะตอมอิสระ ส่วนที่เหลือผ่านออกมาเข้า ดีเทคเตอร์ (detector) ปริมาณที่อ่านได้ถูกนำไปเปรียบเทียบกับพลังงานแสงคอนเวอชั่น โดยปริมาณแสงที่ถูกดูดกลืนจะสัมพันธ์โดยตรงกับปริมาณอะตอมอิสระของธาตุที่ต้องการวิเคราะห์ จากความสัมพันธ์ระหว่างปริมาณของแสงที่ถูกดูดกลืนกับความเข้มข้นที่ทราบแน่นอนของสารตัวอย่าง

ทำให้สามารถนำมาใช้สำหรับหาความเข้มข้นของธาตุนั้นๆ ในตัวอย่างที่ต้องการวิเคราะห์ได้ ซึ่งเป็นไปตาม Beer-Lambert 's law ดังนี้

$$\log I_0/I_1 = \text{Absorbance} = a \times b \times c$$

เมื่อ I_0 = ความเข้มของพลังงานแสงก่อนผ่านอะตอมอิสระของธาตุ

I_1 = ความเข้มของพลังงานแสงหลังผ่านอะตอมอิสระของธาตุ

a = absorption coefficient (absorptivity) ของแต่ละธาตุ

b = ความยาวเซลล์ที่แสงตัดผ่าน

c = ความเข้มข้นของธาตุที่ต้องการวิเคราะห์

องค์ประกอบที่สำคัญต่าง ๆ ของเครื่องอะตอมมิกแอบซอร์พชันสเปกโทรโฟโตมิเตอร์มี 5 ส่วนด้วยกันดังนี้

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

2.1 การตรวจสอบประสิทธิภาพของเครื่องมือและพารามิเตอร์ที่ใช้ในการทดสอบ ^{2,5}

2.1.1 การหาความไวของการวิเคราะห์ (sensitivity)

การหาความไวของวิธีวิเคราะห์ หรืออาจเรียกว่า characteristic concentration ด้วยเครื่องเฟลมอะตอมมิกแอบซอร์พชันสเปกโทรโฟโตมิเตอร์ หมายถึง ความเข้มข้นของธาตุที่ทำให้สัญญาณการดูดกลืนแสงเปลี่ยนไป 0.0044 absorbance unit ค่าดังกล่าวนี้แสดงไว้ในคู่มือการใช้เครื่องมือ โดยกำหนดให้มีค่าความคลาดเคลื่อนไม่เกิน $\pm 20\%$ โดยคำนวณค่า characteristic concentration จากสูตร

$$\text{characteristic concentration (มิลลิกรัม/ลิตร)} = \frac{0.004 \times C}{X}$$

เมื่อ C = ความเข้มข้นของสารละลายมาตรฐานที่ใช้ (มิลลิกรัม/ลิตร)

X = ค่าเฉลี่ยของการดูดกลืนแสงของสารละลายมาตรฐานลบด้วยค่าเฉลี่ยของการดูดกลืนแสงของแบล็ก

2.1.2 หาช่วงความเป็นเส้นตรง (linearity range) ของกราฟมาตรฐาน

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

การคำนวณสมการเชิงเส้น (linear regression) และ coefficient of determination (R^2) สามารถคำนวณได้โดยพิจารณาค่า R^2 ซึ่งมีค่าระหว่าง 0 ถึง 1 ถ้ามีค่าสูง ($R^2 > 0.995$) แสดงว่ากราฟที่ได้มี goodness of fit of linear graphs

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

เมื่อ y_i = ค่าการดูดกลืนแสงที่วัดได้
 \hat{y} = ค่าการดูดกลืนแสงที่คำนวณจากสมการเชิงเส้นที่ความเข้มข้นเดียวกับค่า y_i
 \bar{y} = ค่าเฉลี่ยของการดูดกลืนแสงที่วัดได้

หรือ $R^2 = r^2$

เมื่อ r = correlation coefficient

พารามิเตอร์ที่ใช้ในการวัดค่าการดูดกลืนแสงของแต่ละธาตุในการวิเคราะห์ดังแสดงในตารางที่ 1
ตารางที่ 1. แสดงพารามิเตอร์ที่ใช้ในการวัดค่าการดูดกลืนแสงของแต่ละธาตุในการวิเคราะห์

พารามิเตอร์	ตะกั่ว	โครเมียม	แกลดเมียม	ทองแดง	แมงกานีส	เหล็ก	นิกเกิล
Wavelength, nm	217.0	357.9	228.8	324.8	279.5	248.3	232.0
Slit width, nm	0.7	0.7	0.7	0.7	0.7	0.7	0.7
Instrument type	Flame	Flame	Flame	Flame	Flame	Flame	Flame
Flame type	Air-acetylene	Air-acetylene	Air-acetylene	Air-acetylene	Air-acetylene	Air-acetylene	Air-acetylene
Background correction	on	off	on	on	on	on	on

2.1.3 การหาขีดจำกัดต่ำสุดของเครื่องมือ (instrumental detection limit , IDL)

เป็นค่าความเข้มข้นที่ให้ค่าสัญญาณมากกว่า 3 เท่าของค่าเบี่ยงเบนมาตรฐานของสัญญาณรบกวนซึ่งสามารถหาได้จากการวัดเบลงค์ 10 ซ้ำ

$$\text{ขีดจำกัดต่ำสุดของเครื่องมือ} = \text{ค่าความเข้มข้นเฉลี่ยของเบลงค์} + 3 \text{ SD}$$

เมื่อ SD = ความเบี่ยงเบนมาตรฐานของเบลงค์

2.1.4 การหาค่าขีดต่ำสุดของการวิเคราะห์ปริมาณ (limit of quantitative , LOQ)

ขีดต่ำสุดของการวิเคราะห์ปริมาณเป็นความเข้มข้นต่ำสุดที่สามารถวัดทางปริมาณได้ในสารตัวอย่าง โดยมีค่าความแม่นยำในช่วงร้อยละ 85-115 และความเที่ยงอยู่ในช่วงร้อยละ +/-10

$$\text{ขีดต่ำสุดของการวิเคราะห์ปริมาณ} = \text{ค่าความเข้มข้นเฉลี่ยของเบลงค์} + 10\text{SD}$$

เมื่อ SD = ความเบี่ยงเบนมาตรฐานของเบลงค์

2.1.5 หาค่าความเข้มข้นสูงสุดที่วัดได้อย่างน่าเชื่อถือ (Limit of linearity, LOL)

ค่าความเข้มข้นสูงสุดที่วัดได้อย่างน่าเชื่อถือ เป็นค่าความสัมพันธ์ที่เป็นเส้นตรงระหว่างความเข้มข้นของสารละลายมาตรฐานกับค่าการดูดกลืนแสง ที่ยังทำให้ค่า coefficient of determination (R^2) มากกว่า 0.995

การควบคุมคุณภาพ

การหาค่าความแม่นยำ (accuracy)

ค่าความแม่นยำ เป็นค่าความใกล้เคียงกันของผลการวัดกับค่าจริง ซึ่งรวมค่าความโน้มเอียง และค่าความแม่นยำของขบวนการวิเคราะห์ สามารถหาได้จากการเติมสารมาตรฐานที่ทราบค่าความเข้มข้นลงไปตัวอย่างที่ต้องการวัด และคำนวณออกมาในรูปร้อยละของการกลับคืน

$$\text{ร้อยละของการกลับคืน} = \frac{(A-B) \times 100}{C}$$

เมื่อ A = ปริมาณสารที่มีในตัวอย่างกับปริมาณสารมาตรฐานที่เติมลงไป (มิลลิกรัม/ลิตร)

B = ปริมาณสารที่มีในตัวอย่าง (มิลลิกรัม/ลิตร)

C = ปริมาณสารที่มีในตัวอย่างเฉลี่ย (มิลลิกรัม/ลิตร)

เกณฑ์การยอมรับ: ร้อยละของการกลับคืนต้องอยู่ระหว่าง 85-115

การหาค่าความเที่ยง (precision)

ค่าความเที่ยงของการวัดเป็นการนำผลของการวัดซ้ำหลายๆ ครั้งมาคำนวณ ซึ่งแสดงผลโดยค่าร้อยละของความเบี่ยงเบนมาตรฐานสัมพัทธ์

$$\text{ร้อยละของความเบี่ยงเบนมาตรฐานสัมพัทธ์} = \frac{\text{ความเบี่ยงเบนมาตรฐาน} \times 100}{\text{ค่าเฉลี่ย}}$$

เกณฑ์การยอมรับ: ร้อยละของความเบี่ยงเบนมาตรฐานสัมพัทธ์ต้องไม่เกิน +/-10

และ ปิเปตสารละลายมาตรฐานตะกั่วเข้มข้น 100 มิลลิกรัม/ลิตรจำนวน 1 , 3 , 5 , 10 , 20, 25, และ 30 มิลลิลิตรตามลำดับสำหรับเตรียมสารละลายมาตรฐานตะกั่ว ความเข้มข้น 1.0 , 3.0 , 5.0, 10.0, 20.0, 25.0 และ 30.0 มิลลิกรัม/ลิตรใส่ขวดวัดปริมาตรขนาด 100 มิลลิลิตร แล้วเติม 1 %HNO₃ จนถึงขีดปริมาตร

3.2.8 สารละลายมาตรฐานโครเมียม (chromium standard solution) 1000 มิลลิกรัม/ลิตร (ระดับใช้งาน)

3.2.9 สารละลายมาตรฐานโครเมียมเข้มข้น 100 มิลลิกรัม/ลิตร

เตรียมโดยปิเปตสารละลายมาตรฐานโครเมียมเข้มข้น 1000 มิลลิกรัม/ลิตรจำนวน 10 มิลลิลิตรใส่ขวดวัดปริมาตรขนาด 100 มิลลิลิตร แล้วเติม 1 %HNO₃ จนถึงขีดปริมาตร

3.2.10 สารละลายมาตรฐานโครเมียมเข้มข้น 10 มิลลิกรัม/ลิตร

เตรียมโดยปิเปตสารละลายมาตรฐานโครเมียมเข้มข้น 100 มิลลิกรัม/ลิตรจำนวน 10 มิลลิลิตรใส่ขวดวัดปริมาตรขนาด 100 มิลลิลิตร แล้วเติม 1 %HNO₃ จนถึงขีดปริมาตร

3.2.11 สารละลายมาตรฐานโครเมียมความเข้มข้น 0.1, 0.4, 0.8, 1.0, 3.0, 5.0, 10.0, 12.0 และ 15.0 มิลลิกรัม/ลิตร

เตรียมโดยปิเปตสารละลายมาตรฐานโครเมียมเข้มข้น 10 มิลลิกรัม/ลิตรจำนวน 1, 4 และ 8 มิลลิลิตรสำหรับเตรียมสารละลายมาตรฐานโครเมียม ความเข้มข้น 0.1, 0.4 และ 0.8 มิลลิกรัม/ลิตรและ ปิเปตสารละลายมาตรฐานแคดเมียมเข้มข้น 100 มิลลิกรัม/ลิตรจำนวน 1 , 3 , 5 , 10, 12 และ 15 มิลลิลิตรตามลำดับสำหรับเตรียมสารละลายมาตรฐานแคดเมียม ความเข้มข้น 1.0 , 3.0 , 5.0 , 10.0, 12.0 และ 15.0 มิลลิกรัม/ลิตรใส่ขวดวัดปริมาตรขนาด 100 มิลลิลิตร แล้วเติม 1 %HNO₃ จนถึงขีดปริมาตร

3.2.12 สารละลายมาตรฐานแคดเมียม (cadmium standard solution) 1000 มิลลิกรัม/ลิตร (ระดับใช้งาน)

3.2.13 สารละลายมาตรฐานแคดเมียมเข้มข้น 100 มิลลิกรัม/ลิตร

เตรียมโดยปิเปตสารละลายมาตรฐานแคดเมียมเข้มข้น 1000 มิลลิกรัม/ลิตร จำนวน 10 มิลลิลิตรใส่ขวดวัดปริมาตรขนาด 100 มิลลิลิตร แล้วเติม 1 %HNO₃ จนถึงขีด ปริมาตร

3.2.14 สารละลายมาตรฐานแคดเมียมเข้มข้น 10 มิลลิกรัม/ลิตร

เตรียมโดยปิเปตสารละลายมาตรฐานแคดเมียมเข้มข้น 100 มิลลิกรัม/ลิตรจำนวน 10 มิลลิลิตรใส่ขวดวัดปริมาตรขนาด 100 มิลลิลิตร แล้วเติม 1 %HNO₃ จนถึงขีดปริมาตร

3.2.15 สารละลายมาตรฐานแคดเมียม ความเข้มข้น 0.1 , 0.3 , 0.5, 0.7, 1.0 ,1.5, 3.0, 5.0 และ 7.0 มิลลิกรัม/ลิตร

เตรียมโดยปิเปตสารละลายมาตรฐานแคดเมียมเข้มข้น 10 มิลลิกรัม/ลิตรจำนวน 1,3,5 และ 7 มิลลิลิตรสำหรับเตรียมสารละลายมาตรฐานแคดเมียม ความเข้มข้น 0.1, 0.3, 0.5 และ 0.7 มิลลิกรัม/ลิตรและปิเปตสารละลายมาตรฐานแคดเมียมเข้มข้น 100 มิลลิกรัม/ลิตรจำนวน 1, 1.5, 3, 5 และ 7 มิลลิลิตรตามลำดับสำหรับเตรียมสารละลายมาตรฐานโครเมียม ความเข้มข้น 1.0, 1.5, 3.0, 5.0 และ 7.0 มิลลิกรัม/ลิตรใส่ขวดวัดปริมาตรขนาด 100 มิลลิลิตร แล้วเติม 1 %HNO₃ จนถึงขีดปริมาตร

3.2.16 สารละลายมาตรฐานทองแดง (copper standard solution) 1000 มิลลิกรัม/ลิตร (ระดับใช้งาน)

3.2.17 สารละลายมาตรฐานทองแดงความเข้มข้น 100 มิลลิกรัม/ลิตร

เตรียมโดยปิเปตสารละลายมาตรฐานทองแดงความเข้มข้น 1000 มิลลิกรัม/ลิตรจำนวน 10 มิลลิลิตรใส่ขวดวัดปริมาตรขนาด 100 มิลลิลิตร แล้วเติม 1 %HNO₃ จนถึงขีดปริมาตร

3.2.18 สารละลายมาตรฐานทองแดงความเข้มข้น 10 มิลลิกรัม/ลิตร

เตรียมโดยปิเปตสารละลายมาตรฐานทองแดงความเข้มข้น 100 มิลลิกรัม/ลิตรจำนวน 10 มิลลิลิตรใส่ขวดวัดปริมาตรขนาด 100 มิลลิลิตร แล้วเติม 1 %HNO₃ จนถึงขีดปริมาตร

3.2.19 สารละลายมาตรฐานทองแดงความเข้มข้น 0.1, 0.5, 1.0, 2.0, 3.0, 5.0, 10.0, 12.0 และ 15.0 มิลลิกรัม/ลิตร

เตรียมโดยปิเปตสารละลายมาตรฐานทองแดงความเข้มข้น 10 มิลลิกรัม/ลิตรจำนวน 1 และ 5 มิลลิลิตรสำหรับเตรียมสารละลายมาตรฐานทองแดง ความเข้มข้น 0.1 และ 0.5 มิลลิกรัม/ลิตรและ ปิเปตสารละลายมาตรฐานทองแดงความเข้มข้น 100 มิลลิกรัม/ลิตรจำนวน 1, 2, 3, 5, 10, 12 และ 15 มิลลิลิตรตามลำดับสำหรับเตรียมสารละลายมาตรฐานทองแดง ความเข้มข้น 1.0, 2.0, 3.0, 5.0, 10.0, 12.0 และ 15.0 มิลลิกรัม/ลิตรใส่ขวดวัดปริมาตรขนาด 100 มิลลิลิตร แล้วเติม 1 % HNO₃ จนถึงขีดปริมาตร

3.2.20 สารละลายมาตรฐานแมงกานีส (manganese standard solution) 1000 มิลลิกรัม/ลิตร (ระดับใช้งาน)

3.2.21 สารละลายมาตรฐานแมงกานีส เข้มข้น 100 มิลลิกรัม/ลิตร

เตรียมโดยปิเปตสารละลายมาตรฐานแมงกานีส เข้มข้น 1000 มิลลิกรัม/ลิตรจำนวน 10 มิลลิลิตรใส่ขวดวัดปริมาตรขนาด 100 มิลลิลิตร แล้วเติม 1 %HNO₃ จนถึงขีดปริมาตร

3.2.22 สารละลายมาตรฐานแมงกานีส เข้มข้น 10 มิลลิกรัม/ลิตร

เตรียมโดยปิเปตสารละลายมาตรฐานแมงกานีส เข้มข้น 100 มิลลิกรัม/ลิตรจำนวน 10 มิลลิลิตรใส่ขวดวัดปริมาตรขนาด 100 มิลลิลิตร แล้วเติม 1 %HNO₃ จนถึงขีดปริมาตร

3.2.23 สารละลายมาตรฐานแมงกานีส ความเข้มข้น 0.1 , 0.5 , 1.0 , 2.0, 2.5, 3.0, 5.0, 7.0 และ 10.0 มิลลิกรัม/ลิตร

เตรียมโดยปิเปตสารละลายมาตรฐานแมงกานีส เข้มข้น 10 มิลลิกรัม/ลิตรจำนวน 1 และ 5 มิลลิลิตรสำหรับเตรียมสารละลายมาตรฐานแมงกานีส ความเข้มข้น 0.1 และ 0.5 มิลลิกรัม/ลิตรและปิเปตสารละลายมาตรฐานแมงกานีส เข้มข้น 100 มิลลิกรัม/ลิตรจำนวน 1 , 2, 2.5, 3 , 5, 7 และ 10 มิลลิลิตรตามลำดับสำหรับเตรียมสารละลายมาตรฐานแมงกานีส ความเข้มข้น 1.0 , 2.0, 2.5, 3.0, 5.0 , 7.0 และ 10.0 มิลลิกรัม/ลิตรใส่ขวดวัดปริมาตรขนาด 100 มิลลิลิตร แล้วเติม 1 %HNO₃ จนถึงขีดปริมาตร

3.2.24 สารละลายมาตรฐานเหล็ก (iron standard solution) 1000 มิลลิกรัม/ลิตร (ระดับใช้งาน)

3.2.25 สารละลายมาตรฐานเหล็ก เข้มข้น 100 มิลลิกรัม/ลิตร

เตรียมโดยปิเปตสารละลายมาตรฐานเหล็ก เข้มข้น 1000 มิลลิกรัม/ลิตรจำนวน 10 มิลลิลิตรใส่ขวดวัดปริมาตรขนาด 100 มิลลิลิตร แล้วเติม 1 %HNO₃ จนถึงขีดปริมาตร

3.2.26 สารละลายมาตรฐานเหล็ก เข้มข้น 10 มิลลิกรัม/ลิตร

เตรียมโดยปิเปตสารละลายมาตรฐานเหล็ก เข้มข้น 100 มิลลิกรัม/ลิตรจำนวน 10 มิลลิลิตรใส่ขวดวัดปริมาตรขนาด 100 มิลลิลิตร แล้วเติม 1 %HNO₃ จนถึงขีดปริมาตร

3.2.27 สารละลายมาตรฐานเหล็ก ความเข้มข้น 0.1 , 0.5 , 1.0 , 3.0, 6.0, 15.0, 20.0 และ 25.0 มิลลิกรัม/ลิตร

เตรียมโดยปิเปตสารละลายมาตรฐานเหล็ก เข้มข้น 10 มิลลิกรัม/ลิตรจำนวน 1 และ 5 มิลลิลิตรสำหรับเตรียมสารละลายมาตรฐานเหล็ก ความเข้มข้น 0.1 และ 0.5 มิลลิกรัม/ลิตรและ ปิเปตสารละลายมาตรฐานเหล็ก เข้มข้น 100 มิลลิกรัม/ลิตรจำนวน 1 , 3 , 6, 10, 15, 20 และ 25 มิลลิลิตรตามลำดับสำหรับเตรียมสารละลายมาตรฐานเหล็ก ความเข้มข้น 1.0 , 3.0 , 6.0, 10.0, 15.0, 20.0 และ 25.0 มิลลิกรัม/ลิตรใส่ขวดวัดปริมาตรขนาด 100 มิลลิลิตร แล้วเติม 1 %HNO₃ จนถึงขีดปริมาตร

3.2.28 สารละลายมาตรฐานนิกเกิล (nickel standard solution) 1000 มิลลิกรัม/ลิตร (ระดับใช้งาน)

3.2.29 สารละลายมาตรฐานนิกเกิล เข้มข้น 100 มิลลิกรัม/ลิตร

เตรียม โดยปิเปตสารละลายมาตรฐานนิกเกิล เข้มข้น 1000 มิลลิกรัม/ลิตรจำนวน 10 มิลลิลิตรใส่ขวดวัดปริมาตรขนาด 100 มิลลิลิตร แล้วเติม 1 %HNO₃ จนถึงขีดปริมาตร

3.2.30 สารละลายมาตรฐานนิกเกิล เข้มข้น 10 มิลลิกรัม/ลิตร

เตรียม โดยปิเปตสารละลายมาตรฐานนิกเกิล เข้มข้น 100 มิลลิกรัม/ลิตรจำนวน 10 มิลลิตรใส่ขวดวัดปริมาตรขนาด 100 มิลลิตร แล้วเติม 1 %HNO₃ จนถึงขีดปริมาตร

3.2.31 สารละลายมาตรฐานนิกเกิล ความเข้มข้น 0.1 , 0.5 , 1.0 , 2.0, 3.0, 5.0, 7.0, 10.0 และ 20.0 มิลลิกรัม/ลิตร

เตรียม โดยปิเปตสารละลายมาตรฐานนิกเกิล เข้มข้น 10 มิลลิกรัม/ลิตรจำนวน 1 และ 5 มิลลิตรสำหรับเตรียมสารละลายมาตรฐานนิกเกิล ความเข้มข้น 0.1 และ 0.5 มิลลิกรัม/ลิตรและ ปิเปตสารละลายมาตรฐานนิกเกิล เข้มข้น 100 มิลลิกรัม/ลิตรจำนวน 1 , 2, 3 , 5, 7, 10 และ 20 มิลลิตรตามลำดับสำหรับเตรียมสารละลายมาตรฐานนิกเกิล ความเข้มข้น 1.0 , 2.0, 3.0 , 5.0, 7.0, 10.0 และ 20.0 มิลลิกรัม/ลิตรใส่ขวดวัดปริมาตรขนาด 100 มิลลิตร แล้วเติม 1 %HNO₃ จนถึงขีดปริมาตร

3.2.32 น้ำกลั่น ในที่นี้หมายถึง น้ำดีไอออนไนเซอร์ (deionizer water) เตรียม โดยนำน้ำประปาที่ผ่านการกลั่น 2 ครั้งไปผ่านเครื่องดีไอออนไนเซอร์

3.3 วิธีดำเนินการ^{2,5}

3.3.1 การหาความไวของวิธีวิเคราะห์ (sensitivity)

3.3.1.1 วัดค่าการดูดกลืนแสงของสารละลายแบลงค์ (blank) จำนวน 5 ครั้ง แล้วหาค่าเฉลี่ย

3.3.1.2 วัดค่าการดูดกลืนแสงของสารละลายมาตรฐาน ซึ่งมีค่าการดูดกลืนแสงประมาณ 0.2 absorbance unit สำหรับเครื่องเฟลมอะตอมมิกแอบซอร์พชันสเปกโทรโฟโตมิเตอร์ จำนวน 5 ครั้ง แล้วหาค่าเฉลี่ย

3.3.1.3 หาค่าเฉลี่ยของค่าการดูดกลืนแสงที่ได้ลบด้วยค่าเฉลี่ยของการดูดกลืนแสงของแบลงค์

3.3.1.4 กำหนดค่าความไวของวิธีวิเคราะห์

ผลการทดลองสรุปดังแสดงในภาคผนวกตารางที่ 22

3.3.2 การวิเคราะห์หาขีดจำกัดต่ำสุดของเครื่องมือ (Instrumental detection limit , IDL) และค่าขีดต่ำสุดของการวิเคราะห์ปริมาณ (limit of quantitative , LOQ) ของตะกั่ว โครเมียม แคดเมียม ทองแดง แมงกานีส เหล็ก และนิกเกิล โดยเฟลมอะตอมมิกแอบซอร์พชัน สเปกโทรโฟโตมิเตอร์

3.3.2.1 วัดค่าความดูดกลืนแสงของสารละลายมาตรฐานตะกั่วความเข้มข้นคือ 1.0 3.0 และ 5.0 มิลลิกรัม/ลิตรจากข้อ 3.2.7 เครื่องจะสร้างกราฟมาตรฐานระหว่างค่าความดูดกลืนแสงกับความเข้มข้นของสารละลายมาตรฐาน

3.3.2.2 นำสารละลายมาตรฐานแบลงค์จำนวน 10 ขวดจากข้อ 3.2.3 มาวัดค่าความดูดกลืนแสง เครื่องจะประมวลผลข้อมูลออกมาในรูปความเข้มข้น (มิลลิกรัม/ลิตร) โดยเปรียบเทียบกับกราฟมาตรฐานที่สร้างไว้ นำข้อมูลที่ได้มาคำนวณหาค่าเบี่ยงเบนมาตรฐาน (SD) เพื่อนำไปหาค่า IDL และ LOQ ต่อไป

3.3.2.3 ใช้สารละลายมาตรฐานโครเมียม คือ 1.0 , 3.0 และ5.0 มิลลิกรัม/ลิตรจากข้อ3.2.11ในการวิเคราะห์หาค่า IDL และ LOQ โดยปฏิบัติเช่นเดียวกับการวิเคราะห์ตะกั่ว

3.3.2.4 ใช้สารละลายมาตรฐานแคดเมียม คือ 1.0 , 3.0 และ5.0 มิลลิกรัม/ลิตรจากข้อ3.2.15ในการวิเคราะห์หาค่า IDL และ LOQ โดยปฏิบัติเช่นเดียวกับการวิเคราะห์ตะกั่ว

3.3.2.5 ใช้สารละลายมาตรฐานทองแดง คือ 1.0 , 3.0 และ5.0 มิลลิกรัม/ลิตรจากข้อ3.2.19ในการวิเคราะห์หาค่า IDL และ LOQ โดยปฏิบัติเช่นเดียวกับการวิเคราะห์ตะกั่ว

3.3.2.6 ใช้สารละลายมาตรฐานแมงกานีส คือ 0.5 , 1.0 และ3.0 มิลลิกรัม/ลิตรจากข้อ3.2.23ในการวิเคราะห์หาค่า IDL และ LOQ โดยปฏิบัติเช่นเดียวกับการวิเคราะห์ตะกั่ว

3.3.2.7 ใช้สารละลายมาตรฐานเหล็ก คือ 1.0 , 3.0 และ6.0 มิลลิกรัม/ลิตรจากข้อ3.2.27ในการวิเคราะห์หาค่า IDL และ LOQ โดยปฏิบัติเช่นเดียวกับการวิเคราะห์ตะกั่ว

3.3.2.8 ใช้สารละลายมาตรฐานนิกเกิล คือ 1.0 , 3.0 และ5.0 มิลลิกรัม/ลิตรจากข้อ3.2.31ในการวิเคราะห์หาค่า IDL และ LOQ โดยปฏิบัติเช่นเดียวกับการวิเคราะห์ตะกั่ว

ผลการทดลองสรุปดังแสดงในภาคผนวก ตารางที่ 23

3.3.3 การตรวจสอบค่าขีดต่ำสุดของการวิเคราะห์ปริมาณ (limit of quantitative , LOQ) ที่คำนวณได้จากข้อ 3.3.2

3.3.3.1 เตรียมสารละลายมาตรฐานปริมาณเท่ากับ LOQ ที่คำนวณได้จากข้อ 3.3.2

3.3.3.2 วัดความเข้มข้นของสารละลายมาตรฐานในข้อ 3.3.3.1

3.3.3.3 ตรวจสอบความถูกต้องของการวิเคราะห์ คำนวณหาค่าความแม่นยำและค่าความเบี่ยงเบนมาตรฐานสัมพัทธ์

ผลการทดลองสรุปดังแสดงในภาคผนวก ตารางที่ 24

3.3.4 การหาช่วงความเป็นเส้นตรงของการวิเคราะห์ตะกั่ว

3.3.4.1 นำสารละลายมาตรฐานตะกั่วความเข้มข้น 0.1, 0.5 , 1.0 , 3.0 , 5.0, 10.0, 20.0, 25.0 และ30.0 มิลลิกรัม/ลิตรจากข้อ 3.2.7 มาวัดค่าการดูดกลืนแสงด้วยเครื่องเฟลมอะตอมมิกแอบซอร์พชันสเปกโทรโฟโตมิเตอร์

3.3.4.2 นำข้อมูลที่ได้มาเขียนกราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างการดูดกลืนแสงกับความเข้มข้นของธาตุ

3.3.4.3 คำนวณสมการเชิงเส้นและcoefficient of determination (R^2)

ผลการทดลองสรุปดังแสดงในภาพที่ 1 และตารางที่ 3

3.3.5 การหาช่วงความเป็นเส้นตรงของการวิเคราะห์โครเมียม

นำสารละลายมาตรฐานโครเมียมความเข้มข้น 0.1, 0.4 , 0.8 , 1.0 , 3.0 , 5.0, 10.0, 12.0และ 15.0 มิลลิกรัม/ลิตรจากข้อ 3.2.11 และทำการวิเคราะห์เช่นเดียวกับการหาช่วงความเป็นเส้นตรงของการวิเคราะห์ ตะกั่ว

ผลการทดลองสรุปดังแสดงในภาพที่ 2 และตารางที่ 4

3.3.6 การหาช่วงความเป็นเส้นตรงของการวิเคราะห์แคดเมียม

นำสารละลายมาตรฐานความเข้มข้นแคดเมียม 0.1 , 0.3 , 0.5, 0.7, 1.0 , 1.5, 3.0 , 5.0 และ 7.0 มิลลิกรัม/ลิตรจากข้อ 3.2.15 และทำการวิเคราะห์เช่นเดียวกับการหาช่วงความเป็นเส้นตรงของการวิเคราะห์ตะกั่ว

ผลการทดลองสรุปดังแสดงในภาพที่ 3 และตารางที่ 5

3.3.7 การหาช่วงความเป็นเส้นตรงของการวิเคราะห์ทองแดง

นำสารละลายมาตรฐานความเข้มข้นทองแดง 0.1 , 0.5 , 1.0 , 2.0 , 3.0 , 5.0, 10.0, 12.0 และ 15.0 มิลลิกรัม/ลิตรจากข้อ 3.2.19 และทำการวิเคราะห์เช่นเดียวกับการหาช่วงความเป็นเส้นตรงของการวิเคราะห์ตะกั่ว

ผลการทดลองสรุปดังแสดงในภาพที่ 4 และตารางที่ 6

3.3.8 การหาช่วงความเป็นเส้นตรงของการวิเคราะห์แมงกานีส

นำสารละลายมาตรฐานความเข้มข้นแมงกานีส 0.1 , 0.5 , 1.0 , 2.0 , 2.5 , 3.0, 5.0 , 7.0 และ 10.0 มิลลิกรัม/ลิตรจากข้อ 3.2.23 และทำการวิเคราะห์เช่นเดียวกับการหาช่วงความเป็นเส้นตรงของการวิเคราะห์ตะกั่ว

ผลการทดลองสรุปดังแสดงในภาพที่ 5 และตารางที่ 7

3.3.9 การหาช่วงความเป็นเส้นตรงของการวิเคราะห์เหล็ก

นำสารละลายมาตรฐานความเข้มข้นเหล็ก 0.1 , 0.5 , 1.0 , 3.0 , 6.0 , 10.0, 15.0, 20.0 และ 25.0 มิลลิกรัม/ลิตรจากข้อ 3.2.27 และทำการวิเคราะห์เช่นเดียวกับการหาช่วงความเป็นเส้นตรงของการวิเคราะห์ตะกั่ว

ผลการทดลองสรุปดังแสดงในภาพที่ 6 และตารางที่ 8

3.3.10 การหาช่วงความเป็นเส้นตรงของการวิเคราะห์นิกเกิล

นำสารละลายมาตรฐานความเข้มข้นนิกเกิล 0.1 , 0.5 , 1.0 , 2.0 , 3.0 , 5.0, 7.0, 10.0 และ 20.0 มิลลิกรัม/ลิตรจากข้อ 3.2.31 และทำการวิเคราะห์เช่นเดียวกับการหาช่วงความเป็นเส้นตรงของการวิเคราะห์ตะกั่ว

ผลการทดลองสรุปดังแสดงในภาพที่ 7 และตารางที่ 9

บทที่ 4 ผลการวิเคราะห์

4.1 ค่าความไวของการวิเคราะห์ ตะกั่ว โครเมียม แคดเมียม ทองแดง แมงกานีส เหล็ก และ นิกเกิล

4.1.1 ค่าความไวของการวิเคราะห์ ตะกั่ว โครเมียม แคดเมียม ทองแดง แมงกานีส เหล็ก และ นิกเกิล โดยเครื่องเฟลมอะตอมมิคแอบซอร์พชันสเปกโทรโฟโตมิเตอร์ ดังแสดงในตารางที่ 2

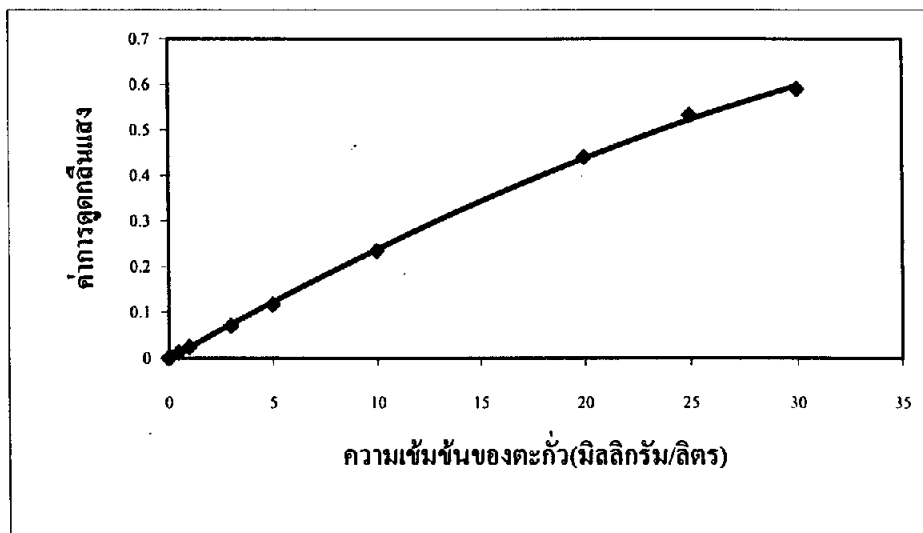
ตารางที่ 2. แสดงความไวของการวิเคราะห์ ตะกั่ว โครเมียม แคดเมียม ทองแดง แมงกานีส เหล็ก และ นิกเกิล

ธาตุ	characteristic concentration (มิลลิกรัม / ลิตร)
ตะกั่ว	0.188
โครเมียม	0.077
แคดเมียม	0.028
ทองแดง	0.075
แมงกานีส	0.049
เหล็ก	0.110
นิกเกิล	0.139

หมายเหตุ ข้อมูลการหาความไวของการวิเคราะห์ ดังแสดงในภาคผนวกตารางที่ 22

4.2 การหาช่วงความเป็นเส้นตรงของการวิเคราะห์ ตะกั่ว โครเมียม แคดเมียม ทองแดง แมงกานีส เหล็ก และ นิกเกิล

4.2.1 การวิเคราะห์หาช่วงความเป็นเส้นตรงของ ตะกั่ว โครเมียม แคดเมียม ทองแดง แมงกานีส เหล็ก และ นิกเกิล แสดงในภาพที่ 1-7 และตารางที่ 3-9

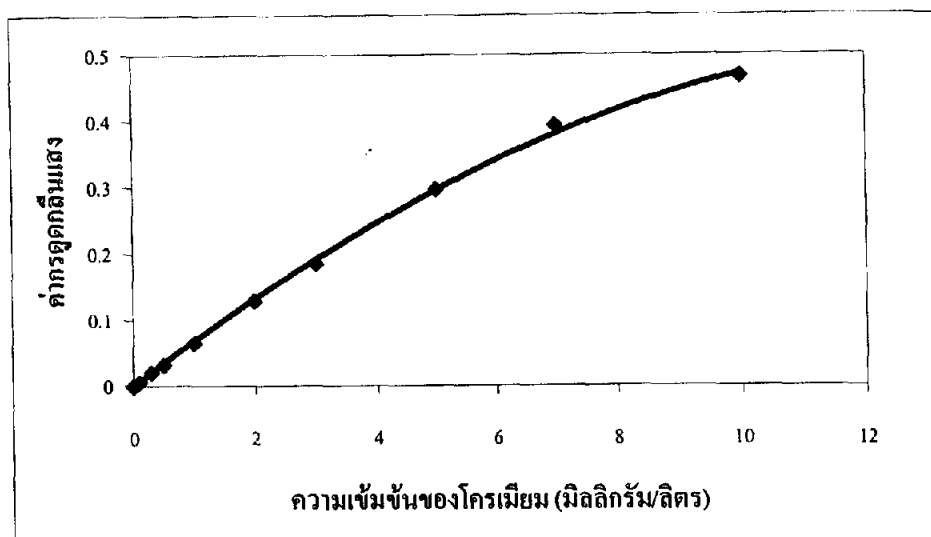


ภาพที่ 1 แสดงความสัมพันธ์ระหว่างความเข้มข้นกับค่าการดูดกลืนแสงของตะกั่ว

ตารางที่ 3. แสดงสมการเชิงเส้นและ coefficient of determination ของช่วงความเข้มข้นสารละลายมาตรฐานของ ตะกั่ว

ธาตุ	ช่วงความเข้มข้นที่ใช้ (มิลลิกรัม/ลิตร)	Linear regression	R ²
ตะกั่ว	0-0.1	Y=0.014x	1
	0-0.5	Y=0.0246x	1
	0-1	Y=0.0239	0.9995
	0-3	Y=0.0234x	0.9998
	0-5	Y=0.0233x	0.9999
	0-10	Y=0.0234x	1
	0-20	Y=0.0224x	0.9988
	0-25	Y=0.0218x	0.9983
	0-30	Y=0.0209x	0.9943

หมายเหตุ ข้อมูลการหาช่วงความเป็นเส้นตรงของการวิเคราะห์ ดังแสดงในภาคผนวก ตารางที่ 15

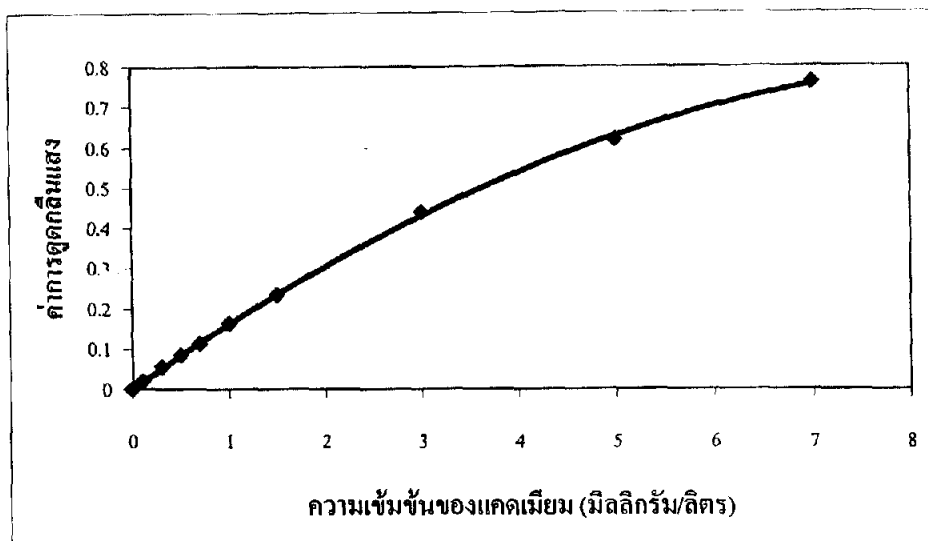


ภาพที่ 2 แสดงความสัมพันธ์ระหว่างความเข้มข้นกับค่าการดูดกลืนแสงของโครเมียม

ตารางที่ 4. แสดงสมการเชิงเส้นและ coefficient of determination ของช่วงความเข้มข้นสารละลายมาตรฐานของโครเมียม

ธาตุ	ช่วงความเข้มข้นที่ใช้ (มิลลิกรัม/ลิตร)	Linear regression	R^2
โครเมียม	0-0.1	$Y=0.06x$	1
	0-0.3	$Y=0.066x$	0.9981
	0-0.5	$Y=0.064x$	0.9984
	0-1.0	$Y=0.0645x$	0.9996
	0-2.0	$Y=0.0645x$	0.9999
	0-3.0	$Y=0.0626x$	0.9989
	0-5.0	$Y=0.0604x$	0.9982
	0-7.0	$Y=0.058x$	0.9965
	0-10.0	$Y=0.052x$	0.9749

หมายเหตุ ข้อมูลการหาช่วงความเป็นเส้นตรงของการวิเคราะห์ ดังแสดงในภาคผนวกตารางที่ 16

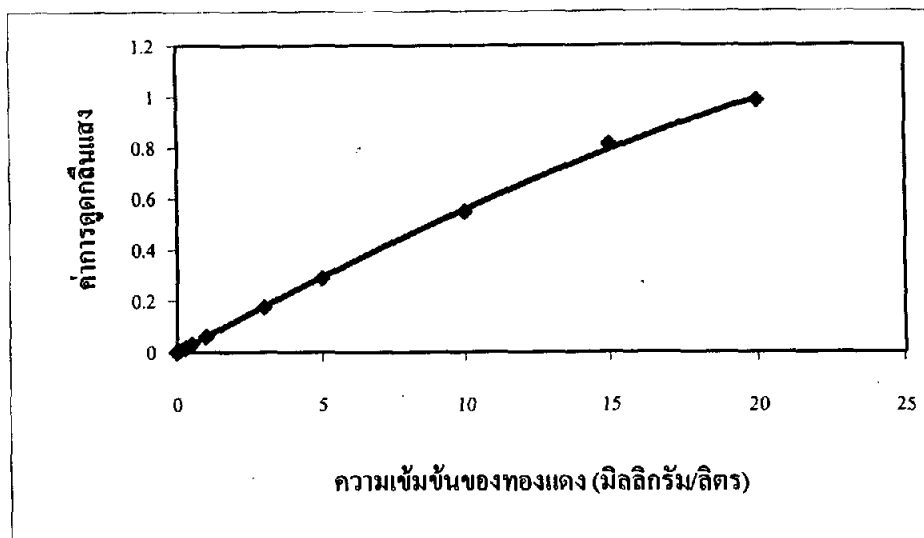


ภาพที่ 3 แสดงความสัมพันธ์ระหว่างความเข้มข้นกับค่าการดูดกลืนแสงของแคดเมียม

ตารางที่ 5. แสดงสมการเชิงเส้นและ coefficient of determination ของช่วงความเข้มข้นสารละลายมาตรฐานของแคดเมียม

ธาตุ	ช่วงความเข้มข้นที่ใช้ (มิลลิกรัม/ลิตร)	linear regression	R ²
แคดเมียม	0-0.1	Y=0.183x	1
	0-0.3	Y=0.1803x	0.9999
	0-0.5	Y=0.1702x	0.9965
	0-0.7	Y=0.1637x	0.9952
	0-1.0	Y=0.1629x	0.9977
	0-1.5	Y=0.1589x	0.9977
	0-3.0	Y=0.1501x	0.9961
	0-5.0	Y=0.1327x	0.9812
	0-7.0	Y=0.119x	0.9697

หมายเหตุ ข้อมูลการหาช่วงความเป็นเส้นตรงของการวิเคราะห์ ดังแสดงในภาคผนวกตารางที่ 17

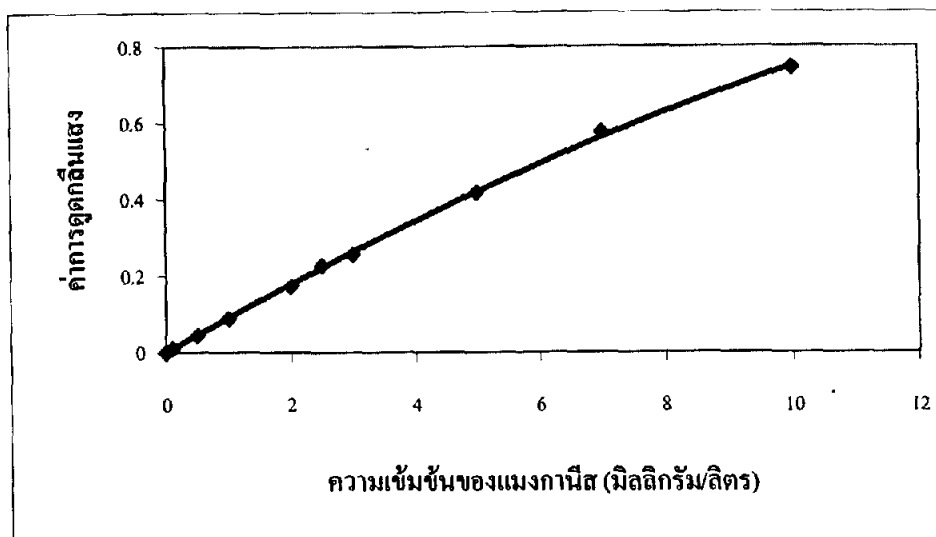


ภาพที่ 4 แสดงความสัมพันธ์ระหว่างความเข้มข้นกับค่าการดูดกลืนแสงของทองแดง

ตารางที่ 6. แสดงสมการเชิงเส้นและ coefficient of determination ของช่วงความเข้มข้นสารละลายมาตรฐานของทองแดง

ธาตุ	ช่วงความเข้มข้นที่ใช้ (มิลลิกรัม/ลิตร)	linear regression	R^2
ทองแดง	0-0.1	$Y=0.06x$	1
	0-0.3	$Y=0.0594x$	1
	0-0.5	$Y=0.0597x$	1
	0-1.0	$Y=0.0597x$	1
	0-3.0	$Y=0.0589x$	1
	0-5.0	$Y=0.0582x$	0.9999
	0-10.0	$Y=0.0558x$	0.9989
	0-15.0	$Y=0.0547x$	0.9992
	0-20.0	$Y=0.0519x$	0.9948

หมายเหตุ ข้อมูลการหาช่วงความเป็นเส้นตรงของการวิเคราะห์ ดังแสดงในภาคผนวกตารางที่ 18

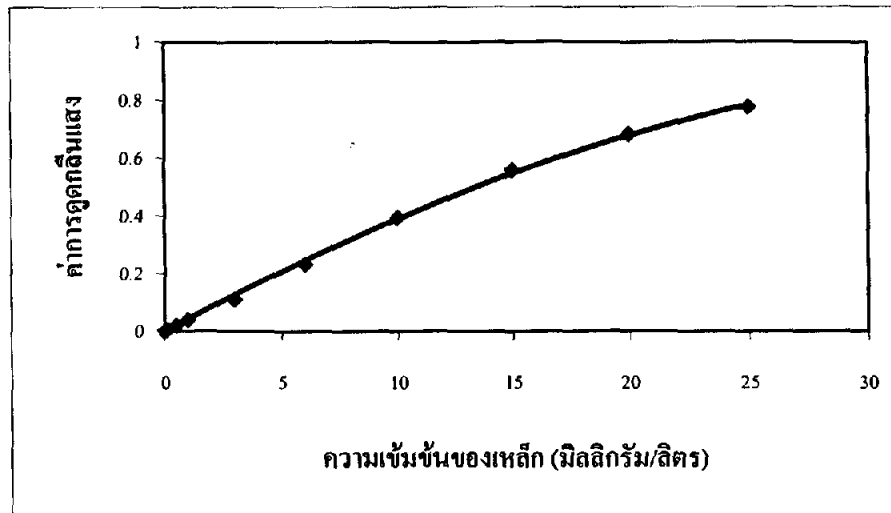


ภาพที่ 5 แสดงความสัมพันธ์ระหว่างความเข้มข้นกับความดูดกลืนแสงของเมทกานีส

ตารางที่ 7. แสดงสมการเชิงเส้นและ coefficient of determination ของช่วงความเข้มข้นสารละลายมาตรฐานของเมทกานีส

ธาตุ	ช่วงความเข้มข้นที่ใช้ (มิลลิกรัม/ลิตร)	linear regression	R^2
เมทกานีส	0-0.1	$Y=0.097x$	1
	0-0.5	$Y=0.0878x$	0.9992
	0-1.0	$Y=0.0885x$	0.9998
	0-2.0	$Y=0.0867x$	0.9997
	0-2.5	$Y=0.0888x$	0.9988
	0-3.0	$Y=0.0871x$	0.9981
	0-5.0	$Y=0.0851x$	0.9981
	0-7.0	$Y=0.0836x$	0.9984
	0-10.0	$Y=0.07887x$	0.9919

หมายเหตุ ข้อมูลการหาช่วงความเป็นเส้นตรงของการวิเคราะห์ ดังแสดงในภาคผนวกตารางที่ 19

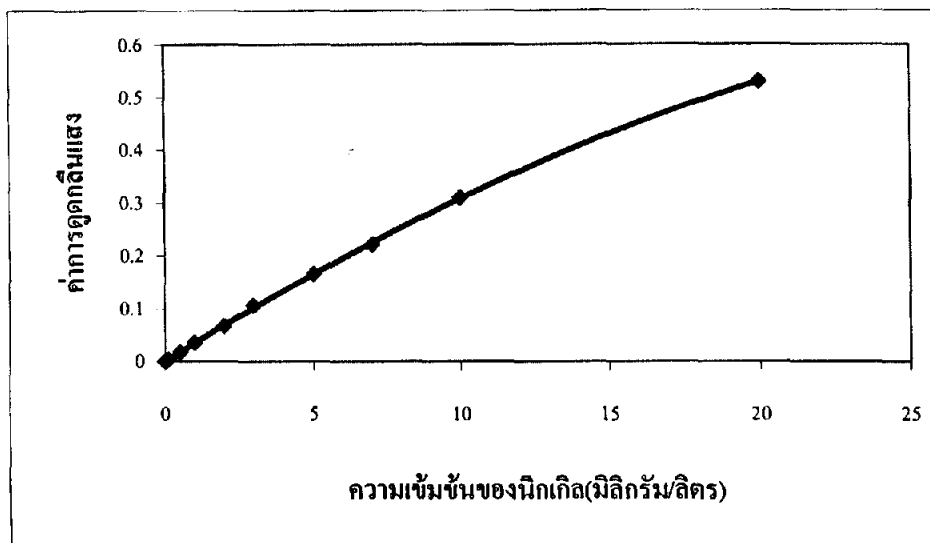


ภาพที่ 6 แสดงความสัมพันธ์ระหว่างความเข้มข้นกับค่าการดูดกลืนแสงของเหล็ก

ตารางที่ 8. แสดงสมการเชิงเส้นและ coefficient of determination ของช่วงความเข้มข้นสารละลายมาตรฐานของเหล็ก

ธาตุ	ช่วงความเข้มข้นที่ใช้ (มิลลิกรัม/ลิตร)	linear regression	R^2
เหล็ก	0-0.1	$Y=0.045x$	1
	0-0.5	$Y=0.041x$	0.9993
	0-1.0	$Y=0.0389x$	0.9983
	0-3.0	$Y=0.0368x$	0.9990
	0-6.0	$Y=0.0381x$	0.9992
	0-10.0	$Y=0.0391x$	0.9993
	0-15.0	$Y=0.0379x$	0.9987
	0-20.0	$Y=0.0359x$	0.9939
	0-25.0	$Y=0.0338x$	0.9858

หมายเหตุ ข้อมูลการหาช่วงความเป็นเส้นตรงของการวิเคราะห์ ดังแสดงในภาคผนวกตารางที่ 20



ภาพที่ 7 แสดงความสัมพันธ์ระหว่างความเข้มข้นกับความดูดกลืนแสงของนิกเกิล

ตารางที่ 9. แสดงสมการเชิงเส้นและ coefficient of determination ของช่วงความเข้มข้นสารละลายมาตรฐานของนิกเกิล

ธาตุ	ช่วงความเข้มข้นที่ใช้ (มิลลิกรัม/ลิตร)	linear regression	R^2
นิกเกิล	0-0.1	$Y=0.028x$	1
	0-0.5	$Y=0.0343x$	0.9976
	0-1.0	$Y=0.035x$	0.9993
	0-2.0	$Y=0.0338x$	0.9989
	0-3.0	$Y=0.0346x$	0.9988
	0-5.0	$Y=0.0336x$	0.9985
	0-7.0	$Y=0.0325x$	0.9972
	0-10.0	$Y=0.0317x$	0.9976
	0-20.0	$Y=0.0282x$	0.9858

หมายเหตุ ข้อมูลการหาช่วงความเป็นเส้นตรงของการวิเคราะห์ ดังแสดงในภาคผนวกตารางที่ 21

4.3 ค่าขีดจำกัดต่ำสุดของการวิเคราะห์ ตะกั่ว โครเมียม แคดเมียม ทองแดง แมงกานีส เหล็ก และ นิกเกิล

4.3.1 ค่าขีดจำกัดต่ำสุดของการวิเคราะห์ ตะกั่ว โครเมียม แคดเมียม ทองแดง แมงกานีส เหล็ก และนิกเกิลโดยเฟลมอะตอมมิกแอบซอร์พชันสเปกโทรโฟโตมิเตอร์ ดังแสดงในตารางที่ 10

ตารางที่ 10. แสดงค่าขีดจำกัดต่ำสุดของการวิเคราะห์ ตะกั่ว โครเมียม แคดเมียม ทองแดง แมงกานีส เหล็ก และนิกเกิลโดยเฟลมอะตอมมิกแอบซอร์พชันสเปกโทรโฟโตมิเตอร์

ธาตุ	ค่าขีดจำกัดต่ำสุดของการวิเคราะห์(IDL) (มิลลิกรัม/ลิตร)
ตะกั่ว	0.044
โครเมียม	0.016
แคดเมียม	0.008
ทองแดง	0.005
แมงกานีส	0.049
เหล็ก	0.023
นิกเกิล	0.022

หมายเหตุ ข้อมูลการหาค่าขีดจำกัดต่ำสุดของการวิเคราะห์ ดังแสดงในภาคผนวกตารางที่ 23

4.4 ค่าความเข้มข้นต่ำสุดของการวิเคราะห์ (LOQ) ของ ตะกั่ว โครเมียม แคดเมียม ทองแดง แมงกานีส เหล็ก และนิกเกิล

4.4.1 ค่าความเข้มข้นต่ำสุดของการวิเคราะห์(LOQ) ของ ตะกั่ว โครเมียม แคดเมียม ทองแดง แมงกานีส เหล็ก และนิกเกิลโดยเฟลมอะตอมมิกแอบซอร์พชันสเปกโทรโฟโตมิเตอร์ ดังแสดงในตารางที่ 11

ตารางที่ 11. แสดงค่าความเข้มข้นต่ำสุดของการวิเคราะห์(LOQ) ของ ตะกั่ว โครเมียม แคดเมียม ทองแดง แมงกานีส เหล็ก และนิกเกิล

ธาตุ	ค่าความเข้มข้นต่ำสุดของการวิเคราะห์ (มิลลิกรัม/ลิตร)
ตะกั่ว	0.20
โครเมียม	0.07
แคดเมียม	0.04
ทองแดง	0.03
แมงกานีส	0.07
เหล็ก	0.08
นิกเกิล	0.07

หมายเหตุ ข้อมูลการหาค่าขีดจำกัดต่ำสุดของการวิเคราะห์ ดังแสดงในภาคผนวกตารางที่ 22

4.5 การหาค่าความแม่นยำ (accuracy) และความเที่ยง (precision) ของค่าความขีดต่ำสุดของการวิเคราะห์ปริมาณ (LOQ) ของตะกั่ว โครเมียม แคดเมียม ทองแดง แมงกานีส เหล็ก และนิกเกิล ตารางที่ 12 ผลการวิเคราะห์แสดงค่าความแม่นยำ (accuracy) และความเที่ยง (precision) ของค่าขีดต่ำสุดของการวิเคราะห์ปริมาณ (LOQ) ของตะกั่ว โครเมียม แคดเมียม ทองแดง แมงกานีส เหล็ก และนิกเกิล

ธาตุ	%ค่าความแม่นยำ (accuracy)	%ความเที่ยง (precision)
ตะกั่ว	108.29	3.33
โครเมียม	106.12	4.84
แคดเมียม	100.36	6.19
ทองแดง	100.36	6.33
แมงกานีส	101.63	2.73
เหล็ก	98.57	4.55
นิกเกิล	101.43	6.37

หมายเหตุ ข้อมูลการหาค่าความแม่นยำ (accuracy) และความเที่ยง (precision) ของการวิเคราะห์ดังแสดงในภาคผนวกตารางที่ 24

บทที่ 5 วิจารณ์ผล

การตรวจสอบพารามิเตอร์ของเครื่องเฟลมอะตอมมิกแอบซอร์พชันสเปกโทรโฟโตมิเตอร์ ในการวัดธาตุ ตะกั่ว โครเมียม แคดเมียม ทองแดง แมงกานีส เหล็ก และนิกเกิลนั้น พบว่าการวิเคราะห์หาค่าขีดจำกัดต่ำสุดของเครื่องมือในการวัด (IDL) และการวิเคราะห์หาค่าขีดต่ำสุดของการวิเคราะห์ปริมาณ (LOQ) ของแต่ละธาตุจะไม่เท่ากัน ในขณะที่แหล่งของสารละลายมาตรฐานที่ใช้วัดหาค่า IDL และ LOQ ของทุกธาตุเป็นตัวเดียวกัน คือ 1%HNO₃ ทั้งนี้อาจเนื่องมาจากสัญญาณรบกวน (noise) ของแต่ละธาตุมีการเปลี่ยนแปลงที่ต่างกัน ถ้ามีการเปลี่ยนแปลงของสัญญาณรบกวนมาก จะทำให้ค่าเบี่ยงเบนมาตรฐานมาก ค่า IDL และ LOQ จะมากขึ้นตาม หรืออาจเกิดจากอายุการใช้งานของหลอดสอลโลแคโทดแลมป์ของธาตุแต่ละชนิด ยิ่งอายุการใช้งานมากประสิทธิภาพของหลอดจะลดลง ทำให้ความสามารถในการวัดธาตุที่ความเข้มข้นต่ำลดน้อยลงได้

จากผลการวิเคราะห์หาค่า IDL และ LOQ ในแต่ละธาตุด้วยเครื่องเฟลมอะตอมมิกแอบซอร์พชันสเปกโทรโฟโตมิเตอร์ ได้ผลดังนี้

ตารางที่ 13 แสดงค่าขีดจำกัดต่ำสุดของเครื่องมือ(IDL) และ ค่าขีดต่ำสุดของการวิเคราะห์ปริมาณ (LOQ) ของ ตะกั่วโครเมียม แคดเมียม ทองแดง แมงกานีส เหล็ก และนิกเกิล

ธาตุที่วิเคราะห์	ค่าขีดจำกัดต่ำสุดของเครื่องมือ (IDL) (มิลลิกรัม/ลิตร)	ค่าขีดต่ำสุดของการวิเคราะห์ปริมาณ (LOQ) (มิลลิกรัม/ลิตร)
ตะกั่ว	0.09	0.2
โครเมียม	0.03	0.07
แคดเมียม	0.02	0.04
ทองแดง	0.02	0.03
แมงกานีส	0.03	0.07
เหล็ก	0.02	0.08
นิกเกิล	0.02	0.07

จากผลการวิเคราะห์จะเห็นได้ว่าธาตุที่มีค่า IDL และ LOQ ต่ำ เช่น ทองแดง สามารถวิเคราะห์สารให้มีความถูกต้องได้ต่ำถึง 0.03 มิลลิกรัม/ลิตร ส่วนธาตุที่มีค่า IDL และ LOQ สูงเช่น ตะกั่ว สามารถวิเคราะห์สารให้มีความถูกต้องมีค่าต่ำสุดได้แค่ 0.2 มิลลิกรัมต่อลิตร ถ้าวิเคราะห์ตะกั่ว

ที่มีค่าความเข้มข้นต่ำกว่านี้จะทำให้ผลการทดสอบที่อ่านได้ไม่ถูกต้องหรือค่าความผิดพลาด (error) สูง

สำหรับการวิเคราะห์ช่วงเข้มข้นของธาตุที่เครื่องสามารถวัดได้อย่างถูกต้อง สามารถหาได้จากอัตราส่วนการหาความเข้มข้นของธาตุ เทียบกับค่าความดูดกลืนแสงของธาตุนั้นๆ กราฟที่ได้จะเป็นเส้นตรงและจะค่อยๆ โค้งเมื่อความเข้มข้นเพิ่มขึ้นถึงจุดหนึ่ง ความเข้มข้นสูงสุดของธาตุที่เครื่องสามารถวัดได้อย่างถูกต้องคือความเข้มข้นสูงสุดที่ให้ค่า coefficient of determination, R^2 มากกว่า 0.995 ซึ่งค่า R^2 ที่มากกว่า 0.995 จะทำให้กราฟที่ได้มีความสัมพันธ์เป็นเส้นตรงนั่นคือมี goodness of fit of linear graphs ด้วยวิธีดังกล่าวทำให้สามารถหาช่วงความเป็นเส้นตรงของการวิเคราะห์ ตะกั่ว โครเมียม แคดเมียม ทองแดง แมงกานีส เหล็ก และนิกเกิลด้วยเครื่องเฟลมอะตอมมิกแอบซอร์พชัน สเปกโทรโฟโตมิเตอร์ได้

บทที่ 6

สรุปผลและข้อเสนอแนะ

การวิเคราะห์หาความสามารถของเครื่องเฟลมอะตอมมิกแอบซอร์พชันสเปกโทรโฟโตมิเตอร์ ในการวัดธาตุทั้ง 7 ชนิด คือ ตะกั่ว โครเมียม แคดเมียม ทองแดง แมงกานีส เหล็ก และนิกเกิล พบว่าการทดสอบหาค่าความแม่นยำของค่าขีดต่ำสุดของการวิเคราะห์ปริมาณ(LOQ)ได้ค่าความแม่นยำในรูปร้อยละของการกลับคืนอยู่ในช่วง 90-110 (ตารางที่ 12) โดยช่วงการวิเคราะห์ที่ทำให้ผลการทดสอบมีความถูกต้อง เป็นช่วงค่าขีดต่ำสุดของการวิเคราะห์ปริมาณ(LOQ) ถึงค่าความเข้มข้นสูงสุดที่กราฟมีค่า coefficient of determination มากกว่า 0.995 หรือค่าความเข้มข้นสูงสุดที่วัดได้อย่างน่าเชื่อถือ (LOL) ซึ่งเราสามารถสร้างกราฟสอบเทียบมาตรฐานให้อยู่ในช่วงดังกล่าว และผลการทดสอบที่อยู่ในช่วงกราฟสอบเทียบจะเป็นผลการทดสอบที่มีความถูกต้อง สำหรับช่วง linear range ในคู่มือการใช้เครื่อง ของธาตุทั้ง 7 ชนิด จะมีค่าน้อยกว่าช่วงที่ได้จากการทดสอบ ทั้งนี้อาจเนื่องมาจากในคู่มือการใช้เครื่อง อาจมีการคำนวณผลกระทบจากความสามารถของวิธีวิเคราะห์ด้วย ดังนั้นหากจะนำผลการทดสอบที่ได้จากการวิเคราะห์หาความสามารถของเครื่องมือของธาตุใดๆไปใช้ ควรมีการตรวจสอบผลกระทบของวิธีทดสอบต่อช่วงความสามารถของการวิเคราะห์ของเครื่องมือด้วย

ตารางที่ 14. แสดงค่าขีดจำกัดต่ำสุดของการวิเคราะห์ปริมาณ(LOQ) ค่าความเข้มข้นสูงสุดที่วัดได้อย่างน่าเชื่อถือ (LOL) และ linear range ที่กำหนดในคู่มือของ ตะกั่วโครเมียม แคดเมียม ทองแดง แมงกานีส เหล็ก และนิกเกิล

ธาตุ	ค่าขีดจำกัดต่ำสุดของการวิเคราะห์ปริมาณ (มิลลิกรัม/ลิตร)	ค่าความเข้มข้นสูงสุดที่วัดได้อย่างน่าเชื่อถือ (มิลลิกรัม/ลิตร)	linear range ที่กำหนดในคู่มือ
ตะกั่ว	0.20	25.0	20.0
โครเมียม	0.07	7.0	5.0
แคดเมียม	0.04	3.0	2.0
ทองแดง	0.03	15.0	5.0
แมงกานีส	0.07	7.0	2.0
เหล็ก	0.08	15.0	6.0
นิกเกิล	0.07	10.0	2.0

กิตติกรรมประกาศ

ผู้เขียนขอขอบคุณ คุณส่องแสง เลี้ยวชวลิต ผู้อำนวยการกองเคมี นว.7วสมจิตต์ บรรณวิวัฒนา
โสภณที่ให้คำปรึกษาที่เป็นประโยชน์และแก้ไขข้อบกพร่องช่วยให้ผลงานนี้สำเร็จสมบูรณ์

เอกสารอ้างอิง

1. แม้น อมรสิทธิ์ และ อมร เพชรสม. หลักการและเทคนิคการวิเคราะห์เชิงเครื่องมือ. กรุงเทพฯ : โรงพิมพ์ชวนพิมพ์. 2534. หน้า 322-347.
2. American Public Health Association. APHA, **Standard methods for the examination of water and wastewater.** (part 1010C, 1020B,1030C) 20th edition, Washington,DC. 1998. p.1-3 to1-17
3. Caulcutt, R. and Boddy R. **Statistics for Analytical Chemists.** London : Chapman and Hall , 1983.p.201-205.
4. Miller, J.C. and Miller, J. N. **Statistics for Analytical 3rd ed** Chichester :Ellis Hoewood, 1993. p.55- 62, 133-137.
5. The Perkin — Elemer Corporation. **Analytical Methods for Atomic Absorption Spectrometry.** America : The Perkin — Elemer Corporation, 1994. p.56, 63, 67, 78

ภาคผนวก

การหาช่วงความเป็นเส้นตรงของการวิเคราะห์ ตะกั่ว โคโรเนียม แคดเมียม ทองแดง แมงกานีส เหล็ก และ นิกเกิล โดยเฟลมอะตอมมิกแอบซอร์พชันสเปกโทรโฟโตมิเตอร์

ตารางที่ 15. ข้อมูลการหาช่วงความเป็นเส้นตรงของการวิเคราะห์ ตะกั่ว

ธาตุ	ความเข้มข้น (มิลลิกรัม / ลิตร)	ค่าความดูดกลืนแสง
ตะกั่ว	0.0	0.0000
	0.1	0.0024
	0.5	0.0123
	1.0	0.0237
	3.0	0.0699
	5.0	0.1166
	10.0	0.2344
	20.0	0.4403
	25.0	0.5317
	30.0	0.605

ตารางที่ 16. ข้อมูลการหาช่วงความเป็นเส้นตรงของการวิเคราะห์โครเมียม

ธาตุ	ความเข้มข้น (มิลลิกรัม / ลิตร)	ค่าความดูดกลืนแสง
โครเมียม	0.0	0.0000
	0.1	0.006
	0.3	0.020
	0.5	0.0316
	1.0	0.0647
	2.0	0.129
	3.0	0.1844
	5.0	0.2959
	7.0	0.3927
	10.0	0.4668

ตารางที่ 17. ข้อมูลการหาช่วงความเป็นเส้นตรงของการวิเคราะห์แคดเมียม

ธาตุ	ความเข้มข้น (มิลลิกรัม / ลิตร)	ค่าความดูดกลืนแสง
แคดเมียม	0.0	0.0000
	0.1	0.0183
	0.3	0.0540
	0.5	0.0831
	0.7	0.1113
	1.0	0.1622
	1.5	0.2336
	3.0	0.4381
	5.0	0.6182
	7.0	0.7582

ตารางที่ 18 ข้อมูลการหาช่วงความเป็นเส้นตรงของการวิเคราะห์ทองแดง

ธาตุ	ความเข้มข้น (มิลลิกรัม / ลิตร)	ค่าความดูดกลืนแสง
ทองแดง	0.0	0.0000
	0.1	0.0060
	0.3	0.0178
	0.5	0.0299
	1.0	0.0597
	3.0	0.1763
	5.0	0.2899
	10.0	0.5491
	15.0	0.8118
	20.0	0.9851

ตารางที่ 19 ข้อมูลการหาช่วงความเป็นเส้นตรงของการวิเคราะห์แมงกานีส

ธาตุ	ความเข้มข้น (มิลลิกรัม / ลิตร)	ค่าความดูดกลืนแสง
แมงกานีส	0.0	0.0000
	0.1	0.0097
	0.5	0.0437
	1.0	0.0887
	2.0	0.1723
	2.5	0.2265
	3.0	0.2550
	5.0	0.4171
	7.0	0.5753
	10.0	0.7434

ตารางที่ 20. ข้อมูลการหาช่วงความเป็นเส้นตรงของการวิเคราะห์เหล็ก

ธาตุ	ความเข้มข้น (มิลลิกรัม / ลิตร)	ค่าความดูดกลืนแสง
เหล็ก	0.0	0.0000
	0.1	0.0045
	0.5	0.0204
	1.0	0.0384
	3.0	0.1096
	6.0	0.2311
	10.0	0.3952
	15.0	0.5578
	20.0	0.6815
	25.0	0.7765

ตารางที่ 21. ข้อมูลการหาช่วงความเป็นเส้นตรงของการวิเคราะห์นิกเกิล

ธาตุ	ความเข้มข้น (มิลลิกรัม / ลิตร)	ค่าความดูดกลืนแสง
นิกเกิล	0.0	0.0000
	0.1	0.0028
	0.5	0.0173
	1.0	0.0352
	2.0	0.0667
	3.0	0.1055
	5.0	0.1490
	7.0	0.2208
	10.0	0.3099
	20.0	0.5300

ตารางที่ 22. ข้อมูลการหาไอของสารวิเคราะห์ ตะกั่ว โครเมียม แคดเมียม ทองแดง แมงกานีส เหล็ก และนิกเกิล

ค่าการดูดกลืนแสง ครั้งที่	ตะกั่ว		โครเมียม		แคดเมียม		ทองแดง		แมงกานีส		เหล็ก		นิกเกิล	
	เบงกต์	ตะกั่ว 10.0 มิลลิกรัม/ลิตร	เบงกต์	โครเมียม 4.0 มิลลิกรัม/ลิตร	เบงกต์	แคดเมียม 1.5 มิลลิกรัม/ลิตร	เบงกต์	ทองแดง 4.0 มิลลิกรัม/ลิตร	เบงกต์	แมงกานีส 2.5 มิลลิกรัม/ลิตร	เบงกต์	เหล็ก 6.0 มิลลิกรัม/ลิตร	เบงกต์	นิกเกิล 10.0 มิลลิกรัม/ลิตร
1	0.0002	0.2334	-0.0003	0.2296	-0.0011	0.2329	0.0008	0.2330	0.0033	0.2303	-0.0012	0.2391	0.000	0.220
2	-0.0001	0.2336	-0.0006	0.228	-0.0011	0.23337	0.0007	0.2357	0.0047	0.2282	-0.0011	0.2392	0.000	0.216
3	0.0001	0.2373	-0.0006	0.2276	-0.0014	0.2336	-0.0001	0.2342	0.0057	0.2294	-0.0008	0.2381	0.000	0.222
4	0.0000	0.2320	-0.0001	0.2285	-0.0018	0.2334	-0.0001	0.2337	0.0059	0.2289	-0.0007	0.2391	0.000	0.224
5	0.0001	0.2355	-0.0003	0.2292	-0.0020	0.2341	-0.0003	0.2334	0.0065	0.2299	-0.0008	0.2362	0.000	0.222
เฉลี่ย	0.0001	0.2344	-0.0004	0.22858	-0.0015	0.2335	0.0002	0.2340	0.0052	0.2293	-0.0009	0.2384	0.000	0.221
Characteristic concentration ที่ คำนวณได้	0.1878		0.0770		0.0281		0.0753		0.04901		0.1103		0.1394	
Characteristic Concentration กำหนดจากคู่มือ	0.190		0.078		0.028		0.077		0.052		0.11		0.14	

หมายเหตุ ค่าคลาดเคลื่อนที่ยอมรับได้ ไม่นเกิน $\pm 20\%$

ตารางที่ 23. ข้อมูลการหาค่าขีดจำกัดค่าสุดของเครื่องมือ (instrumental detection limit, IDL) ของตะกั่ว โครเมียม แคดเมียม ทองแดง แมงกานีส เหล็ก และนิกเกิล

ค่าการดูดกลืนแสง ครั้งที่	แบบจำลองการกระจายตามฐาน, (มีลิกนด์/ลิตร)									
	แคดเมียม	โครเมียม	เหล็ก	แมงกานีส	ทองแดง	ตะกั่ว	นิกเกิล			
1	0.007	0.015	0.009	0.014	0.018	0.027	-0.01			
2	0.013	0.007	-0.006	0.036	0.018	0.038	-0.015			
3	0.008	0.007	0.005	0.025	0.022	0.027	0.005			
4	0.011	0.018	-0.008	0.013	0.016	0.029	-0.001			
5	0.009	0.012	0.003	0.034	0.017	0.062	0.006			
6	0.011	0.006	-0.001	0.029	0.017	0.032	-0.007			
7	0.008	0.004	-0.013	0.013	0.018	0.066	-0.006			
8	0.007	0.01	0.005	0.051	0.017	0.049	-0.012			
9	0.012	0.015	0.007	-0.001	0.019	0.054	-0.007			
10	0.014	0.02	-0.009	0.003	0.018	0.034	-0.013			
ค่าเฉลี่ย	0.01	0.0114	-0.0008	0.0217	0.018	0.0418	-0.006			
ส่วนเบี่ยงเบนมาตรฐาน(SD)	0.0025	0.0054	0.0077	0.0161	0.0016	0.0147	0.0072			
3SD	0.0076	0.0163	0.0231	0.0485	0.0048	0.0443	0.0217			
ค่าเฉลี่ย+3SD(IDL)	0.0176	0.0277	0.0223	0.0702	0.0228	0.0861	0.0157			
10SD	0.0253	0.0546	0.0769	0.1617	0.0163	0.1478	0.0725			
ค่าเฉลี่ย+10SD(LOQ)	0.0353	0.0660	0.0761	0.1834	0.0343	0.1896	0.0665			

ตารางที่ 24. แสดงข้อมูลความเที่ยง(accuracy) และความแม่นยำ (precision) ของขีดค่าสูงสุดของการวิเคราะห์ปริมาณ(Limit of quantitation, LOQ)ที่วัดได้อย่างมีความน่าเชื่อถือ

ครั้งที่	ความเข้มข้น, มิลลิกรัม/ลิตร									
	Std. Cd 0.04 ppm	Std. Cr 0.07 ppm	Std. Fe 0.08 ppm	Std. Mn 0.07 ppm	Std. Cu 0.03 ppm	Std. Pb 0.2 ppm	Std. Ni 0.07 ppm	Std. Zn 0.07 ppm	Std. As 0.03 ppm	Std. Hg 0.01 ppm
1	0.037	0.069	0.078	0.074	0.033	0.223	0.068	0.068	0.033	0.033
2	0.038	0.073	0.078	0.07	0.029	0.22	0.065	0.065	0.029	0.029
3	0.042	0.073	0.084	0.074	0.031	0.21	0.068	0.068	0.031	0.031
4	0.043	0.08	0.076	0.069	0.033	0.217	0.076	0.076	0.033	0.033
5	0.044	0.072	0.077	0.069	0.033	0.201	0.076	0.076	0.033	0.033
6	0.039	0.074	0.075	0.070	0.034	0.221	0.077	0.077	0.034	0.034
7	0.038	0.079	0.084	0.072	0.031	0.224	0.067	0.067	0.031	0.031
8	0.037	0.073	0.081	0.072	0.035	0.215	0.067	0.067	0.035	0.035
9	0.040	0.073	0.083	0.069	0.029	0.209	0.072	0.072	0.029	0.029
10	0.040	0.069	0.084	0.071	0.031	0.218	0.067	0.067	0.031	0.031
ค่าเฉลี่ย	0.0401	0.0743	0.0789	0.0711	0.032	0.2166	0.071	0.071	0.032	0.032
SD	0.0025	0.0036	0.0036	0.0019	0.0020	0.0072	0.0045	0.0045	0.0020	0.0020
%RSD	6.1917	4.8432	4.5527	2.7320	6.3276	3.3354	6.3701	6.3701	6.3276	6.3276
% recovery	100.3571	106.1224	98.5714	101.6327	106.6667	108.2857	101.4286	101.4286	106.6667	106.6667

หมายเหตุ %RSD ไม่เกิน +/- 10% และ % recovery ไม่เกิน +/- 85-115 %