

เอกสารผลงานที่เสนอให้ประเมิน
เพื่อแต่งตั้งให้ดำรงตำแหน่งนักวิทยาศาสตร์ 7ว

ของ

นางสาวจิรสา กรงกรด
ตำแหน่งนักวิทยาศาสตร์ 6ว

เรื่องที่ 1

การตรวจสอบพารามิเตอร์ของวิธีทดสอบ
ปริมาณเหล็กในตัวอย่างโพลีอะลูมิเนียมคลอไรด์

โครงการเคมี

กรมวิทยาศาสตร์บริการ

กระทรวงวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยี

พ.ศ. 2547

บทคัดย่อ

การตรวจสอบพารามิเตอร์ของวิธีทดสอบปริมาณเหล็ก(Fe) ในตัวอย่างโพลีอะลูมิเนียมคลอไรด์ ด้วยเครื่องเฟลมอะตอมมิกแอบซอร์พชันสเปกโตรโฟโตมิเตอร์ ซึ่งเป็น In-housed method โดยตรวจสอบค่าขีดจำกัดต่ำสุดของเครื่องมือ (IDL) ได้ผลเท่ากับ 0.022 ค่าขีดจำกัดต่ำสุดของวิธีวิเคราะห์ (MDL) ได้ผลเท่ากับ 0.03 ค่าขีดต่ำสุดของการวิเคราะห์ปริมาณ (LOQ) ได้ผลเท่ากับ 0.09 การตรวจสอบความสัมพันธ์เชิงเส้น พบว่ากราฟที่ได้จากการพล็อตระหว่างความเข้มข้นของสารละลายเหล็กมาตรฐานกับความเข้มข้นของสารละลายเหล็กมาตรฐานที่เติมลงไป ในตัวอย่างโพลีอะลูมิเนียมคลอไรด์ ที่ระดับความเข้มข้น 0.5, 2.0 และ 5.0 มิลลิกรัม/ลิตร ได้ค่า $R^2 = 0.9983$ ร้อยละของการกลับคืน (recovery) อยู่ในช่วง 85-115 และร้อยละของความเบี่ยงเบนมาตรฐานสัมพัทธ์ (RSD) อยู่ในช่วง +/-10

สำหรับการวิธีทดสอบหาปริมาณเหล็กในตัวอย่างโพลีอะลูมิเนียมคลอไรด์ เปรียบเทียบกับกราฟของสารละลายมาตรฐานเหล็ก พบว่า Relative percent difference (RPD) มีค่าไม่เกิน 5 และเมื่อทำการเติมสารละลายเหล็กมาตรฐานลงไป ในตัวอย่าง พบว่าความแม่นยำ (accuracy) ซึ่งแสดงในรูปร้อยละของการกลับคืน มีค่าอยู่ในช่วง 85-115

สารบัญ

	หน้า
บทคัดย่อ	i
สารบัญ	ii
สารบัญตาราง	iii
สารบัญภาพ	iv
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 เครื่องมือ และวิธีดำเนินการ	
3.1 ตัวอย่าง	8
3.2 วัสดุ อุปกรณ์ และเครื่องมือ	9
3.3 สารเคมี สารละลาย และวิธีเตรียม	9
3.4 วิธีดำเนินการ	10
บทที่ 4 ผลการวิเคราะห์	14
บทที่ 5 วิจารณ์ผล	18
บทที่ 6 สรุปผลและข้อเสนอแนะ	20
กิตติกรรมประกาศ	22
เอกสารอ้างอิง	23
ภาคผนวก	24

เลขหมู่ ๑๗/๑๗
๑๑/๑
เลขทะเบียน 13889
วันที่ ๒๕/๑๒/๕๙

สารบัญตาราง

	หน้า
ตารางที่ 1 แสดงพารามิเตอร์ที่ใช้ในการวัดค่าการดูดกลืนแสงของเหล็กในการวิเคราะห์	6
ตารางที่ 2 แสดงรายละเอียดของตัวอย่างโพลีอะลูมิเนียมคลอไรด์ที่ใช้ในการศึกษาทดลอง	8
ตารางที่ 3 แสดงสมการเชิงเส้นและ coefficient of determination ของช่วงความเข้มข้น สารละลายมาตรฐานเหล็ก	15
ตารางที่ 4 แสดงค่าการกลับคืน (recovery) และค่าเบี่ยงเบนมาตรฐานสัมพัทธ์ (RSD) ของสารละลายมาตรฐานเหล็กที่ระดับความเข้มข้นต่ำ กลาง สูง	17
ตารางที่ 5 สรุปผลการตรวจสอบพารามิเตอร์	20
ตารางที่ 6 แสดงค่าขีดจำกัดต่ำสุดของเครื่องมือ (Instrumental detection limit, IDL) ของวิธีทดสอบปริมาณเหล็ก	25
ตารางที่ 7 แสดงข้อมูลการหาค่าการดูดกลืนแสงของการวิธีทดสอบปริมาณเหล็ก	26
ตารางที่ 8 แสดงค่าขีดจำกัดต่ำสุดของวิธีวิเคราะห์ (MDL) และขีดจำกัดต่ำสุดของการวิเคราะห์ ปริมาณ (LOQ)	27
ตารางที่ 9 แสดงข้อมูลค่าการกลับคืน (recovery) และค่าเบี่ยงเบนมาตรฐานสัมพัทธ์ (RSD) ของค่าขีดต่ำสุดของการวิเคราะห์ปริมาณ (LOQ)	28
ตารางที่ 10 แสดงค่าการกลับคืน (recovery) และค่าเบี่ยงเบนมาตรฐานสัมพัทธ์ (RSD) ในการหาความสัมพันธ์เชิงเส้น	29
ตารางที่ 11 แสดงค่าการดูดกลืนแสงของ Matrix effects	30
ตารางที่ 12 แสดงข้อมูลการหาความไวของวิธีวิเคราะห์(sensitivity)	31
ตารางที่ 13 แสดงค่าการดูดกลืนแสงของสารละลายมาตรฐานเหล็ก	32
ตารางที่ 14 แสดงค่าการดูดกลืนแสงและค่าความเข้มข้นของเหล็กในตัวอย่าง โพลีอะลูมิเนียมคลอไรด์	33
ตารางที่ 15 แสดงข้อมูลการกลับคืนและการทำซ้ำของการทดสอบหาปริมาณเหล็ก ในตัวอย่าง โพลีอะลูมิเนียมคลอไรด์	34

สารบัญภาพ

	หน้า
ภาพที่ 1 แสดงความสัมพันธ์ระหว่างความเข้มข้นกับค่าการดูดกลืนแสงของเหล็ก	14
ภาพที่ 2 การเปรียบเทียบค่าการดูดกลืนแสงของสารละลายมาตรฐานเหล็กกับ สารละลายตัวอย่างที่เติมสารละลายมาตรฐานเหล็ก	16
ภาพที่ 3 แสดงช่วงความสามารถของวิธีในการวัดปริมาณ เหล็กใน โพลีอะลูมิเนียมคลอไรด์	21
ภาพที่ 4 กราฟแสดงค่าความสัมพันธ์เชิงเส้น ของค่าการดูดกลืนแสงเทียบกับความเข้มข้น	30
ภาพที่ 5 กราฟแสดงค่าการดูดกลืนแสงของสารละลายมาตรฐานเหล็ก	32

บทที่ 1

บทนำ

1.1 ปัญหาและที่มาของการศึกษาทดลอง

โพลีอะลูมิเนียมคลอไรด์นิยมใช้กันอย่างแพร่หลายในการผลิตน้ำประปาหรือน้ำเพื่อใช้ในโรงงานและการบำบัดน้ำเสียในโรงงานอุตสาหกรรมต่างๆ ปัจจุบันมีการผลิตโพลีอะลูมิเนียมคลอไรด์ได้ภายในประเทศ ดังนั้นเพื่อเป็นการควบคุมคุณภาพของโพลีอะลูมิเนียมคลอไรด์ จึงได้มีการกำหนดสารเจือปนประเภทเหล็กให้มีได้ไม่เกิน 100 มิลลิกรัม / ลิตร การศึกษาการตรวจสอบพารามิเตอร์ของวิธีทดสอบปริมาณเหล็ก จึงเป็นสิ่งสำคัญ เพื่อให้ผลการทดสอบที่ได้มีความน่าเชื่อถือสามารถใช้เป็นมาตรฐานวิธีวิเคราะห์ต่อไป

1.2 วัตถุประสงค์

เพื่อตรวจสอบพารามิเตอร์ของวิธีทดสอบปริมาณเหล็กในโพลีอะลูมิเนียมคลอไรด์ ด้วยเครื่องเฟลมอะตอมมิกแอบซอร์พชันสเปกโทรโฟโตมิเตอร์

1.3 ขอบเขตของการศึกษาทดลอง

ทำการศึกษาความสามารถของเครื่องเฟลมอะตอมมิกแอบซอร์พชันสเปกโทรโฟโตมิเตอร์ และความใช้ได้ของวิธีทดสอบในการหาปริมาณเหล็ก โดยการตรวจสอบพารามิเตอร์ต่างๆ ดังนี้

- หาค่าขีดจำกัดต่ำสุดของเครื่องมือ (IDL, Instrumental detection limit)
- หาสภาพความไวของวิธีวิเคราะห์ (sensitivity)
- หาขีดจำกัดต่ำสุดของวิธีวิเคราะห์ (MDL, method detection limit)
- หาขีดต่ำสุดของการวิเคราะห์ปริมาณ (LOQ, Limit of quantitation) และค่าความเข้มข้นสูงสุดที่ให้กราฟเส้นตรง (LOL, Limit of linearity)
- ทดสอบความสัมพันธ์เชิงเส้น (Matrix effect)
- หาค่าความแม่นยำ (accuracy) และความเที่ยง (precision) ของผลการวิเคราะห์ที่ได้จากตัวอย่าง

1.4 ประโยชน์ที่ได้รับ

ได้มีการตรวจสอบพารามิเตอร์ที่ใช้ในการทดสอบปริมาณเหล็กในโพลีอะลูมิเนียมคลอไรด์ จำนวน 8 พารามิเตอร์

1.5 ระยะเวลาดำเนินการ

ตุลาคม 2546 — เมษายน 2547

1.6 ขั้นตอนการดำเนินการ

- 1.6.1 ศึกษาค้นคว้าเอกสารที่เกี่ยวข้อง
- 1.6.2 จัดหาสารมาตรฐาน เคมีภัณฑ์ เครื่องแก้ว วัสดุ และอุปกรณ์ที่จำเป็น
- 1.6.3 การตรวจสอบประสิทธิภาพเครื่องมือ โดยหาความไวของการวิเคราะห์ และหาค่าขีดจำกัดต่ำสุดของเครื่องมือ (IDL)
- 1.6.4 ตรวจสอบพารามิเตอร์ของวิธีวิเคราะห์

บทที่ 2

วารสารปริทัศน์

โพลีอะลูมิเนียมคลอไรด์³ (Poly Aluminium Chloride) หรือเรียกย่อ ๆ ว่า “PAC” เป็นเกลืออะลูมิเนียมที่มีสูตรเคมี คือ $[Al_2(OH)_nCl_{(6-n)}]_m$ ประเภทสาร โพลีอนินทรีย์ซึ่งเกิดจากการรวมตัวโดยนิวเคลียสหลายตัว(โมเลกุลใหญ่) เช่น $(Al_6(OH)_{15})_3^+$ เป็นต้น สารโพลีดังกล่าวนี้ มีความเป็นด่างหรือเบสิกซิติสูง (เบสิกซิติ หมายถึงค่าเฉลี่ยไฮดรอกไซด์ไอออนต่ออะลูมิเนียม, m/n) ประจุไฟฟ้าบวกมีคุณสมบัติจับตัวสูงและมีเสถียรภาพมาก ลักษณะทั่วไปของ PAC อาจอยู่ในรูปของสารละลายใส หรือขุ่นเล็กน้อย และอาจอยู่ในรูปของผงละเอียดสีขาว PAC ทำให้สารต่างๆ ที่แขวนลอยในน้ำจับตัวกันได้โดยตะกอนสกปรกในน้ำที่มีประจุเป็นลบ จะรวมตัวกับประจุไฟฟ้าบวกของ PAC ในทุกขนาดของอนุภาค ตะกอน PAC มีโครงสร้างโมเลกุลใหญ่ และมีหลายนิวเคลียสทำให้เกิดตะกอนหนัก จึงสามารถตกตะกอนได้อย่างรวดเร็ว ในปัจจุบันนิยมใช้กันอย่างกว้างขวางในการผลิตน้ำประปา และบำบัดน้ำเสียจากโรงงานอุตสาหกรรม

เหล็ก เป็นพารามิเตอร์หนึ่งที่มีการกำหนดปริมาณที่สามารถมีได้ใน โพลีอะลูมิเนียมคลอไรด์ โดยในมาตรฐาน Japanese Industrial Standard K 1475-1996 : Poly aluminium chlorate for waterworks กำหนดให้ปริมาณเหล็กที่มีใน โพลีอะลูมิเนียมคลอไรด์สามารถมีได้ไม่เกิน 0.01% หรือ 100 มิลลิกรัม/ลิตร ดังนั้นการตรวจสอบพารามิเตอร์ของวิธีทดสอบปริมาณเหล็กใน โพลีอะลูมิเนียมคลอไรด์จึงเป็นสิ่งสำคัญ เพื่อที่ข้อมูลที่ได้จะมีความถูกต้อง สามารถใช้เป็นมาตรฐานสำหรับการทดสอบต่อไป

หลักการของอะตอมมิคแอบซอร์พชัน (Principle of Atomic Absorption)¹

อะตอมมิคแอบซอร์พชันเป็นกระบวนการที่อะตอมอิสระของธาตุดูดกลืนแสงที่ความยาวคลื่นอันหนึ่งโดยเฉพาะ ซึ่งขึ้นอยู่กับชนิดของธาตุ ธาตุแต่ละชนิดจะมีระดับพลังงานแตกต่างกัน จึงมีการดูดกลืนพลังงานแตกต่างกัน ความยาวคลื่นเหล่านี้เป็นลักษณะเฉพาะตัวของแต่ละธาตุในการทำให้อะตอมของธาตุในสารประกอบเกิดเป็นอะตอมอิสระได้นั้น ต้องมีการดูดกลืนพลังงานเข้าไป ซึ่งอาจจะอยู่ในรูปต่างๆกัน เช่น พลังงานความร้อนจากเปลวไฟ หรือความร้อนจากไฟฟ้า เป็นต้น ความร้อนจะทำให้เกิดการแตกตัว (dissociation) หรือเปลี่ยนให้เป็นไอ(vaporization) หรืออาจแตกตัวเป็นอะตอม หรือทำให้อะตอมอยู่ในสถานะกระตุ้น หรืออาจกลายเป็นไอออนก็ได้

เทคนิคต่างๆที่ใช้ในการวิเคราะห์ธาตุด้วยวิธีอะตอมมิคแอบซอร์พชันสเปกโทรสโคปี สามารถทำได้หลายวิธี แต่ที่จะกล่าวถึงในที่นี้ได้แก่ Flame Atomization Technique เทคนิคนี้ใช้กระบวนการทำให้สารตัวอย่างแตกเป็นอะตอมด้วยเปลวไฟ (flame) ที่เหมาะสม เครื่องมือที่ใช้เทคนิคนี้

คือ เครื่อง เพลมอะตอมมิกแอบซอร์พชันสเปกโทรโฟโตมิเตอร์ ซึ่งมีหลักการทำงานคือ สารละลายของตัวอย่างจะถูกดูดผ่านเนบิวไลเซอร์ (nebulizer) เข้าไปที่เบิร์เนอร์ (burner) ที่มีเปลวไฟของก๊าซอะเซทิลีน (acetylene) กับออกซิเจน (oxygen) ทำให้เกิดเป็นอะตอมอิสระ ลำแสงจากหลอดกำเนิดแสงฮอลโลว์แคโทดแลมป์ (hollow cathode lamp) ของธาตุที่ต้องการวิเคราะห์ซึ่งให้พลังงานที่มีความยาวคลื่นเหมาะสม (resonance wavelength) จะผ่านเข้าไปในกลุ่มอะตอมอิสระเหล่านั้น บางส่วนของพลังงานแสงจากหลอดกำเนิดแสงจะถูกดูดกลืนไว้ด้วยอะตอมอิสระ ส่วนที่เหลือผ่านออกมาเข้าดีเทกเตอร์ (detector) ปริมาณที่อ่านได้ถูกนำไปเปรียบเทียบกับพลังงานแสงคอนเริ่มต้น โดยปริมาณแสงที่ถูกดูดกลืนจะสัมพันธ์โดยตรงกับปริมาณอะตอมอิสระของธาตุที่ต้องการวิเคราะห์ จากความสัมพันธ์ระหว่างปริมาณของแสงที่ถูกดูดกลืนกับความเข้มข้นที่ทราบแน่นอนของสารตัวอย่าง ทำให้สามารถนำมาใช้สำหรับหาความเข้มข้นของธาตุนั้นๆ ในตัวอย่างที่ต้องการวิเคราะห์ได้ ซึ่งเป็นไปตาม Beer-Lambert's law ดังนี้

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

เมื่อ I_0 = ความเข้มของพลังงานแสงก่อนผ่านอะตอมอิสระของธาตุ

I_t = ความเข้มของพลังงานแสงหลังผ่านอะตอมอิสระของธาตุ

a = absorption coefficient (absorptivity) ของแต่ละธาตุ

b = ความยาวเซลล์ที่แสงตัดผ่าน

c = ความเข้มข้นของธาตุที่ต้องการวิเคราะห์

องค์ประกอบที่สำคัญต่าง ๆ ของเครื่องอะตอมมิกแอบซอร์พชันสเปกโทรโฟโตมิเตอร์มี

5 ส่วนด้วยกันดังนี้

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

การตรวจสอบพารามิเตอร์ของวิธีทดสอบ ^{4,6}

การหาความไวของการวิเคราะห์ (sensitivity)

การหาความไวของวิธีวิเคราะห์ หรืออาจเรียกว่า characteristic concentration ด้วยเครื่องเพลมอะตอมมิกแอบซอร์พชันสเปกโทรโฟโตมิเตอร์ หมายถึงความเข้มข้นของธาตุที่ทำให้สัญญาณการดูดกลืนแสงเปลี่ยนไป 0.0044 absorbance unit ค่าดังกล่าวนี้แสดงไว้ในคู่มือการใช้เครื่องมือ โดยกำหนดให้มีค่าความคลาดเคลื่อนไม่เกิน $\pm 20\%$ โดยคำนวณค่า characteristic concentration จากสูตร

characteristic concentration (มิลลิกรัม/ลิตร) = $\frac{0.0044 \times C}{X}$

X

เมื่อ C = ความเข้มข้นของสารละลายมาตรฐานที่ใช้ (มิลลิกรัม/ลิตร)

X = ค่าเฉลี่ยของการดูดกลืนแสงของสารละลายมาตรฐานลบด้วยค่าเฉลี่ยของการดูดกลืนแสงของแบลนค์

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 = ค่าการดูดแสงที่วัดได้

\bar{y} = ค่าการดูดกลืนแสงที่คำนวณจากสมการเชิงเส้นที่ความเข้มข้นเดียวกับค่า y_i

\hat{y} = ค่าเฉลี่ยของการดูดกลืนแสงที่วัดได้

หรือ $R^2 = r^2$

เมื่อ r = correlation coefficient

พารามิเตอร์ที่ใช้ในการวัดค่าการดูดกลืนแสงของเหล็กในการวิเคราะห์ดังแสดงในตารางที่ 1

ตารางที่ 1. แสดงพารามิเตอร์ที่ใช้ในการวัดค่าการดูดกลืนแสงของเหล็กในการวิเคราะห์

พารามิเตอร์	เหล็ก
Wavelength, nm	248.3
Slit width, nm	0.7
Instrument type	Flame
Flame type	Air-acetylene
Background correction	on

หาค่าขีดจำกัดของเครื่องมือ (Instrumental detection limit, IDL)

เป็นค่าความเข้มข้นที่ให้ค่าสัญญาณมากกว่า 3 เท่าของค่าเบี่ยงเบนมาตรฐานของสัญญาณรบกวน ซึ่งสามารถหาได้จากการวัดค่าแบล็ก 10 ซ้ำ

$$IDL = \text{ค่าความเข้มข้นเฉลี่ยของแบล็ก} + 3S$$

เมื่อ S = ค่าเบี่ยงเบนมาตรฐานของสารละลายแบล็ก

หาค่าขีดจำกัดต่ำสุดของวิธีวิเคราะห์ (Method detection limit, MDL) และหาค่าขีดต่ำสุดของการวิเคราะห์ปริมาณ (Limit of quantitative, LOQ)

ขีดจำกัดต่ำสุดของวิธีวิเคราะห์เป็นความเข้มข้นต่ำสุดที่สามารถวัดได้ในสารตัวอย่าง สามารถหาได้จากการวัดค่าสารละลายตัวอย่างที่มีความเข้มข้นของสารที่ต้องการที่จะวัดในปริมาณต่างๆ ประมาณ 1-5 เท่าของ IDL โดยทำการวัด 10 ซ้ำ

$$MDL = 3S_0$$

เมื่อ S_0 = ค่าเบี่ยงเบนมาตรฐานของสารละลายตัวอย่าง

ขีดต่ำสุดของการวิเคราะห์ปริมาณเป็นความเข้มข้นต่ำสุดที่สามารถวัดทางปริมาณได้ ในสารตัวอย่าง โดยมีความแม่นยำในช่วงร้อยละ 85-115 และความเที่ยงอยู่ในช่วงร้อยละ ± 10 ซึ่งสามารถหาได้โดยใช้วิธีเดียวกับ MDL

$$LOQ = 10S_0$$

เมื่อ S_0 = ค่าเบี่ยงเบนมาตรฐานของสารละลายตัวอย่าง

หาค่าความเข้มข้นสูงสุดที่วัดได้อย่างน่าเชื่อถือ (Limit of linearity, LOL)

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

การหาค่าความแม่นยำ (accuracy)

ค่าความแม่นยำ เป็นค่าความใกล้เคียงกันของผลการวัดกับค่าจริง ซึ่งรวมค่าความโน้มเอียง และค่าความแม่นยำของขบวนการวิเคราะห์ สามารถหาได้จากการเติมสารมาตรฐานที่ทราบค่าความเข้มข้นลงไปในตัวอย่างไม่ต้องการวัด และคำนวณออกมาในรูปร้อยละของการกลับคืน(recovery)

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

C

เมื่อ A = ปริมาณสารที่มีในตัวอย่างไม่ต้องการวัดกับปริมาณสารมาตรฐานที่เติมลงไป

B = ปริมาณสารที่มีในตัวอย่างไม่ต้องการวัด

C = ปริมาณสารที่มีในตัวอย่างไม่ต้องการวัด

เกณฑ์การยอมรับ: ร้อยละของการกลับคืนต้องอยู่ระหว่าง 85-115

การหาค่าความเที่ยง (precision)

ค่าความเที่ยงของการวัดเป็นการนำผลของการวัดซ้ำหลายๆ ครั้งมาคำนวณ ซึ่งแสดงผลโดยค่าร้อยละของความเบี่ยงเบนมาตรฐานสัมพัทธ์

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

เกณฑ์การยอมรับ: ร้อยละของความเบี่ยงเบนมาตรฐานสัมพัทธ์ต้องไม่เกิน +/-10

การทำทดสอบซ้ำ (Duplicate sample)

โดยการนำผลการวิเคราะห์ซ้ำ 2 ครั้ง มาหาค่าความต่างกันซึ่งแสดงผลโดยค่าของ Relative percent difference (RPD)

$$\text{Relative percent difference(RPD)} = \frac{\text{ความเข้มข้นของขวดที่1} - \text{ความเข้มข้นของขวดที่2}}{\text{ความเข้มข้นเฉลี่ย}} \times 100$$

เกณฑ์การยอมรับ: Relative percent difference (RPD) ต้องไม่เกิน +/-10

บทที่ 3

วัสดุ อุปกรณ์ เครื่องมือและวิธีดำเนินการ

3.1 ตัวอย่าง ตัวอย่างโพลีอะลูมิเนียมคลอไรด์ ที่กลุ่มงานอินทรีเคมิวีเคราะห์ได้รับ จำนวน 16 ตัวอย่าง

ตารางที่ 2 แสดงรายละเอียดของตัวอย่างโพลีอะลูมิเนียมคลอไรด์ที่ใช้ในการศึกษาทดลอง

ลำดับ ที่	ชื่อตัวอย่าง	หมายเลข ปฏิบัติการ	ลักษณะตัวอย่าง	ผู้ส่งตัวอย่าง
1	โพลีอะลูมิเนียมคลอไรด์ 10%	WM.359	ของเหลวใส สีเหลืองอ่อน	บ.สยามเอเชีย เคมีคอลอินดัสทรี จก.
2	PAC	WM.795	ของเหลวใส สีเหลืองอ่อน	บ.ศักดิ์ศรีอุตสาหกรรม จก.
3	PAC	WM.802	ของเหลวใส สีเหลืองอ่อน	บ. โกลู คาเซอิ จก.
4	PAC	WR.352	ของเหลวใส สีเหลืองอ่อน	บ.ศักดิ์ศรีอุตสาหกรรม จก.
5	โพลีอะลูมิเนียมคลอไรด์	WR.668	ของเหลวใส สีเหลืองอ่อน	บ.อันซิงอินดัสทรี จก.
6	Poly aluminium chloride (PAC)	WV.326	ของเหลวใส สีเหลืองอ่อน	บ. โกลู คาเซอิ จก.
7	PAC	WZ.678	ของเหลวใส สีเหลืองอ่อน	บ.ศักดิ์ศรีอุตสาหกรรม จก.
8	Poly aluminium chloride (PAC)	WZ.937	ของเหลวใส สีเหลืองอ่อน	บ. โกลู คาเซอิ จก.
9	โพลีอะลูมิเนียมคลอไรด์ชนิดเหลว (พีเอซี)	XA.113	ของเหลวใส สีเหลืองอ่อน	บ.ไทยทีเอซี อินดัสทรี จก.
10	สาร Poly aluminium chloride (PAC)	XC.26	ของเหลวใส สีเหลืองอ่อน	บ.จีเคไฟน์เคมี จก.
11	โพลีอะลูมิเนียมคลอไรด์	XC.27	ของเหลวใส สีเหลืองอ่อน	บ.เหล็กเคมิอินเตอร์เนชันแนล จก.
12	สาร Poly aluminium chloride (PAC)	XC.47	ของเหลวใส สีเหลืองอ่อน	บ.เหล็กเคมิอินเตอร์เนชันแนล จก.
13	PAC	XC.608	ของเหลวใส สีเหลืองอ่อน	บ.ศักดิ์ศรีอุตสาหกรรม จก.
14	สาร โพลีอะลูมิเนียมคลอไรด์	XD.432	ของเหลวใส สีเหลืองอ่อน	ฝ่ายควบคุมการผลิตน้ำบางเขน
15	Poly aluminium chloride (PAC)	XD.623	ของเหลวใส สีเหลืองอ่อน	บ. โกลู คาเซอิ จก.
16	สาร โพลีอะลูมิเนียมคลอไรด์	XF.59	ของเหลวใส สีเหลืองอ่อน	บ.เหล็กเคมิอินเตอร์เนชันแนล จก.

3.2 วัสดุ อุปกรณ์ และเครื่องมือ

- 3.2.1 เครื่องอะตอมมิกแอบซอร์พชันสเปกโทรโฟโตมิเตอร์ (atomic absorption spectropotometer) รุ่น AA 300 ยี่ห้อ Perkin Elmer ประเทศเยอรมนี
- 3.2.2 เครื่องดีไอออนไนเซอร์ (deionizer) รุ่น D 4742 ยี่ห้อ Branstead ประเทศสหรัฐอเมริกา
- 3.2.3 หลอดกำเนิดแสงฮอลโลว์แคโทดแลมป์ (hollow cathode lamp) ยี่ห้อ Perkin Elmer ประเทศสหรัฐอเมริกา คือ หลอดกำเนิดแสงเหล็ก (Iron)
- 3.2.4 เครื่องทำน้ำปราศจากอออน (Water deionizer) รุ่น Branstead D 4742 ยี่ห้อ Branstead / Thermolyne ประเทศสหรัฐอเมริกา
- 3.2.5 เครื่องชั่ง 4 ตำแหน่ง (Electronic balance) รุ่น BP 301 S ยี่ห้อ Sartorius ประเทศเยอรมัน
- 3.2.6 เครื่องควบคุมอุณหภูมิและความชื้น (Thermo - Hygrograph) รุ่น 3 - 3126 ยี่ห้อ Isuzu ประเทศญี่ปุ่น
- 3.2.7 เครื่องแก้วที่ใช้ในห้องปฏิบัติการชนิดต่าง ๆ
- 3.2.8 แท่นให้ความร้อน (hot plate)
- 3.2.9 กระดาษกรอง Whatman No. 5

3.3 สารเคมี สารละลาย และวิธีเตรียม

- 3.3.1 ก๊าซอะเซทิลีน (acetylene gas)
- 3.3.2 กรดไนตริกเข้มข้น (nitric acid) ร้อยละ 65 ชนิด AR grade
- 3.3.3 กรดไฮโดรคลอริกเข้มข้น (hydrochloric acid) ร้อยละ 37 ชนิด AR grade
- 3.3.4 สารละลายมาตรฐานแบลงก์ เตรียมโดยใช้กรดไนตริก ความเข้มข้นร้อยละ 1 โดยปริมาตร
- 3.3.5 สารละลายมาตรฐานเหล็ก (iron standard solution) 1000 มิลลิกรัม/ลิตร (ระดับวัสดุอ้างอิง)
- 3.3.6 สารละลายมาตรฐานเหล็กเข้มข้น 100 มิลลิกรัม/ลิตร เตรียมโดยเปิดสารละลายมาตรฐานเหล็กเข้มข้น 1000 มิลลิกรัม/ลิตร (ระดับวัสดุอ้างอิง) จำนวน 10 มิลลิลิตร ใส่ขวดวัดปริมาตรขนาด 100 มิลลิลิตร แล้วเติม 1 %HNO₃ จนถึงขีดปริมาตร
- 3.3.7 สารละลายมาตรฐานเหล็กเข้มข้น 10 มิลลิกรัม/ลิตร เตรียมโดยเปิดสารละลายมาตรฐานเหล็กเข้มข้น 100 มิลลิกรัม/ลิตร จาก 3.3.6 จำนวน 10 มิลลิลิตร ใส่ขวดวัดปริมาตรขนาด 100 มิลลิลิตร แล้วเติม 1 %HNO₃ จนถึงขีดปริมาตร

- 3.3.8 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/ลิตร จากข้อ 3.3.7 จำนวน 1 และ 5 มิลลิลิตรสำหรับเตรียมสารละลายมาตรฐานเหล็ก ความเข้มข้น 0.1 และ 0.5 มิลลิกรัม/ลิตร และปิเปตสารละลายมาตรฐานเหล็ก เข้มข้น 100 มิลลิกรัม/ลิตร จากข้อ 3.3.6 จำนวน 1 , 3 , 6, 10, 15, 20 และ 25 มิลลิลิตร ตามลำดับสำหรับเตรียมสารละลายมาตรฐานเหล็ก ความเข้มข้น 1.0 , 3.0 , 6.0, 10.0, 15.0, 20.0 และ 25.0 มิลลิกรัม/ลิตร ใส่ขวดวัดปริมาตรขนาด 100 มิลลิลิตร แล้วเติม 1 %HNO₃ จนถึงขีดปริมาตร
- 3.3.9 น้ำกลั่น ในที่นี้หมายถึง น้ำดีไอออนไนเซอร์ (deionizer water) เตรียมโดยนำน้ำประปาที่ผ่านการกลั่น 2 ครั้งไปผ่านเครื่องดีไอออนไนเซอร์

3.4 วิธีดำเนินการ

3.4.1 การตรวจสอบพารามิเตอร์ของวิธีทดสอบ⁴

3.4.1.1 การวิเคราะห์หาขีดจำกัดต่ำสุดของเครื่องมือ (instrumental detection limit , IDL)

- วัดค่าการดูดกลืนแสงของสารละลายมาตรฐานเหล็กความเข้มข้นคือ 1.0 3.0 และ 6.0 มิลลิกรัม/ลิตรจากข้อ 3.3.8 เครื่องจะสร้างกราฟสอบเทียบ (calibration curve) ระหว่างค่าการดูดกลืนแสงกับความเข้มข้นของสารละลายมาตรฐาน
- นำสารละลายมาตรฐานแบบลงค์ มาวัดค่าการดูดกลืนแสง 10 ซ้ำ เครื่องจะประมวลผลข้อมูลออกมาในรูปความเข้มข้น (มิลลิกรัม/ลิตร) โดยเปรียบเทียบกับกราฟมาตรฐานที่สร้างไว้ นำข้อมูลที่ได้มาคำนวณหาค่าเบี่ยงเบนมาตรฐาน เพื่อนำไปหาค่าขีดจำกัดต่ำสุดของเครื่องมือ

ผลการทดลองสรุปดังแสดงในภาคผนวก ตารางที่ 6

3.4.1.2 การหาช่วงความเป็นเส้นตรงของสารละลายมาตรฐานเหล็ก

- นำสารละลายมาตรฐานความเข้มข้นเหล็ก 0.1 , 0.5 , 1.0 , 3.0 , 6.0 , 10.0, 15.0, 20.0 และ 25.0 มิลลิกรัม/ลิตรจากข้อ 3.3.8 มาวัดค่าการดูดกลืนแสงด้วยเครื่องเฟลมอะตอมมิกแอบซอร์พชันสเปกโทรโฟโตมิเตอร์
- นำข้อมูลที่ได้มาเขียนกราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างการดูดกลืนแสงกับความเข้มข้นของธาตุ
- กำหนดสมการเชิงเส้นและcoefficient of determination (R^2)

ผลการทดลองสรุปดังแสดงในภาพที่ 1 ตารางที่ 3 และในภาคผนวก ตารางที่ 7

3.4.1.3 การวิเคราะห์หาขีดจำกัดต่ำสุดของวิธีวิเคราะห์ (method detection limit , MDL) และขีดต่ำสุดของการวิเคราะห์ปริมาณ (limit of quantltative , LOQ)

- เตรียมสารละลายตัวอย่างที่มีปริมาณเหล็กอยู่เรื่อยๆ นำไปเติมน้ำกลั่น 40 มิลลิลิตร กรดเกลือเข้มข้น 5 มิลลิลิตร กรดไนตริกเข้มข้น 2 มิลลิลิตร นำสารละลายไปต้มให้เดือดเบาๆ ปล่อยให้เย็นที่

อุณหภูมิห้อง เทใส่ขวดวัดปริมาตรขนาด 100 มิลลิลิตรปรับปริมาตรตัวอย่างด้วยน้ำกลั่นจนพอดี ปิด ผสมให้เป็นเนื้อเดียวกัน กรองผ่านกระดาษกรอง เก็บส่วนที่กรองไว้วิเคราะห์

- นำไปหาวัดความเข้มข้นเทียบกับกราฟสอบเทียบในข้อ 3.4.1.1
- ทำการวิเคราะห์ซ้ำ 10 ซ้ำหาค่าเบี่ยงเบนมาตรฐาน
- หาค่าขีดจำกัดต่ำสุดของวิธีวิเคราะห์ และขีดต่ำสุดของการวิเคราะห์ปริมาณ

ผลการทดลองสรุปดังแสดงในภาคผนวก ตารางที่ 8

3.4.1.4 การตรวจสอบค่าขีดต่ำสุดของการวิเคราะห์ปริมาณ ที่คำนวณได้จากข้อ 3.4.1.3

- เตรียมสารละลายตัวอย่างตามข้อ 3.4.1.3 ให้มีปริมาณเหล็กเท่ากับ LOQ ที่คำนวณได้
- วัดความเข้มข้นของสารละลายเทียบกับกราฟในข้อ 3.4.1.1
- ตรวจสอบความถูกต้องของการวิเคราะห์ โดยคำนวณหาค่าความแม่นยำ และค่าความเบี่ยงเบนมาตรฐานสัมพัทธ์ของค่าขีดต่ำสุดของการวิเคราะห์ปริมาณ

ผลการทดลองสรุปดังแสดงในภาคผนวก ตารางที่ 9

3.4.1.5 การตรวจสอบความสัมพันธ์เชิงเส้น

- หาค่า Matrix effect

นำสารละลายตัวอย่างที่มีความเข้มข้นน้อยๆ มาเติมสารละลายมาตรฐานเหล็กให้มีความเข้มข้น 0.5, 2.0 และ 5.0 มิลลิกรัม/ลิตร ตามลำดับ เตรียมสารละลายตามข้อ 3.4.1.3 วัดค่าการดูดกลืนแสงเทียบกับปริมาณสารละลายเหล็กมาตรฐานเหล็กที่เติม โดยวิเคราะห์ 10 ซ้ำ ที่แต่ละระดับความเข้มข้น คำนวณหาค่า R^2

ผลการทดลองสรุปดังแสดงในภาคผนวก รูปที่ 4 ตารางที่ 11

- หาค่าความเที่ยงและค่าความแม่นยำ

นำสารละลายตัวอย่างที่เตรียมจากข้อ 3.4.1.5 มาหาค่าความเข้มข้นเทียบกับกราฟสอบเทียบจากข้อ 3.4.1.1 โดยวิเคราะห์ 10 ซ้ำ นำค่าที่ได้มาคำนวณหาค่าความแม่นยำในรูปร้อยละของการกลับคืนและค่าความเที่ยงในรูปร้อยละของความเบี่ยงเบนมาตรฐานสัมพัทธ์

ผลการทดลองสรุปดังแสดงในภาคผนวก ตารางที่ 10

3.4.2 การทดสอบหาปริมาณเหล็กในตัวอย่างโพลีอะลูมิเนียมคลอไรด์

3.4.2.1 การเตรียมตัวอย่าง

- ชั่งตัวอย่าง 2 กรัม ให้อ่านค่าละเอียดทศนิยม 4 ตำแหน่ง ใส่บีกเกอร์ขนาด 150 มิลลิลิตร เติมน้ำกลั่น 40 มล. เติมกรดเกลือเข้มข้น 5 มิลลิลิตร กรดไนตริกเข้มข้น 2 มิลลิลิตร นำสารละลายไปต้มให้เดือดเบาๆ ปล่อยให้เย็นที่อุณหภูมิห้อง เทใส่ขวดวัดปริมาตรขนาด 100 มิลลิลิตรปรับปริมาตร ตัวอย่างด้วยน้ำกลั่น ผสมให้เป็นเนื้อเดียวกัน กรองผ่านกระดาษกรอง เก็บส่วนที่กรองไว้วิเคราะห์หาปริมาณเหล็ก

- แบลงก์ ทำเหมือนการเตรียมตัวอย่างแต่ใช้น้ำกลั่นแทนตัวอย่าง

3.4.2.2 วิธีวิเคราะห์ด้วยเครื่องเฟลมอะตอมมิกแอบซอร์พชันสเปกโตรโฟโตมิเตอร์

การเตรียมเครื่องเฟลมอะตอมมิกแอบซอร์พชันสเปกโตรโฟโตมิเตอร์

- ใส่หลอดกำเนิดแสงฮอลโลว์แคโทดแลมปีของเหล็ก
- เปิดสวิทช์เครื่องเฟลมอะตอมมิกแอบซอร์พชันสเปกโตรโฟโตมิเตอร์ เปิดควาล์วก๊าซอะเซทิลีน เปิดเครื่องปั๊มอากาศ เครื่องดูดอากาศ และเครื่องประมวลผลการวิเคราะห์
- ใส่เบอร์เนอร์(burner) และปรับตำแหน่งเบอร์เนอร์ ให้ลำแสงของหลอดกำเนิดแสงฮอลโลว์แคโทดแลมปี อยู่กึ่งกลางของจุดที่ได้ทำเครื่องหมายไว้
- จุดเปลวไฟ
- ปรับอัตราการดูดสารละลายที่วิเคราะห์ผ่านเนบิวไลเซอร์ (nebulizer) ความดันของก๊าซอะเซทิลีนและอากาศเพื่อให้ได้เปลวไฟที่เหมาะสม

3.4.2.3 ความไวของวิธีวิเคราะห์ (sensitivity)

- วัดค่าการดูดกลืนแสง 5 ซ้ำของสารละลายมาตรฐานเหล็กที่ความเข้มข้น 6.0 มิลลิกรัม/ลิตร
 - คำนวณค่าความไวของวิธีวิเคราะห์
- ผลการทดลองสรุปดังแสดงในภาคผนวก ตารางที่ 12

3.4.2.4 การสร้างเส้นกราฟมาตรฐาน

- ปรับค่าการดูดกลืนแสงให้เป็นศูนย์ ขณะที่เครื่องดูดสารละลายแปลงค่าของสารละลายมาตรฐาน
- วัดค่าการดูดกลืนแสงของสารละลายมาตรฐานเหล็ก 1.0, 3.0, 6.0 มิลลิกรัม/ลิตร สร้างเส้นกราฟมาตรฐาน โดยให้แกน y เป็นค่าการดูดกลืนแสง และแกน x เป็นความเข้มข้นของสารละลายมาตรฐานเหล็ก

ผลการทดลองสรุปดังแสดงในภาคผนวก ภาพที่ 5 และตารางที่ 13

3.4.2.5 การทดสอบปริมาณเหล็กในตัวอย่างโพธิอะลูมิเนียมคลอไรด์

- อ่านค่าความเข้มข้นของสารละลายแปลงค่าของสารละลายตัวอย่าง
- อ่านค่าความเข้มข้นของสารละลายตัวอย่าง

การคำนวณ

$$\text{ความเข้มข้นของเหล็กในตัวอย่าง (มิลลิกรัม/กิโลกรัม)} = \frac{(X-Y) \times 100}{Z}$$

เมื่อ X = ค่าความเข้มข้นของสารละลายตัวอย่างที่อ่านได้จากเครื่อง (มิลลิกรัม/ลิตร)

Y = ค่าความเข้มข้นของสารละลายแปลงค่า (มิลลิกรัม/ลิตร)

Z = น้ำหนักตัวอย่าง (กรัม)

ผลการทดลองสรุปดังแสดงในภาคผนวกตารางที่ 14

3.4.2.6 การควบคุมคุณภาพ (Internal quality control)

Recovery of spiked sample

- ชั่งตัวอย่าง 2 กรัม และเติมสารละลายมาตรฐานเหล็กความเข้มข้น 100 มิลลิกรัม/ลิตร จำนวน 2 มิลลิลิตร เตรียมสารละลายเหมือนข้อ 3.4.2.1
- วัดค่าความเข้มข้นของ spiked sample เทียบกับกราฟมาตรฐาน คำนวณผลร้อยละของการกลับคืน

การทดสอบซ้ำ (Duplicate sample)

โดยการเตรียมตัวอย่าง 2 ขวด โดยเริ่มตั้งแต่การชั่งน้ำหนักจนถึงการวัดความเข้มข้นของเหล็ก นำผลการวิเคราะห์ที่ได้ของทั้ง 2 ขวดมาหาค่าของ Relative percent difference (RPD)

ผลการทดลองสรุปดังแสดงในภาคผนวกตารางที่ 15

3.4.3 การรายงานผล

ถ้าค่าความเข้มข้นของสารละลายตัวอย่าง น้อยกว่า MDL จะรายงานผลการวิเคราะห์ว่า “ไม่พบ” ถ้าค่าความเข้มข้นของสารละลายตัวอย่างมากกว่า MDL แต่น้อยกว่า LOQ จะรายงานผลการวิเคราะห์ว่า “น้อยกว่า LOQ” ถ้าค่าความเข้มข้นของสารละลายตัวอย่างมากกว่า LOQ ให้ออกค่าเป็นตัวเลขที่คำนวณได้

บทที่ 4

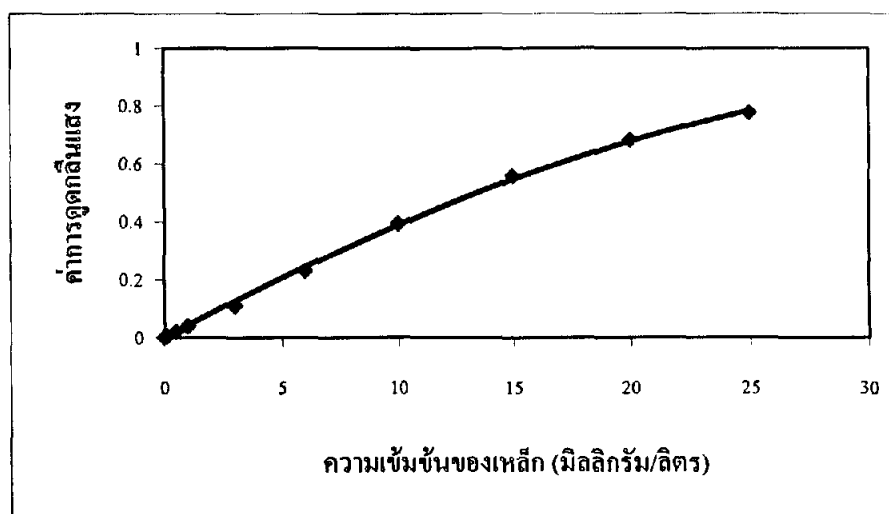
ผลการวิเคราะห์

4.1 ค่าความไวของการวิเคราะห์เหล็ก

จากการหาค่าความไวของการวิเคราะห์เหล็ก โดยเครื่องเฟลมอะตอมมิกแอบซอร์พชันสเปกโทรโฟโตมิเตอร์พบว่าค่า characteristic concentration ของเหล็กมีค่าเท่ากับ 0.1103 ในขณะที่ค่า characteristic concentration ในคู่มือมีค่าเท่ากับ 0.110 ซึ่งมีความต่างกันไม่เกิน 20% ตามมาตรฐานของกลุ่มมือของเครื่อง

4.2 การหาช่วงความเป็นเส้นตรงของการวิเคราะห์เหล็ก

4.2.1 การวิเคราะห์หาช่วงความเป็นเส้นตรงของเหล็ก แสดงในภาพที่ 1 และตารางที่ 3



ภาพที่ 1 แสดงความสัมพันธ์ระหว่างความเข้มข้นกับค่าการดูดกลืนแสงของเหล็ก

ตารางที่ 3 แสดงสมการเชิงเส้นและ coefficient of determination ของช่วงความเข้มข้นสารละลายมาตรฐานเหล็ก

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 ข้อมูลการหาค่าการดูดกลืนแสงของการวิเคราะห์เหล็ก ดังแสดงในภาคผนวก ตารางที่ 7

จากภาพที่ 1 และตารางที่ 3 พบว่าสารละลายมาตรฐานเหล็กมีช่วงความเข้มข้นสูงสุดที่ค่า $R^2 > 0.995$ เท่ากับ 15.0 มิลลิกรัม/ลิตร

4.3 ค่าขีดจำกัดต่ำสุดของวิธีวิเคราะห์ (MDL) และค่าความเข้มข้นต่ำสุดของการวิเคราะห์ (LOQ) สารละลายมาตรฐานเหล็ก

ค่าขีดจำกัดต่ำสุดของวิธีวิเคราะห์ สารละลายมาตรฐานเหล็ก มีค่าเท่ากับ 0.03 มิลลิกรัม/ลิตร

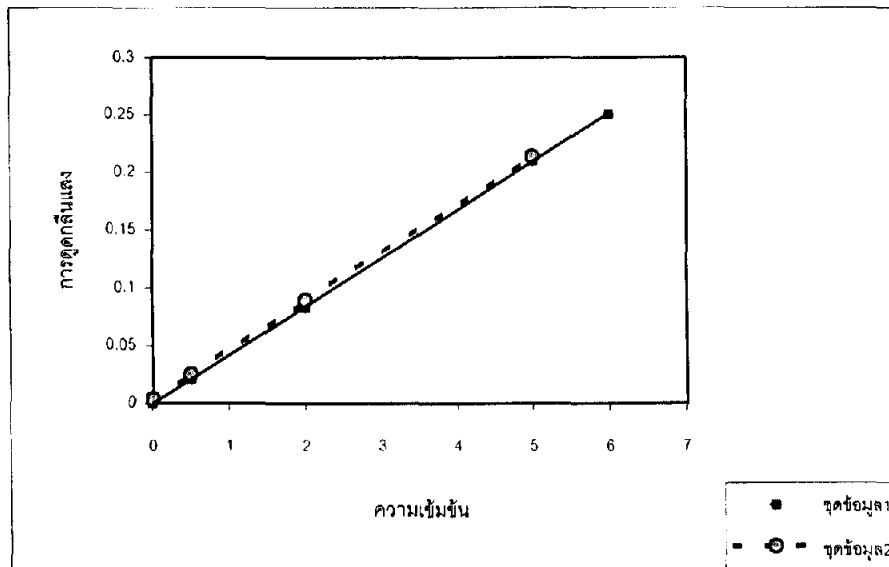
ค่าความเข้มข้นต่ำสุดของการวิเคราะห์ สารละลายมาตรฐานเหล็ก มีค่าเท่ากับ 0.09 มิลลิกรัม/ลิตร

4.4 การหาค่าความแม่นยำและความเที่ยงของค่าความขีดต่ำสุดของการวิเคราะห์ปริมาณ (LOQ)

ค่าความแม่นยำของค่าขีดต่ำสุดของการวิเคราะห์ปริมาณ มีค่าเท่ากับร้อยละ 102.2 และความเที่ยงของค่าขีดต่ำสุดของการวิเคราะห์ปริมาณ(LOQ) มีค่าเท่ากับ 5.7

4.5 การหาความสัมพันธ์เชิงเส้น

4.5.1 กราฟความสัมพันธ์ระหว่างค่าความเข้มข้นกับค่าการดูดกลืนแสงของสารละลายมาตรฐานเหล็ก ได้ค่า $R^2 = 0.9997$ (ภาคผนวก, ภาพที่ 5) และกราฟสัมพันธ์ระหว่างค่าความเข้มข้นกับค่าการดูดกลืนแสงของสารละลายตัวอย่างที่เติมสารละลายมาตรฐานเหล็กลงไป ได้ค่า $R^2 = 0.9983$ (ภาคผนวก, ภาพที่ 4) เมื่อนำข้อมูลทั้ง 2 ชุดมาเปรียบเทียบกันจะได้รับความสัมพันธ์ดังภาพที่ 2



ภาพที่ 2 การเปรียบเทียบค่าการดูดกลืนแสงของสารละลายมาตรฐานเหล็กกับสารละลายตัวอย่างที่เติมสารละลายมาตรฐานเหล็ก

เมื่อ ชุดข้อมูลที่ 1 คือค่าการดูดกลืนแสงของสารละลายมาตรฐานเหล็ก

ชุดข้อมูลที่ 2 คือค่าการดูดกลืนแสงของสารละลายตัวอย่างที่เติมสารละลายมาตรฐานเหล็ก

ค่าความแม่นยำและค่าเบี่ยงเบนมาตรฐานสัมพัทธ์ ของสารละลายตัวอย่างที่เติมสารละลายมาตรฐานเหล็กความเข้มข้น 0.5, 2.0 และ 5.0 มิลลิกรัม/ลิตร แสดงในตารางที่ 4

ตารางที่ 4 แสดงค่าการกลับคืน (recovery) และค่าเบี่ยงเบนมาตรฐานสัมพัทธ์ (RSD) ของสารละลายตัวอย่างที่เติมสารละลายมาตรฐานเหล็กที่ระดับความเข้มข้น ต่ำ กลาง สูง

	ตัวอย่าง+Fe 0.0 มิลลิกรัม/ลิตร	ตัวอย่าง+Fe 0.5 มิลลิกรัม/ลิตร	ตัวอย่าง+Fe 2.0 มิลลิกรัม/ลิตร	ตัวอย่าง+Fe 5.0 มิลลิกรัม/ลิตร
ค่าความเข้มข้นเฉลี่ย (มิลลิกรัม/ลิตร)	0.092	0.595	2.107	5.084
ร้อยละของความเบี่ยงเบน มาตรฐานสัมพัทธ์ (RSD)	5.729	1.358	0.833	0.646
ร้อยละของการกลับคืน (recovery)	102.222	100.686	100.750	99.849

4.6 ผลการทดสอบหาปริมาณเหล็ก, % recovery และ ค่า RPD

ผลการทดสอบหาปริมาณเหล็กในตัวอย่างโพลีอะลูมิเนียมคลอไรด์ รวมทั้ง % recovery และ ค่า RPD แสดงในภาคผนวก ตารางที่ 14 และ 15

บทที่ 5

วิจารณ์ผล

จากการตรวจสอบพารามิเตอร์ของวิธีทดสอบปริมาณเหล็กใน โพลีอะลูมิเนียมคลอไรด์ ด้วยเครื่องเฟลมอะตอมมิกแอบซอร์พชันสเปกโทรโฟโตมิเตอร์ พบว่าการวิเคราะห์หาค่าขีดจำกัดต่ำสุดของวิธีวิเคราะห์ (MDL) เท่ากับ 0.03 มิลลิกรัม/ลิตร และการวิเคราะห์หาค่าขีดจำกัดต่ำสุดของการวิเคราะห์ปริมาณ (LOQ) เท่ากับ 0.09 มิลลิกรัม/ลิตร ซึ่งทั้งสองค่านี้ขึ้นอยู่กับค่าความเบี่ยงเบนมาตรฐานของสารตัวอย่างที่มีปริมาณเหล็กอยู่น้อย ๆ ถ้าค่าความเบี่ยงเบนมาตรฐานน้อยจะทำให้ค่าขีดจำกัดต่ำสุดของวิธีวิเคราะห์น้อย การวัดความเข้มข้นของสารที่ต้องการวัด ที่ความเข้มข้นต่ำๆ สามารถวัดได้ดี แต่ถ้าค่าความเบี่ยงเบนมาตรฐานมีค่าสูงจะทำให้ความสามารถในการวัดสารที่ความเข้มข้นต่ำๆ ได้ไม่ดี เพราะค่าขีดจำกัดต่ำสุดของวิธีวิเคราะห์มีค่าสูง สำหรับค่าขีดจำกัดต่ำสุดของการวิเคราะห์ปริมาณ ต้องมีการตรวจสอบว่ามีความแม่นยำในช่วงร้อยละ 85-115 และความเที่ยงอยู่ในช่วงร้อยละ +/-10 จึงอยู่ในเกณฑ์ยอมรับ ส่วนความเข้มข้นสูงสุดที่วัดได้อย่างน่าเชื่อถือ (LOL) สามารถดูได้จากค่า $R^2 > 0.995$ ซึ่งความเข้มข้นสูงสุดที่วัดได้อย่างน่าเชื่อถือของสารละลายมาตรฐานเหล็กที่ได้เท่ากับ 15.0 มิลลิกรัม/ลิตร

จากค่า MDL, LOQ และ LOL ทำให้สามารถทราบช่วงการทดสอบหาปริมาณเหล็กใน โพลีอะลูมิเนียมคลอไรด์ ด้วยเครื่องเฟลมอะตอมมิกแอบซอร์พชันสเปกโทรโฟโตมิเตอร์ ที่สามารถรายงานผลเป็นตัวเลขได้อย่างถูกต้องและแม่นยำ อยู่ในช่วง 0.09-15.0 มิลลิกรัม/ลิตร แต่ถ้าค่าความเข้มข้นของเหล็กที่เครื่องอ่านได้มากกว่า 0.03 แต่ไม่ถึง 0.09 มิลลิกรัม/ลิตร ให้รายงานผลเป็นค่าน้อยกว่า 0.09 มิลลิกรัม/ลิตร และรายงานผลว่าไม่พบเมื่อความเข้มข้นของเหล็กที่เครื่องอ่านได้มีค่าน้อยกว่า 0.03 มิลลิกรัม/ลิตร

ในการหา matrix effect ของสารละลายตัวอย่าง ทำการทดสอบด้วยการเติมสารละลายมาตรฐานเหล็กที่ความเข้มข้น 0.5 , 2 และ 5 มิลลิกรัม/ลิตรลงไปในตัวอย่าง กราฟค่าการดูดกลืนแสงกับค่าความเข้มข้นที่ได้มีความเป็นเส้นตรง โดยมีค่า $R^2 > 0.995$ และเมื่อนำไปเปรียบเทียบกับกราฟค่าการดูดกลืนแสงกับค่าความเข้มข้นของสารละลายมาตรฐานเหล็ก พบว่าเส้นกราฟมีแนวโน้มไปในทางเดียวกัน (ภาพที่ 2) สำหรับค่าการกลบคืนของสารละลายตัวอย่างที่เติมสารละลายมาตรฐานเหล็กลงไปทั้ง 3 ระดับความเข้มข้น พบว่าผลการทดสอบ อยู่ในช่วงร้อยละ 85-115 และค่าความเที่ยงอยู่ในช่วงร้อยละ +/-10 ดังนั้นแสดงว่าวิธีทดสอบสามารถหาปริมาณเหล็กได้อย่างถูกต้องแม่นยำ และ matrix ของสารตัวอย่างไม่รบกวนผลการทดสอบ

จากผลการทดสอบหาปริมาณเหล็กในตัวอย่างโพลีอะลูมิเนียมคลอไรด์ทั้ง 16 ตัวได้ทำการวิเคราะห์โดยใช้กราฟมาตรฐานเหล็กที่ความเข้มข้นคือ 1, 3 และ 6 มิลลิกรัม/ลิตร ซึ่งเป็นช่วงความเข้มข้นที่ใช้ประจำในการวิเคราะห์หาปริมาณเหล็ก ของกลุ่มงานอินทรีย์เคมีวิเคราะห์ ซึ่งความสามารถของวิธีที่ทดสอบในการวัดปริมาณเหล็กในโพลีอะลูมิเนียมคลอไรด์ สามารถวัดได้ถึง 15 มิลลิกรัม/ลิตร แต่เนื่องจากปริมาณเหล็กในสารตัวอย่างสามารถวัดได้อยู่ในช่วงความเข้มข้นที่ใช้ งาน จึงไม่จำเป็นต้องเตรียมกราฟมาตรฐานให้ถึงจุดสูงสุดของวิธี

สำหรับค่าการก่อกวนของสารละลายมาตรฐานเหล็กอยู่ในช่วงร้อยละ 85-115 และค่า Relative percent difference (RPD) ของตัวอย่าง พบว่าอยู่ในช่วงร้อยละ +/-10

จากผลการตรวจสอบพารามิเตอร์ของวิธีทดสอบทั้งหมด พบว่าผลการตรวจสอบอยู่ในเกณฑ์ที่กำหนด ดังนั้นจึงสามารถสรุปได้ว่าวิธีการทดสอบหาปริมาณเหล็กในตัวอย่างโพลีอะลูมิเนียมคลอไรด์ ด้วยเครื่องเฟลมอะตอมมิกแอบซอร์พชันสเปกโทรโฟโตมิเตอร์ สามารถหาปริมาณเหล็กในตัวอย่างได้อย่างถูกต้องและแม่นยำ

บทที่ 6

สรุปผลและข้อเสนอแนะ

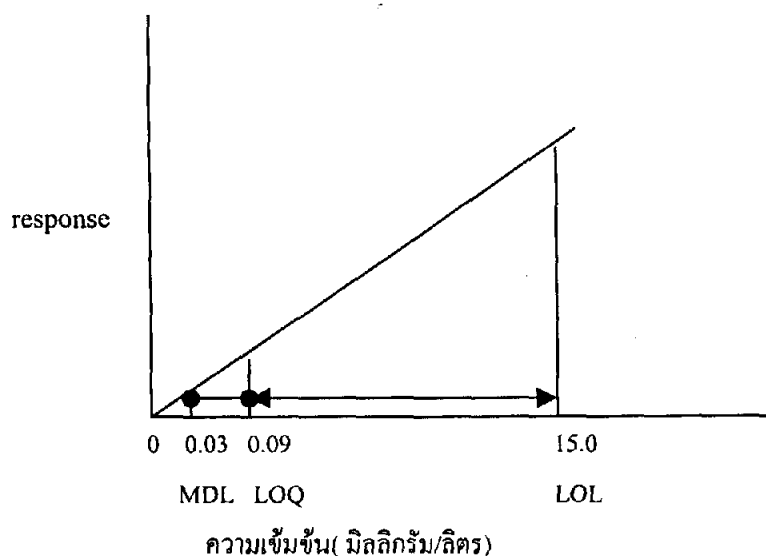
จากการตรวจสอบพารามิเตอร์ของวิธีทดสอบปริมาณเหล็กในตัวอย่างโพลีอะลูมิเนียมคลอไรด์ด้วยเครื่องอะตอมมิกแอบซอร์ปชันสเปกโทรโฟโตมิเตอร์ได้ผลดังสรุปในตารางที่ 5

ตารางที่ 5 สรุปผลการตรวจสอบพารามิเตอร์

ลำดับที่	พารามิเตอร์ที่ตรวจสอบ	เกณฑ์มาตรฐาน ⁴	ค่าที่ได้
1	ค่าขีดจำกัดของเครื่องมือ (IDL)	-	0.022 มก./ล.
2	ค่าขีดจำกัดต่ำสุดของวิธีวิเคราะห์ (MDL)	-	0.03 มก./ล.
3	ค่าขีดต่ำสุดของการวิเคราะห์ปริมาณ (LOQ)	-	0.09 มก./ล.
	- ร้อยละของความเบี่ยงเบนมาตรฐานสัมพัทธ์	+/-10	5.7
	- ร้อยละของการกลับคืน	85-115	102.2
4	ค่าความเข้มข้นสูงสุดที่วัดได้อย่างน่าเชื่อถือ (LOL)	-	15.0 มก./ล.
	- coefficient of determination (R^2)	0.995	0.9987
5	ความสัมพันธ์เชิงเส้น		
	- coefficient of determination (R^2) ของ matrix effect	0.995	0.9983
	- ร้อยละของการกลับคืน	85-115	99-103
	- ร้อยละของความเบี่ยงเบนมาตรฐานสัมพัทธ์	+/-10	0.7-6
6	ตัวอย่างโพลีอะลูมิเนียมคลอไรด์		
	- ร้อยละของการกลับคืน	85-115	94-105
	- ค่า Relative Percent Difference (RPD)	+/-10	0.3-4.2

จากผลการตรวจสอบพารามิเตอร์ของวิธีทดสอบพบว่าอยู่ในเกณฑ์ที่กำหนดทุกตัว นั้น แสดงว่าวิธีทดสอบที่ใช้มีความถูกต้องและแม่นยำของผลการวิเคราะห์

สำหรับความสามารถของวิธีในการวัดปริมาณเหล็กในตัวอย่างโพลีอะลูมิเนียมคลอไรด์สามารถแสดงได้ดังภาพที่ 3



ภาพที่ 3 แสดงช่วงความสามารถของวิธีในการวัดปริมาณ เหล็กใน โพลีอะลูมิเนียมคลอไรด์

ความสามารถของวิธีวัดที่ถูกต้องและแน่นอนอยู่ในช่วง LOQ-LOL ช่วง MDL- <LOQ สามารถวัดได้แต่ไม่มีความแน่นอน และช่วงน้อยกว่า MDL หรือ สูงกว่า LOL ไม่สามารถทำการทดสอบได้อย่างถูกต้อง

จากการตรวจสอบพารามิเตอร์ของวิธีทดสอบหาปริมาณเหล็กใน โพลีอะลูมิเนียมคลอไรด์ ถึงแม้จะสามารถสรุปได้ว่า วิธีที่ทำการตรวจสอบสามารถทดสอบและให้ผลการทดสอบได้อย่างถูกต้องและแม่นยำ แต่ผู้ทำการวิเคราะห์ก็อาจจะต้องมีการปรับปรุงวิธีการทดสอบให้มีความสมบูรณ์ยิ่งขึ้นเพื่อขยายความสามารถของวิธีทดสอบ สำหรับรองรับในอนาคต ถ้าเกิดมีการเปลี่ยนแปลงปริมาณเหล็กในโพลีอะลูมิเนียมคลอไรด์ที่อาจจะมีค่าเข้มข้นมากขึ้นหรือน้อยลงได้

กิตติกรรมประกาศ

ผู้เขียนขอขอบคุณ คุณส่องแสง เต็มชวลิต ผู้อำนวยการโครงการเคมี และ นว. 7ว สมจิตต์ บรรณวิภา โสภณ ที่ให้คำปรึกษาที่เป็นประโยชน์ ช่วยให้ผลงานนี้สำเร็จสมบูรณ์

เอกสารอ้างอิง

1. แม้น อมรสิทธิ์ และ อมร เพชรสม. หลักการและเทคนิคการวิเคราะห์เชิงเครื่องมือ. กรุงเทพฯ : โรงพิมพ์ ชวนพิมพ์. 2534. หน้า 322-347.
2. สำนักงานมาตรฐานผลิตภัณฑ์อุตสาหกรรม. ข้อกำหนดทั่วไปว่าด้วยความสามารถของห้องปฏิบัติการทดสอบและห้องปฏิบัติการสอบเทียบ. มอก.17025-2543. หน้า 12-14
3. สมอ สาร ปีที่ 25 ฉบับที่283 มกราคม 2542 หน้า 6
4. 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
5. Japanese Industrial Standard. Poly aluminium chloride for waterwork. JIS K 1475-1996. p.1
6. The Perkin — Elemer Corporation. **Analytical Methods for Atomic Absorption Spectrometry.** America : The Perkin — Elemer Corporation, 1994. p.23

ภาคผนวก

ตารางที่ 6 แสดงค่าขีดจำกัดต่ำสุดของเครื่องมือ (Instrumental detection limit, IDL) ของวิธีทดสอบ ปริมาณเหล็ก

ค่าการดูดกลืนแสง ครั้งที่	เบี่ยงเบนค่าของสารละลายมาตรฐาน (มิลลิกรัม/ลิตร)
1	0.009
2	-0.006
3	0.005
4	-0.008
5	0.003
6	-0.001
7	-0.013
8	0.005
9	0.007
10	-0.009
ค่าเฉลี่ย	-0.0008
ค่าเบี่ยงเบนมาตรฐาน(SD)	0.007700
$3 \times SD$	0.023100
ค่าเฉลี่ย+3SD (IDL)	0.022300

ตารางที่ 7. แสดงข้อมูลการหาค่าการดูดกลืนแสงของวิธีทดสอบปริมาณเหล็ก

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 8 แสดงค่าขีดจำกัดต่ำสุดของวิธีวิเคราะห์ (MDL) และขีดต่ำสุดของการวิเคราะห์ ปริมาณ (LOQ)

ครั้งที่	ความเข้มข้นของสารตัวอย่าง (มิลลิกรัม/ลิตร)
1	0.072
2	0.051
3	0.065
4	0.057
5	0.063
6	0.074
7	0.068
8	0.052
9	0.048
10	0.067
ค่าเฉลี่ย	0.0617
ค่าเบี่ยงเบนมาตรฐาน(SD)	0.009166
3 × SD (MDL)	0.027497
10×SD (LOQ)	0.091658

ตารางที่ 9 แสดงข้อมูลค่าการกลับคืน (recovery) และค่าเบี่ยงเบนมาตรฐานสัมพัทธ์ (RSD) ของค่าขีดต่ำสุดของการวิเคราะห์ปริมาณ (LOQ)

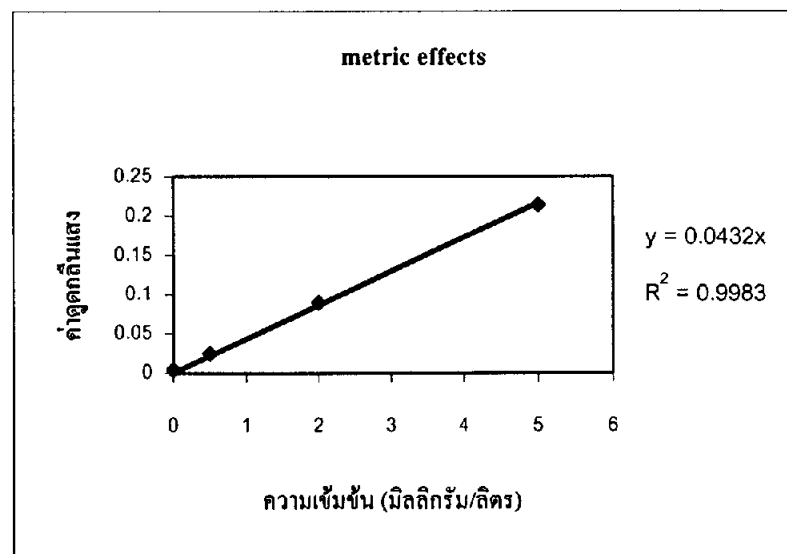
ครั้งที่	สารละลายตัวอย่างหนัก 0.09 มิลลิกรัม/ลิตร
1	0.098
2	0.091
3	0.085
4	0.096
5	0.087
6	0.092
7	0.095
8	0.093
9	0.084
10	0.099
ค่าเฉลี่ย	0.092
ร้อยละของความเบี่ยงเบนมาตรฐานสัมพัทธ์(RSD)	5.7287
ร้อยละของการกลับคืน (recovery)	102.2222

ตารางที่ 10 แสดงค่าการกลับคืน (Recovery) และค่าเบี่ยงเบนมาตรฐานสัมพัทธ์ (RSD) ในการ
หาความเข้มข้นเชิงเส้น

ครั้งที่	ความเข้มข้น			
	ตัวอย่าง+Fe 0.0 มิลลิกรัม/ลิตร	ตัวอย่าง+Fe 0.5 มิลลิกรัม/ลิตร	ตัวอย่าง+Fe 2.0 มิลลิกรัม/ลิตร	ตัวอย่าง+Fe 5.0 มิลลิกรัม/ลิตร
1	0.098	0.61	2.113	5
2	0.091	0.589	2.1	5.1
3	0.085	0.592	2.099	5.109
4	0.096	0.597	2.087	5.091
5	0.087	0.594	2.112	5.113
6	0.092	0.581	2.145	5.086
7	0.095	0.605	2.093	5.092
8	0.093	0.599	2.096	5.112
9	0.084	0.593	2.104	5.086
10	0.099	0.595	2.083	5.101
ค่าเฉลี่ย	0.092	0.5954	2.107	5.0844
ร้อยละของความเบี่ยงเบน มาตรฐานสัมพัทธ์ (RSD)	5.7288	1.3581	0.8335	0.6464
ร้อยละของการกลับคืน (recovery)	102.2222	100.6857	100.75	99.8486

ตารางที่ 11 แสดงค่าการดูดกลืนแสงของ Matrix effects

ครั้งที่	ค่าการดูดกลืนแสง			
	ตัวอย่าง+Fe 0.0 มิลลิกรัม/ลิตร	ตัวอย่าง+Fe 0.5 มิลลิกรัม/ลิตร	ตัวอย่าง+Fe 2.0 มิลลิกรัม/ลิตร	ตัวอย่าง+Fe 5.0 มิลลิกรัม/ลิตร
1	0.004	0.025	0.09	0.213
2	0.004	0.025	0.09	0.213
3	0.004	0.025	0.089	0.214
4	0.003	0.025	0.09	0.214
5	0.004	0.026	0.089	0.214
6	0.004	0.025	0.09	0.214
7	0.005	0.025	0.09	0.213
8	0.004	0.025	0.089	0.214
9	0.004	0.025	0.089	0.213
10	0.004	0.0251	0.089	0.213
ค่าเฉลี่ย	0.004	0.0251	0.0894	0.2136



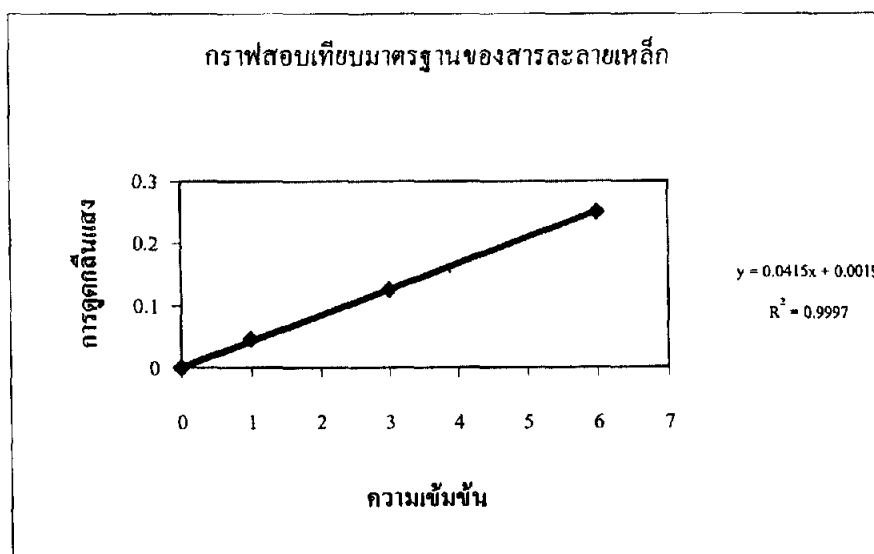
ภาพที่ 4 กราฟแสดงค่าความสัมพันธ์เชิงเส้น ของค่าการดูดกลืนแสงเทียบกับความเข้มข้น

ตารางที่ 12 แสดงข้อมูลการหาความไวของวิธีวิเคราะห์ (sensitivity)

ค่าการดูดกลืนแสงครั้งที่	เหล็ก	
	เบงคัล	เหล็ก 6.0 มิลลิกรัม/ลิตร
1	-0.0012	0.2391
2	-0.0011	0.2392
3	-0.0008	0.2381
4	-0.0007	0.2391
5	-0.0008	0.2362
เฉลี่ย	-0.0009	0.2384
Characteristic concentration ที่คำนวณได้	0.1103	
Characteristic Concentration กำหนดจากคู่มือ	0.11	

ตารางที่ 13 แสดงค่าการดูดกลืนแสงของสารละลายมาตรฐานเหล็ก

ค่าความเข้มข้น (มิลลิกรัม/ลิตร)	ค่าการดูดกลืนแสง ครั้งที่ 1	ค่าการดูดกลืนแสง ครั้งที่ 2	ค่าการดูดกลืนแสง ครั้งที่ 3	ค่าเฉลี่ย
standard blank	0.000	0.000	0.000	0.000
1.0	0.047	0.046	0.046	0.046
3.0	0.125	0.126	0.126	0.126
6.0	0.251	0.251	0.251	0.251



ภาพที่ 5 กราฟแสดงค่าการดูดกลืนแสงของสารละลายมาตรฐานเหล็ก

ตารางที่ 14 แสดงค่าการดูดกลืนแสงและค่าความเข้มข้นของเหล็กในตัวอย่างโพลีอะลูมิเนียมคลอไรด์

หมายเลขปฏิบัติ การ	น้ำหนักสาร (กรัม)	ค่าความเข้มข้น มิลลิกรัม/ลิตร	หมายเลขปฏิบัติ การ	น้ำหนักสาร (กรัม)	ค่าความเข้มข้น มิลลิกรัม/ลิตร
WM.359/1	2.1380	0.093	XA.113/1	2.1749	0.568
2	2.0460	0.092	2	2.0794	0.539
Spike sample/3	2.1588	2.084	Spike sample/3	2.1035	2.601
WM.795/1	2.1118	0.385	XC.26/1	2.0070	0.724
2	2.1240	0.388	2	2.1712	0.785
Spike sample/3	2.0394	2.413	Spike sample/3	2.0287	2.689
WM.802/1	2.0809	0.464	XC.27/1	2.0515	0.975
2	2.3580	0.509	2	2.3066	1.087
Spike sample/3	2.2295	2.521	Spike sample/3	2.0400	3.002
WR.352/1	2.1420	0.283	XC.47/1	2.0784	0.858
2	2.1230	0.290	2	2.3137	0.916
Spike sample/3	2.1105	2.181	Spike sample/3	2.2965	3.021
WR.668/1	2.0596	1.931	XC.608/1	2.0963	0.428
2	2.1845	2.035	2	2.0573	0.416
Spike sample/3	2.0019	3.945	Spike sample/3	2.0768	2.409
WV.326/1	2.0915	0.376	XD.432/1	2.0178	0.894
2	2.2244	0.397	2	2.4568	1.058
Spike sample/3	2.0219	2.453	Spike sample/3	2.0054	2.915
WZ.678/1	2.0955	0.419	XD.623/1	2.0239	0.457
2	2.0298	0.416	2	2.1272	0.466
Spike sample/3	2.0466	2.511	Spike sample/3	2.0166	2.506
WZ.937/1	2.0855	0.509	XF.59/1	2.0720	1.394
2	2.1964	0.536	2	2.0897	1.406
Spike sample/3	2.2031	2.530	Spike sample/3	2.0392	3.294

หมายเหตุ ค่าความเข้มข้นของแบลงค์ตัวอย่าง = 0.000 มิลลิกรัม/ลิตร

ค่าความเข้มข้นของเหล็กที่เติมลงไป = 2.0 มิลลิกรัม/ลิตร

ตารางที่ 15 แสดงข้อมูลการกลับคืนและการทำซ้ำของการทดสอบหาปริมาณเหล็กในตัวอย่าง
โพลีอะลูมิเนียมคลอไรด์

ลำดับ ที่	หมายเลข ปฏิบัติการ	ปริมาณเหล็ก (มิลลิกรัม/ลิตร)			%recovery	RPD
		X_1	X_2	X_{mean}		
1	WM.359	4.3592	4.4770	4.4181	99.4310	-2.67
2	WM.795	18.2407	18.2862	18.2634	102.0267	-0.25
3	WM.802	22.2982	21.5945	21.9464	101.5855	3.21
4	WR.352	13.2023	13.6410	13.4217	94.8866	-3.27
5	WR.668	93.7481	93.1663	93.4572	103.7049	0.62
6	WV.326	17.9968	17.8561	17.9265	104.527	0.78
7	WZ.678	20.0049	20.5139	20.2594	104.8181	-2.51
8	WZ.937	24.4164	24.3849	24.4006	99.6216	0.13
9	XA.113	26.1163	25.9300	26.0232	102.6798	0.72
10	XC.26	36.0531	36.1643	36.1087	97.8234	-0.31
11	XC.27	47.5364	47.1161	47.3262	101.8281	0.89
12	XC.47	41.3010	39.5899	40.4454	104.6081	4.2
13	XC.608	20.4167	20.2010	20.3088	99.3612	1.1
14	XD.432	44.3255	43.0634	43.6944	101.9384	2.9
15	XD.623	22.5902	21.8879	22.2390	102.8768	3.2
16	XF.59	67.2599	67.2817	67.2708	96.11063	-0.03