

บทที่ 3

การทดลองและผลการทดลอง

3.1 การทำขั้วประติษฐ์

ขั้วประติษฐ์ที่ทำขึ้นจะถูกใช้เป็นขั้วใช้งาน (working electrode) ในวิธีทาง voltammetry หรือเป็นขั้วอินดิเคเตอร์ (indicator electrode) ในวิธีวัดศักย์ไฟฟ้า โดยมีวิธีการทำดังต่อไปนี้

3.1.1 การทำตัวขั้ว (Electrode body)

ตัวขั้วได้จากการนำ syringe พลาสติกขนาด 1 mL มาถอดลูกสูบพร้อมยางอัดออกแล้วตัดปลายออกให้ผิวหน้าเรียบสม่ำเสมอโดยการขัดบนกระดาษทรายละเอียดจะได้แท่งพลาสติกทรงกระบอก ที่มีความยาว 6.8 cm (รัศมีด้านใน 2.5 mm) เช็ดตัวเลขบนแท่ง syringe ออกให้หมดด้วยอะซิโตน แกนลูกสูบที่ติดอยู่กับยางอัดนำมาแยกแกนพลาสติกออกแล้วใช้ลวดทองแดงเส้นผ่านศูนย์กลาง 1.5 mm ยาว 10 cm เสียบแทนให้ทะลุออกมา 0.5 cm แล้วยึดติดกันให้แน่นด้วยกาว epoxy จากนั้นเสียบลวดทองแดง ที่มียางอัดนี้เข้าไปใน syringe พลาสติก ให้ยางอัดอยู่ที่ระดับประมาณ 1 ส่วน 3 ของหลอดจากส่วนบนก่อนนำไปบรรจุ carbon paste ชนิดต่างๆ โดยผสมแนพธาซาริน กับ carbon powder ด้วยปริมาณต่างๆกัน ดังตารางที่ 3.1

ตารางที่ 3.1 ปริมาณแนพธาซาริน ที่ผสมกับ carbon powder ที่ใช้ในการทำขั้วประติษฐ์

ขั้ว	ปริมาณ แนพธาซาริน(g)	ปริมาณ carbon powder (g)
CPE	-	1.0000
0.5 % Naph CME	0.0050	0.9950
1.0 % Naph CME	0.0100	0.9900
3.0 % Naph CME	0.0300	0.9700
5.0 % Naph CME	0.0500	0.9500
10 % Naph CME	0.1000	0.9000
15 % Naph CME	0.1500	0.8500
20 % Naph CME	0.2000	0.8000
25 % Naph CME	0.2500	0.7500

3.1.2 การทำ Carbon Paste Electrode (CPE)

ชั่ง carbon powder 1.000 g บดรวมกับ mineral oil ด้วยครกและที่บดโดยอัตราส่วน carbon powder : mineral oil เป็น 0.5 g : 0.2 mL บรรจุ carbon paste ที่ได้โดยให้สูงเป็น 2 ส่วน 3 ในตัวขั้วอัดให้แน่นและปาดผิวให้เรียบ ได้เป็น Carbon Paste Electrode

3.1.3 การทำ Naphthazarin Modified Carbon Paste Electrode (Naph CME)

ชั่ง แนพทาสาริน และ carbon powder ตามตารางที่ 3.1 และ เอทานอล 30.0 mL ใส่ลงในขวดก้นกลมขนาด 100 mL ปิดปากขั้วด้วย paraffin film ใช้ ultrasonicator ช่วยผสม 30 นาที จากนั้นนำไประเหยเอทานอล ออกโดยใช้ rotary evaporator อุณหภูมิไม่เกิน 50 °C จนแห้งเป็นเนื้อเดียวกัน นำของผสมนี้บดรวมกับ mineral oil ด้วยครกและที่บดโดยใช้อัตราส่วน carbon ที่ผสมกับแนพทาสาริน : mineral oil เป็น 0.5 g : 0.2 mL บรรจุ paste ของผสม ชนิดต่างๆที่ได้เป็น 2 ส่วน 3 ในตัวขั้วอัดให้แน่นและปาดผิวให้เรียบ ได้เป็น Naphthazarin Modified Carbon Paste Electrode

3.1.4 การเตรียมขั้วประดิษฐ์

การจะนำขั้ว CPE และ Naph CME ที่ % Naph ต่างๆ กันไปใช้งานต้องมีการเตรียมขั้วซึ่งเตรียมโดยการกดก้านหลอดทองแดงให้ เนื้อ paste โผล่พ้นตัวขั้วประมาณ 1 mm แล้วใช้แท่งแก้วปาดให้เสมอกับตัวขั้ว แล้วขัดผิวบนกระดาษขั้วมันให้ผิวหน้าเรียบและเสมอกันที่สุด จากนั้น rinse ด้วยน้ำปราศจากไอออน รอบๆตัวขั้ว ระวังอย่าให้โดนผิวหน้าขั้วโดยตรง

3.2 การทำขั้วอ้างอิง (Reference Electrode) Ag/AgCl

3.2.1 การทำตัวขั้ว

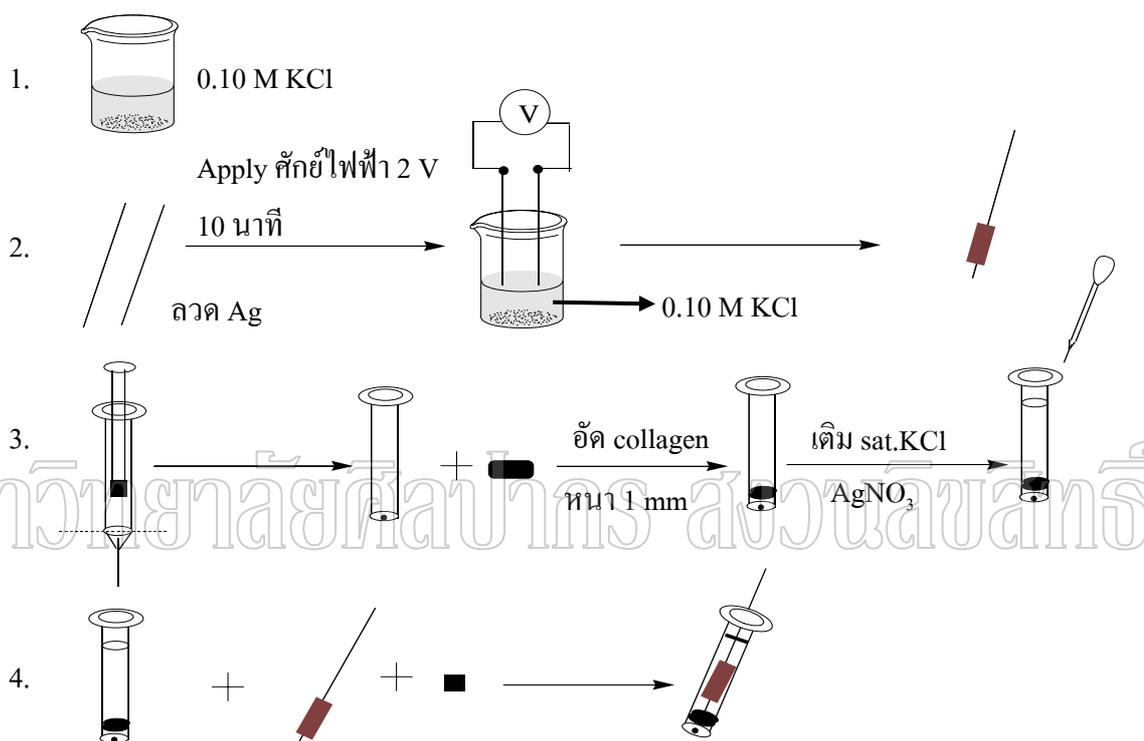
นำกระบอกฉีดขนาด 1 mL มาถอดลูกสูบพร้อมยางอัด ตัดปลายกระบอกด้านเข็มออกเล็กน้อยให้เรียบเสมอกันจะได้ปลายกระบอกที่มีรูเล็กๆ ขัดด้วยกระดาษทรายละเอียดเบอร์ 2 ให้ปลายเรียบเสมอกัน ตัดแผ่น collagen ให้ได้ขนาดเท่ากับพื้นที่หน้าตัดภายในของกระบอกฉีดยา อัดลงในกระบอกฉีดยา ด้วยก้านลูกสูบให้มีความหนาประมาณ 2 mm ใช้กาว epoxy ทาที่ขอบด้านในเหนือชั้น collagen ให้แน่น โดยระวังไม่ให้กาว epoxy ปิดชั้น collagen จนหมด

3.2.2 การเตรียมหลอด Ag/AgCl [33]

ตัดลวดเงินเส้นผ่าศูนย์กลาง 1 mm ยาว 10 cm จำนวน 2 เส้นโดยใช้เป็น anode และ cathode ล้างลวดเงินด้วย 50% (v/v) HNO₃ จุ่มลงใน 0.10 M KCl แล้วทำการ apply ศักย์ไฟฟ้า 2 V เป็นเวลา 10 นาที จากนั้นที่ anode จะเกิดตะกอนสีน้ำตาลของ AgCl เกาะบางๆ นำไปใช้เป็นขั้ว Ag/AgCl ต่อไป

3.2.3 การประกอบหัวอ้างอิง

นำลวด Ag/AgCl จากข้อ 3.2.2 มาเสียบกับยางอัดของ syring เดิม ที่ถอดก้านลูกสูบพลาสติก ออกแล้วเติมสารละลาย 3.50 M KCl ในตัวหัวจากข้อ 3.2.1 ให้ต่ำกว่าขอบบนประมาณ 5 mm และ ให้ใส่ AgNO_3 ลงไปเล็กน้อย เสียบลวด Ag/AgCl พร้อมยางอัดเข้ากับตัวหัวโดยให้ยางอัดปิดที่ปลาย บนของตัวหัว การเตรียมหัวอ้างอิงแสดงดังรูปที่ 3.1



รูปที่ 3.1 การเตรียมหัวอ้างอิง

3.3 การเตรียมเซลล์ไฟฟ้า

3.3.1 การประดิษฐ์เซลล์ไฟฟ้าสำหรับการศึกษา Voltammetry

นำขวดซูปไก่สกัดขนาดปริมาตร 42 cm³ มาเป็นเซลล์สำหรับใส่สารที่ใช้ในการวัดและนำพลาสติกแข็งมาทำเป็นฝาปิด โดยตัดพลาสติกให้เป็นรูปร่างกลมขนาดเท่ากับฝาขวด เจาะรูที่ฝาพลาสติก เพื่อใช้เสียบ ขั้วใช้งาน, ขั้วอ้างอิง, ขั้วช่วยและท่อ PTFE tubing (i.d. 1.1016 mm) สำหรับพนัก้าชไนโตรเจนในตัวเซลล์ จากนั้นนำกระดาษกาวมาดกแต่งเป็นขอบเพื่อให้ฝาพลาสติกสามารถปิดตัวเซลล์ได้ ลักษณะของเซลล์ที่ได้แสดงดังรูปที่ 3.2



รูปที่ 3.2 ลักษณะของตัวเซลล์ ที่ใช้ในเทคนิค Cyclic Voltammetry

3.3.2 การเตรียมเซลล์ไฟฟ้าสำหรับศึกษา Voltammetry

นำขั้วไฟฟ้า CPE หรือ Naph CME, ขั้วอ้างอิง, ขั้วช่วย และท่อ PTFE tubing สำหรับพนัก้าชไนโตรเจน เสียบในรูบนฝาพลาสติกที่เจาะไว้ทั้ง 4 รู และนำฝาพลาสติก ไปปิดที่ตัวเซลล์ ที่ใส่สารละลายไว้เรียบร้อยแล้วเพื่อเตรียม บันทึก voltammogram ลักษณะของเซลล์ที่ได้ แสดงดังรูปที่ 3.3



รูปที่ 3.3 ลักษณะของเซลล์ ไฟฟ้าพร้อมขั้วไฟฟ้า

3.3.3 การประดิษฐ์เซลล์ไฟฟ้าสำหรับใช้ใน Flow Injection Analysis (FIA)

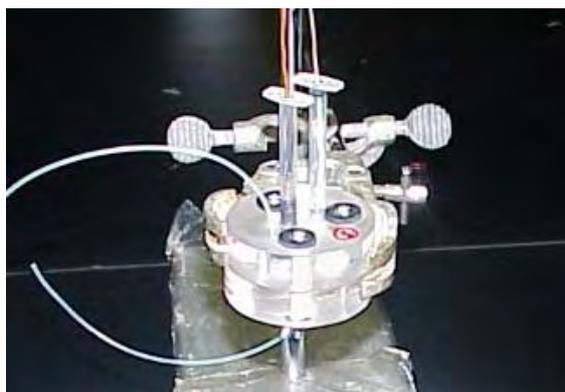
หล่อเซลล์ด้วยเรซินใสสำหรับหล่อแบบ โดยใช้ขวดพลาสติก polypropylene ทรงกระบอกเป็นแม่แบบ จะได้แบบทรงกระบอกเส้นผ่าศูนย์กลาง 6 cm หนาประมาณ 1.5 cm จำนวน 2 ชั้น ชั้นหนึ่งใช้เป็นส่วนบนและอีกชั้นหนึ่งใช้เป็นส่วนล่าง สำหรับส่วนล่างให้ใช้แท่งพลาสติกสี่เหลี่ยมผืนผ้าพลาสติกขนาด 0.6 x 3.5 cm กดลงกลางเซลล์ให้ลึกประมาณ 1 mm ขณะที่รอให้เรซินกำลังแข็งตัวจะได้ความจุปริมาตรของเซลล์เท่ากับ 210 μL เมื่อเรซินแข็งดีแล้วนำแท่งเรซินที่ได้ทั้ง 2 ชั้นประกบกัน แล้วเจาะรูขนาดเส้นผ่าศูนย์กลาง 5 mm สำหรับใส่หลอด 3 ตัวรอบเซลล์ เพื่อการประกอบเป็นตัวเซลล์ จากนั้นจึงเจาะรูสำหรับสำหรับเสียบขั้วไฟฟ้า 2 รูขนาดเส้นผ่าศูนย์กลาง 7 mm โดยให้จุดศูนย์กลางห่างกัน 1.5 mm ที่เรซินขึ้นบนแล้วเจาะรูสำหรับใส่ท่อน้ำเข้า (inlet) และท่อน้ำออก (outlet) ที่ปลายทั้งสองด้านของช่องเซลล์ โดยเจาะรูน้ำเข้าที่เรซินขึ้นบนและรูน้ำออกที่เรซินขึ้นล่าง ขัดผิวเซลล์ ให้เรียบด้วยกระดาษทรายละเอียดเบอร์ 2 ใส microbore PTFE tubing ให้ปลาย microbore PTFE tubing เสมอกับผิวเรซินแล้ว หยอดกาวที่โคนให้ microbore PTFE tubing ติดแน่นกับตัวเซลล์ ลักษณะของเซลล์ที่ได้แสดงดังรูปที่ 3.4



รูปที่ 3.4 ส่วนประกอบของเซลล์

3.3.4 การเตรียมเซลล์ไฟฟ้าสำหรับ FIA

นำขั้วไฟฟ้า CPE หรือ Naph CME เสียบในรูใกล้ท่อเข้าแล้วปิดผิวและขัดผิวหน้าขั้วให้เรียบกับกระดาษซับมันที่วางบนพื้นเรียบ แล้วเสียบขั้วอ้างอิงที่ประดิษฐ์ขึ้นเอง ในรูสำหรับเสียบขั้วไฟฟ้าอีกข้าง นำเรซินอีพ็อกซีมาประกบและขันนอตให้แน่น ต่อท่อเข้าเข้ากับปลายท่อของ mixing coil และต่อท่อออกกับท่อทิ้งในระบบไหลต่อเนื่อง ลักษณะของเซลล์ที่ได้แสดงในรูปที่ 3.5



รูปที่ 3.5 ลักษณะเซลล์ไฟฟ้าพร้อมขั้วไฟฟ้า

3.4 การศึกษาการตอบสนองของขั้วประติมาตรโดยวิธี Voltammetry

3.4.1 การตอบสนองของขั้ว CPE โดยเทคนิค Cyclic Voltammetry

วิธีทดลอง

ใช้ขั้วขั้ว CPE ที่มีการขัดผิวขั้วก่อนใช้งานแล้ว และ เตรียมเซลล์ไฟฟ้าสำหรับศึกษา Cyclic Voltammetry ตามข้อ 3.3.2 ปิเปตสารละลายแอมโมเนียมอะซิเตต เข้มข้น 0.10 M จำนวน 25.00 mL ลงในถ้วยเซลล์ ปิดฝาพลาสติกพร้อมขั้วทั้งสาม โดยให้ขั้วขั้วจุ่มลงในสารละลาย ฟันก๊าซในโตรเจน 3 นาที ดึงท่อฟันก๊าซในโตรเจนเหนือสารละลายในเซลล์ ขณะบันทึก voltammogram โดยใช้วิธี Cyclic Voltammetry จาก program GPES ของเครื่อง Autolab 30 ที่สภาวะต่างๆของเครื่องเป็นดังนี้

Potential

Start potential (V) : 0.8

First vertex potential (V) : -0.8

Second vertex potential (V) : 0.8

Step potential (V) : 0.008

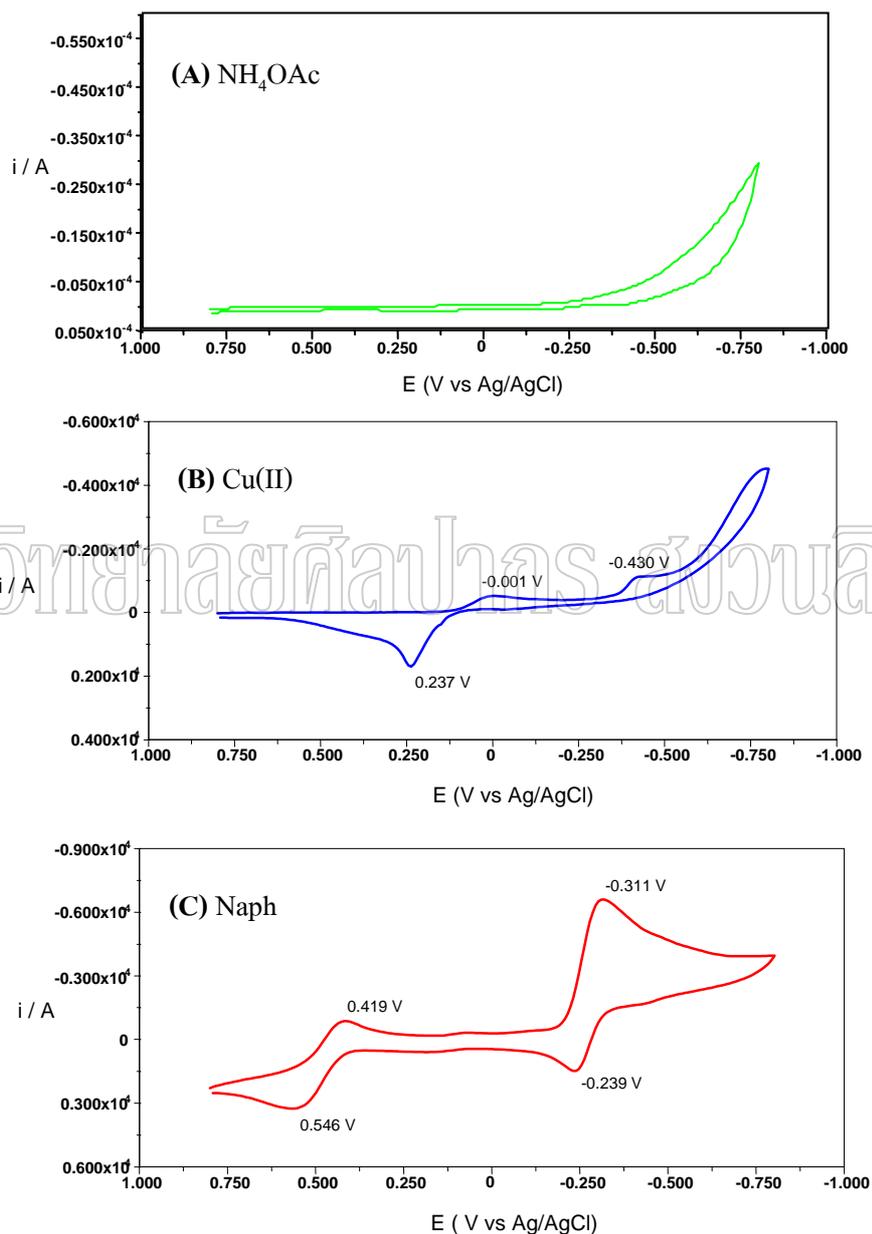
Scan rate (V/s) : 0.100008

Define start potential w.r.t. OCP : Off

หลังจากบันทึก voltammogram ของแอมโมเนียมอะซิเตต เข้มข้น 0.10 M เสร็จแล้วให้นำฝาพลาสติก พร้อมขั้วทั้งสาม และสายขั้วในโตรเจนออก นำขั้วทั้งสามไปทำความสะอาดก่อนใช้งานครั้งต่อไป โดยขั้ว CPE ให้ปาดผิวขั้วใหม่ rinse ด้วยน้ำปราศจากไอออน สำหรับขั้วอ้างอิงและขั้วช่วยให้ rinse ด้วยน้ำปราศจากไอออนจากนั้น ปิเปตสารละลายแอมพาซารินเข้มข้น 2.00×10^{-3} M จำนวน 3.00 mL ลงในเซลล์ที่บรรจุ 0.10 M แอมโมเนียมอะซิเตต ปริมาตร 25.00 mL ไว้แล้ว โดยจะได้ความเข้มข้นของสารละลายแอมพาซารินเป็น 2.14×10^{-4} M ฟันก๊าซในโตรเจน 3 นาที บันทึก voltammogram จากนั้นนำขั้วทั้งสามไปทำความสะอาดเหมือนข้างต้น ปิเปตสารละลายทองแดง (II) เข้มข้น 1.00×10^{-3} M ใน 0.10 M แอมโมเนียมอะซิเตต จำนวน 3.00 mL ลงในเซลล์เดิมจะได้สารประกอบเชิงซ้อนทองแดง(II) กับ แอมพาซาริน ที่มีอัตราส่วนโดยโมล ทองแดง(II) : แอมพาซาริน เป็น 1: 2 จากนั้นจุ่มขั้วทั้งสามลง ฟันก๊าซในโตรเจนอีก 3 นาที บันทึก voltammogram จากนั้นทำการทดลองเหมือนเดิมแต่เปลี่ยนเป็นบันทึก voltammogram ของสารละลายทองแดง(II) เข้มข้น 1.00×10^{-4} M ปริมาตร 20.00 mL

ผลการทดลอง

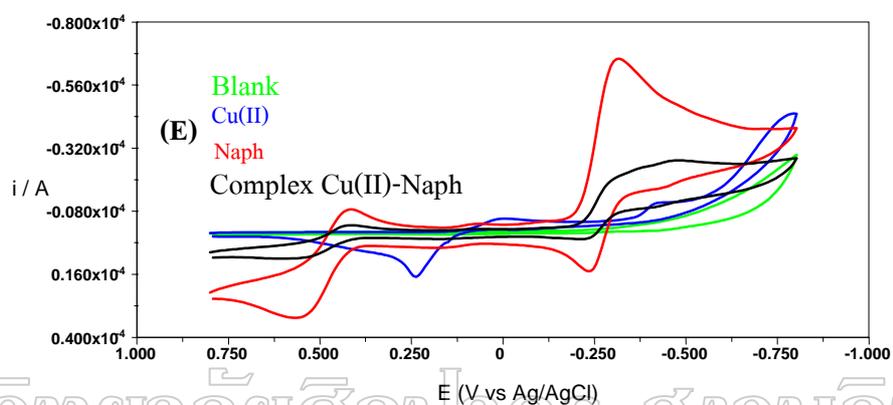
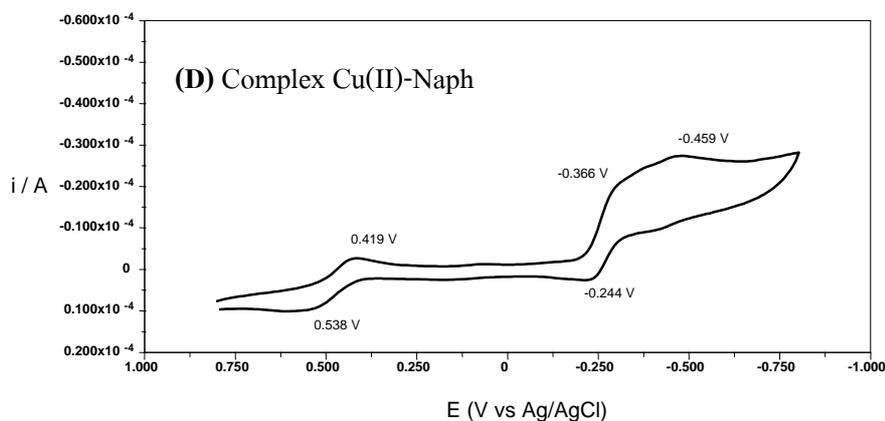
Cyclic Voltammograms จากการตอบสนองของขั้ว CPE (V vs Ag/AgCl) ต่อ สารละลาย ทองแดง(II), สารละลายแวนาธาซีน และสารประกอบเชิงซ้อนทองแดง(II) กับแวนาธาซีน ใน 0.10 M แอมโมเนียมอะซิเตต แสดงดังรูปที่ 3.6



รูปที่ 3.6 : Cyclic Voltammograms จากการตอบสนองของขั้ว CPE (V vs Ag/AgCl)

(A) แอมโมเนียมอะซิเตต เข้มข้น 0.10 M (B) สารละลายทองแดง(II) เข้มข้น 1.00×10^{-4} M

(C) สารละลายแวนาธาซีน เข้มข้น 2.14×10^{-4} M



มหาวิทยาลัยศิลปากร สงวนลิขสิทธิ์

รูปที่ 3.6(ต่อ) : Cyclic Voltammograms ของ (D) สารประกอบเชิงซ้อนทองแดง(II) กับ
 แนพธาซาริน (E) _____ แอมโมเนียมอะซิเตด เข้มข้น 0.10 M, _____ สารละลายแนพธาซาริน
 เข้มข้น 2.14×10^{-4} M, _____ สารละลายทองแดง(II) เข้มข้น 1.00×10^{-4} M
 และ _____ สารประกอบเชิงซ้อนทองแดง(II) กับแนพธาซาริน อัตราส่วนโดยโมลเป็น 1:2

ตารางที่ 3.2 ค่า I_p และ E_p จาก Cyclic Voltammograms ของการตอบสนองของขั้ว CPE ต่อ สารละลายแอมโมเนียมอะซิเตด เข้มข้น 0.10 M, สารละลายทองแดง(II) เข้มข้น 1.00×10^{-4} M, สารละลายแวนาธาซีน เข้มข้น 2.14×10^{-4} M และสารประกอบเชิงซ้อนทองแดง(II) กับแวนาธาซีน อัตราส่วนโดยโมลเป็น 1: 2

สารละลาย	I_p (μA) / E_p (V)			
	$I_{p_{c1}}$ (μA) / $E_{p_{c1}}$ (V)	$I_{p_{c2}}$ (μA) / $E_{p_{c2}}$ (V)	$I_{p_{a1}}$ (μA) / $E_{p_{a1}}$ (V)	$I_{p_{a2}}$ (μA) / $E_{p_{a2}}$ (V)
แอมโมเนียมอะซิเตด 0.10 M	-	-	-	-
สารละลายทองแดง (II) 1.00×10^{-4} M	-5.0 / -0.002	-11.30 / -0.430	17.0 / 0.237	-
สารละลาย แวนาธาซีน 2.14×10^{-4} M	-8.7 / 0.419	-65.90 / -0.311	32.10 / 0.546	14.80 / -0.239
สารประกอบเชิงซ้อน ทองแดง(II) กับ แวนาธาซีน	2.70 / 0.419	-24.00 / -0.366	9.60 / 0.538	2.50 / -0.244

จากตารางที่ 3.2 แสดงค่า I_p และ E_p จากการตอบสนองของขั้ว CPE ต่อ สารละลาย 0.10 M แอมโมเนียมอะซิเตด, สารละลายทองแดง(II) เข้มข้น 1.00×10^{-4} M, สารละลายแวนาธาซีน เข้มข้น 2.14×10^{-4} M และสารประกอบเชิงซ้อนทองแดง(II) กับแวนาธาซีน อัตราส่วนโดยโมลเป็น 1: 2 โดยพิจารณาจากรูป 3.6 A voltammogram ที่ได้ จะไม่ปรากฏพีคที่เกิดขึ้นสำหรับปฏิกิริยารีดักชันและออกซิเดชันของสารละลายแอมโมเนียมอะซิเตด เข้มข้น 0.10 M โดยพิจารณารูป 3.6 A เทียบกับรูป 3.6 B voltammogram ที่ได้ จะเห็นพีคที่เกิดขึ้นสำหรับปฏิกิริยารีดักชันและออกซิเดชันของสารละลายทองแดง(II) เข้มข้น 1.00×10^{-4} M ที่ตำแหน่ง $E_{p_{c1}}$, $E_{p_{c2}}$ เท่ากับ -0.002 และ -0.430 V ตามลำดับ ตำแหน่ง $E_{p_{a1}}$ เท่ากับ 0.237 V พิจารณารูป 3.6 A เทียบกับรูป 3.6 C voltammogram ที่ได้ จะเห็น พีคที่เกิดขึ้นสำหรับปฏิกิริยารีดักชันและออกซิเดชันของสารละลายแวนาธาซีนเข้มข้น 2.14×10^{-4} M ที่ตำแหน่ง $E_{p_{c1}}$, $E_{p_{c2}}$ เท่ากับ 0.419 และ -0.311 V ตามลำดับ

ตำแหน่ง E_{pa1} , E_{pa2} เท่ากับ 0.546 และ -0.239 V ตามลำดับ พิจารณารูป 3.6 A เทียบกับรูป 3.6 D voltammogram ที่ได้ จะเห็นพีคที่เกิดขึ้นสำหรับปฏิกิริยารีดักชันและออกซิเดชันของสารประกอบเชิงซ้อนทองแดง(II) กับแอนทราซาริน ที่ตำแหน่ง E_{pc1} , E_{pc2} เท่ากับ 0.419 V และ -0.366 V ตำแหน่ง E_{pa1} , E_{pa2} เท่ากับ 0.538 และ -0.224 V ตามลำดับ เมื่อพิจารณาผลการทดลองทั้งหมด ในรูป 3.6 E จะเห็นว่าพีคที่เกิดขึ้นสำหรับปฏิกิริยารีดักชันและออกซิเดชันของสารประกอบเชิงซ้อนทองแดง(II) กับแอนทราซาริน มีความสูงของพีคต่ำกว่าพีคที่เกิดจากปฏิกิริยารีดักชันและออกซิเดชันของแอนทราซาริน เนื่องจากการเกิดสารประกอบเชิงซ้อนระหว่างสารละลายทองแดง(II) และ สารละลายแอนทราซาริน โดยจะไม่ปรากฏพีคสำหรับปฏิกิริยารีดักชันและออกซิเดชันของทองแดง(II) อีกต่อไป แสดงว่าไอออนของทองแดง(II) เกิดเป็นสารประกอบเชิงซ้อนจนหมดในสารละลายนี้

มหาวิทยาลัยศิลปากร สงวนลิขสิทธิ์

3.4.2 การตอบสนองของขั้ว 3.0 % Naph CME โดยเทคนิค Cyclic Voltammetry

วิธีทดลอง

ใช้ขั้ว 3.0% Naph CME ที่มีการขัดผิวขั้วก่อนใช้งานแล้ว และ เตรียมเซลล์ไฟฟ้าสำหรับศึกษา Cyclic Voltammetry ตามข้อ 3.3.2 ปิเปตสารละลายแอมโมเนียมอะซิเตต เข้มข้น 0.10 M จำนวน 25.00 mL ลงในตัวเซลล์ ปิดฝาพลาสติกพร้อมขั้วทั้งสาม โดยให้ขั้วจุ่มลงในสารละลาย ฟันก๊าซไนโตรเจน 3 นาที ดึงท่อฟันก๊าซไนโตรเจนเหนือสารละลายในเซลล์ ขณะบันทึก voltammogram โดยใช้วิธี Cyclic Voltammetry จาก program GPES ของเครื่อง Autolab 30 ที่สถานะต่างๆของเครื่องเป็นดังนี้

Potential

Start potential (V) : 1.2

First vertex potential (V) : -1

Second vertex potential (V) : 1.2

Step potential (V) : 0.008

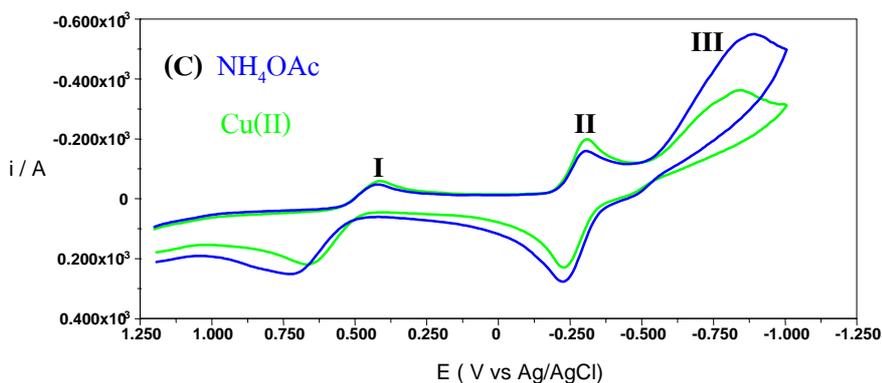
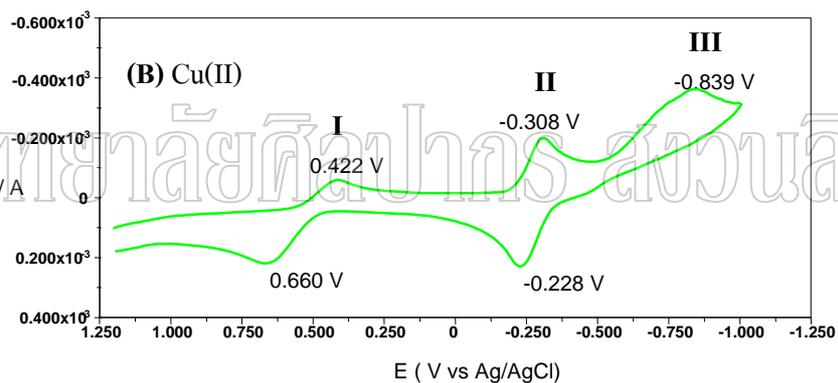
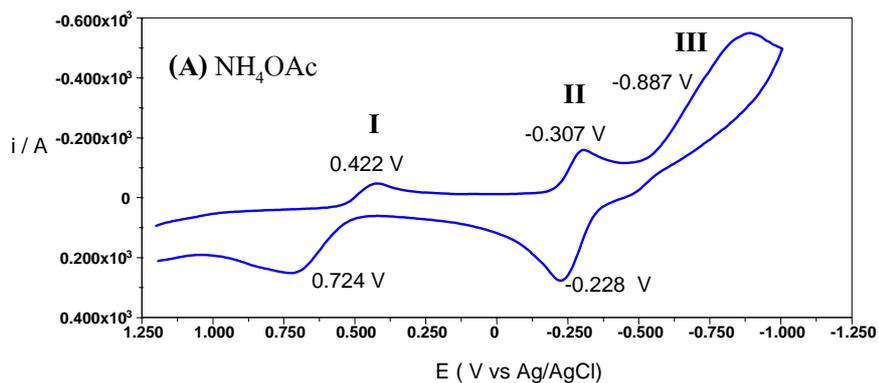
Scan rate (V/s) : 0.100008

Define start potential w.r.t. OCP : Off

หลังจากบันทึก voltammogram ของสารละลายแอมโมเนียมอะซิเตต เข้มข้น 0.10 M เสร็จแล้วให้นำฝาพลาสติกพร้อมขั้วทั้งสามและสายขั้วไนโตรเจนออก นำขั้วทั้งสามไปทำความสะอาด ดังการทดลองที่ 3.4.1 ก่อนใช้งานครั้งต่อไป จากนั้นทำการทดลองดังข้างต้นแต่เปลี่ยนเป็น บันทึก voltammogram ของสารละลายทองแดง(II) เข้มข้น 1.00×10^{-4} M ใน 0.10 M แอมโมเนียมอะซิเตต ปริมาตร 25.00 mL

ผลการทดลอง

Cyclic Voltammograms จากการตอบสนองของขั้ว 3.0 % Naph CME (V vs Ag/AgCl) ต่อสารละลายทองแดง(II) เข้มข้น 1.00×10^{-4} M ใน 0.10 M แอมโมเนียมอะซิเตต แสดงดังรูปที่ 3.7 และเมื่อเปรียบเทียบกับ การตอบสนองของขั้ว CPE จากตอนที่ 3.4.1 แสดงในรูปที่ 3.8

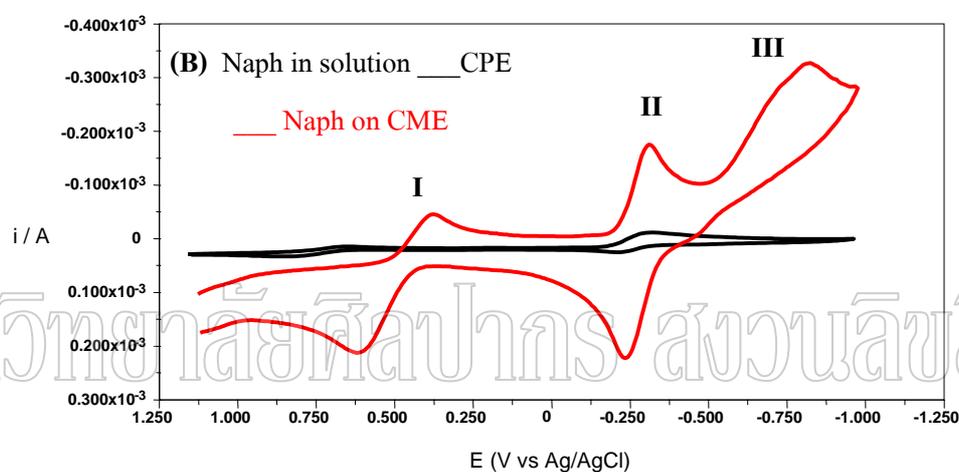
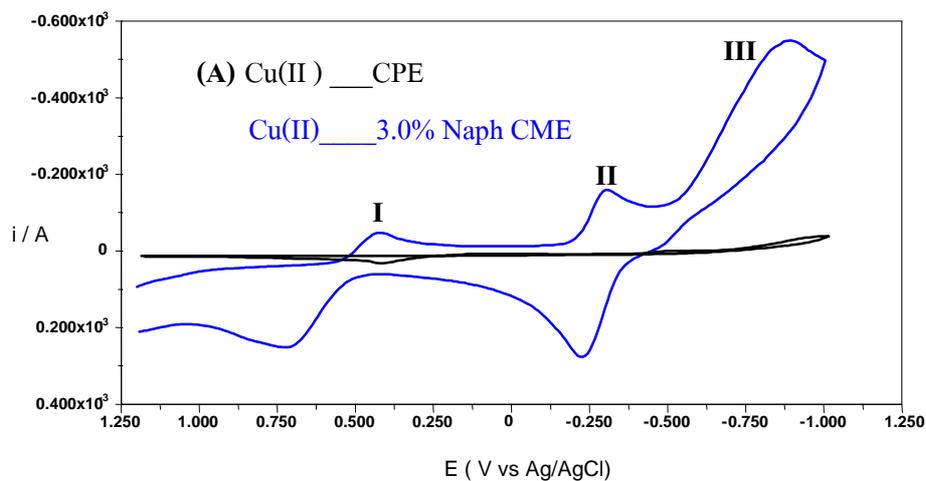


รูปที่ 3.7 : Cyclic Voltammograms จากการตอบสนองของขั้ว 3.0 % Naph CME (V vs Ag/AgCl)

(A) แอมโมเนียมอะซิเตต เข้มข้น 0.10 M (B) สารละลายทองแดง(II) เข้มข้น 1.00×10^{-4} M

(C) _____ แอมโมเนียมอะซิเตต เข้มข้น 0.10 M

_____ สารละลายทองแดง(II) เข้มข้น 1.00×10^{-4} M



รูปที่ 3.8 : Cyclic Voltammograms ของ (A) _____ การตอบสนองของขั้ว CPE และ _____ การตอบสนองของขั้ว 3.0 % Naph CME (V vs Ag/AgCl) ต่อสารละลายทองแดง(II) เข้มข้น 1.00×10^{-4} M (B) _____ การตอบสนองของขั้ว CPE ต่อ สารละลายแนพธาซาริน เข้มข้น 2.14×10^{-4} M, _____ การตอบสนองของขั้ว 3.0 % Naph CME ต่อสารละลาย แอม โมเนียมอะซิเตต เข้มข้น 0.10 M

ตารางที่ 3.3 ค่า I_p และ E_p จาก Cyclic Voltammograms ของการตอบสนองของขั้ว 3.0 % Naph CME ต่อสารละลายแอมโมเนียมอะซิเตต เข้มข้น 0.10 M และ สารละลายทองแดง (II) เข้มข้น 1.00×10^{-4} M

สารละลาย	$I_p(\mu A) / E_p(V)$				
	$I_{p_{c1}}(\mu A) / E_{p_{c1}}(V)$	$I_{p_{c2}}(\mu A) / E_{p_{c2}}(V)$	$I_{p_{c3}}(\mu A) / E_{p_{c3}}(V)$	$I_{p_{a1}}(\mu A) / E_{p_{a1}}(V)$	$I_{p_{a2}}(\mu A) / E_{p_{a2}}(V)$
แอมโมเนียมอะซิเตต 0.10 M	-48 / 0.422	159/ -0.307	199 / -0.887	252 / 0.724	277/ -0.228
สารละลายทองแดง (II) 1.00×10^{-4} M	-58 / 0.422	199/ -0.308	185 / 0.839	219 / 0.660	230/ -0.228

จาก Cyclic Voltammograms ในรูปที่ 3.6 และค่า I_p , E_p ของขั้ว 3.0% Naph CME ในตารางที่ 3.3 พบว่าปฏิกิริยารีดอกซ์ของ Naph ปรากฏชัดเจนเป็น สามปฏิกิริยา โดยปฏิกิริยาที่ I และ II มีลักษณะแบบผันกลับได้ โดยเกิดรีดักชัน ที่ศักย์ไฟฟ้า 0.422 และ -0.307 V และเกิดออกซิเดชันที่ 0.724 และ -0.228 V ตามลำดับ ขณะที่ปฏิกิริยารีดักชันที่ III ของ แนพทาชารินที่ -0.887 V มีลักษณะผันกลับไม่ได้ เมื่อมีการเกิดปฏิกิริยาของทองแดง(II) กับแนพทาชารินที่ผิวขั้ว พบว่าปฏิกิริยารีดักชันที่ III มีการลดลง เมื่อลองเปรียบเทียบสัญญาณการตอบสนองของขั้ว CPE (จากการทดลองตอนที่ 3.4.1) กับขั้ว 3.0% Naph CME แสดงในรูปที่ 3.7 พบว่าสัญญาณกระแสไฟฟ้าของขั้ว 3.0% Naph CME ที่สูงกว่าสัญญาณจาก CPE

อย่างไรก็ดีเพื่อยืนยันการเกิดปฏิกิริยาของสารประกอบเชิงซ้อนทองแดง(II) กับแนพทาชาริน ที่ขั้วจึงได้ทำการศึกษาด้วยเทคนิค Differential Pulse Stripping Voltammetry ซึ่งให้ sensitivity ที่สูงกว่าเทคนิค Cyclic Voltammetry ต่อไป

3.4.3 การตอบสนองของขั้ว 3.0 % Naph CME โดยเทคนิค Differential Pulse Stripping

Voltammetry

วิธีทดลอง

การทดลองจะแบ่งเป็น 2 ขั้นตอน ดังต่อไปนี้

ขั้นที่ 1 Preconcentration ใช้ขั้ว 3.0 % Naph CME ที่มีการขัดผิวขั้วก่อนใช้งานแล้ว จุ่มตัวขั้วใช้งานลงในสารละลายแอมโมเนียมอะซิเตด เข้มข้น 0.10 M จำนวน 10.00 mL ในบีกเกอร์ ขนาด 50 mL คนสารละลายด้วย magnetic stirrer ที่ความเร็ว 750 รอบ / นาที เป็นเวลา 5 นาที นำขั้ว 3.0 % Naph-CME ล้างด้วยน้ำปราศจากไอออน แล้วจุ่มขั้วอีกครั้งใน แอมโมเนียมอะซิเตด เข้มข้น 0.10 M คนสารละลายด้วย magnetic stirrer ที่ความเร็วเท่าเดิม เป็นเวลา 1 นาที จากนั้นซับตัวขั้วด้วยกระดาษทิชชู

ขั้นที่ 2 Stripping เตรียมเซลล์ไฟฟ้าสำหรับศึกษา Differential Pulse Stripping Voltammetry ตามข้อ 3.3.2 โดยนำขั้วใช้งานจากขั้นที่ 1 มาจุ่มในสารละลาย แอมโมเนียมอะซิเตด เข้มข้น 0.10 M ปริมาตร 20.00 mL ลงในถ้วยเซลล์ ปิดฝาพลาสติกพร้อมจุ่มขั้วอ้างอิงและขั้วช่วยในสารละลายที่พ่นก๊าซไนโตรเจนไว้แล้ว 3 นาที พ่นก๊าซไนโตรเจนเหนือสารละลายขณะบันทึก voltammogram โดยใช้ วิธี Differential Pulse Voltammetry จาก program GPES ของเครื่อง Autolab 30 ที่สภาวะต่างๆ ของเครื่องเป็นดังนี้

Potentials

Initial potential (V) : 0.8

End potential (V) : -0.8

Step potential(V) : 0.0051

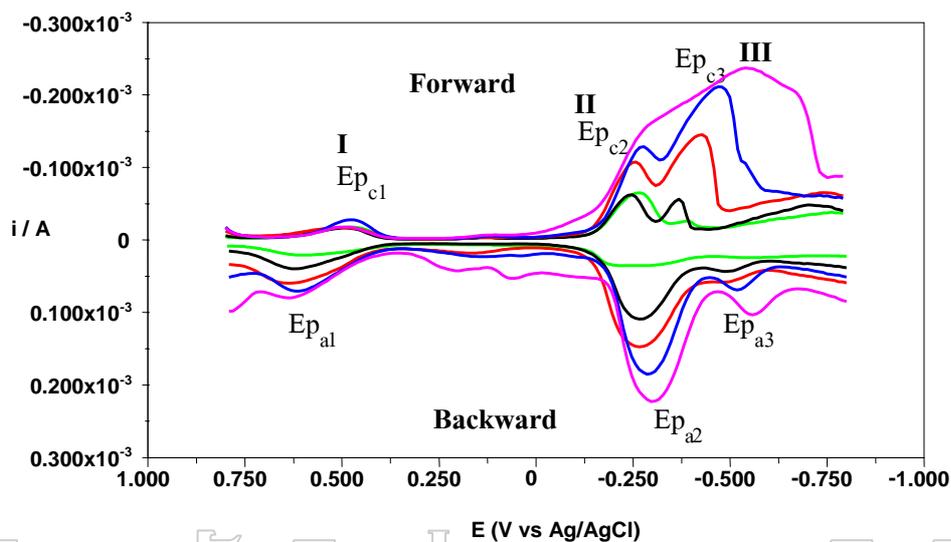
Modulation amplitude (V) : 0.04995

Standby potential (V) :0.8

จากนั้น scan ศักย์ไฟฟ้ากลับทันทีจาก -0.80 V ถึง 0.80 V บันทึก voltammogram ทำการทดลองซ้ำทุกขั้นตอนแต่ในขั้น Preconcentration เปลี่ยนจากสารละลายแอมโมเนียมอะซิเตด เข้มข้น 0.10M เป็นสารละลายทองแดง(II) เข้มข้น 1.00×10^{-6} , 5.00×10^{-6} , 1.00×10^{-5} และ 1.00×10^{-4} M ใน 0.10 M แอมโมเนียมอะซิเตด ตามลำดับ

ผลการทดลอง

Differential Pulse Stripping Voltammograms จากการตอบสนองของขั้ว 3.0% Naph CME (V vs Ag/AgCl) ต่อสารละลายแอมโมเนียมอะซิเตด เข้มข้น 0.10 M และสารละลายทองแดง(II) ที่ความเข้มข้นต่างๆ หลังการทำ Preconcentration นาน 5 นาที แสดงดังรูปที่ 3.9



มหาวิทยาลัยศิลปากร สงวนลิขสิทธิ์

รูปที่ 3.9 : Differential Pulse Stripping Voltammograms จากการตอบสนองของขั้ว 3.0% Naph CME (V vs Ag/AgCl) ต่อ _____ สารละลายแอมโมเนียมอะซิเตด เข้มข้น 0.10 M, สารละลายทองแดง(II) เข้มข้น _____ 1.00×10^{-6} M, _____ 5.00×10^{-6} M, _____ 1.00×10^{-5} M, _____ 1.00×10^{-4} M หลังการทำ Preconcentration นาน 5 นาที

ตารางที่ 3.4 ค่า I_p และ E_p ของการตอบสนองของขั้ว 3.0 % Naph CME ต่อสารละลาย 0.10 M แอมโมเนียมอะซิเตต และสารละลายทองแดง(II) ที่ความเข้มข้นต่างๆ

สารละลาย	$I_p(\mu\text{A}) / E_p(\text{V})$					
	$I_{p_{c1}}(\mu\text{A})$ / $E_{p_{c1}}(\text{V})$	$I_{p_{c2}}(\mu\text{A})$ / $E_{p_{c2}}(\text{V})$	$I_{p_{c3}}(\mu\text{A})$ / $E_{p_{c3}}(\text{V})$	$I_{p_{a1}}(\mu\text{A})$ / $E_{p_{a1}}(\text{V})$	$I_{p_{a2}}(\mu\text{A})$ / $E_{p_{a2}}(\text{V})$	$I_{p_{a3}}(\mu\text{A})$ / $E_{p_{a3}}(\text{V})$
แอมโมเนียม- อะซิเตต 0.10 M	-18.2/ 0.476	-65.0/ -0.266	-26.2/ -0.389	20.6/ 0.602	35.5/- 0.255	25.1/ -0.548
ทองแดง(II) 1.00×10^{-6} M	-20.0/ 0.490	-60/ -0.240	-56/ -0.367	39/ 0.624	108/ -0.266	44/ -0.487
ทองแดง(II) 5.00×10^{-6} M	-18/ 0.504	-108/ -0.252	-146/ -0.425	59/ 0.635	147/ -0.270	58/ -0.490
ทองแดง(II) 1.00×10^{-5} M	-30/ 0.479	-130/ -0.270	-210/ -0.469	70/ 0.620	180/ -0.291	70/ -0.519
ทองแดง(II) 1.00×10^{-4} M	-20/ 0.494	-	-240/ -0.541	80/ 0.642	220/ -0.298	100/ -0.599

จากตารางที่ 3.4 แสดงค่า I_p และ E_p จากการตอบสนองของขั้ว 3.0 % Naph CME ด้วยเทคนิค Differential Pulse Stripping Voltammetry โดยมีขั้นตอน preconcentration และเปลี่ยน medium สำหรับขั้นตอน stripping พบว่าปฏิกิริยาที่ II และ III ของ แนพธาซาริน แสดงการเปลี่ยนแปลงค่ากระแสอย่างชัดเจนแสดงถึงการเกิดสารประกอบเชิงซ้อนระหว่างทองแดง(II) กับแนพธาซารินโดยที่พีคของปฏิกิริยารีดักชันที่ III และปฏิกิริยาออกซิเดชันที่ II และ III มีค่ากระแสเพิ่มขึ้นตามปริมาณทองแดง(II) ที่ถูกสะสมบนขั้วด้วยการเกิดสารประกอบเชิงซ้อนกับแนพธาซารินได้มากขึ้น

3.5 การศึกษาสถานะสำหรับการตอบสนองของขั้วประติมาตรโดยวิธี Potentiometry

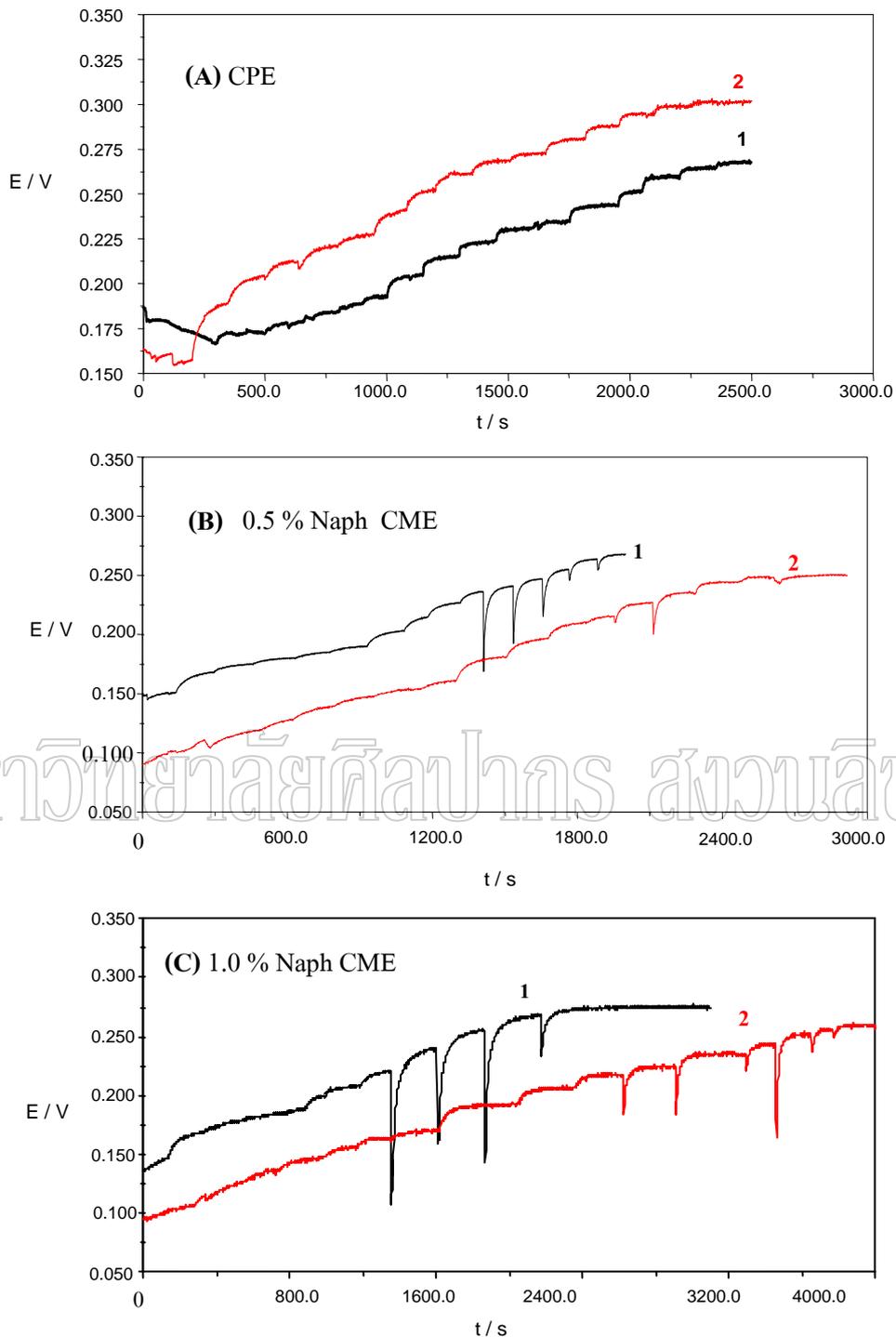
3.5.1 ผลของปริมาณ แนนพาทาซารินในขั้ว CME ด้วย Batch method

วิธีทดลอง

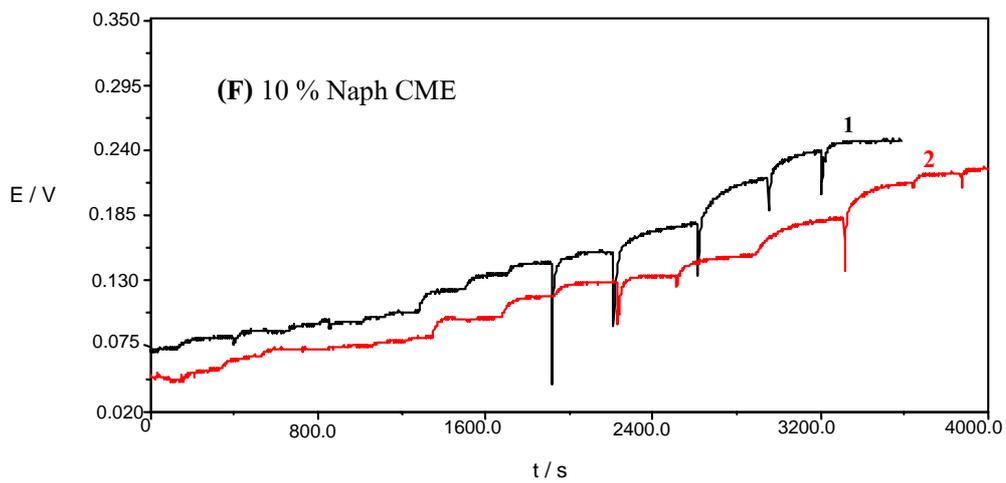
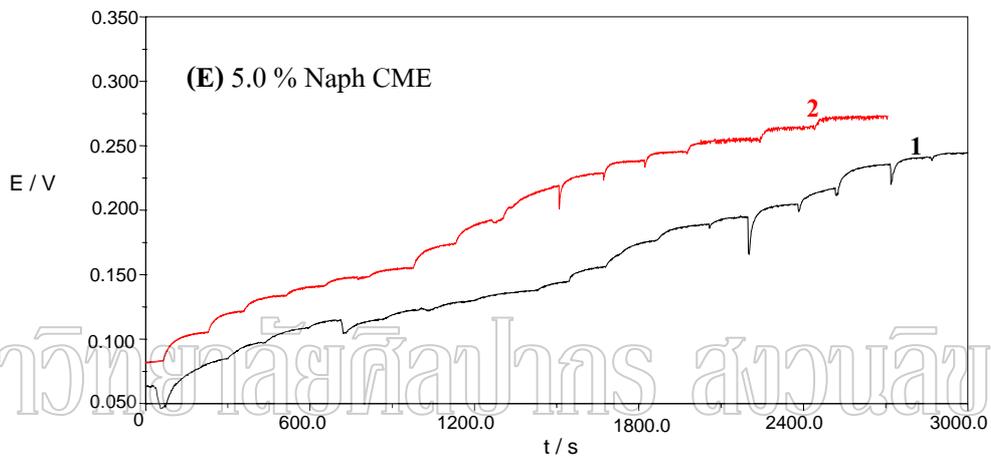
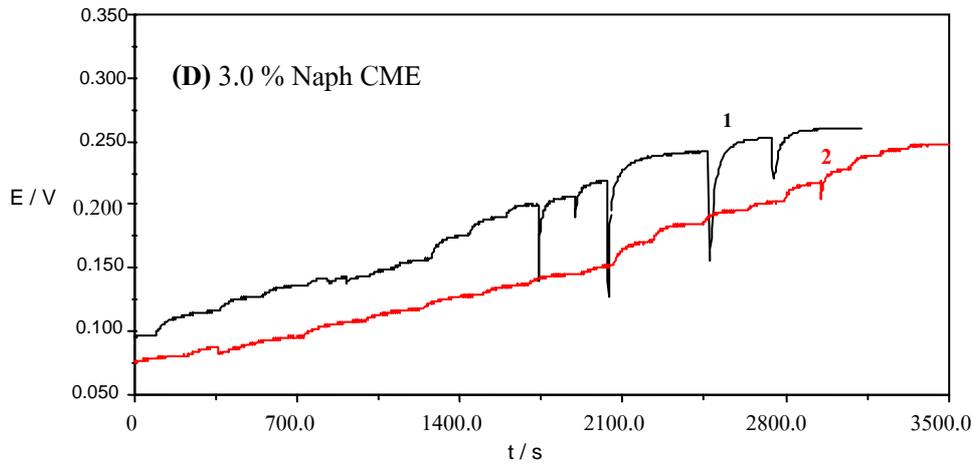
ใช้ขั้ว CPE, Naph CME ที่มีการขัดผิวขั้วก่อนใช้งาน นำสารละลาย แอมโมเนียมอะซิเตต เข้มข้น 0.10 M จำนวน 100.0 mL ลงในบีกเกอร์ขนาด 250 mL วัดศักย์ไฟฟ้า เทียบกับ Ag/AgCl พร้อมทั้งคนสารละลายด้วย magnetic stirrer ที่อัตราเร็ว 500 รอบ / นาที ของ จนได้สัญญาณที่คงที่ แล้วจึงเปิดสารละลายทองแดง(II) เข้มข้น 1.00×10^{-2} M ใน 0.10 M แอมโมเนียมอะซิเตต เดิมลงไป เพื่อให้ได้ความเข้มข้นสุดท้ายในเซลล์ตั้งแต่ 2.00×10^{-6} ถึง 2.90×10^{-3} M ตามลำดับ แสดงดังตารางที่ 3.5 บันทึกค่าศักย์ไฟฟ้าเทียบกับเวลาโดยใช้เครื่อง Autolab 30 ด้วยโปรแกรม Chrono method (interval time > 0.1 s), Potentiometry (zero current) วัดค่าศักย์ไฟฟ้าเมื่อสัญญาณของสารละลายแต่ละความเข้มข้นคงที่

ผลการทดลอง

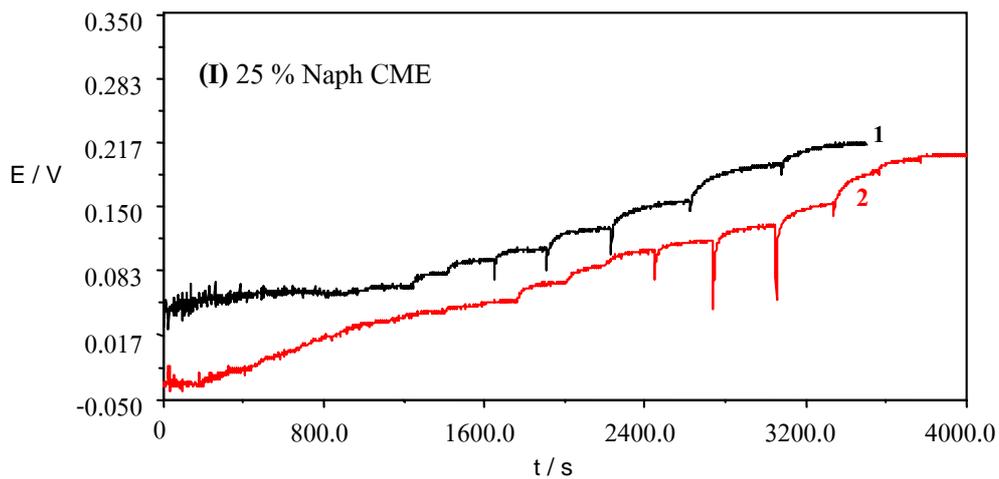
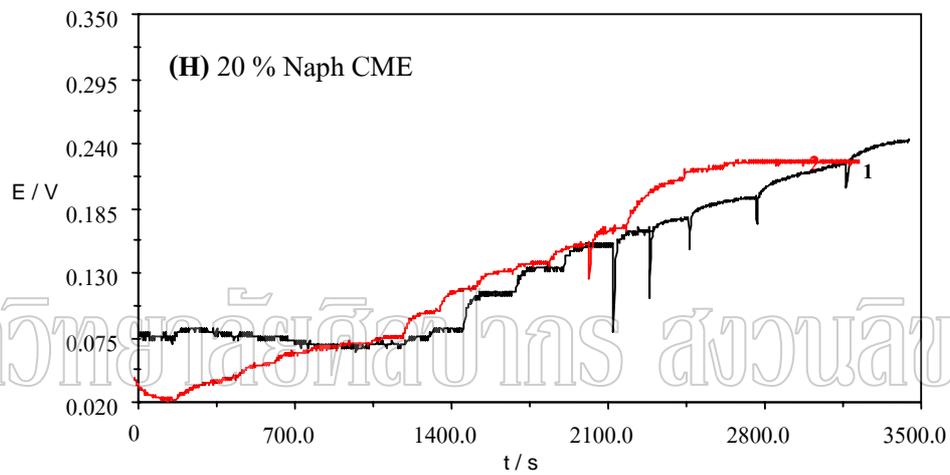
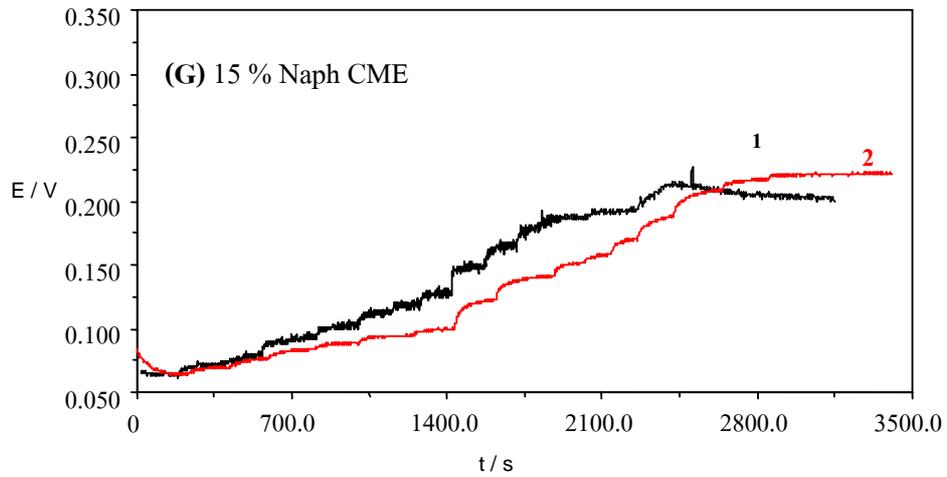
สัญญาณศักย์ไฟฟ้าจากการตอบสนองของขั้ว CPE และ Naph CME ที่มีเปอร์เซ็นต์แนนพาทาซารินต่างๆ กัน (V vs Ag/AgCl) ต่อสารละลายทองแดง(II) ใน 0.10 M แอมโมเนียมอะซิเตต แสดงดังรูปที่ 3.10 ค่าศักย์ไฟฟ้าที่วัดได้แสดงในตารางที่ 3.6 กราฟระหว่าง ค่าศักย์ไฟฟ้ากับ log activity ของสารละลายทองแดง(II) แสดงในรูปที่ 3.11 สรุป working curve characteristics ที่ได้จากขั้วต่างๆ แสดงในตารางที่ 3.7



รูปที่ 3.10 : สัญญาณศักย์ไฟฟ้าจากการตอบสนองของขั้ว CPE และ Naph CME ที่มีเปอร์เซ็นต์แนพธาซีนต่างๆ (V vs Ag/AgCl) ต่อสารละลายทองแดง(II) ใน 0.10 M แอมโมเนียมอะซิเตด (A) ขั้ว CPE (B) 0.5 % Naph CME (C) ขั้ว 1.0 % Naph CME หมายเลขบนกราฟแสดงครั้งที่ทดลอง



รูปที่ 3.10 (ต่อ) : สัญญาณศักย์ไฟฟ้าจากการตอบสนองของ (D) ขี้วัว 3.0 % Naph CME
(E) ขี้วัว 5.0 % Naph CME (F) ขี้วัว 10 % Naph CME หมายเลขบนกราฟแสดงครั้งที่ทดลอง



รูปที่ 3.10 (ต่อ) : สัญญาณศักย์ไฟฟ้าจากการตอบสนองของ (G) ขั้ว 15% Naph CME (H) ขั้ว 20% Naph CME (I) ขั้ว 25% Naph CME หมายเลขบนกราฟแสดงครั้งที่ทดลอง

ตารางที่ 3.5 การเตรียมสารละลายทองแดง(II) ความเข้มข้นต่างๆ ใน 0.10 M แอมโมเนียมอะซิเตต และ ค่า activity ของสารละลายที่เตรียมได้

ปริมาตรที่ใช้ของ สารละลายทองแดง (II) 1.00×10^{-2} M	ความเข้มข้นสุดท้าย (M) ของ สารละลายทองแดง(II) ใน 0.10 M แอมโมเนียมอะซิเตต 100.00 mL	Activity	$\log a_{\text{Cu(II)}}$
20 μL	2.00×10^{-6}	4.00×10^{-7}	-6.40
30 μL	5.00×10^{-6}	2.00×10^{-6}	-5.70
40 μL	9.00×10^{-6}	3.60×10^{-6}	-5.44
50 μL	1.40×10^{-5}	5.60×10^{-6}	-5.25
65 μL	2.05×10^{-5}	8.20×10^{-6}	-5.10
100 μL	3.04×10^{-5}	1.22×10^{-5}	-4.91
300 μL	6.01×10^{-5}	2.40×10^{-5}	-4.62
500 μL	1.09×10^{-4}	4.36×10^{-5}	-4.36
800 μL	1.87×10^{-4}	7.48×10^{-5}	-4.13
1.00 mL	2.82×10^{-4}	1.13×10^{-4}	-3.95
3.00 mL	5.58×10^{-4}	2.23×10^{-4}	-3.65
5.00 mL	9.83×10^{-3}	3.93×10^{-4}	-3.41
10.00 mL	1.73×10^{-3}	6.92×10^{-4}	-3.16
10.00 mL	2.36×10^{-3}	9.44×10^{-4}	-3.03
10.00 mL	2.90×10^{-3}	1.16×10^{-3}	-2.94

ตารางที่ 3.6 ค่าศักย์ไฟฟ้าของสารละลายทองแดง(II) ใน 0.10 M แอมโมเนียมอะซิเตด ที่ใช้ขั้ว CPE และ Naph CME ที่มีเปอร์เซ็นต์เบนพราซารินต่างๆ เป็นขั้วอินดิเคเตอร์

ความเข้มข้นของสารละลาย ทองแดง(II) (M)	ค่าศักย์ไฟฟ้าของสารละลายทองแดง(II) ใน 0.10 M แอมโมเนียมอะซิเตด (V vs Ag/AgCl)	
	CPE	
	ครั้งที่ 1	ครั้งที่ 2
2.00×10^{-6}	0.170	0.188
5.00×10^{-6}	0.175	0.205
9.00×10^{-6}	0.183	0.212
1.40×10^{-5}	0.188	0.221
2.05×10^{-5}	0.190	0.227
3.04×10^{-5}	0.202	0.241
6.01×10^{-5}	0.215	0.252
1.09×10^{-4}	0.223	0.261
1.84×10^{-4}	0.225	0.268
2.82×10^{-4}	0.230	0.273
5.58×10^{-4}	0.247	0.281
5.83×10^{-3}	0.250	0.287
1.73×10^{-3}	0.264	0.297
2.36×10^{-3}	0.268	0.299
2.90×10^{-3}	0.270	0.301

ตารางที่ 3.6 (ต่อ)

ความเข้มข้นของ สารละลายทองแดง(II) (M)	ค่าศักย์ไฟฟ้าของสารละลายทองแดง(II) ใน 0.10M แอมโมเนียมอะซิเตด (V vs Ag/AgCl)			
	0.5 % Naph CME		1.0 % Naph CME	
	ครั้งที่ 1	ครั้งที่ 2	ครั้งที่ 1	ครั้งที่ 2
2.00×10^{-6}	0.168	0.118	0.169	0.126
5.00×10^{-6}	0.175	0.128	0.174	0.136
9.00×10^{-6}	0.179	0.138	0.178	0.147
1.40×10^{-5}	0.185	0.147	0.182	0.155
2.05×10^{-5}	0.190	0.154	0.185	0.160
3.04×10^{-5}	0.202	0.161	0.188	0.169
6.01×10^{-5}	0.214	0.181	0.200	0.192
1.09×10^{-4}	0.227	0.197	0.211	0.206
1.84×10^{-4}	0.236	0.209	0.221	0.216
2.82×10^{-4}	0.240	0.215	0.225	0.225
5.58×10^{-4}	0.246	0.226	0.238	0.235
5.83×10^{-3}	0.255	0.235	0.251	0.243
1.73×10^{-3}	0.263	0.244	0.262	0.251
2.36×10^{-3}	0.268	0.248	0.268	0.257
2.90×10^{-3}	-	0.250	-	0.259

ตารางที่ 3.6 (ต่อ)

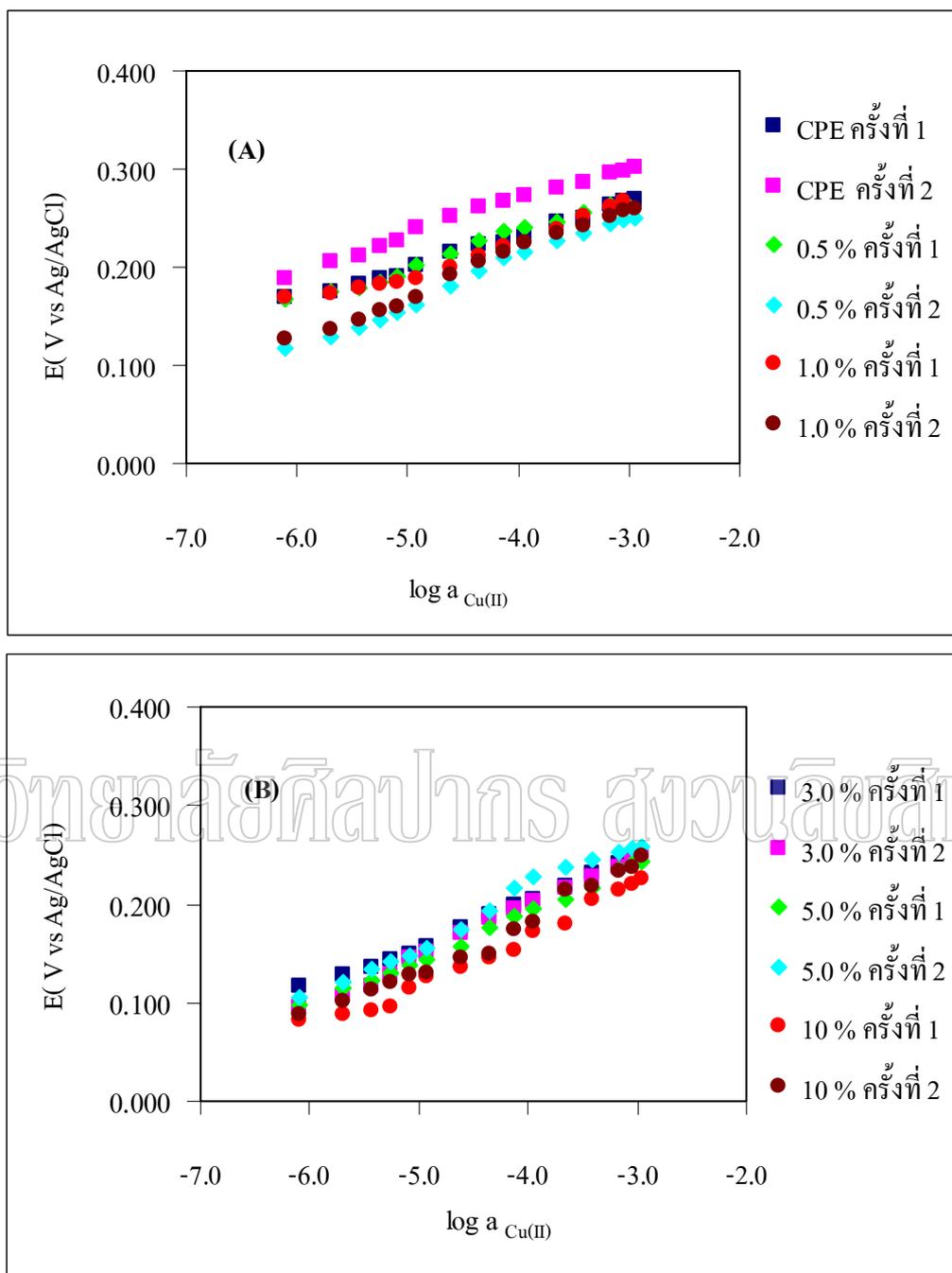
ความเข้มข้นของ สารละลายทองแดง(II) (M)	ค่าศักย์ไฟฟ้าของสารละลายทองแดง(II) ใน 0.10 M แอมโมเนียมอะซิเตต (V vs Ag/AgCl)			
	3.0 % Naph CME		5.0 % Naph CME	
	ครั้งที่ 1	ครั้งที่ 2	ครั้งที่ 1	ครั้งที่ 2
2.00×10^{-6}	0.116	0.080	0.097	0.105
5.00×10^{-6}	0.128	0.108	0.115	0.121
9.00×10^{-6}	0.135	0.117	0.122	0.134
1.40×10^{-5}	0.143	0.128	0.130	0.141
2.05×10^{-5}	0.149	0.145	0.138	0.148
3.04×10^{-5}	0.156	0.151	0.144	0.155
6.01×10^{-5}	0.176	0.171	0.156	0.174
1.09×10^{-4}	0.190	0.185	0.176	0.193
1.84×10^{-4}	0.199	0.196	0.188	0.216
2.82×10^{-4}	0.205	0.202	0.195	0.228
5.58×10^{-4}	0.219	0.217	0.205	0.238
5.83×10^{-3}	0.231	0.228	0.216	0.245
1.73×10^{-3}	0.241	0.238	0.235	0.252
2.36×10^{-3}	0.247	0.244	0.241	0.256
2.90×10^{-3}	0.250	0.247	0.244	0.259

ตารางที่ 3.6 (ต่อ)

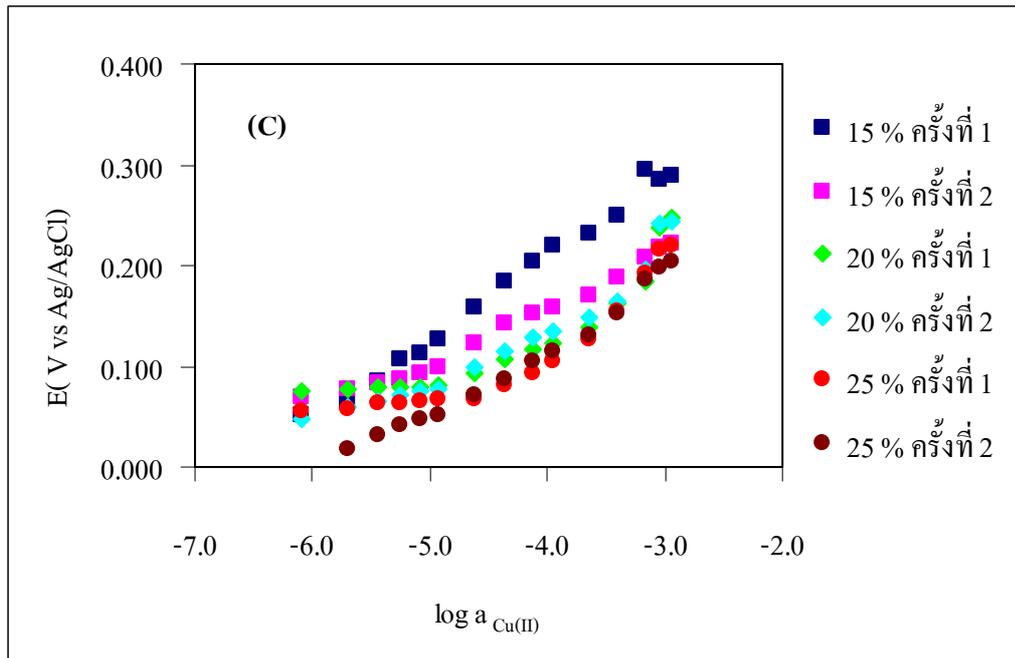
ความเข้มข้นของ สารละลายทองแดง(II) (M)	ค่าศักย์ไฟฟ้าของสารละลายทองแดง(II) ใน 0.10 M แอมโมเนียมอะซิเตด (V vs Ag/AgCl)			
	10 % Naph CME		15 % Naph CME	
	ครั้งที่ 1	ครั้งที่ 2	ครั้งที่ 1	ครั้งที่ 2
2.00×10^{-6}	0.082	0.088	0.052	0.069
5.00×10^{-6}	0.088	0.101	0.065	0.077
9.00×10^{-6}	0.092	0.113	0.086	0.084
1.40×10^{-5}	0.096	0.120	0.107	0.088
2.05×10^{-5}	0.114	0.129	0.112	0.094
3.04×10^{-5}	0.126	0.130	0.126	0.099
6.01×10^{-5}	0.135	0.145	0.159	0.122
1.09×10^{-4}	0.146	0.150	0.184	0.142
1.84×10^{-4}	0.154	0.175	0.204	0.152
2.82×10^{-4}	0.172	0.182	0.219	0.158
5.58×10^{-4}	0.180	0.215	0.232	0.170
5.83×10^{-3}	0.204	0.218	0.250	0.188
1.73×10^{-3}	0.215	0.234	0.314	0.208
2.36×10^{-3}	0.220	0.238	0.286	0.217
2.90×10^{-3}	0.225	0.349	0.290	0.222

ตารางที่ 3.6 (ต่อ)

ความเข้มข้นของ สารละลายทองแดง(II) (M)	ค่าศักย์ไฟฟ้าของสารละลายทองแดง(II) ใน 0.10 M แอมโมเนียมอะซิเตต (V vs Ag/AgCl)			
	20 % Naph CME		25 % Naph CME	
	ครั้งที่ 1	ครั้งที่ 2	ครั้งที่ 1	ครั้งที่ 2
2.00×10^{-6}	0.075	0.048	0.055	-0.020
5.00×10^{-6}	0.078	0.059	0.058	0.018
9.00×10^{-6}	0.079	0.066	0.064	0.031
1.40×10^{-5}	0.079	0.072	0.061	0.042
2.05×10^{-5}	0.080	0.075	0.061	0.047
3.04×10^{-5}	0.082	0.078	0.067	0.052
6.01×10^{-5}	0.093	0.099	0.067	0.072
1.09×10^{-4}	0.106	0.115	0.081	0.088
1.84×10^{-4}	0.117	0.128	0.094	0.104
2.82×10^{-4}	0.123	0.135	0.105	0.114
5.58×10^{-4}	0.138	0.148	0.126	0.130
5.83×10^{-3}	0.163	0.165	0.155	0.153
1.73×10^{-3}	0.185	0.196	0.193	0.186
2.36×10^{-3}	0.237	0.241	0.215	0.198
2.90×10^{-3}	0.246	0.244	0.219	0.203



รูปที่ 3.11: กราฟความสัมพันธ์ระหว่างค่าศักย์ไฟฟ้า กับ \log activity ของสารละลายทองแดง(II) ใน 0.10 M แอมโมเนียมอะซิเตด ที่ใช้ขั้ว CPE และ Naph CME ที่มีเปอร์เซ็นต์แนพทาลีน ต่างๆ เป็นขั้วใช้งาน (A) CPE, 0.5 -1.0 % Naph CME (B) 3.0-10 % Naph CME



รูปที่ 3.11 (ต่อ): Naph CME ที่มีเปอร์เซ็นต์ แนพธาซารินเป็น (C) 15-25 % Naph CME

มหาวิทยาลัยศิลปากร สงวนลิขสิทธิ์

ตารางที่ 3.7 Working curve characteristics จาก Batch method ที่ใช้หัว CPE, Naph CME ที่มีเปอร์เซ็นต์เนฟทาซารินต่างๆ เป็นหัวอินดิเคเตอร์

ชนิดหัว	ครั้งที่	ช่วงความเข้มข้นที่เป็น เส้นตรง (M)	สมการเส้นตรง	r^2
CPE	1	$2.00 \times 10^{-6} - 2.90 \times 10^{-3}$	$y = 0.0338x + 0.3680$	0.9886
		$5.00 \times 10^{-6} - 2.90 \times 10^{-3}$	$y = 0.0350x + 0.3729$	0.9925
	2	$2.00 \times 10^{-6} - 2.90 \times 10^{-3}$	$y = 0.0350x + 0.3729$	0.9931
		$3.04 \times 10^{-6} - 2.90 \times 10^{-3}$	$y = 0.0304x + 0.3908$	0.9965
0.5 % Naph CME	1	$2.00 \times 10^{-6} - 2.36 \times 10^{-3}$	$y = 0.0354x + 0.3766$	0.9856
		$9.00 \times 10^{-6} - 2.82 \times 10^{-3}$	$y = 0.0435x + 0.4146$	0.9929
	2	$2.00 \times 10^{-6} - 2.90 \times 10^{-3}$	$y = 0.0454x + 0.3890$	0.9909
		$9.00 \times 10^{-6} - 2.82 \times 10^{-3}$	$y = 0.0542x + 0.4310$	0.9953
	1	$2.00 \times 10^{-6} - 2.36 \times 10^{-3}$	$y = 0.0343x + 0.3646$	0.9672
1.0 % Naph CME	2	$3.64 \times 10^{-5} - 2.36 \times 10^{-3}$	$y = 0.0423x + 0.3950$	0.9965
		$2.00 \times 10^{-6} - 2.90 \times 10^{-3}$	$y = 0.0455x + 0.3982$	0.9894
		$6.01 \times 10^{-5} - 2.90 \times 10^{-3}$	$y = 0.0390x + 0.3756$	0.9927
3.0 % Naph CME	1	$2.00 \times 10^{-6} - 2.90 \times 10^{-3}$	$y = 0.0451x + 0.3835$	0.9947
		$5.00 \times 10^{-6} - 2.90 \times 10^{-3}$	$y = 0.0464x + 0.3883$	0.9969
	2	$2.00 \times 10^{-6} - 2.90 \times 10^{-3}$	$y = 0.0526x + 0.4077$	0.9929
		$5.00 \times 10^{-6} - 2.90 \times 10^{-3}$	$y = 0.0515x + 0.4034$	0.9928
		$2.05 \times 10^{-5} - 2.90 \times 10^{-3}$	$y = 0.0479x + 0.3905$	0.9961

ตารางที่ 3.7 (ต่อ)

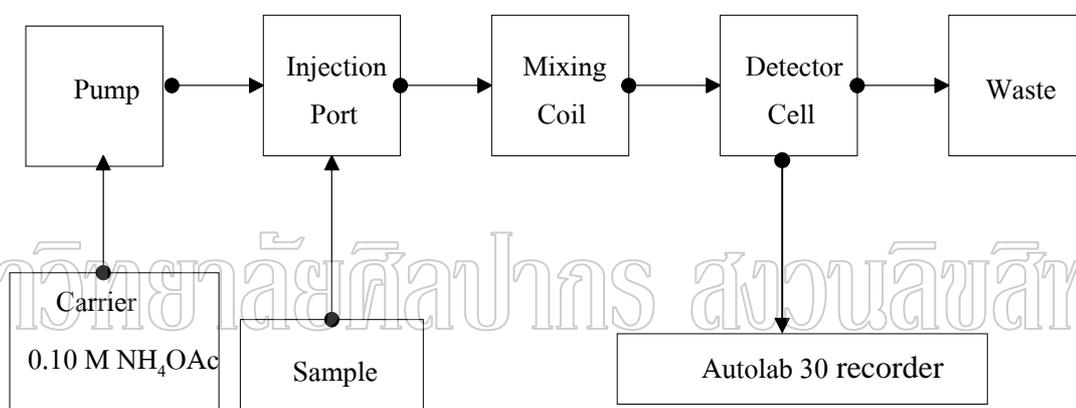
ชนิดขั้ว	ครั้งที่	ช่วงความเข้มข้นที่เป็นเส้นตรง (M)	สมการเส้นตรง	r^2
5.0 % Naph CME	1	$2.00 \times 10^{-6} - 2.90 \times 10^{-3}$	$y = 0.0477x + 0.3825$	0.9947
		$9.00 \times 10^{-6} - 2.90 \times 10^{-3}$	$y = 0.0495x + 0.3895$	0.9959
	2	$2.00 \times 10^{-6} - 2.90 \times 10^{-3}$	$y = 0.0529x + 0.4231$	0.9838
		$2.00 \times 10^{-6} - 6.01 \times 10^{-5}$	$y = 0.0304x + 0.3908$	0.9931
10 % Naph CPE	1	$2.00 \times 10^{-6} - 2.36 \times 10^{-3}$	$y = 0.0482x + 0.3734$	0.9846
		$2.00 \times 10^{-6} - 1.09 \times 10^{-4}$	$y = 0.0370x + 0.3137$	0.9902
	2	$2.00 \times 10^{-6} - 2.90 \times 10^{-3}$	$y = 0.0494x + 0.3664$	0.9806
		$2.05 \times 10^{-5} - 2.90 \times 10^{-3}$	$y = 0.0525x + 0.3784$	0.9878
15 % Naph CME	1	$2.00 \times 10^{-6} - 2.90 \times 10^{-3}$	$y = 0.0819x + 0.5371$	0.9907
		$5.00 \times 10^{-6} - 5.83 \times 10^{-3}$	$y = 0.0835x + 0.5420$	0.9929
	2	$2.00 \times 10^{-6} - 2.90 \times 10^{-3}$	$y = 0.0519x + 0.3671$	0.9769
		$1.40 \times 10^{-5} - 2.90 \times 10^{-3}$	$y = 0.0584x + 0.3914$	0.9928
25 % Naph CME	1	$2.00 \times 10^{-6} - 2.90 \times 10^{-3}$	$y = 0.0528x + 0.3399$	0.8241
		$6.01 \times 10^{-5} - 5.83 \times 10^{-3}$	$y = 0.0703x + 0.3874$	0.9749
	2	$2.00 \times 10^{-6} - 2.90 \times 10^{-3}$	$y = 0.0671x + 0.3890$	0.9820
		$2.05 \times 10^{-5} - 5.83 \times 10^{-3}$	$y = 0.0627x + 0.3624$	0.9947

จากตารางที่ 3.7 พบว่าขั้ว 3.0 % Naph CME ให้ค่า r^2 เข้าใกล้ 1 มากที่สุด ในช่วงความเข้มข้นของสารละลายทองแดง(II) ที่กว้างกว่า ขั้วชนิดอื่นๆ ดังนั้นจึงเลือกขั้ว 3.0 % Naph CME เป็นขั้วอินดิเคเตอร์ เพื่อนำไปศึกษาต่อด้วย FIA -Potentiometric detection ต่อไป

3.5.2 การศึกษาผลของตัวแปรต่างๆ ของ FIA –Potentiometric detection

วิธีทดลอง

เตรียมเซลล์ตามข้อ 3.3.4 และ Flow Injection System ตามรูปที่ 3.12 flow rate 1.0 mL/min และ sample injection volume 534 μL โดยใช้หัว 3.0 % Naph CME เป็นหัวอินดิเคเตอร์ และ Ag/AgCl ที่ประดิษฐ์เองเป็นหัวอ้างอิง โดยใช้เครื่อง Autolab 30 เป็น recorder ด้วยโปรแกรม Chrono method (interval time > 0.1 s), Potentiometry (zero current) วัดศักย์ไฟฟ้าของตัวกลาง 0.10 M แอมโมเนียมอะซิเตต จนได้สัญญาณที่คงที่ จากนั้นทำการ load และ inject สารละลายทองแดง(II) เข้มข้น 5.00×10^{-5} , 1.00×10^{-4} , 5.00×10^{-4} , 1.00×10^{-3} , 5.00×10^{-3} , 1.00×10^{-2} และ 5.00×10^{-2} ตามลำดับ ใน 0.10 M แอมโมเนียมอะซิเตต ซึ่งให้ค่า activity ดังในตารางที่ 3.8 ตามลำดับ



รูปที่ 3.12 แผนผัง Flow Injection System

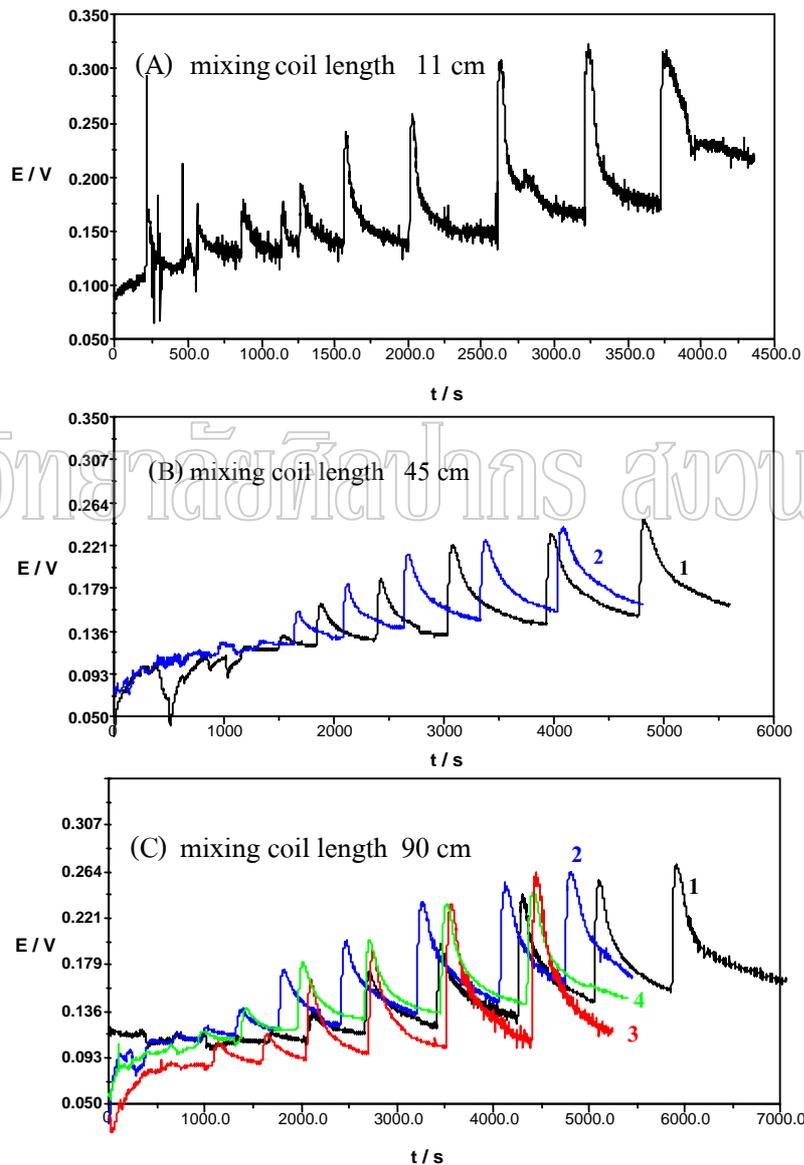
3.5.2.1 ผลของความยาว mixing coil

วิธีทดลอง

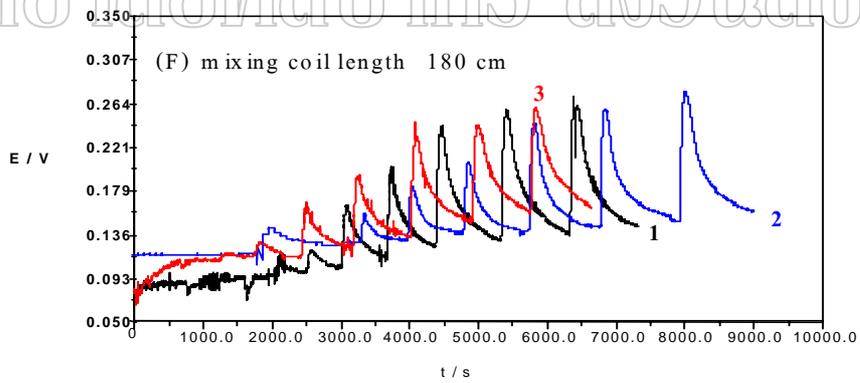
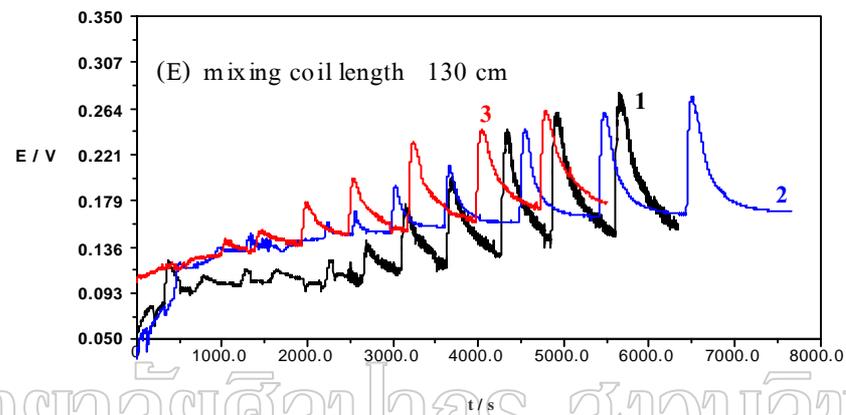
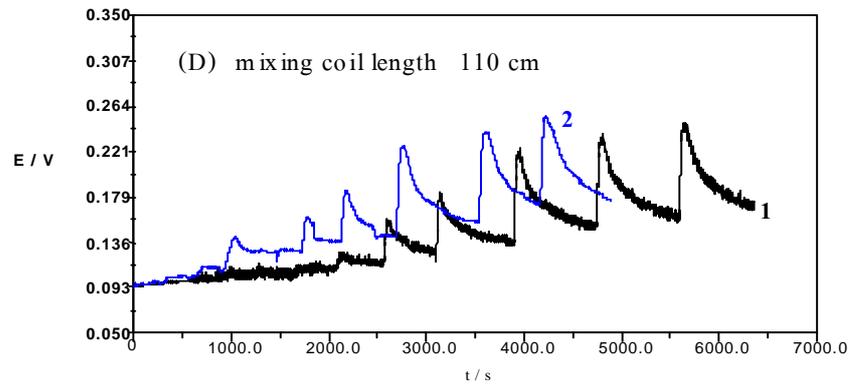
เปลี่ยนความยาวของ mixing coil (Microbore PTFE tubing, id 0.04 inch, od 0.066 inch, wall 0.012 inch) เป็น 9 ขนาดคือ 11, 45, 90, 110, 130, 180, 280, 380 cm ทำการบันทึกค่าศักย์ไฟฟ้าเทียบกับเวลาด้วยโปรแกรม Chrono method (interval time > 0.1s), Potentiometry (zero current) วัดความสูงพีค คือค่าศักย์ไฟฟ้าที่เป็นผลต่างค่าศักย์ไฟฟ้าที่ยอดพีค (E_p) กับค่าศักย์ไฟฟ้าที่ฐานพีค (E_b) ($E_p - E_b$) ของสารละลายทองแดง(II) แต่ละความเข้มข้น

ผลการทดลอง

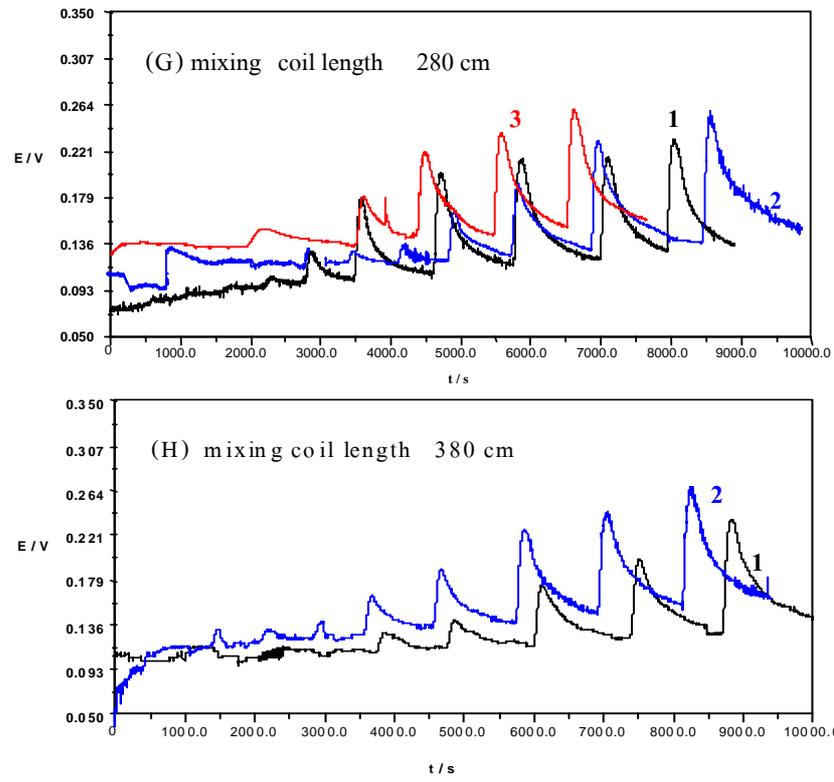
สัญญาณศักย์ไฟฟ้าจากการตอบสนองของขั้ว 3.0 % Naph CME (V vs Ag/AgCl) ต่อสารละลายทองแดง(II) ใน 0.10 M แอมโมเนียมอะซิเตต ที่ mixing coil ความยาวต่างๆ แสดงดังรูปที่ 3.13 ค่าศักย์ไฟฟ้าที่วัดได้ แสดงในตารางที่ 3.9 กราฟระหว่างค่าศักย์ไฟฟ้า กับ log activity ของสารละลายทองแดง(II) แสดงในรูปที่ 3.14 สรุป working curve characteristics ที่ได้จากขั้วต่างๆ แสดงในตารางที่ 3.10



รูปที่ 3.13 : สัญญาณการตอบสนองของขั้ว 3.0 % Naph CME (V vs Ag/AgCl) ต่อสารละลายทองแดง(II) ใน 0.10 M แอมโมเนียมอะซิเตต เมื่อใช้ ความยาว mixing coil ขนาดต่างๆเป็น (A) 11 (B) 45 และ (C) 90 cm หมายเลขบนกราฟแสดงครั้งที่ทดลอง



รูปที่ 3.13 (ต่อ) : ความยาว mixing coil เป็น (D) 110 (E) 130 และ (F) 180 cm หมายเลขบนกราฟแสดงครั้งที่ทดลอง



รูปที่ 3.13 (ต่อ) : ความยาว mixing coil เป็น (F) 280 และ (E) 380 cm หมายเลขบนกราฟแสดงครั้งที่ทดลอง

ตารางที่ 3.8 ค่า Activity ของสารละลายทองแดง(II) ใน 0.10 M แอมโมเนียมอะซิเตต

ความเข้มข้นของ สารละลายทองแดง(II) (M)	Activity	log a _{Cu(II)}
5.00×10^{-7}	2.00×10^{-7}	-6.7
1.00×10^{-6}	4.00×10^{-7}	-6.4
5.00×10^{-6}	2.00×10^{-6}	-5.7
1.00×10^{-5}	4.00×10^{-6}	-5.4
5.00×10^{-5}	2.00×10^{-5}	-4.7
1.00×10^{-4}	4.00×10^{-5}	-4.4
5.00×10^{-4}	2.00×10^{-4}	-3.7
1.00×10^{-3}	4.00×10^{-4}	-3.4
5.00×10^{-3}	2.00×10^{-3}	-2.72
1.00×10^{-2}	4.00×10^{-3}	-2.42
5.00×10^{-2}	2.10×10^{-2}	-1.78

ตารางที่ 3.9 ค่าศักย์ไฟฟ้าของสารละลายทองแดง(II) ใน 0.10 M แอมโมเนียมอะซิเตด ที่ใช้ขั้ว 3.0 % Naph CME เป็นขั้วอินดิเคเตอร์ ที่ความยาว mixing coil ขนาดต่างๆ

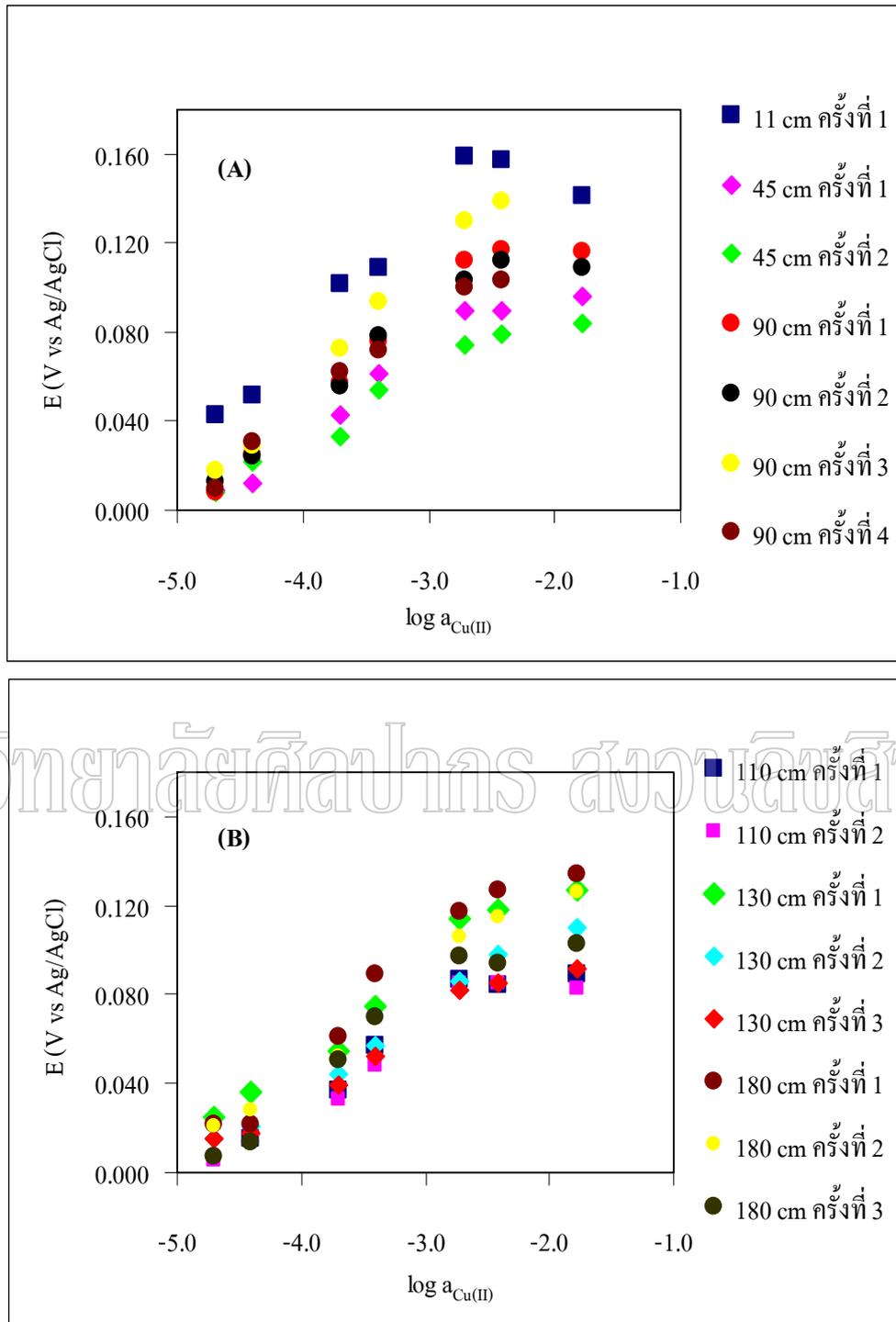
ความเข้มข้นของ สารละลาย ทองแดง(II) (M)	ค่าศักย์ไฟฟ้าของสารละลายทองแดง(II) ใน 0.10 M แอมโมเนียมอะซิเตด (V vs Ag/AgCl)						
	ความยาว mixing coil (cm)						
	11	45		90			
	ครั้งที่ 1	ครั้งที่ 1	ครั้งที่ 2	ครั้งที่ 1	ครั้งที่ 2	ครั้งที่ 3	ครั้งที่ 4
1.00×10^{-5}	0.029	-	-	-	-	-	-
5.00×10^{-5}	0.043	0.009	0.008	0.008	0.013	0.018	0.010
1.00×10^{-4}	0.052	0.012	0.022	0.025	0.024	0.029	0.031
5.00×10^{-4}	0.102	0.043	0.033	0.057	0.056	0.073	0.062
1.00×10^{-3}	0.109	0.061	0.054	0.076	0.078	0.095	0.072
5.00×10^{-3}	0.159	0.090	0.074	0.112	0.103	0.133	0.100
1.00×10^{-2}	0.157	0.090	0.079	0.111	0.112	0.130	0.103
5.00×10^{-2}	0.141	0.096	0.084	0.116	0.109	-	-

ตารางที่ 3.9 (ต่อ)

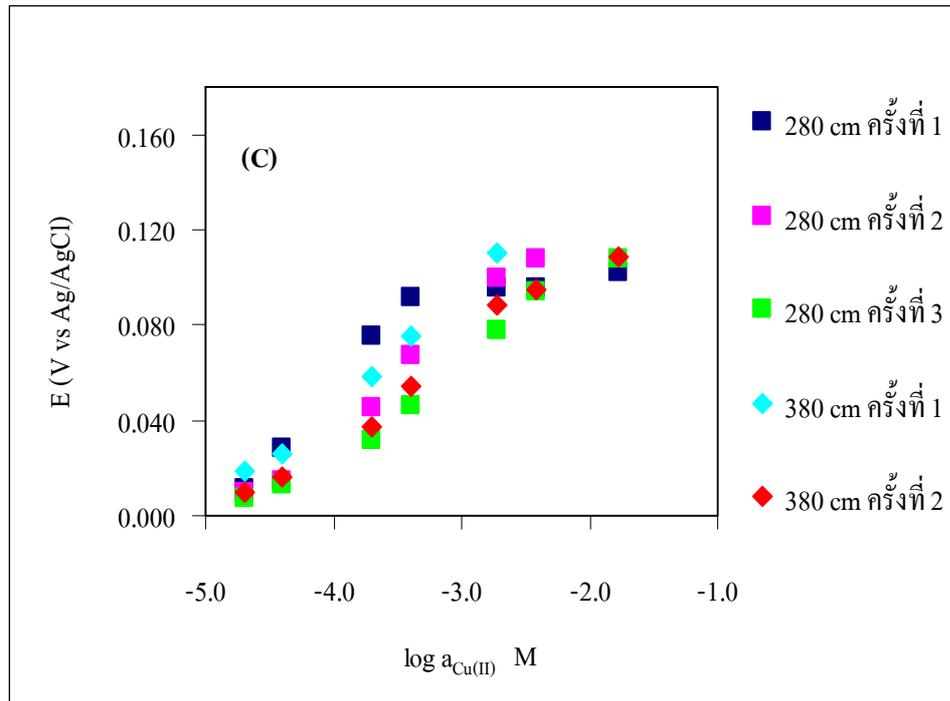
ความเข้มข้นของ สารละลาย ทองแดง(II) (M)	ค่าศักย์ไฟฟ้าของสารละลายทองแดง(II) ใน 0.10 M แอมโมเนียมอะซิเตต (V vs Ag/AgCl)							
	ความยาว mixing coil (cm)							
	110		130			180		
	ครั้งที่ 1	ครั้งที่ 2	ครั้งที่ 1	ครั้งที่ 2	ครั้งที่ 3	ครั้งที่ 1	ครั้งที่ 2	ครั้งที่ 3
1.00×10^{-5}	-	-	-	-	-	-	-	-
5.00×10^{-5}	-	0.006	0.025	0.015	0.015	0.022	0.021	0.007
1.00×10^{-4}	0.015	0.020	0.036	0.021	0.015	0.022	0.028	0.014
5.00×10^{-4}	0.037	0.033	0.055	0.044	0.039	0.061	0.052	0.051
1.00×10^{-3}	0.057	0.048	0.075	0.057	0.052	0.089	0.069	0.070
5.00×10^{-3}	0.087	0.085	0.114	0.086	0.082	0.117	0.106	0.097
1.00×10^{-2}	0.084	0.085	0.118	0.098	0.085	0.127	0.115	-
5.00×10^{-2}	0.089	0.083	0.127	0.110	0.092	0.134	0.126	-

ตารางที่ 3.9 (ต่อ)

ความเข้มข้นของ สารละลายทองแดง(II) (M)	ค่าศักย์ไฟฟ้าของสารละลายทองแดง(II) ใน 0.10 M แอมโมเนียมอะซิเตต (V vs Ag/AgCl)				
	ความยาว mixing coil (cm)				
	280			380	
	ครั้งที่ 1	ครั้งที่ 2	ครั้งที่ 3	ครั้งที่ 1	ครั้งที่ 2
1.00×10^{-5}	-	-	-	-	-
5.00×10^{-5}	0.011	0.010	0.007	0.019	0.010
1.00×10^{-4}	0.028	0.015	0.113	0.026	0.016
5.00×10^{-4}	0.075	0.045	0.032	0.058	0.037
1.00×10^{-3}	0.092	0.067	0.046	0.075	0.054
5.00×10^{-3}	0.096	0.100	0.078	0.110	0.088
1.00×10^{-2}	0.096	0.108	0.094	-	0.095
5.00×10^{-2}	0.102	-	0.108	-	0.109



รูปที่ 3.14: กราฟความสัมพันธ์ระหว่างค่าศักย์ไฟฟ้า กับ \log activity ของสารละลายทองแดง(II) ใน 0.10 M แอมโมเนียมอะซิเตต ที่ใช้ขั้ว 3.0 % Naph CME เป็นขั้วอินดิเคเตอร์ที่ mixing coil ความยาวขนาดต่างๆ เป็น (A) 11-90 cm (B) 110-180 cm



รูปที่ 3.14 (ต่อ) : ความยาว mixing เป็น (C) 280-380 cm

มหาวิทยาลัยศิลปากร สงวนลิขสิทธิ์

ตารางที่ 3.10 Working curve characteristics จาก FIA- Potentiometric detection ของสารละลายทองแดง(II) ใน 0.10 M แอมโมเนียมอะซิเตต ที่ใช้ขั้ว 3.0 % Naph CME เป็นขั้วอินดิเคเตอร์ที่ mixing coil ความยาวขนาดต่างๆ

ขนาดของ mixing coil (cm)	ครั้งที่	ช่วงความเข้มข้นที่เป็นเส้นตรง (M)	สมการเส้นตรง	r^2	
11	1	$1.00 \times 10^{-5} - 5.00 \times 10^{-2}$	$y = 0.0400x + 0.2417$	0.8904	
		$5.00 \times 10^{-5} - 1.00 \times 10^{-2}$	$y = 0.0545x + 0.2974$	0.9795	
		$5.00 \times 10^{-5} - 5.00 \times 10^{-3}$	$y = 0.0624x + 0.3275$	0.9876	
45	1	$5.00 \times 10^{-5} - 5.00 \times 10^{-2}$	$y = 0.0339x + 0.1693$	0.9444	
		$5.00 \times 10^{-5} - 5.00 \times 10^{-3}$	$y = 0.0428x + 0.2049$	0.9858	
		$1.00 \times 10^{-4} - 5.00 \times 10^{-3}$	$y = 0.0469x + 0.2181$	0.9974	
	2	$5.00 \times 10^{-5} - 5.00 \times 10^{-2}$	$y = 0.0274x + 0.1417$	0.9622	
		$5.00 \times 10^{-5} - 5.00 \times 10^{-3}$	$y = 0.0326x + 0.1627$	0.9886	
		$1.00 \times 10^{-4} - 5.00 \times 10^{-3}$	$y = 0.0316x + 0.1594$	0.9817	
90	1	$5.00 \times 10^{-5} - 5.00 \times 10^{-2}$	$y = 0.0409x + 0.2081$	0.9352	
		$5.00 \times 10^{-5} - 1.00 \times 10^{-2}$	$y = 0.0494x + 0.2414$	0.9940	
		$5.00 \times 10^{-5} - 5.00 \times 10^{-3}$	$y = 0.0521x + 0.2526$	0.9982	
		$1.00 \times 10^{-4} - 1.00 \times 10^{-2}$	$y = 0.0486x + 0.2391$	0.9906	
		$1.00 \times 10^{-4} - 5.00 \times 10^{-3}$	$y = 0.0521x + 0.2528$	0.9969	
		$5.00 \times 10^{-5} - 5.00 \times 10^{-2}$	$y = 0.0353x + 0.1858$	0.9115	
	2	$5.00 \times 10^{-5} - 1.00 \times 10^{-2}$	$y = 0.0449x + 0.2232$	0.9968	
		$5.00 \times 10^{-5} - 5.00 \times 10^{-3}$	$y = 0.0463x + 0.2292$	0.9976	
		$1.00 \times 10^{-4} - 1.00 \times 10^{-2}$	$y = 0.0452x + 0.2243$	0.9950	
		$1.00 \times 10^{-4} - 5.00 \times 10^{-3}$	$y = 0.0474x + 0.2329$	0.9974	
		3	$5.00 \times 10^{-5} - 1.00 \times 10^{-2}$	$y = 0.0557x + 0.2787$	0.9940
			$5.00 \times 10^{-5} - 5.00 \times 10^{-3}$	$y = 0.0584x + 0.2896$	0.9964
$1.00 \times 10^{-4} - 1.00 \times 10^{-2}$	$y = 0.0564x + 0.2807$		0.9908		
$1.00 \times 10^{-4} - 5.00 \times 10^{-3}$	$y = 0.0604x + 0.2964$		0.9970		

ตารางที่ 3.10 (ต่อ)

ขนาดของ mixing coil (cm)	ครั้งที่	ช่วงความเข้มข้นที่เป็นเส้นตรง (M)	สมการเส้นตรง	r^2
90	4	$5.00 \times 10^{-5} - 1.00 \times 10^{-2}$	$y = 0.0411x + 0.2110$	0.9963
		$5.00 \times 10^{-5} - 5.00 \times 10^{-3}$	$y = 0.0425x + 0.2167$	0.9971
		$1.00 \times 10^{-4} - 1.00 \times 10^{-2}$	$y = 0.0395x + 0.2063$	0.9975
		$1.00 \times 10^{-4} - 5.00 \times 10^{-3}$	$y = 0.0408x + 0.2114$	0.9984
110	1	$1.00 \times 10^{-4} - 5.00 \times 10^{-2}$	$y = 0.0293x + 0.1379$	0.9251
		$1.00 \times 10^{-4} - 1.00 \times 10^{-2}$	$y = 0.0361x + 0.1601$	0.9803
		$1.00 \times 10^{-4} - 5.00 \times 10^{-3}$	$y = 0.0391x + 0.1705$	0.9848
	2	$5.00 \times 10^{-5} - 5.00 \times 10^{-2}$	$y = 0.0293x + 0.1359$	0.9090
		$5.00 \times 10^{-5} - 5.00 \times 10^{-3}$	$y = 0.0372x + 0.1641$	0.9573
130	1	$1.00 \times 10^{-4} - 5.00 \times 10^{-3}$	$y = 0.0386x + 0.1680$	0.9367
		$5.00 \times 10^{-5} - 5.00 \times 10^{-2}$	$y = 0.0376x + 0.1871$	0.9609
		$5.00 \times 10^{-5} - 1.00 \times 10^{-2}$	$y = 0.0426x + 0.2048$	0.9795
		$5.00 \times 10^{-5} - 5.00 \times 10^{-3}$	$y = 0.0434x + 0.2079$	0.9692
		$1.00 \times 10^{-4} - 1.00 \times 10^{-2}$	$y = 0.0445x + 0.2097$	0.9744
	2	$1.00 \times 10^{-4} - 5.00 \times 10^{-3}$	$y = 0.0465x + 0.2166$	0.9645
		$5.00 \times 10^{-5} - 5.00 \times 10^{-2}$	$y = 0.0343x + 0.1605$	0.9867
		$5.00 \times 10^{-5} - 1.00 \times 10^{-2}$	$y = 0.0369x + 0.1698$	0.9926
		$5.00 \times 10^{-5} - 5.00 \times 10^{-3}$	$y = 0.0358x + 0.1657$	0.9896
		$1.00 \times 10^{-4} - 1.00 \times 10^{-2}$	$y = 0.0391x + 0.1753$	0.9970
	3	$1.00 \times 10^{-4} - 5.00 \times 10^{-3}$	$y = 0.0384x + 0.1730$	0.9954
		$5.00 \times 10^{-5} - 5.00 \times 10^{-2}$	$y = 0.0291x + 0.1388$	0.9618
		$5.00 \times 10^{-5} - 1.00 \times 10^{-2}$	$y = 0.0331x + 0.1528$	0.9825
		$5.00 \times 10^{-5} - 5.00 \times 10^{-3}$	$y = 0.0339x + 0.1559$	0.9748
		$1.00 \times 10^{-4} - 1.00 \times 10^{-2}$	$y = 0.0356x + 0.1591$	0.9877
		$1.00 \times 10^{-4} - 5.00 \times 10^{-3}$	$y = 0.0378x + 0.1670$	0.9900

ตารางที่ 3.10 (ต่อ)

ขนาดของ mixing coil (cm)	ครั้งที่	ช่วงความเข้มข้นที่เป็น เส้นตรง (M)	สมการเส้นตรง	r^2
180 cm	1	$5.00 \times 10^{-5} - 5.00 \times 10^{-2}$	$y = 0.0428x + 0.2052$	0.9484
		$1.00 \times 10^{-4} - 1.00 \times 10^{-2}$	$y = 0.0531x + 0.2383$	0.9801
		$1.00 \times 10^{-4} - 5.00 \times 10^{-3}$	$y = 0.0570x + 0.2520$	0.9816
	2	$5.00 \times 10^{-5} - 5.00 \times 10^{-2}$	$y = 0.0387x + 0.1855$	0.9754
		$5.00 \times 10^{-5} - 1.00 \times 10^{-2}$	$y = 0.0428x + 0.2000$	0.9871
		$5.00 \times 10^{-5} - 5.00 \times 10^{-3}$	$y = 0.0425x + 0.1987$	0.9791
		$1.00 \times 10^{-4} - 1.00 \times 10^{-2}$	$y = 0.0455x + 0.2070$	0.9908
	3	$5.00 \times 10^{-5} - 5.00 \times 10^{-2}$	$y = 0.0352x + 0.1639$	0.9272
		$5.00 \times 10^{-5} - 5.00 \times 10^{-3}$	$y = 0.0472x + 0.2075$	0.9914
		$1.00 \times 10^{-3} - 5.00 \times 10^{-3}$	$y = 0.0493x + 0.2133$	0.9907
280 cm	1	$5.00 \times 10^{-5} - 5.00 \times 10^{-2}$	$y = 0.0312x + 0.1746$	0.8131
		$5.00 \times 10^{-5} - 1.00 \times 10^{-2}$	$y = 0.0634x + 0.3082$	0.9990
	2	$5.00 \times 10^{-5} - 1.00 \times 10^{-2}$	$y = 0.0460x + 0.2210$	0.9886
		$5.00 \times 10^{-5} - 5.00 \times 10^{-3}$	$y = 0.0469x + 0.2249$	0.9834
		$1.00 \times 10^{-4} - 1.00 \times 10^{-2}$	$y = 0.0487x + 0.2292$	0.9917
		$1.00 \times 10^{-4} - 5.00 \times 10^{-3}$	$y = 0.0513x + 0.2391$	0.9931
	3	$5.00 \times 10^{-5} - 5.00 \times 10^{-2}$	$y = 0.0372x + 0.1770$	0.9832
		$5.00 \times 10^{-5} - 1.00 \times 10^{-2}$	$y = 0.0384x + 0.1816$	0.9762
		$1.00 \times 10^{-4} - 1.00 \times 10^{-2}$	$y = 0.0417x + 0.1913$	0.9824
380 cm	1	$5.00 \times 10^{-5} - 5.00 \times 10^{-3}$	$y = 0.0468x + 0.2348$	0.9918
		$1.00 \times 10^{-4} - 5.00 \times 10^{-3}$	$y = 0.0502x + 0.2457$	0.9984
	2	$5.00 \times 10^{-5} - 5.00 \times 10^{-2}$	$y = 0.0369 + 0.1804$	0.9816
		$5.00 \times 10^{-5} - 1.00 \times 10^{-2}$	$y = 0.0394x + 0.1902$	0.9828
		$1.00 \times 10^{-4} - 1.00 \times 10^{-2}$	$y = 0.0422x + 0.1985$	0.9866
		$1.00 \times 10^{-4} - 5.00 \times 10^{-3}$	$y = 0.0432x + 0.2025$	0.9797

จากตารางที่ 3.10 สรุปได้ว่า ทุกความยาว mixing coil ในช่วงความเข้มข้นของสารละลาย
 ทองแดง(II) $5.00 \times 10^{-5} - 5.00 \times 10^{-2}$ M ให้ค่า r^2 ที่น้อยกว่าช่วงความเข้มข้นของสารละลาย
 ทองแดง(II) $5.00 \times 10^{-5} - 1.00 \times 10^{-2}$ M ดังนั้นเราจึงเลือกศึกษาที่ช่วงความเข้มข้นของสารละลาย
 ทองแดง(II) เท่ากับ $5.00 \times 10^{-5} - 1.00 \times 10^{-2}$ M โดยที่ความยาว mixing coil เท่ากับ 90 cm จะให้ค่า
 r^2 ที่เข้าใกล้ 1 มากกว่า ความยาว mixing coil ขนาดอื่นๆ ที่ช่วงความเข้มข้นของสารละลายทองแดง-
 (II) $5.00 \times 10^{-5} - 1.00 \times 10^{-2}$ M จึงสรุปได้ว่าที่ความยาว mixing coil เท่ากับ 90 cm ให้ผลการ
 ทดลองดีที่สุด และใช้เวลาในการทดลองไม่นานเกินไป จึงเลือกใช้ในการทดลองขั้นต่อไป

มหาวิทยาลัยศิลปากร สงวนลิขสิทธิ์

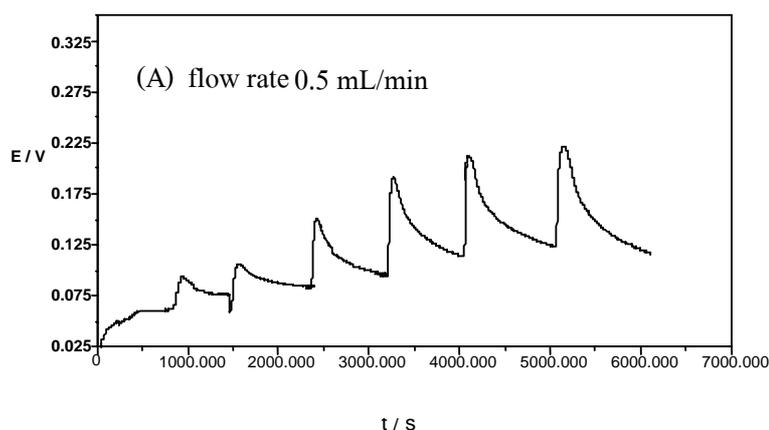
3.5.2.2 ผลของ flow rate

วิธีทดลอง

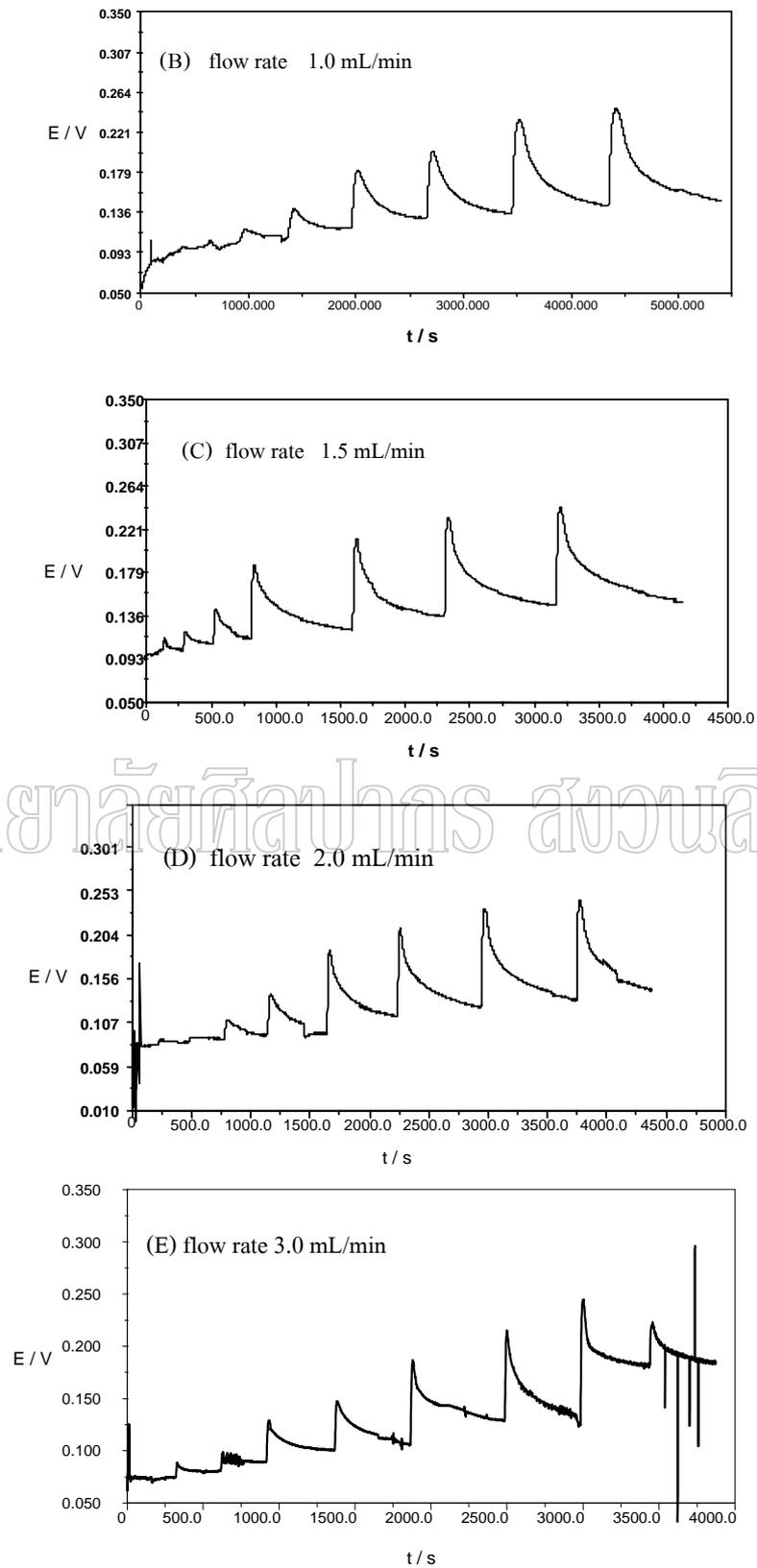
เตรียมเซลล์ตามข้อ 3.3.4 และ Flow Injection System ตามรูปที่ 3.12 ความยาว mixing coil 90 cm, sample injection volume 534 μL โดยใช้ขั้ว 3.0 % Naph CME เป็นขั้วอินดิเคเตอร์และ Ag/AgCl ที่ประจุตัวเองเป็นขั้วอ้างอิง วัดศักย์ไฟฟ้าของตัวกลาง 0.10 M แอมโมเนียมอะซิเตต จากนั้นทำการ load และ inject สารละลายของทองแดง(II) เข้มข้น 5.00×10^{-5} , 1.00×10^{-4} , 5.00×10^{-4} , 1.00×10^{-3} , 5.00×10^{-3} และ 1.00×10^{-2} M ใน 0.1 M แอมโมเนียมอะซิเตต ตามลำดับ โดยเปลี่ยน flow rate เป็น 0.5, 1.0, 1.5, 2.0, 3.0 ml/min บันทึกค่าศักย์ไฟฟ้าเทียบกับเวลาด้วยโปรแกรม Chrono method (interval time > 0.1s), Potentiometry (zero current) วัดความสูงพีค คือ ค่าศักย์ไฟฟ้าที่เป็นผลต่างค่าศักย์ไฟฟ้าที่ยอดพีค (E_p) กับค่าศักย์ไฟฟ้าที่ฐานพีค (E_b) ($E_p - E_b$) ของ สารละลายทองแดง(II) แต่ละความเข้มข้น

ผลการทดลอง

สัญญาณศักย์ไฟฟ้าจากการตอบสนองของขั้ว 3.0 % Naph CME (V vs Ag/AgCl) ต่อ สารละลายทองแดง(II) ใน 0.10 M แอมโมเนียมอะซิเตต กับ flow rate ต่างๆ แสดงดังรูปที่ 3.15 ค่าศักย์ไฟฟ้าที่วัดได้แสดงในตารางที่ 3.11 กราฟระหว่างค่าศักย์ไฟฟ้า กับ log activity ของ สารละลายทองแดง(II) แสดงในรูปที่ 3.15 สรุป working curve characteristics ที่ได้จาก flow rate ต่างๆ แสดงในตารางที่ 3.12



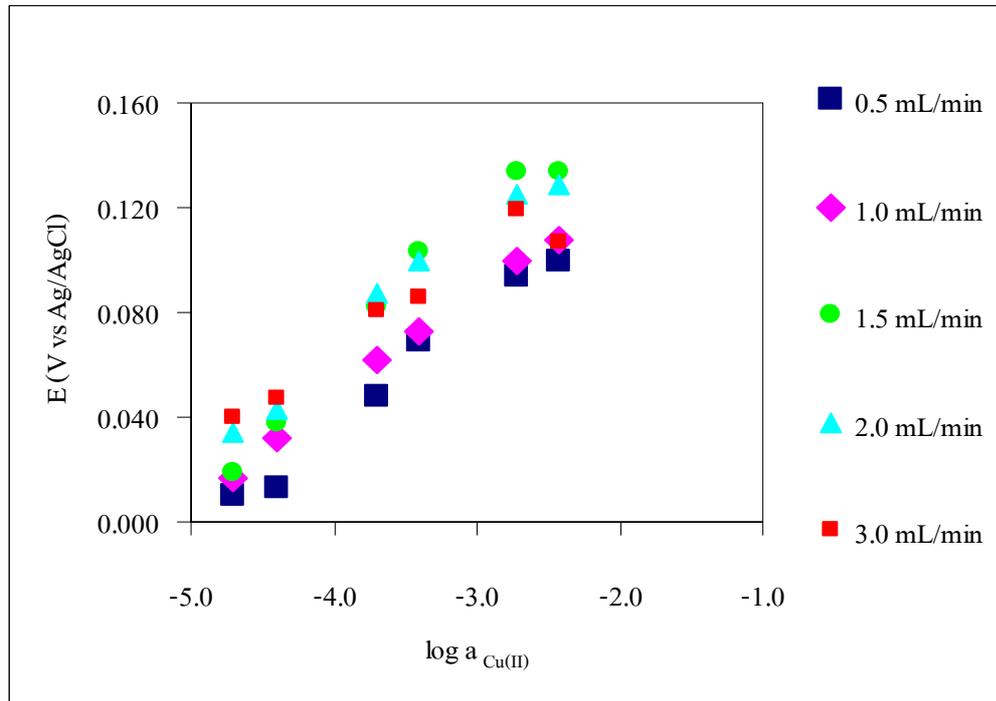
รูปที่ 3.15 : สัญญาณศักย์ไฟฟ้าจากการตอบสนองของขั้ว 3.0 % Naph CME (V vs Ag/AgCl) ต่อ สารละลายทองแดง(II) ใน 0.10 M แอมโมเนียมอะซิเตต ที่ flow rate ต่างๆ เป็น (A) 0.5 mL/min



รูปที่ 3.15(ต่อ) : flow rate เป็น (B) 1.0 (C) 1.5 (D) 2.0 และ (E) 3.0 mL / min

ตารางที่ 3.11 ค่าศักย์ไฟฟ้าของสารละลายทองแดง(II) ใน 0.10 M แอมโมเนียมอะซิเตด ที่ใช้หัว
3.0 % Naph CME เป็นหัวอินดิเคเตอร์ ที่ flow rate ต่างๆ

ความเข้มข้นของ สารละลายทองแดง(II) (M)	ค่าศักย์ไฟฟ้าของสารละลายทองแดง(II) ใน 0.1 M แอมโมเนียมอะซิเตด (V vs Ag/AgCl)				
	flow rate (mL/min)				
	0.5	1.0	1.5	2.0	3.0
5.00×10^{-5}	0.010	0.017	0.019	0.034	0.040
1.00×10^{-4}	0.013	0.032	0.038	0.043	0.047
5.00×10^{-4}	0.048	0.062	0.082	0.087	0.081
1.00×10^{-3}	0.069	0.073	0.103	0.100	0.086
5.00×10^{-3}	0.094	0.100	0.134	0.125	0.119
1.00×10^{-2}	0.100	0.108	0.134	0.129	0.107



รูปที่ 3.16 : กราฟความสัมพันธ์ระหว่างค่าศักย์ไฟฟ้ากับ log activity ของสารละลาย

ทองแดง(II) ใน 0.10 M แอมโมเนียมอะซิเตต ที่ใช้ขั้ว 3.0 % Naph CME เป็นขั้วอินดิเคเตอร์ ที่ flow rate ต่างๆ

ตารางที่ 3.12 Working curve characteristics จาก FIA-Potentiometric detection ของสารละลายทองแดง(II) ใน 0.10 M แอมโมเนียมอะซิเตต ที่ใช้หัว 3.0 % Naph CME เป็นหัวอินดิเคเตอร์ ที่ flow rate ต่างๆ

Flow rate (mL/min)	ช่วงความเข้มข้นที่เป็นเส้นตรง (M)	สมการเส้นตรง	r^2
0.5	$5.00 \times 10^{-5} - 1.00 \times 10^{-2}$	$y = 0.0429x + 0.2081$	0.9835
1.0	$5.00 \times 10^{-5} - 1.00 \times 10^{-2}$	$y = 0.0401x + 0.2079$	0.9963
1.5	$5.00 \times 10^{-5} - 1.00 \times 10^{-2}$	$y = 0.0530x + 0.2736$	0.9746
	$5.00 \times 10^{-5} - 5.00 \times 10^{-3}$	$y = 0.0592x + 0.2991$	0.9942
2.0	$5.00 \times 10^{-5} - 1.00 \times 10^{-2}$	$y = 0.0442x + 0.2436$	0.9760
	$5.00 \times 10^{-5} - 5.00 \times 10^{-3}$	$y = 0.0483x + 0.2607$	0.9860
3.0	$5.00 \times 10^{-5} - 1.00 \times 10^{-2}$	$y = 0.0339x + 0.2007$	0.9393
	$5.00 \times 10^{-5} - 5.00 \times 10^{-3}$	$y = 0.0403x + 0.2269$	0.9900

จากตารางที่ 3.11 แสดงให้เห็นว่าที่จุดความเข้มข้นเดียวกัน ความสูงของพีค (peak height) จะมากขึ้นเมื่อ flow rate เพิ่มขึ้นระหว่าง 0.5-1.5 mL/min ซึ่งทำให้ sensitivity ของการวิเคราะห์ดี แต่พบว่าที่ peak height สูง จะใช้เวลาจากจุดยอดพีคเดินทางมาถึงฐานพีค (return time) มาก ซึ่งจะทำให้ใช้เวลาในการวิเคราะห์นาน และจากการทดลองยังพบว่าที่ flow rate สูงกว่า 1.5 mL/min จะเกิดฟองอากาศใน tube ทำให้บางช่วงของการวิเคราะห์เกิดสัญญาณกระตุก จึงสรุปตามตารางที่ 3.12 ว่าที่ flow rate 1.0 mL/min ให้ค่า r^2 ที่สูง และมีค่าเข้าใกล้ 1 มากกว่า flow rate อื่นๆ ที่อยู่ในช่วงความเข้มข้นของสารละลายทองแดง(II) $5.00 \times 10^{-5} - 1.00 \times 10^{-2}$ M จึงได้เลือกใช้ flow rate ที่ 1.0 mL/min ในการทดลองขั้นต่อไป

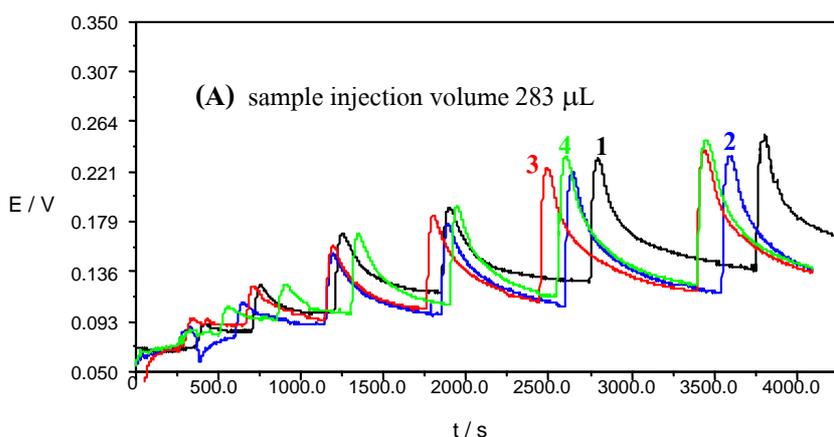
3.5.2.3 ผลของ sample injection volume

วิธีทดลอง

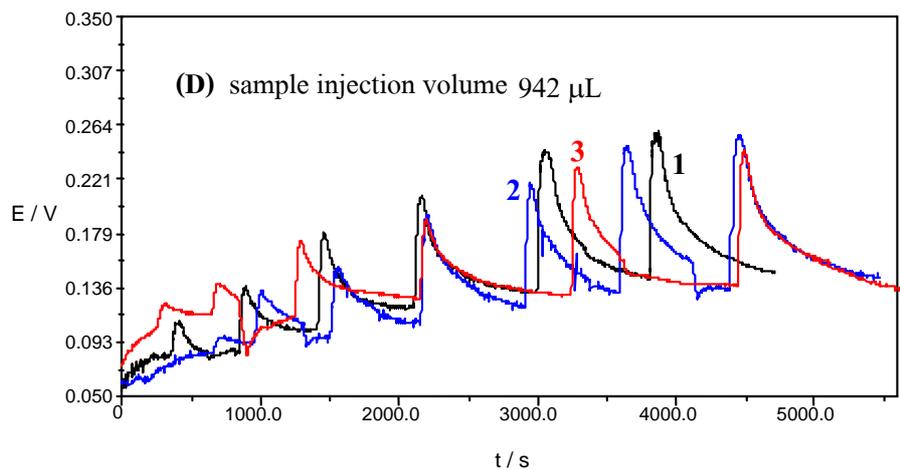
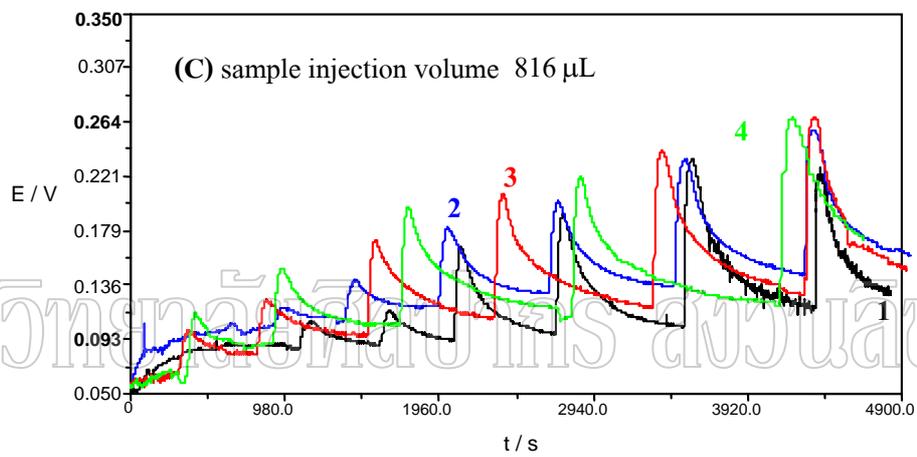
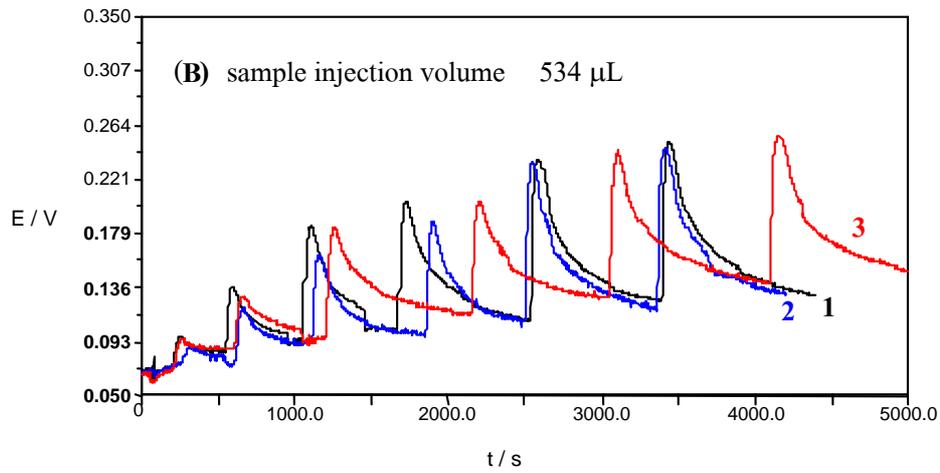
เตรียมเซลล์ตามข้อ 3.3.4 และ Flow Injection System ตามรูปที่ 3.12 ความยาว mixing coil 90 cm, flow rate 1.0 mL/min ใช้ขั้ว 3.0 % Naph CME เป็นขั้วอินดิเคเตอร์ และ Ag/AgCl ที่ประดิษฐ์เองเป็นขั้วอ้างอิง วัดศักย์ไฟฟ้าของตัวกลาง 0.10 M แอมโมเนียมอะซิเตต จนได้สัญญาณคงที่ จากนั้นทำการ load และ inject สารละลายทองแดง(II) เข้มข้น 5.00×10^{-5} , 1.00×10^{-4} , 5.00×10^{-4} , 1.00×10^{-3} , 5.00×10^{-3} และ 1.00×10^{-2} M ใน 0.10 M แอมโมเนียมอะซิเตต ตามลำดับ โดยการเปลี่ยน sample injection volume ที่ injection port โดยการเปลี่ยนความยาวของ PTFE tubing ได้ ปริมาตรเป็น ดังนี้ 283, 534, 816 และ 942 μL ตามลำดับ บันทึกค่าศักย์ไฟฟ้าเทียบกับเวลาด้วยโปรแกรม Chrono method (interval time > 0.1s), Potentiometry (zero current) วัดความสูงพีค คือค่าศักย์ไฟฟ้าที่เป็นผลต่างค่าศักย์ไฟฟ้าที่ยอดพีค (E_p) กับค่าศักย์ไฟฟ้าที่ฐานพีค (E_b) ($E_p - E_b$) ของสารละลายทองแดง(II) แต่ละความเข้มข้น

ผลการทดลอง

สัญญาณศักย์ไฟฟ้าจากการตอบสนองของขั้ว 3.0 % Naph CME (V vs Ag/AgCl) ต่อสารละลายทองแดง(II) ใน 0.10 M แอมโมเนียมอะซิเตตที่ sample injection volume ต่างๆ แสดงดังรูปที่ 3.17 ค่าศักย์ไฟฟ้าที่วัดได้แสดงในตารางที่ 3.13 กราฟระหว่างค่าศักย์ไฟฟ้ากับ log activity ของสารละลายทองแดง(II) แสดงในรูปที่ 3.18 สรุป working curve characteristics ที่ได้จาก sample injection volume ต่างๆ แสดงในตารางที่ 3.14 กราฟความเบี่ยงเบนมาตรฐานระหว่างค่าศักย์ไฟฟ้าเฉลี่ย กับ log activity ของสารละลายทองแดง(II) แสดงในรูปที่ 3.19



รูปที่ 3.17 : สัญญาณศักย์ไฟฟ้าการตอบสนองของขั้ว 3.0% Naph CME (V vs Ag/AgCl) ต่อสารละลายทองแดง(II) ใน 0.10 M แอมโมเนียมอะซิเตต เมื่อใช้ sample injection volume ขนาดต่างๆเป็น (A) 283 μL



รูปที่ 3.17(ต่อ) : sample injection volume เป็น (B) 534 (C) 816 และ (D) 942 μL หมายเลขบนกราฟแสดงครั้งที่ทดลอง

ตารางที่ 3.13 ค่าศักย์ไฟฟ้าของสารละลายทองแดง(II) ใน 0.10 M แอมโมเนียมอะซิเตด ที่ใช้หัว
3.0 % Naph CME เป็นขั้วอินดิเคเตอร์ ที่ sample injection volume ต่างๆ

ความเข้มข้นของ สารละลายทองแดง(II) (M)	ค่าศักย์ไฟฟ้าของสารละลายทองแดง(II) ใน 0.10 M แอมโมเนียมอะซิเตด (V vs Ag/AgCl)					
	sample injection volume 283 μ L					
	ครั้งที่ 1	ครั้งที่ 2	ครั้งที่ 3	ครั้งที่ 4	Average	SD
5.00×10^{-5}	0.020	0.018	0.026	0.017	0.020	0.004
1.00×10^{-4}	0.040	0.032	0.037	0.034	0.036	0.004
5.00×10^{-4}	0.068	0.060	0.063	0.065	0.064	0.003
1.00×10^{-3}	0.080	0.077	0.080	0.085	0.081	0.003
5.00×10^{-3}	0.111	0.110	0.115	0.116	0.113	0.003
1.00×10^{-2}	0.120	0.118	0.121	0.125	0.121	0.003

ตารางที่ 3.13 (ต่อ)

ความเข้มข้นของ สารละลายทองแดง(II) (M)	ค่าศักย์ไฟฟ้าของสารละลายทองแดง(II) ใน 0.10 M แอมโมเนียมอะซิเตด (V vs Ag/AgCl)				
	sample injection volume 534 μ L				
	ครั้งที่ 1	ครั้งที่ 2	ครั้งที่ 3	Average	SD
5.00×10^{-5}	0.025	0.013	0.023	0.020	0.006
1.00×10^{-4}	0.050	0.044	0.041	0.044	0.006
5.00×10^{-4}	0.078	0.070	0.087	0.075	0.005
1.00×10^{-3}	0.090	0.090	0.088	0.089	0.001
5.00×10^{-3}	0.120	0.106	0.114	0.113	0.007
1.00×10^{-2}	0.126	0.127	0.117	0.123	0.006

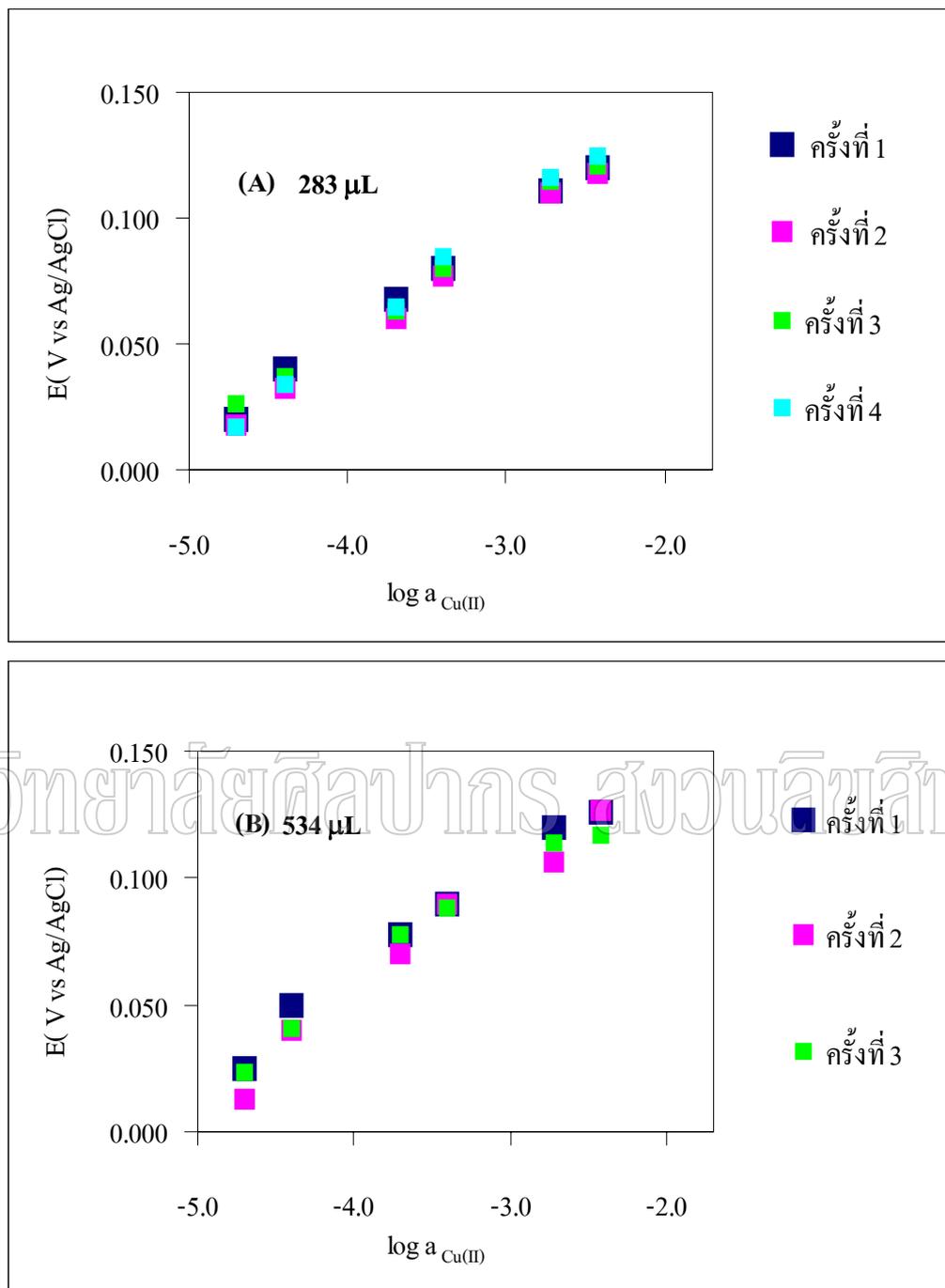
ตารางที่ 3.13 (ต่อ)

ความเข้มข้นของ สารละลายทองแดง(II) (M)	ค่าศักย์ไฟฟ้าของสารละลายทองแดง(II) ใน 0.10 M แอมโมเนียมอะซิเตต (V vs Ag/AgCl)					
	sample injection volume 816 μ L					
	ครั้งที่ 1	ครั้งที่ 2	ครั้งที่ 3	ครั้งที่ 4	Average	SD
5.00×10^{-5}	0.018	0.020	0.025	0.025	0.021	0.003
1.00×10^{-4}	0.028	0.031	0.041	0.041	0.036	0.008
5.00×10^{-4}	0.078	0.062	0.075	0.075	0.071	0.007
1.00×10^{-3}	0.095	0.079	0.097	0.097	0.090	0.008
5.00×10^{-3}	0.129	0.099	0.123	0.123	0.112	0.016
1.00×10^{-2}	0.133	0.103	0.128	0.128	0.116	0.017

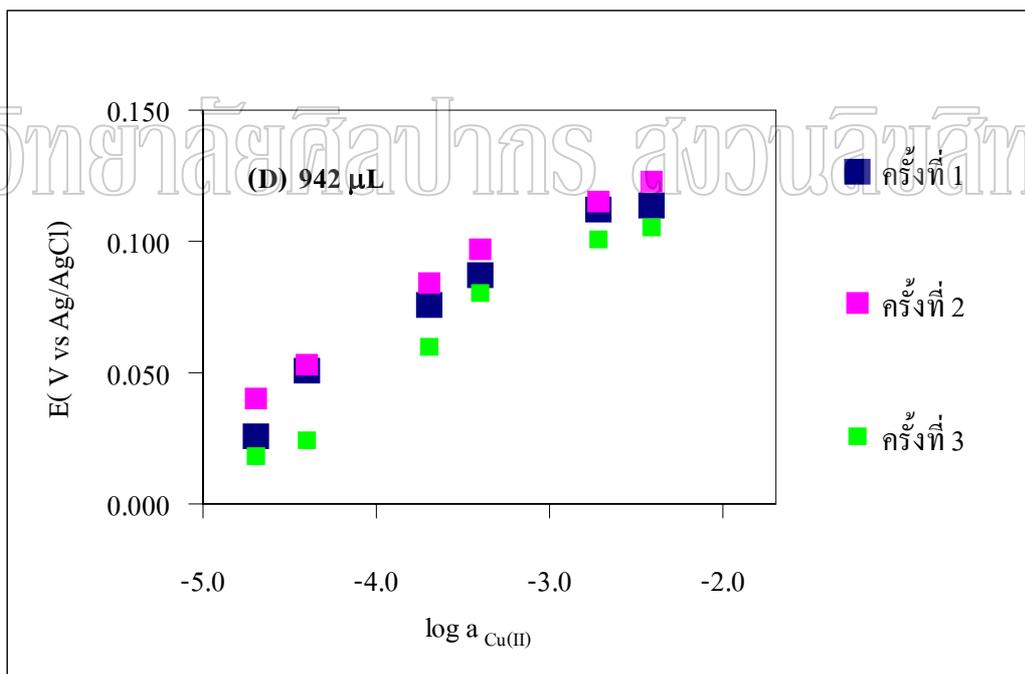
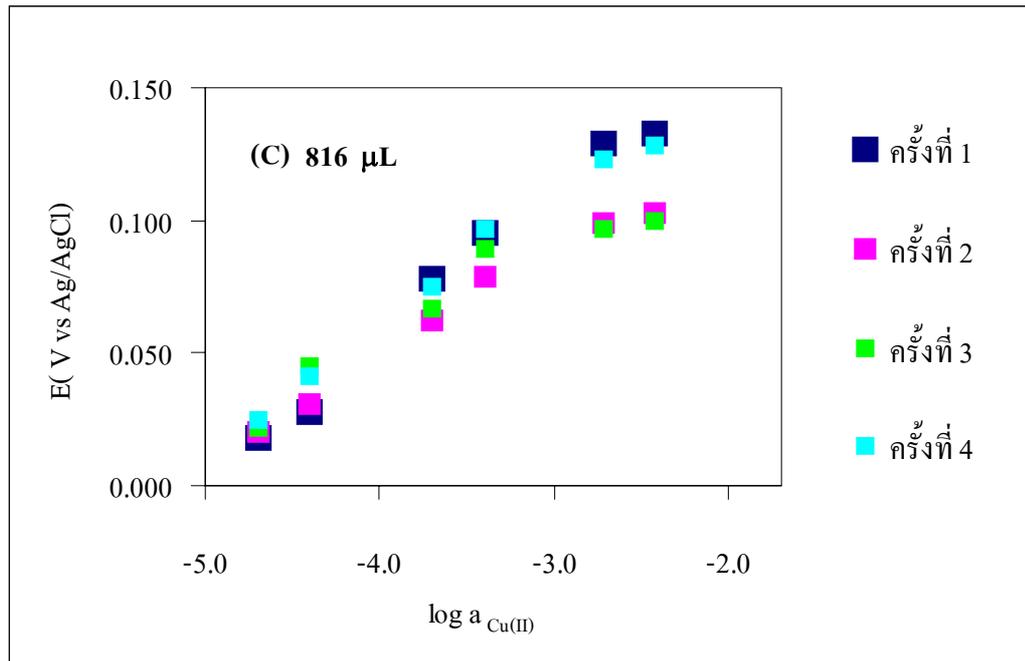
มหาวิทยาลัยศิลปากร สงวนลิขสิทธิ์

ตารางที่ 3.13 (ต่อ)

ความเข้มข้นของ สารละลายทองแดง (II) (M)	ค่าศักย์ไฟฟ้าของสารละลายทองแดง(II) ใน 0.10 M แอมโมเนียมอะซิเตต (V vs Ag/AgCl)				
	sample injection volume 942 μ L				
	ครั้งที่ 1	ครั้งที่ 2	ครั้งที่ 3	Average	SD
5.00×10^{-5}	0.026	0.040	0.023	0.028	0.011
1.00×10^{-4}	0.051	0.053	0.024	0.043	0.016
5.00×10^{-4}	0.076	0.084	0.060	0.073	0.012
1.00×10^{-3}	0.087	0.097	0.062	0.088	0.009
5.00×10^{-3}	0.112	0.115	0.101	0.109	0.007
1.00×10^{-2}	0.114	0.123	0.105	0.114	0.009



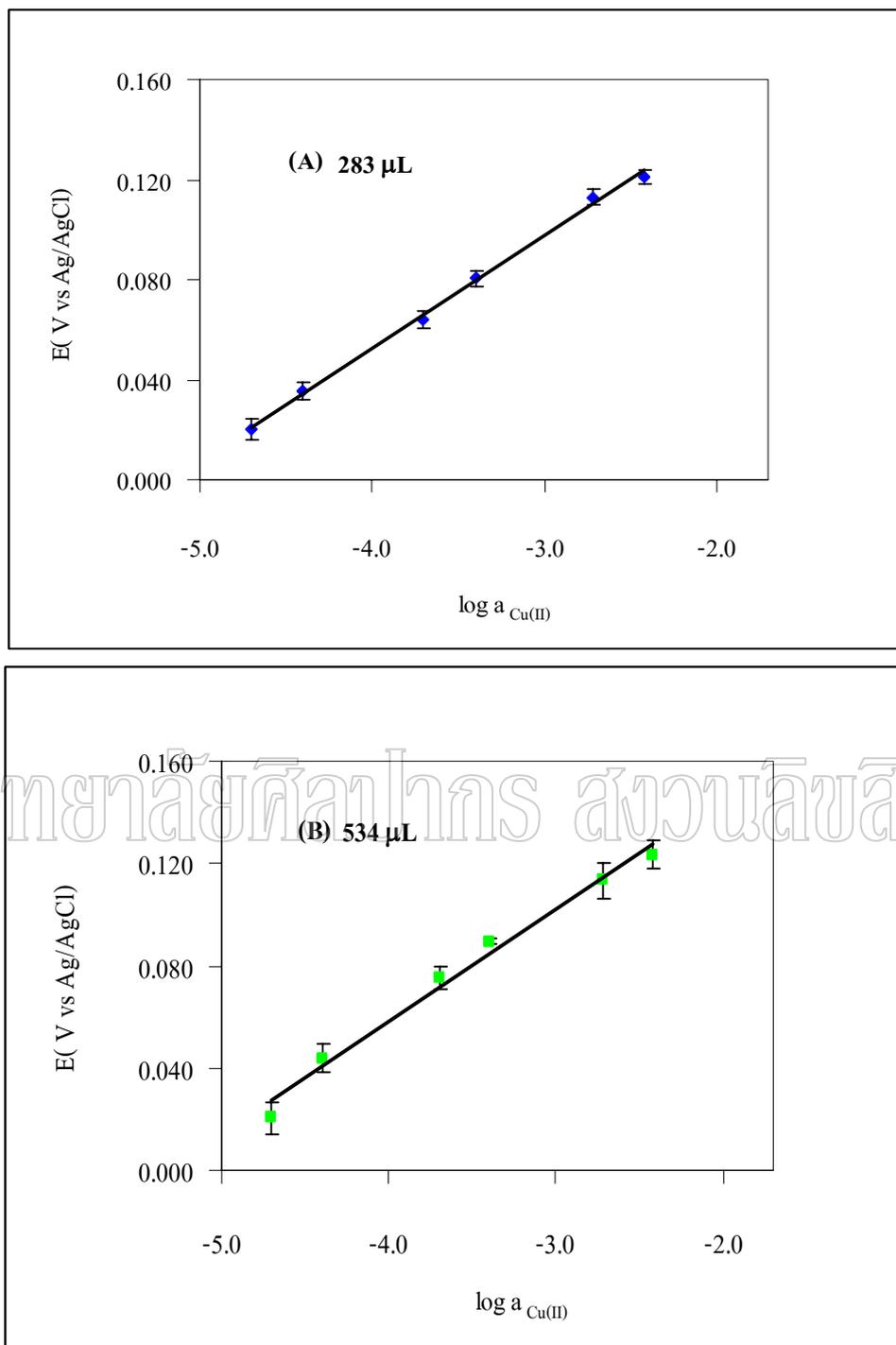
รูปที่ 3.18 : กราฟความสัมพันธ์ระหว่างค่าศักย์ไฟฟ้า กับ \log activity ของสารละลายทองแดง(II) ใน 0.10 M แอมโมเนียมอะซิเตต ที่ใช้ขั้ว 3.0 % Naph CME เป็นขั้วอินดิเคเตอร์ ที่ sample injection volume ขนาดต่างๆ เป็น (A) 284 (B) 534 μL



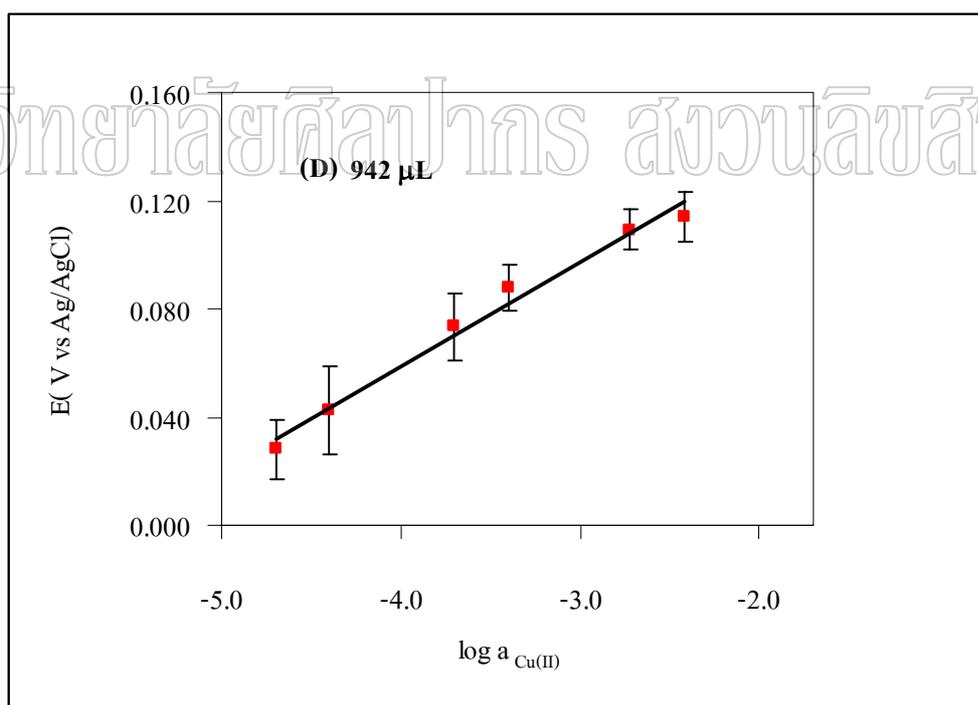
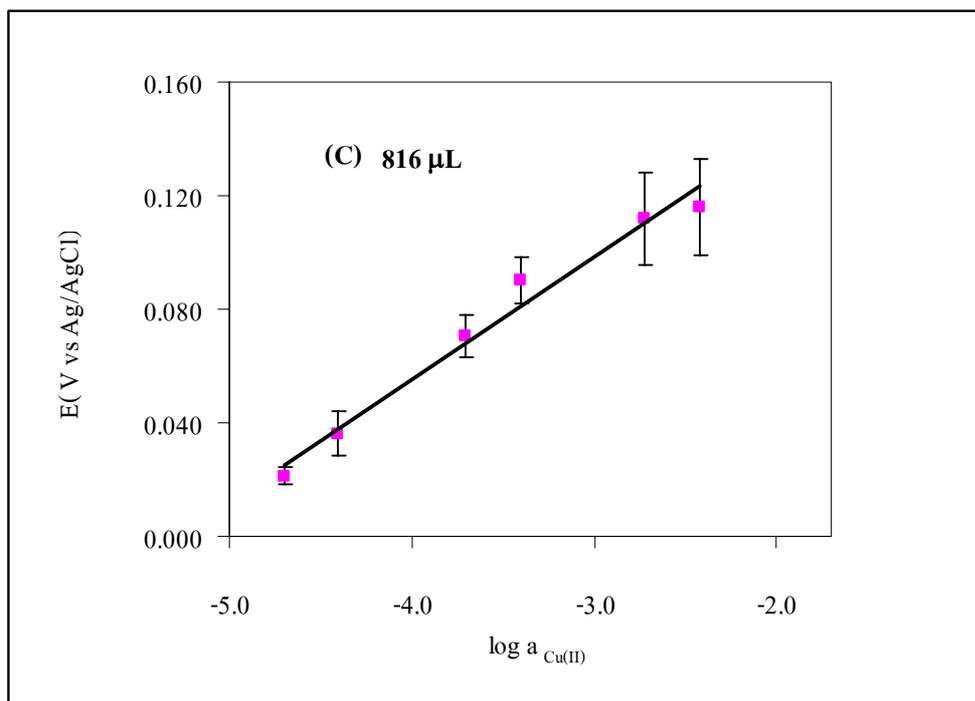
รูปที่ 3.18(ต่อ) : sample injection volume เป็น (C) 816 (D) 942 μL

ตารางที่ 3.14 Working curve characteristics จาก FIA-Potentiometric detection สำหรับช่วงความเข้มข้นของสารละลายทองแดง(II) $5.00 \times 10^{-5} - 1.00 \times 10^{-2}$ M ใน 0.10 M แอมโมเนียมอะซิเตด ที่ใช้ขั้ว 3.0 % Naph CME เป็นขั้วอินดิเคเตอร์ ที่ sample injection volume ขนาดต่างๆ

sample injection volume (μL)	ครั้งที่	สมการเส้นตรง	r^2
283	1	$y = 0.0433x + 0.2270$	0.9955
	2	$y = 0.0449x + 0.2288$	0.9971
	3	$y = 0.0435x + 0.2283$	0.9931
	4	$y = 0.0481x + 0.2447$	0.9961
534	1	$y = 0.0433x + 0.2357$	0.9855
	2	$y = 0.0465x + 0.2397$	0.9757
	3	$y = 0.0419x + 0.2260$	0.9770
816	1	$y = 0.0528x + 0.2683$	0.9716
	2	$y = 0.0381x + 0.2011$	0.9823
	3	$y = 0.0468x + 0.2479$	0.9859
	4	$y = 0.0468x + 0.2479$	0.9859
942	1	$y = 0.0378x + 0.2121$	0.9706
	2	$y = 0.0367x + 0.2158$	0.9853
	3	$y = 0.0412x + 0.2111$	0.9771



รูปที่ 3.19 : กราฟแสดงความสัมพันธ์มาตรฐานระหว่างค่าศักย์ไฟฟ้าเฉลี่ย กับ \log activity ของสารละลายทองแดง(II) ใน 0.10 M แอมโมเนียมอะซิเตด ที่ใช้ขั้ว 3.0 % Naph CME เป็นขั้วอินดิเคเตอร์ ที่ sample injection volume ขนาดต่างๆเป็น (A) 283 (B) 534 μL



รูปที่ 3.19(ต่อ) : sample injection volume เป็น (C) 816 และ (D) 942 μL

ตารางที่ 3.15 Working curve characteristics เกลี่ยจาก FIA-Potentiometric detection สำหรับช่วงความเข้มข้นของสารละลายทองแดง(II) $5.00 \times 10^{-5} - 1.00 \times 10^{-2}$ M ใน 0.10 M แอมโมเนียมอะซิเตต ที่ใช้หัว 3.0 % Naph CME เป็นหัวอินดิเคเตอร์ ที่ sample injection volume ขนาดต่างๆ

Sample injection volume (μL)	สมการเส้นตรงเกลี่ย	r^2 เกลี่ย
283	$y = 0.0449x + 0.2322$	0.9973
534	$y = 0.0439x + 0.2338$	0.9875
816	$y = 0.0431x + 0.2275$	0.9932
942	$y = 0.0385x + 0.2130$	0.9966

จากตารางที่ 3.15 ในช่วงความเข้มข้นของสารละลายทองแดง (II) $5.00 \times 10^{-5} - 1.00 \times 10^{-2}$ M สมการการเส้นตรงที่ได้ของ sample injection volume ทุกขนาด ให้ผลไม่ต่างกันมากนัก โดยให้ค่า r^2 ที่มีค่าเข้าใกล้ 1 ใกล้เคียงกันแต่เมื่อพิจารณาจากรูปที่ 3.18 จะเห็นว่าค่าเบี่ยงเบนมาตรฐาน (SD) ของสัญญาณเมื่อใช้ sample injection volume เท่ากับ 283 μL มีค่าน้อยที่สุด ซึ่งเป็นปริมาตรที่น้อยที่สุด ทำให้ประหยัดปริมาณของสารได้และในการทดลองยังพบอีกว่า ที่ sample injection volume สูงๆ จะใช้เวลาจากยอดพีคกลับสู่ฐานพีค (return time) มาก ทำให้ใช้เวลาในการวิเคราะห์นานมากขึ้น

จาก optimum conditions ที่ได้จาก FIA-Potentiometric detection จะนำไปศึกษา analytical characteristics ขึ้นต่อไป

3.6 Analytical characteristics สำหรับการวิเคราะห์ทองแดง(II) ด้วย FIA-Potentiometric detection

3.6.1 การตรวจสอบช่วงใช้งานของการวิเคราะห์ทองแดง(II) ที่ใช้ขั้ว 3.0 % Naph CME เป็นขั้วอินดิเคเตอร์

วิธีทดลอง

เตรียมเซลล์ตามข้อ 3.3.4 และ Flow-Injection System ตามรูปที่ 3.12 โดยใช้ optimum conditions ใช้ขั้ว 3.0 % Naph CME เป็นขั้วอินดิเคเตอร์ และ Ag/AgCl ที่ประดิษฐ์เองเป็นขั้วอ้างอิง วัดศักย์ไฟฟ้าของตัวกลาง 0.10 M แอมโมเนียมอะซิเตต จนได้สัญญาณที่คงที่ จากนั้นทำการ load และ inject สารละลายทองแดง(II) เข้มข้น 5.00×10^{-6} - 1.00×10^{-2} M ใน 0.10 M แอมโมเนียมอะซิเตต บันทึกค่าศักย์ไฟฟ้าเทียบกับเวลาโดยเครื่อง Autolab 30 ด้วยโปรแกรม Chrono method (interval time >0.1s), Potentiometry (zero current) วัดความสูงของพีค คือค่าศักย์ไฟฟ้าที่เป็นผลต่างค่าศักย์ไฟฟ้าที่ยอดพีค (E_p) กับค่าศักย์ไฟฟ้าที่ฐานพีค (E_b) ($E_p - E_b$) ที่ความเข้มข้นของสารละลายทองแดง(II) ต่างๆ

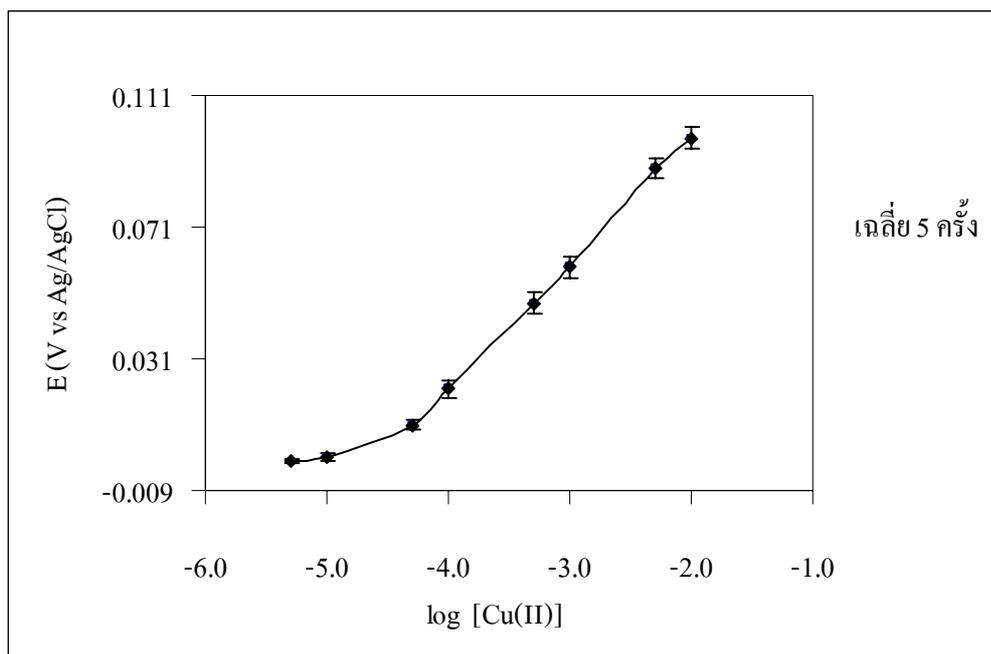
ผลการทดลอง

ค่าศักย์ไฟฟ้า, ค่าศักย์ไฟฟ้าเฉลี่ย, SD และ %RSD ของสารละลายทองแดง(II) เข้มข้น

5.00×10^{-6} - 1.00×10^{-2} M แสดงในตารางที่ 3.16 กราฟระหว่างค่าศักย์ไฟฟ้า เฉลี่ย กับ log activity ของสารละลายทองแดง(II) แสดงดังรูปที่ 3.20

ตารางที่ 3.16 ค่าศักย์ไฟฟ้า, ค่าศักย์ไฟฟ้าเฉลี่ย, SD และ %RSD ของสารละลายทองแดง(II) ที่ความเข้มข้นต่างๆ ใน 0.10 M แอมโมเนียมอะซิเตด

ความเข้มข้นของ สารละลาย ทองแดง(II) (M)	ค่าศักย์ไฟฟ้าของสารละลายทองแดง(II) ใน 0.10 M แอมโมเนียมอะซิเตด (V vs Ag/AgCl)							
	1	2	3	4	5	Average	SD	%RSD
5.00×10^{-6}	0.000	0.000	0.000	0.001	0.000	0.000	0.0004	223.61
1.00×10^{-5}	0.001	0.002	0.000	0.001	0.003	0.001	0.0011	81.44
5.00×10^{-5}	0.011	0.012	0.013	0.010	0.009	0.011	0.0016	14.37
1.00×10^{-4}	0.022	0.026	0.019	0.024	0.021	0.022	0.0027	12.06
5.00×10^{-4}	0.052	0.047	0.044	0.047	0.050	0.048	0.0031	6.42
1.00×10^{-3}	0.064	0.058	0.055	0.058	0.060	0.059	0.0033	5.62
5.00×10^{-3}	0.086	0.091	0.085	0.090	0.092	0.089	0.0031	3.51
1.00×10^{-2}	0.099	0.098	0.092	0.099	0.100	0.098	0.0032	3.29



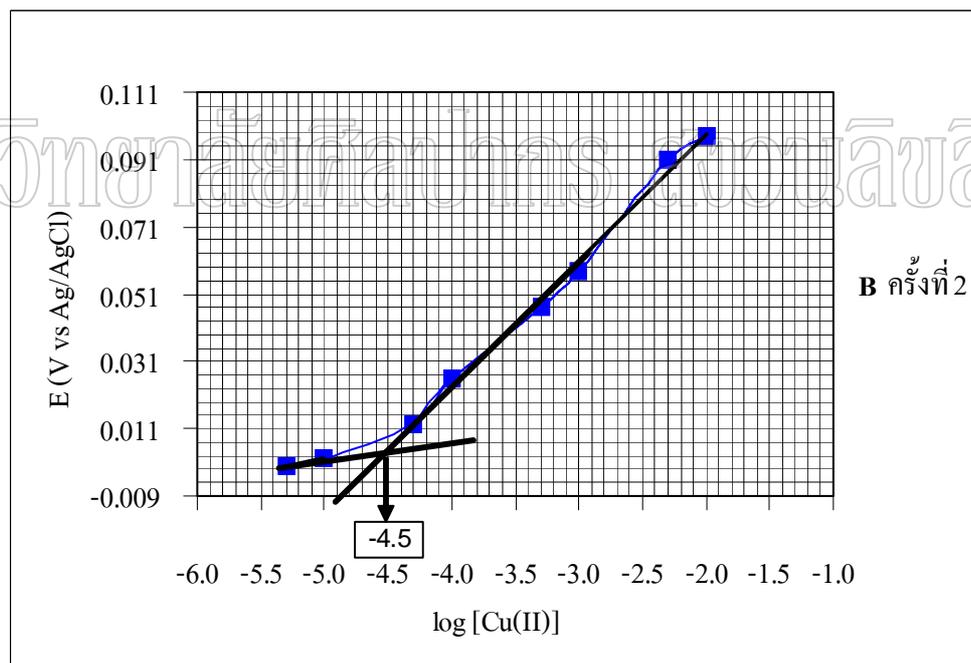
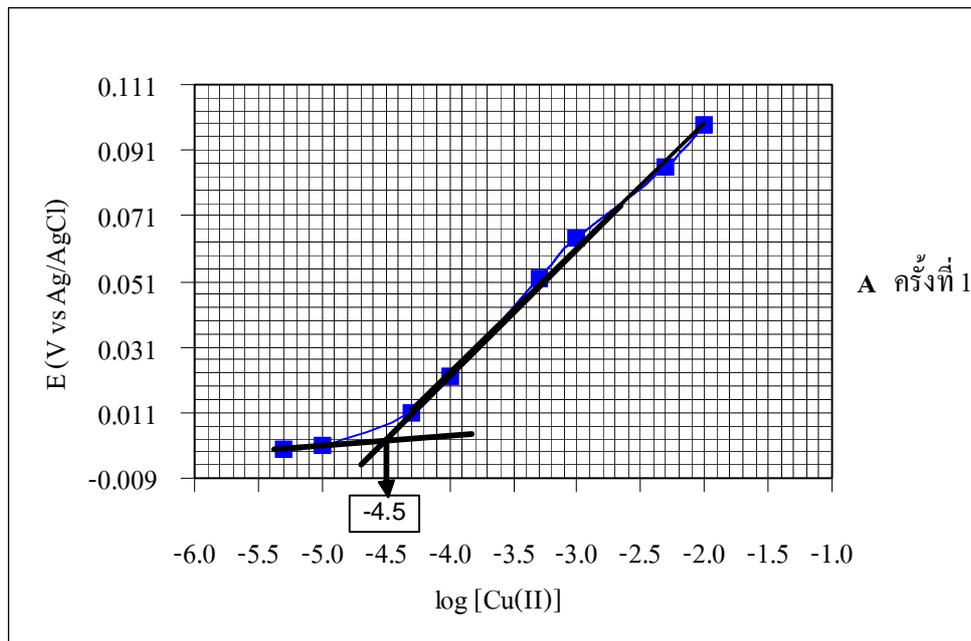
รูปที่ 3.20 : กราฟระหว่างค่าศักย์ไฟฟ้าเฉลี่ย กับ log ความเข้มข้นของสารละลายทองแดง(II)

ในช่วงความเข้มข้น 5.00×10^{-6} - 1.00×10^{-2} M ใน 0.10 M แอมโมเนียมอะซิเตต

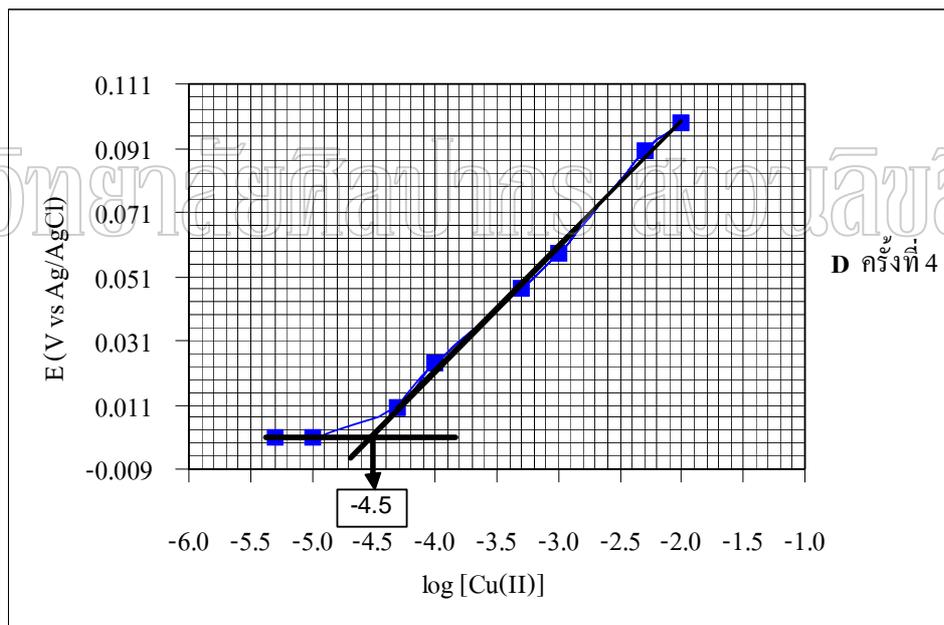
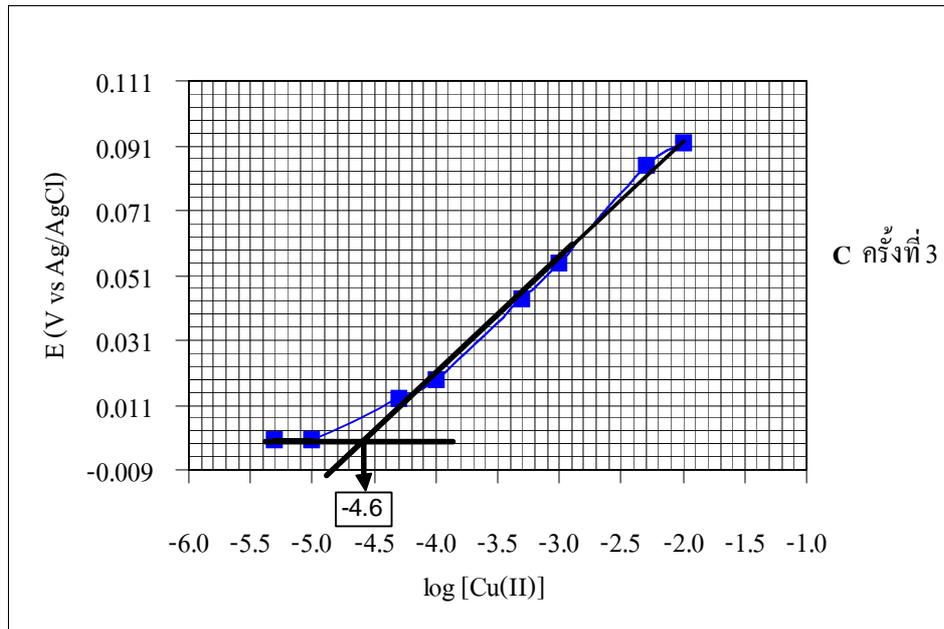
เมื่อนำผลการทดลองมาเขียนกราฟของความสัมพันธ์ระหว่างค่าศักย์ไฟฟ้ากับ log ความเข้มข้นของสารละลายทองแดง(II) พบว่ามีความสัมพันธ์เป็นเส้นตรงในช่วง 5.00×10^{-5} -

1.00×10^{-2} M มีสมการเส้นตรง เป็นดังนี้ $y = (0.0384 \pm 0.0974)x + (0.1754 \pm 0.0776)$ และ $r^2 = 0.9989$

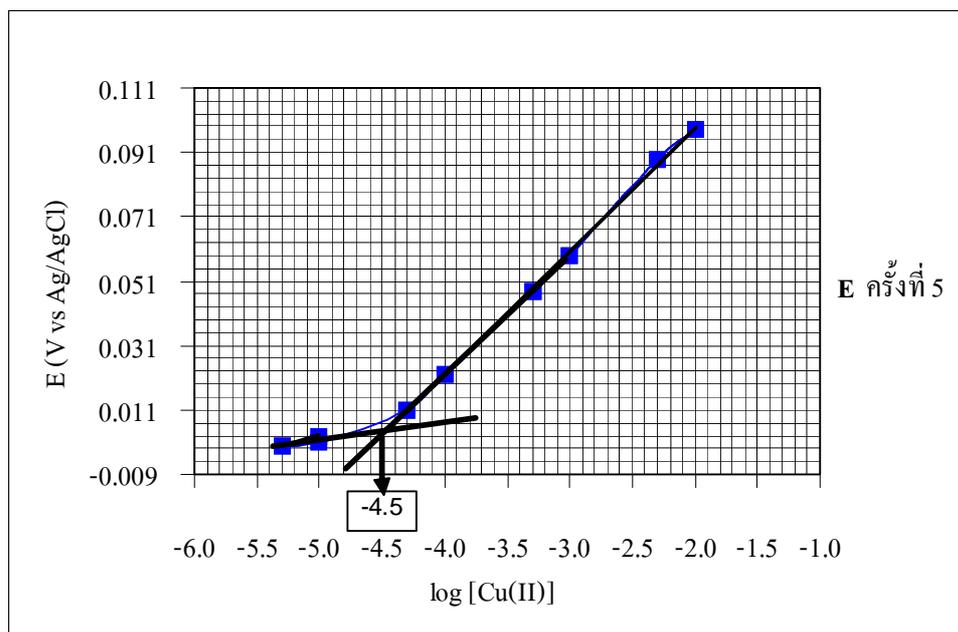
ผลการหา detection limit จาก working curve ด้วยการลากเส้นสัมผัส [34] แสดงดังรูปที่ 3.21



รูปที่ 3.21 : กราฟระหว่างค่าศักย์ไฟฟ้ากับ \log ความเข้มข้นของสารละลายทองแดง(II) ในช่วงความเข้มข้น 5.00×10^{-6} - 1.00×10^{-2} M ใน 0.10 M แอมโมเนียมอะซิเตด เพื่อใช้หา detection limit (A) กรังที่ 1 (B) กรังที่ 2

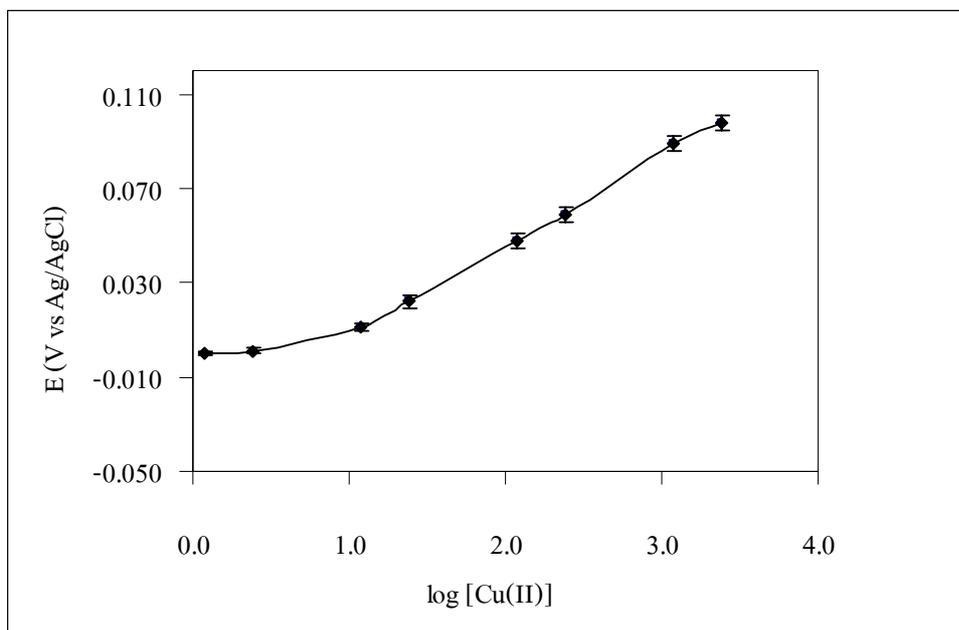


รูปที่ 3.21 (ต่อ) : detection limit ของ (C) ครั้งที่ 3 (D) ครั้งที่ 4



รูปที่ 3.21 (ต่อ) : detection limit ของ (E) ครั้งที่ 5

จากการลากเส้นสัมผัสของ working curve ทั้ง 5 ครั้งได้ Limit of detection น้อยเท่ากับ $3.00 \times 10^{-5} M$



รูปที่ 3.22 : กราฟระหว่างค่าศักย์ไฟฟ้าเฉลี่ย กับ log ความเข้มข้นของสารละลายทองแดง(II)

ในช่วงความเข้มข้น 12.08-2416 ppm ใน 0.10 M แอมโมเนียมอะซิเตด

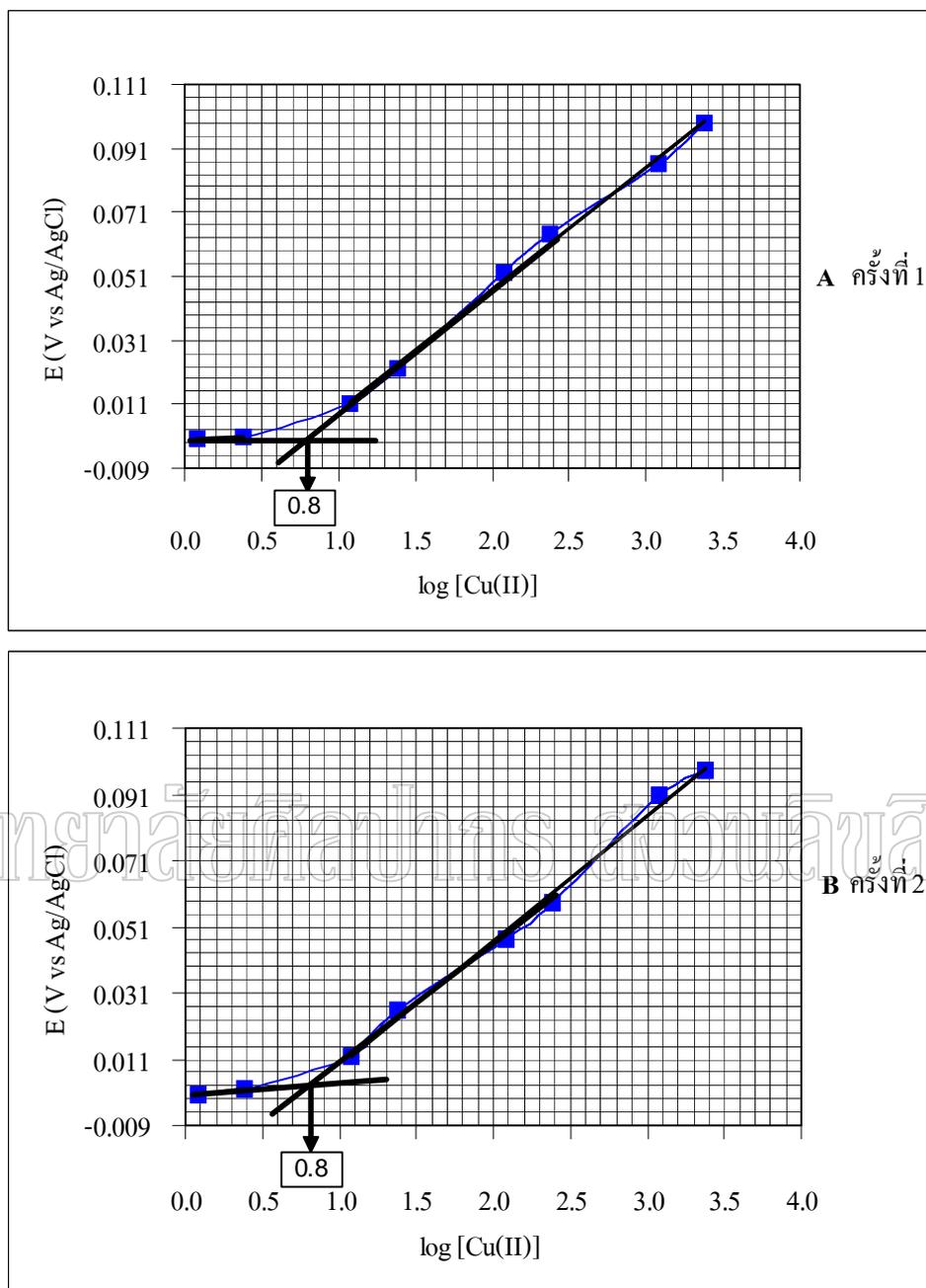
มหาวิทยาลัยศิลปากร สงวนลิขสิทธิ์

เมื่อนำผลการทดลองมาเขียนกราฟของความสัมพันธ์ระหว่างค่าศักย์ไฟฟ้า กับ log ความเข้มข้น

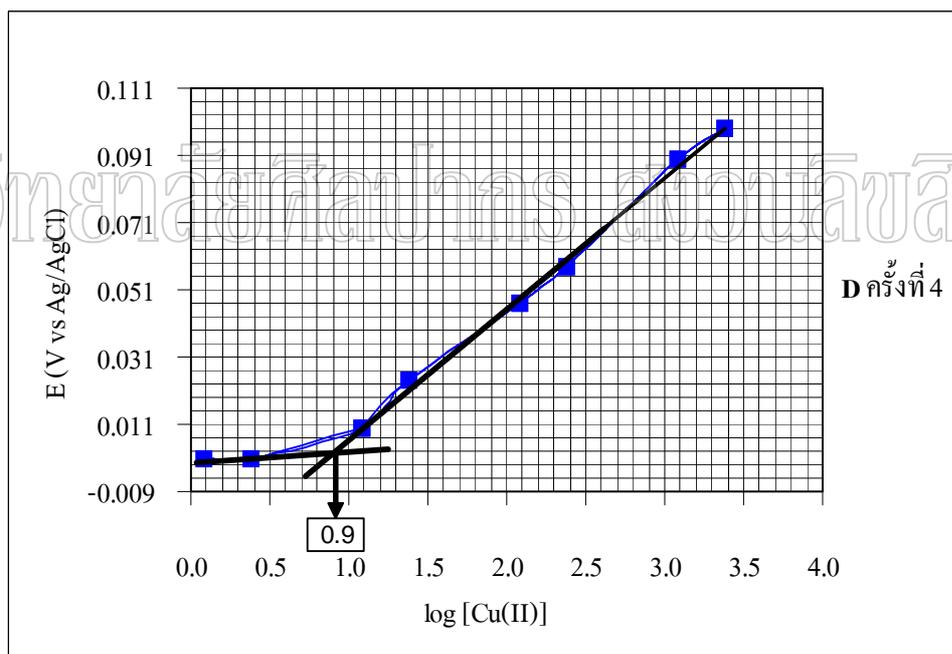
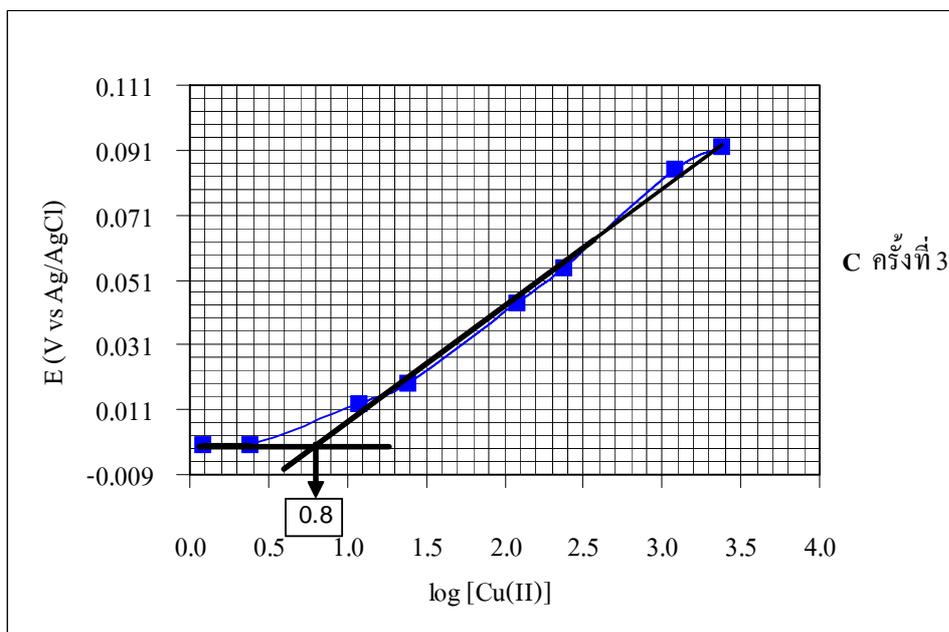
ของสารละลายทองแดง(II) พบว่ามีความสัมพันธ์เป็นเส้นตรงในช่วง 12.08-2416 ppm มีสมการ

เส้นตรง เป็นดังนี้ $y = (0.0384 \pm 0.0127)x - (0.0311 \pm 0.0188)$ และ $r^2 = 0.9989$

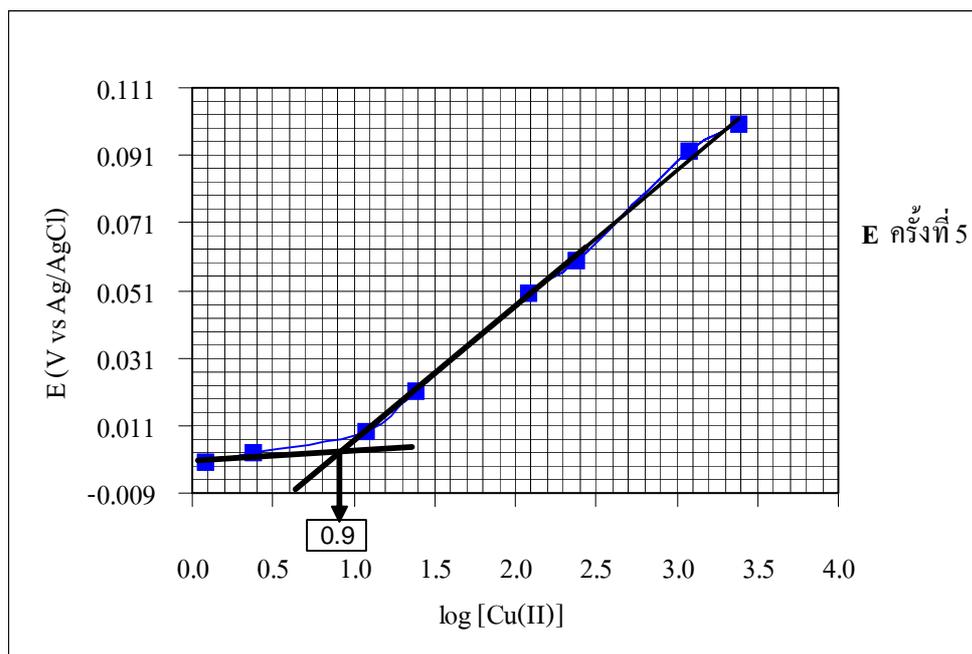
ผลการหา detection limit จาก working curve ด้วยการลากเส้นสัมผัส [34] แสดงดังรูปที่ 3.23



รูปที่ 3.23 : กราฟระหว่างค่าศักย์ไฟฟ้ากับ \log ความเข้มข้นของสารละลายทองแดง(II) ในช่วงความเข้มข้น 12.08-2416 ppm ใน 0.10 M แอมโมเนียมอะซิเตด เพื่อใช้หา detection limit (A) ครั้งที่ 1 (B) ครั้งที่ 2



รูปที่ 3.23 (ต่อ) : detection limit ของ (C) ครั้งที่ 3 (D) ครั้งที่ 4



รูปที่ 3.23 (ต่อ) : detection limit ของ (E) ครั้งที่ 5

มหาวิทยาลัยศิลปากร สงวนลิขสิทธิ์

จากการลากเส้นสัมผัสของ working curve ทั้ง 5 ครั้ง ได้ Limit of detection น้อยเท่ากับ

6.92 ppm

3.6.2 การศึกษาความแม่นยำในการวัดศักย์ไฟฟ้าของขั้ว 3.0 % Naph CME

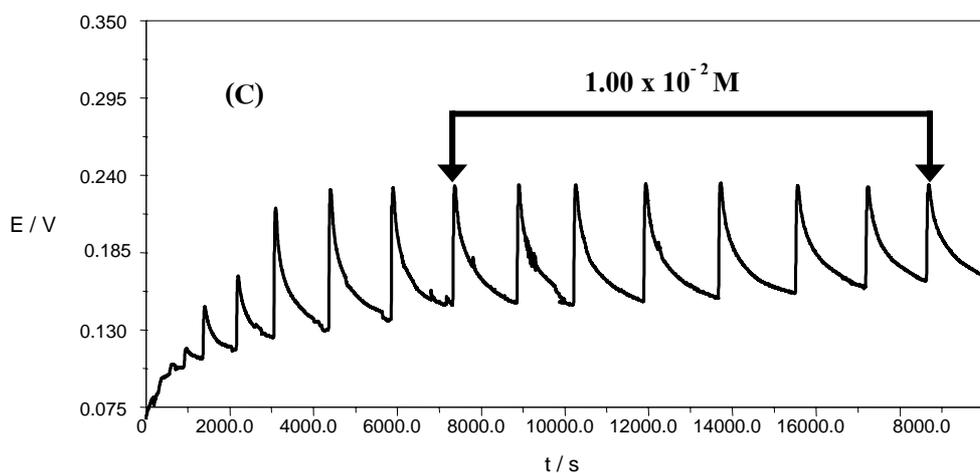
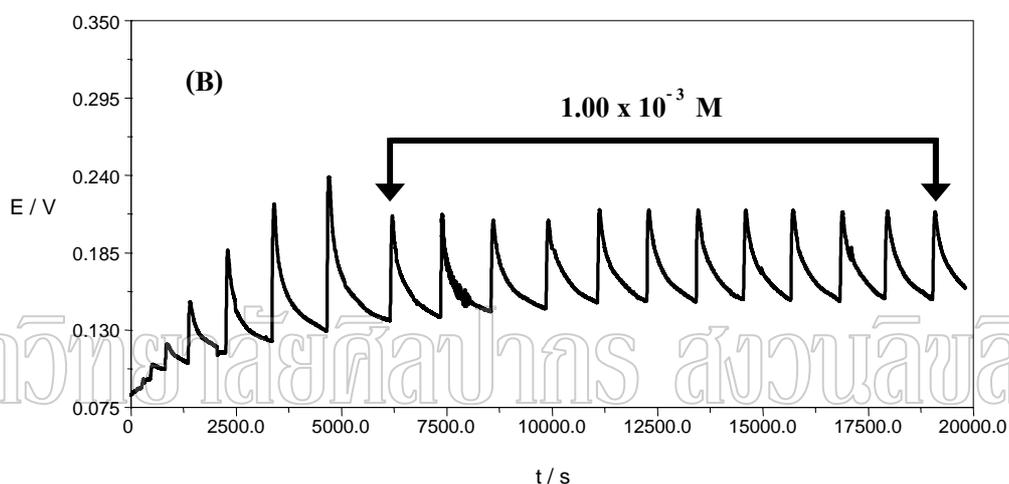
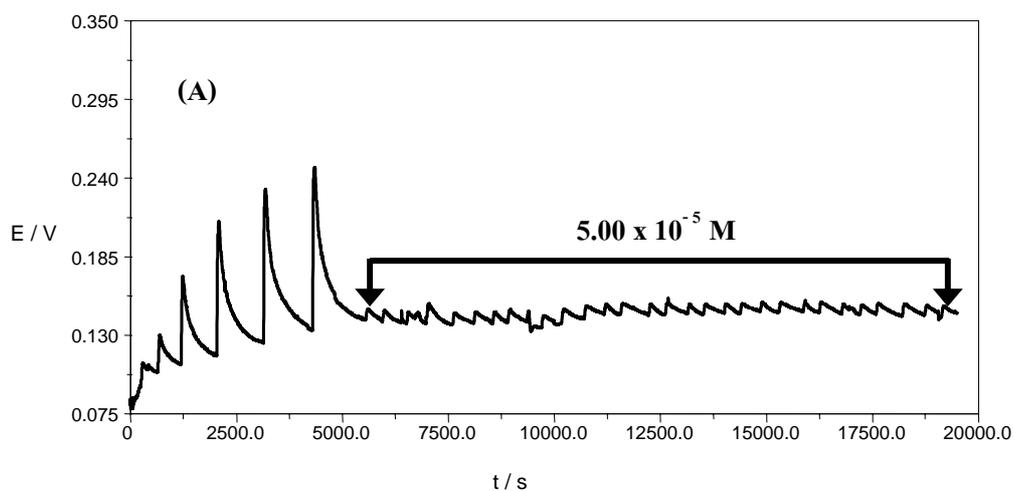
3.6.2.1 ความแม่นยำภายในวันเดียวกัน (Within a day)

วิธีทดลอง

เตรียมเซลล์ตามข้อ 3.3.4 และ Flow-Injection System ตามรูปที่ 3.12 โดยใช้ optimum conditions ใช้ขั้ว 3.0% Naph CME เป็นขั้วอินดิเคเตอร์ และ Ag/AgCl ที่ประดิษฐ์เองเป็นขั้วอ้างอิง วัดศักย์ไฟฟ้าของตัวกลาง 0.10 M แอมโมเนียมอะซิเตต จนได้สัญญาณที่คงที่ จากนั้นทำการ load และ inject สารละลายทองแดง(II) เข้มข้น 5.00×10^{-5} , 1.00×10^{-4} , 5.00×10^{-4} , 1.00×10^{-3} , 5.00×10^{-3} และ 1.00×10^{-2} M ใน 0.10 M แอมโมเนียมอะซิเตต ตามลำดับ แล้วจึง load และ inject สารละลายของทองแดง(II) เข้มข้น 5.00×10^{-5} M บันทึกค่าศักย์ไฟฟ้าเทียบกับเวลาโดยเครื่อง Autolab 30 ด้วยโปรแกรม Chrono method (interval time >0.1s), Potentiometry (zero current) วัดความสูงพีค คือค่าศักย์ไฟฟ้าที่เป็นผลต่างของค่าศักย์ไฟฟ้าที่ยอดพีค (E_p) กับค่าศักย์ไฟฟ้าที่ฐานพีค (E_b) ($E_p - E_b$) ที่ความเข้มข้นของสารละลายทองแดง(II) ต่างๆ ทำการทดลองเหมือนข้างต้นแต่เปลี่ยนจากสารละลายทองแดง(II) เข้มข้น 5.00×10^{-5} M เป็นสารละลายทองแดง(II) เข้มข้น 1.00×10^{-3} และ 1.00×10^{-2} M ใน 0.10 M แอมโมเนียมอะซิเตต ตามลำดับ

ผลการทดลอง

สัญญาณศักย์ไฟฟ้าจากการตอบสนองของขั้ว 3.0% Naph CME (V vs Ag/AgCl) ต่อสารละลายทองแดง(II) เข้มข้น 5.00×10^{-5} , 1.00×10^{-3} และ 1.00×10^{-2} M ใน 0.10 M แอมโมเนียมอะซิเตต หลังการทำ calibration curve แสดงดังรูปที่ 3.24 ค่าศักย์ไฟฟ้าที่วัดได้, ค่าศักย์ไฟฟ้าเฉลี่ย, SD และ % RSD ของสารละลายทองแดง(II) เข้มข้น 5.00×10^{-5} , 1.00×10^{-3} และ 1.00×10^{-2} M แสดงในตารางที่ 3.17



รูปที่ 3.24 : สัญญาณศักย์ไฟฟ้าจากการตอบสนองของขั้ว 3.0 % Naph CME (V vs Ag/AgCl) ต่อสารละลายทองแดง(II) ที่ความเข้มข้นต่างๆ ใน 0.10 M แอมโมเนียมอะซิเตด หลังการทำ calibration curve (A) สารละลายทองแดง(II) เข้มข้น 5.00×10^{-5} M (B) สารละลายทองแดง(II) เข้มข้น 1.00×10^{-3} M (C) สารละลายทองแดง(II) เข้มข้น 1.00×10^{-2} M

ตารางที่ 3.17 ค่าศักย์ไฟฟ้า, ค่าศักย์ไฟฟ้าเฉลี่ย, SD และ %RSD ของสารละลายทองแดง(II) เข้มข้น 5.00×10^{-5} , 1.00×10^{-3} และ 1.00×10^{-2} M ใน 0.10 M แอมโมเนียมอะซิเตต

ครั้งที่	ค่าศักย์ไฟฟ้าของสารละลายทองแดง (II) ใน 0.10 M แอมโมเนียมอะซิเตต (V vs Ag/AgCl)		
	สารละลายทองแดง(II) เข้มข้น 5.00×10^{-5} M	สารละลายทองแดง(II) เข้มข้น 1.00×10^{-3} M	สารละลายทองแดง(II) เข้มข้น 1.00×10^{-2} M
1	0.008	0.063	0.084
2	0.006	0.062	0.085
3	0.007	0.060	0.084
4	0.008	0.060	0.085
5	0.007	0.059	0.084
6	0.007	0.058	0.081
7	0.007	0.058	0.083
8	0.007	0.057	0.080
9	0.008	0.057	0.080
10	0.007	0.057	-
11	0.009	0.057	-
12	0.007	0.057	-
13	0.009	-	-
14	0.007	-	-
15	0.008	-	-
16	0.007	-	-
17	0.008	-	-
18	0.006	-	-
19	0.006	-	-
20	0.006	-	-
21	0.007	-	-
22	0.007	-	-
23	0.006	-	-

ตารางที่ 3.17 (ต่อ)

ครั้งที่	ค่าศักย์ไฟฟ้าของสารละลายทองแดง(II) ใน 0.10 M แอมโมเนียมอะซิเตต (V vs Ag/AgCl)		
	สารละลายทองแดง(II) เข้มข้น 5.00×10^{-5} M	สารละลายทองแดง(II) เข้มข้น 1.00×10^{-3} M	สารละลายทองแดง(II) เข้มข้น 1.00×10^{-2} M
24	0.008	-	-
25	0.007	-	-
26	0.006	-	-
27	0.007	-	-
28	0.007	-	-
29	0.006	-	-
30	0.007	-	-
n	30	12	9
Average	0.007	0.059	0.083
SD	0.0008	0.0021	0.0022
%RSD	11.42	3.56	2.65

จากตารางที่ 3.17 แสดงค่าศักย์ไฟฟ้าของสารละลายทองแดง(II) เข้มข้น 5.00×10^{-5} , 1.00×10^{-3} และ 1.00×10^{-2} M ใน 0.10 M แอมโมเนียมอะซิเตต หลังการทำ calibration curve เมื่อพิจารณาจาก %RSD พบว่ามีค่าลดลงเมื่อความเข้มข้นของสารละลายทองแดง(II) เพิ่มขึ้น

3.6.2.2 ความแม่นยำระหว่างวัน (Between days)

ความแม่นยำของซ้ำ 3.0 % Naph CME อันเดียวกัน

วิธีทดลอง

เตรียมเซลล์ตามข้อ 3.3.4 และ Flow-Injection System ตามรูปที่ 3.12 โดยใช้ optimum conditions ใช้ซ้ำ 3.0 % Naph CME เป็นซ้ำอินดิเคเตอร์ และ Ag/AgCl ที่ประดิษฐ์เองเป็นซ้ำอ้างอิง วัดศักย์ไฟฟ้าของตัวกลาง 0.10 M แอมโมเนียมอะซิเตต จนได้สัญญาณที่คงที่ จากนั้นทำการ load และ inject สารละลายทองแดง(II) เข้มข้น 1.00×10^{-3} M ใน 0.10 M แอมโมเนียมอะซิเตต บันทึกค่าศักย์ไฟฟ้าเทียบกับเวลาโดยเครื่อง Autolab 30 ด้วยโปรแกรม Chrono method (interval time >0.1s), Potentiometry (zero current) วัดความสูงพีค คือผลต่างค่าศักย์ไฟฟ้าที่เป็นศักย์ไฟฟ้าที่ยอดพีค (E_p) กับศักย์ไฟฟ้าที่ฐานพีค ที่ความเข้มข้นของสารละลายทองแดง(II) 1.00×10^{-3} M ทำการทดลองกับซ้ำประดิษฐ์ 4 ซ้ำ จำนวนครั้งในการทดลองเท่ากับ 15 ครั้ง

ผลการทดลอง

ค่าศักย์ไฟฟ้าที่วัดได้, ค่าศักย์ไฟฟ้าเฉลี่ย, SD และ % RSD ของสารละลายทองแดง(II) เข้มข้น 1.00×10^{-3} M ใน 0.10 M แอมโมเนียมอะซิเตต ที่ใช้ซ้ำ 3.0 % Naph CME เป็นซ้ำอินดิเคเตอร์ จำนวน 4 ซ้ำ แสดงดังตารางที่ 3.18

ตารางที่ 3.18 ค่าศักย์ไฟฟ้าที่วัดได้, SD และ % RSD ของสารละลายทองแดง(II) เข้มข้น 1.00×10^{-3} M ที่ใช้ขั้ว 3.0 % Naph CME เป็น ขั้วอินดิเคเตอร์ จำนวน 4 ขั้ว

วันที่	ค่าศักย์ไฟฟ้าของสารละลายทองแดง(II) ใน 0.10 M แอมโมเนียมอะซิเตด (V vs Ag/AgCl)			
	วันที่ประดิษฐ์ขั้ว			
	8 ม.ค.2549	25 ก.พ.2549	7 เม.ย.2549	28 เม.ย.2549
1	0.056	0.055	0.053	0.056
2	0.058	0.058	0.050	0.057
3	0.058	0.058	0.051	0.060
4	0.061	0.052	0.054	0.053
5	0.061	0.050	0.053	0.054
6	0.055	0.057	0.049	0.054
7	0.060	0.055	0.051	0.054
8	0.059	0.051	0.051	0.052
9	0.059	0.054	0.053	0.053
10	0.058	0.053	0.053	0.055
11	0.060	0.052	0.053	0.053
12	0.059	0.055	0.053	0.055
13	0.057	0.055	0.055	0.054
14	0.056	0.052	0.056	0.055
15	0.060	0.054	0.057	0.055
n	15	15	15	15
Average	0.058	0.054	0.053	0.055
SD	0.00185	0.00243	0.00218	0.00195
%RSD	3.16	4.50	4.12	3.57
%RSD เฉลี่ย	3.84			

ความแม่นยำของซ้ำ 3.0 % Naph CME ต่างซ้ำกัน

วิธีทดลอง

ความแม่นยำในแต่ละจุดความเข้มข้นของสารละลายทองแดง(II) ของ calibration curve ที่ทำการทดลองในแต่ละวัน เป็นจำนวน 5 วัน โดยใช้ซ้ำ 3.0 % Naph CME ต่างซ้ำกัน ด้วยเทคนิค FIA-Potentiometric detection ที่ optimum conditions ค่าศักย์ไฟฟ้าที่วัดได้, SD และ %RSD แสดงในตารางที่ 3.19 สรุป working curve characteristics ที่ได้ของแต่ละซ้ำแสดงดังตารางที่ 3.20 และตรวจสอบการเบี่ยงเบนของค่าเฉลี่ยของ slope และ R^2 โดยใช้ Shewhart chart [35] แสดงดังรูปที่ 3.25

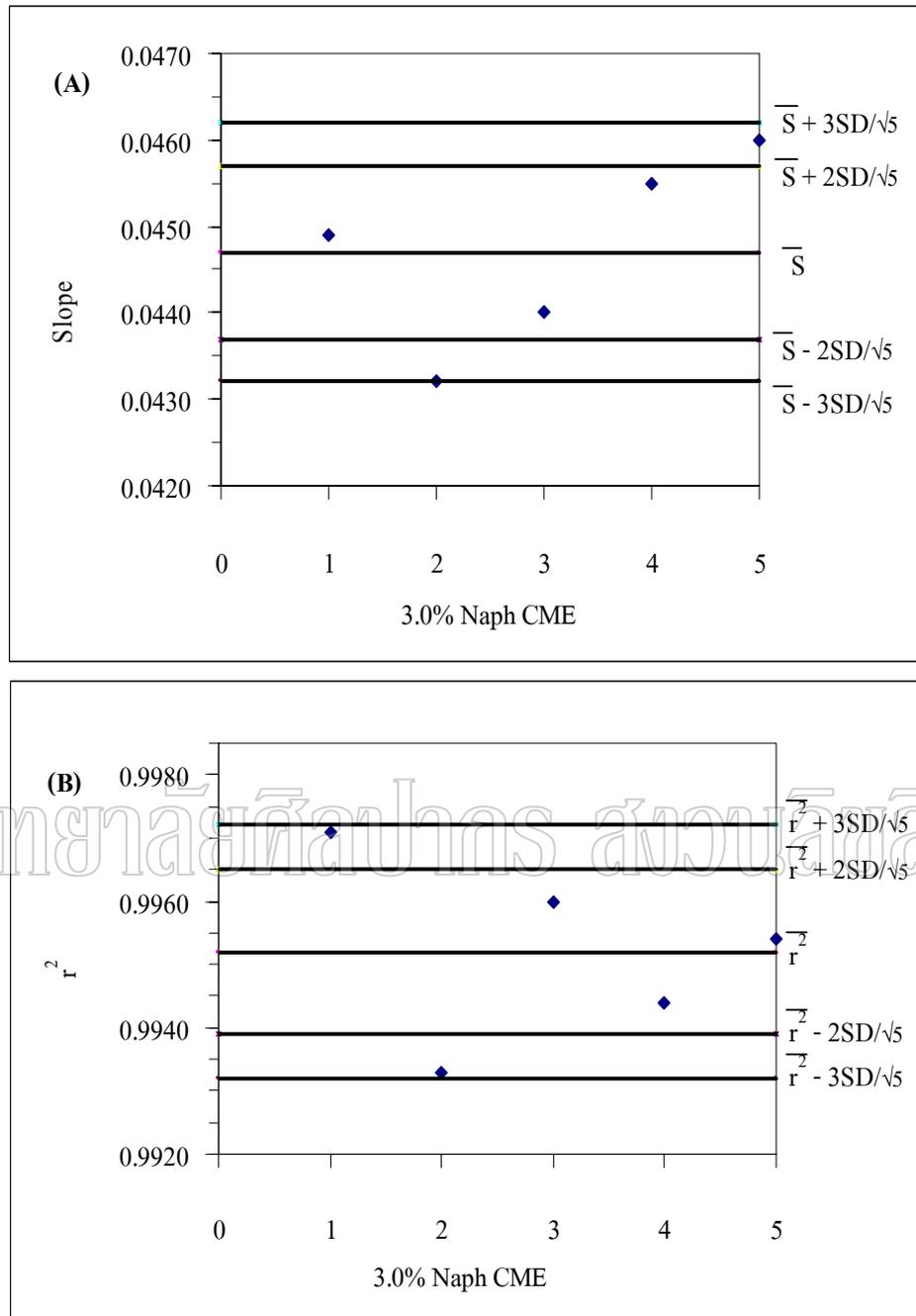
ตารางที่ 3.19 ค่าศักย์ไฟฟ้าที่วัดได้, SD และ % RSD ของสารละลายทองแดง(II) ใน 0.10 M แอมโมเนียมอะซิเตต ที่ใช้ซ้ำ 3.0 % Naph CME ที่ประดิษฐ์ขึ้นในวันต่างๆเป็น ซ้ำอินดิเคเตอร์ จำนวน 5 ซ้ำ

วันที่ ประดิษฐ์ซ้ำ	ค่าศักย์ไฟฟ้าของสารละลายทองแดง(II) ใน 0.10 M แอมโมเนียมอะซิเตต (V vs Ag/AgCl)					
	ความเข้มข้นของสารละลายทองแดง(II) (M)					
	5.00×10^{-5}	1.00×10^{-4}	5.00×10^{-4}	1.00×10^{-3}	5.00×10^{-3}	1.00×10^{-2}
25/07/2548	0.018	0.032	0.060	0.077	0.110	0.118
03/08/2548	0.015	0.032	0.066	0.075	0.106	0.113
28/04/2549	0.010	0.023	0.051	0.062	0.099	0.109
02/06/2549	0.010	0.021	0.049	0.067	0.102	0.110
09/08/2549	0.012	0.019	0.052	0.070	0.102	0.112
Average	0.013	0.025	0.056	0.070	0.104	0.112
SD	0.0035	0.0062	0.0072	0.0061	0.0043	0.0035
%RSD	26.66	24.36	12.88	8.63	4.11	3.12

ตารางที่ 3.20 Working curve characteristics จาก FIA-Potentiometric detection สำหรับช่วงความเข้มข้นของสารละลายทองแดง(II) $5.00 \times 10^{-5} - 1.00 \times 10^{-2}$ M ใน 0.10 M แอมโมเนียมอะซิเตต ที่ใช้ขั้ว 3.0 % Naph CME ที่ประดิษฐ์ขึ้นในวันต่างๆเป็นขั้วอินดิเคเตอร์ จำนวน 5 ขั้ว

ขั้ว	สมการเส้นตรง	slope	r^2
25/07/2548	$y = 0.0449x + 0.2288$	0.0449	0.9971
03/08/2548	$y = 0.0432x + 0.2216$	0.0432	0.9933
28/04/2549	$y = 0.0440x + 0.2154$	0.044	0.9960
02/06/2549	$y = 0.0442x + 0.2152$	0.0442	0.9944
09/08/2549	$y = 0.0458x + 0.2231$	0.0458	0.9948
SD		0.0011	0.0015
%RSD		2.53	0.15

มหาวิทยาลัยศรีปทุม วิทยาลัยเทคโนโลยีพระสงฆ์เถลิงเกียรติ
เมื่อตรวจสอบการเบี่ยงเบนของค่าเฉลี่ยของ slope และ r^2 โดยใช้ Shewhart chart แสดงดังรูปที่ 3.25



รูปที่ 3.25 : Shewhart chart ของ (A) Slope (B) r^2 จาก working curve ในช่วงความเข้มข้นของสารละลายทองแดง(II) 5.00×10^{-5} - 1.00×10^{-2} M ที่ใช้ซ้ำ 3.0 % Naph CME ต่างซ้ำกัน

จากตารางที่ 3.19 แสดงค่าศักย์ไฟฟ้าของสารละลายทองแดง(II) เข้มข้น 5.00×10^{-5} – 1.00×10^{-2} M ใน 0.10 M แอมโมเนียมอะซิเตต ที่ใช้ขั้ว 3.0% Naph CME ที่ประจุขึ้นในวันต่างๆ จำนวน 5 ขั้ว พบว่าที่ความเข้มข้นของสารละลายทองแดง(II) ระหว่าง 5.00×10^{-5} – 1.00×10^{-3} M มีค่า %RSD มากกว่า 5.00% แต่จะมีค่าลดลงเมื่อใช้ตรวจวัดสารละลายทองแดง(II) ที่ความเข้มข้นเพิ่มขึ้น แต่เมื่อพิจารณาจาก %RSD ของ slope และ r^2 ที่ได้มีค่าต่ำกว่า 5.00 % และตรวจสอบการเบี่ยงเบนของค่าเฉลี่ยของ slope และ r^2 โดยใช้ Shewhart chart ซึ่ง การเบี่ยงเบนของค่าเฉลี่ยของ slope และ r^2 ไม่เกิน $\pm 3SD/\sqrt{5}$ จึงสรุปได้ว่าขั้วที่ประจุขึ้นในแต่ละครั้งมีประสิทธิภาพในการใช้งานได้เหมือนกัน

มหาวิทยาลัยศิลปากร สงวนลิขสิทธิ์

3.6.3 การศึกษาผลของไอออนอื่นๆที่มีต่อการวิเคราะห์ทองแดง(II)

วิธีทดลอง

เตรียมเซลล์ตามข้อ 3.3.4 และ Flow Injection System ตามรูปที่ 3.12 โดยใช้ optimum conditions ใช้ขั้ว 3.0 % Naph CME เป็นขั้วอินดิเคเตอร์ และ Ag/AgCl ที่ประดิษฐ์เองเป็นขั้วอ้างอิง วัดศักย์ไฟฟ้าของตัวกลาง 0.10 M แอมโมเนียมอะซิเตต จนได้สัญญาณที่คงที่ จากนั้นทำการ load และ inject สารละลายทองแดง(II) เข้มข้น 1.00×10^{-3} M ใน 0.10 M แอมโมเนียมอะซิเตต แล้วจึง load และ inject สารละลายผสมระหว่างสารละลายทองแดง(II) กับไอออนอื่นๆ ใน 0.10 M แอมโมเนียมอะซิเตต โดยให้มีอัตราส่วนโดยโมลของทองแดง(II) ต่อไอออนรบกวนต่างๆ ตั้งแต่ 1:0, 1:0.1,....., เป็นต้น บันทึกค่าศักย์ไฟฟ้าเทียบกับเวลาโดยเครื่อง Autolab 30 ด้วยโปรแกรม Chrono method (interval time > 0.1 s), Potentiometry (zero current) วัดความสูงพีค คือผลต่างค่าศักย์ไฟฟ้าที่เป็นค่าศักย์ไฟฟ้าที่ยอดพีค (E_p) กับค่าศักย์ไฟฟ้าที่ฐานพีค (E_b) ($E_p - E_b$) ที่ความเข้มข้นของสารละลายทองแดง(II) เข้มข้น 1.00×10^{-3} M และ สารละลายผสมระหว่างสารละลายทองแดง(II) กับไอออนอื่นๆ เพื่อตรวจสอบหาอัตราส่วนผลการรบกวนที่ทำให้สัญญาณการตอบสนองของขั้ว 3.0 % Naph CME ต่อสารละลายทองแดง(II) เข้มข้น 1.00×10^{-3} M มีการเปลี่ยนแปลงไม่เกิน $\pm 5.0\%$ เป็น Tolerance limit ไอออนต่างๆที่ศึกษาแสดงในตารางที่ 3.21 และ 3.22

ตารางที่ 3.21 ไอออนบวกต่างๆที่ศึกษาและสารเคมีที่ใช้

ไอออน	สารเคมีที่ใช้
Al(III)	Aluminium chloride hexahydrate
Cr(III)	Chromium nitrate nanohydrate
Fe(III)	Ferric nitrate hexahydrate
Mn(II)	Manganese nitrate tetrahydrate
Ni(II)	Nickel nitrate hexahydrate
Zn(II)	Zinc nitrate hexahydrate

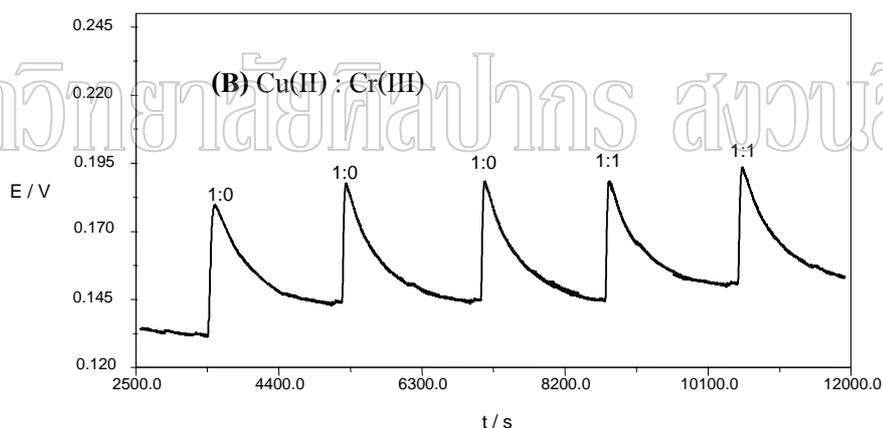
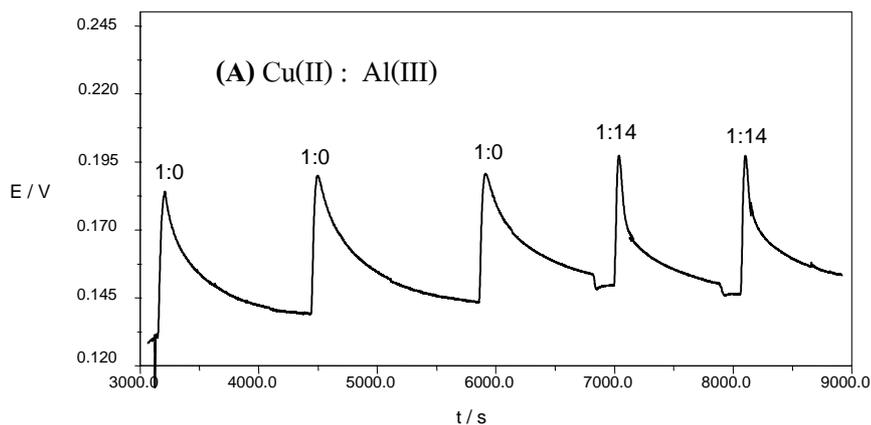
มหาวิทยาลัยศิลปากร ส่วนหนังสือพิมพ์

ตารางที่ 3.22 ไอออนลบต่างๆที่ศึกษาและสารเคมีที่ใช้

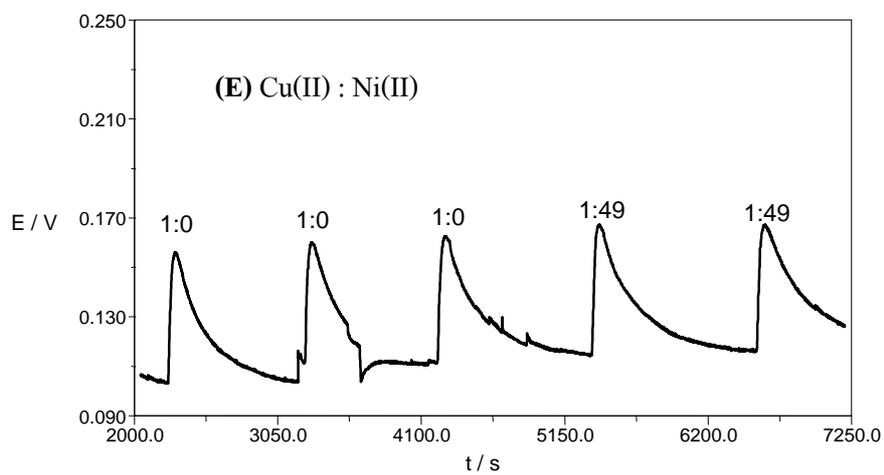
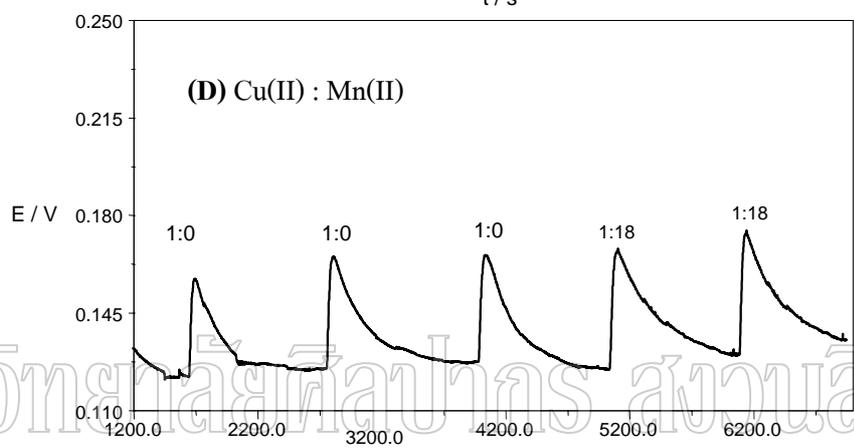
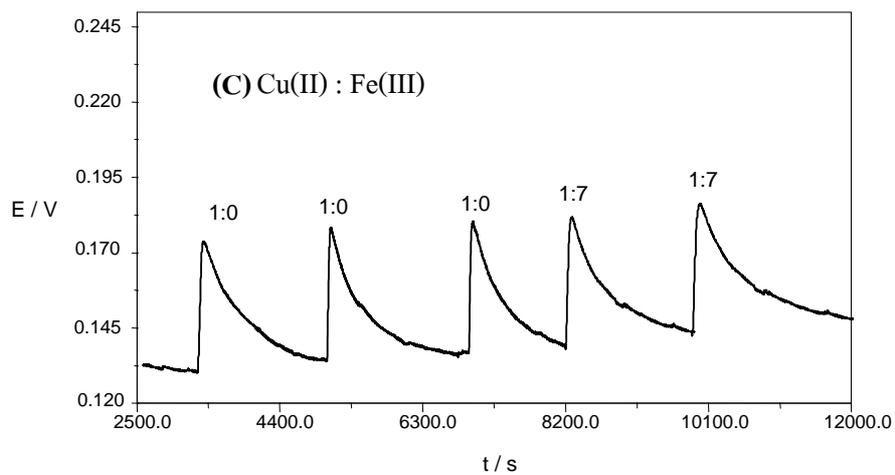
ไอออนลบ	สารเคมีที่ใช้
Br^-	Potassium bromide
Cl^-	Potassium chloride
F^-	Potassium fluoride
SCN^-	Potassium thiocyanate
$\text{Cr}_2\text{O}_7^{2-}$	Potassium dichromate
PO_4^{3-}	Tri-Sodium phosphate
EDTA	EDTA disodium salt
Citrate	Sodium citrate
Oxalate	Sodium oxalate

ผลการทดลอง

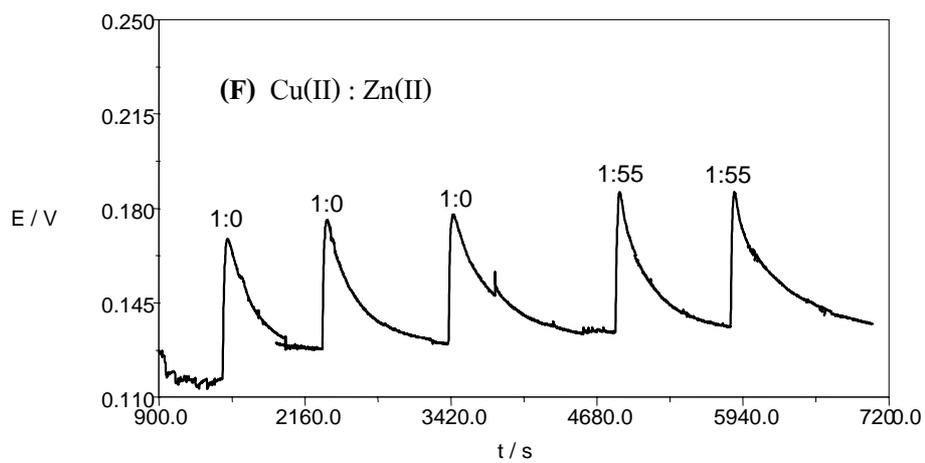
ข้อมูลผลการรบกวนของไอออนบวกและไอออนลบที่ทำให้สัญญาณการตอบสนองของขั้ว 3.0 % Naph CME ต่อสารละลายทองแดง(II) เข้มข้น 1.00×10^{-3} M ใน 0.10 M แอมโมเนียมอะซิเตต เปลี่ยนแปลงไม่เกิน ± 5.0 % เป็น Tolerance limit



รูปที่ 3.26 : สัญญาณการตอบสนองของขั้ว 3.0 % Naph CME (V vs Ag/AgCl) ต่อ สารละลายทองแดง(II) เข้มข้น 1.00×10^{-3} M และ สารละลายผสมระหว่างสารละลายทองแดง(II) กับไอออนบวก ใน 0.10 M แอมโมเนียมอะซิเตต ที่อัตราส่วนไอออน ทำให้สัญญาณการตอบสนองของขั้ว 3.0% Naph CME ต่อสารละลายทองแดง(II) เข้มข้น 1.00×10^{-3} M มีการเปลี่ยนแปลงไม่เกิน $\pm 5.0\%$ เป็น Tolerance limit สัญญาณการตอบสนองของ (A) Cu(II) : Al(III) (B) Cu(II) : Cr(III)

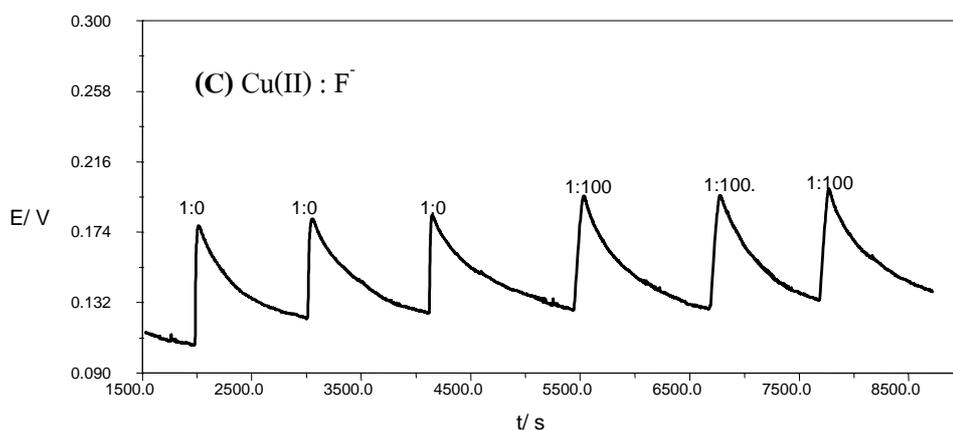
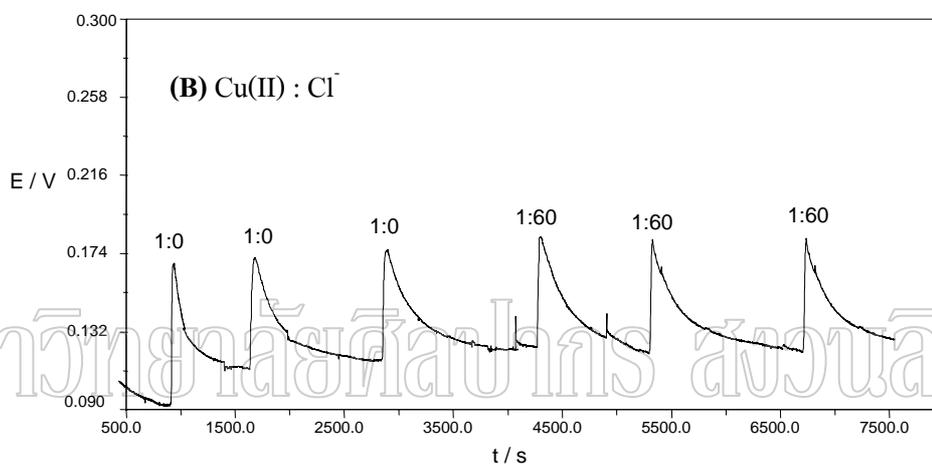
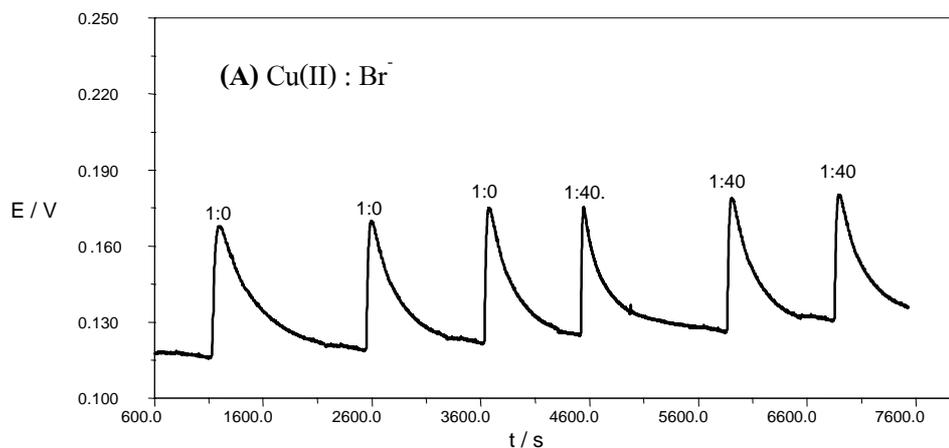


รูปที่ 3.26 (ต่อ) : สัญญาณการตอบสนองของ (C) Cu(II) : Fe(III) (D) Cu(II) : Mn(II)
(E) Cu(II) : Ni(II)

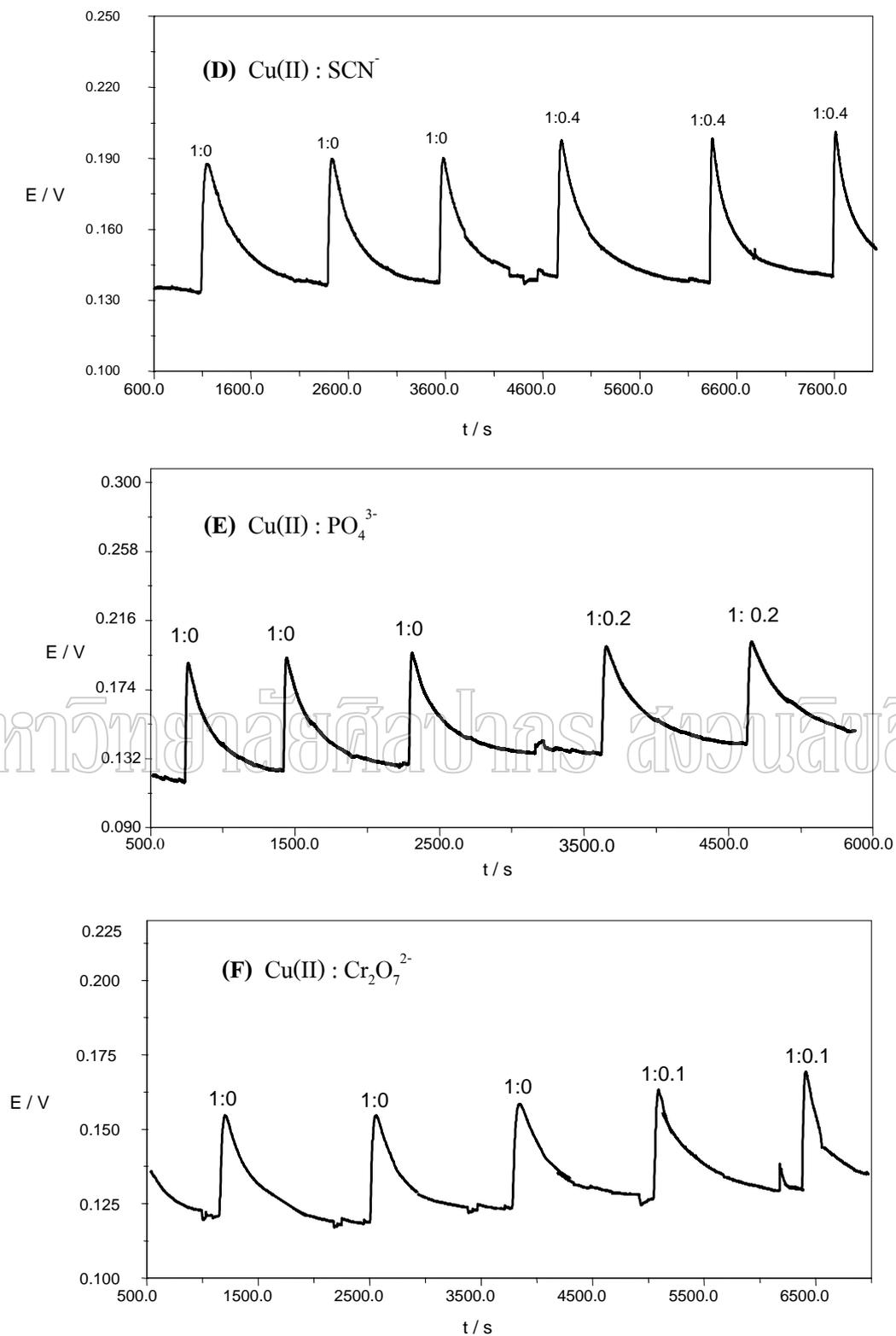


รูปที่ 3.26 (ต่อ) : สัญญาณการตอบสนองของ (F) Cu(II) : Zn(II)

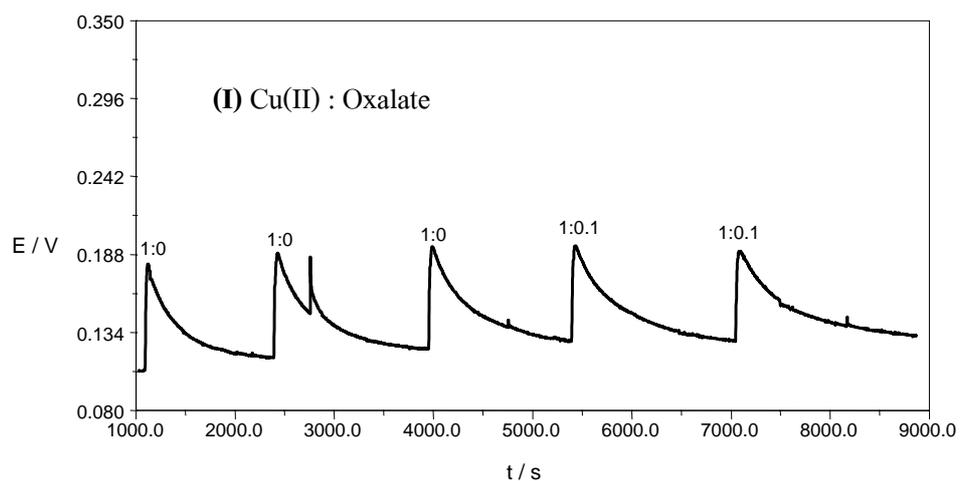
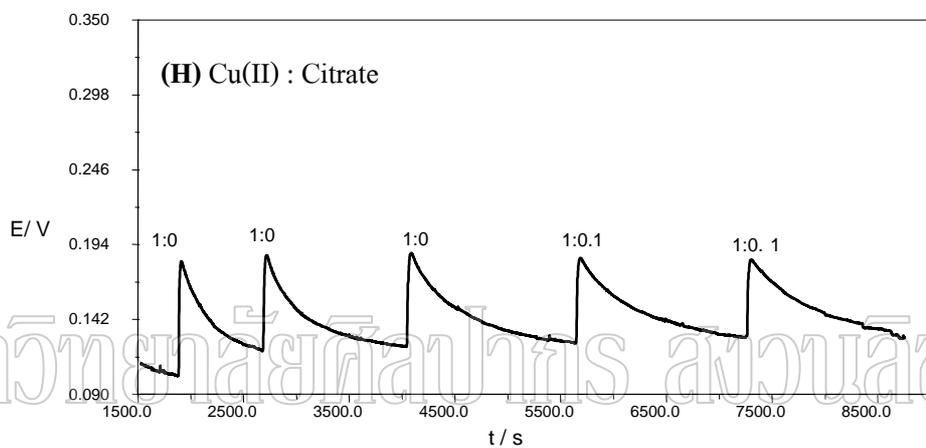
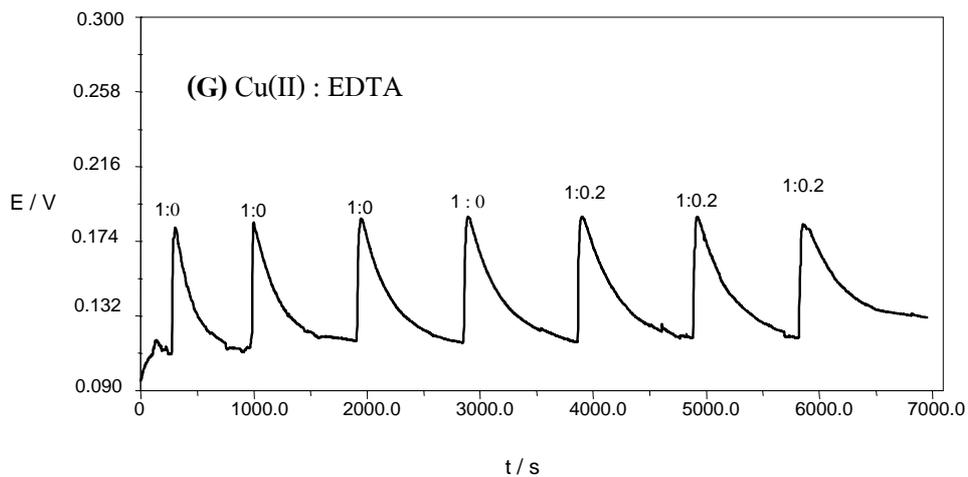
มหาวิทยาลัยศิลปากร สงวนลิขสิทธิ์



รูปที่ 3.27 : สัญญาณการตอบสนองของขั้ว 3.0 % Naph CME (V vs Ag/AgCl) ต่อ สารละลายทองแดง(II) เข้มข้น 1.00×10^{-3} M และสารละลายผสมระหว่าง สารละลายทองแดง(II) กับไอออน-ลบ ใน 0.10 M แอมโมเนียมอะซิเตด ที่อัตราส่วนผลการรบกวน ที่ทำให้สัญญาณการตอบสนองของขั้ว 3.0 % Naph CME ต่อสารละลายทองแดง(II) เข้มข้น 1.00×10^{-3} M มีการเปลี่ยนแปลงไม่เกิน ± 5.0 % เป็น Tolerance limit (A) Cu(II) : Br⁻ (B) Cu(II) : Cl⁻ (C) Cu(II) : F⁻



รูปที่ 3.27 (ต่อ): สัญญาณการตอบสนองของ (D) $\text{Cu(II)} : \text{SCN}^-$ (E) $\text{Cu(II)} : \text{PO}_4^{3-}$
(F) $\text{Cu(II)} : \text{Cr}_2\text{O}_7^{2-}$



รูปที่ 3.27 (ต่อ): สัญญาณการตอบสนองของ (G) Cu(II) : EDTA (H) Cu(II) : Citrate
(I) Cu(II) : Oxalate

ตารางที่ 3.23 อัตราส่วนโดยโมลของทองแดง(II) ต่อไอออนบวก ที่ทำให้สัญญาณการตอบสนองของขั้ว 3.0 % Naph CME ต่อสารละลายทองแดง(II) เข้มข้น 1.00×10^{-3} M มีการเปลี่ยนแปลงไม่เกิน ± 5.0 % เป็น Tolerance limit

ไอออนบวก (C)	Mole ratio (Cu(II) : C)
Al(III)	1 : 14
Cr(III)	1 : 1
Fe(III)	1 : 7
Mn(II)	1 : 18
Ni(II)	1 : 45
Zn(II)	1 : 55

มหาวิทยาลัยศิลปากร สงวนลิขสิทธิ์

ตารางที่ 3.24 อัตราส่วนโดยโมลของทองแดง(II) ต่อไอออนลบ ที่ทำให้สัญญาณการตอบสนองของขั้ว 3.0% Naph CME ต่อสารละลายทองแดง(II) เข้มข้น 1.00×10^{-3} M มีการเปลี่ยนแปลงไม่เกิน ± 5.0 % เป็น Tolerance limit

ไอออนลบ (A)	Mole ratio (Cu(II) : A)
Br ⁻	1 : 40
Cl ⁻	1 : 60
F ⁻	1 : 100
SCN ⁻	1 : 0.4
PO ₄ ³⁻	1:0.2
Cr ₂ O ₇ ²⁻	1 : 0.1
EDTA	1 : 0.2
Citrate	1: 0.1
Oxalate	1:0.1

3.6.4 การศึกษาอายุการใช้งานของขั้ว 3.0 % Naph CME

วิธีทดลอง

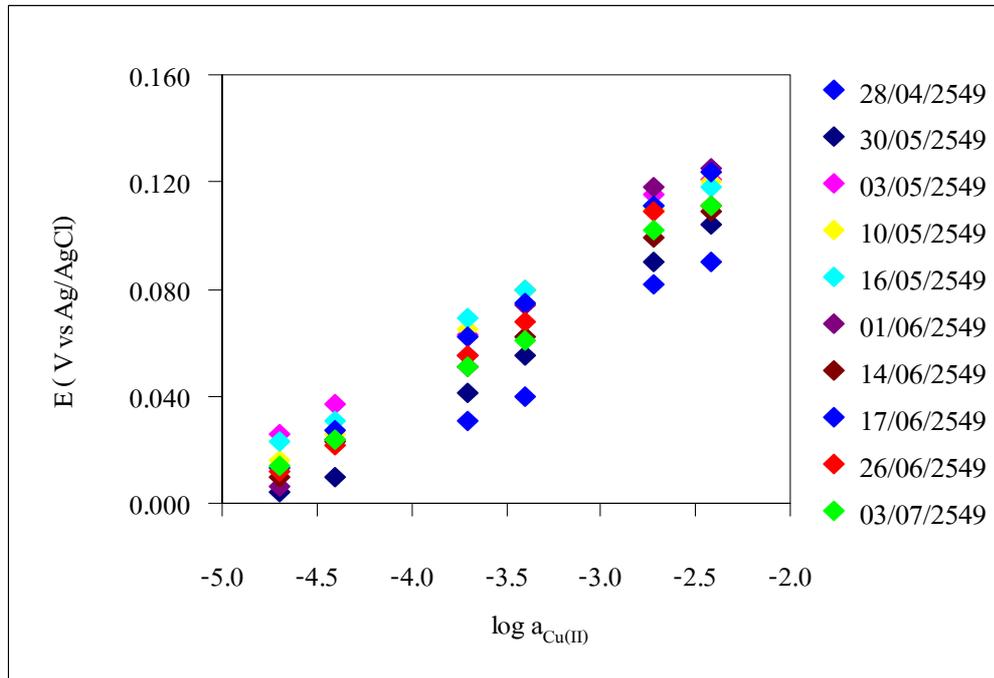
เตรียมเซลล์ตามข้อ 3.3.4 และ Flow-Injection System ตามรูปที่ 3.12 โดยใช้ optimum conditions ใช้ขั้ว 3.0 % Naph CME เป็นขั้วอินดิเคเตอร์ และ Ag/AgCl ที่ประดิษฐ์เองเป็นขั้วอ้างอิง วัดศักย์ไฟฟ้าของตัวกลาง 0.10 M แอมโมเนียมอะซิเตต จนได้สัญญาณที่คงที่ จากนั้นทำการ load และ inject สารละลายของทองแดง(II) เข้มข้น 5.00×10^{-5} , 1.00×10^{-4} , 5.00×10^{-4} , 1.00×10^{-3} , 5.00×10^{-3} และ 1.00×10^{-2} M ใน 0.10 M แอมโมเนียมอะซิเตต ตามลำดับ บันทึกค่าศักย์ไฟฟ้าโดยเครื่อง Autolab 30 ด้วยโปรแกรม Chrono method (interval time $>0.1s$), Potentiometry (zero current) วัดความสูงพีค คือค่าศักย์ไฟฟ้าที่เป็นผลต่างค่าศักย์ไฟฟ้าที่ยอดพีค (E_p) กับค่าศักย์ไฟฟ้าที่ฐานพีค (E_b) ($E_p - E_b$) ของสารละลายทองแดง(II) แต่ละความเข้มข้น ทำการทดลองเหมือนข้างต้น โดยใช้ขั้วอินดิเคเตอร์อันเดิม ภายในระยะเวลา 66 วัน เพื่อเปรียบเทียบ slope และ r^2 ที่ได้จาก working curve

ผลการทดลอง

ค่าศักย์ไฟฟ้า, working curve characteristics ของสารละลายทองแดง(II) 0.10 M แอมโมเนียมอะซิเตตแสดงดังตารางที่ 3.25 และ 3.26 กราฟระหว่างค่าศักย์ไฟฟ้า กับ log activity ของสารละลายทองแดง(II) แสดงดังรูปที่ 3.28 ที่ใช้ขั้ว 3.0 % Naph CME เป็นขั้วอินดิเคเตอร์ และตรวจสอบการเบี่ยงเบนของค่าเฉลี่ยของ slope และ r^2 โดยใช้ Shewhart chart แสดงดังรูปที่ 3.29

ตารางที่ 3.25 ค่าศักย์ไฟฟ้าของสารละลายทองแดง(II) ใน 0.10 M แอมโมเนียมอะซิเตด ที่ใช้ขั้ว
3.0 % Naph CME เป็นขั้วอินดิเคเตอร์ ที่ ประดิษฐ์ขึ้นใน วันที่ 28 เมษายน 2549

วันที่ทดลอง (อายุของขั้ว)	ค่าศักย์ไฟฟ้าของสารละลายทองแดง(II) ใน 0.10 M แอมโมเนียมอะซิเตด (V vs Ag/AgCl)					
	ความเข้มข้นของสารละลายทองแดง(II) (M)					
	5.00×10^{-5}	1.00×10^{-4}	5.00×10^{-4}	1.00×10^{-3}	5.00×10^{-3}	1.00×10^{-2}
28/04/2549 (1 วัน)	-	-	0.031	0.040	0.082	0.090
30/04/2549 (3 วัน)	0.004	0.010	0.041	0.055	0.090	0.104
03/05/2549 (6 วัน)	0.026	0.037	0.063	0.080	0.115	0.121
10/05/2549 (13 วัน)	0.016	0.026	0.065	0.080	0.110	0.120
16/05/2549 (19 วัน)	0.023	0.031	0.069	0.080	0.111	0.118
01/06/2549 (35 วัน)	0.006	0.024	0.055	0.074	0.118	0.125
14/06/2549 (48 วัน)	0.010	0.023	0.051	0.062	0.099	0.109
17/06/2549 (51 วัน)	0.013	0.027	0.062	0.075	0.111	0.124
26/06/2549 (60 วัน)	0.012	0.022	0.055	0.068	0.109	0.111
03/07/2549 (66 วัน)	0.014	0.024	0.052	0.06	0.102	0.111

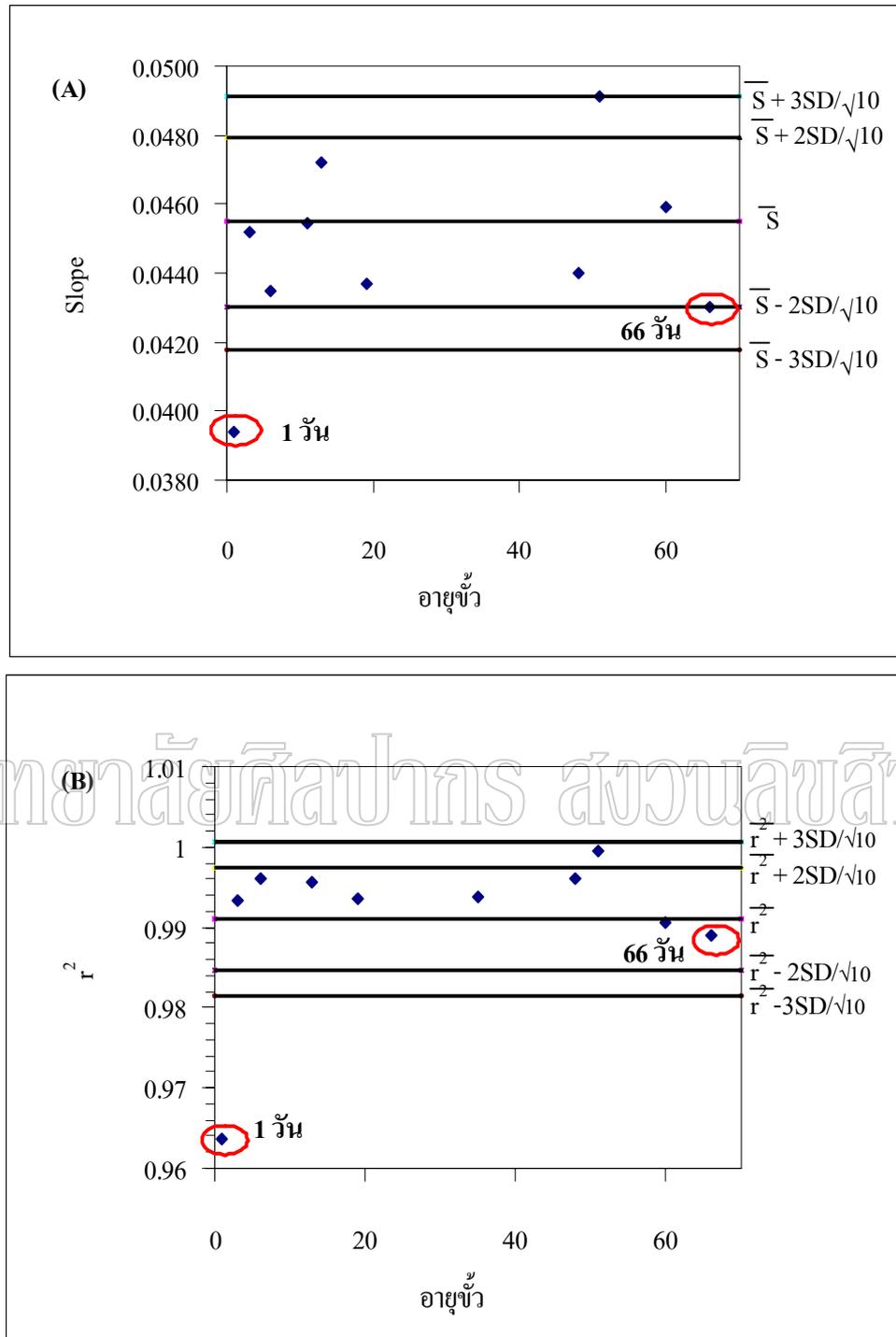


รูปที่ 3.28 : กราฟความสัมพันธ์ระหว่างค่าศักย์ไฟฟ้า กับ log activity ของสารละลายทองแดง(II) ใน 0.10 M แอมโมเนียมอะซิเตต ที่ใช้ขั้ว 3.0% Naph CME ที่ประดิษฐ์ขึ้นในวันที่ 28 เมษายน 2549 เป็นขั้วอินดิเคเตอร์ ระยะเวลาในการทดลอง 66 วัน

ตารางที่ 3.26 Working curve characteristics จาก FIA-Potentiometric detection สำหรับช่วงความเข้มข้นของสารละลายทองแดง(II) $5.00 \times 10^{-5} - 1.00 \times 10^{-2}$ M ใน 0.10 M แอมโมเนียมอะซิเตต ที่ใช้ขั้ว 3.0 % Naph CME ที่ประดิษฐ์ขึ้นในวันที่ 28 เมษายน 2549 เป็นขั้วอินดิเคเตอร์ ระยะเวลาในการทดลอง 66 วัน

วันที่ทดลอง	สมการเส้นตรง	slope	r^2
28/04/2549	$y = 0.0394x + 0.1830$	0.0394	0.9637
30/04/2549	$y = 0.0452x + 0.2114$	0.0452	0.9933
03/05/2549	$y = 0.0435x + 0.2283$	0.0435	0.9961
10/05/2549	$y = 0.0472x + 0.2374$	0.0472	0.9956
16/05/2549	$y = 0.0437x + 0.2274$	0.0437	0.9936
01/06/2549	$y = 0.0536x + 0.2577$	0.0536	0.9939
14/06/2549	$y = 0.0440x + 0.2154$	0.0440	0.9960
17/06/2549	$y = 0.0491x + 0.2432$	0.0491	0.9996
26/06/2549	$y = 0.0459x + 0.2074$	0.0459	0.9905
03/07/2549	$y = 0.0430x + 0.1959$	0.0430	0.9889
Average		0.0455	0.9911
SD		0.00387	0.01009
%RSD		8.51	1.02

เมื่อตรวจสอบการเบี่ยงเบนของค่าเฉลี่ยของ slope และ r^2 โดยใช้ Shewhart chart แสดงดังกราฟรูปที่ 3.29



รูปที่ 3.29 : Shewhart chart ของ (A) Slope (B) r^2 จาก working curve ในช่วงความเข้มข้นของสารละลายทองแดง(II) 5.00×10^{-5} - 1.00×10^{-2} M ที่ใช้ ข้าว 3.0% Naph CME ที่ประดิษฐ์ขึ้นในวันที่ 28 เมษายน 2549 เป็นข้าวอินดิเคเตอร์ ระยะเวลาในการทดลอง 66 วัน

จากการทดลองนี้พบว่าขั้ว 3.0 % Naph CME ที่ผลิตขึ้นในวันแรกยังคงใช้งานไม่ได้เนื่องจาก carbon paste และ mineral oil ยังมีการจัดเรียงตัวไม่สมบูรณ์ ซึ่งจะเห็นบริเวณผิวหน้ามีลักษณะมันเยิ้มจาก mineral oil เมื่อนำไปใช้งานในเทคนิค FIA- Potentiometric detection สัญญาณศักย์ไฟฟ้าที่วัดได้จะไม่นิ่งและไม่สามารถตอบสนองต่อสารละลายทองแดง(II) ในช่วงความเข้มข้น 5.00×10^{-5} – 1.00×10^{-2} M ได้ เมื่อทิ้งไว้เป็นเวลา 2 วันก็สามารถใช้งานได้ดี และขั้ว 3.0 % Naph CME ที่ประดิษฐ์ขึ้นมีอายุการใช้งานได้ไม่น้อยกว่า 60 วัน โดยพิจารณาจาก %RSD ของ slope และ r^2 ที่ได้มีค่าไม่สูงมากนัก และเมื่อตรวจสอบการเบี่ยงเบนของค่าเฉลี่ยของ slope และ r^2 โดยใช้ Shewhart chart ซึ่งการเบี่ยงเบนของค่าเฉลี่ยของ slope และ r^2 ของขั้วไฟฟ้าที่ประดิษฐ์ขึ้นในวันแรกจะ อยู่ในช่วงที่เกิน $\pm 3SD/\sqrt{10}$

มหาวิทยาลัยศิลปากร สงวนลิขสิทธิ์

3.7 การตรวจสอบสภาพผิวขั้ว 3.0 % Naph CME หลังการใช้งาน

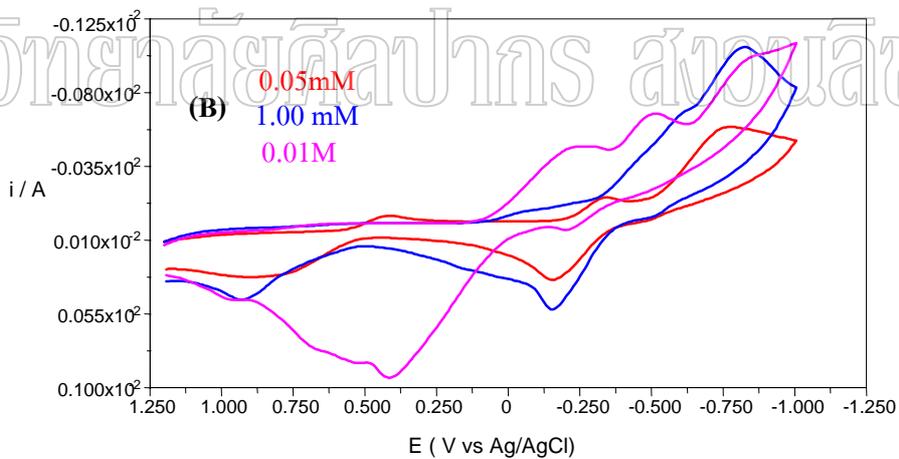
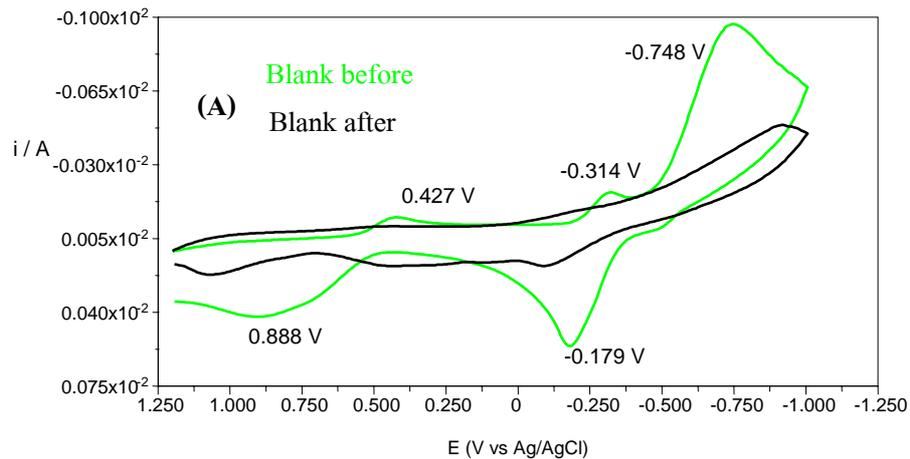
3.7.1 การตรวจสอบสภาพผิวหลังบันทึก Cyclic Voltammetry

วิธีทดลอง

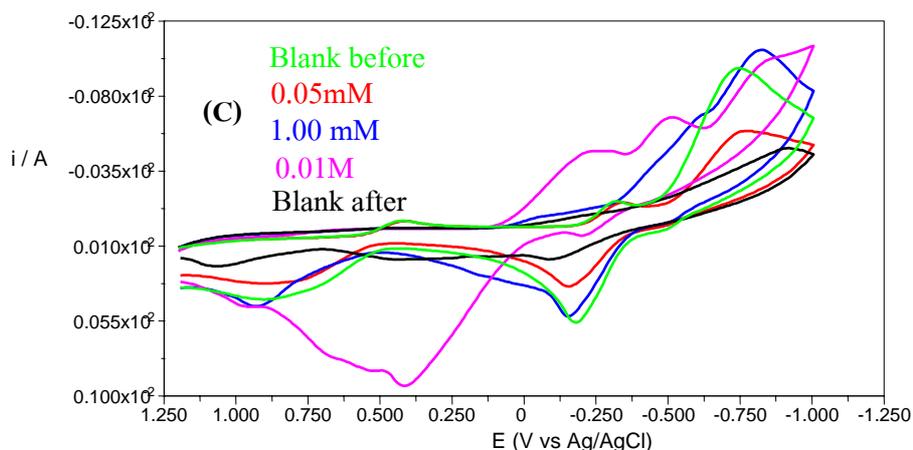
ใช้ขั้ว 3.0 % Naph CME ที่มีกรัดผิวขั้วก่อนใช้งานและเตรียมเซลล์ไฟฟ้าสำหรับศึกษา Cyclic Voltammetry ตามข้อ 3.3.2 บีเปิดสารละลาย 0.10 M แอมโมเนียมอะซิเตด 25.00 mL ลงใน ตัวเซลล์ ปิดฝาพลาสติกพร้อมขั้วทั้งสาม ให้ตัวขั้วจุ่มลงในสารละลาย ฟันก๊าซไนโตรเจน 3 นาที ดึงท่อฟันก๊าซไนโตรเจนเหนือสารละลายในเซลล์ขณะบันทึก voltammogram โดยใช้ วิธี Cyclic Voltammetry จาก program GPES ของเครื่อง Autolab 30 ที่สภาวะต่างๆของเครื่องเป็นดังการทดลองข้อ 3.4.2 หลังจากบันทึก voltammogram ของ 0.10 M แอมโมเนียมอะซิเตด เสร็จแล้วให้นำฝาพลาสติกพร้อมขั้วทั้งสาม และท่อฟันก๊าซไนโตรเจนออก และนำขั้วทั้งสามไปทำความสะอาดเหมือน การทดลองที่ 3.4.1 ก่อนใช้งานครั้งต่อไป จากนั้นบีเปิดสารละลายทองแดง(II) เข้มข้น 5.00×10^{-5} M ใน 0.10 M แอมโมเนียมอะซิเตด จำนวน 25.00 mL ลงในตัวเซลล์ จุ่มตัวขั้วทั้งสาม ลง ฟันก๊าซไนโตรเจน เป็นเวลา 3 นาที ดึงท่อฟันก๊าซไนโตรเจนเหนือสารละลายในเซลล์ขณะ บันทึก voltammogram โดยทำการทดลองเหมือนข้างต้นแต่เปลี่ยนความเข้มข้นของสารละลายทองแดง(II) เป็น 1.00×10^{-3} M และ 1.00×10^{-2} M โดยหลังจากบันทึก voltammogram ของ สารละลายทองแดง(II) เข้มข้น 1.00×10^{-2} M แล้ว ไม่ต้องปาดผิวขั้วใช้งาน ให้ทำการบันทึก voltammogram ของ สารละลายแอมโมเนียมอะซิเตด เข้มข้น 0.10 M ต่อทันที เพื่อตรวจสอบผิวขั้ว 3.0 % Naph CME

ผลการทดลอง

Cyclic Voltammograms จากการตอบสนองของขั้ว 3.0 % Naph CME (V vs Ag/AgCl) ต่อ สารละลายแอมโมเนียมอะซิเตด เข้มข้น 0.10 M ก่อนและหลังบันทึก voltammogram ของ สารละลายทองแดง(II) ที่ความเข้มข้นต่างๆ แสดงดังรูปที่ 3.30



รูปที่ 3.30 : Cyclic Voltammograms จากการตอบสนองของขั้ว 3.0% Naph CME (V vs Ag/AgCl)
 (A) สารละลายแอมโมเนียมอะซิเตด เข้มข้น 0.10 M _____ ก่อนใช้งาน และ _____ หลังใช้งาน
 โดยไม่ปาดผิวขั้ว (B) สารละลายทองแดง(II) เข้มข้น _____ 5.00×10^{-5} , _____ 1.00×10^{-3} และ
 _____ 1.00×10^{-2} M



รูปที่ 3.30(ต่อ) : Cyclic Voltammograms ของ (C) สารละลายแอมโมเนียมอะซิเตด เข้มข้น 0.10 M _____ ก่อนใช้งาน และ _____ หลังใช้งาน, สารละลายทองแดง(II) เข้มข้น _____ 5.00×10^{-5} , _____ 1.00×10^{-3} และ _____ 1.00×10^{-2} M

จากการทดลองพิจารณารูป 3.24 A ซึ่งเป็น voltammogram ของ สารละลายแอมโมเนียมอะซิเตด เข้มข้น 0.10 M ก่อนและหลังจากบันทึก voltammogram ของ สารละลายทองแดง(II) เข้มข้น 1.00×10^{-2} M โดยไม่ปาดผิวขั้วใหม่ จะเห็นว่า voltammogram ที่ได้เปลี่ยนไปจากเดิม พบว่าทั้งรีดักชันและออกซิเดชันพีค ของแอนพธาซาริน ที่ตำแหน่งศักย์ไฟฟ้า $E_{p_{c1}}$ และ $E_{p_{c2}}$ เท่ากับ 0.427 และ -0.314 V ตามลำดับ ที่ $E_{p_{a1}}$ และ $E_{p_{a2}}$ เท่ากับ 0.888 และ -0.179 V ตามลำดับ จะลดลงมากยิ่งขึ้นเมื่อใช้บันทึก voltammogram ของสารละลายทองแดง(II) ที่มีความเข้มข้นสูงขึ้น เพราะที่ความเข้มข้นของสารละลายทองแดง(II) เท่ากับ 0.01 M เป็นปริมาณความเข้มข้นสูงมาก จึงพบรีดักชันและออกซิเดชันของทองแดง(II) โดยตรง ที่ขั้วร่วมด้วย ดังนั้นในการใช้ขั้ว 3.0 % Naph-CME เป็นขั้วใช้งานในเทคนิค Cyclic Voltammetry เมื่อใช้บันทึก voltammogram ไปแล้ว พื้นผิวขั้วไฟฟ้ามีสภาพเปลี่ยนไปอันเป็นผลมาจากการให้ศักย์ไฟฟ้าแก่ขั้วของเทคนิค และการเกิดปฏิกิริยาระหว่างทองแดง(II) กับแอนพธาซาริน ที่เป็นแบบผันกลับไม่ได้

3.7.2. การตรวจสอบสภาพผิวหลังการใช้งานด้วย FIA-Potentiometric detection

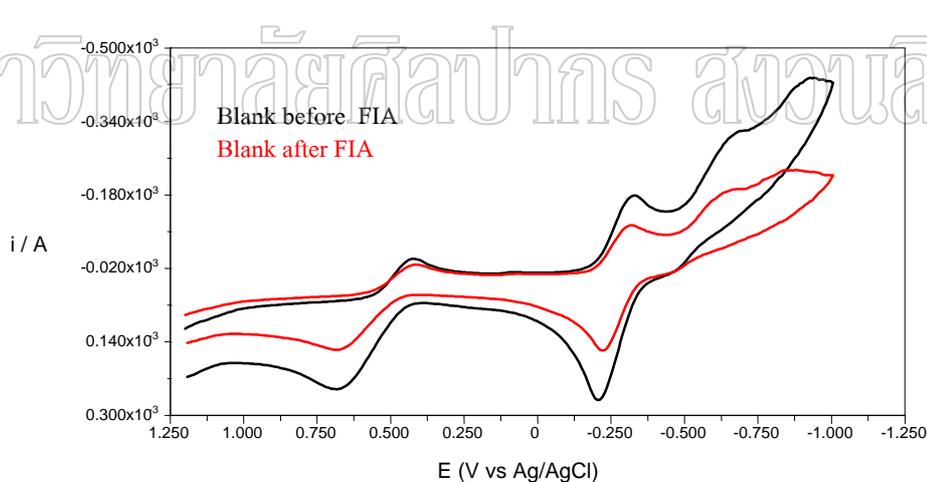
หลังการ flow ด้วยสารละลายแอมโมเนียมอะซิเตด เข้มข้น 0.10 M

วิธีทดลอง

เตรียมเซลล์ตามข้อ 3.3.4 และ Flow-Injection System ตามรูปที่ 3.12 โดยใช้ optimum conditions ใช้ขั้ว 3.0 % Naph CME เป็นอินดิเคเตอร์ และ Ag/AgCl ที่ประดิษฐ์เองเป็นขั้วอ้างอิง ทำการ flow ด้วยสารละลายแอมโมเนียมอะซิเตด เข้มข้น 0.10 M เป็นเวลา 300 วินาที โดยก่อนและหลัง flow ให้บันทึก voltammogram ของสารละลายแอมโมเนียมอะซิเตด เข้มข้น 0.10 M โดยใช้วิธี Cyclic Voltammetry และสภาวะของเครื่อง เหมือนการทดลองที่ 3.4.2

ผลการทดลอง

Cyclic Voltammograms จากการตอบสนองของขั้ว 3.0 % Naph CME (V vs Ag/AgCl) ต่อ สารละลายแอมโมเนียมอะซิเตด เข้มข้น 0.10 M ก่อนและหลัง flow ด้วยสารละลายแอมโมเนียมอะซิเตด เข้มข้น 0.10 M เป็นเวลา 300 วินาที แสดงดังรูปที่ 3.31



รูปที่ 3.31 : Cyclic Voltammograms จากการตอบสนองของขั้ว 3.0% Naph CME (V vs Ag/AgCl) ต่อสารละลายแอมโมเนียมอะซิเตด เข้มข้น 0.10 M _____ ก่อน และ _____ หลัง flow ด้วยสารละลายแอมโมเนียมอะซิเตด เข้มข้น 0.10 M เป็นเวลา 300 วินาที

จากผลการทดลอง เมื่อพิจารณารูป 3.31 จะเห็นว่า voltammogram ของสารละลายแอมโมเนียมอะซิเตต เข้มข้น 0.10 M ก่อนและหลัง flow ด้วยสารละลายแอมโมเนียมอะซิเตต เข้มข้น 0.10 M เป็นเวลา 300 วินาที ที่ตำแหน่ง E_p ไม่เปลี่ยน แต่ I_p ลดลงบ้าง จึงสรุปได้ว่าพื้นผิวขั้ว 3.0 % Naph CME ยังคงมีแนพธาซารินคงอยู่แต่ผิวหน้าถูกชะไปเล็กน้อยด้วยแรงของการ flow ซึ่งเมื่อเปรียบเทียบ สภาพของพื้นผิวขั้ว 3.0 % Naph CME ระหว่างเทคนิค Cyclic Voltammetry และ เทคนิค FIA-Potentiometric detection นั้น พบว่าเทคนิค FIA-Potentiometric detection นั้น ทำให้สภาพผิวขั้วเปลี่ยนแปลงน้อยกว่าเทคนิค Cyclic Voltammetry ซึ่งเป็นเหตุผลในงานวิจัยนี้ที่ได้เลือกวิธีทาง FIA-Potentiometric detection มาทดสอบขั้ว 3.0% Naph CME เพื่อการวิเคราะห์ปริมาณทองแดง(II) ในตัวอย่างจริง

มหาวิทยาลัยศิลปากร สงวนลิขสิทธิ์

หลังการทำ working curve

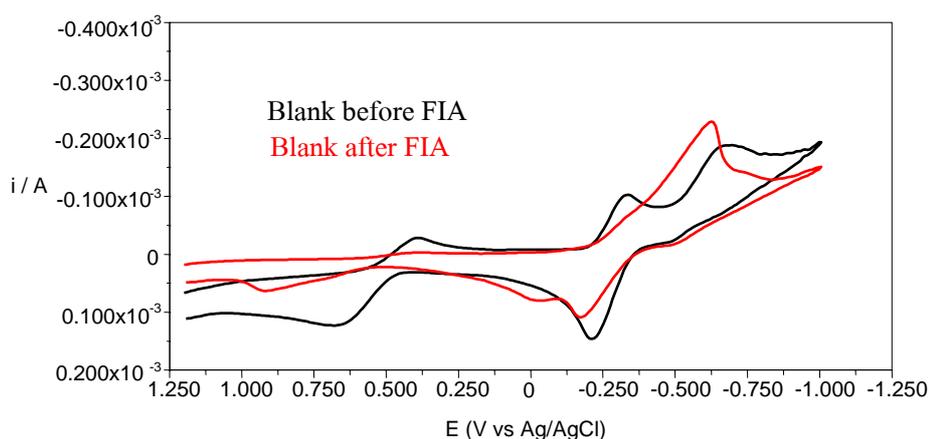
วิธีทดลอง

เตรียมเซลล์ตามข้อ 3.3.4 และ Flow-Injection System ตามรูปที่ 3.12 โดยใช้ optimum conditions ใช้ขั้ว 3.0 % Naph CME เป็นขั้วอินดิเคเตอร์ และ Ag/AgCl ที่ประดิษฐ์เองเป็นขั้วอ้างอิง วัดศักย์ไฟฟ้าของตัวกลาง 0.10 M แอมโมเนียมอะซิเตต จนได้สัญญาณที่คงที่ จากนั้นทำการ load และ inject สารละลายทองแดง(II) เข้มข้น 5.00×10^{-5} , 1.00×10^{-4} , 5.00×10^{-4} , 1.00×10^{-3} , 5.00×10^{-3} และ 1.00×10^{-2} M ใน 0.10 M แอมโมเนียมอะซิเตต ตามลำดับ บันทึกค่าศักย์ไฟฟ้าเทียบกับเวลาโดยเครื่อง Autolab 30 ด้วยโปรแกรม Chrono method (interval time >0.1s), Potentiometry (zero current) และวัดความสูงพีคคือค่าศักย์ไฟฟ้าที่เป็นผลต่างค่าศักย์ไฟฟ้าที่ยอดพีค (E_p) กับค่าศักย์ไฟฟ้าที่ฐานพีค (E_b) ($E_p - E_b$) ของสารละลายทองแดง(II) ที่ความเข้มข้นต่างๆ บันทึก voltammogram ของสารละลายแอมโมเนียมอะซิเตตเข้มข้น 0.10 M ก่อนและหลังการทำ working curve โดยใช้ วิธี Cyclic Voltammetry และสถานะของเครื่อง เหมือนการทดลองที่ 3.4.2 โดยหลังการทำ working curve ไม่ต้องปาดผิวขั้วในการบันทึก voltammogram

ผลการทดลอง

Cyclic Voltammograms จากการตอบสนองของขั้ว 3.0 % Naph CME (V vs Ag/AgCl)

ต่อ สารละลายแอมโมเนียมอะซิเตตเข้มข้น 0.10 M ก่อนและหลัง การทำ working curve โดยเทคนิค FIA-Potentiometric detection แสดงดังรูปที่ 3.32



รูปที่ 3.32 : Cyclic Voltammograms จากการตอบสนองของขั้ว 3.0% Naph CME (V vs Ag/AgCl) ต่อสารละลายแอมโมเนียมอะซิเตตเข้มข้น 0.10 M _____ ก่อน และ _____ หลัง การทำ working curve โดยเทคนิค FIA-Potentiometric detection

จากผลการทดลอง เมื่อพิจารณารูป 3.32 จะเห็นว่า voltammogram ของสารละลายแอมโมเนียมอะซิเตต เข้มข้น 0.10 M หลังทำ working curve โดยเทคนิค FIA-Potentiometric detection โดยไม่ต้องปาดผิวขั้วใหม่ ซึ่งจะให้พีคที่เปลี่ยนไปจากพีคของสารละลายแอมโมเนียมอะซิเตต ก่อนการทำ working curve แสดงว่า พื้นผิวขั้ว 3.0 % Naph CME มีสภาพเปลี่ยนไป จึงสรุปว่าต้องมีการเตรียมผิวขั้วทำงาน โดยการปาดผิวขั้วใหม่ทุกครั้งในการทำการทดลอง

มหาวิทยาลัยศิลปากร สงวนลิขสิทธิ์

3.8 การหาปริมาณทองแดง (II) ในตัวอย่าง

ทำการหาปริมาณทองแดง(II) ในตัวอย่าง โลหะผสมมาตรฐาน 2 ชนิดคือ Nickel Copper Alloy- No. 882 และ Leaded Bronze No. 364 โลหะที่ใช้มีองค์ประกอบต่างๆดังแสดงในตารางที่ 3.27

ตารางที่ 3.27 องค์ประกอบของตัวอย่างโลหะผสมมาตรฐาน

ตัวอย่าง	% Cu (w/w)	% องค์ประกอบ (w/w)
NIST No.882 Nickel Copper Alloy	31.02	Ni 62.25, Al 2.85, Ti 0.57, C 0.006, Mn 0.007, S 0.0014, Si 0.006, Fe 0.009
BCS No.364 Leaded Bronze	80.67	Sn 9.35, Zn 0.13, Pb 9.25, Ni 0.28, P 0.06 Sb 0.18

มหาวิทยาลัยศิลปากร สงวนลิขสิทธิ์

วิธีเตรียมสารตัวอย่าง

Nickel Copper Alloy No. 882

ชั่งตัวอย่าง Nickel Copper Alloy No.882 0.2000 กรัม ใส่ บีกเกอร์เทฟลอน ขนาด 100 mL เติม 50% (v/v) กรดไนตริก 6.00 mL ปิดฝาด้วยกระจกนาฬิกา จากนั้นนำไปอุ่นบน hot plate เมื่อโลหะผสมถูกย่อยจนหมด ปล่อยให้เย็นแล้วนำสารละลายนั้นมาเจือจางให้มีปริมาตร 100.00 mL ด้วยน้ำกลั่นที่ปราศจากไอออน จากนั้นเจือจางตัวอย่าง 20 เท่า ด้วย 0.10 M แอมโมเนียมอะซิเตต ในขวดปริมาตร 50.00 mL ก่อนนำไปวิเคราะห์

Leaded Bronze No. 364

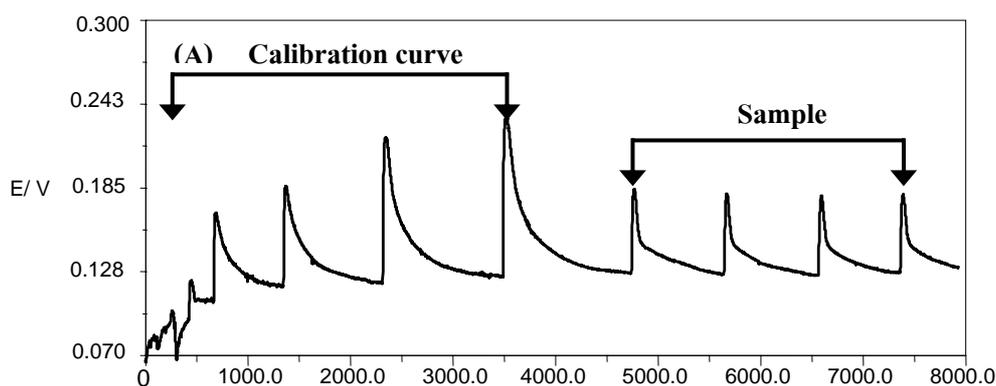
ชั่งตัวอย่าง Leaded Bronze No.364 0.2000 กรัม ใส่ บีกเกอร์เทฟลอน ขนาด 100 mL เติม 50%(v/v) กรดไฮโดรคลอริก 8.00 mL และ 50%(v/v) กรดไนตริก 2.00 mL ปิดฝาด้วยกระจกนาฬิกา จากนั้นนำไปอุ่นบน hot plate เมื่อโลหะผสมถูกย่อยจนหมด ปล่อยให้เย็นแล้วนำสารละลายนั้นมาเจือจางให้มีปริมาตร 100.00 mL ด้วยน้ำกลั่นที่ปราศจากไอออน จากนั้นเจือจางตัวอย่าง 50 เท่า ด้วย 0.10 M แอมโมเนียมอะซิเตต ในขวดปริมาตร 50.00 mL ก่อนนำไปวิเคราะห์

วิธีทดลอง

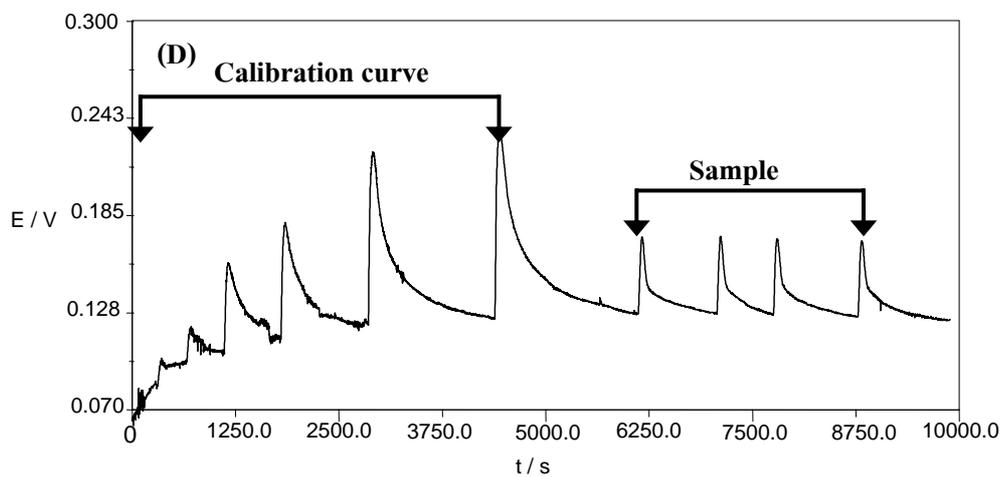
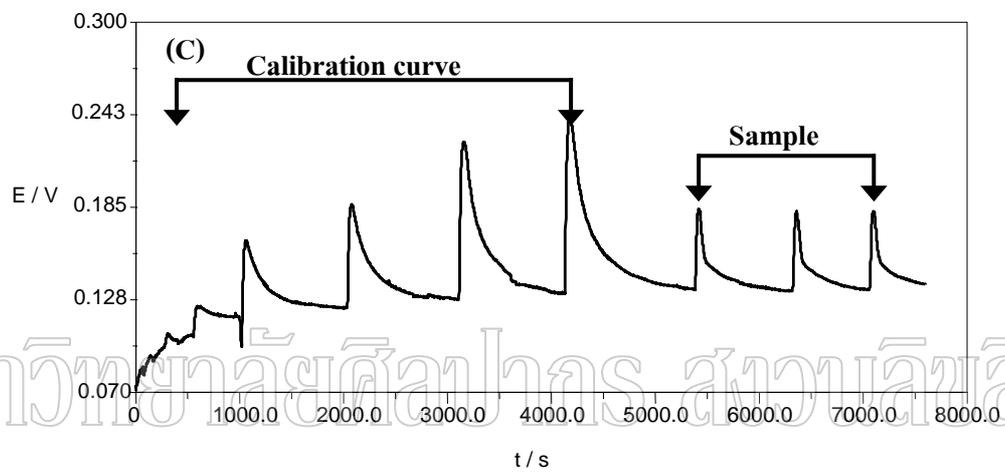
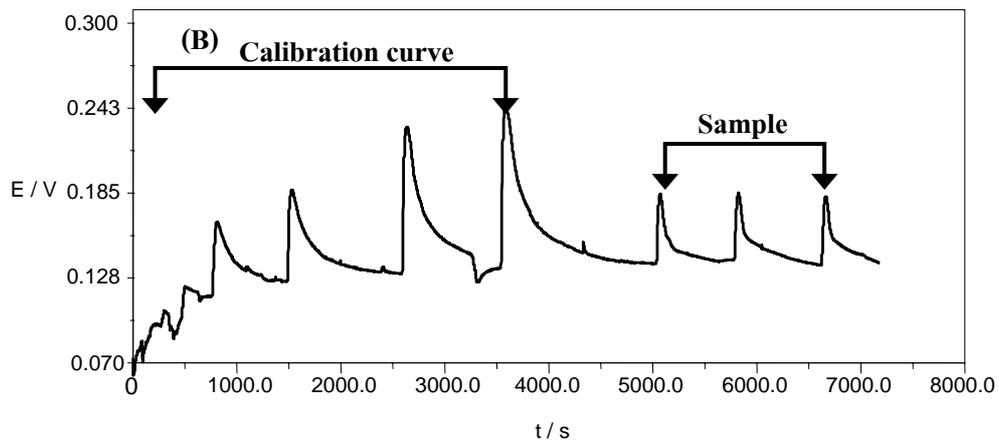
เตรียมเซลล์ตามข้อ 3.3.4 และ Flow-Injection System ตามรูปที่ 3.12 โดยใช้ optimum conditions ใช้ขี้ 3.0 % Naph CME เป็นขี้อินดิเคเตอร์ และ Ag/AgCl ที่ประดิษฐ์เองเป็นขี้อ้างอิง วัดศักย์ไฟฟ้าของตัวกลาง 0.10 M แอมโมเนียมอะซิเตต จนได้สัญญาณที่คงที่ จากนั้นทำการ load และ inject สารละลายของทองแดง(II) เข้มข้น 5.00×10^{-5} , 1.00×10^{-4} , 5.00×10^{-4} , 1.00×10^{-3} , 5.00×10^{-3} และ 1.00×10^{-2} M ใน 0.10 M แอมโมเนียมอะซิเตต ตามลำดับ แล้วจึง load และ inject สารละลายตัวอย่าง บันทึกค่าศักย์ไฟฟ้าเทียบกับเวลาโดยเครื่อง Autolab 30 ด้วยโปรแกรม Chrono method (interval time >0.1s), Potentiometry (zero current) วัดความสูงพีกคือค่าศักย์ไฟฟ้าที่เป็นผลต่างค่าศักย์ไฟฟ้าที่ยอดพีก(E_p) กับค่าศักย์ไฟฟ้าที่ฐานพีก (E_b) ($E_p - E_b$) ของสารละลายทองแดง(II) แต่ละความเข้มข้นและของสารละลายตัวอย่าง

ผลการทดลอง

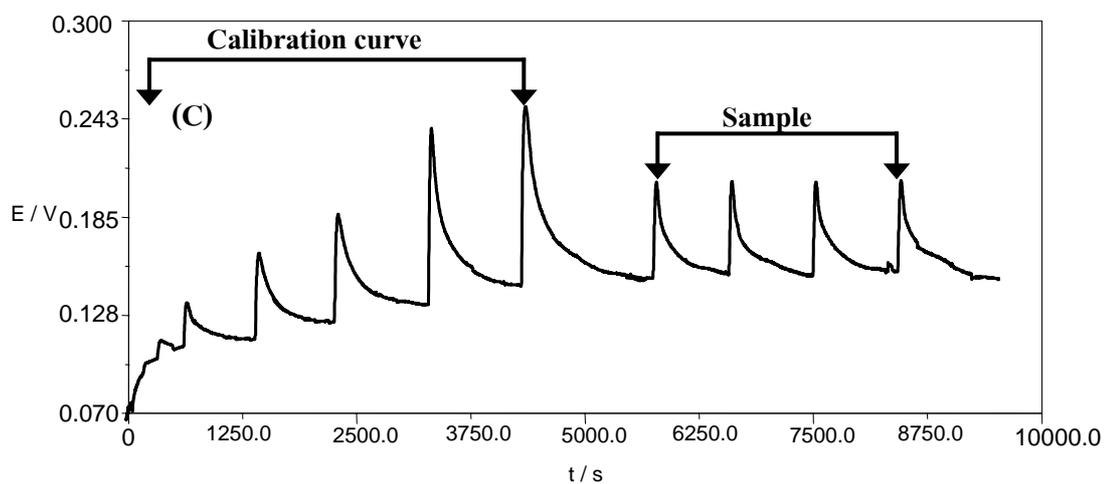
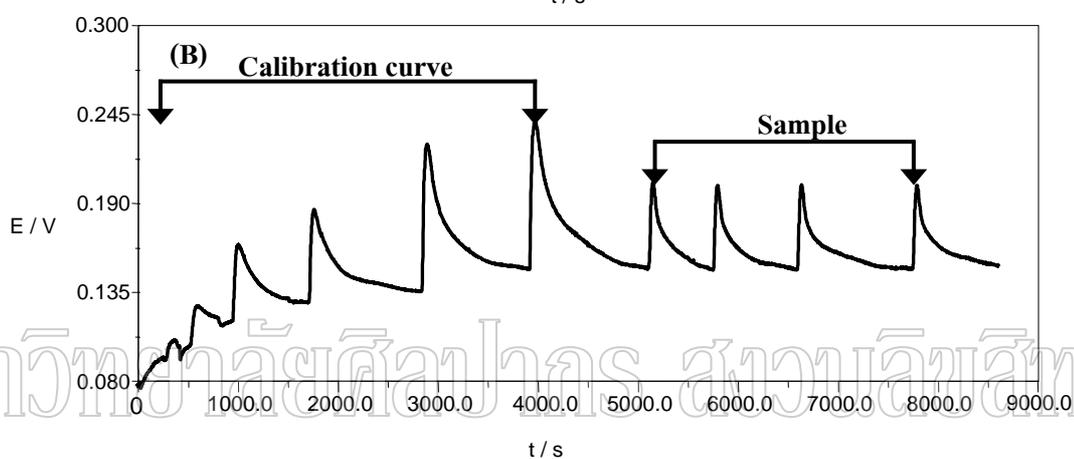
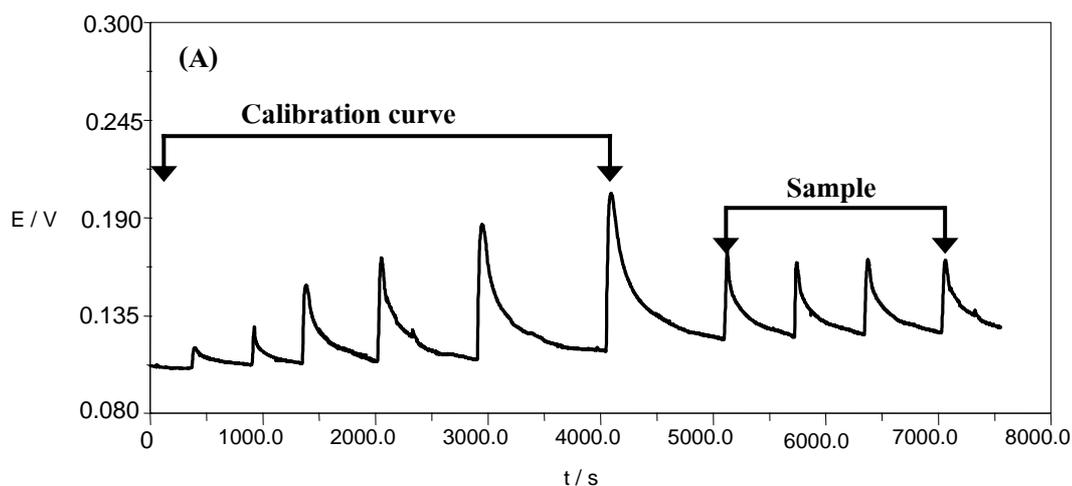
สัญญาณศักย์ไฟฟ้าจากการตอบสนองของขี้ 3.0 % Naph CME (V vs Ag/AgCl) ต่อสารละลายทองแดง(II) ที่ความเข้มข้นต่างๆที่ใช้เป็น calibration curve สำหรับการหาปริมาณทองแดง(II) ในตัวอย่าง Nickel Copper Alloy No.882 และ Leaded Bronze No.364 แสดงดังรูปที่ 3.33 และ 3.34, ค่าศักย์ไฟฟ้าที่วัดได้ แสดงดังตารางที่ 3.28 และ 3.29, กราฟระหว่าง ค่า ศักย์ไฟฟ้าและ log ความเข้มข้นของสารละลายทองแดง(II) แสดงดังรูปที่ 3.9 และ 3.30, สรุป working curve characteristics ที่ได้ แสดงดังตารางที่ 3.30 และ 3.31, ผลของการหาปริมาณทองแดง(II)ในตัวอย่าง แสดงดังตารางที่ 3.32 และ 3.33



รูปที่ 3.33 : สัญญาณศักย์ไฟฟ้าจากการตอบสนองของขี้ 3.0 % Naph CME (V vs Ag/AgCl) ต่อสารละลายทองแดง(II) ที่ความเข้มข้นต่างๆ และสารละลายตัวอย่าง Nickel Copper Alloy No.882 ใน 0.10 M แอมโมเนียมอะซิเตต (A) ตัวอย่างชุดที่ 1



รูปที่ 3.33 (ต่อ) : สัญญาณการตอบสนองของ (B) ตัวอย่างชุดที่ 2 (C) ตัวอย่างชุดที่ 3 (D) ตัวอย่างชุดที่ 4



รูปที่ 3.34 : สัญญาณศักย์ไฟฟ้าจากการตอบสนองของขั้ว 3.0 % Naph CME (V vs Ag/AgCl) ต่อสารละลายทองแดง(II) ที่ความเข้มข้นต่างๆ และสารละลายตัวอย่าง Leaded Bronze No.364 ใน 0.10 M แอมโมเนียมอะซิเตด (A) ตัวอย่างชุดที่ 1 (B) ตัวอย่างชุดที่ 2 (C) ตัวอย่างชุดที่ 3

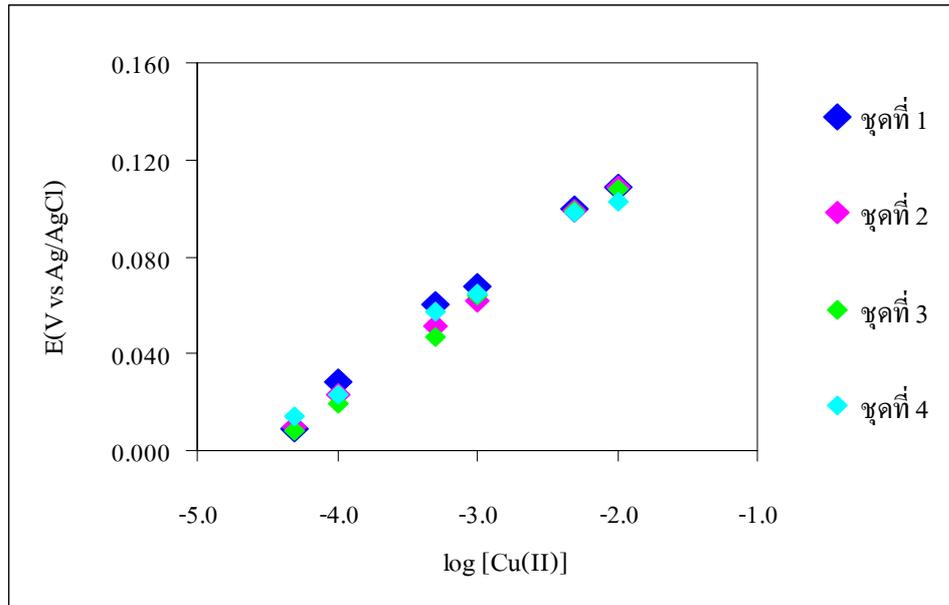
ตารางที่ 3.28 ค่าศักย์ไฟฟ้าของสารละลายทองแดง(II) ที่ความเข้มข้นต่างๆใน 0.10 M แอมโมเนียมอะซิเตต ที่ใช้ขั้ว 3.0 % Naph CME เป็นขั้วอินดิเคเตอร์ ที่ใช้เป็น calibration curve สำหรับการหาปริมาณทองแดง(II) จากตัวอย่าง Nickel Copper Alloy No.882

ความเข้มข้นของ สารละลายทองแดง(II) (M)	log [Cu(II)]	ค่าศักย์ไฟฟ้าของสารละลายทองแดง(II) ใน 0.10 M แอมโมเนียมอะซิเตต (V vs Ag/AgCl)			
		ชุดที่ 1	ชุดที่ 2	ชุดที่ 3	ชุดที่ 4
5.00×10^{-5}	-4.3	0.009	0.010	0.008	0.014
1.00×10^{-4}	-4.0	0.028	0.023	0.019	0.023
5.00×10^{-4}	-3.3	0.060	0.051	0.047	0.057
1.00×10^{-3}	-3.0	0.068	0.062	0.064	0.065
5.00×10^{-3}	-2.3	0.100	0.099	0.099	0.098
1.00×10^{-2}	-2.0	0.109	0.109	0.108	0.103

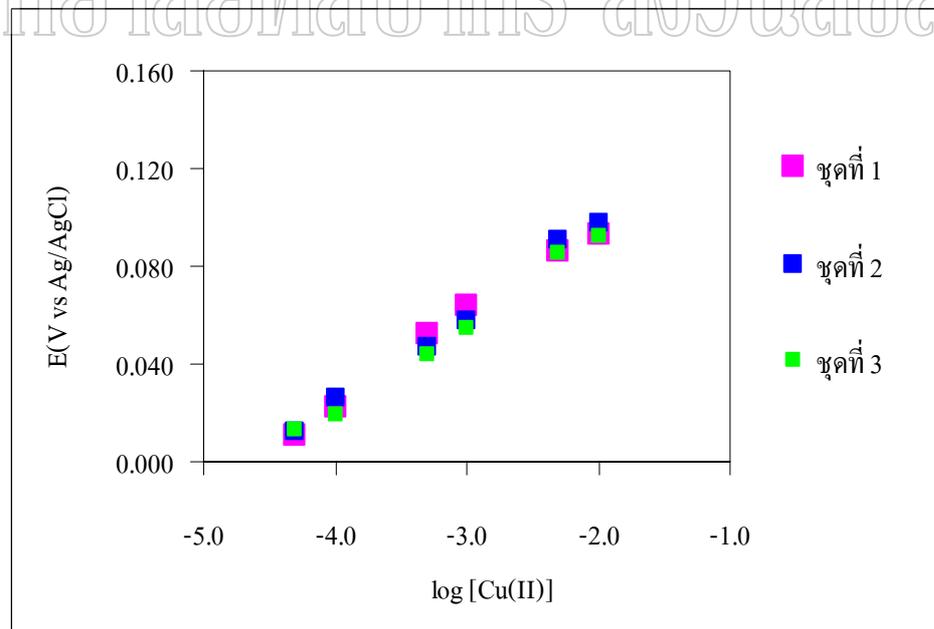
ตารางที่ 3.29 ค่าศักย์ไฟฟ้าของสารละลายทองแดง(II) ที่ความเข้มข้นต่างๆ ใน 0.10 M แอมโมเนียมอะซิเตต ที่ใช้หัว 3.0% Naph CME เป็นหัวอินดิเคเตอร์ ที่ใช้เป็น calibration curve สำหรับการหาปริมาณทองแดง(II) จากตัวอย่าง Leaded Bronze No.364

ความเข้มข้นของ สารละลายทองแดง(II) (M)	log [Cu(II)]	ค่าศักย์ไฟฟ้าของสารละลายทองแดง(II) ใน 0.10 M แอมโมเนียมอะซิเตต (V vs Ag/AgCl)		
		ชุดที่ 1	ชุดที่ 2	ชุดที่ 3
5.00×10^{-5}	-4.3	0.011	0.012	0.013
1.00×10^{-4}	-4.0	0.022	0.026	0.019
5.00×10^{-4}	-3.3	0.052	0.047	0.044
1.00×10^{-3}	-3.0	0.064	0.058	0.055
5.00×10^{-3}	-2.3	0.086	0.091	0.085
1.00×10^{-2}	-2.0	0.093	0.098	0.092

มหาวิทยาลัยศิลปากร สงวนลิขสิทธิ์



รูปที่ 3.35: กราฟความสัมพันธ์ระหว่างค่าศักย์ไฟฟ้ากับ log ความเข้มข้นของทองแดง(II) ที่ใช้ขั้ว 3.0 % Naph CME เป็นขั้วอินดิเคเตอร์ ที่ใช้เป็น calibration curve สำหรับการหาปริมาณทองแดง(II) จากตัวอย่าง Nickel Copper Alloy No.882



รูปที่ 3.36 : กราฟความสัมพันธ์ระหว่างค่าศักย์ไฟฟ้ากับ log ความเข้มข้นของสารละลายทองแดง(II) ที่ใช้ขั้ว 3.0 % Naph CME เป็นขั้วอินดิเคเตอร์ ที่ใช้เป็น calibration curve สำหรับการหาปริมาณทองแดง(II) จากตัวอย่าง Lead Bronze No.364

ตารางที่ 3.30 Working curve characteristics จาก FIA-Potentiometric detection ของสารละลายทองแดง(II) ช่วงความเข้มข้น 5.00×10^{-5} - 1.00×10^{-2} M ใน 0.10 M แอมโมเนียมอะซิเตด สำหรับการหาปริมาณทองแดง(II) ในตัวอย่าง Nickel Copper Alloy No.882

ชุดที่	สมการเส้นตรง	r^2
1	$y = 0.0429x + 0.1975$	0.9939
2	$y = 0.0436x + 0.1962$	0.9967
3	$y = 0.0449x + 0.1989$	0.9963
4	$y = 0.0405x + 0.1874$	0.9937

ตารางที่ 3.31 Working curve characteristics จาก FIA- Potentiometric detection ของสารละลายทองแดง(II) ช่วงความเข้มข้น 5.00×10^{-5} - 1.00×10^{-2} M ใน 0.10 M แอมโมเนียมอะซิเตด สำหรับการหาปริมาณทองแดง(II) ในตัวอย่าง Leaded Bronze No.364

ชุดที่	สมการเส้นตรง	r^2
1	$y = 0.0364x + 0.1693$	0.9925
2	$y = 0.0377x + 0.1740$	0.9937
3	$y = 0.0359x + 0.1645$	0.9946

ตารางที่ 3.32 ผลการหาปริมาณทองแดง(II) จากตัวอย่าง Nickel Copper Alloy No.882

ตัวอย่าง ชุดที่	น้ำหนัก ตัวอย่าง (กรัม)	ค่าศักย์ไฟฟ้า (V vs Ag/AgCl)	% ปริมาณ ทองแดง(II) ใน ตัวอย่างที่พบ	% เฉลี่ย	% ค่าจริง	% Relative error
1	0.2015	0.056	31.61	31.66	31.02	2.06
		0.055	30.22			
		0.056	31.61			
		0.056	31.61			
2	0.2095	0.053	31.84	31.84	31.02	2.64
		0.054	33.37			
		0.053	31.84			
		0.050	30.45			
3	0.2000	0.050	30.45	30.45	31.02	-1.84
		0.049	29.05			
4	0.2030	0.054	32.22	32.22	31.02	3.22
		0.054	32.22			
		0.055	33.50			
		0.054	32.22			

ตารางที่ 3.33 ผลการหาปริมาณทองแดง(II) จากตัวอย่าง Leaded Bronze No.364

ตัวอย่าง ชุดที่	น้ำหนัก ตัวอย่าง (กรัม)	ค่าศักย์ไฟฟ้า (V vs Ag/AgCl)	% ปริมาณ ทองแดง(II) ใน ตัวอย่างที่พบ	เฉลี่ย	% ค่าจริง	% Relative error
1	0.2010	0.049	79.35	83.13	80.67	3.05
		0.050	83.13			
		0.050	83.13			
2	0.2085	0.051	83.25	78.32	80.67	-2.91
		0.050	78.32			
		0.050	78.32			
		0.050	78.32			
3	0.2000	0.047	84.74	79.47	80.47	-1.24
		0.046	79.47			
		0.046	79.47			
		0.046	79.47			