สารบัญ

หน้า

บทคัดย่อ..... ง

บทคัดย่อภาษาอังกฤษ..... จ

กิตติกรรมประกาศ..... ฉ

สารบัญตาราง..... ญ

สารบัญภาพ..... ฑ

บทที่

1 บทนำ..... 1

1.1 คุณสมบัติทางกายภาพของแนพธาซาริน..... 1

1.2 คุณสมบัติทางเคมีไฟฟ้า..... 4

1.3 การเตรียมแนพธาซาริน..... 6

1.4 การเกิดสารประกอบเชิงซ้อนของแนพธาซารินกับไอออนโลหะต่างๆ..... 7

1.5 การใช้แนพธาซารินเป็นรีเอเจนต์ในการวิเคราะห์ไอออนโลหะ..... 9

1.6 Modified Carbon Paste Electrode สำหรับการวิเคราะห์ปริมาณทองแดง(II)..... 11

1.7 วัตถุประสงค์ของงานวิจัย..... 12

2 สารเคมีและเครื่องมือ..... 13

2.1 เครื่องมือ / อุปกรณ์ที่ใช้ในการทดลอง..... 13

2.2 สารเคมี..... 14

2.2.1 การเตรียมสารละลาย..... 15

3 การทดลองและผลการทดลอง..... 18

3.1 การทำขั้วประดิษฐ์..... 18

3.1.1 การทำตัวขั้ว (Electrode body)..... 18

3.1.2 การทำ Carbon Paste Electrode (CPE)..... 19

3.1.3 การทำ Napthazarin Modified Carbon Paste Electrode (Naph CME)..... 19

3.1.4 การเตรียมผิวขั้วประดิษฐ์..... 19

3.2 การทำขั้วอ้างอิง (Reference Electrode) Ag/AgCl..... 19

3.2.1 การทำตัวขั้ว..... 19

มหาวิทยาลัยศิลปากร สงวนลิขสิทธิ์

บทที่ หน้า

3.2.2 การเตรียมลวด Ag/AgCl..... 19
3.2.3 การประกอบขั้วอ้างอิง..... 20
3.3 การเตรียมเซลล์ไฟฟ้า..... 21
3.3.1 การประดิษฐ์เซลล์ไฟฟ้าสำหรับใช้ในการศึกษา Voltammetry..... 21
3.3.2 การเตรียมเซลล์ไฟฟ้าสำหรับศึกษา Voltammetry..... 21
3.3.3 การประดิษฐ์เซลล์ไฟฟ้าสำหรับใช้ใน Flow Injection System (FIA)..... 22
3.3.4 การเตรียมเซลล์ไฟฟ้าสำหรับ FIA..... 23
3.4 การศึกษาการตอบสนองของขั้วประดิษฐ์โดยวิธี Voltammetry..... 24
3.4.1 การตอบสนองของขั้ว CPE ด้วยเทคนิค Cyclic Voltammetry..... 24
3.4.2 การตอบสนองของขั้ว 3.0 % Naph CME โดยเทคนิค Cyclic Voltammetry..... 29
3.4.3 การตอบสนองของขั้ว 3.0 % Naph CME โดยเทคนิค Differential Pulse Stripping Voltammetry..... 33
3.5 การศึกษาสภาวะสำหรับการตอบสนองของขั้วประดิษฐ์ โดยวิธี Potentiometry..... 36
3.5.1 ผลของปริมาณแนพธาซารินในขั้ว CME ด้วย batch method..... 36
3.5.2 การศึกษาผลของตัวแปรต่างๆของ FIA-Potentiometric detection..... 50
3.5.2.1 ผลของความยาว mixing coil..... 50
3.5.2.2 ผลของ flow rate..... 64
3.5.2.3 ผลของ sample injection volume..... 69
3.6 Analytical characteristics สำหรับการวิเคราะห์ทองแดง(II) ด้วย FIA-Potentiometric detection..... 79
3.6.1 การตรวจสอบช่วงใช้งานของการวิเคราะห์ทองแดง(II) ที่ใช้ขั้ว 3.0 % Naph CME เป็นขั้วอินดิเคเตอร์..... 79
3.6.2 การศึกษาความแม่นยำในการวัดศักย์ไฟฟ้าของขั้ว 3.0 % Naph CME..... 89
3.6.2.1 ความแม่นยำภายในวันเดียวกัน (Within a day)..... 89
3.6.2.2 ความแม่นยำระหว่างวัน (Between days)..... 93
3.6.3 การศึกษาผลของไอออนอื่นๆที่มีต่อการวิเคราะห์ทองแดง(II)..... 99
3.6.4 การศึกษาอายุการใช้งานของขั้ว 3.0 % Naph CME..... 110
3.7 การตรวจสอบสภาพผิวขั้ว 3.0 % Naph CME หลังการใช้งาน..... 116
3.7.1 การตรวจสอบสภาพผิวหลังบันทึก Cyclic Voltammetry..... 116

มหาวิทยาลัยศิลปากร ลิขสิทธิ์

บทที่ หน้า

3.7.2 การตรวจสอบสภาพผิวหลังการใช้งานด้วย FIA-Potentiometric detection..... 119
3.8 การหาปริมาณทองแดง(II) ในตัวอย่าง..... 123

4 สรุปและวิจารณ์ผลการทดลอง..... 133
4.1 การวิเคราะห์ปริมาณทองแดง(II) เมื่อใช้ขั้ว 3.0 % Naph CME..... 133
4.1.1 การศึกษาการตอบสนองของขั้วประดิษฐ์ต่อสารละลายทองแดง(II)โดยวิธี Voltammetry..... 133
4.1.2 การศึกษาการตอบสนองของขั้วประดิษฐ์ต่อสารละลายทองแดง(II) โดยวิธี Potentiometry..... 134
4.1.3 การตรวจสอบสภาพผิวขั้ว 3.0 % Naph CME หลังการใช้งาน..... 140
4.2 สรุปผลการวิเคราะห์หาปริมาณทองแดง(II) จากตัวอย่าง..... 141
4.3 ความสำเร็จของงานวิจัย..... 143

บรรณานุกรม..... 144
ภาคผนวก..... 146
ประวัติผู้วิจัย..... 151

มหาวิทยาลัยศิลปากร ลิขสิทธิ์

สารบัญตาราง

ตารางที่ หน้า

2.1 รายชื่อสารเคมี บริษัทผู้ผลิต และเกรด…….. 14

3.1 ปริมาณแนพธาซารินที่ผสมกับ carbon powder ที่ใช้ในการทำขั้วประดิษฐ์..... 18

3.2 ค่า Ip และ Ep จาก Cyclic Voltammograms ของการตอบสนองของขั้ว CPE ต่อสารละลาย แอมโมเนียมอะซิเตต เข้มข้น 0.10 M, สารละลายทองแดง(II) เข้มข้น 1.00×10^{-4} M, สารละลายแนพธาซาริน เข้มข้น 2.14×10^{-4} M และสารประกอบเชิงซ้อนทองแดง(II) กับแนพธาซาริน อัตราส่วนโดยโมลเป็น 1: 2 ……... 27

3.3 ค่า Ip และ Ep จาก Cyclic Voltammograms ของการตอบสนองของขั้ว 3.0 % Naph CME ต่อสารละลายแอมโมเนียมอะซิเตต เข้มข้น 0.10 M และสารละลายทองแดง (II) เข้มข้น 1.00×10^{-4} M…….. 32

3.4 ค่า Ip และ Ep ของการตอบสนองของขั้ว 3.0 % Naph CME ต่อสารละลาย 0.10 M แอมโมเนียมอะซิเตต และสารละลายทองแดง(II) ที่ความเข้มข้นต่างๆ..... 35

3.5 การเตรียมสารละลายทองแดง(II) ความเข้มข้นต่างๆ ใน 0.10 M แอมโมเนียมอะซิเตต และค่า activity ของสารละลายที่เตรียมได้…… 40

3.6 ค่าศักย์ไฟฟ้าของสารละลายทองแดง(II) ใน 0.10 M แอมโมเนียมอะซิเตต ที่ใช้ขั้ว CPE และ Naph CME ที่มีเปอร์เซ็นต์แนพธาซารินต่างๆ เป็นขั้วอินดิเคเตอร์..... 41

3.7 Working curve characteristics จาก Batch method ที่ใช้ขั้ว CPE, Naph CME ที่มีเปอร์เซ็นต์แนพธาซารินต่างๆ เป็นขั้วอินดิเคเตอร์..... 48

3.8 ค่า Activity ของสารละลายทองแดง(II) ใน 0.10 M แอมโมเนียมอะซิเตต..... 54

3.9 ค่าศักย์ไฟฟ้าของสารละลายทองแดง(II) ใน 0.10 M แอมโมเนียมอะซิเตต ที่ใช้ขั้ว 3.0 % Naph CME เป็นขั้วอินดิเคเตอร์ ที่ความยาว mixing coil ขนาดต่างๆ.. 55

3.10 Working curve characteristics จาก FIA- Potentiometric detection ของสารละลายทองแดง(II) ใน 0.10 M แอมโมเนียมอะซิเตต ที่ใช้ขั้ว 3.0 % Naph CME เป็นขั้วอินดิเคเตอร์ ที่ mixing coil ความยาวขนาดต่างๆ…….. 60

3.11 ค่าศักย์ไฟฟ้าของสารละลายทองแดง(II) ใน 0.10 M แอมโมเนียมอะซิเตต ที่ใช้ขั้ว 3.0 % Naph CME เป็นขั้วอินดิเคเตอร์ ที่ flow rate ต่างๆ …… 66

3.12 Working curve characteristics จาก FIA-Potentiometric detection ของสารละลายทองแดง(II) ใน 0.10 M แอมโมเนียมอะซิเตต ที่ใช้ขั้ว 3.0 % Naph CME เป็นขั้วอินดิเคเตอร์ ที่ flow rate ต่างๆ..... 68

มหาวิทยาลัยศิลปากร สงวนลิขสิทธิ์

ตารางที่ หน้า

3.13 ค่าศักย์ไฟฟ้าของสารละลายทองแดง(II) ใน 0.10 M แอมโมเนียมอะซิเตต ที่ใช้ขั้ว 3.0 % Naph CME เป็นขั้วอินดิเคเตอร์ ที่ sample injection volume ต่างๆ..... 71

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 แอมโมเนียมอะซิเตต ที่ใช้ขั้ว 3.0 % Naph CME เป็นขั้วอินดิเคเตอร์ ที่ sample injection volume ขนาดต่างๆ..... 75

3.15 Working curve characteristics เฉลี่ยจาก 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 เป็นขั้วอินดิเคเตอร์ ที่ sample injection volume ขนาดต่างๆ..... 78

3.16 ค่าศักย์ไฟฟ้า, ค่าศักย์ไฟฟ้าเฉลี่ย, SD และ %RSD ของสารละลายทองแดง(II) ที่ความเข้มข้นต่างๆใน 0.10 M แอมโมเนียมอะซิเตต..... 80

3.17 ค่าศักย์ไฟฟ้า, ค่าศักย์ไฟฟ้าเฉลี่ย, SD และ %RSD ของสารละลายทองแดง(II) เข้มข้น 5.00×10^{-5}, 1.00×10^{-3} และ 1.00×10^{-2} ใน 0.10 M แอมโมเนียมอะซิเตต.. 91

3.18 ค่าศักย์ไฟฟ้าที่วัดได้, SD และ % RSD ของสารละลายทองแดง(II) เข้มข้น 1.00×10^{-3} M ที่ใช้ขั้ว 3.0 % Naph CME เป็น ขั้วอินดิเคเตอร์ จำนวน 4 ขั้ว.. 94

3.19 ค่าศักย์ไฟฟ้าที่วัดได้, SD และ % RSD ของสารละลายทองแดง(II) ใน 0.10 M แอมโมเนียมอะซิเตต ที่ใช้ขั้ว 3.0 % Naph CME ที่ประดิษฐ์ขึ้นในวันต่างๆเป็น ขั้วอินดิเคเตอร์ จำนวน 5 ขั้ว..... 95

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..... 96

3.21 ไอออนบวกต่างๆที่ศึกษาและสารเคมีที่ใช้..... 100

3.22 ไอออนลบต่างๆที่ศึกษาและสารเคมีที่ใช้..... 101

3.23 อัตราส่วนโดยโมลของทองแดง(II) ต่อไอออนบวก ที่ทำให้สัญญาณการตอบสนองของขั้ว 3.0 % Naph CME ต่อสารละลายทองแดง(II) เข้มข้น 1.00×10^{-3} M มีการเปลี่ยนแปลงไม่เกิน ± 5.0% เป็น Tolerance limit 108

มหาวิทยาลัยศิลปากร ลิขสิทธิ์

ตารางที่ หน้า

3.24 อัตราส่วนโดยโมลของทองแดง(II) ต่อไอออนลบที่ทำให้สัญญาณการตอบสนองของขั้ว 3.0 % Naph CME ต่อสารละลายทองแดง(II) เข้มข้น 1.00 x 10^{-3} M มีการเปลี่ยนแปลงไม่เกิน ± 5.0% เป็น Tolerance limit…..... 109

3.25 ค่าศักย์ไฟฟ้าของสารละลายทองแดง(II) ใน 0.10 M แอมโมเนียมอะซิเตต ที่ใช้ขั้ว 3.0 % Naph CME เป็นขั้วอินดิเคเตอร์ ที่ ประดิษฐ์ขึ้นใน วันที่ 28 เมษายน 2549..... 111

3.26 Working curve characteristics จาก FIA-Potentiometric detection สำหรับช่วงความเข้มข้นของสารละลายทองแดง(II) 5.00 x10^{-5} – 1.00 x10^{-2} M ใน 0.10 M แอมโมเนียมอะซิเตต ที่ใช้ขั้ว 3.0 % Naph CME ที่ประดิษฐ์ขึ้นในวันที่ 28 เมษายน 2549 เป็นขั้วอินดิเคเตอร์ระยะเวลาในการทดลอง 66 วัน..... 113

3.27 องค์ประกอบของตัวอย่างโลหะผสมมาตรฐาน..... 123

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…….. 127

3.29 คาศักย์ไฟฟ้าของสารละลายทองแดง(II) ที่ความเข้มข้นต่างๆ ใน 0.10 M แอมโมเนียมอะซิเตต ที่ใช้ขั้ว 3.0 % Naph CME เป็นขั้วอินดิเคเตอร์ ที่ใช้เป็น calibration curve สำหรับการหาปริมาณทองแดง(II) จากตัวอย่าง Leaded Bronze No.364……..... 128

3.30 Working curve characteristics จาก FIA-Potentiometric detection ของสารละลายทองแดง(II) ช่วงความเข้มข้น 5.00 x 10^{-5} - 1.00 x 10^{-2} M ใน 0.10 M แอมโมเนียมอะซิเตต สำหรับการหาปริมาณทองแดง(II) ในตัวอย่าง Nickel Copper Alloy No.882……..... 130

3.31 Working curve characteristics จาก FIA- Potentiometric detection ของสารละลายทองแดง (II) ช่วงความเข้มข้น 5.00 x 10^{-5} - 1.00 x 10^{-2} M ใน 0.10 M แอมโมเนียมอะซิเตต สำหรับการหาปริมาณทองแดง(II) ในตัวอย่าง Leaded Bronze No.364 …….. 130

3.32 ผลการหาปริมาณทองแดง(II) จากตัวอย่าง Nickel Copper Alloy No.882……..... 131

มหาวิทยาลัยศิลปากร ลิขสิทธิ์

ตารางที่ หน้า

3.33 ผลการหาปริมาณทองแดง(II) จากตัวอย่าง Leaded Bronze No.364…….. 132

4.1 Optimization สำหรับการตอบสนองของขั้ว 3.0 % Naph CME โดยวิธี FIA-Potentiometric detection…….. 134

4.2 Analytical characteristics จากการตอบสนองของขั้ว 3.0% Naph CME สำหรับการวิเคราะห์ทองแดง(II) ด้วย FIA-Potentiometric detection……..... 135

4.3 ข้อมูลเปรียบเทียบ working curve และ detection limit จากการใช้แนพธาซารินเป็นรีเอเจนต์ เพื่อการวิเคราะห์ปริมาณทองแดง(II) ระหว่าง FIA-Potentiometric detection และ Spectrophotometry..... 136

4.4 Carbon Paste Electrode ที่ modified ด้วยรีเอเจนต์ ต่างๆ เพื่อการวิเคราะห์ปริมาณทองแดง(II)…….. 137

4.5 อัตราส่วนโดยโมลของทองแดง(II) ต่อไอออนรบกวนที่ทำให้สัญญาณการตอบสนองของขั้ว 3.0 % Naph CME ต่อสารละลายทองแดง(II) เข้มข้น 1.00×10^{-3} M ใน 0.10 M แอมโมเนียมอะซิเตต มีการเปลี่ยนแปลงไปไม่เกิน ± 5.0% เป็น Tolerance limit เมื่อใช้ FIA-Potentiometric detection และเปรียบเทียบไอออนรบกวนต่างๆ ที่มีผลต่อการวิเคราะห์ทองแดง(II) ด้วยเทคนิค Spectrophotometry…….. 139

4.6 ผลการวิเคราะห์สารตัวอย่างโลหะผสมมาตรฐาน 2 ชนิด คือ Nickel Copper Alloy No. 882 และ Leaded Bronze No. 364 และตรวจความถูกต้องโดยวิธีสถิติ *t*-test…….. 141

4.7 ผลการเปรียบเทียบความถูกต้องและแม่นยำของการวิเคราะห์สารตัวอย่างโลหะผสมมาตรฐาน 2 ชนิด คือ Nickel Copper Alloy No. 882 และ Leaded Bronze No. 364 ระหว่าง เทคนิค FIA-Potentiometric detection และเทคนิค Spectrophotometry โดยวิธีสถิติ F-test…….. 142

มหาวิทยาลัยศิลปากร สงวนลิขสิทธิ์

สารบัญภาพ

ภาพที่ หน้า

1.1 สเปกตรัมการดูดกลืนแสงของ แนพธาซารินและอนุพันธ์ในคลอโรฟอร์ม..... 2

1.2 สเปกตรัมการดูดกลืนแสงของแนพธาซารินในสารละลายที่เป็น 50 % (v/v) เอทานอล /บัฟเฟอร์ Britton-Robinson pH 3.54-9.07……..... 3

1.3 cyclic voltammograms ของ quinone ใน aprotic solvent และ aqueous solvent…… 5

1.4 แผนผังขบวนการรีดอกซ์ ของ quinone และ hydroquinone..... 6

2.1 AUTOLAB INSTRUMENT PGSTAT 30..... 13

3.1 การเตรียมขั้วอ้างอิง..... 20

3.2 ลักษณะของตัวเซลล์ ที่ใช้ในเทคนิค Cyclic Voltammetry…… 21

3.3 ลักษณะของเซลล์ ไฟฟ้าพร้อมขั้วไฟฟ้า…… 21

3.4 ส่วนประกอบของเซลล์…….. 22

3.5 ลักษณะเซลล์ไฟฟ้าพร้อมขั้วไฟฟ้า..... 23

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

(A) แอมโมเนียมอะซิเตต เข้มข้น 0.10 M

(B) สารละลายทองแดง(II) เข้มข้ม 1.00×10^{-4} M

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

(D) สารประกอบเชิงซ้อนทองแดง(II) กับแนพธาซาริน

(E) แอมโมเนียมอะซิเตต เข้มข้น 0.10 M, สารละลายแนพธาซารินเข้มข้น 2.14×10^{-4} M,สารละลายทองแดง(II) เข้มข้น 1.00×10^{-4} M และสารประกอบเชิงซ้อนทองแดง(II) กับแนพธาซาริน มีอัตราส่วนโดยโมลเป็น 1:2…….. 25

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 และสารละลายทองแดง(II) เข้มข้น 1.00×10^{-4} M..... 30

มหาวิทยาลัยศิลปากร ลิขสิทธิ์

ภาพที่ หน้า

3.8 Cyclic Voltammograms ของ (A) การตอบสนองของขั้ว CPE และ ขั้ว 3.0 % Naph CME (V vs Ag/AgCl) ต่อสารละลายทองแดง(II) เข้มข้น 1.00 x 10^{-4} M (B) การตอบสนองของขั้ว CPE ต่อ สารละลายแนพธาซาริน เข้มข้น 2.14 x 10^{-4} M,การตอบสนองของขั้ว 3.0 % Naph CME ต่อสารละลาย แอมโมเนียมอะซิเตต เข้มข้น 0.10 M..... 31

3.9 Differential Pulse Stripping Voltammograms จากการตอบสนองของ ขั้ว 3.0 % Naph CME (V vs Ag/AgCl) ต่อ สารละลายแอมโมเนียมอะซิเตต เข้มข้น 0.10 M, สารละลายทองแดง(II) เข้มข้น 1.00 x 10^{-6} M , 5.00 x 10^{-6} M , 1.00 x 10^{-5} M , 1.00 x 10^{-4} M หลังการทำ Preconcentration นาน 5 นาที..... 34

3.10 สัญญาณศักย์ไฟฟ้าจากการตอบสนองของขั้ว CPE และ Naph CME ที่มีเปอร์เซ็นต์แนพธาซารินต่างๆ (V vs Ag/AgCl) ต่อสารละลายทองแดง(II) ใน 0.10 M แอมโมเนียมอะซิเตต (A) ขั้ว CPE (B) ขั้ว 0.5 % (C) ขั้ว 1.0 % (D) ขั้ว 3.0 % (E) ขั้ว 5.0 % (F) ขั้ว 10 % (G) ขั้ว 15 % (H) ขั้ว 20 % (I) ขั้ว 25 % Naph CME..... 37

3.11 กราฟความสัมพันธ์ระหว่างค่าศักย์ไฟฟ้า กับ log activity ของ สารละลายทองแดง(II) ใน 0.10 M แอมโมเนียมอะซิเตต ที่ใช้ขั้ว CPE และ Naph CME ที่มีเปอร์เซ็นต์แนพธาซาริน ต่างๆ เป็นขั้วใช้งาน (A) CPE, 0.5 -1.0 % (B) 3.0-10 % (C) 15-25 % Naph CME..... 46

3.12 แผนผัง Flow Injection System..... 50

3.13 สัญญาณการตอบสนองของขั้ว 3.0 % Naph CME (V vs Ag/AgCl) ต่อ สารละลายทองแดง(II) ใน 0.10 M แอมโมเนียมอะซิเตต เมื่อใช้ความยาว mixing coil ขนาดต่างๆเป็น (A) 11 (B) 45 (C) 90 (D) 110 (E) 130 (F) 180 (F) 280 และ (E) 380 cm..... 51

3.14 กราฟความสัมพันธ์ระหว่างค่าศักย์ไฟฟ้ากับ log activity ของสารละลาย ทองแดง(II) ใน 0.10 M แอมโมเนียมอะซิเตต ที่ใช้ขั้ว 3.0 % Naph CME เป็นขั้วอินดิเคเตอร์ ที่ mixing coil ความยาวขนาดต่างๆ เป็น (A) 11-90 (B) 110-180 และ (C) 280-380 cm..... 58

มหาวิทยาลัยศิลปากร ลิขสิทธิ์

ภาพที่ หน้า

3.15 สัญญาณศักย์ไฟฟ้าจากการตอบสนองของขั้ว 3.0 % Naph CME (V vs Ag/AgCl) ต่อสารละลายทองแดง(II) ใน 0.10 M แอมโมเนียมอะซิเตต ที่ flow rate ต่างๆ เป็น (A) 0.5 (B) 1.0 (C) 1.5 (D) 2.0 และ (E) 3.0 mL / min……..... 64

3.16 กราฟความสัมพันธ์ระหว่างค่าศักย์ไฟฟ้ากับ log activity ของสารละลายทองแดง(II) ใน 0.10 M แอมโมเนียมอะซิเตต ที่ใช้ขั้ว 3.0 % Naph CME เป็นขั้วอินดิเคเตอร์ ที่ flow rate ต่างๆ..... 67

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 (B) 534 (C) 816 และ (D) 942 μL……. 69

3.18 กราฟความสัมพันธ์ระหว่างค่าศักย์ไฟฟ้ากับ 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 (C) 816 และ (D) 942 μL……..... ……. 73

3.19 กราฟแสดงความเบี่ยงเบนมาตรฐานระหว่างค่าศักย์ไฟฟ้าเฉลี่ยกับ log activity ของสารละลายทองแดง(II) ใน 0.10 M แอมโมเนียมอะซิเตต ที่ใช้ขั้ว 3.0 % Naph CME เป็นขั้วอินดิเคเตอร์ ที่ sample injection volume ขนาดต่างๆเป็น (A) 283 (B) 534 (C) 816 และ (D) 942 μL……..... 76

3.20 กราฟระหว่างค่าศักย์ ไฟฟ้าเฉลี่ยกับ log ความเข้มข้นของสารละลายทองแดง(II) ในช่วงความเข้มข้น 5.00 x 10^{-6} -1.00 x 10^{-2} M ใน 0.10 M แอมโมเนียมอะซิเตต.... 81

3.21 กราฟระหว่างค่าศักย์ไฟฟ้ากับ log ความเข้มข้นของสารละลายทองแดง(II) ในช่วงความเข้มข้น 5.00 x 10^{-6} -1.00 x 10^{-2} M ใน 0.10 M แอมโมเนียมอะซิเตต เพื่อใช้หา detection limit (A) ครั้งที่ 1 (B) ครั้งที่ 2 (C) ครั้งที่ 3 (D) ครั้งที่ 4 (E) ครั้งที่ 5..... 82

3.22 กราฟระหว่างค่าศักย์ ไฟฟ้าเฉลี่ยกับ log ความเข้มข้นของสารละลายทองแดง(II) ในช่วงความเข้มข้น 1.21-2416 ppm ใน 0.10 M แอมโมเนียมอะซิเตต..... 85

มหาวิทยาลัยศิลปากร ลิขสิทธิ์

ภาพที่ หน้า

3.23 กราฟระหว่างค่าศักย์ไฟฟ้ากับ log ความเข้มข้นของสารละลายทองแดง(II) ในช่วงความเข้มข้น 12.08-2416 ppm ใน 0.10 M แอมโมเนียมอะซิเตต เพื่อใช้หา detection limit (A) ครั้งที่ 1 (B) ครั้งที่ 2 (D) ครั้งที่ 4 (E) ครั้งที่ 5..... 86

3.24 สัญญาณศักย์ไฟฟ้าจากการตอบสนองของขั้ว 3.0 % Naph CME (V vs Ag/AgCl) ต่อสารละลายทองแดง(II) ที่ความเข้มข้นต่างๆ ใน 0.10 M แอมโมเนียมอะซิเตต 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..... 90

3.25 Shewhart chart ของ (A) Slope (B) r^2 จาก working curve ในช่วงความเข้มข้นของสารละลายทองแดง(II) 5.00×10^{-5} -1.00×10^{-2} M ที่ใช้ขั้ว 3.0 % Naph CME ต่างขั้วกัน..... 97

3.26 สัญญาณการตอบสนองของขั้ว 3.0 % Naph CME (V vs Ag/AgCl) ต่อสารละลายทองแดง(II) เข้มข้น 1.00×10^{-3} M และ สารละลายผสมระหว่างสารละลายทองแดง(II) กับไอออนบวก ใน 0.10 M แอมโมเนียมอะซิเตต ที่อัตราส่วนไอออนทำให้สัญญาณการตอบสนองของขั้ว 3.0 % Naph CME ต่อสารละลายทองแดง(II) เข้มข้น 1.00×10^{-3} M มีการเปลี่ยนแปลงไม่เกิน ± 5.0% เป็น Tolerance limit สัญญาณการตอบสนองของ (A) Cu(II) : Al(III) (B) Cu(II) : Cr(II) (C) Cu(II) : Fe(III) (D) Cu(II) : Mn(II) (E) Cu(II) : Ni(II) และ (F) Cu(II) : Zn(II)..... 102

3.27 สัญญาณการตอบสนองของขั้ว 3.0 % Naph CME (V vs Ag/AgCl) ต่อสารละลายทองแดง(II) เข้มข้น 1.00×10^{-3} M และ สารละลายผสมระหว่างสารละลายทองแดง(II) กับไอออนลบ ใน 0.10 M แอมโมเนียมอะซิเตต ที่อัตราส่วนผลการรบกวนที่ทำให้สัญญาณการตอบสนองของขั้ว 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^- (D) Cu(II) : SCN^- (E) Cu(II) : PO_4^{3-} (F) Cu(II) : $Cr_2O_7^{2}$ (G) Cu(II) : EDTA (H) Cu(II) : Citrate และ (I) Cu(II) : Oxalate..... 105

มหาวิทยาลัยศิลปากร ลิขสิทธิ์

ภาพที่ หน้า

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..... 112

3.29 Shewhart chart ของ (A) Slope (B) r^2 จาก working curve ในช่วงความเข้มข้นของสารละลายทองแดง(II) 5.00×10^{-5} -1.00×10^{-2} M ที่ใช้ขั้ว 3.0 % Naph CME ที่ประดิษฐ์ขึ้นในวันที่ 28 เมษายน 2549 เป็นขั้วอินดิเคเตอร์ ระยะเวลาในการทดลอง 66 วัน..... 114

3.30 Cyclic Voltammograms จากการตอบสนองของขั้ว 3.0 % Naph CME (V vs Ag/AgCl) (A) สารละลายแอมโมเนียมอะซิเตต เข้มข้น 0.10 M ก่อนใช้งานและ หลังใช้งานโดยไม่ปาดผิวขั้ว (B) สารละลายทองแดง(II) เข้มข้น 5.00×10^{-5} , 1.00×10^{-3} และ1.00×10^{-2} M (C) สารละลายแอมโมเนียมอะซิเตต เข้มข้น 0.10 M ก่อนใช้งาน และ หลังใช้งาน, สารละลายทองแดง(II) เข้มข้น 5.00×10^{-5}, 1.00×10^{-3}และ 1.00×10^{-2} M 117

3.31 Cyclic Voltammograms จากการตอบสนองของขั้ว 3.0 % Naph CME (V vs Ag/AgCl) ต่อสารละลายแอมโมเนียมอะซิเตต เข้มข้น 0.10 M ก่อนและหลัง flow ด้วยสารละลายแอมโมเนียมอะซิเตต เข้มข้น 0.10 M เป็นเวลา 300 วินาที..... 119

3.32 Cyclic Voltammograms จากการตอบสนองของขั้ว 3.0 % Naph CME (V vs Ag/AgCl) ต่อสารละลายแอมโมเนียมอะซิเตต เข้มข้น 0.10 M ก่อนและหลัง การทำ working curve โดยเทคนิค FIA-Potentiometric detection.....121

3.33 สัญญาณศักย์ไฟฟ้าจากการตอบสนองของขั้ว 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 (B) ตัวอย่างชุดที่ 2 (C) ตัวอย่างชุดที่3 (D) ตัวอย่างชุดที่ 4..... 124

3.34 สัญญาณศักย์ไฟฟ้าจากการตอบสนองของขั้ว 3.0 % Naph CME (V vs Ag/AgCl) ต่อสารละลายทองแดง(II) ที่ความเข้มข้นต่างๆ และสารละลายตัวอย่าง Leaded Bronze No.364 ใน 0.10 M แอมโมเนียมอะซิเตต (A) ตัวอย่างชุดที่ 1 (B) ตัวอย่างชุดที่ 2 (B) ตัวอย่างชุดที่ 3..... 126

มหาวิทยาลัยศิลปากร ลิขสิทธิ์

ภาพที่ หน้า

3.35 กราฟความสัมพันธ์ระหว่างค่าศักย์ไฟฟ้า กับ log ความเข้มข้นของ
สารละลายทองแดง(II) ที่ใช้ขั้ว 3.0 % Naph CME เป็นขั้วอินดิเคเตอร์
ที่ใช้เป็น calibration curve สำหรับการหาปริมาณทองแดง(II)
จากตัวอย่าง Nickel Copper Alloy No.882……..... 129

3.36 กราฟความสัมพันธ์ระหว่างค่าศักย์ไฟฟ้า กับ log ความเข้มข้นของ
สารละลายทองแดง(II) ที่ใช้ขั้ว 3.0 % Naph CME เป็นขั้วอินดิเคเตอร์
ที่ใช้เป็น calibration curve สำหรับการหาปริมาณทองแดง(II)
จากตัวอย่าง Leaded Bronze No.364……. ……...129

มหาวิทยาลัยศิลปากร สงวนลิขสิทธิ์