

## บทที่ 4

### ผลการวิเคราะห์ข้อมูล

จากระบบ HSI ที่ใช้พัฒนาขึ้น ได้ถูกนำมาใช้ในการวิเคราะห์ธาตุอาหารของพืชหลายชนิด ได้แก่ ฟอสเฟต แมงกานีส แคลเซียม และเหล็ก โดยมีรายละเอียดดังต่อไปนี้

#### 4.1 การหาปริมาณฟอสเฟตที่ละลายน้ำได้ในตัวอย่างดิน

##### 4.1.1 การศึกษาความเข้มข้นที่เหมาะสมของรีเอเจนต์

การศึกษาความเข้มข้นที่เหมาะสมของรีเอเจนต์ในการวิเคราะห์ฟอสเฟต โดยนำมาใช้กับระบบ HSI และนำไปใช้ในการวิเคราะห์หาฟอสเฟตที่ละลายน้ำได้ในตัวอย่างจริง

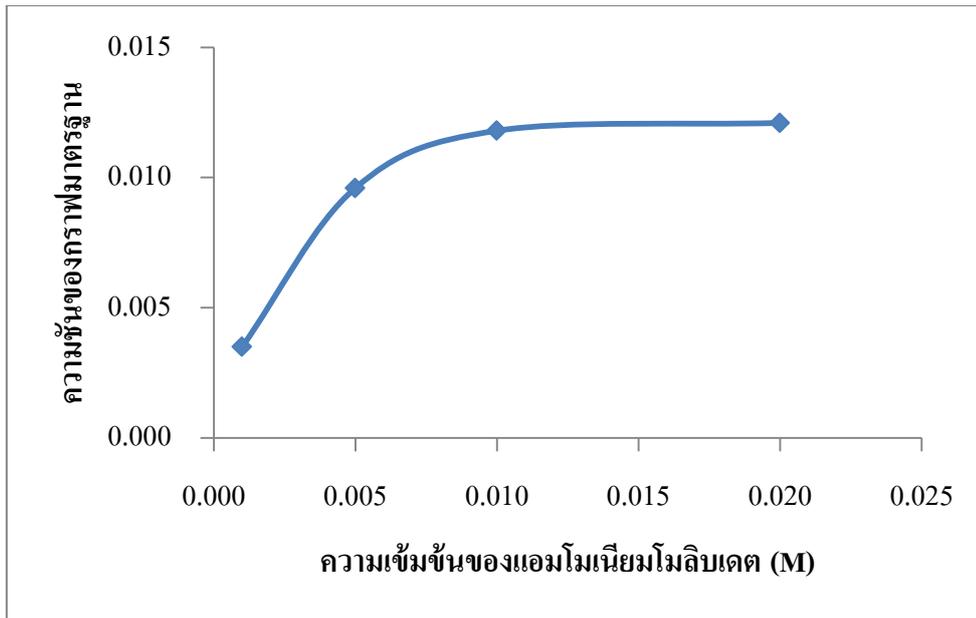
##### 4.1.1.1 การศึกษาผลความเข้มข้นของแอมโมเนียม โมลิบเดต (วิเคราะห์แบบแบทช์)

จากการทดลองได้เตรียมแอมโมเนียม โมลิบเดตที่ความเข้มข้นต่างๆ คือ 0.001, 0.005, 0.01 และ 0.02 M ตามลำดับ โดยใช้วิเคราะห์สารละลายมาตรฐานฟอสเฟตในช่วงความเข้มข้น 0.05-10.0 ppm ได้ผลการสร้างกราฟมาตรฐานที่แต่ละความเข้มข้นของแอมโมเนียม โมลิบเดต ดังแสดงในตาราง 4.1

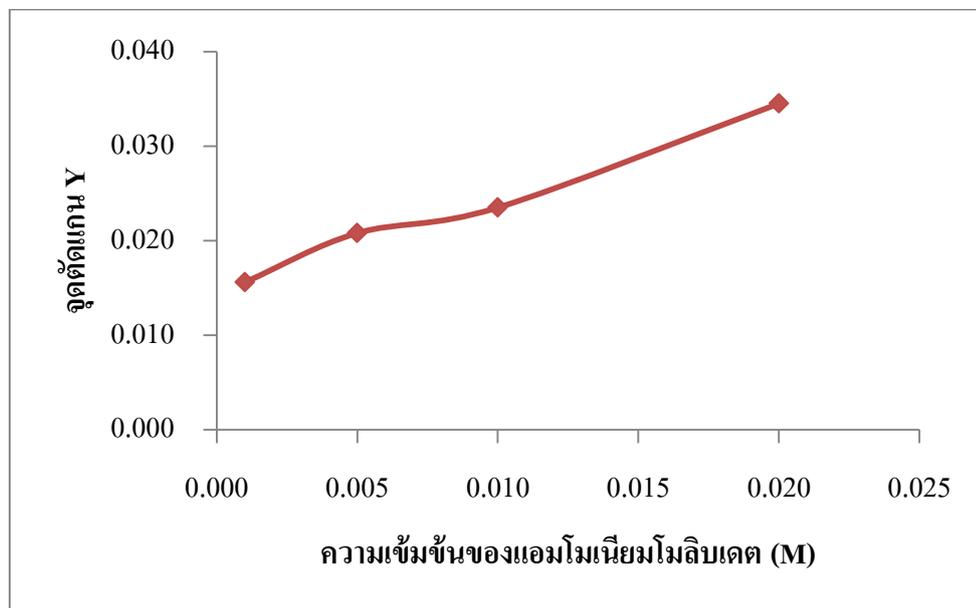
ตาราง 4.1 ข้อมูลของกราฟมาตรฐานที่แต่ละความเข้มข้นของแอมโมเนียม โมลิบเดต

ความเข้มข้นของ แอมโมเนียมโมลิบเดต (M)	ความชันของกราฟมาตรฐาน (slope)	จุดตัดแกน Y (y-intercept)	R <sup>2</sup>
0.001	0.0035	0.0156	0.9999
0.005	0.0096	0.0208	0.9993
0.010	0.0118	0.0235	1.0000
0.020	0.0121	0.0345	0.9988

และเมื่อนำข้อมูลจากตาราง 4.1 มาพล็อตกราฟ เพื่อพิจารณาความเข้มข้นที่เหมาะสมของแอมโมเนียม โมลิบเดต ได้ผลดังรูป 4.1 และรูป 4.2 ตามลำดับ



รูป 4.1 กราฟแนวโน้มสำหรับพิจารณาความเข้มข้นที่เหมาะสมของแอมโมเนียมโมลิบเดต จากค่าความชันของกราฟมาตรฐาน



รูป 4.2 กราฟแนวโน้มสำหรับพิจารณาความเข้มข้นที่เหมาะสมของแอมโมเนียมโมลิบเดต จากค่าจุดตัดแกน Y ของกราฟมาตรฐาน

จากการทดลองพบว่าแอมโมเนียมโมลิบเดตเข้มข้น 0.015 M เหมาะเป็นรีเอเจนต์สำหรับเกิดปฏิกิริยากับฟอสเฟตมากที่สุด เพราะที่ความเข้มข้น 0.01 M และ 0.02 M มีประสิทธิภาพในการเกิดปฏิกิริยากับฟอสเฟตได้ดีใกล้เคียงกัน แต่ที่ 0.01 M อยู่ในจุดที่ใกล้เคียงกับจุดที่กราฟมีลักษณะโค้ง และจะเริ่มคงที่เมื่อความเข้มข้นมากกว่า 0.01 M ขึ้นไป และที่ความเข้มข้น 0.02 M มีค่าจุดตัดแกน Y มากซึ่งอาจมีผลต่อการวิเคราะห์ในตัวอย่างจริง จึงได้เลือกความเข้มข้นที่เหมาะสมในการเกิดปฏิกิริยาคือ 0.015 M

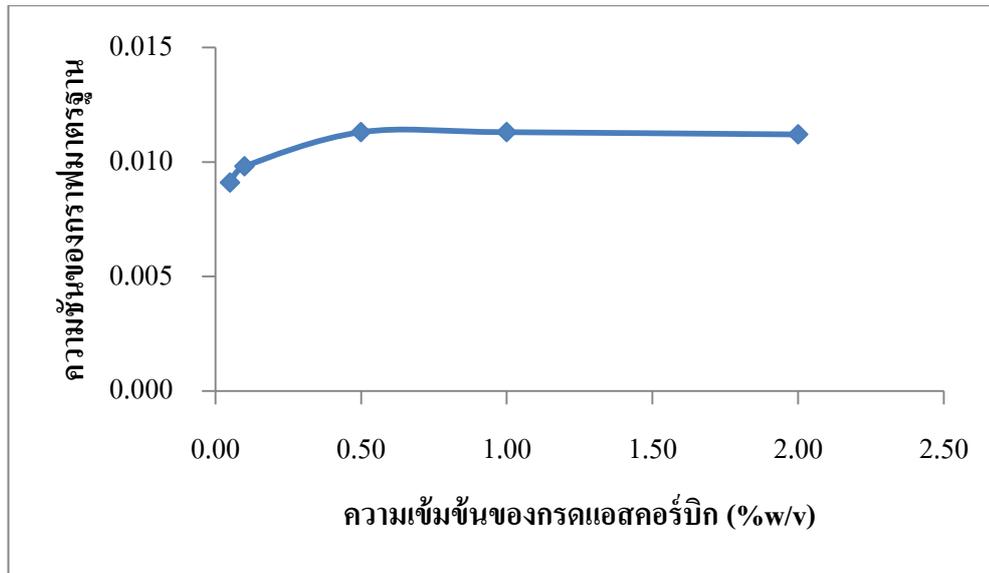
#### 4.1.1.2 การศึกษาผลความเข้มข้นของกรดแอสคอร์บิก (วิเคราะห์แบบแบทช์)

จากการทดลองได้เตรียมกรดแอสคอร์บิกที่ความเข้มข้นต่างๆ คือ 0.05, 0.1, 0.5, 1.0 และ 2.0 %w/v ตามลำดับ โดยใช้วิเคราะห์สารละลายมาตรฐานฟอสเฟตในช่วงความเข้มข้น 0.05-10.0 ppm ได้ผลการสร้างกราฟมาตรฐานที่แต่ละความเข้มข้นของกรดแอสคอร์บิก ดังแสดงในตาราง 4.2

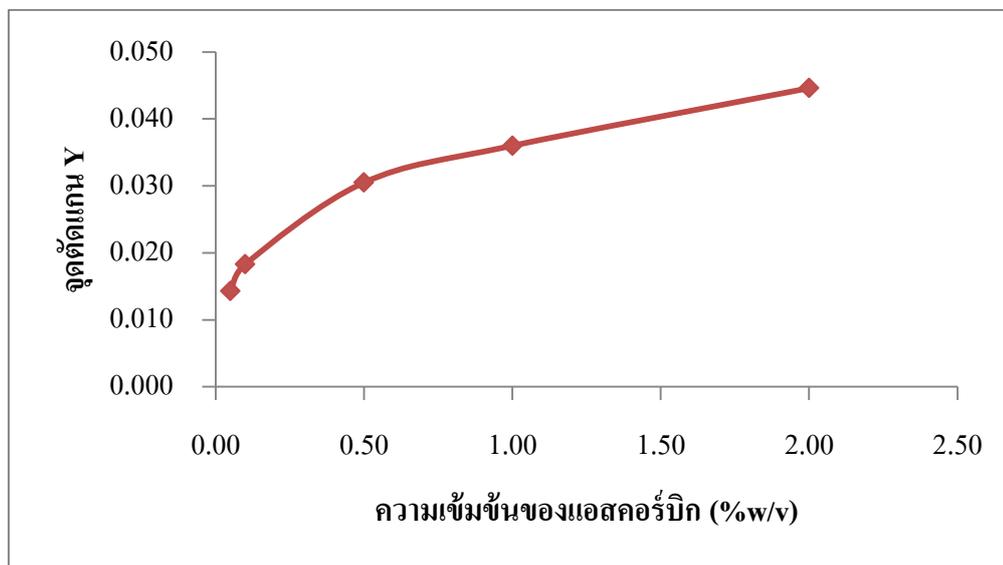
ตาราง 4.2 ข้อมูลของกราฟมาตรฐานแต่ละความเข้มข้นของกรดแอสคอร์บิก

ความเข้มข้นของ กรดแอสคอร์บิก (%w/v)	ความชันของกราฟมาตรฐาน (slope)	จุดตัดแกน Y (y-intercept)	R <sup>2</sup>
0.05	0.0091	0.0143	0.9996
0.10	0.0098	0.0183	0.9977
0.50	0.0113	0.0305	0.9999
1.0	0.0113	0.0360	0.9932
2.0	0.0112	0.0446	0.9999

และเมื่อนำข้อมูลจากตาราง 4.2 มาพล็อตกราฟ เพื่อพิจารณาความเข้มข้นที่เหมาะสมของกรดแอสคอร์บิกได้ผลดังรูป 4.3 และรูป 4.4



รูป 4.3 กราฟแนวโน้มสำหรับพิจารณาความเข้มข้นที่เหมาะสมของกรดแอสคอร์บิก จากค่าความชันของกราฟมาตรฐาน



รูป 4.4 กราฟแนวโน้มสำหรับพิจารณาความเข้มข้นที่เหมาะสมของกรดแอสคอร์บิก จากค่าจุดตัดแกน Y ของกราฟมาตรฐาน

จากผลการทดลองพบว่าความชันของกราฟมาตรฐานแต่ละเส้นไม่แตกต่างกันมากนัก แต่ได้เลือกกรดแอสคอร์บิกเข้มข้น 0.5 %w/v ซึ่งเหมาะสมกับเป็นตัวรีดิวซ์ สำหรับเปลี่ยน Heteropoly acid ไปเป็น Molybdenum blue มากที่สุด และค่าจุดตัดแกน Y ของกราฟมาตรฐานมีค่าน้อยกว่า

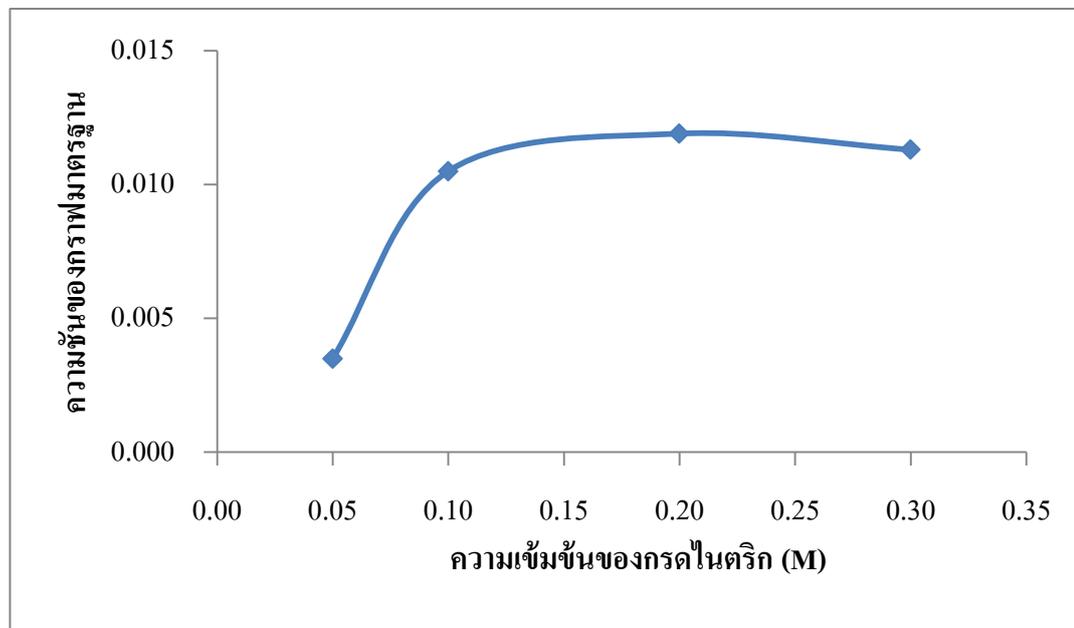
#### 4.1.1.3 การศึกษาผลความเข้มข้นของกรดไนตริก (วิเคราะห์แบบเบทซ์)

จากการทดลองได้เตรียมกรดไนตริกที่ความเข้มข้นต่างๆ คือ 0.05, 0.10, 0.20 และ 0.30 M ตามลำดับโดยใช้วิเคราะห์สารละลายมาตรฐานฟอสเฟตในช่วงความเข้มข้น 0.05 – 10.0 ppm ได้ผลการสร้างกราฟมาตรฐานที่แต่ละความเข้มข้นของกรดไนตริก ดังแสดงในตาราง 4.3

ตาราง 4.3 ข้อมูลของกราฟมาตรฐานแต่ละความเข้มข้นของกรดไนตริก

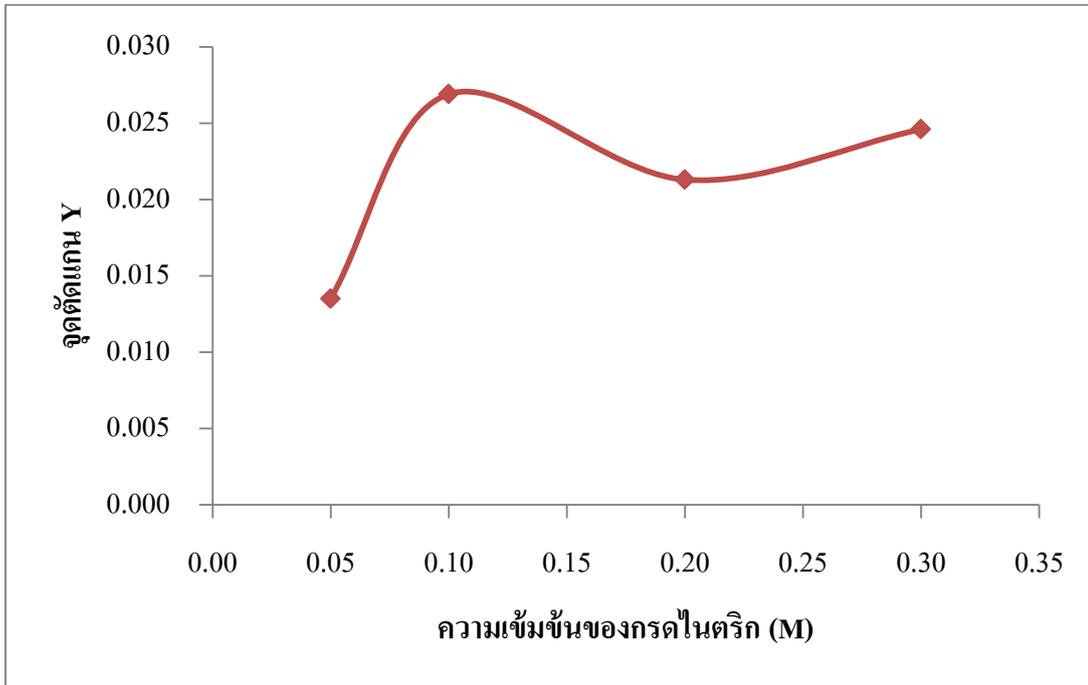
ความเข้มข้นของ กรดไนตริก (M)	ความชันของกราฟมาตรฐาน (slope)	จุดตัดแกน Y (y-intercept)	R <sup>2</sup>
0.05	0.0035	0.0135	0.9288
0.10	0.0105	0.0269	0.9895
0.20	0.0119	0.0213	0.9999
0.30	0.0113	0.0246	0.9986

และเมื่อนำข้อมูลจากตาราง 4.2 มาพล็อตกราฟ เพื่อพิจารณาความเข้มข้นที่เหมาะสมของกรดไนตริกได้ผลดังรูป 4.5 และรูป 4.6



รูป 4.5 กราฟแนวโน้มนำสำหรับพิจารณาความเข้มข้นที่เหมาะสมของกรดไนตริก

จากค่าความชันของกราฟมาตรฐาน



รูป 4.6 กราฟแนวโน้มสำหรับพิจารณาความเข้มข้นที่เหมาะสมของกรดไนตริก

จากค่าความชันของกราฟมาตรฐาน

จากการทดลองพบว่า ถ้าความชันของกราฟมาตรฐานจะเริ่มคงที่ตั้งแต่ความเข้มข้น 0.10 M แต่เมื่อพิจารณาจากค่าจุดตัดแกน Y จะเห็นได้ว่าที่ 0.20 M ให้ค่าน้อยกว่า 0.10 และ 0.30 M และเพื่อเป็นการประหยัดการใช้สารเคมี จึงได้เลือกความเข้มข้นที่เหมาะสมในการเกิดปฏิกิริยาค้างนี้คือ 0.15 M

#### 4.1.2 การศึกษาผลของไอออนแปลกปลอม (Foreign ions) ที่รบกวนการวิเคราะห์

การการศึกษาผลของไอออนรบกวนที่มีผลต่อการวิเคราะห์ฟอสฟอรัส โดยได้ทำการศึกษาไอออน  $\text{Ni}^{2+}$ ,  $\text{Na}^+$ ,  $\text{K}^+$ ,  $\text{F}^-$ ,  $\text{Fe}^{3+}$ ,  $\text{Cu}^{2+}$ ,  $\text{Zn}^{2+}$ ,  $\text{NO}_3^-$ ,  $\text{Cl}^-$ ,  $\text{Mn}^{2+}$ ,  $\text{Al}^{3+}$ ,  $\text{SO}_4^{2-}$ ,  $\text{CO}_3^{2-}$ ,  $\text{Fe}^{2+}$ ,  $\text{SO}_3^{2-}$  ตามลำดับ โดยได้ทำการศึกษาไอออนแต่ละชนิดที่ความเข้มข้น 1, 10, 20 และ 50 ppm โดยกำหนดความเข้มข้นของสารละลายมาตรฐานฟอสเฟต คงที่ที่ 1 ppm การรบกวนของไอออนแปลกปลอม จะพิจารณาจากความเข้มข้นของไอออนที่ทำให้ค่าการดูดกลืนแสงเบี่ยงเบนไป  $\pm 5$  จากค่าปกติของกรณีไม่มีไอออนรบกวนผสมอยู่ ดังแสดงในตาราง 4.4

ตาราง 4.4 ค่าการดูดกลืนแสงของสารละลายผสมของฟอสเฟตกับไอออนรบกวนที่อัตราส่วนต่างๆ

ไอออน	ค่าการดูดกลืนแสงของสารละลาย ( $\text{PO}_4^{3-}$ 1 ppm : ไอออนรบกวน)				
	0 ppm	1 ppm	10 ppm	20 ppm	50 ppm
$\text{Fe}^{3+}$	0.0450	0.0403 (10.44%)	0.2043 (354.0%)	0.3383 (651.78%)	0.5585 (1141.11%)
$\text{Cu}^{2+}$		0.0850 (88.89%)	0.2513 (458.44%)	0.3670 (715.56%)	0.7373 (1538.44%)
$\text{Zn}^{2+}$		0.0447 (0.67%)	0.0483 (7.33%)	0.0480 (6.67%)	0.0500 (11.11%)
$\text{NO}^{3-}$		0.0447 (0.67%)	0.0440 (2.22%)	0.0450 (0.00%)	0.0460 (2.22%)
$\text{Cl}^-$		0.0453 (0.67%)	0.0470 (4.44%)	0.0443 (1.56%)	0.0333 (26.00%)
$\text{SO}_4^{2-}$		0.0427 (5.00%)	0.0440 (2.00%)	0.0447 (0.67%)	0.0500 (11.11%)
$\text{Ni}^{2+}$		0.0473 (5.00%)	0.0490 (8.89%)	0.0487 (8.22%)	0.0467 (3.78%)
$\text{Al}^{3+}$		0.0447 (0.67%)	0.0500 (11.11%)	0.0497 (10.44%)	0.0440 (2.22%)
$\text{Na}^+$		0.0423 (6.00%)	0.0437 (2.89%)	0.0443 (1.56%)	0.0460 (2.22%)
$\text{K}^+$		0.0443 (1.50%)	0.0473 (5.00%)	0.0480 (6.67%)	0.0513 (14.00%)
$\text{F}^-$		0.0417 (7.33%)	0.0443 (1.56%)	0.0457 (1.56%)	0.0577 (28.22%)
$\text{CO}_3^{2-}$		0.0453 (0.67%)	0.0470 (4.44%)	0.0537 (19.33%)	0.0563 (25.11%)
$\text{Mn}^{2+}$		0.0410 (8.89%)	0.0427 (5.00%)	0.0430 (17.78%)	0.0420 (6.67%)
$\text{Fe}^{2+}$		0.0423 (6.00%)	0.0480 (6.67%)	0.0637 (41.56%)	0.1053 (134.00%)
$\text{SiO}_3^{2-}$		0.0977 (117.11%)	0.2413 (436.22%)	0.3903 (767.30%)	0.8733 (1840.67%)

จากผลการทดลองจะเห็นได้ว่าไอออนที่แสดงผลรบกวนอย่างชัดเจนต่อการวิเคราะห์ฟอสเฟต คือ  $\text{Fe}^{3+}$   $\text{Cu}^{2+}$   $\text{Fe}^{2+}$  และ  $\text{SiO}_3^{2-}$  ซึ่งจะรบกวนที่ความเข้มข้นตั้งแต่ 1ppm ขึ้นไป เนื่องจากไอออนเหล่านี้สามารถเกิดปฏิกิริยาร่วมกับฟอสเฟตด้วยรีเอเจนต์ชนิดนี้ได้ ดังนั้นจึงควรศึกษาวิธีการป้องกันการรบกวนของไอออนเหล่านี้โดยใช้สารกำบัง (Masking agent) ก่อนการวิเคราะห์ปริมาณฟอสเฟตในตัวอย่างจริง โดยได้ใช้ EDTA สำหรับป้องกันการรบกวนของ  $\text{Fe}^{3+}$   $\text{Cu}^{2+}$   $\text{Fe}^{2+}$  และ สาร NaF สำหรับป้องกันการรบกวนของ  $\text{SiO}_3^{2-}$  ตามลำดับ

4.1.2.1 การศึกษาประสิทธิภาพของ EDTA ในการป้องกันการเกิดปฏิกิริยาระหว่าง ไอออนแลกเปลี่ยนกับสารรีเอเจนต์

ได้ศึกษาการใช้ EDTA ในการป้องกันการเกิดปฏิกิริยา (Masking) ระหว่าง ไอออนแลกเปลี่ยนได้แก่  $\text{Fe}^{3+}$ ,  $\text{Fe}^{2+}$  และ  $\text{Cu}^{2+}$  กับสารรีเอเจนต์ ซึ่งพบว่า เมื่อใช้ EDTA เข้มข้น 0.04 M สามารถป้องกันการรบกวนของ  $\text{Fe}^{3+}$  และ  $\text{Cu}^{2+}$  ได้ที่ความเข้มข้นสูงสุดคือ 20 และ 10 ppm ตามลำดับ สำหรับการรบกวนของ  $\text{Fe}^{2+}$  สามารถป้องกันได้โดยใช้ EDTA เข้มข้น 0.03 M ในการป้องกัน  $\text{Fe}^{2+}$  ที่ 1 ppm แต่เนื่องจาก  $\text{Fe}^{2+}$  ในตัวอย่างดินมีปริมาณไม่สูงนักที่ EDTA ความเข้มข้นดังกล่าวจึงสามารถป้องกันการรบกวนของ  $\text{Fe}^{2+}$  เมื่อวิเคราะห์ตัวอย่างดินได้

4.2.1.2 การศึกษาประสิทธิภาพของ NaF ในป้องกันการเกิดปฏิกิริยาระหว่าง ไอออน  $\text{SiO}_3^{2-}$  กับสารรีเอเจนต์

ซิลิเกตไอออน ( $\text{SiO}_3^{2-}$ ) สามารถเกิดปฏิกิริยาได้ดีกับแอมโมเนียมโมลิบเดตแต่มีอัตราการเกิดปฏิกิริยาที่ช้ากว่าฟอสเฟต ดังนั้น จึงรบกวนการวิเคราะห์ฟอสเฟตได้ ซึ่งในงานวิจัยนี้ ได้ศึกษาการใช้ NaF ในการป้องกันการเกิดปฏิกิริยาระหว่าง ไอออน  $\text{SiO}_3^{2-}$  กับสารรีเอเจนต์ ซึ่งพบว่า เมื่อใช้ NaF 0.085 M สามารถป้องกันการรบกวนของ  $\text{SiO}_3^{2-}$  ได้สูงสุดที่ความเข้มข้น 50 ppm

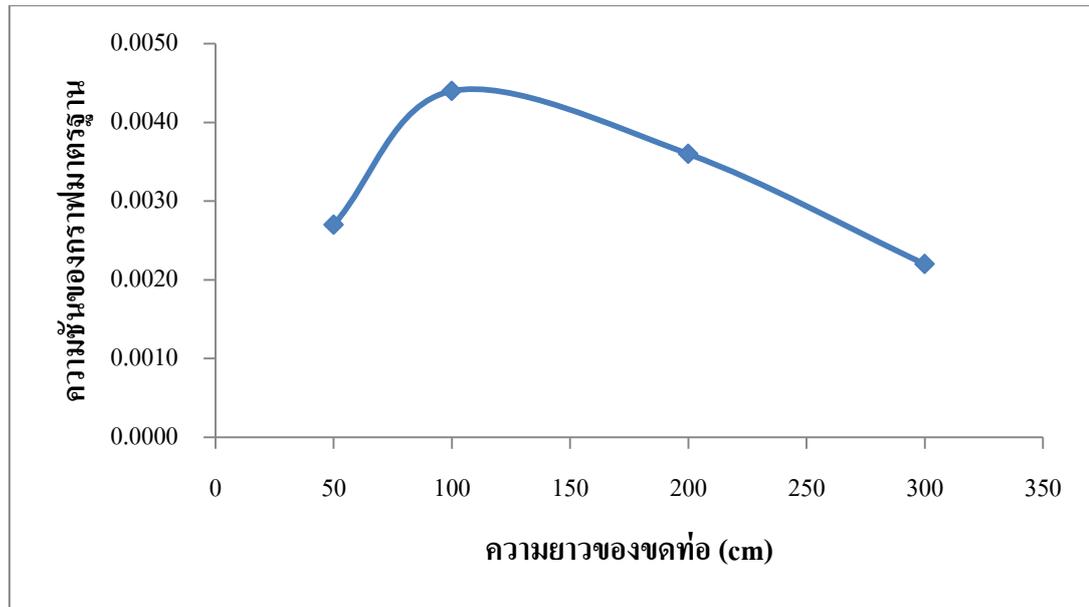
#### 4.1.3 การศึกษาผลความยาวของขดท่อ (Mixing coil)

จากการทดลองได้ศึกษาความยาวของขดท่อที่ 50, 100, 200 และ 300 cm ตามลำดับ โดยใช้วิเคราะห์สารละลายมาตรฐานฟอสเฟตในช่วงความเข้มข้น 1.0 – 30.0 ppm ได้ผลการสร้างกราฟมาตรฐานที่แต่ละความยาวของขดท่อ ดังแสดงในตาราง 4.5

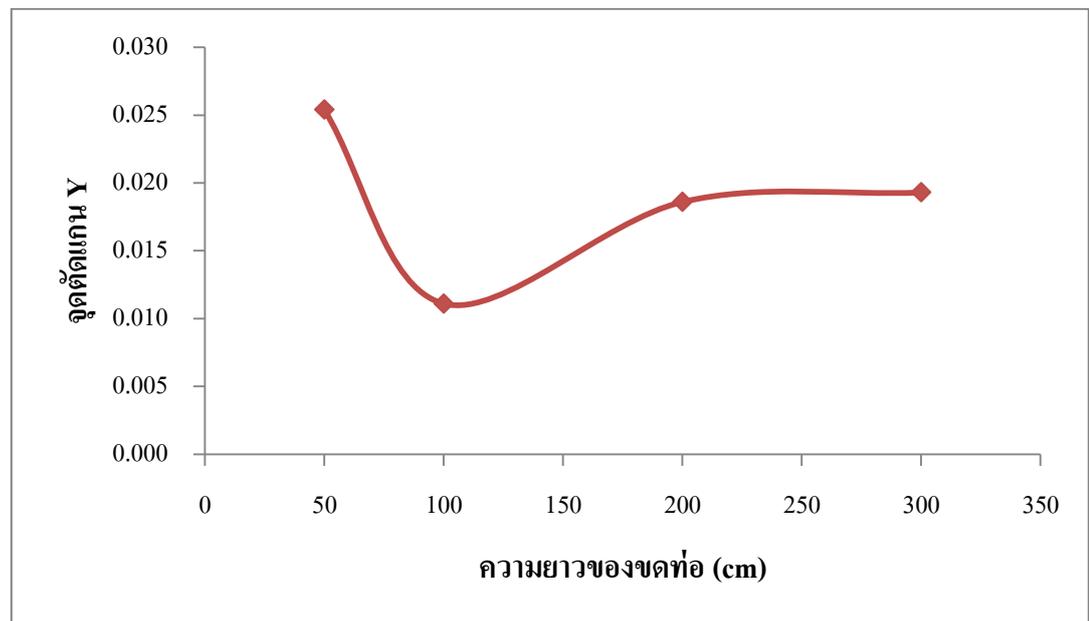
ตาราง 4.5 ข้อมูลของกราฟมาตรฐานที่แต่ละความยาวของขดท่อ

ความยาวของขดท่อ (cm)	ความชันของกราฟมาตรฐาน (slope)	จุดตัดแกน Y (y-intercept)	$R^2$
50	0.0027	0.0254	0.9782
100	0.0044	0.0111	0.9967
200	0.0036	0.0193	0.9987
300	0.0022	0.0186	0.9989826

และเมื่อนำข้อมูลจากตาราง 4.5 มาพล็อตกราฟ เพื่อพิจารณาความยาวที่เหมาะสมของขดท่อ ได้ผลดังรูป 4.7 และรูป 4.8 ตามลำดับ



รูป 4.7 กราฟแนวโน้มสำหรับพิจารณาความยาวที่เหมาะสมของขดท่อ  
จากค่าความชันของกราฟมาตรฐาน



รูป 4.8 กราฟแนวโน้มสำหรับพิจารณาความยาวที่เหมาะสมของขดท่อ  
จากค่าจุดตัดแกน Y ของกราฟมาตรฐาน

จากการทดลองพบว่าขดท่อความยาว 100 cm เหมาะสำหรับระบบ HSI ในการวิเคราะห์  
ฟอสเฟต เนื่องจากช่วยให้เกิดการผสมกันของรีเอเจนต์และสารตัวอย่างได้ดีโดย สังเกตได้จากค่า

ความชื้นที่สูง และยังมีค่าจุดตัดแกน Y ที่ต่ำอีกด้วย อีกทั้งยังใช้เวลาในการวิเคราะห์น้อยกว่าที่ความยาว 200 และ 300 cm

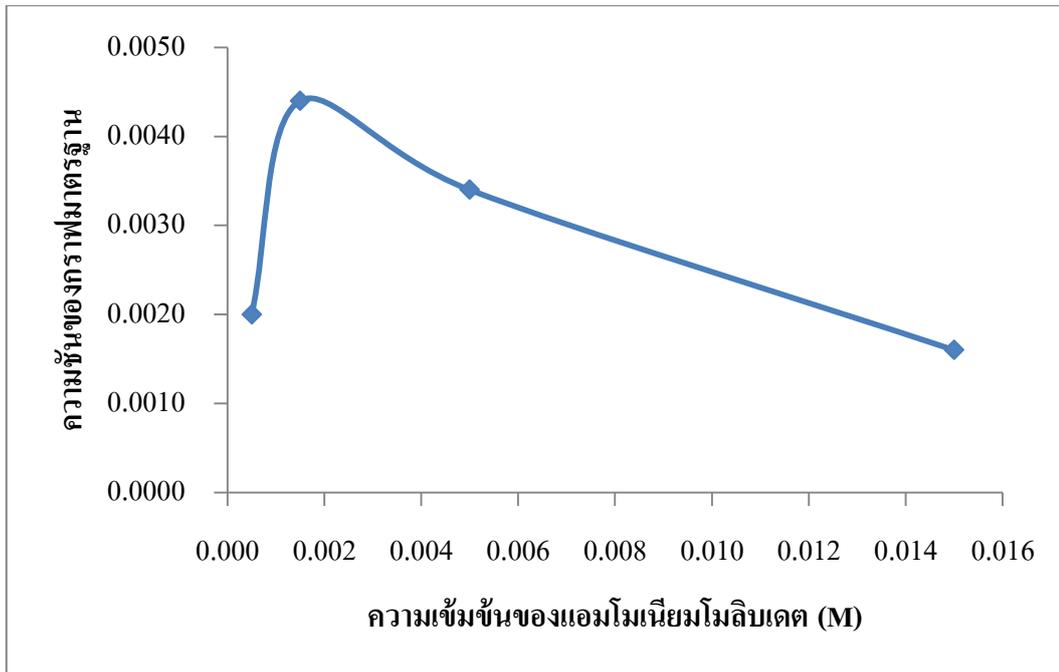
#### 4.1.4 การศึกษาผลความเข้มข้นของแอมโมเนียมโมลิบเดตสำหรับระบบ HSI

จากการทดลองได้เตรียมแอมโมเนียมโมลิบเดตที่ความเข้มข้นต่างๆ คือ 0.0005, 0.0015, 0.005 และ 0.015 M ตามลำดับ โดยใช้วิเคราะห์สารละลายมาตรฐานฟอสเฟตในช่วงความเข้มข้น 1.0 – 30.0 ppm ได้ผลการสร้างกราฟมาตรฐานที่แต่ละความเข้มข้นของแอมโมเนียมโมลิบเดต ดังแสดงในตาราง 4.6

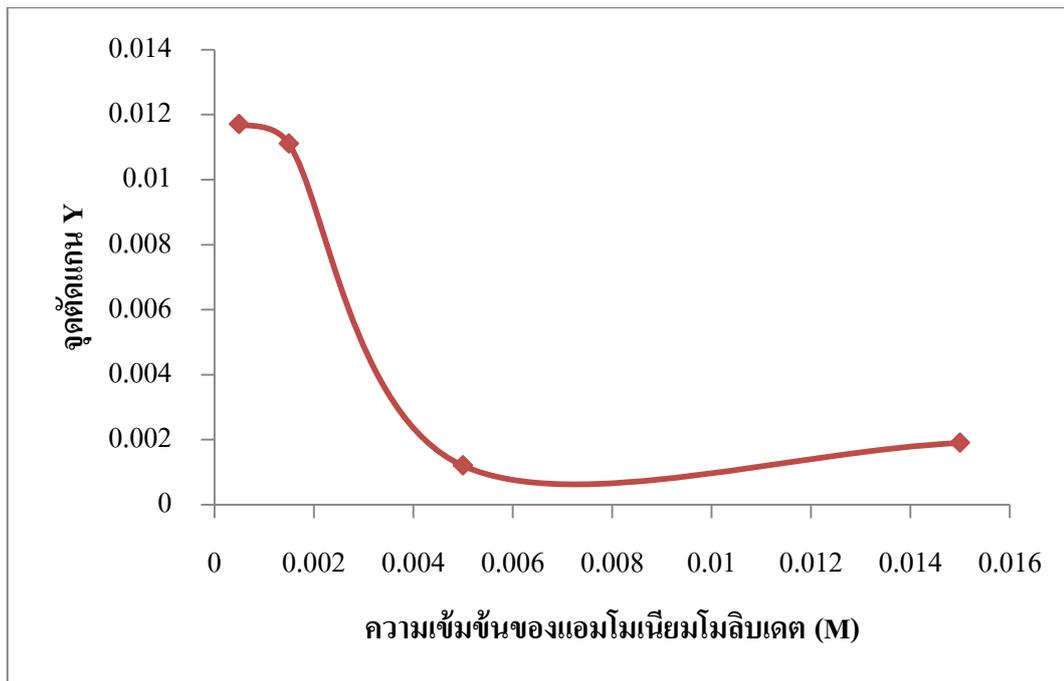
ตาราง 4.6 ข้อมูลของกราฟมาตรฐานที่แต่ละความเข้มข้นของแอมโมเนียมโมลิบเดต

ความเข้มข้นของ แอมโมเนียมโมลิบเดต (M)	ความชันของกราฟมาตรฐาน (slope)	จุดตัดแกน Y (y-intercept)	R <sup>2</sup>
0.0005	0.002	0.0117	0.9436
0.0015	0.0044	0.0111	0.9967
0.0050	0.0034	0.0012	0.9866
0.0150	0.0016	0.0019	0.9837

และเมื่อนำข้อมูลจากตาราง 4.6 มาพล็อตกราฟ เพื่อพิจารณาความเข้มข้นที่เหมาะสมของแอมโมเนียมโมลิบเดต ได้ผลดังรูป 4.9 และรูป 4.10 ตามลำดับ



รูป 4.9 กราฟแนวโน้มสำหรับพิจารณาความเข้มข้นที่เหมาะสมของแอมโมเนียมโมลิบเดต จากค่าความชันของกราฟมาตรฐาน



รูป 4.10 กราฟแนวโน้มสำหรับพิจารณาความเข้มข้นที่เหมาะสมของแอมโมเนียมโมลิบเดต จากค่าจุดตัดแกน Y ของกราฟมาตรฐาน

จากการทดลองพบว่าแอมโมเนียมโมลิบเดตเข้มข้น 0.0015 M เหมาะสำหรับระบบ HSI มากที่สุด เนื่องจากที่ความเข้มข้น 0.0015 M มีประสิทธิภาพในการเกิดปฏิกิริยาที่ดีที่สุดสังเกตได้จากค่าความชันของกราฟมาตรฐานที่มีค่ามากที่สุด แม้ว่าที่ความเข้มข้นนี้จะให้ค่าจุดตัดแกน Y สูงมาก แต่เนื่องจากมีความเข้มข้นต่ำกว่า 0.0050 และ 0.0150 M จึงเป็นการประหยัดสารเคมี อีกทั้งเมื่อใช้ในระบบ HSI ยังสามารถล้างออกจากโพลเซลล์ได้ง่ายกว่าที่ความเข้มข้นสูงอีกด้วย

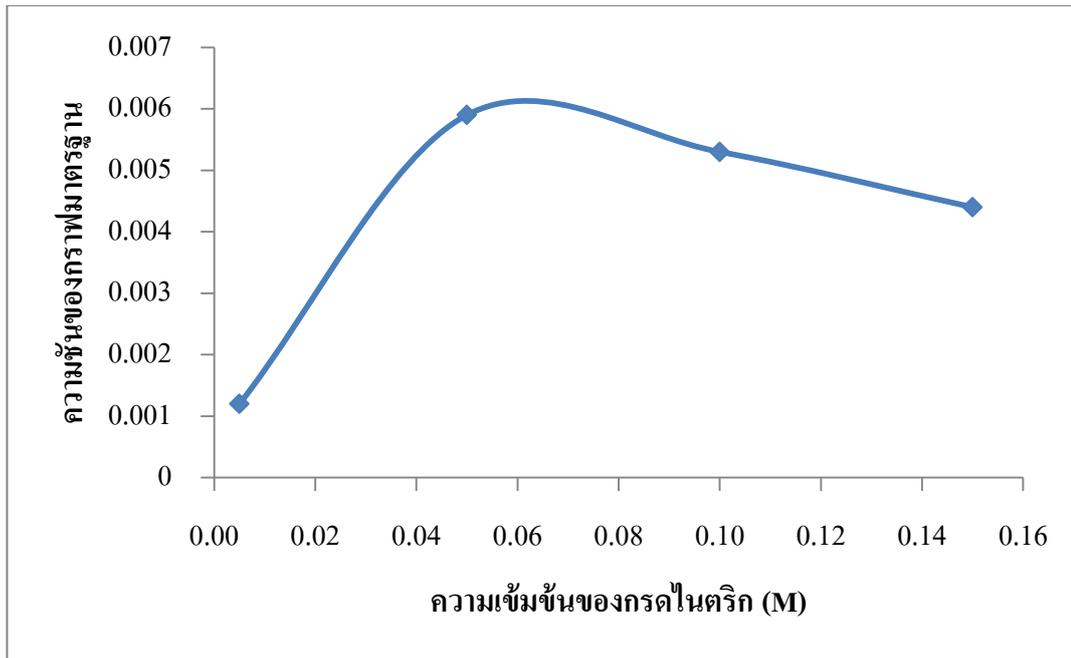
#### 4.1.5 การศึกษาผลความเข้มข้นของกรดไนตริกสำหรับระบบ HSI

จากการทดลองได้เตรียมกรดไนตริกที่ความเข้มข้นต่างๆ คือ 0.005, 0.05, 0.10 และ 0.15 M ตามลำดับ โดยใช้วิเคราะห์สารละลายมาตรฐานฟอสเฟตในช่วงความเข้มข้น 1.0 – 30.0 ppm ได้ผลการสร้างกราฟมาตรฐานที่แต่ละความเข้มข้นของกรดไนตริก ดังแสดงในตาราง 4.7

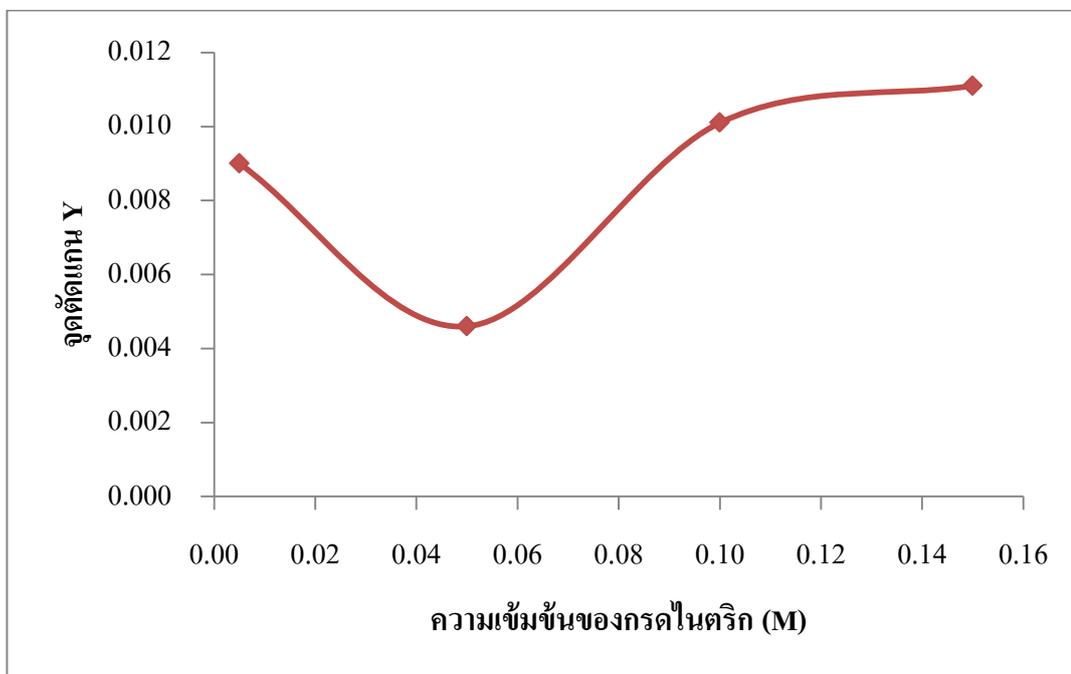
ตาราง 4.7 ผลการศึกษาความเข้มข้นของกรดไนตริกสำหรับระบบ HSI

ความเข้มข้นของ กรดไนตริก (M)	ความชันของกราฟมาตรฐาน (slope)	จุดตัดแกน Y (y-intercept)	R <sup>2</sup>
0.005	0.0012	0.009	0.9898
0.050	0.0059	0.0046	0.9976
0.100	0.0053	0.0101	0.9980
0.150	0.0044	0.0111	0.9967

และเมื่อนำข้อมูลจากตาราง 4.7 มาพล็อตกราฟ เพื่อพิจารณาความเข้มข้นที่เหมาะสมของกรดไนตริก ได้ผลดังรูป 4.11 และรูป 4.12 ตามลำดับ



รูป 4.11 กราฟแนวโน้มสำหรับพิจารณาความเข้มข้นที่เหมาะสมของกรดไนตริก จากค่าความชันของกราฟมาตรฐาน



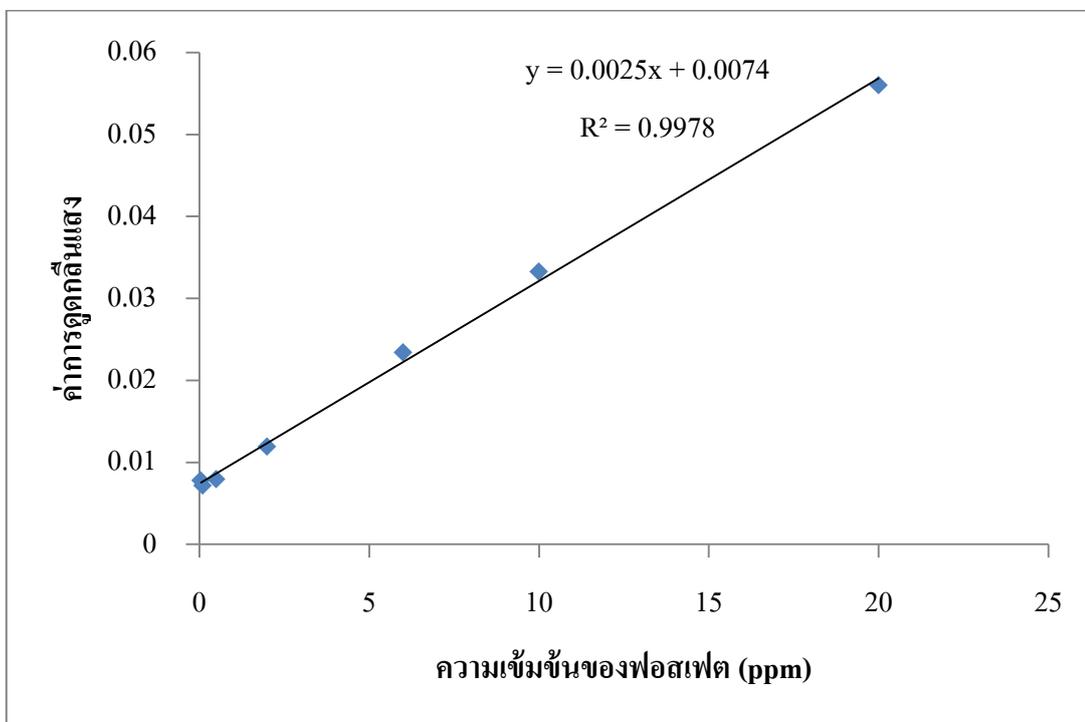
รูป 4.12 กราฟแนวโน้มสำหรับพิจารณาความเข้มข้นที่เหมาะสมของกรดไนตริก จากค่าจุดตัดแกน Y ของกราฟมาตรฐาน

จากการทดลองพบว่ากรดไนตริกเข้มข้น 0.05 M เหมาะสำหรับระบบ HSI มากที่สุด เพราะที่ความเข้มข้น 0.05 M มีประสิทธิภาพในการเกิดปฏิกิริยาดีที่สุดสังเกตได้จากค่าความชันของกราฟมาตรฐานที่มีค่าสูงที่สุดและมีค่าจุดตัดแกน Y ต่ำที่สุดอีกด้วย จึงได้เลือกความเข้มข้นที่เหมาะสมในการเกิดปฏิกิริยาครั้งนี้คือ 0.05 M

#### 4.1.6 การศึกษาสมรรถนะของระบบ HSI

##### 4.1.6.1 การศึกษาช่วงความเป็นเส้นตรงของกราฟมาตรฐาน

จากการศึกษาช่วงความเป็นเส้นตรงของกราฟมาตรฐานฟอสเฟตในช่วง 0.05 – 50.0 ppm เมื่อนำค่าการดูดกลืนแสง (แกน Y) มาพล็อตกับความเข้มข้นของสารละลายมาตรฐานฟอสเฟต (แกน X) พบว่าได้ดังรูป 4.13 จากรูปดังกล่าวพบว่าได้กราฟมาตรฐานที่มีความเป็นเส้นตรงในช่วง 0.05 – 20.0 ppm (กราฟจะเริ่มมีแนวโน้มเป็นเส้นโค้งเมื่อความเข้มข้นสูงเกินไป) โดยมีสมการเส้นตรงของกราฟมาตรฐานของสารละลายมาตรฐานฟอสเฟต คือ  $y = 0.0025x + 0.0074$  ;  $R^2 = 0.9978$



รูป 4.13 กราฟมาตรฐานของสารละลายมาตรฐานฟอสเฟต

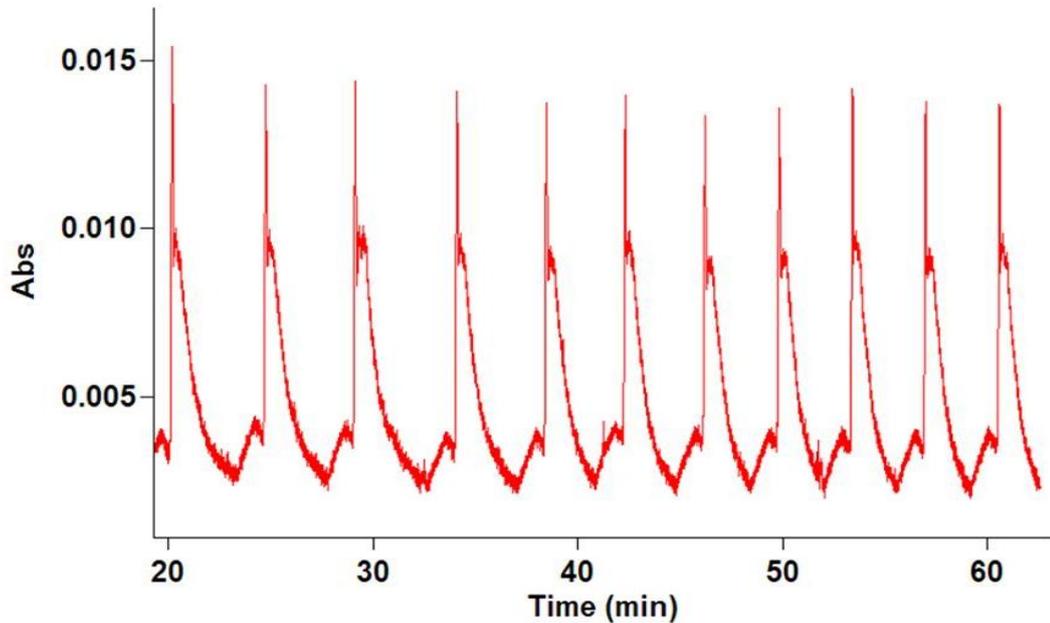
#### 4.1.6.2 การศึกษาความเที่ยงตรงของการวิเคราะห์ด้วยระบบ HSI

ได้ศึกษาความเที่ยงตรงของการวิเคราะห์ด้วยระบบ HSI โดยใช้สารละลายมาตรฐาน ฟอสเฟต 2 ppm ทำการวิเคราะห์ซ้ำ จำนวน 11 ครั้ง นำค่าการดูดกลืนแสงหาค่าร้อยละการเบี่ยงเบนมาตรฐานสัมพัทธ์ (%RSD) ได้ผลดังแสดงในตาราง 4.8 และมีลักษณะของสัญญาณ HSI – gram ดังรูป 4.14

ตาราง 4.8 การศึกษาความเที่ยงตรงของการวิเคราะห์ด้วยระบบ HSI

ครั้งที่	ค่าการดูดกลืนแสง
1	0.0151
2	0.0141
3	0.0143
4	0.0140
5	0.0137
6	0.0138
7	0.0133
8	0.0136
9	0.0140
10	0.0137
11	0.0137
ค่าเฉลี่ย	0.0139
SD	$4.73 \times 10^{-4}$
%RSD	3.40 %

$$\begin{aligned}
 \text{จาก \% RSD} &= \frac{\text{SD}}{\bar{X}} \times 100 \\
 &= \frac{4.73 \times 10^{-4}}{0.0139} \times 100 \\
 &= 3.4\%
 \end{aligned}$$



รูป 4.14 HSI – gram ของการศึกษาความเที่ยงตรงของการวิเคราะห์

จากผลการทดลอง พบว่ามีค่า %RSD น้อยกว่า 5% และสัญญาณ HSI – gram มีลักษณะใกล้เคียงกันมาก ซึ่งแสดงให้เห็นว่าระบบ HSI มีความเที่ยงตรงในการวิเคราะห์สูง

#### 4.1.6.3 การศึกษาสมรรถนะอื่นๆ

ได้ศึกษาสมรรถนะอื่นๆ ของระบบ HSI พบว่า ระบบมีอัตราการไหล (Flow rate) ของกระแสตัวพาเท่ากับ 2 mL/min โดยมีความถี่ในการวิเคราะห์ตัวอย่าง (Sample throughput) เท่ากับ 12 ตัวอย่างต่อชั่วโมง และใช้ปริมาณสารเคมีทั้งหมด ซึ่งประกอบด้วย สารละลายรีเอเจนต์ แอมโมเนียม โมลิบเดต กรดแอสคอร์บิก กรดไนตริก และสารละลายตัวอย่าง เป็นจำนวน 10.5 mL ต่อการวิเคราะห์ 1 ตัวอย่าง และมีขีดจำกัดการตรวจวัด (LOD) เท่ากับ 0.025 mg/L

#### 4.1.7 การวิเคราะห์ตัวอย่างจริงด้วยระบบ HSI

ด้วยสถานะที่เหมาะสมของระบบ HSI ที่ได้ศึกษาไป ได้นำมาประยุกต์ใช้ในการวิเคราะห์เพื่อหาปริมาณฟอสเฟตที่ละลายน้ำได้ในตัวอย่างดิน โดยเทียบค่าการดูดกลืนแสงของสารละลายตัวอย่างกับกราฟมาตรฐาน ซึ่งมีสมการเส้นตรงคือ  $y = 0.0025x + 0.0074$  ;  $R^2 = 0.9978$  วิธีการคำนวณแสดงในภาคผนวก ข.1 – ข.2 เปรียบเทียบผลวิเคราะห์ที่ได้กับวิธีแบบแบทช์ โดยได้ผลการวิเคราะห์ ดังแสดงในตาราง 4.9

ตาราง 4.9 ผลการวิเคราะห์หาปริมาณฟอสเฟตในตัวอย่างดิน โดยใช้ระบบ HSI และวิธีแบบแบทช์

ตัวอย่าง	ปริมาณฟอสเฟตในสารสกัดในตัวอย่างดิน (ppm)	
	วิธี HSI	วิธีแบบแบทช์
ดิน 1	43.60	33.40
ดิน 2	60.80	54.82
ดิน 3	264.80	213.75
ดิน 4	108.00	90.54
ดิน 5	154.40	133.39

จากข้อมูลในตารางเมื่อนำผลที่ได้จากทั้ง 2 วิธี มาเปรียบเทียบตามหลักของ t-test ที่ระดับความเชื่อมั่น 95% โดยคำนวณค่าจากสมการ 4.1 และ 4.2

$$t = \frac{\bar{D}}{SD} \sqrt{N} \quad \text{_____ (4.1)}$$

โดย

$$SD = \sqrt{\frac{\sum(D_i - \bar{D})^2}{N-1}} \quad \text{_____ (4.2)}$$

เมื่อ  $D_i$  คือ ความต่างของผลการทดลองโดยวิธีวิเคราะห์ทั้งสองต่อสารตัวอย่างแต่ละสาร  
(คิดเครื่องหมายบวกลบ)

$\bar{D}$  คือ ค่าเฉลี่ยของ  $D_i$  (คิดเครื่องหมายบวกลบ)

$N$  คือ จำนวนสารตัวอย่างที่นำมาวิเคราะห์

ตาราง 4.10 การคำนวณเปรียบเทียบค่าเฉลี่ยของข้อมูลสองชุด ที่ตัวอย่างแต่ละชุดเป็นตัวอย่างเดียวกัน (t-test)

สารตัวอย่าง หมายเลข	ความเข้มข้น (mg g <sup>-1</sup> )		ผลต่าง (D <sub>i</sub> )	(D <sub>i</sub> - $\bar{D}$ ) <sup>2</sup>
	วิธี HSI	วิธีแบบแบทซ์		
1	43.60	33.40	10.20	119.68
2	60.80	54.82	5.98	229.82
3	264.80	213.75	51.05	894.61
4	108.00	90.54	17.46	13.54
5	154.40	133.39	20.01	0.02
			$\bar{D} = 21.14$	$\sum = 1257.67$

$$\text{จากค่า SD} = \sqrt{\frac{\sum (D_i - \bar{D})^2}{N-1}}$$

เมื่อ n คือ จำนวนครั้งของการวัด

$$\text{แทนค่า SD} = \sqrt{\frac{1257.67}{4}}$$

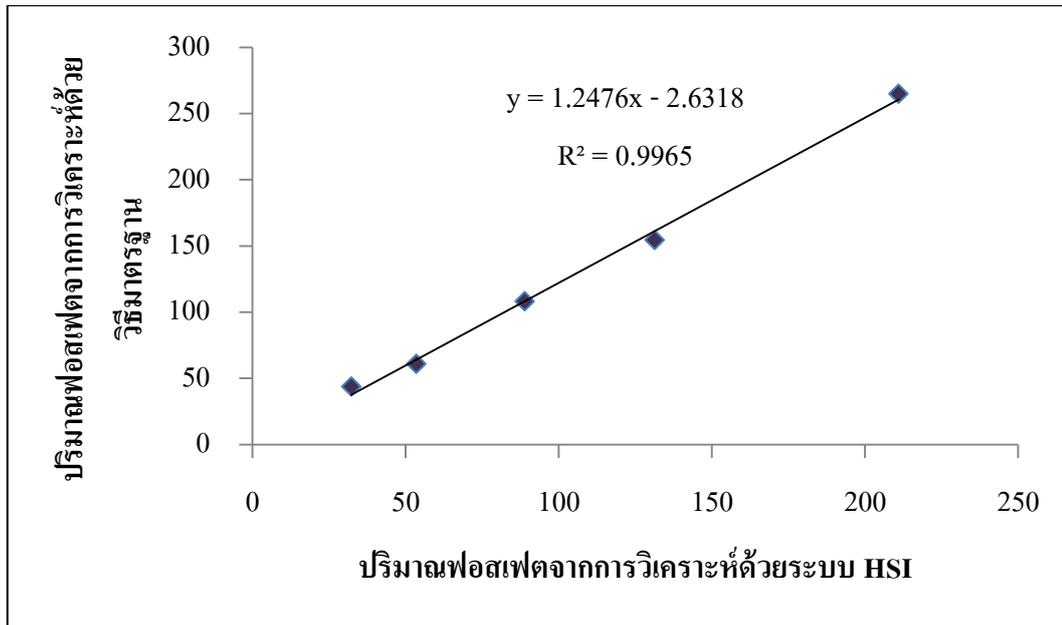
$$\text{SD} = 17.73$$

จากสมการ (4.1) แทนค่า  $\bar{D} = 21.14$  และ  $\text{SD} = 17.73$

$$\text{ได้ } |t| = 21.14 \times \sqrt{5} / 17.73$$

$$|t| = 2.67$$

เนื่องจากค่า t ที่ได้จากการคำนวณสำหรับการเปรียบเทียบทั้งสองวิธีในการศึกษาหาปริมาณฟอสเฟต คือ 2.67 น้อยกว่าค่า t ที่ได้จากตารางค่าวิกฤติที่ระดับ ความเชื่อมั่น 95 % คือ 2.78 (ตารางค่าวิกฤติของ t แสดงในภาคผนวก ก) แสดงว่าผลการวิเคราะห์หาปริมาณฟอสเฟตโดยวิธีวิเคราะห์ทั้งสองวิธีนี้ไม่แตกต่างกันอย่างมีนัยสำคัญ และเมื่อนำผลการวิเคราะห์หาปริมาณฟอสเฟตในสารสกัดในตัวอย่างดินมาพล็อตกราฟ ได้ดังรูป 4.15



รูป 4.15 กราฟ Correlation

#### 4.1.8 การศึกษาร้อยละการกลับคืน (% Recovery)

ศึกษาค่าร้อยละการกลับคืน ซึ่งทดสอบโดยการเติมสารละลายมาตรฐานฟอสเฟตลงไป ในตัวอย่างให้มี ความเข้มข้น 2 ppm ทำการหาปริมาณฟอสเฟตในสารละลายตัวอย่างดินพบว่าได้ ร้อยละการกลับคืนในช่วง 83.5 – 102.5 % ดังแสดงในตาราง 4.11

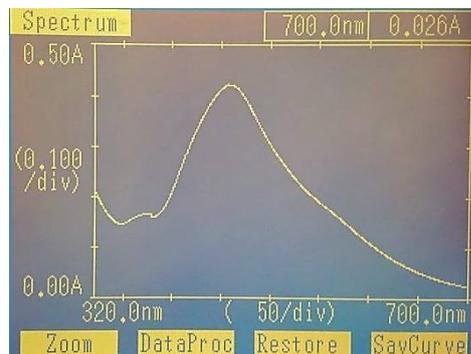
ตาราง 4.11 ค่าร้อยละการกลับคืนของสารละลายมาตรฐานฟอสเฟตในตัวอย่างดิน

ตัวอย่าง	ปริมาณฟอสเฟต (ppm)		%Recovery
	ไม่เติมสารละลายมาตรฐานฟอสเฟต	เติมสารละลายมาตรฐานฟอสเฟต	
ดิน 1	3.03	5.07	102
ดิน 2	4.45	6.43	99.0
ดิน 3	7.13	9.18	102
ดิน 4	3.73	5.40	83.5
ดิน 5	4.35	6.25	95.0

## 4.2 การหาปริมาณแมงกานีสในตัวอย่างปุย

### 4.2.1 การหาค่าการดูดกลืนแสงสูงสุด

ในเบื้องต้นได้หาความยาวคลื่นที่ให้ค่าการดูดกลืนแสงสูงสุด ( $\lambda_{\max}$ ) ของสารประกอบเชิงซ้อนของ  $\text{Mn}^{2+}$  เข้มข้น 25 ppm กับสารรีเอเจนต์ฟอร์มาลดีอฮอล์และแอมโมเนียบัพเฟอร์ จากการทดลองพบว่าได้ค่า  $\lambda_{\max}$  ที่ 460 nm โดยได้ลักษณะของสเปกตรัมดังรูป 4.16



รูป 4.16 สเปกตรัมของสารผลิตภัณฑ์ที่ค่า  $\lambda_{\max}$  460 nm

### 4.2.2 การศึกษาความเข้มข้นที่เหมาะสมของรีเอเจนต์

ศึกษาความเข้มข้นที่เหมาะสมของรีเอเจนต์ในการวิเคราะห์แมงกานีส โดยนำมาใช้กับระบบ HSI และหาปริมาณแมงกานีสในตัวอย่างจริง

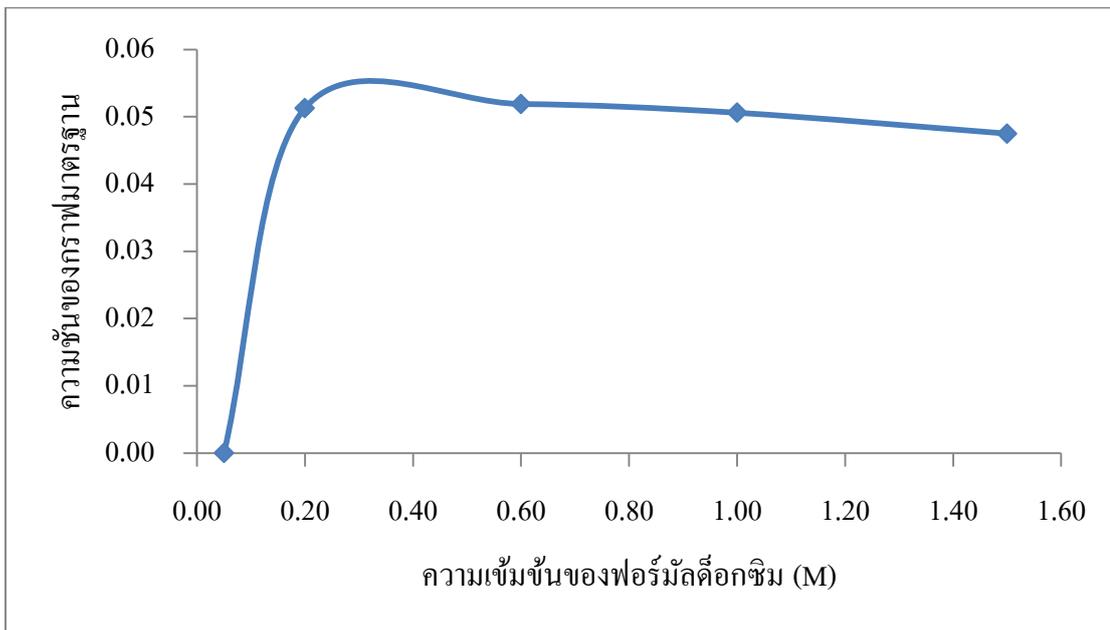
#### 4.2.2.1 การศึกษาผลความเข้มข้นของรีเอเจนต์ฟอร์มาลดีอฮอล์ (วิเคราะห์แบบแบทช์)

จากการศึกษาผลของรีเอเจนต์ โดยใช้รีเอเจนต์ฟอร์มาลดีอฮอล์ ที่ความเข้มข้น 0.05, 0.2, 0.6, 1.0 และ 1.5 M ตามลำดับ ในการทำปฏิกิริยากับแมงกานีสในช่วงความเข้มข้น 0.5 – 50 ppm จากนั้นนำวัดค่าการดูดกลืนแสงที่  $\lambda_{\max}$  เท่ากับ 460 nm แล้วนำค่ามาพล็อตกราฟ และสร้างกราฟแนวโน้ม ได้ผลดังตาราง 4.12 และรูป 4.17-4.18 ตามลำดับ

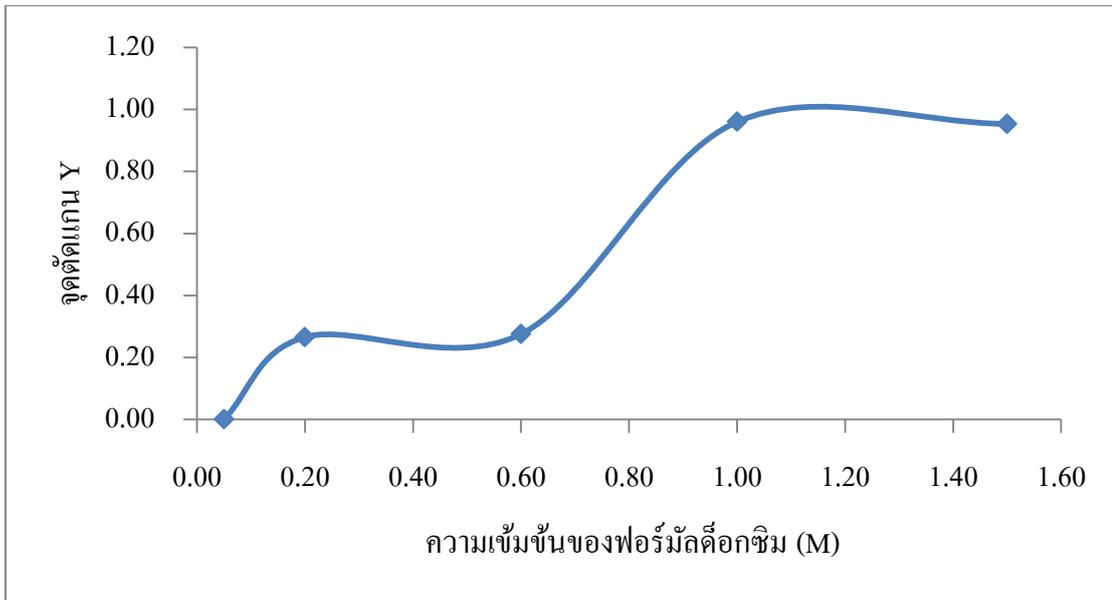
ตาราง 4.12 ข้อมูลกราฟมาตรฐานที่แต่ละความเข้มข้นของฟอร์มัลดีออกซิม

ความเข้มข้นของ ฟอร์มัลดีออกซิม (M)	ความชันของกราฟมาตรฐาน (Slope)	จุดตัดแกน Y (y-intercept)	R <sup>2</sup>
0.05	$7 \times 10^{-6}$	0.0011	0.362
0.2	0.0513	0.2658	0.9593
0.6	0.0519	0.2757	0.9552
1.0	0.0506	0.2740	0.9599
1.5	0.0475	0.9450	0.9531

และเมื่อนำข้อมูลจากตาราง 4.1 มาพล็อตกราฟเพื่อพิจารณาความเข้มข้นที่เหมาะสมของฟอร์มัลดีออกซิม (Formaladoxime) ได้ผลดังรูป 4.1 และรูป 4.2 ตามลำดับ



รูป 4.17 กราฟแนวโน้มนำสำหรับพิจารณาความเข้มข้นที่เหมาะสมของฟอร์มัลดีออกซิม (Formaladoxim) จากความชันของกราฟมาตรฐาน



**รูป 4.18** กราฟแนวโน้มสำหรับพิจารณาความเข้มข้นที่เหมาะสมของฟอร์มาลดีไฮด์ (Formaldoxim) จากจุดตัดแกน Y ของกราฟมาตรฐาน

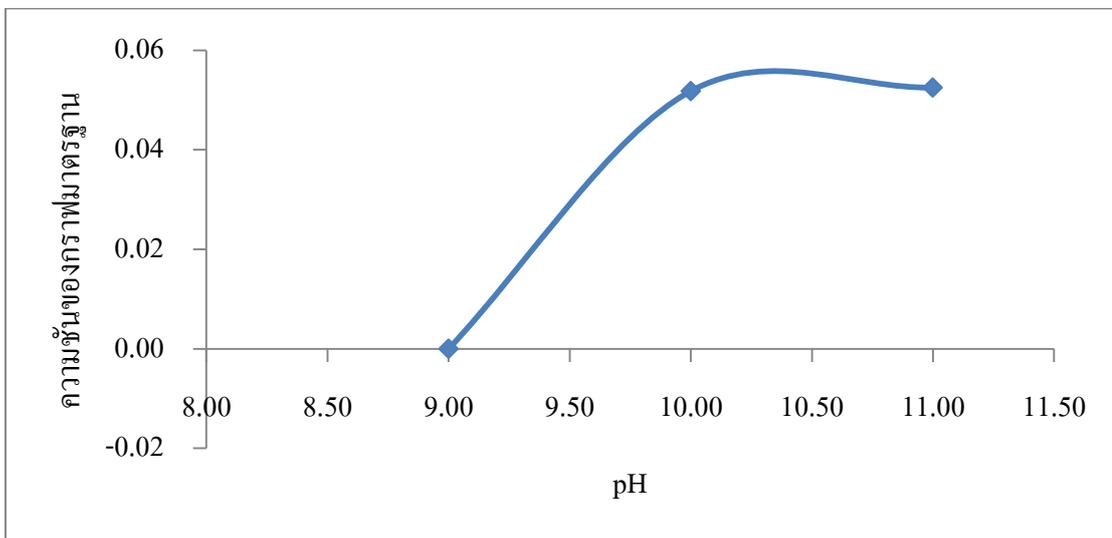
จากการศึกษาพบว่าฟอร์มาลดีไฮด์ที่ความเข้มข้น 0.25 M เหมาะสมสำหรับการเกิดปฏิกิริยาแมงกานีสที่สูงสุด เพราะเมื่อพิจารณาจากกราฟในรูป 4.2 พบว่าที่ความเข้มข้น 0.2 – 1.5 M มีประสิทธิภาพในการเกิดปฏิกิริยากับแมงกานีสได้ดีโดยมีความชันของกราฟมาตรฐานใกล้เคียงกัน และเมื่อพิจารณาจากจุดตัดแกน Y จะเห็นว่าที่ความเข้มข้น 0.2 – 0.6 M มีจุดตัดแกน Y น้อยกว่าช่วง 1.0 – 1.5 M และเพื่อเป็นการประหยัดการใช้สารเคมี จึงได้เลือกใช้ความเข้มข้น 0.25 M ในการทดลองที่ความเข้มข้น 0.20 M แม้ว่าจะมีความเข้มข้นน้อยกว่า 0.25 M แต่เนื่องจากเป็นจุดที่กราฟแนวโน้มของค่าความชันมีการเปลี่ยนแปลงอย่างรวดเร็วจึงพิจารณาเลือกความเข้มข้น 0.25 M

#### 4.2.2.2 การศึกษา pH ที่มีผลต่อการเกิดปฏิกิริยาฟอร์มาลดีไฮด์

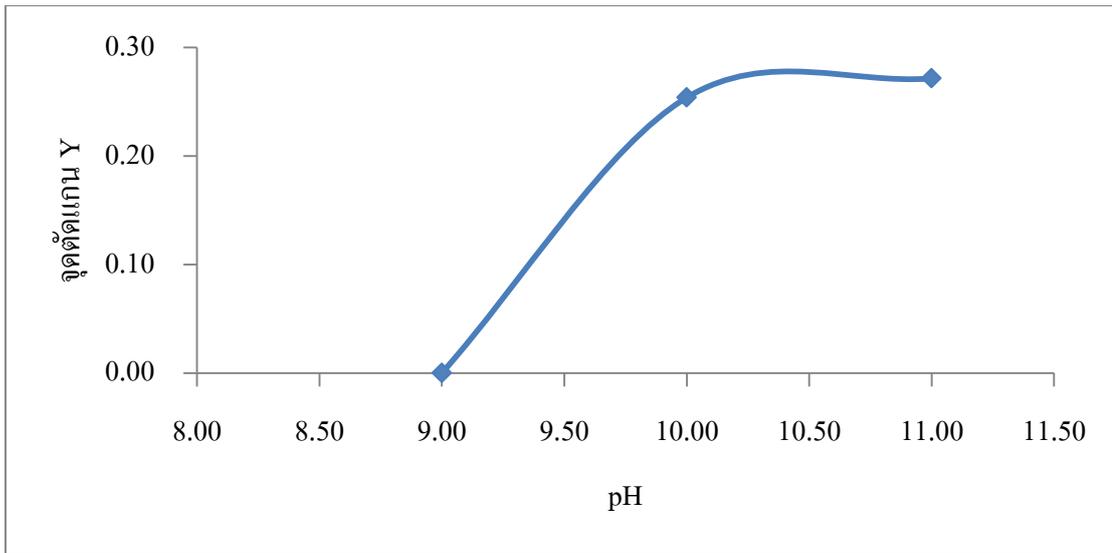
เนื่องจากมีรายงานวิจัยหลายฉบับอ้างถึงการเกิดปฏิกิริยาฟอร์มาลดีไฮด์จะเกิดได้ในสภาวะที่เป็นเบสเท่านั้น ดังนั้น จึงได้ศึกษาผลของ pH ที่มีผลต่อปฏิกิริยาระหว่างรีเอเจนต์กับแมงกานีสโดยใช้แอมโมเนียบัฟเฟอร์เข้มข้น 1 M ที่ pH 9.0, 10.0 และ 11.0 นำไปวัดค่าการดูดกลืนแสง จากนั้นนำค่าการดูดกลืนแสงไปพล็อตกราฟ และสร้างกราฟแนวโน้ม ได้ผลดังตาราง 4.13 และรูป 4.19-4.20 ตามลำดับ

ตาราง 4.13 ข้อมูลกราฟมาตรฐานและ pH ของแอมโมเนียบัฟเฟอร์

pH ของ Ammonia buffer	ความชันของกราฟ มาตรฐาน (Slope)	จุดตัดแกน Y (y-intercept)	R <sup>2</sup>
9	$-2 \times 10^{-5}$	0.0001	0.0992
10	0.0518	0.2538	0.9643
11	0.0525	0.2714	0.9613



รูป 4.19 กราฟแนวโน้มสำหรับพิจารณา pH ของแอมโมเนียบัฟเฟอร์จากความชันของกราฟมาตรฐาน



รูป 4.20 กราฟแนวโน้มสำหรับพิจารณา pH ของแอมโมเนียบัฟเฟอร์จากจุดตัดแกน Y ของกราฟมาตรฐาน

จากการทดลองพบว่าที่ หาก pH น้อยกว่า 10.0 ปฏิกริยาฟอร์มัลดีไฮด์ออกซิเมชันจะไม่สามารถเกิดขึ้นได้ โดยพบว่า pH 10.0 เหมาะสมต่อการเกิดปฏิกิริยาของแมงกานีสที่สุดโดยพิจารณาจากความชันของกราฟมาตรฐานที่มีค่าใกล้เคียงกัน และจุดตัดแกน Y เริ่มคงที่และมีการเปลี่ยนแปลงอย่างช้าๆ จึงเลือกที่ pH 10.0 ในการควบคุมให้ปฏิกิริยาให้อยู่ในสภาวะที่เป็นเบส

#### 4.2.3 การศึกษาผลของไอออนแปลกปลอม (Foreign ions) ที่มีผลต่อปฏิกิริยาของแมงกานีส

เนื่องจากการวิเคราะห์ตัวอย่างจริงอาจมีไอออนอื่นเจือปนอยู่มากมาย ซึ่งอาจส่งผลต่อการเกิดปฏิกิริยาของแมงกานีส จึงต้องทำการศึกษาไอออนที่รบกวนที่มีผลต่อการวิเคราะห์ โดยได้ทำการศึกษาไอออน  $\text{Fe}^{2+}$ ,  $\text{Fe}^{3+}$ ,  $\text{Cu}^{2+}$ ,  $\text{Zn}^{2+}$ ,  $\text{Po}_4^{3-}$ ,  $\text{NO}_3^-$ ,  $\text{Cl}^-$ ,  $\text{SO}_4^{2-}$ ,  $\text{Ni}^{2+}$ ,  $\text{Al}^{3+}$ ,  $\text{Na}^+$ ,  $\text{K}^+$ ,  $\text{F}^-$  และ  $\text{CO}_3^{2-}$  โดยเตรียมจาก  $(\text{NH}_4)_2\text{Fe}(\text{SO}_4)$ ,  $(\text{NH}_4)_3\text{Fe}(\text{SO}_4)$ ,  $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2$ ,  $\text{ZnSO}_4$ ,  $\text{NaNO}_3$ ,  $\text{NaCl}$ ,  $\text{Na}_2\text{SO}_4$ ,  $\text{NiSO}_4$ ,  $\text{AlCl}_3$ ,  $\text{KNO}_3$ ,  $\text{NaF}$ ,  $(\text{Na}_3\text{PO}_4)$ ,  $\text{NO}_3^-$  และ  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  ตามลำดับ โดยได้ทำการศึกษาไอออนแต่ละชนิดที่ความเข้มข้น 1.0, 10.0, 20.0 และ 50.0 ppm โดยกำหนดความเข้มข้นของสารละลายมาตรฐาน  $\text{Mn}^{2+}$  คงที่ที่ 1.0 ppm การรบกวนของไอออนแปลกปลอมจะพิจารณาจากค่าการดูดกลืนแสงที่เปลี่ยนแปลงไปเกินกว่า  $\pm 5\%$  ได้ผลดังตาราง 4.14

ตาราง 4.14 แสดงค่าการดูดกลืนแสงของไอออนแปลกปลอมที่มีผลต่อปฏิกิริยาการวิเคราะห์  
แมงกานีส

ไอออน	ค่าการดูดกลืนแสงของสารละลาย ( $Mn^{2+}$ 1 ppm : ไอออนรบกวน)				
	0 ppm	1.0 ppm	10.0 ppm	20.0 ppm	50.0 ppm
$Fe^{2+}$	0.0540	0.3263 (±504.26%)	0.6183 (±1,045.00%)	0.6627 (±1,127.22%)	1.5993 (±2,861.67%)
$Fe^{3+}$		0.2273 (±320.93%)	0.7420 (±1,274.07%)	0.9723 (±1,700.56%)	1.9133 (±3,443.15%)
$Cu^{2+}$		0.0817 (±51.30%)	0.1627 (±201.30%)	0.2170 (±301.85%)	0.3487 (±545.72%)
$Zn^{2+}$		0.0473 (±12.41%)	0.0480 (±11.11%)	0.0457 (±15.37%)	0.0443 (±17.96%)
$PO_4^{3-}$		0.0500 (±7.41%)	0.0527 (±2.41%)	0.0467 (±13.52%)	0.0507 (±6.11%)
$NO_3^-$		0.0503 (±6.85%)	0.0510 (±5.56%)	0.0477 (±11.67%)	0.0500 (±7.41%)
$Cl^-$		0.0587 (±8.70%)	0.0550 (±1.85%)	0.0530 (±1.85%)	0.0540 (±0.00%)
$SO_4^{2-}$		0.0560 (±3.70%)	0.0507 (±6.11%)	0.0513 (±5.00%)	0.0520 (±3.70%)
$Ni^{2+}$		0.4660 (±762.96%)	1.9897 (±3,584.63%)	2.0667 (±3,727.22%)	1.9047 (±3,427.22%)
$Al^{3+}$		0.0483 (±10.56%)	0.0513 (±5.00%)	0.0600 (±11.11%)	0.0633 (±17.22%)
$Na^+$		0.0517 (±4.26%)	0.0497 (±7.69%)	0.0483 (±10.56%)	0.0520 (±3.70%)
$K^+$		0.0497 (±7.96%)	0.0467 (±13.52%)	0.0483 (±10.56%)	0.0470 (±12.96%)
$F^-$		0.0480 (±11.11%)	0.0457 (±15.37%)	0.0413 (±23.59%)	0.0463 (±14.26%)
$CO_3^{2-}$		0.0437 (±19.07%)	0.0457 (±15.37%)	0.0480 (±11.11%)	0.0497 (±7.96%)

จากผลการทดลองจะเห็นได้ว่าไอออนที่แสดงผลรบกวนอย่างชัดเจนต่อการวิเคราะห์แมงกานีส คือ  $\text{Fe}^{2+}$ ,  $\text{Fe}^{3+}$ ,  $\text{Cu}^{2+}$  และ  $\text{Ni}^{2+}$  ซึ่ง  $\text{Fe}^{2+}$ ,  $\text{Fe}^{3+}$ ,  $\text{Cu}^{2+}$ ,  $\text{Ni}^{2+}$  จะรบกวนที่ความเข้มข้นตั้งแต่ 1 ppm ขึ้นไป และไอออนอื่นไม่ได้แสดงผลรบกวนมากนัก ดังนั้นในการวิเคราะห์หาปริมาณแมงกานีสในตัวอย่างจริงที่มี  $\text{Fe}^{2+}$ ,  $\text{Fe}^{3+}$ ,  $\text{Cu}^{2+}$  และ  $\text{Ni}^{2+}$  ปริมาณสูง จึงควรกำจัดไอออนที่รบกวนเหล่านี้ในตัวอย่างก่อนนำไปวิเคราะห์หาปริมาณแมงกานีสในตัวอย่างจริง ซึ่งในงานวิจัยนี้ได้ใช้กรดแอสคอร์บิกในการป้องกัน  $\text{Cu}^{2+}$  และสารผสมของกรดแอสคอร์บิกกับ EDTA ในการป้องกัน  $\text{Fe}^{2+}$  และ  $\text{Fe}^{3+}$  สำหรับไอออน  $\text{Ni}^{2+}$  นั้นแม้ว่าจะแสดงผลรบกวนตามผลก่อนหน้านี้ แต่เนื่องจากมีในตัวอย่างน้อยไม่มากนัก (<1 ppm) จึงไม่ได้ทำการศึกษาการป้องกันไอออนดังกล่าว

4.2.3.1 การศึกษาประสิทธิภาพของกรดแอสคอร์บิกในการป้องกันการเกิดปฏิกิริยาระหว่าง ไอออน  $\text{Cu}^{2+}$  กับสารรีเอเจนต์

จากศึกษาประสิทธิภาพของกรดแอสคอร์บิกในการป้องกันการเกิดปฏิกิริยาระหว่าง ไอออนแปลกปลอม กับสารรีเอเจนต์ ซึ่ง ไอออนแปลกปลอมที่กรดแอสคอร์บิกความเข้มข้น 0.5 %w/v สามารถป้องกันได้ ได้แก่  $\text{Cu}^{2+}$  สังเกตได้จากค่าการดูดกลืนแสงที่ลดลง แต่เนื่องจาก  $\text{Cu}^{2+}$  ในตัวอย่างมีปริมาณไม่สูงนัก ดังนั้นกรดแอสคอร์บิกที่ความเข้มข้นดังกล่าวจึงสามารถป้องกันการรบกวนของ  $\text{Cu}^{2+}$  ได้เมื่อวิเคราะห์ตัวอย่างจริง

4.2.3.2 การศึกษาประสิทธิภาพของสารผสมของกรดแอสคอร์บิกกับ EDTA ในการป้องกันการเกิดปฏิกิริยาระหว่าง ไอออน  $\text{Fe}^{2+}$  และ  $\text{Fe}^{3+}$  กับสารรีเอเจนต์

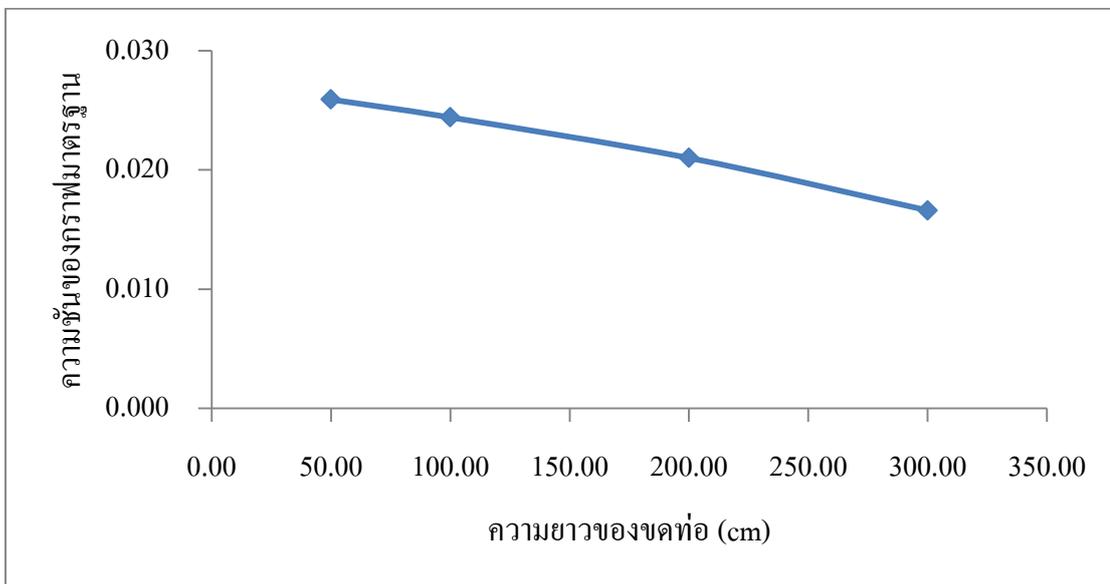
จากศึกษาประสิทธิภาพของสารผสมของกรดแอสคอร์บิกกับ EDTA ในการป้องกันการเกิดปฏิกิริยาระหว่างไอออน  $\text{Fe}^{2+}$  และ  $\text{Fe}^{3+}$  กับสารรีเอเจนต์ ซึ่ง ไอออนแปลกปลอมที่กรดแอสคอร์บิก 0.5 %w/v กับ EDTA 0.01 M สามารถป้องกันได้ ได้แก่  $\text{Fe}^{2+}$  และ  $\text{Fe}^{3+}$  ซึ่งสังเกตได้จากค่าการดูดกลืนแสงที่ลดลง ลดลง แต่เนื่องจาก  $\text{Fe}^{2+}$  และ  $\text{Fe}^{3+}$  ในตัวอย่างมีปริมาณไม่สูงนัก ดังนั้น กรดแอสคอร์บิก และ EDTA ที่ความเข้มข้นดังกล่าวจึงสามารถป้องกันการรบกวนของ  $\text{Fe}^{2+}$  และ  $\text{Fe}^{3+}$  ได้เมื่อวิเคราะห์ตัวอย่างจริง

#### 4.2.4 ศึกษาความยาวของขดท่อที่เหมาะสมในการวิเคราะห์

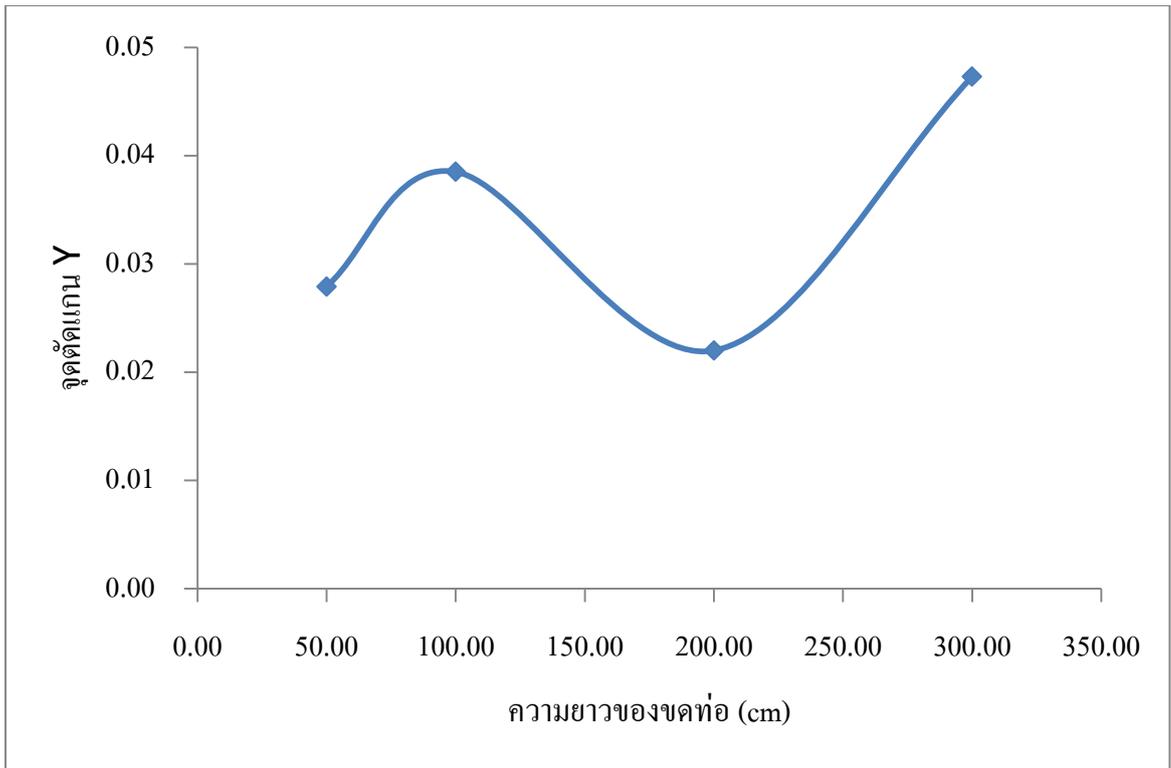
จากการทดลองได้ศึกษาความยาวของขดท่อที่ 50, 100, 200 และ 300 cm ตามลำดับ โดยใช้วิเคราะห์สารละลาย  $Mn^{2+}$  ในช่วงความเข้มข้น 1.0 – 50 ppm ได้ผลการทดลองที่ได้จากวัดค่าการดูดกลืนแสงของสารละลายมาตรฐาน  $Mn^{2+}$  ที่ทำปฏิกิริยาในขดท่อ จากนั้นนำค่าการดูดกลืนแสงไปพล็อตกราฟ และสร้างกราฟแนวโน้ม ได้ผลดังตาราง 4.15 และรูป 4.21-4.22 ตามลำดับ

ตาราง 4.15 ข้อมูลของกราฟมาตรฐานที่แต่ละความยาวของขดท่อ

ความยาวของขดท่อ (cm)	ความชันของกราฟมาตรฐาน (Slope)	จุดตัดแกน Y (y-intercept)	R <sup>2</sup>
50	0.0259	0.0279	0.9667
100	0.0244	0.0385	0.9961
200	0.0210	0.0220	0.9843
300	0.0166	0.0473	0.9948



รูป 4.21 กราฟแนวโน้มสำหรับพิจารณาความยาวที่เหมาะสมของขดท่อ จากความชันของกราฟมาตรฐาน



**รูป 4.22** กราฟแนวโน้มสำหรับพิจารณาความยาวที่เหมาะสมของขดท่อ จากจุดตัดแกน Y ของกราฟมาตรฐาน

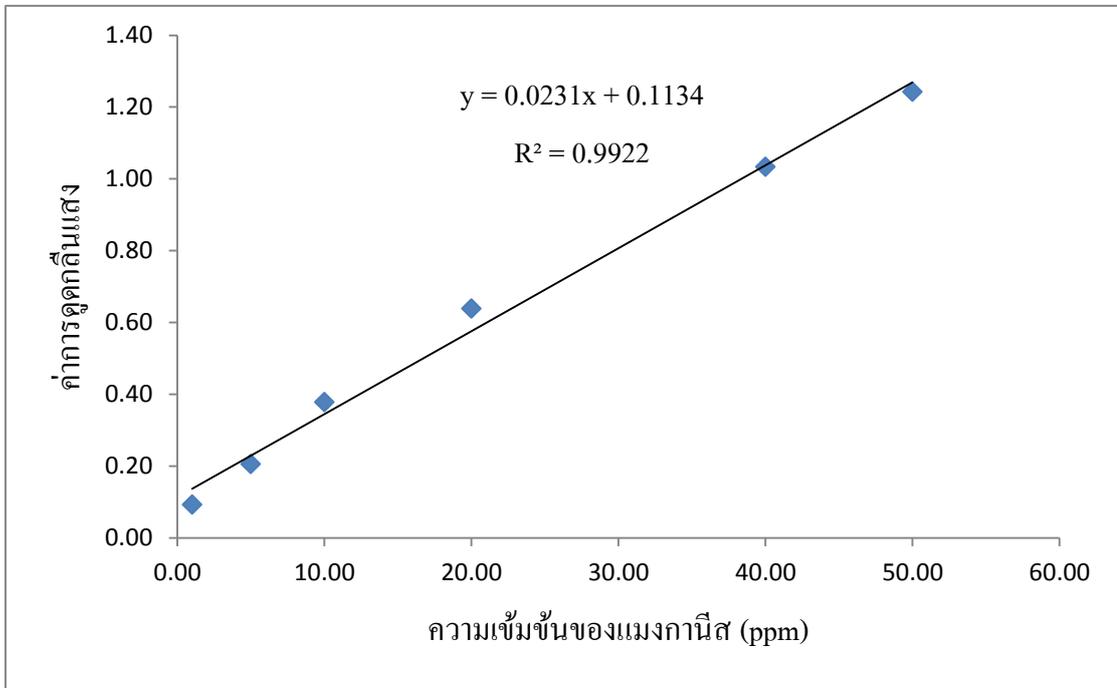
จากการทดลองพบว่าขดท่อที่มีความยาว 50 cm เหมาะสำหรับระบบ HSI สำหรับวิเคราะห์แมงกานีสมากที่สุด เพราะที่ความยาว 50 cm จะช่วยให้สารละลายผสมและเกิดปฏิกิริยาได้ดีที่สุดสังเกตได้จากค่าความชันที่ให้ค่าสูงที่สุดและจุดตัดแกน Y ที่ให้ค่าน้อยนอกจากนี้ยังช่วยประหยัดสารเคมีและเวลาในการวิเคราะห์ หนึ่ง แม้ว่าจากกราฟแนวโน้มจะแสดงให้เห็นว่าหากความยาวของขดท่อน้อยกว่า 50 cm อาจมีโอกาสที่ความชันของกราฟมาตรฐานควรจะสูงขึ้น แต่ในการทดลองพบว่าเมื่อความยาวน้อยกว่านี้ สารต่างๆในขดท่อกลับผสมกัน ได้ไม่ดีเนื่องจากความยาวที่สั้นเกินไป อีกทั้งฟิสิกที่เกิดขึ้นยังเกิดสัญญาณรบกวนมาก ดังนั้น จึงได้เลือกความยาวของขดท่อที่เหมาะสมสำหรับระบบ HSI นี้คือ 50 cm

#### 4.2.5 การศึกษาสมรรถนะของระบบ HSI

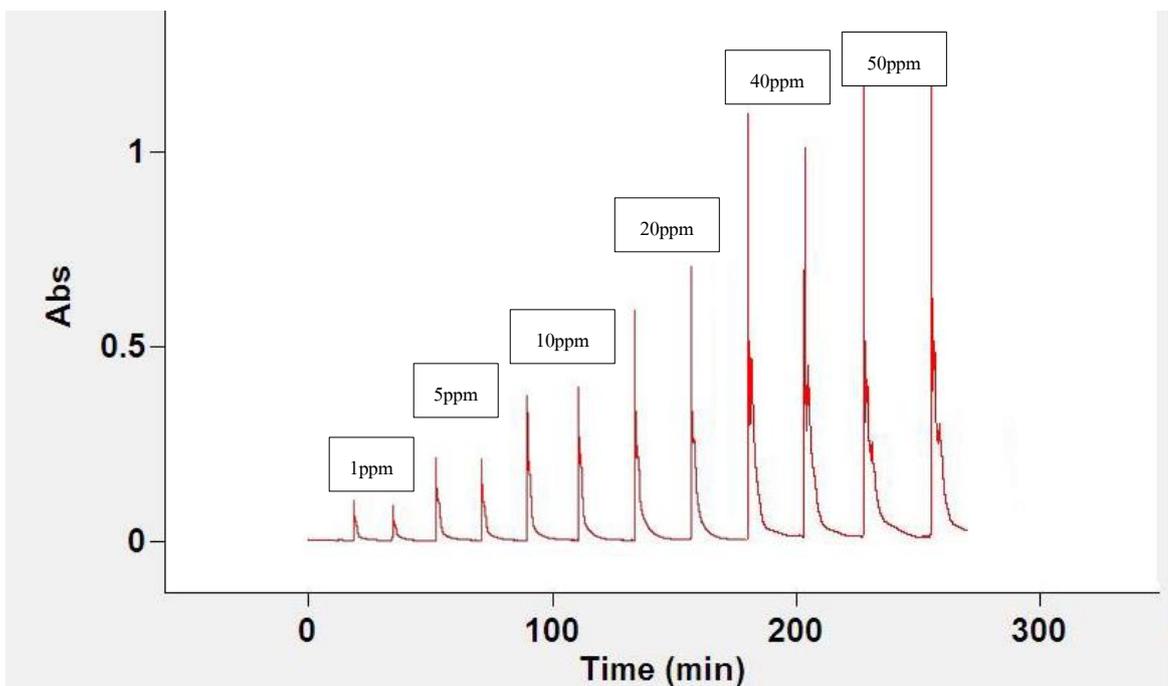
##### 4.2.5.1 การศึกษาช่วงความเป็นเส้นตรงของกราฟมาตรฐาน

จากสภาวะที่เหมาะสมทั้งหมดที่ได้ศึกษา เมื่อนำมาศึกษาช่วงความเป็นเส้นตรงของกราฟมาตรฐานโดยใช้สารละลายมาตรฐาน Mn (II) ในช่วง 1.0 – 50.0 ppm โดยนำค่าการดูดกลืนแสง (แกน Y) มาพล็อตกับความเข้มข้นของสารละลายมาตรฐาน Mn (II) (แกน X) พบว่าได้ดังรูป

4.23 จากรูปดังกล่าวพบว่าได้กราฟมาตรฐานที่มีความเป็นเส้นตรงในช่วง 1.0 – 50.0 ppm โดยมีสมการเส้นตรงของกราฟมาตรฐาน Mn(II) คือ  $y = 0.0231x + 0.1134$  ,  $R^2 = 0.9922$  และมีลักษณะของสัญญาณ HSI – gram ดังรูป 4.24



รูป 4.23 กราฟมาตรฐานของสารละลายมาตรฐาน Mn (II)



รูป 4.24 HSI-gram ของกราฟมาตรฐานของสารละลายมาตรฐาน Mn (II) ในช่วง 1.0 – 50.0 ppm

#### 4.2.5.2 การศึกษาความเที่ยงตรงของการวิเคราะห์ด้วยระบบ HSI

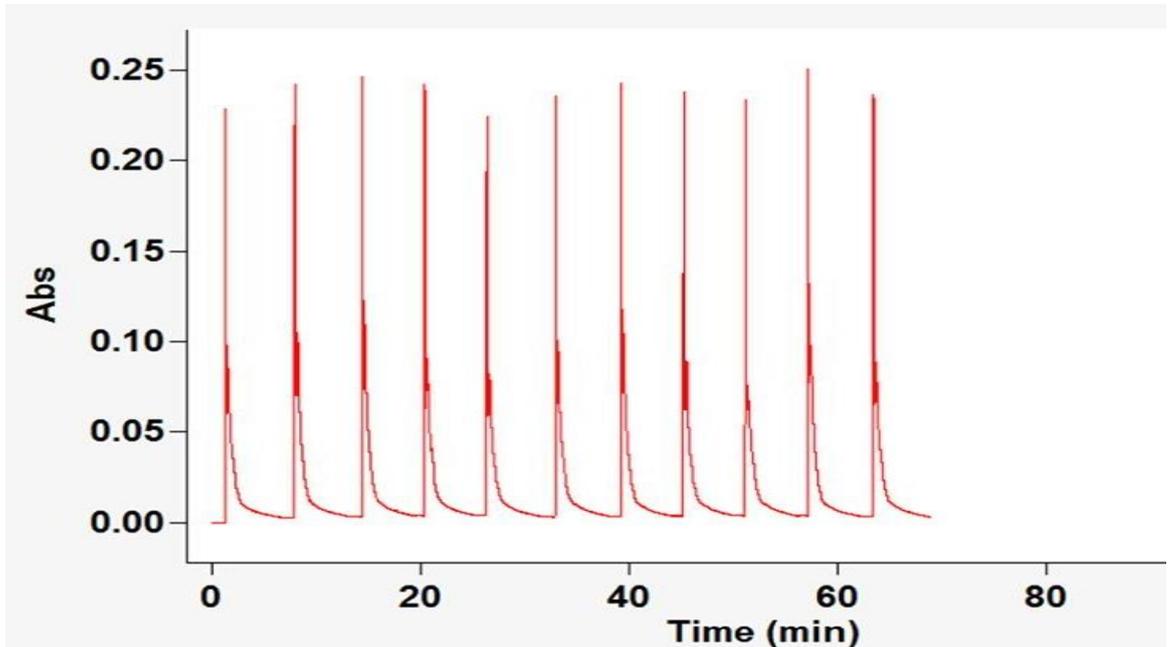
ได้ศึกษาความเที่ยงตรงของการวิเคราะห์ด้วยระบบ HSI โดยสารละลายมาตรฐานแมงกานีส 2 ppm ทำการวิเคราะห์ซ้ำ 11 ครั้ง แล้วนำค่าการดูดกลืนแสงมาหาค่าร้อยละการเบี่ยงเบนมาตรฐานสัมพัทธ์ (%RSD) ได้ผลดังตาราง 4.16 และมีลักษณะของสัญญาณ HSI – gram ดังรูป 4.25

**ตาราง 4.16** ค่าการดูดกลืนแสงของสารละลายมาตรฐานแมงกานีส 2 ppm

ครั้งที่	ค่าการดูดกลืนแสง
1	0.229
2	0.244
3	0.246
4	0.241
5	0.225
6	0.237
7	0.244
8	0.238
9	0.234
10	0.251
11	0.236
ค่าเฉลี่ย	0.239
SD	$7.63 \times 10^{-3}$
%RSD	3.19 %

$$\text{จาก } \%RSD = \frac{SD}{\bar{X}} \times 100$$

$$\begin{aligned}
 &= \frac{7.63 \times 10^{-3}}{0.239} \times 100 \\
 &= 3.19 \%
 \end{aligned}$$



รูป 4.25 HSI – gram ของการศึกษาความเที่ยงตรงของการวิเคราะห์

จากการทดลองพบว่า %RSD น้อยกว่า 5 % และสัญญาณ HSI – gram มีลักษณะใกล้เคียงกันมาก ซึ่งแสดงให้เห็นว่าระบบ HSI มีความเที่ยงตรงในการวิเคราะห์สูง

#### 4.2.5.3 การศึกษาสมรรถนะอื่นๆ

ได้ศึกษาสมรรถนะอื่นๆ ของระบบ HSI พบว่าระบบมีอัตราการไหล (Flow rate) ของกระแสตัวพาเท่ากับ 2.4 mL / min โดยมีความถี่ในการวิเคราะห์ตัวอย่าง (Sample throughput) เท่ากับ 6 ตัวอย่างต่อชั่วโมง มีขีดจำกัดของการตรวจวัด (LOD) เท่ากับ 0.13 mg / L และใช้สารเคมีทั้งหมด ซึ่งประกอบด้วยสารละลายรีเอเจนต์ฟอร์มัลดีไฮด์ค็อกซิมและสารละลายตัวอย่างเป็นปริมาตรรวม 0.1 mL ต่อการวิเคราะห์ 1 ตัวอย่าง

#### 4.2.6 การวิเคราะห์ตัวอย่างจริงด้วยระบบ HSI

ด้วยสภาวะที่เหมาะสมของระบบ HSI ที่ได้ศึกษา ได้นำมาประยุกต์ใช้ในการวิเคราะห์เพื่อหาปริมาณแมงกานีสที่ละลายน้ำได้ในตัวอย่างปุย โดยเทียบค่าการดูดกลืนแสงของสารละลายตัวอย่างกับกราฟมาตรฐานซึ่งมีสมการเส้นตรงคือ  $y = 0.0231x + 0.1134$   $R^2 = 0.9922$  โดยเปรียบเทียบผลวิเคราะห์ที่ได้กับวิธีมาตรฐาน ซึ่งเป็นการวิเคราะห์แบบแบทช์ด้วยปฏิกิริยาฟอร์มัลดีไฮด์ค็อกซิม ได้ผลดังตาราง 4.17

ตาราง 4.17 ผลการวิเคราะห์หาปริมาณแมงกานีสในตัวอย่างปุ๋ยโดยใช้ระบบ HSI และวิธีมาตรฐาน

ตัวอย่าง	ปริมาณแมงกานีสในสารละลายที่สกัดจากตัวอย่างปุ๋ย (ppm)	
	วิธี HSI	วิธีแบบเบบท์
ปุ๋ย 1	3.12	2.34
ปุ๋ย 2	3.60	3.08
ปุ๋ย 3	28.27	20.93
ปุ๋ย 4	1.91	1.01

ข้อมูลในตารางเมื่อนำผลที่ได้จากทั้ง 2 วิธี มาเปรียบเทียบตามหลักของ t-test ที่ระดับความเชื่อมั่น 95 % โดยคำนวณค่า t จากสมการในหัวข้อ 2.1.9.2 ซึ่งได้ผลดังตาราง 4.18

ตาราง 4.18 ข้อมูลของการวิเคราะห์หาปริมาณแมงกานีสที่มีอยู่ในตัวอย่างปุ๋ยโดยระบบ HSI และวิธีมาตรฐานสำหรับศึกษาหาปริมาณแมงกานีส

ตัวอย่าง	ความเข้มข้น (ppm)		ผลต่าง ( $D_i$ )	$(D_i - \bar{D})^2$
	วิธี HSI	วิธีแบบเบบท์		
ปุ๋ย 1	3.12	2.34	0.78	2.59
ปุ๋ย 2	3.60	3.08	0.52	3.50
ปุ๋ย 3	28.27	20.93	7.34	24.50
ปุ๋ย 4	1.91	1.01	0.90	2.22
			$\bar{D} = 2.39$	$\Sigma = 32.81$

$$\text{จาก } SD = \sqrt{\frac{\sum (D_i - \bar{D})^2}{N - 1}}$$

เมื่อ N คือ จำนวนครั้งของการวัด

$$\text{แทนค่า } SD = \sqrt{\frac{32.81}{4-1}}$$

$$SD = 3.31$$

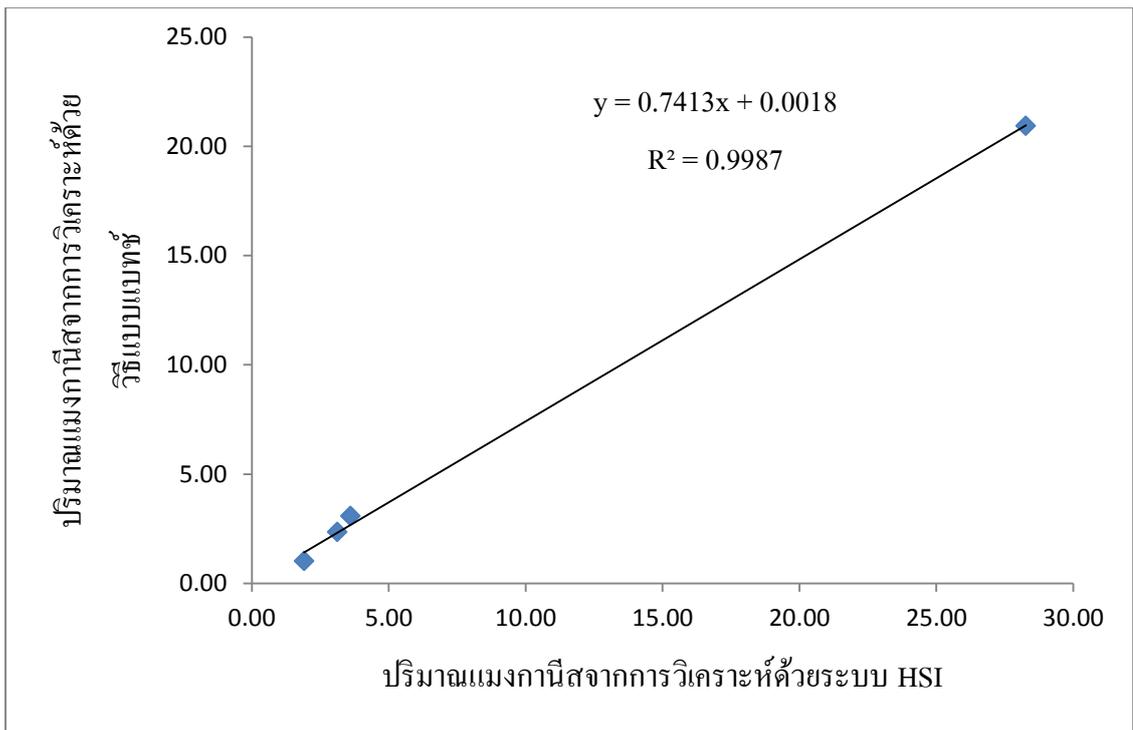
จากสมการ (2.5) เมื่อ  $\bar{D} = 2.39$  และ  $SD = 3.31$

$$\text{จาก } t = \frac{\bar{D}}{SD} \sqrt{N}$$

$$\text{แทนค่า } t = \frac{2.39}{3.31} \sqrt{4}$$

$$t = 1.44$$

จากค่า  $t$  ที่ได้จากการคำนวณสำหรับการเปรียบเทียบทั้งสองวิธีในการศึกษาหาปริมาณแมงกานีสที่ละลายน้ำได้ในตัวอย่างปุ๋ย คือ 1.44 ซึ่งมีค่าน้อยกว่าค่า  $t$  ที่ได้จากตารางค่าวิกฤตที่ระดับความเชื่อมั่น 95% คือ 3.18 แสดงว่าผลการวิเคราะห์หาปริมาณแมงกานีสโดยวิธีวิเคราะห์ทั้งสองวิธีนี้ไม่แตกต่างกันอย่างมีนัยสำคัญ โดยนำค่าปริมาณแมงกานีสที่ได้จากการวิเคราะห์ด้วยวิธี HSI และวิธีแบบแบทช์มาพล็อตกราฟ Correlation ได้ผลดังรูป 4.26



รูป 4.26 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างความเข้มข้นของวิธี HSI และวิธีแบบแบทช์

#### 4.2.7 การศึกษาร้อยละการกลับคืน (% Recovery)

ศึกษาร้อยละการกลับคืน ซึ่งทดสอบโดยการเติมสารละลายมาตรฐานแมงกานีสลงในตัวอย่างให้มี ความเข้มข้น 2 ppm ทำการหาปริมาณแมงกานีสในสารละลายตัวอย่างปุ๋ยพบว่าได้ร้อยละการกลับคืนในช่วง 81.20 – 114.65 ได้ผลดังตาราง 4.19

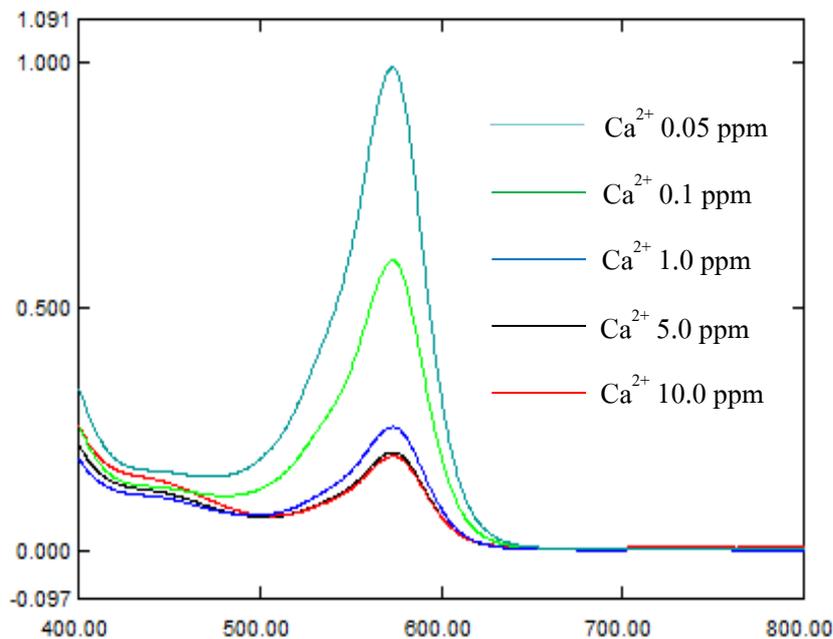
ตาราง 4.19 ค่าร้อยละการกลับคืนของสารละลายมาตรฐานแมงกานีสในตัวอย่างปุ๋ย

ตัวอย่าง	ปริมาณแมงกานีส (ppm)		%Recovery
	เติมสารละลายมาตรฐานแมงกานีส	ไม่เติมสารละลายมาตรฐานแมงกานีส	
ปุ๋ย 1	3.770	2.146	81.20
ปุ๋ย 2	4.758	2.465	114.65
ปุ๋ย 3	13.452	11.414	101.90
ปุ๋ย 4	3.295	1.414	94.05

### 4.3 การหาปริมาณแคลเซียมในตัวอย่างดิน

#### 4.3.1 การศึกษาความยาวคลื่นที่ให้ค่าการดูดกลืนแสงสูงสุด ( $\lambda_{max}$ )

ศึกษาความยาวคลื่นที่ให้ค่าการดูดกลืนแสงสูงสุด ( $\lambda_{max}$ ) ของสารประกอบเชิงซ้อนของ  $Ca^{2+}$  ในช่วงความเข้มข้น 0.05 - 10.0 ppm กับสารรีเอเจนต์ oCPC, TEA ที่ละลายใน 8-Hydroxyquinoline และแอมโมเนียบัฟเฟอร์ ซึ่งจากการทดลอง พบว่า ได้ค่าที่  $\lambda_{max}$  574 nm โดยได้สเปกตรัมดังรูป 4.27



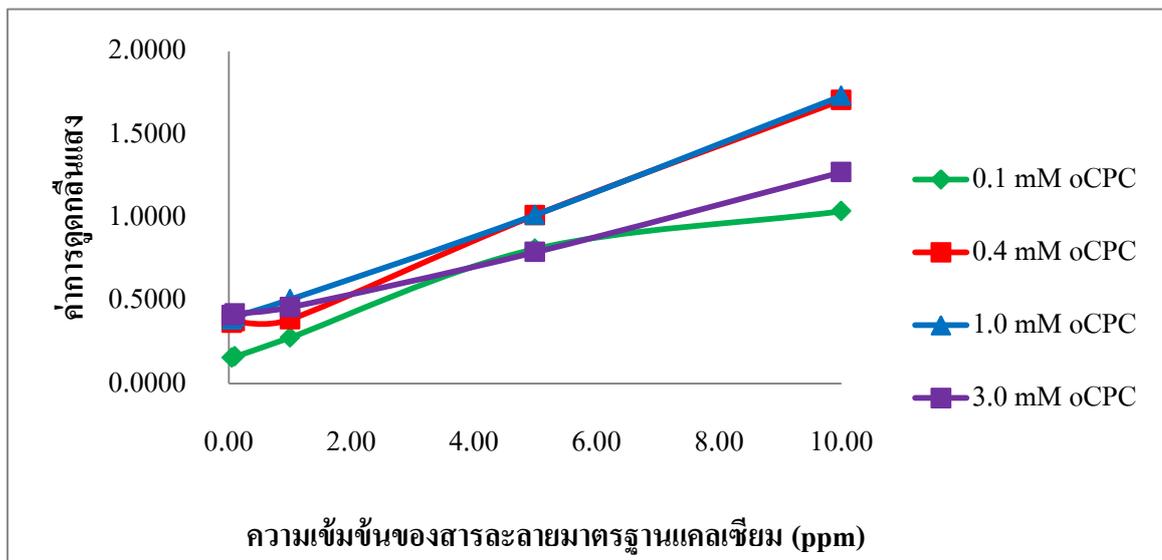
รูป 4.27 สเปกตรัมของสารผลิตภัณฑ์ที่  $\lambda_{max}$  574 nm

#### 4.3.2 การศึกษาสภาวะที่เหมาะสมของรีเอเจนต์และสารกำบัง

การศึกษาความเข้มข้นที่เหมาะสมของรีเอเจนต์ในการวิเคราะห์แคลเซียม และสารกำบัง (Masking agent) ในการป้องกันไอออนรบกวนในการเกิดปฏิกิริยา โดยนำมาใช้กับระบบ HSI และนำไปใช้ในการวิเคราะห์หาแคลเซียมในตัวอย่างจริง

##### 4.3.2.1 การศึกษาผลความเข้มข้นของ oCPC (วิเคราะห์แบบแบทช์)

จากการทดลองได้เตรียม oCPC ที่ความเข้มข้นต่างๆ คือ 0.1, 0.4, 1.0 และ 3.0 mM ตามลำดับ โดยใช้วิเคราะห์สารละลายมาตรฐานแคลเซียมในช่วงความเข้มข้น 0.05 - 10.0 ppm เมื่อนำค่าความเข้มข้นของสารละลายมาตรฐานแคลเซียมและค่าการดูดกลืนแสงที่ได้มาพล็อตกราฟของแต่ละชุดการทดลอง ได้ผลการสร้างกราฟมาตรฐานที่แต่ละความเข้มข้นของ oCPC ดังแสดงใน รูป 4.28

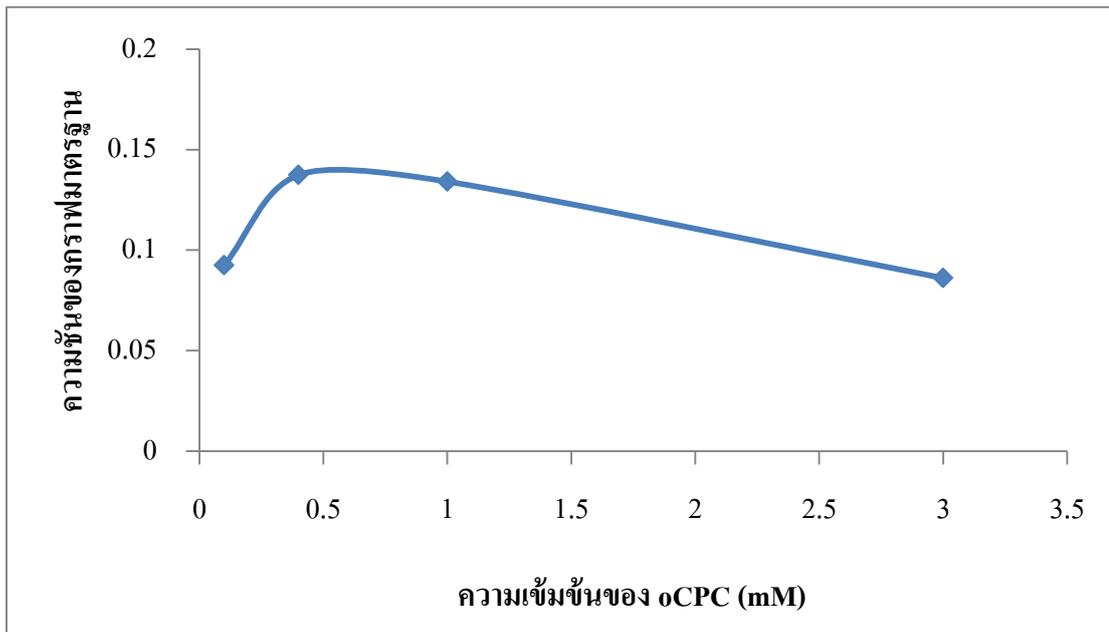


รูป 4.28 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างความเข้มข้นของสารละลายมาตรฐานแคลเซียมกับค่าการดูดกลืนแสง

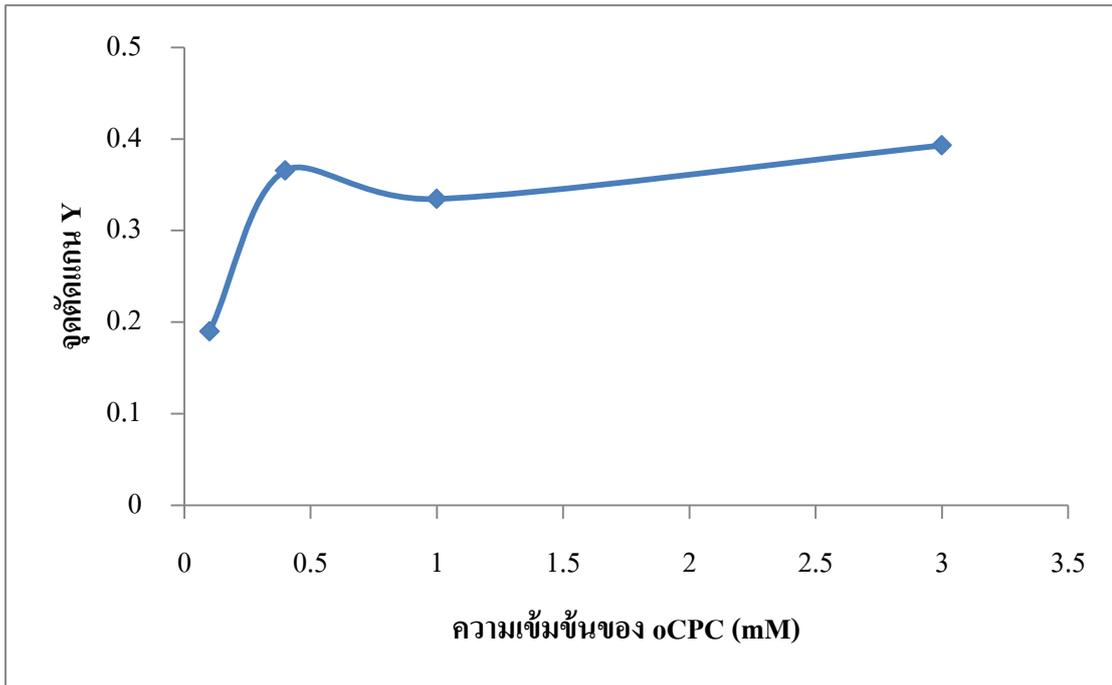
ตาราง 4.20 ข้อมูลของกราฟมาตรฐานที่แต่ละความเข้มข้นของ oCPC

ความเข้มข้นของ oCPC (mM)	ความชันของกราฟมาตรฐาน (slope)	จุดตัดแกน Y (y-intercept)	R <sup>2</sup>
0.1	0.0925	0.1897	0.9491
0.4	0.1374	0.3656	0.9941
1.0	0.1341	0.3545	0.9990
3.0	0.0861	0.3930	0.9957

และเมื่อนำข้อมูลจากตาราง 4.20 มาพล็อตกราฟ เพื่อพิจารณาความเข้มข้นที่เหมาะสมของ oCPC จากค่าความชันของกราฟมาตรฐานและจุดตัดแกน Y ได้ผลดังรูป 4.29 และรูป 4.30 ตามลำดับ



รูป 4.29 กราฟแนวโน้มสำหรับพิจารณาความเข้มข้นที่เหมาะสมของ oCPC จากค่าความชันของกราฟมาตรฐาน

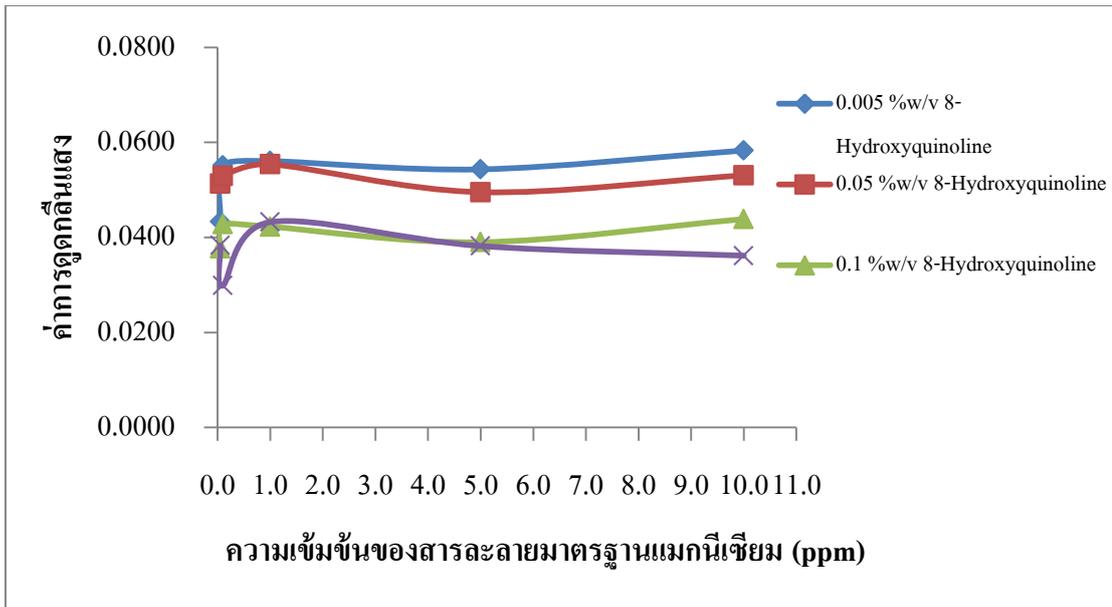


รูป 4.30 กราฟแนวโน้มสำหรับพิจารณาความเข้มข้นที่เหมาะสมของ oCPC จากค่าจุดตัดแกน Y ของกราฟมาตรฐาน

จากการทดลองพบว่า oCPC ที่ความเข้มข้น 1.0 mM เหมาะเป็นรีเอเจนต์สำหรับเกิดปฏิกิริยากับแคลเซียมมากที่สุด เพราะเมื่อพิจารณาจาก รูป 4.2 จะเห็นได้ว่า oCPC ที่ความเข้มข้น 0.4 และ 1.0 mM ให้ค่าการดูดกลืนแสงที่ไม่แตกต่างกันมากนัก แม้ว่าความชันของกราฟมาตรฐานที่ความเข้มข้น 0.4 mM จะสูงกว่าที่ 1.0 mM ไปเล็กน้อย แต่จุดตัดแกน Y ที่ความเข้มข้น 1.0 mM มีค่าเข้าใกล้ศูนย์มากกว่า ดังนั้นจึงได้เลือกความเข้มข้นที่เหมาะสมในการเกิดปฏิกิริยาค้างนี้คือ 1.0 mM

4.3.2.2 การศึกษาผลความเข้มข้นของ 8-Hydroxyquinoline ในการป้องกันไอออนรวมกัน ( $Mg^{2+}$ ) โดยการวิเคราะห์แบบแบทช์

ได้ศึกษาผลความเข้มข้นของ 8-Hydroxyquinoline 0.005, 0.05, 0.1 และ 0.2 %w/v ตามลำดับ ในการป้องกันการเกิดปฏิกิริยา (Masking) ระหว่าง ไอออนแพลกปลอม  $Mg^{2+}$  กับสารรีเอเจนต์ ได้ผลการสร้างกราฟมาตรฐานที่แต่ละความเข้มข้นของ 8-Hydroxyquinoline ดังแสดงในรูป 4.31



รูป 4.31 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างความเข้มข้นของสารละลายมาตรฐานแมกนีเซียมกับค่าการดูดกลืนแสงของแต่ละความเข้มข้นของ 8-Hydroxyquinoline

จากการทดลอง พบว่า 8-Hydroxyquinoline ที่ความเข้มข้น 0.2 %w/v จะให้ผลการป้องกัน  $Mg^{2+}$  ได้ดีที่สุด โดยสังเกตได้จากค่าการดูดกลืนแสงที่มีค่าน้อยที่สุด แต่เนื่องจากเมื่อสังเกตค่าการดูดกลืนแสงกรณีความเข้มข้น 0.1 %w/v แม้ว่าจะมีค่าการดูดกลืนแสงสูงกว่า แต่ต่างกันไม่มากนัก นอกจากนี้ เนื่องจาก 8-Hydroxyquinoline มีสีเหลือง ซึ่งอาจรบกวนการดูดกลืนแสงของผลิตภัณฑ์ในการทดลองได้ อีกทั้งยังใช้สารเคมีน้อยกว่า ดังนั้นจึงเลือกใช้ที่ความเข้มข้น 0.1 %w/v ในการป้องกัน  $Mg^{2+}$  ต่อไป

4.3.2.3 การศึกษาผลความเข้มข้นของ TEA ในการป้องกันไอออนรบกวน ( $Al^{3+}$  และ  $Fe^{3+}$ ) โดยการวิเคราะห์แบบแบทช์

(1) ผลความเข้มข้นของ TEA ในการป้องกันไอออนรบกวน ( $Fe^{3+}$ )

ได้ศึกษาการใช้ TEA ความเข้มข้น 0.25, 1.0, 5.0, 10.0 และ 20.0 %v/v ตามลำดับในการป้องกันการเกิดปฏิกิริยา (Masking) ระหว่างไอออนแปลกปลอมได้แก่  $Fe^{3+}$  กับสารรีเอเจนต์ ซึ่งจะพิจารณาจากค่าการดูดกลืนแสงที่เบี่ยงเบนไป ดังแสดงในตาราง 4.21 – 4.26

ตาราง 4.21 ผลการศึกษา TEA ความเข้มข้น 0.25 %v/v ในการป้องกันไอออนรบกวน ( $\text{Fe}^{3+}$ )

ความเข้มข้นของสารละลาย มาตรฐานแคลเซียม (ppm)	ค่าการดูดกลืนแสงเฉลี่ยของสารละลาย ( $\text{Ca}^{2+}$ : $\text{Fe}^{3+}$ )			%RSD
	$\text{Fe}^{3+}$ 5 ppm	$\text{Fe}^{3+}$ 10 ppm	$\text{Fe}^{3+}$ 20 ppm	
0	0.7014	0.7686	1.1172	25.88
5	0.9284	1.0047	1.3694	21.41
10	1.1948	1.3406	1.5616	13.52
20	1.6293	1.7321	2.0219	11.345

ตาราง 4.22 ผลการศึกษา TEA ความเข้มข้น 1.0 %v/v ในการป้องกันไอออนรบกวน ( $\text{Fe}^{3+}$ )

ความเข้มข้นของสารละลาย มาตรฐานแคลเซียม (ppm)	ค่าการดูดกลืนแสงเฉลี่ยของสารละลาย ( $\text{Ca}^{2+}$ : $\text{Fe}^{3+}$ )			%RSD
	$\text{Fe}^{3+}$ 5 ppm	$\text{Fe}^{3+}$ 10 ppm	$\text{Fe}^{3+}$ 20 ppm	
0	0.7078	0.7421	0.8461	9.41
5	0.9508	0.9922	1.0410	4.54
10	1.1478	1.1766	1.2517	4.50
20	1.6479	1.6774	1.7508	3.132

ตาราง 4.23 ผลการศึกษา TEA ความเข้มข้น 5.0 %v/v ในการป้องกันไอออนรบกวน ( $\text{Fe}^{3+}$ )

ความเข้มข้นของสารละลาย มาตรฐานแคลเซียม (ppm)	ค่าการดูดกลืนแสงเฉลี่ยของสารละลาย ( $\text{Ca}^{2+}$ : $\text{Fe}^{3+}$ )			%RSD
	$\text{Fe}^{3+}$ 5 ppm	$\text{Fe}^{3+}$ 10 ppm	$\text{Fe}^{3+}$ 20 ppm	
0	0.4192	0.4452	0.4994	9.00
5	0.6374	0.6672	0.7187	6.09
10	0.8536	0.8777	0.8939	2.32
20	1.2914	1.2930	1.3252	1.46

ตาราง 4.24 ผลการศึกษา TEA ความเข้มข้น 10.0 %v/v ในการป้องกันไอออนรบกวน ( $\text{Fe}^{3+}$ )

ความเข้มข้นของสารละลาย มาตรฐานแคลเซียม (ppm)	ค่าการดูดกลืนแสงเฉลี่ยของสารละลาย ( $\text{Ca}^{2+}$ : $\text{Fe}^{3+}$ )			%RSD
	$\text{Fe}^{3+}$ 5 ppm	$\text{Fe}^{3+}$ 10 ppm	$\text{Fe}^{3+}$ 20 ppm	
0	0.3929	0.4062	0.4729	10.11
5	0.5750	0.6014	0.6527	6.48
10	0.7755	0.8256	0.8430	4.30
20	1.2046	1.2048	1.2567	2.46

ตาราง 4.25 ผลการศึกษา TEA ความเข้มข้น 20.0 %v/v ในการป้องกันไอออนรบกวน ( $\text{Fe}^{3+}$ )

ความเข้มข้นของสารละลาย มาตรฐานแคลเซียม (ppm)	ค่าการดูดกลืนแสงเฉลี่ยของสารละลาย ( $\text{Ca}^{2+}$ : $\text{Fe}^{3+}$ )			%RSD
	$\text{Fe}^{3+}$ 5 ppm	$\text{Fe}^{3+}$ 10 ppm	$\text{Fe}^{3+}$ 20 ppm	
0	0.3329	0.3433	0.4012	10.24
5	0.5073	0.5267	0.5783	6.82
10	0.6952	0.7259	0.7503	3.81
20	1.1086	1.1102	1.1409	1.62

จากการทดลอง พบว่า TEA ความเข้มข้น 1.0 %v/v เหมาะสำหรับการป้องกันการรบกวนของไอออน  $\text{Fe}^{3+}$  มากที่สุด เนื่องจากเมื่อพิจารณาที่ความเข้มข้น 0.25 %v/v จะเห็นได้ว่า TEA ที่ความเข้มข้นนี้ไม่สามารถป้องกัน  $\text{Fe}^{3+}$  ที่ความเข้มข้นตั้งแต่ 20 ppm ขึ้นไปได้ แต่เมื่อสังเกตว่าใช้ TEA ตั้งแต่ 1.0 %v/v จะสามารถป้องกันการรบกวนของ  $\text{Fe}^{3+}$  ได้มากถึง 20 ppm (ซึ่งโดยปกติในตัวอย่างดินทั่วไปจะมี  $\text{Fe}^{3+}$  น้อยกว่า 20 ppm) โดยสังเกตได้จากค่าการดูดกลืนแสงเบี่ยงเบนไปจากเดิมไม่มากนัก เมื่อความเข้มข้นของไอออนรบกวนนั้นเพิ่มขึ้น ซึ่งสังเกตได้จากค่า %RSD ที่คำนวณจากค่าการดูดกลืนแสงจากการใช้ 1.0 %v/v TEA ป้องกัน  $\text{Fe}^{3+}$  ที่ความเข้มข้นทั้ง 3 ค่า ให้ค่า %RSD ที่มีค่าน้อย ซึ่งแสดงให้เห็นว่า TEA สามารถป้องกันการรบกวนของเหล็กได้ และแม้ว่า TEA ที่ความเข้มข้นสูงกว่านี้จะสามารถป้องกันได้เช่นกัน แต่ทั้งนี้ความเข้มข้นของสารที่มากขึ้นจะมีผลต่อการชะล้างสารในโพลาเซลล์ของระบบ HSI จะทำให้ใช้เวลาในการวิเคราะห์ตัวอย่างมากขึ้น ดังนั้นจึงเลือกใช้ TEA ความเข้มข้น 1.0 %v/v ในการป้องกันไอออน  $\text{Fe}^{3+}$

(2) ผลความเข้มข้นของ TEA ในการป้องกันไอออนรบกวน ( $Al^{3+}$ )

จากความเข้มข้นของ TEA ที่ 1.0 %v/v ซึ่งเป็นความเข้มข้นที่เหมาะสมในการป้องกันการรบกวนของ  $Fe^{3+}$  ผู้วิจัยได้ทดลองนำความเข้มข้นนี้มาใช้ศึกษาการป้องกัน  $Al^{3+}$  โดยมีเงื่อนไขในการทดลองว่า หาก TEA ที่ความเข้มข้น 1.0 %v/v สามารถป้องกัน  $Al^{3+}$  ที่ความเข้มข้น 5, 25 และ 50 ppm ได้ ก็สามารถเลือกใช้ความเข้มข้นนี้ในการป้องกัน  $Al^{3+}$  โดยไม่ต้องศึกษา TEA ที่ความเข้มข้นอื่นเพิ่มเติม เนื่องจากสามารถป้องกันได้ทั้ง  $Fe^{3+}$  และ  $Al^{3+}$  (ทั้งนี้ แม้ว่าหากใช้ TEA ที่ความเข้มข้นต่ำกว่านี้ แล้วพบว่า สามารถป้องกัน  $Al^{3+}$  ได้ แต่จากการทดลองก่อนหน้านี้ หาก TEA มีความเข้มข้นน้อยกว่า 1.0 %v/v จะไม่สามารถป้องกัน  $Fe^{3+}$  ได้ อนึ่ง หากที่ 1.0 %v/v ไม่สามารถป้องกันการรบกวนของ  $Al^{3+}$  ได้ ผู้วิจัยจึงจะทดลองศึกษาที่ความเข้มข้นมากกว่านี้เพิ่มเติม แต่ทั้งนี้ ตามที่ได้กล่าวไปก่อนหน้านี้ว่า หากใช้ความเข้มข้นสูงเกินไป จะมีผลต่อการชะล้างสารออกจากโพลีเมอร์ ซึ่งจากการทดลองได้ผลดังตาราง 4.27

ตาราง 4.26 ผลการศึกษา TEA ความเข้มข้น 1.0 %v/v ในการป้องกันไอออนรบกวน ( $Al^{3+}$ )

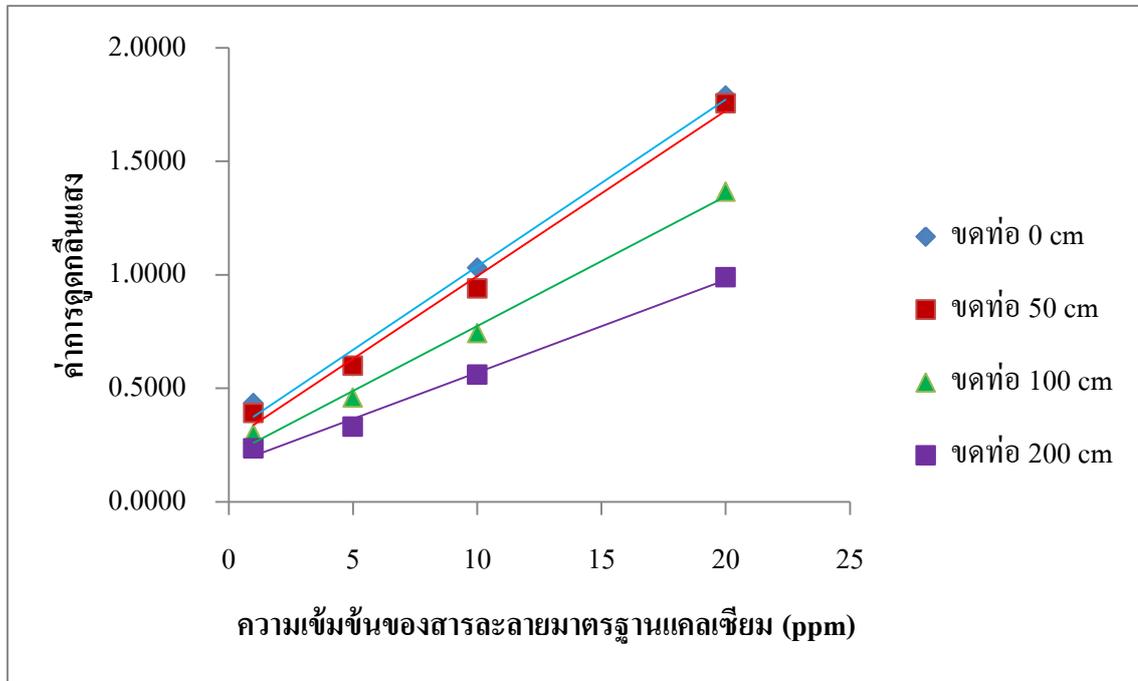
ความเข้มข้นของ สารละลายมาตรฐาน แคลเซียม (ppm)	ค่าการดูดกลืนแสงเฉลี่ยของสารละลาย ( $Ca^{2+} : Al^{3+}$ )			%RSD
	$Al^{3+}$ 5 ppm	$Al^{3+}$ 25 ppm	$Al^{3+}$ 50 ppm	
0	0.7014	0.7686	1.1172	25.88
5	0.6364	0.5696	0.5769	6.16
20	1.7125	1.7029	1.5728	4.69

จากการทดลอง จะเห็นได้ว่า TEA ความเข้มข้น 1.0 %v/v สามารถป้องกันการรบกวนของไอออน  $Al^{3+}$  ได้สูงสุดถึง 50 ppm สังเกตได้จากค่าการดูดกลืนแสงที่ได้ไม่แตกต่างกัน เมื่อความเข้มข้นของไอออนรบกวนนั้นเพิ่มขึ้น และสังเกตได้จากค่า %RSD ที่มีค่าน้อย ซึ่งในตัวอย่างดินทั่วไปมักจะพบปริมาณ  $Al^{3+}$  น้อยกว่านี้ ดังนั้นจึงเลือกใช้ TEA ที่ 1.0 %v/v สำหรับป้องกันการรบกวนของทั้ง  $Fe^{3+}$  และ  $Al^{3+}$  ต่อไป

#### 4.3.3 การศึกษาผลความยาวของขดท่อ (Mixing coil)

จากการทดลองได้ศึกษาผลของความยาวของขดท่อที่ต่อเข้ากับระบบ HSI ที่ 0, 50, 100 และ 200 cm ตามลำดับ โดยใช้วิเคราะห์สารละลายมาตรฐานแคลเซียม ในช่วงความเข้มข้น 1.0 -

20.0 ppm ได้ผลการสร้างกราฟมาตรฐานที่แต่ละความยาวของขดท่อ ดังแสดงในรูป 4.32 และตาราง 4.28 ตามลำดับ

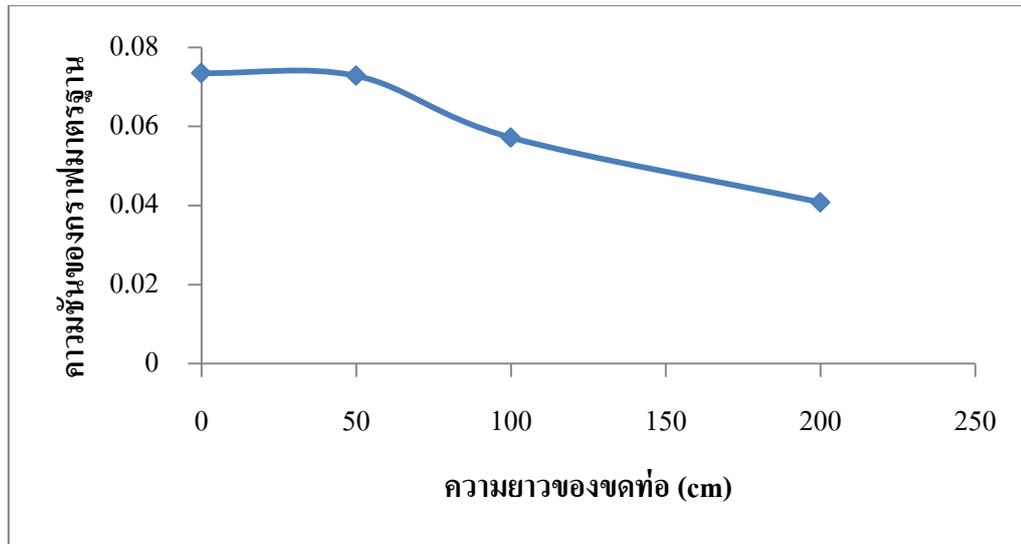


รูป 4.32 กราฟแนวโน้มสำหรับพิจารณาความยาวของขดท่อ

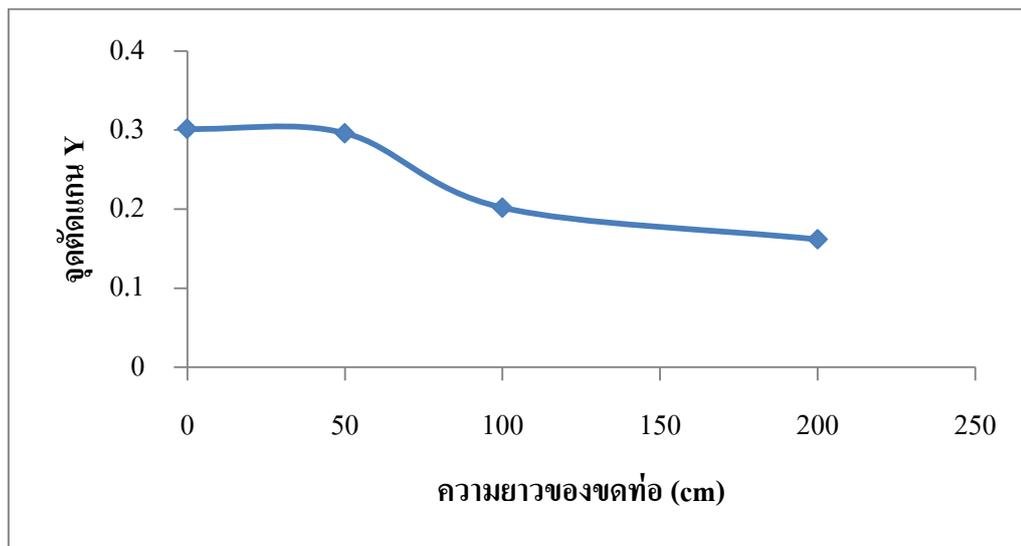
ตาราง 4.27 ข้อมูลของกราฟมาตรฐานที่แต่ละความยาวของขดท่อ

ความยาวของขดท่อ (cm)	ความชันของกราฟมาตรฐาน (slope)	จุดตัดแกน Y (y-intercept)	R <sup>2</sup>
0	0.0735	0.3015	0.9919
50	0.0728	0.2961	0.9928
100	0.0572	0.2019	0.9944
200	0.0408	0.1617	0.9925

และเมื่อนำข้อมูลจากตาราง 4.28 มาพล็อตกราฟ เพื่อพิจารณาความยาวที่เหมาะสมของขดท่อ ได้ผลดังรูป 4.33 และรูป 4.34 ตามลำดับ



รูป 4.33 กราฟแนวโน้มสำหรับพิจารณาความยาวที่เหมาะสมของขดท่อจากค่าความชันของกราฟมาตรฐาน



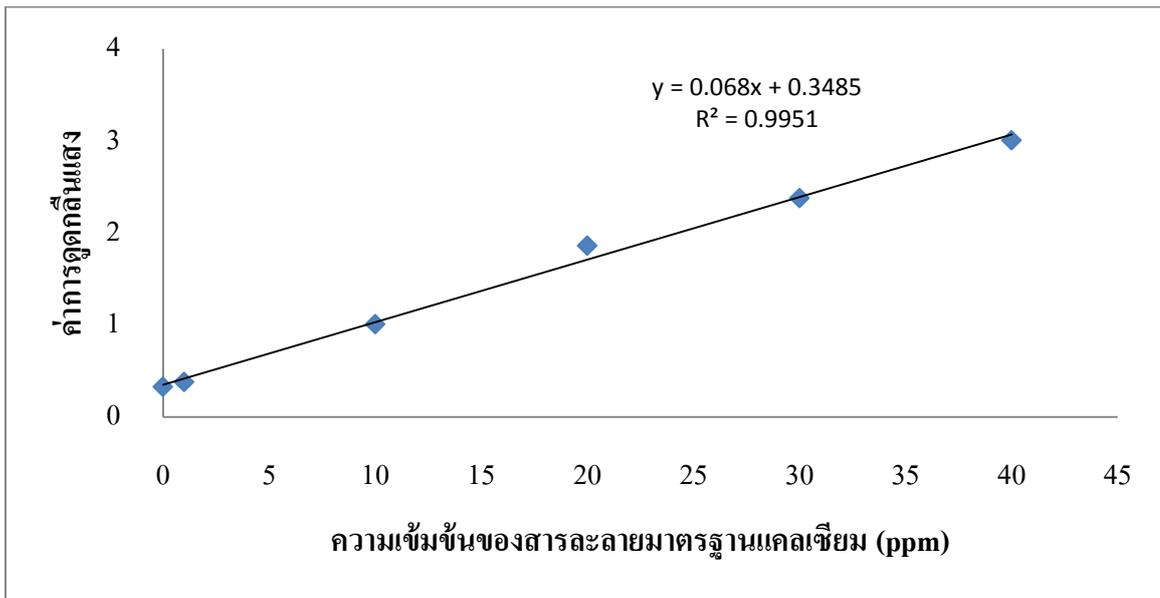
รูป 4.34 กราฟแนวโน้มสำหรับพิจารณาความยาวที่เหมาะสมของขดท่อ จากค่าจุดตัดแกน Y ของกราฟมาตรฐาน

จากการทดลอง พบว่ากรณีที่ไม่ใช้ขดท่อ เหมาะสำหรับระบบ HSI ในการวิเคราะห์แคลเซียมมากที่สุด สังเกตได้จากความชันที่สูง และมีค่าจุดตัดแกน Y ที่ต่ำใกล้เคียงกับค่าของขดท่อที่ความยาว 50 cm อีกทั้งยังใช้เวลาในการวิเคราะห์น้อยกว่าที่ความยาว 50, 100 และ 200 cm และประหยัดงบประมาณในการเสริมอุปกรณ์ในการประกอบระบบ HSI อีกด้วย

#### 4.3.4 การศึกษาสมรรถนะของระบบ HSI

##### 4.3.4.1 การศึกษาช่วงความเป็นเส้นตรงของกราฟมาตรฐาน

จากการศึกษาช่วงความเป็นเส้นตรงของกราฟมาตรฐานแคลเซียมในช่วง 0.001 – 40.0 ppm เมื่อนำค่าการดูดกลืนแสง (แกน Y) มาพล็อตกับความเข้มข้นของสารละลายมาตรฐานแคลเซียม (แกน X) พบว่าได้ดังรูป 4.35



รูป 4.35 กราฟมาตรฐานของแคลเซียม

จากรูปดังกล่าวพบว่าได้กราฟมาตรฐานที่มีความเป็นเส้นตรงในช่วง 1 - 40 ppm โดยมีสมการ เส้นตรงของกราฟมาตรฐาน  $\text{Ca}^{2+}$  คือ  $y = 0.068x + 0.3485$  ;  $R^2 = 0.9951$

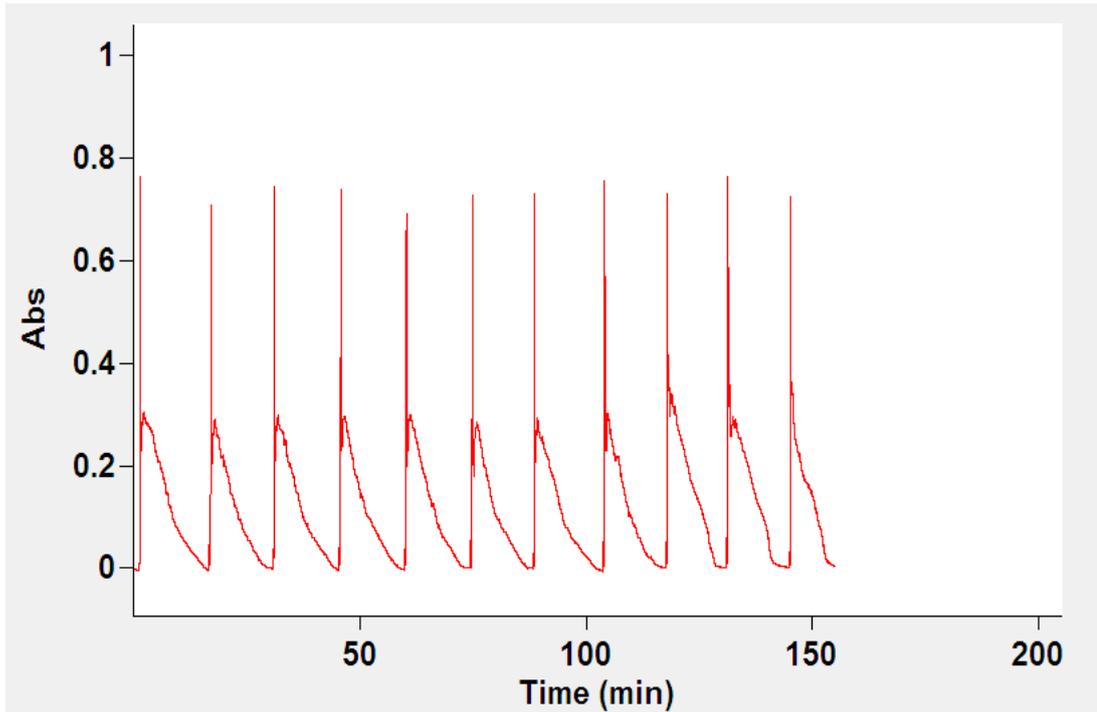
##### 4.3.4.2 การศึกษาความเที่ยงตรงของการวิเคราะห์ด้วยระบบ HSI

ได้ศึกษาความเที่ยงตรงของการวิเคราะห์ด้วยระบบ HSI โดยใช้สารละลายมาตรฐานแคลเซียม 5 ppm ทำการวิเคราะห์ซ้ำ จำนวน 11 ครั้ง นำค่าการดูดกลืนแสงหาค่าร้อยละการเบี่ยงเบนมาตรฐานสัมพัทธ์ (%RSD) ได้ผลดังแสดงในตาราง 4.29 และมีลักษณะของสัญญาณ HSI – gram ดังรูป 4.36

**ตาราง 4.28** การศึกษาความเที่ยงตรงของการวิเคราะห์ด้วยระบบ HSI

ครั้งที่	ค่าการดูดกลืนแสง
1	0.7663
2	0.7104
3	0.7468
4	0.7412
5	0.6946
6	0.7297
7	0.7347
8	0.7573
9	0.7297
10	0.7579
11	0.7222
<b>ค่าเฉลี่ย</b>	<b>0.7355</b>
<b>SD</b>	<b>0.0215</b>
<b>%RSD</b>	<b>2.92 %</b>

$$\begin{aligned}
 \text{จาก \% RSD} &= \frac{\text{SD}}{\bar{X}} \times 100 \\
 &= \frac{0.02153}{0.7355} \times 100 \\
 &= 2.92 \%
 \end{aligned}$$



รูป 4.36 HSI – gram ของการศึกษาความเที่ยงตรงของการวิเคราะห์

จากผลการทดลอง พบว่ามีค่า %RSD น้อยกว่า 5% และสัญญาณ HSI – gram มีลักษณะใกล้เคียงกันมาก ซึ่งแสดงให้เห็นว่าระบบ HSI มีความเที่ยงตรงในการวิเคราะห์สูง

#### 4.3.4.3 การศึกษาสมรรถนะอื่นๆ

ได้ศึกษาสมรรถนะอื่นๆ ของระบบ HSI พบว่า ระบบมีอัตราการไหล (Flow rate) ของกระแสตัวพาเท่ากับ 1.6 mL/min โดยมีความถี่ในการวิเคราะห์ตัวอย่าง (Sample throughput) เท่ากับ 4 ตัวอย่างต่อชั่วโมง มีขีดจำกัดของการตรวจวัด (LOD) เท่ากับ 0.60 mg / L และใช้ปริมาณสารรีเอเจนต์ สารล้าง และสารตัวอย่างรวมเป็นปริมาณ 150  $\mu$ L ต่อการวิเคราะห์ 1 ตัวอย่าง

#### 4.3.5 การวิเคราะห์ตัวอย่างจริงด้วยระบบ HSI

ด้วยสถานะที่เหมาะสมของระบบ HSI ที่ได้ศึกษาไป ได้นำมาประยุกต์ใช้ในการวิเคราะห์เพื่อหาปริมาณแคลเซียมในตัวอย่างดิน โดยเทียบค่าการดูดกลืนแสงของสารละลายตัวอย่างกับกราฟมาตรฐาน ซึ่งมีสมการเส้นตรงคือ  $y = 0.0846x + 0.2544$  ;  $R^2 = 0.9981$  เปรียบเทียบผลวิเคราะห์ที่ได้กับวิธีแบบแบทช์ โดยได้ผลการวิเคราะห์ ดังแสดงในตาราง 4.30

ตาราง 4.29 ผลการวิเคราะห์หาปริมาณแคลเซียมในตัวอย่างดิน โดยใช้ระบบ HSI และวิธีแบบแบทช์

ตัวอย่าง	ปริมาณแคลเซียมในสารสกัดจากตัวอย่างดิน (ppm)	
	วิธี HSI	วิธีแบบแบทช์
ดิน 1	273.36	196.40
ดิน 2	18.46	13.62
ดิน 3	46.93	39.35

จากข้อมูลในตารางเมื่อนำผลที่ได้จากทั้ง 2 วิธี มาเปรียบเทียบตามหลักของ t-test ที่ระดับความเชื่อมั่น 95% โดยคำนวณค่าจากสมการ 4.1 ได้ผลการคำนวณดังตาราง 4.30

ตาราง 4.30 การคำนวณเปรียบเทียบค่าเฉลี่ยของข้อมูลสองชุดแบบ (t-test) ที่ตัวอย่างแต่ละชุดเป็นตัวอย่างเดียวกัน

สารตัวอย่าง หมายเลข	ความเข้มข้น (mg g <sup>-1</sup> )		ผลต่าง (D <sub>i</sub> )	(D <sub>i</sub> - $\bar{D}$ ) <sup>2</sup>
	วิธี HSI	วิธีแบบแบทช์		
1	273.36	196.40	76.96	2225.01
2	18.46	13.62	4.84	622.50
3	46.93	39.35	7.58	493.28
			$\bar{D} = 29.79$	$\sum = 3340.79$

$$\text{จากค่า SD} = \sqrt{\frac{\sum (D_i - \bar{D})^2}{N-1}}$$

เมื่อ  $n$  คือ จำนวนครั้งของการวัด

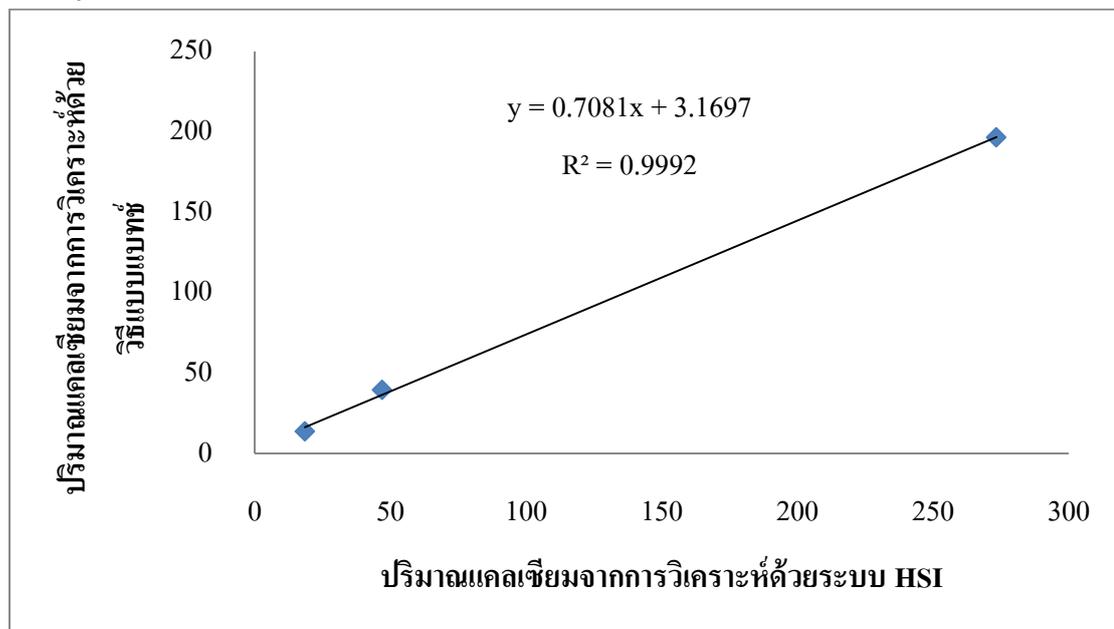
$$\begin{aligned} \text{แทนค่า SD} &= \sqrt{\frac{3340.79}{2}} \\ \text{SD} &= 40.87 \end{aligned}$$

จากสมการ (4.2) แทนค่า  $\bar{D} = 29.79$  และ  $SD = 40.87$

$$\text{ได้ } |t| = 29.79 \times \sqrt{3} / 40.87$$

$$|t| = 1.26$$

เนื่องจากค่า  $t$  ที่ได้จากการคำนวณสำหรับการเปรียบเทียบทั้งสองวิธีในการศึกษาหาปริมาณฟอสเฟต คือ 1.26 น้อยกว่าค่า  $t$  ที่ได้จากตารางค่าวิกฤตที่ระดับ ความเชื่อมั่น 95 % คือ 4.30 แสดงว่าผลการวิเคราะห์หาปริมาณแคลเซียม โดยวิธีวิเคราะห์ทั้งสองวิธีนี้ไม่แตกต่างกันอย่างมีนัยสำคัญ และเมื่อนำผลการวิเคราะห์หาปริมาณแคลเซียมในสารสกัดในตัวอย่างดินมาพล็อตกราฟ ได้ดังรูป 4.37



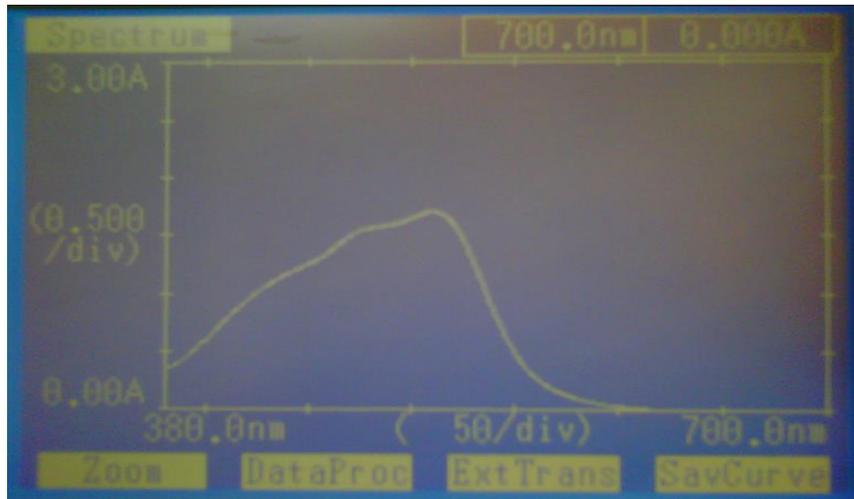
รูป 4.37 กราฟ Correlation เปรียบเทียบปริมาณแคลเซียมที่ได้จากการวิเคราะห์ด้วยระบบ HSI กับวิธีแบบเบทซ์

จากกราฟ Correlation ที่ได้ จะเห็นได้ว่า ทั้งสองวิธีให้ผลสอดคล้องกันอย่างเส้นตรง โดยมีความชันของกราฟเข้าใกล้ 1 และจุดตัดแกน Y ที่น้อย

#### 4.4 การหาปริมาณธาตุหลักในตัวอย่างดินและปุ๋ย

##### 4.4.1 ศึกษาค่าการดูดกลืนแสงสูงสุด

จากการทดลองได้เลือกใช้วิธี 1,10-ฟีแนนโทโรลีน ซึ่งเป็นวิธีมาตรฐานที่นิยมใช้ในการวิเคราะห์ปริมาณธาตุหลักมาวิเคราะห์หา Fe(II) และ Fe(III) ในตัวอย่าง ซึ่งผลการศึกษาค่าการดูดกลืนแสงของสารละลายมาตรฐานเหล็ก (II) นั้น พบว่า ค่าการดูดกลืนแสงสูงสุดของสารละลายเท่ากับ 511 nm และได้ สเปกตรัมค่าการดูดกลืนแสงสูงสุด ดังรูป 4.38



รูป 4.38 สเปกตรัมค่าการดูดกลืนแสงสูงสุดของสารละลายมาตรฐาน Fe

##### 4.4.2 ศึกษาสภาวะที่เหมาะสมของ 1,10-ฟีแนนโทโรลีน

เตรียมสารละลาย 1,10-ฟีแนนโทโรลีน ที่ความเข้มข้น 0.005, 0.01, 0.025, 0.05 และ 0.1 M และสารละลายมาตรฐาน  $\text{Fe}^{3+}$  ที่ความเข้มข้น 0.01, 0.05, 0.1, 0.5, 1, 5, 10, 20 และ 30 ppm ได้ผลการศึกษาสภาวะที่เหมาะสมของ 1,10-ฟีแนนโทโรลีนดังนี้

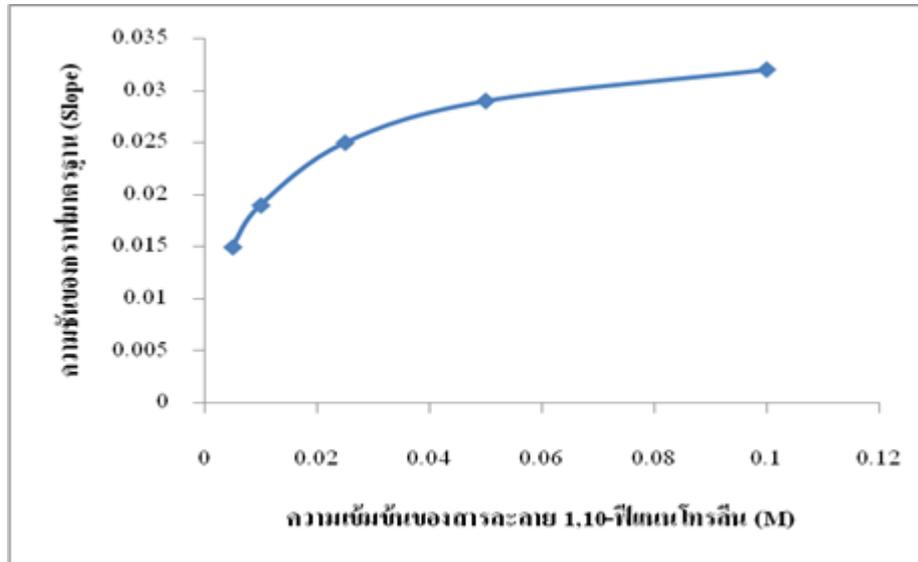
ตาราง 4.31 ตารางเปรียบเทียบค่าการดูดกลืนแสงของสารละลาย 1,10-ฟีแนนโทรลีน ที่ความเข้มข้นต่างๆ

Std. Fe <sup>3+</sup> เข้มข้น (ppm)	ความเข้มข้นของสารละลาย 1,10-ฟีแนนโทรลีน (M)				
	0.005	0.01	0.025	0.05	0.1
0.01	0.001	-0.003	-0.004	0.002	0.001
0.05	0.004	-0.001	-0.002	0.005	0.002
0.1	0.005	0.001	0.002	0.007	0.005
0.5	0.021	0.016	0.011	0.026	0.018
1	0.046	0.020	0.023	0.050	0.055
5	0.173	0.066	0.093	0.184	0.193
10	0.375	0.290	0.245	0.376	0.369
20	0.404	0.596	0.493	0.554	0.606
30	0.418	0.883	0.774	0.902	1.013

ตาราง 4.32 ข้อมูลกราฟมาตรฐานจากการศึกษาผลความเข้มข้นของสารละลาย 1,10-ฟีแนนโทรลีน

สารละลาย 1,10-ฟีแนน โทรลีนเข้มข้น (M)	ความชันของกราฟ มาตรฐาน (Slope)	จุดตัดแกน Y (Y-intercept)	R <sup>2</sup>
0.005	0.015	0.045	0.818
0.01	0.019	0.013	0.993
0.025	0.025	0.008	0.998
0.05	0.029	0.017	0.990
0.1	0.032	0.009	0.994

จากการศึกษาสภาวะที่เหมาะสมของ 1,10-ฟีแนนโทรลีน ได้ค่าความชันของกราฟมาตรฐานที่ได้จากการสร้างกราฟระหว่างค่าการดูดกลืนแสง (nm) กับความเข้มข้น (ppm) ของสารละลายมาตรฐาน Fe<sup>3+</sup> จึงได้นำความชันของกราฟมาตรฐาน และสารละลาย 1,10-ฟีแนนโทรลีน ที่ความเข้มข้นต่างๆมาสร้างเส้นกราฟแนวโน้มระหว่างสารละลาย 1,10-ฟีแนนโทรลีนกับความชันของค่าการดูดกลืนแสงได้กราฟ ดังแสดงในรูป 4.39



รูป 4.39 กราฟเส้นแนวโน้มระหว่างสารละลาย 1,10-ฟีแนนโทโรลีนที่ความเข้มข้นต่างๆ กับความชันของค่าการดูดกลืนแสง

จากข้อมูลตาราง 4.33 และกราฟเส้นแนวโน้มระหว่างสารละลาย 1,10-ฟีแนนโทโรลีนที่ความเข้มข้นต่างๆ กับความชันของค่าการดูดกลืนแสง ดังรูป 4.40 พบว่า ความชันของกราฟมาตรฐานจะมีแนวโน้มเพิ่มขึ้นตามความเข้มข้นของ 1,10-ฟีแนนโทโรลีน แต่จะสังเกตได้ว่าอัตราการเพิ่มขึ้นของความชันของกราฟมาตรฐาน จะเริ่มลดลงเมื่อมีความเข้มข้นมากกว่า 0.025 M และเมื่อสังเกตค่าจุดตัดแกน Y จะพบว่าที่ความเข้มข้น 0.025 M ให้ค่าดังกล่าวต่ำสุด อีกทั้งยังมีค่า  $R^2$  สูงที่สุดอีกด้วย จึงเลือกใช้สารละลาย 1,10-ฟีแนนโทโรลีน ที่ความเข้มข้น 0.025 M เป็นความเข้มข้นที่เหมาะสมในการวิเคราะห์

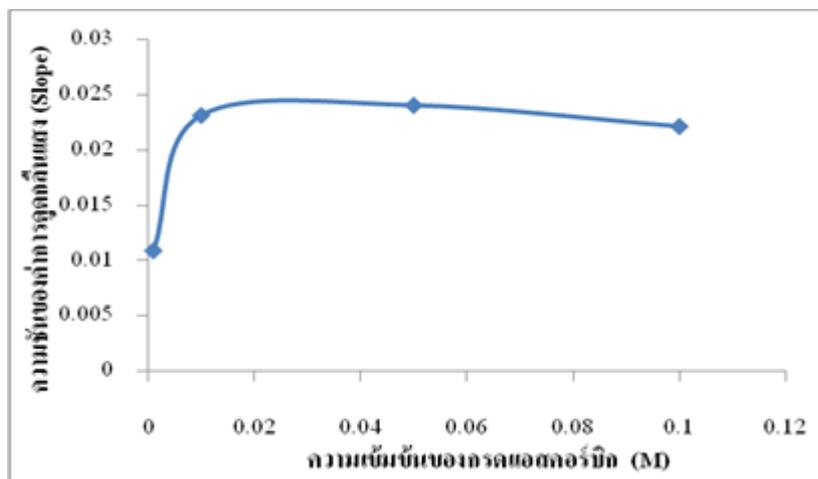
#### 4.4.3 การศึกษาประสิทธิภาพของกรดแอสคอร์บิกแต่ละความเข้มข้น ในการรีดิวซ์ของ $Fe^{2+}$ ไปเป็น $Fe^{3+}$

จากการทดลองการศึกษาการรีดิวซ์ของ  $Fe^{2+}$  ไปเป็น  $Fe^{3+}$  โดยใช้กรดแอสคอร์บิกเป็นตัวรีดิวซ์ สำหรับเปลี่ยน  $Fe^{3+}$  ไปเป็น  $Fe^{2+}$  ที่กรดแอสคอร์บิก ความเข้มข้น 0.01-1.0 M และสารละลายมาตรฐาน  $Fe^{3+}$  ความเข้มข้น 0.01-30.00 ppm ได้ผลการศึกษาประสิทธิภาพของกรดแอสคอร์บิกที่ความเข้มข้นต่างๆ ที่ผลต่อความสามารถในการรีดิวซ์  $Fe^{3+}$  ดังแสดงในตาราง 4.34

ตาราง 4.33 ตารางเปรียบเทียบค่าการดูดกลืนแสงของกรดแอสคอร์บิก ที่ความเข้มข้นต่างๆ

Std. Fe <sup>3+</sup> (ppm)	ค่าการดูดกลืนแสงของกรดแอสคอร์บิกที่ความเข้มข้นต่างๆ				
	0.001 M	0.005 M	0.01 M	0.05 M	0.1 M
0.01	0.000	0.003	0.005	0.003	0.004
0.05	0.001	0.017	0.023	0.014	0.018
0.10	0.002	0.034	0.045	0.027	0.035
0.50	0.002	0.167	0.223	0.131	0.174
1	0.012	0.337	0.450	0.266	0.351
5	0.063	1.688	2.250	1.334	1.757
10	0.106	3.369	4.491	2.655	3.505
20	0.400	6.800	9.067	5.422	7.096
30	1.309	10.436	13.915	8.554	10.968

จากการศึกษาประสิทธิภาพของกรดแอสคอร์บิกที่ความเข้มข้นต่างๆ ที่ผลต่อความสามารถในการรีดิวซ์ Fe<sup>3+</sup> ได้ค่าความชันของกราฟมาตรฐานที่สร้างกราฟระหว่าง ค่าการดูดกลืนแสง (nm) กับ ความเข้มข้น (ppm) ของสารละลายมาตรฐาน Fe<sup>3+</sup> จึงได้นำความชันของกราฟมาตรฐาน และกรดแอสคอร์บิกที่ความเข้มข้นต่างๆ มาสร้างเส้นกราฟแนวโน้มระหว่างกรดแอสคอร์บิกที่ความเข้มข้นต่างๆ กับความชันของค่าการดูดกลืนแสงได้กราฟ ดังแสดงในรูป 4.40



รูป 4.40 กราฟเส้นแนวโน้ม ระหว่าง กรดแอสคอร์บิกที่ความเข้มข้นต่างๆ กับความชันของค่าการดูดกลืนแสง

จากกราฟเส้นแนวโน้มนระหว่างกรดแอสคอร์บิกที่ความเข้มข้นต่างๆกับความชันของการดูดกลืนแสง พบว่าที่ความเข้มข้น 0.01 ให้ค่าความชันสูงสุด และมีประสิทธิภาพในการรีดิวซ์  $\text{Fe}^{3+}$  ได้ดีที่สุด จึงเลือกใช้กรดแอสคอร์บิกที่ความเข้มข้น 0.01 M เป็นความเข้มข้นที่เหมาะสมในการวิเคราะห์

#### 4.4.4 การศึกษาผลของไอออนแปลกปลอมที่รบกวนการวิเคราะห์

จากการศึกษาหาไอออนแปลกปลอมที่รบกวนการวิเคราะห์ จะทำการศึกษาไอออนที่แปลกปลอมทีละตัว ซึ่งประกอบด้วย  $\text{PO}_4^{3-}$ ,  $\text{Cu}^{2+}$ ,  $\text{Zn}^{2+}$ ,  $\text{Mn}^{2+}$ ,  $\text{Al}^{3+}$ ,  $\text{SO}_4^{2-}$ ,  $\text{CO}_3^{2-}$ ,  $\text{NO}_3^-$ ,  $\text{Ni}$ ,  $\text{F}^-$ ,  $\text{Na}^+$  และ  $\text{Cl}^-$  โดยเตรียมจาก  $(\text{NH}_4)_2\text{Fe}(\text{SO}_4)$ ,  $(\text{NH}_4)_3\text{Fe}(\text{SO}_4)$ ,  $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2$ ,  $\text{ZnSO}_4$ ,  $\text{NaNO}_3$ ,  $\text{NaCl}$ ,  $\text{Na}_2\text{SO}_4$ ,  $\text{NiSO}_4$ ,  $\text{AlCl}_3$ ,  $\text{KNO}_3$ ,  $\text{NaF}$  และ  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  ตามลำดับ ซึ่งจะเตรียมไอออนดังกล่าวที่ความเข้มข้น 1, 10, 20 และ 30 ppm โดยผสมสารละลายมาตรฐาน  $\text{Fe}^{3+}$  ที่ความเข้มข้นคงที่ 1 ppm ได้ผลการศึกษาซึ่งมีค่าการดูดกลืนแสงเท่ากับ 0.060 nm

ตาราง 4.34 ตารางบันทึกค่าการดูดกลืนแสงของสารละลายไอออน

ไอออน	ค่าการดูดกลืนแสงของสารละลาย ( $\text{Fe}^{3+}$ 1 ppm : ไอออนรบกวน)				
	0 ppm	1.0 ppm	10.0 ppm	20.0 ppm	50.0 pp
$\text{Mn}^{2+}$	0.023	0.018	0.027	0.028	0.024
$\text{CO}_3^{2-}$		0.066	0.054	0.051	0.045
$\text{Cu}^{2+}$		0.025	0.026	0.032	0.035
$\text{Zn}^{2+}$		0.028	0.025	0.021	0.023
$\text{PO}_4^{3-}$		0.038	0.043	0.035	0.042
$\text{NO}_3^-$		0.012	0.011	0.011	0.014
$\text{Cl}^-$		0.024	0.027	0.029	0.027
$\text{SO}_4^{2-}$		0.021	0.025	0.023	0.023
$\text{Ni}^{2+}$		0.026	0.021	0.028	0.03
$\text{Al}^{3+}$		0.017	0.033	0.053	0.065
$\text{F}^-$		0.058	0.059	0.061	0.068
$\text{K}^+$		0.02	0.018	0.021	0.024

จากผลการทดลองจะเห็นได้ว่าไอออนที่แสดงผลรบกวนอย่างชัดเจนต่อการวิเคราะห์  $\text{Fe}^{3+}$  คือ  $\text{NO}_3^-$ ,  $\text{PO}_4^{3-}$ ,  $\text{Cu}^{2+}$ ,  $\text{F}^-$  และ  $\text{CO}_3^{2-}$  ซึ่งจะรบกวนที่ความเข้มข้นตั้งแต่ 1 ppm ขึ้นไปและ  $\text{Cl}^-$  จะรบกวนที่ความเข้มข้นตั้งแต่ 20 ppm ขึ้นไป ในเกณฑ์ไอออนอื่นไม่ได้แสดงผลรบกวนมากนัก จึงได้ทำการทดลองซ้ำอีก 1 ครั้ง โดยศึกษาเฉพาะไอออนที่ทำการรบกวนการวิเคราะห์ได้ผลการทดลอง ดังนี้

ตาราง 4.35 ตารางบันทึกค่าการดูดกลืนแสงของสารละลายไอออน

ไอออน	ค่าการดูดกลืนแสงของสารละลาย ( $\text{Fe}^{3+}$ 1 ppm : ไอออนรบกวน)				
	0 ppm	1.0 ppm	10.0 ppm	20.0 ppm	50.0 ppm
$\text{NO}_3^-$	0.023	0.012	0.010	0.009	0.009
$\text{CO}_3^{2-}$		0.019	0.020	0.023	0.021
$\text{F}^-$		0.025	0.021	0.026	0.024
$\text{Al}^{3+}$		0.012	0.026	0.035	0.064
$\text{PO}_4^{3-}$		0.029	0.025	0.024	0.021
$\text{Cl}^-$		-	-	-	0.015

จากผลการทดลองจะเห็นได้ว่าไอออนที่แสดงผลรบกวนอย่างชัดเจนต่อการวิเคราะห์  $\text{Fe}^{3+}$  คือ  $\text{NO}_3^-$ ,  $\text{Al}^{3+}$ ,  $\text{Cl}^-$  แต่เนื่องจากการวิเคราะห์ในงานวิจัย เป็นการวิเคราะห์หาปริมาณธาตุเหล็กในดินและปุ๋ย ซึ่งจะมีไอออนประเภทนี้ในปริมาณที่น้อย ไอออนดังกล่าวจึงไม่ส่งผลต่อการวิจัยนี้มากนัก

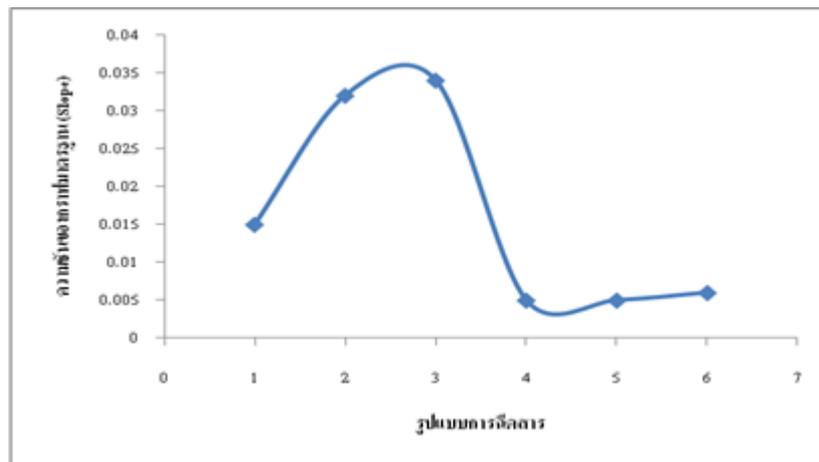
#### 4.4.5 การศึกษาลำดับการฉีดสารเข้าสู่ระบบ HSI

การศึกษาลำดับการฉีดสารเข้าสู่ระบบ HSI โดยใช้ สารละลายมาตรฐาน  $\text{Fe}^{3+}$  ความเข้มข้น 0.001 - 30 ppm, สารละลาย 0.5 % w/v 1,10-ฟีแนนโทรีน และ 0.015 M กรดแอสคอร์บิก โดยพิจารณาจากลำดับที่ให้ค่าการดูดกลืนแสงสูงสุด โดยมีรูปแบบลำดับการฉีดดังตาราง 3.18 ได้ผลการศึกษา ดังแสดงในตาราง 4.36

ตาราง 4.36 ข้อมูลกราฟมาตรฐานที่ได้จากการฉีดสารรูปแบบต่างๆ

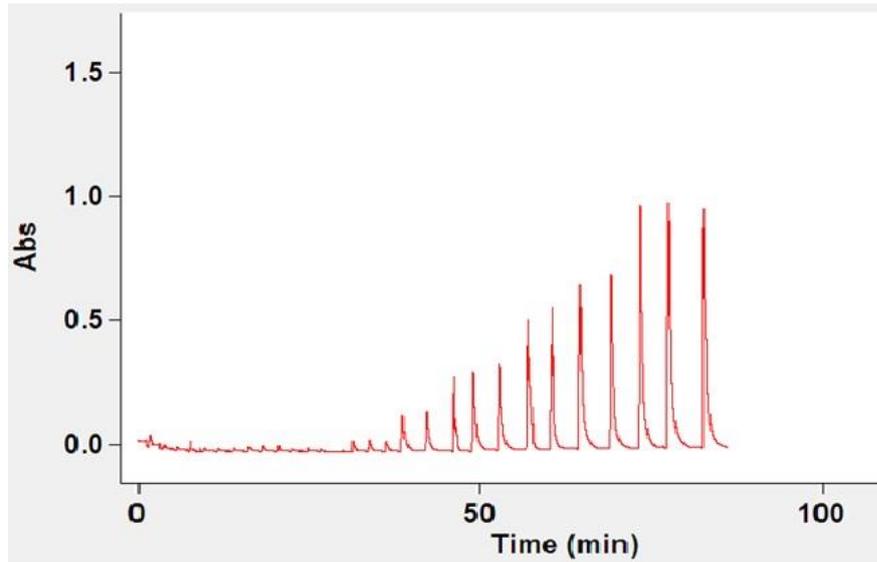
รูปแบบการฉีด	ความชันของกราฟมาตรฐาน (Slope)	จุดตัดแกน Y (y-intercept)	R <sup>2</sup>
แบบที่ 1	0.015	0.001	0.997
แบบที่ 2	0.032	0.016	0.999
แบบที่ 3	0.034	0.058	0.976
แบบที่ 4	0.005	0.016	0.982
แบบที่ 5	0.005	0.047	0.992
แบบที่ 6	0.006	0.009	0.990

และเมื่อนำข้อมูลจากตาราง 4.37 มาสร้างกราฟเพื่อพิจารณารูปแบบการฉีดที่เหมาะสมของการฉีดสาร ได้ผลดังรูป 4.41



รูป 4.41 กราฟแนวโน้มสำหรับพิจารณารูปแบบการฉีดที่เหมาะสมของการฉีดสารจากความชันของกราฟมาตรฐาน

จากการศึกษาลำดับที่เหมาะสมในการฉีดดังกล่าว พบว่าการฉีด แบบที่ 2 : 1,10-ฟิแนนโทรลิน> กรดแอสคอร์บิก> Fe<sup>3+</sup> ให้ค่าการดูดกลืนแสง และแบบที่ 3 ให้ค่าความชันของกราฟมาตรฐานใกล้เคียงกันแต่จุดตัดแกน y ของแบบที่ 3 มีค่าสูงกว่ามาก นอกจากนี้เมื่อพิจารณาจาก HSI-gram ที่ได้ พบว่ามีลักษณะดีกว่า ดังแสดงในรูป 4.42



รูป 4.42 HSI-gram ของสารละลายมาตรฐาน  $\text{Fe}^{3+}$  ที่ฉีดโดยแบบที่ 2 : 1,10-พีแนนโทรีน > กรดแอสคอร์บิก >  $\text{Fe}^{3+}$

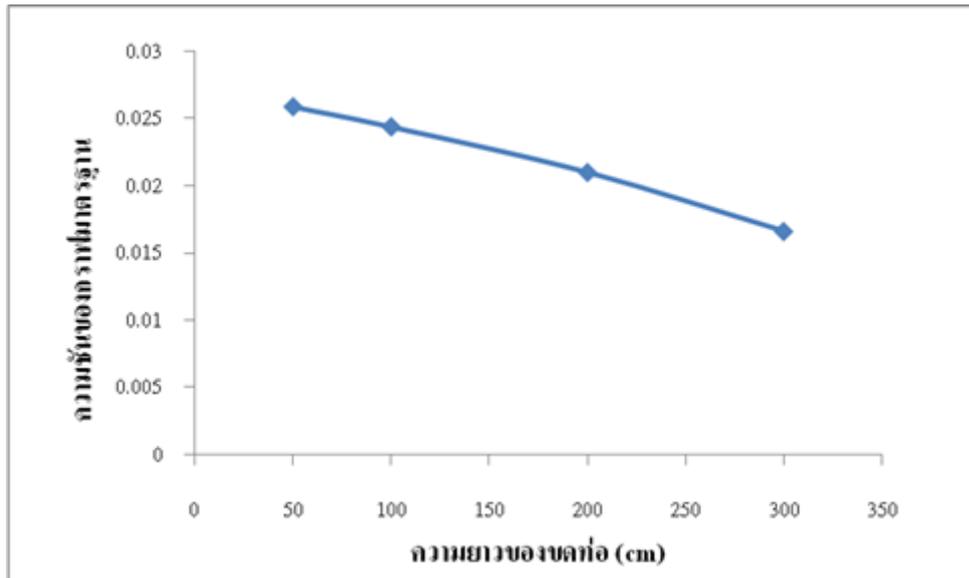
#### 4.4.6 การศึกษาความยาวของขดท่อ

การศึกษาผลความยาวของขดท่อ (Mixing coil) จะทำการศึกษาโดยทำการฉีดสารเข้าสู่ระบบ HSI ตามลำดับที่เหมาะสมที่ทำการศึกษาไปก่อนหน้านี้ โดยจะนำค่าการดูดกลืนแสงที่วัดได้มาสร้างกราฟมาตรฐานระหว่างความเข้มข้น และค่าการดูดกลืนแสง เพื่อสร้างกราฟมาตรฐานแต่ละชุด แล้วนำค่าความชันของแต่ละกราฟมาสร้างกราฟกับความยาวของขดท่อที่เหมาะสมในการเกิดปฏิกิริยา โดยศึกษาความยาวของ Mixing coil ที่มี ความยาว 50, 100, 200 และ 300 cm ได้ผลการทดลองดังนี้

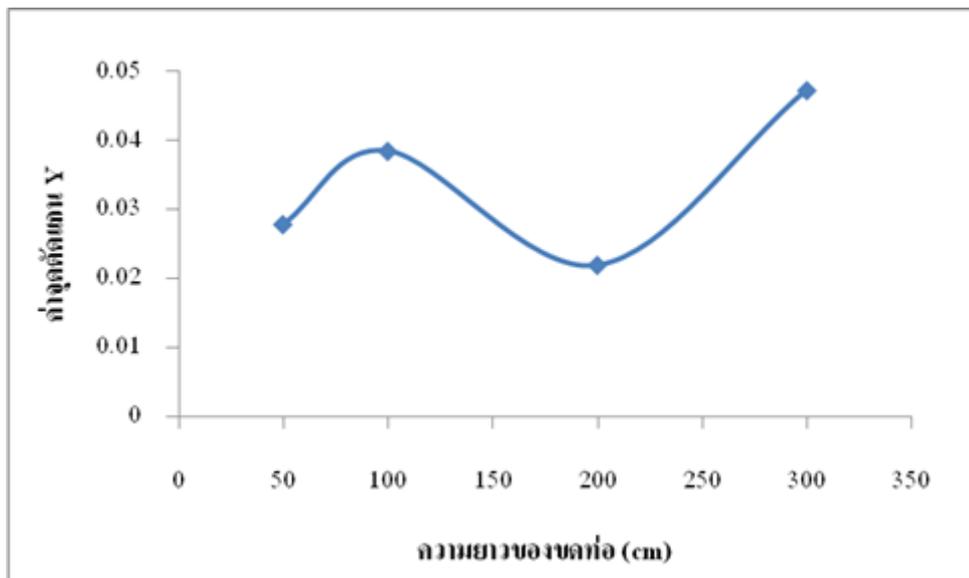
ตาราง 4.37 ข้อมูลของกราฟมาตรฐานที่แต่ละความยาวของขดท่อ

ความยาวของขดท่อ (cm)	ความชันของกราฟ มาตรฐาน (Slope)	จุดตัดแกน Y (y-intercept)	$R^2$
50	0.0618	0.0224	0.9883
100	0.0453	0.0060	0.9996
200	0.0346	0.0115	0.9975
300	0.0338	0.0157	0.9873

จากการทดลองพบว่า ขดท่อที่มีความยาว 200 cm เหมาะสำหรับระบบ HSI สำหรับวิเคราะห์  $\text{Fe}^{3+}$  มากที่สุด เพราะที่ความยาว 200 cm มีประสิทธิภาพในการเกิดปฏิกิริยามากที่สุดสังเกตได้จากค่าความชัน และจุดตัดแกน Y ที่ให้ค่าน้อยกว่า 100 และ 300 cm เพื่อประหยัดสารเคมีในการวิเคราะห์ จึงได้เลือกความยาวของขดท่อ ที่เหมาะสมสำหรับระบบ HSI นี้คือ 200 cm



รูป 4.43 กราฟแนวโน้มสำหรับพิจารณาความยาวที่เหมาะสมจากความชันของกราฟมาตรฐาน



รูป 4.44 กราฟแนวโน้มสำหรับพิจารณาความยาวที่เหมาะสมจากจุดตัดแกน Y ของกราฟมาตรฐาน

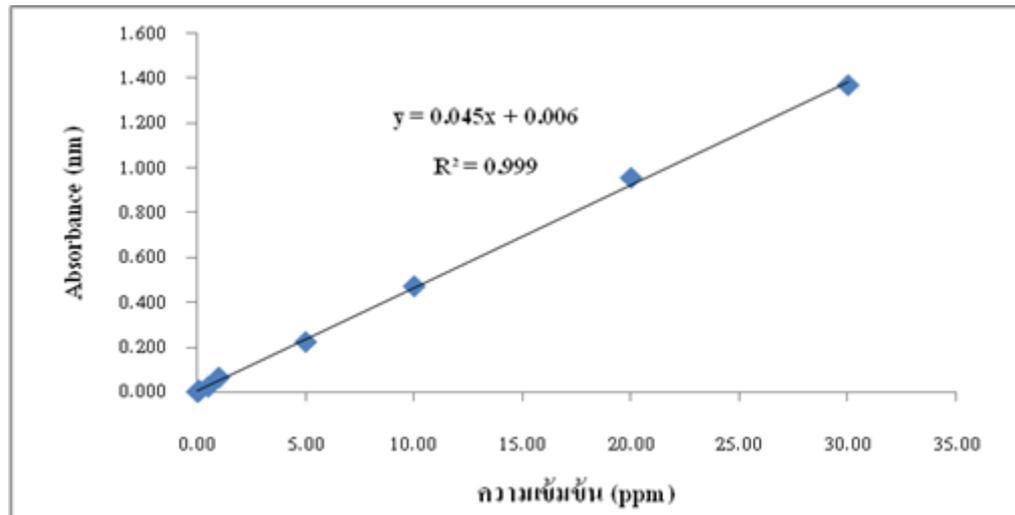
#### 4.4.7 ศึกษาสมรรถนะของระบบ HSI

##### 4.4.7.1 ศึกษาช่วงความเป็นเส้นตรงของกราฟมาตรฐาน

จากการศึกษาช่วงความเป็นเส้นตรงของกราฟมาตรฐาน  $\text{Fe}^{3+}$  0.01-30 ppm เมื่อนำค่าการดูดกลืนแสงเฉลี่ยซึ่งแสดงในตาราง 4.39 (แกน Y) มาสร้างกราฟกับความเข้มข้นของสารละลายมาตรฐาน  $\text{Fe}^{3+}$  (แกน X) พบว่าได้ดัง รูป 4.46 จากรูป ดังกล่าวพบว่า ได้กราฟมาตรฐานที่มีความเป็นเส้นตรงในช่วง 0.01-30 ppm โดยมีสมการเส้นตรงของกราฟมาตรฐาน  $\text{Fe}^{3+}$  คือ  $y = 0.045x + 0.006$ ;  $R^2 = 0.999$

ตาราง 4.38 ค่าการดูดกลืนแสงของสารละลายมาตรฐาน  $\text{Fe}^{3+}$

Std. $\text{Fe}^{3+}$ (ppm)	ค่าการดูดกลืนแสง			
	ครั้งที่ 1	ครั้งที่ 2	ครั้งที่ 3	เฉลี่ย
0.01	0.001	0.002	0.001	0.001
0.05	0.005	0.006	0.006	0.006
0.1	0.007	0.008	0.008	0.008
0.5	0.020	0.023	0.027	0.023
1	0.055	0.076	0.066	0.066
5	0.213	0.232	0.225	0.223
10	0.458	0.467	0.488	0.471
20	0.958	0.934	0.968	0.953
30	1.350	1.344	1.402	1.365



รูป 4.45 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างค่าการดูดกลืนแสง (nm) กับความเข้มข้นของสารละลายมาตรฐาน  $\text{Fe}^{3+}$  (ppm)

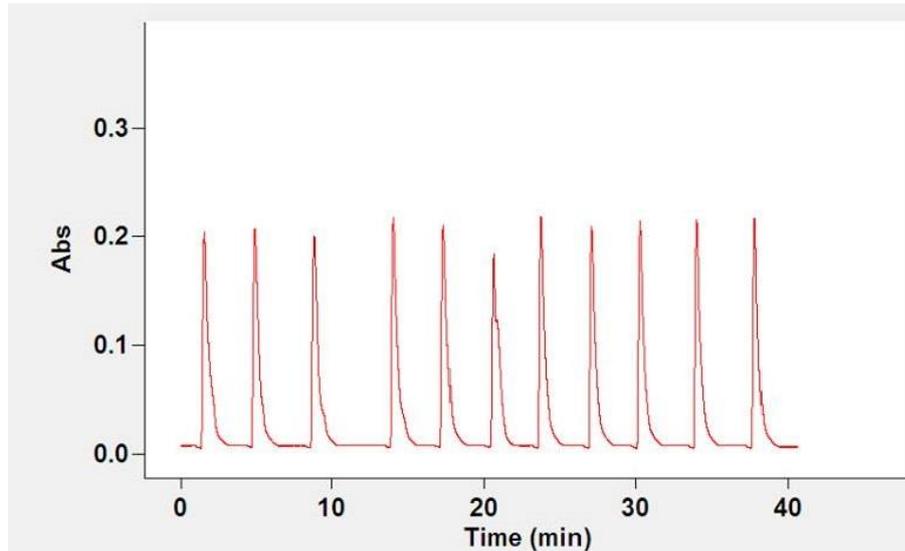
#### 4.4.7.2 ศึกษาความเที่ยงตรงของการวิเคราะห์ด้วยระบบ HSI

ได้ศึกษาความเที่ยงตรงของการวิเคราะห์ด้วยระบบ HSI โดยสารละลายมาตรฐาน  $\text{Fe}^{3+}$  5 ppm ทำการวิเคราะห์ซ้ำ 11 ครั้ง แล้วนำค่าการดูดกลืนแสงมาหาค่าร้อยละการเบี่ยงเบนมาตรฐานสัมพัทธ์ (%RSD) ได้ผลดังตาราง 4.40 และมีลักษณะของสัญญาณ HSI – gram ดังรูป 4.46

ตาราง 4.39 ค่าการดูดกลืนแสงของสารละลายมาตรฐาน  $\text{Fe}^{3+}$  ความเข้มข้น 5 ppm

ครั้งที่	ค่าการดูดกลืนแสง
1	0.205
2	0.207
3	0.200
4	0.217
5	0.210
6	0.185
7	0.219
8	0.209
9	0.215
10	0.215
11	0.216
เฉลี่ย	0.209
SD	$1.98 \times 10^{-3}$
%RSD	0.947

$$\begin{aligned}
 \text{จาก \%RSD} &= \frac{\text{SD}}{\bar{X}} \times 100 \\
 &= \frac{1.98 \times 10^{-3}}{0.209} \times 100 \\
 &= 0.95 \%
 \end{aligned}$$



รูป 4.46 HSI – gram ของการศึกษาความเที่ยงตรงของการวิเคราะห์

จากการทดลองพบว่า %RSD น้อยกว่า 5 % และสัญญาณ HSI – gram มีลักษณะใกล้เคียงกันมาก ซึ่งแสดงให้เห็นว่าระบบ HSI มีความเที่ยงตรงในการวิเคราะห์สูง

#### 4.4.7.3 ศึกษาสมรรถนะอื่นๆ

ได้ศึกษาสมรรถนะอื่นๆ ของระบบ HSI พบว่าระบบมีอัตราการไหล (Flow rate) ของกระแสตัวพาเท่ากับ 2.0 mL / min โดยมีความถี่ในการวิเคราะห์ตัวอย่าง (Sample throughput) เท่ากับ 6 ตัวอย่างต่อชั่วโมง มีขีดจำกัดของการตรวจวัด (LOD) เท่ากับ 6.7  $\mu\text{g} / \text{L}$  และใช้สารเคมีทั้งหมด ซึ่งประกอบด้วยสารละลายบัฟเฟอร์อะซิเตต pH4 สารละลายตัวพ่น้ำปราศจากไอออน สารละลาย 0.5 % w/v 1,10-ฟีแนนโทรีน สารละลายกรดแอสคอร์บิก และสารละลายตัวอย่าง เป็นจำนวน 18 mL ต่อการวิเคราะห์ 1 ตัวอย่าง

#### 4.4.8 การศึกษาค่าการดูดกลืนแสงของตัวอย่างดินและปุ๋ย

ด้วยสภาวะที่เหมาะสมของระบบ HSI ที่ได้ศึกษา ได้นำมาประยุกต์ใช้ในการวิเคราะห์เพื่อหาปริมาณเหล็กในตัวอย่างดินและตัวอย่างปุ๋ย โดยเทียบค่าการดูดกลืนแสงของสารละลายตัวอย่างกับกราฟมาตรฐานซึ่งมีสมการเส้นตรงคือ  $y = 0.045x + 0.006$ ;  $R^2 = 0.999$  โดยเปรียบเทียบ

ผลวิเคราะห์ที่ได้กับวิธีแบบแบทช์ ซึ่งเป็นการวิเคราะห์ด้วยปฏิกิริยา 1,10-ฟีแนนโทรีน ได้ผลดังแสดงในตาราง 4.41

ตาราง 4.40 ผลการวิเคราะห์หาปริมาณ  $Fe^{3+}$  ในตัวอย่างสารละลายที่สกัดจากตัวอย่างดินและปุ๋ย โดยใช้ระบบ HSI และวิธีแบบแบทช์

ตัวอย่าง	ปริมาณ $Fe^{3+}$ ในตัวอย่างปุ๋ย (ppm)	
	วิธี HSI	วิธีแบบแบทช์
ดิน 1	88.22	99.78
ดิน 2	40.70	39.78
ดิน 3	23.41	24.89
ดิน 4	15.70	17.11
ดิน 5	23.63	23.11
ปุ๋ย 1	3.45	3.11
ปุ๋ย 2	3.34	4.45
ปุ๋ย 3	11.78	12.22
ปุ๋ย 4	5.04	7.11
ปุ๋ย 5	2.52	3.11
ปุ๋ย 6	2.93	3.67

ข้อมูลในตารางเมื่อนำผลที่ได้จากทั้ง 2 วิธี มาเปรียบเทียบตามหลักของ t-test ที่ระดับความเชื่อมั่น 95 % โดยคำนวณค่า t จากสมการในหัวข้อ 2.2.4.2

ตาราง 4.41 ข้อมูลของการวิเคราะห์หาปริมาณ  $\text{Fe}^{3+}$  ที่มีอยู่ในตัวอย่างโดยระบบ HSI และวิธีแบบ  
แบบซ์สำหรับศึกษาหาปริมาณ  $\text{Fe}^{3+}$

ตัวอย่าง	ปริมาณ $\text{Fe}^{3+}$ ในตัวอย่าง (ppm)		ผลต่าง ( $D_i$ )	$(D_i - \bar{D})^2$
	วิธี HSI	วิธีแบบแบบซ์		
ดิน 1 (dilute 10 เท่า)	8.822	9.978	5.908	16.170
ดิน 2 (dilute 10 เท่า)	4.070	3.978	1.637	1.872
ดิน 3 (dilute 10 เท่า)	2.341	2.489	0.919	0.845
ดิน 4 (dilute 10 เท่า)	1.570	1.711	-0.652	0.425
ดิน 5 (dilute 10 เท่า)	2.363	2.311	1.622	2.631
			$\bar{D} = 1.887$	$\Sigma = 21.942$
ปุ๋ย 1 (dilute 5 เท่า)	0.689	0.622	-0.045	0.098
ปุ๋ย 2 (dilute 5 เท่า)	0.667	0.889	-1.467	2.152
ปุ๋ย 3 (dilute 5 เท่า)	2.356	2.444	1.437	2.065
ปุ๋ย 4 (dilute 5 เท่า)	1.007	1.422	0.918	0.843
ปุ๋ย 5 (dilute 5 เท่า)	0.504	0.622	0.037	0.001
ปุ๋ย 6 (dilute 5 เท่า)	0.585	0.733	0.733	0.537
			$\bar{D} = 0.269$	$\Sigma = 5.697$

คำนวณค่า t จากค่าที่ได้จากตัวอย่างดิน

$$\text{จาก } SD = \sqrt{\frac{\sum (D_i - \bar{D})^2}{N-1}}$$

เมื่อ N คือ จำนวนครั้งของการวัด

$$\text{แทนค่า } SD = \sqrt{\frac{21.942}{5-1}}$$

$$SD = 2.342$$

$$\text{เมื่อ } \bar{D} = 1.887 \text{ และ } SD = 2.342$$

$$\text{จาก } t = \frac{\bar{D}}{SD} \sqrt{N}$$

$$\text{แทนค่า } |t| = \frac{1.887}{2.342}$$

$$|t| = 1.802$$

คำนวณค่า t จากค่าที่ได้จากตัวอย่างปฏิกิริยา

$$\text{จาก } SD = \sqrt{\frac{\sum (D_i - \bar{D})^2}{N-1}}$$

เมื่อ N คือ จำนวนครั้งของการวัด

$$\text{แทนค่า } SD = \sqrt{\frac{5.697}{6-1}}$$

$$SD = 1.067$$

เมื่อ  $\bar{D} = 0.269$  และ  $SD = 1.067$

$$\text{จาก } t = \frac{\bar{D}}{SD} \sqrt{N}$$

$$\text{แทนค่า } |t| = \frac{0.269}{1.067} \sqrt{6}$$

$$|t| = 0.618$$

ดังนั้น ค่า t ที่คำนวณได้จาก ตัวอย่างดิน เท่ากับ 1.802 และ ตัวอย่างปฏิกิริยา เท่ากับ 0.618

จากค่า t ที่ได้จากการคำนวณสำหรับการเปรียบเทียบทั้งสองวิธีในการศึกษาหาปริมาณ  $\text{Fe}^{3+}$  ที่ในตัวอย่างดิน และตัวอย่างปฏิกิริยา คือ 1.802 และ 0.618 ตามลำดับ ซึ่งมีค่าน้อยกว่าค่า t ที่ได้จาก ตารางค่าวิกฤตที่ระดับความเชื่อมั่น 95% คือ 2.78 และ 2.57 แสดงว่าผลการวิเคราะห์หาปริมาณ  $\text{Fe}^{3+}$  โดยวิธีวิเคราะห์ทั้งสองวิธีนี้ไม่แตกต่างกันอย่างมีนัยสำคัญ

#### 4.4.9 การศึกษาร้อยละการกลับคืน (% Recovery)

ศึกษาร้อยละการกลับคืน ซึ่งทดสอบโดยการเติมสารละลายมาตรฐาน  $\text{Fe}^{3+}$  ลงในตัวอย่างให้มีความเข้มข้น 10 ppm ทำการหาปริมาณ  $\text{Fe}^{3+}$  ในสารละลายตัวอย่างดินและตัวอย่างปุ๋ย พบว่าได้ร้อยละการกลับคืนในช่วง ได้ผลดังตาราง 4.43

ตาราง 4.42 ค่าการดูดกลืนแสงของตัวอย่างดินและปุ๋ยผสมกับสารละลายมาตรฐาน  $\text{Fe}^{3+}$

ตัวอย่าง	ค่าการดูดกลืนแสง ที่ $\lambda_{\text{max}} = 511 \text{ nm}$			
	ครั้งที่ 1	ครั้งที่ 2	ครั้งที่ 3	เฉลี่ย
ดิน 2 + $\text{Fe}^{3+}$ 10 ppm	0.587	0.586	0.586	0.586
ดิน 3 + $\text{Fe}^{3+}$ 10 ppm	0.610	0.610	0.611	0.610
ดิน 5 + $\text{Fe}^{3+}$ 10 ppm	0.610	0.610	0.610	0.610
ปุ๋ย 4 + $\text{Fe}^{3+}$ 10 ppm	0.582	0.581	0.582	0.581
ปุ๋ย 5 + $\text{Fe}^{3+}$ 10 ppm	0.551	0.551	0.551	0.551
ปุ๋ย 6 + $\text{Fe}^{3+}$ 10 ppm	0.461	0.461	0.461	0.461

ตาราง 4.43 ค่าร้อยละการกลับคืนของสารละลายมาตรฐาน  $\text{Fe}^{3+}$  ในสารละลายตัวอย่างดินและปุ๋ย

ตัวอย่าง	ปริมาณ $\text{Fe}^{3+}$ (ppm)		%Recovery
	เติมสารละลายมาตรฐาน $\text{Fe}^{3+}$	ไม่เติมสารละลายมาตรฐาน $\text{Fe}^{3+}$	
ดิน 2 + $\text{Fe}^{3+}$ 10 ppm	12.889	3.978	123.03
ดิน 3 + $\text{Fe}^{3+}$ 10 ppm	13.422	2.489	128.12
ดิน 5 + $\text{Fe}^{3+}$ 10 ppm	12.778	2.311	121.97
ปุ๋ย 4 + $\text{Fe}^{3+}$ 10 ppm	12.111	1.422	115.60
ปุ๋ย 5 + $\text{Fe}^{3+}$ 10 ppm	10.111	0.622	96.50