บทที่ 2
อุปกรณ์และวิธีการ

2.1 สารเคมี

ชื่อสารเคมี	บริษัทผู้ผลิต	ประเทศ
1. Ammonium chloride (NH_4Cl)	Merck	Germany
2. Aluminium sulphate ($Al_2(SO_4)_3.16H_2O$)	Fluka Chemica	Switzerland
3. Cobolt (II) chloride ($CoCl_2.6H_2O$)	Fisher Scientific	UK
4. Cadmium sulphate ($3CdSO_4.8H_2O$)	APS	Australia
5. Calcium sulphate ($CaSO_4.2H_2O$)	APS	Australia
6. Copper sulphate ($CuSO_4.6H_2O$)	Merck	Germany
7. Cromium (III) nitrate ($Cr(NO_3)_3$)	APS	Australia
8. Diammonium hydrogen orthophosphate ($(NH_4)_2HPO_4$)	APS	Australia
9. Disodium sulfide nonahydrate ($Na_2S.9H_2O$)	Sigma	USA
10. Iron sulphate ($Fe_2(SO_4)_3.xH_2O$)	Sigma	USA
11. Magnesium chloride ($MgCl_2.6H_2O$)	CARLO ERBA	Italy
12. Mercuric chloride ($HgCl_2$)	J.T. Baker	USA
13. Nikel Sulphate ($NiSO_4.6H_2O$)	APS	Australia
14. Potassium bromide (KBr)	CARLO ERBA	Italy
15.Potassium dihydrogen phosphate (KH_2PO_4)	Merck	Germany
16. Potassium oxalate ($(COOK)_2.H_2O$)	APS	Australia
17. Potassium permanganate ($KMnO_4$)	Ajax	Australia
18. Potassium sulphate (K_2SO_4)	CARLO ERBA	Italy
19. Sodium carbonate (Na_2CO_3)	Scharlau	Spain
20. Sodium chloride (NaCl)	M&B laboratory chemicals	UK
21. Sodium fluoride (NaF)	Riedel	Germany
22. Sodium hexametaphosphate ($(NaPO_3)_6$)	Sigma	USA
23. Sodium sulfite (Na_2SO_3)	J.T. Baker	USA
24. Sodium sulphate (Na_2SO_4)	BDH AnalaR	UK
25. Sodium thiocyanate (NaSCN)	APS	Australia

ชื่อสารเคมี	บริษัทผู้ผลิต	ประเทศ
26. Sulfuric acid (H_2SO_4)	Merck	Germany
27. Zinc acetate ($Zn(CH_3COO)_2$)	CARLO ERBA	Italy
28. Zinc nitrate ($Zn(NO_3).6H_2O$)	Ajax	Australia
29. Zinc sulphate ($ZnSO_4.7H_2O$)	APS	Australia

2.2 เครื่องมือที่ใช้ในการทดลอง

เครื่องมือ-อุปกรณ์	บริษัทผู้ผลิตและรุ่น	ประเทศ
1. Flow rated tygon pump tube	TACS	Australia
2. High Voltage (Power supply)	Electron tubes Ltd. รุ่น PM 20SN	UK
3. Peristaltic pump	Gilson Miniplus 3	France
4. pH meter	Metrohm รุ่น 827 pH lab	Switzerland
5. Photomultiplier tube	Electron tubes Ltd. รุ่น 9878SB	UK
6. Stirring hotplate	Fisher Scientific	USA
7. Strip chart recorder	Kipp & Zonen รุ่น REC-481	Holland
8. Deionized water purification unit	Milipore	USA

2.3 วิธีการทดลอง

2.3.1 การเตรียมสารละลาย

2.3.1.1 การเตรียมสารละลายสำหรับการวิเคราะห์หาปริมาณซัลไฟด์โดยวิธี CL-FI

1. การเตรียมสารละลายโพแทสเซียมเปอร์แมงกาเนตเข้มข้น 1×10^{-2} โมลาร์

ชั่งโพแทสเซียมเปอร์แมงกาเนต 0.1587 กรัม นำมาละลายด้วยน้ำปราศจากไอออน จากนั้นถ่ายลงในขวดวัดปริมาตรขนาด 100 มิลลิลิตร ปรับปริมาตรด้วยน้ำปราศจากไอออนจนถึงขีดวัดปริมาตร (เก็บไว้ใช้ได้ประมาณ 2 สัปดาห์)

2. การเตรียมสารละลายกรดซัลฟิวริกเข้มข้น 2 โมลาร์

ปิเปตกรดซัลฟิวริกเข้มข้น 18 โมลาร์ มา 11.11 มิลลิลิตร ลงในขวดวัดปริมาตรขนาด 100 มิลลิลิตร ปรับปริมาตรด้วยน้ำปราศจากไอออนจนถึงขีดวัดปริมาตร

3. การเตรียมสารละลาย 1%(m/v) ของโซเดียมเฮกซะเมตาฟอสเฟต (carrier stream solution)

ชั่งโซเดียมเฮกซะเมตาฟอสเฟต 10 กรัม นำมาละลายด้วยน้ำปราศจากไอออน จากนั้นถ่ายลงในขวดวัดปริมาตรขนาด 1,000 มิลลิลิตร เติมสารละลายกรดซัลฟิวริกเข้มข้น 2 โมลาร์ลงไป 10 มิลลิลิตร ปรับปริมาตรด้วยน้ำปราศจากไอออนจนถึงขีดวัดปริมาตร

4. การเตรียมสารละลายโพแทสเซียมเปอร์แมงกาเนตเข้มข้น 5×10^{-5} โมลาร์ ที่อยู่ในสภาพกรดในสารละลายโซเดียมเฮกซะเมตาฟอสเฟต (reagent stream solution)

ปิเปตสารละลายโพแทสเซียมเปอร์แมงกาเนตเข้มข้น 1×10^{-2} โมลาร์ มา 0.5 มิลลิลิตรลงในขวดวัดปริมาตรขนาด 100 มิลลิลิตร ปรับปริมาตรด้วยสารละลาย 1%(m/v) ของโซเดียมเฮกซะเมตาฟอสเฟต (carrier stream solution) จนถึงขีดวัดปริมาตร

5. การเตรียมสารละลายไดโซเดียมซัลไฟด์เข้มข้น 1,000 มิลลิกรัมต่อลิตร

ชั่งไดโซเดียมซัลไฟด์ 0.7644 กรัม นำมาละลายด้วยน้ำปราศจากไอออน จากนั้นถ่ายลงในขวดวัดปริมาตรขนาด 100 มิลลิลิตร ปรับปริมาตรด้วยน้ำปราศจากไอออนจนถึงขีดวัดปริมาตร

6. การเตรียมสารละลายไดโซเดียมซัลไฟด์เข้มข้น 10 มิลลิกรัมต่อลิตร

ปิเปตสารละลายไดโซเดียมซัลไฟด์เข้มข้น 1,000 มิลลิกรัมต่อลิตร มา 1 มิลลิลิตรลงในขวดวัดปริมาตรขนาด 100 มิลลิลิตร ปรับปริมาตรด้วยน้ำปราศจากไอออนจนถึงขีดวัดปริมาตร

7. การเตรียมสารละลายมาตรฐานไดโซเดียมซัลไฟด์เข้มข้น 10 และ 20 ไมโครกรัมต่อลิตร

ปิเปตสารละลายไดโซเดียมซัลไฟด์เข้มข้น 10 มิลลิกรัมต่อลิตร มา 50 และ100 ไมโครลิตร ตามลำดับลงในขวดวัดปริมาตรขนาด 50 มิลลิลิตร ปรับปริมาตรด้วยสารละลาย 1%(m/v) ของโซเดียมเฮกซะเมตาฟอสเฟต (carrier stream solution) จนถึงขีดวัด

ปริมาตร (โดยต้องเตรียมเพื่อใช้งานในทันที เนื่องจากปัญหาการสูญเสียซัลไฟด์ในสารละลายที่มีค่า pH ต่ำ)

8. สารละลายซิงค์อะซิเตทเข้มข้น 2 นอร์มอล

ชั่งซิงค์อะซิเตทมา 10.9745 กรัม นำมาละลายด้วยน้ำปราศจากไอออน จากนั้นถ่ายลงในขวดวัดปริมาตรขนาด 50 มิลลิลิตร ปรับปริมาตรด้วยน้ำปราศจากไอออนจนถึงขีดวัดปริมาตร

2.3.1.2 การเตรียมสารละลายสำหรับการวิเคราะห์หาไอออนรบกวนที่มีผลต่อการวัดปริมาณซัลไฟด์โดยวิธี CL-FI

1. การเตรียมสารละลายมาตรฐาน Zn^{2+} 1,000 มิลลิกรัมต่อลิตร

ชั่งซิงค์ซัลเฟตมา 0.4399 กรัม ละลายด้วยน้ำปราศจากไอออนจากนั้นถ่ายลงในขวดวัดปริมาตรขนาด 100 มิลลิลิตร ปรับปริมาตรด้วยน้ำปราศจากไอออนจนถึงขีดวัดปริมาตร

2. การเตรียมสารละลายมาตรฐาน Cd^{2+} 1,000 มิลลิกรัมต่อลิตร

ชั่งแคดเมียมซัลเฟตมา 0.2328 กรัม ละลายด้วยน้ำปราศจากไอออนจากนั้นถ่ายลงในขวดวัดปริมาตรขนาด 100 มิลลิลิตร ปรับปริมาตรด้วยน้ำปราศจากไอออนจนถึงขีดวัดปริมาตร

3. การเตรียมสารละลายมาตรฐาน NH_4^+ 1,000 มิลลิกรัมต่อลิตร

ชั่งแอมโมเนียมคลอไรด์มา 0.2971 กรัม ละลายด้วยน้ำปราศจากไอออนจากนั้นถ่ายลงในขวดวัดปริมาตรขนาด 100 มิลลิลิตร ปรับปริมาตรด้วยน้ำปราศจากไอออนจนถึงขีดวัดปริมาตร

4. การเตรียมสารละลายมาตรฐาน I^- 1,000 มิลลิกรัมต่อลิตร

ชั่งโพแทสเซียมไอโอไดด์มา 0.1311 กรัม ละลายด้วยน้ำปราศจากไอออนจากนั้นถ่ายลงในขวดวัดปริมาตรขนาด 100 มิลลิลิตร ปรับปริมาตรด้วยน้ำปราศจากไอออนจนถึงขีดวัดปริมาตร

5. การเตรียมสารละลายมาตรฐาน Cu^{2+} 1,000 มิลลิกรัมต่อลิตร

ชั่งคอปเปอร์ซัลเฟตมา 0.3939 กรัม ละลายด้วยน้ำปราศจากไอออนจากนั้นถ่ายลงในขวดวัดปริมาตรขนาด 100 มิลลิลิตร ปรับปริมาตรด้วยน้ำปราศจากไอออนจนถึงขีดวัดปริมาตร

6. การเตรียมสารละลายมาตรฐาน Ni^{2+} 1,000 มิลลิกรัมต่อลิตร

ชั่งนิเกิลซัลเฟตมา 0.4662 กรัม ละลายด้วยน้ำปราศจากไอออนจากนั้นถ่ายลงในขวดวัดปริมาตรขนาด 100 มิลลิลิตร ปรับปริมาตรด้วยน้ำปราศจากไอออนจนถึงขีดวัดปริมาตร

7. การเตรียมสารละลายมาตรฐาน Fe^{3+} 1,000 มิลลิกรัมต่อลิตร

ชั่งไอรอนซัลเฟตมา 0.3580 กรัม ละลายด้วยน้ำปราศจากไอออนจากนั้นถ่ายลงในขวดวัดปริมาตรขนาด 100 มิลลิลิตร ปรับปริมาตรด้วยน้ำปราศจากไอออนจนถึงขีดวัดปริมาตร

8. การเตรียมสารละลายมาตรฐาน Cr^{3+} 1,000 มิลลิกรัมต่อลิตร

ชั่งโครเมียมไนเตรท มา 0.8016 กรัม ละลายด้วยน้ำปราศจากไอออนจากนั้นถ่ายลงในขวดวัดปริมาตรขนาด 100 มิลลิลิตร ปรับปริมาตรด้วยน้ำปราศจากไอออนจนถึงขีดวัดปริมาตร

9. การเตรียมสารละลายมาตรฐาน Co^{2+} 1,000 มิลลิกรัมต่อลิตร

ชั่งโคบอลคลอไรด์มา 0.4038 กรัม ละลายด้วยน้ำปราศจากไอออนจากนั้นถ่ายลงในขวดวัดปริมาตรขนาด 100 มิลลิลิตร ปรับปริมาตรด้วยน้ำปราศจากไอออนจนถึงขีดวัดปริมาตร

10. การเตรียมสารละลายมาตรฐาน Al^{3+} 1,000 มิลลิกรัมต่อลิตร

ชั่งอลูมิเนียมซัลเฟตมา 2.336 กรัม ละลายด้วยน้ำปราศจากไอออนจากนั้นถ่ายลงในขวดวัดปริมาตรขนาด 100 มิลลิลิตร ปรับปริมาตรด้วยน้ำปราศจากไอออนจนถึงขีดวัดปริมาตร

11. การเตรียมสารละลายมาตรฐาน Cl^{-} 1,000 มิลลิกรัมต่อลิตร

ชั่งโซเดียมคลอไรด์มา 0.1657 กรัม ละลายด้วยน้ำปราศจากไอออนจากนั้นถ่ายลงในขวดวัดปริมาตรขนาด 100 มิลลิลิตร ปรับปริมาตรด้วยน้ำปราศจากไอออนจนถึงขีดวัดปริมาตร

12. การเตรียมสารละลายมาตรฐาน F^{-} 1,000 มิลลิกรัมต่อลิตร

ชั่งโซเดียมฟลูออไรด์มา 0.2221 กรัม ละลายด้วยน้ำปราศจากไอออนจากนั้นถ่ายลงในขวดวัดปริมาตรขนาด 100 มิลลิลิตร ปรับปริมาตรด้วยน้ำปราศจากไอออนจนถึงขีดวัดปริมาตร

13. การเตรียมสารละลายมาตรฐาน Na^{+} 1,000 มิลลิกรัมต่อลิตร

ชั่งโซเดียมซัลเฟตมา 0.3120กรัม ละลายด้วยน้ำปราศจากไอออนจากนั้นถ่ายลงในขวดวัดปริมาตรขนาด 100 มิลลิลิตร ปรับปริมาตรด้วยน้ำปราศจากไอออนจนถึงขีดวัดปริมาตร

14. การเตรียมสารละลายมาตรฐาน NO_3^{-} 1,000 มิลลิกรัมต่อลิตร

ชั่งซิงค์ไนเทรตมา 0.2448 กรัม ละลายด้วยน้ำปราศจากไอออนจากนั้นถ่ายลงในขวดวัดปริมาตรขนาด 100 มิลลิลิตร ปรับปริมาตรด้วยน้ำปราศจากไอออนจนถึงขีดวัดปริมาตร

15. การเตรียมสารละลายมาตรฐาน K^{+} 1,000 มิลลิกรัมต่อลิตร

ชั่งโพแทสเซียมซัลเฟตมา 0.2251 กรัม ละลายด้วยน้ำปราศจากไอออนจากนั้นถ่ายลงในขวดวัดปริมาตรขนาด 100 มิลลิลิตร ปรับปริมาตรด้วยน้ำปราศจากไอออนจนถึงขีดวัดปริมาตร

16. การเตรียมสารละลายมาตรฐาน Mg^{2+} 1,000 มิลลิกรัมต่อลิตร

ชั่งแมกนีเซียมคลอไรด์มา 0.8448 กรัม ละลายด้วยน้ำปราศจากไอออนจากนั้นถ่ายลงในขวดวัดปริมาตรขนาด 100 มิลลิลิตร ปรับปริมาตรด้วยน้ำปราศจากไอออนจนถึงขีดวัดปริมาตร

17. การเตรียมสารละลายมาตรฐาน Ca^{2+} 1,000 มิลลิกรัมต่อลิตร

ชั่งแคลเซียมซัลเฟตมา 0.4383 กรัม ละลายด้วยน้ำปราศจากไอออนจากนั้นถ่ายลงในขวดวัดปริมาตรขนาด 100 มิลลิลิตร ปรับปริมาตรด้วยน้ำปราศจากไอออนจนถึงขีดวัดปริมาตร

18. การเตรียมสารละลายมาตรฐาน SCN^{-} 1,000 มิลลิกรัมต่อลิตร

ชั่งโซเดียมไธโอซัลเฟตมา 0.1410 กรัม ละลายด้วยน้ำปราศจากไอออนจากนั้นถ่ายลงในขวดวัดปริมาตรขนาด 100 มิลลิลิตร ปรับปริมาตรด้วยน้ำปราศจากไอออนจนถึงขีดวัดปริมาตร

19. การเตรียมสารละลายมาตรฐาน Hg^{2+} 1,000 มิลลิกรัมต่อลิตร

ชั่งเมอร์คิวริกคลอไรด์มา 0.1359 กรัม ละลายด้วยน้ำปราศจากไอออนจากนั้นถ่ายลงในขวดวัดปริมาตรขนาด 100 มิลลิลิตร ปรับปริมาตรด้วยน้ำปราศจากไอออนจนถึงขีดวัดปริมาตร

20. การเตรียมสารละลายมาตรฐาน PO_4^{3-} 1,000 มิลลิกรัมต่อลิตร

ชั่งโพแทสเซียมไดไฮโดรเจนฟอสเฟตมา 0.1440 กรัม ละลายด้วยน้ำปราศจากไอออนจากนั้นถ่ายลงในขวดวัดปริมาตรขนาด 100 มิลลิลิตร ปรับปริมาตรด้วยน้ำปราศจากไอออนจนถึงขีดวัดปริมาตร

21. การเตรียมสารละลายมาตรฐาน SO_3^{2-} 1,000 มิลลิกรัมต่อลิตร

ชั่งโซเดียมซัลไฟต์มา 0.1588 กรัม ละลายด้วยน้ำปราศจากไอออนจากนั้นถ่ายลงในขวดวัดปริมาตรขนาด 100 มิลลิลิตร ปรับปริมาตรด้วยน้ำปราศจากไอออนจนถึงขีดวัดปริมาตร

22. การเตรียมสารละลายมาตรฐาน CO_3^{2-} 1,000 มิลลิกรัมต่อลิตร

ชั่งโซเดียมคาร์บอเนตมา 0.1775 กรัม ละลายด้วยน้ำปราศจากไอออนจากนั้นถ่ายลงในขวดวัดปริมาตรขนาด 100 มิลลิลิตร ปรับปริมาตรด้วยน้ำปราศจากไอออนจนถึงขีดวัดปริมาตร

23. การเตรียมสารละลายมาตรฐาน $C_2O_4^{2-}$ 1,000 มิลลิกรัมต่อลิตร

ชั่งไดแอมโมเนียมไฮโดรเจนออร์โทฟอสเฟตมา 0.2098 กรัม ละลายด้วยน้ำปราศจากไอออนจากนั้นถ่ายลงในขวดวัดปริมาตรขนาด 100 มิลลิลิตร ปรับปริมาตรด้วยน้ำปราศจากไอออนจนถึงขีดวัดปริมาตร

24. การเตรียมสารละลายมาตรฐาน Br^- 1,000 มิลลิกรัมต่อลิตร

ชั่งโพแทสเซียมโบรไมด์มา 0.1513 กรัม ละลายด้วยน้ำปราศจากไอออนจากนั้นถ่ายลงในขวดวัดปริมาตรขนาด 100 มิลลิลิตร ปรับปริมาตรด้วยน้ำปราศจากไอออนจนถึงขีดวัดปริมาตร

2.3.2 การศึกษาหาสภาวะที่เหมาะสมในการวิเคราะห์หาปริมาณซัลไฟด์ด้วยวิธีเคมิลูมิเนสเซนซ์โฟลอินเจคชัน

2.3.2.1 การศึกษาหาศักย์ไฟฟ้าที่จ่ายแก่หลอด PMT

ใช้สารละลายไดโซเดียมซัลไฟด์เข้มข้น 10 ไมโครกรัมต่อลิตรและสารละลายโพแทสเซียมเปอร์แมงกาเนตเข้มข้น 5×10^{-5} โมลาร์ ที่อยู่ในสภาพกรดในสารละลายโซเดียมเฮกซะเมตาฟอสเฟต (reagent stream solution) และสารละลาย 1%(m/v) ของโซเดียมเฮกซะเมตาฟอสเฟต (carrier stream solution) ในการศึกษาหาศักย์ไฟฟ้าที่ใช้ในช่วง 700-1100 โวลต์ ในการทดลองจะทำการปรับ ศักย์ไฟฟ้าไปที่ค่าเริ่มต้น 700 จากนั้นทำการฉีดสารละลายไดโซเดียมซัลไฟด์เข้มข้น 10 ไมโครกรัมต่อลิตร ลงไปโดยทำการฉีดซ้ำ 3 ครั้ง ทำเช่นเดิมโดยปรับค่าศักย์ไฟฟ้าเพิ่มขึ้นครั้งละ 50 โวลต์ นำค่าที่ได้ไปพล็อตกราฟมาตรฐานระหว่าง signal-to-noise ratio กับศักย์ไฟฟ้าเพื่อหาค่าศักย์ไฟฟ้าที่เหมาะสม

2.3.2.2 การศึกษาหาความเข้มข้นที่เหมาะสมของโพแทสเซียมเปอร์แมงกาเนตที่อยู่ในสภาพกรด ในสารละลายโซเดียมเฮกซะเมตาฟอสเฟต

ปรับศักย์ไฟฟ้าที่จ่ายแก่หลอด PMT ตามค่าที่ได้จากข้อ 2.3.2.1โดยศึกษาความเข้มข้นของสารละลายโพแทสเซียมเปอร์แมงกาเนตที่อยู่ในสภาพกรดในสารละลายโซเดียมเฮกซะเมตาฟอสเฟต ในช่วง 1×10^{-5}-1×10^{-3} M นำสารละลายโพแทสเซียมเปอร์แมงกาเนตที่อยู่ในสภาพกรดในสาร ละลายโซเดียมเฮกซะเมตาฟอสเฟตที่ความเข้มข้นต่างๆไปวัดความเข้มแสงเคมิลูมิเนส

เซนซ์ของสารละลายไดโซเดียมซัลไฟด์เข้มข้น 10 ไมโครกรัมต่อลิตร นำค่าที่ได้ไปพล็อตกราฟมาตรฐานระหว่าง signal-to-noise ratio กับ ความเข้มข้นของสารละลายโพแทสเซียมเปอร์แมงกาเนตที่อยู่ในสภาพกรดในสารละลายโซเดียมเฮกซะเมตาฟอสเฟต เพื่อหาความเข้มข้นที่เหมาะสมของสาร ละลายโพแทสเซียมเปอร์แมงกาเนตที่อยู่ในสภาพกรดในสารละลายโซเดียมเฮกซะเมตาฟอสเฟต

2.3.2.3 **การศึกษาหาความเข้มข้นที่เหมาะสมของกรดซัลฟิวริก**

ปรับสภาวะที่เหมาะสมตามข้อ 2.3.2.2 โดยศึกษาความเข้มข้นของกรดซัลฟิวริกในช่วง 0.01-0.08 M นำกรดที่ความเข้มข้นต่างๆไปใช้เตรียมสารละลาย1%(m/v) ของโซเดียมเฮกซะเมตาฟอสเฟต (carrier stream solution) แล้ววัดค่า pH จากนั้นนำสารละลาย1%(m/v)ของโซเดียมเฮกซะเมตาฟอสเฟตที่เติมกรดที่ความเข้มข้นต่างๆไปวัดความเข้มแสงเคมิลูมิเนสเซนซ์ของสารละลายไดโซเดียมซัลไฟด์เข้มข้น 10 ไมโครกรัมต่อลิตร นำค่าที่ได้ไปพล็อตกราฟมาตรฐานระหว่าง signal-to-noise ratio กับความเข้มข้นของกรดซัลฟิวริกเพื่อหาความเข้มข้นที่เหมาะสมของกรดซัลฟิวริก

2.3.2.4 **การศึกษาหาความเข้มข้นที่เหมาะสมของสารละลายโซเดียมเฮกซะเมตาฟอสเฟต**

ปรับสภาวะที่เหมาะสมตามข้อ 2.3.2.3 โดยศึกษาความเข้มข้นของสารละลายโซเดียมเฮกซะเมตาฟอสเฟตในช่วง 0.25-1.25%(m/v) นำสารละลายโซเดียมเฮกซะเมตาฟอสเฟตที่ความเข้มข้นต่างๆไปวัดความเข้มแสงเคมิลูมิเนสเซนซ์ของสารละลายไดโซเดียมซัลไฟด์เข้มข้น 10 ไมโครกรัมต่อลิตร นำค่าที่ได้ไปพล็อตกราฟมาตรฐานระหว่าง signal-to-noise ratio กับ ความเข้มข้นของสารละลายโซเดียมเฮกซะเมตาฟอสเฟตเพื่อหาความเข้มข้นที่เหมาะสมของสารละลายโซเดียมเฮกซะเมตาฟอสเฟต

2.3.2.5 **การศึกษาอัตราการไหลรวมที่เหมาะสม**

ปรับสภาวะที่เหมาะสมตามข้อ 2.3.2.4 โดยควบคุมให้อัตราการไหลของกระแสตัวพาและกระแสรีเอเจนต์มีค่าเท่ากัน ซึ่งจะศึกษาอัตราการไหลในช่วง 2.4-7.5 ml/min วัดความเข้มแสงเคมิลูมิเนสเซนซ์ของสารละลายไดโซเดียมซัลไฟด์เข้มข้น 10 ไมโครกรัมต่อลิตร นำค่าที่ได้ไปพล็อตกราฟมาตรฐานระหว่าง signal-to-noise ratio กับ อัตราการไหลรวม (total flow rate) เพื่อหาอัตราการไหลรวมที่เหมาะสม

2.3.2.6 **การศึกษาปริมาตรสารตัวอย่างที่เหมาะสมที่ฉีดลงไปในระบบ**

 สำนักหอสมุด มหาวิทยาลัยแม่โจ้

ปรับสภาวะที่เหมาะสมตามข้อ 2.3.2.5 โดยศึกษาปริมาตรสารตัวอย่างที่ฉีดลงไปในระบบในช่วง 50-600ไมโครลิตร วัดความเข้มแสงเคมิลูมิเนสเซนซ์ของสารละลายไดโซเดียมซัลไฟด์เข้มข้น 10 ไมโครกรัมต่อลิตร นำค่าที่ได้ไปพล็อตกราฟมาตรฐานระหว่าง signal-to-noise ratio กับปริมาตรสารตัวอย่างที่ฉีดลงไปในระบบเพื่อหาปริมาตรสารตัวอย่างที่เหมาะสม

2.3.2.7 การศึกษาหาอุณหภูมิที่เหมาะสมในการทดลอง

ปรับสภาวะที่เหมาะสมตามข้อ 2.3.2.6 โดยศึกษาอุณหภูมิในช่วง 10-50 องศาเซลเซียส วัดความเข้มแสงเคมิลูมิเนสเซนซ์ของสารละลายไดโซเดียมซัลไฟด์เข้มข้น 10 ไมโครกรัมต่อลิตร นำค่าที่ได้ไปพล็อตกราฟมาตรฐานระหว่าง signal-to-noise ratio กับอุณหภูมิเพื่อหาอุณหภูมิที่เหมาะสม

2.3.3 การศึกษาหาความเข้มข้นที่เป็นเส้นตรงของสารมาตรฐาน

2.3.3.1 ทำได้โดยการเตรียมสารละลายไดโซเดียมซัลไฟด์ที่ความเข้มข้น 0.5, 1, 5, 10, 15, 20, 25, 30, 40, 50, 60, 70 และ 80 ไมโครกรัมต่อลิตร มาฉีดเข้าเครื่อง Chemiluminescence Flow Injection (CL-FI) ที่มีสภาวะที่เหมาะสมจากการศึกษาได้จาก 2.3.2 แล้ววัดความเข้มแสงเคมิลูมิเนสเซนซ์เพื่อหาความสูงของพีคแต่ละความเข้มข้นเพื่อหาช่วงความเป็นเส้นตรงของการวิเคราะห์

2.3.3.2 การสร้างกราฟมาตรฐานของสารละลายไดโซเดียมซัลไฟด์ จะพิจารณาจากค่าความเข้มแสงเคมิลูมิเนสเซนซ์ในช่วงความเป็นเส้นตรงของการวิเคราะห์

2.3.4 การศึกษาหาความแม่นยำและความเที่ยงของเครื่องมือ

จากกราฟความเป็นเส้นตรงจะเลือกสารมาตรฐานความเข้มข้นตรงกลางของช่วงที่เป็นเส้นตรงคือ 20 ไมโครกรัมต่อลิตรทำการฉีดเข้าเครื่อง CL-FI ทั้งหมด 12 ครั้ง เพื่อหาความแม่นยำของเครื่องมือ

ส่วนการทดลองหาความเที่ยงของเครื่องมือ ทำการทดลองโดยใช้ความเข้มข้นที่ใช้ในการหาความแม่นยำของเครื่องมือมาเตรียมใหม่โดยเตรียม 12 ขวด ทำการฉีดขวดละ 1 ครั้ง เพื่อหาความเที่ยงของการวิเคราะห์

2.3.7.3 ทำการวิเคราะห์หาซัลไฟด์โดยวิธี CL-FI โดยทำการฉีดน้ำตัวอย่างเข้าสู่ระบบ CL-FI ซึ่งอาจต้องมีการเจือจางด้วยสารละลายตัวพาก่อน เพื่อให้มีความเข้มข้นอยู่ในช่วงความเป็นเส้นตรง ในกรณีที่น้ำตัวอย่างมีซัลไฟด์พีคสัญญาณก็จะเกิดขึ้น ซึ่งความสูงของพีคสัญญาณจะนำมาเปรียบเทียบกับกราฟมาตรฐานที่สร้างขึ้น

2.3.8 การหาร้อยละการกลับคืน

2.3.8.1 เตรียมตัวอย่างที่มีความเข้มข้นอยู่ในช่วงความเป็นเส้นตรง มาทำการวิเคราะห์หาค่าความเข้มแสงเคมิลูมิเนสเซนซ์ตัวอย่างละ 3 ครั้ง โดยปิเปตน้ำตัวอย่างในปริมาตรที่เท่ากันลงในขวดวัดปริมาตรแต่ละขวด จากนั้นปิเปตสารละลายมาตรฐานไดโซเดียมซัลไฟด์ที่ทราบความเข้มข้นที่แน่นอนลงในขวดวัดปริมาตรแต่ละขวดในปริมาตรที่แตกต่างกัน ปรับปริมาตรด้วย 1%(m/v)สารละลายโซเดียมเฮกซะเมตาฟอสเฟตแล้วนำไปวิเคราะห์ด้วยวิธี CL-FI เพื่อวัดค่าความเข้มแสงเคมิลูมิเนสเซนซ์

2.3.8.2 นำค่าความเข้มแสงเคมิลูมิเนสเซนซ์ที่ได้จากข้อ 2.3.8.1 ไปพล็อตกราฟ standard addition ค่าที่ได้จากกราฟ standard addition ให้เป็น X

2.3.8.3 นำค่าความเข้มแสงเคมิลูมิเนสเซนซ์ที่ได้จากข้อ 2.3.8.1 ไปเทียบกับกราฟมาตรฐานเพื่อหาความเข้มข้นที่คลาดเคลื่อน นำค่าความเข้มข้นที่คลาดเคลื่อนของแต่ละความเข้มข้นไปลบกับค่า X จากข้อ 2.3.8.2 จะได้ค่าความเข้มข้นกลับคืน

2.3.8.4 นำค่าความเข้มข้นกลับคืนมาหารด้วยความเข้มข้นแท้จริงแล้วคูณด้วย 100 จะได้ค่าร้อยละการกลับคืน