รายงานวิจัยฉบับสมบูรณ์

# โครงการการพัฒนาชุดน้ำยาและวิธีการอย่างง่ายสำหรับวิเคราะห์สังกะสีในน้ำยางข้น

**(Test Kit and Simple Method Development for Zinc Determination in Concentrated Latex)**

โดย ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.วิไลรัตน์ ชีวะเศรษฐธรรม

ธันวาคม 2556

**สัญญาเลขที่ RDG5050027**

รายงานวิจัยฉบับสมบูรณ์

# โครงการการพัฒนาชุดน้ำยาและวิธีการอย่างง่ายสำหรับวิเคราะห์สังกะสีในน้ำยางข้น

**(Test Kit and Simple Method Development for Zinc Determination in Concentrated Latex)**

โดย ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.วิไลรัตน์ ชีวะเศรษฐธรรม

**สนับสนุนโดยสำนักงานกองทุนสนับสนุนการวิจัย (สกว.)**

**(ความเห็นในรายงานนี้เป็นของผู้วิจัย สกว. ไม่จำเป็นต้องเห็นด้วยเสมอไป)**

# บทสรุปย่อสำหรับผู้บริหาร

(Executive summary)

ในกระบวนการการผลิตน้ำยางข้นจากน้ำยางสดโดยเทคนิคการปั่นเหวี่ยงหรือเซนตริฟิวจ์มักมีการเติมสารประกอบสังกะสีในรูปสังกะสีออกไซด์ร่วมกับสารเตตระเมธิลไทยูแรมไดซัลไฟด์ไปด้วยในระดับที่ต่ำกว่า 0.5% สารสังกะสีออกไซด์จัดเป็นสารที่มีฤทธิ์ต้านจุลชีพแบบอ่อน จึงถูกนำมาใช้ช่วยในการต้านการเจริญเติบโตของแบคทีเรียในน้ำยาง เพื่อให้ค่ากรดไขมันที่ระเหยได้ซึ่งเกิดจากเมทาบอลิซึมของแบคทีเรียและมีการกำหนดในมาตรฐานการซื้อขายน้ำยางมีค่าไม่เกินกว่าที่กำหนด

อย่างไรก็ตามหากมีการเติมสารประกอบสังกะสีออกไซด์ในระหว่างกระบวนการการผลิตน้ำยางข้นสูงเกินไปก็จะส่งผลเสียต่อไปยังกระบวนการควบคุมการผลิตผลิตภัณฑ์ต่าง ๆ จากน้ำยางข้น ซึ่งจะเติมสารประกอบสังกะสีลงไปอีกครั้ง ทั้งนี้เนื่องจากสารประกอบสังกะสีออกไซด์มีสมบัติเป็นสารตัวกระตุ้นตัวเร่ง (Activators) ในขั้นตอนการทำให้เนื้อยางคงรูป จากการสืบค้นเอกสารที่เกี่ยวข้องในปัจจุบัน และจากการพบปะตัวแทนโรงงานในวงการอุตสาหกรรมน้ำยางข้นและผลิตภัณฑ์กว่า 50 โรงงาน (วิไลรัตน์, 2549a) ได้รับทราบว่ายังไม่มีวิธีการที่รวดเร็วและต้นทุนต่ำในการวิเคราะห์สังกะสี ทำให้โรงงานผลิตภัณฑ์ไม่ได้มีการตรวจเช็คปริมาณสังกะสีก่อนการเติมเพิ่มเข้าไปอีก ทำให้การควบคุมการทำให้เนื้อยางคงรูปไม่เป็นไปตามที่ต้องการ ซึ่งอาจส่งผลให้เกิดการสูญเสียผลิตภัณฑ์บางส่วนอันเนื่องมาจากการสุกเร็วเกินไปของเนื้อยาง

จากการสืบค้นข้อมูลเอกสารการวิเคราะห์สังกะสีพบมีจำนวนสูงมากแต่ยังตรวจไม่พบเอกสารที่ทำการวิเคราะห์สังกะสีในน้ำยางโดยตรงทั้งในฐานข้อมูลทางวิทยาศาสตร์เช่น www.sciencedirect.com และการค้นวิธีการที่มีการจดสิทธิบัตรทั้งในและต่างประเทศ งานวิจัยนี้จึงวัตถุประสงค์ที่จะพัฒนาชุดน้ำยาและวิธีการตรวจหาปริมาณสังกะสีในตัวอย่างน้ำยางธรรมชาติข้น

อย่างไรก็ตามในการพัฒนาวิธีการเพื่อให้ได้ชุดน้ำยาทดสอบที่มีความน่าเชื่อถือในการตรวจหาสังกะสีนั้น จำเป็นอย่างยิ่งที่จะต้องศึกษาประสิทธิภาพของชุดน้ำยาในด้านต่าง ๆ ตัวอย่างเช่น ประสิทธิภาพในการสกัดสังกะสีในตัวอย่าง ความแม่น ความเที่ยง ความเสถียรของชุดน้ำยา รวมทั้งความเป็นไปได้ในการเพิ่มชนิดของสารเคมีในชุดน้ำยาเพื่อให้สามารถใช้ชุดน้ำยากับสารประกอบสังกะสีในรูปของสารประกอบต่าง ๆ นอกเหนือจากสังกะสีออกไซด์ ตัวอย่างเช่น Zinc diethyldithiocarbamate (ZDEC) และ Zinc-2-mercaptobenzothiazole (ZMBT)

1. วิธีการศึกษา

   การพัฒนาชุดน้ำยาวิเคราะห์หาปริมาณสังกะสีในน้ำยางข้นครั้งนี้ ทำการศึกษาต่อเนื่องจากการศึกษาเบื้องต้นของ วิไลรัตน์ (2549b) โดยมีหลักการศึกษาสำคัญ ๆ อยู่สี่ขั้นตอนด้วยกันคือ

   1) การละลายสารประกอบสังกะสีที่อยู่ในรูปสารประกอบต่าง ๆ ให้สังกะสีอยู่ในรูปของสารละลาย หรือ สังกะสีไอออน ($Zn^{2+}$)

โดยอาจแบ่งสารประกอบสังกะสีออกเป็น 2 กลุ่มตามความมีขั้วของสารประกอบนั้น ๆ คือ กลุ่มที่มีขั้ว ตัวอย่างเช่น ZnO และ ZMBT (Zinc 2-Mercaptobenzothiazole) กลุ่มที่ไม่มีขั้วหรือมีขั้วต่ำ ตัวอย่าง เช่น ZDEC (Zinc diethyldithiocarbamate) และ ZDMC (Zinc dimethyldithiocarbamate)

2) การเตรียมสังกะสีไอออนที่ได้ให้อยู่ในรูปของสารสังกะสีเชิงซ้อน

3) การสกัดสารสังกะสีเชิงซ้อนที่เกิดขึ้นออกจากสารละลายตัวอย่าง

4) วิธีการเจือจางตัวอย่างน้ำยางที่ไม่ยุ่งยากและมีจำนวนขั้นตอนที่น้อยที่สุด ที่ทำให้สามารถวิเคราะห์หาปริมาณสังกะสีได้ด้วยวิธีการดังกล่าวข้างต้น

โดยการศึกษานี้มีเป้าหมายที่จะพัฒนาให้ได้วิธีที่สามารถตรวจปริมาณธาตุสังกะสีที่มีอยู่ทั้งหมด ทั้งที่ละลายมาจากสารประกอบที่มีขั้วและไม่มีขั้วหรือมีขั้วต่ำ และต้องมีการเตรียมตัวอย่างที่ง่าย รวมทั้งผลที่ได้ต้องมีความแม่น (Accuracy) และความเที่ยง (Precision) ที่ยอมรับได้ตามหลักการด้านเคมีวิเคราะห์

2. ผลการศึกษา

พบวิธีการวิเคราะห์ปริมาณสังกะสีที่พัฒนาขึ้น สามารถใช้งานได้กับสารประกอบสังกะสีทั้งประเภทมีขั้วและไม่มีขั้วได้ในคราวเดียวกัน นอกจากนี้นอกเหนือจากแผนการศึกษาที่ตั้งไว้ วิธีการวิเคราะห์นี้ยังมีศักยภาพที่จะใช้ได้กับสารแขวนลอยสังกะสีได้อีกด้วย โดยสามารถสรุปผลการศึกษาดังนี้

2.1 การศึกษาองค์ประกอบชุดน้ำยาและวิธีการวิเคราะห์หาสังกะสีในน้ำยางข้น

องค์ประกอบหลักที่สำคัญที่สุดของการวิเคราะห์สารประกอบสังกะสีคือตัวทำละลาย ในการศึกษานี้พบสารประกอบสังกะสีกลุ่มที่มีขั้วสามารถละลายได้ในตัวทำละลายที่มีขั้วตัวอย่างเช่นด่างและเกลือ จึงเลือกใช้ตัวทำละลายด่างในการละลายสังกะสีออกไซด์ ในขณะที่ตัวทำละลายอินทรีย์ทั้งหมดที่เลือกศึกษาคือ ไดคลอโรมีเทน เบนซีน และ Z-5 สามารถละลายสารประกอบสังกะสีกลุ่มที่ไม่มีขั้ว หรือมีขั้วต่ำ ได้แก่ ZDEC และ ZDMC ที่ระดับความเข้มข้นต่ำได้ ที่เพียงพอสำหรับการเตรียมสารละลายมาตรฐาน

2.2 องค์ประกอบของสารละลายที่ก่อให้เกิดปฏิกิริยาเชิงซ้อน

พบลำดับของตัวทำละลายสารก่อปฏิกิริยาเชิงซ้อนและตัวสกัดสารสังกะสีเชิงซ้อนที่เหมาะสมคือ Z-5, ไดคลอโรมีเทน และเบนซีน ตามลำดับ และ Z-5 และไดคลอโรมีเทน สามารถใช้ทดแทนคลอโรฟอร์มซึ่งเป็นตัวทำละลายที่ดีที่สุดในรายงานของ วิไลรัตน์ (2549) และสามารถสกัดสารสังกะสีเชิงซ้อนออกจากตัวอย่างน้ำยางเจือจางได้ดีและใช้เวลาในการแยกชั้นน้อยกว่า 10 นาที

2.3 กราฟมาตรฐานของการวิเคราะห์

เมื่อเลือกใช้ตัวทำละลายที่เหมาะสมที่สุดคือ Z-5 และทำการศึกษากราฟมาตรฐานของสารประกอบสังกะสีที่เตรียมได้จากสารประกอบสังกะสีที่ไม่มีขั้ว ZDEC พบผลการศึกษาเป็นที่น่าพอใจเป็นอย่างยิ่งกล่าวคือ พบความสัมพันธ์เชิงเส้นตรงของสังกะสีในช่วงความเข้มข้น 0 – 1.25 ppm โดยมี

สมการความสัมพันธ์ $y = 1.1157x + 0.0465$ มีค่า $R^2$ สูงกว่า 0.95 และ กราฟมาตรฐานของสารประกอบสังกะสีที่เตรียมได้จากสารประกอบสังกะสีที่มีขั้ว ZnO 1.1179 – 0.0703 มีค่า $R^2$ สูง 0.99

2.4 ศึกษาประสิทธิภาพของวิธีการในการหาปริมาณสังกะสีในตัวอย่างน้ำยางข้น

จากการศึกษาอัตราส่วนการเจือจางตัวอย่างน้ำยางที่เหมาะสมพบการเจือจางตัวอย่างน้ำยางสดและข้นพบที่ 0.002 – 0.0002% สามารถให้สีของสารเชิงซ้อนในช่วงความเข้มข้นเดียวกับกราฟมาตรฐาน

สำหรับความแม่นและความเที่ยงของการทำปฏิกิริยาเชิงซ้อนและการสกัดสารประกอบสังกะสีเชิงซ้อนจากตัวอย่างน้ำยางข้น พบความแม่นและความเที่ยงอยู่ในระดับที่น่าพอใจเป็นอย่างยิ่งสำหรับวิธีที่รวดเร็วที่พัฒนาขึ้น กล่าวคือความแม่นของวิธีการวิเคราะห์โดยร้อยละของการกู้คืนของการวิเคราะห์ ZnO และ ZMBT โดยวิธีที่พัฒนาขึ้นอยู่ในระดับที่ยอมรับได้ในทางการวิเคราะห์ กล่าวคืออยู่ในช่วง 90-110% สำหรับ ZDEC และ ZDMC พบมีค่าร้อยละของการกู้คืนสูงกว่า 110% ส่วนความเที่ยงของการวิเคราะห์โดยค่าสัมประสิทธิ์ของความแปรปรวนของการวิคราะห์สารประกอบทั้งสี่ชนิดในน้ำยางมีค่าสัมประสิทธิ์ของความแปรปรวนต่ำกว่า 5%

2.5 ผลการเปรียบเทียบการวิเคราะห์สังกะสีในตัวอย่างน้ำยางด้วยเทคนิคที่พัฒนาขึ้นกับเทคนิค ICP-OES

ผลจากการเปรียบเทียบการวิเคราะห์ปริมาณสังกะสีโดยเทคนิคที่พัฒนาขึ้นกับเทคนิค ICP-OES (Inductively coupled plasma – Optical emission spectroscopy) เพื่อตรวจสอบเปรียบเทียบปริมาณโลหะสังกะสีที่ตรวจสอบได้จากทั้งสองวิธีไม่มีความแตกต่างกันอย่างมีนัยสำคัญทางสถิติ หากเปรียบเทียบปัจจัยอื่น ๆ ได้แก่ ความต้องการด้านทักษะความชำนาญ ความยากง่ายของวิธีการ เวลา และต้นทุนการวิเคราะห์ต่อหนึ่งตัวอย่าง อาจกล่าวได้ว่าเทคนิคที่พัฒนาขึ้น มีประสิทธิภาพเพียงพอต่อการใช้งานในระดับห้องปฏิบัติการที่ต้องการความรวดเร็ว และงบประมาณต้นทุนที่เป็นที่ยอมรับได้ของห้องปฏิบัติการของภาคอุตสาหกรรม

ในเดือนธันวาคม ปี พ.ศ. 2551 ผู้วิจัยได้ยื่นขอจดสูตรลับทางการค้า ณ สำนักงานพาณิชย์จังหวัดปัตตานี ปัจจุบันได้โอนสิทธิ์สูตรลับทางการค้าดังกล่าวเป็นของมหาวิทยาลัยสงขลานครินทร์ร่วมกับสำนักงานกองทุนสนับสนุนการวิจัย และในปีเดียวกัน บริษัท ซี ไซเอนซ์ แอนด์ คอนซัลแทนต์ จำกัด ที่ตั้งเลขที่ 306 หมู่ 4 ต.สมหวัง อ.กงหรา จ.พัทลุง 93000 ได้ดำเนินการซื้อสิทธิ์เทคโนโลยีที่พัฒนาขึ้นไปดำเนินการออกแบบเป็นผลิตภัณฑ์และจำหน่ายเป็นที่เรียบร้อยแล้ว ภายใต้ชื่อ ZnO Easy Kit

# บทคัดย่อ

สังกะสีออกไซด์ (Zinc oxide, ZnO) ซึ่งมีฤทธิ์อย่างอ่อนในการต้านจุลชีพได้ถูกใช้ร่วมกับสารเตตระเมธิลไทยูแรมไดซัลไฟด์ในการยับยั้งการเจริญเติบโตของจุลินทรีย์ในน้ำยางพาราข้น เพื่อควบคุมไม่ให้ค่ากรดไขมันที่ระเหยได้ซึ่งเกิดจากเมทาบอลิซึมของจุลินทรีย์และมีการกำหนดในมาตรฐานการซื้อขายน้ำยางมีค่าเกินกว่าที่กำหนด อย่างไรก็ตามหากมีการเติมสารชนิดนี้สูงเกินไปอาจส่งผลเสียต่อผู้ผลิตผลิตภัณฑ์จากน้ำยางพาราโดยเฉพาะผลิตภัณฑ์แบบจุ่ม ทั้งนี้เนื่องจากจะมีการเติมสังกะสีออกไซด์ลงไปอีกครั้งหนึ่งเพื่อทำหน้าที่เป็นตัวเร่งการวัลคาไนซ์ ดังนั้นหากไม่มีวิธีตรวจวัดอย่างง่ายที่สามารถใช้ได้ในโรงงาน ก็อาจทำให้เติมสารสังกะสีออกไซด์ในปริมาณที่สูงเกินไป ทั้งนี้เนื่องจากไม่ทราบว่ามีอยู่เดิมที่ปริมาณเท่าไร การศึกษานี้จึงได้ทำการพัฒนาวิธีอย่างง่ายและรวดเร็วเพื่อใช้ในการวิเคราะห์ธาตุสังกะสีในตัวอย่างน้ำยางพาราข้น

ผลการศึกษาพบวิธีการเตรียมธาตุสังกะสีให้อยู่ในรูปสารประกอบเชิงซ้อนและตรวจวัดปริมาณโดยเทียบสีกับชุดสารละลายมาตรฐานสังกะสีด้วยสายตา หรือ วัดปริมาณสีที่เกิดขึ้นด้วยด้วยเทคนิคสเปกโทรเมตรีเป็นวิธีที่มีความน่าเชื่อถือสูงในการวิเคราะห์ปริมาณธาตุสังกะสีในตัวอย่างน้ำยาง โดยสามารถใช้วิเคราะห์ธาตุสังกะสีที่มาจากสารประกอบสังกะสีที่มีขั้วและไม่มีขั้ว ช่วงความเข้มข้นที่ให้ความสัมพันธ์เชิงเส้นตรงของสารประกอบสังกะสี พบอยู่ในช่วงความเข้มข้น 0 – 1.25 ppm โดยกราฟมาตรฐานที่เตรียมได้จากสารประกอบสังกะสีที่ไม่มีขั้วคือ ซิงค์ไดเอธิลไดไทโอคาร์บาเมต (Zinc diethyl dithio carbamate, ZDEC) มีสมการความสัมพันธ์เป็น $y = 1.1157x + 0.0465$ ค่า $R = 0.974$ ในขณะที่กราฟมาตรฐานของสารประกอบสังกะสีที่เตรียมได้จากสารประกอบสังกะสีที่มีขั้วสังกะสีออกไซด์มีสมการความสัมพันธ์ $y = 1.1179 – 0.0703$ ค่า $R = 0.995$

สำหรับความแม่นและความเที่ยงของการทำปฏิกิริยาเชิงซ้อนและการสกัดสารประกอบสังกะสีเชิงซ้อนจากตัวอย่างน้ำยางข้น พบอยู่ในระดับที่น่าพอใจเป็นอย่างยิ่ง โดยมีค่าความแม่นของวิธีการวิเคราะห์โดยร้อยละของการกู้คืนของการวิเคราะห์ ZnO และ ZMBT (2-Mercaptobenzothiazole) อยู่ในระดับที่ยอมรับได้ในช่วง 90-110% สำหรับการวิเคราะห์ ZDEC และ ZDMC (Zinc dimethyl dithio carbamate) พบมีค่าร้อยละของการกู้คืนสูงกว่า 110% ส่วนความเที่ยงของการวิเคราะห์อยู่ในระดับดีมากโดยมีค่าสัมประสิทธิ์ของความแปรปรวนของการวิเคราะห์สารประกอบทั้งสี่ชนิดในน้ำยางมีค่าสัมประสิทธิ์ของความแปรปรวนต่ำกว่า 5%

นอกจากนี้ผลการเปรียบเทียบการวิเคราะห์ปริมาณสังกะสีโดยเทคนิคที่พัฒนาขึ้นกับเทคนิค ICP-OES (Inductively coupled plasma – Optical emission spectroscopy) เพื่อตรวจสอบปริมาณโลหะสังกะสีที่ตรวจสอบได้จากทั้งสองวิธีพบไม่มีความแตกต่างกันอย่างมีนัยสำคัญทางสถิติ หากเปรียบเทียบปัจจัยอื่น ๆ ได้แก่ ทักษะความชำนาญ ความยากง่ายของวิธีการ เวลา และต้นทุนการวิเคราะห์ต่อหนึ่งตัวอย่าง อาจกล่าวได้ว่าเทคนิคที่พัฒนาขึ้น มีประสิทธิภาพเพียงพอต่อการใช้งานในระดับห้องปฏิบัติการที่ต้องการความรวดเร็ว และงบประมาณต้นทุนที่เป็นที่ยอมรับได้ของห้องปฏิบัติการของภาคอุตสาหกรรม

## Abstract

Zinc oxide (ZnO) which possesses mild antimicrobial property has been used together with tetramethyl thiuram disulfide for microbial growth inhibition in concentrated natural rubber, *Hevea brasiliensis*, latex, in order to control volatile fatty acid which is limited in latex trading. However, if ZnO has been added into latex at too high concentration, it will cause negative effect on rubber latex product producer especially dipped latex product since ZnO will be added again as vulcanization accelerator. Therefore, if there is no simple method for application in factory, ZnO might have been added at excessively level according to initial ZnO concentration is unknown. This study, therefore, has developed a simple and rapid method for zinc determination in concentrated natural rubber (NR) latex.

The high reliable method for zinc determination in latex has been established, which zinc element has been first prepared as complex compound and detected the quantity by eye visualization in comparison with zinc standard solution or color measurement by means of spectrometry. This method can determine both polar and non-polar zinc compounds. The linearity range concentration of zinc compound determination was found in the range of 0 – 12.5 ppm. The linearity correlation between absorbance and zinc standard solutions which prepared from ZDEC (Zinc diethyl dithio carbamate) and ZnO represented by equation: $y = 1.1157x + 0.0465$ ($R = 0.974$) and $y = 1.1179x – 0.0703$ ($R = 0.995$).

The accuracy and precision of complex formation reaction has been found at the very satisfied level. The accuracy of this developed method in term of recovery study was found acceptable in the range of 90-110% for ZnO and ZMBT (2-Mercaptobenzothiazole), while the recovery of ZDEC and ZDMC (Zinc dimethyl dithio carbamate) determination was found higher than 110%. The precision of the developed method was found at very good level with the coefficient of variation of all four types of zinc compounds less than 5%.

In addition, there was no significant difference between zinc determination method of latex samples by means of the developed method and the ICP-OES (Inductively coupled plasma – Optical emission spectroscopy) method. When take other factors *i.e.* user skill, method complexity, time or cost consuming per sample into consideration, it can be concluded that the efficiency of the developed method is fulfilled the need of laboratory in the industrial sector which require short time in analysis and low investment.

สารบาญ


| | | หน้า |
|---|---|---|
| | บทสรุปสำหรับผู้บริหาร | i-iii |
| 1 | บทนำ | 1 |
| 1.1 | ที่มาและความสำคัญของการวิจัย | 1 |
| 1.2 | วัตถุประสงค์ | 2 |
| 2 | วิธีการศึกษา | 3 |
| 2.1 | การศึกษาองค์ประกอบชุดน้ำยาและวิธีวิเคราะห์สังกะสีในน้ำยางข้น | 3 |
| 2.1.1 | ตัวทำละลายที่เหมาะสมต่อสารประกอบสังกะสีกลุ่มมีขั้วและไม่มีขั้ว | 3 |
| 2.1.2 | องค์ประกอบของสารละลายที่ก่อให้เกิดปฏิกิริยาเชิงซ้อน | 7 |
| 2.1.3 | กราฟมาตรฐานของการวิเคราะห์ | 8 |
| 2.1.4 | การศึกษาประสิทธิภาพของวิธีที่พัฒนาขึ้นในการหาปริมาณสังกะสีในน้ำยางข้น | 9 |
| 2.2 | การเปรียบเทียบการวิเคราะห์สังกะสีในน้ำยางด้วยเทคนิคที่พัฒนาขึ้นกับเทคนิค ICP-OES | 10 |
| 2.3 | การออกแบบชุดน้ำยาสำหรับวิเคราะห์สังกะสีในตัวอย่างน้ำยาง | 11 |
| 3 | ผลการศึกษา | 12 |
| 3.1 | ผลการศึกษาองค์ประกอบชุดน้ำยาและวิธีการวิเคราะห์สังกะสีในน้ำยางข้น | 12 |
| 3.1.1 | ตัวทำละลายที่เหมาะสมต่อสารประกอบสังกะสีกลุ่มมีขั้วและไม่มีขั้ว | 12 |
| 3.1.2 | ผลการศึกษาองค์ประกอบของสารละลายที่ก่อให้เกิดปฏิกิริยาเชิงซ้อน | 13 |
| 3.1.3 | ผลการศึกษากราฟมาตรฐานของการวิเคราะห์ | 15 |
| 3.1.4 | ผลการศึกษาประสิทธิภาพของวิธีที่พัฒนาขึ้นในการหาปริมาณสังกะสีในน้ำยางข้น | 19 |
| 3.2 | ผลการเปรียบเทียบการวิเคราะห์สังกะสีในน้ำยางด้วยเทคนิคที่พัฒนาขึ้นกับเทคนิค ICP-OES | 21 |
| 3.3 | ผลการออกแบบชุดน้ำยาสำหรับวิเคราะห์สังกะสีในตัวอย่างน้ำยาง | 23 |
| 4 | สรุปและวิจารณ์ผลการศึกษา | 24 |
| | เอกสารอ้างอิง | 26 |

# 1. บทนำ

## 1.1 ที่มาและความสำคัญของการวิจัย

ในกระบวนการการผลิตน้ำยางข้นจากน้ำยางสดโดยเทคนิคการปั่นเหวี่ยงหรือเซนตริฟิวจ์มักมีการเติมสารประกอบสังกะสีในรูปสังกะสีออกไซด์ร่วมกับสารเตตระเมธิลไทยูแรมไดซัลไฟด์ไปด้วยในระดับที่ต่ำกว่า 0.5% โดยส่วนใหญ่นิยมเติมที่ประมาณ 0.02% ฐานข้อมูลหนึ่งทางวิทยาศาสตร์คือ Wikipedia.org. (2007) ระบุไว้ว่าในทางวิทยาศาสตร์เป็นที่ทราบกันว่าสารสังกะสีออกไซด์หรือซิงค์ออกไซด์ (Zinc oxide, ZnO) จัดเป็นสารที่มีฤทธิ์ต้านจุลชีพแบบอ่อน (a mild antimicrobial agent) จึงถูกนำมาใช้ช่วยในการต้านการเจริญเติบโตของแบคทีเรียในน้ำยาง ส่งผลต่อไปให้ค่ากรดไขมันที่ระเหยได้ (Volatile fatty acids, VFA) ซึ่งเกิดจากเมทาบอลิซึมของแบคทีเรียมีค่าไม่เกินกว่าที่กำหนดตาม ISO 2004-1997 ที่ 0.20% หรือตามข้อตกลงระหว่างโรงงานที่จะนำน้ำยางข้นไปเตรียมเป็นผลิตภัณฑ์กับผู้ขายซึ่งมักจะไม่เกิน 0.15% (วราภรณ์, 2549)

อย่างไรก็ตามหากมีการเติมสารประกอบสังกะสีออกไซด์ในระหว่างกระบวนการการผลิตน้ำยางข้นสูงเกินไปก็จะส่งผลเสียต่อไปยังกระบวนการควบคุมการผลิตผลิตภัณฑ์ต่าง ๆ จากน้ำยางข้น ซึ่งจะเติมสารประกอบสังกะสีลงไปอีกครั้ง ทั้งนี้เนื่องจากสารประกอบสังกะสีออกไซด์มีสมบัติเป็นสารตัวกระตุ้นตัวเร่ง (Activators) ในขั้นตอนการทำให้เนื้อยางคงรูปอีกด้วย (วราภรณ์, 2549) จากการสืบค้นเอกสารที่เกี่ยวข้องในปัจจุบัน และจากการพบปะตัวแทนโรงงานในวงการอุตสาหกรรมน้ำยางข้นและผลิตภัณฑ์กว่า 50 โรงงาน (วิไลรัตน์, 2549a) ได้รับทราบว่ายังไม่มีวิธีการที่รวดเร็วและต้นทุนต่ำในการวิเคราะห์สังกะสี ทำให้โรงงานผลิตภัณฑ์ไม่ได้มีการตรวจเช็คปริมาณสังกะสีก่อนการเติมเพิ่มเข้าไปอีก ทำให้การควบคุมการทำให้เนื้อยางคงรูปไม่เป็นไปตามที่ต้องการ อาจส่งผลให้เกิดการสูญเสียผลิตภัณฑ์บางส่วนอันเนื่องมาจากการสุกเร็วเกินไปของเนื้อยาง

จากการสืบค้นข้อมูลเอกสารการวิเคราะห์สังกะสีพบมีจำนวนสูงมากแต่ยังตรวจไม่พบเอกสารที่ทำการวิเคราะห์สังกะสีในน้ำยางโดยตรงทั้งในฐานข้อมูลทางวิทยาศาสตร์เช่น sciencedirect.com และการค้นวิธีการที่มีการจดสิทธิบัตรทั้งในและต่างประเทศ งานวิจัยนี้จึงได้พยายามรวบรวมเอกสารที่พอจะเกี่ยวข้องของการวิเคราะห์สังกะสีในผลิตภัณฑ์ต่าง ๆ ทั้งนี้โดยมีเป้าหมายที่จะทำการละลายสารประกอบสังกะสีเตรียมให้อยู่ในรูปของสารประกอบเชิงซ้อนที่มีสี สกัดสารเชิงซ้อนของสังกะสี และตรวจหาความเข้มข้นโดยเทียบกับชุดของสารมาตรฐานด้วยสายตา หรือเครื่องสเปกโทรมิเตอร์ ตัวอย่างเอกสารที่เกี่ยวข้องของการวิเคราะห์สังกะสีในตัวอย่างชนิดต่าง ๆ ได้แก่ การวิเคราะห์หาสังกะสีในยาโดยใช้ตัวทำละลายชนิดต่าง ๆ ร่วมกับการใช้สารไดไทโซนทำให้เกิดสารประกอบเชิงซ้อนที่มีสี (De Aquino *et al*., 2002) การใช้เทคนิคโครมาโทกราฟีสมรรถนะสูงในวิเคราะห์สังกะสีในยากันรังแคโดยการใช้สารประกอบทองแดงทำให้เกิดสารประกอบเชิงซ้อนที่มีสี (Nakajima *et al*., 1990) การใช้สาร xylenol orange ในการเตรียมธาตุสังกะสีในปุ๋ยให้อยู่ในรูปของสารประกอบเชิงซ้อน ร่วมกับการวิเคราะห์ด้วยเทคนิคสเปกโทรโฟโตเมตรี (Amin and Issa, 2003) การใช้สาร formazans และ cetylpyridinium chloride ในการเตรียมธาตุสังกะสีในตัวอย่าง

ชีวภาพและยาให้อยู่ในรูปของสารประกอบเชิงซ้อน ร่วมกับการวิเคราะห์ด้วยเทคนิคสเปกโทรโฟโตเมตรี (Van Staden and Tlowana, 2002 )

วิไลรัตน์ (2549b) ได้ดำเนินการศึกษาและพัฒนาวิธีการอย่างง่ายเบื้องต้นในการตรวจหาปริมาณสังกะสีในตัวอย่างน้ำยางธรรมชาติข้น และพบว่าได้วิธีที่มีแนวโน้มที่จะพัฒนาต่อไปเป็นชุดน้ำยาทดสอบหาปริมาณสังกะสีในน้ำยางข้นได้ทั้งนี้เนื่องจากในเบื้องต้นพบว่าสามารถบอกถึงความแตกต่างระหว่างระดับสังกะสีจากสังกะสีออกไซด์ที่มีอยู่ในน้ำยาง LATZ และระดับในน้ำยาง HA วิธีการที่พัฒนาได้ในเบื้องต้นนี้ใช้หลักการการเตรียมสังกะสีให้อยู่ในรูปของสารประกอบเชิงซ้อนที่มีสีและสกัดสารเชิงซ้อนให้อยู่ในชั้นของสารละลาย จากนั้นหาปริมาณของสังกะสีโดยการเทียบสีหรือการดูดกลืนแสงเปรียบเทียบกับชุดสารละลายมาตรฐานของสังกะสี

อย่างไรก็ตามในการพัฒนาวิธีการเพื่อให้ได้ชุดน้ำยาทดสอบที่มีความน่าเชื่อถือในการตรวจหาสังกะสีนั้น จำเป็นอย่างยิ่งที่จะต้องศึกษาประสิทธิภาพของชุดน้ำยาในด้านต่าง ๆ ตัวอย่างเช่น ประสิทธิภาพในการสกัดสังกะสีในตัวอย่าง ความแม่น ความเที่ยง ความเสถียรของชุดน้ำยา รวมทั้งความเป็นไปได้ในการเพิ่มชนิดของสารเคมีในชุดน้ำยาเพื่อให้สามารถใช้ชุดน้ำยากับสารประกอบสังกะสีในรูปของสารประกอบต่าง ๆ นอกเหนือจากสังกะสีออกไซด์ ตัวอย่างเช่น Zinc diethyldithiocarbamate (ZDEC) และ Zinc-2-mercaptobenzothiazole (ZMBT)

นอกจากนี้การตรวจสอบและประเมินความพึงพอใจของผู้ใช้ในสถานประกอบการอุตสาหกรรมเกี่ยวกับน้ำยางข้นต่อประสิทธิภาพของชุดน้ำยา ก็เป็นสิ่งสำคัญอย่างยิ่งต่อการพัฒนาชุดน้ำยาเพื่อให้ได้ประสิทธิภาพและความน่าเชื่อถือสูงสุด

1.2 วัตถุประสงค์

เพื่อพัฒนาชุดน้ำยาและวิธีการตรวจหาปริมาณสังกะสีในตัวอย่างน้ำยางธรรมชาติข้น

## 2. วิธีการศึกษา

การพัฒนาชุดน้ำยาวิเคราะห์หาปริมาณสังกะสีในน้ำยางข้นครั้งนี้ ทำการศึกษาต่อเนื่องจากการศึกษาเบื้องต้นของ วิไลรัตน์ (2549b) โดยมีหลักการศึกษาสำคัญ ๆ อยู่สี่ขั้นตอนด้วยกันคือ

1) การละลายสารประกอบสังกะสีที่อยู่ในรูปสารประกอบต่าง ๆ ให้สังกะสีอยู่ในรูปของสารละลาย หรือ สังกะสีไอออน ($Zn^{2+}$)

   โดยอาจแบ่งสารประกอบสังกะสีออกเป็น 2 กลุ่มตามความมีขั้วของสารประกอบนั้น ๆ คือ กลุ่มที่มีขั้ว ตัวอย่างเช่น ZnO และ ZMBT (Zinc 2-Mercaptobenzothiazole) กลุ่มที่ไม่มีขั้วหรือมีขั้วต่ำ ตัวอย่าง เช่น ZDEC (Zinc diethyldithiocarbamate) และ ZDMC (Zinc dimethyldithiocarbamate)

2) การเตรียมสังกะสีไอออนที่ได้ให้อยู่ในรูปของสารสังกะสีเชิงซ้อน

3) การสกัดสารสังกะสีเชิงซ้อนที่เกิดขึ้นออกจากสารละลายตัวอย่าง

4) วิธีการเจือจางตัวอย่างน้ำยางที่ไม่ยุ่งยากและมีจำนวนขั้นตอนที่น้อยที่สุด ที่ทำให้สามารถวิเคราะห์หาปริมาณสังกะสีได้ด้วยวิธีการดังกล่าวข้างต้น

โดยการศึกษานี้มีเป้าหมายที่จะพัฒนาให้ได้วิธีที่สามารถตรวจปริมาณธาตุสังกะสีที่มีอยู่ทั้งหมด ทั้งที่ละลายมาจากสารประกอบที่มีขั้วและไม่มีขั้วหรือมีขั้วต่ำ และต้องมีการเตรียมตัวอย่างที่ง่าย รวมทั้งผลที่ได้ต้องมีความแม่น (Accuracy) และความเที่ยง (Precision) ที่ยอมรับได้ตามหลักการด้านเคมีวิเคราะห์

### 2.1 การศึกษาองค์ประกอบชุดน้ำยาและวิธีวิเคราะห์สังกะสีในน้ำยางข้น

#### 2.1.1 ตัวทำละลายที่เหมาะสมต่อสารประกอบสังกะสีกลุ่มมีขั้วและไม่มีขั้ว

1) ศึกษาชนิดตัวทำละลายสารประกอบสังกะสีกลุ่มมีขั้วและไม่มีขั้ว

ทำการสืบค้นข้อมูลสมบัติของสารประกอบสังกะสีทั้งในรูปที่มีขั้วและไม่มีขั้ว เพื่อเลือกตัวทำละลายที่ดีที่สุดในแต่ละกลุ่มเป็นตัวทำละลายในชุดน้ำยาต่อไป

ตารางที่ 2.1.1 ข้อมูลทั่วไปของสารประกอบสังกะสีในรูป ZnO, ZMBT, ZDEC และ ZDMC

## ZnO (Zinc oxide)

**Hazards Identification**

**Potential Acute Health Effects:**
**Hazardous in case of inhalation. Slightly hazardous in case of skin contact (irritant), of eye contact (irritant), of ingestion.**
**Potential Chronic Health Effects:**
**CARCINOGENIC EFFECTS: Not available.**
**MUTAGENIC EFFECTS: Mutagenic for mammalian somatic cells. Mutagenic for bacteria and/or yeast.**
**TERATOGENIC EFFECTS: Not available.**
**DEVELOPMENTAL TOXICITY: Not available.**
**Repeated or prolonged exposure is not known to aggravate medical condition.**

**Physical and Chemical Properties**

**Physical state and appearance: Solid. (Powdered solid.)**
**Odor: Odorless.**
**Taste: Bitter.**
**Molecular Weight: 81.38 g/mole**
**Color: White to yellowish-white**
**pH (1% soln/water): Not applicable.**
**Boiling Point: Not available.**
**Melting Point: 1975°C (3587°F)**
**Critical Temperature: Not available.**
**Specific Gravity: 5.607 (Water = 1)**
**Vapor Pressure: Not applicable.**
**Vapor Density: Not available.**
**Volatility: Not available.**
**Odor Threshold: Not available.**
**Water/Oil Dist. Coeff.: Not available.**
**Ionicity (in Water): Not available.**
**Dispersion Properties: Is not dispersed in cold water, hot water.**
**Solubility: Insoluble in cold water, hot water**
**Soluble in dilute acetic acid, or mineral acids, ammonia, ammonium carbonate, fixed alkali hydroxide solution.**

## ZMBT (Zinc 2-Mercaptobenzothiazole):

**Synonyms: Bantex; Zinc salt of 2-Mercaptobenzothiazole**

**Hazard Information**

**Emergency Overview:** CAUTION! May irritate the eyes. May irritate the skin.

| | |
|---|---|
| **Eye Contact:** | May cause mild eye irritation. Mild Eye Irritation: signs/symptoms can include redness, swelling, pain, and tearing. |
| **Skin Contact:** | May cause an allergic skin reaction. May cause a rash and itching of the skin. May cause skin defatting with prolonged exposure. |
| **Inhalation:** | May cause mild respiratory irritation. Vapors given off by heated product may be harmful. |
| **Ingestion:** | May cause headache, dizziness, nausea, vomiting, gastrointestinal irritation. |

### Physical and Chemical Properties

| | |
|---|---|
| **Appearance:** | Off-white to pale yellow fine powder, |
| **Odor:** | SLIGHT |
| **pH:** | Not Applicable |
| **Specific Gravity:** | 1.7 @ 25°C |
| **Density:** | 1.7 |
| **Bulk Density:** | 300-340 kg/m3 (Low Free MBT) 470-510 kg/m3 (Powder) 500-540 kg/m3 (Wettable Powder) |
| **Melting Point (°F/C):** | 572°F / 300°C |
| **Boiling Point (°F/C):** | Not Determined |
| **Vapor Pressure:** | Negligible |
| **Vapor Density (Air=1):** | Not Determined |
| **% Volatile by Volume:** | 0.5-2.6% (3 hrs @ 60°C) |
| **Solubility in Water:** | INSOLUBLE |
| **Other Solubility:** | Soluble in Dilute base (NaOH) |
| **Viscosity:** | Not Applicable |
| **Other Data:** | Not Determined. |
| **Molecular Weight:** | 397.9 |
| **Molecular Formula:** | C14-H8-N2-S4-Zn |

## ZMBT (Zinc 2-Mercaptobenzothiazole): Continued

### Handling and storage

**Handling:** Good hygienic practices should be observed. Work clothes should be washed seperately at the end of each work day. Disposable clothing should be discarded with material. Avoid generating or breathing dust. Avoid contact with eyes, skin and clothing. Reclose containers of unused product. Wash hands before eating, drinking, chewing gum, using tobacco or using the toilet. Do not reuse this container.

**Storage:** Store closed containers in a cool, dry, well-ventilated area. Store away from strong oxidizing materials. Avoid exposure to direct sunlight.

**First aid of measures**

**In Eyes:** In case of contact, immediately flush eyes with plenty of water for at least 15 minutes and get medical attention if irritation persists.

**On Skin:** Remove contaiminated clothing. Wash skin with water, using soap if available. Remove contaminated clothing and launder before reuse. Get medical attention if irritation persists.

**Inhaled:** Remove person to fresh air. If not breathing, give artificial respiration. If breathing is difficult, get immediate medical attention.

**Swallowed:** If swallowed, call a physician immediately. Only induce vomiting at the instruction of a physician. Never give anything by mouth to an unconscious person.

**Notes To Physician:** Provide symptomatic/supportive care as necessary. Treatment based on sound judgment of physician and individual reactions of patient.

**Accidental release measures**

**Spill Procedures:** Wear protective equipment specified. Avoid the generation of dust. Sweep, vacuum, or shovel and place into closable container for disposal.

**Procedure for Cleaning/Absorption:** Isolate area and remove sources of friction, impact, heat, low level electrical current, and RF energy. Isolate spill and stop leak where safe. Remove ignition sources and work with non-sparking tools. Scoop up and remove. Do NOT spread spilled product with water.

**Toxicological information**

**Target Organs**

| | |
|---|---|
| **Acute Oral LD50 (mg/kg):** | 7500 mg/kg (Rat) |
| **Acute Dermal LD50 (mg/kg):** | >7940 mg/kg (Rabbit) |
| **Acute Inhalation LC50 (mg/l):** | Not Determined |
| **Principle Routes of Exposure:** | Eyes. Inhalation. Dermal - skin. |

## Zinc diethyldithiocarbamate (ZDEC)

**Synonyms: Bis (Diethyldithiocarbamato) zinc; Ethasan**
**Use: Accelerator**

**Hazard Information**

**Emergency Overview:** WARNING! Combustible dust - explosion potential. This material is irritating to skin, eyes and respiratory tract. May cause alcohol intolerance. May cause allergic skin reaction.

**Eye Contact:** Causes mild eye irritation . Mild Eye Irritation: signs/symptoms can include redness, swelling, pain, and tearing.

**Skin Contact:** May cause an allergic skin reaction. May be absorbed through the skin and product effects similiar to those caused by inhalation and/or ingestion.

**Inhalation:** Exposure to dust particles generated from this material may cause irritation of the respiratory tract. Inhalation may cause alcohol intolerance

**Ingestion:** May cause alcohol intolerance (Antabuse Effect) May cause headache, dizziness, nausea, vomiting, gastrointestinal irritation. Illness may occur after a single swallowing of relatively large quantities of this material.

**Physical and Chemical Properties**

| | |
|---|---|
| **Appearance:** | White to off-white powder Granules |
| **Odor:** | SLIGHT |
| **pH:** | Not Applicable. |
| **Specific Gravity:** | 1.48 @20°C |
| **Density:** | 1.5 |
| **Bulk Density:** | 330-370 kg/m3 @20°C |
| **Melting Point (°F/C):** | 338°F / 170°C |
| **Boiling Point (°F/C):** | Not Determined |
| **Vapor Pressure:** | Negligible @ 20°C |
| **Vapor Density (Air=1):** | Not Applicable. |
| **% Volatile by Volume:** | <0.5% by weight |
| **Solubility in Water:** | INSOLUBLE |
| **Other Solubility:** | Soluble in Benzene Carbon Disulfide Organic liquids, including fats and oils Acetone |
| **Viscosity:** | Not Applicable. |
| **Other Data:** | Zinc Content: 17.5-19.0%. |
| **Molecular Weight:** | 361.93 |
| **Molecular Formula:** | C10-H20-N2-S4-Zn |

## Zinc Diethyldithiocarbamate (ZDEC): Continued

**First aid measures**

| | |
|---|---|
| **In Eyes:** | In case of contact, immediately flush eyes with plenty of water for at least 15 minutes and get medical attention if irritation persists. |
| **On Skin:** | Remove contaminated clothing and launder before reuse. Wash with soap and water. If irritation persists or signs of toxicity occur, seek medical attention. |
| **Inhaled:** | Remove person to fresh air. If not breathing, give artificial respiration. If breathing is difficult, get immediate medical attention. |
| **Swallowed:** | If swallowed, call a physician immediately. Only induce vomiting at the instruction of a physician. Never give anything by mouth to an unconscious person. |
| **Notes To Physician:** | Treat symptomatically. Exposure by ingestion, inhalation or skin absorbtion may cause alcohol intolerance (Antabuse Effect) |

**Handling and storage**

| | |
|---|---|
| **Handling:** | Avoid contact with eyes, skin and clothing. Avoid generating or breathing dust. Wash thoroughly with soap and water after handling. Wash hands before eating, drinking, chewing gum, using tobacco or using the toilet. Reclose containers of unused product. Keep containers tightly closed when not in use. Do not reuse this container. |
| **Storage:** | Store closed containers in a cool, dry, well-ventilated area. Store away from strong oxidizing materials. Avoid exposure to direct sunlight. |

**Accidental release measures**

| | |
|---|---|
| **Spill Procedures:** | Wear protective equipment specified. Avoid the generation of dust. Sweep, vacuum, or shovel and place into closable container for disposal. |
| **Procedure for Cleaning/Absorption:** | Isolate area and remove sources of friction, impact, heat, low level electrical current, and RF energy. Scoop up and remove. Do NOT spread spilled product with water. |

**Toxicological information**

| | |
|---|---|
| **Target Organs** | |
| **Acute Oral LD50 (mg/kg):** | 3530 mg/kg (Rat) |
| **Acute Dermal LD50 (mg/kg):** | >3160 mg/kg (Rabbit) |
| **Acute Inhalation LC50 (mg/l):** | Not Determined. |
| **Principle Routes of Exposure:** | Dermal - skin. Inhalation. |

## Zinc Dimethyldithiocarbamate (ZDMC):

**Hazards identification**

**Harmful if swallowed.**
**Very toxic by inhalation (dust).**
**Irritating to respiratory system (dust).**
**Risk of serious damage to eyes.**
**May cause sensitization by skin contact.**
**Harmful: danger of serious damage to health by prolonged exposure if swallowed.**
**Very toxic to aquatic organisms, may cause long-term adverse effects in the aquatic environment.**

**Physical and Chemical Properties**

**Colour: white**
**Odour: odourless**
**Boiling point/range: not determined**
**Melting point/range: Active component: min. 248 °C.**
**Flash point Active component: approx. 200 °C.**
**Flammability: not determined**
**Autoignition temperature: not determined**
**Explosive properties: not determined**
**Explosion limits: not determined**
**Oxidising properties: not applicable**
**Vapour pressure: Negligible at room temperatures**
**Density: 1400 kg/m³**
**Bulk density: 780-800 kg/m³**
**Solubility in water: Practically insoluble**
**Solubility in other solvents: acetone, alcohols, benzene**
**pH value: not determined**
**Partition coefficient n-octanol/water: not determined**

2.1.2 องค์ประกอบของสารละลายที่ก่อให้เกิดปฏิกิริยาเชิงซ้อน

2.1.2.1 ตัวทำละลายสารก่อปฏิกิริยาเชิงซ้อนและตัวสกัดสารสังกะสีเชิงซ้อน

จากการศึกษาชนิดของตัวทำละลายที่ต้องใช้เป็นทั้งตัวทำละลายสารที่ก่อปฏิกิริยาเชิงซ้อน (Complexing agent) และในขณะเดียวกันเพื่อใช้เป็นตัวสกัดสารเชิงซ้อนของสังกะสีออกจากตัวอย่างน้ำยาง วิไลรัตน์ (2549b) พบ คลอโรฟอร์ม เป็นตัวทำละลายที่เหมาะสมที่สุด คือสามารถละลายสารก่อปฏิกิริยาเชิงซ้อนได้ดี และสามารถสกัดสารเชิงซ้อนออกจากตัวอย่างน้ำยางเจือจางได้ดีและใช้เวลาในการแยกชั้นน้อยกว่า 10 นาที

แต่เนื่องจากปัจจุบันทางราชการได้มีการควบคุมการใช้ตัวทำละลายคลอโรฟอร์มอีกทั้งยังเป็นสารที่มีความเป็นพิษสูง การศึกษาครั้งนี้จึงได้ทำการคัดเลือกตัวทำละลายอีกครั้ง เพื่อนำมาใช้แทนคลอโรฟอร์ม โดยเลือกตัวทำละลายที่มีระดับของความมีขั้วในการละลายใกล้เคียงคลอโรฟอร์ม แต่มีความเป็นพิษในระดับที่ต่ำกว่าโดยเลือกทำการศึกษา 2 ชนิด คือ

ก. ไดคลอโรมีเทน

ข. เบนซีน

โดยมีวิธีการเตรียมสารละลายดังนี้

1) ตัวทำละลายสารก่อปฏิกิริยาเชิงซ้อนและตัวสกัดสารสังกะสีเชิงซ้อน

ก. การเตรียมสารละลายสารก่อปฏิกิริยาเชิงซ้อน ZD

1) เตรียมสารละลายสารก่อปฏิกิริยาเชิงซ้อน (Complexing agent) ZD ด้วยตัวทำละลายไดคลอโรมีเทน หรือเบนซีน

ข. การเตรียมสารละลายมาตรฐานสังกะสี

ชั่งสารประกอบสังกะสีในรูป ZnO, ZMBT และ ZDEC ให้มีจำนวนอะตอมของสังกะสีในสารละลายมาตรฐานเข้มข้น 0.2 กรัม ในตัวทำละลาย 100 มล.

ค. การเตรียมและการสกัดสารสังกะสีเชิงซ้อนออกจากตัวอย่างน้ำยาง

1) ชั่งตัวอย่างน้ำยางใส่ลงในหลอดทดลองหลอดละ 0.1 กรัม จำนวน 9 หลอด

หลอดที่ 1-3 ไม่เติมสารใด ๆ

หลอดที่ 4-6 เติมสารละลายมาตรฐานสังกะสีเข้มข้น 0.2% จนมีปริมาณสังกะสีเพิ่มขึ้นเท่ากับ 0.003%

หลอดที่ 7-9 เติมสารละลายมาตรฐานสังกะสีเข้มข้น 0.2% จนมีปริมาณสังกะสีเพิ่มขึ้นเท่ากับ 0.005%

2) เติมน้ำยาก่อปฏิกิริยาเชิงซ้อนในไดคลอโรมีเทน หรือเบนซีน ลงในหลอดทดลองใน แต่ละหลอด เท่ากับ 5 มล. เขย่าด้วยเครื่องเขย่าแบบสั่น (Vortex mixer) หลอดละ 1 นาที เพื่อให้เกิดสารประกอบเชิงซ้อนของสังกะสีได้ดี ตั้งสารละลายทิ้งให้เกิดการแยกชั้น 5 นาที

ดูดสารละลายส่วนที่ใสและมีสี ไปวัดการดูดกลืนแสงที่ความยาวคลื่น 535 นาโนเมตร (วิไลรัตน์, 2549b) สำหรับปฏิกิริยาในไดคลอโรมีเทน

3) ทำการทดลองเช่นเดียวกันอีก 9 หลอดแต่ใช้สารก่อปฏิกิริยาเชิงซ้อนที่ละลายในเบนซีนแทน

2.1.3 กราฟมาตรฐานของการวิเคราะห์

เพื่อตรวจสอบว่าสัญญาณที่ตรวจวัด เกิดขึ้นจากไอออนของสังกะสีที่เราต้องการวิเคราะห์ จึงได้ทำการศึกษากราฟมาตรฐานระหว่างค่าการดูดกลืนแสงของสารประกอบสังกะสีเชิงซ้อนและความเข้มข้นของสังกะสี โดยความสัมพันธ์หรือกราฟมาตรฐานที่น่าเชื่อถือควรเป็นเส้นตรง และสมการเส้นตรงที่จะไปใช้ในการคำนวณปริมาณสังกะสีในตัวอย่างมีความสัมพันธ์กับข้อมูลที่ตรวจวัดได้จริงโดยค่า $R^2$ (Linear regression) สูงกว่า 0.95

ก. การเตรียมสารละลายมาตรฐานสังกะสี

1) เตรียมสารประกอบสังกะสีในรูปต่าง ๆ ให้มีปริมาณอะตอมของสังกะสีในสารละลายมาตรฐานเข้มข้น 0.2 กรัม ในตัวทำละลาย 100 มล.
2) จากนั้นไปเปตสารละลายดังกล่าวมา 1 มล. ปรับปริมาตรเป็น 50.00 มล. ด้วยน้ำกลั่น หรือด้วยไดคลอโรมีเทนในกรณีของ ZDEC จะได้สารละลายมาตรฐานสังกะสีที่มีความเข้มข้นของอะตอมของสังกะสีที่ 0.2 % (% as zinc atom)

ข. การเตรียมสารประกอบสังกะสีเชิงซ้อน

1) ไปเปตสารละลายมาตรฐานสังกะสีเข้มข้น 0.2% (% as zinc atom) ใส่ลงในหลอดทดลองแต่ละหลอดเท่ากับ 0.25, 0.50, 0.75, 1.00, 1.50, 2.00 และ 2.50 มิลลิลิตร
2) ไปเปตน้ำปราศจากไอออนเติมลงไปจนได้ปริมาตรรวมแต่ละหลอดเท่ากับ 10.00 มล. จะได้สารละลายมาตรฐานสังกะสีเข้มข้น 0.005, 0.010, 0.015, 0.020, 0.030, 0.040 และ 0.050% (% as zinc atom) ตามลำดับ เพื่อศึกษาหาความเข้มข้นที่ให้ความสัมพันธ์เชิงเส้นตรงกับค่าการดูดกลืนแสง
3) เติมน้ำยาก่อปฏิกิริยาเชิงซ้อนที่เตรียมในไดคลอโรมีเทน ลงในหลอดทดลองในข้อ 2) แต่ละหลอด เท่ากับ 5 มล. เขย่าด้วยเครื่องเขย่าแบบสั่น (Vortex mixer) หลอดละ 1 นาที เพื่อ ให้เกิดสารประกอบเชิงซ้อนของสังกะสีได้ดี
4) ตั้งสารละลายทิ้งให้เกิดการแยกชั้น 5 นาที
5) ดูดสารละลายส่วนที่ใสและมีสีในชั้นล่าง กรณีของไดคลอโรมีเทน ไปวัดการดูดกลืนแสง ทำการสแกนหาความยาวคลื่นที่มีการดูดกลืนแสงสูงสุด และใช้ความยาวคลื่นนั้นในการทำกราฟมาตรฐานสำหรับหาปริมาณสังกะสี

หมายเหตุ เนื่องจากต่อมาพบว่า สัญญาณของ ZDEC ในไดคลอโรมีเทนมีค่าต่ำกว่าสัญญาณของ ZnO และ ZMBT จึงได้ทำการเลือกตัวทำละลายตัวใหม่คือ Z-5 และทำการศึกษาเช่นเดียวกับข้อ ข. 1) – 5) เพียงแต่เปลี่ยนตัวทำละลายจาก ไดคลอโรมีเทน เป็น Z-5 และเพิ่มขั้นตอนการละลายตัวทำละลายสังกะสีที่ไม่มีขั้วด้วยตัวทำละลาย Z14 เป็นขั้นตอนที่ 2 ก่อนก่อนเติมน้ำกลั่นลงในตัวอย่างน้ำยาง

2.1.4 การศึกษาประสิทธิภาพของวิธีที่พัฒนาขึ้นในการหาปริมาณสังกะสีในน้ำยางข้น

2.1.4.1 อัตราส่วนการเจือจางตัวอย่างน้ำยางที่เหมาะสม

ทำการศึกษาอัตราส่วนการเจือจางน้ำยางที่เหมาะสม เพื่อให้สามารถทำการวิเคราะห์หาปริมาณสังกะสีได้ในขั้นตอนเดียว หรือมีจำนวนขั้นตอนที่น้อยที่สุด โดย

โดยในขั้นแรก ทำการเจือจางตัวอย่างน้ำยางในช่วงกว้าง ที่ 1000, 1250, 2500 และ 5000 เท่า และเตรียมสังกะสีที่ละลายอยู่ในตัวอย่างน้ำยางให้อยู่ในรูปสารประกอบสังกะสีเชิงซ้อน เทียบสีของสารเชิงซ้อนที่เกิดขึ้นกับชุดของสารละลายสารเชิงซ้อนที่เตรียมจากสารละลายมาตรฐานสังกะสี

การเจือจางตัวอย่างน้ำยางชนิด LATZ

1) ชั่งตัวอย่างน้ำยางชนิด LATZ 0.100±0.010 กรัม เจือจางด้วยน้ำปราศจากไอออน 10.00 mL ผสมให้เข้ากันดี ด้วยเครื่องเขย่าสารเป็นเวลา 1 นาที
2) เจือจางน้ำยางในข้อ 1) ด้วยน้ำปราศจากไอออนเพื่อให้ได้ตัวอย่างที่ระดับการเจือจางตั้งแต่ 100-5000 เท่า ผสมให้เข้ากันดี ด้วยเครื่องเขย่าสารเป็นเวลา 1 นาที
3) เติมสารละลายก่อปฏิกิริยาเชิงซ้อนตัวทำละลาย (ในเบื้องต้นของการศึกษาใช้ไดคลอโรมีเทน ต่อมาเปลี่ยนเป็น Z-5) ผสมให้เข้ากันดี ด้วยเครื่องเขย่าสารเป็นเวลา 1 นาที
4) เปรียบเทียบสีของสารละลายตัวอย่างที่ระดับการเจือจางต่าง ๆ กับ สารละลายมาตรฐาน ZnO ที่มีค่าการดูดกลืนแสงในช่วง 0.2-0.6 Abs ซึ่งตามทฤษฎีของ Beer-Lambert ถือว่าเป็นช่วงที่ให้ค่าการดูดกลืนแสงน่าเชื่อถือมากที่สุด หรือมีความคลาดเคลื่อนจากการวัดต่ำ (Christian, 1986)

2.2 2.1.4.2 ความแม่นและความเที่ยงของการวิเคราะห์

ศึกษาความแม่นและความเที่ยงของการวิเคราะห์สำหรับสารประกอบสังกะสีแต่ละชนิด ได้แก่ ZnO, ZMBT, ZDEC และ ZDMC

1) ดูดตัวอย่างน้ำยางใส่หลอดทดลองฝาเกลียว จำนวน 1 หยด (น้ำหนักประมาณ 0.2 กรัม) ชั่งและบันทึกน้ำหนักถึงทศนิยมตำแหน่งที่สาม ชั่งจำนวนทั้งหมด 10 หลอด

2) หลอดที่ 1-5 ไม่เติมสารละลายสังกะสีเพิ่ม หลอดที่ 6-10 เติมสารละลายสังกะสีจากสารประกอบต่าง ๆ เพิ่มจนมีสังกะสีเพิ่มขึ้นอีก 2 ไมโครกรัมต่อหลอด เขย่าให้เข้ากันดีด้วยเครื่องเขย่าสารเป็นเวลา 1 นาที

3) เติมตัวทำละลาย Z14 หลอดละ 1 mL เขย่าให้เข้ากันดี ด้วยเครื่องเขย่าสารเป็นเวลาหลอดละ 1 นาที ตั้งสารละลายทิ้งไว้ 5 นาที เพื่อให้สารประกอบสังกะสีที่ไม่มีขั้วละลายได้ดี

4) เติมตัวน้ำกลั่น หลอดละ 9 mL เขย่าให้เข้ากันดี ด้วยเครื่องเขย่าสารเป็นเวลาหลอดละ 1 นาที ตั้งสารละลายทิ้งไว้ 5 นาที เพื่อให้สารประกอบสังกะสีที่มีขั้วละลายได้ดี

5) เติมน้ำยาก่อปฏิกิริยาเชิงซ้อนใน Z-5 ปริมาตร 5.00 มล. ลงในหลอดทดลองข้างต้น ทุกหลอด เขย่าด้วยเครื่องเขย่าแบบสั่น (Vortex mixer) หลอดละ 1 นาที เพื่อ ให้เกิดสารประกอบเชิงซ้อนของสังกะสีได้ดี ตั้งสารละลายทิ้งให้เกิดการแยกชั้น 5 นาที

6) ดูดสารละลายส่วนที่ใสและมีสี ไปวัดการดูดกลืนแสง ณ ความยาวคลื่นที่มีการดูดกลืนแสงสูงสุดของสารเชิงซ้อน ที่ 520 nm ที่ 520 nm

7) วิเคราะห์หาปริมาณสังกะสี ในสารละลายน้ำยางตัวอย่างทั้งหมดเปรียบเทียบกับชุดของสารละลายมาตรฐานที่เตรียมจากสารประกอบแต่ละชนิด และทำการคำนวณหาค่าความเที่ยงจากค่าสัมประสิทธิ์ของความแปรปรวน (%CV, Coefficient of variation) และคำนวณหาความแม่นของวิธีวิเคราะห์จากร้อยละของการกู้คืน (%Recovery) จาก

ร้อยละของการกู้คืน (%Recovery)

$$= \frac{100}{(Gram_of_Zn_from_added_std)} x \text{ (Gram of Zn in std added sample – Gram of Zn in sample)}$$

2 2.2 การเปรียบเทียบการวิเคราะห์สังกะสีในน้ำยางด้วยเทคนิคที่พัฒนาขึ้นกับเทคนิค ICP-OES

เทคนิคการวัดการเปล่งแสง (Emission spectroscopy) หรือ การดูดกลืนแสง (Absorption spectroscopy) เป็นเทคนิคที่ได้รับการยอมรับโดยนักเคมีวิเคราะห์ว่าสัญญาณที่ตรวจวัดมีความจำเพาะสูงต่อธาตุหรือโลหะที่ต้องการวิเคราะห์ แต่จากประสบการณ์ที่ผ่านมาของผู้วิจัยในด้านการวิเคราะห์กว่าด้วยเทคนิคนี้กว่า 20 ปี พบว่าหากผู้วิเคราะห์ไม่มีทักษะที่สูงพอค่าที่วิเคราะห์ได้อาจมีค่าแม่นและความเที่ยงต่ำกว่าวิธีวิสซิเบิลสเปกโทรเมตรี (Visible spectrometry) ได้ ทั้งนี้เนื่องจากใช้ปริมาณตัวอย่างในการวิเคราะห์น้อยกว่ามาก

อย่างไรก็ตามได้ทำการวิเคราะห์เปรียบเทียบปริมาณสังกะสีโดยใช้เทคนิคที่พัฒนาขึ้นเปรียบเทียบกับการวิเคราะห์หาปริมาณโลหะสังกะสีด้วยเทคนิค ICP-OES (Inductively coupled plasma – Optical emission spectroscopy) เพื่อตรวจสอบเปรียบเทียบปริมาณโลหะสังกะสีที่ตรวจสอบได้จากทั้งสองวิธี

สำหรับเทคนิค ICP-OES ได้ทำการส่งตัวอย่างน้ำยางไปทำการวิเคราะห์ ณ ศูนย์เครื่องมือวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยสงขลานครินทร์ แต่เนื่องจากปัจจุบันยังไม่มีวิธีมาตรฐานในการเตรียมตัวอย่างน้ำยาง จึงได้เสนอวิธีการเตรียมตัวอย่างน้ำยางสำหรับการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค ICP-OES ดังนี้

1) ชั่งน้ำหนักครูซิเบิ้ลที่ผ่านการเผาที่ 550 $^{o}$C เป็นเวลา 6 ชั่วโมง และเก็บไว้ในเดสซิเคเตอร์
2) เขย่าตัวอย่างน้ำยางให้เข้ากันดี ชั่งน้ำยางประมาณ 3 กรัม ลงในครูซิเบิ้ล (น้ำยาง 1 ตัวอย่างชั่ง 5 ชุด) บันทึกน้ำหนักน้ำยางโดยละเอียด (ทศนิยม 4 ตำแหน่ง)
3) เผาตัวอย่างน้ำยางด้วยตะเกียงบุนเซน จนเหลือเพียงขี้เถ้า
4) เติมกรดไนตริกเข้มข้น 3 มิลลิลิตร ลงในขี้เถ้าที่ได้จากการเผาตัวอย่างน้ำยางแต่ละตัวอย่าง ปิดครูซิเบิ้ลด้วยกระจกนาฬิกา ทำการย่อยตัวอย่างขี้เถ้าบนเตาให้ความร้อน โดยปรับอุณหภูมิให้ของผสมในครูซิเบิ้ลเดือดน้อย ๆ ระวังไม่ให้ของผสมแห้ง จนกระทั่งได้สารละลายใส
5) เทสารละลายใสที่ได้ลงในขวดวัดปริมาตรขนาด 10.00 หรือ 25.00 มิลลิลิตร ปรับปริมาตรที่ต้องการด้วยสารละลายกรดไนตริกเข้มข้น 2%
6) วิเคราะห์สารละลายที่เตรียมได้ ด้วยเครื่อง ICP-OES รุ่น Optima 4300 DV ยี่ห้อ Perkin Elmer Instrument

2.2 การออกแบบชุดน้ำยาสำหรับวิเคราะห์สังกะสีในตัวอย่างน้ำยาง

ทำการคำนวณปริมาตรของสารเคมีต่าง ๆ ที่เหมาะสมต่อการทดลองใช้ในโรงงานผลิตน้ำยางข้น และออกแบบผลิตภัณฑ์ที่จะบรรจุชุดน้ำยา ร่วมกับ ศูนย์บ่มเพาะวิสาหกิจ มหาวิทยาลัยสงขลานครินทร์

## 3. ผลการศึกษา

จากการศึกษาการพัฒนาชุดน้ำยาวิเคราะห์หาปริมาณสังกะสีในน้ำยางข้นพบผลการศึกษาที่น่าสนใจดังนี้

3.1 ผลการศึกษาองค์ประกอบชุดน้ำยาและวิธีวิเคราะห์สังกะสีในน้ำยางข้น

3.1.1 ตัวทำละลายที่เหมาะสมต่อสารประกอบสังกะสีกลุ่มมีขั้วและไม่มีขั้ว

การศึกษานี้ได้วางแผนที่จะทำการศึกษาสารประกอบสังกะสีกลุ่มที่มีขั้วก่อน ทั้งนี้เนื่องจาก ZnO ซึ่งสารประกอบสังกะสีที่นิยมใช้สูงที่สุด จัดอยู่ในกลุ่มที่มีขั้ว จากนั้นจึงจะทำการพัฒนาวิธีที่ได้ต่อไปให้สามารถใช้ได้กับกลุ่มสังกะสีที่ไม่มีขั้วด้วย

จากการสืบค้นข้อมูลสมบัติทั่วไปและการละลายของสารประกอบสังกะสีทั้งกลุ่มที่มีขั้วและที่มีขั้วต่ำ พบสารประกอบสังกะสีกลุ่มที่มีขั้วสามารถละลายได้ในตัวทำละลายที่มีขั้วตัวอย่างเช่นด่างและเกลือ (ตารางที่ 3.1.1) จึงเลือกใช้ตัวทำละลายด่างในการละลายสังกะสีออกไซด์ ทั้งนี้เนื่องจากการรักษาสภาพตัวอย่างน้ำยางทำในสภาวะที่เป็นด่าง หากทำการเตรียมสารละลายแบลงค์สำหรับหักลบค่าการดูดกลืนแสงที่มาจากสารเคมีอื่น ๆ ที่ไม่ใช่ตัวที่วิเคราะห์ จะช่วยเพิ่มความแม่นของวิธีวิเคราะห์มากขึ้น

ผลการศึกษาพบว่าปริมาณสารประกอบสังกะสีกลุ่มมีขั้วทั้งชนิด ZnO และ ZMBT ที่น้อยกว่า 0.1 กรัม สามารถละลายได้ดีในตัวทำละลายด่าง ในขณะที่ตัวทำละลายอินทรีย์ทั้งหมดที่เลือกศึกษา คือ ไดคลอโรมีเทนและเบนซีน สามารถละลายสารประกอบสังกะสีกลุ่มที่ไม่มีขั้ว หรือมีขั้วต่ำ ได้แก่ ZDEC และ ZDMC ที่ระดับความเข้มข้นต่ำได้ ที่ระดับความเข้มข้นที่เพียงพอสำหรับการเตรียมสารละลายมาตรฐาน

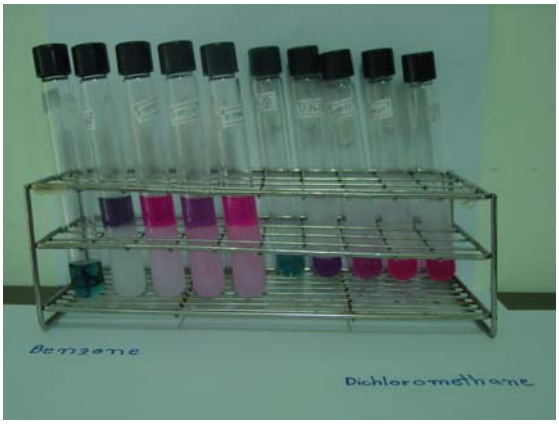
ตารางที่ 3.1.1 สรุปการละลายของสารประกอบสังกะสีที่ศึกษาในตัวทำละลายชนิดต่าง ๆ

| Zinc | Solvent types | | | | |
|---|---|---|---|---|---|
| | Water | Acid | Base | Benzene | Others |
| 1. Polar group | | | | | |
| 1.1 ZnO | Insoluble in cold water, hot water | Soluble in acetic mineral acids | Soluble in $NH_3$, $(NH_4)_2CO_3$, fixed alkali hydroxide solution | - | - |
| 1.2 ZMBT | Insoluble | | Soluble in dilute base (NaOH) | - | - |
| 2.Non-polar | | | | | |
| 2.1 ZDEC | - | - | - | Soluble | Soluble in $CS_2$, Acetone |
| 2.2 ZDMC | Insoluble | | | Soluble | Soluble in acetone, alcohols |

3.1.2 ผลการศึกษาองค์ประกอบของสารละลายที่ก่อให้เกิดปฏิกิริยาเชิงซ้อน

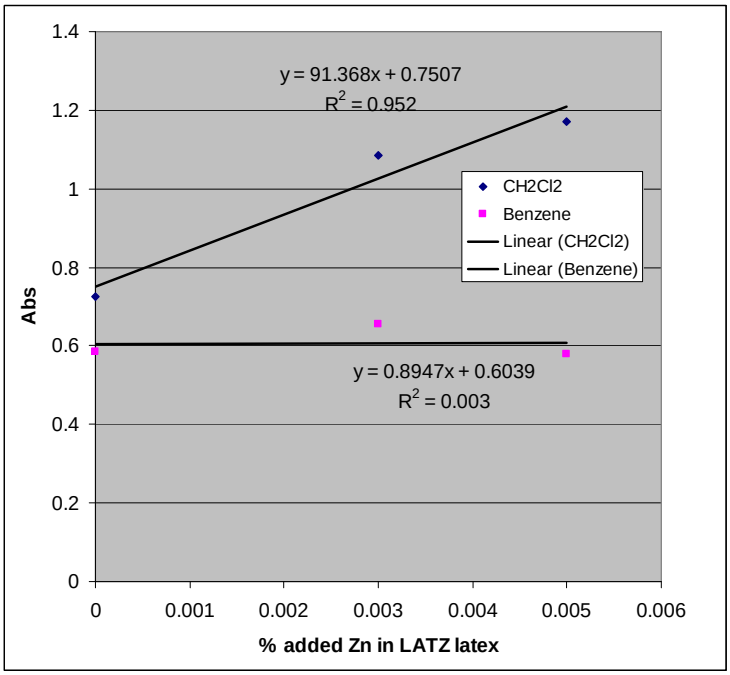
3.1.2.1 ตัวทำละลายสารก่อปฏิกิริยาเชิงซ้อนและตัวสกัดสารสังกะสีเชิงซ้อนจากน้ำยาง

พบลำดับของตัวทำละลายที่เหมาะสมคือ ไดคลอโรมีเทนมีความเหมาะสมมากกว่า เบนซีน และสามารถใช้ทดแทนคลอโรฟอร์มซึ่งเป็นตัวทำละลายที่ดีที่สุดในรายงานของ วิไลรัตน์ (2549b) กล่าวคือ ไดคลอโรมีเทน สามารถละลายสารก่อปฏิกิริยาเชิงซ้อน ZD ได้ดี และสามารถสกัดสารสังกะสีเชิงซ้อนออกจากตัวอย่างน้ำยางเจือจางได้ดีและใช้เวลาในการแยกชั้นน้อยกว่า 10 นาที ส่วนเบนซีนสามารถละลายสารก่อปฏิกิริยาเชิงซ้อนได้ดีแต่ใช้เวลาในการแยกชั้นออกจากตัวอย่างน้ำยางเจือจางนานกว่า 20 นาที




รูปที่ 3.1 สีของชุดสารละลายสังกะสีเชิงซ้อนที่เตรียมจากสารละลายมาตรฐาน ZnO และใช้ไดคลอโรมีเทนและเบนซีนเป็นตัวทำละลายและสกัด

นอกจากนี้สัญญาณที่ได้จากการสกัดสารเชิงซ้อนของสังกะสีด้วยไดคลอโรมีเทนยังมีลักษณะเป็นเส้นตรง ที่มีค่าความชันและค่า $R^2$ ที่สูงกว่ากรณีที่ใช้เบนซีน ด้วยเหตุนี้ไดคลอโรมีเทนจึงเป็นตัวทำละลายที่เหมาะสมต่อการสกัดสารเชิงซ้อนของสังกะสีมากกว่าเบนซีน ดังแสดงในรูปที่ 3.2




รูปที่ 3.2 ความสัมพันธ์ของสัญญาณการดูดกลืนแสงและความเข้มข้นของสังกะสี
เมื่อสกัดสารสังกะสีเชิงซ้อนด้วยไดคลอโรมีเทนและเบนซีน

อย่างไรก็ตาม เนื่องจากยังคงสังเกตเห็นสีชมพูเล็กน้อยในชั้นของน้ำยาง เมื่อใช้ไดคลอโรมีเทนและเบนซีน เป็นสารสกัด ซึ่งหมายถึงการสกัดยังเกิดขึ้นไม่สมบูรณ์ จึงได้ดำเนินการตรวจสอบเอกสารเพิ่มเติมและได้คัดเลือกตัวทำละลายชนิดใหม่เพิ่มอีกหนึ่งชนิดคือ Z-5

เมื่อทำการทดสอบสมบัติเบื้องต้นของ Z-5 พบสามารถใช้ละลายสารก่อปฏิกิริยาเชิงซ้อน ZD ได้ดี และสามารถใช้สกัดสารสังกะสีเชิงซ้อนออกจากตัวอย่างน้ำยางเจือจางได้ดีและใช้เวลาในการแยกชั้นน้อยกว่า 10 นาที อีกทั้งสัญญาณที่ได้จากการสกัดสารเชิงซ้อนของสังกะสีด้วย Z-5 มีลักษณะเป็นเส้นตรง ที่มีค่าความชันและค่า $R^2$ ที่สูงกว่ากรณีของ ไดคลอโรมีเทนและเบนซีน ด้วยเหตุนี้ Z-5 จึงเป็นตัวทำละลายที่เหมาะสมต่อการสกัดสารเชิงซ้อนของสังกะสีมากที่สุดท่ามกลางตัวทำละลายที่เลือกทำการศึกษา

### 3.1.3 ผลการศึกษากราฟมาตรฐานของการวิเคราะห์

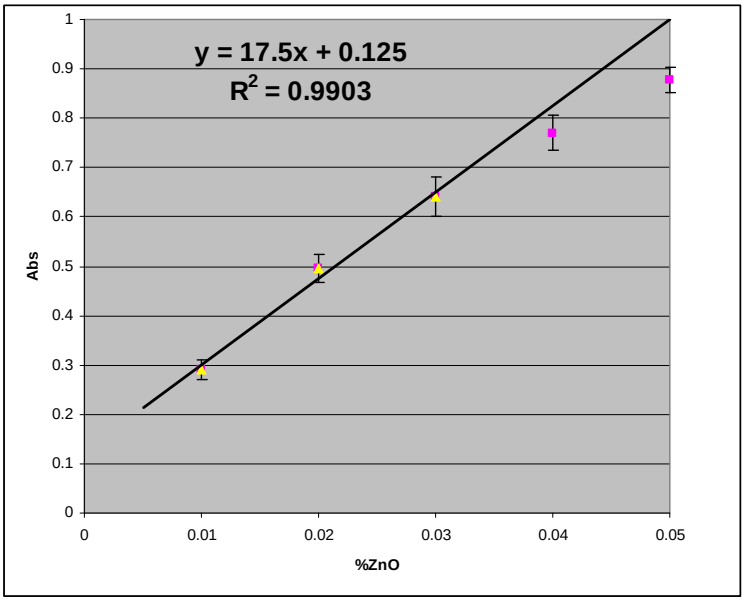
ในช่วงต้นของการศึกษาโดยใช้ตัวทำละลายไดคลอโรมีเทน พบความสัมพันธ์เชิงเส้นตรงของค่าการดูดกลืนแสงกับความเข้มข้นของสารเชิงซ้อนของสังกะสีที่เตรียมจากสารละลาย ZnO และสารละลาย ZMBT โดยความสัมพันธ์เชิงเส้นตรงดังกล่าวมีค่า $R^2$ สูงกว่า 0.99 ในสารประกอบสังกะสีมีขั้วทั้งสองชนิดที่ทำการศึกษา

สำหรับช่วงความเข้มข้นที่ให้ความสัมพันธ์เชิงเส้นตรงของการวิเคราะห์ปริมาณสังกะสี (Linearity range) พบช่วงความเข้มข้นของ ZnO ที่ให้ความสัมพันธ์เป็นเส้นตรง อยู่ในช่วง 0.01 ถึง 0.03% (หรือ

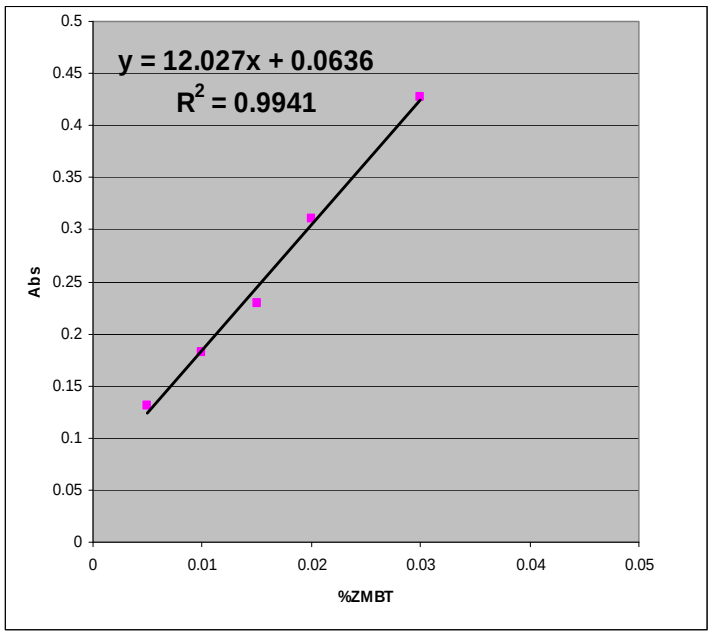
100 ถึง 300 ppm) หลังจากความเข้มข้นดังกล่าวเป็นต้นไป พบความสัมพันธ์เริ่มเบี่ยงเบนออกจากเชิงเส้นตรง อย่างไรก็ตามจุดตัดแกน y ของกราฟมีค่าสูงกว่า 0.05

จากนั้นได้ทำการศึกษากราฟมาตรฐานของสารประกอบสังกะสีในกลุ่มที่ไม่มีขั้วคือ ZDEC โดยศึกษาจากค่าความชันของกราฟมาตรฐานของสังกะสีที่พลอตระหว่างค่าการดูดกลืนแสงและปริมาณอะตอมของสังกะสีที่เท่ากัน ที่เตรียมจากสารประกอบสังกะสีชนิดต่าง ๆ พบสัญญานค่าการดูดกลืนแสงของสารละลายสังกะสีที่เตรียมจาก ZDEC ในไดคลอโรมีเทนมีค่าต่ำกว่า ของ ZnO และ ZMBT ถึง 10 เท่า ทั้ง ๆ ที่ได้ทำการเตรียมสารละลายของสารประกอบสังกะสีทุกชนิดให้มีจำนวนอะตอมของสังกะสีในระดับความเข้มข้นที่เท่ากัน และเส้นตรงที่ได้มีจุดตัดที่ห่างจากจุดกำเนิดด้านแกน y สูงกว่า 0.05 Abs ดังแสดงในรูปที่ 3.3-3.5 สันนิษฐานได้ว่าน่าจะเกิดเนื่องมาจากตัวทำละลายที่ใช้ยังไม่สามารถละลายสารประกอบสังกะสีที่ไม่มีขั้วได้ดีพอ ทำให้เกิดไอออนของสังกะสีได้น้อยกว่าที่ควรจะเป็น

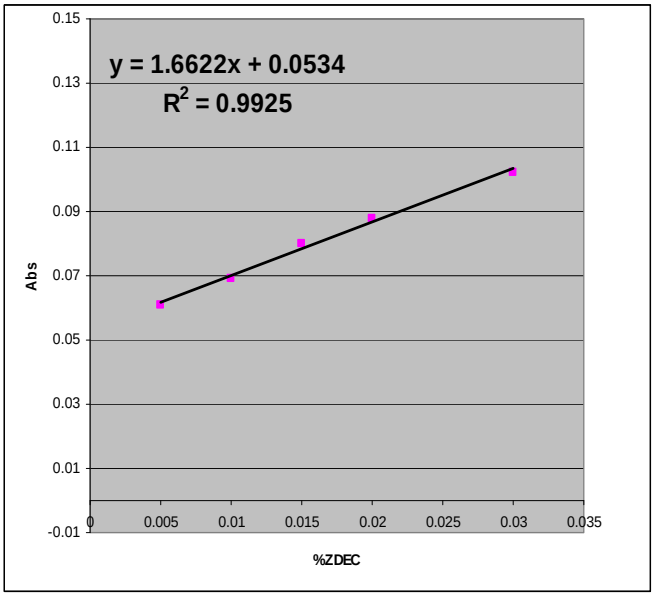
จึงได้ทำการเปลี่ยนตัวทำละลายที่ใช้ในการสกัดสารสังกะสีเชิงซ้อนจากไดคลอโรมีเทนเป็น Z-5 ทั้งนี้เพื่อศึกษาหาตัวทำละลายที่สามารถใช้ได้ดีกับสารประกอบสังกะสีทั้งชนิดมีขั้วและไม่มีขั้ว




รูปที่ 3.3 กราฟมาตรฐานของสารละลายเชิงซ้อนของสังกะสีที่เตรียมจาก ZnO ในตัวทำละลายไดคลอโรมีเทน

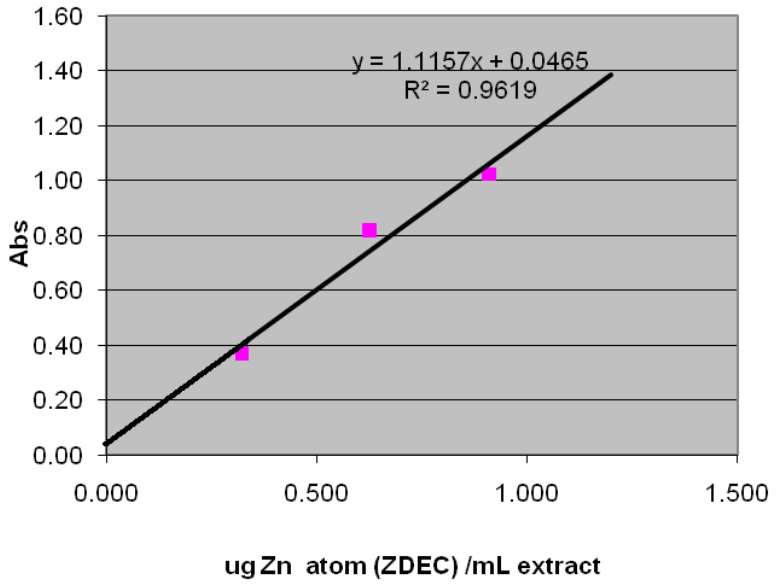



รูปที่ 3.4 กราฟมาตรฐานของสารละลายเชิงซ้อนของสังกะสีที่เตรียมจาก ZMBT ในตัวทำละลายไดคลอโรมีเทน




รูปที่ 3.5 กราฟมาตรฐานของสารละลายเชิงซ้อนของสังกะสีที่เตรียมจาก ZDEC ในตัวทำละลายไดคลอโรมีเทน

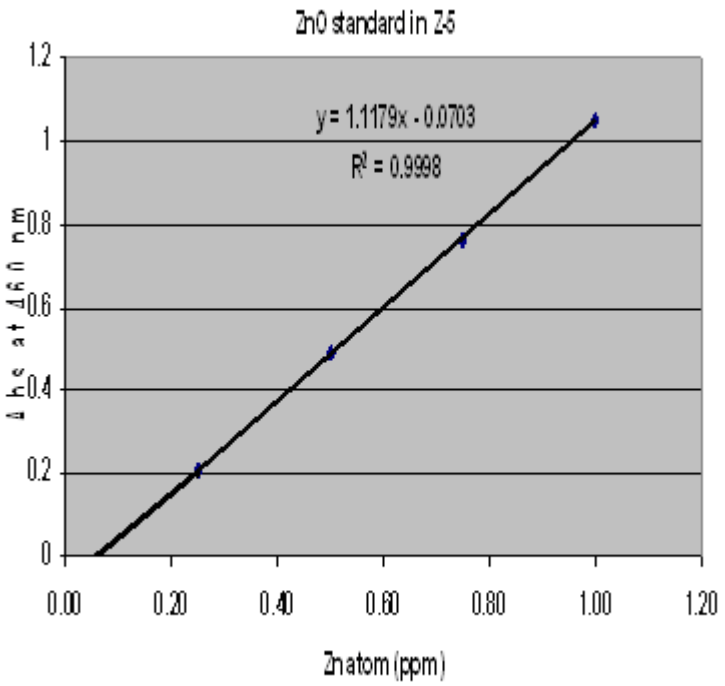
เมื่อได้ทำการศึกษากราฟมาตรฐานของสารประกอบสังกะสีที่เตรียมได้จากสารประกอบสังกะสีที่ไม่มีขั้ว ZDEC ในตัวทำละลาย Z-5 พบผลการศึกษาเป็นที่น่าพอใจเป็นอย่างยิ่งกล่าวคือ พบความสัมพันธ์เชิงเส้นตรงของสังกะสีที่ความเข้มข้นช่วง 0 – 1.25 ppm โดยมีค่า $R^2$ สูงกว่า 0.95 และมีจุดตัดแกน y ใกล้เคียง 0 ดังรูปที่ 3.6




รูปที่ 3.6 กราฟมาตรฐานของสารละลายเชิงซ้อนของสังกะสีที่เตรียมจาก ZDEC ในตัวทำละลาย Z-5

อย่างไรก็ตามเพื่อให้วิธีที่พัฒนาขึ้นสามารถใช้ได้กับสารประกอบสังกะสีทั้งกลุ่มมีขั้วและไม่มีขั้ว โดยเฉพาะสารประกอบสังกะสี ZnO ซึ่งเป็นสารประกอบหลักที่ใช้ในอุตสาหกรรมน้ำยางข้น จึงได้ทำการศึกษากราฟมาตรฐานของสารประกอบสังกะสีมีขั้วคือ ZnO ในตัวทำละลาย Z-5 อีกครั้ง พบสัญญานค่าดูดกลืนแสงที่ได้ไม่แตกต่างกันอย่างมีนัยสำคัญกับกรณีของ ZDEC เมื่อมีจำนวนอะตอมของสังกะสีที่ปริมาณเท่ากัน

นอกจากนี้ยังพบว่าการสังเกตสีด้วยสายตาสามารถมองเห็นความแตกต่างของปริมาณสังกะสีที่ระดับต่างกันเพียง 2 ไมโครกรัมได้ ในช่วงที่ค่าการดูดกลืนแสงกับความเข้มข้นของธาตุสังกะสีมีความสัมพันธ์เป็นเส้นตรง




รูปที่ 3.7 กราฟมาตรฐานของสารละลายสังกะสีที่เตรียมจาก ZnO ใน Z-5

เพื่อให้วิธีที่พัฒนาขึ้นสามารถใช้ได้ทั้งกับสารประกอบสังกะสีชนิดที่มีขั้ว และไม่มีขั้ว เช่น ZDEC และ ZDMC ได้อย่างมีประสิทธิภาพยิ่งขึ้น จึงได้ทำการค้นชนิดของตัวทำละลายที่ไม่มีขั้วเพิ่มเติม และเพิ่มขั้นตอนในการละลายสารประกอบสังกะสีที่ไม่มีขั้วในวิธีที่พัฒนาขึ้น โดยจัดให้เป็นขั้นตอนแรก พบตัวทำละลาย Z 14 มีความสามารถในการละลายสารประกอบสังกะสีที่ไม่มีขั้วได้ดียิ่ง และสามารถละลายต่อได้ใน Z-5 ได้ พบการเพิ่มขั้นตอนในการละลายสารสังกะสีที่ไม่มีขั้วด้วยตัวทำละลาย Z 14 ไม่มีผลกระทบเชิงลบต่อวิธีการวิเคราะห์สังกะสีที่มีอยู่เดิม และยังสามารถใช้กับสารสังกะสีที่ไม่มีขั้ว เช่น ZDEC และ ZDMC ได้อย่างมีประสิทธิภาพ จึงสามารถสรุปวิธีการวิเคราะห์สังกะสีที่พัฒนาขึ้นโดยการเตรียมสารประกอบสังกะสีให้อยู่ในรูปของสารประกอบสังกะสีเชิงซ้อนได้ดังนี้

1) ไปเปตสารละลายมาตรฐานสังกะสีเข้มข้น 0.2% (% as zinc atom) หรือ ใส่ลงในหลอดทดลองที่มีฝาปิดแบบเกลียวแต่ละหลอดเท่ากับ 0.25, 0.50, 0.75, 1.00, 1.50, 2.00 และ 2.50 มิลลิลิตร
2) เติมตัวทำละลาย Z-14 ปริมาตร 1 มิลลิลิตร ลงในหลอดทดลองดังกล่าว เขย่าให้เข้ากันดี ด้วยเครื่องเขย่าแบบสั่น หลอดละ 1 นาที ตั้งทิ้งไว้ 5 นาทีเพื่อให้เกิดสารประกอบสังกะสีที่ไม่มีขั้วละลายได้ดี
3) ไปเปตน้ำปราศจากไอออนเติมลงไป หลอดละ 9 มิลลิลิตร เขย่าให้เข้ากันดี ด้วยเครื่องเขย่าแบบสั่น หลอดละ 1 นาที ตั้งทิ้งไว้ 5 นาทีเพื่อให้เกิดสารประกอบสังกะสีที่มีขั้วละลายได้ดี

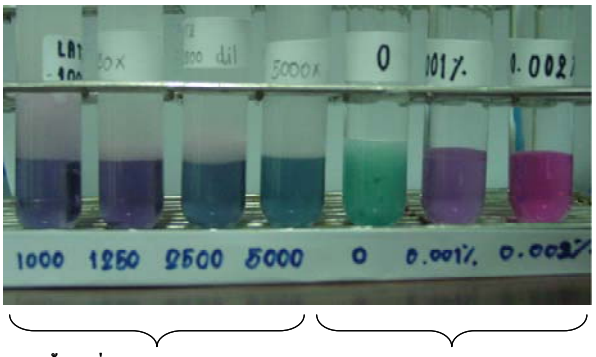
4) เติมน้ำยาก่อปฏิกิริยาเชิงซ้อนที่เตรียมใน Z-5 ลงในหลอดทดลองแต่ละหลอด เท่ากับ 5 มล. เขย่าด้วยเครื่องเขย่าแบบสั่น (Vortex mixer) หลอดละ 1 นาที เพื่อให้เกิดสารประกอบเชิงซ้อนของสังกะสีได้ดี ตั้งสารละลายทิ้งให้เกิดการแยกชั้น 5 นาที

5) ดูดสารละลายส่วนที่ใสและมีสีไปวัดการดูดกลืนแสงที่ความยาวคลื่น 460 นาโนเมตร

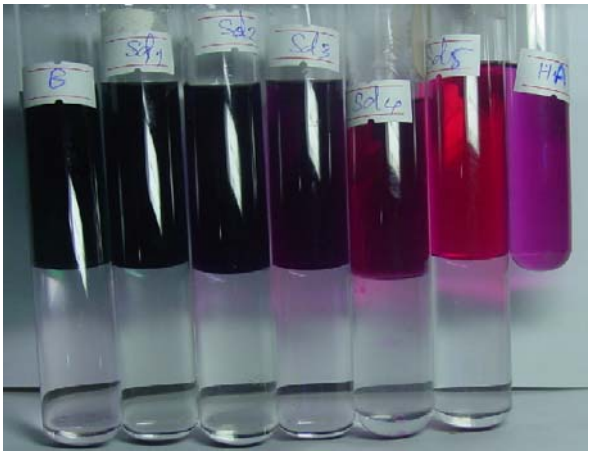
3.1.4 ผลการศึกษาประสิทธิภาพของวิธีที่พัฒนาขึ้นในการหาปริมาณสังกะสีในน้ำยางข้น

3.1.4.1 อัตราส่วนการเจือจางตัวอย่างน้ำยางที่เหมาะสม

เพื่อให้สามารถวิเคราะห์ปริมาณสังกะสีได้โดยมีขั้นตอนในการเจือจางน้อยขั้นที่สุดพบว่าระดับการเจือจางน้ำยางที่ 1000 – 2500 เท่า (หรือ 0.002 – 0.0002%) สามารถให้ความเข้มของสีหรือค่าการดูดกลืนแสงในช่วงที่ยอมรับได้ของกราฟมาตรฐานของสารประกอบสังกะสีออกไซด์ ดังแสดงในรูปที่ 3.8




รูปที่ 3.8 ระดับสีของสารสังกะสีเชิงซ้อนที่มีอยู่ในน้ำยางที่ระดับการเจือจางต่าง ๆ (เมื่อสกัดด้วยไดคลอโรมีเทน)




รูปที่ 3.9 สารละลายมาตรฐานสารเชิงซ้อนของสังกะสีจาก ZDEC เมื่อสกัดด้วย Z-5 เปรียบเทียบกับสารสกัดจากน้ำยางชนิด HA

รูปที่ 3.10 สารละลายมาตรฐานสารเชิงซ้อนของสังกะสีจาก ZDEC
เมื่อสกัดด้วย Z-5 เปรียบเทียบกับสารสกัดจากน้ำยางชนิด LA

3.1.4.2 ความแม่นและความเที่ยงของการวิเคราะห์

จากการศึกษาความแม่นและความเที่ยงของการทำปฏิกิริยาและการสกัดสารประกอบสังกะสีเชิงซ้อนจากตัวอย่างน้ำยางข้น โดยทำการศึกษาสารประกอบสังกะสีที่แตกต่างกันจำนวนสี่ชนิด โดยแบ่งเป็นสารประกอบสังกะสีมีขั้ว 2 ชนิด คือ ZnO และ ZMBT และสารประกอบสังกะสีไม่มีขั้ว 2 ชนิด คือ ZDEC และ ZDMC พบความแม่นของวิธีการวิเคราะห์ โดยร้อยละของการกู้คืนของการวิเคราะห์ ZnO และ ZMBT โดยวิธีที่พัฒนาขึ้นอยู่ในระดับที่ยอมรับได้ในทางการวิเคราะห์ กล่าวคืออยู่ในช่วง 90-110% และความเที่ยงของการวิเคราะห์โดยค่าสัมประสิทธิ์ของความแปรปรวนมีค่าต่ำกว่า 5% ดังตารางที่ 3.1.2

สำหรับ ZDEC และ ZDMC พบมีค่าร้อยละของการกู้คืนสูงกว่า 110% อาจเนื่องมาจากสารประกอบที่ใช้มีความบริสุทธิ์เพียง 97% อาจมีสารประกอบสังกะสีชนิดอื่นที่มีน้ำหนักโมเลกุลต่ำกว่าผสมอยู่

ตารางที่ 3.1.2 ความเที่ยงและความแม่นของการวิเคราะห์สังกะสีที่เตรียมจาก ZnO, ZMBT, ZDEC และ ZDMC ด้วยวิธีที่พัฒนาขึ้น

| Zinc compounds | Accuracy (%Recovery) | Precision (%CV) |
|---|---|---|
| ZnO | 90.0±0.8 | 0.9 |
| ZMBT | 92.6±0.6 | 1.1 |
| ZDEC | 113.5±1.4 | 1.2 |
| ZDMC | 127.4±0.6 | 0.5 |

3.2 ผลการเปรียบเทียบการวิเคราะห์สังกะสีในน้ำยางด้วยเทคนิคที่พัฒนาขึ้นกับเทคนิค ICP-OES

ผลจากการเปรียบเทียบปริมาณสังกะสีในตัวอย่างเดียวกันโดยการวิเคราะห์ด้วยเทคนิคที่พัฒนาขึ้นกับเทคนิค ICP-OES (Inductively coupled plasma – Optical emission spectroscopy) พบปริมาณสังกะสีที่วิเคราะห์ได้จากทั้งสองวิธีไม่มีความแตกต่างกันอย่างมีนัยสำคัญทางสถิติเมื่อทดสอบด้วย t-test แบบ multiple sample ดังแสดงในตารางที่ 3.2.1

ตารางที่ 3.2.1 ปริมาณสังกะสีในตัวอย่างน้ำยางข้นชนิด LA ที่วิเคราะห์ด้วยเทคนิคที่พัฒนาขึ้นเปรียบเทียบกับเทคนิค ICP-OES

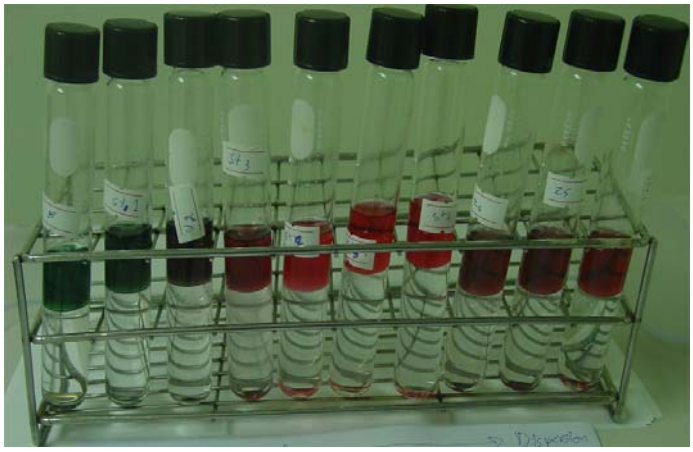
| | Zn content in latex | | | |
|---|---|---|---|---|
| | ICP-OES | | This research | |
| Latex | | | Complex formation + | Spectrometry |
| Sample | (mg/kg) | ± %RSD | (mg/kg) | ± %RSD |
| 1 | 158.05 | ±1.07 | 155.84 | ±2.89 |
| 2 | 327.31 | ±1.37 | 261.14 | ±0.01 |
| 3 | 196.14 | ±2.72 | 144.57 | ±2.91 |

หากเปรียบเทียบปัจจัยอื่น ๆ ได้แก่ ความต้องการด้านทักษะความชำนาญ ความยากง่ายของวิธีการ เวลา และต้นทุนการวิเคราะห์ต่อหนึ่งตัวอย่าง ดังตารางที่ 3.2.2 อาจกล่าวได้ว่าเทคนิคที่พัฒนาขึ้น มีประสิทธิภาพเพียงพอต่อการใช้งานในระดับห้องปฏิบัติการที่ต้องการความรวดเร็ว และงบประมาณต้นทุนที่เป็นที่ยอมรับได้ของห้องปฏิบัติการของภาคอุตสาหกรรม

ตารางที่ 3.2.2 การเปรียบเทียบการใช้งานของเทคนิคที่พัฒนาขึ้นกับเทคนิค ICP-OES

| | ICP-OES | This study<br>Complex formation +<br>Spectrometry |
|---|---|---|
| เวลาในการเตรียมเครื่องแก้วและวิเคราะห์สารต่อตัวอย่าง | > 12 ชั่วโมง | < 30 นาที |
| ต้นทุนในการวิเคราะห์ต่อตัวอย่าง | > 700 บาท | < 70 บาท |
| ทักษะของผู้วิเคราะห์ | ต้องมีความชำนาญสูง | ไม่จำเป็นต้องมีความชำนาญสูง |

หลังจากได้วิธีการวิเคราะห์ที่น่าเชื่อถือสำหรับการวิเคราะห์สังกะสีในน้ำยางแล้ว ผู้วิจัยได้พิจารณาเห็นว่า วิธีการที่พัฒนาขึ้น น่าจะนำไปใช้ได้กับ สารแขวนลอยสังกะสี (Zinc dispersion) ซึ่ง ผลการตรวจสอบเบื้องต้น พบสามารถใช้วิธีที่พัฒนาขึ้นในตรวจสอบปริมาณสังกะสีในสารแขวนลอยได้



รูปที่ 3.11 ผลการวิเคราะห์สารแขวนลอยสังกะสีด้วยชุดน้ำยาที่พัฒนาขึ้น

3.3 ผลการออกแบบชุดน้ำยาสำหรับวิเคราะห์สังกะสีในตัวอย่างน้ำยาง

หลังจากได้พัฒนาเทคนิคเป็นที่เรียบร้อยแล้วจึงได้ออกแบบเป็น ชุดน้ำยาสำหรับวิเคราะห์สังกะสีในตัวอย่างน้ำยางที่มีปริมาณสารต่าง ๆ ที่ระดับที่สามารถใช้ได้กับการทำปฏิกิริยาครั้ง และได้รับอนุมัติทุนเพิ่มเติมจากศูนย์บ่มเพาะวิสาหกิจ มหาวิทยาลัยสงขลานครินทร์ในการออกแบบฉลากบรรจุภัณฑ์

ปัจจุบัน บริษัท ซี ไซเอนซ์ แอนด์ คอนซัลแทนต์ จำกัด เลขที่ 306 หมู่ 4 ต.สมหวัง อ.กงหรา จ.พัทลุง ได้ดำเนินการซื้อสิทธิ์เทคโนโลยีที่พัฒนาขึ้นจากมหาวิทยาลัยสงขลานครินทร์ ไปดำเนินการออกแบบเป็นผลิตภัณฑ์และจำหน่ายเป็นที่เรียบร้อยแล้ว ภายใต้ชื่อ ZnO Easy Kit

รูปที่ 3.12 รูปองค์ประกอบของผลิตภัณฑ์ ZnO Easy Kit

หมายเหตุ ของเสียจากการวิจัยได้ดำเนินการบำบัดโดยใช้เทคนิคโฟโตออกซิเดชัน (Photooxidation) อยู่แล้ว โดยการเทใส่ขวดแก้วใส ปิดด้วยกระจกนาฬิกา วางทิ้งในบริเวณที่ได้รับแสงแดดเต็มที่ โดยสารสังกะสีออกไซด์ในทางเคมีเป็นตัวเร่งชนิดหนึ่งของปฏิกิริยา

# 4. สรุปและวิจารณ์ผลการศึกษา

วิธีการวิเคราะห์ปริมาณสังกะสีที่พัฒนาขึ้น พบว่าสามารถใช้งานได้กับสารประกอบสังกะสีทั้งประเภทมีขั้วและไม่มีขั้วได้ในคราวเดียวกัน นอกจากนี้นอกเหนือจากแผนการศึกษาที่ตั้งไว้ วิธีการวิเคราะห์นี้ยังมีศักยภาพที่จะใช้ได้กับสารแขวนลอยสังกะสีได้อีกด้วย โดยสามารถสรุปผลการศึกษาดังนี้

4.1 การศึกษาองค์ประกอบชุดน้ำยาและวิธีการวิเคราะห์หาสังกะสีในน้ำยางข้น

องค์ประกอบหลักที่สำคัญที่สุดของการวิเคราะห์สารประกอบสังกะสีคือตัวทำละลาย ในการศึกษานี้พบสารประกอบสังกะสีกลุ่มที่มีขั้วสามารถละลายได้ในตัวทำละลายที่มีขั้วตัวอย่างเช่นด่างและเกลือ จึงเลือกใช้ตัวทำละลายด่างในการละลายสังกะสีออกไซด์ ทั้งนี้เนื่องจากการรักษาสภาพตัวอย่างน้ำยางทำในสภาวะที่เป็นด่าง หากทำการเตรียมสารละลายแบลงค์สำหรับหักลบค่าการดูดกลืนแสงที่มาจากสารเคมีอื่น ๆ ที่ไม่ใช่ตัวที่วิเคราะห์ จะช่วยเพิ่มความแม่นของวิธีวิเคราะห์มากขึ้น ในขณะที่ตัวทำละลายอินทรีย์ทั้งหมดที่เลือกศึกษาคือ ไดคลอโรมีเทน เบนซีน และ Z-5 สามารถละลายสารประกอบสังกะสีกลุ่มที่ไม่มีขั้ว หรือมีขั้วต่ำ ได้แก่ ZDEC และ ZDMC ที่ระดับความเข้มข้นต่ำได้ ที่เพียงพอสำหรับการเตรียมสารละลายมาตรฐาน

4.2 องค์ประกอบของสารละลายที่ก่อให้เกิดปฏิกิริยาเชิงซ้อน

พบลำดับของตัวทำละลายสารก่อปฏิกิริยาเชิงซ้อนและตัวสกัดสารสังกะสีเชิงซ้อนที่เหมาะสมคือ Z-5, ไดคลอโรมีเทน และเบนซีน ตามลำดับ และ Z-5 และไดคลอโรมีเทน สามารถใช้ทดแทนคลอโรฟอร์มซึ่งเป็นตัวทำละลายที่ดีที่สุดในรายงานของ วิไลรัตน์ (2549) และสามารถสกัดสารสังกะสีเชิงซ้อนออกจากตัวอย่างน้ำยางเจือจางได้ดีและใช้เวลาในการแยกชั้นน้อยกว่า 10 นาที

4.3 กราฟมาตรฐานของการวิเคราะห์

ในช่วงต้นของการศึกษาโดยใช้ตัวทำละลายไดคลอโรมีเทน พบความสัมพันธ์เชิงเส้นตรงของค่าการดูดกลืนแสงกับความเข้มข้นของสารเชิงซ้อนของสังกะสีที่เตรียมจากสารละลาย ZnO และสารละลาย ZMBT โดยความสัมพันธ์เชิงเส้นตรงดังกล่าวมีค่า $R^2$ สูงกว่า 0.99 ในสารประกอบสังกะสีมีขั้วทั้งสองชนิดที่ทำการศึกษา สำหรับช่วงความเข้มข้นที่ให้ความสัมพันธ์เชิงเส้นตรงของการวิเคราะห์ปริมาณสังกะสี (Linearity range) พบช่วงความเข้มข้นของ ZnO ที่ให้ความสัมพันธ์เป็นเส้นตรง อยู่ในช่วง 0.01 ถึง 0.03% (หรือ 100 ถึง 300 ppm) หลังจากความเข้มข้นดังกล่าวเป็นต้นไป พบความสัมพันธ์เริ่มเบี่ยงเบนออกจากเชิงเส้นตรง อย่างไรก็ตามจุดตัดแกน y ของกราฟมีค่าสูงกว่า 0.05

หลังจากได้เปลี่ยนตัวทำละลายเป็น Z-5 และทำการศึกษากราฟมาตรฐานของสารประกอบสังกะสีที่เตรียมได้จากสารประกอบสังกะสีที่ไม่มีขั้ว ZDEC พบผลการศึกษาเป็นที่น่าพอใจเป็นอย่างยิ่งกล่าวคือ พบความสัมพันธ์เชิงเส้นตรงของสังกะสีในช่วงความเข้มข้น 0 – 1.25 ppm โดยมีสมการความสัมพันธ์ $y = 1.1157x + 0.0465$ มีค่า $R^2$ สูงกว่า 0.95 และ กราฟมาตรฐานของสารประกอบสังกะสีที่เตรียมได้จากสารประกอบสังกะสีที่มีขั้ว ZnO 1.1179 – 0.0703 มีค่า $R^2$ สูง 0.99

ผลการพัฒนาที่สำคัญที่สุด ที่ทำให้วิธีที่พัฒนาขึ้นมีประสิทธิภาพที่ดียิ่งก็คือสัญญาณที่ได้สารตัวแทนของสังกะสีกลุ่มที่ไม่มีขั้ว คือ ZDEC มีขนาดที่ไม่แตกต่างกันอย่งมันัยสำคัญกับสารตัวแทนของสังกะสีกลุ่มที่มีขั้วคือ ZnO ที่ความเข้มข้นของอะตอมของสังกะสีที่ระดับเดียวกัน

4.4 ศึกษาประสิทธิภาพของวิธีการในการหาปริมาณสังกะสีในตัวอย่างน้ำยางข้น

จากการศึกษาอัตราส่วนการเจือจางตัวอย่างน้ำยางที่เหมาะสมพบการเจือจางตัวอย่างน้ำยางสดและข้นพบที่ 0.002 – 0.0002% สามารถให้สีของสารเชิงซ้อนในช่วงช่วงความเข้มข้นเดียวกับกราฟมาตรฐาน

สำหรับความแม่นและความเที่ยงของการทำปฏิกิริยาเชิงซ้อนและการสกัดสารประกอบสังกะสีเชิงซ้อนจากตัวอย่างน้ำยางข้น โดยทำการศึกษาสารประกอบสังกะสีที่แตกต่างกันจำนวนสี่ชนิด โดยแบ่งเป็นสารประกอบสังกะสีมีขั้ว 2 ชนิด คือ ZnO และ ZMBT และสารประกอบสังกะสีไม่มีขั้ว 2 ชนิด คือ ZDEC และ ZDMC พบความแม่นและความเที่ยงอยู่ในระดับที่น่าพอใจเป็นอย่างยิ่งสำหรับวิธีที่รวดเร็วเช่นวิธีที่พัฒนาขึ้น กล่าวคือความแม่นของวิธีการวิเคราะห์โดยร้อยละของการกู้คืนของการวิเคราะห์ ZnO และ ZMBT โดยวิธีที่พัฒนาขึ้นอยู่ในระดับที่ยอมรับได้ในทางการวิเคราะห์ กล่าวคืออยู่ในช่วง 90-110% สำหรับ ZDEC และ ZDMC พบมีค่าร้อยละของการกู้คืนสูงกว่า 110% อาจเนื่องมาจากสารประกอบที่ใช้มีความบริสุทธิ์เพียง 97% อาจมีสารประกอบสังกะสีชนิดอื่นที่มีน้ำหนักโมเลกุลต่ำกว่าผสมอยู่ ส่วนความเที่ยงของการวิเคราะห์โดยค่าสัมประสิทธิ์ของความแปรปรวนของการวิคราะห์สารประกอบทั้งสี่ชนิดในน้ำยางมีค่าสัมประสิทธิ์ของความแปรปรวนต่ำกว่า 5%

4.5 ผลการเปรียบเทียบการวิเคราะห์สังกะสีในตัวอย่างน้ำยางด้วยเทคนิคที่พัฒนาขึ้นกับเทคนิค ICP-OES

ผลจากการเปรียบเทียบการวิเคราะห์ปริมาณสังกะสีโดยเทคนิคที่พัฒนาขึ้นกับเทคนิค ICP-OES (Inductively coupled plasma – Optical emission spectroscopy) เพื่อตรวจสอบเปรียบเทียบปริมาณโลหะสังกะสีที่ตรวจสอบได้จากทั้งสองวิธีพบไม่มีความแตกต่างกันอย่างมีนัยสำคัญทางสถิติ

หากเปรียบเทียบปัจจัยอื่น ๆ ได้แก่ ความต้องการด้านทักษะความชำนาญ ความยากง่ายของวิธีการ เวลา และต้นทุนการวิเคราะห์ต่อหนึ่งตัวอย่าง อาจกล่าวได้ว่าเทคนิคที่พัฒนาขึ้น มีประสิทธิภาพเพียงพอต่อการใช้งานในระดับห้องปฏิบัติการที่ต้องการความรวดเร็ว และงบประมาณต้นทุนที่เป็นที่ยอมรับได้ของห้องปฏิบัติการของภาคอุตสาหกรรม

4.6 ผลการออกแบบชุดน้ำยาสำหรับวิเคราะห์สังกะสีในตัวอย่างน้ำยาง

หลังจากได้พัฒนาเทคนิคเป็นที่เรียบร้อยแล้วจึงได้ออกแบบเป็น ชุดน้ำยาสำหรับวิเคราะห์สังกะสีในตัวอย่างน้ำยางที่มีปริมาณสารต่าง ๆ ที่ระดับที่สามารถใช้ได้กับการทำปฏิกิริยาครั้ง และได้รับอนุมัติทุนเพิ่มเติมจากศูนย์บ่มเพาะวิสาหกิจ มหาวิทยาลัยสงขลานครินทร์ในการออกแบบฉลากบรรจุภัณฑ์

เดือนธันวาคม ปี พ.ศ. 2551 ผู้วิจัยได้ยื่นขอจดสูตรลับทางการค้า ณ สำนักงานพาณิชย์จังหวัดปัตตานี ปัจจุบันได้โอนสิทธิ์สูตรลับทางการค้าดังกล่าวเป็นของมหาวิทยาลัยสงขลานครินทร์ และในปีเดียวกัน บริษัท ซี ไซเอนซ์ แอนด์ คอนซัลแทนต์ จำกัด ที่ตั้งเลขที่ 306 หมู่ 4 ต.สมหวัง อ.กงหรา จ.

พัทลุง 93000 ได้ดำเนินการซื้อสิทธิ์เทคโนโลยีที่พัฒนาขึ้นไปดำเนินการออกแบบเป็นผลิตภัณฑ์และจำหน่ายเป็นที่เรียบร้อยแล้ว ภายใต้ชื่อ ZnO Easy Kit

เอกสารอ้างอิง


วราภรณ์ ขจรไชยกูล. 2549. ยางธรรมชาติ: การผลิตและการใช้งาน (Natural Rubber: Production and Applications). สำนักงานกองทุนสนับสนุนการวิจัย (สกว.). หจก ซีโน ดีไซน์. กรุงเทพฯ. 176 หน้า.

วิไลรัตน์ ชีวะเศรษฐธรรม. 2549a. รายงานการวิจัยเรื่อง โครงการการถ่ายทอดเทคโนโลยีการตรวจสอบปริมาณสบู่ลอเรตในน้ำยาง. สำนักงานกองทุนสนับสนุนการวิจัย.

วิไลรัตน์ ชีวะเศรษฐธรรม. 2549b. รายงานการวิจัยเรื่อง การพัฒนาเทคนิคอย่างง่ายในการวิเคราะห์หาสังกะสีในน้ำยางธรรมชาติข้น. สำนักงานกองทุนสนับสนุนการวิจัย.

ศูนย์ข้อมูลวัตถุอันตรายและเคมีภัณฑ์ กรมควบคุมมลพิษ 2551. สืบค้นออนไลน์ได้ที่ ZnO ศูนย์ข้อมูลวัตถุอันตรายและเคมีภัณฑ์.mht.

Amin, A.S. and Issa, Y.M. 2003. Utility of formazans and cetylpyridinium chloride in rapid spectrophotometric determination of zinc in biological materials and pharmaceutical formulations. Journal of Pharmaceutical and Biomedical Analysis. 31: 491-497.

Christian, G. D. 1986. Analytical chemistry. 4th edn. John Wiley & Sons. Singapore. 676 p.

Depree, G. J., Bledsoe, T.A. and Siegel, P.D. 2004. Determination of zinc dialkyldithiocarbarmates in latex condoms. J. Chromatogr. Sci. 42 : pp. 80-84.

Emerson Vidal de Aquino, Jarbas José Rodrigues Rohwedder, Ileana Facchin and Celio Pasquini. 2002. Effect of ethanol in the organic phase on liquid–liquid extraction in monosegmented flow analysis. Determination of zinc in drugs. *Talanta*, 56, Pages 643-653.

Flexsys. 2007. ZDEC Material safety data sheet. Available on line at http://www.flexsys.com/internet/pages/msds.jsp?Product=F6181&ProductForm=F6181080&MSDS=486151&BugMS=.pdf.

Flexsys. 2008. ZDMC Material safety data sheet. Available on line at http://www.flexsys.com/internet/pages/msds.jsp?Product=F6181&ProductForm=F6181080&MSDS=486151&BugMS=.pdf.

Gupta, V.K., Al Khayat, M., Minocha, A.K. and Kumar, P. 2005. Zinc(II)-selective sensors based on dibenzo-24-crown-8 in PVC matrix. Analytica Chimica Acta. 532: 153–158.

Nakajima, K., Yasuda, T. And Nakazawa, H. 2002. High-performance liquid chromatographic determination of zinc pyrithione in antidandruff preparations based on copper chelate formation. Journal of Chromatography A. 502: 379-384.

Van Staden, J. F. and Tlowana, S. I. 2002. On-line separation, simultaneous dilution and spectrophotometric determination of zinc in fertilisers with a sequential injection system and xylenol orange as complexing agent. 58, 1115-1122.

Wikipedia.org. 2007. Zinc oxide. Available online at: http://en.wikipedia.org/wiki/Zinc_oxide [July, 1st, 2006].

**สรุปข้อคิดเห็น/ข้อเสนอแนะของผู้ทรงคุณวุฒิต่อร่างรายงานฉบับสมบูรณ์ของโครงการ**
**“การพัฒนาชุดน้ำยาและวิธีการอย่างง่ายสำหรับวิเคราะห์สังกะสีในน้ำยางข้น”**
**ผศ.ดร.วิไลรัตน์ ชีวะเศรษฐธรรม หัวหน้าโครงการ**

| ข้อคิดเห็น/ข้อเสนอแนะของผู้ทรงคุณวุฒิ | ตอบข้อคิดเห็น/ข้อเสนอแนะของผู้ทรงคุณวุฒิโดยนักวิจัย |
|---|---|
| 1. ขอให้ตรวจสอบการเขียนรายงานวิชาการ ไม่วกวน จะผู้อ่านสับสนได้ | 1. ได้พยายามปรับปรุงเพิ่มขึ้น อย่างไรก็ตามเนื่องจากงานวิจัยชิ้นนี้มีความซับซ้อนขึ้นมาอีกระดับหนึ่ง การทำความเข้าใจจึงค่อนข้างต้องใช้ความเข้าใจและความตั้งใจเพิ่มขึ้นเช่นกัน |
| 2. ควรทำ Interlaboratory และ/หรือ Intralaboratory ไม่น้อยกว่า 5 -6 lab เพื่อดู Accuracy และ Precision ของการทดสอบเมื่อทำการทดสอบโดย lab อื่น (อ้างอิงแบบ ASTM ) ทั้งนี้เพื่อเพิ่มความเชื่อมั่นและเป็นที่ยอมรับในประเทศและระดับสากลต่อไป | 2. ไม่สามารถทำ lab เพิ่มเติมได้ เนื่องจากไม่มีงบประมาณจ้างผู้ช่วยวิจัยให้รออยู่หลายเดือนหลังส่งรายงานฉบับร่าง |
| 3. ควรมีคำแนะนำให้ผู้ใช้ในห้องปฏิบัติการปฏิบัติตามขั้นตอนอย่างถูกต้อง เช่น วัดความเข้มของแสงด้วยเครื่องสเปรกโตรโฟโตมิเตอร์ด้วยความยาวคลื่นที่เหมาะสม การเลือกสารมาตรฐานชนิดมีขั้วหรือไม่มีขั้วให้เหมาะสมกับตัวอย่าง | 3. ได้สรุปไว้แล้วในหัวข้อที่ 3.1.3 หน้า 18-19 |
| 4. ควรมีวิธีการทำลายของเสียที่เหลือและเกิดขึ้นจากการทดลอง | 4. ได้เพิ่มเติมวิธีการกำจัดของเสีย ในหน้า 23 |
| 5. ขอให้ตรวจสอบความถูกต้อง<br>• ข้อ 2.1.3 ก. หน้า 8 การคำนวณการเตรียมสารละลายมาตรฐานสังกะสี | 5. ได้ดำเนินการแก้ไขแล้ว ดังนี้<br>• 2.1.3 ก. เขียนว่า 1) เตรียมสารประกอบสังกะสีในรูปต่าง ๆ ให้มีปริมาณอะตอมของธาตุสังกะสีในสารละลายมาตรฐานเข้มข้น 0.2 กรัม ในตัวทำละลาย 100 มล.<br>เป็นการเขียนที่ใช้กันทั่วไปทางเคมีคือไม่ว่าจะใช้สังกะสีในรูปของสารประกอบใด ก็ให้คำนวณเฉพาะปริมาณของธาตุสังกะสีให้ได้ 0.2 กรัม ไม่คิดถึงแอนไอออน ตัวอย่าง เช่น ZnO ก็คิดเฉพาะ Zn ไม่คิด O |
| • ข้อ 2.1.3 ข. หน้า 8 ค่าความยาวคลื่นแต่ละกราฟที่ระบุว่าเป็นความยาวคลื่นที่มีการดูดกลืนแสงสูงสุดแต่ไม่ระบุไว้ว่าความยาวคลื่นเท่าไหร | • ได้ระบุเพิ่มเติมแล้ว |
| • ข้อ 2.1.4.1 ควรเขียนอธิบายการเจือจางตัวอย่างน้ำยางให้ชัดเจน และไม่ทำให้ผู้อ่านปฏิบัติตามได้ไม่สับสน | • ข้อ 2.1.4.1 ได้ดำเนินการปรับแก้แล้ว |
| • ข้อ 2.2 หน้า 9 ที่ระบุว่าดูดตัวอย่างน้ำยาง 1 หยด ประมาณ 0.2 กรัม ซึ่งไม่ accurate แต่ตอนที่นักวิจัยคำนวณ % recovery เน้นเรื่องของ Quantitative อาจมีผลต่อ result ที่คลาดเคลื่อนได้ | • ข้อ 2.2 หน้า 9 การชั่งตัวอย่างในการทำ %Recovery ได้ทำการชั่งอย่างละเอียด จึงปรับข้อความใหม่เป็น “ดูดตัวอย่างน้ำยางใส่หลอดทดลองฝาเกลียว จำนวน 1 หยด (น้ำหนักประมาณ 0.2 กรัม) ชั่งและบันทึกน้ำหนักถึงทศนิยมตำแหน่งที่สาม” |

| | |
|---|---|
| 6. จากผลการเปรียบเทียบในข้อ 3.2 หน้า 21 พบว่าปริมาณที่พบทางเทคนิคอยู่ที่ประมาณ 84% นั้น ถ้าพิจารณาจาก latex sample ในตารางที่ 3.2.1 จะพบว่า sample ที่ 1 เป็นค่าที่ใกล้เคียงขณะที่ sample ที่ 2 และ 3 เทคนิคนี้ให้ค่าที่ห่างจากวิธี ICP-OES มาก (อยู่ที่ประมาณ 77%) ดังนั้น ปริมาณการ detect ได้นี้มี error สูง (ประมาณ 25%) ถ้าโรงงานถุงมือยางหรือผลิตภัณฑ์ยางอื่นนำไปใช้ จะมีความคลาดเคลื่อนสูง ควรเพิ่มปริมาณตัวอย่างเพื่อดูค่าเพิ่มขึ้นประมาณ 5-10 ตัวอย่าง เพราะ 3 ตัวอย่างอาจจะยังไม่เป็นตัวแทนที่ดี | 6. โดยธรรมชาติของการวิเคราะห์โดยวิธี ICP-OES เอง หรือ Flame AAS ก็มีความคลาดเคลื่อนสูง ทั้งนี้เนื่องจากต้องผ่านวิธีการเตรียมตัวอย่างที่ซับซ้อน ได้เปรียบเทียบค่าเฉลี่ยใหม่โดยวิธีทางสถิติชนิด t-test แบบ multiple sample แล้วพบไม่มีความแตกต่างกันอย่างมีนัยสำคัญทางสถิติ จึงถือว่าผลที่ได้จากวิธีที่พัฒนาขึ้นใหม่ไม่มีความแตกต่างกับวิธีการที่ใช้อยู่เดิม (Christian, 1986 and Skoog, 1985) |
| <u>ข้อเสนอแนะ</u><br>● ควรพัฒนาต่อให้มีความถูกต้อง แม่นยำสูง และการ detect Zn ให้ได้ถึงระดับ 95-100% และถ้า % การ detect อยู่ในระดับ 75-85% ตามในรายงานนี้ ควรแจ้งบนฉลาก เพื่อให้ผู้ที่นำไปใช้งานรับทราบ และสามารถคำนวณสารที่จะเติมต่อไป มิฉะนั้น อาจทำให้กระบวนการผลิตผิดพลาดได้<br>● ควรสรุปงานตอนท้ายเป็นลักษณะ one page report หรือตารางสรุป เพื่อให้ง่ายต่อการอ่าน | ตอบข้อเสนอแนะ<br>● โดยทั่วไปธรรมชาติของการวิเคราะห์ตัวอย่างที่มี matrix content สูง เช่น ตัวอย่างน้ำยาง โอกาสที่จะทำการพัฒนาวิธีให้ได้ความถูกต้อง โดย %Recovery สูงถึง 95-100% จะมีโอกาสเป็นไปได้ยากมาก ไม่เหมือนกรณีของตัวอย่างน้ำดื่มหรืออื่น ๆ ที่มี matrix content ต่ำ (เคยมีการ reject ผลงานวิจัยของคนไทยที่ไม่ว่าตัวอย่างจะมี high matrix content แค่ไหน ก็ยังได้ %Recovery สูงกว่า 95% เนื่องจากไม่มีโอกาสเป็นไปได้ เนื่องจาก analyte ที่เติมลงไปจะเข้าไปจับกับ matrix ของตัวอย่างได้แน่นมาก)<br>● ได้สรุปเหลือเพียง 2 หน้า ในบทที่ 4 สรุปและวิจารณ์ผลการศึกษา |
| <u>ข้อเสนอแนะ</u> (ต่อ)<br>● <u>ผู้วิจัยควรมีการติดตามผลว่า ผู้ใช้ได้ใช้ easy kit ถูกต้องหรือไม่ เหมาะกับชนิดของตัวอย่าง/ประเภทของ Zn ในแต่ละรูป รวมทั้งการทำลาย waste ที่เกิดขึ้นอย่างไร และควรมีคำแนะนำที่ระบุว่า ผลการทดสอบยังไม่ accurate เท่ากับวิธีทางห้องปฏิบัติการ อธิบายขีดจำกัดของวิธีการทดสอบ แต่มีข้อดีคือ ประหยัด รวดเร็ว</u><br>● <u>การเปรียบเทียบผลการทดสอบกับวิธี ICP-OES ถ้าเป็นไปได้ ควรมีการศึกษาเรื่อง method validation ของการทดสอบ Zn ในน้ำยาง โดย ICP-OES เพื่อจะได้มั่นใจในระดับหนึ่ง ก่อนที่จะใช้เป็นวิธีที่ recognized เพื่อนำมาเปรียบเทียบกับวิธีที่พัฒนาขึ้นในข้อ 3.2 ของรายงาน</u> | ตอบข้อเสนอแนะ (ต่อ)<br>● การติดตามผลว่า ผู้ใช้ได้ใช้ easy kit ถูกต้องหรือไม่นั้น อยู่นอกขอบเขตของงานวิจัยนี้<br>- การทำลาย waste ได้ระบุเพิ่มเติมแล้ว หน้า 23<br>- วิธีที่พัฒนาขึ้น ไม่มีความแตกต่างกันอย่างมีนัยสำคัญทางสถิติกับวิธี ICP-OES<br>● เนื่องจากงบประมาณที่ขอไปมีค่อนข้างจำกัด จึงไม่มีงบประมาณในส่วนที่จะศึกษา<u>เรื่อง method validation ของ ICP-OES</u> ใน<u>การทดสอบ Zn ในน้ำยาง</u> ตัวอย่างน้ำยางเพียงตัวอย่างเดียว ราคาสูงถึง 1200 - 2100 บาท และการทำ method validation ของวิธี ICP-OES อยู่นอกเหนือขอบเขตของการวิจัย |