

บทที่ 2

การทดลองและผลการทดลอง

2.1 การวิเคราะห์โดยวิธีอุลตราไวโอเลตสเปกโตรสโคปี

2.1.1 สารเคมี - เครื่องมือที่ใช้

2.1.1.1 สารเคมี

ชื่อ	สูตร	เกรด	บริษัทที่ผลิต
Potassium carbonate	K_2CO_3	AR	Fluka AG,Buchs,SG
Zince sulfate	$ZnSO_4$	AR	BDH Chemicals
Sodium nitrile	$NaNO_2$	AR	E.MERK,Darmstsd
Ammonium ferric sulfate	$NH_4Fe(SO_4).12H_2O$	AR	Fluka AG,Buchs,SG
Potassium iodide	KI	AR	Fluka AG,Buchs,SG

2.1.1.2 เครื่องมือที่ใช้ในการทดลอง

ก. UV - VIS SPECTROPHOTOMETER ยี่ห้อ Variance modle 330

ข. เครื่องหมุนเหวี่ยงความเร็วสูง

ค. เตาเผาอุณหภูมิสูง

2.1.2 วิธีการทดลอง

2.1.2.1 การเตรียมสารเคมี

ก. Potassium carbonate solution 30.0%

ข. Zince sulfate solution 10.0%

ค. Sodium nitrite solution 2.07%

ง. ammonium ferric sulfate reagent

ละลาย ammonium ferric sulfate 77 กรัมในน้ำกลั่น 400 มิลลิลิตร เติมน้ำกรดไนตริกเข้มข้น 167 มิลลิลิตร ปรับปริมาตรเป็น 1000 มิลลิลิตรด้วยน้ำกลั่น

จ. potassium iodide 200 นาโนกรัม/มิลลิลิตร (สารละลายมาตรฐาน)

2.1.2.2 วิธีการวิเคราะห์

1. ปิเปต 5.0 มิลลิลิตรสารละลายมาตรฐานที่ต้องการวิเคราะห์ ลงในหลอดทดลอง
2. เติม 1.0 มิลลิลิตร 0.023% potassium thiocyanate
3. เติม 1.0 มิลลิลิตร ammonium ferric sulfate reagent โดยแต่ละหลอดเติมห่างเป็นเวลาเท่ากัน ครบ 10 นาที(นับจากหลอดแรก และเขย่าหลอดทดลองหลังเติม reagent ทุกหลอด)
4. เติม 1.0 มิลลิลิตร 2.07% sodium nitrile ที่ละหลอด โดยจับเวลาหลังจากเติม sodium nitrile โดยให้เติม sodium nitrile ในแต่ละหลอดห่างเป็นเวลาเท่ากัน (เขย่าหลอดทดลองหลังเติมทุกหลอด) จนครบ 25 นาที (นับจากหลอดแรก)
5. นำสารละลายดังกล่าวไปวัดค่าการดูดกลืนแสงที่ 450 นาโนเมตร โดยแต่ละหลอดจะวัดค่าการดูดกลืนแสงห่างกันเท่ากับระยะเวลาที่เติม sodium nitrile ทำการทดลองซ้ำ 3 ครั้ง ในทุกความเข้มข้น บันทึกค่าการดูดกลืนแสงที่ได้

2.1.2.3 การศึกษาหาภาวะที่เหมาะสม

(1) ผลการศึกษาหาความยาวคลื่นสูงสุดของการดูดกลืน

จากการศึกษาการวัดสเปกตรัม ของสารละลายมาตรฐาน 4 ppb ที่ทำให้เกิดสีโดย ammonium ferric sulfate และ potassium thiocyanate เพื่อหาความยาวคลื่นสูงสุดและหาภาวะเครื่องมือ ที่เหมาะสมของสารละลายได้สเปกตรัมดังรูปที่ 2.1ก

จากผลการทดลองจะได้ความยาวคลื่นที่ดูดกลืนแสงสูงสุด (λ_{max}) ที่ 450 นาโนเมตรและค่าภาวะอื่น ๆ ของเครื่องมือที่เหมาะสมเป็นดังนี้

ความกว้างของแสงผ่านเข้าออก(slit width)	2.0	นาโนเมตร
สเกล (scale)	0.0 - 1.0	
ความเร็วของการสแกน(scan speed)	350	นาโนเมตร/นาที
อัตราการเคลื่อนที่ของกระดาษ(chart format)	20	นาโนเมตร/cm
ช่วงของ λ	600-400	นาโนเมตร

(2) ผลการศึกษาเวลาที่ใช้ในการเติม potassium thiocyanate

จากการนำเอาสารละลายมาตรฐาน 8 ppb มาทำการวิเคราะห์ตามข้อ 2.1.2.2 โดยข้อ 2 เติม potassium thiocyanate 1 มิลลิลิตร จับเวลาตั้งแต่ 0-14 นาที คือ 0,2,4,6,8,10,12,14 แล้วจึงนำไปทำตามข้อ 3,4,5 แล้ววัดค่าแอบซอร์เบ้นซ์ที่ได้ผลดังตารางที่ 2.1 และเมื่อพล็อตกราฟระหว่างค่าแอบซอร์เบ้นซ์กับเวลาได้รูปที่ 2.2

(3) ผลการศึกษาเวลาที่ใช้เติม ammonium ferric sulfate

จากการนำเอาสารละลายมาตรฐาน 8 ppb มาทำตามวิธีวิเคราะห์ตามข้อ 2.1.2.2 โดยข้อที่ 3 เติม ammonium ferric sulfate 1 มิลลิลิตร จับเวลาตั้งแต่ 0-14 นาที คือ 0,2,4,6,8,10,12,14 นาที แล้วจึงนำไปทำตามข้อ 4,5 แล้ววัดค่าแอบซอร์เบ้นซ์ที่ได้ผลดังตารางที่ 2.2 และเมื่อพล็อตกราฟระหว่างค่าแอบซอร์เบ้นซ์กับเวลาได้รูปที่ 2.3

(4) ผลการศึกษาเวลาที่ใช้เติม sodium nitrile

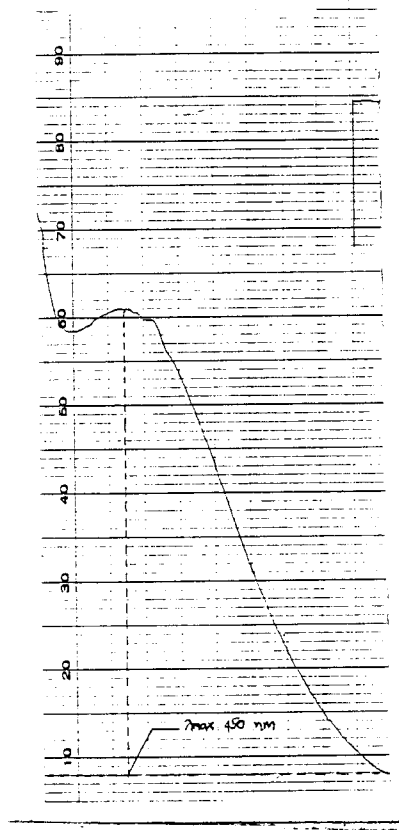
จากการนำเอาสารละลายมาตรฐาน 8 ppb มาทำตามวิธีวิเคราะห์ตามข้อ 2.1.2.2 โดยข้อ 4 เติม sodium nitrile 1 มิลลิลิตร จับเวลาตั้งแต่ 0-35 นาที คือ 0,5,10,15,20,25,30,35 แล้วจึงนำไปทำตามวิธีในข้อ 5 แล้ววัดค่าแอบซอร์เบ้นซ์ที่ได้ ผลดังตารางที่ 2.3 และเมื่อพล็อตกราฟระหว่างค่าแอบซอร์เบ้นซ์กับเวลาได้รูปที่ 2.4

(5) การสร้างกราฟมาตรฐาน (calibration curve)

1. ปิเปตสารละลายมาตรฐาน 200 นาโนกรัมต่อมิลลิลิตร 0,0.5,1.0,2.0,4.0,6.0,8.0,9.0 มิลลิลิตร ลงใน volumetric flask ขนาด 100 มิลลิลิตร
2. เติม 1.0 มิลลิลิตร ของ 30.0% potassium carbonate และปรับปริมาตรด้วยน้ำกลั่นให้ครบ 100 มิลลิลิตร
3. ทำการทดลองตามข้อ 2.1.2.2 ได้ผลการทดลองดังตารางที่ 2.4 และรูปที่ 2.5,2.6

(7) การหาเปอร์เซ็นต์การกลับคืนมา (% recovery)

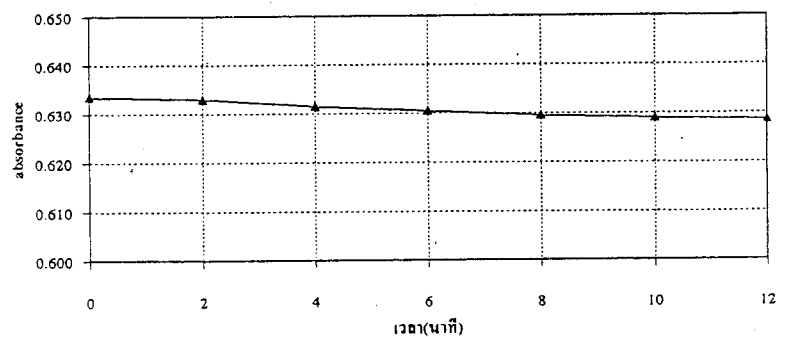
นำตัวอย่าง สานห่วยทะเลชั่งน้ำหนัก 2.5 กรัมเติมสารละลายมาตรฐาน 200 ppm จำนวน 5.0 , 2.0 มิลลิลิตรตัวอย่างละ 2 ซ้ำ ทำการสกัดตามข้อ 2.1.2.4 แล้วดำเนินการทดลองเช่นเดียวกับข้อ 2.1.2.2 ได้ผลการทดลองดังแสดงในตารางที่ 2.5 และรูปที่ 2.7ก, 2.7ข



รูปที่ 2.1 สเปกตรัมการดูดกลืนแสงของสารละลายมาตรฐาน 8 ppb

ตารางที่ 2.1 ผลการศึกษาเวลาที่ใช้ในการเติม potassium thiocyanate

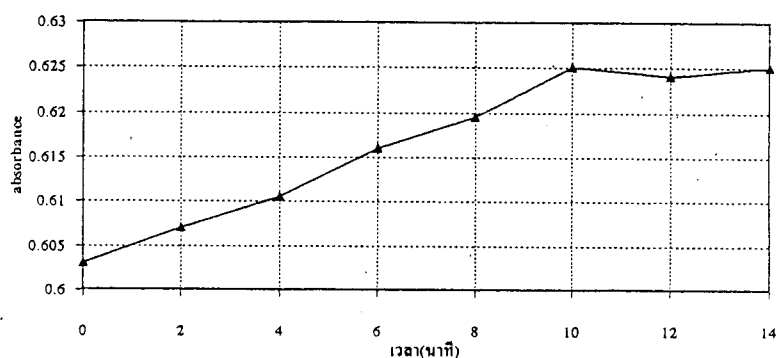
เวลา	Absorbance		เฉลี่ย
	ครั้งที่ 1	ครั้งที่ 2	
0	0.628	0.639	0.634
2	0.628	0.638	0.633
4	0.627	0.636	0.632
6	0.626	0.635	0.631
8	0.625	0.634	0.630
10	0.625	0.633	0.629
12	0.623	0.634	0.629



รูปที่ 2.2 ผลการศึกษาเวลาที่ใช้ในการเติม ammonium ferric sulfate

ตารางที่ 2.2 ผลการศึกษาเวลาที่ใช้ในการเติม ammonium ferric sulfate

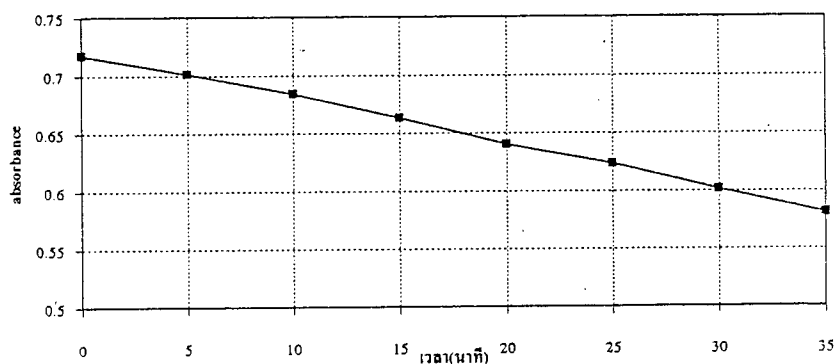
เวลา t	Absorbance		เฉลี่ย
	ครั้งที่ 1	ครั้งที่ 2	
0	0.601	0.605	0.603
2	0.605	0.609	0.607
4	0.609	0.612	0.6105
6	0.614	0.618	0.616
8	0.616	0.623	0.620
10	0.623	0.627	0.625
12	0.622	0.626	0.624
14	0.623	0.627	0.625



รูปที่ 2.3 กราฟการศึกษาระยะเวลาที่ใช้เติม sodium nitrile

ตารางที่ 2.3 ผลการศึกษาเวลาที่ใช้เติม sodium nitrile

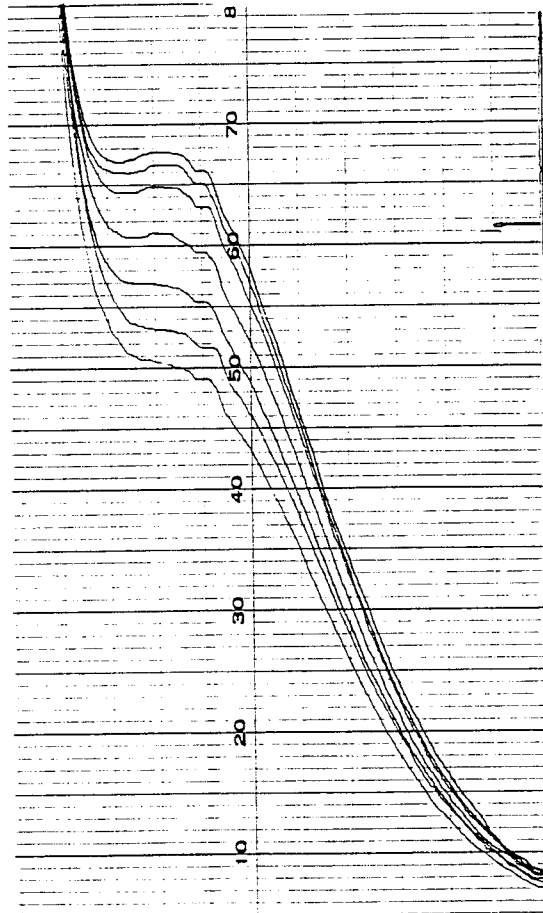
เวลา	Absorbance		เฉลี่ย
	ครั้งที่ 1	ครั้งที่ 2	
0	0.720	0.717	0.719
5	0.708	0.701	0.705
10	0.689	0.684	0.687
15	0.670	0.663	0.667
20	0.649	0.64	0.645
25	0.628	0.623	0.626
30	0.607	0.601	0.604
35	0.588	0.581	0.585



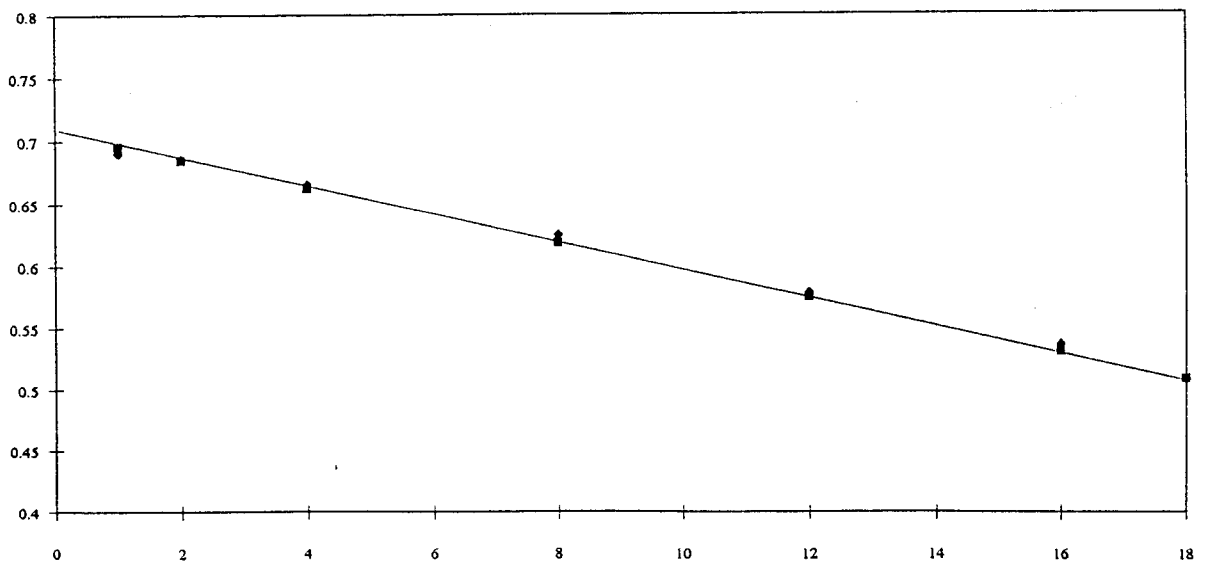
รูปที่ 2.4 กราฟการศึกษาระยะเวลาที่ใช้เติม sodium nitrile

ตารางที่ 2.4 แสดงค่าการดูดกลืนแสงของสารละลายมาตรฐานที่มีความเข้มข้นต่าง ๆ

ความเข้มข้นของสารละลาย ไอโอดีนมาตรฐาน(ppb)	ค่าการดูดกลืนแสงที่ 450 นาโนเมตร							SD
	ครั้งที่ 1	ครั้งที่ 2	ครั้งที่ 3	ครั้งที่ 4	ครั้งที่ 5	ครั้งที่ 6	เฉลี่ย	
1	0.689	0.692	0.688	0.692	0.695	0.687	0.690	0.0030
2	0.684	0.686	0.687	0.683	0.686	0.684	0.685	0.0015
4	0.669	0.669	0.661	0.663	0.665	0.665	0.665	0.0032
8	0.624	0.626	0.623	0.628	0.622	0.627	0.625	0.0024
12	0.578	0.576	0.576	0.58	0.578	0.58	0.578	0.0018
16	0.537	0.536	0.538	0.535	0.536	0.534	0.536	0.0014
18	0.506	0.505	0.509	0.510	0.502	0.508	0.507	0.0029



รูปที่ 2.5 สเปกตรัมการดูดกลืนแสงของสารละลายมาตรฐานที่ความเข้มข้นต่างๆ



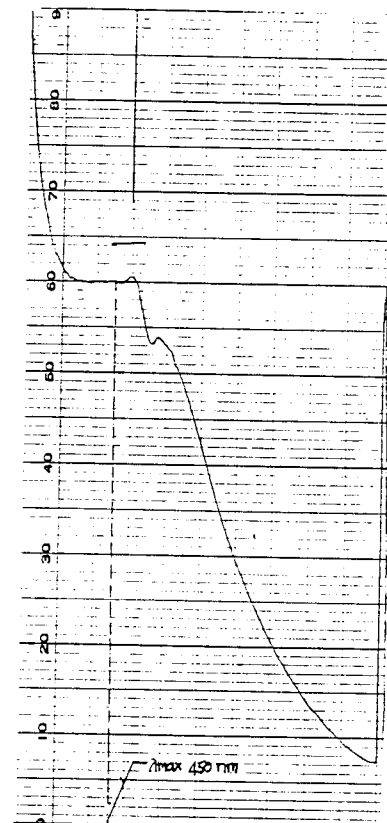
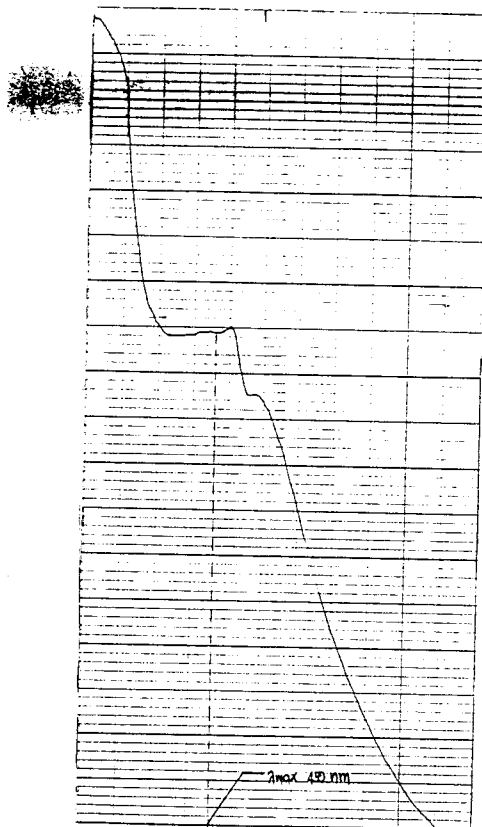
รูปที่ 2.6 กราฟมาตรฐานของสารมาตรฐาน slope = -0.011, intercept = 0.706, corr = 0.99

ตารางที่ 2.5 แสดงการหาเปอร์เซ็นต์การกลับคืนมาได้ของการวิเคราะห์หาปริมาณไอโอดีน (ในเทอมไอโอดีน)

ตัวอย่าง	สารละลายมาตรฐานไอโอดีน 203.1669 ppm ที่เติม (ml)	ปริมาณ ไอโอดีน (ไมโครกรัม/100ml)		% recovery	mean	SD	mean±SD
		ค่าตามทฤษฎี	ค่าที่วิเคราะห์ได้				
T3RE	2	4.0634	3.6721	90.37	87.31	2.86	87.31±2.86
T4RE	2	4.0634	3.6056	88.73			
T5RE	5	10.1585	8.5144	83.82			
T6RE	5	10.1585	8.7699	86.33			
J3RE	2	4.0634	3.3758	83.08	82.99	2.47	82.99±2.47
J4RE	2	4.0634	3.5102	86.39			
J5RE	5	10.1585	8.195	80.67			
J6RE	5	10.1585	8.3113	81.82			

เปอร์เซ็นต์การกลับคืนมาได้ของสารห่วยผสมบางเฉลี่ย = 87.31%

เปอร์เซ็นต์การกลับคืนมาได้ของสารห่วยญี่ปุ่น = 82.99%



รูปที่ 2.7 ก สเปกตรัมการดูดกลืนแสงของสารห่วยผสมบางเมื่อเติมสารละลายมาตรฐานเข้มข้น 203.1669 ppm 2.0 มิลลิลิตร

รูปที่ 2.7 ข สเปกตรัมการดูดกลืนแสงของสารห่วยญี่ปุ่นเมื่อเติมสารละลายมาตรฐานเข้มข้น 203.1669 ppm 5.0 มิลลิลิตร

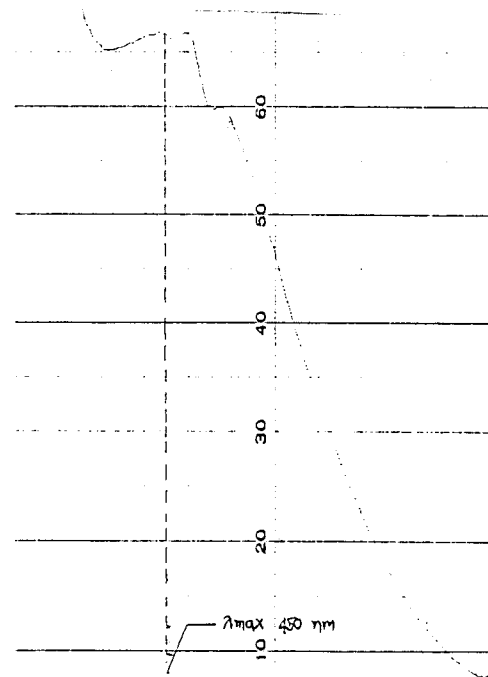
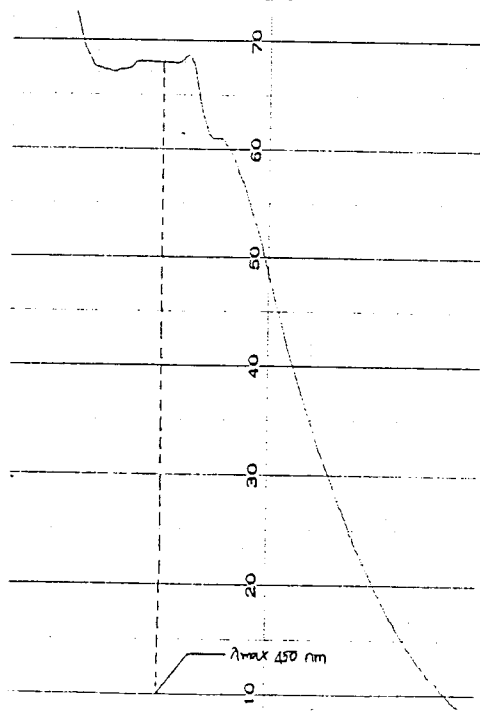
2.1.2.4 การวิเคราะห์ปริมาณไอโอดีนในตัวอย่างสาหร่ายทะเล

ได้ทำการสุ่มตัวอย่างสาหร่ายทะเลที่ขายตามท้องตลาด 2 ยี่ห้อได้แก่ ตัวอย่างสาหร่ายทะเลผมนาง และสาหร่ายทะเลญี่ปุ่นโดยสุ่มทั้งหมด 16 ตัวอย่าง

การสกัดสารตัวอย่าง

1. นำสาหร่ายทะเลตัวอย่างบดละเอียดด้วยเครื่องบด ชั่งน้ำหนัก 2.5 กรัม ใส่ในถ้วยกระเบื้อง
2. เติม 30% potassium carbonate 10 มิลลิลิตร zinc sulfate 10% 15 มิลลิลิตร คนให้เข้ากันจนเป็นโคลน ระบายแห้งบน hot plate
3. เผาบนแผ่นให้ความร้อนโดยค่อย ๆ เพิ่มอุณหภูมิทีละน้อยจนหมดควันและแห้ง นำไปเผาในเตาเผาที่ 550 องศาเซลเซียส 60 นาที จนได้เถ้าสีขาวหรือเทา
4. นำถ้วยกระเบื้องออกจากเตาเผาทิ้งให้เย็นเติมน้ำกลั่น 20 มิลลิลิตร อุณหภูมิบน hot plate 5 นาที เทสารละลายลงในหลอดทดลอง เซนติฟิวส์ 2 ครั้ง ใส่ลงเครื่องปั่นเหวี่ยง (ปั่นด้วยความเร็ว 3000 รอบ/นาที นาน 5 นาที)
5. เทสารละลายใส่ลงในบีกเกอร์ ปรับ pH ด้วยสารละลายกรดไนตริกเข้มข้นจนเป็นกรดเล็กน้อย ปรับปริมาตรด้วยน้ำกลั่นเป็น 100 มิลลิลิตร เจือจางสารละลายที่ได้ 1000 เท่า
6. ปิเปตสารละลายที่ได้ 5.0 มิลลิลิตร ใส่ลงในหลอดทดลอง แล้วดำเนินการทดลองเช่นเดียวกับข้อ 2.1.2.2 ทำการทดลอง 3 ซ้ำทุกตัวอย่าง

จากการนำเอาสาหร่ายผมนางและสาหร่ายญี่ปุ่นทั้งหมด 16 ตัวอย่างมาสกัดแล้ววิเคราะห์ตามวิธีที่ 2.1.2.2 ได้วัดสเปกตรัมการดูดกลืนคลื่นแสงดังรูป 2.7 ค ของสาหร่ายผมนาง และรูปที่ 2.7 ง ของสาหร่ายญี่ปุ่นผลการทดลองดังแสดงในตารางที่ 2.6



รูปที่ 2.7 ค สเปกตรัมการดูดกลืนแสงของตัวอย่างสาหร่ายทะเลผมนาง

ตารางที่ 2.6 แสดงผลการวิเคราะห์หาปริมาณไอโอดีนในตัวอย่างสาหร่ายทะเล

(T = สาหร่ายผมนาง J = สาหร่ายญี่ปุ่น)

ตัวอย่าง	ปริมาณไอโอดีน ไมโครกรัม/g			เฉลี่ย (mean)	SD	mean±SD
	ครั้งที่ 1	ครั้งที่ 2	ครั้งที่ 3			
T ₁	36.18	32.38	36.18	34.92	2.20	34.92±2.20
T ₂	39.83	36.04	36.04	37.30	2.19	37.30±2.19
T ₃	34.27	32.37	33.13	33.26	0.69	33.26±0.96
T ₄	40.00	38.86	37.34	38.74	1.34	38.74±1.34
T ₅	34.40	35.48	34.79	34.89	0.45	34.89±0.45
T ₆	37.10	36.87	36.50	35.86	1.03	35.86±1.03
T ₇	36.00	35.87	36.10	35.90	0.85	35.90±0.85
T ₈	38.42	37.78	38.10	36.45	1.21	36.45±1.21
T ₁	39.24	38.86	39.62	39.24	0.38	39.24±0.38
T ₂	36.09	34.95	36.09	35.71	0.66	35.71±0.66
T ₃	40.00	40.76	40.90	40.89	0.96	40.89±0.96
T ₄	42.85	40.71	42.61	41.73	0.96	41.73±0.96
T ₅	40.10	40.20	40.80	40.37	0.31	40.37±0.31
T ₆	40.05	39.87	39.80	40.14	0.33	40.14±0.33
T ₇	39.86	38.96	39.90	39.95	0.45	39.95±0.45
T ₈	40.80	40.50	41.00	40.77	0.20	40.77±0.20

2.2 การวิเคราะห์โดยเทคนิคโพเทนชิโอเมตริกไทเทรชัน

2.2.1 สารเคมี - เครื่องมือที่ใช้

2.2.1.1 สารเคมี

ชื่อ	สูตร	เกรด	บริษัทที่ผลิต
potassium carbonate	K_2CO_3	AR	BDH Chemicals
Zince sulfate	$ZnSO_4$	AR	Fluka AG,Buchs,SG
Nitric acid	HNO_3	AR	Fluka AG,Buchs,SG

2.2.1.2 เครื่องมือ

ก. เครื่องไตเตรทอัตโนมัติแบบวัดศักย์ รุ่น SM Titrino 702 Series14 Metrohm Ag CH-9101 Herisau (Switzerland)

ข. Electrodes : 6.0404.100 combined massive Ag electrode.

ค. เตาเผาอุณหภูมิสูง

ง. เครื่อง centrifuge

2.2.2 วิธีการวิเคราะห์

ก. วิธีการเตรียมสารละลายที่วิเคราะห์

1. ปิเปตสารละลายที่ต้องการวิเคราะห์ 10 มิลลิลิตรลงในปิเปเกอร์ขนาด 50 มิลลิลิตร
2. เติมน้ำกลั่น 2.0 มิลลิลิตร
3. เติมน้ำกลั่น 10 มิลลิลิตร

ข. วิธีการใช้เครื่อง

1. เลือกวิธีการไตเตรทโดยกด user meth
2. กด select (เลือก)วิธีการไตเตรทแล้ว enter
3. กดปุ่ม parameter แล้ว enter
4. สร้าง parameter ดังรูป 2.8 ที่ต้องการแล้ว quit
5. สร้างสูตรการคำนวณ โดยกดหมายเลข 2 หน้าจอจะปรากฏคำว่า formular กด enter หน้าจอจะขึ้น RS? กดหมายเลข 1 แล้วป้อนสูตรตามรูป 2.8 จากนั้น enter แล้ว quit
6. สร้างค่าตัวแปรในสูตร โดยกดหมายเลข 1
7. สร้าง sample data โดยกด sample data เลือก sample unit และ select เลือก ml
8. เริ่มการไตเตรทโดยกด start เมื่อหน้าจอปรากฏ EP1 ให้กดปุ่ม stop เพื่อยุติการไทเทรต

```

'pa
date 96-01-15      time 12:39      0
MET U              353077-1
parameters
>titration parameters
  V step            0.1 ml
  titr.rate          max. ml/min
  signal drift       20 mV/min
  equilibr.time      38 s
  start V:           OFF
  pause              0 s
  meas.input:        1
  temperature        25.0 C
>stop conditions
  stop V:            abs.
  stop V             10 ml
  stop U             OFF mV
  stop EP            9
  filling rate       max. ml/min
>statistics
  status:            OFF
>evaluation
  EPC                30 mV
  EP recognition:    all
  fix EP1 at U       OFF mV
  pK/HNP:            OFF
>preselections
  req.ident:         OFF
  req.smpl size:     value
  activate pulse:    OFF
-----

```

```

'fm
date 96-01-15      time 12:39      0
MET U              353077-1
>calculations
RS1=EP1*C01*C02*C03/C00;4;ppm
C00=                1.0
C01=                 0.0001
C02=                 126.9
C03=                 1000
-----

```

เมื่อตัวแปร RS1=ปริมาณไอโอดีน (ppm)

EP1=ปริมาตร AgNO_3 ที่ใช้ (ml.)

C00=ปริมาตรน้ำตัวอย่าง (ml.)

C01=ความเข้มข้นของสารละลายมาตรฐาน AgNO_3 (M)

C02=มวลอะตอมของไอโอดีน

C03=ค่าคงที่

รูปที่ 2.8 แสดง parameter และสูตรการคำนวณที่ใช้

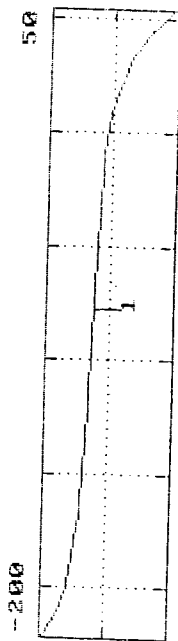
ค. การหาขีดต่ำสุดของการวัด (Detection Limit)

เจือจางสารละลายมาตรฐานไอโอไดต์เข้มข้น 10 ppm ให้มีความเข้มข้นเป็น 1,0.8,0.6, 0.4,0.2,และ 0.1 ppm นำไปวิเคราะห์โดยเทคนิคโพเทนชิโอเมตริกไทเทรชัน ซึ่งใช้สารละลายมาตรฐานซิล เวอร์ไนเตรทเข้มข้น 0.0001 โมลาร์ ผลการวิเคราะห์ดังตาราง 2.7 และรูป 2.9 จากผลการทดลองสามารถ วิเคราะห์หาปริมาณไอโอไดต์ได้ต่ำสุด 0.2 ppm.

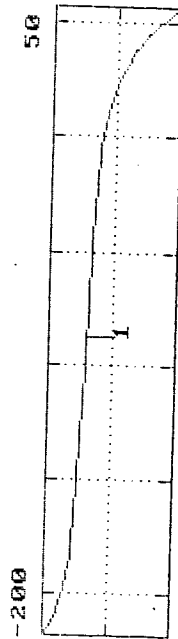
ตาราง 2.7 แสดงการหาขีดต่ำสุดของเทคนิคโพเทนชิโอเมตริกไทเทรชัน

[I] ที่เตรียม ppm	[I] ที่วิเคราะห์ได้ ppm			เฉลี่ย
	ครั้งที่ 1	ครั้งที่ 2	ครั้งที่ 3	
1	0.9804	0.9686	0.9605	0.9698
0.8	0.79587	0.7854	0.7826	0.7880
0.6	0.6103	0.6156	0.6329	0.6196
0.4	0.4078	0.4029	0.4185	0.4097
0.2	0.2368	0.2364	0.2519	0.2417
0.1	missing	missing	missing	—

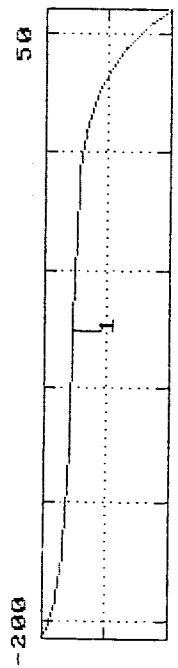
```
'fr
date 96-01-04      time 14:43      8
U(init)            -222 mV MET U 353077-1
smp1 size          10 ml
EP1                0.773 ml      -78 mV
RS1                0.9804 ppm
manual stop
=====
```



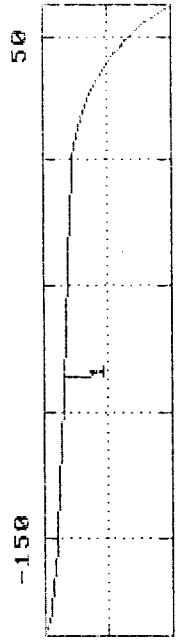
```
'fr
date 96-01-04      time 15:36      15
U(init)            -218 mV MET U 353077-1
smp1 size          10 ml
EP1                0.627 ml      -87 mV
RS1                0.7957 ppm
stop V reached
=====
```



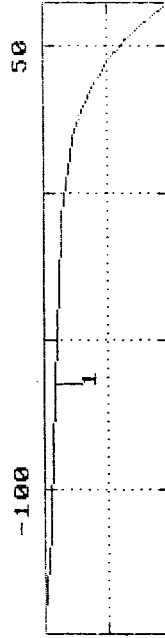
```
'fr
date 96-01-04      time 15:58      18
U(init)            -208 mV MET U 353077-1
smp1 size          10 ml
EP1                0.481 ml      -76 mV
RS1                0.6103 ppm
stop V reached
=====
```



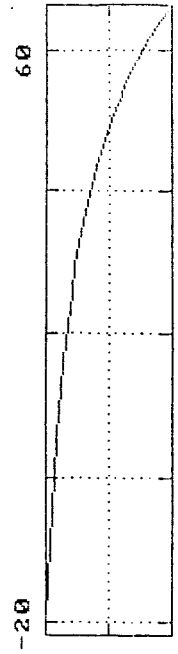
```
'fr
date 96-01-04      time 16:26      22
U(init)            -187 mV MET U 353077-1
smp1 size          10 ml
EP1                0.321 ml      -97 mV
RS1                0.4078 ppm
stop V reached
=====
```



```
'fr
date 96-01-04      time 16:35      23
U(init)            -139 mV MET U 353077-1
smp1 size          10 ml
EP1                0.187 ml      -64 mV
RS1                0.2368 ppm
stop V reached
=====
```



```
'fr
date 96-01-04      time 16:53      26
U(init)            -21 mV MET U 353077-1
smp1 size          10 ml
RS1 / missing EP
stop V reached
=====
```



รูปที่ 2.9 แสดงผลการทดลองหาขีดต่ำสุดของการวัด

2.2.3 การคำนวณหาเปอร์เซ็นต์การกลับคืนมาได้

นำตัวอย่างสาหร่ายทะเลซึ่งน้ำหนัก 2.5 กรัมเติม สารละลายมาตรฐาน 200 ppm จำนวน 5.0 , 2.0 มิลลิลิตร ทำการสกัดตัวอย่างเช่นเดียวกับข้อ 2.2.4 แล้วดำเนินการทดลองเช่นเดียวกับข้อ 2.2.2 ได้ผลการทดลองดังแสดงในตารางที่ 2.9, 2.10 และรูปที่ 2.12 และ 2.13 ตามลำดับ

2.2.4 การวิเคราะห์ปริมาณไอโอดีน(ในเทอมไอโอไดด์)ในตัวอย่างสาหร่ายทะเล

ได้ทำการสุ่มตัวอย่างสาหร่ายทะเลที่ขายตามท้องตลาด 2 ยี่ห้อได้แก่ ตัวอย่างสาหร่ายทะเลผมนาง และสาหร่ายทะเลญี่ปุ่นโดยสุ่มทั้งหมด 16 ตัวอย่าง

การสกัดสารตัวอย่าง

1. นำสาหร่ายทะเลตัวอย่างบดละเอียดด้วยเครื่องบด ซึ่งน้ำหนัก 2.5 กรัม ใส่ในถ้วยกระเบื้อง
2. เติม 30% potassium carbonate 10 มิลลิลิตร zinc sulfate 10% 15 มิลลิลิตร คนให้เข้ากันจนเป็นโคลน ระเหยแห้งบน hot plate
3. เผาบนแผ่นให้ความร้อนโดยค่อย ๆ เพิ่มอุณหภูมิทีละน้อยจนหมดควันและแห้ง นำไปเผาในเตาเผาที่ 550 องศาเซลเซียส 60 นาที จนได้เถ้าสีขาวหรือเทา
4. นำถ้วยกระเบื้องออกจากเตาเผาทิ้งให้เย็นเติมน้ำกลั่น 20 มิลลิลิตร อุณหภูมิบน hot plate 5 นาที เทสารละลายลงในหลอดทดลอง เซนต์ปีฟส์ 2 ครั้งใส่ลงเครื่องcentrifuge(บั่นด้วยความเร็ว 3000 รอบ/นาที นาน 5 นาที)
5. เทสารละลายใส่ลงในบีกเกอร์ ปรับ pH ด้วยสารละลายกรดไนตริกเข้มข้นจนเป็นกรดเล็กน้อย ปรับปริมาตรด้วยน้ำกลั่นเป็น 100 มิลลิลิตร
6. ดำเนินการทดลองตามวิธีที่ 2.2.2 ได้ผลการทดลองดังแสดงในตารางที่ 2.8 และรูปที่ 2.10, 2.11

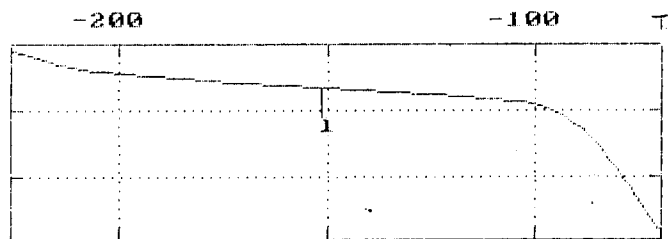
ตารางที่ 2.8 แสดงผลการวิเคราะห์หาปริมาณไอโอดีนในสาหร่ายทะเลโดยเทคนิคโพเทนชิโอเมตริกไทเทรชัน

ตัวอย่าง	T = สาหร่ายผสมนาง			J = สาหร่ายญี่ปุ่น		
	ปริมาณไอโอดีน ไมโครกรัม/g			เฉลี่ย (mean)	SD	mean $\pm$ SD
	ครั้งที่ 1	ครั้งที่ 2	ครั้งที่ 3			
T ₁	34.43	35.81	35.65	35.29	0.75	35.29 $\pm$ 0.75
T ₂	36.59	36.82	36.54	36.65	0.14	36.65 $\pm$ 0.14
T ₃	34.85	35.41	35.76	35.34	0.45	35.34 $\pm$ 0.45
T ₄	35.80	36.07	35.76	35.87	0.16	35.87 $\pm$ 0.16
T ₅	35.20	35.80	35.10	35.36	0.37	35.36 $\pm$ 0.37
T ₆	36.20	35.87	36.08	36.05	0.16	36.05 $\pm$ 0.16
T ₇	35.10	35.18	35.40	35.22	0.15	35.22 $\pm$ 0.15
T ₈	36.30	36.48	36.05	36.27	0.30	36.27 $\pm$ 0.30
T ₁	40.12	38.96	38.81	39.29	0.71	39.29 $\pm$ 0.71
T ₂	37.09	36.69	35.27	36.35	0.95	36.35 $\pm$ 0.95
T ₃	39.02	38.46	39.08	38.85	0.34	38.85 $\pm$ 0.34
T ₄	43.20	43.92	43.94	43.68	0.43	43.68 $\pm$ 0.43
T ₅	42.10	42.20	42.00	42.1	0.10	42.10 $\pm$ 0.10
T ₆	40.01	40.32	40.60	40.31	0.29	40.31 $\pm$ 0.29
T ₇	39.98	39.80	39.48	39.75	0.25	39.75 $\pm$ 0.25
T ₈	41.22	41.18	41.32	41.24	0.07	41.24 $\pm$ 0.07

```

'fr
date 95-12-07      time 14:44      6  T1
U(init)      -225 mV  MET U  353077-1
smp1 size    10 ml
EP1          0.682 ml      -151 mV
RS1          0.8654 ppm
manual stop

```

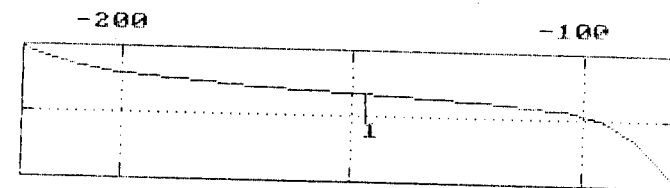


สำหรับถ่ายเทความร้อน(T1)

```

'fr
date 96-01-03      time 17:15      23
U(init)      -221 mV  MET U  353077-1
smp1 size    10 ml
EP1          0.691 ml      -148 mV
RS1          0.8764 ppm
manual stop

```

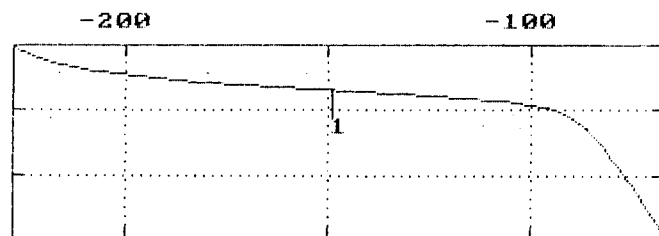


สำหรับถ่ายเทความร้อน(T3)

```

date 95-12-07      time 15:17      10  T2
U(init)      -227 mV  MET U  353077-1
smp1 size    10 ml
EP1          0.728 ml      -149 mV
RS1          0.9235 ppm
manual stop

```

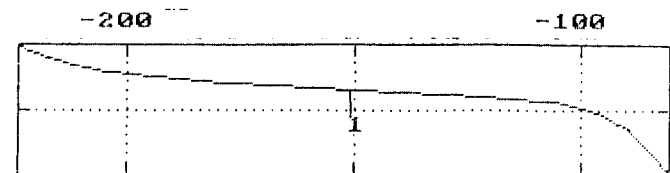


สำหรับถ่ายเทความร้อน(T2)

```

'fr
date 96-01-03      time 17:57      29
U(init)      -224 mV  MET U  353077-1
smp1 size    10 ml
EP1          0.709 ml      -151 mV  T4
RS1          0.8997 ppm
manual stop
=====

```



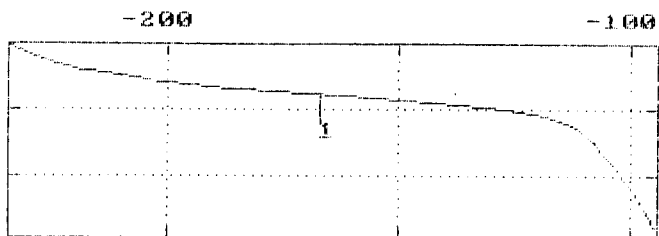
สำหรับถ่ายเทความร้อน(T4)

รูปที่ 2.10 แสดงผลการวิเคราะห์หาปริมาณไอโอดีนในสารละลาย

```

'fr
date 95-12-09      time 16:11      9 J1
U(init)      -234 mV MET U  353077-1
smp1 size    10 ml
EP1          0.794 ml          -167 mV
RS1          1.0082 ppm
manual stop
=====

```

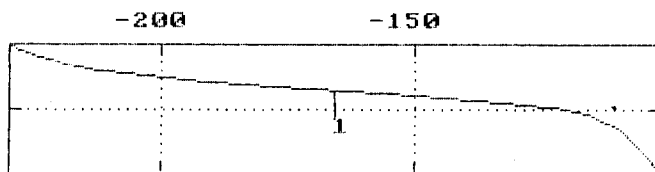


สำหรับรายละเอียด (J1)

```

=====
'fr
date 95-12-09      time 16:29      12 J2
U(init)      -229 mV MET U  353077-1
smp1 size    10 ml
EP1          0.737 ml          -166 mV
RS1          0.9347 ppm
manual stop
=====

```

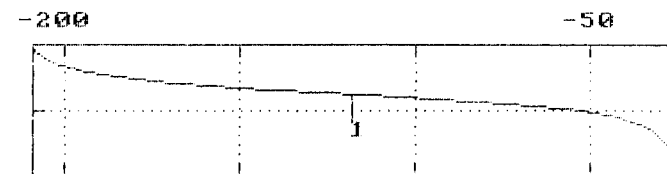


สำหรับรายละเอียด (J2)

```

'fr
date 96-01-03      time 15:39      12 J3
U(init)      -201 mV MET U  353077-1
smp1 size    10 ml
EP1          0.773 ml          -119 mV
RS1          0.9807 ppm
manual stop
=====

```

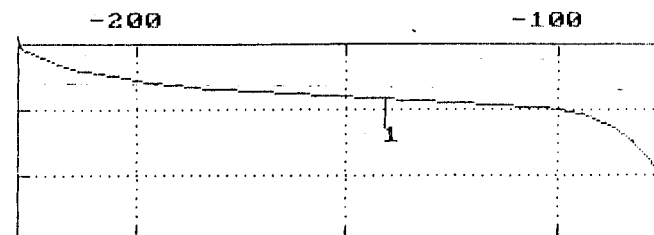


สำหรับรายละเอียด (J3)

```

'fr
date 96-01-03      time 17:50      28 J4
U(init)      -228 mV MET U  353077-1
smp1 size    10 ml
EP1          0.856 ml          -141 mV
RS1          1.0869 ppm
manual stop
=====

```



สำหรับรายละเอียด (J4)

รูปที่ 2.11 แสดงผลการวิเคราะห์หาปริมาณไอโอดีนในสารละลาย

ตาราง 2.9 แสดงการหาเปอร์เซ็นต์การได้กลับคืนมาโดยการเติมสารละลายมาตรฐาน

เข้มข้น 203.1699ppm 2 ml.

ตัวอย่าง	น้ำหนัก(กรัม)	ปริมาณไอโอดีนที่วิเคราะห์ได้ ppm/100 ml.				%การได้กลับคืนมา	%การได้กลับคืนมาเฉลี่ย
		ครั้งที่1	ครั้งที่2	ครั้งที่3	เฉลี่ย		
สำหรับผมนางT3Ro	2.5136	4.5245	4.5386	4.5331	4.5321	89.70	88.46
สำหรับผมนางT4Ro	2.5124	4.4748	4.5319	4.3974	4.4680	87.19	
สำหรับญี่ปุ่น J3Ro	2.5126	4.3974	4.3298	4.3235	4.3502	82.76	
สำหรับญี่ปุ่น J4Ro	2.5113	4.5227	4.4872	4.4567	4.4889	87.93	

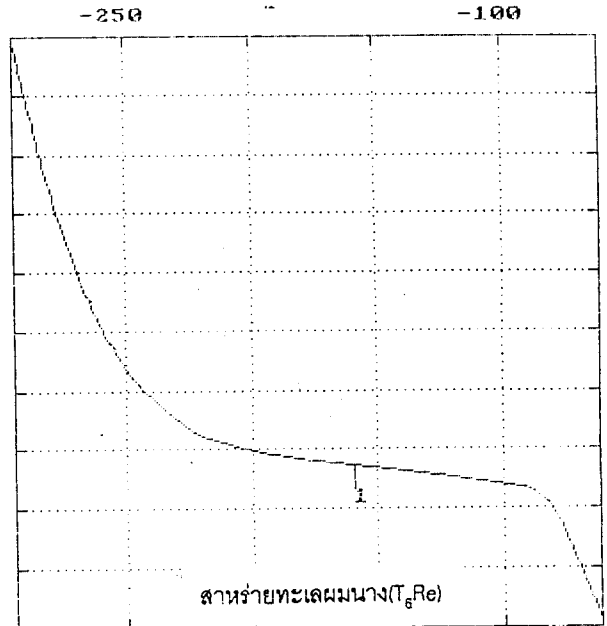
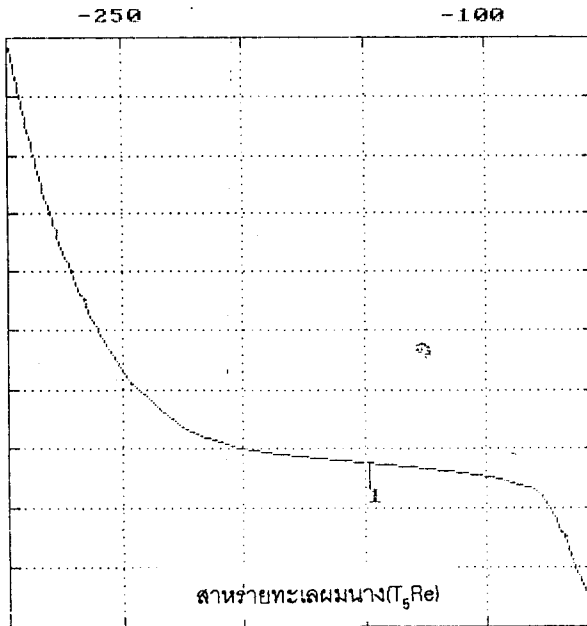
ตาราง 2.10 แสดงการหาเปอร์เซ็นต์การได้กลับคืนมาโดยการเติมสารละลายมาตรฐาน

เข้มข้น 203.1699ppm 5 ml.

ตัวอย่าง	น้ำหนัก(กรัม)	ปริมาณไอโอดีนที่วิเคราะห์ได้ ppm/100 ml.				%การได้กลับคืนมา	%การได้กลับคืนมาเฉลี่ย
		ครั้งที่1	ครั้งที่2	ครั้งที่3	เฉลี่ย		
สำหรับผมนางT5Ro	2.5035	9.2065	9.2643	9.1613	9.2107	81.94	82.27
สำหรับผมนางT6Ro	2.5112	9.2401	9.3533	9.3527	9.3154	82.59	
สำหรับญี่ปุ่น J5Ro	2.5136	9.1914	9.1558	9.2015	9.1829	80.68	
สำหรับญี่ปุ่น J6Ro	2.5097	9.3157	9.2954	9.2865	9.2992	82.52	

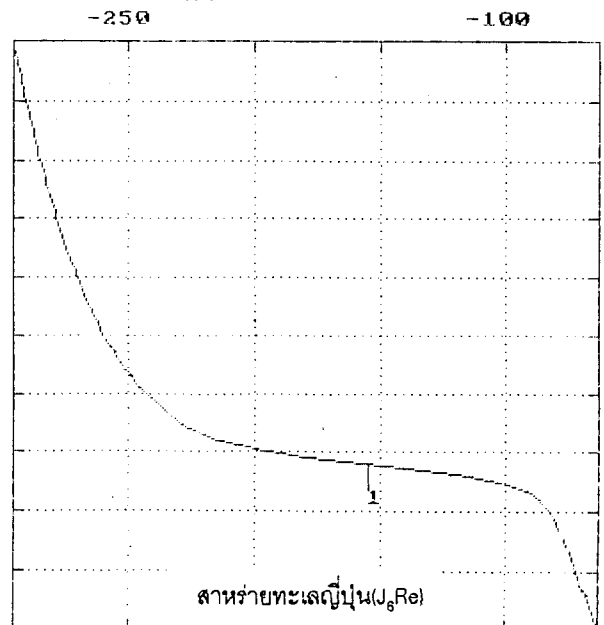
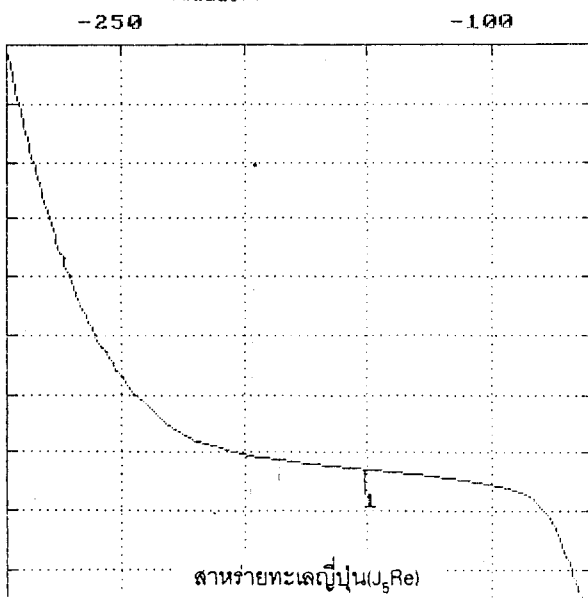
'fr
 date 95-12-07 time 13:55 2 T5Re
 U(init) -297 mV MET U 353077-1
 smpl size 10 ml
 EP1 7.255 ml -148 mV
 RS1 9.2065 ppm
 manual stop

'fr
 date 95-12-07 time 15:55 14 T6Re
 U(init) -295 mV MET U 353077-1
 smpl size 10 ml
 EP1 7.281 ml -160 mV
 RS1 9.2401 ppm
 manual stop
 stop V reached



'fr
 date 95-12-10 time 11:48 10 J5Re
 U(init) -295 mV MET U 353077-1
 smpl size 10 ml
 EP1 7.243 ml -150 mV
 RS1 9.1914 ppm
 manual stop

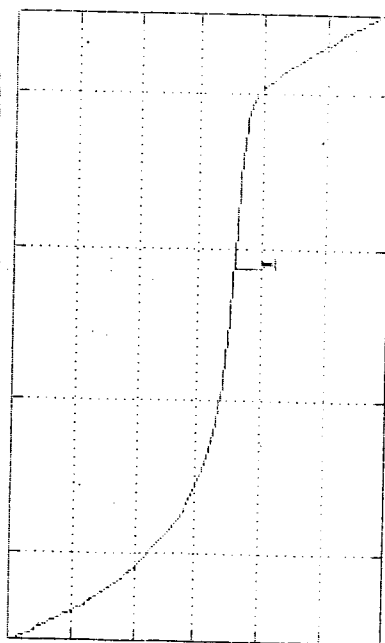
'fr
 date 95-12-10 time 12:12 13 J6Re
 U(init) -298 mV MET U 353077-1
 smpl size 10 ml
 EP1 7.341 ml -155 mV
 RS1 9.3157 ppm
 manual stop



รูปที่ 2.12 แสดงผลการหาเปอร์เซ็นต์การกลับคืนมาได้เมื่อเติมสารละลายมาตรฐาน
 5 มิลลิลิตร

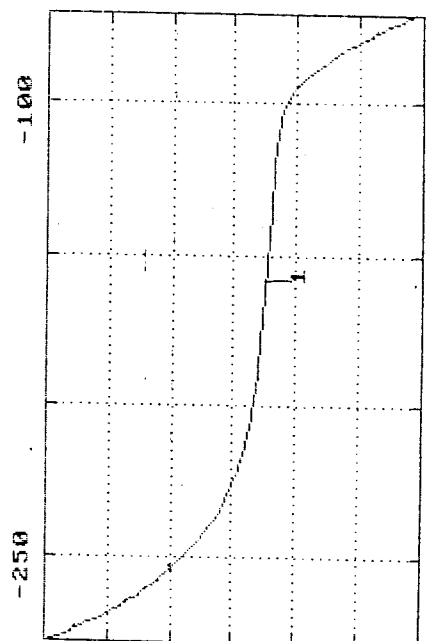
• 203.1669 ppm

1fr
date 95-12-10 time 09:30 T3Re
U(init) -278 mV MET U 353077-1
smp1 size 10 ml
EP1 3.565 ml -157 mV
RS1 4.5245 ppm
manual stop
-250



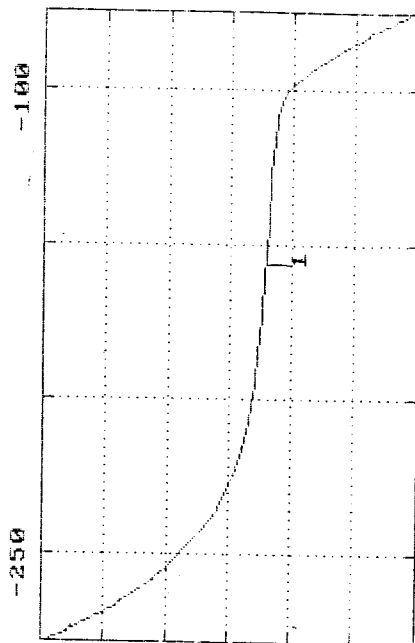
สารละลายโพแทสเซียม (T₃Re)

1fr
date 95-12-09 time 15:37 5 T4Re
U(init) -278 mV MET U 353077-1
smp1 size 10 ml
EP1 3.526 ml -158 mV
RS1 4.4748 ppm
manual stop
=====



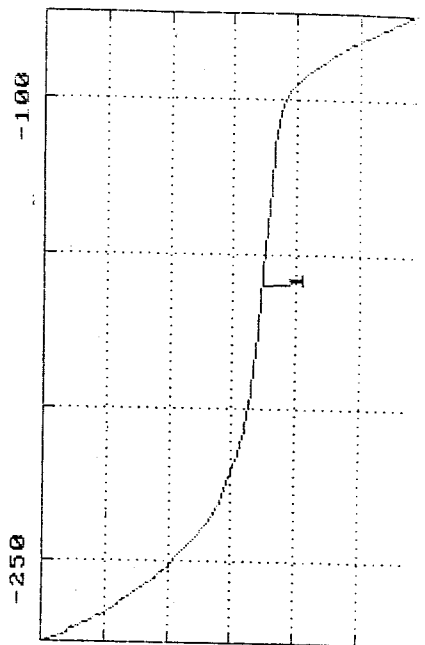
สารละลายโพแทสเซียม (T₄Re)

1fr
date 95-12-10 time 10:30 J3Re
U(init) -275 mV MET U 353077-1
smp1 size 10 ml
EP1 3.465 ml -160 mV
RS1 4.3974 ppm
manual stop



สารละลายโพแทสเซียม (J₃Re)

1fr
date 95-12-10 time 10:52 4 J4Re
U(init) -278 mV MET U 353077-1
smp1 size 10 ml
EP1 3.564 ml -165 mV
RS1 4.5227 ppm
manual stop



สารละลายโพแทสเซียม (J₄Re)

รูปที่ 2.13 แสดงผลการหาเปอร์เซ็นต์การกลับคืนมาได้เมื่อเติมสารละลายมาตรฐาน
2 มิลลิลิตร

203.1669 ppm



2.3 การวิเคราะห์โดยเทคนิคการไตเตรท

2.3.1 สารเคมี - เครื่องมือที่ใช้

2.3.1.1 สารเคมี

ชื่อ	สูตร	เกรด	บริษัทที่ผลิต
Sodium hydroxide	NaOH	AR	Fluka AG,Buchs,SG
Ethanol	CH ₃ CH ₂ OH	AR	Fluka AG,Buchs,SG
Sulfuric acid	H ₂ SO ₄	AR	BDH Chemicals
Phenolphthalein indicator	-	AR	E.MERK,Darmstsd
Sodium hypochloride	NaClO	AR	Fluka AG,Buchs,SG
Sodium formate	HCOONa	AR	BDH Chemicals
Potassium iodide	KI	AR	Fluka AG,Buchs,SG
น้ำแข็ง		-	-
Sodium thiosulfate	(Na ₂ S ₂ O ₃)	AR	Fluka AG,Buchs,SG

2.3.1.2 เครื่องมือที่ใช้

- บิวเรตขนาด 50 มิลลิลิตร
- ขวดรูปชมพู่ขนาด 125 มิลลิลิตร
- เครื่อง centrifuge
- เตาเผาอุณหภูมิสูง

2.3.2 วิธีการทดลอง

2.3.2.1 วิธีการสกัดไอโอดีน(ในเทอมไอโอดีน)จากอาหารทะเล

- ชั่งตัวอย่างประมาณ 5 กรัม ใส่ลงในชามระเหย
- เติม 5 มิลลิลิตร 50% sodium hydroxide และ 5 มิลลิลิตร ethanol ผสมให้เข้ากัน
- ระเหยบนแผ่นให้ความร้อนเป็นเวลา 1 ชั่วโมง นำไปเผาในเตาเผาที่อุณหภูมิ 550 องศาเซลเซียส นาน 2 ชั่วโมง
- เอาออกจากเตาเผา ทิ้งไว้ให้เย็นเติมน้ำกลั่น 25 มิลลิลิตร ต้มให้เดือดนาน 5 นาที
- กรองผ่านกระดาษกรอง เก็บสารละลายที่ได้ในปิกรอร์ขนาด 100 มิลลิลิตร
- สะเทินด้วย 6M sulfuric acid โดยใช้ Phenolphthalein เป็นอินดิเคเตอร์
- เติม 5 มิลลิลิตร 1 M sodium hypochloride
- ปรับสภาพสารละลายให้เป็นพีเอชประมาณ 2 ด้วย 6M sulfuric acid เติม 5 มิลลิลิตร 40% sodium formate ต้มต่อ 5 นาที
- ทิ้งให้สารละลายเย็นปรับปริมาตรสารละลายเป็น 50 มิลลิลิตรด้วยน้ำกลั่น

2.3.2.2 วิธีการไตเตรท

1. นำสารละลายตัวอย่างที่วิเคราะห์ 50 มิลลิลิตรถ่ายลงในขวดรูปชมพู่ขนาด 125 มิลลิลิตร
 2. เติม 5 มิลลิลิตร 6M sulfuric acid และน้ำแบ่ง 2-3 หยด
 3. เติม 0.5 กรัม potassium iodide จะได้สารละลายสีม่วง
 4. ไตเตรทกับสารละลายมาตรฐาน 0.001N sodiumthiosulfate จนกระทั่งสีม่วงจางหายไป
 5. จุดยุติสังเกตได้จากสีม่วงไม่ย้อนกลับคืนภายในเวลา 5 นาที
 6. บันทึกปริมาตรของ 0.001 N sodiumthiosulfate ที่ใช้เพื่อนำไปคำนวณปริมาณของไอโอดีนในตัวอย่าง
- ทั้งหมด 32 ตัวอย่าง ได้ผลการทดลองดังแสดงในตารางที่ 2.11

ตารางที่ 2.11 แสดงผลการวิเคราะห์หาปริมาณ ไอโอดีนด้วยการไทเทรตกับสารละลายมาตรฐาน
โซเดียมไทโอซัลเฟต 0.001 นอร์มอล (ค่าเฉลี่ยทำการทดลอง 4 ซ้ำ)

ชื่อตัวอย่าง	ปริมาณไอโอดีนเฉลี่ย ($\mu\text{g/g}$)
1. กุ้งแห้งตัวเล็ก	0.41
2. กุ้งแห้งตัวเล็ก	0.42
3. กุ้งแห้งตัวเล็ก	0.40
4. กุ้งแห้งตัวเล็ก	0.42
5. กุ้งแห้งตัวใหญ่	0.37
6. กุ้งแห้งตัวใหญ่	0.36
7. กุ้งแห้งตัวใหญ่	0.36
8. กุ้งแห้งตัวใหญ่	0.37
9. ปลาข้าวสาร	0.65
10. ปลาข้าวสาร	0.64
11. ปลาข้าวสาร	0.66
12. ปลาข้าวสาร	0.66
13. ปลาทูฮอม	0.43
14. ปลาทูฮอม	0.41
15. ปลาทูฮอม	0.41
16. ปลาทูฮอม	0.43
17. ปลาทูหนึ่ง	0.33
18. ปลาทูหนึ่ง	0.34
19. ปลาทูหนึ่ง	0.32
20. ปลาทูหนึ่ง	0.32
21. ปลาทูสด	0.55
22. ปลาทูสด	0.53
23. ปลาทูสด	0.54
24. ปลาทูสด	0.52
25. ปลาหมึกกล้วย	0.38
26. ปลาหมึกกล้วย	0.37
27. ปลาหมึกกล้วย	0.40
28. ปลาหมึกกล้วย	0.38

ชื่อตัวอย่าง	ปริมาณไอโอดีนเฉลี่ย ($\mu\text{g/g}$)
29. ปลาอินทรี	0.29
30. ปลาอินทรี	0.28
31. ปลาอินทรี	0.29
32. ปลาอินทรี	0.29