

บทที่ 4

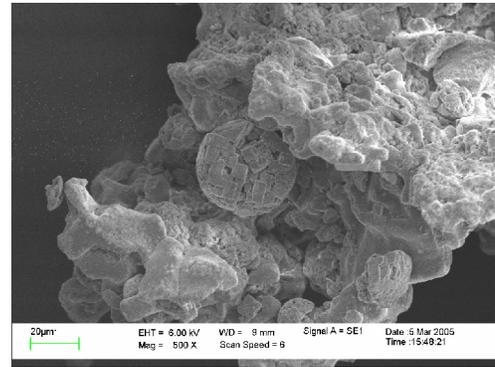
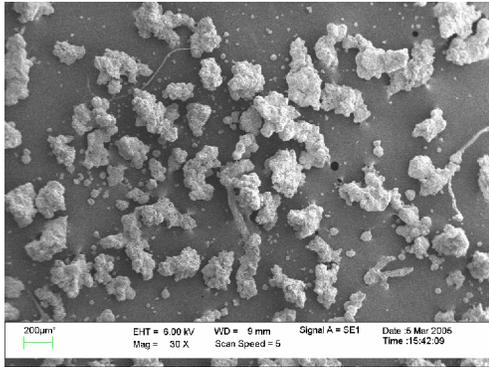
ผลการวิจัย

4.1 ผลการวิจัย

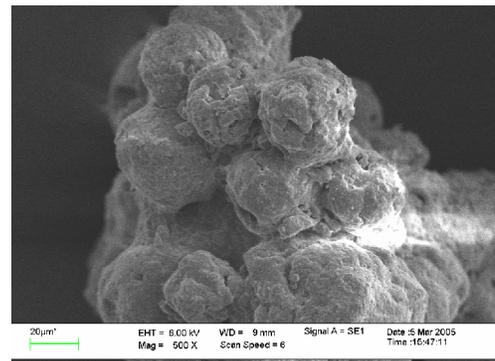
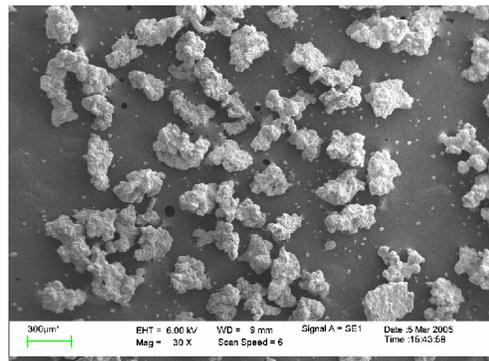
4.1.1 ศึกษาการเตรียมอนุภาคซิลิกา

4.1.1.1 การวิเคราะห์คุณสมบัติทางกายภาพของอนุภาคซิลิกาที่เตรียมได้จากแคลบข้าว

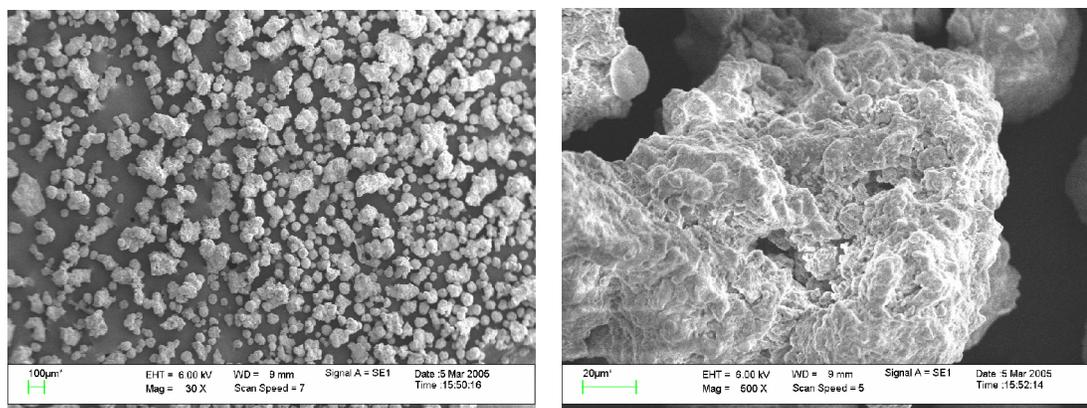
1. วิเคราะห์ลักษณะอนุภาคซิลิกาด้วยเทคนิค Scanning Electron Microscope



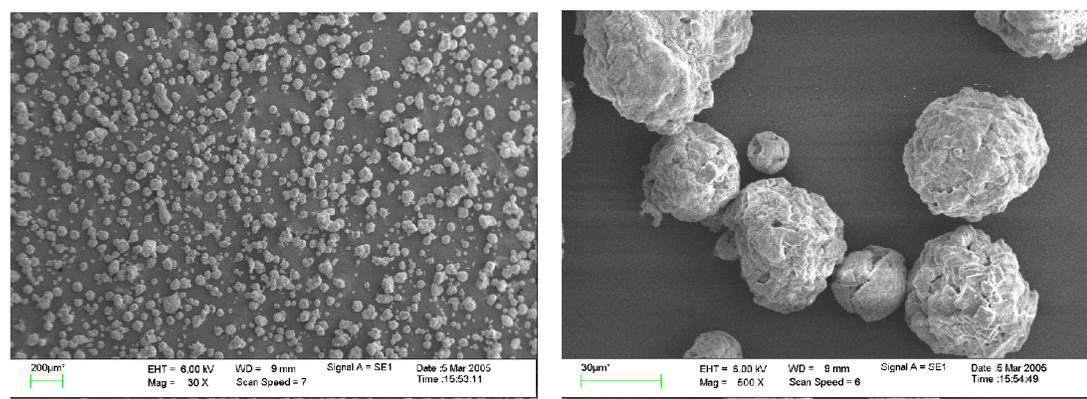
รูปที่ 4.1 ลักษณะพื้นผิว รูปร่างและขนาดของอนุภาคซิลิกาที่เตรียมจากแคลบข้าว โดยผ่าน ตะแกรง ร่อนขนาด 35 เมช ด้วยกำลังขยาย 30 และ 500 เท่า



รูปที่ 4.2 ลักษณะพื้นผิว รูปร่างและขนาดของอนุภาคซิลิกาที่เตรียมจากแคลบข้าว โดยผ่านตะแกรง ร่อนขนาด 70 เมช ด้วยกำลังขยาย 30 และ 500 เท่า



รูปที่ 4.3 ลักษณะพื้นผิว รูปร่างและขนาดของอนุภาคชิลิกาที่เตรียมจากแกลบข้าว โดยผ่านตะแกรงร้อนขนาด 100 เมช ด้วยกำลังขยาย 30 และ 500 เท่า



รูปที่ 4.4 ลักษณะพื้นผิว รูปร่างและขนาดของอนุภาคชิลิกาที่เตรียมจากแกลบข้าว โดยผ่านตะแกรงร้อนขนาด 200 เมช ด้วยกำลังขยาย 30 และ 500 เท่า

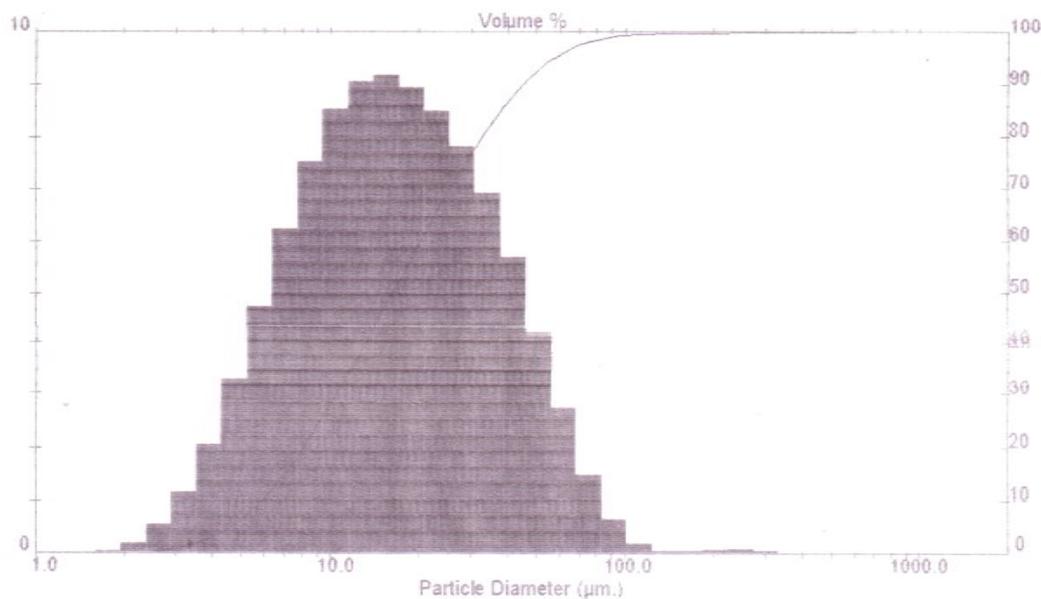
เมื่อนำชิลิกาที่เตรียมจากแกลบข้าวที่ผ่านตะแกรงร้อนขนาด 35, 70, 100 และ 200 เมช มาวิเคราะห์ลักษณะพื้นผิวและขนาดของอนุภาคด้วยเทคนิค Scanning Electron Microscope พบว่าอนุภาคชิลิกาที่ผ่านตะแกรงร้อนขนาด 35, 70 และ 100 เมช มีลักษณะพื้นผิวไม่เรียบ มีความเป็นรูพรุนขนาดไม่สม่ำเสมอ รูปร่างของอนุภาคไม่เป็นทรงกลม และเมื่อเพิ่มกำลังขยายให้มากขึ้นเป็น 500 เท่าพบว่าอนุภาคของชิลิกาคิดกันเป็นก้อน ขนาดของอนุภาคอยู่ในช่วงสูงกว่า 500, 210 – 500, 149 – 210 μm ตามลำดับ ดังแสดงในรูปที่ 4.1, 4.2 และ 4.3 แต่อนุภาคชิลิกาผ่านตะแกรงร้อนขนาด 200 เมช มีลักษณะพื้นผิวไม่เรียบ มีความเป็นรูพรุน ขนาดสม่ำเสมอ รูปร่างของอนุภาคเป็นทรงกลมและไม่

ติดกันเป็นก้อน ขนาดของอนุภาคต่ำกว่า $149\ \mu\text{m}$ ดังแสดงในรูปที่ 4.4 ผู้วิจัยจึงเลือกซิลิกาที่ผ่านตะแกรงร่อนขนาด 200 เมช มาเตรียมหลอดตรวจวัดเพราะมีความเป็นรูพรุนสูง ขนาดสม่ำเสมอ และรูปร่างเป็นทรงกลมมากกว่า ทำให้ทำให้การแพร่กระจายของโมเลกุลของสารตัวอย่างเข้าไปในหลอดตรวจวัดได้พร้อมกัน และสามารถลดการกระจายของแถบโมเลกุลของสารแบบ Eddy diffusion ได้

2. วิเคราะห์การกระจายตัวของอนุภาคด้วยเทคนิค light scattering analysis

จากการศึกษาค่าการกระจายตัวของอนุภาคซิลิกาที่เตรียมจากแกลบข้าวโดยเทคนิค light scattering analysis พบว่า อนุภาคซิลิกาที่ผ่านตะแกรงร่อนขนาด 200 เมช มีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางของอนุภาคส่วนใหญ่อยู่ในช่วง $15.14\ \mu\text{m}$ และมีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางเฉลี่ยอยู่ในช่วง $16.24\ \mu\text{m}$ เส้นผ่านศูนย์กลางของอนุภาคที่ 10 % มีเท่ากับ $5.91\ \mu\text{m}$ เส้นผ่านศูนย์กลางอนุภาคที่ 90 % มีเท่ากับ $45.43\ \mu\text{m}$ และอัตราส่วนของเส้นผ่านศูนย์กลางที่ 10 % ต่อ 90 % ได้ค่าประมาณ 1.0 : 7.7 ดังแสดงในรูปที่ 4.5 และเมื่อเปรียบเทียบการกระจายตัวของอนุภาคซิลิกาที่เตรียมจากแกลบข้าวกับซิลิกาในทางการค้าแสดงดังในตารางที่ 4.1

จากตารางที่ 4.1 จะเห็นว่าซิลิกาที่เตรียมจากแกลบข้าวมีขนาดอนุภาคเล็กกว่าซิลิกาในทางการค้า ข้อดีของอนุภาคซิลิกาที่มีขนาดเล็ก คือเมื่อนำมาเตรียมหลอดตรวจวัดจะสามารถบรรจุลงในหลอดแก้วได้แน่นและสม่ำเสมอ ทำให้การแพร่กระจายของโมเลกุลของสารตัวอย่างเข้าไปในหลอดตรวจวัดได้พร้อมกัน และสามารถลดการกระจายของแถบโมเลกุลของสารแบบ Eddy diffusion ได้



รูปที่ 4.5 การกระจายตัวของอนุภาคซิลิกาที่เตรียมจากแกลบข้าว

ตารางที่ 4.1 เปรียบเทียบขนาดอนุภาคซิลิกาที่เตรียมจากแคลบข้าวกับซิลิกาในทางการค้า [150]

ชนิด	ขนาดอนุภาค (Particle Size : μm)
ซิลิกาที่เตรียมจากแคลบข้าว	15.14
Silica Gel 40	63-200
Silica Gel 40	200-500
Silica Gel 60	15-40
Silica Gel 60	40-63
Silica Gel 60	< 63
Silica Gel 60	63-100
Silica Gel 60	63-200
Silica Gel 60 extra pure	63-200
Silica Gel 60	200-500
Silica Gel 100	63-200
Silica Gel 100	200-500
Silica Gel 60 F254	63-200

3. วิเคราะห์หาปริมาณพื้นที่ผิวและขนาดของรูพรุนด้วยเครื่อง Autosorb

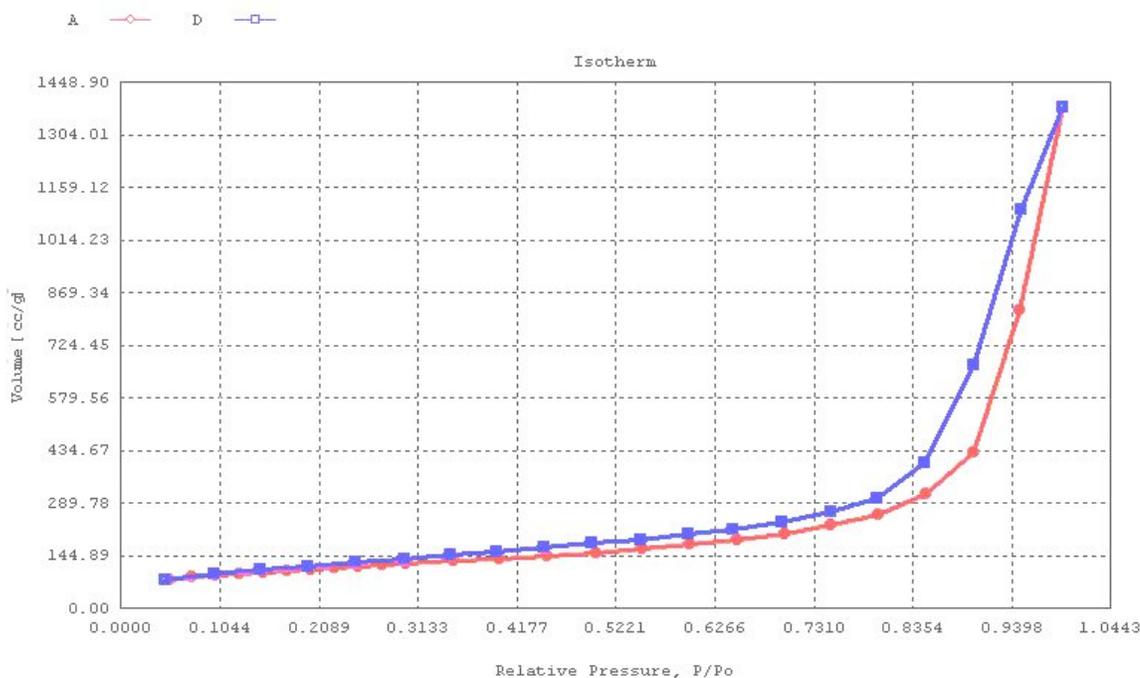
ไอโซเทอมที่ได้จากการแอดซอร์บ (adsorb) และดีซอร์บ (desorb) แก๊สไนโตรเจนของอนุภาคซิลิกาที่เตรียมจากแคลบข้าวซึ่งผ่านตะแกรงร่อนขนาด 200 เมช โดยวิเคราะห์ด้วยเครื่อง Autosorb ดังแสดงในรูปที่ 4.6 จะเห็นว่าเส้นกราฟสีแดง คือ ปริมาณการแอดซอร์บแก๊สไนโตรเจนบนผิวของอนุภาคซิลิกา ซึ่งจะมีการจัดเรียงตัวของแก๊สไนโตรเจนบนผิวซิลิกา (ชั้นที่ 1) ตั้งแต่ค่า P/P_0 ประมาณ 0.05 และจะมีการจัดเรียงตัวของแก๊สไนโตรเจนบนผิวของซิลิกาอย่างสมบูรณ์เมื่อค่า P/P_0 ประมาณ 0.8 และค่า P/P_0 มากกว่า 0.8 คือ ปริมาณการแอดซอร์บแก๊สไนโตรเจนบนผิวของแก๊สไนโตรเจน (ชั้นที่ 2) ส่วนเส้นสีน้ำเงิน คือ ปริมาณการดีซอร์บแก๊สไนโตรเจน ซึ่งค่า P/P_0 มากกว่า 0.8 คือ ปริมาณการดีซอร์บแก๊สไนโตรเจนบนผิวของแก๊สไนโตรเจน (ชั้นที่ 2) และค่า P/P_0 ประมาณ 0.05-0.8 คือ การดีซอร์บของแก๊สไนโตรเจนบนผิวซิลิกา (ชั้นที่ 1) ซึ่งเมื่อนำข้อมูลที่ได้จากรูปที่ 4.6 มาแทนค่าจากสมการที่ 4.1 จะสามารถคำนวณหาพื้นที่ผิวสัมผัสของซิลิกาได้

$$S = \frac{X_m}{M} N_0 A_m \times 10^{-20} \quad 4.1$$

เมื่อ

S	คือ	พื้นที่ผิวสัมผัสหรือพื้นที่ผิวจำเพาะ (area หรือ specific surface area)
X_m	คือ	ค่าความจุของแก๊สไนโตรเจนบนผิวซิติกาชั้นที่ 1
M	คือ	มวลโมเลกุลของซิติกา (Adsorbate)
N_0	คือ	เลขอาโวกาโดร
A_m	คือ	พื้นที่ผิวของแก๊สไนโตรเจน (Adsorbent) ที่ถูกจับจองโดยซิติกา 1 โมเลกุล หรือ พื้นที่หน้าตัดของขนาดโมเลกุลของซิติกา

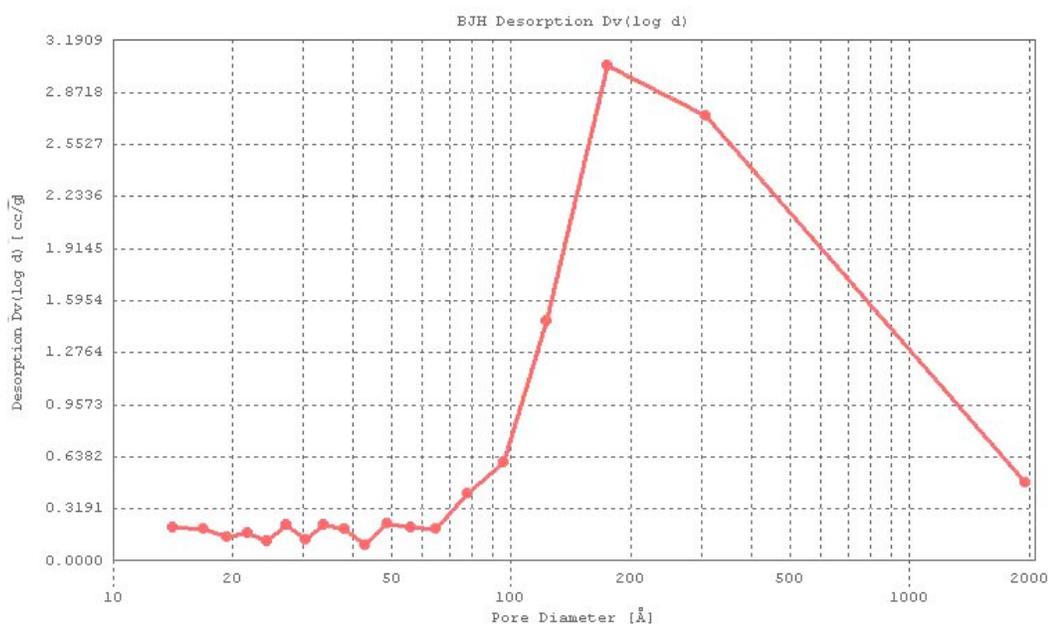
Sample ID :	SiO ₂				
Description	Ad 20, De 20, BET 11				
Comments					
Sample weight	0.0207 g				
Adsorbate	NITROGEN	Outgas temp	350.0 °C	Operator	Offrie
Cross-Sec Area	16.2 Å ² /molecule	Outgas temp	8.0 hrs	Analysis Time	838.6 min
NonIdeality	6.580E-05	P/Po Toler	0	End of Run	09/15/2006
	05:37				
Molecular Wt	28.0134 g/mol	Equil Time	3	File Name	490914_1



รูปที่ 4.6 ไอโซเทอมที่ได้จากการแอดซอร์บและดีซอร์บแก๊สไนโตรเจนของอนุภาคซิติกาที่เตรียมได้จากแคลบข้าว โดยวิเคราะห์ด้วยเครื่อง Autosorb

จากผลการวิเคราะห์อนุภาคซิลิกาที่ผ่านตะแกรงร่อนขนาด 200 เมช ด้วยเครื่อง Autosorp พบว่าซิลิกาที่เตรียมจากแคลบข้าวมีพื้นที่ผิวสัมผัส (area) เท่ากับ $386.43 \text{ m}^2/\text{g}$ และขนาดรูพรุน (pore diameter) ส่วนใหญ่อยู่ในช่วง 175 \AA ดังแสดงในรูปที่ 4.7 ซึ่งข้อดีของการที่ซิลิกาที่มีพื้นที่ผิวสัมผัสสูงคือจะทำให้มีตำแหน่งพื้นผิวที่วักมัด (active surface) มากและเมื่อนำสารมาเคลือบบนอนุภาคซิลิกาจะทำให้โมเลกุล อะตอมหรือ ไอออนของสารที่เคลือบเกิดอันตรกิริยา (interaction) ต่อพื้นที่ผิวที่วักมัดของอนุภาคซิลิกาได้มาก และเมื่อเปรียบเทียบพื้นที่ผิวสัมผัส ปริมาตรรูพรุน และขนาดรูพรุนของอนุภาคซิลิกาที่เตรียมจากแคลบข้าวกับซิลิกาในทางการค้าดังแสดงในตารางที่ 4.2

Sample ID :	SiO ₂				
Description	Ad 20, De 20, BET 11				
Comments					
Sample weight	0.0207 g				
Adsorbate	NITROGEN	Outgas temp	350.0 °C	Operator	Offrie
Cross-Sec Area	16.2 A ² /molecule	Outgas temp	8.0 hrs	Analysis Time	838.6 min
NonIdeality	6.580E-05	P/Po Toler	0	End of Run	09/15/2006 05:37
Molecular Wt	28.0134 g/mol	Equil Time	3	File Name	490914_1



รูปที่ 4.7 BJH desorption.DV (log d) plot ของอนุภาคซิลิกาที่เตรียมจากแคลบข้าว ซึ่งวิเคราะห์ด้วยเครื่อง Autosorb

ตารางที่ 4.2 เปรียบเทียบพื้นที่ผิวสัมผัส ปริมาตรรูพรุน และขนาดรูพรุนของอนุภาคซิลิกาที่เตรียมจาก
 แกลบข้าวกับซิลิกาในทางการค้า [150]

พารามิเตอร์	ซิลิกาที่เตรียม จากแกลบข้าว	Silica Gel 60 (40-63 μ m)	Silica Gel 60 (63-200 μ m)
Specific Surface Area (m ² /g)	386.43	~500	~500
Mean Pore Size (Å)	175	60	60

4. วิเคราะห์ความบริสุทธิ์ด้วยเทคนิค X-ray Fluorescent

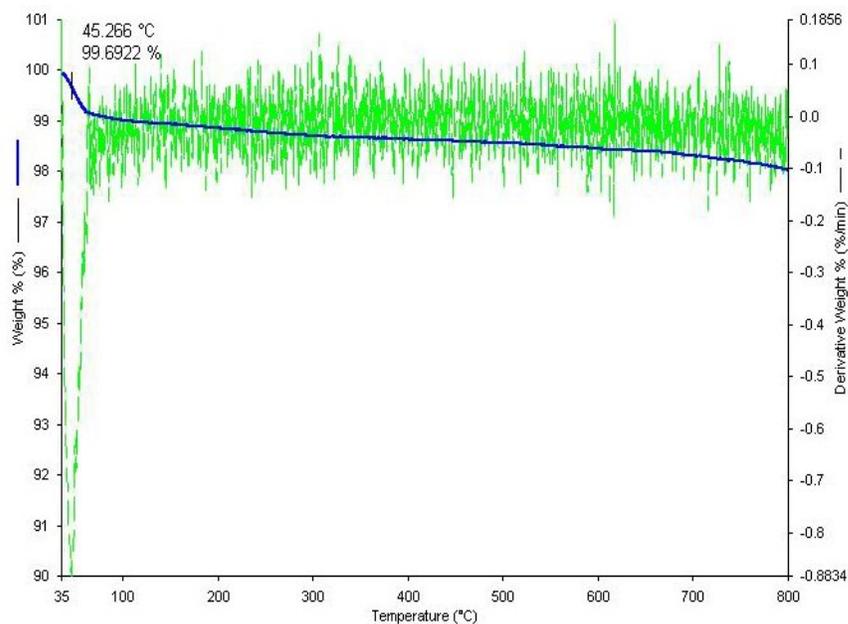
จากการวิเคราะห์หาความบริสุทธิ์ของซิลิกาที่เตรียมขึ้นจากแกลบข้าวด้วยเทคนิค X-ray Fluorescent สามารถหาปริมาณความบริสุทธิ์ของซิลิกาได้สูงถึง 99.4 % ดังแสดงในตารางที่ 4.3

ตารางที่ 4.3 เปอร์เซ็นต์ของซิลิกาที่เตรียมขึ้นจากแกลบข้าว โดยวิเคราะห์ด้วยเทคนิค X-ray Fluorescent

สารที่วิเคราะห์ได้	ความเข้มข้น (% : w/w)
SiO ₂	99.4
Al ₂ O ₃	0.327
Fe ₂ O ₃	0.0596

5. วิเคราะห์การเปลี่ยนแปลงเฟสด้วยเทคนิค Thermal Gravimetric Analysis

จากผลการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค Thermal Gravimetric Analysis ของซิลิกาที่เตรียมจากแกลบข้าวดังแสดงในรูปที่ 4.8 จะเห็นว่าน้ำหนักที่สูญหาย (Weight loss) ในช่วงอุณหภูมิต่ำกว่า 150 °C เกิดจากการระเหยของน้ำหรือสารอินทรีย์ระเหยได้ (volatile organic compound) ที่ปนเปื้อนจากกระบวนการเตรียม และร้อยละน้ำหนักที่สูญหาย (% Weight loss) จะอยู่ในช่วง 150 – 800 °C



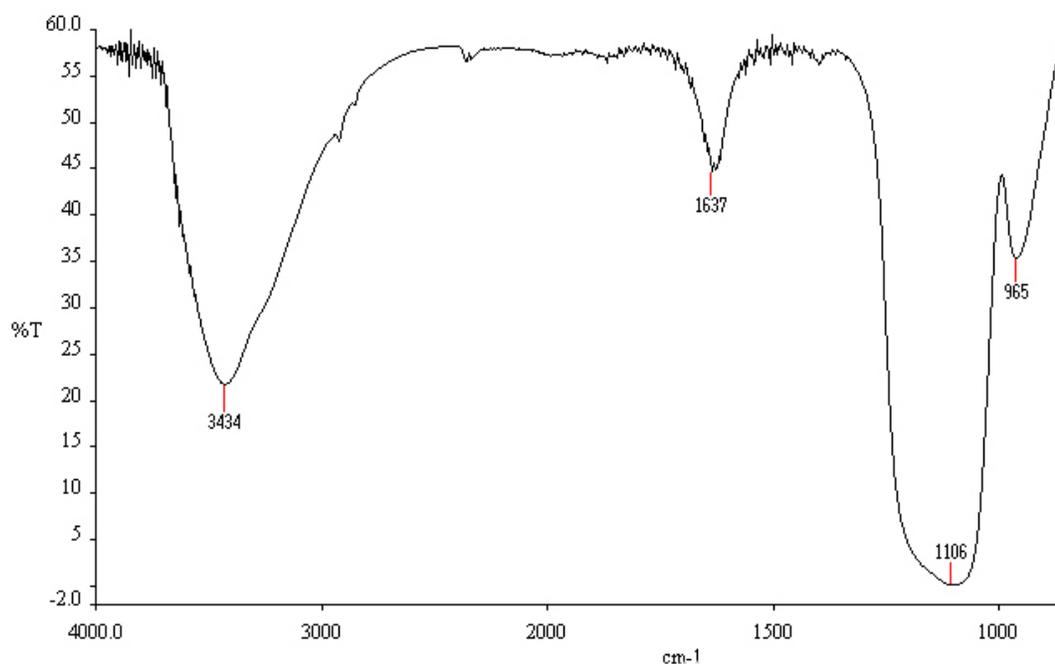
รูปที่ 4.8 กราฟการเปลี่ยนแปลงเฟสของซิลิกาที่เตรียมขึ้นจากแกลบข้าวโดยวิเคราะห์ด้วยเทคนิค Thermal Gravimetric Analysis

6. วิเคราะห์หมู่ฟังก์ชันด้วยเทคนิค Fourier transforms infrared Spectrometry

จากสเปกตรัมของอนุภาคซิลิกาที่เตรียมขึ้นจากแกลบข้าว ด้วยวิธีเตรียมตัวอย่างกับโพแทสเซียมโบรไมด์ (KBr) ดังแสดงในรูปที่ 4.9 ได้สเปกตรัมที่สำคัญคือ

- ก. หมู่ O-H ยืด ซึ่งเกิดพันธะไฮโดรเจนระหว่าง โมเลกุลที่ประมาณ 3500 cm^{-1}
- ข. แถบ O-H งอในระนาบประมาณ 1600 cm^{-1}
- ค. แถบการสั่นของ Si-O-Si อยู่ในระนาบประมาณ 1100 cm^{-1}

เมื่อเปรียบเทียบสเปกตรัมของซิลิกาที่เตรียมจากแกลบข้าวกับสเปกตรัมของซิลิกา[151] ได้ข้อมูลดังนี้ IR (KBr) ν_{max} 3500 (-OH stre.), 1600 (-OH bend.), 1100 (Si-O-Si, stre.) จะเห็นว่าได้ข้อมูลที่ตรงกัน



รูปที่ 4.9 สเปกตรัม FT-IR ของอนุภาคซิลิกาที่เตรียมจากแกลบข้าว

7. วิเคราะห์หาปริมาณธาตุที่ปนเปื้อนในซิลิกาด้วยเทคนิค ICP-MS

เมื่อนำซิลิกาที่เตรียมขึ้นจากแกลบข้าวมาวิเคราะห์หาปริมาณธาตุที่ปนเปื้อนด้วยเทคนิค ICP-MS ได้ผลดังแสดงในตารางที่ 4.4 ซึ่งเปรียบเทียบผลการวิเคราะห์ธาตุที่ปนเปื้อนกับซิลิกาในทางการค้า จากผลการวิเคราะห์พบว่าปริมาณของโซเดียม (Na) สูง เนื่องจากในกระบวนการเตรียมซิลิกามีผลิตภัณฑ์ที่เกิดขึ้นอีกตัวหนึ่งคือ โซเดียมคลอไรด์ (NaCl) และสามารถแยกโซเดียมคลอไรด์ออกได้ โดยนำซิลิกาไปล้างด้วยน้ำกลั่นเนื่องจาก โซเดียมคลอไรด์สามารถละลายน้ำได้

ตารางที่ 4.4 ปริมาณธาตุที่ปนเปื้อนในอนุภาคซิลิกาที่เตรียมจากแกลบข้าว วิเคราะห์ด้วยเทคนิค ICP-MS เปรียบเทียบกับซิลิกาในทางการค้า [151]

โลหะที่ปนเปื้อน	ความเข้มข้น					
	ซิลิกาที่เตรียมจากแกลบข้าว	ซิลิกาในทางการค้า				
		Silica Gel Granular		Silica Gel Spherical		Silica Gel Micro Spherical
		Silica Gel, Premium Rf	Silica Gel, Standard Grade	Spherical	Granular	
Na	3916.3 ppm	200 ppm	0.015 %	298 µg/g	530 µg/g	65 ppm
Mg	184.9 ppm	40 ppm	No	No	No	No
Al	1393.1 ppm	No	0.02 %	No	No	No
Ca	720.7 ppm	180 ppm	0.1 %	90 µg/g	1100 µg/g	110 ppm
Cr	<1.4 ppm	No	No	No	No	No
Mn	20.5 ppm	No	No	No	No	No
Fe	<32 ppm	34 ppm	0.005 %	18 µg/g	60 µg/g	4 ppm
Co	324.4 ppm	No	No	No	No	No
Ni	<3.5 ppm	No	No	No	No	No
Cu	<16 ppm	No	No	No	No	No
Zn	277.0 ppm	No	No	No	No	No
Sr	6.6 ppm	No	No	No	No	No
Mo	<0.4 ppm	No	No	No	No	No
Cd	<0.4 ppm	No	No	No	No	No
Sn	169.1 ppm	No	No	No	No	No
Ba	296.1 ppm	No	No	No	No	No
Pb	<6.8 ppm	No	No	No	No	1 ppm

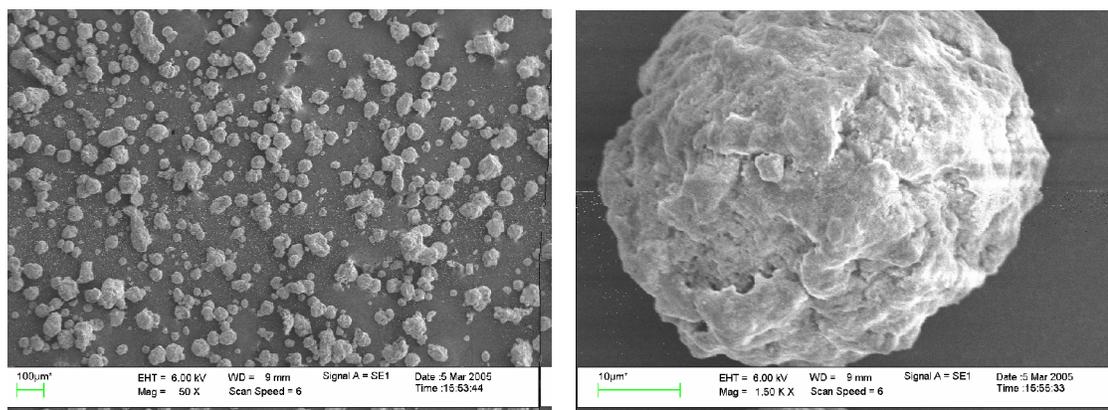
No คือ ไม่รายงาน

4.1.2 ศึกษาการเตรียมซิลิกา – ออโรโทลิดีน (Silica – o – tolidine)

4.1.2.1 วิเคราะห์คุณสมบัติทางกายภาพของอนุภาคซิลิกา – ออโรโทลิดีน

1. วิเคราะห์ลักษณะของอนุภาคซิลิกา – ออโรโทลิดีนด้วยเทคนิค Scanning Electron Microscope

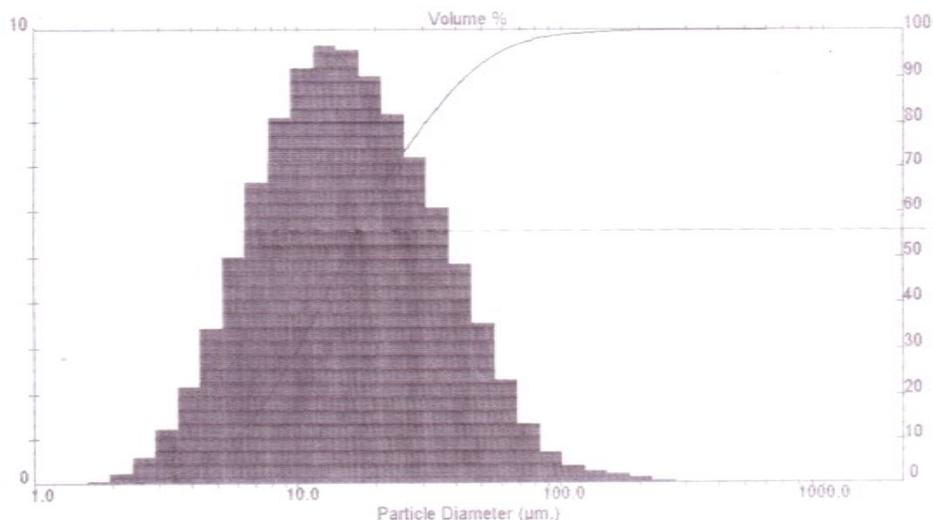
เมื่อนำอนุภาคซิลิกา – ออโรโทลิดีนมาวิเคราะห์ลักษณะพื้นผิวและขนาดของอนุภาคด้วยเทคนิค Scanning Electron Microscope พบว่าอนุภาคซิลิกามีลักษณะพื้นผิวไม่เรียบ มีความเป็นรูพรุนน้อยลง ขนาดสม่ำเสมอ รูปร่างของอนุภาคเป็นทรงกลมขนาดของอนุภาคต่ำกว่า $149 \mu\text{m}$ ดังแสดงในรูปที่ 4.10



รูปที่ 4.10 ลักษณะพื้นผิว รูปร่างและขนาดของอนุภาคซิลิกา – ออโรโทลิดีน 0.01 % (w/w) โดยผ่านตะแกรงร่อนขนาด 200 เมช กำลังขยาย 50 และ 1500 เท่า

2. วิเคราะห์การกระจายตัวของอนุภาคด้วยเทคนิค light scattering analysis

จากการศึกษาค่าการกระจายตัวของอนุภาคซิลิกา – ออโรโทลิดีน โดยเทคนิค light scattering analysis พบว่าอนุภาคซิลิกาที่ผ่านตะแกรงร่อนขนาด 200 เมช มีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางของอนุภาคส่วนใหญ่อยู่ในช่วง $13.93 \mu\text{m}$ และมีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางเฉลี่ยเท่ากับ $15.21 \mu\text{m}$ เส้นผ่านศูนย์กลางของอนุภาคที่ 10 % เท่ากับ $5.79 \mu\text{m}$ เส้นผ่านศูนย์กลางอนุภาคที่ 90 % เท่ากับ $43.88 \mu\text{m}$ และอัตราส่วนของเส้นผ่านศูนย์กลางที่ 10 % ต่อ 90 % เท่ากับ 1.0 : 7.6 ดังแสดงในรูปที่ 4.11 โดยเมื่อเปรียบเทียบข้อมูลการกระจายตัวของอนุภาคซิลิกา – ออโรโทลิดีนกับอนุภาคซิลิกาที่เตรียมจากแคลซียมซิลิเกตแสดงในตารางที่ 4.5 จะเห็นว่ามีความใกล้เคียงกัน แสดงว่าหลังจากที่นำซิลิกามาเคลือบด้วยออโรโทลิดีนอนุภาคจะไม่เกาะกันเป็นก้อน



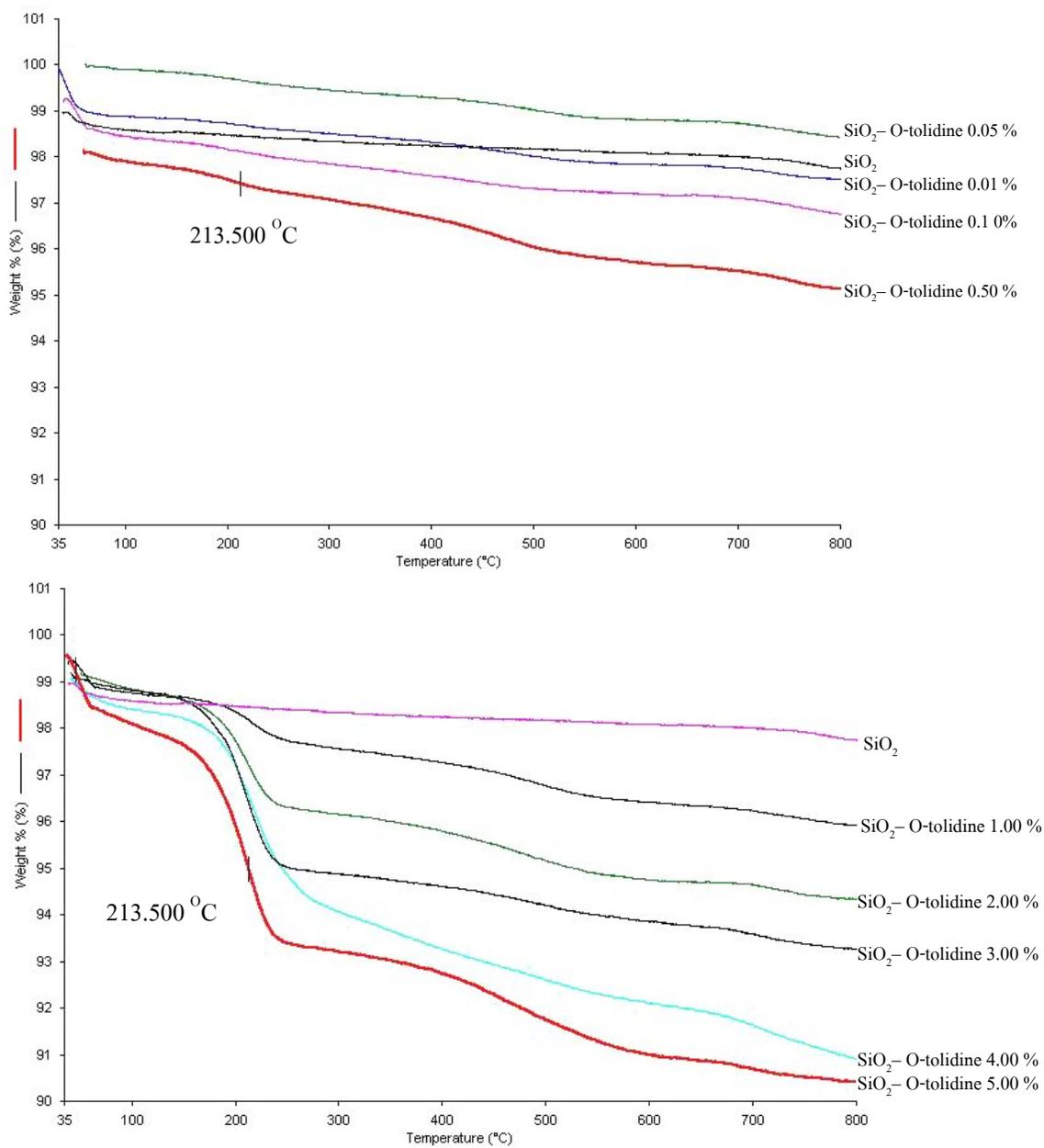
รูปที่ 4.11 การกระจายตัวของอนุภาคชิลิกา – ออโซโทลิคีน 0.01 % (w/w) โดยวิเคราะห์ด้วยเทคนิคด้วยเทคนิค light scattering analysis

ตารางที่ 4.5 เปรียบเทียบขนาดของอนุภาคชิลิกา และชิลิกา – ออโซโทลิคีน 0.01 % (w/w) โดยวิเคราะห์ด้วยเทคนิคด้วยเทคนิค light scattering analysis

ชนิด	ขนาดอนุภาค ส่วนใหญ่ (μm)	ขนาดอนุภาค เฉลี่ย (μm)	ขนาดอนุภาคที่ 10 % (μm)	ขนาดอนุภาคที่ 90 % (μm)	ขนาดอนุภาคที่ 10:90 % (μm)
ชิลิกาที่เตรียม จากเกลบข้าว	15.14	16.24	5.91	45.43	1.0 :7.7
ชิลิกา - ออโซ โทลิคีน	13.93	15.21	5.79	43.88	1.0 :7.6

3. วิเคราะห์การเปลี่ยนแปลงเฟสด้วยเทคนิค Thermal Gravimetric Analysis

ผลจากการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค Thermal Gravimetric Analysis ของชิลิกา – ออโซโทลิคีนที่ ร้อยละการเคลือบต่างๆ ดังแสดงในรูปที่ 4.12 พบว่าร้อยละโดยน้ำหนักที่สูญหายอยู่ในช่วงอุณหภูมิ 150–800.0 °C ได้ร้อยละโดยน้ำหนักที่สูญหาย และ % carbon loading ดังแสดงในตารางที่ 4.6 โดยจากการทดลองจะเห็นว่าเมื่อเพิ่มร้อยละการเคลือบออโซโทลิคีนเพิ่มขึ้น ร้อยละโดยน้ำหนักที่สูญหาย และ % carbon loading จะเพิ่มตามขึ้นด้วย



รูปที่ 4.12 กราฟการเปลี่ยนแปลงเฟสของซิลิกาเปรียบเทียบกับซิลิกา - ออโรโทลิดีนที่ร้อยละการเคลือบต่างๆ ด้วยเทคนิค Thermal Gravimetric Analysis

ตารางที่ 4.6 ผลร้อยละโดยน้ำหนักที่สูญหายและ % Carbon loading ของซิลิกา-ออโรโทลิดีนในช่วงอุณหภูมิ 150.0–800.0 °C โดยวิเคราะห์ด้วยเทคนิค TGA

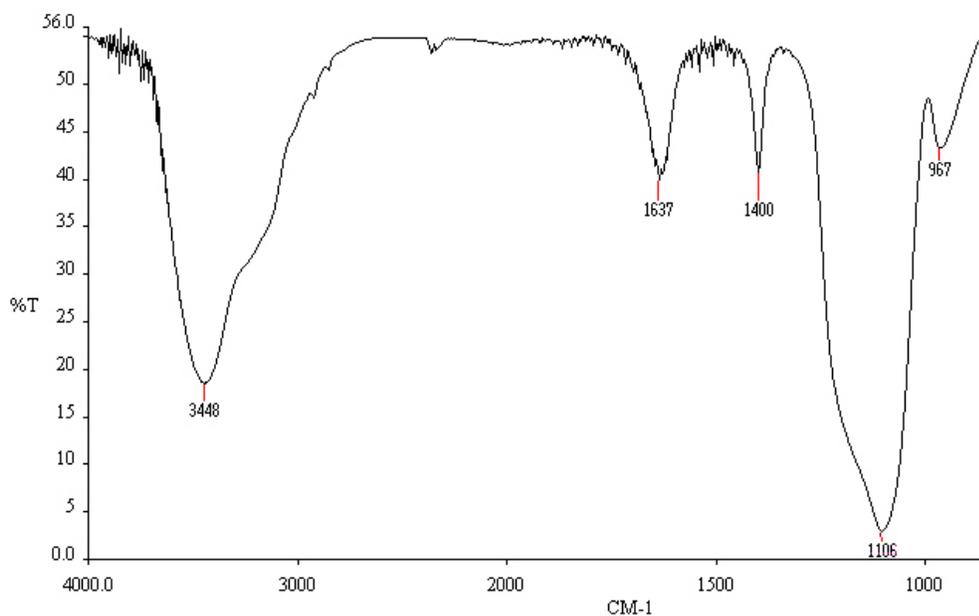
ร้อยละการเคลือบออโรโทลิดีน (%w/w)	ร้อยละโดยน้ำหนักที่สูญหาย (%)	Carbon loading (%)
0.00	0.0000	0.0000
0.01	0.5231	0.4143
0.05	0.6067	0.4805
0.10	0.7744	0.6133
0.50	1.8259	1.4462
1.00	1.9465	1.5417
2.00	3.4688	2.7474
3.00	4.5607	3.6122
4.00	6.4339	5.0958
5.00	6.5105	5.1565

4. วิเคราะห์หมู่ฟังก์ชันด้วยเทคนิค Fourier transforms infrared Spectrometry

จากสเปกตรัมของอนุภาคซิลิกา-ออโรโทลิดีน โดยวิธีเตรียมตัวอย่างกับโพแทสเซียมโบรไมด์ดังแสดงในรูปที่ 4.13 ได้สเปกตรัมที่สำคัญคือ

- ก. หมู่ O–H ยืด ซึ่งเกิดพันธะไฮโดรเจนระหว่างโมเลกุลที่ 3500 cm^{-1}
- ข. แถบ O–H งอในระนาบประมาณ 1600 cm^{-1}
- ค. แถบการสั่นของ Si–O–Si อยู่ในระนาบประมาณ 1100 cm^{-1}
- ง. แถบการสั่นของ C=C ในสารประกอบอะโรมาติกอยู่ในระนาบประมาณ 1600 และ 1400 cm^{-1}

จากสเปกตรัมของซิลิกา-ออโรโทลิดีน ได้สเปกตรัมเพิ่มเติมจากสเปกตรัมของซิลิกาที่เตรียมจากแคลบขาว คือ แถบการสั่นของ C=C อยู่ในระนาบประมาณ 1600 และ 1400 cm^{-1} ซึ่งมาจาก C=C ในโครงสร้างอะโรมาติกของออโรโทลิดีนดังแสดงในรูปที่ 4.13 ดังนั้นจึงสรุปว่าสามารถเคลือบออโรโทลิดีน บนอนุภาคของซิลิกาได้



รูปที่ 4.13 สเปกตรัม FT-IR ของซิลิกา – ออโซโทลิคีน 0.10 % (w/w)

4.1.3 ศึกษาการเตรียมหลอดวัด

4.1.3.1 ศึกษาอัตราการเคลือบออโซโทลิคีนที่เหมาะสม

เมื่อนำออโซโทลิคีนมาเคลือบบนอนุภาคซิลิกาที่ร้อยละการเคลือบ 0.01, 0.05, 0.10, 0.50, 1.00, 2.00, 3.00, 4.00 และ 5.00 % (w/w) จะได้ซิลิกา – ออโซโทลิคีนดังแสดงในรูปที่ 4.14 ซึ่งจะมีลักษณะเป็นอนุภาคสีขาว หลังจากให้นำซิลิกา – ออโซโทลิคีนที่ร้อยละการเคลือบ ต่างๆ มาบรรจุใส่ในหลอดตรวจวัดทั้ง 3 แบบ แล้วทดสอบกับคลอรีนอิสระความเข้มข้น 50 ppm ที่เตรียมจากสารละลายมาตรฐานแคลเซียมไฮโปคลอไรต์ ซิลิกา – ออโซโทลิคีนที่อยู่ภายในหลอดตรวจวัดจะทำปฏิกิริยากับคลอรีนอิสระได้สารผลิตภัณฑ์คือฮาโลควิโนน ที่มีสีเหลืองดังแสดงในรูปที่ 4.15 ซึ่งปฏิกิริยาที่เกิดขึ้นแสดงดังสมการที่ 2.25 โดยหลอดตรวจวัดที่เตรียมขึ้นมี 2 ขนาด คือ หลอดตรวจวัดขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางภายใน 1.0 และ 2.6 mm ดังแสดงในรูปที่ 4.15 ซึ่งหลอดตรวจวัดขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางภายใน 1.0 mm ใช้วิธีการตรวจวัดแบบจุ่ม ส่วนหลอดตรวจวัดขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางภายใน 2.6 mm ใช้วิธีการตรวจวัดแบบจุ่มและฉีด



ชิติกา



ชิติกา - ออกซาลิก 0.01 % (w/w)



ชิติกา - ออกซาลิก 0.05 % (w/w)



ชิติกา - ออกซาลิก 0.10 % (w/w)



ชิติกา - ออกซาลิก 0.50 % (w/w)



ชิติกา - ออกซาลิก 1.00 % (w/w)



ชิติกา - ออกซาลิก 2.00 % (w/w)



ชิติกา - ออกซาลิก 3.00 % (w/w)

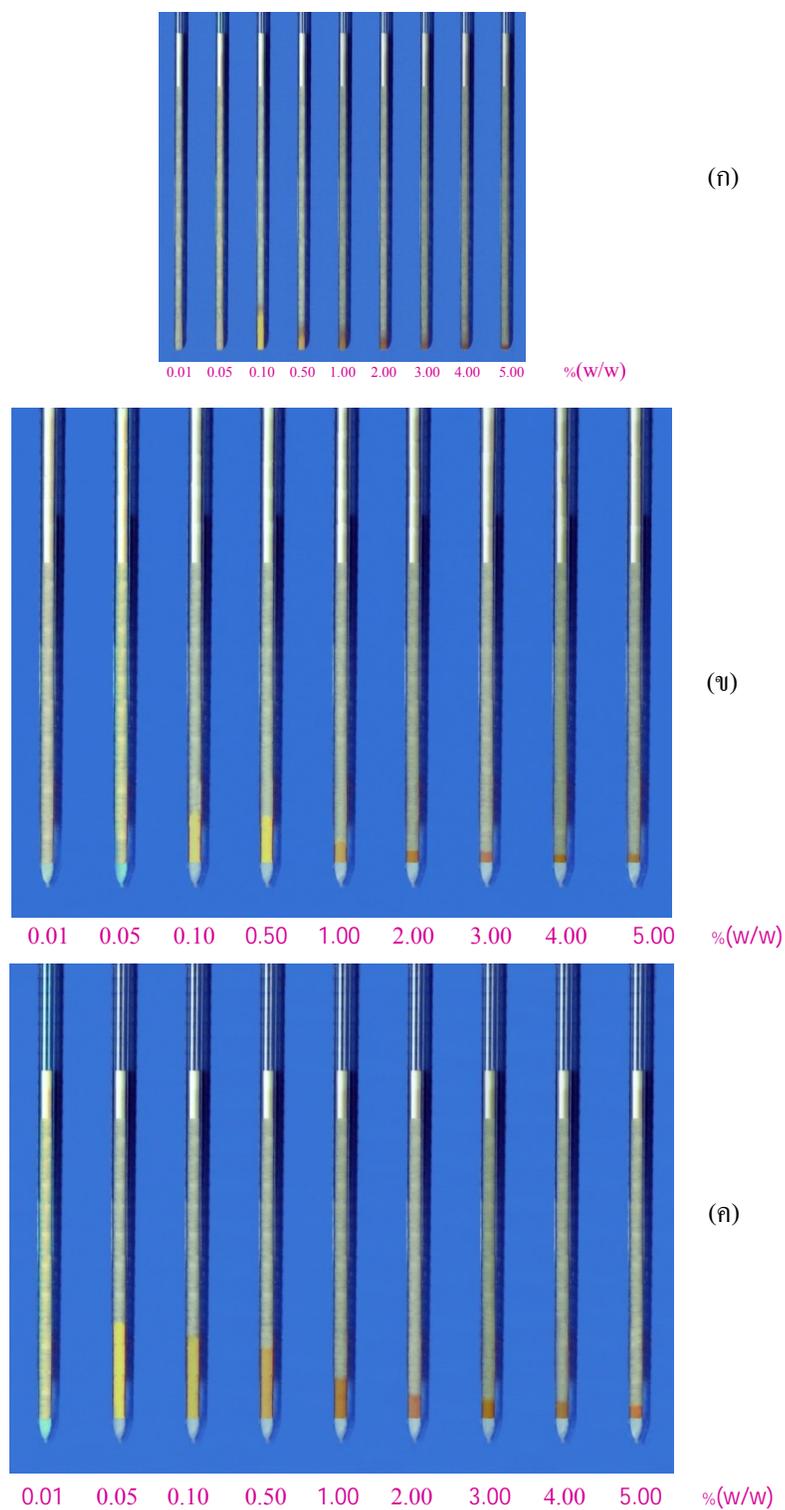


ชิติกา - ออกซาลิก 4.00 % (w/w)



ชิติกา - ออกซาลิก 5.00 % (w/w)

รูปที่ 4.14 ชิติกา - ออกซาลิก 0.01 - 5.00 % (w/w)



รูปที่ 4.15 ลักษณะของหลอดตรวจวัดที่ตรวจวัดปริมาณคลอรีนอิสระความเข้มข้น 50 ppm ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางภายใน 1.0 และ 2.6 mm ทดสอบโดยวิธีจุ่ม (ก และ ข) กับ 2.6 mm ทดสอบโดยวิธีฉีด (ค)

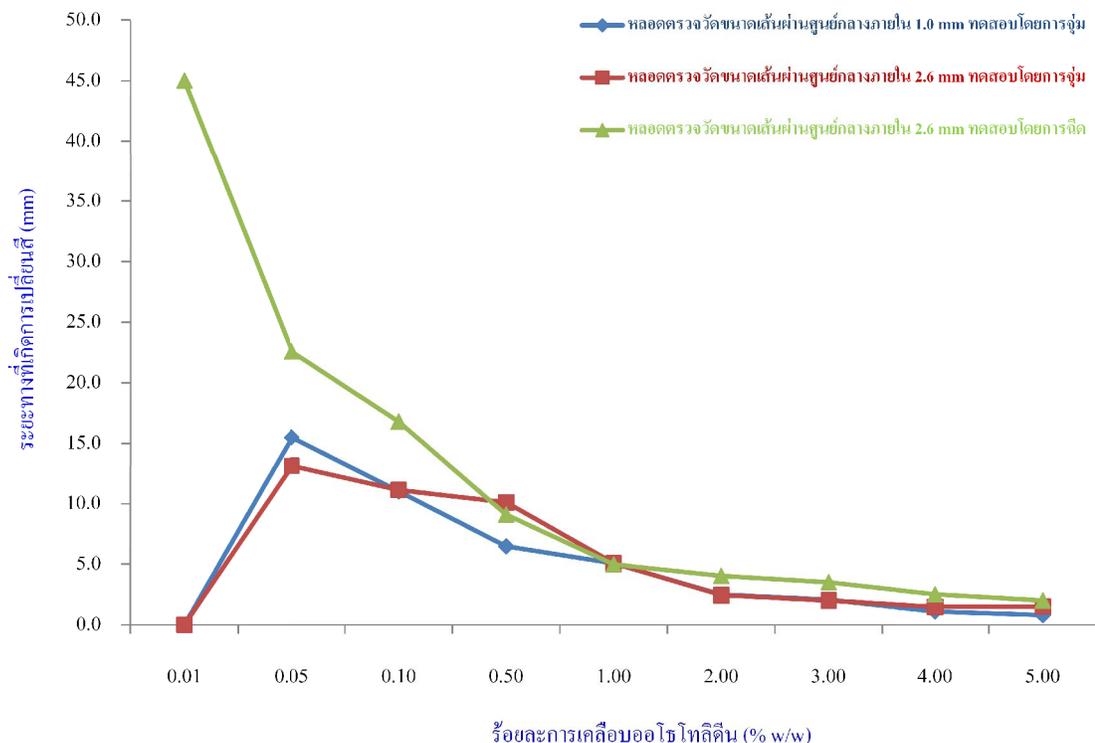
ตารางที่ 4.7 การศึกษาร้อยละการเคลื่อนบอโพลิไดนที่เหมาะสมของหลอดตรวจวัดโดยทดสอบกับ
คลอรีนอิสระความเข้มข้น 50 ppm

ขนาดของ หลอดตรวจวัด (mm.i.d.)	วิธีการ ทดสอบ	ร้อยละการ เคลื่อน (% :w/w)	ค่าทางสถิติ			
			ค่า เฉลี่ย (\bar{x})	ความแปร ปรวน (S^2)	ค่าเบี่ยงเบน มาตรฐาน (S)	ค่าเบี่ยงเบนมาตรฐาน ของค่าเฉลี่ย ($S\bar{x}$)
1.0	จุ่ม	0.01	n.a.	n.a.	n.a.	n.a.
		0.05	15.5	0.28	0.53	0.12
		0.10	11.0	0.22	0.47	0.11
		0.50	6.5	0.30	0.55	0.12
		1.00	5.1	0.09	0.29	0.07
		2.00	2.5	0.05	0.23	0.05
		3.00	2.1	0.06	0.24	0.05
		4.00	1.1	0.07	0.26	0.06
		5.00	0.8	0.14	0.38	0.08
2.6	จุ่ม	0.01	n.a.	n.a.	n.a.	n.a.
		0.05	13.1	0.08	0.28	0.06
		0.10	11.1	0.08	0.28	0.06
		0.50	10.1	0.04	0.20	0.05
		1.00	5.1	0.06	0.24	0.05
		2.00	2.4	0.03	0.16	0.04
		3.00	2.0	0.00	0.07	0.01
		4.00	1.5	0.01	0.11	0.02
		5.00	1.5	0.00	0.04	0.01
2.6	ฉีด	0.01	45.0	0.21	0.46	0.10
		0.05	22.6	0.20	0.40	0.10
		0.10	16.8	0.17	0.41	0.09
		0.50	9.1	0.15	0.38	0.09
		1.00	5.0	0.07	0.26	0.06
		2.00	4.0	0.07	0.26	0.06
		3.00	3.5	0.11	0.32	0.07
		4.00	2.5	0.08	0.28	0.06
		5.00	2.0	0.00	0.00	0.00

เมื่อนำหลอดตรวจวัดขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางภายใน 1.0 และ 2.6 mm มาทดสอบกับคลอรีนอิสระความเข้มข้น 50 ppm โดยการจุ่มและเวลาในการตรวจวัด 10 นาที จะเห็นว่าหลอดตรวจวัดที่บรรจุซิลิกา – ออโรโทลิดีน 0.01 % (w/w) จะไม่เกิดการเปลี่ยนแปลงสีเลย ส่วนหลอดตรวจวัดที่บรรจุซิลิกา – ออโรโทลิดีน 0.05 % (w/w) จะเห็นการเปลี่ยนแปลงสีจากสีขาวเป็นสีเหลืองแต่ไม่ชัดเจน และหลอดตรวจวัดที่บรรจุซิลิกา – ออโรโทลิดีน 0.10 – 5.00 % (w/w) จะเห็นการเปลี่ยนแปลงสีชัดเจน ดังแสดงในรูปที่ 4.15 ซึ่งระยะทางที่เกิดการเปลี่ยนแปลงสีเฉลี่ยที่มากที่สุดคือ หลอดตรวจวัดที่บรรจุซิลิกา – ออโรโทลิดีน 0.10 % (w/w) โดยหลอดตรวจวัดขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางภายใน 1.0 mm เท่ากับ 11.0 mm และหลอดตรวจวัดขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางภายใน 2.6 mm เท่ากับ 11.1 mm ตามลำดับ ดังนั้นร้อยละการเคลือบออโรโทลิดีนที่เหมาะสมสำหรับการเตรียมหลอดตรวจวัดขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางภายใน 1.0 และ 2.6 mm โดยการทดสอบแบบจุ่ม คือ 0.10 % (w/w)

เมื่อนำหลอดตรวจวัดขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางภายใน 2.6 mm มาทดสอบกับคลอรีนอิสระความเข้มข้น 50 ppm โดยการฉีดด้วยปริมาตร 0.5 mL แล้ววัดระยะทางที่เกิดการเปลี่ยนสีทันทีจะเห็นว่าหลอดตรวจวัดที่บรรจุซิลิกา – ออโรโทลิดีน 0.01 % (w/w) จะมีการเปลี่ยนแปลงสีจากสีขาวเป็นสีเหลืองแต่ไม่ชัดเจน และหลอดตรวจวัดที่บรรจุซิลิกา – ออโรโทลิดีน 0.05 – 5.0 % (w/w) จะเห็นการเปลี่ยนแปลงสีชัดเจนดังแสดงในรูปที่ 4.15 โดยระยะทางที่เกิดการเปลี่ยนแปลงสีเฉลี่ยที่มากที่สุดคือ หลอดตรวจวัดที่บรรจุซิลิกา – ออโรโทลิดีน 0.05 % (w/w) มีค่าเท่ากับ 22.6 mm ดังนั้นร้อยละการเคลือบออโรโทลิดีนที่เหมาะสมสำหรับการเตรียมหลอดตรวจวัดขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางภายใน 2.6 mm โดยการทดสอบแบบฉีด คือ 0.05 % (w/w)

จากการนำค่าเฉลี่ยของระยะทางที่เกิดการเปลี่ยนสีและร้อยละการเคลือบออโรโทลิดีน จากตารางที่ 4.7 มาพลอตกราฟ ได้กราฟดังแสดงในรูปที่ 4.16 จะเห็นว่า การตรวจวัดด้วยวิธีการจุ่มทั้งขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางภายใน 1.0 และ 2.6 mm ได้ระยะทางการเปลี่ยนสีที่ใกล้เคียงกันที่ร้อยละการเคลือบเท่ากัน แต่การตรวจวัดโดยวิธีการฉีดคลอรีนอิสระเข้าสู่หลอดตรวจวัดขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางภายใน 2.6 mm ได้ระยะทางการเปลี่ยนสีเฉลี่ยสูงกว่าวิธีจุ่ม และร้อยละการเคลือบออโรโทลิดีนที่ 0.05 % (w/w) ให้ระยะทางการเปลี่ยนสีสูงที่สุด



รูปที่ 4.16 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างร้อยละการเคลือบอโซโทลิคีนกับระยะทางที่เกิดการเปลี่ยนสีของหลอดตรวจวัดโดยทดสอบกับคลอโรฟิลล์ความเข้มข้น 50 ppm

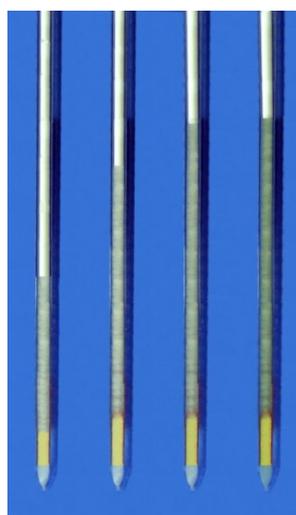
4.1.3.2 ศึกษาระยะเวลาที่เหมาะสมในการตรวจวัด

จากการนำหลอดตรวจวัดที่บรรจุซิลิกา – อโซโทลิคีน 0.10 % (w/w) ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางภายใน 1.0 และ 2.6 mm มาทดสอบกับคลอโรฟิลล์ความเข้มข้น 50 ppm โดยการจุ่มด้วยเวลาในการตรวจวัด 5, 10, 15 และ 20 นาที และหลอดตรวจวัดที่บรรจุซิลิกา – อโซโทลิคีน 0.05 % (w/w) ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางภายใน 2.6 mm มาทดสอบกับคลอโรฟิลล์ความเข้มข้น 50 ppm โดยการจืดด้วยปริมาตร 0.5 mL เวลาในการตรวจวัด 1, 2, 3, 4 และ 5 นาที แล้ววัดระยะเวลาการเปลี่ยนสีจากสีขาวเป็นสีเหลือง ได้ผลการทดลองดังแสดงในรูปที่ 4.17 และตารางที่ 4.8



5 10 15 20 นาที

(ก)



5 10 15 20 นาที

(ข)



1 2 3 4 5 นาที

(ค)

รูปที่ 4.17 ลักษณะของหลอดตรวจวัดที่ตรวจวัดปริมาณคลอรีนอิสระในเวลาการตรวจวัดต่างๆ ทั้ง 3 แบบคือขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางภายใน 1.0 และ 2.6 mm ทดสอบโดยวิธีจุ่ม (ก และ ข) กับ 2.6 mm ทดสอบโดยวิธีฉีด (ค)

ตารางที่ 4.8 การศึกษาระยะเวลาที่เหมาะสมในการตรวจวัดของหลอดตรวจวัด โดยทดสอบกับ
คลอรีนอิสระความเข้มข้น 50 ppm

เวลา (นาที)	ค่าเฉลี่ยของระยะทางที่เกิดการเปลี่ยนสี (mm)		
	ทดสอบโดยการจุ่ม [0.10 % (w/w)]		ทดสอบโดยการฉีด [0.05 % (w/w)]
	ขนาด 1.0 (mm.i.d.)	ขนาด 2.6 (mm.i.d.)	ขนาด 2.6 (mm.i.d.)
1	-	-	22.3
2	-	-	22.4
3	-	-	22.4
4	-	-	22.5
5	8.0	7.7	22.5
10	11.2	11.1	-
15	11.3	11.1	-
20	11.3	11.2	-

จากตารางที่ 4.8 จะเห็นว่าหลอดตรวจวัดที่บรรจุซัลฟิคา – ออโซโทลิคีน 0.10 % (w/w) ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางภายใน 1.0 และ 2.6 mm และทดสอบโดยวิธีการจุ่มพบว่าที่เวลาการตรวจวัด 5 – 10 นาที คลอรีนอิสระจะค่อยๆ ทำปฏิกิริยากับซัลฟิคา – ออโซโทลิคีน ไปตามระยะทางการซึมของสารละลาย ทำให้ระยะทางที่เกิดการเปลี่ยนสีเพิ่มขึ้นเรื่อยๆ เมื่อเวลาเพิ่มขึ้น และเริ่มคงที่ในเวลา 10 นาที ซึ่งเป็นเวลาที่ไม่เหมาะสมเพราะถ้าหลังจาก 5 นาที คลอรีนซึ่งเป็นสารบกพร่องการตรวจวัดสามารถทำปฏิกิริยากับออโซโทลิคีนเกิดสารฮาโลควิโนนซึ่งมีสีเหลือง ทำให้ระยะทางการเปลี่ยนสีสูงและส่งผลให้การตรวจวัดปริมาณคลอรีนอิสระที่ได้มากกว่าความเป็นจริง

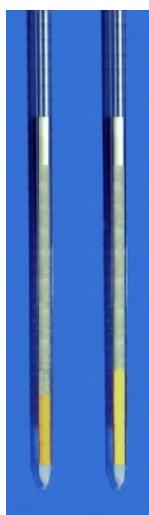
เมื่อนำหลอดตรวจวัดที่บรรจุซัลฟิคา – ออโซโทลิคีน 0.05 % (w/w) ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางภายใน 2.6 mm มาทดสอบกับคลอรีนอิสระความเข้มข้น 50 ppm โดยการฉีดด้วยปริมาตร 0.5 mL แล้ววัดระยะเวลาการเปลี่ยนสีด้วยเวลาในการตรวจวัด 1, 2, 3, 4 และ 5 นาที จะเห็นว่าคลอรีนอิสระจะทำปฏิกิริยากับซัลฟิคา – ออโซโทลิคีนได้ทันทีภายในเวลา 1 นาที และเมื่อเพิ่มเวลาในการตรวจวัดเป็น 2, 3, 4 และ 5 นาทีพบว่าระยะทางที่เกิดการเปลี่ยนสีก็ไม่เพิ่มขึ้นแสดงว่าคลอรีนอิสระทำปฏิกิริยากับออโซโทลิคีนจนหมดโดยทันที ดังนั้นเวลาในการตรวจวัดคลอรีนอิสระด้วยหลอดตรวจวัดที่บรรจุซัลฟิคา – ออโซโทลิคีน 0.05 % (w/w) ด้วยวิธีการฉีดจะไม่เกิดการบกพร่องจากสารคลอรีน

ดังนั้นผู้วิจัยจึงเลือกที่จะเตรียมหลอดตรวจวัดที่บรรจุซัลฟิคา – ออโซโทลิคีน 0.05 % (w/w) ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางภายใน 2.6 mm และทดสอบโดยวิธีการฉีดเพราะใช้เวลาในการตรวจวัดเร็วคือประมาณ 1 นาที หรือน้อยกว่า เพราะสามารถอ่านค่าความเข้มข้นได้ทันทีหลังจากที่ฉีดสารตัวอย่าง

เข้าไปในหลอดจนหมดแล้ว นอกจากนี้ร้อยละการเคลือบอโซโทลิคินก็ยังไม่ดีกว่า และไม่มีการรบกวนของคลอรามินในขณะที่ทำการตรวจวัดด้วย และยังสามารถควบคุมปริมาณของสารที่ต้องการตรวจวัดให้เข้าไปในหลอดได้ง่ายกว่าอีกด้วย

4.1.3.3 ศึกษา pH ที่เหมาะสมในการตรวจวัด

เมื่อนำหลอดตรวจวัดที่บรรจุซิลิกา – อโซโทลิคิน 0.05 % (w/w) ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางภายใน 2.6 mm มาทดสอบกับคลอรีนอิสระความเข้มข้น 50 ppm ที่ปรับ pH (ประมาณ 1 – 2) และไม่ปรับ pH (10.05) โดยวิธีการฉีดด้วยปริมาตร 0.5 mL แล้ววัดระยะเวลาการเปลี่ยนสีทันที ได้ผลดังแสดงในรูปที่ 4.18 และตารางที่ 4.9 พบว่าระยะเวลาที่เกิดการเปลี่ยนสีเฉลี่ยของการตรวจวัดคลอรีนอิสระที่ไม่ปรับ pH มีค่ามากกว่าที่ปรับ pH ดังแสดงในตารางที่ 4.9 ทั้งนี้อาจเป็นเพราะว่าในการเตรียมคลอรีนอิสระที่ปรับ pH ประมาณ 1 – 2 คลอรีนอิสระจะอยู่ในรูป Cl_2 ซึ่งสามารถระเหยสู่บรรยากาศและยังมีการปั่นกวหรือเขย่าในขณะที่ทำการเตรียมก็จะทำให้คลอรีนอิสระระเหยหรือสลายตัวได้เร็วขึ้น ดังนั้นผู้วิจัยจึงเลือกใช้สภาวะในการทดลองโดยไม่ปรับ pH ของสารตัวอย่างเพราะการปรับ pH ของสารตัวอย่างให้เป็นกรดนอกจากจะได้ระยะเวลาที่เกิดการเปลี่ยนสีน้อยกว่าที่ไม่ปรับ pH แล้วยังมีความยุ่งยากกว่า และสิ้นเปลืองสารเคมีอื่นๆ อีกด้วย



pH 1.79 10.05

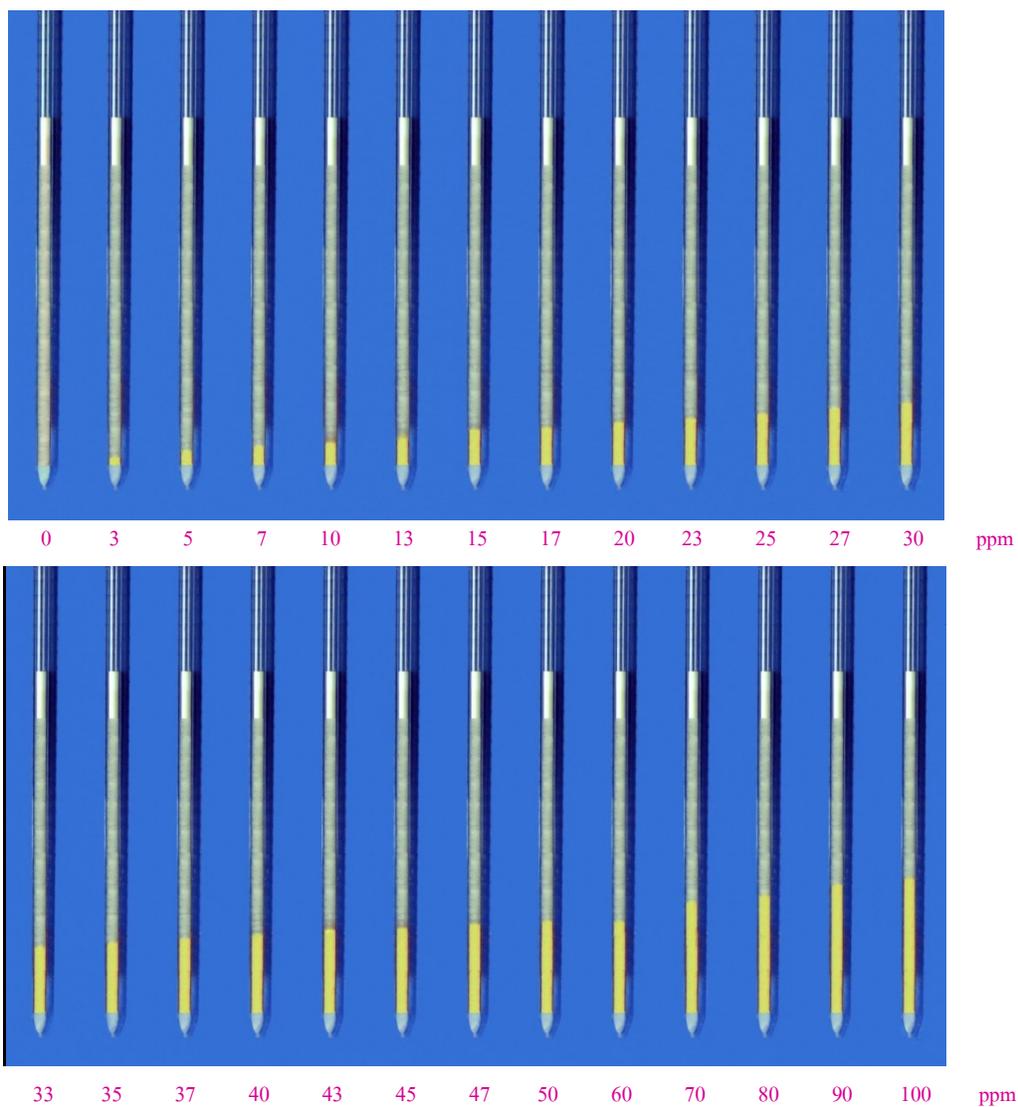
รูปที่ 4.18 ลักษณะของหลอดตรวจวัดปริมาณคลอรีนอิสระในสภาวะที่ปรับ pH (1.79) และ ไม่ปรับ pH (10.05) โดยทดสอบกับคลอรีนอิสระความเข้มข้น 50 ppm

ตารางที่ 4.9 การศึกษา pH ที่เหมาะสมในการตรวจวัดปริมาณคลอรีนอิสระความเข้มข้น 50 ppm ของ
 หลอดตรวจวัดที่บรรจุซิลิกา – ออโซโทลิติน 0.05 % (w/w)

ค่าทางสถิติ	สถานะในการตรวจวัด	
	ปรับ pH (ประมาณ 1 – 2)	ไม่ปรับ pH (10.05)
ค่าเฉลี่ย (\bar{x})	16.1	22.2
ความแปรปรวน (S^2)	0.20	0.07
ค่าเบี่ยงเบนมาตรฐาน (S)	0.45	0.26
ค่าเบี่ยงเบนมาตรฐานของค่าเฉลี่ย ($S_{\bar{x}}$)	0.10	0.06

4.1.3.4 ศึกษาการระบุผลข้างหลอดตรวจวัดเพื่อระบุผลตามความเข้มข้น

จากการที่นำหลอดตรวจวัดที่บรรจุซิลิกา – ออโรโทลิดีน 0.05 % (w/w) ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางภายใน 2.6 mm มาตรวจวัดคลอรีนอิสระความเข้มข้น 0, 3, 5, 7, 10, 13, 15, 17, 20, 23, 25, 27, 30, 33, 35, 37, 40, 43, 45, 47, 50, 60, 70, 80, 90 และ 100 ppm โดยการฉีดสารละลายแต่ละความเข้มข้นปริมาตร 0.5 mL แล้ววัดระยะทางการเปลี่ยนสีทันที ผลการตรวจวัดแสดงดังในรูปที่ 4.19 และตารางที่ 4.10 จากการตรวจวัดจะเห็นว่าเมื่อความเข้มข้นของคลอรีนอิสระเพิ่มขึ้น ระยะทางที่เกิดการเปลี่ยนสีก็เพิ่มตามด้วย

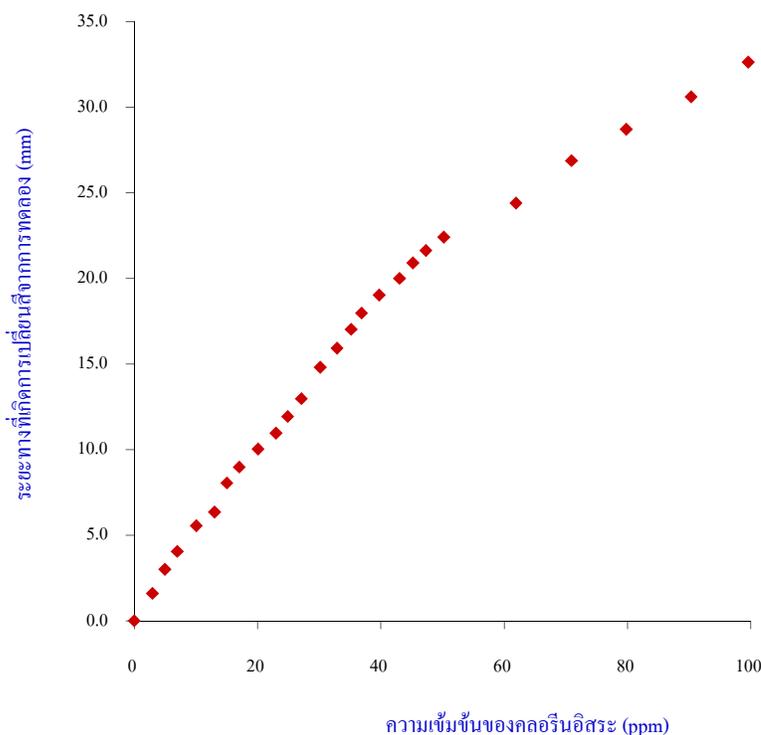


รูปที่ 4.19 ลักษณะการเปลี่ยนสีของหลอดตรวจวัดที่บรรจุซิลิกา – ออโรโทลิดีน 0.05 % (w/w) เมื่อตรวจวัดปริมาณคลอรีนอิสระความเข้มข้น 0-100 ppm

ตารางที่ 4.10 ระยะทางที่เกิดการเปลี่ยนสีของหลอดตรวจวัดที่บรรจุซิลิกา – ออโซโทลิคีน 0.05 %
(w/w) เมื่อตรวจวัดปริมาณคลอรีนอิสระความเข้มข้น 0-100 ppm

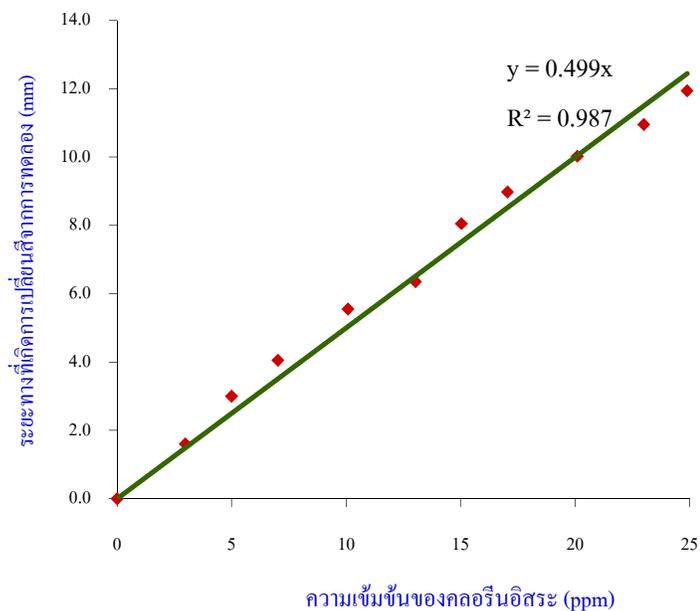
ความเข้มข้นของคลอรีนอิสระที่เตรียม (ppm)	ความเข้มข้นของคลอรีนอิสระที่ตรวจวัดด้วยวิธียูวี-วิสิเบิล สเปกโทรโฟโตเมทรี (ppm)	ระยะทางเฉลี่ยที่เกิดการเปลี่ยนสี (mm)
0.00	0.00	0.0
3.00	2.98	1.6
5.00	5.00	3.0
7.00	7.02	4.1
10.00	10.08	5.6
13.00	13.03	6.4
15.00	15.04	8.1
17.00	17.05	9.0
20.00	20.10	10.0
23.00	23.00	11.0
25.00	24.89	11.9
27.00	27.11	13.0
30.00	30.20	14.8
33.00	32.90	15.9
35.00	35.19	17.0
37.00	36.88	18.0
40.00	39.74	19.0
43.00	43.05	20.0
45.00	45.21	20.9
47.00	47.31	21.6
50.00	50.23	22.4
60.00	61.92	24.4
70.00	70.93	26.9
80.00	79.82	28.7
90.00	90.32	30.6
100.00	99.57	32.6

เมื่อนำข้อมูลจากตารางที่ 4.10 มาพลอตกราฟระหว่างระยะทางที่เกิดการเปลี่ยนสีกับความเข้มข้นของคลอรีนอิสระที่ตรวจวัดได้จากวิธีมาตรฐานยูวี-วิสิเบิลสเปกโทรโฟโตเมทรี ได้กราฟดังแสดงในรูปที่ 4.20 และเมื่อประเมินความเป็นเส้นตรงของเส้นกราฟที่พลอตขึ้นด้วยสายตาพบว่าช่วงของความเข้มข้นจะอยู่ในช่วงความเข้มข้น 0 – 50 ppm แต่เนื่องจากระดับความเข้มข้นมาตรฐานที่ยอมรับของปริมาณของคลอรีนอิสระที่มีอยู่น้ำของสระว่ายน้ำจะมีความเข้มข้นอยู่ในช่วง 3 – 4 ppm ดังนั้นผู้วิจัยจึงเลือกความเข้มข้นในช่วง 0 – 25 ppm เพื่อนำมาระบุสเกลความเข้มข้นของหลอดตรวจวัด



รูปที่ 4.20 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างระยะทางที่เกิดการเปลี่ยนสีของหลอดตรวจวัดที่บรรจุซิลิกา-อโซโทลิคีน 0.05 % (w/w) ในการตรวจวัดปริมาณคลอรีนอิสระความเข้มข้น 0-100 ppm

เมื่อนำคลอรีนอิสระความเข้มข้นในช่วง 0 – 25 ppm มาพลอตกราฟเพื่อหาความสัมพันธ์เชิงเส้นของความเข้มข้นของคลอรีนอิสระกับระยะทางที่เกิดการเปลี่ยนสี ได้สมการเส้นตรงคือ $y = 4.99x$ และค่าสัมประสิทธิ์สหสัมพันธ์ (R^2) เท่ากับ 0.987 ดังแสดงในรูปที่ 4.21 เมื่อนำความเข้มข้น 0, 3, 5, 7, 10, 13, 15, 17, 20, 23 และ 25 (x) มาแทนค่าในสมการ $y = 4.99x$ จะได้ระยะทางที่เกิดการเปลี่ยนสี (y) จากการคำนวณดังแสดงในตารางที่ 4.11



รูปที่ 4.21 กราฟแสดงช่วงของความเป็นเส้นตรงของหลอดตรวจวัดในการตรวจวัดปริมาณคลอโรฟิลล์ความเข้มข้น 0 – 25 ppm

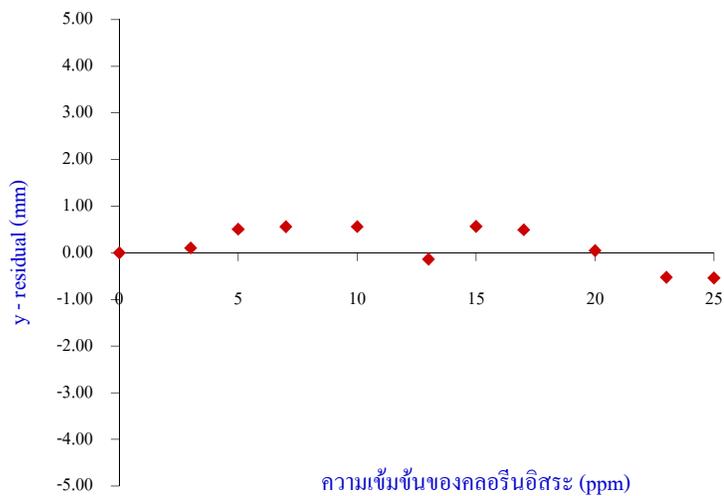
ตารางที่ 4.11 การเปรียบเทียบระยะทางที่เกิดการเปลี่ยนแปลงสีของหลอดตรวจวัดจากการทดลอง และการคำนวณด้วยสมการ $y = 0.499x$

ความเข้มข้นของคลอโรฟิลล์ (ppm)	ความเข้มข้นของคลอโรฟิลล์ที่ตรวจวัดด้วยวิธียูวี-วิสิเบิลสเปกโตรโฟโตเมทรี (ppm)	ระยะทางที่เกิดการเปลี่ยนสี (mm)	
		จากการทดลอง	จากการคำนวณ
0.00	0.00	0.0	0.0
3.00	2.98	1.6	1.5
5.00	5.00	3.0	2.5
7.00	7.02	4.1	3.5
10.00	10.08	5.6	5.0
13.00	13.03	6.4	6.5
15.00	15.04	8.1	7.5
17.00	17.05	9.0	8.5
20.00	20.10	10.0	10.0
23.00	23.00	11.0	11.5
25.00	24.89	11.9	12.5

เมื่อนำผลการตรวจวัดคลอรีนอิสระในช่วงความเข้มข้น 0 – 25 ppm มาหาค่าความแตกต่างระหว่างระยะทางที่เกิดการเปลี่ยนแปลงสีที่ได้จากการทดลองและระยะทางที่เกิดการเปลี่ยนแปลงสีที่ได้จากการคำนวณหรือหาค่า $y - residual$ ได้ผลดังแสดงในตารางที่ 4.12 เมื่อนำมาพลอตกราฟเพื่อดูการกระจายของค่า $y - residual$ รอบๆ ค่าศูนย์เพื่อยืนยันความสัมพันธ์เชิงเส้นตรงของกราฟเส้นตรงจากรูปที่ 4.21 ได้กราฟดังแสดงในรูปที่ 4.22 พบว่าความสัมพันธ์ของกราฟจากรูปที่ 4.21 เป็นเส้นตรงจริงเพราะจากรูปที่ 4.22 มีการกระจาย $y - residual$ อยู่รอบๆ ค่าศูนย์ ได้ช่วงของสเกลของหลอดตรวจวัดดังแสดงในตารางที่ 4.13 และหลอดตรวจวัดมีลักษณะดังแสดงในรูปที่ 4.23

ตารางที่ 4.12 แสดง $y - residual$ ของหลอดตรวจวัดในการตรวจวัดปริมาณคลอรีนอิสระความเข้มข้น 0–25 ppm

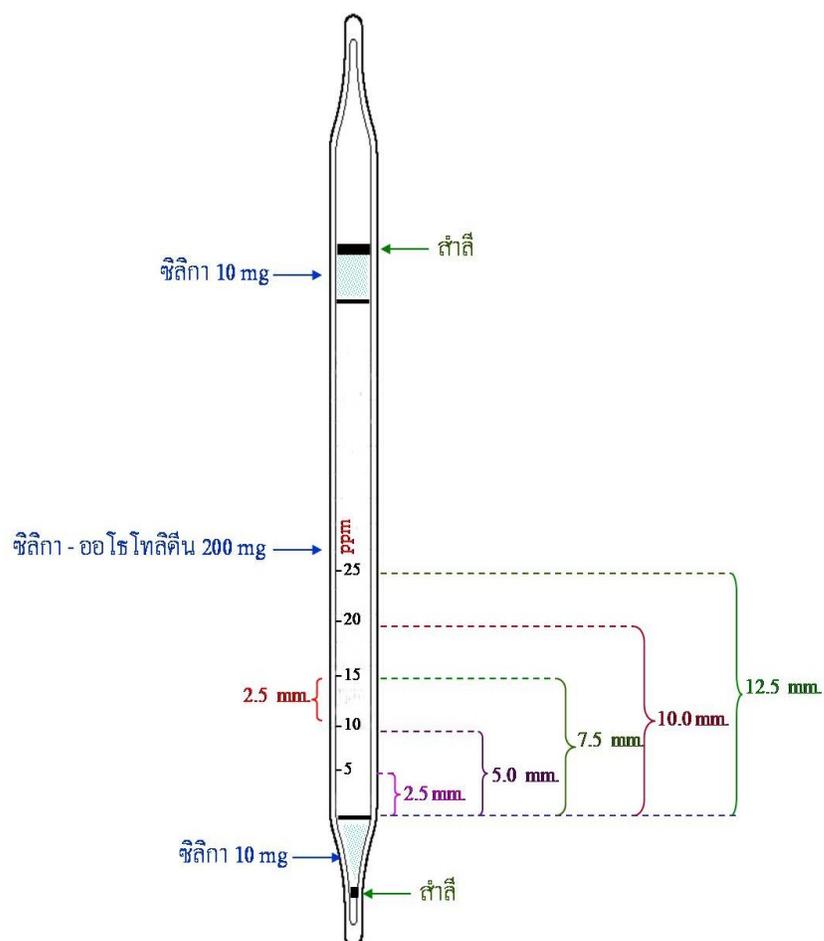
ความเข้มข้นของคลอรีนอิสระ (ppm)	ระยะทางที่เกิดการเปลี่ยนสี (mm)		$y - residual$ (mm)
	จากการทดลอง	จากการคำนวณ	
0.00	0.0	0.0	0.00
3.00	1.6	1.5	0.10
5.00	3.0	2.5	0.51
7.00	4.1	3.5	0.56
10.00	5.6	5.0	0.56
13.00	6.4	6.5	-0.14
15.00	8.1	7.5	0.57
17.00	9.0	8.5	0.49
20.00	10.0	10.0	0.04
23.00	11.0	11.5	-0.53
25.00	11.9	12.5	-0.54



รูปที่ 4.22 กราฟแสดง y-residual ของหลอดตรวจวัดในการตรวจวัดปริมาณคลอรีนอิสระความเข้มข้น 0–25 ppm

ตารางที่ 4.13 ช่วงสเกลของหลอดตรวจวัดที่บรรจุซิลิกา – อโซโทลิคีน 0.05 % (w/w) ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางภายใน 2.6 mm

ความเข้มข้นของคลอรีนอิสระ (ppm)	ระยะทางที่เกิดการเปลี่ยนสี (mm)	ช่วงความเข้มข้นของคลอรีนอิสระ (ppm)	ระยะห่าง (mm)
5.00	2.5	0.00 – 5.00	2.5
10.00	5.0	5.00-10.00	2.5
15.00	7.5	10.00-15.00	2.5
20.00	10.0	15.00-20.00	2.5
25.00	12.5	20.00-25.00	2.5



รูปที่ 4.23 ลักษณะของหลอดตรวจวัดปริมาณคลอรีนอิสระ

4.1.4 การทดสอบความถูกต้องของวิธีของหลอดตรวจวัด

4.1.4.1 การเตรียมกราฟมาตรฐานคลอรีนอิสระ

เมื่อนำหลอดตรวจวัดมาทดสอบประสิทธิภาพด้วยคลอรีนอิสระที่เตรียมขึ้นจากสารละลายมาตรฐานแคลเซียมไฮโปคลอไรต์ความเข้มข้น 0, 3, 5, 7, 10, 15, 20 และ 25 ppm ได้ค่าช่วงความเชื่อมั่น (confident interval :CI) ของคลอรีนอิสระที่ระดับความเชื่อมั่น 95 % และองศาความอิสระ (degree of freedom ; V) เท่ากับ 9 ดังแสดงในตารางที่ 4.14

จากการเปรียบเทียบประสิทธิภาพของหลอดตรวจวัดในการตรวจวัดคลอรีนอิสระที่เตรียมขึ้นกับวิธีมาตรฐานยูวี-วิสิเบิลสเปกโตรโฟโตเมตรีด้วยการทดสอบสมมุติฐานของการเท่ากันของค่าเฉลี่ย หรือ t - test (paired t - test) โดยใช้สมมุติฐานแบบสองทาง (two tailed test) ที่ระดับความเชื่อมั่น 95 % (ระดับนัยสำคัญ 0.05) องศาความอิสระเท่ากับ 9 พบว่าค่าเฉลี่ยของวิธีการตรวจวัดคลอรีนอิสระ

ที่เตรียมขึ้นด้วยหลอดตรวจวัดกับวิธีมาตรฐานยูวี-วิสิเบิลสเปกโทรโฟโตเมทรีมีความแตกต่างกันอย่างไม่มีนัยสำคัญทางสถิติที่ระดับความเชื่อมั่น 95 % ดังแสดงในตารางที่ 4.14 ($t_{cal} = -2.262$ ถึง $+2.262$)

จากการเปรียบเทียบความเที่ยงของวิธีการตรวจวัดคลอรีนอิสระที่เตรียมขึ้นด้วยหลอดตรวจวัดกับวิธีมาตรฐานยูวี-วิสิเบิลสเปกโทรโฟโตเมทรีของการเท่ากันของความแปรปรวน หรือ F-test โดยใช้สมมุติฐานแบบทางเดียวทางขวามือ (one tailed test) ที่ระดับความเชื่อมั่น 95 % อนาคตความอิสระเท่ากับ 9 พบว่าค่าความแปรปรวนของวิธีการตรวจวัดคลอรีนอิสระที่เตรียมขึ้นด้วยหลอดตรวจวัดกับวิธีมาตรฐานยูวี-วิสิเบิลสเปกโทรโฟโตเมทรีมีความแตกต่างกันอย่างไม่มีนัยสำคัญทางสถิติที่ระดับความเชื่อมั่น 95 % ดังแสดงในตารางที่ 4.14 ($F_{cal} < 3.18$)

เมื่อเปรียบเทียบการทวนซ้ำ (repeatability) ของวิธีการตรวจวัดคลอรีนอิสระที่เตรียมขึ้นด้วยหลอดตรวจวัดโดยทำการตรวจวัด 10 ซ้ำในแต่ละความเข้มข้นในเวลาใกล้เคียงกัน จะสามารถคำนวณ %RSD_r ได้ดังแสดงในตารางที่ 4.15 ซึ่งเมื่อนำ %RSD_r มาคำนวณโดยใช้ Horwitz's equation จะได้ค่า HORRAT ที่น้อยกว่า 2 ซึ่งอยู่ในเกณฑ์ที่ยอมรับได้ ($HORRAT_{AOAC} < 2$)

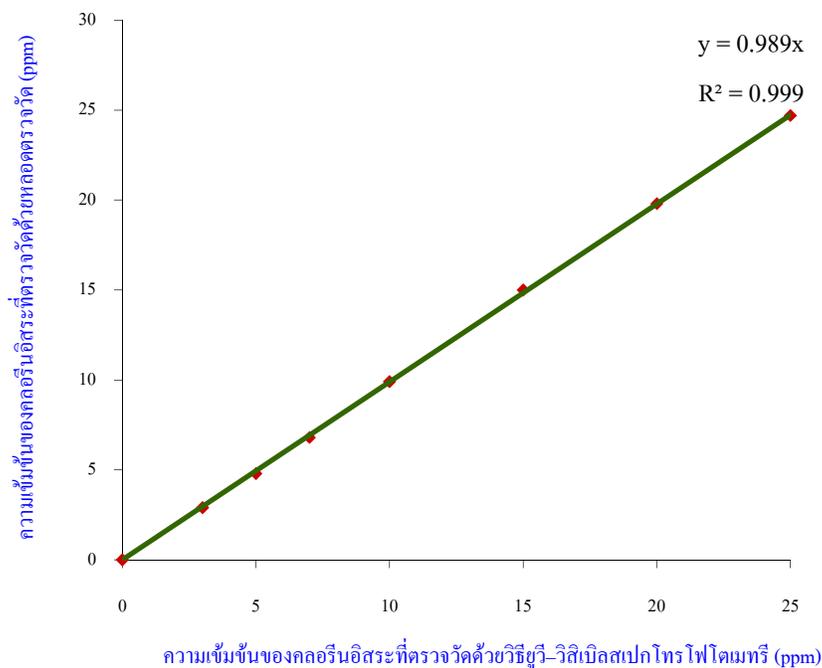
ตารางที่ 4.14 ช่วงความเชื่อมั่น t-test และ F-test ของการตรวจวัดปริมาณคลอรีนอิสระที่เตรียมขึ้น โดยใช้หลอดตรวจวัดเปรียบเทียบกับวิธีมาตรฐานยูวี-วิสิเบิลสเปกโทรโฟโตเมทรี

ความเข้มข้นของคลอรีนอิสระที่เตรียมขึ้น (ppm)	วิธีการทดสอบทางสถิติ		
	ช่วงความเชื่อมั่น (ppm)	t-test : t_{cal}	F-test : F_{cal}
0	0 ± 0.0	-1.633	0.00
3	2.9 ± 0.2	-1.541	2.92
5	4.8 ± 0.3	-1.255	2.97
7	6.8 ± 0.3	-2.261	2.95
10	9.9 ± 0.2	-1.363	3.12
15	15 ± 0.3	0.096	3.12
20	19.8 ± 0.3	-1.364	2.83
25	24.7 ± 0.3	-1.881	2.88

ตารางที่ 4.15 แสดง Horwitz's equation และ HORRAT เพื่อเปรียบเทียบ $\%RSD_r$ ของการตรวจวัด ปริมาณคลอรีนอิสระที่เตรียมขึ้นด้วยหลอดตรวจวัด

ความเข้มข้นของคลอรีนอิสระที่เตรียมขึ้น (ppm)	Horwitz's equation และ HORRAT		
	$\%RSD_r$	$\%RSD_{\text{expected}}$	HORRAT จากการคำนวณ
0	-	-	-
3	10.9	7.4	1.5
5	8.8	7.6	1.2
7	6.2	8.0	0.8
10	3.2	8.9	0.4
15	3.1	8.9	0.4
20	2.1	9.4	0.2
25	2.0	9.5	0.2

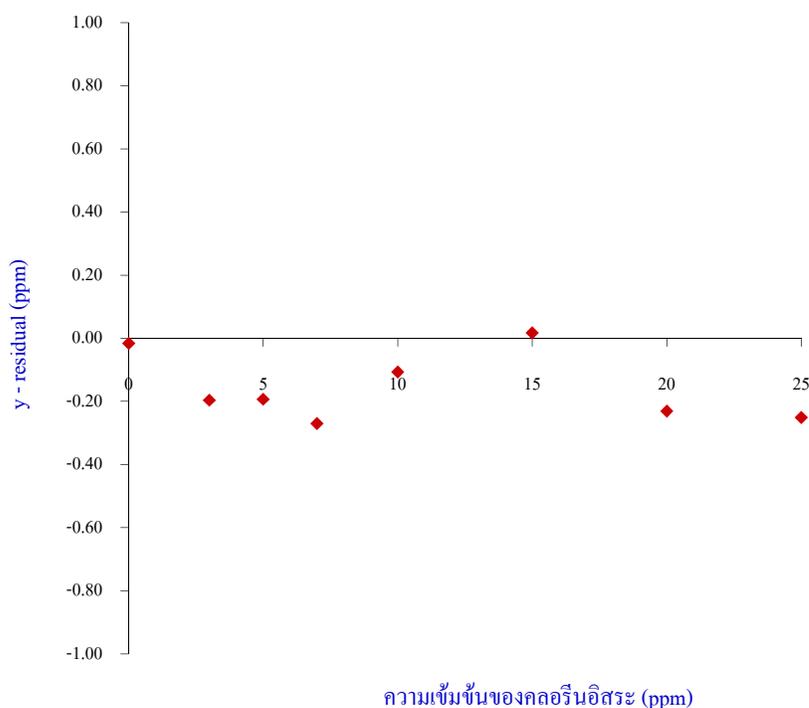
เมื่อนำผลการตรวจวัดปริมาณความเข้มข้นของคลอรีนอิสระที่เตรียมขึ้น โดยตรวจวัดด้วยวิธีมาตรฐานยูวี-วิสิเบิลสเปกโทรโฟโตเมทรี (x) กับหลอดตรวจวัด (y) มาพลอตกราฟเพื่อประเมินค่าความเป็นเส้นตรงของกราฟ ได้สมการเส้นตรงคือ $y = 4.989x$ และค่าสัมประสิทธิ์สหสัมพันธ์เท่ากับ 0.999 ดังแสดงในรูปที่ 4.24 แล้วนำผลการตรวจวัดปริมาณคลอรีนอิสระที่เตรียมขึ้นในช่วงความเข้มข้น 0 – 25 ppm มาหาค่าความแตกต่างระหว่างปริมาณความเข้มข้นของคลอรีนอิสระที่เตรียมขึ้น โดยตรวจวัดด้วยวิธีมาตรฐานยูวี-วิสิเบิลสเปกโทรโฟโตเมทรี (x) และหลอดตรวจวัด (y) เพื่อหาค่า y – residual ดังแสดงในตารางที่ 4.16 และนำค่าที่ได้มาพลอตกราฟเพื่อดูการกระจายของ y – residual รอบๆ ค่าศูนย์ เพื่อยืนยันความสัมพันธ์เชิงเส้นตรงของกราฟจากรูปที่ 4.24 จะได้กราฟดังแสดงในรูปที่ 4.25 จะเห็นว่าความสัมพันธ์ของกราฟจากรูปที่ 4.24 มีความเป็นเส้นตรงจริงเพราะจากกราฟดังแสดง ในรูปที่ 4.25 มีการกระจายของ y – residual อยู่รอบๆ ค่าศูนย์ ซึ่งหมายความว่า การตรวจวัดปริมาณคลอรีนอิสระที่เตรียมขึ้นด้วยหลอดตรวจวัดไม่แตกต่างกับวิธีมาตรฐานยูวี-วิสิเบิลสเปกโทรโฟโตเมทรี



รูปที่ 4.24 กราฟแสดงช่วงของความเป็นเส้นตรงของการตรวจวัดปริมาณคลอรีนอิสระที่เตรียมขึ้น โดยใช้หลอดตรวจวัด (y) กับวิธีมาตรฐานยูวี-วิสิเบิลสเปกโทรโฟโตเมทรี (x)

ตารางที่ 4.16 แสดง y – residual ของการตรวจวัดปริมาณคลอรีนอิสระที่เตรียมขึ้น โดยใช้หลอดตรวจวัดกับวิธีมาตรฐานยูวี-วิสิเบิลสเปกโทรโฟโตเมทรี

ความเข้มข้นของคลอรีนอิสระที่เตรียมขึ้น (ppm)	วิธีการตรวจวัด		y – residual (ppm)
	หลอดตรวจวัด (ppm)	ยูวี-วิสิเบิลสเปกโทรโฟโตเมทรี (ppm)	
0	0	0.016	-0.016
3	2.9	3.096	-0.196
5	4.8	4.993	-0.193
7	6.8	7.070	-0.27
10	9.9	10.007	-0.107
15	15	14.983	0.017
20	19.8	20.031	-0.231
25	24.7	24.951	-0.251



รูปที่ 4.25 กราฟแสดง y – residual ของการตรวจวัดปริมาณคลอโรฟิลล์ที่เตรียมขึ้น โดยใช้หลอดตรวจวัดกับวิธีมาตรฐานยูวี-วิสิเบิลสเปกโทรโฟโตเมทรี

4.1.4.2 การตรวจวัดปริมาณคลอโรฟิลล์ใน spiked sample

เมื่อนำหลอดตรวจวัดมาทดสอบประสิทธิภาพด้วยคลอโรฟิลล์ที่เติมลงในน้ำตัวอย่าง โดยเติมคลอโรฟิลล์ด้วยความเข้มข้น 0, 3, 5, 7, 10, 15 และ 20 ppm ลงในน้ำตัวอย่างจากสระว่ายน้ำสถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง ได้ค่าช่วงความเชื่อมั่นของคลอโรฟิลล์ที่ระดับความเชื่อมั่น 95 % และองศาความอิสระเท่ากับ 9 ดังแสดงในตารางที่ 4.17

จากการเปรียบเทียบประสิทธิภาพของหลอดตรวจวัดในการตรวจวัดคลอโรฟิลล์ที่เติมลงในน้ำตัวอย่างกับวิธีมาตรฐานยูวี-วิสิเบิลสเปกโทรโฟโตเมทรีด้วยการทดสอบสมมุติฐานของการเท่ากันของค่าเฉลี่ยโดยใช้สมมุติฐานแบบสองทาง ที่ระดับความเชื่อมั่น 95 % องศาความอิสระเท่ากับ 9 พบว่าค่าเฉลี่ยของวิธีการตรวจวัดคลอโรฟิลล์ที่เติมลงในน้ำตัวอย่างด้วยหลอดตรวจวัดกับวิธีมาตรฐานยูวี-วิสิเบิลสเปกโทรโฟโตเมทรีมีความแตกต่างกันอย่างไม่มีนัยสำคัญทางสถิติที่ระดับความเชื่อมั่น 95 % ดังแสดงในตารางที่ 4.17 ($t_{cal} = -2.262$ ถึง $+2.262$)

เมื่อเปรียบเทียบความเที่ยงของวิธีการตรวจวัดคลอรีนอิสระที่เติมลงในน้ำตัวอย่างด้วยหลอดตรวจวัดกับวิธีมาตรฐานยูวี-วิสิเบิลสเปกโทรโฟโตเมทรีจากการเท่ากันของความแปรปรวน โดยใช้สมมุติฐานแบบทางเดียวทางขวามือ ที่ระดับความเชื่อมั่น 95 % องศาความอิสระเท่ากับ 9 พบว่าค่าความแปรปรวนของวิธีการตรวจวัดคลอรีนอิสระที่เติมลงในน้ำตัวอย่างด้วยหลอดตรวจวัดกับวิธีมาตรฐานยูวี-วิสิเบิลสเปกโทรโฟโตเมทรีมีความแตกต่างกันอย่างไม่มีนัยสำคัญทางสถิติที่ระดับความเชื่อมั่น 95 % ดังแสดงในตารางที่ 4.17 ($F_{cal} < 3.18$)

ตารางที่ 4.17 ช่วงความเชื่อมั่น t-test และ F-test ของการตรวจวัดปริมาณคลอรีนอิสระที่เติมลงในน้ำตัวอย่าง โดยใช้หลอดตรวจวัดเปรียบเทียบกับวิธีมาตรฐานยูวี-วิสิเบิลสเปกโทรโฟโตเมทรี

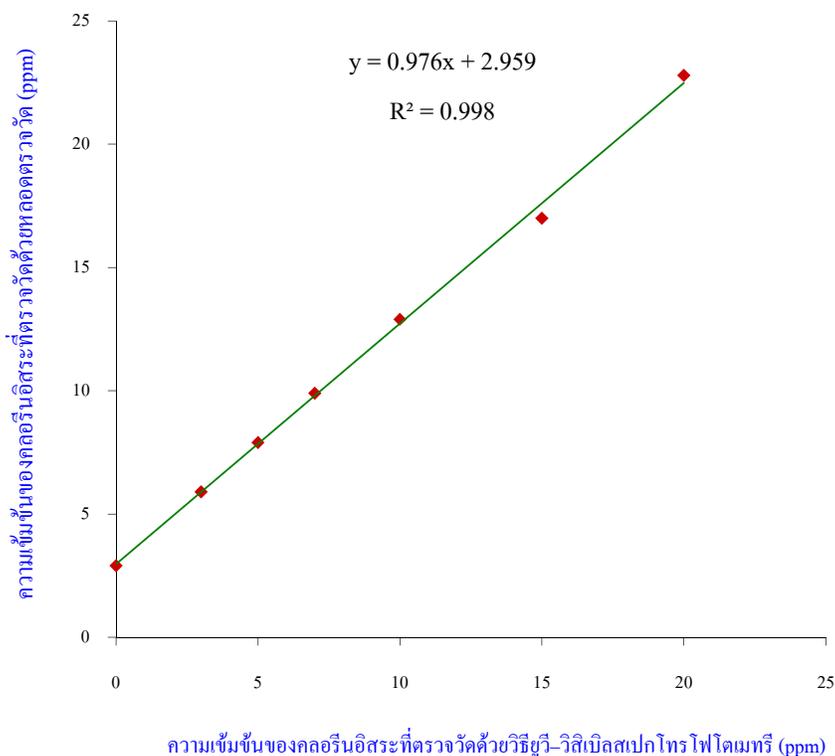
ความเข้มข้นของคลอรีนอิสระที่เติม (ppm)	วิธีการทดสอบทางสถิติ		
	ช่วงความเชื่อมั่น (ppm)	t-test : t_{cal}	F-test : F_{cal}
0	2.9 ± 0.2	-1.084	2.55
3	5.9 ± 0.2	-1.455	3.14
5	7.9 ± 0.2	-1.353	1.84
7	9.9 ± 0.2	-1.501	2.42
10	12.9 ± 0.2	-1.622	2.40
15	17.0 ± 0.3	-0.271	2.86
20	22.8 ± 0.3	-2.000	1.31

เมื่อเปรียบเทียบการทวนซ้ำของวิธีการตรวจวัดคลอรีนอิสระที่เติมลงในน้ำตัวอย่างด้วยหลอดตรวจวัดโดยทำการตรวจวัด 10 ซ้ำของแต่ละความเข้มข้นในเวลาใกล้เคียงกัน จะสามารถคำนวณ $\%RSD_r$ ได้ดังแสดงในตารางที่ 4.18 ซึ่งเมื่อนำ $\%RSD_r$ มาคำนวณโดยใช้ Horwitz's equation จะได้ค่า HORRAT ที่น้อยกว่า 2 ซึ่งอยู่ในเกณฑ์ที่ยอมรับได้ ($HORRAT_{AOAC} < 2$)

ตารางที่ 4.18 แสดง Horwitz's equation และ HORRAT เพื่อเปรียบเทียบ %RSD_r ของการตรวจวัด ปริมาณคลอรีนอิสระที่เติมลงในน้ำตัวอย่าง โดยใช้หลอดตรวจวัด

ความเข้มข้นของคลอรีนอิสระที่เติม (ppm)	Horwitz's equation และ HORRAT		
	%RSD _r	%RSD _{expected}	HORRAT จากการคำนวณ
0	10.9	7.4	1.5
3	5.4	8.2	0.7
5	4.0	8.6	0.5
7	3.2	8.9	0.4
10	2.5	9.2	0.3
15	2.8	9.1	0.3
20	1.8	9.6	0.2

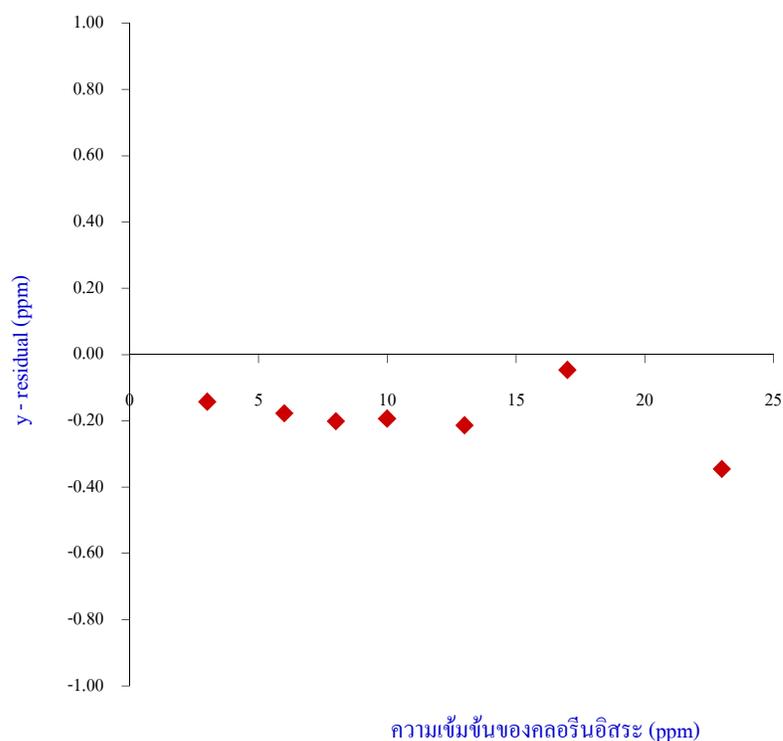
เมื่อนำผลการตรวจวัดปริมาณความเข้มข้นของคลอรีนอิสระที่เติมลงในน้ำตัวอย่างโดยตรวจวัดด้วยวิธีมาตรฐานยูวี-วิลิเบิลสเปกโทรโฟโตเมทรี (x) กับหลอดตรวจวัด (y) มาพลอตกราฟเพื่อประเมินค่าความเป็นเส้นตรงของกราฟ ได้สมการเส้นตรงคือ $y = 0.976x + 2.959$ และค่าสัมประสิทธิ์สหสัมพันธ์เท่ากับ 0.998 ดังแสดงในรูปที่ 4.26 แล้วนำผลการตรวจวัดปริมาณคลอรีนอิสระที่เติมลงในน้ำตัวอย่างในช่วงความเข้มข้น 0 – 20 ppm มาหาค่าความแตกต่างระหว่างปริมาณความเข้มข้นของคลอรีนอิสระที่เติมลงในน้ำตัวอย่างโดยตรวจวัดด้วยวิธีมาตรฐานยูวี-วิลิเบิลสเปกโทรโฟโตเมทรี (x) และหลอดตรวจวัด (y) เพื่อหาค่า $y - \text{residual}$ ดังแสดงในตารางที่ 4.19 และนำค่าที่ได้มาพลอตกราฟเพื่อดูการกระจายของ $y - \text{residual}$ รอบๆ ค่าศูนย์ เพื่อยืนยันความสัมพันธ์เชิงเส้นตรงของกราฟในจากรูปที่ 4.26 ได้กราฟดังแสดงในรูปที่ 4.27 จะเห็นว่าความสัมพันธ์ของกราฟในจากรูปที่ 4.26 มีความเป็นเส้นตรงจริงเพราะจากกราฟดังแสดงในรูปที่ 4.27 มีการกระจายของ $y - \text{residual}$ อยู่รอบๆ ค่าศูนย์ ซึ่งหมายความว่า การตรวจวัดปริมาณคลอรีนอิสระที่เติมลงในน้ำตัวอย่างด้วยหลอดตรวจวัดมีค่าไม่แตกต่างกับวิธีมาตรฐานยูวี-วิลิเบิลสเปกโทรโฟโตเมทรี



รูปที่ 4.26 กราฟแสดงช่วงของความเป็นเส้นตรงของหลอดตรวจวัดในตรวจวัดปริมาณคลอรีนอิสระที่เติมลงในน้ำตัวอย่าง โดยใช้หลอดตรวจวัด (y) กับวิธีมาตรฐานยูวี-ฟลูออโรเมตริก (x)

ตารางที่ 4.19 แสดง y – residual ของการตรวจวัดปริมาณคลอรีนอิสระที่เติมลงในน้ำตัวอย่าง โดยใช้หลอดตรวจวัดกับวิธีมาตรฐานยูวี-ฟลูออโรเมตริก

ความเข้มข้นของคลอรีนอิสระที่เติม (ppm)	วิธีการตรวจวัด		y – residual (ppm)
	หลอดตรวจวัด (ppm)	ยูวี-ฟลูออโรเมตริก (ppm)	
0	2.9	3.043	-0.14
3	5.9	6.077	-0.18
5	7.9	8.101	-0.20
7	9.9	10.094	-0.19
10	12.9	13.114	-0.21
15	17.0	17.047	-0.05
20	22.8	23.145	-0.35



รูปที่ 4.27 กราฟแสดง y – residual ของการตรวจวัดปริมาณคลอโรฟิลล์ที่เติมลงในน้ำตัวอย่าง โดยใช้หลอดตรวจวัดกับวิธีมาตรฐานยูวี-วิสิเบิลสเปกโทรโฟโตเมตรี

ตารางที่ 4.20 ร้อยละการคืนกลับของการตรวจวัดปริมาณคลอโรฟิลล์ที่เติมลงในน้ำตัวอย่างจากสระว่ายน้ำสถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง โดยใช้หลอดตรวจวัด

ความเข้มข้นของคลอโรฟิลล์หลังจากที่เติมคลอโรฟิลล์ (C_1 : ppm)	ความเข้มข้นของคลอโรฟิลล์ตกค้าง ในน้ำตัวอย่างที่ไม่เติมคลอโรฟิลล์ (C_2 : ppm)	ความเข้มข้นของคลอโรฟิลล์ อิสระที่เติมในน้ำ (C_3 : ppm)	ร้อยละการคืนกลับ (% recovery)
2.9	2.959	0.00	n.a.
5.9	2.959	3.00	98.0
7.9	2.959	5.00	98.8
9.9	2.959	7.00	99.2
12.9	2.959	10.00	99.4
17.0	2.959	15.00	93.6
22.8	2.959	20.00	99.2

เมื่อหำร้อยละการค้กนกลับของการตรวจวัดคลอรีนอิสระที่เดิมลงในน้ำตัวอย่างจากสระว่ายน้ำสถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง โดยใช้หลอดตรวจวัดดังแสดงในตารางที่ 4.20 จะเห็นว่าร้อยละการค้กนกลับที่ได้จากการตรวจวัดด้วยหลอดตรวจวัดที่เดิมคลอรีนอิสระในน้ำตัวอย่างความเข้มข้น 0 – 20 ppm อยู่ในเกณฑ์ที่ยอมรับ ($\% \text{recovery}_{\text{AOAC}} = 80$ ถึง 110 %)

4.1.4.3 การตรวจวัดปริมาณคลอรีนอิสระตกค้างในน้ำตัวอย่าง

เมื่อนำหลอดตรวจวัดมาทดสอบประสิทธิภาพด้วยคลอรีนอิสระในน้ำตัวอย่างจากสระว่ายน้ำ 3 แห่ง คือ สระว่ายน้ำสถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง สระว่ายน้ำสวนพระนคร และสระว่ายน้ำมหาวิทยาลัยเทคโนโลยีราชมงคลคลองหก ได้ค่าช่วงความเชื่อมั่นของคลอรีนอิสระที่ระดับความเชื่อมั่น 95 % และองศาความอิสระเท่ากับ 24 ดังแสดงในตารางที่ 4.21

จากการเปรียบเทียบประสิทธิภาพของหลอดตรวจวัดในการตรวจวัดคลอรีนอิสระในน้ำตัวอย่างจากสระว่ายน้ำ 3 แห่ง กับวิธีมาตรฐานยูวี-วิสิเบิลสเปกโทรโฟโตเมตรีด้วยการทดสอบสมมุติฐานของการเท่ากันของค่าเฉลี่ย โดยใช้สมมุติฐานแบบสองทาง ที่ระดับความเชื่อมั่น 95 % องศาความอิสระเท่ากับ 24 พบว่าค่าเฉลี่ยของวิธีการตรวจวัดคลอรีนอิสระในน้ำตัวอย่างจากสระว่ายน้ำ 3 แห่งด้วยหลอดตรวจวัดกับวิธีมาตรฐานยูวี-วิสิเบิลสเปกโทรโฟโตเมตรีมีความแตกต่างกันอย่างไม่มีนัยสำคัญทางสถิติที่ระดับความเชื่อมั่น 95 % ดังแสดงในตารางที่ 4.21 ($t_{\text{cal}} = -2.064$ ถึง $+2.064$)

เมื่อเปรียบเทียบความเที่ยงของวิธีการตรวจวัดคลอรีนอิสระในน้ำตัวอย่างจากสระว่ายน้ำทั้งสามแห่งด้วยหลอดตรวจวัดกับวิธีมาตรฐานยูวี-วิสิเบิลสเปกโทรโฟโตเมตรีจากการเท่ากันของความแปรปรวน โดยใช้สมมุติฐานแบบทางเดียวทางขวามือ ที่ระดับความเชื่อมั่น 95 % องศาความอิสระเท่ากับ 24 พบว่าค่าความแปรปรวนของวิธีการตรวจวัดคลอรีนอิสระในน้ำตัวอย่างจากสระว่ายน้ำสามแห่งด้วยหลอดตรวจวัดกับวิธีมาตรฐานยูวี-วิสิเบิลสเปกโทรโฟโตเมตรีมีความแตกต่างกันอย่างไม่มีนัยสำคัญทางสถิติที่ระดับความเชื่อมั่น 95 % ดังแสดงในตารางที่ 4.21 ($F_{\text{cal}} < 1.98$)

เมื่อเปรียบเทียบการทวนซ้ำ ของวิธีการตรวจวัดคลอรีนอิสระในน้ำตัวอย่างจากสระว่ายน้ำทั้งสามแห่ง ด้วยหลอดตรวจวัดโดยทำการตรวจวัด 25 ซ้ำในแต่ละแหล่งเก็บตัวอย่างน้ำในเวลาใกล้เคียงกัน จะสามารถคำนวณ $\% \text{RSD}_r$ ได้ดังแสดงในตารางที่ 4.22 ซึ่งเมื่อนำ $\% \text{RSD}_r$ มาคำนวณโดยใช้ Horwitz's equation จะได้ค่า HORRAT ที่น้อยกว่า 2 ซึ่งอยู่ในเกณฑ์ที่ยอมรับได้ ($\text{HORRAT}_{\text{AOAC}} < 2$)

ตารางที่ 4.21 ช่วงความเชื่อมั่น t-test และ F-test ของการตรวจวัดปริมาณคลอรีนอิสระในน้ำตัวอย่างโดยใช้หลอดตรวจวัดเปรียบเทียบกับวิธีมาตรฐานยูวี-วิสิเบิลสเปกโทรโฟโตเมทรี

แหล่งเก็บตัวอย่างน้ำ	วิธีการทดสอบทางสถิติ		
	ช่วงความเชื่อมั่น (ppm)	t-test : t_{cal}	F-test : F_{cal}
สระว่ายน้ำสถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง	3.0 ± 0.1	-0.655	1.88
สระว่ายน้ำสวนพระนคร	0.0 ± 0.0	-1.845	0.00
สระว่ายน้ำมหาวิทยาลัยเทคโนโลยีราชมงคลคลองหก	3.2 ± 0.1	-0.412	1.97

ตารางที่ 4.22 Horwitz's equation และ HORRAT เพื่อเปรียบเทียบ $\%RSD_r$ ของการตรวจวัดปริมาณคลอรีนอิสระในน้ำตัวอย่าง โดยใช้หลอดตรวจวัด

แหล่งเก็บตัวอย่างน้ำ	Horwitz's equation และ HORRAT		
	$\%RSD_r$	$\%RSD_{expected}$	HORRAT จากการคำนวณ
สระว่ายน้ำสถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง	11.6	7.3	1.6
สระว่ายน้ำสวนพระนคร	-	-	-
สระว่ายน้ำมหาวิทยาลัยเทคโนโลยีราชมงคลคลองหก	11.8	7.3	1.6