

การพัฒนาขั้วไฟฟ้าคาร์บอนพิมพ์สกรีนดัดแปรด้วยอนุภาคทองคำนาโนเพื่อการตรวจวัดตะกั่วและ
ทองแดงโดยเทคนิคแอมโพรอเมตริกสวิตชิงโวลแทมเมตรี



ปริญญาานิพนธ์
ของ
ชัยวิช รุ่งเรืองภาวรรณ

เสนอต่อบัณฑิตวิทยาลัย มหาวิทยาลัยศรีนครินทรวิโรฒ เพื่อเป็นส่วนหนึ่งของการศึกษา
ตามหลักสูตรปริญญาวิทยาศาสตรมหาบัณฑิต สาขาวิชาเคมี

มกราคม 2558

การพัฒนาขั้วไฟฟ้าคาร์บอนพิมพ์สกรีนดัดแปรด้วยอนุภาคของนาโนเพื่อการตรวจวัดตะกั่วและ
ทองแดงโดยเทคนิคแอนโอดิกสทรีปปีงโวลแทมเมตรี



ปริญญานิพนธ์
ของ
ชัยวิช รุ่งเรืองภาวรรณ

เสนอต่อบัณฑิตวิทยาลัย มหาวิทยาลัยศรีนครินทรวิโรฒ เพื่อเป็นส่วนหนึ่งของการศึกษา
ตามหลักสูตรปริญญาวิทยาศาสตรมหาบัณฑิต สาขาวิชาเคมี

มกราคม 2558

ลิขสิทธิ์เป็นของมหาวิทยาลัยศรีนครินทรวิโรฒ

การพัฒนาขั้วไฟฟ้าคาร์บอนพิมพ์สกรีนดัดแปรด้วยอนุภาคทองคำนาโนเพื่อการตรวจวัดตะกั่วและ
ทองแดงโดยเทคนิคแอนโอดิกสทริปปิงโวลแทมเมตรี



บทคัดย่อ
ของ
ชัยวิช รุ่งเรืองภาวรรณ

เสนอต่อบัณฑิตวิทยาลัย มหาวิทยาลัยศรีนครินทรวิโรฒ เพื่อเป็นส่วนหนึ่งของการศึกษา
ตามหลักสูตรปริญญาวิทยาศาสตรมหาบัณฑิต สาขาวิชาเคมี

มกราคม 2558

ชัยธวัช รุ่งเรืองภาวรรณ. (2558). การพัฒนาขั้วไฟฟ้าคาร์บอนพิมพ์สกรีนดัดแปรด้วยอนุภาคของนาโน เพื่อการตรวจวัดตะกั่วและทองแดงโดยเทคนิคแอนโอดิกสทริปปิงโวลแทมเมตรี. ปริญญา นิพนธ์ วท.ม. (เคมี). กรุงเทพฯ: บัณฑิตวิทยาลัย มหาวิทยาลัยศรีนครินทรวิโรฒ.
คณะกรรมการควบคุม: ผศ.ดร.วีณา เสียงเพราะ, ดร.งามจิต ไพรงาม

งานวิจัยนี้มุ่งเน้นศึกษาและพัฒนาขั้วไฟฟ้าคาร์บอนพิมพ์สกรีนเพื่อใช้ในการตรวจวัดปริมาณ ตะกั่วและทองแดงในตัวอย่างไม่น้ำ โดยขั้วไฟฟ้า 3 ชนิด ถูกพิมพ์ลงแผ่นพีวีซีประกอบด้วย ขั้วไฟฟ้าคาร์บอน พิมพ์สกรีนดัดแปรด้วยอนุภาคของนาโนทำหน้าที่เป็นขั้วไฟฟ้าใช้งาน ขั้วไฟฟ้าคาร์บอนและขั้วไฟฟ้า ซิลเวอร์/ซิลเวอร์คลอไรด์ ทำหน้าที่เป็นขั้วไฟฟ้าช่วยและขั้วไฟฟ้าอ้างอิง ตามลำดับ รวมเรียกว่า "อุปกรณ์ ปฏิบัติการบนขั้วไฟฟ้า" การตรวจวัดทำโดยการหยดสารละลายมาตรฐานหรือสารละลายตัวอย่างลงบน อุปกรณ์ปฏิบัติการบนขั้วไฟฟ้า และทำการตรวจวัดโดยเทคนิคดิฟเฟอเรนเชียลพัลส์แอนโอดิกสทริปปิง โวลแทมเมตรี สภาวะที่เหมาะสมในการตรวจวัด คือ ใช้สารละลายเกลือหนุนกรดไฮโดรคลอริก ความเข้มข้น 0.1 โมลาร์ ใช้ศักย์ไฟฟ้าในการสะสมโลหะที่ -0.9 โวลต์ ใช้เวลาในการสะสมโลหะ 90 วินาที และแอมพลิจูดเท่ากับ 100 มิลลิโวลต์ จากผลการศึกษาพบว่าสามารถวิเคราะห์หาปริมาณตะกั่วและทองแดงได้ในช่วง ความเข้มข้น 10-100 ppb ให้ค่า r^2 เท่ากับ 0.9989 และ 0.9977 ซีดจำกัดต่ำสุดของการวิเคราะห์ตะกั่ว และทองแดงที่ได้จากการทดลอง มีค่าเท่ากับ 10 ppb และ 5 ppb ตามลำดับ นอกจากนี้ อุปกรณ์ ปฏิบัติการบนขั้วไฟฟ้าถูกนำไปประยุกต์ใช้เพื่อการวิเคราะห์หาปริมาณตะกั่วและทองแดงในตัวอย่างไม่น้ำดื่ม บรรจขวด น้ำประปา และน้ำในสิ่งแวดล้อม โดยไม่ต้องผ่านกระบวนการบำบัดใดๆ ซึ่งพบว่าให้ค่าร้อยละ การกลับคืนภายในวันเดียวในการตรวจวัดตะกั่วและทองแดงอยู่ในช่วง 92.12-104.35 และ 90.66-102.44 ค่าความเที่ยง (RSD) อยู่ในช่วง 2.86-7.53 และ 1.74-9.91 ให้ค่าร้อยละการกลับคืนระหว่างวันในการ ตรวจวัดตะกั่วและทองแดงอยู่ในช่วง 96.97-100.38 และ 97.90-103.38 ค่าความเที่ยง (RSD) อยู่ในช่วง 3.38-5.66% และ 1.18-6.70% ตามลำดับ จากนั้นเปรียบเทียบผลที่ได้จากการวิเคราะห์ระหว่างวิธีที่ พัฒนาขึ้นกับวิธีมาตรฐาน Inductively coupled plasma atomic emission spectroscopy (ICP-OES) การทดสอบสมมติฐานเกี่ยวกับค่าเฉลี่ยของประชากรสองกลุ่ม (t-test) สรุปได้ว่าค่าเฉลี่ยของผลการ วิเคราะห์ทั้ง 2 วิธี ไม่แตกต่างกันอย่างมีนัยสำคัญทางสถิติที่ระดับ 0.05

DEVELOPMENT OF SCREEN-PRINTED CARBON ELECTRODE MODIFIED WITH GOLD
NANOPARTICLES FOR DETERMINATION OF LEAD AND COPPER BY ANODIC STRIPPING
VOLTAMMETRY



AN ABSTRACT
BY
CHAITHAWAT RUNGREANGPAWAN

Presented in Partial Fulfillment of the Requirements for the
Master of Science in Chemistry
at Srinakharinwirot University
January 2015

Chaithawat Rungreangpawan. (2015). *Development of Screen-Printed Carbon Electrode Modified with Gold Nanoparticles for Determination of Lead and Copper by Anodic Stripping Voltammetry*. Master thesis, M.S. (Chemistry). Bangkok: Graduate School, Srinakharinwirot University. Advisor Committee: Assistant Prof.Dr. Weena Siangproh, Dr. Ngamjit Pri-ngam.

This research aims to study and develop screen-printed carbon electrode for determination of lead(II) and copper(II) in water samples. Three-electrode system was printed onto pvc including screen-printed carbon electrode modified with gold nanoparticles served as working electrode. Carbon electrode and silver/silver chloride were used as counter and reference electrode, respectively. This system is call "Lab-on-electrode". The measurement is performed by dropping standard or sample solution onto lab-on-electrode and signal is recorded by differential pulse anodic stripping voltammetry. The optimal conditions were using electrolyte medium of 0.1 M hydrochloric acid, accumulation potential at -0.9 V, accumulate time 90 s and amplitude of 100 mV. From the results obtained, the developed assay for lead(II) and copper(II) were linear over the concentration range from 10-100 ppb ($r^2 = 0.9989$) and ($r^2 = 0.9977$). The limits of detection obtained from the experiment were 10 ppb for lead(II) and 5 ppb for copper(II), respectively. In addition, lab-on-electrode has been successfully applied to determine lead(II) and copper(II) in drinking water, tap water and natural water samples without any special pre-treatment. The recoveries for intra-day are in the range from 92.12-104.35% and 90.66-102.44% with RSD values ranged from 2.86-7.53% and 1.74-9.91% for lead(II) and copper(II). Recoveries for inter-day are in the range from 96.97-100.38% and 97.90-103.38% with RSD values ranged from 3.38-5.66% and 1.18-6.70% for lead(II) and copper(II), respectively. This developed method shows good reproducibility and was successfully applied to measure lead(II) and copper(II) level in real samples with good agreement with those obtained from the standard ICP-OES method ($\alpha=0.05$).

ปริญญาานิพนธ์

เรื่อง

การพัฒนาขั้วไฟฟ้าคาร์บอนพิมพ์สกรีนดัดแปรด้วยอนุภาคของนาโนเพื่อการตรวจวัดตะกั่วและ
ทองแดงโดยเทคนิคแอนโอดิกสทริปปิงโวลแทมเมตรี

ของ

ชัยธวัช รุ่งเรืองภาววรรณ

ได้รับอนุมัติจากบัณฑิตวิทยาลัยให้นับเป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตร

ปริญญาวิทยาศาสตรมหาบัณฑิต สาขาวิชาเคมี

มหาวิทยาลัยศรีนครินทรวิโรฒ

.....คนบดีบัณฑิตวิทยาลัย

(รองศาสตราจารย์ ดร.สมชาย สันติวัฒน์กุล)

วันที่เดือน มกราคม พ.ศ. 2558

อาจารย์ที่ปรึกษาปริญญาานิพนธ์

คณะกรรมการสอบปากเปล่า

.....ที่ปรึกษาหลัก

.....ประธาน

(ผศ.ดร.วีณา เสียงเพราะ)

(ศ.ดร.อรวรรณ ชัยลภากุล)

.....ที่ปรึกษาร่วม

.....กรรมการ

(ดร.งามจิต ไพรงาม)

(ผศ.ดร.วีณา เสียงเพราะ)

.....กรรมการ

(ดร.งามจิต ไพรงาม)

.....กรรมการ

(รศ.ดร.สุนิตย์ สุขสำราญ)

ประกาศคุณูปการ

ปริญญานิพนธ์ฉบับนี้สำเร็จลุล่วงได้ด้วยดี เพราะผู้วิจัยได้รับความกรุณาอย่างยิ่งจาก ผศ.ดร. วิณา เสียงเพราะ ประธานกรรมการควบคุมปริญญานิพนธ์ ท่านได้เสียสละเวลาให้คำปรึกษา แนะนำในการดำเนินการวิจัย ตลอดจนแก้ไขข้อบกพร่องต่าง ๆ อย่างดียิ่ง อีกทั้งทำให้ผู้วิจัยได้รับประสบการณ์ในการทำงานวิจัย ได้รู้และเห็นคุณค่าของงานวิจัย และพร้อมทั้งเป็นแบบอย่างของ อาจารย์ที่ทุ่มเทให้กับศิษย์ในงานด้านการวิจัยและพัฒนาอย่างไม่เหน็ดเหนื่อย และขอกราบ ขอบพระคุณเป็นอย่างสูงไว้ ณ โอกาสนี้ รวมถึง ขอกราบขอบพระคุณ ดร. งามจิต ไพรงาม ที่ให้ความกรุณาเป็นกรรมการควบคุมปริญญานิพนธ์ ที่ให้คำปรึกษาและข้อเสนอแนะเพื่อแก้ไขปรับปรุงให้ปริญญานิพนธ์มีความสมบูรณ์และถูกต้อง

ขอกราบขอบพระคุณ ศาสตราจารย์ ดร. อรวรรณ ชัยลภากุล จากภาควิชาเคมี จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย ที่ให้ความกรุณาเป็นประธานการสอบปากเปล่าปริญญานิพนธ์ และให้ความกรุณาอนุเคราะห์ในการให้ห้องปฏิบัติการและเครื่องมือในการทำวิจัยครั้งนี้ด้วย รวมถึง ขอพระคุณกลุ่มวิจัยทางเคมีไฟฟ้า ภาควิชาเคมี จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย ที่คำปรึกษาและแนะนำเป็นอย่างดี

ขอกราบขอบพระคุณ รองศาสตราจารย์ ดร.สุนิตย์ สุขสำราญ ที่ได้กรุณาเป็นกรรมการสอบปากเปล่าปริญญานิพนธ์นี้

ขอกราบขอบพระคุณอาจารย์ทุกท่านที่ได้ประสิทธิ์ประสาทวิชาความรู้แก่ผู้วิจัยในการศึกษาตามหลักสูตร วิทยาศาสตร์มหาบัณฑิต ภาควิชาเคมี ซึ่งทำให้ผู้วิจัยได้รับความรู้ สามารถนำความรู้ไปใช้ให้เกิดประโยชน์

ขอขอบคุณน้อง ๆ วิทยาศาสตร์มหาบัณฑิต ภาควิชาเคมี มหาวิทยาลัยศรีนครินทรวิโรฒและจุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย ที่เป็นกำลังใจและคอยช่วยเหลือมาโดยตลอด

สุดท้ายนี้ คุณค่าและประโยชน์ของปริญญานิพนธ์ฉบับนี้ ขอมอบแต่ บิดา มารดา ญาติ ตลอดจนคุณอาจารย์ทุกท่าน ที่อบรมสั่ง ชี้แนวทางปฏิบัติที่ดีและสนับสนุนในทุก ๆ ด้าน ทำให้ผู้วิจัยประสบความสำเร็จในการศึกษาครั้งนี้

ชัยวิช รุ่งเรืองภาวรรณ

สารบัญ

บทที่	หน้า
1 บทนำ.....	1
ภูมิหลัง.....	1
ความมุ่งหมายของงานวิจัย.....	3
ขอบเขตของงานวิจัย	3
แผนการดำเนินงาน	4
ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับ	5
2 เอกสารและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง.....	6
โลหะหนัก.....	6
นิยามและความหมาย.....	6
แหล่งที่มาของโลหะหนัก.....	7
ชนิดของโลหะหนักที่ศึกษา.....	8
ตะกั่ว (Lead)	8
ทองแดง (Copper)	11
เทคนิคการวิเคราะห์.....	13
การวิเคราะห์ทางเคมีไฟฟ้า.....	14
เซลล์เคมีไฟฟ้า	14
เคมีวิเคราะห์เชิงไฟฟ้า	15
โวลแทมเมตรี	16
การตรวจสอบการใช้ได้ของวิธี.....	23
ความหมายของ Method validation.....	23
การทำ Method validation.....	23
พารามิเตอร์ที่ใช้สำหรับทดสอบ Method validation.....	23
เอกสารและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง.....	28
3 วิธีดำเนินการวิจัย.....	34
อุปกรณ์ เครื่องมือและสารเคมี.....	34

สารบัญ (ต่อ)

บทที่	หน้า
3 (ต่อ)	
วิธีการทดลอง	35
การเตรียมขั้วไฟฟ้าคาร์บอนพิมพ์สกรีนเปลือย	35
การพัฒนาขั้วไฟฟ้าคาร์บอนพิมพ์สกรีนด้วยอนุภาคทองคำนาโน (AuNPs-SPCE).....	35
ขั้นตอนการตรวจวิเคราะห์ด้วยเทคนิคดิฟเฟอเรนเชียลพัลส์แอมโพลีเมอไรเซชัน	
โวลแทมเมตรี.....	35
การหาสภาวะที่เหมาะสมในการวิเคราะห์หาปริมาณ.....	36
ศึกษาความเข้มข้นของปรอทที่เหมาะสมในการเกิดฟิล์ม.....	36
ศึกษาชนิดของสารละลายอิเล็กโทรไลต์.....	36
ศึกษาความเข้มข้นของสารละลายอิเล็กโทรไลต์.....	36
ศึกษา Amplitude ที่ให้กับระบบ.....	37
ศึกษาเวลาที่ใช้ในการสะสมโลหะ.....	37
ศึกษาศักย์ไฟฟ้าที่ใช้ในการสะสมโลหะ.....	37
การตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีการวิเคราะห์ (Method validation)	37
การหาปริมาณตะกั่วและทองแดงในตัวอย่างจริง.....	38
เปรียบเทียบผลการวิเคราะห์ระหว่างวิธีที่พัฒนาขึ้นกับวิธีมาตรฐาน.....	39
4 ผลการทดลอง.....	40
ผลการวิเคราะห์ปริมาณตะกั่วและทองแดงโดยใช้ขั้วไฟฟ้าคาร์บอนพิมพ์สกรีน	
เปรียบเทียบกับขั้วไฟฟ้าคาร์บอนพิมพ์สกรีนดัดแปรด้วยอนุภาคทองคำนาโน.....	40
ผลการศึกษาสภาวะที่เหมาะสมในการวิเคราะห์ปริมาณตะกั่วและทองแดงโดยใช้	
ขั้วไฟฟ้าคาร์บอนพิมพ์สกรีนดัดแปรด้วยอนุภาคทองคำนาโน.....	41
การศึกษาขั้วไฟฟ้าที่มีและไม่มีฟิล์มปรอทเคลือบ.....	41
การศึกษาคความเข้มข้นของปรอทที่เหมาะสมในการเกิดฟิล์ม.....	42
การศึกษานชนิดของสารละลายอิเล็กโทรไลต์ที่เหมาะสม.....	43
การศึกษาคความเข้มข้นของสารละลายอิเล็กโทรไลต์ที่เหมาะสม.....	44

สารบัญ (ต่อ)

บทที่	หน้า
4 (ต่อ)	
การศึกษาค่าแอมพลิจูดที่เหมาะสม.....	45
เวลาที่ใช้ในการสะสมโลหะ.....	47
ศักย์ไฟฟ้าในการสะสมโลหะ.....	48
การตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีวิเคราะห์ (Method validation).....	50
ผลของการศึกษาความจำเพาะของวิธีวิเคราะห์.....	50
ผลของการทดสอบหาช่วงความสัมพันธ์เชิงเส้น.....	50
ผลของการวัดปริมาณตะกั่วและทองแดงในตัวอย่างจริง.....	53
ผลของการเปรียบเทียบผลการวิเคราะห์ระหว่างวิธีที่พัฒนาขึ้นกับวิธีมาตรฐาน.....	55
5 สรุปผลการวิจัย อภิปรายและข้อเสนอแนะ.....	57
บรรณานุกรม	59
ภาคผนวก.....	65
ประวัติย่อผู้วิจัย	69

บัญชีตาราง

ตาราง	หน้า
1 มาตรฐานคุณภาพน้ำ.....	3
2 แผนการดำเนินงาน.....	4
3 ระดับความเที่ยงตรงของการวิเคราะห์ตัวอย่างที่ระดับความเข้มข้นต่าง ๆ กัน.....	25
4 ระดับของความแม่นยำของการวิเคราะห์ตัวอย่างที่ระดับความเข้มข้นต่าง ๆ กัน.....	26
5 แสดงการวิเคราะห์หาปริมาณโลหะหนักโดยใช้ขั้วไฟฟ้าใช้งานต่าง ๆ	31
6 แสดงการวิเคราะห์หาปริมาณโลหะหนักโดยเทคนิคสเปกโทรเมตรี.....	33
7 แสดงอัตราส่วนความเข้มข้นของสารรบกวนที่มีผลต่อการวิเคราะห์ปริมาณตะกั่วและทองแดง.....	50
8 แสดงค่าเฉลี่ยของ %Recovery และ %RSD การทำ Intra-day และ Inter-day ในการวิเคราะห์ปริมาณตะกั่วและทองแดงที่ได้จากการเติมสารมาตรฐานลงไปในตัวอย่งน้ำ (n=3).....	54
9 แสดงการเปรียบเทียบผลการวิเคราะห์ระหว่างวิธีที่พัฒนาขึ้นกับวิธีมาตรฐาน (n=3)	56

บัญชีภาพประกอบ

ภาพประกอบ	หน้า
1 แสดงตัวอย่างการใช้ประโยชน์จากโลหะตะกั่ว.....	9
2 แสดงการนำโลหะทองแดงไปใช้ประโยชน์.....	12
3 รูปแบบสัญญาณกระตุ้นด้วยวิธีลิเนียร์สแกน (Linear-scan)	17
4 รูปแบบสัญญาณกระตุ้นด้วยวิธีพัลส์ (Pulse)	17
5 รูปแบบสัญญาณกระตุ้นด้วยวิธีสทริปปิง (Stripping)	17
6 กราฟแสดงรูปแบบของสัญญาณที่ใช้ในวิธีแอนโอดิกสทริปปิงโวลแทมเมตรี	19
7 สัญญาณกระตุ้นแบบพัลส์ปกติ (Normal pulse)	21
8 สัญญาณกระตุ้นแบบดิฟเฟอเรนเชียลพัลส์ (Differential pulse).....	21
9 สัญญาณกระตุ้นแบบสแควร์เวฟ (Square wave)	22
10 แสดงสทริปปิงโวลแทมโมแกรมของการวิเคราะห์ตะกั่วและทองแดงความเข้มข้น 100 ppb.....	41
11 แสดงสทริปปิงโวลแทมโมแกรม โดย (a) เป็น AuNPs-SPCE ที่ไม่เติมปรอท (b) เป็น AuNPs-SPCE ที่เติมปรอท.....	42
12 แสดงสทริปปิงโวลแทมโมแกรมของ AuNPs-SPCE ที่มีการเติมปรอทลงในระบบที่ ความเข้มข้นของปรอทในช่วง 0.2 ถึง 1 ppm	43
13 แสดงสทริปปิงโวลแทมโมแกรมของชนิดสารละลายอิเล็กโทรไลต์ที่ใช้ต่างๆ.....	44
14 แสดงสทริปปิงโวลแทมโมแกรมของสารละลาย HCl ที่ความเข้มข้น a) 0.01 M, b) 0.1 M และ c) 1 M สำหรับวัดปริมาณตะกั่วและทองแดง.....	45
15 แสดงสทริปปิงโวลแทมโมแกรมของการวิเคราะห์ปริมาณตะกั่วและทองแดง โดยใช้ค่า แอมพลิจูดต่าง ๆ.....	46
16 แสดงการเปรียบเทียบค่าของกระแสไฟฟ้าของการวิเคราะห์ปริมาณตะกั่วและทองแดง โดยใช้ค่าแอมพลิจูด ต่าง ๆ.....	46

บัญชีภาพประกอบ (ต่อ)

ภาพประกอบ	หน้า
17 แสดงสทริปปิงโวลแทมโมแกรมของการวิเคราะห์ปริมาณตะกั่วและทองแดง โดยใช้เวลาที่ใช้ในการสะสมโลหะ ต่าง ๆ.....	47
18 แสดงการเปรียบเทียบค่าของกระแสไฟฟ้าของการวิเคราะห์ปริมาณตะกั่วและทองแดง โดยใช้เวลาในการสะสมโลหะ ต่าง ๆ.....	48
19 แสดงสทริปปิงโวลแทมโมแกรมของการวิเคราะห์ปริมาณตะกั่วและทองแดง โดยใช้ศักย์ไฟฟ้าในการสะสมโลหะ ต่าง ๆ.....	49
20 แสดงการเปรียบเทียบค่าของกระแสไฟฟ้าของการวิเคราะห์ปริมาณตะกั่วและทองแดง โดยใช้ศักย์ไฟฟ้าในการสะสมโลหะ ต่าง ๆ.....	49
21 แสดงสทริปปิงโวลแทมโมแกรมความเข้มข้นของตะกั่วและทองแดง จาก 0, 10, 20, 30, 40, 60, 80, 100 ppb	51
22 กราฟความสัมพันธ์ระหว่างความเข้มข้นกับกระแสไฟฟ้าที่ได้จากการวิเคราะห์ตะกั่วด้วยขั้วไฟฟ้าคาร์บอนพิมพ์สกรีนดัดแปรด้วยอนุภาคของนาโนโดยเทคนิคดิฟเฟอเรนเชียลพัลส์แอนดิคสทริปปิงโวลแทมเมตรี.....	52
23 กราฟความสัมพันธ์ระหว่างความเข้มข้นกับกระแสไฟฟ้าที่ได้จากการวิเคราะห์ทองแดงด้วยขั้วไฟฟ้าคาร์บอนพิมพ์สกรีนดัดแปรด้วยอนุภาคของนาโนโดยเทคนิคดิฟเฟอเรนเชียลพัลส์แอนดิคสทริปปิงโวลแทมเมตรี.....	52
24 แสดงสทริปปิงโวลแทมโมแกรมความเข้มข้นของตะกั่วและทองแดง 10 และ 5 ppb เทียบกับแสดงสทริปปิงโวลแทมโมแกรมที่ไม่มีตะกั่วและทองแดง.....	53

บทที่ 1

บทนำ

ภูมิหลัง

โลหะหนัก (Heavy metals) หมายถึง ธาตุที่มีความถ่วงจำเพาะตั้งแต่ 5 ขึ้นไป โลหะหนักที่รู้จักกันโดยทั่วไป เช่น ปรอท แคดเมียม สังกะสี ทองแดง นิกเกิล โครเมียม เหล็ก แมงกานีส เป็นต้น ซึ่งโลหะหนักส่วนใหญ่เป็นธาตุที่อยู่ในกลุ่มทรานซิชัน (Transition elements) และมีบางธาตุอยู่ในกลุ่มของธาตุเรพรีเซนเททีฟ (Representative elements) เช่น ตะกั่ว สารหนู พลวง และซิลิเนียม เป็นต้น (ศิริมาศ สิทธิกรม. 2550: 4) ในปัจจุบันโลหะหนักถูกนำมาใช้ประโยชน์ในงานอุตสาหกรรมอย่างแพร่หลายและสอดแทรกเข้ามาเป็นส่วนหนึ่งในชีวิตประจำวันของมนุษย์ ทั้งเครื่องใช้ครัวเรือน ภาชนะบรรจุภัณฑ์ เครื่องประดับ เพอร์นิเจอร์ อุปกรณ์ไฟฟ้าอิเล็กทรอนิกส์ ยานพาหนะ สิ่งก่อสร้าง ผลงานศิลปะหรือแม้กระทั่งอาวุธยุทโธปกรณ์ ก็ล้วนแต่ทำขึ้นโดยมีโลหะหนักบางชนิดเป็นส่วนประกอบทั้งสิ้น จากเหตุผลดังกล่าวทำให้โลหะหนักเหล่านี้มีปริมาณเพิ่มมากขึ้นเรื่อย ๆ และก่อให้เกิดปัญหาต่อสังคมในหลาย ๆ ด้าน ปัญหาที่สำคัญมากอย่างหนึ่งคือ ปัญหาการสะสมของโลหะหนักในสิ่งแวดล้อม เนื่องจากโลหะหนักมีคุณสมบัติทางด้านความคงตัวที่ดี จึงไม่สลายตัวโดยกระบวนการทางธรรมชาติได้ ก่อให้เกิดปัญหาสิ่งแวดล้อมในแหล่งน้ำ ดินตะกอน และบางส่วนสามารถสะสมอยู่ในสิ่งมีชีวิตและถ่ายทอดตามห่วงโซ่อาหารได้ด้วย ทำให้มนุษย์มีความเสี่ยงต่อการนำโลหะหนักเข้าสู่ร่างกายทางการบริโภคอาหารหรือดื่มน้ำที่มีโลหะหนักปนเปื้อน ซึ่งโลหะหนักเหล่านี้เมื่อเข้าไปสะสมอยู่ในเนื้อเยื่อของสิ่งมีชีวิตไม่ว่าจะโดยทางใดก็ตาม หากได้รับในปริมาณที่มากเกินไปจนอาจทำให้เกิดอันตรายถึงชีวิตได้

ปัจจุบันอุตสาหกรรมหลายประเภทนิยมใช้โลหะหนักเป็นวัตถุดิบในการผลิต เนื่องจากโลหะหนักมีคุณสมบัติที่ดีหลายประการ จึงทำให้ความต้องการใช้โลหะหนักเพิ่มมากขึ้น ส่งผลให้เกิดการปนเปื้อนของโลหะหนักในสิ่งแวดล้อมมากขึ้นตามไปด้วย โดยแหล่งที่พบการปนเปื้อนของโลหะหนักมากที่สุด คือ การปนเปื้อนในน้ำเสียที่ปล่อยจากโรงงานอุตสาหกรรม ซึ่งมีผลทำให้สิ่งมีชีวิตที่อาศัยอยู่ใกล้เคียงบริเวณแหล่งน้ำที่มีการปนเปื้อนได้รับความเสี่ยงต่อการสัมผัสโลหะหนักได้ทั้งทางตรงและทางอ้อม ดังนั้นจึงต้องมีการตรวจสอบค่าความเข้มข้นของโลหะหนักให้อยู่ในเกณฑ์มาตรฐานดังในตาราง 1 ก่อนปล่อยระบายลงสู่แหล่งน้ำ โดยโลหะหนักที่นำมาใช้ในการศึกษาค้นคว้าครั้งนี้ คือ ตะกั่วและทองแดง เนื่องจากเป็นโลหะหนักที่มีความเป็นพิษสูง และนิยมนำไปใช้ประโยชน์ในกระบวนการผลิต

ทางอุตสาหกรรมหลายประเภท เช่น การผลิตแบตเตอรี่ อุตสาหกรรมสี และอุปกรณ์อิเล็กทรอนิกส์ เป็นต้น

โดยทั่วไปการปนเปื้อนของโลหะหนักในแหล่งน้ำจะพบในระดับความเข้มข้นที่ต่ำ แต่อย่างไรก็ตามเมื่อสิ่งมีชีวิตได้รับเป็นเวลานาน ๆ อาจส่งผลกระทบต่อแก๊งชีวิตได้ ดังนั้นจึงต้องหาวิธีการวิเคราะห์ที่มีความไวและความจำเพาะสูงเพื่อตรวจสอบคุณภาพน้ำ และเฝ้าระวังไม่ให้เกิดการปนเปื้อนของโลหะหนักที่เป็นพิษในแหล่งน้ำได้ ปัจจุบันมีรายงานการพัฒนาวิธีวิเคราะห์หาปริมาณตะกั่วและทองแดงที่มีความเข้มข้นต่ำ ๆ ในน้ำโดยใช้เทคนิคทางสเปกโทรเมตรี (Spectrometry) หลายวิธี เนื่องจากเป็นวิธีมาตรฐานที่มีความน่าเชื่อถือ แต่วิธีการดังกล่าวพบว่าเครื่องมือที่ใช้ในการวิเคราะห์มีราคาสูง ใช้งานยาก มีขั้นตอนการเตรียมสารตัวอย่างหลายขั้นตอน ซึ่งเป็นการเพิ่มโอกาสการปนเปื้อนและการสูญเสียสารตัวอย่าง อีกทั้งยังต้องใช้ผู้ที่มีความรู้ความชำนาญในการทำงาน จากสาเหตุที่กล่าวมาในเบื้องต้นจึงนำไปสู่การศึกษาค้นคว้าเพื่อพัฒนาวิธีวิเคราะห์ตะกั่วและทองแดงในน้ำบรรจุขวด น้ำประปาและน้ำในสิ่งแวดล้อมด้วยวิธีที่ง่าย สะดวก เครื่องมือมีราคาถูก และใช้เวลาในการวิเคราะห์สั้น โดยสามารถวิเคราะห์สารที่มีความเข้มข้นต่ำ ๆ ได้อย่างน่าเชื่อถือ

การใช้เทคนิคทางเคมีไฟฟ้าเพื่อทำการวิเคราะห์โลหะหนักนั้น เป็นเทคนิคที่ได้รับความนิยม และถูกนำมาพัฒนาเพื่อใช้แก้ไขข้อจำกัดของวิธีวิเคราะห์แบบมาตรฐาน โดยเฉพาะเทคนิคทางสเปกโทรเมตรี คุณลักษณะเด่นของเทคนิคทางเคมีไฟฟ้าคือ เป็นเทคนิคที่ใช้งานง่าย วิเคราะห์ผลได้รวดเร็ว สามารถตรวจวัดโลหะหนักได้โดยตรง ให้สภาพไวในการตรวจวัดสูงเนื่องจากสามารถทำให้สารตัวอย่างมีความเข้มข้นสูงก่อนการวิเคราะห์ และมีความจำเพาะเจาะจงค่อนข้างสูงอีกด้วย โดยเทคนิคทางเคมีไฟฟ้าที่มีประสิทธิภาพและนิยมใช้มากที่สุดสำหรับการวิเคราะห์โลหะหนัก คือเทคนิคสทริปปิงโวลแทมเมตรี (Stripping voltammetry) ซึ่งเป็นเทคนิคการวิเคราะห์ทางเคมี ที่ต้องให้ศักย์ไฟฟ้าเข้าไปในวงจรและวัดกระแสที่เกิดขึ้น ซึ่งกระแสที่วัดได้จะแปรผันโดยตรงกับปริมาณของสารตัวอย่างที่ต้องการวิเคราะห์ ซึ่งจากการศึกษาวิจัยที่ผ่านมาพบว่า โดยทั่วไปการพัฒนาการตรวจวัดโดยเทคนิคนี้มักนำขั้วไฟฟ้าทางเชิงพาณิชย์ (Commercial probe) มาพัฒนาเพื่อเพิ่มประสิทธิภาพในการตรวจวัด โดยขั้วไฟฟ้างดักกล่าวมีราคาค่อนข้างสูง ต้องใช้ระยะเวลาในการเตรียมผิวหน้าขั้วไฟฟ้าก่อนนำมาพัฒนานาน และใช้สารตัวอย่างในการวิเคราะห์ปริมาณที่มาก

งานวิจัยนี้จึงมุ่งเน้นศึกษาและพัฒนาวิธีการตรวจวัดปริมาณตะกั่วและทองแดงในตัวอย่างน้ำ โดยใช้เทคนิคดิฟเฟอเรนเชียลพัลส์แอนโนดิกสทริปปิงโวลแทมเมตรี (Differential pulse anodic stripping voltammetry, DPASV) โดยพัฒนาขั้วไฟฟ้าใช้งาน (Working electrode) เพื่อเพิ่มขีดความสามารถในการตรวจวัดให้สูงขึ้น ซึ่งแนวทางการพัฒนาขั้วไฟฟ้าใช้งาน คือการปรับปรุงขั้วไฟฟ้าคาร์บอนพิมพ์สกรีนซึ่งสามารถผลิตขึ้นได้เองจากคาร์บอน และมีการเคลือบผิวหน้าขั้วไฟฟ้าใช้งานด้วย

อนุภาคทองโดยใช้แรงทางไฟฟ้าและมีปรอทเป็นฟิล์มเคลือบที่ขั้วอีกชั้น ซึ่งขั้วไฟฟ้าใช้งานที่พัฒนาขึ้นเป็นขั้วไฟฟ้าใหม่ที่สามารถวิเคราะห์ตะกั่วและทองแดงในสารตัวอย่างที่ความเข้มข้นต่ำได้ นอกจากนี้ระบบการวิเคราะห์ทั้งหมดยังเป็นวิธีวิเคราะห์ที่ง่าย สะดวก รวดเร็ว และผ่านกระบวนการตรวจสอบความน่าเชื่อถือของวิธีวิเคราะห์ สามารถนำวิธีที่พัฒนาขึ้นไปประยุกต์ใช้ในการตรวจวัดตะกั่วและทองแดงในตัวอย่างจริง

ตาราง 1 มาตรฐานคุณภาพน้ำ

โลหะหนัก	ค่ามาตรฐาน (มิลลิกรัม/ลิตร)		
	น้ำบรจจุหวด	น้ำประปา	น้ำทงจากโรงงานอุตสาหกรรม
ทองแดง (Cu)	ไม่เกิน 1.0	ไม่เกิน 1.0	ไม่เกิน 2.0
ตะกั่ว (Pb)	ไม่เกิน 0.05	ไม่เกิน 0.1	ไม่เกิน 0.2

ที่มา: กรมควบคุมมลพิษ กระทรวงทรัพยากรธรรมชาติและสิ่งแวดล้อม. (2539). สืบค้นเมื่อ 3 มกราคม 2557, จาก http://www.pcd.go.th/info_serv/reg_std_water04.html

ความมุ่งหมายของงานวิจัย

ในงานวิจัยครั้งนี้ผู้วิจัยได้ตั้งความมุ่งหมายไว้ดังนี้

1. เพื่อสร้างองค์ความรู้ด้านเคมีไฟฟ้าและวิธีการวิเคราะห์ทางเลือกใหม่เพื่อการตรวจวัดปริมาณโลหะหนักตะกั่วและทองแดง
2. เพื่อพัฒนาวิธีที่มีประสิทธิภาพในการตรวจวัดปริมาณโลหะหนักตะกั่วและทองแดง ในน้ำบรจจุหวด น้ำประปาและน้ำในสิ่งแวดล้อมด้วยเทคนิคทางเคมีไฟฟ้า
3. เพื่อนำวิธีที่พัฒนาขึ้นมาประยุกต์ในการวิเคราะห์หาปริมาณโลหะหนักในตัวอย่างจริง เช่น น้ำบรจจุหวด น้ำประปาและน้ำในสิ่งแวดล้อม

ขอบเขตของงานวิจัย

งานวิจัยนี้เป็นงานวิจัยเชิงทดลองมุ่งศึกษาการพัฒนาวิธีวิเคราะห์ปริมาณตะกั่วและทองแดงในตัวอย่างน้ำบรจจุหวด น้ำประปา และน้ำในสิ่งแวดล้อมด้วยเทคนิคไฟฟ้าเพอเรนเชียลพัลส์แอนดิก

ตาราง 2 (ต่อ)

การดำเนินงาน	2556			2557				
	10	11	12	1	2	3	4	5
ขีดจำกัดต่ำสุดของการหาปริมาณ								
- การสร้างกราฟเทียบมาตรฐานและหาช่วงความ สัมพันธ์เชิงเส้นตรง						↔		
- การหาค่าความเที่ยง								
- การหาค่าร้อยละการกลับคืน								
4. นำวิธีวิเคราะห์ที่พัฒนาขึ้นมาประยุกต์กับตัวอย่างจริง								↔
5. สรุปและเขียนรายงานผลการวิจัย				↔				↔

ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับ

1. ได้วิธีการวิเคราะห์ทางเลือกใหม่ในการวิเคราะห์หาปริมาณตะกั่วและทองแดงในตัวอย่างน้ำบรรจุขวด น้ำประปาและน้ำในสิ่งแวดล้อมโดยวิธีที่พัฒนาขึ้นมีความจำเพาะเจาะจงและมีความไวในการวิเคราะห์สูง เป็นวิธีวิเคราะห์ที่ง่าย สะดวก ใช้ระยะเวลาในการวิเคราะห์สั้น ผลการทดลองที่ได้จากวิธีที่พัฒนาขึ้นมีความถูกต้อง แม่นยำและต้นทุนในการวิเคราะห์ต่ำ

2. สามารถนำวิธีวิเคราะห์ที่พัฒนาขึ้นไปประยุกต์ใช้ในการศึกษาคุณภาพน้ำเพื่อเฝ้าระวังไม่ให้เกิดปัญหาสุขภาพและสิ่งแวดล้อม

3. ทำให้ได้องค์ความรู้ใหม่ทางด้านเคมีไฟฟ้าที่สามารถใช้เป็นแนวทางในการพัฒนาต่อยอดซึ่งจะเป็นโอกาสให้เกิดการพัฒนางานด้านการวิเคราะห์ และเป็นโอกาสให้ผู้สนใจได้นำเทคโนโลยีของตนเองไปใช้จริง

บทที่ 2

เอกสารและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

ในงานวิจัยนี้ได้ศึกษาการวิเคราะห์หาปริมาณตะกั่วและทองแดงในตัวอย่างไม่นำโดยใช้เทคนิคทางเคมีไฟฟ้า ซึ่งผู้วิจัยได้ทบทวนวรรณกรรมและงานวิจัยที่เกี่ยวข้องตามหัวข้อต่าง ๆ ดังนี้

1. โลหะหนัก
2. เทคนิคการวิเคราะห์
3. การตรวจสอบการใช้ได้ของวิธี
4. เอกสารและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

1. โลหะหนัก

1.1 นิยามและความหมาย

โลหะหนัก (Heavy metal) หมายถึง ธาตุที่มีความถ่วงจำเพาะตั้งแต่ 5.0 ขึ้นไป โดยทั่วไปเป็นธาตุที่มีเลขอะตอม (Atomic number) อยู่ในช่วง 23 - 92 อยู่ในตารางธาตุ และอยู่ในคาบที่ 4 - 7 ของตารางธาตุ โลหะหนักมีสมบัติทางกายภาพ คือ สามารถนำไฟฟ้าและทนความร้อนได้ดี เหนียว สามารถนำมาตีเป็นแผ่นบางๆได้ อีกทั้งยังสามารถสะท้อนแสงและมีความมันวาว ส่วนคุณสมบัติทางเคมีที่สำคัญคือ มีค่าออกซิเดชันได้หลายค่า ทำให้โลหะหนักสามารถรวมตัวกับสารอื่นๆ เป็นสารประกอบเชิงซ้อนได้หลายรูปแบบ โดยเฉพาะอย่างยิ่งเมื่อรวมตัวกับสารประกอบอินทรีย์ ซึ่งสามารถถ่ายทอดสู่สิ่งมีชีวิต เช่น มนุษย์ สัตว์และพืชผ่านห่วงโซ่อาหารได้ (เบญจวรรณ วงศ์ศิริ. 2547: 4)

โลหะหนักที่รู้จักกันโดยทั่วไป เช่น เหล็ก ปรอท แมงกานีส ทองแดง โครเมียม แคดเมียม สังกะสี ตะกั่ว เงิน นิกเกิล ดีบุก ไทเทเนียม และวาเนเดียม เป็นต้น ซึ่งโลหะหนักดังกล่าวมีหลายชนิดเป็นอันตรายต่อ มนุษย์ พืชและสัตว์ เช่น เป็นพิษต่อเนื้อเยื่ออวัยวะ ทำให้เกิดมะเร็งชนิดต่าง ๆ นอกจากนี้สำหรับความเป็นพิษต่อมนุษย์ โลหะหนักบางตัวยังสามารถไปยับยั้งการทำงานของเอนไซม์และเกิดเป็นพิษได้ โดยระดับความเป็นพิษของโลหะหนักอาจไม่มีการแสดงอาการในช่วงแรก หรือแสดงอาการแสดงตั้งแต่ไม่รุนแรงจนถึงขั้นที่อาจทำให้เสียชีวิตได้ และสะสมอยู่ในเนื้อเยื่อ โดยเริ่มสะสมตั้งแต่ปริมาณน้อย ๆ และเพิ่มมากขึ้นจนถึงขีดที่ร่างกายแสดงอาการออกมา เรียกว่า เป็นพิษเรื้อรัง อย่างไรก็ตามความเป็นพิษของโลหะหนักจะมากหรือน้อยเพียงใดขึ้นอยู่กับชนิดขนาดและปริมาณที่ได้รับ อายุ เพศ ระยะเวลาที่ได้รับ และความต้านทานของแต่ละบุคคล (สุดเขต ไชโย . 2554: 6)

1.2 แหล่งที่มาของโลหะหนัก

แหล่งที่มาของโลหะหนักโดยทั่วไปแล้ว สามารถแบ่งออกได้เป็น 2 แหล่งคือ

1.2.1 แหล่งตามธรรมชาติ

ในธรรมชาติมีโลหะหนักชนิดต่าง ๆ เกิดขึ้นหลายชนิด ปนอยู่กับดินและหินแร่ ธาตุชนิดต่าง ๆ เช่น หินอัคนีพบปริมาณปรอทโดยเฉลี่ย 0.1 ส่วนในล้านส่วน (Part per million, ppm) โดยเฉพาะทองแดงซึ่งพบมากในธรรมชาติสามารถเกิดขึ้นได้ในรูปของสินแร่ต่าง ๆ และมีอยู่ในเลือดของสัตว์บางชนิด เช่น Haemocyanin เป็นต้น นอกจากนี้ยังพบปรอทและโลหะอื่น ๆ ที่ปะปนอยู่ในแหล่งธรรมชาติอีกด้วย

1.2.2 แหล่งที่เกิดจากการกระทำของมนุษย์

1.2.2.1 แหล่งอุตสาหกรรม

ปัจจุบันมีการนำโลหะหนักมาใช้เป็นวัตถุดิบในการผลิตสินค้า วัสดุ และอุปกรณ์ต่าง ๆ ในโรงงานอุตสาหกรรม ทำให้มีปริมาณโลหะหนักเกิดมากขึ้นส่งผลให้มีการปนเปื้อนของโลหะหนักในสิ่งแวดล้อมเพิ่มมากขึ้นตามไปด้วย ซึ่งอาจจะปนเปื้อนในแหล่ง ดิน น้ำ บรรยากาศ หรือตัวกลางอื่น ๆ ถ้าปนเปื้อนในแหล่งน้ำ บางส่วนอาจสะสมอยู่ในตะกอนดิน ในขณะที่บางส่วนอาจถูกพัดเคลื่อนย้ายสู่ทะเล และสะสมอยู่ในตะกอนดินในทะเลและถ่ายทอดตามห่วงโซ่อาหาร มีผลทำให้เกิดอันตรายกับมนุษย์เมื่อได้สัมผัสหรือบริโภคเข้าไป ซึ่งโรงงานอุตสาหกรรมที่เป็นสาเหตุของการปนเปื้อนของโลหะหนักเหล่านี้ ได้แก่ โรงงานแบตเตอรี่ โรงงานถลุงโลหะ โรงงานผลิตยากำจัดศัตรูพืช เป็นต้น

1.2.2.2 แหล่งเกษตรกรรม

เนื่องจากประเทศไทยเป็นประเทศเกษตรกรรม ไม่ว่าจะเป็นการทำนา ทำไร่หรือทำสวนจำเป็นจะต้องมีการใช้สารเคมีต่าง ๆ เพื่อเพิ่มผลผลิต ซึ่งอาจอยู่ในรูปของปุ๋ย หรือยาปราบศัตรูพืชต่าง ๆ ซึ่งสิ่งเหล่านี้มักจะมีโลหะหนักเป็นส่วนประกอบอยู่ ดังนั้นแหล่งเกษตรกรรมจึงเป็นแหล่งที่ส่งเสริมให้มีผลตกค้างของโลหะหนักได้อีกทางหนึ่ง ไม่ว่าจะเป็นการสะสมทางดิน น้ำ และอากาศ รวมทั้งผลผลิตทางการเกษตร

1.2.2.3 แหล่งชุมชน

ชุมชนที่อาศัยอยู่ใกล้แหล่งน้ำ มักจะมีการทิ้งขยะหรือของเสียลงในแหล่งน้ำซึ่งอาจก่อให้เกิดการปนเปื้อนของโลหะหนักลงสู่แหล่งน้ำได้ โดยส่วนใหญ่เป็นโลหะหนักที่ปนอยู่กับขยะและสิ่งปฏิกูล เช่น ขยะมูลฝอยต่าง ๆ ซึ่งมีชิ้นส่วนวัสดุที่มีโลหะหนักเป็นองค์ประกอบอยู่ เช่น กระดาษ ถ่านไฟฉาย สีทาบ้าน แบตเตอรี่รถยนต์ และเศษภาชนะที่เคลือบด้วยโลหะหนัก เป็นต้น (สุคเขต ไชโย. 2554: 7) ซึ่งอาจก่อให้เกิดผลกระทบต่อสัตว์น้ำและมนุษย์ได้

1.3 ชนิดของโลหะหนักที่ศึกษา

1.3.1 ตะกั่ว (Lead)

1.3.1.1 คุณสมบัติทางกายภาพและเคมี

ตะกั่วเป็นธาตุทรานซิชันตัวที่ 5 ของหมู่ IV A ในตารางธาตุ มีสัญลักษณ์ทางเคมีคือ Pb พบตะกั่วกระจายอยู่โดยทั่วไปตามธรรมชาติซึ่งมีหลายไอโซโทป แต่เป็นไอโซโทปที่เสถียรเพียงชนิดเดียว คือ Pb^{208} มีเลขออกซิเดชัน +2 และ +4 ซึ่งในสภาวะปกติตะกั่วจะมีลักษณะเป็นของแข็ง สีน้ำเงินปนเทา และมีคุณสมบัติหลายชนิด ได้แก่ มีความมันวาวแบบโลหะ ทึบแสง มีเลขอะตอม 82 น้ำหนักอะตอม 207.21 ความหนาแน่น 11.37 g/cm^3 จุดเดือด $1,620$ องศาเซลเซียส จุดหลอมเหลว 327.4 องศาเซลเซียส มีจุดหลอมเหลวต่ำ ความหนาแน่นสูง มีความอ่อนตัวค่อนข้างสูงสามารถขยายตัวได้มากเมื่อได้รับความร้อน นำไฟฟ้าไม่ดี แต่คงทนต่อการกัดกร่อน มีคุณสมบัติหล่อลื่นสามารถผสมกับโลหะต่างๆ เป็นโลหะผสมได้หลายชนิด ไม่ละลายน้ำ ละลายได้ในกรดไนตริกเจือจางและกรดกำมะถันเข้มข้นที่ร้อน (เบญจวรรณ วงศ์ศิริ. 2547: 4)

1.3.1.2 การนำตะกั่วไปใช้ประโยชน์

จากคุณสมบัติเฉพาะของตะกั่วที่ได้กล่าวถึงในเบื้องต้น จึงได้มีการนำตะกั่วไปใช้ประโยชน์ในอุตสาหกรรมหลายชนิด เช่น ทำแบตเตอรี่รถยนต์ ใช้เป็นสารประกอบตะกั่วสำหรับผสมทำสี ใช้ทำลูกกระสุนและยุทธภัณฑ์ ใช้ทำฉากกันเพื่อป้องกันรังสีต่างๆ เช่น รังสีเอกซ์ รังสีเบต้า รังสีแกมมา เป็นต้น นอกจากนี้ยังใช้เป็นธาตุผสมกับโลหะทองแดงและเหล็ก เพื่อเพิ่มคุณสมบัติด้านการกลึงหรือตัด ซึ่งการนำตะกั่วไปใช้ประโยชน์ในด้านต่างๆ ทั้งสภาพโลหะและสารเคมีที่สำคัญ มีดังนี้

1. แบตเตอรี่ โลหะตะกั่วใช้มากที่สุดในการผลิตแบตเตอรี่สำหรับอุตสาหกรรมยานยนต์ซึ่งในแบตเตอรี่จะประกอบด้วย แผ่นขั้วและหุ้มขั้วแบตเตอรี่ โดยในแบตเตอรี่แต่ละลูกจะมีปริมาณโลหะตะกั่วแตกต่างกันไปขึ้นอยู่กับขนาด เช่น แบตเตอรี่สำหรับรถจักรยานยนต์ รถยนต์ และรถบรรทุก จะมีตะกั่วประมาณ 5 กิโลกรัม 12 กิโลกรัม และ 35 กิโลกรัม ตามลำดับ

2. เปลือกเคเบิล ใช้ตะกั่วหุ้มสายเคเบิลไฟฟ้าและอุปกรณ์สื่อสารที่อยู่ใต้ดินและใต้น้ำ เพื่อป้องกันความเสียหายจากความชื้น และการกัดแทะของหนู ซึ่งช่วยให้ไม่เกิดการชำรุดของระบบไฟฟ้าและการสื่อสาร

3. ตะกั่วแผ่น เนื่องจากตะกั่วมีคุณสมบัติด้านทานการกัดกร่อน จึงใช้ตะกั่วแผ่นเป็นวัสดุก่อสร้างที่สำคัญในอุตสาหกรรมเคมี และการก่อสร้างอาคาร แผ่นกันรังสีต่างๆ รวมทั้งการใช้ตะกั่วแผ่นร่วมกับแอสเบสตอสและเหล็กสำหรับปูใต้ฐานตึกเพื่อป้องกันการสั่นสะเทือนและควบคุมเสียงสำหรับรถไฟใต้ดิน

4. ท่อตะกั่ว เนื่องจากตะกั่วมีคุณสมบัติด้านการกัดกัดกร่อน ดัดงอง่าย และแปรรูปด้วยการอัดรีดง่าย จึงใช้ทำท่อไร้ตะเข็บสำหรับอุตสาหกรรมเคมีและระบบท่อส่งน้ำ

5. โลหะบัดกรี จากคุณสมบัติจุดหลอมเหลวต่ำและราคาถูก จึงใช้เชื่อมกับดีบุกเป็นโลหะบัดกรี (อัตราส่วนดีบุกต่อตะกั่ว 60-40 หรือ 70-30) เพื่อเชื่อมชิ้นงานโลหะให้ติดกัน โลหะบัดกรีบางชนิดอาจผสมธาตุอื่น เช่น พลวงและเงิน เข้าไปเพื่อเพิ่มความแข็งแรงและต้านทานการกัดกร่อน

6. โลหะตัวพิมพ์ที่ใช้ในอุตสาหกรรมการพิมพ์ เป็นโลหะผสมระหว่างตะกั่ว พลวง และดีบุก โดยตะกั่วช่วยให้มีจุดหลอมตัวต่ำและหล่อได้ง่าย พลวงช่วยเพิ่มความแข็งแรง ต้านทานแรงกดและการสึกหรอ ลดอุณหภูมิหล่อ และลดการหดตัวของตัวพิมพ์ สำหรับดีบุกช่วยให้หล่อได้ง่าย ลดความเปราะและช่วยให้ตัวพิมพ์มีลวดลายละเอียด

7. โลหะผสมตะกั่ว-ดีบุก (มีดีบุก 8-12%) ใช้ในการเคลือบผิวแผ่นเหล็ก เพื่อเพิ่มความแข็งแรงและต้านทานการกัดกร่อน นิยมใช้ทำถังบรรจุน้ำมันรถยนต์ อุปกรณ์กรอง และมุงหลังคา

8. พิวสระบบตัดไฟอัตโนมัติ อาศัยคุณสมบัติที่มีจุดหลอมเหลวต่ำ จึงทำให้ตะกั่วหลอมละลายเมื่อมีกระแสไฟฟ้าไหลผ่านมากเกินไปที่กำหนดไว้ในระบบ

9. รงควัตถุ ใช้สำหรับเป็นสีสำหรับทาเพื่อป้องกันสนิมให้เหล็กและเหล็กกล้า และใช้ทาสีเครื่องหมายบนบาทวิถี

นอกจากนี้ ยังมีการใช้ตะกั่วในการทำหลอดบรรจุสีสำหรับงานศิลปะ ออกไซด์ของตะกั่วใช้สารออกซิไดซ์ในการผลิตสีย้อม ไม้ขีดไฟ ยางเทียม กลั่นน้ำมัน กาว และใช้เป็นโลหะถ่วงน้ำหนัก เป็นต้น



ภาพประกอบ 1 แสดงตัวอย่างการใช้ประโยชน์จากโลหะตะกั่ว

ที่มา: กิตติพันธ์ บายี่ขัน. (2554: 40)

1.3.1.3 ความเป็นพิษของตะกั่ว

ความเป็นพิษต่อพืช

พืชสามารถรับตะกั่วจากสิ่งแวดล้อมได้ 2 ทาง คือ ทางรากและทางใบ โดยพืชสามารถรับตะกั่วจากทางรากได้ในรูปของสารละลายตะกั่วที่อยู่ในดิน และได้รับตะกั่วทางใบซึ่งมาจากอนุภาคของตะกั่วที่เจือปนอยู่ในอากาศ โดยเมื่อตะกั่วเข้าสู่พืชแล้วจะสะสมอยู่ในเยื่อหุ้มเซลล์ ไมโทคอนเดรีย และคลอโรพลาสต์ ซึ่งตะกั่วมีผลกระทบต่อพืชโดยไปลดอัตราการเจริญเติบโตของพืช แต่เนื่องจากพืชมีความสามารถในการดึงดูดตะกั่วได้น้อยเมื่อเทียบกับโลหะหนักอื่น ๆ เช่น แคดเมียม หรือนิกเกิล ดังนั้นจึงไม่ค่อยปรากฏความเป็นพิษของตะกั่วจากดินสู่พืช แต่อย่างไรก็ตามยังพบว่าพืชบางชนิดสามารถสะสมตะกั่วในปริมาณที่สูงได้

ความเป็นพิษต่อสัตว์

สารประกอบตะกั่วมีความเป็นพิษเฉียบพลันในสัตว์ได้แตกต่างกัน โดยทั่วไปสารประกอบอนินทรีย์ของตะกั่วมีพิษเฉียบพลันน้อยกว่าสารประกอบอินทรีย์ตะกั่ว ค่า LC_{50} ของสารประกอบอินทรีย์ของตะกั่วมีค่าเท่ากับ 0.60 มิลลิกรัม/ลิตร ในขณะที่ LC_{50} ของ สารประกอบอนินทรีย์ของตะกั่วในกึ่ง มีค่าเท่ากับ 0.02 และ 0.11 มิลลิกรัม/ลิตร ความกระด้างของน้ำมีผลต่อความเป็นพิษของสารประกอบอนินทรีย์ของตะกั่ว ถ้าความกระด้างของน้ำเพิ่มขึ้นจะทำให้ความเป็นพิษเฉียบพลันของตะกั่วลดลง ซึ่งหมายความว่าถ้าในน้ำนั้นมีโลหะชนิดต่าง ๆ ที่ทำให้น้ำเกิดความกระด้าง เช่น แคลเซียม และแมกนีเซียม ทำให้พิษของตะกั่วลดลงเนื่องจากโลหะเหล่านี้ไปขัดขวางการดูดซึมตะกั่ว

ความเป็นพิษต่อมนุษย์

ตะกั่วมีความเป็นพิษต่อมนุษย์เมื่อได้รับในปริมาณมากๆ โดยตะกั่วสามารถเข้าสู่ร่างกายมนุษย์ได้หลายทางทั้งทางอากาศ ทางผิวหนัง และการหายใจสามารถสะสมในโลหิต กระดูก ฟัน เล็บ ผม กล้ามเนื้อ และน้ำเหลือง ซึ่งสามารถจำแนกโรคพิษของตะกั่วได้ 2 ชนิดใหญ่ ๆ คือ โรคพิษตะกั่วอินทรีย์ และโรคพิษตะกั่วอนินทรีย์ โรคพิษตะกั่วอินทรีย์จะเป็นโรคของระบบประสาทส่วนกลาง มีอาการนอนไม่หลับ หงุดหงิด เบื่ออาหาร อุดหนุมิในร่างกายลดต่ำลง แต่ถ้าเป็นโรคพิษตะกั่วอนินทรีย์ มักจะมีอาการท้องผูก ความรู้สึกทางเพศลดลง โลหิตจาง คอแข็ง กระจายน้ำอาเจียน ในรายที่ระดับตะกั่วค่อนข้างสูงจะมีอาการในกลุ่มกล้ามเนื้อที่ใช้งานมาก เช่น กล้ามเนื้อหมดแรงและเป็นอัมพาต สมอบบวม และตายได้ นอกจากนี้ตะกั่วยังมีผลทำให้ร่างกายมีความต้านทานต่อโรคหลายชนิดลดลง เช่น โรคไทฟอยด์ เป็นต้น การกำจัดตะกั่วออกจากร่างกายทำได้หลายทางกล่าวคือ ขับออกทางปัสสาวะ 76 % อุจจาระ 16 % และทางผิวหนัง สั้นผม หรือขนอีก 8 % แต่ในวันหนึ่ง ๆ ร่างกายจะขับตะกั่วรวมกันได้ไม่เกิน 2 มิลลิกรัมเท่านั้น (ศิริมาศ สิทธิกรม. 2550: 19-25)

1.3.2 ทองแดง (Copper)

1.3.2.1 คุณสมบัติทางกายภาพและเคมีของทองแดง

ทองแดงเป็นธาตุทรานซิชันตัวแรกของหมู่ IB ในตารางธาตุ มีสัญลักษณ์ทางเคมีคือ Cu เลขอะตอม 29 น้ำหนักอะตอม 63.546 มีความหนาแน่น 8.92 g/cm^3 จุดเดือด 2,567 องศาเซลเซียส จุดหลอมเหลว 1,083 องศาเซลเซียส คุณสมบัติของทองแดง คือ เป็นโลหะที่มีความเหนียวและเนื้ออ่อน สามารถตัดให้มีรูปร่างตามต้องการได้ เป็นมันวาว สีส้มแดง ทนการกัดกร่อนในอากาศได้ดีกว่าเหล็ก สามารถเป็นตัวนำความร้อนและนำไฟฟ้าได้ดีรองจากเงิน ปกติไม่พบในรูปอิสระแต่พบในรูปแร่และสารประกอบ ทองแดงมีเลขออกซิเดชัน 3 ค่า คือ +1, +2 และ +3 แต่โดยทั่วไปจะพบทองแดงที่มีเลขออกซิเดชัน +1 และ +2 เท่านั้น ทองแดงละลายได้ดีในกรดซัลฟูริก และกรดไนตริก (เบญจวรรณ วงศ์ศิริ. 2547: 8)

1.3.1.2 การนำทองแดงไปใช้ประโยชน์

โลหะทองแดงมีคุณสมบัติที่ดีหลายประการ ทำให้โลหะทองแดงถูกนำมาใช้ประโยชน์ทางอุตสาหกรรมอย่างกว้างขวาง โดยเฉพาะคุณสมบัติการนำไฟฟ้าและการนำความร้อนที่สูง มีความต้านทานการกัดกร่อน สามารถแปรรูปด้วยวิธีต่างๆ ได้ง่าย นอกจากนี้ยังมีความแข็งแรง และมีความต้านทานความล้าสูง โดยมีการนำทองแดงมาใช้ประโยชน์ในทางอุตสาหกรรม ดังนี้

1. อุตสาหกรรมไฟฟ้า เช่น ใช้ทำสายไฟ เคเบิล มอเตอร์ เครื่องกำเนิดไฟฟ้า ไดนาโม พัดลม ระบบควบคุมในโรงงานอุตสาหกรรมไฟฟ้า ระบบจ่ายกำลัง เครื่องปรับอากาศ และอุปกรณ์อิเล็กทรอนิกส์ต่างๆ เนื่องจากทองแดงเป็นตัวนำไฟฟ้าที่ดี

2. นำมาใช้ในการก่อสร้างหลายอย่าง เช่น ทำหลังคา ท่อน้ำและข้อต่อต่างๆ ระบบให้ความร้อน และระบบปรับอากาศ เพราะมีคุณสมบัติในการต้านการกัดกร่อนได้ดี

3. ใช้ทำเครื่องจักรกล เครื่องใช้ในครัว เนื่องจากขึ้นรูปง่าย และเนื่องจากมีความสามารถต้านทานการกัดกร่อนของน้ำทะเลและมีการถ่ายเทความร้อนสูง จึงใช้ทำท่อ วาล์ว ข้อต่อในโรงงานน้ำจากน้ำทะเล อุปกรณ์แลกเปลี่ยนความร้อน และเครื่องมือกลอื่นๆ

4. การนำมาใช้ในอุตสาหกรรมยานยนต์ และชิ้นส่วนเครื่องบิน เรือเดินสมุทร หัวจักรรถไฟ อุปกรณ์สวิทช์ และสัญญาณต่างๆ

5. การใช้ประโยชน์ด้านอื่นๆ ของทองแดง เช่น ใช้ผลิตยุงฆาตภัณฑ์ ใช้ในอุตสาหกรรมเคมีเครื่องวัดต่างๆ เครื่องประดับ เครื่องตกแต่ง เหยือกษาปณ์ บรรจุภัณฑ์ และใช้ผลิตโลหะผสม เช่น ทองเหลือง และทองสัมฤทธิ์ เป็นต้น (กิตติพันธ์ บางยี่ขัน. 2554: ออนไลน์)



ภาพประกอบ 2 แสดงการนำโลหะทองแดงไปใช้ประโยชน์

ที่มา: กิตติพันธ์ บายี่ขัน. (2554: ออนไลน์)

1.3.2.1 ความเป็นพิษของทองแดง

ความเป็นพิษต่อพืช

ทองแดงมีผลกระทบต่อระบบการหายใจและการเจริญเติบโตของพืช เนื่องจากพืชหลายชนิดสามารถสะสมทองแดงได้ในปริมาณที่สูง การสะสมทองแดงในพืชขึ้นอยู่กับความสามารถของทองแดงในการแทนที่ไอออนของโลหะอื่น ๆ ซึ่งการสะสมนี้มีผลทำให้พืชขาดธาตุที่สำคัญ โดยเฉพาะเหล็ก ซึ่งอาการเป็นพิษนี้ เรียกว่า คลอโรซิส แต่หากมีแคลเซียมในปริมาณสูงก็สามารถช่วยลดความเป็นพิษของทองแดงได้ พืชบางชนิดมีความสามารถในการสะสมทองแดงในระดับสูง ๆ ได้ เช่น 1,000 มิลลิกรัม/กิโลกรัมของน้ำหนักแห้งของพืช และทองแดงยังสามารถรวมตัวกับกลุ่มอะมิโน ($-NH_2$) ของกรดอะมิโนและโปรตีนได้ ซึ่งเป็นเหตุผลที่อธิบายได้ว่าทำไมพืชบางชนิดจึงมีความทนทานต่อทองแดงได้ ทองแดงสามารถยึดเกาะกับอนุภาคดินได้ดีมาก แต่ในดินที่เป็นกรดจะพบความเป็นพิษจากทองแดงรุนแรง

ความเป็นพิษต่อมนุษย์

ทองแดงเป็นธาตุที่มีความต่อสิ่งมีชีวิต เนื่องจากทองแดงเป็นส่วนประกอบของฮีโมโกลบิน (hemoglobin) ในเลือด และมีความสำคัญต่อระบบการทำงานของเอนไซม์ (enzyme) ซึ่งสิ่งมีชีวิตต้องการทองแดงเพียงเล็กน้อยเท่านั้น แต่ถ้าทองแดงมีค่ามากเกินไปในสิ่งแวดล้อมจะก่อให้เกิดอันตรายขึ้นได้ โดยทั่วไปความเป็นพิษของทองแดงเกิดจากการดูดซับทองแดงที่กระเพาะอาหารแล้วเก็บสะสมไว้ที่ตับ ไต สมอง หัวใจ และผม ในคนปกติจะมีทองแดงในเลือด 1 มิลลิกรัมต่อลิตร ทั้งนี้เพศหญิงจะมีปริมาณทองแดงในเลือดสูงกว่าเพศชาย โดยเฉพาะผู้ที่คุมกำเนิดหรืออยู่ในระหว่างตั้งครรภ์ จะมีทองแดงในเลือดสูงถึง 2 มิลลิกรัมต่อลิตร ถ้าร่างกายได้รับทองแดงมากเกินไปความต้องการจะมีอาการอ่อนเพลีย อาเจียน ท้องร่วง เม็ดเลือดแดงถูกทำลาย เกิดการตับวาย มีเลือดมากในทางเดินอาหาร และหากได้รับทองแดงในรูปของคอปเปอร์ซัลเฟตในปริมาณมาก จะทำให้เกิดพิษเฉียบพลัน อาเจียน บางครั้งจะมีสีเขียวปนมากับอาเจียน ความดันโลหิตต่ำ ดีซ่าน หมดสติโรคที่เกิดจากความเป็นพิษของทองแดง เรียกว่า Wilson' disease ซึ่งเกิดจากความผิดปกติเนื่องมาจากมีระดับทองแดงสะสมอยู่ในตับ ไต สมอง และกระจุกตามากผิดปกติ หากมีระดับทองแดงเข้มข้นมากในตับ อาจทำให้เป็นโรคตับแข็งได้ ทองแดงที่สะสมมากในสมองจะส่งผลต่อการทำงานของระบบประสาท ในไตอาจทำให้ท่อไตพิการ และในกระจกตาจะเกิดเป็นวงแหวนสีน้ำตาลหรือสีเขียวที่เรียกว่า " Kayser – Fleischer ring "

ความเป็นพิษต่อสัตว์

ความเป็นพิษของทองแดงในสัตว์ เช่น หอยนางรมเมื่อสะสมโลหะทองแดงไว้ในปริมาณมากจะทำให้เหงือกและเนื้อเยื่อส่วน mantle มีสีเขียวผิดปกติ นอกจากนี้โลหะทองแดงในรูปของ CuSO_4 อาจทำให้เกิดตะกอนที่เหงือกปลา ส่งผลให้ปลาตายเนื่องจากเกิดการแลกเปลี่ยนก๊าซที่ผิดปกติ ระดับความปลอดภัยของการสืบพันธุ์ของปลา *Pinephales promelas* ในน้ำกระด้าง (CaCO_3 200 mg/l) จะมีความเข้มข้นของทองแดงประมาณ 3 มิลลิกรัมต่อลิตร ส่วน ในน้ำอ่อน (CaCO_3 30 mg/l) จะมีค่าความเข้มข้นของทองแดงต่ำกว่า โดยมีค่าอยู่ระหว่าง 0.018-1 มิลลิกรัมต่อลิตร (ศิริมาศ สิริทกรม. 2550: 25-29)

2. เทคนิคการวิเคราะห์

หลักการในการวิเคราะห์สารประกอบทางเคมี แบ่งออกได้เป็น 2 ประเภท คือ การวิเคราะห์แบบแผนเดิม (Classical analytical chemistry) ซึ่งเป็นการวิเคราะห์ที่อาศัยเทคนิคพื้นฐานทางการวัด ได้แก่ การชั่ง การตวง การไทเทรต และอีกประเภท คือ การวิเคราะห์แบบแผนใหม่ (Modern analytical chemistry) เป็นการวิเคราะห์ที่อาศัยหลักทางเคมีฟิสิกส์มาช่วยในการวิเคราะห์ ได้แก่ การ

ใช้หลักทางแสง (Spectrophotometry) ทางเคมีไฟฟ้า (Electrochemistry) หลักทางการแยก (Chromatography) หรือ หลักทางมวล (Mass spectrometry)

2.1 การวิเคราะห์ทางเคมีไฟฟ้า (Electrochemistry)

การวิเคราะห์ทางเคมีไฟฟ้า เป็นการนำหลักการทางเคมีไฟฟ้ามาประยุกต์หรือพัฒนาใช้ในการวิเคราะห์ ทั้งทางด้านคุณภาพวิเคราะห์และปริมาณวิเคราะห์ โดยอาศัยการตอบสนองของทางไฟฟ้าของสารตัวอย่างอันเนื่องมาจากการเปลี่ยนแปลงทางเคมีของสารนั้น เทคนิคนี้มีข้อดีกว่าวิธีวิเคราะห์ธรรมดา คือ สามารถใช้วิธีการทางไฟฟ้าควบคุมขอบข่ายและทิศทางของการเกิดปฏิกิริยาเคมีได้ นอกจากนี้ยังเป็นการวิเคราะห์ที่มีการควบคุมศักย์ คือ มีความไวและความจำเพาะสูง

พื้นฐานของเคมีวิเคราะห์เชิงไฟฟ้า คือ ปฏิกิริยารีดอกซ์ (Redox) หรือ ออกซิเดชัน (Oxidation) -รีดักชัน (Reduction) ปฏิกิริยานี้เป็นปฏิกิริยาเคมีที่เกิดขึ้นโดยมีการให้และรับอิเล็กตรอนจากสารหนึ่งไปสู่อีกสารหนึ่ง สามารถนำมาใช้ในเชิงปริมาณวิเคราะห์ โดยวัดสมบัติทางไฟฟ้าที่เกิดจากปฏิกิริยารีดอกซ์ภายในเซลล์เคมีไฟฟ้า ค่าทางไฟฟ้าที่วัดได้นั้นมีความสัมพันธ์กับปริมาณของสารที่ต้องการวิเคราะห์

เซลล์เคมีไฟฟ้าประกอบไปด้วยขั้วไฟฟ้า (Electrode) อย่างน้อยสองขั้วจุ่มอยู่ในสารละลายช่วยอิเล็กโทรไลต์ ขั้วไฟฟ้าขั้วหนึ่งทำหน้าที่เป็นตัวให้อิเล็กตรอน เรียกว่า ขั้วแอโนด (Anode) หรือครึ่งเซลล์แอโนดิก (Anodic half-cell) และอีกขั้วหนึ่งทำหน้าที่เป็นตัวรับอิเล็กตรอน เรียกว่า ขั้วแคโทด (Cathode) หรือครึ่งเซลล์แคโทดิก (Cathodic half-cell) เซลล์เคมีไฟฟ้ามีส่วนประกอบด้วย ดังนี้

- สารละลายตัวอย่าง หรือ สารละลายที่ต้องการวิเคราะห์ สารตัวอย่างจะอยู่ในสารละลายช่วยอิเล็กโทรไลต์ (Supporting electrolyte) สามารถนำไฟฟ้าได้

- ขั้วไฟฟ้าทำหน้าที่ให้กระแสไฟฟ้าผ่านเข้าออกจากเซลล์เคมีไฟฟ้า คือ ตัวนำไฟฟ้าอิเล็กทรอนิกส์ (Electronic conductor) ซึ่งเป็นขั้วโลหะนำไฟฟ้า และตัวนำไฟฟ้าอิเล็กโทรไลต์ (Electrolytic conductor) ซึ่งเป็นสารละลายช่วยอิเล็กโทรไลต์ที่ใช้

- อุปกรณ์ตรวจวัดสัญญาณ ซึ่งสามารถตรวจวัดศักย์ไฟฟ้าหรือกระแสไฟฟ้า

2.2 เซลล์เคมีไฟฟ้า แบ่งได้ 2 แบบ

2.2.1 เซลล์กัลวานิก (Galvanic cell) คือ เซลล์เคมีไฟฟ้าที่เกิดปฏิกิริยาแล้วสามารถเปลี่ยนพลังงานเคมีไปเป็นพลังงานไฟฟ้า เนื่องจากค่าทางไฟฟ้าของเซลล์กัลวานิกขึ้นอยู่กับค่าแอคติวิตีของไอออนที่ไวต่อขั้วไฟฟ้าที่มีอยู่ในสารละลาย ดังนั้นการวัดค่าทางไฟฟ้าของเซลล์กัลวานิกจึงสามารถนำไปประยุกต์ในการวิเคราะห์หาปริมาณสารได้ ขั้วไฟฟ้าของเซลล์ที่นำมาใช้เป็นขั้วไฟฟ้าที่ไวต่อไอออนที่ต้องการวิเคราะห์หาปริมาณนั้นเรียกว่า ขั้วชี้บอก (Indicator electrode) หรือขั้วไฟฟ้าใช้

งาน (Working electrode) ส่วนอีกขั้วหนึ่งที่ถูกนำมาใช้จะเป็นขั้วไฟฟ้าที่ไม่ขึ้นกับความเข้มข้นของไอออนในสารละลาย และต้องมีค่าทางไฟฟ้าคงที่ เรียกว่า ขั้วอ้างอิง (Reference electrode) แปลว่าค่าทางไฟฟ้าที่วัดภายในเซลล์เคมีไฟฟ้าจะแปรผันโดยตรงกับค่าทางไฟฟ้าของขั้วไฟฟ้าใช้งาน หรือความเข้มข้นของไอออนในสารละลาย (Wang, 2000: 11)

2.2.2 เซลล์อิเล็กโทรไลต์ (Electrolytic cell) หมายถึง เซลล์เคมีไฟฟ้าที่เกิดจากปฏิกิริยาทางเคมีได้เมื่อมีการให้ศักย์ไฟฟ้าหรือกระแสไฟฟ้าจากภายนอก

2.3 เคมีวิเคราะห์เชิงไฟฟ้า อาจแบ่งเป็น 2 เทคนิค คือ

2.3.1 โพลเทนซิออสเมตรี (Potentiometry) เป็นเทคนิคการวิเคราะห์ทางเคมีเชิงไฟฟ้าวิธีหนึ่งที่ถูกนำมาประยุกต์ใช้สำหรับการทำปริมาณวิเคราะห์ ซึ่งจะเกี่ยวข้องกับการวัดค่าศักย์ของสารละลายตัวอย่างภายใต้เงื่อนไขที่ไม่มีกระแสไฟฟ้าไหลซึ่งค่าศักย์ที่เกิดขึ้นในเซลล์เคมีไฟฟ้า เป็นผลที่เกิดขึ้นอันเนื่องมาจากการปรับตัวเข้าสู่สภาวะสมดุลของปฏิกิริยาเคมีเซลล์เคมีไฟฟ้าของเทคนิคโพลเทนซิออสเมตรี จัดเป็นเซลล์กัลวานิกซึ่งปฏิกิริยาทางเคมีสามารถเกิดขึ้นได้เองที่ผิวหน้าของขั้วไฟฟ้า เซลล์เคมีไฟฟ้าประกอบด้วย ขั้วไฟฟ้าแอโนดซึ่งต่ออยู่กับขั้วลบ และแคโทดซึ่งเป็นขั้วบวก ค่าความต่างศักย์เกิดขึ้นระหว่างขั้วแอโนดและแคโทดเรียกว่า ศักย์อุณหภูมิตรหรืออาจเรียกว่าศักย์เซลล์ (E_{cell}) โดยทั่วไปวิธีการวิเคราะห์แบบโพลเทนซิออสเมตรี ขั้วแคโทดที่ใช้ส่วนใหญ่จะเป็นขั้วไฟฟ้าแบบเลือกไอออน (ion-selective electrodes) ซึ่งจะยอมให้เฉพาะไอออนที่สนใจที่จะวิเคราะห์ผ่านเยื่อ (membrane) เข้าไปได้ทำให้เกิดศักย์เซลล์เคมีไฟฟ้า

2.3.2 โวลแทมเมตรี (Voltammetry) เป็นเทคนิคการวิเคราะห์ทางเคมีไฟฟ้า ที่ให้ศักย์ที่คงที่เข้าไปในระบบ และวัดกระแสที่เกิดขึ้น เซลล์เคมีไฟฟ้าของเทคนิคโวลแทมเมตรี จัดเป็นเซลล์อิเล็กโทรไลต์ สำหรับขั้วไฟฟ้าที่ใช้สำหรับ เทคนิคนี้จะไม่เหมือนเทคนิคโพลเทนซิออสเมตรี คือ มีการใช้ขั้วไฟฟ้าช่วย (auxiliary electrode) โดยทั่วไปมักเป็น ขั้วไฟฟ้าช่วยแพลตินัม (platinum wire auxiliary electrode) นอกจากนี้ขั้วไฟฟ้าใช้งานสำหรับเทคนิคนี้มักเป็นขั้วไฟฟ้าจุลภาค (microelectrode) เพื่อให้เกิด โพลาริเซชันที่ขั้วไฟฟ้าใช้งาน มีเทคนิคที่สำคัญในการวิเคราะห์โดยโวลแทมเมตรี ได้แก่ โพลาริกราฟี แอมแปโรเมตรี พัลส์โวลแทมเมตรี และสทริปปิงโวลแทมเมตรี

อุปกรณ์และเครื่องมือในการทำโวลแทมเมตรี

1. เซลล์โวลแทมเมตรี

2. ขั้วไฟฟ้า (Electrode) ขั้วไฟฟ้าที่ใช้ในเทคนิคโวลแทมเมตรี ได้แก่

- ขั้วไฟฟ้าอ้างอิง (Reference electrode) โดยปกติขั้วไฟฟ้าอ้างอิงที่นิยมใช้จะต้องให้ค่าศักย์ที่คงที่และไม่มีปฏิกิริยาตอบสนองกับสารละลายอิเล็กโทรไลต์ที่ใช้ขั้วไฟฟ้าอ้างอิงที่นิยมใช้สำหรับเทคนิคโพลเทนซิออสเมตรี เช่น - ขั้วไฟฟ้าซิลเวอร์-ซิลเวอร์คลอไรด์ ขั้วไฟฟ้าคาโลเมล

- ขั้วไฟฟ้าใช้งาน (Working electrode) ขั้วไฟฟ้าใช้งานสำหรับเทคนิค

โวลแทมเมตรี นิยมใช้ขั้วไฟฟ้าจุลภาค เช่น ขั้วไฟฟ้าแบบดิสก์ (disc electrode) ขั้วไฟฟ้าหยดปรอทแขวนตัว (hanging mercury drop electrode; HMDE) และขั้วไฟฟ้าหยดปรอท (dropping mercury electrode; DME)

- ขั้วไฟฟ้าช่วย (Counter electrode) ทำหน้าที่เป็นตัวนำไฟฟ้า เป็นขั้วที่รับพลังงานไฟฟ้าจากขั้วไฟฟ้าอ้างอิงส่งต่อผ่านสารละลายไปยังขั้วไฟฟ้าใช้งานแล้วเกิดปฏิกิริยาเคมีกับสารตัวอย่างที่ขั้วไฟฟ้าจมอยู่โดยขั้วไฟฟาร่วมนี้ จะไม่มีส่วนเกี่ยวข้อง หรือไม่มีการเปลี่ยนแปลงใด ๆ เกิดขึ้น ตัวอย่างของขั้วไฟฟ้าช่วย เช่น ขั้วไฟฟ้าช่วยแพลตินัม

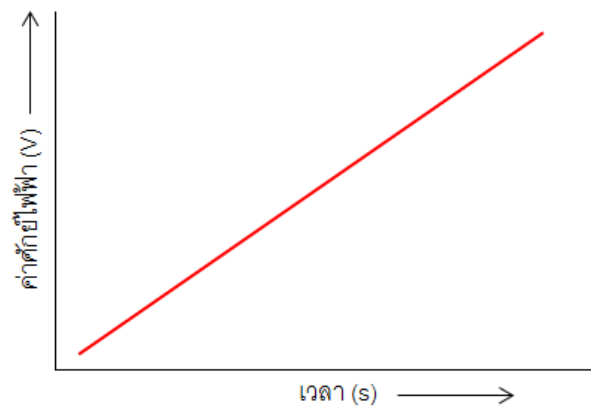
3. โวลแทมเมตริกอะนาไลเซอร์ (Voltametric analyzer) ทำหน้าที่ควบคุมศักย์และวัดกระแส

2.4 โวลแทมเมตรี (Voltammetry)

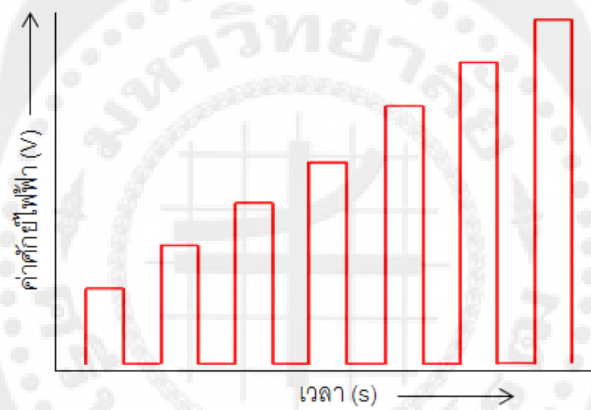
โวลแทมเมตรี คือกลุ่มวิธีการวิเคราะห์ทางเคมีไฟฟ้าที่ข้อมูลวิเคราะห์ได้จากการวัดกระแส ที่ศักย์ไฟฟ้าต่าง ๆ ที่ให้กับวงจร ภายใต้สภาวะที่เกิดโพลาริเซชันที่ขั้วไฟฟ้าใช้งาน ขั้วไฟฟ้าใช้งานมีขนาดเล็กมีพื้นที่ผิวน้อยมากเพียงไม่กี่ตารางมิลลิเมตร ดังนั้น ขั้วไฟฟ้าใช้งานในเทคนิคโวลแทมเมตรีจึงเรียกเป็นขั้วไฟฟ้าจุลภาค

เทคนิควิธีวิเคราะห์ในกลุ่มโวลแทมเมตรี

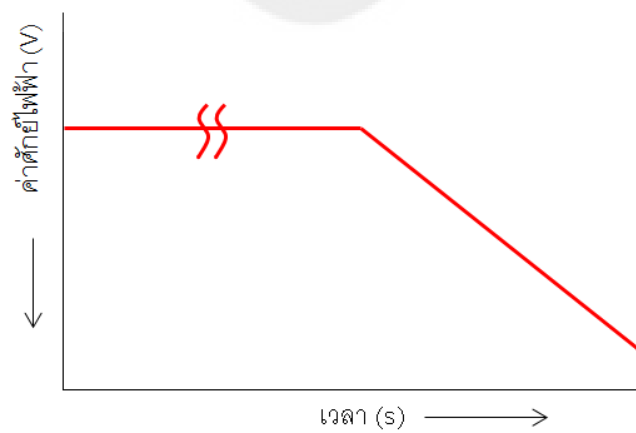
ลักษณะของการวิเคราะห์หลักการโวลแทมเมตรี คือการจัดเซลล์แบบเซลล์อิเล็กโทรไลต์ และซึ่งมีการบันทึกกระแสตามศักย์ที่ให้กับวงจรหรือขั้วไฟฟ้า การวิเคราะห์โพลาริกราฟีแบบดั้งเดิม ถ้าถือว่าศักย์ไฟฟ้าที่ให้กับวงจรในช่วงระยะเวลาหนึ่งเป็นเสมือนสัญญาณกระตุ้นให้เกิดปฏิกิริยารีดอกซ์และเกิดการไหลของกระแสไฟฟ้า การให้สัญญาณกระตุ้นที่แตกต่างกัน จะทำให้เกิดการตอบสนองของกระแสไฟฟ้าที่ต่างกัน เกิดเป็นเทคนิควิธีการวิเคราะห์แบบต่าง ๆ รูปแบบของสัญญาณกระตุ้นที่ใช้ในโวลแทมเมตรีมีหลายรูปแบบ ดังตัวอย่างที่แสดงในภาพประกอบ 3, 4 และ 5



ภาพประกอบ 3 รูปแบบสัญญาณกระตุ้นด้วยวิธี ลิเนียร์สแกน (Linear-scan)



ภาพประกอบ 4 รูปแบบสัญญาณกระตุ้นด้วยวิธี พัลส์ (Pulse)



ภาพประกอบ 5 รูปแบบสัญญาณกระตุ้นด้วยวิธี สทริปปิง (Stripping) ดัดแปลงมาจาก: Wang.

2000: 62, 68, 77

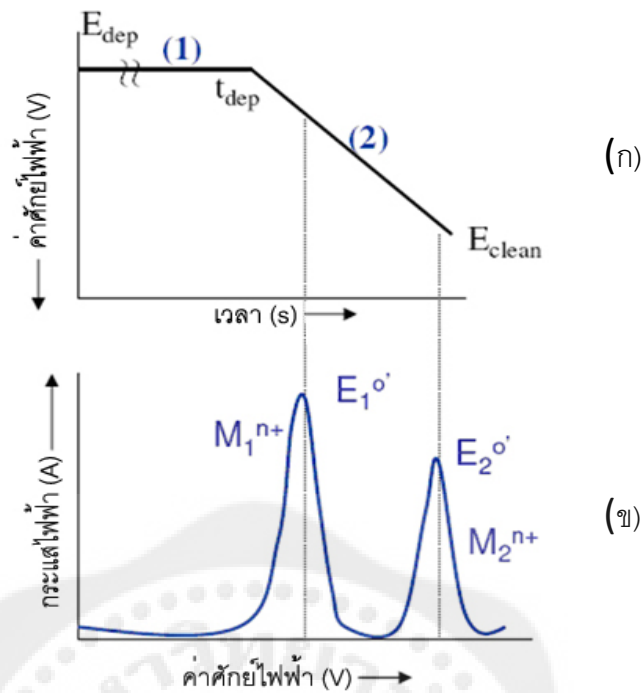
2.5 สทริปปิงโวลแทมเมตรี (Stripping voltammetry)

เป็นเทคนิควิเคราะห์ ที่ความสามารถวิเคราะห์สารปริมาณต่ำมากที่สุดในกลุ่มการวิเคราะห์โวลแทมเมตรี สามารถวิเคราะห์สารในปริมาณน้อยมากถึง 1×10^{-9} โมลาร์ หรือประมาณ 0.01 ส่วนในพันล้านส่วน (Parts per billion: ppb) ในการวิเคราะห์มีการเพิ่มขึ้นตอนของการทำให้สารตัวอย่างมีความเข้มข้นเพิ่มมากขึ้น ก่อนวิเคราะห์ด้วยเทคนิคต่าง ๆ เช่น พัลส์โวลแทมเมตรี เป็นต้น

สัญญาณกระตุ้นในการทำสทริปปิง

สัญญาณกระตุ้นมีลักษณะ 2 แบบติดต่อกัน ดังภาพประกอบ 6 ช่วงแรกเป็นการให้ศักย์ไฟฟ้าแก่วงจรในช่วงศักย์ไฟฟ้าที่ใกล้เคียงกับค่าศักย์มาตรฐานของการเกิดปฏิกิริยาของสารตัวอย่างเพื่อให้ถึงจุดศักย์แตกตัว และเกิดปฏิกิริยาอิเล็กโทรไลซิสของสารตัวอย่าง เกิดการเกาะตัวของสารตัวอย่างบนขั้วไฟฟ้าใช้งาน เรียกขั้นตอนนี้ว่าขั้นตอนการเกาะติดสารด้วยไฟฟ้า (Electrodeposition step) สารตัวอย่างที่ไปเกาะติดกับขั้วไฟฟ้าก็เป็นการเพิ่มความเข้มข้นของสารตัวอย่างที่ขั้วไฟฟ้าใช้งานนั่นเอง ต่อจากสัญญาณกระตุ้นในช่วงแรกเป็นการปรับศักย์ของวงจรใหม่เพื่อให้เกิดการละลายหรือการสทริป (Strip) ของสารตัวอย่างที่เกาะติดบนผิวของขั้วไฟฟ้าใช้งาน อาจเรียกเป็นขั้นตอนของการวิเคราะห์โวลแทมเมตรี เพื่อให้สามารถวิเคราะห์ด้วยเทคนิควิธีโวลแทมเมตรีต่าง ๆ เช่น สัญญาณกระตุ้นช่วงหลังเป็น ลิเนียร์-สแกน หรือเป็นลักษณะพัลส์ในการวิเคราะห์แบบพัลส์โวลแทมเมตรีก็ได้

ในการวิเคราะห์ ถ้าสารตัวอย่างที่เป็นไอออนบวกซึ่งเกิดปฏิกิริยารีดักชันเกาะติดที่ขั้วไฟฟ้า ขั้วไฟฟ้าทำหน้าที่เป็นแคโทดในตอนแรก และเป็นแอโนดในขั้นตอนเกิดสทริปปิง จะเรียกว่าเทคนิคการวิเคราะห์แอโนดิกสทริปปิงโวลแทมเมตรี และในทางตรงกันข้าม ถ้าสารตัวอย่างเป็นไอออนลบในสารละลาย จะเรียกว่าเทคนิคการวิเคราะห์แคโทดิกสทริปปิงโวลแทมเมตรี



ภาพประกอบ 6 กราฟแสดงรูปแบบของสัญญาณที่ใช้ในวิธีแอมโวนิตกสทริปปิงโวลแทมเมตรี (ก) และโวลแทมโมแกรมที่ได้จากวิธีแอมโวนิตกสทริปปิงโวลแทมเมตรี (ข) ดัดแปลงมาจาก: Latha, 2004: 22

ขั้นตอนการเกาะติดสารด้วยไฟฟ้า

การทำให้ไอออนของสารตัวอย่างเกิดปฏิกิริยาและเกาะติดที่ขั้วไฟฟ้าใช้งานนั้น ไม่จำเป็นต้องให้เกิดการเกาะติดของสารตัวอย่างทั้งหมด ทั้งนี้ ปริมาณการเกาะติดที่เหมาะสมหรือเพียงพอแก่การวิเคราะห์ด้วยวิธีสทริปปิงโวลแทมเมตรีขึ้นกับการควบคุมปัจจัยต่าง ๆ ที่เกี่ยวข้อง ในทางปฏิบัติจะวิเคราะห์ชุดสารมาตรฐานของสารตัวอย่างพร้อมกันกับสารตัวอย่าง โดยควบคุม ปริมาตร ขนาดของขั้วไฟฟ้าใช้งาน ความลึกของขั้วไฟฟ้าที่จุ่มอยู่ในสารละลาย ขั้วไฟฟ้าใช้งาน ตลอดจนการควบคุมขนาดศักย์ไฟฟ้าและเวลาที่เหมาะสมในการเกิดปฏิกิริยาที่ขั้วไฟฟ้าใช้งาน

ขั้วไฟฟ้าใช้งานที่ใช้ในวิธีสทริปปิงอาจเป็น พรอท แพลทินัม หรือแท่งคาร์บอน รูปร่างต่าง ๆ กัน ขั้วไฟฟ้าชนิดที่นิยมใช้มากที่สุดคือขั้วไฟฟ้าหยดปรอทแขวนตัว (Hanging mercury dropping electrode, HMDE) ซึ่งควบคุมการเกิดหยดปรอทที่ปลายหลอดรูเล็ก และหยดปรอทคงอยู่เช่นนั้นได้

ตัวอย่างการวิเคราะห์ไอออนของโลหะโดยวิธีแอมโวนิตกสทริปปิงโวลแทมเมตรี หยดปรอทจะถูกปล่อยคาอยู่ที่ปลายหลอด พร้อมกับเริ่มกวณสารละลาย และให้ศักย์ไฟฟ้าที่บวกรในขนาดศักย์ที่ใกล้เคียงกับศักย์ครึ่งคลื่นของสารนั้น ไอออนของโลหะในสารละลายจะถูกแรงกวณพามายังขั้วของการ

แพร่ (Diffusion layer) และแพร่เข้าหาผิวหน้าขั้วไฟฟ้า ซึ่งไอออนนี้จะเกิดปฏิกิริยารีดักชัน และรวมกับปรอทโดยเกิดเป็นโลหะเจือปรอท หรือที่เรียกว่าอมัลกัม เมื่อเสร็จสิ้นการเกาะติดสาร ต้องหยุดการกวนสารละลาย และพัก ณ ศักย์เดิมนี้อีก เพื่อปล่อยให้สารละลายเข้าสู่สภาวะนิ่ง ไม่มีแรงกวนเหลืออยู่ ก่อนเริ่มปรับศักย์ใหม่ให้กับวงจรถวายให้เกิดสทริปปิง ถ้าสารละลายไม่อยู่ในสภาวะนิ่งก่อนปรับศักย์ใหม่จะทำให้เกิดกระแสขึ้นรบกวนขึ้นได้ (Wang. 1985: 14-16)

ขั้นตอนการวิเคราะห์ด้วยเทคนิคโวลแทมเมตรี

การทำให้ไอออนสารตัวอย่างเกิดการเกาะติดกับขั้วไฟฟ้า เป็นการเพิ่มความเข้มข้นของสารตัวอย่างนั้นให้มากพอที่จะวิเคราะห์ด้วยเทคนิคโวลแทมเมตรีวิธีต่าง ๆ นอกจากจะเลือกที่เทคนิควิธีวิเคราะห์ในช่วงสทริปปิงแล้ว ยังอาจทำได้โดยการเลือกใช้ขั้วไฟฟ้าใช้งานที่เหมาะสมอีกด้วย (Wang. 1985: 22-24)

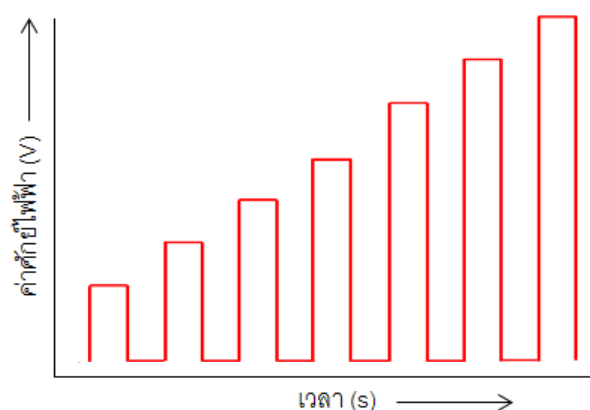
2.6 พัลส์โวลแทมเมตรี (Pulse voltammetry)

พัลส์โวลแทมเมตรีเป็นวิธีการหนึ่งในกลุ่มเทคนิควิธีวิเคราะห์โวลแทมเมตรี ที่ถูกพัฒนาขึ้นโดยการปรับปรุงรูปแบบสัญญาณกระตุ้น จากเดิมเป็นลิเนียร์สแกน ซึ่งมีปัญหาเพราะใช้เวลาในการวิเคราะห์นาน การจัดตั้งเครื่องมือไม่มีความคล่องตัว โดยเฉพาะส่วนของขั้วไฟฟ้าใช้งาน และที่สำคัญคือ มีขีดความสามารถในการวิเคราะห์ต่ำ เมื่อเทียบกับวิธีวิเคราะห์ทางสเปกโทรสโกปี การพัฒนาสัญญาณกระตุ้นจากเดิมซึ่งเป็นการเพิ่มศักย์ไฟฟ้าให้กับวงจรถวายไปเรื่อย ๆ จนเสร็จสิ้นการวิเคราะห์ เป็นการให้สัญญาณกระตุ้นเป็นพัก ๆ (พัลส์โวลแทมเมตรี) ควบคู่ไปกับการพัฒนาขั้วไฟฟ้าใช้งาน โดยใช้อุปกรณ์และเทคนิคที่ทันสมัยมากขึ้นในการควบคุมหยุดปรอท เป็นแนวทางเริ่มแรกของการพัฒนาเทคนิคจากโพลารोगราฟีแบบดั้งเดิมเป็นพัลส์โพลารोगราฟี ต่อมามีการใช้ขั้วไฟฟ้าอื่น ๆ แทนขั้วไฟฟ้าหยุดปรอท เกิดเป็นเทคนิควิธีต่าง ๆ ในพัลส์โวลแทมเมตรี (Wang. 2000: 63)

การให้ศักย์กับวงจรถวายหรือขั้วไฟฟ้าหยุดปรอทแบบพัลส์โวลแทมเมตรี ทำได้ 3 ลักษณะ ได้แก่ พัลส์ปกติ (Normal pulse) ดิฟเฟอเรนเชียลพัลส์ (Differential pulse) และสแควร์เวฟ (Square wave)

พัลส์ปกติ (Normal pulse)

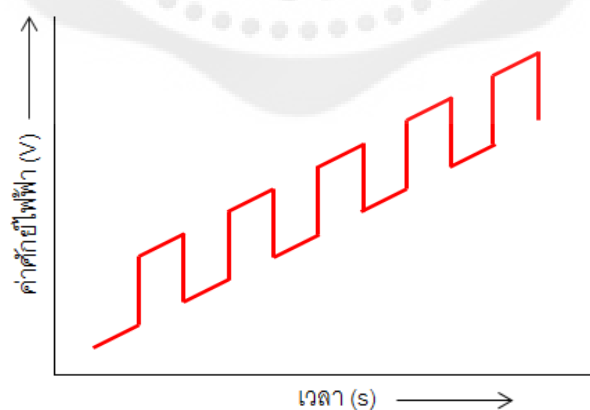
พัลส์ปกติ เป็นการให้ศักย์ไฟฟ้ากับขั้วไฟฟ้าในช่วงเวลาสั้น ต่อทุกหนึ่งหยุดของปรอท โดยขนาดศักย์ไฟฟ้าที่ให้จะเพิ่มขึ้นอย่างเป็นเส้นตรงเมื่อเทียบกับเวลาและวัดค่ากระแสของแต่ละหยุดปรอทที่ครึ่งหลังของทุกช่วงศักย์ไฟฟ้าที่ให้ ซึ่งเป็นช่วงเวลาที่หยุดปรอทใกล้จะหยุดออกจากปลายหลอดแก้ว (Wang. 2000: 63)



ภาพประกอบ 7 สัญญาณกระตุ้นแบบพัลส์ปกติ (Normal pulse) ดัดแปลงมาจาก: Wang. 2000: 63

ดิฟเฟอเรนเชียลพัลส์ (Differential pulse)

สัญญาณกระตุ้นแบบดิฟเฟอเรนเชียลพัลส์ เป็นการเพิ่มศักย์ไฟฟ้าคงที่ในลักษณะพัลส์ ให้กับขั้วไฟฟ้าที่รับศักย์ไฟฟ้าปกติในแบบลิเนียร์สแกนอยู่แล้ว ฐานของแต่ละพัลส์เป็นเส้นศักย์ปกติของวงจรถึงค่อย ๆ เพิ่มขึ้นอย่างเป็นเส้นตรง ส่วนของศักย์ที่สูงพื้นฐานคือพัลส์ เกิดจากการเพิ่มศักย์ไฟฟ้าขนาดคงที่ แก่วงจรในช่วงเวลาสั้น ๆ ก่อนหยุดปรอทหยุดหลุดจากปลายหลอดแก้ว กระแสไฟฟ้าจะถูกวัด 2 ครั้งต่อ 1 หยุดปรอท โดยวัดครั้งแรก (i_1) ก่อนการเพิ่มศักย์ไฟฟ้าแต่ละพัลส์ และวัดครั้งที่สอง (i_2) ก่อนสิ้นสุดแต่ละพัลส์ ค่าผลต่างของกระแสที่วัดได้ ($\Delta i = i_2 - i_1$) ถูกบันทึกตามการเพิ่มศักย์ไฟฟ้าของวงจรถึง (Wang. 2000: 68-71)



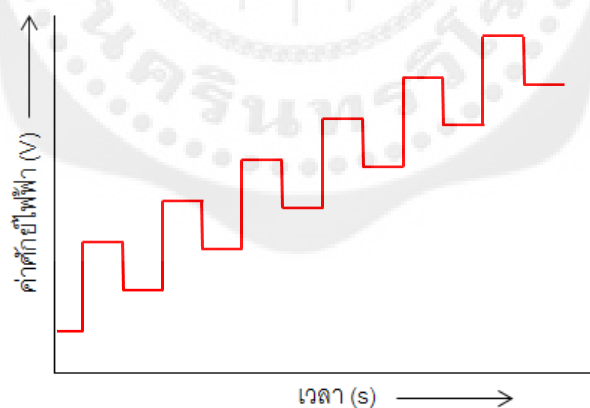
ภาพประกอบ 8 สัญญาณกระตุ้นแบบดิฟเฟอเรนเชียลพัลส์ (Differential pulse) ดัดแปลงมาจาก:

Wang. 2000: 68

สแควร์เวฟ (Square wave)

สแควร์เวฟ เป็นสัญญาณกระตุ้นที่ให้กับวงจรแบบช่วงสั้น ๆ (พัลส์) ที่แตกต่างไปจากพัลส์ปกติ หรือ ดิฟเฟอเรนเชียลพัลส์ คือ สามารถวิเคราะห์สารตัวอย่างได้เสร็จสิ้นภายในเวลาของการหยุดปรอทเพียง 1 หยด ในการทำหน้าที่เป็นขั้วไฟฟ้า นั่นคือ ใช้เวลาต่อการวิเคราะห์ 1 ตัวอย่างเพียงไม่กี่วินาทีเท่านั้น

วงจรจะได้รับสัญญาณกระตุ้นสองรูปแบบพร้อม ๆ กันในช่วงเวลาระหว่างครึ่งหลังของอายุหยุดปรอท ศักย์ไฟฟ้าจะถูกเพิ่มให้กับวงจรครั้งละ 10 มิลลิโวลต์ ทุก ๆ 5 มิลลิวินาที ในช่วงศักย์ไฟฟ้าเป็น 1 โวลต์ กินเวลาประมาณ 0.5 วินาที ศักย์ไฟฟ้าที่ให้นี้มีลักษณะเป็นขั้นบันได (Staircase) ขณะเดียวกัน จะให้ศักย์ไฟฟ้าในลักษณะของสแควร์เวฟ กับวงจรที่มีความถี่ประมาณ 200 เฮิรตซ์ ด้วยขนาดศักย์ไฟฟ้าประมาณ 50 มิลลิโวลต์ ในเวลา 5 มิลลิวินาที เท่ากับหนึ่งขั้นบันได ศักย์ไฟฟ้าวางสแควร์เวฟนี้ซ้อนอยู่บนศักย์ไฟฟ้าขั้นบันไดทำให้ผลลัพธ์ของพัลส์เป็นสแควร์เวฟที่ขึ้นขึ้นตามแต่ละขั้นของบันไดศักย์ไฟฟ้านั้น ขนาดของศักย์ไฟฟ้าที่ให้กับวงจรนี้ เพียงพอที่จะทำให้เกิดปฏิกิริยาของสารตัวอย่างที่ผิวหน้าหยุดปรอทได้ กระแสถูกวัดค่า 2 ครั้งต่อ 1 สแควร์เวฟ คือ ที่จุดสิ้นสุดของเวฟพัลส์ และที่จุดก่อนเกิดเวฟพัลส์ใหม่ ผลต่างของกระแสจะถูกบันทึกพร้อมกับศักย์ไฟฟ้าเฉลี่ยที่ให้กับแต่ละพัลส์ที่วัดค่า ข้อมูลทั้งหมดได้จากเลี้ยวอายุของหยุดปรอทเท่านั้น (Wang. 2000: 72-74)



ภาพประกอบ 9 สัญญาณกระตุ้นแบบสแควร์เวฟ (Square wave) ดัดแปลงมาจาก: Wang. 2000: 72

พัลส์ทั้งสามลักษณะที่กล่าวมานี้ ใช้ได้ดีกับขั้วไฟฟ้าหยุดปรอทซึ่งอาจเป็นแบบดั้งเดิมที่เรียกว่า Dropping Mercury Electrode (DME) หรือแบบใช้อุปกรณ์ควบคุมหยุด Static Mercury Drop Electrode (SMDE) และเรียกเทคนิควิธีวิเคราะห์ว่า พัลส์โพลารอกราฟี ถ้าประยุกต์เทคนิคนี้กับ

ขั้วไฟฟ้าอื่น ๆ ได้แก่ ขั้วไฟฟ้าใช้งานที่เป็นโลหะ หรือขั้วไฟฟ้าของแข็งอื่น ๆ เช่น ขั้วไฟฟ้าแท่งคาร์บอน จะเรียกว่า พัลส์โวลแทมเมตรี

3. การตรวจสอบความใช้ได้ของวิธี (Method validation)

3.1 ความหมายของ Method validation

Method validation เป็นกระบวนการตรวจสอบความน่าเชื่อถือของวิธีวิเคราะห์ที่พัฒนาขึ้น ก่อนนำมาใช้ในการวิเคราะห์ตัวอย่างจริงเพื่อช่วยให้ทราบถึงคุณสมบัติ เงื่อนไข หรือข้อจำกัดของ วิธีการวิเคราะห์นั้น ๆ (กุลนารี สิริสาดีและคณะ. 2542:13) และยืนยันว่าผลการวิเคราะห์ที่ได้มีความ ถูกต้อง น่าเชื่อถือ

3.2 การทำ Method validation

การทดสอบ Method validation โดยทั่วไปจะทำก่อนที่จะนำวิธีการวิเคราะห์ใด ๆ มาใช้ วิเคราะห์ตัวอย่างจริง จำเป็นต้องทดสอบ Method validation หรือ Verification เสียก่อน ซึ่งความ แตกต่างของ Validation หรือ Verification ขึ้นอยู่กับว่าถ้าวิธีที่นำมาใช้เป็นวิธีอ้างอิง (Reference method) หรือ วิธีมาตรฐาน (Standard method) ที่ไม่มีการเปลี่ยนแปลงใด ๆ ก็จะทำ Method verification เพื่อจะเป็นการทวนสอบว่าวิธีการวิเคราะห์ที่นำมาใช้นี้ผ่านเกณฑ์การยอมรับตาม ข้อกำหนดมาตรฐานสากลหรือไม่ ส่วน Validation จะใช้ยืนยันความถูกต้องของวิธีการวิเคราะห์ที่ผู้ วิเคราะห์พัฒนาขึ้นเอง หรือดัดแปลงมาจาก Reference method เพื่อให้เหมาะสมกับความต้องการ ของห้องปฏิบัติการ จึงมีความจำเป็นจะต้องทำ Method validation เพื่อยืนยันว่าวิธีวิเคราะห์จะให้ผล การวิเคราะห์ที่มีความแม่นยำและความเที่ยง ที่ยอมรับได้ (กุลนารี และคณะ. 2542: 13-15) นอกจากนี้ วิธีที่ Validate แล้วมีการเปลี่ยนแปลงขั้นตอนการวิเคราะห์จะต้องมีการทบทวน แก้ไข และทำ Method validation ใหม่เพื่อยืนยันความถูกต้องของการเปลี่ยนแปลงนั้น (สถาบันอาหาร. 2547: 58)

3.3 พารามิเตอร์ (Parameter) ที่ใช้สำหรับทดสอบ Method validation มีหัวข้อดังนี้

3.3.1 ความแม่นยำ (Accuracy)

Accuracy หมายถึง การตรวจสอบความถูกต้องของวิธีการวิเคราะห์ที่สามารถวัดได้ค่าที่ ใกล้เคียงกับค่าที่แท้จริงมากที่สุด การหา Accuracy ทำโดย

3.3.1.1 วิเคราะห์ CRM (Certified Reference Material) อย่างน้อย 7 ขั้ว (NATA. 1998: 4-5) และนำมาคำนวณหาระดับของความแม่นยำในรูปของความผิดพลาดสัมพัทธ์ (Relative error) หรือ ความถูกต้องสัมพัทธ์ (Relative accuracy) (วิลาวัลย์ พงษ์พิทักษ์. 2544: 58)

$$\% \text{Relative error} = \frac{\text{ค่าความผิดพลาด}}{\text{ค่าที่แท้จริง}} \times 100$$

$$\text{ความผิดพลาด (Absolute error)} = \text{ค่าที่วัดได้} - \text{ค่าจริง}$$

$$\% \text{Relative accuracy} = \frac{\text{ค่าที่วิเคราะห์ได้}}{\text{ค่าที่แท้จริง}} \times 100$$

เกณฑ์การยอมรับโดยทั่วไปของ Relative error คือไม่เกิน 10% Relative accuracy อยู่ระหว่าง 90 ถึง 110% หรือ 98 ถึง 102% สำหรับการวิเคราะห์ทางเภสัชกรรมสำหรับค่า Relative error ระดับความถูกต้องยังขึ้นอยู่กับความเข้มข้นของสารตัวอย่างที่วิเคราะห์ ดังตาราง 1

ทดสอบสมมติฐานเกี่ยวกับความแตกต่างของประชากรสองกลุ่มด้วย (t - test) ทำโดยการเปรียบเทียบค่า t จากการคำนวณ กับค่า t จากตาราง (Critical y-value, t_α)

$$t \text{ จากการคำนวณ} = \frac{\sum D}{\sqrt{\frac{n \sum D^2 - (\sum D)^2}{n-1}}}$$

$$D = \text{ผลต่างของข้อมูลแต่ละคู่}$$

$$n = \text{จำนวนครั้งที่ทำ}$$

t_α ดูได้จากตาราง t - Distribution ซึ่งค่า t_α ขึ้นอยู่กับระดับความเชื่อมั่น และค่า Degree of freedom (df = n-1) ถ้าค่า t ที่ได้จากการคำนวณมากกว่า t_α แสดงว่าค่าที่แท้จริงของ ค่าที่วิเคราะห์ได้มีความแตกต่างอย่างมีนัยสำคัญ แต่ถ้า t ที่ได้จากการคำนวณมีค่าน้อยกว่า t_α แสดงว่าค่าที่วิเคราะห์ได้ ไม่มีความแตกต่างอย่างมีนัยสำคัญ

ตาราง 3 ระดับความเที่ยงตรงของการวิเคราะห์ตัวอย่างที่ระดับความเข้มข้นต่าง ๆ กัน

ระดับความเข้มข้น	ระดับความถูกต้อง (%Relative error)		
	ปานกลาง	สูง	ต่ำ
trace analysis (ระดับ ppm)	1-10	0.1-1	10-35
Ultra-trace analysis (ppb, ppt)	10-35	1-10	>35
มากกว่า ppm	0.1-1	0.01-0.1	1-10

ที่มา: วิลลาวัลย์ พงษ์พิทักษ์. (2544: 58)

3.3.1.2 ในกรณีที่ไม่สามารถหา CRM ที่เหมาะสมในการวิเคราะห์ได้ สามารถจะหา Estimated accuracy ได้โดย

1. การหาค่าร้อยละการคืนกลับ (%Recovery) โดยใช้ตัวอย่างที่เติมสารมาตรฐาน (Spiked sample) ซึ่งจะมีข้อจำกัดว่า Accuracy ที่ได้นั้นครอบคลุมเฉพาะขั้นตอนที่วิเคราะห์ Spiked sample เท่านั้น (กลุณาริ สิริสาตีและคณะ. 2542: 25-26) การทำ Recovery จะทดสอบที่ 3 ระดับความเข้มข้น (NATA. 1998: 7)

$$\%Recovery = \frac{(\text{ปริมาณสารตัวอย่าง} + \text{ปริมาณสารที่เติม}) - \text{ปริมาณสารตัวอย่าง}}{\text{ปริมาณสารที่เติม}} \times 100$$

เกณฑ์การยอมรับของ %Recovery ขึ้นกับวิธีการทดสอบตามมาตรฐานที่ระบุไว้ เช่น เกณฑ์การยอมรับได้สำหรับโลหะหนักในน้ำเท่ากับ 85 ถึง 115 %Recovery ถ้าไม่ระบุไว้ให้พิจารณาจากค่าที่ทำได้ทั้งหมดจำนวนมาก แล้วตั้งเกณฑ์ขึ้นมาจากค่าที่ดีที่สุด แล้วพิสูจน์ด้วย CRM (วิลลาวัลย์ พงษ์พิทักษ์. 2544: 58)

2. การเปรียบเทียบผลการวิเคราะห์ระหว่างวิธีที่จะนำมาใช้กับ Reference method หรือวิธีอื่นที่สามารถจะสอบกลับไปยัง Reference method โดยใช้วิธีการทางสถิติ ซึ่งการเลือกใช้วิธีการทางสถิติที่มีความสำคัญอย่างยิ่งที่ต้องเลือกวิธีการทางสถิติที่เหมาะสมกับลักษณะข้อมูล (กลุณาริ สิริสาตีและคณะ. 2542: 25-26)

3.3.2 ความเที่ยง (Precision)

Precision หมายถึง การทดสอบความเที่ยงหรือความแม่นยำของการวิเคราะห์ซ้ำ ๆ กัน หลาย ๆ ครั้ง ความแตกต่างของผลการวิเคราะห์ที่ได้จากการวิเคราะห์ซ้ำ ๆ นี้มักจะแสดงเป็นค่าเบี่ยงเบนมาตรฐาน (Standard deviation, SD) หรือค่าสัมประสิทธิ์ของความแปรปรวน (Coefficient of Variation, CV) ซึ่ง Precision ของวิธีการวิเคราะห์มี 2 ลักษณะคือ

1. Repeatability หมายถึง ความเที่ยงหรือความแม่นยำที่เกิดจากการวิเคราะห์ซ้ำ ๆ ในสภาวะเดียวกัน โดยใช้วิธีการเดียวกัน ในห้องปฏิบัติการเดียวกัน เครื่องมือชุดเดียวกัน และผู้วิเคราะห์คนเดียว โดยปกติจะวิเคราะห์เสร็จพร้อม ๆ กัน ทำให้มีจุดอ่อน คือ Repeatability จะครอบคลุมเพียงความคลาดเคลื่อนขั้นต่ำเท่านั้น ดังนั้นจึงให้หาค่า Repeatability ในช่วงสั้น ๆ เช่น 2 ถึง 3 วัน เป็นต้น

2. Reproducibility หมายถึง ความเที่ยงหรือความแม่นยำที่เกิดจากการวิเคราะห์ซ้ำ ๆ โดยใช้วิธีเดียวกัน แต่ผู้วิเคราะห์ต่างกัน เครื่องมือคนละเครื่องกัน และทำในห้องปฏิบัติการคนละแห่งกัน มักจะวิเคราะห์ซ้ำโดยใช้ช่วงเวลายาวพอสมควร (กลุณารี่ สิริสาดีและคณะ. 2542: 25-26) ระดับของความเที่ยงขึ้นกับความเข้มข้นของสารตัวอย่างที่วิเคราะห์ดังตาราง 3

ตาราง 4 ระดับของความแม่นยำของการวิเคราะห์ตัวอย่างที่ระดับความเข้มข้นต่าง ๆ กัน

ระดับความเข้มข้น	ระดับความเที่ยง (%RSD)		
	ปานกลาง	สูง	ต่ำ
trace analysis (ระดับ ppm)	1-10	0.1-1	10-35
ultra-trace analysis (ppb, ppt)	10-35	1-10	>35
มากกว่า ppm	0.1-1	0.01-0.1	1-10

ที่มา: วิลาวรรณ์ พงษ์พิทักษ์. (2544: 58)

การหาระดับความแม่นยำโดยหาค่า %RSD อาจจะหาจากการวิเคราะห์ CRM หรือการทำ %Recovery ก็ได้

$$\%RSD = \frac{SD}{\bar{x}} \times 100$$

$$SD = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (x_i - \bar{x})^2}{n-1}}$$

x_i = ค่าที่วัดได้แต่ละครั้ง

\bar{x} = ค่าเฉลี่ยที่ได้

n = จำนวนครั้งที่ทำซ้ำ

3.3.3 LOD และ LOQ (Limit of detection and Limit of quantitation)

LOD (Limit of detection) หมายถึง ความเข้มข้นต่ำสุดที่สามารถตรวจวิเคราะห์ได้ในตัวอย่าง และ LOQ หมายถึง ค่าความเข้มข้นต่ำสุดที่วิเคราะห์ได้ในตัวอย่างที่สามารถหาปริมาณหรือรายงานผลได้โดยให้ค่า Accuracy และ Precision ที่ยอมรับได้ตามเกณฑ์มาตรฐาน (NATA. 1998: 6-7)

การทดสอบหาค่า LOD และ LOQ สามารถทำได้โดยการวัด Blank ของตัวอย่าง (Sample blank) อย่างน้อย 7 ซ้ำ และนำมาคำนวณหาค่าเฉลี่ยสัญญาณรบกวน (Noise) ของ Sample blank ซึ่งจะถือว่าเป็นสัญญาณของ LOD (Signal-to-Noise) ค่าที่ได้ต้องเป็น 3 ของสัญญาณรบกวน และสัญญาณของ LOQ (Signal-to-Noise) จะต้องเป็น 10 ของสัญญาณรบกวน (Hearn. 1996: 4)

$$LOD = 3(\text{Signal-to-Noise})$$

$$LOQ = 10(\text{Signal-to-Noise})$$

3.3.4 ความสัมพันธ์เชิงเส้น (Linearity)

Linearity หมายถึง กราฟมาตรฐานที่แสดงความสามารถของวิธีการวิเคราะห์ที่จะทำให้วิเคราะห์แล้วได้ผลการวิเคราะห์ที่เป็นสัดส่วนกับความเข้มข้นของสารที่วิเคราะห์ในช่วงความเข้มข้นของสารที่จะวัดตั้งแต่ความเข้มข้นต่ำสุดถึงความเข้มข้นสูงสุดที่วัดแล้วให้ค่า Accuracy และ Precision อยู่ในระดับที่มีความถูกต้องยอมรับได้ตามข้อกำหนดมาตรฐาน

Linearity ทำโดยการวิเคราะห์ CRM หรือ sample blank ที่เติมสารมาตรฐานความเข้มข้นต่างๆ ที่แตกต่างกันอย่างน้อยจำนวน 5 ระดับความเข้มข้นตั้งแต่น้อยไปจนมากที่สุด นำค่าที่วิเคราะห์ได้เทียบเป็นความเข้มข้น ความเข้มข้นละ 3 ซ้ำ นำค่าเฉลี่ยที่ได้มาเขียนกราฟเส้นระหว่างค่าที่

วิเคราะห์ได้กับค่าความเข้มข้น และคำนวณหาค่าสัมประสิทธิ์สหสัมพันธ์ (Correlation coefficient, r) (NATA. 1998: 3) เกณฑ์การยอมรับได้โดยทั่วไป ค่า r จะต้องมียู่ระหว่าง 0.995-1.000

3.3.5 ความจำเพาะ (Selectivity หรือ Specificity)

Selectivity หมายถึง ความสามารถของวิธีวิเคราะห์ที่จะวิเคราะห์เฉพาะสารที่ต้องการสนใจโดยในตัวอย่างอาจมีสารอื่นๆหลายชนิดที่อาจส่งผลกระทบต่อการวิเคราะห์ ดังนั้นวิธีการวิเคราะห์ใดที่มีความสามารถในการเลือกวัดเฉพาะสารที่ต้องการจะวัด แสดงว่าวิธีวิเคราะห์นั้นมีความจำเพาะ (Specific) การศึกษา Specificity ของวิธีการวิเคราะห์ทำได้โดยการวิเคราะห์ตัวอย่างที่มีหรือเติมสารรบกวนอื่น ตรวจสอบดูว่าสารรบกวนเหล่านั้นมีผลกระทบหรือไม่ และสารรบกวนเหล่านั้นทำให้การตรวจวัด หรือการหาปริมาณสารที่ต้องการผิดไป หรือไม่ (NATA, 1998: 4)

4. เอกสารและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

ใน ค.ศ. 2013 โจว; และคนอื่นๆ (Guo; et al. 2013: 493 - 499) ทำการวิเคราะห์หาปริมาณของปรอทด้วยเทคนิคไฟฟ้าเพอเรนเซียลพัลส์โวลแทมเมตรี โดยใช้ขั้วไฟฟ้า indium tin oxide ที่พัฒนาด้วย 5-methyl-2-thiouracil, graphene oxide และ gold nanoparticles โดยใช้ให้ 5-methyl-2-thiouracil ไปทำปฏิกิริยากับปรอทก่อนมาเกาะบนผิวหน้าของขั้วไฟฟ้า indium tin oxide ที่มีชั้นฟิล์มของ graphene oxide และ gold nanoparticles เคลือบอยู่ ทำให้วิเคราะห์หาปริมาณปรอทในช่วงความเป็นเส้นตรง 5.0–110.0 nM และมีการหาปริมาณปรอทในตัวอย่างน้ำประปา น้ำบรรจุขวดและน้ำในทะเลสาบมีค่า recoveries 83.9–96.8 % โดย spike ปรอทลงไปตัวอย่างน้ำทั้ง 3 ด้วยปริมาณ 8.0, 50.0 และ 100.0 nM ข้อเสียของงานวิจัยนี้คือการพัฒนาขั้วไฟฟ้าใช้งานมีขั้นตอนมากซึ่งทำให้ยุ่งยากในการใช้วิเคราะห์

ใน ค.ศ. 2013 ซาลมา; และคนอื่นๆ (Salma; et al. 2013: 11125-11141) ทำการวิเคราะห์หาปริมาณ Zn^{2+} , Cd^{2+} และ Pb^{2+} ด้วยเทคนิค Square Wave Anodic Stripping Voltammetry โดยใช้ขั้วไฟฟ้าที่ใช้นั้นคือขั้วไฟฟ้า glassy carbon ได้ถูกพัฒนาให้มีฟิล์มบางของ graphene มาเคลือบบนผิวหน้าและมีการเติมปรอทลงไปตัวอย่างเพื่อเกิดเป็นฟิล์มเคลือบบน graphene โดยสังเคราะห์มาจาก graphene oxide โดยเอา graphene oxide 50 mg เติมน้ำกลั่น 50mL นำไป sonicated 1 ชม. จากนั้นเติม $NaBH_4$ ลงไป 0.15 g กวนให้เข้ากัน 30 นาที แล้วนำไปให้ความร้อนต่ออีก 3 ชม. ภายใต้การ reflux ที่อุณหภูมิ 125 °C นำไป centrifuged แยกตะกอนออกล้างด้วยน้ำกลั่นและเอทานอลเอาไปอบทำให้แห้ง ต่อมานำ graphene ที่ได้มาละลายในเอทานอลก่อนมาหยดบนผิวหน้าขั้วไฟฟ้า glassy carbon ทิ้งให้แห้งที่อุณหภูมิห้องถึงจะได้ graphene modified glassy carbon electrode (Gr-GCE) จะสังเกตว่าขั้นตอนการสังเคราะห์ graphene นั้นมีขั้นตอนมากและใช้เวลานาน

ใน ค.ศ. 2007 เซอริการา และคนอื่นๆ (Sherigara; et al. 2007: 3137 - 3142) ทำการวิเคราะห์หาปริมาณ lead, copper และ cadmium โดยใช้ขั้วไฟฟ้า carbon paste electrode ที่ทำขึ้นเองจากผงคาร์บอนผสมกับกาวเหนียว และใช้ฟิล์มปรอทเคลือบขั้วไฟฟ้าใช้งาน ในการทำให้เกิดฟิล์มปรอทนั้นเตรียมขั้วได้จากการนำขั้วไฟฟ้า carbon paste electrode ไปจุ่มใน mercuric nitrate เข้มข้น 1×10^{-4} M ที่มี ammonium acetate เป็น buffer pH 4.0 จากนั้นให้ศักย์ไฟฟ้าคงที่ที่ -0.9 V ขั้วไฟฟ้าใช้งานก็จะเกิดมีฟิล์มปรอทเคลือบบนผิวขั้ว

ใน ค.ศ. 2011 อัลเวส และคนอื่นๆ (Alves; et al. 2011: 1 - 7) วิเคราะห์หาปริมาณ arsenic, copper, lead และ mercury ด้วยเทคนิค stripping voltammetry ขั้วไฟฟ้าใช้งานคือขั้วไฟฟ้า gold vibrating microwire เวลาที่ใช้สะสมโลหะเพียง 30 วินาที ซึ่งจำกัดต่ำสุดในการวิเคราะห์ของ As, Cu, Hg และ Pb คือ 0.07, 0.4, 0.07 และ $0.2 \mu\text{g L}^{-1}$ ตามลำดับ

นอกจากนี้ยังได้การศึกษางานวิจัยเคมีไฟฟ้าในการวิเคราะห์หาปริมาณโลหะหนักโดยใช้ขั้วไฟฟ้าอื่น ๆ วิธีการวิเคราะห์โลหะหนักโดยวิธีทางสเปกโทรเมตรี ดังแสดงในตาราง 5 และ 6



ตาราง 5 แสดงการวิเคราะห์หาปริมาณโลหะหนักโดยใช้ขั้วไฟฟ้าใช้งานต่าง ๆ

ไอออนโลหะหนัก	ขั้วไฟฟ้าใช้งาน	LOD	ช่วงความเข้มข้นที่วิเคราะห์	เวลาในการสะสมโลหะ (วินาที)	อ้างอิง
Cd ²⁺	HMDE	0.01ng/ml	0.05–500 ng/ml	-	Es'haghi; et al.
Pb ²⁺		0.025ng/ml	0.05–500 ng/ml		2011:3139-
Cu ²⁺		0.0073ng/ml	0.01–100 ng/ml		3146
Zn ²⁺	HMDE	0.69 µg/kg	54.3–482.2 mg/kg	120	Mahesar; et al.
Cd ²⁺		0.35 µg/kg	3.8–33.6 mg/kg		2010:2357-
Pb ²⁺		0.68 µg/kg	23.2–32.6 mg/kg		2360
Cu ²⁺		0.24 µg/kg	12.3–65.8 mg/kg		
Pb ²⁺	PANI-MC	4.00×10 ⁻⁹ M	2.00×10 ⁻⁸ -1.00×10 ⁻⁶ M	150	Guo; et al.
Cu ²⁺		6.00×10 ⁻⁹ M	1.00×10 ⁻⁸ - 1.00×10 ⁻⁶ M		2011:238-242
Zn ²⁺	HMDE	0.02 µg/L	0.2 - 1 µg/L	60	Rodrigues;
Cd ²⁺		0.07 µg/ L	0.2 - 1 µg/L		et al. 2011:
Pb ²⁺		0.2 µg/ L	0.2 - 1 µg/L		152-156
Cu ²⁺		0.03 µg/ L	0.2 - 1 µg/L		
Zn ²⁺	HMDE	0.24 µg/L	7.89–31.50 nmol/L	120	Trindade; et
Cd ²⁺		8.58×10 ⁻⁴ µg/ L	4.44–17.70 nmol/L		al. 2011:26-32
Pb ²⁺		0.13 µg/ L	12.0–48.20 nmol/L		
Cu ²⁺		0.87 µg/ L	15.30–61.20 nmol/L		
Cu ²⁺	HMDE	0.04 ng/ml	0.5-105.0 ng/ml	60	Abbasi;
Cd ²⁺		0.02 ng/ml	0.8-70.0 ng/ml		Bahiraei; &
					Abbasai.
					2011:1274-
					1280

ตาราง 5 (ต่อ)

ไอออนโลหะหนัก	ขั้วไฟฟ้าใช้งาน	LOD	ช่วงความเข้มข้นที่วิเคราะห์	เวลาในการสะสมโลหะ (วินาที)	อ้างอิง
Os ²⁺	HMDE	6.9±0.1 nmol/L	-	300	Locatelli.
Ru ²⁺		10.3±0.3 nmol/L			2012:54-60
Pb ²⁺		77.0±2.3 nmol/L			
Cu ²⁺		47.3±1.5 nmol/L			
Zn ²⁺	GCE	18 ng/L	-	300	Pinto; &
Cd ²⁺		2.0 ng/L			Lemos.
Pb ²⁺		8.0 ng/L			2013:417-
Cu ²⁺		12 ng/L			424
Pb ²⁺	GCE	50 ng/g	0.050-1.82 µg/g	300	Cypriano;
Cu ²⁺		13 ng/g	0.013-2.67 µg/g		Matos; &
					Matos. 2008:
					26-30
As ²⁺	gold vibrating	0.07 µg/ L	0.07-3.0 µg/ L	30	Alves; et al.
Cu ²⁺	microwire	0.4 µg/ L	0.4-20 µg/ L		2008:1-7
Hg ²⁺		0.07 µg/ L	0.07-3.0 µg/ L		
Pb ²⁺		0.2 µg/ L	0.2-8.0 µg/ L		

HMDE คือ Hanging mercury drop electrode

PANI-MC คือ Nanoparticles onto polyaniline mesoporous carbon

GCE คือ Glassy-carbon electrode

ตาราง 6 แสดงการวิเคราะห์หาปริมาณโลหะหนักโดยเทคนิคสเปกโทรเมตรี

ไอออน โลหะหนัก	เทคนิค	LOD	ค่าความเป็นเชิงเส้น	อ้างอิง
Co ²⁺	FAAS	0.21 µg /L	0.9937	Khazaeli; et al.
Pb ²⁺		0.15 µg /L	0.9971	2013:147-153
Cu ²⁺		0.18 µg /L	0.9883	
Zn ²⁺		0.19 µg /L	0.9949	
Ni ²⁺		0.18 µg /L	0.9975	
Zn ²⁺	FAAS	3.3 µg /L	0.971	Ghaedi; et al.
Cu ²⁺		4.9 µg /L	0.932	2013:1781-
Pb ²⁺		3.9 µg /L	0.981	1787
As ²⁺	AAS	0.13 µg /g	1.000	Gupta; et al.
Hg ²⁺		0.01 µg /g	0.9997	2010:2966-
Cd ²⁺		0.06 µg /g	0.9996	2971
Pb ²⁺		0.002 µg /g	1.000	
Cu ²⁺	AAS	0.013 mg/ L	0.9998	Jakubeniene;
Zn ²⁺		0.008 mg/ L	0.9995	et al. 2006:36-
Fe ²⁺		0.035 mg/ L	0.9997	40
Pb ²⁺		0.06 mg/ L	0.9999	

AAS คือ Atomic absorption spectrophotometric

FAAS คือ Flame atomic absorption spectrophotometric

บทที่ 3

วิธีดำเนินการวิจัย

งานวิจัยนี้เกี่ยวข้องกับกาวิเคราะห์หาปริมาณตะกั่วและทองแดงโดยสทริปปิงโวลแทมเมตรี รายละเอียดของเนื้อหาในบทนี้ประกอบด้วย

1. อุปกรณ์ เครื่องมือและสารเคมีที่ใช้ในการวิจัย
2. การศึกษาหาสภาวะที่เหมาะสมในการวิเคราะห์หาปริมาณตะกั่วและทองแดงด้วยวิธีดีฟเฟอเรนเชียลพัลส์แอนโอดิกสทริปปิงโวลแทมเมตรี
3. การตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีการวิเคราะห์ (Method validation)
4. การหาปริมาณตะกั่วและทองแดงในตัวอย่างจริง

1. อุปกรณ์ เครื่องมือและสารเคมี

1.1 อุปกรณ์ และเครื่องมือที่ใช้ในการวิจัย

- เครื่อง Potentiostat รุ่น Autolab PGSTAT 128N จากบริษัท Metrohm Autolab ควบคุมโดยโปรแกรม Nova software
- ไมโครปิเปตต์ขนาด 10, 100 และ 1000 ไมโครลิตร จากบริษัท Eppendorf
- pH meter รุ่น 827 pH Lab จากบริษัท Metrohm Autolab
- เครื่องชั่งละเอียด 4 ตำแหน่ง รุ่น AB104-S จากบริษัท Mettler toledo
- แม่พิมพ์ขั้วไฟฟ้า
- แผ่น PVC

1.2 สารเคมีที่ใช้ในการวิจัย

- เมอร์คิวรี(II)ไนเตรต (Mercury(II) nitrate, $\text{Hg}(\text{NO}_3)_2$) จากบริษัท Ajax
- เลด(II)ไนเตรต (Lead(II)nitrate, $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$) จากบริษัท MERCK
- คอปเปอร์(II)ไนเตรต (Copper(II)nitrate, $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2$) จากบริษัท Ajax
- กรดฟอสฟอริก (Phosphoric acid, H_3PO_4) จากบริษัท MERCK
- กรดแอสติค (Acetic acid, CH_3COOH) จากบริษัท MERCK
- กรดฟอร์มิก (Formic acid , HCOOH) จากบริษัท MERCK
- โซเดียมไดไฮโดรเจนฟอสเฟต (Sodium Dihydrogen Phosphate, NaH_2PO_4) จากบริษัท MERCK
- กรดไฮโดรคลอริก (Hydrochloric acid, HCl) จากบริษัท MERCK

- กรดซัลฟิวริก (Sulfuric acid, H_2SO_4) จากบริษัท MERCK
- โพแทสเซียม ไฮโดรเจนเตตระคลอโรอูเรต (Potassium tetrachloroaurate(III), $KAuCl_4$) จากบริษัท MERCK
- ซิลเวอร์/ซิลเวอร์คลอไรด์ Ag/AgCl จากบริษัท MERCK
- หมึกคาร์บอน จากบริษัท Gwent group
- Butyl glycol acetate 99% จากบริษัท Gwent group
- Diethylene glycol monobutyl ether 99% จากบริษัท Gwent group

2. วิธีการทดลอง (Methods)

2.1 การเตรียมขั้วไฟฟ้าคาร์บอนพิมพ์สกรีนเปลือย (Bare Screen-Printed Carbon Electrode, Bare SPCE)

การเตรียมขั้วไฟฟ้าคาร์บอนพิมพ์สกรีนเปลือย เริ่มจากสกรีน Ag/AgCl ลงไปบนแผ่น PVC จากนั้นนำเข้าตู้อบอุณหภูมิ $50^\circ C$ ทิ้งไว้เป็นเวลา 50 นาที ทำซ้ำ 2 รอบ ขั้นตอนที่ 2 นำมาสกรีนต่อด้วย หมึกคาร์บอนเพื่อเป็น ขั้วไฟฟ้าช่วย และขั้วไฟฟ้าใช้งาน ทิ้งในตู้อบไว้เป็นเวลา 50 นาที ทำซ้ำ 2 รอบเช่นกัน ใน หมึกคาร์บอนมีส่วนผสมของ หมึกคาร์บอน, Butyl glycol acetate และ Diethylene glycol monobutyl ether 2:1:1 หลังจากนั้นก่อนใช้งานจะทำความสะอาดด้วยน้ำกลั่นจะได้ขั้วไฟฟ้าคาร์บอนพิมพ์สกรีนเปลือย (Bare SPCE) ในการทำขั้วไฟฟ้าคาร์บอนพิมพ์สกรีนเปลือยได้ดัดแปลงมาจากวิธีการของ ธานีรินทร์ และ จิราภรณ์ (ธานีรินทร์ แดงกวารัมย์ และ จิราภรณ์ กิติกุล. 2555 : 27-28)

2.2 การพัฒนาขั้วไฟฟ้าคาร์บอนพิมพ์สกรีนด้วยอนุภาคทองคำนาโน (Gold Nanoparticles Screen-Printed Carbon Electrode, AuNPs-SPCE)

นำขั้วไฟฟ้าคาร์บอนพิมพ์สกรีนเปลือยมาต่อวงจรเข้ากับเครื่อง Potentiostat หยอดสารละลาย $KAuCl_4$ ความเข้มข้น 15 มิลลิโมลาร์ ปริมาตร 100 ไมโครลิตร ลงตรงขั้วไฟฟ้าใช้งานให้เคลือบคลุมของขั้วไฟฟ้าคาร์บอนพิมพ์สกรีน จากนั้นให้ศักย์ไฟฟ้า -0.7 โวลต์ นาน 100 วินาที ต่อมานำขั้วไฟฟ้าล้างด้วยน้ำกลั่นทิ้งให้แห้ง ก็จะได้ขั้วไฟฟ้าคาร์บอนพิมพ์สกรีนที่ถูกพัฒนาด้วยทองคำนาโน ที่พร้อมใช้งาน การพัฒนาขั้วไฟฟ้าคาร์บอนพิมพ์สกรีนด้วยอนุภาคทองคำนาโน ได้ดัดแปลงมาจากงานของ เบนซี ลู และคนอื่น ๆ (Benzhi Liu; et al. 2008 : 493-498)

2.3 ขั้นตอนการตรวจวิเคราะห์ด้วยเทคนิคฟิโพรเรนเซียลพัลส์แอนดิคสทริปปิง โวลแทมเมทรี

มีขั้นตอน ดังนี้

1. เตรียมสารละลายไฮโดรคลอริกความเข้มข้น 0.1 โมลาร์ ปริมาตร 10 มิลลิลิตร ในหลอดทดลอง จากนั้นเติมสารละลายตะกั่วและทองแดงความเข้มข้น 10 ppm ปริมาตร 100 ไมโครลิตร จะได้ความเข้มข้นของสารละลายตะกั่วและทองแดง เท่ากับ 100

2. เติมสารละลายปรอทความเข้มข้น 100 ppm ปริมาตร 100 ไมโครลิตร ลงในสารละลายในข้อ 1. และเขย่าให้เข้ากัน

3. ต่อขั้วไฟฟ้าใช้งาน ขั้วไฟฟ้าอ้างอิงและขั้วไฟฟ้าช่วยของเครื่อง Potentiostat เข้ากับขั้วไฟฟ้าคาร์บอนพิมพ์สกรีนที่พัฒนาด้วยอนุภาคทองคำนาโน (AuNPs-SPCE) ในข้อ 2.2 จากนั้นปิเปตสารละลายที่เตรียมได้ในข้อ 2 ปริมาตร 100 ไมโครลิตร ลงในขั้วไฟฟ้าให้ครอบคลุมขั้วไฟฟ้าทั้ง 3 ขั้ว

4. ให้ศักย์ไฟฟ้ากับขั้วไฟฟ้าใช้งานที่ศักย์ไฟฟ้าเท่ากับ -0.9 โวลต์ เป็นเวลา 90 วินาที

5. สแกนศักย์ไฟฟ้าตั้งแต่ -0.9 ถึง +0.5 โวลต์ Amplitude เท่ากับ 100 มิลลิโวลต์ อัตราการสแกน เท่ากับ 0.01 โวลต์/วินาที และ Step potential เท่ากับ 5 มิลลิโวลต์

6. วัดกระแสไฟฟ้าที่เกิดขึ้นโดยใช้โปรแกรม Nova software

2.4 การหาสภาวะที่เหมาะสมในการวิเคราะห์หาปริมาณ

การหาสภาวะที่เหมาะสมของการวิเคราะห์หาปริมาณโดยนำตะกั่วและทองแดงที่ความเข้มข้น 100 ppb มาใช้ในการทดลอง เพื่อศึกษาห้วงสภาวะที่เหมาะสมในการวิเคราะห์หาปริมาณโดยห้วงข้อที่นำมาใช้ในการศึกษา มีดังนี้

2.4.1 ศึกษาความเข้มข้นของปรอทที่เหมาะสมในการเกิดฟิล์ม

ทำการทดลองเช่นเดียวกับข้อ 2.3 แต่มีการเปลี่ยนแปลงความเข้มข้นของปรอทที่เหมาะสมในการเกิดฟิล์มในช่วง 0.2 ถึง 1 ppm โดยความเข้มข้นของปรอทในการเกิดฟิล์มที่เหมาะสมจะพิจารณาจากกระแสไฟฟ้าของทองแดงที่ได้จากการตรวจวัด

2.4.2 ศึกษาชนิดของสารละลายอิเล็กโทรไลต์

ชนิดของสารละลายอิเล็กโทรไลต์ที่นำมาใช้ในการศึกษามี 5 ชนิด ได้แก่ H_3PO_4 , CH_3COOH , $HCOOH$, NaH_2PO_4 และ HCl โดยการศึกษาชนิดของสารละลายอิเล็กโทรไลต์ให้ทำการทดลองเช่นเดียวกับข้อ 2.4.1 แต่มีการเปลี่ยนแปลงชนิดของสารละลายอิเล็กโทรไลต์จาก HCl เป็น H_3PO_4 , CH_3COOH , $HCOOH$ และ NaH_2PO_4 โดยชนิดของสารละลายอิเล็กโทรไลต์ที่เหมาะสมจะพิจารณาจากกระแสไฟฟ้าของตะกั่วและทองแดงที่ได้จากการตรวจวัด

2.4.3 ศึกษาความเข้มข้นของสารละลายอิเล็กโทรไลต์

จากการศึกษาในข้อ 2.4.2 เมื่อได้ชนิดของสารละลายอิเล็กโทรไลต์ที่เหมาะสมแล้ว กำหนดชนิดของสารละลายอิเล็กโทรไลต์นั้นให้คงที่ และทำการทดลองเหมือนข้อ 2.4.2 แต่มีการ

เปลี่ยนแปลงความเข้มข้นของสารละลายอิเล็กโทรไลต์ในช่วง 0.01, 0.1 และ 1 โมลาร์ โดยความเข้มข้นของสารละลายอิเล็กโทรไลต์ที่เหมาะสม จะพิจารณาจากกระแสไฟฟ้าของทองแดงที่ได้จากการตรวจวัด และการรบกวนของพีคข้างเคียง

2.4.4 ศึกษา Amplitude ที่ให้กับระบบ

จากการศึกษาในข้อ 2.4.3 เมื่อได้ความเข้มข้นของปรอทที่เหมาะสมในการเกิดฟิล์มแล้ว กำหนดความเข้มข้นของปรอทให้คงที่ และทำการทดลองเหมือนข้อ 2.4.3 แต่มีการเปลี่ยนแปลง Amplitude ที่ให้กับระบบในช่วง 0.025 ถึง 0.175 โวลต์ โดย Amplitude ที่เหมาะสม จะพิจารณาจากกระแสไฟฟ้าของตะกั่วและทองแดงที่ได้จากการตรวจวัด

2.4.5 ศึกษาเวลาที่ใช้ในการสะสมโลหะ

จากการศึกษาในข้อ 2.4.4 เมื่อได้ Amplitude ที่เหมาะสมแล้ว กำหนด Amplitude นั้นให้คงที่ และทำการทดลองเหมือนข้อ 2.4.4 แต่มีการเปลี่ยนแปลงเวลาที่ใช้ในการสะสมโลหะในช่วง 0 ถึง 210 วินาที โดยเวลาที่เหมาะสม จะพิจารณาจากกระแสไฟฟ้าของทองแดงที่ได้จากการตรวจวัด

2.4.6 ศึกษาศักย์ไฟฟ้าที่ใช้ในการสะสมโลหะ

จากการศึกษาในข้อ 2.4.5 เมื่อได้เวลาที่ใช้ในการสะสมโลหะที่เหมาะสมแล้ว กำหนดเวลานั้นให้คงที่ และทำการทดลองเหมือนข้อ 2.4.5 แต่มีการเปลี่ยนแปลงศักย์ไฟฟ้าที่ใช้ในการสะสมโลหะในช่วงศักย์ไฟฟ้า -0.4 ถึง -1.0 โวลต์ โดยศักย์ไฟฟ้าที่เหมาะสม จะพิจารณาจากกระแสไฟฟ้าของตะกั่วและทองแดงที่ได้จากการตรวจวัด

3. การตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีวิเคราะห์ (Method validation)

นำวิธีที่พัฒนาขึ้นมาตรวจสอบความถูกต้องของวิธีวิเคราะห์ ตามหัวข้อ ดังนี้

3.1 การศึกษาความจำเพาะ

ทดสอบโดยการเติมสารรบกวนในการวิเคราะห์ลงในระบบที่มีตะกั่วและทองแดง โดยสารรบกวนที่นำมาใช้ในการศึกษาได้แก่ Zn^{2+} , Mn^{2+} , Mg^{2+} , Ni^{2+} , Cr^{6+} , Al^{3+} , Fe^{2+} , Co^{2+} , Cl^- , NO_3^- , NO_2^- , SO_4^{2-} , CN^- , As^{2+} , Se^{2+} และ Cd^{2+} โดยการศึกษาว่าโลหะชนิดใดมีผลรบกวนต่อการวิเคราะห์จะพิจารณาจากกระแสไฟฟ้าของทองแดงและตะกั่วที่ได้จากการตรวจวัด

3.2 ทดสอบหาค่าขีดจำกัดต่ำสุดของการตรวจวัด (LOD) สามารถหาความเข้มข้น LOD ได้จากการเตรียมความเข้มข้นของตะกั่ว และทองแดง แล้วทำการลดความเข้มข้นลงเรื่อย ๆ จากนั้นทำ

การวัดกระแสที่ความเข้มข้นที่ต่ำสุดที่สามารถให้สัญญาณในการตรวจวัด วัดกระแสไฟฟ้าที่เกิดขึ้น โดยที่กระแสไฟฟ้าที่เกิดขึ้นจะเป็นค่าความเข้มข้นของ LOD ที่สามารถวิเคราะห์ได้จริงในการทดลอง

3.3 ทดสอบหาช่วงความสัมพันธ์เชิงเส้น (Linearity)

ทดสอบโดยการเตรียมสารมาตรฐานตะกั่วและทองแดงที่ความเข้มข้นในช่วง 10-100 ppb เพื่อหาช่วงความสัมพันธ์เชิงเส้น โดยนำสารมาตรฐานตะกั่วและทองแดงทุกความเข้มข้น มาวิเคราะห์หาปริมาณของตะกั่วและทองแดงตามวิธีที่พัฒนาขึ้น โดยใช้ค่ากระแสความสูงของพีค เทียบกับความเข้มข้นหน่วย ppb ทำซ้ำ 3 ครั้งในแต่ละระดับความเข้มข้น นำค่าเฉลี่ยที่ได้มาสร้างกราฟ เส้นตรงโดยใช้ค่ากระแสที่วัดได้มาสร้างเป็นแกน y และปริมาณความเข้มข้นของตะกั่วและทองแดง หน่วย ppb มาสร้างเป็นแกน x และคำนวณหาค่า r^2 (สัมประสิทธิ์การถดถอย; Correlation coefficient)

3.4 ความแม่นยำ (Accuracy) และความเที่ยง (Precision)

ทดสอบโดยการเติม (Spike) สารมาตรฐานตะกั่วโดยเตรียมให้ได้ความเข้มข้นที่แน่นอนเท่ากับ 0, 50, 90 ppb และสารมาตรฐานทองแดงให้ได้ความเข้มข้น เท่ากับ 0, 50, 90 ppb จากนั้นนำมาวิเคราะห์ด้วยวิธีที่พัฒนาขึ้นและนำมาคำนวณหาความเข้มข้นเทียบกับกราฟมาตรฐาน โดยจะแบ่งเป็น 2 ประเภท คือ

- Intra-day คือ การทำซ้ำภายในวันเดียวกัน โดยทำซ้ำ 3 ครั้ง
- Inter-day คือ การทำซ้ำกันระหว่างวันเป็นจำนวน 3 วัน

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

4. การหาปริมาณตะกั่วและทองแดงในตัวอย่างจริง

นำตัวอย่างน้ำบรรจุขวด น้ำประปา และน้ำในสิ่งแวดล้อมมาใช้ในการทดสอบหวัข้อการวิเคราะห์ในตัวอย่างจริง โดยนำตัวอย่างทั้ง 3 ชนิดมาทดสอบด้วยวิธีที่พัฒนาขึ้น ซึ่งตัวอย่างน้ำในสิ่งแวดล้อมให้มีการเตรียมตัวอย่างโดยนำมากรองด้วยกระดาษกรองเบอร์ 1 ก่อนนำไปวิเคราะห์หาปริมาณ

5. เปรียบเทียบผลการวิเคราะห์ระหว่างวิธีที่พัฒนาขึ้นกับวิธีมาตรฐาน

ทดสอบเปรียบเทียบผลที่ได้จากการวิเคราะห์ระหว่างวิธีที่พัฒนาขึ้นกับวิธีมาตรฐานที่ดัดแปลงจากวิธีมาตรฐาน (Tran. 2010: ไม่ปรากฏเลขหน้า) โดยใช้เทคนิค inductively coupled plasma optical emission spectroscopy (ICP-OES)



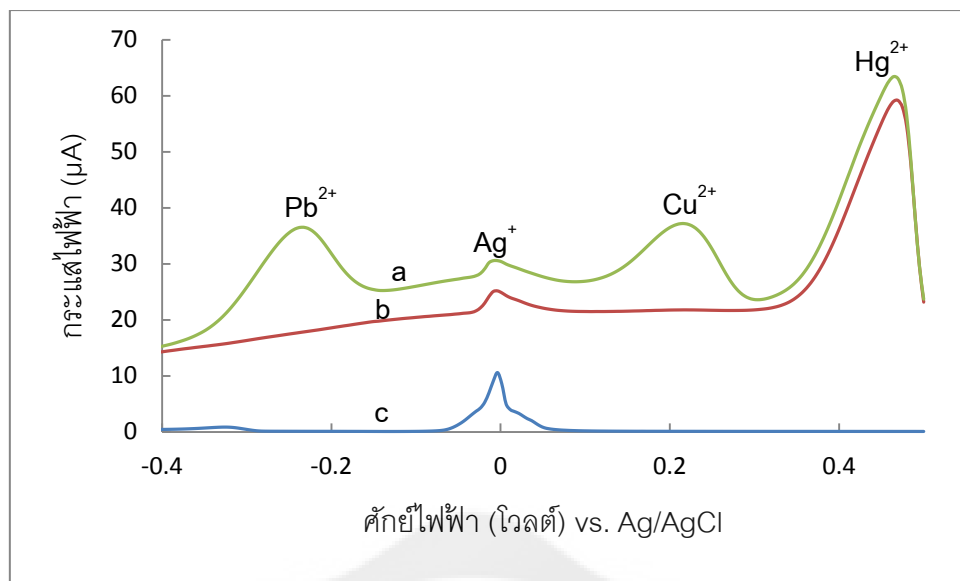
บทที่ 4

ผลการทดลอง

ในบทนี้จะกล่าวถึงผลการทดลองที่ได้ทำการศึกษาในบทที่ 3 ซึ่งได้ทำการพัฒนาขั้วไฟฟ้าสำหรับวิเคราะห์ปริมาณตะกั่วและทองแดง การศึกษาสภาวะที่เหมาะสมในการตรวจวัด และการวิเคราะห์ปริมาณตะกั่วและทองแดงในตัวอย่างจริง และการหาความถูกต้องของวิธีที่พัฒนาขึ้น โดยจะได้กล่าวในรายละเอียดตามลำดับดังต่อไปนี้

1. ผลการวิเคราะห์ปริมาณตะกั่วและทองแดงโดยใช้ขั้วไฟฟ้าคาร์บอนพิมพ์สกรีนเปรียบเทียบกับขั้วไฟฟ้าคาร์บอนพิมพ์สกรีนดัดแปรด้วยอนุภาคทองนาโน

ในการวิเคราะห์ปริมาณตะกั่วและทองแดงโดยเทคนิคไฟฟ้าโพเทนเชียลสแควร์โนติกสทรีปิงโวลแทมเมตรี มีความจำเป็นต้องเลือกใช้ขั้วไฟฟ้าให้เหมาะสมกับสารที่ต้องการวิเคราะห์เนื่องจากการใช้ขั้วไฟฟ้าเป็นปัจจัยสำคัญที่ใช้ติดตามปริมาณสารที่ต้องการตรวจวัด ดังนั้นจึงได้พัฒนาขั้วไฟฟ้าสำหรับนำไปใช้ในการวิเคราะห์ปริมาณตะกั่วและทองแดง โดยการปรับปรุงขั้วไฟฟ้าคาร์บอนพิมพ์สกรีนซึ่งผลิตขึ้นจากคาร์บอน และมีการเคลือบผิวหน้าขั้วใช้งานด้วยอนุภาคทองโดยใช้แรงทางไฟฟ้า และมีปรอทเป็นฟิล์มเคลือบที่ขั้วอีกชั้น ซึ่งจากผลการศึกษาพบว่าเมื่อวิเคราะห์ปริมาณตะกั่วและทองแดงที่มีความเข้มข้นเท่ากับ 100 ppb ในสารละลาย 0.1 โมลาร์ของ HCl ศักย์ไฟฟ้าที่ใช้ในการสะสมโลหะเท่ากับ -0.9 โวลต์ เวลาที่ใช้ในการสะสมโลหะเท่ากับ 90 วินาที Amplitude เท่ากับ 100 มิลลิโวลต์และ Step Potential เท่ากับ 5 มิลลิโวลต์ โดยใช้ขั้วไฟฟ้าคาร์บอนพิมพ์สกรีนเปรียบเทียบกับขั้วไฟฟ้าคาร์บอนพิมพ์สกรีนดัดแปรด้วยอนุภาคทองนาโน พบว่าเมื่อวิเคราะห์ตะกั่วและทองแดงด้วยขั้วไฟฟ้าคาร์บอนพิมพ์สกรีนก่อนการดัดแปรไม่สามารถตรวจวัดปริมาณตะกั่วและทองแดงได้เนื่องจากไม่พบพีคของสารทั้งสองชนิดเกิดขึ้นดังแสดงในภาพประกอบ 10(c) ซึ่งเมื่อเปรียบเทียบกับการใช้ขั้วไฟฟ้าคาร์บอนพิมพ์สกรีนดัดแปรด้วยอนุภาคทองนาโนและฟิล์มปรอท พบว่ามีพีคของตะกั่วและทองแดงเกิดขึ้นที่ศักย์ไฟฟ้าประมาณ -0.24 และ +0.22 โวลต์ ดังแสดงในภาพประกอบ 10(a) และในสภาวะเดียวกันหากไม่ได้เติมตะกั่วและทองแดงเข้าไปในระบบก็ไม่พบพีคของตะกั่วและทองแดงดังแสดงในภาพประกอบ 10(b) ดังนั้นจึงได้นำขั้วไฟฟ้าคาร์บอนพิมพ์สกรีนดัดแปรด้วยอนุภาคทองนาโนและฟิล์มปรอท ไปใช้ในการวิเคราะห์หาปริมาณตะกั่วและทองแดงต่อไป



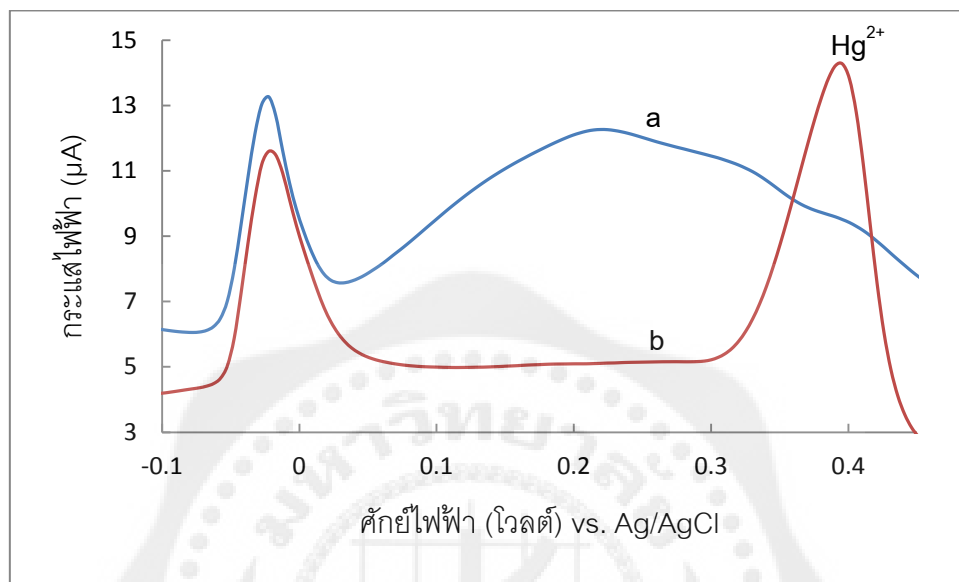
ภาพประกอบ 10 แสดงสทริปปิงโวลแทมโมแกรมของการวิเคราะห์ตะกั่วและทองแดงความเข้มข้น 100 ppb ในสภาวะที่มีปรอท 1 ppm สารละลาย 0.1 โมลาร์ของ HCl ศักย์ไฟฟ้าที่ใช้ในการสะสมโลหะเท่ากับ -0.9 โวลต์ เวลาที่ใช้ในการสะสมโลหะเท่ากับ 90 วินาที Amplitude เท่ากับ 100 มิลลิโวลต์และ Step Potential เท่ากับ 5 มิลลิโวลต์โดย (a) เป็น AuNPs-SPCE ที่เติมตะกั่วและทองแดงในระบบ (b) AuNPs-SPCE ที่ไม่มีการเติมตะกั่วและทองแดงในระบบ (c) Bare SPCE ที่เติมตะกั่วและทองแดงในระบบ

2. ผลการศึกษาสภาวะที่เหมาะสมในการวิเคราะห์ปริมาณตะกั่วและทองแดงโดยใช้ขั้วไฟฟ้าคาร์บอนพิมพ์สกรีนดัดแปรด้วยอนุภาคทองคำนาโน

2.1 การศึกษาขั้วไฟฟ้าที่มีและไม่มีฟิล์มปรอทเคลือบ

จากการวิเคราะห์ปริมาณตะกั่วและทองแดงด้วยขั้วไฟฟ้าคาร์บอนพิมพ์สกรีนดัดแปรด้วยอนุภาคทองคำนาโนพบว่าปรอทมีผลต่อความไวในการวิเคราะห์ เนื่องจากการทดลองเมื่อทำการวิเคราะห์ปริมาณตะกั่วและทองแดงโดยในระบบที่ปราศจากปรอททำให้กระแสพื้นหลังที่ตำแหน่งการเกิดพีคของทองแดงสูงขึ้นดังแสดงในภาพประกอบ 11(a) ส่งผลให้ความไวในการวิเคราะห์ทองแดงต่ำลง ซึ่งจากการศึกษาพบว่าเมื่อมีการเติมปรอทลงไปในระบบ กระแสพื้นหลังที่ตำแหน่งการเกิดพีคของทองแดงมีค่าต่ำลงอย่างชัดเจนดังแสดงในภาพประกอบ 11(b) ส่งผลให้การวิเคราะห์ทองแดงมีความไวในการวิเคราะห์ที่สูงขึ้น โดยสามารถอธิบายได้ว่าการศึกษานี้ได้ทำการทดลองในระบบเปิดทำให้อากาศเข้าในระบบ สามารถทำปฏิกิริยากับอนุภาคทองคำนาโนที่เคลือบอยู่บนขั้วไฟฟ้า จึงทำให้

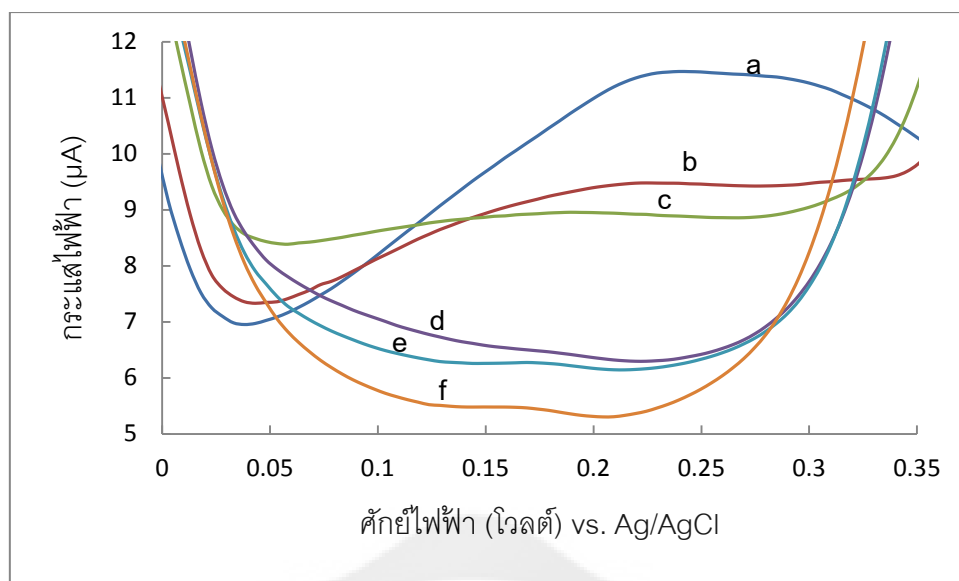
เกิดสัญญาณเป็นกระแสพื้นหลังได้ แต่เมื่อมีการเติมปรอทเข้าไปในระบบปรอทจะไปเคลือบบนผิวหน้าอนุภาคทองคำโนจึงส่งผลให้กระแสพื้นหลังลดลง ดังนั้นจึงนำปรอทมาใช้เป็นสารเคลือบขั้วไฟฟ้าเพื่อเพิ่มความไวในการวิเคราะห์ปริมาณตะกั่วและทองแดง โดยทำการทดลองตามภาวะภาพประกอบ 10



ภาพประกอบ 11 แสดงสทริปปิงโวลแทมโมแกรม โดย (a) เป็น AuNPs-SPCE ที่ไม่เติมปรอท (b) เป็น AuNPs-SPCE ที่เติมปรอท

2.2 การศึกษาความเข้มข้นของปรอทที่เหมาะสมในการเกิดฟิล์ม

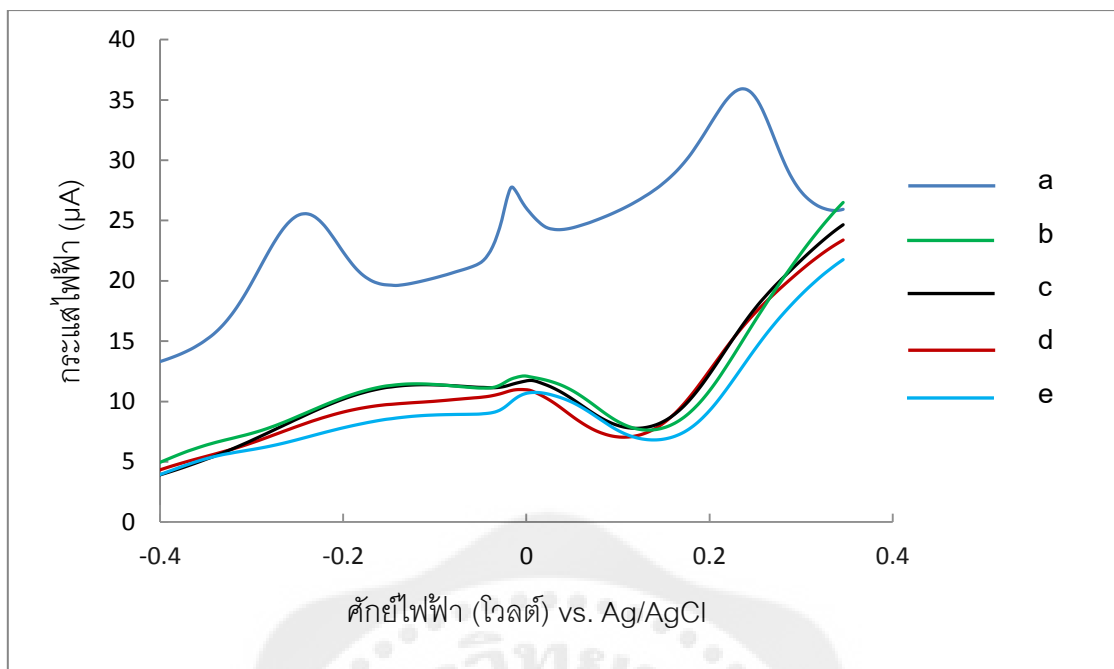
เนื่องจากปรอทมีผลต่อการลดกระแสพื้นหลังของสัญญาณ ส่งผลต่อการเพิ่มความไวในการวิเคราะห์ โดยถ้าหากใช้ความเข้มข้นของปรอทน้อยเกินไปอาจส่งผลให้ลดกระแสพื้นหลังได้น้อย แต่ถ้าใช้ความเข้มข้นของปรอทมากเกินไปจะทำให้สิ้นเปลืองและเป็นพิษกับสิ่งแวดล้อม ดังนั้นจึงได้ทำการศึกษาความเข้มข้นของปรอทในช่วง 0.2 ถึง 1 ppm ตามภาวะภาพประกอบ 10 พบว่าการใช้ความเข้มข้นของปรอทในช่วงดังกล่าว ให้ผลการทดลองแสดงในภาพประกอบ 12 โดยความเข้มข้นของปรอทที่เหมาะสมคือ 1 ppm เนื่องจากให้กระแสพื้นหลังต่ำที่สุด



ภาพประกอบ 12 แสดงสทริปปิงโวลแทมโมแกรมของ AuNPs-SPCE ที่มีการเติมปรอทลงในระบบที่ความเข้มข้นของปรอท a) 0 ppm, b) 0.2 ppm, c) 0.4 ppm, d) 0.6 ppm, e) 0.8 ppm และ f) 1 ppm

2.3 การศึกษาชนิดของสารละลายอิเล็กโทรไลต์ที่เหมาะสม

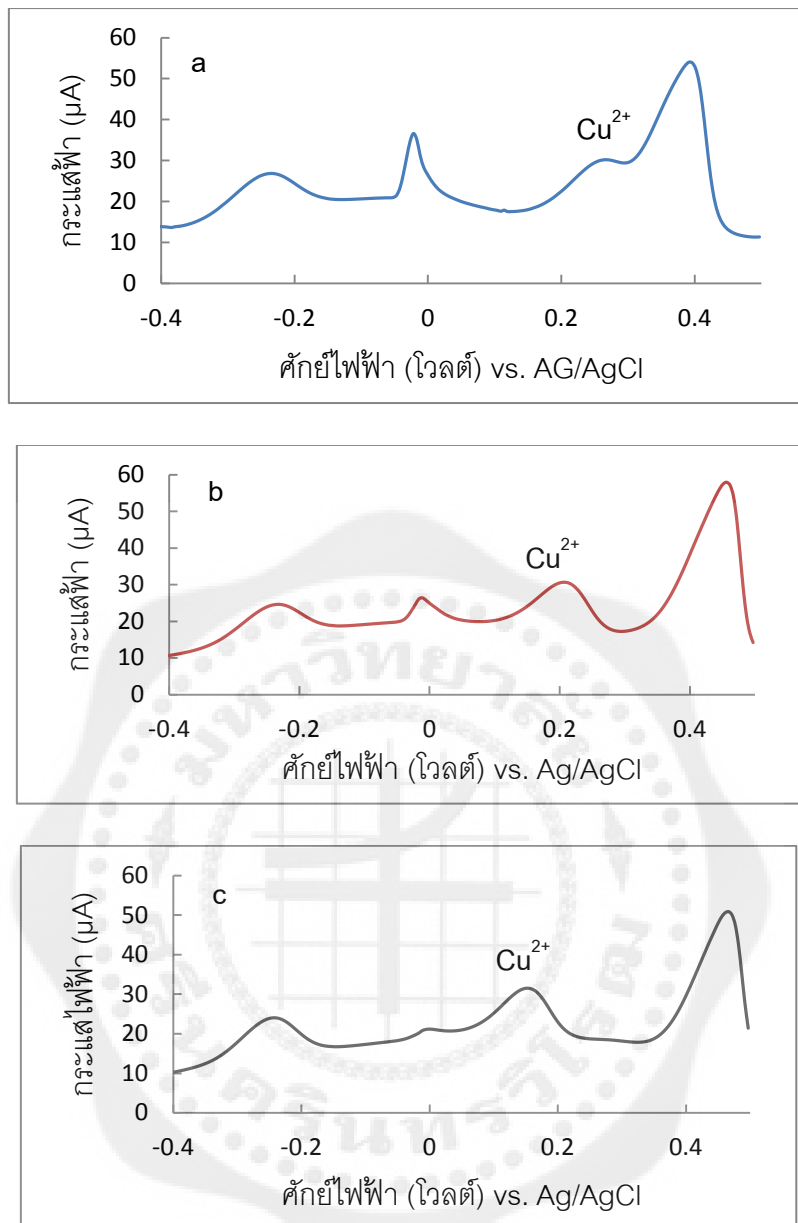
ชนิดของสารละลายอิเล็กโทรไลต์เป็นปัจจัยหนึ่งที่มีผลต่อค่ากระแสไฟฟ้าของการวิเคราะห์ปริมาณตะกั่วและทองแดง ในงานวิจัยนี้ได้เลือกศึกษาชนิดของสารละลายอิเล็กโทรไลต์ 5 ชนิด ได้แก่ Phosphoric acid, Acetic acid, Formic acid, Sodium dihydrogen phosphate, Sulfuric acid และ Hydrochloric acid ตามภาวะภาพประกอบ 10 โดยเตรียมสารละลายอิเล็กโทรไลต์แต่ละชนิดที่ความเข้มข้น 0.1 M และวิเคราะห์ตะกั่วและทองแดงในตัวกลางที่เป็นสารละลายอิเล็กโทรไลต์ที่แตกต่างกัน ผลการทดลองพบว่ามีเพียงกรด Hydrochloric เท่านั้นที่ให้สัญญาณการตรวจวัดของตะกั่วและทองแดงได้ ส่วนสารละลายอิเล็กโทรไลต์ชนิดอื่นนั้นไม่เหมาะสมที่จะใช้เป็นสารละลายอิเล็กโทรไลต์เนื่องจากไม่พบสัญญาณการตรวจวัดของตะกั่วและทองแดงดังแสดงในภาพประกอบ 13 ดังนั้นจึงเลือกใช้ Hydrochloric acid เป็นสารละลายอิเล็กโทรไลต์ในระบบการตรวจวัดต่อไป



ภาพประกอบ 13 แสดงสทริปปิงโวลแทมโมแกรมของชนิดสารละลายอิเล็กโทรไลต์ที่ใช้ต่างๆ ได้แก่
 a) Hydrochloric acid, b) Phosphoric acid, c) Acetic acid, d) Formic acid และ
 e) Sodium dihydrogen phosphate

2.4 การศึกษาความเข้มข้นของสารละลายอิเล็กโทรไลต์ที่เหมาะสม

เนื่องจากความเข้มข้นของสารละลายอิเล็กโทรไลต์มีผลต่อการแยกพีคในระบบ ดังนั้น จึงได้ศึกษาความเข้มข้นของ Hydrochloric acid ที่ความเข้มข้น 0.01, 0.1 และ 1 M ซึ่งผลการทดลองพบว่าเมื่อเพิ่มความเข้มข้นของ Hydrochloric acid มากขึ้น ส่งผลให้พีคของทองแดงเกิดการออกซิเดชันที่ศักย์ไฟฟ้าสูงขึ้น ดังแสดงในภาพ 14 โดยที่ความเข้มข้น 0.1 M Hydrochloric acid สามารถเกิดการแยกพีคทองแดงออกจากพีคข้างเคียงได้อย่างสมบูรณ์ แต่ที่ความเข้มข้น 1 และ 0.01M พีคของทองแดงไม่สามารถแยกออกจากพีคข้างเคียงได้ ดังแสดงในภาพ 14a และ 14c ตามลำดับ ดังนั้นจึงเลือกความเข้มข้นของ Hydrochloric acid ที่ความเข้มข้น 0.1 M เป็นความเข้มข้นที่เหมาะสมที่สุด โดยทั้งหมดทำการทดลองตามภาวะภาพประกอบ 10

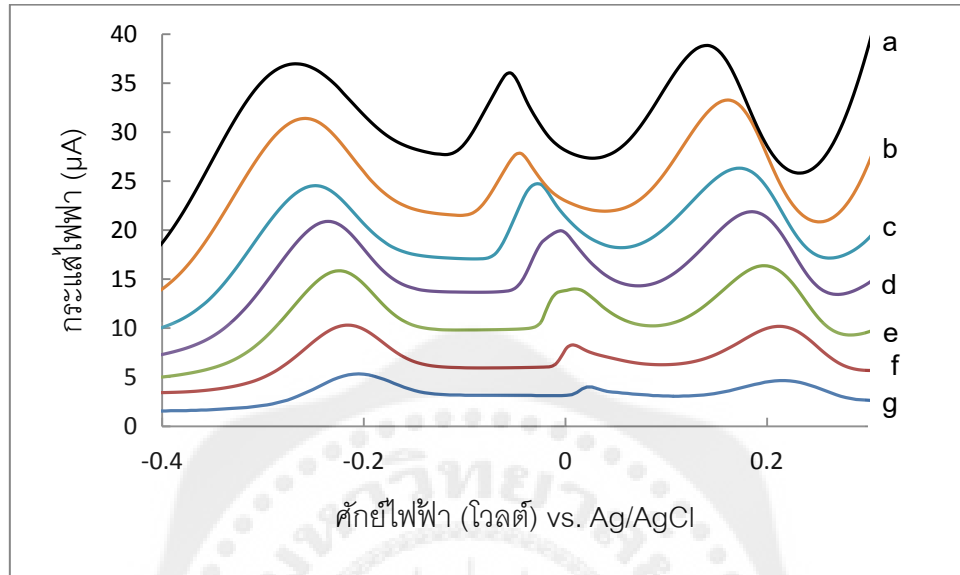


ภาพประกอบ 14 แสดงสรีปิ้งโวลแทมโมแกรมของสารละลาย HCl ที่ความเข้มข้น a) 0.01 M, b) 0.1 M และ c) 1 M สำหรับวัดปริมาณตะกั่วและทองแดง

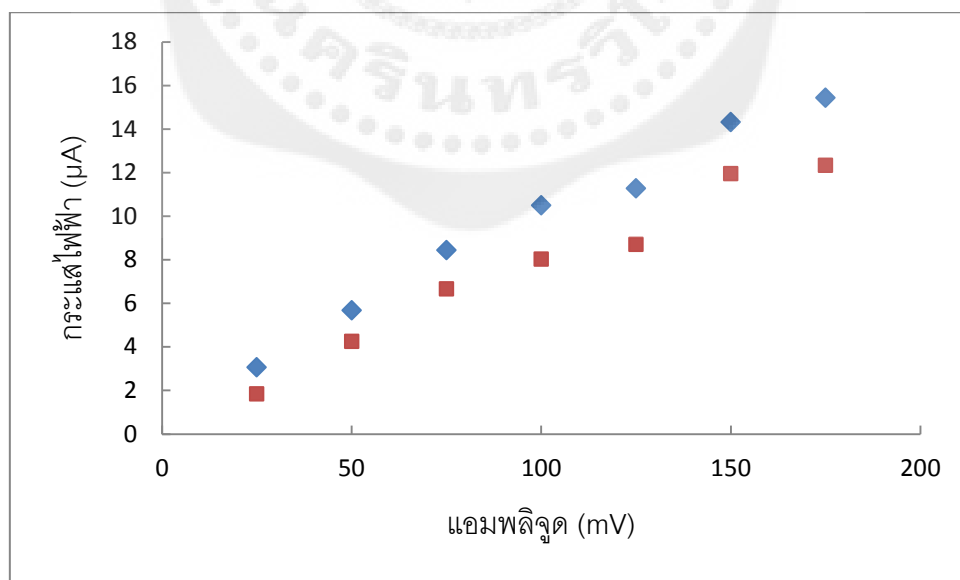
2.5 การศึกษาค่าแอมพลิจูดที่เหมาะสม

จากภาพประกอบ 15 และ 16 การศึกษาผลของ Amplitude ในการวิเคราะห์ปริมาณ ตะกั่วและทองแดง ช่วง Amplitude ที่ใช้ในการศึกษา คือ 25 ถึง 175 มิลลิโวลต์ โดยทำการวิเคราะห์ ปริมาณตะกั่วและทองแดงที่มีความเข้มข้น 100 ppb ตามภาวะภาพประกอบ 10 ผลของการศึกษา Amplitude พบว่าเมื่อเพิ่ม Amplitude มากขึ้นทำให้สัญญาณในการวิเคราะห์ตะกั่วและทองแดงสูงขึ้น

เช่นเดียวกัน จะเห็นได้ว่าสัญญาณที่เหมาะสมที่เพียงพอกับการวิเคราะห์ปริมาณตะกั่วและทองแดงคือ 100 มิลลิโวลต์ ในงานวิจัยนี้จึงเลือกใช้ Amplitude ที่ 100 มิลลิโวลต์



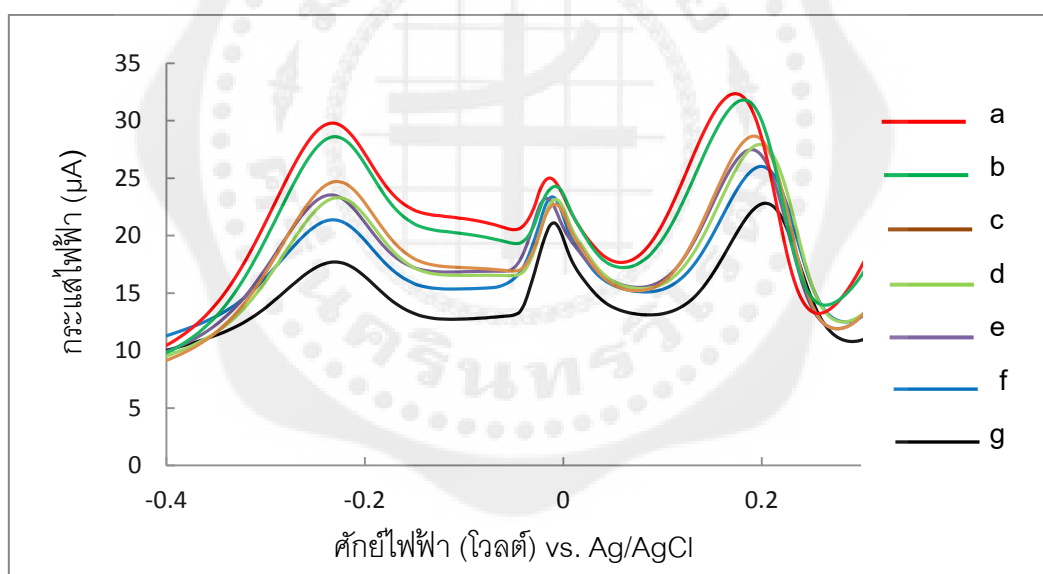
ภาพประกอบ 15 แสดงสทริปปิงโวลแทมโมแกรมของการวิเคราะห์ปริมาณตะกั่วและทองแดง โดยใช้ค่าแอมพลิจูด ได้แก่ a) 175 มิลลิโวลต์, b) 150 มิลลิโวลต์, c) 125 มิลลิโวลต์, d) 100 มิลลิโวลต์, e) 75 มิลลิโวลต์, f) 50 มิลลิโวลต์ และ g) 25 มิลลิโวลต์



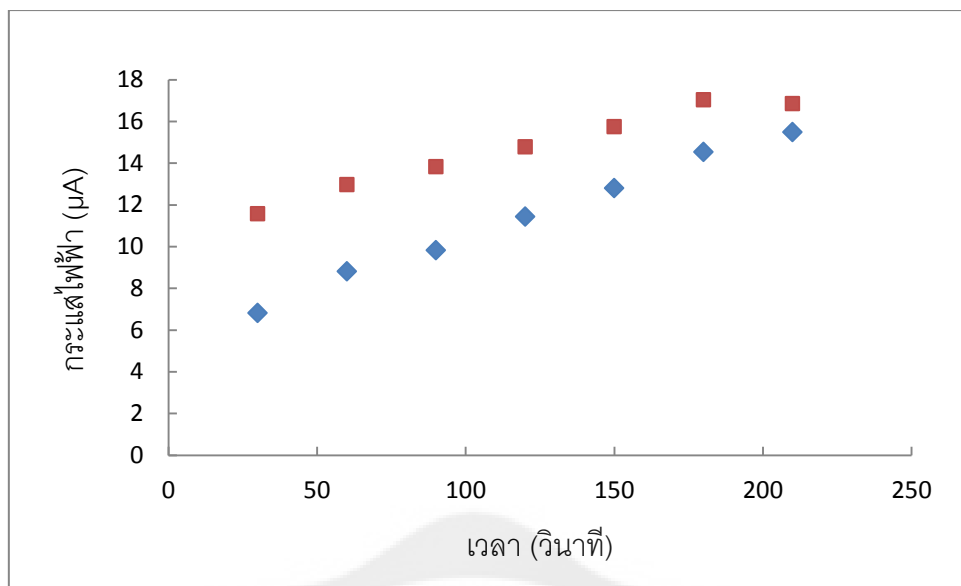
ภาพประกอบ 16 แสดงการเปรียบเทียบค่าของกระแสไฟฟ้าของการวิเคราะห์ปริมาณตะกั่วและทองแดง โดยใช้ค่าแอมพลิจูด ต่าง ๆ ◆ ตะกั่ว ■ ทองแดง

2.6 เวลาที่ใช้ในการสะสมโลหะ

การศึกษาเวลาที่ใช้ในการสะสมโลหะ จุดประสงค์คือ เพื่อให้ได้เวลาในการวิเคราะห์ที่รวดเร็วและมีสัญญาณในการวิเคราะห์สูง โดยศึกษาช่วงเวลาที่ใช้ในการสะสมโลหะ ตั้งแต่ 30 วินาที ถึง 210 วินาที ทำการวิเคราะห์ปริมาณตะกั่วและทองแดงที่ความเข้มข้นเท่ากับ 100 ppb ตามภาพประกอบ 10 ผลของการศึกษาเวลาที่ใช้ในการสะสมโลหะ พบว่าเมื่อใช้เวลาที่ใช้ในการสะสมโลหะมากขึ้นทำให้กระแสไฟฟ้าที่ตรวจวัดได้สูงขึ้นด้วย ดังแสดงในภาพประกอบ 17 และ 18 แต่เมื่อเพิ่มเวลาที่ใช้ในการสะสมโลหะมากกว่า 90 วินาที ค่ากระแสไฟฟ้าที่ตรวจวัดได้จะมีค่าเพิ่มขึ้นน้อยลง และเมื่อเพิ่มเวลามากขึ้นจนถึง 210 วินาที ค่ากระแสไฟฟ้าที่ตรวจวัดได้ไม่ต่างกับเวลาที่ 90 วินาที ดังนั้นในงานวิจัยนี้เพื่อความรวดเร็วในการวิเคราะห์จึงเลือกเวลาที่ใช้ในการสะสมโลหะที่ 90 วินาที ซึ่งเป็นเวลาที่เหมาะสมที่สามารถให้สัญญาณสูงเพียงพอกับการวิเคราะห์ปริมาณตะกั่วและทองแดง



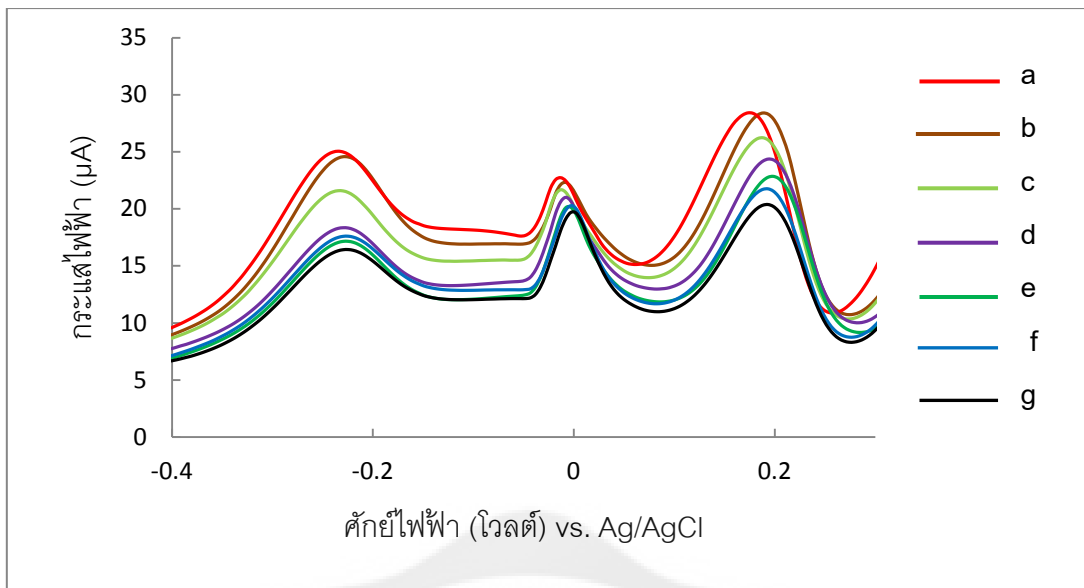
ภาพประกอบ 17 แสดงสทริปปิงโวลแทมโมแกรมของการวิเคราะห์ปริมาณตะกั่วและทองแดง โดยใช้ เวลาที่ใช้ในการสะสมโลหะ ได้แก่ a) 210 วินาที, b) 180 วินาที, c) 150 วินาที, d) 120 วินาที, e) 90 วินาที, f) 60 วินาที และ g) 30 วินาที



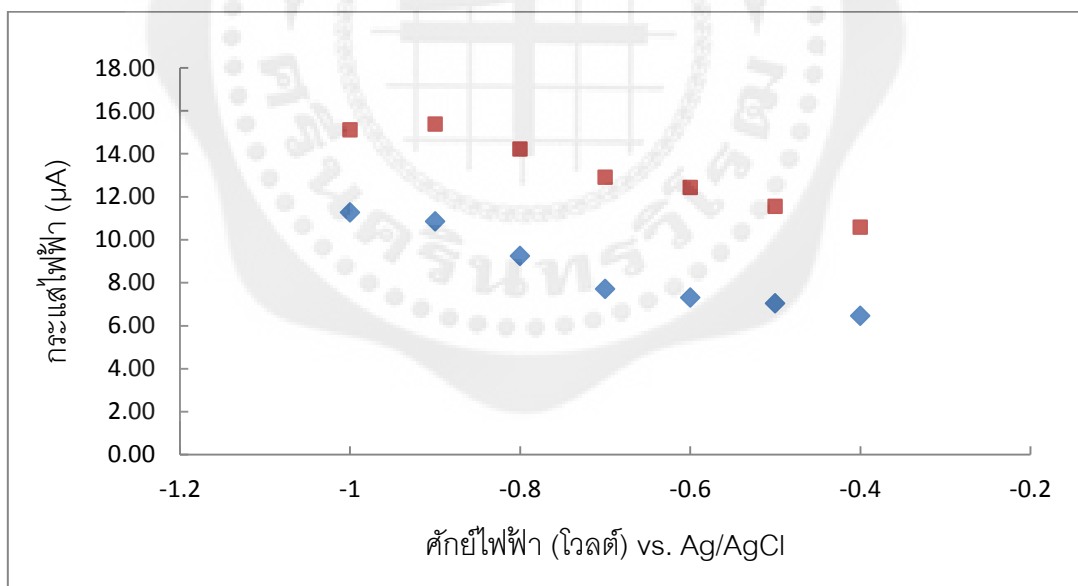
ภาพประกอบ 18 แสดงการเปรียบเทียบค่าของกระแสไฟฟ้าของการวิเคราะห์ปริมาณตะกั่วและทองแดง โดยใช้เวลาในการสะสมโลหะ ต่าง ๆ ◆ ตะกั่ว ■ ทองแดง

2.7 ศักย์ไฟฟ้าในการสะสมโลหะ

การศึกษาศักย์ไฟฟ้าที่ใช้สะสมโลหะ คือ การหาศักย์ไฟฟ้าที่เหมาะสมที่สุดในการทำให้ตะกั่วและทองแดงเกิดการสะสมที่บริเวณผิวหน้าขั้วไฟฟ้า ก่อนการตรวจวัดปริมาณ โดยทำการศึกษาศักย์ไฟฟ้าตั้งแต่ -0.4 โวลต์ ถึง -1.0 โวลต์ ทำการวิเคราะห์ปริมาณตะกั่วและทองแดงที่ความเข้มข้นเท่ากับ 100 ppb ตามภาพประกอบ 10 พบว่าศักย์ไฟฟ้าในการสะสมโลหะนั้นเป็นปัจจัยสำคัญที่มีผลต่อการเกิดปฏิกิริยารีดักชันของตะกั่วและทองแดงเพื่อเกิดการสะสมที่บริเวณผิวหน้าขั้วไฟฟ้า เมื่อให้ศักย์ไฟฟ้าไปทางด้านลบกับขั้วไฟฟ้ามากขึ้นจะทำให้กระแสไฟฟ้าที่ตรวจวัดได้สูงขึ้นด้วย พบว่าศักย์ไฟฟ้าที่ใช้ในการสะสมโลหะที่เหมาะสมที่สุดคือ -0.9 โวลต์ ดังแสดงในภาพประกอบ 19 และ 20 แต่เมื่อให้ศักย์ไฟฟ้ามากกว่า -0.9 โวลต์ จะทำให้กระแสไฟฟ้าที่ตรวจไม่ต่างไปจากเดิม ดังนั้นจึงเลือกศักย์ไฟฟ้าที่ -0.9 โวลต์



ภาพประกอบ 19 แสดงสทริปิงโวลแทมโมแกรมของการวิเคราะห์ปริมาณตะกั่วและทองแดง โดยใช้ศักย์ไฟฟ้าในการสะสมโลหะ ได้แก่ a) 1.0 โวลต์, b) 0.9 โวลต์, c) 0.8 โวลต์, d) 0.7 โวลต์, e) 0.6 โวลต์, f) 0.5 โวลต์ และ g) 0.4 โวลต์



ภาพประกอบ 20 แสดงการเปรียบเทียบค่าของกระแสไฟฟ้าของการวิเคราะห์ปริมาณตะกั่วและทองแดง โดยใช้ศักย์ไฟฟ้าในการสะสมโลหะ ต่าง ๆ ◆ ตะกั่ว ■ ทองแดง

3. การตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีวิเคราะห์ (Method validation)

3.1 ผลของการศึกษาความจำเพาะของวิธีวิเคราะห์

ทำการวิเคราะห์ปริมาณตะกั่วและทองแดงที่ความเข้มข้นเท่ากับ 100 ppb เมื่อมีการเติมสารรบกวน (Interference) อื่น ๆ เพื่อตรวจสอบดูว่าสารรบกวนเหล่านั้นมีผลกระทบต่อความสูงของกระแสไฟฟ้าที่ได้หรือไม่โดยใช้หลักการว่าการรบกวนที่ยอมรับได้จะให้ช่วงค่าเบี่ยงเบนของกระแสที่วัดได้เท่ากับ ± 5 เปอร์เซ็นต์ พบว่าความเข้มข้นของสารรบกวนที่มีผลต่อการวิเคราะห์ปริมาณตะกั่วและทองแดงแสดงในตาราง 1 จะเห็นได้สารรบกวนที่เติมลงไปที่มีความเข้มข้นสูงมากจึงจะมีผลรบกวนต่อการวิเคราะห์ มีเพียง Cd^{2+} Se^{2+} และ As^{2+} ที่จะรบกวนที่อัตราส่วน 1, 10 และ 30 เท่าของปริมาณตะกั่วและทองแดง ส่วนสารตัวอื่น จะรบกวนที่ความเข้มข้นที่มากกว่า 1000 เท่า

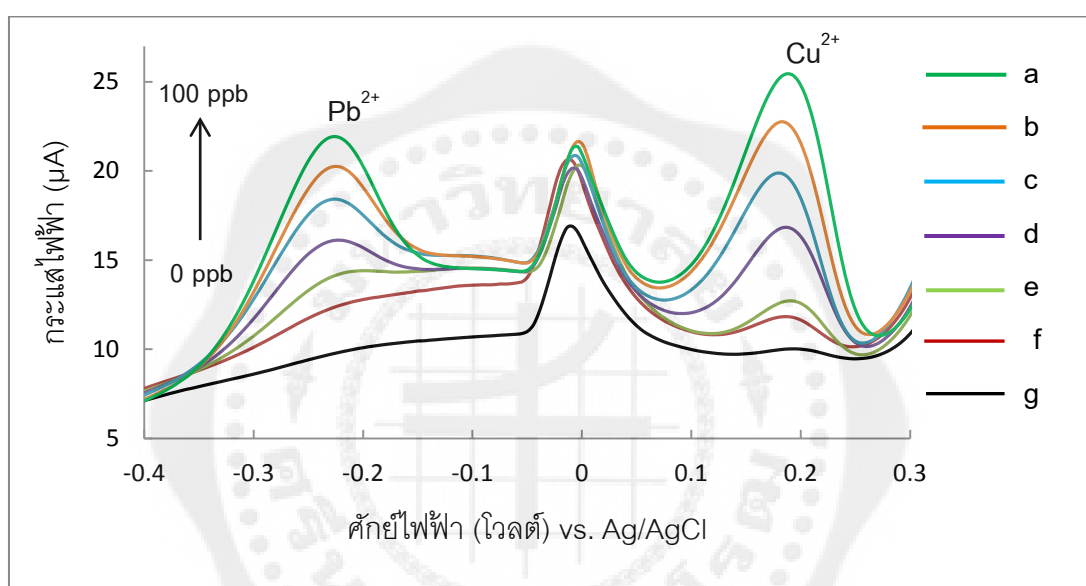
ตาราง 7 แสดงอัตราส่วนความเข้มข้นของสารรบกวนที่มีผลต่อการวิเคราะห์ปริมาณตะกั่วและทองแดง

สารรบกวน	อัตราส่วนความเข้มข้นของสารรบกวน
Zn^{2+} , Mn^{2+} , Mg^{2+} , Ni^{2+} , Cr^{6+}	มากกว่า 1000
Al^{3+} , Fe^{2+} , Co^{2+} , Cl^- , NO_3^- , NO_2^-	มากกว่า 1000
SO_4^{2-} , CN^-	มากกว่า 1000
As^{2+}	30
Se^{2+}	10
Cd^{2+}	1

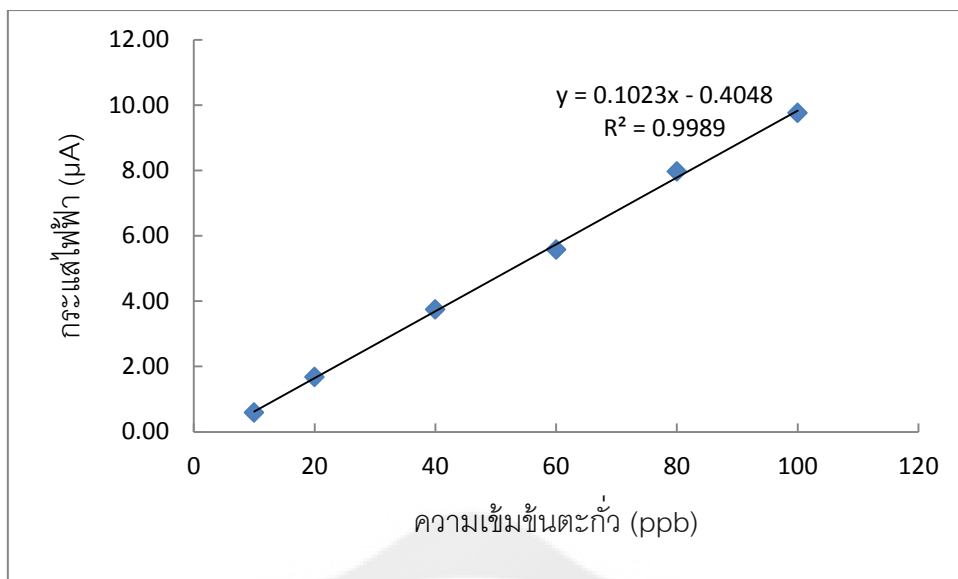
3.2 ผลของการทดสอบหาช่วงความสัมพันธ์เชิงเส้น

ทดสอบหาช่วงความสัมพันธ์เชิงเส้น โดยเตรียมสารมาตรฐานตะกั่วและทองแดงที่ระดับความเข้มข้นต่าง ๆ นำสารมาตรฐานตะกั่วและทองแดงทุกความเข้มข้นมาวิเคราะห์หาปริมาณของตะกั่วและทองแดงตามวิธีที่พัฒนาขึ้น โดยใช้ค่ากระแสความสูงของพีคเทียบกับความเข้มข้นหน่วย ppb ทำซ้ำ 3 ครั้งในแต่ละระดับความเข้มข้น นำค่าเฉลี่ยที่ได้มาสร้างกราฟเส้นตรงโดยใช้ค่ากระแสที่วัดได้เป็นแกน y และปริมาณความเข้มข้นของตะกั่วและทองแดงหน่วย ppb เป็นแกน x และคำนวณหา

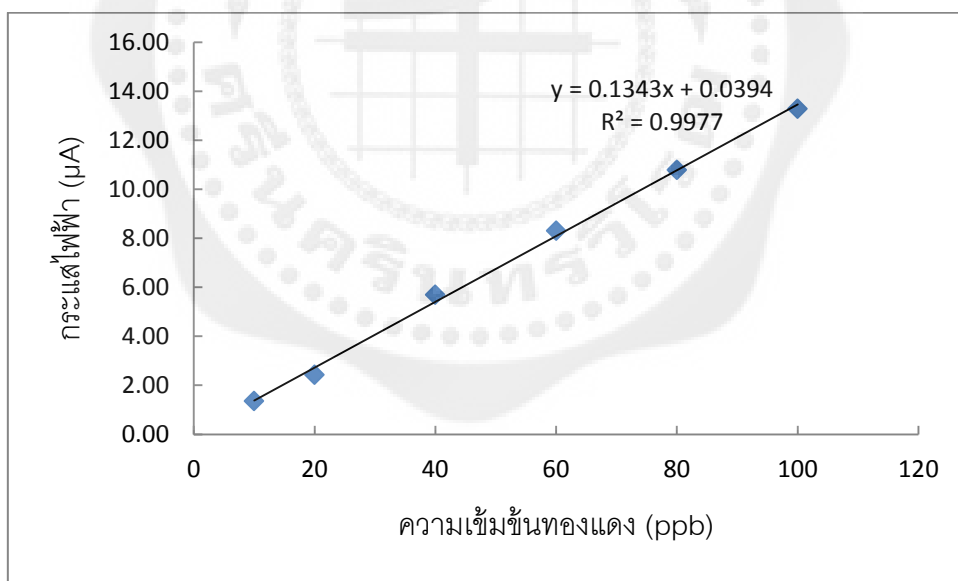
ค่า r^2 พบว่าช่วงความสัมพันธ์เชิงเส้นของความเข้มข้นของตะกั่วและทองแดงที่ความสามารถตรวจวัดได้คือ 10-100 ppb โดยแสดงสทริปปิงโวลแทมโมแกรมในภาพประกอบ 21 แล้วนำสัญญาณของตะกั่วและทองแดงไปพล็อตกราฟความสัมพันธ์ระหว่างค่ากระแสที่วัดได้มาสร้างเป็นแกน y และปริมาณความเข้มข้นของตะกั่วและทองแดงหน่วย ppb มาสร้างเป็นแกน x ดังภาพประกอบ 22 และ 23 ซึ่งจากกราฟเส้นตรงนั้นคำนวณหาค่า r^2 ได้เท่ากับ 0.9989 และ 0.9977 ตามลำดับ ทดสอบหาค่าขีดจำกัดต่ำสุดของการตรวจวัด (LOD) ของตะกั่วและทองแดงได้จากลดความเข้มข้นจนถึงความเข้มข้นต่ำสุดจากการวิเคราะห์จริงจะได้ LOD เท่ากับ 10 และ 5 ppb (ภาพประกอบ 24) ตามลำดับ



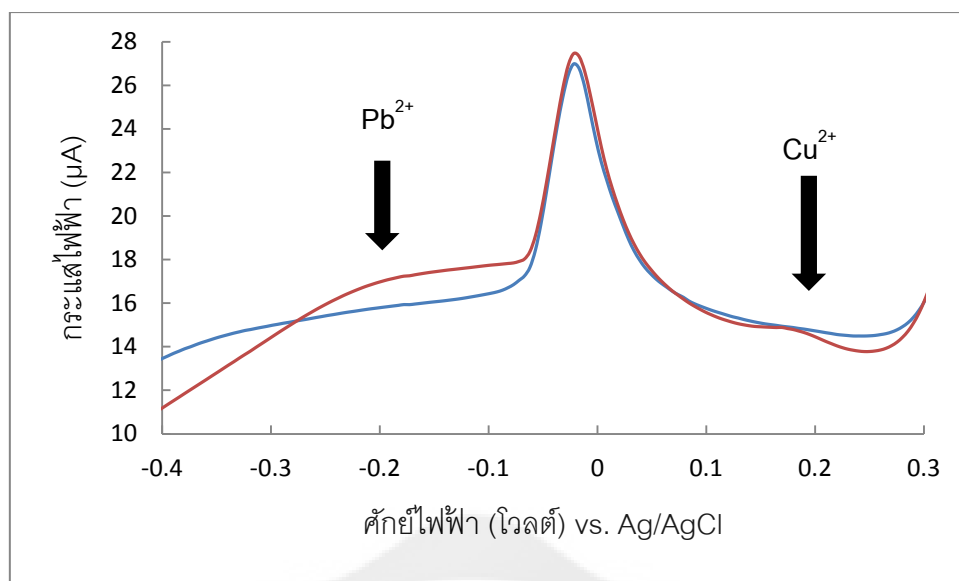
ภาพประกอบ 21 แสดงสทริปปิงโวลแทมโมแกรมความเข้มข้นของตะกั่วและทองแดง จาก 0, 10, 20, 30, 40, 60, 80, 100 ppb ในสภาวะที่มีปรอท 1 ppm สารละลาย 0.1 โมลาร์ของ HCl ศักย์ไฟฟ้าที่ใช้ในการสะสมโลหะเท่ากับ -0.9 โวลต์ เวลาที่ใช้ในการสะสมโลหะเท่ากับ 90 วินาที Amplitude เท่ากับ 100 มิลลิโวลต์และ Step Potential เท่ากับ 5 มิลลิโวลต์



ภาพประกอบ 22 กราฟความสัมพันธ์ระหว่างความเข้มข้นกับกระแสไฟฟ้าที่ได้จากการวิเคราะห์ตะกั่วด้วยขั้วไฟฟ้าคาร์บอนพิมพ์สกรีนดัดแปรด้วยอนุภาคของนาโนโดยเทคนิคดีฟเฟอเรนเชียลพัลส์แอนโอดิกสทริปปิงโวลแทมเมตรี



ภาพประกอบ 23 กราฟความสัมพันธ์ระหว่างความเข้มข้นกับกระแสไฟฟ้าที่ได้จากการวิเคราะห์ทองแดงด้วยขั้วไฟฟ้าคาร์บอนพิมพ์สกรีนดัดแปรด้วยอนุภาคของนาโนโดยเทคนิคดีฟเฟอเรนเชียลพัลส์แอนโอดิกสทริปปิงโวลแทมเมตรี



ภาพประกอบ 24 แสดงสทริปปิงโวลแทมโมแกรมความเข้มข้นของตะกั่วและทองแดง 10 และ 5 ppb เทียบกับสทริปปิงโวลแทมโมแกรมที่ไม่มีตะกั่วและทองแดง

4. ผลของการวัดปริมาณตะกั่วและทองแดงในตัวอย่างจริง

ตัวอย่างที่เลือกทำการวิเคราะห์ในงานวิจัยนี้ ได้แก่ น้ำดื่มบรรจุขวด น้ำประปา และน้ำในสิ่งแวดล้อม ทดสอบโดยการเติมสารมาตรฐานตะกั่วและทองแดงลงไปในตัวอย่งที่ระดับความเข้มข้นต่าง ๆ กัน และนำมาวิเคราะห์ด้วยวิธีที่พัฒนาขึ้นภายใต้ภาวะที่เหมาะสม ทำการศึกษาความเที่ยงและความแม่นยำของวิธี จากการวิเคราะห์ปริมาณตะกั่วและทองแดงในตัวอย่งจริง จากตาราง 8 พบว่าเมื่อทำการทดลองผลภายในวันเดียวกัน (Intra-day) ให้ค่าร้อยละการกลับคืนในการตรวจวัดตะกั่วและทองแดงอยู่ในช่วง 92.12-104.35% และ 90.66-102.44% และความเที่ยง (RSD) อยู่ในช่วง 2.86-7.53% และ 1.74-9.91% ระหว่างวัน (Inter-day) ให้ค่าร้อยละการกลับคืนในการตรวจวัดตะกั่วและทองแดงอยู่ในช่วง 96.97-100.38% และ 97.90-103.38% และความเที่ยง (RSD) อยู่ในช่วง 3.38-5.66% และ 1.18-6.70% ตามลำดับ จะเห็นได้ว่าค่าที่ได้เป็นค่าที่สามารถยอมรับได้ ดังนั้นข้อได้เปรียบที่พัฒนาขึ้น สามารถนำมาตรวจวัดหาปริมาณตะกั่วและทองแดงในตัวอย่งจริงได้

ตาราง 8 แสดงค่าเฉลี่ยของ %Recovery และ %RSD การทำ Intra-day และ Inter-day ในการวิเคราะห์ปริมาณตะกั่วและทองแดงที่ได้จากการเติมสารมาตรฐานลงไปในตัวอย่งน้ำ (n=3)

ตัวอย่าง	เติมสารมาตรฐาน ตะกั่วและทองแดง (ppb)	Intra-day				Inter-day			
		Recovery (%)		RSD (%)		Recovery (%)		RSD (%)	
		Pb ²⁺ ±SD	Cu ²⁺ ±SD	Pb ²⁺	Cu ²⁺	Pb ²⁺ ±SD	Cu ²⁺ ±SD	Pb ²⁺	Cu ²⁺
น้ำดื่มบรรจุขวด	0	-	-	-	-	-	-	-	-
	50	92.12±7.08	92.88±3.38	4.24	7.42	99.18±5.40	97.90±1.76	3.38	6.13
	90	104.35±3.10	90.66±4.17	3.45	5.50	100.38±3.28	99.81±3.04	5.55	5.49
น้ำประปา	0	-	-	-	-	-	-	-	-
	50	92.30±5.22	92.08±6.92	4.62	1.74	99.42±4.42	103.38±3.62	5.51	1.18
	90	101.35±4.03	94.86±8.85	2.86	5.84	96.97±3.76	98.86±4.96	5.65	6.70
น้ำในสิ่งแวดล้อม	0	-	-	-	-	-	-	-	-
	50	97.14±7.46	102.44±7.36	7.53	9.91	96.88±5.84	101.28±4.69	4.96	4.47
	90	103.32±9.31	93.75±7.75	6.73	7.24	100.31±6.34	99.32±4.51	5.85	5.27

5. ผลของการเปรียบเทียบผลการวิเคราะห์ระหว่างวิธีที่พัฒนาขึ้นกับวิธีมาตรฐาน

ผลของการทดสอบเปรียบเทียบผลที่ได้จากการวิเคราะห์ระหว่างวิธีที่พัฒนาขึ้นกับวิธีมาตรฐาน โดยใช้เทคนิค inductively coupled plasma atomic emission spectroscopy (ICP-OES) โดยมีค่า LOD ของการวิเคราะห์ปริมาณตะกั่วและทองแดงของวิธีมาตรฐานเท่ากับ 2 ppb โดยทำการวิเคราะห์ตัวอย่างจริง ได้แก่ น้ำดื่มบรรจุขวด น้ำประปา และน้ำในสิ่งแวดล้อม จะเห็นได้ว่าการวิเคราะห์ปริมาณตะกั่วและทองแดงทั้งวิธีที่พัฒนาขึ้นและวิธีมาตรฐานนั้นไม่สามารถตรวจพบปริมาณตะกั่วและทองแดงในตัวอย่างต่าง ๆ ได้ ดังแสดงในตาราง 9 อาจสรุปได้ว่าในตัวอย่างต่าง ๆ นั้นอาจไม่มีปริมาณตะกั่วและทองแดงปนเปื้อนอยู่ในตัวอย่างนั้น ๆ

เมื่อทำการทดสอบสมมุติฐานเกี่ยวกับความแตกต่างของประชากรสองกลุ่ม (t – test) เป็นการทดสอบความแตกต่างของค่าเฉลี่ยระหว่างตัวอย่าง 2 กลุ่ม กลุ่มแรกเป็นการวิเคราะห์ตะกั่วและทองแดงในตัวอย่างจริงจากวิธีที่พัฒนาขึ้น และกลุ่มที่สองเป็นการวิเคราะห์ตะกั่วและทองแดงในตัวอย่างเดียวกันจากวิธีมาตรฐาน พบว่าค่า $t_{\text{คำนวณ}} = 1.235$ ซึ่งน้อยกว่าค่าที่เปิดจากตาราง $t_{.05} = 1.796$ ดังนั้นจึงสรุปว่าค่าเฉลี่ยของผลการวิเคราะห์ทั้งสองวิธีไม่แตกต่างกันอย่างมีนัยสำคัญทางสถิติ

ร

ะ

ด้

บ

 $\alpha=0.05$

ตาราง 9 แสดงการเปรียบเทียบผลการวิเคราะห์ระหว่างวิธีที่พัฒนาขึ้นกับวิธีมาตรฐาน (n=3)

ตัวอย่าง	เติมสารมาตรฐานตะกั่ว และทองแดง (ppb)	วิธีที่พัฒนาขึ้น (ppb)		วิธีมาตรฐาน (ppb)	
		Pb ²⁺ ±SD	Cu ²⁺ ±SD	Pb ²⁺ ±SD	Cu ²⁺ ±SD
น้ำดื่มบรรจุขวด	0	ND	ND	ND	ND
	50	46.06±3.54	46.44±1.69	47.69±0.23	48.41±0.17
	90	93.92±2.79	81.60±3.78	86.02±0.92	87.12±0.69
น้ำประปา	0	ND	ND	ND	ND
	50	46.15±2.63	46.04±3.48	48.17±0.20	48.23±0.36
	90	91.22±3.63	85.38±7.97	86.03±0.59	84.88±0.54
น้ำในสิ่งแวดล้อม	0	ND	ND	ND	ND
	50	48.57±3.73	51.22±3.68	46.63±0.70	47.91±0.20
	90	92.99±8.38	84.38±6.98	84.92±0.49	83.45±0.78

ND = ไม่สามารถตรวจวัดได้ (Not Detected)

บทที่ 5

สรุปผล อภิปรายผล และข้อเสนอแนะ

การดำเนินการวิจัยครั้งนี้เกี่ยวข้องกับ การวิเคราะห์หาปริมาณตะกั่วและทองแดงโดยเทคนิคแอนโอดีทรีปริงโวลแทมเมตรี ได้มีการพัฒนาขั้วไฟฟ้าคาร์บอนพิมพ์สกรีนดัดแปรด้วยอนุภาคทองนาโนและฟิล์มปรอทเพื่อเพิ่มสัญญาณในการวิเคราะห์ ซึ่งขั้วไฟฟ้าคาร์บอนพิมพ์สกรีนธรรมดานั้นไม่สามารถวิเคราะห์ปริมาณตะกั่วและทองแดงในปริมาณที่ต่ำได้ การมีอนุภาคของเคลือบบนผิวหน้าขั้วไฟฟ้าใช้งานและมีปรอทในระบบจะสามารถเพิ่มขีดความสามารถในการตรวจวัดได้

การวิเคราะห์หาปริมาณตะกั่วและทองแดง

การวิเคราะห์หาปริมาณตะกั่วและทองแดงโดยการพัฒนาขั้วไฟฟ้าคาร์บอนพิมพ์สกรีนดัดแปรด้วยอนุภาคทองนาโนและฟิล์มปรอททำให้สามารถเห็นสัญญาณในการวิเคราะห์ตะกั่วและทองแดงสูงชันอย่างชัดเจนที่ศักย์ไฟฟ้าประมาณ -0.24 และ +0.22 โวลต์ เทียบกับขั้วไฟฟ้าอ้างอิงซิลเวอร์/ซิลเวอร์คลอไรด์ ที่ภาวะเหมาะสมดังต่อไปนี้ มีปรอทในระบบ 1 ppm สารละลายอิเล็กโทรไลต์ 0.1 โมลาร์ของกรดไฮโดรคลอริก ศักย์ไฟฟ้าที่ใช้ในการสะสมโลหะเท่ากับ -0.9 โวลต์ เวลาที่ใช้ในการสะสมโลหะเท่ากับ 90 วินาที แอมพลิจูดเท่ากับ 100 มิลลิโวลต์และ Step Potential เท่ากับ 5 มิลลิโวลต์

เมื่อได้ภาวะที่เหมาะสมหาช่วงความสัมพันธ์เชิงเส้นของความเข้มข้นของตะกั่วที่ความสามารถตรวจวัดได้คือ 10 ppb ถึง 100 ppb โดยมีค่า r^2 เท่ากับ 0.9989 ซึ่งมีขีดจำกัดในการวิเคราะห์เชิงปริมาณ (LOD) 10 ppb และของทองแดงได้ภาวะที่เหมาะสมหาช่วงความสัมพันธ์เชิงเส้นของความเข้มข้นของทองแดงที่ความสามารถตรวจวัดได้คือ 10 ppb ถึง 100 ppb โดยมีค่า r^2 เท่ากับ 0.9977 ซึ่งมีขีดจำกัดในการวิเคราะห์เชิงปริมาณ (LOD) 5 ppb ซึ่งวิธีนี้ปราศจากการรบกวนจากไอออนต่าง ๆ

การวิเคราะห์หาปริมาณตะกั่วและทองแดงในตัวอย่าง ได้แก่ น้ำดื่มบรรจุขวด น้ำประปา และน้ำในสิ่งแวดล้อม พบว่าเมื่อทำการคำนวณหาค่า %recovery และค่า %RSD ค่าที่ได้คือ ค่า Intra-day มีค่า %recovery เฉลี่ยอยู่ในช่วง 92.12-104.35% และ 90.66-102.44% และความเที่ยง (RSD) อยู่ในช่วง 2.86-7.53% และ 1.74-9.91% ส่วน Inter-day จะมีค่า %recovery เฉลี่ยอยู่ในช่วง 96.97-100.38% และ 97.90-103.38% และความเที่ยง (RSD) อยู่ในช่วง 3.38-5.66% และ 1.18-6.70% ตามลำดับ จะเห็นได้ว่าค่าที่ได้เป็นค่าที่สามารถยอมรับได้ จากนั้นทดสอบการเปรียบเทียบผลที่ได้จากการวิเคราะห์ระหว่างวิธีที่พัฒนาขึ้นกับวิธีมาตรฐาน โดยใช้เทคนิค Inductively coupled plasma

atomic emission spectroscopy (ICP-OES) การทดสอบสมมติฐานเกี่ยวกับความแตกต่างของประชากรสองกลุ่ม (t – test) สรุปได้ว่าค่าเฉลี่ยของผลการวิเคราะห์ทั้ง 2 วิธี ไม่แตกต่างกันอย่างมีนัยสำคัญทางสถิติ ที่ระดับ $\alpha=0.05$

งานวิจัยนี้เป็นการศึกษาและพัฒนาอุปกรณ์ปฏิบัติการบนขั้วไฟฟ้าสำหรับการวิเคราะห์หาปริมาณตะกั่วและทองแดง เพื่อเพิ่มความไวในการวิเคราะห์ตะกั่วและทองแดงให้สูงขึ้น โดยใช้เทคนิคอิเล็กโทรเคมีเชิงพัลส์แอนโอดิกสทริปปิงโวลแทมเมตรี ซึ่งได้มีการพัฒนาขั้วไฟฟ้าใช้งานโดยการปรับปรุงขั้วไฟฟ้าคาร์บอนพิมพ์สกรีนดัดแปรด้วยอนุภาคทองนาโนและฟิล์มปรอท และนำขั้วไฟฟ้าที่พัฒนาขึ้นมาศึกษาสภาวะที่เหมาะสมในการวิเคราะห์ตะกั่วและทองแดง จากนั้นนำวิธีที่พัฒนาขึ้นมาประยุกต์ใช้ในการวิเคราะห์หาปริมาณตะกั่วและทองแดงในตัวอย่างไม่ดีมีบรรจุขวด น้ำประปาและน้ำธรรมชาติโดยตัวอย่างน้ำไม่ต้องผ่านกระบวนการเตรียมตัวอย่าง เนื่องจากเป็นวิธีที่มีความจำเพาะเจาะจงค่อนข้างสูงและให้ผลการทดสอบที่มีความถูกต้องและความแม่นยำ เหมาะกับการนำมาใช้ทดแทนวิธีวิเคราะห์ที่ใช้ขั้วไฟฟ้าเชิงพาณิชย์ในระบบการตรวจวัดปกติ เพราะเป็นวิธีที่มีต้นทุนในการวิเคราะห์ต่ำ ใช้เวลาในการวิเคราะห์สั้น เป็นวิธีที่งานและสะดวกในการพกพาออกไปตรวจภาคสนาม นอกจากนี้ยังใช้สารเคมีในการวิเคราะห์ปริมาณต่ำเมื่อเทียบกับวิธีวิเคราะห์แบบเดิมเป็นการประหยัดสารเคมีและลดการเกิดของเสียจากการวิเคราะห์น้อยมาก นับได้ว่าเป็นวิธีวิเคราะห์ที่เป็นมิตรกับสิ่งแวดล้อม และนอกจากนี้วิธีการวิเคราะห์ที่พัฒนาขึ้นนี้มีความน่าเชื่อถือแม่นยำเทียบเท่ากับวิธีมาตรฐานที่ใช้ในปัจจุบันได้

งานวิจัยในอนาคต

จากงานวิจัยข้างต้นจะเห็นได้ว่าการวิเคราะห์ปริมาณโลหะหนักด้วยวิธีนี้นั้น นอกจากจะวิเคราะห์ปริมาณตะกั่วและทองแดง โดยขั้วไฟฟ้าที่พัฒนาด้วยอนุภาคทองนั้นยังสามารถตรวจวัดปริมาณปรอทได้เช่นกัน แต่งานวิจัยนี้เกิดกระแสพื้นหลังที่ตำแหน่งการเกิดสัญญาณของทองแดง และได้ใช้ปรอทในการลดกระแสพื้นหลังในตำแหน่งดังกล่าว หากงานวิจัยในอนาคตสามารถหาวิธีการที่จะลดกระแสพื้นหลังด้วยวิธีการอื่น จะทำให้สามารถวัดปริมาณตะกั่วทองแดงและปรอทในคราวเดียว



บรรณานุกรม

บรรณานุกรม

- กิตติพันธ์ บางยี่ขัน. (2554). *โลหะกับการพัฒนาประเทศ บทที่ 4: ตะกั่ว*. สืบค้นเมื่อ 13 มีนาคม 2557, จาก <http://www.dpim.go.th/articles?catid=125>
- กิตติพันธ์ บางยี่ขัน. (2554). *โลหะกับการพัฒนาประเทศ บทที่ 6: ทองแดง*. สืบค้นเมื่อ 13 มีนาคม 2557, จาก <http://www.dpim.go.th/articles?catid=125>
- กรมควบคุมมลพิษ กระทรวงทรัพยากรธรรมชาติและสิ่งแวดล้อม. (2539). *มาตรฐานคุณภาพน้ำ*. สืบค้นเมื่อ 3 มกราคม 2557, จาก http://www.pcd.go.th/info_serv/reg_std_water04.html
- กุลนารี สิริสาส์และคณะ (2542). *กระบวนการวิเคราะห์คุณภาพห้องปฏิบัติการชั้นสูงโรคตามระบบ ISO*. กรุงเทพฯ: เอช. ที. พี. เพรส, หน้า 13-33.
- ธานินทร์ แดงกาวรัมย์; และ จิราภรณ์ กิติกุล. (2555). *การประดิษฐ์ไมโครเซนเซอร์ทางเคมีไฟฟ้าสำหรับตรวจวัดตะกั่วสำหรับงานภาคสนามในน้ำผิวน้ำในเขตอำเภอแมริม จังหวัดเชียงใหม่*. วิทยานิพนธ์ วท.ม. (เคมี). เชียงใหม่: บัณฑิตวิทยาลัย มหาวิทยาลัยแม่โจ้. ถ่ายเอกสาร.
- เบญจวรรณ วงศ์ศิริ. (2547). *การกำจัดตะกั่วและทองแดงจากน้ำเสียโดยซิลิกาเจลที่ใช้แล้วเคลือบด้วยเหล็กออกไซด์*. วิทยานิพนธ์ วท.ม. (เคมี). กรุงเทพฯ: บัณฑิตวิทยาลัย จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย. ถ่ายเอกสาร.
- วิลาวัลย์ พงษ์พิทักษ์. (2543). *การตรวจสอบการใช้ได้ของวิธี (Test Method Validation) และการประยุกต์ใช้เทคนิคทางสถิติ*. สถาบันวิจัยวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยีแห่งประเทศไทย, กรุงเทพฯ.: หน้า 58.
- ศิริมาศ สัทธิกรม. (2550). *การแพร่กระจายของปริมาณแคดเมียม ทองแดง และตะกั่ว ในดินตะกอน บริเวณอ่าวตราด จังหวัดตราด*. วิทยานิพนธ์ วท.ม. (วิทยาศาสตร์ทางทะเล). กรุงเทพฯ: บัณฑิตวิทยาลัย มหาวิทยาลัยเกษตรศาสตร์. ถ่ายเอกสาร.
- สถาบันอาหาร. (2547). *เอกสารประกอบการอบรมเรื่อง การตรวจสอบความถูกต้องของวิธีทดสอบอาหารเคมี*. สถาบันอาหาร, กรุงเทพฯ.: หน้า 58.
- สุดเขต ไชโย. (2554). *การพัฒนาวิธีการวิเคราะห์ทองแดงและปรอทปริมาณน้อยโดยสทริปปิงโวลแทมเมตรี*. วิทยานิพนธ์ วท.ม. (เคมี). กรุงเทพฯ: บัณฑิตวิทยาลัย มหาวิทยาลัยศรีนครินทรวิโรฒ. ถ่ายเอกสาร.

- Georgina M.S, Alves; et al. (2011). Simultaneous Electrochemical Determination of Arsenic, Copper, Lead and Mercury in Unpolluted Fresh Waters using a Vibrating Gold Microwire Electrode. *Analytica Chimica Acta*. 703: 1-7.
- Bernalte, E.; Marin Sanchez, C.; & Pinilla Gil, E. (2012). Gold Nanoparticles - Modified Screen-Printed Carbon Electrodes for Anodic Stripping Voltammetric Determination of Mercury in Ambient Water Samples. *Sensors and Actuators B*. 161: 669 - 674.
- Liu, Benzhi; et al. (2008). A Study of Nanostructured Gold Modified Glassy Carbon Electrode for the Determination of Trace Cr(VI). *Indian Academy of Sciences*. 493-498.
- Locatelli, Clinio. (2012). Simultaneous Determination of Osmium, Ruthenium, Copper and Lead by Electrocatalytic Voltammetry Application to Superficial Waters. *Microchemical Journal*. 102: 54-60.
- Alves, Georgina M.S.; et al. (2011). Simultaneous Electrochemical Determination of Arsenic, Copper, Lead and Mercury in Unpolluted Fresh Waters using a Vibrating Gold Microwire Electrode. *Analytica Chimica Acta*. 703: 1-7.
- Hearn, G. M. (1996). A Guide to Validation in HPLC. *R.A. van Iterson Drenthe College Emmen*. Holland.
- Trindade, Jemmla M.; et al. (2012). Anodic Stripping Voltammetry Coupled with Design of Experiments for Simultaneous Determination of Zn^{+2} , Cu^{+2} , Pb^{+2} , and Cd^{+2} in Gasoline. *Fuel*. 91: 26-32.
- Jena, Bikash Kumar; & Retna Raj, C. (2008). Highly Sensitive and Selective Electrochemical Detection of Sub-ppb Level Chromium(VI) using Nano-Sized Gold Particle. *Talanta*. 76: 161-165.
- Cypriano, Joao Carlos; Matos, Maria Auxiliadora Costa; & Matos, Renato Camargo. (2008). Ultrasound-Assisted Treatment of Palm Oil Samples for the Determination of Copper and Lead by Stripping Chronopotentiometry. *Microchemical Journal*. 90: 26 – 30.

- Rodrigues, Jose A.; et al. (2011). Increased Sensitivity of Anodic Stripping Voltammetry at the Hanging Mercury Drop Electrode by Ultracathodic Deposition. *Analytica Chimica Acta*. 701: 152-156.
- Latha, Ramakrishnan. (2004). Trace Detection of Mercury Using Boron-Doped Diamond Electrodes. *Thesis Submitted to the College of Engineering and Mineral Resources at West Virginia University*.
- Pinto, Licarion; & Lemos, Sherlan G. (2013). Multivariate Optimization of the Voltammetric Determination of Cd, Cu, Pb and Zn at Bismuth Film. *Application to analysis of biodiesel. Microchemical Journal*. 110: 417-424.
- Benzhi, Liu; et al. (2008). A Study of Nanostructured Gold Modified Glassy Carbon Electrode for the Determination of Trace Cr(VI). *Journal of Chemical Sciences*. 120(5): 493-498.
- Jakubeniene, Marija; et al. (2006). Application of Atomic Absorption Spectroscopy for Detection of Multimetal Traces in Low-Voltage Electrical Marks. *Forensic Science International*. 161: 36-40.
- Martiniano, Lorena C.; et al. (2013). Direct Simultaneous Determination of Pb(II) and Cu(II) in Biodiesel by Anodic Stripping Voltammetry at a Mercury-Film Electrode using Microemulsions. *Fuel*. 103: 1164-1167.
- Ghaedi, M.; et al. (2013). Comparison of Novel Sorbents for Preconcentration of Metal Ions Prior to Their Flame Atomic Absorption Spectrometry Determination. *Journal of Industrial and Engineering Chemistry*. 19: 1781-1787.
- NATA Technical Note 17. (1998). Format and Content of Test Methods and Procedures for Validation and Verification of Chemical Test Methods. *National Association of Testing Authorities. Australia.*: 1-33.
- Khazaeli, Sadegh; et al. (2013). A New Functionalized Resin and Its Application in Flame Atomic Absorption Spectrophotometric Determination of Trace Amounts of Heavy Metal Ions After Solid Phase Extraction in Water Samples. *Microchemical Journal*. 106: 147-153

- Mahesar, S.A.; et al. (2010). Simultaneous Assessment of Zinc, Cadmium, Lead and Copper in Poultry Feeds by Differential Pulse Anodic Stripping Voltammetry. *Food and Chemical Toxicology*. 48: 2357-2360.
- Abbasi, Shahryar; Bahiraei, Atousa; & Abbasai, Freshteh. (2012). A Highly Sensitive Method for Simultaneous Determination of Ultra Trace Levels of Copper and Cadmium in Food and Water Samples with Luminol as a Chelating Agent by Adsorptive Stripping Voltammetry. *Food Chemistry*. 129: 1274-1280.
- Sherigara, B.S.; et al. (2007). Simultaneous Determination of Lead, Copper and Cadmium onto Mercury Film Supported on Wax Impregnated Carbon Paste Electrode Assessment of Quantification Procedures by Anodic Stripping Voltammetry. *Electrochimica Acta*. 52: 3137-3142.
- Gupta S.; et al. (2010). Volatile (As and Hg) and Non-Volatile (Pb and Cd) Toxic Heavy Metals Analysis in Rhizome of Zingiber Officinale Collected from Different Locations of North Western Himalayas by Atomic Absorption Spectroscopy. *Food and Chemical Toxicology*. 48: 2966–2971.
- Tran, T. N.. (2010). Determination of Mercury With On-line Addition of Stannous Chloride Using an Axial ICP-OES. *Agilent Technologies*. SI-01319.
- Wang, J. (2000). Analytical Electrochemistry. *Wiley-VCH*, Canada.
- Wang, J. (1985). Stripping Analysis Principles, Instrumentation, and Applications. *Wiley-VCH*, Canada.
- Es'haghi, Zarrin; et al. (2011). Simultaneous extraction and determination of lead, cadmium and copper in rice samples by a new pre-concentration technique: Hollow fiber solid phase microextraction combined with differential pulse anodic stripping voltammetry. *Electrochimica Acta*. 56: 3139-3146.
- Salma, Zbeda; et al. (2013). Few-Layer Binder Free Graphene Modified Mercury Film Electrode for Trace Metal Analysis by Square Wave Anodic Stripping Voltammetry. *International Journal of Electrochemical Science*. 8: 11125-11141.
- Guo, Zhuo; et al. (2011). Mesoporous Carbon-Polyaniline Electrode: Characterization and Application to Determination of Copper and Lead by Anodic Stripping Voltammetry. *Materials Chemistry and Physics*. 128: 238-242.

Na, Zhou; et al. (2013). Highly Sensitive and Selective Voltammetric Detection of Mercury(II) Using an ITO Electrode Modified with 5-Methyl-2-Thiouracil, Graphene Oxide and Gold Nanoparticles. *Microchim Acta*. 180: 493-499.

Jianmei, Zhuang; et al. (2011). Determination of Trace Copper in Water Samples by Anodic Stripping Voltammetry at Gold Microelectrode. *International Journal of Electrochemical Science*. 6: 4690-4699.





ภาคผนวก

ภาคผนวก

ตารางแสดงค่า t-test

Degrees of Freedom (n)	t_α			
	$\alpha=.10$	$\alpha=.05$	$\alpha=.025$	$\alpha=.01$
1	3.078	6.314	12.706	31.821
2	1.886	2.920	4.303	9.925
3	1.638	2.352	3.182	5.841
4	1.533	2.132	2.776	4.604
5	1.476	2.015	2.571	4.032
6	1.440	1.943	2.447	3.143
7	1.415	1.895	2.365	2.998
8	1.397	1.860	2.306	2.896
9	1.383	1.833	2.262	2.821
10	1.372	1.812	2.228	2.764
11	1.363	1.796	2.201	2.718
12	1.356	1.782	2.179	2.681
13	1.350	1.771	2.160	2.650
14	1.345	1.761	2.145	2.624
15	1.341	1.753	2.131	2.602
16	1.337	1.746	2.120	2.583
17	1.333	1.740	2.110	2.567
18	1.330	1.734	2.101	2.552
19	1.328	1.729	2.093	2.539
20	1.325	1.725	2.086	2.528
infinity	1.282	1.645	1.960	2.326

ตารางแสดงค่าความแม่นยำที่ยอมรับได้

ความเข้มข้นของสารตัวอย่าง	ค่าเฉลี่ยของ % recovery
100%	98-102
10%	98-102
1%	97-103
0.1%	95-105
100 ppm	90-107
10 ppm	80-110
1 ppm	80-110
100 ppb	80-110
10 ppb	60-115
1 ppb	40-120

ตารางแสดงค่าความเที่ยงที่ยอมรับได้

ความเข้มข้นของสารตัวอย่าง	ค่าเฉลี่ยของ % RSD
100%	± 1.3
10%	± 2.7
1%	± 2.8
0.1%	± 3.7
100 ppm	± 5.3
10 ppm	± 7.3
1 ppm	± 11
100 ppb	± 15
10 ppb	± 21
1 ppb	± 30

ที่มา: AOAC manual for Peer Verified Methods program, VA, NOV 1993

การทดสอบสมมุติฐานเกี่ยวกับความแตกต่างของค่าเฉลี่ยของกลุ่มตัวอย่างที่มีความสัมพันธ์กันด้วย (t-test)

คำนวณจากสูตร

$$t = \frac{\sum D}{\sqrt{\frac{n \sum D^2 - (\sum D)^2}{n-1}}}$$

เมื่อ $df = n - 1$

ทดสอบความแตกต่างของค่าเฉลี่ยที่วัดปริมาณตะกั่วและทองแดงระหว่างวิธีมาตรฐานกับวิธีที่พัฒนาขึ้น ซึ่งค่าที่ได้เป็นค่าเฉลี่ยของตะกั่วและทองแดงในหน่วย ppb รวมกัน 12 ครั้งดังนี้

ครั้งที่	วิธีที่พัฒนา	วิธีมาตรฐาน	D	D ²
1	46.06	47.69	-1.63	2.65
2	46.44	48.41	-1.97	3.88
3	93.92	86.02	7.90	62.41
4	81.60	87.12	-5.52	30.47
5	46.15	48.17	-2.02	4.08
6	46.04	48.23	-2.19	4.79
7	91.22	86.03	5.19	26.93
8	85.38	84.88	0.50	0.25
9	48.57	46.63	1.94	3.76
10	51.22	47.91	3.31	10.95
11	92.99	84.92	8.07	65.12
12	84.38	83.45	0.93	0.86
			$\sum D=14.51$	$\sum D^2=216.15$

จะได้ $t = 1.235$ และ $t_{\alpha} = 1.796$ เมื่อ $\alpha = 0.05$, $df = n - 1 = 11$ แบบ One - tailed test ซึ่งสรุป $t_{\text{คำนวณ}} < t_{\alpha}$ วิธีวัดปริมาณตะกั่วและทองแดงทั้ง 2 วิธีไม่แตกต่างกันอย่างมีนัยสำคัญทางสถิติที่ระดับ 0.05



ประวัติย่อผู้วิจัย

ประวัติย่อผู้วิจัย

ชื่อ ชื่อสกุล	นายชัยวัช รุ่งเรืองภาววรรณ
วันเดือนปีเกิด	10 พฤษภาคม 2526
สถานที่เกิด	อ.ท่าบ่อ จ.หนองคาย
สถานที่อยู่ปัจจุบัน	342 หมู่ที่ 2 ต.พานพร้าว อ.ศรีเชียงใหม่ จ. หนองคาย 43100
ตำแหน่งหน้าที่การงานปัจจุบัน	-
สถานที่ทำงานปัจจุบัน	-

ประวัติการศึกษา

พ.ศ. 2546	ชั้นมัธยมศึกษาปีที่ 6 จากโรงเรียนท่าบ่อ
พ.ศ. 2552	ปริญญาตรี วิทยาศาสตร์บัณฑิต (วท.บ.) เคมีอุตสาหกรรม จากมหาวิทยาลัยเทคโนโลยีราชมงคลกรุงเทพ
พ.ศ. 2557	ปริญญาโท วิทยาศาสตรมหาบัณฑิต (วท.ม.) เคมี จากมหาวิทยาลัยศรีนครินทรวิโรฒ