

การสร้างเครื่อง Paired Emitter Detector Diode (PEDD) สำหรับการ
วิเคราะห์หาปริมาณเหล็ก (III)

CONSTRUCTION A PAIRED EMITTER DETECTOR DIODE (PEDD)
AS EQUIPMENT FOR DETERMINATION OF IRON (III)

นางสาวรินเต็ม โทษศรี
นางสาววิดา มุเนาวราษฎร์
นางสาวไอลดา สหะอุตร

โครงการพิเศษนี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรวิทยาศาสตรบัณฑิต

สาขาเคมีอุตสาหกรรม ภาควิชาเคมี

คณะวิทยาศาสตร์

สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง

ปีการศึกษา 2556

การสร้างเครื่อง Paired Emitter Detector Diode (PEDD) สำหรับการ
วิเคราะห์หาปริมาณเหล็ก (III)

CONSTRUCTION A PAIRED EMITTER DETECTOR DIODE (PEDD)
AS EQUIPMENT FOR DETERMINATION OF IRON (III)

นางสาวรินเต็ม โปธิศรี
นางสาววิลา มุเนาวเราะห์
นางสาวไอลดา สหะอุดร

โครงการพิเศษนี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรวิทยาศาสตรบัณฑิต
สาขาเคมีอุตสาหกรรม ภาควิชาเคมี
คณะวิทยาศาสตร์
สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง
ปีการศึกษา 2556




**CONSTRUCTION A PAIRED EMITTER DETECTOR DIODE (PEDD)
AS EQUIPMENT FOR DETERMINATION OF IRON (III)**

**MISS RINTEM PHOSRI
MISS WILA MUNAOWAROH
MISS ILADA SAHAUDON**

**A SPECIAL PROJECT SUBMITTED IN PARTIAL FULFILLMENT
OF THE REQUIREMENT FOR THE DEGREE OF BACHELOR OF SCIENCE
IN INDUSTRIAL CHEMISTRY
FACULTY OF SCIENCE
KING MONGKUT'S INSTITUTE OF TECHNOLOGY LADKRABANG
ACADEMIC YEAR 2013**

หัวข้อโครงการพิเศษ	การสร้างเครื่อง Paired Emitter Detector Diode (PEDD) สำหรับการวิเคราะห์หาปริมาณเหล็ก (III) Construction a Paired Emitter Detector Diode (PEDD) as Equipment to Determination of Iron (III)		
ชื่อนักศึกษา	นางสาวรินเต็ม	โพธิ์ศรี	53050323
	นางสาววิลา	มูเนาวาระห์	53050346
	นางสาวไอลดา	สหะอุดร	53050403
ปริญญา	วิทยาศาสตรบัณฑิต		
สาขาวิชา	เคมีอุตสาหกรรม		
ปีการศึกษา	2556		
อาจารย์ที่ปรึกษา	ดร.เสาวภาคย์ ธีราทรง		

คณะวิทยาศาสตร์ สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง อนุมัติให้โครงการพิเศษนี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตร วิทยาศาสตรบัณฑิต สาขาวิชาเคมีอุตสาหกรรม ประจำปีการศึกษา 2556

คณะกรรมการสอบ	ลายมือชื่อ
ผศ.ดร.วิบูลย์ ประดิษฐ์เวียงคำ	
ดร.ณัฐวุฒิ เขิงชั้น	
ดร.เสาวภาคย์ ธีราทรง	

ลิขสิทธิ์ของคณะวิทยาศาสตร์
สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง

หัวข้อโครงการพิเศษ	การสร้างเครื่อง Paired Emitter Detector Diode (PEDD) สำหรับการวิเคราะห์หาปริมาณเหล็ก (III)	
ชื่อนักศึกษา	นางสาวรินเต็ม	โพธิ์ศรี
	นางสาววิลลา	มูเนาวาเราะห์
	นางสาวไอลดา	สหะอุดร
ปริญญา	วิทยาศาสตร์บัณฑิต	
สาขาวิชา	เคมีอุตสาหกรรม	
ปีการศึกษา	2556	
อาจารย์ที่ปรึกษา	ดร.เสาวภาคย์ ธีราทรง	

บทคัดย่อ

งานวิจัยนี้ได้ศึกษา การสร้างเครื่อง Paired Emitter Detector Diode (PEDD) เพื่อใช้ในการทำปริมาณวิเคราะห์ โดยอาศัยสมการของ Shockley และ กฎของ Beer-Lambert ซึ่งนำหลอด LED มาใช้เป็นอุปกรณ์ในการตรวจวัดโดยใช้การวิเคราะห์สัญญาณจากค่าศักย์ไฟฟ้าที่ผันตรงกับความเข้มข้นของสารที่ต้องการวิเคราะห์ โดยใช้หลอด LED 2 ตัว ตัวแรกเรียกว่า LED-Emitter นำมาใช้แทน Light source ซึ่งเป็นแหล่งกำเนิดแสงที่นิยมใช้ในเครื่อง UV-vis spectrophotometer ส่วนตัวที่สองเรียกว่า LED-Detector นำมาแทน Photodiode เพื่อใช้เป็นตัวตรวจวัด โดยจะให้ค่ากระแสผ่าน Power supply และอ่านค่าศักย์ไฟฟ้าจากเครื่อง Voltmeter ซึ่งค่าศักย์ไฟฟ้าที่เกิดขึ้นจะแปรตามปริมาณของแสงที่ตกกระทบที่มาจาก LED-Emitter

เครื่องมือที่พัฒนาขึ้นได้นำไปวิเคราะห์หาปริมาณของเหล็ก (III) ในตัวอย่างน้ำประปาและน้ำบาดาล โดยอาศัยความสัมพันธ์ระหว่างความเข้มข้นของเหล็ก (III) ในการทำปฏิกิริยากับไทโอไซยานเนต กับค่าความต่างศักย์ จากผลการทดลองพบว่า ความเป็นเส้นตรงของการวิเคราะห์เหล็ก (III) เชิงปริมาณอยู่ในช่วง 50-200 μM ขีดจำกัดต่ำสุดของการตรวจวัด (LOD) เท่ากับ 64.67 μM ค่าร้อยละความเบี่ยงเบนมาตรฐานสัมพัทธ์ (%RSD) เท่ากับ 0.44 เมื่อนำวิธีการวิเคราะห์นี้มาประยุกต์หาปริมาณเหล็ก (III) ในตัวอย่างน้ำประปาและน้ำบาดาล พบว่า องค์ประกอบอื่นๆ มีผลรบกวนต่อการวิเคราะห์ ค่าร้อยละของการวิเคราะห์คืนกลับอยู่ในช่วง 43.27 – 78.47% ดังนั้น วิธีวิเคราะห์นี้จึงไม่เหมาะสมกับการวิเคราะห์ตัวอย่างในน้ำธรรมชาติ อย่างไรก็ตาม ในการวิจัยและพัฒนาต่อไป อาจนำวิธีวิเคราะห์นี้ไปประยุกต์หาปริมาณเหล็กในตัวอย่างที่มีตัวรบกวนอยู่ในปริมาณน้อยๆ เช่น ในตัวอย่าง ยาเสริมธาตุเหล็ก เป็นต้น

คำสำคัญ: Paired Emitter Detector Diode; เหล็ก (III)

Title	Construction a Paired Emitter Detector Diode (PEDD) as Equipment for Determination of Iron (III)		
Student	Miss Rintem	Phosri	
	Miss Wila	Munaowaroh	
	Miss Ilada	Sahaudon	
Degree	Bachelor of Science		
Major	Industrial Chemistry		
Academic	2013		
Advisor	Dr. Saowapak Teerasong		

ABSTRACT

In this project , The Paired Emitter Detector Diode (PEDD) was developed as an instrument for chemical detection. The PEDD composed of 2 light emitting diodes (LEDs) , which called LED-Emitter and LED-Detector. The LED-Emitter acted as light source , while LED-Detector was used as photodiode. The detection principle of the PEDD was based on Shockley and Beer-Lambert's law , in which the measured voltage obtained from LED-Detector proportionally related to concentration of analyte.

The developed PEDD was used for quantitative analyzing of iron (III). By reacting the iron (III) with thiocyanate (SCN⁻) . Red complex of Fe(SCN)₃ was formed. This complex resulted in a change in potential of LED-Detector. As a result. Linear calibration was obtained from 50 to 200 μM of iron (III). The method provided 64.67 μM for limit of detection (LOD) and 0.44% relative standard deviation. The method was applied for analysis of iron (III) in tap water and ground water. A result showed that matrixes was strongly interfered to the method to poor recovery (43.27 – 78.42%). Therefore , this method was not suitable of iron (III) in those type of sample. The method may be tested for analyzing iron(III) in other type of sample such as Iron supplement.

Keywords: Paired Emitter Detector Diode; Iron (III)

กิตติกรรมประกาศ

การจัดทำโครงการพิเศษเล่มนี้ ได้รับความสำเร็จด้วยดีจาก ข้อมูล คำชี้แนะและสั่งสอน การดูแลเอาใจใส่และคำปรึกษา รวมทั้งวิธีการแก้ไขปัญหาต่างๆ ที่เกิดขึ้นในขณะที่จัดทำโครงการของ ดร.เสาวภาคย์ ธีราทรง และคณาจารย์ที่เกี่ยวข้อง ซึ่งคณะผู้วิจัยขอกราบขอบพระคุณเป็นอย่างสูง

ขอขอบพระคุณ ดร. ณัฐวุฒิ เชิงชั้น และ ผศ.ดร. วิบูลย์ ประดิษฐ์เวียงคำ ที่มาเป็นคณะกรรมการการคุมสอบโครงการพิเศษ ที่ได้แนะนำแนวทางเกี่ยวกับข้อบกพร่องในการจัดทำโครงการพิเศษเล่มนี้เป็นอย่างดี

ขอขอบคุณ เจ้าหน้าที่ห้องปฏิบัติการของภาควิชาเคมี ซึ่งประจำอยู่ที่อาคารวิทยาศาสตร์ และ อาคารจุฬารณณ์วัลย์ลักษณะ 1 ที่ได้ให้ความร่วมมือ และ ความช่วยเหลือ ทางด้านต่างๆ มาโดยตลอด รวมทั้งการดูแล เอาใจใส่เป็นอย่างดี ซึ่งคณะผู้วิจัยรู้สึกซาบซึ้งเป็นอย่างยิ่ง

สุดท้ายนี้ ขอขอบพระคุณ บิดา มารดา พี่น้อง และ เพื่อนๆ คณะวิทยาศาสตร์ทั้งหลาย รวมถึง รุ่นพี่ รุ่นน้อง ที่คอยเป็นกำลังใจ และ ความช่วยเหลือในด้านต่างๆ จนโครงการพิเศษนี้ สำเร็จลุล่วงไปได้ด้วยดี

นอกจากนี้ บุคคลอื่นๆ ที่ได้มีส่วนช่วยในโครงการพิเศษนี้ แต่ไม่ได้กล่าวถึงทางคณะผู้วิจัยนั้น ขออภัยและ ขอขอบคุณ มา ณ ที่นี้ด้วย

คณะผู้วิจัย

นางสาวรินเต็ม โปธิ์ศรี

นางสาววิลา มุเนาวาระห์

นางสาวไอลดา สหะอุดร

สารบัญ

	หน้า
บทคัดย่อภาษาไทย	I
บทคัดย่อภาษาอังกฤษ	II
กิตติกรรมประกาศ	III
สารบัญ	IV
สารบัญตาราง	VII
สารบัญรูปภาพ	VIII
บทที่ 1 บทนำ	1
1.1 ความเป็นมาและความสำคัญของโครงงานพิเศษ	1
1.2 วัตถุประสงค์ของโครงงานพิเศษ	1
1.3 ขอบเขตของโครงงานพิเศษ	2
1.4 ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับ	2
บทที่ 2 แนวคิด ทฤษฎี และงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง	3
2.1 สารกึ่งตัวนำ (Semiconductor)	3
2.1.1 สารกึ่งตัวนำชนิด N-Type และ P-type	3
2.1.2 การไบแอส	5
2.2 ไดโอด (Semiconductor Diode)	6
2.2.1 การทำงานของไดโอด	6
2.2.2 Light Emitting Diode (LED)	8
2.3 หลักการของเครื่อง Paired Emitter Detector Diode (PEDD)	9
2.4 การประยุกต์ใช้เครื่อง PEDD	12
2.5 การหาปริมาณของเหล็ก (III)	13
บทที่ 3 วิธีดำเนินงานวิจัย	14
3.1 สารเคมีและอุปกรณ์	14

สารบัญ (ต่อ)

	หน้า
3.1.1 สารเคมี	14
3.1.2 อุปกรณ์	14
3.2 การเตรียมสารเคมี	15
3.2.1 การเตรียมสารละลายกรด HCl 0.01 M	15
3.2.2 การเตรียมสารละลาย FeCl ₃ 0.005 M	15
3.2.3 การเตรียมสารละลาย FeCl ₃ 0.05 M	15
3.2.4 การเตรียมสารละลาย KSCN 0.1 M	15
3.3 วิธีดำเนินงานทดลอง	15
3.3.1 การสร้างเครื่อง Paired Emitter Detector Diode (PEDD)	15
3.3.2 ศึกษาค่าการดูดกลืนแสงสูงสุดของสารผลิตภัณฑ์ที่เกิดขึ้น	16
3.3.3 ศึกษาชนิดของ LED ที่เหมาะสมเพื่อใช้ในเครื่อง PEDD สำหรับการวิเคราะห์หาปริมาณเหล็ก (III)	17
3.3.4 ศึกษาคุณลักษณะของวิธีการวิเคราะห์หาปริมาณเหล็ก (III) ด้วย เครื่อง Paired Emitter Detector Diode (PEDD)	17
3.3.4.1 ช่วงความเป็นเส้นตรงของกราฟมาตรฐาน	17
3.3.4.2 การศึกษาขีดจำกัดการตรวจวัด (Limit of detection; LOD)	18
3.3.4.3 ค่าความเที่ยงของวิธีการวัด (Precision)	18
3.3.4.4 ค่าความแม่นยำของวิธีการวัด (Accuracy)	19
3.3.5 ขั้นตอนการหาปริมาณของเหล็ก (III) ในตัวอย่างน้ำประปา และน้ำบาดาล	19
3.3.5.1 การสร้างกราฟมาตรฐาน	19
3.3.5.2 การเตรียมและการวิเคราะห์ตัวอย่างน้ำประปาและน้ำบาดาล	20

สารบัญ (ต่อ)

	หน้า
บทที่ 4 ผลการทดลองและอภิปรายผล	21
4.1 การสร้างเครื่อง Paired Emitter Detector Diode (PEDD)	21
4.2 สเปกตรัมการดูดกลืนแสงของผลิตภัณฑ์ที่เกิดขึ้น	22
4.3 ศึกษาชนิดของ LED ที่เหมาะสมเพื่อใช้ในเครื่อง PEDD สำหรับการวิเคราะห์หาปริมาณเหล็ก (III)	22
4.4 คุณลักษณะเด่นของวิธีวิเคราะห์	24
4.5 ผลการวิเคราะห์หาปริมาณของเหล็ก (III) ในตัวอย่างน้ำ	29
บทที่ 5 สรุปผลการทดลอง	32
5.1 สรุปผลการทดลอง	32
เอกสารอ้างอิง	33

สารบัญตาราง

ตารางที่	หน้า	
3.1	แสดงคู่มือของหลอด LED-Emitter และ LED-Detector	17
4.1	แสดงค่าความต่างศักย์ที่วัดได้จากสารละลายเฟอร์ริกคลอไรด์ทำปฏิกิริยากับโพแทสเซียมไทโอไซยาเนตซึ่งใช้หลอด LED เป็นคู่ตัวส่งและตัวรับ โดยมีสีที่แตกต่างกันไป	23
4.1 (ก)	แสดงค่าความต่างศักย์โดยใช้หลอด LED-Emitter Blue และ LED-Detector Red	23
4.1 (ข)	แสดงค่าความต่างศักย์โดยใช้หลอด LED-Emitter Blue และ LED-Detector Blue	23
4.1 (ค)	แสดงค่าความต่างศักย์โดยใช้หลอด LED-Emitter Blue และ LED-Detector Green	23
4.1 (ง)	แสดงค่าความต่างศักย์โดยใช้หลอด LED-Emitter Blue และ LED-Detector Yellow	23
4.2	แสดงค่าความต่างศักย์ที่ค่าความเข้มข้นต่างๆ	25
4.3	แสดงการคำนวณขีดจำกัดในการตรวจวัด	27
4.4	แสดงการคำนวณค่าความเที่ยงของการทำซ้ำ 10 ครั้ง	28
4.5	แสดงค่าร้อยละการวิเคราะห์คืนกลับ (Recovery) ของน้ำตัวอย่าง	30

สารบัญรูปภาพ

รูปที่	หน้า	
2.1	แสดงการโด๊ป (Doping) ซีลีคอน (Si) ด้วย แอนติโมนี (Sb) และ โบรอน (B)	4
2.1 (ก)	การโด๊ปสารเจือที่เป็นธาตุหมู่ 5 (แอนติโมนี)	4
2.1 (ข)	การโด๊ปสารเจือที่เป็นธาตุหมู่ 3 (โบรอน)	4
2.2	การไบแอสตรงแก่รอยต่อ P-N	5
2.3	การไบแอสกลับแก่รอยต่อ P-N	5
2.4 (ก)	โครงสร้างของไดโอด	6
2.4 (ข)	สัญลักษณ์ของไดโอด	6
2.5 (ก)	ไดโอดในสภาวะที่ไม่มีแรงดันป้อน	7
2.5 (ข)	ไดโอดในสภาวะป้อนด้วยแรงดันบวก	7
2.5 (ค)	สภาวะป้อนด้วยแรงดันติดลบ	7
2.6	แสดงการต่อวงจรของหลอด LED อย่างง่าย	10
3.1 (ก)	แสดงเครื่อง Paired Emitter Detector Diode (PEDD) ที่พัฒนาขึ้นโดยใช้พีวเจอร์บอร์ด เป็นฐานรองและมีการกำหนดตำแหน่งสายไฟ	16
3.1 (ข)	แสดงช่องใส่เซลล์บรรจุสาร (Sample Holder) ที่ทำขึ้นเอง	16
4.1 (ก)	เครื่อง Paired Emitter Detector Diode (PEDD) ที่สร้างขึ้นในตอนแรก ซึ่งไม่มีตำแหน่งที่แน่นอนของสายไฟ หลอด LED และ Sample Holder	21
4.1 (ข)	เครื่อง Paired Emitter Detector Diode (PEDD) ที่พัฒนาขึ้นโดยใช้พีวเจอร์บอร์ด เป็นฐานรองเพื่อกำหนดตำแหน่งสายไฟ มีตำแหน่งที่แน่นอนของหลอด LED และ Sample Holder	21
4.2	แสดงสเปกตรัมการดูดกลืนแสงของผลิตภัณฑ์ที่เกิดขึ้น $Fe(SCN)_3$ เมื่อตรวจวัด ด้วยเครื่อง UV-vis spectrophotometer	22
4.3	กราฟมาตรฐานแสดงความสัมพันธ์ระหว่างค่าความต่างศักย์ไฟฟ้า (ΔE) และความเข้มข้นของสารผลิตภัณฑ์ที่เกิดจากสารละลายมาตรฐานเฟอร์ริกคลอไรด์ ทำปฏิกิริยากับ โปแทสเซียมไทโอไซยาเนต	24
4.3 (ก)	กราฟมาตรฐานแสดงความสัมพันธ์ระหว่างค่าความต่างศักย์ไฟฟ้า (ΔE) และความเข้มข้นของสารผลิตภัณฑ์โดยใช้หลอด LED สีน้ำเงินเป็น LED-Emitter และ LED สีแดงเป็น LED -Detector	24

สารบัญรูปภาพ (ต่อ)

รูปที่	หน้า
4.3 (ข) กราฟมาตรฐานแสดงความสัมพันธ์ระหว่างค่าความต่างศักย์ไฟฟ้า (ΔE) และความเข้มข้นของสารผลิตภัณฑ์โดยใช้หลอด LED สีน้ำเงินเป็น LED-Emitter และ LED สีน้ำเงินเป็น LED -Detector	24
4.3 (ค) กราฟมาตรฐานแสดงความสัมพันธ์ระหว่างค่าความต่างศักย์ไฟฟ้า (ΔE) และความเข้มข้นของสารผลิตภัณฑ์โดยใช้หลอด LED สีน้ำเงินเป็น LED-Emitter และ LED สีเขียวเป็น LED -Detector	24
4.3 (ง) กราฟมาตรฐานแสดงความสัมพันธ์ระหว่างค่าความต่างศักย์ไฟฟ้า (ΔE) และความเข้มข้นของสารผลิตภัณฑ์โดยใช้หลอด LED สีน้ำเงินเป็น LED-Emitter และ LED สีเหลืองเป็น LED -Detector	24
4.4 แสดงกราฟมาตรฐานของสารละลายเฟอร์ริกคลอไรด์ทำปฏิกิริยากับโพแทสเซียมไทโอไซยาเนต	26

บทที่ 1

บทนำ

1.1 ความเป็นมาและความสำคัญของโครงการพิเศษ

ในปัจจุบันนับได้ว่าเครื่อง UV-vis spectrophotometer มีความสำคัญอย่างยิ่งทั้งในภาคการศึกษาและภาคอุตสาหกรรม แต่เครื่องมือทางสเปกโตรสโกปีนั้นเป็นเครื่องมือที่มีราคาสูง อีกทั้งมีขนาดใหญ่ ไม่สะดวกต่อการเคลื่อนย้ายและการทดสอบในภาคสนาม ข้อเสียเหล่านี้ อาจเป็นข้อจำกัดในการพัฒนาการศึกษาและความก้าวหน้าทางอุตสาหกรรมได้ ทำให้เกิดการวิจัยและพัฒนาเครื่องมือวิเคราะห์ที่มีชื่อว่า Paired Emitter Detector Diode (PEDD) โดยเครื่อง PEDD นี้จะใช้หลอด Light Emitter Diode (LED) เป็นคู่ตัวส่งและตัวรับแสงขึ้นมาแทนการใช้ Light Source และ Photodiode ในเครื่อง UV-vis Spectrophotometer ซึ่งทำให้เครื่องมือที่ได้พัฒนาขึ้นมาเป็นเครื่องมือที่มีขนาดกะทัดรัด สะดวกต่อการเคลื่อนย้ายและมีราคาต่ำ

ไดโอดเปล่งแสง (Light Emitting Diode ; LED) เป็นอุปกรณ์อิเล็กทรอนิกส์ขนาดเล็ก ที่มีราคาถูกมาก อีกทั้งยังมีความเสถียร และทนทาน โดย LED ยังเป็นแหล่งกำเนิดแสงที่ใช้พลังงานน้อย และยังให้แสงที่มีช่วงความถี่ของสเปกตรัมที่กว้าง นับตั้งแต่แสง UV ไปจนถึง NIR

ดังนั้น การนำ LED มาใช้เป็นส่วนประกอบในเครื่อง PEDD จึงมีข้อดีคือ เนื่องจาก หลอด LED มีราคาถูกจึงเป็นการลดต้นทุนในการผลิต ซึ่งเครื่องมือ PEDD สามารถนำมาใช้ในการทำงานเคมีวิเคราะห์ได้ ซึ่งมีงานวิจัยที่ใช้หลอด LED เป็นแหล่งกำเนิดแสงและตัวตรวจวัด เช่น ในปี 2008 Robert Koncki และคณะได้ทำการวิจัยชนิดของหลอด LED ที่เหมาะสมที่สุดสำหรับเป็นตัวตรวจวัดสารสีแดงที่เกิดจาก Iron (III) Thiocyanate และสารสีน้ำเงินที่เกิดจาก Bromothymol blue (BTB) ที่ละลายอยู่ใน borate buffer (pH=9.2) [1]

ดังนั้น ในโครงการวิจัยนี้จึงได้นำเสนอการประดิษฐ์เครื่อง PEDD เพื่อใช้เป็นเครื่องตรวจวัด โดยจะทดสอบหาปริมาณเหล็ก (III)

1.2 วัตถุประสงค์ของโครงการพิเศษ

1.2.1 เพื่อศึกษาและพัฒนาเครื่อง PEDD เพื่อใช้เป็นเครื่องมือตรวจวัดเคมีวิเคราะห์

1.2.2 นำเครื่อง PEDD ที่พัฒนาขึ้นไปใช้ทดสอบหาปริมาณเหล็ก (III) ในน้ำตัวอย่าง

1.3 ขอบเขตของโครงการพิเศษ

1.3.1 สร้างเครื่อง PEDD และวิจัยและพัฒนาเครื่อง PEDD โดยใช้หลอด LED เป็นคู่ตัวส่งและตัวรับแทนการใช้ Light Source และ Photodiode ให้มีประสิทธิภาพในการตรวจวัดได้อย่างถูกต้องแม่นยำ

1.3.2 ใช้เครื่อง PEDD เป็นเครื่องตรวจวัดในการหาปริมาณเหล็ก (III)

1.3.3 ประยุกต์ใช้เครื่องมือและวิธีที่พัฒนาขึ้นในการหาปริมาณเหล็ก (III) ในน้ำตัวอย่าง

1.4 ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับ

1.4.1 ได้เครื่อง PEDD เป็นเครื่องมือตรวจวัดทางเคมี และยังสามารถนำมาเป็นทางเลือกหนึ่งในการเลือกใช้เครื่องมือตรวจวัดความเข้มข้น เนื่องจากมีต้นทุนในการผลิตต่ำและมีขนาดกะทัดรัด

1.4.2 ได้รับองค์ความรู้และความเข้าใจมากขึ้น เกี่ยวกับกระบวนการคิด รวมทั้งขั้นตอนการประดิษฐ์และเงื่อนไขต่างๆ ที่มีผลต่อประสิทธิภาพการตรวจวัดเครื่อง PEDD

บทที่ 2

แนวคิด ทฤษฎี และ งานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

2.1 สารกึ่งตัวนำ (Semiconductor) [2,3]

ในปัจจุบันอุตสาหกรรมอิเล็กทรอนิกส์ ได้พึ่งพาวัสดุสารกึ่งตัวนำในการสร้างอุปกรณ์อิเล็กทรอนิกส์แทนการใช้อุปกรณ์ที่ใช้หลักการของหลอดสุญญากาศ ทำให้อุปกรณ์ที่ได้มีขนาดเล็ก และมีน้ำหนักเบา ไม่ต้องใช้ความร้อนในการอุ่นไส้หลอด และยังมีความทนทานในทางกลอีกด้วย

สารกึ่งตัวนำเป็นธาตุที่มีคุณสมบัติเป็นตัวนำไฟฟ้า (Conductor) และ ฉนวนไฟฟ้า (Insulator) โดยที่นิยมนำมาใช้คือ ธาตุเจอร์มันเนียม (Germanium : Ge) และ ซิลิกอน (Silicon : Si)

การนำธาตุ Ge และ Si มาสร้างอุปกรณ์อิเล็กทรอนิกส์มีเหตุผลสำคัญสองประการ

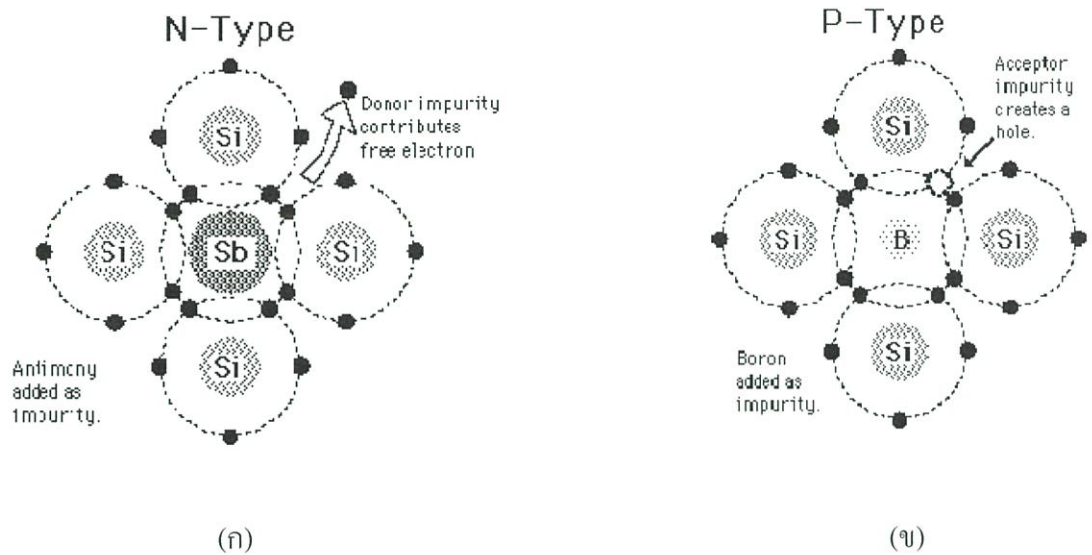
1. สามารถนำไปผ่านกระบวนการให้มีความบริสุทธิ์สูงซึ่งควรมีความบริสุทธิ์ขั้นต่ำ 99.999999 % (9N) ซึ่งปัจจุบันสามารถทำ Si ได้บริสุทธิ์ถึง 10N
2. สามารถเปลี่ยนแปลงคุณสมบัติทางไฟฟ้าด้วยความร้อนหรือแสงสว่าง จึงเหมาะที่นำไปสร้างอุปกรณ์อิเล็กทรอนิกส์ที่ไวต่อความร้อนและแสงสว่าง

2.1.1 สารกึ่งตัวนำชนิด N และ P

คุณสมบัติทางไฟฟ้าของสารกึ่งตัวนำบริสุทธิ์สามารถเปลี่ยนแปลงได้ด้วยการเจือสารที่ไม่บริสุทธิ์ลงไป ซึ่งเราเรียกว่าการโด๊ป (Doping) การเจือสารเจือปนเพียงเล็กน้อย จะเปลี่ยนแปลงโครงสร้างของแถบพลังงานเป็นอย่างมาก

สารกึ่งตัวนำชนิด N (N-Type Semiconductor) ได้จากการเติมสารเจือที่เป็นธาตุหมู่ 5 ซึ่งมีวาเลนซ์อิเล็กตรอน 5 ตัว เช่น แอนติโมนี Sb, อาร์เซนิก As หรือ ฟอสฟอรัส P เป็นต้น ลงใน Ge หรือ Si บริสุทธิ์

สารกึ่งตัวนำชนิด P (P-Type Semiconductor) ส่วนสารกึ่งตัวนำชนิด P จะได้จากการเติมสารเจือที่เป็นธาตุหมู่ 3 ที่มีวาเลนซ์อิเล็กตรอน 3 ตัว ได้แก่ โบรอน B, แกลเลียม Ga หรือ อินเดียม In ลงใน Ge หรือ Si บริสุทธิ์



รูปที่ 2.1 แสดงการโด๊ป (Doping) ซิลิกอน (Si) ด้วย แอนติโมนี (Sb) และ โบรอน (B)

สารกึ่งตัวนำชนิด N (N-Type Semiconductor) ได้จากการเติมสารเจือที่เป็นธาตุหมู่ 5 ซึ่งมีวาเลนซ์อิเล็กตรอน 5 ตัว เช่น แอนติโมนี Sb, อาร์เซนิก As หรือ ฟอสฟอรัส P เป็นต้น ลงใน Ge หรือ Si บริสุทธิ์

สารกึ่งตัวนำชนิด P (P-Type Semiconductor) ส่วนสารกึ่งตัวนำชนิด P จะได้จากการเติมสารเจือที่เป็นธาตุหมู่ 3 ที่มีวาเลนซ์อิเล็กตรอน 3 ตัว ได้แก่ โบรอน B, แกลเลียม Ga หรือ อินเดียม In ลงใน Ge หรือ Si บริสุทธิ์

รูปที่ 2.1 (ก) แสดงให้เห็นว่า การเติมสารเจือที่เป็นธาตุหมู่ 5 (แอนติโมนี) ทำให้เกิดวาเลนซ์อิเล็กตรอนที่ไม่มีคู่ที่อะตอมของสารเจืออิเล็กตรอนที่ไม่มีคู่นี้ เมื่อได้รับพลังงานเพียงเล็กน้อยก็พร้อมที่จะเป็นอิเล็กตรอนอิสระที่นำไฟฟ้าได้ สารกึ่งตัวนำชนิด n มีสภาพทางไฟฟ้าเป็นลบ (Negative) **(ข)** แสดงให้เห็นว่า การเติมสารเจือที่เป็นธาตุหมู่ 3 (โบรอน) ทำให้ขาดวาเลนซ์อิเล็กตรอนไปหนึ่งตัว เกิดเป็นช่องว่าง หรือ โฮล (Hole) ซึ่งมีสมบัติทางไฟฟ้าเป็นบวก (Positive)

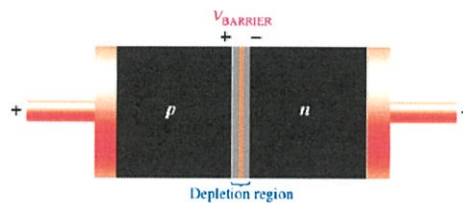
สารกึ่งตัวนำ P-Type หรือ N-Type เพียงอย่างหนึ่งอย่างใด จะมีคุณสมบัติทางไฟฟ้าเป็นความต้านทานไฟฟ้า แต่หากเราสามารถสร้างรอยต่อระหว่างสารกึ่งตัวนำชนิด P และ N ได้ อิเล็กตรอนในสารกึ่งตัวนำ N-Type จะแพร่ข้ามรอยต่อไปรวมกับโฮลใน P-Type จับเป็นพันธะที่ไม่มีพาหะนำไฟฟ้า

หากพิจารณาคร่าวๆ ที่ความเข้มข้นของสารเจือที่เท่ากันก็อาจจะคิดว่า อิเล็กตรอนจะรวมกับโฮลจนหมดสิ้น ในความเป็นจริง เนื่องจากอะตอมสารเจือ หมู่ 5 ในสารกึ่งตัวนำ N-Type เมื่อไม่

มีอิเล็กตรอนใกล้ๆ ก็จะแสดงอำนาจประจุไฟฟ้าบวก และอะตอมสารเจือ หมู่ 3 ในสารกึ่งตัวนำ P-Type เมื่อไม่มีโฮลก็จะแสดงอำนาจประจุไฟฟ้าเป็นลบ จะสังเกตได้ว่าเกิดกำแพงสนามไฟฟ้า ขัดขวางไม่ให้อิเล็กตรอนข้ามรอยต่อไปรวมกับโฮล การรวมตัวของอิเล็กตรอนกับโฮลจนไม่มีพาหะนำไฟฟ้า (จึงไม่นำไฟฟ้า) จะเกิดเฉพาะตรงบริเวณใกล้ๆ รอยต่อเท่านั้น บริเวณที่เกิดการรวมตัวนี้เรียกว่า บริเวณปลอดพาหะ (Depletion Region) โดยความกว้างของบริเวณปลอดพาหะในสภาพไร้สนามไฟฟ้าจากภายนอก จะขึ้นกับความเข้มข้นของสารเจือ และอุณหภูมิ

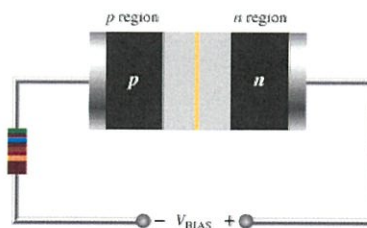
2.1.2 การไบแอส [4]

เป็นการป้อนแรงดันไฟฟ้าให้กับอุปกรณ์เพื่อให้ทำงานตามที่ผู้ออกแบบต้องการ โดยการไบแอสรอยต่อ P-N เป็นการป้อนสนามไฟฟ้าภายนอกให้แก่รอยต่อ ซึ่งมีผลต่อบริเวณปลอดพาหะ ซึ่งสามารถทำได้สองแบบ คือ การไบแอสตรง (Forward Bias) และ การไบแอสกลับ (Reverse Bias)



รูปที่ 2.2 การไบแอสตรงแก่รอยต่อ P-N

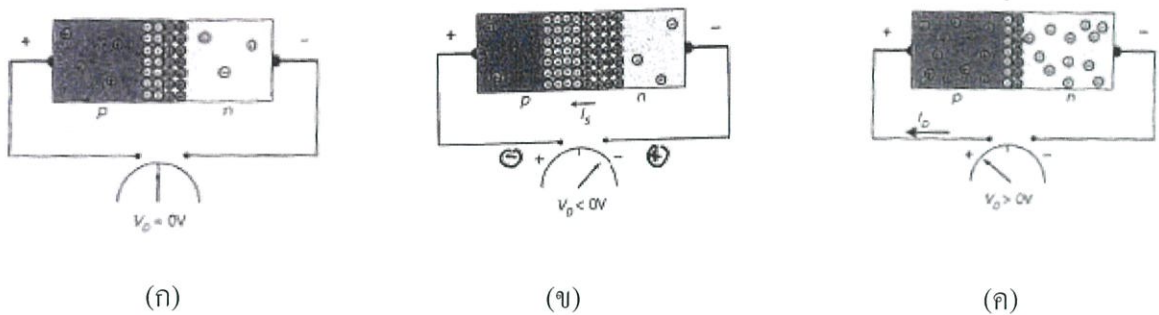
รูปที่ 2.2 แสดงการไบแอสตรงแก่รอยต่อ P-N โดยการป้อนศักย์ไฟฟ้าบวกแก่สารกึ่งตัวนำ P-Type และการป้อนศักย์ลบให้แก่สารกึ่งตัวนำ N-Type ซึ่งจะผลักให้พาหะข้างมากเข้าหารอยต่อ ทำให้บริเวณปลอดพาหะแคบลง หากศักย์ไฟฟ้าที่ป้อนนี้มีค่าสูงกว่ากำแพงศักย์ไฟฟ้าภายในรอยต่อ ก็จะเกิดกระแสไฟฟ้าไหลผ่านรอยต่อได้ ซึ่งศักย์ไฟฟ้าที่รอยต่อของรอยต่อ P-N ที่สร้างจาก Ge มีค่าประมาณ 0.3V และ Si จะมีค่าประมาณ 0.7 V ที่ 25 องศาเซลเซียส



รูปที่ 2.3 การไบแอสกลับแก่รอยต่อ P-N

แรงดันตกคร่อมภายในตัวไดโอดซึ่งเกิดจากกระแสไหลย้อนกลับภายในตัวไดโอด ปกติแล้ว $V_F = 0.7 \text{ V}$. สำหรับ Silicon (Si) และ $V_F = 0.3 \text{ V}$. สำหรับ Germanium (Ge)

(3) สถานะป้อนด้วยแรงดันติดลบ (Reverse Bias โดย $V_D < V$.) เมื่อไดโอดมีแรงดันติดลบป้อนจะมีลักษณะดังรูปที่ 2.5 (ค) ไม่มีกระแสไหลจากขั้วบวกไปยังขั้วลบ จะมีเพียงแต่กระแสปริมาณน้อยมาก (ในหน่วย nA) ไหลย้อนผ่านไดโอดจากขั้วลบไปยังขั้วบวก เรียกว่า Leakage หรือ Reverse saturation หาก Current (I_S) ป้อนแรงดันติดลบมากเกินไป จนเกินขนาดของแรงดันติดลบที่ไดโอดสามารถรับได้ (Breakdown voltage, V_{BR}) กระแสไหลย้อนจะเพิ่มมากขึ้นอย่างรวดเร็ว ซึ่งสามารถทำให้ไดโอดเกิดความเสียหายได้ [3]



รูปที่ 2.5 (ก) สถานะที่ไม่มีแรงดันป้อน (ข) สถานะป้อนด้วยแรงดันบวก (ค) สถานะป้อนด้วยแรงดันติดลบ

กระแสที่ไหลผ่านไดโอด (I_D) สำหรับสถานะ Forward Bias และ Reverse Bias สามารถหาได้จากสมการ Shockley ดังสมการ (1) และ (2) ตามลำดับ

$$I_D = I_S \left[\left(e^{\frac{-E}{E_T}} \right) - 1 \right] \quad (1)$$

$$I_D = I_S \left[\left(e^{\frac{-E}{E_T}} \right) - 1 \right] \quad (2)$$

โดยที่

I_D คือ กระแสไดโอด

V_D คือ แรงดันที่ป้อนให้กับไดโอด (มีค่าเป็นบวกสำหรับ Forward Bias

และ ค่า เป็นลบสำหรับ Reverse Bias)

I_S	คือ	Reverse Saturation Current
V_T	คือ	Thermal Voltage หาได้จาก สมการดังนี้
V_T	=	$\frac{kT}{q}$
โดย		
T	คือ	อุณหภูมิสิ่งแวดล้อม มีหน่วยเป็น Kelvin ($K = 273 + ^\circ C$)
K	คือ	ค่าคงที่ของ Boltzmann (1.3806×10^{-23} J/K)
q	คือ	ค่าประจุ (1.6022×10^{-19} C)

2.2.2 Light Emitting Diodes (LED)

LED เป็นไดโอดชนิดหนึ่ง que เมื่อป้อนพลังงานให้แล้วจะส่องแสงออก เรียกว่าปรากฏการณ์ Electroluminescence ซึ่งค้นพบโดย กัปตันชาวอังกฤษ Henry Joseph Round เมื่อปี 2450 โดยการทำงานเป็นดังนี้ โครงสร้างประกอบไปด้วยสารกึ่งตัวนำสองชนิด (สารกึ่งตัวนำชนิด N และสารกึ่งตัวนำชนิด P) ประกบเข้าด้วยกัน มีผิวข้างหนึ่งเรียบคล้ายกระจกเมื่อจ่ายไฟฟ้ากระแสตรงผ่านตัว LED โดยจ่ายไฟบวกให้ขาแอนโนด (A) จ่ายไฟลบให้ขาแคโทด (K) ทำให้อิเล็กตรอนที่สารกึ่งตัวนำชนิด N มีพลังงานสูงขึ้น จนสามารถวิ่งข้ามรอยต่อจากสารชนิด N ไปรวมกับโฮลในสารชนิด P การที่อิเล็กตรอนเคลื่อนที่ผ่านรอยต่อ PN ทำให้เกิดกระแสไหล เป็นผลให้ระดับพลังงานของอิเล็กตรอนเปลี่ยนไปและคายพลังงานออกมาในรูปคลื่นแสง สีของแสงที่เกิดจากรอยต่อจะขึ้นอยู่กับชนิดของวัสดุที่นำมาใช้ในการสร้าง LED ทั้งชนิดที่เป็นของเหลวและก๊าซ เช่น ใช้แกเลียมฟอสไฟด์ (GALLIUM PHOSPHIDE , GaP) ทำให้เกิดแสงสีแดง ใช้แกเลียมอาซีนไนด์ ฟอสไฟด์ (GALLIUM ARSENIDE PHOSPHIDE , GaAsP) เกิดแสงสีเหลืองและเขียวการควบคุมปริมาณแสงสว่างจะควบคุมกระแสที่ไหลผ่านหลอด LED หากกระแสที่ไหลสูงมากไปจะทำให้หลอดมีความสว่างมาก แต่หากป้อนกระแสสูงมากไปจะทำให้บริเวณรอยต่อของสารกึ่งตัวนำเกิดความร้อนปริมาณมากจนทำให้โครงสร้างหลอดเสียหายไม่สามารถใช้งานได้อีก

รูปแบบของ LED แบ่งเป็น 2 ประเภท

1. Lamp Type เป็นแอลอีดีชนิดที่พบกันอยู่ทั่วไปมีขายื่นออกมาจากตัว Epoxy 2 ขาหรือมากกว่า โดยมีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางตั้งแต่ 3 mm. ขึ้นไป บริษัทผู้ผลิตจะออกแบบให้ขั้วกระแสได้ไม่เกิด 150 mA

2. Surface Mount Type (SMT) มีลักษณะ packet เป็นตัวบางๆ เวลาประกอบต้องใช้เครื่องมือชนิดพิเศษมีขนาดการขั้วกระแสตั้งแต่ 20 mA-มากกว่า 1 A สำหรับแอลอีดีแบบ SMT ถ้า

ขั้วกระแสได้ตั้งแต่ 300 mA ขึ้นไป จะเรียกว่า power LED การใช้งานส่วนใหญ่จะใช้ภายใน เนื่องจากสารเคลือบหน้าหลอดแอลอีดีส่วนใหญ่จะเป็นซิลิโคน ซึ่งระอองน้ำหรือความชื้นสามารถซึมผ่านได้

ปัจจุบันได้มีการนำหลอด LED มาใช้ประโยชน์กันอย่างแพร่หลายมากขึ้น เช่น ใน เครื่องคิดเลข เครื่องพิมพ์ ไฟสัญญาณจราจร ไฟท้ายรถยนต์ ป้ายสัญญาณ ป้ายโฆษณา ไฟฉาย จอวีดีทัศน์ขนาดใหญ่ (Bill - Board ,Score-board) โคม Down light และหลอดไฟประดับตกแต่ง ภายใน

ข้อดีของหลอด LED

- ใช้พลังงานน้อย มีน้ำหนักเบา และขนาดเล็ก มีการดูแลรักษาต่ำ
- ทนต่อการสั่นสะเทือนและแรงกระแทก จึงเหมาะสมสำหรับติดตั้งในเครื่องบินหรือรถยนต์

- สามารถเปิดปิดได้บ่อยครั้ง และเมื่อเปิดจะให้แสงสว่างโดยทันที
- อายุการใช้งานยาวนานถึง 100,000 ชั่วโมง
- ปลดปล่อยความร้อนออกมาน้อยมาก ทำให้ลดการสูญเสียพลังงานไฟฟ้าในส่วนเครื่องปรับอากาศ

- สามารถควบคุมคุณภาพของแสงที่ปล่อยออกมาได้จึงสามารถนำไปใช้ให้แสงสว่างในบางสถานที่ได้ เช่น การให้แสงสว่างกับภาพเขียน เนื่องจากสามารถควบคุมแสงสว่างจาก LED ไม่ให้มีส่วนผสมของแสงที่เป็นอันตรายต่อภาพเขียน เช่น แสงอินฟราเรด และแสงอัลตราไวโอเล็ต

ข้อจำกัดของหลอด LED

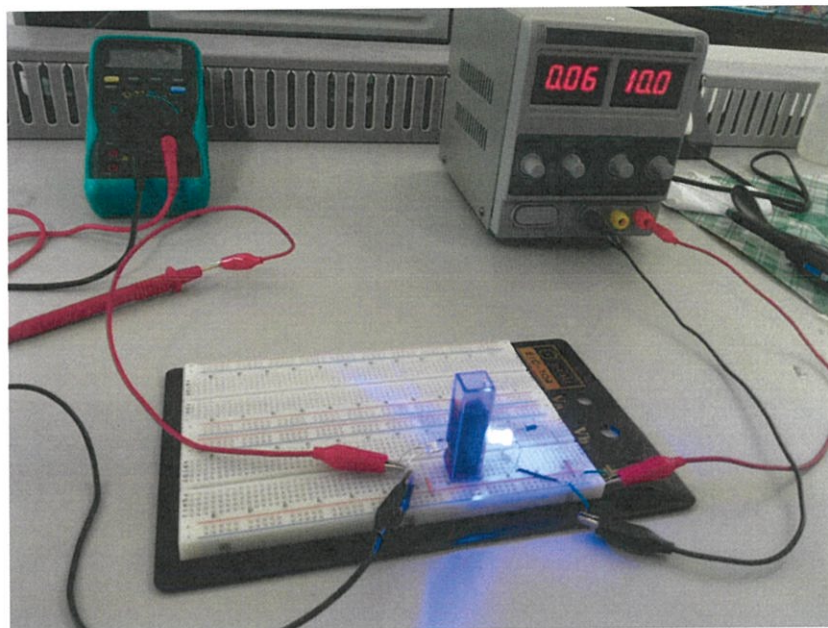
- ในการนำหลอด LED มาใช้งานต้องมีการทดสอบสีว่า แสงที่ออกมาเป็นแสงสีที่ถูกต้องหรือไม่

- ราคาหลอด LED ยังแพงกว่าหลอดฟลูออเรสเซนต์อยู่มาก [6]

2.3 หลักการของ Paired Emitter Detector Diode [5]

จากสมการของ Shockley กับกฎของ Beer-Lambertทำให้สามารถนำ หลอด LED มาใช้เป็นอุปกรณ์ในการตรวจวัดได้ โดยวิเคราะห์สัญญาณจากค่าศักย์ไฟฟ้าซึ่งผันตรงกับความเข้มข้นของสารที่ต้องการนำมาวิเคราะห์

ซึ่งจะใช้หลอด LED ตัวแรกมาใช้แทนแหล่งกำเนิดแสงที่ใช้ในเครื่อง UV-vis spectrophotometer และใช้ตัวที่สองมาใช้แทน Photodiode เพื่อเป็นตัวตรวจวัดแทน ซึ่งในการใช้หลอด LED ที่นำมาแทนแหล่งกำเนิดแสงเราจะให้อยู่ในสถานะแบบ Forward bias และ หลอดที่ใช้เป็นตัวตรวจวัดอยู่ในสถานะแบบ Reverse bias ซึ่งไม่มีกระแสไหลอยู่ภายในหลอด จะมีแต่กระแสรั่วไหลเพียงเล็กน้อยเท่านั้น



รูปที่ 2.6 แสดงการต่อวงจรของหลอด LED อย่างง่าย

รูปที่ 2.6 แสดงให้เห็นถึงการต่อหลอด LED กับแผงวงจรไฟฟ้าอย่างง่าย โดยให้กระแสไฟฟ้าผ่านเครื่อง Power Supply และ อ่านค่าความต่างศักย์ไฟฟ้าจากเครื่อง Voltmeter ที่แตะที่ขาทั้งสองขาของ LED ซึ่งทำหน้าที่เป็นตัวตรวจวัด โดยปรับโวลต์มิเตอร์ไปที่กระแสสลับ

ดังนั้น กระแสที่เกิดขึ้นที่ LED ซึ่งสามารถอธิบายได้ โดยอาศัยสมการของ Shockley ดังนี้

$$I_d = I_s \left[\left(e^{\frac{-E}{kT}} \right) - 1 \right] \quad (2)$$

ค่าติดลบ 1 ในสมการที่ (2) เป็นค่าที่เล็กน้อยมากเมื่อเทียบกับ $\left(e^{\frac{-E}{kT}} \right)$ ในรูปยกกำลังจึงสามารถตัดทิ้งได้

$$I_d = I_s \left(e^{\frac{-E}{kT}} \right) \quad (3)$$

ใส่ \log ทั้งสองฝั่งของสมการ จะได้

$$\log I = \log I_s + \left[\frac{-E}{E_T} \right] \quad (4)$$

ถ้าให้ $\log I_s$, a และ E_T เป็นค่าคงที่ เมื่อ แทน $\log I_s$ เป็น a และ แทน E_T ด้วย b จะได้

$$\log I = a - E/b \quad (5)$$

จัดสมการใหม่ให้อยู่ในเทอมของ E

$$-E = b(\log I) - a \quad (6)$$

แทนค่า E ในเทอม (-E) และ a ในเทอมของ (-a) เพื่อให้สมการดูง่ายขึ้น

$$E = a + b \log I \quad (7)$$

ค่ากระแสที่เกิดขึ้นใน LED ของตัวตรวจวัด จะแปรตามปริมาณแสงที่ตกกระทบ (I_L) ซึ่งมาจากตัว Emitter

$$I_L = \text{Light Intensity}$$

$$E = a + b \log I_L \quad (8)$$

การทำ Blank หมายความว่า มีเฉพาะตัวทำละลายที่ไม่ดูดกลืนแสงเพราะฉะนั้นแสงที่ตกกระทบบน Detector สูงสุด ได้เท่ากับ

$$E_{\max} = a + b \log I_{\max} \quad (9)$$

ในกรณีของสารตัวอย่าง (Sample) สามารถดูดกลืนแสงได้บางส่วน ดังนั้น แสงที่ตกกระทบบน LED Detector จะได้เป็น

$$E_{\text{Sample}} = a + b \log I_{\text{Sample}} \quad (10)$$

ดังนั้นเราจะสามารถวัดค่าการเปลี่ยนแปลงทางแรงดันไฟฟ้า (ΔE) ได้เป็น

$$\Delta E = E_{\max} - E_{\text{sample}} = b \log (I_{\max} / I_{\text{sample}}) \quad (11)$$

จะเห็นได้ว่า $I_{\max} / I_{\text{sample}}$ มีความหมายเดียวกันกับค่า I_0 / I เมื่อ I_0 คือ แสงที่ให้ Incident light และ I คือ แสงที่ผ่านออกมา ดังนั้น

$$\Delta E = b A = b \epsilon l c \quad (12)$$

โดยที่ l คือ ระยะทางที่แสงส่องผ่านตัวอย่าง และ c คือ ค่าความเข้มข้นของสารตัวอย่าง

ด้วยเหตุผลดังนี้ เราจึงสามารถนำ PEDD มาใช้ในการหาปริมาณวิเคราะห์โดยเทียบกับกฎของ Beer-Lambert ซึ่งเป็นหลักการเดียวกันกับเครื่อง UV-vis Spectrophotometer ได้

2.4 การประยุกต์ใช้ PEDD [6,7,8,9]

Diamond D. และคณะ ได้ทำการวิจัยโดยใช้ LED ขนาดเล็กเป็นเครื่องตรวจวัดในเครื่อง HPLC โดยทำการตรวจสอบ Co (II) และ Mn (II) ซึ่งเครื่องตรวจวัดความเข้มแสงนี้ใช้ LED 2 ตัว ตัวที่ 1 ใช้เป็นแหล่งแสง ตัวที่ 2 ใช้เป็นตัวตรวจวัดแสง แทนการวัดค่าการดูดกลืนแสงโดยตรง ใช้เครื่องจับเวลาในการวัดเวลาที่ใช้ในการผลิตกระแสโดยตัวปล่อยแสง ($\lambda_{\max} = 500 \text{ nm}$) ไปยังตัวรับแสง ($\lambda_{\max} = 621 \text{ nm}$) จากกระแส 5 V (logic 1) เป็น 1.7 V (logic 0) จะให้ตัวเลขออกมาโดยไม่ต้องแปลงค่า โดย A/D ใช้วิธี Pose-Column Reagent คอลัมน์ นิวคลีโอซิล 100-7 (หมู่ฟังก์ชัน Imidodiacetic Acid (IDA)) ใช้แยกสารผสมของโลหะเชิงซ้อน Mn(II) และ Co(II) ใน 4-(2-pyridylazo)-resorcinol (PAR) ในการตรวจวัดจะใช้ทั้ง in-build HPLC ที่สามารถปรับความยาวคลื่นได้ กับ PEDD และนำมาเปรียบเทียบกัน ช่วงความเข้มข้นที่ได้ตรวจสอบโดยใช้ PEDD พบว่าให้การตอบสนองเป็นเส้นตรงสำหรับ Mn (II) และ CO(II) PAR complex ผลกระทบจากอัตราการใช้หลอด และความเข้มของแหล่งแสงก็ได้ทำการตรวจสอบแล้ว เครื่อง PEDD อยู่ภายใต้เงื่อนไขที่เหมาะสม ให้ช่วงเส้นตรงที่ 0.9-100 microM และ LOD ที่ 0.09 microM สำหรับสารเชิงซ้อน Mn-PAR และช่วงเส้นตรงที่ 0.2-100 microM และ LOD ที่ 0.09 microM สำหรับสารเชิงซ้อน Co-PAR

Dermot Diamond และคณะ ได้ประดิษฐ์อุปกรณ์ส่งสัญญาณโดยใช้ LED เป็นตัวตรวจวัดแสง ที่ถูกพัฒนาขึ้นเพื่อวิเคราะห์ทางสี อุปกรณ์นี้ถูกตรวจสอบโดยการวัดค่าการดูดกลืนแสงกับสี่อิมโบรโมครีซอลกรีนก่อนจะนำเครื่องมาใช้ตรวจวัด Cd (II) และ Pb (II) ในน้ำ ผลการวิเคราะห์แสดงว่าการใช้อุปกรณ์นี้สามารถนำมาเปรียบเทียบกับเครื่อง UV-Vis ที่มีราคาแพงได้ โดยมีข้อดีคือ ราคาต่ำ ใช้พลังงานน้อยและใช้งานง่าย

Leon Barron และคณะ ได้ทำการหาปริมาณโลหะอัลคาไลน์เอิร์ธในตัวอย่างน้ำโดยใช้ไอออนโครมาโทกราฟีที่คอลัมน์มีขนาดสั้น (25 mm 4.6 mm) เคลือบด้วย Monolithic และใช้ PEDD ซึ่งมีราคาถูกกว่าเครื่องมือทั่วไปเป็นตัวตรวจวัด ในการหาปริมาณโลหะอัลคาไลน์เอิร์ธใน Aqueous Matrixs ระบบถูกปรับใช้ในการแยก Mg Ca Sr Ba ได้น้อยกว่า 7 นาที ใช้ HCl 0.15 M ที่ pH 3 เป็น Mobile Phase การตรวจวัดการทำปฏิกิริยากับ Post-Column ที่ 570 nm ใช้ o-cresolphthalein complexon การเปรียบเทียบการทำงานของเครื่องตรวจวัด PEDD กับเครื่องมือมาตรฐานที่ใช้ตรวจวัดค่าการดูดกลืนแสงในห้องปฏิบัติการ พบว่า LOD ของ Mg และ Ca ที่ใช้เครื่อง PEDD เท่ากับ 0.16 และ 0.23 mg L⁻¹ ตามลำดับ ระบบที่พัฒนาขึ้นนี้ใช้ในการหาปริมาณ Ca และ Mg ในตัวอย่าง Spring Water

Poontawee Seartie และคณะได้นำเสนอการหาปริมาณซุโครสและฟอสเฟตแบบพร้อมกันโดยการใช้ระบบฉีดแบบต่อเนื่องโดยมี PEDD ทำหน้าที่เป็น Light Sensor ใช้ LED 2 ตัวที่ความยาวคลื่น 890 nm ในการหาปริมาณซุโครสในหน่วย Brix ทำได้โดยการวัดการหักเหของแสงที่ปรากฏที่ Interface ของของเหลวระหว่างสารละลายซุโครสและน้ำ (Schlieren Effect) การวัดฟอสเฟตวัดได้จากการเกิดแคลเซียมฟอสเฟตโดยการตรวจวัดแบบ Turbidimetric รูปแบบในการบรรจุสารแบบต่อเนื่องและตรงตามปริมาตร (Sample-Precipitating Reagent-Sample) การตรวจวัดซุโครสและฟอสเฟตแบบต่อเนื่องสามารถทำได้โดยใช้ตัวตรวจวัด PEDD เพียงตัวเดียว ในสถานะที่เหมาะสม ค่าความเป็นเส้นตรงของซุโครสอยู่ในช่วง 1-7 Brix และค่าความเป็นเส้นตรงของ PO_4^{3-} L^{-1} อยู่ในช่วง 50 - 200 mg ค่าความแม่นยำ %RSD ต่ำกว่า 2% (n=10) ในการวิเคราะห์ซุโครสและฟอสเฟตในช่วงเวลาหนึ่งได้ผลเป็นที่น่าพอใจ โดยสามารถฉีดได้ 21 ครั้ง วิธีนี้นำมาปรับใช้ได้อย่างได้ผลในการตรวจวัดซุโครสและฟอสเฟตในเครื่องดื่มโคล่า

2.5 การหาปริมาณของเหล็ก (III) [10]

ในปี 2555 ภาควิชาเคมี คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยนเรศวร ได้ทำการวิเคราะห์หาปริมาณเหล็ก (III) โดยการสกัดด้วย 8-Hydroxyquinoline ซึ่งสารละลายของเหล็ก (III) ในน้ำสามารถถูกสกัดด้วยสารละลายออกซินในคลอโรฟอร์มที่มี pH ระหว่าง 2-10 สารละลายที่มี pH ในช่วง 2-2.5 ไอออนของโลหะนิกเกิล โคบอลต์ ซีเลเนียม และอลูมิเนียม จะไม่รบกวนในวิธีการสกัด เมื่อนำสารละลายของเหล็ก (III) ในน้ำผสมกับสารละลาย Oxine 1% ในคลอโรฟอร์มแล้วเขย่า เมื่อตั้งทิ้งไว้ให้แยกชั้นจากกันจะพบว่าชั้นของคลอโรฟอร์มเป็นสีเขียวแกมเหลืองของ Ferric Oxinate ซึ่งเป็นสารประกอบเชิงซ้อนของเหล็ก (III)-ออกซิน ละลายได้ดีในคลอโรฟอร์มดังนั้น เหล็ก (III) จึงถูกสกัดออกจากชั้นน้ำได้ ออกซินไม่ละลายน้ำมีลักษณะเป็นผลึกสีขาวทำปฏิกิริยากับเหล็กได้สารประกอบเชิงซ้อนเหล็ก-ออกซิน เป็นสารที่สามารถวัดค่าการดูดกลืนแสงที่ความยาวคลื่น 470 nm (สีเขียวแกมเหลือง) ดังนั้นจึงสามารถวัดหาปริมาณของเหล็กที่สกัดได้โดยวิธีทางสเปกโตรโฟโตเมตรี (Spectrophotometry)

ในโครงการวิจัยนี้ จะหาปริมาณเหล็ก (III) โดยอาศัยปฏิกิริยาระหว่าง



เกิดเป็นสารประกอบเชิงซ้อนสีแดง ซึ่งนำไปวัดค่าความยาวคลื่นที่ 477 nm โดยงานวิจัยนี้จะใช้เครื่อง PEDD ตรวจวัดแทนเครื่อง UV-vis spectrophotometer

บทที่ 3

วิธีดำเนินงานวิจัย

3.1 สารเคมีและอุปกรณ์

3.1.1 สารเคมี

1. สารละลายกรดไฮโดรคลอริก (HCl) , เข้มข้น 37 % , Carlo ERBA
2. โพแทสเซียมไทโอไซยาเนต (KSCN) , MW 97.184 , Carlo ERBA
3. เฟอร์ริกคลอไรด์ แอนไฮดรัส (FeCl₃ Anhydrous) , MW 162.21 , Carlo ERBA

3.1.2 อุปกรณ์

- | | | | | |
|--------------------------------------------------------------------------------------|------|-----------|-----------------|-------|
| 1. บีกเกอร์ | ขนาด | 50 | cm ³ | 1 ใบ |
| | ขนาด | 100 | cm ³ | 1 ใบ |
| | ขนาด | 250 | cm ³ | 1 ใบ |
| 2. ไมโครปิเปต | ขนาด | 100 -1000 | μL | |
| 3. ขวดวัดปริมาตร | ขนาด | 50 | cm ³ | 5 ใบ |
| | ขนาด | 250 | cm ³ | 1 ใบ |
| | ขนาด | 500 | cm ³ | 1 ใบ |
| 4. แท่งแก้ว | | | | 1 อัน |
| 5. หลอดหยด | | | | 1 อัน |
| 6. กระจกบอกลูกกลั่น | | | | 1 อัน |
| 7. ซ้อนตักสาร | | | | 1 อัน |
| 8. เครื่องกวนแม่เหล็กไฟฟ้า และแท่งแม่เหล็ก | | | | |
| 9. เครื่อง UV – vis spectrophotometer (Mapada , China) พร้อมเซลล์บรรจุสาร (Cuvettes) | | | | |
| 10. เครื่องโวลต์มิเตอร์ และ Power Supply | | | | |
| 11. แผงวงจรไฟฟ้าและอุปกรณ์อื่นๆ | | | | |
| 12. หลอด LED (สีแดง,น้ำเงิน) | | | | |

3.2 การเตรียมสารเคมี

3.2.1 การเตรียมสารละลายกรด HCl 0.01 M

ปิเปตสารละลายไฮโดรคลอริก เข้มข้น 37 % W/W (Conc.HCl) มา 400 μ L ใส่ในขวดวัดปริมาตรขนาด 500 cm^3 ปรับปริมาตรให้ถึงขีดบอกปริมาตรด้วยน้ำกลั่น สารละลายนี้ใช้เป็นตัวทำละลายสำหรับการเตรียมสารละลายเหล็ก (III) และ ไทโอไซยาเนต

3.2.2 การเตรียมสารละลาย FeCl_3 0.005 M

ชั่งเฟอร์ริกคลอไรด์ (FeCl_3 anhydrous) จำนวน 0.0405 กรัม ใส่ลงในปิเปตเจอร์ขนาด 50 cm^3 ละลายด้วยกรดไฮโดรคลอริกที่มีความเข้มข้น 0.01 M แล้วถ่ายใส่ในขวดวัดปริมาตรขนาด 50 cm^3 จากนั้นปรับปริมาตรด้วยสารละลายกรดไฮโดรคลอริก 0.01 M จนถึงขีดบอกปริมาตร

3.2.3 การเตรียมสารละลาย FeCl_3 0.05 M

ชั่งเฟอร์ริกคลอไรด์ ($\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$) จำนวน 0.6757 กรัม ใส่ลงในปิเปตเจอร์ขนาด 50 cm^3 ละลายด้วยกรดไฮโดรคลอริกที่มีความเข้มข้น 0.01 M แล้วถ่ายใส่ในขวดวัดปริมาตรขนาด 50 cm^3 จากนั้นปรับปริมาตรด้วยสารละลายกรดไฮโดรคลอริก 0.01 M จนถึงขีดบอกปริมาตร

3.2.4 การเตรียมสารละลาย KSCN 0.1 M

ชั่งโพแทสเซียมไทโอไซยาเนต (KSCN) จำนวน 2.4296 กรัม ใส่ลงในปิเปตเจอร์ขนาด 50 cm^3 ละลายด้วยกรดไฮโดรคลอริกที่มีความเข้มข้น 0.01 M แล้วถ่ายใส่ในขวดวัดปริมาตรขนาด 250 cm^3 ปรับปริมาตรด้วยสารละลายกรดไฮโดรคลอริก 0.01 M จนถึงขีดปริมาตร

3.3 วิธีดำเนินการทดลอง

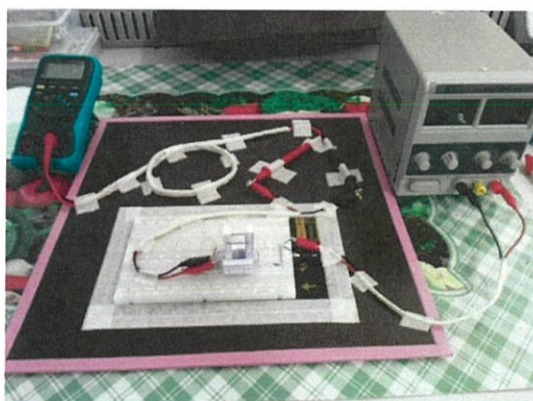
3.3.1 การสร้างเครื่อง Paired Emitter Detector Diode

งานวิจัยนี้ได้ทำการพัฒนาเครื่อง PEDD ขึ้น โดยเห็นว่าจากรูปที่ 3.1 (ก) จะเริ่มต้นจากการตัดแผ่นฟิวเจอร์บอร์ดรูปทรงสี่เหลี่ยมจัตุรัส (ยาว 38 cm. x กว้าง 38 cm.) นำมาทำเป็นฐานรองเพื่อตรึงสายไฟให้อยู่กับที่ จากนั้นจึงนำยางลบมาตัดให้มีขนาดพอดีกับ cuvette ดังรูปที่ 3.1 (ข) โดยส่วนที่ 1 จะเป็นส่วนสำหรับเจาะรูเพื่อใส่หลอด LED ซึ่งจะมีความสูงเท่ากับ cuvette (ยาว 1 cm x กว้าง 1 cm x สูง 4 cm) และจะเจาะรูยางลบที่มีความสูง 1 cm จากฐาน สำหรับใส่หลอด LED ทั้งสอง

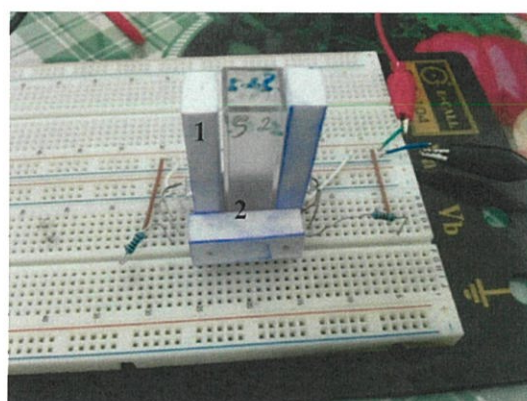
ด้าน โดยให้อยู่ในแนวเดียวกัน เพื่อที่จะยึดติดหลอด LED ที่เป็นส่วน Emitter และ Detector ให้อยู่กับที่ จากนั้นส่วนที่ 2 คือฐานสำหรับรองรับ Cuvette (ยาว 2.5 cm. x กว้าง 0.5 cm x สูง 0.5 cm) ซึ่งจะทำให้ยางลบทั้งสองส่วนติดกันโดยใช้กาวยึดติดไว้ จากนั้นจึงต่อหลอด LED กับแผงวงจรไฟฟ้าอย่างง่าย ซึ่งการจะนำหลอด LED ไปใช้งานนั้นจำเป็นต้องต่อตัวต้านทาน (Resistor) ก่อนเพื่อป้องกันไม่ให้หลอด LED เสียหาย และเพื่อให้ได้กระแสที่เหมาะสม หรือพูดง่าย ๆ ก็คือเพื่อให้ตัวต้านทานเป็นตัวควบคุมกระแสแน่นอนเอง เราจะใช้ตัวต้านทานที่ 220Ω โดยต่อที่ขา Cathode หลอด LED ก็จะทำให้ความสว่างขึ้น โดยความสว่างนั้นเป็นสัดส่วนโดยตรงกับปริมาณของกระแสที่ไหลผ่านตัว LED เอง โดยให้กระแสไฟฟ้าผ่านเครื่อง Power Supply ที่ LED-Emitter และ อ่านค่าความต่างศักย์ไฟฟ้าจากเครื่อง Voltmeter ที่แตะที่ขาทั้งสองขาของ LED-Detector ซึ่งทำหน้าที่เป็นตัวตรวจวัด โดยปรับโวลต์มิเตอร์ไปที่กระแสสลับ จะควบคุมสถานะซึ่งจะให้กระแสไฟฟ้า (Current) เท่ากับ 0.06 A และให้ค่าศักย์ไฟฟ้า (Voltage) เท่ากับ 10 V.

3.3.2 ศึกษาค่าการดูดกลืนแสงสูงสุดของผลิตภัณฑ์ที่เกิดขึ้น

ปีเปตสารละลายมาตรฐานเฟอร์ริกคลอไรด์ (FeCl_3) ความเข้มข้น 0.005 M มา 2 mL ใส่ในขวดวัดปริมาตรขนาด 50 mL แล้วปรับปริมาตรด้วยสารละลายโพแทสเซียมไทโอไซยาเนตความเข้มข้น 0.1 M จนถึงขีดบอกริมาตร จะได้ความเข้มข้นสุดท้ายเท่ากับ $200 \mu\text{M}$ จากนั้นจึงนำไปวัดค่าการดูดกลืนแสงสูงสุดด้วยเครื่อง UV-vis spectrophotometer



(ก)



(ข)

รูปที่ 3.1 (ก) แสดงเครื่อง Paired Emitter Detector Diode (PEDD) ที่พัฒนาขึ้น โดยใช้ฟิวเจอร์บอร์ดเป็นฐานรองและมีการกำหนดตำแหน่งสายไฟ (ข) แสดงช่องใส่เซลล์บรรจุสาร (Sample Holder) ที่ทำขึ้นเอง

3.3.3 ศึกษาชนิดของ LED ที่เหมาะสมเพื่อใช้ในเครื่อง PEDD สำหรับการวิเคราะห์หาปริมาณเหล็ก (III)

เตรียมสารประกอบเชิงซ้อนเหล็ก $\text{Fe}(\text{SCN})_3$ ที่มีความเข้มข้น 0, 10, 20, 50 μM โดยปีเปตสารละลายมาตรฐานเฟอร์ริกคลอไรด์ (FeCl_3) ความเข้มข้น 0.005 M มา 0, 100, 200 μL ตามลำดับ แล้วถ่ายลงในขวดวัดปริมาตรขนาด 50 mL ทั้งหมดจำนวน 4 ขวด ทำการปรับปริมาตรด้วยสารละลายโพแทสเซียมไทโอไซยาเนตที่มีความเข้มข้น 0.1 M จนถึงขีดบอกปริมาตร จากนั้นนำสารละลายที่เตรียมดังกล่าวไปวัดค่าการดูดกลืนแสงด้วย เครื่อง PEDD โดยจะทำการเปลี่ยนคูสีของหลอด LED-Emitter และ LED-Detector ต่างๆ ดังตารางที่ 3.1

ตารางที่ 3.1 แสดงคูสีของหลอด LED-Emitter และ LED-Detector

No.	LED - Emitter	LED - Detector
1	Blue	Blue
2	Blue	Red
3	Blue	Green
4	Blue	Yellow

3.3.4 ศึกษาคุณลักษณะของวิธีการวิเคราะห์หาปริมาณเหล็ก (III) ด้วยเครื่อง PEDD

3.3.4.1 ช่วงความเป็นเส้นตรงของกราฟมาตรฐาน

ปีเปตสารละลายมาตรฐานเฟอร์ริกคลอไรด์ (FeCl_3) ความเข้มข้น 0.005 M ดังนี้ 500, 750, 1000, 1500 และ 2000 μL แล้วถ่ายลงในขวดวัดปริมาตรขนาด 50 mL ทำการปรับปริมาตรด้วยสารละลายโพแทสเซียมไทโอไซยาเนตที่มีความเข้มข้น 0.1 M จนถึงขีดบอกปริมาตร จะได้ความเข้มข้น 50, 75, 100, 150 และ 200 μM ตามลำดับ

จากนั้นนำสารละลายดังกล่าวมาเทใส่ Cuvette แล้วนำไปวัดค่าความต่างศักย์ไฟฟ้าด้วยเครื่อง PEDD โดยทำการทดลองทั้งหมด 3 ซ้ำ แล้วจึงสร้างกราฟมาตรฐานระหว่างค่าความต่างศักย์ไฟฟ้า (ΔE) และ ความเข้มข้นของสารละลายเหล็ก (III)

3.3.4.2 การศึกษาค่าขีดจำกัดการตรวจวัด (Limit of detection ; LOD) [11]

LOD (limit of detection) หมายถึงค่าความเข้มข้นต่ำสุดที่วิเคราะห์ได้ในตัวอย่าง
คำนวณได้จากสมการ

$$\text{LOD} = 3\text{SD}_{\text{Blank}}$$

โดยที่ SD คือ ค่าเบี่ยงเบนมาตรฐาน (Standard Deviation)

การคำนวณได้จากสูตร ดังนี้

$$\bar{X} = \sum \frac{X_i}{n}$$

$$\text{SD} = \sqrt{\frac{\sum (X_i - \bar{X})^2}{n - 1}}$$

เมื่อ X_i คือ ความต่างศักย์ที่หาได้

n คือ จำนวนครั้งในการทำซ้ำ

หมายเหตุ โดยที่ Blank มีสัญญาณ

การทดลองทำได้โดย นำสารละลาย Blank (โพแทสเซียมไทโอไซยาเนตที่มี
ความเข้มข้น 0.1 M) มาเทใส่ cuvette แล้วนำไปวัดค่าความต่างศักย์ไฟฟ้าด้วยเครื่อง PEDD โดยทำ
การทดลองทั้งหมด 10 ซ้ำ

3.3.4.3 ค่าความเที่ยงของวิธีการวัด (Precision) [12]

คือค่าที่ระบุความสอดคล้องกันของข้อมูลจากการวัดสองครั้งขึ้นไป จากการทำ
การทดลองแบบเดียวกัน ค่าความเที่ยงจะรายงานอยู่ในรูปค่าร้อยละความเบี่ยงเบนมาตรฐาน
สัมพัทธ์ (%RSD) สามารถคำนวณได้จากสูตร

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

โดย SD คือ ค่าเบี่ยงเบนมาตรฐาน (Standard Deviation)

\bar{X} คือ ค่าเฉลี่ยของความต่างศักย์ที่วัดได้

การทดลองทำได้โดย ปิเปตสารละลายมาตรฐานเฟอร์ริกคลอไรด์ (FeCl_3) ความเข้มข้น 0.005 M แล้วถ่ายลงในขวดวัดปริมาตรขนาด 50 mL ทำการปรับปริมาตรด้วยสารละลายโพแทสเซียมไทโอไซยาเนตที่มีความเข้มข้น 0.1 M จนถึงขีดบอกริมาตรจะได้สารประกอบเชิงซ้อน $\text{Fe}(\text{SCN})_3$ ความเข้มข้น 50 μM จากนั้นเทใส่ Cuvette แล้วนำไปวัดค่าความต่างศักย์ไฟฟ้าด้วยเครื่อง PEDD โดยทำการทดลองทั้งหมด 10 ซ้ำ

3.3.4.4 ค่าความแม่นยำของวิธีการวัด (Accuracy) [13]

ค่าความแม่นยำ คือ ค่าที่แสดงความใกล้เคียงระหว่างผลวิเคราะห์กับค่าอ้างอิงที่ยอมรับ ในการทดลองนี้ได้ทำการเตรียมตัวอย่างสังเคราะห์ (Synthetic Sample) โดยปิเปตสารละลายมาตรฐานเฟอร์ริกคลอไรด์ (FeCl_3) ที่ความเข้มข้น 0.05 M มา 2 mL ใส่ในขวดวัดปริมาตร 50 mL แล้วปรับปริมาตรด้วยน้ำตัวอย่างจนถึงขีดปริมาตร ซึ่งสามารถคำนวณได้จากสูตรดังนี้

$$\% \text{Recovery} = \frac{\text{Spiked Sample} - \text{Sample}}{\text{Standard}} \times 100$$

โดย Spiked Sample	คือ	ความเข้มข้นของสารตัวอย่างที่มีการเติม Standard ลงไป
Sample	คือ	ความเข้มข้นของสารตัวอย่าง
Standard	คือ	ความเข้มข้นของ Standard ที่เติม

3.3.5 ขั้นตอนการหาปริมาณของเหล็ก (III) ในตัวอย่างน้ำประปาและน้ำบาดาล

3.3.5.1 การสร้างกราฟมาตรฐาน

ปิเปตสารละลายมาตรฐานเฟอร์ริกคลอไรด์ (FeCl_3) ความเข้มข้น 0.005 M มา ดังนี้ 500, 750, 1000, 1500 และ 2000 μL แล้วถ่ายใส่ในขวดวัดปริมาตรขนาด 50 mL ทำการปรับปริมาตรด้วยสารละลายโพแทสเซียมไทโอไซยาเนตที่มีความเข้มข้น 0.1 M จนถึงขีดบอกริมาตร จะได้ความเข้มข้น 50, 75, 100, 150 และ 200 μM ตามลำดับ

จากนั้นนำสารละลายดังกล่าวมาเทใส่ Cuvette แล้วนำไปวัดค่าความต่างศักย์ไฟฟ้าด้วยเครื่อง PEDD โดยทำการทดลองทั้งหมด 3 ซ้ำ แล้วจึงสร้างกราฟมาตรฐานระหว่างค่าความต่างศักย์ไฟฟ้า (ΔE) และความเข้มข้นของสารประกอบเชิงซ้อน $\text{Fe}(\text{SCN})_3$ จะได้ สมการจากกราฟมาตรฐานเพื่อใช้คำนวณหาค่าปริมาณของเหล็ก (III) ต่อไป

3.3.5.2 การเตรียมและการวิเคราะห์ตัวอย่างน้ำประปาและน้ำบาดาล

ในงานวิจัยนี้ได้ทดลองหาปริมาณเหล็ก (III) ในน้ำตัวอย่าง (Sample) และ น้ำตัวอย่างสังเคราะห์ (Synthetic Sample) โดยมีวิธีการดังนี้

(1) น้ำตัวอย่าง

ปิเปตน้ำตัวอย่างมา 2 mL ใส่ในขวดวัดปริมาตร 50 mL แล้วปรับปริมาตรด้วยสารละลายโพแทสเซียมไทโอไซยาเนตที่มีความเข้มข้น 0.1 M จนถึงขีดบอกริมาตร

(2) น้ำตัวอย่างสังเคราะห์

ปิเปตสารละลายมาตรฐานเฟอร์ริกคลอไรด์ (FeCl_3) ที่ความเข้มข้น 0.05 M มา 2 mL ใส่ในขวดวัดปริมาตร 50 mL แล้วปรับปริมาตรด้วยน้ำตัวอย่างจนถึงขีดปริมาตร จะได้น้ำตัวอย่างสังเคราะห์ (Synthetic Sample) จากนั้น ปิเปตสารละลายจากน้ำตัวอย่างสังเคราะห์มา 2 mL ใส่ในขวดวัดปริมาตรขนาด 50 mL แล้วปรับปริมาตรด้วยสารละลายโพแทสเซียมไทโอไซยาเนตความเข้มข้น 0.1 M สุดท้ายจะได้ความเข้มข้นทั้งหมดเท่ากับ 80 μM

(3) น้ำตัวอย่างสังเคราะห์ที่มีการเติมสารมาตรฐานเหล็ก 40 μL

ในกรณีของ Spiked Sample มีการปิเปตน้ำตัวอย่างสังเคราะห์ 2 mL ใส่ในขวดวัดปริมาตรขนาด 50 mL และมีการ Spiked สารละลายมาตรฐานเฟอร์ริกคลอไรด์ (FeCl_3) ที่มีความเข้มข้น 0.005 M ลงไป 40 μL แล้วปรับปริมาตรด้วยโพแทสเซียมไทโอไซยาเนตความเข้มข้น 0.1 M จนถึงขีดบอกริมาตร สุดท้ายจะได้ความเข้มข้นทั้งหมดเท่ากับ 120 μM

หลังจากนั้นนำตัวอย่างมาเทใส่ Cuvette แล้วนำไปวัดหาค่าความต่างศักย์ด้วยเครื่อง PEDD ทำการทดลองซ้ำ 3 ครั้ง นำค่าความต่างศักย์ไปเทียบกับกราฟมาตรฐานเพื่อหาปริมาณของเหล็ก (III) ในตัวอย่างน้ำ

บทที่ 4

ผลการทดลองและอภิปรายผล

4.1 การสร้างเครื่อง Paired Emitter Detector Diode (PEDD)

ในเบื้องต้น คณะวิจัยของเราได้ทดลองสร้างเครื่อง Paired Emitter Detector Diode (PEDD) ขึ้น ซึ่งจะเห็นได้จากรูปที่ 4.1(ก) ว่า เครื่อง PEDD ที่สร้างขึ้นเองในตอนแรกนั้น ไม่มีฐานรองสายไฟ และ หลอด LED ยังไม่มีตำแหน่งที่แน่นอน อีกทั้งยังไม่มี Sample Holder ที่จะเป็นที่สำหรับใส่ Cuvette อีกด้วย ซึ่งทั้งหมดที่กล่าวมานี้ล้วนทำให้ค่าความต่างศักย์ที่วัดได้นั้น ไม่มีความนิ่ง ซึ่งค่าที่แสดงใน Voltmeter จะเปลี่ยนอยู่ตลอดเวลา ไม่มีความแน่นอน



(ก)



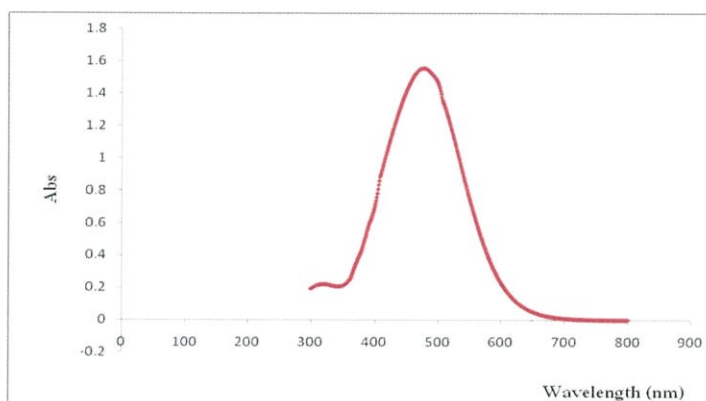
(ข)

รูปที่ 4.1 (ก) เครื่อง Paired Emitter Detector Diode (PEDD) ที่สร้างขึ้นในตอนแรกซึ่งไม่มีตำแหน่งที่แน่นอนของสายไฟ หลอด LED และ Sample Holder **(ข)** เครื่อง Paired Emitter Detector Diode (PEDD) ที่พัฒนาขึ้นโดยใช้ฟิวเจอร์บอร์ดเป็นฐานรองเพื่อกำหนดตำแหน่งสายไฟ มีตำแหน่งที่แน่นอนของหลอด LED และ Sample Holder

ผลจากการสร้างเครื่อง PEDD ที่มีการกำหนดตำแหน่งสายไฟ สร้าง Sample Holder และมีการกำหนดตำแหน่งของ LED-Emitter และ LED-Detector ดังแสดงให้เห็นในรูปที่ 4.1 (ข) ให้ผลเป็นที่น่าพอใจ เนื่องจากค่าความต่างศักย์ที่อ่านได้จาก Voltmeter มีความนิ่งมากขึ้น โดยหลักการการทำงานของเครื่อง PEDD นั้นอาศัยสมการของ Shockley และ กฎของ Beer-Lambert ซึ่งสามารถวิเคราะห์สัญญาณจากค่าศักย์ไฟฟ้าที่แปรผันตรงกับความเข้มข้นของสารที่ต้องการนำมาวิเคราะห์ได้

4.2 สเปกตรัมการดูดกลืนแสงของผลิตภัณฑ์ที่เกิดขึ้น

หลังจากทำการเตรียมสารละลายมาตรฐานเหล็ก (III) แล้วจึงนำไปวัดค่าการดูดกลืนแสงด้วยเครื่อง UV-vis spectrophotometer เพื่อศึกษาค่าการเปลี่ยนแปลงค่าการดูดกลืนแสงของสาร เมื่อสารละลาย เฟอร์ริกคลอไรด์ทำปฏิกิริยากับสารละลายโพแทสเซียมไทโอไซยาเนตแล้ว พบว่า สีของสารละลายจะเปลี่ยนจากใสไม่มีสีเป็นสีแดงเข้ม สามารถดูดกลืนแสงช่วง 300-800 nm ได้ แสดงดังรูปที่ 4.2



รูปที่ 4.2 แสดงสเปกตรัมการดูดกลืนแสงของผลิตภัณฑ์ที่เกิดขึ้น $\text{Fe}(\text{SCN})_3$ เมื่อตรวจวัดด้วยเครื่อง UV-vis spectrophotometer

จากรูปที่ 4.2 จะเห็นว่าผลิตภัณฑ์ที่เกิดขึ้น ดูดกลืนแสงได้มากที่สุดในช่วงความยาวคลื่นที่ 477 nm ดังนั้น จึงเลือกใช้ความยาวคลื่นดังกล่าวในการตรวจวัด

4.3 ศึกษาชนิดของ LED ที่เหมาะสมเพื่อใช้ในเครื่อง PEDD สำหรับการวิเคราะห์หาปริมาณเหล็ก (III)

หลังจากทำการเตรียมสารละลายมาตรฐานเฟอร์ริกคลอไรด์ โดยใช้โพแทสเซียมไทโอไซยาเนตเป็นรีเอเจนต์ โดยที่ความเข้มข้นต่างๆ พบว่า เมื่อสารทั้งสองทำปฏิกิริยากัน จะได้ผลิตภัณฑ์เป็นสารประกอบเชิงซ้อนสีแดง เรียกว่า เหล็ก (III) ไทโอไซยาเนต ดังสมการ



นำสารประกอบเชิงซ้อน $\text{Fe}(\text{SCN})_3$ ที่ได้ไปวัดค่าความต่างศักย์ไฟฟ้า ซึ่ง จากวงล้อสีของนิเวศน์ [14] สารสีแดงจะดูดกลืนแสงสีน้ำเงิน ดังนั้นในงานวิจัยนี้จึงเลือกหลอด LED-Emitter ที่นำมาทำการทดลองเป็นสีน้ำเงินเท่านั้น จากนั้นจึงได้ทำการสลับคู่หลอด LED-Emitter และ LED-

Detector ทั้ง 4 คู่ ได้แก่ Blue-Red , Blue-Blue , Blue-Yellow และ Blue-Green ซึ่งผลที่ได้แสดงดัง ตารางที่ 4.1

ตารางที่ 4.1 แสดงค่าความต่างศักย์ที่วัดได้จากสารละลายเฟอร์ริกคลอไรด์ทำปฏิกิริยากับ โพลีสเตียมไทโอไซยานเนตซึ่งใช้หลอด LED เป็นคู่ตัวส่งและตัวรับโดยมีสีที่แตกต่างกันไป

Emitter : Blue Detector : Red	
[Fe ³⁺] (μM)	ΔE (V)
10	0.046
20	0.093
50	0.292

(ก)

Emitter : Blue Detector : Green	
[Fe ³⁺] (μM)	ΔE (V)
10	0.261
20	0.086
50	1.247

(ข)

Emitter : Blue Detector : Blue	
[Fe ³⁺] (μM)	ΔE (V)
10	0.015
20	0.016
50	0.012

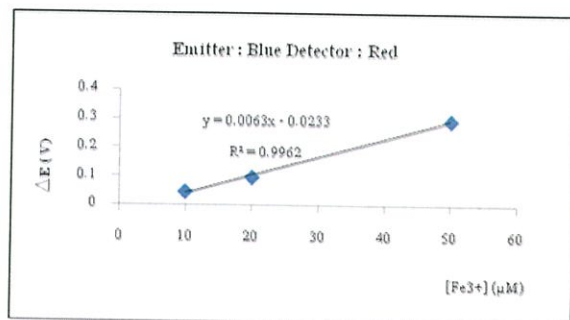
(ค)

Emitter : Blue Detector : Yellow	
[Fe ³⁺] (μM)	ΔE (V)
10	0.383
20	0.290
50	0.828

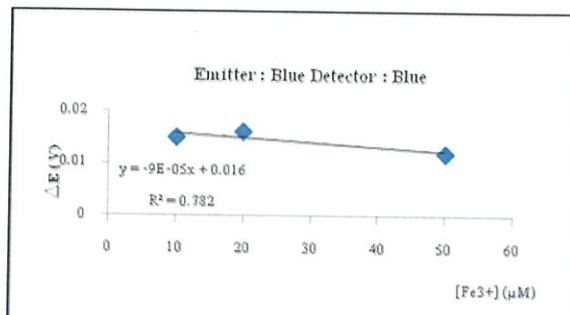
(ง)

เมื่อสารประกอบเชิงซ้อน Fe(SCN)₃ ไปวัดค่าความต่างศักย์ไฟฟ้าด้วยเครื่อง PEDD แล้ว จึงนำค่าที่ได้ทั้งหมด มาสร้างกราฟมาตรฐาน โดยพลอตระหว่างค่าความต่างศักย์ไฟฟ้า (ΔE) และ ความเข้มข้นของสารประกอบเชิงซ้อน Fe(SCN)₃

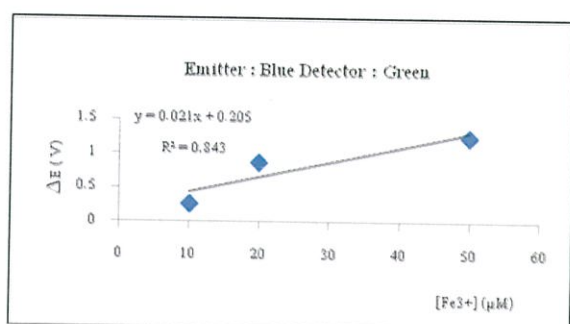
จะเห็นได้ว่า ช่วงความเป็นเส้นตรงของกราฟอยู่ระหว่างความเข้มข้นของสารประกอบเชิงซ้อน Fe(SCN)₃ ตั้งแต่ 10 - 50 μM โดยมีสมการเส้นตรงคือ $\Delta E = (0.006 \pm 0.0004)[Fe(III)] - (0.023 \pm 0.012)$ และมีค่าสัมประสิทธิ์สหสัมพันธ์เชิงเส้น (R²) เท่ากับ 0.996 ซึ่งผลการทดลองแสดงอยู่ในรูปที่ 4.1 (ก)



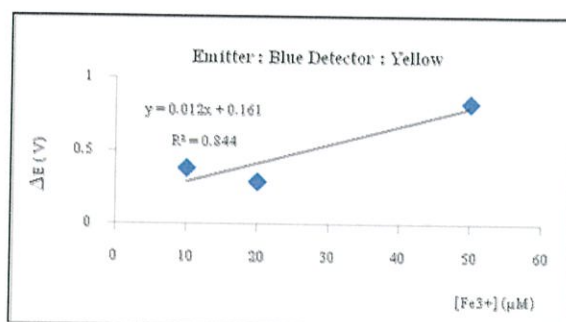
(ก)



(ข)



(ค)



(ง)

รูปที่ 4.3 กราฟมาตรฐานแสดงความสัมพันธ์ระหว่างค่าความต่างศักย์ไฟฟ้า (ΔE) และความเข้มข้นของสารผลิตภัณฑ์ที่เกิดจากสารละลายมาตรฐานเฟอร์ริกคลอไรด์ทำปฏิกิริยากับ โพลีแทสเซียมไทโอไซยาเนต

จากผลการทดลอง ในรูปที่ 4.1 (ก) จะเห็นได้ว่า คู่สี LED-Emitter สีน้ำเงิน และ LED-Detector สีแดง ให้ค่าสัมประสิทธิ์สหสัมพันธ์ (R^2) ที่ดีที่สุด คือ 0.996 เพราะฉะนั้น จึงเลือกคู่สีดังกล่าวเป็น LED-Emitter และ LED-Detector ตามลำดับ

4.4 คุณลักษณะเด่นของวิธีวิเคราะห์

การทดลองนี้อาศัยการเกิดปฏิกิริยาระหว่างสารละลายมาตรฐานเฟอร์ริกคลอไรด์กับ สารละลายโพแทสเซียมไทโอไซยาเนตในกรดไฮโดรคลอริก ซึ่งจะได้สารผลิตภัณฑ์เป็น สารประกอบเชิงซ้อนสีแดง เมื่อนำสารผลิตภัณฑ์ที่ได้ในความเข้มข้นต่างๆ นั้น นำมาวัดค่าความต่างศักย์ไฟฟ้าด้วยเครื่อง PEDD โดยทำการทดลองทั้งหมด 3 ซ้ำ จะได้ผลการทดลองซึ่งแสดงดัง ตารางที่ 4.2

ตารางที่ 4.2 แสดงค่าความต่างศักย์ที่ค่าความเข้มข้นต่างๆ

ความเข้มข้นของ Fe^{3+} (μM)	ค่าศักย์ไฟฟ้า (V)			ค่าเฉลี่ย (Mean)	ΔE (V)	ค่าเบี่ยงเบน (SD)
	ครั้งที่ 1	ครั้งที่ 2	ครั้งที่ 3			
0	1.42	1.421	1.418	1.419667	0	0.001528
50	1.250	1.252	1.252	1.251333	0.168333	0.001155
75	1.11	1.113	1.096	1.106333	0.313333	0.009074
100	0.878	0.88	0.865	0.874333	0.545333	0.008145
150	0.543	0.545	0.548	0.545333	0.874333	0.002517
200	0.263	0.259	0.269	0.263667	1.156	0.005033

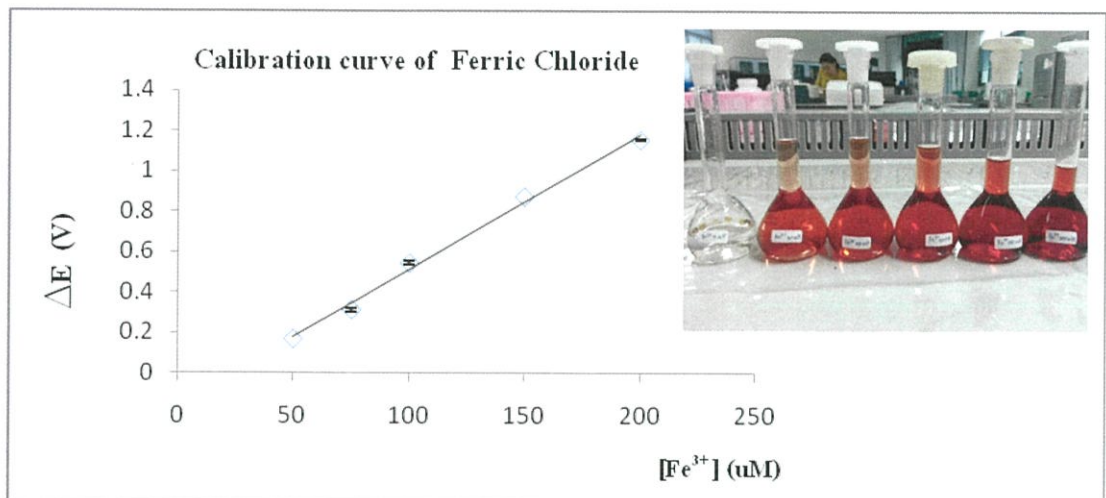
โดย ΔE คือ ค่าความต่างศักย์ไฟฟ้า หาได้จาก

$$\Delta E = \text{Blank} - \text{ค่าศักย์ไฟฟ้าที่วัดได้}$$

จากการทดลองดังกล่าวพบว่า ได้ช่วงความเป็นเส้นตรงของกราฟมาตรฐานอยู่ระหว่างความเข้มข้นของเหล็ก (III) ตั้งแต่ 50 - 200 μM โดยมีสมการเส้นตรงเป็น

$$\Delta E = (0.006 \pm 0.036)[\text{Fe(III)}] - (0.159 \pm 0.0002) \dots (1)$$

และมีค่าสัมประสิทธิ์สหสัมพันธ์เชิงเส้น (R^2) เท่ากับ 0.994 แสดงดังรูปที่ 4.4



รูปที่ 4.4 แสดงกราฟมาตรฐานของสารละลายเฟอร์ริกคลอไรด์ทำปฏิกิริยากับโพแทสเซียมไทโอไซยาเนต

ขีดจำกัดการตรวจวัด (Limit of detection ; LOD) คือ ความเข้มข้นที่ต่ำที่สุดที่เครื่องสามารถตรวจวัดได้ โดยทั่วไปจะเป็นระดับความเข้มข้นของสารที่ให้สัญญาณเป็นสามเท่าของ SD ของ Blank [14]

การศึกษาหาค่าขีดจำกัดการตรวจวัด นั้นทำได้โดยการนำสารละลายเบสลงค์มาวัดค่าความต่างศักย์ไฟฟ้าเป็นจำนวน 10 ครั้ง และ นำผลที่ได้ ไปคำนวณหาค่าเฉลี่ย (Mean) และค่าเบี่ยงเบนมาตรฐาน (Standard Deviation ; SD) ผลที่ได้แสดงดังตารางที่ 4.3 เนื่องจากไม่มี Sample ในสารละลาย Blank ดังนั้น LOD จะเท่ากับสามเท่าของค่าเบี่ยงเบน

ทำการคำนวณจากสมการ

$$\text{LOD} = 3\text{SD}$$

โดย SD คือ ค่าเบี่ยงเบนมาตรฐาน

จากนั้นจึงแทนค่าที่ได้ในสมการเส้นตรงที่ได้จากกราฟมาตรฐานเพื่อแปลงเป็นความเข้มข้น

ตารางที่ 4.3 แสดงการคำนวณขีดจำกัดในการตรวจวัด

No.	ค่าความต่างศักย์ไฟฟ้า (V)
1	1.294
2	1.437
3	1.440
4	1.295
5	1.440
6	1.438
7	1.290
8	1.289
9	1.295
10	1.281
ค่าเฉลี่ย (Mean)	1.349
ค่าเบี่ยงเบน (SD)	0.076
3*SD	0.229

จากผลที่ได้ในตารางที่ 4.3 จะได้ค่า 3*SD เท่ากับ 0.229

จากนั้นจึงนำค่าที่ได้จากการคำนวณโดยใช้สูตร 3SD แทนลงในสมการเส้นตรง ... (1)

$$\Delta E = (0.006 \pm 0.036)[\text{Fe(III)}] - (0.159 \pm 0.0002) \dots (1)$$

$$\Delta E = 0.006 [\text{Fe(III)}] - 0.159$$

$$0.229 = 0.006 [\text{Fe(III)}] - 0.159$$

$$[\text{Fe(III)}] = 64.67 \mu\text{M}$$

จะได้ปริมาณต่ำสุดของสารที่สามารถตรวจวัดได้ $\cong 64.67 \mu\text{M}$

จากการศึกษาหาความเข้มข้นต่ำที่สุดที่สามารถตรวจวัดได้นี้ พบว่ามีค่าเท่ากับ $64.67 \mu\text{M}$ จึงเลือกช่วงความเข้มข้นของสารละลายเหล็ก (III) ตั้งแต่ $50 \mu\text{M}$ จนถึง $200 \mu\text{M}$ เพื่อนำมาวิเคราะห์ต่อไป

ความเที่ยงตรงเป็นค่าที่แสดงถึงความสามารถของเครื่องมือวัด ในการแสดงค่าเดิมเมื่อทำการวัดหลาย ๆ ครั้ง หรือความสามารถในการแสดงค่าซ้ำ (Repeatability) ของเครื่องมือวัดภายใต้เงื่อนไขการวัดแบบเดิม [15] การศึกษาหาค่าความเที่ยงของวิธีวิเคราะห์ (Precision) นั้นทำได้โดยการนำสารละลายมาตรฐานเฟอร์ริกคลอไรด์มาทำปฏิกิริยากับสารละลายโพแทสเซียมไทโอไซยาเนต จะได้ผลิตภัณฑ์สุดท้ายที่มีความเข้มข้น $50 \mu\text{M}$ แล้วนำมาวัดค่าความต่างศักย์ไฟฟ้าเป็นจำนวน 10 ครั้ง จากนั้นจึงนำผลที่ได้ไปคำนวณหาค่าเฉลี่ย (Mean) และค่าเบี่ยงเบนมาตรฐาน (SD) ผลที่ได้แสดงดังตารางที่ 4.4

ตารางที่ 4.4 แสดงการคำนวณค่าความเที่ยงของการทำซ้ำ 10 ครั้ง

No.	ค่าความต่างศักย์ไฟฟ้า (V)
1	1.033
2	1.031
3	1.027
4	1.025
5	1.039
6	1.030
7	1.038
8	1.031
9	1.028
10	1.028
ค่าเฉลี่ย (Mean)	1.031
ค่าเบี่ยงเบน (SD)	0.004
% RSD	0.443

จากการศึกษาค่าความเที่ยงโดยพิจารณาค่า %RSD สามารถคำนวณได้จากสมการ

$$\begin{aligned} \%RSD &= \frac{SD}{\bar{X}} \times 100 \\ \%RSD &= (0.004 / 1.031) \times 100 \\ \text{พบว่า } \%RSD &= 0.443 \end{aligned}$$

จะเห็นได้ว่า ค่าความต่างศักย์ที่วัดได้จากเครื่อง PEDD ทั้ง 10 ครั้ง มีค่าใกล้เคียงกัน แสดงว่าการวัดนั้นมีความแน่นอนสูง (High Precision) หรือมี Reproducibility ที่ดี คู้ได้จากการรายงานผลด้วยค่า %RSD ซึ่งมีค่าเท่ากับ 0.443

4.5 ผลการวิเคราะห์หาปริมาณของเหล็ก (III) ในตัวอย่างน้ำ

งานวิจัยนี้ได้ทำการพัฒนาเครื่อง Paired Emitter Detector Diode (PEDD) เพื่อนำมาใช้เป็นเครื่องมือสำหรับตรวจวัดทางเคมีวิเคราะห์ โดยนำเสนอผ่านการวิเคราะห์หาปริมาณของเหล็ก (III) ในตัวอย่างน้ำธรรมชาติ ซึ่งอาศัยการทำปฏิกิริยากันระหว่างสารละลายมาตรฐานเฟอร์ริกคลอไรด์กับสารละลายโพแทสเซียมไทโอไซยาเนตภายใต้สภาวะกรด จะได้สารผลิตภัณฑ์เป็นสารประกอบเชิงซ้อนสีแดงที่เรียกว่า เหล็ก (III) ไทโอไซยาเนต

เมื่อนำสารประกอบเชิงซ้อน $Fe(SCN)_3$ ที่ความเข้มข้นต่างๆ ไปวัดค่าความต่างศักย์ไฟฟ้าด้วยเครื่อง PEDD แล้ว จึงนำค่าที่ได้ทั้งหมด มาสร้างกราฟมาตรฐาน โดยพลอตระหว่างค่าความต่างศักย์ไฟฟ้า (ΔE) และ ความเข้มข้นของสารประกอบเชิงซ้อน $Fe(SCN)_3$ ดังแสดงในรูปที่ 4.2

ตัวอย่าง No. 1 น้ำประปาได้มาจาก หน่วยวิจัยเคมีวิเคราะห์ ชั้น 6 ตึกจุฬารัตน์วิทยาลัย 1 สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง จังหวัดกรุงเทพมหานคร

ตัวอย่าง No. 2 น้ำบาดาลจากสนามกีฬาองค์การบริหารส่วนจังหวัดแพร่

ตัวอย่าง No. 3 น้ำบาดาลจากบ้านนาแหลม ต.ทุ่งกวาว อ.เมือง จังหวัดแพร่

หลังจากทำกราฟมาตรฐานซึ่งผลที่ได้แสดงอยู่ในรูปที่ 4.2 จากนั้นได้ทำการเตรียมตัวอย่างจากน้ำประปาและน้ำบาดาลซึ่งมาจากสถานที่ที่แตกต่างกัน เมื่อได้ตัวอย่างน้ำแล้ว จึงนำไปวัดค่าศักย์ไฟฟ้าด้วยเครื่อง PEDD ทำการทดลองซ้ำ 3 ครั้ง แล้วนำมาหาค่าเฉลี่ย (Mean) ค่าเบี่ยงเบนมาตรฐาน (SD) และแทนค่าในกราฟมาตรฐานเพื่อนำไปหาปริมาณของเหล็ก (III) ในน้ำตัวอย่างต่อไป ผลที่ได้แสดงดังตารางที่ 4.5

ตารางที่ 4.5 แสดงค่าร้อยละการวิเคราะห์ที่คืนกลับ (Recovery) ของน้ำตัวอย่าง

No.	Sample	ปริมาณเหล็ก (III) , μM		
		Added	Found	%Recovery
1	น้ำประปา	0	n.d.***	78.472
	น้ำประปาสังเคราะห์*	0	77.611	
	น้ำประปาสังเคราะห์ที่มีการเติมสารละลายเหล็ก (III)**	40	109	
2	น้ำบาดาล	0	n.d.	56.944
	น้ำบาดาลสังเคราะห์	0	104.5	
	น้ำบาดาลสังเคราะห์ที่มีการเติมสารละลายเหล็ก (III)	40	127.278	
3	น้ำบาดาล	0	n.d.	43.473
	น้ำบาดาลสังเคราะห์	0	108.556	
	น้ำบาดาลสังเคราะห์ที่มีการเติมสารละลายเหล็ก (III)	40	125.994	

* น้ำตัวอย่างสังเคราะห์ คือ น้ำตัวอย่างที่มีการเติมสารละลายเหล็ก (III) ลงไปเพื่อให้มีความเข้มข้นสุดท้ายเท่ากับ $80 \mu\text{M}$

** น้ำตัวอย่างสังเคราะห์ที่มีการเติมสารละลายเหล็ก (III) ความเข้มข้น 0.005 M ลงไป เพื่อให้มีความเข้มข้นสุดท้ายเท่ากับ $120 \mu\text{M}$

*** n.d. (Not Detectable) คือ ไม่พบเหล็ก (III) ในตัวอย่าง

จากการที่ได้สร้างเครื่องมือ Paired Emitter Detector Diode (PEDD) เพื่อวิเคราะห์หาปริมาณของเหล็ก (III) ในตัวอย่างน้ำธรรมชาติ พบว่า ค่าร้อยละของการวิเคราะห์ที่คืนกลับ (%Recovery) มีค่าอยู่ในช่วง 43.47 - 78.47%

อย่างไรก็ตาม ค่าร้อยละของการวิเคราะห์ที่คืนกลับ (%Recovery) ในตัวอย่างน้ำประปามีค่าเท่ากับ 78.47% ซึ่งมีความสูงกว่าในน้ำบาดาล เนื่องจากว่า น้ำประปานั้นได้ผ่านกระบวนการบำบัด

มาแล้ว เพราะฉะนั้น ทำให้ไม่มีตัวรบกวนหรืออาจมีน้อยกว่าในตัวอย่างน้ำบาดาล จึงทำให้ค่าร้อยละของการวิเคราะห์คืนกลับมีค่าสูงกว่าน้ำบาดาล

สำหรับการตรวจวัดหาปริมาณของเหล็ก (III) ในน้ำบาดาลจำนวน 2 ตัวอย่างที่แตกต่างสถานที่กัน พบว่า ไม่สามารถตรวจวัดปริมาณของเหล็ก (III) ได้เช่นเดียวกัน อาจเนื่องมาจาก องค์ประกอบในน้ำบาดาลมีตัวรบกวนการวิเคราะห์มากเกินไป

การสร้างเครื่อง Paired Emitter Detector Diode (PEDD) นี้ เพื่อใช้วิเคราะห์หาปริมาณ เหล็ก (III) ในตัวอย่างทั้งน้ำประปาและน้ำบาดาลจึงไม่สามารถตรวจวัดหาปริมาณของเหล็ก (III) ในตัวอย่างทั้งสองตัวอย่างได้

บทที่ 5

สรุปผลการทดลอง

5.1 สรุปผลการทดลอง

จากการทดลองเพื่อวิเคราะห์หาปริมาณเหล็ก (III) ในตัวอย่างน้ำประปาและน้ำบาดาล โดยอาศัยปฏิกิริยาระหว่าง เฟอร์ริกคลอไรด์ (FeCl_3) กับ โปแทสเซียมไทโอไซยาเนต (KSCN) เกิดเป็นสารประกอบเชิงซ้อนสีแดง เรียกว่า สารประกอบเชิงซ้อนเหล็ก (III) ไทโอไซยาเนต จากนั้นจึงนำไปตรวจวัดค่าศักย์ไฟฟ้ากับเครื่อง Paired Emitter Detector Diode (PEDD) โดยใช้คู่ LED-Emitter สีน้ำเงิน และ LED-Emitter สีแดง ซึ่งควบคุมสถานะกระแสไฟฟ้า (Current) เท่ากับ 0.06 A. และให้ค่าศักย์ไฟฟ้า (Voltage) เท่ากับ 10 V. สามารถสรุปผลการทดลองได้ดังนี้

1. การศึกษาหาคู่หลอด LED-Emitter และ LED-Detector ที่เหมาะสมสำหรับการวิเคราะห์ พบว่า คู่หลอด LED ที่เหมาะสมคือ LED-Emitter สีน้ำเงิน กับ LED-Detector สีแดง
2. การศึกษาช่วงความเป็นเส้นตรงของกราฟมาตรฐานสำหรับการวิเคราะห์หาปริมาณเหล็ก (III) ในตัวอย่างน้ำประปาและน้ำบาดาล พบว่า ค่าสัมประสิทธิ์สหสัมพันธ์ (R^2) เท่ากับ 0.994 และช่วงความเป็นเส้นตรงของกราฟมาตรฐานอยู่ในช่วงความเข้มข้น $50 \mu\text{M}$ ถึง $200 \mu\text{M}$
3. ขีดจำกัดต่ำสุดของการตรวจวัด (Limit of Detection; LOD) ได้เท่ากับ $64.67 \mu\text{M}$ และ การศึกษาความเที่ยงของวิธีวิเคราะห์สำหรับวิเคราะห์หาปริมาณเหล็ก (III) โดยทำซ้ำ 10 ครั้ง สามารถคำนวณหาค่า %RSD ได้เท่ากับ 0.44 ซึ่งจะเห็นได้ว่าค่า %RSD ที่ได้มีความเที่ยงสูง
4. ความแม่นยำของวิธีวิเคราะห์นี้ ศึกษาจากค่าร้อยละของการวิเคราะห์คืนกลับ (%Recovery) ของตัวอย่างน้ำประปา 1 ตัวอย่าง และน้ำบาดาล 2 ตัวอย่าง ได้เท่ากับ 78.47, 56.94 และ 43.27 % ตามลำดับ

เอกสารอ้างอิง

- [1]Lukasz Tymecki, Marta Pokrzywnucka and Robert Koncki. **“Paired Emitter detector Diode (PEDD) based photometry an alternative approach”**. Analyst, 133 (2008) 1501-1504
- [2][http://www.engineering.msu.ac.th/personal/.../บทที่202/20ไดโอด\(1\).pdf](http://www.engineering.msu.ac.th/personal/.../บทที่202/20ไดโอด(1).pdf) สืบค้นเมื่อวันที่ 18 กันยายน 2556
- [3]http://www.webstaff.kmutt.ac.th/~ekapon.siw/ENE103/Kamon/Electro_Elec_CH3.doc สืบค้นเมื่อวันที่ 18 กันยายน 2556
- [4]<http://www.wara.com/article-778.html> สืบค้นเมื่อวันที่ 18 กันยายน 2556
- [5]http://www.edco.co.th/imdex.phpMoption=com_content&view=article&id...light-emitting-diode สืบค้นเมื่อวันที่ 3 ตุลาคม 2556
- [6]<http://www.ncbi.nlm.nih.gov/pubmed/17028728> สืบค้นเมื่อวันที่ 7 ตุลาคม 2556
- [7]<http://www.ncbi.nlm.nih.gov/pubmed/17723650> สืบค้นเมื่อวันที่ 7 ตุลาคม 2556
- [8]King-Tong Lau, Eimear McHugh, Susan Baldwin, Dermot Diamond. **“Paired emitter-detector light emitting diodes for the measurement of lead(II) and cadmium(II)”**. Analytica chimica acta, 569 (2006) 221-226
- [9]Phoonthawee , Saetear Kittiwut Khamtau , Nuanlaor Ratanawimarnwong , Kamonthip Seseenonchai , Duangjai Nacapricha. **“Sequential injection system for simultaneous determination of sucrose and phosphate in cola drinks using paired emitter-detector diode sensor”**. Talanta, 115 (2013) 361-366
- [10]http://www.sci.nu.ac.th/chemistry/directionlab/media_doc/256252/256252.pdf สืบค้นเมื่อวันที่ 30 ตุลาคม 2556
- [11]<http://www.reo06.mnre.go.th/home/images/upload/file/report/Jurairut070509.pdf> สืบค้นเมื่อวันที่ 30 ตุลาคม 2556
- [12]http://www.sc.sci.rmutp.ac.th/sctank/analchem/AnalChem_CH2.pdf สืบค้นเมื่อวันที่ 4 มกราคม 2557
- [13]ดร.ณัฐวุฒิ เจริญชัย. เอกสารประกอบการเรียน Quality Assurance and Chemical Laboratory Standard. สาขาเคมีอุตสาหกรรม คณะวิทยาศาสตร์ สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง, 2555

[14]http://firstyear.chem.usyd.edu.au/calculators/colour_wheel.shtml สืบค้นเมื่อวันที่ 3 ตุลาคม 2556

[15]http://www.nimt.or.th/nimt/upload/contentfile/attach-lab_article-516-443.pdf สืบค้นเมื่อวันที่ 7 ธันวาคม 2557