

การศึกษาพฤติกรรมการดูดซับของแบเรียมและเรเดียม
บนพื้นผิวของแมงกานีสไดออกไซด์

โดย

นายวินัย ผลทิวินกุล

มหาวิทยาลัยศิลปากร สงวนลิขสิทธิ์

วิทยานิพนธ์นี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรปริญญาวิทยาศาสตรมหาบัณฑิต

สาขาวิชาเคมีศึกษา

ภาควิชาเคมี

บัณฑิตวิทยาลัย มหาวิทยาลัยศิลปากร

ปีการศึกษา 2544

ISBN 974 - 653 - 157 - 3

ลิขสิทธิ์ของบัณฑิตวิทยาลัย มหาวิทยาลัยศิลปากร

INVESTIGATION ON ADSORPTION BEHAVIOR OF BARIUM AND
RADIUM ON MANGANESE DIOXIDE SURFACE

By

Winai Polthaweenukoon

มหาวิทยาลัยศิลปากร สงวนลิขสิทธิ์

A Thesis Submitted in Partial Fulfillment of the Requirements for the Degree

MASTER OF SCIENCE

Department of Chemistry

Graduate School

SILPAKORN UNIVERSITY

2001

ISBN 974 – 653 – 157 – 3

บัณฑิตวิทยาลัย มหาวิทยาลัยศิลปากร อนุมัติให้วิทยานิพนธ์เรื่อง “การศึกษา
พฤติกรรมการดูซ้ำของแบเรียมและเรเดียมบนพื้นผิวของแมงกานีสไดออกไซด์” เสนอโดย
นายวินัย ผลทวีบุญกุล เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรปริญญาวิทยาศาสตรมหาบัณฑิต
สาขาวิชาเคมีศึกษา

.....
(ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.จิราวรรณ คงคล้าย)
คณบดีบัณฑิตวิทยาลัย
วันที่.....เดือน.....พ.ศ.....

ผู้ควบคุมวิทยานิพนธ์
อาจารย์ ดร. กลางพล กมลโชติ

คณะกรรมการตรวจสอบวิทยานิพนธ์
มหาวิทยาลัยศิลปากร สงวนลิขสิทธิ์

.....ประธานกรรมการ

(อาจารย์ ดร.ศุภชัย ศุภลักษณ์นารี)

...../...../.....

.....กรรมการ

(อาจารย์ ดร.กลางพล กมลโชติ)

...../...../.....

.....กรรมการ

(อาจารย์ ดร.โอภา บางเจริญพรพงศ์)

...../...../.....

.....กรรมการ

(อาจารย์ ดร.สมชัย ลาภอนันต์นพคุณ)

...../...../.....

.....กรรมการ

(อาจารย์ ฉันทนา ้วยนิพิฐพงษ์)

...../...../.....

K 41513004 : สาขาวิชาเคมีศึกษา

คำสำคัญ : การศึกษาหาปริมาณแบเรียมและเรเดียม / เทคนิคการทำให้สารมีความเข้มข้นสูงขึ้นโดยวิธีการ
ดูดซับ / การดูดซับบนพื้นผิวของแมงกานีสไดออกไซด์

วินัย ผลทวีบุญกุล : การศึกษาพฤติกรรมของการดูดซับของแบเรียมและเรเดียมบนพื้นผิวของ
แมงกานีสไดออกไซด์ (INVESTIGATION ON ADSORPTION BEHAVIOR OF BARIUM AND RADIUM ON
MANGANESE DIOXIDE SURFACE) อาจารย์ผู้ควบคุมวิทยานิพนธ์ : อ.ดร.กลางพล กมลโชติ. 170 หน้า.
ISBN 974 – 653 – 157 - 3

ได้ทำการศึกษาพฤติกรรมของการดูดซับของแบเรียมและเรเดียมบนพื้นผิวของแมงกานีสไดออกไซด์ที่เคลือบบนวัสดุ polyamide โดยมีวัตถุประสงค์เพื่อใช้เป็นเทคนิคในการทำให้สารละลายที่จะทำการวิเคราะห์มีความเข้มข้นของแบเรียมและเรเดียมสูงขึ้น เทคนิคที่ใช้ในการศึกษาหาปริมาณแบเรียมคือเทคนิค Inductively Coupled Plasma – Atomic Emission Spectrophotometer (ICP – AES) ส่วนการตรวจหาปริมาณเรเดียมใช้เทคนิค Liquid Scintillation Counter (LSC)

ในการศึกษาพฤติกรรมของการดูดซับในเบื้องต้นศึกษาโดยดูพฤติกรรมของการดูดซับของแบเรียมบนพื้นผิวของแมงกานีสไดออกไซด์เป็นลำดับแรก เมื่อได้สภาวะที่เหมาะสมแล้วจึงได้ใช้สภาวะดังกล่าวเพื่อทำการทดลองศึกษาพฤติกรรมของการดูดซับของเรเดียมต่อไป โดยพบว่าวัสดุ polyamide ที่มีลักษณะเป็นเม็ดจะดูดซับปริมาณแบเรียมได้ดีกว่าวัสดุ polyamide รูปแบบอื่น ๆ โดยมีปริมาณการดูดซับของแบเรียมอยู่ในช่วงร้อยละ 80 – 90 ค่า pH ที่เหมาะสมสำหรับการดูดซับเป็นได้ตั้งแต่ 3 – 13 โดยช่วงระหว่าง pH 5 – 7 จะมีค่าร้อยละของการดูดซับมากที่สุดที่ร้อยละ 89 สำหรับระยะเวลาที่ใช้ในการดูดซับพบว่าหลังจากเวลา 60 นาที การดูดซับไม่ได้มีการเปลี่ยนแปลงสูงกว่าเดิมมากนัก ส่วนปริมาณสารดูดซับที่ใช้ในการดูดซับแบเรียม จะคิดจากค่าพื้นผิวของแมงกานีสไดออกไซด์ ซึ่งขึ้นกับรูปแบบของวัสดุ polyamide โดยพบว่าพื้นที่ผิว 1 cm^2 จะสามารถดูดซับปริมาณแบเรียมได้ $0.45 \times 10^{-6} \text{ mol/cm}^2$ ส่วนการศึกษาโลหะอื่น ๆ ที่อาจรบกวนการดูดซับของแบเรียมบนพื้นผิวของแมงกานีสไดออกไซด์ได้พบว่าแคลเซียมมีผลมากทำให้การดูดซับของแบเรียมบนพื้นผิวของแมงกานีสไดออกไซด์มีค่าลดลง ส่วนแมกนีเซียมและโพแทสเซียมมีผลเล็กน้อย ในขณะที่ผลเนื่องจากโซเดียมมีน้อยมากต่อการดูดซับของแบเรียมบนพื้นผิวของแมงกานีสไดออกไซด์

ได้ทำการทดลองใช้สภาวะที่เหมาะสมในการดูดซับของแบเรียมบนพื้นผิวของแมงกานีสไดออกไซด์เพื่อใช้ทดลองหาปริมาณเรเดียมโดยวิธีการในลักษณะเดียวกัน พบว่าให้ผลเป็นที่น่าพอใจโดยมีค่า % recovery มากกว่า 80 % อย่างไรก็ตามในการนำวิธีการนี้ไปใช้งานเพื่อใช้ในการวิเคราะห์หาปริมาณเรเดียมในน้ำตัวอย่างจริงจะต้องมีวิธีการขจัดปัญหาการรบกวนอันเนื่องจากการรบกวนอื่นที่อาจมีอยู่ในน้ำตัวอย่างและทำให้ผลการทดลองผิดพลาดไป

ภาควิชาเคมี

บัณฑิตวิทยาลัย มหาวิทยาลัยศิลปากร

ปีการศึกษา 2544

ลายมือชื่อนักศึกษา.....

ลายมือชื่ออาจารย์ผู้ควบคุมวิทยานิพนธ์.....

K 41513004 : MAJOR : CHEMICAL STUDIES

KEY WORD : BARIUM, RADIUM DETERMINATION / ADSORPTION PRECONCENTRATION

TECHNIQUE / COATED MANGANESE DIOXIDE ADSORPTION

WINAI POLTHAWENUKON : INVESTIGATION ON ADSORPTION BEHAVIOR OF
BARIUM AND RADIUM ON MANGANESE DIOXIDE SURFACE. THESIS ADVISOR :

KLANGPOL KAMOLCHOTE, Ph.D. 170 pp. ISBN 974 – 653 – 157 – 3

The adsorption behavior of Barium and Radium on Manganese Dioxide surface coated on polyamide was studied in order to use as a preconcentration technique for Barium and Radium determinations. The Inductively Coupled Plasma – Atomic Emission Spectrophotometry (ICP – AES) technique was used to determine Barium concentration while the Liquid Scintillation Counter (LSC) technique was used to measure the Radium activity. Firstly Barium adsorption behavior was investigated in order to find out the optimum conditions for Barium adsorption on Manganese Dioxide surface. The optimum conditions obtained were then used as the preconcentration technique for Radium. It was found that by using the corn - seed shape of polyamide as the supporting material for Manganese Dioxide, higher percentage of Barium adsorption (80 – 90%) can be observed as compared to the disc - flatted shape or other shapes. Barium is adsorbed at pH 3 – 13, however the highest adsorption value was found for the solution of pH 5 – 7 (89%). With a contacting time of 60 minutes, the adsorption of Barium on Manganese Dioxide was nearly saturated. The amount of adsorbent used depended on the surface area of Manganese Dioxide which was found to be approximately 0.45×10^{-6} mol /cm² of Manganese Dioxide surface. Calcium was found to be the main interference that can reduce the adsorption of Barium on Manganese Dioxide surface. Magnesium and Potassium also affected the Barium adsorption but Sodium showed no significant effect on Barium adsorption.

The optimum conditions obtained from the previous studies were used for Radium determination in authentic water sample . The percent recovery of Radium was found to be more than 80 %. However, by using this preconcentration technique for Radium determination in real water sample, a method for interference correction must be considered in order to reduce the error in the determination .

Department of Chemistry Graduate School, Silpakorn University Academic Year 2001

Student's signature.....

Thesis Advisor's signature

กิตติกรรมประกาศ

วิทยานิพนธ์เรื่อง การศึกษาพฤติกรรมการดูดซับของแบเรียมและเรเดียมบนพื้นผิวของแมงกานีสไดออกไซด์ (Investigation on Adsorption Behaviour of Barium and Radium on Manganese Dioxide surface) สำเร็จลงไปได้ด้วยดี การศึกษาทดลองได้ผลดีโดยตลอด รวมทั้งการเขียนรายงานวิทยานิพนธ์เสร็จสมบูรณ์เพราะได้รับคำแนะนำ และความช่วยเหลือจากอาจารย์หลายท่าน ผู้วิจัยขอขอบพระคุณ อาจารย์ ดร.กลางพล กมลโชติ อาจารย์ผู้ควบคุมวิทยานิพนธ์ ที่กรุณาให้คำปรึกษา ให้ข้อคิด คำแนะนำ ตลอดจนตรวจและแก้ไขข้อบกพร่องต่าง ๆ ของวิทยานิพนธ์ฉบับนี้ให้ถูกต้องสมบูรณ์ตลอดงานวิจัย ขอขอบพระคุณผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.ณรงค์ ฉิมพาลี ที่กรุณาให้คำแนะนำเกี่ยวกับการใช้เครื่อง ICP และยังช่วยวิเคราะห์หาปริมาณแบเรียมด้วยเครื่อง ICP โดยตลอดงานวิจัยเสร็จสมบูรณ์ ขอขอบพระคุณผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.ดลฤดี ฉิมพาลี ที่ให้คำแนะนำเกี่ยวกับการใช้เครื่อง AAS ขอขอบพระคุณ Dr.Siegurd Moebius และ Mr. Hans Sitter แห่ง Fortbildungszentrum fuer Technik und Umwelt, Forschungszentrum เมือง Karlsruhe ประเทศเยอรมัน ที่ช่วยวิเคราะห์หาปริมาณเรเดียมให้ ขอขอบพระคุณอาจารย์ฉันทนา วัฒนพิรุฬพงษ์ ที่ให้คำแนะนำการเขียนโครงการวิทยานิพนธ์และเป็นกรรมการตรวจสอบวิทยานิพนธ์ให้ถูกต้อง และขอขอบพระคุณอาจารย์พวงน้อย อักษรทอง อาจารย์ที่ปรึกษา ที่คอยติดตาม สอบถามความก้าวหน้าของงานวิจัยอย่างสม่ำเสมอ

ขอขอบพระคุณอาจารย์ ดร.สมชัย ลาภอนันต์นพคุณ อาจารย์ ดร.ศุภชัย ศุภลักษณ์นารี อาจารย์ ดร.โอภา บางเจริญพรพงศ์ ที่ได้ให้คำแนะนำ ข้อคิดและตรวจข้อบกพร่องต่าง ๆ ของวิทยานิพนธ์ เพื่อให้ถูกต้องสมบูรณ์ที่สุด

ขอขอบคุณบัณฑิตวิทยาลัย มหาวิทยาลัยศิลปากรที่ให้ทุนอุดหนุนการวิจัยครั้งนี้
สุดท้ายนี้ต้องขอขอบคุณเจ้าหน้าที่ประจำห้องปฏิบัติการเคมีทุกท่าน อาทิ คุณวรารภรณ์ เจียนระลึก คุณประกอบ รักษาชาติ คุณสุวิทย์ ประวิงวงษ์ คุณสมสววย สุภรัตน์วงศ์ ที่ช่วยอำนวยความสะดวกในการจัดหาอุปกรณ์ เครื่องมือและสารเคมีต่าง ๆ มาโดยตลอด ขอขอบคุณคุณวิฑูรย์ แซ่โจ้ว ที่ให้คำแนะนำเกี่ยวกับการใช้เครื่อง SEM - EDS และช่วยดำเนินการตรวจวัดตัวอย่างด้วยเครื่อง SEM - EDS ให้ด้วย

สารบัญ

	หน้า
บทคัดย่อภาษาไทย	ง
บทคัดย่อภาษาอังกฤษ	จ
กิตติกรรมประกาศ.....	ฉ
สารบัญตาราง.....	ญ
สารบัญรูป.....	ณ
บทที่	
1 บทนำ	1
ความเป็นมาและความสำคัญของปัญหา.....	1
สารกัมมันตรังสีในธรรมชาติ.....	3
เรเดียม.....	8
แบเรียม.....	10
แนวทางการศึกษาวิจัย.....	11
วัตถุประสงค์ของการศึกษา.....	15
การดูดซับ	15
หลักการและทฤษฎีของวิธี อะตอมมิกแอบซอร์พชันสเปกโตรสโกปี (Atomic Absorption Spectroscopy).....	20
หลักการและทฤษฎีของวิธี Inductively Coupled Plasma Spectrophotometry (ICPS).....	28
หลักการและทฤษฎีของเครื่อง Scanning Electron Microscope and Energy Dispersive X – ray Microanalysis System.....	32
2 วิธีการทดลอง	40
เครื่องมือและอุปกรณ์	40
สารเคมี	41
การเตรียมสาร และสารละลาย	42
ศึกษาความเข้มข้นที่เหมาะสมของสารละลาย oxalic acid ในการ ละลาย แมงกานีสไดออกไซด์ที่เคลือบบน polyamide	46

บทที่	หน้า
วิเคราะห์หาปริมาณแอมกานีสบน coated polyamide	47
การวิเคราะห์หาปริมาณโพแทสเซียมบน coated polyamide	49
การศึกษาลักษณะของ coated polyamide และหาปริมาณแอมกานีส โพแทสเซียมโดยใช้เครื่อง Scanning Electron Microscope and Energy Dispersive X – ray Microanalysis System.....	50
ศึกษาความสามารถของ coated polyamide รูปร่างต่าง ๆ ในการดูดซับ แบเรียมบนพื้นผิวของแอมกานีสไดออกไซด์	51
ศึกษาเวลาที่ใช้ในการดูดซับแบเรียมบนพื้นผิวของแอมกานีสไดออกไซด์ เมื่อใช้ coated polyamide รูปร่างแบบเม็ด สีเหลืองเล็ก วงกลมเล็ก ที่ pH 7 อุณหภูมิ 29 °C	52
ศึกษา pH ที่เหมาะสมเพื่อใช้ในการดูดซับแบเรียมบนพื้นผิวของ แอมกานีสไดออกไซด์	53
ศึกษาความเข้มข้นของแบเรียมที่ถูกดูดซับบนพื้นผิวของแอมกานีส ไดออกไซด์	54
การศึกษารบกวน (Interferences) ที่มีผลต่อการดูดซับแบเรียมบน พื้นผิวของแอมกานีสไดออกไซด์	54
การวิเคราะห์หาปริมาณเรเดียมที่ถูกดูดซับบนพื้นผิวของแอมกานีส ไดออกไซด์ โดยเทคนิค Liquid Scintillation Counter (LSC).....	66
อิทธิพลของสารรบกวนต่าง ๆ ที่มีผลต่อการดูดซับเรเดียมบนพื้นผิว แอมกานีสไดออกไซด์	67
3 ผลการทดลองและวิจารณ์ผลการทดลอง	69
การเคลือบ polyamide nylon 6,6	69
ศึกษาความเข้มข้นที่เหมาะสมของสารละลาย oxalic acid ในการ ละลายแอมกานีสไดออกไซด์ที่เคลือบบน polyamide	69
วิเคราะห์หาปริมาณแอมกานีสบน coated polyamide	74
วิเคราะห์หาปริมาณโพแทสเซียมบน coated polyamide	84

บทที่	หน้า
การศึกษาลักษณะของ coated polyamide และหาปริมาณแมงกานีส โพแทสเซียมโดยใช้เครื่อง Scanning Electron Microscope and Energy Dispersive X – ray Microanalysis System.....	91
ศึกษาความสามารถของ coated polyamide รูปร่างต่าง ๆ ในการดูดซับ แบเรียมบนพื้นผิวของแมงกานีสไดออกไซด์	109
ศึกษาเวลาที่ใช้ในการดูดซับแบเรียมบนพื้นผิวของแมงกานีสไดออกไซด์ เมื่อใช้ coated polyamide รูปร่างแบบเม็ด สีเหลืองเล็ก วงกลมเล็ก ที่ pH 7 อุณหภูมิ 29 °C	110
ศึกษา pH ที่เหมาะสมเพื่อใช้ในการดูดซับแบเรียมบนพื้นผิวของ แมงกานีสไดออกไซด์	114
ศึกษาความเข้มข้นของแบเรียมที่ถูกดูดซับบนพื้นผิวของแมงกานีส ไดออกไซด์	119
ศึกษาสารรบกวน (Interferences) ที่มีผลต่อการดูดซับแบเรียม บนพื้นผิวของแมงกานีสไดออกไซด์	122
การวิเคราะห์หาปริมาณเรเดียมที่ถูกดูดซับบนพื้นผิวของแมงกานีส ไดออกไซด์ โดยเทคนิค Liquid Scintillation Counter (LSC)	147
อิทธิพลของสารรบกวนต่าง ๆ ที่มีผลต่อการดูดซับเรเดียมบนพื้นผิวของ แมงกานีสไดออกไซด์	152
4 สรุปผลการทดลองและข้อเสนอแนะ	154
ข้อเสนอแนะอื่น ๆ	159
บรรณานุกรม.....	160
ภาคผนวก ก การสลายตัวของธาตุกัมมันตรังสีและหน่วยที่ใช้ในการบอก กัมมันตภาพ	166
ภาคผนวก ข การคำนวณปริมาณเรเดียมโดยอาศัยค่า Activity	168
ประวัติผู้วิจัย.....	170

สารบัญตาราง

ตารางที่	หน้า
1.1 แสดงอุณหภูมิของเปลวไฟทั้ง 4 ชนิด	25
2.1 รายชื่อสารเคมี บริษัทผู้ผลิต และเกรด.....	41
3.1 ชุดการทดลองที่ 1 แสดงผลการละลายแมงกานีสไดออกไซด์ ที่เคลือบบน polyamide แบบเม็ดเมื่อใช้สารละลาย oxalic acid เข้มข้นต่าง ๆ กัน.....	70
3.2 ชุดการทดลองที่ 2 แสดงผลการละลายแมงกานีสไดออกไซด์ ที่เคลือบบน polyamide แบบเม็ดเมื่อใช้สารละลาย oxalic acid เข้มข้นต่าง ๆ กัน	70
3.3 ชุดการทดลองที่ 1 แสดงผลการละลายแมงกานีสไดออกไซด์ ที่เคลือบบน polyamide แบบสีเหลือง เมื่อใช้สารละลาย oxalic acid เข้มข้นต่าง ๆ กัน...71	71
3.4 ชุดการทดลองที่ 2 แสดงผลการละลายแมงกานีสไดออกไซด์ ที่เคลือบบน polyamide แบบสีเหลือง เมื่อใช้สารละลาย oxalic acid เข้มข้นต่าง ๆ กัน .. 71	71
3.5 ชุดการทดลองที่ 1 แสดงผลการละลายแมงกานีสไดออกไซด์ ที่เคลือบบน polyamide แบบวงกลม เมื่อใช้สารละลาย oxalic acid เข้มข้นต่าง ๆ กัน ... 72	72
3.6 ชุดการทดลองที่ 2 แสดงผลการละลายแมงกานีสไดออกไซด์ ที่เคลือบบน polyamide แบบวงกลม เมื่อใช้สารละลาย oxalic acid เข้มข้นต่าง ๆ กัน ... 72	72
3.7 แสดงปริมาณแมงกานีสที่พบ โดยใช้ coated polyamide แบบเม็ด จาก batch เดียวกัน 2 g	74
3.8 แสดงปริมาณแมงกานีสที่พบ โดยใช้ coated polyamide แบบสีเหลืองเล็ก จาก batch เดียวกัน 2 g	75
3.9 แสดงปริมาณแมงกานีสที่พบ โดยใช้ coated polyamide แบบสีเหลืองใหญ่ จาก batch เดียวกัน 2 g.....	76
3.10 แสดงปริมาณแมงกานีสที่พบ โดยใช้ coated polyamide แบบวงกลมเล็ก จาก batch เดียวกัน 2 g	77
3.11 แสดงปริมาณแมงกานีสที่พบ โดยใช้ coated polyamide แบบวงกลมใหญ่ จาก batch เดียวกัน 2 g	78
3.12 แสดงค่า Absorbance ของสารละลายมาตรฐานของแมงกานีส ที่ระดับความ เข้มข้นต่าง ๆ	79

สารบัญตาราง (ต่อ)

ตารางที่	หน้า
3.13 แสดงปริมาณแมงกานีสที่พบ โดยใช้ coated polyamide รูปร่างต่างกัน ชนิดละ 2 g จาก batch เดียวกัน	82
3.14 แสดงค่า Absorbance ของสารละลายมาตรฐานของแมงกานีส ที่ระดับความ เข้มข้นต่าง ๆ	83
3.15 แสดงปริมาณโพแทสเซียมที่พบ โดยใช้ coated polyamide แบบเม็ด จาก batch เดียวกัน จำนวน 2 g	84
3.16 แสดงปริมาณโพแทสเซียมที่พบ โดยใช้ coated polyamide แบบสี่เหลี่ยมเล็ก จาก batch เดียวกัน จำนวน 2 g	85
3.17 แสดงปริมาณโพแทสเซียมที่พบ โดยใช้ coated polyamide แบบสี่เหลี่ยมใหญ่ จาก batch เดียวกัน จำนวน 2 g	86
3.18 แสดงปริมาณโพแทสเซียมที่พบ โดยใช้ coated polyamide แบบวงกลมเล็ก จาก batch เดียวกัน จำนวน 2 g	87
3.19 แสดงปริมาณโพแทสเซียมที่พบ โดยใช้ coated polyamide แบบวงกลมใหญ่ จาก batch เดียวกัน จำนวน 2 g	88
3.20 แสดงค่า Intensity ของสารละลายมาตรฐานของโพแทสเซียม ที่ระดับ ความเข้มข้นต่าง ๆ เพื่อทำกราฟมาตรฐาน	89
3.21 แสดงการเปรียบเทียบสัดส่วนของแมงกานีสต่อโพแทสเซียมจาก coated polyamide รูปร่างเดียวกัน จาก batch เดียวกัน	90
3.22 ปริมาณธาตุต่าง ๆ ที่เป็นองค์ประกอบบน coated polyamide แบบรูปสี่เหลี่ยม ตามแนวแบนราบ จุดที่ 1	95
3.23 ปริมาณธาตุต่าง ๆ ที่เป็นองค์ประกอบบน coated polyamide แบบรูปสี่เหลี่ยม ตามแนวแบนราบ จุดที่ 2	96
3.24 ปริมาณธาตุต่าง ๆ ที่เป็นองค์ประกอบบน coated polyamide แบบรูปสี่เหลี่ยม ตามแนวแบนราบ จุดที่ 3	97
3.25 ปริมาณธาตุต่าง ๆ ที่เป็นองค์ประกอบบน coated polyamide แบบรูปวงกลม ตามแนวแบนราบ จุดที่ 1	98

สารบัญตาราง (ต่อ)

ตารางที่	หน้า
3.26 ปริมาณธาตุต่าง ๆ ที่เป็นองค์ประกอบบน coated polyamide แบบรูปวงกลม ตามแนวแบนราบ จุดที่ 2	99
3.27 ปริมาณธาตุต่าง ๆ ที่เป็นองค์ประกอบบน coated polyamide แบบรูปวงกลม ตามแนวแบนราบ จุดที่ 3	100
3.28 ปริมาณธาตุต่าง ๆ ที่เป็นองค์ประกอบบน coated polyamide แบบเม็ด ตามแนวแบนราบ จุดที่ 1	101
3.29 ปริมาณธาตุต่าง ๆ ที่เป็นองค์ประกอบบน coated polyamide แบบเม็ด ตามแนวแบนราบ จุดที่ 2	102
3.30 ปริมาณธาตุต่าง ๆ ที่เป็นองค์ประกอบบน coated polyamide แบบเม็ด ตามแนวแบนราบ จุดที่ 3	103
3.31 ปริมาณธาตุต่าง ๆ ที่เป็นองค์ประกอบบน coated polyamide แบบเม็ด จาก batch-2 ตามแนวแบนราบ จุดที่ 1	104
3.32 ปริมาณธาตุต่าง ๆ ที่เป็นองค์ประกอบบน coated polyamide แบบเม็ด จาก batch 2 ตามแนวแบนราบ จุดที่ 2	105
3.33 ปริมาณธาตุต่าง ๆ ที่เป็นองค์ประกอบบน coated polyamide แบบเม็ด จาก batch 2 ตามแนวแบนราบ จุดที่ 3	106
3.34 เปรียบเทียบสัดส่วนโดย %At Wt ของแมงกานีสต่อโพแทสเซียม โดยเทคนิค SEM – EDS ของ coated polyamide จาก batch เดียวกันตามแนว แบนราบ.....	107
3.35 ปริมาณแบเรียมที่ถูกดูดซับบน coated polyamide รูปร่างแบบเม็ด สีเหลืองเล็ก สีเหลืองใหญ่ วงกลมเล็ก วงกลมใหญ่ ที่ pH 7 เวลา 60 นาที.....	109
3.36 แสดงปริมาณแบเรียมที่ถูกดูดซับบนพื้นผิวของแมงกานีสไดออกไซด์ ในช่วงเวลา ต่าง ๆ โดยใช้ coated polyamide แบบเม็ด ที่ pH 7 อุณหภูมิ 29 °C	110
3.37 แสดงปริมาณแบเรียมที่ถูกดูดซับบนพื้นผิวของแมงกานีสไดออกไซด์ ในช่วงเวลา ต่าง ๆ โดยใช้ coated polyamide แบบสีเหลืองเล็ก ที่ pH 7 อุณหภูมิ 29 °C	111

สารบัญตาราง (ต่อ)

ตารางที่	หน้า
3.38 แสดงปริมาณแบเรียมที่ถูกดูดซับบนพื้นผิวของแมงกานีสไดออกไซด์ ในช่วงเวลาต่าง ๆ โดยใช้ coated polyamide แบบวงกลมเล็ก ที่ pH 7 อุณหภูมิ 29 °C	111
3.39 การวิเคราะห์หาปริมาณแบเรียมที่ถูกดูดซับบนพื้นผิวของแมงกานีสไดออกไซด์ ที่ pH ต่าง ๆ กัน เมื่อใช้ coated polyamide แบบเม็ด อุณหภูมิ 29 °C	114
3.40 การวิเคราะห์หาปริมาณแบเรียมที่ถูกดูดซับบนพื้นผิวของแมงกานีสไดออกไซด์ ที่ pH ต่าง ๆ กัน เมื่อใช้ coated polyamide แบบสี่เหลี่ยมใหญ่ อุณหภูมิ 29 °C	115
3.41 การวิเคราะห์หาปริมาณแบเรียมที่ถูกดูดซับบนพื้นผิวของแมงกานีสไดออกไซด์ ที่ pH ต่าง ๆ กัน เมื่อใช้ coated polyamide แบบวงกลมใหญ่ อุณหภูมิ 29 °C	115
3.42 การวิเคราะห์หาปริมาณแบเรียมที่ถูกดูดซับบนพื้นผิวของแมงกานีสไดออกไซด์ ที่ระดับความเข้มข้นต่าง ๆ กัน เมื่อใช้ coated polyamide แบบเม็ด อุณหภูมิ 29 °C pH 5.5	119
3.43 แสดงปริมาณไซเดียมที่พบ โดยใช้ coated polyamide แบบเม็ด สี่เหลี่ยมเล็ก และวงกลมเล็ก เวลาดูดซับ 60 นาที อุณหภูมิ 29 °C	122
3.44 แสดงค่า Absorbance ของสารละลายมาตรฐานของไซเดียมที่ระดับความเข้มข้นต่าง ๆ	123
3.45 แสดงปริมาณแมกนีเซียมที่พบโดยใช้ coated polyamide แบบเม็ด สี่เหลี่ยมเล็ก และวงกลมเล็ก เวลาดูดซับ 60 นาที อุณหภูมิ 29 °C	124
3.46 แสดงค่า Absorbance ของสารละลายมาตรฐานของแมกนีเซียมที่ระดับความเข้มข้นต่าง ๆ	125
3.47 แสดงปริมาณแคลเซียมที่พบโดยใช้ coated polyamide แบบเม็ด สี่เหลี่ยมเล็ก และวงกลมเล็ก เวลาดูดซับ 60 นาที อุณหภูมิ 29 °C	126
3.48 แสดงค่า Absorbance ของสารละลายมาตรฐานของแคลเซียมที่ระดับความเข้มข้นต่าง ๆ	127

สารบัญตาราง (ต่อ)

ตารางที่	หน้า
3.49 แสดงการเปรียบเทียบความสามารถในการดูดซับสารรบกวน (Na^+ , Mg^{2+} , Ca^{2+}) ของ coated polyamide รูปร่างแบบเม็ด สีเหลืองเล็ก วงกลมเล็ก โดยคิดจากปริมาณสารรบกวนที่พบต่อพื้นที่ผิว 1 cm^2	128
3.50 แสดงปริมาณโซเดียมที่ถูกดูดซับบนพื้นผิวของแมงกานีสไดออกไซด์ที่ pH 1,3,5,7,9,11,13 ใช้ coated polyamide แบบเม็ด จาก batch เดียวกัน จำนวน 2 g	129
3.51 แสดงปริมาณแมงกานีสที่ถูกดูดซับบนพื้นผิวของแมงกานีสไดออกไซด์ ที่ pH 1,3,5,7,9,11,13 ใช้ coated polyamide แบบเม็ด จาก batch เดียวกัน จำนวน 2 g	131
3.52 แสดงปริมาณแคลเซียมที่ถูกดูดซับบนพื้นผิวของแมงกานีสไดออกไซด์ ที่ pH 1,3,5,7,9,11,13 ใช้ coated polyamide แบบเม็ด จาก batch เดียวกัน จำนวน 2 g	133
3.53 แสดงปริมาณโพแทสเซียมที่ถูกดูดซับบนพื้นผิวของแมงกานีสไดออกไซด์ ที่ pH 1,3,5,7,9,11,13 ใช้ coated polyamide แบบเม็ด จาก batch เดียวกัน จำนวน 2 g	135
3.54 แสดงการวิเคราะห์หาปริมาณแบเรียมที่ถูกดูดซับบนพื้นผิวของแมงกานีสไดออกไซด์เมื่อมีแคลเซียมเป็นสารรบกวน ผสมอยู่ด้วย ที่ pH ต่าง ๆ โดยใช้ coated polyamide แบบเม็ดจาก batch เดียวกัน	137
3.55 แสดงการวิเคราะห์หาปริมาณแบเรียมที่ถูกดูดซับบนพื้นผิวของแมงกานีสไดออกไซด์ เมื่อมีโซเดียมเป็นสารรบกวน ผสมอยู่ด้วย ที่ pH ต่าง ๆ โดยใช้ coated polyamide แบบเม็ดจาก batch เดียวกัน	138
3.56 แสดงการวิเคราะห์หาปริมาณแบเรียมที่ถูกดูดซับ บนพื้นผิวของแมงกานีสไดออกไซด์ เมื่อมีแมงกานีสเป็นสารรบกวน ผสมอยู่ด้วย ที่ pH ต่าง ๆ โดยใช้ coated polyamide แบบเม็ดจาก batch เดียวกัน	139
3.57 แสดงการวิเคราะห์หาปริมาณแบเรียมที่ถูกดูดซับ บนพื้นผิวของแมงกานีสไดออกไซด์ เมื่อมีโพแทสเซียมเป็นสารรบกวน ผสมอยู่ด้วย ที่ pH ต่าง ๆ โดยใช้ coated polyamide แบบเม็ดจาก batch เดียวกัน	140

สารบัญตาราง (ต่อ)

ตารางที่	หน้า
3.58 แสดงการวิเคราะห์หาปริมาณแบเรียมที่ถูกดูดซับ บนพื้นผิวของแมงกานีส ไดออกไซด์ เมื่อมีแคลเซียมเป็นสารรบกวน ผสมอยู่ด้วยที่ระดับความเข้มข้นต่าง ๆ โดยใช้ coated polyamide แบบเม็ดจาก batch เดียวกัน	142
3.59 แสดงการวิเคราะห์หาปริมาณแบเรียมที่ถูกดูดซับบนพื้นผิวของแมงกานีส ไดออกไซด์เมื่อมีโซเดียมเป็นสารรบกวนผสมอยู่ด้วยที่ระดับความเข้มข้นต่าง ๆ โดยใช้ coated polyamide แบบเม็ดจาก batch เดียวกัน	143
3.60 แสดงการวิเคราะห์หาปริมาณแบเรียมที่ถูกดูดซับบนพื้นผิวของแมงกานีส ไดออกไซด์เมื่อมีแมกนีเซียมเป็นสารรบกวนผสมอยู่ด้วยที่ระดับความเข้มข้นต่าง ๆ โดยใช้ coated polyamide แบบเม็ดจาก batch เดียวกัน	144
3.61 แสดงการวิเคราะห์หาปริมาณแบเรียมที่ถูกดูดซับบนพื้นผิวของแมงกานีส ไดออกไซด์ เมื่อมีโพแทสเซียมเป็นสารรบกวนผสมอยู่ด้วยที่ระดับความเข้มข้นต่าง ๆ โดยใช้ coated polyamide แบบเม็ดจาก batch เดียวกัน	145
3.62 แสดงปริมาณเรเดียมในสารละลายมาตรฐานเรเดียม ปริมาณเรเดียมที่พบโดย LSC และร้อยละของเรเดียมที่พบ เมื่อใช้ coated polyamide แบบเม็ด	147
3.63 แสดงปริมาณเรเดียมในสารละลายมาตรฐานเรเดียม ปริมาณเรเดียมที่พบโดย LSC และร้อยละของเรเดียมที่พบ เมื่อใช้ coated polyamide รูปสี่เหลี่ยม....	148
3.64 แสดงปริมาณเรเดียมในสารละลายมาตรฐานเรเดียม ปริมาณเรเดียมที่พบโดย LSC และร้อยละของเรเดียมที่พบ เมื่อใช้ coated polyamide รูปร่างวงกลม	150
3.65 แสดงปริมาณเรเดียมในสารละลายมาตรฐานเรเดียม ปริมาณเรเดียมที่พบโดย LSC และร้อยละของเรเดียมที่พบ เมื่อใช้ coated polyamide แบบเม็ด.....	152
4.1 การดูดซับ ²²⁶ Ra บนแมงกานีสไดออกไซด์ เมื่อใช้น้ำตัวอย่างต่างชนิดกัน โดยบรรจุแมงกานีสไดออกไซด์ใน column มีความสูง 65 mm column มีเส้นผ่านศูนย์กลาง 9.25 mm	156

สารบัญรูป

รูปที่	หน้า
1.1 อนุกรมยูเรเนียม(อนุกรม $4n + 2$) แสดงนิวไคลด์กัมมันตรังสี ครึ่งชีวิต และอนุภาคที่ปล่อยออกมา ซึ่งแสดงเฉพาะนิวไคลด์กัมมันตรังสีที่พบบ่อยมากที่สุด.....	5
1.2 อนุกรมทอเรียม (อนุกรม $4n$) แสดงนิวไคลด์กัมมันตรังสี ครึ่งชีวิต และอนุภาคที่ปล่อยออกมา ซึ่งแสดงเฉพาะนิวไคลด์กัมมันตรังสีที่พบบ่อยมากที่สุด...	6
1.3 อนุกรมแอกทิเนียม (อนุกรม $4n + 3$) แสดงนิวไคลด์กัมมันตรังสี ครึ่งชีวิต และอนุภาคที่ปล่อยออกมา ซึ่งแสดงเฉพาะนิวไคลด์กัมมันตรังสีที่พบบ่อยมากที่สุด	7
1.4 อนุกรมเนปทูเนียม (อนุกรม $4n + 1$) แสดงนิวไคลด์กัมมันตรังสี ครึ่งชีวิต และอนุภาคที่ปล่อยออกมา ซึ่งแสดงเฉพาะนิวไคลด์กัมมันตรังสีที่พบบ่อยมากที่สุด	8
1.5 รูปภาพแสดงช่องและชั้นของแมงกานีสออกไซด์ (A) เป็นโครงสร้างแบบ (1x1) และ (1x2) (B) เป็นโครงสร้างแบบ (2x2) และ (2x3).....	18
1.6 แสดงช่องและชั้นของแมงกานีสออกไซด์ (A) โพแทสเซียมไอออนที่ถูกดูดซับ อยู่ในช่องของแมงกานีสออกไซด์ (B) โมเลกุลของน้ำและแบเรียมไอออน ถูกดูดซับอยู่ในช่องแมงกานีสออกไซด์.....	19
1.7 แสดงระดับของพลังงานของอะตอมโซเดียม (${}_{11}\text{Na}^{23}$) ($1s^2, 2s^2, 2p^6, 3s^1$).....	21
1.8 แสดง Transition diagram สำหรับ (1) อะตอมมิกแอบซอร์พชัน (2) อะตอมมิกอิมิสชัน (3) อะตอมมิกฟลูออเรสเซนซ์.....	21
1.9 แสดงแผนภาพองค์ประกอบของเครื่อง Atomic Absorption Spectrophotometer..	22
1.10 แสดงลักษณะของ hollow cathode lamp และหลอด hollow cathode lamp	22
1.11 แสดงกระบวนการทำให้ธาตุแตกตัวเป็นอะตอมเสรี.....	24
1.12 แสดงแผนภาพการทำงานของเครื่อง AAS ในส่วนของ nebulizer, glass bead, spray chamber, flame	24
1.13 เครื่อง Atomic Absorption Spectrophotometer (Spectr AA 250 plus).....	28

สารบัญรูป (ต่อ)

รูปที่	หน้า
1.14 แสดงภาพตัดขวางของ ICP torch IR = Induction Region PHZ = Preheating Zone IRZ = Initial Radiation Zone EOZ = Emission Observation Zone.....	29
1.15 แสดงแผนภาพองค์ประกอบที่สำคัญของเครื่อง ICP Spectrometer.....	31
1.16 เครื่อง Inductively Coupled Plasma Spectrometer (Varian Liberty 220)....	31
1.17 ส่วนประกอบของเครื่อง SEM	33
1.18 แสดงสัญญาณที่เกิดจากการที่อิเล็กตรอนชนกับชิ้นงาน.....	33
1.19 แสดงสัญญาณที่เกิดขึ้นที่ความลึกต่าง ๆ กันของวัตถุตัวอย่าง เมื่อลำอิเล็กตรอน วิ่งชนวัตถุ	34
1.20 อิเล็กตรอนวงนอก ของชั้น K - shell ของแมกนีเซียมหลุดออกไป.....	36
1.21 อิเล็กตรอนวงนอก ของชั้น K - shell ของแมกนีเซียมหลุดออกไป อิเล็กตรอนชั้น ถัดไปจะเข้ามาแทนที่ซึ่งจะคายพลังงานที่เหลือออกมาในรูปรังสีเอกซ์ ซึ่งเป็นลักษณะเฉพาะของธาตุ	36
1.22 การวิเคราะห์หาธาตุที่เป็นองค์ประกอบบน coated polyamide แบบเม็ด พบว่า มีแมงกานีส (Mn) โพแทสเซียม (K) แคลเซียม (Ca) และซิลิคอน (Si) เป็นองค์ประกอบ	38
1.23 เครื่อง Scanning Electron Microscope (Cam Scan Analytical, Maxim 2000)...	38
1.24 เครื่องเคลือบคาร์บอน (Cressington).....	39
3.1 กราฟมาตรฐานของแมงกานีสแสดงความสัมพันธ์ระหว่างความเข้มข้นกับ Absorbance	79
3.2 กราฟมาตรฐานของแมงกานีสแสดงความสัมพันธ์ระหว่างความเข้มข้นกับ Absorbance	83
3.3 กราฟมาตรฐานของโพแทสเซียม แสดงความสัมพันธ์ระหว่าง ค่าความเข้มข้น กับ Intensity.....	89
3.4 Scanning Electron Microscope ของ coated polyamide รูปร่างสี่เหลี่ยม ภาพแบนราบ เห็นพื้นผิวด้านบนมีรอยแตกกร้าวของแมงกานีสไดออกไซด์ ที่เคลือบอยู่บน polyamide	92

สารบัญรูป (ต่อ)

รูปที่	หน้า
3.5 Scanning Electron Micrograph ของ coated polyamide รูปปร่างวงกลม ภาพตัดตามขวาง 1. แมงกานีสไดออกไซด์ ที่เคลือบอยู่บนพื้นผิว polyamide ด้านบน หน้า 8.5 μm 2. แมงกานีสไดออกไซด์ ที่เคลือบอยู่บนพื้นผิว polyamide ด้านล่าง หน้า 8.5 μm	92
3.6 Scanning Electron Micrograph ของ coated polyamide รูปวงกลม ภาพตัดตามขวาง ภาพเดียวกับรูปที่ 3.5 เพิ่มกำลังขยายให้เห็นความหนาและลักษณะพื้นผิวของแมงกานีสไดออกไซด์ ที่เคลือบบน polyamide	93
3.7 Scanning Electron Micrograph ของ coated polyamide แบบเม็ด	93
3.8 Scanning Electron Micrograph ของ coated polyamide แบบเม็ด ภาพเดียวกับรูปที่ 3.7 เพิ่มกำลังขยาย จะเห็นพื้นผิวของแมงกานีสไดออกไซด์ ที่เคลือบบน polyamide มีลักษณะไม่เรียบ	94
3.9 Scanning Electron Micrograph ของ coated polyamide รูปวงกลม จะเห็นพื้นผิวของแมงกานีสไดออกไซด์ที่เคลือบบน polyamide มีลักษณะไม่เรียบ	94
3.10 สเปกตรัมของธาตุ Mn และ K ที่เป็นองค์ประกอบบน coated polyamide แบบรูปสี่เหลี่ยม จุดที่ 1 โดยเทคนิค SEM - EDS	95
3.11 สเปกตรัมของธาตุ Mn และ K ที่เป็นองค์ประกอบบน coated polyamide แบบรูปสี่เหลี่ยม จุดที่ 2 โดยเทคนิค SEM - EDS	96
3.12 สเปกตรัมของธาตุ Mn และ K ที่เป็นองค์ประกอบบน coated polyamide แบบรูปสี่เหลี่ยม จุดที่ 3 โดยเทคนิค SEM - EDS	97
3.13 สเปกตรัมของธาตุ Mn และ K ที่เป็นองค์ประกอบบน coated polyamide แบบรูปวงกลม จุดที่ 1 โดยเทคนิค SEM - EDS	98
3.14 สเปกตรัมของธาตุ Mn และ K ที่เป็นองค์ประกอบบน coated polyamide แบบรูปวงกลม จุดที่ 2 โดยเทคนิค SEM - EDS	99
3.15 สเปกตรัมของธาตุ Mn และ K ที่เป็นองค์ประกอบบน coated polyamide แบบรูปวงกลม จุดที่ 3 โดยเทคนิค SEM - EDS	100

สารบัญรูป (ต่อ)

รูปที่	หน้า
3.16 สเปกตรัมของธาตุ Mn และ K ที่เป็นองค์ประกอบบน coated polyamide แบบเม็ด จุดที่ 1 โดยเทคนิค SEM - EDS	101
3.17 สเปกตรัมของธาตุ Mn และ K ที่เป็นองค์ประกอบบน coated polyamide แบบเม็ด จุดที่ 2 โดยเทคนิค SEM - EDS	102
3.18 สเปกตรัมของธาตุ Mn และ K ที่เป็นองค์ประกอบบน coated polyamide แบบเม็ด จุดที่ 3 โดยเทคนิค SEM - EDS	103
3.19 สเปกตรัมของธาตุ Mn และ K ที่เป็นองค์ประกอบบน coated polyamide แบบเม็ด Batch 2 จุดที่ 1 โดยเทคนิค SEM - EDS	104
3.20 สเปกตรัมของธาตุ Mn และ K ที่เป็นองค์ประกอบบน coated polyamide แบบเม็ด Batch 2 จุดที่ 2 โดยเทคนิค SEM - EDS	105
3.21 สเปกตรัมของธาตุ Mn และ K ที่เป็นองค์ประกอบบน coated polyamide แบบเม็ด Batch 2 จุดที่ 3 โดยเทคนิค SEM - EDS	106
3.22 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่าง เวลา กับปริมาณแบเรียมที่พบเมื่อใช้ coated polyamide แบบเม็ด	112
3.23 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่าง เวลา กับปริมาณแบเรียมที่พบเมื่อใช้ coated polyamide แบบสี่เหลี่ยมเล็ก	112
3.24 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่าง เวลา กับปริมาณแบเรียมที่พบเมื่อใช้ coated polyamide แบบวงกลมเล็ก	113
3.25 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่าง pH กับปริมาณแบเรียมที่พบโดยใช้ coated polyamide ชนิดเม็ด	116
3.26 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่าง pH กับปริมาณแบเรียมที่พบโดยใช้ coated polyamide ชนิดสี่เหลี่ยมใหญ่	116
3.27 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่าง pH กับปริมาณแบเรียมที่พบโดยใช้ coated polyamide ชนิดวงกลมใหญ่	117
3.28 กราฟแสดงปริมาณแบเรียมที่ถูกลดดูดซับบนพื้นผิวของแมงกานีสไดออกไซด์ เมื่อใช้แบเรียมที่ระดับความเข้มข้นต่าง ๆ	120

สารบัญรูป (ต่อ)

รูปที่	หน้า
3.29 กราฟแสดงปริมาณสัดส่วนของแบเรียมต่อพื้นที่ผิวของ coated polyamide แบบเม็ด 1 cm ² กับความเข้มข้นของแบเรียมที่ใช้	120
3.30 กราฟมาตรฐานของโซเดียม แสดงความสัมพันธ์ระหว่างความเข้มข้น กับ Absorbance.....	123
3.31 กราฟมาตรฐานของแมกนีเซียม แสดงความสัมพันธ์ระหว่างความเข้มข้น กับ Absorbance.....	125
3.32 กราฟมาตรฐานของแคลเซียม แสดงความสัมพันธ์ระหว่างความเข้มข้น กับ Absorbance.....	127
3.33 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างปริมาณโซเดียมที่ถูกดูดซับบนพื้นผิวของ แมงกานีสไดออกไซด์ กับค่า pH ที่ระดับต่าง ๆ ของสารละลายตัวอย่าง โซเดียม.....	130
3.34 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างปริมาณแมกนีเซียมที่ถูกดูดซับบนพื้นผิวของ แมงกานีสไดออกไซด์ กับค่า pH ที่ระดับต่าง ๆ ของสารละลายตัวอย่าง แมกนีเซียม.....	132
3.35 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างปริมาณแคลเซียมที่ถูกดูดซับบนพื้นผิวของ แมงกานีสไดออกไซด์ กับค่า pH ที่ระดับต่าง ๆ ของสารละลายตัวอย่าง แคลเซียม.....	134
3.36 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างปริมาณโพแทสเซียมที่ถูกดูดซับบนพื้นผิวของ แมงกานีสไดออกไซด์ กับค่า pH ที่ระดับต่าง ๆ ของสารละลายตัวอย่าง โพแทสเซียม.....	136
3.37 กราฟแสดงปริมาณแบเรียมที่ถูกดูดซับบนพื้นผิวของแมงกานีสไดออกไซด์ ที่ระดับ pH ต่าง ๆ เมื่อมีแคลเซียมเป็นสารรบกวนผสมอยู่ด้วย	138
3.38 กราฟแสดงปริมาณแบเรียมที่ถูกดูดซับบนพื้นผิวของแมงกานีสไดออกไซด์ ที่ระดับ pH ต่าง ๆ เมื่อมีโซเดียมเป็นสารรบกวนผสมอยู่ด้วย	139
3.39 กราฟแสดงปริมาณแบเรียมที่ถูกดูดซับบนพื้นผิวของแมงกานีสไดออกไซด์ ที่ระดับ pH ต่าง ๆ เมื่อมีแมกนีเซียมเป็นสารรบกวนผสมอยู่ด้วย	140

สารบัญรูป (ต่อ)

รูปที่	หน้า
3.40 กราฟแสดงปริมาณแบเรียมที่ถูกดูดซับบนพื้นผิวของแมงกานีสไดออกไซด์ ที่ระดับ pH ต่าง ๆ เมื่อมีโพแทสเซียมเป็นสารรบกวนผสมอยู่ด้วย	141
3.41 กราฟแสดงปริมาณแบเรียมที่ถูกดูดซับบนพื้นผิวของแมงกานีสไดออกไซด์ ที่ pH 5.5 เมื่อมีสารรบกวนแคลเซียมรวมอยู่ด้วยที่ระดับความเข้มข้นต่าง ๆ	143
3.42 กราฟแสดงปริมาณแบเรียมที่ถูกดูดซับบนพื้นผิวของแมงกานีสไดออกไซด์ ที่ pH 5.5 เมื่อมีสารรบกวนโซเดียมรวมอยู่ด้วยที่ระดับความเข้มข้นต่าง ๆ ...	144
3.43 กราฟแสดงปริมาณแบเรียมที่ถูกดูดซับบนพื้นผิวของแมงกานีสไดออกไซด์ ที่ pH 5.5 เมื่อมีสารรบกวนแมกนีเซียมรวมอยู่ด้วยที่ระดับความเข้มข้น ต่าง ๆ	145
3.44 กราฟแสดงปริมาณแบเรียมที่ถูกดูดซับบนพื้นผิวของแมงกานีสไดออกไซด์ ที่ pH 5.5 เมื่อมีสารรบกวนโพแทสเซียมรวมอยู่ด้วยที่ระดับความเข้มข้น ต่าง ๆ	146
3.45 รูปกราฟแสดงปริมาณเรเดียมที่ใช้ กับปริมาณเรเดียมที่พบ โดยเทคนิค LSC เมื่อใช้ coated polyamide แบบเม็ด 2 g	148
3.46 รูปกราฟแสดงปริมาณเรเดียมที่ใช้ กับปริมาณเรเดียมที่พบ โดยเทคนิค LSC เมื่อใช้ coated polyamide รูปร่างสี่เหลี่ยม 2 g	149
3.47 รูปกราฟแสดงปริมาณเรเดียมที่ใช้ กับปริมาณเรเดียมที่พบ โดยเทคนิค LSC เมื่อใช้ coated polyamide รูปร่างวงกลม	151
3.48 แสดงปริมาณเรเดียมที่พบ โดยเทคนิค LSC เมื่อมีสารรบกวนแคลเซียม โพแทสเซียม โซเดียม แมกนีเซียม รวมอยู่ด้วย	152

บทที่ 1

บทนำ

1.1 ความเป็นมาและความสำคัญของปัญหา

มนุษย์เป็นส่วนหนึ่งของระบบนิเวศของโลก การที่มนุษย์ดำรงชีวิตอยู่ได้ในโลก ขึ้นอยู่กับสิ่งมีชีวิตอื่น ๆ อีกมากมาย ทั้งที่เป็น พืชและสัตว์ มนุษย์เป็นผู้เฉลียวฉลาด มีความคิดในทางสร้างสรรค์ รู้จักนำเอาทรัพยากรธรรมชาติมาใช้ในการดำรงชีวิตและปรับปรุงคุณภาพชีวิตให้ดีขึ้น นำความรู้ทางวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยีมาใช้ในการอำนวยความสะดวกสบายให้แก่ตนเอง หลายประเทศมีความเจริญก้าวหน้าทางด้านวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยีไปมาก ขณะที่อีกหลายประเทศยังด้อยพัฒนา แต่ทุกประเทศกลับประสบปัญหาเหมือนกัน คือ ปัญหาสิ่งแวดล้อม ซึ่งมีหลายด้านด้วยกัน ที่สำคัญ ได้แก่ การเกิดภาวะมลพิษทางอากาศ (Air pollution) เกิดแก๊สพิษในอากาศ เช่น แก๊สไฮโดรคาร์บอน ซัลเฟอร์ไดออกไซด์ ไนโตรเจนไดออกไซด์ ฯลฯ มลพิษทางน้ำ (Water pollution) เกิดจากของเสียอินทรีย์และอนินทรีย์ที่เป็นพิษ เช่น ปุ๋ย ตะกั่ว แคดเมียม น้ำเป็นทรัพยากรธรรมชาติที่สำคัญอย่างหนึ่ง พื้นที่ 2 ใน 3 ของพื้นผิวโลกเป็นน้ำ ดังนั้น น้ำจึงเป็นปัจจัยสำคัญในการดำเนินกิจกรรมของมนุษย์ ทั้งในด้านอุปโภค บริโภค การเกษตร คมนาคม อุตสาหกรรม ฯลฯ ความเจริญก้าวหน้าทางวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยี มีผลทำให้ความต้องการใช้น้ำมากขึ้น จนก่อให้เกิดปัญหาการขาดแคลนน้ำ การเสื่อมเสียคุณภาพของแหล่งน้ำธรรมชาติ และปัญหาน้ำเสียหรือน้ำเป็นพิษอันเกิดจากเชื้อจุลินทรีย์หรือสารเคมีที่เป็นพิษ มลพิษทางน้ำมีสาเหตุมาจากสารมลพิษต่าง ๆ หลายชนิด ได้แก่

- ก. สารอินทรีย์สังเคราะห์ เช่น ผลิตภัณฑ์ปิโตรเลียม พลาสติก เส้นใยสังเคราะห์ ผงซักฟอก สีทา สีย้อมผ้า ยาฆ่าแมลง ฯลฯ
- ข. สารอนินทรีย์และแร่ธาตุต่าง ๆ ได้แก่ เกลืออินทรีย์ กรดแร่ต่าง ๆ สารประกอบของโลหะหนักต่าง ๆ เช่น ตะกั่ว ปุ๋ย ไนโตรเจน แคดเมียม ฯลฯ
- ค. สารกัมมันตรังสี สารกัมมันตรังสีมีโอกาสเข้าไปปะปนอยู่ในแหล่งน้ำได้โดยกระบวนการต่าง ๆ ดังนี้ (ทบทวนมหาวิทยาลัย 2538 :365)
 - (1) การสลายตัวของสารกัมมันตรังสีที่มีอยู่ในธรรมชาติ เช่น ยูเรเนียม และผลิตผลจากการสลายตัวของยูเรเนียม เช่น ทอเรียม เรเดียม เรดอน ตะกั่ว ฯลฯ

(2) การใช้สารกัมมันตรังสีในอาวุธนิวเคลียร์ต่าง ๆ เช่น จากการทดลองระเบิดนิวเคลียร์

(3) การผลิตสารกัมมันตรังสี และกากกัมมันตรังสีในเตาปฏิกรณ์ปรมาณู หรือใช้ในโรงงานไฟฟ้าพลังงานนิวเคลียร์

(4) การใช้สารกัมมันตรังสี มีโอกาสเข้าไปอยู่ในห่วงโซ่อาหารของพืชและสัตว์น้ำ ซึ่งอาจเป็นอันตรายต่อมนุษย์ได้ เมื่อรับประทานพืชและสัตว์เข้าไป หรืออาจเกิดจากการใช้น้ำในการบริโภค อุปโภค โดยตรง ปริมาณสารกัมมันตรังสีแม้ว่าจะมีปริมาณเพียงเล็กน้อยก็สามารถเป็นอันตรายถึงแก่ชีวิตได้

ปัญหาสิ่งแวดล้อมจึงเป็นปัญหาสำคัญที่ทุกประเทศต้องรีบดำเนินการป้องกันและแก้ไข มลพิษทางน้ำนั้นมีความสำคัญไม่น้อย โดยเฉพาะน้ำดื่ม น้ำใช้ซึ่งมีความสำคัญต่อการดำรงชีวิตอย่างยิ่ง ปัจจุบันจึงเป็นที่สนใจของนักวิทยาศาสตร์อย่างมาก ได้มีการวิเคราะห์ ตรวจวัดหาปริมาณสารกัมมันตรังสีในน้ำดื่ม น้ำใช้ และแหล่งน้ำต่าง ๆ เพื่อที่จะควบคุมให้อยู่ในระดับที่ไม่เป็นอันตรายต่อมนุษย์

ในบรรดาธาตุต่าง ๆ ใน natural radioactive series เรเดียมเป็นธาตุที่น่าสนใจที่สุด เนื่องจาก เรเดียมเป็นธาตุในหมู่ IIA ซึ่งมีคุณสมบัติเป็น alkaline earth metal จึงละลายน้ำได้ดี สามารถเข้าสู่อวัยวะต่าง ๆ ของสิ่งมีชีวิตได้ โดย 20 % ของปริมาณเรเดียมที่ได้รับเข้าไปจะเข้าไปในระบบเลือดและแพร่ไปยังส่วนที่เป็น soft tissues (Baeza, Rio, and Jimenez 1998 : 53-60) นอกจากนี้ เรเดียมบางส่วนจะไปสะสมในกระดูก เนื่องจากความเป็นพิษของมัน เรเดียมจึงเป็นสารที่ก่อให้เกิดมะเร็งได้ ซึ่งเป็นอันตรายต่อสิ่งมีชีวิตอย่างมาก ทำให้เกิดโรคหลายอย่าง เช่น โรคมะเร็ง (cancer) โลหิตจาง (anemia) ต้อกระจก (cataracts) และฟันผุ (fractured teeth) เป็นต้น (Park, Oh, Kim, and Lee 1999 : 223-227)

เรเดียมมีหลายไอโซโทป แต่ไอโซโทปที่พบมากในน้ำดื่ม คือ เรเดียม - 226 (^{226}Ra) มีครึ่งชีวิต 1622 ปี เรเดียม - 228 (^{228}Ra) มีครึ่งชีวิต 5.7 ปี และ เรเดียม - 224 (^{224}Ra) มีครึ่งชีวิต 3.64 วัน (Baeza et al.1998 : 53-60 ; Krishnawami, Graustein, and Turekian 1982 : 1633-1675 ; Kirby and Salutsky 1964 : 3) จะเห็นว่า ^{226}Ra มีครึ่งชีวิตที่ยาวมากเมื่อเทียบกับไอโซโทปอื่น ๆ ของเรเดียม ดังนั้นจึงพบ ^{226}Ra ในน้ำมากที่สุด

^{226}Ra เกิดจากการสลายตัวของ ^{238}U เมื่อ ^{226}Ra สลายตัว จะให้อนุภาคแอลฟา และธาตุกัมมันตรังสีตัวใหม่ (daughter) เรดอน - 222 (^{222}Rn) เป็นธาตุในหมู่ VIII ซึ่งเป็น ธาตุเฉื่อย (inert gas) ทำให้ เรดอนแพร่กระจายสู่อากาศได้ จึงเป็นสาเหตุที่ทำให้เกิดโรคมะเร็งที่ปอด

(Kirby et al. 1964 : 3 ; Krishnawami et al. 1982 :1633 –1675 ; Manjon, Vioque, Moreno, Tenorio, and Leon 1996:535-540 ; Clifford n.d. : 225)

ถึงแม้ปริมาณของเรเดียมและเรดอน จะปนเปื้อนในน้ำดื่มปริมาณน้อยก็ตามแต่เนื่องจากความเป็นพิษของมัน สามารถทำให้เกิดอันตรายกับมนุษย์หรือสัตว์ได้ ทำให้จำเป็นต้องมีการตรวจวัดปริมาณเรเดียมและเรดอน ทั้งในน้ำดื่ม น้ำใช้และแหล่งน้ำบาดินทั่วไป ประเทศต่าง ๆ ในยุโรป สหรัฐอเมริกา แหล่งน้ำที่นำมาใช้ในการบริโภคและอุปโภค จะพบว่ามีการปนเปื้อนอยู่ในปริมาณมาก เช่น ได้มีการตรวจวัดปริมาณเรเดียมในน้ำดื่มของชุมชน 500 แห่ง ในสหรัฐอเมริกา ที่มีการใช้น้ำจากแหล่งน้ำบาดิน พบว่ามีเรเดียมปนอยู่เกินมาตรฐานที่ USEPA กำหนดไว้ทุกแห่ง (Clifford and Higgins 1991 : 413)

United State Environmental Protection Agency (USEPA) (1986) ได้กำหนดมาตรฐานของปริมาณ activities ของ ^{226}Ra ในน้ำดื่ม ต้องต่ำกว่า 3 pCi/l น้ำสำหรับใช้อุปโภค ต้องมี ^{226}Ra , ^{228}Ra รวมกันไม่เกิน 5 pCi/l (Clifford et al.1991 : 413 ; Shabana, Hobaib, and Farouk 1996 : 33 ; Langmuir and Riese 1985 :1593-1601)

การกำหนด Activities ของนิวไคลด์กัมมันตรังสีในน้ำดื่มนั้นแต่ละประเทศ จะมีเกณฑ์กำหนดที่แตกต่างกันไป เช่น World Health Organization (WHO) กำหนดไว้ว่า น้ำดื่มต้องมี α Activities ไม่เกิน 0.1 Bq/l β Activities ไม่เกิน 1.0 Bq/l (1996) หรือไม่เกิน 50 $\mu\text{Sv}/\text{year}$, The German Radiation Protection Commission กำหนดไว้ 500 $\mu\text{Sv}/\text{year}$, Swiss Radiation Protection Ordinance กำหนดไว้ 0.1 Bq/l (Surbeck 1995 : 92)

1.2 สารกัมมันตรังสีในธรรมชาติ

ธาตุต่าง ๆ ที่พบในธรรมชาตินั้น ธาตุที่มีเลขอะตอมสูงกว่า 83 ล้วนแต่เป็นนิวไคลด์กัมมันตรังสีทั้งสิ้น ธาตุเหล่านี้อยู่ในอนุกรมการสลายตัวตามธรรมชาติ โดยเริ่มต้นจากนิวไคลด์กัมมันตรังสีต่าง ๆ กันและสลายตัวให้นิวไคลด์กัมมันตรังสีต่อเนื่องกันมากมาย ซึ่งแบ่งออกได้เป็น 3 อนุกรม ดังนี้

1.2.1 อนุกรมยูเรเนียม

อนุกรมนี้เริ่มจากยูเรเนียม - 238 (^{238}U) แล้วไปสิ้นสุดที่ตะกั่ว - 206 (^{206}Pb) ซึ่งเป็นนิวไคลด์ที่เสถียร การสลายตัวแต่ละครั้งจะให้อนุภาคหรือรังสีออกมา เช่น อนุภาค แอลฟา อนุภาค บีตา และรังสีแกมมา ชุดอนุกรมยูเรเนียมนี้ ธาตุยูเรเนียม - 238 มีอายุยาวที่สุด คือมีครึ่งชีวิต (half life) 4.5×10^9 ปี มีการสลายตัว 14 ชั้น โดยปล่อยอนุภาคบีตา 6 ครั้ง อนุภาคแอลฟา

8 ครั้ง ดังแสดงไว้ในรูปที่ 1.1 นิวไคลด์กัมมันตรังสีทุกตัวในอนุกรมนี้ เมื่อตรวจดูจะเห็นว่าเลขมวลมีค่า $4n + 2$ เมื่อ n เป็นเลขจำนวนเต็ม เช่น

U – 238	มีเลขมวล	= $(4 \times 59) + 2$
Ra – 226	มีเลขมวล	= $(4 \times 56) + 2$
Pb – 206	มีเลขมวล	= $(4 \times 51) + 2$

ด้วยเหตุนี้บางครั้งจึงมีผู้เรียกอนุกรมยูเรเนียมนี้ว่า “อนุกรม $4n + 2$ ” (ทบทวมหาวิทยาลัย 2538 : 232-238 ; Keller 1988 :123-125 ; Ehmann and Vance 1991 : 28-31 ; Friedlander, Kennedy, Macais, and Miller 1981 : 8-14)

1.2.2 อนุกรมทอเรียม

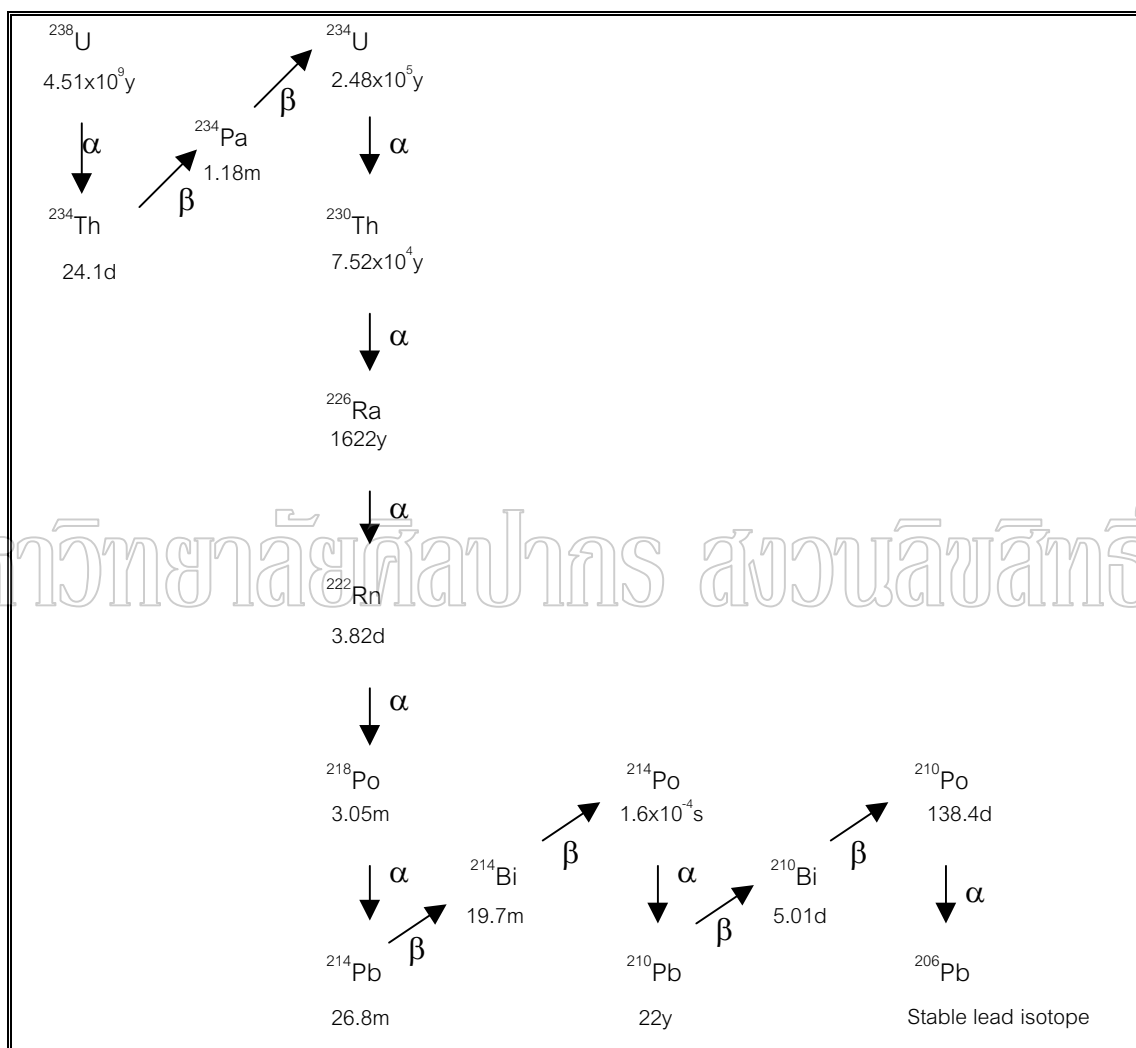
อนุกรมนี้เริ่มจาก ทอเรียม – 232 (^{232}Th) จะสลายตัวเป็นขั้น ๆ ไปตามลำดับจนไปถึงสุดที่ ตะกั่ว – 208 (^{208}Pb) ซึ่งเป็นนิวไคลด์ที่เสถียร อนุกรมนี้ ทอเรียม – 232 มีอายุยาวที่สุด คือ มีครึ่งชีวิต 1.42×10^{10} ปี มีการสลายตัว 10 ขั้น โดยปล่อยอนุภาคบีตา 4 ครั้ง อนุภาคแอลฟา 6 ครั้ง ดังแสดงไว้ในรูปที่ 1.2 อนุกรมทอเรียม – 232 นี้พบว่าทุกธาตุมีเลขมวล $4n$ เมื่อ n เป็นเลขจำนวนเต็ม จึงมีชื่อเรียกอนุกรมนี้ว่า “อนุกรม $4n$ ” (ทบทวมหาวิทยาลัย 2538 : 232-238 ; Keller 1988 :123-125 ; Ehmann et al. 1991 : 28-31 ; Friedlander et al.1981 : 8-14)

1.2.3 อนุกรมแอกทิเนียม

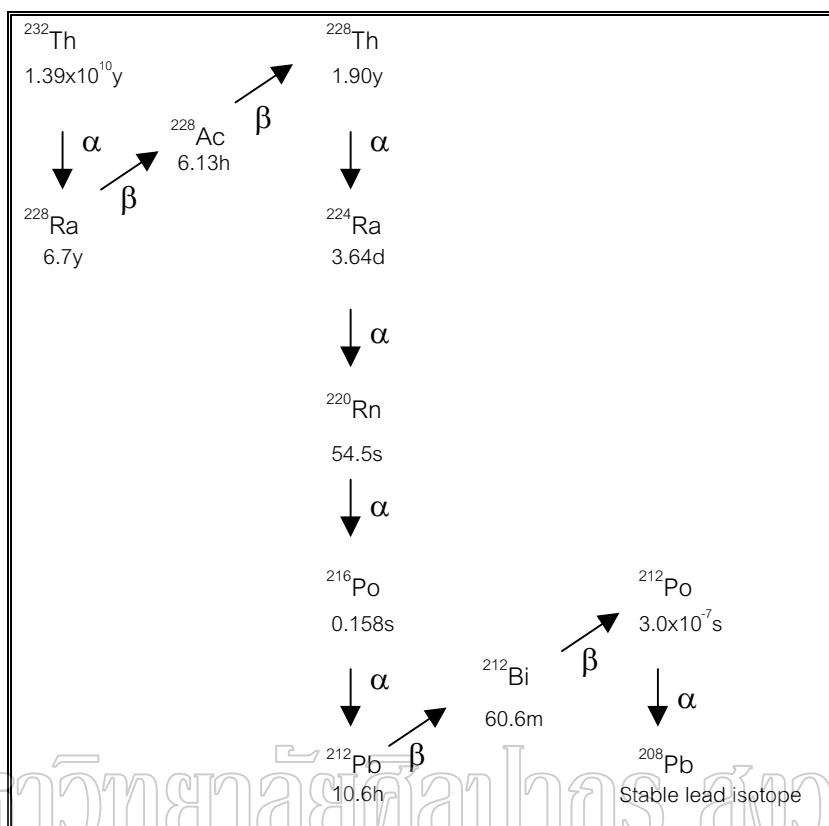
อนุกรมชุดนี้บางครั้งเรียกว่า อนุกรมแอกทิโน – ยูเรเนียม (Ac – U) โดยเริ่มต้นจาก ยูเรเนียม – 235 (^{235}U) แล้วไปสิ้นสุดที่ตะกั่ว – 207 (^{207}Pb) อนุกรมชุดนี้มียูเรเนียม – 235 มีอายุยาวที่สุด คือมีครึ่งชีวิต 7.1×10^8 ปี สลายตัว 11 ขั้น โดยให้ อนุภาคบีตา 4 ครั้ง อนุภาคแอลฟา 7 ครั้ง ดังแสดงไว้ในรูปที่ 1.3 อนุกรมแอกทิเนียมนี้ทุกธาตุมีเลขมวล $4n + 3$ เมื่อ n เป็นเลขจำนวนเต็ม จึงมีชื่อเรียกอนุกรมนี้ว่า “อนุกรม $4n + 3$ ” (ทบทวมหาวิทยาลัย 2538 : 232-238 ; Keller 1988 :123-125 ; Ehmann et al. 1991 : 28-31 ; Friedlander et al.1981 : 8-14)

แผนผังแสดงการสลายตัวของอนุกรม $4n$, $4n + 2$ และ $4n + 3$ ซึ่งเป็นอนุกรมของสารกัมมันตรังสี ที่พบในธรรมชาติดังแสดงไว้ในรูปที่ 1.1, 1.2 และ 1.3 จะสังเกตเห็นว่าไม่มีอนุกรม $4n + 1$ ในธรรมชาติ ซึ่งยังไม่มีผู้ใดยืนยันได้ว่าเพราะเหตุใด ได้มีผู้เสนอความเห็นไว้ว่า อาจเป็นเพราะว่าธาตุในอนุกรมนี้มีครึ่งชีวิตสั้น โดยเริ่มต้นที่ เนปทูเนียม – 237 (Np – 237) ซึ่งมีครึ่งชีวิต 2.14×10^6 ปี (Ehmann et al.1991 : 31) เมื่อเทียบกับอายุของโลก 4.7×10^9 ปี (Ehmann et al. 1991 : 31) จะเห็นว่ามีอายุน้อยกว่าโลกมาก จึงสลายตัวไปหมดแล้ว (ทบทวมหาวิทยาลัย 2538 : 232-238 ; Keller 1988 :124-125 ; Ehmann et al.1991 : 31 ; Friedlander et al. 1981 :13-14) แต่ปัจจุบันนี้นักวิทยาศาสตร์สามารถสร้างนิวไคลด์กัมมันตรังสีและธาตุต่าง ๆ ที่ไม่มีในธรรมชาติ

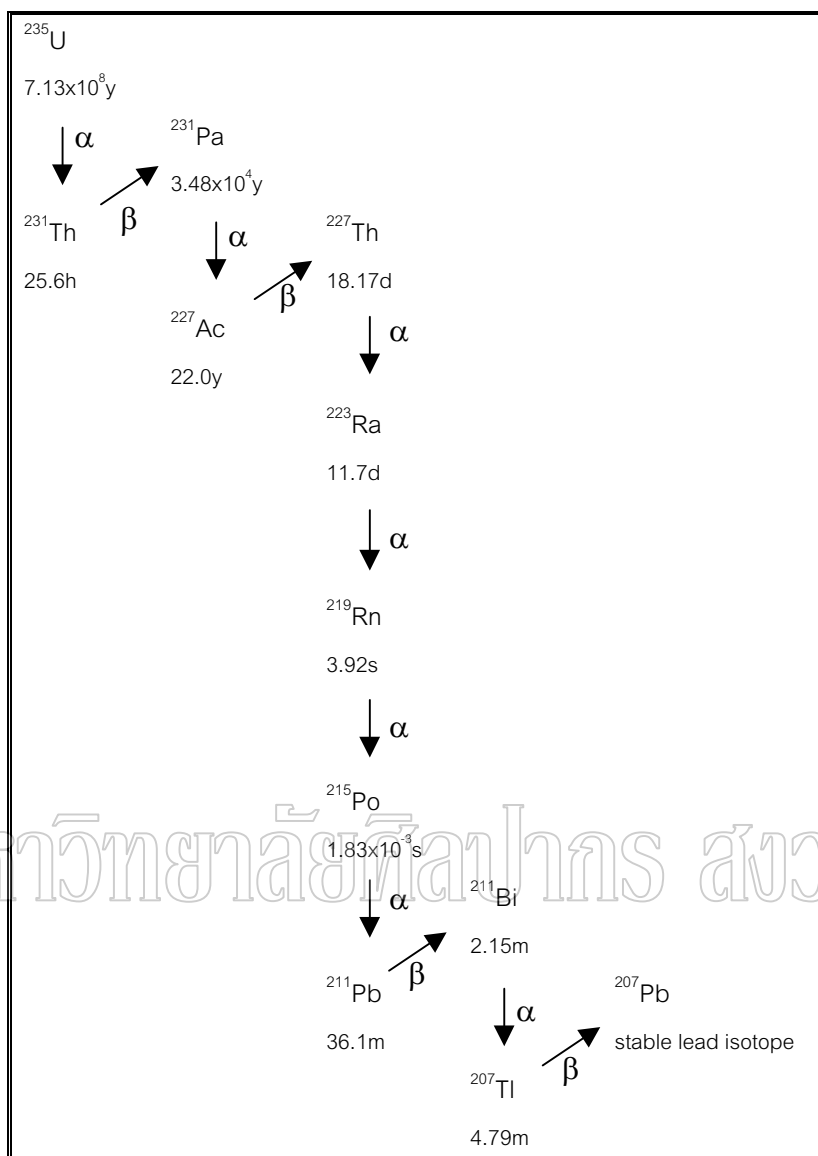
ได้ เช่น สร้างธาตุเทคนิคีเทียม (Tc) โพรมีเทียม (Pm) และธาตุหลังยูเรเนียมขึ้น และเมื่อศึกษาการสลายตัว และครึ่งชีวิตของนิวไคลด์กัมมันตรังสีเหล่านี้ จะพบว่าสามารถสร้างอนุกรม $4n + 1$ ขึ้นมาได้เหมือนกัน (ทบทวนมหาวิทยาลัย 2538 : 232-238) ดังแสดงไว้ในรูป 1.4 เนื่องจากอนุกรมนี้เริ่มจาก เนปทูเนียม - 237 จึงเรียกว่า “อนุกรมเนปทูเนียม”



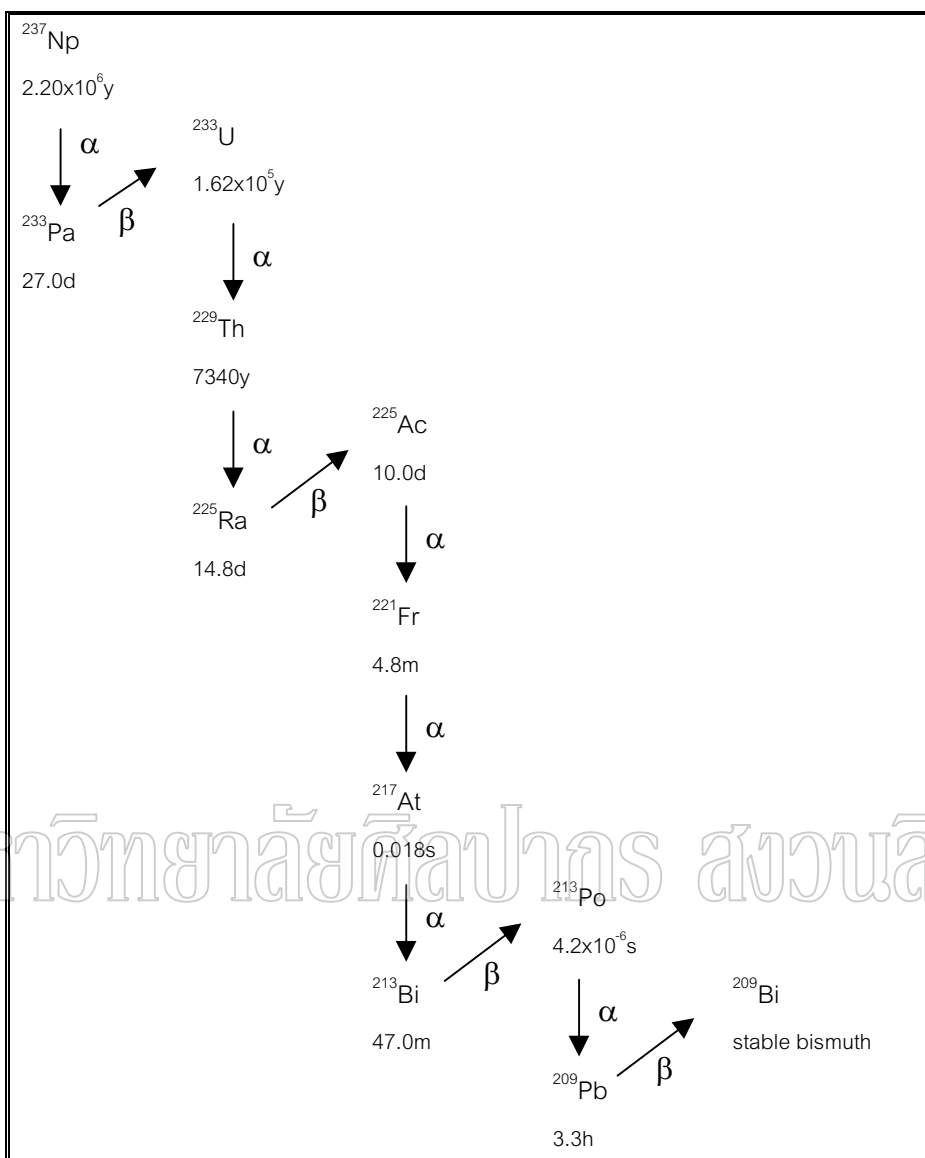
รูปที่ 1.1 อนุกรมยูเรเนียม (อนุกรม $4n + 2$) แสดงนิวไคลด์กัมมันตรังสี, ครึ่งชีวิต และอนุภาคที่ปล่อยออกมา ซึ่งแสดงเฉพาะนิวไคลด์กัมมันตรังสีที่พบบ่อยมากที่สุดเท่านั้น



รูปที่ 1.2 ธอริอัมทอเรียม (ธอริอัม 4n) แสดงนิวไคลด์กัมมันตรังสี, ครึ่งชีวิต และอนุภาคที่ปล่อยออกมา ซึ่งแสดงเฉพาะนิวไคลด์กัมมันตรังสีที่พบบ่อยมากที่สุดเท่านั้น



รูปที่ 1.3 อนุกรมเอกทีเนียม (อนุกรม $4n + 3$) แสดงนิวไคลด์กัมมันตรังสี, ครึ่งชีวิต และอนุภาคที่ปล่อยออกมา ซึ่งแสดงเฉพาะนิวไคลด์กัมมันตรังสีที่พบบ่อยมากที่สุดเท่านั้น



รูปที่ 1.4 อนุกรมเนปทูเนียม (อนุกรม $4n + 1$) แสดงนิวไคลด์กัมมันตรังสี, ครึ่งชีวิต และอนุภาคที่ปล่อยออกมา ซึ่งแสดงเฉพาะนิวไคลด์กัมมันตรังสีที่พบบ่อยมากที่สุดเท่านั้น

1.3 เรเดียม

เรเดียมเป็นนิวไคลด์กัมมันตรังสี เกิดจากการสลายตัวของนิวไคลด์กัมมันตรังสีในอนุกรม ยูเรเนียม - 238 (อนุกรม $4n+2$) ได้เป็น ^{226}Ra ตามรูปที่ 1.1 อนุกรมทอเรียม - 232 (อนุกรม $4n$) ได้เป็น ^{228}Ra และ ^{224}Ra ตามรูปที่ 1.2 อนุกรมแอกทิเนียม (อนุกรม $4n+3$) ได้เป็น ^{223}Ra ตามรูปที่ 1.3 เรเดียมเป็นธาตุอยู่ในหมู่ IIA จัดเป็นพวก Alkaline earth metal เมื่อสลายตัวจะให้รังสี แอลฟา บีตา และ แกมมา

เรเดียมมีเลขอะตอม 88 น้ำหนักอะตอม 223 – 228 มีความหนาแน่น 5 g/cm^3 (293K) จุดหลอมเหลว 973.2 K จุดเดือด 1973 K มีค่าพลังงานไอออไนเซชัน ลำดับที่ 1 509.4 kJ/mol พลังงานไอออไนเซชัน ลำดับที่ 2 979.1 kJ/mol มีค่าอิเล็กโตรเนกาติวิตี 0.9 เรเดียมมีการจัดอิเล็กตรอน ดังนี้ 2, 8, 18, 32, 18, 8, 2 เรเดียมมีไอโซโทป 15 ไอโซโทป ทุกไอโซโทป ล้วนเป็นกัมมันตรังสี ไอโซโทปที่พบมากและมีความสำคัญ เป็นที่สนใจของนักวิทยาศาสตร์ คือ ไอโซโทป ^{224}Ra ^{226}Ra ^{228}Ra (Hsu 2002 ; The Columbia Electronic Encyclopedia : 2002)

เรเดียมเกิดในรูปของสินแร่ Uraninite (U_3O_8) หรือ Pitchblende และ Carnotite ($\text{K}_2(\text{UO}_2)\text{V}_2\text{O}_4 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$) เรเดียมเป็น Radionuclide แม้ว่าจะมีจำนวนเพียงเล็กน้อย อาจจะเป็นสาเหตุทำให้เกิดโรคมะเร็ง (cancer) โรคโลหิตจาง (anemia) หรือความผิดปกติอื่น ๆ ของร่างกายได้ แต่เรเดียมก็มีประโยชน์มากเช่นกัน คือ (ทองสุข พงศทัต และ อ่าง มานะกิจ 2521 : 23)

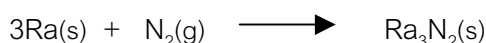
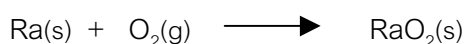
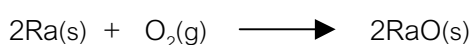
(1) ใช้ในทางการแพทย์ เพื่อรักษาโรคมะเร็ง

(2) ใช้ในการตรวจโลหะเพื่อดูว่ามีข้อบกพร่องในเนื้อโลหะหรือไม่ โดยใช้วิธีถ่ายภาพด้วยรังสีแกมมา (Gamma ray photograph)

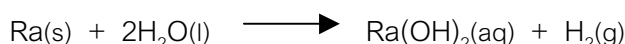
(3) เมื่อผสมกับ phosphor เช่น ZnS จะให้สารเรืองแสง ใช้ทำหน้าปัดที่มีแสงเรืองของนาฬิกา และเครื่องมือที่ใช้ในเครื่องบิน

การเกิดปฏิกิริยาของเรเดียม

(1) เรเดียมเกิดปฏิกิริยากับอากาศได้ดี เมื่ออยู่ในอากาศ จะถูกออกซิไดซ์ได้เป็น สารประกอบเรเดียมไนไตรด์ (Ra_3N_2) สารประกอบเรเดียมออกไซด์ (RaO) และสารประกอบเรเดียมซูเปอร์ออกไซด์ (RaO_2) (Winter 2002)



(2) เกิดปฏิกิริยากับน้ำ ได้สารประกอบเรเดียมไฮดรอกไซด์ และก๊าซไฮโดรเจน



(3) เกิดปฏิกิริยากับซัลเฟต (SO_4^{2-}) ได้เป็นเรเดียมซัลเฟต (RaSO_4) ซึ่งไม่ละลายน้ำ นอกจากนี้ยังสามารถเกิดปฏิกิริยากับ คาร์บอเนต (CO_3^{2-}) ได้เป็น RaCO_3 โครเมต (CrO_4^{2-}) ได้เป็น RaCrO_4 ไอโอเดต (IO_3^-) ได้เป็น $\text{Ra(IO}_3)_2$ ซึ่งไม่ละลายน้ำเช่นเดียวกัน (Kirby et al. 1964)

(4) เรเดียมสามารถเกิดเป็นสารประกอบ complex โดยทำปฏิกิริยากับ Complexing Agent บางตัว เช่น Ethylenediaminetetraacetic acid , Nitritotriacetic acid , Sulfo salicylic acid Citric acid, Oxalacetic acid , Succinic acid , Tartaric acid ฯลฯ (Kirby et al.1964)

นอกจากนี้ยังพบเรเดียมอยู่ในรูปของสารประกอบ $RaCl_2$, $RaBr_2$, $Ra(NO_3)_2$, ซึ่งละลายน้ำได้ดี (Winter 2002)

เรเดียมมีเลขออกซิเดชัน +2 ดังนั้นในสารละลาย เรเดียมจะมีประจุเป็น $2+$ (Ra^{2+}) ซึ่งมักจะดูดซับบนพื้นผิวของพวกที่มีประจุลบได้ดี เช่น พวก hydrous metal oxide และ hydroxide ของ แมงกานีส อะลูมิเนียม เหล็ก และ แมกนีเซียม (Clifford n.d. : 226)

ในเรื่อง Adsorption เป็นที่ทราบกันดีว่า ไอออนต่าง ๆ สามารถดูดซับบนสารดูดซับได้แตกต่างกัน สำหรับการดูดซับเรเดียมบนสารดูดซับ พบว่าบรรดาไอออนต่าง ๆ ที่อยู่ในน้ำนั้น แบริยมเป็นคู่แข่งชั้นของเรเดียมที่จะดูดซับบนสารดูดซับได้มากที่สุด ส่วนโซเดียมเป็นคู่แข่งชั้นที่จะดูดซับบนสารดูดซับได้น้อยที่สุด (Clifford n.d. : 226) เนื่องจากสารประกอบของเรเดียมหลายชนิดไม่ละลายน้ำ เช่น ซัลเฟต, คาร์บอเนต, โครเมต ฯลฯ เรเดียมจึงถูกแยกออกจากน้ำได้ง่าย แต่ว่าพวก แบริยม, คัลเซียม ก็เกิดในรูปของซัลเฟต, คาร์บอเนต ได้ดีเช่นกัน ดังนั้น ประสิทธิภาพการแยกเรเดียมออกจากน้ำ จึงขึ้นอยู่กับโลหะไอออนที่ปนอยู่ในน้ำด้วย ซึ่งถ้าหากมี โลหะไอออนเหล่านี้อยู่มาก จะทำให้การแยกเรเดียมทำได้น้อยลง แต่มีข้อดีที่ว่า เรเดียมสามารถตกตะกอนร่วมกับแบริยม (Cocoprecipitate) ในรูปของซัลเฟต ($Ba(Ra)SO_4$) ได้ดี จึงมีช่องทางที่จะสามารถแยกเรเดียมออกจากน้ำได้ (Clifford n.d. : 227)

1.4 แบริยม

แบริยมเป็นธาตุในหมู่ IIA จัดเป็นพวก Alkaline earth metal แบริยมมีเลขอะตอม 56 น้ำหนักอะตอม 137.33 มีความหนาแน่น 3.51 g/cm^3 (ที่ 293 K) จุดหลอมเหลว 998.2 K จุดเดือด 2123 K ค่าอิเล็กโตรเนกาติวิตี 0.89 พลังงานไอออไนเซชันลำดับที่ 1 502.9 kJ/mole พลังงานไอออไนเซชันลำดับที่ 2 965.2 kJ/mole แบริยมจัดอิเล็กตรอนเป็น 2, 8, 18, 18, 8, 2 แบริยมมีไอโซโทป 25 ไอโซโทป (Hsu 2002)

แบริยมเป็นธาตุในหมู่ IIA เช่นเดียวกับเรเดียม ดังนั้นแบริยมจึงมีสมบัติทางเคมีที่คล้ายคลึงกับเรเดียมมาก แนวโน้มการเกิดปฏิกิริยาเคมี เช่น การเกิดปฏิกิริยากับ น้ำ, ซัลเฟต, คาร์บอเนต, โครเมต, คลอไรด์, โบรไมด์ ฯลฯ จะเป็นไปในทำนองเดียวกัน ดังนั้นจึงสามารถนำแบริยมมาเป็นตัวแทนศึกษาคุณสมบัติของเรเดียมได้ใกล้เคียงความจริงมากที่สุด

1.5 แนวทางการศึกษาวิจัย

การตรวจวัดเรเดียมในน้ำดื่มจะให้ความสำคัญกับไอโซโทปที่เป็น α - emitter เนื่องจากอนุภาคแอลฟา (α) มีอำนาจทะลุทะลวงต่ำแต่มีพลังงานสูง เมื่อเข้าสู่ร่างกายจะทำให้ร่างกายสามารถรับพลังงานนี้ได้มาก ซึ่งจะไปทำลายเนื้อเยื่อ ทำให้เกิดความผิดปกติต่าง ๆ ดังที่กล่าวมาแล้ว ส่วนอนุภาคบีตา (β) มีอำนาจทะลุทะลวงสูงพลังงานต่ำทำให้ไม่ค่อยมีผลต่อร่างกายมากเท่ากับอนุภาคแอลฟา

มีนักวิทยาศาสตร์จำนวนมากพยายามศึกษาและตรวจวัดหาปริมาณเรเดียม (^{226}Ra , ^{228}Ra) ในน้ำดื่มและน้ำใช้จากแหล่งน้ำต่าง ๆ โดยใช้เทคนิคต่าง ๆ กันไปเนื่องจากปริมาณเรเดียมในน้ำมีน้อยเกินไป การที่จะนำน้ำตัวอย่างไปใช้ตรวจวัดด้วยเครื่องมือโดยตรงจึงทำไม่ค่อยได้ผล จึงจำเป็นต้องเพิ่มปริมาณของเรเดียมให้เข้มข้นมากขึ้นก่อน โดยการทำ preconcentration ซึ่งมีวิธีการทำหลายวิธีด้วยกัน ดังตัวอย่างการศึกษาวิจัยดังนี้

- Koulouris G. ได้ศึกษาการดูดซับ ^{226}Ra บนแมงกานีสไดออกไซด์ (Koulouris 1995 : 269-279)

- Mobius ได้หา ^{226}Ra โดยวิธีการ Adsorption บนแมงกานีสไดออกไซด์ แล้ววิเคราะห์หาเรเดียมด้วยเทคนิค Liquid Scintillation Counter (LSC) (Mobius, Frenzel, Haaslahti, and Kamolchote 1999 :1-8)

- Movan และคณะได้ศึกษาการตรวจหา ^{226}Ra ในสารละลายโดยวิธี Adsorption ด้วยเทคนิค Alpha Spectrometry (Morvan, Andress, Mokili, and Abbe 2001 : 4218-4224)

- Krishnaswami และคณะศึกษา Ra, Th, Pb จากแหล่งน้ำบนดิน โดยวิธี Adsorption – Desorption (Krishnaswami et al. 1982 : 1633-1675)

- Michel และคณะศึกษาการตรวจวัด ปริมาณ ^{228}Ra , ^{226}Ra ในแหล่งน้ำธรรมชาติ โดยใช้เทคนิค γ - Ray Spectrometry แยกเรเดียมโดยใช้วิธีตกตะกอนร่วมกับ BaSO_4 (Coprecipitation) (Michel, Moore, and King 1981 : 1885-1889)

- Manjon และคณะศึกษาการตรวจวัด ^{226}Ra , ^{228}Ra ในน้ำดื่ม โดยเทคนิค LSC แยกเรเดียมออก โดยใช้วิธีตกตะกอนร่วมกับ BaSO_4 (Coprecipitation) (Manjon, Vioque, Moreno, Gracia – Tenorio, and Gracia – Reon 1997 : 535-540)

- Surbeck ศึกษาการตรวจหานิวไคลด์กัมมันตรังสีในน้ำดื่ม โดยเทคนิค Alpha – spectrometry, Gamma – spectrometry , LSC (Surbeck 1995 : 91-99)

- Wang และคณะได้ศึกษาพฤติกรรมดูดซับของเรเดียมโดยวิธี Inorganic ion exchange (Wang, Chen, and Liu 1987 : 289-295)

- Clifford and Higgins ศึกษาการตรวจหาปริมาณ ^{226}Ra , ^{228}Ra ในน้ำโดยใช้เทคนิค Gamma – ray ด้วยการทำให้ preconcentration โดยวิธี Ion Exchange Resin (Clifford and Higgins 1992 : 413-421)

- Park และคณะศึกษาการตรวจวัด ^{226}Ra ในน้ำแร่ โดยเทคนิค ICP – MS โดยการแยกสารตัวอย่างด้วยวิธี Cation exchange (Park, Oh, Kim, and Lee 1999 : 223-227)

- Baeza และคณะศึกษาการตรวจวัดหาปริมาณ $^{223, 224, 226, 228}\text{Ra}$ ด้วย Alpha และ Gamma Spectrometry (Baeza, Rio, and Jimenez 1998 : 53-60)

- Shabana และคณะศึกษาการวิเคราะห์หา Alpha – Emitting Nuclides of radium in water โดยเทคนิค Alpha – spectrometry (Shabana, Hobaib , and Farouk 1996 : 33-35)

- Escoba และคณะศึกษาวิธีการแยก ^{226}Ra ในสารละลายตัวอย่าง โดยเทคนิค LSC (Escoba, Tome, and Lozano 1999 :17-21)

- Schonhofer ศึกษาการวัดปริมาณ ^{226}Ra ในน้ำ และ ^{222}Rn ในน้ำและในอากาศ โดยเทคนิค LSC (Schonhofer 1992 :123-125)

จากตัวอย่างการวิจัยดังกล่าวจะเห็นว่านักวิทยาศาสตร์ได้ใช้วิธีการแยกเรเดียมออกจากสารละลายเพื่อจะให้เรเดียมมีความเข้มข้นมากขึ้นโดยใช้วิธีการต่าง ๆ คือ วิธี Adsorption Coprecipitation และ Ion exchange ซึ่งแต่ละวิธีก็มีข้อดี ข้อเสียที่แตกต่างกันไป สำหรับเทคนิคการตรวจวัดหาปริมาณเรเดียมได้มีการเลือกใช้หลายเทคนิคด้วยกัน เช่น Alpha Spectrometry, Gamma Spectrometry, ICP – MS, และ LSC แต่ละเทคนิควิธีก็มีข้อดี ข้อเสีย ข้อจำกัดที่แตกต่างกันไปเช่นเดียวกัน ซึ่งพอจะสรุปได้ดังนี้

1. วิธี Adsorption เป็นวิธีการเพิ่มความเข้มข้นของเรเดียมโดยให้เรเดียมดูดซับบนเมมกานีสไดออกไซด์ ซึ่งเป็นวิธีที่ดีที่สุดสำหรับการเพิ่มความเข้มข้นของเรเดียมเพราะว่าเมมกานีสไดออกไซด์ สามารถดูดซับเรเดียมได้ดีมาก จึงเป็นที่นิยมนำมาใช้แยกเรเดียมออกจากสารละลายวิธีหนึ่ง มีนักวิทยาศาสตร์หลายคนทำ preconcentration โดยใช้วิธี Adsorption เช่น Koulouris G. Morvan และคณะ Mobius และคณะ สำหรับ Koulouris G. ได้ทดลองทำ Adsorption 2 วิธีคือ batch test และ column test จะเห็นว่าวิธี column test เป็นวิธีที่ดีคือสามารถใช้กับสารตัวอย่างปริมาณมากได้ แต่ก็มีข้อเสียหลายอย่าง คือใช้เวลานาน ต้องเคลือบเมมกานีสไดออกไซด์บน supporting material ก่อนจะนำใส่ลงใน column ต้องควบคุมอัตราการไหลของสารละลาย

ให้เหมาะสม ไม่สามารถกำจัดการรบกวนจากสารอื่น ๆ ได้ จะเห็นว่าเป็นวิธีค่อนข้างจะยุ่งยากมาก สำหรับ Morvan ทำการทดลองโดยวิธี Adsorption เช่นกัน และใช้วิธีเคลือบแมงกานีสไดออกไซด์บน polyamide nylon 6,6, ซึ่งเป็นแผ่นแบนราบ และได้ใช้เทคนิค Alpha Spectrometry มาตรวจวัดปริมาณเรเดียม เทคนิคนี้เป็นเทคนิคที่ดี แต่ปัญหาสำคัญอยู่ที่การเตรียมสารตัวอย่าง จะต้องทำให้สารตัวอย่างที่ถูกดูดซับบนแมงกานีสไดออกไซด์เป็น monolayer ซึ่งทำได้ยากมาก เพราะมีชั้นนั้นจะเกิดการบดบังรังสีที่จะวัด เกิด self absorption ขณะเดียวกันการตรวจวัดจะต้องตรวจวัดทุกด้านของ coated polyamide ซึ่งจะเห็นว่าเสียเวลาและใช้เวลานานในการตรวจวัดนาน ความคลาดเคลื่อนมีมาก

2. วิธี Cation exchange วิธีนี้เป็นวิธีที่ดี เพราะสามารถใช้กับสารตัวอย่างมาก ๆ ได้ สามารถแยกเรเดียมออกจากสารละลายได้เป็นอย่างดีและเป็นการขจัดปัญหาเรื่องสารรบกวนได้ Clifford และ Higgins, Wang และคณะ ได้ทดลองโดยวิธีนี้ ปัญหาของวิธีนี้ก็คือการเลือกสาร Rasin ที่เหมาะสม การเลือกตัวทำละลายที่เหมาะสม และที่สำคัญคือใช้เวลาดทดลองนาน หลังจากได้สารตัวอย่างแล้วจึงจะนำไปวิเคราะห์ด้วยเทคนิค Gamma Spectrometry ซึ่งจะกล่าวถึงข้อจำกัดของเทคนิคนี้ภายหลัง

3. วิธี Coprecipitation มีนักวิทยาศาสตร์ที่ทำการศึกษาวิจัยโดยเลือกทำ preconcentration โดยวิธีนี้ เช่น Michel และคณะ, Manjon และคณะ วิธี coprecipitation เป็นวิธีการให้เรเดียมตกตะกอนร่วมกับแบเรียมในรูปของ $Ba(Ra)SO_4$ จากนั้นจะแยก $Ba(Ra)SO_4$ ออกจากสารละลายโดยใช้ EDTA หรือ TEA ปัญหาคือปริมาณแบเรียมซัลเฟต ($BaSO_4$) ที่จะใช้ตกตะกอนร่วมจะต้องเหมาะสม ถ้ามีปริมาณมากจะไปบดบังรังสีแอลฟาทำให้ counting efficiency ลดลง ดังนั้นจะต้องหาวิธีการที่จะทำให้สามารถเลือกปริมาณ $BaSO_4$ ได้อย่างเหมาะสม จะเห็นว่าเป็นวิธีการที่ค่อนข้างยุ่งยากพอสมควร

สำหรับการวิเคราะห์หาปริมาณเรเดียม นักวิทยาศาสตร์หลายคนได้เลือกใช้เทคนิคต่าง ๆ กัน ซึ่งแต่ละเทคนิคก็มีข้อดี ข้อเสียหรือข้อจำกัดแตกต่างกันไป ดังนี้

1. Alpha Spectrometry เป็นเทคนิคที่ดีเทคนิคหนึ่ง มีนักวิทยาศาสตร์หลายคนนำมาใช้ติดตาม activity ของเรเดียม เช่น Surbeck, Morvan, Baeza และคณะ, Shabana และคณะ ปัญหาสำคัญของเทคนิคนี้คือการเกิด self absorption ซึ่งเกิดจากการเตรียมสารตัวอย่างที่ถูกดูดซับบนแมงกานีสไดออกไซด์ไม่เรียงตัวเป็น monolayer ซึ่งทำได้ยากมาก ข้อจำกัดอย่างอื่นคือมี efficiency ต่ำ ใช้เวลานานในการวัดนาน สารตัวอย่างต้องแห้งไม่มีน้ำปนอยู่

2. Gamma Spectrometry เป็นอีกเทคนิคหนึ่งที่น่ามาใช้ในการตรวจวัดหาปริมาณเรเดียม เพราะว่าเรเดียมสลายตัวให้รังสีแกมมาด้วย Gamma Spectrometry เป็นเทคนิคที่ตรวจวัดได้รวดเร็วมาก มีความสะดวกในการตรวจวัด แต่ข้อจำกัดของเทคนิคนี้คือ มี efficiency ต่ำ (ประมาณ 25 %) นอกจากนี้ Morvan ได้เขียนไว้ในรายงานว่า โดยปกติแล้วในสารละลายจะพบยูเรเนียม - 235 (^{235}U) ด้วย ซึ่งจะให้ γ - ray ที่ 186.2 keV สำหรับในการตรวจวัดหาเรเดียม - 226 จะวัดที่ 185.7 keV จะเห็นว่าใกล้เคียงกันมาก จึงเป็นข้อจำกัดของเทคนิคนี้ อย่างหนึ่ง เนื่องจากส่วนใหญ่แล้วเรเดียมจะให้ รังสีแอลฟาออกมา และเป็นรังสีที่นักวิทยาศาสตร์ให้ความสนใจ ความสนใจมากกว่ารังสีแกมมา จึงมักใช้เทคนิคนี้ในการติดตามเรเดียม โดยใช้ แบเรียม - 133 (^{133}Ba) เป็น tracer ซึ่ง Baeza และคณะ ได้ใช้เทคนิคนี้ในการติดตามเรเดียม ปรากฏว่าได้ผลดี และมีข้อดีประการหนึ่งคือสามารถแก้ปัญหาเรื่องสารรบกวนได้เป็นอย่างดี

3. Inductively Coupled Plasma Mass Spectrometry (ICP - MS) เป็นเทคนิคที่ดีมากเป็นที่ยอมรับโดยทั่วไป มี background ต่ำ มี sensitivity เหมาะสมกับการตรวจวัดพวกนิวไคลด์กัมมันตรังสีในธรรมชาติมาก แต่ปัญหาอยู่ที่มักจะถูกรบกวนจากแคลเซียมและแมกนีเซียมที่ปนอยู่ในสารละลายตัวอย่างทำให้เกิดการอุดตันของเครื่อง

4. Liquid Scintillation Counter (LSC) เป็นเทคนิคที่นิยมใช้ในการตรวจวิเคราะห์หาปริมาณเรเดียมมากที่สุดขณะนี้ เพราะมี counting efficiency 100 % Manjon และคณะ, Surbeck, Mobius และคณะ, Escoba, Schonhofer ได้ใช้เทคนิคนี้ในการวิเคราะห์หาปริมาณเรเดียมในน้ำดื่ม น้ำใช้ ซึ่งได้ผลดีมาก แต่ LSC ก็มีข้อจำกัดเช่นกัน คือ มี energy resolution ต่ำ เกิดการรบกวนจาก radionuclides อื่น ๆ และ cocktail มักไวต่อแสงจึงทำให้ background สูง

จะเห็นว่าวิธีการทำ preconcentration และการใช้เทคนิคต่าง ๆ ในการตรวจวิเคราะห์หาปริมาณเรเดียมในแต่ละวิธี แต่ละเทคนิคล้วนต่างก็มีข้อดี ข้อเสียแตกต่างกันไป สำหรับงานวิจัยนี้ จะทำ preconcentration โดยวิธี Adsorption โดยให้เรเดียมถูกดูดซับบนพื้นผิวของแมงกานีสไดออกไซด์ ซึ่งเคลือบบนแผ่น polyamide nylon 6,6 หลังจากนั้นละลายแมงกานีสไดออกไซด์ออกจาก polyamide โดยใช้สารละลาย oxalic acid แล้วเติม Ultima Gold TM cocktail ลงไป ต่อจากนั้นจึงนำไปวิเคราะห์ด้วยเทคนิค Liquid Scintillation Counter ต่อไป ซึ่งการที่เลือกวิธีการทำ preconcentration โดยการให้เรเดียมดูดซับบนพื้นผิวของแมงกานีสไดออกไซด์ที่เคลือบบน polyamide นี้ เพราะเชื่อว่าเป็นวิธีที่สะดวก ทำได้ง่าย ไม่มีกระบวนการอะไรซับซ้อนมาก และไม่ต้องเสียเวลามากนัก สำหรับเทคนิคที่เลือกใช้ คือ LSC นั้น เพราะมีความเชื่อมั่นในเทคนิคนี้ว่าจะให้ผลที่เชื่อถือได้ มีความแม่นยำ ประสิทธิภาพของการตรวจวัดสูง เนื่องจาก

เรเดียมเป็นธาตุกัมมันตรังสีซึ่งมีอันตรายมาก ดังนั้นในการศึกษาสภาวะต่าง ๆ นั้น จะใช้ แบเรียม (^{137}Ba) ซึ่งเป็นธาตุในหมู่ IIA เช่นเดียวกับเรเดียมและมีสมบัติทางเคมีที่คล้ายกันมาทำการศึกษานิสภาวะต่าง ๆ ที่เหมาะสมก่อน หลังจากนั้นจึงนำสภาวะที่เหมาะสมนี้ไปประยุกต์ใช้กับเรเดียมต่อไป

1.6 วัตถุประสงค์ของการศึกษา

1. เพื่อศึกษาหาสภาวะที่เหมาะสมในการทำ preconcentration โดยวิธี Adsorption โดยให้แบเรียมถูกดูดซับบนพื้นผิวของแมงกานีสไดออกไซด์
2. นำสภาวะที่เหมาะสมนั้นมาประยุกต์ใช้ในการทำ preconcentration กับเรเดียม
3. ศึกษาอิทธิพลของสารรบกวน (Interferences) ต่าง ๆ ที่มีผลต่อการดูดซับแบเรียมและเรเดียมบนพื้นผิวของแมงกานีสไดออกไซด์

1.7 การดูดซับ (Adsorption)

โดยทั่วไปแล้วสารที่มีสถานะเป็นของแข็ง ของเหลวและสารละลายจะแสดงสมบัติหลายประการที่เกี่ยวข้องกับพื้นผิวของสารตัวอย่าง เช่น แรงตึงผิว การแพร่กระจายบนพื้นผิว ปฏิกริยาบนพื้นผิวในกระบวนการย่อยสลายและสมบัติการดูดซับ

การดูดซับ คือ การเปลี่ยนแปลงความเข้มข้นของสารที่ถูกดูดซับ อาจเนื่องมาจากกระบวนการทางกายภาพ หรือกระบวนการทางเคมี ซึ่งกระบวนการทั้งสองนี้ จะช่วยให้เกิดสมดุลของแรงที่รอยต่อของทั้งสองสถานะได้ โดยที่สารซึ่งมีพลังงานอิสระต่ำจะถูกดูดซับ ปกติพลังงานอิสระจะสัมพันธ์กับความตึงผิว (surface tension) และพื้นที่ผิว (surface area) (ดวงนภา ดอกนาค 2540 :19) ดังสมการ

$$G(\text{surface}) = \gamma A$$

เมื่อ $G(\text{surface})$ เป็นพลังงานอิสระที่พื้นผิว

γ เป็นแรงตึงผิว

A เป็นพื้นที่ผิว

ในระบบเมื่อความตึงผิวหรือพื้นที่ผิวเปลี่ยนแปลงไปจะทำให้เกิดการเพิ่มขึ้นหรือลดลงของพลังงาน

การดูดซับจะเกิดขึ้นเมื่อมีการสัมผัสกันโดยตรงระหว่างสารดูดซับ (Adsorbent) กับสารที่ถูกดูดซับ (Adsorbate) ปริมาณการดูดซับขึ้นอยู่กับอุณหภูมิสัมบูรณ์ ความดัน และผิว นอกจากนี้การดูดซับยังขึ้นอยู่กับ Interaction potential energy ระหว่างตัวดูดซับซึ่งอาจจะเป็นก๊าซ ของเหลวหรือของแข็ง กับตัวดูดซับ ซึ่งอาจเป็นของเหลวหรือของแข็ง

การดูดซับสามารถแบ่งได้ตามสภาวะที่เกี่ยวข้องในเทอมของ adsorption / adsorption system ได้ คือ 1. ก๊าซ / ของแข็ง 2. ก๊าซ / ของเหลว 3. ของเหลว / ของแข็ง 4. ของเหลว / ของเหลว 5. ของแข็ง / ของแข็ง (ดวงภา ดอกนาถ 2540 : 20)

1.7.1 การดูดซับบนพื้นผิวของของแข็ง (Adsorption on solid surface)

ในการศึกษาเรื่องการดูดซับนั้น สามารถแบ่งการดูดซับบนพื้นผิวของของแข็งออกเป็น 2 ประเภท ตามความแรงของแรงกระทำระหว่างตัวดูดซับและตัวถูกดูดซับ ดังนี้

1.7.1.1 การดูดซับทางกายภาพ (Physisorption or Physical adsorption) เป็นการดูดซับที่เกิดแบบผันกลับได้เนื่องจากแรงทางกายภาพ โดยที่ไม่มีปฏิกิริยาเคมีเกิดขึ้นระหว่างตัวดูดซับ (adsorbent) และตัวถูกดูดซับ (adsorbate) แรงกระทำระหว่างตัวดูดซับและตัวถูกดูดซับเป็นแรงที่อ่อน เช่น แรงแวนเดอร์วาลส์ (van der Waals force) ซึ่งอาจเกิดจากการกระทำระหว่างโมเลกุลมีขั้วซึ่งมีไดโพลแบบถาวร (dipole - dipole interaction) หรือแรงกระทำที่เกิดจากโมเลกุลมีขั้วเหนี่ยวนำให้อะตอมหรือโมเลกุลอื่นมีขั้วด้วย (dipole-induce dipole interaction) หรือเกิดจากแรงระหว่างโมเลกุลไม่มีขั้วด้วยกัน (dispersion or London force) (ทบทวมหาวิทยาลัย 2540 :150-151 ; ลัดดา มีสุข 2533 :402) เป็นแรงกระทำที่เกิดขึ้นได้ในช่วงกว้าง ดังนั้นการดูดซับอาจเกิดขึ้นแบบชั้นเดียวหรือหลายชั้นก็ได้ การดูดซับทางกายภาพเกิดจากการที่โมเลกุลเข้ามากระทบพื้นผิวของของแข็ง แล้วเกิดการสูญเสียพลังงานจลน์ไป ทำให้เกาะติดอยู่บนพื้นผิวของของแข็งได้ ซึ่งพลังงานนี้จะถูกดูดกลืนไปเป็นการสั่นของ Lattice และกลายเป็นพลังงานความร้อน ซึ่งการเปลี่ยนแปลงเอนทาลปีของการดูดซับทางกายภาพนี้สามารถวัดได้จากการเพิ่มอุณหภูมิของสารตัวอย่างที่ทราบความจุความร้อน การเปลี่ยนแปลงเอนทาลปีประมาณ 20 kJ.mol^{-1} เป็นปริมาณเพียงเล็กน้อยซึ่งไม่สามารถทำลายพันธะได้ ดังนั้นสารที่มีการดูดซับทางกายภาพจะยังคงมีลักษณะทางเคมีเหมือนเดิม

1.7.1.2 การดูดซับทางเคมี (Chemisorption or Chemical adsorption) โมเลกุลที่เกาะอยู่บนพื้นผิวของของแข็งเป็นผลมาจากการเกิดพันธะเคมีระหว่าง อะตอมหรือโมเลกุลของพื้นผิวของตัวดูดซับ และอะตอมหรือโมเลกุลของตัวถูกดูดซับ พลังงานของการเกิดพันธะจะมีมาก

กว่าการดูดซับทางกายภาพและจะมีค่าการเปลี่ยนแปลงเอนทาลปี ประมาณ 200 KJ.mol^{-1} โมเลกุลที่เกิดการดูดซับทางเคมีจะมีการใช้เวเลนซ์อิเล็กตรอนร่วมกับโมเลกุลที่พื้นผิวของของแข็ง ทำให้ลักษณะทางเคมีของตัวถูกดูดซับเปลี่ยนแปลงไป อาจเกิดการแตกตัวของโมเลกุล ซึ่งเป็นสาเหตุหนึ่งที่ทำให้เกิดการเร่งปฏิกิริยาที่พื้นผิวของของแข็งเกิดขึ้นได้

1.7.2 ปัจจัยที่มีผลต่อการดูดซับทางกายภาพ

1.7.2.1 แรงที่เกี่ยวข้องกับการดูดซับทางกายภาพ แรงที่เกิดขึ้นในกระบวนการดูดซับทางกายภาพมีทั้ง van der Waals interaction และ Electrostatic interaction ซึ่งประกอบไปด้วย Polarization interaction , Dipole interaction โดยเฉพาะ van der Waals interaction จะเกิดขึ้นเสมอ แต่สำหรับ Electrostatic interaction จะเกิดขึ้นเฉพาะเมื่อตัวดูดซับมีโครงสร้างทางไอออนิก (ดวงนภา ดอกนาค 2540 : 23)

(1) van der Waals interaction เป็นแรงดึงดูดระหว่างโมเลกุลที่เข้าใกล้กัน จนเกิดประจุเหนี่ยวนำขึ้นชั่วขณะ (instantaneous induce dipolar)

(2) Electrostatic interaction เกิดจากแรงทางไฟฟ้าของอะตอมต่างชนิดกัน ทำให้เกิดความไม่สมดุล ซึ่งเรียกว่าสภาพมีขั้ว (polar) หรือมี dipole moment เกิดขึ้น เมื่อโมเลกุลของตัวดูดซับและตัวถูกดูดซับมาอยู่ใกล้กัน จะทำให้เกิดมีแรงกระทำต่อกันได้

1.7.2.2 ธรรมชาติของตัวดูดซับและตัวถูกดูดซับ แรงกระทำระหว่างตัวดูดซับ (adsorbent) และตัวถูกดูดซับ (adsorbate)จะเป็นแบบใดขึ้นกับโครงสร้างทางเคมีของสารทั้งสอง ซึ่งจะขอยกตัวอย่างตัวดูดซับบางตัวดังนี้ (ดวงนภา ดอกนาค 2540 : 23)

(1) Silica gel มีโครงสร้างที่ประกอบไปด้วย ร่างแหของ SiO_4 – tetrahedral เป็นโมเลกุลใหญ่ที่อยู่รวมกันด้วยพันธะเคมีของ hydroxyl group (OH^- group) ให้โครงสร้างที่มีลักษณะเป็นรูพรุน hydroxyl group ภายในโครงสร้างทำให้เกิดความเป็นขั้วขึ้นที่ผิวของ silica gel จึงทำให้สามารถดูดซับโมเลกุลที่มีขั้ว เช่น น้ำ แอลกอฮอล์ ฟีนอล ฯลฯ ได้ดีกว่าโมเลกุลที่ไม่มีขั้ว ปัจจุบันมักนิยมใช้ silica gel เป็นตัวดูดซับความชื้นในอากาศ

(2) Activated alumina เป็นรูปหนึ่งของอะลูมิเนียมออกไซด์ที่มีลักษณะเป็นรูพรุน ผิวของ activated alumina มีความเป็นขั้วที่แรงและมีความจุมากกว่า silica gel ดังนั้นจึงนำไปใช้ในการดูดความชื้นในอากาศ

(3) Manganese dioxide เป็นโมเลกุลที่มีโครงสร้างเป็นรูพรุน โครงสร้างประกอบด้วยผลึกของ MnO_2 มีรูปร่างเป็นรูป octahedral กลุ่มผลึกเหล่านี้มาต่อกันทำให้เกิดเป็นโพรงและชั้น (Feng, Kanoh, and Ooi 1999 : 319-333) Turner และ Buseck ได้จำแนกโครงสร้างที่เป็นรูพรุนของ Manganese oxide ที่เกิดในรูปของแร่ ออกเป็น 3 กลุ่ม

- กลุ่ม pyrolusite , ramsdellite โครงสร้างเป็นแบบ (1x1)
- กลุ่ม hollandite , romanechite โครงสร้างเป็นแบบ (2x2)
- กลุ่ม todorokite โครงสร้างเป็นแบบ (2x3)

Manganese oxide สามารถดูดซับพวก cation และ พวก organic molecules ได้เป็นอย่างดี จึงนิยมนำมาใช้ในการดูดซับแบเรียม เรเดียม ฯลฯ



(a) 1x1/1x2 tunnel intergrowth (nsutite)

(A)



(b) 2x2/2x3 tunnel intergrowth

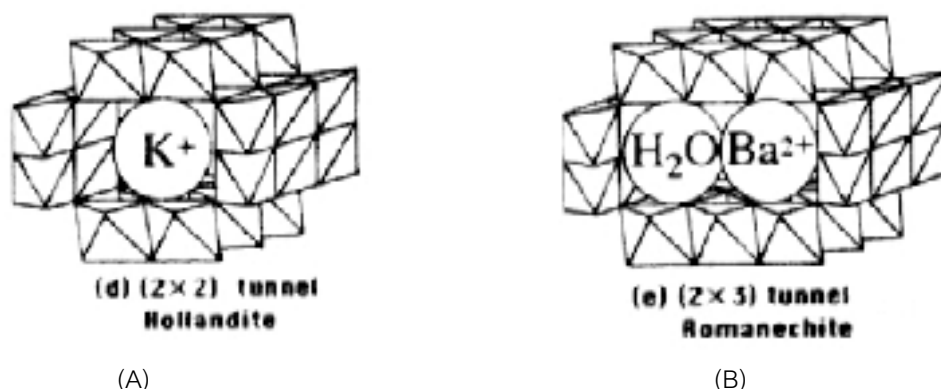
(B)

รูปที่ 1.5 รูปภาพแสดงช่องและชั้นของแมงกานีสออกไซด์

(A) เป็นโครงสร้างแบบ (1x1) และ (1x2)

(B) เป็นโครงสร้างแบบ (2x2) และ (2x3)

ที่มา : Q. Feng et al., "Manganese dioxide porous crystals," *J. Mater. Chem.* 9 (1999) : 321.



รูปที่ 1.6 แสดงช่องและชั้นของแมงกานีสออกไซด์

(A) โพแทสเซียมไอออนที่ถูกดูดซับอยู่ในช่องของแมงกานีสออกไซด์

(B) โมเลกุลของน้ำและแบเรียมไอออนถูกดูดซับอยู่ในช่องแมงกานีสออกไซด์

ที่มา : Q. Feng et al., "Manganese dioxide porous crystals," *J. Mater. Chem.* 9 (1999) : 321.

1.7.2.3 ปริมาณของตัวดูดซับ ความสามารถในการดูดซับจะแปรผันตามปริมาณของตัวดูดซับเนื่องจากถ้าปริมาณของตัวดูดซับเพิ่มขึ้นจะมีบริเวณที่เกิดการดูดซับ เพิ่มขึ้น

1.7.2.4 อุณหภูมิของระบบ ความสามารถในการดูดซับจะเปลี่ยนแปลงตามอุณหภูมิ เนื่องจากกระบวนการดูดซับเป็นกระบวนการคายความร้อน ดังนั้นความสามารถในการดูดซับจึงลดลงเมื่ออุณหภูมิเพิ่มขึ้น ยกเว้นในกรณีของตัวถูกละลายบางชนิด จะมีค่าการละลายเพิ่มขึ้นตามการเพิ่มของอุณหภูมิ ดังนั้นความสามารถในการดูดซับประเภทนี้จะไม่เปลี่ยนแปลงตามอุณหภูมิ

1.7.2.5 pH ของสารละลาย pH ของสารละลายมีผลต่อความเป็นขั้วของทั้งตัวดูดซับและตัวถูกละลาย จึงมีผลต่อความแรงของแรงกระทำ ระหว่างตัวดูดซับ กับตัวถูกละลาย

1.7.2.6 เวลาที่สารละลายสัมผัสกับตัวดูดซับ ความสามารถในการดูดซับจะเพิ่มขึ้นตามเวลา จนกระทั่งถึงเวลาที่ระบบเข้าสู่สมดุล ซึ่งเป็นเวลาที่ อัตราการดูดซับ (rate of adsorption) เท่ากับอัตราการคาย (rate of desorption) ความสามารถในการดูดซับนี้จะมีค่ามากที่สุด จากนั้นจะมีค่าคงที่ เมื่อเวลาที่ใช้เพิ่มขึ้น (ดวงนภา ดอนาค 2540 : 25)

1.7.2.7 ตัวทำละลาย ตัวทำละลายที่แตกต่างกันจะมีผลต่อแรงกระทำของ ตัวดูดซับและตัวถูกดูดซับต่าง ๆ กันซึ่งอิทธิพลของตัวทำละลายที่มีผลต่อการดูดซับอาจเกิดขึ้น เนื่องจาก

- (1) แรงกระทำระหว่างตัวทำละลายกับตัวถูกละลายในสารละลาย
- (2) แรงกระทำระหว่างตัวทำละลายกับตัวดูดซับ ซึ่งจะเป็นแบบใดขึ้นอยู่กับ โครงสร้าง ทางเคมีของทั้งตัวทำละลายและตัวดูดซับ
- (3) แรงกระทำระหว่างตัวถูกละลายกับผิวของตัวดูดซับ

1.8 หลักการและทฤษฎีของวิธีอะตอมมิกแอบซอร์พชันสเปกโตรสโกปี (Atomic Absorption Spectroscopy, AAS)

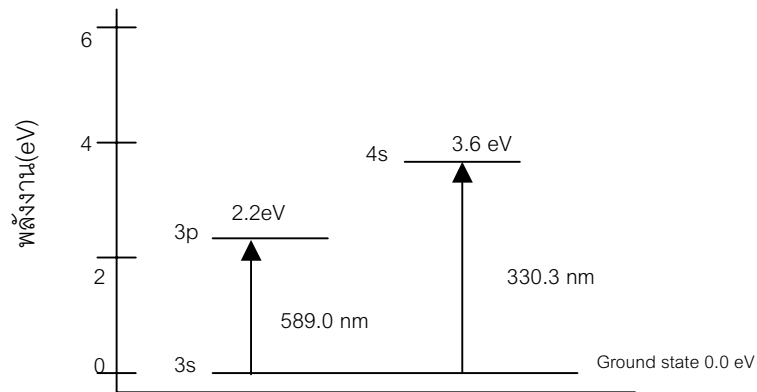
เทคนิคทาง AAS เป็นเทคนิคการวิเคราะห์ธาตุอย่างหนึ่ง ซึ่งสามารถทำได้ทั้งในเชิงคุณภาพวิเคราะห์และปริมาณวิเคราะห์ที่ได้รับความนิยมมากวิธีหนึ่ง เพราะเป็นเทคนิคที่ให้ความเที่ยง ความแม่นยำ มีสภาพไวสูงและเป็นเทคนิคที่มีความเฉพาะดีมาก ความสามารถของเทคนิคนี้สูงมาก สามารถใช้วิเคราะห์ธาตุต่างๆได้เป็นจำนวนมาก ทำให้การใช้งานเป็นไปอย่างมีประสิทธิภาพ

1.8.1 หลักการของอะตอมมิกแอบซอร์พชัน (Principles of Atomic Absorption)

อะตอมมิกแอบซอร์พชัน เป็นกระบวนการที่เกิดจากอะตอมเสรีของธาตุดูดกลืนแสงที่ความยาวคลื่นอันหนึ่งโดยเฉพาะ ซึ่งขึ้นอยู่กับชนิดของธาตุ ธาตุแต่ละชนิดจะมีระดับของพลังงานแตกต่างกัน จึงมีการดูดกลืนพลังงานแตกต่างกัน เช่น อะตอมของโซเดียมจะดูดกลืนแสงได้ดีที่ความยาวคลื่น 589 nm เพราะแสงที่ความยาวคลื่นนี้เป็นแสงที่มีพลังงานพอดีที่จะทำให้อิเล็กตรอนของโซเดียมอะตอมเกิดการเปลี่ยนสถานะจากสถานะพื้นไปสู่สถานะกระตุ้น ดังแสดงในรูปที่ 1.7 ซึ่งจะเห็นว่าความยาวคลื่นเหล่านี้จัดเป็น spectroscopic line ของอะตอมมิกสเปกตรัม ซึ่งเป็นลักษณะเฉพาะตัวของธาตุแต่ละชนิด

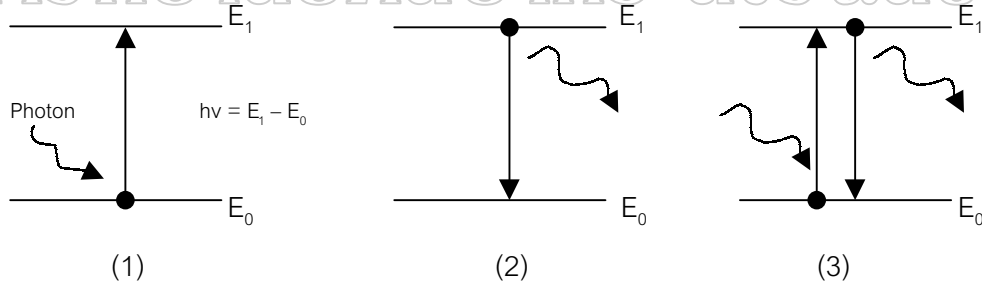
ในการทำให้อะตอมของธาตุในสารประกอบเกิดเป็นอะตอมเสรีได้นั้น ต้องมีการดูดกลืนพลังงานเข้าไปซึ่งอาจจะอยู่ในรูปต่าง ๆ กัน เช่น พลังงานความร้อนจากเปลวไฟหรือความร้อนจากไฟฟ้า ความร้อนจะทำให้เกิดกระบวนการแตกตัวหรือเปลี่ยนเป็นไอหรือแตกตัวเป็นอะตอม หรือทำให้อะตอมอยู่ในสถานะกระตุ้นหรือกลายเป็นไอออนก็ได้ (แม้น อมรสิทธิ์ และ อมร เพชรสม 2539 :322-323)

การเกิดอะตอมมิกแอมบอร์พชั่น อะตอมมิกอิมิสชั่น และอะตอมมิกฟลูออเรสเซนซ์ มีลักษณะดังแสดงในรูปที่ 1.8 ซึ่งเป็นการเกิด แทรนซิชันจากสถานะพื้นไปสู่สถานะกระตุ้นระดับแรก มีอยู่ 3 แบบ (Metcalf 1987 :11-13)



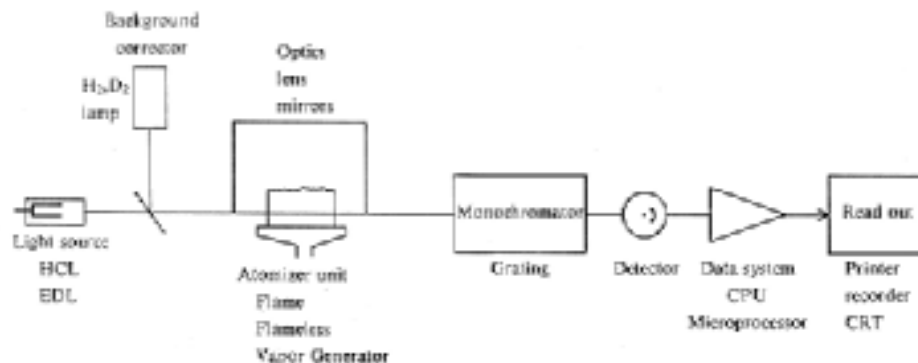
รูปที่ 1.7 แสดงระดับของพลังงานของอะตอมโซเดียม (${}_{11}\text{Na}^{23}$) ($1s^2, 2s^2, 2p^6, 3s^1$)

มหาวิทยาลัยศิลปากร สงวนลิขสิทธิ์



รูปที่ 1.8 แสดง Transition diagram สำหรับ (1) อะตอมมิกแอมบอร์พชั่น
(2) อะตอมมิกอิมิสชั่น (3) อะตอมมิกฟลูออเรสเซนซ์

1.8.2 องค์ประกอบที่สำคัญต่าง ๆ ของเครื่องอะตอมมิกแอบซอร์พชันสเปกโตรโฟโตมิเตอร์ (Atomic Absorption Spectrophotometer)

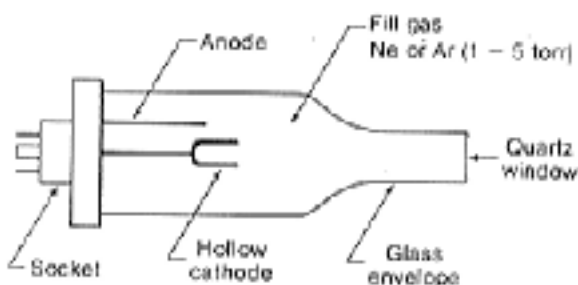


รูปที่ 1.9 แสดงแผนภาพองค์ประกอบของเครื่อง Atomic Absorption Spectrophotometer
ที่มา : แม้น อมรสิทธิ์ และ อมร เพชรสม , Principles and Techniques of Instrumental Analysis
(กรุงเทพมหานคร : โรงพิมพ์ชวนพิมพ์, 2543), 329.

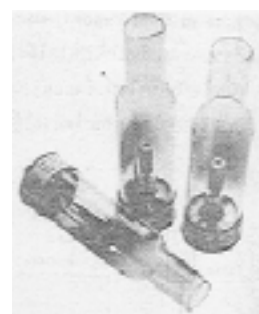
องค์ประกอบที่สำคัญของเครื่องอะตอมมิกแอบซอร์พชันสเปกโตรโฟโตมิเตอร์มี 5 ส่วน คือ

1. แหล่งกำเนิดแสง (light source)

เครื่องมือ AAS โดยทั่วไปแหล่งกำเนิดแสงใช้เป็น hollow cathode lamps (HCL) และ electrodeless discharge lamps (EDL) สำหรับการศึกษาวิจัยนี้จะใช้แหล่งกำเนิดแสงเป็น HCL ซึ่งมีลักษณะดังรูปที่ 1.10



(A)



(B)

รูปที่ 1.10 แสดงลักษณะของ hollow cathode lamp และหลอด hollow cathode lamp

(A) แสดงลักษณะของ hollow cathode lamp

(B) หลอด hollow cathode lamp

ที่มา : แม้น อมรสิทธิ์ และ อมร เพชรสม , Principles and Techniques of Instrumental Analysis
(กรุงเทพมหานคร : โรงพิมพ์ชวนพิมพ์, 2543), 330.

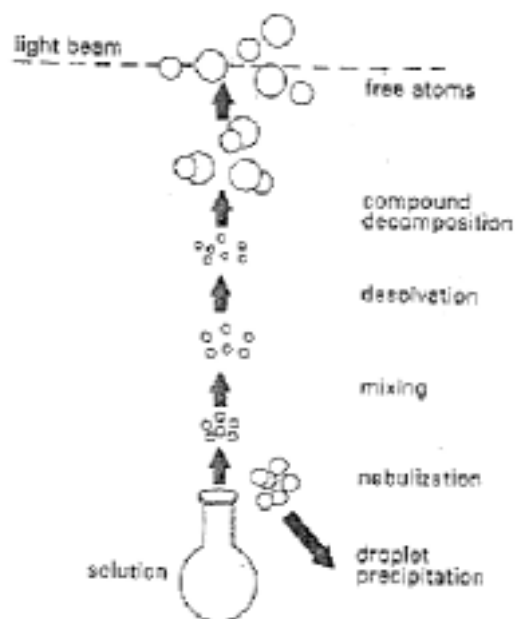
ลักษณะของ HCL จะประกอบด้วยขั้วแคโทด ซึ่งเป็นโลหะทำเป็นรูปทรงกระบอกหรือรูปถ้วย แล้วฉาบด้วยโลหะหรือเป็นผงโลหะที่ต้องการให้ถูกกระตุ้น เพื่อให้ได้สเปกตรัมที่มี resonance lines ส่วนขั้วแอโนด ทำด้วยโลหะนิเกิลหรือทังสเตนหรือเซอร์โคเนียม เป็นแท่งเล็ก ๆ ภายในหลอดแก้วบรรจุด้วยก๊าซนีออนหรืออาร์กอน ที่ความดัน 4 – 10 torr ส่วน window อาจเป็นแก้วไพเร็กซ์ หรือควอตซ์ ถ้าสเปกตรัมที่ได้อยู่ในช่วง UV window ต้องทำด้วย ควอตซ์หรือซิลิกา แต่ถ้าสเปกตรัมที่ได้อยู่ในช่วง visible อาจใช้แก้วไพเร็กซ์หรือควอตซ์ก็ได้ การเกิดสเปกตรัมของ HCL จะต้องใช้แรงเคลื่อนไฟฟ้าในช่วง 300 – 600 โวลท์ จะทำให้ก๊าซเฉื่อยที่บรรจุอยู่เกิดการแตกตัวเป็นไอออนได้ไอออนบวก ซึ่งจะวิ่งไปชนธาตุที่ฉาบอยู่ที่แคโทด ทำให้อะตอมของธาตุนั้นถูกกระตุ้นและเปล่งแสงออกมาเป็นสเปกตรัมของธาตุนั้น

2. ส่วนที่ทำให้ธาตุดังกล่าวเป็นอะตอมเสรี (atomizer)

การทำให้ธาตุดังกล่าวเป็นอะตอมเสรีด้วยเปลวไฟ (Flame Atomization) สารตัวอย่างจะต้องเป็นสารละลายไม่มีสารแขวนลอยปนอยู่ ตัวทำละลายเป็นน้ำหรือสารอินทรีย์ก็ได้ กระบวนการ Atomization นี้แบ่งออกได้เป็น 5 ขั้นตอน ดังนี้

1. Nebulization เป็นกระบวนการเปลี่ยนของเหลวให้เป็นละอองเล็ก ๆ ด้วยเครื่องที่เรียกว่า nebulizer
2. Droplet precipitation เป็นกระบวนการที่ละอองเล็ก ๆ ของสารละลายรวมกันเป็นหยดสารละลายโต ไม่สามารถจะลอยอยู่ในอากาศได้ จึงตกลงมาแล้วออกไปทางท่อน้ำทิ้ง (drain)
3. Mixing เป็นกระบวนการที่ละอองเล็ก ๆ ของสารละลายเกิดการผสมกับก๊าซเชื้อเพลิง (fuel) และออกซิแดนซ์ (oxidant) ใน spray chamber ของ nebulizer
4. Desolvation เป็นกระบวนการที่ตัวทำละลายที่อยู่ในละอองเล็ก ๆ นั้นถูกกำจัดออกไป ทำให้เกิดเป็นอนุภาคเล็ก ๆ ของสารประกอบ
5. Compound decomposition เป็นกระบวนการที่เกิดขึ้นในเปลวไฟ โดยที่พลังงานความร้อนจากเปลวไฟจะไปทำให้สารประกอบเกิดการแตกตัวเป็นออกไซด์ เป็นโมเลกุล และเป็นอะตอมเสรี บางครั้งอาจเกิดการไอออไนเซชันต่อไปได้

กระบวนการทั้ง 5 ขั้นตอน นี้แสดงเป็นภาพประกอบ ดังรูปที่ 1.11 โดยทั่วไปเมื่อเวลาใช้เครื่อง ก๊าซที่เป็นเชื้อเพลิงและออกซิแดนซ์จะผ่าน venturi เข้าไปใน nebulizer จะทำให้สารละลายถูกดูดเข้าไปด้วยอัตราเร็วตามที่ต้องการได้ (1 – 4 ml/min) เพื่อให้สารละลายที่ผ่านไปชน glass bead ดังรูปที่ 1.12 ละอองเล็ก ๆ จะเข้าไปยังเปลวไฟเพื่อเผาให้สลายตัวเป็นอะตอมเสรีของธาตุ

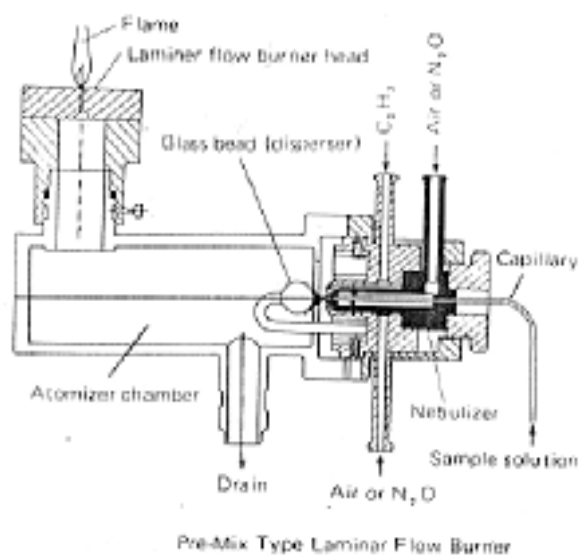


รูปที่ 1.11 แสดงกระบวนการทำให้ธาตุแตกตัวเป็นอะตอมเสรี

ที่มา : แม้น อมรสิทธิ์ และ อมร เพชรสม , Principles and Techniques of Instrumental Analysis

(กรุงเทพมหานคร : โรงพิมพ์ชวนพิมพ์, 2543), 333.

มหาวิทยาลัยศิลปากร สงวนลิขสิทธิ์



รูปที่ 1.12 แสดงแผนภาพการทำงานของเครื่อง AAS ในส่วนของ nebulizer, glass bead, spray chamber, flame

ที่มา : แม้น อมรสิทธิ์ และ อมร เพชรสม , Principles and Techniques of Instrumental Analysis

(กรุงเทพมหานคร : โรงพิมพ์ชวนพิมพ์, 2543), 334.

Burners และ Flames

ในการวิเคราะห์โดยเทคนิค AAS นั้น การเลือกใช้ burners และ flames เป็นสิ่งสำคัญในการวิเคราะห์ธาตุ ผู้วิเคราะห์ต้องทราบว่า จะใช้ flames ชนิดใด จึงจะเหมาะสมในการทำให้เกิดอะตอมเสรี แล้วจึงทำการเลือก burners สำหรับ burners ที่ใช้มี 3 ชนิด คือ burner ที่ใช้กับ air – acetylene , nitrous oxide – acetylene , hydrogen – entrained air ซึ่งมีการใช้ที่แตกต่างกัน ขนาดของช่องที่ทำให้เกิดเปลวไฟ มี 2 ขนาด คือ 10 cm และ 5 cm สำหรับ burner ที่มีช่องเปลวไฟ 5 cm จะใช้กับ nitrous oxide – acetylene เท่านั้น

ชนิดของเปลวไฟ เปลวไฟที่ใช้กับเครื่อง AAS นั้นโดยทั่วไปแล้วมีให้เลือกใช้ 4 ชนิด ซึ่งให้สภาพไว้ดี ปลอดภัยต่อการใช้ การเลือกเปลวไฟในการทำให้เกิด atomization ต้องเลือกให้เหมาะสม เพราะเปลวไฟแต่ละชนิดให้อุณหภูมิแตกต่างกัน (ดังตารางที่ 1.1) เปลวไฟที่เกิดจาก Air – C₂H₂ เป็นเปลวไฟที่ใช้กันมาก และใช้วิเคราะห์ธาตุได้ประมาณ 30 ธาตุ สำหรับการศึกษาวิจัยนี้ เลือกใช้เปลวไฟจาก Air – C₂H₂ (แมน อมรสิทธิ์ และ อมร เพชรสม 2539 : 329-336)

ตารางที่ 1.1 แสดงอุณหภูมิของเปลวไฟทั้ง 4 ชนิด

ชนิดของเปลวไฟ	อุณหภูมิสูงสุด (°C)
Ar – H ₂	1577
Air – H ₂	2045
Air – C ₂ H ₂	2300
N ₂ O – C ₂ H ₂	3000

ที่มา : แมน อมรสิทธิ์ และ อมร เพชรสม , Principles and Techniques of Instrumental Analysis (กรุงเทพมหานคร : โรงพิมพ์ชวนพิมพ์, 2543), 336.

3. โมโนโครเมเตอร์ (monochromator)
4. หัววัด (detector)
5. เครื่องประมวลผลและอ่านผล (data system and read out units)

การเกิดไอออนไนเซชัน (Ionization)

การเกิดไอออนไนเซชัน เป็นปัญหาที่ไม่ต้องการให้เกิดขึ้นในการวิเคราะห์ทาง AAS เพราะในการวัดค่าแอมพลิจูดของอะตอมเสริของธาตุในขณะที่อยู่ในเปลวไฟนั้น การเกิดไอออนไนเซชันของธาตุ จะทำให้การวัดค่าแอมพลิจูด (Absorbance) ได้ค่าที่คลาดเคลื่อน เพราะว่า ถ้าอุณหภูมิเพิ่มขึ้นจำนวนอะตอมที่สถานะพื้นจะลดลง

ธาตุพวก alkaline earth ได้แก่ Be, Mg, Ca, Sr, Ba และพวกธาตุ alkalis ได้แก่ Li, Na, K, Rb, Cs ล้วนเป็นธาตุไอออนไนส์ได้ง่าย เพราะมีค่า Ionization potential ต่ำ วิธีแก้ปัญหาคือการใส่ Ionization suppresser ลงไป ซึ่งหมายถึงการเติมธาตุที่มี Ionization potential ต่ำกว่าธาตุที่วิเคราะห์ ธาตุเหล่านี้จะช่วยลดการไอออนไนส์ของธาตุที่ทำการวิเคราะห์ได้ เช่น ในการหาปริมาณของโซเดียม เมื่อเติมสารละลายโพแทสเซียมในเตรดที่มากเกินไปเนื่องจากโพแทสเซียม มี Ionization potential ต่ำกว่าโซเดียม ดังนั้นโพแทสเซียมจะไอออนไนส์มากขึ้น โซเดียมจะไอออนไนส์ น้อยลง เพื่อรักษา Ionization equilibrium ให้คงที่ ตามหลักของ Law of mass action ดังนั้นในการวัดค่าแอมพลิจูดของอะตอมเสริของโซเดียมจึงสูงขึ้น ทำให้การวิเคราะห์ โซเดียมได้ผลดีขึ้น (Metcalf 1987 : 98-100)

อะตอมมิถุแอมพลิจูดสเปกโตรสโกปี เป็นวิธีวิเคราะห์ทางเคมีที่เกี่ยวข้องกับการดูดกลืนแสงโดยอะตอมอิสระที่อยู่ในสถานะก๊าซ ค่าการดูดกลืนแสง (absorbance, A) จะเป็นสัดส่วนโดยตรงกับความเข้มข้นของอะตอมซึ่งเป็นไปตามกฎของเบียร์และแลมเบิร์ต

$$A = \log \frac{P_0}{P_t} = \epsilon bc$$

เมื่อ P_0 = ความเข้มของคลื่นแสงที่ตกกระทบอะตอม

P_t = ความเข้มของคลื่นแสงที่เหลือออกมาหลังจากถูกดูดกลืนโดยอะตอม

ϵ = molar absorptivity เป็นสมบัติเฉพาะของอะตอม

b = ความยาวของ absorption path ที่มีอะตอมอยู่ (ในที่นี้หมายถึงความยาว slot ของ burner)

c = ความเข้มข้นของอะตอมที่มีอยู่ในสาร (mol/l)

เมื่อเขียนกราฟระหว่าง แอมพลิจูดกับ ความเข้มข้นของสารจะได้กราฟเส้นตรงซึ่งใช้เป็น calibration curve ในการหาปริมาณของสารได้ (มหาวิทยาลัยศิลปากร, คณะวิทยาศาสตร์, ภาควิชาเคมี 2540 : 40 ; Metcalf 1987 : 52-56)

1.8.3 การทำปริมาณวิเคราะห์ด้วยเทคนิค AAS (Quantitative Analysis)

การทำปริมาณวิเคราะห์ด้วยเทคนิค AAS สามารถทำได้หลายวิธี สำหรับการศึกษาวิจัยนี้จะใช้วิธี Calibration Method เมื่อสารตัวอย่างไม่มีสิ่งรบกวนและสารตัวอย่างเจือจางสามารถทำการวิเคราะห์หาปริมาณตัวอย่างได้ง่ายๆโดยเทียบกับสารมาตรฐานที่ทราบความเข้มข้นแน่นอนแล้ว วิธีที่นิยมใช้คือการปรับสัญญาณที่ได้จาก Blank ให้เป็นศูนย์ แล้วจึงวัดค่าแอมพลิจูดของสารละลายมาตรฐานที่ความเข้มข้นต่าง ๆ กัน ประมาณ 4 – 5 ความเข้มข้น แล้วนำผลมาเขียนกราฟเพื่อหาความสัมพันธ์กับความเข้มข้นของสารละลาย จะได้ calibration curve สิ่งสำคัญที่ต้องไม่ลืมคือ calibration curve ที่ได้ ใช้ได้เฉพาะการวิเคราะห์แต่ละครั้งเท่านั้น เมื่อจะวิเคราะห์ใหม่จะต้องทำใหม่ ทั้งนี้เพราะว่า parameters ต่าง ๆ ที่ใช้อาจเปลี่ยนแปลงไปได้

1.8.4 ประโยชน์ของ AAS ที่ใช้ในงานวิเคราะห์ทางเคมี

เนื่องจากเทคนิคทาง AAS นั้นเป็นที่นิยมกันมากในการวิเคราะห์ธาตุ ในแทบทุกชนิดของสารตัวอย่าง ไม่ว่าจะเป็นของแข็ง ของเหลว หรือก๊าซ

- ตัวอย่างงานวิเคราะห์
1. ใช้ในการวิเคราะห์เพื่อการเกษตร เช่น การวิเคราะห์ดิน ฟืช ปุ๋ย
 2. ใช้ในงานวิเคราะห์ทางการแพทย์ และชีวเคมี เช่น การหาปริมาณของธาตุ Ca, Mg, Cu, Pb, Na, K, Fe, Zn และอื่น ๆ ในเลือด ปัสสาวะ และเนื้อเยื่อ
 3. ใช้ในงานวิเคราะห์เพื่อโลหะวิทยา เช่น การวิเคราะห์โลหะผสมต่าง ๆ หาปริมาณของสารเจือปนต่าง ๆ ในโลหะบริสุทธิ์
 4. ใช้ในงานวิเคราะห์น้ำจากแหล่งต่าง ๆ เช่น น้ำบาดาล น้ำเสีย น้ำทิ้ง น้ำแร่ หรือน้ำจากแหล่งธรรมชาติ
 5. ใช้ในงานวิเคราะห์ทางอาหารและยา
- สำหรับการศึกษาวิจัยนี้จะนำ AAS มาศึกษาวิเคราะห์ธาตุ Ca, Mg, Na, K และ Mn ซึ่งสามารถทำได้ผลดี มีความแม่นยำ และรวดเร็ว



รูปที่ 1.13 เครื่อง Atomic Absorption Spectrophotometer (Spectr AA 250 plus)

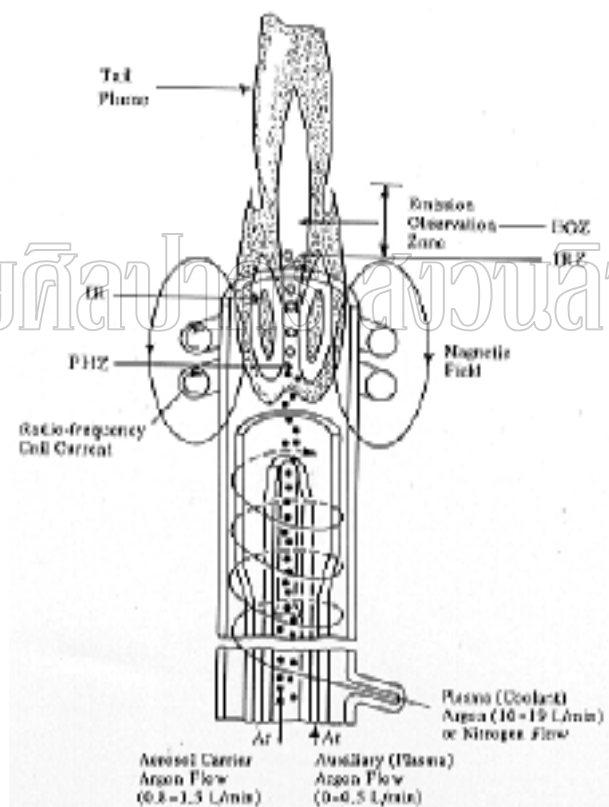
1.9 หลักการและทฤษฎีของวิธี Inductively Coupled Plasma Spectrophotometry (ICPS)

ICP เป็นเทคนิคที่มีการผลิตพลาสมา (plasma) โดยไม่ต้องมีขั้วไฟฟ้า (พลาสมา คือ ส่วนผสมของอะตอมและไอออนในสถานะก๊าซ)

คป (torch) ของ ICP ตามรูปที่ 1.14 ประกอบด้วยหลอดที่ทำด้วยควอตซ์ (quartz tube) ซ้อนกัน 3 ชั้น ปลาย torch มีท่อลวงทำด้วยทองแดงล้อมรอบอยู่ 2 – 3 รอบ ภายใน coil มีการผ่านน้ำเย็นตลอดเวลา coil นี้ถูกต่อเข้ากับเครื่องส่งความถี่วิทยุ (RF generator) ซึ่งผลิตพลังงาน 2 kW ที่ 40 MHz เมื่อให้ RF power ปล่อยเข้าไปใน coil จะทำให้เกิดสนามแม่เหล็ก (H) ที่บริเวณปลาย torch ทำให้เกิดการชักนำให้มีกระแสไหลผ่านตัวนำ แล้วทำให้ตัวนำมีความร้อนเกิดขึ้น พลาสมาของอาร์กอนที่ผ่านเข้าไปในหลอดชั้นกลางจะถูกสนามแม่เหล็กช่วยเร่งให้อิเล็กตรอนเคลื่อนที่เร็วขึ้น ประกอบกับมีหลอดทองแดงทำหน้าที่เป็นขดลวด ทำให้อิเล็กตรอนมีพลังงานเพิ่มขึ้น เรียกว่าเกิด “Inductive Coupling” อิเล็กตรอนที่มีพลังงานสูงนี้จะชนกับอะตอมของก๊าซอาร์กอนต่อไป ทำให้เกิดอิเล็กตรอนเพิ่มมากขึ้นเป็นลูกโซ่ กลายเป็นพลาสมา จึงเรียกว่า Inductively Coupled Plasma การปล่อยประจุจากพลาสมาจะให้ความร้อนที่อุณหภูมิประมาณ 6000 – 10000 K ใช้ ignitor จุด flame ที่ปลาย torch ให้ flame สีขาว เนื่องจากบริเวณปลาย torch มีอุณหภูมิสูงมากต้องผ่านก๊าซอาร์กอนเข้าไปทางหลอดชั้นนอกเพื่อทำหน้าที่เป็น cooling gas และช่วยทำให้พลาสมาอยู่ตรงกลางอย่างเสถียร (แมน อมรสิทธิ์ และอมร เพชรสม 2539 : 400-404 ; มหาวิทยาลัยศิลปากร, คณะวิทยาศาสตร์, ภาควิชาเคมี 2540 : 67-69)

สารละลายที่จะทำการวิเคราะห์จะถูกส่งเข้าเครื่องโดยสารละลายจะถูกเปลี่ยนให้เป็นละอองฝอย (aerosol) โดยกระบวนการ nebulization และสารละลายตัวอย่างที่เป็นละอองนี้ จะถูกพาเข้าพลาสมา ใน ICP torch ซึ่งจะทำให้ตัวอย่างกลายเป็นอะตอมและถูกกระตุ้น (excited) เมื่ออะตอมของตัวอย่างกลับสู่สถานะพื้น จะคายแสงซึ่งมีลักษณะเฉพาะออกมา แสงที่เกิดขึ้นนี้จะผ่านเข้าไปในส่วน of เครื่อง spectrometer การทำงานของเครื่องตลอดจนการบันทึกข้อมูลจะถูกควบคุมด้วยเครื่องคอมพิวเตอร์ ดังรูปที่ 1.14

เนื่องจาก ICP ไม่ใช้อิเล็กโทรด จึงมี back ground น้อย ทำให้ S/N สูง และทำให้ detection limit ของการวิเคราะห์ต่ำลงไปในระดับ ppb ได้



รูปที่ 1.14 แสดงภาพตัดขวางของ ICP torch

IR = Induction Region, PHZ = Preheating Zone

IRZ = Initial Radiation Zone, EOZ = Emission Observation Zone

ที่มา : แม้น อมรสิทธิ์ และ อมร เพชรสม , Principles and Techniques of Instrumental Analysis (กรุงเทพมหานคร : โรงพิมพ์ชวนพิมพ์, 2543), 402.

ลักษณะเฉพาะของ ICP

ลักษณะเฉพาะที่สำคัญมากของ ICP นั้นสรุปได้ดังนี้

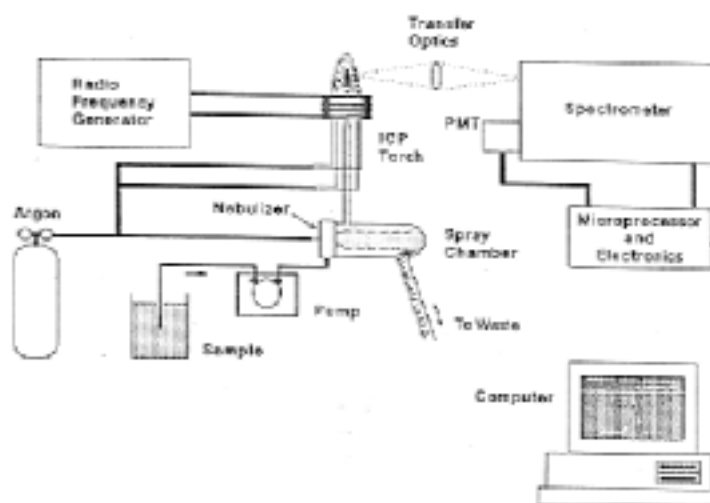
1. ให้อุณหภูมิสูงถึงประมาณ 10,000 K
2. สารตัวอย่างที่จะวิเคราะห์สามารถอยู่ในพลาสมาได้นาน โดยทั่วไปจะอยู่ได้นานถึง 2 – 3 ms ทำให้สารตัวอย่างสามารถแตกตัวเป็นอะตอมได้อย่างมีประสิทธิภาพสูง
3. เกิด chemical interference น้อย เพราะ torch มีอุณหภูมิสูง
4. เกิด ionization interference น้อย เพราะมีอิเล็กตรอนในพลาสมามาก แต่ถ้าธาตุที่เกิด ionization ง่าย เช่น ธาตุในหมู่ alkali ก็จะมี interference ประเภทนี้
5. เกิด spectral interference ได้ง่าย เพราะอะตอมและไอออนต่าง ๆ จะถูกกระตุ้นขึ้นสู่ excited states ได้มาก จึงมีโอกาที่จะให้ emission มา overlap กับ line ของ analyte atom การแก้ไขอาจทำได้โดยวิธีเลือกศึกษาที่ความยาวคลื่นอื่น
6. ให้ long linear working range เพราะตัวอย่างจะอยู่ในช่องแคบ ๆ ในใจกลางของพลาสมา ดังนั้น self absorption จึงเกิดน้อยที่ความเข้มข้นสูง ๆ ดังนั้น ICP จึงเป็นเทคนิคที่ใช้วิเคราะห์ธาตุได้ทั้งที่เป็น major หรือ minor component
7. มีศักยภาพในการวิเคราะห์แบบ sequential analysis หรือ simultaneous analysis ได้ เพราะมีอุณหภูมิสูง จึงสามารถทำให้ธาตุส่วนมากกลายเป็นอะตอมได้ง่าย ที่สภาวะเดียวกัน
8. ก๊าซที่ใช้เป็นก๊าซเฉื่อย จึงไม่มีการระเบิดเกิดขึ้น

องค์ประกอบต่าง ๆ ของเครื่อง ICPS

องค์ประกอบที่สำคัญของเครื่อง ICPS มีดังนี้

1. Nebulizer, Spray Chamber และ ก๊าซอาร์กอน
2. ICP torch
3. Radio Frequency Generator
4. Spectrometer
5. Microprocessor และ Computer

งานวิจัยนี้จะใช้เครื่อง ICPS สำหรับวิเคราะห์หาปริมาณของแบเรียมในสารตัวอย่าง ที่ถูกดูดซับบนพื้นผิวของแมงกานีสไดออกไซด์ เนื่องจาก ICPS มีความแม่นยำสูง มีความสะดวก และรวดเร็วมาก



รูปที่ 1.15 แสดงแผนภาพองค์ประกอบที่สำคัญของเครื่อง ICP Spectrometer

ที่มา : แม้น อมรสิทธิ์ และ อมร เพชรสม , Principles and Techniques of Instrumental Analysis

(กรุงเทพมหานคร : โรงพิมพ์ชวนพิมพ์, 2543), 404.

มหาวิทยาลัยศิลปากร ส่วนวิจัยสิทธิ์



รูปที่ 1.16 เครื่อง Inductively Coupled Plasma Spectrometer (ICPS) Varian Liberty 220

1.10 หลักการและทฤษฎีของ เครื่อง Scanning Electron Microscope and Energy Dispersive X – ray Microanalysis System (SEM – EDS)

1.10.1 หลักการของเทคนิค เครื่อง Scanning Electron Microscope and Energy Dispersive X – ray Microanalysis System (SEM – EDS)

กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนเป็นเครื่องมือที่ใช้ในการศึกษาลักษณะและการวิเคราะห์รายละเอียดของโครงสร้างขนาดเล็กของวัตถุเนื่องจากมีกำลังขยายสูงกว่ากล้อง Optical Microscope ทั่วไป นอกจากนี้ได้นำเครื่อง Energy Dispersive Spectrometer (EDS) มาประกอบเข้ากับเครื่อง Scanning Electron Microscope เพื่อให้สามารถทำการวิเคราะห์ธาตุองค์ประกอบของสารตัวอย่างได้จากบริเวณที่ต้องการจะศึกษาจริง (กัลยาภรณ์ จันตรี 2543 : 32)

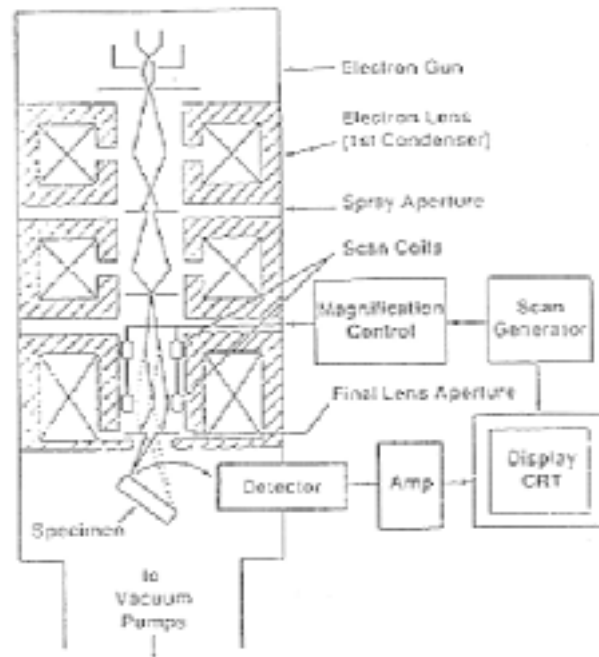
1.10.2 หลักการทำงานของเครื่อง Scanning Electron Microscope and Energy Dispersive X – ray Microanalysis System (SEM – EDS)

เครื่อง SEM จะประกอบด้วยส่วนประกอบที่สำคัญต่าง ๆ ดังแสดงในรูปที่ 1.17 เมื่อพิจารณาหลักการทำงานของเครื่องสามารถแบ่งออกเป็น 3 ระบบ คือ

- (1) ระบบผลิตลำอิเล็กตรอน
- (2) ระบบการจับและถ่ายทอดสัญญาณ
- (3) ระบบการสร้างภาพระบบการผลิตอิเล็กตรอน

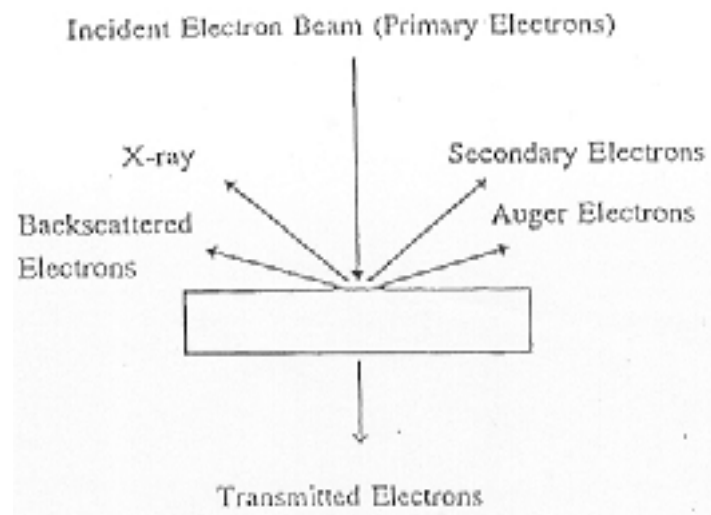
ระบบการผลิตลำอิเล็กตรอน

ในระบบนี้การสร้างลำอิเล็กตรอนจะถูกสร้างขึ้นในส่วนประกอบของเครื่อง ที่เรียกว่า ปืนอิเล็กตรอน (electron gun) ซึ่งในปืนอิเล็กตรอน ประกอบด้วยไส้หลอด (filament) ส่วนมากใช้โลหะทังสเตนต่ออยู่กับเครื่องกำเนิดไฟฟ้า ทำหน้าที่เป็นขั้วแคโทด Wehnelt cap ทำหน้าที่เป็นขั้วแอโนด เมื่อให้ค่าความต่างศักย์เข้าไปสูงเกินกว่าค่า work function ของโลหะทังสเตน อิเล็กตรอนจากไส้หลอดจะหลุดออกมาแล้ววิ่งไปยังขั้วแอโนด โดยวิ่งผ่าน Wehnelt cap หรือ Grid cap ทำหน้าที่ควบคุมให้อิเล็กตรอนวิ่งออกจากขั้วแคโทดเป็นลำผ่านไปยังขั้วแอโนด จากนั้นลำอิเล็กตรอนจะถูก condense ให้เป็นลำโดยอิเล็กตรอนเลนส์ซึ่งทำหน้าที่เป็น condenser lens เพื่อบังคับให้ลำอิเล็กตรอน วิ่งไปยังตัวอย่างที่ต้องการจะวิเคราะห์ (กัลยาภรณ์ จันตรี 2543 : 33)



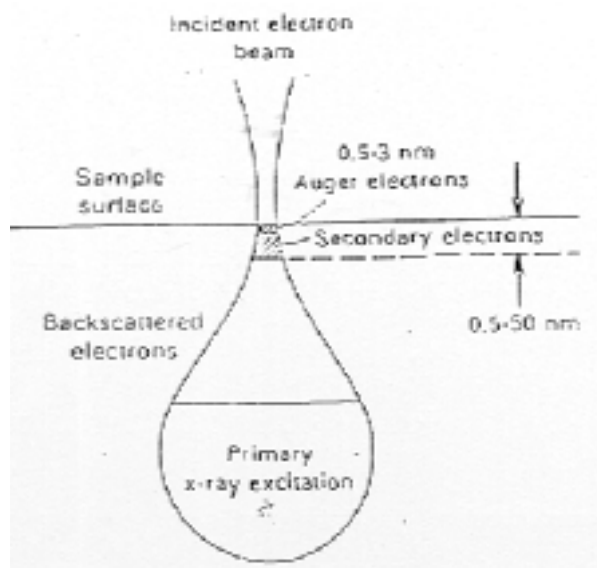
รูปที่ 1.17 ส่วนประกอบของเครื่อง SEM

ที่มา : กัลยาภรณ์ จันตรี, "การวิเคราะห์สัณฐานในไมโครและเปลือกข้าวโดยเทคนิคสเปกโตรโฟโตเมตรีและเอกซเรย์ไมโครนาไลซ์สผ่านกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด," วิทยานิพนธ์ปริญญาามหาบัณฑิต สาขาวิชาเคมีศึกษา, บัณฑิตวิทยาลัย, มหาวิทยาลัยศิลปากร, 2543: 33



รูปที่ 1.18 แสดงสัญญาณที่เกิดจากการที่อิเล็กตรอนชนกับชิ้นงาน

ที่มา : กัลยาภรณ์ จันตรี, "การวิเคราะห์สัณฐานในไมโครและเปลือกข้าวโดยเทคนิคสเปกโตรโฟโตเมตรีและเอกซเรย์ไมโครนาไลซ์สผ่านกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด," วิทยานิพนธ์ปริญญาามหาบัณฑิต สาขาวิชาเคมีศึกษา, บัณฑิตวิทยาลัย, มหาวิทยาลัยศิลปากร, 2543: 34



รูปที่ 1.19 แสดงสัญญาณที่เกิดขึ้นที่ความลึกต่าง ๆ กันของวัตถุตัวอย่าง
เมื่อลำอิเล็กตรอนวิ่งชนวัตถุ

ที่มา : กัลยาภรณ์ จันตรี, "การวิเคราะห์หิซิลิคอนในใบข้าวและเปลือกข้าวโดยเทคนิคสเปกโทรโฟโตเมตรีและเอกซเรย์ไมโครอนาไลซิสผ่านกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด," วิทยานิพนธ์ปริญญาโทมหาบัณฑิต สาขาวิชาเคมีศึกษา, บัณฑิตวิทยาลัย, มหาวิทยาลัยศิลปากร, 2543: 34

เมื่ออิเล็กตรอนวิ่งชนวัตถุที่นำมาทดสอบ จะเกิดปรากฏการณ์ต่าง ๆ ขึ้นโดยพลังงานส่วนหนึ่งของอิเล็กตรอนจะสูญเสียไปเป็นพลังงานความร้อนและพลังงานที่เหลือจะทำให้เกิดสัญญาณต่าง ๆ ตามความลึกของอิเล็กตรอน ที่กระทบกับวัตถุ ดังรูปที่ 1.18 และ 1.19 ตามลำดับ เมื่ออิเล็กตรอนกระทบวัตถุ จะมีปรากฏการณ์เกี่ยวกับอิเล็กตรอนและรังสีเอกซ์ ดังรายละเอียดต่อไปนี้

(ก) อิเล็กตรอนทุติยภูมิ (Secondary Electron : SE)

เกิดจากอิเล็กตรอนปฐมภูมิ (Primary Electron : PE)ชนกับอิเล็กตรอนในแถบนำ (conduction) ซึ่งเกาะอยู่กับวงโคจรอย่างหลวม ๆ ทำให้อิเล็กตรอนในแถบนำหลุดออกมา พลังงานของอิเล็กตรอนทุติยภูมิอยู่ในช่วง 0 – 50 eV

(ข) อิเล็กตรอนสะท้อนกลับ (Back Scattered Electrons : BSE)

เป็นส่วนหนึ่งของอิเล็กตรอนปฐมภูมิที่สะท้อนกลับ เมื่อพุ่งชนกับชิ้นงานตัวอย่าง พลังงานของอิเล็กตรอนที่สะท้อนกลับนี้มีค่าเกือบเท่ากับระดับพลังงานของอิเล็กตรอนปฐมภูมิ

(ค) ไอเจอร์อิเล็กตรอน (Auger Electron : AE)

เกิดจากรังสีเอกซ์เฉพาะตัว โดยที่อิเล็กตรอนปฐมภูมิมีพลังงานกับอิเล็กตรอนในวงโคจรวงนอก เช่น วงโคจร L หรือ M เป็นต้น ไอเจอร์อิเล็กตรอนมีระดับพลังงานในช่วง 0.05 ถึง 2 KeV ใช้ประโยชน์สำหรับวิเคราะห์ธาตุได้เช่นเดียวกับรังสีเอกซ์

(ง) อิเล็กตรอนทะลุผ่าน (Transmittee Electrons : TE)

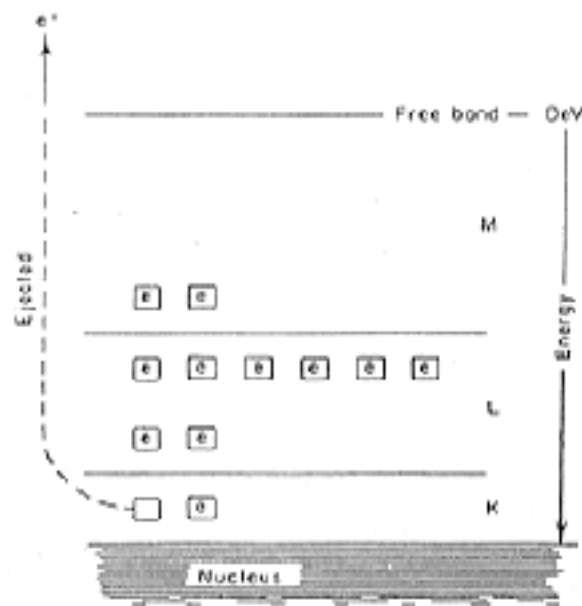
ในกรณีที่ชิ้นงานตัวอย่างมีขนาดบางมาก (ช่วงประมาณ 1 ไมโครเมตร) ส่วนหนึ่งของอิเล็กตรอนปฐมภูมิจะทะลุผ่านตัวอย่างได้ อิเล็กตรอนที่ทะลุผ่านดังกล่าวใช้ประโยชน์ในการศึกษาลักษณะโครงสร้างภาคตัดขวางของสารในกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอน

(จ) รังสีเอกซ์เฉพาะตัว (Characteristic X – ray)

เกิดจากการที่อิเล็กตรอนปฐมภูมิซึ่งมีพลังงานสูงพอที่จะพุ่งชนอิเล็กตรอนที่อยู่ในวงโคจรที่ใกล้นิวเคลียสให้หลุดออกจากวงโคจร ทำให้เกิดที่ว่างในวงโคจรนั้น อิเล็กตรอนในวงโคจรถัดไป (วงนอก) ซึ่งมีพลังงานสูงกว่าจะกระโดดเข้ามาแทนที่พร้อมทั้งปล่อยพลังงานส่วนเกินออกมาในรูปรังสีเอกซ์ ธาตุแต่ละธาตุจะปล่อยรังสีออกมาในรูปรังสีเอกซ์ และธาตุแต่ละธาตุจะปล่อยรังสีเอกซ์ออกมาในระดับพลังงานที่มีลักษณะเฉพาะตัวที่ไม่ซ้ำกับธาตุอื่น เราจึงสามารถทราบชนิดของธาตุได้อย่างแม่นยำ โดยพิจารณาจากค่าพลังงานของรังสีเอกซ์และระบบการวิเคราะห์รังสีเอกซ์แบบ EDS สามารถวิเคราะห์ทุกธาตุที่มีอยู่ในตัวอย่างได้เพียงไม่กี่วินาที รูปที่ 1.20 และรูปที่ 1.21 เป็นตัวอย่างของธาตุแมกนีเซียม (Mg) เมื่อได้รับพลังงานมากเกินไป จึงทำให้อิเล็กตรอนวงนอกสุด (K – Shell) หลุดออกไป ดังรูปที่ 1.20 และอิเล็กตรอนในชั้นถัดไป จะเข้ามาแทนที่ ดังรูปที่ 1.21 ซึ่งจะคายพลังงานเฉพาะค่าของธาตุนั้น ๆ ออกมา

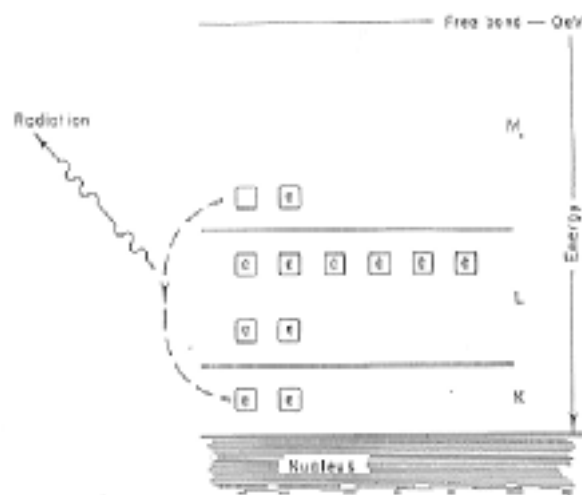
โดยระบบ EDS อาศัยหลักการดูดพลังงานของตัวเอง (self absorption) คือ เมื่อมีรังสีแม่เหล็กไฟฟ้าที่มีพลังงานเพียงพอกระทบอะตอม อาจทำให้อิเล็กตรอนชั้นในหลุดออกมาและเมื่อทำให้อะตอมกลับสู่สภาวะปกติ อิเล็กตรอนวงนอกจะเข้ามาแทนที่ ซึ่งจะปลดปล่อยพลังงานเท่ากับความแตกต่างระหว่างสภาวะเริ่มต้นกับสภาวะสุดท้าย ซึ่งเป็นลักษณะเฉพาะของธาตุ โดยดูจากสเปกตรัมดังกล่าวจะเป็นตัวบ่งบอกลักษณะของแต่ละธาตุองค์ประกอบว่าเป็นธาตุอะไร

โดยการวิเคราะห์นี้มีค่าจำกัดที่สามารถวิเคราะห์องค์ประกอบธาตุที่ผิววัตถุ ความลึกไม่เกิน 1 ไมโครเมตรเท่านั้นและการเคลือบผิวของชิ้นงานตัวอย่างเพื่อป้องกันการเกิด charging ต้องไม่หนามาก สำหรับวัสดุที่ใช้ในการเคลือบผิวด้วยเครื่องมือส่วนมากนิยมใช้คาร์บอนหรือทอง และ วัสดุที่ได้จากวัสดุที่ใช้เคลือบผิวจะต้องไม่รบกวนสัญญาณที่ต้องการวิเคราะห์



รูปที่ 1.20 อิเล็กตรอนวงนอก ของชั้น K-shell ของแมกนีเซียมหลุดออกไป

ที่มา : กัลยาภรณ์ จันตรี, “การวิเคราะห์ซีลิกอนในใบข้าวและเปลือกข้าวโดยเทคนิคสเปกโตรโฟโตเมตรีและเอกซเรย์ไมโครนาไลซ์สผ่านกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด,” วิทยานิพนธ์ปริญญาามหาบัณฑิต สาขาวิชาเคมีศึกษา, บัณฑิตวิทยาลัย, มหาวิทยาลัยศิลปากร, 2543: 36



รูปที่ 1.21 อิเล็กตรอนชั้นนอกของ K-shell ของแมกนีเซียมหลุดออกไป อิเล็กตรอนชั้นถัดไป

จะเข้ามาแทนที่ซึ่งจะคายพลังงานที่เหลือออกมาในรูปรังสีเอกซ์ซึ่งเป็นลักษณะเฉพาะของธาตุ
ที่มา : กัลยาภรณ์ จันตรี, “การวิเคราะห์ซีลิกอนในใบข้าวและเปลือกข้าวโดยเทคนิคสเปกโตรโฟโตเมตรีและเอกซเรย์ไมโครนาไลซ์สผ่านกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด,” วิทยานิพนธ์ปริญญาามหาบัณฑิต สาขาวิชาเคมีศึกษา, บัณฑิตวิทยาลัย, มหาวิทยาลัยศิลปากร, 2543: 36

(จ) การเกิดภาพในระบบ SEM

สำหรับเครื่อง SEM ตัวอย่างแสดงในรูปที่ 1.23 นั้น สัญญาณที่นำมาใช้ในการสร้างภาพโดยทั่วไปเป็นสัญญาณจาก secondary electrons ในกรณีที่ใช้งานพิเศษยังมีการนำ backscattered electrons ซึ่งเป็นอิเล็กตรอนปฐมภูมิ ที่สะท้อนกลับ มาสร้างภาพได้ด้วย เรียกภาพ BE

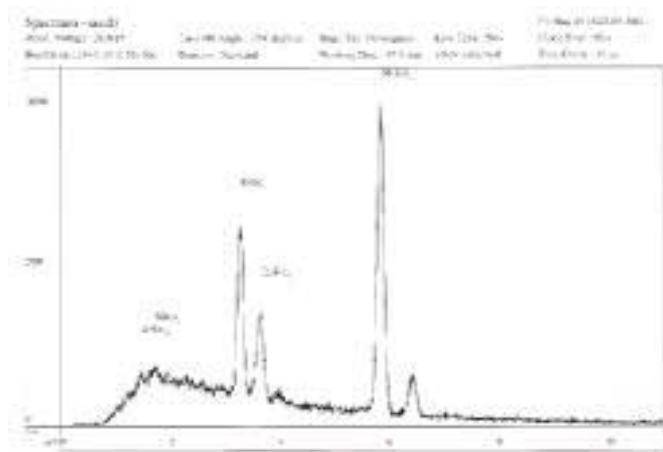
ภาพที่เกิดจาก Scanning Electron Microscope จะเป็นภาพที่เกิดจากการสแกนลำแสงอิเล็กตรอนบนวัตถุที่นำมาทดสอบแต่ละจุดแล้วนำจุดเหล่านั้นมาต่อกัน โดยในแต่ละภาพที่สร้างขึ้น จะใช้จุดสัญญาณไม่ต่ำกว่า 4 ล้านจุด การสแกนจะเร็วมากจนกระทั่งเห็นเป็นภาพต่อเนื่องกัน (กัลยาภรณ์ จันทร์ 2543 :35-37)

(ข) การวิเคราะห์องค์ประกอบของวัสดุ

เนื่องจากเครื่อง SEM ไม่สามารถบอกความแตกต่างของวัสดุผสมตั้งแต่ 2 ชนิดขึ้นไป ที่มีเฟสคล้ายกันได้เพียงลำพัง จึงมีการใช้เครื่อง Energy Dispersive Spectrometer (EDS) หรือ Wave length Dispersive Spectrometer (WDS) ร่วมกับเครื่อง SEM เพื่อวิเคราะห์ธาตุบนพื้นผิวนั้น ๆ

ระบบวิเคราะห์รังสีเอกซ์แบบ EDS เป็นระบบวิเคราะห์ธาตุที่นิยมใช้กันมากในกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอน เพราะติดตั้งเข้ากับกล้องจุลทรรศน์แบบสแกนนิ่งได้ง่าย สามารถวิเคราะห์ธาตุที่มีอยู่ในตัวอย่างได้ในเวลาเพียงไม่กี่วินาที แต่มีข้อเสียตรงที่ไม่สามารถจะวิเคราะห์ธาตุที่เบากว่าโซเดียม (Na^{11}) ได้ และหัววัดแบบกึ่งตัวนำที่ใช้วัดรังสีให้มีอุณหภูมิต่ำ (-179°C) โดยใช้ไนโตรเจนเหลวหล่อเย็นอยู่ตลอดเวลา ทำให้สิ้นเปลืองค่าใช้จ่ายสูง

เครื่อง EDS อาศัยหลักการดูดพลังงานตัวเอง (self absorption) คือ เมื่อมีรังสีแม่เหล็กไฟฟ้าที่มีพลังงานเพียงพอกระทบอะตอม อาจทำให้อิเล็กตรอนชั้นในหลุดออกมาและเพื่อให้อะตอมกลับสู่สภาวะปกติ อิเล็กตรอนวงนอกจะเข้ามาแทนที่ ซึ่งจะปลดปล่อยพลังงานเท่ากับ ความแตกต่างระหว่างสภาวะเริ่มต้นกับสภาวะสุดท้าย ซึ่งเป็นลักษณะเฉพาะของธาตุ โดยดูจากสเปกตรัมดังกล่าว จะเป็นตัวบอกลักษณะของแต่ละธาตุว่าเป็นธาตุอะไร ดังตัวอย่างการวิเคราะห์หาแมงกานีส (Mn) และ โพแทสเซียม (K) บน coated polyamide ชนิดเม็ด ซึ่งจะเห็นได้ว่า coated polyamide นั้นนอกจากจะมี แมงกานีส และ โพแทสเซียม เป็นธาตุองค์ประกอบที่มีปริมาณมากแล้ว ยังมีธาตุอื่น ๆ เป็นองค์ประกอบอยู่ด้วย คือ อลูมิเนียม (Al) แคลเซียม (Ca) และ ซิลิคอน (Si) ดังรูปที่ 1.22



รูปที่ 1.22 การวิเคราะห์หาธาตุที่เป็นองค์ประกอบ บน coated polyamide แบบเม็ด พบว่ามี แมงกานีส (Mn) โพแทสเซียม (K) อลูมิเนียม (Al) แคลเซียม (Ca) และ ซิลิคอน (Si) เป็นองค์ประกอบ



รูปที่ 1.23 เครื่อง Scanning Electron Microscope (Cam Scan Analytical, Maxim 2000)



รูปที่ 1.24 เครื่องเคลือบคาร์บอน (Cressington)

มหาวิทยาลัยศิลปากร สงวนลิขสิทธิ์

บทที่ 2

วิธีการทดลอง

การศึกษาวิจัยนี้จะศึกษาลักษณะทั่วไปของ coated polyamide ก่อน โดยจะศึกษาการเคลือบ polyamide การละลายแมงกานีสไดออกไซด์ การวิเคราะห์หาปริมาณของแมงกานีสโพแทสเซียมบน coated polyamide ต่อไปจะศึกษาการดูดซับสารตัวอย่างแบบเรียงที่สภาวะต่าง ๆ เพื่อหาสภาวะที่เหมาะสมและศึกษาการรบกวนของสารบางชนิดที่ทำให้การดูดซับแบบเรียงบนพื้นผิวของแมงกานีสไดออกไซด์ลดลง หลังจากนั้นจะเป็นการศึกษาการดูดซับเรเดียมบนพื้นผิวของแมงกานีสไดออกไซด์ต่อไป

2.1 เครื่องมือและอุปกรณ์

2.1.1 Atomic Absorption Spectrophotometer (SpectrAA 250 plus)

2.1.2 Inductively Coupled Plasma spectrophotometer

2.1.3 Liquid Scintillation Counter

2.1.4 Scanning Electron Microscope and Energy Dispersive

X – Ray Microanalysis System (Cam Scan Maxim 2000)

2.1.5 เครื่องชั่งชนิดละเอียด

2.1.6 Hotplate Magnetic Stirrer

2.1.7 pH meter (Metrohm)

2.1.8 บีกเกอร์ ขนาด 100, 250, 400 ml

2.1.9 ปิเปตต์ ขนาด 1, 2, 3, 4, 5, 10, 15, 20, 25, 50 ml

2.1.10 เทอร์โมมิเตอร์ 0 – 100 °C

2.1.11 ขวดปริมาตร ขนาด 50, 100, 500, 1000 ml

2.1.12 หลอดหยด

2.1.13 เครื่องเป่าลม

2.2 สารเคมี

รายชื่อสารเคมีที่ใช้ บริษัทผู้ผลิต และเกรด แสดงในตารางที่ 2.1

ตารางที่ 2.1 รายชื่อสารเคมี บริษัทผู้ผลิต และเกรด

ลำดับที่	สารเคมี	บริษัทผู้ผลิต	เกรด
1	Barium chloride dihydrate	Fluka AG	AR Grade
2	Barium nitrate	Fluka AG	AR Grade
3	Calcium carbonate	B.H.D. Chem.Ltd.	AnalaR
4	Calcium nitrate tetrahydrate	Fluka AG	Purum p.a.
5	Deionized water	ภาควิชาเคมี	-
6	Isopropyl alcohol (2 – propanol)	Merck	Pro Analysis
7	Magnesium chloride hexahydrate	Fluka AG	Purum p.a.
8	Magnesium nitrate	B.H.D. Chem. Ltd.	AAS Grade
9	Manganese nitrate	Fluka AG	AAS Grade
10	Nitric acid	B.H.D. Chem. Ltd.	AnalaR
11	Oxalic acid anhydrous (purum 97 %)	Fluka AG	AR Grade
12	Polyamide Nylon 6,6 (PA 6,6) ชนิดเม็ด ขนาด 0.3 x 0.3 x 0.3 cm	Goodfellow Cambridge Limited	
13	Polyamide Nylon 6,6 (PA 6,6) ชนิดแผ่น ขนาด 1.0 x 1.0 x 0.05 cm	Goodfellow Cambridge Limited	
14	Potassium nitrate	B.H.D. chem. Ltd	AnalaR
15	Potassium permanganate	Fluka AG	Purum p.a.
16	Radium	-	-
17	Sodium chloride	Fluka AG	Purum p.a.
18	Sodium nitrate	Fluka AG	Purum p.a.
19	Strontium nitrate anhydrous	B.H.D. chem. Ltd	AnalaR

2.3 การเตรียมสารและสารละลาย

2.3.1 การเตรียม polyamide รูปร่างต่าง ๆ

2.3.1.1 polyamide nylon 6,6 ชนิดเม็ดสีเหลืองลูกบาศก์

นำ polyamide nylon 6,6 ชนิดเม็ด จำนวน 20 g หาความยาวเฉลี่ยของแต่ละด้าน ได้ขนาด $0.30 \times 0.26 \times 0.20$ cm พื้นที่ผิวสัมผัสเท่ากับ 0.38 cm²ต่อเม็ด

2.3.1.2 polyamide nylon 6,6 รูปสี่เหลี่ยม

นำ polyamide nylon 6,6 ขนาด $10 \times 10 \times 0.05$ cm ตัดเป็นรูปสี่เหลี่ยมให้มีขนาด $0.5 \times 1.0 \times 0.05$ cm ปริมาณ 20 g หาพื้นที่ผิวสัมผัสเฉลี่ยได้ 1.15 cm²ต่อแผ่น และรูปสี่เหลี่ยมขนาด $2.0 \times 2.0 \times 0.05$ cm หาพื้นที่ผิวสัมผัสเฉลี่ยได้ 8.41 cm²ต่อแผ่น

2.3.1.3 polyamide nylon 6,6 รูปวงกลม

นำ polyamide nylon 6,6 ขนาด $10 \times 10 \times 0.05$ cm ตัดเป็นรูปวงกลม ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 1.60 cm ปริมาณ 20 g หาเส้นผ่านศูนย์กลางเฉลี่ยได้ 1.60 cm หาพื้นที่ผิวสัมผัสได้ 4.27 cm²ต่อแผ่น และรูปวงกลมขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 2.26 cm ปริมาณ 20 g หาเส้นผ่านศูนย์กลางเฉลี่ยได้ 2.26 cm หาพื้นที่ผิวสัมผัสได้ 8.40 cm²ต่อแผ่น

2.3.2 การเคลือบ polyamide nylon 6,6 (กลางพล กมลโชติ 2542 : 3)

- 1) ใส่โพแทสเซียมเปอร์แมงกาเนต (KMnO_4) 2.0 g ลงในบีกเกอร์ ขนาด 400 ml ซึ่งมีน้ำกลั่นปราศจากไอออน ปริมาตร 160 ml
- 2) ใช้อะลูมิเนียมฟอยล์ห่อหุ้มบีกเกอร์โดยรอบป้องกันไม่ให้ถูกแสงแล้วเสียบเทอร์โมมิเตอร์ ให้ความร้อนโดยใช้ stirring hotplate จนมีอุณหภูมิถึง 85 °C คนสารตลอดเวลาโดยใช้ magnetic bar จากนั้นลดอุณหภูมิลงเหลือ 70 °C
- 3) ชั่ง polyamide nylon 6,6 ชนิดเม็ด 20 g ใส่ลงในบีกเกอร์ แล้วให้ความร้อนต่อไปโดยให้อุณหภูมิคงที่ที่ 70 °C เป็นเวลา 1 ชั่วโมง
- 4) ล้าง polyamide ที่เคลือบด้วยแมงกานีสไดออกไซด์ด้วยน้ำกลั่นปราศจากไอออนหลายๆ ครั้ง จนน้ำกลั่นไม่มีสีม่วง แล้วล้าง ด้วย 2-propanol หลายๆ ครั้ง ใช้เครื่องเป่าลมเป่าจนแห้ง
- 5) ทดลองเช่นเดียวกัน แต่เปลี่ยน polyamide เป็นรูปสี่เหลี่ยม และรูปวงกลม
- 6) เก็บ polyamide ที่เคลือบด้วยแมงกานีสไดออกไซด์แล้ว ใน desicator เพื่อไว้ใช้ศึกษาต่อไป

2.3.3 เตรียมสารละลายต่าง ๆ

2.3.3.1 สารละลาย oxalic acid อิ่มตัว

ละลาย oxalic acid ในน้ำกลั่นปราศจากไอออนปริมาตร 250 ml จนกระทั่งได้สารละลายอิ่มตัว ตั้งทิ้งไว้ให้ตกตะกอน แล้วกรอง เก็บสารละลายอิ่มตัวนี้ไว้สำหรับศึกษาการละลายของแมงกานีสไดออกไซด์ ที่เคลือบบน polyamide

2.3.3.2 สารละลาย oxalic acid เข้มข้น 1.0 M

ชั่ง oxalic acid 12.6070 g ด้วยเครื่องชั่งชนิดละเอียด ละลายด้วยน้ำกลั่นปราศจากไอออนแล้วปรับปริมาตรให้ครบ 100 ml ในขวดปริมาตรจะได้สารละลาย oxalic acid เข้มข้น 1.0 M

2.3.3.3 สารละลาย oxalic acid เข้มข้น 0.5 M

ชั่ง oxalic acid 6.3035 g ด้วยเครื่องชั่งชนิดละเอียด ละลายด้วยน้ำกลั่นปราศจากไอออน แล้วปรับปริมาตรให้ครบ 100 ml ในขวดปริมาตร จะได้สารละลาย oxalic acid เข้มข้น 0.5 M

2.3.3.4 สารละลาย oxalic acid เข้มข้น 0.1 M

ชั่ง oxalic acid 1.2607 g ด้วยเครื่องชั่งชนิดละเอียด ละลายด้วยน้ำกลั่นปราศจากไอออน แล้วปรับปริมาตรให้ครบ 100 ml ในขวดปริมาตร จะได้สารละลาย oxalic acid เข้มข้น 0.1 M

2.3.3.5 สารละลายมาตรฐานของแมงกานีส เข้มข้น 100 ppm

ปิเปตต์สารละลายมาตรฐานของแมงกานีสเข้มข้น 1000 ppm ปริมาตร 10 ml ใส่ในขวดปริมาตรขนาด 100 ml เติม 1% HNO_3 จนมีปริมาตรครบ 100 ml จะได้สารละลายมาตรฐานที่มีแมงกานีส 100 ppm

2.3.3.6 สารละลายมาตรฐานของแมงกานีส เข้มข้น 1, 2, 3, 4, 5 ppm

ปิเปตต์สารละลายมาตรฐานของแมงกานีสเข้มข้น 100 ppm (จากข้อ 2.3.3.5) ให้มีปริมาตร 1 ml ใส่ในขวดปริมาตรขนาด 100 ml เติม 1% HNO_3 จนมีปริมาตรครบ 100 ml จะได้สารละลายมาตรฐานที่มีแมงกานีส 1 ppm

เตรียมสารละลายมาตรฐานของแมงกานีสเข้มข้น 2, 3, 4, 5 ppm โดยทำแบบเดียวกัน แต่เปลี่ยนปริมาตรเป็น 2, 3, 4, 5 ml ตามลำดับ

2.3.3.7 สารละลายมาตรฐานของแบเรียม เข้มข้น 1000 ppm

ชั่ง $\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ (AR Grade) 1.7788 g ด้วยเครื่องชั่งชนิดละเอียด ละลายในน้ำกลั่นปราศจากไอออน แล้วปรับปริมาตรให้ครบ 1000 ml ในขวดปริมาตร จะได้สารละลายของ

แบเรียมเข้มข้น 1000 ppm ของแบเรียม

2.3.3.8 สารละลายมาตรฐานของแบเรียมเข้มข้น 100 ppm

ปิเปตต์สารละลายมาตรฐานของแบเรียมเข้มข้น 1000 ppm (จากข้อ 2.3.3.7) ให้มีปริมาตร 10 ml ใส่ในขวดปริมาตร ขนาด 100 ml เติมน้ำกลั่นปราศจากไอออน จนมีปริมาตรครบ 100 ml จะได้สารละลายมาตรฐานที่มีแบเรียมเข้มข้น 100 ppm

2.3.3.9 สารละลายมาตรฐานของแคลเซียมเข้มข้น 1000 ppm

ชั่ง CaCO_3 0.2497 g (เครื่องชั่งชนิดละเอียด) ละลายใน 1 : 4 HNO_3 เล็กน้อย แล้วเติมน้ำกลั่นปราศจากไอออน จนมีปริมาตรครบ 100 ml ในขวดปริมาตร จะได้สารละลายมาตรฐานของแคลเซียม ที่มีแคลเซียม 1000 ppm

เตรียมสารละลายมาตรฐานของแคลเซียมเข้มข้น 100 ppm โดยการปิเปตต์สารละลายมาตรฐานแคลเซียมเข้มข้น 1000 ppm ปริมาตร 10 ml ใส่ในขวดปริมาตรขนาด 100 ml เติมน้ำกลั่นปราศจากไอออน จนมีปริมาตรครบ 100 ml จะได้สารละลายมาตรฐานของแคลเซียมที่มีแคลเซียมเข้มข้น 100 ppm

2.3.3.10 สารละลายมาตรฐานของแมกนีเซียมเข้มข้น 100 ppm

ปิเปตต์สารละลายมาตรฐานของแมกนีเซียม (AAS Grade) ที่มีแมกนีเซียมเข้มข้น 1000 ppm ปริมาตร 10 ml ใส่ในขวดปริมาตรขนาด 100 ml เติม 1 % HNO_3 จนมีปริมาตรครบ 100 ml จะได้สารละลายมาตรฐานของแมกนีเซียมที่มีแมกนีเซียมเข้มข้น 100 ppm

2.3.3.11 สารละลายมาตรฐานของโซเดียมเข้มข้น 1000 ppm

ชั่ง NaCl 0.2542 g (เครื่องชั่งชนิดละเอียด) ละลายในน้ำกลั่นปราศจากไอออน แล้วปรับปริมาตรให้ครบ 100 ml ในขวดปริมาตร จะได้สารละลายมาตรฐานของโซเดียมเข้มข้น 1000 ppm

เตรียมสารละลายมาตรฐานของโซเดียมเข้มข้น 100 ppm โดยการปิเปตต์สารละลายมาตรฐานของโซเดียมเข้มข้น 1000 ppm ปริมาตร 10 ml ใส่ในขวดปริมาตรขนาด 100 ml เติมน้ำกลั่นปราศจากไอออนจนมีปริมาตรครบ 100 ml จะได้สารละลายมาตรฐานโซเดียมที่มี โซเดียมเข้มข้น 100 ppm

2.3.3.12 สารละลายมาตรฐานของโพแทสเซียมเข้มข้น 1000 ppm

ชั่ง KNO_3 0.2586 g (เครื่องชั่งละเอียด) ละลายในน้ำกลั่นปราศจากไอออน แล้วทำให้มีปริมาตรครบ 100 ml ในขวดปริมาตร จะได้สารละลายมาตรฐานที่มีโพแทสเซียมเข้มข้น 1000 ppm

เตรียมสารละลายมาตรฐานของโพแทสเซียม เข้มข้น 100 ppm โดยการปิเปตต์สารละลายมาตรฐานโพแทสเซียมเข้มข้น 1000 ppm ปริมาตร 10 ml ใส่ในขวดปริมาตรขนาด 100 ml เติมน้ำกลั่นปราศจากไอออนจนมีปริมาตรครบ 100 ml จะได้สารละลายมาตรฐานของโพแทสเซียมที่มี โพแทสเซียมเข้มข้น 100 ppm

2.3.3.13 สารละลายตัวอย่างของแบเรียม เข้มข้น 1000 ppm

ซึ่ง $\text{Ba}(\text{NO}_3)_2$ 0.1903 g ละลายในน้ำกลั่นปราศจากไอออน แล้วปรับปริมาตรให้ครบ 100 ml ในขวดปริมาตร จะได้สารละลายตัวอย่างที่มีแบเรียมเข้มข้น 1000 ppm

เตรียมสารละลายตัวอย่างที่มีแบเรียม เข้มข้น 100 ppm โดยการปิเปตต์สารละลายตัวอย่างแบเรียมเข้มข้น 1000 ppm ปริมาตร 10 ml ใส่ในขวดปริมาตรขนาด 100 ml เติมน้ำกลั่นปราศจากไอออนจนมีปริมาตรครบ 100 ml จะได้สารละลายตัวอย่างที่มีแบเรียมเข้มข้น 100 ppm

2.3.3.14 สารละลายตัวอย่างของแคลเซียม เข้มข้น 1000 ppm

ซึ่ง $\text{Ca}(\text{NO}_3)_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ 0.5892 g ละลายในน้ำกลั่นปราศจากไอออน แล้วปรับปริมาตรครบ 100 ml ในขวดปริมาตร จะได้สารละลายตัวอย่างแคลเซียมที่มีแคลเซียม 1000 ppm

เตรียมสารละลายตัวอย่างแคลเซียมเข้มข้น 100 ppm โดยการปิเปตต์สารละลายตัวอย่างแคลเซียมเข้มข้น 1000 ppm ปริมาตร 10 ml ใส่ในขวดปริมาตรขนาด 100 ml เติมน้ำกลั่นปราศจากไอออนจนมีปริมาตรครบ 100 ml จะได้สารละลายตัวอย่างของแคลเซียมที่มีแคลเซียมเข้มข้น 100 ppm

2.3.3.15 สารละลายตัวอย่างของแมกนีเซียม เข้มข้น 1000 ppm

ซึ่ง $\text{MgCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ 0.8365 g ละลายในน้ำกลั่นปราศจากไอออน แล้วปรับปริมาตรให้ครบ 100 ml ในขวดปริมาตรจะได้สารละลายตัวอย่างที่มีแมกนีเซียมเข้มข้น 1000 ppm

เตรียมสารละลายตัวอย่างแมกนีเซียม เข้มข้น 100 ppm โดยการปิเปตต์สารละลายแมกนีเซียมเข้มข้น 1000 ppm ปริมาตร 10 ml ใส่ในขวดปริมาตรขนาด 100 ml เติมน้ำกลั่นปราศจากไอออน จนมีปริมาตรครบ 100 ml จะได้สารละลายตัวอย่างที่มีแมกนีเซียมเข้มข้น 100 ppm

2.3.3.16 สารละลายตัวอย่างของโซเดียม เข้มข้น 1000 ppm

ซึ่ง NaNO_3 0.3698 g ละลายในน้ำกลั่นปราศจากไอออน แล้วปรับปริมาตรครบ 100 ml ในขวดปริมาตร จะได้สารละลายตัวอย่างที่มีโซเดียมเข้มข้น 1000 ppm

เตรียมสารละลายตัวอย่างโซเดียม เข้มข้น 100 ppm โดยการปิเปตต์สารละลายตัวอย่างโซเดียมเข้มข้น 1000 ppm ปริมาตร 10 ml ใส่ในขวดปริมาตรขนาด 100 ml เติมน้ำกลั่นปราศจากไอออน จนมีปริมาตรครบ 100 ml จะได้สารละลายตัวอย่างโซเดียมเข้มข้น 100 ppm

2.3.3.17 สารละลายตัวอย่างของโพแทสเซียม เข้มข้น 1000 ppm

ชั่ง KNO_3 0.2586 g ละลายในน้ำกลั่นปราศจากไอออน แล้วปรับปริมาตรครบ 100 ml ในขวดปริมาตร จะได้สารละลายตัวอย่างที่มีโพแทสเซียมเข้มข้น 1000 ppm

เตรียมสารละลายตัวอย่างโพแทสเซียม เข้มข้น 100 ppm โดยการปิเปตต์สารละลายตัวอย่างโพแทสเซียม เข้มข้น 1000 ppm ปริมาตร 10 ml ใส่ในขวดปริมาตรขนาด 100 ml เติมน้ำกลั่นปราศจากไอออน จนมีปริมาตรครบ 100 ml จะได้สารละลายตัวอย่างที่มีโพแทสเซียมเข้มข้น 100 ppm

2.4 ศึกษาความเข้มข้นที่เหมาะสมของสารละลาย oxalic acid ในการละลายแมงกานีส ไดออกไซด์ที่เคลือบบน polyamide

วิธีทดลอง

1) เตรียม coated polyamide แบบเม็ด , สีเหลืองเล็ก , สีเหลืองใหญ่ , วงกลมเล็ก , วงกลมใหญ่ ตามวิธีการเตรียมในข้อ 2.3.2

2) เตรียมสารละลาย oxalic acid อิมิตัว และเข้มข้น 1.0 M , 0.5 M , 0.1 M ตามวิธีการเตรียมในข้อ 2.3.3.1 , 2.3.3.2 , 2.3.3.3 , 2.3.3.4

3) ชั่ง coated polyamide จากข้อ 1 แบบเม็ด ใส่ลงในบีกเกอร์ขนาด 100 ml ใส่วาง 2 g จำนวน 8 ใบ

4) ปิเปตต์สารละลาย oxalic acid ในข้อ 2 ชนิดละ 10 ml ใส่ลงในบีกเกอร์ที่มี coated polyamide จำนวน 4 ใบ ให้เป็นชุดการทดลองที่ 1 แล้ววางไว้หนึ่ง ๆ

5) ทดลองเช่นเดียวกับข้อ 4 แต่เปลี่ยนเป็น คนสารตลอดเวลา โดยใช้ Magnetic bar เป็นชุดการทดลองที่ 2

6) สังเกตการเปลี่ยนแปลงสีของ coated polyamide ทุก ๆ 30 นาที เป็นเวลา 240 นาที

7) ทำการทดลองเช่นเดียวกัน ตั้งแต่ ข้อ 3 – 6 แต่เปลี่ยนเป็น polyamide แบบ สีเหลือง และ วงกลม

2.5 วิเคราะห์หาปริมาณแมงกานีสบน coated polyamide

2.5.1 หาปริมาณแมงกานีสจาก coated polyamide รูปร่างเหมือนกัน batch เดียวกัน วิธีทดลอง

1) เตรียม coated polyamide แบบเม็ด ตามวิธีการเตรียมในข้อ 2.3.2 แล้วแบ่งออกเป็น 3 ชุด ๆ ละ 117 เม็ด (น้ำหนักประมาณ 2 g)

2) ปิเปตต์ สารละลาย oxalic acid เข้มข้น 0.5 M ใส่ลงใน coated polyamide ทั้ง 3 ชุด ๆ ละ 10 ml ตั้งทิ้งไว้ 4 ชั่วโมง หลังจากนั้นกรองสารละลายใส่ในขวดปริมาตรขนาด 100 ml เติมน้ำ 1 % HNO₃ ลงไปจนมีปริมาตรครบ 100 ml เก็บไว้เป็น stock 1

3) เจือจางสารละลายจาก stock 1 โดยการปิเปตต์สารละลายจาก stock 1 2 ml ใส่ลงในขวดปริมาตรขนาด 50 ml เติมน้ำ 1 % HNO₃ ลงไปจนมีปริมาตรครบ 50 ml แล้วนำไปวิเคราะห์หาปริมาณแมงกานีส ด้วยเทคนิค AAS

4) เตรียมสารละลายจาก coated polyamide แบบเม็ดอีก 3 ครั้งโดยทำตั้งแต่ข้อ 1-3

5) ทดลองเช่นเดียวกันตั้งแต่ข้อ 1 - 4 แต่เปลี่ยน coated polyamide เป็นรูปร่าง สีเหลืองเล็ก จำนวน 67 แผ่น น้ำหนักประมาณ 2 g , สีเหลืองใหญ่ จำนวน 9 แผ่น , วงกลมเล็ก จำนวน 18 แผ่น , วงกลมใหญ่ จำนวน 9 แผ่น

6) เตรียมสารละลายมาตรฐานของแมงกานีสเข้มข้น 1,2,3,4,5 ppm ตามวิธีการเตรียมสารละลายข้อ 2.3.3.6 ในขวดปริมาตรขนาด 100 ml เติมน้ำ สารละลาย oxalic acid เข้มข้น 0.5 M ปริมาตร 0.4 ml แล้วจึงเติมน้ำ 1 % HNO₃ จนมีปริมาตรครบ 100 ml ไว้สำหรับทำกราฟมาตรฐาน โดยใช้เทคนิค AAS

7) เตรียม Blank โดย ปิเปตต์ สารละลาย oxalic acid 0.5 M ปริมาตร 0.2 ml แล้วจึงเติมน้ำ 1% HNO₃ จนมีปริมาตรครบ 50 ml ในขวดปริมาตร

8) Flame Atomic Absorption Spectrophotometry

- Wave length 279.5 nm
- Slit width 0.2 nm
- Air - acetylene
 - Air flow (l/min) 13.5
 - Acetylene flow (l/min) 2.0
 - Replication 3
 - Measurement time 3 s
 - Reslope standard 2

2.5.2 วิเคราะห์หาปริมาณแมงกานีสจาก coated polyamide รูปร่างเหมือนกันต่าง batch กัน

วิธีทดลอง

ทำการทดลองตามแบบ 2.5.1 ในที่นี่จะใช้ข้อมูลจากการทดลองข้อ 2.5.1 ตามตารางผลการทดลองตารางที่ 3.7 – 3.11 มาพิจารณาเปรียบเทียบปริมาณแมงกานีสจาก coated polyamide รูปร่างเหมือนกัน จาก batch 1, 2, 3, 4 โดยใช้ค่าเฉลี่ยเปรียบเทียบ ทำการทดลองแบบเดียวกันแต่เปลี่ยนใช้ coated polyamide รูปร่างสี่เหลี่ยมเล็ก สี่เหลี่ยมใหญ่ วงกลมเล็ก วงกลมใหญ่

2.5.3 วิเคราะห์หาปริมาณแมงกานีสจาก coated polyamide รูปร่างต่างกันต่าง batch กัน

วิธีทดลอง

ทำการทดลองตามแบบ 2.5.1 ในที่นี่จะใช้ข้อมูลจากการทดลองข้อ 2.5.1 ตามตารางผลการทดลอง ตารางที่ 3.7 – 3.11 มาพิจารณาเปรียบเทียบปริมาณแมงกานีส โดยใช้ค่าเฉลี่ยของ batch 1 ของ coated polyamide แต่ละรูปร่างเปรียบเทียบกัน ทำการทดลองและศึกษาแบบเดียวกัน แต่เปลี่ยนเป็น ค่าเฉลี่ยของ batch 2, 3, 4 ของ coated polyamide แต่ละรูปร่าง

2.5.4 วิเคราะห์หาปริมาณแมงกานีส จาก coated polyamide รูปร่างต่างกันจาก batch เดียวกัน

วิธีทดลอง

1) ชั่ง polyamide แบบเม็ด สี่เหลี่ยมเล็ก สี่เหลี่ยมใหญ่ วงกลมเล็ก วงกลมใหญ่ ชนิดละ 4 g รวมกันและเคลือบด้วยแมงกานีสไดออกไซด์ ตามวิธีการเตรียม coated polyamide ข้อ 2.3.2

2) นำ coated polyamide ทั้ง 5 รูปร่าง ๆ ละประมาณ 2 g (นับจำนวนแผ่นตามข้อ 2.5.1 ข้อ 5 แบ่งเป็น 2 ชุด แต่ละชุดใส่บีกเกอร์ ขนาด 100 ml 5 ใบ ๆ ละ 1 รูปร่าง แล้วปิเปตต์สารละลาย oxalic acid 0.5 M ปริมาตร 10 ml ใส่ลงในแต่ละบีกเกอร์ แล้วตั้งไว้ 4 ชั่วโมง

3) กรองเอาสารละลาย เก็บไว้ในขวดปริมาตร แล้วทำให้มีปริมาตรครบ 100 ml โดยใช้ 1% HNO_3

4) เจือจางสารละลายในข้อ 3 โดยปิเปตต์สารละลายมา 2 ml ใส่ลงในขวดปริมาตรขนาด 50 ml แล้วเติม 1 % HNO_3 จนมีปริมาตรครบ 50 ml แล้วนำไปวิเคราะห์หาปริมาณแมงกานีส ด้วยเทคนิค AAS

5) เตรียมสารละลายมาตรฐานของแมงกานีส เข้มข้น 1, 2, 3, 4, 5 ppm และ Blank เช่นเดียวกับข้อ 2.5.1 ข้อที่ 6, 7 และการปรับสภาวะของเครื่อง AAS เช่นเดียวกับข้อ 8

2.6 การวิเคราะห์หาปริมาณโพแทสเซียมบน coated polyamide

2.6.1 หาปริมาณโพแทสเซียมจาก coated polyamide รูปร่างเหมือนกัน จาก batch เดียวกัน

2.6.2 หาปริมาณโพแทสเซียมจาก coated polyamide รูปร่างเหมือนกัน จากต่าง batch กัน

2.6.3 หาปริมาณโพแทสเซียมจาก coated polyamide รูปร่างต่างกัน จากต่าง batch กัน

วิธีทดลอง

1) เตรียม coated polyamide แบบเม็ดตามวิธีการเตรียมในข้อ 2.3.2 แล้วแบ่งออกเป็น 3 ชุด ๆ ละ 117 เม็ด (น้ำหนักประมาณ 2 g)

2) ปิเปตต์สารละลาย oxalic acid เข้มข้น 0.5 M ลงใน coated polyamide ทั้ง 3 ชุด ชุดละ 10 ml ตั้งทิ้งไว้ 4 ชั่วโมง หลังจากนั้น กรองสารละลายใส่ในขวดปริมาตรขนาด 100 ml เติม 1 % HNO_3 ลงไปจนมีปริมาตรครบ 100 ml เก็บไว้เป็น stock 1

3) เจือจางสารละลายจาก stock 1 โดยการปิเปตต์สารละลายจาก stock 1 ปริมาตร 2 ml ใส่ลงในขวดปริมาตรขนาด 50 ml เติม CsCl 0.0634 g (ทำให้มี Cs 1000 ppm) เติม 1 % HNO_3 ลงไปจนมีปริมาตรครบ 50 ml ทำเช่นเดียวกันทั้ง 3 ชุด แล้วนำไปวิเคราะห์หาปริมาณโพแทสเซียม โดยเทคนิค AES

4) เตรียมสารละลาย coated polyamide แบบเม็ดจาก batch เดียวกัน ใหม่อีก 2 ครั้ง แต่ละครั้งเตรียม 3 ชุด โดยทำตั้งแต่ข้อ 1 – 3

5) เตรียมสารละลายมาตรฐานของโพแทสเซียม เข้มข้น 0.5, 1.0, 1.5, 2.0, 2.5 ppm โดยการเจือจางจากสารละลายมาตรฐานของโพแทสเซียมเข้มข้น 100 ppm ในขวดปริมาตรขนาด 100 ml เติม สารละลาย oxalic acid เข้มข้น 0.5 M ปริมาตร 0.4 ml เติม CsCl 0.1267 g แล้วเติมสารละลาย 1 % HNO₃ จนมีปริมาตรครบ 100 ml ไว้สำหรับทำกราฟมาตรฐานโดยใช้เทคนิค AES

6) เตรียม Blank โดยปิเปตต์สารละลาย oxalic acid เข้มข้น 0.5 M ปริมาตร 0.4 ml เติม CsCl 0.1267 g แล้วเติมสารละลาย 1 % HNO₃ จนมีปริมาตรครบ 100 ml ในขวดปริมาตร

7) Flame Atomic Emission Spectrophotometry

- Wave length	766.5 nm
- Slit width	1.0 nm
- Air – acetylene	
- Air flow (l/min)	13.5
- Acetylene flow (l/min)	2.0
- Replication	3
- Measurement time	3 s
- Reslope standard	2

มหาวิทยาลัยศิลปากร สงวนลิขสิทธิ์

2.7 การศึกษาลักษณะของ coated polyamide และหาปริมาณแมงกานีส, โพแทสเซียม โดยใช้เครื่อง Scanning Electron Microscope and Energy Dispersive X – ray Microanalysis System (SEM – EDS)

วิธีทดลอง

1) เตรียม coated polyamide รูปร่าง วงกลม , สีเหลือง , และแบบเม็ด 2 ชุด ต่าง batch กัน อบให้แห้งสนิท

2) นำ coated polyamide นี้ ไปเคลือบคาร์บอน จากนั้นนำไปวิเคราะห์ธาตุแมงกานีส และโพแทสเซียมที่เป็นองค์ประกอบบน coated polyamide โดยใช้ SEM – EDS coated polyamide แต่ละแผ่นจะส่องดู 3 จุด เปรียบเทียบปริมาณแมงกานีสและโพแทสเซียมที่เป็นองค์ประกอบบน coated polyamide แผ่นเดียวกัน และเปรียบเทียบปริมาณแมงกานีสและโพแทสเซียมที่เป็นองค์ประกอบบน coated polyamide จากต่าง batch กัน รูปร่างเดียวกัน และเปรียบเทียบกับ coated polyamide จากต่างรูปร่างกัน

3) การจั้ดสภาวะของเครื่อง SEM – EDS

- Beam Voltage	: 20.00
- Take – off Angle	: 35.00
- Tilt Angle	: 00.00
- Take – off Angle	: 35.00
- Working Distance	: 45.00 mm
- Live Time	: 26.00 – 80.00 s
- Clock Time	: 58.00 – 133.00 s
- Channel Width	: 10 eV
- Time Constance	: 40 μ s
- Detector Type	: Standard
- Comment	:
- Sample Depth	: Bulk
- Sample Type	: Non – Biological
- Quantitative Method	: No Standards
- Computation Method	: ZAF Normalized

2.8 ศึกษาความสามารถของ coated polyamide รูปร่างต่าง ๆ ในการดูดซับแบเรียมบนพื้นผิวของแมงกานีสไดออกไซด์

วิธีทดลอง

- 1) เตรียม coated polyamide รูปร่าง แบบเม็ด, สีเหลืองเล็ก, สีเหลืองใหญ่, วงกลมเล็ก, วงกลมใหญ่ รูปร่าง ละ 2 g จำนวน 3 ชุด
- 2) เตรียมสารละลายตัวอย่างของแบเรียม ตามวิธีการเตรียมสารละลายในข้อ 2.3.3.13 จะได้สารละลายของแบเรียมเข้มข้น 100 ppm จากนั้นเจือจางเหลือ 20 ppm เตรียมให้มีปริมาตรรวม 1500 ml
- 3) ปิเปตต์ สารละลายตัวอย่างแบเรียม ใส่ลงใน coated polyamide แต่ละรูปร่าง

ทุก ๆ ชุดละ 100 ml ปรับ pH ~ 7 แล้วคนสารละลายตลอดเวลาโดยใช้ magnetic bar เป็นเวลา 60 นาที จากนั้นแยก coated polyamide ออกผึ่งให้แห้ง

4) นำ coated polyamide แต่ละรูปร่างมาละลายเอาแมงกานีสไดออกไซด์ ซึ่งดูดซับแบเรียมไว้แล้ว ออกจาก polyamide โดยใช้ สารละลาย oxalic acid 0.5 M ปริมาตร 10 ml ใส่ลงไป ตั้งทิ้งไว้ 4 ชั่วโมง จากนั้นจึงกรองสารละลายของแต่ละรูปร่าง แยกเก็บไว้ในขวดปริมาตร แล้วปรับปริมาตรให้ครบ 100 ml โดยใช้ 1 % HNO₃ จึงนำไปวิเคราะห์หาปริมาณแบเรียม โดยเทคนิค ICP

5) เตรียมสารละลายมาตรฐานของแบเรียม ตามวิธีเตรียมข้อ 2.3.3.7 , 2.3.3.8 แล้วเจือจางสารละลายมาตรฐานของแบเรียม ให้มีความเข้มข้น 1 ppm โดยปิเปตต์สารละลายมาตรฐานของแบเรียมจาก 2.3.3.8 ปริมาตร 1 ml เติมสารละลาย oxalic acid 0.5M ปริมาตร 10 ml แล้วปรับปริมาตรครบ 100 ml โดยใช้ 1% HNO₃ ในขวดปริมาตร ไว้สำหรับทำกราฟมาตรฐาน โดยเทคนิค ICP

6) เตรียม Blank โดยปิเปตต์สารละลาย oxalic acid 0.5M ปริมาตร 10 ml แล้วเติม 1%HNO₃ ปรับปริมาตรให้ครบ 100 ml ในขวดปริมาตร

2.9 ศึกษาเวลาที่ใช้ในการดูดซับแบเรียมบนพื้นผิวของแมงกานีสไดออกไซด์เมื่อใช้

coated polyamide รูปร่างแบบเม็ด, สีเหลืองเล็ก, วงกลมเล็ก ที่ pH 7, อุณหภูมิ 29 °C

วิธีทดลอง

1) ชั่ง coated polyamide ชนิดเม็ดจำนวน 5 ชุด ๆ ละ 2 g แยกใส่ลงในบีกเกอร์ขนาด 250 ml ใส่สารละลายของแบเรียม เข้มข้น 20 ppm ปริมาตร 100 ml ลงในบีกเกอร์แต่ละใบ

2) จับเวลา 10, 30, 60, 90, 120 นาที ตามลำดับ คนสารตลอดเวลา เมื่อครบกำหนดเวลาแล้ว แยก coated polyamide ที่ดูดซับแบเรียมไว้แล้วแต่ละชุดออกมาผึ่งให้แห้ง

3) นำ coated polyamide จากข้อ 2 มาใส่สารละลาย oxalic acid 0.5M ปริมาตร 10 ml ลงในบีกเกอร์แต่ละใบตั้งทิ้งไว้ 4 ชั่วโมง หลังจากนั้นกรองสารละลาย แล้วทำให้มีปริมาตรครบ 100 ml ในขวดปริมาตร โดยใช้ 1% HNO₃ เก็บไว้วิเคราะห์หาปริมาณ แบเรียมต่อไป

4) ทำเช่นเดียวกับ ข้อ 1 – 3 แต่เปลี่ยน coated polyamide เป็น รูปสี่เหลี่ยมเล็ก, วงกลมเล็ก จากนั้นจึงนำไปวิเคราะห์ด้วยเทคนิค ICP

5) เตรียมสารละลายมาตรฐานของแบเรียม เข้มข้น 1 ppm โดยปิเปตต์สารละลายมาตรฐานของแบเรียมเข้มข้น 100 ppm ปริมาตร 1 ml เติมสารละลาย oxalic acid 0.5M

ปริมาตร 10 ml แล้วปรับปริมาตรครบ 100 ml โดยใช้ 1% HNO_3 ในขวดปริมาตร ไว้สำหรับทำกราฟมาตรฐาน โดยเทคนิค ICP

6) เตรียม Blank โดยปิเปตต์สารละลาย oxalic acid 0.5M ปริมาตร 10 ml แล้วเติม 1% HNO_3 ปรับปริมาตรให้ครบ 100 ml ในขวดปริมาตร

2.10 ศึกษา pH ที่เหมาะสมเพื่อใช้ในการดูดซับแบเรียมบนพื้นผิวแมงกานีสไดออกไซด์

วิธีทดลอง

1) ชั่ง coated polyamide แบบเม็ด จำนวน 7 ชุด ๆ ละ 2 g แยกใส่บีกเกอร์ขนาด 250 ml

2) เตรียมสารละลายตัวอย่างของแบเรียม เข้มข้น 100 ppm ตามวิธีเตรียมในข้อ 2.3.3.13 จากนั้น ปิเปตต์สารละลายตัวอย่างนี้ ใส่ลงในบีกเกอร์ ขนาด 100 ml จำนวน 7 ใบ ใบละ 20 ml เติมน้ำกลั่นปราศจากไอออน ประมาณ 50 ml

3) ปรับ ค่า pH ของสารละลายตัวอย่าง ให้มีค่า pH 1, 3, 5, 7, 9, 11, 13 ตามลำดับ โดยใช้ HNO_3 0.1M , NaOH 0.1M ปรับค่า pH ใช้ pH meter ตรวจสอบค่า pH หลังจากนั้น ปรับปริมาตรให้ครบ 100 ml ในขวดปริมาตร โดยใช้ น้ำกลั่นปราศจากไอออน จะได้สารละลายตัวอย่างของ แบเรียม ที่มีความเข้มข้น 20 ppm มี pH 1, 3, 5, 7, 9, 11, 13 ตามลำดับ

4) นำสารละลายตัวอย่างของแบเรียม จากข้อ 3 ใส่ลงใน บีกเกอร์ที่มี coated polyamide แบบเม็ดในข้อ 1 ชุดละ 1 ตัวอย่าง ตามลำดับ คนสารตลอดเวลา โดยใช้ magnetic bar เป็นเวลา 60 นาที หลังจากนั้น แยกเอา coated polyamide แต่ละชุดออกมา แล้วผึ่งให้แห้ง

5) ปิเปตต์สารละลาย oxalic acid 0.5 M ใส่ลงใน coated polyamide แต่ละชุด ๆ ละ 10 ml ตั้งทิ้งไว้ 4 ชั่วโมง จากนั้น กรองสารละลายเก็บไว้ สำหรับวิเคราะห์หาปริมาณแบเรียม โดยเทคนิค ICP

6) ทำการทดลองเช่นเดียวกับข้อ 1 – 5 แต่เปลี่ยน coated polyamide เป็นแบบสี่เหลี่ยมใหญ่ และวงกลมใหญ่

7) เตรียมสารละลายมาตรฐานของแบเรียม เข้มข้น 1 ppm ปริมาตร 100 ml และ Blank ตามวิธีที่เคยเตรียมมาแล้วในการทดลอง ข้อ 2.8 (5) , (6) เพื่อทำกราฟมาตรฐานในการวิเคราะห์หาปริมาณแบเรียมโดยเทคนิค ICP

2.11 ศึกษาความเข้มข้นของ แบริยม ที่ถูกดูดซับบนพื้นผิวของแมงกานีสไดออกไซด์ วิธีทดลอง

1) เตรียมสารละลายของแบริยม เข้มข้น 3, 9, 15, 21, 27, 33, 36, 39, 42, 45 ppm ปรับ pH = 5.5 แต่ละความเข้มข้นให้มีปริมาตร 100 ml

2) ชั่ง coated polyamide ชนิดเม็ด จำนวน 10 ชุด ๆ ละ 2 g (จำนวน 117 เม็ด) แยกใส่ปิกเกอร์ขนาด 250 ml หลังจากนั้นนำสารละลายของแบริยม ที่เตรียมไว้จากข้อ 1) ใส่ลงในปิกเกอร์แต่ละใบ ตามลำดับ คนสารตลอดเวลา เป็นเวลา 60 นาที เมื่อครบเวลาแล้ว แยก coated polyamide ที่ดูดซับแบริยมแล้ว ออกมาผึ่งให้แห้งเก็บไว้ทดลองต่อไป

3) ปิเปตต์สารละลาย oxalic acid 0.5M ปริมาตร 10 ml ลงในปิกเกอร์ที่มี coated polyamide จากข้อ 2) ตั้งทิ้งไว้ 4 ชั่วโมง หลังจากนั้น กรองสารละลายเก็บไว้ในขวดปริมาตร ปรับให้มีปริมาตรครบ 100 ml โดยใช้ 1% HNO₃ นำสารละลายนี้ไปศึกษาหาปริมาณแบริยม โดยเทคนิค ICP

4) เตรียมสารละลายมาตรฐานของแบริยม เข้มข้น 1 ppm ปริมาตร 100 ml และ Blank ตามวิธีที่เคยเตรียมมาแล้วในการทดลอง ข้อ 2.8 (5) , (6) เพื่อทำกราฟมาตรฐานในการวิเคราะห์หาปริมาณแบริยม โดยเทคนิค ICP

2.12 การศึกษาสารรบกวน (Interferences) ที่มีผลต่อการดูดซับแบริยมบนพื้นผิวของแมงกานีสไดออกไซด์

สารรบกวน (Interferences) เป็นปัจจัยสำคัญอย่างหนึ่งที่มีผลทำให้ปริมาณแบริยมที่ถูกดูดซับบนพื้นผิวของแมงกานีสไดออกไซด์ลดลง จึงจำเป็นต้องหาวิธีการหลีกเลี่ยงสารรบกวนให้มีผลต่อการดูดซับแบริยมบนพื้นผิวของแมงกานีสไดออกไซด์ให้น้อยที่สุด สำหรับสารรบกวนที่ศึกษานี้จะเลือกเฉพาะที่มีปนอยู่ในแหล่งน้ำในปริมาณที่มากเท่านั้น สารรบกวนที่นำมาศึกษานี้ ได้แก่ แคลเซียม แมกนีเซียม โซเดียม โพแทสเซียม

วิธีการศึกษาสารรบกวนนี้จะแบ่งเป็นขั้นตอนดังต่อไปนี้

2.12.1 ศึกษาการดูดซับสารรบกวนบนพื้นผิวของแมงกานีสไดออกไซด์เมื่อไม่มีแบริยมรวมอยู่ด้วย

2.12.2 ศึกษาการดูดซับสารรบกวนบนพื้นผิวของแมงกานีสไดออกไซด์ที่ระดับ pH ต่าง ๆ

2.12.3 ศึกษาการดูดซับสารรบกวน บนพื้นผิวของแมงกานีสไดออกไซด์เมื่อมีแบริยมรวมอยู่ด้วย

2.12.1 ศึกษาการดูดซับสารรบกวน บนพื้นผิวของแมงกานีสไดออกไซด์ เมื่อไม่มีแบเรียมรวมอยู่ด้วย

ตอนที่ 1 ศึกษาการดูดซับโซเดียม บนพื้นผิวของแมงกานีสไดออกไซด์ วิธีทดลอง

1) เตรียม coated polyamide แบบเม็ด ตามวิธีการเตรียมในข้อ 2.3.2 แล้วแบ่งออกเป็น 3 ชุด ๆ ละ 117 เม็ด (น้ำหนักประมาณ 2 g) ใส่ลงในบีกเกอร์ขนาด 250 ml 3 ใบ

2) เตรียมสารละลายตัวอย่างของโซเดียมเข้มข้น 100 ppm ตามวิธีการเตรียมในข้อ 2.3.3.16 เจือจางให้มีความเข้มข้น 20 ppm โดยการปิเปตต์สารละลายตัวอย่างของโซเดียมปริมาตร 20 ml ใส่ลงในขวดปริมาตรขนาด 100 ml เติมน้ำกลั่นปราศจากไอออนลงไปจนมีปริมาตรครบ 100 ml เตรียมจำนวน 3 ชุด ๆ ละ 100 ml นำไปวัดค่า pH ด้วย เครื่อง pH meter บันทึกผล

3) เทสารละลาย ในข้อ 2 ลงในบีกเกอร์แต่ละใบที่มี coated polyamide แบบเม็ด คนสารตลอดเวลาโดยใช้ magnetic bar เป็นเวลา 60 นาที จากนั้นแยก coated polyamide ออกผึ่งให้แห้ง เก็บไว้ทดลองต่อไป

4) ทำการทดลองเช่นเดียวกัน ตั้งแต่ข้อ 1 – 3 แต่เปลี่ยน coated polyamide เป็นรูปร่างสี่เหลี่ยม รูปร่างวงกลม

5) นำ coated polyamide ที่ดูดซับสารตัวอย่างไว้แล้วนี้แยกใส่บีกเกอร์ขนาด 100 ml ใส่สารละลาย oxalic acid เข้มข้น 0.5 M ปริมาตร 10 ml ลงในบีกเกอร์แต่ละใบตั้งทิ้งไว้ 4 ชั่วโมง

6) กรองสารละลายจากแต่ละ coated polyamide ลงในขวดปริมาตรขนาด 100 ml ใส่ KNO_3 0.5174 g (มีปริมาณโพแทสเซียม เข้มข้น 2000 ppm เพื่อเป็น Ionization suppressor) แล้วเติมน้ำกลั่นปราศจากไอออนจนมีปริมาตรครบ 100 ml

7) เตรียมสารละลายมาตรฐานของโซเดียม เข้มข้น 0.3, 0.6, 0.9, 1.2, 1.5 ppm โดยเจือจางสารละลายมาตรฐานของโซเดียม เข้มข้น 100 ppm ซึ่งเตรียมไว้ตามข้อ 2.3.3.11 ให้เหลือความเข้มข้น 10 ppm จากนั้นปิเปตต์สารละลายนี้มา 3, 6, 9, 12, 15 ml ใส่ลงในขวดปริมาตรขนาด 100 ml แต่ละใบตามลำดับ ใส่ KNO_3 0.5174 g และใส่สารละลาย oxalic acid เข้มข้น 0.5 M ปริมาตร 10 ml จากนั้นเติมน้ำกลั่นปราศจากไอออนลงไปจนมีปริมาตรครบ 100 ml จะได้สารละลายมาตรฐานของโซเดียม เข้มข้น 0.3, 0.6, 0.9, 1.2, 1.5 ppm เก็บไว้สำหรับทำกราฟมาตรฐาน

8) เตรียม Blank โดยปิเปตต์สารละลาย oxalic acid 0.5 M ปริมาตร 10 ml ใส่ลงในขวดปริมาตรขนาด 100 ml เติม KNO_3 0.5174 g แล้วจึงเติมน้ำกลั่นปราศจากไอออนลงไปจนมีปริมาตรครบ 100 ml

9) นำสารละลายตัวอย่างไปวิเคราะห์หาปริมาณไซเดียม ด้วยเทคนิค AAS

Flame Atomic Absorption Spectrophotometry

- Wave length 589.0 nm
- Slit width 0.1 nm
- Air – acetylene
 - Air flow (l/min) 13.5
 - Acetylene flow (l/min) 2.0
- Replication 3
- Measurement time 3 s
- Reslope standard 2

ตอนที่ 2 ศึกษาการดูดซับแมกนีเซียม บนพื้นผิวของแมงกานีสไดออกไซด์ วิธีทดลอง

1) เตรียม coated polyamide แบบเม็ด ตามวิธีการเตรียมในข้อ 2.3.2 แล้วแบ่งออกเป็น 3 ชุด ๆ ละ 117 เม็ด (น้ำหนักประมาณ 2 g) ใส่ลงในบีกเกอร์ขนาด 250 ml 3 ใบ

2) เตรียมสารละลายตัวอย่างของแมกนีเซียม เข้มข้น 100 ppm ตามวิธีการเตรียมในข้อ 2.3.3.15 เจือจางให้มีความเข้มข้น 20 ppm โดยการปิเปตต์สารละลายตัวอย่างของแมกนีเซียมปริมาตร 20 ml ใส่ลงใน ขวดปริมาตรขนาด 100 ml เติมน้ำกลั่นปราศจากไอออนลงไปจนมีปริมาตรครบ 100 ml เตรียมจำนวน 3 ชุด ๆ ละ 100 ml นำไปวัดค่า pH ด้วย เครื่อง pH meter บันทึกผล

3) เทสารละลาย ในข้อ 2 ลงในบีกเกอร์แต่ละใบที่มี coated polyamide แบบเม็ด คนสารตลอดเวลาโดยใช้ magnetic bar เป็นเวลา 60 นาที จากนั้นแยก coated polyamide ออกผึ่งให้แห้ง เก็บไว้ทดลองต่อไป

4) ทำการทดลองเช่นเดียวกัน ตั้งแต่ข้อ 1 – 3 แต่เปลี่ยน coated polyamide เป็น รูปร่างสี่เหลี่ยม รูปร่างวงกลม

5) นำ coated polyamide ที่ดูดซับสารตัวอย่างไว้แล้วนี้ แยกใส่บีกเกอร์ขนาด 100 ml เติมสารละลาย oxalic acid เข้มข้น 0.5 M ปริมาตร 10 ml ลงในบีกเกอร์แต่ละใบ ตั้งทิ้งไว้

4 ชั่วโมง

6) กรองสารละลายจากแต่ละ coated polyamide ลงในขวดปริมาตรขนาด 100 ml ใส่ 1 % HNO_3 จนมีปริมาตรครบ 100 ml จากนั้นเจือจางสารละลายอีกครั้ง โดยการปิเปตต์สารละลายตัวอย่างนี้มา 20 ml ใส่ลงในขวดปริมาตรขนาด 50 ml แล้วเติม 1 % HNO_3 จนมีปริมาตรครบ 50 ml

7) เตรียมสารละลายมาตรฐานของแมกนีเซียม เข้มข้น 0.2, 0.4, 0.6, 0.8, 1.0 ppm โดยเจือจางสารละลายมาตรฐานของแมกนีเซียม เข้มข้น 100 ppm ซึ่งเตรียมไว้ตามข้อ 2.3.3.10 ให้เหลือความเข้มข้น 10 ppm จากนั้นปิเปตต์สารละลายนี้มา 2, 4, 6, 8, 10 ml ใส่ลงในขวดปริมาตรขนาด 100 ml แต่ละใบตามลำดับ ใส่สารละลาย oxalic acid เข้มข้น 0.5 M ปริมาตร 4 ml จากนั้นเติม 1 % HNO_3 ลงไปจนมีปริมาตรครบ 100 ml จะได้สารละลายมาตรฐานของแมกนีเซียม เข้มข้น 0.2, 0.4, 0.6, 0.8, 1.0 ppm เก็บไว้สำหรับทำกราฟมาตรฐาน

8) เตรียม Blank โดยปิเปตต์สารละลาย oxalic acid 0.5 M ปริมาตร 4 ml ใส่ลงในขวดปริมาตรขนาด 100 ml เติม 1 % HNO_3 ลงไปจนมีปริมาตรครบ 100 ml

9) นำสารละลายตัวอย่างไปวิเคราะห์หาปริมาณแมกนีเซียม ด้วยเทคนิค AAS
Flame Atomic Absorption Spectrophotometry

- Wave length 285.2 nm
- Slit width 0.5 nm
- Air – acetylene
 - Air flow (l/min) 13.5
 - Acetylene flow (l/min) 2.0
 - Replication 3
 - Measurement time 3 s
 - Reslope standard 2

ตอนที่ 3 ศึกษาการดูดซับแคลเซียม บนพื้นผิวของแมกนีไซต์ไดออกไซด์

วิธีทดลอง

1) เตรียม coated polyamide แบบเม็ด ตามวิธีการเตรียมในข้อ 2.3.2 แล้วแบ่งออกเป็น 3 ชุด ๆ ละ 117 เม็ด (น้ำหนักประมาณ 2 g) ใส่ลงในบีกเกอร์ขนาด 250 ml 3 ใบ

2) เตรียมสารละลายตัวอย่างของแคลเซียม เข้มข้น 100 ppm ตามวิธีการเตรียมในข้อ 2.3.3.14 เจือจางให้มีความเข้มข้น 20 ppm โดยการปิเปตต์สารละลายตัวอย่างของแคลเซียม

ปริมาตร 20 ml ใส่ลงในขวดปริมาตรขนาด 100 ml เติมน้ำกลั่นปราศจากไอออนลงไปจนมีปริมาตรครบ 100 ml เตรียมจำนวน 3 ขวด ๆ ละ 100 ml นำไปวัดค่า pH ด้วย เครื่อง pH meter บันทึกผล

3) เติมน้ำกลั่นปราศจากไอออนลงในขวดปริมาตรขนาด 100 ml ที่มี coated polyamide แบบเม็ด คนสารตลอดเวลาโดยใช้ magnetic bar เป็นเวลา 60 นาที จากนั้นแยก coated polyamide ออกผึ่งให้แห้ง เก็บไว้ทดลองต่อไป

4) ทำการทดลองเช่นเดียวกัน ตั้งแต่ข้อ 1 – 3 แต่เปลี่ยน coated polyamide เป็นรูปร่างสี่เหลี่ยม รูปร่างวงกลม

5) นำ coated polyamide ที่ดูดซับสารตัวอย่างไว้แล้วนี้ แยกใส่บีกเกอร์ขนาด 100 ml เติมน้ำกลั่นปราศจากไอออน 0.5 M ปริมาตร 10 ml ลงในบีกเกอร์แต่ละใบตั้งทิ้งไว้ 4 ชั่วโมง

6) กรองสารละลายจากแต่ละ coated polyamide ลงในขวดปริมาตรขนาด 100 ml ใส่ $\text{Sr}(\text{NO}_3)_2$ 0.2416 g (จะมีปริมาณ สตรอนเชียม 1000 ppm เพื่อเป็น Ionization suppressor) เติมน้ำกลั่นปราศจากไอออน 1% HNO_3 จนมีปริมาตรครบ 100 ml

7) เตรียมสารละลายมาตรฐานแคลเซียมเข้มข้น 5.0, 10.0, 15.0, 20.0, 25.0 ppm โดยเจือจางสารละลายมาตรฐานของแคลเซียมเข้มข้น 100 ppm ซึ่งเตรียมไว้ตามข้อ 2.3.3.9 ด้วยการปิเปตต์สารละลายนี้มา 5, 10, 15, 20, 25 ml ใส่ลงในขวดปริมาตรขนาด 100 ml แต่ละใบตามลำดับ ใส่สารละลาย oxalic acid เข้มข้น 0.5 M ปริมาตร 10 ml ใส่ $\text{Sr}(\text{NO}_3)_2$ 0.2416 g จากนั้นเติมน้ำกลั่นปราศจากไอออน 1% HNO_3 ลงไปจนมีปริมาตรครบ 100 ml จะได้สารละลายมาตรฐานของแคลเซียมเข้มข้น 5.0, 10.0, 15.0, 20.0, 25.0 ppm เก็บไว้สำหรับทำกราฟมาตรฐาน

8) เตรียม Blank โดยปิเปตต์สารละลาย oxalic acid 0.5 M ปริมาตร 10 ml ใส่ลงในขวดปริมาตรขนาด 100 ml ใส่ $\text{Sr}(\text{NO}_3)_2$ 0.2416 g เติมน้ำกลั่นปราศจากไอออน 1% HNO_3 ลงไปจนมีปริมาตรครบ 100 ml

9) นำสารละลายตัวอย่างไปวิเคราะห์หาปริมาณแคลเซียม ด้วยเทคนิค AAS

Flame Atomic Absorption Spectrophotometry

- Wave length 422.7 nm
- Slit width 0.5 nm
- Air – acetylene
- Air flow (l/min) 13.5

- Acetylene flow (l/min) 2.0
- Replication 3
- Measurement time 3 s
- Reslope standard 2

2.12.2 ศึกษาการดูดซับสารรบกวนบนพื้นผิวแมงกานีสไดออกไซด์ที่ระดับค่า pH ต่าง ๆ

ตอนที่ 1 ศึกษาการดูดซับโซเดียม บนพื้นผิวของแมงกานีสไดออกไซด์

วิธีทดลอง

- 1) เตรียม coated polyamide แบบเม็ด ตามวิธีการเตรียมในข้อ 2.3.2 แล้วแบ่งออกเป็น 7 ชุด ๆ ละ 117 เม็ด (น้ำหนักประมาณ 2 g) ใส่ลงในบีกเกอร์ขนาด 250 ml 7 ใบ
- 2) เตรียมสารละลายตัวอย่างของโซเดียม เข้มข้น 100 ppm ตามวิธีการเตรียมในข้อ 2.3.3.16 เจือจางให้มีความเข้มข้น 10 ppm โดยการปิเปตต์สารละลายตัวอย่างของโซเดียม ปริมาตร 10 ml ใส่ลงในบีกเกอร์ขนาด 100 ml จำนวน 7 ใบ เติมน้ำกลั่นปราศจากไอออนลงไป ปริมาตร 50 ml แล้วปรับค่า pH ในบีกเกอร์แต่ละใบ ให้มีค่า pH 1, 3, 5, 7, 9, 11, 13 ตามลำดับ โดยใช้เครื่อง pH meter ตรวจสอบค่า pH หลังจากนั้นปรับปริมาตรให้มีปริมาตรครบ 100 ml ในขวดปริมาตร โดยใช้ น้ำกลั่นปราศจากไอออน
- 3) เทสารละลาย ในข้อ 2 ลงในบีกเกอร์แต่ละใบที่มี coated polyamide แบบเม็ด คนสารตลอดเวลาโดยใช้ magnetic bar เป็นเวลา 60 นาที จากนั้นแยก coated polyamide ออกผึ่งให้แห้ง
- 4) นำ coated polyamide ที่ดูดซับสารตัวอย่างไว้แล้วนี้ แยกใส่บีกเกอร์ขนาด 100 ml เติมสารละลาย oxalic acid เข้มข้น 0.5 M ปริมาตร 10 ml ลงในบีกเกอร์แต่ละใบ ตั้งทิ้งไว้ 4 ชั่วโมง
- 5) กรองสารละลายจากแต่ละ coated polyamide ลงในขวดปริมาตรขนาด 100 ml ใส่ น้ำกลั่นปราศจากไอออน จนมีปริมาตรครบ 100 ml จากนั้นเจือจางสารละลายอีกครั้ง โดยการปิเปตต์สารละลายตัวอย่างนี้มา 5 ml ใส่ลงในขวดปริมาตรขนาด 50 ml ใส่ KNO_3 0.2587 g (เพื่อเป็น Ionization suppressor) เติมน้ำกลั่นปราศจากไอออน จนมีปริมาตรครบ 50 ml
- 6) ทำซ้ำเช่นเดียวกัน 3 ครั้ง โดยใช้ coated polyamide แบบเม็ดใหม่ทุกครั้ง
- 7) เตรียมสารละลายมาตรฐานของโซเดียม เข้มข้น 0.3, 0.6, 0.9, 1.2, 1.5 ppm โดยเจือจางสารละลายมาตรฐานของโซเดียม เข้มข้น 100 ppm ซึ่งเตรียมไว้ตามข้อ 2.3.3.11

ให้เหลือความเข้มข้น 10 ppm จากนั้นปิเปตต์สารละลายนี้มา 3, 6, 9, 12, 15 ml ใส่ลงในขวดปริมาตรขนาด 100 ml แต่ละใบตามลำดับ ใส่ KNO_3 0.5174 g และใส่สารละลาย oxalic acid เข้มข้น 0.5 M ปริมาตร 1 ml จากนั้นเติมน้ำกลั่นปราศจากไอออนลงไปจนมีปริมาตรครบ 100 ml จะได้สารละลายมาตรฐานของโซเดียม เข้มข้น 0.3, 0.6, 0.9, 1.2, 1.5 ppm เก็บไว้สำหรับทำกราฟมาตรฐาน

8) เตรียม Blank โดยปิเปตต์สารละลาย oxalic acid 0.5 M ปริมาตร 1 ml ใส่ลงในขวดปริมาตรขนาด 100 ml เติม KNO_3 0.5174 g แล้วจึงเติมน้ำกลั่นปราศจากไอออนลงไปจนมีปริมาตรครบ 100 ml

9) นำสารละลายตัวอย่างไปวิเคราะห์หาปริมาณโซเดียม ด้วยเทคนิค AAS

10) Flame Atomic Absorption Spectrophotometry จัดสภาวะของเครื่อง Atomic Absorption Spectrophotometer เช่นเดียวกับการทดลองที่ 2.12.1 ตอนที่ 1

ตอนที่ 2 ศึกษาการดูดซับแมกนีเซียม บนพื้นผิวของแมงกานีสไดออกไซด์

วิธีทดลอง

1) เตรียม coated polyamide แบบเม็ด ตามวิธีการเตรียมในข้อ 2.3.2 แล้วแบ่งออกเป็น 7 ชุด ๆ ละ 117 เม็ด (น้ำหนักประมาณ 2 g) ใส่ลงในบีกเกอร์ขนาด 250 ml 7 ใบ

2) เตรียมสารละลายตัวอย่างของแมกนีเซียม เข้มข้น 100 ppm ตามวิธีการเตรียมในข้อ 2.3.3.15 เจือจางให้มีความเข้มข้น 10 ppm โดยการปิเปตต์สารละลายตัวอย่างของแมกนีเซียมปริมาตร 10 ml ใส่ลงในบีกเกอร์ขนาด 100 ml จำนวน 7 ใบ เติมน้ำกลั่นปราศจากไอออนลงไปประมาณ 50 ml แล้วปรับค่า pH ในบีกเกอร์แต่ละใบ ให้มีค่า pH 1, 3, 5, 7, 9, 11, 13 ตามลำดับ โดยใช้เครื่อง pH meter ตรวจสอบค่า pH หลังจากนั้นปรับปริมาตรให้มีปริมาตรครบ 100 ml ในขวดปริมาตร โดยใช้น้ำกลั่นปราศจากไอออน

3) เทสารละลาย ในข้อ 2 ลงในบีกเกอร์แต่ละใบที่มี coated polyamide แบบเม็ด คนสารตลอดเวลาโดยใช้ magnetic bar เป็นเวลา 60 นาที จากนั้นแยก coated polyamide ออกผึ่งให้แห้ง

4) นำ coated polyamide ที่ดูดซับสารตัวอย่างไว้แล้วนี้ แยกใส่บีกเกอร์ขนาด 100 ml เติมสารละลาย oxalic acid เข้มข้น 0.5 M ปริมาตร 10 ml ลงในบีกเกอร์แต่ละใบตั้งทิ้งไว้ 4 ชั่วโมง

5) กรองสารละลายจากแต่ละ coated polyamide ลงในขวดปริมาตรขนาด 100 ml ใส่ 1 % HNO_3 จนมีปริมาตรครบ 100 ml จากนั้นเจือจางสารละลายอีกครั้ง โดยการปิเปตต์

สารละลายตัวอย่างนี้มา 2 ml ใส่ลงในขวดปริมาตรขนาด 50 ml แล้วเติม 1 % HNO_3 จนมี ปริมาตรครบ 50 ml

6) ทำซ้ำเช่นเดียวกัน 3 ครั้ง โดยใช้ coated polyamide แบบเม็ดใหม่ทุกครั้ง

7) เตรียมสารละลายมาตรฐานของแมกนีเซียม เข้มข้น 0.2, 0.4, 0.6, 0.8, 1.0 ppm โดยเจือจางสารละลายมาตรฐานของแมกนีเซียม เข้มข้น 100 ppm ซึ่งเตรียมไว้ตามข้อ 2.3.3.10 ให้เหลือความเข้มข้น 10 ppm จากนั้นปิเปตต์สารละลายนี้มา 2, 4, 6, 8, 10 ml ใส่ลงในขวด ปริมาตรขนาด 100 ml แต่ละใบตามลำดับ ใส่สารละลาย oxalic acid เข้มข้น 0.5 M ปริมาตร 1 ml จากนั้นเติม 1 % HNO_3 ลงไปจนมีปริมาตรครบ 100 ml จะได้สารละลายมาตรฐานของ แมกนีเซียม เข้มข้น 0.2, 0.4, 0.6, 0.8, 1.0 ppm เก็บไว้สำหรับทำกราฟมาตรฐาน

8) เตรียม Blank โดยปิเปตต์สารละลาย oxalic acid 0.5 M ปริมาตร 1 ml ใส่ลงในขวดปริมาตรขนาด 100 ml เติม 1 % HNO_3 ลงไปจนมีปริมาตรครบ 100 ml

9) นำสารละลายตัวอย่างไปวิเคราะห์หาปริมาณแมกนีเซียม ด้วยเทคนิค AAS

10) ปรับสภาพของเครื่อง Atomic Absorption Spectrophotometer เช่นเดียวกับการ ทดลองที่ 2.12.1 ตอนที่ 2

มหาวิทยาลัยศิลปากร สงวนลิขสิทธิ์

ตอนที่ 3 ศึกษาการดูดซับแคลเซียม บนพื้นผิวของแมกนีซิสไดออกไซด์

วิธีทดลอง

1) เตรียม coated polyamide แบบเม็ด ตามวิธีการเตรียมในข้อ 2.3.2 แล้วแบ่งออกเป็น 7 ชุด ๆ ละ 117 เม็ด (น้ำหนักประมาณ 2 g) ใส่ลงในบีกเกอร์ขนาด 250 ml 7 ใบ

2) เตรียมสารละลายตัวอย่างของแคลเซียม เข้มข้น 100 ppm ตามวิธีการเตรียมใน ข้อ 2.3.3.14 เจือจางให้มีความเข้มข้น 10 ppm โดยการปิเปตต์สารละลายตัวอย่างของ แคลเซียมปริมาตร 10 ml ใส่ลงในบีกเกอร์ขนาด 100 ml จำนวน 7 ใบ เติมน้ำกลั่นปราศจาก ไอออนลงไปประมาณ 50 ml แล้วปรับค่า pH ในบีกเกอร์แต่ละใบให้มีค่า pH 1, 3, 5, 7, 9, 11, 13 ตามลำดับ โดยใช้เครื่อง pH meter ตรวจสอบค่า pH หลังจากนั้นปรับปริมาตรให้มีปริมาตร ครบ 100 ml ในขวดปริมาตร โดยใช้น้ำกลั่นปราศจากไอออน

3) เติสารละลาย ในข้อ 2 ลงในบีกเกอร์แต่ละใบที่มี coated polyamide แบบเม็ด คนสารตลอดเวลาโดยใช้ magnetic bar เป็นเวลา 60 นาที จากนั้นแยก coated polyamide ออกผึ่งให้แห้ง

4) นำ coated polyamide ที่ดูดซับสารตัวอย่างไว้แล้วนี้ แยกใส่บีกเกอร์ขนาด 100 ml เติมสารละลาย oxalic acid เข้มข้น 0.5 M ปริมาตร 10 ml ลงในบีกเกอร์แต่ละใบ ตั้งทิ้งไว้

4 ชั่วโมง

5) กรองสารละลายจากแต่ละ coated polyamide ลงในขวดปริมาตรขนาด 100 ml ใส่ KNO_3 0.2588 g (เพื่อเป็น Ionization suppressor) เติม 1 % HNO_3 จนมีปริมาตรครบ 100 ml

6) ทำซ้ำเช่นเดียวกัน 3 ครั้ง โดยใช้ coated polyamide แบบเม็ดใหม่ทุกครั้ง

7) เตรียมสารละลายมาตรฐานแคลเซียม เข้มข้น 5.0, 10.0, 15.0, 20.0, 25.0 ppm โดยเจือจางสารละลายมาตรฐานของแคลเซียม เข้มข้น 100 ppm ซึ่งเตรียมไว้ตามข้อ 2.3.3.9 ด้วยการปิเปตต์สารละลายนี้มา 5, 10, 15, 20, 25 ml ใส่ลงในขวดปริมาตรขนาด 100 ml แต่ละใบตามลำดับ ใส่สารละลาย oxalic acid เข้มข้น 0.5 M ปริมาตร 10 ml ใส่ KNO_3 0.2588 g จากนั้นเติม 1 % HNO_3 ลงไปจนมีปริมาตรครบ 100 ml จะได้สารละลายมาตรฐานของแคลเซียม เข้มข้น 5.0, 10.0, 15.0, 20.0, 25.0 ppm เก็บไว้สำหรับทำกราฟมาตรฐาน

8) เตรียม Blank โดยปิเปตต์สารละลาย oxalic acid 0.5 M ปริมาตร 10 ml ใส่ลงในขวดปริมาตรขนาด 100 ml ใส่ KNO_3 0.2588 g เติม 1% HNO_3 ลงไปจนมีปริมาตรครบ 100 ml

9) นำสารละลายตัวอย่างไปวิเคราะห์หาปริมาณแคลเซียม ด้วยเทคนิค AAS

10) ปรับสภาวะของเครื่อง Atomic Absorption Spectrophotometer เช่นเดียวกับการทดลองที่ 2.12.1 ตอนที่ 3

ตอนที่ 4 ศึกษาการดูดซับโพแทสเซียม บนพื้นผิวของแมงกานีสไดออกไซด์

วิธีทดลอง

1) เตรียม coated polyamide แบบเม็ด ตามวิธีการเตรียมในข้อ 2.3.2 แล้วแบ่งออกเป็น 7 ชุด ๆ ละ 117 เม็ด (น้ำหนักประมาณ 2 g) ใส่ลงในบีกเกอร์ขนาด 250 ml 7 ใบ

2) เตรียมสารละลายตัวอย่างของโพแทสเซียม เข้มข้น 100 ppm ตามวิธีการเตรียมในข้อ 2.3.3.17 เจือจางให้มีความเข้มข้น 10 ppm โดยการปิเปตต์สารละลายตัวอย่างของโพแทสเซียม ปริมาตร 10 ml ใส่ลงในบีกเกอร์ขนาด 100 ml จำนวน 7 ใบ เติมน้ำกลั่นปราศจากไอออนลงไปประมาณ 50 ml แล้วปรับค่า pH ในบีกเกอร์แต่ละใบให้มีค่า pH 1, 3, 5, 7, 9, 11, 13 ตามลำดับ โดยใช้เครื่อง pH meter ตรวจสอบค่า pH หลังจากนั้นปรับปริมาตรให้มีปริมาตรครบ 100 ml ในขวดปริมาตร โดยใช้น้ำกลั่นปราศจากไอออน

3) เทสารละลาย ในข้อ 2 ลงในบีกเกอร์แต่ละใบที่มี coated polyamide แบบเม็ด คนสารตลอดเวลาโดยใช้ magnetic bar เป็นเวลา 60 นาที จากนั้นแยก coated polyamide ออกผึ่งให้แห้ง

4) นำ coated polyamide ที่ดูดซับสารตัวอย่างไว้แล้วนี้ แยกใส่ปิกรขนาด 100 ml เติมสารละลาย oxalic acid เข้มข้น 0.5 M ปริมาตร 10 ml ลงในปิกรแต่ละใบ ตั้งทิ้งไว้ 4 ชั่วโมง

5) กรองสารละลายจากแต่ละ coated polyamide ลงในขวดปริมาตรขนาด 100 ml ใส่ 1 % HNO_3 จนมีปริมาตรครบ 100 ml จากนั้นเจือจางสารละลายอีกครั้ง โดยการปิเปิด สารละลายตัวอย่างนี้มา 5 ml ใส่ลงในขวดปริมาตรขนาด 50 ml ใส่ CsCl 0.0634 g (เพื่อเป็น Ionization suppressor) เติมน้ำกลั่นปราศจากไอออน จนมีปริมาตรครบ 100 ml

6) ทำซ้ำเช่นเดียวกัน 3 ครั้ง โดยใช้ coated polyamide แบบเม็ดใหม่ทุกครั้ง

7) เตรียมสารละลายมาตรฐานของโพแทสเซียม เข้มข้น 0.3, 0.6, 0.9, 1.2, 1.5 ppm โดยเจือจางสารละลายมาตรฐานของโพแทสเซียม เข้มข้น 100 ppm ซึ่งเตรียมได้ตามข้อ 2.3.3.11 ให้เหลือความเข้มข้น 10 ppm จากนั้นปิเปิดสารละลายนี้มา 3, 6, 9, 12, 15 ml ใส่ลงในขวด ปริมาตรขนาด 100 ml แต่ละใบตามลำดับ ใส่ CsCl 0.1267 g และใส่สารละลาย oxalic acid เข้มข้น 0.5 M ปริมาตร 1 ml จากนั้นเติม 1 % HNO_3 ลงไปจนมีปริมาตรครบ 100 ml จะได้สารละลายมาตรฐานของโพแทสเซียม เข้มข้น 0.3, 0.6, 0.9, 1.2, 1.5 ppm เก็บไว้สำหรับทำกราฟ มาตรฐาน

8) เตรียม Blank โดยปิเปิดสารละลาย oxalic acid 0.5 M ปริมาตร 1 ml ใส่ลงใน ขวดปริมาตรขนาด 100 ml เติม CsCl 0.1267 g แล้วจึงเติม 1 % HNO_3 ลงไปจนมีปริมาตร ครบ 100 ml

9) นำสารละลายตัวอย่างไปวิเคราะห์หาปริมาณโพแทสเซียม ด้วยเทคนิค AES

10) จัดสภาวะของเครื่อง Atomic Absorption Spectrophotometer เช่นเดียวกับการ ทดลองที่ 2.6.1

2.12.3 ศึกษาการดูดซับสารรบกวนบนพื้นผิวของแมงกานีสไดออกไซด์เมื่อมี แบเรียมรวมอยู่ด้วย

2.12.3.1 ศึกษาค่า pH ที่เหมาะสมสำหรับการดูดซับแบเรียมบนพื้นผิว ของแมงกานีสไดออกไซด์ เมื่อมีสารรบกวนอยู่ด้วย

วิธีทดลอง

1) เตรียมสารละลายผสมระหว่างแบเรียมกับแคลเซียม ให้แบเรียมมีความเข้มข้น 10 ppm แคลเซียมมีความเข้มข้น 20 ppm โดยการปิเปตต์สารละลายตัวอย่างของแบเรียมเข้มข้น 100 ppm (ตามวิธีการเตรียมในข้อ 2.3.3.13) มา 10 ml และปิเปตต์สารละลายตัวอย่างของแคลเซียมเข้มข้น 100 ppm (ตามวิธีการเตรียมในข้อ 2.3.3.14) มา 20 ppm ใส่รวมกันลงในบีกเกอร์ ขนาด 100 ml แล้วจึงเติมน้ำกลั่นปราศจากไอออนลงไปจนสารละลายมีปริมาตรประมาณ 50 ml เตรียมจำนวน 7 ชุด

2) ปรับค่า pH ของสารละลายผสมนี้ให้มี pH 1, 3, 5, 7, 9, 11, 13 ตามลำดับ โดยใช้ pH meter เป็นเครื่องตรวจวัดค่า pH แล้วจึงเติมน้ำกลั่นปราศจากไอออนจนมีปริมาตรครบ 100 ml ในขวดปริมาตร

3) นำ coated polyamide แบบเม็ด จำนวน 7 ชุด ๆ ละ 2 g (ประมาณ 117 เม็ด) ใส่ลงในบีกเกอร์ขนาด 250 ml จากนั้นเทสารละลายผสมระหว่างแบเรียมกับแคลเซียม ในข้อ 2 ลงในบีกเกอร์ที่มี coated polyamide ทั้ง 7 ชุดตามลำดับ คนสารตลอดเวลาโดยใช้ magnetic bar เป็นเวลา 60 นาที หลังจากนั้นแล้วแยก coated polyamide ออกมาผึ่งให้แห้ง

4) นำ coated polyamide ที่ดูดซับสารตัวอย่างไว้แล้ว แยกใส่บีกเกอร์ขนาด 100 ml แต่ละใบ เติมสารละลาย oxalic acid เข้มข้น 0.5 M ปริมาตร 10 ml ลงในบีกเกอร์แต่ละใบ ตั้งทิ้งไว้ 4 ชั่วโมง หลังจากนั้นกรองสารละลาย เก็บสารละลายไว้ในขวดปริมาตรขนาด 100 ml ปรับปริมาตรให้มีปริมาตร 100 ml โดยใช้ 1 % HNO_3 จนมีปริมาตรครบ 100 ml

5) เตรียมสารละลายมาตรฐานของแบเรียมเข้มข้น 1 ppm โดยการปิเปตต์สารละลายมาตรฐานของแบเรียมเข้มข้น 100 ppm ปริมาตร 1 ml ใส่ลงในขวดปริมาตรขนาด 100 ml ใส่ oxalic acid เข้มข้น 0.5 M ปริมาตร 10 ml แล้วเติม 1 % HNO_3 จนมีปริมาตรครบ 100 ml

6) เตรียม Blank โดยเติม สารละลาย oxalic acid 0.5 M ปริมาตร 10 ml ลงในขวดปริมาตรขนาด 100 ml แล้วเติม 1 % HNO_3 ลงไปจนมีสารละลายมีปริมาตรครบ 100 ml

7) ทำการทดลองเช่นเดียวกันตั้งแต่ข้อ 1 – 6 แต่เปลี่ยนสารรบกวนเป็น โซเดียมแมกนีเซียม โพแทสเซียม โดยให้มีความเข้มข้น 20 ppm ผสมลงในสารละลายของแบเรียมซึ่งมีความเข้มข้น 10 ppm

8) นำไปวิเคราะห์หาปริมาณ แบเรียม โดยเทคนิค ICP

2.12.3.2 ศึกษาความเข้มข้นของสารรบกวนที่มีผลต่อการดูดซับแบเรียมบนพื้นผิวของแมงกานีสไดออกไซด์

วิธีทดลอง

1) เตรียมสารละลายตัวอย่างแบเรียมเข้มข้น 10 ppm โดยการปิเปตต์สารละลายตัวอย่างแบเรียมเข้มข้น 100 ppm (ตามวิธีการเตรียมในข้อ 2.3.3.13) มา 10 ml แล้วเติมน้ำกลั่นปราศจากไอออนปริมาตร 50 ml จากนั้นปรับ pH = 5.5 แล้วจึงเติมน้ำกลั่นปราศจากไอออนจนมีปริมาตรครบ 100 ml ในขวดปริมาตร

2) เตรียมสารละลายผสมระหว่างแบเรียมกับแคลเซียม ให้แบเรียมมีความเข้มข้น 10 ppm แคลเซียมเข้มข้น 20, 30, 60, 100, 200, 300 ppm ตามลำดับ ผสมลงในขวดปริมาตรขนาด 100 ml เติมน้ำกลั่นปราศจากไอออนเล็กน้อย ปรับค่า pH = 5.5 แล้วจึงเติมน้ำกลั่นปราศจากไอออนจนมีปริมาตรครบ 100 ml

3) นำ coated polyamide ชนิดเม็ด จำนวน 7 ชุด ๆ ละประมาณ 2 g (117 เม็ด) จาก batch เดียวกัน ใส่ลงในบีกเกอร์ขนาด 250 ml จำนวน 7 ใบ ตามลำดับ บีกเกอร์ใบที่ 1 ใส่สารละลายตัวอย่างแบเรียมเข้มข้น 10 ppm ปริมาตร 100 ml (จากข้อ 1) โดยไม่มีสารรบกวน บีกเกอร์ใบที่ 2 – 7 ใส่สารละลายผสม แบเรียมกับ แคลเซียมเข้มข้น 10:20, 10:30, 10:60, 10:100, 10:200, 10:300 ppm ตามลำดับ คนสารละลายตลอดเวลาโดยใช้ magnetic bar เป็นเวลา 1 ชั่วโมง แยก coated polyamide ออกมาผึ่งให้แห้ง หลังจากนั้นนำ coated polyamide นี้ แยกใส่ลงในบีกเกอร์ขนาด 100 ml ที่มีสารละลาย oxalic acid เข้มข้น 0.5 M ปริมาตร 10 ml แต่ละใบ ตั้งทิ้งไว้ 4 ชั่วโมง

4) กรองสารละลายจากแต่ละ coated polyamide ลงในขวดปริมาตรขนาด 100 ml เติม 1 % HNO_3 จนมีปริมาตรครบ 100 ml นำไปวิเคราะห์หาปริมาณแบเรียม ด้วยเทคนิค ICP

5) เตรียมสารละลายมาตรฐานของแบเรียมเข้มข้น 1 ppm โดยการปิเปตต์สารละลายมาตรฐานของแบเรียมเข้มข้น 100 ppm ปริมาตร 1 ml ใส่ลงในขวดปริมาตรขนาด 100 ml ใส่ oxalic acid เข้มข้น 0.5 M ปริมาตร 10 ml แล้วเติม 1 % HNO_3 จนมีปริมาตรครบ 100 ml

6) เตรียม Blank โดยเติม สารละลาย oxalic acid 0.5 M ปริมาตร 10 ml ลงในขวดปริมาตรขนาด 100 ml แล้วเติม 1 % HNO_3 ลงไปจนมีสารละลายมีปริมาตรครบ 100 ml

7) ทำการทดลองเช่นเดียวกัน ตั้งแต่ ข้อ 1 – 6 แต่เปลี่ยนสารรบกวนจากแคลเซียม เป็น โซเดียม แมกนีเซียม และโพแทสเซียม

2.13 การวิเคราะห์หาปริมาณเรเดียมที่ถูกดูดซับบนพื้นผิวของแมงกานีสไดออกไซด์ โดยเทคนิค Liquid Scintillation Counter (LSC)

หลังจากที่ได้ศึกษาพฤติกรรมของการดูดซับแบบเรียบบนพื้นผิวของแมงกานีสไดออกไซด์ แล้ว ทำให้ทราบสภาวะต่างๆ ที่เหมาะสมสำหรับการทำ preconcentration แบบเรียบและจะนำสภาวะต่างๆ นี้มาใช้ในการทำ preconcentration เรเดียม แล้วจึงวิเคราะห์หาปริมาณเรเดียมด้วยเทคนิค Liquid Scintillation Counter (LSC) แต่เนื่องจากเรเดียม-226 จะสลายตัวให้รังสีแอลฟา ทำให้ได้ธาตุใหม่เกิดขึ้น เช่น ^{222}Rn , ^{218}Po , ^{214}Pb , ^{214}Bi , ^{214}Po , ^{210}Pb , ^{210}Bi , ^{206}Pb ดังนั้นการเตรียมสารละลายเรเดียมมาตรฐาน เพื่อใช้ในการศึกษาการทำ preconcentration โดยให้ถูกดูดซับบนพื้นผิวของแมงกานีสไดออกไซด์ จะต้องสกัดสารตัวอื่น ๆ ออกไปก่อนทุกครั้งเพื่อให้ได้เรเดียมบริสุทธิ์ แล้วจึงเตรียมสารละลายให้เข้มข้นตามต้องการ สำหรับ coated polyamide ที่นำมาใช้ในการทำ preconcentration คือ coated polyamide รูปร่างแบบเม็ด , แบบวงกลม ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 2 cm แบบสี่เหลี่ยมขนาด 0.5x0.5x0.05 cm

วิธีทดลอง

1) การทำเรเดียมมาตรฐาน (^{226}Ra) ให้บริสุทธิ์ (กลางพล กมลโชติ 1999 : 3) โดยการนำเรเดียมมาตรฐาน (จากทางการค้า) แล้วเติม 0.75 M HBr ลงไป จากนั้นเติมสารละลาย 0.1 M Trioctylamine (TOA) ลงไป Po, Bi, Pb จะถูกแยกออกไปอยู่ในชั้นของ TOA จากนั้นเติม 0.1 M Trioctylphosphinoxide (TOPO) ใน cyclohexane U, Th จะถูกแยกออกไปอยู่ในชั้นของ TOPO ทำให้ได้เรเดียมบริสุทธิ์ ซึ่งจะนำไปเตรียมเป็นสารละลายมาตรฐานเรเดียมเพื่อใช้ในการศึกษาการทำ preconcentration ทันที

เตรียมสารละลายมาตรฐานเรเดียม โดยใช้น้ำกลั่นปราศจากไอออน 100 ml แล้วเติมเรเดียมมาตรฐานที่เตรียมไว้ลงไปจนมี Activities ตามต้องการ (6.81, 13.61, 20.42, 27.23 Bq)

2) เตรียม coated polyamide แบบเม็ด แบบรูปสี่เหลี่ยม แบบวงกลม ชนิดละ 20 g (ตามวิธีการเตรียมในข้อ 2.3.2) จากนั้นชั่ง coated polyamide รูปร่างแบบเม็ด จำนวน 4 ชุด ๆ ละ 2 g ใส่ลงในสารละลายมาตรฐานเรเดียมแต่ละชุดตามลำดับ คนสารตลอดเวลา 1 ชั่วโมง

หลังจากนั้นแยก coated polyamide ที่ดูดซับเรเดียมไว้แล้วออกมา ทิ้งไว้ให้แห้ง

3) นำ coated polyamide ที่ดูดซับเรเดียมไว้แล้วจากข้อ 2 ใส่ลงใน Liquid Scintillation Counter vial ขนาด 22 ml แต่ละใบ แล้วเติมสารละลาย oxalic acid 0.5 M ปริมาตร 2 ml ทุก vial ตั้งทิ้งไว้ 4 ชั่วโมง เมื่อแมงกานีสไดออกไซด์ที่เคลือบอยู่บน polyamide ละลายออกมาหมดแล้ว จึงแยก polyamide ออกไป จากนั้น ปรับ pH ของสารละลายเป็น 5.5 แล้วเติม Ultima Gold TM cocktail 15 ml ลงไปทุก vial แล้วจึงนำไปวิเคราะห์หาปริมาณเรเดียม ด้วยเทคนิค LSC

4) เตรียม Blank โดยใช้ น้ำกลั่นปราศจากไอออน แล้วเติมสารละลาย oxalic acid 2 ml UltimaGold TM cocktail 15 ml ลงไป

5) ทำการทดลองเช่นเดียวกัน ตั้งแต่ ข้อ 1 – 4 แต่เปลี่ยน coated polyamide เป็น รูปร่างแบบสี่เหลี่ยม และ แบบวงกลม แทน

6) ตั้ง channel number สำหรับวิเคราะห์เรเดียมที่ 520 – 680 เพื่อหลีกเลี่ยงการ เรืองแสงจากสารรบกวนอื่น ๆ ซึ่งจะเกิดขึ้นที่ channel number 0 – 200

2.14 อิทธิพลของสารรบกวนต่าง ๆ ที่มีผลต่อการดูดซับเรเดียมบนพื้นผิวแมงกานีส ไดออกไซด์

เนื่องจากในแหล่งน้ำธรรมชาติจริง ๆ จะมีธาตุต่าง ๆ ปะปนอยู่ด้วย เช่น โซเดียม โปแทสเซียม แคลเซียม แมกนีเซียม และอื่น ๆ ซึ่งมีปริมาณมาก ในการศึกษาการรบกวนจากธาตุ เหล่านี้ จึงได้เตรียมสารละลายของธาตุเหล่านี้ให้มีความเข้มข้นมาก ๆ แล้วผสมลงในสารละลาย เรเดียมตัวอย่างที่เตรียมไว้ จากนั้นจึงวิเคราะห์หา activities ของเรเดียม โดยเทคนิค LSC

วิธีทดลอง

1) เตรียมสารละลายผสมระหว่างเรเดียมกับสารรบกวน ปริมาตร 100 ml โดยให้ เรเดียม มี Activities 15.12 Bq สารละลายแคลเซียมไอออน เข้มข้น 300 ppm สารละลาย โปแทสเซียมไอออน เข้มข้น 100 ppm สารละลายโซเดียมไอออนเข้มข้น 300 ppm และ สารละลายแมกนีเซียมไอออน เข้มข้น 100 ppm

2) เตรียม coated polyamide รูปร่างแบบเม็ดจำนวน 5 ชุด ๆ ละ 2 g ใส่ลงใน สารละลายผสมระหว่างเรเดียมกับสารรบกวนแต่ละชุดในข้อ 1 คนสารตลอดเวลา 1 ชั่วโมง หลังจากนั้นแยก coated polyamide ที่ดูดซับเรเดียมไว้แล้วออกมา ทิ้งไว้ให้แห้ง

- 3) นำ coated polyamide ที่ดูดซับเรเดียมไว้แล้วจากข้อ 2 ใส่ลงใน Liquid Scintillation Counter vial ขนาด 22 ml แต่ละใบ แล้วเติมสารละลาย oxalic acid 0.5 M ปริมาตร 2 ml ทุก vial ตั้งทิ้งไว้ 4 ชั่วโมง เมื่อแมงกานีสไดออกไซด์ที่เคลือบอยู่บน polyamide ละลายออกมาหมดแล้ว จึงแยก polyamide ออกไป จากนั้น ปรับ pH ของสารละลายเป็น 5.5 แล้วเติม Ultima Gold TM cocktail 15 ml ลงไปทุก vial แล้วจึงนำไปวิเคราะห์หาปริมาณเรเดียม ด้วยเทคนิค LSC
- 4) เตรียม Blank โดยใช้ น้ำกลั่นปราศจากไอออน แล้วเติมสารละลาย oxalic acid 2 ml UltimaGold TM cocktail 15 ml ลงไป
- 5) ตั้ง channel number สำหรับวิเคราะห์เรเดียมที่ 520 – 680 เพื่อหลีกเลี่ยงการเรืองแสงจากสารรบกวนอื่น ๆ ซึ่งจะเกิดขึ้นที่ channel number 0 – 200

มหาวิทยาลัยศิลปากร สงวนลิขสิทธิ์

บทที่ 3

ผลการทดลองและวิจารณ์ผลการทดลอง

3.1 การเคลือบ polyamide nylon 6,6

จากการเคลือบ polyamide nylon 6,6 ตามวิธีการทดลองข้อ 2.3.2 ได้ผลการทดลอง ดังนี้ polyamide ที่เคลือบด้วยแมงกานีสไดออกไซด์แล้ว ทั้ง 5 รูปร่าง คือ แบบเม็ด สีเหลืองเล็ก สีเหลืองใหญ่ วงกลมเล็ก วงกลมใหญ่ จะมีลักษณะเป็นสีดำ พื้นผิวเป็นมัน เมื่อนำไปส่องดูด้วย Scanning Electron Microscope จะเห็นลักษณะพื้นผิวขรุขระ ไม่เรียบ มีรอยแตกร้าว (ดูรูปที่ 3.4 – 3.9)

จากการเคลือบ polyamide nylon 6,6 โดยการนำโพแทสเซียมเปอร์แมงกาเนต มาให้ความร้อนจนมีอุณหภูมิถึง 85°C จะทำให้โพแทสเซียมเปอร์แมงกาเนต เกิดการเปลี่ยนแปลงได้เป็นแมงกานีสไดออกไซด์ และสารอื่นๆ แมงกานีสไดออกไซด์มีสมบัติเฉพาะตัว คือ เป็นของแข็งสีดำ ไม่ละลายน้ำ ไม่เกิดปฏิกิริยากับกรดเจือจาง แต่เมื่อกรดมีความเข้มข้นมาก จะสามารถเกิดปฏิกิริยาได้ เช่น เกิดปฏิกิริยากับกรดไฮโดรคลอริกเข้มข้น จะได้คลอรีน เกิดปฏิกิริยากับกรดซัลฟิวริกที่อุ่นให้ร้อน จะได้ออกซิเจน

สำหรับแมงกานีสไดออกไซด์ ที่เคลือบบน polyamide นั้น เมื่อนำมาทดสอบด้วยการละลายกับน้ำ พบว่าไม่ละลายน้ำ แสดงว่าสารสีดำที่เคลือบบน polyamide นั้นเป็นแมงกานีสไดออกไซด์ จริง

3.2 ศึกษาความเข้มข้นที่เหมาะสมของสารละลาย oxalic acid ในการละลายแมงกานีสไดออกไซด์ที่เคลือบบน polyamide

ผลการทดลอง

จากการศึกษาการละลายแมงกานีสไดออกไซด์ที่เคลือบบน polyamide โดยใช้สารละลาย oxalic acid ที่มีความเข้มข้น 0.1 M, 0.5 M, 1.0 M, และ อิมิตัว ได้ผลการทดลองตามตารางที่ 3.1 – 3.6 ดังนี้

ตารางที่ 3.1 ชุดการทดลองที่ 1 แสดงผลการละลายแมงกานีสไดออกไซด์ที่เคลือบบน polyamide แบบเม็ด เมื่อใช้ สารละลาย oxalic acid เข้มข้นต่าง ๆ กัน

การทดลองชุดที่ 1

เวลา (นาที)	สารละลาย oxalic acid			
	อิ่มตัว	1.0 M	0.5 M	0.1 M
30	+	+	+	-
60	+	+	+	-
90	+++	+++	++	-
120	+++	+++	+++	-
150	++++	++++	++++	+
180	++++	++++	++++	+
210	++++	++++	++++	++
240	+++++	+++++	+++++	++

มหาวิทยาลัยศิลปากร สงวนลิขสิทธิ์

ตารางที่ 3.2 ชุดการทดลองที่ 2 แสดงผลการละลายแมงกานีสไดออกไซด์ที่เคลือบบน polyamide แบบเม็ด เมื่อใช้ สารละลาย oxalic acid เข้มข้นต่าง ๆ กัน

การทดลองชุดที่ 2

เวลา (นาที)	สารละลาย oxalic acid			
	อิ่มตัว	1.0 M	0.5 M	0.1 M
30	++	++	+	-
60	+++*	+++*	++	-
90	++++*	++++*	+++*	+
120	+++++*	+++++*	+++++*	+
150	+++++*	+++++*	+++++*	++
180	+++++*	+++++*	+++++*	++
210	+++++*	+++++*	+++++*	+++
240	+++++*	+++++*	+++++*	+++

ตารางที่ 3.3 ชุดการทดลองที่ 1 แสดงผลการละลายแมงกานีสไดออกไซด์ที่เคลือบบน polyamide แบบสีเหลือง เมื่อใช้ สารละลาย oxalic acid เข้มข้นต่าง ๆ กัน

การทดลองชุดที่ 1

เวลา (นาที)	สารละลาย oxalic acid			
	อิ่มตัว	1.0 M	0.5 M	0.1 M
30	+	+	+	-
60	+	+	+	-
90	+++	+++	++	-
120	+++	+++	+++	-
150	++++	++++	++++	+
180	++++	++++	++++	+
210	++++	++++	++++	++
240	+++++	+++++	+++++	++

ตารางที่ 3.4 ชุดการทดลองที่ 2 แสดงผลการละลายแมงกานีสไดออกไซด์ที่เคลือบบน polyamide แบบสีเหลือง เมื่อใช้ สารละลาย oxalic acid เข้มข้นต่าง ๆ กัน

การทดลองชุดที่ 2

เวลา (นาที)	สารละลาย oxalic acid			
	อิ่มตัว	1.0 M	0.5 M	0.1 M
30	+	+	+	-
60	+++*	+++*	++	-
90	++++*	++++*	+++*	+
120	+++++*	+++++*	+++++*	+
150	+++++*	+++++*	+++++*	++
180	+++++*	+++++*	+++++*	++
210	+++++*	+++++*	+++++*	+++
240	+++++*	+++++*	+++++*	+++

ตารางที่ 3.5 ชุดการทดลองที่ 1 แสดงผลการละลายแมงกานีสไดออกไซด์ที่เคลือบบน polyamide แบบวงกลม เมื่อใช้ สารละลาย oxalic acid เข้มข้นต่าง ๆ กัน

การทดลองชุดที่ 1

เวลา (นาที)	สารละลาย oxalic acid			
	อิ่มตัว	1.0 M	0.5 M	0.1 M
30	+	+	+	-
60	+	+	+	-
90	+++	+++	++	-
120	+++	+++	+++	-
150	++++	++++	++++	+
180	++++	++++	++++	+
210	++++	++++	++++	++
240	+++++	+++++	+++++	++

ตารางที่ 3.6 ชุดการทดลองที่ 2 แสดงผลการละลายแมงกานีสไดออกไซด์ที่เคลือบบน polyamide แบบวงกลม เมื่อใช้ สารละลาย oxalic acid เข้มข้นต่าง ๆ กัน

การทดลองชุดที่ 2

เวลา (นาที)	สารละลาย oxalic acid			
	อิ่มตัว	1.0 M	0.5 M	0.1 M
30	+	+	+	-
60	+++*	+++*	++	-
90	++++*	++++*	+++*	+
120	+++++*	+++++*	+++++*	+
150	+++++*	+++++*	+++++*	++
180	+++++*	+++++*	+++++*	++
210	+++++*	+++++*	+++++*	+++
240	+++++*	+++++*	+++++*	+++

- ไม่มีการเปลี่ยนแปลง (coated polyamide มีสีน้ำตาลดำ)
- + เปลี่ยนแปลงเล็กน้อย (coated polyamide มีสีน้ำตาลดำอ่อนลงเล็กน้อย)
- + + เปลี่ยนแปลงมากขึ้น (coated polyamide มีสีน้ำตาลอ่อนลง)
- + + + เปลี่ยนแปลงมากยิ่งขึ้น (coated polyamide มีสีเหลืองอ่อน)
- + + + + เปลี่ยนแปลงมากยิ่งขึ้น (coated polyamide มีสีขา)
- + + + + + เปลี่ยนแปลงมากยิ่งขึ้น (coated polyamide มีสีขาขาวมากที่สุด)
- * มีตะกอนสีขา สารละลายมีสีขาขุ่น

จากข้อมูล ในตารางที่ 3.1, 3.3, 3.5 การทดลองชุดที่ 1 โดยการตั้งไว้หนึ่ง ๆ พบว่าการละลายแมงกานีสไดออกไซด์ด้วยสารละลาย oxalic acid อิมิตัว และเข้มข้น 1.0 M , 0.5 M แมงกานีสไดออกไซด์จะละลายได้ดี coated polyamide มีสีขาสะอาด เหมือนกัน ใช้เวลาประมาณ 4 ชั่วโมง เช่นเดียวกัน หลังจากการละลายของแมงกานีสไดออกไซด์หมดแล้ว สารละลายที่ได้มีลักษณะใส ส่วนสารละลาย oxalic acid เข้มข้น 0.1 M การละลายของแมงกานีสไดออกไซด์ ไม่ได้ แมงกานีสไดออกไซด์ ยังละลายออกมาจาก polyamide ไม่หมด

จากข้อมูลในตารางที่ 3.2, 3.4, 3.6 การทดลองชุดที่ 2 โดยการคนสารตลอดเวลา พบว่าแมงกานีสไดออกไซด์ สามารถละลายในสารละลาย oxalic acid เข้มข้น อิมิตัว 1.0 M , 0.5 M จะละลายได้ดีภายในเวลา 2 ชั่วโมง coated polyamide จะมีลักษณะขาสะอาด แต่สารละลาย มีสีขาขุ่น และมีตะกอนสีขาเกิดขึ้น ตะกอนสีขานี้จะเป็นพื้นผิวของ polyamide บางส่วนที่หลุดออกมา ส่วนสารละลาย oxalic acid เข้มข้น 0.1 M ละลายแมงกานีสไดออกไซด์ไม่ได้

จากข้อมูลดังกล่าวสรุปว่า ควรเลือกใช้สารละลาย oxalic acid เข้มข้น 0.5 M ในการละลายแมงกานีสไดออกไซด์ โดยวางไว้หนึ่ง ๆ เป็นเวลา 4 ชั่วโมง จะทำให้แมงกานีสไดออกไซด์ที่เคลือบอยู่ที่ผิว polyamide ละลายออกมาจนหมด polyamide จะมีลักษณะขาสะอาดเหมือนเมื่อตอนที่ยังไม่ได้เคลือบ

การที่ไม่เลือกวิธีการคนสารตลอดเวลา เนื่องจากสารละลายมีสีขาขุ่น และมีตะกอนเกิดขึ้น การจะนำสารละลายที่ได้ไปวิเคราะห์ จะต้องกรองสารละลายก่อน ปัญหาที่พบอีกอย่างหนึ่ง คือ การคนสารตลอดเวลา จะทำให้ผิวของ polyamide เกิดการกร่อน โดยเฉพาะ polyamide แบบสีเหลือง และ วงกลม จะเกิดการกร่อนมาก เมื่อนำ polyamide นี้กลับมาใช้ใหม่จะทำให้การละลายแมงกานีสไดออกไซด์ที่เคลือบอยู่นั้นละลายได้ช้ามากยิ่งขึ้น

3.3 วิเคราะห์หาปริมาณแมงกานีสบน coated polyamide

3.3.1 หาปริมาณแมงกานีสจาก coated polyamide รูปร่างเหมือนกัน batch เดียวกัน

ผลการทดลอง

การศึกษาหาปริมาณแมงกานีสที่มีอยู่บน coated polyamide โดยศึกษาและเปรียบเทียบปริมาณแมงกานีสที่ได้จาก รูปร่าง coated polyamide แบบเดียวกัน จาก batch เดียวกัน ได้ผลตามข้อมูลในตารางที่ 3.7 – 3.11

ตารางที่ 3.7 แสดงปริมาณแมงกานีสที่พบโดยใช้ coated polyamide แบบเม็ด จาก batch เดียวกัน จำนวน 2 g

Coated polyamide แบบเม็ด 2 g				Mn ที่พบ (mol)	MnO ₂ /พื้นที่ผิว (mol/cm ²)
Batch	ครั้งที่	จำนวน	พื้นที่ผิว(cm ²)		
Batch 1	1	117	44.46	0.121 x10 ⁻³	2.722 x10 ⁻⁶
	2	117	44.46	0.123 x10 ⁻³	2.767 x10 ⁻⁶
	3	117	44.46	0.122 x10 ⁻³	2.744 x10 ⁻⁶
	เฉลี่ย			0.122 x10 ⁻³	2.744 x10 ⁻⁶
Batch 2	1	117	44.46	0.119 x10 ⁻³	2.677 x10 ⁻⁶
	2	117	44.46	0.118 x10 ⁻³	2.654 x10 ⁻⁶
	3	117	44.46	0.120 x10 ⁻³	2.700 x10 ⁻⁶
	เฉลี่ย			0.119 x10 ⁻³	2.677 x10 ⁻⁶
Batch 3	1	117	44.46	0.123 x10 ⁻³	2.767 x10 ⁻⁶
	2	117	44.46	0.124 x10 ⁻³	2.789 x10 ⁻⁶
	3	117	44.46	0.126 x10 ⁻³	2.834 x10 ⁻⁶
	เฉลี่ย			0.124 x10 ⁻³	2.789 x10 ⁻⁶
Batch 4	1	117	44.46	0.122 x10 ⁻³	2.744 x10 ⁻⁶
	2	117	44.46	0.120 x10 ⁻³	2.699 x10 ⁻⁶
	3	117	44.46	0.119 x10 ⁻³	2.677 x10 ⁻⁶
	เฉลี่ย			0.120 x10 ⁻³	2.699 x10 ⁻⁶

ตารางที่ 3.8 แสดงปริมาณ แมงกานีส ที่พบโดยใช้ coated polyamide แบบสี่เหลี่ยมเล็ก จาก batch เดียวกัน จำนวน 2 g

Coated polyamide แบบสี่เหลี่ยมเล็ก 2 g				Mn ที่พบ	MnO ₂ /พื้นที่ผิว
Batch	ครั้งที่	จำนวน	พื้นที่ผิว(cm ²)	(mol)	(mol/cm ²)
Batch 1	1	67	77.05	0.177 x10 ⁻³	2.297 x10 ⁻⁶
	2	67	77.05	0.176 x10 ⁻³	2.284 x10 ⁻⁶
	3	67	77.05	0.175 x10 ⁻³	2.271 x10 ⁻⁶
	เฉลี่ย			0.176 x10 ⁻³	2.284 x10 ⁻⁶
Batch 2	1	67	77.05	0.170 x10 ⁻³	2.206 x10 ⁻⁶
	2	67	77.05	0.169 x10 ⁻³	2.193 x10 ⁻⁶
	3	67	77.05	0.168 x10 ⁻³	2.180 x10 ⁻⁶
	เฉลี่ย			0.169 x10 ⁻³	2.193 x10 ⁻⁶
Batch 3	1	67	77.05	0.177 x10 ⁻³	2.297 x10 ⁻⁶
	2	67	77.05	0.178 x10 ⁻³	2.310 x10 ⁻⁶
	3	67	77.05	0.176 x10 ⁻³	2.284 x10 ⁻⁶
	เฉลี่ย			0.177 x10 ⁻³	2.297 x10 ⁻⁶
Batch 4	1	67	77.05	0.174 x10 ⁻³	2.258 x10 ⁻⁶
	2	67	77.05	0.174 x10 ⁻³	2.258 x10 ⁻⁶
	3	67	77.05	0.173 x10 ⁻³	2.245 x10 ⁻⁶
	เฉลี่ย			0.174 x10 ⁻³	2.258 x10 ⁻⁶

ตารางที่ 3.9 แสดงปริมาณแมงกานีส ที่พบโดยใช้ coated polyamide แบบสีเหลืองมใหญ่ จาก batch เดียวกัน จำนวน 2 g

Coated polyamide แบบสีเหลืองมใหญ่ 2 g				Mn ที่พบ	MnO ₂ /พื้นที่ผิว
Batch	ครั้งที่	จำนวน	พื้นที่ผิว(cm ²)	(mol)	(mol/cm ²)
Batch 1	1	9	75.69	0.177 x10 ⁻³	2.338 x10 ⁻⁶
	2	9	75.69	0.179 x10 ⁻³	2.365 x10 ⁻⁶
	3	9	75.69	0.175 x10 ⁻³	2.312 x10 ⁻⁶
	เฉลี่ย			0.177 x10 ⁻³	2.338 x10 ⁻⁶
Batch 2	1	9	75.69	0.171 x10 ⁻³	2.259 x10 ⁻⁶
	2	9	75.69	0.170 x10 ⁻³	2.246 x10 ⁻⁶
	3	9	75.69	0.172 x10 ⁻³	2.272 x10 ⁻⁶
	เฉลี่ย			0.171 x10 ⁻³	2.259 x10 ⁻⁶
Batch 3	1	9	75.69	0.179 x10 ⁻³	2.365 x10 ⁻⁶
	2	9	75.69	0.177 x10 ⁻³	2.338 x10 ⁻⁶
	3	9	75.69	0.179 x10 ⁻³	2.365 x10 ⁻⁶
	เฉลี่ย			0.179 x10 ⁻³	2.365 x10 ⁻⁶
Batch 4	1	9	75.69	0.177 x10 ⁻³	2.338 x10 ⁻⁶
	2	9	75.69	0.176 x10 ⁻³	2.325 x10 ⁻⁶
	3	9	75.69	0.175 x10 ⁻³	2.312 x10 ⁻⁶
	เฉลี่ย			0.176 x10 ⁻³	2.325 x10 ⁻⁶

ตารางที่ 3.10 แสดงปริมาณแมงกานีส ที่พบโดยใช้ coated polyamide แบบวงกลมเล็ก จาก batch เดียวกัน 2 g

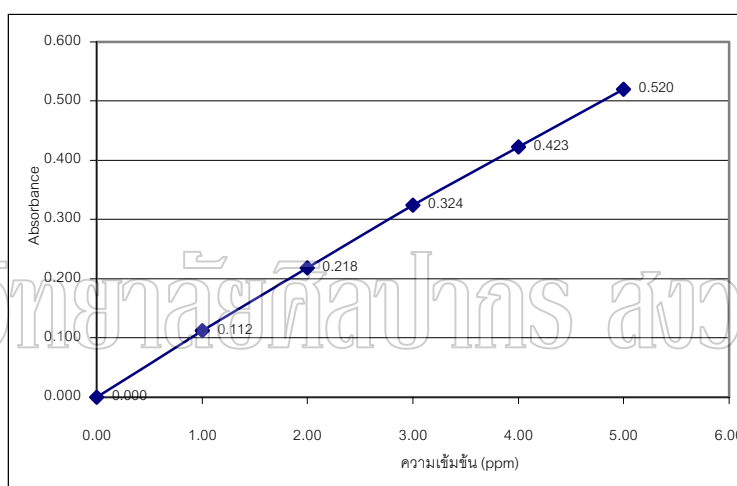
Coated polyamide แบบวงกลมเล็ก 2 g				Mn ที่พบ	MnO ₂ /พื้นที่ผิว
Batch	ครั้งที่	จำนวน	พื้นที่ผิว(cm ²)	(mol)	(mol/cm ²)
Batch 1	1	18	76.86	0.168 x10 ⁻³	2.186 x10 ⁻⁶
	2	18	76.86	0.167 x10 ⁻³	2.173 x10 ⁻⁶
	3	18	76.86	0.169 x10 ⁻³	2.199 x10 ⁻⁶
	เฉลี่ย			0.168 x10 ⁻³	2.186 x10 ⁻⁶
Batch 2	1	18	76.86	0.168 x10 ⁻³	2.186 x10 ⁻⁶
	2	18	76.86	0.169 x10 ⁻³	2.199 x10 ⁻⁶
	3	18	76.86	0.168 x10 ⁻³	2.186 x10 ⁻⁶
	เฉลี่ย			0.169 x10 ⁻³	2.199 x10 ⁻⁶
Batch 3	1	18	76.86	0.172 x10 ⁻³	2.238 x10 ⁻⁶
	2	18	76.86	0.171 x10 ⁻³	2.225 x10 ⁻⁶
	3	18	76.86	0.170 x10 ⁻³	2.212 x10 ⁻⁶
	เฉลี่ย			0.171 x10 ⁻³	2.225 x10 ⁻⁶
Batch 4	1	18	76.86	0.170 x10 ⁻³	2.212 x10 ⁻⁶
	2	18	76.86	0.168 x10 ⁻³	2.186 x10 ⁻⁶
	3	18	76.86	0.167 x10 ⁻³	2.173 x10 ⁻⁶
	เฉลี่ย			0.169 x10 ⁻³	2.199 x10 ⁻⁶

ตารางที่ 3.11 แสดงปริมาณแมงกานีส ที่พบโดยใช้ coated polyamide แบบวงกลมใหญ่ จาก batch เดียวกัน จำนวน 2 g

Coated polyamide แบบวงกลมใหญ่ 2 g				Mn ที่พบ	MnO ₂ /พื้นที่ผิว
Batch	ครั้งที่	จำนวน	พื้นที่ผิว(cm ²)	(mol)	(mol/cm ²)
Batch 1	1	9	75.60	0.177 x10 ⁻³	2.341 x10 ⁻⁶
	2	9	75.60	0.176 x10 ⁻³	2.328 x10 ⁻⁶
	3	9	75.60	0.177 x10 ⁻³	2.341 x10 ⁻⁶
	เฉลี่ย			0.176 x10 ⁻³	2.328 x10 ⁻⁶
Batch 2	1	9	75.60	0.175 x10 ⁻³	2.315 x10 ⁻⁶
	2	9	75.60	0.176 x10 ⁻³	2.328 x10 ⁻⁶
	3	9	75.60	0.175 x10 ⁻³	2.315 x10 ⁻⁶
	เฉลี่ย			0.175 x10 ⁻³	2.315 x10 ⁻⁶
Batch 3	1	9	75.60	0.177 x10 ⁻³	2.341 x10 ⁻⁶
	2	9	75.60	0.178 x10 ⁻³	2.354 x10 ⁻⁶
	3	9	75.60	0.176 x10 ⁻³	2.328 x10 ⁻⁶
	เฉลี่ย			0.177 x10 ⁻³	2.341 x10 ⁻⁶
Batch 4	1	9	75.60	0.173 x10 ⁻³	2.288 x10 ⁻⁶
	2	9	75.60	0.175 x10 ⁻³	2.315 x10 ⁻⁶
	3	9	75.60	0.176 x10 ⁻³	2.328 x10 ⁻⁶
	เฉลี่ย			0.174 x10 ⁻³	2.302 x10 ⁻⁶

ตารางที่ 3.12 แสดงค่า Absorbance ของสารละลายมาตรฐานของ Mn ที่ระดับความเข้มข้นต่าง ๆ

สารละลายมาตรฐาน	ความเข้มข้น (ppm)	Absorbance	% RSD
Blank	0.00	0.000	
standard 1	1.00	0.112	0.4
standard 2	2.00	0.218	0.5
standard 3	3.00	0.324	0.1
standard 4	4.00	0.423	0.4
standard 5	5.00	0.520	0.2



$$Y = 0.104x + 0.0062$$

$$r = 0.9993$$

รูปที่ 3.1 กราฟมาตรฐานของแมงกานีสแสดงความสัมพันธ์ระหว่างความเข้มข้น กับ Absorbance

จากการศึกษาหาปริมาณแมงกานีสบน coated polyamide ที่มาจาก batch เดียวกัน โดยนำ coated polyamide ที่มีรูปร่างต่างกัน 5 รูปร่างมาศึกษาได้ผลตามข้อมูลในตารางที่ 3.7 – 3.11 จากตารางที่ 3.7 เมื่อใช้ coated polyamide แบบเม็ด จาก batch 1 ปริมาณแมงกานีสจากชุดที่ 1, 2, 3 จะมีปริมาณแมงกานีส 0.121×10^{-3} , 0.123×10^{-3} , 0.122×10^{-3} mole ซึ่งแตกต่างกันเล็กน้อย อาจกล่าวได้ว่ามีค่าใกล้เคียงกัน จาก batch 2 ปริมาณแมงกานีสจากชุดที่ 1, 2, 3 จะมีปริมาณแมงกานีสต่างกันเล็กน้อยอาจกล่าวได้ว่ามีค่าใกล้เคียงกัน และจาก batch 3, 4 ก็ให้ผลทำนองเดียวกัน และการศึกษาเปรียบเทียบในทำนองเดียวกัน โดยเปรียบเทียบปริมาณ แมงกานีสไดออกไซด์ต่อพื้นที่ผิวของ polyamide ที่ใช้เป็น supporting material

1 cm² ก็พบว่าจะมีปริมาณแมงกานีสไดออกไซด์ใกล้เคียงกัน

เมื่อพิจารณา coated polyamide รูปร่างสี่เหลี่ยมเล็ก สี่เหลี่ยมใหญ่ วงกลมเล็ก วงกลมใหญ่ โดยพิจารณาจาก ชุดที่ 1, 2, 3 ของแต่ละ batch จะพบว่าปริมาณแมงกานีสใกล้เคียงกัน และในทำนองเดียวกัน เมื่อเปรียบเทียบปริมาณแมงกานีสไดออกไซด์ต่อพื้นที่ผิวของ polyamide ที่ใช้เป็น supporting material 1 cm² พบว่าจะมีปริมาณแมงกานีสไดออกไซด์ใกล้เคียงกันเช่นเดียวกัน

จากข้อมูลดังกล่าวจึงสรุปว่า ปริมาณแมงกานีสไดออกไซด์ที่เคลือบบนพื้นผิว polyamide จาก batch เดียวกัน รูปร่างและขนาด polyamide เหมือนกัน จะมีปริมาณแมงกานีส และแมงกานีสไดออกไซด์ใกล้เคียงกัน

3.3.2 วิเคราะห์หาปริมาณแมงกานีสจาก coated polyamide รูปร่างเหมือนกันต่าง batch กัน

ผลการทดลอง

การศึกษหาปริมาณแมงกานีสจาก coated polyamide รูปร่างเหมือนกันต่าง batch กัน จะใช้ข้อมูลผลการทดลองตามตารางที่ 3.7 – 3.11 มาพิจารณา ดังนี้

เมื่อพิจารณาข้อมูลในตารางที่ 3.7 coated polyamide แบบเม็ด โดยเปรียบเทียบ coated polyamide จาก batch 1, 2, 3, 4 โดยใช้ค่าเฉลี่ยเปรียบเทียบพบว่า ปริมาณแมงกานีสจากแต่ละ batch มีค่าไม่แตกต่างกันมากนัก ในทำนองเดียวกันเมื่อศึกษาข้อมูลจากตารางที่ 3.8 – 3.11 ซึ่งใช้ coated polyamide รูปร่างสี่เหลี่ยมเล็ก สี่เหลี่ยมใหญ่ วงกลมเล็ก วงกลมใหญ่ จะพบว่า ปริมาณแมงกานีสที่พบในแต่ละ batch ของแต่ละรูปร่าง จะมีปริมาณแมงกานีสใกล้เคียงกัน ไม่แตกต่างกันมากนัก และเมื่อเปรียบเทียบโดยใช้ปริมาณแมงกานีสไดออกไซด์ต่อพื้นที่ผิวของ polyamide ที่ใช้เป็น supporting material 1 cm² ก็ได้ผลในทำนองเดียวกัน

จากข้อมูลดังกล่าวจึงสรุปว่า การเคลือบแมงกานีสไดออกไซด์ บน polyamide ที่มีรูปร่างเหมือนกันแต่ละครั้งนั้น ปริมาณ แมงกานีสไดออกไซด์ที่เคลือบบนผิวของ polyamide จะมีปริมาณใกล้เคียงกัน แต่ coated polyamide รูปร่างเหมือนกัน ขนาดเท่ากัน จาก batch เดียวกัน จะมีปริมาณแมงกานีสไดออกไซด์ใกล้เคียงกันมากกว่า coated polyamide จากต่าง batch กัน

3.3.3 วิเคราะห์หาปริมาณแอมแกเนียนิสจาก coated polyamide รูปร่างต่างกัน ต่าง batch กัน

ผลการทดลอง

การหาปริมาณแอมแกเนียนิสจาก coated polyamide รูปร่างต่างกัน ต่าง batch กัน จะใช้ข้อมูลผลการทดลองตามตารางที่ 3.7 – 3.11 มาพิจารณา ดังนี้

เมื่อพิจารณาข้อมูลในตารางที่ 3.7 – 3.11 ของ coated polyamide ทั้ง 5 รูปร่าง โดยใช้ค่าเฉลี่ยของ batch 1 ของ coated polyamide แต่ละรูปร่าง มาเปรียบเทียบปริมาณแอมแกเนียนิส จะพบว่าปริมาณแอมแกเนียนิส ที่พบนั้นไม่เท่ากัน

ในทำนองเดียวกัน เมื่อพิจารณาข้อมูลจาก batch 2, 3, 4 ของ coated polyamide แต่ละรูปร่างโดยใช้ค่าเฉลี่ยแล้วเปรียบเทียบปริมาณแอมแกเนียนิสก็จะพบว่าปริมาณแอมแกเนียนิสที่พบไม่เท่ากันเช่นเดียวกัน และเมื่อเปรียบเทียบปริมาณแอมแกเนียนิสไดออกไซด์ต่อพื้นที่ผิวของ polyamide ที่ใช้เป็น supporting material 1 cm^2 พบว่าปริมาณแอมแกเนียนิสไดออกไซด์มีค่าไม่เท่ากัน coated polyamide แบบเม็ดจะมี แอมแกเนียนิสไดออกไซด์ประมาณ $2.70 \times 10^{-6} \text{ mol/cm}^2$ ซึ่งมากกว่า coated polyamide รูปร่างอื่น ๆ

จากข้อมูลดังกล่าวจึงสรุปว่า coated polyamide รูปร่างต่างกัน ต่าง batch กัน ปริมาณแอมแกเนียนิสไดออกไซด์ที่เคลือบบน polyamide จะไม่เท่ากัน coated polyamide แบบเม็ด จะมีแอมแกเนียนิสไดออกไซด์มากที่สุด

3.3.4 วิเคราะห์หาปริมาณแมงกานีส จาก coated polyamide รูปร่างต่างกัน จาก batch เดียวกัน

ผลการทดลอง

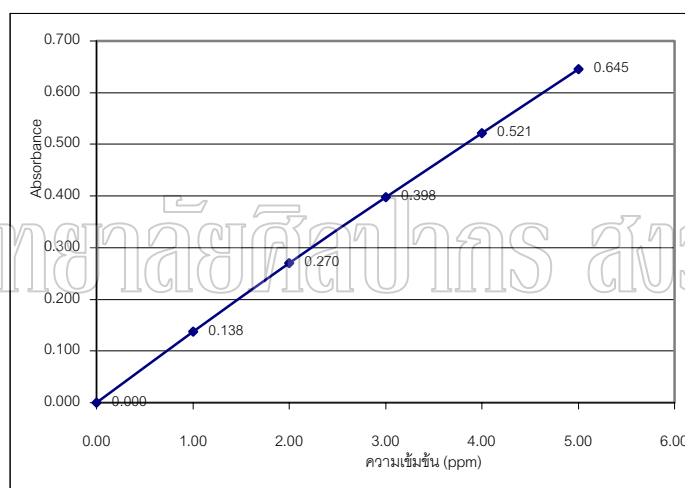
จากการศึกษาวิเคราะห์หาปริมาณแมงกานีสบน coated polyamide ทั้ง 5 รูปร่าง จาก batch เดียวกัน ได้ผลตามข้อมูลในตารางที่ 3.13

ตารางที่ 3.13 แสดงปริมาณแมงกานีส ที่พบโดยใช้ coated polyamide รูปร่างต่างกัน ชนิดละ 2 g จาก batch เดียวกัน

Coated polyamide จำนวน 2 g				Mn ที่พบ (mol)	MnO ₂ /พื้นที่ผิว (mol/cm ²)
รูปร่าง	ครั้งที่	จำนวน	พื้นที่ผิว(cm ²)		
แบบเม็ด	1	117	44.46	0.100 x10 ⁻³	2.252 x10 ⁻⁶
	2	117	44.46	0.103 x10 ⁻³	2.321 x10 ⁻⁶
	เฉลี่ย			0.102 x10 ⁻³	2.288 x10 ⁻⁶
สี่เหลี่ยมเล็ก	1	67	77.05	0.159 x10 ⁻³	2.067 x10 ⁻⁶
	2	67	77.05	0.160 x10 ⁻³	2.079 x10 ⁻⁶
	เฉลี่ย			0.159 x10 ⁻³	2.067 x10 ⁻⁶
สี่เหลี่ยมใหญ่	1	9	75.69	0.153 x10 ⁻³	2.026 x10 ⁻⁶
	2	9	75.69	0.156 x10 ⁻³	2.056 x10 ⁻⁶
	เฉลี่ย			0.155 x10 ⁻³	2.041 x10 ⁻⁶
วงกลมเล็ก	1	18	76.86	0.154 x10 ⁻³	2.001 x10 ⁻⁶
	2	18	76.86	0.153 x10 ⁻³	1.989 x10 ⁻⁶
	เฉลี่ย			0.153 x10 ⁻³	1.989 x10 ⁻⁶
วงกลมใหญ่	1	9	75.60	0.149 x10 ⁻³	1.968 x10 ⁻⁶
	2	9	75.60	0.147 x10 ⁻³	1.944 x10 ⁻⁶
	เฉลี่ย			0.148 x10 ⁻³	1.956 x10 ⁻⁶

ตารางที่ 3.14 แสดงค่า Absorbance ของสารละลายมาตรฐานของ Mn ที่ระดับความเข้มข้นต่าง ๆ

สารละลายมาตรฐาน	ความเข้มข้น (ppm)	Absorbance	% RSD
Blank	0.00	0.000	
standard 1	1.00	0.138	0.5
standard 2	2.00	0.270	0.2
standard 3	3.00	0.398	0.2
standard 4	4.00	0.521	0.1
standard 5	5.00	0.645	0.3



$$Y = 0.1286X + 0.0071$$

$$r = 0.9995$$

รูปที่ 3.2 กราฟมาตรฐานของแมงกานีส แสดงความสัมพันธ์ระหว่างความเข้มข้น กับ ค่า Absorbance

จากผลการทดลองในตารางที่ 3.13 พบว่า Coated polyamide แต่ละรูปร่าง เมื่อพิจารณาจากค่าเฉลี่ย จะพบว่า ปริมาณแมงกานีสที่พบ ไม่เท่ากัน แบบเม็ดจะมีปริมาณแมงกานีสน้อยที่สุด ส่วนแบบสี่เหลี่ยมเล็ก วงกลมเล็ก มีแมงกานีส ค่อนข้างมาก และเมื่อพิจารณาจากปริมาณแมงกานีสไดออกไซด์ต่อพื้นที่ผิว พบว่า coated polyamide แต่ละรูปร่าง มีปริมาณแมงกานีสไม่เท่ากัน ดังนั้นจึงสรุปได้ว่า coated polyamide รูปร่างต่างกันมาจาก batch เดียวกัน ปริมาณแมงกานีสไดออกไซด์ที่เคลือบบน polyamide จะไม่เท่ากัน แบบเม็ดยังคงมีปริมาณแมงกานีสไดออกไซด์ ต่อพื้นที่ผิว polyamide ที่ใช้ มากกว่ารูปร่างอื่น ๆ

3.4 การวิเคราะห์หาปริมาณโพแทสเซียมบน coated polyamide

3.4.1 หาปริมาณโพแทสเซียมจาก coated polyamide รูปร่างเหมือนกัน batch เดียวกัน

3.4.2 หาปริมาณโพแทสเซียมจาก coated polyamide รูปร่างเหมือนกัน ต่าง batch กัน

3.4.3 หาปริมาณโพแทสเซียมจาก coated polyamide รูปร่างต่างกัน ต่าง batch กัน

ผลการทดลอง

จากการศึกษาหาปริมาณโพแทสเซียมบน coated polyamide แบบเม็ด สีเหลืองเล็ก สีเหลืองใหญ่ วงกลมเล็ก วงกลมใหญ่ จาก batch เดียวกัน และต่าง batch กัน ได้ผลตามข้อมูล ในตารางที่ 3.15 – 3.19

ตารางที่ 3.15 แสดงปริมาณโพแทสเซียม ที่พบโดยใช้ coated polyamide แบบเม็ด จาก batch เดียวกัน จำนวน 2 g

Coated polyamide แบบเม็ด 2 g				K ที่พบ (mol)	K/พื้นที่ผิว (mol/cm ²)
Batch	ครั้งที่	จำนวน	พื้นที่ผิว(cm ²)		
Batch 1	1	117	44.46	0.081 × 10 ⁻³	1.822 × 10 ⁻⁶
	2	117	44.46	0.082 × 10 ⁻³	1.844 × 10 ⁻⁶
	3	117	44.46	0.081 × 10 ⁻³	1.822 × 10 ⁻⁶
	เฉลี่ย			0.081 × 10 ⁻³	1.822 × 10 ⁻⁶
Batch 2	1	117	44.46	0.074 × 10 ⁻³	1.664 × 10 ⁻⁶
	2	117	44.46	0.072 × 10 ⁻³	1.619 × 10 ⁻⁶
	3	117	44.46	0.075 × 10 ⁻³	1.687 × 10 ⁻⁶
	เฉลี่ย			0.074 × 10 ⁻³	1.664 × 10 ⁻⁶
Batch 3	1	117	44.46	0.081 × 10 ⁻³	1.822 × 10 ⁻⁶
	2	117	44.46	0.083 × 10 ⁻³	1.867 × 10 ⁻⁶
	3	117	44.46	0.083 × 10 ⁻³	1.867 × 10 ⁻⁶
	เฉลี่ย			0.083 × 10 ⁻³	1.867 × 10 ⁻⁶
Batch 4	1	117	44.46	0.078 × 10 ⁻³	1.754 × 10 ⁻⁶
	2	117	44.46	0.078 × 10 ⁻³	1.754 × 10 ⁻⁶
	3	117	44.46	0.074 × 10 ⁻³	1.664 × 10 ⁻⁶
	เฉลี่ย			0.078 × 10 ⁻³	1.754 × 10 ⁻⁶

ตารางที่ 3.16 แสดงปริมาณโพแทสเซียม ที่พบโดยใช้ coated polyamide แบบสีเหลืองเล็ก จาก batch เดียวกัน จำนวน 2 g

Coated polyamide แบบสีเหลืองเล็ก 2 g				K ที่พบ (mol)	K/พื้นที่ผิว (mol/cm ²)
Batch	ครั้งที่	จำนวน	พื้นที่ผิว(cm ²)		
Batch 1	1	67	77.05	0.116 × 10 ⁻³	1.506 × 10 ⁻⁶
	2	67	77.05	0.116 × 10 ⁻³	1.506 × 10 ⁻⁶
	3	67	77.05	0.115 × 10 ⁻³	1.493 × 10 ⁻⁶
	เฉลี่ย			0.116 × 10 ⁻³	1.506 × 10 ⁻⁶
Batch 2	1	67	77.05	0.112 × 10 ⁻³	1.454 × 10 ⁻⁶
	2	67	77.05	0.111 × 10 ⁻³	1.441 × 10 ⁻⁶
	3	67	77.05	0.111 × 10 ⁻³	1.441 × 10 ⁻⁶
	เฉลี่ย			0.111 × 10 ⁻³	1.441 × 10 ⁻⁶
Batch 3	1	67	77.05	0.117 × 10 ⁻³	1.518 × 10 ⁻⁶
	2	67	77.05	0.116 × 10 ⁻³	1.506 × 10 ⁻⁶
	3	67	77.05	0.117 × 10 ⁻³	1.518 × 10 ⁻⁶
	เฉลี่ย			0.117 × 10 ⁻³	1.518 × 10 ⁻⁶
Batch 4	1	67	77.05	0.114 × 10 ⁻³	1.480 × 10 ⁻⁶
	2	67	77.05	0.115 × 10 ⁻³	1.493 × 10 ⁻⁶
	3	67	77.05	0.114 × 10 ⁻³	1.480 × 10 ⁻⁶
	เฉลี่ย			0.114 × 10 ⁻³	1.480 × 10 ⁻⁶

ตารางที่ 3.17 แสดงปริมาณโพแทสเซียม ที่พบโดยใช้ coated polyamide แบบสี่เหลี่ยมใหญ่ จาก batch เดียวกัน จำนวน 2 g

Coated polyamide แบบสี่เหลี่ยมใหญ่ 2 g				K ที่พบ (mol)	K/พื้นที่ผิว (mol/cm ²)
Batch	ครั้งที่	จำนวน	พื้นที่ผิว(cm ²)		
Batch 1	1	9	75.69	0.098 × 10 ⁻³	1.295 × 10 ⁻⁶
	2	9	75.69	0.101 × 10 ⁻³	1.334 × 10 ⁻⁶
	3	9	75.69	0.101 × 10 ⁻³	1.334 × 10 ⁻⁶
	เฉลี่ย			0.100 × 10 ⁻³	1.321 × 10 ⁻⁶
Batch 2	1	9	75.69	0.092 × 10 ⁻³	1.215 × 10 ⁻⁶
	2	9	75.69	0.093 × 10 ⁻³	1.229 × 10 ⁻⁶
	3	9	75.69	0.092 × 10 ⁻³	1.215 × 10 ⁻⁶
	เฉลี่ย			0.092 × 10 ⁻³	1.215 × 10 ⁻⁶
Batch 3	1	9	75.69	0.103 × 10 ⁻³	1.361 × 10 ⁻⁶
	2	9	75.69	0.103 × 10 ⁻³	1.361 × 10 ⁻⁶
	3	9	75.69	0.101 × 10 ⁻³	1.334 × 10 ⁻⁶
	เฉลี่ย			0.102 × 10 ⁻³	1.348 × 10 ⁻⁶
Batch 4	1	9	75.69	0.097 × 10 ⁻³	1.282 × 10 ⁻⁶
	2	9	75.69	0.096 × 10 ⁻³	1.268 × 10 ⁻⁶
	3	9	75.69	0.098 × 10 ⁻³	1.295 × 10 ⁻⁶
	เฉลี่ย			0.097 × 10 ⁻³	1.282 × 10 ⁻⁶

ตารางที่ 3.18 แสดงปริมาณโพแทสเซียม ที่พบโดยใช้ coated polyamide แบบวงกลมเล็ก จาก batch เดียวกัน จำนวน 2 g

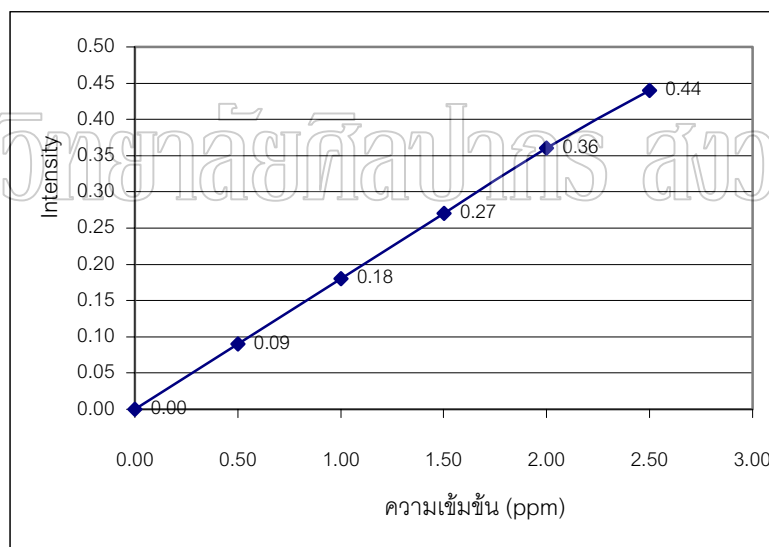
Coated polyamide แบบวงกลมเล็ก 2 g				K ที่พบ (mol)	K/พื้นที่ผิว (mol/cm ²)
Batch	ครั้งที่	จำนวน	พื้นที่ผิว(cm ²)		
Batch 1	1	18	76.86	0.097 × 10 ⁻³	1.262 × 10 ⁻⁶
	2	18	76.86	0.098 × 10 ⁻³	1.275 × 10 ⁻⁶
	3	18	76.86	0.097 × 10 ⁻³	1.262 × 10 ⁻⁶
	เฉลี่ย			0.097 × 10 ⁻³	1.262 × 10 ⁻⁶
Batch 2	1	18	76.86	0.098 × 10 ⁻³	1.275 × 10 ⁻⁶
	2	18	76.86	0.097 × 10 ⁻³	1.262 × 10 ⁻⁶
	3	18	76.86	0.098 × 10 ⁻³	1.275 × 10 ⁻⁶
	เฉลี่ย			0.098 × 10 ⁻³	1.275 × 10 ⁻⁶
Batch 3	1	18	76.86	0.106 × 10 ⁻³	1.379 × 10 ⁻⁶
	2	18	76.86	0.104 × 10 ⁻³	1.353 × 10 ⁻⁶
	3	18	76.86	0.106 × 10 ⁻³	1.379 × 10 ⁻⁶
	เฉลี่ย			0.105 × 10 ⁻³	1.366 × 10 ⁻⁶
Batch 4	1	18	76.86	0.101 × 10 ⁻³	1.314 × 10 ⁻⁶
	2	18	76.86	0.102 × 10 ⁻³	1.327 × 10 ⁻⁶
	3	18	76.86	0.099 × 10 ⁻³	1.288 × 10 ⁻⁶
	เฉลี่ย			0.101 × 10 ⁻³	1.314 × 10 ⁻⁶

ตารางที่ 3.19 แสดงปริมาณโพแทสเซียม ที่พบโดยใช้ coated polyamide แบบวงกลมใหญ่ จาก batch เดียวกัน จำนวน 2 g

Coated polyamide แบบวงกลมใหญ่ 2 g				K ที่พบ (mol)	K/พื้นที่ผิว (mol/cm ²)
Batch	ครั้งที่	จำนวน	พื้นที่ผิว(cm ²)		
Batch 3	1	9	75.60	0.118 x10 ⁻³	1.561 x10 ⁻⁶
	2	9	75.60	0.116 x10 ⁻³	1.534 x10 ⁻⁶
	3	9	75.60	0.116 x10 ⁻³	1.534 x10 ⁻⁶
	เฉลี่ย			0.117 x10 ⁻³	1.548 x10 ⁻⁶
Batch 2	1	9	75.60	0.120 x10 ⁻³	1.587 x10 ⁻⁶
	2	9	75.60	0.118 x10 ⁻³	1.561 x10 ⁻⁶
	3	9	75.60	0.118 x10 ⁻³	1.561 x10 ⁻⁶
	เฉลี่ย			0.119 x10 ⁻³	1.574 x10 ⁻⁶
Batch 1	1	9	75.60	0.123 x10 ⁻³	1.627 x10 ⁻⁶
	2	9	75.60	0.123 x10 ⁻³	1.627 x10 ⁻⁶
	3	9	75.60	0.125 x10 ⁻³	1.653 x10 ⁻⁶
	เฉลี่ย			0.124 x10 ⁻³	1.640 x10 ⁻⁶
Batch 4	1	9	75.60	0.118 x10 ⁻³	1.561 x10 ⁻⁶
	2	9	75.60	0.116 x10 ⁻³	1.534 x10 ⁻⁶
	3	9	75.60	0.113 x10 ⁻³	1.495 x10 ⁻⁶
	เฉลี่ย			0.116 x10 ⁻³	1.534 x10 ⁻⁶

ตารางที่ 3.20 แสดงค่า Intensity ของสารละลายมาตรฐานของโพแทสเซียม ที่ระดับความเข้มข้นต่าง ๆ เพื่อทำกราฟมาตรฐาน

สารละลายมาตรฐาน	ความเข้มข้น (ppm)	Intensity	%RSD
Blank	0.00	0.00	0.0
standard 1	0.50	0.09	0.3
standard 2	1.00	0.18	0.1
standard 3	1.50	0.27	0.1
standard 4	2.00	0.36	0.1
standard 5	2.50	0.44	0.2



รูปที่ 3.3 กราฟมาตรฐานของโพแทสเซียม แสดงความสัมพันธ์ระหว่างค่าความเข้มข้น กับ Intensity

ตารางที่ 3.21 แสดงการเปรียบเทียบสัดส่วนของ แมงกานีสต่อโพแทสเซียม จาก coated polyamide รูปร่างเดียวกัน จาก batch เดียวกัน

Batch	สัดส่วนโดยโมลของ Mn/K ของ Coated polyamide				
	เม็ด	สี่เหลี่ยมเล็ก	สี่เหลี่ยมใหญ่	วงกลมเล็ก	วงกลมใหญ่
1	1.51	1.52	1.77	1.73	1.50
2	1.60	1.52	1.85	1.72	1.47
3	1.50	1.51	1.75	1.63	1.43
4	1.54	1.53	1.81	1.67	1.50

จากข้อมูลในตารางที่ 3.15 เป็นการวิเคราะห์หาปริมาณโพแทสเซียมบน coated polyamide แบบเม็ด เมื่อพิจารณาปริมาณโพแทสเซียมที่พบจาก batch 1 ทั้ง 3 ครั้งจะพบว่า ปริมาณโพแทสเซียม มีค่า 0.081×10^{-3} , 0.082×10^{-3} , 0.081×10^{-3} mole ตามลำดับ ซึ่งจะเห็นว่ามีความใกล้เคียงกันมากและเมื่อพิจารณาจาก batch 2, batch 3, batch 4 ก็ได้ผลในทำนองเดียวกัน เมื่อเปรียบเทียบปริมาณโพแทสเซียมต่อพื้นที่ผิวของ polyamide ที่ใช้เป็น supporting material 1 cm^2 จาก batch เดียวกัน ครั้งที่ 1, 2, 3 ก็พบว่าปริมาณใกล้เคียงกันมากทุก batch และเมื่อเปรียบเทียบปริมาณโพแทสเซียม ที่พบจาก batch 1, batch 2, batch 3, batch 4 โดยใช้ค่าเฉลี่ยมาเปรียบเทียบ จะพบว่าปริมาณโพแทสเซียมที่พบจากแต่ละ batch จะไม่เท่ากัน แต่ก็ไม่แตกต่างกันมากนัก อาจถือได้ว่าใกล้เคียงกัน แสดงว่าการเคลือบ polyamide ด้วยโพแทสเซียมเปอร์แมงกาเนตแต่ละครั้ง จะมีโพแทสเซียมอยู่บนพื้นผิวของ coated polyamide ในปริมาณที่ใกล้เคียงกัน แต่ว่าปริมาณโพแทสเซียมจาก batch เดียวกันมีความใกล้เคียงกันมากกว่าต่าง batch

จากการศึกษาในทำนองเดียวกัน แต่เปลี่ยนเป็น coated polyamide รูปร่างสี่เหลี่ยมเล็ก รูปร่างสี่เหลี่ยมใหญ่ รูปร่างวงกลมเล็ก รูปร่างวงกลมใหญ่ โดยดูข้อมูลจากตารางที่ 3.16 – 3.19 จะพบว่า จะได้ผลในทำนองเดียวกันคือ ปริมาณโพแทสเซียมจาก batch เดียวกัน จะมีปริมาณโพแทสเซียมใกล้เคียงกันมากแต่ปริมาณโพแทสเซียมจากต่าง batch กัน จะมีปริมาณโพแทสเซียมต่างกันมากกว่าจาก batch เดียวกัน

นอกจากนี้เมื่อเปรียบเทียบสัดส่วนโดยโมลของแมงกานีสต่อโพแทสเซียม ของ coated polyamide จากรูปร่างเดียวกัน ต่าง batch กัน และจาก coated polyamide รูปร่างต่างกัน ต่าง

batch กัน ตามข้อมูลในตารางที่ 3.21 ก็พบว่าจะมีสัดส่วนที่แตกต่างกันเล็กน้อย แสดงว่า ในการเคลือบ polyamide แต่ละครั้งปริมาณ เมงกานีสไดออกไซด์ที่เคลือบบน polyamide จะไม่เท่ากัน ซึ่งอาจจะส่งผลกระทบต่อไปถึงการทำ preconcentration โดยให้แบเรียมถูกดูดซับบนพื้นผิวของ เมงกานีสไดออกไซด์นั้นมีความคลาดเคลื่อนได้ จึงแนะนำว่าควรใช้ coated polyamide จาก batch เดียวกันจะทำให้ได้ผลถูกต้องมากกว่า

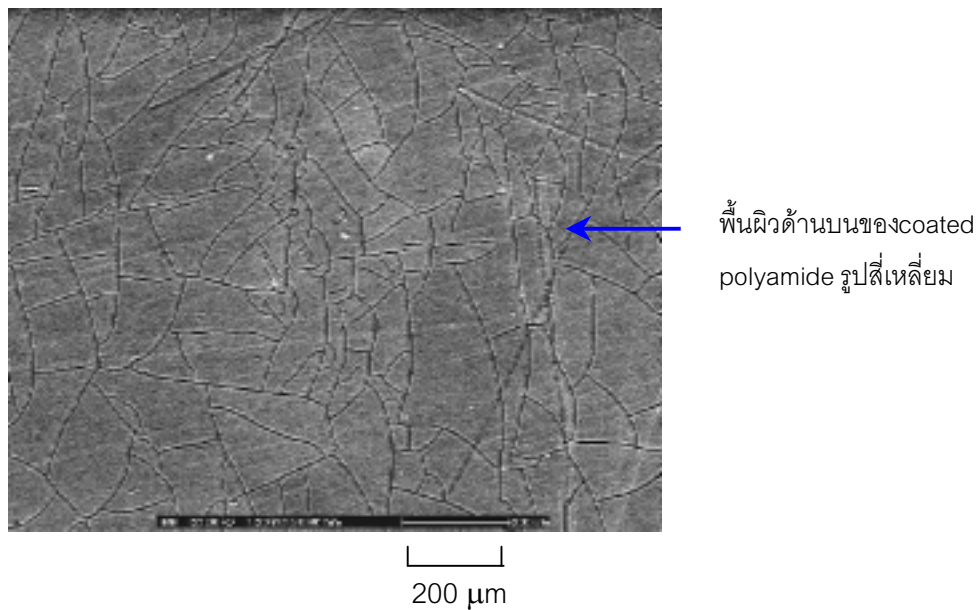
จากการศึกษาหาปริมาณ โฟแทสเซียมบน coated polyamide รูปร่างต่าง ๆ ทั้งที่มาก จาก batch เดียวกันและจากต่าง batch กัน พบว่ามีปริมาณโฟแทสเซียมบนอยู่บน coated polyamide ในปริมาณใกล้เคียงกัน แสดงว่าในการเคลือบ polyamide โฟแทสเซียมไอออนที่มีอยู่ในสารละลายนั้นจะปนเปื้อนอยู่บน coated polyamide นั้นด้วย ซึ่งหมายความว่าโฟแทสเซียม ถูกดูดซับบนพื้นผิวของเมงกานีสไดออกไซด์ด้วยแล้ว จึงเป็นไปได้ว่าพื้นที่ผิวของเมงกานีสไดออกไซด์ซึ่งจะไว้สำหรับดูดซับแบเรียม หรือเรเดียม นั้นลดลง ขณะเดียวกันก็ข้อสงสัยว่า แบเรียม หรือ เรเดียม ที่ถูกดูดซับบนพื้นผิวของเมงกานีสไดออกไซด์นั้น จะเข้าไปโดยวิธีใด จะเข้าไปอยู่ในบริเวณที่ยังมีพื้นที่ว่างโดยไม่ได้ใส่ที่โฟแทสเซียมออกไปหรือว่าจะเข้าไปโดยการแทนที่โฟแทสเซียม

มหาวิทยาลัยศิลปากร สงวนลิขสิทธิ์

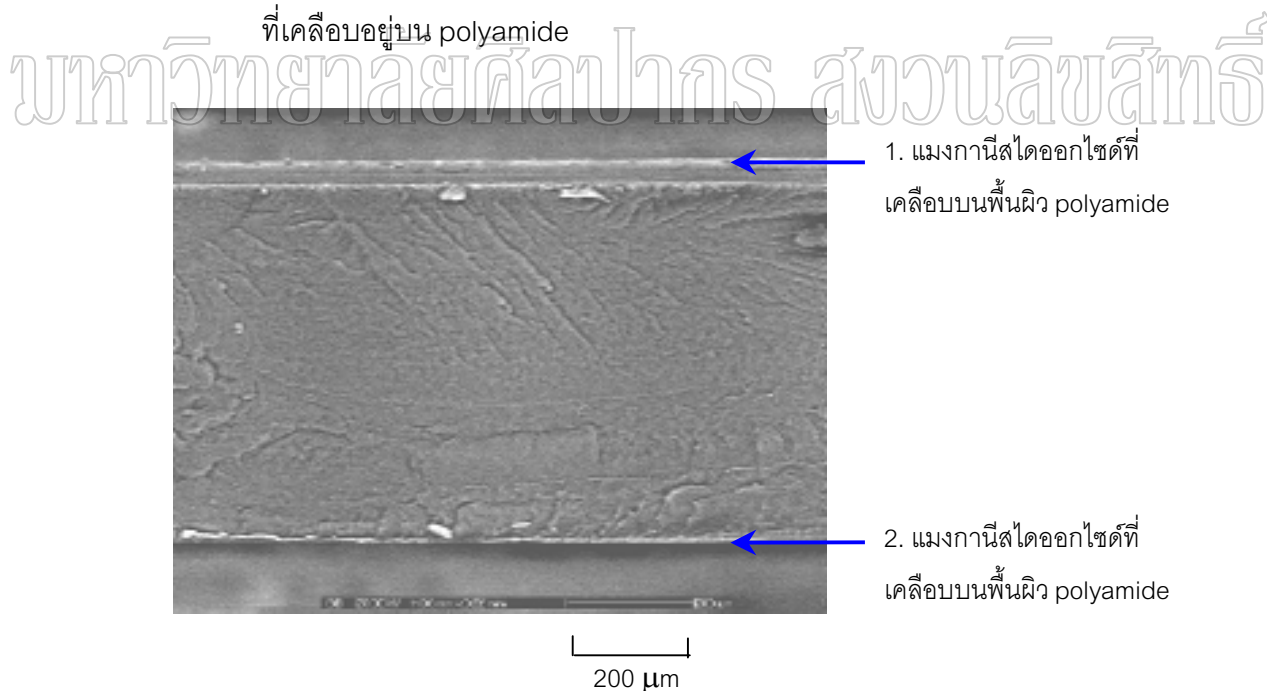
3.5 การศึกษาลักษณะของ coated polyamide และหาปริมาณเมงกานีส, โฟแทสเซียม โดยใช้เครื่อง Scanning Electron Microscope and Energy Dispersive X – ray Microanalysis System (SEM – EDS)

ผลการทดลอง

จากการศึกษาลักษณะของ coated polyamide รูปร่างวงกลม สีเหลือง แบบเม็ด รูปร่างละ 3 จุด โดยใช้ SEM – EDS ได้ผลการทดลองตามรูปที่ 3.10 – 3.21 และผลการทดลองตามตารางที่ 3.22 – 3.33

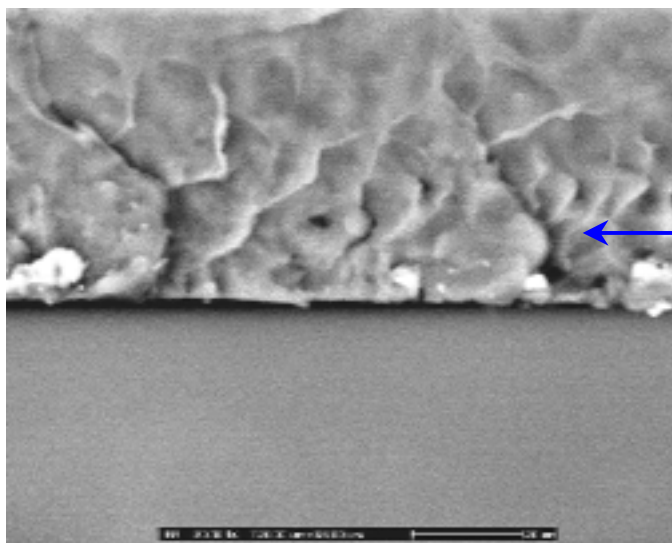


รูปที่ 3.4 Scanning Electron Micrograph ของ coated polyamide รูปร่างสี่เหลี่ยม ภาพแบนราบ เห็นพื้นผิวด้านบนมีรอยแตกกร้าวของเมงกานีสไดออกไซด์ ที่เคลือบอยู่บน polyamide



รูปที่ 3.5 Scanning Electron Micrograph ของ coated polyamide รูปร่างวงกลม ภาพตัดตามขวาง

1. เมงกานีสไดออกไซด์ ที่เคลือบอยู่บนพื้นผิว polyamide ด้านบนหนา 8.5 μm
2. เมงกานีสไดออกไซด์ ที่เคลือบอยู่บนพื้นผิว polyamide ด้านล่างหนา 8.5 μm

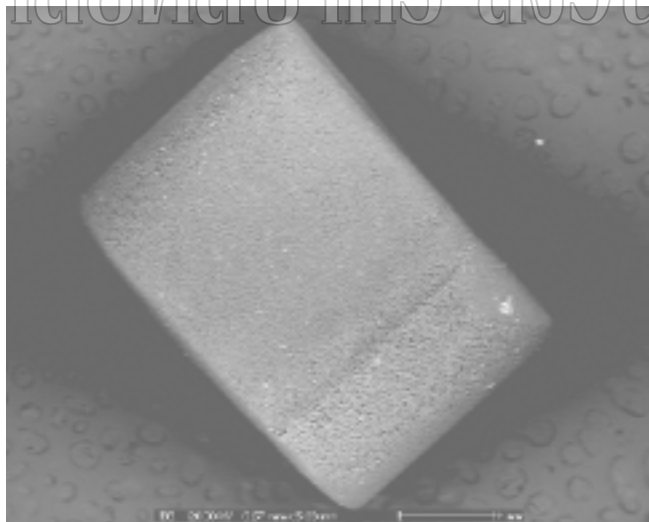


3. แมงกานีสไดออกไซด์ที่เคลือบบนพื้นผิว polyamide

20 μm

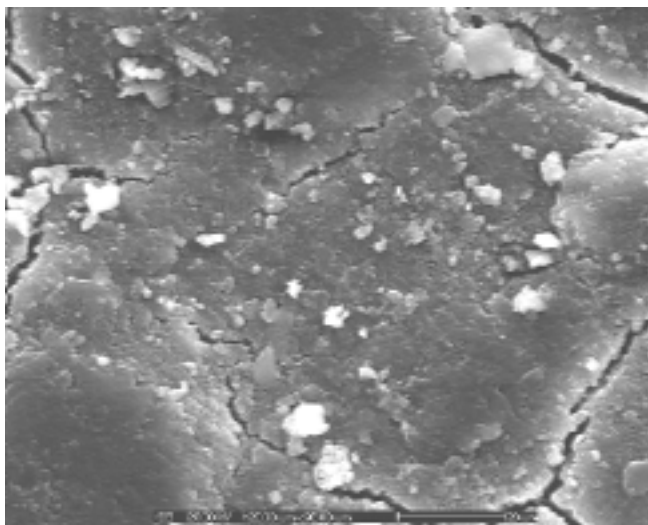
รูปที่ 3.6 Scanning Electron Micrograph ของ coated polyamide รูปวงกลม ภาพตัดตามขวาง ภาพเดียวกับ รูปที่ 3.5 เพิ่มกำลังขยายให้เห็นความหนาและลักษณะพื้นผิวของ แมงกานีสไดออกไซด์ ที่เคลือบบน polyamide

มหาวิทยาลัยศิลปากร สงวนลิขสิทธิ์



1 mm

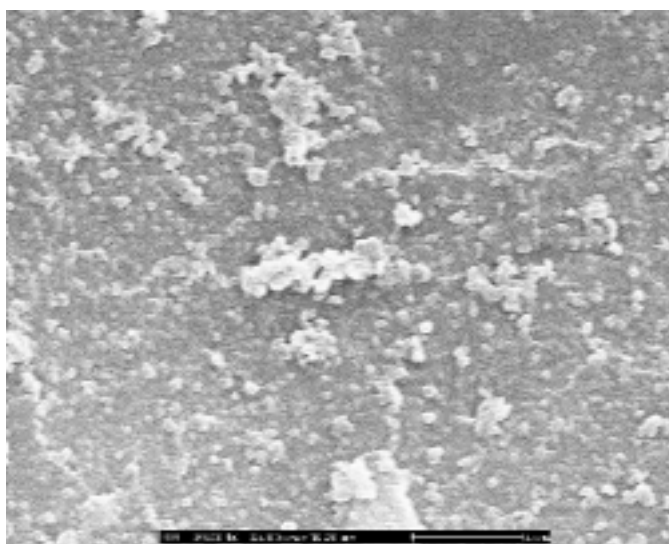
รูปที่ 3.7 Scanning Electron Micrograph ของ coated polyamide แบบเม็ด



20 μm

รูปที่ 3.8 Scanning Electron Micrograph ของ coated polyamide แบบเม็ด ภาพเดียวกับ
รูปที่ 3.7 เพิ่มกำลังขยาย จะเห็นพื้นผิวของ เมงกานีสไดออกไซด์ ที่เคลือบบน
polyamide มีลักษณะไม่เรียบ

มหาวิทยาลัยศิลปากร สงวนลิขสิทธิ์

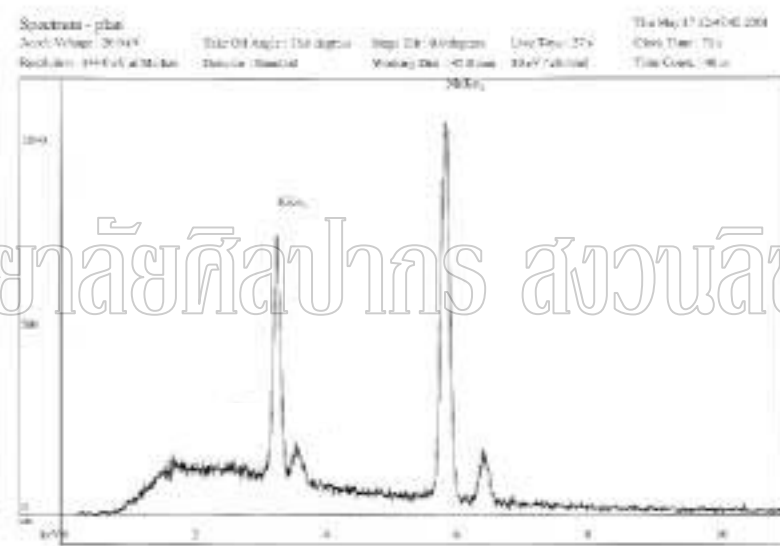


4 μm

รูปที่ 3.9 Scanning Electron Micrograph ของ coated polyamide รูปวงกลม
จะเห็นพื้นผิวของเมงกานีสไดออกไซด์ที่เคลือบบน polyamide มีลักษณะไม่เรียบ

ตารางที่ 3.22 ปริมาณธาตุต่างๆ ที่เป็นองค์ประกอบบน coated polyamide แบบรูปสี่เหลี่ยมตามแนวแบนราบ จุดที่ 1

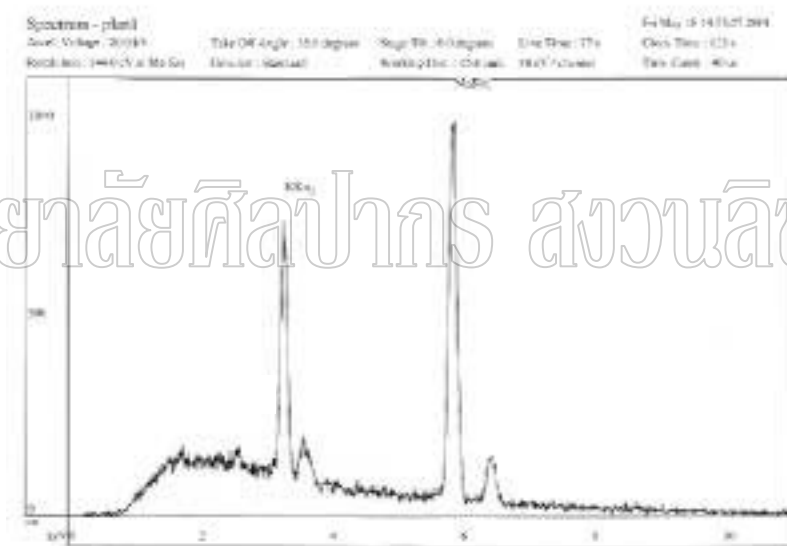
Element	Gross	Net	%Wt	%At Wt	K – Ratio
Mn	471.07	446.96	78.71	72.47	00.78
K	278.81	239.19	21.29	27.53	00.22
TOTAL			100.00	100.00	



รูปที่ 3.10 สเปกตรัมของธาตุ Mn และ K ที่เป็นองค์ประกอบบน coated polyamide แบบรูปสี่เหลี่ยม จุดที่ 1 โดยเทคนิค SEM – EDS

ตารางที่ 3.23 ปริมาณธาตุต่างๆ ที่เป็นองค์ประกอบบน coated polyamide แบบรูปสี่เหลี่ยมตามแนวแบนราบ จุดที่ 2

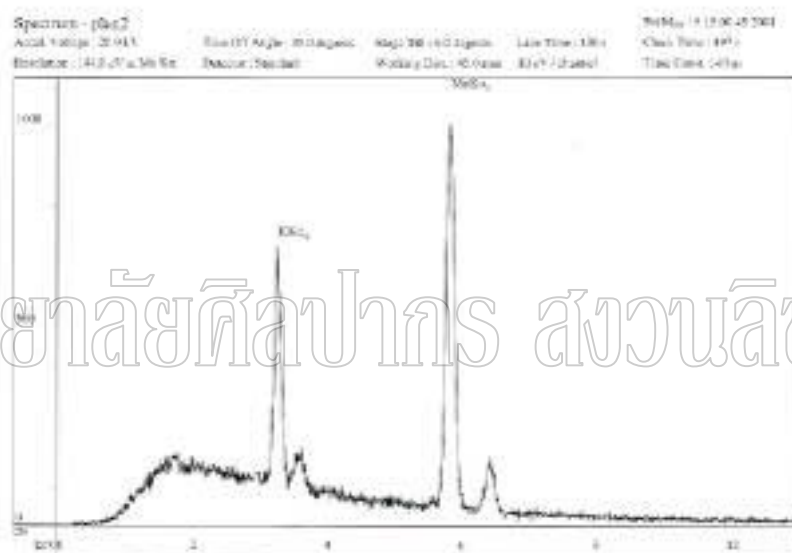
Element	Gross	Net	%Wt	%At Wt	K - Ratio
Mn	151.42	143.51	078.56	072.28	000.78
K	096.81	079.60	021.44	027.72	000.22
TOTAL			100.00	100.00	



รูปที่ 3.11 สเปกตรัมของธาตุ Mn และ K ที่เป็นองค์ประกอบบน coated polyamide แบบรูปสี่เหลี่ยม จุดที่ 2 โดยเทคนิค SEM – EDS

ตารางที่ 3.24 ปริมาณธาตุต่างๆ ที่เป็นองค์ประกอบบน coated polyamide แบบรูปสี่เหลี่ยม ตามแนวแบนราบ จุดที่ 3

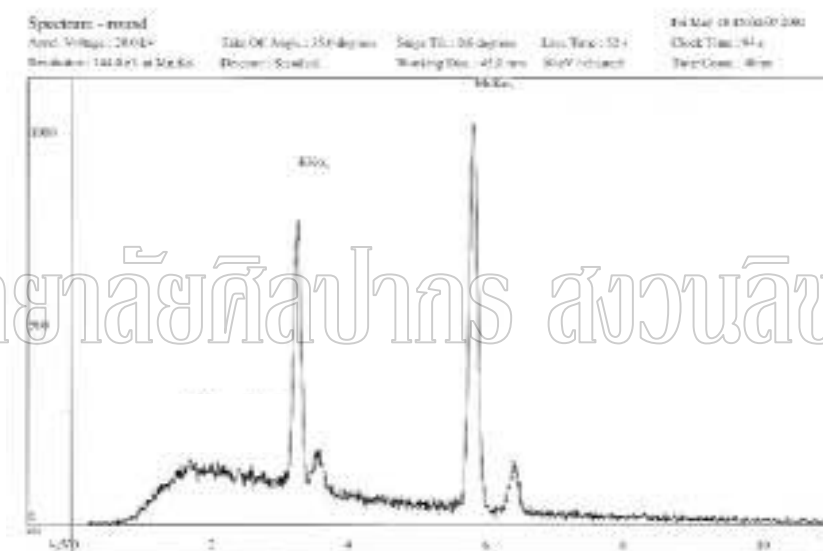
Element	Gross	Net	%Wt	%At Wt	K - Ratio
Mn	085.46	080.93	080.36	074.44	000.80
K	049.91	040.07	019.64	025.56	000.20
TOTAL			100.00	100.00	



รูปที่ 3.12 สเปกตรัมของธาตุ Mn และ K ที่เป็นองค์ประกอบบน coated polyamide แบบรูปสี่เหลี่ยม จุดที่ 3 โดยเทคนิค SEM - EDS

ตารางที่ 3.25 ปริมาณธาตุต่างๆ ที่เป็นองค์ประกอบบน coated polyamide แบบรูปวงกลม ตามแนวแบนราบ จุดที่ 1

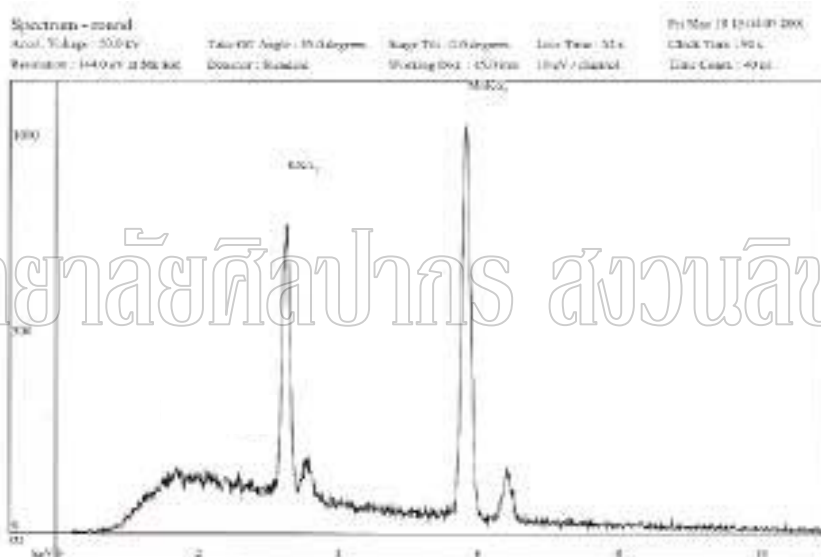
Element	Gross	Net	%Wt	%At Wt	K - Ratio
Mn	229.37	217.46	76.71	70.10	00.76
K	155.67	133.25	23.29	29.90	00.24
TOTAL			100.00	100.00	



รูปที่ 3.13 สเปกตรัมของธาตุ Mn และ K ที่เป็นองค์ประกอบบน coated polyamide แบบรูปวงกลม จุดที่ 1 โดยเทคนิค SEM – EDS

ตารางที่ 3.26 ปริมาณธาตุต่างๆ ที่เป็นองค์ประกอบบน coated polyamide แบบรูปวงกลม ตามแนวแบนราบ จุดที่ 2

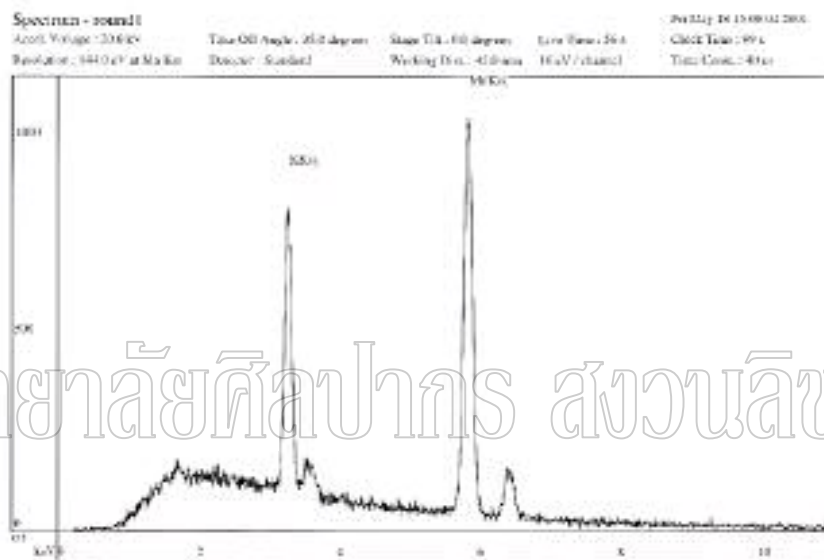
Element	Gross	Net	%Wt	%At Wt	K - Ratio
Mn	217.79	206.43	76.72	70.12	00.76
K	149.91	126.91	23.28	29.88	00.24
TOTAL			100.00	100.00	



รูปที่ 3.14 สเปกตรัมของธาตุ Mn และ K ที่เป็นองค์ประกอบบน coated polyamide แบบวงกลม จุดที่ 2 โดยเทคนิค SEM - EDS

ตารางที่ 3.27 ปริมาณธาตุต่างๆ ที่เป็นองค์ประกอบบน coated polyamide แบบรูปวงกลม ตามแนวแบนราบ จุดที่ 3

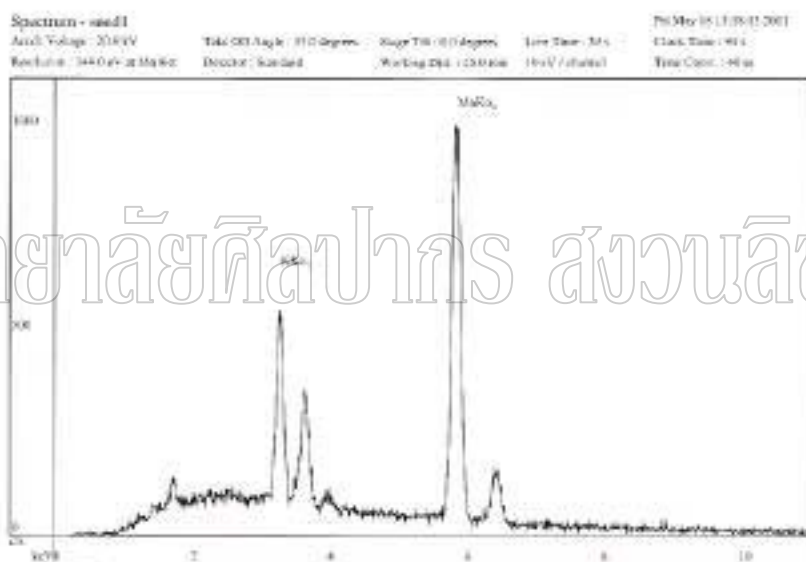
Element	Gross	Net	%Wt	%At Wt	K - Ratio
Mn	203.78	193.62	75.89	69.13	00.75
K	145.16	123.93	24.11	30.87	00.25
TOTAL			100.00	100.00	



รูปที่ 3.15 สเปกตรัมของธาตุ Mn และ K ที่เป็นองค์ประกอบบน coated polyamide แบบรูปวงกลม จุดที่ 3 โดยเทคนิค SEM - EDS

ตารางที่ 3.28 ปริมาณธาตุต่างๆ ที่เป็นองค์ประกอบบน coated polyamide แบบเม็ด ตามแนวแบนราบ จุดที่ 1

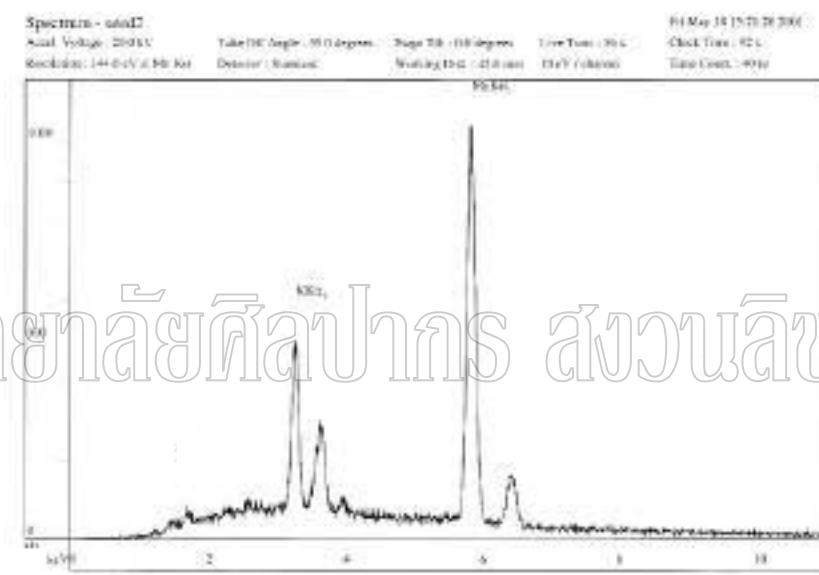
Element	Gross	Net	%Wt	%At Wt	K - Ratio
Mn	223.28	212.55	82.99	77.65	00.82
K	105.81	087.81	17.01	22.35	00.18
TOTAL			100.00	100.00	



รูปที่ 3.16 สเปกตรัมของธาตุ Mn และ K ที่เป็นองค์ประกอบบน coated polyamide แบบเม็ด จุดที่ 1 โดยเทคนิค SEM - EDS

ตารางที่ 3.29 ปริมาณธาตุต่างๆ ที่เป็นองค์ประกอบบน coated polyamide แบบเม็ด ตามแนวแบนราบ จุดที่ 2

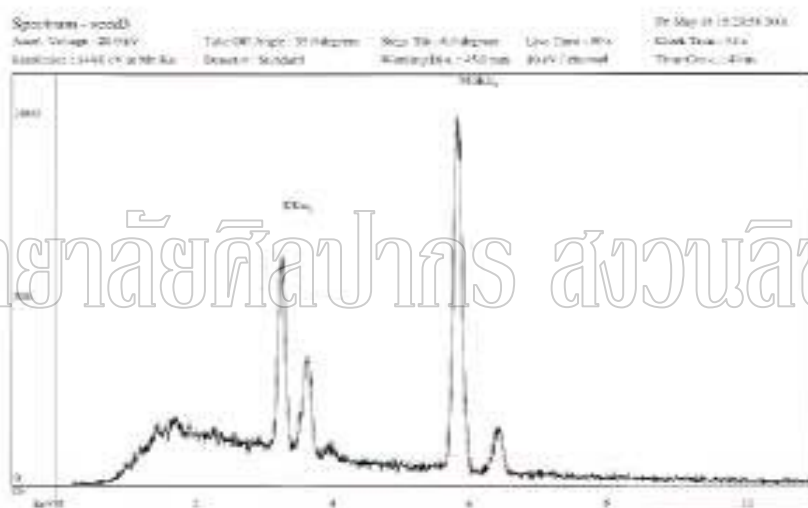
Element	Gross	Net	%Wt	%At Wt	K – Ratio
Mn	223..28	212.55	82.99	77.65	00.82
K	105.81	087.81	17.01	22.35	00.18
TOTAL			100.00	100.00	



รูปที่ 3.17 สเปกตรัมของธาตุ Mn และ K ที่เป็นองค์ประกอบบน coated polyamide แบบเม็ด จุดที่ 2 โดยเทคนิค SEM – EDS

ตารางที่ 3.30 ปริมาณธาตุต่างๆ ที่เป็นองค์ประกอบบน coated polyamide แบบเม็ด ตามแนวแบนราบ จุดที่ 3

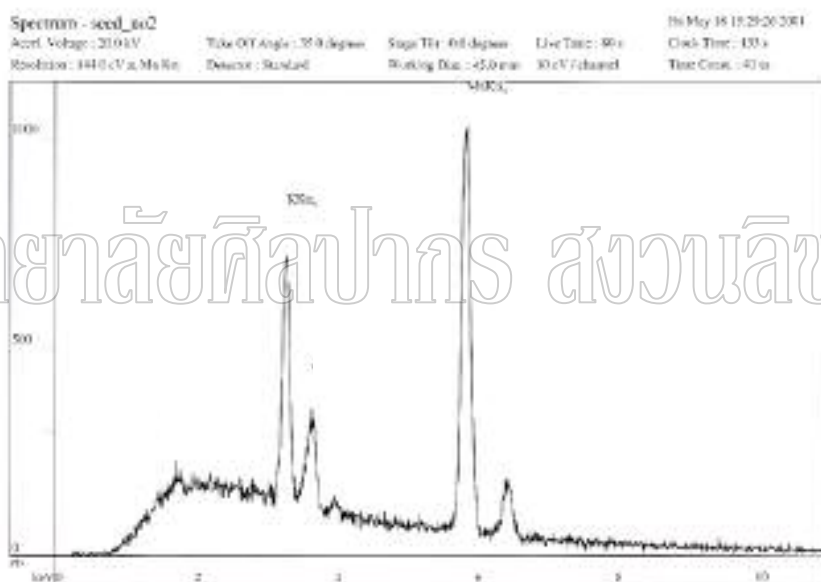
Element	Gross	Net	%Wt	%At Wt	K - Ratio
Mn	230.00	217.58	80.41	74.54	00.80
K	128.82	105.60	19.59	25.50	00.20
TOTAL			100.00	100.00	



รูปที่ 3.18 สเปกตรัมของธาตุ Mn และ K ที่เป็นองค์ประกอบบน coated polyamide แบบเม็ด จุดที่ 3 โดยเทคนิค SEM - EDS

ตารางที่ 3.31 ปริมาณธาตุต่างๆ ที่เป็นองค์ประกอบบน coated polyamide แบบเม็ด จาก batch 2 ตามแนวแบนราบ จุดที่ 1

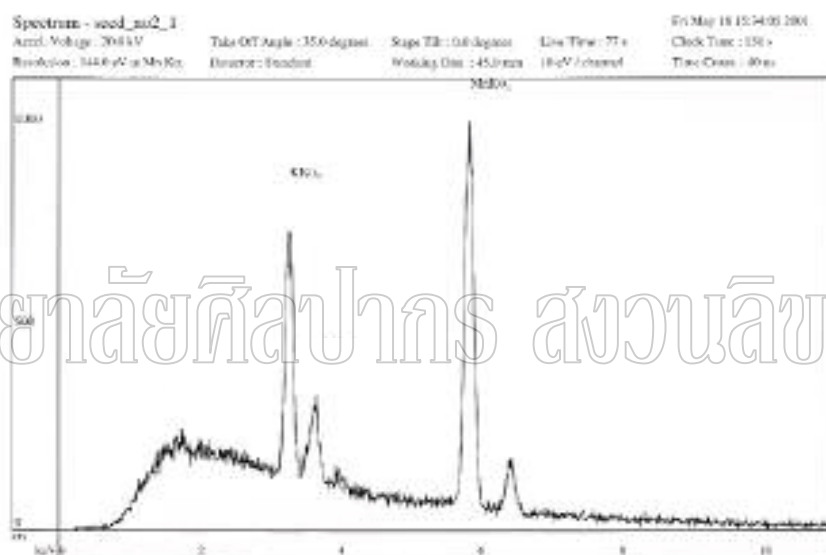
Element	Gross	Net	%Wt	%At Wt	K – Ratio
Mn	148.88	138.07	78.96	72.76	00.78
K	096.64	074.21	21.04	27.24	00.22
TOTAL			100.00	100.00	



รูปที่ 3.19 สเปกตรัมของธาตุ Mn และ K ที่เป็นองค์ประกอบบน coated polyamide แบบเม็ด batch 2 จุดที่ 1 โดยเทคนิค SEM – EDS

ตารางที่ 3.32 ปริมาณธาตุต่างๆ ที่เป็นองค์ประกอบบน coated polyamide แบบเม็ด จาก batch 2 ตามแนวแบนราบ จุดที่ 2

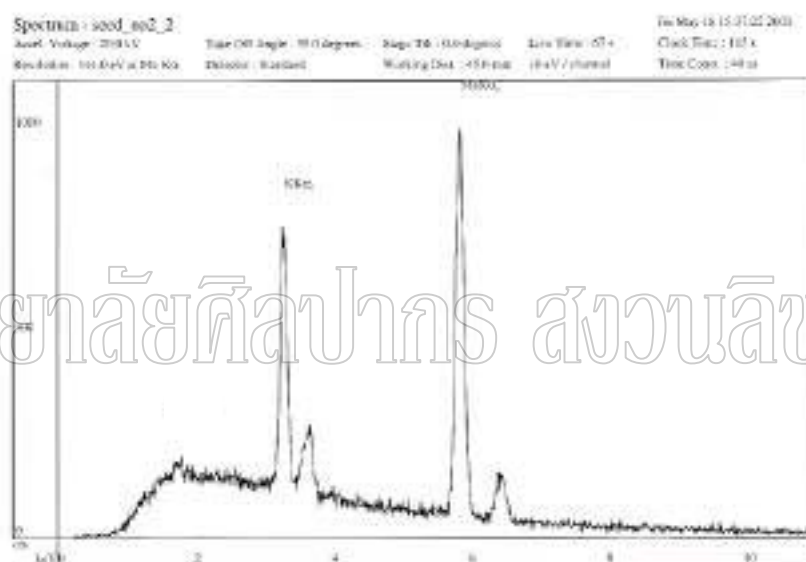
Element	Gross	Net	%Wt	%At Wt	K – Ratio
Mn	149.62	137.62	78.01	71.63	00.77
K	101.51	078.19	21.99	28.37	00.23
TOTAL			100.00	100.00	



รูปที่ 3.20 สเปกตรัมของธาตุ Mn และ K ที่เป็นองค์ประกอบบน coated polyamide แบบเม็ด batch 2 จุด 2 โดยเทคนิค SEM – EDS

ตารางที่ 3.33 ปริมาณธาตุต่างๆ ที่เป็นองค์ประกอบบน coated polyamide แบบเม็ด จาก batch 2 ตามแนวแบนราบ จุดที่ 3

Element	Gross	Net	%Wt	%At Wt	K - Ratio
Mn	169.63	158.61	77.17	70.64	00.77
K	116.84	093.73	22.83	29.36	00.23
TOTAL			100.00	100.00	



รูปที่ 3.21 สเปกตรัมของธาตุ Mn และ K ที่เป็นองค์ประกอบบน coated polyamide แบบเม็ด batch 2 จุดที่ 3 โดยเทคนิค SEM - EDS

ตารางที่ 3.34 เปรียบเทียบสัดส่วนโดย %At Wt ของ แมงกานีสต่อโพแทสเซียม โดยเทคนิค SEM – EDS ของ coated polyamide จาก batch เดียวกัน ตามแนวแบนราบ

Coated polyamide	ตำแหน่งบน coated polyamide	สัดส่วนของ Mn/K
สีเหลือง Batch 1	จุด 1	2.63
	จุด 2	2.61
	จุด 3	2.91
วงกลม Batch 1	จุด 1	2.34
	จุด 2	2.34
	จุด 3	2.24
เม็ด Batch 1	จุด 1	3.47
	จุด 2	3.47
	จุด 3	2.92
เม็ด Batch 2	จุด 1	2.67
	จุด 2	2.52
	จุด 3	2.41

จากการศึกษาหาปริมาณแอมกานีส และโพแทสเซียมบน coated polyamide รูปร่างต่าง ๆ โดยใช้ SEM – EDS พบว่า เมื่อพิจารณาจากรูปที่ 3.5 ซึ่งเป็นภาพตัดตามขวาง จะเห็นชั้นของแอมกานีสไดออกไซด์ที่เคลือบบนผิวของ polyamide มีความหนาโดยเฉลี่ยประมาณ 5.8 μm จากรูปที่ 3.4 และ รูปที่ 3.7, 3.8 ซึ่งเป็นภาพแบนราบของ coated polyamide รูปร่างสีเหลือง รูปร่างแบบเม็ด จะพบว่า ลักษณะพื้นผิวขรุขระ ไม่เรียบเกลี้ยง บางบริเวณมีรอยแตกร้าว นอกจากนี้ยังพบว่ามีผลึกสีขาวเม็ดเล็ก ๆ เกาะบนพื้นผิวของ coated polyamide ด้วย

เมื่อศึกษาหาปริมาณแอมกานีสและโพแทสเซียม โดยเทคนิค SEM – EDS จาก coated polyamide รูปร่างวงกลม สีเหลือง แบบเม็ด รูปร่างละ 3 จุด โดยดูจากค่าร้อยละของสัดส่วนของน้ำหนักอะตอม (%At Wt) และร้อยละของสัดส่วนโดยน้ำหนัก (%wt) ตามตารางที่ 3.22 – 3.33 แล้วเปรียบเทียบปริมาณแอมกานีส และ โพแทสเซียมของแต่ละจุด จาก coated polyamide บนแผ่นเดียวกัน เช่น จากตารางที่ 3.22 – 3.24 ปริมาณแอมกานีสจากจุด

ที่ 1, 2, 3 มีค่า % At Wt 72.47 , 72.28 , 74.44 และปริมาณโพแทสเซียม มีค่า %At Wt 27.53, 27.72 , 25.56 จะเห็นว่าปริมาณแมงกานีส แต่ละจุด มีปริมาณไม่เท่ากัน แตกต่างกันเล็กน้อย ปริมาณโพแทสเซียมแต่ละจุดมีปริมาณไม่เท่ากัน แตกต่างกันเล็กน้อย และเมื่อพิจารณาจาก coated polyamide ต่าง batch ต่างรูปร่างกันพบว่าปริมาณ แมงกานีสจะไม่เท่ากัน และปริมาณ โพแทสเซียม ก็ไม่เท่ากัน เช่นเดียวกัน และเมื่อเปรียบเทียบปริมาณแมงกานีสจาก coated polyamide แบบเม็ดจาก batch 1 ตามข้อมูลในตารางที่ 3.28 – 3.30 และแบบเม็ดจาก batch 2 ตามข้อมูลในตารางที่ 3.31 – 3.33 พบว่า coated polyamide คนละเม็ดกันจะมีปริมาณ แมงกานีสและโพแทสเซียมไม่เท่ากัน จากผลการทดลองนี้ แสดงว่า coated polyamide รูปร่าง เดียวกัน จากต่าง batch กันจะมีปริมาณแมงกานีสและโพแทสเซียมไม่เท่ากัน แสดงว่าการ เคลือบแมงกานีสไดออกไซด์บน polyamide แต่ละครั้งจะมีปริมาณแมงกานีสไม่เท่ากัน พื้นผิว แมงกานีสไดออกไซด์ ไม่มีความสม่ำเสมอโดยตลอด นอกจากนี้แล้วเมื่อดูจากรูปภาพ spectrum รูปที่ 3.10 – 3.21 จะพบเห็น spectrum ของแมงกานีสและโพแทสเซียมอย่างชัดเจน และยังมี spectrum ของธาตุอื่นปะปนบ้างในปริมาณเล็กน้อย เมื่อดูข้อมูลจากตารางที่ 3.34 ซึ่งเป็นการ เปรียบเทียบสัดส่วนของปริมาณ แมงกานีสต่อโพแทสเซียม โดยใช้ค่า %At Wt เปรียบเทียบ จะพบว่า coated polyamide บนแผ่นเดียวกันจะมีสัดส่วนของแมงกานีสต่อโพแทสเซียม ทุกจุดบนแผ่น ใกล้เคียงกัน แต่เมื่อเปรียบเทียบแมงกานีสต่อโพแทสเซียม จาก coated polyamide รูปร่างเดียวกันแต่ต่าง batch กัน จะมีสัดส่วนแมงกานีสต่อโพแทสเซียม ไม่เท่ากัน และสัดส่วนของแมงกานีส ต่อโพแทสเซียม จาก coated polyamide ต่างรูปร่างกันจะมีสัดส่วนไม่เท่ากัน เมื่อนำสัดส่วน ของแมงกานีสต่อโพแทสเซียมจากข้อมูลในตารางที่ 3.21 เปรียบเทียบกับข้อมูลในตารางที่ 3.34 โดยใช้ coated polyamide รูปร่างเหมือนกัน จะเห็นว่าสัดส่วนของแมงกานีสต่อโพแทสเซียมจะ แตกต่างกันไม่มากนัก แสดงว่าเทคนิค AAS และ EDS จะให้ผลสอดคล้องกัน

จากข้อสรุปที่ได้จากการทดลองนี้ จึงเห็นว่าการเลือก coated polyamide สำหรับใช้ในการ ดูดซับแบเรียม หรือ เรเดียม ควรจะเลือกใช้ coated polyamide จาก batch เดียวกัน จะทำให้ การวิเคราะห์ได้ผลถูกต้องมากยิ่งขึ้น

3.6 ศึกษาความสามารถของ coated polyamide รูปร่างต่าง ๆ ในการดูดซับแบเรียมบนพื้นผิวของแมงกานีสไดออกไซด์

ผลการทดลอง

จากการศึกษาความสามารถของ coated polyamide รูปร่างต่าง ๆ ในการดูดซับแบเรียมบนพื้นผิวของแมงกานีสไดออกไซด์ ได้ผลการทดลองตามตารางที่ 3.35

ตารางที่ 3.35 ปริมาณแบเรียม ที่ถูกดูดซับบน coated polyamide รูปร่างแบบเม็ด, สีเหลืองเล็ก, สีเหลืองใหญ่, วงกลมเล็ก, วงกลมใหญ่ ที่ pH 7, เวลา 60 นาที

Coated polyamide	จำนวน	พื้นที่ผิว (cm ²)	Ba ที่ใช้ (ppm)	Ba ที่พบ x10 ⁻⁶ (mol)			Ba เฉลี่ย (mol)	Ba/พื้นที่ผิว (mol/cm ²)
				ครั้งที่1	ครั้งที่2	ครั้งที่3		
แบบเม็ด	117	44.46	20	12.47	12.42	12.50	12.46 x10 ⁻⁶	0.280 x10 ⁻⁶
สีเหลืองเล็ก	67	77.05	20	12.85	12.88	12.80	12.84 x10 ⁻⁶	0.167 x10 ⁻⁶
สีเหลืองใหญ่	9	75.69	20	13.06	13.11	13.19	13.12 x10 ⁻⁶	0.173 x10 ⁻⁶
วงกลมเล็ก	18	76.86	20	13.29	13.34	13.30	13.31 x10 ⁻⁶	0.173 x10 ⁻⁶
วงกลมใหญ่	9	75.60	20	13.14	13.22	13.27	13.21 x10 ⁻⁶	0.175 x10 ⁻⁶
แบบเม็ด	117	44.46	20	12.34	12.32	12.36	12.34 x10 ⁻⁶	0.287 x10 ⁻⁶
สีเหลืองเล็ก	67	77.05	20	13.01	13.04	13.03	13.02 x10 ⁻⁶	0.169 x10 ⁻⁶
สีเหลืองใหญ่	9	75.69	20	13.09	13.06	13.13	13.09 x10 ⁻⁶	0.173 x10 ⁻⁶
วงกลมเล็ก	18	76.86	20	13.33	13.31	13.36	13.34 x10 ⁻⁶	0.174 x10 ⁻⁶
วงกลมใหญ่	9	75.60	20	13.04	13.07	13.00	13.04 x10 ⁻⁶	0.172 x10 ⁻⁶

จากการศึกษาการดูดซับแบเรียม ของ coated polyamide รูปร่างต่างๆ กันบนพื้นผิวของแมงกานีสไดออกไซด์ โดยใช้สารละลายของแบเรียมเข้มข้น 20 ppm ใช้เวลาดูดซับ 60 นาที pH ~ 7 ได้ผลตามข้อมูลในตารางที่ 3.35 จากผลการทดลองนี้เมื่อพิจารณาจากค่าเฉลี่ย พบว่า coated polyamide แบบเม็ด ปริมาณแบเรียมที่ถูกดูดซับบนพื้นผิวของแมงกานีสไดออกไซด์น้อยกว่า coated polyamide รูปร่างสีเหลืองเล็ก สีเหลืองใหญ่ วงกลมเล็ก วงกลมใหญ่ ซึ่งเป็นไปได้ว่า coated polyamide แบบเม็ดมีพื้นที่ผิวน้อยกว่ารูปร่างอื่น ๆ สำหรับ coated polyamide รูปร่างสีเหลืองเล็ก สีเหลืองใหญ่ วงกลมเล็ก วงกลมใหญ่ มีพื้นที่ผิวใกล้เคียงกัน ปริมาณแบเรียมที่ถูกดูดซับบนพื้นผิวของแมงกานีสไดออกไซด์ จึงมีปริมาณใกล้เคียงกัน แต่เมื่อพิจารณา

จากปริมาณแบเรียมต่อพื้นที่ผิว พบว่า coated polyamide แบบเม็ดมีปริมาณแบเรียมที่พบมากกว่ารูปร่างอื่น ๆ การที่เป็นเช่นนี้เนื่องจาก coated polyamide แบบเม็ดสามารถสัมผัสกับแบเรียมได้มากกว่า ทำให้แบเรียมถูกดูดซับบนพื้นผิวได้มาก ส่วน coated polyamide รูปร่างสี่เหลี่ยมและวงกลม มีลักษณะแบน ทำให้แผ่น coated polyamide ซ้อนทับกัน การดูดซับแบเรียมบนพื้นผิวจึงถูกดูดซับได้บางส่วน ไม่ทั่วทั้งแผ่น ปริมาณแบเรียมที่ถูกดูดซับจึงน้อย

3.7 ศึกษาเวลาที่ใช้ในการดูดซับแบเรียมบนพื้นผิวของแมงกานีสไดออกไซด์เมื่อใช้ coated polyamide รูปร่างแบบเม็ด, สี่เหลี่ยมเล็ก, วงกลมเล็ก ที่ pH 7, อุณหภูมิ 29 °C

ผลการทดลอง

การศึกษาเวลาที่ใช้ในการดูดซับแบเรียมบนพื้นผิวของแมงกานีสไดออกไซด์เมื่อใช้ coated polyamide รูปร่างแบบเม็ด สี่เหลี่ยมเล็ก วงกลมเล็ก ได้ผลการทดลองตามตารางที่ 3.36 – 3.38

ตารางที่ 3.36 แสดงปริมาณแบเรียม ที่ถูกดูดซับบนพื้นผิวของแมงกานีสไดออกไซด์ในช่วงเวลาต่าง ๆ โดยใช้ coated polyamide แบบเม็ด ที่ pH 7 อุณหภูมิ 29 °C

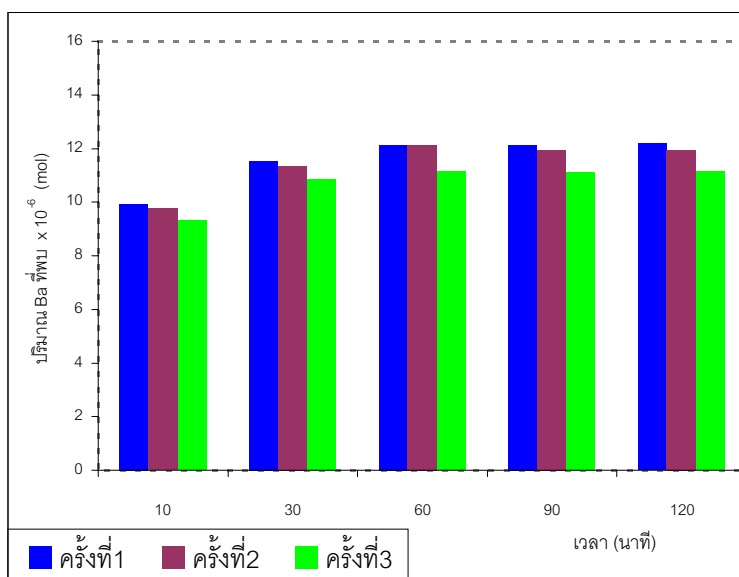
Coated polyamide แบบเม็ด 2 g			เวลา (นาที)	ปริมาณ Ba ที่พบ $\times 10^{-6}$ (mol)		
ลำดับที่	จำนวน	พื้นที่ผิว(cm^2)		ครั้งที่1	ครั้งที่2	ครั้งที่3
1	117	44.46	10	9.94	9.77	9.31
2	117	44.46	30	11.53	11.34	10.87
3	117	44.46	60	12.14	12.12	11.16
4	117	44.46	90	12.12	11.93	11.13
5	117	44.46	120	12.17	11.95	11.15

ตารางที่ 3.37 แสดงปริมาณแบเรียม ที่ถูกดูดซับบนพื้นผิวของแมงกานีสไดออกไซด์ ในช่วงเวลาต่าง ๆ โดยใช้ coated polyamide แบบสีเหลืองเล็ก ที่ pH 7 อุณหภูมิ 29 °C

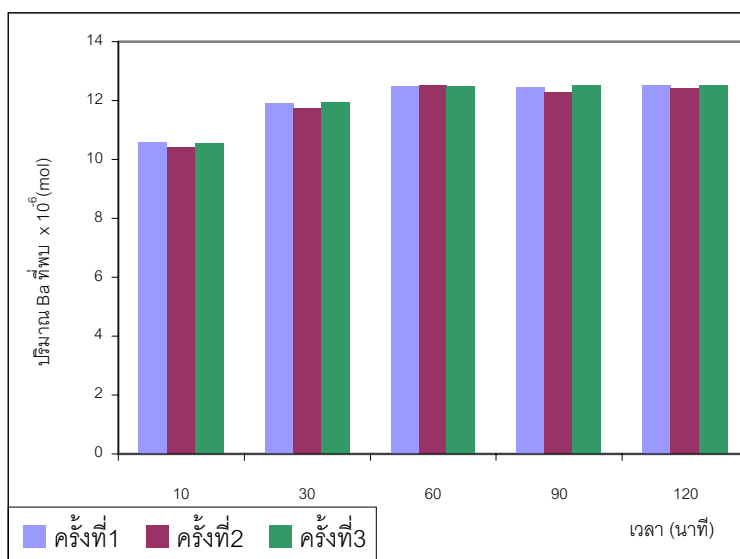
Coated polyamide สีเหลืองเล็ก 2 g			เวลา (นาที)	ปริมาณ Ba ที่พบ $\times 10^{-6}$ (mol)		
ลำดับที่	จำนวน	พื้นที่ผิว(cm ²)		ครั้งที่1	ครั้งที่2	ครั้งที่3
1	67	77.05	10	10.59	10.40	10.54
2	67	77.05	30	11.91	11.74	11.93
3	67	77.05	60	12.47	12.52	12.48
4	67	77.05	90	12.46	12.26	12.51
5	67	77.05	120	12.50	12.42	12.49

ตารางที่ 3.38 แสดงปริมาณแบเรียมที่ถูกดูดซับบนพื้นผิวของแมงกานีสไดออกไซด์ ในช่วงเวลาต่าง ๆ โดยใช้ coated polyamide แบบวงกลมเล็ก ที่ pH 7 อุณหภูมิ 29 °C

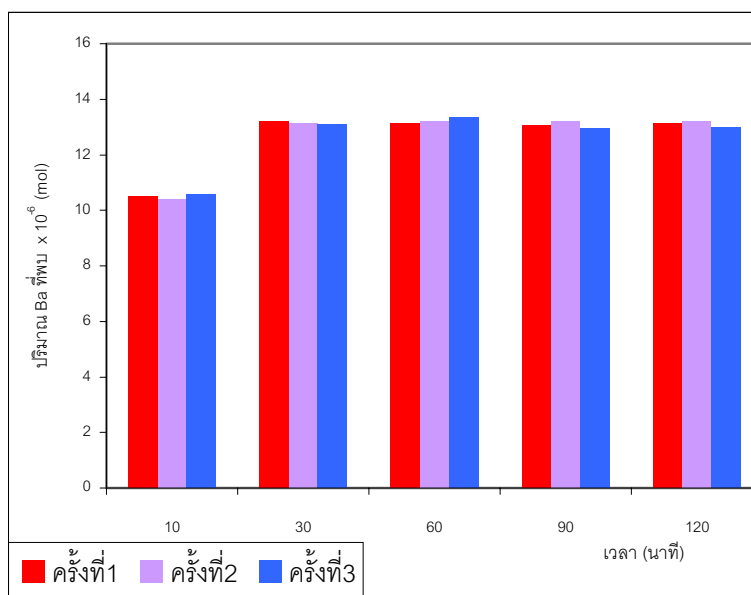
Coated polyamide วงกลมเล็ก 2 g			เวลา (นาที)	ปริมาณ Ba ที่พบ $\times 10^{-6}$ (mol)		
ลำดับที่	จำนวน	พื้นที่ผิว(cm ²)		ครั้งที่1	ครั้งที่2	ครั้งที่3
1	18	76.86	10	10.50	10.40	10.56
2	18	76.86	30	13.21	13.11	13.09
3	18	76.86	60	13.14	13.22	13.35
4	18	76.86	90	13.05	13.19	12.95
5	18	76.86	120	13.15	13.18	12.98



รูปที่ 3.22 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างเวลา กับปริมาณแบเรียมที่พบบ เมื่อใช้ coated polyamide แบบเม็ด



รูปที่ 3.23 แสดงความสัมพันธ์ระหว่าง เวลา กับ ปริมาณแบเรียมที่พบบ เมื่อใช้ coated polyamide แบบสีเหลืองมเล็ก



รูปที่ 3.24 แสดงความสัมพันธ์ระหว่าง เวลา กับ ปริมาณแบเรียมที่พบ เมื่อใช้ coated polyamide แบบวงกลมเล็ก

จากการศึกษาช่วงเวลาที่เหมาะสมสำหรับใช้ในการดูดซับแบเรียมบนพื้นผิวของแมงกานีสไดออกไซด์ เมื่อระบบเข้าสู่สภาวะสมดุลแล้ว โดยใช้ coated polyamide 3 รูปร่าง คือ แบบเม็ด, สี่เหลี่ยมเล็ก, วงกลมเล็ก แต่ละรูปร่างทดลองซ้ำ 3 ครั้ง พบว่า coated polyamide รูปร่างเดียวกัน ปริมาณแบเรียมที่ถูกดูดซับมากที่สุด จะใช้เวลา 60 นาที มีบางครั้งที่มีปริมาณแบเรียมที่ถูกดูดซับเพิ่มขึ้น เมื่อเวลาเพิ่มขึ้นเป็น 90 และ 120 นาที ซึ่งมีปริมาณเล็กน้อย และเมื่อพิจารณา coated polyamide รูปร่างอื่น ๆ พบว่าจะได้ผลในทำนองเดียวกัน

จากผลการศึกษาทำให้สรุปได้ว่า เมื่อระบบเข้าสู่สภาวะสมดุลแล้ว การใช้ coated polyamide แต่ละรูปร่าง ช่วงเวลาที่เหมาะสม ที่ใช้ในการดูดซับแบเรียม จะใช้เวลา 60 นาที จะทำให้ได้ปริมาณแบเรียมมากที่สุด ถึงแม้ว่าบางครั้งจะได้ปริมาณแบเรียมเพิ่มมากขึ้น เมื่อเวลาเพิ่มขึ้นเป็น 90 นาที หรือ 120 นาที แต่ถึงอย่างไรก็ตาม ปริมาณแบเรียมที่เพิ่มขึ้นนั้น มีปริมาณเล็กน้อย และเมื่อสังเกตจากกราฟ รูปที่ 3.22 – 3.24 จะเห็นว่ากราฟเกือบจะคงที่

ดังนั้น ช่วงเวลาที่เหมาะสมสำหรับใช้ในการศึกษาการดูดซับแบเรียมบนพื้นผิวของแมงกานีสไดออกไซด์ครั้งต่อไปจะเลือกใช้เวลา 60 นาที

3.8 ศึกษา pH ที่เหมาะสมเพื่อใช้ในการดูดซับแบเรียมบนพื้นผิวแมงกานีสไดออกไซด์

ผลการทดลอง

การศึกษา pH ที่เหมาะสมเพื่อใช้ในการดูดซับแบเรียมบนพื้นผิวแมงกานีสไดออกไซด์ เมื่อใช้ coated polyamide แบบเม็ด สีเหลืองมใหญ่ วงกลมใหญ่ ได้ผลตามตารางที่ 3.39 – 3.41

ตารางที่ 3.39 การวิเคราะห์หาปริมาณแบเรียม ที่ถูกดูดซับบนพื้นผิวของแมงกานีสไดออกไซด์ ที่ pH ต่าง ๆ กัน เมื่อใช้ coated polyamide แบบเม็ด อุณหภูมิ 29 °C

Coated polyamide แบบเม็ด 2 g			pH	ปริมาณ Ba ที่พบ x 10 ⁻⁶ (mol)		
ลำดับที่	จำนวน	พื้นที่ผิว(cm ²)		ครั้งที่1	ครั้งที่2	ครั้งที่3
1	117	44.46	1	0.16	0.25	0.20
2	117	44.46	3	10.75	11.61	11.26
3	117	44.46	5	12.98	13.32	13.19
4	117	44.46	7	12.91	13.22	13.13
5	117	44.46	9	12.05	12.85	12.88
6	117	44.46	11	11.99	11.83	12.08
7	117	44.46	13	11.59	11.44	11.57

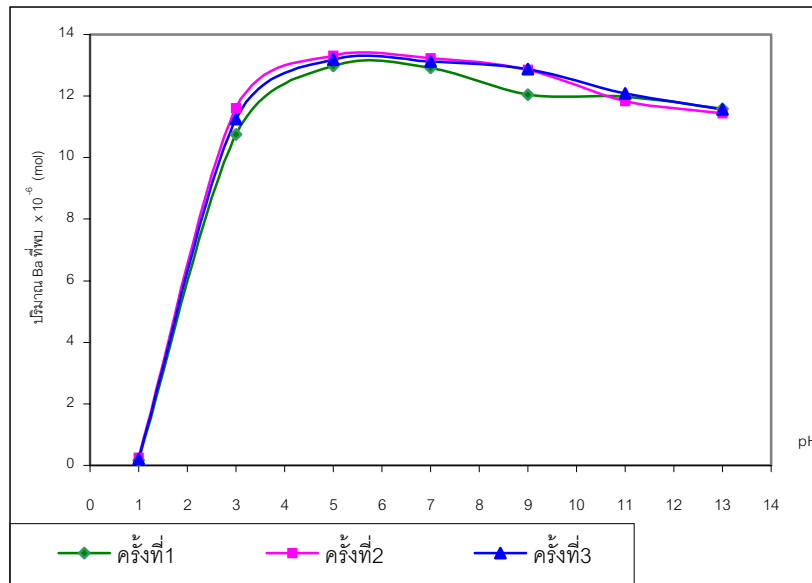
ตารางที่ 3.40 การวิเคราะห์หาปริมาณแบเรียม ที่ถูกดูดซับบนพื้นผิวของแมงกานีสไดออกไซด์ ที่ pH ต่าง ๆ กัน เมื่อใช้ coated polyamide สีเหลืองใหญ่ อุณหภูมิ 29 °C

Coated polyamide สีเหลืองใหญ่ 2 g			pH	ปริมาณ Ba ที่พบ x 10 ⁻⁶ (mol)		
ลำดับที่	จำนวน	พื้นที่ผิว(cm ²)		ครั้งที่1	ครั้งที่2	ครั้งที่3
1	9	75.69	1	0.16	0.18	0.22
2	9	75.69	3	13.11	12.99	13.18
3	9	75.69	5	13.19	13.23	13.08
4	9	75.69	7	12.85	12.88	12.82
5	9	75.69	9	11.83	11.93	11.86
6	9	75.69	11	11.86	11.85	11.68
7	9	75.69	13	11.50	11.44	11.56

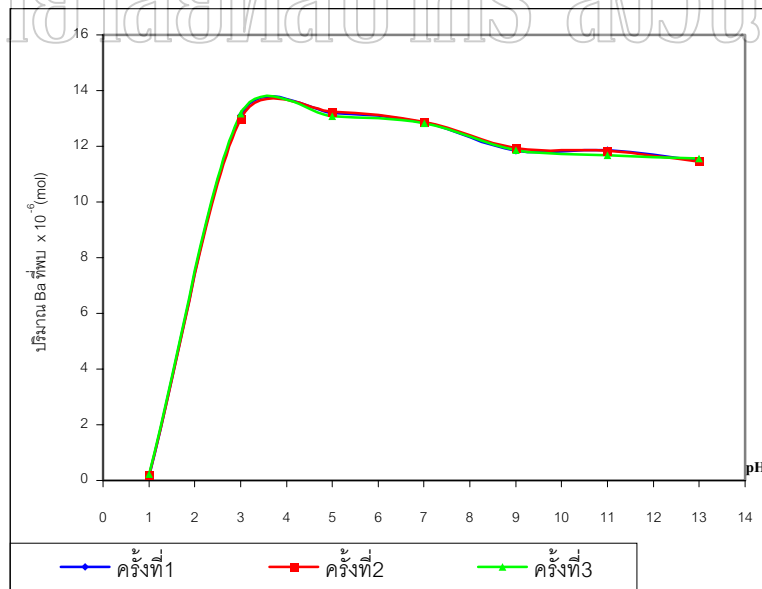
มหาวิทยาลัยศิลปากร สาขาเคมีอินทรีย์

ตารางที่ 3.41 การวิเคราะห์หาปริมาณแบเรียม ที่ถูกดูดซับบนพื้นผิวของแมงกานีสไดออกไซด์ ที่ pH ต่าง ๆ กัน เมื่อใช้ coated polyamide วกกลมใหญ่ อุณหภูมิ 29 °C

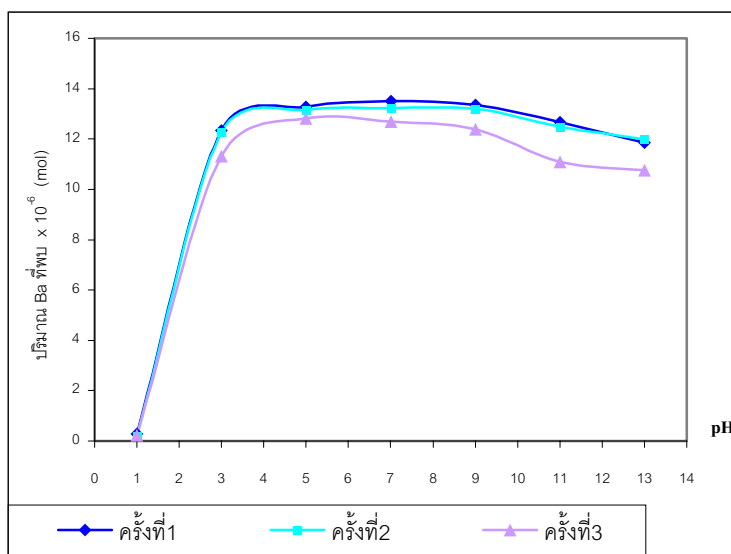
Coated polyamide วกกลมใหญ่ 2 g			pH	ปริมาณ Ba ที่พบ x 10 ⁻⁶ (mol)		
ลำดับที่	จำนวนแผ่น	พื้นที่ผิว(cm ²)		ครั้งที่1	ครั้งที่2	ครั้งที่3
1	9	75.60	1	0.28	0.18	0.23
2	9	75.60	3	12.34	12.26	11.33
3	9	75.60	5	13.29	13.14	12.83
4	9	75.60	7	13.51	13.23	12.70
5	9	75.60	9	13.35	13.20	12.39
6	9	75.60	11	12.66	12.48	11.09
7	9	75.60	13	11.85	11.97	10.79



รูปที่ 3.25 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่าง pH กับ ปริมาณแบเรียมที่พบบ โดยใช้ coated polyamide ชนิดเม็ด



รูปที่ 3.26 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่าง pH กับ ปริมาณแบเรียมที่พบบ โดยใช้ coated polyamide ชนิดสี่เหลี่ยมใหญ่



รูปที่ 3.27 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่าง pH กับ ปริมาณแบเรียมที่พบ โดยใช้ coated polyamide ชนิดวงกลมใหญ่

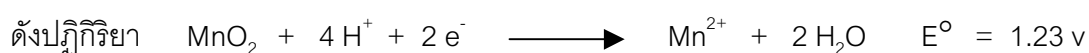
จากการศึกษาหาค่า pH ที่เหมาะสมเพื่อใช้ในการดูดซับแบเรียมบนพื้นผิวของเมงกานีสไดออกไซด์ โดยใช้ coated polyamide 3 รูปร่าง คือ แบบเม็ด สีเหลี่ยมใหญ่ วงกลมใหญ่ แต่ละรูปร่างทดลอง 3 ครั้ง โดยใช้เวลาดูดซับ 60 นาที อุณหภูมิ 29 °C พบว่า coated polyamide แบบเม็ดปริมาณแบเรียมที่พบมากที่สุดอยู่ที่ pH 5 รองไปอยู่ที่ pH 7 ทั้ง 3 ครั้ง (ดูตารางที่ 3.39) ส่วน coated polyamide รูปร่างสีเหลี่ยมใหญ่ ปริมาณแบเรียมที่พบมากที่สุด ครั้งที่ 1 และ 2 อยู่ที่ pH 5 รองลงไปอยู่ที่ pH 7 ครั้งที่ 3 อยู่ที่ pH 3 รองลงไปอยู่ที่ pH 5 (ดูตารางที่ 3.40) และ coated polyamide รูปร่างวงกลมใหญ่ ปริมาณแบเรียมที่พบมากที่สุด ครั้งที่ 1 และ 2 อยู่ที่ pH 7 รองลงไปอยู่ที่ pH 9 ส่วนครั้งที่ 3 อยู่ที่ pH 5 รองลงไปอยู่ที่ pH 7 (ดูตารางที่ 3.41)

จากข้อมูลในตารางที่ 3.39, 3.40, 3.41 จะสังเกตพบว่า ในสภาวะที่เป็นกรดมาก เช่น ที่ pH 1 จะพบว่า ปริมาณแบเรียม ที่ถูกดูดซับบนพื้นผิวของเมงกานีสไดออกไซด์นั้น มีปริมาณน้อยมาก แต่เมื่อ เพิ่ม pH 3 จะพบว่าปริมาณแบเรียม ที่ถูกดูดซับจะสูงขึ้นค่อนข้างมาก เมื่อเพิ่ม pH 5 – 7 พบว่าปริมาณแบเรียม ที่ถูกดูดซับ จะมีปริมาณมากที่สุด และเมื่อ เพิ่ม pH 9 – 13 ปริมาณแบเรียม จะเริ่มลดลง แต่ยังคงมีปริมาณค่อนข้างมาก นั่นหมายความว่า ในสภาพที่เป็นกรด ตั้งแต่ pH 3 ขึ้นไป จนถึงสภาพที่เป็นเบส pH 13 แบเรียมสามารถถูกดูดซับบนพื้นผิวของเมงกานีสไดออกไซด์ได้ดี

จากการที่เมื่อสารละลายมีสภาพเป็นกรดมาก pH 1 จะทำให้แบเรียมถูกดูดซับบนพื้นผิวของแมงกานีสไดออกไซด์ได้น้อยลง และเมื่อสารละลายมีสภาพเป็นเบสมาก ปริมาณแบเรียมที่ถูกดูดซับบนพื้นผิวของแมงกานีสไดออกไซด์จะลดลงเช่นกัน การที่เป็นเช่นนี้ ยังไม่สามารถจะระบุให้ชัดเจนว่าเกิดจากสาเหตุใด แต่มีแนวทาง 2 แนวทางที่พอจะอธิบายได้ว่าเป็นเพราะอะไร

1. เนื่องจากค่า zero point charge ของแมงกานีสไดออกไซด์ เท่ากับ 5.5 เมื่อสารละลายมี pH ต่ำกว่า 5.5 จะทำให้พื้นผิวหน้าของแมงกานีสไดออกไซด์ มีประจุเป็นบวก จึงผลักพวกไอออนบวกออกไป แบเรียมไอออนมีประจุบวกจึงเกิดการผลักกันของประจุบวก ทำให้แบเรียมถูกดูดซับบนพื้นผิวของแมงกานีสไดออกไซด์ได้น้อยลง แต่เมื่อ pH สูงขึ้น ความแรงของประจุบวกบนพื้นผิวของแมงกานีสไดออกไซด์ จะลดลง จนเมื่อ pH มากกว่า 5.5 จะทำให้พื้นผิวหน้าของแมงกานีสไดออกไซด์ มีประจุเป็นลบจึงสามารถดูดซับพวกไอออนบวกได้มากขึ้น แต่เมื่อ pH สูงมาก สารละลายมีสภาพเป็นเบสสูง แบเรียมไอออนจะไปรวมกับไฮดรอกไซด์ไอออน ทำให้เกิดตะกอนของแบเรียมไฮดรอกไซด์เกิดขึ้น แต่เนื่องจากแบเรียมไฮดรอกไซด์สามารถละลายน้ำได้ค่อนข้างดี (ความสามารถในการละลาย ของแบเรียมไฮดรอกไซด์ 2.2×10^{-1} mol/l ที่ 20°C) ปริมาณตะกอนจึงไม่มากนัก ปริมาณแบเรียมบางส่วนจึงสูญเสียไปกับการเกิดเป็นตะกอน จึงทำให้ปริมาณแบเรียมที่พบน้อยลง

2. เนื่องจากแมงกานีสไดออกไซด์เป็นตัวออกซิไดส์อย่างแรงในสารละลายกรด



ดังนั้นเมื่อสารละลายมีสภาพเป็นกรดมาก แมงกานีสไดออกไซด์จะเกิดการเปลี่ยนแปลงจาก Mn^{4+} ไปเป็น Mn^{2+} ทำให้ปริมาณแมงกานีสไดออกไซด์ลดลง ทำให้สูญเสียสมบัติการเป็นตัวดูดซับ ความสามารถในการดูดซับแบเรียม หรือโลหะอื่น ๆ เช่น แคลเซียม แมกนีเซียม จึงลดลง ดังนั้นปริมาณแบเรียมที่ดูดซับบนพื้นผิวของแมงกานีสไดออกไซด์จึงน้อยลง แต่เมื่อแมงกานีสไดออกไซด์ อยู่ในสารละลายที่เป็นเบส



จะเห็นว่า เมื่อสารละลายเป็นเบส แมงกานีสไดออกไซด์จะยังคงสามารถดูดซับแบเรียมได้เช่นเดิม

จากข้อมูลดังกล่าวจะเห็นว่า pH ที่เหมาะสมสำหรับการใช้การดูดซับแบเรียมบนพื้นผิวของแมงกานีสไดออกไซด์ ควรอยู่ในช่วง pH 5 – 13 แต่ช่วง pH 5 – 7 จะเป็นช่วงที่เหมาะสมที่สุด เพราะเป็นช่วงที่แมงกานีสไดออกไซด์สามารถดูดซับแบเรียมได้มากที่สุด แต่สำหรับการศึกษาต่อไปจะเลือกใช้ pH 5.5 ซึ่งตรงกับค่า Zero point charge ของแมงกานีสไดออกไซด์ ที่ 5.5

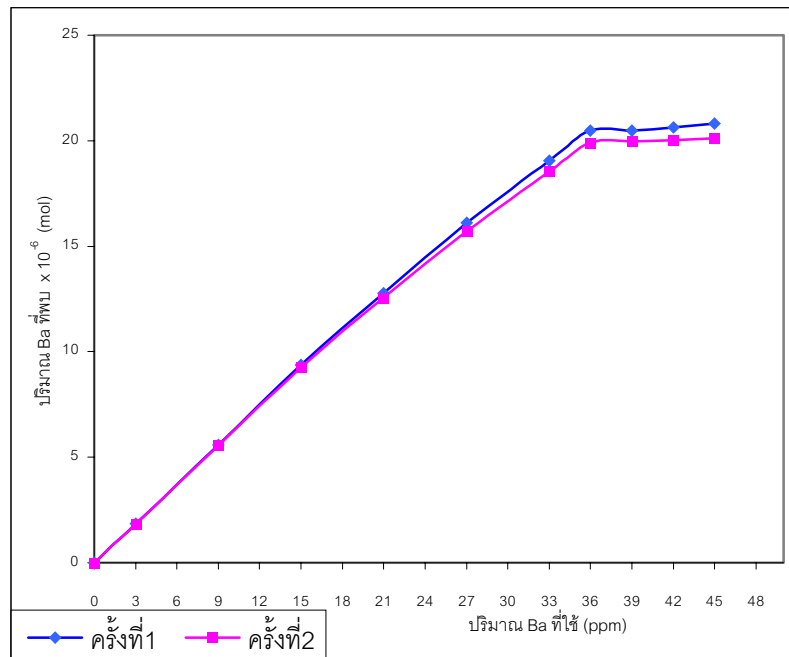
3.9 ศึกษาความเข้มข้นของ แบเรียม ที่ถูกดูดซับบนพื้นผิวของแมงกานีสไดออกไซด์

ผลการทดลอง

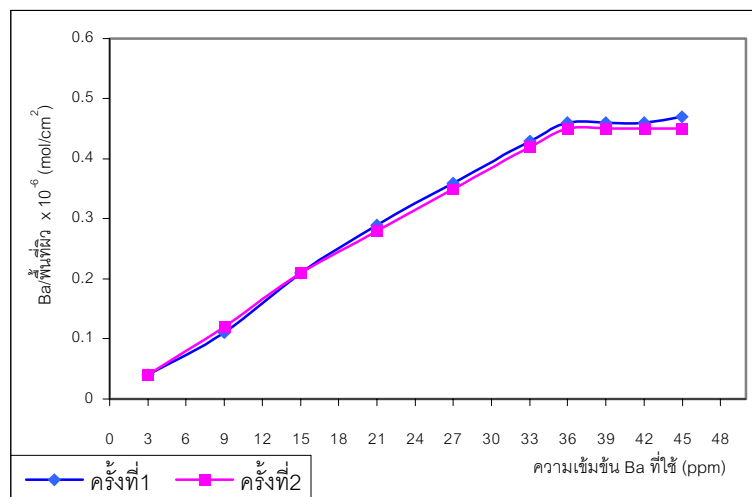
การศึกษาค่าความเข้มข้นของแบเรียมที่ถูกดูดซับบนพื้นผิวของแมงกานีสไดออกไซด์ได้ผลการทดลองตามตารางที่ 3.42

ตารางที่ 3.42 การวิเคราะห์หาปริมาณแบเรียม ที่ถูกดูดซับบนพื้นผิวของแมงกานีสไดออกไซด์ ที่ระดับความเข้มข้น ต่าง ๆ กัน เมื่อใช้ coated polyamide แบบเม็ด อุณหภูมิ 29 °C pH 5.5

Coated polyamide แบบเม็ด 2 g			ความเข้มข้น (ppm)	Ba ที่พบ x 10 ⁻⁶ (mol)		Ba/พื้นที่ผิว x10 ⁻⁶	
ลำดับที่	จำนวน	พื้นที่ผิว(cm ²)		ครั้งที่1	ครั้งที่2	ครั้งที่1	ครั้งที่2
1	117	44.46	3	1.84	1.84	0.04	0.04
2	117	44.46	9	5.58	5.56	0.11	0.12
3	117	44.46	15	9.36	9.26	0.21	0.21
4	117	44.46	21	12.77	12.57	0.29	0.28
5	117	44.46	27	16.11	15.71	0.36	0.35
6	117	44.46	33	19.06	18.55	0.43	0.42
7	117	44.46	36	20.48	19.91	0.46	0.45
8	117	44.46	39	20.47	19.97	0.46	0.45
9	117	44.46	42	20.60	20.03	0.46	0.45
10	117	44.46	45	20.82	20.13	0.47	0.45



รูปที่ 3.28 กราฟแสดงปริมาณแบเรียม ที่ถูกดูดซับบนพื้นผิวของแมงกานีสไดออกไซด์ เมื่อใช้แบเรียม ที่ระดับความเข้มข้นต่างๆ



รูปที่ 3.29 กราฟแสดงปริมาณสัดส่วนของแบเรียมต่อพื้นที่ผิวของ coated polyamide แบบเมต 1 cm² กับความเข้มข้นของแบเรียมที่ใช้

จากการศึกษาหาปริมาณแบเรียมที่ถูกดูดซับบนพื้นผิวของแมงกานีสไดออกไซด์ โดยใช้ coated polyamide แบบเม็ด ประมาณ 2 g ใช้เวลาดูดซับ 60 นาที pH 5.5 อุณหภูมิ 29 °C โดยเปลี่ยนแปลงระดับความเข้มข้นของแบเรียมให้สูงขึ้นตามลำดับตามตารางที่ 3.43 พบว่า เมื่อเพิ่มความเข้มข้นของแบเรียม มากขึ้น ปริมาณ แบเรียมที่ถูกดูดซับบนพื้นผิวของแมงกานีสไดออกไซด์ เพิ่มมากขึ้น และเมื่อเพิ่มความเข้มข้นของแบเรียมจนถึง 36 ppm ปริมาณแบเรียมที่ถูกดูดซับบนพื้นผิวแมงกานีสไดออกไซด์จะมีปริมาณมากที่สุดประมาณ 20.5×10^{-6} mol หลังจากนั้น ปริมาณแบเรียมที่ถูกดูดซับจะเริ่มคงที่ (ดูรูปที่ 3.28) และเมื่อคิดปริมาณแบเรียมต่อพื้นที่ผิวของ polyamide ที่ใช้เป็น supporting material 1 cm^2 จะได้สูงสุดที่ $0.45 \times 10^{-6} \text{ mol/cm}^2$ หลังจากนั้นจะเริ่มคงที่ (ดูรูปที่ 3.29) แม้ว่าจะเพิ่มปริมาณแบเรียมมากขึ้นก็ตาม ปริมาณแบเรียมที่พบก็เพิ่มขึ้นเพียงเล็กน้อยเท่านั้น เมื่อคำนวณสัดส่วนเป็นร้อยละของแบเรียมที่ถูกดูดซับไว้แต่ละครั้ง กับปริมาณแบเรียมที่ใช้แต่ละครั้ง พบว่าจะเพิ่มขึ้นเรื่อย ๆ จนถึงประมาณ ร้อยละ 87 หลังจากนั้น จะเริ่มลดลงตลอด สำหรับปริมาณร้อยละของแบเรียมที่ถูกดูดซับมากที่สุดนี้ จะอยู่ที่ความเข้มข้นของแบเรียมที่ใช้ 15 – 21 ppm จากข้อมูลที่ได้ทำให้เชื่อได้ว่า ปริมาณ แบเรียมที่ถูกดูดซับบน coated polyamide น่าจะมีหลายชั้น และชั้นที่ดูดซับแบเรียมไว้มากที่สุดจะเป็นชั้นที่ 1 เนื่องจาก coated polyamide มีพื้นที่ที่จะดูดซับ แบเรียมได้มากที่สุด หลังจากนั้น แบเรียมจะถูกดูดซับไว้ในชั้นที่ 2, 3 ทำให้พบว่ยังคงมีปริมาณแบเรียมถูกดูดซับเพิ่มขึ้นเรื่อย ๆ แต่มีสัดส่วนที่ลดลง เนื่องจากพื้นที่ที่ใช้ดูดซับแบเรียมลดน้อยลง

ในการทำ preconcentration โดยให้แบเรียมดูดซับบนพื้นผิวของแมงกานีสไดออกไซด์ นี้จะใช้ความเข้มข้นของแบเรียม 20 ppm ซึ่งจะมีปริมาณแบเรียมถูกดูดซับไว้มากที่สุด

3.10 การศึกษาสารรบกวน (Interferences) ที่มีผลต่อการดูดซับแบบเรียบบนพื้นผิวของแมงกานีสไดออกไซด์

3.10.1 ศึกษาการดูดซับสารรบกวน บนพื้นผิวของแมงกานีสไดออกไซด์ เมื่อไม่มีแบบเรียบรวมอยู่ด้วย

ตอนที่ 1 ศึกษาการดูดซับโซเดียม บนพื้นผิวของแมงกานีสไดออกไซด์

ผลการทดลอง

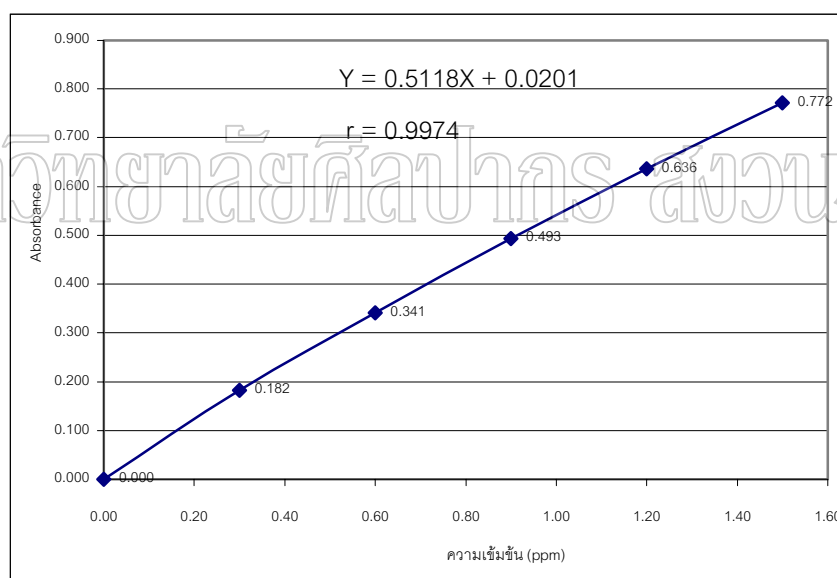
จากการศึกษาหาปริมาณโซเดียมที่ถูกดูดซับบนพื้นผิวของแมงกานีสไดออกไซด์ โดยใช้ coated polyamide 3 รูปร่าง คือ แบบเม็ด สีเหลืองเล็ก วงกลมเล็ก ได้ผลตามตารางที่ 3.43

ตารางที่ 3.43 แสดงปริมาณโซเดียมที่พบ โดยใช้ coated polyamide แบบเม็ด สีเหลืองเล็ก และ วงกลมเล็ก เวลาดูดซับ 60 นาที อุณหภูมิ 29 °C

Coated polyamide 2 g				pH	Na ที่ใช้ (ppm)	Na ที่พบ (mol)	Na/พื้นที่ (mol/cm ²)
รูปร่าง	ครั้งที่	จำนวน	พื้นที่ผิว (cm ²)				
แบบเม็ด	1	117	44.46	5.67	20	12.18 × 10 ⁻⁶	0.27 × 10 ⁻⁶
	2	117	44.46	5.67	20	10.87 × 10 ⁻⁶	0.24 × 10 ⁻⁶
	3	117	44.46	5.67	20	10.00 × 10 ⁻⁶	0.22 × 10 ⁻⁶
	เฉลี่ย					10.87 × 10 ⁻⁶	0.24 × 10 ⁻⁶
สีเหลืองเล็ก	1	67	77.05	5.67	20	14.79 × 10 ⁻⁶	0.19 × 10 ⁻⁶
	2	67	77.05	5.67	20	13.92 × 10 ⁻⁶	0.18 × 10 ⁻⁶
	3	67	77.05	5.67	20	15.22 × 10 ⁻⁶	0.19 × 10 ⁻⁶
	เฉลี่ย					14.79 × 10 ⁻⁶	0.19 × 10 ⁻⁶
วงกลมเล็ก	1	18	76.86	5.67	20	13.92 × 10 ⁻⁶	0.18 × 10 ⁻⁶
	2	18	76.86	5.67	20	13.05 × 10 ⁻⁶	0.17 × 10 ⁻⁶
	3	18	76.86	5.67	20	13.48 × 10 ⁻⁶	0.18 × 10 ⁻⁶
	เฉลี่ย					13.48 × 10 ⁻⁶	0.18 × 10 ⁻⁶

ตารางที่ 3.44 แสดงค่า Absorbance ของสารละลายมาตรฐานของโซเดียม ที่ระดับความเข้มข้นต่าง ๆ

สารละลายมาตรฐาน	ความเข้มข้น(ppm)	Absorbance	%RSD
Blank	0.00	0.000	
standard 1	0.30	0.182	0.5
standard 2	0.60	0.341	0.2
standard 3	0.90	0.493	0.3
standard 4	1.20	0.636	0.7
standard 5	1.50	0.772	0.7



รูปที่ 3.30 กราฟมาตรฐานของโซเดียม แสดงความสัมพันธ์ระหว่างความเข้มข้น กับ Absorbance

ตอนที่ 2 ศึกษาการดูดซับแมงกนีเซียม บนพื้นผิวของแมงกานีสไดออกไซด์

ผลการทดลอง

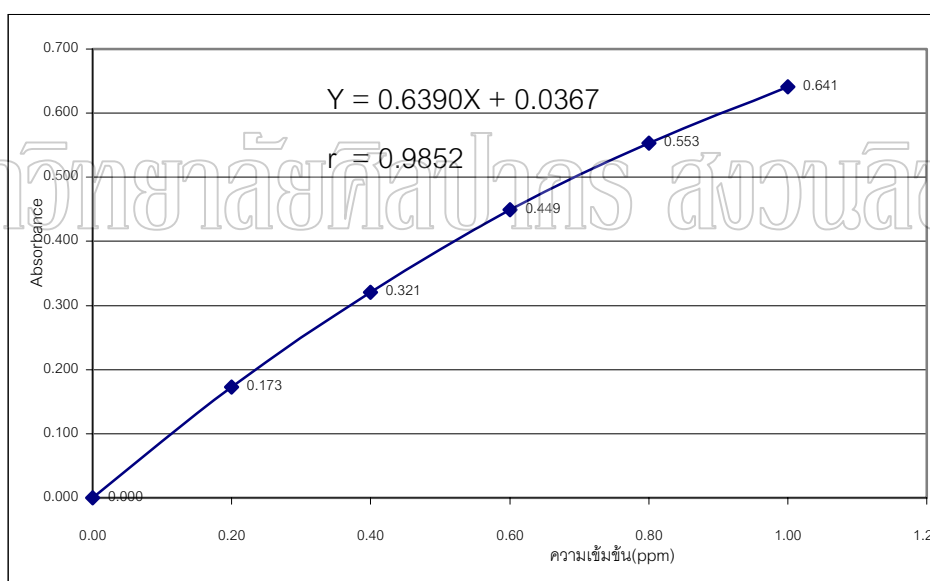
จากการศึกษาหาปริมาณแมงกนีเซียมที่ถูกดูดซับบนพื้นผิวของแมงกานีสไดออกไซด์ โดยใช้ coated polyamide 3 รูปร่างคือ แบบเม็ด สีเหลืองเล็ก วงกลมเล็ก ได้ผลตามตารางที่ 3.45

ตารางที่ 3.45 แสดงปริมาณ แมงกนีเซียมที่พบโดยใช้ coated polyamide แบบเม็ด สีเหลืองเล็ก และ วงกลมเล็ก เวลาดูดซับ 60 นาที อุณหภูมิ 29 °C

Coated polyamide 2g				pH	Mg ที่ใช้ (ppm)	Mg ที่พบ (mol)	Mg/พื้นที่ผิว mol/cm ²
รูปร่าง	ครั้งที่	จำนวน	พื้นที่ผิว (cm ²)				
แบบเม็ด	1	117	44.46	5.92	20	26.74 × 10 ⁻⁶	0.60 × 10 ⁻⁶
	2	117	44.46	5.92	20	25.92 × 10 ⁻⁶	0.58 × 10 ⁻⁶
	3	117	44.46	5.92	20	28.39 × 10 ⁻⁶	0.64 × 10 ⁻⁶
	เฉลี่ย					27.15 × 10 ⁻⁶	0.61 × 10 ⁻⁶
สีเหลืองเล็ก	1	67	77.05	5.92	20	37.03 × 10 ⁻⁶	0.48 × 10 ⁻⁶
	2	67	77.05	5.92	20	36.21 × 10 ⁻⁶	0.47 × 10 ⁻⁶
	3	67	77.05	5.92	20	39.09 × 10 ⁻⁶	0.50 × 10 ⁻⁶
	เฉลี่ย					37.44 × 10 ⁻⁶	0.49 × 10 ⁻⁶
วงกลมเล็ก	1	18	76.86	5.92	20	43.20 × 10 ⁻⁶	0.56 × 10 ⁻⁶
	2	18	76.86	5.92	20	42.38 × 10 ⁻⁶	0.55 × 10 ⁻⁶
	3	18	76.86	5.92	20	45.26 × 10 ⁻⁶	0.59 × 10 ⁻⁶
	เฉลี่ย					43.61 × 10 ⁻⁶	0.57 × 10 ⁻⁶

ตารางที่ 3.46 แสดงค่า Absorbance ของสารละลายมาตรฐานของแมกนีเซียม ที่ระดับความเข้มข้นต่าง ๆ

สารละลายมาตรฐาน	ความเข้มข้น(ppm)	Absorbance	%RSD
Blank	0.00	0.000	
standard 1	0.20	0.173	0.1
standard 2	0.40	0.321	0.4
standard 3	0.60	0.449	0.3
standard 4	0.80	0.553	0.3
standard 5	1.00	0.641	0.0



รูปที่ 3.31 กราฟมาตรฐานของแมกนีเซียม แสดงความสัมพันธ์ระหว่างความเข้มข้นกับ Absorbance

ตอนที่ 3 ศึกษาการดูดซับแคลเซียม บนพื้นผิวของแมงกานีสไดออกไซด์

ผลการทดลอง

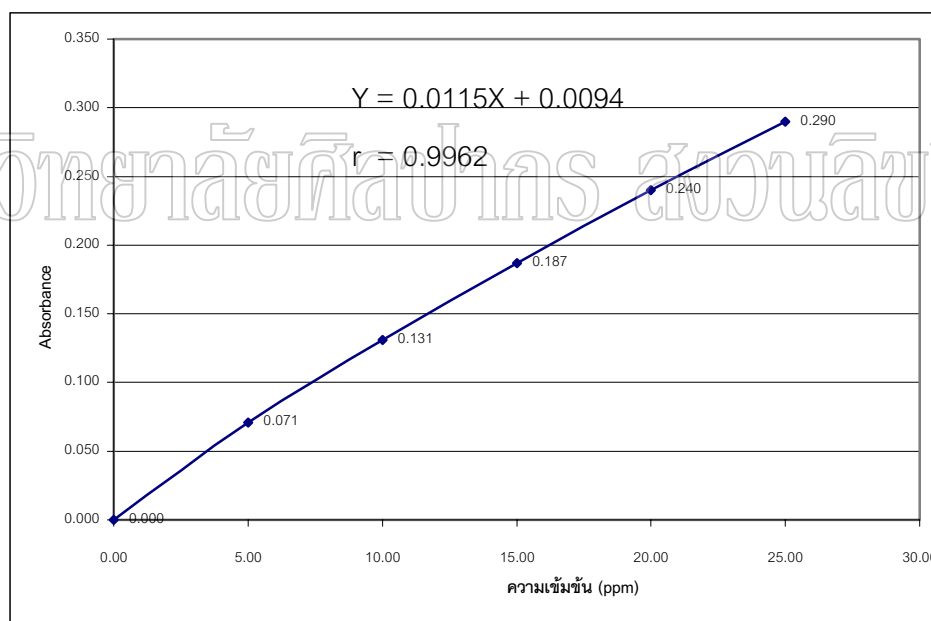
จากการศึกษาหาปริมาณแคลเซียมที่ถูกดูดซับบนพื้นผิวของแมงกานีสไดออกไซด์ โดยใช้ coated polyamide 3 รูปร่าง คือ แบบเม็ด สีเหลืองเล็ก วงกลมเล็ก ได้ผลตามตารางที่ 3.47

ตารางที่ 3.47 แสดงปริมาณ แคลเซียมที่พบ โดยใช้ coated polyamide แบบเม็ด สีเหลืองเล็ก และ วงกลมเล็ก เวลาดูดซับ 60 นาที อุณหภูมิ 29 °C

Coated polyamide 2g				pH	Ca ที่ใช้ (ppm)	Ca ที่พบ (mol)	Ca/พื้นที่ผิว mol/cm ²
รูปร่าง	ครั้งที่	จำนวน	พื้นที่ผิว (cm ²)				
แบบเม็ด	1	117	44.46	5.05	20	32.01 × 10 ⁻⁶	0.72 × 10 ⁻⁶
	2	117	44.46	5.05	20	25.35 × 10 ⁻⁶	0.57 × 10 ⁻⁶
	3	117	44.46	5.05	20	26.67 × 10 ⁻⁶	0.59 × 10 ⁻⁶
	เฉลี่ย					28.02 × 10 ⁻⁶	0.63 × 10 ⁻⁶
สีเหลืองเล็ก	1	67	77.05	5.05	20	36.45 × 10 ⁻⁶	0.47 × 10 ⁻⁶
	2	67	77.05	5.05	20	35.16 × 10 ⁻⁶	0.46 × 10 ⁻⁶
	3	67	77.05	5.05	20	34.81 × 10 ⁻⁶	0.45 × 10 ⁻⁶
	เฉลี่ย					35.48 × 10 ⁻⁶	0.46 × 10 ⁻⁶
วงกลมเล็ก	1	18	76.86	5.05	20	32.26 × 10 ⁻⁶	0.42 × 10 ⁻⁶
	2	18	76.86	5.05	20	35.56 × 10 ⁻⁶	0.46 × 10 ⁻⁶
	3	18	76.86	5.05	20	32.67 × 10 ⁻⁶	0.43 × 10 ⁻⁶
	เฉลี่ย					33.51 × 10 ⁻⁶	0.44 × 10 ⁻⁶

ตารางที่ 3.48 แสดงค่า Absorbance ของสารละลายมาตรฐานของแคลเซียม ที่ระดับความเข้มข้นต่าง ๆ

สารละลายมาตรฐาน	ความเข้มข้น (ppm)	Absorbance	%RSD
Blank	0.00	0.000	
standard 1	5.00	0.071	1.0
standard 2	10.00	0.131	0.7
standard 3	15.00	0.187	0.7
standard 4	20.00	0.240	0.5
standard 5	25.00	0.290	0.7



รูปที่ 3.32 กราฟมาตรฐานของ แคลเซียม แสดงความสัมพันธ์ระหว่างความเข้มข้น กับ Absorbance

ตารางที่ 3.49 แสดงการเปรียบเทียบความสามารถในการดูดซับสารรบกวน (Na^+ , Mg^{2+} , Ca^{2+}) ของ coated polyamide รูปร่าง แบบเม็ด สีเหลืองมเล็ก วงกลมเล็ก โดยคิดจากปริมาณสารรบกวนที่พบต่อพื้นที่ผิว 1 cm^2

Coated polyamide	ครั้งที่	ปริมาณสารรบกวนที่พบต่อพื้นที่ผิวสัมผัสด (mol/cm ²)		
		Na^+	Mg^{2+}	Ca^{2+}
เม็ด	1	0.27×10^{-6}	0.60×10^{-6}	0.72×10^{-6}
	2	0.24×10^{-6}	0.58×10^{-6}	0.57×10^{-6}
	3	0.22×10^{-6}	0.64×10^{-6}	0.59×10^{-6}
	เฉลี่ย	0.24×10^{-6}	0.61×10^{-6}	0.63×10^{-6}
สีเหลืองมเล็ก	1	0.19×10^{-6}	0.48×10^{-6}	0.47×10^{-6}
	2	0.18×10^{-6}	0.47×10^{-6}	0.46×10^{-6}
	3	0.19×10^{-6}	0.50×10^{-6}	0.45×10^{-6}
	เฉลี่ย	0.19×10^{-6}	0.49×10^{-6}	0.46×10^{-6}
วงกลมเล็ก	1	0.18×10^{-6}	0.56×10^{-6}	0.42×10^{-6}
	2	0.17×10^{-6}	0.55×10^{-6}	0.46×10^{-6}
	3	0.18×10^{-6}	0.59×10^{-6}	0.43×10^{-6}
	เฉลี่ย	0.18×10^{-6}	0.57×10^{-6}	0.44×10^{-6}

จากการศึกษาสารรบกวน (Interferences) ทั้งสามชนิด คือ โซเดียม แมกนีเซียม และ แคลเซียม ที่ถูกดูดซับบนพื้นผิวของแมงกานีสไดออกไซด์ทั้งสามตอน ทำการทดลองที่ pH 5 – 6 โดยพิจารณาจากปริมาณสารรบกวนที่พบต่อพื้นที่ผิว ตามตารางที่ 3.43, 3.45, 3.47 แล้วนำมาเปรียบเทียบกัน ตามตารางที่ 3.49 พบว่าแมกนีเซียมและแคลเซียมจะถูกดูดซับบนพื้นผิวของแมงกานีสไดออกไซด์ได้ดี ส่วนโซเดียมจะถูกดูดซับได้น้อยมาก จากผลการทดลองนี้แสดงว่าโซเดียมถูกดูดซับบนพื้นผิวของแมงกานีสไดออกไซด์ไม่ค่อยดี ที่ช่วง pH 5 – 6 ส่วน แมกนีเซียมและแคลเซียมถูกดูดซับบนพื้นผิวของแมงกานีสไดออกไซด์ไว้ได้ดี มีปริมาณค่อนข้างมาก จากข้อมูลนี้จะสังเกตเห็นว่า แมงกานีสไดออกไซด์ชอบจับพวก divalent (Mg^{2+} , Ca^{2+}) มากกว่าพวก monovalent (Na^+ , K^+)

นอกจากนี้เมื่อพิจารณารูปร่างของ coated polyamide ทั้งสามรูปร่างที่ใช้ในการดูดซับ สารรบกวนนี้ พบว่ารูปร่างแบบเม็ดสามารถดูดซับได้ดีกว่ารูปร่างอื่น ๆ ในการทำ preconcentration จึงควรจะใช้ coated polyamide รูปร่างแบบเม็ด เพราะว่ามันนอกจากจะดูดซับสารไว้ได้มากแล้ว ยังสะดวกในการทดลองการดูดซับ การเตรียม coated polyamide และ ใช้เวลาในการละลายแมงกานีสไดออกไซด์ออกจาก polyamide น้อยด้วย

3.10.2 ศึกษาการดูดซับสารรบกวนบนพื้นผิวแมงกานีสไดออกไซด์ที่ระดับค่า pH ต่าง ๆ

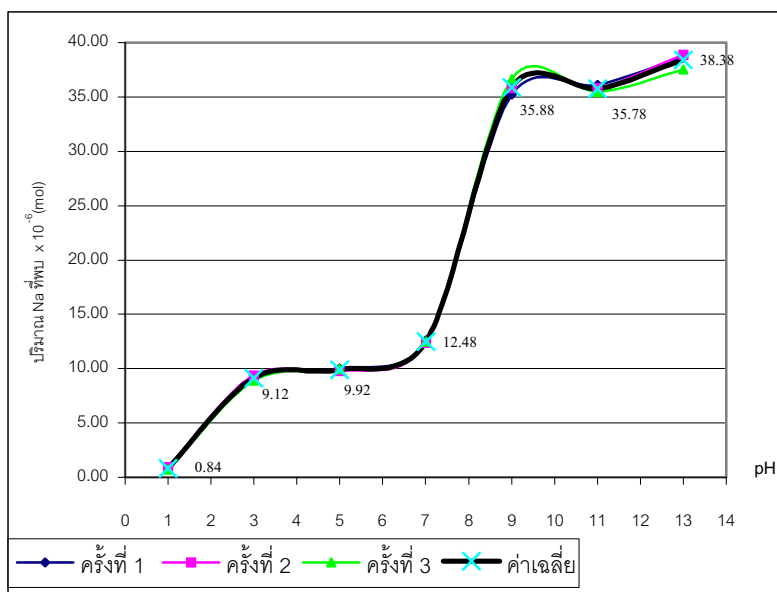
ตอนที่ 1 ศึกษาการดูดซับโซเดียม บนพื้นผิวของแมงกานีสไดออกไซด์

ผลการทดลอง

จากการศึกษาหาปริมาณโซเดียม ที่ถูกดูดซับบนพื้นผิวของแมงกานีสไดออกไซด์ โดยใช้ coated polyamide แบบเม็ด ที่ ระดับ pH 1, 3, 5, 7, 9, 11, 13 ได้ผลตามตารางที่ 3.50

ตารางที่ 3.50 แสดงปริมาณโซเดียมที่ถูกดูดซับบนพื้นผิวของแมงกานีสไดออกไซด์ ที่ pH 1, 3, 5, 7, 9, 11, 13 ใช้ coated polyamide แบบเม็ดจาก batch เดียวกัน จำนวน 2 g

Coated polyamide แบบเม็ด 2 g			pH	Na ที่ใช้(ppm)	ปริมาณ Na ที่พบ $\times 10^{-6}$ (mol)		
ลำดับที่	จำนวน	พื้นที่ผิว(cm ²)			ครั้งที่ 1	ครั้งที่ 2	ครั้งที่ 3
1	117	44.46	1	10	0.87	0.96	0.84
2	117	44.46	3	10	9.13	9.35	9.12
3	117	44.46	5	10	10.00	9.79	9.92
4	117	44.46	7	10	12.61	12.35	12.48
5	117	44.46	9	10	35.23	35.80	35.88
6	117	44.46	11	10	36.10	35.80	35.78
7	117	44.46	13	10	38.71	38.89	38.38



รูปที่ 3.33 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่าง ปริมาณ โซเดียม ที่ถูกดูดซับบนพื้นผิวของแมงกานีสไดออกไซด์ กับค่า pH ที่ระดับต่าง ๆ ของสารละลายตัวอย่างโซเดียม

จากข้อมูลในตารางที่ 3.50 และรูปที่ 3.33 จะเห็นว่าเมื่อค่า pH เพิ่มขึ้น ปริมาณการดูดซับโซเดียมบนพื้นผิวของแมงกานีสไดออกไซด์จะเพิ่มขึ้น ที่ pH 13 โซเดียมจะถูกดูดซับได้มากที่สุด ที่สภาวะกรด pH 1 – 3 โซเดียมจะถูกดูดซับบนพื้นผิวของแมงกานีสไดออกไซด์ได้ไม่ดี สภาวะเบส pH 9 – 13 โซเดียมจะถูกดูดซับบนพื้นผิวของแมงกานีสไดออกไซด์ได้มากขึ้นเรื่อย ๆ ตามข้อมูลนี้ ในการทำ preconcentration ควรเลือกทำที่ pH 3 – 7 เพื่อจะได้หลีกเลี่ยงปัญหาสารรบกวนที่จะมาทำให้การดูดซับแบเรียมบนพื้นผิวของแมงกานีสไดออกไซด์ลดลง แต่ควรเลือกที่ pH 5 – 7 จะเหมาะสมกว่า เพราะว่า pH 5 – 7 เป็นช่วงที่แบเรียมถูกดูดซับบนพื้นผิวของแมงกานีสไดออกไซด์ได้มากที่สุด การที่ไม่เลือกช่วง pH 1 – 3 ในการทำ preconcentration นั้น เพราะว่า ที่ pH 1 – 3 นี้แบเรียมถูกดูดซับบนพื้นผิวของแมงกานีสไดออกไซด์ได้น้อยมาก (ตามผลการทดลองในข้อ 3.8)

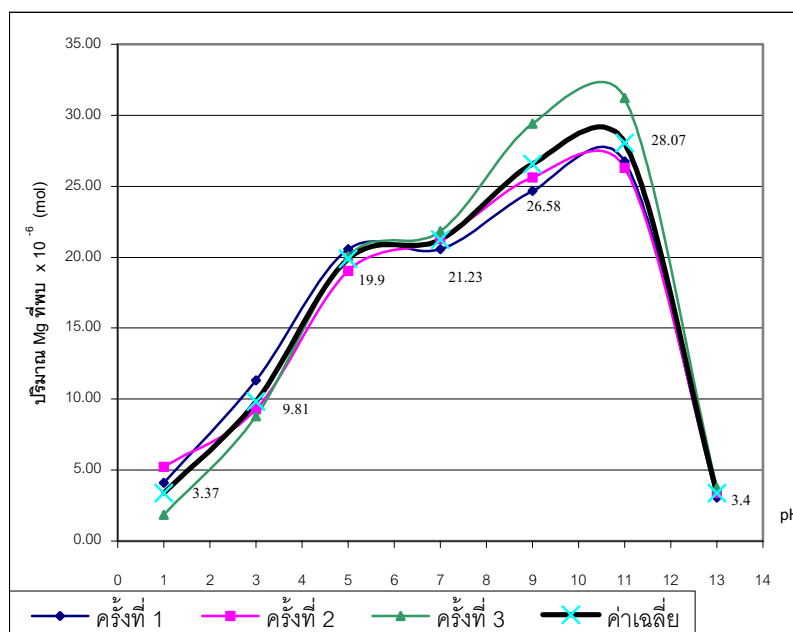
ตอนที่ 2 ศึกษาการดูดซับแมงกานีสที่เชื่อม บนพื้นผิวของแมงกานีสไดออกไซด์

ผลการทดลอง

จากการศึกษาหาปริมาณแมงกานีสที่เชื่อม ที่ถูกดูดซับบนพื้นผิวของแมงกานีสไดออกไซด์ โดยใช้ coated polyamide แบบเม็ด ที่ ระดับ pH 1, 3, 5, 7, 9, 11, 13 ได้ผลตามตารางที่ 3.51

ตารางที่ 3.51 แสดงปริมาณแมงกานีสที่เชื่อมที่ถูกดูดซับบนพื้นผิวของแมงกานีสไดออกไซด์ ที่ pH 1, 3, 5, 7, 9, 11, 13 ใช้ coated polyamide แบบเม็ดจาก Batch เดียวกัน จำนวน 2 g

Coated polyamide แบบเม็ด 2 g			pH	Mg ที่ใช้(ppm)	ปริมาณ Mg ที่พบ $\times 10^{-6}$ (mol)		
ลำดับที่	จำนวน	พื้นที่ผิว(cm ²)			ครั้งที่ 1	ครั้งที่ 2	ครั้งที่ 3
1	117	44.46	1	10	4.11	5.23	1.85
2	117	44.46	3	10	11.31	9.30	8.80
3	117	44.46	5	10	20.57	19.05	20.08
4	117	44.46	7	10	20.57	21.27	21.85
5	117	44.46	9	10	24.69	25.63	29.42
6	117	44.46	11	10	26.74	26.29	31.19
7	117	44.46	13	10	3.08	3.37	3.74



รูปที่ 3.34 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่าง ปริมาณ แมกนีเซียม ที่ถูกดูดซับบนพื้นผิวของ เมงกานีสไดออกไซด์ กับค่า pH ที่ระดับต่าง ๆ ของสารละลายตัวอย่างแมกนีเซียม

จากข้อมูลในตารางที่ 3.51 และรูปที่ 3.34 จะเห็นว่าเมื่อค่า pH เพิ่มขึ้นปริมาณการดูดซับแมกนีเซียมบนพื้นผิวของเมงกานีสไดออกไซด์จะเพิ่มขึ้น ที่ pH 13 แมกนีเซียมจะถูกดูดซับได้น้อยที่สุด ทั้งนี้อาจเนื่องมาจากการเกิดตะกอนของแมกนีเซียมไฮดรอกไซด์ ดังนั้นเมื่อสารละลายเป็นเบสสูง จะทำให้แมกนีเซียมถูกดูดซับบนพื้นผิวของเมงกานีสไดออกไซด์ได้น้อยลงที่สภาวะกรด pH 1 – 3 แมกนีเซียมจะถูกดูดซับบนพื้นผิวของเมงกานีสไดออกไซด์ได้ไม่ดี ส่วนสภาวะเบส pH 9 – 11 แมกนีเซียมจะถูกดูดซับบนพื้นผิวของเมงกานีสไดออกไซด์ได้มากขึ้น จากข้อมูลนี้ในการทำ preconcentration ควรเลือกทำที่ pH 1 – 3 และ 13 เพื่อจะได้หลีกเลี่ยงปัญหาสารรบกวนที่จะมาทำให้การดูดซับแบเรียมบนพื้นผิวของเมงกานีสไดออกไซด์ลดลง แต่เนื่องจากที่ pH 1 – 3 แบเรียมจะถูกดูดซับบนพื้นผิวของเมงกานีสไดออกไซด์ได้ไม่ดี ดังนั้นช่วง pH 5 – 7 จะเป็นช่วงที่เหมาะสมในการทำ preconcentration มากกว่าช่วงอื่น ๆ ถึงแม้ว่าจะหลีกเลี่ยงปัญหาการรบกวนจากแมกนีเซียมได้น้อยก็ตาม

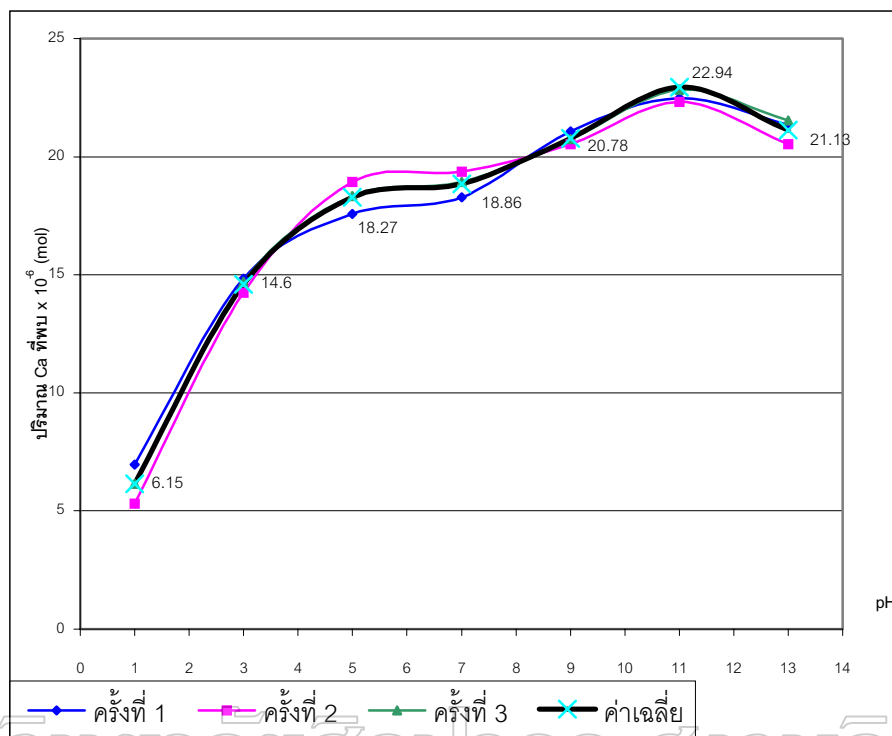
ตอนที่ 3 ศึกษาการดูดซับแคลเซียม บนพื้นผิวของแมงกานีสไดออกไซด์

ผลการทดลอง

จากการศึกษาหาปริมาณแคลเซียม ที่ถูกดูดซับบนพื้นผิวของแมงกานีสไดออกไซด์ โดยใช้ coated polyamide แบบเม็ด ที่ ระดับ pH 1, 3, 5, 7, 9, 11, 13 ได้ผลตามตารางที่ 3.52

ตารางที่ 3.52 แสดงปริมาณแคลเซียมที่ถูกดูดซับบนพื้นผิวของแมงกานีสไดออกไซด์ ที่ pH 1, 3, 5, 7, 9, 11, 13 ใช้ coated polyamide แบบเม็ดจาก Batch เดียวกัน จำนวน 2 g

Coated polyamide แบบเม็ด 2 g			pH	Ca ที่ใช้(ppm)	ปริมาณ Ca ที่พบ $\times 10^{-6}$ (mol)		
ลำดับที่	จำนวน	พื้นที่ผิว(cm ²)			ครั้งที่ 1	ครั้งที่ 2	ครั้งที่ 3
1	117	44.46	1	10	6.96	5.31	6.16
2	117	44.46	3	10	14.85	14.25	14.70
3	117	44.46	5	10	17.57	18.92	18.34
4	117	44.46	7	10	18.29	19.36	18.94
5	117	44.46	9	10	21.06	20.54	20.76
6	117	44.46	11	10	22.48	22.31	22.83
7	117	44.46	13	10	21.33	20.54	21.53



รูปที่ 3.35 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่าง ปริมาณ แคลเซียม ที่ถูกดูดซับบนพื้นผิวของแมนแกนิส ไดออกไซด์ กับค่า pH ที่ระดับต่าง ๆ ของสารละลายตัวอย่างแคลเซียม

จากข้อมูลในตารางที่ 3.52 และรูปที่ 3.35 จะเห็นว่าเมื่อค่า pH เพิ่มขึ้น ปริมาณการดูดซับแคลเซียมบนพื้นผิวของแมนแกนิสไดออกไซด์จะเพิ่มขึ้น ที่ pH 11 แคลเซียมจะถูกดูดซับได้มากที่สุดและจะลดลงที่ pH 13 ที่สภาวะกรด pH 1 แคลเซียมจะถูกดูดซับบนพื้นผิวของแมนแกนิสไดออกไซด์ได้ไม่ดี จากข้อมูลการทดลองนี้จะเห็นว่าแคลเซียมถูกดูดซับบนพื้นผิวของแมนแกนิสไดออกไซด์ได้ดีในช่วง pH 3 – 11 ทั้งนี้เนื่องจากแมนแกนิสไดออกไซด์ชอบจับพวก divalent มากกว่า ส่วนที่ pH 13 แคลเซียมถูกดูดซับได้น้อยลง อาจเกิดมาจากการเกิดตะกอนของแคลเซียมไฮดรอกไซด์ ดังนั้น ในการทำ preconcentration ควรเลือกทำในช่วง pH 3 – 7 ซึ่งเป็นช่วงที่แคลเซียมถูกดูดซับได้น้อยกว่าช่วงอื่น ๆ เพื่อจะได้หลีกเลี่ยงปัญหาสารรบกวนที่จะมาทำให้การดูดซับบนพื้นผิวของแมนแกนิสไดออกไซด์ลดลง

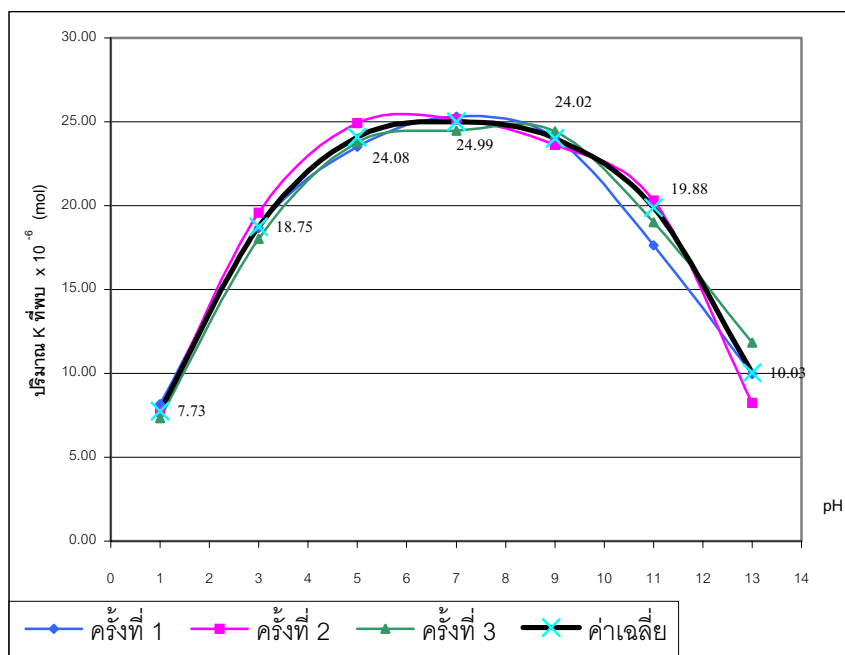
ตอนที่ 4 ศึกษาการดูดซับโพแทสเซียม บนพื้นผิวของแมงกานีสไดออกไซด์

ผลการทดลอง

จากการศึกษาหาปริมาณโพแทสเซียม ที่ถูกดูดซับบนพื้นผิวของแมงกานีสไดออกไซด์ โดยใช้ coated polyamide แบบเม็ด ที่ ระดับ pH 1, 3, 5, 7, 9, 11, 13 ได้ผลตามตารางที่ 3.53

ตารางที่ 3.53 แสดงปริมาณโพแทสเซียม ที่ถูกดูดซับบนพื้นผิวของแมงกานีสไดออกไซด์ ที่ pH 1, 3, 5, 7, 9, 11, 13 ใช้ coated polyamide แบบเม็ดจาก batch เดียวกัน จำนวน 2 g

Coated polyamide แบบเม็ด 2 g			pH	K ที่ใช้(ppm)	ปริมาณ K ที่พบ $\times 10^{-6}$ (mol)		
ลำดับที่	จำนวน	พื้นที่ผิว(cm ²)			ครั้งที่ 1	ครั้งที่ 2	ครั้งที่ 3
1	117	44.46	1	10	8.18	7.70	7.31
2	117	44.46	3	10	18.67	19.57	18.00
3	117	44.46	5	10	23.53	24.94	23.76
4	117	44.46	7	10	25.32	25.17	24.48
5	117	44.46	9	10	24.04	23.61	24.43
6	117	44.46	11	10	17.65	20.31	19.00
7	117	44.46	13	10	9.97	8.26	11.82



รูปที่ 3.36 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่าง ปริมาณ โพแทสเซียม ที่ถูกดูดซับบนพื้นผิวของ แมงกานีสไดออกไซด์ กับค่า pH ที่ระดับต่าง ๆ ของสารละลายตัวอย่างโพแทสเซียม

จากข้อมูลในตารางที่ 3.53 และรูปที่ 3.36 จะเห็นว่าเมื่อสารละลายมีสภาวะเป็นกรด ปริมาณการดูดซับโพแทสเซียมบนพื้นผิวของแมงกานีสไดออกไซด์จะเพิ่มขึ้นเรื่อยๆ และที่ pH 7 ปริมาณการดูดซับโพแทสเซียม บนพื้นผิวของแมงกานีสไดออกไซด์ จะมากที่สุด หลังจากนั้น การดูดซับโพแทสเซียมจะเริ่มลดลงตลอด แสดงว่าเมื่อสารละลายมีสภาวะความเป็นกรดและเบส มาก การดูดซับโพแทสเซียมบนพื้นผิวของแมงกานีสไดออกไซด์จะไม่ดี สภาวะที่เหมาะสมสำหรับการดูดซับโพแทสเซียมคือสารละลายเป็นกรดหรือเบสเล็กน้อยหรือเป็นกลาง ในการทำ preconcentration น่าจะเลือกทำในช่วง pH 3 – 5 หรือ 11 – 13 เพื่อจะได้หลีกเลี่ยงปัญหาสารรบกวนที่จะมาทำให้การดูดซับแบเรียมบนพื้นผิวของแมงกานีสไดออกไซด์ลดลง แต่ถึงอย่างไรก็ตาม pH 5 – 7 จะเหมาะสมมากกว่าเพราะว่า เป็นช่วงที่แบเรียมถูกดูดซับบนพื้นผิวของ แมงกานีสไดออกไซด์ได้มากที่สุด การที่ไม่เลือก ช่วง pH 1 – 3 หรือ 11 – 13 เพราะว่ามีค่า pH ช่วงนี้เป็นช่วงที่การดูดซับแบเรียมบนพื้นผิวของแมงกานีสไดออกไซด์ต่ำมาก

จากการศึกษาการดูดซับ โซเดียม แมกนีเซียม แคลเซียม และ โพแทสเซียม บนพื้นผิวของแมงกานีสไดออกไซด์ซึ่งเป็นสารรบกวนนั้น จะเห็นว่าค่า pH ที่เหมาะสมที่จะทำให้การดูดซับ สารรบกวนแต่ละชนิดมีปริมาณมากนั้นแตกต่างกันไป ที่สังเกตพบคือ ค่า pH 1 – 3 การดูดซับ

สารรบกวนแต่ละชนิดบนพื้นผิวของแมงกานีสไดออกไซด์จะน้อยมาก แสดงว่าสภาพความเป็นกรดมาก การดูดซับสารรบกวนจะไม่ดี ดังนั้นในการทำ preconcentration เพื่อเพิ่มปริมาณการดูดซับ แบริยมให้มากขึ้น ควรเลือกทำที่ pH 3 – 7 สำหรับค่า pH ต่ำกว่า 3 ลงไปนั้น ไม่เหมาะสมกับการทำ preconcentration เพราะว่า จากการศึกษาค่า pH ที่เหมาะสมสำหรับใช้ในการดูดซับ แบริยมตามการศึกษาทดลองหัวข้อที่ 3.8 นั้นค่า pH ช่วงนี้การดูดซับแบริยมบนพื้นผิวของแมงกานีสไดออกไซด์ จะไม่ดี มีค่าต่ำมาก สำหรับค่า pH ที่เหมาะสมที่สุดที่จะเลือกใช้ในการทำ preconcentration นั้นจะต้องศึกษาทดลองต่อไปอีก โดยจะทำการศึกษากการดูดซับแบริยมบนพื้นผิวของแมงกานีสไดออกไซด์ ที่ระดับ pH ต่าง ๆ เมื่อมีสารรบกวนรวมอยู่ด้วย

3.10.3 ศึกษาการดูดซับสารรบกวนบนพื้นผิวของแมงกานีสไดออกไซด์เมื่อมีแบริยมรวมอยู่ด้วย

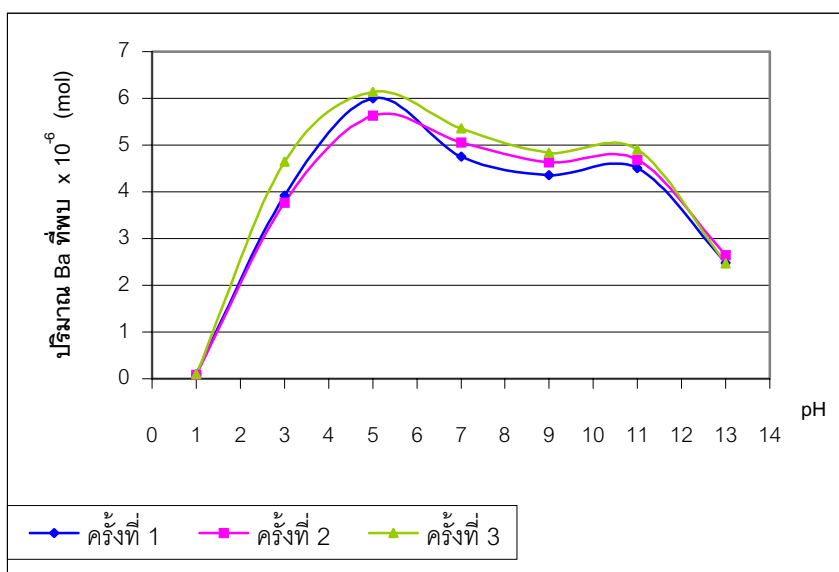
3.10.3.1 ศึกษาค่า pH ที่เหมาะสมสำหรับการดูดซับแบริยม บนพื้นผิวแมงกานีสไดออกไซด์เมื่อมีสารรบกวนอยู่ด้วย

ผลการทดลอง

จากการศึกษาการดูดซับแบริยมในสารละลายผสมแบริยมกับแคลเซียม แบริยมกับโซเดียม แบริยมกับแมกนีเซียม และ แบริยมกับโพแทสเซียม ที่ระดับ pH 1, 3, 5, 7, 9, 11, 13 ได้ผลการทดลองตามตารางที่ 3.54 – 3.57

ตารางที่ 3.54 การวิเคราะห์หาปริมาณแบริยมที่ถูกดูดซับบนพื้นผิวของแมงกานีสไดออกไซด์เมื่อมีแคลเซียมเป็นสารรบกวนผสมอยู่ด้วย ที่ pH ต่าง ๆ โดยใช้ coated polyamide แบบเม็ดจาก batch เดียวกัน

Coated polyamide แบบเม็ด 2 g			pH	สารละลายผสม Ba+Inf		Ba ที่พบ $\times 10^{-6}$ (mol)		
ลำดับที่	จำนวน	พื้นที่ผิว(cm ²)		Ba(ppm)	Ca(ppm)	ครั้งที่1	ครั้งที่2	ครั้งที่3
1	117	44.46	1	10	20	0.09	0.08	0.09
2	117	44.46	3	10	20	3.92	3.77	4.64
3	117	44.46	5	10	20	6.00	5.63	6.14
4	117	44.46	7	10	20	4.75	5.05	5.36
5	117	44.46	9	10	20	4.36	4.63	4.83
6	117	44.46	11	10	20	4.51	4.69	4.90
7	117	44.46	13	10	20	2.48	2.65	2.46

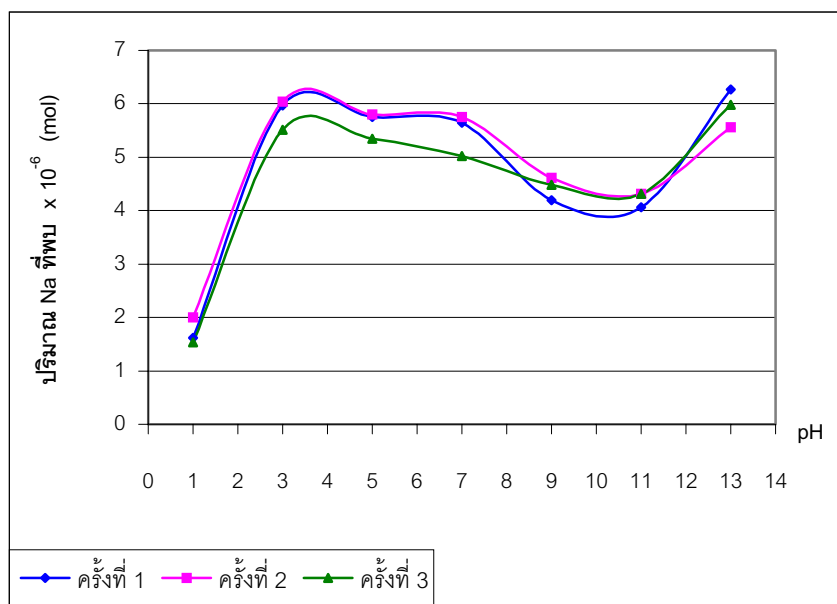


รูปที่ 3.37 กราฟแสดงปริมาณแบเรียมที่ถูกดูดซับบนพื้นผิวของแมงกานีสไดออกไซด์ ที่ระดับ pH ต่าง ๆ เมื่อมีแคลเซียมเป็นสารรบกวนผสมอยู่ด้วย

มหาวิทยาลัยศิลปากร ส่วนวนลิขสิทธิ์

ตารางที่ 3.55 การวิเคราะห์หาปริมาณแบเรียมที่ถูกดูดซับบนพื้นผิวของแมงกานีสไดออกไซด์เมื่อมี โซเดียมเป็นสารรบกวน ผสมอยู่ด้วย ที่ pH ต่าง ๆ โดยใช้ coated polyamide แบบเม็ดจาก batch เดียวกัน

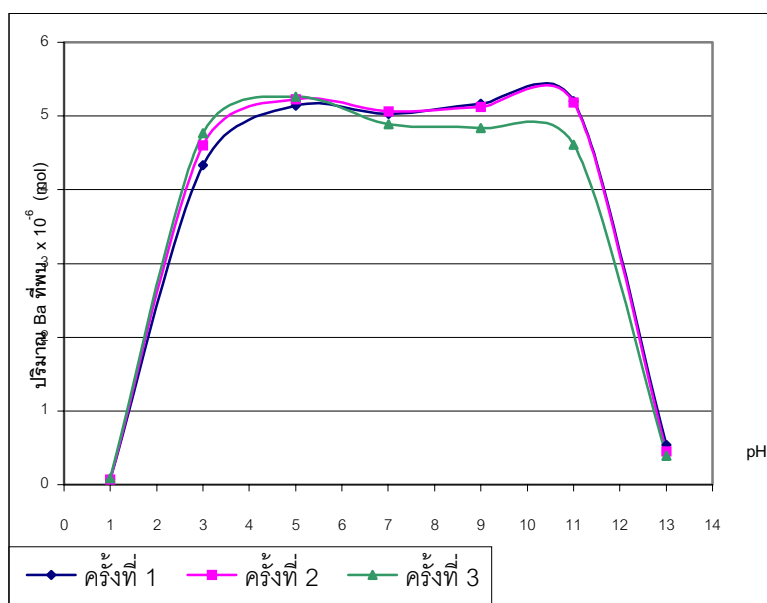
Coated polyamide แบบเม็ด 2 g			pH	สารละลายผสม Ba+Inf		Ba ที่พบ $\times 10^{-6}$ (mol)		
ลำดับที่	จำนวน	พื้นที่ผิว(cm^2)		Ba(ppm)	Na(ppm)	ครั้งที่1	ครั้งที่2	ครั้งที่3
1	117	44.46	1	10	20	1.62	2.00	1.53
2	117	44.46	3	10	20	5.97	6.04	5.51
3	117	44.46	5	10	20	5.75	5.80	5.34
4	117	44.46	7	10	20	5.64	5.75	5.02
5	117	44.46	9	10	20	4.20	4.62	4.48
6	117	44.46	11	10	20	4.06	4.32	4.32
7	117	44.46	13	10	20	6.27	5.56	5.98



รูปที่ 3.38 กราฟแสดงปริมาณแบเรียมที่ถูกดูดซับ บนพื้นผิวของแมงกานีสไดออกไซด์ ที่ระดับ pH ต่าง ๆ เมื่อมีไซโตเดียมเป็นสารรบกวนผสมอยู่ด้วย

ตารางที่ 3.56 การวิเคราะห์หาปริมาณแบเรียมที่ถูกดูดซับบนพื้นผิวของแมงกานีสไดออกไซด์เมื่อมี แมกนีเซียมเป็นสารรบกวน ผสมอยู่ด้วย ที่ pH ต่าง ๆ โดยใช้ coated polyamide แบบเม็ดจาก batch เดียวกัน

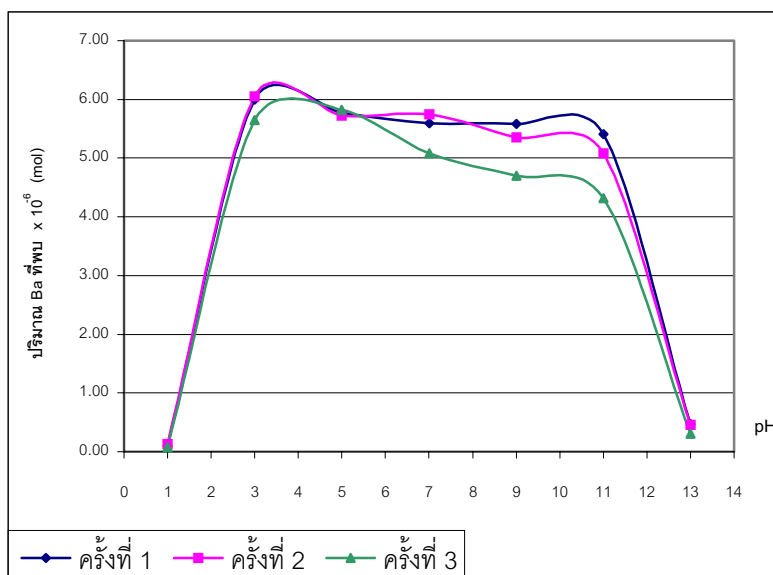
Coated polyamide แบบเม็ด 2 g			pH	สารละลายผสม Ba+Inf		Ba ที่พบ x10 ⁻⁶ (mol)		
ลำดับที่	จำนวน	พื้นที่ผิว(cm ²)		Ba(ppm)	Mg(ppm)	ครั้งที่1	ครั้งที่2	ครั้งที่3
1	117	44.46	1	10	20	0.07	0.07	0.09
2	117	44.46	3	10	20	4.33	4.60	4.77
3	117	44.46	5	10	20	5.14	5.23	5.26
4	117	44.46	7	10	20	5.03	5.06	4.48
5	117	44.46	9	10	20	5.17	5.12	4.84
6	117	44.46	11	10	20	5.20	5.18	4.61
7	117	44.46	13	10	20	0.54	0.45	0.39



รูปที่ 3.39 กราฟแสดงปริมาณแบเรียมที่ถูกดูดซับ บนพื้นผิวของแมงกานีสไดออกไซด์ ที่ระดับ pH ต่าง ๆ เมื่อมีแมงกานีสเชื่อมเป็นสารรบกวนผสมอยู่ด้วย

ตารางที่ 3.57 การวิเคราะห์หาปริมาณแบเรียมที่ถูกดูดซับบนพื้นผิวของแมงกานีสไดออกไซด์ เมื่อมีโพแทสเซียมเป็นสารรบกวน ผสมอยู่ด้วย ที่ pH ต่าง ๆ โดยใช้ coated polyamide แบบเม็ด จาก batch เดียวกัน

Coated polyamide แบบเม็ด 2 g			pH	สารละลายผสม Ba+Inf		Ba ที่พบ $\times 10^{-6}$ (mol)		
ลำดับที่	จำนวน	พื้นที่ผิว(cm^2)		Ba(ppm)	K (ppm)	ครั้งที่1	ครั้งที่2	ครั้งที่3
1	117	44.46	1	10	20	0.10	0.13	0.08
2	117	44.46	3	10	20	6.03	6.05	5.65
3	117	44.46	5	10	20	5.77	5.72	5.82
4	117	44.46	7	10	20	5.59	5.75	5.08
5	117	44.46	9	10	20	5.58	5.35	4.70
6	117	44.46	11	10	20	5.41	5.08	4.32
7	117	44.46	13	10	20	0.47	0.46	0.30



รูปที่ 3.40 กราฟแสดงปริมาณแบเรียมที่ถูกดูดซับ บนพื้นผิวของแมงกานีสไดออกไซด์ ที่ระดับ pH ต่าง ๆ เมื่อมีโพแทสเซียมเป็นสารรบกวนผสมอยู่ด้วย

จากผลการทดลอง การศึกษาค่า pH ของสารละลายที่เหมาะสมสำหรับการดูดซับ

แบเรียมบนพื้นผิวของแมงกานีสไดออกไซด์ เมื่อมีสารรบกวนอยู่ด้วย พบว่าจากข้อมูลในตารางที่ 3.54 ซึ่งเป็นสารผสมแบเรียมเข้มข้น 10 ppm กับ แคลเซียมเข้มข้น 20 ppm ที่ระดับ pH ต่าง ๆ กัน พบว่า ปริมาณ แบเรียมที่พบมีมากในช่วง pH 3 – 11 ซึ่ง pH 5 จะพบแบเรียมมีปริมาณมากที่สุด 6.0×10^{-6} mol สำหรับ pH 1 และ 13 พบแบเรียมน้อยมาก เมื่อดูจากกราฟรูปที่ 3.37 จะเห็นว่าที่ pH 1 และ 13 จะมีปริมาณแบเรียมน้อยมาก จากการศึกษาดูหาปริมาณแบเรียมที่ถูกดูดซับบนพื้นผิวของแมงกานีสไดออกไซด์ทั้ง 3 ครั้ง จะได้ผล ใกล้เคียงกัน ดังนั้น การศึกษาการดูดซับแบเรียมบนพื้นผิวของแมงกานีสไดออกไซด์ควรปรับให้สารละลายมีค่า pH 5 ซึ่งจะทำให้ได้แบเรียมมีปริมาณมากและสามารถหลีกเลี่ยงสารรบกวนที่จะทำให้แบเรียมถูกดูดซับบนพื้นผิวของแมงกานีสไดออกไซด์ได้น้อยลงได้

สำหรับสารรบกวนตัวอื่น เช่น แมกนีเซียม และโพแทสเซียม จะได้ผลในทำนองเดียวกัน คือ ช่วง pH 3 – 11 เป็นช่วงที่ แบเรียมถูกดูดซับได้มาก(ดูตารางที่ 3.56,3.57) และที่ pH 1 และ 13 แบเรียมจะถูกดูดซับได้น้อยมาก (ดูรูปกราฟที่ 3.39 , 3.40) ส่วนการดูดซับแบเรียมบนพื้นผิวของแมงกานีสไดออกไซด์เมื่อมีสารรบกวนชนิดเดียวอยู่ด้วย จะพบว่าแบเรียมถูกดูดซับได้มากช่วง pH 3 – 13 ส่วนที่ pH 1 จะถูกดูดซับได้น้อยมาก

จากข้อมูลการทดลองศึกษาค่า pH ที่เหมาะสมสำหรับการดูดซับแบเรียมบนพื้นผิวของแมงกานีสไดออกไซด์เมื่อมีสารรบกวนแคลเซียม หรือ โซเดียม แมกนีเซียม โพแทสเซียมรวมอยู่ด้วย จะเห็นว่าแบเรียมสามารถถูกดูดซับได้มากในช่วง pH 3 – 11 และมากที่สุดที่ pH 3 – 7 ดังนั้นในการทำ preconcentration เมื่อมีสารรบกวนรวมอยู่ด้วย ควรเลือกทำที่ pH 3 – 7 จะทำให้ได้ปริมาณแบเรียมมากที่สุดและสามารถหลีกเลี่ยงสารรบกวนที่จะมีผลต่อการดูดซับแบเรียมบนพื้นผิวของแมงกานีสไดออกไซด์ได้

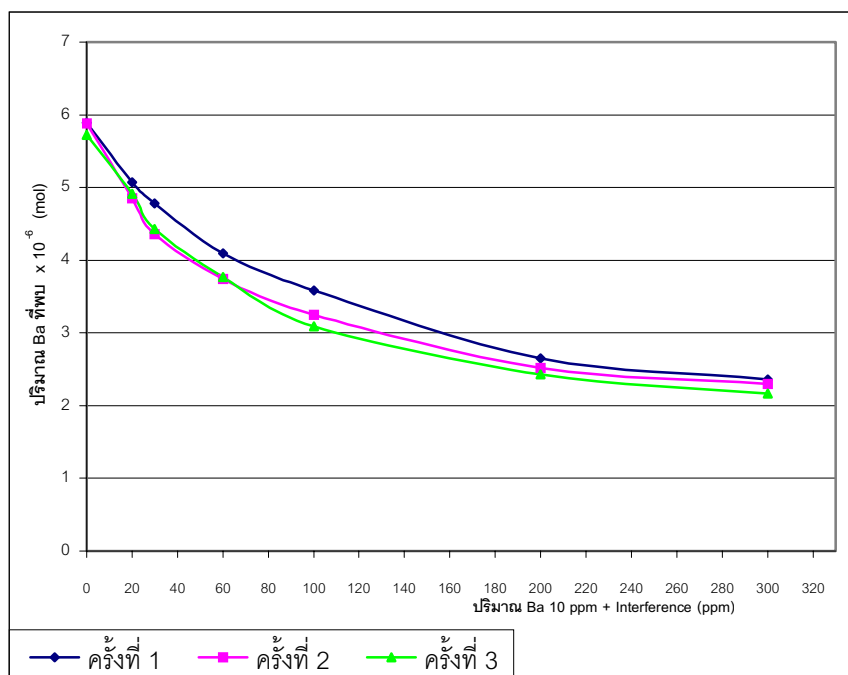
3.10.3.2 ศึกษาความเข้มข้นของสารรบกวนที่มีผลต่อการดูดซับแบเรียมบนพื้นผิวของแมงกานีสไดออกไซด์

ผลการทดลอง

จากการศึกษาการดูดซับแบเรียมบนพื้นผิวของแมงกานีสไดออกไซด์ ในสารละลายผสมแบเรียมกับแคลเซียม แบเรียมกับโซเดียม แบเรียมกับแมกนีเซียม และ แบเรียมกับโพแทสเซียม ความเข้มข้นของแบเรียม 10 ppm ความเข้มข้นของสารรบกวน 20, 30, 60, 100, 200, 300 ppm ตามลำดับ ที่ pH 5.5 ได้ผลตามตารางที่ 3.58 – 3.61

ตารางที่ 3.58 การวิเคราะห์หาปริมาณแบเรียมที่ถูกดูดซับบนพื้นผิวของแมงกานีสไดออกไซด์เมื่อมี แคลเซียมเป็นสารรบกวน ผสมอยู่ด้วยที่ระดับความเข้มข้นต่าง ๆ โดยใช้ coated polyamide แบบเม็ดจาก batch เดียวกัน

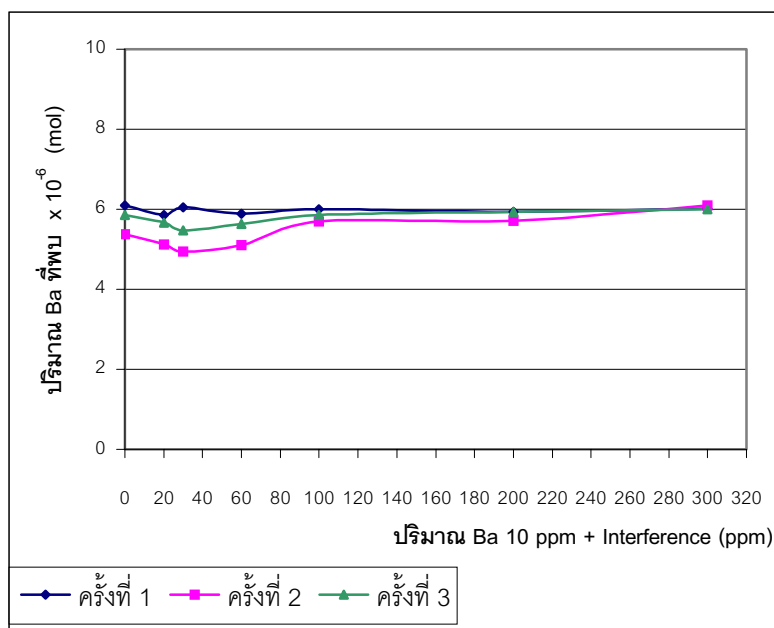
Coated polyamide แบบเม็ด 2 g			สารละลายผสม Ba+Inf		Ba ที่พบ $\times 10^{-6}$ (mol)		
ลำดับที่	จำนวน	พื้นที่ผิว(cm ²)	Ba(ppm)	Ca (ppm)	ครั้งที่1	ครั้งที่2	ครั้งที่3
1	117	44.46	10	-	5.89	5.88	5.72
2	117	44.46	10	20	5.07	4.85	4.91
3	117	44.46	10	30	4.78	4.36	4.43
4	117	44.46	10	60	4.09	3.74	3.77
5	117	44.46	10	100	3.58	3.25	3.09
6	117	44.46	10	200	2.65	2.52	2.43
7	117	44.46	10	300	2.36	2.30	2.17



รูปที่ 3.41 กราฟแสดงปริมาณ แบริยมที่ถูกซับบนพื้นผิวของแมงกานีสไดออกไซด์ ที่ pH 5.5 เมื่อมีสารรบกวนแคลเซียมรวมอยู่ด้วยที่ระดับความเข้มข้นต่าง ๆ กัน

ตารางที่ 3.59 การวิเคราะห์หาปริมาณแบริยมที่ถูกดูดซับบนพื้นผิวของแมงกานีสไดออกไซด์ เมื่อมีโซเดียมเป็นสารรบกวน ผสมอยู่ด้วยที่ระดับความเข้มข้นต่าง ๆ โดยใช้ coated polyamide แบบเม็ดจาก batch เดียวกัน

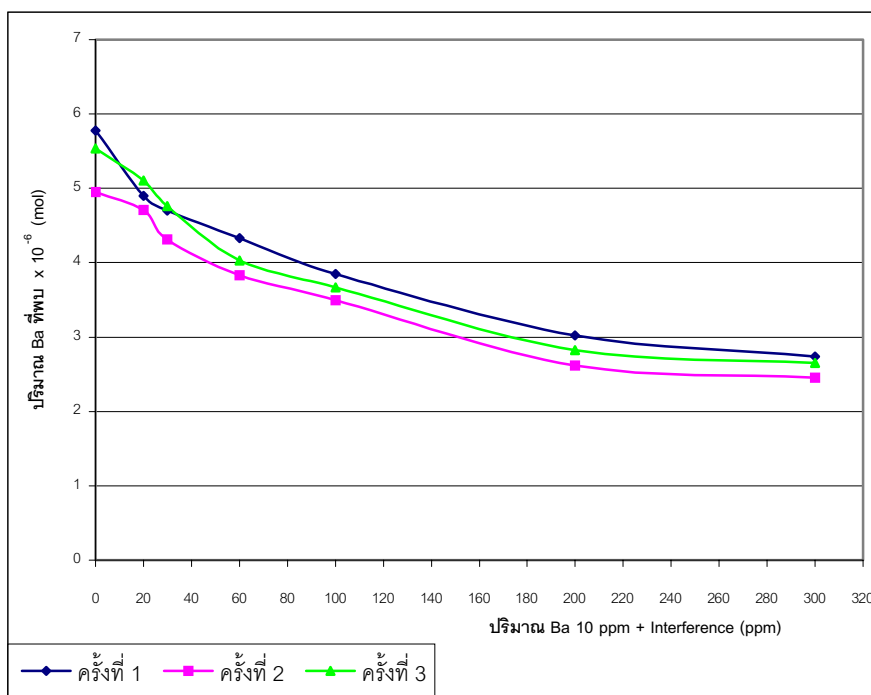
Coated polyamide แบบเม็ด 2 g			สารละลายผสม Ba+Inf		Ba ที่พบ x10 ⁻⁶ (mol)		
ลำดับที่	จำนวน	พื้นที่ผิว(cm ²)	Ba(ppm)	Na (ppm)	ครั้งที่1	ครั้งที่2	ครั้งที่3
1	117	44.46	10	-	6.09	5.37	5.85
2	117	44.46	10	20	5.85	5.12	5.67
3	117	44.46	10	30	6.05	4.94	5.47
4	117	44.46	10	60	5.89	5.11	5.63
5	117	44.46	10	100	6.00	5.69	5.86
6	117	44.46	10	200	5.93	5.72	5.94
7	117	44.46	10	300	6.02	6.09	6.00



รูปที่ 3.42 กราฟแสดงปริมาณ แแบเรียมที่ถูกดูดซับบนพื้นผิวของเมมกานีสไดออกไซด์ ที่ pH 5.5 เมื่อมีสารรบกวนโซเดียมรวมอยู่ด้วย ที่ระดับความเข้มข้นต่าง ๆ กัน

ตารางที่ 3.60 การวิเคราะห์หาปริมาณแบเรียมที่ถูกดูดซับบนพื้นผิวของเมมกานีสไดออกไซด์เมื่อมี แมกนีเซียมเป็นสารรบกวน ผสมอยู่ด้วยที่ระดับความเข้มข้นต่าง ๆ โดยใช้ coated polyamide แบบเม็ดจาก batch เดียวกัน

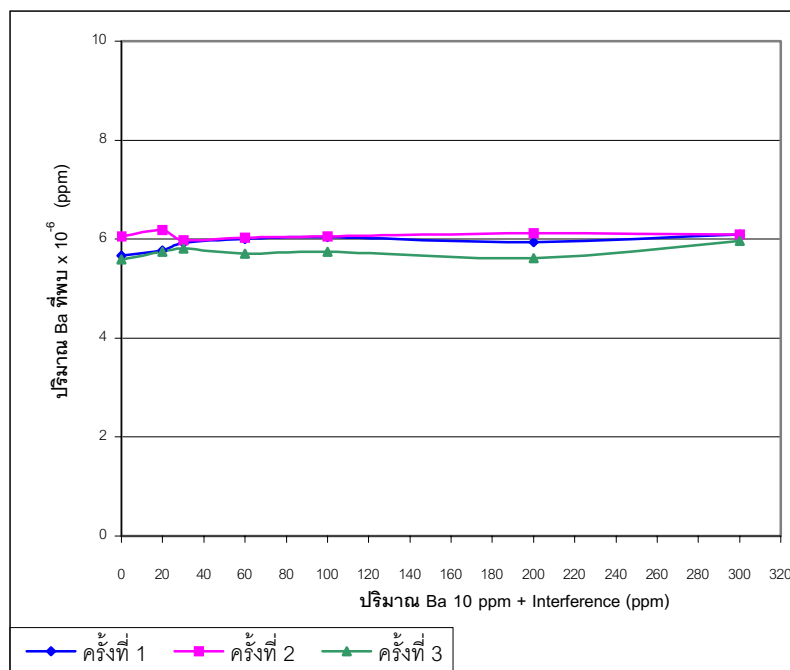
Coated polyamide แบบเม็ด 2 g			สารละลายผสม Ba+Inf		Ba ที่พบ x10 ⁻⁶ (mol)		
ลำดับที่	จำนวน	พื้นที่ผิว(cm ²)	Ba(ppm)	Mg (ppm)	ครั้งที่1	ครั้งที่2	ครั้งที่3
1	117	44.46	10	-	5.78	4.95	5.54
2	117	44.46	10	20	4.90	4.71	5.11
3	117	44.46	10	30	4.70	4.31	4.76
4	117	44.46	10	60	4.33	3.83	4.03
5	117	44.46	10	100	3.85	3.50	3.67
6	117	44.46	10	200	3.03	2.62	2.82
7	117	44.46	10	300	2.74	2.45	2.65



รูปที่ 3.43 กราฟแสดงปริมาณ แบริยมที่ถูกดูดซับบนพื้นผิวของเมงกานีสไดออกไซด์ ที่ pH 5.5 เมื่อมีสารรบกวนแมกนีเซียมรวมอยู่ด้วย ที่ระดับความเข้มข้นต่าง ๆ กัน

ตารางที่ 3.61 การวิเคราะห์หาปริมาณแบริยมที่ถูกดูดซับบนพื้นผิวของเมงกานีสไดออกไซด์เมื่อมี โฟแทสเซียมเป็นสารรบกวน ผสมอยู่ด้วยที่ระดับความเข้มข้นต่าง ๆ โดยใช้ coated polyamide แบบเม็ดจาก batch เดียวกัน

Coated polyamide แบบเม็ด 2 g			สารละลายผสม Ba+Inf		Ba ที่พบ x10 ⁻⁶ (mol)		
ลำดับที่	จำนวน	พื้นที่ผิว(cm ²)	Ba(ppm)	K (ppm)	ครั้งที่1	ครั้งที่2	ครั้งที่3
1	117	44.46	10	-	5.67	6.06	5.59
2	117	44.46	10	20	5.77	6.99	5.74
3	117	44.46	10	30	5.93	5.98	5.81
4	117	44.46	10	60	6.00	6.03	5.70
5	117	44.46	10	100	6.04	6.05	5.74
6	117	44.46	10	200	5.94	6.12	5.62
7	117	44.46	10	300	6.09	6.09	5.96



รูปที่ 3.44 กราฟแสดงปริมาณ แบริยมที่ถูกดูดซับบนพื้นผิวของแมงกานีสไดออกไซด์ ที่ pH 5.5 เมื่อมีสารรบกวนโพแทสเซียมรวมอยู่ด้วย ที่ระดับความเข้มข้นต่าง ๆ กัน

จากข้อมูลผลการทดลอง การศึกษาการดูดซับแบริยมบนพื้นผิวของแมงกานีสไดออกไซด์ เมื่อมีสารรบกวน แคลเซียม โซเดียม แมกนีเซียม และโพแทสเซียม เป็นสารรบกวนผสมอยู่ด้วย ตามตารางผลการทดลองที่ 3.58 – 3.61 พบว่า สารละลายผสมที่มีแคลเซียมเป็นสารรบกวน เมื่อเพิ่มความเข้มข้นของแคลเซียมมากขึ้น ปริมาณแบริยมที่พบจะมีปริมาณลดลงไปเรื่อย ๆ จากผลการทดลองนี้แสดงว่า ปริมาณแคลเซียมมีผลต่อการดูดซับแบริยมบนพื้นผิวของแมงกานีสไดออกไซด์ ยังมีปริมาณแคลเซียมมากขึ้น แบริยมที่ถูกดูดซับบนพื้นผิวของแมงกานีสไดออกไซด์ยิ่งน้อยลง เมื่อดูจากรูปกราฟที่ 3.41 จะเห็นว่า เส้นกราฟจะลดลงมาทางขวาโดยตลอด ส่วนสารละลายผสมที่มีแมกนีเซียมเป็นสารรบกวนรวมอยู่ด้วย ปริมาณแบริยมที่พบจะลดลงไปเรื่อย ๆ เมื่อความเข้มข้นของแมกนีเซียมเพิ่มขึ้น เช่นเดียวกับกรณีของแคลเซียม (ข้อมูลในตารางที่ 3.60) แสดงว่าปริมาณแมกนีเซียมมีผลต่อการดูดซับแบริยมบนพื้นผิวของแมงกานีสไดออกไซด์และเมื่อดูจากรูปกราฟ รูปที่ 3.43 จะพบว่าเส้นกราฟจะลดลงมาทางขวา เช่นเดียวกับแคลเซียม สำหรับสารรบกวนโซเดียมและโพแทสเซียม เมื่อพิจารณาข้อมูลตาม

ตารางที่ 3.59 และ 3.61 จะพบว่าปริมาณแบเรียมที่พบนั้นอยู่ในระดับที่ใกล้เคียงกันเมื่อเทียบกับ Blank (สารละลายที่มีแต่แบเรียม 10 ppm ไม่มีสารรบกวนรวมอยู่ด้วย) ถึงแม้ว่าจะเพิ่มปริมาณความเข้มข้นของโซเดียม หรือ โพแทสเซียมมากขึ้นจนถึง 300 ppm ก็ตาม เมื่อดูจากกราฟรูปที่ 3.42 และ 3.44 จะเห็นเส้นกราฟเกือบจะอยู่ในแนวระดับเดียวกัน แสดงว่าสารรบกวนโซเดียม และโพแทสเซียมจะไม่มีผลต่อการดูดซับแบเรียมบนพื้นผิวของแมงกานีสไดออกไซด์

3.11 การวิเคราะห์หาปริมาณเรเดียมที่ถูกดูดซับบนพื้นผิวของแมงกานีสไดออกไซด์ โดยเทคนิค Liquid Scintillation Counter (LSC)

ผลการทดลอง

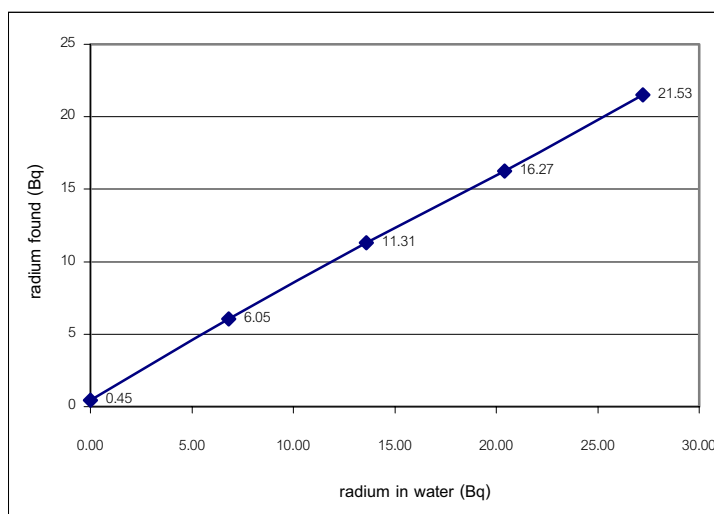
ตอนที่ 1 การทำ preconcentration เรเดียม โดยใช้ coated polyamide รูปร่างแบบเม็ด เมื่อใช้สารละลายมาตรฐานเรเดียมซึ่งใช้เป็นตัวอย่างในการศึกษา ปริมาตร 100 ml มี Activities 0.00 , 6.81, 13.61, 20.42, 27.23 Bq และใช้ coated polyamide แบบเม็ด 2 g ได้ผลการทดลองตามตารางที่ 3.62 ดังนี้

ตารางที่ 3.62 แสดงปริมาณเรเดียมในสารละลายมาตรฐานเรเดียม ปริมาณเรเดียมที่พบโดย LSC และ ร้อยละของเรเดียมที่พบ เมื่อใช้ coated polyamide แบบเม็ด

Add. Radium activity in authentic water (Bq) *	Radium found from LSC measurement(Bq)**	% Recovery Radium
0.00	0.45	-
6.81	6.05	88.84
13.61	11.31	83.10
20.42	16.27	79.68
27.23	21.53	79.07

* Net value , background are already subtracted.

** Counting efficiency is assume to be 100 % , Bq = count per second.



รูปที่ 3.45 รูปกราฟแสดงปริมาณเรเดียมที่ใช้ กับปริมาณเรเดียมที่พบ โดยเทคนิค LSC เมื่อใช้ coated polyamide แบบเม็ด 2 g

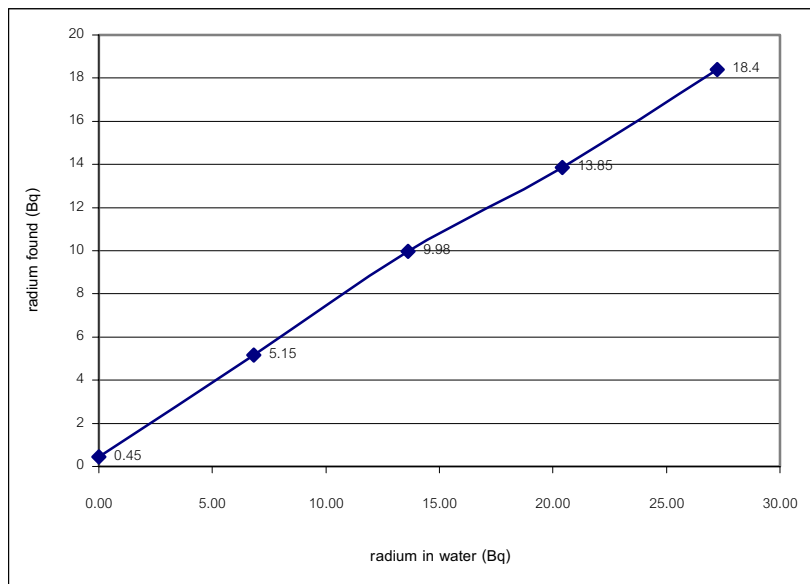
ตอนที่ 2 การทำ pre-concentration เรเดียม โดยใช้ coated polyamide รูปสี่เหลี่ยม เมื่อใช้สารละลายมาตรฐานเรเดียม ปริมาตร 100 ml มี activities 0.00, 6.81, 13.61, 20.42, 27.23 Bq และใช้ coated polyamide รูปสี่เหลี่ยม ขนาด 0.5x0.5x0.05 cm น้ำหนัก 2 g ได้ผลการทดลองตามตารางที่ 3.63 ดังนี้

ตารางที่ 3.63 แสดงปริมาณเรเดียมในสารละลายมาตรฐานเรเดียม ปริมาณเรเดียมที่พบโดย LSC และ ร้อยละของเรเดียมที่พบ เมื่อใช้ coated polyamide รูปสี่เหลี่ยม

Add. Radium activity in authentic water (Bq)*	Radium found from LSC measurement(Bq)***	% recovery Radium
0.00	0.45	-
6.81	5.15	75.62
13.61	9.98	73.32
20.42	13.85	67.83
27.23	18.40	67.57

* Net value, background are already subtracted.

** Counting efficiency is assumed to be 100 % , Bq = count per second.



รูปที่ 3.46 รูปกราฟแสดงปริมาณเรเดียมที่เข้ากับปริมาณเรเดียมที่พบ โดย LSC เมื่อใช้ coated polyamide รูปร่างสี่เหลี่ยม 2 g

มหาวิทยาลัยศิลปากร สงวนลิขสิทธิ์

ตอนที่ 3 การทำ preconcentration เรเดียม โดยใช้ coated polyamide รูปร่างแบบวงกลม

เมื่อใช้สารละลายมาตรฐานเรเดียมปริมาตร 100 ml มี Activities 0.00, 0.25, 0.50, 1.00, 5.04, 10.08, 15.12, 20.16, 25.20, 31.50, 62.99 Bq และใช้ coated polyamide รูปร่างวงกลม ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 2 cm น้ำหนัก 2 g ได้ผลการทดลองตามตารางที่ 3.64

ตารางที่ 3.64 แสดงปริมาณเรเดียมในสารละลายมาตรฐานเรเดียม ปริมาณเรเดียมที่พบโดย LSC และร้อยละของเรเดียมที่พบ เมื่อใช้ coated polyamide รูปร่างวงกลม

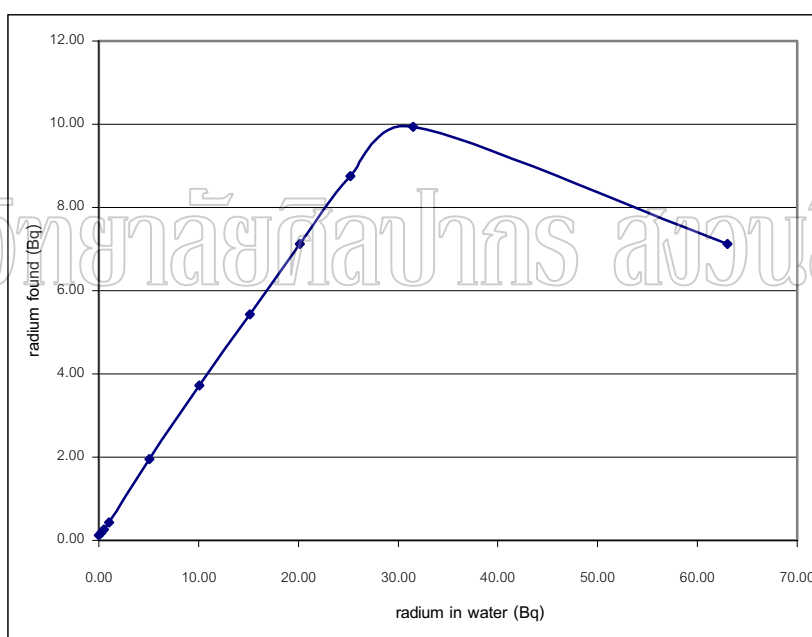
Radium activity in authentic water (Bq)*	Radium found from LSC measurement(Bq)***	% recovery Radium
0.00	0.12	-
0.25	0.18	72.00
0.50	0.26	52.00
1.00	0.43	43.00
5.04	1.95	38.69
10.08	3.72	36.90
15.12	5.43	35.91
20.16	7.12	35.32
25.20	8.76	34.76
31.50	9.94	31.55
62.99	7.12	11.30

* Net value, background are already subtracted.

** Counting efficiency is assumed to be 100 % , Bq = count per second.

จากการศึกษาการดูดซับเรเดียมบนพื้นผิวของแมงกานีสไดออกไซด์ โดยการเตรียมสารละลายเรเดียมมาตรฐาน ให้มี activities ตามที่กำหนดไว้ และมีปริมาตร 100 ml ใช้ UltimaGold TM cocktail แล้วใช้ coated polyamide รูปร่างแบบเม็ด รูปร่างสี่เหลี่ยม รูปร่างวงกลม มาใช้ในการดูดซับเรเดียม ตามการทดลอง ตอนที่ 1 – 3 ซึ่งได้ผลตามข้อมูลในตารางที่ 3.62 – 3.64 จากข้อมูลดังกล่าวทำให้สรุปได้ว่า จากการใช้ coated polyamide แบบเม็ด 2 g และสารละลายตัวอย่างเรเดียม 100 ml พบว่า ปริมาณเรเดียมที่ถูกดูดซับบนพื้นผิวของแมงกานีสไดออกไซด์ มีประมาณ 80 – 90 % เมื่อวิเคราะห์ด้วยเทคนิค LSC และเมื่อสังเกตจากกราฟรูปที่ 3.45 จะเห็นว่า กราฟเป็นเส้นตรง ปริมาณเรเดียมที่ถูกดูดซับจะเพิ่มขึ้นเรื่อย ๆ ส่วน coated polyamide รูปร่างสี่เหลี่ยม พบว่ามีปริมาณเรเดียมที่ถูกดูดซับบนพื้นผิวของแมงกานีส

ไดออกไซด์ ประมาณ 60 – 70 % และ coated polyamide รูปวงกลม ปริมาณเรเดียมที่ถูกดูดซับบนพื้นผิวของแมงกานีสไดออกไซด์ มีประมาณ 30 – 40 % เท่านั้น จากผลการทดลองนี้ polyamide ที่ควรนำมาใช้ในการทดลองควรเป็นรูปร่างแบบเม็ดจะดีกว่ารูปร่างอื่น ๆ เพราะจะสามารถดูดซับเรเดียมได้มากกว่า เมื่อสังเกตจากรูปกราฟที่ 3.45 – 3.47 จะเห็นว่ากราฟจะเป็นเส้นตรงไปจนถึงเรเดียม มี activities 30 Bq แต่สำหรับ coated polyamide รูปร่างวงกลม เมื่อความเข้มข้นของเรเดียมมากกว่า 30 Bq กราฟจะไม่เป็นเส้นตรง ดังนั้นจากข้อมูลที่ได้นี้ จะเห็นว่า วิธีการที่ใช้ coated polyamide ดูดซับเรเดียมบนพื้นผิวของแมงกานีสไดออกไซด์ จะสามารถดูดซับเรเดียมได้ถึง 30 Bq



รูปที่ 3.47 กราฟแสดงปริมาณเรเดียมที่ใช้ กับปริมาณเรเดียมที่พบ โดย LSC เมื่อใช้ coated polyamide รูปร่างวงกลม

3.12 อิทธิพลของสารรบกวนต่าง ๆ ที่มีผลต่อการดูดซับเรเดียมบนพื้นผิวแมงกานีสไดออกไซด์

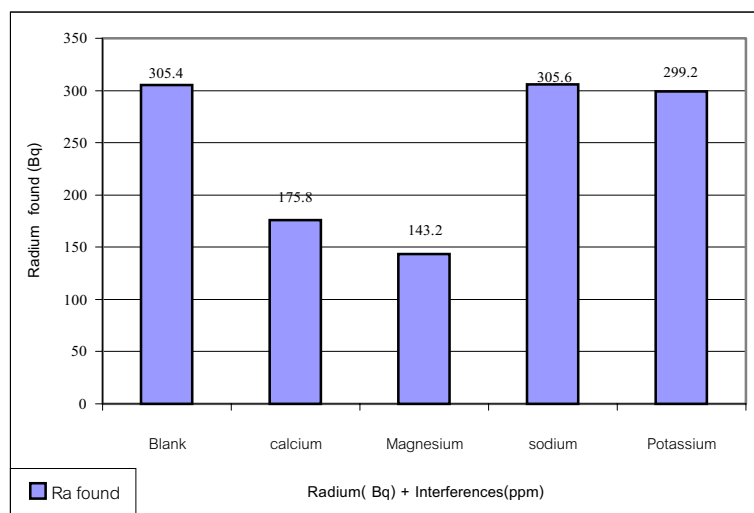
ผลการทดลอง

ตารางที่ 3.65 แสดงปริมาณเรเดียมในสารละลายมาตรฐานเรเดียม และปริมาณเรเดียมที่พบโดย LSC เมื่อมีสารรบกวนรวมอยู่ด้วย โดยใช้ coated polyamide แบบเม็ด 2 g

ลำดับที่	สารละลายผสมเรเดียมกับสารรบกวน		เรเดียมที่พบ (cps) ^{***}
	Radium Activity (Bq) [*]	สารรบกวน (ppm)	
1	15.12	ไม่มี	305.40
2	15.12	Ca ²⁺ 300 ppm	175.80
3	15.12	Mg ²⁺ 100 ppm	143.20
4	15.12	Na ⁺ 300 ppm	305.60
5	15.12	K ⁺ 100 ppm	299.20

* Net value, background are already subtracted.

** Counting efficiency is assumed to be 100 %, Bq = count per second.



รูปที่ 3.48 แสดงปริมาณเรเดียมที่พบ โดย LSC เมื่อมีสารรบกวน แคลเซียม แมกนีเซียม โซเดียม โพแทสเซียม รวมอยู่ด้วย

จากการศึกษาอิทธิพลของสารรบกวน ได้แก่ แคลเซียม โพแทสเซียม โซเดียม และแมกนีเซียม ที่มีต่อการดูดซับเรเดียมบนพื้นผิวของแมงกานีสไดออกไซด์ โดยใช้ coated polyamide แบบเม็ด แล้ววิเคราะห์หาเรเดียมโดยเทคนิค LSC พบว่า ปริมาณเรเดียมในสารละลายมาตรฐานเรเดียมที่ใช้เป็นตัวอ้างอิงในการศึกษาเข้มข้น 15.12 Bq เมื่อไม่มีสารรบกวนรวมอยู่ด้วย (Blank) ปริมาณเรเดียมที่พบ จะน้อยกว่า 15.12 Bq และปริมาณเรเดียมที่พบเมื่อมีสารรบกวนรวมอยู่ด้วยจะได้เรเดียมน้อยกว่า Blank จากข้อมูลการทดลองในตารางที่ 3.65 จะเห็นว่า แคลเซียมและแมกนีเซียม จะมีอิทธิพลต่อการดูดซับเรเดียมบนพื้นผิวของแมงกานีสไดออกไซด์ค่อนข้างมาก ส่วนโซเดียมและโพแทสเซียมจะมีอิทธิพลต่อการดูดซับเรเดียมบ้างเล็กน้อย

ดังนั้น ธาตุต่าง ๆ ที่ปนอยู่ในน้ำตัวอย่างจะมีผลต่อการดูดซับเรเดียมบนพื้นผิวของแมงกานีสไดออกไซด์ ทำให้เรเดียมถูกดูดซับได้น้อยลง ในการทำ preconcentration จึงจำเป็นต้องกำจัดสารรบกวนเหล่านี้ออกไปให้มากที่สุด หรือใช้วิธีการอื่น ๆ ที่จะทำให้หลีกเลี่ยงสารรบกวนเหล่านี้

มหาวิทยาลัยศิลปากร สงวนลิขสิทธิ์

บทที่ 4

สรุปผลการทดลองและข้อเสนอแนะ

จากการศึกษาพฤติกรรมการดูดซับของแบเรียมและเรเดียมบนพื้นผิวของแมงกานีสไดออกไซด์ โดยทำการศึกษาสภาวะต่าง ๆ ที่เหมาะสมสำหรับการทำ preconcentration โดยใช้เทคนิค ICP – AES และ เทคนิค LSC วิเคราะห์หาปริมาณสารต่าง ๆ ผลการศึกษารูปได้ดังนี้

1. การเลือก coated polyamide เพื่อนำมาใช้ในการดูดซับแบเรียมและเรเดียมที่ coated polyamide รูปร่างแบบเม็ดจะสามารถดูดซับแบเรียมได้มากที่สุด โดยคิดจากปริมาณแบเรียมที่ดูดซับต่อพื้นที่ผิวของ polyamide ที่ใช้เป็น supporting material 1 cm^2 ดังนั้นในการทำ preconcentration จึงควรเลือกใช้ coated polyamide รูปร่างแบบเม็ด เพราะจะสามารถดูดซับแบเรียมและเรเดียมได้มากกว่า นอกจากนี้เมื่อทำการเคลือบ polyamide ด้วยแมงกานีสไดออกไซด์สามารถทำได้ง่ายกว่ารูปร่างสี่เหลี่ยมและวงกลม การละลายแมงกานีสไดออกไซด์ออกจาก polyamide โดยใช้สารละลาย oxalic acid จะทำได้ดีกว่าและเร็วกว่ารูปร่างสี่เหลี่ยมและวงกลม การนำ polyamide กลับมาใช้ใหม่ รูปร่างแบบเม็ดจะนำกลับมาใช้ซ้ำ ๆ ได้หลายครั้งมากกว่ารูปร่างสี่เหลี่ยมและวงกลมโดยที่พื้นผิวไม่สึกกร่อน ในขณะที่รูปร่างสี่เหลี่ยมและวงกลมเมื่อใช้ซ้ำ ๆ หลายครั้งพื้นผิวจะมีการสึกกร่อนได้ง่าย เมื่อต้องการละลายเอาแมงกานีสไดออกไซด์ออกมาจะใช้เวลานาน ประมาณ 1 – 2 วัน ซึ่งปกติจะใช้เวลาเพียง 3 – 4 ชั่วโมงเท่านั้น

เนื่องจากการเตรียม coated polyamide แต่ละครั้ง แมงกานีสไดออกไซด์ที่เคลือบจะมีความหนาไม่เท่ากัน ทำให้ปริมาณการดูดซับเรเดียมแต่ละครั้งไม่เท่ากัน แต่มีวิธีการแก้ปัญหานี้ได้โดยใช้วิธีทำ standard เพื่อให้สามารถหาปริมาณเรเดียมตัวอย่างได้ผลถูกต้อง โดยการนำ coated polyamide จาก batch เดียวกันมา 2 ชุด ชุดแรกนำไปดูดซับเรเดียมมาตรฐานซึ่งทราบ activity แนนอนแล้ว ชุดที่ 2 นำไปดูดซับเรเดียมตัวอย่างที่สภาวะเดียวกัน หลังจากนั้นนำไปตรวจวัดหาปริมาณเรเดียม ด้วยเครื่องมือเดียวกัน แล้วคำนวณตามสมการ

$$\frac{X}{A} = \frac{B}{C}$$

เมื่อ X คือ activity ของเรเดียมตัวอย่าง

A คือ activity ของเรเดียมมาตรฐานก่อนวิเคราะห์

B คือ activity ของเรเดียมตัวอย่างหลังวิเคราะห์

C คือ activity ของเรเดียมมาตรฐานหลังการวิเคราะห์

2. เวลาที่เหมาะสมสำหรับใช้ในการดูดซับแบเรียมบนพื้นผิวของแมงกานีสไดออกไซด์ เวลา 60 นาที เป็นเวลาที่เหมาะสมที่สุด เพราะว่าเป็นเวลาที่ระบบเข้าสู่สภาวะสมดุลแล้ว ปริมาณแบเรียมที่ดูดซับบนพื้นผิวของแมงกานีสไดออกไซด์มีปริมาณมากที่สุด เมื่อใช้เวลามากกว่านี้ ปริมาณแบเรียมที่ดูดซับบนพื้นผิวของแมงกานีสไดออกไซด์ก็ไม่ได้เพิ่มขึ้นมากไปกว่านี้ เมื่อนำช่วงเวลา 60 นาที ไปใช้ในการทำ preconcentration เรเดียม ก็พบว่าได้ผลดีเช่นเดียวกัน

3. ค่า pH ที่เหมาะสมสำหรับการทำ preconcentration แบเรียมโดยให้ดูดซับบนพื้นผิวของแมงกานีสไดออกไซด์ พบว่าช่วง pH 3 – 13 เป็นช่วงที่แบเรียมถูกดูดซับบนพื้นผิวของแมงกานีสไดออกไซด์ได้มาก ที่ pH 5 – 7 แบเรียมจะถูกดูดซับได้มากที่สุดประมาณร้อยละ 89 เมื่อนำค่า pH 5 – 7 ไปใช้ในการทำ preconcentration เรเดียม พบว่าปริมาณเรเดียมที่พบมีมากถึงร้อยละ 80 – 90 ดังนั้น pH 5 – 7 จึงเป็นสภาวะที่เหมาะสมที่สุด

จากรายงานการศึกษาการดูดซับเรเดียมบนพื้นผิวของแมงกานีสไดออกไซด์ ของ Subeck ซึ่งได้เลือกใช้ pH 7.6 และ 8.5 พบว่าได้ผลดี (Morvan, Andress, Mokili, and abbe 2001:4221) และรายงานของ Koulouris การศึกษาการดูดซับเรเดียมบนแมงกานีสไดออกไซด์ พบว่า pH 3.6 – 12 เป็นสภาวะที่เรเดียมถูกดูดซับได้ดี Koulouris ทดลองเลือกน้ำตัวอย่าง เช่น Distilled water, Tap water, Simulated groundwater ปรับค่า pH มากกว่า 3.6 ขึ้นไป จะพบปริมาณเรเดียมประมาณร้อยละ 62 ซึ่งไม่แตกต่างกัน แสดงว่า pH มากกว่า 3.6 ขึ้นไปจะไม่มีผลต่อการดูดซับเรเดียมบนพื้นผิวของแมงกานีสไดออกไซด์ (Koulouris 1995 : 269-279) ดังข้อมูลในตารางที่ 4.1 จากข้อมูลนี้ทำให้เชื่อมั่นได้ว่า ผลการศึกษาการดูดซับแบเรียมบนพื้นผิวของแมงกานีสไดออกไซด์ที่ pH 3-13 เป็นสภาวะที่เหมาะสมสำหรับการทำ preconcentration และ pH 5 – 7 เป็นช่วงที่ดีที่สุด

ตารางที่ 4.1 การดูดซับ ^{226}Ra บนแมงกานีสไดออกไซด์เมื่อใช้น้ำตัวอย่างต่างชนิดกัน โดยบรรจุแมงกานีสไดออกไซด์ใน column มีความสูง 65 mm column มีเส้นผ่านศูนย์กลาง 9.25 mm

Type	PH	Flow rate (ml min ⁻¹)	Ra-226 activity in feed solution (Bq)	Ra-226 sorption (%)
Distilled water	10.0	180.2± 0.4	255	62±3
Tap water	7.2	189.0±0.6	260	64±4
Simulated ground water	7.6	190.0±1.0	250	62±3
Simulated ground water	10.0	162.2±0.2	260	63±4

ที่มา : G. Koulouris, "Dynamic studies on sorption characteristic of Ra-226 on manganese dioxide." *J. Radioanal. Nucl. Chem.* 193, 2 (1995) : 276.

4. ปริมาณแบเรียมที่ถูกดูดซับบนพื้นผิวของแมงกานีสไดออกไซด์เมื่อใช้ coated polyamide แบบเม็ดประมาณ 2 g มีพื้นที่ผิว 44.46 cm² สามารถดูดซับแบเรียมได้ประมาณ 20.5×10^{-6} mol เมื่อคิดเป็นร้อยละของแบเรียมที่พบจะได้ร้อยละ 89 หรือเมื่อคิดเป็นโมลต่อพื้นที่ผิวของ polyamide ที่ใช้เป็น supporting material จะได้ประมาณ 0.45×10^{-6} mol/cm² ส่วนเรเดียมที่ดูดซับบนพื้นผิวของแมงกานีสไดออกไซด์ โดยใช้ coated polyamide แบบเม็ดจะได้เรเดียมประมาณร้อยละ 80 – 90 ซึ่งได้ผลดีมาก อย่างไรก็ตามการนำ coated polyamide ไปใช้ในการทำ preconcentration นั้น ปริมาณของ coated polyamide ก็มีความสำคัญเพราะว่าถ้าสารละลายตัวอย่างที่ต้องการทำ preconcentration มีสารตัวอย่างอยู่มาก การเพิ่มปริมาณ coated polyamide มากขึ้นก็จะสามารถดูดซับสารตัวอย่างได้มากขึ้น

5. การศึกษาสารรบกวนต่าง ๆ เช่น แคลเซียม แมกนีเซียม โซเดียม โพแทสเซียม จะพบว่าแคลเซียมและแมกนีเซียมจะมีผลต่อการดูดซับแบเรียม และเรเดียม ทำให้การดูดซับแบเรียมและเรเดียมบนพื้นผิวของแมงกานีสไดออกไซด์ลดลง โดยเฉพาะแคลเซียมจะมีผลต่อการดูดซับแบเรียมและเรเดียมมากที่สุด ส่วนโซเดียมและโพแทสเซียมจะมีผลต่อการดูดซับเล็กน้อยจากรายงานการวิจัยของ Movan และคณะได้กล่าวถึงสารรบกวนเหล่านี้เช่นกันว่า แคลเซียมและแมกนีเซียมจะมีอิทธิพลต่อการดูดซับของเรเดียมมากที่สุด ส่วนโพแทสเซียมมีผลเล็กน้อย สำหรับโซเดียมจะไม่มีผลต่อการดูดซับเรเดียม (Movan 2001 : 4223) สำหรับการแก้ปัญหาเรื่องสารรบกวนนี้ได้ใช้วิธีการปรับค่า pH ให้เหมาะสมพบว่าสามารถช่วยลดปัญหาการรบกวนได้บ้าง

จากการศึกษาพฤติกรรมการดูดซับของแบรียมบนพื้นผิวของแมงกานีสไดออกไซด์ โดยใช้ coated polyamide รูปร่างต่าง ๆ มาทำการศึกษาสภาวะต่าง ๆ เช่น เวลา ความเข้มข้น pH สารรบกวน จนได้สภาวะที่เหมาะสมแล้วจึงนำไปทำ preconcentration กับเรเดียมปรากฏว่าแมงกานีสไดออกไซด์สามารถดูดซับเรเดียมได้ดี ปริมาณที่พบมากกว่าร้อยละ 80 ขึ้นไป ดังนั้นการทำ preconcentration โดยวิธี adsorption บนพื้นผิวของแมงกานีสไดออกไซด์ จึงเป็นวิธีที่ดีอีกวิธีหนึ่ง ซึ่งมีความสะดวก ง่ายและทำได้รวดเร็ว ซึ่งจะเป็นประโยชน์ต่อการวิเคราะห์ตรวจสอบหาเรเดียมในแหล่งน้ำต่าง ๆ ต่อไป การตรวจวิเคราะห์หาปริมาณเรเดียมโดยเทคนิค LSC ซึ่งเป็นที่ยอมรับทั่วไปว่ามี counting efficiency 100 % ยิ่งทำให้ผลการวิเคราะห์มีความเชื่อมั่นสูงถึงอย่างไรก็ตามเมื่อนำวิธีการที่ศึกษานี้ไปใช้ในการวิเคราะห์หาปริมาณเรเดียมในน้ำตัวอย่างจริงจะประสบปัญหาที่สำคัญคือสารรบกวน ซึ่งมีหลายชนิดและมีผลต่อการดูดซับของเรเดียมบนพื้นผิวของแมงกานีสไดออกไซด์ จะทำให้ปริมาณเรเดียมที่ถูกดูดซับลดลง สารรบกวนที่มีปริมาณมาก ได้แก่ แคลเซียม แมกนีเซียม โพแทสเซียม โซเดียม เนื่องจากในการศึกษาวิจัยนี้ การวิเคราะห์หาปริมาณเรเดียมได้กระทำในสภาวะที่ไม่มีสารรบกวนต่าง ๆ อยู่เลย จึงทำให้ง่ายต่อการวิเคราะห์หาปริมาณเรเดียม แต่สำหรับในน้ำตัวอย่างจริง อาจจะมีสารรบกวนปนอยู่ในน้ำตัวอย่าง ดังนั้นเมื่อจะทำการตรวจหาปริมาณเรเดียมในน้ำตัวอย่างจริง จึงต้องหาทางแก้ไขปัญหารบกวนด้วยสำหรับแนวทางการแก้ไขอาจทำได้หลายวิธี ในที่นี้ขอเสนอแนวทางการแก้ไข 2 วิธี คือ

1. ใช้วิธีการเตรียมให้สารละลายมาตรฐานเรเดียม มีสารรบกวนต่าง ๆ ทุกชนิดผสมอยู่ในสารละลายเหมือนกับสารตัวอย่างทุกประการ โดยวิธีการนี้จึงต้องวิเคราะห์หาชนิดและปริมาณของสารรบกวนที่มีอยู่ในสารตัวอย่างให้ได้ว่ามีสารรบกวนอะไรปนอยู่บ้างและมีปริมาณเท่าใด จากนั้นจึงเตรียมสารละลายมาตรฐานเรเดียมและทำให้มีสารรบกวนผสมอยู่ในปริมาณที่เท่ากับสารรบกวนที่มีอยู่ในสารตัวอย่างที่จะนำมาวิเคราะห์ แล้วจึงทำ calibration curve เพื่อใช้วิเคราะห์หาปริมาณเรเดียมในสารตัวอย่างนั้น จะเห็นว่าวิธีการนี้เป็นวิธีที่สามารถแก้ปัญหาเรื่องสารรบกวนได้ แต่่วาวิธีการนี้ค่อนข้างจะยุ่งยาก และมีข้อเสียหลายประการ คือ

- 1.1 ใช้เวลาในการวิเคราะห์นาน เพราะว่าจะต้องเสียเวลาในการวิเคราะห์หาชนิดและปริมาณสารรบกวนที่มีในสารตัวอย่างให้ได้ก่อน ดังนั้นถ้ามีสารตัวอย่างหลาย ๆ ตัวอย่าง จะเห็นว่าต้องเสียเวลาในการวิเคราะห์นานมาก

- 1.2 จะต้องเตรียมสารละลายมาตรฐานเรเดียมใหม่เพื่อทำ calibration curve ทุกครั้ง เนื่องจากว่า ในสารตัวอย่างแต่ละตัวอย่างอาจจะมีสารรบกวนอื่น ๆ ที่แตกต่างกันไปผสมอยู่ในปริมาณที่ไม่เท่ากัน ดังนั้นเมื่อต้องการจะวิเคราะห์สารตัวอย่างใหม่ จะต้องเตรียมสาร

มาตรฐานเรเดียมเพื่อทำ calibration curve ใหม่ทุกครั้ง

2. การเติม Internal standard ลงในสารละลายตัวอย่างที่จะวิเคราะห์ โดยใช้ ^{133}Ba ซึ่งเป็น γ emitter เป็น tracer เนื่องจาก ^{133}Ba เป็นธาตุในหมู่ IIA เช่นเดียวกับเรเดียม จึงมีสมบัติและพฤติกรรมทางเคมีคล้ายคลึงกับเรเดียมและยังสลายตัวให้รังสีแกมมาที่มีความเข้มสูง (Beaza et al.1996 : 54-55) วิธีการนี้จะต้องเตรียมสารมาตรฐาน ^{133}Ba ให้มี Activity แน่นนอน และเติมลงในสารตัวอย่างในปริมาณที่ทราบค่าแน่นอน ทั้งแบบเรียม และเรเดียมจะถูกดูดซับบนพื้นผิวของแมงกานีสไดออกไซด์ หลังจากนั้นนำไปวิเคราะห์หาปริมาณ ^{133}Ba โดยเทคนิค Gamma Spectrometry ซึ่งสามารถกระทำได้โดยรวดเร็ว และวิเคราะห์หาปริมาณเรเดียมโดยเทคนิค Liquid Scintillation Counter (LSC) จากนั้นนำปริมาณ ^{133}Ba ที่ตรวจพบไปเปรียบเทียบกับ ^{133}Ba ที่เติมลงไปในตัวตัวอย่าง เพื่อคำนวณหา adsorption yield ของเรเดียมบนพื้นผิวของแมงกานีสไดออกไซด์

$$\% \text{ adsorption yield} = \frac{{}^{133}\text{Ba} \text{ ที่ตรวจพบ} \times 100}{{}^{133}\text{Ba} \text{ ที่เติมลงในน้ำตัวอย่าง}}$$

หรือ อาจใช้วิธีเทียบสัดส่วน

$$\frac{{}^{133}\text{Ba} \text{ ที่ตรวจพบ}}{{}^{133}\text{Ba} \text{ ที่เติมลงไป}} = \frac{\text{Ra ที่ตรวจพบ}}{\text{Ra ในน้ำตัวอย่าง}}$$

จากสัดส่วนดังกล่าวสามารถคำนวณหาเรเดียมในน้ำตัวอย่างได้ จะเห็นว่าการใช้เทคนิควิธีการนี้เป็นวิธีที่สามารถแก้ปัญหาสารรบกวนได้ดีกว่าวิธีแรก แม้ว่าจะมีสารรบกวนหลายชนิดในสารตัวอย่างและมีปริมาณมากหรือน้อยก็ตาม ไม่ว่า ^{133}Ba จะถูกดูดซับบนพื้นผิวของแมงกานีสไดออกไซด์มากหรือน้อยเพียงใดก็ตาม ก็สามารถคำนวณหาปริมาณเรเดียมในน้ำตัวอย่างได้โดยใช้สมการข้างบนมาคำนวณ ในการทำซ้ำหลายครั้งหรือมีสารตัวอย่างหลายตัวอย่าง วิธีการนี้จะสามารถทำได้รวดเร็วและมีความแม่นยำสูง เนื่องจาก ใน Liquid Scintillation Counter จะมี counting efficiency 100% ดังนั้นจึงสามารถตัดปัญหาเรื่องสารรบกวนออกไปได้ นอกจากนี้ก็ไม่จำเป็นต้องหา calibration curve

ข้อเสนอแนะอื่น ๆ

การศึกษาวิจัยครั้งนี้ ยังมีสิ่งที่จะต้องศึกษาเพิ่มเติมอีกและมีข้อสังเกตบางอย่างที่มีผลต่อการทดลองควรได้รับการแก้ไขต่อไป ดังนี้

1. การละลายแมงกานีสไดออกไซด์ออกจาก polyamide จะเห็นว่าใช้เวลาประมาณ 4 ชั่วโมง ซึ่งนานเกินไปควรที่จะศึกษาหาวิธีการที่จะละลายแมงกานีสไดออกไซด์ออกมาได้เร็วกว่านี้

2. การทำ preconcentration โดยวิธี adsorption นั้นสารตัวอย่างที่ใช้ทดลองเตรียมขึ้นเองในห้องปฏิบัติการ ไม่ได้ใช้สารตัวอย่างจากแหล่งน้ำในธรรมชาติจริง ๆ หลังจากที่ได้สภาวะที่เหมาะสมในการทำ preconcentration แล้ว ต่อไปควรต้องมีการนำไปประยุกต์ใช้กับสารตัวอย่างจากธรรมชาติจริง ๆ

3. การใช้ polyamide ซ้ำ ๆ หลายครั้ง จะทำให้พื้นผิว polyamide เกิดการสึกกร่อนทำให้เกิดรอยขรุขระบนผิว การเคลือบด้วยแมงกานีสไดออกไซด์ จึงทำได้ไม่ค่อยดี นอกจากนี้การละลาย แมงกานีสไดออกไซด์ ออกจาก polyamide จะต้องใช้เวลาอย่างมาก ดังนั้นจึงไม่ควรใช้ polyamide ซ้ำหลาย ๆ ครั้ง

4. การล้าง coated polyamide ที่เคลือบเสร็จใหม่ ๆ ควรล้างด้วยน้ำกลั่นปราศจากไอออนหลาย ๆ ครั้ง แล้วล้างด้วย isopropyl alcohol อีกครั้ง ทั้งนี้เพื่อจะได้ชะล้าง โลหะไอออนหรือไอออนอื่น ๆ ออกจาก coated polyamide เพราะไอออนเหล่านี้จะไปทำให้พื้นผิวแมงกานีสไดออกไซด์ที่จะดูดซับแบเรียมและเรเดียมลดลง

บรรณานุกรม

กลางพล กมลโชติ. "Determination of Radium in Water Samples using Alpha Spectrometry and Liquid Scintillation Counter after Preconcentration by adsorption on Manganese Dioxide Surface." ภาควิชาเคมี คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยศิลปากร, 2542. (อัดสำเนา)

กัลยาภรณ์ จันตรี. "การวิเคราะห์ซิลิคอนในใบข้าวและเปลือกข้าวโดยเทคนิคสเปกโตรโฟโตเมตรี และเอกซเรย์ไมโครอนาไลซิสผ่านกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด." วิทยานิพนธ์ปริญญาโทมหาบัณฑิต สาขาวิชาเคมีศึกษา บัณฑิตวิทยาลัย มหาวิทยาลัยศิลปากร, 2543.

ดวงนภา ดอกนาค "การศึกษาสภาวะที่เหมาะสมในการดูดซับของ Cr(VI) บน Zirconium loaded activated chacoal." เอกสารการวิจัยตามหลักสูตรวิทยาศาสตรบัณฑิต ภาควิชาเคมี คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยศิลปากร, 2540.

ทบวงมหาวิทยาลัย. เคมี เล่ม 2. พิมพ์ครั้งที่ 6. นนทบุรี : บริษัทไทยร่วมเกล้าจำกัด, 2538.

ทบวงมหาวิทยาลัย. เคมี เล่ม 1. พิมพ์ครั้งที่ 10. นนทบุรี : บริษัทไทยร่วมเกล้าจำกัด, 2540.

ทองสุข พงศทัต และ อารัง มานะกิจ. เคมีทั่วไป. กรุงเทพมหานคร : โรงพิมพ์มหาวิทยาลัยรามคำแหง, 2521.

มหาวิทยาลัยศิลปากร. คณะวิทยาศาสตร์. ภาควิชาเคมี. "ปฏิบัติการเคมีวิเคราะห์ II." 2540. (อัดสำเนา)

แม้น อมรสิทธิ์ และ อมร เพชรสม. Principles and Tecniques of Instrumental Analysis. กรุงเทพมหานคร : โรงพิมพ์ชวนพิมพ์, 2534.

ลัดดา มีสุข. พจนานุกรมศัพท์เคมี. กรุงเทพมหานคร : เจเนอรัลบุ๊กส์เซ็นเตอร์จำกัด, 2533.

Baeza, A., L.M. Del Rio, and A. Jimenez. "Procedure for Simultaneous Determination of ^{223,224,226,228}Ra by Alpha and Gamma Spectrometry." Radiochim. Acta 83

(1998) : 53-60.

Clifford, Dennis A. Removal of Radium from Drinking Water. n.p.,n.d.

Clifford, Dennis A., and Elaine A. Higgins. "Measurement of ²²⁶Ra and ²²⁸Ra in Water by Gamma – Ray Counting after Preconcentration on Ion Exchange Resin." Health Physics 62,5 (April 1992) : 413-421.

Clifford, Dennis A., W. Vijjeswarapu, and S. Subramonian. Evaluating Various Adsorbents and Membranes for Removing Radium from Ground Water [Online]. Accessed 12 October 2001. Available from

[http://www.twri.tamu.edu/twripubs/New Waves/V3n2/abstract-4.html](http://www.twri.tamu.edu/twripubs/New%20Waves/V3n2/abstract-4.html)

Ehmann, William D., and Diane E. Vance. Radiochemistry and Nuclear Methods of Analysis. New York : John Wiley & Sons, 1991.

Escobar, V.G., F. Vera Tome, and J.C. Lozano. "Extractive Procedure for ²²⁶Ra Determination in Aqueous Samples by Liquid Scintillation Counting." Radioactivity & Radiochemistry 10,1 (1999) : 17-21.

Feng, Q., H. Kanoh, and K. Ooi. "Manganese dioxide porous crystals." J. Mater. Chem. 9 (1999) : 319-333.

Friedlander, G.,J.W. Kennedy, E.S. Macias,and J.M. Miller. Nuclear and Radiochemistry. 3rd ed. New York : Wiley, 1981.

Hsu, D. Chemicool periodic table [Online]. Accessed 28 February 2002. Available from <http://www.wild-turkey.mit.edu/chemicool/elements/radium.html>

Keller, C. Radiochemistry. New York : John Wiley & Sons, 1988.

Kirby, H.W., and Murell L. Salutsky. The Radiochemistry of Radium. n.p., 1964.

Koulouris, G. "Dynamic studies on sorption characteristics of ^{226}Ra on manganese Dioxide." J. Radioanal. Nucl. Chem. 193,2 (1995) : 269-279.

Krishnaswami, S., William C. Graustein, and Karl K. Turekian. "Radium, Thorium and Radioactive Lead Isotopes in Ground Waters : Application to the in Situ Determination of Adsorption – Desorption Rate Constants and Retardation Factors." Water Resources Research 18,6 (December 1982) : 1663-1675.

Langmuir, D., and Arther C. Riese. "The thermodynamic properties of radium." Geochim. Cosmochim. Acta 49 (1985) : 1593-1601.

Majon, G. et al. "Determination of ^{226}Ra and ^{224}Ra in Drinking Waters by Liquid Scintillation Counting." Appl. Radiat. 48 (1997) : 535-540.

Metcalfe, Ed. Atomic Absorption and Emission Spectroscopy. New York : John Wiley & Sons, 1987.

Michel, J., Willard S. Moore, and Phillip T. King. "Gamma – Ray Spectrometry for Determination of ^{228}Ra and ^{226}Ra in Natural Waters." Anal. Chem. 53 (1981) : 1885-1889.

Mobius, T.L., E. Frenzel, J. Haaslahti, and K. Kamolchote. LSC as Powerful and fast tool for In – Situ Measurement of Natural Radionuclides in water [Online].

Accessed 21 December 1999. Available from <http://www.hidex.com/apl.note5.html>

Movan, K., Y. Andress, M.B. Mokili, and J.Ch. Abbe. "Determination of Radium – 226 in Aqueous Solutions by Alpha – Spectrometry." Anal. Chem. 73 (2001) : 4218-4224.

Park, Chang J. et al. "Determination of ^{226}Ra in Mineral Waters by High – Resolution Inductively Coupled Plasma Mass Spectrometry after sample Preconcentration by Cation Exchange." J. Anal. At. Spectrom. 14 (1999) : 223-227.

Schonhofer, F. "Measurement of ^{226}Ra in Water and ^{222}Rn in Water nad air by Liquid Scintillation Counting." Radiation Protection Dosimetry 45,1 (1992) : 123-125.

Shabana, E.I., A.S. Al-Hobaib, and M.A. Farouk. "Sensitivity and Preciston of Determination of Alpha – Emitting Nuclides of Radium in Water Samples by Alpha – Spectrometry." Radiochi. Acta 75 (1996) : 33-35.

Subeck, H. "Determination of Natural Radionuclides in drinking water a tentative protocol." The Science of the ToTal Environment 173 (1995) : 91-99.

The Columbia Electronic Encyclopedia [Online]. Accessed 28 February 2002. Available from <http://www.encyclopedia.com/articlesnew/10748.html>

Wang, R.S., J.X. Chem, and Z.W. Liu. "The Adsorption behaviour of micro amounts of radium on inorganic ion exchangers." J. Radioanal. and Nucl. Chem. 111,2 (1987) : 289-295.

Winter, M. Webelements [Online]. Accessed 28 February 2002. Available from <http://www.webelements.com/webelements/elements/text/Ra/chem.html>

มหาวิทยาลัยศิลปากร สงวนลิขสิทธิ์

ภาคผนวก ก

การสลายตัวของธาตุกัมมันตรังสีและ
หน่วยที่ใช้ในการบอกปริมาณกัมมันตภาพ

มหาวิทยาลัยศิลปากร สงวนลิขสิทธิ์

1. การสลายตัวของธาตุกัมมันตรังสี (Radioactive Decay)

การสลายตัวของธาตุกัมมันตรังสีเป็นแบบ First order process ซึ่งเขียนเป็นสมการได้

ดังนี้ อัตราการสลายตัว แปรผันตามจำนวนอะตอมที่มีอยู่

$$\frac{-dN}{dt} \propto N$$

$$\frac{-dN}{dt} = \lambda N \quad \dots\dots\dots(1)$$

N = จำนวนอะตอมของธาตุกัมมันตรังสีที่มีอยู่เมื่อเวลา t

λ = ค่าคงที่ของการสลายตัว (decay constant) มีหน่วยเป็น s^{-1} หรือ min^{-1}

$-dN$ = จำนวน disintegration ต่อเวลา

จากสมการ (1) เขียนใหม่เป็น

$$\frac{dN}{N} = -\lambda dt \quad \dots\dots\dots(2)$$

จากการ integration $\int_{N_0}^{N_t} \frac{dN}{N} = -\lambda \int_0^t dt$

$$\ln \frac{N_t}{N_0} = -\lambda t \quad \dots\dots\dots(3)$$

$$\frac{N_t}{N_0} = e^{-\lambda t} \quad \dots\dots\dots(4)$$

$$\therefore N_t = N_0 e^{-\lambda t} \quad \dots\dots\dots(5)$$

N_0 = จำนวนอะตอมของธาตุเมื่อเวลาเริ่มต้น $t = 0$

N_t = จำนวนอะตอมที่เหลือหลังจากทิ้งไว้เป็นเวลา t

ถ้า $\frac{N_0}{N_t} = \frac{1}{2}$ $t_0 = t_{1/2}$ เรียกว่า half life

$$\therefore \frac{1}{2} = e^{-\lambda t_{1/2}}$$

$$t_{1/2} = \frac{(\ln 2)}{\lambda}$$

$$t_{1/2} = \frac{0.693}{\lambda} \dots\dots\dots(6)$$

ถ้าทราบค่า λ ก็จะสามารถหาค่าครึ่งชีวิต ($t_{1/2}$) ได้

เนื่องจาก $\frac{-dN}{dt}$ เป็นอัตราการสลายตัวของอะตอมของธาตุกัมมันตรังสี เราอาจเรียกสั้น ๆ ว่า

เป็น กัมมันตภาพ (Activity, A)

$$\therefore A = \frac{-dN}{dt} = \lambda N$$

2. หน่วยต่าง ๆ ที่ใช้บอกปริมาณกัมมันตภาพ

หน่วยที่นิยมใช้บอกปริมาณของกัมมันตภาพ (Activity) นั้นมีหลายอย่าง คือ

1. บอกเป็น disintegration ต่อหน่วยเวลา เช่น

dps (disintegration per second)

dpm (disintegration per minute)

2. บอกเป็นคิวรี (curie, Ci) หรือ มิลลิคิวรี (mCi) หรือพิโกคิวรี (pCi)

$$1 \text{ Ci} = 3.7 \times 10^{10} \text{ dps}$$

3. บอกเป็นหน่วยเบคเคอเรล (Becquerel, Bq)

$$1 \text{ Bq} = 2.7 \times 10^{-11} \text{ Ci}$$

$$= 2.7 \times 10^{-11} \times 10^{10} \text{ dps}$$

$$= 1 \text{ dps}$$

โดยทั่วไปถ้าต้องการทราบปริมาณของกัมมันตภาพของสารกัมมันตรังสีชนิดใดชนิดหนึ่ง ก็จะใช้เครื่องวัด (ที่ทราบค่า detector coefficient) แล้วผลที่วัดได้จะเป็น count rate อ่านเป็น count

$$c = \frac{\text{cps}}{\text{dps}} \text{ หรือ } \frac{\text{cpm}}{\text{dpm}}$$

$$c = \text{detector coefficient}$$

$$\therefore \text{Activity} = \frac{\text{count rate}}{\text{detector coefficient}}$$

ภาคผนวก ข

การคำนวณปริมาณเรเดียมโดยอาศัยค่า Activity

มหาวิทยาลัยศิลปากร สงวนลิขสิทธิ์

การคำนวณปริมาณเรเดียมโดยอาศัย ค่า Activity

การคำนวณหาปริมาณเรเดียมในหน่วย กรัม หรือ มิลลิกรัม โดยคำนวณจากค่า Activity

$$A = \lambda N$$

$$A = \lambda \times g \times \frac{6.02 \times 10^{23}}{226}$$

$$A = \frac{0.693}{t_{1/2}} \times g \times 6.02 \times 10^{23}$$

เมื่อ

A = Activity ของสารตัวอย่าง มีหน่วย dps

N = จำนวนอะตอมของสารตัวอย่าง

λ = ค่าคงที่ของการสลายตัว (decay constant) มีหน่วยเป็น s^{-1} หรือ min^{-1}

g = มวลของสารตัวอย่าง มีหน่วยเป็น กรัม (g)

$t_{1/2}$ = ครึ่งชีวิต (half life) ของสารตัวอย่าง มีหน่วยเป็น วินาที (s)

มหาวิทยาลัยศิลปากร สงวนลิขสิทธิ์

ประวัติผู้วิจัย

ชื่อ – สกุล นายวินัย ผลทวีนุกูล
 วัน เดือน ปีเกิด 5 มกราคม 2497
 ที่อยู่ 122 ถนนทองพล ตำบลลำพญา อำเภอเมืองนครปฐม
 จังหวัดนครปฐม โทรศัพท์ 0 3425 4564
 ที่ทำงาน โรงเรียนพระปฐมวิทยาลัย อำเภอเมืองนครปฐม จังหวัด
 นครปฐม โทรศัพท์ 0 3424 1657

ประวัติการศึกษา

พ.ศ. 2520 ปริญญาศึกษาศาสตรบัณฑิต วิชาเอก เคมี – ชีววิทยา
 มหาวิทยาลัยขอนแก่น

พ.ศ. 2530 ปริญญาศึกษาศาสตรบัณฑิต วิชาเอก บริหารการศึกษา
 มหาวิทยาลัยสุโขทัยธรรมาธิราช

พ.ศ. 2541 ศึกษาต่อระดับปริญญาวิทยาศาสตรมหาบัณฑิต
 สาขาวิชาเคมีศึกษา บัณฑิตวิทยาลัย มหาวิทยาลัยศิลปากร

ประวัติการทำงาน

พ.ศ. 2521 – 2523 อาจารย์ 1 ระดับ 3 โรงเรียนบ้านไผ่ อำเภอบ้านไผ่
 จังหวัดขอนแก่น

พ.ศ. 2524 – 2529 อาจารย์ 1 ระดับ 4 โรงเรียนศาลาดีกวิทยา อำเภอกำแพงแสน
 จังหวัดนครปฐม

พ.ศ. 2530 – 2533 อาจารย์ 2 ระดับ 5 โรงเรียนศาลาดีกวิทยา อำเภอกำแพงแสน
 จังหวัดนครปฐม

พ.ศ. 2534 – ปัจจุบัน อาจารย์ 2 ระดับ 7 โรงเรียนพระปฐมวิทยาลัย อำเภอเมือง
 นครปฐม จังหวัดนครปฐม