

การตรวจวัดไอออนโลหะบางชนิดในสารละลายด้วยตาเปล่า  
โดยใช้เทคนิคบัลค์ออปโทด

Naked-eye detection of some metal ions in aqueous solution  
using bulk optode technique



โดย

นางสาวศุภษา วิโรจน์แสงทอง

ภาควิชาเคมี  
คณะวิทยาศาสตร์  
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

รายงานนี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตร

ปริญญาวิทยาศาสตรบัณฑิต

ภาควิชาเคมี คณะวิทยาศาสตร์

จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

ปีการศึกษา 2556

เรื่อง การตรวจวัดไอออนโลหะบางชนิดในสารละลายด้วยตาเปล่าโดยใช้เทคนิคบัลค์ออปโทด  
โดย นางสาวศุภษา วิโรจน์แสงทอง  
ได้รับอนุมัติให้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษา  
ตามหลักสูตรปริญญาวิทยาศาสตรบัณฑิต ภาควิชาเคมี  
คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

คณะกรรมการสอบโครงการ

..... ประธานกรรมการ  
(ศาสตราจารย์ ดร.ธวัชชัย ตันฑุลานี)

..... อาจารย์ที่ปรึกษา  
(ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.วัลภา เอื้องไมตรีภิมย์)

..... กรรมการ  
(ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.ณรงค์ ประไพรัชสิทธิ์)

รายงานฉบับนี้ได้รับความเห็นชอบและอนุมัติโดยหัวหน้าภาควิชาเคมี

.....  
(รองศาสตราจารย์ ดร.วุฒิชัย พาราสุข)

หัวหน้าภาควิชาเคมี

วัน ..... เดือน ..... พ.ศ. ....

ชื่อโครงการ การตรวจวัดไอออนโลหะบางชนิดในสารละลายด้วยตาเปล่าโดยใช้เทคนิค  
บัลค์ออปโทด

ชื่อนิสิตในโครงการ นางสาวศุภษา วิโรจน์แสงทอง เลขประจำตัว 533 31220 23

ชื่ออาจารย์ที่ปรึกษา ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.วิลภา เอื้องไมตรีภิมมย์

ภาควิชาเคมี คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย ปีการศึกษา 2556

### บทคัดย่อ

การปนเปื้อนของไอออนโลหะในน้ำเป็นปัญหาที่สำคัญ เนื่องจากไอออนโลหะที่เจือปนในสิ่งแวดล้อมจะก่อให้เกิดความเป็นพิษเมื่อมีปริมาณมาก งานวิจัยนี้จึงพัฒนาวิธีตรวจวัดไอออนโลหะ ได้แก่ โคบอลต์(II) นิกเกิล(II) ซิงค์(II) และเลด(II) ในสารละลายตัวอย่างด้วยตาเปล่าโดยใช้เทคนิคบัลค์ออปโทด โดยมีองค์ประกอบของแผ่นเมมเบรนดังนี้คือ 1-(2-pyridylazo)-2-naphthol (PAN) เป็นไอโอโนฟอรั้ potassium tetrakis(4-chlorophenyl) borate (KTPClPB), bis(2-ethylhexyl) sebacate (DOS) และ polyvinyl chloride (PVC) เป็นแคตไอออนเอกซ์เชนจ์เจอร์ พลาสติกไซเซออร์ และพอลิเมอร์ ตามลำดับ พบว่าแผ่นเมมเบรนที่มีปริมาณไอโอโนฟอรั้ 1 มิลลิกรัม แซ่ในสารละลายไอออนที่พีเอช 5 แผ่นเมมเบรนเปลี่ยนสีจากสีเหลืองเป็นสีเขียว สีแดงปนม่วง สีแดง และสีน้ำตาลสำหรับโคบอลต์(II) นิกเกิล(II) ซิงค์(II) และเลด(II) ตามลำดับ โดยใช้เวลาในการตอบสนอง 2 นาที ชัดจำกัดการตรวจวัดไอออนโลหะด้วยวิธีการตรวจวัดด้วยตาเปล่าของไอออนโลหะทุกชนิดเท่ากับ 0.05 มิลลิโมลาร์ นอกจากนี้ยังได้ทดสอบการระบุชนิดไอออนโลหะในสารละลายตัวอย่าง พบว่าสามารถระบุชนิดไอออนโลหะในสารละลายตัวอย่างได้ถูกต้อง ยกเว้นสารละลายตัวอย่างที่มีความเข้มข้นของไอออนโลหะน้อยกว่า 0.05 มิลลิโมลาร์ และยังประมาณช่วงความเข้มข้นของไอออนโลหะในสารละลายตัวอย่างโดยเทียบจากความเข้มสีของแผ่นเมมเบรนได้ผลเป็นที่น่าพอใจ

คำสำคัญ: บัลค์ออปโทด, การตรวจวัดด้วยตาเปล่า, PAN

Title Naked-eye detection of some metal ions in aqueous solution using bulk optode technique

Student name Miss Supacha Wirojsaengthong ID 533 31220 23

Advisor Assistant Professor Wanlapa Aeungmaitrepirom, Ph.D.

Department of Chemistry, Faculty of Science, Chulalongkorn University. Academic year 2013

### Abstract

The contamination of metal ions in water is an important problem because the excessive levels of metal ions can be damaging to the organism and environment. In this research, the bulk optode technique was developed for determination of Co(II), Ni(II), Zn(II) and Pb(II) ions in aqueous solution by using naked-eye detection. The membrane were composed of 1-(2-pyridylazo)-2-naphtol (PAN), potassium tetrakis(4-chlorophenyl) borate (KTPClPB), bis(2-ethylhexyl)sebacate (DOS) and polyvinyl chloride (PVC) as an ionophore, a cation exchanger, a plasticizer and a polymer, respectively. The membrane containing 1 mg of ionophore responded to Co(II), Ni(II), Zn(II) and Pb(II) ions at pH 5 by changing color of membrane from yellow to green, purple-red, red and brown, respectively. The response time was 2 minutes. The naked-eye detection limit of metal ions was 0.05 mM. Moreover, the qualitative determination was investigated. It was found that the metal ion present in sample solution was identified correctly, except the sample solution containing metal ions at the concentration below 0.05 mM. Furthermore, the concentration range of metal ion in water sample was satisfactorily approximated by comparing the color intensity of membrane with the color calibration chart.

Keywords: bulk optode, naked-eye detection, PAN

## กิตติกรรมประกาศ

ผู้วิจัยขอขอบพระคุณผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.วัลภา เอื้องไมตรีภิมย์ อาจารย์ที่ปรึกษาโครงการเป็นอย่างสูง ที่ได้กรุณาให้คำแนะนำ ความรู้ และความช่วยเหลือในด้านต่างๆ ตลอดระยะเวลาในการดำเนินการทำวิจัยทำให้งานวิจัยและรายงานฉบับนี้สำเร็จลุล่วงไปได้ด้วยดี ตลอดจนให้คำปรึกษา ข้อคิดต่างๆ และกำลังใจในทุกๆด้านแก่ผู้วิจัย

ขอขอบพระคุณ ศาสตราจารย์ ดร.ธวัชชัย ต้นทุลลานิ และผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.ณรงค์ ประไพรัชสิทธิ์ ที่ได้กรุณาให้เกียรติเป็นกรรมการสอบ และสละเวลาตรวจสอบแก้ไขรายงานให้มีความสมบูรณ์มากยิ่งขึ้น

ขอขอบคุณ นางสาววิวรรณ วัฒนายน และนางสาวรวงคณา เขาคี รุ่นพี่ในหน่วยวิจัย Environmental Analysis Research Unit (EARU) คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย ที่ให้ความช่วยเหลือ คำแนะนำ ความรู้และกำลังใจในทุกๆ เรื่อง

ขอขอบคุณพี่ๆ ปริญญาเอก-โทในหน่วยวิจัย EARU ที่เอื้อเฟื้ออุปกรณ์ และให้ความช่วยเหลือตลอดการทำวิจัย

ขอขอบคุณภาควิชาเคมี คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย ที่ให้ความอนุเคราะห์ในเรื่องสถานที่ อุปกรณ์ เครื่องมือต่างๆ และโครงการการเรียนการสอนเพื่อเพิ่มประสบการณ์ของฝ่ายวิชาการ คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย ที่ให้ทุนสนับสนุนการดำเนินงานวิจัยครั้งนี้

สุดท้ายนี้ขอขอบคุณครอบครัวและเพื่อนที่คอยเป็นกำลังใจและให้ความช่วยเหลือจนงานวิจัยสำเร็จลุล่วงได้ด้วยดี

ภาควิชาเคมี  
คณะวิทยาศาสตร์  
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

## สารบัญ

	หน้า
บทคัดย่อภาษาไทย	ค
บทคัดย่อภาษาอังกฤษ	ง
กิตติกรรมประกาศ	จ
สารบัญ	ฉ
สารบัญรูป	ช
สารบัญตาราง	ญ
คำอธิบายคำย่อ	ฎ
<b>บทที่ 1 บทนำ</b>	1
1.1 ความสำคัญของโครงการวิจัย	1
1.2 เทคนิคบัลค์ออปโทด	2
1.2.1 องค์ประกอบของแผ่นเมมเบรนบัลค์ออปโทด	2
1.2.2 หลักการของเทคนิคบัลค์ออปโทด	3
1.3 งานวิจัยที่เกี่ยวข้อง	6
1.4 วัตถุประสงค์และขอบเขตงานวิจัย	9
<b>บทที่ 2 การทดลอง</b>	10
2.1 เครื่องมือและอุปกรณ์	10
2.2 สารเคมี	10
2.3 การเตรียมสารละลาย	11
2.4 การเตรียมแผ่นเมมเบรน	12
2.5 การทดสอบประสิทธิภาพของแผ่นเมมเบรนในการตรวจวัดไอออนโลหะ	13
2.5.1 การทดสอบการตรวจวัดไอออน Co(II), Ni(II), Zn(II) และ Pb(II)	13
2.5.2 เวลาในการตอบสนอง (Response time)	13
2.5.3 ขีดจำกัดของการตรวจวัด Co(II), Ni(II), Zn(II) และ Pb(II) ด้วยตาเปล่า	14
2.5.4 ช่วงความเป็นเส้นตรง (linearity) ของการตรวจวัด Co(II), Ni(II), Zn(II) และ Pb(II) ด้วยเทคนิคยูวี-วิสิเบิล สเปกโทรโฟโตเมตรี	14
2.5.5 การตรวจวัดไอออนโลหะในสารละลายตัวอย่าง	14

	หน้า
<b>บทที่ 3 ผลการทดลองและอภิปรายผลการทดลอง</b>	15
3.1 การเตรียมแผ่นเมมเบรน	15
3.2 การทดสอบประสิทธิภาพของแผ่นเมมเบรนในการตรวจวัดไอออนโลหะ	17
3.2.1 การทดสอบการตรวจวัดไอออน Co(II), Ni(II), Zn(II) และ Pb(II)	17
3.2.2 เวลาในการตอบสนอง (Response time)	19
3.2.3 ขีดจำกัดของการตรวจวัด Co(II), Ni(II), Zn(II) และ Pb(II) ด้วยตาเปล่า	20
3.2.4 ช่วงความเป็นเส้นตรง (linearity) ของการตรวจวัด Co(II), Ni(II), Zn(II) และ Pb(II) ด้วยเทคนิคยูวี-วิสิเบิล สเปกโทรโฟโตเมตรี	21
3.2.5 การตรวจวัดไอออนโลหะในสารละลายตัวอย่าง	26
<b>บทที่ 4 สรุปผลการทดลอง</b>	35
4.1 สรุปผลการทดลอง	35
4.2 ข้อเสนอแนะ	36
เอกสารอ้างอิง	37
ประวัติผู้วิจัย	40

## สารบัญรูป

รูปที่		หน้า
1.1	สมดุลการแข่งขันระหว่าง $I^+$ กับ $H^+$ ในสารละลายตัวอย่างเข้าไปในแผ่นเมมเบรน	3
1.2	ตัวอย่างสเปกตรัมการดูดกลืนแสงของแผ่นเมมเบรนในสารละลายที่มีไอออนที่ต้องการตรวจวัดความเข้มข้นต่างๆ	5
1.3	ลักษณะกราฟความสัมพันธ์ระหว่างดิกรีของการโปรโตเนตกับแอกทิวิตี	5
1.4	โครงสร้างของโครโมไอโอโนฟอร์ ฟลูออโรไอโอโนฟอร์ และไอโอโนฟอร์บางชนิดที่ใช้ในการตรวจวัดไอออนโลหะด้วยเทคนิคบัลค้อปโทด	8
2.1	โครงสร้างขององค์ประกอบต่างๆ ในแผ่นเมมเบรน	12
2.2	สารละลายคอกเทล	12
3.1	แผ่นเมมเบรนที่มีลักษณะ (ก) แผ่นบางใสและเรียบ (ข) แผ่นเป็นฝ้าและไม่เรียบ	15
3.2	สเปกตรัมการดูดกลืนแสงของแผ่นเมมเบรน PAN	15
3.3	สเปกตรัมการดูดกลืนแสงของแผ่นเมมเบรนที่มีปริมาณ PAN 0.1, 0.2, 1 และ 2 mg	16
3.4	สีของแผ่นเมมเบรน PAN ก่อนและหลังแช่ในสารละลาย Co(II) ความเข้มข้น 1 mM ที่ pH 5	16
3.5	สีของแผ่นเมมเบรนหลังแช่ในสารละลายสารละลาย Co(II), Ni(II), Zn(II) และ Pb(II) ความเข้มข้น 1 mM ที่ pH 5	17
3.6	สเปกตรัมการดูดกลืนแสงของแผ่นเมมเบรน PAN, PAN-Co, PAN-Ni, PAN-Zn และ PAN-Pb	18
3.7	โครงสร้างสารประกอบเชิงซ้อนของ PAN กับไอออนโลหะ	18
3.8	ความสัมพันธ์ระหว่างเวลากับค่าแอมพลิจูดของแผ่นเมมเบรน PAN ในสารละลาย Co(II) ความเข้มข้น 1 mM pH 5 ที่ความยาวคลื่น 575 nm	19



รูปที่	หน้า
3.9 (ก) สเปกตรัมการดูดกลืนแสงของแผ่นเมมเบรนที่มี PAN ปริมาณ 1 mg ในสารละลาย Co(II) ที่ความเข้มข้นต่างๆ ที่ pH 5 และ (ข) กราฟความสัมพันธ์ระหว่างความเข้มข้นของสารละลาย Co(II) กับค่าแอมซอร์บแนนซ์ที่ความยาวคลื่น 575 nm	22
3.10 (ก) สเปกตรัมการดูดกลืนแสงของแผ่นเมมเบรนที่มี PAN ปริมาณ 1 mg ในสารละลาย Ni(II) ที่ความเข้มข้นต่างๆ ที่ pH 5 และ (ข) กราฟความสัมพันธ์ระหว่างความเข้มข้นของสารละลาย Ni(II) กับค่าแอมซอร์บแนนซ์ที่ความยาวคลื่น 570 nm	23
3.11 (ก) สเปกตรัมการดูดกลืนแสงของแผ่นเมมเบรนที่มี PAN ปริมาณ 1 mg ในสารละลาย Zn(II) ที่ความเข้มข้นต่างๆ ที่ pH 5 และ (ข) กราฟความสัมพันธ์ระหว่างความเข้มข้นของสารละลาย Zn(II) กับค่าแอมซอร์บแนนซ์ที่ความยาวคลื่น 555 nm	24
3.12 (ก) สเปกตรัมการดูดกลืนแสงของแผ่นเมมเบรนที่มี PAN ปริมาณ 1 mg ในสารละลาย Pb(II) ที่ความเข้มข้นต่างๆ ที่ pH 5 และ (ข) กราฟความสัมพันธ์ระหว่างความเข้มข้นของสารละลาย Pb(II) กับค่าแอมซอร์บแนนซ์ที่ความยาวคลื่น 551 nm	25
3.13 สเปกตรัมการดูดกลืนแสงของแผ่นเมมเบรนที่มี PAN ปริมาณ 1 mg ในสารละลายตัวอย่าง	29

## สารบัญตาราง

ตารางที่		หน้า
1.1	ตัวอย่างองค์ประกอบในแผ่นเมมเบรนและไอไอโนเฟอร์สำหรับตรวจวัดไอออนโลหะบางชนิดด้วยเทคนิคยูวี-วิสิเบิล สเปกโตรเมตรี	6
1.2	ตัวอย่างองค์ประกอบในแผ่นเมมเบรนและฟลูออโรไอไอโนเฟอร์สำหรับตรวจวัดไอออนโลหะบางชนิดด้วยเทคนิคฟลูออเรสเซนส์ สเปกโตรเมตรี	7
3.1	สีของแผ่นเมมเบรนที่มี PAN ปริมาณ 1 mg หลังแช่ในสารละลาย Co(II), Ni(II), Zn(II) และ Pb(II) ที่ความเข้มข้นต่างๆ ที่ pH 5	20
3.2	ผลการวิเคราะห์เชิงคุณภาพเพื่อระบุชนิดไอออนโลหะในสารละลายตัวอย่างด้วยตาเปล่า	27
3.3	ผลการวิเคราะห์เชิงคุณภาพเพื่อระบุชนิดไอออนโลหะในสารละลายตัวอย่างด้วยเทคนิคยูวี-วิสิเบิล สเปกโตรโฟโตเมตรี	32

ภาควิชาเคมี  
คณะวิทยาศาสตร์  
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

## คำอธิบายคำย่อ

DES	Diethyl sebacate
DOS	Bis(2-ethylhexyl)sebacate
KTm(CF <sub>3</sub> ) <sub>2</sub> PB	Potassium tetrakis[3,5-bis(trifluoromethyl)phenyl] borate
KTpClPB	Potassium tetrakis(4-chlorophenyl) borate
NaTPB	Sodium tetraphenylboron
NPOE	Nitrophenyloctyl ether



ภาควิชาเคมี  
คณะวิทยาศาสตร์  
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

# บทที่ 1

## บทนำ

### 1.1 ความสำคัญของโครงการวิจัย

การปนเปื้อนของไอออนโลหะในน้ำหรือสิ่งแวดล้อมซึ่งมีสาเหตุหลักจากอุตสาหกรรมเป็นปัญหาที่สำคัญเนื่องจากไอออนโลหะที่ปนเปื้อนในปริมาณมากจะก่อให้เกิดความเป็นพิษ<sup>1</sup> ดังนั้นการพัฒนาวิธีตรวจวัดปริมาณไอออนโลหะที่ปนเปื้อนในน้ำหรือสิ่งแวดล้อมจึงมีความจำเป็น เทคนิคที่นิยมใช้ในการตรวจวัดปริมาณไอออนโลหะ ได้แก่ เทคนิคสเปกโทรสโกปี เช่น atomic absorption spectrometry (AAS), inductively coupled plasma-optical emission spectrometry (ICP-OES) และ inductively coupled plasma-mass spectrometry (ICP-MS) เป็นต้น เทคนิคเหล่านี้มีขีดจำกัดการตรวจวัด (detection limit) ต่ำ และสามารถวิเคราะห์ได้ทั้งไอออนโลหะชนิดเดียวและไอออนโลหะผสมได้ แต่เครื่องมือเหล่านี้มีราคาแพงและมีขั้นตอนในการเตรียมสารละลายเพื่อวิเคราะห์หลายขั้นตอน รวมทั้งต้องอาศัยความชำนาญในการใช้เครื่องมือของผู้วิเคราะห์

การตรวจวัดไอออนโลหะด้วยเทคนิคบัลค์ออปโตด (bulk optode) เป็นอีกวิธีหนึ่งที่สามารถใช้ตรวจวัดไอออนโลหะได้ เทคนิคนี้ใช้วัสดุตรวจวัดเป็นแผ่นเมมเบรนโดยใช้หลักการเกิดสารประกอบเชิงซ้อนของไอโอโนฟอรักับไอออนโลหะที่ต้องการวิเคราะห์ และติดตามการเปลี่ยนแปลงสีของแผ่นเมมเบรนจากการตรวจวัดสัญญาณเชิงแสงของแผ่นเมมเบรนด้วยเทคนิคยูวี-วิสิเบิล สเปกโทรโฟโตเมตรี (UV-Visible spectrophotometry) หรือเทคนิคฟลูออเรสเซนส์ สเปกโทรเมตรี (fluorescence spectrometry) แต่อย่างไรก็ตามวิธีเหล่านี้ยังคงต้องอาศัยเครื่องมือช่วยในการวิเคราะห์ทำให้เป็นการยากต่อการนำเครื่องมือลงพื้นที่ การตรวจวัดไอออนโลหะด้วยตาเปล่า (naked-eye detection) จึงเป็นอีกวิธีหนึ่งที่สามารถใช้ในการตรวจวัดทั้งเชิงคุณภาพและเชิงปริมาณของสารละลายที่มีไอออนโลหะ โดยอาศัยการเปลี่ยนสีของลิแกนด์เมื่อเกิดเป็นสารประกอบเชิงซ้อนกับไอออนโลหะชนิดต่างๆ โดยที่ไอออนโลหะต่างชนิดกัน เมื่อเกิดสารประกอบเชิงซ้อนจะเปลี่ยนเป็นสีต่างกันทำให้สามารถระบุชนิดของไอออนโลหะได้ และสามารถระบุความเข้มข้นของไอออนโลหะได้จากค่าแอบซอร์บแนนซ์ (absorbance) ของแผ่นเมมเบรน<sup>2</sup> หรือประมาณความเข้มข้นของไอออนโลหะโดยการตรวจวัดด้วยตาเปล่าจากการเปรียบเทียบสีของแผ่นเมมเบรนกับสีมาตรฐาน วิธีนี้เป็นวิธีที่ใช้งานได้ง่าย สะดวกในการพกพาเพื่อลงพื้นที่ รวมทั้งยังมีความจำเพาะต่อไอออนที่ต้องการวิเคราะห์อีกด้วย ดังนั้นการใช้เทคนิคบัลค์ออปโตดเพื่อการตรวจวัดไอออนโลหะด้วยตาเปล่าจึงเป็นเทคนิคที่เหมาะสมเพื่อใช้ตรวจวัดไอออนโลหะที่ต้องการวิเคราะห์ในสารละลาย

## 1.2 เทคนิคบัลค์ออปโทด (Bulk optode technique)

### 1.2.1 องค์ประกอบของแผ่นเมมเบรนบัลค์ออปโทด<sup>3</sup>

แผ่นเมมเบรนบัลค์ออปโทด (bulk optode membrane) คือ วัสดุที่ใช้ตรวจวัดไอออนที่ต้องการวิเคราะห์ (analyte) มีลักษณะเป็นแผ่นฟิล์มบาง แผ่นเมมเบรนมีองค์ประกอบหลัก 5 ส่วน ดังนี้ คือ

1. ไอโอโนฟอร์ (ionophore: L) คือ สารที่มีหน้าที่จับกับไอออนที่ต้องการวิเคราะห์เพื่อสกัดเข้าไปในแผ่นเมมเบรน ซึ่งไอโอโนฟอร์จะต้องมีความเลือกจำเพาะต่อไอออนที่ต้องการวิเคราะห์สูงเพื่อไม่ให้ถูกรบกวนการวิเคราะห์จากไอออนอื่นๆ ในสารละลาย เช่น *tert-butylcalix[4]arene-tetakis(N,N-dimethylthioacetamide)* เป็นไอโอโนฟอร์ที่มีความเลือกจำเพาะสูงกับไอออนตะกั่วจึงนำมาใช้ตรวจวัดไอออนตะกั่ว<sup>4</sup> เป็นต้น

2. โครโมไอโอโนฟอร์ (chromoionophore) คือ สารที่แสดงสัญญาณทางแสงเมื่อมีการเปลี่ยนแปลงปริมาณไฮโดรเจนไอออน ซึ่งโครโมไอโอโนฟอร์แต่ละชนิดอาจมีการแสดงสัญญาณทางแสงที่ต่างกัน คือ การเปลี่ยนแปลงการดูดกลืนแสงหรือการเปลี่ยนแปลงสัญญาณฟลูออเรสเซนส์ โดยสามารถตรวจวัดได้ด้วยเทคนิคยูวี-วิสิเบิล สเปกโตรโฟโตเมตรี หรือเทคนิคฟลูออเรสเซนส์ สเปกโตรเมตรี หรือเทคนิคการตรวจวัดด้วยตาเปล่า

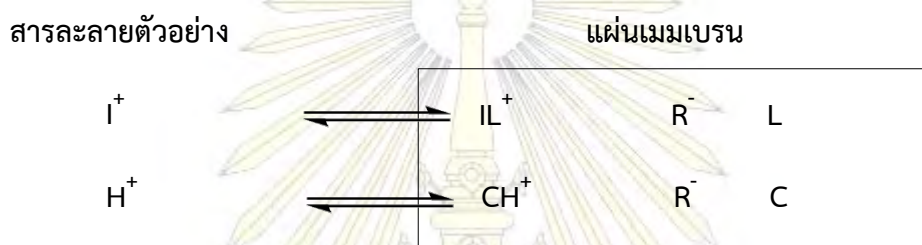
3. ไอออนเอกซ์เชนจ์เจอร์ (ion exchanger) คือ สารที่ทำหน้าที่ดูลประจุเมื่อมีการสกัดไอออนเข้าไปในแผ่นเมมเบรน เพื่อป้องกันการเกิดไอออนแพร์ (ion pair) ที่อาจมีผลรบกวนต่อไอออนที่ต้องการวิเคราะห์ โดยไอออนเอกซ์เชนจ์เจอร์เป็นสารที่มีประจุตรงข้ามกับไอออนที่ต้องการวิเคราะห์

4. พอลิเมอร์ (polymer) เป็นสารที่ทำหน้าที่ในการเป็นตัวกลางยึดองค์ประกอบทุกอย่างในแผ่นเมมเบรนและยังทำหน้าที่ช่วยการขึ้นรูปแผ่นเมมเบรน ตัวอย่างพอลิเมอร์ที่ใช้ในการเตรียมแผ่นเมมเบรน เช่น พอลิไวนิลคลอไรด์ (polyvinyl chloride หรือ PVC) เป็นต้น

5. พลาสติไซเซอร์ (plasticizer) มีหน้าที่ในการช่วยการขึ้นรูปของแผ่นเมมเบรนและช่วยให้พอลิเมอร์สามารถส่งผ่านไอออนได้ดี

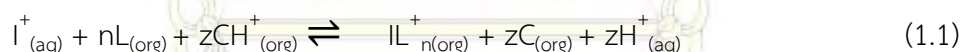
### 1.2.2 หลักการของเทคนิคบัลค์ออปโทด<sup>3</sup>

เทคนิคบัลค์ออปโทดเป็นเทคนิคที่ใช้ในการตรวจวัดปริมาณไอออนที่ต้องการวิเคราะห์ ( $I^+$ ) โดยอาศัยการตอบสนองของไอออนที่ต้องการวิเคราะห์ในสารละลายกับแผ่นออปโทดเมมเบรน การตอบสนองของไอออนจะขึ้นกับสมดุลการแข่งขันระหว่างไอออนที่ต้องการวิเคราะห์กับไฮโดรเจนไอออน ( $H^+$ ) ในสารละลายตัวอย่างเพื่อเข้าไปในแผ่นเมมเบรน ดังแสดงในรูปที่ 1.1 ทั้งนี้ปริมาณไอออนที่ต้องการวิเคราะห์จะถูกจำกัดด้วยปริมาณไอออนเอกซ์เชนจ์เจอร์ที่อยู่ในแผ่นเมมเบรนเพื่อให้แผ่นเมมเบรนมีสภาพเป็นกลาง



รูปที่ 1.1 สมดุลการแข่งขันระหว่าง  $I^+$  กับ  $H^+$  ในสารละลายตัวอย่างเข้าไปในแผ่นเมมเบรน

สมการแสดงสมดุลรวมแสดงดังนี้



- โดยที่
- $I^+$  คือ ไอออนที่ต้องการวิเคราะห์
  - $CH^+$  คือ โครโมไอโอโนฟอร์รูปโปรโตเนต (protonated form)
  - C คือ โครโมไอโอโนฟอร์รูปดีโปรโตเนต (deprotonated form)
  - L คือ ไอโอโนฟอร์

เมื่อ  $I^+$  จับกับไอโอโนฟอร์และไฮโดรเจนไอออนจับกับโครโมไอโอโนฟอร์ในแผ่นเมมเบรน การเปลี่ยนแปลงสีของแผ่นเมมเบรนจึงขึ้นกับสัดส่วนของ  $I^+ / H^+$  จากสมการที่ 1.1 ถ้า  $I^+$  มีปริมาณมาก จะทำให้โครโมไอโอโนฟอร์ส่วนมากอยู่ในรูปดีโปรโตเนต ในทางกลับกันหากมีปริมาณ  $I^+$  น้อย โครโมไอโอโนฟอร์จะอยู่ในรูปโปรโตเนต ซึ่งโครโมไอโอโนฟอร์ในรูปโปรโตเนตและดีโปรโตเนตจะดูดกลืนแสงที่ความยาวคลื่นแตกต่างกัน ความสัมพันธ์ระหว่างการดูดกลืนแสงของโครโมไอโอโนฟอร์กับความเข้มข้นของไอออนที่ต้องการวิเคราะห์แสดงได้ดังนี้

$$\alpha = \frac{[C]}{C_T} = \frac{A_p - A}{A_p - A_d} \quad (1.2)$$

โดยที่ $\alpha$	คือ	ดีกรีของการดีโปรตอนเนต (degree of deprotonation) ที่ระดับความเข้มข้นต่างๆ ของ $I^+$ ในสารละลายตัวอย่าง
$C_T$	คือ	ความเข้มข้นของโครโมไอออนฟอรัทั้งหมด (mmol/kg)
$[C]$	คือ	ความเข้มข้นของโครโมไอออนฟอรัรูปดีโปรตอนเนต (mmol/kg)
$A_p$	คือ	แอมพลิจูดแบนซ์ของโครโมไอออนฟอรัรูปโปรตอนเนตทั้งหมด (fully protonated form)
$A_d$	คือ	แอมพลิจูดแบนซ์ของโครโมไอออนฟอรัรูปดีโปรตอนเนตทั้งหมด (fully deprotonated form)
$A$	คือ	แอมพลิจูดแบนซ์ของโครโมไอออนฟอรัในสารละลายตัวอย่างที่มี $I^+$

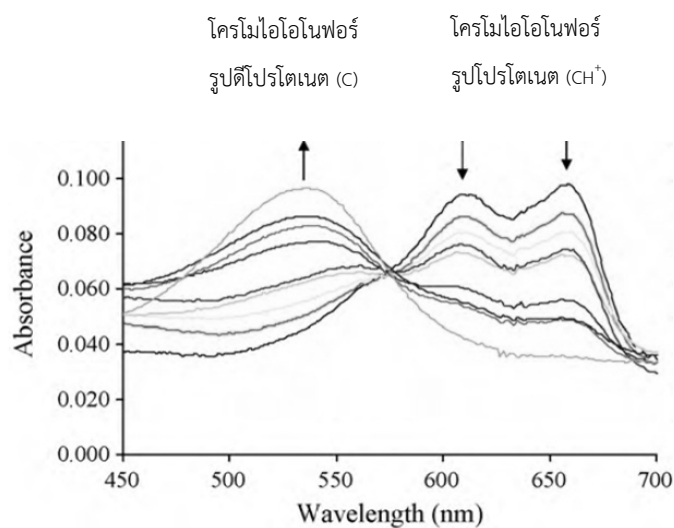
จากสมการที่ 1.2 สามารถเขียนความสัมพันธ์ระหว่างแอกทิวิตีของไอออน  $I^+$  ( $a_I$ ) กับดีกรีของการโปรตอนเนต ( $1 - \alpha$ ) ได้ดังสมการที่ 1.3

$$a_I = (zK_{\text{exch}}^{ILn})^{-1} \left( \frac{\alpha}{1-\alpha} a_H \right)^z \times \frac{R_T - (1-\alpha)C_T}{\{L_T - (R_T - (1-\alpha)C_T) \left( \frac{n}{z} \right)\}^n} \quad (1.3)$$

โดยที่  $K_{\text{exch}}^{ILn} = \left( \frac{a_H [C]}{[CH^+]} \right)^z \left( \frac{[IL_n^{z+}]}{a_I [L]^n} \right)$  คือ ค่าคงที่สมดุลของระบบ

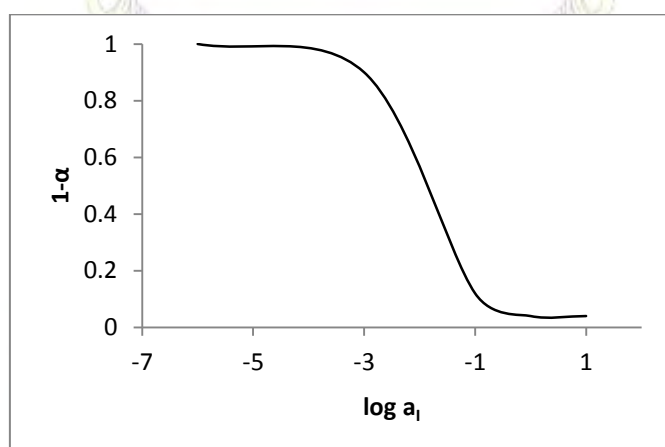
$R_T$	คือ	ความเข้มข้นของไอออนเอกซ์เชนจ์เจอร์ทั้งหมด (mmol/kg)
$n$	คือ	อัตราส่วนระหว่าง $I^+$ กับไอออนฟอรั
$z$	คือ	ประจุของไอออนที่ต้องการตรวจวัด
$L_T$	คือ	ความเข้มข้นของไอออนฟอรัทั้งหมด (mmol/kg)

เมื่อวัดการดูดกลืนแสงของแผ่นเมมเบรนในสารละลายที่มี  $I^+$  ความเข้มข้นต่างๆ จะได้สเปกตรัมดังรูปที่ 1.2 จะเห็นว่าแอมพลิจูดแบนซ์ของโครโมไอออนฟอรัรูปดีโปรตอนเนตเพิ่มขึ้น เมื่อความเข้มข้นของ  $I^+$  เพิ่มขึ้น ในขณะที่แอมพลิจูดแบนซ์ของโครโมไอออนฟอรัรูปโปรตอนเนตลดลงเมื่อความเข้มข้นของ  $I^+$  เพิ่มขึ้น



รูปที่ 1.2 ตัวอย่างสเปกตรัมการดูดกลืนแสงของแผ่นเมมเบรนในสารละลายที่มีไอออนที่ต้องการตรวจวัดความเข้มข้นต่างๆ<sup>4</sup>

จากการเปลี่ยนแปลงการดูดกลืนแสงของแผ่นเมมเบรนในสารละลายความเข้มข้นต่างๆ โดยอาศัยสมการที่ 1.3 สามารถสร้างกราฟเทียบมาตรฐาน (calibration curve) ซึ่งเป็นความสัมพันธ์ระหว่างตึกรีของการโปรโตเนต ( $1-\alpha$ ) กับลอการิทึมของแอกทิวิตีของไอออนที่ต้องการวิเคราะห์ กราฟที่ได้มีลักษณะเป็นรูปตัว S แสดงดังรูปที่ 1.3 เลือกใช้กราฟในช่วงที่เป็นเส้นตรงในการวิเคราะห์เชิงปริมาณซึ่งใช้ตรวจวัดปริมาณของสารได้ในช่วงกว้าง



รูปที่ 1.3 ลักษณะกราฟความสัมพันธ์ระหว่างตึกรีของการโปรโตเนตกับแอกทิวิตี



### 1.3 งานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

บัลค์ออปโทดเป็นเทคนิคที่สามารถใช้ตรวจวัดปริมาณไอออนในสารละลาย จึงมีการใช้เทคนิคนี้ตรวจวัดไอออนโลหะหลายชนิด เช่น ตะกั่ว<sup>5</sup> โคบอลต์<sup>6</sup> นิกเกิล<sup>7</sup> สังกะสี<sup>8</sup> ทองแดง<sup>5,9</sup> พรอท<sup>10-12</sup> และเงิน<sup>12,13</sup> เป็นต้น การตรวจวัดไอออนโลหะด้วยเทคนิคบัลค์ออปโทดอาศัยการเกิดสารประกอบเชิงซ้อนของไอออนฟอรกับไอออนโลหะ แล้วติดตามการเปลี่ยนแปลงสัญญาณเชิงแสงของโครโมไอออนฟอรในแผ่นเมมเบรนด้วยเทคนิคยูวี-วิสิเบิล สเปกโทรโฟโตเมตรี หรือติดตามการเปลี่ยนแปลงสัญญาณเชิงแสงของฟลูออโรไอออนฟอรในแผ่นเมมเบรนด้วยเทคนิคฟลูออเรสเซนส์ สเปกโทรเมตรี

ตัวอย่างงานวิจัยที่ใช้เทคนิคบัลค์ออปโทดตรวจวัดไอออนโลหะด้วยเทคนิคยูวี-วิสิเบิล สเปกโทรโฟโตเมตรีและเทคนิคฟลูออเรสเซนส์ สเปกโทรเมตรี แสดงดังตารางที่ 1.1 และตารางที่ 1.2 ตามลำดับ ซึ่งโครงสร้างของโครโมไอออนฟอร ฟลูออโรไอออนฟอร และไอออนฟอรบางชนิดที่ใช้ตรวจวัดไอออนโลหะด้วยเทคนิคบัลค์ออปโทด แสดงดังรูปที่ 1.4

**ตารางที่ 1.1** ตัวอย่างองค์ประกอบในแผ่นเมมเบรนและไอออนฟอรสำหรับตรวจวัดไอออนโลหะบางชนิดด้วยเทคนิคยูวี-วิสิเบิล สเปกโทรเมตรี

โครโมไอออนฟอร	ไอออนฟอร	ไอออนเอกซ์เชนจ์เจอร์ / พลาสติไซเซอร์	ไอออนโลหะ	ขีดจำกัดการตรวจวัด (M)	เวลาในการตอบสนอง	เอกสารอ้างอิง
ETH 5294	L1	KTpClPB/ DOS	Pb(II)	$2.49 \times 10^{-8}$	15-30 นาที	4
PAN	L2	NaTPB/ NPOE	Cu(II) Pb(II)	$3.2 \times 10^{-7}$ $1.0 \times 10^{-8}$	20 นาที	5
ETH 5294	L3	NaTPB/ NPOE	Hg(II)	$5 \times 10^{-11}$	40 วินาที	11
ETH 5418	L4	KTm(CF <sub>3</sub> ) <sub>2</sub> PB/ DOS	Ag(I)	$2.5 \times 10^{-9}$	130 นาที	12

โดยที่ L1 คือ *tert*-butylcalix[4]arene-tetrakis(*N,N*-dimethylthioacetamide)

L2 คือ 1,10-dibenzyl-1,10-diaza-18-crown-6 (DBzDA18C6)

L3 คือ 2-mercapto-2-thiazoline (MTZ)

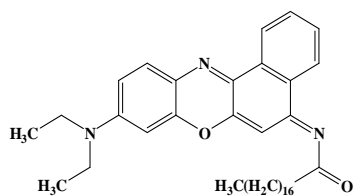
L4 คือ methylene bis(diethyldithiocarbamate) (MBDiBDTC)

ตารางที่ 1.2 ตัวอย่างองค์ประกอบในแผ่นเมมเบรนและฟลูออโรไอโอโนฟอรัสำหรับตรวจวัดไอออนโลหะบางชนิดด้วยด้วยเทคนิคฟลูออเรสเซนส์ สเปกโทรเมตรี

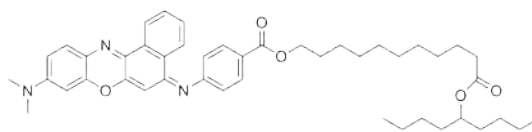
ฟลูออโรไอโอโนฟอรั	ไอออนเอกซ์เชนจ์เจอร์/ พลาสติกไซเซอร์	ไอออน โลหะ	ขีดจำกัดการ ตรวจวัด (M)	เวลาในการ ตอบสนอง	เอกสาร อ้างอิง
L5	NaTPB/ DES	Co(II)	$5 \times 10^{-7}$ - $2 \times 10^{-2}$	5 นาที	6
L6	KTpClPB/ NPOE	Ni(II)	$1 \times 10^{-8}$ - $1 \times 10^{-3}$	40 วินาที	7
L7	KTpClPB/ NPOE	Cu(II)	$1 \times 10^{-6}$ - $1 \times 10^{-2}$	40 วินาที	9

โดยที่ L5 คือ 7-[(5-chloro-8-hydroxy-7-quinoliny)l)methyl]-5,6,7,8,9,10-hexahydro-2H-1,13,4,7,10-benzodioxatriazacyclopentadecine-3,11(4H,12H)-dione  
 L6 คือ 2,5-thiophenylbis(5-tert-butyl-1,3-benzoxazole) (TTBB)  
 L7 คือ 1-hydroxy-2-(prop-2'-enyl)-4-(prop-2'-enyloxy)-9,10-anthraquinone (AQ)

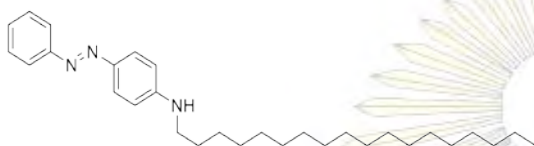
นอกจากนี้ยังมีงานวิจัยเกี่ยวกับการตรวจวัดไอออนโลหะด้วยเทคนิคบัลค์ออปโทดที่ไม่มีโครโมไอโอโนฟอรัเป็นองค์ประกอบ โดยติดตามการเปลี่ยนแปลงแอมพลิจูดของไอโอโนฟอรัโดยตรง เช่นในปี 1995 Murkovic และคณะ<sup>14</sup> ได้ศึกษาการตรวจวัดไอออนเงิน(I) ด้วยเทคนิคบัลค์ออปโทด โดยใช้แผ่นพอลิไวนิลคลอไรด์ที่มี 9-(4-diethylamino-2-octadecyloxystyryl)acridine เป็นไอโอโนฟอรั แผ่นเมมเบรนนี้เปลี่ยนจากสีน้ำเงินเป็นสีชมพู โดยมีเวลาในการตอบสนองเท่ากับ 2 นาที และมีช่วงของการตรวจวัดไอออนเงิน(I) เท่ากับ 50  $\mu$ M ถึง 10 mM ในปี 2007 Safavi และ Sadeghi<sup>15</sup> ได้ตรวจวัดไอออนแกลเลียม(III) ด้วยเทคนิคบัลค์ออปโทด โดยใช้แผ่นพอลิไวนิลคลอไรด์ที่มี 4-(p-nitrophenylazo)-pyrocatechol (NAP) เป็นไอโอโนฟอรั สามารถตรวจวัดไอออนแกลเลียม(III) ในสารละลายที่ขีดจำกัดการตรวจวัดเท่ากับ 4  $\mu$ M แผ่นเมมเบรนนี้เปลี่ยนจากสีเหลืองปนน้ำตาลเป็นสีชมพูปนน้ำตาล เวลาในการตอบสนองเท่ากับ 10-15 นาที และยังสามารถใช้ตรวจวัดไอออนแกลเลียม(III) ในน้ำตัวอย่างจริงได้อีกด้วย และในปี 2009 Zare-Shahabadi และคณะ<sup>16</sup> ได้ศึกษาการตรวจวัดไอออนยูเรนิลด้วยเทคนิคบัลค์ออปโทด โดยใช้แผ่นพอลิไวนิลคลอไรด์ที่มี 1-(2-pyridylazo)-2-naphthol (PAN) เป็นไอโอโนฟอรั โดยที่ขีดจำกัดการตรวจวัดเป็น 0.82  $\mu$ M และยังสามารถใช้ในการวิเคราะห์ไอออนยูเรนิลในตัวอย่างน้ำประปาได้อีกด้วย



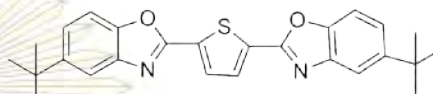
9-(diethylamino)-5-(octadecanoylimino)-5H-benzo[a] phenoxazine (ETH5294)



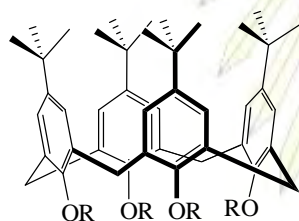
9-dimethylamino-5-[4-(15-butyl-1,13-dioxo-2,14-dioxanonadecyl)phenylimino]benzo[a] phenoxazine (ETH 5418)



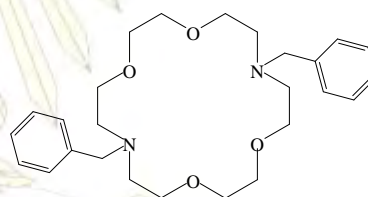
Benzenamine, N-octadecyl-4-(phenylazo) (ETH 5315)



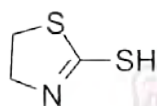
2,5-thiophenylbis(5-tert-butyl-1,3-benzoxazole) (TTBB)



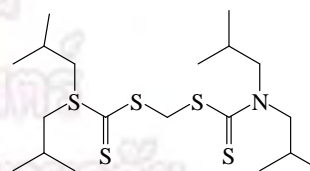
tert-butylcalix[4]arene-tetrakis(N,N-dimethylthioacetamide)



1,10-dibenzyl-1,10-diaza-18-crown-6 (DBzDA18C6)



2-mercapto-2-thiazoline (MTZ)



Methylene bis(diethyldithiocarbamate) (MBDiBDC)

รูปที่ 1.4 โครงสร้างของโครโมไอออนฟออร์ ฟลูออโรไอออนฟออร์ และไอออนฟออร์บางชนิดที่ใช้ในการตรวจวัดไอออนโลหะด้วยเทคนิคบัลค์ออปโตด

จากตัวอย่างงานวิจัยข้างต้นทำให้ผู้วิจัยสนใจแนวทางการศึกษาการตรวจวัดไอออนโลหะด้วยเทคนิคบัลค์ออปโทดโดยติดตามการเปลี่ยนแปลงแอมบอร์บแบนซ์ของไอโอโนฟอรั คือ PAN แบบอิสระ เมื่อเกิดสารประกอบเชิงซ้อนกับไอออนโลหะชนิดต่างๆ เนื่องจากสารประกอบเชิงซ้อนของ PAN กับไอออนโลหะต่างชนิดกันให้สีที่ต่างกัน เมื่อตัวทำละลายเป็นน้ำสารประกอบเชิงซ้อนของ PAN กับ Cu(II), Co(II), Ni(II) และ Zn(II) เป็นสีแดงเข้ม สีนํ้าตาลแดง สีแดง และสีชมพู ตามลำดับ<sup>17</sup> และจากงานวิจัยของนางสาววาเลนไทน์ เจือสกุล<sup>18</sup> ในหน่วยวิจัย Environmental Analysis Research Unit (EARU) ภาควิชาเคมี คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย ที่ได้ทดลองตรวจวัดปริมาณไอออนโลหะโดยใช้แอมเบอร์ไลต์เอกซ์เอที-7 ที่เคลือบด้วย PAN จากผลการทดลองพบว่าสามารถใช้แอมเบอร์ไลต์เอกซ์เอที-7 ที่เคลือบด้วย PAN ในการตรวจวัด Co(II), Ni(II), Zn(II) และ Cu(II) ได้ด้วยตาเปล่า เวลาในการตอบสนองต่อ Cu (II), Co(II), Ni(II) และ Zn(II) เท่ากับ 1, 5, 20 และ 45 นาทีตามลำดับ และขีดจำกัดการตรวจวัดของ Co(II), Ni(II), และ Cu(II) เท่ากับ 3  $\mu\text{M}$  ในขณะที่ขีดจำกัดการตรวจวัดของ Zn(II) เท่ากับ 60  $\mu\text{M}$  แสดงว่ามีแนวโน้มที่จะสามารถใช้แผ่นเมมเบรนที่มี PAN เป็นไอโอโนฟอรัสำหรับตรวจวัดไอออนโลหะในสารละลายด้วยการสังเกตการเปลี่ยนแปลงสีของแผ่นเมมเบรนได้ด้วยตาเปล่า

#### 1.4 วัตถุประสงค์และขอบเขตงานวิจัย

งานวิจัยนี้พัฒนาวิธีตรวจวัดไอออนโลหะบางชนิดในสารละลายตัวอย่างด้วยตาเปล่าด้วยเทคนิคบัลค์ออปโทด โดยใช้แผ่นเมมเบรนที่เตรียมจาก 1-(2-pyridylazo)-2-naphthol (PAN) เป็นไอโอโนฟอรั โดยมี potassium tetrakis(4-chlorophenyl) borate เป็นไอออนเอกซ์เชนจ์เจอร์ผสมใน PVC ที่มี bis(2-ethylhexyl)sebacate (DOS) เป็นพลาสติกไซเซอรั ศึกษาปริมาณ PAN ที่เหมาะสมในการเตรียมแผ่นเมมเบรนเพื่อใช้ตรวจวัดไอออนโลหะในสารละลาย เวลาที่ใช้ในการตอบสนอง ขีดจำกัดในการตรวจวัดไอออนโลหะด้วยตาเปล่า รวมทั้งทดสอบการตรวจวัดไอออนโลหะในสารละลายตัวอย่างทั้งเชิงคุณภาพและเชิงปริมาณอีกด้วย

## บทที่ 2

### การทดลอง

#### 2.1 เครื่องมือและอุปกรณ์

1. UV-Vis spectrophotometer HP8453 (Agilent)
2. pH meter (Mettler-Toledo)
3. เครื่องชั่งละเอียดความคลาดเคลื่อน 0.0001 g และ 0.001 g (Mettler-Toledo)
4. ไมโครปิเปตขนาด 20 – 200  $\mu\text{L}$  และขนาด 100 – 1000  $\mu\text{L}$  (Brand, Rainin)
5. กระดาษไลต์สีเหลืองจัตุรัสขนาด 22x22 mm
6. เครื่องแก้วพื้นฐานในห้องปฏิบัติการ
7. ถ้วยพลาสติกขนาด 30 mL
8. กระดาษ Kimwipes

#### 2.2 สารเคมี

สารเคมีและตัวทำละลายที่ใช้ในงานวิจัยนี้ใช้เกรดที่มีความบริสุทธิ์สูง (AR grade)

1. 1-(2-Pyridylazo)-2-naphtol หรือ PAN (Fluka)
2. Acetic acid (Merck)
3. Bis(2-ethylhexyl)sebacate หรือ DOS (Fluka)
4. Cobalt nitrate หรือ  $\text{Co}(\text{NO}_3)_2$  (Fluka)
5. Lead nitrate หรือ  $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$  (M&B Laboratory Chemical)
6. Nickel nitrate หรือ  $\text{Ni}(\text{NO}_3)_2$  (Merck)
7. Nitric acid หรือ  $\text{HNO}_3$  (Merck)
8. Polyvinyl chloride หรือ PVC (Fluka)
9. Potassium tetrakis(4-chlorophenyl) borate หรือ KTpClPB (Fluka)
10. Sodium acetate (Merck)
11. Sodium hydroxide หรือ NaOH (Carlo)
12. Tetrahydrofuran หรือ THF (Fluka)
13. Zinc nitrate หรือ  $\text{Zn}(\text{NO}_3)_2$  (Merck)

### 2.3 การเตรียมสารละลาย

- สารละลาย  $\text{HNO}_3$  เข้มข้น 1 M

เจือจางกรด  $\text{HNO}_3$  เข้มข้น ปริมาตร 18 mL ด้วยน้ำ Milli Q จนมีปริมาตร 250 mL

- สารละลาย  $\text{NaOH}$  เข้มข้น 1 M

ชั่ง  $\text{NaOH}$  10 g ละลายด้วยน้ำ Milli Q จนมีปริมาตร 250 mL

- สารละลาย Acetic/Acetate buffer pH 5

ผสมสารละลาย acetic acid เข้มข้น 1 M ปริมาตร 14.8 mL กับสารละลาย sodium acetate เข้มข้น 1 M ปริมาตร 35.2 mL เจือจางด้วยน้ำ Milli Q จนมีปริมาตร 100 mL

จากนั้นเจือจางสารละลายข้างต้นปริมาตร 1 mL ด้วยน้ำ Milli Q จนมีปริมาตร 1 L ปรับ pH ของสารละลาย Acetic/Acetate buffer โดยเติมสารละลาย  $\text{HNO}_3$  เข้มข้น 1 M หรือสารละลาย  $\text{NaOH}$  เข้มข้น 1 M เพื่อให้ได้ pH ตามต้องการ

- สารละลายมาตรฐาน  $\text{Co}(\text{NO}_3)_2$  เข้มข้น 0.010 M

ชั่ง  $\text{Co}(\text{NO}_3)_2$  น้ำหนักแน่นอนและใกล้เคียง 0.12 g ใส่ในขวดกำหนดปริมาตรขนาด 50 mL ละลายด้วยน้ำ Milli Q แล้วปรับปริมาตรจนถึงขีดกำหนดปริมาตร

- สารละลายมาตรฐาน  $\text{Ni}(\text{NO}_3)_2$  เข้มข้น 0.010 M

ชั่ง  $\text{Ni}(\text{NO}_3)_2$  น้ำหนักแน่นอนและใกล้เคียง 0.15 g ใส่ในขวดกำหนดปริมาตรขนาด 50 mL ละลายด้วยน้ำ Milli Q แล้วปรับปริมาตรจนถึงขีดกำหนดปริมาตร

- สารละลายมาตรฐาน  $\text{Zn}(\text{NO}_3)_2$  เข้มข้น 0.010 M

ชั่ง  $\text{Zn}(\text{NO}_3)_2$  น้ำหนักแน่นอนและใกล้เคียง 0.15 g ใส่ในขวดกำหนดปริมาตรขนาด 50 mL ละลายด้วยน้ำ Milli Q แล้วปรับปริมาตรจนถึงขีดกำหนดปริมาตร

- สารละลายมาตรฐาน  $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$  เข้มข้น 0.010 M

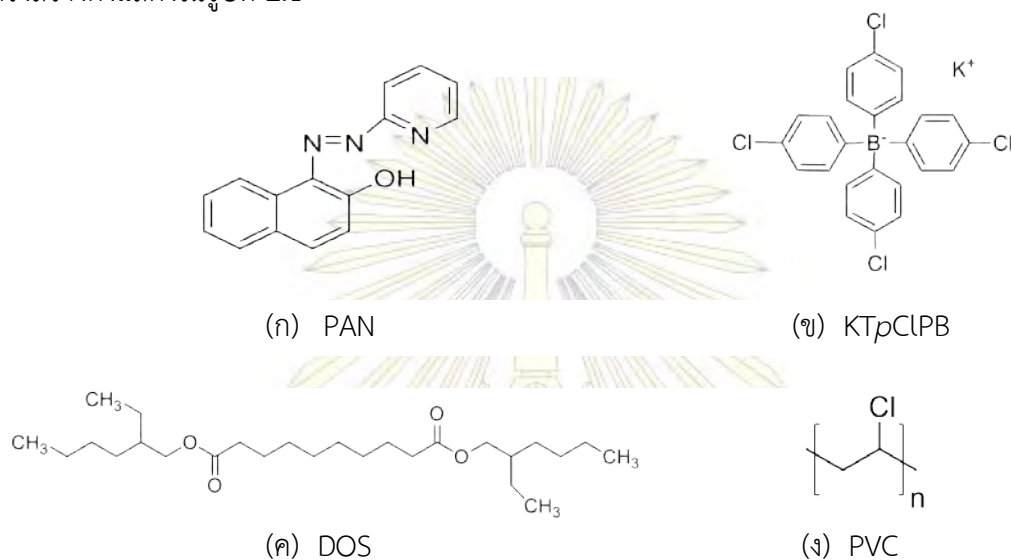
ชั่ง  $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$  น้ำหนักแน่นอนและใกล้เคียง 0.17 g ใส่ในขวดกำหนดปริมาตรขนาด 50 mL ละลายด้วยน้ำ Milli Q แล้วปรับปริมาตรจนถึงขีดกำหนดปริมาตร

- สารละลายมาตรฐานไอออนโลหะในสารละลาย Acetic/Acetate buffer

เจือจางสารละลายมาตรฐานไอออนโลหะเข้มข้น 0.010 M ให้มีความเข้มข้นเป็น 1, 0.5, 0.1, 0.05, 0.01, 0.005 และ 0.001 mM ด้วยสารละลาย Acetic/Acetate buffer ที่มี pH ตามต้องการจนมีปริมาตรเป็น 50.00 mL

## 2.4 การเตรียมแผ่นเมมเบรน

งานวิจัยนี้ใช้ 1-(2-pyridylazo)-2-naphtol (PAN) เป็นไอออนฟอรั ใช้ potassium tetrakis(4-chlorophenyl) borate (K<sub>2</sub>TpClPB), bis(2-ethylhexyl)sebacate (DOS) และ polyvinyl chloride (PVC) เป็นไอออนเอกซ์เชนจ์เจอร์ พลาสติกไซเซอร์และพอลิเมอร์ ตามลำดับ มีโครงสร้างดังแสดงในรูปที่ 2.1



รูปที่ 2.1 โครงสร้างขององค์ประกอบต่างๆ ในแผ่นเมมเบรน

การเตรียมแผ่นเมมเบรนในงานวิจัยนี้อ้างอิงจากงานวิจัยของ Zare-Shahabadi และคณะ<sup>16</sup> มีวิธีการเตรียมดังนี้คือ เตรียมสารละลายผสมของ K<sub>2</sub>TpClPB 0.2 mg, PVC 30 mg, DOS 60 mg และ PAN ปริมาณต่างๆ ละลายใน THF 1 mL ในขวดแก้วขนาดเล็ก เรียกสารละลายนี้ว่า คอกเทล (cocktail) ดังแสดงในรูปที่ 2.2



รูปที่ 2.2 สารละลายคอกเทล

จากนั้นปิเปตสารละลายคอกเทลปริมาตร 50  $\mu\text{L}$  แล้วเกลี่ย (spread) เพื่อขึ้นรูปให้เป็นแผ่นบางๆ ลงบนกระจกสไลด์สี่เหลี่ยมจัตุรัสขนาด 22x22 mm แล้วเก็บแผ่นเมมเบรนไว้ที่อุณหภูมิห้อง เพื่อให้ตัวทำละลายระเหยจนแห้งเป็นเวลาประมาณ 2 วัน จึงสามารถนำแผ่นเมมเบรนมาใช้ทดสอบได้

ศึกษาปริมาณของ PAN ที่เหมาะสมสำหรับการเตรียมแผ่นเมมเบรนในการตรวจวัดไอออนโลหะ โดยเตรียมแผ่นเมมเบรนที่มี PAN ปริมาณต่างกัน คือ 0.1, 0.2, 1 และ 2 mg จากนั้นวัดการดูดกลืนแสงของแผ่นเมมเบรน PAN ก่อนและหลังแช่ในสารละลาย Co(II) ความเข้มข้น 1 mM ที่ pH 5 โดยใช้เทคนิคยูวี-วิสิเบิล สเปกโทรโฟโตเมตรีในช่วงความยาวคลื่น 400-800 nm โดยใช้แผ่นกระจกสไลด์เปล่าเป็นแบล็ก (blank)

## 2.5 การทดสอบประสิทธิภาพของแผ่นเมมเบรนในการตรวจวัดไอออนโลหะ

### 2.5.1 การทดสอบการตรวจวัดไอออน Co(II), Ni(II), Zn(II) และ Pb(II)

นำแผ่นเมมเบรนที่มี PAN ปริมาณ 1 mg มาแช่ในสารละลายไอออน Co(II), Ni(II), Zn(II) และ Pb(II) ความเข้มข้น 1 mM เลือกทดสอบที่ pH 5 โดยอ้างอิงจากงานวิจัยของ Zare-Shahabadi และคณะ<sup>16</sup> รวมทั้งงานวิจัยของนางสาววาเลนไทน์ เจือสกุล<sup>18</sup> ในหน่วยวิจัย EARU ซึ่งรายงานว่า การตรวจวัดไอออนโลหะในสารละลายด้วย PAN ทั้งที่เป็นองค์ประกอบของแผ่นเมมเบรน และเคลือบบนแอมเบอร์ไลต์เอกซ์เอที-7 สามารถตรวจวัดได้ดีที่สุดในสารละลายที่ pH 5

ในการทดลองนี้ใช้แผ่นเมมเบรนแช่ในสารละลายไอออนโลหะชนิดละ 3 แผ่น เป็นเวลา 5 นาที สังเกตการเปลี่ยนแปลงสี จากนั้นนำแผ่นเมมเบรนไปวัดการดูดกลืนแสงด้วยเทคนิคยูวี-วิสิเบิล สเปกโทร-โฟโตเมตรี ในช่วงความยาวคลื่น 400-800 nm โดยใช้แผ่นกระจกสไลด์เปล่าเป็นแบล็ก (blank)

### 2.5.2 เวลาในการตอบสนอง (Response time)

ศึกษาเวลาในการตอบสนองการเปลี่ยนสีของแผ่นเมมเบรน PAN ในสารละลาย Co(II) โดยนำแผ่นเมมเบรนที่มี PAN ปริมาณ 1 mg แช่ในสารละลาย Co(II) ความเข้มข้น 1 mM ที่ pH 5 จากนั้นนำแผ่นเมมเบรนไปวัดการดูดกลืนแสงทุกๆ 1 นาที ที่ความยาวคลื่น 575 nm ซึ่งเป็นความยาวคลื่นของสารประกอบเชิงซ้อน PAN-Co จากการทดลองในหัวข้อที่ 2.5.1 โดยใช้เทคนิคยูวี-วิสิเบิล สเปกโทรโฟโตเมตรี โดยใช้แผ่นกระจกสไลด์เปล่าเป็นแบล็ก (blank)



### 2.5.3 ขีดจำกัดของการตรวจวัด Co(II), Ni(II), Zn(II) และ Pb(II) ด้วยตาเปล่า

หาขีดจำกัดของการตรวจวัดไอออนโลหะด้วยตาเปล่า โดยนำแผ่นเมมเบรนที่มี PAN ปริมาณ 1 mg มาแช่ในสารละลาย Co(II), Ni(II), Zn(II) และ Pb(II) ความเข้มข้น 1, 0.5, 0.1, 0.05, 0.01, 0.005, 0.001 mM ที่ pH 5 เป็นเวลา 5 นาที สังเกตการเปลี่ยนแปลงสีของแผ่นเมมเบรน

### 2.5.4 ช่วงความเป็นเส้นตรง (linearity) ของการตรวจวัด Co(II), Ni(II), Zn(II) และ Pb(II) ด้วยเทคนิคยูวี-วิสิเบิล สเปกโทรโฟโตเมตรี

หาช่วงความเป็นเส้นตรงของการตรวจวัดไอออนโลหะด้วยเทคนิคยูวี-วิสิเบิล สเปกโทรโฟโตเมตรี โดยนำแผ่นเมมเบรนที่มี PAN ปริมาณ 1 mg มาแช่ในสารละลาย Co(II), Ni(II), Zn(II) และ Pb(II) ที่ความเข้มข้น 1, 0.5, 0.1, 0.05, 0.01, 0.005, 0.001 mM ที่ pH 5 เป็นเวลา 5 นาที จากนั้นนำแผ่นเมมเบรนไปวัดการดูดกลืนแสงด้วยเทคนิคยูวี-วิสิเบิล สเปกโทรโฟโตเมตรีในช่วงความยาวคลื่น 400–800 nm โดยใช้แผ่นกระจกสไลด์เปล่าเป็นแบล็ก วัดการดูดกลืนแสงของแผ่นเมมเบรนหลังแช่ในสารละลายไอออนโลหะจากความเข้มข้นน้อยไปความเข้มข้นมากตามลำดับ

### 2.5.5 การตรวจวัดไอออนโลหะในสารละลายตัวอย่าง

เตรียมสารละลายตัวอย่างให้มี Co(II), Ni(II), Zn(II) หรือ Pb(II) เพียง 1 ชนิด/ตัวอย่าง จำนวน 16 ตัวอย่าง โดยมีความเข้มข้นอยู่ในช่วง 0.01–1 mM ที่ pH 5 (ผู้ทดสอบไม่ทราบทั้งชนิดและปริมาณไอออนโลหะ) จากนั้นนำแผ่นเมมเบรนที่มี PAN ปริมาณ 1 mg แช่ในสารละลายตัวอย่าง 5 นาที สังเกตการเปลี่ยนแปลงสีของแผ่นเมมเบรน เพื่อระบุชนิดและความเข้มข้นของสารละลายตัวอย่าง โดยเปรียบเทียบกับสีของแผ่นเมมเบรนจากผลการทดลองหัวข้อที่ 2.5.1 และ 2.5.3 และระบุความเข้มข้นของไอออนโลหะในสารละลายตัวอย่าง โดยเปรียบเทียบสีของแผ่นเมมเบรนกับความเข้มสีของแผ่นเมมเบรนในสารละลายไอออนโลหะความเข้มข้นต่างๆ จากผลการทดลองในหัวข้อที่ 2.5.3

### บทที่ 3

#### ผลการทดลองและอภิปรายผลการทดลอง

##### 3.1 การเตรียมแผ่นเมมเบรน

จากการเตรียมแผ่นเมมเบรนตามวิธีในหัวข้อที่ 2.4 หากแผ่นเมมเบรนที่เตรียมได้มีสีเหลืองและมีลักษณะเป็นแผ่นบางใสและเรียบดังรูปที่ 3.1 (ก) จะสามารถนำไปทดสอบการตรวจวัดไอออนโลหะได้ แต่หากแผ่นเมมเบรนที่มีลักษณะไม่เรียบและเป็นฝ้าดังรูปที่ 3.1 (ข) จะไม่สามารถนำไปใช้ทดสอบได้ การที่แผ่นเมมเบรนจะมีลักษณะเรียบหรือไม่เรียบเป็นผลจากปัจจัยในการเตรียมแผ่นเมมเบรน ได้แก่ อุณหภูมิและความชื้น กล่าวคือ ถ้าอุณหภูมิและความชื้นในการเตรียมแผ่นเมมเบรนไม่เหมาะสม ลักษณะแผ่นเมมเบรนที่ได้จะมีลักษณะเป็นฝ้าหรือไม่เรียบ โดยอุณหภูมิและความชื้นที่เหมาะสมสำหรับการเตรียมแผ่นเมมเบรน คือ อุณหภูมิอยู่ในช่วง  $22-24^{\circ}\text{C}$  และความชื้นอยู่ในช่วง  $44 - 46\%$ <sup>4</sup>



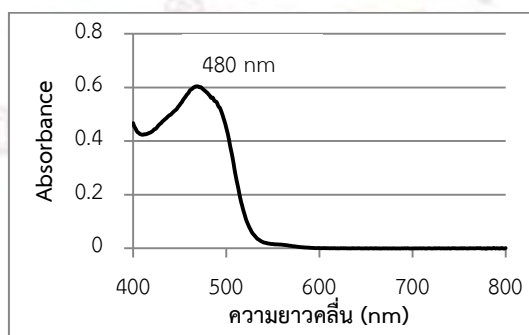
(ก)



(ข)

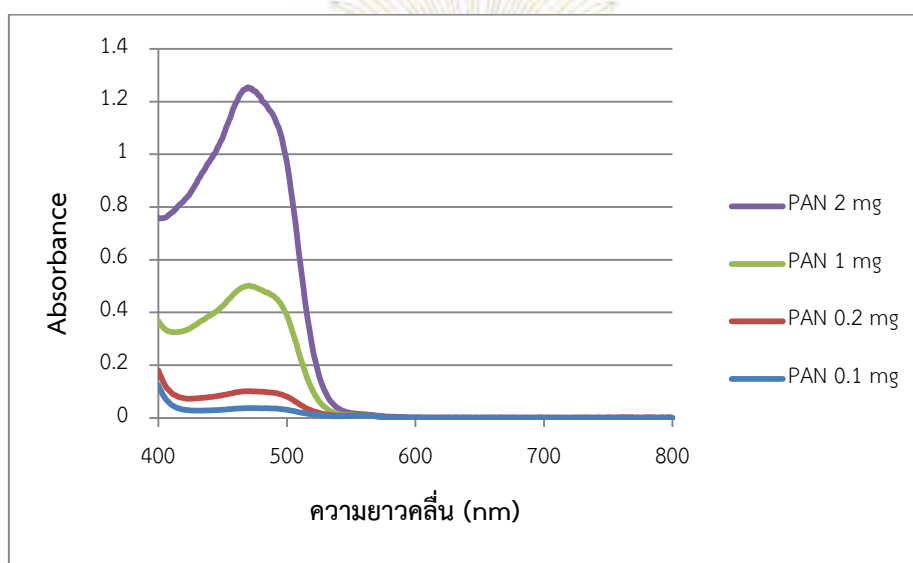
รูปที่ 3.1 แผ่นเมมเบรนที่มีลักษณะ (ก) แผ่นบางใสและเรียบ (ข) แผ่นเป็นฝ้าและไม่เรียบ

เมื่อวัดการดูดกลืนแสงในช่วงความยาวคลื่น  $400 - 800 \text{ nm}$  พบว่าแผ่นเมมเบรนมีค่าแอมพลิจูดสูงสุดที่ความยาวคลื่น  $480 \text{ nm}$  ดังแสดงในรูปที่ 3.2

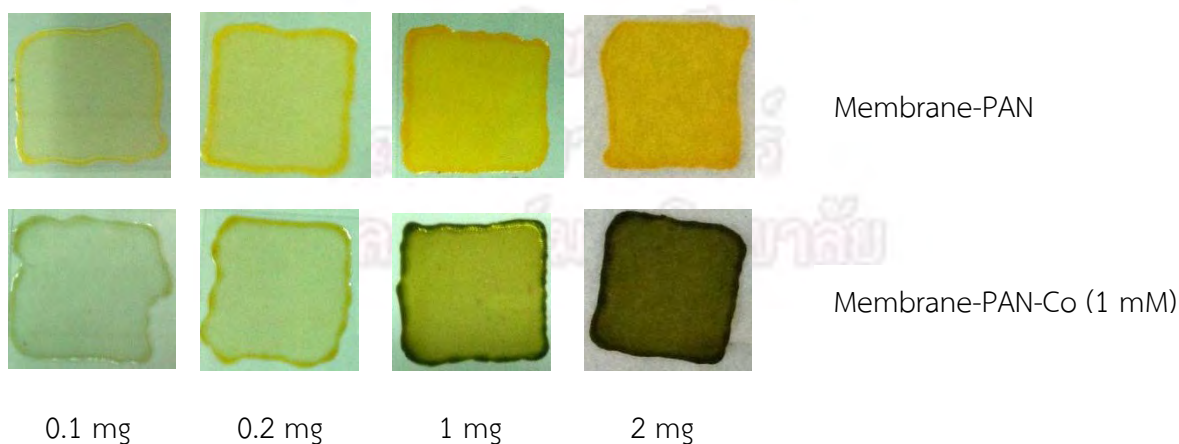


รูปที่ 3.2 สเปกตรัมการดูดกลืนแสงของแผ่นเมมเบรน PAN

จากการศึกษาปริมาณของ PAN ที่เหมาะสมสำหรับการเตรียมแผ่นเมมเบรนเพื่อใช้ในการตรวจวัดไอออนโลหะ โดยเตรียมแผ่นเมมเบรนที่มี PAN ปริมาณต่างกัน คือ 0.1, 0.2, 1 และ 2 mg จากนั้นวัดการดูดกลืนแสงของแผ่นเมมเบรน PAN โดยใช้เทคนิคยูวี-วิสิเบิล สเปกโตรโฟโตเมตรี ในช่วงความยาวคลื่น 400 – 800 nm จะได้สเปกตรัมการดูดกลืนแสงของแผ่นเมมเบรนที่มี PAN ปริมาณต่างๆ ดังแสดงในรูปที่ 3.3 และทดสอบการเปลี่ยนสีของแผ่นเมมเบรนที่มี PAN ปริมาณต่างกันโดยแช่ในสารละลาย Co(II) ความเข้มข้น 1 mM ที่ pH 5 เปรียบเทียบกับสีของแผ่นเมมเบรนก่อนแช่ ได้ผลการทดลองดังแสดงในรูปที่ 3.4



รูปที่ 3.3 สเปกตรัมการดูดกลืนแสงของแผ่นเมมเบรนที่มี PAN ปริมาณ 0.1, 0.2, 1 และ 2 mg



รูปที่ 3.4 สีของแผ่นเมมเบรน PAN ก่อนและหลังแช่ในสารละลาย Co(II) ความเข้มข้น 1 mM ที่ pH 5

จากผลการทดลองพบว่าสีของแผ่นเมมเบรนขึ้นกับปริมาณของไอโอดีนคือ PAN ในแผ่นเมมเบรน เมื่อพิจารณาที่ความยาวคลื่น 480 nm พบว่าค่าแอมพลิจูดเพิ่มขึ้นเมื่อปริมาณ PAN เพิ่มขึ้น และจากการสังเกตการเปลี่ยนแปลงสีของแผ่นเมมเบรนที่มี PAN ปริมาณ 0.1, 0.2, 1 และ 2 mg หลังจากแช่ในสารละลาย Co(II) ความเข้มข้น 1 mM ที่ pH 5 พบว่าสีของแผ่นเมมเบรนที่มี PAN ปริมาณ 0.1 และ 0.2 mg หลังจากแช่ในสารละลาย Co(II) แล้ว เปลี่ยนจากสีเหลืองเป็นสีเขียวที่จางมากทำให้สังเกตเห็นไม่ชัดเจน ส่วนแผ่นเมมเบรนที่มี PAN ปริมาณ 1 และ 2 mg หลังจากแช่ในสารละลาย Co(II) มีการเปลี่ยนแปลงสีของแผ่นเมมเบรนที่สามารถมองเห็นได้ชัดเจน แต่อย่างไรก็ตาม หากใช้แผ่นเมมเบรนที่มี PAN ปริมาณมากเกินไป เมื่อทดสอบกับสารละลายที่มีความเข้มข้นของไอออนโลหะต่างๆ อาจจะทำให้สีของ PAN บดบังสีของสารประกอบเชิงซ้อนของ PAN กับไอออนโลหะทำให้มองเห็นการเปลี่ยนแปลงสีของแผ่นเมมเบรนไม่ชัดเจน ดังนั้นในการทดลองต่อไปจึงเลือกใช้ปริมาณ PAN ในแผ่นเมมเบรนเป็น 1 mg

### 3.2 การทดสอบประสิทธิภาพของแผ่นเมมเบรนในการตรวจวัดไอออนโลหะ

#### 3.2.1 การทดสอบการตรวจวัดไอออน Co(II), Ni(II), Zn(II) และ Pb(II)

การทดลองนี้เลือกทดสอบการตรวจวัดไอออน 4 ชนิด ได้แก่ Co(II), Ni(II), Zn(II) และ Pb(II) เนื่องจากไอออนทั้ง 4 ชนิด มีความเป็นพิษเมื่อเจือปนในสิ่งแวดล้อมปริมาณมาก และอ้างอิงจากผลการทดลองในงานวิจัยของนางสาววาเลนไทน์ เจือสกุล<sup>18</sup> ในหน่วย EARU ที่ได้ทดลองตรวจวัดไอออนโลหะโดยใช้แอมเบอร์ไลต์เอกซ์เอที-7 ที่เคลือบด้วย PAN ได้รายงานว่าแอมเบอร์ไลต์เอกซ์เอที-7 ที่เคลือบด้วย PAN มีการเปลี่ยนแปลงสีชัดเจนสามารถสังเกตได้ด้วยตาเปล่า หลังจากแช่ในสารละลาย Cu(II), Co(II), Ni(II) และ Zn(II) ที่ pH 5 เป็นเวลา 1, 5, 20 และ 45 นาที ตามลำดับ

จากการทดลองแช่แผ่นเมมเบรนที่มี PAN ปริมาณ 1 mg ในสารละลาย Co(II), Ni(II), Zn(II) และ Pb(II) ความเข้มข้น 1 mM ที่ pH 5 ตามขั้นตอนการทดลองหัวข้อที่ 2.5.1 จะเห็นว่าสีของแผ่นเมมเบรน PAN เปลี่ยนจากสีเหลืองไปเป็นสีต่างๆ ดังแสดงในรูปที่ 3.5 และสเปกตรัมการดูดกลืนแสงของแผ่นเมมเบรนแสดงดังรูปที่ 3.6



ไม่มีไอออนโลหะ

Co(II)

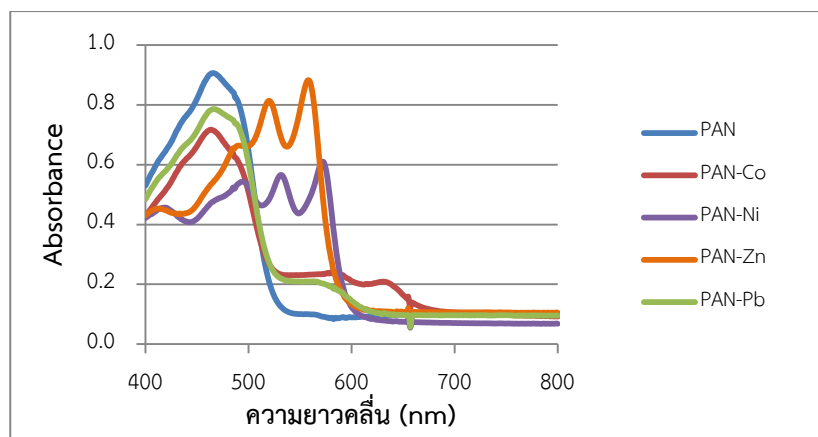
Ni(II)

Zn(II)

Pb(II)

รูปที่ 3.5 สีของแผ่นเมมเบรนหลังแช่ในสารละลาย Co(II), Ni(II), Zn(II) และ Pb(II) ความเข้มข้น

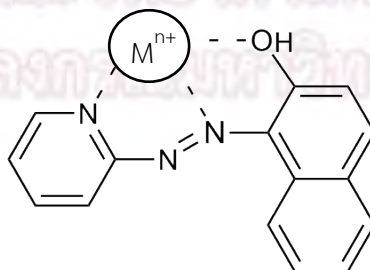
1 mM ที่ pH 5



รูปที่ 3.6 สเปกตรัมการดูดกลืนแสงของแผ่นเมมเบรน PAN, PAN-Co, PAN-Ni, PAN-Zn และ PAN-Pb

จากผลการทดลองพบว่าแผ่นเมมเบรน PAN เปลี่ยนสีจากสีเหลืองเป็นสีเขียว สีแดงปนม่วง สีแดง และสีน้ำตาลอ่อน สำหรับ Co(II), Ni(II), Zn(II) และ Pb(II) ตามลำดับ การเปลี่ยนสีของแผ่นเมมเบรน PAN เกิดจากการเกิดสารประกอบเชิงซ้อนของ PAN กับไอออนโลหะ โดยที่ PAN ให้อิเล็กตรอนไปยังออร์บิทัลของไอออนโลหะทำให้ความต่างของระดับพลังงาน HOMO และ LUMO มีค่าลดลงจึงเกิดการ shift ของสัญญาณการดูดกลืนแสงไปทางความยาวคลื่นที่ยาวขึ้น จากเดิม PAN มีสัญญาณการดูดกลืนแสงที่ความยาวคลื่น 480 nm เมื่อเกิดสารประกอบเชิงซ้อนกับ Co(II) พบสัญญาณการดูดกลืนแสงที่ความยาวคลื่น 575 nm ส่วนสารประกอบเชิงซ้อนของ PAN กับ Ni(II), PAN กับ Zn(II) และ PAN กับ Pb(II) พบสัญญาณการดูดกลืนแสงที่ความยาวคลื่น 570 nm, 555 nm และ 551 nm ตามลำดับ

อัตราส่วนโมลของ PAN กับไอออนโลหะที่เกิดสารประกอบเชิงซ้อนที่เป็นไปได้ คือ 1:1 โดย PAN เกิดพันธะกับไอออนโลหะโดยใช้อะตอมออกซิเจนที่ตำแหน่งหมู่ไฮดรอกซิล อะตอมไนโตรเจนที่ตำแหน่ง pyridine และอะตอมไนโตรเจนที่ตำแหน่งหมู่ azo<sup>19</sup> ดังแสดงในรูปที่ 3.7

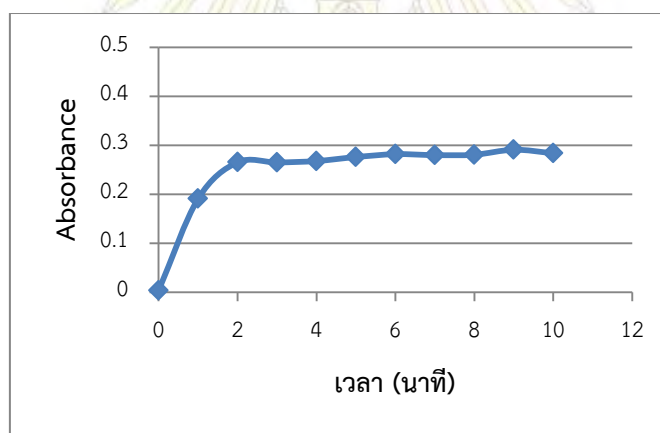


รูปที่ 3.7 โครงสร้างสารประกอบเชิงซ้อนของ PAN กับไอออนโลหะ

จากผลการทดลองจะเห็นว่าสารประกอบเชิงซ้อนของ PAN กับไอออนโลหะชนิดต่างๆ ให้สีที่แตกต่างกันดังที่กล่าวไว้ข้างต้น ทำให้เป็นแนวทางที่จะนำมาใช้ในการวิเคราะห์เชิงคุณภาพ (qualitative analysis) เพื่อระบุชนิดไอออนโลหะในสารละลายด้วยตาเปล่าได้โดยการสังเกตการเปลี่ยนแปลงสีที่ต่างกันของ PAN หลังเกิดสารประกอบเชิงซ้อนของ PAN กับไอออนโลหะชนิดต่างๆ นั้นเอง

### 3.2.2 เวลาในการตอบสนอง (Response time)

จากการทดลองเวลาในการตอบสนองการเปลี่ยนสีของแผ่นเมมเบรน PAN ในสารละลาย Co(II) ความเข้มข้น 1 mM ที่ pH 5 โดยการวัดการดูดกลืนแสงของแผ่นเมมเบรนที่มี PAN ปริมาณ 1 mg ที่ความยาวคลื่น 575 nm เมื่อนำข้อมูลที่ได้มาสร้างกราฟความสัมพันธ์ระหว่างระยะเวลาในการแช่แผ่นเมมเบรนในสารละลาย Co(II) กับค่าแอมพลิจูดแบนซ์จะได้กราฟดังแสดงในรูปที่ 3.8



































รูปที่ 3.8 ความสัมพันธ์ระหว่างเวลากับค่าแอมพลิจูดแบนซ์ของแผ่นเมมเบรน PAN ในสารละลาย Co(II) ความเข้มข้น 1 mM pH 5 ที่ความยาวคลื่น 575 nm

จากผลการทดลองพบว่าค่าแอมพลิจูดแบนซ์ของแผ่นเมมเบรนเพิ่มขึ้นอย่างรวดเร็วในช่วง 2 นาทีแรก หลังจากนั้นกราฟมีแนวโน้มคงที่เมื่อเวลาเพิ่มมากขึ้น แสดงว่าไอออนโลหะในสารละลายถูกสกัดเข้าไปในแผ่นเมมเบรนจนถึงจุดสมดุลหลังจากเวลา 2 นาที ทำให้ค่าแอมพลิจูดแบนซ์ค่อนข้างคงที่ ดังนั้นจึงเลือกเวลาที่จะใช้แช่แผ่นเมมเบรนในสารละลายไอออนโลหะที่เวลา 5 นาที

### 3.2.3 ขีดจำกัดของการตรวจวัด Co(II), Ni(II), Zn(II) และ Pb(II) ด้วยตาเปล่า

การหาขีดจำกัดของการตรวจวัดไอออนโลหะด้วยตาเปล่า โดยใช้แผ่นเมมเบรนที่มี PAN ปริมาณ 1 mg มาแช่ในสารละลาย Co(II), Ni(II), Zn(II) และ Pb(II) ความเข้มข้น 1, 0.5, 0.1, 0.05, 0.01, 0.005, 0.001 mM ที่ pH 5 เป็นเวลา 5 นาที การเปลี่ยนแปลงสีของแผ่นเมมเบรนหลังจากแช่ในสารละลาย Co(II), Ni(II), Zn(II) และ Pb(II) แสดงดังตารางที่ 3.1

ตารางที่ 3.1 สีของแผ่นเมมเบรนที่มี PAN ปริมาณ 1 mg หลังแช่ในสารละลาย Co(II), Ni(II), Zn(II) และ Pb(II) ที่ความเข้มข้นต่างๆ ที่ pH 5

ชนิดของ ไอออน โลหะ	ไม่มีไอออน โลหะ	ความเข้มข้น (mM)						
		0.001	0.005	0.01	0.05	0.1	0.5	1
Co(II)								
Ni(II)								
Zn(II)								
Pb(II)								

จากผลการทดลองพบว่าแผ่นเมมเบรนมีความเข้มสีแปรผันตามความเข้มข้นของไอออนโลหะ และพบว่าแผ่นเมมเบรนเริ่มเปลี่ยนสีเมื่อความเข้มข้นของสารละลายไอออนโลหะทุกชนิดเท่ากับ 0.05 mM เมื่อเปรียบเทียบกับสีของแผ่นเมมเบรนที่ไม่มีไอออนโลหะ แสดงว่าความเข้มข้นที่ต่ำที่สุดของไอออนโลหะทุกชนิดที่สามารถสังเกตเห็นการเปลี่ยนสีของแผ่นเมมเบรนด้วยตาเปล่าอย่างชัดเจน คือ 0.05 mM

จากการเปลี่ยนแปลงสีของแผ่นเมมเบรนที่มี PAN ปริมาณ 1 mg หลังแช่ในสารละลายไอออนโลหะในตารางที่ 3.1 สามารถนำไปใช้วิเคราะห์เชิงปริมาณ (quantitative analysis) โดยการเทียบสีของแผ่นเมมเบรนหลังแช่ในสารละลายไอออนโลหะเพื่อประมาณความเข้มข้นของไอออนโลหะในสารละลายได้ เช่น ถ้าหลังจากแช่แผ่นเมมเบรน PAN ในสารละลายตัวอย่างได้แผ่นเมมเบรนสีเขียว แสดงว่าไอออนโลหะในสารละลายคือ Co(II) และเมื่อเทียบความเข้มของสีของแผ่นเมมเบรนกับ

ตารางที่ 3.1 แล้วพบว่าสีของแผ่นเมมเบรนมีความเข้มมากกว่าความเข้มแผ่นเมมเบรนในช่องความเข้มข้น 0.1 mM แต่เข้มน้อยกว่าสีในช่องความเข้มข้น 0.5 mM แสดงว่าสารละลายตัวอย่างมี Co(II) ความเข้มข้นในช่วง 0.1-0.5 mM เป็นต้น

### 3.2.4 ช่วงความเป็นเส้นตรง (linearity) ของการตรวจวัด Co(II), Ni(II), Zn(II) และ Pb(II) ด้วยเทคนิคยูวี-วิสิเบิล สเปกโทรโฟโตเมตรี

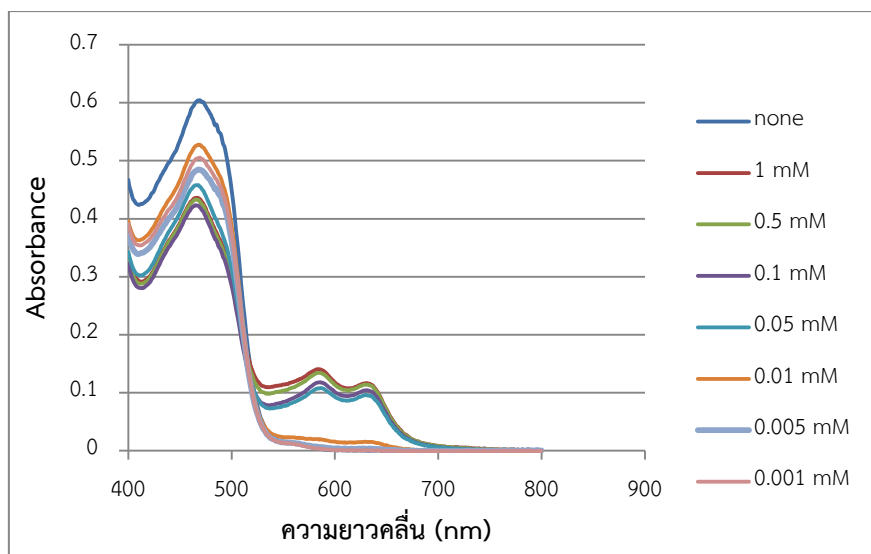
การหาช่วงความเป็นเส้นตรงของการตรวจวัดไอออนโลหะด้วยเทคนิคยูวี-วิสิเบิล สเปกโทรโฟโตเมตรี โดยแช่แผ่นเมมเบรนที่มี PAN ปริมาณ 1 mg ในสารละลายไอออนโลหะแต่ละชนิดที่ความเข้มข้นต่างๆ ที่ pH 5 เป็นเวลา 5 นาที ได้สเปกตรัมการดูดกลืนแสงของแผ่นเมมเบรน PAN ที่นำมาแช่ในสารละลาย Co(II) แสดงดังรูปที่ 3.9 (ก) และสร้างกราฟความสัมพันธ์ระหว่างความเข้มข้นของสารละลาย Co(II) กับค่าแอมพลิจูดที่ความยาวคลื่น 575 nm ได้กราฟดังแสดงในรูปที่ 3.9 (ข)

สเปกตรัมการดูดกลืนแสงของแผ่นเมมเบรน PAN ที่นำมาแช่ในสารละลาย Ni(II) แสดงดังรูปที่ 3.10 (ก) และสร้างกราฟความสัมพันธ์ระหว่างความเข้มข้นของสารละลาย Ni(II) กับค่าแอมพลิจูดที่ความยาวคลื่น 570 nm ได้กราฟดังแสดงในรูปที่ 3.10 (ข)

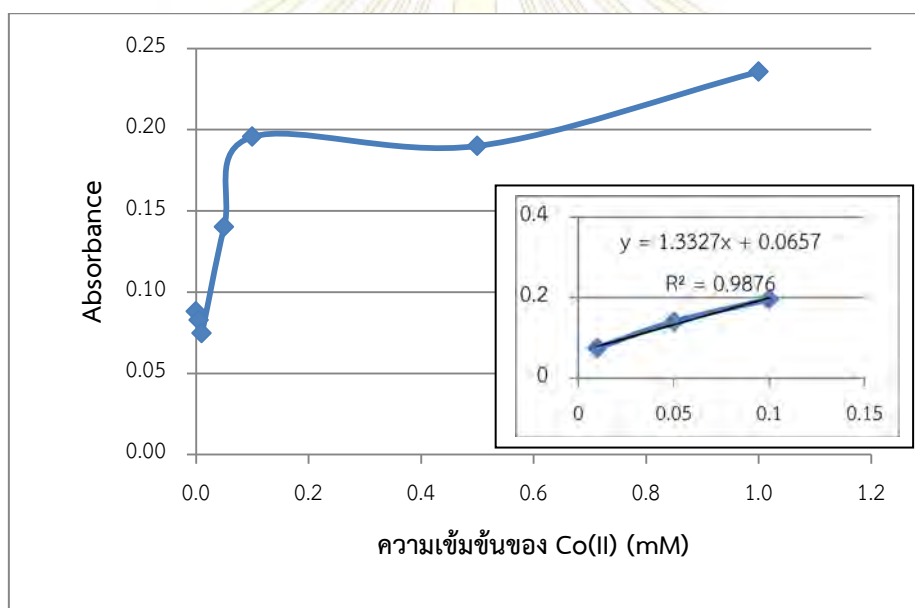
สเปกตรัมการดูดกลืนแสงของแผ่นเมมเบรน PAN ที่นำมาแช่ในสารละลาย Zn(II) แสดงดังรูปที่ 3.11 (ก) และสร้างกราฟความสัมพันธ์ระหว่างความเข้มข้นของสารละลาย Zn(II) กับค่าแอมพลิจูดที่ความยาวคลื่น 555 nm ได้กราฟดังแสดงในรูปที่ 3.11 (ข)

สเปกตรัมการดูดกลืนแสงของแผ่นเมมเบรน PAN ที่นำมาแช่ในสารละลาย Pb(II) แสดงดังรูปที่ 3.12 (ก) และสร้างกราฟความสัมพันธ์ระหว่างความเข้มข้นของสารละลาย Pb(II) กับค่าแอมพลิจูดที่ความยาวคลื่น 551 nm ได้กราฟดังแสดงในรูปที่ 3.12 (ข)



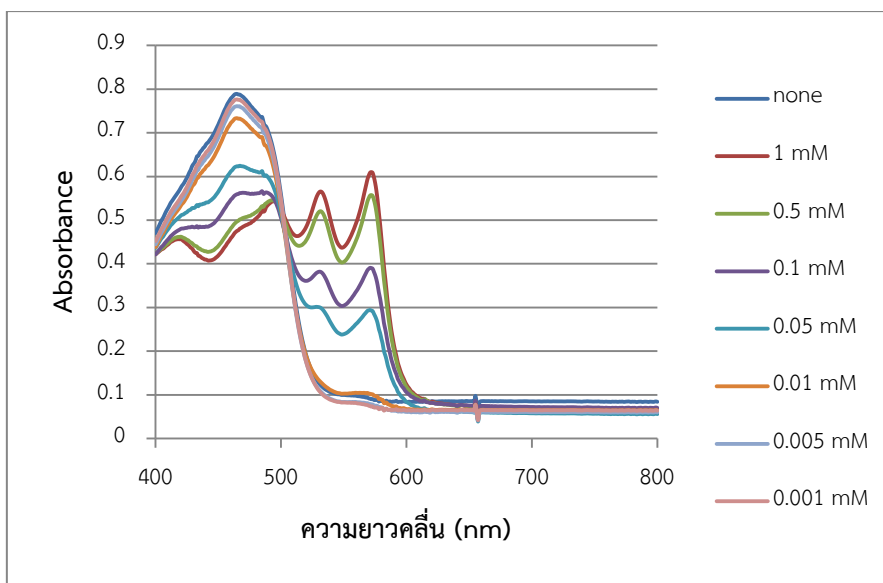


(ก)

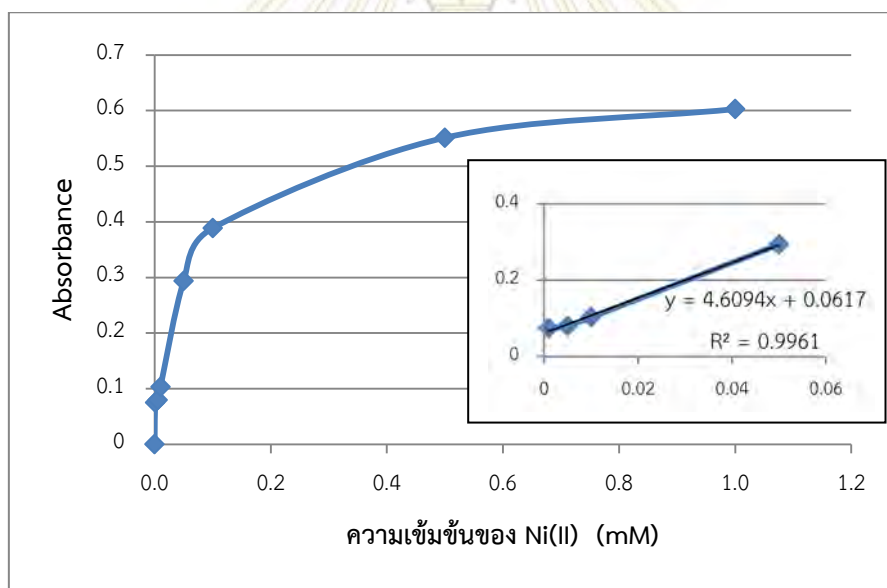


(ข)

รูปที่ 3.9 (ก) สเปกตรัมการดูดกลืนแสงของแผ่นเมมเบรนที่มี PAN ปริมาณ 1 mg ในสารละลาย Co(II) ที่ความเข้มข้นต่างๆ ที่ pH 5 และ (ข) กราฟความสัมพันธ์ระหว่างความเข้มข้นของสารละลาย Co(II) กับค่าแอมพลิจูดที่ความยาวคลื่น 575 nm

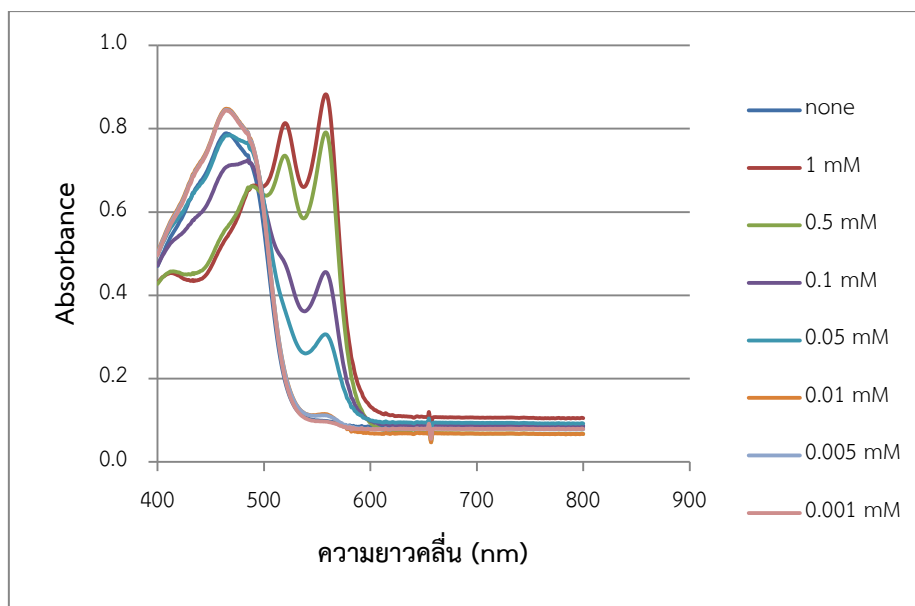


(ก)

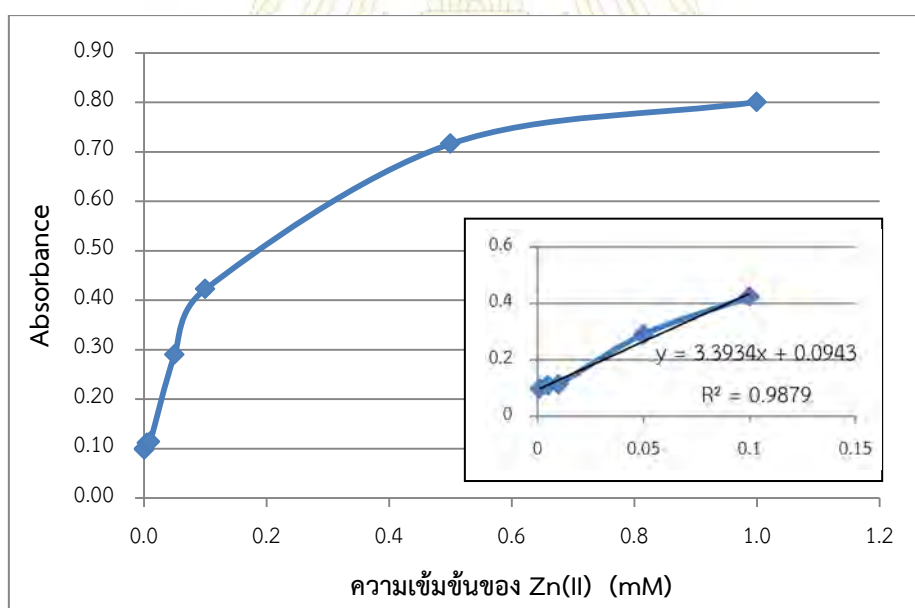


(ข)

รูปที่ 3.10 (ก) สเปกตรัมการดูดกลืนแสงของแผ่นเมมเบรนที่มี PAN ปริมาณ 1 mg ในสารละลาย Ni(II) ที่ความเข้มข้นต่างๆ ที่ pH 5 และ (ข) กราฟความสัมพันธ์ระหว่างความเข้มข้นของสารละลาย Ni(II) กับค่าแอมพลิจูดที่ความยาวคลื่น 570 nm

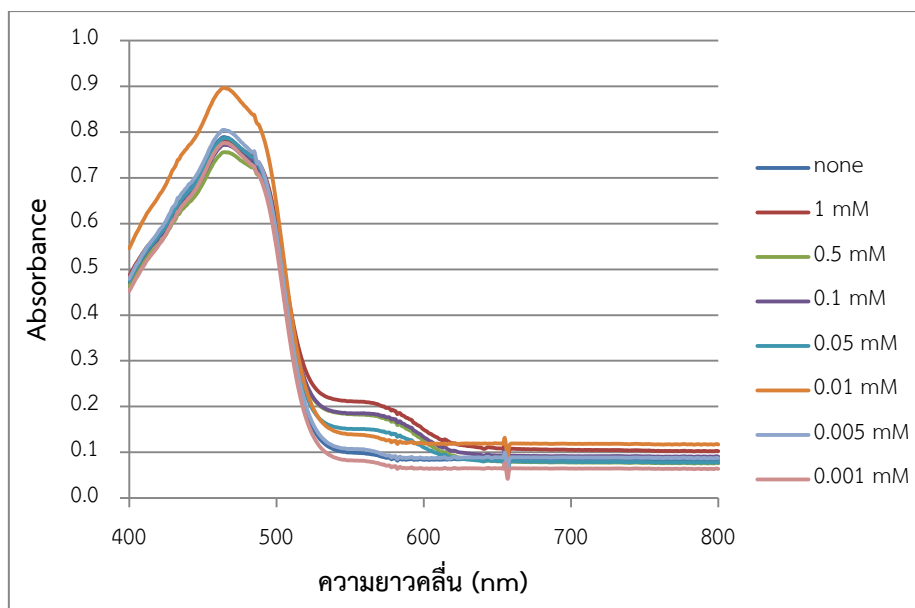


(ก)

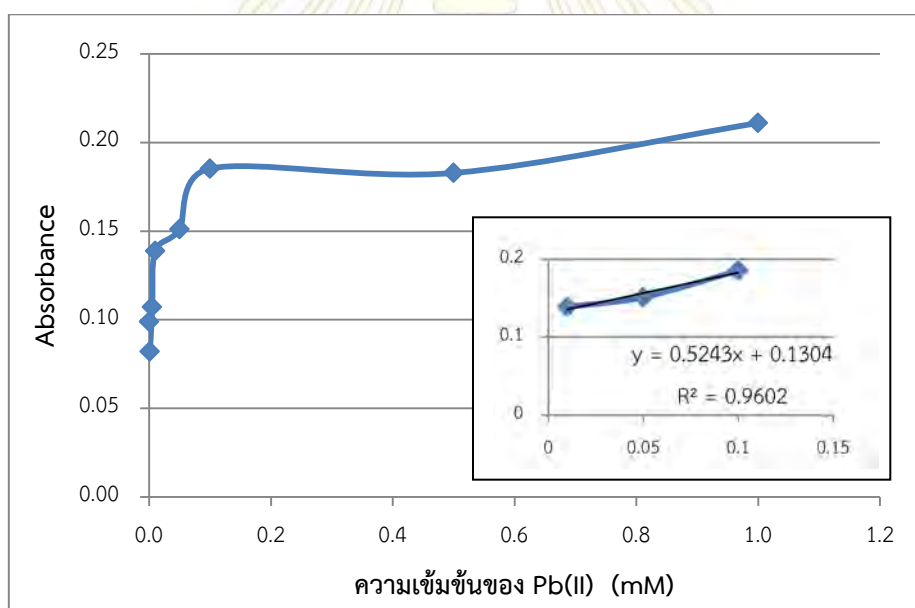


(ข)

รูปที่ 3.11 (ก) สเปกตรัมการดูดกลืนแสงของแผ่นเมมเบรนที่มี PAN ปริมาณ 1 mg ในสารละลาย Zn(II) ที่ความเข้มข้นต่างๆ ที่ pH 5 และ (ข) กราฟความสัมพันธ์ระหว่างความเข้มข้นของสารละลาย Zn(II) กับค่าแอมพลิจูดที่ความยาวคลื่น 555 nm



(ก)



(ข)

รูปที่ 3.12 (ก) สเปกตรัมการดูดกลืนแสงของแผ่นเมมเบรนที่มี PAN ปริมาณ 1 mg ในสารละลาย Pb(II) ที่ความเข้มข้นต่างๆ ที่ pH 5 และ (ข) กราฟความสัมพันธ์ระหว่างความเข้มข้นของสารละลาย Pb(II) กับค่าแอมพลิจูดที่ความยาวคลื่น 551 nm

เมื่อพิจารณารูปภาพความสัมพันธ์ระหว่างความเข้มข้นของสารละลาย Co(II) กับค่าแอมพลิจูดแบนด์ พบว่าช่วงความเข้มข้นที่ได้ความสัมพันธ์เชิงเส้นเป็นเส้นตรงอยู่ที่ 0.01 – 0.1 mM ได้สมการเชิงเส้นคือ  $y = 1.3327x + 0.0657$  และ  $R^2 = 0.9876$  ซึ่งเป็นช่วงความเข้มข้นที่สามารถใช้ตรวจวัดปริมาณ Co(II) ได้ด้วยเทคนิคยูวี-วิสิเบิล สเปกโทรโฟโตเมตรี

เมื่อพิจารณารูปภาพความสัมพันธ์ระหว่างความเข้มข้นของสารละลาย Ni(II) กับค่าแอมพลิจูดแบนด์ พบว่าช่วงความเข้มข้นที่ได้ความสัมพันธ์เชิงเส้นเป็นเส้นตรงอยู่ที่ 0.001 – 0.05 mM ได้สมการเชิงเส้นคือ  $y = 4.6094x + 0.0617$  และ  $R^2 = 0.9961$  ซึ่งเป็นช่วงความเข้มข้นที่สามารถใช้ตรวจวัดปริมาณ Ni(II) ได้ด้วยเทคนิคยูวี-วิสิเบิล สเปกโทรโฟโตเมตรี

เมื่อพิจารณารูปภาพความสัมพันธ์ระหว่างความเข้มข้นของสารละลาย Zn(II) กับค่าแอมพลิจูดแบนด์ พบว่าช่วงความเข้มข้นที่ได้ความสัมพันธ์เชิงเส้นเป็นเส้นตรงอยู่ที่ 0.001 – 0.1 mM ได้สมการเชิงเส้นคือ  $y = 3.3934x + 0.0943$  และ  $R^2 = 0.9879$  ซึ่งเป็นช่วงความเข้มข้นที่สามารถใช้ตรวจวัดปริมาณ Zn(II) ได้ด้วยเทคนิคยูวี-วิสิเบิล สเปกโทรโฟโตเมตรี

เมื่อพิจารณารูปภาพความสัมพันธ์ระหว่างความเข้มข้นของสารละลาย Pb(II) กับค่าแอมพลิจูดแบนด์ พบว่าช่วงความเข้มข้นที่ได้ความสัมพันธ์เชิงเส้นเป็นเส้นตรงอยู่ที่ 0.001 – 0.1 mM ได้สมการเชิงเส้นคือ  $y = 0.5243x + 0.1304$  และ  $R^2 = 0.9602$  ซึ่งเป็นช่วงความเข้มข้นที่สามารถใช้ตรวจวัดปริมาณ Pb(II) ได้ด้วยเทคนิคยูวี-วิสิเบิล สเปกโทรโฟโตเมตรี

### 3.2.5 การตรวจวัดไอออนโลหะในสารละลายตัวอย่าง

เตรียมสารละลายตัวอย่าง 16 ตัวอย่างที่มี Co(II), Ni(II), Zn(II) หรือ Pb(II) เป็นองค์ประกอบเพียง 1 ชนิด โดยให้ความเข้มข้นที่อยู่ในช่วง 0.01 – 1 mM ที่ pH 5 แล้วทำการตรวจวัดโดยใช้แผ่นเมมเบรนที่มี PAN ปริมาณ 1 mg แخذในสารละลายตัวอย่างทิ้งไว้ 5 นาที สังเกตการเปลี่ยนแปลงสีของแผ่นเมมเบรน ถ้าแผ่นเมมเบรนเปลี่ยนจากสีเหลืองเป็นสีเขียว แสดงว่าสารละลายตัวอย่างมี Co(II) ถ้าแผ่นเมมเบรนเปลี่ยนจากสีเหลืองเป็นสีแดงปนม่วง แสดงว่าสารละลายตัวอย่างมี Ni(II) ถ้าแผ่นเมมเบรนเปลี่ยนจากสีเหลืองเป็นสีแดง แสดงว่าสารละลายตัวอย่างมี Zn(II) ถ้าแผ่นเมมเบรนเปลี่ยนจากสีเหลืองเป็นสีน้ำตาลอ่อน แสดงว่าสารละลายตัวอย่างมี Pb(II) จากการวิเคราะห์เชิงคุณภาพสารละลายตัวอย่างทั้ง 16 ตัวอย่าง ด้วยตาเปล่าได้ผลการทดลองดังแสดงในตารางที่ 3.2

ตารางที่ 3.2 ผลการวิเคราะห์เชิงคุณภาพเพื่อระบุชนิดไอออนโลหะในสารละลายตัวอย่างด้วยตาเปล่า

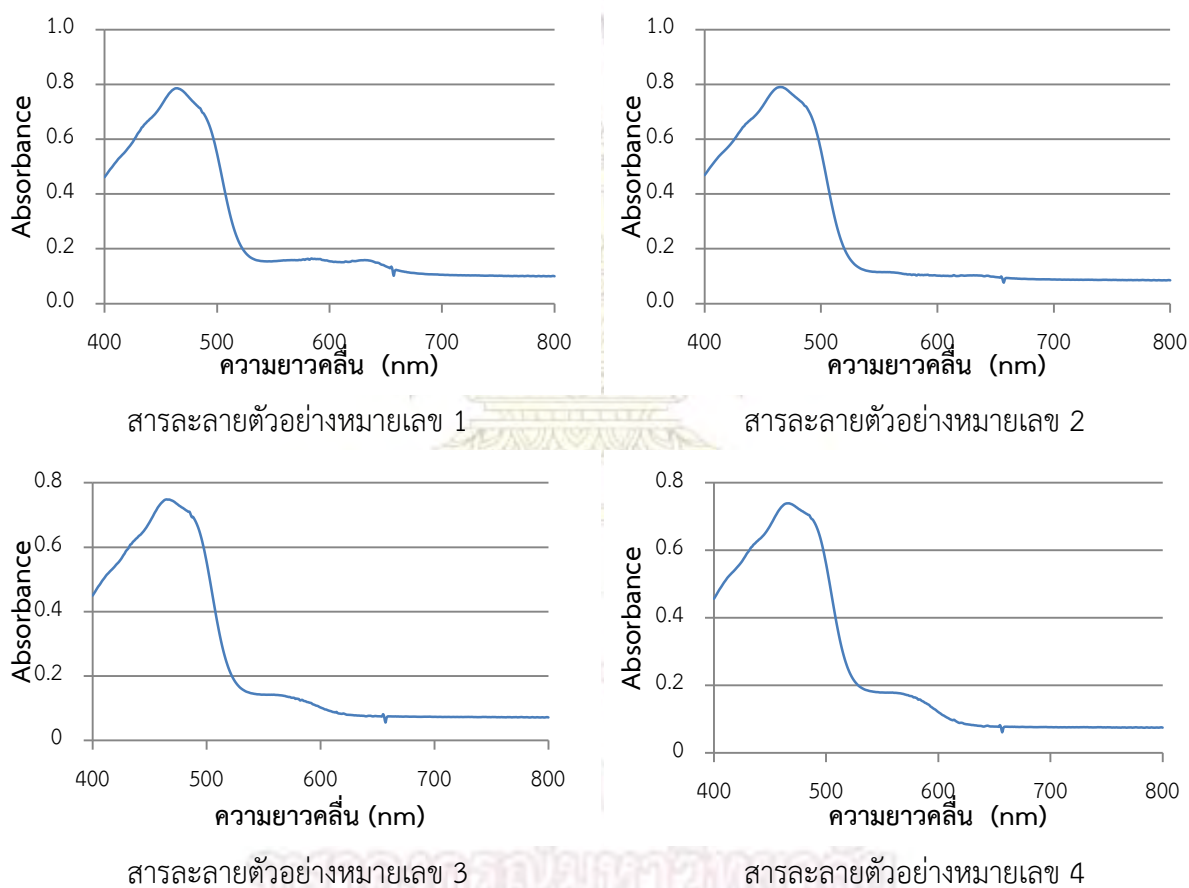
หมายเลขสารตัวอย่าง	ชนิดไอออนโลหะในสารละลายตัวอย่าง	ผลการระบุชนิดไอออนโลหะ
control	-	ไม่มีไอออนโลหะ
1	Co(II)	Co(II)
2	Co(II)	ระบุไม่ได้
3	Pb(II)	Pb(II)
4	Pb(II)	Pb(II)
5	Ni(II)	ระบุไม่ได้
6	Ni(II)	ระบุไม่ได้
7	Zn(II)	ระบุไม่ได้
8	Zn(II)	Zn(II)
9	Zn(II)	Zn(II)
10	Co(II)	Co(II)

ตารางที่ 3.2 (ต่อ)

หมายเลขสารตัวอย่าง	ชนิดไอออนโลหะในสารละลายตัวอย่าง	ผลการระบุชนิดไอออนโลหะ
11	Ni(II)	 Ni(II)
12	Pb(II)	 Pb(II)
13	Pb(II)	 Pb(II)
14	Ni(II)	 Ni(II)
15	Co(II)	 Co(II)
16	Zn(II)	 Zn(II)

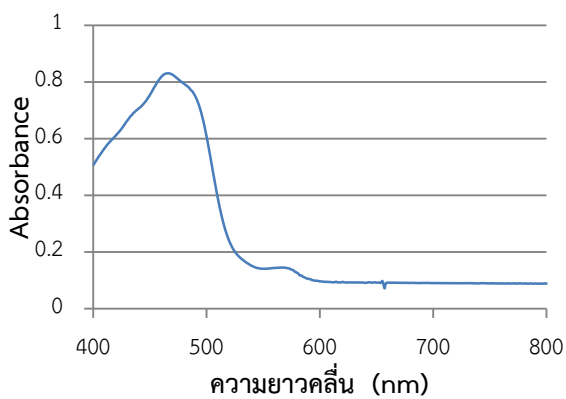
จากการสังเกตการเปลี่ยนแปลงสีของแผ่นเมมเบรน PAN หลังจากแช่ในสารละลายตัวอย่างเพื่อระบุชนิดของไอออนโลหะ พบว่าสามารถระบุชนิดของไอออนโลหะในสารตัวอย่างได้ถูกต้อง 12 ตัวอย่าง จากสารละลายตัวอย่างทั้งหมด 16 ตัวอย่าง คิดเป็น 75% และสารละลายตัวอย่างที่ไม่สามารถระบุชนิดของไอออนโลหะได้ 4 ตัวอย่าง เนื่องจากสารละลายตัวอย่างมีความเข้มข้นของไอออนโลหะน้อยกว่า 0.05 mM ซึ่งเป็นขีดจำกัดการตรวจวัดด้วยตาเปล่า ทำให้การเปลี่ยนสีของแผ่นเมมเบรนไม่แตกต่างจากแผ่นเมมเบรนในชุดควบคุม

สำหรับการวิเคราะห์เชิงคุณภาพเพื่อระบุชนิดไอออนโลหะในสารละลายตัวอย่างด้วยเทคนิคยูวี-วิสิเบิล สเปกโทรโฟโตเมตรี โดยวัดการดูดกลืนแสงแผ่นเมมเบรนหลังจากแช่ในสารละลายตัวอย่าง 5 นาที ในช่วงความยาวคลื่น 400 – 800 nm เพื่อหาสัญญาณการดูดกลืนแสงของสารประกอบเชิงซ้อน แล้วเปรียบเทียบกับความยาวคลื่นที่พบจากผลการทดลองในหัวข้อที่ 3.2.1 คือ Co(II), PAN กับ Ni(II), PAN กับ Zn(II) และ PAN กับ Pb(II) พบสัญญาณการดูดกลืนแสงที่ความยาวคลื่น 575 nm, 570 nm, 555 nm และ 551 nm ตามลำดับ เพื่อระบุชนิดของไอออนโลหะในสารละลายตัวอย่าง ได้สเปกตรัมการดูดกลืนแสงแสดงดังรูปที่ 3.13 และได้ผลการวิเคราะห์เชิงคุณภาพสารละลายตัวอย่างทั้ง 16 ตัวอย่าง ด้วยเทคนิคยูวี-วิสิเบิล สเปกโทรโฟโตเมตรี ดังแสดงในตารางที่ 3.3

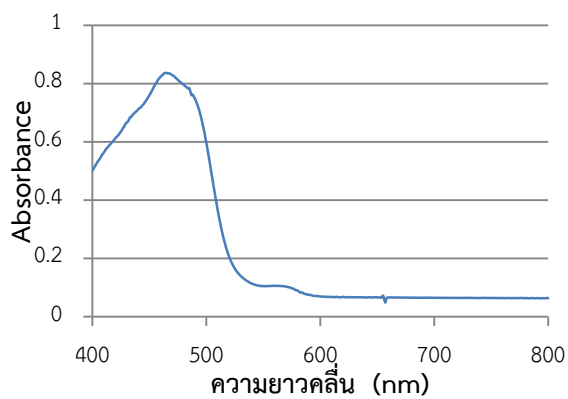


รูปที่ 3.13 สเปกตรัมการดูดกลืนแสงของแผ่นเมมเบรนที่มี PAN ปริมาณ 1 mg ในสารละลายตัวอย่าง

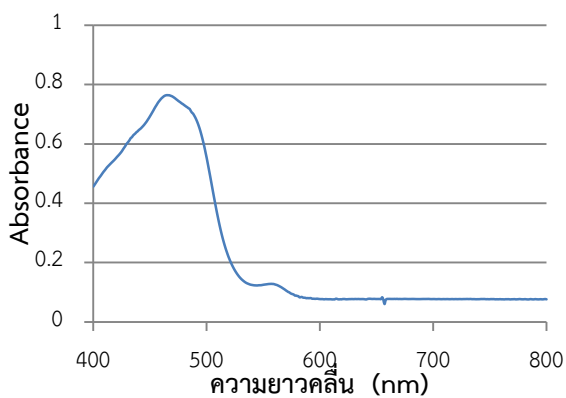




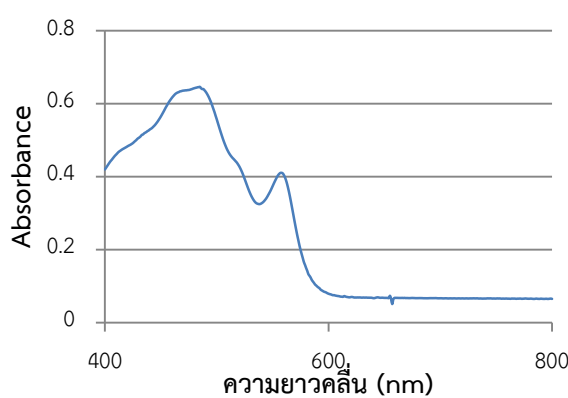
สารละลายตัวอย่างหมายเลข 5



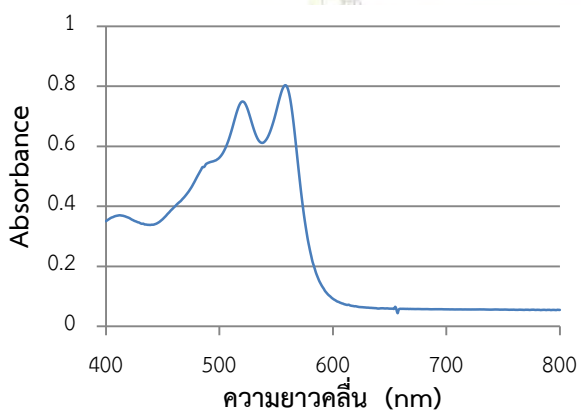
สารละลายตัวอย่างหมายเลข 6



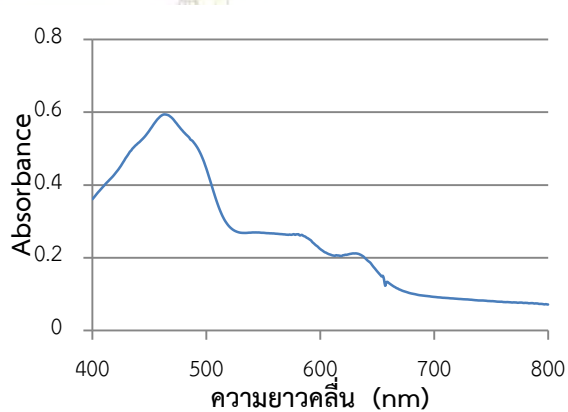
สารละลายตัวอย่างหมายเลข 7



สารละลายตัวอย่างหมายเลข 8

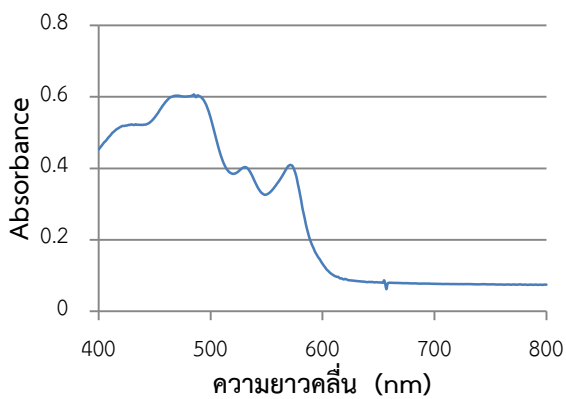


สารละลายตัวอย่างหมายเลข 9

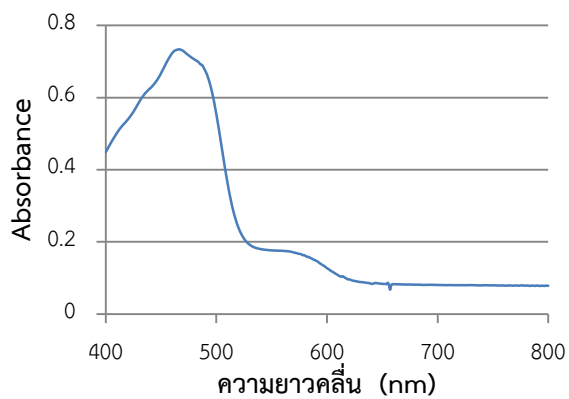


สารละลายตัวอย่างหมายเลข 10

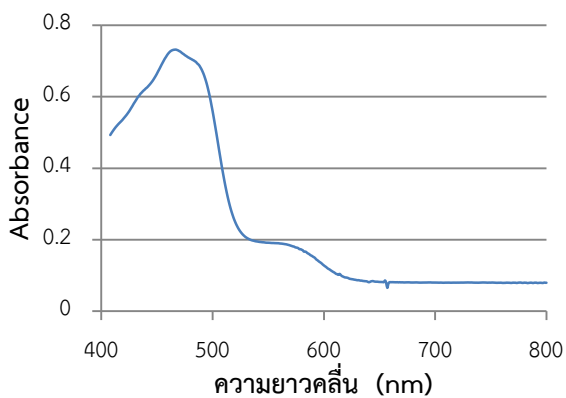
รูปที่ 3.13 (ต่อ)



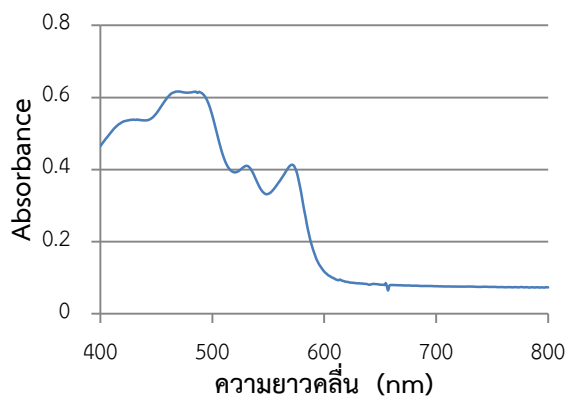
สารละลายตัวอย่างหมายเลข 11



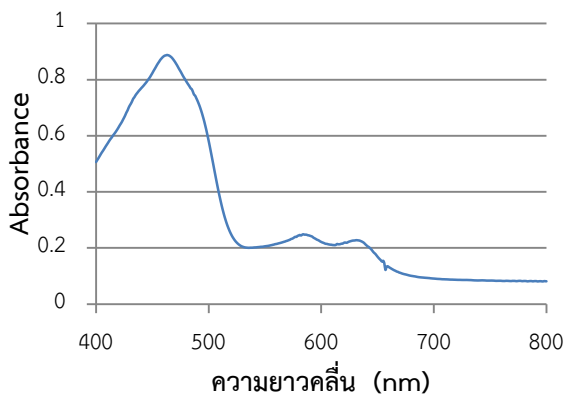
สารละลายตัวอย่างหมายเลข 12



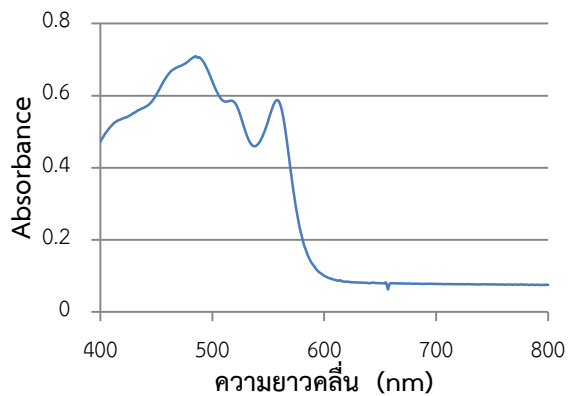
สารละลายตัวอย่างหมายเลข 13



สารละลายตัวอย่างหมายเลข 14



สารละลายตัวอย่างหมายเลข 15



สารละลายตัวอย่างหมายเลข 16

รูปที่ 3.13 (ต่อ)

ตารางที่ 3.3 ผลการวิเคราะห์เชิงคุณภาพเพื่อระบุชนิดไอออนโลหะในสารละลายตัวอย่างด้วยเทคนิคยูวี-วิสิเบิล สเปกโทรโฟโตเมตรี

หมายเลขสารตัวอย่าง	ชนิดไอออนโลหะ/ความยาวคลื่นของสารประกอบเชิงซ้อน (nm)	ความยาวคลื่นที่พบสัญญาณการดูดกลืนแสงของสารประกอบเชิงซ้อน (nm)	ผลการระบุชนิดไอออนโลหะ
1	Co(II)/575	577	Co(II)
2	Co(II)/575	549	ระบุไม่ได้
3	Pb(II)/551	548	Pb(II)
4	Pb(II)/551	551	Pb(II)
5	Ni(II)/570	556	ระบุไม่ได้
6	Ni(II)/570	554	ระบุไม่ได้
7	Zn(II)/555	548	ระบุไม่ได้
8	Zn(II)/555	555	Zn(II)
9	Zn(II)/555	556	Zn(II)
10	Co(II)/575	575	Co(II)
11	Ni(II)/570	569	Ni(II)
12	Pb(II)/551	550	Pb(II)
13	Pb(II)/551	547	Pb(II)
14	Ni(II)/570	568	Ni(II)
15	Co(II)/575	576	Co(II)
16	Zn(II)/555	555	Zn(II)

จากผลการทดลองพบว่าสามารถระบุชนิดของไอออนโลหะในสารละลายตัวอย่างได้ถูกต้อง 12 ตัวอย่าง จากสารละลายตัวอย่างทั้งหมด 16 ตัวอย่าง คิดเป็น 75% และสารละลายตัวอย่างที่ไม่สามารถระบุชนิดของไอออนโลหะได้ 4 ตัวอย่าง เนื่องจากความยาวคลื่นที่พบสัญญาณการดูดกลืนแสงของสารประกอบเชิงซ้อนของสารละลายตัวอย่างไม่สอดคล้องกับผลการทดลองในหัวข้อที่ 3.2.1

สำหรับการวิเคราะห์เชิงปริมาณของสารละลายตัวอย่างโดยใช้การตรวจวัดด้วยตาเปล่า จะประมาณความเข้มข้นของไอออนโลหะในสารละลายตัวอย่างได้โดยการเทียบความเข้มข้นของแผ่นเมมเบรนกับความเข้มข้นของแผ่นเมมเบรนหลังแช่ในสารละลายไอออนโลหะมาตรฐานความเข้มข้นต่างๆ จากผลการทดลองในหัวข้อที่ 3.2.3 จะได้ค่าความเข้มข้นของไอออนโลหะในสารละลายตัวอย่าง ส่วนการวิเคราะห์เชิงปริมาณของสารละลายตัวอย่างโดยใช้การตรวจวัดด้วยเทคนิคยูวี-วิสิเบิล สเปกโทรโฟโตเมตรีจะหาความเข้มข้นของไอออนโลหะในสารละลายตัวอย่าง โดยวัดค่าแอมพลิจูดของแผ่นเมมเบรนหลังจากแช่สารละลายตัวอย่างที่ความยาวคลื่นที่สอดคล้องกับไอออนโลหะจากผลการวิเคราะห์เชิงคุณภาพ แล้วหาปริมาณไอออนโลหะชนิดนั้นโดยอาศัยสมการเชิงเส้นของไอออนโลหะแต่ละชนิดดังนี้

$$\text{Co(II) ใช้สมการ } y = 1.3327x + 0.0657$$

$$\text{Ni(II) ใช้สมการ } y = 4.6094x + 0.0617$$

$$\text{Zn(II) ใช้สมการ } y = 3.3934x + 0.0943$$

$$\text{Pb(II) ใช้สมการ } y = 0.5243x + 0.1304$$

ได้ปริมาณไอออนโลหะชนิดต่างๆ ในสารละลายตัวอย่าง ดังแสดงในตารางที่ 3.4

ภาควิชาเคมี  
คณะวิทยาศาสตร์  
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

ตารางที่ 3.4 ผลการวิเคราะห์เชิงปริมาณเพื่อระบุปริมาณไอออนโลหะในสารละลายตัวอย่างด้วย  
ตาเปล่าและเทคนิคยูวี-วิสิเบิล สเปกโทรโฟโตเมตรี

หมายเลข สาร ตัวอย่าง	ความเข้มข้นที่เตรียม (mM)	ผลการตรวจวัดด้วยตาเปล่า (mM)	ผลการตรวจวัดด้วยเทคนิค ยูวี-วิสิเบิล สเปกโทรโฟโต เมตรี (mM)
1	0.05	0.01 – 0.05	0.07
2	0.01	–	–
3	0.1	0.05 – 0.1	0.03
4	0.5	0.1 – 0.5	0.09
5	0.05	–	–
6	0.03	–	–
7	0.01	–	–
8	0.05	0.01 – 0.05	0.08
9	0.5	0.5 – 1	0.2
10	0.8	0.5 – 1	0.2
11	0.5	0.1 – 0.5	0.08
12	0.3	0.1 – 0.5	0.09
13	0.5	0.1 – 0.5	0.1
14	0.1	0.05 – 0.1	0.08
15	0.2	0.1 – 0.5	0.1
16	0.1	0.1 – 0.5	0.1

จากผลการตรวจวัดปริมาณไอออนโลหะในสารละลายตัวอย่าง พบว่าการประมาณความเข้มข้นของไอออนโลหะในสารละลายตัวอย่างด้วยตาเปล่าได้เป็นช่วงความเข้มข้นที่ใกล้เคียงกับความเข้มข้นที่เตรียมทุกตัวอย่าง ยกเว้นสารละลายตัวอย่างหมายเลข 2, 5, 6 และ 7 ที่ไม่สามารถระบุทั้งชนิดและปริมาณของไอออนโลหะได้ ในขณะที่การตรวจวัดปริมาณไอออนโลหะในสารละลายตัวอย่างด้วยเทคนิคยูวี-วิสิเบิล สเปกโทรโฟโตเมตรีด้วยสมการเชิงเส้นกลับได้ค่าความเข้มข้นที่คลาดเคลื่อนจากความเข้มข้นที่เตรียมไปมากสำหรับสารละลายตัวอย่างหลายตัวอย่าง ทั้งนี้เนื่องจากความเข้มข้นของไอออนโลหะในสารละลายตัวอย่างอยู่นอกช่วงความเข้มข้นที่เป็นเส้นตรงจากกราฟความสัมพันธ์ระหว่างความเข้มข้นของสารละลายไอออนโลหะกับค่าแอมพลิจูดแบบซินเน่เอง

## บทที่ 4

### สรุปผลการทดลอง

#### 4.1 สรุปผลการทดลอง

งานวิจัยนี้ได้พัฒนาวิธีการตรวจวัด Co(II), Ni(II), Zn(II) และ Pb(II) ในสารละลายตัวอย่างด้วยตาเปล่าโดยใช้เทคนิคบัลค์ออปโทด ใช้ 1-(2-pyridylazo)-2-naphthol เป็นไอโอโนฟอร์ มีองค์ประกอบของแผ่นเมมเบรนดังนี้ potassium tetrakis(4-chlorophenyl) borate (KTPClPB) ปริมาณ 0.2 mg เป็นแคตไอออนเอกซ์เชนจ์เจอร์, bis(2-ethylhexyl)sebacate (DOS) ปริมาณ 60 mg เป็นพลาสติกไซเซออร์, polyvinyl chloride (PVC) ปริมาณ 30 mg เป็นพอลิเมอร์ และ PAN ปริมาณ 0.1 mg ละลายใน THF 1 mL ใช้สารละลายดังกล่าว 50  $\mu$ L สำหรับเตรียมแผ่นเมมเบรนบนกระจกสไลด์ขนาด 22x22 mm ได้แผ่นเมมเบรนเป็นสีเหลือง มีลักษณะเป็นแผ่นบางใสและเรียบ เมื่อวัดค่าการดูดกลืนแสงด้วยเทคนิคยูวี-วิสิเบิล สเปกโทรโฟโตเมตรี ในช่วงความยาวคลื่น 400 – 800 nm พบว่าแผ่นเมมเบรนดูดกลืนแสงสูงสุดที่ความยาวคลื่น 480 nm

จากผลการทดลองเวลาในการตอบสนองการเปลี่ยนสีของแผ่นเมมเบรน PAN ปริมาณ 1 mg ในสารละลาย Co(II) ความเข้มข้น 1 mM ที่ pH 5 พบว่าใช้เวลาในการสกัดไอออน Co(II) เข้าแผ่นเมมเบรนได้ภายในเวลา 2 นาที

จากผลการทดสอบการตรวจวัดไอออนของโลหะชนิดต่างๆ ด้วยตาเปล่า พบว่าแผ่นเมมเบรนที่มี PAN ปริมาณ 1 mg เมื่อแช่ในสารละลาย Co(II), Ni(II), Zn(II) และ Pb(II) ความเข้มข้น 1 mM ที่ pH 5 เป็นเวลา 5 นาที แผ่นเมมเบรน PAN เปลี่ยนสีจากสีเหลืองเป็นสีเขียว สีแดงปนม่วง สีแดง และสีน้ำตาลอ่อน ตามลำดับ และพบสัญญาณการดูดกลืนแสงที่ความยาวคลื่น 575 nm, 570 nm, 555 nm และ 551 nm สำหรับสารประกอบเชิงซ้อนของ PAN กับ Co(II), Ni(II), Zn(II) และ Pb(II) ตามลำดับ

จากการทดสอบหาขีดจำกัดของการตรวจวัดด้วยตาเปล่าโดยใช้แผ่นเมมเบรนที่มี PAN ปริมาณ 1 mg โดยแช่ในสารละลาย Co(II), Ni(II), Zn(II) และ Pb(II) ความเข้มข้น 1, 0.5, 0.1, 0.05, 0.01, 0.005, 0.001 mM ที่ pH 5 พบว่าแผ่นเมมเบรนมีขีดจำกัดการตรวจวัดด้วยตาเปล่าสำหรับไอออนโลหะทุกชนิดที่ความเข้มข้น 0.05 mM และช่วงความเป็นเส้นตรงของการตรวจวัดไอออนโลหะด้วยเทคนิคยูวี-วิสิเบิล สเปกโทรโฟโตเมตรีของ Co(II) อยู่ที่ 0.01 – 0.1 mM ช่วงความเป็นเส้นตรงของ Ni(II) อยู่ที่ 0.001 – 0.05 mM และช่วงความเป็นเส้นตรงของ Zn(II) และ Pb(II) อยู่ที่ 0.001 – 0.1 mM

จากผลการทดสอบการตรวจวัดไอออนโลหะในสารละลายตัวอย่าง สามารถระบุชนิดของไอออนโลหะในสารตัวอย่างได้ถูกต้อง 75% ทั้งการตรวจวัดด้วยตาเปล่าและเทคนิคยูวี-วิสิเบิล สเปกโทรโฟโตเมตรี ยกเว้นสารละลายตัวอย่างที่มีความเข้มข้นของไอออนโลหะน้อยกว่า 0.05 mM ซึ่งเป็นขีดจำกัดการตรวจวัดของการตรวจวัดด้วยตาเปล่า และความเข้มข้นของไอออนโลหะที่ต่ำมาก ทำให้ไม่พบสัญญาณการดูดกลืนแสงของสารประกอบเชิงซ้อนหรือความยาวคลื่นที่พบไม่ตรงกับความยาวคลื่นของสารประกอบเชิงซ้อนมาตรฐาน

ส่วนการหาความเข้มข้นของไอออนโลหะในสารละลายตัวอย่างด้วยตาเปล่าและเทคนิคยูวี-วิสิเบิล สเปกโทรโฟโตเมตรีได้ผลเป็นที่น่าพอใจ ซึ่งสารละลายตัวอย่างที่ไม่สามารถประมาณช่วงความเข้มข้นได้ด้วยตาเปล่า เนื่องจากการเปลี่ยนแปลงสีของแผ่นเมมเบรนไม่ชัดเจน ส่วนการหาความเข้มข้นของไอออนโลหะในสารละลายตัวอย่างด้วยเทคนิคยูวี-วิสิเบิล สเปกโทรโฟโตเมตรีไม่สามารถประมาณความเข้มข้นของไอออนโลหะในสารละลายตัวอย่างได้ เนื่องจากความเข้มข้นของไอออนโลหะในสารละลายอยู่นอกช่วงความเป็นเส้นตรงจึงทำให้ประมาณความเข้มข้นได้คลาดเคลื่อน

#### 4.2 ข้อเสนอแนะ

ข้อเสนอแนะในการพัฒนาวิธีการตรวจวัดไอออนโลหะในสารละลายนั้น สามารถศึกษาเพิ่มเติมในส่วนของอัตราส่วนขององค์ประกอบของแผ่นเมมเบรนและปัจจัยที่ส่งผลต่อประสิทธิภาพของแผ่นเมมเบรนในการตรวจวัดไอออนโลหะเพื่อให้มีขีดจำกัดในการตรวจวัดที่ต่ำลง และให้ช่วงความเข้มข้นที่ได้ความสัมพันธ์เชิงเส้นเป็นเส้นตรงที่กว้างขึ้นสำหรับเทคนิคยูวี-วิสิเบิล สเปกโทรโฟโตเมตรี นอกจากนี้ยังสามารถศึกษาการแข่งขันการเลือกจับระหว่างไอออนโลหะหลายชนิดกับ PAN ทำให้เกิดการบดบังของสีของสารประกอบเชิงซ้อน ซึ่งจะทำได้สามารถตรวจวัดไอออนโลหะในสารละลายได้เพียงไอออนโลหะชนิดที่จับกับ PAN ดีที่สุด ดังนั้น จึงควรพัฒนาหาวิธีในการตรวจวัดไอออนโลหะทุกชนิดในสารละลาย และพัฒนาวิธีการตรวจวัดเพื่อนำไปประยุกต์ใช้ในการตรวจวัดตัวอย่างจริงได้

## เอกสารอ้างอิง

1. United States Environment Protection Agency (EPA).  
<http://water.epa.gov/scitech/swguidance/standards/criteria/> (accessed Jan 30,2014).
2. Kumar, A.; Kumar, V.; Diwan, U.; Upadhyay, K.K. Highly sensitive and selective naked-eye detection of Cu<sup>2+</sup> in aqueous medium by a ninhydrin-quinoline derivative. *Sens. Actuators, B.* **2013**, *26*, 420-427.
3. วิทยา เงินแท้ “การตรวจวัดไอออนด้วย Bulk Optode” วารสารศูนย์เครื่องมือวิจัย วิทยาศาสตร์และเทคโนโลยี จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย, ปีที่ 15 ฉบับที่ 1 มิถุนายน 2550 หน้า 36-41.
4. Bualom, C.; Ngeontae, W.; Nitiyanontakit, S.; Ngamukot, P.; Imyim, A.; Tuntulani, T.; Aeungmaitrepirom, W. Bulk optode sensors for batch and flow-through determinations of lead ion in water samples. *Talanta.* **2010**, *82*, 660–667.
5. Alizadeh, N.; Moemeni, A.; Shamsipur, M. Poly(vinyl chloride)-membrane ion-selective bulk optode based on 1,10-dibenzyl-1,10-diaza-18-crown-6 and 1-(2-pyridylazo)-2-naphthol for Cu<sup>2+</sup> and Pb<sup>2+</sup> ions. *Anal. Chim. Acta.* **2002**, *464*, 187-196.
6. Shamsipur, M.; Sadeghia, M.; Alizadehb, K.; Sharghic, H.; Khalifehc, R. An efficient and selective fluorescent optode membrane based on 7-[(5-chloro-8-hydroxy-7-quinolinyl)methyl]-5,6,7,8,9,10-hexahydro-2H-1,13,4,7,10-benzodioxatriazacyclopentadecine-3,11(4H,12H)-dione as a novel fluoroionophore for determination of cobalt(II) ions. *Anal. Chim. Acta.* **2008**, *630*, 57–66.
7. Shamsipur, M.; Poursaberi, T.; Karami, A.R.; Hosseini, M.; Momeni, A.; Alizadeh, N.; Yousefi, M.; Ganjali, M.R. Development of a new fluorimetric bulk optode membrane based on 2,5-thiophenylbis(5-tert-butyl-1,3-benzoxazole) for nickel(II) ions. *Anal. Chim. Acta.* **2004**, *501*, 55-60.



8. Albero, M.I.; Ortun˜o, J.A.; Garcı́a, M.S.; Sa´nchez-Pedren˜o, C.; Expo´  
Determination of zinc(II) in pharmaceuticals based on a flow-through bulk  
optode. *Pharmaco. Biochem. Analysis*. **2002**, *29*, 779-786.
9. Shamsipur, M.; Poursaberi, T.; Avanes, A.; Sharghi, H. Copper(II)-selective  
fluorimetric bulk optode membrane based on a 1-hydroxy-9,10-  
anthraquinone derivative having two propenyl arms as a neutral  
fluorogenic ionophore. *Spectrochim. Acta, Part A*. **2006**, *63*, 43-48.
10. Firooz, A.R.; Ensafi, A.A.; Hajyani, Z. A highly sensitive and selective bulk  
optode based on dithiacyclooctadecane derivative incorporating  
chromoionophore V for determination of ultra trace amount of Hg(II). *Sens.*  
*Actuators, B*. **2013**, *177*, 710-716.
11. Amini, M.K.; Khezri, B.; Firooz, A.R. Development of a highly sensitive and  
selective optical chemical sensor for batch and flow-through determination  
of mercury ion. *Sens. Actuators, B*. **2008**, *131*, 470-478.
12. Lerchl, M.; Reltter, E.; Simon, W.; Pretsch, E. Bulk optodes based on neutral  
dithiocarbamate ionophores with high selectivity and sensitivity for silver  
and mercury cations. *Anal. Chem.* **1994**, *66*, 1713-1717.
13. Firooz, A.R.; Ensafi, A.A.; Kazemifard, N.; Khalifeh, R. Development of a  
highly sensitive and selective optical sensor for determination of ultra-  
trace amount of silver ions. *Sens. Actuators, B*. **2013**, *176*, 598-604.
14. Murkovic, I.; Oehme, I.; Mohr, G.J.; Ferber, T.; Wolfbeis, O.S. Optode  
membrane for continuous measurement of silver ions. *Mikrochimica*  
*Acta*. **1995**, *121*, 249-258.
15. Safavi, A.; Sadeghi, M. A PVC-membrane bulk optode for gallium(III) ion  
determination. *Talanta*. **2007**, *71*, 339-343.
16. Zare-Shahabadi, V.; Akhond, M.; Tashkhourian, J.; Abbasitabar, F.  
Characterization of a new uranyl selective bulk optode; utilizing synergistic  
effect in optical sensor. *Sens. Actuators, B*. **2009**, *141*, 34-39.
17. Cheng, K.L.; Bray, R.H. 1-(2-Pyridylazo)-2-naphthol as a possible analytical  
reagent. *Anal. Chem.* **1955**, *27*, 782-789.

18. Juasakul, V. Naked-eye detection of some metal ions using amberlite XAD-7 coated with 1-(2-Pyridylazo)-2-naphthol. M.Sc. Thesis, Chulalongkorn University, 2012.
19. Marczenko, Z. *Separation and Spectrophotometric Determination of Elements*. 2<sup>nd</sup> ed. England: Ellis Horwood limited, 1986.



## ประวัติผู้วิจัย

นางสาวศุภษา วิโรจน์แสงทอง เกิดเมื่อวันที่ 9 พฤศจิกายน พ.ศ. 2534 ที่จังหวัดตรัง สำเร็จการศึกษาชั้นมัธยมศึกษาตอนปลาย สายสามัญ แผนก วิทยาศาสตร์-คณิตศาสตร์ จากโรงเรียนระยองวิทยาคม จังหวัดระยอง เมื่อปีการศึกษา 2552 เข้าศึกษาต่อในหลักสูตรวิทยาศาสตรบัณฑิต สาขาวิชาเคมี ภาควิชาเคมี คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย และได้รับทุนพัฒนาและส่งเสริมผู้มีความสามารถพิเศษทางวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยี (พสวท.) เมื่อปีการศึกษา 2553 ที่อยู่ที่สามารถติดต่อกันได้หลังจากจบการศึกษาปริญญาตรี 124 ซอยสองพี่น้อง ถนนสุขุมวิท ตำบลเชิงเนิน อำเภอเมืองระยอง จังหวัดระยอง 21000



ภาควิชาเคมี  
คณะวิทยาศาสตร์  
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย