

## บทที่ 4

### ผลการทดลอง สรุป และวิจารณ์ (Results and Discussion)

ในการศึกษาการแยกแอนไอออนที่มีซิลเฟอ์เป็นองค์ประกอบ 5 ชนิด คือ ซิลไฟด์ ซิลไฟด์ ซิลเฟต ไฮโอซิลเฟต และไฮโอไซธาเนต ในสารละลายเดียวกัน โดยใช้คอลัมน์ 2 ชนิดคือ PRP-X100 และ IC-PAK A ใช้สารละลายตัวชะ 4 ชนิด คือ สารละลายโพแทสเซียมไฮดรอกไซด์ สารละลายโซเดียมพาราไฮดรอกซีเบนโซเอต สารละลายโซเดียมเบนซีนซิลโฟเนต และสารละลายผสมระบบกลูโคเนต-บอเรต ในการศึกษานี้ได้ทดลองเปลี่ยนแปลงความเข้มข้น pH และปริมาณตัวทำละลายอินทรีย์ของสารละลายตัวชะแต่ละระบบ เพื่อศึกษาหาสภาวะต่าง ๆ ที่เหมาะสมที่สุดในการวิเคราะห์หาปริมาณของแอนไอออนเหล่านี้ได้อย่างถูกต้องและนำไปใช้งานได้อย่างเหมาะสมต่อไป

4.1 การศึกษาหาสภาวะที่เหมาะสมเพื่อใช้แยกแอนไอออนที่มีซิลเฟอ์เป็นองค์ประกอบ โดยการเปลี่ยนแปลงความเข้มข้นของสารละลายตัวชะ และใช้คอลัมน์ PRP-X100 ผลการทดลองแสดงในตารางที่ 4.1-4.3 และสรุปผลการทดลองได้ดังนี้

ตาราง 4.1 แสดงค่ารีเทนชันไทม์ของแอนไอออนต่าง ๆ และการแยกของพีคที่ติดกัน เมื่อเปลี่ยนแปลงความเข้มข้นของสารละลายโพแทสเซียมไฮโดรเจนฟทาเลต ที่ pH 5.0 อัตราการไหล 2.0 mL/min และใช้คอลัมน์ PRP-X100

ความเข้มข้น ของตัวชี้ (mM)	รีเทนชันไทม์ (min)				การแยก ( $R_s$ )	
	$SO_3^{2-}$	$SO_4^{2-}$	$S_2O_3^{2-}$	$SCN^-$	$SO_3^{2-}/SO_4^{2-}$	$SO_4^{2-}/S_2O_3^{2-}$ และ $S_2O_3^{2-}/SCN^-$
1.0	12.65	12.65	20.82	27.31	ไม่แยก	แยกได้ดี
2.0	5.78	5.78	8.83	16.91	"	"
3.0	4.09	4.09	6.08	11.50	"	"
4.0	2.90	2.90	4.03	9.34	"	"

ตาราง 4.2 แสดงค่ารีเทนชันไทม์ของแอนไอออนต่าง ๆ และการแยกของพีคที่ติดกัน เมื่อเปลี่ยนแปลงความเข้มข้นของสารละลายโซเดียมพาราไฮดรอกซีเบนโซเอต ที่ pH 8.50 อัตราการไหล 2.0 mL/min และใช้คอลัมน์ PRP-X100

ความเข้มข้น ของตัวชะ (mM)	รีเทนชันไทม์ (min)					การแยก ( $R_s$ )		
	$S^{2-}$	$SO_3^{2-}$	$SO_4^{2-}$	$S_2O_3^{2-}$	$SCN^-$	$SO_3^{2-}/SO_4^{2-}$	$SO_3^{2-}/S^{2-}$	$S_2O_3^{2-}/SO_4^{2-}$
2.0	16.50	16.23	15.43	26.54	55.83	ไม่แยก	ไม่แยก	แยกได้ดี
4.0	15.58	7.90	7.17	11.86	36.88	แยกไม่ได้(0.41)	แยกได้ดี	"
5.0	14.16	5.82	5.56	9.00	23.62	ไม่แยก	"	"
6.0	12.05	5.17	4.50	7.54	22.08	แยกไม่ได้(0.43)	"	แยกไม่ได้(1.40)
7.0	11.76	4.50	3.80	6.26	19.00	แยกไม่ได้(0.57)	"	แยกไม่ได้(1.44)

ตาราง 4.3 แสดงค่ารีเทนชันไทม์ของแอนไอออนต่าง ๆ และการแยกของพีคที่ติดกัน เมื่อเปลี่ยนแปลงความเข้มข้นของสารละลายโซเดียมเบนซีนซัลโฟเนต ที่ pH 8.0 อัตราการไหล 2.0 mL/min และใช้คอลัมน์ PRP-X100

ความเข้มข้น ของตัวละลาย (mM)	รีเทนชันไทม์ (min)					การแยก ( $R_s$ )			
	$S^{2-}$	$SO_3^{2-}$	$SO_4^{2-}$	$S_2O_3^{2-}$	$SCN^-$	$S^{2-}/SO_4^{2-}$	$SO_3^{2-}/SO_4^{2-}$	$SO_4^{2-}/S_2O_3^{2-}$	$S^{2-}/S_2O_3^{2-}$
2.0	5.91	9.56	9.47	13.60	19.03	แยกได้ดี	ไม่แยก	แยกได้ดี	แยกได้ดี
3.0	5.69	7.27	7.27	10.52	17.22	"	"	"	"
4.0	2.68	3.86	3.86	5.28	12.47	"	"	"	"
5.0	2.96	3.00	3.00	4.00	12.44	ไม่แยก	"	"	"
6.0	2.50	2.80	2.80	3.67	9.82	แยกได้ดี	"	"	"
7.0	2.31	2.31	2.31	2.31	5.92	ไม่แยก	"	ไม่แยก	ไม่แยก

1. เมื่อใช้สารละลายโพแทสเซียมไฮโดรเจนฟทาเลต ความเข้มข้น 1.0 2.0 3.0 และ 4.0 mM pH 5.0 เป็นตัวชะ อัตราการไหล 2.0 mL/min ผลการทดลองแสดงในตารางที่ 4.1 พบว่าสารละลายตัวชะทุกความเข้มข้นที่ใช้ แยกซิลเฟตกับซิลไฟต์ไม่ได้ คือให้ค่ารีเทนชันไทม์เท่ากัน แต่ทั้งซิลเฟตหรือซิลไฟต์แยกได้ดีจากไฮโอซิลเฟตและไฮโอโซยานะเทศทุกสภาวะการทดลอง เมื่อใช้สารละลายที่มีความเข้มข้นมากขึ้น ค่ารีเทนชันไทม์ของแอนไอออนทุกตัวลดลงตามลำดับ ทั้งนี้เนื่องจากปริมาณแอนไอออนถูกชะออกมาได้ในสารละลายมากขึ้น ที่ความเข้มข้นต่ำกว่า 2.0 mM ค่ารีเทนชันไทม์ของไฮโอโซยานะเทศจะมากทำให้เวลาที่ใช้ในการวิเคราะห์ (analysis time) มากด้วย และ พีกของสารกระจายตัวกว้างขึ้น (peak broadening) จึงไม่เหมาะที่จะใช้สภาวะดังกล่าวในการวิเคราะห์ ในกรณีการใช้ความเข้มข้นสูงขึ้นทำให้แบคกราวนด์สูงไปด้วย และมีผลทำให้สภาพไวในการวิเคราะห์ต่ำลง ดังนั้นจึงเลือกสารละลายโพแทสเซียมไฮโดรเจนฟทาเลต ความเข้มข้น 2.0 mM เป็นตัวชะในการศึกษาหาสภาวะที่เหมาะสมอื่นๆ

2. เมื่อใช้สารละลายโซเดียมพาราไฮดรอกซีเบนโซเอตความเข้มข้น 2.0 4.0 5.0 6.0 และ 7.0 mM pH 8.5 เป็นตัวชะ อัตราการไหล 2.0 mL/min ผลการทดลองแสดงในตารางที่ 4.2 พบว่า เมื่อเพิ่มความเข้มข้นทำให้แอนไอออนของสารละลายตัวชะมีปริมาณมากขึ้น มีผลให้รีเทนชันไทม์ของแอนไอออนทุกชนิดที่ศึกษาลดลง แต่ลดลงในอัตราส่วนที่ไม่เท่ากัน ทำให้ selectivity เปลี่ยนแปลง และมีผลต่อการแยกด้วย กล่าวคือในบางสภาวะที่ทดลอง ซิลไฟต์กับซิลไฟด์ ซิลไฟต์กับซิลเฟต และ ซิลไฟต์กับไฮโอซิลเฟตแยกไม่ได้ เนื่องจากรีเทนชันไทม์ใกล้เคียงกันมาก หรือ เท่ากัน และพบว่าสารละลายความเข้มข้น 4.0 mM สามารถแยกแอนไอออนได้ดีที่สุด จึงเลือกความเข้มข้นนี้เป็นความเข้มข้นที่ใช้ในการศึกษาพารามิเตอร์อื่น ๆ

3. เมื่อใช้สารละลายโซเดียมเบนซีนซิลโฟเนต ความเข้มข้น 2.0 3.0 4.0 5.0 6.0 และ 7.0 mM pH 8.0 เป็นตัวชะ อัตราการไหล 2.0 mL/min ผลการทดลองแสดงในตารางที่ 4.3 พบว่าสารละลายตัวชะทุกความเข้มข้นที่ใช้ แยกซิลเฟตกับซิลไฟต์ไม่ได้ เพราะมีค่ารีเทนชันไทม์เท่ากัน หรือใกล้เคียงกันมาก เมื่อใช้สารละลายที่มีความเข้มข้นมากขึ้น ค่ารีเทนชันไทม์ของแอนไอออนทุกตัวลดลง แต่อัตราการลดไม่เท่ากัน ทำให้ selectivity และการแยกเปลี่ยนแปลง กล่าวคือ ในบางความเข้มข้นที่ใช้ ซิลไฟต์กับซิลเฟต ซิลเฟตกับไฮโอซิลเฟต ซิลไฟต์กับไฮโอซิลเฟต แยกได้ไม่สมบูรณ์ คือ ค่าการแยกต่ำกว่า 1.5 หรือไม่แยกเลย ดังนั้น จึงเลือกสารละลายตัวชะที่ความเข้มข้น 2.0 mM ซึ่งแยกแอนไอออนได้ดี ในการศึกษา

4.2 การศึกษาหาสภาวะที่เหมาะสมเพื่อใช้แยกแอนไอออนที่มีซิลเฟอ์เป็นองค์ประกอบ โดยการเปลี่ยนแปลง pH ของสารละลายตัวชะ และใช้คอลัมน์ PRP-X100 ผลการทดลองแสดงในตารางที่ 4.4-4.6 และสรุปผลการทดลองได้ดังนี้

ตาราง 4.4 แสดงค่ารีเทนชันไทม์ของแอนไอออนต่าง ๆ และการแยกของพีคที่ติดกัน เมื่อเปลี่ยนแปลง pH ของสารละลายโพแทสเซียมไฮโดรเจนฟทาเลต ที่มีความเข้มข้น 2.0 mM อัตราการไหล 2.0 mL/min และใช้คอลัมน์ PRP-X100

pH ของสารละลายตัวชะ	รีเทนชันไทม์ (min)				การแยก ( $R_s$ )	
	$SO_3^{2-}$	$SO_4^{2-}$	$S_2O_3^{2-}$	$SCN^-$	$SO_3^{2-}/SO_4^{2-}$	$SO_4^{2-}/S_2O_3^{2-}$ และ $S_2O_3^{2-}/SCN^-$
4.0	9.88	9.92	15.23	17.44	ไม่แยก	แยกได้ดี
4.5	6.75	6.75	10.22	14.18	"	"
5.0	5.62	5.62	8.38	14.81	"	"
5.5	5.05	5.05	7.60	15.11	"	"
6.1	4.81	4.81	7.57	26.92	"	"
7.2	4.74	4.74	7.44	27.46	"	"

ตาราง 4.5 แสดงค่ารีเทนชันไทม์ของแอนไอออนต่าง ๆ และการแยกของพีคที่ติดกัน เมื่อเปลี่ยนแปลง pH ของสารละลายโซเดียมพาราไฮดรอกซีเบนโซเอต ที่มีความเข้มข้น 4.0 mM อัตราการไหล 2.0 mL/min และใช้คอลัมน์ PRP-X100

pH ของสาร ละลายตัวชะ	รีเทนชันไทม์ (min)					การแยก ( $R_s$ )		
	$S^{2-}$	$SO_3^{2-}$	$SO_4^{2-}$	$S_2O_3^{2-}$	$SCN^-$	$SO_3^{2-}/SO_4^{2-}$	$SO_4^{2-}/S^{2-}$	$S_2O_3^{2-}/S^{2-}$
7.5	5.80	13.90	13.90	24.10	47.81	ไม่แยก	แยกได้ดี	แยกได้ดี
8.0	10.32	14.18	10.29	16.93	36.22	แยกได้ดี	ไม่แยก	"
8.5	15.58	7.90	7.17	11.86	36.88	แยกไม่ได้ (0.41)	แยกได้ดี	"
9.0	14.09	6.54	6.54	10.87	32.15	ไม่แยก	"	"

ตาราง 4.6 แสดงค่ารีเทนชันไทม์ของแอนไอออนต่าง ๆ และการแยกของพีคที่ติดกัน เมื่อเปลี่ยนแปลง pH ของสารละลายโซเดียมเบนซีนซัลโฟเนต มีความเข้มข้น 2.0 mM อัตราการไหล 2.0 mL/min และใช้คอลัมน์ PRP-X100

pH ของสารละลายตัวชะ	รีเทนชันไทม์ (min)					การแยก ( $R_s$ )	
	$S^{2-}$	$SO_3^{2-}$	$SO_4^{2-}$	$S_2O_3^{2-}$	$SCN^-$	$SO_3^{2-}/SO_4^{2-}$	$SO_4^{2-}/S^{2-}$ หรือ $SO_4^{2-}/S_2O_3^{2-}$ หรือ $S_2O_3^{2-}/SCN^-$
5.30	6.05	9.67	9.56	13.92	18.07	ไม่แยก	แยกได้ดี
6.10	6.04	9.78	9.61	13.80	18.11	"	"
7.12	6.57	9.32	9.11	13.08	19.19	"	"
8.02	5.91	9.56	9.47	13.60	18.35	"	"
9.02	6.39	9.79	9.52	13.72	19.03	"	"



1. เมื่อใช้สารละลายโพแทสเซียมไฮดรเจนฟทาเลต ความเข้มข้น 2.0 mM pH 4.0 4.5 5.0 5.5 6.1 และ 7.2 เป็นตัวชะ อัตราการไหล 2.0 mL/min ผลการทดลองแสดงในตารางที่ 4.4 พบว่าเมื่อเพิ่ม pH ของสารละลายโดยการเติมสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์เจือจาง ทำให้รีเทนชันไทม์ของซิลไฟด์ ซิลเฟต ไฮโอซิลเฟตลดลง ในขณะที่รีเทนชันไทม์ของไฮโอไซยาเนตเพิ่มขึ้น ทั้งนี้เนื่องจากเมื่อเปลี่ยนแปลง pH ทำให้อัตราส่วนระหว่างไฮดรเจนฟทาเลต และฟทาเลตแอนไอออนในสารละลายเปลี่ยนแปลงไป ทำให้ค่ารีเทนชันไทม์ของแอนไอออนแต่ละชนิดเปลี่ยนแปลงแตกต่างกัน ในขณะที่ selectivity ไม่เปลี่ยนแปลง ส่วนการแยกให้ผลออกมาในทำนองเดียวกันกับการเปลี่ยนแปลงความเข้มข้น ( ดูข้อ 1 ของข้อ 4.1 ) ที่ pH สูงกว่า 5.5 ค่ารีเทนชันไทม์ของไฮโอไซยาเนตค่อนข้างจะยาวมาก จึงไม่เหมาะที่จะเลือกใช้สำหรับการทดลองด้วยเหตุผลดังกล่าวข้างต้น

2. เมื่อใช้สารละลายโซเดียมพาราไฮดรอกซีเบนโซเอตความเข้มข้น 4.0 mM pH 7.5 8.0 8.5 และ 9.0 เป็นตัวชะ อัตราการไหล 2.0 mL/min ผลการทดลองแสดงในตารางที่ 4.5 พบว่าเมื่อเพิ่ม pH ของสารละลายตัวชะ ทำให้รีเทนชันไทม์ของแอนไอออนที่วิเคราะห์ลดลง ยกเว้นซิลไฟด์มีค่ารีเทนชันไทม์เพิ่มขึ้น ทั้งนี้เนื่องจากการเพิ่ม pH ทำให้แอนไอออนในสารละลายตัวชะมีสภาพเป็นประจุลบสอง (divalent) มากขึ้น มีผลทำให้ selectivity ของแอนไอออนที่วิเคราะห์เปลี่ยนแปลง และการแยกเปลี่ยนแปลงด้วย กล่าวคือในบางสภาวะที่ทดลอง ซิลไฟด์กับซิลเฟต และซิลเฟตกับซิลไฟด์ แยกไม่ได้ เพราะมีค่ารีเทนชันไทม์ใกล้เคียงกันมากหรือเท่ากัน แต่ pH ที่นับว่าแยกได้ดีที่สุดคือ pH 8.5

3. เมื่อใช้สารละลายโซเดียมเบนซีนซิลโฟเนต ความเข้มข้น 2.0 mM pH 5.3 6.10 7.12 8.02 และ 9.02 เป็นตัวชะ อัตราการไหล 2.0 mL/min ผลการทดลองแสดงในตารางที่ 4.6 พบว่าการเปลี่ยนแปลง pH ไม่มีผลต่อรีเทนชันไทม์ selectivity และการแยก ทั้งนี้เนื่องจากโซเดียมเบนซีนซิลโฟเนตเป็นเกลือของกรดอ่อน ที่มีค่าคงที่การแตกตัวของกรดค่อนข้างสูง  $K_a = 2.79 \times 10^{-3}$  ดังนั้นเมื่ออยู่ในสารละลายจะแตกตัวอยู่ในรูปเบนซีนซิลโฟเนตไอออนเกือบหมด การปรับ pH โดยการเติมเบส คือ สารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์จะทำให้ปริมาณซิลโฟเนตไอออนในสารละลายเพิ่มเล็กน้อยในตอนแรกและคงที่ ดังนั้นเมื่อเพิ่ม pH ของสารละลาย แอนไอออนที่เพิ่มขึ้น คือ ไฮดรอกไซด์ปริมาณเล็กน้อย จึงไม่มีผลต่อรีเทนชันไทม์มากนัก ดังแสดงในตารางข้างล่างนี้

a	pH	x	y
$2 \times 10^{-3}$	5.58	$2 \times 10^{-3}$	$8.46 \times 10^{-8}$
$3 \times 10^{-3}$	5.75	$3 \times 10^{-3}$	$1.04 \times 10^{-7}$
$4 \times 10^{-3}$	5.88	$4 \times 10^{-3}$	$1.20 \times 10^{-7}$
$5 \times 10^{-3}$	5.98	$5 \times 10^{-3}$	$1.34 \times 10^{-7}$
$6 \times 10^{-3}$	6.06	$6 \times 10^{-3}$	$1.47 \times 10^{-7}$
$7 \times 10^{-3}$	6.12	$7 \times 10^{-3}$	$1.58 \times 10^{-7}$

a คือความเข้มข้นของโซเดียมเบนซีนซัลโฟเนต มีหน่วยเป็นโมล/ลิตร

x คือความเข้มข้นของเบนซีนซัลโฟเนต มีหน่วยเป็นโมล/ลิตร

y คือความเข้มข้นของกรดเบนซีนซัลโฟนิก มีหน่วยเป็นโมล/ลิตร

จากตาราง เมื่อเตรียมโซเดียมเบนซีนซัลโฟเนต (a) ความเข้มข้นต่าง ๆ ในสารละลายจะมีปริมาณ เบนซีนซัลโฟเนตไอออน (x) และ กรดเบนซีนซัลโฟนิก (y) ในปริมาณที่ต่างกัน โดยที่ปริมาณของ x จะมากกว่า y ประมาณ  $10^3$  เท่า การเพิ่ม pH ของสารละลายทำให้สมดุลในสารละลายเปลี่ยนแปลง กล่าวคือ  $\text{OH}^-$  ที่เติมลงไปจะทำปฏิกิริยากับ y ให้เปลี่ยนเป็น x และเมื่อเติม  $\text{OH}^-$  จนมากเกินไป จะทำปฏิกิริยากับ y จนหมด และเหลือ  $\text{OH}^-$  อยู่ในสารละลายตัวชะ ดังนั้น การเปลี่ยนแปลง pH ของสารละลายตัวชะจึงเป็นการเพิ่มปริมาณ x เพียงเล็กน้อยเท่านั้น จึงทำให้ค่ารีเทนชันไทม์ของแอนไอออนที่วิเคราะห์เปลี่ยนแปลงน้อยมาก

4.3 การศึกษาหาสภาวะที่เหมาะสมเพื่อใช้แยกแอนไอออนที่มีซัลเฟตเป็นองค์ประกอบ โดยการเปลี่ยนแปลงปริมาณตัวทำละลายอินทรีย์ที่เติมลงในสารละลายตัวชะ และใช้คอลัมน์ PRP-X100 ผลการทดลองแสดงในตารางที่ 4.7 และสรุปผลการทดลองได้ดังนี้

ตาราง 4.7 แสดงค่ารีเทนชันไทม์ของแอนไอออนต่าง ๆ และการแยกของพีคที่ติดกัน เมื่อเปลี่ยนแปลง ปริมาณเมทานอล และใช้สารละลายโซเดียมพาราไฮดรอกซีเบนโซเอต ความเข้มข้น 4.0 mM pH 8.5 เป็นตัวชะ อัตราการไหล 20 mL/min และ ใช้คอลัมน์ PRP-X100

ปริมาณ เมทานอล (%)	รีเทนชันไทม์ (min)					การแยก ( $R_s$ )
	$S^{2-}$	$SO_3^{2-}$	$SO_4^{2-}$	$S_2O_3^{2-}$	$SCN^-$	$SO_4^{2-}/SO_3^{2-}$
0	15.58	7.90	7.17	11.86	36.88	แยกไม่ได้ (0.41)
5	18.36	10.33	8.71	14.89	30.17	แยกได้ดี
10	19.70	12.17	10.75	18.00	30.47	"

จากการใช้สารละลายโซเดียมพาราไฮดรอกซีเบนโซเอต ความเข้มข้น 4.0 mM pH 8.5 เป็นตัวชะ อัตราการไหล 2.0 mL/min เคมีตัวทำละลายอินทรีย์เมทานอลให้มีความเข้มข้น 5 และ 10 เปอร์เซ็นต์ ผลการทดลอง แสดงในตารางที่ 4.7 พบว่าการเพิ่มเมทานอล ทำให้รีเทนชันไทม์ของแอนไอออนที่วิเคราะห์เพิ่มขึ้น ยกเว้นไฮโอไซยานาตมีค่ารีเทนชันไทม์ลดลง ทั้งนี้เนื่องจากตัวทำละลายอินทรีย์ทำให้เกิดอันตรกิริยา (interaction) ระหว่างแอนไอออนในสารละลายตัวชะกับเฟสคงที่มากขึ้น ทำให้การแยกดีขึ้น เมื่อเปรียบเทียบกับกรณีที่ไม่เติมตัวทำละลายอินทรีย์ ซึ่งแยกไม่ดี นอกจากนี้การที่รีเทนชันไทม์ของไฮโอไซยานาตลดลงทำให้เวลาที่ใช้ในการวิเคราะห์สั้นลง โดยที่แอนไอออนแต่ละชนิดยังคงแยกกันได้ดี

4.4 การศึกษาหาสภาวะที่เหมาะสมเพื่อใช้แยกแอนไอออนที่มีซิลเฟอร์เป็นองค์ประกอบ โดยการเปลี่ยนแปลงอัตราการไหลของสารละลายตัวชะ และใช้คอลัมน์ PRP-X100 ผลการทดลองแสดงในตารางที่ 4.8-4.10 และสรุปผลการทดลองได้ดังนี้

1. เมื่อใช้สารละลายโพแทสเซียมไฮโดรเจนฟทาเลต ความเข้มข้น 2.0 mM pH 5.0 เป็นตัวชะ อัตราการไหล 1.6 2.0 2.2 และ 2.5 mL/min ผลการทดลองแสดงในตารางที่ 4.8 พบว่าเมื่อเพิ่มอัตราการไหลของสารละลายตัวชะขึ้น ทำให้ค่ารีเทนชันไทม์ลดลงโดยที่ไม่มีผลกระทบต่อการแยก และการแยกเกิดทำนองเดียวกันกับการเปลี่ยนแปลงความเข้มข้น และ pH (ดูข้อ 1 ของข้อ 4.1) ดังนั้นจึงสามารถเลือกใช้อัตราการไหลสูงสุดที่คอลัมน์สามารถใช้ได้ในการวิเคราะห์ตามที่กำหนดไว้ในคู่มือ

2. เมื่อใช้สารละลายโซเดียมพาราไฮดรอกซีเบนโซเอต ความเข้มข้น 6.0 mM pH 8.0 เป็นตัวชะ อัตราการไหล 1.0 1.2 1.5 1.8 และ 2.0 mL/min ผลการทดลองแสดงในตารางที่ 4.9 พบว่าเมื่อเพิ่มอัตราการไหลของสารละลายตัวชะ ทำให้ค่ารีเทนชันไทม์ลดลงโดยที่เมื่อใช้อัตราการไหลสูงขึ้น การแยกแอนไอออนบางชนิดจะไม่ได้ดีเช่น ซัลไฟด์กับไฮโอซิลเฟต ทั้งนี้เนื่องจาก แอนไอออนแต่ละชนิดเคลื่อนที่ออกจากคอลัมน์ในเวลาใกล้เคียงกัน เมื่อเพิ่มอัตราการไหลจึงทำให้แอนไอออนบางคู่แยกกันได้ไม่สมบูรณ์

3. เมื่อใช้สารละลายโซเดียมเบนซีนซัลโฟเนต ความเข้มข้น 6.0 mM pH 8.0 เป็นตัวชะ อัตราการไหล 1.5 2.0 2.5 และ 3.0 mL/min ผลการทดลองแสดงในตารางที่ 4.10 พบว่าเมื่อเพิ่มอัตราการไหลของสารละลายตัวชะ ทำให้ค่ารีเทนชันไทม์ลดลงในอัตราส่วนไม่เท่ากัน จึงทำให้มีผลต่อการแยก และ selectivity เปลี่ยนแปลงด้วย

ตาราง 4.8 แสดงค่ารีเทนชันไทม์ของแอนไอออนต่าง ๆ และการแยกของพีคที่ติดกัน  
เมื่อเปลี่ยนแปลงอัตราการไหล ใช้สารละลายโพแทสเซียมไฮโดรเจนฟทาเลต  
ความเข้มข้น 2.0 mM pH 5.0 เป็นตัวชะ และใช้คอลัมน์ PRP-X100

อัตราการไหล (mL/min)	รีเทนชันไทม์ (min)			การแยก ( $R_s$ )
	$SO_4^{2-}$	$S_2O_3^{2-}$	$SCN^-$	$SO_4^{2-}/S_2O_3^{2-}$ และ $S_2O_3^{2-}/SCN^-$
1.6	6.93	10.47	17.76	แยกได้ดี
2.0	5.52	8.38	14.81	"
2.2	5.06	7.65	13.15	"
2.5	4.49	6.78	11.38	"

ตาราง 4.9 แสดงค่ารีเทนชันไทม์ของแอนไอออนต่าง ๆ และการแยกของพีคที่ติดกัน เมื่อเปลี่ยนแปลงอัตราการไหล ใช้สารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์เบนโซเอต ความเข้มข้น 6.0 mM pH 8.0 เป็นตัวชะ และใช้คอลัมน์ PRP-X100

อัตราการไหล (mL/min)	รีเทนชันไทม์ (min)					การแยก ( $R_s$ )
	$S^{2-}$	$SO_3^{2-}$	$SO_4^{2-}$	$S_2O_3^{2-}$	$SCN^-$	$SO_3^{2-}/S_2O_3^{2-}$
1.0	24.83	13.87	8.57	13.87	44.52	ไม่แยก
1.2	21.20	12.05	6.80	12.05	37.50	"
1.5	17.09	9.64	5.50	9.64	30.08	"
1.8	14.43	6.85	5.13	8.19	25.08	แยกไม่ได้(1.13)
2.0	12.98	6.16	4.59	7.25	23.08	แยกไม่ได้(0.80)

ตาราง 4.10 แสดงค่ารีเทนชันไทม์ของแอนไอออนต่าง ๆ และการแยกของพีคที่ติดกัน เมื่อเปลี่ยนแปลงอัตราการไหล ใช้สารละลายโซเดียมเบนซีน ซัลโฟเนต ความเข้มข้น 6.0 mM pH 8.0 เป็นตัวชะ และใช้คอลัมน์ PRP-X100

อัตราการไหล (mL/min)	รีเทนชันไทม์ (min)					การแยก ( $R_s$ )			
	$S^{2-}$	$SO_3^{2-}$	$SO_4^{2-}$	$S_2O_3^{2-}$	$SCN^-$	$S^{2-}/SO_4^{2-}$	$SO_3^{2-}/SO_4^{2-}$	$S^{2-}/S_2O_3^{2-}$	$SO_4^{2-}/S_2O_3^{2-}$
1.50	-	3.64	3.64	4.81	13.34	แยกได้ดี	ไม่แยก	ไม่แยก	แยกได้ดี
2.00	3.40	2.80	2.80	3.67	9.82	"	"	"	"
2.50	3.00	2.29	2.29	3.01	7.85	"	"	"	"
3.00	2.78	1.96	1.96	2.57	6.48	"	"	"	"

โดยสรุปแล้วจะเห็นได้ว่าการวิเคราะห์แอนไอออนที่มีซิลเฟอ์เป็นองค์ประกอบ โดยใช้คอลัมน์ PRP-X100 ใช้สารละลายโพแทสเซียมไฮดรอกไซด์เป็นตัวชะ สามารถวิเคราะห์แอนไอออนได้ 3 ชนิด พร้อมกันคือ ซิลเฟตหรือซิลไฟด์ ไฮโอซิลเฟต ไฮโอโซยานเนต ทั้งนี้เพราะสารละลายอยู่ในสภาวะเป็นกรด คือ pH ต่ำกว่า 7.0 ทำให้ไม่สามารถวิเคราะห์ซิลไฟด์ได้ เพราะที่สภาวะที่เป็นกรด ซิลไฟด์ไอออนไม่เสถียร และในสภาวะที่ใช้ทดลองนี้ ซิลเฟตและซิลไฟด์จะไม่แยกจากกัน เมื่อใช้สารละลายโซเดียมพาราไฮดรอกซีเบนโซเอต เป็นตัวชะ สามารถวิเคราะห์แอนไอออนได้พร้อมกัน 4 ชนิด ซิลไฟด์ ซิลเฟต ไฮโอซิลเฟต ไฮโอโซยานเนตหรือซิลไฟด์ ทั้งนี้เนื่องจาก ซิลเฟตกับซิลไฟด์ไม่แยก และเมื่อใช้สารละลายโซเดียมเบนซีนซิลโฟเนตเป็นตัวชะ ค่ารีเทนชันไทม์ของแอนไอออนค่อนข้างสั้น จึงจัดเป็นสารตัวชะที่แรง การเปลี่ยนแปลงความเข้มข้นและอัตราการไหลจึงมีผลต่อการแยกและ selectivity มาก ดังนั้นในการเลือกสภาวะของสารละลายตัวชะในการวิเคราะห์ จะต้องพิจารณาความเข้มข้นและอัตราการไหลให้เหมาะสม ส่วน pH นั้นเลือกในสภาวะที่เป็นเบส เพราะจัดเป็นตัวชะที่แรงที่ pH สูง สารละลายตัวชะชนิดนี้สามารถวิเคราะห์แอนไอออนที่มีซิลเฟอ์เป็นองค์ประกอบได้พร้อมกัน 4 ชนิดคือ ซิลไฟด์ ซิลเฟตหรือซิลไฟด์ ไฮโอซิลเฟต ไฮโอโซยานเนต ทั้งนี้เพราะซิลเฟตกับซิลไฟด์ไม่แยก จึงวิเคราะห์พร้อมกันไม่ได้ ในการวิเคราะห์ต้องเลือกใช้สภาวะที่เหมาะสมเพื่อให้ได้การแยกที่ดีเวลาในการวิเคราะห์สั้น และ สภาพไวในการวิเคราะห์ก็ยิ่งสูงอีกด้วย

4.5 การศึกษาหาสภาวะที่เหมาะสมเพื่อใช้แยกแอนไอออนที่มีซิลเฟอ์เป็นองค์ประกอบ โดย การเปลี่ยนแปลงความเข้มข้นของสารละลายตัวชะ และใช้คอลัมน์ IC-PAK A ผลการทดลองแสดงในตารางที่ 4.11-4.17 และสรุปผลการทดลองได้ดังนี้



ตาราง 4.11 แสดงค่ารีเทนชันไทม์ของแอนไอออนต่าง ๆ และการแยกของพีคที่ติดกันกัน เมื่อเปลี่ยน  
 แปลงความเข้มข้นของสารละลายโพแทสเซียมไฮโดรเจนฟทาเลต ที่ pH 4.0  
 อัตราการไหล 1.2 mL/min และใช้คอลัมน์ IC-PAK A

ความเข้มข้น ของตัวชะ (mM)	รีเทนชันไทม์ (min)				การแยก ( $R_s$ ) แอนไอออนทุกชนิด
	$SO_3^{2-}$	$SO_4^{2-}$	$S_2O_3^{2-}$	$SCN^-$	
2.0	3.14	16.54	23.80	28.58	แยกได้ดี
3.0	2.79	13.90	17.78	24.60	"
4.0	2.43	10.35	16.26	20.23	"
5.0	2.01	6.43	9.67	14.09	"
6.0	2.00	6.23	9.61	14.85	"

ตาราง 4.12 แสดงค่ารีเทนชันไทม์ของแอนไอออนต่าง ๆ และการแยกของพิกที่ติดกัน เมื่อเปลี่ยนแปลงความเข้มข้นของสารละลายโซเดียมพาราไฮดรอกซีเบนโซเอต ที่ pH 8.5 อัตราการไหล 1.2 mL/min และใช้คอลัมน์ IC-PAK A

ความเข้มข้น ของตัวชะ (mM)	รีเทนชันไทม์ (min)					การแยก ( $R_p$ )		
	$S^{2-}$	$SO_3^{2-}$	$SO_4^{2-}$	$S_2O_3^{2-}$	$SCN^-$	$SO_3^{2-}/SO_4^{2-}$	$SO_4^{2-}/S_2O_3^{2-}$	$S_2O_3^{2-}/SCN^-$
0.5	3.13	15.90	15.90	15.90	15.90	ไม่แยก	ไม่แยก	ไม่แยก
1.0	2.48	10.13	9.45	11.25	11.08	"	แยกไม่ดี(0.59)	"
1.5	2.17	7.46	7.00	9.09	9.84	"	แยกได้ดี	"
2.0	1.87	5.49	5.27	7.13	8.00	"	แยกไม่ดี(0.87)	แยกไม่ดี(0.91)
3.0	1.66	4.05	4.05	5.89	7.16	"	แยกไม่ดี(1.51)	แยกได้ดี
4.0	1.47	3.22	3.22	4.59	6.72	"	แยกได้ดี	"

ตาราง 4.13 แสดงค่ารีเทนชันไทม์ของแอนไอออนต่าง ๆ และการแยกของพีคที่ติดกัน เมื่อเปลี่ยนแปลงความเข้มข้นของสารละลายโซเดียมเบนซีน ซัลโฟเนต ที่ pH 8.0 อัตราการไหล 1.2 mL/min และใช้คอลัมน์ IC-PAK A

ความเข้มข้น ของตัวชะ (mM)	รีเทนชันไทม์ (min)					การแยก ( $R_s$ )		
	$S^{2-}$	$SO_3^{2-}$	$SO_4^{2-}$	$S_2O_3^{2-}$	$SCN^-$	$S_2O_3^{2-}/SO_4^{2-}$	$SO_4^{2-}/SCN^-$	$S_2O_3^{2-}/SCN^-$
4.2	-	3.58	15.61	24.05	19.38	แยกได้ดี	แยกไม่ได้(1.18)	แยกไม่ได้(1.13)
4.4	-	3.36	14.36	22.02	18.02	"	แยกไม่ได้(1.13)	แยกไม่ได้(1.07)
5.0	17.06	3.88	11.79	17.92	17.16	"	แยกได้ดี	ไม่แยก
6.0	-	3.76	7.73	11.52	12.69	"	"	แยกไม่ได้(0.41)
6.5	-	2.39	7.01	10.64	12.35	"	"	แยกไม่ได้(0.87)
7.0	6.85	1.39	4.69	6.84	9.71	"	"	แยกได้ดี
7.5	5.97	1.28	4.09	5.95	9.30	"	"	"
8.0	5.27	1.32	3.73	5.38	8.14	แยกไม่ได้(1.31)	"	"

ตาราง 4.14 แสดงค่ารีเทนชันไทม์ของแอนไอออนต่าง ๆ และการแยกของพีคที่ติดกัน เมื่อเปลี่ยนแปลงความเข้มข้นของ กลูโคเนต ใช้สารละลายตัวชะประกอบด้วย บอเรต 1.3 mM กรดบอริก 40.0 mM กลีเซอรอล 54.0 mM เกลือโซเดียมของอัสทิกแอต 0.02 mM อะซิโตนไนไตรล์ 12 % pH 8.0 อัตราการไหล 1.2 mL/min และใช้คอลัมน์ IC-PAK A

ความเข้มข้นของ กลูโคเนต (mM)	รีเทนชันไทม์ (min)					การแยก ( $R_s$ )	
	$S^{2-}$	$SO_3^{2-}$	$SO_4^{2-}$	$S_2O_3^{2-}$	$SCN^-$	$SO_3^{2-}$ / $SO_4^{2-}$	$SCN^-$ / $S_2O_3^{2-}$
0.7	2.43	9.32	11.69	21.61	16.84	แยกไม่ชัด(1.05)	แยกไม่ชัด(1.19)
0.8	2.41	8.52	11.18	20.87	16.79	แยกไม่ชัด(0.90)	แยกไม่ชัด(1.40)
0.9	2.34	8.13	10.18	18.97	15.97	แยกไม่ชัด(1.08)	แยกไม่ชัด(1.11)
1.0	2.30	7.83	9.64	17.08	17.08	แยกไม่ชัด(0.94)	ไม่แยก
1.2	2.22	7.16	8.99	15.80	15.80	แยกไม่ชัด(0.95)	"
1.4	2.19	6.57	8.29	15.46	15.46	แยกไม่ชัด(1.08)	"
1.6	2.14	6.80	8.02	14.76	14.76	แยกไม่ชัด(0.84)	"

ตาราง 4.15 แสดงค่ารีเทนชันไทม์ของแอนไอออนต่าง ๆ และการแยกของพีคที่ติดกัน เมื่อเปลี่ยนแปลงความเข้มข้นของ บอเรต ใช้สารละลายตัวชะประกอบด้วย กลูโคเนต 0.8 mM กรดบอริก 40.0 mM กลีเซอรอล 54.0 mM เกลือโซเดียมของอัสทิกแอต 0.02 mM อะซิโตนไนไตรล์ 12 % pH 8.0 อัตราการไหล 1.2 mL/min และใช้คอลัมน์ IC-PAK A

ความเข้มข้นของ บอเรต (mM)	รีเทนชันไทม์ (min)					การแยก ( $R_s$ )	
	$S^{2-}$	$SO_3^{2-}$	$SO_4^{2-}$	$S_2O_3^{2-}$	$SCN^-$	$SO_3^{2-}$ / $SO_4^{2-}$	$SCN^-$ / $S_2O_3^{2-}$
1.1	2.43	9.14	11.92	22.19	17.65	แยกไม่ชัด(1.01)	แยกไม่ชัด(1.07)
1.2	2.36	8.45	10.80	20.25	16.38	แยกไม่ชัด(0.89)	แยกไม่ชัด(1.11)
1.5	2.33	8.21	9.87	18.17	16.08	แยกไม่ชัด(0.79)	แยกไม่ชัด(0.47)

ตาราง 4.18 แสดงค่ารีเทนชันไทม์ของแอนไอออนต่าง ๆ และการแยกของพีคที่ติดกัน เมื่อเปลี่ยนแปลงความเข้มข้นของกรดบอริก และ pH ของสารละลาย ใช้สารละลายตัวชะประกอบด้วย กลูโคเนต 0.8 mM บอเรต 1.2 mM กลีเซอรอล 54.0 mM เกลือโซเดียมของอิดีกเอ 0.02 mM อะซิโตนไนไตรล์ 12 % อัตราการไหล 1.2 mL/min และใช้คอลัมน์ IC-PAK A

ความเข้มข้นของ กรดบอริก (mM)	pH	รีเทนชันไทม์ (min)				การแยก ( $R_s$ )	
		$SO_3^{2-}$	$SO_4^{2-}$	$S_2O_3^{2-}$	$SCN^-$	$SO_3^{2-}$ / $SO_4^{2-}$	$SCN^-$ / $S_2O_3^{2-}$
120	7.04	6.48	11.04	21.28	18.63	แยกไม่ได้(1.23)	แยกไม่ได้(1.06)
100	7.16	7.04	12.40	24.15	19.55	แยกไม่ได้(1.26)	แยกได้ดี
80	7.38	8.95	13.06	24.93	18.94	แยกไม่ได้(1.50)	แยกไม่ได้(1.50)
60	7.62	8.64	10.52	18.91	14.61	แยกไม่ได้(0.99)	แยกได้ดี
40	7.75	8.32	9.97	17.68	13.82	แยกไม่ได้(0.73)	แยกไม่ได้(1.24)
20	8.09	7.93	7.93	14.57	12.09	ไม่แยก	แยกไม่ได้(0.90)

ตาราง 4.17 แสดงค่ารีเทนชันไทม์ของแอนไอออนต่าง ๆ และการแยกของพีคที่ติดกัน เมื่อเปลี่ยนแปลงความเข้มข้นของเกลือโซเดียมของอิตทีเอ สารละลายตัวชะประกอบด้วย กลูโคเนต 0.8 mM บอเรต 1.2 mM กรดบอริก 40.0 mM กลีเซอรอล 54.0 mM อะซีโตนไทรล์ 12 % pH 8.0 อัตราการไหล 1.2 mL/min และใช้คอลัมน์ IC-PAK A

ความเข้มข้นของ อิตทีเอ (mM)	รีเทนชันไทม์ (min)					การแยก ( $R_s$ )	
	$S^{2-}$	$SO_3^{2-}$	$SO_4^{2-}$	$S_2O_3^{2-}$	$SCN^-$	$SO_3^{2-}/SO_4^{2-}$	$SCN^-/S_2O_3^{2-}$
0	2.59	11.55	15.07	22.88	20.53	แยกไม่ได้(1.01)	แยกได้ดี
0.005	2.56	11.15	14.59	27.87	20.69	แยกไม่ได้(1.15)	"
0.010	2.52	10.67	13.96	26.45	20.20	แยกไม่ได้(1.10)	"
0.015	2.49	10.16	13.43	25.11	19.34	แยกไม่ได้(0.78)	แยกไม่ได้(1.44)
0.020	2.31	8.49	10.83	20.52	18.15	แยกไม่ได้(0.48)	แยกไม่ได้(0.68)
0.040	2.06	6.04	7.68	14.38	14.38	แยกไม่ได้(0.36)	ไม่แยก

1. เมื่อใช้สารละลายโพแทสเซียมไฮโดรเจนฟทาเลต ความเข้มข้น 2.0 3.0 4.0 5.0 และ 6.0 mM pH 4.0 เป็นตัวชะ อัตราการไหล 1.2 mL/min ผลการทดลองแสดงในตารางที่ 4.11 พบว่าสารละลายตัวชะทุกความเข้มข้นที่เลือกวิเคราะห์สามารถแยกแอนไอออนทั้ง 4 ชนิดได้ดี และ เมื่อใช้สารละลายความเข้มข้นมากขึ้น รีเทนชันไทม์ของแอนไอออนทุกชนิดลดลงตามลำดับ ทั้งนี้เนื่องจากแอนไอออนในสารละลายตัวชะมีมากขึ้นทำให้ตัวชะมีความแรงมากขึ้น ดังนั้นในการเลือกสารละลายตัวชะที่เหมาะสม จึงต้องคำนึงถึงเวลาที่ใช้ในการวิเคราะห์ และ ค่าแบคกราวด์ของสารละลายตัวชะซึ่งมีผลต่อสภาพไวของการวิเคราะห์

2. เมื่อใช้สารละลายโซเดียมพาราไฮดรอกซีเบนโซเอต ความเข้มข้น 0.5 1.0 1.5 2.0 3.0 และ 4.0 mM pH 8.5 เป็นตัวชะ อัตราการไหล 1.2 mL/min ผลการทดลองแสดงในตารางที่ 4.12 พบว่าทุกความเข้มข้นที่ศึกษาซิลไฟด์กับซิลเฟตไม่แยก และเมื่อเพิ่มความเข้มข้นของสารละลายตัวชะ ทำให้แอนไอออนในสารละลายตัวชะมีปริมาณมากขึ้น มีผลให้รีเทนชันไทม์ของแอนไอออนทุกชนิดที่ศึกษาลดลง แต่ลดลงในอัตราส่วนที่ไม่เท่ากัน ทำให้ selectivity และการแยกเปลี่ยนแปลง กล่าวคือที่ความเข้มข้น 1.0 mM และต่ำกว่า ซิลไฟด์ ซิลเฟต ไฮโอซิลเฟต ไฮโอโซยานเนต ไม่แยก แสดงผลในโครมาโทแกรมเพียง 2 พีก การแยกจะดีขึ้นเมื่อความเข้มข้นของสารตัวชะเพิ่มขึ้น ที่ความเข้มข้นของตัวชะในช่วง 2.0 mM ถึง 4.0 mM จะแยกแอนไอออนได้ดี

3. เมื่อใช้สารละลายโซเดียมเบนซีนซิลโฟเนต ความเข้มข้น 4.2 4.4 5.0 6.0 6.5 7.0 7.5 และ 8.0 mM pH 8.0 เป็นตัวชะ อัตราการไหล 1.2 mL/min ผลการทดลองแสดงในตารางที่ 4.13 พบว่าสารละลายตัวชะทุกค่าความเข้มข้นที่ใช้ ไม่สามารถแยกซิลไฟด์ และ ไฮโอซิลเฟตได้ โดยที่ไอออน 2 ชนิดนี้ มีค่ารีเทนชันไทม์ใกล้เคียงกันมาก กล่าวคือต่างกัน 0.1 นาที พีกของไฮโอซิลเฟตค่อนข้างกว้างทำให้ซ้อนทับกันพอดี เมื่อเพิ่มความเข้มข้นของสารละลายตัวชะ ทำให้ค่ารีเทนชันไทม์ของแอนไอออนลดลงทุกชนิด แต่ลดลงด้วยอัตราไม่เท่ากัน ทำให้ selectivity และการแยกเปลี่ยนแปลง ดังนั้นในการวิเคราะห์ จะต้องเลือกสารละลายที่มีความเข้มข้นเหมาะสม โดยคำนึงถึงเวลาในการวิเคราะห์ สภาพไว และการแยก

4. เมื่อใช้สารละลายผสมระบบกลูโคเนต-บอเรต ประกอบด้วย บอเรต 1.3 mM กรดบอริก 40.0 mM กลีเซอรอล 54.0 mM เกลือโซเดียมของอัสที่เอ 0.2 mM 12 เปอร์เซนต์ อะซีโตนไตรล์ pH 8.0 และกลูโคเนตความเข้มข้น 0.7 0.8 0.9 1.0



1.2 1.4 1.6 mM เป็นตัวชะ อัตราการไหล 1.2 mL/min การทดลองแสดงในตารางที่ 4.14 พบว่าเมื่อเพิ่มความเข้มข้นของกลูโคเนต ค่ารีเทนชันไทม์ของแอนไอออนทุกตัวลดลง selectivity ไม่เปลี่ยนแปลง การแยกของไฮโอไซยานเนตกับไฮโอซิลเฟตลดลง และที่ความเข้มข้น 1.0 เป็นต้นไปแยกไม่ได้ ส่วนซิลไฟด์กับซิลเฟตแยกได้ โดยที่ค่ารีเทนชันไทม์ต่างกัน ประมาณ 2 นาที แต่ค่าการแยกต่ำและพีกแยกไม่ถึงฐาน ทั้งนี้เนื่องจากพีกของซิลไฟด์กว้างมาก แต่อย่างไรก็ตามก็สามารถวิเคราะห์เชิงคุณภาพได้ดี แต่การวิเคราะห์เชิงปริมาณอาจจะมีความคลาดเคลื่อนบ้าง

5. เมื่อใช้สารละลายกลูโคเนต 0.8 mM กรดบอริก 40.0 mM กลีเซอรอล 54.0 mM เกลือโซเดียมของอิตีเอ 0.02 mM อะซีโตนไทรล์ 12 เปอร์เซ็นต์ pH 8.0 และบอเรต ความเข้มข้น 1.1 1.2 และ 1.5 mM เป็นตัวชะ อัตราการไหล 1.2 mL/min ผลการทดลองแสดงในตารางที่ 4.15 พบว่าเมื่อเพิ่มความเข้มข้นของบอเรต ค่ารีเทนชันไทม์ของแอนไอออนทุกตัวลดลง โดยที่ selectivity ไม่เปลี่ยนแปลง การแยกซิลไฟด์กับซิลเฟต ไฮโอไซยานเนตกับไฮโอซิลเฟตลดลงอย่างมาก ทั้งนี้เนื่องจากรีเทนชันไทม์ของแอนไอออนแต่ละตัวลดลงไม่เท่ากัน

6. เมื่อใช้สารละลายกลูโคเนต 0.8 mM บอเรต 12 mM กลีเซอรอล 54.0 mM เกลือโซเดียมของอิตีเอ 0.02 mM อะซีโตนไทรล์ 12 เปอร์เซ็นต์ ความเข้มข้นของกรดบอริกเป็น 20 40 60 80 100 และ 120 mM pH 8.09 7.75 7.62 7.38 7.16 และ 7.04 เป็นตัวชะ อัตราการไหล 1.0 mL/min ผลการทดลองแสดงในตารางที่ 4.16 การเติมกรดปริมาณต่างๆ ทำให้ pH ของสารละลายเปลี่ยนแปลงและใช้งานที่ pH นั้นๆ โดยไม่ต้องเติมสารเคมีชนิดอื่นเพื่อปรับ pH พบว่า เมื่อเพิ่มปริมาณกรด ทำให้ pH ลดลง ค่ารีเทนชันไทม์ของซิลไฟด์ลดลง ในขณะที่ซิลเฟต ไฮโอซิลเฟต ไฮโอไซยานเนต ค่ารีเทนชันไทม์เพิ่มขึ้นแต่เมื่อปริมาณกรดสูงถึง 100 mM ค่ารีเทนชันไทม์ลดลง ทำให้การแยกของซิลไฟด์กับซิลเฟตลดลง และที่ปริมาณกรดบอริกต่ำกว่า 40 mM แอนไอออนคู่นี้ไม่แยก

7. เมื่อใช้สารละลายผสมระบบกลูโคเนต-บอเรต ประกอบด้วยกลูโคเนต 0.8 mM บอเรต 1.2 mM กรดบอริก 40 mM กลีเซอรอล 54.0 mM อะซีโตนไทรล์ 12 เปอร์เซ็นต์ pH 8.0 ความเข้มข้นของเกลือโซเดียมของอิตีเอ 0 0.005 0.010 0.015 0.02 0.04 mM เป็นตัวชะ อัตราการไหล 1.2 mL/min ผลการทดลองแสดงในตารางที่ 4.17 พบว่าเมื่อเพิ่มความเข้มข้นของเกลือโซเดียมของอิตีเอ ค่ารีเทนชันไทม์ของซิลไฟด์ไม่เปลี่ยน

แปลง รีเทนชันไทม์ของซิลเฟต ซิลไฟต์ ไฮโอโซซานด์และไฮโอซิลเฟตลดลงเล็กน้อย และจะลดลงมากเมื่อเพิ่มเกลือโซเดียมของอัตราที่เอสูงถึง 0.02 mM การแยกของซิลไฟต์กับซิลเฟต และไฮโอซิลเฟตกับไฮโอโซซานด์ลดลง และแยกไม่ได้ที่ความเข้มข้นของสารละลายเกลือโซเดียมของอัตราที่เอ 0.04 mM

4.6 การศึกษาหาสภาวะที่เหมาะสมเพื่อใช้แยกแอนไอออนที่มีซิลเฟอ์เป็นองค์ประกอบ โดยการเปลี่ยนแปลง pH ของสารละลายตัวชะ และใช้คอลัมน์ IC-PAK A ผลการทดลองแสดงในตารางที่ 4.18-4.20 และสรุปผลการทดลองได้ดังนี้

ตาราง 4.18 แสดงค่ารีเทนชันไทม์ของแอนไอออนต่าง ๆ และการแยกของพีคที่ติดกัน เมื่อเปลี่ยน  
 แปลง pH ของสารละลายโพแทสเซียมไฮโดรเจนฟทาเลต ที่มีความเข้มข้น 2.0 mM  
 อัตราการไหล 1.2 mL/min และใช้คอลัมน์ IC-PAK A

pH ของสาร ละลายตัวชะ	รีเทนชันไทม์ (min)				การแยก ( $R_s$ ) แอนไอออนทุกชนิด
	$SO_3^{2-}$	$SO_4^{2-}$	$S_2O_3^{2-}$	$SCN^-$	
4.0	3.14	16.54	24.00	28.58	แยกได้ดี
4.5	16.88	7.72	12.71	22.93	"
5.0	16.52	6.80	11.31	22.76	"
5.5	19.35	4.97	8.38	21.96	$SO_3^{2-}/SCN^-$ แยกไม่ได้(0.40)
6.0	1.35	4.76	7.96	21.19	แยกได้ดี
7.0	3.94	3.86	6.20	16.90	"

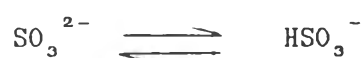
ตาราง 4.19 แสดงค่ารีเทนชันไทม์ของแอนไอออนต่าง ๆ และการแยกของพิกที่ติดกัน เมื่อเปลี่ยนแปลง pH ของสารละลายโซเดียมพาราไฮดรอกซีเบนโซเอต ที่มีความเข้มข้น 2.0 mM อัตราการไหล 1.2 mL/min และใช้คอลัมน์ IC-PAK A

pH ของสารละลายตัวชะ	รีเทนชันไทม์ (min)					การแยก ( $R_s$ )			
	$S^{2-}$	$SO_3^{2-}$	$SO_4^{2-}$	$S_2O_3^{2-}$	$SCN^-$	$SO_3^{2-}/SO_4^{2-}$	$SO_4^{2-}/S_2O_3^{2-}$	$SO_4^{2-}/SCN^-$	$S_2O_3^{2-}/SCN^-$
7.0	2.80	15.17	29.52	46.60	25.75	แยกได้ดี	แยกได้ดี	แยกไม่ได้(0.75)	แยกได้ดี
8.0	2.40	10.54	11.27	17.76	14.72	ไม่แยก	"	แยกไม่ได้(1.20)	"
8.5	1.87	5.49	5.21	7.13	12.00	"	แยกไม่ได้(0.87)	แยกได้ดี	แยกไม่ได้(0.91)

ตาราง 4.20 แสดงค่ารีเทนชันไทม์ของแอนไอออนต่าง ๆ และการแยกของพีคที่ติดกัน เมื่อเปลี่ยนแปลง pH ของสารละลายโซเดียมเบนทีนซิลโฟเนต มีความเข้มข้น 7.5 mM อัตราการไหล 1.2 mL/min และใช้คอลัมน์ IC-PAK A

pH สาร ละลายตัวชะ	รีเทนชันไทม์ (min)					การแยก ( $R_s$ )		
	$S^{2-}$	$SO_3^{2-}$	$SO_4^{2-}$	$S_2O_3^{2-}$	$SCN^-$	$SO_3^{2-}/SO_4^{2-}$	$SO_4^{2-}/S_2O_3^{2-}$	$S_2O_3^{2-}/SCN^-$
6.25	8.31	4.72	5.57	8.31	10.06	แยกไม่ได้(0.56)	แยกได้ดี	แยกไม่ได้(1.00)
7.40	8.91	3.32	5.99	8.91	10.95	แยกได้ดี	"	แยกไม่ได้(1.17)
8.15	9.02	3.50	6.05	9.02	11.36	"	"	แยกไม่ได้(1.34)
8.50	9.26	2.92	6.20	9.26	11.77	"	"	แยกไม่ได้(1.26)

1. เมื่อใช้สารละลายโพแทสเซียมไฮดรอกไซด์ ความเข้มข้น 2.0 M pH 4.0 4.5 5.0 6.0 และ 7.0 เป็นตัวชะ อัตราการไหล 1.0 mL/min ผลการทดลองแสดงในตารางที่ 4.18 พบว่า เมื่อเพิ่ม pH ของสารละลายโดยการเติมสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์เจือจาง ทำให้รีเทนชันไทม์ของแอนไอออน 3 ชนิดที่วิเคราะห์ คือ ซัลเฟต ไฮโอซัลเฟต และไฮโอไซยาเนต ลดลง ทั้งนี้เนื่องจากการเพิ่ม pH ทำให้ปริมาณไฮดรอกไซด์และฟทาเลตแอนไอออน ในสารละลายเปลี่ยนแปลง มีผลทำให้สารละลายตัวชะมีความแรงมากขึ้น ส่วนซัลไฟด์นั้นค่ารีเทนชันไทม์มีแนวโน้มที่เพิ่มมากขึ้น แต่มีบางสภาวะ ที่บาง pH ค่ารีเทนชันไทม์ลดลงอย่างมาก ทำให้การแยก และ selectivity เปลี่ยนแปลง ทั้งนี้เนื่องจากซัลไฟด์ไอออนเกิดเปลี่ยนแปลง ดังปฏิกิริยา



2. เมื่อใช้สารละลายโซเดียมพาราไฮดรอกซีเบนโซเอตความเข้มข้น 2.0 M pH 7.0 7.5 8.0 และ 8.5 เป็นตัวชะ อัตราการไหล 1.2 mL/min ผลการทดลองแสดงในตารางที่ 4.19 พบว่าเมื่อเพิ่ม pH ของสารละลายตัวชะ ทำให้ค่ารีเทนชันไทม์ของแอนไอออนที่วิเคราะห์ลดลงทุกชนิด แต่อัตราการลดไม่เท่ากัน ทำให้ selectivity เปลี่ยนแปลง ที่ pH 7.0 ซัลไฟด์และซัลเฟต รวมทั้งไอออนชนิดอื่นแยกได้ดี แต่ค่ารีเทนชันไทม์ของไฮโอซัลเฟตนาน ประมาณ 50 นาที จึงไม่เหมาะในการวิเคราะห์ เมื่อ pH เพิ่มขึ้นมากกว่า 7.0 ซัลไฟด์กับซัลเฟตไม่แยกเพราะค่ารีเทนชันไทม์ใกล้เคียงกันมาก ดังนั้น ถ้าต้องการวิเคราะห์เฉพาะซัลไฟด์และซัลเฟตสามารถทำได้ ที่ pH ต่ำ ถ้าในสภาวะที่ pH สูงจะแยกไม่ได้

3. เมื่อใช้สารละลายโซเดียมเบนซีนซัลโฟเนต ความเข้มข้น 7.5 M pH 6.25 7.40 8.15 และ 8.50 เป็นตัวชะ อัตราการไหล 1.2 mL/min ผลการทดลองแสดงในตารางที่ 4.20 พบว่าทุกค่า pH ของสารละลายตัวชะ ซัลไฟด์และไฮโอซัลเฟตไม่แยก และเมื่อค่ารีเทนชันไทม์ของซัลไฟด์ลดลงเล็กน้อย ในขณะที่ค่ารีเทนชันไทม์ของ ซัลเฟต ไฮโอซัลเฟต ไฮโอไซยาเนต และซัลไฟด์ เพิ่มขึ้นเล็กน้อย โดยที่ selectivity ไม่เปลี่ยนแปลง และการแยกดีขึ้นเมื่อเพิ่ม pH

4.7 การศึกษาหาสภาวะที่เหมาะสมเพื่อใช้แยกแอนไอออนที่มีซิลเฟอร์เป็นองค์ประกอบ โดย  
การเปลี่ยนแปลงปริมาณตัวทำละลายอินทรีย์ที่เติมลงในสารละลายตัวชะ และ ใช้คอลัมน์  
IC-PAK A ผลการทดลองแสดงในตารางที่ 4.21-4.24 และสรุปผลการทดลองได้ดังนี้

ตาราง 4.21 แสดงค่ารีเทนชันไทม์ของแอนไอออนต่าง ๆ และการแยกของพีคที่ติดกัน เมื่อเปลี่ยน  
แปลงปริมาณอะซีโตนไนไตรล์ ใช้สารละลายโซเดียมไฮโดรเจนพทาเลด ความเข้มข้น  
2.0 mM pH 5.0 เป็นตัวชะ อัตราการไหล 1.0 mL/min และใช้คอลัมน์  
IC-PAK A

ปริมาณ อะซีโตนไนไตรล์ (%)	รีเทนชันไทม์ (min)				การแยก ( $R_u$ )	
	$SO_3^{2-}$	$SO_4^{2-}$	$S_2O_3^{2-}$	$SCN^-$	$S_2O_3^{2-}/SO_3^{2-}$	$SO_3^{2-}/SCN^-$
0	16.43	5.07	8.47	20.87	แยกได้ดี	แยกได้ดี
2	17.59	6.06	10.18	21.59	"	"
4	16.76	6.60	10.96	20.37	"	แยกไม่ดี(1.44)
6	16.47	6.75	11.32	20.04	"	แยกไม่ดี(1.20)
8	15.80	6.84	11.54	18.34	"	แยกไม่ดี(1.03)
10	14.98	7.62	12.72	17.11	แยกไม่ดี(1.00)	แยกไม่ดี(0.39)
12	15.84	8.16	13.66	17.36	แยกได้ดี	ไม่แยก

ตาราง 4.22 แสดงค่ารีเทนชันไทม์ของแอนไอออนต่าง ๆ และการแยกของพีคที่ติดกัน เมื่อเปลี่ยนแปลงปริมาณอะซิโตนไนไตรล์ และใช้สารละลายโซเดียมพาราไธดรอกซีเบนโซเอต ความเข้มข้น 3.0 mM pH 8.0 เป็นตัวชะ อัตราการไหล 1.2 mL/min และใช้คอลัมน์ IC-PAK A

ปริมาณ อะซิโตนไนไตรล์ (%)	รีเทนชันไทม์ (min)					การแยก ( $R_s$ )			
	$S^{2-}$	$SO_3^{2-}$	$SO_4^{2-}$	$S_2O_3^{2-}$	$SCN^-$	$SO_3^{2-}/SO_4^{2-}$	$SO_4^{2-}/S_2O_3^{2-}$	$SO_4^{2-}/SCN^-$	$S_2O_3^{2-}/SCN^-$
0.0	1.23	5.48	5.30	7.63	10.30	ไม่แยก	แยกได้ดี	แยกได้ดี	แยกได้ดี
5.0	1.80	8.60	8.53	12.03	12.03	"	"	"	ไม่แยก
10.0	1.74	11.50	9.84	14.73	10.84	"	ไม่แยก	"	แยกได้ดี
15.0	2.08	11.91	11.13	18.46	10.89	"	แยกได้ดี	ไม่แยก	"



ตาราง 4.23 แสดงค่ารีเทนชันไทม์ของแอนไอออนต่าง ๆ และการแยกของพิกที่ติดกัน เมื่อเปลี่ยนแปลงปริมาณอะซิโตนไนไตรล์ และใช้สารละลาย โซเดียมเบนซีนซัลโฟเนต ความเข้มข้น 7.5 mM pH 8.0 เป็นตัวชะ อัตราการไหล 1.2 mL/min และใช้คอลัมน์ IC-PAK A

ปริมาณ อะซิโตนไนไตรล์ (%)	รีเทนชันไทม์ (min)					การแยก ( $R_s$ )			
	$S^{2-}$	$SO_3^{2-}$	$SO_4^{2-}$	$S_2O_3^{2-}$	$SCN^-$	$SO_4^{2-}/S_2O_3^{2-}$	$S_2O_3^{2-}/SCN^-$	$S^{2-}/S_2O_3^{2-}$	$S^{2-}/SO_4^{2-}$
0.0	5.71	1.28	3.96	5.71	8.79	แยกไม่ได้(1.30)	แยกได้ดี	ไม่แยก	แยกไม่ได้(1.30)
5.0	6.43	1.36	4.11	6.09	7.98	แยกไม่ได้(1.32)	แยกไม่ได้(1.06)	"	แยกไม่ได้(1.32)
10.0	5.49	1.36	5.46	7.75	8.16	แยกไม่ได้(1.35)	ไม่แยก	แยกไม่ได้(1.35)	ไม่แยก
15.0	5.08	1.37	4.99	7.43	8.02	แยกได้ดี	"	แยกได้ดี	"

ตาราง 4.24 แสดงค่ารีเทนชันไทม์ของแอนไอออนต่าง ๆ และการแยกของพีคที่ติดกันเมื่อเปลี่ยนแปลง ปริมาณอะซีโตนไนไตรล์ ใช้สารละลายตัวชะ ประกอบด้วยอะซีโตนไนไตรล์ กลุโคเนต 0.8 mM บอเรต 1.2 mM กรดบอริก 40.0 mM กลีเซอรอล 54.0 mM เกลือโซเดียมของอีดีทีเอ 0.02 mM pH 8.0 และ ใช้คอลัมน์ IC-PAK A

ปริมาณ อะซีโตนไนไตรล์ (%)	รีเทนชันไทม์ (min)					การแยก ( $R_s$ )	
	$S^{2-}$	$SO_3^{2-}$	$SO_4^{2-}$	$S_2O_3^{2-}$	$SCN^-$	$SO_3^{2-}$ / $SO_4^{2-}$	$SCN^-$ / $S_2O_3^{2-}$
0	3.79	10.04	10.04	18.87	26.87	ไม่แยก	แยกได้ดี
5	2.74	9.93	9.93	18.31	22.22	"	"
10	2.48	8.96	10.50	18.82	18.82	แยกไม่ดี(0.83)	ไม่แยก
12	2.41	8.52	11.18	20.87	16.79	แยกไม่ดี(0.90)	แยกไม่ดี(1.40)
14	2.35	8.49	10.49	19.54	15.43	แยกไม่ดี(0.87)	แยกไม่ดี(1.27)
16	2.30	8.31	10.37	19.34	14.05	แยกไม่ดี(0.92)	แยกได้ดี
18	2.24	7.92	10.00	18.50	12.71	แยกไม่ดี(1.10)	แยกไม่ดี(1.23)

1. เมื่อใช้สารละลายโพแทสเซียมไฮโดรเจนฟทาเลต ความเข้มข้น 2.0 mM pH 5.0 เป็นตัวชะ อัตราการไหล 1.0 mL/min เติมตัวทำละลายอินทรีย์ คือ อะซีโตนไนโตรล์ ให้มีความเข้มข้น 2.0 4.0 6.0 8.0 10.0 และ 12.0 เปอร์เซ็นต์ ผลการทดลองแสดงในตารางที่ 4.21 พบว่าการเติมอะซีโตนไนโตรล์ลงในสารละลายตัวชะปริมาณต่างๆ กันนั้น ทำให้รีเทนชันไทม์ของแอนไอออนเปลี่ยนแปลงในลักษณะแตกต่างกัน กล่าวคือ ซัลเฟตและไฮโอซิลเฟต ค่ารีเทนชันไทม์เพิ่มขึ้น ส่วนซิลิไฟด์และไฮโอไซยาเนต ค่ารีเทนชันไทม์ลดลง จึงมีผลให้เวลาที่ใช้ในการวิเคราะห์ลดลงเล็กน้อย และมีผลทำให้การแยกไม่ดี จึงไม่ควรเติมตัวทำละลายอินทรีย์ในสารละลายตัวชะ

2. เมื่อใช้สารละลายโซเดียมพาราไฮดรอกซีเบนโซเอต ความเข้มข้น 3.0 mM pH 8.0 เป็นตัวชะ อัตราการไหล 1.2 mL/min เติมตัวทำละลายอินทรีย์ คือ อะซีโตนไนโตรล์ 5.0 10.0 และ 15.0 เปอร์เซ็นต์ ผลการทดลองแสดงในตารางที่ 4.22 พบว่าการเพิ่มปริมาณอะซีโตนไนโตรล์ ทำให้รีเทนชันไทม์ของแอนไอออนเพิ่มขึ้น selectivity และการแยกเปลี่ยนแปลง ทั้งนี้เนื่องจากรีเทนชันไทม์ของไอออนแต่ละตัวเปลี่ยนแปลงไม่เท่ากัน ดังนั้นในการใช้สารละลายตัวชะชนิดนี้ จึงไม่จำเป็นต้องเติมตัวทำละลายอินทรีย์

3. เมื่อใช้สารละลายโซเดียมเบนซีนซิลิไฟเนต ความเข้มข้น 7.5 mM pH 8.0 เป็นตัวชะ เติมตัวทำละลายอินทรีย์ คือ อะซีโตนไนโตรล์ ให้มีความเข้มข้น 5.0 10.0 15.0 เปอร์เซ็นต์ อัตราการไหล 1.2 mL/min ผลการทดลองแสดงในตารางที่ 4.23 พบว่า การเพิ่มอะซีโตนไนโตรล์ ทำให้ค่ารีเทนชันไทม์ของไอออนแต่ละชนิด ที่วิเคราะห์เปลี่ยนแปลงเล็กน้อย selectivity และการแยกเปลี่ยนแปลง การแยกไอออนสองชนิดที่อยู่ติดกัน มีการเปลี่ยนแปลงแตกต่างกัน กล่าวคือซิลิไฟด์กับไฮโอซิลเฟต แยกได้ดีทุกสภาวะการทดลอง ไฮโอซิลเฟตกับไฮโอไซยาเนต การแยกลดลงเมื่อเพิ่มอะซีโตนไนโตรล์ ซิลิไฟด์กับไฮโอซิลเฟต การแยกเพิ่มขึ้นเมื่อเพิ่มอะซีโตนไนโตรล์ และซิลิไฟด์กับซิลิไฟด์ การแยกลดลงเมื่อเพิ่มอะซีโตนไนโตรล์ ดังนั้นการเติมอะซีโตนไนโตรล์ในสารละลายตัวชะ ไม่ได้ทำให้เกิดผลดีในการแยกของไอออนทั้ง 5 ชนิดพร้อมกัน แต่อาจจะช่วยสำหรับแยกไอออนบางตัวที่ติดกันได้ เช่น ซิลิไฟด์กับไฮโอซิลเฟต ซึ่งในสภาวะที่ไม่มีตัวทำละลายอินทรีย์จะแยกไม่ได้

4. เมื่อใช้สารละลายผสมระบบกลูโคเนต-บอเรต ประกอบด้วย กลูโคเนต 0.8 mM บอเรต 1.2 mM กรดบอริก 40 mM กลีเซอรอล 54.0 mM เกลือโซเดียมของอัสทิกเอ 0.02 mM pH 8.0 ปริมาณอะซีโตนไนโตรล์ 0 5 10 12 14 16 และ 18 เปอร์เซ็นต์

เป็นตัวชะ อัตราการไหล 1.2 mL/min เป็นตัวชะ ผลการทดลองแสดงในตารางที่ 4.24 พบว่าการเพิ่มปริมาณอะซิโตนไทรล์ทำให้รีเทนชันไทม์ของไซโอโซยานะลดลงอย่างมาก ในขณะที่ค่ารีเทนชันไทม์ของแอนไอออนชนิดอื่นไม่เปลี่ยนแปลง จึงมีผลทำให้ selectivity เปลี่ยนแปลง การแยกของซิลไฟด์กับซิลเฟตดีขึ้น การแยกของไซโอโซยานะกับไซโอซิลเฟตลดลง จนถึงค่าหนึ่งจะไม่แยก และหลังจากนั้นเมื่อเพิ่มปริมาณอะซิโตนไทรล์ต่อไปอีกจะแยกดีขึ้น

4.8 การศึกษาหาสภาวะที่เหมาะสมเพื่อใช้แยกแอนไอออนที่มีซิลเฟอ์เป็นองค์ประกอบ โดยการเปลี่ยนแปลงความอัตราการไหลของสารละลายตัวชะ และใช้คอลัมน์ IC-PAK A ผลการทดลองแสดงในตารางที่ 4.25-4.28 และสรุปผลการทดลองได้ดังนี้

ตาราง 4.25 แสดงค่ารีเทนชันไทม์ของแอนไอออนต่างๆ และการแยกของพีคที่ติดกันเมื่อเปลี่ยนแปลงอัตราการไหล ใช้สารละลายโพแทสเซียมไฮโดรเจนฟทาเลต ความเข้มข้น 5.0 mM pH 4.15 เป็นตัวชะ และใช้คอลัมน์ IC-PAK A

อัตราการไหล (mL/min)	รีเทนชันไทม์ (min)				การแยก ( $R_s$ ) ทุกชนิด
	$SO_3^{2-}$	$SO_4^{2-}$	$S_2O_3^{2-}$	$SCN^-$	
0.6	3.32	10.73	16.30	26.22	แยกได้ดี
0.8	2.55	8.13	12.29	19.73	"
1.0	2.03	6.41	9.58	14.89	"
1.2	1.79	5.40	8.01	12.60	"

ตาราง 4.26 แสดงค่ารีเทนชันไทม์ของแอนไอออนต่าง ๆ และการแยกของพิกที่ติดกัน เมื่อเปลี่ยนแปลงอัตราการไหล ใช้สารละลายโซเดียมพาราไฮดรอกซีเบนโซเอต ความเข้มข้น 3.0 mM pH 8.0 เป็นตัวชะ และใช้คอลัมน์ IC-PAK A

อัตราการไหล (mL/min)	รีเทนชันไทม์ (min)					การแยก ( $R_p$ )		
	$S^{2-}$	$SO_3^{2-}$	$SO_4^{2-}$	$S_2O_3^{2-}$	$SCN^-$	$SO_3^{2-}/SO_4^{2-}$	$SO_4^{2-}/S_2O_3^{2-}$	$S_2O_3^{2-}/SCN^-$
0.6	2.77	11.53	11.53	16.71	21.75	ไม่แยก	แยกได้ดี	แยกไม่ดี(1.18)
0.8	1.87	8.08	8.08	11.66	15.62	"	"	แยกได้ดี
1.0	1.48	6.38	6.38	9.17	12.30	"	"	แยกไม่ดี(1.39)
1.2	1.23	5.29	5.29	7.61	10.30	"	"	แยกไม่ดี(1.40)

ตาราง 4.27 แสดงค่ารีเทนชันไทม์ของแอนไอออนต่างๆ และการแยกของพิกที่ติดกัน เมื่อเปลี่ยน  
 แปลงอัตราการไหล ใช้สารละลายโซเดียมเบนซีนซัลโฟเนต ความเข้มข้น 7.5 mM  
 pH 8.0 เป็นตัวชะ และใช้คอลัมน์ IC-PAK A

อัตราการไหล (mL/min)	รีเทนชันไทม์ (min)					การแยก ( $R_p$ )	
	$S^{2-}$	$SO_3^{2-}$	$SO_4^{2-}$	$S_2O_3^{2-}$	$SCN^-$	$SO_4^{2-} / S_2O_3^{2-}$	$S_2O_3^{2-} / SCN^-$
0.6	11.28	2.55	7.75	11.18	17.04	แยกไม่ได้ (1.25)	แยกได้ดี
0.8	8.46	1.91	5.85	8.46	12.86	แยกไม่ได้ (1.37)	"
1.0	6.81	1.53	4.72	6.81	10.47	แยกไม่ได้ (1.34)	"
1.2	5.71	1.28	3.96	5.71	8.79	แยกไม่ได้ (1.30)	"

ตาราง 4.28 แสดงค่ารีเทนชันไทม์ของแอนไอออนต่างๆ และการแยกของพีคที่ติดกัน เมื่อเปลี่ยนแปลงอัตราการไหล และใช้สารละลายตัวชะระบบกลุโคเนต-บอเรต ประกอบด้วยกลุโคเนต 1.0 mM บอเรต 1.1 mM กรดบอริก 90.0 mM กลีเซอรอล 54.0 mM เกลือโซเดียมของอัสทิก 0.02 mM อะซิโตนไนไตรล์ 16 % pH 7.35 และใช้คอลัมน์ IC-PAK A

อัตราการไหล (mL/min)	รีเทนชันไทม์ (min)					การแยก ( $R_s$ )	
	$S^{2-}$	$SO_3^{2-}$	$SO_4^{2-}$	$S_2O_3^{2-}$	$SCN^-$	$SO_3^{2-}$ / $SO_4^{2-}$	$SCN^-$ / $S_2O_3^{2-}$
0.6	3.83	11.82	17.67	31.48	25.12	แยกไม่ได้(1.05)	แยกไม่ได้(0.97)
0.8	2.88	8.84	13.32	23.60	18.59	แยกไม่ได้(0.95)	แยกไม่ได้(1.10)
1.0	2.31	7.03	10.66	18.95	14.85	แยกไม่ได้(1.10)	แยกไม่ได้(1.17)
1.2	2.03	5.81	8.88	15.80	12.38	แยกได้ดี	แยกได้ดี



1. เมื่อใช้สารละลายโพแทสเซียมไฮโดรเจนฟทาเลต ความเข้มข้น 5.0 mM pH 4.15 อัตราการไหล 0.6 0.8 1.0 และ 1.2 mL/min ผลการทดลองแสดงในตารางที่ 4.25 พบว่าเมื่อเพิ่มอัตราการไหลของสารละลายตัวชะทำให้ค่ารีเทนชันไทม์ลดลง โดยไม่มีผลกระทบต่อการแยก ดังนั้น จึงสามารถเลือกใช้อัตราการไหลสูงสุดที่คอลัมน์สามารถใช้ได้ในการวิเคราะห์ เพื่อให้เวลาที่ใช้ในการวิเคราะห์สั้นที่สุด

2. เมื่อใช้สารละลายโซเดียมพาราไฮดรอกซีเบนโซเอต ความเข้มข้น 3.0 mM pH 8.0 เป็นตัวชะ อัตราการไหล 0.6 0.8 1.0 และ 1.2 mL/min ผลการทดลองแสดงในตารางที่ 4.26 พบว่าเมื่อเพิ่มอัตราการไหล ค่ารีเทนชันไทม์ลดลง การแยกเปลี่ยนแปลงเล็กน้อย ดังนั้นจึงสามารถเลือกใช้อัตราการไหลสูงสุดที่คอลัมน์สามารถจะใช้ได้เพื่อให้เวลาในการวิเคราะห์สั้น

3. เมื่อใช้สารละลายโซเดียมเบนซีนซัลโฟเนต ความเข้มข้น 7.5 mM pH 8.0 เป็นตัวชะ อัตราการไหล 0.6 0.8 1.0 และ 1.2 mL/min ผลการทดลองแสดงในตารางที่ 4.27 พบว่าการเพิ่มอัตราการไหล ทำให้ค่ารีเทนชันไทม์ของแอนไอออนทั้ง 5 ชนิดลดลง selectivity ไม่เปลี่ยนแปลงและการแยกเหมือนเดิม ดังนั้นในการวิเคราะห์จึงสามารถเลือกใช้อัตราการไหลสูงสุดที่คอลัมน์ทนแรงดันได้ เพื่อให้ได้เวลาในการวิเคราะห์สั้นที่สุด

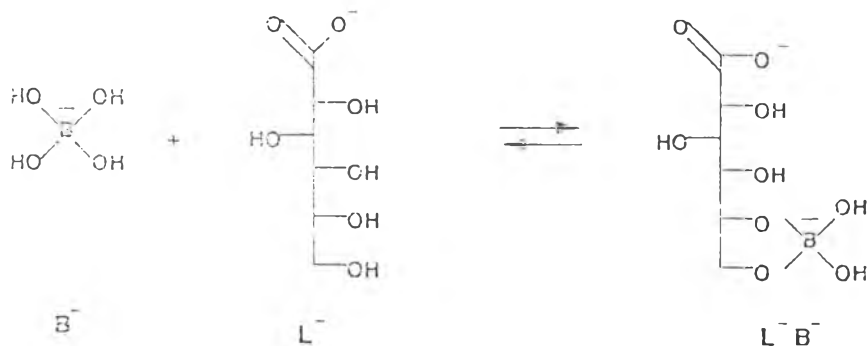
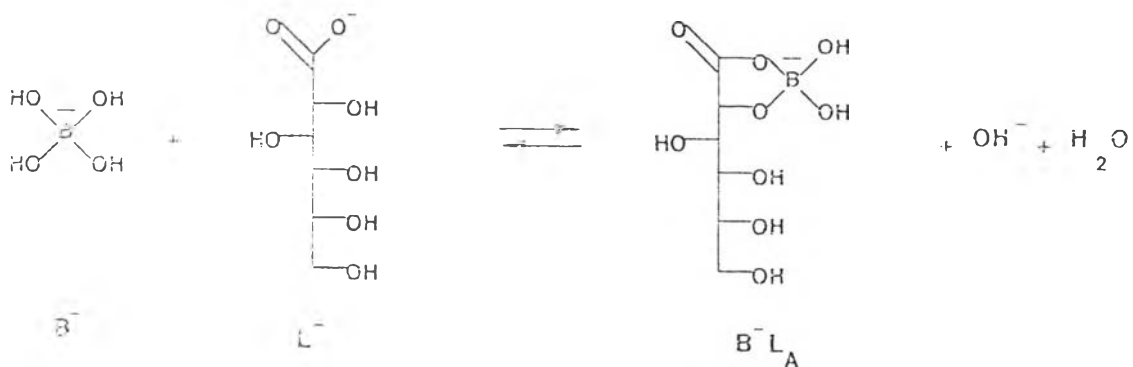
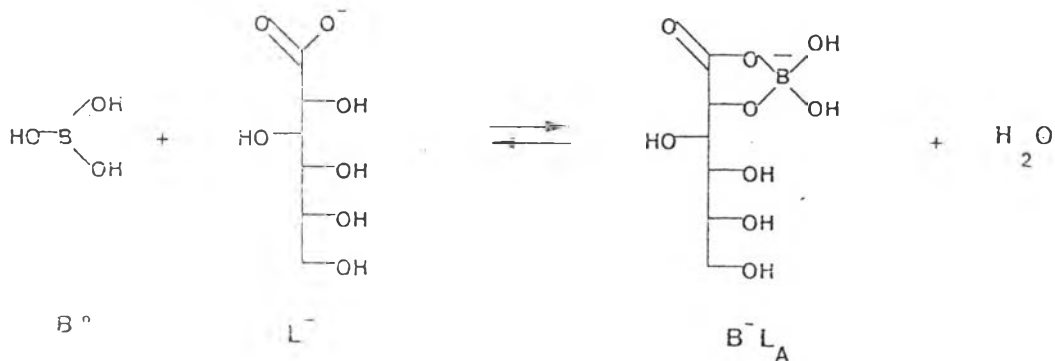
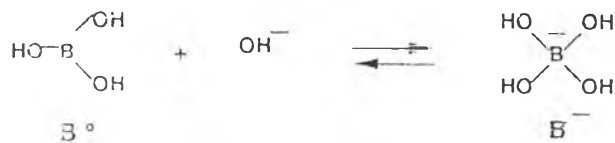
4. เมื่อใช้สารละลายผสมระบบกลูโคเนต-บอเรต ประกอบด้วย กลูโคเนต 1.0 mM บอเรต 1.1 mM กรดบอริก 90 mM กลีเซอรอล 54.0 mM เกลือโซเดียมของอิดีทีเอ 0.02 mM อะซีโตนไทรล์ 16 เปอร์เซ็นต์ pH 7.35 เป็นตัวชะ อัตราการไหล 0.6 0.8 1.0 และ 1.2 mL/min ผลการทดลองแสดงในตารางที่ 4.28 พบว่า เมื่อเพิ่มอัตราการไหล ค่ารีเทนชันไทม์ของแอนไอออนทุกตัวลดลง โดยที่ selectivity และการแยกไม่เปลี่ยนแปลง จึงสามารถเลือกอัตราการไหลสูงสุดใช้ในการวิเคราะห์

โดยสรุป การวิเคราะห์แอนไอออนที่มีซิลเฟอ์เป็นองค์ประกอบ โดยใช้คอลัมน์ IC-PAK A ใช้สารละลายโพแทสเซียมไฮโดรเจนฟทาเลตเป็นตัวชะ สามารถวิเคราะห์แอนไอออนได้ 4 ชนิดพร้อมกัน คือ ซิลเฟต ซัลไฟด์ ไฮโอซิลเฟต และไฮโอไซยาเนต ส่วนซิลไฟด์นั้นวิเคราะห์ไม่ได้เนื่องจากการทดลองทำในสภาวะที่เป็นกรด ซึ่งซิลไฟด์ไม่เสถียร เมื่อใช้สารละลายโซเดียมพาราไฮดรอกซีเบนโซเอตเป็นตัวชะ สามารถวิเคราะห์แอนไอออนได้พร้อมกันมากที่สุด 4 ชนิด ทั้งนี้เนื่องจากซิลไฟด์และซิลเฟตไม่แยกในสภาวะที่เหมาะสม ถ้าต้องการวิเคราะห์

ซิลิเกตและซิลเฟตพร้อมกัน และมีไฮดรอกซิลเฟตในตัวอย่างด้วย จะต้องใช้เวลาในการวิเคราะห์นานมาก โครมาโทแกรมที่ได้มีพีคกว้าง ทำให้ผลการวิเคราะห์เชิงปริมาณผิดพลาดได้ นอกจากนี้การลองเติมตัวทำลายอินทรีย์อะซีโตนไทรลีนนั้น ทำให้การแยกลดลง ดังนั้นในการวิเคราะห์จริงจึงไม่จำเป็นต้องใช้ ในทำนองเดียวกันเมื่อใช้สารละลายโซเดียมเบนซีนซิลิเฟตเป็นตัวชะนั้น เวลาในการวิเคราะห์สั้น แสดงว่าเป็นสารตัวชะที่มีความสามารถในการพาสารออกจากคอลัมน์ได้เร็ว ดังนั้นการเปลี่ยนแปลงความเข้มข้น จึงมีผลต่อค่ารีเทนชันไทม์และการแยกมาก ส่วนการเปลี่ยนแปลง pH ไม่มีผลมากนัก การที่รีเทนชันไทม์ของไอออนแต่ละชนิดสั้นทำให้พีคที่แคบ การแยกเกิดได้ดี เมื่อเลือกสภาวะทดลองที่เหมาะสม ทำให้สามารถวิเคราะห์แอนไอออนที่มีซิลิเฟตเป็นองค์ประกอบได้ 4 ชนิดพร้อมกัน ในการวิเคราะห์ต้องเลือกใช้สารละลายตัวชะที่มีความเข้มข้น และ pH ที่เหมาะสม เพื่อให้ได้การแยกที่ดี เวลาในการวิเคราะห์สั้น และสภาพไวในการวิเคราะห์สูง

และเมื่อใช้สารละลายผสมระบบกลูโคเนต-บอเรต สารละลายนี้ประกอบด้วยบอเรต กรดบอริก กลีเซอรอล เกลือโซเดียมของอิตีทีเอ อะซีโตนไทรลีน จัดเป็นสารละลายตัวชะที่ค่อนข้างอ่อน การพาแอนไอออนออกจากคอลัมน์ที่มีความยาว เช่น PRP-X100 นั้น ต้องใช้เวลาประมาณ 1 ชม. จึงไม่เหมาะที่จะใช้สำหรับการวิเคราะห์ แต่เหมาะสำหรับคอลัมน์บางชนิด เช่น Bio rad, IC-PAK A (25) การศึกษาวิเคราะห์แอนไอออนที่มีซิลิเฟตเป็นองค์ประกอบได้เตรียมสารละลายให้เป็นเบส เนื่องจากสารละลายผสมตามความเข้มข้นที่ใช้มี pH 7.5-8.5 โดยมีบอริก-บอเรตทำหน้าที่เป็นบัฟเฟอร์ pH ของสารละลายจึงขึ้นอยู่กับสาร 2 ชนิดนั้น เนื่องจากการศึกษาทำในสภาวะเป็นเบส จึงสามารถศึกษาแอนไอออนที่มีซิลิเฟตเป็นองค์ประกอบได้ทั้ง 5 ชนิด การใช้สารละลายผสมระบบกลูโคเนต-บอเรตเป็นตัวชะนั้น การเปลี่ยนแปลงปริมาณ หรือ ความเข้มข้นของกลูโคเนต บอเรต และกรดบอริกเพียงเล็กน้อย มีผลทำให้ค่ารีเทนชันไทม์ของแอนไอออนที่วิเคราะห์เปลี่ยนแปลงมาก มีผลทำให้ selectivity และการแยกเปลี่ยนแปลงด้วย ทั้งนี้เนื่องจากในสารละลายตัวชะนี้เกิดสารประกอบเชิงซ้อนของกลูโคเนต-บอเรตได้หลายแบบดังแสดงในสมการการแตกตัว (46)

สารละลายตัวชะระบบกลูโคเนต-บอเรต จะมีแอนไอออนในสารละลายหลายชนิดในขณะเดียวกัน ทั้งที่เป็นแอนไอออนประจุเดียว และแอนไอออนประจุลบสอง กล่าวคือ  $B^-$ ,  $B^-L$ ,  $B^-L^-$ ,  $L^-$  และ  $(B^-)_2L$  อัตราส่วนของแอนไอออนแต่ละชนิดในสารละลายขึ้น



B<sup>°</sup> คือ กรดบอริก

B<sup>-</sup> คือ บอเรตไฮดรอกไซด์ไอออน

L<sup>-</sup> คือ กลูโคเนตไอออน

BL คือ สารประกอบเชิงซ้อนกลูโคเนต-บอเรต

อยู่กับปริมาณสาร pH ของสารละลายนั้น จากการศึกษา (46) พบว่า  $B^-L^-$  จะเกิดได้มากขึ้น เมื่อ pH เพิ่มขึ้น เป็นผลมาจากการสลายตัวของ  $B^-L^-$  ซึ่ง  $B^-L^-$  นั้นมีโครงสร้างและจำนวนประจุที่จับกับคอลลิมน์ได้ดี จึงทำให้สารละลายตัวชะมีความแข็งแรงมากขึ้น อันนี้จึงเป็นเหตุผลที่ว่าเมื่อเพิ่ม pH ทำให้ค่ารีเทนชันไทม์ของแอนไอออนที่วิเคราะห์ลดลง นอกจากนี้ในสารละลายยังมีโอกาสพบแอนไอออนอื่นๆ อีก เช่น แอนไอออนของเกลือโซเดียมของอิดีทีเอซึ่งมีประจุลบสอง ดังนั้นการเปลี่ยนแปลงความเข้มข้นของกลูโคเนต หรือ บอเรต หรือ กรดบอริก มีผลทำให้ปริมาณสารประกอบเชิงซ้อนแอนไอออนในสารตัวชะแตกต่างกันไปอย่างมากมาช ทำให้ความแข็งแรงของสารตัวชะเปลี่ยนแปลงมากด้วย และเนื่องจากสารประกอบเชิงซ้อนที่เกิดขึ้นแต่ละตัว มีผลต่อแอนไอออนไม่เท่ากัน ทำให้การเปลี่ยนแปลงรีเทนชันไทม์ของแอนไอออนแตกต่างกัน ซึ่งเป็นเรื่องที่ยังซับซ้อนไม่สามารถอธิบายให้ชัดเจนได้

ส่วนกลีเซอรอลที่ใช้ในนี้เพียงเพื่อเป็นสารป้องกันการถูกออกซิไดซ์ของซิลิเกต ( 25 53 61) เกลือโซเดียมของอิดีทีเอนั้นเติมเพื่อให้ง่ายต่อการกำจัดไอออนของโลหะบางตัวที่จะเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาออกซิเดชันของซิลิเกต (25) เช่น เหล็ก ทองแดง สังกะสี เป็นต้น ทั้งนี้เนื่องจากไอออนของโลหะดังกล่าวสามารถเกิดสารประกอบเชิงซ้อนที่เสถียรกับเกลือโซเดียมของอิดีทีเอ และสารประกอบเชิงซ้อนนี้ จะถูกชะออกจากคอลลิมน์ก่อน รวมทั้งฟีกของสารพวกที่ไม่เกาะติดในคอลลิมน์ (non-retain) แต่อย่างไรก็ตาม เกลือโซเดียมของอิดีทีเอก็มีผลในการพาสารออกจากคอลลิมน์เช่นเดียวกัน เนื่องจากเกลือโซเดียมของอิดีทีเออิสระเป็นสารที่อยู่ในสภาพมีขั้ว การเพิ่มปริมาณเกลือโซเดียมของอิดีทีเอจึงเหมือนกับการเพิ่มไอออนในสารละลายตัวชะ ทำให้สารละลายตัวชะมีความแข็งแรงมากขึ้น ส่วนอะซีโตนไทรลีน นั้นเป็นตัวทำละลายอินทรีย์ที่เติมลงไป จะทำให้ชั้นของการแลกเปลี่ยนไอออนของเฟสคงที่ เกิดการชอลเวท และบวม ( solvated & swell ) ขึ้น เป็นผลให้เกิดการลดลงของบริเวณพื้นที่การแลกเปลี่ยนไอออน ซึ่งผลที่เกิดขึ้นจะคล้ายคลึงกับการลด degree of cross linkage ของเฟสคงที่ลงนั่นเอง การเติมตัวทำละลายอินทรีย์ในสารละลายระบบนี้ทำให้เกิดผลดีทั้งในเรื่องของการแยกและเวลาในการวิเคราะห์สั้นลง แต่มีข้อจำกัด กล่าวคือ คอลลิมน์ที่ใช้มีความทนต่อตัวทำละลายอินทรีย์ได้เพียงค่าหนึ่งเท่านั้น คือประมาณ 20 เปอร์เซ็นต์ ถ้าใช้ในปริมาณมากกว่านี้จะทำให้คอลลิมน์เสียหายได้ เช่นเกิดการบวม (swell) นอกจากนี้การใช้ตัวทำละลายอินทรีย์ ถึงแม้จะใช้ในปริมาณที่ไม่เกินขีดจำกัดของคอลลิมน์ แต่ถ้าใช้ไปนานๆ ก็เป็นสาเหตุให้คอลลิมน์เสื่อมสภาพได้เช่นเดียวกัน จึงจำเป็นต้องเลือกใช้ปริมาณตัว

ที่สุดโดยทำให้การแยกดี เวลาการวิเคราะห์สั้น และคอลัมน์ไม่เสียสภาพ

ดังนั้น ในการใช้สารละลายผสมระบบกลุโคเนด-บอเรตเป็นตัวชะ เพื่อวิเคราะห์แอนไอออนที่มีซิลเฟอ์เป็นองค์ประกอบนั้น จำเป็นจะต้องทราบแนวโน้มในการเปลี่ยนแปลงพฤติกรรมของแอนไอออนแต่ละชนิด เมื่อเปลี่ยนแปลงความเข้มข้นหรือปริมาณของสารเคมีแต่ละชนิดในสารละลายตัวชะ เพื่อเป็นแนวทางในการปรับสภาวะในการแยก และการวิเคราะห์สารตัวอย่างให้เหมาะสม ทั้งนี้ เนื่องจากกลไกในการแยกเมื่อใช้สารละลายระบบนี้ค่อนข้างซับซ้อน การปรับสภาวะของสารละลายตัวชะเพื่อให้แยกแอนไอออนที่วิเคราะห์ให้เหมาะสม จึงค่อนข้างยุ่งยาก

จากการทดลองเปลี่ยนแปลงสภาวะต่าง ๆ ของสารละลายตัวชะ เพื่อใช้วิเคราะห์แอนไอออนที่มีซิลเฟอ์เป็นองค์ประกอบนั้น สภาวะที่เหมาะสมของการใช้คอลัมน์ และสารละลายตัวชะแต่ละชนิดที่ได้ศึกษามาแล้ว สามารถนำไปใช้หาปริมาณได้บางชนิด หรือทั้งหมด 5 ชนิด ทั้งนี้ขึ้นอยู่กับระบบที่เลือกใช้ พอจะสรุปได้ดังต่อไปนี้

#### คอลัมน์ PRP-X100

1. สารละลายโพแทสเซียมไฮโดรเจนฟทาเลต ความเข้มข้น 2.0 mM pH 5.0 อัตราการไหล 2.0 mL/min แสดงการแยกในรูปที่ 4.1 สามารถวิเคราะห์หาปริมาณแอนไอออนที่มีซิลเฟอ์เป็นองค์ประกอบได้ 3 ชนิด คือ ซิลเฟต ไธโอซิลเฟต ไธโอไซยาเนต

2. สารละลายโซเดียมพาราไฮดรอกซีเบนโซเอต ความเข้มข้น 6.0 mM pH 8.0 อัตราการไหล 2.0 mL/min แสดงการแยกในรูปที่ 4.2 สามารถวิเคราะห์หาปริมาณแอนไอออนที่มีซิลเฟอ์เป็นองค์ประกอบได้ 4 ชนิด คือ ซิลไฟด์ ซิลเฟต ไธโอซิลเฟต ไธโอไซยาเนต

3. สารละลายโซเดียมเบนซีนซิลโฟเนต 2.0 mM pH 8.0 อัตราการไหล 2.0 mL/min แสดงการแยกในรูปที่ 4.3 สามารถวิเคราะห์หาปริมาณแอนไอออนที่มีซิลเฟอ์เป็นองค์ประกอบได้ 3 ชนิด คือ ซิลเฟต ไธโอซิลเฟต ไธโอไซยาเนต

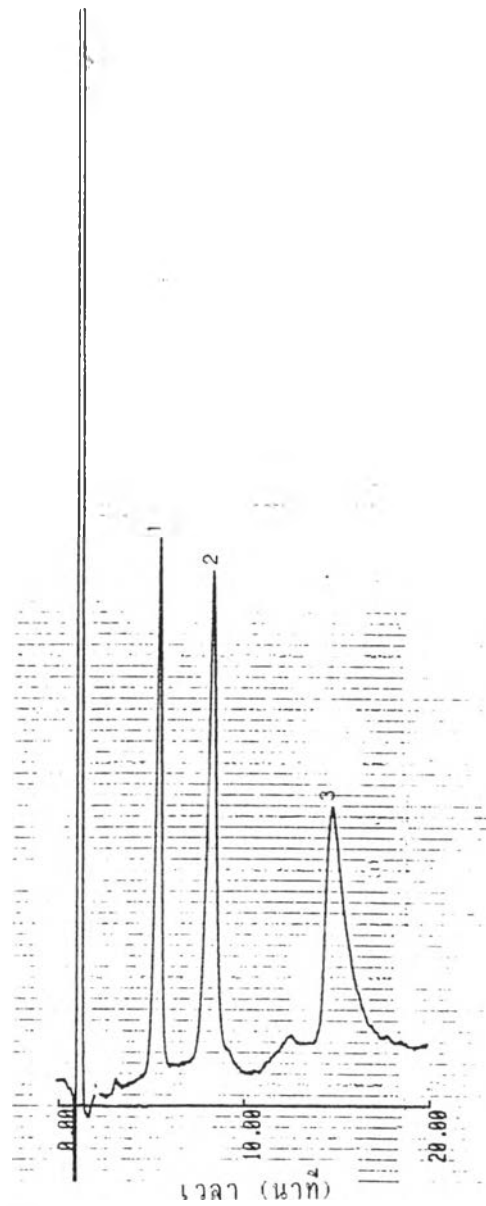
## คอลัมน์ IC-PAK A

1. สารละลายโพแทสเซียมไฮดรเจนฟทาเลต ความเข้มข้น 5.0 mM pH 4.0 อัตราการไหล 1.2 mL/min แสดงการแยกในรูปที่ 4.4 สามารถวิเคราะห์หาปริมาณแอนไอออนที่มีซิลเฟอ์เป็นองค์ประกอบได้ 4 ชนิด คือ ซัลไฟด์ ซัลเฟต ไธโอซัลเฟต ไธโอไซยาเนต

2. สารละลายโซเดียมพาราไฮดรอกซีเบนโซเอต ความเข้มข้น 3.0 mM pH 8.0 อัตราการไหล 1.2 mL/min แสดงการแยกในรูปที่ 4.5 สามารถวิเคราะห์หาปริมาณแอนไอออนที่มีซิลเฟอ์เป็นองค์ประกอบได้ 4 ชนิด คือ ซัลไฟด์ ซัลเฟต ไธโอซัลเฟต ไธโอไซยาเนต

3. สารละลายโซเดียมเบนซีนซัลโฟเนต ความเข้มข้น 7.5 mM pH 7.7 อัตราการไหล 1.2 mL/min แสดงการแยกในรูปที่ 4.6 สามารถวิเคราะห์หาปริมาณแอนไอออนที่มีซิลเฟอ์เป็นองค์ประกอบได้ 5 ชนิด คือ ซัลไฟด์ ซัลไฟด์ ซัลเฟต ไธโอซัลเฟต ไธโอไซยาเนต

4. สารละลายผสมของกลูโคเนต 1.0 mM บอเรต 1.1 mM กรดบอริก 90 mM กลีเซอรอล 540 mM เกลือโซเดียมของอิดีทีเอ 0.02 mM และอะซีตไนไตรล์ 16 % pH 7.35 อัตราการไหล 1.2 mL/min แสดงการแยกในรูปที่ 4.7 สามารถวิเคราะห์หาปริมาณแอนไอออนที่มีซิลเฟอ์เป็นองค์ประกอบได้ 5 ชนิด คือ ซัลไฟด์ ซัลไฟด์ ซัลเฟต ไธโอซัลเฟต ไธโอไซยาเนต



รูปที่ 4.1 แสดงลักษณะของโครมาโทแกรม  
การแยกสารละลายผสมของซัลเฟอร์แอนไอออน  
1.  $\text{SO}_4^{2-}$  50 ppm. 2.  $\text{S}_2\text{O}_3^{2-}$  50 ppm.  
3.  $\text{SCN}^-$  100 ppm.

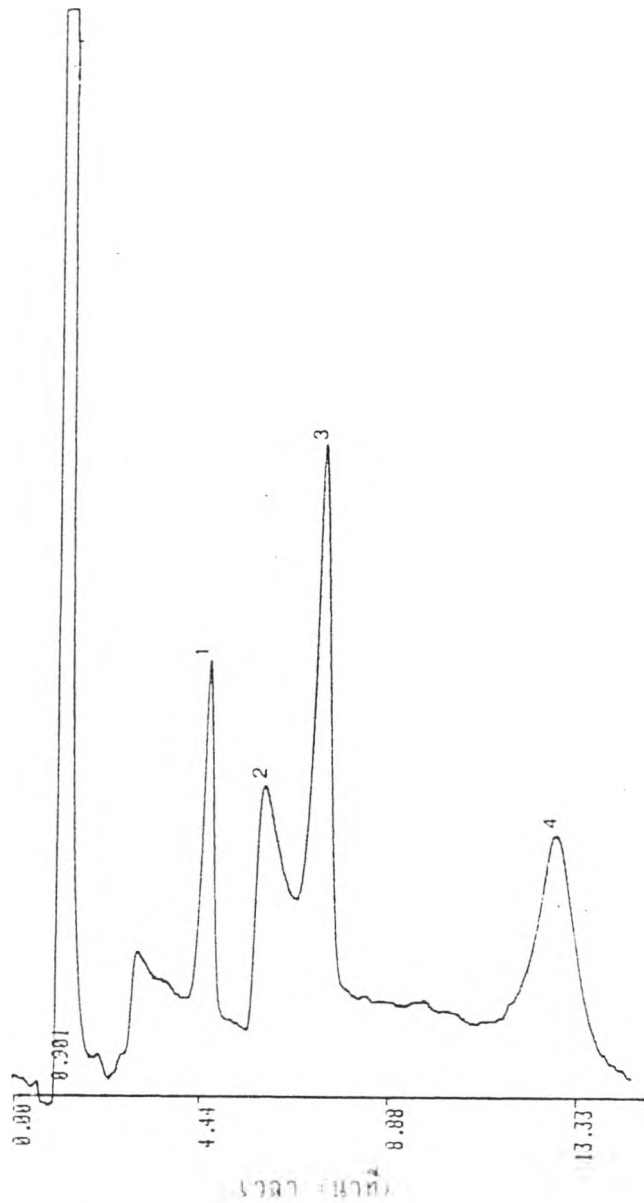
สภาวะที่ใช้

คอลัมน์ PRP-X100

ตัวชะ สารละลายโพแทสเซียมไฮโดรเจน

ฟทาเลต 2.0 mM pH 5.0

อัตราการไหล 2.0 mL/min



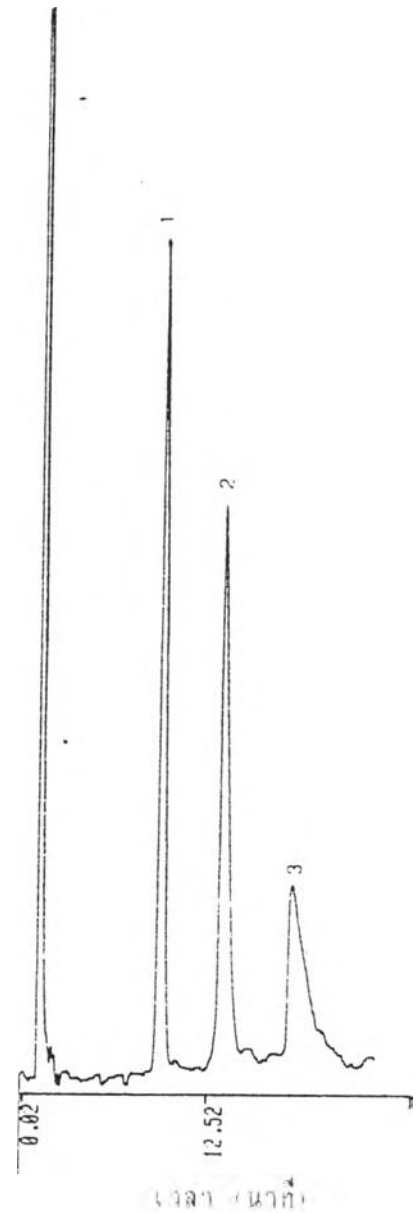
รูปที่ 4.2 แสดงลักษณะของโครมาโทแกรม  
การแยกสารละลายผสมของซัลเฟอร์แอนไอออน  
1.  $\text{SO}_4^{2-}$  50 ppm. 2.  $\text{SO}_3^{2-}$  100 ppm.  
3.  $\text{S}_2\text{O}_3^{2-}$  100 ppm. 4.  $\text{S}^{2-}$  100 ppm.  
สภาวะที่ใช้

คอลัมน์ PRP-X100

ตัวชะ สารละลายโซเดียมพาราไฮดรอกซี

เบนโซเอต 6.0 mM pH 8.0

อัตราการไหล 2.0 mL/min



รูปที่ 4.3 แสดงลักษณะของโครมาโทแกรม  
การแยกสารละลายผสมของซัลเฟอร์แอนไอออน  
ความเข้มข้นชนิดละ 50 ppm.  
1.  $\text{SO}_4^{2-}$  2.  $\text{S}_2\text{O}_3^{2-}$  3.  $\text{SCN}^-$   
สภาวะที่ใช้

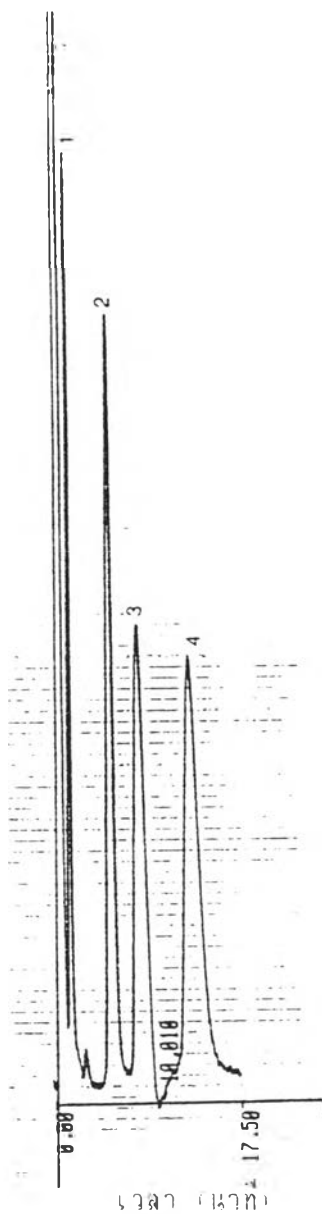
คอลัมน์ PRP-X100

ตัวชะ สารละลายโซเดียมเบนซีนซัลโฟ

เนต 6.0 mM pH 8.0

อัตราการไหล 2.0 mL/min





รูปที่ 4.4 แสดงลักษณะของโครมาโทแกรม  
การแยกสารละลายผสมของซัลเฟอร์แอนไอออน

1.  $\text{SO}_3^{2-}$  100 ppm.
2.  $\text{SO}_4^{2-}$
3.  $\text{S}_2\text{O}_3^{2-}$
4.  $\text{SCN}^-$  50 ppm.

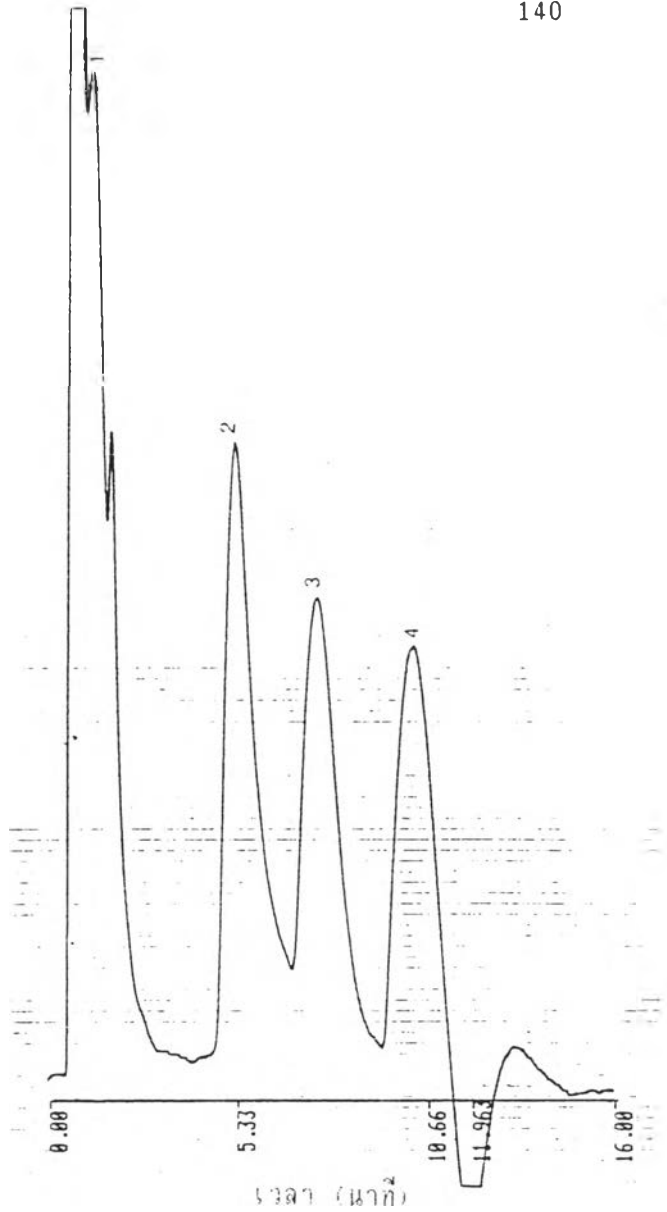
สภาวะที่ใช้

คอลัมน์ IC-PAK A

ตัวชะ สารละลายโพแทสเซียมไฮโดรเจน

ฟทาเลต 5.0 mM pH 4.0

อัตราการไหล 1.2 mL/min



รูปที่ 4.5 แสดงลักษณะของโครมาโทแกรม  
การแยกสารละลายผสมของซัลเฟอร์แอนไอออน

1.  $\text{S}^{2-}$  50 ppm.
2.  $\text{SO}_4^{2-}$
3.  $\text{S}_2\text{O}_3^{2-}$
4.  $\text{SCN}^-$  100 ppm.

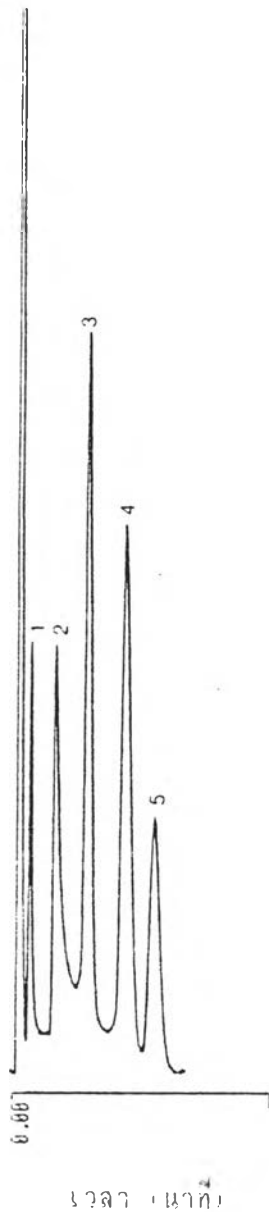
สภาวะที่ใช้

คอลัมน์ IC-PAK A

ตัวชะ สารละลายโซเดียมพาราไฮดรอกซี

เบนโซเอต 3.0 mM pH 8.0

อัตราการไหล 1.2 mL/min



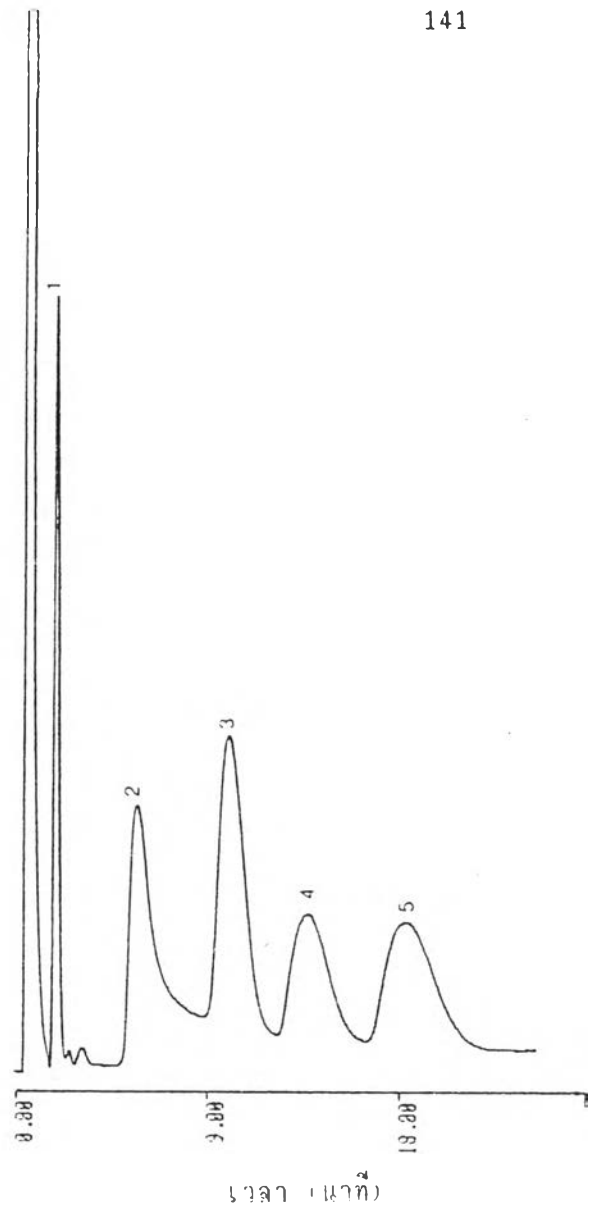
รูปที่ 4.6 แสดงลักษณะของโครมาโทแกรม  
การแยกสารละลายผสมของซัลเฟอร์แอนไอออน  
1. — 2.  $\text{SO}_3^{2-}$  3.  $\text{SO}_4^{2-}$   
4.  $\text{S}_2\text{O}_3^{2-}$  5.  $\text{SCN}^-$  50 ppm. และ  
 $\text{SO}_3^{2-}$  100 ppm.

สภาวะที่ใช้

คอลัมน์ IC-PAK A

ตัวชะ สารละลายโซเดียมเบนซีนซัลโฟเนต  
7.5 mM pH 7.7

อัตราการไหล 1.2 mL/min



รูปที่ 4.7 แสดงลักษณะของโครมาโทแกรม  
การแยกสารละลายผสมของซัลเฟอร์แอนไอออน  
1.  $\text{S}^{2-}$  2.  $\text{SO}_3^{2-}$  3.  $\text{SO}_4^{2-}$   
4.  $\text{S}_2\text{O}_3^{2-}$  5.  $\text{SCN}^-$  ชนิดละ 50 ppm.

สภาวะที่ใช้

คอลัมน์ IC-PAK A

ตัวชะ สารละลายผสมระบบกลูโคเนต-  
บอเรต pH 7.35

อัตราการไหล 1.2 mL/min

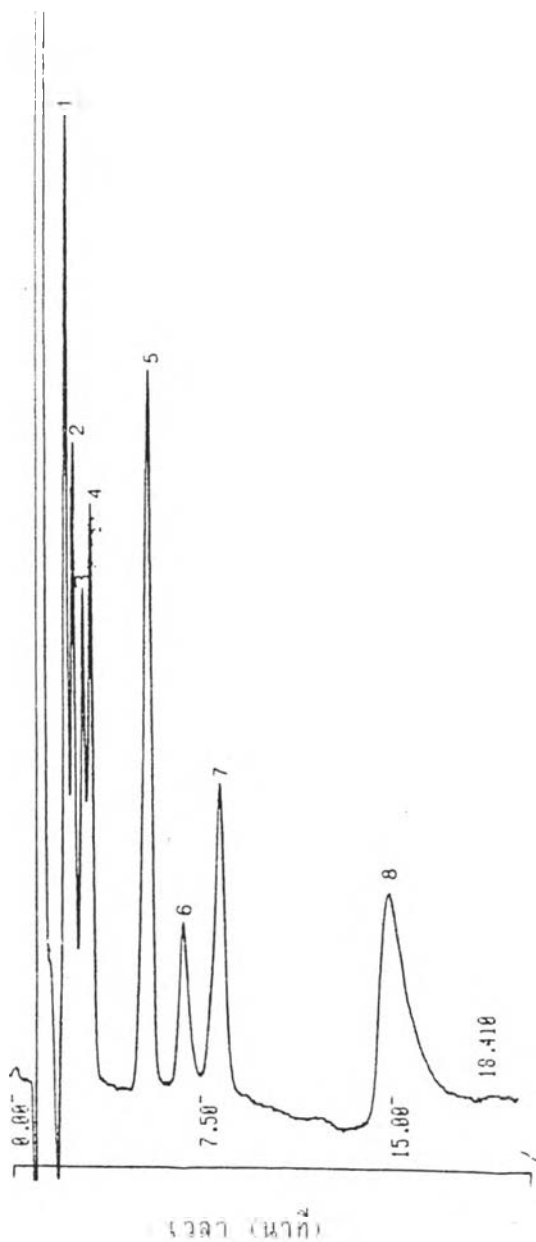
#### 4.9 ศึกษาการแทรกสอดจากแอนไอออนที่พบอยู่เสมอในตัวอย่างต่าง ๆ

สารแทรกสอดที่ศึกษา คือ ไอออนที่มีประจุเดี่ยว (monovalent) ได้แก่ ฟลูออไรด์ คลอไรด์ ไนไตรต์ ไนเตรต โบรไมด์ และ ไอโอไดด์ นั้น ผลการทดลองแสดงในตารางที่ 4.29 และ รูปที่ 4.8 - 4.14 สรุปได้ดังนี้

4.9.1 เมื่อใช้คอลัมน์ PRP-X100 ผลการทดลองแสดงในตารางที่ 4.29 และ รูปที่ 4.8-4.10 พบว่าการใช้คอลัมน์ PRP-X100 และใช้สารละลายตัวชะ 3 ชนิด คือ สารละลายโพแทสเซียมไฮโดรเจนฟทาเลต สารละลายโซเดียมพาราไฮดรอกซีเบนโซเอต สารละลายโซเดียมเบนซีนซัลโฟเนต การวิเคราะห์แอนไอออนที่มีซัลเฟอร์เป็นองค์ประกอบไม่มีการแทรกสอดจากแอนไอออนพวกที่มีประจุเดี่ยวดังกล่าว ซึ่งเตรียมให้มีความเข้มข้น 30 ppm. และไอโอไดด์ 50 ppm. ทั้งนี้เนื่องจากพวกแอนไอออนประจุเดี่ยวสามารถเคลื่อนที่ออกจากคอลัมน์เร็วกว่าพวกแอนไอออนที่มีซัลเฟอร์เป็นองค์ประกอบมาก จึงเคลื่อนที่ออกจากคอลัมน์ก่อน ยกเว้นไอโอไดด์ซึ่งออกจากคอลัมน์ช้า ถึงแม้จะมีเพียงประจุเดี่ยว แต่มีขนาดประจุที่มีน้ำล้อมรอบ (hydrate size) ใหญ่ จึงติดอยู่ในคอลัมน์นาน แต่อย่างไรก็ตาม ไอโอไดด์ก็แยกจากแอนไอออนที่มีซัลเฟอร์เป็นองค์ประกอบตัวอื่น ๆ ได้ดี

4.9.2 เมื่อใช้คอลัมน์ IC-PAK A ผลการทดลองแสดงในตารางที่ 4.29 และ รูปที่ 4.11-4.14 การใช้สารละลายตัวชะแต่ละชนิดให้ผลที่แตกต่างกันดังนี้

1. เมื่อใช้สารละลายโพแทสเซียมไฮโดรเจนฟทาเลต พบว่าคลอไรด์ และซัลไฟต์ ให้พีคที่คาร์เท็นชันไทม์เท่ากัน พีคซ้อนทับกันพอดี ดังนั้น ในการวิเคราะห์ซัลไฟต์จะต้องกำจัดคลอไรด์ออกจากสารละลายตัวอย่างก่อน ส่วน ไอโอไดด์มีคาร์เท็นชันไทม์อยู่ระหว่างซัลเฟตกับไฮโอซัลเฟต และแยกออกจากแอนไอออน 2 ชนิดนี้ได้ ในปริมาณของไอโอไดด์ที่ใช้วิเคราะห์นั้น การแยกไม่ถึงฐานพีค แต่สามารถวิเคราะห์เชิงปริมาณและเชิงคุณภาพได้ ถ้าในตัวอย่างมีไอโอไดด์ปริมาณมาก หรือ แอนไอออนของซัลเฟอร์มีปริมาณมากเกินไป ก็อาจจะเป็นปัญหาในการวิเคราะห์ได้ ซึ่งในการวิเคราะห์จริงจำเป็นจะต้องแก้ปัญหาเป็นกรณีไป



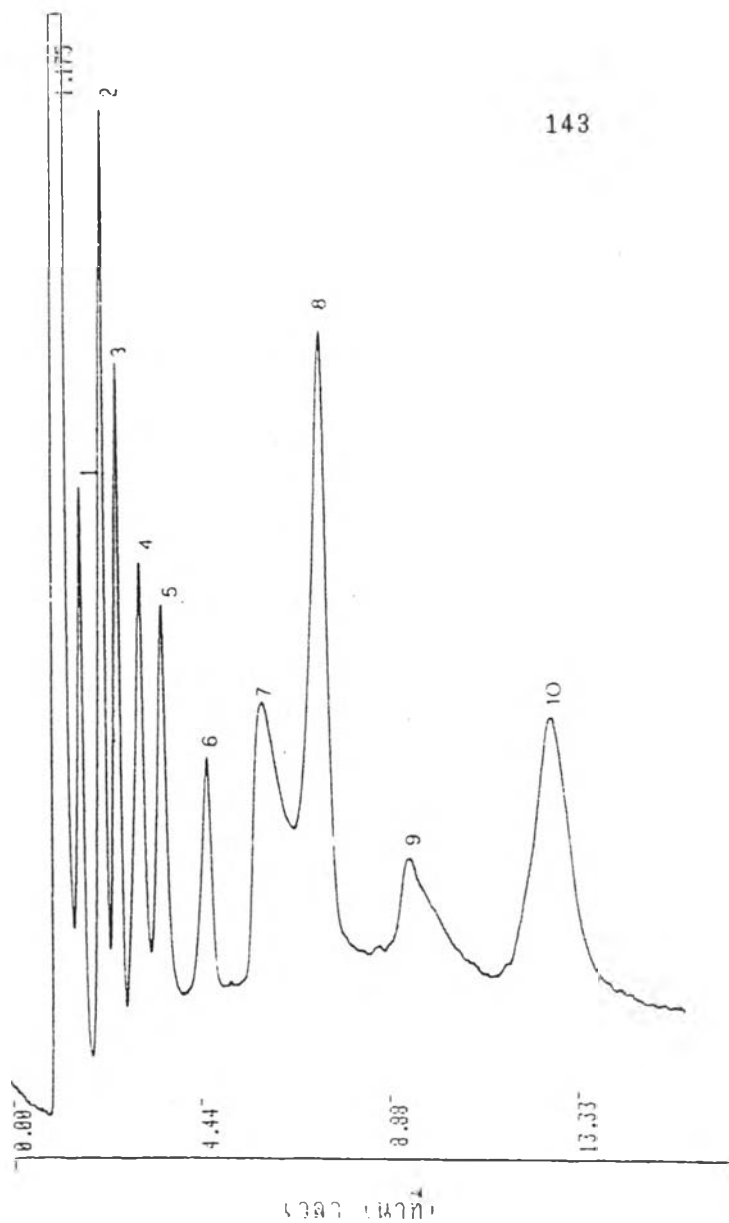
รูปที่ 4.8 แสดงลักษณะของโครมาโทแกรม  
การแยกสารละลายผสม เมอมีตัวแทรกสอด  
1.  $\text{Cl}^-$  2.  $\text{NO}_2^-$  3.  $\text{Br}^-$  4.  $\text{NO}_3^-$   
ความเข้มข้น ชนิดละ 30 ppm. 5.  $\text{SO}_4^{2-}$   
6.  $\text{I}^-$  7.  $\text{S}_2\text{O}_3^{2-}$  ความเข้มข้นชนิดละ  
50 ppm. 8.  $\text{SCN}^-$  100 ppm.

#### สภาวะที่ใช้

คอลัมน์ PRP-X100

ตัวชะ สารละลายโพแทสเซียมไฮโครเจน  
ฟทาเลต 2.0 mM pH 5.0

อัตราการไหล 2.0 mL/min



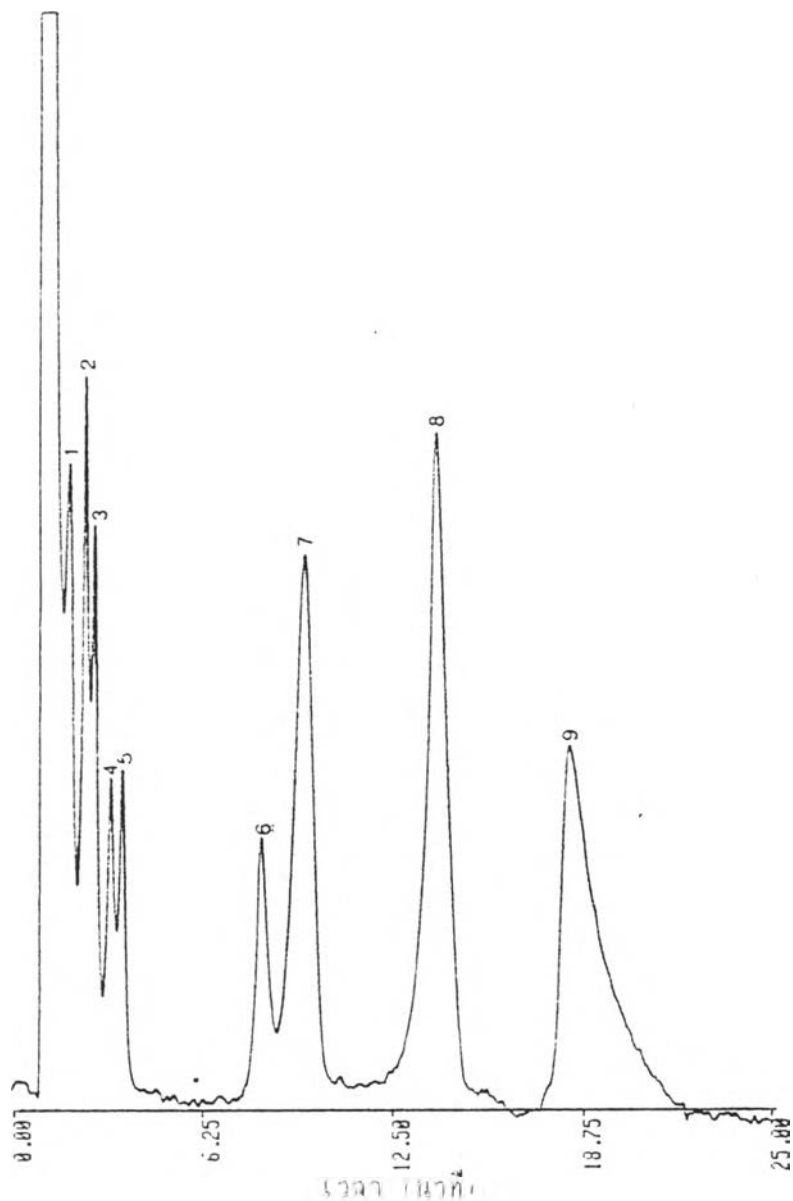
รูปที่ 4.9 แสดงลักษณะของโครมาโทแกรม  
การแยกสารละลายผสม เมอมีตัวแทรกสอด  
1.  $\text{F}^-$  2.  $\text{Cl}^-$  3.  $\text{NO}_2^-$  4.  $\text{Br}^-$   
5.  $\text{NO}_3^-$  ความเข้มข้น ชนิดละ 30 ppm.  
6.  $\text{SO}_4^{2-}$  7.  $\text{SO}_3^{2-}$  8.  $\text{S}_2\text{O}_3^{2-}$   
9.  $\text{I}^-$  ความเข้มข้นชนิดละ 50 ppm.  
10.  $\text{S}^{2-}$  100 ppm.

#### สภาวะที่ใช้

คอลัมน์ PRP-X100

ตัวชะ สารละลายโซเดียมพาราไฮดรอกซี  
เบนโซเอต 6.0 mM pH 8.0

อัตราการไหล 2.0 mL/min



รูปที่ 4.10 แสดงลักษณะของโครมาโทแกรม  
การแยกสารละลายผสม เมื่อมีตัวแทรกสอด  
1.  $F^-$  2.  $Cl^-$  3.  $NO_2^-$  4.  $Br^-$   
5.  $NO_3^-$  ความเข้มข้น ชนิดละ 30 ppm.  
6.  $I^-$  7.  $SO_4^{2-}$  ความ  
เข้มข้น 50 ppm. 8.  $S_2O_3^{2-}$  9.  $SCN^-$   
ความเข้มข้นชนิดละ 100 ppm.

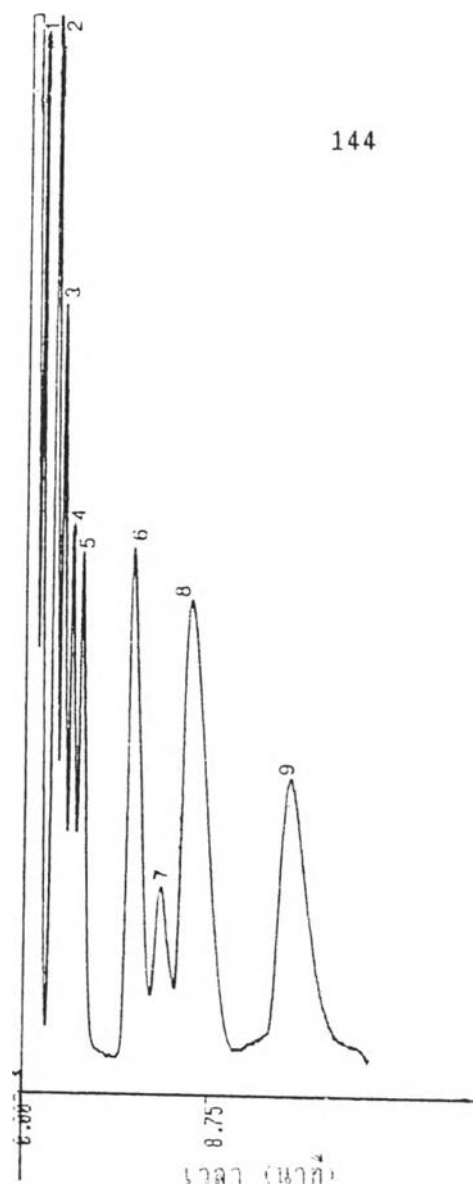
สภาวะที่ใช้

คอลัมน์ PRP-X100

ตัวชะ สารละลายโซเดียมเบนซีนซัลโฟ

เนต 6.0 mM pH 8.0

อัตราการไหล 2.0 mL/min



รูปที่ 4.11 แสดงลักษณะของโครมาโทแกรม  
การแยกสารละลายผสม เมื่อมีตัวแทรกสอด  
1.  $F^-$  2.  $Cl^-/SO_3^{2-}$  3.  $NO_2^-$   
4.  $Br^-$  5.  $NO_3^-$  ความเข้มข้น ชนิดละ  
30 ppm. 6.  $SO_4^{2-}$  7.  $I^-$  8.  $S_2O_3^{2-}$   
ความเข้มข้นชนิดละ 50 ppm. 9.  $SCN^-$   
100 ppm.  $SO_3^{2-}$  ความเข้มข้น 100 ppm.

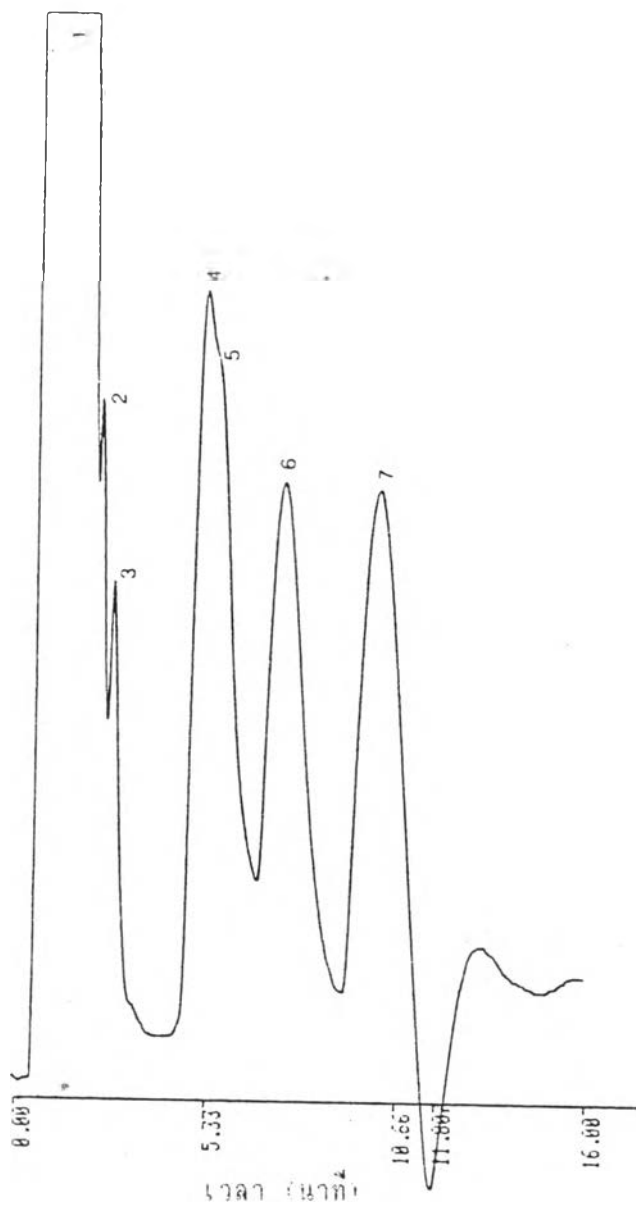
สภาวะที่ใช้

คอลัมน์ IC-PAK A

ตัวชะ สารละลายโพแทสเซียมไฮโดรเจน

ฟทาเลต 5.0 mM pH 4.0

อัตราการไหล 1.2 mL/min



รูปที่ 4.12 แสดงลักษณะของโครมาโทแกรม  
การแยกสารละลายผสม เมื่อมีตัวแทรกสอด  
1.  $F^-$   $Cl^-$   $NO_2^-$  2.  $Br^-$  3.  $NO_3^-$   
ความเข้มข้น ชนิดละ 30 ppm. 4.  $SO_4^{2-}$   
5.  $I^-$  ความเข้มข้นชนิดละ 50 ppm.  
6.  $S_2O_3^{2-}$  7.  $SCN^-$  100 ppm.

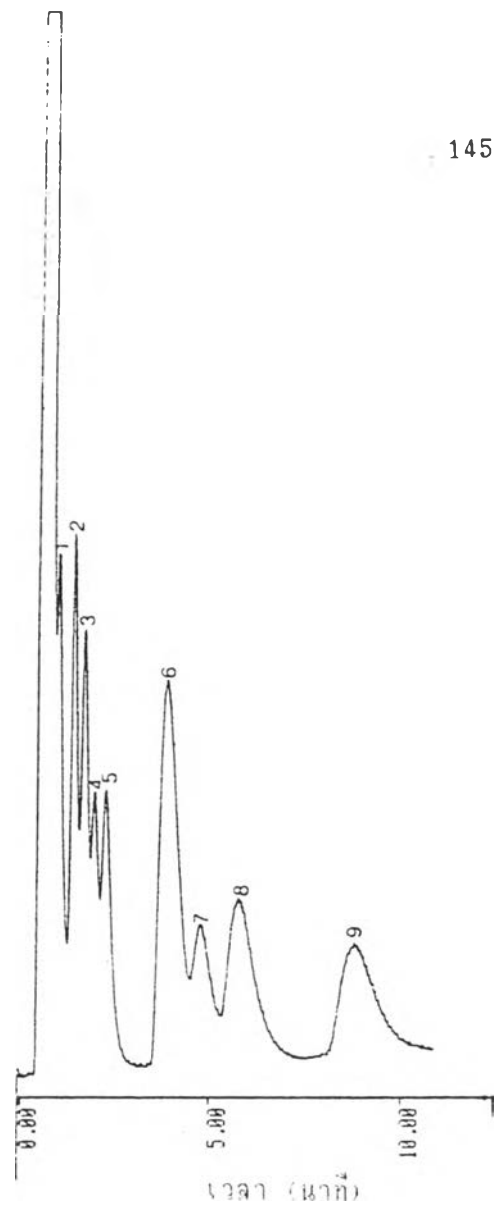
สภาวะที่ใช้

คอลัมน์ IC-PAK A

ตัวชะ สารละลายโซเดียมพาราไฮดรอกซี

เบนโซเอต 3.0 mM pH 8.0

อัตราการไหล 1.2 mL/min



รูปที่ 4.13 แสดงลักษณะของโครมาโทแกรม  
การแยกสารละลายผสม เมื่อมีตัวแทรกสอด  
1.  $SO_3^{2-}$  100 ppm. 2.  $Cl^-$  3.  $NO_2^-$   
4.  $Br^-$  5.  $NO_3^-$  6.  $SO_4^{2-}$  7.  $I^-$   
ความเข้มข้นชนิดละ 30 ppm. 8.  $S_2O_3^{2-}$   
9.  $SCN^-$  ความเข้มข้น ชนิดละ 50 ppm.

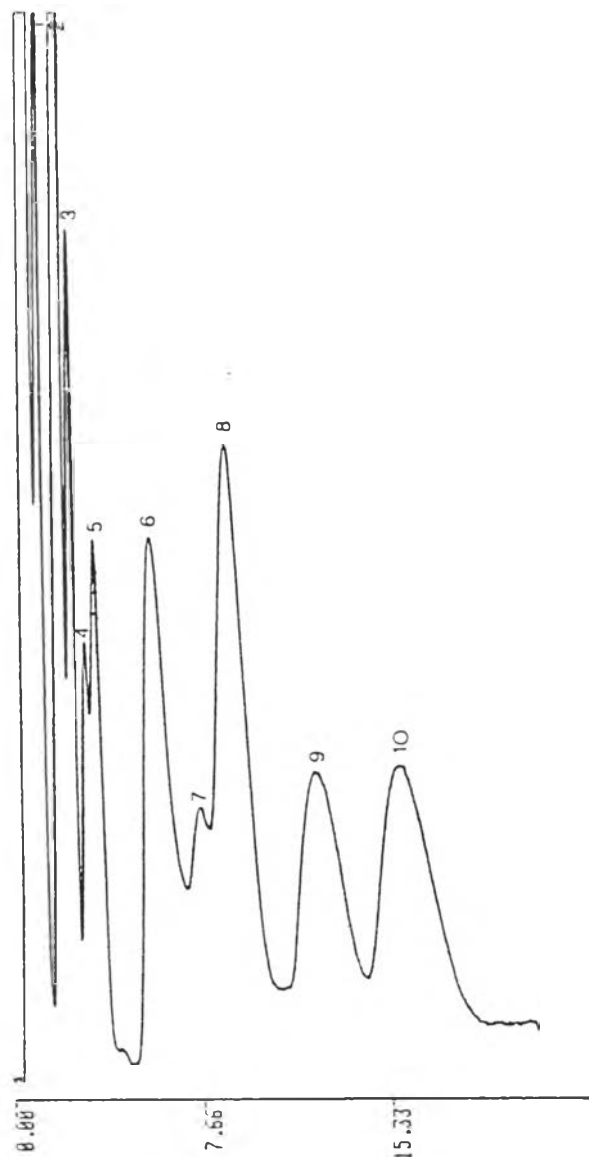
สภาวะที่ใช้

คอลัมน์ IC-PAK A

ตัวชะ สารละลายโซเดียมเบนซีนซัลโฟเน

7.5 mM pH 7.7

อัตราการไหล 1.2 mL/min



รูปที่ 4.14 แสดงลักษณะของโครมาโทแกรม  
การแยกสารละลายผสม เมื่อบริเวณแรกสุด  
1.  $\text{Cl}^-$  2.  $\text{NO}_2^-$  3.  $\text{S}^{2-}$  4.  $\text{Br}^-$   
5.  $\text{NO}_3^-$  6.  $\text{SO}_3^{2-}$  7.  $\text{I}^-$  ความ  
เข้มข้นชนิดละ 30 ppm. 8.  $\text{SO}_4^{2-}$   
9.  $\text{S}_2\text{O}_3^{2-}$  10.  $\text{SCN}^-$  ความเข้มข้น ชนิด  
ละ 50 ppm.

สภาวะที่ใช้

คอลัมน์ IC-PAK A

ตัวชะ สารละลายผสมระบบกลุโคเนต-  
บอเรต pH 7.

อัตราการไหล 1.2 mL/min

ตารางที่ 4.29 แสดงค่ารีเทนชันไทม์ของแอนไอออนต่าง ๆ เมื่อใช้สารละลายตัวชะชนิดต่าง ๆ อัตราการไหล 2.0 mL/min สำหรับคอลัมน์ PRP-X100 และ 1.2 mL/min สำหรับคอลัมน์ IC-PAK A

แอนไอออน	รีเทนชันไทม์ (min)						
	คอลัมน์ PRP-X100			คอลัมน์ IC-PAK A			
	KHP	p-HBA	BSA	KHP	p-HBA	BSA	Glu-BO
	2.0 mM pH 5.0	6.0 mM pH 8.0	6.0 mM pH 8.0	5.0 mM pH 4.0	3.0 mM pH 8.0	7.5 mM pH 7.7	pH 7.35
F <sup>-</sup>	1.60	1.73	1.96	1.19	1.12	**	**
Cl <sup>-</sup>	2.27	2.24	2.47	1.79	1.60	1.48	1.28
NO <sub>2</sub> <sup>-</sup>	2.56	2.60	2.75	2.17	1.92	1.76	2.51
Br <sup>-</sup>	2.94	3.31	3.29	2.60	2.22	2.05	3.12
NO <sub>3</sub> <sup>-</sup>	3.24	3.65	3.68	3.06	2.57	2.34	3.53
I <sup>-</sup>	6.91	9.46	8.34	6.68	5.31	4.81	7.80
S <sup>2-</sup>	*	12.82	*	*	*	*	2.03
SO <sub>3</sub> <sup>2-</sup>	*	6.00	*	1.79	*	1.28	5.81
SO <sub>4</sub> <sup>2-</sup>	5.56	4.71	9.73	5.40	*	3.98	8.88
S <sub>2</sub> O <sub>3</sub> <sup>2-</sup>	8.38	7.38	14.01	8.01	7.61	5.81	15.80
SCN <sup>-</sup>	14.97	*	18.37	12.60	10.30	8.82	12.38

\* ไม่ได้วิเคราะห์

\*\* หาค่ารีเทนชันไทม์ไม่ได้



2. เมื่อใช้สารละลายโซเดียมพาราไฮดรอกซีเบนโซเอต พบว่าไอโอไดด์กับซิลเฟต มีรีเทนชันไทม์ใกล้เคียงกันมากไม่สามารถวิเคราะห์ผลเชิงปริมาณได้ ส่วนแอนไอออนชนิดอื่นไม่มีผลการแทรกสอด เนื่องจากไอออนเหล่านั้นเคลื่อนที่ออกจากคอลัมน์ก่อน และแยกจากกลุ่มของแอนไอออนที่มีซิลเฟอ์เป็นองค์ประกอบอย่างเด็ดขาด

3. เมื่อใช้สารละลายโซเดียมเบนซีนซิลโฟเนต พบว่า ซิลไฟด์ซึ่งมีรีเทนชันไทม์ต่ำมาก มีพีคเกือบซ้อนทับพีคของสารที่ไม่ยึดติดคอลัมน์ ถ้าในตัวอ้อมมีสารดังกล่าวมาก ทำให้พีคมีขนาดใหญ่ จะทำให้ซิลไฟด์ไม่แยกออกมารวมอยู่ในกลุ่มพีคของตัวทำละลาย และ สารแทรกสอดดังกล่าว ทำให้สภาวะการทดลองนี้ใช้วิเคราะห์ซิลไฟด์ไม่ได้ ส่วนแอนไอออนที่มีซิลเฟอ์เป็นองค์ประกอบอื่น ๆ แยกออกจากสารแทรกสอดที่ศึกษาได้ดี

4. เมื่อใช้สารละลายผสมระบบกลูโคเนต-บอเรต พบว่า ซิลไฟด์มีรีเทนชันไทม์ที่ใกล้เคียงกับไนเตรต แต่พีคแยกได้ดีเนื่องจากพีคของแอนไอออนทั้งสองชนิดแคบ แต่ในการวิเคราะห์ตัวอย่างจริงถ้าปริมาณไนเตรตมากเกินไปอาจจะมีการแทรกสอดได้ ทำนองเดียวกันกับไอโอไดด์กับซิลเฟต ถ้ามีความเข้มข้นปริมาณหนึ่งจะไม่มีผลเสียต่อการวิเคราะห์ แต่ถ้าในสารละลายตัวอย่างมีไอโอไดด์มากเกินไปอาจเกิดการแทรกสอดได้บ้างเช่นเดียวกัน

#### 4.10 การศึกษาขีดจำกัดของการตรวจวัด (detection limited)

ผลการทดลองแสดงในตารางที่ 4.30 พบว่า ขีดจำกัดของการตรวจวัดของแอนไอออนที่มีซิลเฟอ์เป็นองค์ประกอบต่าง ๆ มีค่าแตกต่างกัน ทั้งนี้ขึ้นอยู่กับสภาวะการทดลองที่ใช้แตกต่างกัน และเนื่องจากสาเหตุอื่น ๆ อีกดังต่อไปนี้

ตาราง 4.30 แสดงขีดจำกัดของการตรวจวัด โดยใช้สารละลายตัวชะชนิดต่าง ๆ ใช้คอลัมน์ PRP-X100 อัตราการไหล 2.0 mL/min และใช้คอลัมน์ IC-PAK A อัตราการไหล 1.2 mL/min

แอนไอออน	detection limited เมื่อใช้คอลัมน์ PRP-X100 (ppm.)			detection limited เมื่อใช้คอลัมน์ IC-PAK A (ppm.)			
	สารตัวชะ KHP	สารตัวชะ P-HBA	สารตัวชะ BSA	สารตัวชะ KHP	สารตัวชะ P-HBA	สารตัวชะ BSA	สารตัวชะ Glu/Bo system
ซิลิเฟต	—	1.00	10.00	—	—	6.40	2.00
ซิลิเฟต	—	50.00	—	9.14	—	8.50	30.00
ซิลิเฟต	1.00	2.00	3.00	1.00	2.00	0.50	2.00
ไทโอซิลิเฟต	2.30	3.00	5.67	2.30	2.30	1.10	4.50
ไฮโปไธยาเนต	12.30	—	12.30	5.00	3.00	1.50	4.90

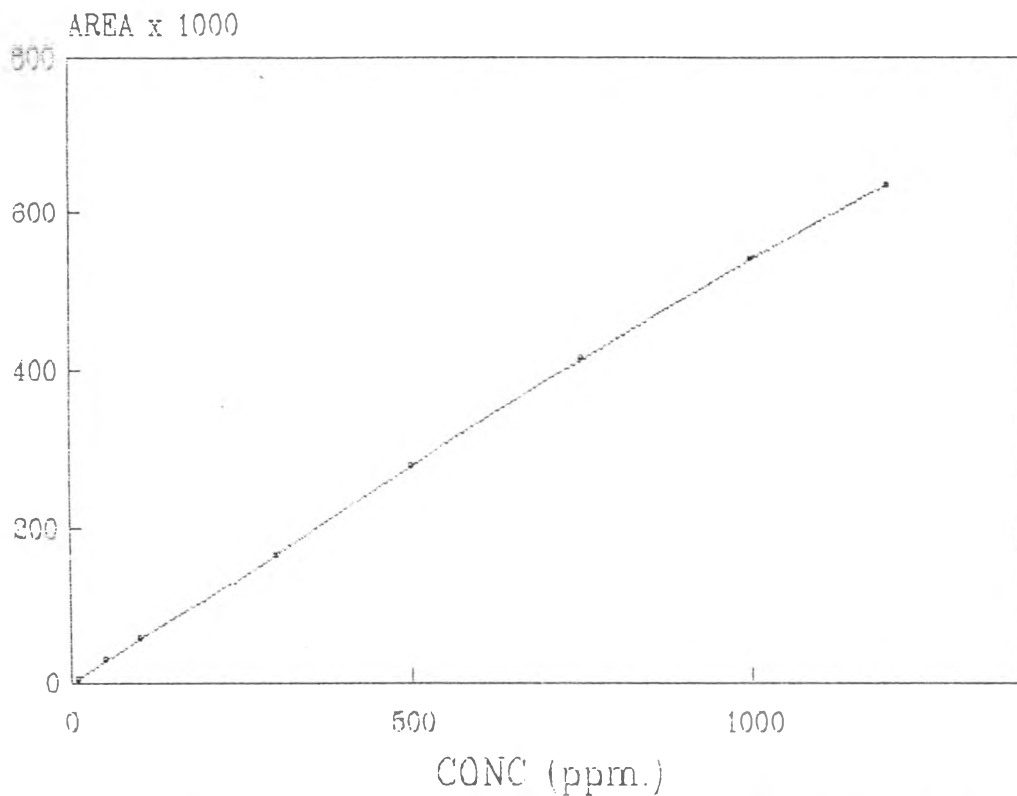
1 ในกรณีที่ใช้สภาวะการวิเคราะห์เหมือนกัน ชีตจำกัดของการตรวจวัดแตกต่างกัน เพราะแอนไอออนแต่ละชนิด มีค่าอควิวาเลนซ์คอนดักติวิตี (equivalent conductivity) แตกต่างกัน ซึ่งเป็นสมบัติเฉพาะตัวของไอออนแต่ละชนิด นอกจากนี้ ยังขึ้นอยู่กับธรรมชาติของไอออนชนิดนั้น เช่น ความเสถียรเมื่ออยู่ในสารละลายตัวชะ ลักษณะของพีค ได้แก่ tailing ความกว้าง และตำแหน่งของพีคในโครมาโทแกรม

2 ในกรณีที่ใช้สภาวะการทดลองแตกต่างกัน เช่น คอลัมน์ และสารละลายตัวชะ ชีตจำกัดของการตรวจวัดของแอนไอออนชนิดเดียวกันจะแตกต่างกัน ขึ้นอยู่กับค่าแบคกราวนด์หรืออีกนัยหนึ่งคือค่าความนำไฟฟ้าของสารละลายตัวชะแต่ละชนิด ถ้าค่าแบคกราวนด์ของสารละลายตัวชะต่ำ จะทำให้ชีตต่ำสุดของการตรวจวัดต่ำด้วย ทั้งนี้ต้องพิจารณาลักษณะของพีค และค่ารีเทนชันไทม์ของแอนไอออนประกอบด้วย

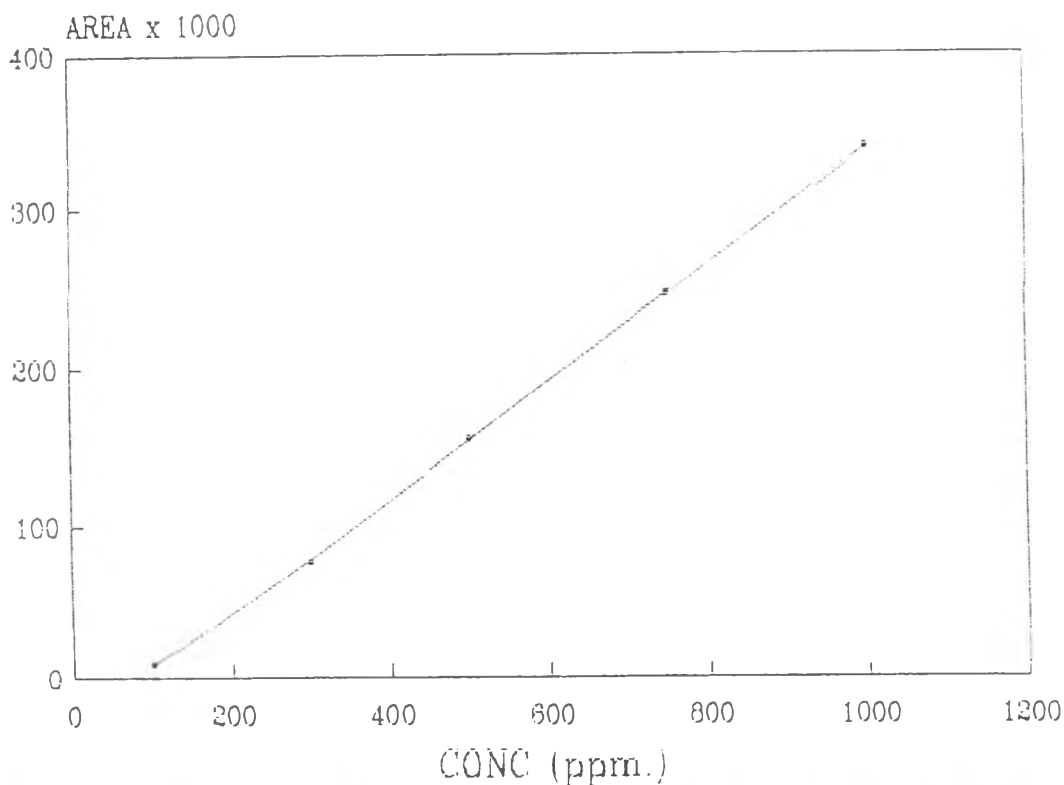
จากการทดลองใช้คอลัมน์และสารละลายตัวชะชนิดต่าง ๆ ชีตจำกัดของการตรวจวัดเมื่อใช้คอลัมน์ PRP-x100 อยู่ในช่วง 1-10 ppm. และเมื่อใช้คอลัมน์ IC-PAK A อยู่ในช่วง 1-5 ppm. ยกเว้น ซัลไฟด์มีชีตจำกัดของการตรวจวัดค่อนข้างสูง คือ 30.0 ppm. ทั้งนี้เนื่องจากลักษณะพีคของซัลไฟด์มี tailing ฐานพีคกว้างมาก และเมื่อมีปริมาณซัลไฟด์ต่ำมากจะตรวจวัดไม่ได้

จากการศึกษาเปรียบเทียบการใช้คอลัมน์และสารละลายตัวชะแต่ละชนิด พบว่าการใช้สารละลายผสมระบบกลูโคเนต-บอเรต กับคอลัมน์ IC-PAK A นั้นเหมาะสมที่สุด เพราะสามารถวิเคราะห์แอนไอออนที่มีซัลเฟอร์เป็นองค์ประกอบได้พร้อมกันทั้ง 5 ชนิด แยกออกจากสารแทรกสอดได้ถ้ามีอยู่ในปริมาณที่เหมาะสม การวิเคราะห์แอนไอออนเกือบทุกชนิดมีชีตจำกัดของการตรวจวัดค่อนข้างต่ำอยู่ในช่วง 1-5 ppm. ถึงแม้จะไม่ต่ำมากนัก แต่สำหรับการวิเคราะห์แอนไอออนที่มีซัลเฟอร์เป็นองค์ประกอบถือว่าใช้ได้ ทั้งนี้เนื่องจากแอนไอออนที่ศึกษาเหล่านี้ไม่ได้จัดเป็นสารที่มีพิษมากนัก เพียงแต่เป็นพิษและเป็นผลเสียต่อสภาวะแวดล้อม ซึ่งจะพบในธรรมชาติในปริมาณสูง ส่วนช่วงความเข้มข้นที่ใช้วิเคราะห์เชิงปริมาณ จะอยู่ในช่วงกว้างพอสมควรเหมาะที่จะวิเคราะห์สารตัวอย่างในธรรมชาติได้โดยตรง ดังนั้นจึงเลือกใช้สารละลายผสมระบบกลูโคเนต-บอเรตเป็นตัวชะ ใช้คอลัมน์ IC-PAK A เป็นสภาวะที่เลือกใช้ในการศึกษา ความเที่ยง ความแม่นยำ และ วิเคราะห์ตัวอย่างจริง โดยใช้อตัวอย่างน้ำจากแหล่งต่าง ๆ

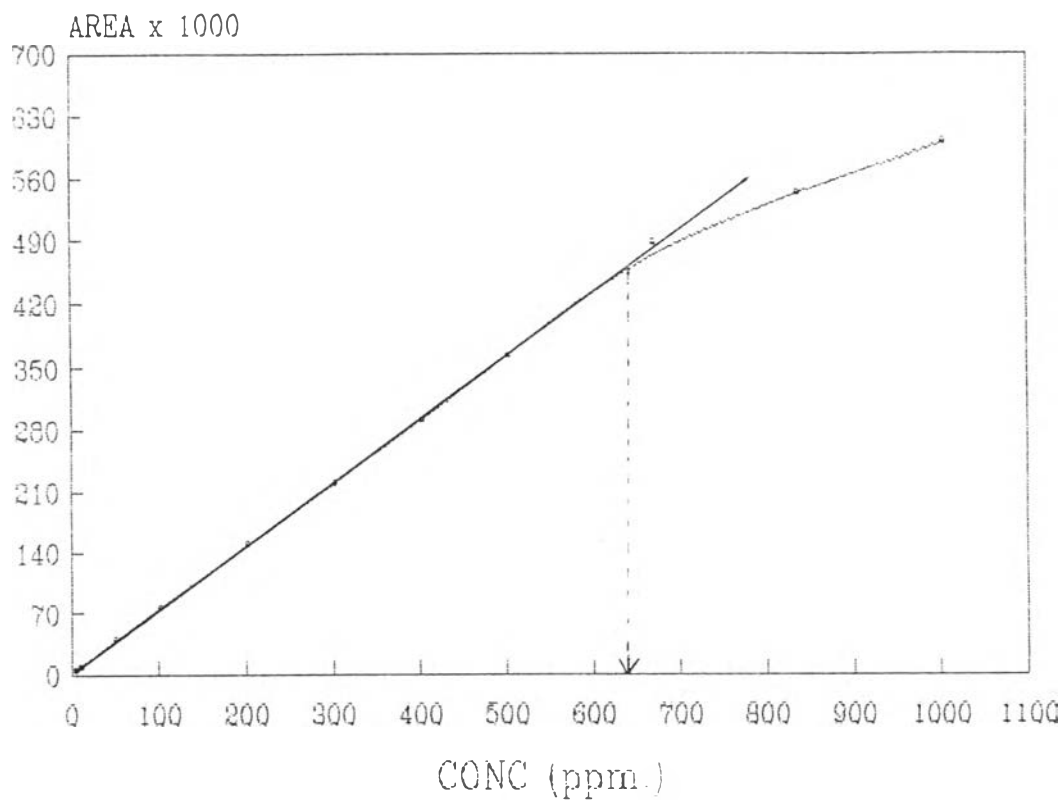
4.11 การหาช่วงของความเข้มข้นของแอนไอออนที่ให้กราฟมาตรฐานเป็นเส้นตรง ผลการทดลองแสดงในรูปที่ 4.15 - 4.19



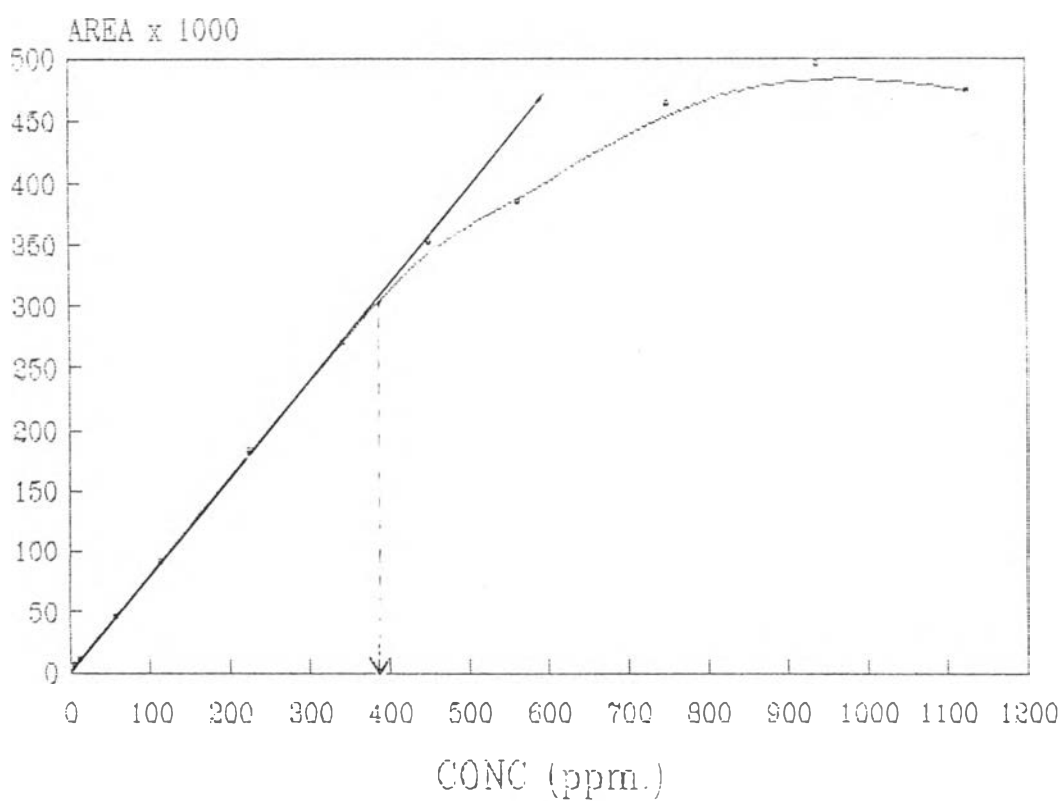
รูปที่ 4.15 แสดงกราฟความสัมพันธ์ของพื้นที่พิกกับความเข้มข้นในการวิเคราะห์ซิลิเฟด ช่วงที่ให้กราฟเส้นตรงคือ 10 - 1200 ppm.



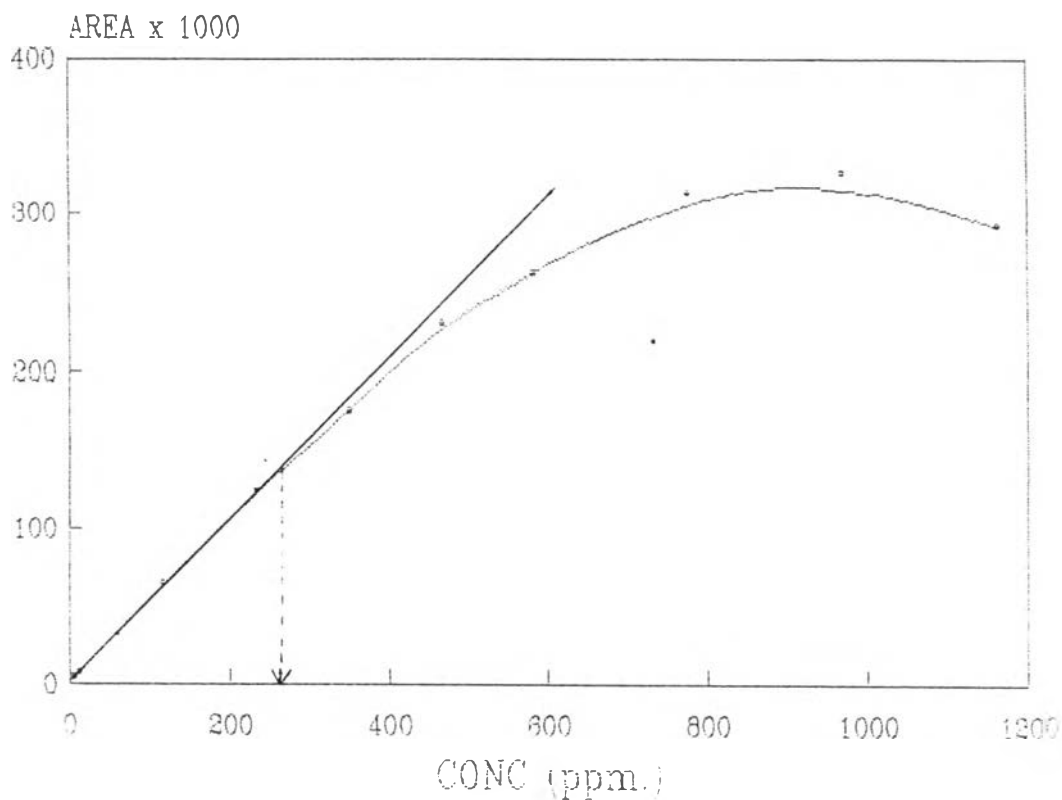
รูปที่ 4.16 แสดงกราฟความสัมพันธ์ของพื้นที่พิกกับความเข้มข้นในการวิเคราะห์ซิลิเฟด ช่วงที่ให้กราฟเส้นตรงคือ 50 - 1000 ppm.



รูปที่ 4.17 แสดงกราฟความสัมพันธ์ของพื้นที่พิกกับความเข้มข้นในการวิเคราะห์ซัลเฟต ช่วงที่ให้กราฟเส้นตรงคือ 10 - 640 ppm.



รูปที่ 4.18 แสดงกราฟความสัมพันธ์ของพื้นที่พิกกับความเข้มข้นในการวิเคราะห์ไฮโอซัลเฟต ช่วงที่ให้กราฟเส้นตรงคือ 10-380 ppm.



รูปที่ 4.19 แสดงกราฟความสัมพันธ์ของพื้นที่พีคกับความเข้มข้นในการวิเคราะห์ไฮโอไซยาเนต ช่วงที่ให้กราฟเส้นตรงคือ 10-260 ppm.

จากรูปที่ 4.15 - 4.19 พบว่าแอนไอออนที่มีซิลิเฟอ์เป็นองค์ประกอบ มีช่วงที่ให้กราฟความสัมพันธ์ของพื้นที่พีค กับ ความเข้มข้นเป็นเส้นตรงค่อนข้างกว้าง ซึ่งช่วงของความเข้มข้นขึ้นอยู่กับ วัตถุประสงค์ของการตรวจวัด และความจุสารของคอลัมน์ ถ้าคอลัมน์ที่มีความจุสารมาก จะสามารถวิเคราะห์สารได้ในความเข้มข้นสูง ถ้าวิเคราะห์ไอออนเกินความจุของคอลัมน์ จะทำให้พีคของไอออนมี tailing

## 4.12 การหาความเที่ยงของการวิเคราะห์ ผลการทดลองแสดงในตารางที่ 4.31

ตารางที่ 4.31 แสดงความเข้มข้นของแอนไอออนที่มีซิลเฟอ์เป็นองค์ประกอบต่าง ๆ ซึ่งวิเคราะห์ซ้ำ 11 ครั้ง และ ผลการคำนวณหา % RSD เมื่อใช้สารละลายระบบกลูโคเนต-บอเรต pH 7.35 เป็นตัวชะ อัตราการไหล 1.2 mL/min และใช้คอลัมน์ IC-PAK A

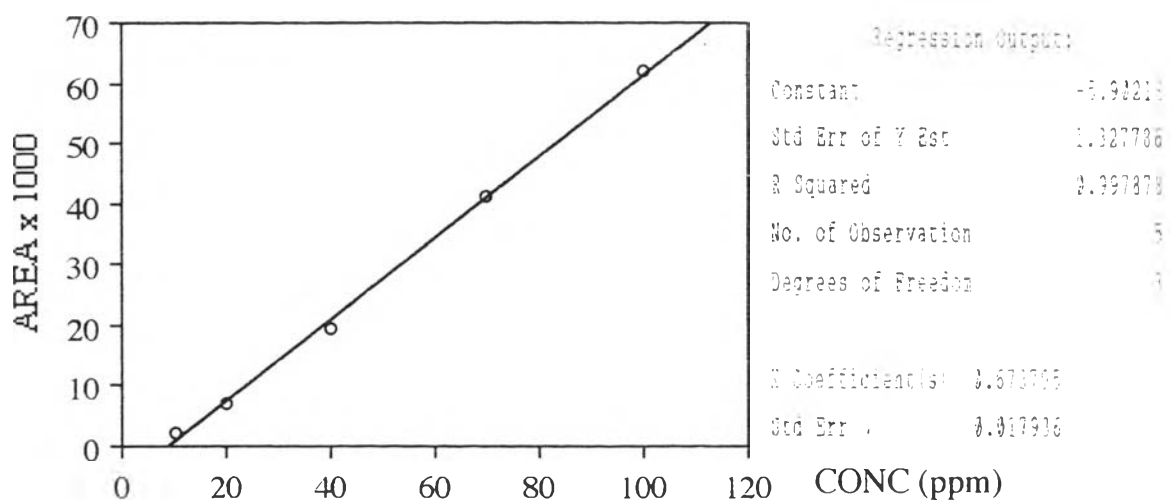
ครั้งที่	ความเข้มข้น (ppm.)				
	ซิลไฟต์	ซิลไฟต์	ซิลเฟต	ไฮโอซิลเฟต	ไฮโอไซยาเนต
1	51.0	354	56.0	54.5	49.5
2	48.0	352	51.5	52.5	43.0
3	47.5	344	52.5	52.4	47.0
4	47.4	342	56.0	53.5	47.5
5	46.2	342	56.0	51.5	47.0
6	46.5	344	55.5	52.5	48.0
7	46.0	344	55.7	52.5	48.0
8	40.0	344	55.0	52.0	51.0
9	39.2	348	52.5	54.0	47.0
10	38.0	344	56.0	52.5	47.0
11	37.8	346	56.0	52.0	48.5
$\Sigma x$	486.6	3804	602.0	579.9	523.5
$\bar{X}$	44.23	345.8	54.79	52.72	47.59
$\sigma_{n-1}$	4.51	3.94	1.73	0.91	1.97
%RSD	10.19	1.14	3.16	1.73	4.14

จากผลการทดลอง ในตารางที่ 4.31 พบว่า การวิเคราะห์แอนไอออน โดยใช้สารละลายหลายผสมระบบกลูโคเนต-บอเรตเป็นตัวชะ และใช้คอลัมน์ IC-PAK A ผลการวิเคราะห์มีความเที่ยงดี ยกเว้นซิลไฟด์ซึ่งมีค่า RSD 10.19 % ทั้งนี้เนื่องจาก ซิลไฟด์เป็นสารที่ไม่เสถียรในสารละลายที่มี pH ต่ำ และในการหาความเที่ยงได้ทำการทดลองซ้ำ 11 ครั้ง ซิลไฟด์จึงอยู่ในสารตัวชะนาน ปริมาณซิลไฟด์จึงเปลี่ยนแปลงมาก ดังนั้นในการวิเคราะห์ตัวอย่างจริงจะต้องรีบทำการวิเคราะห์ให้เร็วที่สุด

#### 4.13 การศึกษาความแม่นยำของการวิเคราะห์

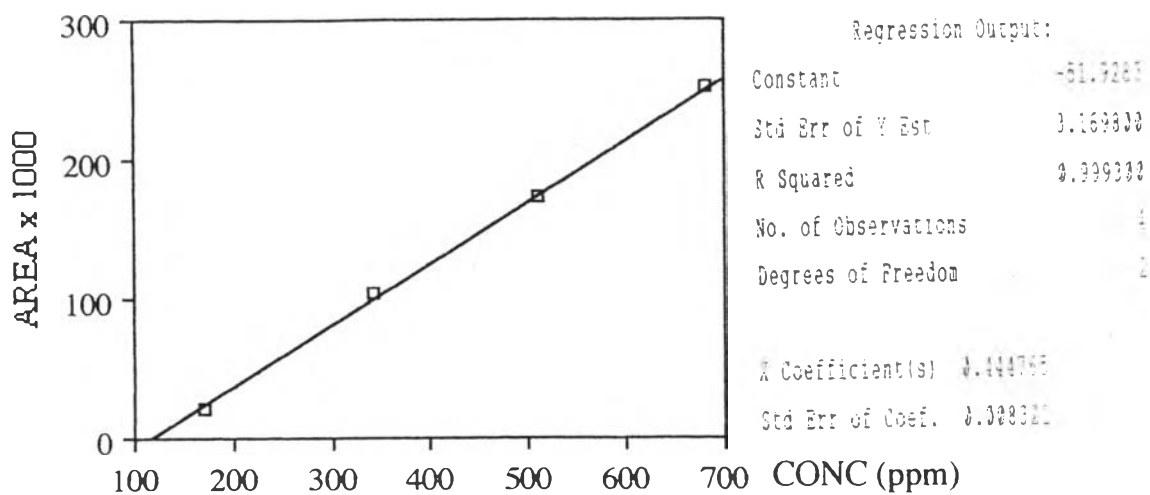
การหาความแม่นยำที่ความเข้มข้นของแอนไอออนต่าง ๆ แสดงผลการทดลองในรูปที่

4.20 -4.24 และตารางที่ 4.32 ดังนี้

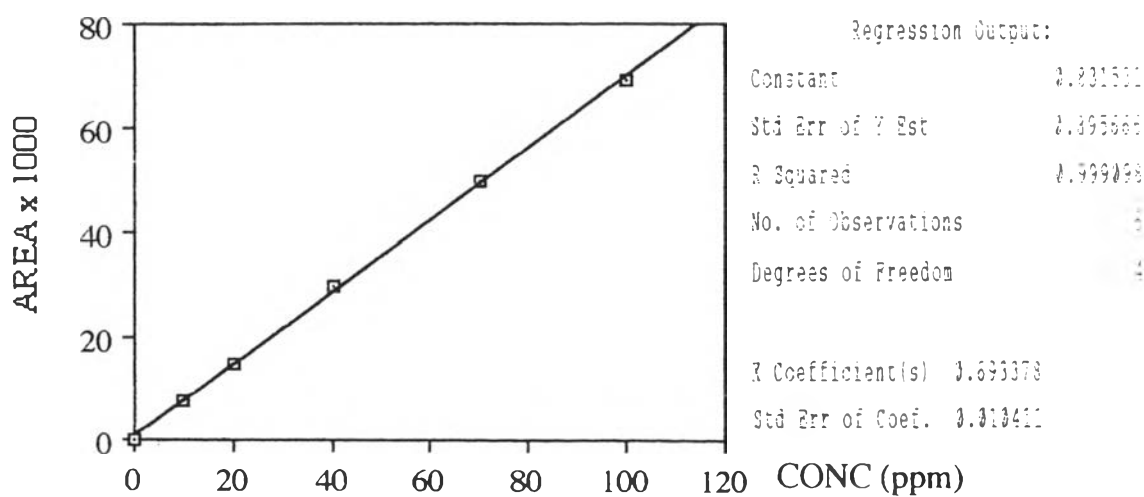


รูปที่ 4.20 แสดงกราฟมาตรฐานของการวิเคราะห์สารละลาย  $S^{2-}$  ความเข้มข้น 10-80 ppm.

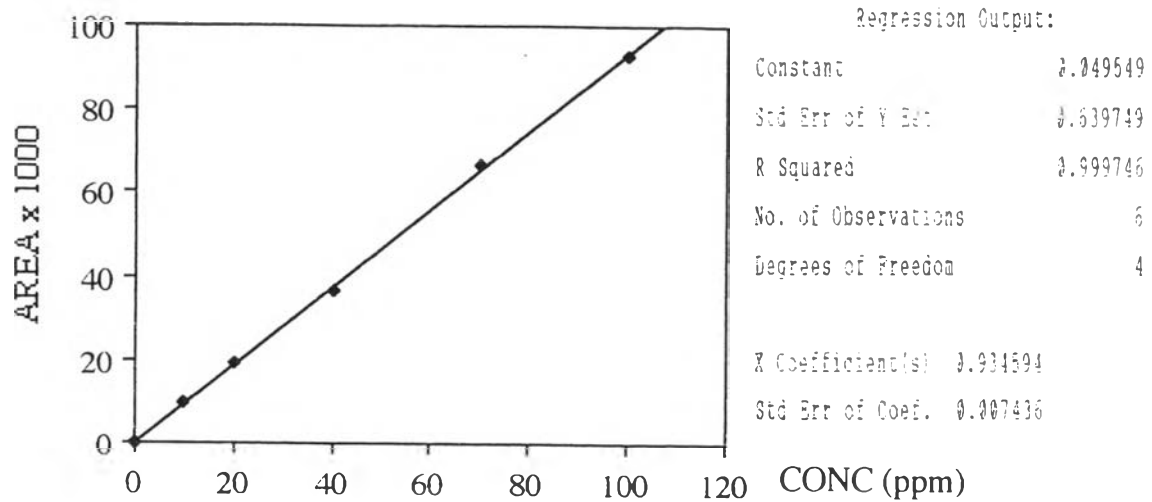




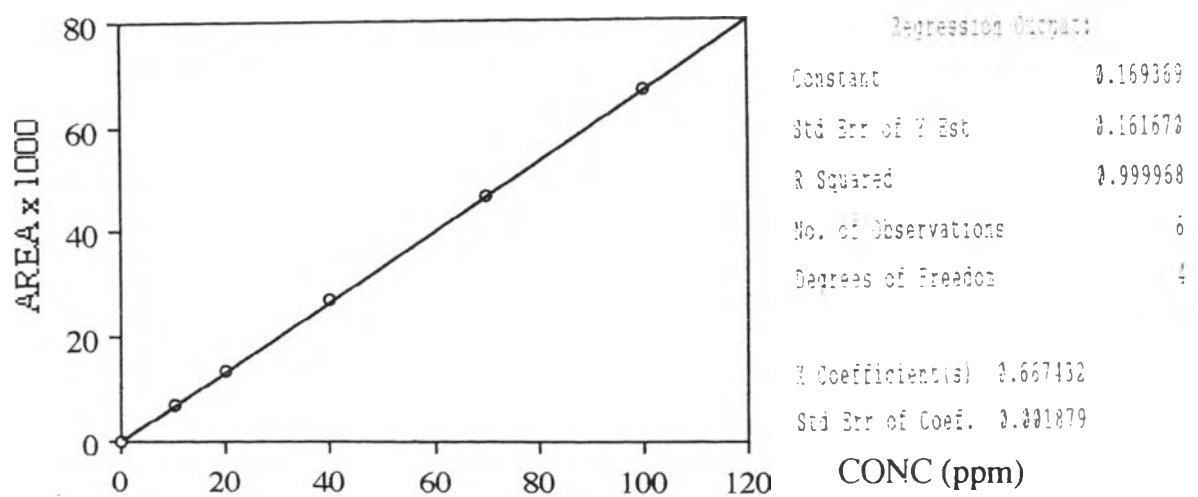
รูปที่ 4.21 แสดงกราฟมาตรฐานของการวิเคราะห์สารละลาย  $\text{SO}_4^{2-}$  ความเข้มข้น 100 - 800 ppm.



รูปที่ 4.22 แสดงกราฟมาตรฐานของการวิเคราะห์สารละลาย  $\text{SO}_4^{2-}$  ความเข้มข้น 10-100 ppm.



รูปที่ 4.23 แสดงกราฟมาตรฐานของการวิเคราะห์สารละลาย  $S_2O_3^{2-}$  ความเข้มข้น 10-100 ppm.



รูปที่ 4.24 แสดงกราฟมาตรฐานของการวิเคราะห์สารละลาย  $SCN^-$  ความเข้มข้น 10-100 ppm.

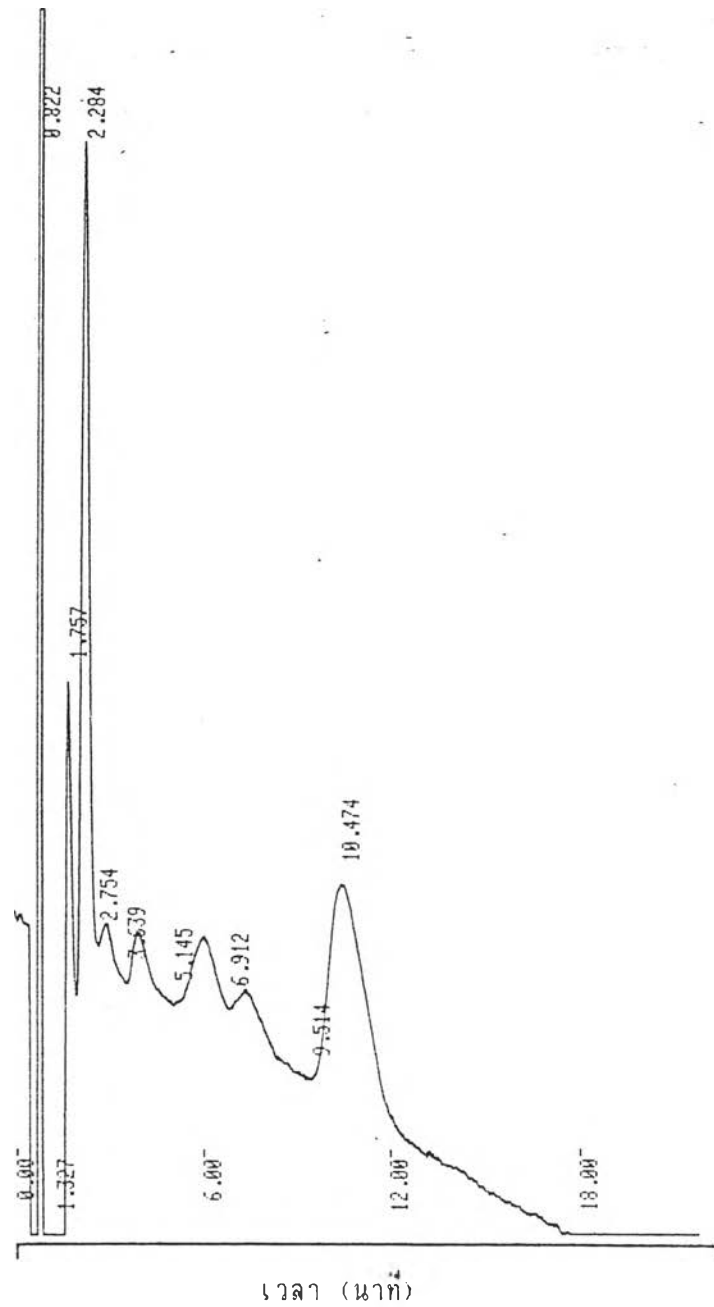
ตารางที่ 4.32 แสดงค่าความแม่นยำในการวิเคราะห์ ซัลไฟด์ ซัลไฟต์ ซัลเฟต ไฮโอซัลเฟต และไฮโอไซยาเนต ที่ความเข้มข้นต่าง ๆ ใช้สารละลายผสมระบบกลูโคเนต-บอเรตเป็นตัวชะ อัตราการไหล 1.2 mL/min และใช้คอลัมน์ IC-PAK A

แอนไอออน	ค่าความแม่นยำที่ความเข้มข้นต่าง ๆ								
	ค่าจริง (ppm)	ค่าเฉลี่ย ที่วัดได้ (ppm)	ความแม่นยำ (%)	ค่าจริง (ppm)	ค่าเฉลี่ย ที่วัดได้ (ppm)	ความแม่นยำ (%)	ค่าจริง (ppm)	ค่าเฉลี่ย ที่วัดได้ (ppm)	ความแม่นยำ (%)
$S^{2-}$	15.00	14.60	97.33	55.00	53.20	96.72	80.00	75.00	93.75
$SO_3^{2-}$	212.90	223.80	94.88	595.20	575.10	96.62	468.40	464.80	99.23
$SO_4^{2-}$	8.00	7.80	97.50	30.00	31.26	95.80	80.00	81.50	98.13
$S_2O_3^{2-}$	15.00	16.50	90.00	55.00	57.50	95.45	80.00	79.90	99.88
$SCN^-$	15.00	20.00	66.67	55.00	56.50	97.27	80.00	84.50	94.38

จากตารางที่ 4.32 พบว่าความแม่นยำในการวิเคราะห์แอนไอออนแต่ละตัวในแต่ละช่วงมีค่าแตกต่างกัน กล่าวคือ การวิเคราะห์หาปริมาณของซัลไฟด์ จะให้ค่าความแม่นยำในช่วงความเข้มข้นต่ำ เพราะว่าเป็นไอออนที่ถูกชะออกจากคอลัมน์ก่อน ลักษณะของพีคเด่นชัด เป็นพีคฐานแคบ จึงมีความเหมาะสมสำหรับการวิเคราะห์ในปริมาณต่ำ แต่เมื่อปริมาณสูงขึ้น สัญญาณที่ได้จะเกิดค่า Full scale ของอินทิเกรเตอร์ ทำให้เปอร์เซ็นต์ความแม่นยำลดลง ส่วนซัลไฟต์นั้นจะให้ความแม่นยำต่อเมื่อความเข้มข้นสูงด้วย เพราะลักษณะพีคของซัลไฟต์ฐานกว้าง และมี tailing สำหรับซัลเฟตนั้น ลักษณะของพีคมีความสมมาตร และความสูงเด่นชัดในช่วงความเข้มข้นที่ศึกษา คือตั้งแต่ 8.00 - 80.00 ppm. ดังนั้น ค่าเปอร์เซ็นต์ความแม่นยำจึงสูง และค่อนข้างคงที่ ตลอดช่วงความเข้มข้นที่ศึกษา ส่วนไฮโอซัลเฟตนั้น ลักษณะของพีคที่ได้ค่อนข้างสมมาตร แต่มีความกว้างของพีค

มากกว่าในกรณีของซิลเฟต ดังนั้น การวิเคราะห์ในช่วงความเข้มข้นต่ำจึงมีความแม่นยำ 90 % แต่ที่ความเข้มข้นสูงขึ้นความแม่นยำก็จะเพิ่มขึ้นด้วยเป็นเกือบ 100 % และ ในกรณีของไฮโอโซยานต์ ลักษณะของพีคมีความสมมาตรไม่ดีนัก กล่าวคือ พีคมีฐานกว้างและมี tailing ดังนั้นที่ความเข้มข้นต่ำ base line ของพีคจะไม่เด่นชัดนัก ทำให้เปอร์เซ็นต์ความแม่นยำทำได้ต่ำเพียง 66.55 % ที่ความเข้มข้นเพิ่มขึ้น ลักษณะพีคจะกว้างมากขึ้น base line เค้นชัด ทำให้เปอร์เซ็นต์ความแม่นยำเพิ่มขึ้นอยู่ในช่วง 94-97 % ข้อมูลนี้มีประโยชน์ในการทำปริมาณวิเคราะห์ค่อนข้างมากในการเลือกช่วงความเข้มข้นของแอนไอออนที่วิเคราะห์ให้เหมาะสม

4.14 การวิเคราะห์ตัวอย่างน้ำจากแหล่งน้ำต่าง ๆ ผลการทดลองแสดงโครมาโทแกรม ดังรูปที่ 4.25 - 4.28 และสรุปผลการทดลองได้ดังตารางที่ 4.33



รูปที่ 4.25 แสดงลักษณะของโครมาโทแกรมของการวิเคราะห์น้ำตาลอย่างจากสระน้ำหน้าจุ่มฟ้า

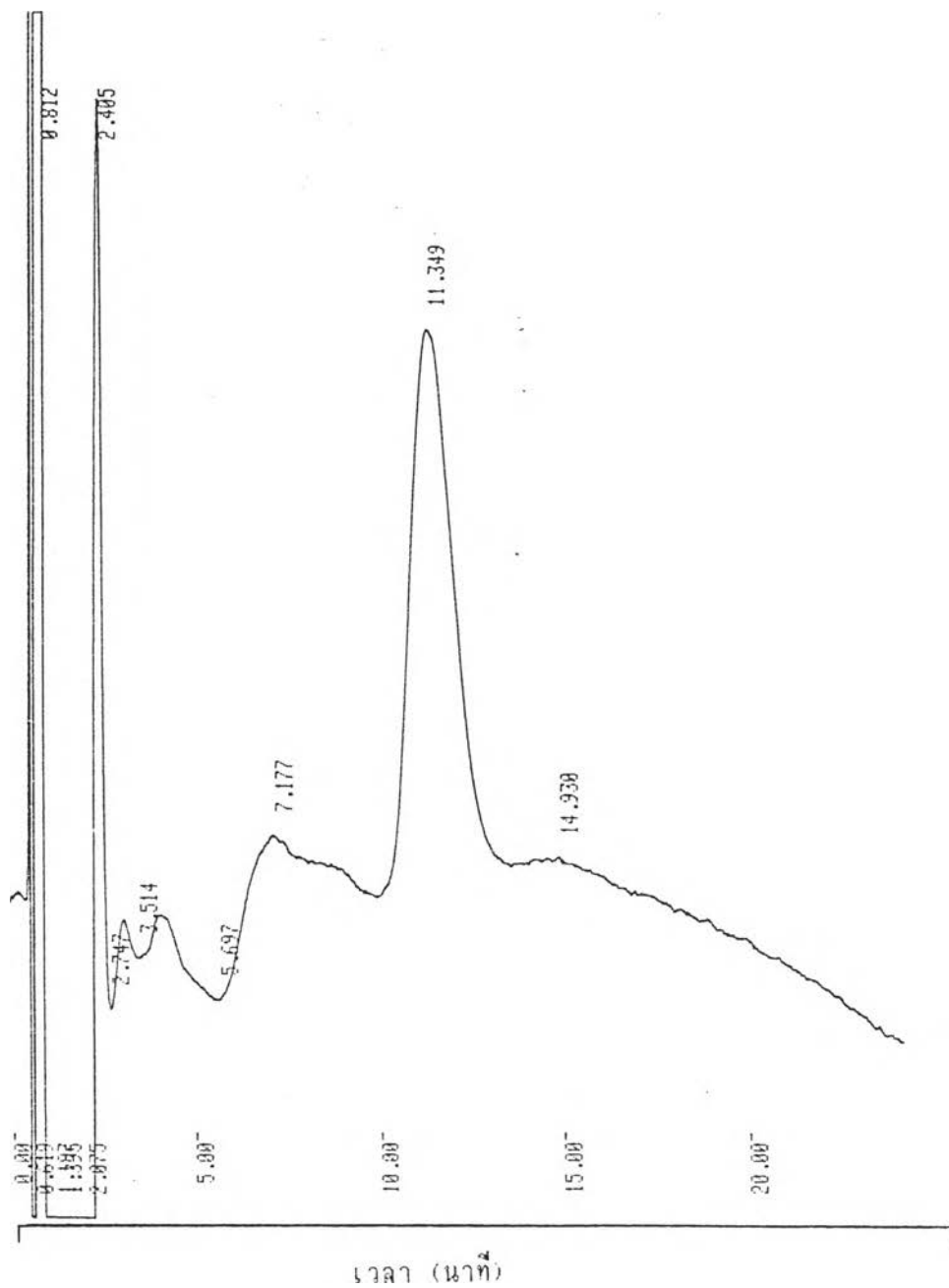
การเตรียมตัวอย่าง กรองผ่านเมมเบรนขนาด 0.45  $\mu$

คอลัมน์ IC-PAK A

ตัวชะ สารละลายผสมระบบกลูโคเนต-บอเรต

อัตราการไหล 1.2 mL/min

Detector Conductivity det. 2.5  $\mu$ s. F.S. Att.=16



รูปที่ 4.26 แสดงลักษณะของโครมาโทแกรมของการวิเคราะห์น้ำตาลอย่างจากบ่อน้ำเสียหน้า

ตึกเคมี 3 จุฬาลงกรณ์

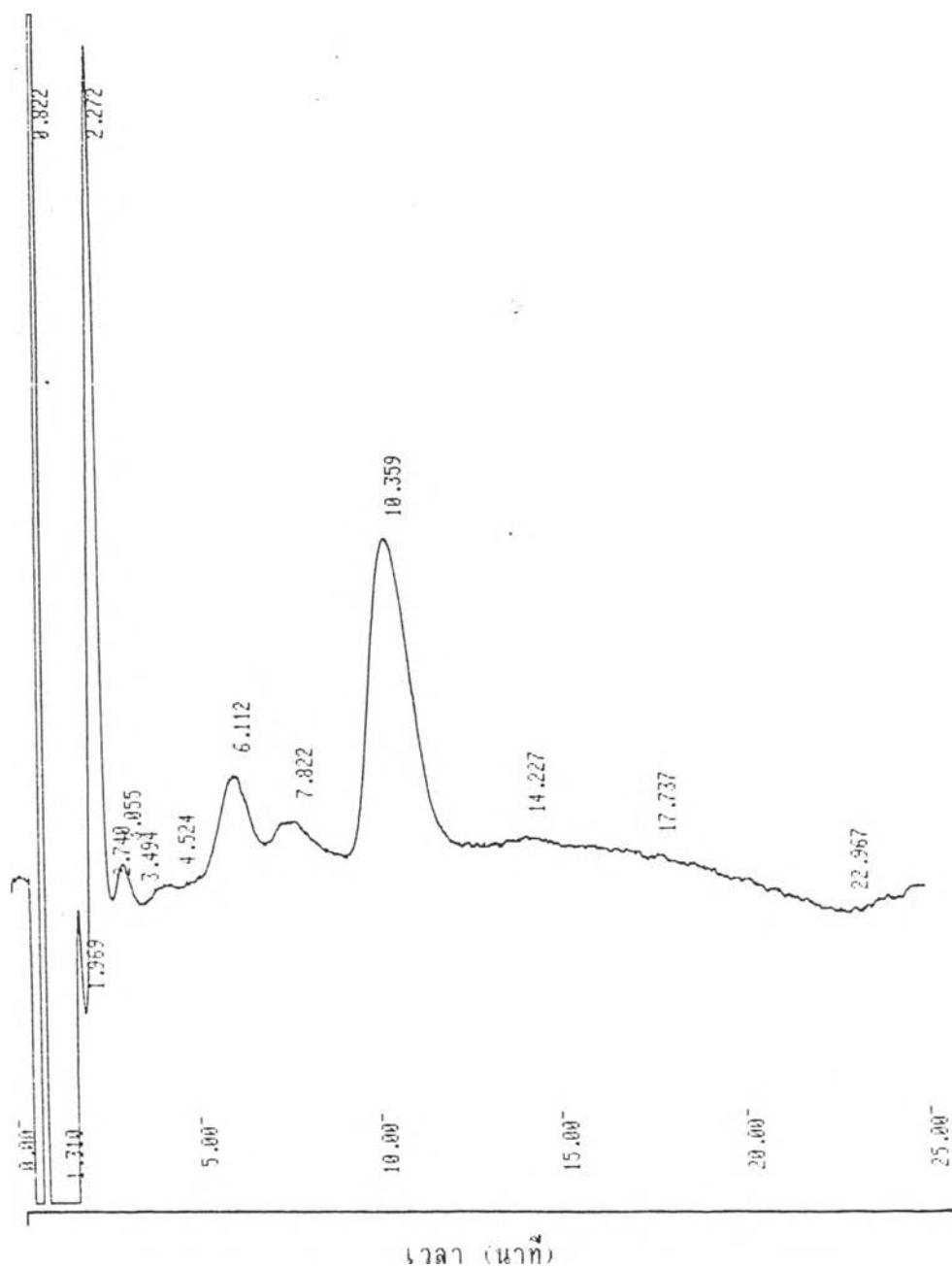
การเตรียมตัวอย่าง กรองผ่านเมมเบรนขนาด  $0.45 \mu$

คอลัมน์ IC-PAK A

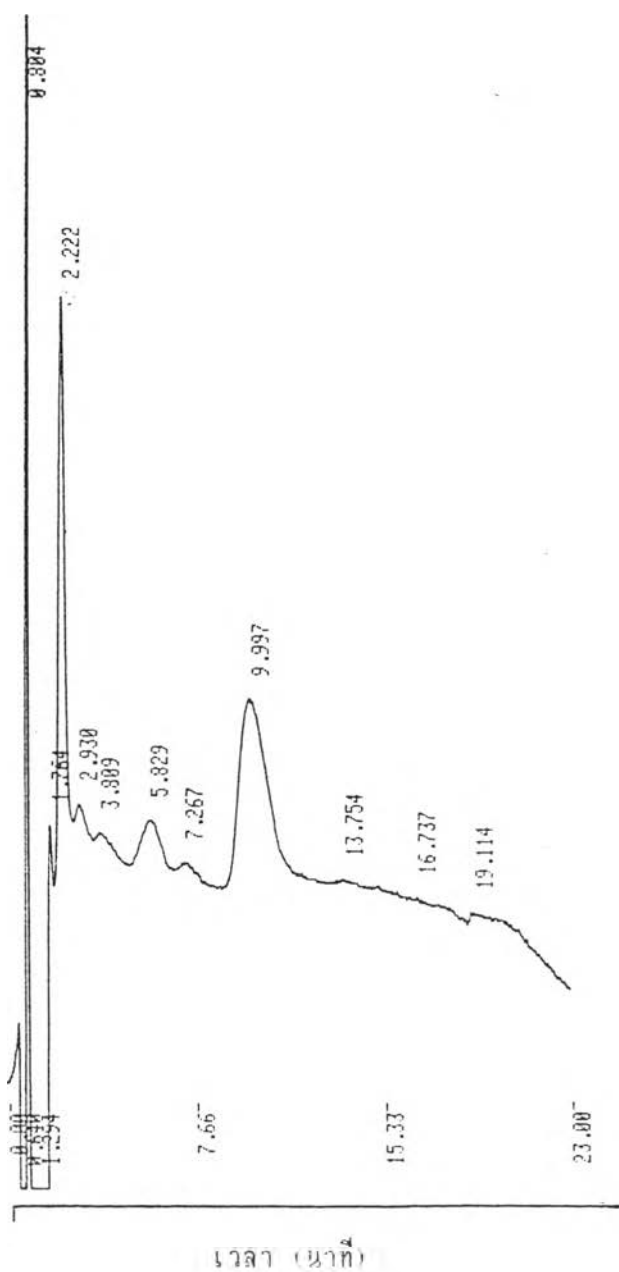
ตัวชะ สารละลายฟอสเฟตระบบกลโคเนต-บอเรต

อัตราการไหล  $1.2 \text{ mL/min}$

Detector Conductivity det.  $2.5 \mu\text{s. F.S. Att.}=8$



รูปที่ 4.27 แสดงลักษณะของโครมาโทแกรมของการวิเคราะห์น้ำตัวอย่างจากน้ำประปา  
 การเตรียมตัวอย่าง กรองผ่านเมมเบรนขนาด 0.45  $\mu$   
 คอลัมน์ IC-PAK A  
 ตัวชะ สารละลายผสมระบบกลูโคเนต-บอเรต  
 อัตราการไหล 1.2 mL/min  
 Detector Conductivity det. 2.5  $\mu$ s. F.S. Att.=8



รูปที่ 4.28 แสดงลักษณะของโครมาโทแกรมของการวิเคราะห์น้ำตัวอย่างจากคลองผดุงกรุงเกษม

การเตรียมตัวอย่าง กรองผ่านเมมเบรนขนาด 0.45  $\mu$

คอลัมน์ IC-PAK A

ตัวชะ สารละลายผสมระบบกลโคเนต-บอเรต

อัตราการไหล 1.2 mL/min

Detector Conductivity det. 2.5  $\mu$ s. F.S. Att.=32



ตารางที่ 4.33 แสดงผลการวิเคราะห์ตัวอย่างน้ำจากแหล่งต่าง ๆ 4 ตัวอย่าง 1. น้ำในสระ  
น้ำหน้าจุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย 2. น้ำหน้าตึกเคมี 3. น้ำประปา  
จากห้องปฏิบัติการ 4. น้ำเสียจากคลองผดุงกรุงเกษม

ตัวอย่าง NO.	ความเข้มข้น (ppm.)				
	$S^{2-}$	$SO_3^{2-}$	$SO_4^{2-}$	$S_2O_3^{2-}$	$SCN^-$
1	ไม่พบ	ไม่พบ	$18.66 \pm 0.85$	ไม่พบ	ไม่พบ
2	"	"	$43.16 \pm 0.24$	"	"
3	"	"	$28.20 \pm 0.23$	"	"
4	"	"	$64.66 \pm 0.23$	"	"

หมายเหตุ ตัวอย่าง NO.1,2,3 วิเคราะห์หาปริมาณโดยวิธีเติมสารมาตรฐาน (standard addition)

ตัวอย่าง NO.4 วิเคราะห์หาปริมาณโดยวิธีเตรียมกราฟมาตรฐาน (standard curve)

จากการวิเคราะห์ตัวอย่างน้ำ พบว่าในตัวอย่างน้ำนั้นมีซัลเฟตในปริมาณต่าง ๆ กันในช่วง 10 - 100 ppm. ในขณะที่ไม่พบแอนไอออนที่มีซัลเฟอร์เป็นองค์ประกอบชนิดอื่น การที่วิเคราะห์ไม่พบแอนไอออนชนิดอื่นนั้น อาจจะเนื่องจาก

1. แอนไอออนเหล่านั้นมีปริมาณต่ำกว่าขีดจำกัดของการตรวจวัด
2. ตัวอย่างน้ำในบริเวณดังกล่าวไม่มีแอนไอออนที่มีซัลเฟอร์เป็นองค์ประกอบชนิดอื่น

นอกจากซัลเฟต หรือแอนไอออนเหล่านั้นอาจจะถูกออกซิไดซ์กลายเป็นซัลเฟตแล้วก็ได้ จึงทำให้หาไม่พบ

โดยสรุปแล้ว การศึกษาวิจัยครั้งนี้พบว่าได้ประโยชน์ทั้งทางด้านวิชาการ และการนำไปประยุกต์ทางเคมีวิเคราะห์ ซึ่งจะเห็นว่าการวิเคราะห์แอนไอออนที่มีซิลเฟอ์เป็นองค์ประกอบ โดยใช้เทคนิคไอออนโครมาโทกราฟีนั้น ยังไม่มีผู้ใดได้ทำวิจัยเพื่อแยกแอนไอออนเหล่านี้ออกจากกันด้วยคอลัมน์ชนิดเดียว แต่ได้มีผู้ทำการวิจัยเพื่อหาวิธีวิเคราะห์ไอออนเหล่านี้ (25) โดยใช้คอลัมน์ Bio-Rad TSK IC-anion-PW (4.6x50 mm) และใช้สารละลายตัวชะระบบกลูโคเนต-บอเรต กับดีเทกเตอร์ 3 ชนิด คือ คอนดักทีวิตีดีเทกเตอร์ (CD) อีเลคโตรเคมีคัลดีเทกเตอร์ (ECD) และอัลตราไวโอเลตดีเทกเตอร์ (UVD) ในงานวิจัยดังกล่าว ไม่สามารถแยกแอนไอออนเหล่านี้ได้ครบทั้ง 5 ชนิดในการฉีดสารเพียงครั้งเดียว กล่าวคือเมื่อใช้สารละลายตัวชะที่ pH ต่ำ ไฮโอซิลเฟด กับ ไฮโอโซยานेटไม่แยก แต่จะแยกได้ดีเมื่อ pH สูงขึ้น ในทางกลับกัน ซิลเฟดกับซิลเฟดไม่แยกที่ pH สูงแต่จะแยกได้ดีที่ pH ต่ำ ดังนั้นในการวิเคราะห์แอนไอออนดังกล่าวซึ่งผสมกันอยู่ในตัวอย่างเดียวกันจะต้องใช้ดีเทกเตอร์หลายชนิด เพื่อที่จะยืนยันว่าพิกเป็นแอนไอออนชนิดใด เช่น ในการวิเคราะห์ตัวอย่างที่มีไฮโอซิลเฟดกับไฮโอโซยานेटอยู่รวมกันโดยใช้สารละลายตัวชะระบบกลูโคเนต-บอเรต ที่ pH ต่ำ จะใช้ดีเทกเตอร์ 2 ชนิด คือ ECD และ UVD ทั้งนี้เนื่องจากการตอบสนองของดีเทกเตอร์ต่อแอนไอออน 2 ชนิดนี้ แตกต่างกันมาก กล่าวคือ อัตราส่วนการตอบสนองของดีเทกเตอร์ต่อไฮโอโซยานेटและไฮโอซิลเฟด เป็น 0.25 สำหรับ ECD และเป็น 6 สำหรับ UVD ที่ 195 nm เป็นต้น ดังนั้นจะเห็นได้ว่าการวิเคราะห์แอนไอออนที่มีซิลเฟอ์เป็นองค์ประกอบโดยวิธีดังกล่าว จึงไม่จำเป็นจะต้องหาสภาวะที่แยกไอออนได้ทั้ง 5 ชนิด แต่แก้ปัญหาโดยการเลือกใช้ดีเทกเตอร์หลายชนิด ส่วนงานวิจัยนี้การวิเคราะห์แอนไอออนดังกล่าว เป็นการหาสภาวะของการแยกแอนไอออนให้ได้ทั้ง 5 ชนิด แล้ววิเคราะห์โดยใช้ดีเทกเตอร์เพียงชนิดเดียว จึงนับว่าเป็นวิธีที่ดีกว่า เนื่องจากประหยัด ไม่ยุ่งยากในการจัดเตรียมเครื่องมือ

### ปัญหาและข้อเสนอแนะ

จากการศึกษาทดลองแยก และวิเคราะห์แอนไอออนที่มีซิลเฟอ์เป็นองค์ประกอบ โดยใช้เทคนิคทางไอออนและสารละลายชนิดต่าง ๆ ดังกล่าวแล้วนั้น พบว่าสารละลายตัวชะและคอลัมน์ ซึ่งทดลองศึกษาในสภาวะต่าง ๆ กันนั้น แต่ละสภาวะมีข้อจำกัดแตกต่างกันตามข้อสรุปที่รวบรวมไว้แล้วข้างต้น ซึ่งสามารถนำมาใช้เป็นแนวทางในการแก้ปัญหาในการวิเคราะห์ตัว

อย่างจริงจากแหล่งต่างๆ ได้ ทั้งนี้เนื่องจากการวิเคราะห์ไอออนโคสที่ใช้เทคนิคไอออนโครมาโทกราฟีนั้น คอลัมน์ที่ใช้ในการแยกไอออนจะมีอายุการใช้งานช่วงหนึ่งเท่านั้น เมื่อใช้งานไปนานๆ ความจุ (capacity) จะเปลี่ยนแปลง ซึ่งเกิดจากหลายสาเหตุ เช่น การยึดติดอย่างถาวรของแอนไอออนบางชนิด การอุดตันเนื่องจากอนุภาคเล็กๆ ในสารละลาย และการละลายหลุดออกมาของไอออนที่ทำหน้าที่เป็นตัวแลกเปลี่ยนไอออนในคอลัมน์ การบวม หรือการเสีษธรรมชาติเนื่องจากการใช้ตัวทำละลายอินทรีย์ไม่เหมาะสมหรือมากเกินไป เป็นต้น เหล่านี้เป็นสาเหตุที่ทำให้ประสิทธิภาพของคอลัมน์ลดลง และจะลดลงเรื่อย ๆ เมื่อมีการใช้งานมากขึ้น จนกระทั่งหมดสภาพการใช้งาน ดังนั้นในการนำคอลัมน์มาใช้งานในแต่ละครั้ง ผลการวิเคราะห์จะเปลี่ยนแปลงไปจากเดิม นอกจากนี้เครื่องมือที่ใช้ในการวิเคราะห์ในแต่ละห้องปฏิบัติการ ก็มีความแตกต่างกันในเรื่องของเครื่องสูบ ระบบท่อ ข้อต่อ และเครื่องวัด ดังนั้น ผลการวิจัยนี้สามารถใช้เป็นแนวทางในการปรับสภาวะการทดลองเพื่อให้ได้ผลดีตามจุดมุ่งหมายได้ และการที่ได้เสนอคอลัมน์และสารละลายตัวชะหลายชนิดนั้น ทำให้มีทางเลือกในทางปฏิบัติได้มากขึ้น การพิจารณาเลือกใช้สภาวะการวิเคราะห์ระบบใดนั้นต้องคำนึงถึง ชนิดของตัวอย่าง ปริมาณแอนไอออนในตัวอย่างไม่เกิน 5 ชนิด และ ปริมาณของสารแทรกสอด เครื่องมือ อุปกรณ์ และสารเคมีที่จะใช้เป็นสารละลายตัวชะที่มีในห้องปฏิบัติการ รวมทั้งเวลาในการวิเคราะห์และค่าใช้จ่ายในการวิเคราะห์ต่อหนึ่งตัวอย่างด้วย

การศึกษานี้มีประโยชน์ในแง่ของการวิเคราะห์ตัวอย่างชนิดอื่น ๆ ที่อาจจะมีความซับซ้อนครบทั้ง 5 ชนิด หรือบางชนิด เช่น น้ำทิ้งจากโรงงานเยื่อและกระดาษ เป็นต้น หรือเป็นการวิเคราะห์เพื่อให้ทราบว่าในน้ำนั้นมีแอนไอออนที่มีซิลิเฟอโรเป็นองค์ประกอบชนิดใด โคสใช้สภาวะการวิเคราะห์เพียงสภาวะเดียว

งานวิจัยนี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาในระดับอุดมศึกษา โดยที่ผู้วิจัยมีความมุ่งหมายที่จะฝึกฝนงานทางด้านการวิจัย โดยนำเอาเครื่องมือ อุปกรณ์ที่มีในห้องปฏิบัติการมาใช้งานให้ได้กว้างขวางขึ้นโดยการสอนวิธีการต่าง ๆ หลาย ๆ วิธีการ เพื่อให้ผู้อื่นสามารถนำไปใช้งานจริงได้ตามสภาพของสารตัวอย่าง อีกทั้งในการหาปริมาณแอนไอออนในตัวอย่างไม่ด้วยวิธีดังกล่าว ไม่ได้มีจุดมุ่งหมายที่จะเพิ่มสภาพไวในการวิเคราะห์ ทั้งนี้เนื่องจากแอนไอออนที่เลือกวิเคราะห์นั้นไม่ได้จัดเป็นสารปริมาณน้อย ดังนั้นด้วยวิธีนี้จึงสามารถวิเคราะห์ได้ หรือถ้าหากในตัวอย่างไม่เกิน 5 ชนิดที่มีแอนไอออนดังกล่าวปริมาณน้อย หรือมีปริมาณต่ำกว่าขีดจำกัดของการตรวจวัด ก็อาจจะใช้วิธีนี้โดย

ทำ standard addition หรือต้องหาวิธีเตรียมตัวอย่างที่เหมาะสมก่อนการวิเคราะห์ เช่น การทำสารละลายตัวอย่างให้เข้มข้นขึ้น (preconcentration) การเตรียมตัวอย่างโดยใช้คอลัมน์สำเร็จรูปเพื่อทำให้สารละลายมีปริมาณสารตัวอย่างเข้มข้นขึ้น เป็นต้น

การวิเคราะห์หาปริมาณสารที่ไม่เสถียร อาจจะเนื่องจากการสลายตัวหรือถูกออกซิไดซ์ในอากาศได้ง่าย เป็นเรื่องที่ยากลำบาก เพราะจะต้องทำการวิเคราะห์หาปริมาณที่แน่นอนทุกครั้งเมื่อนำไปใช้เป็นสารละลายมาตรฐาน ทำให้เสียเวลามาก เพราะสาเหตุนี้จึงไม่ค่อยมีใครสนใจทำการวิเคราะห์หวัจษ์ในเรื่องนี้