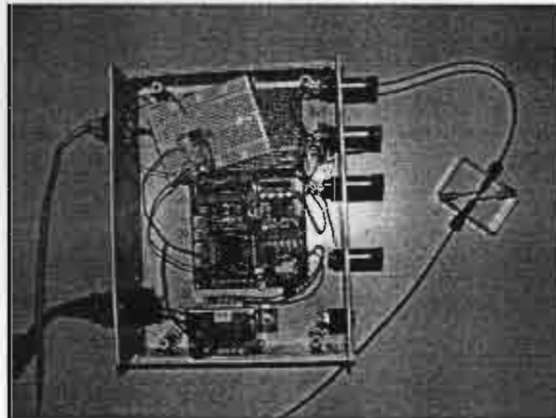


6) Software สำหรับรับข้อมูลจาก Sensor เป็น Software ที่เขียนขึ้นเองจากโปรแกรม Visual basic ซึ่งสามารถรับข้อมูลและเก็บไว้ในคอมพิวเตอร์ สามารถเรียกขึ้นมาประมวลผลได้ทันทีเมื่อทำการทดลองเสร็จ

หลักการทำงานเริ่มจากแหล่งกำเนิดแสงชนิด Super bright LED กำเนิดแสงให้กับใยแก้วนำแสง (Fiber optic) นำแสงไปยัง Flow cell ในขณะที่สารละลายที่ต้องการวัดค่าการดูดกลืนแสงไหลผ่าน Flow cell แสงที่ส่งผ่านสารละลายจะถูกส่งผ่านไปยังใยแก้วนำแสงอีกด้านหนึ่งของ Flow cell ตำแหน่งปลายสุดของใยแก้วนำแสงนี้จะมีวงจรของ Photo detector คอยตรวจวัดและแปลงค่าความเข้มแสงให้อยู่ในรูปของแรงดันไฟฟ้าดีซี (D.C. Voltage) โดยที่ความเข้มแสงที่แปรผันตรงกับแรงดันที่เอาต์พุตของวงจร และส่งต่อไปยังตัวแปลงสัญญาณอะนาลอกเป็นดิจิตอล (A/D) แล้วนำข้อมูลดิจิตอลของค่าความเข้มแสงที่ได้ป้อนให้กับ Microcontroller ที่เอาต์พุตของ Controller จะนำข้อมูลดังกล่าวส่งต่อไปยัง Microcontroller แบบอนุกรม (Serial Interfacing) ด้วยมาตรฐาน RS232 (RS232 Port) เพื่อทำการประมวลผล



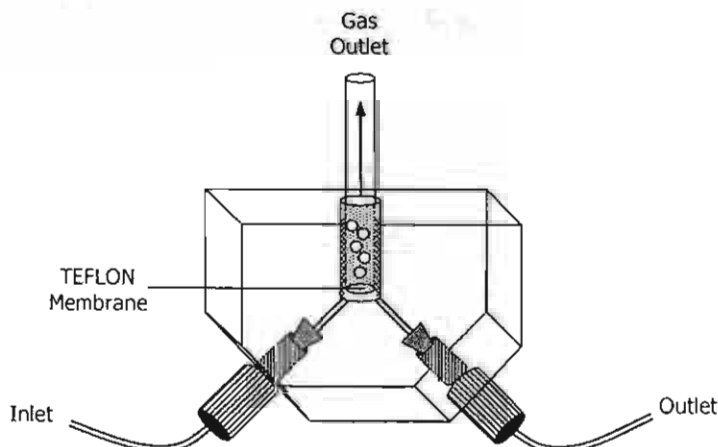
รูป 2.2 อุปกรณ์ที่ใช้ในการตรวจวัด (Detector) ในระบบ Segmented flow injection analysis

2.4.1.2 อุปกรณ์ที่ใช้ในการเติมฟองอากาศ

ในที่นี้จะใช้ peristaltic pump และ solenoid valve

2.4.1.3 อุปกรณ์ที่ใช้ในการแยกฟองอากาศออกจากระบบ

อุปกรณ์ที่ใช้ในการแยกฟองอากาศออกจากระบบมีลักษณะดังรูป



รูป 2.3 อุปกรณ์ที่ใช้ในการแยกฟองอากาศออกจากระบบ

2.4.2 การตรวจสอบการทำงานของ Detector

การตรวจสอบการทำงานของ detector ที่สร้างขึ้นมากับระบบโฟลอินเจกชันอะนาลิซิสประกอบด้วย

- 1) การศึกษาการ Drift ของ baseline
- 2) ช่วงความเป็นเส้นตรงของการตรวจวัด (linearity range)
- 3) Reproducibility ของสัญญาณที่ความเข้มข้นต่างๆ

2.4.2.1 การศึกษาเสถียรภาพของสัญญาณ

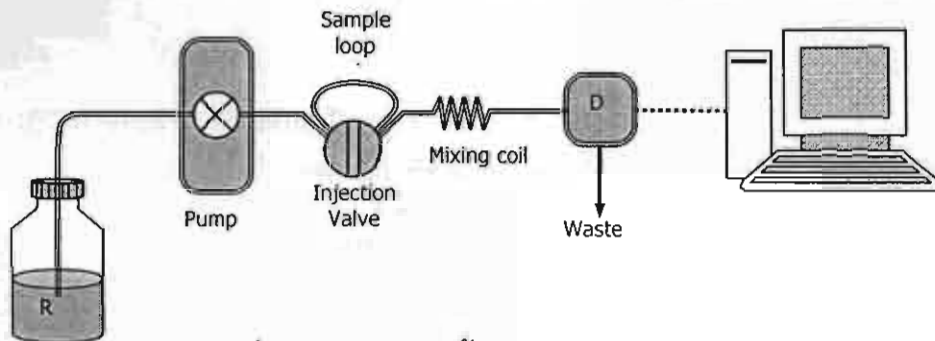
ทำการทดลอง flow น้ำผ่านเข้าไปในระบบและบันทึกสัญญาณในช่วงเวลาหนึ่ง

2.4.2.2 การศึกษาช่วงความเป็นเส้นตรงของการตรวจวัด (linearity range)

การศึกษาช่วงความเป็นเส้นตรงโดยใช้ 2 วิธีดังนี้

- 1) ฉีดน้ำที่ความเข้มข้นต่างๆ ไปในระบบโฟลอินเจกชันอะนาลิซิสที่มีน้ำเป็นกระแสตัวพา
- 2) ใช้ระบบโฟลอินเจกชันอะนาลิซิสของปฏิกิริยาระหว่างไอร์ออน(III) กับ salicylate

Manifold ที่ใช้



รูป 2.4 Manifold สำหรับตรวจสอบการทำงานของ Detector

R = 0.01 M sodium salicylate ใน 0.10 M acetate buffer pH 4-5

Mixing coil = 50 cm

Sample loop = 25 μ l หลอด LED : สีน้ำเงิน

ทำการฉีดสารละลายของ Fe(III) ความเข้มข้น 2, 4, 6, 8, 10, 12, 14, 16, 18, และ 20 ppm เข้าไปในกระแสตัวพาของ 0.01 M Sodium salicylate ใน 0.10 M pH 4-5 acetate buffer โดยใช้อัตราการไหล 2.5 ml/min

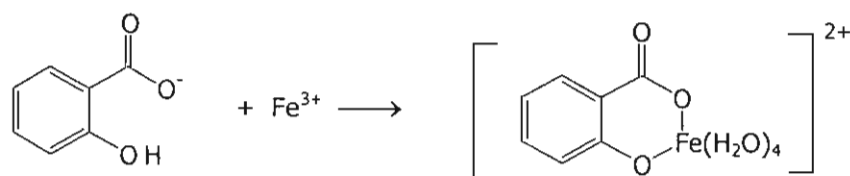
2.4.1.3 การตรวจสอบ Reproducibility ของสัญญาณ

ทำการฉีดสารละลายของ Fe(III) ที่ความเข้มข้น 4 ppm และ 18 ppm เข้าไปในกระแสตัวพาของ 0.01 M Sodium salicylate 10 ครั้ง และทำการบันทึก Flgram และวัดความสูงของ peak

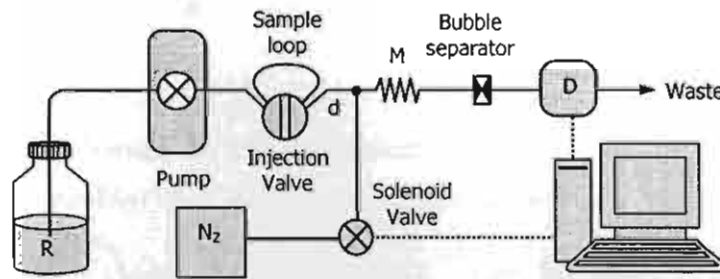
2.4.3 การศึกษาปฏิกิริยาที่จะนำมาใช้กับระบบ SFIA

2.4.3.1 ปฏิกิริยาระหว่างไอร์ออน(III) กับ salicylate

ปฏิกิริยาที่เกิดขึ้นดังสมการ



Manifold ที่ใช้



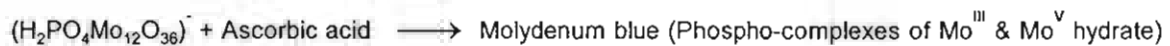
รูป 2.5 Manifold ของระบบ SFIA ชนิด 1 line สำหรับปฏิกิริยาระหว่างไอร์ออน(III) กับ salicylate

R = 0.01 M sodium salicylate ใน 0.10 M pH 4-5 acetate buffer, M = 50 cm, Sample loop = 50 μ l
หลอด LED: สีน้ำเงิน, อัตราการไหล: 2.5 ml/min

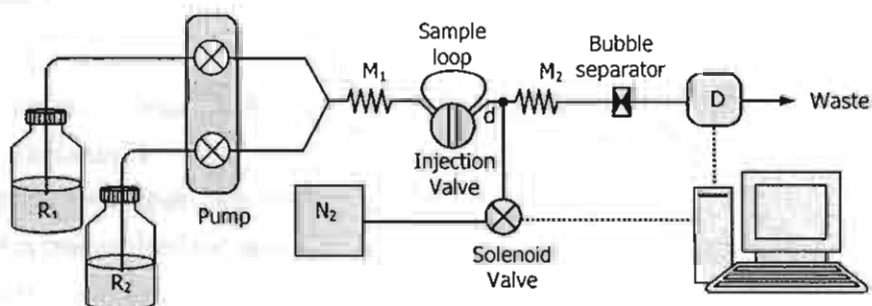
ทำการฉีดสารละลายของ Fe(III) ความเข้มข้น 1, 2, 3, 4 และ 5 ppm เข้าไปในกระแสตัวพาของ 0.01 M Sodium salicylate ใน 0.10 M pH 4-5 acetate buffer ผ่าน manifold แบบเดิมอากาศและไม่เติมอากาศ เปรียบเทียบกัน

2.4.3.2 ปฏิกิริยาของการเกิดโมลิบดีนัมบลู

ปฏิกิริยาของการเกิดโมลิบดีนัมบลูใช้สำหรับการหาปริมาณฟอสเฟต ปฏิกิริยาเกิดขึ้นดังสมการ



Manifold ที่ใช้



รูป 2.6 Manifold ของระบบ SFIA สำหรับปฏิกิริยาของการเกิดโมลิบดีนัมบลู

R₁ = 0.3% (w/v) แอมโมเนียมโมลิบเดตในกรดซัลฟูริก, R₂ = 0.5% Ascorbic acid, M₁ = 25 cm
M₂ = vary, หลอด LED: สีแดง, อัตราการไหล 2.4 ml/min

2.4.3.2.1 การศึกษาผลของขนาด sample loop

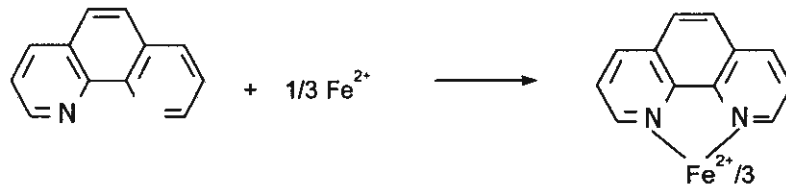
ทำการทดลองโดยฉีดสารละลายมาตรฐานฟอสเฟตเข้มข้น 1, 2, 3, 4 และ 5 ppm ผ่าน manifold แบบเดิมอากาศและไม่เติมอากาศ โดยใช้ sample loop ขนาด 50, 100 และ 200 μ l เปรียบเทียบ sensitivity ของทั้งสองวิธี

2.4.3.2.2 การศึกษาผลของความยาว mixing coil

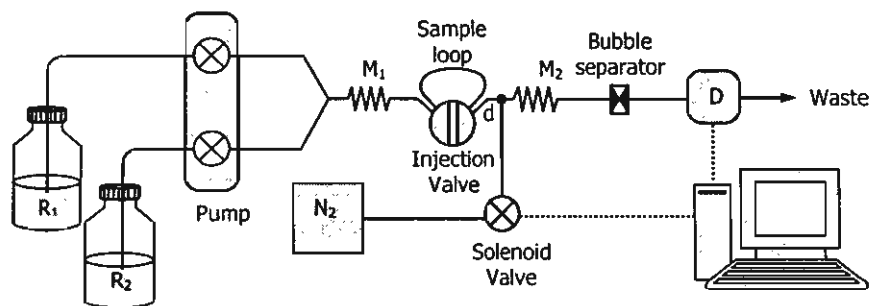
ทำการทดลองโดยฉีดสารละลายมาตรฐานฟอสเฟตเข้มข้น 0.1, 0.5, 1.0, 1.5 และ 2 ppm ผ่าน manifold แบบเติมอากาศและไม่เติมอากาศ โดยใช้ sample loop ขนาด 0, 100, 200 และ 300 μl เปรียบเทียบ sensitivity ของทั้งสองวิธี

2.4.3.3 ปฏิกริยาของไอร์ออน(II) กับ 1,10-phenanthroline

การหาปริมาณเหล็กจะใช้ปฏิกิริยาของการเกิดสารประกอบเชิงซ้อนกับ 1,10-phenanthroline ดังสมการ



Manifold ที่ใช้



รูป 2.7 Manifold ของระบบ SFIA สำหรับปฏิกิริยาของไอร์ออน(II) กับ 1,10-phenanthroline

$R_1 = 0.1 \text{ M}$ acetate buffer, $R_2 = 5 \times 10^{-4} \text{ M}$ 1,10-phenanthroline, $M_1 = 25 \text{ cm}$, $M_2 = \text{vary}$
หลอด LED: สีน้ำเงิน (510 nm), อัตราการไหล: 2.4 ml/min

2.4.3.3.1 การศึกษาผลของขนาด sample loop

ทำการทดลองโดยฉีดสารละลายมาตรฐานไอร์ออน(II) เข้มข้น 0.25, 0.50, 0.75, 1.00 และ 1.25 ppm ผ่าน manifold แบบเติมอากาศและไม่เติมอากาศ โดยใช้ sample loop ขนาด 50, 100 และ 200 μl เปรียบเทียบ sensitivity ของทั้งสองวิธี

2.4.3.3.2 การศึกษาผลของความยาว mixing coil

ทำการทดลองโดยฉีดสารละลายมาตรฐานไอร์ออน(II) เข้มข้น 0.25, 0.50, 0.75, 1.00 และ 1.25 ppm ผ่าน manifold แบบเติมอากาศและไม่เติมอากาศ โดยใช้ sample loop ขนาด 0, 50, 100 และ 200 μl เปรียบเทียบ sensitivity ของทั้งสองวิธี

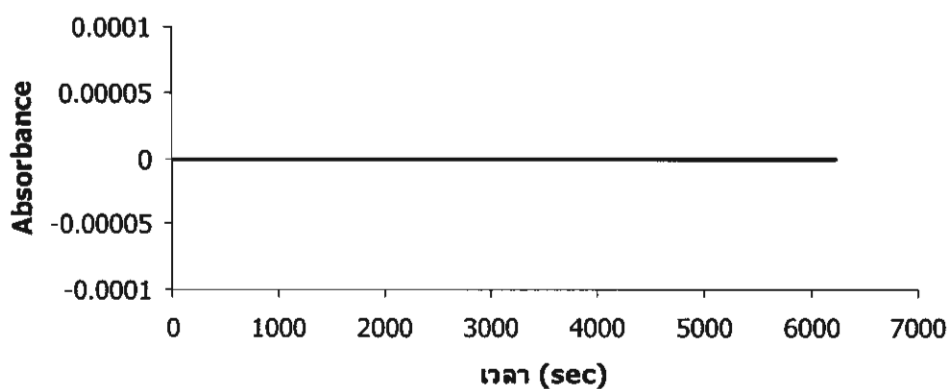
บทที่ 3

ผลการทดลอง

3.1 ผลการตรวจสอบการทำงานของ Detector

3.1.1 การศึกษาเสถียรภาพของสัญญาณ

จากการทดลองโดย flow น้ำผ่านเข้าไปในระบบและบันทึกสัญญาณในช่วงเวลาหนึ่ง พบว่าสัญญาณที่ได้ค่อนข้างคงที่ ดังแสดงในรูป

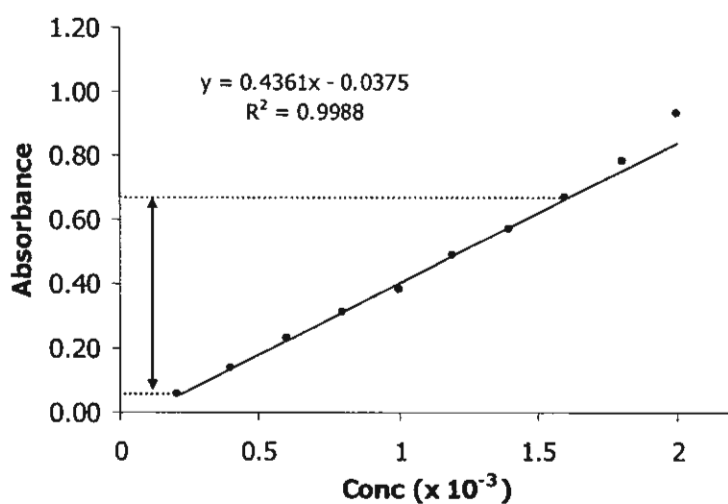


รูป 3.1 การเปลี่ยนแปลงสัญญาณในช่วงเวลาที่กำหนดของ Detector

3.1.2 การศึกษาช่วงความเป็นเส้นตรงของการตรวจวัด (linearity range)

1) ใช้น้ำสี

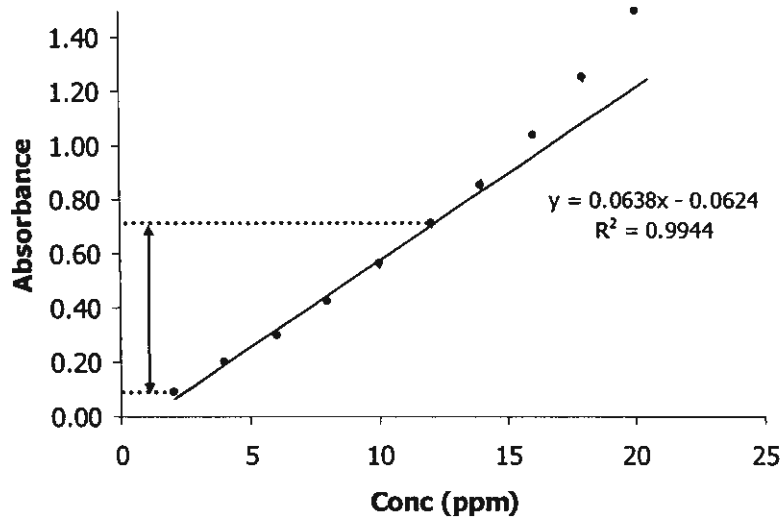
ได้ทำการฉีดน้ำสีที่มีความเข้มข้นต่างๆ ไปในระบบโฟลอินเจกชันอะนาไลซิสที่มีน้ำเป็นกระแสดำพาได้ ความสัมพันธ์ระหว่างความเข้มข้นกับสัญญาณดังรูปที่ 3.1



รูป 3.2 ช่วงความเป็นเส้นตรงของระบบตรวจวัดโดยใช้น้ำสี

พบว่าช่วงความเป็นเส้นตรงของระบบตรวจวัดจะอยู่ในช่วงประมาณ 0.05-0.7 Absorbance

2) ใช้ระบบโพลีอินเจกชันอะนาลิซิสของปฏิกิริยาระหว่างไอร์ออน(III) กับ salicylate
ได้ผลการทดลองดังรูป

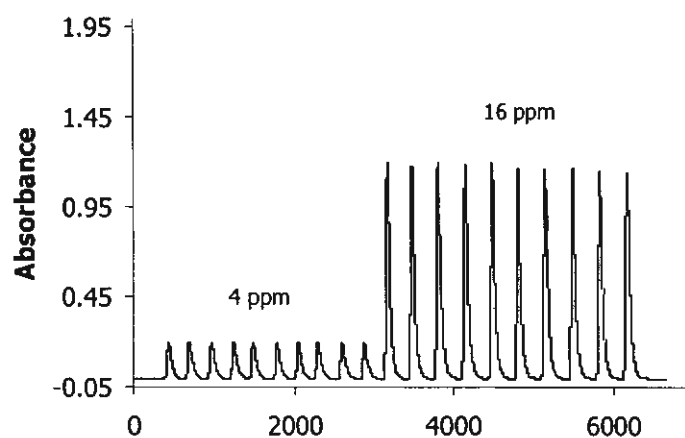


รูป 3.3 ช่วงความเป็นเส้นตรงของระบบตรวจวัดจากปฏิกิริยาของไอร์ออน(III)

พบว่าช่วงความเป็นเส้นตรงของระบบตรวจวัดจะอยู่ในช่วงประมาณ 0.05-0.7 Absorbance เช่นเดียวกัน

3.1.3 การตรวจสอบ Reproducibility ของสัญญาณ

ได้ทำการฉีดสารละลายของ Fe(III) ที่ความเข้มข้น 4 ppm และ 18 ppm เข้าไปในกระแสดัฟฟาของ 0.01 M Sodium salicylate 10 ครั้ง และทำการบันทึก Flgram และวัดความสูงของ peak ที่ได้ดังแสดงในรูป



รูป 3.4 Flgram ของไอร์ออน(III) ที่ความเข้มข้น 4 และ 6 ppm

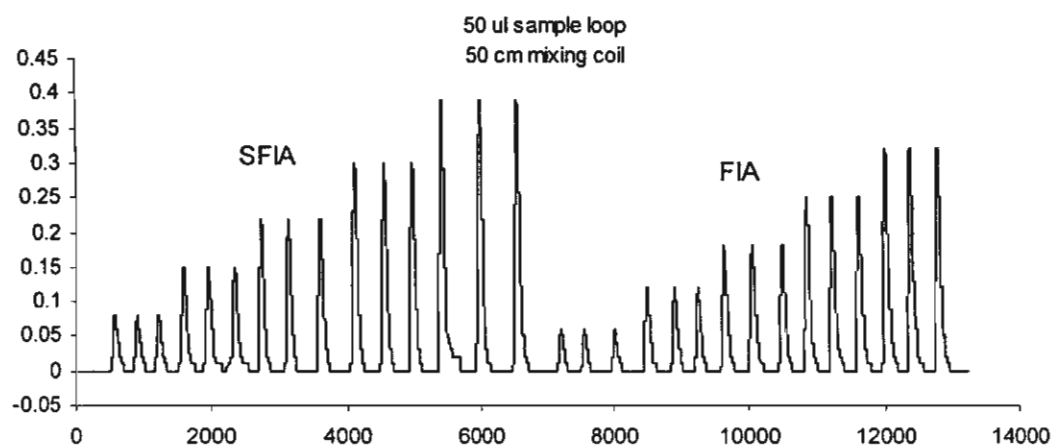
จากผลการทดลองพบว่าค่าความเบี่ยงเบนมาตรฐานของสัญญาณที่ความเข้มข้น 4 ppm เท่ากับ 0.003 คิดเป็น %RSD = 1.57 % และที่ความเข้มข้น 18 ppm เท่ากับ 0.022 คิดเป็น %RSD = 1.83 % ตามลำดับ

จากการทดลองสามารถสรุปได้ว่าเครื่องมือที่สร้างขึ้นให้สัญญาณของการตรวจวัดที่คงที่สม่ำเสมอในช่วงความเป็นเส้นตรง (Linearity) ที่กว้างตั้งแต่ 0.05-0.7 Absorbance และมีความแม่นยำหรือ reproducibility ที่ดีในระดับหนึ่ง และสามารถนำไปใช้สำหรับเป็นเครื่องตรวจวัดในระบบ flow injection analysis

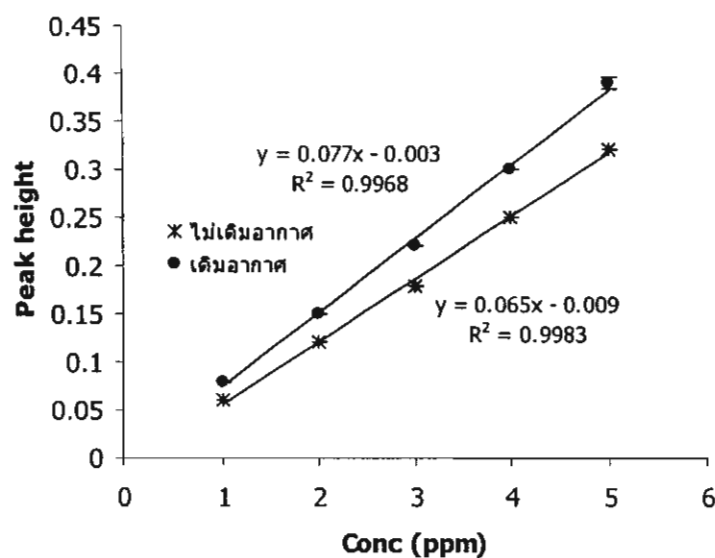
3.2 การศึกษาปฏิกิริยาที่จะนำมาใช้กับระบบ SFIA

3.2.1 ปฏิกิริยาระหว่างไอโรออน(III) กับ salicylate

ได้ประยุกต์ระบบ SFIA กับปฏิกิริยาระหว่างไอโรออน(III) กับ salicylate ได้ peak signal และ Calibration graph ดังรูป



รูป 3.5 เปรียบเทียบ Peak signal ของระบบ FIA กับ SFIA



รูป 3.6 เปรียบเทียบ Calibration graph ของระบบ FIA กับ SFIA

จาก Calibration graph ที่ได้เมื่อนำมาเปรียบเทียบ sensitivity พบว่าของระบบ SFIA ให้ sensitivity ที่สูงกว่าระบบ FIA ดังสรุปในตารางที่ 3.1

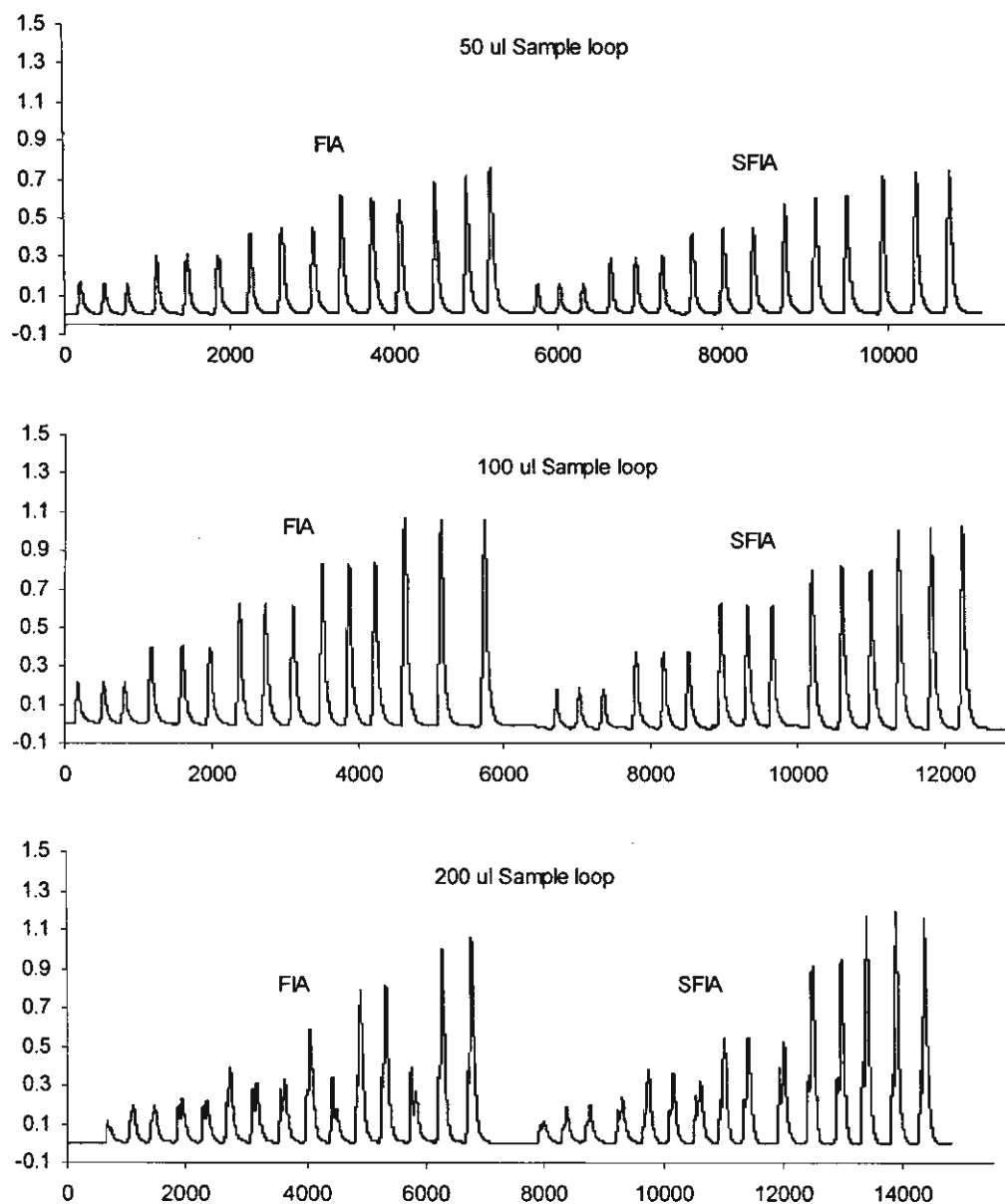
ตาราง 3.1 เปรียบเทียบ Sensitivity ระหว่างระบบ FIA (ไม่เติมอากาศ) กับระบบ SFIA (เติมอากาศ)

ครั้งที่	Calibration sensitivity		เพิ่มขึ้น (เท่า)
	FIA	SFIA	
1	0.0557	0.0677	1.162
2	0.060	0.070	1.172
3	0.065	0.077	1.185
4	0.0603	0.0723	1.199

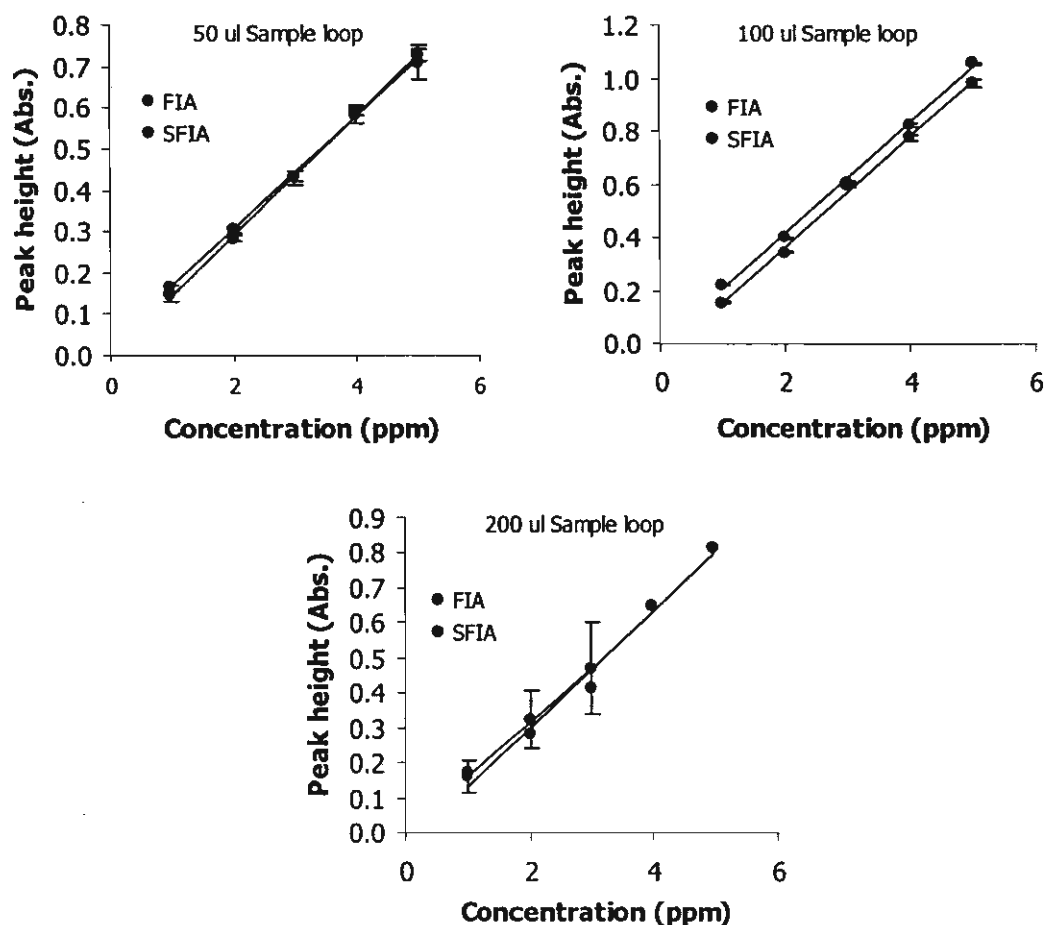
3.2.2 ปฏิกริยาของการเกิดโมลิตินัมบลู

3.2.2.1 การศึกษาผลของขนาด sample

ได้ทำการศึกษาผลของขนาด sample loop ที่มีต่อ sensitivity โดยใช้ manifold ที่ไม่มี mixing coil ได้ Flgram และ Calibration graph ดังรูป



รูป 3.7 เปรียบเทียบ Peak signal ของระบบ FIA กับ SFIA เมื่อ sample loop มีขนาดต่างกัน



รูป 3.8 เปรียบเทียบ Calibration graph ของระบบ FIA กับ SFIA เมื่อ sample loop มีขนาดต่างกัน

ตาราง 3.2 เปรียบเทียบ Performance ระหว่างระบบ FIA กับระบบ SFIA เมื่อใช้ Sample loop ขนาดต่างๆ กัน

Sample loop (µl)	FIA			SFIA		
	slope	R ²	ลักษณะ peak	slope	R ²	ลักษณะ peak
50	0.138	0.9985	ปกติ	0.1467	0.9999	ปกติ
100	0.2093	0.9978	ปกติ	0.2093	0.9976	ปกติ
200	0.1635	0.9798	แตกเป็น 2 peak	0.155	0.999	แตกเป็น 2 peak

ตาราง 3.3 เปรียบเทียบ Sensitivity ระหว่างระบบ FIA กับระบบ SFIA เมื่อใช้ Sample loop ขนาดต่างๆ กัน

Sample loop (µl)	Calibration sensitivity		เพิ่มขึ้น (เท่า)
	FIA	SFIA	
50	0.138	0.1467	1.1
100	0.2093	0.2093	1.0
200	0.1635	0.155	0.9

จากผลการทดลองพบว่าในระบบที่ไม่มี mixing coil การเพิ่มขนาดของ sample loop ไม่ได้ทำให้ sensitivity ของระบบ SFIA แตกต่างไปจากของระบบ FIA เลย แต่จะทำให้ peak ที่ได้แตก และ reproducibility ไม่ดี ทั้งในระบบ FIA และระบบ SFIA เนื่องการ dispersion เกิดได้น้อยเกินไป การใส่ mixing coil น่าจะทำให้การ disperse เกิดได้มากกว่าในขณะเดียวกันก็ promote mixing ไปด้วย

3.2.2.2 การศึกษาผลของความยาว mixing coil

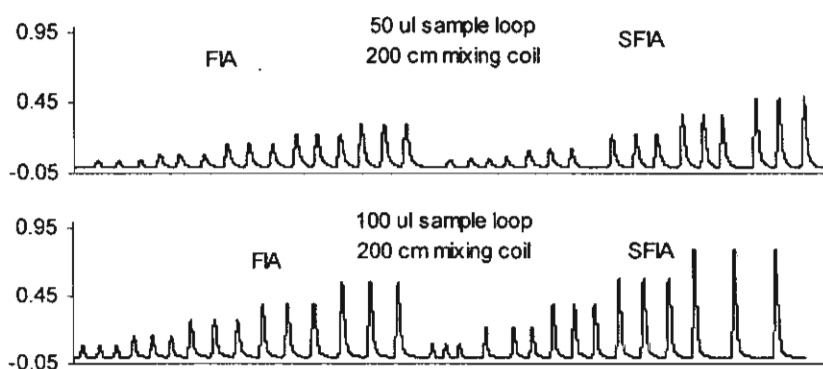
ได้ทำการศึกษาผลของความยาว mixing coil ที่มีต่อ sensitivity โดย vary ความยาวของ mixing coil ตั้งแต่ 0, 50, 100, 200 และ 300 cm และ ขนาดของ sample loop คงที่ 50 และ 100 μ l ได้ผลดังตาราง

ตาราง 3.4 เปรียบเทียบ Sensitivity ระหว่างระบบ FIA กับระบบ SFIA เมื่อใช้ sample loop ขนาด 50 μ l

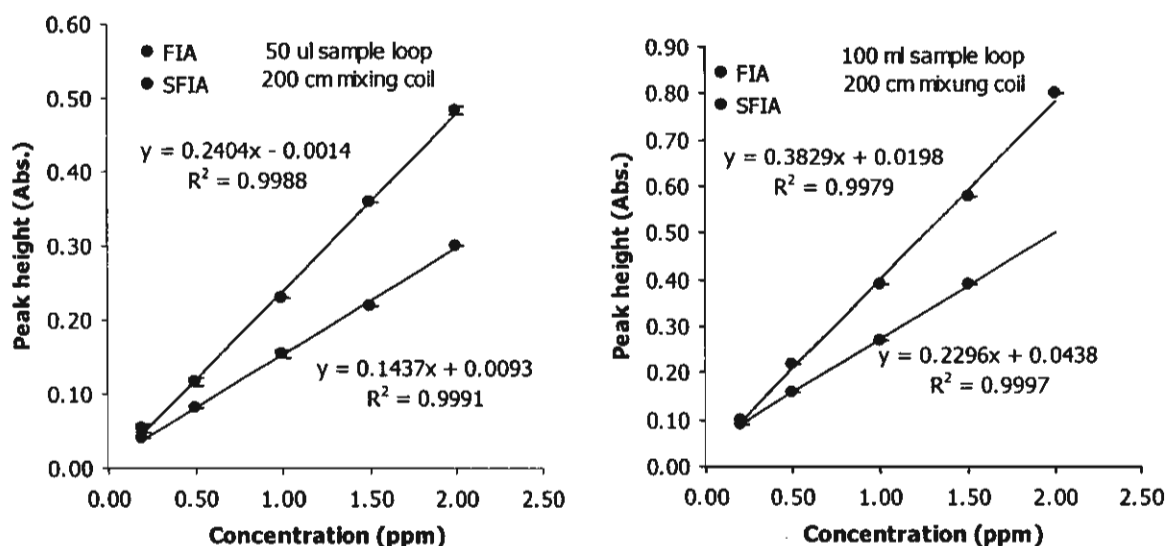
mixing coil (cm)	Calibration sensitivity		เพิ่มขึ้น (เท่า)
	FIA	SFIA	
0	0.1380	0.1467	1.06
100	0.1697	0.235	1.38
200	0.1437	0.2404	1.67
300	0.114	0.1959	1.72

ตาราง 3.5 เปรียบเทียบ Sensitivity ระหว่างระบบ FIA กับระบบ SFIA เมื่อใช้ sample loop ขนาด 100 μ l

mixing coil (cm)	Calibration sensitivity		เพิ่มขึ้น (เท่า)
	FIA	SFIA	
0	0.1324	0.1457	1.10
100	0.2405	0.2861	1.19
200	0.2296	0.3829	1.67
300	0.2048	0.3857	1.88

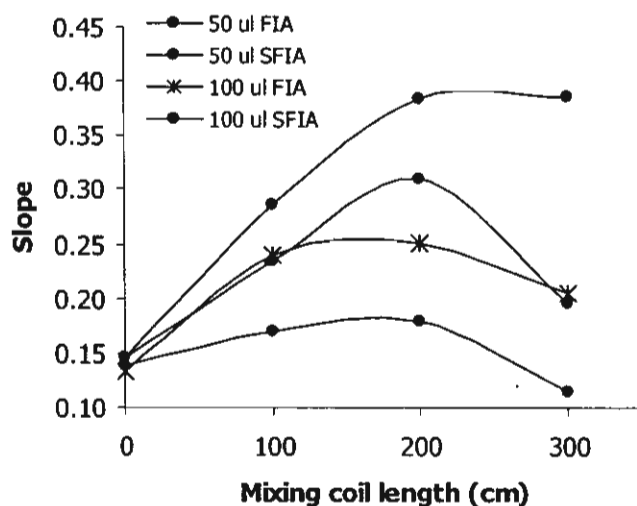


รูป 3.7 Peak signal ตัวอย่างของระบบ FIA กับ SFIA ที่สภาวะการทดลองที่ให้ผลที่ดีที่สุด



รูป 3.8 Calibration graph ตัวอย่างของระบบ FIA กับ SFIA ที่สภาวะการทดลองที่ให้ผลที่ดีที่สุด

จากผลการทดลองพบว่าการเพิ่มความยาวของ mixing coil จะทำให้ sensitivity ของระบบ FIA และ SFIA สำหรับปฏิกิริยาของการเกิดโมลิตินับเพิ่มขึ้น โดยระบบ SFIA จะเพิ่มด้วยอัตราที่มากกว่าเมื่อขนาดของ sample loop เท่ากันดังรูป



รูป 3.9 Sensitivity ของระบบ FIA และ SFIA ที่ความยาวของ mixing coil ต่างๆ กัน

ระบบ SFIA สามารถเพิ่ม sensitivity ได้มากกว่าระบบ FIA ที่เหมือนกันถึง 1.72 เท่า เมื่อความยาวของ mixing coil มากขึ้นและมีแนวโน้มจะเพิ่มมากขึ้นเมื่อเพิ่มความยาวของ mixing coil ให้มากขึ้น ซึ่งอธิบายได้ว่าเมื่อความยาวของ mixing coil เพิ่มขึ้นการแพร่กระจาย (Dispersion) ในทั้ง 2 ระบบจะเกิดได้มากขึ้นแต่ในระบบ FIA จะเกิดขึ้นได้มากกว่าในระบบ SFIA ซึ่งถูก block โดยฟองอากาศ การแพร่กระจายนี้สามารถวัดได้จากความกว้างของ

ฐาน peak ดังข้อมูลในตาราง (ของ 50 μ l sample loop 200 cm mixing coil และ 100 μ l sample loop 200 cm mixing)

ตาราง 3.6 เปรียบเทียบ ความกว้างของฐาน peak ระหว่างระบบ FIA กับระบบ SFIA ที่สภาวะต่างๆ

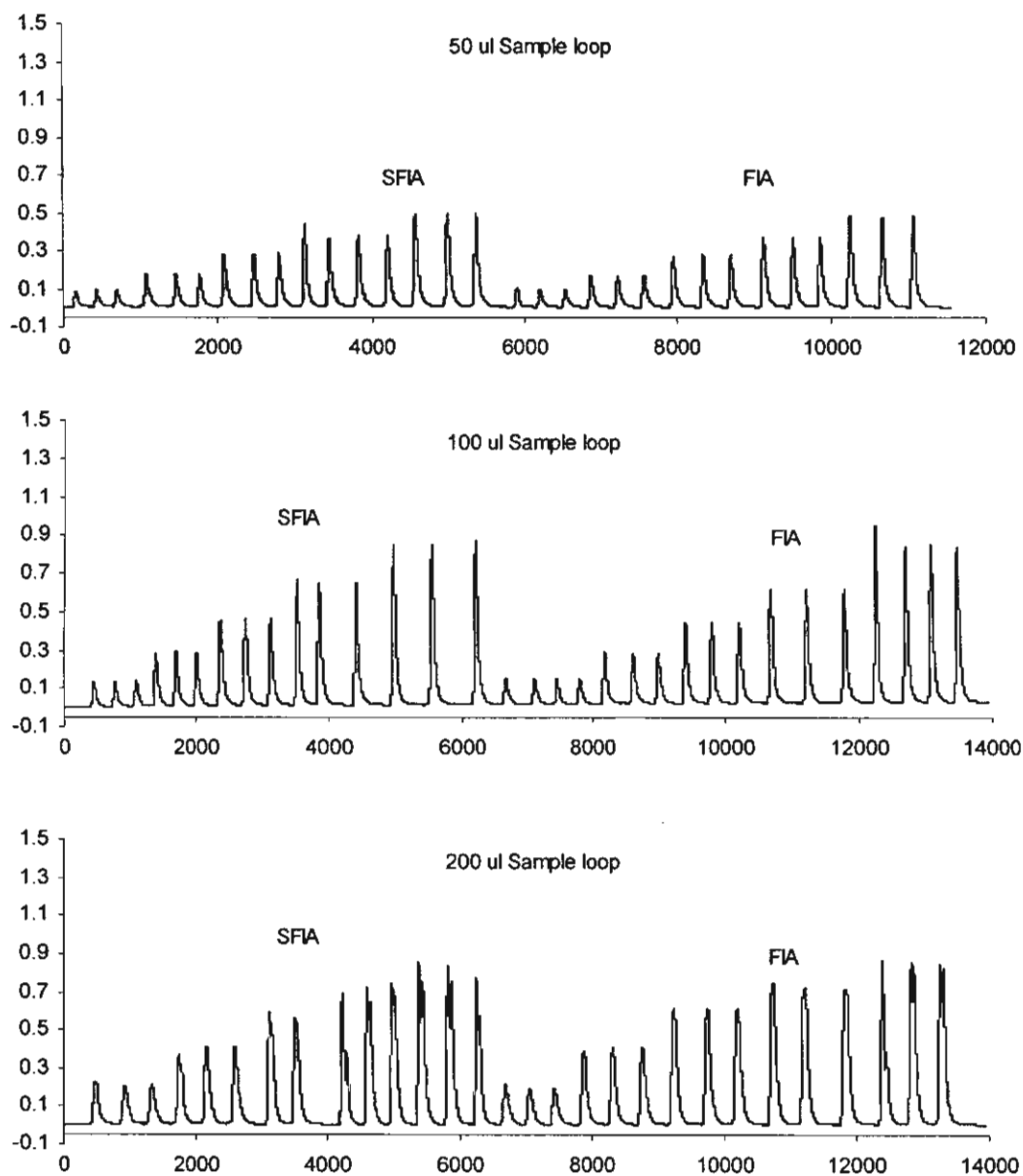
ความเข้มข้น (ppm)	ความกว้างของฐาน peak (50 μ l, Data point)		ความกว้างของฐาน peak (100 μ l, Data point)	
	FIA	SFIA	FIA	SFIA
0.20	101	135	114	107
0.50	198	198	251	215
1.00	232	206	342	267
1.50	264	226	339	286
2.00	276	240	401	358

นอกจากนี้การเติมฟองอากาศจะช่วยให้การผสม ระหว่าง reagent กับสารตัวอย่างเกิดได้ดีขึ้นทำให้ sensitivity ของระบบ SFIA ดีกว่าของระบบ FIA

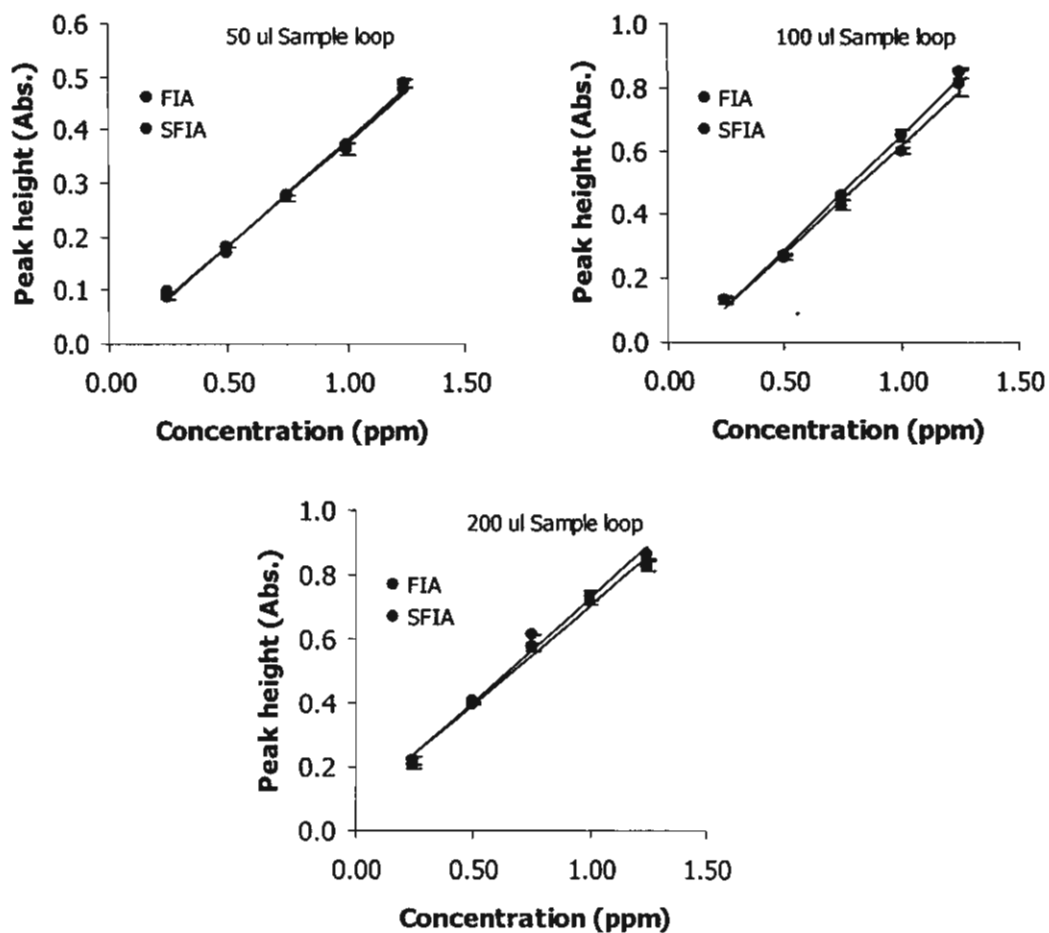
3.2.3 ปฏิกริยาของไอร์ออน(II) กับ 1,10-phenanthroline

3.2.3.1 การศึกษามลของขนาด sample loop

ได้ทำการศึกษามลของขนาด sample loop ที่มีต่อ sensitivity โดยใช้ manifold ที่ไม่มี mixing coil และ vary ขนาดของ sample loop เป็น 50, 100 และ 200 μl ได้ Figram และ Calibration graph ดังรูป



รูป 3.10 เปรียบเทียบ Peak signal ของระบบ FIA กับ SFIA เมื่อ sample loop มีขนาดต่างกัน



รูป 3.11 เปรียบเทียบ Calibration graph ของระบบ FIA กับ SFIA เมื่อ sample loop มีขนาดต่างกัน

ตาราง 3.7 เปรียบเทียบ Performance ระหว่างระบบ FIA กับระบบ SFIA เมื่อใช้ Sample loop ขนาดต่างๆ กัน

Sample loop (µl)	FIA			SFIA		
	slope	R ²	ลักษณะ peak	slope	R ²	ลักษณะ peak
50	0.384	0.9965	ปกติ	0.3933	0.9963	ปกติ
100	0.6813	0.9932	ปกติ	0.7227	0.9965	ปกติ
200	0.6543	0.9852	แตกเป็น 2 peak	0.6173	0.9892	แตกเป็น 2 peak

ตาราง 3.8 เปรียบเทียบ Sensitivity ระหว่างระบบ FIA กับระบบ SFIA เมื่อใช้ Sample loop ขนาดต่างๆ กัน

Sample loop (µl)	Calibration sensitivity		เพิ่มขึ้น (เท่า)
	FIA	SFIA	
50	0.384	0.3933	1.0
100	0.6813	0.7227	1.1
200	0.6543	0.6173	0.9

จากผลการทดลองพบว่าในระบบที่ไม่มี mixing coil การเพิ่มขนาดของ sample loop ไม่ได้ทำให้ sensitivity ของระบบ SFIA แตกต่างไปจากของระบบ FIA เลย แต่จะทำให้ peak ที่ได้แตก และ reproducibility ไม่ดี ทั้งในระบบ FIA และระบบ SFIA เนื่องการ dispersion เกิดได้น้อยเกินไปซึ่งผลที่ได้จะเหมือนกับปฏิกิริยาของการเกิดโมลิตินัมบลู

3.2.2.2 การศึกษาผลของความยาว mixing coil

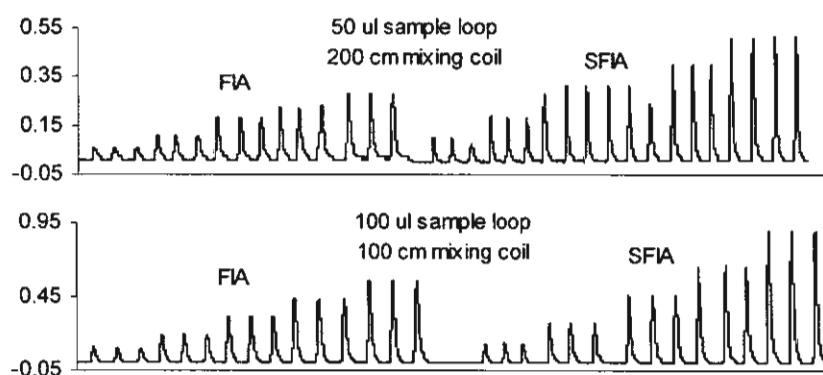
ได้ทำการศึกษาผลของความยาว mixing coil ที่มีต่อ sensitivity โดย vary ความยาวของ mixing coil ตั้งแต่ 0, 50, 100 และ 200 cm และ ขนาดของ sample loop คงที่ 50 และ 100 μ l ได้ผลดังตาราง

ตาราง 3.9 เปรียบเทียบ Sensitivity ระหว่างระบบ FIA กับระบบ SFIA เมื่อใช้ sample loop ขนาด 50 μ l

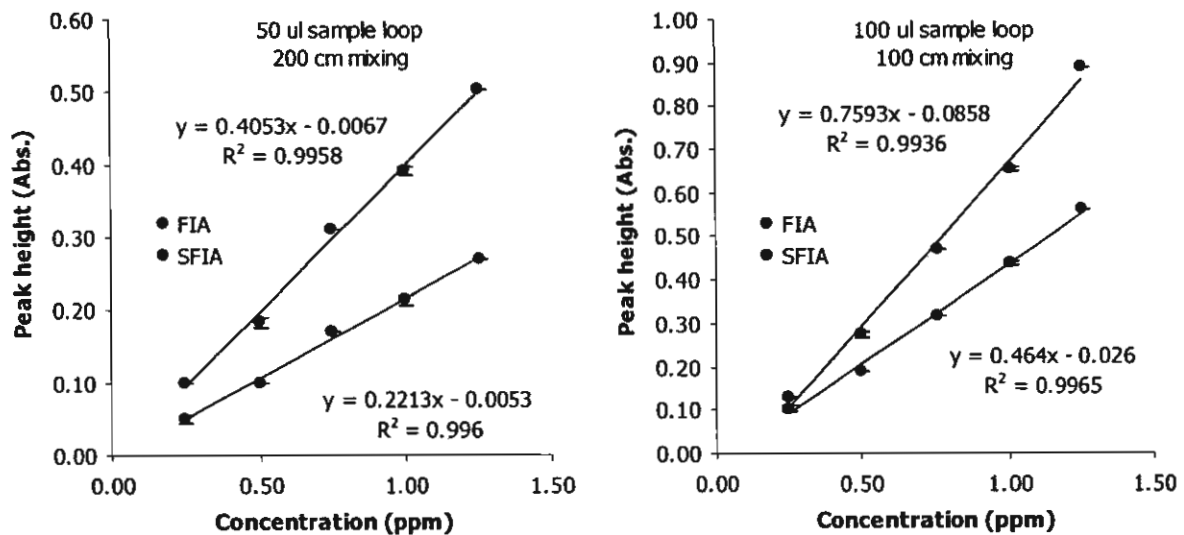
mixing coil (cm)	Calibration sensitivity		เพิ่มขึ้น (เท่า)
	FIA	SFIA	
0	0.392	0.393	1.00
50	0.294	0.340	1.16
100	0.244	0.402	1.65
200	0.2231	0.4024	1.80

ตาราง 3.10 เปรียบเทียบ Sensitivity ระหว่างระบบ FIA กับระบบ SFIA เมื่อใช้ sample loop ขนาด 100 μ l

mixing coil (cm)	Calibration sensitivity		เพิ่มขึ้น (เท่า)
	FIA	SFIA	
0	0.600	0.600	1.00
50	0.624	0.776	1.24
100	0.464	0.7593	1.64
200	0.360	0.580	1.61

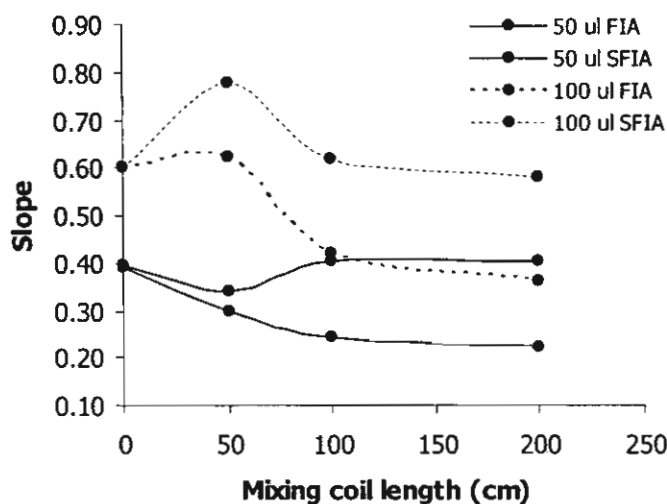


รูป 3.12 Peak signal ตัวอย่างของระบบ FIA กับ SFIA ที่สภาวะการทดลองที่ให้ผลที่ดีที่สุด



รูป 3.13 Calibration graph ตัวอย่างของระบบ FIA กับ SFIA ที่สภาวะการทดลองที่ให้ผลที่ดีที่สุด

จากผลการทดลองพบว่าในปฏิกิริยาของไอร์ออน(II) กับ 1,10-phenanthroline การเพิ่มความยาวของ mixing coil ในระบบที่ใช้ sample loop ขนาด 50 µl นั้นไม่ได้ทำให้ sensitivity ของระบบ SFIA เพิ่มขึ้นและดูเหมือนจะคงที่ ส่วนในระบบ FIA การเพิ่มความยาวของ mixing coil จะทำให้ sensitivity ลดลง และเมื่อเปลี่ยนขนาดของ sample loop เป็น 100 µl sensitivity ของทั้งระบบ SFIA และ FIA จะเพิ่มขึ้นเมื่อใช้ mixing coil ยาว 50 cm แต่เมื่อเพิ่มความยาวของ mixing coil เป็น 100 และ 200 cm sensitivity ของทั้ง 2 ระบบจะลดลง ซึ่งต่างจากระบบของการเกิดโมลิบดีนัมบลู ดังแสดงในรูป



รูป 3.12 Sensitivity ของระบบ FIA และ SFIA ที่ความยาวของ mixing coil ต่างๆ กัน

อธิบายได้ว่าเนื่องจากปฏิกิริยาระหว่างไอร์ออน(II) กับ 1,10-phenanthroline สามารถเกิดขึ้นได้อย่างรวดเร็วการเพิ่มความยาวของ mixing coil จึงไม่มีความจำเป็นและจะทำให้การ disperse เกิดมากขึ้น sensitivity จึงมีแนวโน้มที่จะ

ลดลง และเมื่อพิจารณาจาก sensitivity ที่ดีที่สุดของสภาวะการทดลองทั้งหมดของทั้งสองระบบ พบว่าระบบ SFIA สามารถเพิ่ม sensitivity จากระบบ FIA ที่เหมือนกันได้เพียง 1.24 เท่า โดยมี sensitivity เท่ากับ 0.776 และ 0.624 ตามลำดับ

บทที่ 4

สรุปผลการทดลอง

จากการทดลองพบว่าระบบ SFIA ที่พัฒนาขึ้นสามารถเพิ่ม Sensitivity ได้มากกว่าระบบ FIA ที่มีลักษณะของ manifold ที่เหมือนเมื่อนำไปใช้กับปฏิกิริยาทั้ง 3 ชนิดได้แก่ ปฏิกิริยาระหว่างไอร์ออน(III) กับ salicylate ปฏิกิริยาของการเกิดโมลิบดีนัมบลู และปฏิกิริยาของไอร์ออน(II) กับ 1,10-phenanthroline ทั้งนี้เนื่องจากการเติมอากาศจะทำให้การแพร่กระจาย (Dispersion) เกิดได้น้อยลงเพราะถูกจำกัดโดยฟองอากาศที่เติมลงไปคั่นระหว่าง reaction zone นอกจากนี้การเติมอากาศยังช่วยให้การผสม (Degree of mixing) ระหว่างรีเอเจนต์กับสารที่สนใจเกิดได้ดีขึ้น และพบว่า การเพิ่มขึ้นของ Sensitivity ของระบบ SFIA สำหรับปฏิกิริยาของไอร์ออน(III) กับ salicylate เพิ่มขึ้นโดยเฉลี่ยเท่ากับ 1.18 ในขณะที่ระบบ SFIA ของโมลิบดีนัมบลู และไอร์ออน(II) กับ 1,10-phenanthroline สามารถเพิ่ม sensitivity จากรบบ FIA ที่เหมือนกันได้สูงสุดประมาณ 2 เท่า

ระบบ SFIA ที่พัฒนาขึ้นเหมาะสำหรับปฏิกิริยาที่มีอัตราเร็วของปฏิกิริยาค่อนข้างช้า แต่สำหรับปฏิกิริยาที่เกิดขึ้นได้รวดเร็ว sensitivity ของระบบจะไม่ค่อยแตกต่างจากระบบ FIA ที่มีรูปแบบเหมือนกันมากนัก ข้อดีอีกอย่างหนึ่งของระบบ SFIA ก็คือช่วยลดผลเนื่องจากความแตกต่างของดรเรนซ์ที่หักเหแสงระหว่าง reagent กับสารมาตรฐาน และ/หรือสารตัวอย่าง นอกจากนี้ manifold ของปฏิกิริยาหนึ่งๆ สามารถใช้กับปฏิกิริยาอื่นๆ ได้ เช่นในงานวิจัยนี้ manifold ของระบบ SFIA สำหรับปฏิกิริยาการเกิดโมลิบดีนัมบลู สามารถใช้ร่วมกับปฏิกิริยาของไอร์ออน(II) กับ 1,10-phenanthroline ได้

เอกสารอ้างอิง

- 1) G. W. Ewing, Instrumental Methods of Chemical Analysis, 3rd ed., McGraw-Hill Kogakusha, Ltd., 1960.
- 2) Z. D. Hill, P. MacCarthy, J. Chem. Educ., **63**, 1986, 162.
- 3) <http://www.chem.ucsb.edu/~laverman/Chem153/153labs/jobsmethod.PDF>
- 4) J. S. Fritz, G. H. Schenk, Quantitative Analytical Chemistry, 5th ed., Allyn and bacon Inc., Massachusetts, 1987
- 5) E. Martell, Stability Constants of Metal-ion Complexes, Alden & Mowbray ,Oxford, 1971.
- 6) K. Grudpan, P. Ampan, Y. Udnan, S. Jaysavati, S. Lapanantnoppakhun, J. Jakmunee, G.D. Christian and J. Ruzicka, "Stopped-flow Injection Simultaneous Determination of Phosphate and Silicate Using Molybdenum Blue", *Talanta*, 58(2002), 1319.
- 7) J. Jakmunee, Y. Udnan, R.Morrison, R. Bckett, I. Mckinnon and K. Grudpan, "A Low-Cost Light-Scattering Detector for the Flow-Injection Nephelometric Determination of Sulfate", *Anal. Sci.*, 19(2003),1495.
- 8) Y. Udnan, J. Jakmunee, S. Jayasavati, G.D. Christian, R.E. Synovec and K. Grudpan, "Cost-effective flow injection spectrophotometric assay of iron content in pharmaceutical preparations using salicylate reagent", *Talanta*, 64(2004), 11237.

ภาคผนวก

บทคัดย่อการประชุม (Poster Presentation)

นักวิจัยรุ่นใหม่ ... พบ ... เมธีวิจัยอาวุโส สกว.

13-15 ตุลาคม 2548

โรงแรมริเจนท์ เซาท์ จ. เพชรบุรี

สนับสนุนโดย

สำนักงานคณะกรรมการการอุดมศึกษา (สกอ.)

กระทรวงศึกษาธิการ

และ

สำนักงานกองทุนสนับสนุนการวิจัย (สกว.)

Development of a novel continuous flow analysis technique by combining segmented flow analysis with flow injection analysis

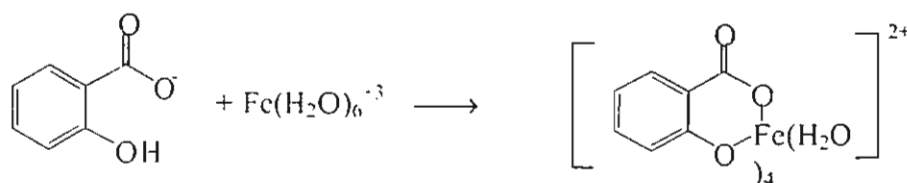
Yuthapong Udnanakongkarn.k psu.ac.th .aroon Jakmunee^{b,c} and Kate Grudpan^{b,c*}

^aDepartment of Chemistry, Faculty of Science, Naresuan University, Phisanulok, 65000, Thailand

^bDepartment of Chemistry, Faculty of Science, Chiang Mai University, Chiang Mai, 50200, Thailand

^cInstitute of Science and Technology Research and Development Chiang Mai University, Chiang Mai, 50200, Thailand

Abstract—A novel continuous flow analysis technique by combining segmented flow analysis with flow injection analysis was developed and will be applied for the reaction between iron(III) and salicylate. In this work a novel method, using small scale of flow system, for determination of mole ratio between iron(III) and salicylate in a complex was studied. It was found that the mole ratio between iron(III) and salicylate was about 1:1. The method will be applied to another complexing ion.



Keywords— Continuous flow analysis, Segmented flow analysis, Flow injection analysis, Iron(III), Salicylate, Small scale, Mole ratio

* Corresponding author. Tel.: 0-5526-1000-4 ext. 3440; fax: 0-55 26-1000 ext. 3401; e-mail: yuth13@yahoo.com



The 5th Annual Symposium on TRF Senior Research Scholar on “Development of Micro-and Nano-scale Analysis by Flow-based Techniques II”

12 August 2006

Chiang Mai University
Chiang Mai, THAILAND

Research Laboratory for Development of Analytical Instrumentation
Institute for Science and Technology Research and Development

**Research Laboratory for Excellence in Development of Miniaturization
in Flow-based Analysis**
Faculty of Science

Chiang Mai University

Under auspices of

The Thailand Research Fund (TRF)



Mole Ratio Determination and Photometric Titration with a Small Scale Continuous Flow System

Yuthapong Udnan,¹ **Jaroon Jakmunee**^{2,3} and **Kate Grudpan**^{2,3}

¹ *Department of Chemistry, Faculty of Science, Naresuan University, Phisanulok, 65000, Thailand*

² *Department of Chemistry, Faculty of Science, Chiang Mai University, Chiang Mai, 50200, Thailand*

³ *Institute for Science and Technology Research and Development, Chiang Mai University, Chiang Mai, 50200, Thailand*

A small scale continuous flow system for mole ratio determination and photometric titration was developed. The system consisted of a peristaltic pump, a small reaction vessel, magnetic stirrer with a small magnetic bar, flow cell and detector. A continuous reaction was performed in the reaction vessel. The reagent was added continuously by a micro pipette. The system was well applied for the determination of mole ratio of iron complexes in various pH media solution and also for photometric titration between iron(III) and EDTA. It was found that the system yielded in high accuracy and precision results. The total volume used in one experiment was less than that of the batch system whereas the more data points were obtained.