บทที่ 3

วิธีดำเนินการวิจัย

ในการวิจัยครั้งนี้ ผู้วิจัย ได้ดำเนินการวิจัยตามลำดับดังนี้

1. เครื่องมือ
2. สารเคมีและการเตรียมสารละลาย
3. วิธีการทดลอง
4. สถิติที่ใช้ในการวิเคราะห์ข้อมูล

เครื่องมือ

เครื่องไอออนโครมาโทกราฟี รุ่น IC 850 Profession IC ผลิตโดยบริษัท Metrohm ประกอบด้วย คอลัมน์ Metrosep A Supp 15 ขนาด 250 x 4.0 mm ในการแยกแอนไอออน ตรวจวัดสัญญาณการนำไฟฟ้าด้วยระบบ Suppressed conductivity

สารเคมีและการเตรียมสารละลาย

1. สารเคมี

1.1 โซเดียมคาร์บอเนต (Na_2CO_3), AR, Ajax Finechem, Australia.

1.2 โซเดียมฟลูออไรด์ (NaF), AR, Riedel-de Haen, Germany.

1.3 โซเดียมคลอไรด์ (NaCl), AR, Ajax Finechem, Australia.

1.4 โซเดียมโบรไมด์ (NaBr), AR, Riedel-de Haen, Germany.

1.5 โซเดียมไนเตรท ($NaNO_3$), AR, Ajax Finechem, Australia.

1.6 โซเดียมไฮโดรเจนฟอสเฟต (Na_2HPO_4), AR, Merck, Germany.

1.7 โซเดียมซัลเฟต (Na_2SO_4), AR, Ajax Finechem, Australia.

1.8 กรดซัลฟูริค (H_2SO_4), AR, Carlo Erba.

1.9 โซเดียมไฮดรอกไซด์ (NaOH), AR, Merck, Germany.

มหาวิทยาลัยราชภัฏมหาสารคาม
RAJABHAT MAHASARAKHAM UNIVERSITY

1.10 น้ำปราศจากไอออน (Deionized Water)

2. การเตรียมสารละลาย

2.1 สารละลายเฟสเคลื่อนที่ (5 มิลลิโมลาร์ Na_2CO_3 ผสมกับ 0.3 มิลลิโมลาร์ NaOH)

2.1) ชั่ง Na_2CO_3 10.6 กรัม นำมาละลายในน้ำปราศจากไอออน ในขวดปริมาตรขนาด 100 มิลลิลิตร ปรับปริมาตรให้ครบ 100 มิลลิลิตร ด้วยน้ำปราศจากไอออน

2.2) ชั่ง NaOH 4 กรัม นำมาละลายในน้ำปราศจากไอออน ในขวดปริมาตรขนาด 100 มิลลิลิตร ปรับปริมาตรให้ครบ 100 มิลลิลิตร ด้วยน้ำปราศจากไอออน

2.3) ได้สารละลาย Na_2CO_3 และ NaOH เข้มข้น 1,000 มิลลิโมลาร์ จากนั้นเจือจางสารละลาย Na_2CO_3 และ NaOH ให้มีความเข้มข้น 100 มิลลิโมลาร์

2.4) ปิเปตสารละลาย Na_2CO_3 10 มิลลิลิตร ในขวดปริมาตรขนาด 100 มิลลิลิตร ปรับปริมาตรให้ครบ 100 มิลลิลิตร ด้วยน้ำปราศจากไอออน และปิเปตสารละลาย NaOH 10 มิลลิลิตร ในขวดปริมาตรขนาด 100 มิลลิลิตร ปรับปริมาตรให้ครบ 100 มิลลิลิตร ด้วยน้ำปราศจากไอออน

2.5) ได้สารละลาย Na_2CO_3 และ NaOH เข้มข้น 100 มิลลิโมลาร์ จากนั้นเจือจางสารละลายทั้งสองให้มีความเข้มข้น 5 มิลลิโมลาร์ Na_2CO_3 ผสมกับ 0.3 มิลลิโมลาร์ NaOH

2.6) ปิเปตสารละลาย Na_2CO_3 25 มิลลิลิตร และ ปิเปตสารละลาย NaOH 1.5 มิลลิลิตร ผสมสารละลายทั้งสองชนิดลงในขวดปริมาตรขนาด 500 มิลลิลิตร ปรับปริมาตรให้ครบ 500 มิลลิลิตร ด้วยน้ำปราศจากไอออน จะได้สารละลายเฟสเคลื่อนที่ 5 มิลลิโมลาร์ Na_2CO_3 ผสมกับ 0.3 มิลลิโมลาร์ NaOH

2.2 สารละลายซับเพรสเซอร์ (50 มิลลิโมลาร์ H_2SO_4)

ปิเปต H_2SO_4 1.3 มิลลิลิตร ในขวดปริมาตรขนาด 1,000 มิลลิลิตร ปรับปริมาตรให้ครบ 1,000 มิลลิลิตรด้วยน้ำปราศจากไอออน

2.3 สารละลายมาตรฐานเข้มข้น 1,000 มิลลิกรัมต่อลิตร

2.3.1) ชั่ง NaF 0.2210 กรัม, NaCl 0.1656 กรัม, NaBr 0.1288 กรัม, $NaNO_3$ 0.1370 กรัม, Na_2HPO_4 0.1508 กรัม, Na_2SO_4 0.1479 กรัม

มหาวิทยาลัยราชภัฏพระนคร
RAJABHAT MAHASARAKHAM UNIVERSITY

2.3.2) นำมาละลายในน้ำปราศจากไอออน เทสารละลายทั้ง 6 ชนิดผสมกันในขวดปริมาตรขนาด 100 มิลลิลิตร ปรับปริมาตรให้ครบ 100 มิลลิลิตร ด้วยน้ำปราศจากไอออน ได้สารละลายมาตรฐานเข้มข้น 1,000 มิลลิกรัม

2.3.3) จากนั้นเจือจางสารละลายมาตรฐานเข้มข้น 1,000 มิลลิกรัมต่อลิตร เจือจางความเข้มข้นดังนี้ 100, 50 มิลลิกรัมต่อลิตร ตามลำดับ

2.3.4) ปีเปตสารละลายมาตรฐานเข้มข้น 1,000 มิลลิกรัมต่อลิตร 25 มิลลิลิตร ในขวดปริมาตรขนาด 250 มิลลิลิตร ปรับปริมาตรให้ครบ 250 มิลลิลิตร ด้วยน้ำปราศจากไอออน จะได้สารละลายมาตรฐานเข้มข้น 100 มิลลิกรัมต่อลิตร

2.3.5) ปีเปตสารละลายมาตรฐานเข้มข้น 100 มิลลิกรัมต่อลิตร 125 มิลลิลิตร ในขวดปริมาตรขนาด 250 มิลลิลิตร ปรับปริมาตรให้ครบ 250 มิลลิลิตร ด้วยน้ำปราศจากไอออน จะได้สารละลายมาตรฐานเข้มข้น 50 มิลลิกรัมต่อลิตร

2.3.6) ได้สารละลายมาตรฐานเข้มข้น 50 มิลลิกรัมต่อลิตร จากนั้นเจือจางให้ได้ความเข้มข้นดังนี้ 0.5, 1, 1.5 และ 2 มิลลิกรัมต่อลิตร ตามลำดับ

2.3.7) ปีเปตสารละลายมาตรฐานเข้มข้น 50 มิลลิกรัมต่อลิตร 100 ไมโครลิตรในขวดปริมาตรขนาด 10 มิลลิลิตร ปรับปริมาตรให้ครบ 10 มิลลิลิตร ด้วยน้ำปราศจากไอออน ได้สารละลายมาตรฐานเข้มข้น 0.5 มิลลิกรัมต่อลิตร

2.3.8) ปีเปตสารละลายมาตรฐานเข้มข้น 50 มิลลิกรัมต่อลิตร 200 ไมโครลิตรในขวดปริมาตรขนาด 10 มิลลิลิตร ปรับปริมาตรให้ครบ 10 มิลลิลิตร ด้วยน้ำปราศจากไอออน ได้สารละลายมาตรฐานเข้มข้น 1 มิลลิกรัมต่อลิตร

2.3.9) ปีเปตสารละลายมาตรฐานเข้มข้น 50 มิลลิกรัมต่อลิตร 300 ไมโครลิตรในขวดปริมาตรขนาด 10 มิลลิลิตร ปรับปริมาตรให้ครบ 10 มิลลิลิตร ด้วยน้ำปราศจากไอออน ได้สารละลายมาตรฐานเข้มข้น 1.5 มิลลิกรัมต่อลิตร

2.3.10) ปีเปตสารละลายมาตรฐานเข้มข้น 50 มิลลิกรัมต่อลิตร 400 ไมโครลิตรในขวดปริมาตรขนาด 10 มิลลิลิตร ปรับปริมาตรให้ครบ 10 มิลลิลิตร ด้วยน้ำปราศจากไอออน ได้สารละลายมาตรฐานเข้มข้น 2 มิลลิกรัมต่อลิตร

มหาวิทยาลัยราชภัฏรำไพพรรณี
RAJABHAT MAHASARAKHAM UNIVERSITY

วิธีการทดลอง

1. การหาสภาวะที่เหมาะสมของเครื่องไอออนโครมาโทกราฟี

โดยใช้สารละลายมาตรฐาน ความเข้มข้น 0.5, 1, 1.5 และ 2 มิลลิกรัมต่อลิตรมาปรับสภาวะที่เหมาะสม การแยกแอนไอออน ทำได้โดยการฉีดสารละลาย มาตรฐานเข้มข้น 0.5, 1, 1.5 และ 2 มิลลิกรัมต่อลิตร ตามลำดับเข้าสู่ระบบไอออนโครมาโทกราฟี ที่ใช้ 5 มิลลิโมลาร์ Na_2CO_3 ผสมกับ 0.3 มิลลิโมลาร์ NaOH เป็นสารละลายเฟสเคลื่อนที่ และ 50 มิลลิโมลาร์ H_2SO_4 เป็นสารละลายซับเพรสเซอร์ เพื่อใช้หาสภาวะต่างๆ ที่เหมาะสมของการทดลอง

2. การเก็บตัวอย่าง

ทำการคัดเลือกแบบเจาะจง (Purposive sampling) นำตัวอย่างน้ำดื่มบรรจุขวด 5 ชื่อสินค้า ตราสินค้าละ 1 ขวด กรองน้ำตัวอย่างด้วยเมมเบรนไนลอน ขนาดรูพรุน 0.45 ไมครอน ก่อนฉีดเข้าเครื่อง ทำการทำลอง 3 ซ้ำ

3. การหาสภาพเชิงเส้น (Linerity)

ทำได้โดยการฉีดสารละลายมาตรฐานเข้มข้น 0.5, 1, 1.5 และ 2 มิลลิกรัมต่อลิตร ตามลำดับเข้าสู่ระบบไอออนโครมาโทกราฟี จากนั้นนำผลที่ได้สร้างกราฟมาตรฐาน และพิจารณาจากค่า R^2

มหาวิทยาลัยราชภัฏมหาสารคาม
RAJABHAT MAHASARAKHAM UNIVERSITY

4. การหาค่าร้อยละการกลับคืน (Percentage Recovery)

โดยการเติมสารละลายมาตรฐาน ความเข้มข้นดังนี้ 0.5, 1, 1.5 และ 2 มิลลิกรัมต่อลิตร ในน้ำตัวอย่าง แล้วฉีดเข้าเครื่อง โดยเตรียมสารละลายดังนี้

4.1 ปีเปตสารละลายมาตรฐานเข้มข้น 50 มิลลิกรัมต่อลิตร 100 ไมโครลิตร ในขวดปริมาตรขนาด 10 มิลลิลิตร ปรับปริมาตรให้ครบ 10 มิลลิลิตร ด้วยน้ำตัวอย่าง ได้สารละลายมาตรฐานเข้มข้น 0.5 มิลลิกรัมต่อลิตร

4.2 ปีเปตสารละลายมาตรฐานเข้มข้น 50 มิลลิกรัมต่อลิตร 200 ไมโครลิตรในขวดปริมาตรขนาด 10 มิลลิลิตร ปรับปริมาตรให้ครบ 10 มิลลิลิตร ด้วยน้ำตัวอย่าง ได้สารละลายมาตรฐานเข้มข้น 1 มิลลิกรัมต่อลิตร

4.3 ปิเปตสารละลายมาตรฐานเข้มข้น 50 มิลลิกรัมต่อลิตร 300 ไมโครลิตรใน ขวดปริมาตรขนาด 10 มิลลิลิตร ปรับปริมาตรให้ครบ 10 มิลลิลิตร ด้วยน้ำตัวอย่าง ได้ สารละลายมาตรฐานเข้มข้น 1.5 มิลลิกรัมต่อลิตร

4.4 ปิเปตสารละลายมาตรฐานเข้มข้น 50 มิลลิกรัมต่อลิตร 400 ไมโครลิตรใน ขวดปริมาตรขนาด 10 มิลลิลิตร ปรับปริมาตรให้ครบ 10 มิลลิลิตร ด้วยน้ำตัวอย่าง ได้ สารละลายมาตรฐานเข้มข้น 2 มิลลิกรัมต่อลิตร

สถิติที่ใช้ในการวิเคราะห์ข้อมูล

1. $\overline{X}$ ค่าเฉลี่ยของค่าที่วิเคราะห์
2. S.D. ส่วนเบี่ยงเบนมาตรฐานข้อมูลในกลุ่มเดียวกันของค่าที่วิเคราะห์
3. (One Way ANOVA) การวิเคราะห์ความแปรปรวนแบบทางเดียว ใช้วิเคราะห์ ความแตกต่างของค่าที่วิเคราะห์เปรียบเทียบ (สำเริง จันทรสุวรรณ และสุวรรณ บัวบาน. 2544)

มหาวิทยาลัยราชภัฏมหาสารคาม
RAJABHAT MAHASARAKHAM UNIVERSITY