

## บทที่ 4

### ผลการทดลอง

#### 4.1 ผลการวิเคราะห์ปริมาณซีเรียมและแลนทานัม

ผลการวิเคราะห์ปริมาณของซีเรียมและแลนทานัมในสารตัวอย่าง จำนวน 17 ตัวอย่าง แสดงไว้ในตารางที่ 4.1

ตารางที่ 4.1 ผลการวิเคราะห์ปริมาณซีเรียมและแลนทานัมในสารตัวอย่าง

สารตัวอย่าง หมายเลข	การทดลอง ครั้งที่	เคมีคลี่สกัด (%)	ปริมาณซีเรียม		ปริมาณแลนทานัม	
			ppm	ค่าเฉลี่ย	ppm	ค่าเฉลี่ย
1	1	80.92	349.9	312.8 ± 23.9	115.8	108.5 ± 5.9
	2	85.39	296.2		102.6	
	3	89.57	294.2		103.9	
	4	96.81	323.6		113.6	
	5	94.54	300.1		106.6	
2	1	78.23	1248	1275 ± 30	426.7	422 ± 18
	2	81.99	1257		397.1	
	3	86.81	1316		439.5	
	4	91.56	1279		423.1	



ตารางที่ 4.1 (ต่อ)

สารตัวอย่าง หมายเลข	การทดลอง ครั้งที่	เคมีคลี่ปลัด (%)	ปริมาณที่เตรียม		ปริมาณแลนทานัม			
			ppm	ค่าเฉลี่ย	ppm	ค่าเฉลี่ย		
3	1	89.79	345.7		140.1			
	2	80.35	307		119.3			
	3	92.91	321.1	332.2 ± 20.3	126.1	129.0 ± 9.9		
	4	93.19	328.8		120.6			
	5	85.53	358.6		138.9			
4	1	89.29	1515				148.9	
	2	80.43	1505				146	
	3	84.75	1594	1557 ± 51	170	159.8 ± 12.1		
	4	92.62	1548		161.3			
	5	88.58	1624		173			

ตารางที่ 4.1 (ต่อ)

สารตัวอย่าง หมายเลข	การทดลอง ครั้งที่	เคมีคลีลค (%)	ปริมาณที่เตรียม		ปริมาณแลกเปลี่ยน	
			ppm	ค่าเฉลี่ย	ppm	ค่าเฉลี่ย
5	1	91.06	1709	1729 ± 30	259.6	256.9 ± 14.0
	2	84.04	1764		258.6	
	3	89.93	1754		271.7	
	4	77.87	2153 <sup>@</sup>		418.6 <sup>@</sup>	
	5	86.52	1699		237.9	
6	1	83.9	578.4	599.3 ± 27.9	266.3	273.6 ± 21.4
	2	90.07	603.9		276.6	
	3	87.16	577.8		250.1	
	4	90.85	636.9		301.2	

หมายเหตุ <sup>@</sup> ข้อมูลที่คัดทิ้งโดยวิธีของ Chauvenet's criterion (18)

ตารางที่ 4.1 (ต่อ)

สารตัวอย่าง หมายเลข	การทดลอง ครั้งที่	เคมีกัลยัลค (%)	ปริมาณที่เตรียม		ปริมาณแดนทานัม	
			ppm	ค่าเฉลี่ย	ppm	ค่าเฉลี่ย
7	1	90.85	3247	3271 ± 23	1352	1311 ± 30
	2	92.91	3299			
	3	90.21	3257			
	4	92.34	3281			
8	1	91.99	1313	1298 ± 36	158.9	165.7 ± 8.9
	2	89.72	1305			
	3	82.70	1238			
	4	88.23	1300			
	5	85.82	1337			

ตารางที่ 4.1 (ต่อ)

สารตัวอย่าง หมายเลข	การทดลอง ครั้งที่	เคมีคัลยี่ดก (%)	ปริมาณที่เตรียม		ปริมาณแลนทานัม			
			ppm	ค่าเฉลี่ย	ppm	ค่าเฉลี่ย		
9	1	97.23	919.2		147.3			
	2	87.45	851					
	3	86.38	896.1		918.9 ± 54.6		134.5	142.4 ± 12.1
	4	95.89	927.2		151.6			
	5	89.86	1001		153.3			
10	1	94.47	994.9		130			
	2	88.72	1011		131			
	3	87.73	1006		997.6 ± 14.3		136.1	131.9 ± 2.8
	4	90.71	978.8		130.5			

ตารางที่ 4.1 (ต่อ)

สารตัวอย่าง หมายเลข	การทดลอง ครั้งที่	เคมีคลีซิค (%)	ปริมาณซีเรียม		ปริมาณแลนทานัม	
			ppm	ค่าเฉลี่ย	ppm	ค่าเฉลี่ย
11	1	96.81	438.4	447.1 ± 19.2	74.66	80.82 ± 6.73
	2	87.66	469.2			
	3	86.52	425.4			
	4	92.34	455.4			
1*	1	97.94	91.24	97.08 ± 10.78	13.26	13.37 ± 1.04
	2	97.45	86.01			
	3	94.04	114.1			
	4	95.46	93.97			
	5	82.70	100.1			

หมายเหตุ \* ผสมซีเรียมที่อุณหภูมิหลอมเหลวของเหล็กหล่อ 1300 ° C

ตารางที่ 4.1 (ต่อ)

สารตัวอย่าง หมายเลข	การทดลอง ครั้งที่	เคมีคลีลด์ (%)	ปริมาณที่เตรียม		ปริมาณแลนทานัม	
			ppm	ค่าเฉลี่ย	ppm	ค่าเฉลี่ย
2*	1	94.89	18.81		6.113	
	2	92.77	17.31		6.959	
	3	83.05	41.82 <sup>a</sup>	18.10 ± 1.46	16.82 <sup>a</sup>	6.69 ± 0.39
	4	85.6	16.52		6.788	
	5	89.15	19.77		6.898	
3*	1	89.79	236.5		29.45	
	2	93.19	216.9		27.77	
	3	87.02	204.5	220.7 ± 17.6	25.88	28.56 ± 1.88
	4	85.39	204.2		30.92	
	5	92.13	241.6		28.76	

หมายเหตุ \* ผสมที่เตรียมที่อุณหภูมิหลอมเหลวของเหล็กหล่อ 1300 °ซ



ตารางที่ 4.1 (ต่อ)

สารตัวอย่าง หมายเลข	การทดลอง ครั้งที่	เคมีคลีลิก (%)	ปริมาณที่เตรียม		ปริมาณแลนทานัม	
			ppm	ค่าเฉลี่ย	ppm	ค่าเฉลี่ย
1**	1	82.77	268.4	293.1 ± 22.3	30.4	34.28 ± 2.62
	2	93.97	296.8			
	3	92.84	304.3			
	4	88.65	273.5			
	5	81.35	322.5			
2**	1	95.46	244.9	240.9 ± 18.4	26.98	27.25 ± 1.88
	2	90.28	223			
	3	85.04	263.1			
	4	87.38	221.3			
	5	80.57	252.6			

หมายเหตุ \*\* ผสมที่เตรียมที่อุณหภูมิหลอมเหลวของเหล็กหล่อ 1350 °ซ

ตารางที่ 4.1 (ต่อ)

สารตัวอย่าง หมายเลข	การทดลอง ครั้งที่	เคมีคลี่ปลัด (%)	ปริมาณซีเรียม		ปริมาณแฉนทานัม	
			ppm	ค่าเฉลี่ย	ppm	ค่าเฉลี่ย
3**	1	83.48	367.2	335.5 ± 28.9	38.31	37.74 ± 1.23
	2	94.75	333.5		39.29	
	3	92.13	333.2		37.29	
	4	84.75	290.6		35.98	
	5	87.23	353.2		37.83	

หมายเหตุ \*\* ผสมซีเรียมที่อุณหภูมิหลอมเหลวของเหล็กหล่อ 1350 °ซ

#### 4.2 ความเชื่อถือได้ของการวิเคราะห์ปริมาณซีเรียมและแลนทานัม โดยวิธีวิเคราะห์แบบนิวตรอนแอกติเวชัน

ความเชื่อถือได้ของการวิเคราะห์เชิงปริมาณขึ้นอยู่กับความเที่ยงตรง (precision) และความถูกต้อง (accuracy) ของวิธีการวิเคราะห์ความเที่ยงตรงของวิธีวิเคราะห์ สามารถหาได้จากการทดลองซ้ำกันหลาย ๆ ครั้ง ในสารตัวอย่างอันหนึ่ง โดยกรรมวิธีเดียวกัน ตรวจสอบที่ความถี่ใกล้เคียงกันเพียงใด ในการศึกษาวิจัยครั้งนี้ กระทำการตรวจสอบความเที่ยงตรงของวิธีวิเคราะห์ โดยวิเคราะห์ปริมาณซีเรียมและแลนทานัมในสารตัวอย่าง หมายเลข 3 โดยทดลองหาสัมประสิทธิ์ของการแปรปรวนของการวิเคราะห์ทั้งแสดงในตารางที่ 4.2

สำหรับการตรวจสอบความแน่นอนของวิธีวิเคราะห์ ได้ตรวจสอบโดยวิเคราะห์สารมาตรฐานของ National Bureau of Standard ผลการตรวจสอบแสดงในตารางที่ 4.3 และตารางที่ 4.4

ตารางที่ 4.2 การหาสัมประสิทธิ์ของการแปรปรวน (Coefficient of Variation)  
จากการวิเคราะห์ในสารตัวอย่าง 20 ครั้ง (ตัวอย่างหมายเลข 3)

การทดลอง ครั้งที่	เคมีคลีลด์ (%)	ปริมาณที่เตรียม ppm	ปริมาณแลนทานัม ppm
1	91.17	336.4	118.4
2	89.25	322.5	143
3	90.13	324.9	100.3
4	85.7	366.1	130.2
5	85.33	323.6	118
6	85.81	369.9	120.9
7	86.06	362.2	119.4
8	94.06	348	118.2
9	84.3	329.9	132.5
10	80.67	364.4	118.2
11	86.09	317.8	106.4
12	82.06	343.4	131.8
13	92.84	333	120.9
14	77.73	338.5	119.6
15	95.32	337.6	123.2
16	85.43	377.5	143.9
17	88.49	325.4	111.5
18	96.53	348.9	122.9
19	95.35	321.7	139.9
20	90.68	345.2	136.8
ค่าเฉลี่ย		341.8 ± 18.06	123.8 ± 11.63
% C.V. = $\frac{S.D. \times 100}{\bar{X}}$		5.284	9.394

ตารางที่ 4.3 การทดสอบความแม่นยำของการวิเคราะห์ โดยใช้สารมาตรฐาน

NBS

(หมายเลข 1140 a)

การทดลอง ครั้งที่	เคมีคลี่ลด (%)	ปริมาณที่เตรียม ppm	ปริมาณแอนทานัม ppm
1	87.45	679	265
2	92.2	678.9	276.4
3	94.04	689.6	282
4	91.49	686.7	297.9
5	85.11	689.7	280.1
ค่าเฉลี่ย		685 ± 5	280 ± 12
ปริมาณที่บ่งไว้ (ไม่รับรองค่า)		600	—

ตารางที่ 4.3 (ต่อ)

(หมายเลข 1141 a)

การทดลอง ครั้งที่	เคมีคลอรีน (%)	ปริมาณซีเรียม ppm	ปริมาณแลนทานัม ppm
1	88.94	757	209.4
2	92.27	749.3	188.4
3	86.74	751	195.3
4	83.26	735	180.8
5	90.5	741.4	187.3
ค่าเฉลี่ย		$747 \pm 9$	$192 \pm 11$
ปริมาณที่บ่งไว้ (ไม่รับรองค่า)		400	—

ตารางที่ 4.3 (ต่อ)

(หมายเลข 1142 a)

การทดลอง ครั้งที่	เคมีคลีย์ลค์ (%)	ปริมาณที่เตรียม ppm	ปริมาณเลนทานัม ppm
1	92.98	157.5	66.79
2	93.55	169.9	69.25
3	94.96	172.4	69.84
4	91.35	176.7	73.71
5	85.11	163.4	66.66
6	84.75	180.7	71.9
7	88.65	175.6	69.34
8	86.45	190.9	73.48
ค่าเฉลี่ย		$173 \pm 10$	$70 \pm 3$
ปริมาณที่บ่งไว้ (ไม่รับรองค่า)		200	—

ตารางที่ 4.4 การทดสอบความแน่นอนของการวิเคราะห์ครั้งที่ 2 โดยใช้สารมาตรฐานของ NBS  
(หมายเลข 1141 a)

การทดลอง ครั้งที่	เคมีคลีลด์ (%)	ปริมาณซีเรียม ppm	ปริมาณแลนทานัม ppm
1	70.85	788.3	165
2	83.12	766.8	169
3	81.49	759	166
4	90.5	703.8	154.4
5	88.37	767.8	164
6	77.45	790.7	168.2
7	96.17	759.6	170.9
8	67.09	726.2	163.9
9	37.87	741.7	159.6
10	70	716.3	152
ค่าเฉลี่ย		$752 \pm 29$	$163 \pm 6$
ปริมาณที่บ่งไว้ (ไม่รับรองค่า)		400	---



#### 4.3 การหาค่าขีดจำกัดค่าสุดในการวัดและการวิเคราะห์เชิงปริมาณ<sup>(16)</sup>

ระดับมาตรฐานสำหรับการวิเคราะห์เชิงคุณภาพและการวิเคราะห์เชิงปริมาณได้กำหนดไว้ 3 ระดับ คือ

1. ระดับการตัดสินใจ (Decision limit) เขียนย่อว่า  $L_C$  หมายถึงระดับที่ผลจากการวิเคราะห์ไม่สามารถตัดสินได้ว่ามีธาตุที่ต้องการวิเคราะห์อยู่จริงหรือไม่

2. ระดับการวัด (Detection limit) เขียนย่อว่า  $L_D$  หมายถึงระดับที่ผลจากการวิเคราะห์สามารถบอกได้ว่ามีธาตุที่ต้องการวิเคราะห์อยู่จริง

3. ระดับการหาปริมาณ (Determination limit) เขียนย่อว่า  $L_Q$  หมายถึงระดับที่การวิเคราะห์เชิงปริมาณสามารถที่จะทำได้ถูกต้องตามที่ต้องการ

ในกรณีที่การวัดสามารถหาค่าแบบกราวน์ได้อย่างถูกต้อง นิพจน์สำหรับใช้งานที่ระดับความมั่นใจ 95 เปอร์เซ็นต์ และยอมให้มีความผิดพลาด 10 เปอร์เซ็นต์ สำหรับระดับต่าง ๆ มีหน่วยเป็นจำนวนนับต่อหน่วยเวลามีดังนี้คือ

$$L_C = 1.64 \sigma_B \quad (4.1)$$

$$L_D = 3.29 \sigma_B \quad (4.2)$$

$$L_Q = 10 \sigma_B \quad (4.3)$$

เมื่อ  $\sigma_B$  = ส่วนเบี่ยงเบนมาตรฐานของแบบกราวน์

ค่าของแบบกราวน์หาได้จากกราวน์ปริมาณสารมาตรฐาน 0 พีพีเอ็ม

ขีดจำกัดของการวิเคราะห์ภายใต้สภาวะเดียวกันกับการวัดรังสีหาปริมาณซีเรียมและแลนทานัมในสารตัวอย่างปรากฏว่าขีดจำกัดของซีเรียมและแลนทานัมจากสมการ (4.2) มีค่าเท่ากับ 0.1 และ 0.005 ส่วนในล้านส่วนตามลำดับ