

**การตรวจวัดเมอคิวรี (II) ไอออนด้วยโรดามีน 6 จี ไฮไดรไซด์
บนวัสดุรองรับที่เป็นอนุพันธ์ของพอลิเมอร์จากธรรมชาติ**
**Determination of Mercury (II) Ion Using Rhodamine 6 G Hydrazide
on Natural Polymers Derivative Solid Support**

สุพัตรา สวัสดิ์วงศ์¹ และ จอมใจ สุกใส^{2*}

Supattra Sawatwong¹ and Chomchai Suksai^{2*}

¹ภาควิชาเคมี คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยบูรพา ประเทศไทย

²ศูนย์ความเป็นเลิศด้านนวัตกรรมทางเคมี ภาควิชาเคมี คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยบูรพา ประเทศไทย

¹Department of Chemistry, Faculty of Science, Burapha University, Thailand

²Department of Chemistry and Center for Innovation in Chemistry, Faculty of Science, Burapha University, Thailand

Received : 31 March 2025, Received in revised form : 1 May 2025, Accepted : 5 May 2025

Available online : 21 May 2025

บทคัดย่อ

วัตถุประสงค์และที่มา : เมอคิวรี (II) ไอออน (Hg^{2+}) เป็นไอออนโลหะที่มีความเป็นพิษสูง แม้ปนเปื้อนในแหล่งน้ำเพียงเล็กน้อยก็จะส่งผลกระทบต่อสุขภาพของสิ่งมีชีวิต องค์การอนามัยโลก (WHO) ได้กำหนดปริมาณปรอทอนินทรีย์ในน้ำดื่มมีค่าไม่ควรเกิน 29.9 นาโนโมลาร์ ดังนั้นจึงมีความจำเป็นอย่างยิ่งในการพัฒนาชุดตรวจวัดเมอคิวรี (II) ไอออน ในงานวิจัยนี้ต้องการพัฒนาชุดตรวจวัดไอออน Hg^{2+} ในรูปแบบของแผ่นฟิล์มที่เป็นมิตรต่อสิ่งแวดล้อม โดยแผ่นฟิล์มนี้เตรียมได้จากการผสมโรดามีน 6 จี ไฮไดรไซด์ (L6G) กับวัสดุรองรับเซลล์ลูโลสไตรอะซิเตท (CTA) ซึ่งเป็นอนุพันธ์ของเซลล์ลูโลส และมี Tris (2-ethylhexyl) Phosphate (TEHP) เป็นพลาสติกไซเซอร์ เนื่องจากการมีรายงานมาก่อนหน้านี้ว่าโมเลกุล L6G มีความจำเพาะเจาะจงในการเลือกจับกับไอออน Hg^{2+} ได้เป็นอย่างดีในตัวทำละลายเทระไฮโดรฟิวแรน 10% จึงทำให้ไม่สามารถนำโมเลกุล L6G มาตรวจวัด Hg^{2+} ไอออนในตัวอย่างที่เป็นน้ำได้ ซึ่งทางคณะผู้วิจัยคาดว่าแผ่นฟิล์ม L6G ที่เตรียมขึ้นมานี้สามารถนำมาใช้ตรวจวัด Hg^{2+} ไอออนในตัวอย่างที่เป็นน้ำได้

วิธีดำเนินการวิจัย : ฟิล์ม L6G เตรียมโดยใช้วิธี casting จากการผสมโรดามีน 6 จี ไฮไดรไซด์ (L6G) กับเซลล์ลูโลสไตรอะซิเตท (CTA) และมี tris(2-ethylhexyl) phosphate (TEHP) เป็นพลาสติกไซเซอร์ การศึกษาความจำเพาะเจาะจงในการตรวจวัดไอออนโลหะทำได้โดยนำฟิล์มที่เตรียมได้ไปแช่ในสารละลายของโลหะชนิดต่าง ๆ การตรวจวัดความเข้มข้นของฟิล์มที่เปลี่ยนแปลงทำได้โดยใช้โปรแกรม Image J นอกจากนี้ยังได้ทำการศึกษาหาสภาวะที่เหมาะสมในการเตรียมฟิล์ม ได้แก่ การศึกษาปริมาณของ CTA ที่เหมาะสม การศึกษาปริมาณของ TEHP ที่เหมาะสม และการศึกษาปริมาณของลิแกนด์ที่เหมาะสม และยังได้ศึกษาหาสภาวะที่เหมาะสมในการนำแผ่นฟิล์มไปใช้เป็นตัวตรวจวัด ได้แก่ การศึกษาเวลาที่เหมาะสมในการตรวจวัด การศึกษาผลของ pH ที่เหมาะสมในการตรวจวัด การศึกษาความเข้มข้นของสารละลายไอออนของโลหะที่เลือกจับกับฟิล์ม L6G ที่สามารถตรวจวัดได้ รวมไปถึงการศึกษาค่าขีดจำกัดการตรวจวัดและการศึกษาปริมาณเมอคิวรี (II) ไอออนต่ำสุดที่สามารถวัดได้

ผลการวิจัย : จากการศึกษาสภาวะที่เหมาะสมในการเตรียมฟิล์ม L6G ด้วยสภาวะที่เหมาะสมพบว่าฟิล์มที่เตรียมได้มีลักษณะเป็นแผ่นฟิล์มที่มีลักษณะเรียบสีชมพูซีด ไม่ละลายน้ำ เมื่อนำฟิล์มที่เตรียมได้ไปศึกษาความจำเพาะเจาะจงของการตรวจวัดไอออนโลหะที่ละลายอยู่ในน้ำนั้น พบว่าฟิล์มดังกล่าวมีความจำเพาะเจาะจงในการตรวจวัดไอออน Hg^{2+} ที่ละลายอยู่ในน้ำได้เป็นอย่างดี เนื่องจากมีเพียงไอออน Hg^{2+} เท่านั้นที่เปลี่ยนสีของฟิล์มจากสีชมพูซีดไปเป็นสีม่วง การเปลี่ยนแปลงดังกล่าวเกิดจากการที่ไอออน Hg^{2+} เกิดพันธะโคออร์ดิเนตโคเวเลนต์กับลิแกนด์ L6G ที่อยู่ในฟิล์ม โดยลิแกนด์ L6G ใช้อะตอมของออกซิเจนและไนโตรเจนเป็นอะตอมผู้ให้อิเล็กตรอนแล้วจึงเหนี่ยวนำให้เกิดการเปิดของวงสไปโรแลกแตม จึงทำให้แผ่นฟิล์มเปลี่ยนสีจากสีชมพูซีดไปเป็นสีม่วง จากการศึกษาสภาวะที่เหมาะสมในการเตรียมฟิล์ม L6G พบว่า ปริมาณของ CTA ที่เหมาะสมที่สุด คือ 0.2 กรัม จะได้ฟิล์มที่มีความใส และมีความหนาที่เหมาะสม ถ้ามีปริมาณของ CTA น้อยเกินไป จะได้ฟิล์มที่มีลักษณะบาง แต่ถ้ามีปริมาณ CTA สูงเกินไปจะทำให้ได้ฟิล์มที่หนา ปริมาณของ TEHP ที่เหมาะสมที่สุด คือ 0.05 กรัม โดยถ้ามีปริมาณของ TEHP ที่มากเกินไปจะได้ฟิล์มที่มีลักษณะแข็งและด้านซึ่งส่งผลให้น้ำไม่สามารถซึมผ่านเข้าไปได้ สำหรับปริมาณของลิแกนด์ L6G ที่เหมาะสมที่สุดในการเตรียมฟิล์ม คือ 6.0 มิลลิกรัม เนื่องจากให้ค่าความเข้มข้นสูงสุด ถ้ามีปริมาณของ L6G มากเกินไปฟิล์มที่จะได้จะมีลักษณะขุ่นไม่มีความเป็นเนื้อเดียวกัน จากการศึกษาสภาวะที่เหมาะสมในการตรวจวัดไอออน Hg^{2+} ที่ละลายอยู่ในน้ำด้วยฟิล์ม L6G พบว่าเวลาที่เหมาะสมในการแช่ฟิล์ม L6G ในสารละลายของไอออน Hg^{2+} คือ 180 นาที pH เท่ากับ 5.0 โดยตรวจวัดที่ 0 นาที หรือหลังจากนำฟิล์ม L6G ขึ้นมาจากสารละลาย ซับให้แห้ง แล้วทำการวัดความเข้มข้นบนแผ่นฟิล์มทันที โดยที่วัสดุดังกล่าวสามารถตรวจวัดความเข้มข้นของไอออน Hg^{2+} ที่มีความเป็นเส้นตรงในช่วงความเข้มข้นระหว่าง 1.0-10.0 ppm มีค่าขีดจำกัดการตรวจวัดเท่ากับ 0.51 ppm และปริมาณความเข้มข้นของไอออน Hg^{2+} ต่ำสุดที่สามารถตรวจวัดได้มีค่าเท่ากับ 1.66 ppm จากการศึกษาช่วงความเข้มข้นของไอออน Hg^{2+} ที่สัมพันธ์กับความเข้มข้นของฟิล์มที่วัดได้มีความเป็นเส้นตรงมากที่สุดพบว่าอยู่ในช่วง 0-10 ppm มีค่า $R^2 = 0.9984$ การศึกษาการศึกษาค่าขีดจำกัดการตรวจวัดและการศึกษาปริมาณเมอคิวรี (II) ไอออนต่ำสุดที่สามารถวัดได้ด้วยแผ่นฟิล์ม L6G พบว่ามีค่า 0.51 ppm และ 1.66 ppm ตามลำดับ

สรุปผลการวิจัย : ในงานวิจัยนี้ได้พัฒนาเซ็นเซอร์ทางเคมีเชิงแสงในรูปแบบของแผ่นฟิล์มสำหรับการตรวจวัดไอออน Hg^{2+} ที่ละลายอยู่ในน้ำ โดยใช้ลิแกนด์โรดามีน 6จี ไฮดราไซด์ (L6G) เป็นโมเลกุลเซ็นเซอร์ที่ผสมกับเฮลลูโลสไตรอะซิเตตหรือ CTA ด้วยวิธี casting และมี TEHP ทำหน้าที่เป็นพลาสติกไซเซอร์ ชุดตรวจวัดที่เตรียมได้นี้มีลักษณะเป็นฟิล์มบางใสมีสีชมพูอ่อน ไม่ละลายน้ำและมีความคงทนเมื่ออยู่ในน้ำ จากการศึกษาความจำเพาะเจาะจงในการตรวจวัดไอออนของโลหะชนิดต่างๆ ของฟิล์มที่เตรียมได้ พบว่าฟิล์มดังกล่าวมีความจำเพาะเจาะจงกับไอออน Hg^{2+} ได้เป็นอย่างดี เนื่องจากมีเพียงไอออน Hg^{2+} เท่านั้นที่ทำให้สีของฟิล์มเปลี่ยนจากสีชมพูอ่อนไปเป็นสีม่วง ในขณะที่ไอออนของโลหะชนิดอื่นๆ ไม่ส่งผลกระทบต่อผลการตรวจวัดแต่อย่างใด ซึ่งจะเห็นได้ว่าชุดตรวจวัดที่พัฒนาขึ้นนี้สามารถตรวจวัดไอออน Hg^{2+} ที่ละลายอยู่ในน้ำได้ ข้อดีของการเตรียมฟิล์มเพื่อนำมาพัฒนาเป็นชุดตรวจวัดด้วยวิธีนี้คือมีวิธีการเตรียมที่ง่าย ไม่ต้องใช้เครื่องมือหรืออุปกรณ์ที่มีราคาสูง

คำสำคัญ : เมอคิวรี (II) ไอออน ; โรดามีน 6จี ไฮดราไซด์ ; เฮลลูโลสไตรอะซิเตต

Abstract

Background and Objectives : Mercury (II) ions (Hg^{2+}) are highly toxic metal ions, and even minor contamination in water sources can adversely affect living organisms. When the body is exposed, permanent damage is done to the genetic material, nervous system, and brain. The World Health Organization (WHO) has established that the concentration of inorganic mercury in drinking water should not exceed 29.9 nanomolar. Therefore, the development of a detection kit for mercury (II) ions is crucial. In this study, a detection kit for Hg^{2+} ions in the form of an environmentally friendly film was developed. The film was prepared by incorporating Rhodamine 6G hydrazide (**L6G**) into a cellulose triacetate (CTA) matrix, a cellulose derivative, with tris(2-ethylhexyl) phosphate (TEHP) as a plasticizer. Previous reports have indicated that **L6G** molecules exhibit high selectivity toward Hg^{2+} ion in a 10% tetrahydrofuran (THF) solution. However, this solvent limitation prevents **L6G** from detecting Hg^{2+} ion in aqueous samples. It was hypothesized that the **L6G**-based film developed in this study could be used for the detection of Hg^{2+} ions in water samples.

Methodology : The **L6G** film was prepared using the casting method by mixing Rhodamine 6G hydrazide (**L6G**) with cellulose triacetate (CTA) with tris(2-ethylhexyl)phosphate (TEHP) serving as a plasticizer. The selectivity of the film for metal ion detection was investigated by immersing the prepared film in solutions containing various metal ions. The film intensity was measured using Image J program. Additionally, the optimal conditions for film preparation were studied, including the appropriate amounts of CTA, TEHP, and ligand **L6G**. The optimal conditions for using the film as a detection kit were also examined, including the appropriate detection time, the effect of pH and the concentration range of mercury (II) ion interacting with the **L6G** film. Moreover, the detection limit and limit of quantification of film **L6G** towards mercury (II) ion were also studied.

Main Results : The prepared **L6G** film was observed to have a smooth, pale pink appearance and to be water-insoluble under the studied optimal conditions. The prepared film was tested for its ability to selectively detect metal ions in water, and it was determined that **L6G** film exhibited high specificity for Hg^{2+} ions. This was evidenced by a color change of the film from pale pink to purple, which occurred exclusively in the presence of Hg^{2+} ions. This color change resulted from the coordination covalent bonding between Hg^{2+} ions and the **L6G** ligand within the film. As a consequence of electron donation from oxygen and nitrogen atoms in the **L6G** ligand, a color change from pale pink to purple was observed in the film due to spirolactam ring opening. The optimal conditions for preparing the **L6G** film were investigated. It was found that the most suitable amount of CTA was 0.2 grams, as this quantity produced a transparent film with an appropriate thickness. If the amount of CTA is too low, a thin film will be obtained, whereas an excessive amount of CTA results in a thick film. The TEHP content was identified as being

optimal at 0.05 grams, as any excess led to the formation of a rigid, matte film, which obstructed water penetration. The L6G ligand amount was best at 6.0 milligrams, yielding the highest color intensity, whereas excessive L6G led to an opaque and non-uniform film. Based on the study of optimal conditions for detecting Hg^{2+} ions in aqueous solutions, the L6G film was found to require an ideal immersion time of 180 minutes at a pH of 5.0. The detection was conducted at 0 minutes, immediately after the film was removed from the solution, dried, and its color intensity measured. The concentration range of Hg^{2+} ions that exhibited the strongest linear correlation with film color intensity was found to be 0 – 10 ppm, with an R^2 value of 0.9984. The detection limit and the minimum measurable concentration of mercury (II) ions using the L6G film were measured at 0.51 ppm and 1.66 ppm, respectively.

Conclusions : In this research, an optical chemical sensor in the form of a film was developed for the detection of Hg^{2+} ions dissolved in water. The sensor molecule, rhodamine 6G hydrazide (L6G), was incorporated into cellulose triacetate (CTA) using the casting method, with THEP serving as a plasticizer. The prepared detection film was found to be a thin, transparent, pale pink sheet that was water-insoluble and stable in aqueous environments. Based on the selectivity study of the prepared film for sensing metal ions, the film was observed to exhibit high specificity toward Hg^{2+} ions in which the film's color changing from pale pink to purple, whereas other metal ions did not interfere with the sensing process. Therefore, the capability of the developed colorimetric detection kit to detect Hg^{2+} ions in aqueous solutions has been demonstrated. One of the benefits of preparing the film using this method is its simplicity, as it does not require expensive tools or equipment.

Keywords : mercury (II) ion ; rhodamine 6 G hydrazide; cellulose triacetate

*Corresponding author E-mail : jomjai@buu.ac.th

Introduction

ปรอท (mercury, Hg) เป็นธาตุโลหะที่มีความเป็นพิษสูง ซึ่งแม้จะปนเปื้อนในระดับความเข้มข้นต่ำๆ ก็ตาม แหล่งกำเนิดของสารปรอทที่สำคัญ ได้แก่ น้ำเสีย ของเสียอันตราย โรงผลิตปูนซีเมนต์ เตาเผาขยะ โรงงานอุตสาหกรรมบางประเภท กระบวนการผลิตอะมัลกัมสำหรับอุดฟัน เทอร์มิสเตอร์ สวิตช์ และกระบวนการผลิตที่ใช้ปรอทเป็นตัวเร่งปฏิกิริยา เช่น การผลิตแอสีทัลดีไฮด์ การอิเล็กทรอนิกส์ของคลอรีนอัลคาไลน์ ผลิตภัณฑ์บางชนิดที่มีสารปรอทเป็นส่วนผสม เช่น ครีม หน้าขาว ถ่านไฟฉาย เป็นต้น ความเป็นพิษของปรอทขึ้นกับรูปแบบทางเคมี ซึ่งที่พบมากในสิ่งแวดล้อม 3 รูปแบบ ได้แก่ โลหะปรอท (Hg^0) ปรอทอนินทรีย์ ซึ่งมี 2 รูปแบบที่สำคัญคือ ไฮดรอกไซด์เมอร์คิวไรต์ (Hg_2^{2+}) และไฮดรอกไซด์เมอร์คิวริก (Hg^{2+}) ซึ่งเป็นสปีชีส์ที่ละลายได้ดีในน้ำ และปรอทอนินทรีย์ประกอบด้วย เมทิลเมอร์คิวรี (CH_3Hg) และไดเมทิลเมอร์คิวรี ($(\text{CH}_3)_2\text{Hg}$) แม้ว่าปรอทที่อยู่ในรูปของสารประกอบอนินทรีย์จะมีความเป็นพิษมากกว่าปรอทอนินทรีย์ แต่อย่างไรก็ตามสปีชีส์เหล่านี้สามารถ

เปลี่ยนแปลงเป็นรูปแบบต่าง ๆ ได้โดยผ่านวงจรทางชีวธรณีเคมี (Leermakers *et.al.*, 2005) ปรอทมีความเป็นพิษสูงมาก เมื่อเข้าสู่ร่างกายจะทำลายหน่วยพันธุกรรมระบบประสาทและสมองอย่างถาวร นอกจากนี้ยังทำให้เกิดโรคตับและระบบทางเดินอาหาร องค์การอนามัยโลก (WHO) ได้กำหนดปริมาณปรอทอินทรีย์ในน้ำดื่มมีค่าไม่ควรเกิน 29.9 นาโนโมลาร์ (Yang, 2024)

ดังนั้นการตรวจวัดปริมาณไอออน Hg^{2+} จึงมีความสำคัญและจำเป็นอย่างมาก เทคนิคที่ใช้ในการวิเคราะห์ปริมาณไอออน Hg^{2+} ในปัจจุบันสามารถทำได้หลายวิธี ได้แก่ เอกซเรย์ฟลูออเรสเซนซ์ (XRF) (O'Meara *et.al.*, 2000) เทคนิคอะตอมมิกแอบซอร์ปชันสเปกโทรสโกปี (AAS) (Ghaedi *et.al.*, 2007; Tuzen *et. al.*, 2009) เทคนิคอินดักทีฟคัปเพิลพลาสมา-อิมิซันสเปกโทรโฟโตเมตรี (ICP-OES) (Sahan *et.al.*, 2018) และเทคนิคทางเคมีไฟฟ้า (Zhu *et.al.*, 2020 ; Mahajan, *et.al.*, 2003) เทคนิคดังกล่าวนี้สามารถตรวจวิเคราะห์ไอออน Hg^{2+} ที่มีความเข้มข้นต่ำมาก ๆ และยังวิเคราะห์ได้อย่างถูกต้องและแม่นยำสูง แต่มีข้อจำกัดเช่น เครื่องมือมีราคาสูงมาก ต้องอาศัยความชำนาญของผู้วิเคราะห์ใช้เวลาในการเตรียมตัวอย่างและการวิเคราะห์นาน และที่สำคัญไม่สามารถนำไปตรวจวัด ณ แหล่งตัวอย่างจริงได้ ดังนั้นการพัฒนาวิธีตรวจวัดไอออน Hg^{2+} โดยการพัฒนาเซ็นเซอร์ทางเคมีเชิงแสงจึงเป็นทางเลือกที่น่าสนใจที่จะนำไปตรวจวัดไอออน Hg^{2+} ที่แหล่งตัวอย่างจริงได้ อย่างไรก็ตามเซ็นเซอร์ทางเคมีเชิงแสงที่สังเคราะห์ขึ้นมาโดยส่วนใหญ่มีข้อเสีย คือ โมเลกุลที่สังเคราะห์ขึ้นไม่สามารถตรวจวัดสารตัวอย่างที่ละลายอยู่ในน้ำได้ นิยมทำการตรวจวัดในสารละลายที่มีส่วนผสมของสารอินทรีย์ (Yang *et.al.*, 2005 ; Iyer *et. al.*, 2023) ดังนั้นจึงเป็นที่น่าสนใจที่จะพัฒนาเซ็นเซอร์ทางเคมีเชิงแสงให้อยู่บนตัวรองรับที่สามารถนำไปตรวจวัดสารตัวอย่างที่ละลายในน้ำได้ (Feng *et. al.*, 2015 ; Morsi *et. al.*, 2020 ; Zhang *et. al.*, 2021)

จากปัญหาดังกล่าว ผู้วิจัยจึงสนใจพัฒนาการตรวจวัดไอออน Hg^{2+} ด้วยชุดตรวจวัดที่เห็นการเปลี่ยนแปลงสีได้ด้วยตาเปล่า โดยการเตรียมชุดตรวจวัดในรูปของแผ่นฟิล์มนั้น ผู้วิจัยสนใจใช้เซลลูโลสไตรอะซิเตท (Cellulose Triacetate หรือ CTA) เป็นวัสดุรองรับเนื่องจาก CTA เป็นพอลิเมอร์ธรรมชาติที่มีสมบัติละลายน้ำได้น้อย จึงเหมาะต่อการนำมาใช้เป็นชุดตรวจวัดสารที่ละลายอยู่ในน้ำ นอกจากนี้ CTA ยังมีสมบัติความเป็นรูปทรงที่ดี ทนความร้อนได้ดี และมีความเป็นพิษต่ำ (Morsi *et. al.*, 2020) โมเลกุลเซ็นเซอร์ที่นำมาใช้ในงานวิจัยนี้ได้แก่โมเลกุลที่เป็นอนุพันธ์ของโรดามีน 6G (ลิแกนด L6G) ที่ได้มีการรายงานมาก่อนหน้านี้ว่ามีความจำเพาะเจาะจงในการตรวจวัดไอออน Hg^{2+} ได้เป็นอย่างดีในตัวทำละลายเททระไฮโดรฟิวแรน 10% (tetrahydrofuran หรือ THF) (Zhang *et al.*, 2023) ในการขึ้นรูปแผ่นฟิล์มนั้นเตรียมโดยใช้วิธี casting film และใช้ Tris (2-ethylhexyl) Phosphate (TEHP) เป็นพลาสติกไซเซอร์ โครงสร้างของลิแกนด L6G, CTA และ TEHP แสดงดัง Figure 1

Methodology

1. สารเคมี

เกลือของไอออนโลหะที่ใช้ในงานวิจัยนี้เป็นของจากบริษัท QREC, Sigma-Aldrich และ Fluka ตัวทำละลาย EtOH, MeOH, MeCN และ CH_2Cl_2 จากบริษัท RCI Labscan

2. การเตรียมชุดตรวจวัด

ละลาย CTA ในไดคลอโรมีเทน (CH_2Cl_2) ปริมาตร 7 มิลลิลิตร จากนั้นนำสารละลายไป sonicate เป็นเวลา 50 นาที แล้วจึงเติมสารละลายของลิแกนด์ L6G และ TEHP ที่ละลายอยู่ใน CH_2Cl_2 อย่างละ 1 มิลลิลิตร ลงในสารละลาย CTA ผสมให้เข้ากันแล้ว sonicate ต่ออีก 15 นาที จากนั้นปรับปริมาตรสารละลายเป็น 10 มิลลิลิตร เทสารละลายลงในจานเพาะเชื้อที่มีเส้นผ่านศูนย์กลาง 10 เซนติเมตร ปิดฝาให้สนิท แล้วตั้งทิ้งไว้ 15 ชั่วโมง เมื่อครบกำหนด ลอกฟิล์ม L6G ออกจากจานเพาะเชื้อ ล้างน้ำให้สะอาด เช็ดให้แห้ง และอบที่ 50°C เป็นเวลา 3 ชั่วโมง

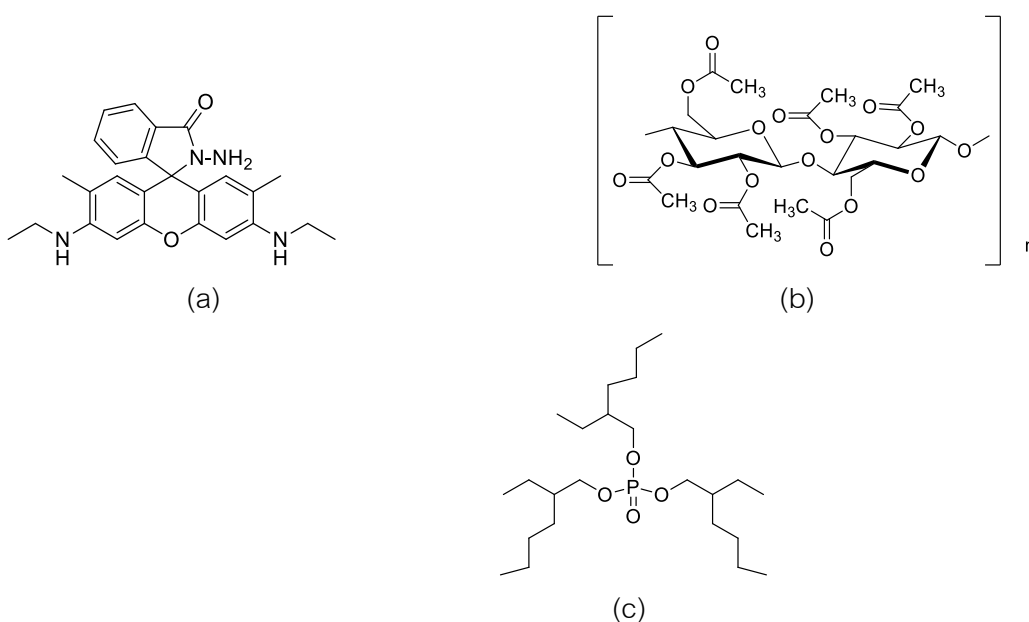


Figure 1 Structures of (a) ligand L6G, (b) CTA and (c) TEHP.

3. การศึกษาความจำเพาะเจาะจงในการเลือกจับกับไอออนของโลหะชนิดต่างๆ ของฟิล์ม L6G

ทำการศึกษาความจำเพาะในการจับกับไอออนโลหะชนิดต่าง ๆ ของฟิล์ม L6G โดยตัดแผ่นฟิล์มให้มีขนาด 2×1 ตารางเซนติเมตร จากนั้นนำแผ่นฟิล์มไปแช่ในสารละลายไอออนโลหะชนิดต่าง ๆ ที่มีความเข้มข้น 100 ppm ปริมาตร 7 มิลลิลิตร แล้วสังเกตการเปลี่ยนแปลงของสีฟิล์ม L6G เปรียบเทียบกับฟิล์มที่แช่ในน้ำเปล่า

4. การศึกษาหาสภาวะที่เหมาะสมในการเตรียมชุดตรวจวัด

4.1 การศึกษาปริมาณของ CTA ที่เหมาะสม

การศึกษ ปริมาณ CTA ที่เหมาะสมสำหรับการเตรียมฟิล์ม CTA ดำเนินการโดยทดลองใช้ CTA หนัก 0.1, 0.15 และ 0.2 กรัม ละลายใน CH_2Cl_2 ปริมาตร 7 มิลลิลิตร จากนั้นทำการ sonicate เป็นเวลา 50 นาที นำลิแกนด์ L6G มาละลายใน CH_2Cl_2 ปริมาตร 1 มิลลิลิตร แล้วผสมกับ TEHP 0.05 มิลลิลิตร เติมลงไปยังสารละลาย CTA หลังจากนั้นปรับปริมาตรเป็น

10 มิลลิลิตร แล้วทำการ sonicate ต่ออีก 15 นาที ในขั้นสุดท้ายปรับปริมาตรของสารละลายเป็น 10 มิลลิลิตร แล้วจึงเทสารละลายลงในจานเพาะเชื้อ ปิดฝาให้สนิท และตั้งทิ้งไว้ 15 ชั่วโมง เมื่อครบกำหนด ลอกฟิล์ม CTA ออกจากจานเพาะเชื้อ ล้างน้ำให้สะอาด เช็ดให้แห้ง และนำไปอบที่อุณหภูมิ 50°C เป็นเวลา 3 ชั่วโมง

4.2 การศึกษาปริมาณของ TEHP ที่เหมาะสม

การศึกษหาปริมาณของ TEHP ที่เหมาะสมในการเตรียมฟิล์ม CTA ทำได้โดยศึกษาปริมาณของ TEHP ที่มีปริมาตร 0.03, 0.05, 0.07 มิลลิลิตร โดยนำ CTA 0.2 กรัมมาละลายใน CH_2Cl_2 ปริมาตร 7 มิลลิลิตร แล้วนำไป sonicate เป็นเวลา 50 นาที จากนั้นนำลิแกนด์ L6G มาละลายใน CH_2Cl_2 ปริมาตร 1 มิลลิลิตร ผสมกับ TEHP ที่มีปริมาตรที่ต่างกันละลายใน CH_2Cl_2 ปริมาตร 1 มิลลิลิตรเติมลงในสารละลายดังกล่าว ปรับปริมาตรสารละลายให้เป็น 10 มิลลิลิตร นำไป sonicate อีกครั้งเป็นเวลา 15 นาที ปรับปริมาตรสารละลายดังกล่าวครั้งสุดท้ายเป็น 10 มิลลิลิตร เทสารละลายลงในจานเพาะเชื้อ ปิดฝาให้สนิท ตั้งทิ้งไว้เป็นเวลา 15 ชั่วโมง เมื่อครบระยะเวลาที่กำหนดให้ลอกฟิล์ม CTA ที่ได้บน จานเพาะเชื้อล้างน้ำให้สะอาด เช็ดให้แห้ง หลังจากนั้นนำไปอบที่อุณหภูมิ 50 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 3 ชั่วโมง

4.3 การศึกษาปริมาณของลิแกนด์ที่เหมาะสม โดยการวัดค่าความเข้มสี

การศึกษหาปริมาณลิแกนด์ที่เหมาะสมในการเตรียมฟิล์ม L6G ทำได้โดยศึกษาลิแกนด์ที่มีน้ำหนัก 5.0, 6.0, 7.0, 8.0 มิลลิกรัม โดยนำ CTA 0.2 กรัมมาละลายใน CH_2Cl_2 7 มิลลิลิตร แล้วนำสารละลายดังกล่าวไป sonicate เป็นเวลา 50 นาที จากนั้นลิแกนด์ L มาละลายใน CH_2Cl_2 ปริมาตร 1 มิลลิลิตร ผสมกับ TEHP ที่ละลายใน CH_2Cl_2 ปริมาตร 1 มิลลิลิตรเติมลงในสารละลายดังกล่าว ปรับปริมาตรให้เป็น 10 มิลลิลิตร นำไป sonicate อีกครั้งเป็นเวลา 15 นาที ปรับปริมาตรสารละลายดังกล่าวครั้งสุดท้ายเป็น 10 มิลลิลิตร เทสารละลายลงในจานเพาะเชื้อ ปิดฝาให้สนิท ตั้งทิ้งไว้เป็นเวลา 15 ชั่วโมง เมื่อครบระยะเวลาที่กำหนดให้ลอกฟิล์ม CTA ที่ได้บนจานเพาะเชื้อล้างน้ำให้สะอาด เช็ดให้แห้ง หลังจากนั้นนำไปอบที่อุณหภูมิ 50 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 3 ชั่วโมง จากนั้นนำฟิล์ม L-CTA ขนาด 2×1 ตารางเซนติเมตร มาแช่ลงในสารละลายไอออนของโลหะที่เลือกจับกับฟิล์ม L-CTA ที่ความเข้มข้น 100 ppm เป็นเวลา 30 นาที จากนั้นนำฟิล์ม L-CTA ที่แช่ไว้ในสารละลายดังกล่าวขึ้นมาซับให้แห้งที่อุณหภูมิห้องและนำไปวัดค่าความเข้มสีด้วยโปรแกรม Image J โดยใช้การวัดค่าสีของฟิล์มด้วยระบบ RGB และทำการทดลองซ้ำ 3 ครั้ง ในทุกการทดลอง

5. การศึกษาหาสภาวะที่เหมาะสมในการตรวจวัด

5.1 การศึกษาเวลาที่เหมาะสมในการตรวจวัด

จากการศึกษาเวลาที่เหมาะสมในการตรวจวัดไอออนโลหะด้วยฟิล์ม L6G นั้นทำโดยการแช่ฟิล์ม L6G ลงในสารละลาย Hg^{2+} ไอออน ที่ความเข้มข้น 100 ppm โดยแช่ทิ้งไว้ที่เวลา 30, 60, 90, 120, 150, 180, 210 และ 240 นาที ตามลำดับ จากนั้นนำฟิล์ม L6G ที่แช่ไว้ในสารละลายดังกล่าวขึ้นมาซับให้แห้งที่อุณหภูมิห้อง นำมาสแกนด้วยเครื่องสแกนที่เวลา 30 นาที จากนั้นนำไปวัดค่าความเข้มสีด้วยโปรแกรม Image J โดยใช้การวัดค่าสีของฟิล์มด้วยระบบ RGB และทำการทดลองซ้ำ 3 ครั้ง ในทุกการทดลอง

5.2 การศึกษาผลของ pH ที่เหมาะสมในการตรวจวัด

การศึกษาค่า pH ที่เหมาะสมในการเลือกจับกับไอออนของโลหะของฟิล์ม L6G โดยซึ่งไอออนของโลหะที่เลือกจับกับฟิล์ม L6G ตามน้ำหนักที่แสดงไว้ใน Table 3-1 จากนั้นนำไปละลายด้วยน้ำที่ pH 4.0 - 8.0 จนถึงขีดบอกปริมาตร จากนั้นนำฟิล์ม L6G ขนาด 2×1 ตารางเซนติเมตร มาแช่ลงในสารละลายไอออนของโลหะที่ pH 4.0 - 8.0 เมื่อครบเวลานำฟิล์ม L6G ขึ้นมาซับให้แห้งที่อุณหภูมิห้อง นำไปวัดค่าความเข้มสีด้วยโปรแกรม Image J โดยใช้การวัดค่าสีของฟิล์มด้วยระบบ RGB และทำการทดลองซ้ำ 3 ครั้ง ในทุกการทดลอง

5.3 การศึกษาความเข้มข้นของสารละลายไอออนของโลหะที่เลือกจับกับฟิล์ม L6G ที่สามารถตรวจวัดได้

การศึกษาค่าความเข้มข้นของสารละลายไอออนของโลหะที่เลือกจับกับฟิล์ม L6G ที่สามารถตรวจวัดได้ภายใต้สภาวะที่เหมาะสม โดยเตรียมสารละลายไอออนของโลหะที่มีความเข้มข้นตั้งแต่ 1-140 ppm จากนั้นนำฟิล์ม L6G ขนาด 2×1 ตารางเซนติเมตร มาแช่ลงในสารละลายไอออนของโลหะที่มีความเข้มข้นต่างๆ ในเวลาที่เหมาะสม จากนั้นนำฟิล์ม L6G ที่แช่ไว้ในสารละลายดังกล่าวขึ้นมาสับให้แห้งที่อุณหภูมิห้อง และนำไปวัดค่าความเข้มสีด้วยโปรแกรม Image J โดยใช้การวัดค่าสีของฟิล์มด้วยระบบ RGB และทำการทดลองซ้ำ 3 ครั้ง ในทุกการทดลอง

6. การศึกษาค่าทางทฤษฎีวิเคราะห์

6.1 การศึกษาค่าขีดจำกัดการตรวจวัด (Limit of Detection หรือ LOD)

การศึกษาค่าขีดจำกัดการตรวจวัด Hg^{2+} ไอออน ทำโดยนำฟิล์ม L6G ไปวัดค่าความเข้มสีด้วยโปรแกรม Image J จำนวน 10 ครั้ง หลังจากนั้นนำค่าความเข้มสีที่วัดได้มาหาค่าส่วนเบี่ยงเบนมาตรฐาน (σ) และนำค่า σ ที่ได้ไปแทนค่าลงในสมการที่ (1) เพื่อหาค่าขีดจำกัดการตรวจวัดต่อไป (Rompo, et.al., 2018)

$$\text{Limit of detection} = 3\sigma/k \quad (1)$$

โดยที่ σ คือ ค่าเบี่ยงเบนมาตรฐาน (standard deviation) ของฟิล์ม L6G ที่วัดค่าความเข้มสีได้จำนวน 10 ครั้ง

k คือ ความชันของกราฟที่ได้จากการสร้างกราฟมาตรฐานแสดงความสัมพันธ์ระหว่างความเข้มสีกับความเข้มข้นของสารละลายไอออน Hg^{2+} (0-10 ppm)

6.2 การศึกษาปริมาณเมอคิวรี (II) ไอออนต่ำสุด (Limit of quantitation หรือ LOQ) ที่สามารถวัดได้ด้วยฟิล์ม L6G

การศึกษาค่าปริมาณ Hg^{2+} ไอออน ต่ำสุดที่สามารถวัดได้ด้วยฟิล์ม L6G ทำได้โดยนำฟิล์ม L6G ไปวัดค่าความเข้มสีด้วยโปรแกรม Image J จำนวน 10 ครั้ง นำค่าความเข้มสีที่วัดได้มาหาค่าส่วนเบี่ยงเบนมาตรฐาน (σ) และนำค่า σ ที่ได้ไปแทนค่าในสมการที่ (2) เพื่อหาค่าขีดจำกัดการตรวจวัดต่อไป (Rompo, et.al., 2018)

$$\text{Limit of quantitation} = 10\sigma/k \quad (2)$$

โดยที่ σ คือ ค่าเบี่ยงเบนมาตรฐาน ของฟิล์ม L6G ที่วัดค่าความเข้มสีได้จำนวน 10 ครั้ง

k คือ ความชันของกราฟที่ได้จากการสร้างกราฟมาตรฐานแสดงความสัมพันธ์ระหว่างความเข้มสีกับความเข้มข้นของสารละลายไอออน Hg^{2+} (0-10 ppm)

Results

1. การศึกษาความจำเพาะเจาะจงในการเลือกจับกับไอออนของโลหะชนิดต่างๆ ของฟิล์ม L6G

การศึกษาความจำเพาะเจาะจงในการเลือกจับกับไอออนโลหะชนิดต่างๆ ของฟิล์ม L6G นั้นทำโดยตัดฟิล์มให้มีขนาด 2×1 ตารางเซนติเมตร แล้วนำฟิล์มไปแช่ในสารละลายของไอออนโลหะชนิดต่าง ๆ ที่มีความเข้มข้น 100 ppm ปริมาตร 7 มิลลิลิตร เป็นเวลา 30 นาที เมื่อครบเวลานำฟิล์มที่แช่ไว้ขึ้นมาจากสารละลาย ซับฟิล์มด้วยกระดาษทิชชู และปล่อยให้ฟิล์มแห้งที่อุณหภูมิห้อง สังเกตการเปลี่ยนแปลงสีของฟิล์ม L6G ผลที่ได้แสดงดัง Figure 2 ซึ่งจะเห็นได้ว่ามีเพียงไอออน Hg^{2+} เท่านั้นที่ทำให้สีของฟิล์มเปลี่ยนไปเป็นสีม่วง

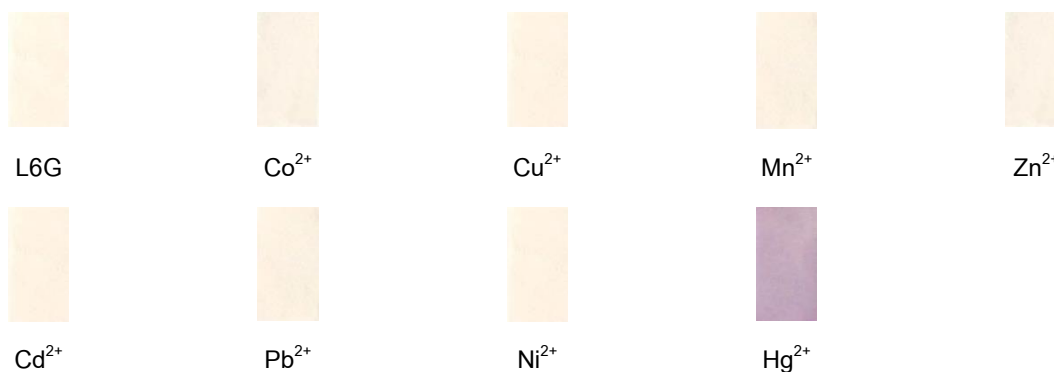


Figure 2 The color changes of L6G film in the presence of various metal ions (100 ppm).

2. การศึกษาหาสภาวะที่เหมาะสมในการเตรียมฟิล์มเพื่อนำมาใช้เป็นชุดตรวจวัด

2.1 การศึกษาปริมาณของ CTA ที่เหมาะสม

การศึกษาปริมาณของ CTA ที่เหมาะสมในการเตรียมฟิล์ม L6G นั้นทำโดยศึกษาปริมาณของ CTA ที่ 0.1, 0.15 และ 0.2 กรัม ลิแกนด์ L6G 4 มิลลิกรัม และ TEHP 0.05 กรัม พบว่าเมื่อใช้ CTA ที่ 0.2 กรัม เป็นปริมาณที่เหมาะสมมากที่สุด เนื่องจากได้แผ่นฟิล์มที่มีความใส และมีความหนาที่เหมาะสม ในขณะที่ฟิล์มที่เตรียมโดยใช้ CTA ที่ 0.1 และ 0.15 กรัม พบว่าฟิล์มที่เตรียมได้มีลักษณะขุ่น ซึ่งคาดว่าเกิดจากการที่ลิแกนด์ L6G ไม่สามารถรวมเป็นเนื้อเดียวกันกับ CTA ได้ ดังนั้นในงานวิจัยนี้จึงเลือกใช้ CTA ที่ 0.20 กรัม ในการทำการทดลองในขั้นถัดไป

2.2 การศึกษาปริมาณของ TEHP ที่เหมาะสม

การศึกษาปริมาณของ TEHP ที่เหมาะสมในการเตรียมฟิล์ม L6G นั้นทำโดยการศึกษาปริมาณของ TEHP ที่ 0.03, 0.05, 0.07 กรัม ใช้ CTA ที่ 0.2 กรัม และลิแกนด์ L6G 4 มิลลิกรัม พบว่าฟิล์มที่เตรียมโดยใช้ TEHP ที่ 0.05 กรัม เป็นปริมาณที่เหมาะสมที่สุด เนื่องจากฟิล์มที่เตรียมได้นั้นมีความใส ในขณะที่ฟิล์มที่เตรียมโดยใช้ TEHP ที่ 0.03 กรัม มีลักษณะขุ่นและบางมาก ยากต่อการแกะออกจากจานเพาะเชื้อ และฟิล์มที่เตรียมโดยใช้ TEHP ที่ 0.07 กรัม มีลักษณะแข็ง ยากต่อการแกะและนำออกจากจานเพาะเชื้อ ดังนั้นในงานวิจัยนี้จึงเลือกใช้ TEHP ที่ 0.05 กรัม ในการทำการทดลองในขั้นถัดไป

2.3 การศึกษาปริมาณของลิแกนด์ L6G ที่เหมาะสมในการเตรียมฟิล์ม

การศึกษาปริมาณของลิแกนด์ที่เหมาะสมในการเตรียมฟิล์ม L6G นั้นทำโดยศึกษาปริมาณของลิแกนด์ที่ 5.0, 6.0, 7.0 และ 8.0 มิลลิกรัม โดยใช้ CTA ที่ 0.2 กรัม และ TEHP ที่ 0.05 กรัม พบว่าเมื่อใช้ลิแกนด์ L6G ที่ 5.0, 6.0 และ 7.0 มิลลิกรัม ได้ฟิล์มที่มีความใส ในขณะที่ฟิล์มที่เตรียมโดยใช้ลิแกนด์ ที่ 8 มิลลิกรัม ได้ฟิล์มที่มีลักษณะขุ่นขาว เป็นผลมาจากปริมาณลิแกนด์ L6G ที่มากเกินไปไม่สามารถรวมเป็นเนื้อเดียวกันกับ CTA ได้

เมื่อนำฟิล์ม L6G ที่มีลิแกนด์ L6G ในปริมาณ 5.0, 6.0 และ 7.0 มิลลิกรัม มาตัดให้มีขนาด 2×1 ตารางเซนติเมตร และนำไปแช่ในสารละลาย ไอออน Hg^{2+} ความเข้มข้น 100 ppm เป็นเวลา 30 นาที หลังจากนั้นนำมาสแกนด้วยเครื่องสแกนที่เวลา 30 นาที แล้วจึงนำไปวัดค่าความเข้มสีโดยใช้โปรแกรม Image J โดยใช้การวัดค่าสีของฟิล์มด้วยระบบ RGB ได้ผลการทดลองดังแสดงใน Figure 3

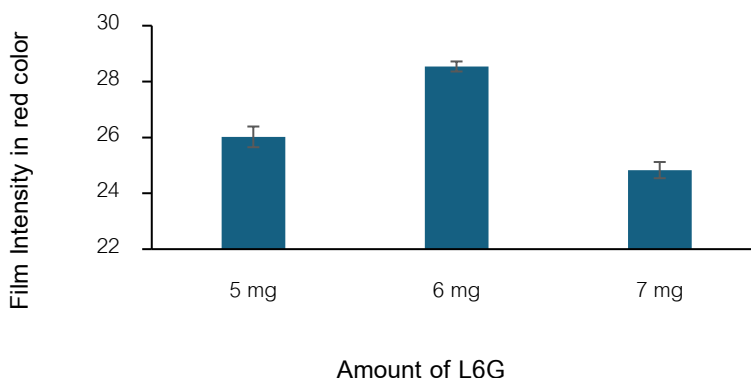


Figure 3 The intensity of L6G film after immersed in the solution of Hg^{2+} ion 100 ppm for 30 minutes.

3. การศึกษาหาสภาวะที่เหมาะสมในการตรวจวัด

3.1 การศึกษาเวลาที่เหมาะสมในการตรวจวัด

การศึกษาหาเวลาที่เหมาะสมในการตรวจวัดไอออนของโลหะด้วยฟิล์ม L6G ทำการศึกษาเวลาแช่ฟิล์ม และเวลาที่วัดค่าความเข้มสี โดยทำการศึกษาเวลาที่แช่ฟิล์ม L6G ลงในสารละลายไอออนของโลหะที่เลือกจับกับฟิล์ม L6G ที่ความเข้มข้น 100 ppm โดยแช่ไว้เป็นเวลา 30, 60, 90, 120, 150, 180, 210 และ 240 นาที ตามลำดับ จากนั้นนำฟิล์ม L6G ที่แช่ไว้ใน

สารละลายดังกล่าวขึ้นมาสับให้แห้งที่อุณหภูมิห้อง นำมาสแกนด้วยเครื่องสแกนที่เวลา 0 และ 30 นาที จากนั้นนำไปวัดค่าความเข้มสีด้วยโปรแกรม Image J ได้ผลการทดลองดังแสดงใน Figure 4

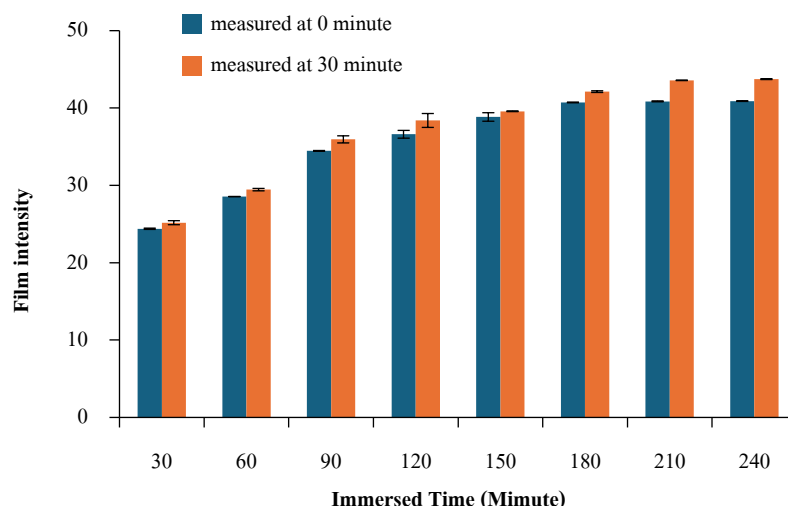


Figure 4 The intensity of the film changes over time when immersed in an Hg^{2+} solution, with the film intensity measured at 0 and 30 minutes.

จาก Figure 4 จะเห็นได้ว่าเวลาที่แช่ฟิล์ม L6G ในสารละลาย Hg^{2+} ไอออน ส่งผลต่อค่าความเข้มสีของฟิล์ม L6G เมื่อแช่ฟิล์มในสารละลายนานขึ้นความเข้มสีของฟิล์มก็มีค่าเพิ่มขึ้น โดยที่เวลาในการแช่ฟิล์ม L6G ที่เวลา 180 นาที เป็นเวลาที่เหมาะสมมากที่สุด เนื่องจากให้ค่าความเข้มสีสูงสุด หลังจากนั้นความเข้มสีของฟิล์มจะมีค่าคงที่ นอกจากนี้ยังพบว่าเวลาที่วัดค่าความเข้มสี 0 และ 30 นาทีให้ค่าความเข้มสีไม่แตกต่างกันมาก และเวลาวัดค่าความเข้มสีที่ 0 นาทีเป็นเวลาที่เหมาะสมในการตรวจวัด เนื่องจากทำให้ได้ผลการตรวจวัดที่เร็วขึ้น

3.2 การศึกษาผลของ pH ของสารละลายในการตรวจวัด

การศึกษาผลของ pH ที่เหมาะสมในการตรวจวัดไอออน Hg^{2+} ด้วยชุดตรวจวัดที่พัฒนาขึ้น ทำโดยศึกษา pH ของสารละลายในช่วง 4.0 – 8.0 โดยการนำฟิล์ม L6G แช่ในสารละลายไอออน Hg^{2+} ความเข้มข้น 100 ppm ที่เตรียมในน้ำที่ pH 4.0 – 8.0 ผลการทดลองแสดงได้ดัง Figure 5 จะเห็นได้ว่าเมื่อ pH ของสารละลายเพิ่มขึ้น ความเข้มสีของฟิล์ม L6G จะมีค่าเพิ่มขึ้น ตั้งแต่ pH 4 ไปยัง pH 5 หลังจากนั้นค่าความเข้มสีของแผ่นฟิล์มจะมีค่าที่ค่อนข้างคงที่ ดังนั้น pH ของสารละลายที่เหมาะสมในการตรวจวัด Hg^{2+} ไอออน ด้วยแผ่นฟิล์ม L6G คือ pH 5.0

3.3 การศึกษาความเข้มข้นของสารละลายไอออน Hg^{2+} ที่สามารถตรวจวัดได้

จากการศึกษาความเข้มข้นของสารละลาย Hg^{2+} ไอออน ที่สามารถตรวจวัดได้ด้วยตาเปล่าโดยใช้ฟิล์ม L6G โดยศึกษาความเข้มข้นในช่วงความเข้มข้นของ Hg^{2+} ไอออนมีค่าตั้งแต่ 1 – 140 ppm ได้ผลการทดลองดังแสดงใน Figure 6

จะเห็นได้ว่าเมื่อความเข้มข้นของ Hg^{2+} ไอออน เพิ่มขึ้น ความเข้มสีของฟิล์มก็มีค่าเพิ่มขึ้นตามไปด้วยและเริ่มมีค่าคงที่ตั้งแต่ Hg^{2+} ไอออน มีความเข้มข้นตั้งแต่ 80 ppm ขึ้นไป ดังแสดงใน Figure 6 (a)

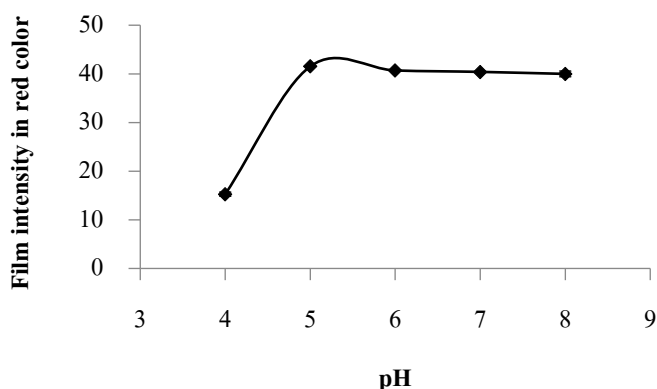
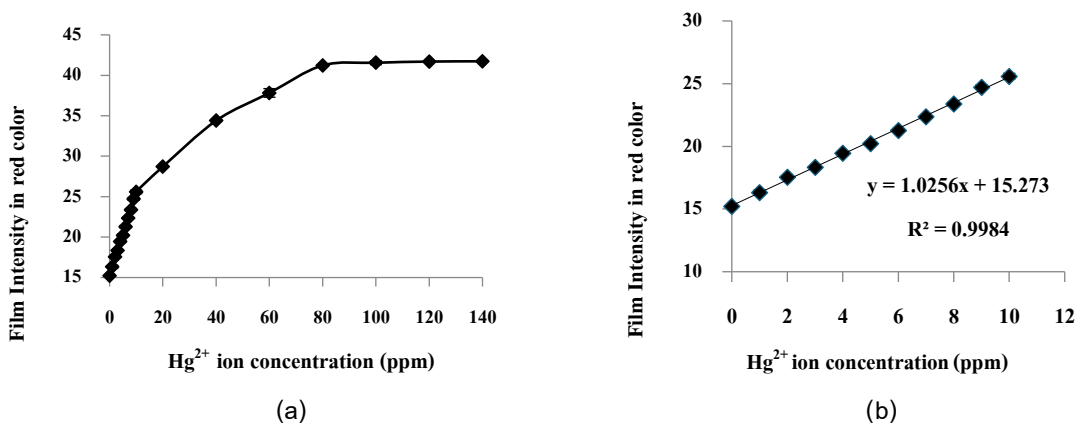
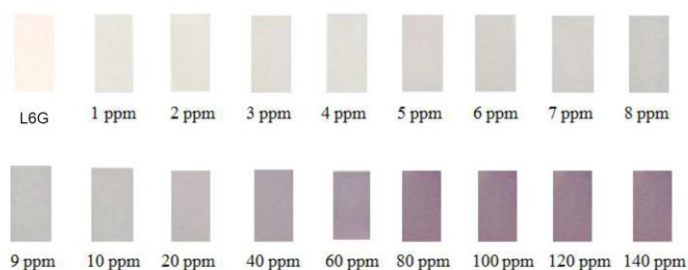


Figure 5 Film intensity changes of L6G film when exposed to various pH solution.



(a)

(b)



(c)

Figure 6 (a) Intensity changes of L6G film in the presence of various concentration of Hg^{2+} ion (0-140 ppm), (b) linear calibration plot for the detection of Hg^{2+} ion (0-10 ppm) and (c) color changes of L6G film with various concentration of Hg^{2+} ion (0-140 ppm).

3.4 การศึกษาค่าทางการวิเคราะห์

3.4.1 ศึกษาขีดจำกัดการตรวจวัด (Limit of detection)

การหาขีดจำกัดในการตรวจวัดไอออน Hg^{2+} สามารถหาได้จากการนำข้อมูลการหาความเข้มข้นของสารละลายไอออน Hg^{2+} ที่สามารถตรวจวัดได้ในช่วงที่เป็นเส้นตรงมาสร้างกราฟมาตรฐานแสดงความสัมพันธ์ระหว่างความเข้มข้นของสารละลายไอออน Hg^{2+} ดังแสดงใน Figure (6b) และนำไปคำนวณหาขีดจำกัดการตรวจวัดดังสมการที่ 1

$$\text{Limit of detection} = 3\sigma/k \quad (1)$$

โดยที่ σ คือ ค่าเบี่ยงเบนมาตรฐาน (standard deviation) ของฟิล์ม L6G ที่วัดค่าความเข้มสีได้จำนวน 10 ครั้ง

k คือ ความชันของกราฟที่ได้จากการสร้างกราฟมาตรฐานแสดงความสัมพันธ์ระหว่างความเข้มข้นของสารละลายไอออน Hg^{2+} (0-10 ppm) การคำนวณหาขีดจำกัดในการตรวจวัด แสดงได้ดังนี้

$$\text{จากสมการ} \quad \text{LOD} = 3\sigma/k = 3(0.17)/1.0256 = 0.51$$

เมื่อค่า σ เท่ากับ 0.17 พบว่าฟิล์ม L6G สามารถใช้ในการตรวจวัดไอออน Hg^{2+} ได้ ซึ่งมีค่าขีดจำกัดการตรวจวัดเท่ากับ 0.51 ppm

3.4.2 ศึกษาขีดจำกัดการตรวจวัดเชิงปริมาณ (Limit of quantification) ของไอออน Hg^{2+} ด้วยฟิล์ม L6G

การหาขีดจำกัดในการตรวจวัดเชิงปริมาณของไอออน Hg^{2+} สามารถหาได้จากการนำข้อมูลการหาความเข้มข้นของสารละลายไอออน Hg^{2+} ที่สามารถตรวจวัดได้ในช่วงที่เป็นเส้นตรงมาสร้างกราฟมาตรฐานแสดงความสัมพันธ์ระหว่างความเข้มข้นของสารละลายไอออน Hg^{2+} ดังแสดงใน Figure (6b) และนำไปคำนวณหาขีดจำกัดการตรวจวัดเชิงปริมาณดังสมการที่ 2

$$\text{Limit of quantification} = 10\sigma/k \quad (2)$$

การคำนวณหาขีดจำกัดในการตรวจวัดไอออน Hg^{2+} แสดงได้ดังนี้

$$\text{จากสมการ} \quad \text{LOQ} = 10\sigma/k = 10(0.17)/1.0256 = 1.66$$

เมื่อค่า σ เท่ากับ 0.17 พบว่าฟิล์ม L6G สามารถตรวจวัดไอออน Hg^{2+} ที่มีปริมาณความเข้มข้นต่ำสุดเท่ากับ 1.66 ppm

Discussion

งานวิจัยนี้ได้พัฒนาชุดตรวจวัดไอออน Hg^{2+} ที่ละลายอยู่ในน้ำได้โดยใช้อนุพันธ์ของโรดามีนเป็นตัวตรวจวัด ชุดตรวจวัดดังกล่าวถูกพัฒนาขึ้นมาในรูปแบบของแผ่นฟิล์มที่เตรียมโดยวิธี casting โดยการนำโรดามีน 6G ไฮดราไซด์ (L6G) ที่ได้มีการรายงานมาก่อนหน้านี้ว่ามีความจำเพาะเจาะจงในการเลือกจับกับไอออน Hg^{2+} ในตัวทำละลายอินทรีย์ มาผสมกับ เซลลูโลสไตรอะซิเตตหรือ CTA และใช้ TEHP เป็น พลาสติกไฮดรอกซี จากการหาสภาวะที่เหมาะสมในการเตรียมฟิล์มนั้น ได้ศึกษาถึงปัจจัยของปริมาณที่เหมาะสมของลิแกนด์ L6G, CTA และ TEHP โดยติดตามจากลักษณะทางกายภาพของฟิล์มว่า ฟิล์มควรมีลักษณะใสและไม่ขุ่น เนื่องจากถ้ามีอัตราส่วนขององค์ประกอบในการเตรียมฟิล์มที่ไม่เหมาะสมจะได้ฟิล์มที่ไม่มีความเป็นเนื้อเดียวกัน ซึ่งจะส่งผลต่อความถูกต้องในการวัดค่าความเข้มสีของฟิล์ม เมื่อได้สภาวะที่เหมาะสมในการเตรียมฟิล์ม L6G แล้วจึงนำฟิล์มดังกล่าวมาศึกษาความจำเพาะเจาะจงในการตรวจวัดไอออนโลหะ จากการศึกษพบว่า มีเพียง ไอออน Hg^{2+} เท่านั้นที่สามารถเปลี่ยนสีของฟิล์มจากสีชมพูซีดไปเป็นสีม่วง การเปลี่ยนสีของฟิล์ม L6G นั้นเกิดจากการที่ ไอออนของ Hg^{2+} ที่ละลายอยู่ในน้ำ ไปเกิดพันธะโคออร์ดิเนตโคเวเลนต์กับลิแกนด์ L6G ที่อยู่ในแผ่นฟิล์ม ทำให้เกิดการแตกออกของวงสไปโรแลคแตมและทำให้แผ่นฟิล์มมีสีม่วง (Zhang *et al.*, 2023) การเกิดอันตรกิริยาระหว่างลิแกนด์ L6G และไอออน Hg^{2+} แสดงได้ใน Figure 7 จากผลการทดลองที่กล่าวมาจะเห็นได้ว่าผู้วิจัยสามารถนำสารประกอบ L6G ที่ละลายในน้ำได้น้อยมาใช้ในการตรวจวัดไอออน Hg^{2+} ที่ละลายอยู่ในน้ำได้อย่างประสบผลสำเร็จ

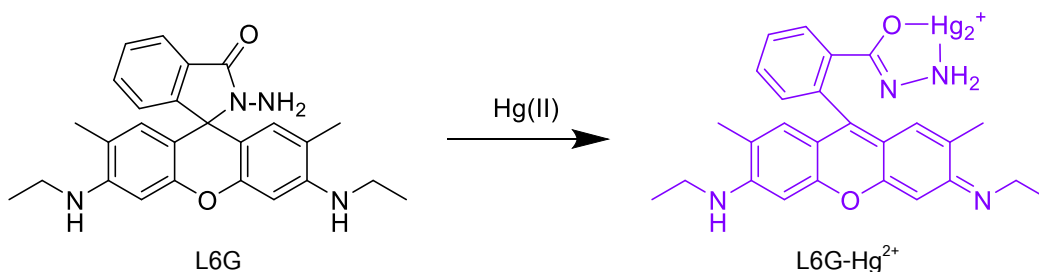


Figure 7 Interaction between L6G and Hg^{2+}

เมื่อศึกษาสภาวะที่เหมาะสมในการนำมาประยุกต์ใช้เป็นตัวตรวจวัดไอออนโลหะ โดยศึกษาอิทธิพลของตัวแปรต่าง ๆ ได้แก่ เวลาที่เหมาะสมในการตรวจวัด, ผลของ pH ของสารละลายในการตรวจวัด, การศึกษาความเข้มข้นของสารละลาย ไอออน Hg^{2+} ที่สามารถตรวจวัดได้, ค่า LOD และค่า LOQ โดยติดตามผลของความเข้มสีของฟิล์ม L6G หลังจากที้นำฟิล์มไป แช่ในสารละลายของไอออน Hg^{2+} ซึ่งจากการศึกษาพบว่าฟิล์มที่เตรียมโดยใช้ลิแกนด์ L6G ที่ปริมาณ 6.0 มิลลิกรัม เป็นฟิล์มที่เหมาะสมนำมาใช้เป็นตัวตรวจวัดมากที่สุด เนื่องจากให้ค่าความเข้มสีสูงที่สุด ในขณะที่ฟิล์มที่เตรียมโดยใช้ปริมาณของ ลิแกนด์ 5.0 มิลลิกรัม นั้นค่าความเข้มสีลดต่ำลงมา เป็นผลมาจากมีปริมาณของลิแกนด์ที่น้อยเกินไป ทำให้เกิดสารประกอบ โคออร์ดิเนชันกับ Hg^{2+} ได้น้อยลง และการเตรียมฟิล์มโดยใช้ปริมาณของลิแกนด์ 7.0 มิลลิกรัม นั้นค่าความเข้มสีมีค่าต่ำที่สุด

เป็นผลมาจากปริมาณของลิแกนด์มีมากเกินไปไม่สามารถรวมเป็นเนื้อเดียวกับ CTA ได้ ทำให้เกิดเป็นสารประกอบโคออร์ดิเนชันกับไอออน Hg^{2+} ได้น้อยลง ส่งผลให้ค่าความเข้มข้นมีค่าต่ำที่สุด

เมื่อศึกษาถึงอิทธิพลของ pH ของสารละลายพบว่าที่ pH 4 สีของฟิล์มมีความเข้มข้นน้อยที่สุด เนื่องจากในสภาวะที่มีความเป็นกรดมาก ลิแกนด์ L6G ถูกโปรโตเนตที่หมู่ะมิโน จึงไม่สามารถสร้างพันธะโคออร์ดิเนตโคเวเลนต์กับไอออน Hg^{2+} เมื่อสารละลายมี pH 5 หมู่ะมิโนจึงถูกโปรโตเนตได้น้อยลง ลิแกนด์ L6G จึงสร้างพันธะกับไอออน Hg^{2+} เกิดเป็นสารประกอบโคออร์ดิเนชันได้เพิ่มขึ้นสีของฟิล์มจึงมีสีม่วงเข้มขึ้น ซึ่งเมื่อค่า pH ของสารละลายมีค่ามากกว่า 5 สีของฟิล์มเริ่มมีค่าคงที่ ทั้งนี้เนื่องจากถูกจำกัดด้วยปริมาณของ L6G ที่อยู่ในฟิล์ม

Conclusions

ในงานวิจัยนี้ได้พัฒนาเซ็นเซอร์ทางเคมีเชิงแสงในรูปแบบของแผ่นฟิล์มสำหรับการตรวจวัดไอออน Hg^{2+} โดยใช้ลิแกนด์ที่เป็นอนุพันธ์ของโรดามีน 6G (L6G) เป็นโมเลกุลเซ็นเซอร์ที่ผสมกับเซลลูโลสไตรอะซิเตตหรือ CTA ด้วยวิธี casting โดยมี THEP ทำหน้าที่เป็นพลาสติกไซเซอร์ ชุดตรวจวัดที่เตรียมได้นี้มีลักษณะเป็นฟิล์มบางใสมีสีชมพูอ่อน จากการศึกษาความจำเพาะเจาะจงในการตรวจวัดไอออนของโลหะชนิดต่างๆ ของฟิล์มที่เตรียมได้ พบว่าฟิล์มดังกล่าวมีความจำเพาะเจาะจงกับไอออน Hg^{2+} ได้เป็นอย่างดี เนื่องจากมีเพียงไอออน Hg^{2+} เท่านั้นที่ทำให้สีของฟิล์มเปลี่ยนจากสีชมพูอ่อนไปเป็นสีม่วง ในขณะที่ไอออนของโลหะชนิดอื่นๆ ไม่ส่งผลรบกวนการตรวจวัดแต่อย่างใด จากการศึกษาหาสภาวะที่เหมาะสมในการเตรียมฟิล์ม L6G พบว่า ปริมาณของ CTA ที่เหมาะสมที่สุด คือ 0.2 กรัม เนื่องจากได้ฟิล์มที่มีความใส และมีความหนาที่เหมาะสม ปริมาณของ THEP ที่เหมาะสมที่สุด คือ 0.05 กรัม ปริมาณของลิแกนด์ L6G ที่เหมาะสมที่สุด คือ 6.0 มิลลิกรัม เนื่องจากให้ค่าความเข้มข้นที่สูงที่สุด จากการศึกษาหาสภาวะที่เหมาะสมในการตรวจวัดไอออน Hg^{2+} พบว่าเวลาที่เหมาะสมในการแช่ฟิล์ม L6G ในสารละลายของไอออน Hg^{2+} คือ 180 นาที pH เท่ากับ 5.0 โดยตรวจวัดที่ 0 นาที หรือหลังจากนำฟิล์ม L6G ขึ้นมาซับให้แห้ง แล้วทำการวัดความเข้มข้นบนแผ่นฟิล์มทันที วัสดุดังกล่าวสามารถตรวจวัดความเข้มข้นของไอออน Hg^{2+} ที่มีความเป็นเส้นตรงในช่วงความเข้มข้นระหว่าง 1.0 – 10.0 ppm มีค่าขีดจำกัดการตรวจวัดเท่ากับ 0.51 ppm และปริมาณความเข้มข้นของไอออน Hg^{2+} ต่ำสุดที่สามารถตรวจวัดได้มีค่าเท่ากับ 1.66 ppm ข้อดีของการเตรียมฟิล์มเพื่อนำมาพัฒนาเป็นชุดตรวจวัดด้วยวิธีนี้คือมีวิธีการเตรียมที่ง่าย ไม่ต้องใช้เครื่องมือหรืออุปกรณ์ที่มีราคาสูง

Acknowledgments

งานวิจัยนี้ได้รับการสนับสนุนจากหน่วยบริการนวัตกรรมการทางวิทยาศาสตร์ คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยบูรพา (SIF-IN-41100020)

References

- Feng, L., Sha, J., Chen, Y., Liu, B., Zhang, H., & Lu, C. (2015). Conjugated polymer and spirolactam rhodamine-B derivative co-functionalized mesoporous silica nanoparticles as the scaffold for the FRET-based ratiometric sensing of mercury (II) ions. *Microporous and Mesoporous Materials*, 208, 113.
- Ghaedi, M., Ahmadi, F., & Shokrollahi, A. (2007). Simultaneous preconcentration and determination of copper, nickel, cobalt and lead ions content by flame atomic absorption spectrometry. *Journal of Hazardous Materials*, 142, 272.
- Iyer, D. K., Shaji, A., Singh, S. P., Tripathi, A., Hazra, A., Mandal, S., & Ghosh, P. (2023). A review on rhodamine probes for metal ion recognition with a future on artificial intelligence and machine learning. *Coordination Chemistry Reviews*, 495(15), 215371.
- Leermakers, M., Baeyens, W., Quevauviller, O., & Horvat, M. (2005). Mercury in environmental samples: Speciation, artifacts and validation. *TrAC Trends in Analytical Chemistry*, 24(5), 383.
- Mahajan, R.K., Kaur, I., & Lobana, T.S. (2003). A mercury(II) ion-selective electrode based on neutral salicylaldehyde thiosemicarbazone. *Talanta*, 59, 101.
- Morsi, R. E., Elsayy, M., Manet, I., & Ventura, B. (2020). Cellulose acetate fabrics loaded with rhodamine B hydrazide for optical detection of Cu(II). *Molecules*, 25, 3751.
- O'Meara, J.M., Brjesson, J. , & Chettle, D.R. (2000). Improving the in vivo X-ray fluorescence (XRF) measurement of renal mercury. *Applied Radiation and Isotopes*, 53, 639.
- Rompo, M., Watchasit, S., Imyim, A., & Suksai, C. (2018). Development of nanofibers containing rhodamine B as colorimetric Chemosensor for Cu²⁺ determination. *Burapha Science Journal*, 23, 1094.
- Sahan, T., Erol, F., & Yilmaz, S. (2018). Mercury(II) adsorption by a novel adsorbent mercapto-modified bentonite using ICP-OES and use of response surface methodology for optimization. *Microchemical Journal*, 38, 360.

- Tuzen, M., Karaman, I., Citak, D., & Soylak, M. (2009). Mercury(II) and methyl mercury determinations in water and fish samples by using solid phase extraction and cold vapour atomic absorption spectrometry combination. *Food and Chemical Toxicology*, 47, 1648.
- Yang, Z. (2024). Voltammetry for quantitative determination of trace mercury ions in water via acetylene black modified carbon paste electrode. *Alexandria Engineering Journal*, 87, 107.
- Yang, Y.-K., Yook, K.-J., & Tae, J. (2005). A Rhodamine-based fluorescent and colorimetric chemodosimeter for the rapid detection of Hg^{2+} ions in aqueous media. *Journal of the American Chemical Society*, 127, 46760.
- Zhang, Y., Cao, X., Zhen, L., & Wang, X. (2021). A mesoporous silica-based fluorescent chemosensor bearing bis-Schiff base for the sensitive detection of Cu^{2+} ions. *Journal of Solid State Chemistry*, 297, 122093.
- Zhang, Z., Han, R., Chen, S., Zheng, F., Ma, X., Pan, M., & Wang, S. (2023). Fluorescent and colorimetric dual-mode strategy based on rhodamine 6G hydrazide for qualitative and quantitative detection of Hg^{2+} in seafoods. *Foods*, 12, 1085.
- Zhu, W., Tang, J., & Huang, L. (2020). Ultra-sensitive electrochemical determination of mercury ions based on the dithizone modified electrode. *International journal of electrochemical science*, 15 (1), 168-176.