

บทที่ 3

การทดลอง

3.1 เครื่องมือและอุปกรณ์

3.1.1 เครื่องยวี่ - วิสิเบิสเปกโตรโฟโตมิเตอร์

3.1.2 เครื่องชั่งวิเคราะห์ (Analytical balance) บริษัท Denver Instrument Company
รุ่น TC 254

3.1.3 เตาให้ความร้อน (Hot plate)

3.1.4 เครื่องวัดค่ากรด-ด่าง (pH meter) ของ Metrohm รุ่น Model 731

3.1.5 ตู้ดูดควัน

3.1.6 ขวดวัดปริมาตร (Volumetric flask) ขนาด 25, 50, 100, 1000 mL

3.1.7 ปีกเกอร์ (Beaker) ขนาด 50, 250, 1000 mL

3.1.8 กระดาษกรอง (Filter paper) เบอร์ 1และเบอร์ 4

3.1.9 ไมโครปิเปต (Micropipette) ขนาด 10-200 และ 100-1000 μL

3.1.10 ปิเปต (Pipette) ขนาด 1, 2, 5, 10 mL

3.1.11 แท่งแก้ว (Stirring rod)

3.1.12 กรวยกรอง (Funnel)

3.1.13 กระดาษกรอง

3.1.14 ขวดน้ำ DI (Wash bottle)

3.1.15 ขวดแก้วขนาด 30 mL

3.2 สารเคมี

ตารางที่ 3.1 สารเคมีที่ใช้

สารเคมี	สูตรโมเลกุล	เกรด	บริษัทผู้ผลิต
Sodium acetate	CH_3COONa	AR	Ajax Finechem Pty Ltd
Acetic acid	CH_3COOH	AR	Merck
Nitric acid	HNO_3	AR	Ajax Finechem Pty Ltd
Potassium hydroxide	KOH	AR	CARLO ERBA Reagent
Copper (II) sulfate	CuSO_4	AR	Carlo erba
Aluminium chloride hexahydrate	$\text{AlCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$	AR	Ajax Finechem Pty Ltd
Ferrous sulfate heptahydrate	$\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$	AR	Carlo erba
Ferric chloride	FeCl_3	AR	Carlo erba
Hydrochloric acid	HCl	AR	Lab-Scan
Magnesium sulfate	MgSO_4	AR	Carlo erba
DI water	-	-	-

3.3 ชนิดของพืชที่ใช้ในการสกัดรีเอเจนต์ธรรมชาติ

ตารางที่ 3.2 ชนิดของพืช

ลำดับ	ชนิดของพืช	ลักษณะ
1	ดอกดาวเรืองแห้ง	แห้ง
2	ดอกดาวเรืองผง	บดละเอียด
3	ดอกคำฝอย	แห้ง
4	ใบส้มป่อย	บดละเอียด
5	ขมิ้นชัน	บดละเอียด
6	เปลือกมังคุด	บดละเอียด
7	แก่นฝาง	บดละเอียด
8	เปลือกหอมแดง	แห้ง
9	ดอกกุหลาบ	แห้ง
10	ดอกกระเจียว	แห้ง
11	ดอกอัญชัน	แห้ง

3.4 ตัวอย่างยาเคลือบกระเพาะ

ตารางที่ 3.3 ตัวอย่างยาเคลือบกระเพาะ

ลำดับ	ยี่ห้อ	ส่วนประกอบสำคัญ
1	แอนตาซิลเจล (Antacil gel)	ใน 15 mL = $\text{Al}(\text{OH})_3$ 960 mg = $\text{Mg}(\text{OH})_2$ 330 mg = Simethicone 60 mg
2	เบลลิด (Belcid)	ใน 15 mL = $\text{Al}(\text{OH})_3$ 918 mg = $\text{Mg}(\text{OH})_2$ 300 mg = Simethicone 60 mg
3	อาโมจิน เยล (Amogin gel)	ใน 15 mL = $\text{Al}(\text{OH})_3$ 600 mg = $\text{Mg}(\text{OH})_2$ 300 mg = activated dimethyl(polysiloxane 21 mg
4	ไบร์เจล เอ็นเอส (Brygel NS)	ใน 5 mL = $\text{Al}(\text{OH})_3$ 145.35 mg = $\text{Mg}(\text{OH})_2$ 100 mg = Sodium Carboxymethyleellulose 50 mg = Tragacanth 50 mg = Glycerin 0.5 mg
5	อะลัมเจล (Alum gel)	ใน 15 mL = Al_2O_3 600 mg

3.5 วิธีการเตรียมสาร

3.5.1 สารมาตรฐานโลหะ ความเข้มข้น 1000 mg/L

(1) โลหะ Cu(II)

- ชั่ง $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ 0.3932 g ละลายใน 0.5 M HNO_3 ในขวดวัดปริมาตร ขนาด 100 mL

(2) โลหะ Al(III)

- ชั่ง $\text{AlCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ 0.8915 g ละลายใน 0.5 M HNO_3 ในขวดวัดปริมาตร ขนาด 100 mL

(3) โลหะ Fe(II)

- ชั่ง $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ 0.4969 g ละลายใน 0.5 M HNO_3 ในขวดวัดปริมาตร ขนาด 100 mL

(4) โลหะ Fe(III)

- ชั่ง FeCl_3 0.2927 g ละลายใน 0.5 M HNO_3 ในขวดวัดปริมาตร ขนาด 100 mL

3.5.2 สารมาตรฐานโลหะ Cu(II), Al(III), Fe(II), Fe(III) ความเข้มข้น 50 mg/L

ปิเปตสารมาตรฐานโลหะ Cu(II), Al(III), Fe(II), Fe(III) ความเข้มข้น 1000 mg/L มา 5 mL ปรับปริมาตรด้วยน้ำปราศจากไอออนเป็น 100 mL ในขวดวัดปริมาตร

3.5.3 สารละลาย acetate buffer 0.1 M

(1) acetate buffer pH 3

- ชั่ง CH_3COONa 0.2520 g เติม acetic acid เข้มข้น 0.6 mL ปรับปริมาตรเป็น 100 mL ในขวดวัดปริมาตร

(2) acetate buffer pH 4

- ชั่ง CH_3COONa 0.2383 g เติม acetic acid เข้มข้น 0.6 mL ปรับปริมาตรเป็น 100 mL ในขวดวัดปริมาตร

(3) acetate buffer pH 4.5

- ชั่ง CH_3COONa 0.7569 g เติม acetic acid เข้มข้น 0.6 mL ปรับปริมาตรเป็น 100 mL ในขวดวัดปริมาตร

(4) acetate buffer pH 5

- ชั่ง CH_3COONa 2.3832 g เติม acetic acid เข้มข้น 0.6 mL ปรับปริมาตรเป็น 100 mL ในขวดวัดปริมาตร

(5) acetate buffer pH 5.5

- ชั่ง CH_3COONa 7.5371 g เติม acetic acid เข้มข้น 0.6 mL ปรับปริมาตรเป็น 100 mL ในขวดวัดปริมาตร

(6) acetate buffer pH 6

- ชั่ง CH_3COONa 23.8235 g เติม acetic acid เข้มข้น 0.6 mL ปรับปริมาตรเป็น 100 mL ในขวดวัดปริมาตร

3.5.4 สารละลาย acetate buffer 1 M

3.5.4.1 acetate buffer pH 4

- ชั่ง CH_3COONa 2.3831 g เติม acetic acid เข้มข้น 0.6 mL ปรับปริมาตรเป็น 100 mL ในขวดวัดปริมาตร

3.5.4.2 acetate buffer pH 5

- ชั่ง CH_3COONa 23.834 g เติม acetic acid เข้มข้น 0.6 mL ปรับปริมาตรเป็น 100 mL ในขวดวัดปริมาตร

3.5.5 การสกัดสารจากพืช 11 ชนิด

3.5.5.1 วิธีการสกัดสารจากพืช 11 ชนิด

ชั่งน้ำหนักพืชที่จะสกัดมา 1 g (ยกเว้น ดอกอัญชันและกระเจี๊ยบ 2 g ดอกดาวเรืองผงและดอกคำฝอย 5 g ดอกกุหลาบ 10 g) นำมาต้มด้วยน้ำปราศจากไอออนปริมาตร 200 mL เป็นเวลา 30 นาที ตั้งทิ้งไว้ให้เย็น ทำการกรองเพื่อให้ได้สารละลายใสที่ไม่มีตะกอน

3.5.5.2 วิธีการสกัดสารธรรมชาติจากแก่นฝาง

ชั่งน้ำหนักแก่นฝาง 1, 2, 3, 4 และ 5 g ทำการสกัดด้วยน้ำปราศจากไอออน 100 mL ให้ความร้อนเป็นเวลา 30 นาที ตั้งทิ้งไว้ให้เย็น นำมากรองเพื่อให้ได้สารละลายใสที่ไม่มีตะกอน

3.5.6 การเตรียมตัวอย่างยาน้ำเคลือบกระเพาะ [40]

นำตัวอย่างยาน้ำเคลือบกระเพาะที่มีปริมาณ $\text{Al}(\text{OH})_3$ ประมาณ 0.5 g (ปริมาตรตัวอย่างที่ใช้แสดงดังตารางที่ 3.4) ใส่ลงในบีกเกอร์ขนาด 50 mL เติมกรดไฮโดรคลอริก 3 mL ให้ความร้อนจนเป็นสารละลาย แล้วทิ้งให้เย็น เทใส่ขวดวัดปริมาตรขนาด 100 mL แล้วปรับปริมาตรให้เป็น 100 mL ด้วยน้ำปราศจากไอออน จากนั้นปิเปตสารตัวอย่างที่ผ่านการย่อยแล้วมา 5 mL ปรับปริมาตรเป็น 100 mL ด้วยน้ำปราศจากไอออน จะได้สารละลายตัวอย่างที่จะนำไปวิเคราะห์ปริมาณ $\text{Al}(\text{III})$

ตารางที่ 3.4 ปริมาตรตัวอย่างที่ใช้ในการเตรียมตัวอย่าง

ลำดับ	ยี่ห้อ	ปริมาตรตัวอย่าง (mL)
1	Antacil gel	5
2	Belcid	5
3	Amogin-gel	10
4	Brygel NS	10
5	Alum Gel	5

3.6 วิธีการทดลอง

3.6.1 การศึกษาการเกิดสารประกอบเชิงซ้อนของสารสกัดหยาดกับโลหะบางชนิด

เตรียมชุดของสารละลายของสารสกัดหยาดจากพืชทั้ง 13 ชนิด กับโลหะ Cu(II), Al(III), Fe(II) และ Fe(III) ความเข้มข้น 10 mg/L ที่ pH 3, 4, 4.5, 5, 5.5, 6 และเมื่อไม่เติมสารละลายบัฟเฟอร์ (non-buffer) ปริมาตรของสารต่าง ๆ ที่นำมาผสมกัน ดังแสดงในตารางที่ 3.5 แล้วปรับปริมาตรด้วยน้ำปราศจากไอออนในขวดวัดปริมาตร ขนาด 25 mL บันทึกการเปลี่ยนแปลงสีของสารละลายเมื่อมีโลหะชนิดต่าง ๆ เทียบกับสีของสารสกัดหยาดที่ pH ต่างๆ โดยนำไปวัดค่าการดูดกลืนแสงที่ความยาวคลื่น 200-800 nm ด้วยเครื่องสเปกโตรโฟโตมิเตอร์และการถ่ายรูปด้วยกล้องดิจิทัล

ตารางที่ 3.5 ปริมาตรสารละลายที่ใช้ในการเตรียมสารประกอบเชิงซ้อนของสารสกัดหยาดจากพืชกับโลหะบางชนิด

ลำดับที่	Buffer pH	ปริมาตรสารที่ใช้ (mL)				ปริมาตรรวม (mL)
		0.1M Buffer	สารสกัด	50 mg/L โลหะ		
1	Non-buffer	0	5	Non-metal	0	25
2				Cu(II)	5	
3				Al(III)	5	
4				Fe(II)	5	
5				Fe(III)	5	
6	pH 3	5	5	Non-metal	0	25
7				Cu(II)	5	
8				Al(III)	5	
9				Fe(II)	5	
10				Fe(III)	5	
11	pH 4	5	5	Non-metal	0	25
12				Cu(II)	5	
13				Al(III)	5	
14				Fe(II)	5	
15				Fe(III)	5	
16	pH 4.5	5	5	Non-metal	0	25
17				Cu(II)	5	
18				Al(III)	5	
19				Fe(II)	5	
20				Fe(III)	5	
21	pH 5	5	5	Non-metal	0	25
22				Cu(II)	5	
23				Al(III)	5	
24				Fe(II)	5	
25				Fe(III)	5	

ตารางที่ 3.5 ปริมาตรสารละลายที่ใช้ในการเตรียมสารประกอบเชิงซ้อนของสารสกัดหยาบจากพืชกับโลหะบางชนิด(ต่อ)

ลำดับที่	Buffer pH	ปริมาตรสารที่ใช้ (mL)				ปริมาตรรวม (mL)
		0.1M Buffer	สารสกัด	50 mg/L โลหะ		
26	pH5.5	5	5	Non-metal	0	25
27				Cu(II)	5	
28				Al(III)	5	
29				Fe(II)	5	
30				Fe(III)	5	
31	pH6	5	5	Non-metal	0	25
32				Cu(II)	5	
33				Al(III)	5	
34				Fe(II)	5	
35				Fe(III)	5	

3.6.2 การศึกษาตัวแปรที่เกี่ยวข้องกับการวิเคราะห์ Al(III) ด้วยสารสกัดหยาบจากแก่นฝาง

3.6.2.1 ผลของ pH ต่อการเกิดสารประกอบเชิงซ้อนกับโลหะต่างๆ

เตรียมชุดของสารละลายของสารสกัดหยาบจากแก่นฝาง(1 g/น้ำ 200 mL) กับโลหะ Cu(II), Al(III), Fe(II) และFe(III) ที่ pH 4 และ 5 (1 M acetate buffer) รวม 10 ชุด

วิธีการเตรียมแสดงในตารางที่ 3.6 จากนั้นนำสารละลายที่เตรียมได้ไปวัดค่าการดูดกลืนแสงในช่วงความยาวคลื่น 200-800 nm

ตารางที่ 3.6 ปริมาตรสารที่ใช้ในการเตรียมสารประกอบเชิงซ้อนระหว่างสารสกัดหยาบจากแก่นฝางกับโลหะ

ลำดับที่	Buffer pH	ปริมาตรสารที่ใช้ (mL)				ปริมาตรรวม (mL)
		0.1M Buffer	สารสกัด	50 mg/L โลหะ		
1	pH4	5	5	Non-metal	0	25
2				Cu(II)	5	
3				Al(III)	5	
4				Fe(II)	5	
5				Fe(III)	5	
6	pH5	5	5	Non-metal	0	25
7				Cu(II)	5	
8				Al(III)	5	
9				Fe(II)	5	
10				Fe(III)	5	

3.6.2.2 อัตราส่วนน้ำหนักแห้งของแก่นฝางต่อปริมาตรน้ำที่ใช้สกัด

ทำการสกัดสารธรรมชาติจากแก่นฝางตามข้อ 3.5.5.2 จากนั้นปิเปตสารสกัดหยาบจากแก่นฝาง ทั้ง 5 ชุดการทดลอง ปริมาตร 5 mL ใส่ในขวดวัดปริมาตรขนาด 25mL เติม 1M acetate buffer pH5 ปริมาตร 3 mL ลงในขวดวัดปริมาตรทุกใบ ปรับปริมาตรให้ครบด้วยน้ำปราศจากไอออน นำไปวัดค่าการดูดกลืนแสงที่ความยาวคลื่น 445 nm

3.6.2.3 ปริมาตรของสารสกัดหยาบจากแก่นฝาง

ทำการสกัดสารธรรมชาติจากแก่นฝางตามข้อ 3.5.5.2 โดยใช้ น้ำหนักแก่นฝาง 5g ต่อน้ำ 100 mL จากนั้นปิเปตสารสกัดหยาบจากแก่นฝางปริมาตร 1, 2, 3, 4, 5, 6, 7, 8, 9 และ 10 mL ลงในขวดวัดปริมาตรขนาด 25 mL เติมโลหะ Al(III) ความเข้มข้น 50 mg/L ปริมาตร 5 mL และ 1M acetate buffer pH5 ปริมาตร 3 mL ลงในขวดวัดปริมาตรทั้ง 10 ใบ ปรับปริมาตรให้ครบด้วยน้ำปราศจากไอออน นำไปวัดค่าการดูดกลืนแสงที่ความยาวคลื่น 501 nm

3.6.2.4 ปริมาตรบัฟเฟอร์

ทำการสกัดสารธรรมชาติจากแก่นฝางตามข้อ 3.5.5.2 โดยใช้ น้ำหนักแก่นฝาง 5g ต่อน้ำ 100 mL จากนั้นปิเปตสารสกัดหยาบจากแก่นฝางปริมาตร 3 mL ลงในขวดวัดปริมาตร 5 ใบ เติมโลหะ Al(III) ความเข้มข้น 50 mg/L ปริมาตร 5 mL ลงในขวดวัดปริมาตร 5 ใบ จากนั้นเติม 1M acetate buffer pH5 ปริมาตรต่าง ๆ กันดังนี้ 1, 2, 3, 4 และ 5 mL ลงในขวดวัดปริมาตรแต่ละใบ ปรับปริมาตรให้ครบด้วยน้ำปราศจากไอออน นำไปวัดค่าการดูดกลืนแสงที่ความยาวคลื่น 501 nm

3.6.3 การศึกษาลักษณะของวิธีสำหรับการวิเคราะห์ Al^{3+} ด้วยสารสกัดหยาบจากแก่นฝาง

3.6.3.1 ช่วงความเป็นเส้นตรง

ปิเปตสารสกัดหยาบจากแก่นฝาง (5 g/100 mL) 3 mL ลงในขวดวัดปริมาตรขนาด 25 mL เติม 1 M acetate buffer pH5 ปริมาตร 3 mL ลงในขวดวัดปริมาตรทุกใบ จากนั้นเติมโลหะ Al(III) 50 mg/L ปริมาตร 0.25, 0.375, 0.5, 0.625, 0.75, 0.875 และ 1.0 mL (ได้สารละลายโลหะความเข้มข้น เป็น 0.5, 0.75, 1.0, 1.25, 1.50, 1.75 และ 2.0 mg/L) ลงในขวดวัดปริมาตรแต่ละใบ ปรับปริมาตรให้ครบด้วยน้ำปราศจากไอออน นำไปวัดค่าการดูดกลืนแสงที่ความยาวคลื่น 501 nm

3.6.3.2 ขีดจำกัดต่ำสุดในการตรวจวัด

ปิเปตสารสกัดหยาบจากแก่นฝาง (5 g/100 mL) 3 mL ลงในขวดวัดปริมาตรขนาด 25 mL เติม 1 M acetate buffer pH 5 ปริมาตร 3 mL ลงในขวดวัดปริมาตรขนาด 25 mL 11 ชุด ปรับปริมาตรให้ครบด้วยน้ำปราศจากไอออน นำไปวัดค่าการดูดกลืนแสงที่ความยาวคลื่น 501 nm หาค่าเฉลี่ยและค่าเบี่ยงเบนมาตรฐานจากสูตร

$$SD = \sqrt{\frac{\sum(X_i - \bar{X})^2}{N - 1}}$$

$$LOD = 3SD$$

เมื่อ	X_i	คือ	ค่าการดูดกลืนแสงของสารที่วิเคราะห์
	$\bar{X}$	คือ	ค่าเฉลี่ยการดูดกลืนแสงของสารที่ต้องการวิเคราะห์
	N	คือ	จำนวนครั้งที่ทำการตรวจวัด

จากนั้นนำค่าที่ได้ไปแทนค่า Y ในสมการเส้นตรงของกราฟมาตรฐานเพื่อหาความเข้มข้นซึ่งเป็นขีดจำกัดต่ำสุดในการตรวจวัด

3.6.3.3 ขีดจำกัดในการตรวจวัดเชิงปริมาณ

ปิเปตสารสกัดหยาบจากแก่นฝาง (5g/100 mL) 3 mL ลงในขวดวัดปริมาตรขนาด 25 mL เติม 1M acetate buffer pH5 ปริมาตร 3 mL ลงในขวดวัดปริมาตรขนาด 25 mL 11 ใบ ปรับปริมาตรให้ครบด้วยน้ำปราศจากไอออน นำไปวัดค่าการดูดกลืนแสงที่ความยาวคลื่น 501 nm (LOQ = 10SD)

จากนั้นนำค่าที่ได้ไปแทนค่า Y ในสมการเส้นตรงของกราฟมาตรฐานเพื่อหาความเข้มข้นซึ่งเป็นขีดจำกัดในการตรวจวัดเชิงปริมาณ

3.6.3.4 ความแม่นยำ

ทำการศึกษาความแม่นยำของวิธีการตรวจวัดในวันเดียวกัน (intra-day precision; $n=5$) และระหว่างวัน (inter-day precision; $n=5 \times 3$) ที่ความเข้มข้น Al(III) 0.5 และ 1.0 mg/L โดยปิเปตสารสกัดหยาบจากแก่นฝาง (5 g/100 mL) 3 mL ลงในขวดวัดปริมาตรขนาด 25 mL เติม 1M acetate buffer pH 5 ปริมาตร 3 mL ลงในขวดวัดปริมาตรทุกใบ จากนั้นเติมโลหะ Al(III) 50 mg/L ปริมาตร 0.25 และ 0.5 mL (ได้สารละลายโลหะความเข้มข้นเป็น 0.5 และ 1.0 mg/L) ลงในขวดวัดปริมาตรแต่ละใบ ปรับปริมาตรให้ครบด้วยน้ำปราศจากไอออน นำไปวัดค่าการดูดกลืนแสงที่ความยาวคลื่น 501 nm นำผลการทดลองที่ได้มาหาค่าเบี่ยงเบนมาตรฐานสัมพัทธ์ดังสมการ

$$SD = \sqrt{\frac{\sum (X_i - \bar{X})^2}{N-1}}$$

$$\%RSD = \frac{SD}{\bar{X}} \times 100$$

เมื่อ	X_i	คือ	ค่าการดูดกลืนแสงของสารที่วิเคราะห์
	$\bar{X}$	คือ	ค่าเฉลี่ยการดูดกลืนแสงของสารที่ต้องการวิเคราะห์
	N	คือ	จำนวนครั้งที่ทำการตรวจวัด

3.6.3.5 ความแม่นยำในการเตรียมสารสกัดหยาบจากแก่นฝาง

ทำการศึกษาความแม่นยำของวิธีการตรวจวัดในระหว่างวัน (inter-day precision; $n=4 \times 3$) โดยชั่งแก่นฝาง 5 กรัม ต้มให้เดือดในน้ำปราศจากไอออนปริมาตร 100 mL เป็นเวลา 30 นาที ทำการกรองเพื่อให้ได้สารละลายใส ปิเปตสารสกัดหยาบจากแก่นฝาง 3 mL ลงในขวดวัดปริมาตรขนาด 25 mL เติม 1 M acetate buffer pH 5 ปริมาตร 3 mL ลงในขวดวัดปริมาตรทุกใบ ปรับปริมาตรให้ครบด้วยน้ำปราศจากไอออน นำไปวัดค่าการดูดกลืนแสงที่ความยาวคลื่น 445 nm ทำซ้ำ 4 วัน

3.6.3.6 การศึกษาตัวรบกวน (interference)

(1) ผลของ $Mg(II)$ ต่อการวิเคราะห์ $Al(III)$

ปิเปตสารสกัดหยาบจากแก่นฝาง (5 g/100 mL) 3 mL, 1 M acetate buffer pH 5 ปริมาตร 3 mL 50 mg/L $Al(III)$ 0.75 mL ลงในขวดวัดปริมาตรขนาด 25 mL ทั้ง 6 ใบ จากนั้นเติมสารมาตรฐาน $Mg(II)$ ความเข้มข้น 25 mg/L ที่ปริมาตรต่างๆดังนี้ 0, 0.25, 0.5, 1.0, 1.5 และ 2 mL ลงในขวดวัดปริมาตรแต่ละใบ วัดค่าการดูดกลืนแสงที่ความยาวคลื่น 200 – 800 nm

(2) ผลของ $Mg(OH)_2$ และ matrix อื่นๆในตัวอย่างต่อการวิเคราะห์ $Al(III)$

นำตัวอย่างยาน้ำเคลือบกระเพาะชนิดที่ไม่มี $Al(OH)_3$ เป็นส่วนประกอบ (Milk of magnesia; ประกอบด้วย Magnesium Hydroxide 400 mg/15 mL) มาใช้เป็นตัวแทนของ matrix ในตัวอย่างยาโดยใช้วิธีการเตรียมตัวอย่างตามหัวข้อ 3.5.6 แตกต่างที่ใช้ปริมาตรตัวอย่างเพียง 1.25 mL จากนั้นเตรียมชุดของสารละลายตัวอย่างในขวดวัดปริมาตรขนาด 25 mL จำนวน 6 ชุด โดยปิเปตสารสกัดหยาบจากแก่นฝาง 3 mL, 1 M acetate buffer pH 5 3 mL, 50 mg/L $Al(III)$ 0.52 mL ลงในขวดวัดปริมาตรทุกชุด จากนั้นปิเปตตัวอย่างยาน้ำเคลือบกระเพาะที่ไม่มี $Al(III)$ ลงในขวดวัดปริมาตรแต่ละชุดด้วยปริมาตรที่แตกต่างกันดังนี้ 0, 0.25, 0.5, 1.0, 1.5 และ 2 mL วัดค่าการดูดกลืนแสงที่ความยาวคลื่น 200 – 800 nm

3.7 การวิเคราะห์อะลูมิเนียมในตัวอย่างยาเคลือบกระเพาะและร้อยละการได้กลับคืน

ในการเตรียมสารละลายแบ่งเป็น 2 ชุด ดังนี้

ชุดที่ 1 : สารละลายตัวอย่าง

ปิเปตสารตัวอย่างที่เตรียมได้ตามหัวข้อ 3.5.6 ปริมาตร 0.4 mL ลงในขวดวัดปริมาตรขนาด 25 mL 3 ชุด จากนั้นปิเปตสารสกัดจากแก่นฝาง (5 g/100 mL) ปริมาตร 3 mL และ 1 M acetate buffer pH 5 ปริมาตร 3 mL ลงในขวดวัดปริมาตรทุกชุด ปรับปริมาตรด้วยน้ำปราศจากไอออน วัดค่าการดูดกลืนแสงที่ความยาวคลื่น 200 – 800 nm

ชุดที่ 2 : สารละลายตัวอย่างรวมกับสารละลายมาตรฐาน

เตรียมสารและตรวจวัดเหมือนชุดที่ 1 แต่เติม 50 mg/L Al(III) 0.25 mL ลงไปด้วย นำค่าการดูดกลืนแสงของสารละลายทั้ง 2 ชุด ไปเทียบกราฟมาตรฐาน จะได้ความเข้มข้นของ Al(III) ในแต่ละชุด คำนวณร้อยละการได้กลับคืนจากสูตร

$$(\% \text{ Recovery}) = \left[\frac{(C_{\text{std}} + C_{\text{sample}}) - C_{\text{sample}}}{C_{\text{std}}} \right] \times 100$$

เมื่อ

C_{std} = ความเข้มข้นของสารละลายมาตรฐาน Al^{3+} ที่เติมลงไป
 C_{sample} = ความเข้มข้นของ Al^{3+} ที่มีในตัวอย่าง