สำนักหอสมุดกลาง พระจอมเกล้าลาดกระบัง

การเตรียมหลอดตรวจวัดหาปริมาณแคดเมียม (II)

นางสาวจินดาพรรณ จันทร์ประเสริฐ

นายปริญญา โสภานนท์

นายสรัญ อมตาริยกุล

วิท.
จ1238n
2548

เลขหมู่ 107711
เลขทะเบียน
วัน,เดือน,ปี 10 มิ.ย. 2553

b 12211059
i

โครงงานพิเศษนี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรวิทยาศาสตรบัณฑิต

ภาควิชาเคมี สาขาเคมีอุตสาหกรรม – เครื่องมือวิเคราะห์

คณะวิทยาศาสตร์

สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง

ปีการศึกษา 2548

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

Preparation of detector tube for testing Cadmium (II)

Jindaphan Chanprasert

Parinya Sopanon

Saran Amatariyakul

A Special Project Submitted in Partial Fulfillment of the

Requirement for the Degree of Bachelor of Science

Department of Chemistry

Faculty of Science

King Mongkut's Institute of Technology Ladkrabang

Academic Year 2006

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

โครงงานพิเศษ เรื่อง	การเตรียมหลอดตรวจวัดหาปริมาณแคดเมียม(II)
นักศึกษา	จินดาพรรณ จันทร์ประเสริฐ
	ปริญญา โสภานนท์
	สรัญ อมตาริยกุล
ภาควิชา	เคมี คณะวิทยาศาสตร์
สาขาวิชา	เคมีอุตสาหกรรม-เครื่องมือวิเคราะห์
ปีการศึกษา	2548
อาจารย์ที่ปรึกษา	ผศ.คณิตา ตังคณานุรักษ์

ภาควิชาเคมี คณะวิทยาศาสตร์ สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง อนุมัติให้โครงงานพิเศษนี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรวิทยาศาสตรบัณฑิต

คณะกรรมการตรวจสอบ		ลายมือชื่อ
ประธานกรรมการ	ผศ.คณิตา ตังคณานุรักษ์	.....
กรรมการ	ผศ.พรรษาวรรณ ตันทวี	.....
กรรมการ	ดร.วิบูลย์ ประดิษฐ์เวียงคำ	.....

.....

(ผศ.ดร.ประยงค์ ดวงดี)

หัวหน้าภาควิชาเคมี

ลิขสิทธิ์ของภาควิชาเคมี คณะวิทยาศาสตร์

สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

โครงงานพิเศษ เรื่อง	การผลิตหลอดตรวจวัดหาปริมาณแคดเมียม(II)	
นักศึกษา	จินดาพรรณ	จันทร์ประเสริฐ
	ปริญญา	โสภานนท์
	สรัญ	อมตาริยกุล
ภาควิชา	เคมี	คณะวิทยาศาสตร์
สาขาวิชา	เคมีอุตสาหกรรม-เครื่องมือวิเคราะห์	
ปีการศึกษา	2548	
อาจารย์ที่ปรึกษา	ผศ.กณิตา	ตังคณานุรักษ์

บทคัดย่อ

งานวิจัยนี้มีวัตถุประสงค์เพื่อศึกษาการเตรียมหลอดตรวจวัดปริมาณแคดเมียม(II)โดยเตรียมได้จากการบรรจุซิลิกาเจลที่เคลือบด้วยไดไธโซน ลงในหลอดแก้วที่มีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 0.3 มิลลิเมตรและมีความยาว 10-15 เซนติเมตรโดยทำการศึกษาประสิทธิภาพของซิลิกาเจล ที่ผ่านการเคลือบด้วยไดไธโซน ที่ร้อยละการเคลือบเป็น 0.0001%, 0.0005%, 0.001%, 0.005%, 0.01%, 0.05%, 0.1%, 0.5%, 1% และ 5% โดยน้ำหนัก พบว่าที่ร้อยละการเคลือบ 0.001% มีความเหมาะสมเพราะซิลิกาไดไธโซนจะเกิดการเปลี่ยนแปลงจากสีม่วงเป็นสีแดงอมชมพูอย่างชัดเจนเมื่อทำปฏิกิริยากับแคดเมียม(II) ในน้ำตัวอย่าง การระบุสเกลที่ข้างหลอดตรวจวัดได้มาจากการทดสอบหลอดตรวจวัดด้วยสารละลายมาตรฐานแคดเมียม(II) ที่ความเข้มข้น 0.03 , 0.5 , 1 , 5 , 10 และ 15 ppm การศึกษาประสิทธิภาพของหลอดตรวจวัดทดสอบกับน้ำตัวอย่างจากนิคมอุตสาหกรรมลาดกระบังเปรียบเทียบผลกับวิธีไดไธโซน ได้ผลการทดลองใกล้เคียงกัน แสดงว่าหลอดตรวจวัดที่เตรียมขึ้นมีประสิทธิภาพในการวิเคราะห์แคดเมียม(II)ได้อย่างถูกต้อง แม่นยำ สะดวก รวดเร็ว สามารถนำไปใช้ประโยชน์ในงานภาคสนามได้

คำสำคัญ : หลอดตรวจวัด , แคดเมียม(II) (Cd^{2+})

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

Special Project Title	Preparation of detector tube for testing iron(II)	
Name	Jindaphan	Chanprasert
	Parinya	Sopanon
	Saran	Amatariyakul
Department	Chemistry	Faculty of Science
Program	Analytical – Instrument Industrial Chemistry	
Academic Year	2005	
Special Project Advisor	Assist . Kanita tangkananurak	

ABSTRACT

This project is aimed to study the preparation of detector tube for testing cadmium(II). The detector tube was prepared by packing silica - dithizone into a glass tube(3 mm. i.d. and 10-15 cm. length) . Dithizone was coated on silica gel at 0.0001%, 0.0005%, 0.001%, 0.005%, 0.01%, 0.05%, 0.1%, 0.5%, 1% and 5% by weight. It was found that at 0.001% is suitable percent coating. Because the silica - dithizone color could change to be strange pink when react with cadmium(II) in water sample. The scale beside the detector tube was studied by testing detector tube with standard solution of iron(II) 0.03 , 0.5 , 1 , 5 , 10 and 15 ppm. Efficiency of detector tube was studied by testing with water sample from Ladkrabang Industrial Estate and then compared with dithizone method . The measured cadmium(II) values from detector tube agreed well with the values from the standard method. From the study, it was found that the detector tube is effective, sample rapid and inexpensive and is very useful for field test.

Keyword : Detector tube, Cadmium ion

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

กิตติกรรมประกาศ

โครงงานพิเศษนี้สามารถลุล่วงไปได้ด้วยดีในครั้งนี้ สืบเนื่องมาจากความช่วยเหลือ และความกรุณาของทุกๆท่าน ขอขอบคุณ ผศ.คณิตา ตังคณานุรักษ์ ที่ได้ให้คำแนะนำในเรื่องการทำรายงานและคำแนะนำอื่นๆ อาจารย์ภาควิชาเคมีทุกท่าน อีกทั้งเจ้าหน้าที่ห้องปฏิบัติการเคมีและเจ้าหน้าที่ธุรการภาควิชาเคมีทุกท่านที่ให้ความช่วยเหลือในทุกด้านอย่างเต็มที่และขอขอบคุณพี่ ป.โท ทุกท่านที่ให้คำแนะนำดีที่เป็นประโยชน์ในการทำโครงงานพิเศษนี้

ขอขอบคุณ รศ.อรุณี คงศักดิ์ไฟศาล และ ดร.วิบูลย์ ประดิษฐ์เวียงคำ ที่กรุณาติดตามตรวจสอบ ดูแลเอาใจใส่อย่างใกล้ชิด และ ให้คำปรึกษาจนผลงานสำเร็จลงได้ในที่สุด

สุดท้ายนี้ข้าพเจ้าขอกราบขอบพระคุณ คุณพ่อ คุณแม่ และบุคคลในครอบครัวที่ให้ความรัก ความเข้าใจและเป็นกำลังใจมาโดยตลอด รวมถึงขอขอบใจเพื่อนในภาคเคมีทุกๆคนที่คอยให้ความช่วยเหลือเป็นอย่างดีตลอดการทำโครงงานพิเศษฉบับนี้

คณะผู้จัดทำสำนึกในพระคุณของทุกท่าน และถือโอกาสนี้กราบขอบพระคุณทุกๆท่านที่ให้ความกรุณา ให้กำลังใจ ให้คำปรึกษา คำแนะนำที่ดีๆ และอดทนกับโครงงานนี้มาโดยตลอด ขอขอบพระคุณ ณ โอกาสนี้ด้วย

จินดาพรรณ จันทร์ประเสริฐ
ปริญญา โสภานนท์
สรัญ อมตาริยกุล

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

สารบัญ

		หน้า
บทคัดย่อภาษาไทย		ก
บทคัดย่อภาษาอังกฤษ		ข
กิตติกรรมประกาศ		ค
สารบัญ		ง
สารบัญตาราง		ฉ
สารบัญรูป		ช
บทที่ 1	บทนำ	
	1.1 ความเป็นมาของโครงงานพิเศษ	1
	1.2 วัตถุประสงค์	2
	1.3 ขอบเขตงานวิจัย	2
	1.4 ขั้นตอนการวิจัยและวิธีการดำเนินงาน	2
	1.5 ผลที่คาดว่าจะได้รับ	3
บทที่ 2	**ทฤษฎีและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง**	
	2.1 โลหะหนัก	4
	2.2 แคดเมียม	4
	2.3 ซิลิกาเจล	8
	2.4 ไดไธโซน	9
บทที่ 3	วิธีการดำเนินงานทดลอง	
	3.1 เครื่องมือและอุปกรณ์	11
	3.2 สารเคมี	12
	3.3 การเตรียมสารเคมี	12
	3.4 การเตรียมซิลิกา - ไดไธโซน และการเตรียมหลอดตรวจวัด	14
	3.5 การเตรียมหลอดตรวจวัด	15
	3.6 ศึกษาหาร้อยละการเคลือบของไดไธโซนที่เหมาะสม	17

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

สารบัญ (ต่อ)

		หน้า
	3.7 ศึกษาเวลาที่เหมาะสมในการตรวจวัด	17
	3.8 การระบุสเกลข้างหลอดตรวจวัด	18
	3.9 ศึกษาประสิทธิภาพของหลอดตรวจวัดที่เตรียมขึ้นกับวิธีมาตรฐาน	18
บทที่ 4	**ผลการทดลอง**	
	4.1 ผลจากการเตรียมซิลิกาเจลและการตรวจสอบคุณสมบัติทางกายภาพ	20
	4.2 การศึกษาร้อยละของการเคลือบของไดไธโซนที่เหมาะสม	21
	4.3 การระบุสเกลที่ข้างหลอดตรวจวัด	22
	4.4 ศึกษาประสิทธิภาพของหลอดตรวจวัดที่เตรียมขึ้นโดยเปรียบเทียบกับวิธีมาตรฐาน	24
	4.5 ผลการเปรียบเทียบปริมาณแคดเมียม (II) ในน้ำตัวอย่างโดยวิธี ไดไธโซน กับการวัดปริมาณแคดเมียม(II) ในน้ำตัวอย่างโดยใช้หลอดตรวจวัดที่เตรียมขึ้น	26
บทที่ 5	**สรุปผลการทดลอง**	27
บรรณานุกรม		30
ภาคผนวก		31

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

สารบัญตาราง

หน้า

ตารางที่ 1.1 แสดงขั้นตอนการวิจัยและช่วงเวลาค่าการวิจัย 3

ตารางที่ 3.1 แสดงอัตราส่วนปริมาณซิลิกาเจลและไดไธโซน ที่ใช้ในการเคลือบที่ร้อยละการเคลือบต่างๆ 14

ตารางที่ 4.1 แสดงการเปลี่ยนสีของ ซิลิกา-ไดไธโซน ที่ร้อยละการเคลือบต่างกัน 21

ตารางที่ 4.2 การระบุสเกลที่ข้างหลอดตรวจวัด 22

ตารางที่ 5.1 แสดงช่วงความสูงของซิลิกา-ไดไธโซนที่เปลี่ยนสี กับความเข้มข้นของแคดเมียม 28

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

สารบัญรูป

หน้า

รูปที่ 2.1 แสดงลักษณะโครงสร้างของ silica gel แสดงให้เห็นพันธะต่างๆและ silanol group 8
รูปที่ 2.2 แสดงสูตรโครงสร้างของไคไธโซน 9
รูปที่ 2.3 แสดงปฏิกิริยาระหว่างโลหะกับไคไธโซน 10
รูปที่ 3.1 แสดงขั้นตอนการบรรจุสำลีลงในหลอดแก้ว 15
รูปที่ 3.2 แสดงการใส่ซิลิกาเจลที่ไม่ได้ผ่านการเคลือบ 16
รูปที่ 3.3 แสดงหลอดแก้วที่ใส่ซิลิกาเจลที่ไม่ได้ผ่านการเคลือบ เพื่อปรับระดับเริ่มต้นให้สม่ำเสมอ 16
รูปที่ 3.4 แสดงหลอดแก้วที่บรรจุซิลิกาเจลที่ผ่านการเคลือบด้วยไคไธโซน 16
รูปที่ 3.5 แสดงหลอดแก้วที่บรรจุซิลิกาเจลเรียบร้อยแล้ว 17
รูปที่ 4.1 แสดงรูปร่างของซิลิกาจากการวิเคราะห์ด้วยเครื่องScanning Electron Microscopy (SEM) 20
รูปที่ 4.2 แสดงการระบุสเกลที่ข้างหลอดตรวจวัด 23
รูปที่ 4.3 แสดงกราฟมาตรฐานของสารละลายแคดเมียม (II) ที่ความเข้มข้น 0.03 , 0.5 , 1 , 5 , 10 และ 15 ppm 24

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

บทที่ 1
บทนำ

1.1 ความเป็นมาของโครงงานพิเศษ

ปัจจุบันมีการขยายตัวของโรงงานอุตสาหกรรมเกิดขึ้นมากมายภายในเขตเมืองสำคัญ ก่อให้เกิดปัญหามลพิษที่ส่งผลกระทบต่อสภาพแวดล้อมโดยเฉพาะสารตกค้างพวกโลหะหนัก เช่น โครเมียม ทองแดง ตะกั่ว ปรอท หรือ เหล็ก ที่ปนเปื้อนมากับน้ำทิ้งจากโรงงานอุตสาหกรรมจัดเป็นสาเหตุสำคัญที่ทำให้เกิดปัญหามลพิษทั้งทางน้ำ ทางอากาศ และทางดิน โดยเฉพาะอย่างยิ่งปัญหาเรื่องน้ำเสียจะส่งผลกระทบโดยตรงต่อสิ่งมีชีวิตที่อาศัยในแม่น้ำลำคลองและมนุษย์ที่ใช้แหล่งน้ำหรือแม่น้ำต่างๆหรือเพื่อการอุปโภคบริโภค

แคดเมียมมีพิษร้ายแรง การบริโภคแคดเมียมเข้าไปจะทำให้ร่างกายเกิดอาการผิดปกติต่างๆ เช่น คลื่นเหียน อาเจียน ท้องร่วงและอาจถึงแก่ชีวิตได้ แคดเมียมสามารถเข้าไปสะสมอยู่ในอวัยวะสำคัญต่างๆ ของร่างกายเช่น ตับ ไต และตับอ่อน ซึ่งอาจเป็นสาเหตุของโรคมะเร็งทางหนึ่ง นอกจากนี้ในน้ำที่มีแคดเมียมปริมาณเพียง 200 ไมโครกรัมต่อลิตรสามารถก่อให้เกิดพิษกับปลา แคดเมียมสามารถเข้าสู่ร่างกายได้โดยผ่านทางน้ำและอาหารที่มีภาชนะบรรจุเป็นกระป๋องที่มีแคดเมียมเป็นส่วนผสม ดังนั้นในน้ำดื่มจึงกำหนดให้มีแคดเมียมได้ไม่เกิน 0.01 มิลลิกรัมต่อลิตร พบแคดเมียมได้ทั้งในแหล่งน้ำผิวดินและใต้ดิน เนื่องจากการปล่อยน้ำทิ้งของโรงงานอุตสาหกรรมประเภททำโลหะผสม ชุบโลหะ เซรามิค และอุตสาหกรรมถ่ายรูปและจากท่อชุบโลหะที่เสื่อมสภาพ

งานทางด้านการวิเคราะห์และงานวิจัยที่เกี่ยวกับการตรวจวัดแคดเมียมส่วนใหญ่จะต้องทำในห้องปฏิบัติการและใช้เครื่องมือที่มีขนาดใหญ่และราคาแพง โครงงานวิจัยนี้จึงได้คิดผลิตหลอดตรวจวัด(Detector tube)สำหรับหาปริมาณแคดเมียม (II) ซึ่งมีขนาดเล็ก สามารถใช้งานได้ง่าย ราคาถูกและให้ผลการวัดที่มีความถูกต้องอยู่ในเกณฑ์ที่ยอมรับได้สำหรับใช้ในการวิเคราะห์หาปริมาณแคดเมียมในน้ำและสามารถนำไปใช้ในสถานที่นอกห้องปฏิบัติการ เช่น ออกภาคสนามได้ สะดวกและผู้ใช้ไม่จำเป็นต้องมีความเชี่ยวชาญหรือมีประสบการณ์สูง โดยหลอดตรวจวัดจะผลิตจากหลอดแก้วที่มีเส้นผ่านศูนย์กลางประมาณ 3-5 มิลลิเมตร ยาว 10-15 เซนติเมตร ภายในบรรจุด้วยซิลิกาเจลที่มีอนุภาคขนาด 100 เมช และเคลือบด้วยสารเคมีที่สามารถทำปฏิกิริยากับสารที่ต้องการวิเคราะห์แล้วเกิดการเปลี่ยนสีได้ เรียกสารที่นำมาเคลือบนี้ว่า ดีเทคติงค์ รีเอเจนท์(Detecting Reagent) โครงงานวิจัยนี้ใช้ไดไธโซนเป็นดีเทคติงค์ รีเอเจนท์

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

1.2 วัตถุประสงค์

1.เพื่อผลิตหลอดตรวจวัดสำหรับตรวจวัดปริมาณแคดเมียมในน้ำซึ่งเป็นหลอดที่ขนาดเล็กใช้งานได้สะดวก รวดเร็ว และให้ผลการวิเคราะห์ที่มีความถูกต้องอยู่ในเกณฑ์ที่ยอมรับได้และมีต้นทุนในการผลิตถูก

2.เพื่อศึกษาประสิทธิภาพในการตรวจวัดปริมาณแคดเมียมด้วยหลอดตรวจวัดที่เตรียมขึ้นเปรียบเทียบกับวิธีตรวจวัดที่เป็นมาตรฐาน

1.3 ขอบเขตของการวิจัย

1. ศึกษาวิธีการเคลือบซิลิกาเจลที่เหมาะสมด้วย ไดไธโซน โดยใช้ซิลิกาเจลขนาด 100 เมช และแปรผันที่เปอร์เซ็นต์การเคลือบ 0.0001% , 0.0005% , 0.001% , 0.005%, 0.01%, 0.05%, 0.1% , 0.5% , 1% และ 5% w/w ตามลำดับ

2. ศึกษาการบรรจุ (Pack) ซิลิกาเจลที่เคลือบด้วย ไดไธโซน ในหลอดแก้วขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางประมาณ 3 มิลลิเมตร

3. ศึกษาประสิทธิภาพการตรวจวัดของหลอดตรวจวัดที่บรรจุซิลิกาเจลที่เคลือบด้วย ไดไธโซน 0.0001% , 0.0005% , 0.001% , 0.005% , 0.01% , 0.05% , 0.1% , 0.5% , 1% และ 5% w/w ในสารละลายมาตรฐานแคดเมียม (II) เข้มข้น 0.03 , 0.5 , 1 , 5 , 10 และ 15 ppm และเปรียบเทียบกับวิธีมาตรฐานซึ่งในที่นี้ใช้วิธี ไดไธโซนเพื่อกำหนดสเกลบนหลอดตรวจวัด

4. ศึกษาประสิทธิภาพของหลอดตรวจวัดที่ผลิตได้กับน้ำตัวอย่างจริง

1.4 ขั้นตอนการวิจัย

ขั้นตอนการวิจัยและช่วงเวลาค่าการวิจัยแสดงดังตารางที่ 1.1

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ตารางที่ 1.1 แสดงขั้นตอนการวิจัยและช่วงเวลาค่าการวิจัย

งานที่ทำ	พ.ค. 2548	มิ.ย. 2548	ก.ค. 2548	ส.ค. 2548	ก.ย. 2548	ต.ค. 2548	พ.ย. 2548	ธ.ค. 2548	ม.ค. 2549	ก.พ. 2549	มี.ค. 2549
การเก็บและรวบรวมข้อมูล		←	—	—	—	→					
การเก็บตัวอย่างน้ำ											↔
การเตรียมซิลิกา							←	—	→		
การทดสอบความสามารถของซิลิกาในการดูดซับแคดเมียม							←	—	→		
การแพคซิลิกาเข้าสู่หลอดแก้วและกำหนดระดับบอกปริมาณ								←	—	→	
การเปรียบเทียบมาตรฐานวิธีการวิเคราะห์								←	—	→	

1.5 ผลที่คาดว่าจะได้รับ

1. สามารถสร้างหลอดตรวจวัดที่สามารถตรวจวิเคราะห์ปริมาณแคดเมียมในน้ำที่สามารถใช้งานได้ง่าย ขนาดเล็ก ราคาถูก ให้ผลการวิเคราะห์รวดเร็วและมีความถูกต้องในเกณฑ์ที่ยอมรับได้

2. สามารถเป็นแนวทางในการศึกษาและผลิตหลอดตรวจวัดที่ใช้ตรวจวัด สารอินทรีย์และสารอนินทรีย์อื่นๆต่อไป

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

บทที่ 2
ทฤษฎีและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

2.1 โลหะหนัก

โลหะหนัก หมายถึงโลหะที่มีความหนาแน่นมากกว่า 5 กรัมต่อลูกบาศก์เซนติเมตร เช่น ตะกั่ว แคดเมียม ปรอท นิกเกิล เหล็ก เป็นต้น โดยทั่วไปโลหะหนักมีสถานะเป็นของแข็ง ยกเว้นปรอทที่มีสถานะเป็นของเหลวที่อุณหภูมิปกติ ซึ่งโลหะหนักโดยทั่วไปมีสมบัติทางกายภาพคล้ายคลึงกัน ได้แก่ การนำไฟฟ้าและการนำความร้อนได้ดี มีความมันวาว และสามารถนำมาตีเป็นแผ่นบางๆ ได้ ส่วนสำคัญที่สำคัญด้านเคมี คือสามารถรวมตัวกับสารอื่นเป็นสารประกอบเชิงซ้อนได้หลายรูปแบบที่เสถียรกว่าโลหะหนัก

โลหะหนักสามารถจัดแบ่งโดยอาศัยแนวโน้มความเป็นพิษต่อสภาวะแวดล้อมได้ คือ กลุ่มโลหะที่มีความเป็นพิษต่อสภาวะแวดล้อมสูงมาก ได้แก่ As,Au,Cd,Cu,Cr,Hg,Pb,Sb,Sn,Te และ Zn และกลุ่มโลหะที่มีความเป็นพิษต่อสภาวะแวดล้อมสูงลงมา ได้แก่ Ba,Bi,Fe,Mo,Ti,U

ความเป็นพิษของโลหะชนิดเป็นผลมาจากมนุษย์ได้รับสารเหล่านั้นในปริมาณที่แตกต่างกัน และก่อให้เกิดอันตรายแก่ร่างกาย แหล่งที่มาสำคัญของโลหะเหล่านี้ก็คือ จากกระบวนการผลิตในโรงงานอุตสาหกรรม ซึ่งสามารถปนเปื้อนมากับน้ำทิ้งของโรงงานอุตสาหกรรม จากนั้นจึงเกิดการปนเปื้อนเข้าสู่สิ่งแวดล้อมในดิน น้ำ อากาศ และผลผลิตทางการเกษตร และเข้าสู่ร่างกายของมนุษย์ และมีผลต่อการเมตาบอลิซึม

2.2 แคดเมียม

แคดเมียม คือโลหะที่เป็นเงาวับ ใช้ทำสิ่งของต่างๆ เช่น เส้นลวด กันชนรถยนต์ แต่จริงๆ แล้วโลหะแคดเมียมนั้นมิได้ใช้เพียงงานดังกล่าวเท่านั้น แต่ยังใช้ในกิจการอื่นๆ อีกมากมาย ส่วนใหญ่ใช้ในอุตสาหกรรมต่างๆ ประมาณร้อยละ 50 ใช้ในการเคลือบเงาด้วยไฟฟ้าที่เรียกว่า Electroplated coating จะได้ผิวโลหะที่เคลือบด้วยแคดเมียมเป็นเงางามและทนต่อการกัดกร่อน ไม่เป็นสนิมนอกเสียจากจะมีการหลุดลอกของแคดเมียมที่เคลือบอยู่ โลหะภายในซึ่งส่วนใหญ่เป็นเหล็กก็จะเป็นสนิมได้ โลหะที่เคลือบด้วยแคดเมียมจะใช้ในอุปกรณ์รถยนต์ต่างๆ ทั้งที่เป็นส่วนของเครื่องยนต์และส่วนประกอบอื่นๆ รวมไปถึงน็อตและสกรูด้วย จะกันสนิมได้ดี นอกจากนั้นโลหะเคลือบแคดเมียมยังใช้เป็นชิ้นส่วนของเครื่องบิน วิทยุ โทรทัศน์ ตู้เย็น และอื่นๆ อีกมากมาย

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

นอกจากนี้แคดเมียมยังอยู่ในรูปของสารประกอบต่างๆ อีกมากมาย เช่น แคดเมียมซัลไฟด์ และ แคดเมียมซัลโฟซีลีไนต์ ใช้เป็นตัวสีในสิ่งต่างๆ พลาสติก สีทา สีพ่น หมึก ยาง เสื้อผ้า และสีที่จิตรกรใช้ในการวาดภาพหรือทาชิ้นงานจิตรกรรมต่างๆ เพราะให้สีสวย สารประกอบแคดเมียมบางชนิดใช้เป็นสารเพิ่มความคงตัวของพลาสติก เช่น แคดเมียมสเตียเรท

โลหะแคดเมียมยังใช้ผสมกับโลหะอื่นเป็นโลหะอัลลอยด์ เช่น ผสมกับโลหะทองแดงจะช่วยเพิ่มความเหนียวและความทนทานต่อการสึกหรอให้กับทองแดงด้วย โดยเฉพาะอย่างยิ่งยังทนอุณหภูมิสูงด้วย นำไปใช้ผลิตอุปกรณ์ต่างๆ ที่ต้องทนความร้อน เช่น ทำหม้อน้ำรถยนต์ หรืออุปกรณ์เครื่องเย็นต่างๆ ที่ต้องระบายความร้อนมากๆ ถ้านำแคดเมียมไปผสมกับโลหะเงินจะได้โลหะอัลลอยด์ที่เงางาม ใช้ในการผลิตเครื่องประดับอัญมณีต่างๆ ประโยชน์ของแคดเมียมยังขยายการใช้ไปในอุตสาหกรรมการผลิตแบตเตอรี่ขนาดเล็กที่เรียกว่า แคดเมียม-นิเกิล แบตเตอรี่ (Cd-Ni batteries) สำหรับการใช้กับอุปกรณ์ขนาดเล็ก เช่น นาฬิกา เครื่องคิดเลข กล้องถ่ายรูป และวิทยุเล็กๆ เป็นต้น ยังมีสารประกอบแคดเมียมประเภท แคดเมียมโบรไมด์ แคดเมียมไอโอไดด์ ใช้บ้างในการถ่ายรูป

นอกจากนี้ยังพบว่าโลหะแคดเมียมใช้ใน Photoelectric cells ผสมในสารฆ่าเชื้อราที่ใช้ในกิจการเกษตร และปัจจุบันยังใช้ในเตาปฏิกรณ์ปรมาณูด้วย

การรับแคดเมียมเข้าสู่ร่างกาย

จากการใช้อย่างกว้างขวางดังกล่าวนี้ จึงทำให้สามารถพบโลหะแคดเมียมปะปนอยู่ในสิ่งแวดล้อม บรรยากาศ และในอาหารที่คนเรากินโดยทั่วไป ดังนั้นมนุษย์เราจึงได้รับแคดเมียมเข้าไปในร่างกายได้หลายทางโดยไม่รู้ตัว เช่น คนงานที่ทำงานใช้โลหะแคดเมียมจะได้รับทางการหายใจเป็นส่วนใหญ่ คนทั่วๆ ไปจะได้รับจากอาหารที่กินเข้าไปเป็นหลัก และได้รับจากอากาศเล็กน้อยขึ้นกับความสะอาดของอากาศ แต่คนที่สูบบุหรี่จะได้รับโลหะแคดเมียมจากบุหรี่มากพอสมควร

สำหรับแคดเมียมในอาหารนั้นจะมีมากหรือน้อยขึ้นอยู่กับแหล่งผลิตอาหาร และการปนเปื้อนของแคดเมียมในสิ่งแวดล้อมซึ่งเข้าไปปนอยู่ในน้ำ และในดิน บริเวณใดที่มีโลหะแคดเมียมในดินสูงและมีการปลูกพืชบริเวณนั้น จะมีปริมาณแคดเมียมในพืชนั้นสูงตามไปด้วย ตัวอย่างเช่น กรณีของบางเมืองในประเทศญี่ปุ่นที่อยู่บริเวณตอนใต้ของการทำเหมืองแร่ จะมีโลหะแคดเมียมถูกชะลงมาตามน้ำและสะสมในดิน เมื่อปลูกข้าวในบริเวณนั้นจะพบว่ามีปริมาณของแคดเมียมในข้าวสูงมาก จนทำให้คนญี่ปุ่นที่รับประทานข้าวจากบริเวณนั้นป่วยเป็นโรคพิษจากแคดเมียมกันมากมาย เพราะฉะนั้นน้ำจึงเป็นตัวพาแคดเมียมไปสะสมในที่ต่างๆ ถ้ายิ่งน้ำฝนที่เป็นกรดด้วยก็จะเพิ่มปริมาณการสะสมแคดเมียมในดิน พืชจึงดูดไปสะสมได้มากขึ้น

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

พิษของแคดเมียมและอันตรายที่เกิดขึ้น

การได้รับแคดเมียมจำนวนมากอาจทำให้เกิดพิษฉับพลันได้ แต่ส่วนใหญ่โรคที่เกิดจากแคดเมียมมักเป็นชนิดเรื้อรัง โดยการได้รับแคดเมียมติดต่อกันเป็นเวลานาน โรคที่เกิดอาจแบ่งเป็นกลุ่มได้ดังนี้

1. โรคปอดเรื้อรัง การได้รับแคดเมียมนานๆ และในปริมาณมากโดยเฉพาะจากการหายใจ จะทำให้เกิดการอุดตันภายในปอด ซึ่งเป็นเพราะมีการอักเสบของหลอดลม มีพังผืดจับในทางเดินหายใจส่วนล่าง และมีการทำลายของถุงลมซึ่งจะกลายเป็นโรคถุงลมโป่งพองในที่สุด ผู้ที่มีความเสี่ยงมากคือคนทำงานกับผงแคดเมียมโดยตรง เช่น โรงงานแบตเตอรี่ขนาดเล็ก
2. โรคไตอักเสบ จะแสดงออกโดยมีการอักเสบของไต โดยเฉพาะอย่างยิ่งที่ท่อในไตซึ่งจะพบแคดเมียมในปัสสาวะสูง มีโปรตีน กลูโคสสูงในปัสสาวะ การทำงานทางท่อในไตเสียการทำงาน พบว่ามีการสะสมของแคดเมียมที่หมวกไตก่อให้เกิดการอักเสบและเป็นอันตรายต่อไป และอาจเป็นไตวายได้ในที่สุดการเกิดโรคไตอักเสบนี้จะเป็นแบบถาวร แม้ว่าจะไม่ได้รับแคดเมียมต่อไปแล้ว แต่ไตก็ยังไม่สามารถฟื้นคืนกลับมาดังเดิมได้
3. โรคกระดูก แคดเมียมทำให้เกิดการสูญเสียแคลเซียมออกมาในปัสสาวะสูง และอาจมีแคดเมียมเข้าไปสะสมในกระดูกทำให้กระดูกพรุน และมีอาการปวดกระดูกอย่างมาก โดยเฉพาะอย่างยิ่ง อาการปวดกระดูกสะโพก เช่นที่เกิดกับชาวญี่ปุ่นที่เมืองฟูซู ในช่วงก่อนและระหว่างสงครามโลกครั้งที่ 2 ซึ่งเรียกโรคนี้ว่า อิไตอิไต (itai itai) หรือ เอาซ์ เอาซ์ (ouch ouch) ชื่อโรคมาจากเสียงร้องอย่างเจ็บปวดในภาษาญี่ปุ่น ซึ่งได้รับแคดเมียมมากเป็นเวลานานจากการกินข้าวที่ปนเปื้อนด้วยแคดเมียมมาก คนกลุ่มนี้จะมีกระดูกเปราะ แตกหักง่าย และอาจมีความสูงลดลงได้ เพราะการสูญเสียแคลเซียมทำให้เป็นโรคกระดูกพรุน
4. โรคความดันโลหิตสูงและโรคหัวใจ พบว่าแคดเมียมทำให้ความดันโลหิตสูงขึ้นมากและมีโอกาสเป็นโรคหัวใจสูงขึ้นด้วย ซึ่งอาจจะเป็นการร่วมกันกับโรคไตดังที่กล่าวมาแล้ว
5. โรคมะเร็ง มีข้อมูลการศึกษาติดตามคนงานที่ทำงานสัมผัสกับแคดเมียม เช่น โรงงานทำแบตเตอรี่แห้งขนาดเล็ก พบว่ามีความเสี่ยงต่อการเป็นโรคมะเร็งปอด สูงกว่าคนทั่วไปและอาจมีผลต่อการเสี่ยงเป็นโรคมะเร็งของต่อมลูกหมากด้วย

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

สรุปแคดเมียม (Cadmium : Cd)

แคดเมียม

เป็นโลหะที่ปนเปื้อนจากอุตสาหกรรมของเสียที่ทิ้งโดยไม่ผ่านกรรมวิธีกำจัดของเสีย และอีกส่วนหนึ่งมาจากปุ๋ย เนื่องจากปุ๋ยฟอสเฟตจะมีแคดเมียมเจือปนอยู่ ดังนั้นการใส่ปุ๋ยในไร่นา ก็เป็นการเติมแคดเมียมด้วยเช่นกัน ซึ่งจะเกิดการปนเปื้อนมาสู่อาหารได้

คุณลักษณะของแคดเมียม

1. เป็นโลหะหนัก มีสีขาว สีฟ้า วาว
2. เนื้ออ่อน สามารถบิดโค้งงอได้และถูกตัดได้ง่ายด้วยมีด มักอยู่ในรูปแท่ง แผ่น เส้นลวด หรือเป็นผงเล็กๆ
3. ในอากาศชื้นแคดเมียมจะถูกออกซิไดซ์ให้เป็นแคดเมียมออกไซด์
4. แคดเมียมละลายได้ทั้งกรดอินทรีย์ และกรดอนินทรีย์

การเข้าสู่ร่างกายของแคดเมียม มี 2 ทางด้วยกัน

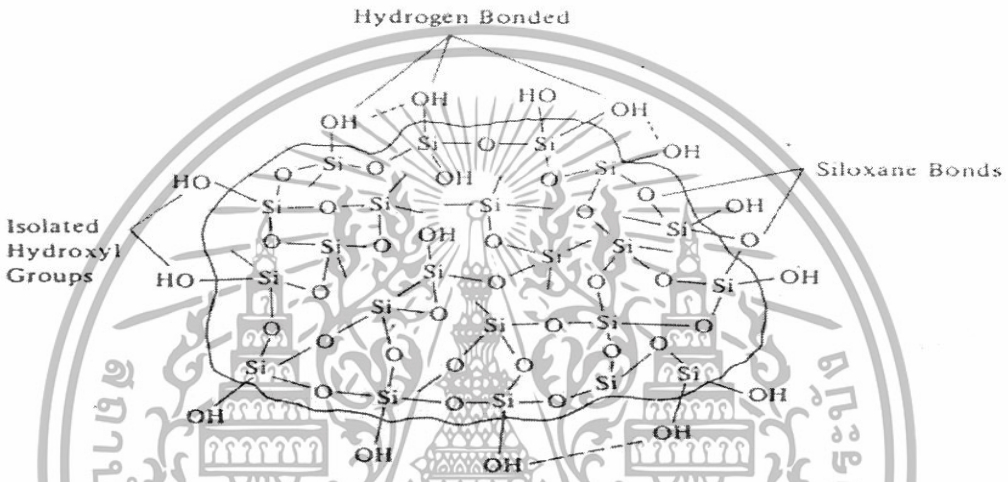
1. ทางปาก โดยการกินอาหารที่มีการปนเปื้อนของแคดเมียม เช่นอาหารทะเล
2. ทางจมูก โดยการหายใจเอาควัน หรือฝุ่นแคดเมียมเข้าไป เช่น เหมืองสังกะสี

ประโยชน์	โทษ
1. ใช้ในอุตสาหกรรมต่อเรือเป็นตัวชุบเหล็กกล้ากันสนิม	1. ทำให้กระดูกผุ มีอาการเจ็บปวดมาก
2. ใช้ในอุตสาหกรรมแก้วเซรามิค เม็ดพลาสติก โดยใช้เป็นรงควัตถุที่ใช้สีสดใสโดยเฉพาะสีแดง สีเหลือง	2. ทำให้ฟันมีคราบสีเหลือง
3. ใช้ในอุตสาหกรรมของเด็กเล่น	3. เป็นสารก่อมะเร็งที่ไตและต่อมลูกหมาก
4. ใช้ในอุตสาหกรรมพีวีซีทำให้มีความทนทานไม่แตกง่าย	4. ทำให้สูญเสียประสาทการดมกลิ่น
5. ใช้ในอุตสาหกรรมแบตเตอรี่ ที่สามารถอัดไฟฟ้าเข้าใหม่ได้ เช่น ถ่านนิคเคิลแคดเมียม	5. ทำให้เลือดจาง
6. ช่วยให้โลหะผสมสังกะสีขึ้นรูปเป็นปลอกถ่านไฟฉายได้ง่ายขึ้น	6. อาการเฉียบพลัน คือ คลื่นไส้ อาเจียน ท้องเสีย ปวดศรีษะ ปวดกล้ามเนื้อน้ำลายไหล ปวดท้อง และช็อค
7. ใช้ในร้านทันตกรรม ซึ่งเป็นส่วนผสมของอมาลกัม (Amalgam)	7. ทำให้เส้นเลือดฝอยตีบ มีผลกระทบต่อภูมิคุ้มกัน
	8. ทำให้ความดันโลหิตสูง
	9. ทำให้เป็นโรคถุงลมโป่งพอง

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

2.3 ซิลิกาเจล (Silica Gel)

ซิลิกาเจลจัดเป็นตัวดูดซับที่เฉพาะเจาะจงอันเนื่องมาจากมีหมู่ไฮดรอกซิล (Hydroxyl group) บนผิวของซิลิกาซึ่งจะเป็นส่วนที่สำคัญในการดูดซับด้วยแรงการกระจาย แรงไดโพล-ไดโพล แรงเหนี่ยวนำและพันธะไฮโดรเจน ปรากฏการณ์ที่สำคัญต่อการดูดซับของซิลิกาเจลคือการเกิดพันธะไฮโดรเจนดังรูปที่ 2.1



รูปที่ 2.1 แสดงลักษณะโครงสร้างของ silica gel แสดงให้เห็นพันธะต่างๆและ silanol group

การเคลือบของเหลวลงบนซิลิกาเจล

การเคลือบของเหลวลงบนซิลิกาเจลควรจะเคลือบให้ได้อย่างสม่ำเสมอบนผิวของซิลิกาเจล และเคลือบให้เป็นแผ่นฟิล์มบางๆ และเฟสของเหลวที่นำมาเคลือบนั้นไม่ควรเกิดการไฮโดรไลซ์หรือเกิดปฏิกิริยาออกซิเดชัน หรือเกิดการระเหยในระหว่างการเคลือบและซิลิกาเจลที่ต้องการจะเคลือบนั้นจะต้องไม่ควรแตกหักง่าย

การเคลือบเฟสของเหลวลงบนซิลิกาเจลนั้นใช้เป็นร้อยละของการโลด(% loading) นิยมใช้ 10% loading แปลว่าใช้ซิลิกาเจล 90 กรัม และเฟสของเหลว10กรัม จึงจะทำให้ 10%loading มีความจุมาก(larger capacity) ถ้าการโลดเฟสของเหลวมากกว่าร้อยละ 20 จะทำให้เฟสของเหลวที่เคลือบอยู่มีความหนืด

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

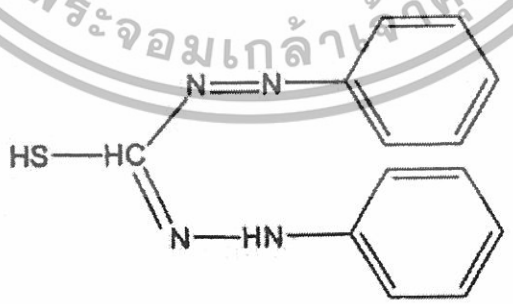
การเคลือบของเหลวลงบนซิลิกาเจล ทำได้ 2 วิธี

1. นำเฟสของเหลวที่ทราบมวลแน่นอนไปละลายในตัวทำละลายที่เหมาะสมมีจุดเดือดต่ำ (ปริมาตรที่ใช้ 50-70 ลูกบาศก์เซนติเมตร) จากนั้นเทลงในจานระเหย (evaporating dish) ที่มีซิลิกาเจลที่ทราบมวลแน่นอนแล้วคนให้ของผสมเข้ากันให้ดี ต่อจากนั้นก็นำไประเหยเอาตัวทำละลายออกเป็นเวลา 5-6 นาที จนกระทั่งของผสมแห้งก็จะได้เฟสของเหลวเคลือบบนซิลิกาเจล

2. ทำเหมือนข้อ 1. แต่จะใช้เครื่องระเหยแบบหมุน(rotary evaporator)แทนจานระเหย เนื่องจากการใช้จานระเหยพร้อมกับการคนด้วยมือนั้นจะทำให้เฟสของเหลวที่เคลือบลงบนซิลิกาเจลไม่มีความสม่ำเสมอแต่เมื่อใช้เครื่องระเหยแบบหมุนอาจจะช่วยให้การเคลือบเฟสของเหลวลงบนซิลิกาเจลเกิดขึ้นได้อย่างสม่ำเสมอ ในกรณีที่เกิดการแตกหักของซิลิกาเจลในขณะที่เกิดการหมุนก็ให้หยุดการหมุนลงใช้ช้อนตักสาร(sputula)กดส่วนของซิลิกาเจลที่แตกหักให้ละเอียดแล้วดำเนินการหมุนต่อไป

2.4 ไดไธโซน (Dithizone)

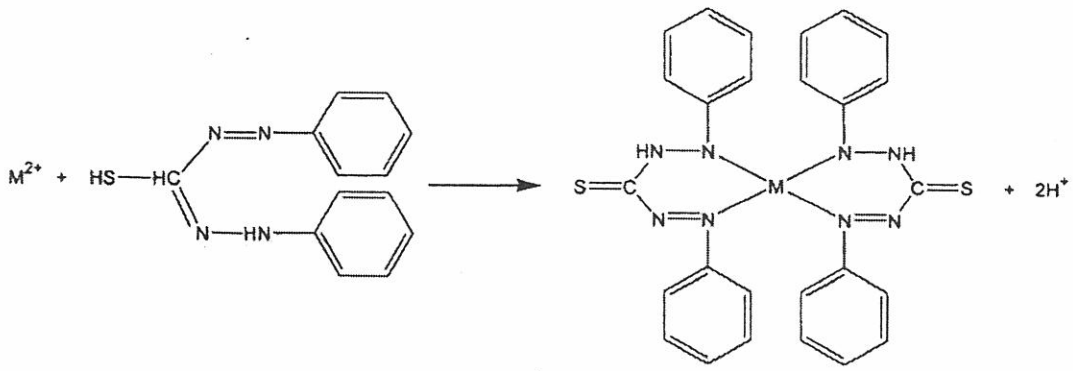
เป็นของแข็งสีม่วงดำ ไม่ละลายน้ำ แต่ละลายได้ใน แอมโมเนีย และ คลอโรฟอร์ม ได้สารละลายสีเขียว เนื่องจาก ไดไธโซน และ สารประกอบเชิงซ้อน โลหะ - ไดไธโซน ไม่ละลายน้ำ จึงต้อง ไทเทรต ในสารผสมระหว่างน้ำและแอลกอฮอล์ สารประกอบเชิงซ้อน ของ ไดไธโซน กับโลหะจะให้สีเหลือง , แดง หรือม่วง ขึ้นกับชนิดของโลหะ เช่น ในการวิเคราะห์ แคดเมียม ที่ pH 2.8 จะให้สารประกอบเชิงซ้อน แคดเมียม - ไดไธโซน สีแดงอมชมพู



Dithizone

รูปที่ 2.2 แสดงสูตรโครงสร้างของไดไธโซน

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



Dithizone

ดีเขียว

Metal-Dithizonate

ดีเหลือง, แดง, ม่วง

รูปที่ 2.3 แสดงปฏิกิริยาระหว่างโลหะ กับ ไดไธโซน

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

บทที่3
วิธีการดำเนินการทดลอง

3.1 เครื่องมือและอุปกรณ์

1. เครื่องยูวี-วิสิเบิลสเปกโทรโฟโตมิเตอร์ (UV – Visible Spectrophotometer) รุ่น 645 บริษัท JENWAY
2. เครื่องระเหยแบบหมุนอัติโนมัติ (Rotary vacuum evaporator) รุ่น SB-615 N-N series บริษัท EYELA
3. ตะแกรงร่อนขนาด 100/120 เมช
4. เครื่องมือเป่าแก้ว
5. เครื่องวัดพีเอช (PH-meter)
6. เครื่องเขย่าสาร
7. ท่อแก้วขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางยาว 3 มิลลิเมตร
8. เครื่องแก้ว

8.1 ปิเปต	ขนาด	1	ml.
	ขนาด	10	ml.
8.2 บีกเกอร์	ขนาด	50	ml.
	ขนาด	100	ml.
	ขนาด	250	ml.
	ขนาด	1000	ml.
8.3 กระบอกตวง	ขนาด	10	ml.
	ขนาด	50	ml.
8.4 ขวดรูปชมพู่	ขนาด	250	ml.
8.5 กรวยแยก	ขนาด	250	ml.
	ขนาด	500	ml.
8.6 ขวดวัดปริมาตร	ขนาด	100	ml.
	ขนาด	500	ml.
	ขนาด	1000	ml.
8.7 กระบอกน้ำกลั่น	จำนวน	1	อัน
8.8 กระจกนาฬิกา	จำนวน	2	อัน

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

8.9 กรวยกรอง จำนวน 2 อัน

8.10 หลอดหยด จำนวน 2 อัน

8.11 กระดาษกรอง

3.2 สารเคมี

1. โลหะแคดเมียม (Cd) เกรด AR บริษัท Mearck
2. โซเดียมโพแทสเซียมทาร์เทรต (Sodium Potassium Tartrate) เกรด AR บริษัท Mearck
3. โซเดียมไฮดรอกไซด์-โปแตสเซียมไซยาไนด์ (SodiumHydroxide Potassium Cyanide) เกรด AR บริษัท Fluka
4. ไฮดรอกซีลามีนไฮโดรคลอไรด์ (Hydroxylamine Hydrochloride)เกรด AR บริษัท Lab system
5. ไดไธโซน (Dithizone) เกรด AR บริษัท Fluka
6. คลอโรฟอร์ม (Chloroform) เกรด AR บริษัท Lab system
7. กรดทาร์ทาริค (Tartaric Acid) เกรด AR บริษัท Fluka
8. กรดไฮโดรคลอริกเข้มข้น (conc. Hydrochloric acid) เกรด AR บริษัท Mearck
9. ไธมอลบลูอินดิเคเตอร์ (Thymol Blue Indicator) เกรด AR บริษัท Lab system
10. โซเดียมไฮดรอกไซด์ (SodiumHydroxide) 6 นอร์มัล เกรด AR บริษัท Mearck

3.3 การเตรียมสารเคมี

1. สารละลายแคดเมียม (Stock Cadmium Solution) เข้มข้น 100 ppm.
   ชั่งเม็ดโลหะแคดเมียม 100 มิลลิกรัม แล้วละลายในน้ำ 20 มิลลิลิตร ที่เติมกรดไฮโดรคลอริกเข้มข้น 5 มิลลิลิตร ถ้าไม่ละลาย นำไปละลายบนเตาให้ความร้อนช่วยในการละลาย เก็บสารละลายใส่ขวดวัดปริมาตร ขนาด 1 ลิตร เจือจางด้วยน้ำกลั่นจนครบปริมาตร ควรเก็บในขวดโพลีเอทธิลีน
2. สารละลายมาตรฐานแคดเมียม (Standard Cadmium Solution) เข้มข้น 1 ppm.
   ปิเปตสารละลายแคดเมียมเข้มข้น 1.00 มิลลิลิตร ใส่ในขวดวัดปริมาตรขนาด 100 มิลลิลิตร เติม กรดไฮโดรคลอริก 1 มิลลิลิตร แล้วเจือจางเป็น 100 มิลลิลิตร ด้วยน้ำกลั่น เตรียมใช้ใหม่ในแต่ละวัน

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

3. สารละลายโซเดียมโปแตสเซียมทาร์เทรต (Sodium Potassium Tartrate Solution)
ละลาย $NaKC_4H_4O.4H_2O$ 250 กรัม ในน้ำกลั่นแล้วปรับปริมาตรเป็น 1 ลิตร

4. สารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์-โปแตสเซียมไซยาไนด์ (SodiumHydroxide Potassium Cyanide)
   ก. สารละลาย I : ละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ 400 กรัม และโปแตสเซียมไซยาไนด์ 10 กรัม ในน้ำกลั่นแล้วเจือจางจนได้ 1 ลิตร เก็บในขวดโพลีเอทธิลีน สารละลายนี้เก็บได้นาน 1 เดือน
   ข. สารละลาย II : ละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ 400 กรัม และโปแตสเซียมไซยาไนด์ 0.5 กรัม ในน้ำกลั่นแล้วเจือจางเป็น 1 ลิตร เก็บในขวดโพลีเอทธิลีน สารละลายนี้เก็บได้นาน 2 เดือน
5. สารละลายไฮดรอกซีลามีนไฮโดรคลอไรด์ (Hydroxylamine Hydrochloride Solution)
ละลาย $NH_2OH.HCl$ 20 กรัมในน้ำแล้วปรับปริมาตรเป็น 100 มิลลิลิตร
6. สารละลายไดไธโซนเข้มข้น
ละลายไดไธโซนเข้มข้น 100 มิลลิกรัม ด้วยคลอโรฟอร์ม 50 มล.ในบีกเกอร์ขนาด 250 มิลลิลิตร เทสารละลายลงในกรวยแยก (1) ขนาด 500 มิลลิลิตร ล้างบีกเกอร์ด้วยคลอโรฟอร์ม 5 มิลลิลิตร 2 ครั้ง หรือจนไม่มีสารละลายไดไธโซนติดบีกเกอร์ เติมแอมโมเนียมไฮดรอกไซด์ (1+99) 100 มิลลิลิตร ลงในกรวยแยก เขย่าอย่างแรงประมาณ 1 นาที ตั้งทิ้งไว้ให้แยกชั้น เขย่ากรวยแยกเบาๆ ให้คลอโรฟอร์มออกจากชั้นน้ำ ถ่ายชั้นคลอโรฟอร์มใส่ในกรวยแยก (2) ขนาด 250 มิลลิลิตร จะเหลือชั้นน้ำสีส้มในกรวยแยก (1) สกัดซ้ำชั้นคลอโรฟอร์มในกรวยแยก (2) ด้วยแอมโมเนียมไฮดรอกไซด์ (1+99)100 มิลลิลิตร เขย่าตั้งทิ้งให้แยกชั้น ถ่ายชั้นคลอโรฟอร์มใส่ในกรวยแยก (3) ขนาด 250 มิลลิลิตร แล้วถ่ายชั้นน้ำสีส้มจากกรวยแยก (2) ใส่ในกรวยแยก (1) สกัดซ้ำชั้นคลอโรฟอร์มในกรวยแยก (3) แบบเดิมอีกครั้ง ทิ้งชั้นคลอโรฟอร์มไปเก็บชั้นน้ำสีส้มใส่ในกรวยแยก (1) เติมกรดไฮโดรคลอริก (1+1) แต่ล่ะครั้งอีกจนกว่าไดไธโซนจะตกตะกอนหมด สารละลายไม่เป็นสีส้มแดงอีกต่อไป (ได้น้ำใสมีตะกอนสีเขียวของไดไธโซนตกอยู่) สกัดตะกอนไดไธโซนด้วยคลอโรฟอร์มครั้งละ 25 มิลลิลิตร จนกระทั่งตะกอนละลายหมด แต่ล่ะครั้งทิ้งให้แยกชั้น ถ่ายชั้นคลอโรฟอร์มไดไธโซนลงในขวดวัดปริมาตรขนาด 1000 มิลลิลิตร จนหมดแล้วเจือจางด้วยคลอโรฟอร์มจนได้ปริมาตร 1000 มิลลิลิตร
7. สารละลายไดไธโซนพร้อมใช้ (Working Dithizone Solution)
ปิเปตสารละลายไดไธโซนเข้มข้น 20 มิลลิลิตร ใส่ในขวดวัดปริมาตรขนาด 200 มิลลิลิตร เจือจางด้วยคลอโรฟอร์มจนได้ปริมาตร 200 มิลลิลิตร ควรเตรียมใช้ใหม่ในแต่ละวัน

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

8. สารละลายกรดทาร์ทาริค (Tartaric Acid)

   ละลาย $H_2C_4H_4O_6$ 20 กรัมในน้ำแล้วปรับปริมาตรเป็น 1 ลิตรเก็บในตู้เย็น เวลาวิเคราะห์ต้องใช้ในขณะที่เย็น

9. สารละลายไธมอลบลูอินดิเคเตอร์ (Thymol Blue Indicator Solution) ละลายเกลือโซเดียมไธมอลซัลโฟเนฟธาลีน (Thymol Sulfonephthalein Sodium Salt) 0.4 กรัม ในน้ำ 100 มิลลิลิตร

3.4 การเตรียมซิลิกา - ไดไธโซน และการเตรียมหลอดตรวจวัด

1. นำซิลิกาเจลมาทำการร่อนด้วยตะแกรงร่อนขนาด 100 / 120 เมช

2. เคลือบซิลิกาเจลด้วยไดไธโซน โดยแปรผันร้อยละการเคลือบเป็น 0.0001% , 0.0005% , 0.001% , 0.005% , 0.01% , 0.05% , 0.1% , 0.5% , 1% และ 5% w/w โดยใช้อัตราส่วนปริมาณซิลิกาเจลและไดไธโซน ที่ใช้ในการเคลือบดังตารางที่ 3.1

ตารางที่ 3.1 แสดงอัตราส่วนปริมาณซิลิกาเจลและไดไธโซน ที่ใช้ในการเคลือบที่ร้อยละการเคลือบต่างๆ

ร้อยละการเคลือบ	ซิลิกาเจล (กรัม)	ไดไธโซน (กรัม)
0.0001%	99.9999	0.0001
0.0005%	99.9995	0.0005
0.001%	99.999	0.001
0.005%	99.995	0.005
0.01%	9.999	0.001
0.05%	9.995	0.005
0.1%	9.99	0.01
0.5%	9.95	0.05
1%	9.9	0.1
5%	9.5	0.5

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

3. นำสารละลายไดไธโซนพร้อมใช้มาผสมกับซิลิกาเจล แล้วเขย่าด้วยเครื่องเขย่านาน ประมาณ 30 นาที จากนั้นนำสารละลายที่ได้ไปทำการระเหยคลอโรฟอร์มออกที่อุณหภูมิ 40 องศาเซลเซียส ด้วยเครื่องระเหยอัตโนมัติจะได้ซิลิกาเจลที่เคลือบด้วย ไดไธโซน

3.5 การเตรียมหลอดตรวจวัด

นำซิลิกาเจลที่เคลือบด้วยไดไธโซน มาบรรจุลงในหลอดแก้วขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 3 มิลลิเมตร และมีความยาว 10 เซนติเมตร โดยมีขั้นตอนการบรรจุดังนี้

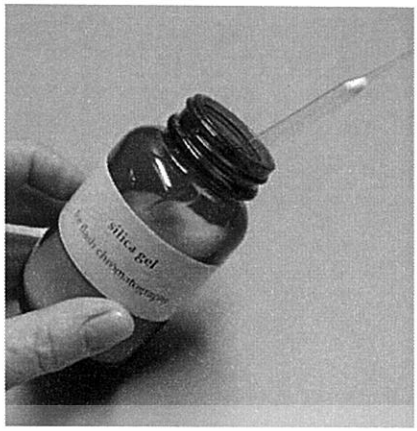
1. นำหลอดแก้วไปดึงปลายให้แคบ

2. ใส่สำลีที่ปลายหลอดเพื่อป้องกันไม่ให้ซิลิกาเจลออกจากหลอดแก้วโดยการใส่อาจใช้ไม้ช่วย และไม่ควรใส่สำลีในปริมาณมากหรือน้อยเกินไปอีกทั้งควรใส่สำลีในปริมาณที่เท่ากันในทุกหลอด ดังแสดงในรูปที่ 3.1

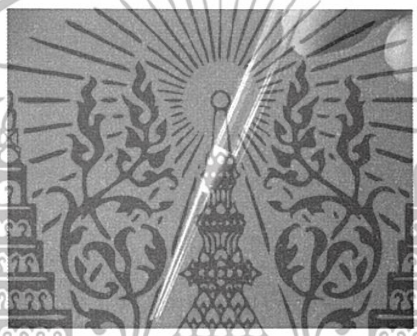
รูปที่ 3.1 แสดงขั้นตอนการบรรจุสำลีลงในหลอดแก้ว

2. ใส่ซิลิกาเจลที่ไม่ได้ผ่านการเคลือบให้มีความสูงจากสำลีประมาณ 3 มิลลิเมตร เพื่อปรับระดับเริ่มต้นให้มีความสม่ำเสมอมากขึ้น ดังแสดงในรูปที่ 3.2 และ 3.3

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

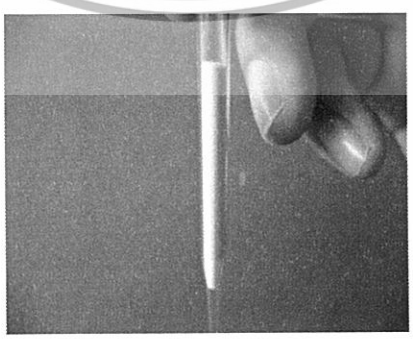


รูปที่ 3.2 แสดงการใส่ซิลิกาเจลที่ไม่ได้ผ่านการเคลือบ



รูปที่ 3.3 แสดงหลอดแก้วที่ใส่ซิลิกาเจลที่ไม่ได้ผ่านการเคลือบ เพื่อปรับระดับเริ่มต้นให้สม่ำเสมอ

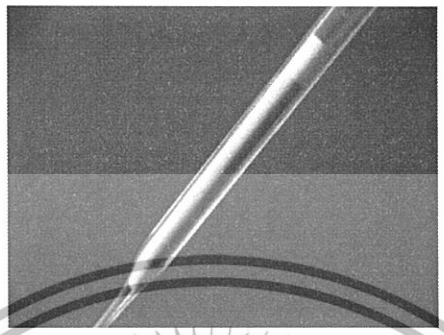
3. ใส่ซิลิกาเจลที่ผ่านการเคลือบด้วยไดไธโซน ใส่ในหลอดตรวจวัดให้มีความสูงประมาณ 10 เซนติเมตร โดยทำการเคาะพร้อมกับพ่นแก๊สไนโตรเจนเบาๆ เข้าไปในหลอด เพื่อช่วยในการบรรจุให้มีความแน่นและสม่ำเสมอ ดังแสดงในรูปที่ 3.4 โดยใช้แก๊ส ไนโตรเจน เป่า



รูปที่ 3.4 แสดงหลอดแก้วที่บรรจุซิลิกาเจลที่ผ่านการเคลือบด้วย ไดไธโซน

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

4. ใส่สำลีลงไปทำการปิดปลายหลอดแก้วจากนั้นหลอดแก้วที่บรรจุซิลิกาเจลเรียบร้อยแล้วมาทำการยืดและปิดปลายด้วยความร้อนทั้งสองด้านดังรูปที่ 3.5



รูปที่ 3.5 แสดงหลอดแก้วที่บรรจุซิลิกาเจลเรียบร้อยแล้ว

3.6 ศึกษาหาร้อยละการเคลือบของ ไดไธโซน ที่เหมาะสม

1. เตรียมสารสารละลายมาตรฐานแคดเมียม (II) ที่ความเข้มข้น 0.03 , 0.5 , 1 , 5 , 10 และ 15 ppm โดยปิเปตสารละลายมาตรฐานแคดเมียม (II) 100 ppm มา 0.03 , 0.5 , 1 , 5 , 10 และ 15 ml. ใส่ในขวดวัดปริมาตร 100 ml. แล้วปรับปริมาตรด้วยน้ำกลั่น

2. นำหลอดแก้วที่มีการบรรจุซิลิกาเจลที่มีร้อยละการเคลือบ 0.0001%, 0.0005%, 0.001%, 0.005%, 0.01%, 0.05%, 0.1%, 0.5%, 1% และ 5% w/w มาทดสอบกับสารละลายมาตรฐานแคดเมียม (II) ที่เข้มข้นน้อยสุดก่อน ในที่นี้คือ 0.03 ppm โดยหักปลายทั้ง 2 ด้านของหลอดตรวจวัดแล้วจุ่มลงในสารละลาย สังเกตการเปลี่ยนสีและความสูงของซิลิกา-ไดไธโซนที่เปลี่ยนสี ถ้าเปอร์เซ็นต์การเคลือบใดไม่มีการเปลี่ยนแปลงให้ตัดเปอร์เซ็นต์การเคลือบนั้นทิ้ง แล้วทำการทดลองเช่นนี้ไปเรื่อยๆ โดยเปลี่ยนความเข้มข้นของสารละลายมาตรฐานแคดเมียม (II) ที่ใช้ทดสอบ นำผลการทดลองทั้งหมดมาสรุปหาเปอร์เซ็นต์การเคลือบที่เหมาะสมที่สุด

3.7 ศึกษาเวลาที่เหมาะสมในการตรวจวัด

โดยนำหลอดตรวจวัดที่บรรจุซิลิกา-ไดไธโซนที่มีร้อยละการเคลือบที่เหมาะสมมาจุ่มในสารละลายมาตรฐานแคดเมียม (II) แต่ละความเข้มข้นที่เวลา 3, 6 และ 9 นาที แล้วทำการเลือกเวลาที่เห็นสีที่เปลี่ยนแปลงไปชัดเจนที่สุดและขึ้นไประยะทางที่เหมาะสม สังเกตได้ง่าย

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้
107711

3.8 การระบุสเกลข้างหลอดตรวจวัด

โดยนำหลอดตรวจวัดที่บรรจุซิลิกา-ไดไธโซนที่มีร้อยละการเคลือบที่เหมาะสมมาจุ่มในสารละลายมาตรฐานแคดเมียม (II) แต่ละความเข้มข้นเป็นเวลา 3 นาที แล้วระบุสเกล โดยแต่ละความเข้มข้นทำการทดลองซ้ำ 7 ครั้ง

3.9 ศึกษาประสิทธิภาพของหลอดตรวจวัดที่เตรียมขึ้นกับวิธีมาตรฐาน

3.9.1 การตรวจวัดปริมาณแคดเมียม (II) ในตัวอย่างน้ำด้วยวิธี ไดไธโซน

1. เตรียมกราฟมาตรฐานของสารละลายมาตรฐานแคดเมียม(II) ที่ความเข้มข้น 0.03 , 0.5 , 1 , 5 , 10 และ 15 ppm โดยเตรียมสารละลายมาตรฐานแคดเมียมให้มีความเข้มข้น 0.03 , 0.5 , 1 , 5 , 10 และ 15 ppm ซึ่งเตรียมโดยปิเปตสารละลายมาตรฐานแคดเมียมเข้มข้น 100 ppm มา 0.03 , 0.5 , 1 , 5 , 10 และ 15 ml. ใส่ในขวดวัดปริมาตร 100 ml. แล้วปรับปริมาตรด้วยน้ำกลั่น

2. นำแต่ละความเข้มข้นใส่ในกรวยแยกใบที่ 1 ขนาด 250 มิลลิลิตร แล้วเติมสารต่อไปนี้ เขย่าทุกครั้งเมื่อเติมสารละลายโซเดียมโปแตสเซียม ทาร์เทรต 1 มิลลิลิตร, สารละลาย NaOH-KCN I 5 มิลลิลิตร, สารละลาย $NH_2OH.HCl$ 1 มิลลิลิตรและสารละลายไดไธโซนพร้อมใช้ 15 มิลลิลิตร

ปิดจุก เขย่านาน 1 นาที ในขณะที่เขย่าจะเกิดแรงดันขึ้นต้องปล่อยแรงดันออกโดยเปิดที่จุกปิด-เปิด จากนั้นตั้งทิ้งให้แยกชั้น

3. ถ่ายชั้นคลอโรฟอร์มลงในกรวยแยกใบที่ 2 ที่มีสารละลายกรดทาร์ทาริกที่เย็นจำนวน 25 มิลลิลิตร เติมคลอโรฟอร์ม 10 มิลลิลิตร ลงในกรวยแยกใบที่ 1 เขย่าประมาณ 1 นาที ถ่ายชั้นคลอโรฟอร์มลงในกรวยแยกใบที่ 2 ระวังอย่าให้ชั้นน้ำลงในกรวยแยกใบที่ 2 เขย่ากรวยแยกใบที่ 2 ประมาณ 2 นาที ตั้งทิ้งให้แยกชั้นแล้วทิ้งชั้นคลอโรฟอร์มไป เติมคลอโรฟอร์มอีก 5 มิลลิลิตร ใส่กรวยแยกใบที่ 2 เขย่า 1 นาที ทิ้งชั้นคลอโรฟอร์มไปให้หมด

4. เติมสารละลายไฮดรอกซีลามีนไฮโดรคลอไรด์ 0.25 มิลลิลิตร และสารละลายไดไธโซนพร้อมใช้ 15.0 มิลลิลิตร แล้วเติมสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์-โปแตสเซียมไซยาไนด์ 5 มิลลิลิตร เขย่าทันทีเป็นเวลา 1 นาที นำชั้นคลอโรฟอร์มไปวัดค่าการดูดกลืนแสงที่ความยาวคลื่น 518

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

นาโนเมตร แบลงค์ใช้น้ำกลั่น 25 มิลลิลิตร ที่ผ่านขั้นตอนการสกัดตามวิธีข้างต้น พลอตกราฟระหว่างความเข้มข้นแคดเมียมเป็นไมโครกรัมและ ค่าการดูดกลืนแสง

3.9.2 การเตรียมตัวอย่างน้ำจากบ่อบำบัดน้ำเสียในนิคมอุตสาหกรรมลาดกระบัง

ทำการเก็บตัวอย่างน้ำมาแล้วนำไปย่อยด้วยกรดไนตริก-ซัลฟูริกก่อน แล้วปิเปตตัวอย่างมา 25 มิลลิลิตร (คาดว่าจะมีแคดเมียมอยู่ในช่วง 1-10 ไมโครกรัม) หรือน้อยกว่าแล้วเติมน้ำกลั่นจนได้ 25 มิลลิลิตร เติมสารละลายไธมอลบลูอินดิเคเตอร์ 3 หยด และปรับพีเอชด้วยโซเดียมไฮดรอกไซด์ 6 นอร์มัล จนสารตัวอย่างเป็นสีเหลืองหรือมีพีเอช 2.8 เทตัวอย่างใส่ในกรวยแยกใบที่ 1 ทำตามข้อ 3.9.1 และหาความเข้มข้นของแคดเมียมจากกราฟมาตรฐาน

3.9.3 การวัดตัวอย่างน้ำโดยวิธีใช้หลอดตรวจวัด

นำน้ำตัวอย่างที่เตรียมได้จากข้อ 3.9.2 มาใส่บีกเกอร์ แล้วนำหลอดตรวจวัดที่ระบุสเกลเรียบร้อยแล้วมาหักปลายทั้ง 2 ด้านของหลอดตรวจวัดจุ่มลงในน้ำตัวอย่างเป็นเวลา 3 นาที อ่านความเข้มข้นของแคดเมียม จากสเกลที่ระบุไว้ข้างหลอดตรวจวัด ทำการทดลองซ้ำ 7 ครั้งแล้วหาค่าเฉลี่ย

3.9.4 เปรียบเทียบผลที่ได้จากหลอดตรวจวัดและวิธี ไดไธโซน

นำปริมาณแคดเมียม ที่หาได้จากหลอดตรวจวัดข้อ 3.9.3 มาทำการเปรียบเทียบกับปริมาณแคดเมียม ที่วัดได้จากวิธีไดไธโซนข้อ 3.9.2 แล้วนำมาคำนวณหาค่าเปอร์เซ็นต์ความคลาดเคลื่อนของผลที่ได้ เพื่อทำให้ทราบว่า วิธีการหาปริมาณแคดเมียม (II) ที่หาได้จากหลอดตรวจวัด มีความเที่ยง ความแม่นและความน่าเชื่อถือมากน้อยเพียงใด

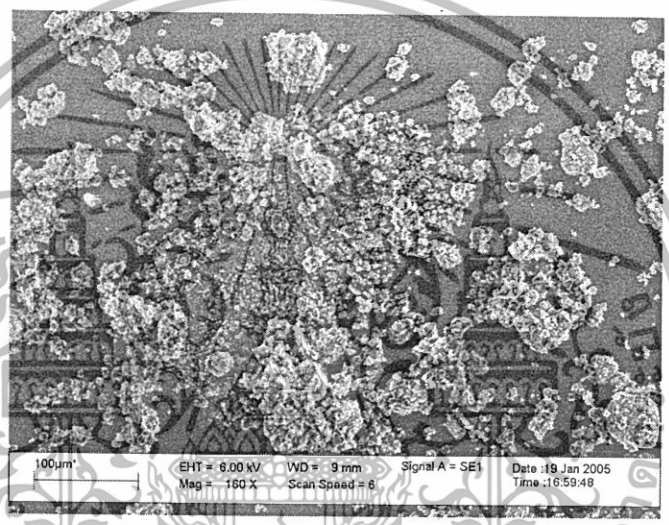
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

บทที่4

ผลการทดลอง

4.1 ผลจากการเตรียมซิลิกาเจลและการตรวจสอบคุณสมบัติทางกายภาพ

1. ผลการศึกษาขนาดและลักษณะพื้นผิวซิลิกาเจลจากการวิเคราะห์ด้วยเครื่อง Scanning Electron Microscopy (SEM) แสดงได้ดังรูปที่ 4.1



รูปที่ 4.1 แสดงรูปร่างของซิลิกาจากการวิเคราะห์ด้วยเครื่อง Scanning Electron Microscopy (SEM)

2. ทดสอบการเคลือบของไดไธโซนบนซิลิกาโดยการนำ ซิลิกา-ไดไธโซน ที่ร้อยละการเคลือบต่างๆมาละลายในสารละลายมาตรฐานแคดเมียม (II) พบว่าจะเกิดการเปลี่ยนแปลงสีจากสีม่วงอ่อนไปเป็นสีแดงอมชมพู แสดงได้ว่า ไดไธโซน เกิดการเคลือบลงบนซิลิกาเจลได้

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

4.2 การศึกษาร้อยละของการเคลือบของไดไธโซนที่เหมาะสม

จากการทำการทดลองเพื่อศึกษาประสิทธิภาพในการตรวจวัดปริมาณแคดเมียม(II) ที่ร้อยละการเคลือบไดไธโซนต่างๆกัน จากการศึกษาตามหัวข้อ 3.6 โดยใช้ความเข้มข้นของสารละลายมาตรฐานแคดเมียม (II) 1 ppm.เป็นในการทดสอบ ได้ผลดังแสดงในตาราง 4.1

ตารางที่ 4.1 แสดงการเปลี่ยนสีของ ซิลิกา-ไดไธโซน ที่ร้อยละการเคลือบต่างกัน

% coating	ความเข้มสี
0.0001%	สีชมพูจาง
0.0005%	สีชมพูจาง
0.001%	สีแดงอมชมพู
0.005%	สีชมพูอ่อน
0.01%	สีชมพูอ่อน
0.05%	สีส้มอ่อน
0.1%	สีส้มอ่อน
0.5%	สีส้ม
1%	สีส้มเข้ม
5%	สีส้มเข้ม

จากผลการทดลองพบว่าที่ร้อยละการเคลือบที่ 0.001% จะสังเกตเห็นการเปลี่ยนสีของ ซิลิกา-ไดไธโซน ที่เป็นสีแดงอมชมพูชัดเจนมากที่สุด ดังนั้น จึงเลือกใช้ร้อยละการเคลือบที่ 0.001% ในการวัดความสูงของซิลิกา-ไดไธโซนที่เปลี่ยนสีในการศึกษาลำดับต่อไป

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

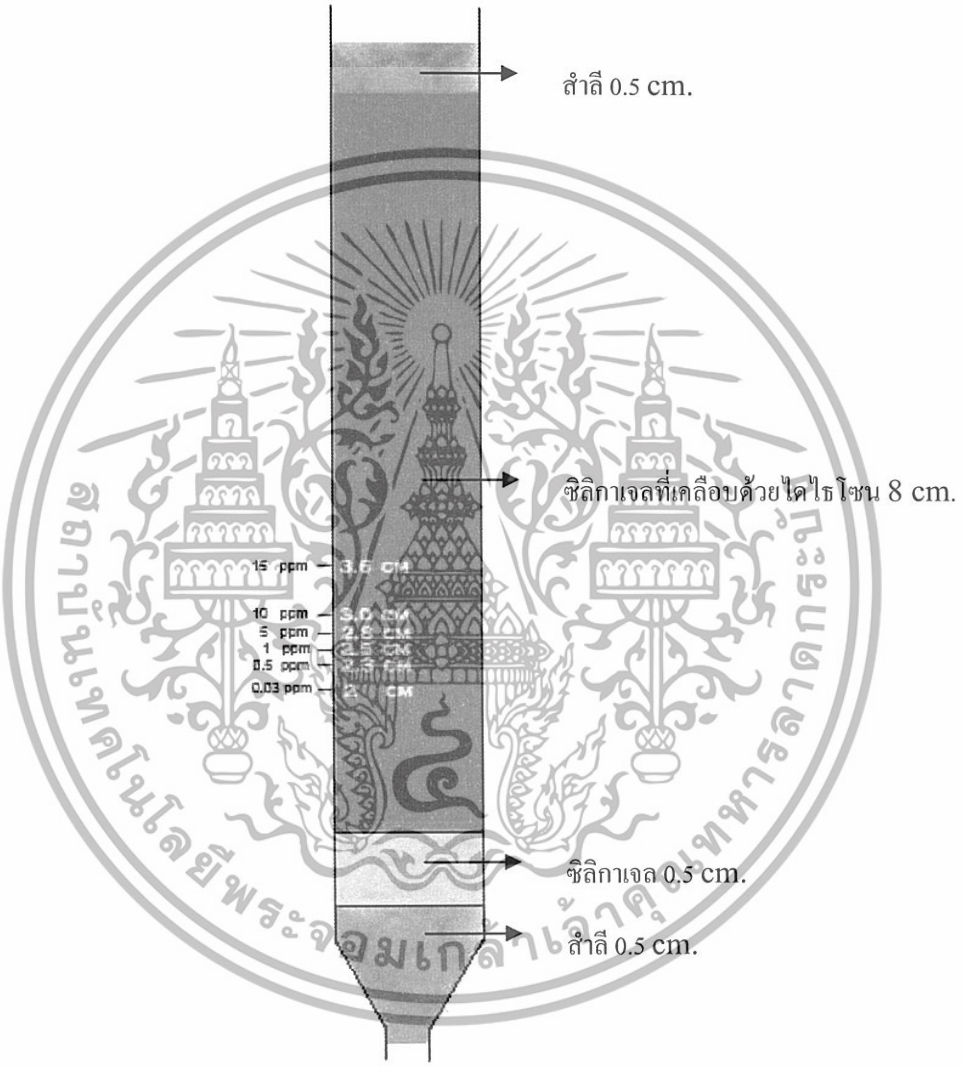
4.3 การระบุสเกลที่ข้างหลอดตรวจวัด

จากการศึกษาเพื่อระบุสเกลที่ข้างหลอดทดลองโดยนำหลอดตรวจวัดที่ทำการบรรจุด้วยซิลิกาเจลที่ร้อยละการเคลือบเท่ากับ 0.001 % มาทำการจุ่มลงในสารละลายมาตรฐานแคดเมียม (II) ที่ความเข้มข้น 0.03 , 0.5 , 1 , 5 , 10 และ 15 ppm โดยทำการทดสอบซ้ำที่แต่ละความเข้มข้น 7 ครั้งและใช้ระยะเวลาในการทดสอบแต่ล่ะครั้ง 3 นาที ได้ผลดังแสดงในตารางที่ 4.2

ตารางที่ 4.2 การระบุสเกลที่ข้างหลอดตรวจวัด

ความเข้มข้นสารละลายมาตรฐานแคดเมียม (II) (ppm)	ระยะทางที่ ซิลิกา-ไดไธโซน เปลี่ยนสี (cm.)							ระยะทางเฉลี่ย (cm.)	ค่าเบี่ยงเบนมาตรฐาน (SD)
	ทดลองครั้งที่ 1	ทดลองครั้งที่ 2	ทดลองครั้งที่ 3	ทดลองครั้งที่ 4	ทดลองครั้งที่ 5	ทดลองครั้งที่ 6	ทดลองครั้งที่ 7		
0.03	1.80	1.95	2.10	2.05	2.20	1.90	2.00	2	0.122
0.5	2.30	2.45	2.15	2.40	2.25	2.20	2.35	2.3	0.1
1	2.45	2.60	2.50	2.50	2.55	2.40	2.50	2.5	0.06
5	2.95	2.80	2.85	2.90	2.80	2.70	2.80	2.8	0.06
10	3.00	2.90	3.15	3.05	2.95	3.10	2.85	3.0	0.1
15	3.40	3.75	3.55	3.80	3.50	3.75	3.45	3.6	0.14

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



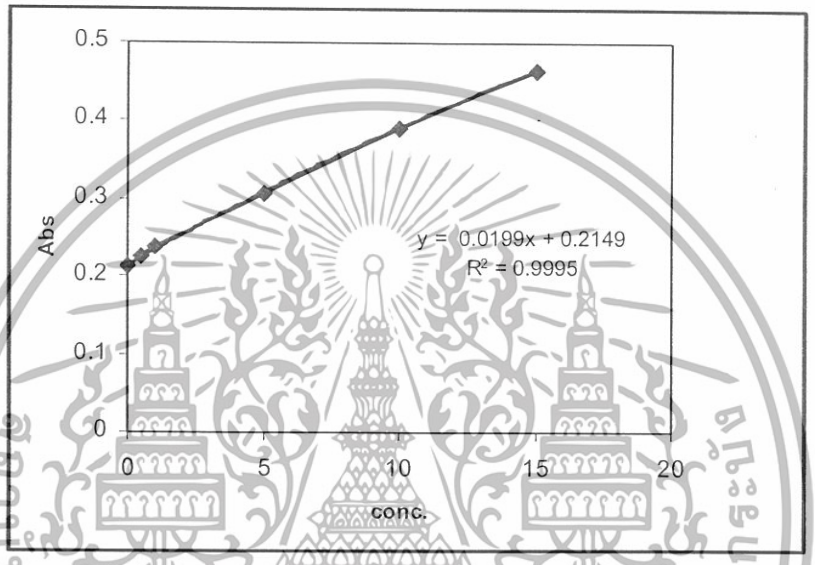
รูปที่ 4.2 แสดงการระบุสเกลที่ข้างหลอดตรวจวัด

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

4.4 ศึกษาประสิทธิภาพของหลอดตรวจวัดที่เตรียมขึ้นโดยเปรียบเทียบกับวิธีมาตรฐาน

4.4.1 การตรวจวัดปริมาณแคดเมียม (II) ในน้ำตัวอย่างโดยวิธี ไดไธโซน โดยใช้เครื่อง UV – Visible Spectrophotometer

การสร้างกราฟมาตรฐานของสารละลายมาตรฐานแคดเมียม(II)โดยการวัดการดูดกลืนแสงสารมาตรฐานแคดเมียม(II) ที่ความเข้มข้น 0.03 , 0.5 , 1 , 5 , 10 และ 15 ppm ที่ความยาวคลื่น 518 nm. ซึ่งจากการทำการทดลองได้กราฟมาตรฐานดังรูปที่ 4.3



รูปที่ 4.3 แสดงกราฟมาตรฐานของสารละลายแคดเมียม (II) ที่ความเข้มข้น 0.03 , 0.5 , 1 , 5 , 10 และ 15 ppm

จากการทำการทดลองตรวจวัดปริมาณแคดเมียม(II)ในน้ำตัวอย่างเทียบกับกราฟมาตรฐาน ปรากฏว่ามีปริมาณแคดเมียม(II) เท่ากับ 0.01 ppm

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

4.4.2 การตรวจวัดปริมาณแคดเมียม (II) ในน้ำตัวอย่างโดยใช้หลอดตรวจวัดที่เตรียมขึ้น

จากการทดลองโดยใช้หลอดตรวจวัดปริมาณแคดเมียม(II) ที่ทดสอบจุ่มลงในบีกเกอร์ที่มีปริมาณน้ำตัวอย่างที่ได้ทำการเตรียมไว้เหมือนการทดสอบกับสารมาตรฐาน โดยทำการจุ่มหลอดตรวจวัดปริมาณแคดเมียม (II) ลงไปเป็นระยะเวลา 3 นาทีและวัดความสูง ผลที่ได้จากการวัดปริมาณแคดเมียม(II) ในน้ำตัวอย่างซ้ำ 7 ครั้งพบว่าได้ปริมาณแคดเมียม 0.009 , 0.008 , 0.007 , 0.008 , 0.008 , 0.007 และ 0.009 ppm ซึ่งค่าเฉลี่ยเท่ากับ 0.008 ppm

จากผลการทดลองที่ได้จากการวัดด้วยหลอดตรวจวัดนำมาคำนวณโดยใช้วิธี Q-test ซึ่งผลการทดลองปรากฏว่าค่าที่ได้จากการวัดทุกค่ายอมรับได้

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

4.5 ผลการเปรียบเทียบปริมาณแคดเมียม (II) ในน้ำตัวอย่างโดยวิธี ไดไธโซน กับการวัดปริมาณแคดเมียม(II) ในน้ำตัวอย่างโดยใช้หลอดตรวจวัดที่เตรียมขึ้น

จากผลการศึกษาปริมาณแคดเมียมในน้ำตัวอย่าง โดยวิธีไดไธโซนมีค่าเท่ากับ 0.01 ppm และใช้หลอดตรวจวัดมีค่าเท่ากับ 0.008 ppm เมื่อนำมาทดสอบโดยวิธี t – test ที่ CL % แสดงว่าผลที่ได้จากทั้ง 2 วิธีต่างกันอย่างไม่มีนัยสำคัญ

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

บทที่ 5
สรุปผลการทดลอง

จากการศึกษาการเตรียมหลอดตรวจวัดปริมาณแคดเมียม (II) ในระดับความเข้มข้น ppm ในงานวิจัยนี้ อาศัยวิธีตรวจวัดปริมาณแคดเมียมที่เป็นวิธีมาตรฐาน คือ วิธีไดไธโซน โดยเริ่มจากการเตรียมซิลิกาเจล นำมาร่อนเพื่อคัดแยกขนาดอนุภาคของซิลิกาเจล และทำการศึกษาขนาดของอนุภาคซิลิกาเจลที่จะนำมาบรรจุในหลอดตรวจวัด ศึกษาถึงความสามารถในการเกิดเป็นสารประกอบเชิงซ้อนของสารเคมีแต่ละตัวกับ แคดเมียม (II) ที่ให้สีในระดับที่สังเกตได้ง่าย จากนั้นได้ทำการศึกษาถึงร้อยละในการเคลือบไดไธโซนที่เหมาะสมลงบนซิลิกาเจลมาทำการทดสอบกับสารละลายแคดเมียมเพื่อระบุสเกลที่ข้างหลอดตรวจวัด จากนั้นทำการทดสอบประสิทธิภาพในการตรวจวัดปริมาณแคดเมียมในน้ำตัวอย่างด้วยหลอดตรวจวัดที่เตรียมขึ้นเปรียบเทียบผลที่ได้จากการตรวจวัดปริมาณแคดเมียมโดยวิธีไดไธโซน และ ตรวจวัดค่าการดูดกลืนแสงด้วยเครื่องยูวี-วิสิเบิลสเปกโทรโฟโตมิเตอร์

ผลการศึกษาขนาดของอนุภาค(ซิลิกาเจล)ที่นำมาบรรจุในหลอดตรวจวัดโดยใช้ซิลิกาเจลที่มีขนาด 100 - 120 เมช จากการศึกษาถึงร้อยละการเคลือบไดไธโซน พบว่าซิลิกาเจลที่มีการเคลือบด้วยไดไธโซน ที่ร้อยละการเคลือบ 0.001% เมื่อนำมาทำการวัดสารละลายมาตรฐานแคดเมียม (II) ทำให้ซิลิกา-ไดไธโซนเปลี่ยนสีจากสีม่วงเป็นสีแดงอมชมพูที่ชัดเจนและวัดความสูงของซิลิกา-ไดไธโซนที่เปลี่ยนสีได้ ดังนั้นจึงเลือกใช้ซิลิกาเจลที่มีการเคลือบด้วยไดไธโซนที่ร้อยละการเคลือบ 0.001% มาทำการทดลองต่อไป โดยนำมาทำการบรรจุลงในหลอดแก้วที่มีเส้นผ่านศูนย์กลางขนาด 3 มิลลิเมตร และยาว 10 – 15 เซนติเมตร

เมื่อได้หลอดตรวจวัดที่บรรจุด้วยซิลิกา-ไดไธโซนแล้วจะนำมาทำการระบุสเกลที่ข้างหลอดโดยการนำหลอดตรวจวัดนั้นไปทดสอบในสารละลายมาตรฐานแคดเมียม (II) ที่ความเข้มข้น 0.03 , 0.5 , 1 , 5 , 10 และ 15 ppm โดยทำซ้ำที่ความเข้มข้นละ 7 ครั้งแล้วนำระยะทางหรือความสูงของซิลิกา-ไดไธโซนในหลอดตรวจวัดที่เปลี่ยนสีมาหาค่าความสูงของแถบสีเฉลี่ยที่แต่ละความเข้มข้นได้เท่ากับ 2 , 2.3 , 2.5 , 2.8 , 3 และ 3.6 ตามลำดับ ดังแสดงในตารางที่ 5.1

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ตารางที่ 5.1 แสดงช่วงความสูงของซิลิกา-ไดไธโซนที่เปลี่ยนสี กับความเข้มข้นของแคดเมียม

ช่วงความสูงของซิลิกา-ไดไธโซน ที่เปลี่ยนสี (cm.)	ความเข้มข้นของแคดเมียม (ppm)
≤ 2	≈ 0.03
2 – 2.5	0.03 – 1
2.5 – 2.8	1 – 5
2.8 – 3	10
≥ 3.6	15

จากการศึกษาหลอดตรวจวัดไปตรวจวัดปริมาณแคดเมียม (II) ในน้ำตัวอย่างพบว่าปริมาณแคดเมียม (II) เท่ากับ 0.008 ppm และเมื่อนำผลการวัดที่ได้มาทำการเปรียบเทียบกับการวัดปริมาณแคดเมียม (II) ในน้ำตัวอย่างด้วยวิธีไดไธโซน พบว่าปริมาณแคดเมียม (II) ที่วัดได้เท่ากับ 0.01 ppm จะเห็นได้ว่าผลที่ได้แตกต่างกันอย่างไม่มีนัยสำคัญ ดังนั้นหลอดตรวจวัดปริมาณแคดเมียม (II) ที่เตรียมขึ้นถือได้ว่ามีความถูกต้องที่จะสามารถนำมาวิเคราะห์หาปริมาณแคดเมียม (II) ในน้ำตัวอย่างได้ในระดับหนึ่ง และหลอดตรวจวัดปริมาณแคดเมียม (II) นี้มีความสะดวกในการพกพาจึงสามารถนำไปวิเคราะห์ภายนอกห้องปฏิบัติการได้และให้ผลการวิเคราะห์ที่รวดเร็วไม่สิ้นเปลืองค่าใช้จ่ายอีกด้วย

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ข้อเสนอแนะ

1. ในขั้นตอนการบรรจุซิลิกาเจลลงในหลอดแก้วควรจะพยายามให้มีความสม่ำเสมอและแน่นเท่าๆกันทุกหลอด หรือศึกษาหาวิธีการบรรจุที่ได้มาตรฐาน

2. ในการวัดปริมาณแคดเมียม (II) ต้องมีการปรับ pH ของสารละลายที่จะทำการตรวจวัดให้อยู่ในช่วง pH 2.8 - 3 โดยการเติม กรดไนตริกลงไปเพื่อเป็นการปรับ pH ให้อยู่ในช่วงที่เราต้องการ

3. ควรปรับปรุงประสิทธิ์ภาพให้ดีกว่านี้ เพื่อเป็นแนวทางในการผลิตทางการค้า

ปัญหาที่เกิดขึ้น

1. ส่วนใหญ่จะมาจากการสังเกตระดับของแถบสีที่เกิดขึ้นเนื่องจากบางครั้งอาจสังเกตได้ยากที่ความเข้มข้นต่ำๆ

2. ระดับของแถบสีไม่อยู่ในแนวเดียวกันเป็นผลมาจากการบรรจุที่ไม่สม่ำเสมอ

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

บรรณานุกรม

คณิตา ตังคณานุรักษ์. (2548). **เอกสารประกอบการสอนวิชาการควบคุมคุณภาพและการประกันคุณภาพ**. ภาควิชาเคมี คณะวิทยาศาสตร์ สถาบันเทคโนโลยีพระเกล้าจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง

มั่นสิน ตัณฑุลเวศม์. (2545). **คู่มือการวิเคราะห์คุณภาพน้ำ**. ภาควิชาวิศวกรรมสิ่งแวดล้อม คณะวิศวกรรมศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

B. Romberg, & H. Miiller. (1997). **Photometric screening-test for heavy metals under flow injection conditions using extractive determination with dithizone**. Science direct

Mar´ýa S. Di Nezio, Miriam E. Palomeque, Beatriz S. & Fernández Band. (2003). **A sensitive spectrophotometric method for lead determination by flow injection analysis with on-line preconcentration**. Science direct

N. Thiagarajan, & M. Subbaiyan. (2001). **Stability of dithizone in chloroform-acetic acid solvent system**. Science direct

O. Zaporozhets *, N. Petruniock, & V. Sukhan. (1999). **Determination of Ag(I), Hg(II) and Pb(II) by using silica gel loaded with dithizone and zinc dithizonate**. Science direct

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ภาคผนวก ก

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ภาคผนวก ก. แสดงผลการวิเคราะห์

ตารางที่ 1 แสดงการศึกษาเวลาตรวจวัดที่เหมาะสม

เวลา (นาที)	ผลที่ได้จากการสังเกตุ
3	ปรากฏการแยกกันของความสูงแถบสีที่ความเข้มข้นต่างกันชัดเจน
6	ปรากฏการแยกกันของความสูงแถบสีที่ความเข้มข้นต่างกันไม่ชัดเจน
9	ปรากฏการแยกกันของความสูงแถบสีที่ความเข้มข้นต่างกันไม่ชัดเจน

ตารางที่ 2 แสดงการตรวจวัดปริมาณแคดเมียม (II) ในน้ำตัวอย่างโดยวิธี ยูวี-วิสิเบิล สเปกโทรโฟโตมิเตอร์

ความเข้มข้น (ppm)	ค่าการดูดกลืนแสง		
	ครั้งที่ 1	ครั้งที่ 2	เฉลี่ย
0.03	0.213	0.211	0.212
0.5	0.224	0.228	0.226
1	0.238	0.238	0.238
5	0.307	0.309	0.308
10	0.391	0.390	0.392
15	0.462	0.466	0.464

ตารางที่ 3 แสดงปริมาณแคดเมียม (II) ในน้ำตัวอย่างเทียบกับกราฟมาตรฐาน

ครั้งที่	ค่าการดูดกลืนแสงที่ความยาวคลื่น 518 nm.	ปริมาณ แคดเมียม (II) ที่มีน้ำตัวอย่าง (ppm.)
1	0.211	0.010
2	0.209	0.010
เฉลี่ย	0.210	0.010

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ตารางที่ 4 แสดงการเปรียบเทียบปริมาณแคดเมียม (II) ในน้ำตัวอย่างโดยวิธี UV-Vis spectroprotometry กับหลอดตรวจวัดที่เตรียมขึ้น

วิธีวัด / ครั้งที่	UV-Vis spectroprotometry (ppm)	หลอดตรวจวัดที่ทำขึ้น (ppm)
1	0.010	0.008

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ภาคผนวก ข

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ภาคผนวก ข. แสดงผลการคำนวณ

- คำนวณค่า SDI(Standard Deviation Index)

- ค่าเกณฑ์ที่ได้จากวิธีมาตรฐาน UV-Vis spectrometry

Mean = 0.07

SD = 0.007

- ค่าที่ได้จากหลอดตรวจวัดที่ทำขึ้น

Mean = 0.064

SD = 0.04

- เปรียบเทียบผลการวิเคราะห์กับค่า ความแม่นยำ(Accuracy) โดยค่า SDI

โดยถ้าค่า SDI อยู่ระหว่าง 0.0 – 1.0 แสดงว่าผลการวิเคราะห์มี ความแม่นยำอยู่ในเกณฑ์ ดีมาก

โดยถ้าค่า SDI อยู่ระหว่าง 1.0 – 2.0 แสดงว่าผลการวิเคราะห์มี ความแม่นยำอยู่ในเกณฑ์ ดี

โดยถ้าค่า SDI อยู่ระหว่าง 2.0 – 3.0 แสดงว่าผลการวิเคราะห์มี ความแม่นยำอยู่ในเกณฑ์ พอใช้

โดยถ้าค่า SDI อยู่ระหว่าง > 3.0 แสดงว่าผลการวิเคราะห์มี ความแม่นยำอยู่ในเกณฑ์ ใช้ไม่ได้

ค่า SDI = (Mean sample - Mean std method) / SD std method

= (0.064 - 0.07) / 0.007

= 0.857

- คำนวณ ค่า t – test

	Mean	SD
หลอดตรวจวัดที่เตรียมขึ้น	0.064	0.04
UV-Visible Spectrophotometry	0.07	0.007

$$t = (\bar{x}_1 - \bar{x}_2) / (s_1^2 / n_1 + s_2^2 / n_2)^{1/2}$$

$$df = n_1 + n_2 - 2$$

$\bar{x}_1 = 0.07$, $s_1 = 0.007$

$\bar{x}_2 = 0.064$, $s_2 = 0.04$

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

$$t = (0.07 - 0.064) / (0.007^2 / 7 + 0.04^2 / 7)^{1/2}$$

$$= 0.006 / (0.000007 + 0.000228)^{1/2}$$

$$= 0.006 / 0.015$$

$$= 0.4$$

ค่า t จากตาราง ที่มี df = 12 มีค่า $t_c = 2.18$

พบว่าค่า t ที่ได้จากการคำนวณ (0.4) มีค่าน้อยกว่า t_c (2.18) แสดงว่า ทั้ง 2 วิธีนี้ผลที่ได้ มีความแตกต่างกันอย่างไม่มีนัยสำคัญ

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ภาคผนวก ค

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ภาคผนวก ค. แสดงตารางทางสถิติ

ตาราง t – test

Degrees of Freedom	**Probability, *p***			
	0.1	**0.05**	**0.01**	**0.001**
1	6.31	12.71	63.66	636.62
2	2.92	4.30	9.93	31.60
3	2.35	3.18	5.84	12.92
4	2.13	2.78	4.60	8.61
5	2.02	2.57	4.03	6.87
6	1.94	2.45	3.71	5.96
7	1.89	2.37	3.50	5.41
8	1.86	2.31	3.36	5.04
9	1.83	2.26	3.25	4.78
10	1.81	2.23	3.17	4.59
11	1.80	2.20	3.11	4.44
12	1.78	2.18	3.06	4.32
13	1.77	2.16	3.01	4.22
14	1.76	2.14	2.98	4.14
15	1.75	2.13	2.95	4.07
16	1.75	2.12	2.92	4.02

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ตาราง t – test (ต่อ)

17	1.74	2.11	2.90	3.97
18	1.73	2.10	2.88	3.92
19	1.73	2.09	2.86	3.88
20	1.72	2.09	2.85	3.85
21	1.72	2.08	2.83	3.82
22	1.72	2.07	2.82	3.79
23	1.71	2.07	2.82	3.77
24	1.71	2.06	2.80	3.75
25	1.71	2.06	2.79	3.73
26	1.71	2.06	2.78	3.71
27	1.70	2.05	2.77	3.69
28	1.70	2.05	2.76	3.67
29	1.70	2.05	2.76	3.66
30	1.70	2.04	2.75	3.65
40	1.68	2.02	2.70	3.55
60	1.67	2.00	2.66	3.46
120	1.66	1.98	2.62	3.37
¥	1.65	1.96	2.58	3.29

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้