

การเตรียมหลอดตรวจวัดปริมาณตะกั่วในน้ำตัวอย่าง

15



นาย สุภกิจ ทวีศุภพงษ์
นาย สัทธกร คัชวาระรัง
น.ส. อัมพา บุนนาค

วท.
๓๕๗๓
๒๕๔๘

เลขหมู่.....
เลขทะเบียน 107717
วันเดือนปี 10 พ.ค. 2553

๖. 122 109๗๓
i.....

โครงการพิเศษนี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรวิทยาศาสตรบัณฑิต

ภาควิชาเคมี สาขาเคมีอุตสาหกรรม – เครื่องมือวิเคราะห์

คณะวิทยาศาสตร์

สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง

ปีการศึกษา 2548

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

Preparation of detector tube for testing lead(II)


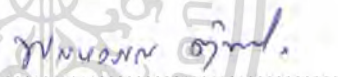



**A Special Project Submitted in Partial Fulfillment of the Requirement for
the Degree of Bachelor of Science
Department of Chemistry
Faculty of Science**

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่ขอสงวนลิขสิทธิ์ไว้เพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปเผยแพร่โดยไม่ได้รับอนุญาต
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

โครงการพิเศษเรื่อง การเตรียมหลอดตรวจวัดปริมาณตะกั่วในน้ำตัวอย่าง
นักศึกษา นาย ศุภกิจ ทวีศุภพงษ์
 นาย สิทธิกร คัชวาทัง
 น.ส. อัมพา บุญนาค
ภาควิชา เคมี คณะวิทยาศาสตร์
สาขาวิชา เคมีอุตสาหกรรม-เครื่องมือวิเคราะห์
ปีการศึกษา 2548
อาจารย์ที่ปรึกษา ผศ.คณิตา ตั้งคณานุรักษ์

ภาควิชาเคมี คณะวิทยาศาสตร์ สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง
 อนุมัติให้โครงการพิเศษนี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรวิทยาศาสตรบัณฑิต

	คณะกรรมการตรวจสอบ	ลายมือชื่อ
ประธานกรรมการ	ดร.วิบูลย์ ประดิษฐ์เวียงคำ	
กรรมการ	ผศ.เพชรขวรรณ ตันทวี	
กรรมการ	ผศ.คณิตา ตั้งคณานุรักษ์	


 (.....)

(ผศ.ดร.ประยงค์ ดวงดี)
 หัวหน้าภาควิชาเคมี

ลิขสิทธิ์ของภาควิชาเคมี คณะวิทยาศาสตร์
 สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
 ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

โครงการพิเศษ	การเตรียมหอดตรวจวัดปริมาณตะกั่วในน้ำตัวอย่าง	
นักศึกษา	นาย ศุภกิจ	ทวีศุภพงษ์
	นาย สิทธิกร	ศิษะรัง
	น.ส. อัมพา	บุญนาค
ภาควิชา	เคมี คณะวิทยาศาสตร์	
สาขาวิชา	เคมีอุตสาหกรรม-เครื่องมือวิเคราะห์	
ปีการศึกษา	2548	
อาจารย์ที่ปรึกษา	ผศ.คณิตา	ตั้งคนานุรักษ์

บทคัดย่อ

โครงการพิเศษนี้มีวัตถุประสงค์เพื่อศึกษาการเตรียมหอดตรวจวัดปริมาณตะกั่ว(II)ในน้ำตัวอย่าง สภาวะที่เหมาะสมของหอดตรวจวัดทำจากหอดแก้วที่มีเส้นผ่านศูนย์กลาง 3 มิลลิเมตร และมีความยาว 5-10 เซนติเมตร โดยภายในบรรจุซิลิกาเจล ที่เคลือบด้วยไดโครโซนที่ร้อยละการเคลือบ 0.0005% โดยน้ำหนัก การระบุสเกลที่ข้างหอดตรวจวัดได้มาจากการทดสอบหอดตรวจวัดด้วยสารละลายมาตรฐานตะกั่ว(II) ที่ความเข้มข้น 0.1, 0.3, 0.5, 1, 3, และ 5 ppm การศึกษาประสิทธิภาพของหอดตรวจวัดทดสอบกับน้ำตัวอย่างจากนิคมอุตสาหกรรมลาดกระบังเปรียบเทียบกับวิธียูวี-วิสิเบิล สเปกโตรโฟโตเมทรี (UV-Visible spectrophotometry) ได้ผลการทดลองใกล้เคียงกับหอดตรวจวัด แสดงว่าหอดตรวจวัดที่เตรียมขึ้นมีประสิทธิภาพ ขนาดเล็ก สามารถใช้งานได้ง่าย ราคาถูก และให้ผลการวัดที่มีความถูกต้องอยู่ในเกณฑ์ที่ยอมรับได้สำหรับใช้ในการวิเคราะห์หาปริมาณตะกั่วในน้ำและสามารถนำไปใช้นอกห้องปฏิบัติการได้ สะดวก และผู้ใช้ไม่จำเป็นต้องมีความเชี่ยวชาญหรือมีประสบการณ์สูง

คำสำคัญ : หอดตรวจวัด , ตะกั่ว(II) (Pb^{2+})

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

Special Project Title Preparation of detector tube for testing lead(II)

Name Mr. Supakit Taveesupapong

 Mr. Sittikorn Kutchawarang

 Miss. Aumpa Bunnak

Department Chemistry

Program Industrial Chemistry – Analytical Instrument

Academic Year 2005

Special Project Advisor Asst.Prof. Kanita Tangkananuruk

Abstract

This project is aimed to study the preparation of detector tube for simple and rapid quantification of lead(II) in water sample. Optimized condition of detector tube was found that it was made from glass tube which its diameter was 3 mm and 10-15 cm length and inside packed with 0.005% w/w dithizone-silica. The scale beside the detector tube was studied by testing detector tube with series of standard solution of lead(II) 0.1, 0.3, 0.5, 1, 3, and 5 ppm. Efficiency of detector tube was determined by testing with water sample from Ladkrabang Industrial Estate and then comparing with standard UV-Visible spectrophotometric method. The measured lead(II) values from detector tube agreed well with the values from the standard method. From the study, it was found that the detector tube was effective, small and inexpensive, moreover, it was easy to use and it gives satisfactory result in analyzing the level of lead in water. In addition, we can use this detector tube outside the lab and users don't have to be proficient or experienced.

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

กิตติกรรมประกาศ

การจัดทำโครงการพิเศษนี้ สำเร็จลุล่วงได้ด้วยดี เนื่องจากการได้รับการดูแล , เอาใจใส่ , ช่วยเหลือ , แนะนำ , การอำนวยความสะดวก และสิ่งที่เป็นประโยชน์ของคณาจารย์และผู้ที่เกี่ยวข้อง แก่ผู้จัดทำ ตลอดจนการตรวจทาน และแก้ไขโครงการพิเศษฉบับนี้

ขอกราบขอขอบพระคุณ บิดา มารดา ที่ให้คำปรึกษาที่ดี และให้กำลังใจตลอดมา

ขอขอบพระคุณ ผศ.คณิตา ตังคณานุรักษ์ เป็นอย่างสูงที่ให้คำปรึกษา แนะนำ ช่วยแก้ไข ปัญหา เอาใจใส่ดูแล ให้ความช่วยเหลือในการทำโครงการพิเศษนี้มาตลอด

ขอขอบพระคุณ ดร.วิบูลย์ ประดิษฐ์เวียงคำ และ ผศ.พรชวรธร ตันทวี อาจารย์ คณะกรรมการตรวจสอบโครงการพิเศษที่ให้ความกรุณาแก้ไขโครงการพิเศษให้มีความสมบูรณ์มากยิ่งขึ้น และเจ้าหน้าที่ภาควิชาเคมีทุกท่านที่คอยช่วยเหลือให้การทำโครงการพิเศษนี้ดำเนินไปด้วยดี

ขอใจเพื่อน ๆ เคมีอุตสาหกรรม-เครื่องมือวิเคราะห์ ทุกคนที่คอยดูแลกันจนจบการศึกษา พร้อมกันทุกคน

สุดท้ายนี้บุคคลที่มีส่วนช่วยที่มีได้กล่าวไว้ ณ ที่นี้ขอขอบพระคุณเป็นอย่างสูง

นาย ศุภกิจ	ทวีศุภพงษ์
นาย สิทธิกร	ศัชรินทร์
น.ส. อัมพา	บุญนาถ

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

สารบัญ

	หน้า
บทคัดย่อภาษาไทย	ก
บทคัดย่อภาษาอังกฤษ	จ
กิตติกรรมประกาศ	ค
สารบัญ	ง
สารบัญตาราง	ฉ
สารบัญรูป	ช
บทที่ 1	บทนำ
	1.1 ความเป็นมาของโครงการพิเศษ 1
	1.2 วัตถุประสงค์ 2
	1.3 ขอบเขตของงานวิจัย 2
	1.4 ขั้นตอนการวิจัยและวิธีการดำเนินงาน 3
	1.5 ผลที่คาดว่าจะได้รับ 3
บทที่ 2	ทฤษฎีและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง
	2.1 โลหะหนัก 4
	2.2 ไดโรโซน (<i>1, 5-diphenylthiocarbazone</i>) 5
	2.3 การวัดตัวอย่างน้ำโดยเครื่อง UV-Vis Spectrometer โดยวิธีไดโรโซน 6
	2.4 ซิลิกาเจล (Silica Gel) 7
	2.5 งานวิจัยที่เกี่ยวข้อง 8
บทที่ 3	วิธีการดำเนินการทดลอง
	3.1 เครื่องมือและอุปกรณ์ 10
	3.2 สารเคมี 10
	3.3 การเตรียมสารละลาย 10
	3.4 วิธีดำเนินการทดลอง 11

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

สารบัญ (ต่อ)

	หน้า
บทที่ 4 ผลการทดลอง	
4.1 การศึกษาร้อยละการเคลือบไดไฮโซนที่เหมาะสมบนชนิดกาเจลด	18
4.2 การศึกษาเวลาตรวจวัดที่เหมาะสม	19
4.3 การระบุสเกลที่ข้างหลอดตรวจวัด	19
4.4 ศึกษาประสิทธิภาพของหลอดตรวจวัดที่เตรียมขึ้น โดยเปรียบเทียบกับวิธีมาตรฐาน	22
4.5 การเปรียบเทียบปริมาณตะกั่ว (II) ในน้ำตัวอย่างที่ตรวจวัดได้ โดยวิธีมาตรฐานกับใช้หลอดตรวจวัดที่เตรียมขึ้น	23
บทที่ 5 สรุปผลและข้อเสนอแนะ	24
บรรณานุกรม	26
ภาคผนวก	
ภาคผนวก ก. แสดงผลการวิเคราะห์	27
ภาคผนวก ข. แสดงผลการคำนวณ	29
ภาคผนวก ค. แสดงตารางทางสถิติ	32

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

สารบัญตาราง

	หน้า
ตารางที่ 1.1 แสดงขั้นตอนการวิจัยและช่วงเวลาค่าการวิจัย	3
ตารางที่ 3.1 แสดงตัวอย่างอัตราส่วนปริมาณซิลิกาเจลและสาร dithizone ที่ใช้ในการเคลือบที่ ร้อยละการเคลือบต่างๆ	12
ตารางที่ 4.1 แสดงผล Silica - Dithizone เปลี่ยนสีที่ร้อยละการเคลือบต่างกัน	18
ตารางที่ 4.2 แสดงการศึกษาเวลาตรวจวัดที่เหมาะสม	19
ตารางที่ 4.3 การระบุสเกลที่ข้างหลอดตรวจวัด	20
ตารางที่ 4.4 แสดงปริมาณตะกั่ว (II) ในน้ำตัวอย่างโดยใช้หลอดตรวจวัดที่เตรียมขึ้น	23
ตารางภาคผนวก	
ตารางที่ 1 แสดงการตรวจวัดปริมาณตะกั่ว(II) ในน้ำตัวอย่าง โดยวิธี ยูวี-วิสิเบิล สเปกโทรโฟโต มิเตอร์	28
ตารางที่ 2 แสดงปริมาณตะกั่ว (II) ในน้ำตัวอย่างเทียบกับกราฟมาตรฐาน	28
ตารางที่ 3 แสดงการเปรียบเทียบปริมาณตะกั่ว (II) ในน้ำตัวอย่าง โดยวิธี UV-Vis spectrophotometry กับหลอดตรวจวัดที่เตรียมขึ้น	28
ตารางคำนวณ ค่า t – test	30
ตาราง t – test	33

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

สารบัญรูปภาพ

	หน้า
รูปที่ 2.1 แสดงสูตรโครงสร้างของไคโรโซน	5
รูปที่ 2.2 ปฏิกริยาที่เกิดขึ้นระหว่างตะกั่วกับไคโรโซน	5
รูปที่ 2.3 ปฏิกริยาออกซิไดซ์ของไคโรโซน	6
รูปที่ 2.4 แสดงลักษณะโครงสร้างของซิลิกาเจล	7
รูปที่ 3.1 แสดงขั้นตอนการบรรจุสำลีลงในหลอดแก้ว	12
รูปที่ 3.2 แสดงการใส่ซิลิกาเจลที่ไม่ได้ผ่านการเคลือบ	13
รูปที่ 3.3 แสดงหลอดแก้วที่ใส่ซิลิกาเจลที่ไม่ได้ผ่านการเคลือบ เพื่อปรับระดับเริ่มต้นให้สม่ำเสมอ	13
รูปที่ 3.4 แสดงหลอดแก้วที่บรรจุซิลิกาเจลที่ผ่านการเคลือบด้วยไคโรโซน	14
รูปที่ 3.5 แสดงหลอดแก้วที่บรรจุซิลิกาเจลเรียบร้อยแล้ว	14
รูปที่ 4.1 แสดงร้อยละการเปลี่ยนสีที่เคลือบซิลิกา-ไคโรโซนที่ 0.005%	19
รูปที่ 4.2 แสดงหลอดตรวจวัดที่จัดเตรียมขึ้นที่ระบุสเกล	21
รูปที่ 4.3 กราฟมาตรฐานของสารละลายมาตรฐานตะกั่ว(II)	22
รูปภาพภาคผนวก	
กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างความเข้มข้นของตะกั่วกับ ความสูงของแถบสีของซิลิกา-ไคโรโซนที่เปลี่ยนสี	35

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

บทที่ 1

บทนำ

1.1 ความเป็นมาของโครงการพิเศษ

ปัจจุบันมีการขยายตัวของโรงงานอุตสาหกรรมเกิดขึ้นมากมายภายในเขตเมืองสำคัญ ก่อให้เกิดปัญหามลพิษที่ส่งผลกระทบต่อสภาพแวดล้อม โดยเฉพาะสารตกค้างพวกโลหะหนัก เช่น โครเมียม ทองแดง ตะกั่วปรอท หรือ เหล็ก ที่ปนเปื้อนมากับน้ำทิ้งจากโรงงานอุตสาหกรรมจัดเป็นสาเหตุสำคัญที่ทำให้เกิดปัญหามลพิษทั้งทางน้ำ ทางอากาศ และทางดิน โดยเฉพาะอย่างยิ่งปัญหาเรื่องน้ำเสียจะส่งผลกระทบต่อสิ่งมีชีวิตที่อาศัยในแม่น้ำลำคลองและมนุษย์ที่ใช้แหล่งน้ำ หรือแม่น้ำต่างๆหรือเพื่อการอุปโภคบริโภค

ตะกั่วมีพิษร้ายแรงต่อมนุษย์และสัตว์ สามารถเข้าสู่ร่างกายได้หลายทาง เช่น ทางอาหาร และน้ำ ทางลมหายใจ และทางผิวหนัง พิษจากตะกั่วทำให้ร่างกายมีความผิดปกติต่าง ๆ เช่น คลื่นไส้ อาเจียน มีอาการทางประสาทและกล้ามเนื้อ นอนไม่หลับ คลุ้มคลั่ง เกิดความคิดสับสน ปวดศีรษะ ถ้าได้รับเป็นปริมาณมากอาจชักและตายได้ ร่างกายสามารถขับตะกั่วออกมาได้เพียงบางส่วน ส่วนที่เหลือจะสะสมอยู่ในร่างกายที่ ตับ ไต เลือดและเซลล์ต่าง ๆ ซึ่งเป็นอันตรายได้ในภายหลัง ตะกั่วพบได้ในน้ำเสียจากพวกโรงงานหล่อหลอมและชุบโลหะ โรงงานแบตเตอรี่ เป็นต้น นอกจากนี้ในน้ำธรรมชาติและน้ำประปาที่พบว่ามียูเรเนียมแต่ในปริมาณน้อย สาเหตุการปนเปื้อนของตะกั่วในแหล่งน้ำธรรมชาติ เนื่องจากการปล่อยน้ำเสียจากพวกโรงงานดังกล่าว จากเหมืองแร่ และจากน้ำฝนที่ชะล้างสารตะกั่วจากอากาศและพื้นดินลงสู่แหล่งน้ำ สำหรับน้ำประปามีตะกั่วเจือปนได้จากน้ำดิบที่ใช้ผลิตและจากท่อจ่ายน้ำบริเวณข้อต่อที่ต้องมีการบัดกรีด้วยตะกั่ว ดังนั้นจึงกำหนดให้มีตะกั่วในน้ำประปาได้ไม่เกิน 0.05 มก./ล.

งานทางด้านการวิเคราะห์และงานวิจัยที่เกี่ยวกับการตรวจวัดตะกั่วส่วนใหญ่จะต้องทำในห้องปฏิบัติการและใช้เครื่องมือที่มีขนาดใหญ่และราคาแพง โครงการวิจัยนี้จึงได้คิดผลิตหลอดตรวจวัด(Detector tube)สำหรับหาปริมาณตะกั่ว(II)ซึ่งมีขนาดเล็ก สามารถใช้งานได้ง่าย ราคาถูก และให้ผลการวัดที่มีความถูกต้องอยู่ในเกณฑ์ที่ยอมรับได้สำหรับการวิเคราะห์หาปริมาณตะกั่วในน้ำและสามารถนำไปใช้ในสถานที่นอกห้องปฏิบัติการ เช่น ออกภาคสนามได้ สะดวกและผู้ใช้ไม่จำเป็นต้องมีความเชี่ยวชาญหรือมีประสบการณ์สูง โดยหลอดตรวจวัดจะผลิตจากหลอดแก้วที่มีเส้นผ่านศูนย์กลางประมาณ 3-5 มิลลิเมตร ยาว 10-15 เซนติเมตร ภายในบรรจุด้วยซิลิกาเจลที่มีอนุภาคขนาด 100 mesh และเคลือบด้วยสารเคมีที่สามารถทำปฏิกิริยากับสารที่ต้องการ

วิเคราะห์แล้วเกิดการเปลี่ยนสีได้ เรียกสารที่นำมาเคลือบนี้ว่า ดีเทคติงค์ รีเอเจนท์(Detecting Reagent) โครงการวิจัยนี้ใช้ ไดธิโซเน(dithizone) เป็นดีเทคติงค์ รีเอเจนท์

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนลิขสิทธิ์สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

1.2 วัตถุประสงค์

1. เพื่อผลิตหลอดตรวจวัดสำหรับตรวจวัดปริมาณตะกั่วในน้ำซึ่งเป็นหลอดที่ขนาดเล็กใช้งานได้สะดวก รวดเร็ว ให้ผลการวิเคราะห์ที่สอดคล้องกับผลวิเคราะห์ที่ได้จากวิธีมาตรฐานและมีต้นทุนในการผลิตต่ำเป็นการทดแทนวิธีการวิเคราะห์ที่มีขั้นตอนยุ่งยากและต้องใช้เครื่องมือที่มีราคาแพง

2. เพื่อศึกษาประสิทธิภาพในการตรวจวัดปริมาณตะกั่วด้วยหลอดตรวจวัดที่เตรียมขึ้นเปรียบเทียบกับวิธีตรวจวัดที่เป็นวิธีมาตรฐาน

1.3 ขอบเขตของการวิจัย

1. ศึกษาวิธีการเคลือบซิลิกาเจลที่เหมาะสมด้วยไดโพรโซน โดยใช้ซิลิกาเจลขนาด 100 mesh และแปรผันเปอร์เซ็นต์การเคลือบเป็น 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) ซิลิกาเจลที่เคลือบด้วยไดโพรโซน ในหลอดแก้วขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางประมาณ 5 มิลลิเมตร

3. ศึกษาประสิทธิภาพการตรวจวัดของหลอดตรวจวัดที่บรรจุซิลิกาเจลที่เคลือบด้วย % การเคลือบที่เหมาะสมในสารละลายมาตรฐานตะกั่ว (II) เข้มข้น เข้มข้น 0.1, 0.3, 0.5, 1, 2, 3 และ 5 ppm เพื่อกำหนดสเกลบนหลอดตรวจวัด

4. ศึกษาประสิทธิภาพของหลอดตรวจวัดที่ผลิตได้กับน้ำตัวอย่างจริง และเปรียบเทียบกับวิธีมาตรฐานซึ่งในที่นี้ใช้วิธี UV-Vis spectrophotometry

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

1.4 ขั้นตอนการวิจัย

ขั้นตอนการวิจัยและช่วงเวลาค่าการวิจัยแสดงดังตารางที่ 1.1

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	
การเก็บและรวบรวมข้อมูล		←				→					
การเตรียมซีกาที่เคลือบ ด้วย ไดโอรโชน ที่มี % การเคลือบต่างๆ				←		→					
การแพกซีกาเข้าสู่ หลอดแก้ว					←		→				
ศึกษาหา% การเคลือบที่ เหมาะสมกับสารละลาย std. ตะกั่วที่ความเข้มข้นที่ แตกต่างกัน					←			→			
ศึกษาหาสเกลบนหลอด ตรวจวัดที่มี% การเคลือบที่ เหมาะสมด้วยสารละลาย std. ตะกั่วที่ความเข้มข้นที่ แตกต่างกัน								←	→		
ศึกษาประสิทธิภาพของ หลอดตรวจวัดในน้ำตัวอย่าง และเปรียบเทียบผลกับ UV-Vis spectroprotometry										←	→

1.5 ผลที่คาดว่าจะได้รับ

1.สามารถสร้างหลอดตรวจวัดที่สามารถตรวจวิเคราะห์ปริมาณตะกั่วในน้ำที่สามารถใช้
งานได้ง่าย ขนาดเล็ก ราคาถูก ให้ผลการวิเคราะห์รวดเร็วและมีความถูกต้อง

2.สามารถเป็นแนวทางในการศึกษาและผลิตหลอดตรวจวัดที่ใช้ตรวจวัด สารอินทรีย์และ
เอกสารนี้เป็นการวิจัยเบื้องต้น สำหรับการจ้างงานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
เอกสารนี้เป็นการวิจัยเบื้องต้น สำหรับการจ้างงานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

บทที่ 2

ทฤษฎีและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

2.1 โลหะหนัก

โลหะหนักหมายถึงโลหะที่มีความหนาแน่นมากกว่า 5 กรัมต่อลูกบาศก์เซนติเมตร เช่น ตะกั่ว แคดเมียมปรอท นิกเกิล เหล็ก เป็นต้น โดยทั่วไปโลหะหนักมีสถานะเป็นของแข็ง ยกเว้นปรอทที่มีสถานะเป็นของเหลวที่อุณหภูมิปกติ ซึ่งโลหะหนักโดยทั่วไปมีสมบัติทางกายภาพคล้ายคลึงกัน ได้แก่ การนำไฟฟ้าและการนำความร้อนได้ดี มีความมันวาว และสามารถนำมาตีเป็นแผ่นบางๆได้ ส่วนสำคัญที่สำคัญด้านเคมี คือสามารถรวมตัวกับสารอื่นเป็นสารประกอบเชิงซ้อนได้หลายรูปแบบที่เสถียรกว่าโลหะหนัก

โลหะหนักสามารถจัดแบ่งโดยอาศัยแนวโน้มความเป็นพิษต่อสถานะแวดล้อมได้ คือ กลุ่มโลหะที่มีความเป็นพิษต่อสถานะแวดล้อมสูงมาก ได้แก่ As,Au,Cd,Cu,Cr,Hg,Pb,Sb,Sn,Te และ Zn และกลุ่มโลหะที่มีความเป็นพิษต่อสถานะแวดล้อมสูงลงมา ได้แก่ Ba,Bi,Fe,Mo,Ti,U

ความเป็นพิษของโลหะชนิดนี้เป็นผลมาจากมนุษย์ได้รับสารเหล่านั้นในปริมาณที่แตกต่างกัน และก่อให้เกิดอันตรายแก่ร่างกาย แหล่งที่มาสำคัญของโลหะเหล่านี้ก็คือ จากกระบวนการผลิตในโรงงานอุตสาหกรรม ซึ่งสามารถปนเปื้อนมากับน้ำทิ้งของโรงงานอุตสาหกรรม จากนั้นจึงเกิดการปนเปื้อนเข้าสู่สิ่งแวดล้อมในดิน น้ำ อากาศ และผลผลิตทางการเกษตร และเข้าสู่ร่างกายของมนุษย์ และมีผลต่อการเมตาบอลิซึม

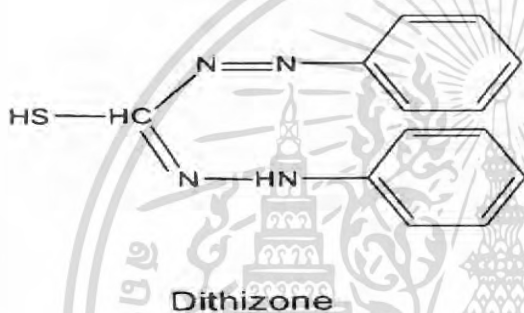
ตะกั่ว

ตะกั่วเป็นโลหะสีเทาเงิน หรือแกมม่น้ำเงินเกิดขึ้นตามธรรมชาติ ในเปลือกโลกตะกั่วในพื้นดิน อาจเกิดตามธรรมชาติหรืออาจเกิดจาก ภาวะมลพิษดินที่มีสภาพเป็นกรด จะมีสารตะกั่วน้อยกว่าดินที่เป็นด่าง เนื่องจากอินทรีย์สารในดินอาจทำปฏิกิริยากับสารตะกั่ว ที่มีอยู่ สารตะกั่วที่อยู่ในรูปสารประกอบอินทรีย์ เช่น ไนเตรด คลอเรท และสารประกอบอินทรีย์ซึ่งใช้เป็นสารเติมในน้ำมันเชื้อเพลิง เช่น เบนซิน สารตะกั่วในบรรยากาศมาจากตะกั่วที่ผสม ในน้ำมันเบนซินเพื่อใช้ในการจุดระเบิดของน้ำมัน เมื่อน้ำมันเผาไหม้ในรถยนต์สารตะกั่วจะออกมาพร้อมกับไอเสีย สารประกอบตะกั่วในน้ำมัน สามารถแพร่กระจายไปได้ไกลหลายกิโลเมตร และอาจทำให้สิ่งแวดล้อมในบริเวณที่อยู่ห่างไกลความเจริญเกิดการปนเปื้อนได้ นอกจากนี้ สารตะกั่วสามารถถูกชะล้างออกจากบรรยากาศได้โดย ฝน สารตะกั่วเข้าสู่ร่างกายมนุษย์ได้ด้วยการบริโภคอาหาร น้ำ หรือหายใจ เอาเอกสารปนเปื้อนเอกสารที่ส่งงานไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้ไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า อากาศที่มีสารตะกั่วเจือปนเข้าไป ในบางกรณีร่างกาย อาจดูดซึมตะกั่วอินทรีย์ที่ไม่ใช่สารตะกั่ว ในไมวากรณใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

บรรยากาศเข้าทางผิวหนังได้สารตะกั่วมีพิษมาก โดยเฉพาะในเด็ก ซึ่งอาจมีผลทำให้สมองพิการ ส่วนในผู้ใหญ่อาจมีผลต่อระบบทางเดินอาหาร และระบบประสาท สำหรับอันตรายโดยทั่วไปนั้น ทำให้เม็ดเลือดแดงอายุ สั้นลง ทำให้เป็นโรคโลหิตจาง ซึ่งเป็นอันตรายต่อเด็กในครรภ์ และเป็นอันตรายต่อระบบประสาท ไต ทางเดินอาหาร ตับ และหัวใจ

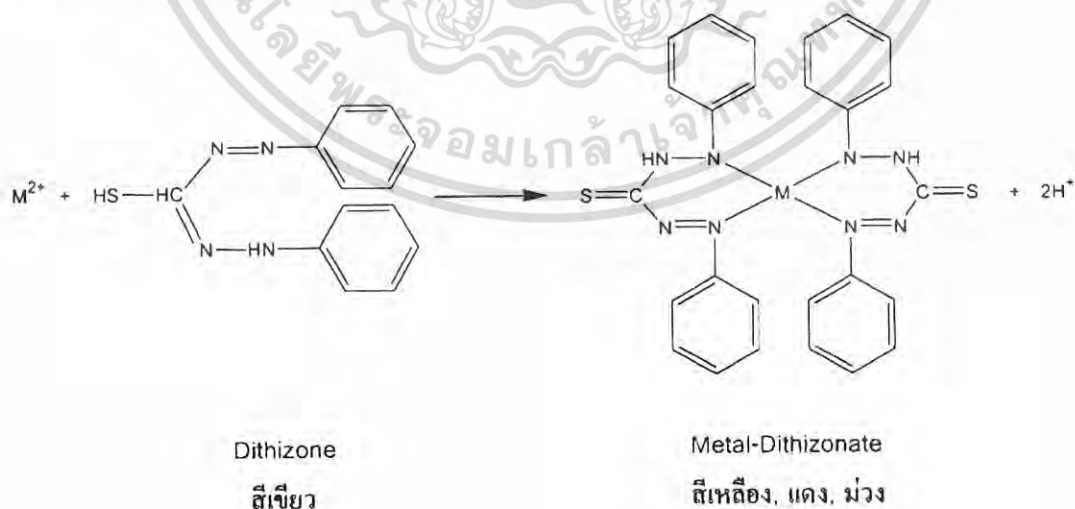
2.2 ไดไรโซน (1, 5-diphenylthiocarbazone)

เป็นของแข็งสีม่วงดำ ไม่ละลายน้ำ แต่ละลายได้ใน ammonia, chloroform และ carbon tetrachloride ได้สารละลายสีเขียว complex ของ dithizone กับโลหะจะให้สีเหลือง, แดง หรือม่วง ขึ้นกับชนิดของโลหะ



รูปที่ 2.1 แสดงสูตรโครงสร้างของไดไรโซน

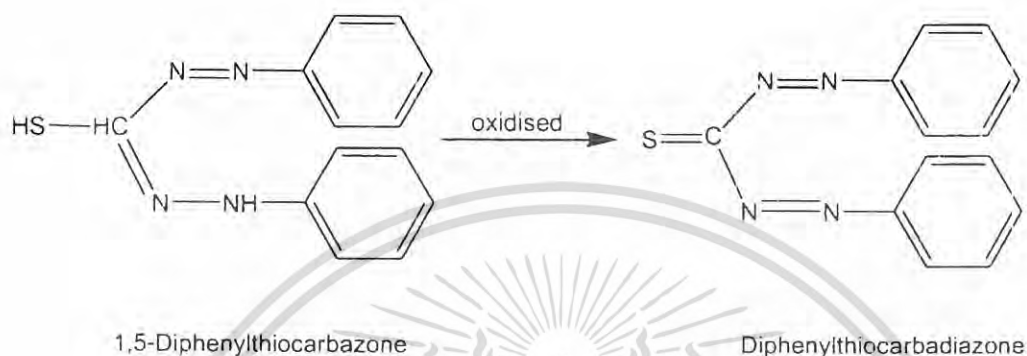
ปฏิกิริยาที่เกิดขึ้นระหว่างตะกั่วกับไดไรโซน



รูปที่ 2.2 ปฏิกิริยาที่เกิดขึ้นระหว่างตะกั่วกับไดไรโซน

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

สารละลาย dithizone เตรียมโดยละลายใน alcohol แต่ dithizone จะถูกออกซิไดซ์ได้ง่ายเกิดเป็น diphenylthiocarbadiazone ซึ่งมีสีเหลืองหรือน้ำตาล oxidised form นี้จะไม่ทำปฏิกิริยากับโลหะหมดสภาพการเป็น indicator ดังนั้นจึงควรเก็บ dithizone solution ไว้ในภาชนะทึบแสง และใส่ในตู้เย็น ปฏิกิริยาการออกซิไดซ์ของ dithizone เขียนสมการแสดงได้ดังนี้



รูปที่ 2.3 ปฏิกิริยาออกซิไดซ์ของไดไซโซน

2.3 การวัดตัวอย่างน้ำโดยเครื่อง UV-Vis Spectrometer โดยวิธีไดไซโซน

ก. หลักการ

ภายใต้สภาวะที่เป็นกรด ตะกั่วจะรวมตัวกับสารละลายแอมโมเนียไซเตรตไซยาไนด์รีดิวซิง (Ammoniacal Citrate-Cyanide Reducing) แล้วทำปฏิกิริยากับไดไซโซนที่ละลายในคลอโรฟอร์ม สร้างสารเชิงซ้อนสีแดงชมพูในรูปตะกั่วไดไซโซเนต (Lead Dithizonate) วัดสีที่ความยาวคลื่น 510 นาโนเมตร ความเข้มข้นต่ำสุดที่วัดได้ 0.01 มก./ล.

ข. สิ่งรบกวนการวิเคราะห์

ไดไซโซนสามารถสร้างสารเชิงซ้อนไดไซโซเนตกับบิสมัท คีบุกและทลเลียม (Thallium) ได้ในสภาวะที่สารละลายแอมโมเนียไซยาไนด์เป็นด่างอย่างอ่อน (พีเอช 8.5 ถึง 9.5) ในสภาพด่างแก่ (พีเอช 10 ถึง 11.5) ก็สามารถสร้างสารเชิงซ้อนได้แต่จะไม่อยู่ตัว ตะกั่วจะถูกสกัดได้เพียงบางส่วน การรบกวนการวิเคราะห์จากคีบุกและทลเลียมสามารถกำจัดได้โดยการออกซิไดซ์อ็อกซิดอนเหล่านี้ในระหว่างการย่อยเพื่อเตรียมตัวอย่าง ถ้าหาตะกั่วในช่วงความเข้มข้น 0-30 ไมโครกรัม ความเข้มข้นของอ็อกซิดอนต่างๆ ต่อไปนี้จะไม่รบกวนการวิเคราะห์คือ $Tl^+ \leq 20 \mu g, Sn^{2+} \leq 200 \mu g,$

$In^{3+} \leq 200 \mu g$ และ $Ba^{2+}, Cd^{2+}, Co^{2+}, Cu^{2+}, Mg^{2+}, Mn^{2+}, Hg^{2+}, Sr^{2+}, Zn^{2+}, Al^{3+}, Sb^{3+}, As^{3+}, Cr^{3+}, Fe^{3+}, V^{3+}, PO_4^{3-}$ อย่างละ $\leq 1,000 \mu g$.

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น เมื่อนำไปเผยแพร่บนสื่อออนไลน์โดยไม่แจ้งชื่อผู้จัดทำเอกสาร หรือใช้เพื่อวัตถุประสงค์อื่นใดโดยไม่ได้รับอนุญาตจากเจ้าของเอกสาร กรุณาแจ้งชื่อผู้จัดทำเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ค. การเก็บและรักษาตัวอย่าง

หลังจากเก็บตัวอย่างแล้วให้ปรับพีเอชของน้ำตัวอย่างให้มีพีเอชน้อยกว่า 2 ทันที แล้วเติมสารละลายไฮโอดีน 5 มล. เพื่อป้องกันไม่ให้สารประกอบตะกั่วอินทรีย์สูญเสียในระหว่างการขนส่งและการย่อยตัวอย่างน้ำ ควรทำแบลนด์ด้วยโดยใช้น้ำกลั่น

2.4 ซิลิกาเจล (Silica Gel)

ซิลิกาเจลจัดเป็นตัวดูดซับที่เฉพาะเจาะจงอันเนื่องมาจากมีหมู่ไฮดรอกซิล (Hydroxyl group) บนผิวของซิลิกาซึ่งจะเป็นส่วนที่สำคัญในการดูดซับด้วยแรงการกระจาย แรงไดโพล-ไดโพล แรงเหนี่ยวนำและพันธะไฮโดรเจน ปฏิกิริยาที่สำคัญต่อการดูดซับของซิลิกาเจลคือการเกิดพันธะไฮโดรเจนดังรูปที่ 2.2

รูปที่ 2.4 แสดงลักษณะโครงสร้างของ silica gel แสดงให้เห็นพันธะต่างๆและ silanol group

2.4.1 การเคลือบของเหลวลงบนซิลิกาเจล

การเคลือบของเหลวลงบนซิลิกาเจลควรเคลือบให้ได้อย่างสม่ำเสมอบนผิวของซิลิกาเจล และเคลือบให้เป็นแผ่นฟิล์มบางๆ และเฟสของเหลวที่นำมาเคลือบนั้นไม่ควรเกิดการไฮโดรไลซ์ หรือเกิดปฏิกิริยาออกซิเดชัน หรือเกิดการระเหยในระหว่างการเคลือบและซิลิกาเจลที่ต้องการจะเคลือบนั้นจะต้องไม่ควรแตกหักง่าย

การเคลือบเฟสของเหลวลงบนซิลิกาเจลนั้นใช้เป็นร้อยละของการโหลด(% loading) นิยมใช้ 10% loading หมายความว่าใช้ซิลิกาเจล 90 กรัม และเฟสของเหลว 10 กรัม จึงจะทำให้ 10% loading มีความจุมาก (larger capacity) ถ้าการโหลดเฟสของเหลวมากกว่าร้อยละ 20 จะทำให้เฟสของเหลวที่เคลือบอยู่มีความหนืด

2.4.2 การเคลือบของเหลวลงบนซิลิกาเจล ทำได้ 2 วิธี

1. นำเฟสของเหลวที่ทราบมวลแน่นอนไปละลายในตัวทำละลายที่เหมาะสมมีจุดเดือดต่ำ (ปริมาตรที่ใช้ 50-70 ลบ.ซม) จากนั้นเทลงในจานระเหย (evaporating dish) ที่มีซิลิกาเจลที่ทราบมวลแน่นอนแล้วคนให้ผสมเข้ากันให้ดี ต่อจากนั้นก็นำไประเหยเอาตัวทำละลายออกเป็นเวลา 5-6 นาที จนกระทั่งของผสมแห้งก็จะได้เฟสของเหลวเคลือบบนซิลิกาเจล

2. ทำเหมือนข้อ 1. แต่จะใช้เครื่องระเหยแบบหมุน (rotary evaporator) แทนจานระเหย เนื่องจากการใช้จานระเหยพร้อมกับการคนด้วยมือนั้นจะทำให้เฟสของเหลวที่เคลือบลงบนซิลิกาเจลไม่มีความสม่ำเสมอ แต่เมื่อใช้เครื่องระเหยแบบหมุนอาจจะช่วยให้การเคลือบเฟสของเหลวลงบนซิลิกาเจลเกิดขึ้นได้อย่างสม่ำเสมอ ในกรณีที่เกิดการแตกหักของซิลิกาเจลในขณะที่เกิดการหมุนก็ให้หยุดการหมุนลง ใช้ช้อนตักสาร (spatula) กัดส่วนของซิลิกาเจลที่แตกหักให้ละเอียดแล้วดำเนินการหมุนต่อไป

2.5 งานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

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

วิธีนี้เป็นวิธีที่พัฒนาขึ้นมาเพื่อใช้ดูดซับบนผิวของซิลิกา การดูดซับของไอออนของโลหะหนัก ในสารละลายและการบรรจุซิลิกาได้ถูกทำการศึกษา สีของสเกลสำหรับ Ag(I), Hg(II) และ Pb(II) จะมองเห็นได้ ซิลิกาเจลที่พัฒนาแล้วได้สร้างขึ้นมาเพื่อให้ใช้ได้อย่างเหมาะสมในการวิเคราะห์แบบ semi-quantitative ของไอออนโลหะในนมเนย ธรรมชาติ แร่ธาตุ และน้ำเสีย

เอกสารนี้เป็นลิขสิทธิ์ของมหาวิทยาลัยราชภัฏวไลยอลงกรณ์ ออกรุ่นนี้เพื่อเผยแพร่สู่สาธารณะโดยไม่คิดค่า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

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

ความรวดเร็ว, อัตโนมัติและราคาถูกของวิธี screening-test สำหรับการแสดงการปนเปื้อนของโลหะหนักในน้ำตัวอย่างทำไว้เพื่อหลีกเลี่ยงการวิเคราะห์ที่มีราคาแพงและใช้เวลานานของเทคนิค atomic absorption spectrometry วิธีนี้อาศัยหลักการการเกิดปฏิกิริยาของ Cd^{2+} , Co^{2+} , Cu^{2+} , Ni^{2+} , Pb^{2+} และ Zn^{2+} กับ ไดโธโซนที่ pH 6 และการวิเคราะห์ที่เกี่ยวกับการสกัดความเข้มข้นในระบบ flow injection วิธีนี้ในถูกพัฒนาขึ้นสำหรับน้ำดื่ม และน้ำเสีย และถูกตรวจสอบกับปริมาณน้ำตัวอย่างจริง

3. A sensitive spectrophotometric method for lead determination by flow injection analysis with on-line preconcentration (Mar'ya S. Di Nezio, Miriam E. Palomeque, Beatriz S. Fernández Band. 2003)

ระบบ flow injection ที่ใช้สำหรับวิเคราะห์ Pb(II) ที่มีปริมาณน้อยกับขั้นตอนการเตรียมความเข้มข้นและการวัดโดยวิธี spectrophotometric ได้ถูกเสนอ โดยเตรียมความเข้มข้นของไอออนตะกั่วบน chitosan และสร้างสารเชิงซ้อนตะกั่ว-ไดโธโซนในสารละลายที่มี pH 9 สารเคมีและความผันแปรของ flow injection analysis (FIA) มีอิทธิพลต่อการแสดงผลที่มีประสิทธิภาพและการประยุกต์เพื่อวิเคราะห์ตะกั่วในธรรมชาติ และในน้ำตัวอย่าง เป็นวิธีที่ง่าย มีความไวสูง และเป็นอีกทางเลือกหนึ่งที่มีค่าใช้จ่ายต่ำ วิธีนี้ทำภายใต้ linear range ระหว่าง 25 และ 250 $\mu g l^{-1}$ detection limit 5.0 $ng l^{-1}$ และตัวอย่างในระยะเวลา 15 h l^{-1} ผลที่ได้นั้นสอดคล้องกับผลที่ได้โดยใช้วิธี ICP-AES

4. Stability of dithizone in chloroform-acetic acid solvent system (N. Thiagarajan and M. Subbaiyan . 2001)

ไดโธโซนนั้นไม่เสถียรมากเมื่ออยู่ในรูปของสารละลาย โดยเฉพาะเมื่อเวลาถูกแสงโดยตรง และเมื่อเก็บไว้ในที่ที่อุณหภูมิสูง วิธีที่มีประสิทธิภาพสำหรับเตรียมสารละลายที่ใช้ในการวิเคราะห์ และใช้ภายใต้เงื่อนไขที่ถูกพัฒนาขึ้น สารที่ใช้จะเกี่ยวข้องกับการเข้าสู่สมดุลของ สารที่ใช้ในการวิเคราะห์ในคลอโรฟอร์มกับ 6 M ของกรดอะซิติก ของผสมนี้สามารถเก็บไว้ในช่วงเวลาที่พอเหมาะ คือ ไม่เกิน 3 อาทิตย์ โดยไม่เสื่อมสภาพลงไป

บทที่ 3

วิธีการดำเนินการทดลอง

3.1 เครื่องมือและอุปกรณ์

1. เครื่อง ยูวี-วิสิเบิล สเปกโทร โฟโตมิเตอร์ (UV-Visible spectrophotometer) รุ่น 645 บริษัท JENWAY
2. เครื่องระเหยแบบหมุนอัติโนมัติ (Rotary vacuum evaporator) รุ่น SB-615 N-N series บริษัท EYELA
3. เครื่องเขย่า
4. เครื่องวัดพีเอช (PH-meter)

3.2 สารเคมี

1. ไดไซโซน (Dithizone , $C_6H_5NHNHCHN=NC_6H_5$) เกรดวิเคราะห์
2. สารละลายมาตรฐานตะกั่ว(II) 100 ug/ml, เกรดวิเคราะห์
3. ซิลิกาเจลขนาด 100 เมช (Silica Gel 100 Mesh)
4. สารละลายซีเตรตโซเดียมไดไฮดรอกซีอะซิเตด เกรดวิเคราะห์
5. สารละลายคลอโรฟอร์ม (chloromethane , CH_2Cl_2) เกรดวิเคราะห์
6. เครื่องมือเป่าแก้ว
7. ตะแกรงร่อน (sieve) ขนาด 100 – 120 เมช
8. หลอดแก้วขนาดเส้นผ่าศูนย์กลาง 3 มิลลิเมตร ยาว 10 – 15 เซนติเมตร
9. เครื่องแก้ว

3.3 การเตรียมสารละลาย

1. สารละลายไดไซโซนเข้มข้น

ละลายไดไซโซนเข้มข้น 100 มิลลิกรัม ด้วยคลอโรฟอร์ม 50 มล. ในบีกเกอร์ขนาด 250 มิลลิลิตร เทสารละลายลงในกรวยแยก (1) ขนาด 500 มิลลิลิตร ล้างบีกเกอร์ด้วยคลอโรฟอร์ม 5 มิลลิลิตร 2 ครั้ง หรือจนไม่มีสารละลายไดไซโซนติดบีกเกอร์ เติมน้ำกลั่น 100 มิลลิลิตร ลงในกรวยแยก เขย่าอย่างแรงประมาณ 1 นาที ตั้งทิ้งไว้ให้แยกชั้น ขยับกรวยแยก

เบาๆ ให้คลอโรฟอร์มออกจากชั้นน้ำ ถ่ายชั้นคลอโรฟอร์มใส่ในกรวยแยก (2) ขนาด 250 มิลลิลิตร เติมน้ำกลั่น 100 มิลลิลิตร ลงในกรวยแยก (1) สกัดซ้ำชั้นคลอโรฟอร์มในกรวยแยก (2) ด้วยแอมโมเนียมไฮดรอกไซด์

รอกไซค์ (1+99)100 มิลลิลิตร เขย่าตั้งทิ้งให้แยกชั้น ถ่ายชั้นคลอโรฟอร์มใส่ในกรวยแยก (3) ขนาด 250 มิลลิลิตร แล้วถ่ายชั้นน้ำสีส้มจากกรวยแยก (2) ใส่ในกรวยแยก (1) สกัดซ้ำชั้นคลอโรฟอร์มในกรวยแยก (3) แบบเดิมอีกครั้ง ทิ้งชั้นคลอโรฟอร์มไปเก็บชั้นน้ำสีส้มใส่ในกรวยแยก (1) เติมกรดไฮโดรคลอริก (1+1) แต่ละครั้งอีกจนกว่าไดโครโซนจะตกตะกอนหมด สารละลายไม่เป็นสีส้มแดงอีกต่อไป (ได้น้ำใสมีตะกอนสีเขียวของไดโครโซนตกอยู่) สกัดตะกอนไดโครโซนด้วยคลอโรฟอร์มครั้งละ 25 มิลลิลิตร จนกระทั่งตะกอนละลายหมด แต่ละครั้งทิ้งให้แยกชั้น ถ่ายชั้นคลอโรฟอร์มไดโครโซนลงในขวดวัดปริมาตรขนาด 1000 มิลลิลิตร จนหมดแล้วเจือจางด้วยคลอโรฟอร์มจนได้ปริมาตร 1000 มิลลิลิตร สารละลายนี้ 1 มิลลิลิตรมีไดโครโซน 100 ไมโครกรัม

2. สารละลายไดโครโซนพร้อมใช้ (Dithizone Working Solution)

เจือจางสารละลายไดโครโซนเข้มข้น I จำนวน 100 มล. ด้วยคลอโรฟอร์มให้มีปริมาตรเป็น 250 มล. สารละลายนี้ 1.00 มล. มีไดโครโซน 40 ไมโครกรัม

3. สารละลายซิเตรต-ไซยาไนด์รีดิวซิง (Citrate-Cyanide Reducing Solution)

สารละลายแอมโมเนียมซิเตรตไดเบสิก $(\text{NH}_4)_2\text{HC}_6\text{H}_5\text{O}_7$ 400 กรัม โซเดียมซัลไฟต์ (Na_2SO_3) 20 กรัม ไฮดรอกซีลามีเนไฮโดรคลอไรด์ $(\text{Na}_2\text{OH}\cdot\text{HCl})$ 10 กรัม และโปตัสเซียมไซยาไนด์ (KCN) 40 กรัม (KCN ควรทำด้วยความระมัดระวัง) ในน้ำกลั่นเจือจางให้เป็น 1 ลิตร นำสารละลายนี้ผสมกับแอมโมเนียมไฮดรอกไซด์เข้มข้น จำนวน 2 ลิตร เขย่าให้เข้ากัน

3.4 วิธีดำเนินงานทดลอง

3.4.1 การเตรียมซิลิกา-ไดโครโซน(silica-dithizone)และการเตรียมหลอดตรวจวัด

- 1.นำซิลิกาเจลมาทำการร่อนด้วยตะแกรงร่อนขนาด 100-120 Mesh
- 2.เคลือบซิลิกาเจลด้วยสารละลายไดโครโซน โดยแปรผันร้อยละการเคลือบไดโครโซนเป็น 0.0001 , 0.0005 , 0.001 , 0.005 , 0.01 , 0.05 , 0.1 , 0.5 , 1 และ 5% w/w โดยตัวอย่างอัตราส่วน ปริมาณซิลิกาเจลและสารไดโครโซน

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ตารางที่ 3.1 แสดงตัวอย่างอัตราส่วนปริมาณซัลฟิดาเจลและสารdithizone ที่ใช้ในการเคลือบที่ ร้อยละการเคลือบต่างๆ

ร้อยละการเคลือบ %	ซัลฟิดาเจล (กรัม)	สารdithizone (กรัม)
0.01%	9.999	0.001
0.05%	9.995	0.005
0.1%	9.990	0.010
0.5%	9.950	0.050
1%	9.900	0.100

3. นำสารไดไซโซน ละลายด้วยคลอโรฟอร์ม 5 มิลลิลิตรเข้าให้ ไดไซโซนละลายจนหมด หากละลายไม่หมดให้เติมคลอโรฟอร์มเพิ่มครั้งละ 1 มิลลิลิตร จากนั้นใส่ซัลฟิดาเจลที่ชั่งไว้ตาม อัตราส่วนดังกล่าว นำไปเขย่าเป็นเวลา 1 ชม. และใช้เครื่องระเหยแบบหมุนอัตโนมัติ ระเหย คลอโรฟอร์มไป

4. นำซัลฟิดาเจลที่เคลือบด้วยสาร ไดไซโซนในแต่ละร้อยละการเคลือบมาบรรจุลงใน หลอดแก้วขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 5 มิลลิเมตร และมีความยาว 10 เซนติเมตร โดยมีขั้นตอนการ บรรจุดังนี้

4.1 ใส่สำลีเพื่อป้องกันไม่ให้ซัลฟิดาเจลออกจากหลอดแก้วโดยการใส่อาจใช้ไม้ ช่วย และไม่ควรใส่สำลีในปริมาณมากหรือน้อยเกินไปอีกทั้งควรใส่สำลีในปริมาณที่เท่ากันในทุก หลอด ดังแสดงในรูปที่ 3.1



รูปที่ 3.1 แสดงขั้นตอนการบรรจุสำลีลงในหลอดแก้ว

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

4.2 ใส่ซิลิกาเจลที่ไม่ได้ผ่านการเคลือบให้มีความสูงจากลำลีประมาณ 0.5 มิลลิเมตร เพื่อปรับระดับเริ่มต้นให้มีความสม่ำเสมอมากขึ้น ดังแสดงในรูป 3.2 และ 3.3



รูปที่ 3.2 แสดงการใส่ซิลิกาเจลที่ไม่ได้ผ่านการเคลือบ

รูปที่ 3.3 แสดงหลอดแก้วที่ใส่ซิลิกาเจลที่ไม่ได้ผ่านการเคลือบเพื่อปรับระดับเริ่มต้นให้สม่ำเสมอ

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

4.3 ใส่ซัลฟิดิกเจลที่ผ่านการเคลือบด้วยไดโธโซน ใส่ในหลอดตรวจวัดให้มีความสูง 8 เซนติเมตร โดยทำการเคาะพร้อมกันไปด้วย เพื่อช่วยในการบรรจุให้มีความสม่ำเสมอ ดังแสดงใน รูป 3.4



รูปที่ 3.4 แสดงหลอดแก้วที่บรรจุซัลฟิดิกเจลที่ผ่านการเคลือบด้วย dithizone

4.4 ใส่สำลีลงไปทำการปิดปลายหลอดแก้วจากนั้นหลอดแก้วที่บรรจุซัลฟิดิกเจลเรียบร้อยแล้วมาทำการยึดและปิดปลายด้วยความร้อนทั้งสองด้านดังรูปที่ 3.5



รูปที่ 3.5 แสดงหลอดแก้วที่บรรจุซัลฟิดิกเจลเรียบร้อยแล้ว

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

3.4.2 การศึกษาหรร้อยละการเคลือบของไดไฮโซนที่เหมาะสม

1. เตรียมสารละลายมาตรฐานตะกั่ว(II) ที่ความเข้มข้น 0.1, 0.3, 0.5, 1, 2, 3 และ 5ppm. จากความเข้มข้นสารละลายมาตรฐานตะกั่ว(II) 100 ppm.
2. นำหลอดแก้วที่มีการบรรจุซิลิกาเจลที่มีร้อยละการเคลือบ 0.01%, 0.05%, 0.1%, 0.5%, และ 1% มาบรรจุลงในหลอดแก้วตามวิธีข้างต้นแล้วนำมาทดสอบกับสารละลายมาตรฐานตะกั่ว(II) ที่เตรียมไว้ สังเกตการณ์เปลี่ยนแปลงสีของซิลิกาเจลในหลอดแก้ว พิจารณาร้อยละการเคลือบที่เหมาะสมจากที่มีการเปลี่ยนแปลงสีชัดเจนที่สุด
3. นำซิลิกาเจลที่มีร้อยละการเคลือบที่เหมาะสมมาบรรจุในหลอดแก้วตามวิธีการข้างต้น เพื่อใช้ในการทดลองต่อไป

3.4.3 การศึกษาเวลาตรวจวัดที่เหมาะสม

ทำการทดสอบหลอดตรวจวัดที่เตรียมขึ้นกับสารละลายมาตรฐานตะกั่ว และสังเกตุผลเมื่อเวลาผ่านไปโดยทำการจับเวลาที่ 3, 5 และ 10 นาที พิจารณาเวลาที่เหมาะสม โดยดูจากความสูงของแถบสีที่แตกต่างกันชัดเจนที่สุดในแต่ละความเข้มข้นของสารละลายมาตรฐานตะกั่ว

3.4.4 การระบุสเกลที่ข้างหลอดตรวจวัด

3.4.4.1 ศึกษาความสัมพันธ์ระหว่างความสูงของแถบสีกับความเข้มข้นของตะกั่ว

1. เตรียมสารละลายมาตรฐานตะกั่ว(II) ที่ความเข้มข้น 0.1, 0.3, 0.5, 1, 2, 3 และ 5ppm. จากความเข้มข้นสารละลายมาตรฐานตะกั่ว(II) 100 ppm
2. นำหลอดตรวจวัดมาทำการทดสอบกับสารละลายมาตรฐานตะกั่ว(II) ความเข้มข้น 0.1 ppm ปริมาตร 50 มิลลิลิตรในบีกเกอร์ขนาด 100 มิลลิลิตร ปรับ pH ของสารละลาย ให้เท่ากับ 2 โดยเติมกรด HNO_3 เข้มข้นและเติมกรด HNO_3 (1+4) 20 มิลลิลิตร จากนั้นเติมซิลิเทรต-โซเดียมไนต์รี้ดวซึ่ง ทำการตัดปลายหลอดแก้วทั้งสองด้าน แล้วจุ่มลงในสารละลายมาตรฐานตะกั่ว(II) ใช้เวลาในการทดสอบ 10 นาที
3. ชีตทำเครื่องหมายบนหลอดแก้วเพื่อบอกระดับแถบสีที่เกิดขึ้น วัดระดับความสูงของแถบสี และบันทึกผล
4. ทำการทดลองซ้ำ 7 ครั้ง หาค่าเฉลี่ยของความสูงแถบสีที่ความเข้มข้น 0.1 ppm

5. นำหลอดตรวจวัดมาทดสอบกับสารละลายมาตรฐานตะกั่ว(II) ความเข้มข้น

0.3, 0.5, 1, 2, 3 และ 5ppm. ตามลำดับ ทำการทดลองเช่นเดียวกับข้อ 2,3 และ 4 ตามลำดับ

3.4.4.2 การระบุสเกลข้างหลอดแก้ว

นำความสูงเฉลี่ยในแต่ละความเข้มข้นที่ได้จากการทดลองในข้อ 3.5.4.1 มาใช้ในการขีดสเกลข้างหลอดแก้วด้วยปากกาเขียนแก้ว

3.4.5 ศึกษาการตรวจวัดปริมาณตะกั่วในน้ำตัวอย่างโดยหลอดตรวจวัด

3.4.5.1 การเตรียมตัวอย่างน้ำ

ทำการเก็บตัวอย่างน้ำมา 50.0 มิลลิลิตร ใส่ในขวดรูปชมพูนขนาด 250 มล. เติมกรดไนตริกเข้มข้น (ประมาณ 1 มล.) ให้ได้พีเอชประมาณ 2 แล้วเติมกรดไนตริก (1+4) อีก 20 มล. เติมสารละลายซิงค์-ไซยาไนด์รีดิวซิง 50 มล.

3.4.5.2 การวัดตัวอย่างน้ำโดยวิธีใช้หลอดตรวจวัด

- นำน้ำตัวอย่างที่ได้จากข้อ 3.4.5.1 มาทำการวัดโดยหักปลายทั้ง 2 ด้านของหลอดตรวจวัด
- ทำการจุ่มในน้ำตัวอย่างเป็นเวลา 10 นาที สังเกตการณ์เปลี่ยนแปลงของสี
- ทำการวัดความสูงของแถบสี
- ทำการทดลองซ้ำ 7 ครั้งแล้วหาค่าเฉลี่ย

3.4.6 การตรวจวัดปริมาณตะกั่วโดยเครื่อง ยูวี-วิสิเบิลสเปกโตรโฟโตมิเตอร์ ด้วยวิธีไตโซไซน

วิธีวิเคราะห์

3.4.6.1 การเตรียมกราฟมาตรฐาน

- 1 เตรียมสารละลายมาตรฐานตะกั่วให้มีความเข้มข้น 0.05, 0.1, 0.2, 0.3, 0.4, และ 0.5 ppm
- 2 นำสารละลายมาตรฐานแต่ละความเข้มข้นใส่ในกรวยแยกขนาด 250 มล. เติมกรดไนตริกเข้มข้น (ประมาณ 1 มล.) ให้ได้พีเอชประมาณ 2 แล้วเติมกรดไนตริก (1+4) อีก 20 มล. แล้วเติมสารละลายซิงค์-ไซยาไนด์รีดิวซิง 50 มล. เขย่าแล้วเติมสารละลายไตโซไซนพร้อมใช้ 10 มล. เขย่าให้เข้ากันอย่างดี ประมาณ 30 วินาที ตั้งทิ้งไว้แยกชั้น ชั้นคลอโรฟอร์มจะอยู่ด้านล่าง ส่วนชั้นน้ำจะอยู่ด้านบน

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ทำห้กหอสุมคกลาง พระจอมเกล้าลาดกระบัง

3. ใส่สำลีส้มบางๆ ที่ปลายกรวยแยก ไซ้ชั้นคลอโรฟอร์มผ่านสำลีส้ม 1-2 มล. แรกไปเก็บชั้นคลอโรฟอร์มในหลอดทดลองที่แห้งสะอาดและทิ้งชั้นน้ำไป นำชั้นคลอโรฟอร์มไปวัดค่าการดูดกลืนแสง ที่ความยาวคลื่น 510 นาโนเมตร ใช้เบสลงค่น้ำกลั่น 100 มล. แล้วสกัดตามวิธีข้างต้น พล็อตกราฟระหว่างความเข้มข้นตะกั่วกับค่า การดูดกลืนแสง

3.4.6.2 การวิเคราะห์น้ำตัวอย่าง

ตวงตัวอย่างน้ำ 100 มล. หรือน้อยกว่าแล้วปรับปริมาตรด้วยน้ำกลั่นให้เป็น 100 มล. ปรับให้เป็นกรดมีพีเอช ประมาณ 2 เทใส่ในกรวยแยกขนาด 250 มล. แล้ววิเคราะห์ต่อไปทำเหมือนขั้นตอนในการเตรียมกราฟมาตรฐาน และทำการอ่านค่าความเข้มข้นจากกราฟมาตรฐาน

3.4.7 การเปรียบเทียบและประเมินผลจาก 3.4.5.2 และ 3.4.6.2

เปรียบเทียบผลที่ได้จากการวัดตัวอย่างน้ำโดยใช้หลอดตรวจวัดที่เตรียมขึ้นกับเครื่อง UV-Vis Spectrometer



บทที่ 4

ผลการทดลอง

4.1 การศึกษาร้อยละการเคลือบไดโพรโซนที่เหมาะสมบนซิลิกาเจล

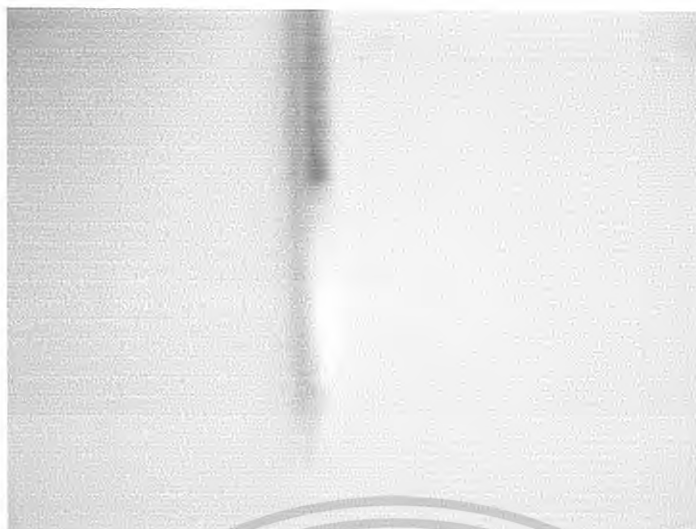
จากการทำการทดลองเพื่อศึกษาประสิทธิภาพในการวิเคราะห์ตะกั่ว(II) ที่ร้อยละการเคลือบ เป็น 0.0001 , 0.0005 , 0.001 , 0.005 , 0.01 , 0.05 , 0.1 , 0.5 , 1 และ 5%

ตารางที่ 4.1 แสดงผล Silica - Dithizone เปลี่ยนสีที่ร้อยละการเคลือบต่างกัน

% coating	ผลที่สังเกตได้
0.0001%	สีที่ได้ปรากฏไม่เด่นชัด
0.0005%	สีที่ได้ปรากฏไม่เด่นชัด
0.001%	สีที่ได้ปรากฏไม่เด่นชัด
0.005%	ปรากฏเป็นเส้นสีแดง-ชมพูเด่นชัด
0.01%	สีที่ปรากฏได้ออกมาเป็นแถบสีส้มและมีเส้นสีแดง
0.05%	สีที่ปรากฏได้ออกมาเป็นแถบสีส้มและมีเส้นสีแดง
0.1%	สีที่ปรากฏได้ออกมาเป็นแถบสีส้มและมีเส้นสีแดงอ่อน
0.5%	สีที่ปรากฏได้ออกมาเป็นแถบสีส้มและไม่เป็นเส้น
1%	สีที่ปรากฏได้ออกมาเป็นแถบสีส้มและไม่เป็นเส้น
5%	สีที่ปรากฏได้ออกมาเป็นแถบสีส้มและไม่เป็นเส้น

จากการศึกษาร้อยละการเคลือบไดโพรโซนที่เหมาะสมบนซิลิกาเจล ที่ร้อยละการเคลือบต่างๆกัน ได้ผลดังตารางที่ 4.1

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 4.1 แสดงรอยละการเปลี่ยนสีที่เคลือบซิลิกา-ไดโอะโซนที่ 0.005%

4.2 การศึกษาเวลาตรวจวัดที่เหมาะสม

ตารางที่ 4.2 แสดงการศึกษาเวลาตรวจวัดที่เหมาะสม

เวลา (นาที)	ผลที่ได้จากการสังเกต
3	ไม่ปรากฏการแยกกันของความสูงแถบสีที่ความเข้มข้นต่างกัน
5	ปรากฏการแยกกันของความสูงแถบสีที่ความเข้มข้นต่างกัน ไม่ชัดเจน
10	ปรากฏการแยกกันของความสูงแถบสีที่ความเข้มข้นต่างกันชัดเจน

จากการศึกษาเวลาตรวจวัดที่เหมาะสมพบว่าที่เวลา 10 นาทีปรากฏผลการแยกกันของแถบสีที่แยกกัน ได้ดีที่สุดในแต่ละความเข้มข้นของสารละลายตะกั่วที่ทำการทดสอบ

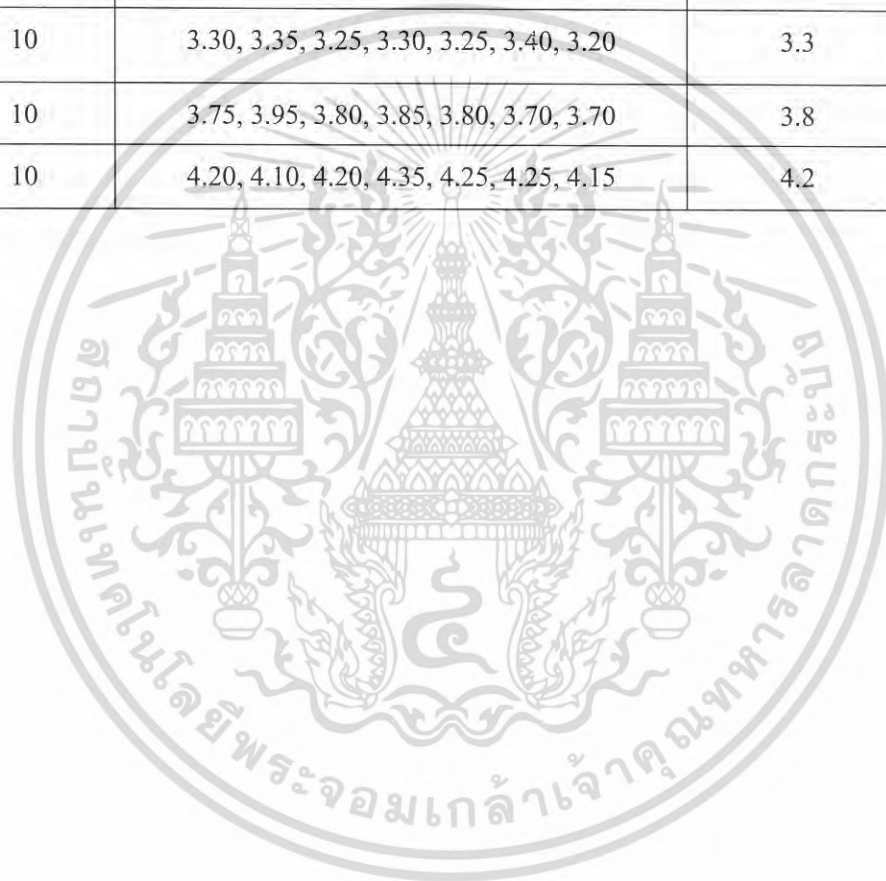
4.3 การระบุสเกลที่ข้างหลอดตรวจวัด

จากการศึกษาโดยนำหลอดตรวจวัดที่เตรียมขึ้นไปวัดปริมาณตะกั่วในสารละลายมาตรฐานที่มีความเข้มข้นต่างๆ ได้ความสูงที่ซิลิกา-ไดโอะโซนเปลี่ยนสีดังแสดงดังตารางที่ 4.2

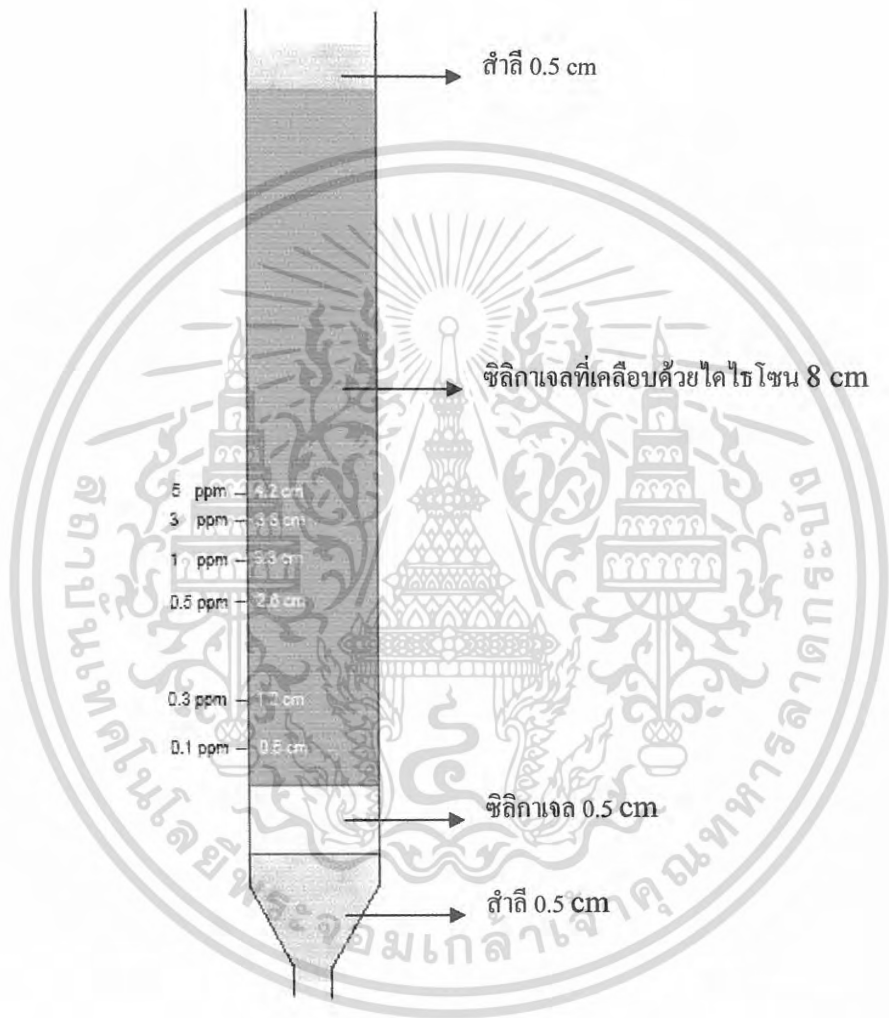
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ตารางที่ 4.3 การระบุมูลเกสรที่ข้างหลอดตรวจวัด

ความเข้มข้น (ppm.)	เวลาตรวจวัด (นาที)	ความสูงที่ซิลิกา-ไดโครโซนที่เปลี่ยนสี (cm)	ค่าเฉลี่ย (cm)	ค่าเบี่ยงเบนมาตรฐาน
0.1	10	0.45, 0.45, 0.55, 0.60, 0.40, 0.40, 0.55	0.5	0.0840
0.3	10	1.20, 1.25, 1.25, 1.35, 1.15, 1.30, 1.20	1.2	0.0673
0.5	10	2.70, 2.60, 2.55, 2.70, 2.60, 2.60, 2.55	2.6	0.0628
1	10	3.30, 3.35, 3.25, 3.30, 3.25, 3.40, 3.20	3.3	0.0580
3	10	3.75, 3.95, 3.80, 3.85, 3.80, 3.70, 3.70	3.8	0.0842
5	10	4.20, 4.10, 4.20, 4.35, 4.25, 4.25, 4.15	4.2	0.0746



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



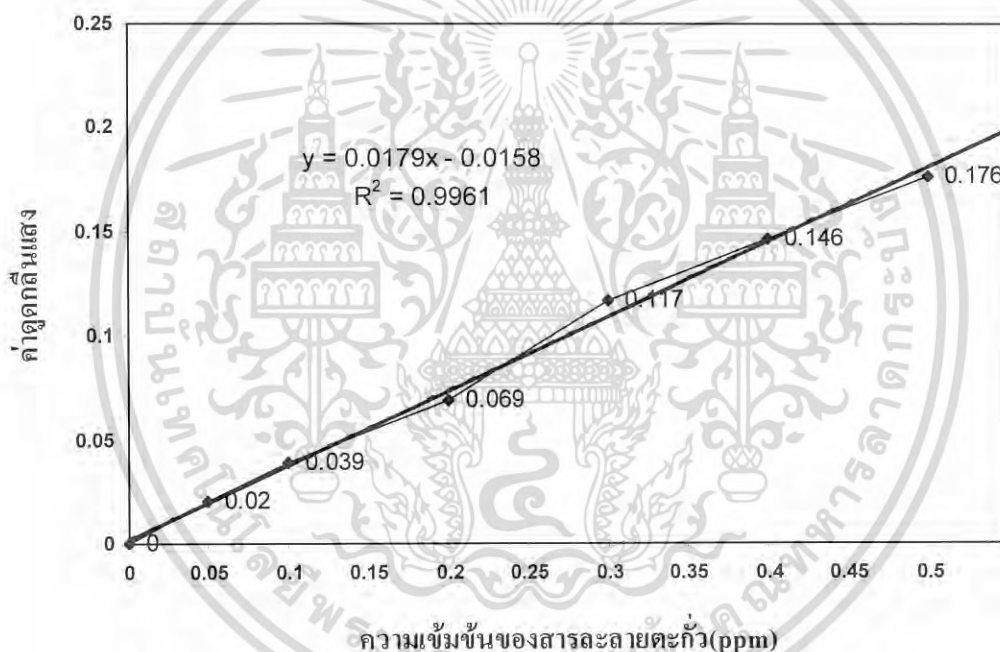
รูปที่ 4.2 แสดงหลอดตรวจวัดที่จัดเตรียมขึ้นที่ความสูงระบุดกล

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

4.4 ศึกษาประสิทธิภาพของหลอดตรวจวัดที่เตรียมขึ้นโดยเปรียบเทียบกับวิธีมาตรฐาน

4.4.1 การตรวจวัดปริมาณตะกั่ว(II) ในน้ำตัวอย่างโดยวิธียูวี-วิสิเบิล สเปกโทรโฟโตมิเตอร์

จากการศึกษากราฟมาตรฐานของสารละลายมาตรฐานตะกั่ว(II) โดยการตรวจวัดค่าดูดกลืนแสงสารละลายมาตรฐานตะกั่ว(II) ที่ความเข้มข้น 0.05, 0.1, 0.2, 0.3, 0.4 และ 0.5 ppm ได้กราฟมาตรฐานดังแสดงในรูปที่ 4.1



รูปที่ 4.3 กราฟมาตรฐานของสารละลายมาตรฐานตะกั่ว(II)

เมื่อนำน้ำตัวอย่างมาตรวจวัดปริมาณตะกั่ว โดยวิธีนี้ได้ค่าการดูดกลืนแสงเฉลี่ยเท่ากับ 0.031 และความเข้มข้นของตะกั่วเท่ากับ 0.070 ppm

4.4.2 การตรวจวัดปริมาณตะกั่ว (II) ในน้ำตัวอย่างโดยใช้หลอดตรวจวัดที่ทำขึ้น

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ตารางที่ 4.4 แสดงปริมาณตะกั่ว (II) ในน้ำตัวอย่างโดยใช้หลอดตรวจวัดที่เตรียมขึ้น

ครั้งที่	ความสูงที่ซิลิกา-ไดโครโซนที่เปลี่ยนสี (cm)	ความเข้มข้นของตะกั่วที่อ่านจาก สเกลข้างหลอดตรวจวัด (ppm)
1	0.30	$\leq 0.060 \pm 0.04$
2	0.40	$\leq 0.080 \pm 0.04$
3	0.30	$\leq 0.060 \pm 0.04$
4	0.35	$\leq 0.070 \pm 0.04$
5	0.30	$\leq 0.060 \pm 0.04$
6	0.30	$\leq 0.060 \pm 0.04$
7	0.30	$\leq 0.060 \pm 0.04$
ค่าเฉลี่ย	0.32	$\leq 0.064 \pm 0.04$
ค่าเบี่ยงเบนมาตรฐาน	0.054	0.04

ผลจากการศึกษานำหลอดตรวจวัดที่ระบุสเกลเรียบร้อยไปจุ่มในน้ำตัวอย่างทำซ้ำ 7 ครั้ง ได้ผลการทดลองดังแสดงในตารางที่ 4.3 โดยใช้เวลาในการตรวจวัดนาน 10 นาที

โดยปริมาณตะกั่วที่ได้จากวัดซ้ำ 7 ครั้ง มีค่าเฉลี่ย น้อยกว่า 0.064 ppm , ค่าเบี่ยงเบนมาตรฐานเท่ากับ 0.04 แสดงว่าผลจากการตรวจวัดมีความเที่ยง (precision) อยู่ในระดับที่น่าเชื่อถือได้

4.5 การเปรียบเทียบปริมาณตะกั่ว (II) ในน้ำตัวอย่างที่ตรวจวัดได้โดยวิธีมาตรฐานกับใช้หลอดตรวจวัดที่เตรียมขึ้น

จากการคำนวณมีค่า SDI (Standard Deviation Index) เท่ากับ 0.857 แสดงว่าผลการวิเคราะห์มีแม่นยำ (accuracy) อยู่ในเกณฑ์ที่ดีมาก

เมื่อนำมาตรวจวัดปริมาณตะกั่วด้วยวิธีมาตรฐานยูวี-วิสิเบิล สเปกโทรโฟโตเมทรี และหลอดตรวจวัด ได้ความเข้มข้นของตะกั่วเท่ากับ 0.070 และ 0.064 ppm ตามลำดับ ผลที่ได้มีความแตกต่างกันอย่างไม่มีนัยสำคัญเมื่อทดสอบด้วย t-test

บทที่ 5

สรุปผล

ปัจจุบันมีการขยายตัวของโรงงานอุตสาหกรรมเกิดขึ้นมากมายภายในเขตเมืองสำคัญ ก่อให้เกิดปัญหามลพิษที่ส่งผลกระทบต่อสภาพแวดล้อม โดยเฉพาะสารตกค้างพวกโลหะหนัก เช่น โครเมียม ทองแดง ตะกั่วปรอท หรือ เหล็ก ในการศึกษาวิจัยได้มีการศึกษาวิธีการตรวจวัดปริมาณ ตะกั่วโดยวิธีที่ง่ายและไม่ต้องใช้เครื่องมือราคาแพง คือ การเตรียมหลอดตรวจวัดปริมาณตะกั่ว ขึ้นมาโดยการบรรจุซิลิกาที่เคลือบด้วยไดโครโซน (ซึ่งภายใต้สภาวะที่เป็นกรด ตะกั่วจะรวมตัวกับ สารละลายแอมโมเนียซิเตรตไซยาไนด์รีดิวซิ่ง (Ammoniacal Citrate-Cyanide Reducing) แล้วทำปฏิกิริยากับ ไดโครโซนที่ละลายในคลอโรฟอร์ม เกิดสารเชิงซ้อนสีแดง-ชมพู)

เมื่อทำการศึกษาหาถึงเปอร์เซ็นต์การเคลือบของไดโครโซนที่ผิวของซิลิกาซึ่งจากการศึกษา พบว่าที่เปอร์เซ็นต์การเคลือบที่ 0.005% เป็นเปอร์เซ็นต์ที่เหมาะสมที่สุด ปรากฏการเปลี่ยนสีของซิลิกา-ไดโครโซนเป็นสีแดง-ชมพูเด่นชัดจนที่สุด จากนั้นจึงนำมาทำการบรรจุลงในหลอดแก้วที่มีเส้นผ่านศูนย์กลางขนาด 3 มิลลิเมตรและยาว 10 – 15 เซนติเมตร เมื่อนำหลอดที่ได้จัดเตรียมขึ้นไปทำสเกลมาตรฐานโดยวัดปริมาณตะกั่วกับสารมาตรฐานที่ความเข้มข้น 0.1, 0.3, 0.5, 1, 3, และ 5 ppm โดยทำ 7 ซ้ำ และวัดความสูงของแท่งสีจะได้ค่าเฉลี่ย 0.5, 1.2, 2.6, 3.3, 3.8 และ 4.2 เซนติเมตรตามลำดับ

จากการทดลองเราได้ใช้หลอดตรวจวัดที่เตรียมขึ้นไปวัดปริมาณตะกั่วจากตัวอย่างน้ำที่นิคมอุตสาหกรรมลาดกระบังพบว่ามียุทธตะกั่วอยู่ 0.064 ppm แล้วนำไปเปรียบเทียบกับวิธีมาตรฐานโดยเทคนิคยูวี-วิสิเบิลสเปกโทรโฟโตมิเตอร์ ได้ปริมาณตะกั่ว 0.070 ppm ซึ่งจากผลการคำนวณทางสถิติพบว่ามีความถูกต้องของวิธีที่เตรียมขึ้นกับวิธีมาตรฐานอยู่ในเกณฑ์ที่ดี

ข้อเสนอแนะ

1. การบรรจุซิลิกาเจลลงในหลอดแก้วควรพยายามให้มีความสม่ำเสมอและแน่นเท่าๆกันทุกหลอด หรือหาวิธีบรรจุที่เป็นมาตรฐาน
2. ศึกษาถึงผลการรบกวนของไอออนอื่น
3. ใช้เป็นแนวทางในการผลิตในเชิงการค้า

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ปัญหาที่เกิดขึ้น

1. มีหลายปัจจัยที่ต้องควบคุม เช่น การยึดหลอดแก้ว , สำลึและซิลิกาที่บรรจุลงในหลอดแก้วต้องเท่ากันทุกหลอด นอกจากนี้เทคนิคในการบรรจุซิลิกา-ไดโอไซด์ต้องแน่นสม่ำเสมอตลอดทั้งหลอด
2. ระดับของแถบสีไม่อยู่ในแนวเดียวกันเป็นผลมาจากการบรรจุที่ไม่สม่ำเสมอ



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



ภาคผนวก ก

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ภาคผนวก ก. แสดงผลการวิเคราะห์

ตารางที่ 1 แสดงการตรวจวัดปริมาณตะกั่ว(II) ในน้ำตัวอย่างโดยวิธี ยูวี-วิลิเบิล สเปกโทรโฟโตมิเตอร์

ความเข้มข้น (ppm)	ค่าการดูดกลืนแสง		
	ครั้งที่ 1	ครั้งที่ 2	เฉลี่ย
0.05	0.019	0.021	0.020
0.1	0.040	0.038	0.039
0.2	0.069	0.068	0.069
0.3	0.117	0.116	0.117
0.4	0.149	0.143	0.146
0.5	0.175	0.176	0.176

ตารางที่ 2 แสดงปริมาณตะกั่ว (II) ในน้ำตัวอย่างเทียบกับกราฟมาตรฐาน

ครั้งที่	ค่าการดูดกลืนแสงที่ความยาวคลื่น 510 nm.	ปริมาณ ตะกั่ว(II) ที่มีน้ำตัวอย่าง (ppm.)
1	0.027	0.065
2	0.034	0.075
เฉลี่ย	0.031	0.070

ตารางที่ 3 แสดงการเปรียบเทียบปริมาณตะกั่ว (II) ในน้ำตัวอย่างโดยวิธี UV-Vis spectrophotometry กับหลอดตรวจวัดที่เตรียมขึ้น

วิธีวัด ครั้งที่	UV-Vis spectrophotometry (ppm)	หลอดตรวจวัดที่ทำขึ้น (ppm)
1	0.070	0.064

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



ภาคผนวก ข

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ภาคผนวก ข. แสดงผลการคำนวณ

- คำนวณค่า SDI(Standard Deviation Index)

- ค่าเกณฑ์ที่ได้จากวิธีมาตรฐาน UV-Vis spectrometry

$$\text{Mean} = 0.07$$

$$\text{SD} = 0.007$$

- ค่าที่ได้จากหลอดตรวจวัดที่ทำขึ้น

$$\text{Mean} = 0.064$$

$$\text{SD} = 0.04$$

- 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

$$\text{ค่า SDI} = (\text{Mean sample} - \text{Mean std method}) / \text{SD std method}$$

$$= (0.064 - 0.07) / 0.007$$

$$= 0.857$$

- คำนวณ ค่า t – test

	Mean	SD
หลอดตรวจวัดที่เตรียมขึ้น	0.064	0.04
UV-Visible Spectrophotometry	0.07	0.007

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

$$df = n_1 + n_2 - 2$$

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

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

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

$$\begin{aligned}
 t &= (0.07 - 0.064) / (0.007^2 / 7 + 0.04^2 / 7)^{1/2} \\
 &= 0.006 / (0.000007 + 0.000228)^{1/2} \\
 &= 0.006 / 0.015 \\
 &= 0.4
 \end{aligned}$$

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 ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



ภาคผนวก ค

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ภาคผนวก ค. แสดงตารางทางสถิติและกราฟ

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

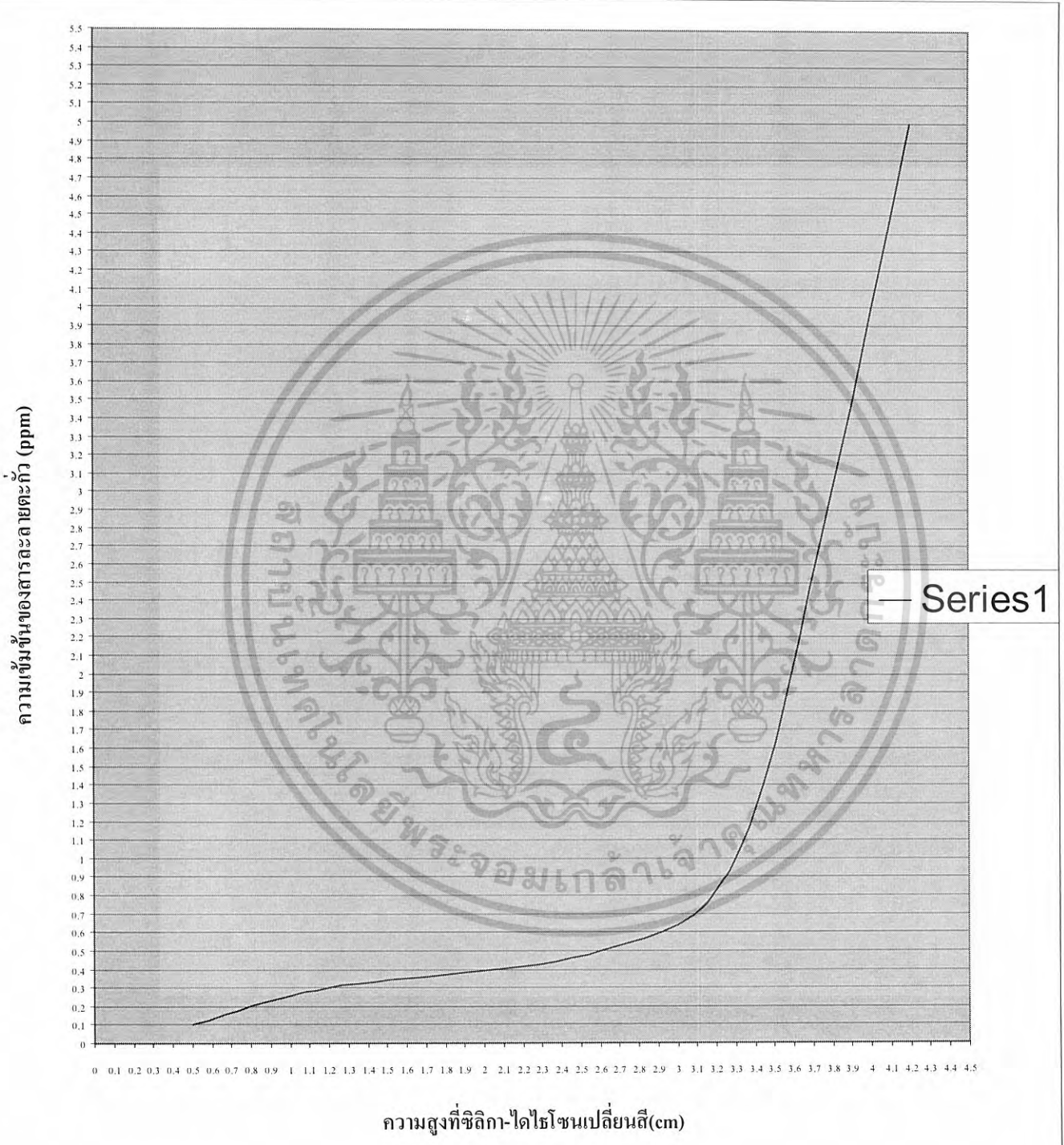
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

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
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างความเข้มข้นของตะกั่วกับความสูงของแถบสีของซีดิกา-ไดไฮดรอกไซด์ที่เปลี่ยนสี



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

บรรณานุกรม

คณิตา ตั้งคณานุรักษ์. (2548). เอกสารประกอบการสอนวิชาการควบคุมคุณภาพและการประกันคุณภาพ. ภาควิชาเคมี คณะวิทยาศาสตร์ สถาบันเทคโนโลยีพระเจ้าน้องนางเธอเจ้าคุณทหารลาดกระบัง

มันสิน ตันทุลเวศม์. (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'ya 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. Petruniok, & V. Sukhan. (1999). *Determination of Ag(I), Hg(II) and Pb(II) by using silica gel loaded with dithizone and zinc dithizonate*. Science direct

<http://verwaltung.uni-halle.de/>

<http://buscatextual.cnpq.br/buscatextual/visualizaev.jsp?id=K4788963T0>

<http://sumaris.cbuc.es/egis/sumari.cgi?issn=00399140&idsumari=A1999N000004V000050>

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้