Preparation of detector tube for testing lead(II)

Mr. Supakit Taveesupapong

Mr. Sittikorn Kutchawarang

Miss. Aumpa Bunnak

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

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

โครงงานพิเศษเรื่อง	การเตรียมหลอดตรวจวัดปริมาณตะกั่วในน้ำตัวอย่าง
นักศึกษา	นาย ศุภกิจ ทวีศุภพงษ์
	นาย สิทธิกร คัชวะรัง
	น.ส. อัมพา บุนนาค
ภาควิชา	เคมี คณะวิทยาศาสตร์
สาขาวิชา	เคมีอุตสาหกรรม-เครื่องมือวิเคราะห์
ปีการศึกษา	2548
อาจารย์ที่ปรึกษา	ผศ.คณิตา ตังคณานุรักษ์

ภาควิชาเคมี คณะวิทยาศาสตร์ สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง
อนุมัติให้โครงงานพิเศษนี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรวิทยาศาสตรบัณฑิต

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

(.....)
(ผศ.ดร.ประยงค์ ดวงดี)
หัวหน้าภาควิชาเคมี

ลิขสิทธิ์ของภาควิชาเคมี คณะวิทยาศาสตร์
สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

โครงงานพิเศษ การเตรียมหลอดตรวจวัดปริมาณตะกั่วในน้ำตัวอย่าง

นักศึกษา นาย ศุภกิจ ทวีศุภพงษ์

นาย สิทธิกร คัชวะรัง

น.ส. อัมพา บุนนาค

ภาควิชา เคมี คณะวิทยาศาสตร์

สาขาวิชา เคมีอุตสาหกรรม-เครื่องมือวิเคราะห์

ปีการศึกษา 2548

อาจารย์ที่ปรึกษา ผศ.คณิตา ตังคณานุรักษ์

บทคัดย่อ

โครงงานพิเศษนี้มีวัตถุประสงค์เพื่อศึกษาการเตรียมหลอดตรวจวัดปริมาณตะกั่ว(II)ในน้ำตัวอย่าง สภาวะที่เหมาะสมของหลอดตรวจวัดทำจากหลอดแก้วที่มีเส้นผ่านศูนย์กลาง 3 มิลลิเมตร และมีความยาว 5-10เซนติเมตร โดยภายในบรรจุซิลิกาเจล ที่เคลือบด้วยไดไธโซนที่ร้อยละการเคลือบ 0.0005% โดยน้ำหนัก การระบุสเกลที่ข้างหลอดตรวจวัดได้มาจากการทดสอบหลอดตรวจวัดด้วยสารละลายมาตรฐานตะกั่ว(II) ที่ความเข้มข้น 0.1, 0.3, 0.5, 1, 3, และ 5 ppm การศึกษาประสิทธิภาพของหลอดตรวจวัดทดสอบกับน้ำตัวอย่างจากนิคมอุตสาหกรรมลาดกระบังเปรียบเทียบผลกับวิธียูวี-วิสิเบิล สเปกโตโฟโตเมททรี (UV-Visible spectrophotometry) ได้ผลการทดลองใกล้เคียงกับหลอดตรวจวัด แสดงว่าหลอดตรวจวัดที่เตรียมขึ้นมีประสิทธิภาพ ขนาดเล็ก สามารถใช้งานได้ง่าย ราคาถูก และให้ผลการวัดที่มีความถูกต้องอยู่ในเกณฑ์ที่ยอมรับได้สำหรับใช้ในการวิเคราะห์หาปริมาณตะกั่วในน้ำและสามารถนำไปใช้นอกห้องปฏิบัติการได้ สะดวก และผู้ใช้ไม่จำเป็นต้องมีความเชี่ยวชาญหรือมีประสบการณ์สูง

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

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น 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 ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

กิตติกรรมประกาศ

การจัดทำโครงงานพิเศษนี้ สำเร็จลุล่วงได้ด้วยดี เนื่องจากการได้รับการดูแล , เอาใจใส่ , ช่วยเหลือ , แนะนำ , การอำนวยความสะดวก และสิ่งที่เป็นประโยชน์ของคณาจารย์และผู้ที่เกี่ยวข้อง แก่ผู้จัดทำ ตลอดจนการตรวจทาน และแก้ไขโครงงานพิเศษฉบับนี้

ขอกราบขอขอบพระคุณ บิดา มารดา ที่ให้คำปรึกษาที่ดี และให้กำลังใจตลอดมา

ขอขอบพระคุณ ผศ.คณิตา ตังคณานุรักษ์ เป็นอย่างสูงที่ให้คำปรึกษา แนะนำ ช่วยแก้ไขปัญหา เอาใจใส่ดูแล ให้ความช่วยเหลือในการทำโครงงานพิเศษนี้มาตลอด

ขอขอบพระคุณ ดร.วิบูลย์ ประดิษฐ์เวียงคำ และ ผศ.พรรษวรรณ ตันทวี อาจารย์คณะกรรมการตรวจสอบโครงงานพิเศษที่ให้ความกรุณาแก้ไขโครงงานพิเศษให้มีความสมบูรณ์มากยิ่งขึ้น และเจ้าหน้าที่ภาควิชาเคมีทุกท่านที่คอยช่วยเหลือให้การทำโครงงานพิเศษนี้ดำเนินไปด้วยดี

ขอบใจเพื่อนๆ เคมีอุตสาหกรรม-เครื่องมือวิเคราะห์ ทุกๆคนที่คอยดูแลกันจนจบการศึกษาพร้อมกันทุกๆคน

สุดท้ายนี้บุคคลที่มีส่วนช่วยที่มิได้กล่าวไว้ ณ ที่นี้ขอขอบพระคุณเป็นอย่างสูง

นาย ศุภกิจ ทวีศุภพงษ์
นาย สิทธิกร คัชวะรัง
น.ส. อัมพา บุนนาค

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 ขอบเขตของงานวิจัย	2
	1.4 ขั้นตอนการวิจัยและวิธีการดำเนินงาน	3
	1.5 ผลที่คาดว่าจะได้รับ	3
บทที่ 2	**ทฤษฎีและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง**	
	2.1 โลหะหนัก	4
	2.2 ไดไธโซน *(1, 5-diphenylthiocarbazone)*	5
	2.3 การวัดตัวอย่างน้ำโดยเครื่อง UV-Vis Spectrometer โดยวิธีไดไธโซน	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 ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

สารบัญ (ต่อ)

หน้า

บทที่ 4 ผลการทดลอง

4.1 การศึกษาร้อยละการเคลือบไดไธโซนที่เหมาะสมบนซิลิกาเจล 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 ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

สารบัญตาราง

หน้า

ตารางที่ 1.1 แสดงขั้นตอนการวิจัยและช่วงเวลาค่าการวิจัย 3

ตารางที่ 3.1 แสดงตัวอย่างอัตราส่วนปริมาณซิลิกาเจลและสารdithizone
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 แสดงปริมาณเตะกั่ว (II)ในน้ำตัวอย่างเทียบกับกราฟมาตรฐาน 28

ตารางที่ 3 แสดงการเปรียบเทียบปริมาณตะกั่ว (II) ในน้ำตัวอย่าง
โดยวิธี UV-Vis spectroprotometry กับหลอดตรวจวัดที่เตรียมขึ้น 28

ตารางคำนวณ ค่า t – test 30

ตาราง t – test 33

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

สารบัญรูปภาพ

	หน้า
รูปที่ 2.1 แสดงสูตรโครงสร้างของไดไธโซน	5
รูปที่ 2.2 ปฏิกิริยาที่เกิดขึ้นระหว่างตะกั่วกับไดไธโซน	5
รูปที่ 2.3 ปฏิกิริยาออกซิไดซ์ของไดไธโซน	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 แสดงหลอดแก้วที่บรรจุซิลิกาเจลที่ผ่านการเคลือบด้วยไดไธโซน	14
รูปที่ 3.5 แสดงหลอดแก้วที่บรรจุซิลิกาเจลเรียบร้อยแล้ว	14
รูปที่ 4.1 แสดงร้อยละการเปลี่ยนสีที่เคลือบซิลิกา-ไดไธโซนที่ 0.005%	19
รูปที่ 4.2 แสดงหลอดตรวจวัดที่จัดเตรียมขึ้นที่ระบุสเกล	21
รูปที่ 4.3 กราฟมาตรฐานของสารละลายมาตรฐานตะกั่ว(II)	22
รูปภาพภาคผนวก	
กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างความเข้มข้นของตะกั่วกับ ความสูงของแถบสีของซิลิกา-ไดไธโซนที่เปลี่ยนสี	35

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

บทที่ 1
บทนำ

1.1 ความเป็นมาของโครงงานพิเศษ

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

ตะกั่วมีพิษร้ายแรงต่อมนุษย์และสัตว์ สามารถเข้าสู่ร่างกายได้หลายทาง เช่น ทางอาหารและน้ำ ทางลมหายใจ และทางผิวหนัง พิษจากตะกั่วทำให้ร่างกายมีความผิดปกติต่าง ๆ เช่น คลื่นไส้ อาเจียน มีอาการทางประสาทและกล้ามเนื้อ นอนไม่หลับ คลุ้มคลั่ง เกิดความคิดสับสน ปวดศีรษะ ถ้าได้รับเป็นปริมาณมากอาจชักและตายได้ ร่างกายสามารถขับตะกั่วออกมาได้เพียงบางส่วน ส่วนที่เหลือจะสะสมอยู่ภายในร่างกายที่ ตับ ไต เลือดและเซลล์ต่าง ๆ ซึ่งเป็นอันตรายได้ในภายหลัง ตะกั่วพบได้ในน้ำเสียจากพวกโรงงานหล่อหลอมและชุบโลหะ โรงงานแบตเตอรี่ เป็นต้น นอกจากนี้ในน้ำธรรมชาติและน้ำประปาก็พบว่ามีตะกั่วแต่ในปริมาณน้อย สาเหตุการปนเปื้อนของตะกั่วในแหล่งน้ำธรรมชาติ เนื่องจากการปล่อยน้ำเสียจากพวกโรงงานดังกล่าว จากเหมืองแร่ และจากน้ำฝนที่ชะล้างสารตะกั่วจากอากาศและพื้นดินลงสู่แหล่งน้ำ สำหรับน้ำประปาอาจมีตะกั่วเจือปนได้จากน้ำดิบที่ใช้ผลิตและจากท่อจ่ายน้ำบริเวณข้อต่อที่ต้องมีการบัดกรีด้วยตะกั่ว ดังนั้นจึงกำหนดให้มีตะกั่วในน้ำประปาได้ไม่เกิน 0.05 มก./ล.

งานทางด้านการวิเคราะห์และงานวิจัยที่เกี่ยวกับการตรวจวัดตะกั่วส่วนใหญ่จะต้องทำในห้องปฏิบัติการและใช้เครื่องมือที่มีขนาดใหญ่และราคาแพง โครงงานวิจัยนี้จึงได้คิดผลิตหลอดตรวจวัด(Detector tube)สำหรับหาปริมาณตะกั่ว(II)ซึ่งมีขนาดเล็ก สามารถใช้งานได้ง่าย ราคาถูก และให้ผลการวัดที่มีความถูกต้องอยู่ในเกณฑ์ที่ยอมรับได้สำหรับใช้ในการวิเคราะห์หาปริมาณตะกั่วในน้ำและสามารถนำไปใช้ในสถานที่นอกห้องปฏิบัติการ เช่น ออกภาคสนามได้ สะดวกและผู้ใช้ไม่จำเป็นต้องมีความเชี่ยวชาญหรือมีประสบการณ์สูง โดยหลอดตรวจวัดจะผลิตจากหลอดแก้วที่มีเส้นผ่านศูนย์กลางประมาณ 3-5 มิลลิเมตร ยาว 10-15 เซนติเมตร ภายในบรรจุด้วยซิลิกาเจลที่มีอนุภาคขนาด 100 mesh และเคลือบด้วยสารเคมีที่สามารถทำปฏิกิริยากับสารที่ต้องการวิเคราะห์แล้วเกิดการเปลี่ยนสีได้ เรียกสารที่นำมาเคลือบนี้ว่า ดีเทคติงค์ รีเอเจนท์(Detecting Reagent) โครงงานวิจัยนี้ใช้ไดไธโซน(dithizone) เป็นดีเทคติงค์ รีเอเจนท์

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

1.2 วัตถุประสงค์

1.เพื่อผลิตหลอดตรวจวัดสำหรับตรวจวัดปริมาณตะกั่วในน้ำซึ่งเป็นหลอดที่ขนาดเล็กใช้งานได้สะดวก รวดเร็ว ให้ผลการวิเคราะห์ที่สอดคล้องกับผลวิเคราะห์ที่ได้จากวิธีมาตรฐานและมีต้นทุนในการผลิตต่ำเป็นการทดแทนวิธีการวิเคราะห์ที่มีขั้นตอนยุ่งยากและต้องใช้เครื่องมือที่มีราแพง

2.เพื่อศึกษาประสิทธิภาพในการตรวจวัดปริมาณตะกั่วด้วยหลอดตรวจวัดที่เตรียมขึ้นเปรียบเทียบกับวิธีตรวจวัดที่เป็นวิธีมาตรฐาน

1.3 ขอบเขตของการวิจัย

1. ศึกษาวิธีการเคลือบซิลิกาเจลที่เหมาะสมด้วยไดไธโซน 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) ซิลิกาเจลที่เคลือบด้วยไดไธโซน 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 spectroprotometry

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น 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		←	—	—	→					
การเตรียมซิลิกาที่เคลือบด้วย ไดไธโซน ที่มี % การเคลือบต่างๆ				←	—	→				
การแพคซิลิกาเข้าสู่หลอดแก้ว					←	—	→			
ศึกษาหา% การเคลือบที่เหมาะสมกับสารละลาย std. ตะกั่วที่ความเข้มข้นที่แตกต่างกัน					←	—	—	→		
ศึกษาหาสเกลบนหลอดตรวจวัดที่มี% การเคลือบที่เหมาะสมด้วยสารละลาย std. ตะกั่วที่ความเข้มข้นที่แตกต่างกัน								←	→	
ศึกษาประสิทธิภาพของหลอดตรวจวัดในน้ำตัวอย่างและเปรียบเทียบผลกับ UV-Vis spectroprotometry										← →

1.5 ผลที่คาดว่าจะได้รับ

1.สามารถสร้างหลอดตรวจวัดที่สามารถตรวจวิเคราะห์ปริมาณตะกั่วในน้ำที่สามารถใช้งานได้ง่าย ขนาดเล็ก ราคาถูก ให้ผลการวิเคราะห์รวดเร็วและมีความถูกต้อง

2.สามารถเป็นแนวทางในการศึกษาและผลิตหลอดตรวจวัดที่ใช้ตรวจวัด สารอินทรีย์และสารอนินทรีย์อื่นๆต่อไป

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

บทที่ 2
ทฤษฎีและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

2.1 โลหะหนัก

โลหะหนักหมายถึงโลหะที่มีความหนาแน่นมากกว่า 5 กรัมต่อลูกบาศก์เซนติเมตร เช่น ตะกั่ว แคดเมียม ปรอท นิกเกิล เหล็ก เป็นต้น โดยทั่วไปโลหะหนักมีสถานะเป็นของแข็ง ยกเว้นปรอทที่มีสถานะเป็นของเหลวที่อุณหภูมิปกติ ซึ่งโลหะหนักโดยทั่วไปมีสมบัติทางกายภาพคล้ายคลึงกัน ได้แก่ การนำไฟฟ้าและการนำความร้อนได้ดี มีความมันวาว และสามารถนำมาตีเป็นแผ่นบางๆได้ 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

ตะกั่ว

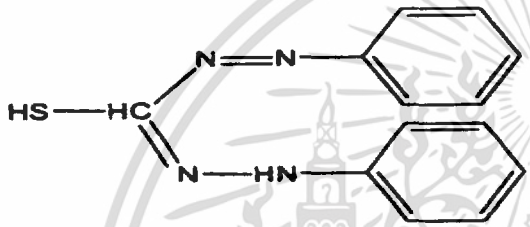
ตะกั่วเป็นโลหะสีเทาเงิน หรือแกมน้ำเงินเกิดขึ้นตามธรรมชาติ ในเปลือกโลกตะกั่วในพื้นดิน อาจเกิดตามธรรมชาติหรืออาจเกิดจาก ภาวะมลพิษดินที่มีสภาพเป็นกรด จะมีสารตะกั่วน้อยกว่าดินที่เป็นด่าง เนื่องจากอินทรีย์สารในดินอาจทำปฏิกิริยา กับสารตะกั่ว ที่มีอยู่ สารตะกั่วที่อยู่ในรูปสารประกอบอนินทรีย์ เช่นไนเตรด คลอเรท และสารประกอบอินทรีย์ซึ่งใช้เป็นสารเติมในน้ำมันเชื้อเพลิง เช่น เบนซิน สารตะกั่วในบรรยากาศมาจากตะกั่วที่ใช้ผสม ในน้ำมันเบนซินเพื่อใช้ในการจุดระเบิดของน้ำมัน เมื่อน้ำมันเผาไหม้ในรถยนต์สารตะกั่วจะออกมากับไอเสีย สารประกอบตะกั่วในน้ำมัน สามารถแพร่กระจายไปได้ไกลหลายกิโลเมตร และอาจทำให้สิ่งแวดล้อมในบริเวณที่อยู่ห่างไกลความเจริญเกิดการปนเปื้อนได้ นอกจากนี้ สารตะกั่วสามารถถูกชะล้างออกจากบรรยากาศได้โดย ฝน สารตะกั่วเข้าสู่ร่างกายมนุษย์ได้ด้วยการบริโภคอาหาร น้ำ หรือหายใจ เอาอากาศที่มีสารตะกั่วเจือปนเข้าไป ในบางกรณีร่างกาย อาจดูดซึมตะกั่วอินทรีย์ที่ไม่ใช่สารตะกั่ว ใน

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

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

2.2 ไดไธโซน *(1, 5-diphenylthiocarbazone)*

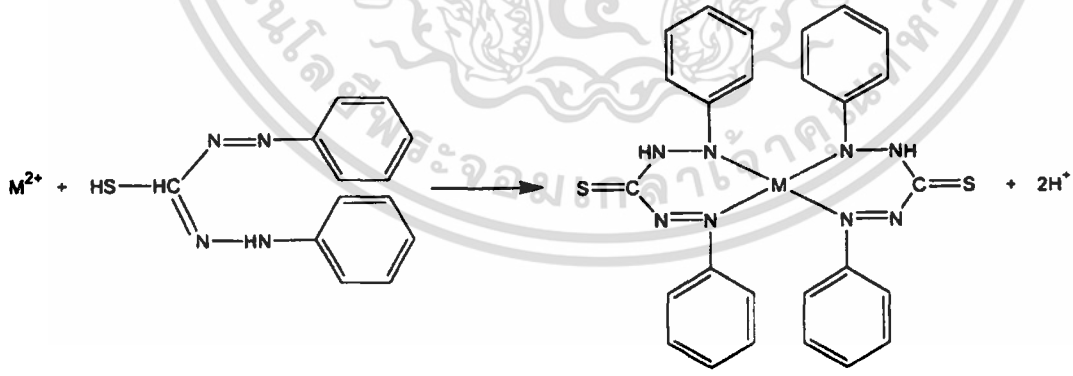
เป็นของแข็งสีม่วงดำ ไม่ละลายน้ำ แต่ละลายได้ใน ammonia, chloroform และ carbon tetrachloride ได้สารละลายสีเขียว complex ของ dithizone กับโลหะจะให้สีเหลือง, แดง หรือม่วง ขึ้นกับชนิดของโลหะ



Dithizone

รูปที่ 2.1 แสดงสูตรโครงสร้างของไดไธโซน

ปฏิกิริยาที่เกิดขึ้นระหว่างตะกั่วกับไดไธโซน



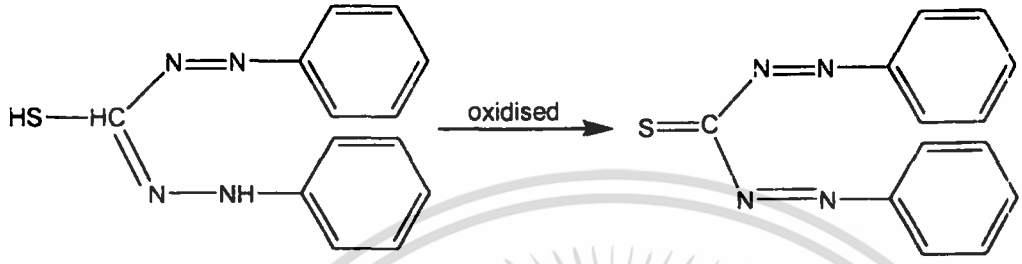
Dithizone
สีเขียว

Metal-Dithizonate
สีเหลือง, แดง, ม่วง

รูปที่ 2.2 ปฏิกิริยาที่เกิดขึ้นระหว่างตะกั่วกับไดไธโซน

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

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



1,5-Diphenylthiocarbazone Diphenylthiocarbadiazone

รูปที่ 2.3 ปฏิกิริยาออกซิไดซ์ของไดไธโซน

2.3 การวัดตัวอย่างน้ำโดยเครื่อง UV-Vis Spectrometer โดย วิธีไดไธโซน

ก. หลักการ

ภายใต้สภาวะที่เป็นกรด ตะกั่วจะรวมตัวกับสารละลายแอมโมเนียซิเตรตไซยาไนด์รีดิวซิ่ง (Ammoniacal Citrate-Cyanide Reducing) แล้วทำปฏิกิริยากับไดไธโซนที่ละลายในคลอโรฟอร์ม สร้างสารเชิงซ้อนสีแดงชมพูในรูปตะกั่วไดไธโซเนต (Lead Dithizonate) วัดสีที่ความยาวคลื่น 510 นาโนเมตร ความเข้มข้นต่ำสุดที่วัดได้ 0.01 มก./ล.

ข. สิ่งรบกวนการวิเคราะห์

ไดไธโซนสามารถสร้างสารเชิงซ้อนไดไธโซเนตกับบิสมัธ ดีบุกและทัลเลียม (Thallium) ได้ในสภาวะที่สารละลายแอมโมเนียไซยาไนด์เป็นด่างอย่างอ่อน (พีเอช 8.5 ถึง 9.5) ในสภาพด่างแก่ (พีเอช 10 ถึง 11.5) ก็สามารถสร้างสารเชิงซ้อนได้แต่จะไม่อยู่ตัว ตะกั่วจะถูกสกัดได้เพียงบางส่วน การรบกวนการวิเคราะห์จากดีบุกและทัลเลียมสามารถกำจัดได้โดยการออกซิไดซ์อิออนเหล่านี้ในระหว่างการย่อยเพื่อเตรียมตัวอย่าง ถ้าหาตะกั่วในช่วงความเข้มข้น 0 -30 ไมโครกรัม ความเข้มข้นของอิออนต่างๆ ต่อไปนี้จะไม่รบกวนการวิเคราะห์คือ $Tl^{+} \leq 20$ µg,$Sn^{2+} \leq 200$ µg, $In^{3+} \leq 200$ µg และ Ba^{+}, 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 µg

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ค. การเก็บและรักษาตัวอย่าง

หลังจากเก็บตัวอย่างแล้วให้ปรับพีเอชของน้ำตัวอย่างให้มีพีเอชน้อยกว่า 2 ทันที แล้วเติมสารละลายไอโอดีน 5 มล. เพื่อป้องกันไม่ให้สารประกอบตะกั่วอินทรีย์สูญเสียในระหว่างการขนส่งและการย่อยตัวอย่างน้ำ ควรทำแบลงค์ด้วยโดยใช้น้ำกลั่น

2.4 ซิลิกาเจล (Silica Gel)

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

รูปที่ 2.4 แสดงลักษณะโครงสร้างของ silica gel แสดงให้เห็นพันธะต่างๆและ silanol group

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

2.4.1 การเคลือบของเหลวลงบนซิลิกาเจล

การเคลือบของเหลวลงบนซิลิกาเจลควรจะเคลือบให้ได้อย่างสม่ำเสมอบนผิวของซิลิกาเจล และเคลือบให้เป็นแผ่นฟิล์มบางๆ และเฟสของเหลวที่นำมาเคลือบนั้นไม่ควรเกิดการไฮโดรไลซ์ หรือเกิดปฏิกิริยาออกซิเดชัน หรือเกิดการระเหยในระหว่างการเคลือบและซิลิกาเจลที่ต้องการจะเคลือบนั้นจะต้องไม่ควรแตกหักง่าย

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

2.4.2 การเคลือบของเหลวลงบนซิลิกาเจล ทำได้ 2 วิธี

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

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

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. Petruniock, V. Sukhan. 1999)

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

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา 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+} กับไดไธโซนที่ pH 6 และการวิเคราะห์ที่เกี่ยวกับการสกัดความเข้มแสงในระบบ 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-ไดไธโซนในสารละลายที่มี pH 9 สารเคมีและความผันแปรของ flow injection analysis (FIA) มีอิทธิพลต่อการแสดงผลที่มีประสิทธิภาพและการประยุกต์เพื่อวิเคราะห์ตะกั่วในธรรมชาติ และในน้ำตัวอย่าง เป็นวิธีที่ง่าย มีความไวสูง และเป็นอีกทางเลือกหนึ่งที่มีค่าใช้จ่ายต่ำ วิธีนี้ทำภายใต้ linear rage ระหว่าง 25และ 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)

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

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

บทที่3

วิธีการดำเนินการทดลอง

3.1 เครื่องมือและอุปกรณ์

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

3.2 สารเคมี

1. ไดไธโซน (Dithizone , $C_6H_5NHNHCHN{=}NC_6H_5$) เกรดวิเคราะห์
2. สารละลายมาตรฐานตะกั่ว(II) 100 ug/ml. เกรดวิเคราะห์
3. ซิลิกาเจลขนาด 100 เมช (Silica Gel 100 Mesh)
4. สารละลายซิเตรตไซยาไนด์ รีดิวซิ่ง เกรดวิเคราะห์
5. สารละลายคลอโรฟอร์ม (chloromethane , CH_3Cl)เกรดวิเคราะห์
6. เครื่องมือเป่าแก้ว
7. ตะแกรงร่อน (sieve) ขนาด 100 – 120 เมช
8. หลอดแก้วขนาดเส้นผ่าศูนย์กลาง 3 มิลลิเมตร ยาว 10 – 15 เซนติเมตร
9. เครื่องแก้ว

3.3 การเตรียมสารละลาย

1. 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 ขยับกรวยแยกเบาๆ ให้คลอโรฟอร์มออกจากชั้นน้ำ ถ่ายชั้นคลอโรฟอร์มใส่ในกรวยแยก (2) ขนาด 250 มิลลิลิตร จะเหลือชั้นน้ำสีส้มในกรวยแยก (1) สกัดซ้ำชั้นคลอโรฟอร์มในกรวยแยก (2) ด้วยแอมโมเนียมไฮด

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

รอกไซด์ (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 สารละลายนี้ 1 มิลลิลิตรมีไดไธโซน 100 ไมโครกรัม

2. สารละลายไดไธโซนพร้อมใช้ (Dithizone Working Solution)

เจือจางสารละลายไดไธโซนเข้มข้น I จำนวน 100 มล. ด้วยคลอโรฟอร์มให้มีปริมาตรเป็น 250 มล. สารละลายนี้ 1.00 มล. มีไดไธโซน 40 ไมโครกรัม

3. สารละลายซิเตรต-ไซยาไนด์ รีดิวซิ่ง (Citrate-Cyanide Reducing Solution)

สารละลายแอมโมเนียมซิเตรตไดเบสิค ($(NH_4)_2HC_6H_5O_7$) 400 กรัม โซเดียมซัลไฟต์ (Na_2SO_3) 20 กรัม ไฮดรอกซีลามีนไฮโดรคลอไรด์ ($Na_2OH.HCl$) 10 กรัม และโปตัสเซียมไซยาไนด์ (KCN) 40 กรัม (KCN ควรทำด้วยความระมัดระวัง) ในน้ำกลั่นเจือจางให้เป็น 1 ลิตร นำสารละลายนี้ผสมกับแอมโมเนียมไฮดรอกไซด์เข้มข้น จำนวน 2 ลิตร เขย่าให้เข้ากัน

3.4 วิธีดำเนินงานทดลอง

3.4.1 การเตรียมซิลิกา–ไดไธโซน(silica-dithizone)และการเตรียมหลอดตรวจวัด

1.นำซิลิกาเจลมาทำการร่อนด้วยตะแกรงร่อนขนาด 100-120 Mesh

2.เคลือบซิลิกาเจลด้วยสารละลายไดไธโซน โดยแปรผันร้อยละการเคลือบไดไธโซนเป็น 0.0001 , 0.0005 , 0.001 , 0.005 , 0.01 , 0.05 , 0.1 , 0.5 , 1 และ 5% w/w โดยตัวอย่างอัตราส่วนปริมาณซิลิกาเจลและสารไดไธโซน

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ตารางที่ 3.1 แสดงตัวอย่างอัตราส่วนปริมาณซิลิกาเจลและสารdithizone ที่ใช้ในการเคลือบที่ร้อยละการเคลือบต่างๆ

ร้อยละการเคลือบ %	ซิลิกาเจล (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.นำสารไดไธโซน ละลายด้วยคลอโรฟอร์ม 5 มิลลิลิตรเขย่าให้ ไดไธโซนละลายจนหมด หากละลายไม่หมดให้เติมคลอโรฟอร์มเพิ่มครั้งละ 1 มิลลิลิตร จากนั้นใส่ซิลิกาเจลที่ชั่งไว้ตามอัตราส่วนดังกล่าว นำไปเขย่าเป็นเวลา 1 ช.ม. และใช้เครื่องระเหยแบบหมุนอัตโนมัติ ระเหยคลอโรฟอร์มไป

4.นำซิลิกาเจลที่เคลือบด้วยสารไดไธโซนในแต่ละร้อยละการเคลือบมาบรรจุลงในหลอดแก้วขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 5 มิลลิเมตร และมีความยาว 10 เซนติเมตร โดยมีขั้นตอนการบรรจุดังนี้

4.1 ใส่สำลีเพื่อป้องกันไม่ให้ซิลิกาเจลออกจากหลอดแก้วโดยการใส่อาจใช้ไม้ช่วย และไม่ควรใส่สำลีในปริมาณมากหรือน้อยเกินไปอีกทั้งควรใส่สำลีในปริมาณที่เท่ากันในทุกหลอด ดังแสดงในรูปที่ 3.1

รูปที่ 3.1 แสดงขั้นตอนการบรรจุสำลีลงในหลอดแก้ว

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

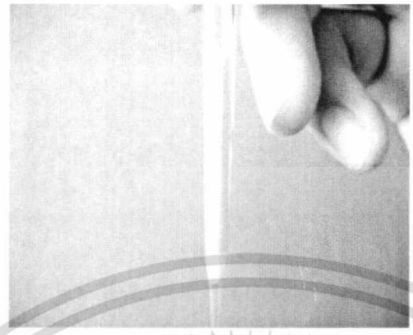
4.2 ใส่ซิลิกาเจลที่ไม่ได้ผ่านการเคลือบให้มีความสูงจากสำลีประมาณ 0.5 มิลลิเมตร เพื่อปรับระดับเริ่มต้นให้มีความสม่ำเสมอมากขึ้น ดังแสดงในรูป 3.2 และ 3.3

รูปที่ 3.2 แสดงการใส่ซิลิกาเจลที่ไม่ได้ผ่านการเคลือบ

รูปที่ 3.3 แสดงหลอดแก้วที่ใส่ซิลิกาเจลที่ไม่ได้ผ่านการเคลือบเพื่อปรับระดับเริ่มต้นให้สม่ำเสมอ

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

4.3ใส่ซิลิกาเจลที่ผ่านการเคลือบด้วยไดไธโซน ใส่ในหลอดตรวจวัดให้มีความสูง 8 เซนติเมตร โดยทำการเคาะพร้อมกันไปด้วย เพื่อช่วยในการบรรจุให้มีความสม่ำเสมอ ดังแสดงในรูป 3.4



รูปที่ 3.4 แสดงหลอดแก้วที่บรรจุซิลิกาเจลที่ผ่านการเคลือบด้วย dithizone

4.4 ใส่สำลีลงไปทำการปิดปลายหลอดแก้วจากนั้นหลอดแก้วที่บรรจุซิลิกาเจลเรียบร้อยแล้วมาทำการยืดและปิดปลายด้วยความร้อนทั้งสองด้านดังรูปที่ 3.5

รูปที่ 3.5 แสดงหลอดแก้วที่บรรจุซิลิกาเจลเรียบร้อยแล้ว

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

3.4.2 การศึกษาหาร้อยละการเคลือบของไดไธโซนที่เหมาะสม

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 พิจารณาเวลาที่เหมาะสมโดยดูจากความสูงของแถบสีที่แตกต่างกันชัดเจนที่สุดในแต่ละความเข้มข้นของสารละลายมาตรฐานตะกั่ว

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 จากนั้นเติมซิเทรต-ไซยาไนด์ รีดิวซิ่ง ทำการตัดปลายหลอดแก้วทั้งสองด้าน แล้วจุ่มลงในสารละลายมาตรฐานตะกั่ว (II) ใช้เวลาในการทดสอบ 10 นาที

3. ขีดทำเครื่องหมายบนหลอดแก้วเพื่อบอกระดับแถบสีที่เกิดขึ้น 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 และ4 ตามลำดับ

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

3.4.4.2 การระบุสเกลข้างหลอดแก้ว

นำความสูงเฉลี่ยในแต่ละความเข้มข้นที่ได้จากการทดลองในข้อ 3.5.4.1มาใช้ในการขีดสเกลข้างหลอดแก้วด้วยปากกาเขียนแก้ว

3.4.5 ศึกษาการตรวจวัดปริมาณตะกั่วในน้ำตัวอย่างโดยหลอดตรวจวัด

3.4.5.1 การเตรียมตัวอย่างน้ำ

ทำการเก็บตัวอย่างน้ำมา 50.0 มิลลิลิตร ใส่ในขวดรูปชมพูขนาด 250 มล. เติมกรดไนตริคเข้มข้น (ประมาณ 1 มล.) ให้ได้พีเอชประมาณ 2 แล้วเติมกรดไนตริค (1+4) อีก 20 มล. เติมสารละลายซิเตรต-ไซยาไนต์ รีดิวซิ่ง 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-วิสิเบิลสเปกโทรโฟโตมิเตอร์ ด้วยวิธีไดไธโซน

<u>วิธีวิเคราะห์</u>

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. เติมกรดไนตริคเข้มข้น (ประมาณ 1 มล.) ให้ได้พีเอชประมาณ 2 แล้วเติมกรดไนตริค (1+4) อีก 20 มล. แล้ว เติมสารละลายซิเตรตไซยาไนด์รีดิวซิ่ง 50 มล. เขย่าแล้วเติมสารละลายไดไธโซนพร้อมใช้ 10 มล. เขย่าให้เข้ากันอย่างดี ประมาณ 30 วินาที ตั้งทิ้งให้แยกชั้น ชั้นคลอโรฟอร์มจะอยู่ด้านล่างส่วนชั้นน้ำจะอยู่ส่วนบน

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

สำนักหอสมุดกลาง พระจอมเกล้าลาดกระบัง

3. ใส่สำลีบางๆ ที่ปลายกรวยแยก ไขชั้นคลอโรฟอร์มผ่านสำลีทิ้ง 1-2 มล. แรกไป เก็บชั้นคลอโรฟอร์มในหลอดทดลองที่แห้งสะอาดและทิ้งชั้นน้ำไป นำชั้นคลอโรฟอร์มไปวัด ค่าการดูดกลืนแสง ที่ความยาวคลื่น 510 นาโนเมตร ใช้แบลงค์น้ำกลั่น 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

107717

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

บทที่4

ผลการทดลอง

4.1 การศึกษาร้อยละการเคลือบไดไธโซนที่เหมาะสมบนซิลิกาเจล

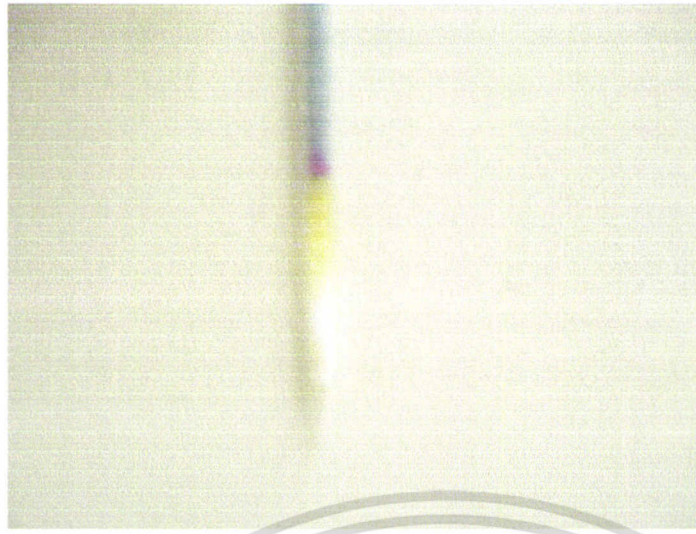
จากการทำการทดลองเพื่อศึกษาประสิทธิภาพในการวิเคราะห์ตะกั่ว(II) ที่ร้อยละการเคลือบ เป็น 0.0001 , 0.0005 , 0.001 , 0.005 , 0.01 , 0.05 , 0.1 , 0.5 , 1 และ 5%

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

จากการศึกษาร้อยละการเคลือบไดไธโซนที่เหมาะสมบนซิลิกาเจล ที่ร้อยละการเคลือบต่างๆกันได้ผลดังตารางที่ 4.1

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 4.1 แสดงร้อยละการเปลี่ยนสีที่เคลือบซิลิกา-ไดไธโซนที่ 0.005%

4.2 การศึกษาเวลาตรวจวัดที่เหมาะสม

ตารางที่ 4.2 แสดงการศึกษาเวลาตรวจวัดที่เหมาะสม

เวลา (นาที)	ผลที่ได้จากการสังเกตุ
3	ไม่ปรากฏการแยกกันของความสูงแถบสีที่ความเข้มข้นต่างกัน
5	ปรากฏการแยกกันของความสูงแถบสีที่ความเข้มข้นต่างกันไม่ชัดเจน
10	ปรากฏการแยกกันของความสูงแถบสีที่ความเข้มข้นต่างกันชัดเจน

จากการศึกษาเวลาตรวจวัดที่เหมาะสมพบว่าที่เวลา 10 นาทีปรากฏผลการแยกกันของแถบสีที่แยกกันได้ดีที่สุดในแต่ละความเข้มข้นของสารละลายตะกั่วที่ทำการทดสอบ

4.3 การระบุสเกลที่ข้างหลอดตรวจวัด

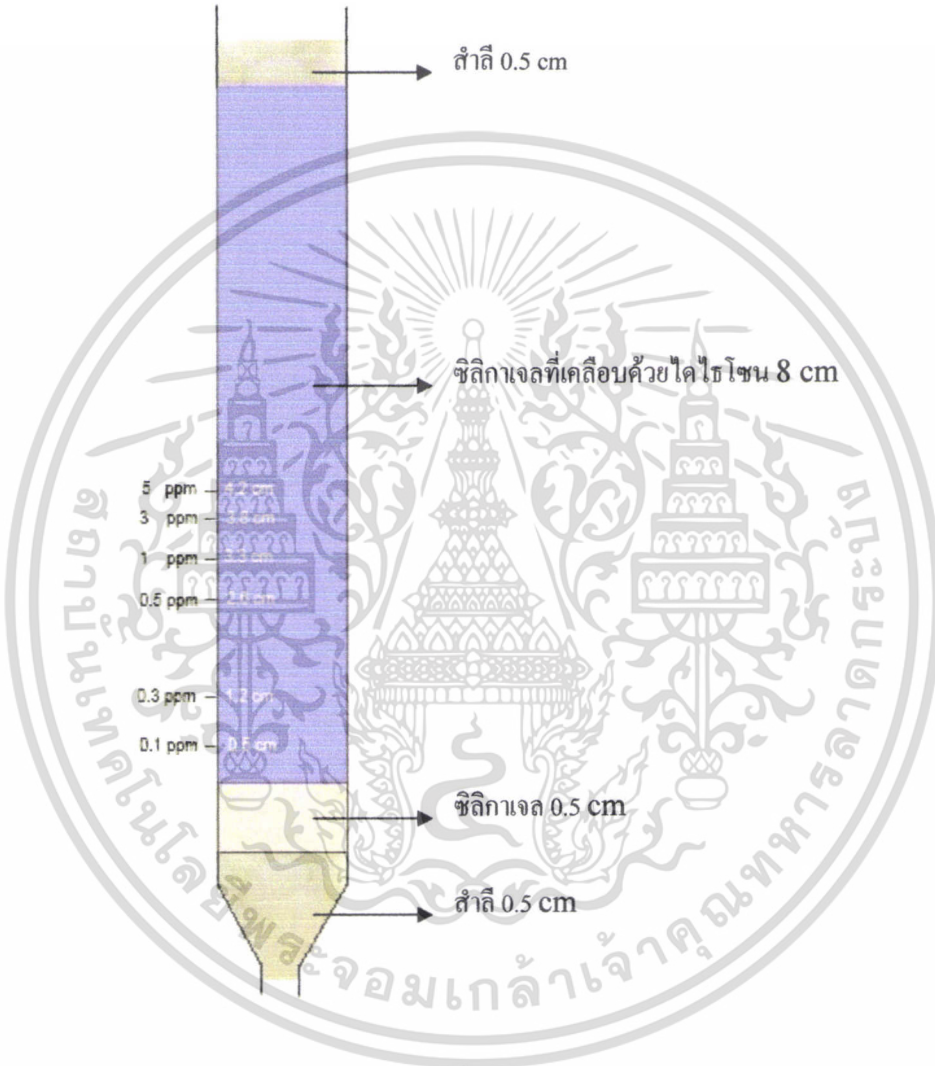
จากการศึกษาโดยนำหลอกตรวจวัดที่เตรียมขึ้นไปวัดปริมาณตะกั่วในสารละลายมาตรฐานที่มีความเข้มข้นต่างๆ ได้ความสูงที่ซิลิกา-ไดไธโซนเปลี่ยนสีดังแสดงดังตารางที่ 4.2

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ตารางที่ 4.3 การระบุสเกลที่ข้างหลอดตรวจวัด

ความเข้มข้น (ppm.)	เวลาตรวจวัด (นาที)	ความสูงที่ซิลิกา-ไดไธโซนที่เปลี่ยนสี (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 ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



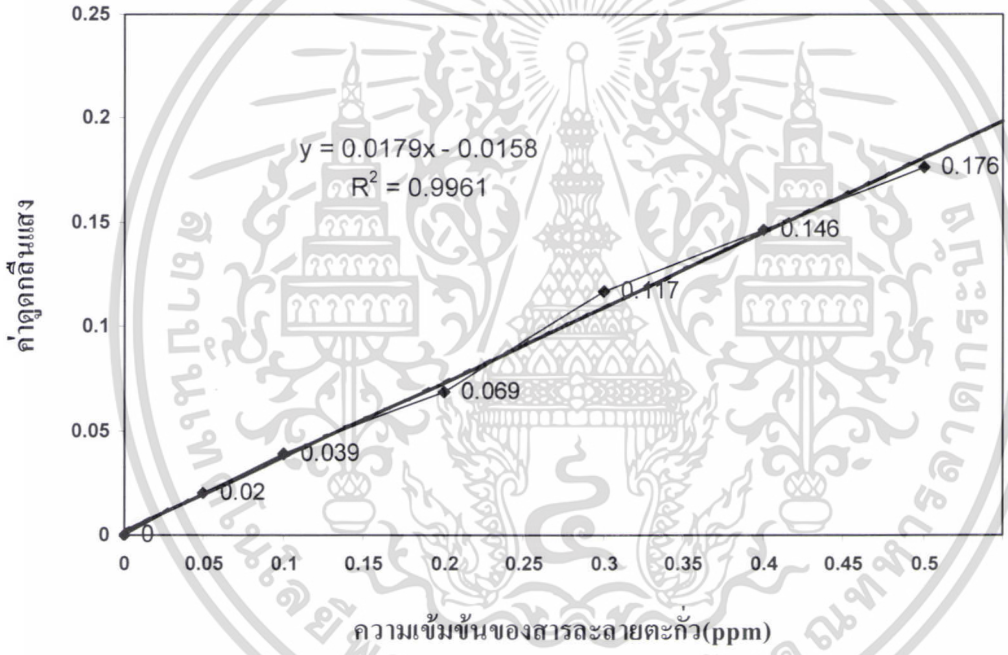
รูปที่ 4.2 แสดงหลอดตรวจวัดที่จัดเตรียมขึ้นที่ความสูงระบุสเกล

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา 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)

เมื่อนำน้ำตัวอย่างมาตรวจวัดปริมาณตะกั่วโดยวิธีนี้ได้ค่าการดูดกลืนแสงเฉลี่ยเท่ากับ 0.031 และความเข้มข้นของตะกั่วเท่ากับ 0.070 ppm

4.4.2 การตรวจวัดปริมาณตะกั่ว (II)ในน้ำตัวอย่างโดยใช้หลอดตรวจวัดที่ทำขึ้น

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ตารางที่ 4.4 แสดงปริมาณตะกั่ว(II) ในน้ำตัวอย่างโดยใช้หลอดตรวจวัดที่เตรียมขึ้น

ครั้งที่	ความสูงที่ซิลิกา-ไดไธโซนที่เปลี่ยนสี (cm)	ความเข้มข้นของตะกั่วที่อ่านจากสเกลข้างหลอดตรวจวัด (ppm)
1	0.30	≤0.060 ± 0.04
2	0.40	≤0.080 ± 0.04
3	0.30	≤0.060 ± 0.04
4	0.35	≤0.070 ± 0.04
5	0.30	≤0.060 ± 0.04
6	0.30	≤0.060 ± 0.04
7	0.30	≤0.060 ± 0.04
ค่าเฉลี่ย	0.32	≤0.064 ± 0.04
ค่าเบี่ยงเบนมาตรฐาน	0.054	0.04

ผลจากการศึกษานำหลอดตรวจวัดที่ระบุสเกลเรียบร้อยไปจุ่มในน้ำตัวอย่างทำซ้ำ 7 ครั้ง ได้ผลการทดลองดังแสดงในตารางที่ 4.3 โดยใช้เวลาในการตรวจวัดนาน 10 นาที

โดยปริมาณตะกั่วที่ได้จากวัดซ้ำ 7 ครั้ง มีค่าเฉลี่ย น้อยกว่า0.064 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

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

บทที่5

สรุปผล

ปัจจุบันมีการขยายตัวของโรงงานอุตสาหกรรมเกิดขึ้นมากมายภายในเขตเมืองสำคัญ ก่อให้เกิดปัญหามลพิษที่ส่งผลกระทบต่อสภาพแวดล้อมโดยเฉพาะสารตกค้างพวกโลหะหนัก เช่น โครเมียม ทองแดง ตะกั่ว ปรอท หรือ เหล็ก ในการศึกษานี้จึงได้มีการศึกษาวิธีการตรวจวัดปริมาณตะกั่วโดยวิธีที่ง่ายและไม่ต้องใช้เครื่องมือราคาแพง คือ การเตรียมหลอดตรวจวัดปริมาณตะกั่วขึ้นมาโดยการบรรจุซิลิกาที่เคลือบด้วยไดไธโซน (ซึ่งภายใต้สภาวะที่เป็นกรด ตะกั่วจะรวมตัวกับสารละลายแอมโมเนียซิเตรตไซยาไนด์รีดิวซิ่ง (Ammoniacal Citrate-Cyanide Reducing) แล้วทำปฏิกิริยากับไดไธโซนที่ละลายในคลอโรฟอร์ม เกิดสารเชิงซ้อนสีแดง-ชมพู)

เมื่อทำการศึกษาหาถึงเปอร์เซนการเคลือบของไดไธโซนที่ผิวของซิลิกาซึ่งจากการศึกษาพบว่าที่เปอร์เซ็นการเคลือบที่ 0.005% เป็นเปอร์เซนที่เหมาะสมที่สุด ปรากฏการเปลี่ยนสีของซิลิกา-ไดไธโซนเป็นสีแดง-ชมพูเด่นชัดเจนที่สุด จากนั้นจึงนำมาทำการบรรจุลงในหลอดแก้วที่มีเส้นผ่านศูนย์กลางขนาด 3 มิลลิเมตรและยาว 10 – 15 เซนติเมตร เมื่อนำหลอดที่ได้จัดเตรียมขึ้นไปทำสเกลมาตรฐานโดยวัดปริมาณตะกั่วกับสารมาตรฐานที่ความเข้มข้น 0.1, 0.3, 0.5, 1, 3, และ 5 ppm โดยทำ 7 ซ้ำ และวัดความสูงของแทบสีจะได้ค่าเฉลี่ย 0.5, 1.2, 2.6, 3.3, 3.8 และ 4.2 เซนติเมตร ตามลำดับ

จากการทดลองเราได้ใช้หลอดตรวจวัดที่เตรียมขึ้นไปวัดปริมาณตะกั่วจากตัวอย่างน้ำที่นิคมอุสาหกรรมลาดกระบังพบว่ามีปริมารตะกั่วอยู่ 0.064 ppm แล้วนำไปเปรียบเทียบกับวิธีมาตรฐานโดยเทคนิคยูวี-วิสิเบิลสเปกโทรโฟโตมิเตอร์ ได้ปริมาณตะกั่ว 0.070 ppm ซึ่งจากผลการคำนวณทางสถิติพบว่ามีความถูกต้องของวิธีที่เตรียมขึ้นกับวิธีมาตรฐานอยู่ในเกณฑ์ที่ดี

ข้อเสนอแนะ

1. การบรรจุซิลิกาเจลลงในหลอดแก้วควรจะพยายามให้มีความสม่ำเสมอและแน่นเท่าๆกันทุกหลอด หรือหาวิธีบรรจุที่เป็นมาตรฐาน
2. ศึกษาถึงผลการรบกวนของไอออนอื่น
3. ใช้เป็นแนวทางในการผลิตในเชิงการค้า

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ปัญหาที่เกิดขึ้น

1. มีหลายปัจจัยที่ต้องควบคุม เช่น การยืดหลอดแก้ว , สำลีและซิลกาที่บรรจุลงในหลอดแก้วต้องเท่ากันทุกหลอด นอกจากนี้เทคนิคในการบรรจุซิลิกา-ไดไธโซนต้องแน่นสม่ำเสมอตลอดทั้งหลอด

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

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

http://buscatextual.cnpq.br/buscatextual/visualizacv.jsp?id=K4788963T0

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

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ภาคผนวก ก

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ภาคผนวก ก. แสดงผลการวิเคราะห์

ตารางที่ 1 แสดงการตรวจวัดปริมาณตะกั่ว(II) ในน้ำตัวอย่างโดยวิธี ยูวี-วิสิเบิล 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 แสดงปริมาณแตะกั่ว (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 spectroprotometry กับหลอดตรวจวัดที่เตรียมขึ้น

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

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. 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 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

กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างความเข้มข้นของตะกั่วกับความสูงของแถบสีของซิลิกา-ไดไธโซนที่เปลี่ยนสี

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้