

บทที่ 3

วิธีดำเนินการวิจัย

3.1 เครื่องมือและอุปกรณ์ที่ใช้ในงานวิจัย

3.1.1 เครื่องมือ

- 1) เครื่องโวลแทมมิเตอร์ของ Metrohm รุ่น 797 VA
- 2) เครื่องกราฟต์เฟอร์เนชอะตอมมิกแอบซอร์พชันสเปกโทรโฟโตมิเตอร์ของ Varian รุ่น Spectra AA-880Z Zeeman Furnace system
- 3) เครื่องวัดพีเอช บริษัท Metrohm
- 4) เครื่องย่อยแบบไมโครเวฟ ของ BUCHI รุ่น MS-2000
- 5) เครื่องชั่ง 4 ตำแหน่ง
- 6) ตู้อบ
- 7) เติสติกเคเตอร์
- 8) เครื่องปั่น

3.1.2 อุปกรณ์

- 1) ขวดวัดปริมาตร ขนาด 25, 50, 100, 1000 มิลลิลิตร
- 2) บีกเกอร์ ขนาด 50, 100 มิลลิลิตร
- 3) ปิเปตต์ ขนาด 1, 2 และ 10 มิลลิลิตร
- 4) กรวยกรอง
- 5) ขวดโพลีเอทธีลีน ขนาด 100 มิลลิลิตร
- 6) ไมโครปิเปตต์ ขนาด 10 - 100 ไมโครลิตร

3.2 สารเคมีที่ใช้ในการทดลอง

- 1) กรดแอซติก (CH_3COOH)
- 2) แอมโมเนีย (NH_3)
- 3) กรดไนตริก (HNO_3)
- 4) สารละลายมาตรฐานตะกั่ว ($\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$)
- 5) สารละลายมาตรฐานแคดเมียม ($\text{Cd}(\text{NO}_3)_2$)

3.3 การเตรียมสารเคมี

3.3.1 การเตรียมสารละลายมาตรฐานสำหรับเครื่องกราไฟต์เฟออร์เนชอะตอมมิกแอบซอร์พชันสเปกโทรโฟโตมิเตอร์

1) สารละลายมาตรฐานแคดเมียม 1.10 ไมโครกรัมต่อลิตร

ปีเปตสารละลายมาตรฐานแคดเมียมที่มีความเข้มข้น 1000 มิลลิกรัมต่อลิตร มา 0.002 มิลลิลิตร ใส่ในขวดวัดปริมาตรขนาด 1000 มิลลิลิตร แล้วปรับด้วยกรดไนตริก 2 % จนได้ปริมาตร 1000 มิลลิลิตร จะได้สารละลายมาตรฐานแคดเมียมที่มีความเข้มข้น 2 ไมโครกรัมต่อลิตร จากนั้นปีเปตสารละลายมาตรฐานแคดเมียมความเข้มข้น 2 ไมโครกรัมต่อลิตร มา 55 มิลลิลิตร ใส่ในขวดวัดปริมาตรขนาด 100 มิลลิลิตร แล้วปรับด้วยกรดไนตริก 2 % จนได้ปริมาตร 100 มิลลิลิตร จะได้สารละลายมาตรฐานแคดเมียมที่มีความเข้มข้น 1.10 ไมโครกรัมต่อลิตร

2) สารละลายมาตรฐานสำหรับ 27 ไมโครกรัมต่อลิตร

ปีเปตสารละลายมาตรฐานตะกั่วที่มีความเข้มข้น 1000 มิลลิกรัมต่อลิตร มา 0.027 มิลลิลิตร ใส่ในขวดวัดปริมาตรขนาด 1000 มิลลิลิตร แล้วปรับด้วยกรดไนตริก 2 % จนได้ปริมาตร 1000 มิลลิลิตร จะได้สารละลายมาตรฐานตะกั่วที่มีความเข้มข้น 27 ไมโครกรัมต่อลิตร

3.3.2 การเตรียมสารละลายมาตรฐานสำหรับเครื่องโวลแทมมิเตอร์

1) สารละลายมาตรฐานผสมของ ตะกั่ว และ แคดเมียม โดยที่ ตะกั่ว มีความเข้มข้น 1.00 มิลลิกรัมต่อลิตร ส่วนแคดเมียมมีความเข้มข้น 0.10 มิลลิกรัมต่อลิตร

ปีเปตจาก สารละลายมาตรฐานตะกั่วความเข้มข้น 1000 มิลลิกรัมต่อลิตร มา 0.100 มิลลิลิตร ส่วนสารละลายมาตรฐานของแคดเมียมปีเปตมา 0.010 มิลลิลิตร ใส่ในขวดวัดปริมาตรขนาด 100 มิลลิลิตร แล้วปรับด้วยกรดไนตริก 2 % จนกระทั่งได้ปริมาตร 100 มิลลิลิตร จะได้สารละลายมาตรฐานผสมที่มีความเข้มข้นของตะกั่ว 1.00 และแคดเมียม 0.10 มิลลิกรัมต่อลิตร ตามลำดับ จากนั้นเก็บไว้ในขวดโพลี (เอทิลีน) และเก็บไว้ในตู้เย็นที่อุณหภูมิ 4 องศาเซลเซียส

2) สารละลายแอมโมเนียมแอกซีเตด (NH_4OAc) พีเอช = 4.6

ปีเปตกรดแอกซิดิกความเข้มข้น 2 โมลต่อลิตร จำนวน 5.8 มิลลิลิตรใส่ลงในขวดวัดปริมาตร ขนาด 50 มิลลิลิตร ปรับปริมาตรด้วยน้ำกลั่น และปีเปต แอมโมเนีย ความเข้มข้น 1 โมลต่อลิตร จำนวน 3.2 มิลลิลิตร ใส่ลงในขวดวัดปริมาตร ขนาด 50 มิลลิลิตร อีกใบหนึ่งแล้วปรับปริมาตรด้วยน้ำกลั่น นำสารละลายใน ขวดวัดปริมาตรทั้งสองมาผสมกัน วัดค่า พีเอช ซึ่งพีเอช สุดท้ายที่ได้เท่ากับ 4.6 ± 0.1

3.4 การเตรียมตัวอย่าง

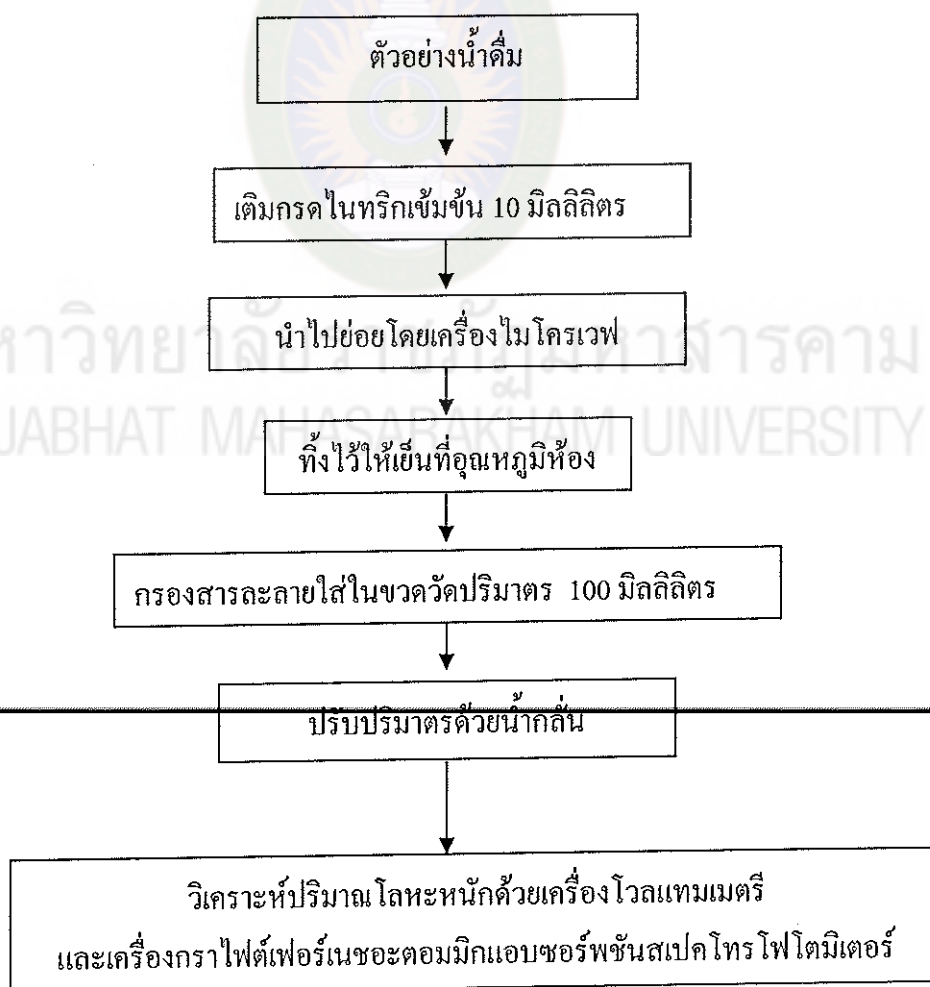
3.4.1 การเก็บตัวอย่างและรักษาตัวอย่าง

เก็บตัวอย่างตัวอย่างน้ำดื่มที่อาจมีการปนเปื้อนของโลหะหนัก จะได้ทำการสุ่มเก็บตัวอย่างแบบสุ่ม อย่างง่าย(Sample random sampling) ในมหาวิทยาลัยราชภัฏมหาสารคาม อ.เมือง จังหวัดทำการแซ่

3.4.3 การย่อยตัวอย่างโดยใช้เครื่องย่อยแบบไมโครเวฟ

ใส่ในขวดย่อยของเครื่องไมโครเวฟ เดิมกรดไนตริก เข้มข้น 10 มิลลิลิตร ปิดฝาขวดย่อย วางบนถาด ต่ออุปกรณ์ให้เรียบร้อย นำเข้าเครื่องไมโครเวฟ เปิดเครื่อง สภาวะที่ใช้คือ อุณหภูมิ 200 องศาเซลเซียส และความดัน 250 psi ใช้เวลาย่อย 40 นาที เมื่อครบเวลาแล้ว นำถาดใส่ ขวดย่อยออกมาทิ้งไว้ให้เย็น และนำไปย่อยอีกครั้งเพื่อให้ตัวอย่างย่อยสมบูรณ์ โดยใส่กรดไนตริก 10 มิลลิลิตร เมื่อครบกำหนดเวลา นำตัวอย่างไปกรองถ่ายใส่ขวดวัดปริมาตรขนาด 100 มิลลิลิตรและปรับปริมาตรด้วยน้ำปราศจากไอออน

3.5 แผนภาพดำเนินการทดลอง



รูปที่ 3.1 แผนภาพดำเนินการทดลอง

3.6 วิธีการวิเคราะห์หาปริมาณของตะกั่วและแคดเมียมโดยเทคนิคกราฟต์เฟอรัเนซอะตอมมิกแอบซอร์พชันสเปกโทรโฟโตเมตรี

3.6.1 สร้างกราฟมาตรฐานของสารละลายตะกั่ว โดยใช้สารละลายตะกั่วที่มีความเข้มข้น 8.10 , 16.20 และ 24.30 ไมโครกรัมต่อลิตร

3.6.2 สร้างกราฟมาตรฐานของสารละลายแคดเมียม โดยใช้สารละลายแคดเมียมที่มีความเข้มข้น 0.50 , 1.00 และ 1.50 ไมโครกรัมต่อลิตร

3.6.3 วัดความเข้มข้นของสารละลายตัวอย่าง โดยเทียบกับกราฟมาตรฐานของสารละลายตะกั่วและสารละลายแคดเมียม

3.7 วิธีการวิเคราะห์หาปริมาณของตะกั่วและแคดเมียมโดยเทคนิคโวลแทมเมตรี

จะใช้วิธีการแอนโอดิกสทริปปิงโวลแทมเมตรี โดยการเติมสารละลายมาตรฐานหลังจากวัดค่ากระแสไฟฟ้าของสารละลายตัวอย่างแล้ว โดยเลือกใช้อิเล็กโทรไลต์ที่เหมาะสม และควบคุมปัจจัยต่างๆ ที่เกี่ยวข้องดังนี้

3.7.1 ระบบขั้วไฟฟ้า 3 ขั้ว ประกอบด้วย

- 1) ใช้ขั้วปรอทหยด เป็น ขั้วใช้งาน
- 2) ใช้ขั้วซิลเวอร์ – ซิลเวอร์คลอไรด์ เป็น ขั้วอ้างอิง
- 3) ใช้โลหะแพลทินัม เป็น ขั้วไฟฟ้าช่วย

3.7.2 ทำการวิเคราะห์โดยเลือกสภาวะ ดังนี้

- | | |
|---|-----------------|
| 1) เวลาในการเกิดปฏิกิริยาเกาะบนขั้วปรอท | 90 วินาที |
| 2) อัตราเร็วในการคนสารละลาย | 2000 รอบต่อนาที |
| 3) เวลาในการผ่านแก๊สไนโตรเจน | 300 วินาที |
| 4) เวลาสมดุล | 10 วินาที |
| 5) เวลาในการผ่านแก๊สไนโตรเจน | |
| หลังจากเติมสารมาตรฐาน | 20 วินาที |
| 6) ขนาดของหยดปรอท | 4 |
| 7) ศักย์ไฟฟ้าเริ่มต้น | -0.6 โวลต์ |
| 8) ศักย์ไฟฟ้าสุดท้าย | -0.2 โวลต์ |
| 9) ศักย์ที่เกิดพีคของตะกั่ว | -0.4 โวลต์ |
| 10) ศักย์ที่เกิดพีคของแคดเมียม | -0.54 โวลต์ |

3.7.3 ขั้นตอนการวิเคราะห์

- 1) ปิเปตสารละลายตัวอย่าง ปริมาตร 1 มิลลิลิตร ใส่ลงในโพลารोगราฟิเซลล์ สำหรับวิเคราะห์
- 2) ปิเปตสารละลายอิเล็กโทรไลต์แอมโมเนียมแอสซิเตดบัฟเฟอร์ ปริมาตร 1 มิลลิลิตร ใส่ลงในโพลารोगราฟิเซลล์สำหรับวิเคราะห์
- 3) ปิเปตน้ำกลั่นสองครั้ง ปริมาตร 10 มิลลิลิตร ใส่ลงในโพลารोगราฟิเซลล์ สำหรับวิเคราะห์
- 4) วัดค่ากระแสไฟฟ้าในสารตัวอย่างก่อน
 - 4.1 กดปุ่มสตาร์ท
 - 4.2 ไล่ออกซิเจนโดยใช้แก๊สไนโตรเจนผ่านลงไปนสารละลายตัวอย่างนาน 300 วินาที
 - 4.3 เวลาที่ไอออนโลหะเกาะที่ขั้ว 90 วินาที
 - 4.4 สมดุล 10 วินาที
 - 4.5 วัดค่ากระแสไฟฟ้า 5 วินาที
 - 4.6 สิ้นสุดขั้นตอนการวัด
- 5) เติมสารละลายมาตรฐานผสมปริมาตร 0.1 มิลลิลิตร ทำการวิเคราะห์ต่อ เหมือนขั้นตอนที่ 4 แต่ขั้นที่ 4.2 เหลือเวลา 20 วินาที
- 6) เติมสารละลายมาตรฐานผสมครั้งที่สอง ปริมาตร 0.1 มิลลิลิตร ทำเหมือนขั้นที่ 5

3.8 การคำนวณหาปริมาณโลหะในน้ำดื่ม

ตัวอย่างน้ำดื่ม X มิลลิลิตร นำไปย่อยโดยเครื่องไมโครเวฟ จากนั้นนำมาปรับปริมาตรด้วยสารละลายกรดไนตริกจนมีปริมาตรเป็น 100 มิลลิลิตร นำไปวิเคราะห์หาปริมาณโลหะด้วยเครื่องกราฟิฟเฟอร์เนชอะตอมมิกแอบซอร์พชันสเปกโทรโฟโตเมตรี และ โวลแทมมิเตอร์จะให้ความเข้มข้นเป็น Y $\mu\text{g/L}$

สารละลาย	1000 มิลลิลิตร มีปริมาณโลหะ	=	Y	ไมโครกรัม
สารละลาย	100 มิลลิลิตร มีปริมาณโลหะ	=	$\frac{Y \times 100}{1000}$	ไมโครกรัม

$$\text{ตัวอย่างน้ำดื่ม } X \text{ มิลลิลิตร มีปริมาณโลหะ} = \frac{Y \times 100}{1000} \text{ ไมโครกรัม}$$

$$\text{ตัวอย่างน้ำดื่ม } 1000 \text{ มิลลิลิตร มีปริมาณโลหะ} = \frac{Y \times 100 \times 1000}{1000 \times X} \text{ ไมโครกรัม}$$

$$\text{ปริมาณโลหะ (}\mu\text{g/kg)} = \frac{Y \times 100}{X}$$

เมื่อ Y ปริมาณโลหะที่วัดได้จากเครื่อง (ไมโครกรัมต่อลิตร)

X ตัวอย่างน้ำดื่ม (มิลลิลิตร)



มหาวิทยาลัยราชภัฏมหาสารคาม
RAJABHAT MAHASARAKHAM UNIVERSITY