

ภาคผนวก

ภาคผนวก ก.

=

การวัดปริมาณสารหนูโดยวิธี Colourimetry Molybdenum Blue

การวัดปริมาณสารหนูโดยวิธี Colourimetry Molybdenum Blue

วิธีการวัดปริมาณสารหนู โดยใช้เครื่อง spectrophotometer เป็นวิธีที่นิยมใช้โดยทั่วไป หลักการของวิธีนี้คือ การทำให้สารหนูทำปฏิกิริยากับ ammonium molybdate ทำให้เกิดสารประกอบเชิงซ้อน blue complex ซึ่งมีสีน้ำเงินขึ้นมา แล้ววัดสีที่เกิดขึ้นด้วยเครื่อง spectrophotometer ความเข้มข้นของสีจะเป็นปฏิกิริยาโดยตรงกับปริมาณสารหนูที่มีอยู่ในน้ำ วิธีนี้วัดค่าได้ตั้งแต่ 1 $\mu\text{g As}$ ขึ้นไป

อุปกรณ์และสารเคมี

- 1) เครื่อง spectrophotometer ของ Shimadzu UV-1601, Japan
- 2) สารละลาย potassium iodate 0.17 M
- 3) Hydrochloric acid 1 N
- 4) Mixed Reagent ประกอบไปด้วย
 - 4.1 Sulphuric acid 5 N
 - 4.2 Ammonium molybdate 40 g/L
 - 4.3 Ascorbic acid 0.1 M
 - 4.4 Potassium antimonyl tartrate 1 mgSb/ml

ผสม 5 N sulphuric acid 125 ml และ ammonium molybdate 37.5 ml เข้าด้วยกัน แล้วเติมสารละลาย ascorbic acid 75 ml และ potassium antimonyl tartrate 12.5 ml โดย mixed Reagent นี้สามารถเก็บไว้ได้ไม่เกิน 24 ชั่วโมง

- 5) Reducing Reagent ประกอบด้วย
 - 5.1 สารละลาย sodium metabisulfite 14% w/w
 - 5.2 สารละลาย sodium thiosulfate 1.4% w/w
 - 5.3 สารละลายกรด sulfuric acid 5 N

ผสมสารละลายกรด 5 N sulfuric acid 20 ml และ sodium metabisulfite 40 ml เข้าด้วยกัน การผสมควรจะทำอย่างช้าๆ เพื่อหลีกเลี่ยงการเกิดฟองที่มาจาก การปล่อยก๊าซซัลเฟอร์ไดออกไซด์ แล้วเติมสารละลาย sodium thiosulfate 40 ml ผสมเข้าด้วยกัน ปริมาณ reducing reagent ที่เตรียมนี้เพียงพอสำหรับ 20 ตัวอย่าง และสามารถแช่เย็นเก็บไว้ได้นาน 24 ชั่วโมง

วิธีวิเคราะห์ปริมาณ Trivalent และ Pentavalent arsenic

1) ปิเปตตัวอย่างน้ำ 40 ml ลงใน flask ขนาด 125 ml จำนวน 9 ขวด โดยแบ่งตัวอย่างเพื่อทำ oxidized 3 ขวด ทำ untreated 3 ขวด และ reduced 3 ขวด การเตรียมสารละลายดังกล่าวเป็นการทดสอบซ้ำ 3 ครั้ง

2) ตัวอย่าง oxidized

เติม 1 M hydrochloric acid 1 ml แล้วหยดสารละลาย 0.17 M potassium iodate 0.05 ml ทำการผสมให้เข้ากัน แล้วปล่อยให้ทิ้งไว้ให้ทำปฏิกิริยาอย่างน้อย 2 นาที จากนั้นเติม mixed reagent 4 ml แล้วเขย่าผสมทันที

3) ตัวอย่าง untreated

เติม mixed reagent 4 ml เขย่าผสมทันที แล้วเติมสารละลาย 0.17 M potassium iodate 0.05 ml หลังจากผสมแล้วเติม 1 M hydrochloric acid 1 ml

สำหรับตัวอย่าง oxidized และ untreated หลังจากผสมสารเคมีต่างๆ แล้วทิ้งไว้ 4 ชั่วโมง เพื่อให้สีที่เกิดขึ้นมีความเสถียร หลังจากนั้นจึงนำไปวัดค่าการดูดกลืนแสงที่ความยาวคลื่น 865 นาโนเมตร

4) ตัวอย่าง reduced

เติม reducing agent 4 ml ผสม แล้วปล่อยให้ทิ้งไว้ให้ทำปฏิกิริยา 3 ชั่วโมง แล้วเติม mixed reagent 4 ml รอ 15 นาที เพื่อให้เกิดสีโดยสมบูรณ์ และนำไปวัดค่าการดูดกลืนแสงที่ความยาวคลื่น 865 นาโนเมตร

5) ปิเปตน้ำ DI 40 ml ลงในแต่ละ erlenmeyer flasks ขนาด 125 ml จำนวน 9 ขวด แล้วทำการทดลองดังเช่นที่กล่าวมาแล้ว เพื่อเป็น blank

การคำนวณหาปริมาณสารหนู

จากการวิเคราะห์ จะเห็นได้ว่าปริมาณของตัวอย่าง reduced จะมากกว่าปริมาณของตัวอย่าง oxidized และ untreated จึงต้องทำ dilution correction เพื่อให้ได้ค่าดูดกลืนแสงที่ถูกต้องโดยสามารถหาได้จาก

ปริมาตรสุทธิตัวอย่าง reduced

$$= 48 \text{ ml} / 45 \text{ ml} = 1.067$$

ปริมาตรสุทธิตัวอย่าง oxidized หรือ untreated

หลังจากทำ dilution correction ค่าการดูดกลืนแสงของ blank จะถูกนำมาลบเพื่อหาค่า corrected absorbance (C.A.)

$$\text{C.A. (oxidized)} = \text{Abs (oxidized)} - \text{Abs (oxidized blank)}$$

$$\text{C.A. (untreated)} = \text{Abs (untreated)} - \text{Abs (Untreated Blank)}$$

$$\text{C.A. (reduced)} = \text{Abs (reduced} \times 1.067) - \text{Abs (reduced blank)}$$

โดยปริมาณของ arsenite, arsenate และ total arsenic สามารถคำนวณได้จากสมการ

$$\text{Arsenite} = [\text{C.A. (oxidized)} - \text{C.A. (untreated)}] \times \text{Abs.factorAs(III)}$$

$$\text{Arsenate} = [\text{C.A. (untreated)} - \text{C.A. (reduced)}] \times \text{Abs.factorAs(V)}$$

$$\text{Total arsenic} = \text{arsenite} + \text{arsenate}$$

=