

บทที่ 2

วิธีดำเนินการศึกษา

2.1 เครื่องมือที่ใช้ในการวิเคราะห์

เครื่องเฟลมอะตอมมิกแอบซอร์พชันสเปกโทรโฟโตมิเตอร์ (Flame Atomic Absorption Spectrophotometer) ยี่ห้อ Shimadzu รุ่น AA-680 (Shimadzu, Japan) พร้อมหลอดฮอลโลแคโทด (Hollow Cathode Lamp) (HAMAMATSU PHOTONICS K.K., Japan) สำหรับการวิเคราะห์โครเมียม โดยสภาวะการทดลองตามคู่มือแนะนำการใช้งานของบริษัทผู้ผลิตเป็นดังนี้

พารามิเตอร์

| | | |
|----------------------------------|-----------------------------------|--------------|
| ความยาวคลื่น | 357.9 | นาโนเมตร |
| กระแสที่ต้องให้แก่หลอดฮอลโลแคโทด | 5 | มิลลิแอมแปร์ |
| ความกว้างของช่องสลิต | 0.5 | นาโนเมตร |
| ชนิดของเปลวไฟ | AIR-C ₂ H ₂ | |
| อัตราการไหลของก๊าซเชื้อเพลิง | 2.6 | ลิตรต่อนาที |
| ความสูงของหัวเปลวไฟ | 5 | มิลลิเมตร |

2.2 สารเคมีที่ใช้ในการวิจัย

โพแทสเซียมไดโครเมต 99% assay ($K_2Cr_2O_7$) (Merck, Germany)

สารละลายมาตรฐานโครเมียม $Cr(NO_3)_3$ ใน HNO_3 0.5 mol/L ความเข้มข้น 1000 mg/L (Merck, Germany)

กรดไนตริก (HNO_3) (Merck, Germany)

แอมโมเนียมไฮดรอกไซด์ (NH_4OH) (J.T.Baker, Germany)

อะลูมิเนียมออกไซด์ (type 5016 A basic และ type 504 C acidic) (Fluka Chemika, Germany)

เรซิน Amberlite IRA-96 (Fluka Chemika, Germany)

เรซิน Amberlite 200 (Fluka Chemika, Germany)

เรซิน Amberlite IR-120 (Fluka Chemika, Germany)

เรซิน Amberlite IRA-410 (Fluka Chemika, Germany)

เรซิน Amberlite IRC-50 (Fluka Chemika, Germany)

โดยสารเคมีทั้งหมดที่ใช้ไม่ได้ผ่านการทำให้บริสุทธิ์ (purified) ก่อนการใช้งาน

2.3 วัสดุและอุปกรณ์ที่ใช้ในการทดลอง

ไมโครปิเปตและหัวปิเปต รุ่น P20, P100, P1000 (Gilson, France)

เครื่องวัดความเป็นกรด-เบส (pH meter) รุ่น 15 (Denver Instrument, USA)

ขวดพลาสติกสำหรับเก็บตัวอย่าง

หลอดฉีดยา ขนาด 1.0 มิลลิลิตร พร้อมวาล์วปิด-เปิด (stopcock)

เครื่องแก้ว เช่น กระจกตวง และขวดวัดปริมาตร ขนาดต่าง ๆ เป็นต้น

2.4 สารตัวอย่าง

น้ำตัวอย่างจากบ่อน้ำทิ้งกรดที่ไม่ใช้แล้ว, น้ำล้างจากบ่อชุบ และน้ำทิ้งในสระภายในโรงงานอุตสาหกรรมชุบเคลือบโครเมียม อำเภอหาดใหญ่ จังหวัดสงขลา

2.5 วิธีการดำเนินการวิจัย

2.5.1 การศึกษาสภาวะที่เหมาะสมในการตรวจวัดโครเมียมด้วยเครื่องอะตอมมิก แอบซอร์พชันสเปกโทรโฟโตมิเตอร์ ยี่ห้อ Shimadzu รุ่น AA-680

2.5.1.1 การศึกษาผลของค่ากระแสไฟฟ้าที่ให้กับหลอดฮอลโลแคโธด

นำสารละลายมาตรฐานโครเมียม(VI)เข้มข้น10.0มิลลิกรัมต่อลิตร(mg/L, ppm) มาวัดค่าการดูดกลืนแสงที่ความยาวคลื่น 357.9 นาโนเมตร (Nanometer, nm) เมื่อให้กระแสไฟฟ้ากับหลอดฮอลโลแคโธดที่ค่าต่างๆ ได้แก่ 1, 2, 3, 4, 5, 6, 7, 8, 9 และ 10 มิลลิแอมแปร์ ซึ่งไม่เกินค่ากระแสไฟฟ้าสูงสุดที่ให้แก้หลอดได้ (20 มิลลิแอมแปร์, mA)

2.5.1.2 การศึกษาผลของความกว้างของช่องสลิต (Slit Width)

นำสารละลายมาตรฐานโครเมียม(VI) เข้มข้น 10.0 มิลลิกรัมต่อลิตร มาวัดค่าการดูดกลืนแสงที่ความกว้างของช่องสลิต 0.3, 0.5 และ 0.7นาโนเมตร ที่ความยาวคลื่น 357.9 นาโนเมตร และให้กระแสไฟฟ้ากับหลอดฮอลโลแคโธดตามค่าที่ได้จากการศึกษาข้อ 2.5.1.1 นั่นคือ 5 มิลลิแอมแปร์

2.5.1.3 การศึกษาอัตราการไหลของก๊าซเชื้อเพลิง (Fuel Flow Rate)

จากค่ากระแสไฟฟ้าที่ต้องให้แก้หลอดฮอลโลแคโธด และค่าความกว้างของช่องสลิตที่เหมาะสมที่ได้จากการศึกษาข้างต้น (5 มิลลิแอมแปร์ และ0.5นาโนเมตร ตามลำดับ) นำสารละลายมาตรฐานโครเมียม(VI) เข้มข้น 10.0 มิลลิกรัมต่อลิตร มาวัดค่าการดูดกลืนแสงที่อัตราการไหลของก๊าซเชื้อเพลิง 2.2, 2.4, 2.6 และ 2.8 ลิตรต่อนาที โดยควบคุมให้อัตราการไหลของก๊าซที่เป็นออกซิเจนที่มีค่าคงที่ตลอดการวิเคราะห์

2.5.1.4 การศึกษาแนวระดับของหัวเปลวไฟ (Height of Burner Head)

วัดค่าการดูดกลืนแสงของสารละลายมาตรฐานโครเมียม(VI) เข้มข้น 10.0 มิลลิกรัมต่อลิตร โดยปรับหัวเปลวไฟ (Burner Head) ในแนวตั้ง ที่ระดับ 2, 3, 4, 5, 6, 7, 8, 9 และ 10 มิลลิเมตร เลือกตำแหน่งของหัวเปลวไฟที่ให้ค่าการดูดกลืนแสงสูงสุด

2.5.1.5 การศึกษาขีดจำกัดต่ำสุดในการตรวจวัด (Detection Limit)

ขีดจำกัดต่ำสุดของการตรวจวัด คือ ความเข้มข้นของสารในตัวอย่างที่สามารถตรวจวัดได้ โดยมีค่าความแน่นอน (certainty) 95% ซึ่งคำนวณได้จากสามเท่าของค่าเบี่ยงเบน

มาตรฐาน (standard deviation, s) ของแบลงค์ (blank level) ทหารด้วยค่าความชัน (slope, m) ของเส้นกราฟคาลิเบรชันของสารมาตรฐาน ดังสมการ 2.1 (Skoog *et al.*, 2004) ดังนั้นจึงทำการวัดค่าดูดกลืนแสงของแบลงค์ 10 ครั้ง เพื่อคำนวณหาค่าเฉลี่ยและค่าเบี่ยงเบนมาตรฐานตามสมการ 2.2 และสร้างกราฟมาตรฐานแสดงความสัมพันธ์ของความเข้มข้นของสารละลายโครเมียม (VI) คือ 1, 5, 10, 15 และ 20 มิลลิกรัมต่อลิตร กับค่าการดูดกลืนแสง แล้วคำนวณค่าความชันของเส้นกราฟเพื่อนำไปคำนวณหาขีดจำกัดต่ำสุดของการตรวจวัด

$$DL = \frac{3s}{m} \quad 2.1$$

$$s = \sqrt{\sum_{i=1}^n \frac{(x_i - \bar{x})^2}{(n-1)}} \quad 2.2$$

| | | |
|-----------|---|--------------------------------|
| s | = | ค่าเบี่ยงเบนมาตรฐาน |
| n | = | จำนวนข้อมูล |
| x_i | = | ค่าที่ได้จากการวัดแต่ละครั้ง |
| \bar{x} | = | ค่าเฉลี่ยจากการวัดหลาย ๆ ครั้ง |

2.5.1.6 การศึกษาความเที่ยงตรงในการตรวจวัด (Precision)

เมื่อทำการตรวจวัดตัวอย่างเดียวกันซ้ำหลาย ๆ ครั้งได้ผลการวิเคราะห์ที่ใกล้เคียงกัน แสดงว่าการตรวจวัดมีความเที่ยงตรง (Precision) ซึ่งเป็นที่ยอมรับในงานวิทยาศาสตร์เพราะสามารถแปลความหมายในเชิงปริมาณวิเคราะห์ได้ถูกต้อง (ศุภชัย, 2539) จึงทำการวัดค่าการดูดกลืนแสงของสารละลายมาตรฐานโครเมียม(VI) เข้มข้น 10.0 มิลลิกรัมต่อลิตร 7 ครั้ง แล้วนำไปคำนวณหาเปอร์เซ็นต์ของส่วนเบี่ยงเบนมาตรฐานสัมพันธ์ (percent standard deviation, %RSD) จากสมการ 2.3

$$\% RSD = \frac{s}{\bar{x}} \times 100 \quad 2.3$$

2.5.2 การศึกษาสภาวะที่เหมาะสมต่อการเพิ่มความเข้มข้นและการศึกษารูปแบบของโครเมียม

ในการศึกษานี้จะทำการศึกษาปัจจัยต่าง ๆ ที่มีผลต่อการศึกษารูปแบบและเพิ่มความเข้มข้นของโครเมียม โดยปัจจัยที่ทำการศึกษา ได้แก่

2.5.2.1 ผลของชนิดของตัวดูดซับที่มีต่อประสิทธิภาพในการดูดซับโครเมียม

ตัวดูดซับที่ศึกษา คือตัวดูดซับชนิดแลกเปลี่ยนไอออนลบ(anion exchanger) ได้แก่ อะลูมิเนียมออกไซด์ type 504 C acidic, เรซิน Amberlite IRA-96 และ เรซิน Amberlite IRA-410

ตัวดูดซับชนิดแลกเปลี่ยนไอออนบวก (cation exchanger) ได้แก่ อะลูมิเนียมออกไซด์ type 5016 A basic, เรซิน Amberlite 200, เรซิน Amberlite IR-120 และ เรซิน Amberlite IRC-50

จากนั้นผ่านสารละลายมาตรฐานโครเมียม(VI) เข้มข้น 10.0 มิลลิกรัมต่อลิตร ปริมาตร 20.0 มิลลิลิตร ไปยังคอลัมน์ที่บรรจุตัวดูดซับชนิดแลกเปลี่ยนไอออนลบ (การเตรียมคอลัมน์แสดงในภาคผนวก ค) ควบคุมอัตราการไหลของสารละลายเป็น 0.5 มิลลิลิตรต่อนาที นำสารละลายที่ผ่านออกมาจากคอลัมน์ไปตรวจวัดด้วยเครื่องเฟลมอะตอมมิกแอบซอร์พชันสเปกโทรโฟโตมิเตอร์ เพื่อหาค่าความเข้มข้นการดูดซับ

การศึกษารูปแบบการดูดซับโครเมียม(III)ของตัวดูดซับชนิดต่างๆ ทำเช่นเดียวกันโดยผ่านสารละลายมาตรฐานโครเมียม(III) เข้มข้น 10.0 มิลลิกรัมต่อลิตร ปริมาตร 20.0 มิลลิลิตร ไปยังคอลัมน์ที่บรรจุตัวดูดซับชนิดแลกเปลี่ยนไอออนบวก

ในการเลือกตัวดูดซับจะพิจารณาตัวดูดซับที่ให้การดูดซับสูง ขณะเดียวกันต้องให้ค่าการกลับคืนเมื่อทำการชะสารตัวอย่างออกมาสูงด้วย

จากผลการศึกษาดังแสดงในตาราง 3.7 พบว่าการดูดซับโครเมียม(III) มีค่าต่ำ จึงสนใจพิจารณาเฉพาะการดูดซับโครเมียม(VI)

2.5.2.2 ผลของปริมาณตัวดูดซับที่มีต่อประสิทธิภาพในการดูดซับโครเมียม(VI)

ทำการบรรจุตัวดูดซับที่ให้การดูดซับโครเมียม(VI) สูงสุด จากข้อ 2.5.2.1 ปริมาตรต่างๆ ดังนี้ 0.3, 0.5, 0.7 และ 1.0 มิลลิลิตร แล้วผ่านสารละลายโครเมียม(VI) เข้มข้น 10.0 มิลลิกรัมต่อลิตร ปริมาตร 20.0 มิลลิลิตรไปยังคอลัมน์โดยให้อัตราการไหลของสารละลายเป็น 0.5 มิลลิลิตรต่อนาที นำสารละลายที่ได้ไปตรวจวัดด้วยเครื่องเฟลมอะตอมมิกแอบซอร์พชันสเปกโทรโฟโตมิเตอร์ ค่าความเข้มข้นการดูดซับ เช่นเดียวกับข้อ 2.5.2.1

2.5.2.3 ผลของความเข้มข้นของแอมโมเนียมไฮดรอกไซด์ (ตัวชะ) ที่มีผลต่อประสิทธิภาพในการชะโครเมียม(VI) ออกจากคอลัมน์

จากสภาวะที่ได้ศึกษาข้างต้น นำสารละลายโครเมียม(VI) เข้มข้น 10.0 มิลลิกรัมต่อลิตร ปริมาตร 20.0 มิลลิลิตร ผ่านไปยังคอลัมน์ เก็บสารละลายที่ได้ จากนั้นชะด้วยแอมโมเนียมไฮดรอกไซด์เข้มข้น 1.0, 2.0, 3.0, 4.0 และ 5.0 โมลต่อลิตร (mol/L, M) ปริมาตร 2.0 มิลลิลิตร ด้วยอัตราการไหล 0.5 มิลลิลิตรต่อนาที สารละลายส่วนนี้เก็บใส่ขวดวัดปริมาตร ขนาด 25.00 มิลลิลิตรปรับปริมาตรด้วยน้ำปราศจากไอออน (Deionized water) แล้วตรวจวัดปริมาณโครเมียมในสารละลาย

2.5.2.4 ผลของอัตราการไหลของแอมโมเนียมไฮดรอกไซด์ (ตัวชะ) ที่มีต่อประสิทธิภาพในการชะโครเมียม(VI) ออกจากคอลัมน์

ผ่านสารละลายโครเมียม (VI) เข้มข้น 10.0 มิลลิกรัมต่อลิตร (mg/L, ppm) ปริมาตร 20 มิลลิลิตร ไปยังคอลัมน์ ตามสภาวะที่ศึกษาข้างต้น นั่นคือ บรรจุอะลูมิเนียมออกไซด์ type 504 C acidic ปริมาตร 0.5 มิลลิลิตร แล้วชะด้วยแอมโมเนียมไฮดรอกไซด์เข้มข้น 5.0 โมลต่อลิตร โดยปรับให้มีอัตราการไหลของตัวชะเป็น 0.2, 0.5 และ 1.0 มิลลิลิตรต่อนาที เก็บสารละลายที่ผ่านออกมาจากคอลัมน์และวัดค่าดูดกลืนแสงของสารละลาย เช่นเดียวกับข้อ 2.5.2.3

2.5.2.5 ผลของปริมาตรของแอมโมเนียมไฮดรอกไซด์ (ตัวชะ) ที่มีผลต่อประสิทธิภาพในการชะโครเมียม(VI)

ผ่านสารละลายโครเมียม(VI) เข้มข้น 10.0 มิลลิกรัมต่อลิตร ปริมาตร 20.0 มิลลิลิตร ไปยังคอลัมน์ด้วยสภาวะเหมาะสมที่ได้จากการศึกษาข้างต้น ชะด้วยแอมโมเนียมไฮดรอกไซด์เข้มข้น 5.0 โมลต่อลิตร ปริมาตรต่าง ๆ ดังนี้ 0.5, 1.0, 2.0 และ 2.5 มิลลิลิตร ควบคุมอัตราการไหลของตัวชะเป็น 0.5 มิลลิลิตรต่อนาที เก็บสารละลายที่ผ่านออกมาจากคอลัมน์ และวัดค่าดูดกลืนแสงของสารละลาย

2.5.3 การวิเคราะห์ปริมาณโครเมียมในตัวอย่าง

เก็บน้ำตัวอย่างจากโรงงานชุบเคลือบโครเมียม 3 จุด ได้แก่ บ่อน้ำทิ้งกรดที่ไม่ใช้แล้ว, น้ำล้างจากบ่อชุบ และน้ำทิ้งในสระภายในโรงงาน ประมาณ 250 มิลลิลิตร ใส่ขวดพลาสติก วัดค่า pH นำสารละลายส่วนใสมาวเคราะห์หาปริมาณโครเมียมแต่ละรูปแบบ การวิเคราะห์ปริมาณโครเมียมทั้งหมด ทำโดยการตรวจวัดด้วยเครื่องเฟลมอะตอมมิกแอบซอร์พชันสเปกโทรมิเตอร์ โดยไม่ผ่านขั้นตอนเพิ่มความเข้มข้น และหาปริมาณโครเมียม(VI) โดยนำสารละลายตัวอย่างมา

ผ่านคอลัมน์ตามสภาวะที่ศึกษาข้างต้น เพื่อทำการเพิ่มความเข้มข้นและแยกสปีชีส์ของโครเมียม จากนั้นทำการหักลบปริมาณโครเมียมทั้งสองส่วน(โครเมียมทั้งหมดที่ละลายอยู่ - โครเมียม(VI)) จะทำให้ทราบปริมาณโครเมียม(III)

ขั้นตอนการเพิ่มความเข้มข้นโครเมียม(VI) และศึกษารูปแบบของโครเมียม จากการ ศึกษาข้างต้น ทำโดยนำสารละลายตัวอย่างปริมาตร 20.0 มิลลิลิตร ผ่านยังคอลัมน์ที่บรรจุด้วย อะลูมิเนียมออกไซด์ type 504 C acidic ปริมาตร 0.5 มิลลิลิตร เก็บสารละลายที่ผ่านออกจากคอลัมน์ นำไปวัดค่าการดูดกลืนแสงด้วยเครื่องเฟลมอะตอมมิกแอบซอร์พชันสเปกโตรมิเตอร์ จากนั้นชะ คอลัมน์ด้วยแอมโมเนียมไฮดรอกไซด์เข้มข้น 5.0 โมลต่อลิตร ปริมาตร 2.0 มิลลิลิตร ควบคุมอัตรา การไหลของตัวชะเป็น 0.5 มิลลิลิตรต่อนาที เพื่อนำไปวิเคราะห์ปริมาณด้วยวิธี standard addition สารละลายที่ได้จากการชะแต่ละคอลัมน์นำมาเติมสารละลายมาตรฐานโครเมียม(VI) ความเข้มข้น 3, 6 และ 12 มิลลิกรัมต่อลิตร ปรับปริมาตรด้วยน้ำปราศจากไอออนเป็น 5 มิลลิลิตร