

บทที่ 3

อุปกรณ์และวิธีดำเนินการ

อุปกรณ์และสารเคมี

1. อุปกรณ์และเครื่องมือ

1.1 เครื่อง 663 VA stand ของ Metrohm, Autolab PGSTAT20 และ IME 663 ของ ECOCHIEE ขั้วไฟฟ้าหยดปรอทแบบแวนเป็นขั้วไฟฟ้าทำงาน ขั้วซิลเวอร์ / ซิลเวอร์คลอไรด์ / โพแทสเซียมคลอไรด์ (3M) เป็นขั้วไฟฟ้าอ้างอิง และกลาสซีคาร์บอนเป็นขั้วไฟฟ้าช่วย

1.2 เครื่องชั่งไฟฟ้าละเอียด 4 ตำแหน่ง ของ Sartorius

1.3 เตาให้ความร้อนชนิดปรับอุณหภูมิได้ (Hotplate) Model 21/1

1.4 ชุดกรองของ Sartorius และกระดาษกรองขนาด 0.45 μm (Cellulose acetate filter)

1.5 เครื่องพีเอชมิเตอร์ (pH meter) รุ่น ϕ 34 Beckman

1.6 ขวดเก็บตัวอย่างน้ำ (ขวดพอลิเอททิลีน)

1.7 คอลัมน์แก้วขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 1.5 เซนติเมตร (มีสคอปค็อก) สูง 30 เซนติเมตร

2. สารเคมีที่ใช้ในการทดลอง

2.1 แก๊สไนโตรเจนบริสุทธิ์ 99.99%

2.2 สารละลายมาตรฐานโครเมียม (VI) (Chromium standard solution ; potassium chromate in water) (CrO_4^{2-}) 1001 ± 2 mg/L ของ Merck

2.3 สารละลายมาตรฐานโครเมียม (III) (Chromium standard solution ; chromic (III) in nitric (0.5 mol/L) 1004 ± 5 mg/L ของ Merck

2.4 สารละลายมาตรฐานนิกเกิล(II) (Nickel standard solution ; nickel(II) in sulfuric 0.5 mol/L) 1,000 mg/L ของ Merck

2.5 สารละลายมาตรฐานสังกะสี (Zinc standard solution ; zinc(II) in sulfuric 0.5 mol/L) 1,000 mg/L ของ Merck

2.6 สารละลายมาตรฐานแมงกานีส (Manganese standard solution ;

161236

546.532
0.247
10

$\text{Mn}(\text{NO}_3)_2 \cdot 4 \text{H}_2\text{O}$ in nitric 0.5 mol/L 1,000 mg/L ของ Merck

2.7 สารละลายมาตรฐานเหล็ก (Iron standard solution ; Iron (III) nitrate in nitric 0.5 mol/L 1,000 mg/L ของ Merck

2.8 โซเดียมอะซิเตต (Sodium acetate) ($\text{CH}_3\text{COONa} \cdot 3 \text{H}_2\text{O}$) AR grade ของ Merck

2.9 ไดเอทิลีนไตรเอมีนเพนตะอะซิติก แอซิด (Diethylenetriaminepentaacetic acid) AR grade ของ Merck

2.10 โซเดียมไนเตรต (Sodium nitrate) AR grade ของ Merck

2.11 กรดอะซิติก (Acetic acid) AR grade ของ Baker analyzed

2.12 สารละลายแอมโมเนีย (Ammonia solution) 28 % w/w AR grade ของ Ajax chemicals

2.13 กรดไนตริกเข้มข้น (conc. Nitric acid) 65 % AR grade ของ Merck

2.14 กรดไฮโดรคลอริกเข้มข้น (conc. Hydrochloric acid) 37% AR grade ของ Merck

2.15 แมกนีเซียมคลอไรด์ (Magnesium chloride) ($\text{MgCl}_2 \cdot 6 \text{H}_2\text{O}$) AR grade ของ Ajax chemicals

2.16 แคลเซียมคลอไรด์ (Calcium chloride) 97 % AR grade ของ Fluka

2.17 สารละลายบัฟเฟอร์พีเอช 4.00 (Buffer solution pH4.00) ของ Merck

2.18 สารละลายบัฟเฟอร์พีเอช 7.00 (Buffer solution pH 7.00) ของ Merck

2.19 น้ำกลั่นชนิด E-pure ได้มาจากการผ่าน Reverse Osmosis (RO) เข้าไปยังเครื่อง E-pure

2.20 คอปเปอร์ (II) คลอไรด์ (Copper (II) chloride) ($\text{CuCl}_2 \cdot 2 \text{H}_2\text{O}$) AR grade ของ Merck

2.21 โคบอลต์ (II) คลอไรด์ (Cobalt (II) chloride) $\text{CoCl}_2 \cdot 6 \text{H}_2\text{O}$ AR grade ของ Ajax Finechem

2.22 โซเดียมฟลูออไรด์ (Sodium fluoride) AR grade ของ Ajax chemicals

2.23 สตรอนเทียมคลอไรด์ (Strontium (II) chloride) $\text{SrCl}_2 \cdot 6 \text{H}_2\text{O}$ AR grade ของ Merck

2.24 กรดบอริก (Boric acid) AR grade ของ Merck

2.25 โพแทสเซียมโบรไมด์ (Potassium bromide) AR grade ของ Merck

- 2.26 โพแทสเซียมคลอไรด์ (Potassium chloride) AR grade ของ Merck
- 2.27 โซเดียมซัลเฟต (Sodium sulphate) AR grade ของ Merck
- 2.28 โซเดียมคลอไรด์ (Sodium chloride) AR grade ของ Ajax chemicals
- 2.29 โซเดียมไฮโดรเจนคาร์บอเนต (Sodium hydrogen carbonate) AR grade ของ Merck
- 2.30 Ion exchange Type I (Strong acidic cation exchanger) GR ของ Merck
- 2.31 Glass wool
- 2.32 กระดาษวัดพีเอชช่วง 0.5 - 5.0, 5.5 - 9.0, 9.5 - 13.0 ยี่ห้อ Merck

วิธีดำเนินการ

1. การเตรียมเครื่องแก้ว เครื่องแก้วที่ใช้ในการทดลอง ก่อนนำมาใช้ต้องผ่านขั้นตอนการทำความสะอาด โดยล้างด้วยน้ำยาล้างเครื่องแก้ว แล้วล้างด้วยน้ำกลั่น นำไปแช่ในกรดไนตริก 10 % v/v เป็นเวลา 24 ชั่วโมง หลังจากนั้นล้างด้วยน้ำกลั่น ทิ้งไว้ให้แห้งก่อนนำมาใช้ในการวิเคราะห์

2. วิธีการเก็บตัวอย่างน้ำ ขวดพอลิเอทิลีนก่อนนำมาใช้เก็บตัวอย่าง ควรล้างด้วยน้ำยาล้างเครื่องแก้ว และล้างด้วยน้ำกลั่น แล้วแช่ในกรดไนตริกเข้มข้น 10 % v/v เป็นเวลา 24 ชั่วโมง หลังจากนั้นล้างด้วยน้ำกลั่นแล้วทิ้งไว้ให้แห้งก่อนนำมาใช้ การเก็บตัวอย่างทำได้โดยเก็บตัวอย่างน้ำใส่ขวดพอลิเอทิลีน ขนาดบรรจุ 1 ลิตร โดยล้างด้วยน้ำตัวอย่างก่อนเก็บตัวอย่าง เติมกรดไฮโดรคลอริกเข้มข้นลงไป 1 มิลลิลิตร เขย่าให้เข้ากัน นำกลับมาห้องปฏิบัติการ กรองน้ำด้วยกระดาษกรองรูปรุขนขนาด 0.45 ไมครอน แล้วแช่เย็นที่อุณหภูมิ 4 องศาเซลเซียส

3. การเตรียมสารเคมี

3.1 เตรียมสารละลายโซเดียมอะซิเตดเข้มข้น 2 โมลต่อลิตร pH 4.5, 5.0, 6.0, 6.5 ชั่งโซเดียมอะซิเตด 27.2160 กรัม ละลายด้วยน้ำกลั่นประมาณ 80 มิลลิลิตร ปรับ pH ด้วยกรดไฮโดรคลอริก ให้ได้ pH 4.5, 5.0, 6.0, 6.5, 7.0 แล้วเจือจางด้วยน้ำกลั่นจนมีปริมาตร 100 มิลลิลิตร ในขวดวัดปริมาตรตามลำดับ

3.2 เตรียมสารละลายโซเดียมอะซิเตดเข้มข้น 1 โมลต่อลิตร pH 6.0 ชั่งโซเดียมอะซิเตด 13.6080 กรัม ละลายด้วยน้ำกลั่นประมาณ 80 มิลลิลิตร ปรับ pH ด้วยกรดไฮโดรคลอริก ให้ได้ pH 6.0 แล้วเจือจางด้วยน้ำกลั่นจนมีปริมาตร 100 มิลลิลิตรในขวดวัดปริมาตร

3.3 เตรียมสารละลายโซเดียมอะซิเตดเข้มข้น 3 โมลต่อลิตร pH 6.0 ชั่งโซเดียมอะซิเตด 40.8240 กรัม ละลายด้วยน้ำกลั่นประมาณ 80 มิลลิลิตร ปรับ pH ด้วยกรดไฮโดรคลอริก

ให้ได้ pH 6.0 แล้วเจือจางด้วยน้ำกลั่นจนมีปริมาตร 100 มิลลิลิตรในขวดวัดปริมาตร

3.4 เตรียมสารละลายโซเดียมไนเตรตเข้มข้น 3 โมลต่อลิตร ชั่งโซเดียมไนเตรต 25.4970 กรัม ละลายด้วยน้ำกลั่น แล้วปรับปริมาตรเป็น 100 มิลลิลิตรในขวดวัดปริมาตร

3.5 เตรียมสารละลายโซเดียมไนเตรดเข้มข้น 4 โมลต่อลิตร ชั่งโซเดียมไนเตรด 33.9960 กรัม ละลายด้วยน้ำกลั่น แล้วปรับปริมาตรเป็น 100 มิลลิลิตรในขวดวัดปริมาตร

3.6 เตรียมสารละลายโซเดียมไนเตรดเข้มข้น 5 โมลต่อลิตร ชั่งโซเดียมไนเตรด 42.4950 กรัม ละลายด้วยน้ำกลั่น แล้วปรับปริมาตรเป็น 100 มิลลิลิตรในขวดวัดปริมาตร

3.7 เตรียมสารละลายโซเดียมอะซิเตดเข้มข้น 2 โมลต่อลิตร (สำหรับเตรียมสารละลายโคเอทิลลิ้น ไตรเอมีนเพนตะอะซิติก แอซิก) ชั่งโซเดียมอะซิเตด 136.08 กรัม ละลายด้วยน้ำกลั่น แล้วปรับปริมาตรเป็น 500 มิลลิลิตรในขวดวัดปริมาตร

3.8 เตรียมสารละลายโคเอทิลลินไตรเอมีนเพนตะอะซิติก แอซิด เข้มข้น 0.10 โมลต่อลิตร ซึ่งโคเอทิลลินไตรเอมีนเพนตะอะซิติก แอซิด 1.9667 กรัม ละลายในสารละลายโซเดียมอะซิเตดเข้มข้น 2 โมลต่อลิตร แล้วปรับปริมาตรเป็น 50 มิลลิลิตร ด้วยโซเดียมอะซิเตด 2 โมลต่อลิตรในขวดวัดปริมาตร

3.9 เตรียมสารละลายไดเอทิลีนไดรเอมีนเพนตะอะซิติก แอซิด เข้มข้น 0.20 โมลต่อลิตร ซึ่งไดเอทิลีนไดรเอมีนเพนตะอะซิติก แอซิด 3.9335 กรัม ละลายในสารละลายโซเดียมอะซิเตตเข้มข้น 2 โมลต่อลิตร แล้วปรับปริมาตรเป็น 50 มิลลิลิตร ด้วยโซเดียมอะซิเตต 2 โมลต่อลิตรในขวดวัดปริมาตร

3.10 เตรียมสารละลายไดเอทิลีนไดรเอมีนเพนตะอะซีติก แอซิก เข้มข้น 0.25 โมลต่อลิตร ซึ่งไดเอทิลีนไดรเอมีนเพนตะอะซีติก แอซิก 4.9169 กรัม ละลายในการละลายโซเดียมอะซิเตตเข้มข้น 2 โมลต่อลิตร แล้วปรับปริมาตรเป็น 50 มิลลิลิตร ด้วยโซเดียมอะซิเตต 2 โมลต่อลิตรในขวดวัดปริมาตร

3.11 เตรียมสารละลายโคเอทิลกลีนไทรเอมีนเพนตะอะซิติก แอซิด เข้มข้น 0.3 โมลต่อลิตร ซึ่งโคเอทิลกลีนไทรเอมีนเพนตะอะซิติก แอซิด 5.9001 กรัมละลายในสารละลายโซเดียมอะซิเตตเข้มข้น 2 โมลต่อลิตร แล้วปรับปริมาตรเป็น 50 มิลลิลิตร ด้วยโซเดียมอะซิเตต 2 โมลต่อลิตรในขวดวัดปริมาตร

3.12 เตรียมสารละลายไดเอทิลกลีโกลไตรเอมีนเพนตะอะซิติก แอซิด เข้มข้น 0.5 โมลต่อลิตร ชั่งไดเอทิลกลีโกลไตรเอมีนเพนตะอะซิติก แอซิด 9.8337 กรัม ละลายในสารละลายโซเดียมอะซิเตตเข้มข้น 2 โมลต่อลิตร แล้วปรับปริมาตรเป็น 50 มิลลิลิตร ด้วยโซเดียมอะซิเตต 2 โมลต่อลิตรในขวดวัดปริมาตร

3.13 เตรียมสารละลายโคเอทิลลินไทรเอมีนเพนตะอะซิดิก แอซิด เข้มข้น 0.75 โมลต่อลิตร ชั่งโคเอทิลลินไทรเอมีนเพนตะอะซิดิก แอซิด 14.7506 กรัม ละลายในสารละลายโซเดียมอะซิเตดเข้มข้น 2 โมลต่อลิตร แล้วปรับปริมาตรเป็น 50 มิลลิลิตร ด้วยโซเดียมอะซิเตด 2 โมลต่อลิตรในขวดวัดปริมาตร

3.14 เตรียมสารละลายโคเอทิลลินไทรเอมีนเพนตะอะซิดิก แอซิด เข้มข้น 1.00 โมลต่อลิตร ชั่งโคเอทิลลินไทรเอมีนเพนตะอะซิดิก แอซิด 19.6675 กรัม ละลายในสารละลายโซเดียมอะซิเตดเข้มข้น 2 โมลต่อลิตร แล้วปรับปริมาตรเป็น 50 มิลลิลิตร ด้วยโซเดียมอะซิเตด 2 โมลต่อลิตรในขวดวัดปริมาตร

3.15 เตรียมสารละลายมาตรฐานโครเมียม (VI) เข้มข้น 100 มิลลิกรัมต่อลิตร ปิเปตสารละลายมาตรฐานโครเมียม (VI) $1,001 \pm 2$ มิลลิกรัมต่อลิตร ปริมาตร 10 มิลลิลิตร เจือจางด้วยน้ำกลั่น แล้วปรับปริมาตรเป็น 100 มิลลิลิตรในขวดวัดปริมาตร

3.16 เตรียมสารละลายมาตรฐานโครเมียม (VI) เข้มข้น 1,000 ไมโครกรัมต่อลิตร ปิเปตสารละลายมาตรฐานโครเมียม (VI) เข้มข้น 100 มิลลิกรัมต่อลิตร ปริมาตร 1.00 มิลลิลิตร เจือจางด้วยน้ำกลั่น ปรับปริมาตรเป็น 100 มิลลิลิตรในขวดวัดปริมาตร

3.17 เตรียมสารละลายมาตรฐานโครเมียม (VI) เข้มข้น 100 ไมโครกรัมต่อลิตร ปิเปตสารละลายมาตรฐานโครเมียม (VI) เข้มข้น 1,000 ไมโครกรัมต่อลิตร ปริมาตร 10 มิลลิลิตร เจือจางด้วยน้ำกลั่น ปรับปริมาตรเป็น 100 มิลลิลิตรในขวดวัดปริมาตร

3.18 เตรียมสารละลายมาตรฐานโครเมียม (VI) เข้มข้น 10 ไมโครกรัมต่อลิตร ปิเปตสารละลายมาตรฐานโครเมียม (VI) เข้มข้น 100 ไมโครกรัมต่อลิตร ปริมาตร 10 มิลลิลิตร เจือจางด้วยน้ำกลั่น ปรับปริมาตรเป็น 100 มิลลิลิตรในขวดวัดปริมาตร

3.19 เตรียมสารละลายมาตรฐานโครเมียม (VI) เข้มข้น 2 ไมโครกรัมต่อลิตร ปิเปตสารละลายมาตรฐานโครเมียม (VI) เข้มข้น 100 ไมโครกรัมต่อลิตร ปริมาตร 2.00 มิลลิลิตร เจือจางด้วยน้ำกลั่น ปรับปริมาตรเป็น 100 มิลลิลิตรในขวดวัดปริมาตร

3.20 เตรียมสารละลายมาตรฐานโครเมียม (VI) เข้มข้น 1 ไมโครกรัมต่อลิตร ปิเปตสารละลายมาตรฐานโครเมียม (VI) เข้มข้น 100 ไมโครกรัมต่อลิตร ปริมาตร 1.00 มิลลิลิตร เจือจางด้วยน้ำกลั่น ปรับปริมาตรเป็น 100 มิลลิลิตรในขวดวัดปริมาตร

3.21 เตรียมน้ำทะเลเทียม ชั่งสารเคมีดังต่อไปนี้

NaCl	23.5000 กรัม	NaHCO ₃	0.2000 กรัม
MgCl ₂ ·6 H ₂ O	10.7800 กรัม	KBr	0.1000 กรัม
Na ₂ SO ₄	4.0000 กรัม	H ₃ BO ₃	0.0300 กรัม

CaCl_2	1.1000 กรัม	$\text{SrCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$	0.0200 กรัม
KCl	0.7000 กรัม	NaF	0.0030 กรัม

ละลายด้วยน้ำกลั่น แล้วปรับปริมาตรด้วยน้ำกลั่นเป็น 1 ลิตรในขวดวัดปริมาตร

3.22 เตรียมสารละลายมาตรฐานโครเมียม (VI) เข้มข้น 1 ไมโครกรัมต่อลิตรที่มีปริมาณแมกนีเซียมไอออน 1,000 มิลลิกรัมต่อลิตร โดยละลาย $\text{MgCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ 4.1823 กรัม ด้วยน้ำกลั่นใส่ลงในขวดวัดปริมาตรขนาด 500 มิลลิลิตร แล้วเปิดสารละลายมาตรฐานโครเมียม (VI) เข้มข้น 100 ไมโครกรัมต่อลิตร จำนวน 5 มิลลิลิตร ใส่ขวดวัดปริมาตรดังกล่าว เจือจางด้วยน้ำกลั่นให้ครบปริมาตร 500 มิลลิลิตร

3.23 เตรียมสารละลายมาตรฐานโครเมียม (VI) เข้มข้น 2 ไมโครกรัมต่อลิตรที่มีปริมาณแมกนีเซียมไอออน 500 มิลลิกรัมต่อลิตร โดยละลาย $\text{MgCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ 0.4183 กรัม ด้วยน้ำกลั่นใส่ลงในขวดปริมาตรขนาด 100 มิลลิลิตร แล้วเปิดสารละลายมาตรฐานโครเมียม (VI) เข้มข้น 100 ไมโครกรัมต่อลิตร จำนวน 2.00 มิลลิลิตร ใส่ขวดวัดปริมาตรดังกล่าว เจือจางด้วยน้ำกลั่นให้ครบปริมาตร 100 มิลลิลิตร

3.24 เตรียมสารละลายมาตรฐานโครเมียม (VI) เข้มข้น 2 ไมโครกรัมต่อลิตรที่มีปริมาณแมกนีเซียมไอออน 1,000 มิลลิกรัมต่อลิตร โดยละลาย $\text{MgCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ 0.8366 กรัม ด้วยน้ำกลั่นใส่ลงในขวดวัดปริมาตรขนาด 100 มิลลิลิตร แล้วเปิดสารละลายมาตรฐานโครเมียม (VI) เข้มข้น 100 ไมโครกรัมต่อลิตร จำนวน 2.00 มิลลิลิตร ใส่ขวดวัดปริมาตรดังกล่าว เจือจางด้วยน้ำกลั่นให้ครบปริมาตร 100 มิลลิลิตร

3.25 เตรียมสารละลายมาตรฐานโครเมียม (VI) เข้มข้น 2 ไมโครกรัมต่อลิตรที่มีปริมาณแมกนีเซียมไอออน 1,500 มิลลิกรัมต่อลิตร โดยละลาย $\text{MgCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ 1.2549 กรัม ด้วยน้ำกลั่นใส่ลงในขวดวัดปริมาตรขนาด 100 มิลลิลิตร แล้วเปิดสารละลายมาตรฐานโครเมียม (VI) เข้มข้น 100 ไมโครกรัมต่อลิตร จำนวน 2.00 มิลลิลิตร ใส่ขวดวัดปริมาตรดังกล่าว เจือจางด้วยน้ำกลั่นให้ครบปริมาตร 100 มิลลิลิตร

3.26 เตรียมสารละลายมาตรฐานโครเมียม (VI) เข้มข้น 2 ไมโครกรัมต่อลิตรที่มีไอออนแมกนีเซียมผสมอยู่ 2,000 มิลลิกรัมต่อลิตร โดยละลาย $\text{MgCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ 1.6733 กรัม ด้วยน้ำกลั่นใส่ลงในขวดวัดปริมาตรขนาด 100 มิลลิลิตร แล้วเปิดสารละลายมาตรฐานโครเมียม (VI) เข้มข้น 100 ไมโครกรัมต่อลิตร จำนวน 2.00 มิลลิลิตร ใส่ขวดวัดปริมาตรดังกล่าว เจือจางด้วยน้ำกลั่นให้ครบปริมาตร 100 มิลลิลิตร

3.27 เตรียมสารละลายมาตรฐานโคบอลต์ (II) เข้มข้น 1,000 มิลลิกรัมต่อลิตรละลาย $\text{CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ 1.0094 กรัม ด้วยน้ำกลั่นปริมาตร 100 มิลลิลิตรใส่ลงในขวดวัดปริมาตร

ขนาด 250 มิลลิตร เติมกรดไฮโดรคลอริกเข้มข้น ปริมาตร 10.4 มิลลิตร ใส่ขวดวัดปริมาตรดังกล่าวเจือจางด้วยน้ำกลั่นให้ครบปริมาตร 250 มิลลิตร

3.28 เตรียมสารละลายมาตรฐานโคบอลต์ (II) เข้มข้น 100 มิลลิกรัมต่อลิตร ปิเปตสารละลายมาตรฐานโคบอลต์ (II) เข้มข้น 1,000 มิลลิกรัมต่อลิตร ปริมาตร 10 มิลลิตร เจือจางด้วยน้ำกลั่น แล้วปรับปริมาตรเป็น 100 มิลลิตรในขวดวัดปริมาตร

3.29 เตรียมสารละลายมาตรฐานโคบอลต์ (II) เข้มข้น 10 มิลลิกรัมต่อลิตร ปิเปตสารละลายมาตรฐานโคบอลต์ (II) เข้มข้น 100 มิลลิกรัมต่อลิตร ปริมาตร 10 มิลลิลิตร เติมน้ำกลั่น แล้วปรับปริมาตรเป็น 100 มิลลิลิตรในขวดวัดปริมาตร

3.30 เตรียมสารละลายมาตรฐานโคบอลต์ (II) เพิ่มขึ้น 1,000 ไมโครกรัมต่อลิตร
 ปิเปตสารละลายมาตรฐานโคบอลต์ (II) เพิ่มขึ้น 100 มิลลิกรัมต่อลิตร ปริมาตร 1.00 มิลลิตร เจือ
 จางด้วยน้ำกลั่น แล้วปรับปริมาตรเป็น 100 มิลลิตรในขวดวัดปริมาตร

3.31 เตรียมสารละลายมาตรฐานโคบอลต์ (II) เข้มข้น 100 ไมโครกรัมต่อลิตร ปีเปตสารละลายมาตรฐานโคบอลต์ (II) เข้มข้น 1,000 ไมโครกรัมต่อลิตร ปริมาตร 10 มิลลิลิตร เข้มจากด้วยน้ำกลั่น แล้วปรับปริมาตรเป็น 100 มิลลิลิตรในขวดวัดปริมาตร

3.32 เตรียมสารละลายมาตรฐานโครเมียม (VI) 2 ไมโครกรัมต่อลิตร ที่มีโคบอลต์ ไอออนผสมอยู่ 1, 2 และ 3 ไมโครกรัมต่อลิตร โดยปีเปตสารละลายมาตรฐานโคบอลต์ (II) 100 ไมโครกรัมต่อลิตร ปริมาตร 1.00, 2.00 และ 3.00 มิลลิลิตร ใส่ลงในขวดวัดปริมาตรขนาด 100 มิลลิลิตร ตามลำดับ แล้วปีเปตสารละลายมาตรฐานโครเมียม (VI) เข้มข้น 100 ไมโครกรัมต่อลิตร จำนวน 2.00 มิลลิลิตร ใส่ขวดวัดปริมาตรดังกล่าวแต่ละขวด เจือจางด้วยน้ำกลั่นให้ครบปริมาตร 100 มิลลิลิตร

3.33 เตรียมสารละลายมาตรฐานโครเมียม (VI) 2 ไมโครกรัมต่อลิตร ที่มีโคบอลต์ ไอออนผสมอยู่ 150 ไมโครกรัมต่อลิตร โดยปีเปตสารละลายมาตรฐานโคบอลต์ (II) 10 มิลลิกรัม ต่อลิตร ปริมาตร 1.50 มิลลิลิตร ใส่ลงในขวดวัดปริมาตรขนาด 100 มิลลิลิตร ตามลำดับ แล้วปี เปตสารละลายมาตรฐานโครเมียม (VI) เข้มข้น 100 ไมโครกรัมต่อลิตร จำนวน 2.00 มิลลิลิตร ใส่ ขวดวัดปริมาตรดังกล่าว เข้มจางด้วยน้ำกลั่นให้ครบปริมาตร 100 มิลลิลิตร

3.34 เตรียมสารละลายมาตรฐานนิกเกิล (II) เข้มข้น 100 มิลลิกรัมต่อลิตร บีเปตสารละลายมาตรฐานนิกเกิล (II) เข้มข้น 1,000 มิลลิกรัมต่อลิตร ปริมาตร 10 มิลลิลิตร เจือจางด้วยน้ำกลั่น แล้วปรับปริมาตรเป็น 100 มิลลิลิตรในขวดวัดปริมาตร

3.35 เตรียมสารละลายมาตรฐานนิกเกิล (II) เข้มข้น 10 มิลลิกรัมต่อลิตร ปีเปต
สารละลายมาตรฐานนิกเกิล (II) เข้มข้น 100 มิลลิกรัมต่อลิตร ปริมาตร 10 มิลลิลิตร เจือจางด้วยน้ำ

กลั่นแล้วปรับปริมาตรเป็น 100 มิลลิลิตรในขวดวัดปริมาตร

3.36 เตรียมสารละลายมาตรฐานนิกเกิล (II) เข้มข้น 1,000 ไมโครกรัมต่อลิตร ปีเปตสารละลายมาตรฐานนิกเกิล (II) เข้มข้น 100 มิลลิกรัมต่อลิตร ปริมาตร 1.00 มิลลิลิตร เข้าจานด้วยน้ำกลั่น แล้วปรับปริมาตรเป็น 100 มิลลิลิตรในขวดวัดปริมาตร

3.37 เตรียมสารละลายมาตรฐานโครเมียม (VI) 2 ไมโครกรัมต่อลิตร ที่มีนิกเกิล
ไอออนผสมอยู่ 10, 20 และ 30 ไมโครกรัมต่อลิตร โดยไปเปดสารละลายมาตรฐานนิกเกิล (II) 1,000
ไมโครกรัมต่อลิตร ปริมาตร 1.00, 2.00 และ 3.00 มิลลิลิตร ใส่ลงในขวดวัดปริมาตรขนาด 100
มิลลิลิตร ตามลำดับ แล้วไปเปดสารละลายมาตรฐานโครเมียม (VI) เข้มข้น 100 ไมโครกรัมต่อลิตร
จำนวน 2.00 มิลลิลิตร ใส่ขวดวัดปริมาตรดังกล่าวแต่ละขวด เจือจางด้วยน้ำกลั่นให้ครบปริมาตร 100
มิลลิลิตร

3.38 เตรียมสารละลายมาตรฐานโครเมียม (VI) 2 ไมโครกรัมต่อลิตร ที่มีนิกเกิลไปออกบนผสมอยู่ 100 และ 500 ไมโครกรัมต่อลิตร โดยไปเปิดสารละลายมาตรฐานนิกเกิล (II) 10 มิลลิกรัมต่อลิตร ปริมาตร 1.00 และ 5.00 มิลลิลิตร ใส่ลงในขวดวัดปริมาตรขนาด 100 มิลลิลิตร ตามลำดับ แล้วไปเปิดสารละลายมาตรฐานโครเมียม (VI) เข้มข้น 100 ไมโครกรัมต่อลิตร จำนวน 2.00 มิลลิลิตรใส่ขวดวัดปริมาตรดังกล่าวแต่ละขวด เจือจางด้วยน้ำกลั่นให้ครบปริมาตร 100 มิลลิลิตร

3.39 เตรียมสารละลายมาตรฐานสังกะสี (II) เข้มข้น 100 มิลลิกรัมต่อลิตร ปิเปตสารละลายมาตรฐานสังกะสี (II) เข้มข้น 1,000 มิลลิกรัมต่อลิตร ปริมาตร 10 มิลลิลิตร เทใส่จานแก้ว แล้วปรับปริมาตรเป็น 100 มิลลิลิตรในขวดวัดปริมาตร

3.40 เตรียมสารละลายมาตรฐานสังกะสี (II) เข้มข้น 10 มิลลิกรัมต่อลิตร ปิเปตสารละลายมาตรฐานสังกะสี (II) เข้มข้น 1,000 มิลลิกรัมต่อลิตร ปริมาตร 1.00 มิลลิตร เจือจางด้วยน้ำกลั่น แล้วปรับปริมาตรเป็น 100 มิลลิตรในขวดวัดปริมาตร

3.41 เตรียมสารละลายมาตรฐานสังกะสี (II) เข้มข้น 1,000 ไมโครกรัมต่อลิตร ปีเปตสารละลายมาตรฐานสังกะสี (II) เข้มข้น 100 มิลลิกรัมต่อลิตร ปริมาตร 1.00 มิลลิลิตร เจือจางด้วยน้ำกลั่น แล้วปรับปริมาตรเป็น 100 มิลลิลิตรในขวดวัดปริมาตร

3.42 เตรียมสารละลายมาตรฐานโครเมียม (VI) 2 ไมโครกรัมต่อลิตร ที่มีตั้งกะสี
ไอออนผสมอยู่ 20 ไมโครกรัมต่อลิตร โดยเปิดสารละลายมาตรฐานตั้งกะสี (II) เข้มข้น 1,000
ไมโครกรัมต่อลิตร ปริมาตร 2.00 มิลลิลิตร ใส่ลงในขวดวัดปริมาตรขนาด 100 มิลลิลิตร แล้วเปิด
สารละลายมาตรฐานโครเมียม (VI) เข้มข้น 100 ไมโครกรัมต่อลิตร จำนวน 2 มิลลิลิตร ใส่ขวดวัด
ปริมาตรดังกล่าวแต่ละขวด เจือจางด้วยน้ำกลั่นให้ครบปริมาตร 100 มิลลิลิตร

3.43 เตรียมสารละลายมาตรฐานโครเมียม (VI) 2 ไมโครกรัมต่อลิตร ที่มีสังกะสีไฮดรอกไซด์อยู่ 100 และ 300 ไมโครกรัมต่อลิตร โดยปิเปตสารละลายมาตรฐานสังกะสี (II) เข้มข้น 10 มิลลิกรัมต่อลิตร ปริมาตร 1.00 และ 3.00 มิลลิลิตร ตามลำดับ ใส่ลงในขวดวัดปริมาตรขนาด 100 มิลลิลิตร แล้วปิเปตสารละลายมาตรฐานโครเมียม (VI) เข้มข้น 100 ไมโครกรัมต่อลิตร จำนวน 2.00 มิลลิลิตร ใส่ขวดวัดปริมาตรดังกล่าวแต่ละขวด เจือจางด้วยน้ำกลั่นให้ครบปริมาตร 100 มิลลิลิตร

3.44 เตรียมสารละลายมาตรฐานแมงกานีส (II) เข้มข้น 100 มิลลิกรัมต่อลิตร ปิเปตสารละลายมาตรฐานแมงกานีส (II) เข้มข้น 1,000 มิลลิกรัมต่อลิตร ปริมาตร 10 มิลลิลิตร เจือจางด้วยน้ำกลั่น แล้วปรับปริมาตรเป็น 100 มิลลิลิตรในขวดวัดปริมาตร

3.45 เตรียมสารละลายมาตรฐานแมงกานีส (II) เข้มข้น 10 มิลลิกรัมต่อลิตร ปิเปตสารละลายมาตรฐานแมงกานีส (II) เข้มข้น 1,000 มิลลิกรัมต่อลิตร ปริมาตร 1.00 มิลลิลิตร เจือจางด้วยน้ำกลั่น แล้วปรับปริมาตรเป็น 100 มิลลิลิตรในขวดวัดปริมาตร

3.46 เตรียมสารละลายมาตรฐานแมงกานีส (II) เข้มข้น 1,000 ไมโครกรัมต่อลิตร ปิเปตสารละลายมาตรฐานแมงกานีส (II) เข้มข้น 100 มิลลิกรัมต่อลิตร ปริมาตร 1.00 มิลลิลิตร เจือจางด้วยน้ำกลั่น แล้วปรับปริมาตรเป็น 100 มิลลิลิตรในขวดวัดปริมาตร

3.47 สารละลายมาตรฐานโครเมียม (VI) 2 ไมโครกรัมต่อลิตรที่มีแมงกานีสไฮดรอกไซด์อยู่ 20 ไมโครกรัมต่อลิตร โดยปิเปตสารละลายมาตรฐานแมงกานีส (II) เข้มข้น 1,000 ไมโครกรัมต่อลิตร ปริมาตร 2 มิลลิลิตร ใส่ลงในขวดวัดปริมาตรขนาด 100 มิลลิลิตร แล้วปิเปตสารละลายมาตรฐานโครเมียม (VI) เข้มข้น 100 ไมโครกรัมต่อลิตร จำนวน 2.00 มิลลิลิตร ใส่ขวดวัดปริมาตรดังกล่าวแต่ละขวด เจือจางด้วยน้ำกลั่นให้ครบปริมาตร 100 มิลลิลิตร

3.48 สารละลายมาตรฐานโครเมียม (VI) 2 ไมโครกรัมต่อลิตรที่มีแมงกานีสไฮดรอกไซด์อยู่ 100 และ 300 ไมโครกรัมต่อลิตร โดยปิเปตสารละลายมาตรฐานแมงกานีส (II) เข้มข้น 10 มิลลิกรัมต่อลิตร ปริมาตร 1.00 และ 3.00 มิลลิลิตร ใส่ลงในขวดวัดปริมาตรขนาด 100 มิลลิลิตร ตามลำดับ แล้วปิเปตสารละลายมาตรฐานโครเมียม (VI) เข้มข้น 100 ไมโครกรัมต่อลิตร จำนวน 2.00 มิลลิลิตร ใส่ขวดวัดปริมาตรดังกล่าวแต่ละขวด เจือจางด้วยน้ำกลั่นให้ครบปริมาตร 100 มิลลิลิตร

3.49 เตรียมสารละลายมาตรฐานคอปเปอร์ (II) เข้มข้น 1,000 มิลลิกรัมต่อลิตร ละลาย $\text{CuCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ 0.6707 กรัม ด้วยน้ำกลั่นปริมาตร 100 มิลลิลิตร ใส่ลงในขวดวัดปริมาตรขนาด 250 มิลลิลิตร เติมกรดไฮโดรคลอริกเข้มข้น ปริมาตร 10.4 มิลลิลิตร ใส่ขวดวัดปริมาตรดังกล่าวเจือจางด้วยน้ำกลั่นให้ครบปริมาตร 250 มิลลิลิตร

3.50 เตรียมสารละลายมาตรฐานคอปเปอร์ (II) เข้มข้น 100 มิลลิกรัมต่อลิตร ปิเปตสารละลายมาตรฐานคอปเปอร์ (II) เข้มข้น 1,000 มิลลิกรัมต่อลิตร ปริมาตร 10 มิลลิลิตร เจือจางด้วยน้ำกลั่น แล้วปรับปริมาตรเป็น 100 มิลลิลิตรในขวดวัดปริมาตร

3.51 เตรียมสารละลายมาตรฐานคอปเปอร์ (II) เข้มข้น 10 มิลลิกรัมต่อลิตร ปิเปตสารละลายมาตรฐานคอปเปอร์ (II) เข้มข้น 1,000 มิลลิกรัมต่อลิตร ปริมาตร 1.00 มิลลิลิตร เจือจางด้วยน้ำกลั่น แล้วปรับปริมาตรเป็น 100 มิลลิลิตรในขวดวัดปริมาตร

3.52 เตรียมสารละลายมาตรฐานโครเมียม (VI) 2 ไมโครกรัมต่อลิตร ที่มีคอปเปอร์ (II) ไอออนผสมอยู่ 100, 200 และ 300 ไมโครกรัมต่อลิตร โดยปิเปตสารละลายมาตรฐานคอปเปอร์ (II) 10 มิลลิกรัมต่อลิตร ปริมาตร 1.00, 2.00 และ 3.00 มิลลิลิตร ใส่ลงในขวดวัดปริมาตรขนาด 100 มิลลิลิตร ตามลำดับ แล้วปิเปตสารละลายมาตรฐานโครเมียม (VI) เข้มข้น 100 ไมโครกรัมต่อลิตร จำนวน 2.00 มิลลิลิตร ใส่ขวดวัดปริมาตรดังกล่าวแต่ละขวด เจือจางด้วยน้ำกลั่นให้ครบปริมาตร 100 มิลลิลิตร

3.53 เตรียมสารละลายมาตรฐานเหล็ก (II) เข้มข้น 100 มิลลิกรัมต่อลิตร ปิเปตสารละลายมาตรฐานเหล็ก (II) เข้มข้น 1,000 มิลลิกรัมต่อลิตร ปริมาตร 10 มิลลิลิตร เจือจางด้วยน้ำกลั่น แล้วปรับปริมาตรเป็น 100 มิลลิลิตรในขวดวัดปริมาตร

3.54 เตรียมสารละลายมาตรฐานเหล็ก (II) เข้มข้น 10 มิลลิกรัมต่อลิตร ปิเปตสารละลายมาตรฐานเหล็ก (II) เข้มข้น 100 มิลลิกรัมต่อลิตร ปริมาตร 10 มิลลิลิตร เจือจางด้วยน้ำกลั่น แล้วปรับปริมาตรเป็น 100 มิลลิลิตรในขวดวัดปริมาตร

3.55 เตรียมสารละลายมาตรฐานโครเมียม (VI) 2 ไมโครกรัมต่อลิตร ที่มีเหล็ก (II) ไอออนผสมอยู่ 100, 500 ไมโครกรัมต่อลิตร โดยปิเปตสารละลายมาตรฐานเหล็ก (II) เข้มข้น 10 มิลลิกรัมต่อลิตร ปริมาตร 1.00 และ 5.00 มิลลิลิตร ใส่ลงในขวดวัดปริมาตรขนาด 100 มิลลิลิตร ตามลำดับ แล้วปิเปตสารละลายมาตรฐานโครเมียม (VI) เข้มข้น 100 ไมโครกรัมต่อลิตร จำนวน 2.00 มิลลิลิตร ใส่ขวดวัดปริมาตรดังกล่าวแต่ละขวด เจือจางด้วยน้ำกลั่นให้ครบปริมาตร 100 มิลลิลิตร

3.56 เตรียมสารละลายมาตรฐานโครเมียม (VI) 2 ไมโครกรัมต่อลิตร ที่มีไอออนโคบอลต์, นิกเกิล, สังกะสี, แมงกานีส ผสมอยู่ 150, 150, 100, 100 ไมโครกรัมต่อลิตรตามลำดับ โดยปิเปตสารละลายมาตรฐานโคบอลต์ นิกเกิล สังกะสี แมงกานีส เข้มข้น 10 มิลลิกรัมต่อลิตร ปริมาตร 1.50, 1.50, 1.00 และ 1.00 มิลลิลิตร ใส่ลงในขวดวัดปริมาตรขนาด 100 มิลลิลิตร ตามลำดับ แล้วปิเปตสารละลายมาตรฐานโครเมียม (VI) เข้มข้น 100 ไมโครกรัมต่อลิตร จำนวน 2.00 มิลลิลิตร ใส่ขวดวัดปริมาตรดังกล่าวแต่ละขวด เจือจางด้วยน้ำกลั่นให้ครบปริมาตร 100 มิลลิลิตร

3.57 เตรียมสารละลายมาตรฐานโครเมียม (VI) 2 ไมโครกรัมต่อลิตร ที่มีไอออนโคบอลต์ นิกเกิล สังกะสี และแมงกานีส ผสมอยู่ 300, 300, 200, 200 ไมโครกรัมต่อลิตรตามลำดับ โดยปิเปตสารละลายมาตรฐานโคบอลต์ นิกเกิล สังกะสี และแมงกานีส เข้มข้น 10 มิลลิกรัมต่อลิตร ปริมาตร 3.00, 3.00, 2.00 และ 2.00 มิลลิลิตร ใส่ลงในขวดวัดปริมาตรขนาด 100 มิลลิลิตรตามลำดับ แล้วปิเปตสารละลายมาตรฐานโครเมียม (VI) เข้มข้น 100 ไมโครกรัมต่อลิตร จำนวน 2.00 มิลลิลิตรใส่ขวดวัดปริมาตรดังกล่าวแต่ละขวด เจือจางด้วยน้ำกลั่นให้ครบปริมาตร 100 มิลลิลิตร

4. ศึกษาสภาวะที่เหมาะสมในการวิเคราะห์ปริมาณโครเมียม (VI) (ดัดแปลงมาจาก Boussemart, Van den berg, & Ghaddaf, 1992)

4.1 หาค่าศักย์ไฟฟ้าในการ deposition ที่เหมาะสม ปิเปตสารละลายมาตรฐานโครเมียม (VI) เข้มข้น 1 ไมโครกรัมต่อลิตร จำนวน 10 มิลลิลิตรที่เตรียมจากข้อ 3.19 ใส่ลงในโวลแทมเมตริก เซลล์ แล้วเติมสารละลายโซเดียมอะซิเตด บัฟเฟอร์ pH 6.0 เข้มข้น 2 โมลต่อลิตร ปริมาตร 0.10 มิลลิลิตร สารละลายโซเดียมไนเตรดเข้มข้น 5 โมลต่อลิตร ปริมาตร 1.00 มิลลิลิตร และสารละลายไดเอทิลลิโนไครเอมีนเพนตะอะซิติก แอซิด เข้มข้น 0.25 โมลต่อลิตร ปริมาตร 0.10 มิลลิลิตรตามลำดับ แล้ววัดค่ากระแส (พื้นที่ฟีก) โดยใช้สแควร์ เวฟที่มีความถี่ 100 เฮิร์ตซ์ ค่า Step potential เท่ากับ 2.55 มิลลิโวลต์ ค่า Modulation amplitude เท่ากับ 25.05 มิลลิโวลต์ และใช้เวลาในการทำโพสิชันนาน 10 วินาที โดยเปลี่ยนค่าศักย์ไฟฟ้าที่ใช้ในการทำโพสิชัน (deposition potential, E_d) ดังนี้ - 0.80, -0.90, -0.95, -1.0, -1.1 โวลต์ vs Ag/AgCl ซึ่งจะเลือกค่าศักย์ไฟฟ้าที่ให้พื้นที่ฟีกมาก และฟีกมีลักษณะสมมาตร

4.2 หาค่า step potential ที่เหมาะสม ใช้สารละลายในโวลแทมเมตริก เซลล์ เช่นเดียวกับข้อ 4.1 ใช้สแควร์ เวฟที่มีความถี่ 100 เฮิร์ตซ์ ค่าศักย์ไฟฟ้าในการทำโพสิชัน เท่ากับ -1.0 โวลต์ vs Ag/AgCl นาน 10 วินาที ค่า Modulation amplitude เท่ากับ 25.05 มิลลิโวลต์ โดยเปลี่ยนค่า Step potential ดังนี้ 1.05, 1.50, 2.55, 4.95 มิลลิโวลต์ ซึ่งจะเลือกค่า Step potential ที่ให้พื้นที่ฟีกมาก และฟีกมีลักษณะสมมาตร

4.3 หาค่า modulation amplitude ที่เหมาะสม ใช้สารละลายในโวลแทมเมตริก เซลล์ เช่นเดียวกับข้อ 4.1 ใช้สแควร์ เวฟที่มีความถี่ 100 เฮิร์ตซ์ ค่าศักย์ไฟฟ้าในการทำโพสิชัน เท่ากับ -1.0 โวลต์ vs Ag/AgCl นาน 10 วินาที ค่า Step potential เท่ากับ 2.55 โวลต์ โดยเปลี่ยนค่า Modulation amplitude ดังนี้ 25.05, 49.95, 70.00 มิลลิโวลต์ ซึ่งจะเลือกค่า Modulation amplitude ที่ให้พื้นที่ฟีกมาก และฟีกมีลักษณะสมมาตร

4.4 หาค่าความถี่ที่เหมาะสม ใช้สารละลายในโวลแทมเมตริก เซลล์เช่นเดียวกับข้อ 4.1 ใช้สแกนเนอร์ เวฟที่ความถี่ 100 เฮิร์ตซ์ ค่าศักย์ไฟฟ้าในการทำดิโพซิชั่น เท่ากับ -1.0 โวลต์ vs Ag/AgCl นาน 10 วินาที ค่า Step potential เท่ากับ 2.55 มิลลิโวลต์ ค่า Modulation amplitude เท่ากับ 49.95 มิลลิโวลต์ โดยเปลี่ยนค่าความถี่ ดังนี้ 50, 100, 150 เฮิร์ตซ์ ซึ่งจะเลือกค่าความถี่ที่ให้พื้นที่พีกมาก และพีกมีลักษณะสมมาตร

5. ศึกษาผลของ pH ของสารละลายโซเดียมอะซิเตต บัฟเฟอร์ และความเข้มข้นของสารละลายโซเดียมอะซิเตต บัฟเฟอร์, ลิแกนด์ (DTPA) และคะตะลิสต์ (โซเดียมไนเตรต)

5.1 หา pH ที่เหมาะสมของสารละลายโซเดียมอะซิเตต บัฟเฟอร์ ปิเปตสารละลายมาตรฐานโครเมียม (VI) เข้มข้น 2 ไมโครกรัมต่อลิตร จำนวน 10 มิลลิลิตรที่เตรียมจากข้อ 3.19 ลงในโวลแทมเมตริก เซลล์ แล้วเติมสารละลายโซเดียมอะซิเตต บัฟเฟอร์ pH 4.5 เข้มข้น 2.0 มิลลิลิตร ปริมาตร 0.10 มิลลิลิตร สารละลายโซเดียมไนเตรดเข้มข้น 5.0 มิลลิลิตร ปริมาตร 1.00 มิลลิลิตร และสารละลายไดเอททิลลีนไดรเอมีนเพนตะอะซิติก แอซิด เข้มข้น 0.25 มิลลิลิตร ปริมาตร 0.10 มิลลิลิตร ตามลำดับ แล้วนำไปวิเคราะห์โครเมียม (VI) ด้วยสแกนเนอร์ เวฟที่ความถี่ 100 เฮิร์ตซ์ ค่าศักย์ไฟฟ้าที่ใช้ในการทำดิโพซิชั่น -1.0 โวลต์ vs Ag/AgCl นาน 10 วินาที ค่า Step potential เท่ากับ 2.55 มิลลิโวลต์ ค่า Modulation amplitude เท่ากับ 49.95 มิลลิโวลต์ อ่านค่าพื้นที่พีกที่ได้ แล้วเปลี่ยนโวลแทมเมตริก เซลล์ใหม่ อีก 4 เซลล์ โดยเติมสารละลายเหมือนเดิม แต่เปลี่ยนสารละลายโซเดียมอะซิเตดเข้มข้น 2.0 มิลลิลิตรเป็น pH 5.0, 6.0, 6.5 และ 7.0 ตามลำดับ

5.2 หาค่าความเข้มข้นที่เหมาะสมของสารละลายโซเดียมอะซิเตต บัฟเฟอร์ นำสารละลายใส่ในโวลแทมเมตริก เซลล์ และใช้สภาวะที่เหมาะสมของเครื่องเช่นเดียวกับข้อ 5.1 แต่เปลี่ยน สารละลายโซเดียมอะซิเตด pH 6.0 เป็นความเข้มข้น 1.0 มิลลิลิตร และทำการทดลองเช่นเดิมแต่เปลี่ยนสารละลายโซเดียมอะซิเตด pH 6.0 เป็นความเข้มข้น 2.0 และ 3.0 มิลลิลิตรตามลำดับ

5.3 หาค่าความเข้มข้นที่เหมาะสมของลิแกนด์ (DTPA) นำสารละลายใส่ในโวลแทมเมตริก เซลล์ และใช้สภาวะที่เหมาะสมของเครื่องเช่นเดียวกับข้อ 5.1 แต่เปลี่ยนสารละลายไดเอททิลลีน ไดรเอมีนเพนตะอะซิติก แอซิด เป็นความเข้มข้น 0.10 มิลลิลิตร และทำการทดลองเช่นเดิม แต่เปลี่ยนสารละลายไดเอททิลลีน ไดรเอมีนเพนตะอะซิติก แอซิด เป็นความเข้มข้น 0.20, 0.25, 0.50, 0.75, และ 1.00 ตามลำดับ

5.4 หาค่าความเข้มข้นที่เหมาะสมของคะตะลิสต์ (โซเดียมไนเตรด) นำสารละลายใส่ในโวลแทมเมตริก เซลล์ และใช้สภาวะที่เหมาะสมของเครื่องเช่นเดียวกับข้อ 5.1 แต่เปลี่ยนสารละลายโซเดียมไนเตรดเป็นความเข้มข้น 3.0 มิลลิลิตร และทำการทดลองเช่นเดิมแต่เปลี่ยนสาร

ใส่ในโวลแทมเมตริก เซลล์ และใช้สภาวะที่เหมาะสมของเครื่องเช่นเดียวกับข้อ 5.1 แต่เปลี่ยนสารละลายโซเดียมไนเตรดเป็นความเข้มข้น 3.0 โมลต่อลิตร และทำการทดลองเช่นเดิมแต่เปลี่ยนสารละลายโซเดียมไนเตรดเป็นความเข้มข้น 4.0 และ 5.0 โมลต่อลิตร ตามลำดับ

6. การหาความเที่ยง (precision) และขีดจำกัดในการวิเคราะห์ (detection limit) ของโครเมียม (VI)

6.1 การหาความเที่ยงในการวิเคราะห์โครเมียม (VI) ในการหาความเที่ยงจะใช้ ค่าความเบี่ยงเบนมาตรฐานสัมพัทธ์ (Relative Standard Deviation ; RSD) โดยเปิดสารละลายมาตรฐานโครเมียม (VI) เข้มข้น 2 ไมโครกรัมต่อลิตร จำนวน 10 มิลลิลิตร ที่เตรียมจากข้อ 3.19 ใส่ลงในโวลแทมเมตริก เซลล์ แล้วเติมสารละลายโซเดียมอะซิเตด บัฟเฟอร์ pH 6.0 เข้มข้น 2 โมลต่อลิตร ปริมาตร 0.10 มิลลิลิตร สารละลายโซเดียมไนเตรดเข้มข้น 5 โมลต่อลิตร ปริมาตร 1.00 มิลลิลิตร และสารละลายโคเอททิลลินไดรเอมีนเพนตะอะซิติก แอซิด เข้มข้น 0.25 โมลต่อลิตร ปริมาตร 0.10 มิลลิลิตรตามลำดับ แล้วนำไปวิเคราะห์โครเมียม (VI) โดยใช้สแควร์ เวฟที่ความถี่ 100 เฮิร์ตซ์ ค่าศักย์ไฟฟ้าที่ใช้ในการทำดิโพซชัน -1.0 โวลต์ vs Ag/AgCl นาน 20 วินาที ค่า Step potential เท่ากับ 2.55 มิลลิโวลต์ ค่า Modulation amplitude เท่ากับ 49.95 มิลลิโวลต์ อ่านค่าพื้นที่ฟีกที่ได้แล้วหาปริมาณโครเมียม (VI) โดยวิธี Standard addition (ทำการวิเคราะห์ซ้ำ 11 ครั้ง) แล้วนำค่าที่ได้ไปคำนวณหา % RSD ตามสมการ (1) และ (2)

6.2 การหาขีดจำกัดในการวิเคราะห์โครเมียม (VI)

6.2.1 ปิเปิดน้ำกลั่นใส่ลงในโวลแทมเมตริก เซลล์ จำนวน 10 มิลลิลิตร และเติมสารละลายโซเดียมอะซิเตด บัฟเฟอร์ pH 6.0 เข้มข้น 2 โมลต่อลิตร ปริมาตร 0.10 มิลลิลิตร สารละลายโซเดียมไนเตรดเข้มข้น 5 โมลต่อลิตร ปริมาตร 1.00 มิลลิลิตร และสารละลายโคเอททิลลินไดรเอมีนเพนตะอะซิติก แอซิด เข้มข้น 0.25 โมลต่อลิตร ปริมาตร 0.10 มิลลิลิตรตามลำดับ แล้วนำไปวิเคราะห์โครเมียม (VI) โดยใช้สแควร์ เวฟที่ความถี่ 100 เฮิร์ตซ์ ค่าศักย์ไฟฟ้าที่ใช้ในการทำดิโพซชัน -1.0 โวลต์ vs Ag/AgCl นาน 60 วินาที ค่า Step potential เท่ากับ 2.55 มิลลิโวลต์ ค่า Modulation amplitude เท่ากับ 49.95 มิลลิโวลต์ อ่านค่าพื้นที่ฟีกที่ได้ (ทำการวิเคราะห์ซ้ำ 5 ครั้ง)

6.2.2 เติมสารละลายมาตรฐานโครเมียม(VI) เข้มข้น 100 ไมโครกรัมต่อลิตร จำนวน 0.05 มิลลิลิตร ลงในโวลแทมเมตริก เซลล์ ข้อ 6.1 แล้วทำการวัดปริมาณโครเมียม (VI) ตามสภาวะที่เหมาะสมในการวิเคราะห์เช่นเดียวกับข้อ 6.2.1

6.2.3 ดำเนินการเหมือนข้อ 6.2.2 แต่เปลี่ยนปริมาตรของสารละลายมาตรฐานโครเมียม (VI) เข้มข้น 100 ไมโครกรัมต่อลิตรที่เดิมเป็น 0.05, 0.10, 0.10, 0.30, 0.30, 0.50, 0.50 มิลลิลิตร ตามลำดับ

6.2.4 นำข้อมูลที่ได้ไปพลอตกราฟ เพื่อหาค่าความชันแล้วนำไปหาค่าขีดจำกัดในการวิเคราะห์ตามสมการ (3), (4), (5), (6)

สูตรที่ใช้การคำนวณหาค่า %RSD และ ขีดจำกัดการวิเคราะห์ (Sköog, & Leary, 1992)

$$\%RSD = \frac{s}{\bar{x}} \times 100 \dots\dots\dots(1)$$

$$s = \sqrt{\frac{\sum (x_i - \bar{x})^2}{N - 1}} \dots\dots\dots(2)$$

กำหนดให้

s = ค่าเบี่ยงเบนมาตรฐานของความเข้มข้นที่อ่านได้จากกราฟ

$\bar{x}$ = ค่าเฉลี่ยของความเข้มข้นที่อ่านได้จากกราฟ

x_i = ความเข้มข้นที่อ่านได้จากกราฟ

N = จำนวนครั้งที่วิเคราะห์

$$C_m = \frac{S_m - \bar{S}_{bl}}{m} \dots\dots\dots(3)$$

$$S_m = \bar{S}_{bl} + k_{S_{bl}}$$
(4)

$$S_{bl} = \sqrt{\frac{\sum (S_{bl} - \bar{S}_{bl})^2}{N - 1}} \dots\dots\dots(5)$$

$$\bar{S}_{bl} = \frac{\sum S_{bl}}{N} \dots\dots\dots(6)$$

กำหนดให้ k = 3
 m = ค่าความชันของกราฟ
 S_{bl} = ค่าพื้นที่พีคที่อ่านได้จากแบบลงค์

$\bar{S}_{bi}$	=	ค่าเฉลี่ยของค่าพื้นที่ฟีกที่อ่านได้จากแบบลงค์
S_{bi}	=	ค่าเบี่ยงเบนมาตรฐานของพื้นที่ฟีกที่อ่านได้จากแบบลงค์
S_m	=	พื้นที่ฟีกที่อ่านได้น้อยที่สุดในการวิเคราะห์
C_m	=	ค่าขีดจำกัดการวิเคราะห์

7. การหาช่วงความเข้มข้นที่เป็นเส้นตรง (linear range) ในการวิเคราะห์

โครเมียม (VI)

7.1 ปิเปตน้ำกลั่นใส่ลงในโวลเทมเมตริก เซลล์ จำนวน 10 มิลลิลิตร และเติมสารละลายโซเดียมอะซิเตด บัฟเฟอร์ pH 6.0 เข้มข้น 2 โมลต่อลิตร ปริมาตร 0.10 มิลลิลิตร, สารละลายโซเดียมไนเตรดเข้มข้น 5 โมลต่อลิตร ปริมาตร 1.00 มิลลิลิตร และสารละลายไดเอทิลไกลีนไตรเอมีนเพนตะอะซิติก แอซิด เข้มข้น 0.25 โมลต่อลิตร ปริมาตร 0.10 มิลลิลิตรตามลำดับ แล้วนำไปวิเคราะห์โครเมียม (VI) โดยใช้สแควร์ เวฟที่มีความถี่ 100 เฮิรตซ์ ค่า Step potential เท่ากับ 2.55 มิลลิโวลต์ ค่า Modulation amplitude เท่ากับ 49.95 มิลลิโวลต์ ค่าศักย์ไฟฟ้าที่ใช้ในการทำดิโพสิชัน -1.0 โวลต์ vs Ag/AgCl นาน 20 วินาที อ่านค่าพื้นที่ฟีกที่ได้

7.2 เติมสารละลายมาตรฐานโครเมียม(VI) เข้มข้น 100 ไมโครกรัมต่อลิตรจำนวน 0.05 มิลลิลิตร ลงในโวลเทมเมตริก เซลล์ ข้อ 7.1 แล้วทำการวัดปริมาณโครเมียม(VI) ตามสภาวะที่เหมาะสมในการวิเคราะห์เช่นเดียวกับข้อ 7.1

7.3 ดำเนินการเหมือนข้อ 7.2 แต่เปลี่ยนปริมาตรของสารละลายมาตรฐานโครเมียม(VI) เข้มข้น 100 ไมโครกรัมต่อลิตร ที่เติมเป็น 0.05, 0.05, 0.05, 0.10, 0.20, 0.20, 0.30, 0.30 มิลลิลิตร ตามลำดับ

7.4 นำข้อมูลที่ได้ไปพลอตกราฟ เพื่อหาช่วงการเป็นเส้นตรง

7.5 ดำเนินการเหมือนข้อ 7.1- 7.3 แต่ใช้เวลาการทำดิโพสิชัน นาน 60 วินาที

8. ศึกษาสารรบกวน

8.1 ศึกษาผลการรบกวนของไอออนแต่ละตัว (ไอออน Mg, Co, Ni, Zn, Mn, Cu และ Fe) ที่มีต่อการวิเคราะห์โครเมียม (VI)

8.1.1 ผลของไอออนแมกนีเซียมที่มีต่อการวิเคราะห์โครเมียม (VI) ปิเปตสารละลายมาตรฐานโครเมียม (VI) 2 ไมโครกรัมต่อลิตรที่มีแมกนีเซียมไอออนผสมอยู่ 500 มิลลิกรัมต่อลิตร ที่เตรียมได้จากข้อ 3. 22 และเติมสารละลายโซเดียมอะซิเตด บัฟเฟอร์ pH 6.0 เข้มข้น 2 โมลต่อลิตร ปริมาตร 0.10 มิลลิลิตร, สารละลายโซเดียมไนเตรดเข้มข้น 5 โมลต่อลิตร ปริมาตร 1.00 มิลลิลิตร และสารละลายไดเอทิลไกลีนไตรเอมีนเพนตะอะซิติก แอซิด เข้มข้น 0.25 โมลต่อลิตร

ปริมาตร 0.10 มิลลิลิตรตามลำดับ แล้วนำไปวิเคราะห์โครเมียม (VI) ด้วยสแควร์ เวฟที่ความถี่ 100 เฮิร์ตซ์, ค่าศักย์ไฟฟ้าที่ใช้ในการทำโพสิชัน -1.0 โวลต์ vs Ag/AgCl นาน 20 วินาที, ค่า Step potential เท่ากับ 2.55 มิลลิโวลต์ ค่า Modulation amplitude เท่ากับ 49.95 มิลลิโวลต์ แล้วนำไปวิเคราะห์หาปริมาณโครเมียม (VI) โดยวิธี Standard addition แล้วทำการวิเคราะห์ทำนองเดียวกัน แต่เปลี่ยนความเข้มข้นของไอออนแมกนีเซียมเป็น 1000, 1500, 2000 มิลลิกรัมต่อลิตรที่เตรียมได้จากข้อ 3.24, 3.25 และ 3.26 ตามลำดับ

8.1.2 ผลของไอออนโคบอลต์ที่มีต่อการวิเคราะห์โครเมียม (VI) นำสารละลายมาตรฐานโครเมียม (VI) 2 ไมโครกรัมต่อลิตร ที่มีโคบอลต์ไอออนผสมอยู่ 1 ไมโครกรัมต่อลิตรที่เตรียมได้จากข้อ 3.32 ไปวิเคราะห์หาปริมาณโครเมียม (VI) โดยวิธี Standard addition เช่นเดียวกับข้อ 8.1.1 แล้วทำการวิเคราะห์ทำนองเดียวกัน แต่เปลี่ยนความเข้มข้นของโคบอลต์ไอออนเป็น 2, 3 และ 150 ไมโครกรัมต่อลิตรตามลำดับ

8.1.3 ผลของไอออนนิกเกิลที่มีต่อการวิเคราะห์โครเมียม (VI) นำสารละลายมาตรฐานโครเมียม (VI) 2 ไมโครกรัมต่อลิตร ที่มีนิกเกิลไอออนผสมอยู่ 10 ไมโครกรัมต่อลิตรที่เตรียมได้จากข้อ 3.35 ไปวิเคราะห์หาปริมาณโครเมียม (VI) โดยวิธี Standard addition เช่นเดียวกับข้อ 8.1.1 แล้วทำการวิเคราะห์ทำนองเดียวกัน แต่เปลี่ยนความเข้มข้นของนิกเกิลไอออนเป็น 20, 30, 100 และ 500 ไมโครกรัมต่อลิตรตามลำดับ

8.1.4 ผลของไอออนสังกะสีที่มีต่อการวิเคราะห์โครเมียม (VI) นำสารละลายมาตรฐานโครเมียม (VI) 2 ไมโครกรัมต่อลิตร ที่มีสังกะสีไอออนผสมอยู่ 20 ไมโครกรัมต่อลิตรที่เตรียมได้จากข้อ 3.42 ไปวิเคราะห์หาปริมาณโครเมียม (VI) โดยวิธี Standard addition เช่นเดียวกับข้อ 8.1.1 แล้วทำการวิเคราะห์ทำนองเดียวกัน แต่เปลี่ยนความเข้มข้นของสังกะสีไอออนเป็น 100 และ 300 ไมโครกรัมต่อลิตรที่เตรียมได้จากข้อ 3.43 ตามลำดับ

8.1.5 ผลของไอออนแมงกานีสที่มีต่อการวิเคราะห์โครเมียม (VI) นำสารละลายมาตรฐานโครเมียม (VI) 2 ไมโครกรัมต่อลิตร ที่มีแมงกานีสไอออนผสมอยู่ 20 ไมโครกรัมต่อลิตรที่เตรียมได้จากข้อ 3.47 ไปวิเคราะห์หาปริมาณโครเมียม (VI) โดยวิธี Standard addition เช่นเดียวกับข้อ 8.1.1 แล้วทำการวิเคราะห์ทำนองเดียวกัน แต่เปลี่ยนความเข้มข้นของแมงกานีสไอออนเป็น 100 และ 300 ไมโครกรัมต่อลิตรตามลำดับ

8.1.6 ผลของไอออนคอปเปอร์ที่มีต่อการวิเคราะห์โครเมียม (VI) นำสารละลายมาตรฐานโครเมียม (VI) 2 ไมโครกรัมต่อลิตร ที่มีคอปเปอร์ไอออนผสมอยู่ 100 ไมโครกรัมต่อลิตรที่เตรียมได้จากข้อ 3.52 ไปวิเคราะห์หาปริมาณโครเมียม (VI) โดยวิธี Standard addition เช่นเดียวกับข้อ 8.1.1 แล้วทำการวิเคราะห์ทำนองเดียวกัน แต่เปลี่ยนความเข้มข้นของคอปเปอร์ไอออนเป็น 100 และ 300 ไมโครกรัมต่อลิตรตามลำดับ

กับข้อ 8.1.1 แล้วทำการวิเคราะห์ทำนองเดียวกัน แต่เปลี่ยนความเข้มข้นของคอปเปอร์ไอออน เป็น 300 และ 500 ไมโครกรัมต่อลิตรตามลำดับ

8.1.7 ผลของไอออนหลักที่มีต่อการวิเคราะห์โครเมียม (VI) นำสารละลายมาตรฐานโครเมียม (VI) 2 ไมโครกรัมต่อลิตร ที่มีเหล็กไอออนผสมอยู่ 100 ไมโครกรัมต่อลิตร ที่เตรียมได้จากข้อ 3.55 ไปวิเคราะห์หาปริมาณโครเมียม (VI) โดยวิธี Standard addition เช่นเดียวกับข้อ 8.1.1 แล้วทำการวิเคราะห์ทำนองเดียวกัน แต่เปลี่ยนความเข้มข้นของเหล็กไอออนเป็น 500 ไมโครกรัมต่อลิตร

8.2 ศึกษาผลการรบกวนของไอออนหลายตัวผสมอยู่ (Co, Ni, Zn และ Mn) ที่มีต่อการวิเคราะห์โครเมียม (VI) นำสารละลายมาตรฐานโครเมียม (VI) 2 ไมโครกรัมต่อลิตร ที่มีไอออน Co, Ni, Zn, Mn ผสมอยู่ 150, 150, 100, 100 ไมโครกรัมต่อลิตรตามที่เตรียมได้จากข้อ 3.56 ไปวิเคราะห์หาปริมาณโครเมียม (VI) โดยวิธี Standard addition เช่นเดียวกับข้อ 8.1.1 แล้วทำการวิเคราะห์ทำนองเดียวกัน แต่เปลี่ยนความเข้มข้นของไอออนผสม Co, Ni, Zn, Mn เป็น 300, 300, 200, 200 ไมโครกรัมต่อลิตรตามลำดับ

9. การเตรียมตัวอย่าง โดยศึกษาการกำจัดสารรบกวนแมกนีเซียมไอออนก่อนการวิเคราะห์โครเมียม (VI) โดยใช้ Ion exchanger I (Strong acid cation exchanger)

9.1 หาปริมาณกรัมของเรซิน (Ion exchanger I) ที่ต้องใช้ในการกำจัดแมกนีเซียมไอออน

9.1.1 เตรียมคอลัมน์โดยใช้คอลัมน์แก้วขนาดเส้นผ่าศูนย์กลาง 1.5 เซนติเมตร แบบมีสตัดป๊อ๊ก ที่ส่วนล่างของคอลัมน์ใส่ใยแก้ว (glass wool) เล็กน้อย แล้วเทของผสมระหว่างเรซิน 3 กรัม กับ HCl 5 % 20 มิลลิลิตรลงในคอลัมน์ใส่ใยแก้วใส่ส่วนบนของคอลัมน์ ปลดทิ้งไว้ 10 นาที แล้วไขสารละลาย HCl ออกจากคอลัมน์ จนกระทั่งมีสารละลายอยู่เหนือเรซินประมาณ 1 เซนติเมตร แล้วเติมน้ำกลั่นปริมาตร 20 มิลลิลิตรผ่านคอลัมน์ จำนวน 3 ครั้ง จนสารละลายที่ผ่านออกมา มี pH ประมาณ 5.0 – 6.0 ทดสอบโดยใช้กระดาษวัดพีเอช

9.1.2 ผ่านสารละลายมาตรฐานโครเมียม (VI) เข้มข้น 2 ไมโครกรัมต่อลิตรที่มีปริมาณแมกนีเซียมไอออน 1000 มิลลิกรัมต่อลิตรเตรียมได้ข้อ 3.21 ลงในคอลัมน์ ทิ้งสารละลายส่วนแรก 5.00 มิลลิลิตร

9.1.3 ใช้ปิเปตอร์ขนาด 50 มิลลิลิตรมารองรับสารละลายที่ผ่านจากคอลัมน์ จำนวน 40 มิลลิลิตร (อัตราการไหล 4 มิลลิลิตรต่อนาที)

9.1.4 นำสารละลายที่ได้จากข้อ 9.1.3 มาปรับ pH เป็น 5.0-6.0 ด้วยสารละลาย

แอมโมเนียเข้มข้น 6 โมลต่อลิตร และสารละลายกรดไฮโดรคลอริกเข้มข้น 6 โมลต่อลิตร ใส่ขวดวัดปริมาตรขนาด 50 มิลลิลิตร แล้วเจือจางด้วยน้ำกลั่นจนมีปริมาตรครบ 50 มิลลิลิตร

9.1.5 นำสารละลายที่ได้จากข้อ 9.1.4 ไปวิเคราะห์หาปริมาณโครเมียม (VI) ด้วยวิธี

Standard addition

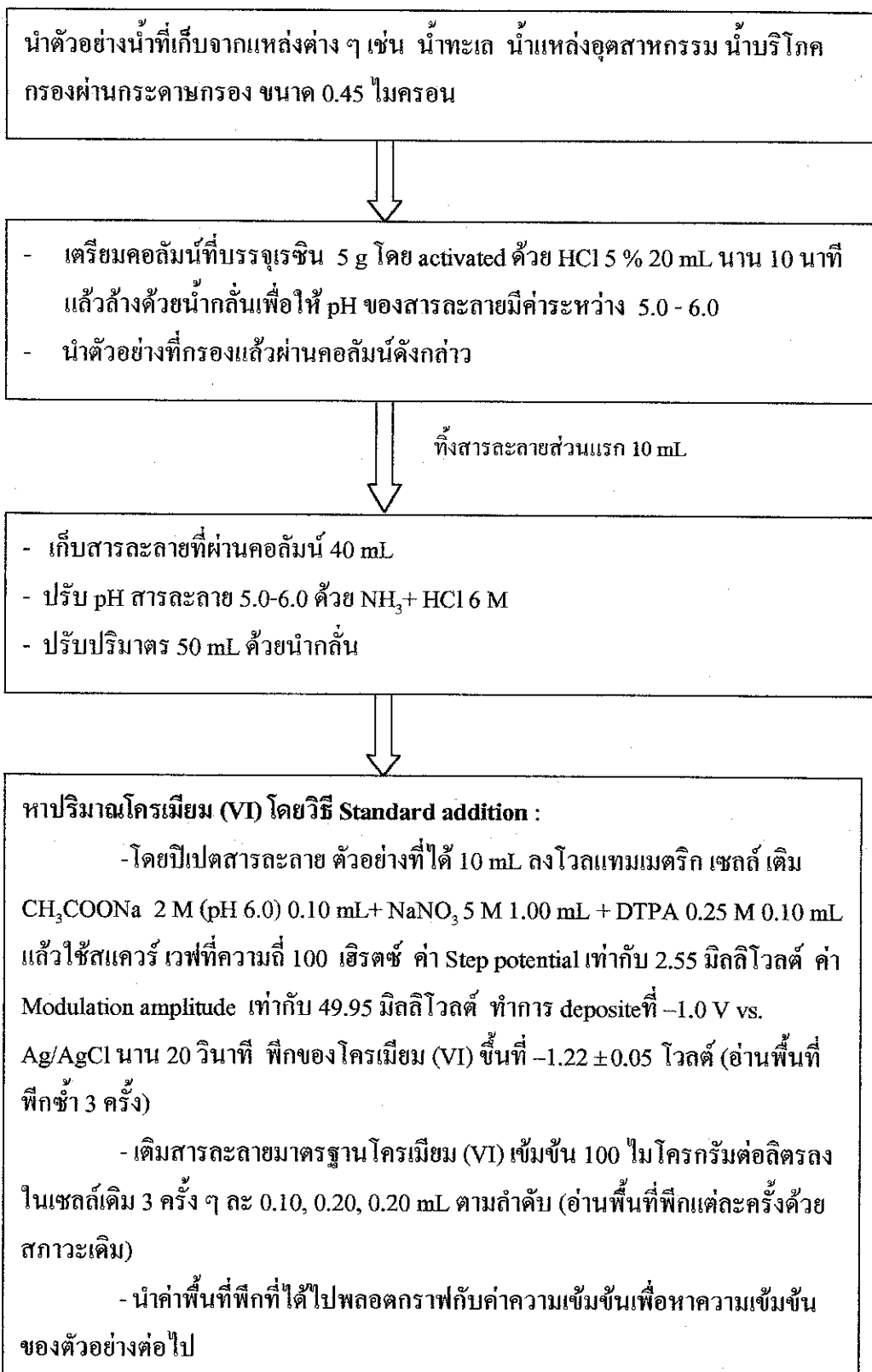
9.1.6 ทำเช่นเดียวกันกับข้อ 9.1.1 – 9.1.5 แต่เปลี่ยนจำนวนกรัมเรซินเป็น 5 และ 10 กรัม ตามลำดับ (หึ่งสารละลายส่วนแรก 10 และ 20 มิลลิลิตรตามลำดับ)

9.2 การทดสอบประสิทธิภาพการกำจัดสารรบกวนแมกนีเซียมไอออนโดยใช้เรซิน Ion exchanger I ด้วยน้ำกลั่น และสารละลายมาตรฐานโครเมียม (VI) เข้มข้น 2 ไมโครกรัมต่อลิตร โดยดำเนินการเช่นเดียวกันกับข้อ 9.1 (ใช้เรซิน 5 กรัม)

10. วิเคราะห์หาปริมาณโครเมียม ในตัวอย่างน้ำ โดยวิธี Standard addition

10.1 เก็บตัวอย่างน้ำจากแหล่งต่าง ๆ เช่นน้ำทะเล น้ำจืดบริเวณแหล่งอุตสาหกรรม และน้ำบริโภค มากรองด้วยกระดาษกรองขนาดรูพรุน 0.45 μm

10.2 นำตัวอย่างมากำจัดไอออนรบกวนและวิเคราะห์หาปริมาณโครเมียม (VI) ในตัวอย่างน้ำด้วยวิธี Standard addition ตามข้อ 9.1 (ใช้เรซิน 5 กรัม) แสดงแผนผังการวิเคราะห์โครเมียม (VI) ในตัวอย่างน้ำ ดังภาพที่ 6



ภาพที่ 6 แผนผังการวิเคราะห์ โครเมียม (VI) ในตัวอย่างน้ำ