บทที่ 3

การทดลอง และผลการทดลอง

(Experimental procedures and results)

3.1 เครื่องมือและสารเคมีที่ใช้ในการทดลอง

3.1.1 เครื่องมือที่ใช้ในการทดลอง มีดังนี้

1. เครื่องบดสารตัวอย่างสำหรับใช้บดดินตัวอย่างของบริษัท Retsch ประเทศเยอรมันนี
2. เครื่องร่อนสารตัวอย่างใช้สำหรับร่อนดินขนาด 2-3 มม.
3. เครื่องให้ความร้อน เพื่อใช้ในการสกัดสาร (heating mantle)
4. คอลัมน์แก้วขนาด 25.00cm^3 ซึ่งมีเส้นผ่าศูนย์กลาง 1.00 ซม.
5. เครื่อง UV-VIS Spectrophotometer model 240 พร้อมด้วย Graphicord ของบริษัท Shimadzu ประเทศญี่ปุ่น
6. เซลล์ควอทซ์(quartz cell) รูปทรงกระบอกที่มีความกว้าง 5.00ซม.
7. เครื่อง Solid phase extraction system (BAKER-10 SPE system) ซึ่งประกอบด้วย
   - อ่างสเตนเลสสูญญากาศ (vacuum manifold) รูปสี่เหลี่ยมขนาด 6.5 x 4.5 นิ้ว
   - คอลัมน์สำเร็จรูป 'BAKER'-10 SPE cyano (CN)
   - standard collection rack สำหรับขวดมาตรฐานขนาด 5.00 cm^3
8. เครื่องปั๊มสูญญากาศ (vacuum pump)
9. เครื่องแก้วต่าง ๆ ที่สำคัญมี
   - ชุดสกัดตัวอย่างดิน ซึ่งประกอบไปด้วย ขวดก้นกลมขนาด 500.00cm^3 และคอนเดนเซอร์แบบ double surfaces ซึ่งเป็นระบบ quickfit
   - ขวดมาตรฐานขนาดต่าง ๆ และเครื่องแก้วที่ใช้ในห้องปฏิบัติการทั่วไป

3.1.2 สารเคมีที่ใช้ในการทดลอง

ชื่อสารเคมี	บริษัทผู้ผลิต
กรดไฮโดรคลอริกเข้มข้น (AR)	BDH
กรดซัลฟูริกเข้มข้น (reagent grade)	BDH
โซเดียมไฮดรอกไซด์ (AR)	EKA KEMI
แอมโมเนียมไฮดรอกไซด์ (AR)	BAKER
แอมโมเนียมคลอไรด์ (AR)	FLUKA
โซเดียมคลอไรด์ (AR)	Riedel
โซเดียมไดไธโอไนต์ (AR)	BDH
เมทธานอล (AR)	MERCK
1-ออกทานอล (reagent grade)	FLUKA
เรซิน Amberlite IR-120 (Na) สแตนดาร์ดเกรด ขนาด 14-52 เมช	BDH
เรซิน Duolite c-225 SRC-14 โครมาโตกราฟิกเกรด ขนาด 52-100 เมช	BDH
เรซิน Dowex 50w-x8 โครมาโตกราฟิกเกรดขนาด 100-200 เมช	FLUKA
พาราควอทไดคลอไรด์ (AR)	I.C.I

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

3.2 การศึกษาเทคนิคและหาความเข้มข้นของสารละลายโซเดียมไดไธโอไนต์ที่เหมาะสมในการทำปฏิกิริยากับพาราควอทที่มีความเข้มข้นต่าง ๆ กัน

พาราควอทเมื่อถูกรีดิวซ์ด้วยสารละลายของไดไธโอไนต์ในด่างจะถูกเปลี่ยนเป็นแรดิเคิลอิสระประจุบวก (free radical cation) ซึ่งสามารถดูดกลืนแสงที่ความยาวคลื่น 392-401 nm แต่อย่างไรก็ตามแรดิเคิลอิสระประจุบวกที่เกิดขึ้นนั้น ไม่ค่อยเสถียร สามารถถูกออกซิไดซ์ด้วยออกซิเจนในอากาศ กลายเป็นพาราควอทไดแคตไอออนเช่นเดิม ซึ่งจะไม่สามารถดูดกลืนแสงในช่วงความยาวคลื่นดังกล่าวได้ ทำให้มีผลต่อการทำปริมาณวิเคราะห์ และจากการศึกษา โดยการทดลองเปรียบเทียบวิธีการวิเคราะห์พาราควอทโดยวิธีต่าง ๆ ที่มีผู้ทำการศึกษา พบว่าความเข้มข้นของสารละลายไดไธโอไนต์ที่ใช้แตกต่างกัน และไม่แน่นอน โดยจะอยู่ในช่วงความเข้มข้นเท่ากับ 0.10-2.00% (น้น./ปริมาตร) สำหรับไดไธโอไนต์ในสารละลายของโซเดียมไฮดรอกไซด์เข้มข้น 0.10-1.00 โมล/ลิตร ดังนั้นจึงได้ดำเนินการทดลองเพื่อศึกษาหาเทคนิคการรีดิวซ์และความเข้มข้นของสารละลายไดไธโอไนต์ที่เหมาะสมที่สุด

3.2.1 การเตรียมสารละลายพาราควอทมาตรฐาน (stock solution)

นำพาราควอทไดคลอไรด์บริสุทธิ์ ($C_{14}H_{14}N_2Cl_2$, มวลโมเลกุล 257.2) ซึ่งอบที่อุณหภูมิ 110°C เป็นเวลา 1 ชั่วโมง ทิ้งให้เย็นในเดสิคเคเตอร์ก่อนที่จะนำไปชั่ง ชั่งพาราควอทมาตรฐานหนัก 0.0864 กรัม แล้วละลายในสารละลายอิมตัวแอมโมเนียมคลอไรด์ (5.00 โมล/ลิตร) จำนวน 250.00 cm^3 จะได้สารละลายพาราควอทมาตรฐานเข้มข้น 250.00 ppm ในรูปแคตไอออนที่มีประจุบวกสอง

3.2.2 การเตรียมสารละลายพาราควอทมาตรฐานความเข้มข้นต่าง ๆ กัน

เตรียมสารละลายพาราควอทมาตรฐานความเข้มข้น 0.01, 0.10 และ 1.00 ppm จาก stock solution ในข้อ 3.2.1 จำนวน 1000.00 cm^3 ในแต่ละความเข้มข้น เพื่อใช้ในการทดลองต่อไป

3.2.3 การเตรียมสารละลายโซเดียมไดไธโอไนต์ความเข้มข้นต่าง ๆ กัน

1. ชั่งโซเดียมไดไธโอไนต์ 0.1000 กรัม ละลายในสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ เข้มข้น 0.05, 0.10, 0.30, 0.50, 1.00, 2.00 และ 3.00 โมล/ลิตร จำนวน 100.00 cm^3 ตามลำดับ

2. เตรียมสารละลายไดไธโอไนต์ให้มีความเข้มข้น 0.20, 0.50, 1.00, 1.50 และ 2.00% (น.น/ปริมาตร) ตามลำดับ ในสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์เข้มข้นต่าง ๆ กัน เช่นเดียวกับข้อ 1 จำนวน 100.00 cm^3

3.2.4 <u>การศึกษา UV-VIS absorption spectra ของสารละลายพาราควอทและแรดิเคิลแคตไอออนของพาราควอท</u> โดยทำการทดลองดังนี้

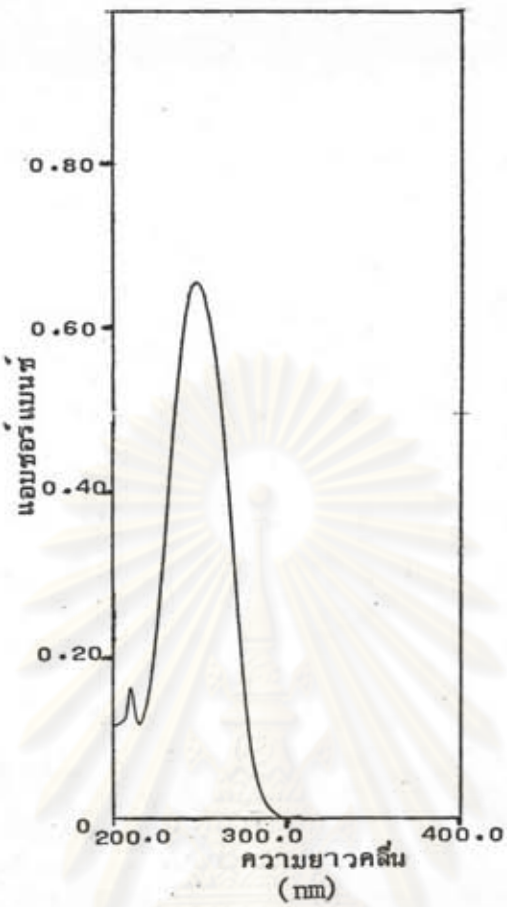
1. นำสารละลายพาราควอทมาตรฐานความเข้มข้น 1.00 ppm ไปวัด UV-VIS absorption spectra ด้วยเครื่อง Double beam uv-vis Spectrophotometer ในช่วงความยาวคลื่น 200-450 nm โดยใช้เซลล์ควอทซ์ขนาด 5.00 ซม. และใช้สารละลายอิ่มตัวแอมโมเนียมคลอไรด์เป็นแบลงค์ (blank) ผลการทดลองดังแสดงในรูปที่ 3.1

2. ปิเปตสารละลายพาราควอทมาตรฐานทำให้มีความเข้มข้น 0.10-1.00 ppm ความเข้มข้นละ 20.00cm^3 ใส่ในขวดมาตรฐานขนาด 50.00 cm^3

3. ใช้สารละลายไดไธโอไนต์ในสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์เข้มข้นหนึ่งเติมลงไป 4.00 cm^3 ปิดจุกให้แน่นแล้วผสมให้เข้ากัน

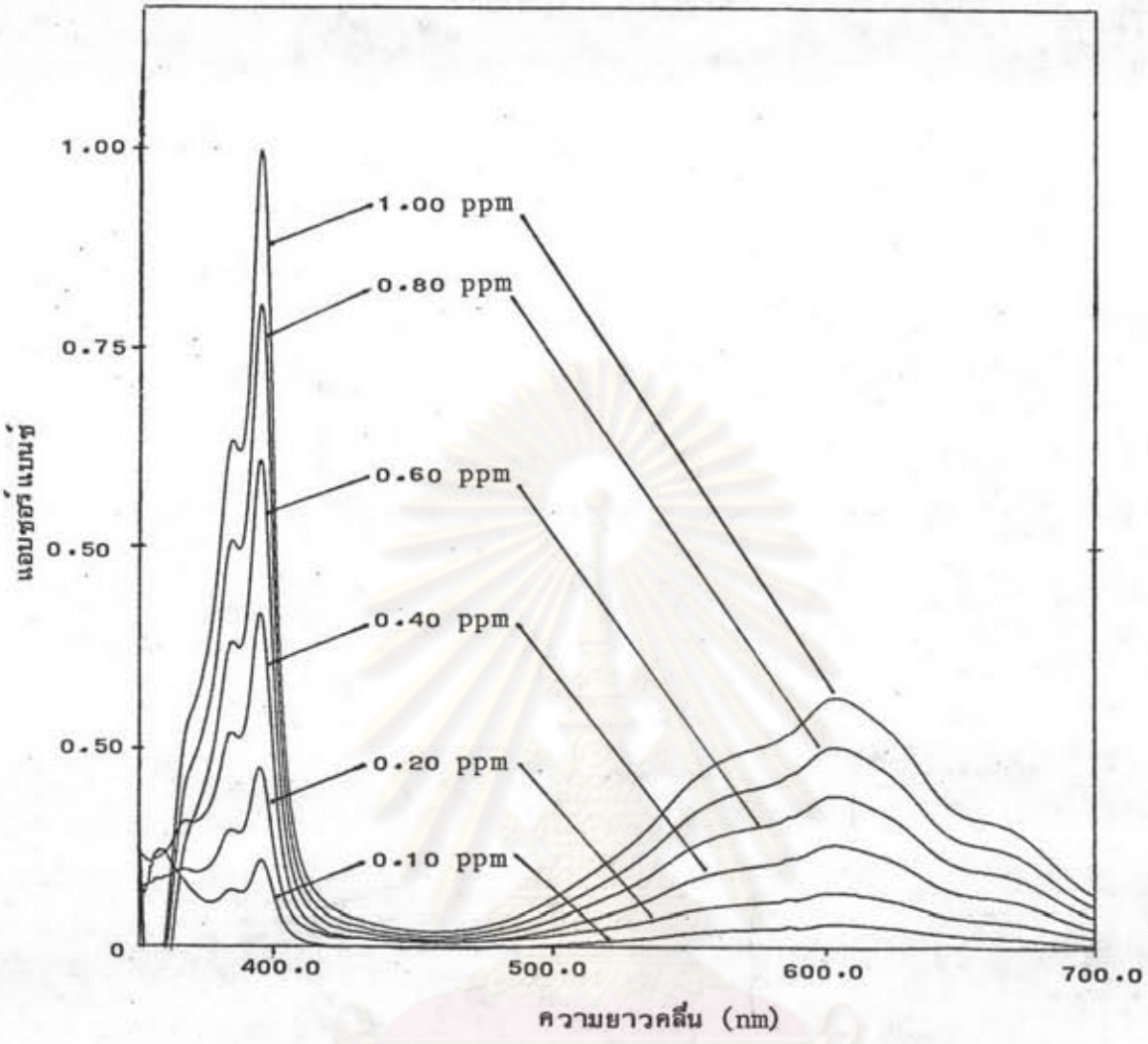
4. นำสารละลายที่ได้จากข้อ 3 ไปวัด UV-VIS absorption spectra ในช่วงความยาวคลื่น 350-700 nm โดยใช้เซลล์ควอทซ์กว้าง 5.00 ซม. และใช้สารละลายอิ่มตัวแอมโมเนียมคลอไรด์ที่มีปริมาณของสารละลายไดไธโอไนต์เท่ากันเป็นแบลงค์ ผลการทดลองดังแสดงในรูปที่ 3.2

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย



รูปที่ 3.1 แสดง UV absorption spectra ของสารละลายพาราควอทเข้มข้น 1.00 ppm ในสารละลายอีมตัวแอบโซเนียมคลอไรด์

จากรูปที่ 3.1 แสดงให้เห็นว่า พาราควอทไดแคตไอออนสามารถดูดกลืนแสงในช่วงความยาวคลื่นอุลตราไวโอเลต และความยาวคลื่นที่ให้ค่าแอบซอร์แบนซ์มากสุดคือ 257 nm สำหรับ absorption spectra นั้น จะให้ band ที่ค่อนข้างกว้าง (broad) แต่มีค่า absorptivity สูง โดยเมื่อใช้สารละลายพาราควอทเข้มข้น 1.00 ppm จะมีค่าแอบซอร์แบนซ์เท่ากับ 0.66



รูปที่ 3.2 แสดง UV-VIS absorption spectra ของสารละลายพาราควอทความเข้มข้นต่าง ๆ กัน ภายหลังถูกรีดิวซ์ด้วยไดไธโอไนต์ในสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์

จากรูปที่ 3.2 แสดงให้เห็นว่าพาราควอทที่รีดิวซ์ให้เป็นแรดิเคิลแคตไอออนและมีสีฟ้าจนถึงน้ำเงิน สามารถดูดกลืนแสงในช่วง visible ได้ที่ 2 ความยาวคลื่น นั่นคือ ที่ความยาวคลื่น 396 และ 600 nm แต่จะมีลักษณะของ absorption spectra ที่แตกต่างกัน โดยที่ความยาวคลื่น 396 nm จะมีลักษณะเป็นพีค (peak) ที่แคบและสูง แต่ที่ความยาวคลื่น 600 nm จะมีลักษณะเป็น band ที่ค่อนข้างกว้าง (broad) และต่ำกว่าในสารละลายที่มีความเข้มข้นเดียวกัน พบว่าเมื่อรีดิวซ์สารละลายพาราควอท 0.40 ppm ค่าแอบซอร์แบนซ์ที่ความยาวคลื่น 396 และ 600 nm มีค่าเท่ากับ 0.34 และ 0.10 ตามลำดับ

ดังนั้นในการทดลองต่อไปจะเลือกใช้ความยาวคลื่นที่ 396.0 nm ซึ่งเป็นความยาวคลื่นที่ค่าแอบซอร์แบนซ์มากที่สุด (λ_{max}) เนื่องจากให้เซนซิติวิตีสูงกว่าที่ความยาวคลื่น 600 nm

3.2.5 การหาความเข้มข้นของสารละลายโซเดียมไดไธโอไนต์ที่เหมาะสม เพื่อรีดิวซ์สารละลายพาราควอทมาตรฐาน ด้วยเทคนิคการผสมสารละลายแบบคว่ำและหงายขวดไปมา

ได้ศึกษาหาความเข้มข้นของสารละลายไดไธโอไนต์ที่เหมาะสม เพื่อรีดิวซ์สารละลายพาราควอทมาตรฐานในช่วงความเข้มข้น 0.01-1.00 ppm เมื่อใช้ความเข้มข้นของสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ต่าง ๆ กัน ซึ่งมีผลต่อความเสถียรของแรดิเคิลแคตไอออนที่เกิดขึ้น และได้ศึกษาถึงลักษณะ UV-VIS absorption spectra, λ_{max} และการเปลี่ยนแปลงของค่าแอบซอร์แบนซ์ในเวลา 10 นาที โดยทำการทดลองดังต่อไปนี้

วิธีทำการทดลอง

1. ปิเปตสารละลายพาราควอทมาตรฐานความเข้มข้น 0.01 ppm จากข้อ 3.2.2 จำนวน 20.00 cm^3 ใส่ในขวดมาตรฐานขนาด 50.00 cm^3

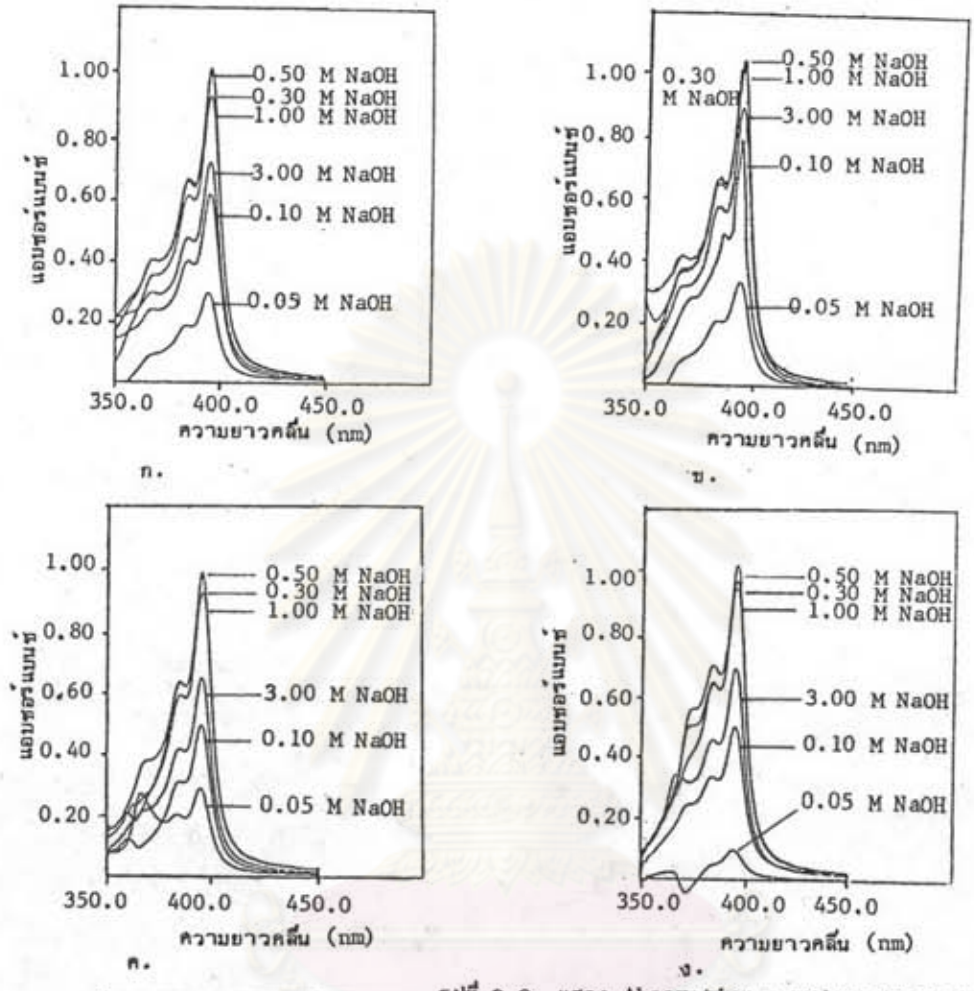
2. เติมสารละลายไดไธโอไนต์ในสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์เข้มข้นอันหนึ่งที่เตรียมได้จากข้อ 3.2.3 ลงไป 4.00 cm^3 ปิดจุกให้แน่น

3. ทำการผสมกันโดยใช้วิธีคว่ำและหงายขวดไปมาอย่างช้าจำนวน 2 ครั้ง แล้วตั้งทิ้งไว้ประมาณ 30 วินาที

4. นำสารละลายที่ได้ไปวัด UV-VIS absorption spectra ในช่วงความยาวคลื่น 350-450 nm ด้วยเซลล์ควอทซ์กว้าง 5.00 ซม. โดยใช้สารละลายอิ่มตัวแอมโมเนียมคลอไรด์ที่มีสารละลายไดไธโอไนต์เข้มข้นเดียวกันเป็นแบลงค์ เพื่อดูการเปลี่ยนแปลงของ UV-VIS absorption spectra และ λ_{max} ผลการทดลองดังแสดงในรูปที่ 3.3

5. วัดค่าแอบซอร์แบนซ์ที่ λ_{max} เริ่มต้นและภายหลังการเกิดปฏิกิริยาในเวลา 10 นาที เพื่อดูความเปลี่ยนแปลงของค่าแอบซอร์แบนซ์

6. ในทำนองเดียวกันได้ทำการทดลองโดยใช้สารละลายพาราควอทมาตรฐานเข้มข้น 0.10 และ 1.00 ppm จากข้อ 3.2.2 ทำปฏิกิริยากับสารละลายโซเดียมไดไธโอไนต์ในสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ที่เตรียมใหม่จากข้อ 3.2.3 เช่นเดียวกับข้อ 1-5 ผลการทดลองได้แสดงในตารางที่ 3.1-3.2 และรูปที่ 3.4 — 3.7



รูปที่ 3.3 แสดง Absorption spectra ของสารละลายพาราควอทมาตรฐาน 1.00 ppm ภายหลังรีดิวซ์ด้วยสารละลายไดไธโอไนต์ที่เข้มข้นต่าง ๆ ในสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์เข้มข้นต่าง ๆ กันด้วย

ก. เมื่อใช้สารละลายไดไธโอไนต์เข้มข้น 0.10% (น.น./ปริมาตร)
ข. เมื่อใช้สารละลายไดไธโอไนต์เข้มข้น 0.20% (น.น./ปริมาตร)
ค. เมื่อใช้สารละลายไดไธโอไนต์เข้มข้น 0.50% (น.น./ปริมาตร)
ง. เมื่อใช้สารละลายไดไธโอไนต์เข้มข้น 1.00% (น.น./ปริมาตร)
จ. เมื่อใช้สารละลายไดไธโอไนต์เข้มข้น 2.00% (น.น./ปริมาตร)

จากรูปที่ 3.3 ก-จ จะแสดงให้เห็นว่า เมื่อทำปฏิกิริยารีดักชันสารละลายพาราควอท มาตรฐานด้วยสารละลายโซเดียมไดไธโอไนต์เข้มข้นต่างกันในสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์เข้มข้นต่าง ๆ กัน ความยาวคลื่นที่ให้ค่าแอบซอร์แบนซ์สูงสุดยังคงเป็น 396.00 nm ไม่มีการเปลี่ยนแปลง และจาก absorption spectra ในรูป 3.3 ค-3.3 จ เมื่อใช้ความเข้มข้นของสารละลายโซเดียมไดไธโอไนต์เป็น 0.50, 1.00 และ 2.00% (น.น/ปริมาตร) ตามลำดับ จะปรากฏพีคขึ้นประมาณ 370 nm ซึ่งเป็นพีคของโซเดียมไดไธโอไนต์เอง และจะปรากฏชัดเมื่อความเข้มข้นของสารละลายโซเดียมไดไธโอไนต์เพิ่มขึ้น

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

ตารางที่ 3.1 แสดงผลของการศึกษาหาความเข้มข้นที่เหมาะสมของสารละลายไซเดียมไดไธโอไนต์และสารละลายไซเดียมไฮดรอกไซด์ที่จะทำปฏิกิริยากับสารละลายพาราควอทมาตรฐานเข้มข้น 0.10 ppm

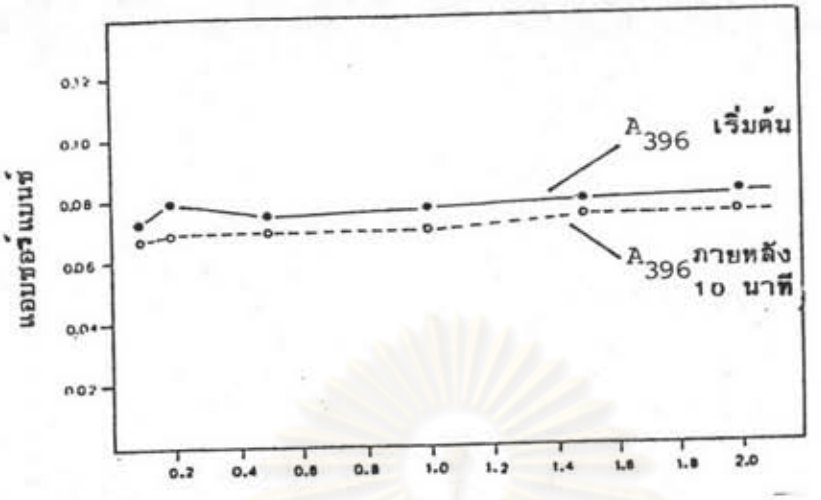
ความเข้มข้นของพาราควอท (ppm)	ความเข้มข้นของไซเดียมไดไธโอไนต์ (% น.น/ปริมาตร)	ความเข้มข้นของไซเดียมไฮดรอกไซด์ (โมล/ลิตร)	ค่าแอบซอร์แบนซ์ที่วัดได้ A_{396}		ความแตกต่างของค่าแอบซอร์แบนซ์ใน 10 นาที
			เริ่มต้น	ภายหลัง 10 นาที	
0.10	0.10	0.05	0.073	0.067	0.006
0.10	0.10	0.10	0.091	0.089	0.002
0.10	0.10	0.30	0.096	0.093	0.003
0.10	0.10	0.50	0.097	0.095	0.002
0.10	0.10	1.00	0.095	0.092	0.003
0.10	0.10	2.00	0.101	0.100	0.001
0.10	0.10	3.00	0.105	0.105	ไม่แตกต่าง
0.10	0.20	0.05	0.079	0.069	0.010
0.10	0.20	0.10	0.093	0.090	0.003
0.10	0.20	0.30	0.099	0.099	ไม่แตกต่าง
0.10	0.20	0.50	0.104	0.104	ไม่แตกต่าง
0.10	0.20	1.00	0.100	0.100	ไม่แตกต่าง
0.10	0.20	2.00	0.105	0.105	ไม่แตกต่าง
0.10	0.20	3.00	0.107	0.105	0.002
0.10	0.50	0.05	0.075	0.070	0.005
0.10	0.50	0.10	0.086	0.082	0.004
0.10	0.50	0.30	0.086	0.082	0.004
0.10	0.50	0.50	0.094	0.092	0.002
0.10	0.50	1.00	0.092	0.090	0.002
0.10	0.50	2.00	0.098	0.090	0.008
0.10	0.50	3.00	0.102	0.099	0.003

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

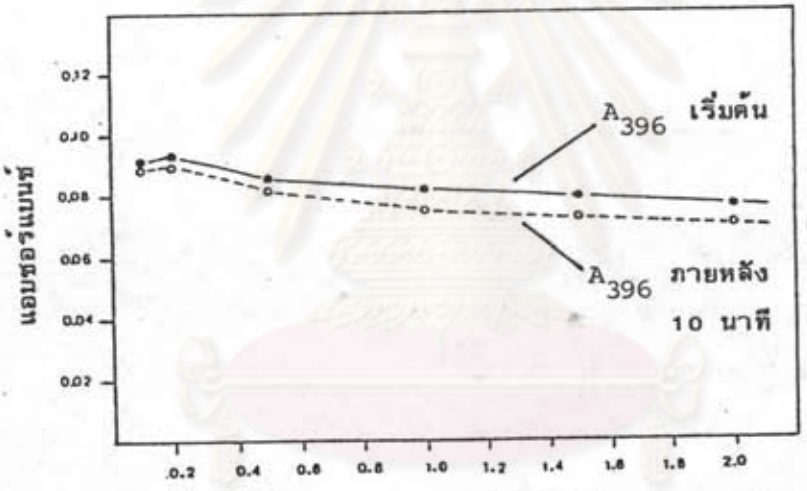
ตารางที่ 3.1 (ต่อ)

ความเข้มข้นของพาราควอท (ppm)	ความเข้มข้นของโซเดียมไดไธโอไนต์ (% น.น/ปริมาตร)	ความเข้มข้นของโซเดียมไฮดรอกไซด์ (โมล/ลิตร)	ค่าแอบซอพแบนซ์ที่วัดได้ A_{396}		ความแตกต่างของค่าแอบซอร์แบนซ์ใน 10 นาที
			เริ่มต้น	ภายหลัง 10 นาที	
0.10	1.00	0.05	0.078	0.070	0.008
0.10	1.00	0.10	0.082	0.075	0.007
0.10	1.00	0.30	0.089	0.083	0.006
0.10	1.00	0.50	0.091	0.089	0.002
0.10	1.00	1.00	0.089	0.088	0.001
0.10	1.00	2.00	0.097	0.088	0.009
0.10	1.00	3.00	0.103	0.101	0.002
0.10	1.50	0.05	0.080	0.075	0.005
0.10	1.50	0.10	0.079	0.072	0.007
0.10	1.50	0.30	0.089	0.082	0.007
0.10	1.50	0.50	0.087	0.084	0.003
0.10	1.50	1.00	0.087	0.082	0.005
0.10	1.50	2.00	0.091	0.080	0.010
0.10	1.50	3.00	0.084	0.068	0.016
0.10	2.00	0.05	0.082	0.076	0.006
0.10	2.00	0.10	0.076	0.070	0.006
0.10	2.00	0.30	0.084	0.073	0.011
0.10	2.00	0.50	0.083	0.073	0.010
0.10	2.00	1.00	0.080	0.076	0.004
0.10	2.00	2.00	0.088	0.079	0.009
0.10	2.00	3.00	0.079	0.058	0.028

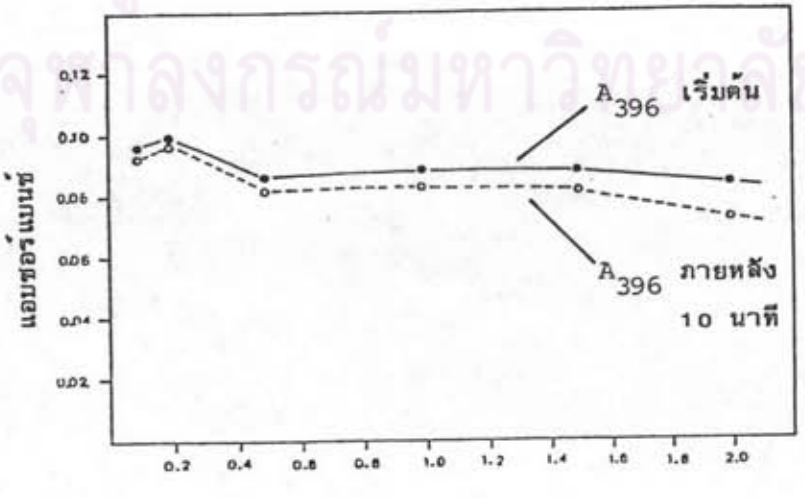
ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย



ก. เมื่อทำให้เกิดรีดักชันในสารละลายไซเตียมไฮดรอกไซด์เข้มข้น 0.05 โมล/ลิตร

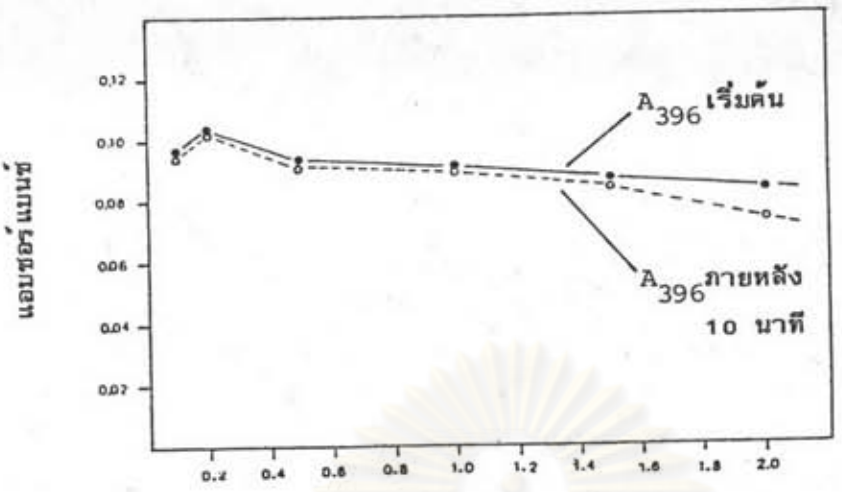


ข. เมื่อทำให้เกิดรีดักชั่นในสารละลายไซเตียมไฮดรอกไซด์เข้มข้น 0.10 โมล/ลิตร



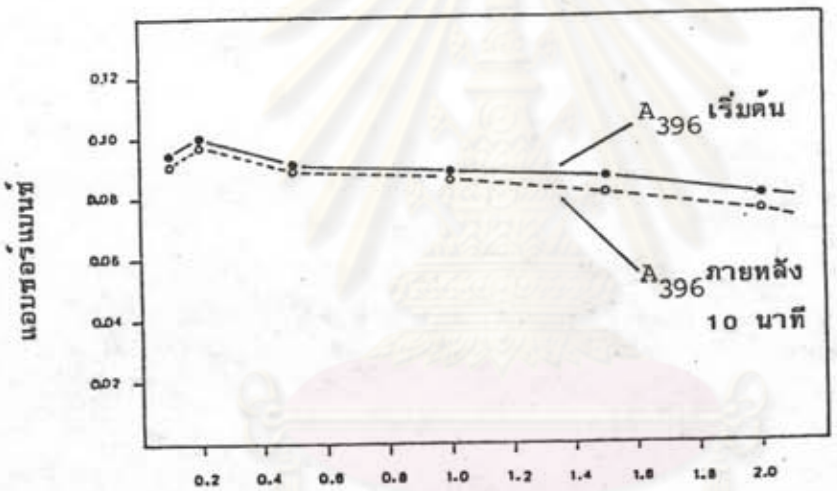
ค. เมื่อทำให้เกิดรีดักชั่นในสารละลายไซเตียมไฮดรอกไซด์เข้มข้น 0.30 โมล/ลิตร

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย



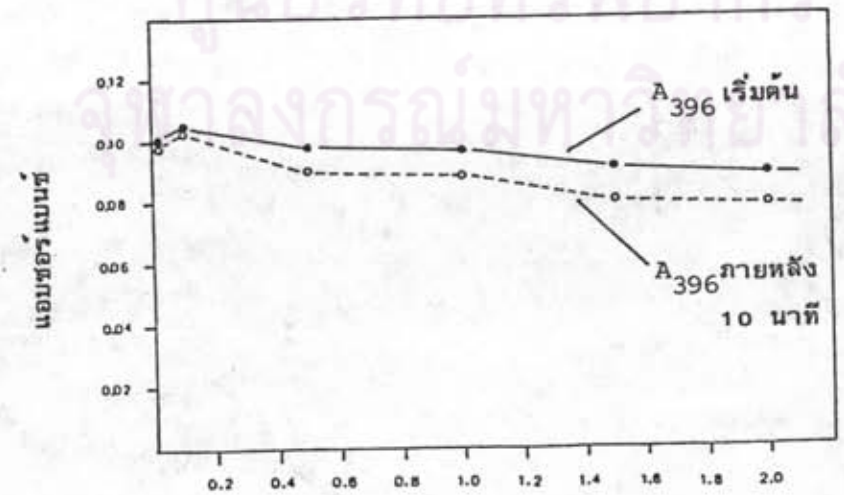
ง.

เมื่อทำให้เกิดรีดักชัน
ในสารละลายไซเดียม
ไฮดรอกไซด์เข้มข้น
0.50 โมล/ลิตร



จ.

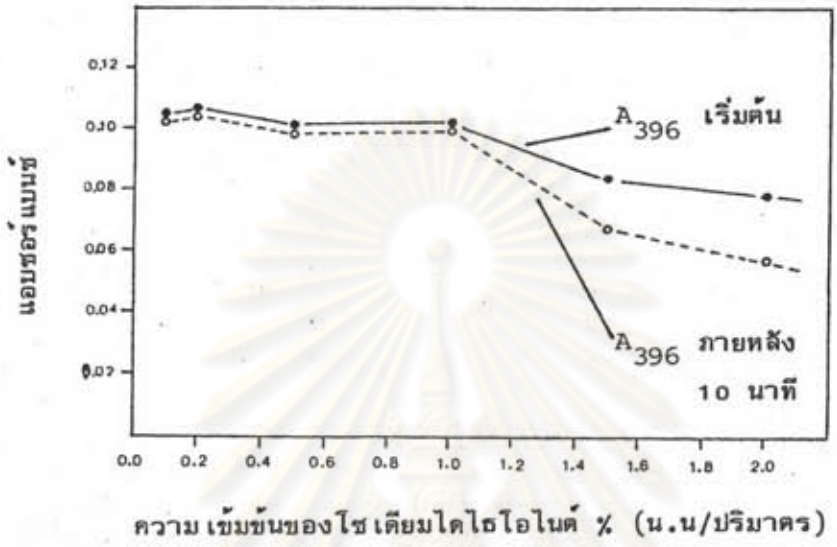
เมื่อทำให้เกิดรีดักชัน
ในสารละลายไซเดียม
ไฮดรอกไซด์เข้มข้น
1.00 โมล/ลิตร



ฉ.

เมื่อทำให้เกิดรีดักชัน
ในสารละลายไซเดียม
ไฮดรอกไซด์เข้มข้น
2.00 โมล/ลิตร

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย



ช.

เมื่อทำให้เกิดรีดักชั่น

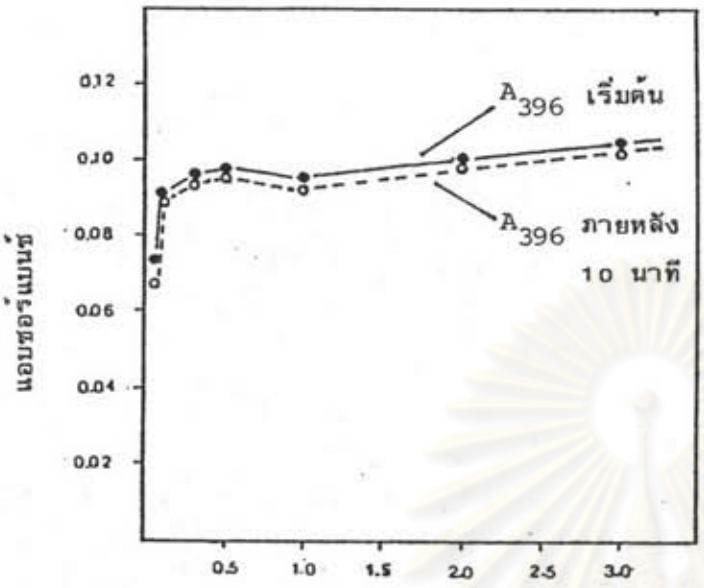
ในสารละลายไซเดียม

ไฮดรอกไซด์เข้มข้น

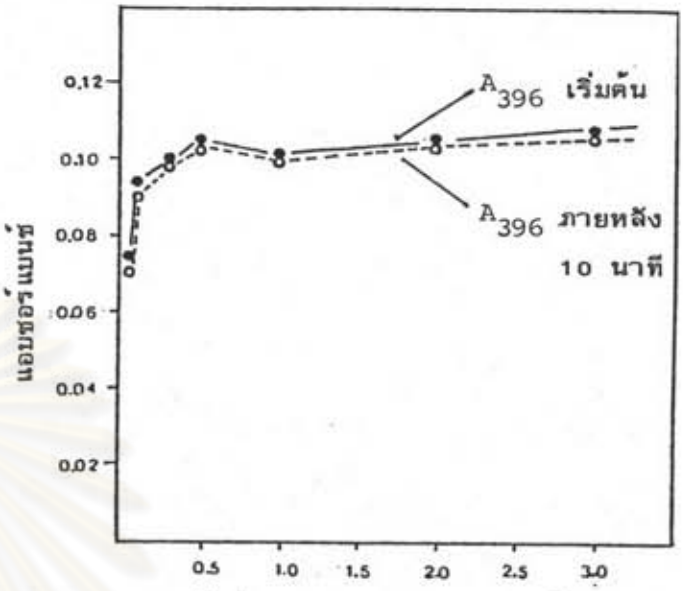
3.00 โมล/ลิตร

รูปที่ 3.4 ก - ช แสดงความสัมพันธ์ของค่าแอบซอร์แบนซ์ในเวลา 10 นาที กับความเข้มข้นของไซเดียมไดไธโอไนต์ในสารละลายไซเดียมไฮดรอกไซด์เข้มข้นต่าง ๆ กัน ในการใช้รีดิวซ์สารละลายพาราควอทมาตรฐาน ข้น 0.10 ppm จำนวน 20.00 cm^3

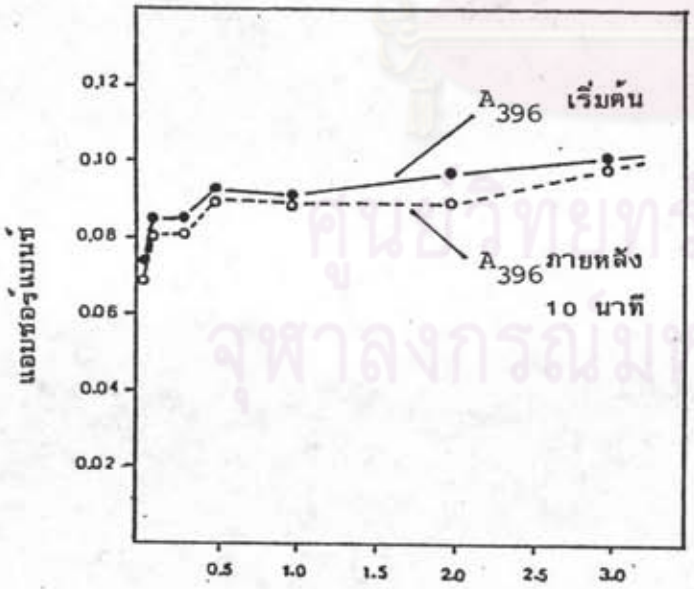
ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย



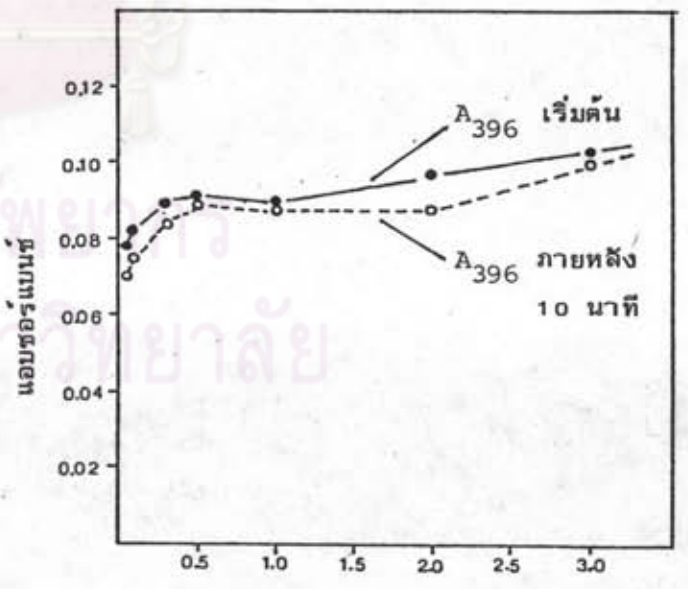
ก. เมื่อรีดิวซ์ด้วยสารละลายไดไธโอไนต์ เข้มข้น 0.10 %(น.น/ปริมาตร)



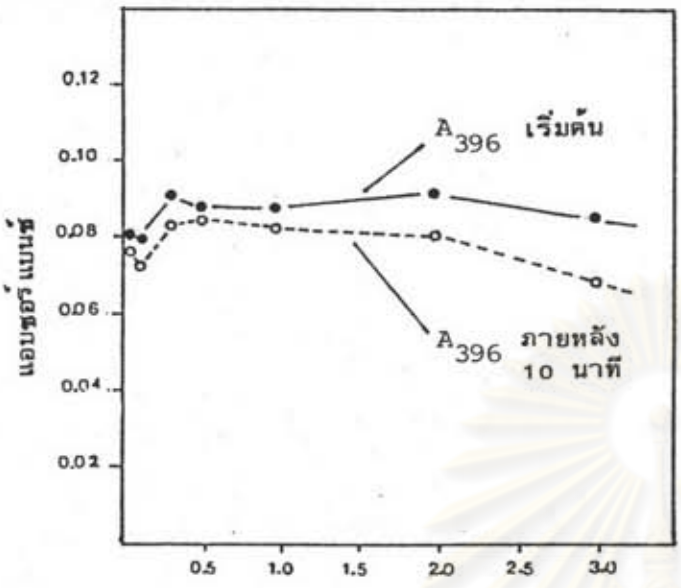
ข. เมื่อรีดิวซ์ด้วยสารละลายไดไธโอไนต์ เข้มข้น 0.20 %(น.น/ปริมาตร)



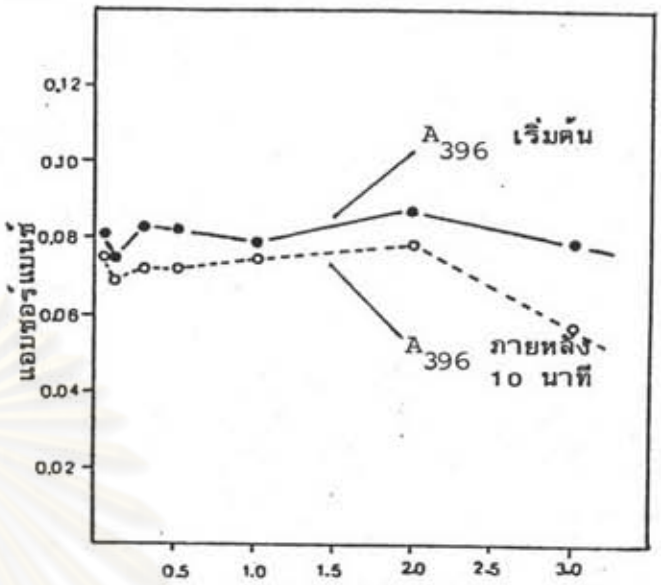
ค. เมื่อรีดิวซ์ด้วยสารละลายไดไธโอไนต์ เข้มข้น 0.50% (น.น/ปริมาตร)



ง. เมื่อรีดิวซ์ด้วยสารละลายไดไธโอไนต์ เข้มข้น 1.00% (น.น/ปริมาตร)



จ. เมื่อรีดิวซ์ด้วยสารละลายไดไธโอไนต์เข้มข้น 1.50 % (น.น/ปริมาตร)



ฉ. เมื่อรีดิวซ์ด้วยสารละลายไดไธโอไนต์เข้มข้น 2.00 % (น.น/ปริมาตร)

รูปที่ 3.5 จ-ฉ แสดงความสัมพันธ์ระหว่างค่าแอบซอร์แบนซ์ที่วัดได้ทันทีและภายหลัง 10 นาที กับความเข้มข้นของสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์เมื่อใช้สารละลายโซเดียมไดไธโอไนต์เข้มข้นต่าง ๆ กัน ในการใช้รีดิวซ์สารละลายพาราควอทมาตรฐานเข้มข้น 0.10 ppm จำนวน 20.00 cm^3

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

ตารางที่ 3.2 แสดงผลของการศึกษาหาความเข้มข้นที่เหมาะสมของสารละลายโซเดียมไดไธโอไนต์และสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ที่จะทำปฏิกิริยากับสารละลายพาราควอทมาตรฐาน เข้มข้น 1.00 ppm

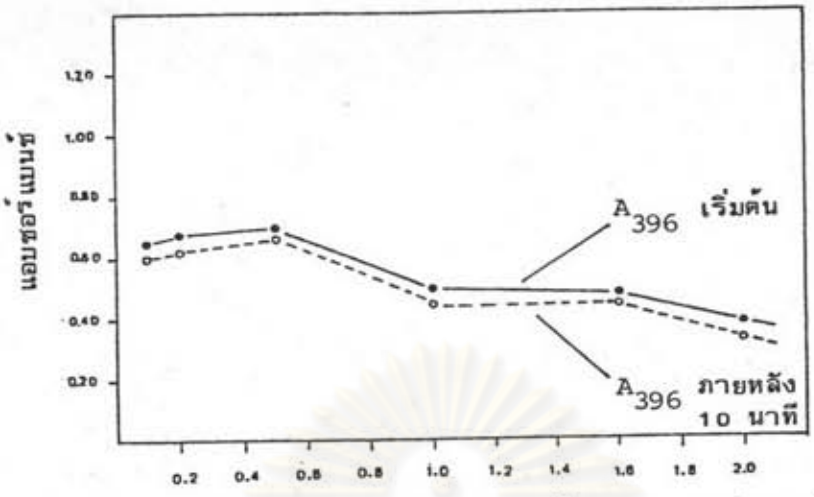
ความเข้มข้นของพาราควอท (ppm)	ความเข้มข้นของโซเดียมไดไธโอไนต์ (% น.น/ปริมาตร)	ความเข้มข้นของโซเดียมไฮดรอกไซด์ (โมล/ลิตร)	ค่าแอบซอร์แบนซ์ที่วัดได้ A_{396}		ความแตกต่างของค่าแอบซอร์แบนซ์ใน 10 นาที
			เริ่มต้น	ภายหลัง 10 นาที	
1.00	0.10	0.05	0.651	0.607	0.044
1.00	0.10	0.10	0.814	0.796	0.018
1.00	0.10	0.30	1.019	1.011	0.008
1.00	0.10	0.50	1.047	1.023	0.024
1.00	0.10	1.00	1.053	0.988	0.065
1.00	0.10	2.00	1.026	1.018	0.008
1.00	0.10	3.00	1.035	0.900	0.135
1.00	0.20	0.05	0.676	0.624	0.052
1.00	0.20	0.10	0.853	0.835	0.018
1.00	0.20	0.30	1.028	1.013	0.015
1.00	0.20	0.50	1.057	1.040	0.017
1.00	0.20	1.00	1.041	0.979	0.062
1.00	0.20	2.00	1.053	1.045	0.008
1.00	0.20	3.00	1.057	0.900	0.157
1.00	0.50	0.05	0.702	0.669	0.033
1.00	0.50	0.10	0.809	0.765	0.044
1.00	0.50	0.30	1.024	0.977	0.047
1.00	0.50	0.50	1.044	0.993	0.051
1.00	0.50	1.00	1.050	0.989	0.061
1.00	0.50	2.00	1.063	1.028	0.035
1.00	0.50	3.00	1.056	0.954	0.102

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

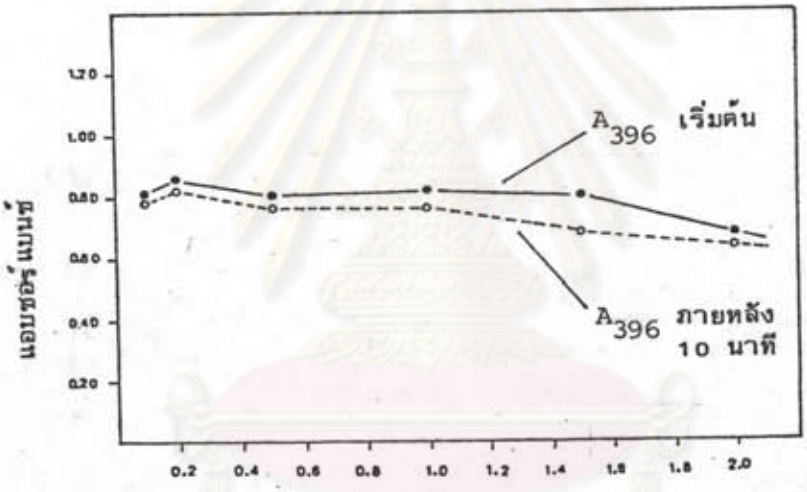
ตารางที่ 3.2 (ต่อ)

ความเข้มข้นของพาราควอท (ppm)	ความเข้มข้นของโซเดียมไดไธโอไนต์ (% น.น/ปริมาตร)	ความเข้มข้นของโซเดียมไฮดรอกไซด์ (โมล/ลิตร)	ค่าแอบซอร์แบนซ์ที่วัดได้ A_{396}		ความแตกต่างของค่าแอบซอร์แบนซ์ใน 10 นาที
			เริ่มต้น	ภายหลัง 10 นาที	
1.00	1.00	0.05	0.494	0.451	0.043
1.00	1.00	0.10	0.821	0.776	0.045
1.00	1.00	0.30	1.002	0.982	0.020
1.00	1.00	0.50	1.044	1.025	0.019
1.00	1.00	1.00	1.040	0.978	0.062
1.00	1.00	2.00	1.048	0.960	0.088
1.00	1.00	3.00	1.047	0.977	0.070
1.00	1.50	0.05	0.481	0.467	0.014
1.00	1.50	0.10	0.800	0.788	0.012
1.00	1.50	0.30	1.011	1.006	0.005
1.00	1.50	0.50	1.056	1.051	0.005
1.00	1.50	1.00	1.026	0.972	0.054
1.00	1.50	2.00	1.029	0.960	0.069
1.00	1.50	3.00	1.000	0.920	0.080
1.00	2.00	0.05	0.383	0.339	0.044
1.00	2.00	0.10	0.678	0.641	0.037
1.00	2.00	0.30	0.994	0.972	0.022
1.00	2.00	0.50	1.013	0.995	0.018
1.00	2.00	1.00	1.026	0.960	0.066
1.00	2.00	2.00	1.028	0.920	0.108
1.00	2.00	3.00	1.028	0.893	0.135

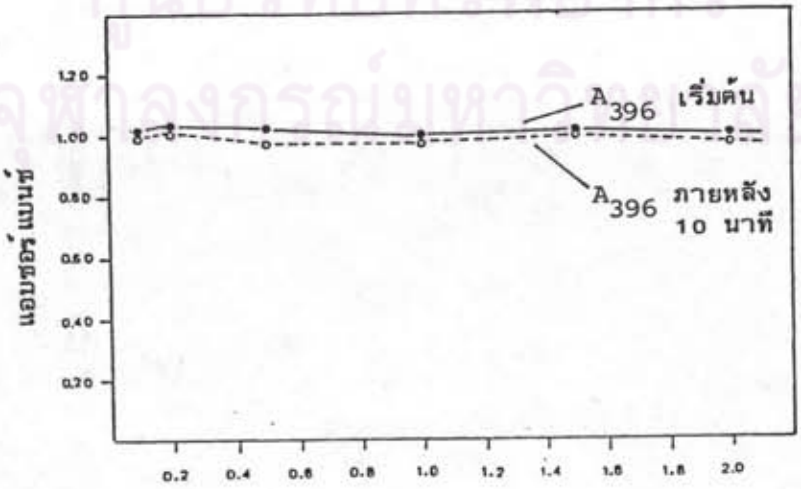
ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย



ก.
เมื่อทำให้เกิดรีดักชันในสารละลายโซเดียม-ไฮดรอกไซด์เข้มข้น 0.05 โมล/ลิตร

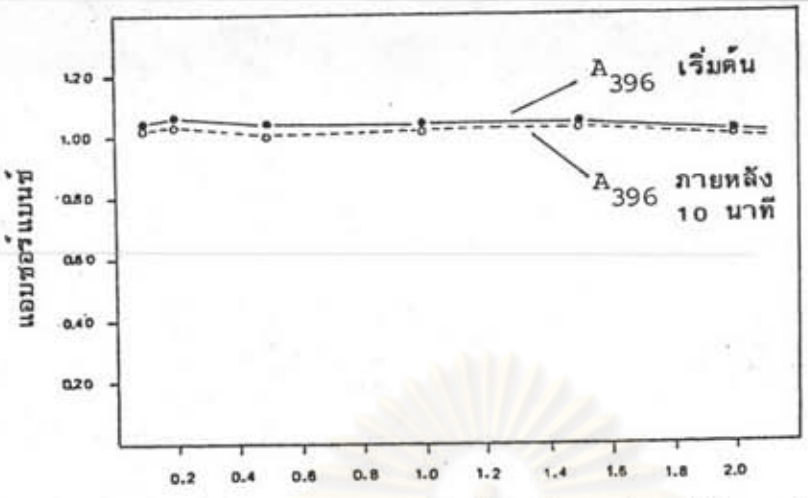


ข.
เมื่อทำให้เกิดรีดักชันในสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์เข้มข้น 0.10 โมล/ลิตร

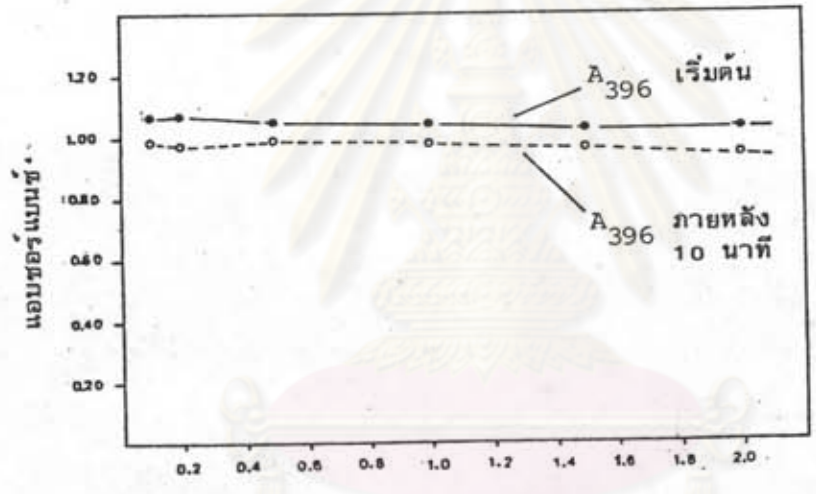


ค.
เมื่อทำให้เกิดรีดักชันในสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์เข้มข้น 0.30 โมล/ลิตร

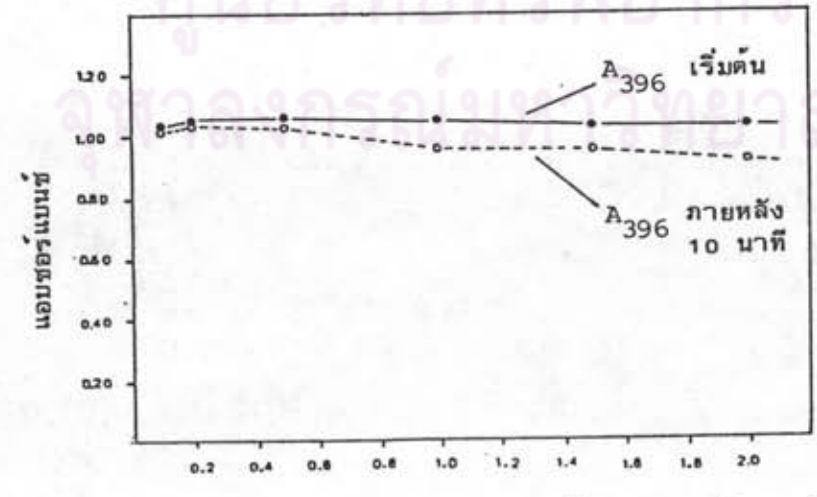
ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย



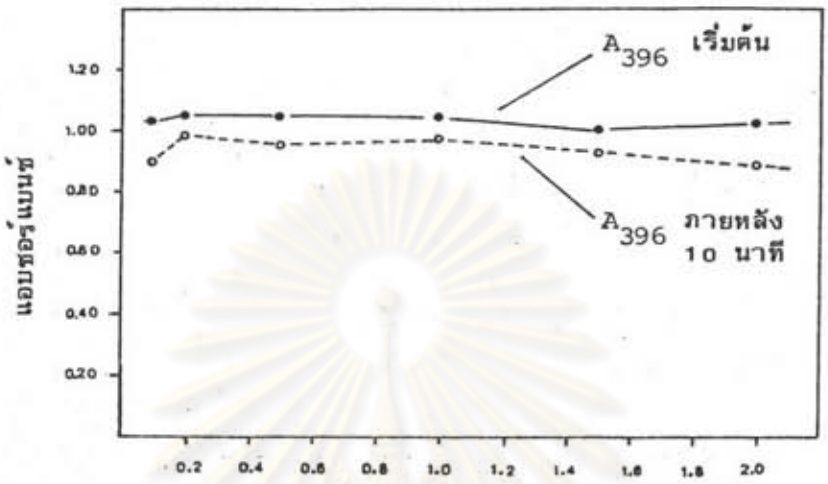
ง.
เมื่อทำให้เกิดรีดักชัน
ในสารละลายโซเดียม
ไฮดรอกไซด์เข้มข้น
0.50 โมล/ลิตร



จ.
เมื่อทำให้เกิดรีดักชัน
ในสารละลายโซเดียม
ไฮดรอกไซด์เข้มข้น
1.00 โมล/ลิตร



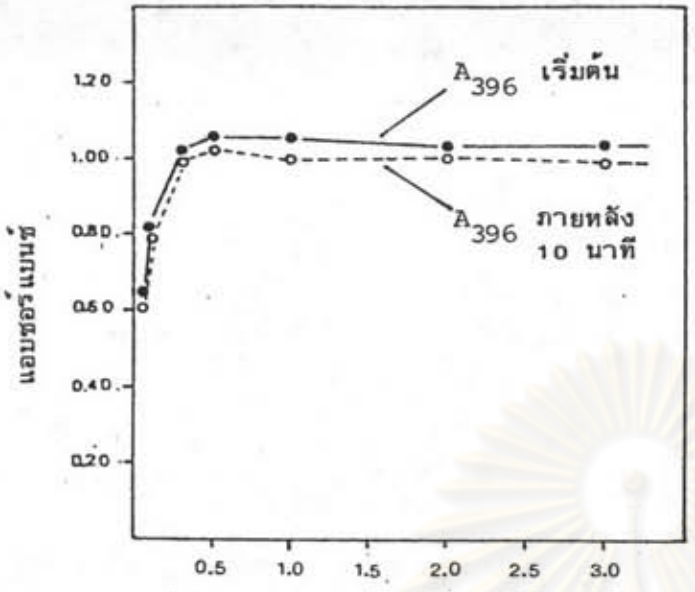
ฉ.
เมื่อทำให้เกิดรีดักชัน
ในสารละลายโซเดียม
ไฮดรอกไซด์เข้มข้น
2.00 โมล/ลิตร



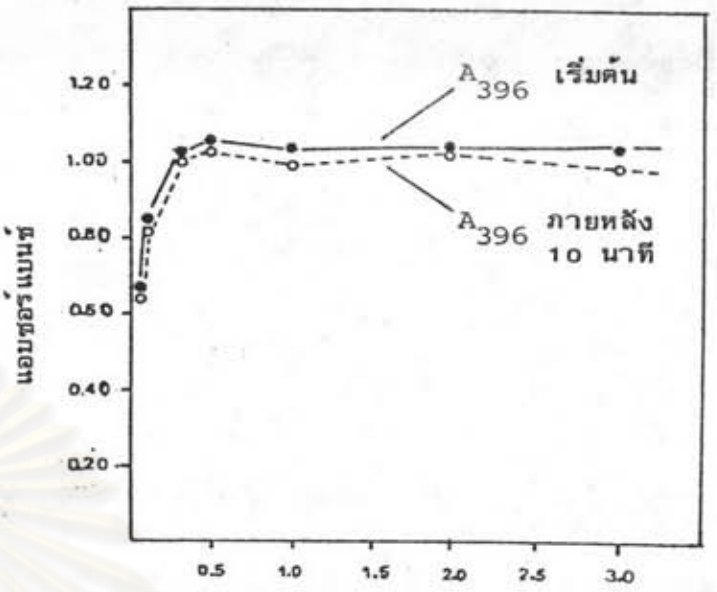
ช.
เมื่อทำให้เกิดรีดักชัน
ในสารละลายไซเตียม
ไฮดรอกไซด์เข้มข้น
3.00 โมล/ลิตร

รูปที่ 3.6 ก-ช แสดงความสัมพันธ์ระหว่างค่าแอบซอร์แบนซ์ในเวลา 10 นาที กับความเข้มข้นของไซเตียมไดไธโอไนต์ในสารละลายไซเตียมไฮดรอกไซด์เข้มข้นต่าง ๆ ในการรีดิวซ์สารละลายพาราควอทมาตรฐานข้น 1.00 ppm จำนวน 20.00 cm^3

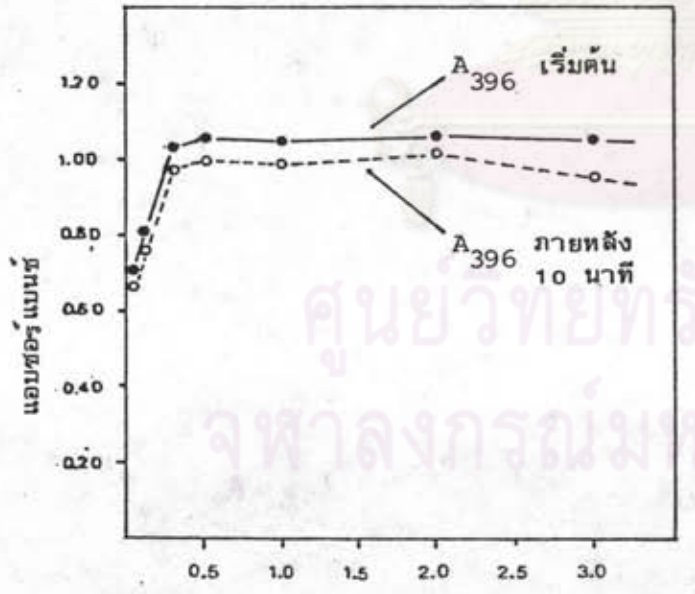
ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย



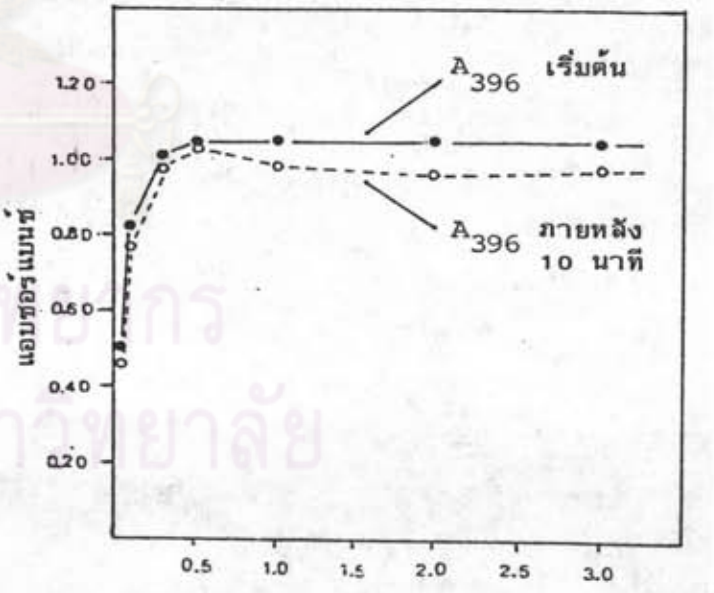
ก. เมื่อรีดิวซ์ด้วยสารละลายไดไธโอไนต์เข้มข้น 0.10 % (น.น/ปริมาตร)



ข. เมื่อรีดิวซ์ด้วยสารละลายไดไธโอไนต์เข้มข้น 0.20 % (น.น/ปริมาตร)

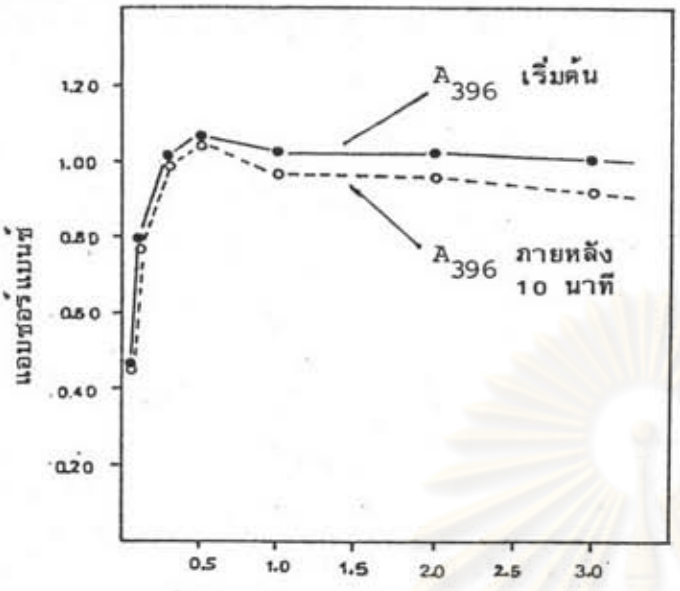


ค. เมื่อรีดิวซ์ด้วยสารละลายไดไธโอไนต์เข้มข้น 0.50 % (น.น/ปริมาตร)

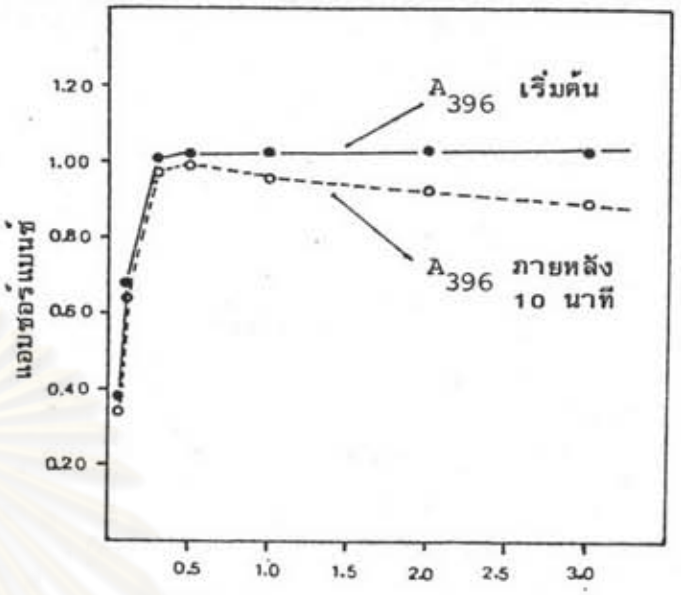


ง. เมื่อรีดิวซ์ด้วยสารละลายไดไธโอไนต์เข้มข้น 1.00 % (น.น/ปริมาตร)

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย



จ. เมื่อรีดิวซ์ด้วยสารละลายไดไธโอไนต์เข้มข้น 1.50 % (น.น/ปริมาตร)



ฉ. เมื่อรีดิวซ์ด้วยสารละลายไดไธโอไนต์เข้มข้น 2.00 % (น.น/ปริมาตร)

รูปที่ 3.7 ก-ฉ แสดงความสัมพันธ์ระหว่างค่าแอบซอร์แบนซ์ที่วัดได้ทันทีและภายหลัง 10 นาที กับความเข้มข้นของสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์เมื่อใช้สารละลายโซเดียมไดไธโอไนต์เข้มข้นต่าง ๆ กัน ในการใช้รีดิวซ์สารละลายพาราควอทมาตรฐานข้น 1.00 ppm จำนวน 20.00 cm^3

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

จากผลการทดลองดังแสดงในตารางที่ 3.1 และรูปที่ 3.4-3.5 ซึ่งเป็นผลการทดลองของการใช้สารละลายพาราควอทมาตรฐานที่มีความเข้มข้น 0.10 ppm และในกรณีที่ใช้สารละลายพาราควอทมาตรฐานที่มีความเข้มข้น 1.00 ppm ผลการทดลองได้แสดงในตารางที่ 3.2 และรูปที่ 3.6-3.7 ผลการทดลองเหล่านี้แสดงให้เห็นว่าในการหาปริมาณของพาราควอทโดยใช้วิธีทำให้เกิดสีน้ำเงินของแรดิเคิลแคดไอออนโดยการรีดิวซ์ด้วยสารละลายไดไธโอไนต์ในสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์นั้นสภาวะที่เหมาะสมและดีที่สุดควรจะต้องใช้สารละลายพาราควอทจำนวน 20.00 cm^3 ทำปฏิกิริยากับสารละลายโซเดียมไดไธโอไนต์เข้มข้น 0.20 % (น.น/ปริมาตร) จำนวน4.00 cm^3 ในสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์เข้มข้น 0.50-2.00 โมล/ลิตร จึงจะให้ค่าแอบซอร์แบนซ์ที่เหมาะสมและสีของสารละลายก็เสถียรดีที่สุด แม้ในช่วงเวลา 10 นาที ภายหลังการทำให้เกิดสีแล้ว ค่าแอบซอร์แบนซ์จะเปลี่ยนแปลงน้อยมาก หรือไม่เปลี่ยนแปลงเลย จึงจะได้ใช้สภาวะนี้ในการทดลองต่อไป

3.2.6 <u>การศึกษาผลของการเขย่าสารละลายที่มีต่อค่าแอบซอร์แบนซ์ของสารละลายพาราควอทมาตรฐานที่ถูกรีดิวซ์ด้วยสารละลายโซเดียมไดไธโอไนต์</u>

เนื่องจากความเสถียรของแรดิเคิลแคดไอออนสีน้ำเงินที่เกิดขึ้นจากการรีดิวซ์สารละลายพาราควอทด้วยสารละลายไดไธโอไนต์นั้นจะขึ้นอยู่กับการเขย่าหรือไม่เขย่า ได้ทำการศึกษาถึงความแตกต่างของค่าแอบซอร์แบนซ์ที่ความยาวคลื่น 396.0 nm ที่วัดได้จากการใช้เทคนิคในการผสมสารละลายพาราควอทมาตรฐานกับสารละลายโซเดียมไดไธโอไนต์โดยการเขย่าและผสมโดยวิธีการคว่ำและหงายสารละลายได้ทำการทดลองดังนี้

<u>วิธีทำการทดลอง</u>

1. เตรียมสารละลายพาราควอทมาตรฐานเข้มข้น 0.01, 0.10 และ 1.00 ppm จาก stock solution ในข้อ 3.2.1 จำนวนอย่างละ 1000.00 cm^3

2. เตรียมสารละลายโซเดียมไดไธโอไนต์เข้มข้น 0.20% (น.น/ปริมาตร) ในสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ข้น 0.05, 0.10, 0.30, 0.50, 1.00, 2.00 และ 3.00 โมล/ลิตร จำนวนอย่างละ 100.00 cm^3 ตามลำดับ

3. ปิเปตสารละลายพาราควอทมาตรฐานเข้มข้น 0.01 ppm จากข้อ 1 มา 20.00 cm^3 ใส่ในขวดมาตรฐานขนาด 50.00 cm^3

4. เติมสารละลายไดไธโอไนต์ในสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ที่เตรียมใหม่ ๆ จากข้อ 2 ลงไป 4.00 cm^3 แล้วปิดจุกให้แน่น

5. ผสมให้เข้ากันโดยวิธีเขย่าสารละลายในแนวดิ่ง 4 ครั้ง ทิ้งไว้ประมาณ 30 วินาที

6. นำสารละลายที่ได้ไปวัดค่าแอบซอร์แบนซ์ที่ความยาวคลื่น 396.0 nm ด้วยเซลล์ควอทซ์กว้าง 5.00 ซม. โดยใช้สารละลายอิ่มตัวแอมโมเนียมคลอไรด์เป็นแบลงค์

7. ทำการทดลองเช่นเดียวกันกับข้อ 4-6 แต่จะเขย่าสารละลายเป็น 8 ครั้ง แล้วเปลี่ยนเป็นใช้สารละลายพาราควอทมาตรฐานเข้มข้น 0.10 และ 1.00 ppm ผลของการทดลองดังแสดงในตารางที่ 3.3-3.4 และรูปที่ 3.8

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

ตารางที่ 3.3 ผลของการเขย่าสารละลายผสมของพาราควอทและสารละลายโซเดียมไดไธโอไนต์ต่อค่าแอบซอร์แบนซ์ที่ความยาวคลื่น 396.0 nm เมื่อใช้สารละลายพาราควอทมาตรฐานเข้มข้น 0.10 และ 1.00 ppm

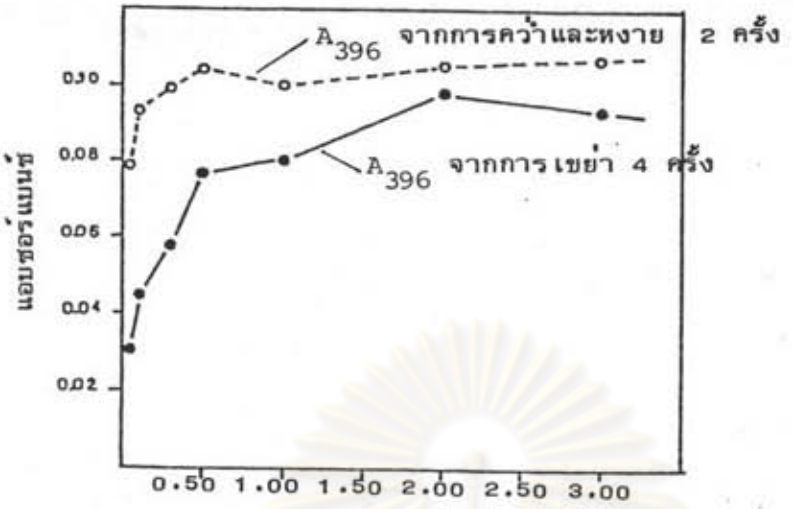
ความเข้มข้นของพาราควอท (ppm)	ความเข้มข้นของโซเดียมไดไธโอไนต์ % (น.น/ปริมาตร)	ความเข้มข้นของโซเดียมไฮดรอกไซด์ (โมล/ลิตร)	ค่าแอบซอร์แบนซ์ที่ความยาวคลื่น 396.0 nm จากการเขย่า	
			4 ครั้ง	8 ครั้ง
0.10	0.20	0.05	0.031	วัดไม่ได้
0.10	0.20	0.10	0.045	0.038
0.10	0.20	0.30	0.058	0.051
0.10	0.20	0.50	0.077	0.062
0.10	0.20	1.00	0.080	0.073
0.10	0.20	2.00	0.098	0.094
0.10	0.20	3.00	0.093	0.086
1.00	0.20	0.05	วัดไม่ได้	วัดไม่ได้
1.00	0.20	0.10	0.748	0.625
1.00	0.20	0.30	0.932	0.840
1.00	0.20	0.50	0.950	0.926
1.00	0.20	1.00	0.956	0.920
1.00	0.20	2.00	0.962	0.904
1.00	0.20	3.00	0.996	0.932

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

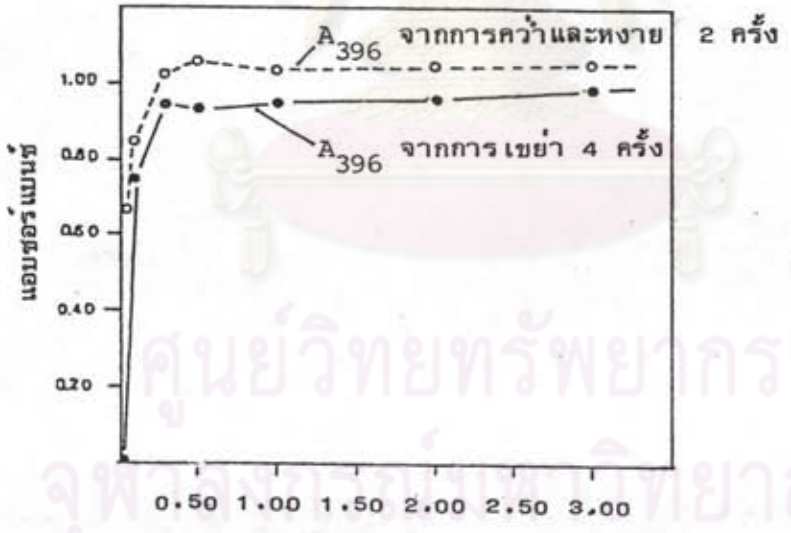
ตารางที่ 3.4 แสดงความแตกต่างของค่าแอบซอร์แบนซ์ที่ความยาวคลื่น 396.0 nm ของสารละลายพาราควอทมาตรฐานเข้มข้น 0.10 และ 1.00 ppm เมื่อทำปฏิกิริยากับสารละลายโซเดียมไดไธโอไนต์โดยใช้เทคนิคต่างกัน

ความเข้มข้นของพาราควอท (ppm)	ความเข้มข้นของโซเดียมไดไธโอไนต์ % (น.น/ปริมาตร)	ความเข้มข้นของโซเดียมไฮดรอกไซด์ (โมล/ลิตร)	ค่าแอบซอร์แบนซ์ที่ความยาวคลื่น 396.0 nm โดยใช้เทคนิค		ความแตกต่างของค่าแอบซอร์แบนซ์
			ควำและหงาย 2 ครั้ง	เขย่า 4 ครั้ง	
0.10	0.20	0.05	0.079	0.031	0.048
0.10	0.20	0.10	0.093	0.045	0.048
0.10	0.20	0.30	0.099	0.058	0.041
0.10	0.20	0.50	0.104	0.077	0.027
0.10	0.20	1.00	0.100	0.080	0.020
0.10	0.20	2.00	0.105	0.098	0.007
0.10	0.20	3.00	0.107	0.093	0.014
1.00	0.20	0.05	0.676	วัดไม่ได้	0.676
1.00	0.20	0.10	0.853	0.748	0.105
1.00	0.20	0.30	1.028	0.932	0.096
1.00	0.20	0.50	1.057	0.950	0.107
1.00	0.20	1.00	1.041	0.956	0.085
1.00	0.20	2.00	1.053	0.962	0.091
1.00	0.20	3.00	1.057	0.996	0.061

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย



ก. เมื่อใช้สารละลายพาราควอท มาตรฐานเข้มข้น 0.10 ppm



ข. เมื่อใช้สารละลายพาราควอทมาตรฐานเข้มข้น 1.00 ppm

<u>รูปที่</u> 3.8 แสดงความแตกต่างของค่าแอบซอร์แบนซ์เมื่อใช้สารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์เข้มข้นต่าง ๆ ที่มีสารละลายโซเดียมไดไธโอไนต์ขัน 0.20% (น.น/ปริมาตร) รีดิวซ์สารละลายพาราควอทมาตรฐานด้วยเทคนิคต่างกัน

จากข้อมูลในตารางที่ 3.3 แสดงให้เห็นว่าเมื่อใช้สารละลายพาราควอทมาตรฐานเข้มข้น 0.10 และ 1.00 ppm ทำปฏิกิริยากับสารละลายโซเดียมไดไธโอไนต์ความเข้มข้นคงที่ 0.20% (น.น/ปริมาตร) ในสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ความเข้มข้นต่าง ๆ ด้วยเทคนิคการผสมโดยวิธีเขย่าด้วยอัตราเร็วต่างกัน ค่าแอบซอร์แบนซ์ที่วัดได้จะเพิ่มขึ้นเมื่อความเข้มข้นของโซเดียมไฮดรอกไซด์เพิ่มขึ้น ซึ่งตรงกันกับการทดลองที่ 3.2.4 และเมื่อเขย่านานขึ้น ค่าแอบซอร์แบนซ์ก็จะลดลง แต่เมื่อเปรียบเทียบระหว่างเทคนิคการผสมโดยการเขย่ากับการควำและหงายไปมา 2 ครั้ง ดังข้อมูลในตารางที่ 3.4 และรูปที่ 3.8 ก และ 3.8 ข จะเห็นได้ว่าที่สภาวะเดียวกันค่าแอบซอร์แบนซ์ที่วัดได้จากเทคนิคการควำและหงายไปมา 2 ครั้ง จะมีค่ามากกว่าการผสมด้วยวิธีเขย่า โดยความแตกต่างของค่าแอบซอร์แบนซ์จะไม่แน่นอน ทั้งนี้เนื่องจากการเขย่าสารละลายทำโดยผู้ทำการทดลองไม่ได้ใช้เครื่องมือเขย่าจึงทำให้การเขย่าแต่ละครั้งอาจไม่เหมือนกัน จากรูปที่ 3.8 ก จะแสดงความแตกต่างของค่าแอบซอร์แบนซ์ที่วัดได้จากทั้ง 2 เทคนิค เมื่อใช้สารละลายพาราควอทมาตรฐาน 0.10 ppm ผสมกับสารละลายโซเดียมไดไธโอไนต์ 0.20% (น.น/ปริมาตร) ในสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ความเข้มข้นต่าง ๆ กัน และรูปที่ 3.8 ข แสดงความแตกต่างของค่าแอบซอร์แบนซ์ที่วัดได้จากทั้ง 2 เทคนิค เมื่อใช้สารละลายพาราควอทมาตรฐาน 1.00 ppm ซึ่งลักษณะของกราฟเป็นไปในทำนองเดียวกัน แสดงให้เห็นว่า การเขย่าสารละลายจะมีผลต่อค่าแอบซอร์แบนซ์ที่วัดได้ ซึ่งจะไปมีผลต่อการทำปริมาณวิเคราะห์โดยสเปกโตรโฟโตเมตรี และจะมีผลมากต่อสารละลายพาราควอทที่เข้มข้นน้อย พบว่าพาราควอทมาตรฐานข้น 0.01 ppm ผสมกับสารละลายโซเดียมไดไธโอไนต์ด้วยวิธีเขย่า ไม่สามารถวัดค่าแอบซอร์แบนซ์ได้ ที่เป็นดังนี้อาจอธิบายได้ว่า การผสมสารละลายด้วยวิธีการเขย่าจะเป็นการทำให้แรดิเคิลแคดไอออนที่เกิดขึ้นถูกออกซิไดซ์ไปเป็นพาราควอทไดแคดไอออนเดิม เนื่องจากออกซิเจนซึ่งมีอยู่ในระบบนั้น ดังปฏิกิริยา (13)

$$PQ^{2+} \underset{O_2}{\overset{e^-}{\rightleftharpoons}} PQ^{+\cdot}$$

เมื่อเป็นเช่นนี้แล้วค่าแอบซอร์แบนซ์ของแรดิเคิลแคดไอออนที่วัดได้ก็จะมีค่าลดลง และถ้าเขย่านานยิ่งขึ้นแรดิเคิลแคดไอออนก็จะถูกออกซิไดซ์ได้เพิ่มขึ้น ค่าแอบซอร์แบนซ์ที่วัดได้

ก็จะลดลงมากขึ้นด้วย แต่ถ้าไม่มีการเขย่าสารละลายปฏิกิริยาออกซิเดชันนี้ก็จะเกิดขึ้นน้อยมาก จนคิดได้ว่าไม่เกิดขึ้นเลย

จากการทดลองในข้อ 3.2.4 และ 3.2.5 แสดงให้เห็นว่าเทคนิคที่เหมาะสมในการทำปฏิกิริยารีดักชันสารละลายพาราควอทมาตรฐานด้วยสารละลายโซเดียมไดไธโอไนต์คือ

1. ใช้สารละลายพาราควอทมาตรฐาน จำนวน 20.00 cm^3 ใส่ในขวดมาตรฐานขนาด 50.00 cm^3

2. เติมสารละลายโซเดียมไดไธโอไนต์เข้มข้น 0.20% (น.น/ปริมาตร) ในสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ 0.50 โมล/ลิตร ลงไป 4.00 cm^3 ปิดจุกให้แน่น

3. ผสมสารละลายให้เข้ากันด้วยวิธีคว่ำและหงายขวดไปมา 2 ครั้ง แล้วตั้งทิ้งไว้ 30 วินาที จึงนำสารละลายที่ได้ไปวัดค่าแอบซอร์แบนซ์ที่ความยาวคลื่น 396.0 nm

ซึ่งวิธีดังกล่าวจะสามารถให้แรดิเคิลแคดไอออนที่เสถียรนานพอที่จะวัดค่าแอบซอร์แบนซ์ได้ถูกต้อง ทำให้การหาปริมาณวิเคราะห์ถูกต้องและมีเซนซิติวิตีดีด้วย

3.3 <u>การศึกษาหาปริมาณของสารละลายโซเดียมไดไธโอไนต์ที่เหมาะสมที่ต้องใช้ในการรีดิวซ์สารละลายพาราควอทมาตรฐานที่มีความเข้มข้นต่าง ๆ กัน</u>

เพื่อต้องการศึกษาถึงผลของการเกิดปฏิกิริยารีดักชันของสารละลายพาราควอทมาตรฐานความเข้มข้นต่าง ๆ กัน เมื่อใช้สารละลายโซเดียมไดไธโอไนต์ปริมาณต่าง ๆ กัน และศึกษาถึงปริมาณของสารละลายโซเดียมไดไธโอไนต์น้อยที่สุดที่จะสามารถทำปฏิกิริยากับสารละลายพาราควอทมาตรฐานความเข้มข้นต่าง ๆ จำนวน 20.00 cm^3 ได้อย่างสมบูรณ์ ดังการทดลองต่อไปนี้

<u>วิธีทำการทดลอง</u>

1. เตรียมสารละลายพาราควอทมาตรฐานเข้มข้น 0.01, 0.05, 0.10, 0.50 และ 1.00 ppm จาก stock solution จำนวนอย่างละ 500.0 cm^3 ตามลำดับ

2. เตรียมสารละลายโซเดียมไดไธโอไนต์เข้มข้น 0.20% (น.น/ปริมาตร) ในสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ 0.50 โมล/ลิตร จำนวน 100.00 cm^3

3. ปิเปตสารละลายพาราควอทที่เตรียมในข้อ 1 ในแต่ละความเข้มข้นมา 20.00 cm^3 ใส่ในขวดมาตรฐานขนาด 50.00 cm^3

4. เติมสารละลายไดไธโอไนต์ที่เตรียมในข้อ 2 ลงไปในแต่ละความเข้มข้นของสารละลายพาราควอทมาตรฐานจำนวน 0.00, 1.00, 2.00, 3.00, 4.00, 5.00 และ 8.00 cm^3 ตามลำดับ แล้วปิดจุกให้แน่น

5. ทำการผสมให้เข้ากันโดยวิธีการคว่ำและหงายขวดไปมา 2 ครั้ง ตั้งทิ้งไว้ 30 วินาที

6. นำสารละลายที่ได้ไปวัดแอบซอร์แบนซ์ที่ความยาวคลื่น 396.0 nm โดยใช้สารละลายอิ่มตัวแอมโมเนียมคลอไรด์ที่มีปริมาณสารละลายโซเดียมไดไธโอไนต์เท่ากันเป็นแบลงค์ ผลการทดลองได้แสดงไว้ในตารางที่ 3.5 และรูปที่ 3.9

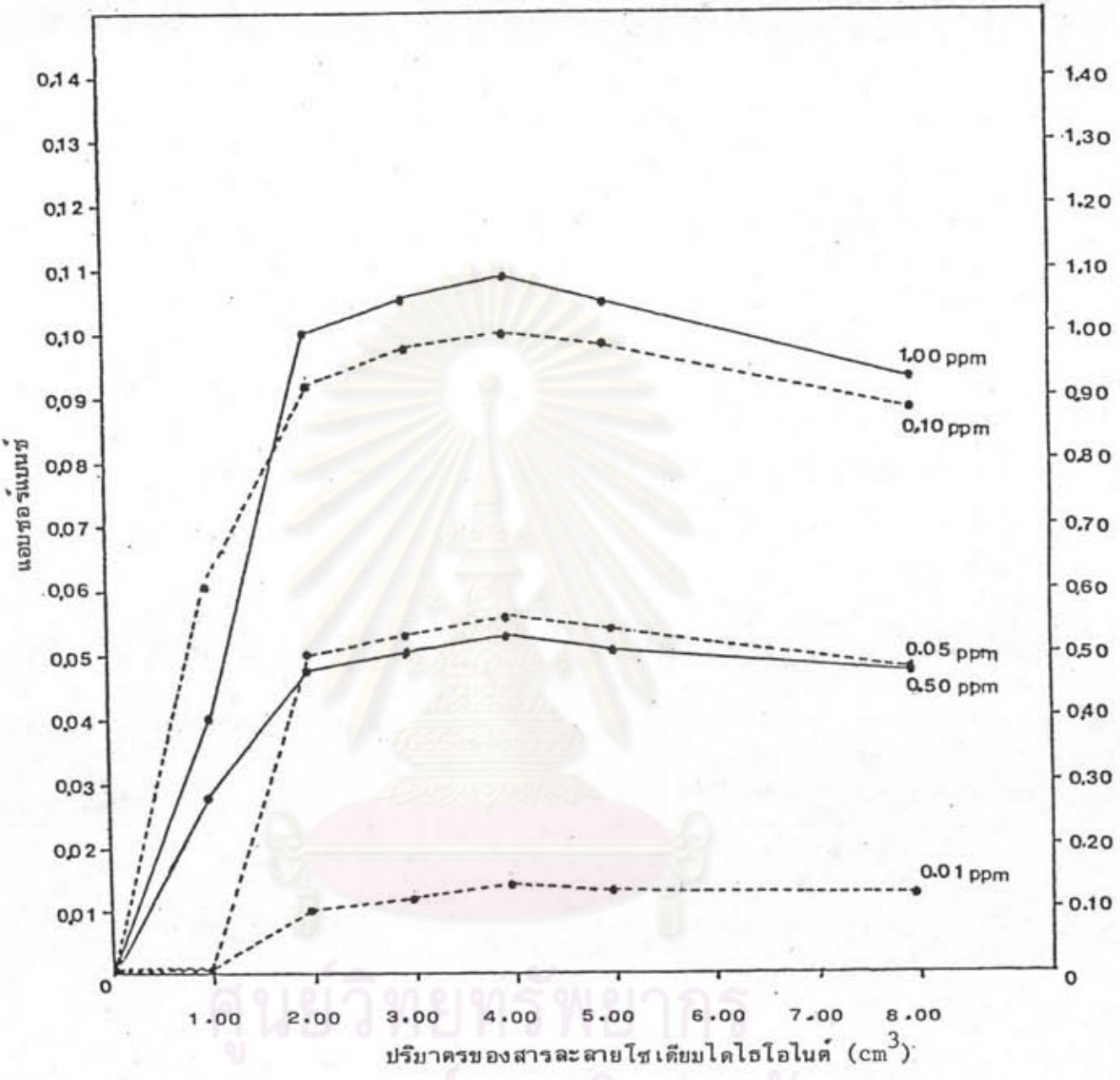
ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

ตารางที่ 3.5 แสดงค่าแอบซอร์แบนซ์ที่ความยาวคลื่น 396.0 nm (A_{396}) ของสารละลายพาราควอทความเข้มข้นต่าง ๆ เมื่อถูกรีดิวซ์ด้วยสารละลาย โซเดียมไดไธโอไนต์ปริมาณต่าง ๆ กัน

ความเข้มข้นของพาราควอท (ppm)	ค่าแอบซอร์แบนซ์เฉลี่ย เมื่อใช้สารละลายโซเดียมไดไธโอไนต์จำนวน (cm^3)						
	0.00	1.00	2.00	3.00	4.00	5.00	8.00
0.01	วัดไม่ได้	วัดไม่ได้	0.010	0.012	0.014	0.013	0.012
0.05	วัดไม่ได้	วัดไม่ได้	0.050	0.053	0.056	0.054	0.048
0.10	วัดไม่ได้	0.039	0.100	0.106	0.109	0.105	0.093
0.50	วัดไม่ได้	0.282	0.477	0.505	0.526	0.505	0.474
1.00	วัดไม่ได้	0.608	0.919	0.982	1.025	0.984	0.879

หมายเหตุ ค่าแอบซอร์แบนซ์เฉลี่ยจากการทดลอง 3 ครั้ง

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย



รูปที่ 3.9 แสดงความสัมพันธ์ระหว่างค่าแอบซอร์แบนซ์กับปริมาตรของสารละลายโซเดียมไดไธโอไนต์

เส้น _____ ใช้สเกลขวามือ

เส้น ---------- ใช้สเกลซ้ายมือ

จากรูปที่ 3.9 แสดงให้เห็นว่า เมื่อใช้สารละลายพาราควอทมาตรฐานในช่วงความเข้มข้นตั้งแต่ 0.01-1.00 ppm จำนวน 20.00 cm^3 ทำปฏิกิริยากับสารละลายโซเดียมไดไธโอไนต์ 0.20% (น.น/ปริมาตร) ในสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ 0.50 โมล/ลิตร ปริมาณต่าง ๆ กัน ตั้งแต่ 0.00-8.00 cm^3 (0.00-16.00 มิลลิกรัม) จะมีการเปลี่ยนแปลงของค่าแอบซอร์แบนซ์ที่วัดได้มีลักษณะเดียวกัน ซึ่งสามารถดูได้จากเส้นกราฟในรูป คือ เมื่อไม่มีการเติมสารละลายโซเดียมไดไธโอไนต์ก็จะไม่สามารถวัดค่าแอบซอร์แบนซ์ได้ และเมื่อเติมปริมาณเพิ่มขึ้นเป็น 1.00, 2.00, 3.00 และ 4.00 cm^3 ค่าแอบซอร์แบนซ์ก็จะเพิ่มขึ้นตามลำดับ จนกระทั่งเมื่อใช้ปริมาณของสารละลายโซเดียมไดไธโอไนต์เป็น 5.00 cm^3 ค่าแอบซอพแบนซ์ก็จะลดลง และเมื่อเพิ่มเป็น 8.00 cm^3 ค่าแอบซอร์แบนซ์ที่วัดได้ยังคงลดลงเช่นเดิม จากกราฟค่าแอบซอร์แบนซ์จะมีค่ามากสุดเมื่อใช้ปริมาณของสารละลายไดไธโอไนต์เท่ากับ 4.00 cm^3 ดังนั้นสภาวะที่เหมาะสมสำหรับรีดิวซ์สารละลายพาราควอทความเข้มข้นตั้งแต่ 0.01-1.00 ppm จำนวน 20.00 cm^3 จะต้องใช้สารละลายไดไธโอไนต์ 0.20% (น.น/ปริมาตร) ในสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ 0.50 โมล/ลิตร ปริมาณ 4.00 cm^3

3.4 <u>การหาประสิทธิภาพของสารละลายโซเดียมไดไธโอไนต์เมื่อเก็บไว้ในที่มีแสงและไม่มีแสงในเวลาต่าง ๆ กัน</u>

เนื่องจากสารละลายโซเดียมไดไธโอไนต์เป็นตัวรีดิวซ์ซึ่งสามารถถูกออกซิไดซ์ได้ด้วยอากาศเมื่อเก็บไว้เป็นเวลานาน ทำให้ความสามารถในการรีดิวซ์สารละลายพาราควอทเปลี่ยนแปลงไป ดังนั้นเพื่อศึกษาถึงผลของการเกิดปฏิกิริยารีดักชันของพาราควอทเมื่อเก็บสารละลายไดไธโอไนต์ในที่มีแสงและไม่มีแสงเป็นเวลาต่าง ๆ กัน จึงได้ทำการศึกษาดังต่อไปนี้

<u>วิธีทำการทดลอง</u>

1. เตรียมสารละลายพาราควอทมาตรฐานเข้มข้น 0.01, 0.10 และ 1.00 ppm จาก stock solution ในข้อ 3.2.1 จำนวนอย่างละ 500.00 cm^3

2. เตรียมสารละลายโซเดียมไดไธโอไนต์เข้มข้น 0.20% (น.น/ปริมาตร) ในสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ข้น 0.50 โมล/ลิตร จำนวน 250.00 cm^3 แล้วแบ่งเป็นสองส่วน ส่วนหนึ่งเก็บไว้ในที่ไม่มีแสง และอีกส่วนหนึ่งตั้งไว้ในที่มีแสง

3. ปิเปตสารละลายพาราควอทมาตรฐานที่เตรียมในข้อ 1 แต่ละความเข้มข้น จำนวน 20.00 cm^3 ใส่ในขวดมาตรฐานขนาด 50.00 cm^3

4. เติมสารละลายไดไธโอไนต์ที่เตรียมในข้อ 2 ทั้ง 2 ส่วน ลงไป 4.00 cm^3 ในแต่ละความเข้มข้นของสารละลายพาราควอท ปิดจุกให้แน่น

5. แล้วผสมให้เข้ากันด้วยวิธีการควว่ำและหงายขวดไปมา 2 ครั้ง ทิ้งไว้ประมาณ 30 วินาที

6. นำสารละลายที่ได้ไปวัดแอบซอร์แบนซ์ที่ความยาวคลื่น 396.0 nm โดยใช้สารละลายอิ่มตัวแอมโมเนียมคลอไรด์เป็นแบลงค์

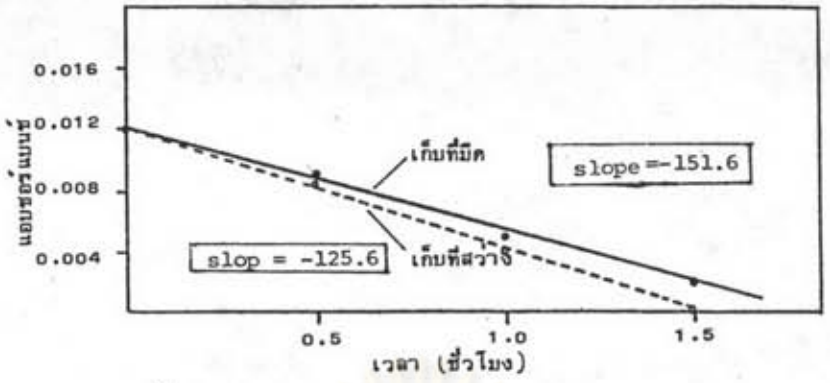
7. ในทำนองเดียวกัน ทำการทดลองเช่นเดียวกับข้อ 3-6 แต่จะใช้สารละลายโซเดียมไดไธโอไนต์ที่เก็บไว้เป็นเวลาต่าง ๆ กัน คือ 0.5, 1.0 และ 1.5 ชั่วโมง ตามลำดับ ผลการทดลองดังแสดงในตารางที่ 3.6 และรูปที่ 3.10

ตารางที่ 3.6 แสดงการเปลี่ยนแปลงของค่าแอบซอร์แบนซ์ (A_{396}) เมื่อใช้สารละลายโซเดียมไดไธโอไนที่เก็บไว้ในที่มีแสงและไม่มีแสงที่เวลาต่าง ๆ กัน

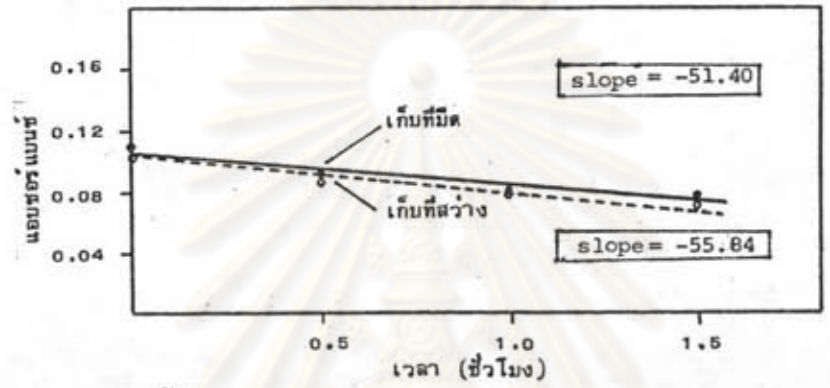
ความเข้มข้นของพาราควอท (ppm)	A_{396} ที่เวลา 0 ชั่วโมง		A_{396} ที่เวลา 0.5 ชั่วโมง		A_{396} ที่เวลา 1 ชั่วโมง		A_{396} ที่เวลา 1.5 ชั่วโมง	
	เก็บในที่ไม่มีแสง	เก็บในที่มีแสง	เก็บในที่ไม่มีแสง	เก็บในที่มีแสง	เก็บในที่ไม่มีแสง	เก็บในที่มีแสง	เก็บในที่ไม่มีแสง	เก็บในที่มีแสง
0.01	0.012	0.012	0.009	0.009	0.005	0.004	0.002	วัดไม่ได้
0.10	0.109	0.105	0.089	0.088	0.081	0.079	0.078	0.077
1.00	1.033	1.032	1.033	1.032	1.032	1.026	1.024	1.021

หมายเหตุ ค่าแอบซอร์แบนซ์เฉลี่ยจากการทดลอง 3 ครั้ง

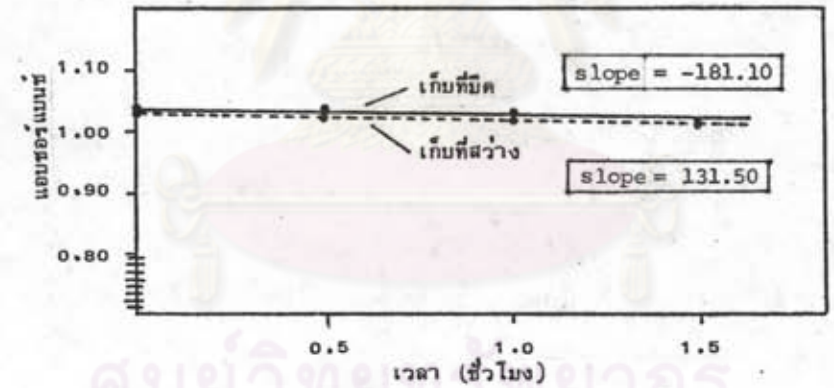
ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย



ก.



ข.



ค.

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

รูปที่ 3.10 ก-ค แสดงความเปลี่ยนแปลงของค่าแอบซอรแบนซ์ที่ความยาวคลื่น 396 nm เมื่อใช้สารละลายไดไธโอไนต์ที่เก็บไว้ในที่มีแสงและไม่มีแสงที่เวลาต่าง ๆ กัน

ก. เมื่อใช้สารละลายพาราควอทเข้มข้น 0.01 ppm

ข. เมื่อใช้สารละลายพาราควอทเข้มข้น 0.10 ppm

ค. เมื่อใช้สารละลายพาราควอทเข้มข้น 1.00 ppm

จากข้อมูลในตารางที่ 3.6 และรูปที่ 3.10 จะเห็นได้ว่า เมื่อเวลาผ่านไปค่าแอบซอร์ - แบนซ์ที่วัดได้มีอัตราการลดลงทั้งในที่ไม่มีแสงและในที่มีแสง สามารถสรุปได้ดังตารางที่ 3.7

ตารางที่ 3.7 แสดงอัตราการลดลงของความเข้มข้นของพาราควอท (ppm) ในเวลาต่าง ๆ กัน

ความเข้มข้นของพาราควอท (ppm)	อัตราการลดลงของความเข้มข้นของพาราควอท(ppm)ในเวลาต่าง ๆ กัน					
	ในเวลา 0.5 ชม.		ในเวลา 1.0 ชม.		ในเวลา 1.5 ชม.	
	มืด	สว่าง	มืด	สว่าง	มืด	สว่าง
0.01	0.0008	0.0008	0.004	0.005	0.007	0.009
0.10	0.016	0.014	0.024	0.022	0.027	0.024
1.00	0.000	0.000	0.000	0.000	0.006	0.008

จากตารางที่ 3.7 แสดงได้ว่าอัตราการลดลงของพาราควอทที่วิเคราะห์ได้เมื่อใช้สารละลายโซเดียมไดไธโอไนต์ที่เก็บไว้ในที่มีแสงและไม่มีแสงจะใกล้เคียงกัน ดังนั้นจึงกล่าวได้ว่าแสงไม่มีอิทธิพลต่อการเปลี่ยนแปลงของประสิทธิภาพของสารละลายโซเดียมไดไธโอไนต์ แต่เวลาจะมีอิทธิพลต่อประสิทธิภาพของสารละลายโซเดียมไดไธโอไนต์ทำให้ความเข้มข้นของพาราควอทน้อยลงจากค่าที่แท้จริง ดังนั้นสารละลายโซเดียมไดไธโอไนต์ที่จะใช้เป็นตัวรีดิวซ์นั้นควรจะมีอายุการใช้งานนานไม่เกิน 1.0 ชั่วโมง และควรเตรียมใหม่ทันทีก่อนทำการทดลอง และสารละลายพาราควอทความเข้มข้นน้อยควรจะต้องทำปฏิกิริยาก่อนสารละลายพาราควอทความเข้มข้นมาก เพื่อที่จะได้ค่าแอบซอร์แบนซ์มากสุด และทำให้การหาปริมาณวิเคราะห์ได้ผลใกล้เคียงค่าจริงมากที่สุดด้วย

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

3.5 การทดสอบหา precision ของการทำปริมาณวิเคราะห์พาราควอทโดยสเปกโตรโฟโตเมตรีที่ปรับปรุงแล้ว

วิธีการทดลอง

1. เตรียมสารละลายพาราควอทมาตรฐานเข้มข้น 0.50 ppm จาก stock solution ในข้อ 3.2.1 จำนวน 500.00 cm^3

2. เตรียมสารละลายโซเดียมไดไธโอไนต์เข้มข้น 0.20% (น.น/ปริมาตร) ในสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ข้น 0.50 โมล/ลิตร จำนวน 100.00 cm^3

3. ปิเปตสารละลายพาราควอทมาตรฐานที่เตรียมในข้อ 1 มา 20.00cm^3 ใส่ในขวดมาตรฐานขนาด 50.00 cm^3

4. เติมสารละลายโซเดียมไดไธโอไนต์ที่เตรียมใหม่ ๆ ในข้อ 2 ลงไป 4.00 cm^3 ปิดจุกให้แน่น

5. ทำให้ผสมกันด้วยวิธีการควำและหงายขวดไปมา 2 ครั้ง ตั้งทิ้งไว้ 30 วินาที

6. นำสารละลายที่ได้ไปวัดแอบซอร์แบนซ์ที่ความยาวคลื่น 396.0 nm โดยใช้สารละลายอิ่มตัวแอมโมเนียมคลอไรด์เป็นแบลงค์

ทำการทดลองเช่นเดียวกับข้อ 3-6 จำนวน 11 ครั้ง ผลการทดลองดังแสดงในตารางที่ 3.8

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

ตารางที่ 3.8 แสดงค่าความเข้มข้น ของสารละลายพาราควอทมาตรฐานเข้มข้น 0.50 ppm ที่วิเคราะห์ได้

จำนวนครั้งของการวัด (n)	ความเข้มข้นของพาราควอทที่วัดได้ (ppm) (X)	$(X-\bar{X})$	$(X-\bar{X})^2$
1	0.518	0.003	0.000009
2	0.517	0.002	0.000004
3	0.521	0.006	0.000036
4	0.521	-0.003	0.000009
5	0.514	-0.001	0.000001
6	0.515	0.000	0.000000
7	0.516	0.001	0.000001
8	0.515	0.000	0.000000
9	0.515	0.000	0.000000
10	0.512	-0.003	0.000009
11	0.514	-0.001	0.000001
	ค่าเฉลี่ย, $\bar{X}$ = 0.515		$\Sigma(X-\bar{X})^2 = 0.000070$

$$\sigma_{n-1} = \pm\sqrt{\frac{\Sigma(X-\bar{X})^2}{n-1}}$$

$$= \pm\frac{0.000070}{10}$$

ค่าเบี่ยงเบนมาตรฐาน, $\sigma_{n-1} = 0.0026$

หรือมีค่า relative standard deviation $= \frac{\sigma_{n-1}}{\bar{X}} \times 100\ \%$

$$= \frac{0.0026}{0.515} \times 100$$

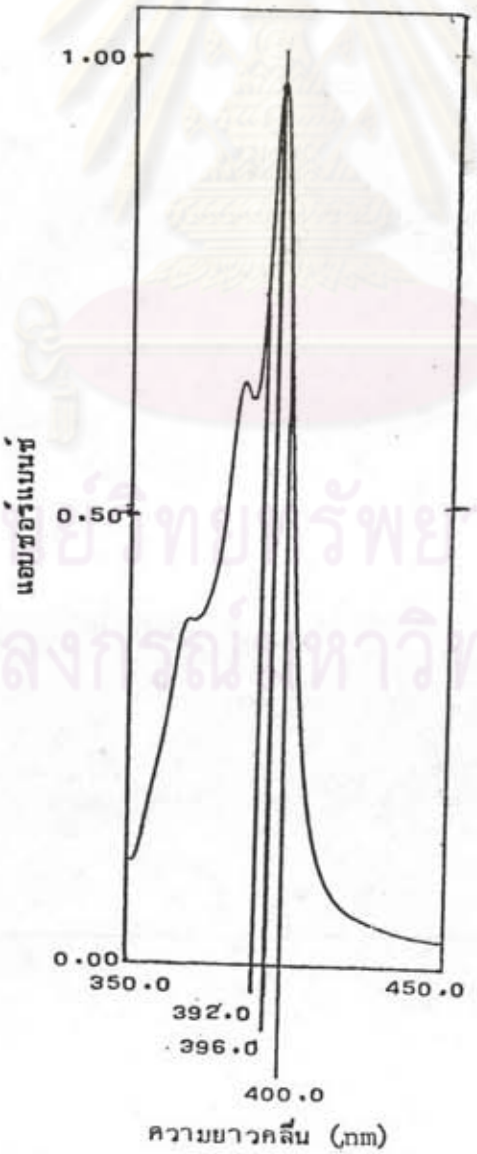
$$= 0.50\ \%$$

จากผลการทดลองในตารางที่ 3.8 จะเห็นได้ว่าค่าแอบซอร์แบนซ์ที่ความยาวคลื่น 396.0 nm พาราควอทเข้มข้น 0.50 ppm จากการวัด 11 ครั้ง จะมีค่าแอบซอร์แบนซ์เฉลี่ยเท่ากับ $0.5150_{\sigma_{n-1}}$ เท่ากับ 0.0026 และมีค่า R.S.D เท่ากับ 0.50% ซึ่งแสดงให้เห็นว่าวิธีการวิเคราะห์ด้วยวิธีนี้มีความแม่นยำอยู่ในเกณฑ์ดี

3.6 การศึกษาความแตกต่างของเทคนิคที่ใช้วัดค่าแอบซอร์แบนซ์เพื่อใช้วิเคราะห์ปริมาณพาราควอท

เนื่องจากลักษณะของ absorption spectra ของพาราควอทเป็นพีคที่มีช่วงการดูดกลืนแสงที่ความยาวคลื่น 392-401 nm โดยจะมีไหล่พีค (shoulder) และยอดพีคอยู่ที่ความยาวคลื่น 396.0 nm ดังนั้นในการวิเคราะห์หาปริมาณพาราควอทด้วยเทคนิคทางสเปกโตรโฟโตเมตรี ถ้าลักษณะของพีคเช่นนี้ โดยทั่วไปจะต้องมีการทำ background correction เพราะโอกาสที่สารอื่นเข้ารบกวนมีได้มาก จากการคำนวณที่ใช้กันอยู่มีหลายลักษณะด้วยกันคือ

3.6.1 การคำนวณค่าแอบซอร์แบนซ์ที่แท้จริง (A_{corr}) จาก ASTM (48)



โดยคำนวณจากสูตร $A_{corr} = A_m - \frac{(A_l + A_h)}{2}$ (1)

A_l = ค่าแอบซอร์แบนซ์ของสารละลายที่ความยาวคลื่น 392.0 nm

A_m = ค่าแอบซอร์แบนซ์ของสารละลายที่ความยาวคลื่น 396.0 nm

A_h = ค่าแอบซอร์แบนซ์ของสารละลายที่ความยาวคลื่น 400.0 nm

และจาก A_{corr} ที่คำนวณได้จะนำไปหาความเข้มข้นของพาราควอทจากกราฟมาตรฐานที่แสดงความสัมพันธ์ระหว่างความเข้มข้นของสารละลายพาราควอทมาตรฐานกับค่าแอบซอร์แบนซ์ที่แท้จริง (A_{corr}) ที่ได้จากการคำนวณ

3.6.2 <u>การคำนวณค่าแอบซอร์แบนซ์ที่แท้จริง (A_{corr}) จาก Chevron Chemical Co.</u> ซึ่งได้มาจาก R.A Morton and A.L Stubbs (49)

โดยต้องมีการคำนวณหา correction factor, K จากสารละลายพาราควอทมาตรฐานก่อนที่จะนำค่า K ไปคำนวณหา A_{corr} จากสูตรต่อไปนี้

$$\text{correction factor, } K = \frac{A_m^P}{2A_m^P - (A_h^P + A_l^P)} \quad (2)$$

A_m^P = ค่าแอบซอร์แบนซ์ที่ความยาวคลื่น 396.0 nm ของสารละลายพาราควอทมาตรฐานเข้มข้นค่าหนึ่ง

A_h^P = ค่าแอบซอร์แบนซ์ที่ความยาวคลื่น 400.0 nm ของสารละลายพาราควอทมาตรฐานเข้มข้นค่าหนึ่ง

A_l^P = ค่าแอบซอร์แบนซ์ที่ความยาวคลื่น 392.0 nm ของสารละลายพาราควอทมาตรฐานเข้มข้นค่าหนึ่ง

ใช้สารละลายพาราควอทมาตรฐานเข้มข้น 0.40 ppm ไปวัดค่าแอบซอร์แบนซ์ที่ความยาวคลื่นในทั้ง 3 ค่า เพื่อนำไปหา correction factor จากสูตร (2) ข้างต้น แล้วหาค่า K_{ave}

จากนั้นนำค่า K_{ave} ไปคำนวณหาค่า A_{corr} ของสารละลายตัวอย่างอื่น ๆ ได้จากสูตร

$$A_{corr} = K_{ave} \times 2A_m - (A_h + A_l) \quad (3)$$

A_m, A_h, และ A_l เป็นค่าแอบซอร์แบนซ์ที่ความยาวคลื่น 396.0, 400.0 และ 392.0 nm

ตามลำดับของสารละลายพาราควอท

K_{ave} เป็นค่าเฉลี่ยที่ได้จากการคำนวณค่า K 2 ครั้ง

ความเข้มข้นของพาราควอทในสารละลายตัวอย่างสามารถคำนวณได้จากสมการสำเร็จรูปคือ

$$\text{ความเข้มข้นของสารละลายพาราควอท (ppm)} = \frac{A_{corr} \times 0.40 \text{ ppm (std)} \times \text{ปริมาตรของ eluate } (cm^3)}{A_m^P \text{ (std)} \times \text{ปริมาตรของสารละลายตัวอย่าง } (cm^3)} \quad (4)$$

3.6.3 วิธีวิเคราะห์โดยทำกราฟมาตรฐานจากการวัดค่าแอบซอร์แบนซ์เพียงค่าเดียว

การวัดค่าแอบซอร์แบนซ์ของสารละลายพาราควอทโดยใช้วัดค่าแอบซอร์แบนซ์ที่ความยาวคลื่นที่ให้ค่าแอบซอร์แบนซ์สูงสุด (λ_{max}) เพียงค่าเดียว ทั้งนี้เนื่องจากสารละลายที่จะนำไปวัดค่าแอบซอร์แบนซ์นั้นเป็นสารละลายที่ได้แยกออกมาจนบริสุทธิ์ด้วยการผ่าน ion exchange resin โดยเปรียบเทียบลักษณะของ absorption spectra กับสารละลายพาราควอทมาตรฐาน ดังนั้นการวัดค่าแอบซอร์แบนซ์ที่ความยาวคลื่นที่ให้ค่าแอบซอร์แบนซ์สูงสุดเพียงค่าเดียว ก็เพื่อความสะดวกรวดเร็ว และยังให้ความถูกต้องแม่นยำด้วย

วิธีทำการทดลอง

1. เตรียมสารละลายพาราควอทเข้มข้น 0.10-1.00 ppm ความเข้มข้นละ 100.0 cm^3

2. ปิเปตสารละลายในข้อ 1 มาความเข้มข้นละ 20.00 cm^3 ใส่ในขวดมาตรฐานขนาด 50.00 cm^3

3. เติมสารละลายโซเดียมไดไธโอไนต์เข้มข้น 0.20% (น.น/ปริมาตร) ใส่ในโซเดียมไฮดรอกไซด์ 0.50 โมล/ลิตร ลงไป 4.00 cm^3 ปิดจุกให้แน่น

4. ผสมสารละลายเข้าด้วยกันโดยการพลิกขวดคว่ำและหงายไปมา 2 ครั้ง ตั้งทิ้งไว้ 30 วินาที นำไปวัดค่าแอบซอร์แบนซ์ที่ความยาวคลื่น 392.0, 396.0 และ 400.0 nm ตามลำดับ

5. คำนวณค่า A_{corr} จากวิธีในข้อ 3.6.1 และ 3.6.2 แล้วคำนวณหาความเข้มข้นของสารละลายพาราควอท เปรียบเทียบกับความเข้มข้นของพาราควอทที่หาได้จากกราฟมาตรฐานที่ได้จากการวัดค่าแอบซอร์แบนซ์ที่ความยาวคลื่น 396.0 nm เพียงค่าเดียว ผลการทดลองแสดงในตารางที่ 3.9

ตารางที่ 3.9 แสดงการเปรียบเทียบความเข้มข้นของพาราควอทที่คำนวณได้จากวิธีการคำนวณต่าง ๆ กัน 3 วิธี คือ

ความเข้มข้นของพาราควอทมาตรฐานที่ใช้ทำการวิเคราะห์ (ppm)	ความเข้มข้นของพาราควอทที่ได้วิเคราะห์จากวิธี		
	วิธีของ ASTM (ppm)	วิธีของ Chevron Co. (ppm)	กราฟมาตรฐาน (ppm)
0.10	0.074	0.102	0.097
0.20	0.176	0.208	0.203
0.40	0.361	0.397	0.398
0.60	0.550	0.587	0.590
0.80	0.735	0.776	0.782
1.00	0.924	0.969	0.980

จากข้อมูลในตารางที่ 3.9 จะเห็นได้ว่าความเข้มข้นของพาราควอทที่หาได้จากวิธีของ ASTM นั้น มีค่าน้อยกว่าค่าความเข้มข้นจริงที่ใช้ทำการวิเคราะห์ สำหรับวิธีของ Chevron Co. และวิธีคำนวณจากกราฟมาตรฐานที่ความยาวคลื่น 396.0 nm จะมีค่าใกล้เคียงกันมาก และยังใกล้เคียงกับค่าความเข้มข้นที่ทำการวิเคราะห์อีกด้วย ดังนั้นการหาปริมาณของพาราควอทโดยใช้เทคนิคทางสเปกโตรโฟโตเมตรีนั้น จึงเลือกใช้การหาปริมาณจากกราฟมาตรฐานเพียงอย่างเดียว ทั้งนี้เพื่อลดปัญหาความยุ่งยากในการคำนวณและเพื่อความสะดวกรวดเร็วในการวิเคราะห์

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

3.7 การทดสอบความเสถียรของพาราควอทมาตรฐานที่ใช้ทำ stock solution

วิธีทำการทดลอง

1. เตรียม stock solution ของพาราควอทให้มีความเข้มข้น 250.00 ppm เช่นเดียวกับข้อ 3.2.1 แล้วแบ่งออกเป็น 2 ส่วน ส่วนหนึ่งจะเก็บไว้ในขวดแก้วสีชาปิดฝาและไว้ในที่ไม่มีแสง อีกส่วนหนึ่งจะเก็บในขวดพลาสติกปิดฝาและเก็บไว้ที่อุณหภูมิห้อง

2. เตรียมสารละลายพาราควอทจาก stock solution ทั้ง 2 ส่วน จากข้อ 1 ให้มีความเข้มข้น 0.01, 0.06, 0.10, 0.60 และ 1.00 ppm ความเข้มข้นละ 100.00 cm^3

3. เตรียมสารละลายโซเดียมไดไธโอไนต์ขัน 0.20% (น.น/ปริมาตร) ในสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ขัน 0.50 โมล/ลิตร จำนวน 100.00 cm^3

4. ปิเปตสารละลายพาราควอทที่เตรียมได้ในข้อ 2 มาแต่ละความเข้มข้น จำนวน 20.00 cm^3 ใส่ในขวดมาตรฐานขนาด 50.00 cm^3

5. เติมสารละลายไดไธโอไนต์ที่เตรียมได้ในข้อ 3 ลงไป 4.00 cm^3 ในแต่ละขวด ปิดฝาจุกให้แน่น

6. ผสมสารละลายเข้าด้วยกันโดยวิธีคว่ำและหงายขวดไปมา 2 ครั้ง ตั้งทิ้งไว้ประมาณ 30 วินาที

7. นำสารละลายที่ได้ไปวัดค่าแอบซอร์แบนซ์ที่ความยาวคลื่น 396.0 nm ด้วยเซลล์ควอทซ์ขนาด 5.00 ซม. โดยใช้สารละลายอื่นตัวแอบโมเนียมคลอไรด์ที่มีปริมาณไซเดียมไดไธโอไนต์เท่ากันเป็นแบลงค์

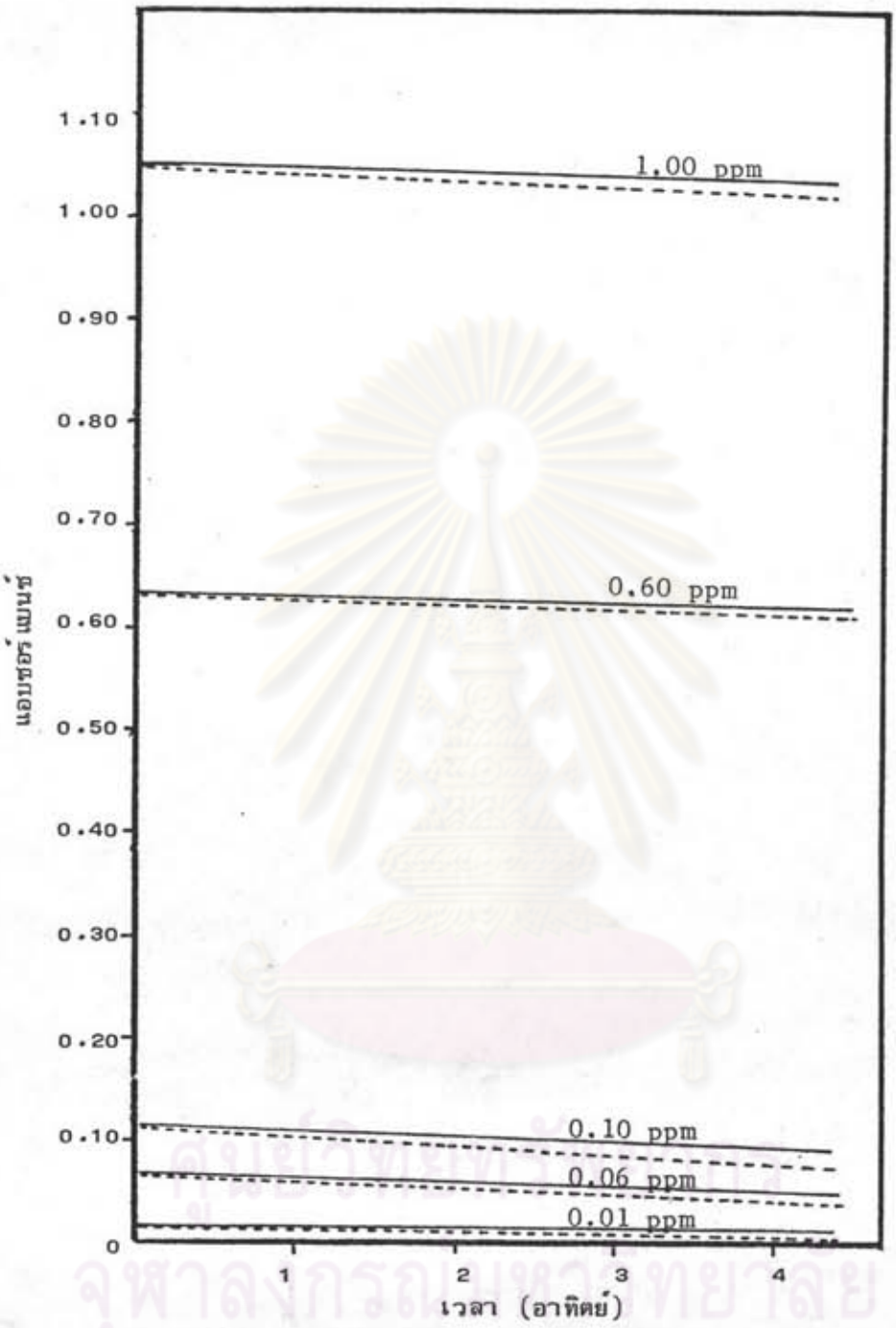
8. ในทำนองเดียวกันทำการทดลองตั้งแต่ข้อ 2-7 ทุก ๆ อาทิตย์ เป็นเวลา 4 อาทิตย์ ผลการทดลองดังแสดงในตารางที่ 3.10 และรูปที่ 3.11

ตารางที่ 3.10 แสดงการเปลี่ยนแปลงของค่าแอบซอร์แบนซ์ของสารละลายพาราควอทที่เตรียมจาก stock solution ซึ่งเก็บไว้ในที่มีแสงและไม่มีแสง ที่เวลาต่าง ๆ กัน

ความเข้มข้นของพาราควอท (ppm)	ค่าแอบซอร์แบนซ์ที่ความยาวคลื่น 396.0 nm หลังจาก									
	เตรียมทันที		1 อาทิตย์		2 อาทิตย์		3 อาทิตย์		4 อาทิตย์	
	เก็บในที่ไม่มีแสง	เก็บในที่มีแสง	เก็บในที่ไม่มีแสง	เก็บในที่มีแสง	เก็บในที่ไม่มีแสง	เก็บในที่มีแสง	เก็บในที่ไม่มีแสง	เก็บในที่มีแสง	เก็บในที่ไม่มีแสง	เก็บในที่มีแสง
0.01	0.014	0.014	0.014	0.010	0.012	0.007	0.010	0.006	0.009	0.003
0.06	0.067	0.067	0.064	0.055	0.054	0.047	0.052	0.049	0.049	0.040
0.10	0.112	0.112	0.110	0.092	0.099	0.089	0.099	0.082	0.096	0.080
0.60	0.630	0.630	0.628	0.619	0.629	0.619	0.623	0.616	0.620	0.615
1.00	1.046	1.046	1.046	1.035	1.046	1.032	1.035	1.032	1.032	1.025

หมายเหตุ ค่าแอบซอร์แบนซ์ที่ได้เป็นค่าเฉลี่ยจากการทดลอง 3 ครั้ง

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย



รูปที่ 3.11 แสดงการเปลี่ยนแปลงของค่าแอบซอร์แบนซ์ของสารละลายพาราควอทความเข้มข้นต่าง ๆ ที่เตรียมจาก stock solution ซึ่งเก็บไว้ในที่มีแสงและไม่มีแสงที่เวลาต่าง ๆ กัน

———— เก็บในที่ไม่มีแสง

---------- เก็บในที่มีแสง

จากข้อมูลในตารางที่ 3.10 และรูปที่ 3.11 ปรากฏว่า stock solution ที่เก็บในขวดพลาสติกและตั้งไว้อย่างธรรมดาในที่มีแสงให้ค่าแอบซอร์แบนซ์ต่ำกว่า stock solution ที่เก็บในขวดสีชาและเก็บในที่ไม่มีแสงในช่วง เวลา เดียวกัน การทดลองนี้แสดงให้ เห็นว่าสารละลายพาราควอท เมื่อ เก็บไว้ เป็น เวลานาน พาราควอทสามารถสลายตัวได้บ้าง เล็กน้อยและปริมาณพาราควอทที่ลดลงก็ เป็นปฏิภาคโดยตรงกับ เวลาที่ทิ้งไว้ โดย เฉลี่ยปริมาณของพาราควอทจะสลายตัว 0.003 ppm/อาทิตย์ ซึ่งน้อยมาก เมื่อ เก็บไว้ในที่ไม่มีแสงแต่ถ้า เก็บไว้ในขวดแบบธรรมดาในที่มีแสง ปริมาณของพาราควอทจะสลายตัวมากขึ้น เป็น 0.005 ppm/อาทิตย์ ดังนั้นจึงควรเก็บ stock solution ของพาราควอทในขวดแก้วสีชาและในที่ไม่มีแสง เพื่อป้องกันการสลายตัวของพาราควอทที่ เกิดขึ้น เนื่องจากแสง ซึ่งจะไปมีผลต่อการทำปริมาณวิเคราะห์ของพาราควอท ทำให้ค่าที่ได้น้อยลงกว่าค่าที่ เป็นจริง

3.8 การพัฒนา เทคนิค เพื่อแยกพาราควอทออกจากสิ่งปลอมปนในดินและน้ำตัวอย่างที่ เตรียมขึ้น

เทคนิคที่นำมาใช้ในการแยกพาราควอทคือใช้ Ion Exchange Chromatography ซึ่งได้ทดลองใช้ เรซินประจุบวก 3 ชนิด ด้วยกัน เพื่อศึกษาความสามารถและความ เหมาะสมที่จะนำไปใช้แยกพาราควอทต่อไป เรซินประจุบวก (Cation resin) ทั้ง 3 ชนิด นั้นมีสมบัติดังนี้

คุณภาพ	เรซิน Amberlite IR-120 (Na)	เรซิน Duolite c-225 SRC 14	เรซิน Dowex 50 w-x8
เกรด	สแตนดาร์ด	โครมาโตกราฟิก	โครมาโตกราฟิก
ขนาดของ เมช	14-52	52-100	100-200
% cross linking	8	8	8
ช่วง pH	1-14	1-14	0-14
อุณหภูมิสูงสุดของการใช้	120° c	120° c	150° c
หมู่ฟังก์ชันนัล	$-Na^+$	$-SO_3H^+$	$-SO_3H^+$
บริษัทผู้ผลิต	BDH	BDH	FLUKA

ในการศึกษานี้ได้ทำการศึกษาหา elution pattern ของเรซินทั้ง ๓ ชนิดนี้โดยใช้ปริมาณต่าง ๆ กัน และใช้อัตราเร็วของการชะล้างต่างกันด้วย โดยใช้สารละลายมาตรฐานพาราควอททำการศึกษา

elution pattern หมายถึงกราฟที่แสดงลักษณะของความสัมพันธ์ระหว่างปริมาณของสารที่ถูกชะล้างออกมาในแต่ละส่วน (eluant) จาก elution pattern ทำให้สามารถทราบได้ว่าจะต้องใช้ปริมาณของสารชะล้างน้อยที่สุดเท่าไรจึงจะแยกสารออกมาได้หมดหรือเกือบหมด

ในการทดลองนี้ได้ทำการทดลองโดยใช้ปริมาณเรซินและอัตราเร็วของการชะล้างดังในตารางข้างล่างนี้

น้ำหนักของเรซิน (กรัม)	อัตราเร็วของการชะล้าง cm^3/นาที		
2.00	0.50	1.00	5.00
3.00	0.50	1.00	5.00
5.00	0.50	1.00	5.00
6.00	0.50	1.00	5.00

3.8.1 การเตรียมคอลัมน์สำหรับทำ cation exchange chromatography

1. ใช้คอลัมน์แก้วขนาด 25.00 cm^3 และมีเส้นผ่าศูนย์กลาง 1.00 ซม. ใส่ใยแก้วสูงประมาณ 1.00-2.00ซม. ทางด้านปลาย stopcock เพื่อรองรับเรซินแล้วใส่น้ำในคอลัมน์ประมาณ 15.00-20.00 cm^3

2. ชั่งเรซินแต่ละชนิดคือ เรซิน Amberlite IR-120 (Na), เรซิน Duolite c-225 SRE 14 และเรซิน Dowex 50 w-x8 ปริมาณตามต้องการคือ 2.00, 3.00, 5.00 และ 6.00 กรัม ใส่ในปีกเกอร์ แล้วล้างด้วยน้ำกลั่น 2 ครั้ง ก่อนนำไปใส่คอลัมน์

3. เทเรซินเปียกใส่ในกรวยแก้วโดยใช้น้ำกลั่นช่วย เตรียมคอลัมน์โดยปล่อยให้เรซินในกรวยไหลลงในคอลัมน์อย่างช้า ๆ ในขณะเดียวกันก็ปล่อยให้น้ำในคอลัมน์ไหลออกอย่างช้า ๆ เพื่อให้เรซินนอนก้นและมีการเรียงตัวอย่างสม่ำเสมอและแน่นพอควรปล่อยให้น้ำในคอลัมน์ที่เหลือไหลออกจนมีน้ำอยู่เหนือเรซินประมาณ 0.50-1.00 ซม. แล้วปิดผิวหน้าของเรซินด้วยใยแก้วให้สูงประมาณ 1.00-2.00 ซม. ทั้งนี้เพื่อไม่ให้ผิวหน้าของเรซินถูกรบกวน ขณะเติมสารละลายจากข้างบน

4. การเตรียมคอลัมน์ก่อนใช้โดยการใช้สารละลายอิ่มตัวโซเดียมคลอไรด์จำนวน 25.00 cm^3 ผ่านคอลัมน์ด้วยอัตราเร็ว 5.00 cm^3/นาที แล้วตามด้วยน้ำกลั่นจำนวน 50.00 cm^3 ด้วยอัตราเร็วเดียวกัน

5. เตรียมสารละลายพาราควอทเข้มข้น 1.00 ppm จำนวน 500.00 cm^3 จากสารละลายมาตรฐาน (stock solution) ในข้อ 3.2.1

3.8.2 <u>การแยกพาราควอทและการเตรียมคอลัมน์ให้สะอาด</u>

<u>วิธีทำการทดลอง</u>

1. นำสารละลายพาราควอทข้น 1.00 ppm จากข้อ 5 จำนวน 500.00 cm^3 ใส่ในกรวยแยก (separatory funnel) ซึ่งตั้งอยู่เหนือคอลัมน์ที่เตรียมไว้แล้วในข้อ 4 ผ่านสารละลายนี้ลงในคอลัมน์ด้วยอัตราเร็ว 5.00 cm^3/นาที จนหมด

2. ใช้น้ำกลั่นจำนวน 25.00 cm^3 ผ่านคอลัมน์ด้วยอัตราเร็ว 5.00 cm^3/นาที

3. ใช้กรดไฮโดรคลอริกเข้มข้น 2.00 โมล/ลิตร จำนวน 100.00 cm^3 ผ่านคอลัมน์ด้วยอัตราเร็ว 5.00 cm^3/นาที

4. ใช้น้ำกลั่นจำนวน 25.00 cm^3 ผ่านคอลัมน์ด้วยอัตราเร็ว 5.00 cm^3/นาที

5. ใช้สารละลายแอมโมเนียมคลอไรด์ข้น 2.50 % (น.น/ปริมาตร) จำนวน 50.00 cm^3 ผ่านคอลัมน์ด้วยอัตราเร็ว 5.00 cm^3/นาที

6. ใช้น้ำกลั่นจำนวน 100.00 cm^3 ผ่านคอลัมน์ด้วยอัตราเร็ว 5.00 cm^3/นาที สารละลายที่ผ่านคอลัมน์จากข้อ 1-6 นี้ จะทิ้งไปโดยได้ศึกษาแล้วพบว่า สารละลายที่ผ่านคอลัมน์จากข้อ 1-6 ไม่มีพาราควอทถูกชะล้างออกมาเลย

7. สุดท้ายใช้สารละลายอิ่มตัวแอมโมเนียมคลอไรด์ชะล้างพาราควอทออกจากคอลัมน์โดยให้อัตราเร็วของการไหลผ่านคอลัมน์ตามต้องการ (0.50, 1.00 และ 5.00 cm^3/นาที) และจะเก็บสารละลายแอมโมเนียมคลอไรด์ที่ผ่านคอลัมน์ทุก ๆ 5.00 cm^3 เพื่อนำไปวิเคราะห์ทางสเปกโตรโฟโตเมตรี

8. นำสารละลายที่เก็บจากคอลัมน์ในข้อ 7 ในแต่ละส่วน (5.00 cm^3) นั้นมาทำให้เจือจางด้วยสารละลายอิ่มตัวแอมโมเนียมคลอไรด์จนมีปริมาตรเท่ากับ 25.00 cm^3 ในขวดมาตรฐานขนาด 25.00 cm^3

9. เตรียมสารละลายโซเดียมไดไธโอไนต์เข้มข้น 0.20% (น.น/ปริมาตร) ใน สารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ข้น 0.50 โมล/ลิตร จำนวน 100.00 cm^3

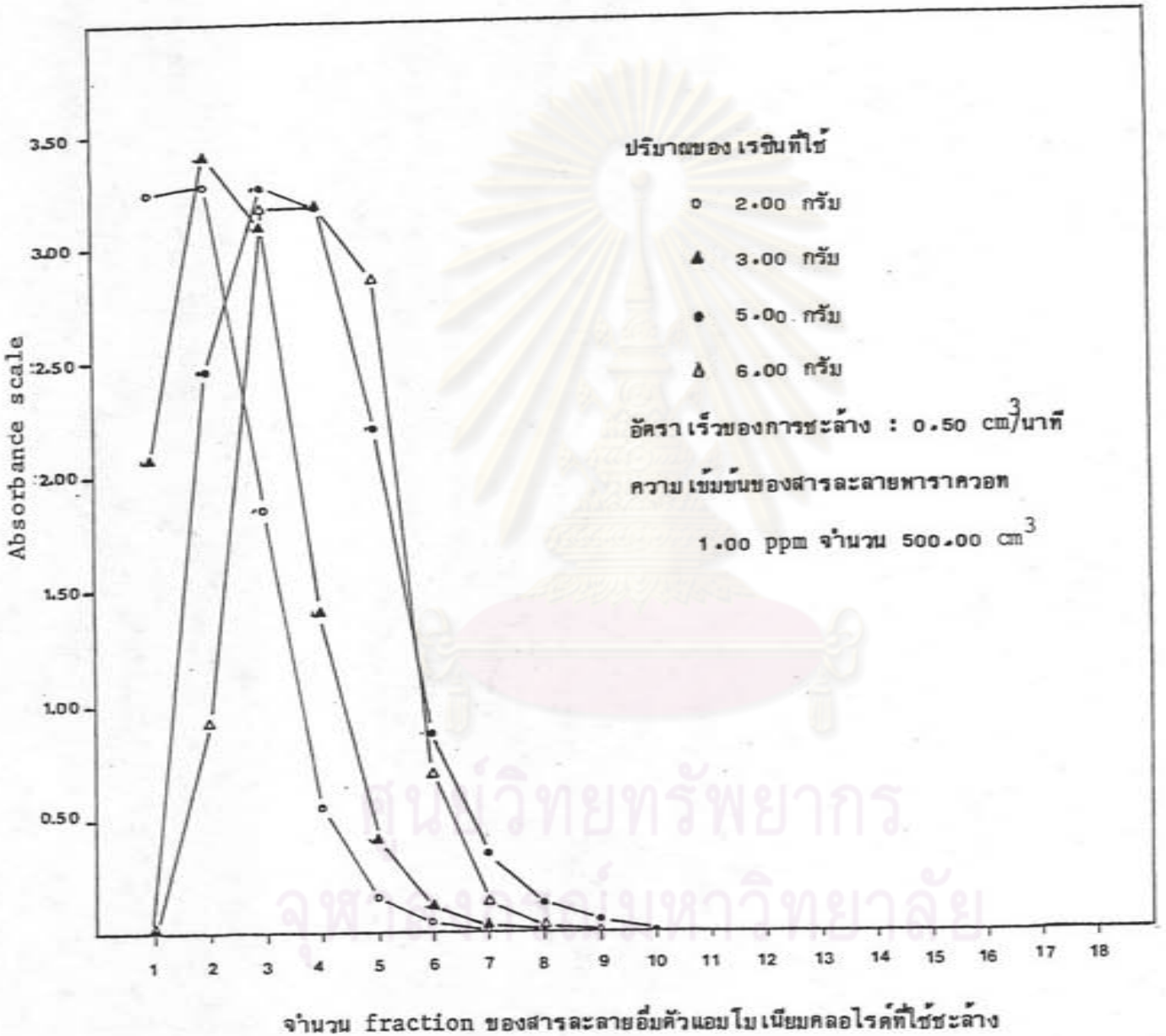
10. ปิเปตสารละลายที่ได้จากข้อ 8 มาจำนวน 20.00 cm^3 ใส่ในขวดมาตรฐาน ขนาด 50.00 cm^3

11. เติมสารละลายโซเดียมไดไธโอไนต์ที่เตรียมได้ในข้อ 9 ลงไปจำนวน 4.00 cm^3 ปิดจุกให้แน่น ผสมให้เข้ากันด้วยวิธีคว่ำและหงายขวดไปมา 2 ครั้ง ตั้งทิ้งไว้ประมาณ 30 วินาที

12. นำสารละลายที่ได้จากข้อ 11 ไปวัดแอบซอร์แบนซ์ที่ความยาวคลื่น 396.0 nm ด้วยเซลล์ควอทซ์ขนาด 5.00 ซม. โดยใช้สารละลายอื่มตัวแอมโมเนียมคลอไรด์ที่มีโซเดียม ไดไธโอไนต์เท่ากันเป็นแบลงก์

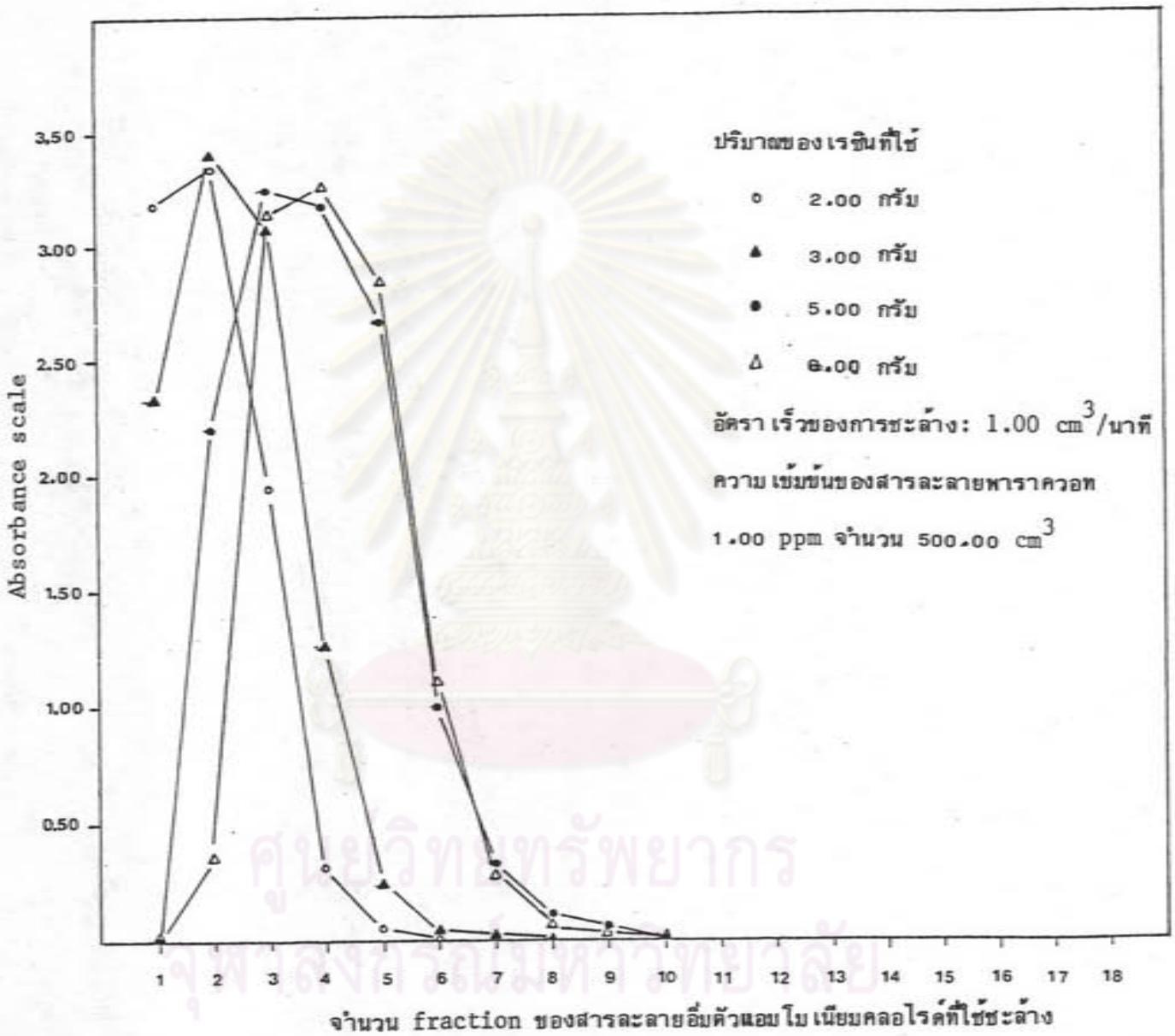
ทำการทดลองเช่นเดียวกันนี้กับทุก ๆ ส่วนของสารชะล้างที่เก็บจากคอลัมน์ในข้อ 7 จนกระทั่งไม่สามารถวัดค่าแอบซอร์แบนซ์ได้ ผลการทดลองได้แสดงในรูปของ elution pattern รูปที่ 3.12-3.20 และตารางที่ 3.11-3.13

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย



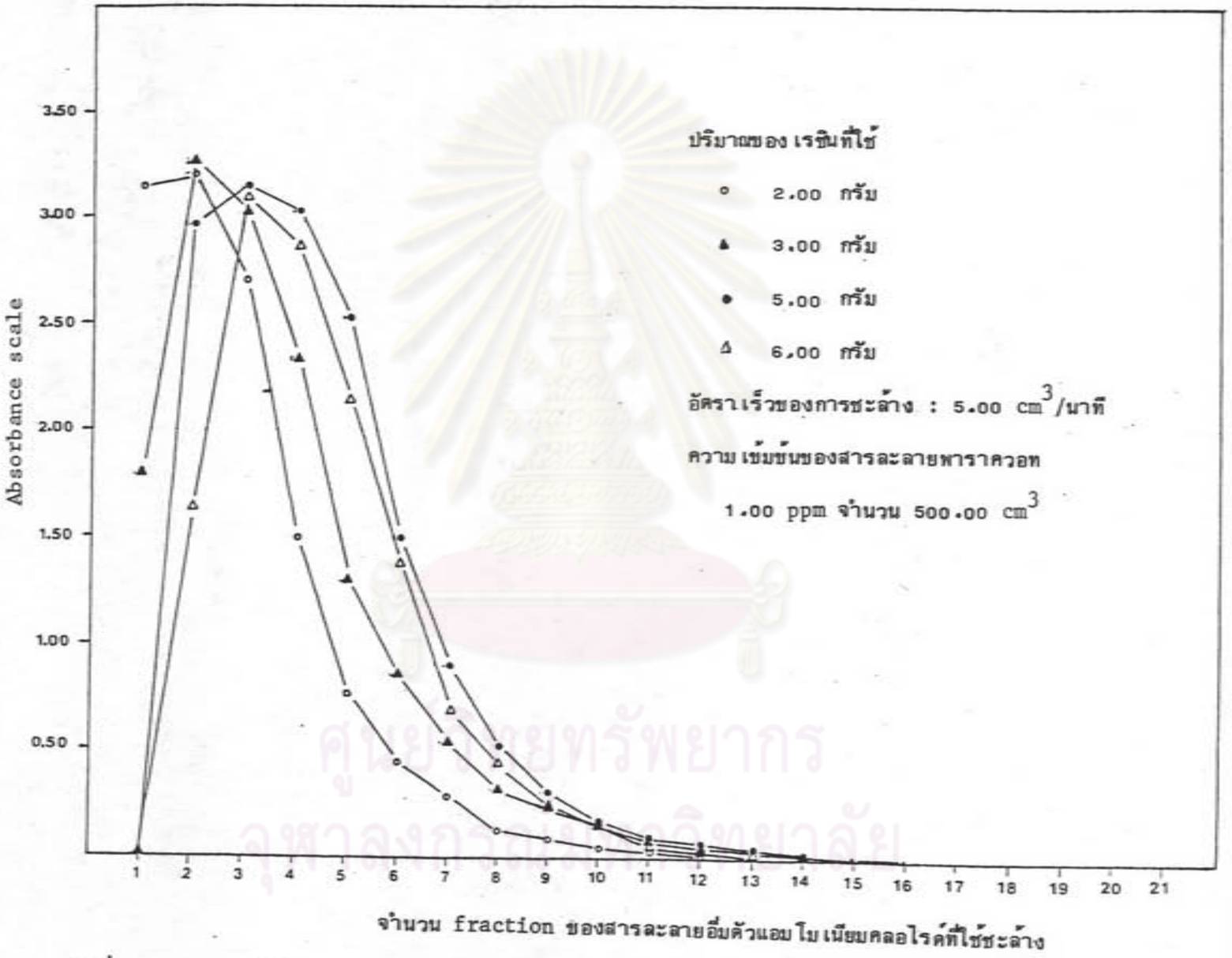
รูปที่ 3.12 แสดง Elution pattern ของการแยกพาราควอทด้วยเรซิน Dowex 50w-x8

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย



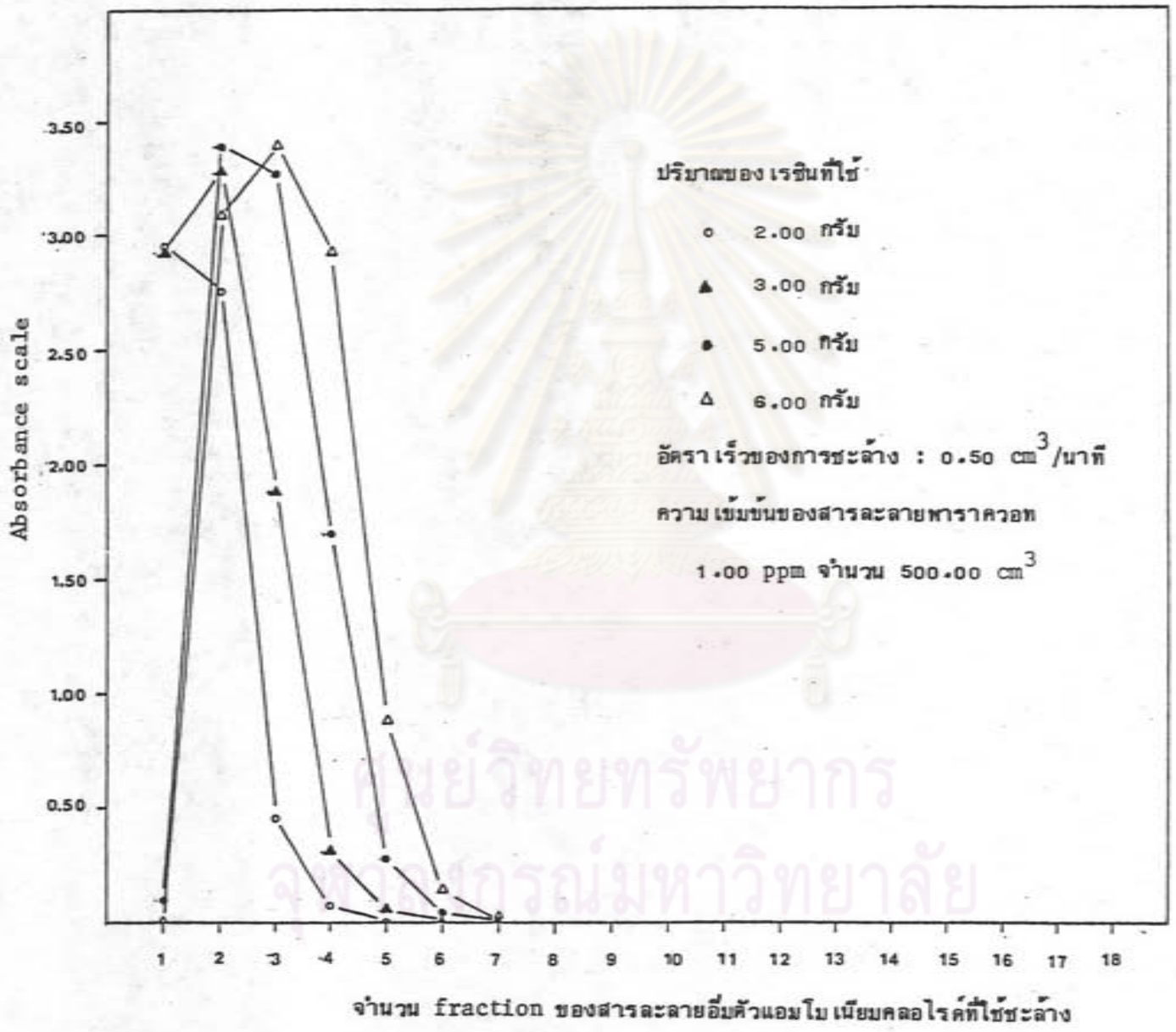
รูปที่ 3.13 แสดง Elution pattern ของการแยกพาราควอทด้วยเรซิน Dowex 50w-x8

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย



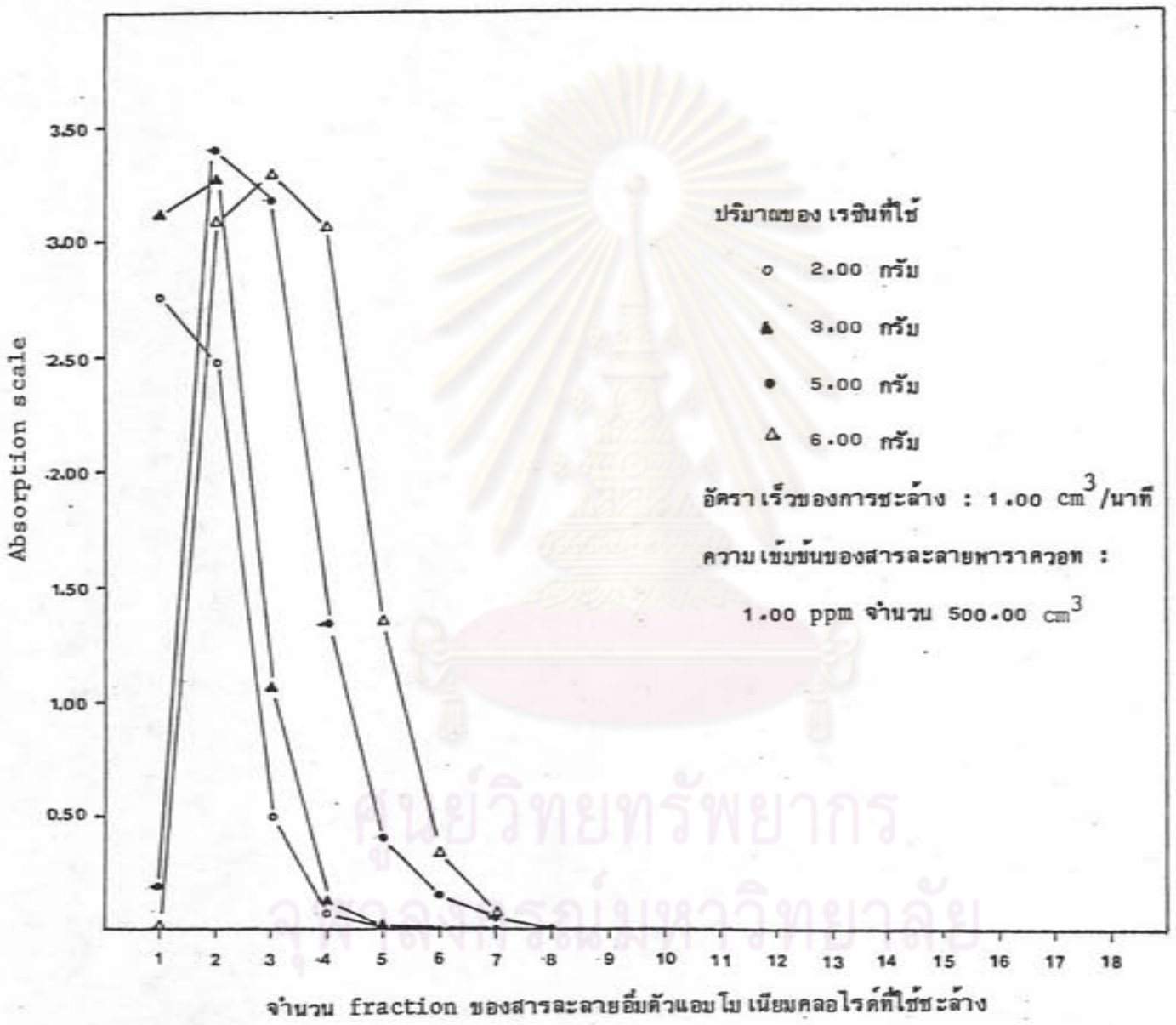
รูปที่ 3.14 แสดง Elution pattern ของการแยกพาราควอทด้วย เรซิน Dowex 50w-x8

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

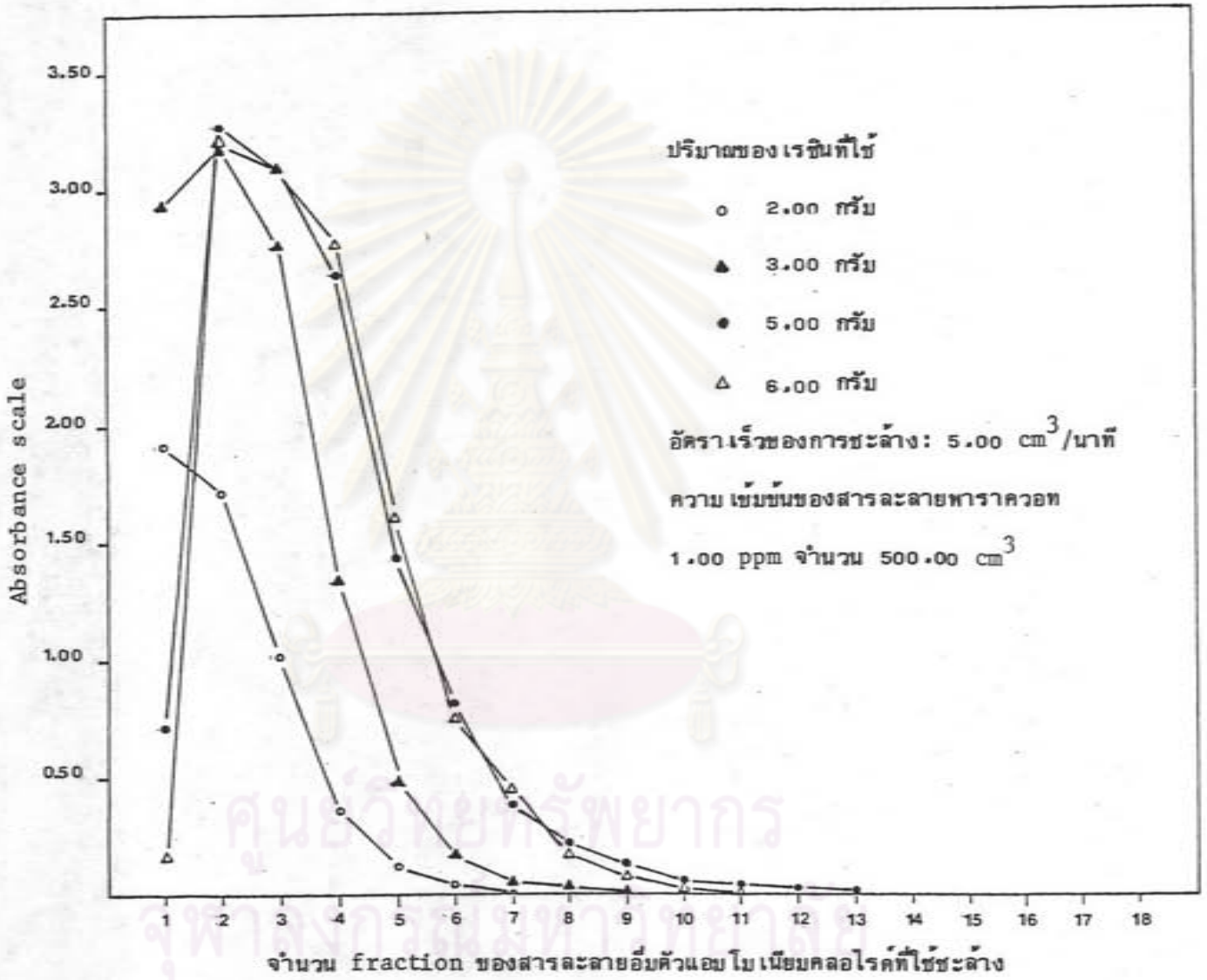


รูปที่ 3.15 แสดง Elution pattern ของการแยกพาราควอทด้วยเรซิน Duolite C-225 SRC 14

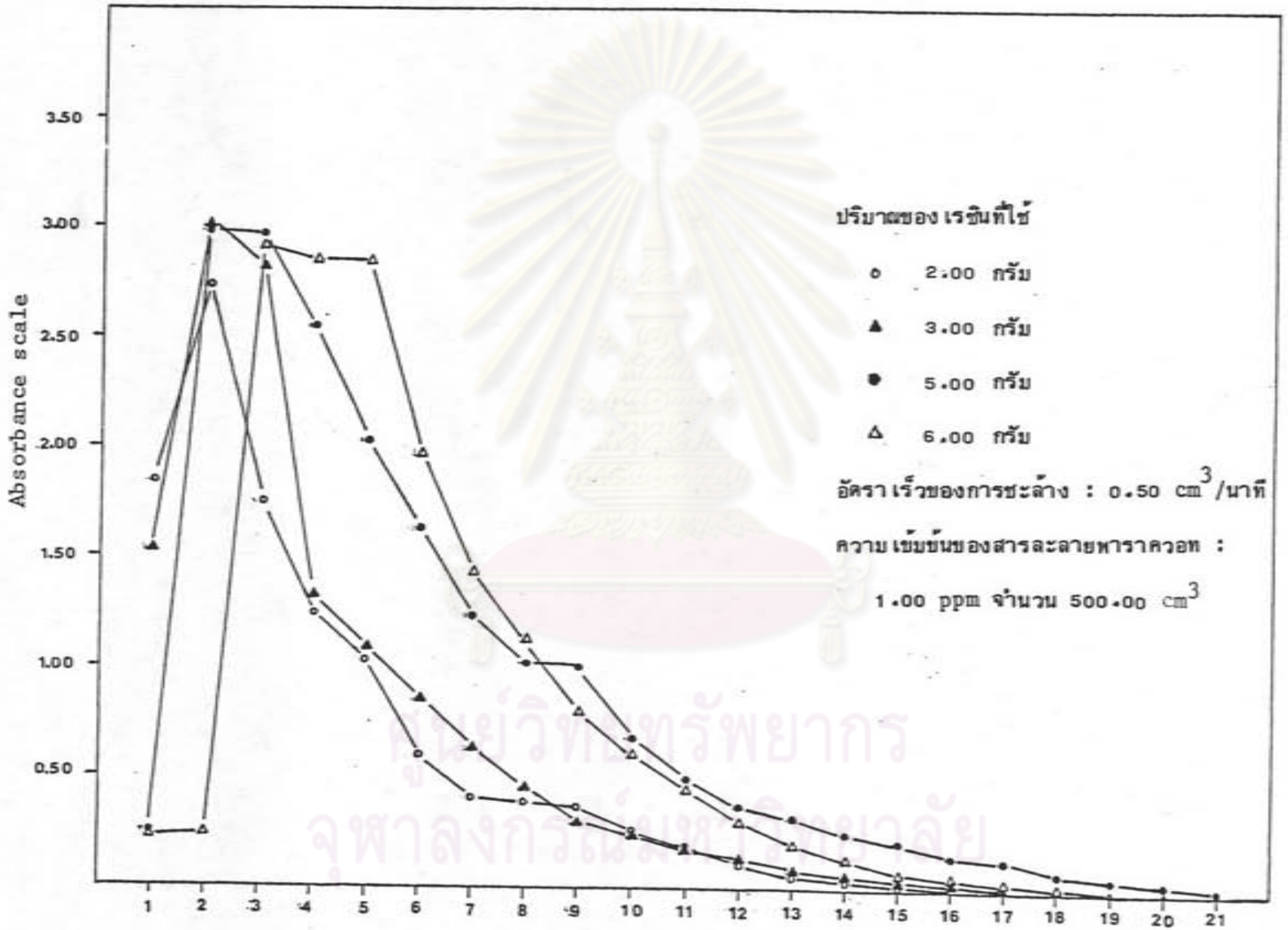
ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย



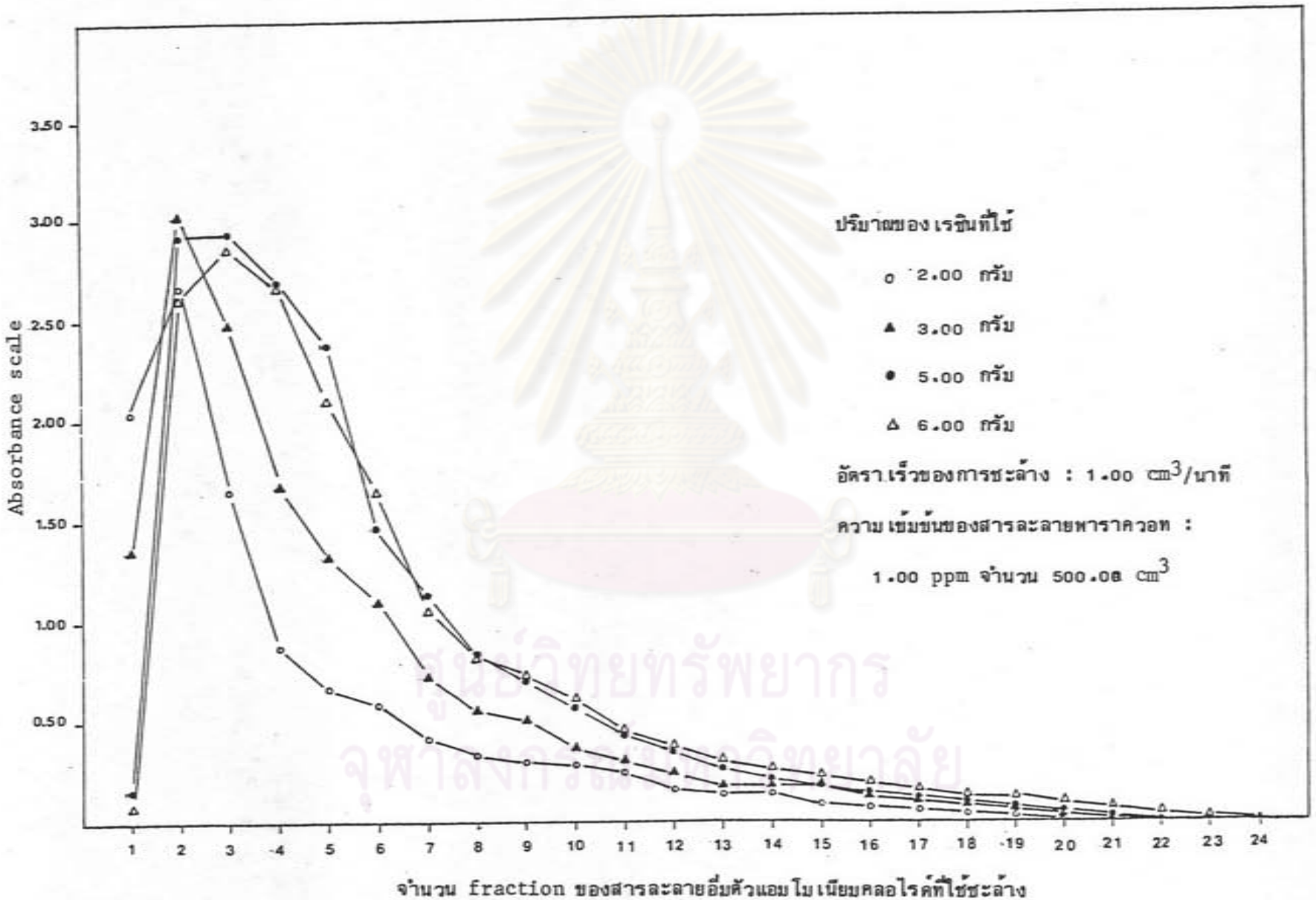
รูปที่ 3.16 แสดง Elution pattern ของการแยกพาราควอทด้วยเรซิน Duolite C-225 SRC 14



รูปที่ 3.17 แสดง Elution pattern ของการแยกพาราควอทด้วยเรซิน Duolite c-225 SRC14

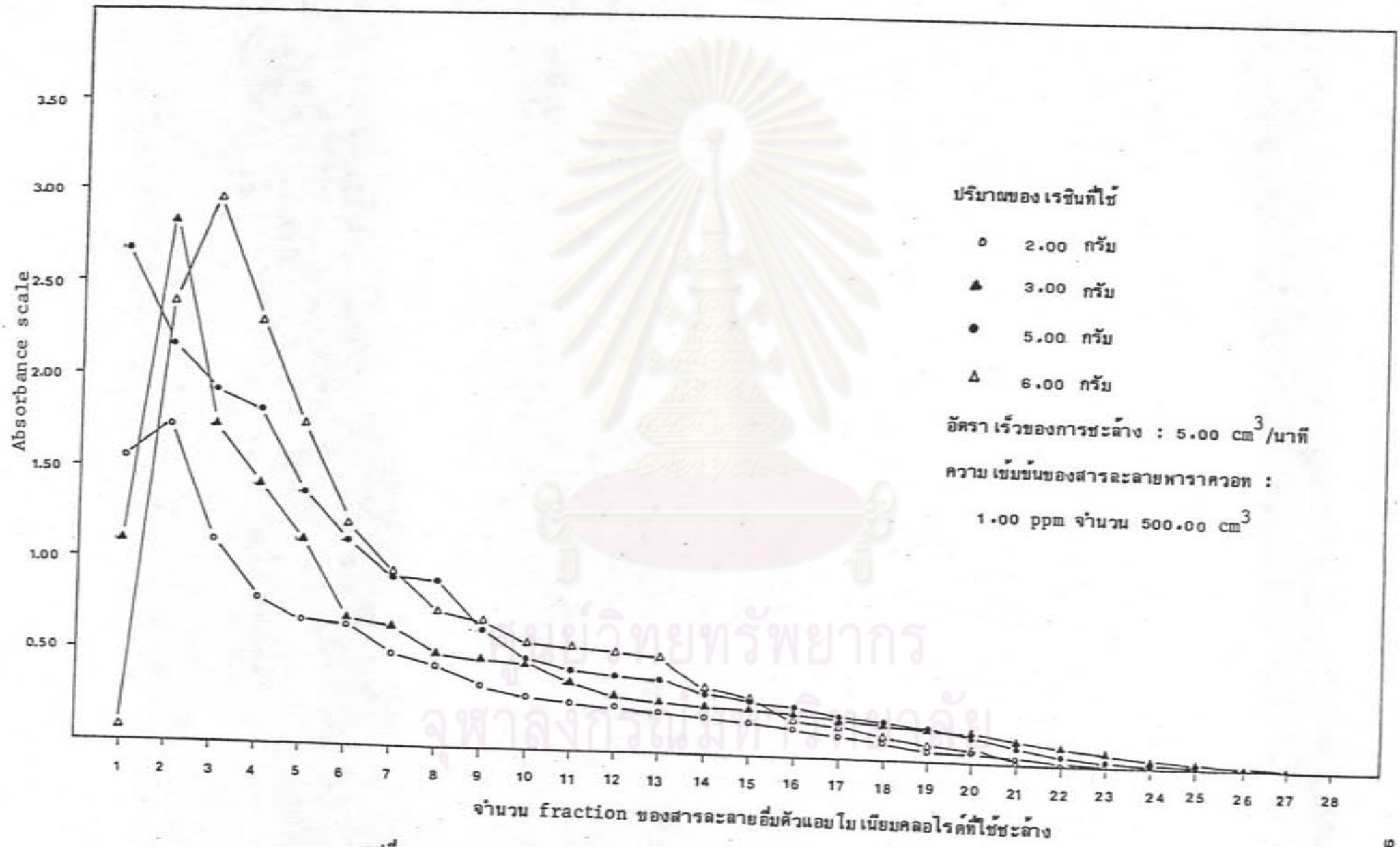


รูปที่ 3.18 แสดง Elution pattern ของการแยกพาราควอทด้วยเรซิน Amberlite IR-120 (Na)



ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

รูปที่ 3.19 แสดง Elution pattern ของการแยกพาราควอทด้วยเรซิน Amberlite IR-120 (Na)



รูปที่ 3.20 แสดง Elution pattern ของการแยกพาราควอทด้วยเรซิน Amberlite IR-120 (Na)

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

elution pattern ของเรซินทั้ง 3 ชนิด ที่มีปริมาณต่างกันและใช้อัตราเร็วในการชะล้างต่างกัน ดังรูปที่ 3.12-3.17 แสดงให้เห็นว่า elution curve ของเรซิน Dowex 50w-x8 และเรซิน Duolite c-225 SRC 14 มีลักษณะใกล้เคียงกันเมื่อใช้อัตราเร็วของการชะล้างเท่ากัน โดยที่ elution curve ของเรซินทั้ง 2 ชนิด เมื่อใช้อัตราเร็วของการชะล้าง 0.50 และ 1.00 cm^3/นาที จะมีรูปร่างเป็น Gaussian curve และไม่มี tailing ดังนั้นปริมาตรของสารละลายที่ใช้ชะล้างพาราควอทออกมาให้หมดจะมีไม่มากนัก เมื่อเปรียบเทียบกับอัตราเร็วของการชะล้าง 5.00 cm^3/นาที elution curve ที่ได้จะยังคงเป็น Gaussian curve แต่มี tailing ซึ่งต้องใช้สารละลายชะล้างจำนวนมากจึงจะสามารถชะล้างพาราควอทออกมาได้หมด แต่ในกรณีที่ใช้เรซิน Amberlite IR-120 (Na) elution pattern ดังแสดงในรูปที่ 3.18-3.20 เมื่อใช้อัตราเร็วของการชะล้างต่าง ๆ กัน จะเห็นได้ว่า elution curve ที่ได้จากเรซินชนิดนี้จะเป็น Gaussian curve ที่มี tailing มาก ทุก ๆ อัตราเร็วของการชะล้าง และใช้สารละลายชะล้างจำนวนมากจึงจะชะล้างพาราควอทออกมาได้หมด ทำให้การเพิ่มความเข้มข้นของพาราควอททำได้น้อย และประสิทธิภาพในการแยกก็ลดลงด้วย ดังนั้นจาก elution pattern อาจกล่าวได้ว่าเรซินชนิดใดที่มี elution curve ไม่ symmetry และมี tailing ไม่เหมาะสมที่จะใช้เป็นเทคนิคในการเพิ่มความเข้มข้นและการแยก ซึ่งจากการทดลองนี้เรซิน Amberlite IR-120 (Na) เป็นเรซินที่ไม่เหมาะสมและไม่ดีเท่ากับเรซิน Dowex 50w-x8 และเรซิน Duolite c-225 SRC 14

จาก elution pattern ของเรซินทั้ง 3 ชนิด ในรูปที่ 3.12-3.20 สามารถสรุปได้ดังตารางต่อไปนี้

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

ตารางที่ 3.11 แสดงปริมาตรของสารละลายอิ่มตัวแอมโมเนียมคลอไรด์ที่ชะล้างพาราควอท จำนวน 500 ไมโครกรัม ออกจากคอลัมน์ของเรซิน Dowex 50w-x8 ได้หมด

น้ำหนักของเรซิน (กรัม)	ความสูงของเรซินในคอลัมน์ (ซม.)	ปริมาตรของสารละลายอิ่มตัวแอมโมเนียมคลอไรด์ที่ชะล้างพาราควอทออกจากคอลัมน์ได้หมด (cm^3)		
		อัตราเร็วของการชะล้าง 0.50 cm^3/นาที	อัตราเร็วของการชะล้าง 1.00 cm^3/นาที	อัตราเร็วของการชะล้าง 5.00 cm^3/นาที
2.00	5.00	30.00	35.00	60.00
3.00	7.50	35.00	35.00	65.00
5.00	12.00	50.00	45.00	70.00
6.00	13.50	55.00	45.00	80.00

ตารางที่ 3.12 แสดงปริมาตรของสารละลายอิ่มตัวแอมโมเนียมคลอไรด์ที่ชะล้างพาราควอท จำนวน 500 ไมโครกรัม ออกจากคอลัมน์ของเรซิน Duolite c-225 SRC 14 ได้หมด

น้ำหนักของเรซิน (กรัม)	ความสูงของเรซินในคอลัมน์ (ซม.)	ปริมาตรของสารละลายอิ่มตัวแอมโมเนียมคลอไรด์ที่ชะล้างพาราควอทออกจากคอลัมน์ได้หมด (cm^3)		
		อัตราเร็วของการชะล้าง 0.50 cm^3/นาที	อัตราเร็วของการชะล้าง 1.00 cm^3/นาที	อัตราเร็วของการชะล้าง 5.00 cm^3/นาที
2.00	4.50	30.00	30.00	35.00
3.00	6.50	30.00	30.00	45.00
5.00	11.00	40.00	40.00	65.00
6.00	13.00	40.00	40.00	70.00

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

ตารางที่ 3.13 แสดงปริมาตรของสารละลายอิ่มตัวแอมโมเนียมคลอไรด์ที่ชะล้างพาราควอทจำนวน 500 ไมโครกรัม ออกจากคอลัมน์ของเรซิน Amberlite IR-120 (Na) ได้หมด

น้ำหนักของเรซิน (กรัม)	ความสูงของเรซินในคอลัมน์ (ซม.)	ปริมาตรของสารละลายอิ่มตัวแอมโมเนียมคลอไรด์ที่ชะล้างพาราควอทออกจากคอลัมน์ได้หมด (cm^3)		
		อัตราเร็วของการชะล้าง 0.50 cm^3/นาที	อัตราเร็วของการชะล้าง 1.00 cm^3/นาที	อัตราเร็วของการชะล้าง 5.00 cm^3/นาที
2.00	5.50	75.00	100.00	105.00
3.00	7.50	85.00	105.00	125.00
5.00	12.50	105.00	110.00	130.00
6.00	16.00	100.00	120.00	130.00

จากผลการทดลองแสดงในตารางที่ 3.11-3.13 ทำให้สามารถทราบได้ว่า เรซินแต่ละชนิดปริมาณต่าง ๆ กัน และอัตราเร็วของการชะล้างต่างกัน จะใช้ปริมาตรของสารละลายอิ่มตัวแอมโมเนียมคลอไรด์เท่าไรในการชะล้างพาราควอทออกมาจนหมด พบว่า เมื่ออัตราเร็วของการชะล้างเพิ่มขึ้น ปริมาตรของสารละลายอิ่มตัวแอมโมเนียมคลอไรด์ที่ใช้ชะล้างก็จะมากขึ้นด้วย แต่อย่างไรก็ตามปริมาตรที่เหมาะสมที่สุดควรจะเป็นปริมาตรที่น้อยที่สุดที่สามารถชะล้างพาราควอทออกมาได้หมดหรือมากที่สุด และถ้ายิ่งใช้ปริมาตรมากเท่าใดสารละลายพาราควอทที่ชะล้างออกมาจากคอลัมน์จะยิ่งเจือจางมากขึ้นเท่านั้น ซึ่งจะไปมีผลต่อการทำปริมาณวิเคราะห์ทางสเปกโตรโฟโตเมตรีด้วย โดยทำให้เซนซิทิวิตีของการวิเคราะห์ลดลง ดังนั้นจากผลการทดลองนี้ปริมาตรของสารละลายอิ่มตัวแอมโมเนียมคลอไรด์ที่ควรเก็บไว้เมื่อชะล้างเรซิน Dowex 50w-x8 เท่ากับ 50.00 cm^3 ใช้อัตราเร็วของการชะล้าง 0.50-1.00 cm^3/นาที และสำหรับเรซิน Duolite c-225 SRC 14 ปริมาตรที่จะเก็บเท่ากับ 50.00 cm^3 เช่นเดียวกัน แต่ในกรณีของเรซิน Amberlite IR-120 (Na) จะต้องใช้สารละลายอิ่มตัวแอมโมเนียมคลอไรด์จำนวนมากกว่าเรซินทั้ง 2 ชนิดข้างต้น โดยจะเก็บเท่ากับ 100.00 cm^3

อย่างไรก็ตามการทดลองนี้ยังแสดงให้เห็นว่าวิธีการนี้สามารถทำให้สารละลายพาราควอทที่ออกมาจากคอลัมน์เข้มข้นมากถึง 10 เท่า เท่ากับเป็นการเพิ่มเซนซิติวิตีด้วย จากผลการทดลองที่ได้นี้จึงนำไปใช้ในการทดลองต่อไป เพื่อหา % Recovery ของเรซินทั้ง 3 ชนิด เมื่อใช้ปริมาณและอัตราเร็วของการชะล้างต่าง ๆ กัน เพื่อจะพิจารณาได้ว่าเรซินชนิดใดเหมาะสมกว่ากัน

3.9 <u>การสร้างกราฟมาตรฐานเพื่อใช้หาปริมาณของสารละลายพาราควอท ได้ทำการทดลองดังนี้</u>

1. นำสารละลายพาราควอทมาตรฐานซึ่งมีความเข้มข้น 0.01, 0.02, 0.04, 0.06, 0.08 และ 0.10 ppm และช่วงความเข้มข้นระหว่าง 0.20-1.00 ppm ละ 20.00 cm^3 ใส่ในขวดมาตรฐานขนาด 50.00 cm^3

2. เติมสารละลายโซเดียมไดไธโอไนต์เข้มข้น 0.20% ในสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ข้น 0.50 โมล/ลิตร ลงไปจำนวน 4.00 cm^3 ปิดจุกให้แน่น

3. ผสมสารละลายให้เข้ากันโดยวิธีควำและหงายขวดไปมา 2 ครั้ง ตั้งทิ้งไว้ 30 วินาที

4. นำสารละลายที่ได้ไปวัดแอบซอร์แบนซ์ที่ความยาวคลื่น 396.0 nm โดยใช้สารละลายอิ่มตัวแอมโมเนียมคลอไรด์เป็นแบลงค์

5. เขียนกราฟมาตรฐานระหว่างค่าแอบซอร์แบนซ์กับความเข้มข้นของสารละลายพาราควอทมาตรฐาน ผลการทดลองได้แสดงในตารางที่ 3.14 ก, 3.14 ข และรูปที่ 3.21 ก, 3.21 ข

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

ตารางที่ 3.14 ก แสดงค่าแอบซอร์แบนซ์ที่ความยาวคลื่น 396.0 nm ของสารละลายพาราควอท มาตรฐานความเข้มข้นต่าง ๆ เมื่อใช้เซลล์ควอทซ์กว้าง 5.00 ซม.

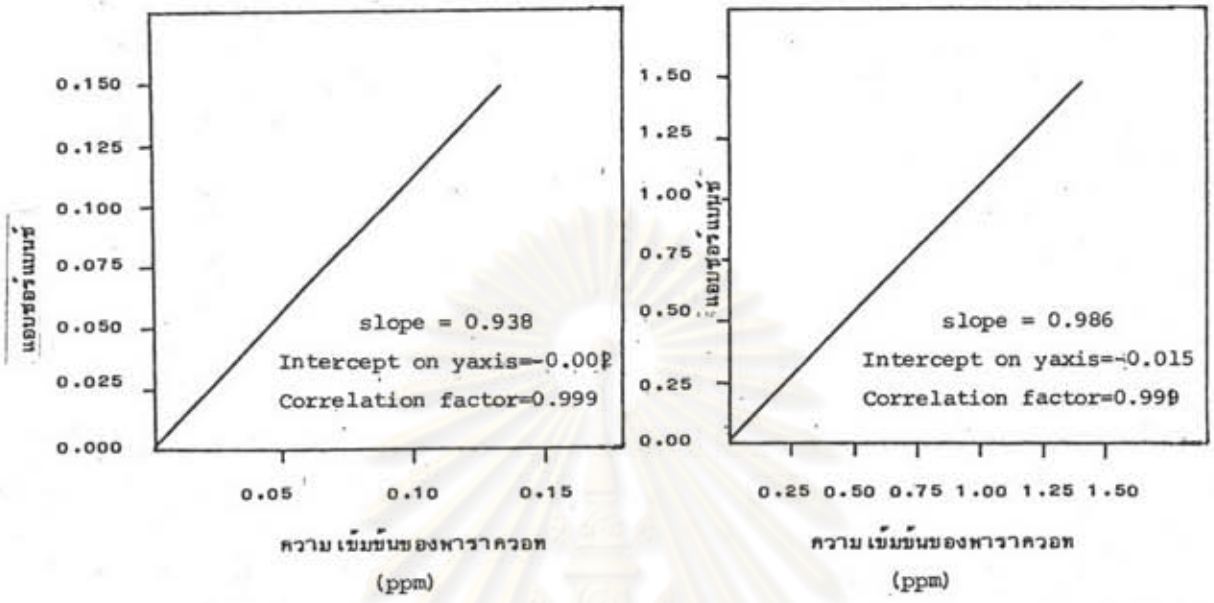
ความเข้มข้นของพาราควอท (ppm)	ค่าแอบซอร์แบนซ์ที่ความยาวคลื่น 396.0 nm
0.01	0.014
0.02	0.023
0.04	0.045
0.06	0.067
0.08	0.088
0.10	0.109

ตารางที่ 3.14 ข

ความเข้มข้นของพาราควอท (ppm)	ค่าแอบซอร์แบนซ์ที่ความยาวคลื่น 396.0 nm
0.20	0.214
0.40	0.421
0.60	0.630
0.80	0.828
1.00	1.025

หมายเหตุ ค่าแอบซอร์แบนซ์ได้จากการทดลอง 3 ครั้ง

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย



ก. ข.

รูปที่ 3.21 แสดงกราฟมาตรฐานของสารละลายพาราควอทความเข้มข้นต่าง ๆ กัน เมื่อใช้เซลล์ควอทซ์กว้าง 5.00 ซม.

ก. กราฟมาตรฐานของสารละลายพาราควอทเข้มข้น 0.01-0.10 ppm

ข. กราฟมาตรฐานของสารละลายพาราควอทเข้มข้น 0.10-1.00 ppm

3.10 การศึกษาหาปริมาณของเรซินและอัตราเร็วของการชะล้างที่เหมาะสม

จะได้นำเอาผลการทดลองจากข้อ 3.8 มาใช้ในการทดลองนี้เพื่อหาประสิทธิภาพของการแยกพาราควอทของเรซินชนิดต่าง ๆ เมื่อใช้ปริมาณและอัตราเร็วของการชะล้างต่าง ๆ กัน ดังนี้

1. เตรียมคอลัมน์ของเรซิน Dowex 50w-x8, Duolite c-225 SRC 14 และ Amberlite IR-120 (Na) ปริมาณต่างกันในข้อ 3.8.1

2. ใช้สารละลายพาราควอทมาตรฐานเข้มข้น 0.01, 0.10 และ 1.00 ppm ความเข้มข้นละ 500.00 cm^3 ใส่ในกรวยแยกขนาด 1 ลิตร ซึ่งตั้งอยู่เหนือคอลัมน์แต่ละชนิด

3. ให้สารละลายพาราควอทในกรวยแยกไหลผ่านคอลัมน์ด้วยอัตรา เร็ว 5.00 cm^3/นาที จนหมดโดยทำทีละอย่าง

4. ใช้น้ำกลั่นจำนวน 25.00 cm^3 ผ่านคอลัมน์ด้วยอัตรา เร็ว 5.00 cm^3/นาที

5. ใช้สารละลายกรดไฮโดรคลอริก เข้มข้น 2.00 โมล/ลิตร จำนวน 100.00 cm^3 ผ่านคอลัมน์ด้วยอัตรา เร็ว 5.00 cm^3/นาที

6. ใช้น้ำกลั่นจำนวน 25.00 cm^3 ผ่านคอลัมน์ด้วยอัตรา เร็ว 5.00 cm^3/นาที

7. ใช้สารละลายแอมโมเนียมคลอไรด์ 2.50%(น.น/ปริมาตร) จำนวน 50.00 cm^3 ผ่านคอลัมน์ด้วยอัตรา เร็ว 5.00 cm^3/นาที

8. และใช้น้ำกลั่นจำนวน 100.00 cm^3 ผ่านคอลัมน์ด้วยอัตรา เร็ว 5.00 cm^3/นาที สารละลายจากข้อ 4-8 จะทิ้งไป

9. ใช้สารละลายอิ่มตัวแอมโมเนียมคลอไรด์จำนวน 50.00cm^3 ทำการชะล้างคอลัมน์ทีละอย่างด้วยอัตรา เร็ว 0.5, 1.00 และ 5.00 cm^3/นาที ตามลำดับ นำสารละลายที่ได้ไปวิเคราะห์ปริมาณพาราควอทด้วย เทคนิคทางสเปกโตรโฟโตเมตรี ผลการทดลองดังแสดงในตารางที่ 3.15 และเมื่อนำผลการทดลองไปเขียนกราฟระหว่าง เปอร์เซนต์ของการแยกกับน้ำหนักของ เรซินดังแสดงในรูปที่ 22-24

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

ตารางที่ 3.15 แสดงเปอร์เซนต์ของการแยก (% Recovery) ของพาราควอทมาตรฐาน เมื่อใช้ซนิดเรซิน ซึ่งมีปริมาณและอัตรา เร็วของการชะล้างต่าง ๆ กัน

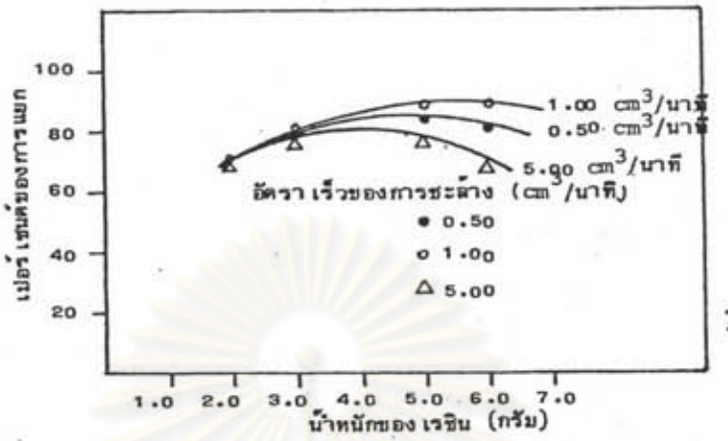
เรซิน ประจุบวก	น้ำหนักของ เรซิน (กรัม)	ปริมาณของ พาราควอท ที่เติมลงไป (ไมโครกรัม)	เปอร์เซนต์ของการแยก (%) เมื่อใช้อัตราการชะล้าง		
			0.50 cm^3/นาที	1.00 cm^3/นาที	5.00 cm^3/นาที
Dowex 50w-x8	2.00	5.00	70 %	70 %	70 %
	2.00	50.00	76 %	75 %	80 %
	2.00	500.00	71 %	72 %	82 %
	3.00	5.00	80 %	80 %	80 %
	3.00	50.00	82 %	80 %	82 %
	3.00	500.00	79 %	87 %	82 %
	5.00	5.00	80 %	90 %	80 %
	5.00	50.00	91 %	97 %	93 %
	5.00	500.00	90 %	93 %	89 %
	6.00	5.00	90 %	90 %	70 %
	6.00	50.00	90 %	96 %	90 %
	6.00	500.00	90 %	92 %	86 %
Duolite c-225 SRC 14	2.00	5.00	40 %	50 %	50 %
	2.00	50.00	63 %	63 %	55 %
	2.00	500.00	65 %	68 %	62 %
	3.00	5.00	60 %	60 %	70 %
	3.00	50.00	78 %	76 %	72 %
	3.00	500.00	75 %	72 %	79 %

ตารางที่ 3.15 (ต่อ)

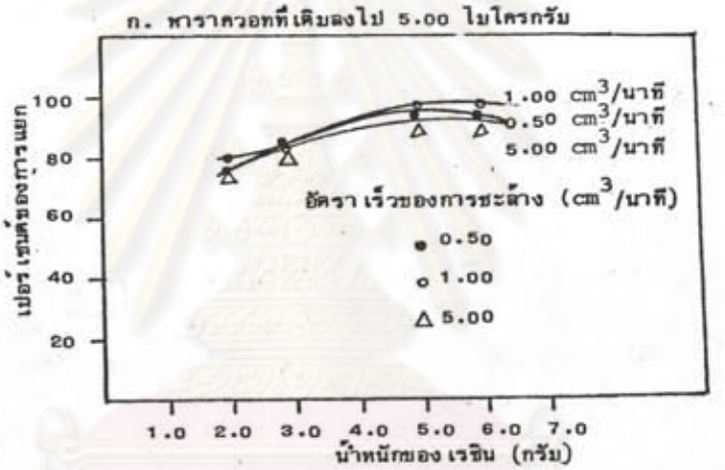
เรซิน ประจุบวก	น้ำหนักของ เรซิน (กรัม)	ปริมาณของ พาราควอท ที่เติมลงไป (ไมโครกรัม)	เปอร์เซนต์ของการแยก (%) เมื่อใช้อัตราการชะล้าง		
			0.50 cm^3/นาที	1.00 cm^3/นาที	5.00 cm^3/นาที
Duolite C-225 SRC 14	5.00	5.00	80 %	90 %	80 %
	5.00	50.00	91 %	97 %	93 %
	5.00	500.00	90 %	93 %	89 %
	6.00	5.00	80 %	80 %	70 %
	6.00	50.00	80 %	91 %	73 %
	6.00	500.00	80 %	93 %	75 %
Amberlite IR-120 (Na)	2.00	5.00	60 %	60 %	60 %
	2.00	50.00	62 %	65 %	60 %
	2.00	500.00	70 %	68 %	61 %
	3.00	5.00	60 %	60 %	60 %
	3.00	50.00	68 %	70 %	64 %
	3.00	500.00	70 %	72 %	65 %
	5.00	5.00	70 %	70 %	65 %
	5.00	50.00	72 %	77 %	68 %
	5.00	500.00	73 %	75 %	64 %
	6.00	5.00	72 %	70 %	63 %
	6.00	50.00	70 %	73 %	66 %
	6.00	500.00	71 %	70 %	64 %

หมายเหตุ เปอร์เซนต์ของการแยก (% Recovery)

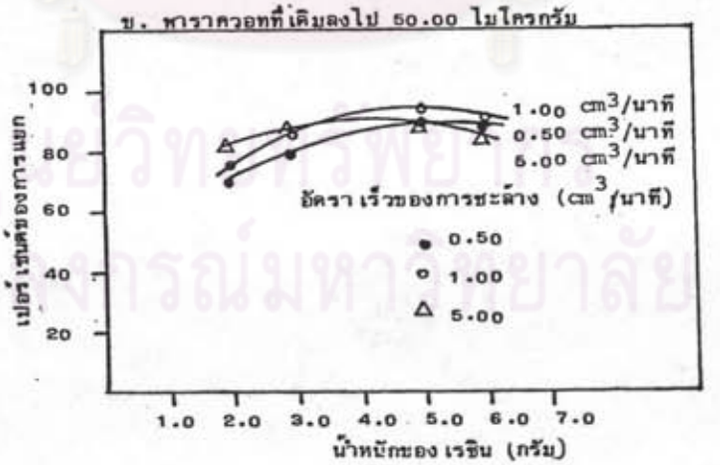
$$= \frac{\text{ปริมาณของพาราควอทที่แยกได้ (ไมโครกรัม)}}{\text{ปริมาณของพาราควอทที่เติมลงไป (ไมโครกรัม)}} \times 100\ \%$$



ก. พาราควอทที่เติมลงไป 5.00 ไมโครกรัม

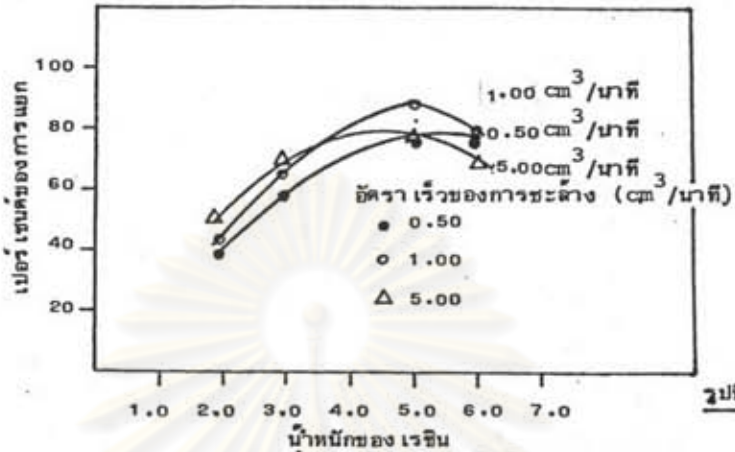


ข. พาราควอทที่เติมลงไป 50.00 ไมโครกรัม

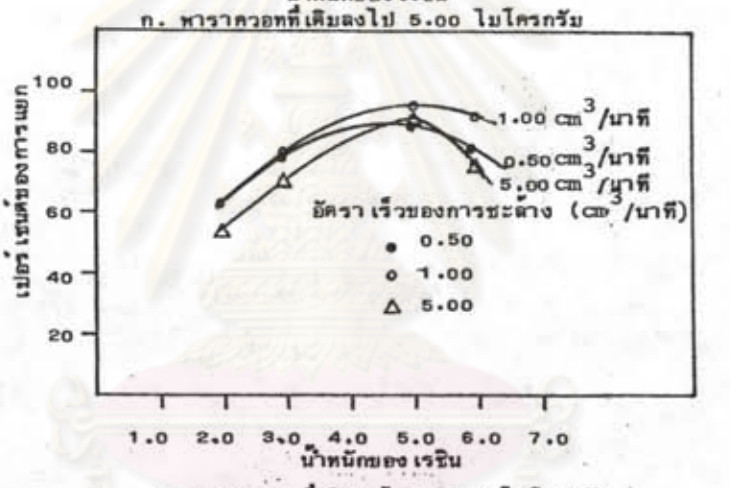


ค. พาราควอทที่เติมลงไป 500.00 ไมโครกรัม

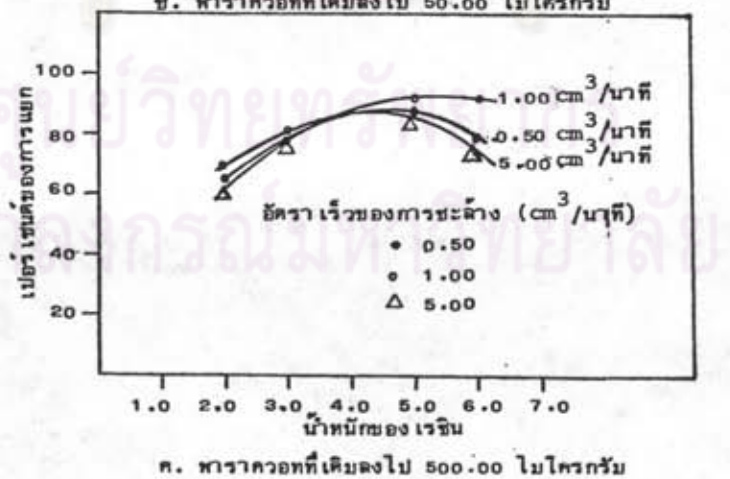
รูปที่ 3.22 แสดงความสัมพันธ์ระหว่าง เปอร์เซ็นต์ของการแยกกับน้ำหนักของ เรซิน Dowex 50w-x8 เมื่อใช้อัตราการชะล้างและปริมาณของพาราควอทที่เติมลงไปต่าง ๆ กัน



ก. พาราควอทที่เติมลงไป 5.00 ไมโครกรัม

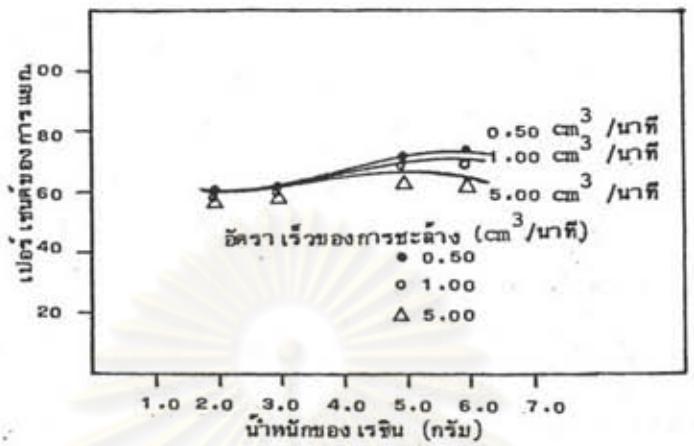


ข. พาราควอทที่เติมลงไป 50.00 ไมโครกรัม

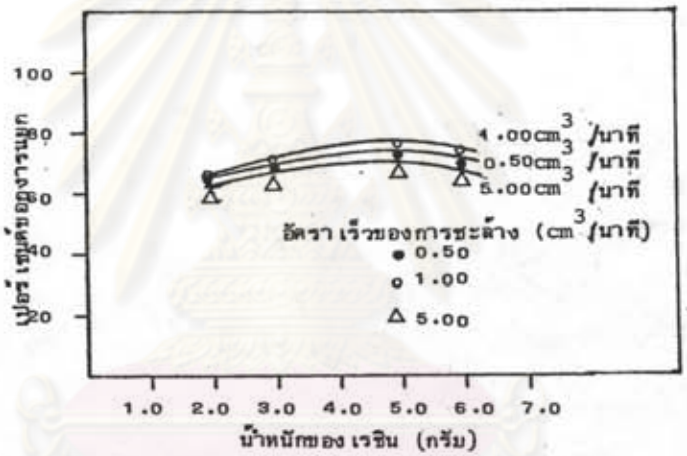


ค. พาราควอทที่เติมลงไป 500.00 ไมโครกรัม

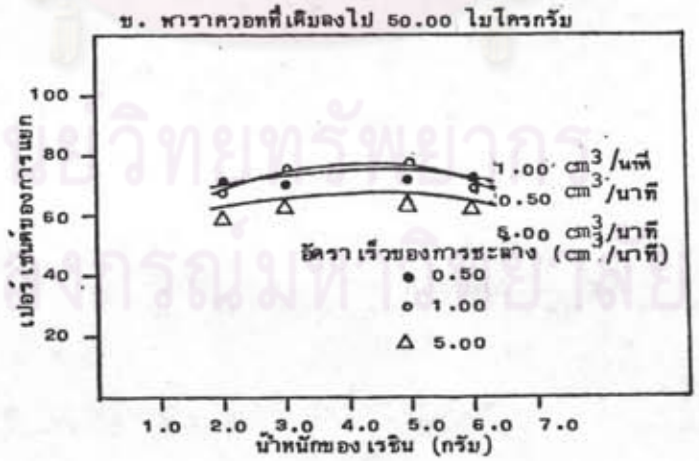
รูปที่ 3.23 แสดงความสัมพันธ์ระหว่างเปอร์เซนต์ของการแยกกับน้ำหนักของเรซิน Duolite c-225 SRC 14 เมื่อใช้อัตราการชะล้างและปริมาณของพาราควอทที่เติมลงไปต่าง ๆ กัน



ก. พาราควอทที่เติมลงไป 5.0 ไมโครกรัม



ข. พาราควอทที่เติมลงไป 50.00 ไมโครกรัม



ค. พาราควอทที่เติมลงไป 500.00 ไมโครกรัม

รูปที่ 3.24 แสดงความสัมพันธ์ระหว่าง เปอร์เซนต์ของการแยกกับน้ำหนักของเรซิน Amberlite IR-120 (Na) เมื่อใช้อัตราการชะล้างและปริมาณของพาราควอทที่เติมลงไปต่าง ๆ กัน

จากข้อมูลในตารางที่ 3.15 และรูปที่ 3.22-3.24 จะแสดงให้เห็นถึงอัตรา เร็วของการชะล้างและปริมาณของ เรซินที่สามารถให้ เปอร์ เซนต์การแยกได้มากสุด ปรากฏว่า เรซิน Dowex 50w-x8 และเรซิน Duolite c-225 SRC 14 เมื่อใช้อัตราของการชะล้าง 1.00 cm^3/นาที และปริมาณของ เรซิน 5.00-6.00 กรัม จะสามารถให้ เปอร์ เซนต์การแยกได้มากขึ้น แต่สำหรับเรซิน Amberlite IR-120 (Na) เมื่อใช้อัตรา เร็วของการชะล้าง 0.50 และ 1.00 cm^3/นาที จะสามารถให้ เปอร์ เซนต์การแยกได้ใกล้ เคียงกัน และปริมาณของ เรซินที่ เหมาะสมคือ 5.00-6.00 กรัม เช่น เดียวกัน ดังนั้นจากการทดลองนี้จะ เห็นได้ว่าปริมาณของ เรซินทั้ง 3 ชนิด และอัตรา เร็วของการชะล้างที่ เหมาะสมคือ 5.00 กรัม และ 1.00 cm^3/นาที ตามลำดับ และจะนำผลการทดลองนี้ไปใช้ในการทดลองต่อไป

จากการศึกษาดังกล่าวข้างต้น จึงได้นำวิธีการแยกและสัง เคราะห์หาปริมาณพาราควอท ที่ได้มาใช้กับตัวอย่างดินและตัวอย่างน้ำที่ เตรียมขึ้นให้มีพาราควอทปริมาณต่าง ๆ กัน เพื่อศึกษาถึงประสิทธิภาพของการแยกและความสามารถของวิธีการวิ เคราะห์ที่พัฒนาขึ้นด้วย ดังการทดลองต่อไปนี้

3.11 <u>การศึกษาการแยกและการหาปริมาณพาราควอทในดิน</u>

โดยจะได้ทำการทดลองกับดินตัวอย่างที่ เตรียมขึ้นและให้มีพาราควอทปริมาณต่าง ๆ กัน แล้วทำการสกัดและแยกพาราควอทออกจากดินตัวอย่างนั้น ๆ ดังการทดลองต่อไปนี้

3.11.1 <u>การ เตรียมดินตัวอย่าง เพื่อใช้ทดลอง</u> (Simulation of soil samples)

1. นำดินที่ไม่อยู่ในแหล่ง เพาะปลูก เพื่อให้แน่ใจว่าไม่มีพาราควอท มาอบที่อุณหภูมิ 70-80° c เป็น เวลา 12 ชั่วโมง ทิ้งให้ เย็นใน เดสิค เคเตอร์

2. นำดินที่อบแล้วมาบดให้ละ เอียดด้วย เครื่องบด ball mill จากนั้นนำมาร่อนผ่านตะแกรงร่อนที่มีขนาด 2-3 มิลลิ เมตร และตัวอย่างดินที่ได้นี้จะนำไปใช้สำหรับทำให้ เป็นดินตัวอย่างที่มีพาราควอทความ เข้มข้นต่าง ๆ กัน เพื่อใช้ในการวิ เคราะห์ต่อไป

3.11.2 <u>การทดลองแยก, สกัดและหาปริมาณพาราควอทในดิน</u>

<u>วิธีทำการทดลอง</u>

1. นำดินที่ เตรียมได้ในข้อ 3.11.1 มาจำนวน 25.00 กรัม ใส่ในขวดก้นกลมขนาด 500.00 cm^3

2. เติมสารละลายพาราควอทมาตรฐานลงไปให้มีความ เข้มข้นตามต้องการ แล้วผสมให้ดินและสารละลาย เข้ากันให้ทั่วโดยให้ดินตัวอย่างในขวดก้นกลมนั้นมีลักษณะคล้ายดินที่อยู่ในธรรมชาติ เก็บขวดก้นกลมนี้ในที่ไม่มีแสง เป็น เวลา 1 ชั่วโมง เพื่อป้องกันการสลายตัวของพารา-ควอท เนื่องจากแสง และเพื่อให้อนุภาคของดินดูดยึดพาราควอทได้อย่างสมบูรณ์

3. เติมกรดซัลฟูริกเข้มข้น จำนวน 45.00 cm^3 ลงในขวดก้นกลมที่มีดินตัวอย่างทีละน้อย พร้อมกับผสมให้เข้ากัน

4. เติมน้ำกลั่นจำนวน 55.00 cm^3 ลงไปพร้อมกับเขย่าเบา ๆ ให้สารละลายกรดและน้ำท่วมดินตัวอย่าง

5. หยด 1-ออกทานอลลงไป 2-3 หยด และใส่ boiling chips ลงไป 2-3 ชิ้น

6. นำไปรีฟลักซ์ (reflux) บน heating mantle ที่มีอุณหภูมิประมาณ 100°C เป็นเวลา 5 ชั่วโมง ในขณะรีฟลักซ์ควรเขย่าขวดก้นกลมบ่อย ๆ เพื่อป้องกันไม่ให้สารละลายของดินก้นขวดร้อนมากเกินไป

7. ในขณะรีฟลักซ์เตรียมคอลัมน์ของเรซินทั้ง 3 ชนิด โดยใช้ปริมาณเรซิน 5.00 กรัม ใส่ในคอลัมน์

8. เมื่อครบ 5 ชั่วโมง ทิ้งให้เย็นที่อุณหภูมิห้อง ใช้น้ำกลั่นจำนวน 50.00 cm^3 ล้างคอนเดนเซอร์ แล้วเติมน้ำกลั่นจำนวน 800.00 cm^3 ลงในสารละลายดินที่ได้จากการสกัด

9. กรองสารละลายดินที่ได้จากการสกัดภายใต้ความกดดันต่ำ ล้างตะกอนบนกระดาษกรองด้วยน้ำกลั่นจำนวนเล็กน้อย เก็บสารละลายที่กรองได้ (filtrate) เพื่อนำไปแยกพาราควอทต่อไป

10. นำสารละลายที่กรองได้จากข้อ 9 จำนวน 900 - 1000 cm^3 ผ่านคอลัมน์ของเรซินแต่ละชนิดด้วยอัตราเร็ว 5.00 cm^3/นาที จนหมดแล้วล้างคอลัมน์ด้วยสารละลายต่าง ๆ ต่อไปนี้

- น้ำกลั่นจำนวน 25.00 cm^3
- สารละลายกรดไฮโดรคลอริกเข้มข้น 2.00 โมล/ลิตร จำนวน 100.00 cm^3
- น้ำกลั่นจำนวน 25.00 cm^3
- สารละลายแอมโมเนียมคลอไรด์เข้มข้น 2.50 (น.น/ปริมาตร) จำนวน 50.00 cm^3
- น้ำกลั่นจำนวน 100.00 cm^3

11. ใช้สารละลายอิ่มตัวแอมโมเนียมคลอไรด์จำนวน 50.00 cm^3 ชะล้างคอลัมน์ด้วยอัตราเร็ว 1.00 cm^3/นาที เก็บสารละลายที่ผ่านคอลัมน์ไว้ 50.00 cm^3

12. ปิเปตสารละลายที่ได้จากข้อ 11 มาจำนวน 20.00 cm^3 ใส่ในขวดมาตรฐานขนาด 50.00 cm^3

13. เติมสารละลายโซเดียมไดไธโอไนต์เข้มข้น 0.20% (น.น/ปริมาตร) ในสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ข้น 0.50 โมล/ลิตร ที่เตรียมใหม่ลงไป 4.00 cm^3 ปิดจุกให้แน่น

14. ผสมสารละลายให้เข้ากันโดยวิธีควำและหงายขวดไปมา 2 ครั้ง ตั้งทิ้งไว้อีก 30 วินาที

15. นำสารละลายที่ได้จากข้อ 14 ไปวัดแอบซอร์แบนซ์ที่ความยาวคลื่น 396.0 nm ด้วยเซลล์ควอทซ์ขนาด 5.00 ซม. โดยใช้สารละลายอื่มตัวแอมโมเนียมคลอไรด์ที่ได้จากการสกัดและแยกจากดินที่ไม่มีพาราควอทเป็นแบลงค์

16. คำนวณความเข้มข้นของพาราควอทจากกราฟมาตรฐานในข้อ 3.9 และเปอร์เซนต์การแยก (% Recovery) เมื่อใช้เรซินทั้ง 3 ชนิด ผลการทดลองดังแสดงในตารางที่ 3.16-3.17 และรูปที่ 3.25-3.28

17. นำค่าแอบซอร์แบนซ์ที่วัดได้ในข้อ 15 มาเขียนกราฟระหว่างค่าแอบซอร์แบนซ์กับปริมาณของพาราควอทที่เติมลงไป เพื่อเปรียบเทียบกับกราฟมาตรฐานของพาราควอทความเข้มข้นต่าง ๆ กัน ผลการทดลองดังแสดงในตารางที่ 3.18 และรูปที่ 3.29

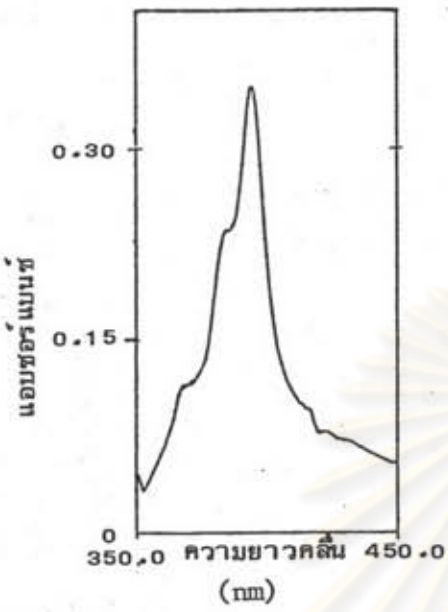
ตารางที่ 3.16 แสดงเปอร์เซนต์ของการแยก (% Recovery) พาราควอทออกจากดินตัวอย่างเมื่อใช้เรซิน Dowex 50w-x8

ปริมาณของพาราควอทที่เติมลงไปในดิน (ไมโครกรัม/กรัม)	ปริมาณของพาราควอทที่แยกได้ (ไมโครกรัม/กรัม)	ค่าเฉลี่ยของปริมาณพาราควอทที่แยกได้ (ไมโครกรัม/กรัม)	เปอร์เซนต์ของการแยกเฉลี่ย (%)
0.16	0.11 0.14 0.13	0.13	81.3
0.20	0.15 0.16 0.16	0.16	80.0
0.40	0.33 0.31 0.33	0.32	80.0

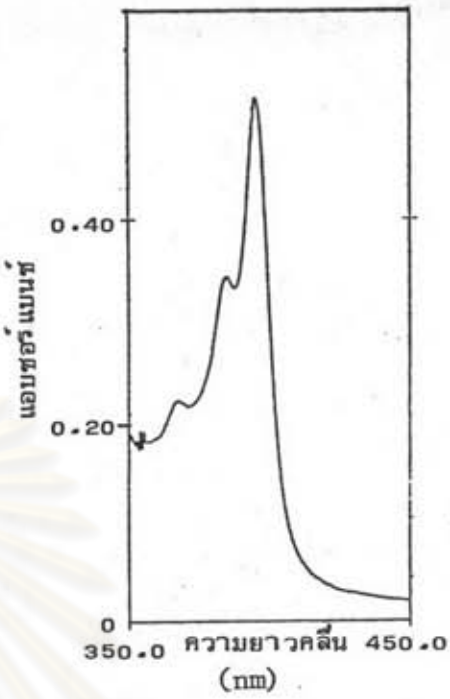
ตารางที่ 3.16 (ต่อ)

ปริมาณของพาราควอทที่เติมลงไปในดิน (ไมโครกรัม/กรัม)	ปริมาณของพาราควอทที่แยกได้ (ไมโครกรัม/กรัม)	ค่าเฉลี่ยของปริมาณพาราควอทที่แยกได้ (ไมโครกรัม/กรัม)	เปอร์เซนต์ของการแยกเฉลี่ย (%)
1.00	0.85 0.86 0.78	0.83	83.0
2.00	1.42 1.43 1.42	1.43	71.5
4.00	3.16 3.28 3.04	3.16	79.0
10.00	7.90 8.24 8.00	8.05	80.5
20.00	16.30 16.61 16.03	16.31	81.6

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย



รูปที่ 3.25 Absorption spectra ที่ได้จากการสกัดดินที่มีพาราควอทอยู่ 1.00 ไมโครกรัม/กรัม ด้วยเรซิน Dowex 50 w-x8



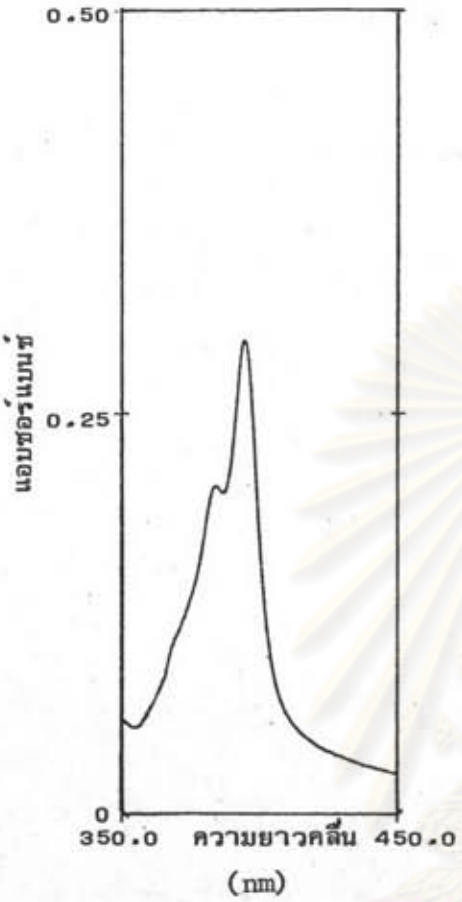
รูปที่ 3.26 Absorption spectra ที่ได้จากการสกัดดินที่มีพาราควอทอยู่ 2.00 ไมโครกรัม/กรัม ด้วยเรซิน Dowex 50 w-x8

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

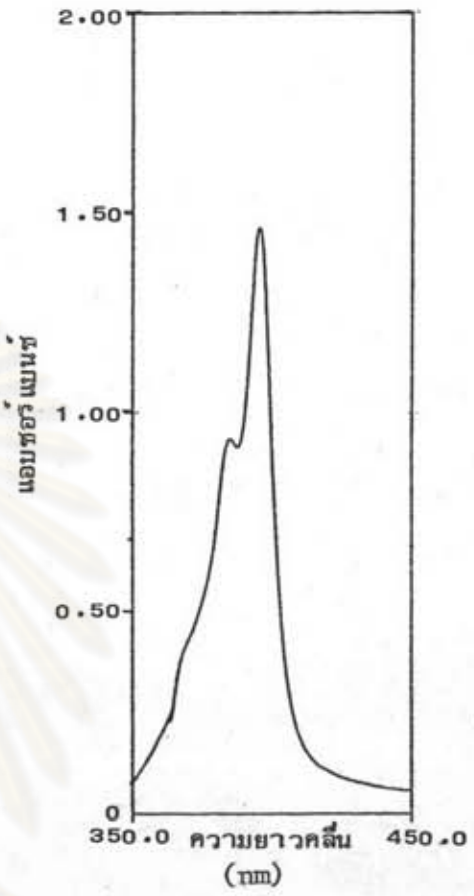
ตารางที่ 3.17 แสดงประสิทธิภาพของการแยก (% Recovery) พาราควอทออกจากดินตัวอย่าง เมื่อใช้เรซิน Duolite c-225 SRC 14

ปริมาณของพาราควอทที่เติมลงไปในดิน (ไมโครกรัม/กรัม)	ปริมาณของพาราควอทที่แยกได้ (ไมโครกรัม/กรัม)	ค่าเฉลี่ยของปริมาณพาราควอทที่แยกได้ (ไมโครกรัม/กรัม)	ประสิทธิภาพของการแยกเฉลี่ย (%)
0.20	0.07 0.06 0.06	0.06	30.0
0.40	0.19 0.21 0.21	0.20	50.0
1.00	0.51 0.52 0.51	0.51	51.0
2.00	0.99 0.93 0.95	0.96	48.0
4.00	1.79 1.77 1.78	1.78	44.5
10.00	3.17 3.16 3.15	3.16	31.6
20.00	3.95 3.89 3.90	3.91	19.6

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย



รูปที่ 3.27 Absorption spectra ที่ได้จากการสกัดดินที่มีพาราควอทอยู่ 2.00 ไมโครกรัม/กรัม ด้วยเรซิน Duolite C-225 SRC 14

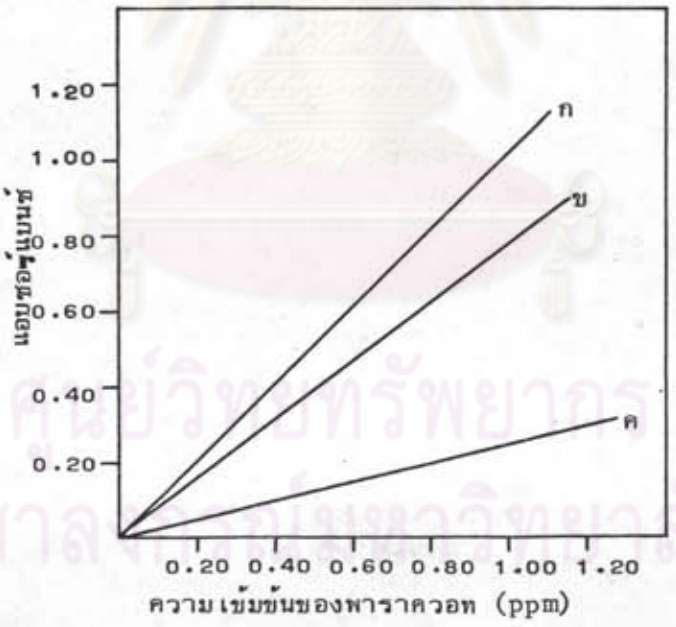


รูปที่ 3.28 Absorption spectra ที่ได้จากการสกัดดินที่มีพาราควอทอยู่ 4.00 ไมโครกรัม/กรัม ด้วยเรซิน Duolite C-225 SRC 14

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

ตารางที่ 3.18 แสดงค่าแอบซอร์แบนซ์ที่ความยาวคลื่น 396.0 nm ของสารละลายที่ได้จากการแยกพาราควอทออกจากดินตัวอย่าง เมื่อใช้เรซิน Dowex 50w-x8 และ Duolite c-225 SRC 14

ปริมาณของพาราควอทที่เติมลงไปในตัวอย่างดิน (ไมโครกรัม/กรัม)	ค่าแอบซอร์แบนซ์ที่ความยาวคลื่น 396.0 nm ของสารละลายที่ได้จากการแยกพาราควอทออกจากดินตัวอย่าง เมื่อใช้เรซิน	
	Dowex 50w-x8	Duolite c-225 SRC 14
0.16	0.071	วัดไม่ได้
0.20	0.089	0.034
0.40	0.177	0.116
1.00	0.436	0.273
2.00	0.740	0.502



รูปที่ 3.29 แสดงการเปรียบเทียบประสิทธิภาพของการแยกพาราควอทในดินโดยผ่านเรซิน Dowex 50w-x8 และ Duolite c-225 SRC 14 กับกราฟมาตรฐานของพาราควอทโดยไม่มีการแยกผ่านเรซิน

ก. กราฟมาตรฐานของพาราควอทความเข้มข้นต่าง ๆ โดยไม่มีการแยกผ่านเรซิน

ข. กราฟมาตรฐานของพาราควอทความเข้มข้นต่าง ๆ โดยแยกผ่านเรซิน Dowex 50w-x8

ค. กราฟมาตรฐานของพาราควอทความเข้มข้นต่าง ๆ โดยแยกผ่านเรซิน Duolite c-225 SRC 14

จากข้อมูลในตารางที่ 3.16 และ 3.17 จะแสดงให้เห็นเปอร์เซนต์ของการแยก (% Recovery) พาราควอทออกจากดินตัวอย่าง เมื่อใช้เรซิน Dowex 50w-x8 และเรซิน Duolite c-225 SRC 14 ปรากฏว่าจากการเติมพาราควอทลงไปในดินตัวอย่าง 25.00 กรัม ปริมาณต่าง ๆ กัน แล้วจึงทำการสกัดและแยกพาราควอทออกจากดินด้วยเทคนิคของ Ion-Exchange Chromatography ด้วยเรซิน Dowex 50w-x8 จะให้เบอร์เซนต์ของการแยกสูงกว่าเมื่อใช้เรซิน Duolite c-225 SRC 14 ดังนี้

ปริมาณของพาราควอท ที่เติมลงไปในดิน (ไมโครกรัม/กรัม)	เปอร์เซนต์ของการแยกเฉลี่ยเมื่อใช้	
	เรซิน Dowex 50w-x8	เรซิน Duolite c-225 SRC 14
0.16	81.3 %	วัดไม่ได้
0.20	80.0 %	30.0 %
0.40	80.0 %	50.0 %
1.00	83.0 %	51.0 %
2.00	71.5 %	48.0 %
4.00	79.0 %	44.5 %
10.00	80.5 %	31.6 %
20.00	81.6 %	19.6 %

โดยที่เรซิน Dowex 50w-x8 ซึ่งมีขนาด 100-200 เมช จะมีขนาดเท่ากับ 0.074-0.14 มิลลิเมตร สามารถแยกพาราควอทออกจากดิน 25.00 กรัม โดยมีปริมาณของพาราควอทอย่างน้อยที่สุดเท่ากับ 0.16 ไมโครกรัม/กรัม และมีเปอร์เซนต์ของการแยกเฉลี่ย 81.3 % แต่เรซิน Duolite c-225 SRC 14 ซึ่งมีขนาด 50-100 เมช หรือเท่ากับ 0.14-0.29 มิลลิเมตร จะสามารถแยกพาราควอทออกจากดิน 25.00 กรัม ด้วย detection limit เท่ากับ 0.20 ppm และมีเปอร์เซนต์ของการแยกเฉลี่ย 30 % อาจอธิบายได้ว่าเรซิน Dowex 50w-x8 ซึ่งมีขนาดเล็ก ทำให้มีพื้นที่ผิว (surface area) ที่จะทำปฏิกิริยาการแลกเปลี่ยนไอออนระหว่างแคตไอออนของเรซินกับพาราควอทไดแคตไอออนมาก และปฏิกิริยาที่เกิดขึ้นก็เป็นไปอย่างรวดเร็ว เมื่อเปรียบเทียบกับเรซิน Duolite c-225 SRC 14 ที่มีขนาดใหญ่กว่า แต่จะมีพื้นที่ผิวน้อยกว่า ดังนั้นปฏิกิริยาการแลกเปลี่ยนไอออนที่เกิดขึ้น

จึงเกิดได้ช้ากว่า ทำให้ประสิทธิภาพในการแยกมีค่าต่ำ และประกอบกับสารละลายดินที่ได้จากการสกัดมีสารอินทรีย์ประจุบวก (organic cation) ซึ่งเป็นสิ่งปลอมปนจำนวนมาก อาจไปรบกวนในปฏิกิริยาการแลกเปลี่ยนระหว่างพาราควอทไดแคตไอออนกับแคตไอออนของเรซิน Duolite c-225 SRC 14 มากกว่าเรซิน Dowex 50w-x8

ส่วนเรซิน Amberlite IR-120 (Na) ซึ่งมีขนาด 14-52 เมช หรือเท่ากับ 0.29-2.00 มิลลิเมตร ไม่สามารถแยกพาราควอทออกจากดินตัวอย่างได้ เพราะมีขนาดใหญ่ ปฏิกิริยาการแลกเปลี่ยนไอออนระหว่างแคตไอออนของเรซินกับพาราควอทไดแคตไอออนเกิดได้ช้ามาก และมีความสามารถในการดูดยึดแคตไอออนต่าง ๆ ที่มีอยู่ในสารละลายดินได้มากกว่าเรซิน Dowex 50w-x8 และเรซิน Duolite c-225 SRC 14 จึงทำให้ดูดยึดพาราควอทไดแคตไอออนได้น้อยประสิทธิภาพในการแยกจึงต่ำ จากการทดลองนี้เรซิน Amberlite IR-120 (Na) ไม่สามารถแยกพาราควอทออกจากดินตัวอย่างได้เลย แต่เรซิน Dowex 50w-x8 ขนาด 100-200 เมช จะมีประสิทธิภาพของการแยกพาราควอทออกจากดินตัวอย่างได้ดีที่สุด

จากรูปที่ 3.29 จะแสดงให้เห็นประสิทธิภาพของการแยกพาราควอทออกจากดินตัวอย่างด้วยการสกัดและแยกโดยการผ่านเรซิน Dowex 50w-x8 และเรซิน Duolite c-225 SRC 14 เมื่อเปรียบเทียบกับกราฟมาตรฐานของพาราควอทที่ไม่มีการสกัดและแยกโดยผ่านเรซิน

3.12 การศึกษาการแยกและการหาปริมาณพาราควอทในน้ำ

โดยจะได้ทำการทดลองกับน้ำตัวอย่างที่เตรียมขึ้นและให้มีพาราควอทปริมาณต่าง ๆ กัน แล้วทำการแยกพาราควอทออกจากน้ำตัวอย่างนั้น ๆ ดังการทดลองต่อไปนี้

3.12.1 การเตรียมน้ำตัวอย่างเพื่อใช้ทดลอง (Simulation of water samples)

1. นำน้ำบริสุทธิ์จำนวน 500.00 cm^3 แล้วเติมดินขนาด 2-3 มิลลิเมตร จากข้อ 3.11 ลงไปประมาณ 1 กรัม แล้วคนด้วยเครื่องคนแม่เหล็ก (magnetic stirrer) เป็นเวลา 5 นาที

2. กรองสารละลายนี้ด้วยกระดาษกรองเบอร์ 1 สารละลายที่กรองได้นำไปเติมด้วยสารละลายพาราควอทมาตรฐานความเข้มข้นต่าง ๆ เพื่อใช้ในการวิเคราะห์ต่อไป

3.12.2 การทดลองและหาปริมาณพาราควอทในน้ำ

ในกรณีของน้ำตัวอย่างไม่จำ เป็นต้องทำการสกัด เนื่องจากพาราควอทสามารถละลายในน้ำได้ดี ดังนั้นจึงสามารถที่จะแยกพาราควอทออกจากน้ำตัวอย่างได้เลยด้วย เทคนิค Ion Exchange Chromatography ด้วยการทดลองต่อไปนี้

วิธีทำการทดลอง

1. เติมสารละลายพาราควอทมาตรฐานในน้ำตัวอย่างที่เตรียมได้จากข้อ 3.12.1 ให้มีความเข้มข้นต่าง ๆ กัน และให้มีปริมาตรสุดท้ายของน้ำตัวอย่าง เท่ากับ 500.00 cm^3

2. นำสารละลายจากข้อ 1 จำนวน 500.00 cm^3 ปรับให้มี pH ประมาณ 1 แล้วนำไปผ่านคอลัมน์ของเรซินทั้ง 3 ชนิด ที่เตรียมขึ้นใหม่ ด้วยอัตราเร็ว 5.00 cm^3/นาที จนหมดแล้วล้างคอลัมน์ด้วยสารละลายต่าง ๆ ต่อไปนี้

- น้ำกลั่นจำนวน 25.00 cm^3
- สารละลายกรดไฮโดรคลอริกเข้มข้น 2.00 โมล/ลิตร จำนวน 100.00 cm^3
- น้ำกลั่นจำนวน 25.00 cm^3
- สารละลายแอมโมเนียมคลอไรด์เข้มข้น 2.50 % (น.น/ปริมาตร) จำนวน 50.00 cm^3
- น้ำกลั่นจำนวน 100.00 cm^3

3. ใช้สารละลายอิ่มตัวแอมโมเนียมคลอไรด์จำนวน 50.00 cm^3 ชะล้างคอลัมน์ด้วยอัตราเร็ว 1.00 cm^3/นาที เก็บสารละลายที่ผ่านคอลัมน์ไว้ 50.00 cm^3

4. ปิเปตสารละลายที่ได้จากข้อ 3 มาจำนวน 20.00 cm^3 ใส่ในขวดมาตรฐานขนาด 50.00 cm^3

5. เติมสารละลายโซเดียมไดไธโอไนต์เข้มข้น 0.20% (น.น./ปริมาตร) ในสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ขึ้น 0.50 โมล/ลิตร ที่เตรียมใหม่ลงไป 4.00 cm^3 ปิดจุกให้แน่น

6. ผสมสารละลายให้เข้ากันโดยวิธีควำและหงายขวดไปมา 2 ครั้ง ตั้งทิ้งไว้ 30 วินาที

7. นำสารละลายที่ได้จากข้อ 6 ไปวัดแอบซอร์แบนซ์ที่ความยาวคลื่น 396.0 nm ด้วย เซลล์ควอทซ์ขนาด 5.00 ซม. โดยใช้สารละลายอิ่มตัวแอมโมเนียมคลอไรด์ที่ได้จากการทดลองจากน้ำที่ไม่มีพาราควอทเป็นแบลงค์

8. คำนวณความเข้มข้นของพาราควอทจากกราฟมาตรฐานในข้อ 3.9 และเปอร์เซนต์การแยก (% Recovery) เมื่อใช้เรซินทั้ง 3 ชนิด ผลการทดลองดังแสดงในตารางที่ 3.19, 3.21, 3.23 และรูปที่ 3.30, 3.31, 3.33, 3.34, 3.36, 3.37

9. นำค่าแอบซอร์แบนซ์ที่วัดได้ในข้อ 7 มา เขียนกราฟระหว่างค่าแอบซอร์แบนซ์กับปริมาณของพาราควอทที่เติมลงไป เพื่อเปรียบเทียบกับกราฟมาตรฐานของพาราควอทความเข้มข้นต่าง ๆ กัน ผลการทดลองดังแสดงในตารางที่ 3.20, 3.22, 3.24 และรูปที่ 3.32, 3.35, 3.38

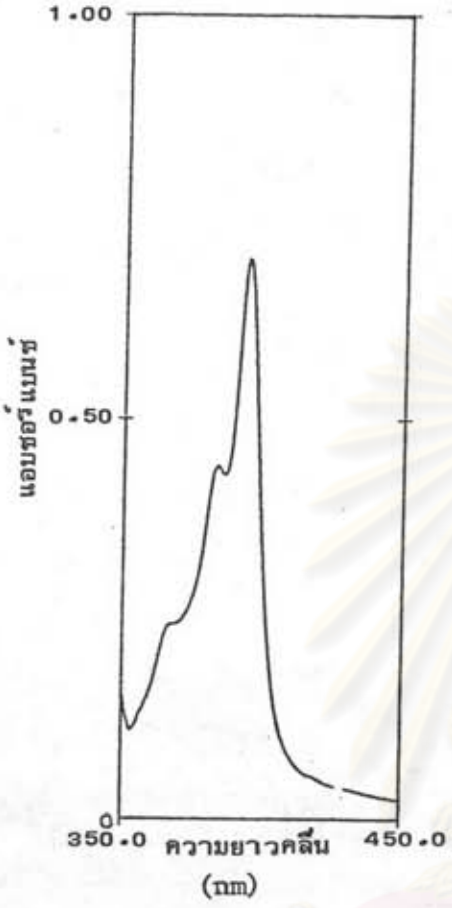
ตารางที่ 3.19 แสดงประสิทธิภาพของการแยก (% Recovery) ของพาราควอทออกจากน้ำตัวอย่างเมื่อใช้เรซิน Dowex 50w-x8

ปริมาณของพาราควอทที่เติมลงไปในน้ำ ($\mu g/cm^3$)	ปริมาณของพาราควอทที่แยกได้ ($\mu g/cm^3$)	ค่าเฉลี่ยของปริมาณพาราควอทที่แยกได้ ($\mu g/cm^3$)	ประสิทธิภาพของการแยกเฉลี่ย (%)
2.00×10^{-3}	1.84×10^{-3} 2.42×10^{-3} 2.02×10^{-3}	2.09×10^{-3}	104.5
5.00×10^{-3}	4.56×10^{-3} 4.84×10^{-3} 5.14×10^{-3}	4.85×10^{-3}	97.0
8.00×10^{-3}	8.34×10^{-3} 8.16×10^{-3} 8.34×10^{-3}	8.28×10^{-3}	103.5
1.00×10^{-2}	0.94×10^{-2} 0.97×10^{-2} 1.11×10^{-2}	1.01×10^{-2}	100.1

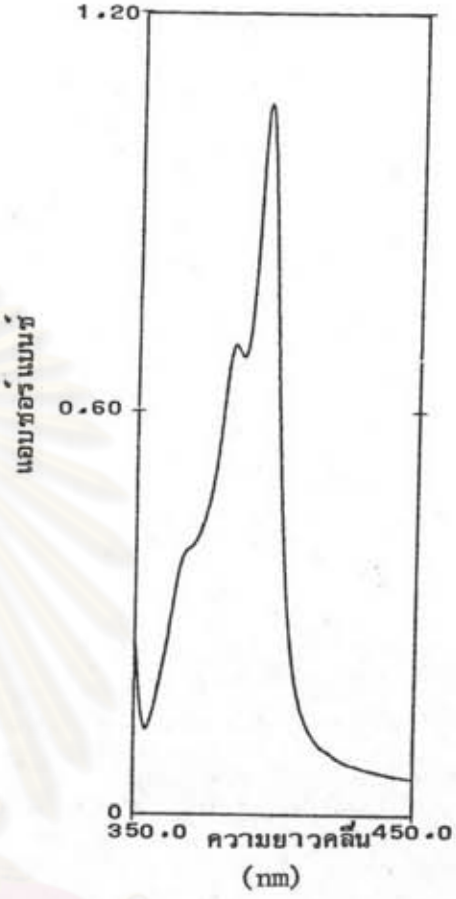
ตารางที่ 3.19 (ต่อ)

ปริมาณของพาราควอทที่เติมลงไปในน้ำ (ไมโครกรัม/cm^3)	ปริมาณของพาราควอทที่แยกได้ (ไมโครกรัม/cm^3)	ค่าเฉลี่ยของปริมาณพาราควอทที่แยกได้ (ไมโครกรัม/cm^3)	ประสิทธิภาพของการแยกเฉลี่ย (%)
2.00×10^{-2}	1.98×10^{-2} 1.87×10^{-2} 2.00×10^{-2}	1.95×10^{-2}	97.5
5.00×10^{-2}	5.04×10^{-2} 5.00×10^{-2} 4.99×10^{-2}	5.01×10^{-2}	100.2
0.10	0.10 0.10 0.09	0.10	100.0
0.20	0.19 0.20 0.20	0.20	100.0
0.50	0.47 0.47 0.47	0.47	94.0
1.00	1.00 1.00 1.00	1.00	100.0

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย



รูปที่ 3.30 Absorption spectra ที่ได้จากการแยกน้ำที่มีพาราควอทอยู่ 0.50 ppm ด้วยเรซิน Dowex 50w-x8

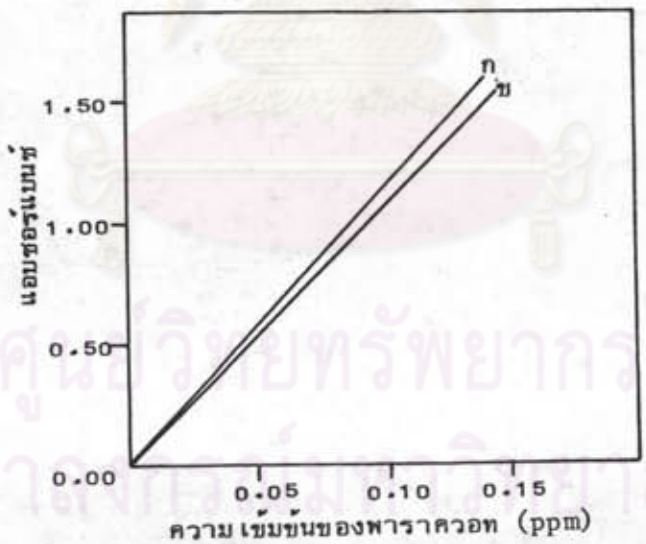


รูปที่ 3.31 Absorption spectra ที่ได้จากการแยกน้ำที่มีพาราควอทอยู่ 1.00 ppm ด้วยเรซิน Dowex 50w-x8

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

ตารางที่ 3.20 แสดงค่าแอบซอร์แบนซ์ที่ความยาวคลื่น 396.0 nm ของสารละลายที่ได้จากการแยกพาราควอทออกจากน้ำตัวอย่าง เมื่อใช้เรซิน Dowex 50w-x8

ปริมาณของพาราควอทที่เติมลงไปในน้ำ (ไมโครกรัม/cm^3)	ค่าแอบซอร์แบนซ์ที่ความยาวคลื่น 396.0 nm ของสารละลายที่ได้จากการแยกพาราควอทออกจากน้ำตัวอย่าง
2.00×10^{-3}	0.024
5.00×10^{-3}	0.053
8.00×10^{-3}	0.090
1.00×10^{-2}	0.109
2.00×10^{-2}	0.212
5.00×10^{-2}	0.523
0.100	1.029



รูปที่ 3.32 แสดงการเปรียบเทียบประสิทธิภาพของการแยกพาราควอทในน้ำโดยผ่านเรซิน Dowex 50w-x8 กับกราฟมาตรฐานของพาราควอทโดยไม่มีการแยกผ่านเรซิน

ก. กราฟมาตรฐานของพาราควอทความเข้มข้นต่าง ๆ โดยไม่มีการแยกผ่านเรซิน

ข. กราฟมาตรฐานของพาราควอทความเข้มข้นต่าง ๆ โดยแยกผ่านเรซิน Dowex 50w-x8

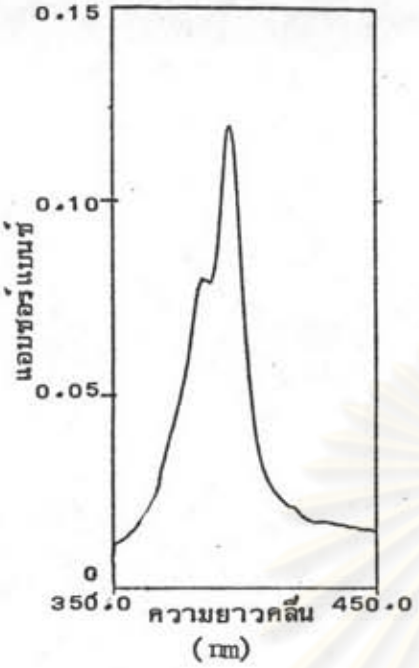
ตารางที่ 3.21 แสดงเปอร์เซนต์การแยก (% Recovery) พาราควอทออกจากน้ำตัวอย่าง เมื่อใช้เรซิน Duolite c-225 SRC 14

ปริมาณของพาราควอทที่เติมลงไปในน้ำ (ไมโครกรัม/cm^3)	ปริมาณของพาราควอทที่แยกได้ (ไมโครกรัม/cm^3)	ค่าเฉลี่ยของปริมาณพาราควอทที่แยกได้ (ไมโครกรัม/cm^3)	เปอร์เซนต์การแยกเฉลี่ย (%)
0.80×10^{-3}	0.40×10^{-3} 0.40×10^{-3} 0.50×10^{-3}	0.43×10^{-3}	53.8
1.00×10^{-3}	0.80×10^{-3} 0.70×10^{-3} 0.80×10^{-3}	0.77×10^{-3}	77.0
2.00×10^{-3}	1.76×10^{-3} 1.66×10^{-3} 1.76×10^{-3}	1.73×10^{-3}	86.5
5.00×10^{-3}	4.08×10^{-3} 4.16×10^{-3} 4.26×10^{-3}	4.17×10^{-3}	83.4
1.00×10^{-2}	0.96×10^{-2} 0.91×10^{-2} 0.87×10^{-2}	0.91×10^{-2}	91.0
2.00×10^{-2}	1.83×10^{-2} 2.02×10^{-2} 1.87×10^{-2}	1.91×10^{-2}	95.5

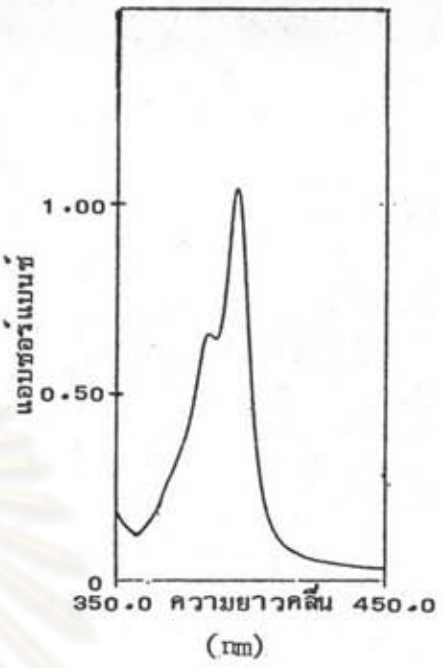
หอสมุดกลาง สถาบันวิทยบริการ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

ตารางที่ 3.21 (ต่อ)

ปริมาณของพาราควอทที่เติมลงไปในน้ำ (ไมโครกรัม/ cm^3)	ปริมาณของพาราควอทที่แยกได้ (ไมโครกรัม/ cm^3)	ค่าเฉลี่ยของปริมาณพาราควอทที่แยกได้ (ไมโครกรัม/ cm^3)	เปอร์เซนต์การแยกเฉลี่ย (%)
4.00×10^{-2}	3.92×10^{-2} 3.74×10^{-2} 3.67×10^{-2}	3.78×10^{-2}	94.5
5.00×10^{-2}	4.47×10^{-2} 4.84×10^{-2} 4.83×10^{-2}	4.71×10^{-2}	94.2
0.10	0.10 0.09 0.09	0.09	90.0
0.20	0.19 0.20 0.19	0.19	95.0
0.50	0.47 0.46 0.48	0.47	94.0
1.00	0.90 0.89 0.92	0.90	90.0



รูปที่ 3.33 Absorption spectra ที่ได้จากการแยกน้ำที่มีพาราควอทอยู่ 0.10 ppm ด้วยเรซิน Duolite C-225 SRC 14

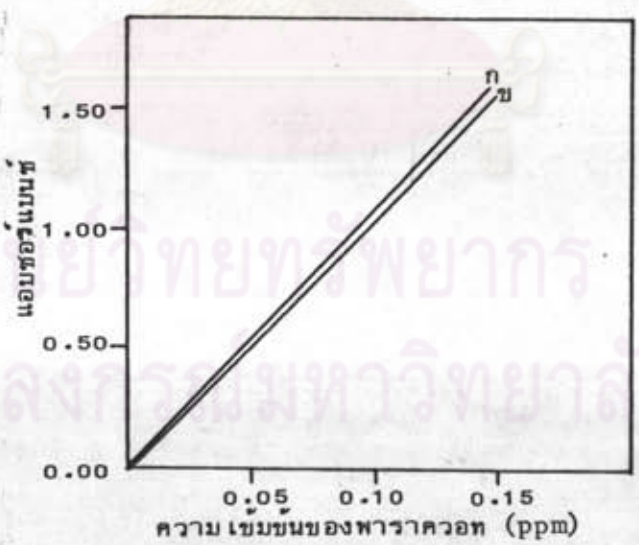


รูปที่ 3.34 Absorption spectra ที่ได้จากการแยกน้ำที่มีพาราควอทอยู่ 1.00 ppm ด้วยเรซิน Duolite C-225 SRC 14

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

ตารางที่ 3.22 แสดงค่าแอบซอร์แบนซ์ที่ความยาวคลื่น 396.0 nm ของสารละลายที่ได้จากการแยกพาราควอทออกจากน้ำตัวอย่าง เมื่อใช้เรซิน Duolite c-225 SRC 14

ปริมาณของพาราควอทที่เติมลงไปในน้ำ (ไมโครกรัม/cm^3)	ค่าแอบซอร์แบนซ์ที่ความยาวคลื่น 396.0 nm ของสารละลายที่ได้จากการแยกพาราควอทออกจากน้ำตัวอย่าง
0.80×10^{-3}	0.006
1.00×10^{-3}	0.010
2.00×10^{-3}	0.020
5.00×10^{-3}	0.046
1.00×10^{-2}	0.107
2.00×10^{-2}	0.208
4.00×10^{-2}	0.398
5.00×10^{-2}	0.492
0.10	0.927



รูปที่ 3.35 แสดงการเปรียบเทียบประสิทธิภาพของการแยกพาราควอทในน้ำโดยผ่านเรซิน Duolite c-225 SRC 14 กับกราฟมาตรฐานของพาราควอทโดยไม่มีการแยกผ่านเรซิน

ก. กราฟมาตรฐานของพาราควอทความเข้มข้นต่าง ๆ โดยไม่มีการแยกผ่านเรซิน

ข. กราฟมาตรฐานของพาราควอทความเข้มข้นต่าง ๆ โดยแยกผ่านเรซิน Duolite c-225 SRC 14

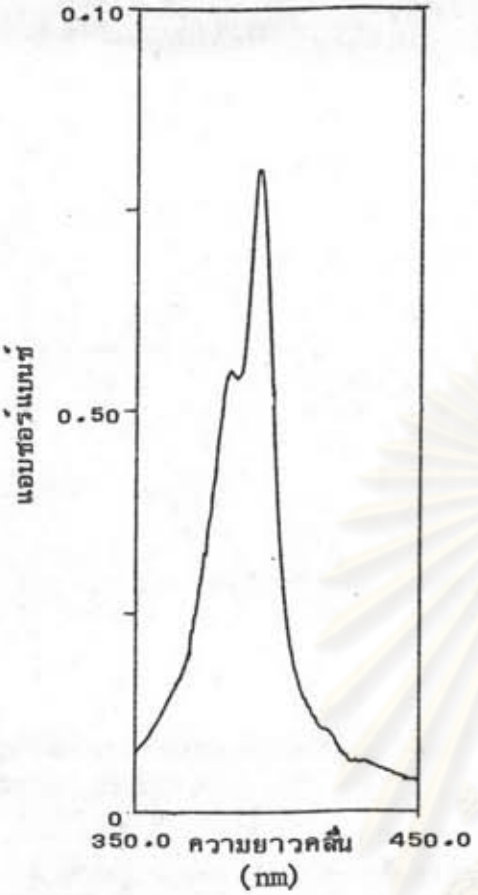
ตารางที่ 3.23 แสดงประสิทธิภาพของการแยก (% Recovery) ของพาราควอทออกจากน้ำตัวอย่าง เมื่อใช้เรซิน Amberlite IR-120 (Na)

ปริมาณของพาราควอทที่เติมลงในน้ำ (ไมโครกรัม/cm^3)	ปริมาณของพาราควอทที่แยกได้ (ไมโครกรัม/cm^3)	ค่าเฉลี่ยของปริมาณพาราควอทที่แยกได้ (ไมโครกรัม/cm^3)	ประสิทธิภาพของการแยกเฉลี่ย (%)
1.00×10^{-2}	0.73×10^{-2} 0.70×10^{-2} 0.72×10^{-2}	0.72×10^{-2}	72.0
2.00×10^{-2}	1.24×10^{-2} 1.25×10^{-2} 1.21×10^{-2}	1.23×10^{-2}	61.5
4.00×10^{-2}	2.84×10^{-2} 2.96×10^{-2} 2.79×10^{-2}	2.86×10^{-2}	71.5
5.00×10^{-2}	3.52×10^{-2} 3.74×10^{-2} 3.84×10^{-2}	3.70×10^{-2}	74.0
0.10	0.07 0.08 0.07	0.07	70.0
0.20	0.15 0.14 0.14	0.14	70.0

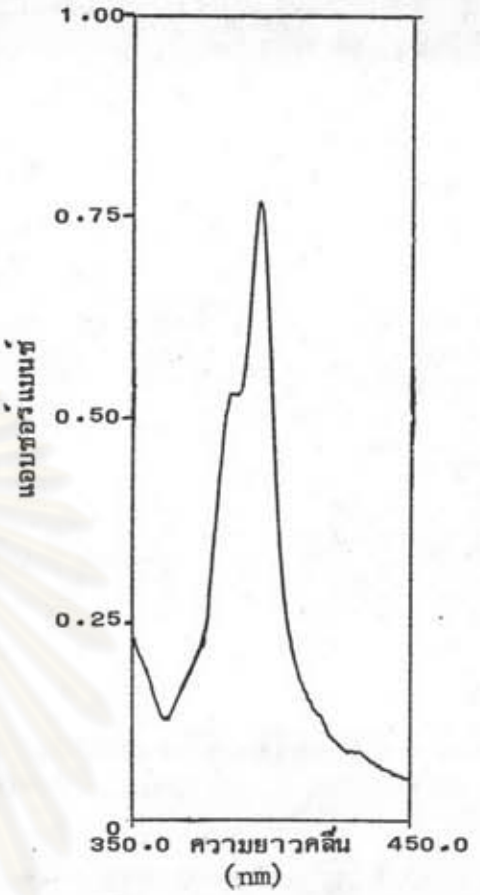
ตารางที่ 3.23 (ต่อ)

ปริมาณของพาราควอทที่เติมลงในน้ำ (ไมโครกรัม/cm^3)	ปริมาณของพาราควอทที่แยกได้ (ไมโครกรัม/cm^3)	ค่าเฉลี่ยของปริมาณพาราควอทที่แยกได้ (ไมโครกรัม/cm^3)	ปริสิทธิภาพของการแยกเฉลี่ย (%)
0.50	0.36 0.35 0.35	0.35	70.0
1.00	0.64 0.67 0.71	0.67	67.0

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย



รูปที่ 3.36 Absorption spectra ที่ได้จากการแยกน้ำที่มีพาราควอทอยู่ 0.10 ppm ด้วยเรซิน Amberlite IR-120 (Na)

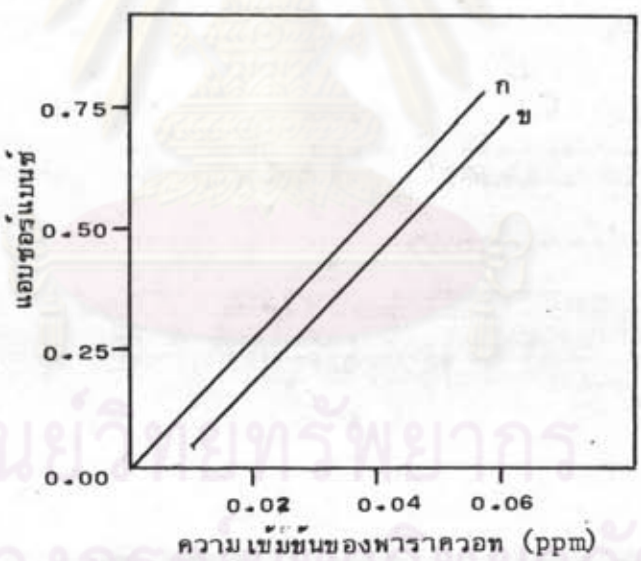


รูปที่ 3.37 Absorption spectra ที่ได้จากการแยกน้ำที่มีพาราควอทอยู่ 1.00 ppm ด้วยเรซิน Amberlite IR-120 (Na)

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

ตารางที่ 3.24 แสดงค่าแอบซอร์แบนซ์ที่ความยาวคลื่น 396.0 nm ของสารละลายที่ได้จากการแยกพาราควอทออกจากน้ำตัวอย่าง เมื่อใช้เรซิน Amberlite IR-120 (Na)

ปริมาณของพาราควอท ที่เติมลงไปในน้ำ ($ไมโครกรัม/cm^3$)	ค่าแอบซอร์แบนซ์ที่ความยาวคลื่น 396.0 nm ของสารละลายที่ได้จากการแยกพาราควอทออกจากน้ำตัวอย่าง
1.00×10^{-2}	0.079
2.00×10^{-2}	0.199
4.00×10^{-2}	0.370
5.00×10^{-2}	0.725



รูปที่ 3.38 แสดงการเปรียบเทียบประสิทธิภาพของการแยกพาราควอทในน้ำผ่านเรซิน Amberlite IR-120 (Na) กับกราฟมาตรฐานของพาราควอทโดยไม่มีการแยกผ่านเรซิน

ก. กราฟมาตรฐานของพาราควอทความเข้มข้นต่าง ๆ โดยไม่มีการแยกผ่านเรซิน

ข. กราฟมาตรฐานของพาราควอทความเข้มข้นต่าง ๆ โดยแยกผ่านเรซิน Amberlite IR-120 (Na)

จากข้อมูลในตารางที่ 3.19, 3.21 และ 3.23 ซึ่งแสดงให้เห็นประสิทธิภาพของการแยกพาราควอทออกจากน้ำตัวอย่างโดยเทคนิคทาง Ion-Exchange Chromatography ด้วยเรซิน Dowex 50w-x8, Duolite c-225 SRC 14 และเรซิน Amberlite IR-120 (Na) ตามลำดับ ปรากฏว่าเรซิน Dowex 50w-x8 และเรซิน Duolite c-225 SRC 14 มีความสามารถในการแยกพาราควอทออกจากน้ำได้ใกล้เคียงกันดังนี้

ปริมาณของพาราควอทที่เติมลงไปในน้ำตัวอย่าง (ไมโครกรัม/cm^3)	เปอร์เซนต์ของการแยกเฉลี่ยเมื่อใช้		
	เรซิน Dowex 50w-x8	เรซิน Duolite c-225 SRC 14	เรซิน Amberlite IR-120 (Na)
0.80×10^{-3}	วัดไม่ได้	53.8 %	วัดไม่ได้
1.00×10^{-3}	วัดไม่ได้	77.0 %	วัดไม่ได้
2.00×10^{-3}	104.5 %	86.5 %	วัดไม่ได้
5.00×10^{-3}	97.0 %	83.4 %	วัดไม่ได้
8.00×10^{-3}	103.5 %	ไม่ได้ทำการทดลอง	วัดไม่ได้
1.00×10^{-2}	100.1 %	91.0 %	72.0 %
2.00×10^{-2}	97.5 %	95.5 %	61.5 %
4.00×10^{-2}	ไม่ได้ทำการทดลอง	94.5 %	71.5 %
5.00×10^{-2}	100.2 %	94.2 %	74.0 %
0.10	100.0 %	90.0 %	70.0 %
0.20	100.0 %	95.0 %	70.0 %
0.50	94.0 %	94.0 %	70.0 %
1.00	100.0 %	90.0 %	67.0 %

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

จากการทดลองนี้เรซิน Dowex 50w-x8 สามารถใช้ในการแยกและหาปริมาณพาราควอทได้น้อยสุดเท่ากับ 0.002 ppm โดยมีเปอร์เซนต์ของการแยก 104.5 % และเรซิน Duolite c-225 SRC 14 จะสามารถแยกและหาปริมาณพาราควอทได้น้อยที่สุดเท่ากับ 0.0008 ppm เปอร์เซนต์ของการแยก 53.8 % ส่วนเรซิน Amberlite IR-120 (Na) สามารถแยกและหาปริมาณพาราควอทได้น้อยสุดเท่ากับ 0.01 ppm โดยมีเปอร์เซนต์ของการแยก 72.0 % ดังนั้น เรซิน Dowex 50w-x8 และเรซิน Duolite c-225 SRC 14 เหมาะสมที่จะใช้ในเทคนิคทาง Ion-exchange Chromatography เพื่อแยกพาราควอทออกจากน้ำตัวอย่าง แต่เรซิน Duolite c-225 SRC 14 สามารถแยกและหาปริมาณพาราควอทได้น้อยที่สุด และราคาถูกกว่า จึงเหมาะสมมากกว่าเรซิน Dowex 50w-x8 และจากรูปที่ 3.32, 3.35 และ 3.38 จะแสดงความแตกต่างระหว่างกราฟมาตรฐานของพาราควอทโดยไม่มีการแยกผ่านเรซิน กับกราฟมาตรฐานของการแยกพาราควอทออกจากน้ำตัวอย่าง โดยใช้เรซิน Dowex 50w-x8, Duolite c-225 SRC 14 และ Amberlite IR-120 (Na) ตามลำดับ

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

3.13 การวิเคราะห์หาปริมาณพาราควอทในน้ำตัวอย่างจากแหล่งน้ำธรรมชาติ

นำเอาเทคนิคการวิเคราะห์ที่ได้จากการทดลองข้างต้น มาใช้ในการวิเคราะห์หาปริมาณพาราควอทในน้ำตัวอย่างจากแหล่งน้ำธรรมชาติต่าง ๆ ในเขตจังหวัดนนทบุรี และปทุมธานี 11 ตัวอย่าง ดังนี้

แหล่งที่เก็บ	จังหวัด
1. แม่น้ำเจ้าพระยา ใต้สะพานลอยนนทบุรี	นนทบุรี
2. บ่อเลี้ยงปลา	ปทุมธานี
3. แปลงผักคะน้า คลองบางโพธิ์ใต้	ปทุมธานี
4. แปลงผักกาดหอม คลองบางหลวง	ปทุมธานี
5. หนองน้ำในนาข้าว อำเภอลาดหลุมแก้ว	ปทุมธานี
6. แปลงเพาะปลูก ตำบลบ้านฉาง	ปทุมธานี
7. แม่น้ำเจ้าพระยา	ปทุมธานี
8. คลองชลประทาน หน้าสำนักงานปฏิรูปที่ดิน	ปทุมธานี
9. คลอง 2 อำเภอธัญญบุรี	ปทุมธานี
10. คลอง 3 อำเภอธัญญบุรี	ปทุมธานี
11. ระหว่างคลอง 2 และคลอง 3	ปทุมธานี

เก็บน้ำตัวอย่างในขวดสีชาขนาด 2.5 ลิตร และเก็บไว้ในที่ไม่มีแสง และทำการวิเคราะห์หาปริมาณพาราควอททันทีหลังจากเก็บตัวอย่าง โดยทำการทดลองดังนี้

1. นำน้ำตัวอย่างมาแหล่งละ 500.00 cm^3 กรองผ่านกระดาษกรองเบอร์ 1 ด้วยการกรองแบบลดความดัน

2. ปรับ pH ของน้ำตัวอย่างที่กรองได้ให้มีค่า pH ประมาณ 1 ด้วยกรดไฮโดรคลอริกเข้มข้น ให้ปริมาตรทั้งหมดของสารละลายเท่ากับ 500.00 cm^3

3. นำสารละลายที่ได้ไปผ่านคอลัมน์ของเรซิน Dowex 50w-x8, Duolite c-225 SRC 14 และ Amberlite IR-120 (Na) ตามลำดับ ที่ทำความสะอาดเรียบร้อยแล้ว ด้วยอัตราเร็ว 5.00 cm^3/นาที จนหมด 500.00 cm^3

4. ล้างคอลัมน์ด้วยสารละลายต่าง ๆ ดังต่อไปนี้ด้วยอัตราเร็วเดียวกัน

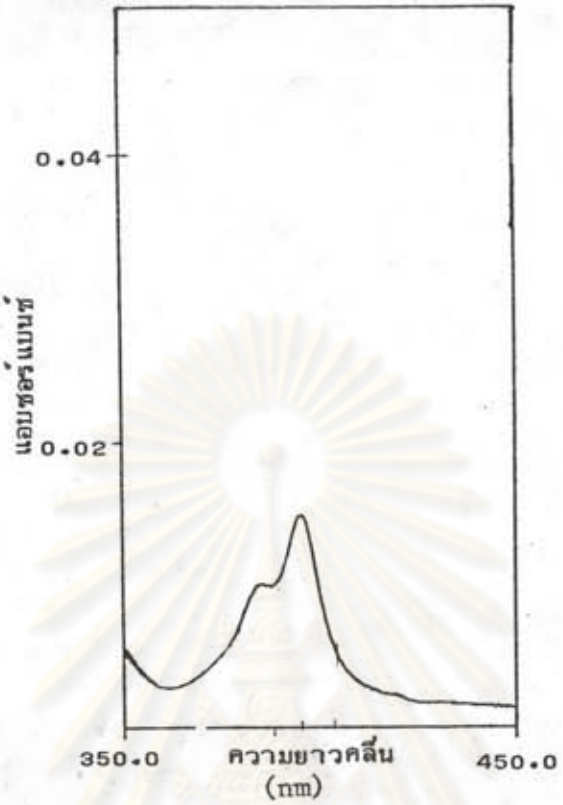
- น้ำกลั่นจำนวน 25.00 cm^3
- สารละลายกรดไฮโดรคลอริกเข้มข้น 2.00 โมล/ลิตร จำนวน 100.00 cm^3
- น้ำกลั่นจำนวน 25.00 cm^3
- สารละลายแอมโมเนียมคลอไรด์ 2.50% (น.น/ปริมาตร) จำนวน 50.00 cm^3
- น้ำกลั่นจำนวน 100.00 cm^3

5. ใช้สารละลายอีลูเอนต์แอมโมเนียมคลอไรด์จำนวน 50.00 cm^3 ชะล้างคอลัมน์ด้วยอัตราเร็ว 1.00 cm^3/นาที เก็บสารละลายที่ผ่านจากคอลัมน์จำนวน 50.00 cm^3 เพื่อนำไปวิเคราะห์หาปริมาณพาราควอทด้วยเทคนิคทางสเปกโตรโฟโตเมตรี ตามการทดลองที่ 3.12.2 ผลการวิเคราะห์หาปริมาณพาราควอทดังแสดงในตารางที่ 3.25 และรูปที่ 3.38

ตารางที่ 3.25 แสดงผลการวิเคราะห์หาปริมาณพาราควอทในน้ำจากแหล่งน้ำธรรมชาติ

แหล่งที่เก็บ	ปริมาณพาราควอทที่ตรวจพบ (ppm)
1. แม่น้ำเจ้าพระยา ใต้สะพานลอยนนทบุรี จ.นนทบุรี	ตรวจไม่พบ
2. บ่อเลี้ยงปลา จ.ปทุมธานี	ตรวจไม่พบ
3. แปลงผักคะน้า จ.ปทุมธานี	ตรวจไม่พบ
4. แปลงผักกาดหอม จ.ปทุมธานี	0.002
5. หนองน้ำในนาข้าว จ.ปทุมธานี	ตรวจไม่พบ
6. แปลงเพาะปลูก จ.ปทุมธานี	ตรวจไม่พบ
7. แม่น้ำเจ้าพระยา จ.ปทุมธานี	ตรวจไม่พบ
8. คลองชลประทาน จ.ปทุมธานี	ตรวจไม่พบ
9. คลอง 2 จ.ปทุมธานี	ตรวจไม่พบ
10. คลอง 3 จ.ปทุมธานี	ตรวจไม่พบ
11. ระหว่างคลอง 2 และคลอง 3 จ.ปทุมธานี	ตรวจไม่พบ

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย



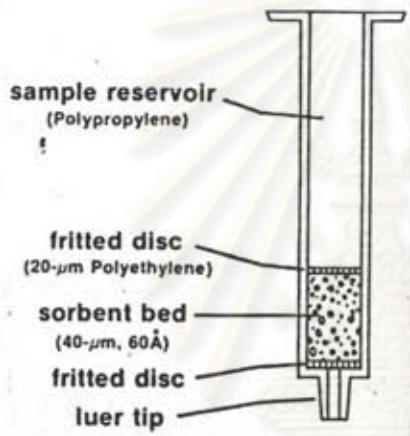
รูปที่ 3.39 แสดง Absorption spectrum ของพาราควอทที่ได้จากการแยกน้ำตัวอย่างแหล่งที่ 4

จากผลการทดลองในตารางที่ 3.23 จะเห็นได้ว่ามีเพียงน้ำตัวอย่างแหล่งที่ 4 ซึ่งเป็นแปลงผักกาดหอม ใน จ.ปทุมธานี เพียงตัวอย่างเดียวที่พบพาราควอท และมีอยู่ในปริมาณ 0.002 ppm จากการสอบถามเจ้าของแปลงผักนั้น ปรากฏว่าได้มีการใช้สารประเภทกรัมม็อกโซนในการฆ่าหญ้าที่บริเวณแปลงผักมาก่อนแล้ว 2-3 วัน ด้วยอัตราส่วนการผสมกับน้ำที่ไม่แน่นอน จึงแสดงให้เห็นได้ว่าเทคนิคการวิเคราะห์นี้สามารถที่จะนำไปใช้ในการวิเคราะห์หาปริมาณพาราควอทในแหล่งน้ำต่าง ๆ ได้ แม้ว่าจะมีปริมาณน้อยก็ตาม

3.14 การศึกษาเทคนิคการวิเคราะห์โดยใช้คอลัมน์สำเร็จรูป (BAKER-10 SPE)

SPE คอลัมน์ เป็นคอลัมน์สำเร็จรูปขนาดเล็กทำด้วยโพลีโพรพีลีน ภายในบรรจุด้วยรีเวอร์สเฟส, โพลาร์ และ ion-exchange organosilane bonded to 40 μm 60 Å silica gel ซึ่งเป็น highly surface active sorbents โดยมีแผ่นโพลีเอทิลีนขนาด 20 μm กั้นอยู่ คอลัมน์นี้ใช้สำหรับทำให้ตัวทำละลายบริสุทธิ์และแยกสารปริมาณน้อย ๆ หรือใช้ cleanup ตัวอย่างก่อนนำไปวิเคราะห์ด้วย HPLC แต่เป็นคอลัมน์ที่ใช้ได้กับตัวอย่างเพียงครั้งเดียว (disposable column)

ส่วนประกอบของคอลัมน์แสดงดังรูปข้างล่างนี้



สมบัติของ SPE คอลัมน์สำเร็จรูป มีดังนี้

1. สามารถใช้แยกตัวอย่างได้มากสุดเท่ากับ 60 มิลลิกรัม หรือ ปริมาตรต่ำกว่า 2.3 ไมโครลิตรถึงลิตร

2. ใช้สารละลายชะล้างจำนวนน้อย ๆ

3. ใช้แยกสารอินทรีย์ที่มีน้ำหนักไมเลกุลน้อยกว่า 2,000 และเป็นสารอินทรีย์ที่สามารถละลายได้ในสารละลายอินทรีย์หรือน้ำ อาจจะเป็นสารที่โพลาร์มาก ๆ โพลาร์ปานกลาง หรือที่ไม่เป็นโพลาร์ แม้เป็นสารไอออนิกที่มีประจุบวกหรือประจุลบ ก็สามารถแยกจากกันได้ เป็นต้น

4. เป็นคอลัมน์ที่ใช้เฉพาะและเหมาะสมกับตัวอย่างประเภทหนึ่ง ๆ ซึ่งสามารถเลือกสเตชันนารีเฟสที่เป็น bonded phase ได้หลายอย่างและเลือกใช้สารละลายชะล้างที่เหมาะสมได้ เช่น คอลัมน์ 'BAKER'-10 SPE Phenyl (⬡), 3-ml จะใช้สำหรับแยกฟีนอล หรือคอลัมน์ 'BAKER'-10 SPE Octadecyl (c_{18}), 3-ml ใช้แยก organochlorine pesticides เป็นต้น

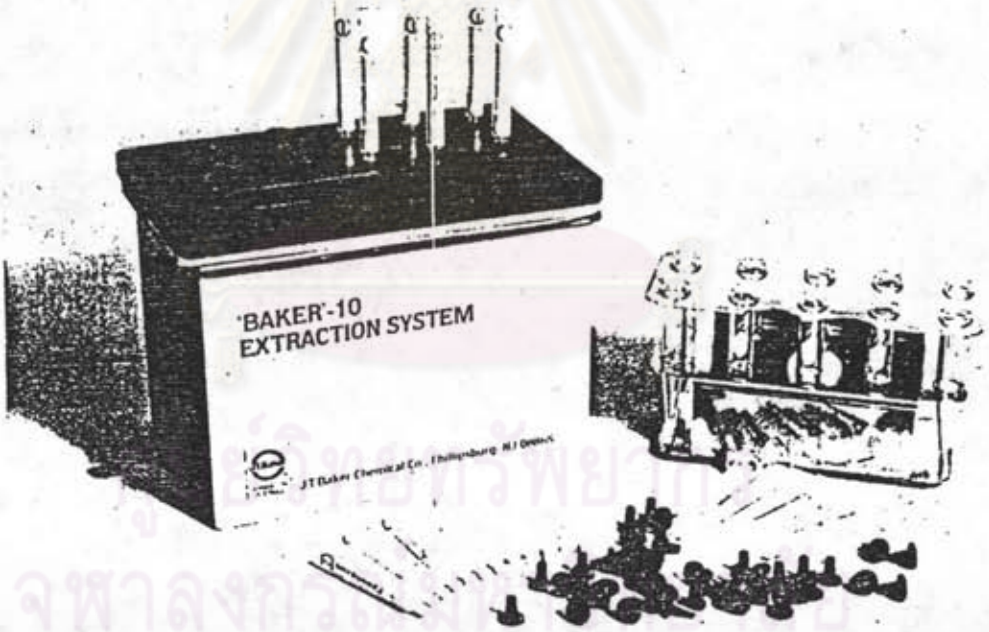
จากสมบัติดังกล่าวข้างต้น จึงได้ทดลอง เลือก SPE คอลัมน์ที่มีชื่อว่า 'BAKER'-10 cyano (CN) ซึ่งเป็นคอลัมน์ที่สามารถใช้แยกสารอินทรีย์ที่ละลายน้ำได้และเป็นสารไอออนิกที่มีประจุบวก ซึ่งพาราควอทก็เป็นสารอินทรีย์ที่ละลายได้ดีในน้ำและมีประจุบวก จึงน่าจะได้ลองใช้คอลัมน์นี้ โดยหวังว่าคงจะช่วยแยกพาราควอทได้สะดวกและรวดเร็วขึ้น

การวิเคราะห์ด้วย SPE คอลัมน์ มีอุปกรณ์ที่เกี่ยวข้องดังนี้

1. อ่างสเตนเลสสูญญากาศ (vacuum manifold) ขนาด 6.5 x 4.5 นิ้ว พร้อมฝาปิด ('BAKER'-10 EXTRACTION SYSTEM)

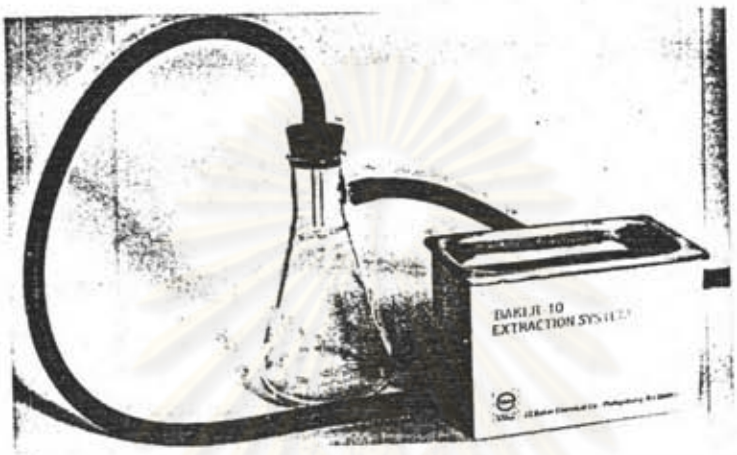
2. standard collection rack สำหรับใส่ขวดมาตรฐานขนาด 5.00 cm^3

3. คอลัมน์สำเร็จรูป 6 ml Cyano (CN) 'BAKER'-10 SPE ส่วนประกอบนี้แสดงในรูปที่ 3.40 ก



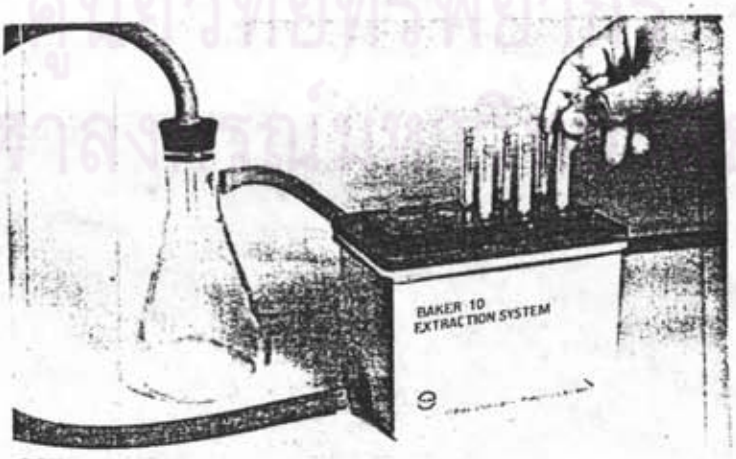
รูปที่ 3.40 ก แสดงองค์ประกอบต่าง ๆ ในการแยกพาราควอทด้วย Baker-10 SPE system สำหรับขั้นตอนการวิเคราะห์ด้วยคอลัมน์ SPE สามารถสรุปโดยย่อดังนี้

1. ต่อเครื่องดูดสูญญากาศ (vacuum pump) เข้ากับ suction flask และจาก suction flask อีกด้านหนึ่งต่อเข้ากับอ่างสเตนเลสสูญญากาศ ดังรูปที่ 3.40 ข



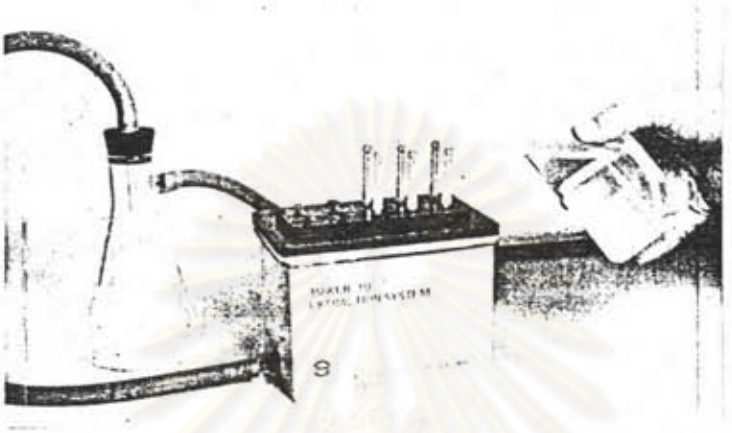
รูปที่ 3.40 ข

2. ปิดฝาอ่างสเตนเลสนั้นแล้วจึง เสียบคอลัมน์ลงบนฝาซึ่งจะมีช่อง เล็ก ๆ ขนาดพอดีกับปลายคอลัมน์จำนวน 1 ช่อง โดยช่องที่ไม่ได้ เสียบคอลัมน์ก็จะปิดด้วยจุกพลาสติกขนาด เล็ก ดังรูปที่ 3.40 ค



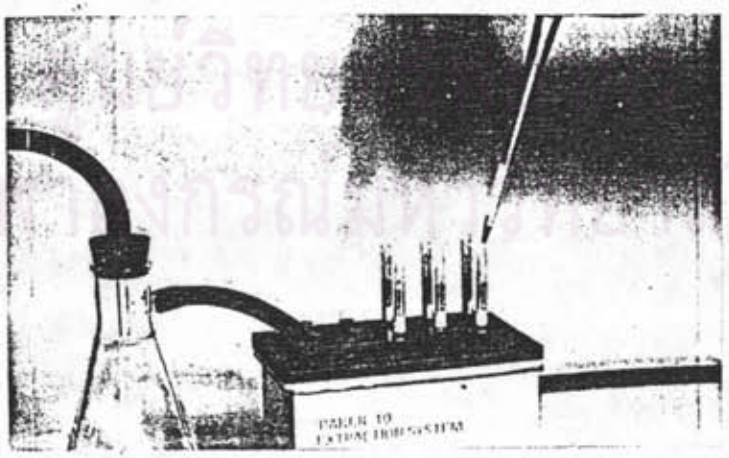
รูปที่ 3.40 ค

3. ล้างคอลัมน์ด้วย เมทานอลและน้ำตามลำดับ ก่อนที่จะใช้ในการวิเคราะห์ดังรูปที่ 3.40 ง



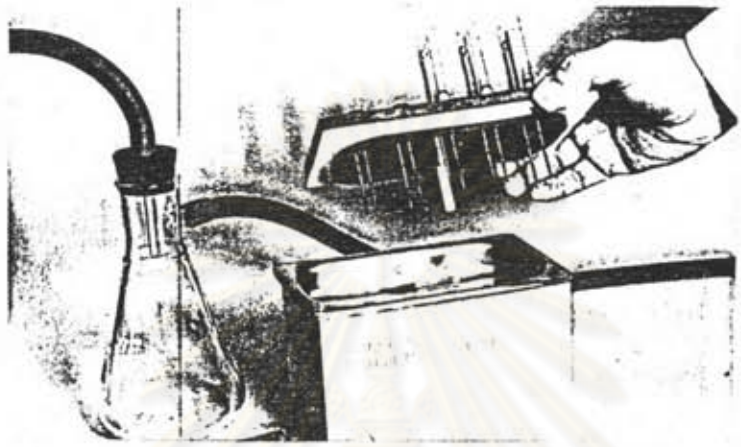
รูปที่ 3.40 ง

4. ให้ใส่สารละลายตัวอย่างในคอลัมน์ในขณะที่ปิดปั๊ม และจะเปิดปั๊มต่อเมื่อเติมสารละลายตัวอย่างหมดแล้ว ต่อจากนั้นก็จะเป็นการล้างคอลัมน์ด้วยน้ำภายหลังที่ผ่านสารละลายตัวอย่าง เข้าสู่คอลัมน์แล้ว ดังรูปที่ 3.40 จ



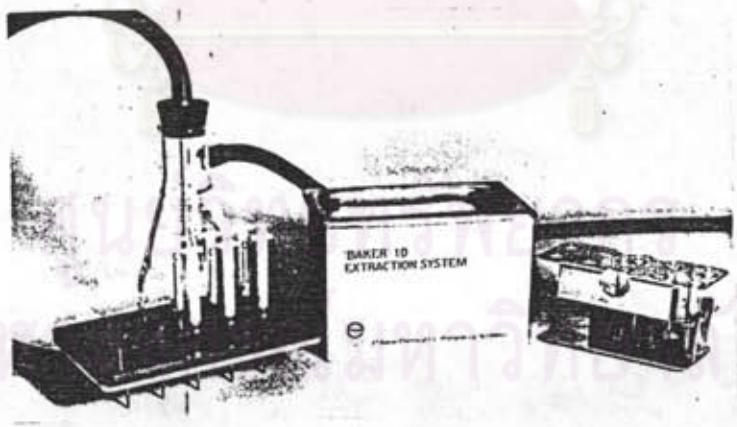
รูปที่ 3.40 จ

5. การชะล้างสารที่สนใจออกจากคอลัมน์จะต้องปิดปั๊ม แล้วเปิดฝาของอ่างสเตนเลส นี้เพื่อใส่ collection rack ซึ่งมีขวดมาตรฐานขนาด 5.00 cm^3 หรือหลอดปริมาตร 2.00 cm^3 สำหรับเก็บสารละลายที่ได้จากการชะล้าง ดังรูปที่ 3.40 ฉ



รูปที่ 3.40 ฉ

6. ปิดฝาอ่างสเตนเลสแล้วเติมสารละลายชะล้างลงในคอลัมน์ เปิดปั๊มแล้วให้สารละลายไหลผ่านคอลัมน์ เก็บสารละลายที่ผ่านคอลัมน์เพื่อนำไปวิเคราะห์ต่อไป ดังรูปที่ 3.40 ช



รูปที่ 3.40 ช

ในการทดลองนี้จะใช้คอลัมน์ cyano (CN) ทำการแยกสารละลายพาราควอทความเข้มข้นต่าง ๆ เพื่อศึกษาเปอร์เซนต์ของการแยก (% Recovery) ในการณีที่สารละลายตัวอย่างมีปริมาณน้อย ดังการทดลองต่อไปนี้

วิธีทำการทดลอง

1. ใช้สารละลายพาราควอทเข้มข้น 0.01, 0.10 และ 1.00 ppm ความเข้มข้นละ 100.00 cm^3 ปรับให้มี pH ประมาณ 7.5

2. ใช้คอลัมน์ cyano (CN) 6 ml ต่อเข้ากับอ่างสเตนเลสสูญญากาศ ซึ่งต่ออยู่กับปั๊มและ suction flask ดังรูปที่ 3.40 ค

3. ทำความสะอาดคอลัมน์ (precolumn) ด้วยการเติมตัวทำละลายเมทานอล (AR) ลงไปในคอลัมน์ให้เต็มแล้วเปิดปั๊มเพื่อให้เมทานอลไหลผ่านคอลัมน์ลงในอ่างสเตนเลสในเวลาไม่เกิน 30 วินาที แล้วปิดปั๊ม ดังรูปที่ 3.40 ง

4. เติมน้ำกลั่นลงในคอลัมน์จนเต็มแล้วปิดปั๊มให้น้ำไหลผ่านคอลัมน์ด้วยอัตราเร็วเดียวกัน จากนั้นใช้น้ำกลั่นจำนวนเท่าเดิมผ่านคอลัมน์อีกครั้ง จนกระทั่งเหลือน้ำอยู่บนผิวหน้าของสเตชันนารีเฟสในคอลัมน์เล็กน้อย จึงปิดปั๊ม

5. เติมสารละลายพาราควอทในข้อ 1 จำนวน 4.00 cm^3 ลงในคอลัมน์ ดังรูปที่ 3.40 จ แล้วใส่สารละลายพาราควอทที่เหลือลงใน sample reservoir ขนาด 75.00 cm^3 ที่ต่ออยู่เหนือคอลัมน์ เปิดปั๊มให้สารละลายใน reservoir ไหลผ่านคอลัมน์จนหมด ขณะผ่านสารละลายลงในคอลัมน์ต้องระวังไม่ให้คอลัมน์แห้ง

6. เอา sample reservoir ออกแล้วล้างคอลัมน์โดยใช้น้ำกลั่นเติมลงในคอลัมน์ให้เต็ม ให้ไหลผ่านคอลัมน์จนหมด จากนั้นจะปล่อยให้คอลัมน์แห้งโดยเปิดปั๊มทิ้งไว้เป็นเวลาประมาณ 5 นาที

7. ปิดปั๊มแล้วจึงยกฝาของอ่างสเตนเลสออกใส่ collection rack พร้อมด้วยขวดมาตรฐานขนาด 5.00 cm^3 สำหรับเก็บสารตัวอย่างลงในอ่างสเตนเลส ดังรูปที่ 3.40 ฉ

8. สุดท้ายใช้สารละลายกรดไฮโดรคลอริกเข้มข้น 1.50 โมล/ลิตร จำนวน 4.00 cm^3 ชะล้างพาราควอทออกจากคอลัมน์ โดยจะใช้ครั้งละ 2.00 cm^3 ใส่ในคอลัมน์แล้วเปิดปั๊มให้สารละลายไหลผ่านคอลัมน์ลงในขวดมาตรฐานที่รองรับอยู่ภายในอ่างสเตนเลส จนกระทั่งคอลัมน์แห้ง ทิ้งไว้ประมาณ 5 นาที แล้วปิดปั๊ม

9. นำขวดมาตรฐานที่รองรับสารละลายจากคอลัมน์ในข้อ 8 มาเติมแอมโมเนียมไฮดรอกไซด์เข้มข้นจำนวน 1.00 cm^3

10. นำสารละลายที่ได้จากข้อ 9 มาทำให้มีปริมาตรเป็น 25.00 cm^3 ด้วยน้ำกลั่น

11. ปิเปตสารละลายจากข้อ 10 มาจำนวน 20.00 cm^3 ใส่ในขวดมาตรฐานขนาด 50.00 cm^3

12. เติมสารละลายโซเดียมไดไธโอไนต์เข้มข้น 0.20% (น.น/ปริมาตร) ในสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์เข้มข้น 0.50 โมล/ลิตร จำนวน 4.00 cm^3 ลงไปแล้วปิดจุกให้แน่น

13. ผสมสารละลายให้เข้ากันด้วยวิธีควำและหงายขวดไปมา 2 ครั้ง ตั้งทิ้งไว้ประมาณ 30 วินาที

14. นำสารละลายที่ได้ไปวัดแอบซอร์แบนซ์ที่ความยาวคลื่น 396.0 nm ด้วยเซลล์ควอทซ์กว้าง 5.00 ซม. โดยใช้สารละลายกรดไฮโดรคลอริกเข้มข้น 1.50 โมล/ลิตร 4.00 cm^3 และแอมโมเนียมไฮดรอกไซด์เข้มข้น 1.00 cm^3 แล้วทำให้มีปริมาตรทั้งหมด 25.00 cm^3 ด้วยน้ำกลั่นสำหรับเป็นแบลงค์

15. คำนวณความเข้มข้นของพาราควอทที่แยกได้จากกราฟมาตรฐาน และหาเปอร์เซนต์การแยกได้ ผลการทดลองดังแสดงในตารางที่ 3.27 และรูปที่ 3.41-3.42

3.14.1 <u>การสร้างกราฟมาตรฐานของสารละลายพาราควอทในการวิเคราะห์ด้วยคอลัมน์ cyano (CN)</u>

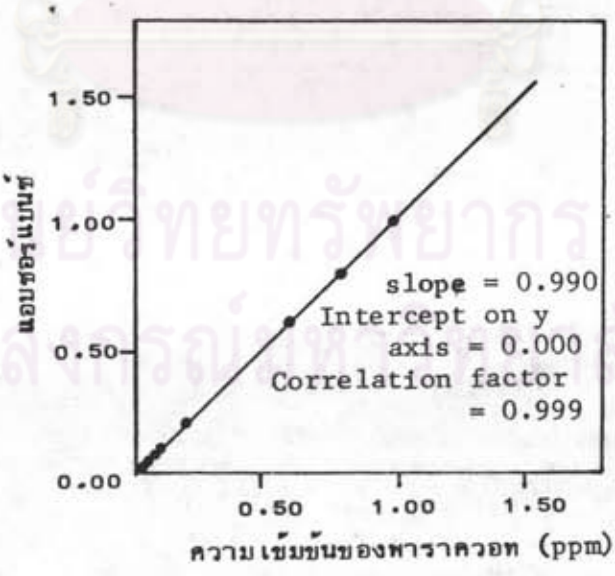
1. เตรียมสารละลายพาราควอทเข้มข้น 0.01, 0.02, 0.06, 0.08, 0.10, 0.20, 0.60, 0.80 และ 1.00 ppm ในสารละลายที่มีกรดไฮโดรคลอริกเข้มข้น 1.50 โมล/ลิตร 4.00 cm^3 และแอมโมเนียมไฮดรอกไซด์ 1.00 cm^3 ในน้ำกลั่นที่มีปริมาตรทั้งหมด 25.00 cm^3

2. นำสารละลายจากข้อ 1 มาทำการวิเคราะห์หาปริมาณพาราควอทด้วยเทคนิคทางสเปกโตรโฟโตเมตรี เช่นเดียวกับข้อ 11-14

3. สร้างกราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างค่าแอบซอร์แบนซ์กับความเข้มข้นของพาราควอท ผลการทดลองดังแสดงในตารางที่ 3.26 และรูปที่ 3.40

ตารางที่ 3.26 แสดงค่าแอบซอร์แบนซ์ที่ความยาวคลื่น 396.0 nm ของสารละลายพาราควอทมาตรฐานความเข้มข้นต่าง ๆ กัน เมื่อใช้เซลล์ควอทซ์ขนาด 5.00 ซม.

ความเข้มข้นของพาราควอท (ppm)	ค่าแอบซอร์แบนซ์ที่ความยาวคลื่น 396.0 nm
0.01	0.010
0.02	0.018
0.06	0.060
0.08	0.076
0.10	0.103
0.20	0.208
0.60	0.609
0.80	0.803
1.00	1.011

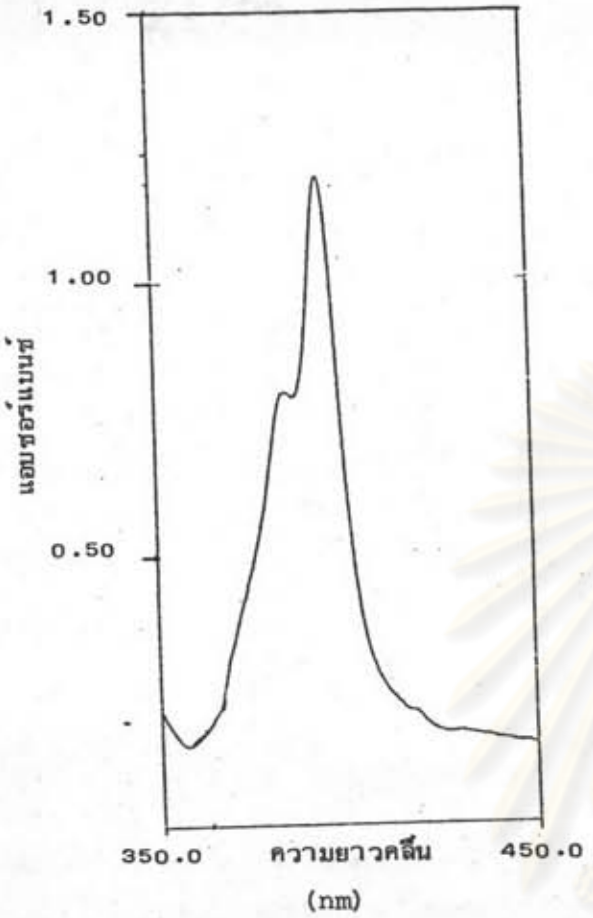


รูปที่ 3.40 แสดงกราฟมาตรฐานของสารละลายพาราควอทความเข้มข้นต่าง ๆ กัน เมื่อใช้เซลล์ควอทซ์กว้าง 5.00 ซม. (เทคนิคของ Baker-10 และคอลัมน์ cyano (CN))

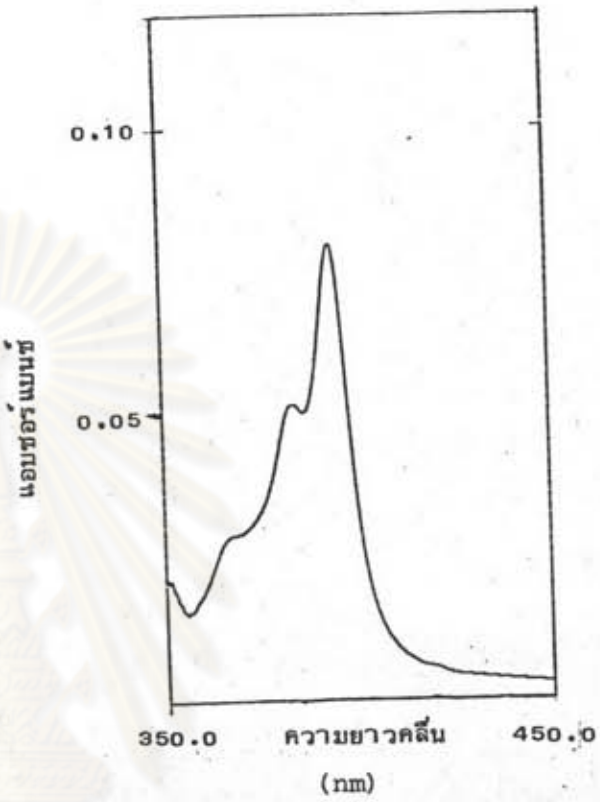
ตารางที่ 3.27 แสดงเปอร์เซนต์ของการแยก (% Recovery) ของสารละลายพาราควอทความเข้มข้นต่าง ๆ กันจำนวน 100.00 cm^3 ภายหลังการแยกด้วยคอลัมน์ cyano (CN)

ปริมาณของพาราควอทที่ทำการวิเคราะห์ (ไมโครกรัม/cm^3)	ปริมาณของพาราควอทที่แยกได้ (ไมโครกรัม/cm^3)	ค่าเฉลี่ยของปริมาณพาราควอทที่แยกได้ (ไมโครกรัม/cm^3)	เปอร์เซนต์การแยกเฉลี่ย (%)
0.01	ตรวจไม่พบ		
0.10	0.091		
	0.096	0.092	92.0
	0.089		
1.00	0.844		
	0.826	0.830	83.0
	0.820		

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย



รูปที่ 3.41 Absorption spectra ที่ได้จากการแยกน้ำ จำนวน 100.00 cm^3 ที่มีพาราควอทอยู่ 1.00 ppm ด้วยคอลัมน์ cyano (CN)



รูปที่ 3.42 Absorption spectra ที่ได้จากการแยกน้ำจำนวน 100.00 cm^3 ที่มีพาราควอทอยู่ 0.10 ppm ด้วยคอลัมน์ cyano (CN)

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย