

ข้อมูลข่าวสารของกรมวิทยาศาสตร์บริการ
ตาม พ.ร.บ. ข้อมูลข่าวสารของราชการ พ.ศ. 2540

วศ
กม
อว 7

เอกสารผลงานที่เสนอให้ประเมินเพื่อแต่งตั้งให้ดำรงตำแหน่ง
นักวิทยาศาสตร์ 6 ว

✓ เรื่องที่ 2

การศึกษาพัฒนาวิธีการย่อยสลายตัวอย่างน้ำ
เพื่อวิเคราะห์แคดเมียมด้วยระบบไมโครเวฟ

โดย

สุภาพร คุ้มฉมิตร์

กลุ่มงานอนินทรีย์เคมีวิเคราะห์ 2
กองเคมี กรมวิทยาศาสตร์บริการ
กระทรวงวิทยาศาสตร์เทคโนโลยีและสิ่งแวดล้อม

เลขหมาย	วส กม ๑๐ ๕
เลขทะเบียน	-9955-
วันที่	14 พ.ค. 44

บทคัดย่อ

ด้วยอธิบดี
จาก
วส

วิธีการย่อยสลายตัวอย่างน้ำด้วยไมโครเวฟในระบบปิดเพื่อวิเคราะห์แคะเมียมตามมาตรฐานที่กำหนดใน Standard methods for the examination of water and wastewater 19th ed. 1995 และ Annual book of ASTM standards vol. 11.01, 1997 เป็นวิธีการที่สามารถวิเคราะห์แคะเมียมในตัวอย่างน้ำได้ทุกประเภท ทั้งน้ำอุปโภค บริโภค และน้ำทิ้งซึ่งมีความขุ่นและสารปนเปื้อนในปริมาณมาก จึงต้องใช้ปริมาณกรดที่ค่อนข้างสูง แต่น้ำอุปโภค บริโภค ที่ส่งมาวิเคราะห์ยังกลุ่มงานอนินทรีย์เคมีวิเคราะห์ 2 ส่วนใหญ่มีความขุ่นไม่เกิน 10 เอ็นทียู (NTU) (เกณฑ์มาตรฐานน้ำบริโภคกำหนดให้มีความขุ่นได้สูงสุดไม่เกิน 5 เอ็นทียู และเกณฑ์อนุโลมสูงสุดไม่เกิน 20 เอ็นทียู) และเป็นน้ำที่มีสารปนเปื้อนในปริมาณน้อย จึงทำการศึกษาพัฒนาวิธีการย่อยสลายโดยการเปรียบเทียบวิธีการตามมาตรฐานทั้ง 2 วิธีการ พบว่า วิธีการตามมาตรฐานทั้ง 2 วิธีการ ได้ค่า % Recovery ไม่แตกต่างกัน ใช้ปริมาณกรดไนตริก เท่ากัน แต่วิธีตาม Annual book of ASTM standards ใช้เวลาน้อยกว่า และอุณหภูมิต่ำกว่า จึงประหยัดค่าใช้จ่ายมากกว่า จากนั้นใช้วิธีการนี้ศึกษาปริมาณกรดไนตริก พบว่าปริมาณกรดไนตริกที่เหมาะสมได้แก่ 1 ลูกบาศก์เซนติเมตร เนื่องจากใช้ปริมาณกรดย่อยสลายได้ค่า % Recovery อยู่ในช่วง $\pm 15\%$ (85-115 %) ซึ่งเป็นค่าที่ยอมรับได้ เมื่อเปรียบเทียบวิธีการย่อยสลายบนแท่นให้ความร้อนตาม Standard methods for the examination of water and wastewater 19th ed. 1995 กับการย่อยสลายด้วยไมโครเวฟในระบบปิดตามสภาวะที่เหมาะสมซึ่งได้จากการศึกษานี้ พบว่า % Recovery อยู่ในช่วง $\pm 15\%$ ทั้ง 2 วิธีการ แต่การย่อยสลายด้วยไมโครเวฟในระบบปิดใช้ปริมาณกรดไนตริก และเวลาในการย่อยสลายน้อยกว่า ดังนั้นการย่อยสลายตัวอย่างน้ำอุปโภค บริโภคซึ่งมีความขุ่นไม่เกิน 10 เอ็นทียู สำหรับวิเคราะห์แคะเมียมด้วยระบบไมโครเวฟในระบบปิดจึงเป็นวิธีการที่ทำให้ผลการวิเคราะห์มีประสิทธิภาพสูงทั้งในด้านความถูกต้อง ประหยัดเวลา สารเคมี และลดมลภาวะในสถานะแวดล้อม

สารบัญ

	หน้า
บทคัดย่อ	
บทนำ	1
ปัญหาและที่มาของการศึกษาทดลอง	1
วัตถุประสงค์	5
ประโยชน์ที่ได้รับ	5
ระยะเวลาดำเนินการ	5
วัสดุ อุปกรณ์และสารเคมี	6
ตัวอย่างน้ำ	6
เครื่องมือและอุปกรณ์	6
สารเคมี	7
วิธีดำเนินการ	7
วิธีเตรียมสารเคมี	9
วิธีการวิเคราะห์	10
ผลการทดลอง	13
วิจารณ์ผลการทดลอง	16
สรุปผลการทดลอง	17
กิตติกรรมประกาศ	18
เอกสารอ้างอิง	19
ภาคผนวก	20
ตารางแสดงเปอร์เซ็นต์น้ำหนักสูญเสียของการย่อยสลายตัวอย่างน้ำ ด้วยไมโครเวฟ	
ตารางแสดงผลการวิเคราะห์แคดเมียมด้วยไมโครเวฟตามวิธีการต่างๆ	

บทนำ

ปัญหาและที่มาของการศึกษาทดลอง

ปัจจุบันคุณภาพน้ำแหล่งต่าง ๆ กำลังอยู่ในสภาพที่เสื่อมโทรมอย่างน่าวิตก ซึ่งสาเหตุสำคัญที่ทำให้คุณภาพน้ำเปลี่ยนแปลงนี้เนื่องมาจากการทิ้งน้ำเสียจากอาคารบ้านเรือน อุตสาหกรรม และเกษตรกรรมลงสู่แหล่งน้ำในปริมาณที่มากจนเกินความสามารถของแหล่งน้ำที่รองรับในการปรับตัวให้อยู่ในสภาพที่ดีได้ นอกจากนี้สารพิษบางประเภทที่สลายตัวได้ยาก เช่น แคดเมียม เป็นต้น โดยธรรมชาติเมื่อถูกปล่อยลงสู่แหล่งน้ำจะสะสมอยู่ในแหล่งน้ำนั้น ๆ และหากมีปริมาณสูงเกินไปจะเป็นอันตรายต่อสิ่งมีชีวิตในน้ำ และผู้บริโภคสัตว์น้ำเป็นอาหารได้ ในการตรวจสอบการเปลี่ยนแปลงคุณภาพน้ำ การวิเคราะห์คุณภาพน้ำเป็นวิธีเดียวที่กระทำได้ ดังนั้นการวิเคราะห์คุณภาพน้ำจึงมีบทบาทสำคัญอย่างยิ่งต่อกระบวนการควบคุมและพัฒนาคุณภาพของแหล่งน้ำ

แคดเมียม (Cd) เป็นธาตุที่มีเลขอะตอม 48 และมีน้ำหนักอะตอม 112.40 เป็นธาตุที่มีอยู่น้อยในสภาพธรรมชาติ โดยทั่วไปจะพบแคดเมียมเกิดอยู่ร่วมกับสังกะสี (Zn) ที่มีเลขอะตอม 30 และธาตุทั้งสองจะเกิดปะปนอยู่ในสินแร่ตะกั่วและสินแร่ทองแดง ความคล้ายคลึงระหว่างแคดเมียมกับสังกะสีมีมากจนกระทั่งไม่สามารถแยกสังกะสีให้บริสุทธิ์ปราศจากแคดเมียมได้ ปกติในธรรมชาติแคดเมียมจะรวมตัวกับกำมะถันเป็นแคดเมียมซัลไฟด์ แคดเมียมมีพบอยู่ในดินประมาณ 0.15 มิลลิกรัมต่อกิโลกรัม(ppm) ในน้ำทะเล 0.15 ไมโครกรัมต่อลูกบาศก์เดซิเมตร(ppb) ในน้ำจืด 1ไมโครกรัมต่อลูกบาศก์เดซิเมตร และในอากาศ 0.002-0.02 ไมโครกรัมต่อลูกบาศก์เมตร² สำหรับการให้ประโยชน์ของแคดเมียมนั้น ปกติจะมีการผลิตแคดเมียมมาใช้งานประมาณ 7,000 ตันต่อปี ในทางอุตสาหกรรม แคดเมียมมีความสำคัญและมีประโยชน์หลายประการ เช่น ใช้ในการชุบโลหะเพื่อกันสนิมและเพื่อความสวยงาม ทำยาง ใช้เป็นสารทำให้คงทนในขบวนการผลิตพีวีซี โลหะผสม แบตเตอรี่ ผสมเซเลเนียมทำสีเป็นส่วนผสมของน้ำมันเครื่อง เป็นแท่งควบคุมปฏิกรณ์นิวตรอน และนอกจากนี้ยังใช้เป็นยาฆ่าแมลงสำหรับกำจัดศัตรูไม้ผลยืนต้น ในสภาพธรรมชาติ เนื้อเยื่อพืชและสัตว์หลายชนิดมีแคดเมียมเจือปนอยู่ แม้จะเป็นเพียงปริมาณเล็กน้อยก็ตาม แสดงว่าสิ่งมีชีวิต

สามารถรับเอาโลหะหนักชนิดนี้จากแหล่งภายนอกเข้าไปสะสมภายในร่างกายได้ แคลเซียมที่ปนเปื้อนอยู่ในสถานะแวดล้อมอาจเข้าสู่ร่างกายมนุษย์ได้หลายทาง คือ

ทางอากาศ แคลเซียมเหล่านี้มาจากโรงถลุงแร่สังกะสี ตะกั่ว ทองแดง และดีบุก มาจากการเผาไหม้ของพลาสติกหรือโลหะผสมที่มีแคลเซียม สี น้ำมันเครื่อง แบตเตอรี่ชนิดใช้โลหะหนักเกิดและแคลเซียม การสึกของยางรถยนต์และผลิตภัณฑ์ยางอื่น ๆ และควันบุหรี่ เป็นต้น ในท้องที่ชนบทโดยทั่วไป ปริมาณแคลเซียมในอากาศมีค่าไม่เกิน 0.01 ไมโครกรัมต่อลูกบาศก์เมตร ส่วนในย่านชุมชน ค่าเฉลี่ยของปริมาณแคลเซียมอาจสูงถึง 0.05 ไมโครกรัมต่อลูกบาศก์เมตร² แต่ถ้าเป็นย่านโรงงานอุตสาหกรรมบางประเภท เช่น โรงงานผลิตแบตเตอรี่แบบที่ใช้โลหะหนักเกิดและแคลเซียม โรงงานทำพลาสติก โรงงานปุ๋ยเคมี เป็นต้น โรงงานเหล่านี้ปริมาณแคลเซียมจะสูงกว่านี้มาก อากาศที่มีแคลเซียมเจือปนอยู่ในช่วง 0.1-0.5 ไมโครกรัมต่อลูกบาศก์เมตร จะทำให้มนุษย์ได้รับแคลเซียมเข้าสู่ปอดถึงวันละ 2-10 ไมโครกรัม แคลเซียมเหล่านี้จะไปสะสมอยู่ในตับ ไต และม้าม มีส่วนน้อยที่ขับถ่ายออกทางปัสสาวะ

ทางอาหาร แคลเซียมที่พบเจือปนอยู่ในอาหารส่วนใหญ่เกิดจากการที่แคลเซียมที่เคลือบหรือเจือปนอยู่ในภาชนะละลายปนลงในอาหารหรือเครื่องดื่มที่มีฤทธิ์เป็นกรด มนุษย์ได้รับแคลเซียมจากอาหารประมาณวันละ 4-64 ไมโครกรัม แคลเซียมถูกดูดซึมในทางเดินอาหารได้ช้ามาก และสามารถขับถ่ายออกได้ทั้งโดยทางปัสสาวะและอุจจาระ

ทางน้ำ แคลเซียมในน้ำส่วนใหญ่มาจากน้ำที่มาจากโรงงานอุตสาหกรรม เช่น โรงงานชุบโลหะ โรงงานทำโลหะผสม น้ำตามธรรมชาติ และน้ำดื่มทั่วไปมีแคลเซียมอยู่ราว 10 ไมโครกรัมต่อลูกบาศก์เมตร และมนุษย์แต่ละคนจะได้รับแคลเซียมเข้าสู่ร่างกายจากน้ำดื่มวันละประมาณ 20 ไมโครกรัม

ความเป็นพิษของแคลเซียมนั้น จะมีอาการภายนอกบ่งบอกได้หลายอย่าง ทั้งนี้ขึ้นกับปริมาณแคลเซียมที่ร่างกายรับเข้าไป เช่น เมื่อได้รับพิษเนื่องจากการสูดดมหรือหายใจเอาควันที่มีแคลเซียมเข้าไป อาการแบบเฉียบพลันอย่างอ่อนที่เกิดขึ้นคือ คอแห้ง ระคายคอ แน่นหน้าอก ปวดศีรษะ เมื่อได้รับมากขึ้นจะมีอาการหายใจไม่ออก

ไอไม่หยุด ถ้ายังคงสูดหายใจเข้าไปอีกก็อาจตายได้ ส่วนอาการที่เกิดจากการกินอาหารหรือน้ำที่มีแคดเมียมเจือปน คือ อาเจียน และท้องร่วง ได้มีรายงานกล่าวว่า ระดับปริมาณแคดเมียมที่ทำให้เป็นพิษได้นั้น คือ ประมาณ 3 มิลลิกรัมต่อลูกบาศก์เดซิเมตรซึ่งจะก่อให้เกิดอาการป่วยจากพิษแคดเมียมอย่างเรื้อรัง แต่ถ้าร่างกายได้รับแคดเมียมมากถึง 4,000 มิลลิกรัมต่อลูกบาศก์เดซิเมตร จะส่งผลให้เกิดอาการรุนแรงจนถึงแก่ชีวิตได้ ตัวอย่างโรคที่เกิดจากพิษของแคดเมียมที่มีต่อประชาชนกลุ่มใหญ่ ได้แก่ โรคอิไต-อิไต (Itai-itai) ที่เกิดขึ้นในประเทศญี่ปุ่น เมื่อปี พ.ศ. 2517 อันมีสาเหตุเนื่องมาจากมีการระบายน้ำทิ้งที่มีแคดเมียมปนเปื้อนอยู่ด้วยจากโรงงานอุตสาหกรรมต่าง ๆ ซึ่งโรคนี้จะทำให้ผู้ได้รับพิษได้รับความเจ็บปวดทรมานมาก เพราะเกิดอาการขาดวิตามินดี กระดูกและไตพิการ ระยะเริ่มแรกผู้ป่วยจะมีอาการปวดบริเวณสะโพก แขน และขา ซึ่งอาการเหล่านี้จะหายไปได้เมื่อประคบหรือแช่น้ำร้อน ต่อมาอาการปวดจะเพิ่มมากขึ้นและนานขึ้น บริเวณโดยรอบพื้นที่ติดกับเหมืองจะมีลักษณะเป็นแถบสีเหลือง มีโปรตีนปนออกมากับปัสสาวะเล็กน้อย ต่อจากนั้นผู้ป่วยจะมีอาการปวดร้าวบริเวณกระดูกอย่างรุนแรง โดยเฉพาะอย่างยิ่งบริเวณกระดูกเชิงกราน และกระดูกหัวเหน่า กระดูกทั่วร่างกายเริ่มสลายตัวเนื่องจากแคลเซียมละลายออกจากกระดูก ทำให้กระดูกมีรอยแตกแยกและมีรูปร่างผิดปกติ มีโปรตีนปนออกมากับปัสสาวะมากขึ้น ในกรณีของผู้ป่วยที่ได้รับแคดเมียมสะสมมานาน 20-30 ปี จะมีอาการรุนแรงมาก คือ เจ็บปวดทั่วร่างกายเดินไม่ไหว ความกดของน้ำหนักร่างกายที่มีต่อกระดูกสันหลัง ทำให้ร่างกายเตี้ยหรือค่อมลง กระดูกเปราะ ในระยะสุดท้ายผู้ป่วยจะสูญเสียแคลเซียมออกจากปัสสาวะมากจนกระดูกผุกร่อนและเสียชีวิตในที่สุด

การวิเคราะห์หาปริมาณแคดเมียมในน้ำอุปโภค บริโภค ใช้หลักการของอะตอมมิคแอบซอร์พชันสเปกโทรสโกปี (atomic absorption spectroscopy, AAS) ซึ่งเป็นเทคนิคการวิเคราะห์โลหะที่ได้รับความนิยมมากวิธีหนึ่ง เพราะเป็นเทคนิคที่ให้ ความถูกต้อง ความแม่นยำ มีสภาพไวสูง และเป็นเทคนิคที่มีความเฉพาะดีมาก³ ประกอบกับค่าใช้จ่ายในการวิเคราะห์ก็ไม่สูงมากนัก ซึ่งในการวิเคราะห์ตัวอย่างด้วยเทคนิคนี้ นั้น ขั้นตอนแรกที่ต้องคำนึงถึงคือ การเตรียมตัวอย่างโดยการย่อยสลายสารทั้งหมดที่เป็นสารอินทรีย์และอนินทรีย์ ให้ตัวอย่างอยู่ในสภาพที่เหมาะสมต่อการวิเคราะห์

ตัวอย่างซึ่งมีตะกอนหรือสารอินทรีย์อยู่โดยทั่วไปต้องทำการย่อยสลายตัวอย่างก่อนการวิเคราะห์ แต่ถ้าตัวอย่างนั้นใส ไม่มีสี และมีความขุ่นน้อยกว่า 1 เอ็นทียู สามารถวิเคราะห์โดย อะตอมมิกแอบซอร์พชันสเปกโทรสโกปีได้โดยตรง⁴ โดยไม่ต้องทำการย่อยสลายก่อน ตัวอย่างน้ำอุปโลก บริโภคที่มีผู้ส่งมาวิเคราะห์ยังกลุ่มงานอนินทรีย์เคมีวิเคราะห์ 2 ส่วนใหญ่มีความขุ่นไม่เกิน 10 เอ็นทียู ดังนั้นตัวอย่างน้ำที่มีความขุ่นในช่วง 1-10 เอ็นทียู จำเป็นต้องทำการย่อยสลายก่อนทำการวิเคราะห์หาปริมาณแคดเมียม การใช้แท่นให้ความร้อน(hot plate) ในการย่อยสลายตัวอย่างเป็นวิธีหนึ่ง ที่ใช้กันมานาน และยังใช้อยู่ในปัจจุบัน แต่วิธีนี้จำเป็นต้องใช้เวลา และกรดในปริมาณมาก การใช้กรดในปริมาณมากนี้เป็นการเพิ่มมลภาวะและอาจทำให้มีไอกรดฟุ้งกระจายออกมาเป็นอันตรายต่อสุขภาพของผู้วิเคราะห์ได้ และในการวิเคราะห์พวกสารปริมาณน้อย (trace elements) ในตัวอย่างน้ำอุปโลก บริโภคซึ่งมีสารที่สนใจอยู่ในปริมาณน้อย การย่อยสลายตัวอย่างในระบบเปิด โดยใช้แท่นให้ความร้อนอาจทำให้มีการปนเปื้อนจากสิ่งแวดล้อมได้ง่าย ซึ่งการปนเปื้อนเพียงเล็กน้อยย่อมมีผลต่อการวิเคราะห์มาก ในปี ค.ศ.1975 ได้มีการแนะนำการเตรียมตัวอย่างด้วยระบบคลื่นไมโครเวฟ (microwave sample preparation system) จนปัจจุบันการเตรียมตัวอย่างด้วยระบบคลื่นไมโครเวฟนี้เป็นที่ยอมรับกันอย่างกว้างขวาง ทั้งในด้านการย่อยสลาย การสกัด และการเตรียมตัวอย่างให้เข้มข้นขึ้น(pre-concentration) เนื่องจากว่าเป็น เทคนิคที่มีข้อดีมากกว่าการย่อยสลายด้วยแท่นให้ความร้อน กล่าวคือสามารถลดเวลาในการย่อยสลาย กำจัดการปนเปื้อนจากสิ่งแวดล้อม และในกรณีที่ตัวอย่างมีสารที่ระเหยได้ง่าย การย่อยสลายด้วยไมโครเวฟในระบบปิดสามารถลดความผิดพลาดของการวิเคราะห์ได้^{6,7} ซึ่งข้อดีเหล่านี้ทำให้การเตรียมตัวอย่างด้วยระบบไมโครเวฟเป็นเทคนิคที่มีประโยชน์มากในการปฏิบัติการทางการวิเคราะห์ ดังนั้นจึงได้ทำการศึกษาพัฒนาวิธีการย่อยสลายตัวอย่างน้ำอุปโลก บริโภค ซึ่งมีความขุ่นอยู่ในช่วง 1-10 เอ็นทียู สำหรับวิเคราะห์แคดเมียมด้วยระบบไมโครเวฟ เพื่อให้ผลการวิเคราะห์มีประสิทธิภาพสูงขึ้นทั้งในด้านความถูกต้อง แม่นยำ รวดเร็ว และลดมลภาวะในสถานะแวดล้อมอีกด้วย

วัตถุประสงค์

เพื่อศึกษาพัฒนาวิธีการย่อยสลายตัวอย่างน้ำอุปโภค บริโภค ซึ่งมีความ
ขุ่นไม่เกิน 10 เอ็นทียู สำหรับวิเคราะห์แคดเมียมด้วยไมโครเวฟในระบบปิด

ประโยชน์ที่ได้รับ

1. ได้วิธีที่เหมาะสมในการย่อยสลายตัวอย่างน้ำอุปโภค บริโภค ซึ่งมีความ
ขุ่นไม่เกิน 10 เอ็นทียู สำหรับวิเคราะห์แคดเมียมซึ่งทำให้ผลการวิเคราะห์มีประสิทธิภาพ
สูง ทั้งในด้านความถูกต้อง ประหยัดเวลา สารเคมี และลดมลภาวะในสภาวะแวดล้อม
2. ใช้เป็นวิธีมาตรฐานในห้องปฏิบัติการกลุ่มงานอนินทรีย์เคมีวิเคราะห์ 2

ระยะเวลาดำเนินการ

เดือนตุลาคม พ.ศ. 2540 ถึง เดือนกันยายน พ.ศ. 2541

วัสดุ อุปกรณ์และสารเคมี

ตัวอย่างน้ำ

ตัวอย่างน้ำอุปโภค และบริโภคที่ใช้ในงานวิจัยนี้ ได้แก่ น้ำบาดาล และน้ำบ่อซึ่งมีความขุ่นอยู่ในช่วงประมาณ 1-10 เอ็นทียู ส่วนหนึ่งได้มาจากผู้นำส่งตัวอย่างจากแหล่งน้ำต่าง ๆ ทั้งจากภาครัฐและเอกชน อีกส่วนหนึ่งผู้วิจัยทำการเก็บตัวอย่างเองจากแหล่งน้ำภายในกรุงเทพมหานคร เมื่อได้รับตัวอย่างแล้วทำการรักษาสภาพตัวอย่าง (sample preservation) ทันที โดยเติมกรดไนตริกเข้มข้น จำนวน 1.5 ลูกบาศก์เซนติเมตร ต่อตัวอย่าง 1 ลูกบาศก์เดซิเมตร

เครื่องมือและอุปกรณ์

1. เครื่องอะตอมมิกแอบซอร์พชันสเปกโทรโฟโตมิเตอร์ (atomic absorption spectrophotometer) รุ่น SpectrAA 300P ยี่ห้อ Varian ประเทศออสเตรเลีย
2. อุปกรณ์แกรไฟต์เฟอร์เนจ (graphite furnace module) รุ่น GTA 96 ยี่ห้อ Varian ประเทศออสเตรเลีย พร้อม หลอดแกรไฟต์ (graphite tube)
3. ฮอลโลว์แคโทดแลมป์ (hollow cathode lamp) สำหรับแคดเมียม ยี่ห้อ Varian ประเทศออสเตรเลีย
4. เครื่องไมโครเวฟ (microwave sample preparation system) พร้อม อุปกรณ์ รุ่น MDS-2000 ยี่ห้อ CEM ประเทศสหรัฐอเมริกา
5. แอ็ดวานซ์คอมโพสิทเวสเซล (advanced composite vessels) ยี่ห้อ CEM ประเทศสหรัฐอเมริกา
6. อุปกรณ์สำหรับวัดอุณหภูมิ (armored fiberoptic temperature probe, ATP-1 kit) ยี่ห้อ CEM ประเทศสหรัฐอเมริกา
7. เครื่องชั่ง (analytical balance) รุ่น AT400 ยี่ห้อ Mettler ประเทศสวิสเซอร์แลนด์
8. เครื่องล้างด้วยระบบคลื่นเสียงและความร้อน (ultrasonic cleaner) รุ่น 8200 ยี่ห้อ Branson ประเทศสหรัฐอเมริกา

9. เครื่องทำน้ำบริสุทธิ์ (deionizer) รุ่น E-pure D 4632 ยี่ห้อ Barnstead ประเทศสหรัฐอเมริกา

10. เครื่องวัดความขุ่น (turbidity instrument) รุ่น DRT-100D ยี่ห้อ HF ประเทศสหรัฐอเมริกา

11. แท่นให้ความร้อน (hot plate) แบบสี่เหลี่ยม ขนาด 60 x 30 เซนติเมตร

12. เครื่องแก้วในห้องปฏิบัติการ

13. ก๊าซอาร์กอน (argon gas) ชั้นคุณภาพ ultra high purity (UHP)

สารเคมี

1. น้ำที่ปราศจากไอออน (deionized water, D.I.)

2. กรดไนตริก (conc. HNO_3) 65% sp. gr. 1.40 ชั้นคุณภาพ GR บริษัท

MERCK

3. แมตริกมอดิไฟเออร์ (matrix modifier), 0.3 % Pd + 0.2 % $\text{Mg}(\text{NO}_3)_2$

4. สารละลายมาตรฐานแคดเมียม high-purity standards cat. # 10008-1 (1000 ± 3 มิลลิกรัมต่อลูกบาศก์เดซิเมตร ใน 2% HNO_3)

วิธีดำเนินการ

ขั้นตอนที่ 1 ศึกษาเปอร์เซ็นต์น้ำหนักสูญเสีย (% weight loss) ในการย่อยสลายตัวอย่างน้ำที่ความขุ่นต่าง ๆ สำหรับวิเคราะห์แคดเมียมด้วยระบบไมโครเวฟ โดยศึกษาจากวิธีการ 2 วิธี คือ

วิธีการที่ 1 วิธีการตาม Standard methods for the examination of water and wastewater 19th ed., 1995.

วิธีการที่ 2 วิธีการตาม Annual book of ASTM standards section 11 vol. 11.01, 1997.

เปอร์เซ็นต์น้ำหนักสูญเสียจากการย่อยสลายนี้ ถ้ามากกว่า 10 % จะต้องทำการปรับปริมาตรให้เท่ากับปริมาตรก่อนการย่อยสลาย โดยการเติมน้ำที่ปราศจากไอออนลงไป แต่ถ้าน้อยกว่า 10% ไม่จำเป็นต้องเติมเนื่องจากไม่มีผลต่อการวิเคราะห์^{4,5}

$$\text{เปอร์เซ็นต์น้ำหนักรั่วเสียน้ำ} = [(B-A) - (C-A)] \times 100 / (B-A)$$

A = น้ำหนักเวสเซล พร้อมฝา

B = น้ำหนักเวสเซล พร้อมฝา + กรดไนตริก + น้ำหนักน้ำตัวอย่างก่อนการย่อยสลาย

C = น้ำหนักเวสเซล พร้อมฝา + กรดไนตริก + น้ำหนักน้ำตัวอย่างหลังการย่อยสลาย

ขั้นตอนที่ 2 เลือกวิธีการย่อยสลายตัวอย่างน้ำที่เหมาะสมสำหรับวิเคราะห์แคดเมียมด้วยระบบไมโครเวฟ โดยศึกษาเปรียบเทียบวิธีทั้ง 2 (วิธีการเช่นเดียวกับขั้นตอนที่ 1) ในด้านความถูกต้อง เวลาในการย่อยสลาย ปริมาณกรด และอุณหภูมิที่ใช้

ใช้วิธีการทั้ง 2 วิธี ทำการทดลองย่อยสลายตัวอย่างน้ำสำหรับวิเคราะห์แคดเมียมโดยการทำ spiked sample คือ เติมสารละลายมาตรฐานแคดเมียมที่รู้ความเข้มข้น ในปริมาณที่แน่นอนลงในน้ำตัวอย่างที่ต้องการวิเคราะห์ ซึ่งผลการวิเคราะห์ที่ได้ควรจะเท่ากับความเข้มข้นของตัวอย่าง ร่วมกับสารละลายมาตรฐานที่เติมลงไป โดยแสดงในรูป % Recovery⁵

$$\% \text{ Recovery} = 100 [X - BV / (V + v)] / T$$

X = ความเข้มข้นรวมของแคดเมียมในตัวอย่างและสารละลายมาตรฐานที่เติมลงไป

B = ความเข้มข้นของแคดเมียมในตัวอย่าง

T = ความเข้มข้นของสารละลายมาตรฐานแคดเมียมที่เติมลงไป

V = ปริมาตรของตัวอย่าง

v = ปริมาตรของสารละลายมาตรฐานแคดเมียม

ขั้นตอนที่ 3 ศึกษาปริมาณกรดที่ใช้ในการย่อยสลายตัวอย่างน้ำเพื่อวิเคราะห์แคดเมียม โดยใช้วิธีการที่เลือกได้ในขั้นตอนที่ 2

ขั้นตอนที่ 4 ศึกษาเปรียบเทียบการย่อยสลายตัวอย่างน้ำเพื่อวิเคราะห์แคดเมียมบนแท่นให้ความร้อน (วิธีการตาม Standard methods for the examination of water and wastewater 19th ed. 1995) กับการย่อยสลายด้วยระบบไมโครเวฟโดยใช้สภาวะที่เหมาะสม ซึ่งได้จากการศึกษาในขั้นตอนที่ 3

วิธีเตรียมสารเคมี

1. น้ำที่ปราศจากไอออน เตรียมโดยนำน้ำกลั่นมาผ่านเครื่องทำน้ำบริสุทธิ์ที่สามารถกำจัดไอออนบวกและไอออนลบ

2. สารละลายมาตรฐานแคดเมียม ความเข้มข้น 10 และ 100 ไมโครกรัมต่อลูกบาศก์เซนติเมตร

เตรียมโดยเจือจางสารละลายมาตรฐานแคดเมียมความเข้มข้น 1000 มิลลิกรัมต่อลูกบาศก์เซนติเมตร ด้วยกรดไนตริก 1% จนได้สารละลายแคดเมียมความเข้มข้น 10 และ 100 ไมโครกรัมต่อลูกบาศก์เซนติเมตร

วิธีการวิเคราะห์

1. ทำการย่อยสลายตัวอย่างน้ำด้วยไมโครเวฟในระบบปิด เพื่อศึกษาเปอร์เซ็นต์น้ำหนักสูญเสียที่ความชุ่ม 2, 5 และ 10 เอ็นทียู โดยวิธีการที่ 1

- ชั่งแฉับความชื้นคอมพोजิตเวสเซล (advanced composite vessels) ที่สะอาดพร้อมฝา

- ตวงตัวอย่างน้ำมา 50 ลูกบาศก์เซนติเมตร โดยขวดวัดปริมาตร (volumetric flask) ใส่ลงในแฉับความชื้นคอมพोजิตเวสเซลซึ่งชั่งแล้ว

- เติมกรดไนตริก 5 ลูกบาศก์เซนติเมตร ปิดฝาให้แน่น นำไปชั่งน้ำหนัก

- ทำการย่อยสลายตัวอย่างน้ำด้วยเครื่องไมโครเวฟ โดยการติดตั้งทุกขั้นตอนทำตามวิธีการของเครื่องไมโครเวฟที่ใช้ โดยใช้พารามิเตอร์ ดังนี้

Stage	1	2
Power, %	100	100
P(max), psi	200	200
RAMP, min.	27	10
HOLD, min.	10	10
TEMP, °C	160	170

- ปล่อยให้สารละลายเย็นลงที่อุณหภูมิห้อง ชั่งน้ำหนักแฉับความชื้นคอมพोजิตเวสเซล พร้อมฝา

- คำนวณเปอร์เซ็นต์น้ำหนักสูญเสียของตัวอย่างน้ำ

2. ทำการย่อยสลายตัวอย่างน้ำด้วยไมโครเวฟในระบบปิด เพื่อศึกษาเปอร์เซ็นต์น้ำหนักสูญเสียที่ความชุ่ม 2, 5 และ 10 เอ็นทียู โดยวิธีการที่ 2

ทำการทดลองเช่นเดียวกับข้อ 1 แต่ใช้พารามิเตอร์ในการย่อยสลายด้วยเครื่องไมโครเวฟ ดังนี้

Stage	1	2
Power, %	100	0

PSI, psi	70	0
TIME, min.	50	0
TAP, min.	50	0
TEMP, ° C	164	0

3. วิเคราะห์แคดเมียมในตัวอย่างน้ำโดยการย่อยสลายตามวิธีการที่1และ2 โดยการเติมสารละลายมาตรฐานแคดเมียมความเข้มข้นประมาณ 2 ไมโครกรัมต่อลูกบาศก์เซนติเมตร

3.1 ตวงน้ำตัวอย่าง 50 ลูกบาศก์เซนติเมตร โดยขวดวัดปริมาตรใส่ลงในแอ็คควานซ์คอมพอกซ์ทเวสเซล

3.2 เติมสารละลายมาตรฐานแคดเมียม ความเข้มข้น 100 ไมโครกรัมต่อลูกบาศก์เซนติเมตร ปริมาตร 1 ลูกบาศก์เซนติเมตร

3.3 เติมกรดไนตริก 5 ลูกบาศก์เซนติเมตร ปัดฝาให้แน่นทำการย่อยสลายตัวอย่างน้ำด้วยระบบไมโครเวฟ โดยวิธีการที่ 1 และ 2

3.4 ปลอ่ยให้สารละลายเย็นลงที่อุณหภูมิห้อง

3.5 นำไปวิเคราะห์ปริมาณแคดเมียมโดยเครื่องอะตอมมิกแอบซอร์พชัน โดยใช้แกร์ไฟต์เฟอร์เนจ (graphite furnace atomic absorption spectrometer)

• ทำกราฟมาตรฐาน(calibration curve)โดยใช้สารละลายมาตรฐานแคดเมียมความเข้มข้น 10 ไมโครกรัมต่อลูกบาศก์เซนติเมตร วัดค่าการดูดกลืนแสงของแคดเมียมที่ความเข้มข้น 2, 5 และ 10 ไมโครกรัมต่อลูกบาศก์เซนติเมตร โดยปฏิบัติตามวิธีการของเครื่องอะตอมมิกแอบซอร์พชันสเปกโทรมิเตอร์ (atomic absorption spectrometer) ที่ใช้ โดยใช้ พารามิเตอร์ต่าง ๆ ดังนี้

Wavelength, nm	228.8
Spectral band width, nm	0.5
Lamp current, mA	4
Characteristic mass (in Argon), pg	0.2
Ash temperature, °C	200
Atomization temperature, °C	1800

เครื่องจะนำข้อมูลที่ได้อามาสร้างกราฟมาตรฐานระหว่างค่าความเข้มข้นของแคดเมียมกับค่าการดูดกลืนแสง

- วัดปริมาณแคดเมียมในตัวอย่างน้ำ โดยนำสารละลายที่เตรียมได้มาวัดค่าการดูดกลืนแสงเปรียบเทียบกับกราฟมาตรฐาน และสารละลายเบบลงค์ โดยทำในสถานะเดียวกันกับสารละลายมาตรฐาน คำนวณความเข้มข้นของแคดเมียมเป็นไมโครกรัมต่อลูกบาศก์เซนติเมตร

4. วิเคราะห์แคดเมียมในตัวอย่างน้ำด้วยระบบไมโครเวฟ โดยการย่อยสลายตามวิธีการที่ 2 ซึ่งใช้ปริมาณกรดไนตริกในปริมาณต่าง ๆ

ทำการทดลองเช่นเดียวกับข้อ 3 แต่ทำการย่อยสลายเฉพาะวิธีการที่ 2 โดยใช้ปริมาณกรดไนตริกที่ 0, 1, 3 และ 5 ลูกบาศก์เซนติเมตร ตามลำดับ

5. วิเคราะห์แคดเมียมในตัวอย่างน้ำโดยทำการย่อยสลายบนแท่นให้ความร้อนโดยการเติมสารละลายมาตรฐานแคดเมียมความเข้มข้นประมาณ 2 ไมโครกรัมต่อลูกบาศก์เซนติเมตร

5.1 ตวงตัวอย่างน้ำ 50 ลูกบาศก์เซนติเมตร ใส่ลงในขวดรูปกรวย (conical flask)

5.2 เติมสารละลายมาตรฐานแคดเมียม 100 ไมโครกรัมต่อลูกบาศก์เซนติเมตร ปริมาตร 1 ลูกบาศก์เซนติเมตร

5.3 เติมกรดไนตริก 5 ลูกบาศก์เซนติเมตร ทำการย่อยสลายตัวอย่างน้ำบนแท่นให้ความร้อนที่อุณหภูมิประมาณ 80-90 องศาเซลเซียส ซึ่งไม่ทำให้ตัวอย่างน้ำเดือด ย่อยสลายจนเหลือปริมาตร ประมาณ 25 ลูกบาศก์เซนติเมตร

5.4 ปล่อยให้สารละลายเย็นลงที่อุณหภูมิห้อง

5.5 กรองสารละลาย ลงในขวดวัดปริมาตรขนาด 50 ลูกบาศก์เซนติเมตร ปรับปริมาตรให้ถึงขีดบอกปริมาตรด้วยน้ำที่ปราศจากไอออน

5.6 นำไปวิเคราะห์ปริมาณแคดเมียมโดยเครื่องอะตอมมิกแอบซอร์พชัน โดยใช้แกร์ไฟต์เฟอร์เนจ (graphite furnace atomic absorption spectrometer) ตามข้อ 3.5

ผลการทดลอง

1. จากการศึกษาเปอร์เซ็นต์น้ำหนักสูญเสียของตัวอย่างน้ำซึ่งทำการย่อยสลายด้วยไมโครเวฟในระบบปิดโดยใช้วิธีการย่อยสลายทั้ง 2 วิธีการ พบว่าเปอร์เซ็นต์น้ำหนักสูญเสียมีค่าใกล้เคียงกัน และน้อยกว่า 10 % ดังแสดงในตารางที่ 1 (ข้อมูลดิบแสดงในตารางผนวกที่ 1 และ 2)

ตารางที่ 1 แสดงเปอร์เซ็นต์น้ำหนักสูญเสียของตัวอย่างน้ำที่ความชื้นต่าง ๆ ซึ่งทำการย่อยสลายด้วยไมโครเวฟในระบบปิด

ความชื้นของตัวอย่างน้ำ, เอ็นทียู	เปอร์เซ็นต์น้ำหนักสูญเสียของตัวอย่างน้ำ	
	วิธีการที่ 1	วิธีการที่ 2
2	0.14	0.11
5	0.10	0.11
10	0.11	0.11

2. จากการวิเคราะห์ตัวอย่างน้ำซึ่งทำการย่อยสลายด้วยไมโครเวฟในระบบปิดโดยวิธีการที่ 1 และ 2 พบว่าไม่พบแคดเมียมในทุกตัวอย่าง ทั้ง 2 วิธีการ ดังแสดงในตารางผนวกที่ 3 และ 4

3. จากการทำ spiked sample โดยการเติมสารละลายมาตรฐานแคดเมียมความเข้มข้นประมาณ 2 ไมโครกรัมต่อลูกบาศก์เดซิเมตร ลงในตัวอย่างน้ำที่ความชื้นต่าง ๆ ทำการย่อยสลายด้วยระบบไมโครเวฟโดยวิธีการที่ 1 และ 2 แล้ววัดปริมาณแคดเมียมด้วยเครื่องอะตอมมิกแอบซอร์พชันโดยใช้แกร์ไฟต์เฟอร์เนจ พบว่ามี % Recovery อยู่ในช่วง 94.9-107.5 % และ 93.8-108.6 % ตามลำดับ ซึ่งทั้ง 2 วิธีการได้ค่า % Recovery ใกล้เคียงกัน ดังแสดงในตารางผนวกที่ 5 และ 6

4. จากการเปรียบเทียบค่า % Recovery เวลาที่ใช้ในการย่อยสลาย ปริมาณกรดที่ใช้ และอุณหภูมิของการย่อยสลายตัวอย่างน้ำด้วยระบบไมโครเวฟโดยวิธีการที่ 1 และ 2 พบว่า % Recovery และปริมาณกรดที่ใช้ ไม่แตกต่างกัน แต่วิธีการที่ 1

ใช้เวลาในการย่อยสลายนานกว่าวิธีการที่ 2 และ อุณหภูมิที่ใช้ในการย่อยสลายก็สูงกว่าวิธีการที่ 2 ดังแสดงในตารางที่ 2 ดังนั้นในขั้นตอนที่ 3 จึงใช้สภาวะของวิธีการที่ 2 ในการทำการทดลอง

ตารางที่ 2 แสดงค่า % Recovery เวลาที่ใช้ในการย่อยสลาย ปริมาณกรดที่ใช้ และ อุณหภูมิของการย่อยสลายตัวอย่างน้ำด้วยระบบไมโครเวฟโดยวิธีการที่ 1 และ 2

รายการ	วิธีการที่ 1	วิธีการที่ 2
% Recovery	94.9-107.5	93.8-108.6
เวลาในการย่อยสลาย, นาที	57	50
ปริมาณกรด, ลูกบาศก์เซนติเมตร	5	5
อุณหภูมิ, องศาเซลเซียส	170	164

5. จากการทำ spiked sample โดยเติมสารละลายมาตรฐานแคดเมียมประมาณ 2 ไมโครกรัมต่อลูกบาศก์เซนติเมตร ลงในตัวอย่างน้ำที่ความขุ่นต่าง ๆ ทำการย่อยสลายด้วยระบบไมโครเวฟโดยวิธีการที่ 2 เมื่อใช้กรดไนตริกในปริมาณต่าง ๆ แล้ววัดปริมาณแคดเมียมด้วยเครื่องอะตอมมิกแอบซอร์พชันโดยใช้แกร์ไฟต์เฟอร์เนจ พบว่า % Recovery เมื่อใช้ กรดไนตริก 1, 3 และ 5 ลูกบาศก์เซนติเมตร อยู่ในช่วง 99.6-105.0 % ซึ่งไม่แตกต่างกัน แต่เมื่อไม่เติมกรดไนตริก พบว่า % Recovery อยู่ในช่วง 68.7-76.4 % ดังแสดงในตารางที่ 3 (ข้อมูลดิบแสดงในตารางผนวกที่ 7, 8 และ 9)

ตารางที่ 3 แสดง % Recovery ของการวิเคราะห์แคดเมียมในตัวอย่างน้ำที่ความขุ่นต่างๆ โดยการย่อยสลายวิธีการที่ 2 ซึ่งใช้ปริมาณกรดไนตริกในปริมาณต่าง ๆ

ความขุ่นของตัวอย่างน้ำ, เอ็นทียู	% Recovery			
	ปริมาณกรดไนตริก, ลูกบาศก์เซนติเมตร			
	0	1	3	5
2	76.4	99.6	101.9	101.8
5	68.7	100.6	101.3	105.0
10	72.2	97.8	101.0	102.1

6. จากการวิเคราะห์แคลเซียมในตัวอย่างน้ำโดยทำการย่อยสลายตัวอย่าง น้ำบนแท่นให้ความร้อน เปรียบเทียบกับการย่อยสลายด้วยไมโครเวฟในระบบปิด พบว่า %Recovery ไม่แตกต่างกัน คืออยู่ในช่วง 97.1-113.6 % และ 94.5-104.2 % ตามลำดับ ดังแสดงในตารางผนวกที่10 แต่การย่อยสลายด้วยไมโครเวฟในระบบปิดใช้ ปริมาณกรดและเวลาในการย่อยสลายน้อยกว่า

วิจารณ์ผลการทดลอง

1. จากผลการทดลองพบว่า เปอร์เซ็นต์น้ำหนักสูญเสียของตัวอย่างน้ำซึ่งทำการย่อยสลายด้วยไมโครเวฟในระบบปิดโดยใช้วิธีการย่อยสลายทั้ง 2 วิธีการ มีค่าน้อยมาก และใกล้เคียงกัน ทั้งนี้อาจเนื่องมาจากการย่อยสลายในระบบปิด และตัวอย่างน้ำที่ใช้ในการทดลองนี้เป็นน้ำค่อนข้างสะอาด มีพวกสารที่ระเหยได้ (volatile elements) น้อย จึงทำให้ เปอร์เซ็นต์น้ำหนักสูญเสียของตัวอย่างน้ำหลังการย่อยสลายต่ำ

2. จากผลการทำ spiked sample ในตัวอย่างน้ำโดยการย่อยสลายด้วยระบบไมโครเวฟโดยวิธีการที่ 1 และ 2 พบว่า มี % Recovery ใกล้เคียงกัน และอยู่ในช่วง $\pm 15\%$ (85-115 %) แสดงว่าวิธีการทั้ง 2 นี้ สามารถนำมาใช้ในการวิเคราะห์แคดเมียมในตัวอย่างน้ำนี้ได้ แต่วิธีการที่ 2 ใช้เวลาในการย่อยสลายน้อยกว่า และอุณหภูมิในการย่อยสลายก็ต่ำกว่า ดังนั้นวิธีการที่ 2 จึงเป็นวิธีการที่เหมาะสมกว่าวิธีการที่ 1

3. จากผลการศึกษาปริมาณที่เหมาะสมของกรดไนตริก ในการย่อยสลายตัวอย่างน้ำอุปโลก บริโภคด้วยไมโครเวฟ พบว่าเมื่อใช้ กรดไนตริก 1, 3 และ 5 ลูกบาศก์เซนติเมตร ค่า % Recovery ไม่แตกต่างกันและอยู่ในช่วง $\pm 15\%$ แต่เมื่อไม่ใช้กรดไนตริก ค่า % Recovery ไม่อยู่ในช่วง $\pm 15\%$ ทั้งนี้อาจเนื่องมาจากการใช้ความร้อนเพียงอย่างเดียวไม่สามารถ ทำให้การย่อยสลายตัวอย่างสมบูรณ์ได้ แต่เมื่อเติมกรดไนตริก เพียง 1 ลูกบาศก์เซนติเมตร ก็เพียงพอที่จะทำให้การย่อยสลายเป็นไปอย่างสมบูรณ์ โดยดูจากค่า % Recovery ที่ได้ซึ่งอยู่ในช่วง $\pm 15\%$

4. จากผลการวิเคราะห์แคดเมียมในตัวอย่างน้ำโดยทำการย่อยสลายด้วยไมโครเวฟในระบบปิด เปรียบเทียบกับการย่อยสลายบนแท่นให้ความร้อน พบว่า % Recovery ใกล้เคียงกัน และอยู่ในช่วง $\pm 15\%$ แต่การย่อยสลายบนแท่นให้ความร้อนมีแนวโน้มที่ให้ค่า % Recovery สูงกว่าเล็กน้อย ทั้งนี้อาจเนื่องมาจากการปนเปื้อนจากสิ่งแวดล้อม และการย่อยสลายบนแท่นให้ความร้อนใช้ปริมาณกรดและเวลาในการย่อยสลายมากกว่าการย่อยสลายด้วยไมโครเวฟในระบบปิด

สรุปผลการทดลอง

1. การย่อยสลายตัวอย่างน้ำอุปโภค บริโภค ที่ความขุ่นไม่เกิน 10 เอ็นทียู ด้วยไมโครเวฟในระบบปิด โดยใช้วิธีการย่อยสลายทั้ง 2 วิธีการ มีเปอร์เซ็นต์น้ำหนัก สูญเสียใกล้เคียงกัน และน้อยกว่า 10 % ดังนั้นในการย่อยสลายตัวอย่างน้ำด้วย ไมโครเวฟจึงไม่จำเป็นต้องทำการปรับปริมาตรหลังการย่อยสลาย^{4,5}

2. การย่อยสลายตัวอย่างน้ำด้วยระบบไมโครเวฟโดยวิธีการที่ 2 เป็นวิธีการที่เหมาะสมกว่าวิธีการที่ 1 เนื่องจากใช้เวลาในการย่อยสลายน้อยกว่า และอุณหภูมิ ในการย่อยสลายต่ำกว่า ทำให้ประหยัดและรวดเร็วกว่าการย่อยสลายวิธีการที่ 1

3. จากการศึกษาปริมาณกรดที่ใช้ในการย่อยสลายตัวอย่างน้ำด้วยระบบ ไมโครเวฟ พบว่าปริมาณกรดไนตริก ที่เหมาะสม คือ 1 ลูกบาศก์เซนติเมตร เนื่องจาก % Recovery เมื่อใช้กรดไนตริก 1, 3 และ 5 ลูกบาศก์เซนติเมตรไม่แตกต่างกัน และอยู่ใน ช่วง $\pm 15\%$ (85-115 %) ซึ่งเป็นค่าที่ยอมรับได้⁴ แต่การใช้กรดปริมาณยิ่งน้อยจะทำให้ ประหยัด สามารถยืดอายุการใช้งานของหลอดแก้วไฟต์และลคมลภาวะซึ่งมีผลต่อสิ่งแวดล้อม

4. จากการวิเคราะห์แคคเมียมในตัวอย่างน้ำโดยทำการย่อยสลายตัวอย่าง น้ำบนแท่นให้ความร้อน เปรียบเทียบกับการย่อยสลายด้วยไมโครเวฟในระบบปิด พบ ว่า %Recovery ไม่แตกต่างกัน และอยู่ในช่วง $\pm 15\%$ (85-115 %) แต่การย่อยสลายด้วย ไมโครเวฟในระบบปิดใช้ปริมาณกรด และเวลาในการย่อยสลายน้อยกว่า

5. การย่อยสลายตัวอย่างน้ำอุปโภค บริโภค สำหรับวิเคราะห์แคคเมียม ด้วยระบบไมโครเวฟ เป็นวิธีการที่ทำให้ผลการวิเคราะห์มีประสิทธิภาพสูง ทั้งในด้าน ความถูกต้อง ประหยัดเวลาและสารเคมี และลคมลภาวะในสภาวะแวดล้อม

กิตติกรรมประกาศ

ผู้วิจัยขอขอบคุณนางส่องแสง เลี้ยวชวลิต ผู้อำนวยการกองเคมี นางสาว เกษร ตันนุกิจ หัวหน้ากลุ่มงานอนินทรีย์เคมีวิเคราะห์2 และผู้ร่วมงานในกลุ่มงาน อนินทรีย์เคมีวิเคราะห์2 ทุกท่านที่ให้คำปรึกษา และคำแนะนำ และขอขอบคุณกรม วิทยาศาสตร์บริการที่ให้ความเอื้อเฟื้อวัสดุ อุปกรณ์ เครื่องมือและสารเคมีต่าง ๆ จนทำให้การศึกษาวิจัยนี้สำเร็จลุล่วงด้วยดี

เอกสารอ้างอิง

1. กระทรวงอุตสาหกรรม. สำนักงานมาตรฐานผลิตภัณฑ์อุตสาหกรรม. มาตรฐานผลิตภัณฑ์อุตสาหกรรมน้ำบริโภค. เล่มที่ 1 : ข้อกำหนดเกณฑ์คุณภาพ. มอก. 257 เล่ม 1-2521, พิมพ์ครั้งที่ 2, 2524. หน้า 2.
2. กิตติ เอกอำพน. ความเป็นพิษของโลหะหนัก. *จุลสารสภาวะแวดล้อม*. ปีที่ 4, เล่มที่ 5, ตุลาคม-พฤศจิกายน, 2528. หน้า 24-26.
3. แม้น อมรสิทธิ์ และ อมร เพชรสม. อะตอมมิกแอบซอร์พชันสเปกโทรสโกปี. **Principles and techniques of instrumental analysis**. โรงพิมพ์ชวนพิมพ์ : กรุงเทพฯ. 2535. หน้า 322-379.
4. American Public Health Association. **Standard methods for the examination of water and wastewater**. 19th ed. Washington, DC: American Public Health Association, 1995. p.3-1 - 3-9.
5. American Society for Testing and Materials. **Annual book of ASTM standards**. section 11, volume 11.01. Philadelphia, PA: the society, 1997. p.423 -428.
6. CEM Corporation. **Microwave digestion application manual**. USA: CEM Corporation, 1994.
7. Kingston and Lois B. Jassie. **Introduction to microwave sample preparation : Theory and practice**. Washington, DC: American Chemical Society, 1988. p.1-28

ภาคผนวก

ตารางผนวกที่ 1 แสดงเปอร์เซ็นต์น้ำหนักสูญเสียของการย่อยสลายตัวอย่างน้ำวิธีการที่ 1

ความชุ่มของตัวอย่างน้ำ (เอ็นทียู)	ตัวอย่างที่	เปอร์เซ็นต์น้ำหนักสูญเสียของตัวอย่างน้ำ			
		ครั้งที่ 1	ครั้งที่ 2	ครั้งที่ 3	เฉลี่ย
2	1	0.17	0.16	0.09	0.14
	2	0.08	0.12	0.07	0.09
	3	0.19	0.21	0.14	0.18
5	1	0.08	0.04	0.06	0.06
	2	0.07	0.10	0.10	0.09
	3	0.15	0.14	0.13	0.14
10	1	0.12	0.09	0.18	0.13
	2	0.08	0.12	0.10	0.10
	3	0.10	0.06	0.11	0.09

ตารางผนวกที่ 2 แสดงเปอร์เซ็นต์น้ำหนักสูญเสียของการย่อยสลายตัวอย่างน้ำวิธีการที่ 2

ความชุ่มของตัวอย่างน้ำ (เอ็นทียู)	ตัวอย่างที่	เปอร์เซ็นต์น้ำหนักสูญเสียของตัวอย่างน้ำ			
		ครั้งที่ 1	ครั้งที่ 2	ครั้งที่ 3	เฉลี่ย
2	1	0.13	0.11	0.12	0.12
	2	0.05	0.09	0.07	0.07
	3	0.14	0.12	0.19	0.15
5	1	0.10	0.08	0.09	0.09
	2	0.06	0.11	0.07	0.08
	3	0.13	0.17	0.15	0.15
10	1	0.09	0.13	0.08	0.10
	2	0.10	0.16	0.16	0.14
	3	0.07	0.05	0.09	0.07

ตารางผนวกที่ 3 แสดงผลการวิเคราะห์แคคเมียมในตัวอย่างน้ำโดยการย่อยสลายด้วย
ไมโครเวฟตามวิธีการที่ 1

ความขุ่นของตัวอย่างน้ำ (เอ็นทียู)	ตัวอย่างที่	ปริมาณแคคเมียม (ไมโครกรัมต่อลูกบาศก์เซนติเมตร)			
		ครั้งที่ 1	ครั้งที่ 2	ครั้งที่ 3	เฉลี่ย
2	1	ไม่พบ	ไม่พบ	ไม่พบ	ไม่พบ
	2	ไม่พบ	ไม่พบ	ไม่พบ	ไม่พบ
	3	ไม่พบ	ไม่พบ	ไม่พบ	ไม่พบ
5	1	ไม่พบ	ไม่พบ	ไม่พบ	ไม่พบ
	2	ไม่พบ	ไม่พบ	ไม่พบ	ไม่พบ
	3	ไม่พบ	ไม่พบ	ไม่พบ	ไม่พบ
10	1	ไม่พบ	ไม่พบ	ไม่พบ	ไม่พบ
	2	ไม่พบ	ไม่พบ	ไม่พบ	ไม่พบ
	3	ไม่พบ	ไม่พบ	ไม่พบ	ไม่พบ

ตารางผนวกที่ 4 แสดงผลการวิเคราะห์แคคเมียมในตัวอย่างน้ำโดยการย่อยสลายด้วย
ไมโครเวฟตามวิธีการที่ 2

ความขุ่นของตัวอย่างน้ำ (เอ็นทียู)	ตัวอย่างที่	ปริมาณแคคเมียม (ไมโครกรัมต่อลูกบาศก์เดซิเมตร)			
		ครั้งที่ 1	ครั้งที่ 2	ครั้งที่ 3	เฉลี่ย
2	1	ไม่พบ	ไม่พบ	ไม่พบ	ไม่พบ
	2	ไม่พบ	ไม่พบ	ไม่พบ	ไม่พบ
	3	ไม่พบ	ไม่พบ	ไม่พบ	ไม่พบ
5	1	ไม่พบ	ไม่พบ	ไม่พบ	ไม่พบ
	2	ไม่พบ	ไม่พบ	ไม่พบ	ไม่พบ
	3	ไม่พบ	ไม่พบ	ไม่พบ	ไม่พบ
10	1	ไม่พบ	ไม่พบ	ไม่พบ	ไม่พบ
	2	ไม่พบ	ไม่พบ	ไม่พบ	ไม่พบ
	3	ไม่พบ	ไม่พบ	ไม่พบ	ไม่พบ

ตารางผนวกที่ 5 แสดงผลการวิเคราะห์แคคเมียมของการทำ spiked sample โดยการย่อย
สลายด้วยไมโครเวฟตามวิธีการที่ 1

ความขุ่นของตัวอย่างน้ำ (เอ็นทียู)	ตัวอย่างที่	ปริมาณแคคเมียม (ไมโครกรัมต่อลูกบาศก์เซนติเมตร)				% Recovery
		ครั้งที่ 1	ครั้งที่ 2	ครั้งที่ 3	เฉลี่ย	
2	1	1.79	1.90	2.15	1.95	107.0
	2	1.89	1.67	1.98	1.85	101.5
	3	2.04	1.59	1.80	1.81	99.3
5	1	1.90	2.05	1.85	1.93	105.9
	2	1.63	1.99	1.57	1.73	94.9
	3	1.88	2.13	1.74	1.92	105.4
10	1	2.10	1.85	1.93	1.96	107.5
	2	2.03	1.71	2.00	1.91	104.8
	3	1.86	1.62	1.83	1.77	97.1

ตารางผนวกที่ 6 แสดงผลการวิเคราะห์แคะเมียมของการทำ spiked sample โดยการย่อย
สลายด้วยไมโครเวฟตามวิธีการที่ 2

ความชื้นของตัวอย่างน้ำ (เอ็นทียู)	ตัวอย่างที่	ปริมาณแคะเมียม (ไมโครกรัมต่อลูกบาศก์เซนติเมตร)				% Recovery
		ครั้งที่ 1	ครั้งที่ 2	ครั้งที่ 3	เฉลี่ย	
2	1	1.59	1.83	1.71	1.71	93.8
	2	1.80	1.99	2.09	1.96	107.5
	3	1.73	1.86	2.10	1.90	104.2
5	1	2.10	1.82	1.72	1.88	103.2
	2	1.91	1.70	2.03	1.88	103.2
	3	2.02	2.11	1.80	1.98	108.6
10	1	1.81	2.06	1.79	1.89	103.7
	2	2.12	1.95	1.60	1.89	103.7
	3	1.77	1.69	1.94	1.80	98.8

ตารางผนวกที่ 7 แสดงผลการวิเคราะห์แคคเมียมของการทำ spiked sample โดยการย่อย
สลายตัวอย่างน้ำที่มีความขุ่น 2 เอ็นทียู ด้วยไมโครเวฟตามวิธีการที่ 2
เมื่อใช้ปริมาณกรดไนตริก ต่างกัน

ปริมาณกรดไนตริก (ลูกบาศก์เซนติเมตร)	ตัวอย่างที่	ปริมาณแคคเมียม (ไมโครกรัมต่อลูกบาศก์เซนติเมตร)				% Recovery
		ครั้งที่ 1	ครั้งที่ 2	ครั้งที่ 3	เฉลี่ย	
0	1	1.68	1.59	1.55	1.61	80.5
	2	1.44	1.52	1.35	1.44	72.0
	3	1.56	1.36	1.68	1.53	76.5
1	1	2.11	1.88	1.96	1.98	101.1
	2	1.85	1.94	2.08	1.96	100.1
	3	1.92	1.69	2.11	1.91	97.6
3	1	2.21	1.81	1.78	1.93	102.4
	2	2.02	1.79	1.95	1.92	101.9
	3	1.90	2.0	1.82	1.91	101.3
5	1	1.59	1.83	1.71	1.71	93.8
	2	1.80	1.99	2.09	1.96	107.5
	3	1.73	1.86	2.10	1.90	104.2

ตารางผนวกที่ 8 แสดงผลการวิเคราะห์แคคเมียมของการทำ spiked sample โดยการย่อย
 สลายตัวอย่างน้ำที่มีความขุ่น 5 เอ็นทียู ด้วยไมโครเวฟตามวิธีการที่ 2
 เมื่อใช้ปริมาณกรดไนตริก ต่างกัน

ปริมาณกรดไนตริก (ลูกบาศก์เซนติเมตร)	ตัวอย่างที่	ปริมาณแคคเมียม (ไมโครกรัมต่อลูกบาศก์เซนติเมตร)				% Recovery
		ครั้งที่ 1	ครั้งที่ 2	ครั้งที่ 3	เฉลี่ย	
0	1	1.38	1.59	1.30	1.42	71.0
	2	1.23	1.61	1.50	1.45	72.5
	3	1.16	1.31	1.28	1.25	62.5
1	1	1.97	1.83	1.89	1.90	97.1
	2	2.22	1.91	2.00	2.04	104.2
	3	2.14	1.78	1.98	1.97	100.6
3	1	1.75	1.89	2.00	1.88	99.7
	2	2.08	1.94	1.69	1.90	100.8
	3	1.84	2.05	1.97	1.95	103.4
5	1	2.10	1.82	1.72	1.88	103.2
	2	1.91	1.70	2.03	1.88	103.2
	3	2.02	2.11	1.80	1.98	108.6

ตารางผนวกที่ 9 แสดงผลการวิเคราะห์แคดเมียมของการทำ spiked sample โดยการย่อย
 สลายตัวอย่างน้ำที่มีความขุ่น 10 เอ็นทียู ด้วยไมโครเวฟตามวิธีการที่ 2
 เมื่อใช้ปริมาณกรดไนตริก ต่างกัน

ปริมาณกรดไนตริก (ลูกบาศก์เซนติเมตร)	ตัวอย่างที่	ปริมาณแคดเมียม (ไมโครกรัมต่อลูกบาศก์เซนติเมตร)				% Recovery
		ครั้งที่ 1	ครั้งที่ 2	ครั้งที่ 3	เฉลี่ย	
0	1	1.47	1.39	1.56	1.47	73.5
	2	1.54	1.60	1.22	1.45	72.5
	3	1.58	1.15	1.49	1.41	70.5
1	1	1.98	1.87	1.69	1.85	94.5
	2	2.06	1.94	1.70	1.90	97.1
	3	2.10	2.09	1.78	1.99	101.7
3	1	1.96	2.14	1.83	1.98	105.0
	2	1.80	2.20	1.77	1.92	101.9
	3	1.65	1.85	1.94	1.81	96.0
5	1	1.81	2.06	1.79	1.89	103.7
	2	2.12	1.95	1.60	1.89	103.7
	3	1.77	1.69	1.94	1.80	98.8

ตารางผนวกที่ 10 แสดงผลการวิเคราะห์แคคเมียมของการทำ spiked sample โดยการย่อยสลายตัวอย่างน้ำบนแท่นให้ความร้อนเปรียบเทียบกับ การย่อยสลายด้วยไมโครเวฟในระบบปิด

ความเข้มข้นของ ตัวอย่างน้ำ (เอ็นทียู)	ตัวอย่างที่	บนแท่นให้ความร้อน					ระบบไมโครเวฟ				
		ปริมาณแคคเมียม (ไมโครกรัมต่อลูกบาศก์เดซิเมตร)				% Recovery	ปริมาณแคคเมียม (ไมโครกรัมต่อลูกบาศก์เดซิเมตร)				% Recovery
		ครั้งที่ 1	ครั้งที่ 2	ครั้งที่ 3	เฉลี่ย		ครั้งที่ 1	ครั้งที่ 2	ครั้งที่ 3	เฉลี่ย	
2	1	1.95	1.78	1.81	1.85	101.5	2.11	1.88	1.96	1.98	101.1
	2	1.89	2.06	2.15	2.03	111.4	1.85	1.94	2.08	1.96	100.1
	3	1.65	1.77	1.90	1.77	97.1	1.92	1.69	2.11	1.91	97.6
5	1	2.00	2.11	1.99	2.03	111.4	1.97	1.83	1.89	1.90	97.1
	2	1.75	1.82	1.80	1.79	98.2	2.22	1.91	2.00	2.04	104.2
	3	1.91	1.98	1.85	1.91	104.8	2.14	1.78	1.98	1.97	100.6
10	1	2.05	1.89	2.10	2.01	110.3	1.98	1.87	1.69	1.85	94.5
	2	2.15	2.09	1.96	2.07	113.6	2.06	1.94	1.70	1.90	97.1
	3	1.83	1.94	1.99	1.92	105.3	2.10	2.09	1.78	1.99	101.7