

ประกาศกระทรวงอุตสาหกรรม

ฉบับที่ ๔๓๙๖ (พ.ศ. ๒๕๕๕)

ออกตามความในพระราชบัญญัติมาตรฐานผลิตภัณฑ์อุตสาหกรรม

พ.ศ. ๒๕๑๑

เรื่อง ยกเลิกและกำหนดมาตรฐานผลิตภัณฑ์อุตสาหกรรม

สารส้ม

โดยที่เป็นการสมควรปรับปรุงมาตรฐานผลิตภัณฑ์อุตสาหกรรม สารส้ม มาตรฐานเลขที่
มอก. 165 - 2542

อาศัยอำนาจตามความในมาตรา ๑๕ แห่งพระราชบัญญัติมาตรฐานผลิตภัณฑ์อุตสาหกรรม
พ.ศ. ๒๕๑๑ รัฐมนตรีว่าการกระทรวงอุตสาหกรรมออกประกาศยกเลิกประกาศกระทรวงอุตสาหกรรม
ฉบับที่ ๒๗๕๙ (พ.ศ. ๒๕๔๓) ออกตามความในพระราชบัญญัติมาตรฐานผลิตภัณฑ์อุตสาหกรรม พ.ศ. ๒๕๑๑
เรื่อง ยกเลิกและกำหนดมาตรฐานผลิตภัณฑ์อุตสาหกรรม สารส้ม ลงวันที่ ๒๗ พฤศจิกายน พ.ศ. ๒๕๔๓
และออกประกาศกำหนดมาตรฐานผลิตภัณฑ์อุตสาหกรรม สารส้ม มาตรฐานเลขที่ มอก. 165 - 2554 ขึ้นใหม่
ดังมีรายการละเอียดต่อท้ายประกาศนี้

ทั้งนี้ ให้มีผลเมื่อพ้นกำหนด ๒๗๐ วัน นับแต่วันที่ประกาศในราชกิจจานุเบกษา เป็นต้นไป

ประกาศ ณ วันที่ ๓ เมษายน พ.ศ. ๒๕๕๕

หม่อมราชวงศ์พงษ์สวัสดิ์ สวัสดิวัตน์

รัฐมนตรีว่าการกระทรวงอุตสาหกรรม

มาตรฐานผลิตภัณฑ์อุตสาหกรรม

สารส้ม

1. ขอบข่าย

- 1.1 มาตรฐานผลิตภัณฑ์อุตสาหกรรมนี้ ครอบคลุมอะลูมิเนียมซัลเฟต โพแทชอะลูม และแอมโมเนียมอะลูม สำหรับใช้ในครัวเรือน อุตสาหกรรม และเกษตรกรรม ซึ่งต่อไปในมาตรฐานนี้จะเรียกว่า “สารส้ม”

2. บทนิยาม

ความหมายของคำที่ใช้ในมาตรฐานผลิตภัณฑ์อุตสาหกรรมนี้ มีดังต่อไปนี้

- 2.1 อะลูมิเนียมซัลเฟต (aluminium sulphate) หมายถึง เกลือซัลเฟตของอะลูมิเนียม ได้จากการทำปฏิกิริยาระหว่างกรดซัลฟิวริก น้ำ และแร่ที่มีปริมาณอะลูมินา (Al_2O_3) อยู่มาก เช่น บอกไซต์ (bauxite) ดินขาว (kaolinite) และดิกไคต์ (dickite) มีสูตรเคมี $[Al_2(SO_4)_3 \cdot xH_2O]$ ใช้เป็นสารส้ม
- 2.2 โพแทชอะลูม (potash alum) หมายถึง สารส้มที่เป็นเกลือเชิงซ้อนของโพแทสเซียมซัลเฟตและอะลูมิเนียมซัลเฟต ได้จากการทำปฏิกิริยาระหว่างกรดซัลฟิวริก น้ำ และแร่ที่มีปริมาณอะลูมินาอยู่มาก แล้วเติมโพแทสเซียมซัลเฟตลงไปด้วย มีสูตรเคมี $[Al_2(SO_4)_3K_2SO_4 \cdot 24H_2O]$
- 2.3 แอมโมเนียมอะลูม (ammonium alum) หมายถึง สารส้มที่เป็นเกลือเชิงซ้อนของแอมโมเนียมซัลเฟตและอะลูมิเนียมซัลเฟต ได้จากการทำปฏิกิริยาระหว่างกรดซัลฟิวริก น้ำ และแร่ที่มีปริมาณอะลูมินาอยู่มาก แล้วเติมแอมโมเนียมซัลเฟตลงไปด้วย มีสูตรเคมี $[Al_2(SO_4)_3(NH_4)_2SO_4 \cdot 24H_2O]$
- 2.4 สารส้มเหลวหรือสารส้มน้ำ หมายถึง สารละลายสารส้มในน้ำ

3. แบบ ประเภท ชนิด และชั้นคุณภาพ

- 3.1 สารส้ม แบ่งตามลักษณะเป็น 2 แบบ คือ
- 3.1.1 แบบแข็ง
 - 3.1.2 แบบเหลว
- 3.2 สารส้ม แบ่งตามการใช้งานของแต่ละแบบเป็น 2 ประเภท คือ
- 3.2.1 ประเภทอุตสาหกรรม
 - 3.2.2 ประเภทเกษตรกรรม
- 3.3 สารส้มแต่ละประเภท แบ่งตามชนิดของผลึกเกลือหรือเกลือเชิงซ้อนเป็น 3 ชนิด คือ

- 3.3.1 ชนิดที่ 1 อะลูมิเนียมซัลเฟต แบ่งเป็น 3 ชั้นคุณภาพ (เฉพาะประเภทอุตสาหกรรม) คือ
- (1) ชั้นคุณภาพ 1
 - (2) ชั้นคุณภาพ 2
 - (3) ชั้นคุณภาพ 3
- 3.3.2 ชนิดที่ 2 โปแทชอะลัม
- 3.3.3 ชนิดที่ 3 แอมโมเนียมอะลัม

4. คุณลักษณะที่ต้องการ

4.1 ลักษณะทั่วไป

4.1.1 ประเภทอุตสาหกรรมและประเภทเกดซ์กรรม

4.1.1.1 ชนิดที่ 1

(1) แบบแข็ง

ต้องเป็นก้อน เม็ด หรือผง แห้ง สีขาวหรือสีน้ำตาล ปราศจากสิ่งแปลกปลอมที่มองเห็นได้ เช่น เศษไม้ แมลงหรือชิ้นส่วนของแมลง

(2) แบบเหลว

ต้องเป็นของเหลว ใส ไม่มีตะกอน ไม่มีสีหรือมีสีน้ำตาล ปราศจากสิ่งแปลกปลอมที่มองเห็นได้ เช่น เศษไม้ แมลงหรือชิ้นส่วนของแมลง

4.1.1.2 ชนิดที่ 2 และชนิดที่ 3

(1) แบบแข็ง

ต้องเป็นผลึกใส ไม่มีสี หรือเป็นผงสีขาว ปราศจากสิ่งแปลกปลอมที่มองเห็นได้ เช่น เศษไม้ แมลงหรือชิ้นส่วนของแมลง

(2) แบบเหลว

ต้องเป็นของเหลว ใส ไม่มีตะกอน ไม่มีสีหรือมีสีน้ำตาลอ่อน ปราศจากสิ่งแปลกปลอมที่มองเห็นได้ เช่น เศษไม้ แมลงหรือชิ้นส่วนของแมลง

การทดสอบให้ทำโดยการตรวจพินิจ

4.2 คุณลักษณะทางเคมี

4.2.1 ประเภทอุตสาหกรรม

ต้องเป็นไปตามตารางที่ 1

ตารางที่ 1 คุณลักษณะทางเคมีสำหรับประเภทอุตสาหกรรม
(ข้อ 4.2.1)

รายการ ที่	คุณลักษณะ	หน่วย	เกณฑ์ที่กำหนด*					วิธีวิเคราะห์ ตาม
			ชนิดที่ 1			ชนิดที่ 2	ชนิดที่ 3	
			ชั้นคุณภาพ					
			1	2	3			
1	สารที่ไม่ละลายในน้ำ ไม่เกิน	% (m/m)	0.3	0.3	0.3	0.02	0.02	ข้อ 8.2
2	ความเป็นกรด-ด่าง (pH) ไม่น้อยกว่า	-	2.8	2.8	2.5	3.0	-	ข้อ 8.3
3	อะลูมินา (คำนวณเป็น Al ₂ O ₃) ไม่น้อยกว่า	% (m/m)	16.0	16.0	15.0	-	-	ข้อ 8.4
4	เกลือแอมโมเนียม (คำนวณเป็น NH ₃) ไม่เกิน	% (m/m)	0.03	0.03	0.03	0.2	-	ข้อ 8.5
5	โลหะหนัก (คำนวณเป็น Pb) ไม่เกิน	mg/kg	40	-	-	30	40	ข้อ 8.6
6	เหล็ก (Fe) ไม่เกิน	% (m/m)	0.1	0.1	2.0	0.01	0.01	ข้อ 8.7
7	แมงกานีส (Mn) ไม่เกิน	mg/kg	50	50	50	-	-	ข้อ 8.8
8	แคดเมียม (Cd) ไม่เกิน	mg/kg	-	4.0	4.0	-	-	ข้อ 8.9
9	ตะกั่ว (Pb) ไม่เกิน	mg/kg	-	20	20	-	-	ข้อ 8.10
10	โครเมียม (Cr) ไม่เกิน	mg/kg	-	20	20	-	-	ข้อ 8.11
11	สารหนู (คำนวณเป็น As ₂ O ₃) ไม่เกิน	mg/kg	5.0	5.0	18.0	3.0	3.0	ข้อ 8.12
12	ปรอท (Hg) ไม่เกิน	mg/kg	-	0.4	0.4	-	-	ข้อ 8.13
13	โพแทสเซียม ไม่น้อยกว่า	% (m/m)	-	-	-	98.0	-	ข้อ 8.14
14	แอมโมเนียมอะลัม ไม่น้อยกว่า	% (m/m)	-	-	-	-	98.0	

หมายเหตุ * หมายถึง กรณีสารสัมฤทธิ์หรือสารสัมฤทธิ์ ให้ใช้เกณฑ์ที่กำหนดครั้งหนึ่งของค่าที่แสดงในตารางที่ 1
ยกเว้นรายการที่ 2 ให้ใช้เกณฑ์ที่กำหนดเดียวกัน

4.2.2 ประเภทเภสัชกรรม
ต้องเป็นไปตามตารางที่ 2

ตารางที่ 2 คุณลักษณะทางเคมีสำหรับประเภทเภสัชกรรม
(ข้อ 4.2.2)

รายการ ที่	คุณลักษณะ	หน่วย	เกณฑ์ที่กำหนด*			วิธีวิเคราะห์ ตาม
			ชนิดที่ 1	ชนิดที่ 2	ชนิดที่ 3	
1	สารที่ไม่ละลายในน้ำ ไม่เกิน	% (m/m)	0.02	0.01	0.01	ข้อ 8.2
2	ความเป็นกรด-ด่าง (pH) ไม่น้อยกว่า	-	2.9	3.0	-	ข้อ 8.3
3	อะลูมินา (คำนวณเป็น Al ₂ O ₃)	% (m/m)	16.6 ถึง 17.6	-	-	ข้อ 8.4
4	เกลือแอมโมเนียม (คำนวณเป็น NH ₃) ไม่เกิน	% (m/m)	0.025 0	0.100 0	-	ข้อ 8.5
5	โลหะหนัก (คำนวณเป็น Pb) ไม่เกิน	mg/kg	40	10	10	ข้อ 8.6
6	เหล็ก (Fe) ไม่เกิน	% (m/m)	0.004	0.002	0.002	ข้อ 8.7
7	แมงกานีส (Mn) ไม่เกิน	mg/kg	20	-	-	ข้อ 8.8
8	สารหนู (คำนวณเป็น As ₂ O ₃) ไม่เกิน	mg/kg	3.0	3.0	3.0	ข้อ 8.12
9	โพแทสเซียม ไม่น้อยกว่า	% (m/m)	-	99.0	-	ข้อ 8.14
10	แอมโมเนียมอะลัม ไม่น้อยกว่า	% (m/m)	-	-	99.0	
11	ทองแดง (Cu)	-	ต้องไม่มีสีฟ้าหรือสีน้ำเงินอ่อน			ข้อ 8.15
12	สังกะสี (Zn)	-	ต้องไม่ขุ่นกว่าสารละลายมาตรฐาน			ข้อ 8.16
13	แอลคาไลน์เอิร์ท ไม่เกิน	% (m/m)	0.40	-	0.25	ข้อ 8.17

หมายเหตุ * หมายถึง กรณีสารส้มเหลวหรือสารส้มน้ำ ให้ใช้เกณฑ์ที่กำหนดครั้งหนึ่งของค่าที่แสดงในตารางที่ 2 ยกเว้นรายการที่ 2 ให้ใช้เกณฑ์ที่กำหนดเดียวกัน

5. การบรรจุ

- 5.1 ให้บรรจุสารส้มในภาชนะบรรจุที่สะอาด ปิดได้สนิท และป้องกันสิ่งแปลกปลอมได้
- 5.2 น้ำหนักสุทธิของสารส้มในแต่ละภาชนะบรรจุ ต้องไม่น้อยกว่าที่ระบุไว้ที่ฉลาก

6. เครื่องหมายและฉลาก

- 6.1 ที่ภาชนะบรรจุสารส้มทุกหน่วยหรือที่เอกสารกำกับสารส้มทุกฉบับ อย่างน้อยต้องมีเลข อักษร หรือ เครื่องหมายแจ้งรายละเอียดต่อไปนี้ให้เห็นได้ง่าย ชัดเจน
 - (1) คำว่า “สารส้ม” หรือ “สารส้มเหลว” หรือ “สารส้มน้ำ” (แล้วแต่กรณี) พร้อมสูตรเคมี
 - (2) แบบ ประเภท และชนิด

- (3) ^๕ชั้นคุณภาพ (เฉพาะประเภทอุตสาหกรรม)
- (4) ^๕น้ำหนักสุทธิ เป็นกิโลกรัม
- (5) เดือน ปีที่ทำ หรือรหัสรุ่นที่ทำ
- (6) ^๕ชื่อผู้ทำหรือโรงงานที่ทำ หรือเครื่องหมายการค้าที่จดทะเบียน

ในกรณีที่ใช้ภาษาต่างประเทศด้วย ต้องมีความหมายตรงกับภาษาไทยที่กำหนดไว้ข้างต้น

7. การชักตัวอย่างและเกณฑ์ตัดสิน

7.1 การชักตัวอย่างและเกณฑ์ตัดสิน ให้เป็นไปตามภาคผนวก ก.

8. การวิเคราะห์

8.1 ทัวไป

8.1.1 ให้ใช้วิธีที่กำหนดในมาตรฐานนี้ หรือวิธีอื่นใดที่ให้ผลเทียบเท่า ในกรณีที่มีข้อโต้แย้ง ให้ใช้วิธีที่กำหนดในมาตรฐานนี้

8.1.2 หากมิได้กำหนดเป็นอย่างอื่น น้ำกลั่นและสารเคมีที่ใช้ต้องมีความบริสุทธิ์เหมาะสมสำหรับการวิเคราะห์

8.2 การวิเคราะห์สารที่ไม่ละลายในน้ำ

8.2.1 เครื่องมือ

8.2.1.1 ซินเตอร์กลาสส์ครุชชีเบิล เบอร์ 4 หรือกุชครุชชีเบิลพร้อมแผ่นกรองใยแก้วชนิดกรองละเอียด (glass microfiber) ชั้นคุณภาพ GF/C ขนาดรูพรุน $1.2\ \mu\text{m}$ ที่ผ่านการอบที่อุณหภูมิ 105°C ถึง 110°C เป็นเวลา 1 h และทราบมวลแน่นอนแล้ว

8.2.1.2 เตาอบไฟฟ้าควบคุมอุณหภูมิที่ 105°C ถึง 110°C

8.2.1.3 เครื่องชั่งละเอียด 1 mg

8.2.2 วิธีวิเคราะห์

ชั่งสารส้มตัวอย่างประมาณ 10 g (กรณีสารส้มน้ำชั่งตัวอย่างประมาณ 20 g) ให้ทราบมวลแน่นอนถึง 1 mg ใส่บีกเกอร์ ละลายด้วยน้ำกลั่นร้อน 100 mL คนให้ละลาย นำไปกรองผ่านซินเตอร์กลาสส์ครุชชีเบิล หรือกุชครุชชีเบิลพร้อมแผ่นกรองใยแก้ว (ข้อ 8.2.1.1) ล้างบีกเกอร์ด้วยน้ำกลั่นร้อน 2 ครั้ง ถึง 3 ครั้ง หรือล้างจนกระทั่งน้ำล้างปราศจากซัลเฟต* เทน้ำล้างกรองผ่านซินเตอร์กลาสส์ครุชชีเบิลหรือกุชครุชชีเบิลที่ใช้กรอง นำซินเตอร์กลาสส์ครุชชีเบิลหรือกุชครุชชีเบิลพร้อมแผ่นกรองใยแก้วไปอบในเตาอบไฟฟ้าควบคุมอุณหภูมิที่ 105°C ถึง 110°C ปล่อยให้เย็นลงในเดซิเคเตอร์ ชั่ง แล้วอบซ้ำจนมวลที่ชั่งได้ 2 ครั้ง ติดต่อกันต่างกันไม่เกิน 1 mg

หมายเหตุ * หมายถึง ให้ทดสอบโดยใส่สารละลายเบเรียมคลอไรด์ 5 % ในน้ำล้างที่ผ่านการกรองแล้ว ต้องไม่มีตะกอนสีขาวเกิดขึ้น

8.2.3 วิธีคำนวณ

คำนวณหาปริมาณสารที่ไม่ละลายในน้ำ จากสูตร

$$A = \frac{m_1 - m_2}{m_0} \times 100$$

เมื่อ A คือ ปริมาณสารที่ไม่ละลายในน้ำ เป็นร้อยละ

m_0 คือ มวลของตัวอย่าง เป็นกรัม

m_1 คือ มวลของซินเตอร์กลาสส์ครุชเบิลพร้อมสารที่ไม่ละลายในน้ำ เป็นกรัม

m_2 คือ มวลของซินเตอร์กลาสส์ครุชเบิลเปล่าที่อบและทราบมวลแน่นอนแล้ว เป็นกรัม

8.3 การวิเคราะห์ความเป็นกรด-ด่าง

8.3.1 เครื่องมือ

เครื่องวัดความเป็นกรด-ด่าง (pH meter) ชนิดกลาสส์อิเล็กโทรด (glass electrode) ที่อ่านค่าได้ละเอียด 0.01

8.3.2 วิธีวิเคราะห์

ชั่งสารส้มตัวอย่างประมาณ 5 g (กรณีสารส้มน้ำชั่งตัวอย่างประมาณ 10 g) ให้ทราบมวลแน่นอนถึง 1 mg ละลายด้วยน้ำกลั่นที่ต้มเดือดใหม่ๆ และปล่อยให้เย็นแล้ว ถ่ายใส่ขวดปริมาตรขนาด 100 mL และเติมน้ำกลั่นดังกล่าวให้ถึงขีดปริมาตร แล้วนำไปวัดค่าความเป็นกรด-ด่าง ที่อุณหภูมิ 25°C ด้วยเครื่องวัดความเป็นกรด-ด่าง

8.4 การวิเคราะห์อะลูมินา (คำนวณเป็น Al_2O_3)

8.4.1 สารเคมี สารละลายและวิธีเตรียม

8.4.1.1 สารละลายอีดีทีเอ (EDTA solution) 0.05 mol/L

ชั่งเอทิลีนไดเอมีนเตตระแอสติก แอซิด ไดโซเดียมซอลต์-2-ไฮเดรต (ethylenediaminetetraacetic acid disodium salt-2-hydrate) ปริมาณ 18.61 g ใส่ขวดปริมาตรขนาด 1 000 mL ละลายด้วยน้ำกลั่น แล้วเติมน้ำกลั่นให้ถึงขีดปริมาตร เก็บสารละลายในขวดพอลิเอทิลีนและปิดให้สนิท

8.4.1.2 สารละลายโซเดียมแอซิเตต บัฟเฟอร์ (sodium acetate buffer solution)

ชั่งโซเดียมแอซิเตตไตรไฮเดรต (sodium acetate trihydrate) ปริมาณ 272 g ใส่บีกเกอร์ ละลายด้วยน้ำกลั่น แล้วเติมน้ำกลั่นให้ปริมาตรเป็น 1 L

8.4.1.3 โซลีนอลออเรนจ์ 1 g/L

ชั่งโซลีนอลออเรนจ์ (xyleneol orange) ปริมาณ 0.10 g ใส่บีกเกอร์ ละลายด้วยน้ำกลั่น แล้วเติมน้ำกลั่นให้ปริมาตรเป็น 100 mL

- 8.4.1.4 สารละลายมาตรฐานสังกะสี 0.02 mol/L
 ชั่งสังกะสี (บริสุทธิ์ไม่น้อยกว่า 99.99 %) ปริมาณ 1.308 g ใส่บีกเกอร์ เดิมกรดไฮโดรคลอริก
 เข้มข้น (ความหนาแน่นสัมพัทธ์ 1.19) ปริมาตร 6 mL ถึง 7 mL เติมน้ำกลั่นปริมาตรน้อย แล้วให้
 ความร้อนเพื่อให้สังกะสีละลายหมด นำไปประเหยต่อบนเครื่องอังน้ำจนเกือบแห้ง ละลายส่วนที่
 เหลือด้วยน้ำกลั่น ถ่ายใส่ขวดปริมาตรขนาด 1 000 mL แล้วเติมน้ำกลั่นให้ถึงขีดปริมาตร
 สารละลายนี้ 1 mL เทียบได้กับอะลูมินา 1.02 mg
- 8.4.2 การเตรียมสารละลายตัวอย่าง
 ชั่งสารส้มตัวอย่างประมาณ 5 g (กรณีสารส้มน้ำชั่งตัวอย่างประมาณ 10 g) ให้ทราบมวลแน่นอนจนถึง 1 mg
 ใส่บีกเกอร์ ละลายด้วยน้ำกลั่น 100 mL กรองถ้าจำเป็น ถ่ายใส่ขวดปริมาตรขนาด 500 mL แล้วเติมน้ำ
 กลั่นให้ถึงขีดปริมาตร
- 8.4.3 วิธีวิเคราะห์
- 8.4.3.1 ใช้ปิเปตต์ดูดสารละลายตัวอย่างจากข้อ 8.4.2 ปริมาตร 20 mL ใส่ขวดรูปกรวยขนาด 200 mL เติม
 สารละลายอีดีทีเอ 20 mL นำไปต้มให้เดือด เป็นเวลา 1 min ปลดปล่อยไอน้ำให้เย็น แล้วเติมสารละลาย
 โซเดียมแอสซิเตด บัฟเฟอร์ 10 mL หยดไซลีนอลอเรนจ์ 2 หยด ถึง 5 หยด แล้วนำไปไทเทรตกับ
 สารละลายมาตรฐานสังกะสีจนถึงจุดยุติ เมื่อสารละลายเปลี่ยนจากสีเหลืองเป็นสีแดงอ่อน บันทึก
 ปริมาตรของสารละลายมาตรฐานสังกะสีที่ใช้ไทเทรต
- 8.4.3.2 ทำแบลนก์ โดยใช้ปิเปตต์ดูดสารละลายอีดีทีเอ 20 mL ใส่ขวดรูปกรวยขนาด 200 mL อีกใบหนึ่ง
 เติมน้ำกลั่น 20 mL และสารละลายกรดไนตริก 1+12 ปริมาตร 2 mL แล้วเติมสารละลายโซเดียมแอสซิเตด
 บัฟเฟอร์ ประมาณ 10 mL หยดไซลีนอลอเรนจ์ 2 หยด ถึง 5 หยด แล้วนำไปไทเทรตกับ
 สารละลายมาตรฐานสังกะสีจนถึงจุดยุติ เมื่อสารละลายเปลี่ยนจากสีเหลืองเป็นสีแดงอ่อน บันทึก
 ปริมาตรของสารละลายมาตรฐานสังกะสีที่ใช้ไทเทรต
- 8.4.4 วิธีคำนวณ
- คำนวณหาปริมาณอะลูมินา (คำนวณเป็น Al₂O₃) จากสูตร

$$B = \frac{0.00102 \times (V_1 - V_0)}{m \times \frac{20}{500}} \times 100 - (E \times 0.9128)$$

- เมื่อ B คือ ปริมาณอะลูมินา (คำนวณเป็น Al₂O₃) เป็นร้อยละ
- V₀ คือ ปริมาตรของสารละลายมาตรฐานสังกะสีที่ใช้ไทเทรตกับสารละลาย
 ตัวอย่าง เป็นมิลลิลิตร
- V₁ คือ ปริมาตรของสารละลายมาตรฐานสังกะสีที่ใช้ไทเทรตกับแบลนก์ เป็น
 มิลลิลิตร

E	คือ	ปริมาณเหล็ก (จากข้อ 8.7) เป็นร้อยละ
0.912 8	คือ	ค่าที่เปลี่ยนเหล็กเป็นอะลูมินา (conversion factor)
m	คือ	มวลของตัวอย่าง เป็นกรัม

8.5 การวิเคราะห์เกลือแอมโมเนียม (คำนวณเป็น NH_3)

8.5.1 เครื่องมือ

หลอดแก้วเทียบสีหรือหลอดเนสส์เลอร์ (Nessler's tube) ขนาด 50 mL และ ขนาด 100 mL

8.5.2 สารละลายและวิธีเตรียม

8.5.2.1 สารละลายโซเดียมคาร์บอเนต 30 g/L

ชั่งแอนไฮดรัสโซเดียมคาร์บอเนต (anhydrous sodium carbonate) ปริมาณ 3 g ใส่บีกเกอร์ ละลายด้วยน้ำกลั่น แล้วเติมน้ำกลั่นให้ปริมาตรเป็น 100 mL

8.5.2.2 สารละลายเนสส์เลอร์ (Nessler's solution)

ชั่งเมอร์คิวริกไอโอไดด์ (mercuric iodide) ปริมาณ 35 g บดให้ละเอียด ใส่บีกเกอร์ ละลายด้วยน้ำกลั่น 50 mL แล้วเติมโพแทสเซียมไอโอไดด์ (potassium iodide) ปริมาณ 25 g หลังจากละลายแล้วค่อยๆ เติมสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์เย็น (เตรียมโดยละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ 200 g ด้วยน้ำกลั่นประมาณ 800 mL แล้วเติมน้ำกลั่นให้ปริมาตรเป็น 1 L) เก็บสารละลายในขวดพลาสติกป้องกันแสงและใช้เฉพาะของเหลวส่วนบน

8.5.2.3 สารละลายโพแทสเซียมโซเดียมทาร์เตรต

ชั่งโพแทสเซียมโซเดียมทาร์เตรต (potassium sodium tartrate) ปริมาณ 100 g ใส่บีกเกอร์ ละลายด้วยน้ำกลั่น 200 mL กรองผ่านซินเตอร์กลาสส์ครูซิเบิล เบอร์ 4 แล้วเติมสารละลายเนสส์เลอร์ 10 mL

8.5.2.4 สารละลายมาตรฐานแอมโมเนีย 0.005 mg/mL

ชั่งแอมโมเนียมคลอไรด์ (ammonium chloride) ปริมาณ 0.314 g ใส่ขวดปริมาตรขนาด 1 000 mL ละลายด้วยน้ำกลั่นปริมาตรน้อย แล้วเติมน้ำกลั่นให้ถึงขีดปริมาตร ใช้ปิเปตต์ดูดสารละลายนี้ ปริมาตร 50 mL ใส่ขวดปริมาตรขนาด 1 000 mL อีกใบหนึ่ง แล้วเติมน้ำกลั่นให้ถึงขีดปริมาตร

8.5.3 การเตรียมสารละลายตัวอย่าง

ชั่งสารส้มตัวอย่างประมาณ 5 g (กรณีสารส้มนำชั่งตัวอย่างประมาณ 10 g) ให้ทราบมวลแน่นอนจนถึง 1 mg ละลายด้วยน้ำกลั่น 100 mL ถ่ายใส่ขวดปริมาตรขนาด 500 mL แล้วเติมน้ำกลั่นให้ถึงขีดปริมาตร ใช้ปิเปตต์ดูดสารละลายนี้ปริมาตร 25 mL ใส่หลอดแก้วเทียบสีขนาด 100 mL เติมสารละลายโซเดียมคาร์บอเนต 5 mL แล้วเติมน้ำกลั่นให้ปริมาตรเป็น 100 mL เขย่าเบาๆ แล้วปล่อยให้อะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์ตกตะกอน เก็บสารละลายใสส่วนบนเป็นสารละลายตัวอย่าง

8.5.4 การเตรียมสารละลายมาตรฐานสำหรับเปรียบเทียบ

ใช้ปิเปตต์ดูดสารละลายมาตรฐานแอมโมเนียจากข้อ 8.5.2.4 ปริมาตรต่างกันตั้งแต่ 0 mL ถึง 10 mL แยกใส่หลอดแก้วเทียบสีขนาด 50 mL โดยเรียงตามอนุกรมเพิ่มขึ้นหลอดละ 0.5 mL รวม 21 หลอดตามลำดับ แต่ละหลอดเติมน้ำกลั่นให้ปริมาตรเป็น 50 mL เติมน้ำกลั่นโพแทสเซียมโซเดียมทาร์เทรต 2 mL และสารละลายเนสส์เลอร์ 1 mL เขย่าให้เข้ากัน แล้วปล่อยให้เป็นเวลา 10 min

8.5.5 วิธีวิเคราะห์

8.5.5.1 ใช้ปิเปตต์ดูดสารละลายตัวอย่างจากข้อ 8.5.3 ปริมาตร 50 mL ใส่หลอดแก้วเทียบสีขนาด 50 mL เติมน้ำกลั่นโพแทสเซียมโซเดียมทาร์เทรต 2 mL และสารละลายเนสส์เลอร์ 1 mL เขย่าให้เข้ากัน แล้วปล่อยให้เป็นเวลา 10 min

8.5.5.2 เปรียบเทียบสีของสารละลายตัวอย่างจากข้อ 8.5.5.1 กับสีของสารละลายมาตรฐานสำหรับเปรียบเทียบจากข้อ 8.5.4 โดยให้ถือว่าปริมาณเกลือแอมโมเนียมของสารละลายตัวอย่างเท่ากับปริมาตรของสารละลายมาตรฐานแอมโมเนียหลอดที่มีสีใกล้เคียงกันที่สุด

8.5.6 วิธีคำนวณ

คำนวณหาปริมาณเกลือแอมโมเนียม (คำนวณเป็น NH_3) จากสูตร

$$C = \frac{0.000\ 005 \times V}{m \times \frac{25}{500} \times \frac{50}{100}} \times 100$$

เมื่อ C คือ ปริมาณเกลือแอมโมเนียม (คำนวณเป็น NH_3) เป็นร้อยละ

V คือ ปริมาตรของสารละลายมาตรฐานแอมโมเนียหลอดที่มีสีใกล้เคียงกับสารละลายตัวอย่าง เป็นมิลลิลิตร

m คือ มวลของตัวอย่าง เป็นกรัม

8.6 การวิเคราะห์โลหะหนัก (คำนวณเป็น Pb)

8.6.1 เครื่องมือ

หลอดแก้วเทียบสีก้นแบน (flat-bottomed test tube) ขนาด 70 mL หรือ ขนาด 100 mL

8.6.2 สารละลายและวิธีเตรียม

8.6.2.1 สารละลายกรดแอสซิติค 6 mol/L

ใส่กรดแอสซิติคเข้มข้น (99 % ถึง 100 %) ปริมาตร 360 mL ในน้ำกลั่น แล้วเติมน้ำกลั่นให้ปริมาตรเป็น 1 L

8.6.2.2 สารละลายไฮโดรเจนซัลไฟด์อิ่มตัว ที่เตรียมใหม่ๆ

ผ่านก๊าซไฮโดรเจนซัลไฟด์ในน้ำกลั่นจนกระทั่งอิ่มตัว

- 8.6.2.3 สารละลายมาตรฐานตะกั่ว 0.01 mg/mL ที่เตรียมใหม่ๆ
 ชั่งตะกั่วไนเตรด 0.160 g ใส่ขวดปริมาตรขนาด 1 000 mL เติมสารละลายกรดไนตริก 1+2 ปริมาตร 1 mL แล้วเติมน้ำกลั่นให้ถึงขีดปริมาตร ใช้ปิเปตต์ดูดสารละลายนี้ปริมาตร 10 mL ใส่ขวดปริมาตรขนาด 100 mL แล้วเติมน้ำกลั่นให้ถึงขีดปริมาตร
- 8.6.3 การเตรียมสารละลายตัวอย่าง
 ชั่งสารตัวอย่างประมาณ 5 g (กรณีสารสัมมน้ำชั่งตัวอย่างประมาณ 10 g) ให้ทราบมวลแน่นอนจนถึง 1 mg ละลายด้วยน้ำกลั่นประมาณ 50 mL ถ่ายใส่ขวดปริมาตรขนาด 500 mL แล้วเติมน้ำกลั่นให้ถึงขีดปริมาตร
- 8.6.4 การเตรียมสารละลายมาตรฐานสำหรับเปรียบเทียบ
 ใช้ปิเปตต์ดูดสารละลายมาตรฐานตะกั่วจากข้อ 8.6.2.3 ปริมาตรต่างกันตั้งแต่ 0 mL ถึง 3 mL แยกใส่หลอดแก้วเทียบสีกันแบน โดยเรียงตามอนุกรมเพิ่มขึ้นหลอดละ 0.5 mL รวม 7 หลอด ตามลำดับ แต่ละหลอดเติมน้ำกลั่นให้ปริมาตรเป็น 50 mL เติมสารละลายกรดแอสซิติค 0.6 mL และสารละลายไฮโดรเจนซัลไฟด์อิ่มตัว 10 mL ปล่อยให้ใช้เวลา 5 min
- 8.6.5 วิธีวิเคราะห์
- 8.6.5.1 ใช้ปิเปตต์ดูดสารละลายตัวอย่างจากข้อ 8.6.3 ปริมาตร 50 mL ใส่หลอดแก้วเทียบสีกันแบน เติมสารละลายกรดแอสซิติค 0.6 mL และสารละลายไฮโดรเจนซัลไฟด์อิ่มตัว 10 mL ปล่อยให้ใช้เวลา 5 min
- 8.6.5.2 เปรียบเทียบสีของสารละลายตัวอย่างจากข้อ 8.6.5.1 กับสีของสารละลายมาตรฐานสำหรับเปรียบเทียบจากข้อ 8.6.4 โดยให้ถือว่าปริมาณโลหะหนักในสารละลายตัวอย่างเท่ากับปริมาณตะกั่วในสารละลายมาตรฐานหลอดที่มีสีใกล้เคียงกันที่สุด
- 8.6.6 วิธีคำนวณ
- คำนวณหาปริมาณโลหะหนัก (คำนวณเป็น Pb) จากสูตร

$$D = \frac{0.000\ 01 \times V}{m \times \frac{50}{500}} \times 10^6$$

- เมื่อ D คือ ปริมาณโลหะหนัก (คำนวณเป็น Pb) เป็นมิลลิกรัมต่อกิโลกรัม
- V คือ ปริมาตรของสารละลายมาตรฐานตะกั่วหลอดที่มีสีใกล้เคียงกับสีของสารละลายตัวอย่าง เป็นมิลลิลิตร
- m คือ มวลของตัวอย่าง เป็นกรัม

8.7 การวิเคราะห์เหล็ก (Fe)

8.7.1 เครื่องมือ

อะตอมิกแอบซอร์ปชันสเปกโทรมิเตอร์ชนิดให้ความร้อนด้วยไฟฟ้า (electric heating-type atomic absorption spectrometer) มีส่วนคายความร้อน (exothermic body) เป็นแกรไฟต์ (graphite) หรือโลหะทนความร้อน (heat-resisting metal) พร้อมฮอลโลว์แคโทดแลมป์ (hollow cathode lamp) สำหรับเหล็ก ใช้ก๊าซอาร์กอนเป็นก๊าซพา (sheath gas)

8.7.2 การเตรียมสารละลายตัวอย่าง

(1) ประเภทอุตสาหกรรม

ชั่งสารส้มตัวอย่างประมาณ 1 g (กรณีสารส้มน้ำชั่งตัวอย่างประมาณ 2 g) ให้ทราบมวลแน่นอนถึง 1 mg ใส่บีกเกอร์ ละลายด้วยน้ำกลั่น แล้วถ่ายใส่ขวดปริมาตรขนาด 100 mL เติมน้ำกลั่นให้มีปริมาตรประมาณ 50 mL

(2) ประเภทเกษตรกรรม

ชั่งสารส้มตัวอย่างประมาณ 5 g (กรณีสารส้มน้ำชั่งตัวอย่างประมาณ 10 g) ให้ทราบมวลแน่นอนถึง 1 mg ใส่บีกเกอร์ ละลายด้วยน้ำกลั่น แล้วถ่ายใส่ขวดปริมาตรขนาด 100 mL เติมน้ำกลั่นให้มีปริมาตรประมาณ 50 mL

8.7.3 วิธีวิเคราะห์

ให้ใช้วิธีอะตอมิกแอบซอร์ปชันสเปกโทรเมทรี

8.8 การวิเคราะห์แมงกานีส (Mn)

8.8.1 เครื่องมือ

อะตอมิกแอบซอร์ปชันสเปกโทรมิเตอร์ชนิดให้ความร้อนด้วยไฟฟ้า มีส่วนคายความร้อนเป็นแกรไฟต์ หรือโลหะทนความร้อน พร้อมฮอลโลว์แคโทดแลมป์สำหรับแมงกานีส ใช้ก๊าซอาร์กอนเป็นก๊าซพา

8.8.2 การเตรียมสารละลายตัวอย่าง

เตรียมเช่นเดียวกับข้อ 8.7.2

8.8.3 วิธีวิเคราะห์

ให้ใช้วิธีอะตอมิกแอบซอร์ปชันสเปกโทรเมทรี

8.9 การวิเคราะห์แคดเมียม (Cd) (เฉพาะประเภทอุตสาหกรรม)

8.9.1 เครื่องมือ

อะตอมิกแอบซอร์ปชันสเปกโทรมิเตอร์ชนิดให้ความร้อนด้วยไฟฟ้า มีส่วนคายความร้อนเป็นแกรไฟต์ หรือโลหะทนความร้อน พร้อมฮอลโลว์แคโทดแลมป์สำหรับแคดเมียม ใช้ก๊าซอาร์กอนเป็นก๊าซพา

8.9.2 การเตรียมสารละลายตัวอย่าง

ชั่งสารส้มตัวอย่างประมาณ 5 g (กรณีสารส้มน้ำขังตัวอย่างประมาณ 10 g) ให้ทราบมวลแน่นอนถึง 1 mg ใส่บีกเกอร์ขนาด 200 mL เติมน้ำกลั่นประมาณ 30 mL และสารละลายกรดไนตริก 1+1 ปริมาตร 2 mL ปิดด้วยกระจกนาฬิกา นำไปต้มให้เดือดเป็นเวลา ประมาณ 1 min ปล่อยให้เย็น กรองถ้าจำเป็น ถ่ายใส่ขวดปริมาตรขนาด 100 mL แล้วเติมน้ำกลั่นให้ถึงขีดปริมาตร

8.9.3 วิธีวิเคราะห์

ให้ใช้สแตนด์ตาร์ดแอดดิชันเทคนิค (standard addition technic) และวิเคราะห์ด้วยวิธีอะตอมิกแอบซอร์ปชันสเปกโทรเมทรี

8.10 การวิเคราะห์ตะกั่ว (Pb) (เฉพาะประเภทอุตสาหกรรม)

8.10.1 เครื่องมือ

อะตอมิกแอบซอร์ปชันสเปกโทรมิเตอร์ชนิดให้ความร้อนด้วยไฟฟ้า มีส่วนคายความร้อนเป็นแกรไฟต์หรือโลหะทนความร้อน พร้อมฮอลโลว์แคโทดแลมป์สำหรับตะกั่ว ใช้ก๊าซอาร์กอนเป็นก๊าซพา

8.10.2 การเตรียมสารละลายตัวอย่าง

เตรียมเช่นเดียวกับข้อ 8.9.2

8.10.3 วิธีวิเคราะห์

ให้ใช้วิธีอะตอมิกแอบซอร์ปชันสเปกโทรเมทรี

8.11 การวิเคราะห์โครเมียม (Cr) (เฉพาะประเภทอุตสาหกรรม)

8.11.1 เครื่องมือ

อะตอมิกแอบซอร์ปชันสเปกโทรมิเตอร์ชนิดให้ความร้อนด้วยไฟฟ้า มีส่วนคายความร้อนเป็นแกรไฟต์หรือโลหะทนความร้อน พร้อมฮอลโลว์แคโทดแลมป์สำหรับโครเมียม ใช้ก๊าซอาร์กอนเป็นก๊าซพา

8.11.2 การเตรียมสารละลายตัวอย่าง

เตรียมเช่นเดียวกับข้อ 8.10.2

8.11.3 วิธีวิเคราะห์

ให้ใช้สแตนด์ตาร์ดแอดดิชันเทคนิค และวิเคราะห์ด้วยวิธีอะตอมิกแอบซอร์ปชันสเปกโทรเมทรี

8.12 การวิเคราะห์สารหนู (คำนวณเป็น As_2O_3)

8.12.1 เครื่องมือ

8.12.1.1 เครื่องกำเนิดอาร์เซนิกไฮไดรด์แบบต่อเนื่อง (continuous-type arsenic hydride generating apparatus)

8.12.1.2 อะตอมิกแอบซอร์ปชันสเปกโทรมิเตอร์ พร้อมฮอลโลว์แคโทดแลมป์สำหรับสารหนู

- 8.12.1.3 ก๊าซพา ใช้ก๊าซไนโตรเจน (บริสุทธิ์ไม่น้อยกว่า 99.99 % สกัดส่วนโดยปริมาตร) หรือก๊าซอาร์กอน
ชั้นคุณภาพวิเคราะห์
- 8.12.2 สารละลายและวิธีเตรียม
- 8.12.2.1 สารละลายกรดไฮโดรคลอริก 1+1
ใส่กรดไฮโดรคลอริกเข้มข้น ชั้นคุณภาพวิเคราะห์ ในน้ำกลั่นที่มีปริมาตรเท่ากัน
- 8.12.2.2 สารละลายโพแทสเซียมไอโอไดด์ 200 g/L ที่เตรียมใหม่ๆ
ชั่งโพแทสเซียมไอโอไดด์ 20 g ใส่บีกเกอร์ ละลายด้วยน้ำกลั่น แล้วเติมน้ำกลั่นให้ปริมาตรเป็น
100 mL
- 8.12.2.3 สารละลายโซเดียมโบรอนไฮไดรด์ 10 g/L ที่เตรียมใหม่ๆ
ชั่งโซเดียมไฮดรอกไซด์ 1 g และโซเดียมโบรอนไฮไดรด์ 10 g ใส่บีกเกอร์ ละลายด้วยน้ำกลั่น
แล้วเติมน้ำกลั่นให้ปริมาตรเป็น 1 L
- 8.12.2.4 สารละลายมาตรฐานสารหนู 0.1 mg/mL
อบไดอาร์เซนิกไตรออกไซด์ (As_2O_3) ที่อุณหภูมิ $105^{\circ}C$ เป็นเวลาประมาณ 2 h ปล่อยให้เย็น
ในเดซิกเคเตอร์ แล้วชั่งมา 0.132 g ใส่บีกเกอร์ เติมสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ 4 g/L
ปริมาตร 250 mL ปิดด้วยกระจกนาฬิกา แล้วนำไปให้ความร้อนเพื่อละลายไดอาร์เซนิกไตร
ออกไซด์ทั้งหมด ปล่อยให้เย็น ถ่ายใส่ขวดปริมาตรขนาด 1 000 mL ล้างบีกเกอร์ 2 ครั้ง ถึง 3 ครั้ง
ด้วยสารละลายกรดไฮโดรคลอริก 1+50 เทสารละลายกรดไฮโดรคลอริกที่ใช้ล้างรวมใส่ในขวด
ปริมาตร แล้วเติมสารละลายกรดไฮโดรคลอริก 1+50 ให้ถึงขีดปริมาตร
- 8.12.2.5 สารละลายมาตรฐานสารหนู 0.05 μ g/mL
ใช้ปิเปตต์ดูดสารละลายมาตรฐานสารหนูจากข้อ 8.12.2.4 ปริมาตร 10 mL ใส่ขวดปริมาตรขนาด
100 mL เติมน้ำกลั่นให้ถึงขีดปริมาตร ใช้ปิเปตต์ดูดสารละลายนี้ ปริมาตร 5 mL ใส่ขวดปริมาตร
ขนาด 1 000 mL แล้วเติมน้ำกลั่นให้ถึงขีดปริมาตร
- 8.12.3 การเตรียมสารละลายตัวอย่าง
ชั่งสารส้มตัวอย่างประมาณ 5 g (กรณีสารส้มน้ำชั่งตัวอย่างประมาณ 10 g) ให้ทราบมวลแน่นอนถึง 1 mg
ใส่บีกเกอร์ ละลายด้วยน้ำกลั่นประมาณ 30 mL ถ่ายใส่ขวดปริมาตรขนาด 100 mL แล้วเติมน้ำกลั่นให้
ถึงขีดปริมาตร
- 8.12.4 การเตรียมกราฟสอบเทียบ
- 8.12.4.1 ใช้ปิเปตต์ดูดสารละลายมาตรฐานสารหนูจากข้อ 8.12.2.5 ที่มีปริมาตรต่างกันตั้งแต่ 0 mL ถึง 10 mL
แยกใส่บีกเกอร์ขนาด 100 mL โดยเรียงตามอนุกรมเพิ่มขึ้นใบละ 1 mL รวม 11 ใบ ตามลำดับ
แต่ละใบเติมน้ำกลั่นให้มีปริมาตรประมาณ 50 mL แล้วเติมสารละลายกรดไฮโดรคลอริก 1+1
ปริมาตร 10 mL สารละลายโพแทสเซียมไอโอไดด์ 5 mL แล้วให้ความร้อนโดยไม่ให้เดือด เป็น

เวลา 30 min หลังจากนั้น ทำให้เย็นลง ถ่ายใส่ขวดปริมาตรขนาด 50 mL แล้วเติมน้ำกลั่นให้ถึงขีดปริมาตร

8.12.4.2 นำไปทำปฏิกิริยากับสารละลายกรดไฮโดรคลอริก 1+1 และสารละลายโซเดียมโบรอนไฮไดรด์ โดยผ่านเครื่องกำเนิดอาร์เซนิกไฮไดรด์แบบต่อเนื่องด้วยก๊าซพา แล้ววัดค่าความดูดกลืนที่ความยาวคลื่น 193.7 nm

8.12.4.3 เขียนกราฟระหว่างค่าความดูดกลืนกับปริมาณสารหนูเป็นไมโครกรัม

8.12.5 วิธีวิเคราะห์

8.12.5.1 ใช้ปิเปตต์ดูดสารละลายตัวอย่างจากข้อ 8.12.3 ปริมาตร 5 mL ใส่ปิเปกเกอร์ขนาด 100 mL เติมน้ำกลั่นให้มีปริมาตรประมาณ 50 mL แล้วเติมสารละลายกรดไฮโดรคลอริก 1+1 ปริมาตร 10 mL สารละลายโพแทสเซียมไอโอไดด์ 5 mL แล้วให้ความร้อนโดยไม่ให้เดือด เป็นเวลา 30 min หลังจากนั้น ทำให้เย็นลง ถ่ายใส่ขวดปริมาตรขนาด 50 mL แล้วเติมน้ำกลั่นให้ถึงขีดปริมาตร

8.12.5.2 นำไปทำปฏิกิริยากับสารละลายกรดไฮโดรคลอริก 1+1 และสารละลายโซเดียมโบรอนไฮไดรด์ โดยผ่านเครื่องกำเนิดอาร์เซนิกไฮไดรด์แบบต่อเนื่องด้วยก๊าซพา แล้ววัดค่าความดูดกลืนที่ความยาวคลื่น 193.7 nm

8.12.6 วิธีคำนวณ

คำนวณหาปริมาณสารหนู (คำนวณเป็น As_2O_3) จากสูตร

$$E = \left[\frac{e \times 100}{m \times 5} \right] \times 1.3203$$

เมื่อ E คือ ปริมาณสารหนู (คำนวณเป็น As_2O_3) เป็นมิลลิกรัมต่อกิโลกรัม

e คือ ปริมาณสารหนูที่อ่านจากกราฟสอบเทียบ เป็นไมโครกรัม

1.3203 คือ ค่าที่เปลี่ยนสารหนู (As) เป็นไดอาร์เซนิกไทรออกไซด์ (As_2O_3)

m คือ มวลของตัวอย่าง เป็นกรัม

8.13 การวิเคราะห์ปรอท (Hg) (เฉพาะประเภทอุตสาหกรรม)

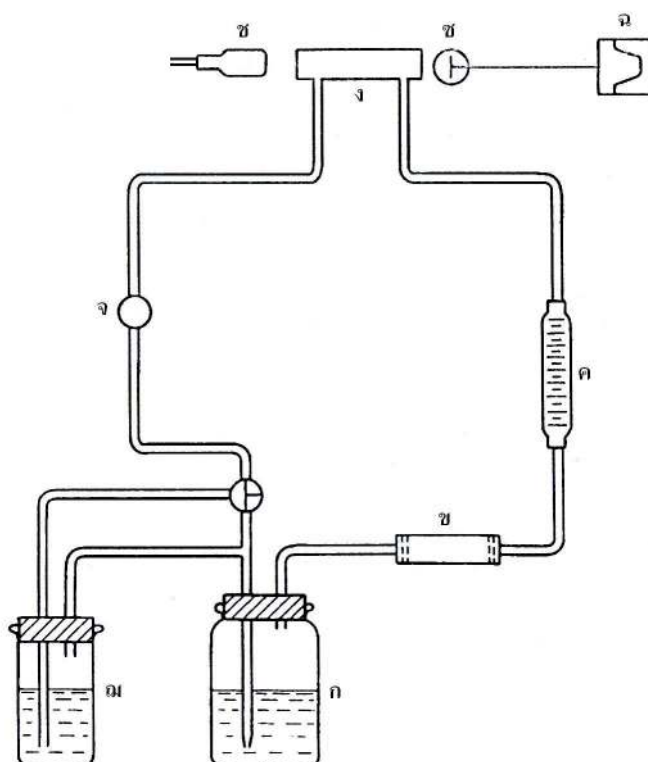
8.13.1 เครื่องมือ

8.13.1.1 อะตอมิกแอบซอร์ปชันสเปกโตรมิเตอร์ พร้อมฮอลโลว์แคโทดแลมป์สำหรับปรอท

8.13.1.2 เครื่องผลิตไอระเหย (vapor producing reduction device) ระบบหมุนเวียนแบบปิด (ดังตัวอย่างในรูปที่ 1) ที่ใช้ประกอบกับอะตอมิกแอบซอร์ปชันสเปกโตรมิเตอร์ มีส่วนประกอบ ดังนี้

- (1) ปุ่มลมแบบมีไดอะแฟรม (diaphragm) หรือเทียบเท่า ที่ส่งผ่านลมได้ 0.5 L/min ถึง 3 L/min
- (2) หลอดเชื่อมต่อ เป็นท่อพอลิไวนิลคลอไรด์อ่อน เช่น ท่อยางซิลิโคน หรือท่อยางที่ไม่ดูดซับปรอท
- (3) ขวดรีดิวซิง เป็นขวดแก้วหรือขวดรูปกรวยขนาด 200 mL ถึง 300 mL หรือขวดสำหรับล้าง (washing bottle) ขนาด 250 mL ที่มีแผ่นกรอง

- (4) หลอดทำให้แห้งหรือหลอดรูปตัวยู ภายในบรรจุด้วยแมกนีเซียมเพอร์คลอเรตหรือแคลเซียมคลอไรด์แห้ง
- (5) เซลล์สำหรับดูดซับ เป็นท่อทำด้วยควอตซ์หรือท่อแก้วหรือท่อพอลิไวนิลคลอไรด์ ยาว 100 mm ถึง 300 mm ปลายทั้ง 2 ด้านปิดด้วยกระจกควอตซ์



รูปที่ 1 ตัวอย่างเครื่องผลิตไอระเหยระบบหมุนเวียนแบบปิด
(ข้อ 8.13.1.2 ข้อ 8.13.3.1 และข้อ 8.13.4.4)

- ก ขวดรีตีวซิง
- ข หลอดทำให้แห้ง
- ค อุปกรณ์วัดอัตราการไหล
- ง เซลล์สำหรับดูดซับ
- จ ปี่ลม
- ฉ เครื่องบันทึก
- ช สอลโลว์แคโทดแลมปีสำหรับปรอท
- ช ตัววัดสำหรับอะตอมิกแอบซอร์ปชันสเปกโตรมิเตอร์
- ฉ ขวดก้ำจัดสารปรอท

8.13.2 สารเคมี สารละลายและวิธีเตรียม

8.13.2.1 กรดไนตริกเข้มข้น ชั้นคุณภาพวิเคราะห์

8.13.2.2 โพแทสเซียมเพอร์แมงกาเนต ชั้นคุณภาพวิเคราะห์

8.13.2.3 สารละลายไฮดรอกซิลแอมโมเนียมคลอไรด์ 0.2 g/mL

ชั่งไฮดรอกซิลแอมโมเนียมคลอไรด์ ชั้นคุณภาพวิเคราะห์ 20 g ใส่บีกเกอร์ ละลายด้วยน้ำกลั่น แล้วเติมน้ำกลั่นให้ปริมาตรเป็น 100 mL

8.13.2.4 สารละลายกรดซัลฟิวริก 1+ 3

เติมกรดซัลฟิวริกเข้มข้น (ความหนาแน่นสัมพัทธ์ 1.84) ชั้นคุณภาพวิเคราะห์ ปริมาตร 50 mL ใน น้ำกลั่น 150 mL

8.13.2.5 สารละลายทิน (II) คลอไรด์ เตรียมไว้ใช้ไม่เกิน 1 สัปดาห์

ชั่งทิน (II) คลอไรด์ไดไฮเดรต 10 g ใส่บีกเกอร์ ละลายในสารละลายกรดซัลฟิวริก 1+10 ปริมาตร 60 mL แล้วเติมน้ำกลั่นให้ปริมาตรเป็น 100 mL

8.13.2.6 สารละลายมาตรฐานปรอท 0.1 mg/mL

ชั่งเมอร์คิวรี (II) คลอไรด์ 0.135 g ใส่บีกเกอร์ ละลายในกรดไนตริก 10 mL และเติมน้ำกลั่น ประมาณ 90 mL ถ่ายใส่ขวดปริมาตรขนาด 1 000 mL แล้วเติมน้ำกลั่นให้ถึงขีดปริมาตร เก็บสารละลายใน ขวดแก้ว

8.13.2.7 สารละลายมาตรฐานปรอท 0.05 µg/mL ที่เตรียมใหม่ ๆ

ใช้ปิเปตต์ดูดสารละลายมาตรฐานปรอทจากข้อ 8.13.2.6 ปริมาตร 10 mL ใส่ขวดปริมาตรขนาด 1 000 mL และเติมน้ำกลั่นให้ถึงขีดปริมาตร แล้วใช้ปิเปตต์ดูดสารละลายนี้ ปริมาตร 10 mL ใส่ขวด ปริมาตรขนาด 200 mL แล้วเติมน้ำกลั่นให้ถึงขีดปริมาตร

8.13.3 การเตรียมกราฟสอบเทียบ

8.13.3.1 ใช้ปิเปตต์ดูดสารละลายมาตรฐานปรอทจากข้อ 8.13.2.7 ที่มีปริมาตรต่างกันตั้งแต่ 0 mL ถึง 20 mL แยกใส่ขวด ก โดยเรียงตามอนุกรมเพิ่มขึ้นใบละ 0.2 mL รวม 21 ใบ ตามลำดับ แต่ละใบเติมน้ำ กลั่นให้ปริมาตรเป็น 150 mL แล้วเติมสารละลายกรดซัลฟิวริก 1+3 ปริมาตร 10 mL เขย่า เติม สารละลายทิน (II) คลอไรด์ 10 mL แล้วต่อขวด ก เข้ากับอุปกรณ์ตามรูปที่ 1 ทันทันที เดินเครื่องเปิด บีมลม แล้ววัดค่าความดูดกลืนด้วยอะตอมิกแอบซอร์ปชันสเปกโทรมิเตอร์ ที่ความยาวคลื่น 253.7 nm

8.13.3.2 เขียนกราฟระหว่างค่าความดูดกลืนกับปริมาณปรอทเป็นไมโครกรัม

8.13.4 วิธีวิเคราะห์

- 8.13.4.1 ชั่งสารส้มตัวอย่างประมาณ 2.5 g (กรณีสารส้มน้ำชั่งตัวอย่างประมาณ 5 g) ให้ทราบมวลแน่นอนถึง 1 mg ใส่ขวดปริมาตรขนาด 200 mL แล้วเติมน้ำกลั่น 100 mL กรดไนตริกเข้มข้น 10 mL และโพแทสเซียมเพอร์แมงกาเนต 1 g เขย่าเบาๆ ให้เข้ากัน นำไปให้ความร้อนบนเครื่องอังน้ำ เป็นเวลา 1 h
- 8.13.4.2 ขณะทำให้ร้อนบนเครื่องอังน้ำ ถ้าสีของโพแทสเซียมเพอร์แมงกาเนตจางหายไป ให้นำขวดสารละลายตัวอย่างมาทำให้เย็นลงให้มีอุณหภูมิ 40°C หรือต่ำกว่า แล้วจึงเติมโพแทสเซียมเพอร์แมงกาเนต ลงไปอีก 1 g นำไปทำให้ร้อนบนเครื่องอังน้ำอีกครั้ง และให้ปฏิบัติเช่นเดียวกันนี้ จนกว่าสีของโพแทสเซียมเพอร์แมงกาเนตคงอยู่ เป็นเวลาอย่างน้อย 10 min
- 8.13.4.3 หลังจากนั้น ปล่อยให้เย็น แล้วถ่ายสารละลายที่ได้ใส่ขวด เติมน้ำกลั่นให้ปริมาตรเป็น 150 mL แล้วหยดสารละลายไฮดรอกซิลแอมโมเนียมคลอไรด์ทีละหยดพร้อมกับเขย่า จนกระทั่งสีของโพแทสเซียมเพอร์แมงกาเนตจางหายไป
- 8.13.4.4 เติมสารละลายกรดซัลฟิวริก 1+3 ปริมาตร 10 mL เขย่า เติมสารละลายทิน (II) คลอไรด์ 10 mL แล้วต่อขวด ก เข้ากับอุปกรณ์ตามรูปที่ 1 ทันทันที เดินเครื่องเปิดปั๊มลม แล้ววัดค่าความดูดกลืนด้วยอะตอมิกแอบซอร์ปชันสเปกโตรมิเตอร์ ที่ความยาวคลื่น 253.7 nm
- 8.13.4.5 ทำแบลนก์ โดยใส่น้ำกลั่น 150 mL ในขวด ก แทนสารละลายตัวอย่าง แล้วปฏิบัติตามข้อ 8.13.4.1 ถึงข้อ 8.13.4.4 แล้ววัดค่าความดูดกลืนด้วยอะตอมิกแอบซอร์ปชันสเปกโตรมิเตอร์ ที่ความยาวคลื่น 253.7 nm ใช้ค่าความดูดกลืนของแบลนก์ปรับความถูกต้องของค่าความดูดกลืนของสารละลายตัวอย่าง

8.13.5 วิธีคำนวณ

คำนวณหาปริมาณปรอท (Hg) จากสูตร

$$F = \frac{f}{m}$$

- เมื่อ F คือ ปริมาณปรอท (Hg) เป็นมิลลิกรัมต่อกิโลกรัม
- f คือ ปริมาณปรอทที่อ่านจากกราฟสอบเทียบ เป็นไมโครกรัม
- m คือ มวลตัวอย่าง เป็นกรัม

8.14 การวิเคราะห์โพแทสเซียมและแอมโมเนียมอะลัม

8.14.1 สารละลายและวิธีเตรียม

8.14.1.1 สารละลายอีดีทีเอ 0.05 mol/L

ซิงก์เอทิลีนไดเอมีนเทตระแอะซีติก แอซีด ไดโซเดียมซอลต์-2-ไฮเดรต ปริมาณ 18.61 g ใส่ขวด ปริมาตรขนาด 1 000 mL ละลายด้วยน้ำกลั่น แล้วเติมน้ำกลั่นให้ถึงขีดปริมาตร เก็บสารละลายใน ขวดพอลิเอทิลีนและปิดให้สนิท

8.14.1.2 สารละลายโซเดียมแอะซีเตต บัฟเฟอร์

ซิงก์โซเดียมแอะซีเตตไตรไฮเดรต 272 g ใส่บีกเกอร์ ละลายด้วยน้ำกลั่น แล้วเติมน้ำกลั่นให้ปริมาตร เป็น 1 L

8.14.1.3 โซลีนอลอเรนจ์ อินดิเคเตอร์ 0.001 g/mL

ซิงก์โซลีนอลอเรนจ์ 0.10 g ใส่บีกเกอร์ ละลายด้วยน้ำกลั่น แล้วเติมน้ำกลั่นให้ปริมาตรเป็น 100 mL

8.14.1.4 สารละลายมาตรฐานสังกะสี 0.02 mol/L

ซิงก์สังกะสีบริสุทธิ์ 1.308 g ใส่บีกเกอร์ ละลายในกรดไฮโดรคลอริกเข้มข้นปริมาตร 6 mL ถึง 7 mL เติมน้ำกลั่นปริมาตรน้อย นำไปให้ความร้อนเพื่อให้สังกะสีละลายหมด แล้วนำไปประเหยต่อบน เครื่องอ้งน้ำจนเกือบแห้ง ละลายส่วนที่เหลือด้วยน้ำกลั่น ถ่ายใส่ขวดปริมาตรขนาด 1 000 mL แล้วเติมน้ำกลั่นให้ถึงขีดปริมาตร

สารละลายนี้ 1 mL เทียบได้กับโพแทสเซียม 9.488 mg และแอมโมเนียมอะลัม 9.067 mg

8.14.2 การเตรียมสารละลายตัวอย่าง

ซิงก์สารส้มตัวอย่างประมาณ 5 g (กรณีสารส้มน้ำซิงก์ตัวอย่างประมาณ 10 g) ให้ทราบมวลแน่นอนจนถึง 1 mg ละลายด้วยน้ำกลั่น 50 mL ถ่ายใส่ขวดปริมาตรขนาด 500 mL แล้วเติมน้ำกลั่นให้ถึงขีดปริมาตร

8.14.3 วิธีวิเคราะห์

8.14.3.1 ใช้ปิเปตต์ดูดสารละลายตัวอย่างจากข้อ 8.14.2 ปริมาตร 25 mL ใส่ขวดรูปกรวยขนาด 200 mL แล้ว เติมสารละลายอีดีทีเอ 20 mL นำไปต้มให้เดือดเป็นเวลา 1 min แล้วปล่อยให้เย็นลงที่ อุณหภูมิห้อง หลังจากนั้น เติมสารละลายโซเดียมแอะซีเตต บัฟเฟอร์ 5 mL และหยดโซลีนอลอเรนจ์ อินดิเคเตอร์ 2 หยด ถึง 5 หยด แล้วนำไปไทเทรตกับสารละลายมาตรฐานสังกะสีจนถึงจุดยุติ เมื่อสารละลายเปลี่ยนจากสีเหลืองเป็นสีแดงอ่อน

8.14.3.2 ทำแบล็กก์ โดยปฏิบัติเช่นเดียวกับข้อ 8.14.3.1 แต่ใส่น้ำกลั่นแทนสารละลายตัวอย่าง

8.14.4 วิธีคำนวณ

8.14.4.1 คำนวณหาปริมาณโพแทสเซียม จากสูตร

$$G = \frac{0.009488 \times (V_1 - V_0)}{m \times \frac{25}{500}} \times 100$$

8.14.4.2 คำนวณหาปริมาณแอมโมเนียมอะลูมิเนียม จากสูตร

$$H = \frac{0.009067 \times (V_1 - V_0)}{m \times \frac{25}{500}} \times 100$$

เมื่อ G	คือ	ปริมาณโพแทสเซียม เป็นร้อยละสัดส่วนโดยมวล
H	คือ	ปริมาณแอมโมเนียมอะลูมิเนียม เป็นร้อยละสัดส่วนโดยมวล
V_0	คือ	ปริมาตรของสารละลายมาตรฐานสังกะสีที่ใช้ไทเทรตกับสารละลายตัวอย่าง เป็นมิลลิลิตร
V_1	คือ	ปริมาตรของสารละลายมาตรฐานสังกะสีที่ใช้ไทเทรตกับแบลนก์ เป็นมิลลิลิตร
m	คือ	มวลของตัวอย่าง เป็นกรัม

8.15 การวิเคราะห์ทองแดง (Cu) (เฉพาะประเภทเภสัชกรรม)

8.15.1 สารละลาย

สารละลายแอมโมเนีย 0.10 g/mL

8.15.2 วิธีวิเคราะห์

ชั่งสารส้มตัวอย่าง 1.0 g (กรณีสารส้มน้ำชั่งตัวอย่าง 2.0 g) ละลายด้วยน้ำกลั่น 100 mL แล้วค่อยๆ เติมสารละลายแอมโมเนีย จนกระทั่งสารละลายเป็นด่างเมื่อทดสอบกับกระดาษลิตมัส นำไปต้มให้เดือด กรอง แล้วตรวจพินิจสารละลายที่กรองได้ ต้องไม่มีสีฟ้าหรือสีน้ำเงินอ่อน

8.16 การวิเคราะห์สังกะสี (Zn) (เฉพาะประเภทเภสัชกรรม)

8.16.1 เครื่องมือ

หลอดทดสอบ ขนาด 100 mL จำนวน 2 หลอด

8.16.2 สารเคมี สารละลายและวิธีเตรียม

8.16.2.1 สารละลายกรดไฮโดรคลอริก 5 mol/L

ตวงกรดไฮโดรคลอริกเข้มข้น ปริมาตร 415 mL ใส่ในบีกเกอร์ที่มีน้ำกลั่นบรรจุอยู่ประมาณ 900 mL ถ่ายใส่ขวดปริมาตรขนาด 1 000 mL แล้วเติมน้ำกลั่นให้ถึงขีดปริมาตร

8.16.2.2 แอมโมเนียมคลอไรด์ (ammonium chloride)

8.16.2.3 สารละลายโพแทสเซียมเฟอร์โรไซยาไนด์ 0.05 g/mL

8.16.2.4 สารละลายมาตรฐานสังกะสีซัลเฟต

ชั่งสังกะสีซัลเฟต 0.011 g ใส่บีกเกอร์ ละลายด้วยน้ำกลั่น แล้วเติมน้ำกลั่นให้ปริมาตรเป็น 100 mL สารละลายนี้ 1 mL มีปริมาณสังกะสี 0.025 mg

8.16.3 วิธีวิเคราะห์

8.16.3.1 ชั่งสารตัวอย่าง 1.0 g (กรณีสารตัวอย่าง 2.0 g) ใส่หลอดทดสอบหลอดที่ 1 เติมน้ำกลั่น 10 mL สารละลายกรดไฮโดรคลอริก 0.5 mL และแอมโมเนียมคลอไรด์ 2 g แล้วเติมน้ำกลั่นให้ปริมาตรเป็น 50 mL ใส่สารละลายโพแทสเซียมเฟอร์โรไซยาไนด์ 1 mL ปล่อยให้เป็นเวลา 5 min

8.16.3.2 ใส่สารละลายมาตรฐานสังกะสีซัลเฟต 1 mL ในหลอดทดสอบหลอดที่ 2 เติมน้ำกลั่น 10 mL สารละลายกรดไฮโดรคลอริก 0.5 mL และแอมโมเนียมคลอไรด์ 2 g แล้วเติมน้ำกลั่นให้ปริมาตรเป็น 50 mL ใส่สารละลายโพแทสเซียมเฟอร์โรไซยาไนด์ 1 mL ปล่อยให้เป็นเวลา 5 min

8.16.3.3 เปรียบเทียบความขุ่นของสารละลายทั้ง 2 หลอด สารละลายตัวอย่างในหลอดที่ 1 ต้องไม่ขุ่นกว่าสารละลายมาตรฐานในหลอดที่ 2

8.17 การวิเคราะห์แอลคาไลน์เอิร์ท (เฉพาะประเภทเภสัชกรรม)

8.17.1 เครื่องมือ

8.17.1.1 จานระเหย

8.17.1.2 เครื่องอังไอน้ำ

8.17.1.3 เตาเผาไฟฟ้าควบคุมอุณหภูมิที่ $(800 \pm 25)^{\circ}\text{C}$

8.17.2 สารละลายและวิธีเตรียม

8.17.2.1 สารละลายเมทิลเรด อินดิเคเตอร์

ชั่งเมทิลเรด 0.1 g ใส่บีกเกอร์ ละลายในเอทานอล 95 % ปริมาตร 100 mL

8.17.2.2 สารละลายแอมโมเนีย (มีแอมโมเนียอิสระ ประมาณ 9 % ถึง 10 %)

เจือจางแอมโมเนียเข้มข้น (ความหนาแน่นสัมพัทธ์ 0.88) ปริมาตร 400 mL ด้วยน้ำกลั่น 600 mL

8.17.3 การเตรียมสารละลายตัวอย่าง

ชั่งสารตัวอย่างประมาณ 1 g (กรณีสารตัวอย่างประมาณ 2 g) ให้ทราบมวลแน่นอนถึง 1 mg ละลายด้วยน้ำกลั่นเดือด 100 mL หยดเมทิลเรด อินดิเคเตอร์ 2 หยด ถึง 3 หยด ค่อยๆ เติมสารละลายแอมโมเนียจนสีของสารละลายเปลี่ยนเป็นสีเหลือง เติมน้ำกลั่นร้อนให้ปริมาตรเป็น 150 mL แล้วกรอง

8.17.4 วิธีวิเคราะห์

ใช้ปิเปตต์ดูดสารละลายตัวอย่างจากข้อ 8.17.3 ปริมาตร 75 mL ใส่จานระเหย นำไประเหยให้แห้งบนเครื่องอังไอน้ำ แล้วนำไปเผาต่อในเตาเผาไฟฟ้าควบคุมอุณหภูมิที่ $(800 \pm 25)^{\circ}\text{C}$ ชั่ง แล้วเผาซ้ำจนมวลคงที่

8.17.5 วิธีคำนวณ

คำนวณหาปริมาณแอลคาไลน์เอิร์ท จากสูตร

$$I = \frac{i \times 100}{m \times 0.5}$$

เมื่อ I คือ ปริมาณแอลคาไลน์เอิร์ท เป็นร้อยละสัดส่วนโดยมวล

i คือ มวลของกาก เป็นกรัม

m คือ มวลของตัวอย่าง เป็นกรัม

ภาคผนวก ก.

การชักตัวอย่างและเกณฑ์ตัดสิน
(ข้อ 7.1)

- ก.1 รุ่น ในที่นี้ หมายถึง สารส้มแบบ ประเภท ชนิด และชั้นคุณภาพเดียวกัน (เฉพาะประเภทอุตสาหกรรม) ที่ทำโดยกรรมวิธีเดียวกัน บรรจุในภาชนะบรรจุชนิดและขนาดเดียวกัน ที่ทำหรือส่งมอบหรือซื้อขายในระยะเวลาเดียวกัน
- ก.2 การชักตัวอย่างและการยอมรับ ให้เป็นไปตามแผนการชักตัวอย่างที่กำหนดต่อไปนี้ หรืออาจใช้แผนการชักตัวอย่างอื่นที่เทียบเท่ากันทางวิชาการกับแผนที่กำหนดไว้
 - ก.2.1 การชักตัวอย่างและการยอมรับสำหรับการทดสอบลักษณะทั่วไป การบรรจุ และเครื่องหมายและฉลาก
 - ก.2.1.1 ให้ชักตัวอย่างโดยวิธีสุ่มจากรุ่นเดียวกัน ตามจำนวนที่กำหนดในตารางที่ ก.1
 - ก.2.1.2 จำนวนตัวอย่างที่ไม่เป็นไปตามข้อ 4.1 ข้อ 5. และข้อ 6. ในแต่ละรายการ ต้องไม่เกินเลขจำนวนที่ยอมรับที่กำหนดในตารางที่ ก.1 จึงจะถือว่าสารส้มรุ่นนั้นเป็นไปตามเกณฑ์ที่กำหนด

ตารางที่ ก.1 แผนการชักตัวอย่างสำหรับการทดสอบลักษณะทั่วไป การบรรจุ และเครื่องหมายและฉลาก
(ข้อ ก.2.1.1)

ขนาดรุ่น หน่วยภาชนะบรรจุ	ขนาดตัวอย่าง หน่วยภาชนะบรรจุ	เลขจำนวนที่ยอมรับ
ไม่เกิน 150	2	0
151 ถึง 280	8	1
เกิน 280	13	2

- ก.2.2 การชักตัวอย่างและการยอมรับสำหรับการทดสอบคุณลักษณะทางเคมี
 - ก.2.2.1 ให้ชักตัวอย่างที่ผ่านการตรวจสอบจากข้อ ก.2.1 แล้ว โดยใช้เครื่องมือชักตัวอย่างที่เหมาะสม ชักตัวอย่างจากแต่ละภาชนะบรรจุ ภาชนะบรรจุละเท่าๆ กัน นำมาผสมกันให้ได้ตัวอย่างรวมไม่น้อยกว่า 1 kg (กรณีสารส้มน้ำให้ชักตัวอย่างรวมไม่น้อยกว่า 2 kg)
 - ก.2.2.2 ตัวอย่างต้องเป็นไปตามข้อ 4.2 ทุกรายการ จึงจะถือว่าสารส้มรุ่นนั้นเป็นไปตามเกณฑ์ที่กำหนด
- ก.3 เกณฑ์ตัดสิน

ตัวอย่างสารส้มต้องเป็นไปตามข้อ ก.2.1.2 และข้อ ก.2.2.2 ทุกข้อ จึงจะถือว่าสารส้มรุ่นนั้นเป็นไปตามมาตรฐานผลิตภัณฑ์อุตสาหกรรมนี้