

ประกาศกระทรวงอุตสาหกรรม

ฉบับที่ ๒๐๕๘ (พ.ศ. ๒๕๓๘)

ออกตามความในพระราชบัญญัติมาตรฐานผลิตภัณฑ์อุตสาหกรรม

พ.ศ. ๒๕๑๑

เรื่อง กำหนดมาตรฐานผลิตภัณฑ์อุตสาหกรรม

น้ำใช้ในห้องปฏิบัติการวิเคราะห์

อาศัยอำนาจตามความในมาตรา ๑๕ แห่งพระราชบัญญัติมาตรฐานผลิตภัณฑ์อุตสาหกรรม พ.ศ. ๒๕๑๑ รัฐมนตรีว่าการกระทรวงอุตสาหกรรมออกประกาศกำหนดมาตรฐานผลิตภัณฑ์อุตสาหกรรมน้ำใช้ในห้องปฏิบัติการวิเคราะห์ มาตรฐานเลขที่ มอก. ๑๒๘๗-๒๕๓๘ ไว้ ดังมีรายการละเอียดต่อท้ายประกาศนี้

ประกาศ ณ วันที่ ๕ กรกฎาคม พ.ศ. ๒๕๓๘

ไฉรงค์ สุวรรณศิริ

รัฐมนตรีว่าการกระทรวงอุตสาหกรรม

มาตรฐานผลิตภัณฑ์อุตสาหกรรม น้ำใช้ในห้องปฏิบัติการวิเคราะห์

1. ขอบข่าย

- 1.1 มาตรฐานผลิตภัณฑ์อุตสาหกรรมนี้กำหนด ชั้นคุณภาพ คุณลักษณะที่ต้องการ การบรรจุ เครื่องหมาย และฉลาก การชักตัวอย่างและเกณฑ์ตัดสิน และการทดสอบน้ำใช้ในห้องปฏิบัติการวิเคราะห์
- 1.2 มาตรฐานผลิตภัณฑ์อุตสาหกรรมนี้ไม่ครอบคลุมถึง น้ำใช้ในการวิเคราะห์สารอินทรีย์ที่มีปริมาณน้อยมาก น้ำใช้ในการวิเคราะห์สารลดแรงตึงผิว และน้ำใช้ในการวิเคราะห์ทางชีววิทยาและทางการแพทย์

2. ชั้นคุณภาพ

- 2.1 น้ำใช้ในห้องปฏิบัติการวิเคราะห์ แบ่งออกเป็น 3 ชั้นคุณภาพ คือ
 - 2.1.1 ชั้นคุณภาพ 1 เป็นน้ำที่ปราศจากการปนเปื้อนของไอออนที่ละลายได้ หรือไอออนที่เป็นคอลลอยด์ (colloidal ionic) และสารอินทรีย์ เหมาะสำหรับการวิเคราะห์ที่ต้องการความแม่นยำ (the most stringent analytical) รวมทั้งใช้ในเทคนิคโครมาโทกราฟีที่มีสมรรถนะสูง (high performance liquid chromatography) ผลิดได้จากกระบวนการ ชั้นคุณภาพ 2 ใดก็ตามวิธีต่าง ๆ เช่น ออสโมซิสกลับ (reverse osmosis) การขจัดไอออน (deionization) แล้วกรองอนุภาคเล็กออกโดยผ่านเยื่อสำหรับกรองที่มีรูขนาด 0.2 ไมครอนเมตร หรือการกลั่นซ้ำด้วยเครื่องมือที่หาด้วยทั้งหมด
 - 2.1.2 ชั้นคุณภาพ 2 เป็นน้ำที่มีการปนเปื้อนของสารอินทรีย์ สารอินทรีย์ และสารคอลลอยด์จำนวนน้อยมาก เหมาะสำหรับการวิเคราะห์ที่ต้องการประสิทธิภาพสูง (sensitive analytical purpose) รวมทั้งใช้ในอะตอมิกแอสซอร์บชันสเปกโทรเมตรี และการหาปริมาณส่วนประกอบของสารที่มีปริมาณน้อยมาก ผลิดได้จากการกลั่นหลาย ๆ ครั้ง การขจัดไอออน หรือออสโมซิสกลับ แล้วกลั่นอีกครั้งหนึ่ง

- 2.1.3 **ชั้นคุณภาพ 3** เป็นน้ำที่เหมาะสมสำหรับการวิเคราะห์ทางเคมีในห้องปฏิบัติการ และใช้ในการเตรียมสารละลาย ผลัดได้จากการกลั่นเพียงครั้งเดียว การขจัดไอออนหรือออสโมซิสกลับหากมิได้กำหนดไว้เป็นอย่างอื่น **ชั้นคุณภาพ 3** นี้เหมาะสำหรับงานวิเคราะห์ทั่วไป
- หมายเหตุ ให้ถือว่าน้ำที่ใช้สำหรับการผลิตน้ำเข้าในห้องปฏิบัติการวิเคราะห์ มีความบริสุทธิ์เหมาะสำหรับดื่ม หากน้ำที่ใช้สำหรับการผลิตมีสารปนเปื้อนมาก ให้กำจัดสารปนเปื้อนนั้นก่อน

3. คุณลักษณะที่ต้องการ

- 3.1 **ลักษณะทั่วไป**
- ใส ไม่มีสี
- การทดสอบให้ทำได้โดยการตรวจพินิจ
- 3.2 **คุณลักษณะทางฟิสิกส์และทางเคมี**
- ให้เป็นไปตามตารางที่ 1

4. การบรรจุ

- 4.1 **ให้บรรจุน้ำเข้าในห้องปฏิบัติการวิเคราะห์ในภาชนะบรรจุที่สะอาด และปิดได้สนิท**
- หมายเหตุ การปนเปื้อนของน้ำเข้าในห้องปฏิบัติการวิเคราะห์ระหว่างการเก็บ อาจเกิดจากการละลายของส่วนประกอบของแก้วหรือพลาสติกที่ใช้ทำภาชนะบรรจุ การดูดซึมคาร์บอนไดออกไซด์ในบรรยากาศ หรือสารปนเปื้อนอื่น ๆ ในบรรยากาศของห้องปฏิบัติการ ดังนั้นจึงควรเลือกใช้ภาชนะบรรจุให้เหมาะสมกับแต่ละชั้นคุณภาพ
- 4.2 หากมิได้มีการตกลงกันเป็นอย่างอื่น ปริมาตรสุทธิของน้ำเข้าในห้องปฏิบัติการวิเคราะห์ **ชั้นคุณภาพ 3** ในแต่ละภาชนะบรรจุให้เป็น 10 ลูกบาศก์เดซิเมตร (ลิตร) 20 ลูกบาศก์เดซิเมตร (ลิตร) และ 30 ลูกบาศก์เดซิเมตร (ลิตร) และต้องไม่น้อยกว่าที่ระบุไว้ที่ฉลาก

ตารางที่ 1 คุณสมบัติทางฟิสิกส์และทางเคมี

(ข้อ 3.2)

รายการ ที่	คุณลักษณะ	เกณฑ์กำหนด			วิธีทดสอบ ตาม
		ชั้นคุณภาพ 1	ชั้นคุณภาพ 2	ชั้นคุณภาพ 3	
1	ความเป็นกรด-ด่าง ที่อุณหภูมิ 25 องศาเซลเซียส	ไม่กำหนด ¹⁾	ไม่กำหนด ¹⁾	5.0 ถึง 7.5	ข้อ 7.2
2	สภาพนำไฟฟ้าที่อุณหภูมิ 25 องศา เซลเซียส มิลลิซีเมนส์ต่อเมตร ไม่เกิน	0.01 ²⁾	0.1 ²⁾	0.5	ข้อ 7.3
3	สารที่ตกออกซิไดส์ได้ (เทียบเป็น ออกซิเจน) มิลลิกรัมต่อลูกบาศก์เดซิ เมตร ไม่เกิน	ไม่กำหนด ³⁾	0.08	0.4	ข้อ 7.4
4	ความดูดกลืนแสง (ที่ความยาวคลื่น 254 นาโนเมตรและเซลล์ขนาด 1 เซนติเมตร) ไม่เกิน	0.001	0.01	ไม่กำหนด	ข้อ 7.5
5	ส่วนที่เหลือจากการระเหย ที่อุณหภูมิ 110 องศาเซลเซียส มิลลิกรัมต่อ กิโลกรัม ไม่เกิน	ไม่กำหนด ³⁾	1	2	ข้อ 7.6
6	ซิลิกา มิลลิกรัมต่อลูกบาศก์เดซิเมตร ไม่เกิน	0.01	0.02	ไม่กำหนด	ข้อ 7.7

หมายเหตุ 1) นำมาใช้ในห้องปฏิบัติการวิเคราะห์ชั้นคุณภาพ 1 และชั้นคุณภาพ 2 มีความบริสุทธิ์สูง วัดความเป็นกรด-ด่าง โดยยากมาก และค่าที่วัดได้มีความไม่แน่นอนในค่าเฉลี่ยสำคัญ

2) ให้วัดสภาพนำไฟฟ้าของน้ำใช้ในห้องปฏิบัติการวิเคราะห์ชั้นคุณภาพ 1 และชั้นคุณภาพ 2 ที่เตรียมขึ้นใหม่ ๆ เท่านั้น ทั้งนี้เพราะสภาพนำไฟฟ้าอาจเปลี่ยนแปลงระหว่างการเก็บเนื่องจากการปนเปื้อนจากคาร์บอนไดออกไซด์ในบรรยากาศ และค่าซึ่งละลายจากแก้วที่ใช้เป็นภาชนะบรรจุ

3) เป็นการยากที่จะตรวจสอบ ความบริสุทธิ์ของน้ำใช้ในห้องปฏิบัติการวิเคราะห์ชั้นคุณภาพ 1 ได้มีข้อกำหนดอื่น ๆ และกรรมวิธีการเตรียมระบุไว้แล้ว

5. เครื่องหมายและฉลาก

- 5.1 ที่ภาชนะบรรจุน้ำใช้ในห้องปฏิบัติการวิเคราะห์ทุกหน่วย อย่างน้อยต้องมีเลข อักษร หรือเครื่องหมายแจ้งรายละเอียดต่อไปนี้ให้เห็นได้ง่าย ชัดเจน

- (1) คำว่า "น้ำใช้ในห้องปฏิบัติการวิเคราะห์"
- (2) ชั้นคุณภาพ
- (3) ปริมาตรสุทธิ เป็นลูกบาศก์เดซิเมตร (ลิตร)
- (4) เดือน ปีที่ทำ และ/หรือรหัสรุ่นที่ทำ
- (5) ชื่อผู้ทำหรือโรงงานที่ทำ หรือเครื่องหมายการค้าที่จดทะเบียน

ในการใช้ภาษาต่างประเทศ ต้องมีความหมายตรงกับภาษาไทยที่กำหนดไว้ข้างต้น

- 5.2 ผู้ทำผลิตภัณฑ์อุตสาหกรรมที่เป็นไปตามมาตรฐานนี้ จะแสดงเครื่องหมายมาตรฐานกับผลิตภัณฑ์อุตสาหกรรมนั้นได้ ต่อเมื่อได้รับอนุญาตจากคณะกรรมการมาตรฐานผลิตภัณฑ์อุตสาหกรรมแล้ว

6. การชักตัวอย่างและเกณฑ์ตัดสิน

- 6.1 รุ่น ในที่นี้ หมายถึง น้ำใช้ในห้องปฏิบัติการวิเคราะห์ชั้นคุณภาพเดียวกันที่ทำโดยกรรมวิธีเดียวกัน บรรจุในภาชนะบรรจุชนิดและขนาดเดียวกัน ที่ทำหรือส่งมอบหรือซื้อขายในระยะเวลาเดียวกัน

- 6.2 การชักตัวอย่างและการยอมรับ ให้เป็นไปตามแผนการชักตัวอย่างที่กำหนดต่อไปนี้ หรืออาจใช้แผนการชักตัวอย่างอื่นที่เทียบเท่ากันทางวิชาการกับแผนที่กำหนดไว้

- 6.2.1 การชักตัวอย่างและการยอมรับสำหรับการทดสอบการบรรจุ และเครื่องหมายและฉลาก

- 6.2.1.1 ให้ชักตัวอย่างโดยวิธีสุ่มจากรุ่นเดียวกันตามจำนวนที่กำหนดในตารางที่ 2

- 6.2.1.2 จำนวนตัวอย่างที่ไม่เป็นไปตามข้อ 4. และข้อ 5. ในแต่ละรายการ ต้องไม่เกินเลขจำนวนที่ยอมรับที่กำหนดในตารางที่ 2 จึงจะถือว่าน้ำใช้ในห้องปฏิบัติการวิเคราะห์รุ่นนั้นเป็นไปตามเกณฑ์ที่กำหนด

ตารางที่ 2 แผนการจัดตัวอย่างสำหรับการทดสอบการบรรจุ และเครื่องหมายและฉลาก

(ข้อ 6.2.1)

ขนาดรุ่น หน่วยภาชนะบรรจุ	ขนาดตัวอย่าง หน่วยภาชนะบรรจุ	เลขจำนวนที่ยอมรับ
ไม่เกิน 90	2	0
91 ถึง 280	8	1
281 ถึง 1 200	13	2
1 201 ถึง 10 000	20	3
เกิน 10 000	32	5

6.2.2 การชักตัวอย่างและการยอมรับสำหรับการทดสอบคุณลักษณะที่ต้องการ

6.2.2.1 ให้ชักตัวอย่างที่เป็นไปตามเกณฑ์ที่กำหนดในเรื่องการบรรจุ และเครื่องหมายและฉลากแล้ว

โดยแบ่งตัวอย่างมาตามหน่วยภาชนะบรรจุละเท่า ๆ กัน ผลรวมกันให้ได้ตัวอย่างรวมไม่น้อยกว่า

2.5 ลูกบาศก์เดซิเมตรสำหรับชั้นคุณภาพ 1 ไม่น้อยกว่า 7.5 ลูกบาศก์เดซิเมตรสำหรับชั้น

คุณภาพ 2 และไม่น้อยกว่า 5 ลูกบาศก์เดซิเมตรสำหรับชั้นคุณภาพ 3

หมายเหตุ การวัดค่าสภาพนำไฟฟ้าของตัวอย่างชั้นคุณภาพ 1 และชั้นคุณภาพ 2 ให้ใช้ตัวอย่าง

ที่ผลิตได้ใหม่ ๆ

6.2.2.2 ตัวอย่างต้องเป็นไปตามข้อ 3. ทุกรายการ จึงจะถือว่านำขึ้นห้องปฏิบัติการวิเคราะห์หุ่มนั้น

เป็นไปตามเกณฑ์ที่กำหนด

6.3 เกณฑ์ตัดสิน

ตัวอย่างนำขึ้นห้องปฏิบัติการวิเคราะห์ต้องเป็นไปตามข้อ 6.2.1.2 และข้อ 6.2.2.2 ทุกข้อจึงจะ

ถือว่านำขึ้นห้องปฏิบัติการวิเคราะห์หุ่มนั้นเป็นไปตามมาตรฐานผลิตภัณฑ์อุตสาหกรรม

7. การทดสอบ

7.1 ข้อกำหนดทั่วไป

7.1.1 ให้ทดสอบตามวิธีที่กำหนดในมาตรฐาน หรือวิธีอื่นใดที่พอเหมาะพอ ในการตีพิมพ์โต้แย้ง ให้

ใช้วิธีที่กำหนดในมาตรฐาน

7.1.2 น้ำกลั่นและสารเคมีที่ใช้ ต้องมีความบริสุทธิ์เหมาะสมสำหรับการวิเคราะห์

7.2 การทดสอบความเป็นกรด-ด่าง (เฉพาะชั้นคุณภาพ 3)

7.2.1 เครื่องมือ

เครื่องวัดความเป็นกรด-ด่าง พร้อมอิเล็กโทรดแก้ว และอิเล็กโทรดอ้างอิงซิลเวอร์/ซิลเวอร์คลอไรด์

7.2.2 วิธีทดสอบ

7.2.2.1 ปรับเครื่องวัดความเป็นกรด-ด่างตามคำแนะนำของผู้ทำเครื่อง โดยใช้สารละลายบัฟเฟอร์ที่มีค่าความเป็นกรด-ด่างอยู่ในช่วง 4.0 ถึง 8.0

7.2.2.2 ใส่ตัวอย่างในภาชนะที่เหมาะสม ปรับอุณหภูมิของตัวอย่างให้ได้ 25 ± 1 องศาเซลเซียส แล้ววัดค่าความเป็นกรด-ด่าง ด้วยเครื่องวัดความเป็นกรด-ด่าง

7.3 การทดสอบสภาพน้ำไฟฟ้า

7.3.1 เครื่องมือ

7.3.1.1 ขวดแก้วรูปกรวย ที่สามได้พอดีกับหลอดบ่งกันก๊าซคาร์บอนไดออกไซด์บรรจุเมดิโซดาไลม์ชนิดมีสารบ่งชี้ในตัว (self-indicating granular soda lime)

7.3.1.2 เครื่องวัดสภาพน้ำไฟฟ้าพร้อมเซลล์สำหรับให้กระแสไฟฟ้าไหลเวียนครบวงจร และให้ใช้เซลล์น้ำไฟฟ้าชนิดที่มีอุปกรณ์รับอุณหภูมิอัตโนมัติที่ 25 ± 1 องศาเซลเซียส สำหรับตัวอย่างชั้นคุณภาพ 1 และชั้นคุณภาพ 2

หมายเหตุ หากเครื่องมือไม่มีอุปกรณ์รับอุณหภูมิอัตโนมัติ ให้เพิ่มอุปกรณ์ที่สามารถควบคุมอุณหภูมิของตัวอย่างให้อยู่ที่ 25 ± 1 องศาเซลเซียส

7.3.1.3 เครื่องวัดสภาพน้ำไฟฟ้า สำหรับตัวอย่างชั้นคุณภาพ 3

7.3.2 วิธีทดสอบ

7.3.2.1 ชั้นคุณภาพ 1 และชั้นคุณภาพ 2

วัดสภาพน้ำไฟฟ้าของตัวอย่างด้วยเครื่องวัดสภาพน้ำไฟฟ้า (ข้อ 7.3.1.2) ที่อุณหภูมิ 25 ± 1 องศาเซลเซียส

7.3.2.2 ชั้นคุณภาพ 3

ใส่ตัวอย่าง 400 ลูกบาศก์เซนติเมตร ลงในขวดแก้วรูปกรวย สามหลอดบ่งกัน ปรับอุณหภูมิของตัวอย่างให้ได้ 25 ± 1 องศาเซลเซียส จุ่มเซลล์น้ำไฟฟ้าลงในตัวอย่าง วัดค่าสภาพน้ำไฟฟ้าด้วยเครื่องวัดสภาพน้ำไฟฟ้า (ข้อ 7.3.1.3)

7.4 การวิเคราะห์ปริมาณสารที่ถูกออกซิไดส์ได้ (เฉพาะชั้นคุณภาพ 2 และชั้นคุณภาพ 3)

7.4.1 สารละลาย

7.4.1.1 สารละลายกรดซัลฟิวริก 1 โมลต่อลูกบาศก์เดซิเมตร

7.4.1.2 สารละลายมาตรฐานโพแทสเซียมเพอร์แมงกาเนต 0.01 โมลต่อลูกบาศก์เดซิเมตร

หมายเหตุ ในการเตรียมสารละลายให้ใช้น้ำใช้ในห้องปฏิบัติการวิเคราะห์ชั้นคุณภาพ 2

7.4.2 วิธีวิเคราะห์

ใส่ตัวอย่าง 1 000 ลูกบาศก์เซนติเมตรสำหรับชั้นคุณภาพ 2 หรือ 200 ลูกบาศก์เซนติเมตร สำหรับชั้นคุณภาพ 3 ลงในบีกเกอร์ เพิ่มสารละลายกรดซัลฟิวริก 10 ลูกบาศก์เซนติเมตร และสารละลายมาตรฐานโพแทสเซียมเพอร์แมงกาเนต 1.0 ลูกบาศก์เซนติเมตร ต้มให้เดือดเป็นเวลา 5 นาที สีของสารละลายตัวอย่างต้องไม่หายไปจนหมด จึงจะถือว่าตัวอย่างนั้นมีปริมาณสารที่ถูกออกซิไดส์ได้ (เทียบเป็นออกซิเจน) ไม่เกิน 0.08 มิลลิกรัมต่อลูกบาศก์เดซิเมตร และ 0.4 มิลลิกรัมต่อลูกบาศก์เดซิเมตร ตามลำดับ

7.5 การทดสอบความดูดกลืนแสง (เฉพาะชั้นคุณภาพ 1 และชั้นคุณภาพ 2)

7.5.1 เครื่องมือ

7.5.1.1 ออปติคัลเซลล์ (optical cell) ทำด้วยซิลิกา ขนาด 1 เซนติเมตร และ 2 เซนติเมตร

7.5.1.2 สเปกโตรมิเตอร์

- (1) ที่มีเครื่องแยกคลื่นรังสีความยาวคลื่นเดียว และเลือกเฉพาะคลื่นที่ต้องการได้ตลอดช่วงอัลตราไวโอเลต (selector for continuous variation) หรือ
- (2) ที่มีเครื่องแยกคลื่นรังสีความยาวคลื่นเป็นช่วงคลื่น โดยเลือกใช้แผ่นกรองแสงให้รังสีที่มีความยาวคลื่นในช่วงคลื่นประมาณ 254 นาโนเมตรผ่านได้มากที่สุด

หมายเหตุ ในการใช้สเปกโตรมิเตอร์มีความไวไม่เพียงพอ ให้ใช้ออปติคัลเซลล์ที่มีความกว้างมากขึ้น

7.5.2 วิธีทดสอบ

7.5.2.1 ใส่ตัวอย่างในออปติคัลเซลล์ขนาด 1 เซนติเมตร นำไปวัดค่าความดูดกลืนแสงด้วยสเปกโตรมิเตอร์ตามข้อ 7.5.1.2(1) ที่ความยาวคลื่นประมาณ 254 นาโนเมตร หรือสเปกโตรมิเตอร์ตามข้อ 7.5.1.2(2) ซึ่งใส่แผ่นกรองแสงที่เหมาะสม ปรับสเปกโตรมิเตอร์ให้ได้ค่าความดูดกลืนเป็น 0

- 7.5.2.2 ใส่ตัวอย่างในออปติคัลเซลล์ขนาด 2 เซนติเมตร นำไปวัดค่าความดูดกลืนแสงด้วยสเปกโตรมิเตอร์ตามข้อ 7.5.1.2(1) ที่ความยาวคลื่นประมาณ 254 นาโนเมตร หรือสเปกโตรมิเตอร์ตามข้อ 7.5.1.2(2) ซึ่งใส่แสงการกรองแสงที่เหมาะสม โดยถือว่าเป็นการวัดค่าความดูดกลืนแสงในเซลล์ขนาด 1 เซนติเมตร

7.6 การวิเคราะห์ปริมาณส่วนที่เหลือจากการระเหย (เฉพาะชั้นคุณภาพ 2 และชั้นคุณภาพ 3)

7.6.1 เครื่องมือ

- 7.6.1.1 เครื่องระเหยแบบหมุน (rotary evaporator) ที่มีขวดแก้ว ขนาด 250 ลูกบาศก์เซนติเมตร
- 7.6.1.2 เครื่องอังน้ำ
- 7.6.1.3 ตู้อบไฟฟ้าที่ควบคุมอุณหภูมิได้ที่ 110 ± 2 องศาเซลเซียส
- 7.6.1.4 จานแพลทินัม หรือจานซิลิกา หรือจานแก้วบอโรซิลิเกต ขนาด 100 ลูกบาศก์เซนติเมตร ซึ่งผ่านการอบในตู้อบไฟฟ้าที่อุณหภูมิ 110 ± 2 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง ทำให้เย็นในเคอิกเคเตอร์ ซึ่งแล้วอบเข้าจนมวลคงที่

7.6.2 วิธีวิเคราะห์

ตวงตัวอย่าง 1 000 ลูกบาศก์เซนติเมตรใส่ในกระบอกวงที่มีจุลมาตร แล้วถ่ายตัวอย่างครึ่งละ 100 ลูกบาศก์เซนติเมตร ลงในขวดแก้ว ระเหยด้วยเครื่องระเหยแบบหมุนภายใต้สภาวะลดความดันบนเครื่องอังน้ำ โดยระเหยอย่างค่อยเป็นค่อยไปจนตัวอย่างในกระบอกวงหมด และเหลือของเหลวในขวดแก้วประมาณ 50 ลูกบาศก์เซนติเมตร ถ่ายตัวอย่างจากขวดแก้วอย่างระมัดระวังมิให้มีการสูญเสียลงในจานแพลทินัม ในการถ่าย ให้ใช้ตัวอย่างจากขวดแก้วครึ่งละ 5 ลูกบาศก์เซนติเมตร 2 ครั้ง ระเหยตัวอย่างในจานแพลทินัมบนเครื่องอังน้ำจนแห้ง นำไปอบในตู้อบไฟฟ้าที่อุณหภูมิ 110 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง ทำให้เย็นในเคอิกเคเตอร์ ซึ่งแล้วอบเข้าจนมวลคงที่

7.7 การวิเคราะห์หาปริมาณซิลิกา (เฉพาะชั้นคุณภาพ 1 และชั้นคุณภาพ 2)

7.7.1 เครื่องมือ

- 7.7.1.1 จานแพลทินัมขนาด 250 ลูกบาศก์เซนติเมตร พร้อมฝา
- 7.7.1.2 เตาเผาไฟฟ้าที่ควบคุมอุณหภูมิได้ที่ 300 ถึง 400 องศาเซลเซียส
- 7.7.1.3 เครื่องอังน้ำที่ควบคุมอุณหภูมิได้ประมาณ 60 องศาเซลเซียส
- 7.7.1.4 หลอดแก้วเห็บสี ขนาด 50 ลูกบาศก์เซนติเมตร

7.7.2 สารละลายและวิธีเตรียม

7.7.2.1 สารละลายกรดซัลฟิวริก 2.5 โมลต่อลูกบาศก์เดซิเมตร

ค่อย ๆ เติมพร้อมกับคนกรดซัลฟิวริกเข้มข้น (ความหนาแน่น 1.84 กรัมต่อลูกบาศก์เซนติเมตร) 135 ลูกบาศก์เซนติเมตร ลงในบีกเกอร์ที่มีน้ำกลั่นอยู่ประมาณ เติมน้ำกลั่นจนมีปริมาตร 1 000 ลูกบาศก์เซนติเมตร เก็บสารละลายนี้ในขวดพลาสติก

7.7.2.2 สารละลายแอมโมเนียมโมลิบดีต 50 กรัมต่อลูกบาศก์เดซิเมตร

ละลายแอมโมเนียมโมลิบดีต 5 กรัม ด้วยสารละลายผสมของน้ำกลั่น 80 ลูกบาศก์เซนติเมตร กับสารละลายกรดซัลฟิวริก 2.5 โมลต่อลูกบาศก์เดซิเมตร 20 ลูกบาศก์เซนติเมตร โดยไม่ต้องให้ความร้อน เก็บสารละลายนี้ในขวดพลาสติก

7.7.2.3 สารละลายกรดออกซาลิก 50 กรัมต่อลูกบาศก์เดซิเมตร

7.7.2.4 สารละลาย 4-เมทิลอะมิโนเพนทอซิลเพนทอนิคเคเตอร์

ละลาย 4-เมทิลอะมิโนเพนทอซิลเพนทอนิค (มีทอล) 0.2 กรัม และโคโพรอสแตอิกไดเอซิลไฮด์ 20 กรัม ด้วยน้ำกลั่น 100 ลูกบาศก์เซนติเมตร โดยไม่ต้องให้ความร้อน เก็บสารละลายนี้ในขวดพลาสติก ห้ามใช้สารละลายนี้หลังจากระยะเวลา 4 สัปดาห์แล้ว หรือเมื่อตรวจพบว่าการสลายตัว

7.7.2.5 สารละลายมาตรฐานซิลิกา 1 มิลลิกรัมต่อลูกบาศก์เซนติเมตร

ซึ่งซิลิกาบริสุทธิ์ (มีปริมาณซิลิกามากกว่าร้อยละ 99.9) ที่อบแห้งแล้วที่อุณหภูมิ 110 องศาเซลเซียส ประมาณ 1 กรัม ให้ทราบมวลแน่นอนถึง 0.000 1 กรัม ถ่ายใส่จานแพลทินัม เติมนอนไฮดรอสไซเดียมคาร์บอเนต 4.5 กรัม ผสมให้เข้ากันโดยใช้แท่งแก้วปลายเรียบที่แห้งแก่ของผสมบริเวณกลางจานแพลทินัม ให้มีเส้นผ่านศูนย์กลางประมาณ 30 มิลลิเมตร ใส่แอมไฮดรอสไซเดียมคาร์บอเนต 0.5 กรัม คลุมไว้ข้างบน แปรงส่วนที่เกาะติดอยู่กับแท่งแก้วเบา ๆ ลงในจานแพลทินัม ปิดฝา แล้วนำไปเผาในเตาเผาไฟฟ้าที่อุณหภูมิ 300 ถึง 400 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 10 นาที หรือจนกระทั่งสารหลอมละลายหมด นำจานแพลทินัมออกจากเตาเผาไฟฟ้า แกว่งเบา ๆ ให้เข้ากัน ตั้งทิ้งไว้ให้เย็น ล้างส่วนที่เกาะติดอยู่ด้วยน้ำกลั่นด้วยน้ำกลั่นร้อนลงในจานแพลทินัม แล้วละลายส่วนที่หลอมแล้วด้วยน้ำกลั่นร้อน ทำให้เย็น ถ่ายสารละลายใส่ขวดปริมาตรขนาด 1 000 ลูกบาศก์เซนติเมตร แล้วเจือจางด้วยน้ำกลั่นจนถึงขีดปริมาตร ผสมให้เข้ากัน เก็บสารละลายนี้ในขวดพลาสติก

7.7.2.6 สารละลายมาตรฐานซิลิกา 0.005 มิลลิกรัมต่อลูกบาศก์เซนติเมตร

ใช้ปิเปตดูดสารละลายมาตรฐานซิลิกา 1 มิลลิกรัมต่อลูกบาศก์เซนติเมตร 5.0 ลูกบาศก์เซนติเมตร ใส่ลงในขวดแก้วปริมาตรขนาด 1 000 ลูกบาศก์เซนติเมตร เจือจางด้วยน้ำกลั่นจนถึงขีดปริมาตร ผสมให้เข้ากัน สารละลายนี้ให้เตรียมก่อนใช้ทุกครั้ง

7.7.3 วิธีวิเคราะห์

7.7.3.1 ตวงตัวอย่าง 520 ลูกบาศก์เซนติเมตรสำหรับชั้นคุณภาพ 1 หรือ 270 ลูกบาศก์เซนติเมตรสำหรับชั้นคุณภาพ 2

7.7.3.2 เตรียมสารละลายตัวอย่าง โดยระเหยตัวอย่างในจานแพลทินัมที่ละลายจนเหลือปริมาตร 20 ลูกบาศก์เซนติเมตร เติมสารละลายแอมโมเนียมโมลิบเดต 1 ลูกบาศก์เซนติเมตร ตั้งทิ้งไว้เป็นเวลา 5 นาที เติมสารละลายกรดออกซาลิก 1 ลูกบาศก์เซนติเมตร ผสมให้เข้ากัน ตั้งทิ้งไว้เป็นเวลา 1 นาที เติมสารละลาย 4-เมทิลอะมิโนฟีนอลซัลเฟตอินดิเคเตอร์ 1 ลูกบาศก์เซนติเมตร ให้ความร้อนบนเครื่องอ่างน้ำที่อุณหภูมิประมาณ 60 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 10 นาที ถ่ายสารละลายใส่หลอดแก้วเทียบสีหลอดที่ 1

7.7.3.3 เตรียมสารละลายสีมาตรฐาน โดยใส่สารละลายผสมของตัวอย่าง 19.0 ลูกบาศก์เซนติเมตร กับสารละลายมาตรฐานซิลิกา (ข้อ 7.7.2.5) 1.0 ลูกบาศก์เซนติเมตร ลงในจานแพลทินัม แล้วปฏิบัติตามข้อ 7.7.3.2 ตั้งแต่เติมสารละลายแอมโมเนียมโมลิบเดต 1 ลูกบาศก์เซนติเมตร จนถึงให้ความร้อนบนเครื่องอ่างน้ำที่อุณหภูมิประมาณ 60 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 10 นาที แล้วถ่ายสารละลายใส่หลอดแก้วเทียบสีหลอดที่ 2

7.7.3.4 เปรียบเทียบสีของสารละลายตัวอย่างในหลอดแก้วเทียบสีหลอดที่ 1 กับสีของสารละลายสีมาตรฐานในหลอดแก้วเทียบสีหลอดที่ 2 ในแนวตั้ง สีน้ำเงินของสารละลายตัวอย่างต้องไม่เข้มกว่าสารละลายสีมาตรฐาน จึงจะถือว่าตัวอย่างมีซิลิกาไม่เกิน 0.01 มิลลิกรัมต่อลูกบาศก์เซนติเมตรสำหรับชั้นคุณภาพ 1 หรือ 0.02 มิลลิกรัมต่อลูกบาศก์เซนติเมตรสำหรับชั้นคุณภาพ 2