

## บทที่ 2

### วิธีการวิจัย

#### 2.1. เครื่องมือที่ใช้ในการวิเคราะห์โลหะ

##### 2.1.1. เครื่องอะตอมมิกแอบซอร์ปชันสเปกโตรโฟโตมิเตอร์/เฟลม

เครื่องอะตอมมิกแอบซอร์ปชันสเปกโตรโฟโตมิเตอร์ (atomic absorption spectrophotometer) ยี่ห้อ Shimadzu รุ่น AA-680 (Shimadzu, Japan) สำหรับวิเคราะห์แบบเฟลม ประกอบด้วย

- หลอดขอลโลแคโทด (hollow cathode lamp) สำหรับ เหล็ก และ แมงกานีส

##### 2.1.2. เครื่องอะตอมมิกแอบซอร์ปชันสเปกโตรโฟโตมิเตอร์/แกรไฟต์เฟอเนส

เครื่องอะตอมมิกแอบซอร์ปชันสเปกโตรโฟโตมิเตอร์ (atomic absorption spectrophotometer) ยี่ห้อ Shimadzu รุ่น AA-680G (Shimadzu, Japan) สำหรับวิเคราะห์แบบแกรไฟต์เฟอเนส (graphite furnace) ประกอบด้วย

- หลอดขอลโลแคโทด สำหรับ ตะกั่ว ทองแดง และสังกะสี
- หลอดแกรไฟต์ (graphite tube)
- เครื่องควบคุมอุณหภูมิ (graphite furnace atomizer) ยี่ห้อ Shimadzu รุ่น GFA-4B
- เครื่องเปลี่ยนตัวอย่างอัตโนมัติ (auto sampler) ยี่ห้อ Shimadzu รุ่น ASC-60G
- เครื่องพิมพ์ ยี่ห้อ Shimadzu รุ่น PR-5 Graphic Printer

#### 2.2. สารเคมีที่ใช้ในงานวิจัย

- กรดไนตริก ( $\text{HNO}_3$ ) (AR grade, J.T.Baker, USA)
- กรดไฮโดรคลอริก ( $\text{HCl}$ ) (AR grade, Riedel-deHaën, Germany)
- กรดไฮโดรฟลูออริก ( $\text{HF}$ ) (Grade for Analysis, Merck, Germany)
- กรดบอริก ( $\text{H}_3\text{BO}_3$ ) (Merck, Germany)
- พัลลาเดียมไนเตรต ( $\text{Pd}(\text{NO}_3)_2$ ) (Merck, Germany)
- แอมโมเนียมออกซาลेट ( $\text{C}_2\text{H}_8\text{N}_2\text{O}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ ) (Chemicals Reagents, Merck, Germany)
- แอมโมเนียมไดไฮโดรเจนฟอสเฟต ( $(\text{NH}_4)\text{H}_2\text{PO}_4$ ) (Suprapur grade, Merck, Germany)

- แมกนีเซียมไนเตรดเฮกซะไฮเดรต ( $Mg(NO_3)_2 \cdot 6H_2O$ ) (Purum p.a., Fluka, Switzerland)
- แก๊สไนโตรเจนบริสุทธิ์ ( $N_2$ )
- แก๊สอาร์กอนบริสุทธิ์ (Ar)
- โปแตสเซียมคลอไรด์ (KCl) (A.C.S. Reagent grade, J.T. Baker, U.S.A.)
- สารมาตรฐานเข้มข้น 1,000 mg/L : Fe, Mn, Pb, Zn และ Cu metals ใน 0.3M HCl (Baker Instra-Analyzed<sup>®</sup>, J.T. Baker, USA)

### 2.3. วัสดุและอุปกรณ์ที่ใช้ในการทดลอง

- ภาชนะเทฟลอน (teflon vessel) (Lorran International, Canada)
- เครื่องไมโครเวฟ ยี่ห้อ Whirlpool รุ่น Pizzolo 850 W ระบบจานหมุน
- เครื่องชั่ง 2-3 ตำแหน่ง ยี่ห้อ Mettler-Toledo รุ่น PB3002-S DeltaRange<sup>®</sup>
- เครื่องชั่ง 4 ตำแหน่ง ยี่ห้อ Mettler รุ่น AB104-S
- เครื่องหมุนเหวี่ยง ชนิด Automatic refrigeration ยี่ห้อ SORVALL (USA) Superspeed รุ่น Super T21
- เครื่องฟรีสตราย (freeze dryer) ยี่ห้อ Dura-Stop<sup>™</sup> (USA) รุ่น  $\mu P$
- Laminar Flow Cabinet Class 100
- ชุดกรอง (filter holder) 4.7 เซนติเมตร (Nalgene, USA)
- ชุดกรอง (filters holder) 2.5 เซนติเมตร (Gelman Science Inc., USA)
- แผ่นกรอง Cellulose Nitrate ขนาด 0.45  $\mu m$  เส้นผ่านศูนย์กลาง 2.5 เซนติเมตร
- แผ่นกรอง Cellulose Nitrate ขนาด 0.45  $\mu m$  เส้นผ่านศูนย์กลาง 4.7 เซนติเมตร
- แม่แรง (hydraulic pressure)
- เครื่องตรวจวัดออกซิเจนละลายในน้ำ ยี่ห้อ YSI (USA) รุ่น MODEL 57
- เครื่องตรวจวัดออกซิเจนในอากาศชนิด Four gas portable monitor ยี่ห้อ RIKEN KEIKI (Japan) รุ่น GX-91
- เครื่องวิเคราะห์คุณภาพน้ำชนิดหลายตัวแปร ยี่ห้อ HORIBA (Japan) รุ่น U-22

## 2.4. อุปกรณ์เก็บตัวอย่างตะกอน

ท่อเก็บตัวอย่างตะกอนคอร์ (corer) ดังแสดงในรูป 2-1 เป็นท่อเก็บตัวอย่างแบบกด (push corer) ทำจากพลาสติกใสประเภทเพลิกซ์กิลาส (plexi-glass) ขนาดเส้นผ่าศูนย์กลาง 4 นิ้ว ยาว 20 นิ้ว เปิดปลายทั้ง 2 ด้าน หลังการเก็บตัวอย่างแล้ว ปิดปลายทั้ง 2 ด้าน ด้วยแท่งพลาสติกซูเปอร์ลีน (superlene) ซึ่งมีโอริง (O-ring) ตรึงขอบทั้งบนและล่าง เพื่อป้องกันตะกอนและน้ำภายในสัมผัสกับอากาศภายนอก

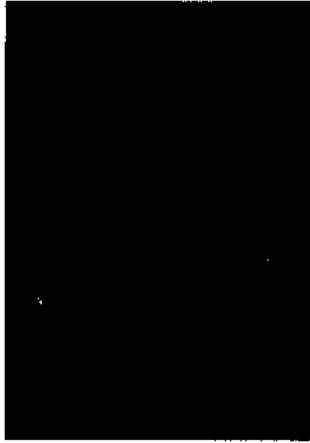


รูปที่ 2-1 ท่อเก็บตัวอย่างตะกอนแบบกด (Push Corer)

## 2.5. อุปกรณ์สำหรับแยกตัวอย่างตะกอน

การแยกตัวอย่างกระทำภายใต้บรรยากาศไนโตรเจน เนื่องจากออกซิเจนมีผลทำให้เกิดการเปลี่ยนแปลงทางเคมี ซึ่งจะส่งผลกระทบต่อความเข้มข้นของโลหะที่สนใจวิเคราะห์ (ทั้งในน้ำเหนือตะกอน น้ำระหว่างตะกอน และตะกอน) กระจอมไนโตรเจนที่ใช้ในงานวิจัยนี้ประดิษฐ์ขึ้นเอง โดยใช้พลาสติกใสประเภทโพลีโพรพิลีน (polypropylene) ซึ่งมีความหนาพอที่จะรักษาสภาพภายใน กระจอมให้เป็นบรรยากาศของไนโตรเจนมากที่สุด ขนาดโดยประมาณ 80 x 60 x 28 นิ้ว มีช่องเปิด เพื่อให้บรรจุอุปกรณ์ที่จำเป็นสำหรับการแยกตัวอย่าง ดังแสดงในรูป 2-2 มุมบนของกระจอมมีช่องสำหรับสอดสายยางขนาดเล็กที่ต่อก๊าซไนโตรเจนเข้ากระจอม เพื่อไล่อากาศภายในกระจอม ก่อนที่จะตั้งโครงของกระจอมเพื่อให้กระจอมคงรูปเป็นโดม จากนั้นทำการตรวจสอบปริมาณออกซิเจนภายในกระจอม





รูปที่ 2-2 กระจกโคมไฟที่สร้างขึ้นเองอย่างง่าย ๆ

ติดตั้งกระจกโคมไฟไม้ เพื่อให้ทำการตัดแยกตัวอย่างได้สะดวก พื้นโคมไฟจะชองขนาดเท่ากับท่อเก็บตัวอย่าง สำหรับสอดท่อตัวอย่างผ่านโคมไฟเข้าสู่กระจก ส่วนขอบของชองมีแผ่นยางที่บีบติดกับคอรีได้อย่างพอดี เพื่อป้องกันอากาศเข้าสู่กระจก บริเวณโคมไฟมีตัวยึดท่อให้มั่นคงและแข็งแรงพอที่จะสามารถต้านแรงดันจากแม่แรงเมื่อขยับเลื่อนตะกอนภายในท่อ ดังแสดงในรูปที่ 2-3



รูปที่ 2-3 แสดงโคมไฟตัดแยกตัวอย่างตะกอน

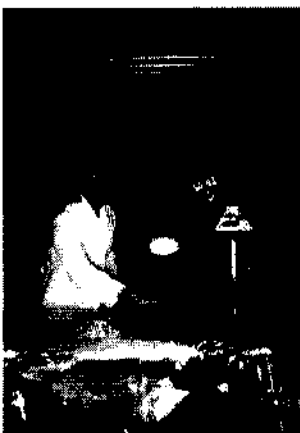
## 2.6. ตรวจสอบปริมาณออกซิเจนในกระโสมไนโตรเจน

การทดลองนี้จุดประสงค์เพื่อตรวจสอบว่าใช้เวลานานเท่าไร จึงจะทำให้ปริมาณออกซิเจนที่อยู่ในกระโสมเหลือน้อยที่สุดที่เป็นที่ยอมรับได้ในการทดลองภายใต้สภาวะไนโตรเจน และทำให้ต้องปล่อยก๊าซไนโตรเจนออกจากถังด้วยความดันเท่าไรจึงจะเหมาะสม เนื่องจากถ้าใช้ความดันน้อยไปจะเสียเวลาในการปล่อยออกซิเจน และถ้าปล่อยไนโตรเจนด้วยความดันมากเกินไปก็จะทำให้สิ้นเปลือง

ทำการตรวจสอบปริมาณออกซิเจนในกระโสมไนโตรเจนเพื่อประเมินประสิทธิภาพของกระโสม 2 วิธี คือ

### 2.6.1. การตรวจวัดปริมาณออกซิเจนละลายภายในกระโสม

ไล่อากาศภายในกระโสมไนโตรเจน โดยรีดกระโสมให้เรียบเพื่อให้อากาศเหลือน้อยที่สุด (รูปที่ 2-4ก) ปล่อยก๊าซไนโตรเจนเข้าสู่กระโสมตลอดเวลาประมาณ 10 นาที จากนั้นตั้งโครงของกระโสมขึ้นและนำบีกเกอร์บรรจุน้ำปริมาตร 500 mL ที่ผ่านการปล่อยออกซิเจนออกจากน้ำแล้ว (โดยการผ่านก๊าซไนโตรเจนลงในน้ำขณะที่อยู่นอกกระโสม เป็นเวลานาน 30 นาที) เข้าไปในกระโสม พร้อมทั้งจุ่มหัววัดปริมาณออกซิเจนละลายจากเครื่อง Dissolved Oxygen Meter ยี่ห้อ YSI รุ่น 57 ลงไปในบีกเกอร์ กวนน้ำภายในบีกเกอร์ตลอดเวลาด้วย Magnetic stirrer จากนั้นปิดปากกระโสม (รูปที่ 2-4ข) แสดงวิธีการจัดอุปกรณ์การทดลอง ทำการเปรียบเทียบปริมาณออกซิเจนละลายระหว่างการปล่อยก๊าซไนโตรเจนเข้ากระโสมที่ความดัน 0.5 และ 1 บาร์ ณ เวลาต่าง ๆ ระหว่างการทดลองต้องปล่อยก๊าซไนโตรเจนเข้าสู่กระโสมตลอดเวลา



(ก)



(ข)

รูปที่ 2-4 การจัดอุปกรณ์การทดลองเพื่อตรวจวัดปริมาณออกซิเจนละลายในน้ำภายในกระโสม

## 2.6.2. การตรวจวัดปริมาณออกซิเจนในอากาศภายในกระโจม

ไล่อากาศภายในกระโจมในโตรเจน โดยรีดกระโจมให้เรียบเพื่อให้อากาศเหลือน้อยที่สุด (รูปที่ 2-4ก) ปล่อยก๊าซไนโตรเจนเข้าสู่กระโจมตลอดเวลาประมาณ 10 นาที จากนั้นตั้งโครงของกระโจมขึ้น แล้วบรรจุเครื่อง Four gas portable monitor ยี่ห้อ RIKEN KEIKI (Japan) รุ่น GX-91 เข้าไปในกระโจม จากนั้นปิดปากกระโจมในโตรเจน เพื่อตรวจวัดออกซิเจนในอากาศภายในกระโจม



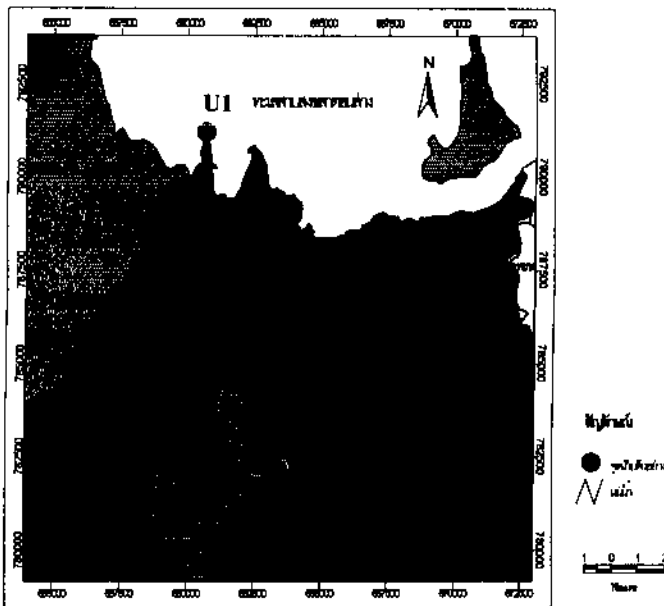
รูปที่ 2-5 แสดงการวัดปริมาณออกซิเจนในกระโจมในโตรเจน โดยใช้หัววัดตรวจติดตาม

เมื่อปริมาณออกซิเจนในกระโจมมีค่าตามที่ต้องการ จะลดอัตราการไหลของไนโตรเจน เพื่อเป็นการลดค่าใช้จ่ายในการทดลอง

## 2.7. สถานีเก็บตัวอย่าง

สถานีเก็บตัวอย่างตะกอนในพื้นที่ศึกษามี 4 สถานี ตั้งแต่ปากคลองอู่ตะเภาจนถึงระยะลึกเข้าไปในคลองประมาณ 10 กิโลเมตร แต่ละสถานีห่างกันประมาณ 2-2.5 กิโลเมตร (รูปที่ 2-6)

- U1 คือ ปากคลองอู่ตะเภาต่อกับทะเลสาบสงขลาตอนล่าง
- U2 คือ วัดท่าเมรุ (หน้าสงขลาถาถุณา)
- U3 คือ วัดคูเต่า
- U4 คือ วัดนารังนก



รูปที่ 2-6 แสดงลักษณะทางกายภาพของจุดเก็บตัวอย่างทั้ง 4 สถานี

## 2.8. คุณภาพน้ำภาคสนาม

คุณภาพน้ำภาคสนาม ตรวจสอบด้วยเครื่องวิเคราะห์คุณภาพน้ำชนิดหลายตัวแปร (multi-parameter water quality monitoring system) ยี่ห้อ HORIBA รุ่น U-22 (รูปที่ 2-7) พารามิเตอร์ที่ตรวจวัด คือ

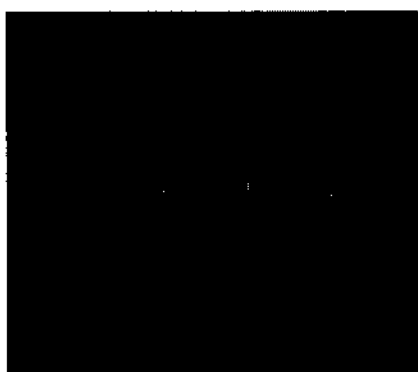
- ค่าความเป็นกรด-เบส (pH)
- ความขุ่น (turbidity, NTU)
- ปริมาณออกซิเจนละลาย (dissolved-oxygen, mg/L)
- ความเค็ม (salinity, psu)
- ศักย์ไฟฟ้ารีดอกซ์ (oxidation-reduction potential, mV)
- การนำไฟฟ้า (conductivity, mS/cm)
- อุณหภูมิ (temperature, °C)
- ของแข็งละลาย (total dissolved solids, mg/L)



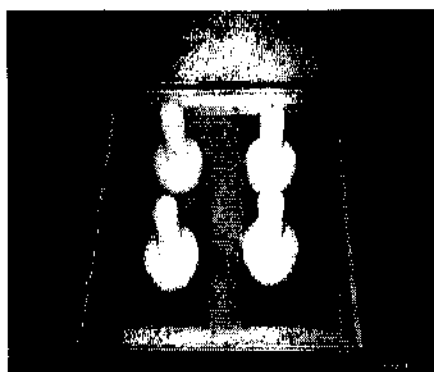
รูปที่ 2-7 แสดงการตรวจวัดคุณภาพน้ำภาคสนามด้วยเครื่อง HORIBA รุ่น U-22

## 2.9. วิธีการเก็บตะกอน

อุปกรณ์และภาชนะสำหรับเก็บตัวอย่างตะกอน ผ่านการล้างทำความสะอาดก่อนดังวิธีการในภาคผนวก ก เก็บตัวอย่างตะกอนโดยการดำน้ำลงไปเพื่อคัดคอร์ให้จมลงในตะกอน ระวังอย่าให้มีการรบกวนผิวหน้าของตะกอนและให้มีน้ำเหนือดินตะกอนอยู่ด้วย ปิดปลายทั้งสองของคอร์ตัวอย่างขณะอยู่ใต้น้ำเพื่อป้องกันไม่ให้ตัวอย่างสัมผัสกับอากาศ รูปที่ 2-8ก แสดงลักษณะตะกอนหลังการเก็บตัวอย่าง นำคอร์ตัวอย่างบรรจุลงในกล่องไม้ ซึ่งออกแบบให้คอร์วางอยู่ในแนวตั้งตลอดเวลา (รูปที่ 2-8ข) ทันทีที่กลับถึงห้องปฏิบัติการ เก็บรักษาคอร์ไว้ในห้องเย็นที่มีอุณหภูมิ  $4^{\circ}\text{C}$  เพื่อรอการตัดแยกตัวอย่างตะกอนในขั้นตอนต่อไป



(ก)



(ข)

รูปที่ 2-8 ลักษณะตะกอนในคอร์ตัวอย่าง และการเคลื่อนย้ายคอร์ตัวอย่าง

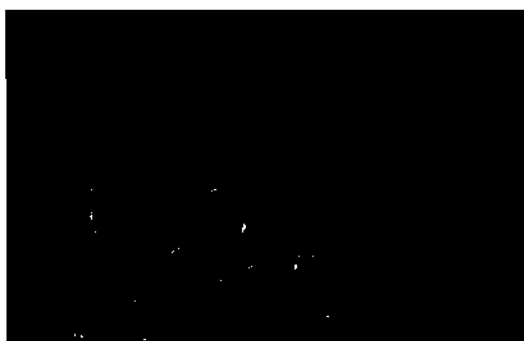


## 2.10. การตัดแยกตัวอย่าง

ตัดแยกตัวอย่างตะกอนโดยเร็วที่สุดภายใต้บรรยากาศไนโตรเจนในกระโถมที่สร้างขึ้นเอง (ดูหัวข้อ 2.3) เพื่อป้องกันการเปลี่ยนแปลงทางเคมีที่อาจเกิดขึ้นระหว่างการตัดแยกตัวอย่าง ซึ่งจะมีผลทำให้รูปแบบของโลหะในตัวอย่างไม่เปลี่ยนแปลงไป โดยมีขั้นตอน ดังนี้

ขั้นแรก ทำการรีดกระโถมให้เรียบพร้อมกับเปิดก๊าซไนโตรเจนเข้ากระโถมเพื่อไล่อากาศออกจากกระโถมเป็นเวลาประมาณ 10 นาที บรรจุอุปกรณ์ที่ใช้ในการตัดแยกตัวอย่างเข้าในกระโถม จากนั้นไล่อากาศที่อยู่ภายในกระโถมอีกเป็นเวลาประมาณ 20 นาที

สอดคอร์ตัวอย่างเข้าทางด้านล่างของกระโถม เพื่อตัดแยกตะกอนตามความลึก เมื่อตรึงคอร์ตัวอย่างติดกับพื้นโต๊ะกระโถมแล้ว เปิดฝาบนของคอร์ตัวอย่างออก แยกน้ำเหนือตะกอนออก โดยดูดด้วยหลอดฉีดยาพลาสติก (ซึ่งล้างทำความสะอาดด้วยกรด) ทำการกรองทันทีด้วยแผ่นกรองเซลลูโลสในเตรตขนาดตา  $0.45 \mu\text{m}$  ภายในกระโถมด้วยชุดกรองที่เตรียมไว้ (ดังรูปที่ 2-9)

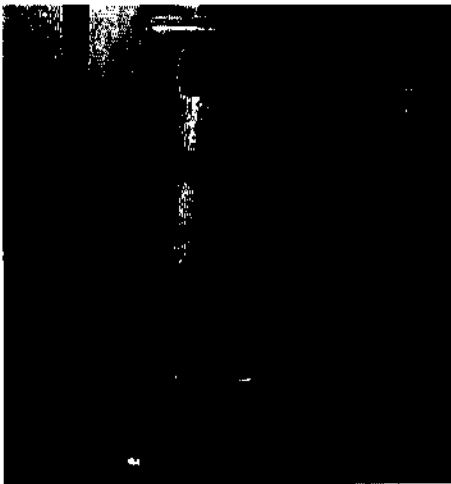


รูปที่ 2-9 การกรองน้ำเหนือตะกอนภายในกระโถมไนโตรเจน

จากนั้นตัดแบ่งตะกอนที่ระดับความลึกต่าง ๆ โดยใช้แม่แรงดันตะกอนขึ้น (รูปที่ 2-10ก) ตัดแยกและเก็บตะกอนที่ระดับความลึก 1 และ 2 เซนติเมตรแรก แล้วตัดทิ้ง 3 เซนติเมตรและเก็บ 1 เซนติเมตรของทุกระยะ 3 เซนติเมตรตามความลึก (ดังรูปที่ 2-10ข) อุปกรณ์ที่ใช้ในการตัดแบ่งตะกอนต้องล้างทำความสะอาดด้วยกรดก่อนทุกชิ้น ใช้ไม้บรรทัดพลาสติกวัดความหนาของตะกอน (รูปที่ 2-10ค) และตัดแบ่งตะกอนออกโดยใช้มีดพลาสติก (รูปที่ 2-10ง) บรรจุตะกอนที่ได้ลงในหลอดหมุนเหวี่ยง ไล่ด้วยก๊าซไนโตรเจนก่อนและหลังจากบรรจุตะกอน เพื่อนำออกมาหมุนแยกน้ำ

ระหว่างตะกอนด้วยเครื่องหมุนเหวี่ยงยี่ห้อ SORVALL (USA) รุ่น Super T21 โดยใช้ความเร็ว 15,000 รอบต่อนาที ที่อุณหภูมิ 4°C นาน 20 นาที (รูปที่ 2-11)

นำหลอดหมุนเหวี่ยงกลับเข้าไปแยกในกระโถมอีก เพื่อกรองน้ำระหว่างตะกอนด้วยแผ่นกรองเซลลูโลสไนเตรดขนาดตา 0.45 μm ที่เตรียมไว้ (รูปที่ 2-12ก) เดิมกรดไนตริกเข้มข้นซึ่งผ่านการกลั่นแบบ subboiling ลงไปในน้ำระหว่างตะกอนในปริมาณ 0.5% ของปริมาตร (Schults *et al.*, 1992) ตะกอนที่ผ่านการหมุนเหวี่ยง (รูปที่ 2-12ข) นำไปทำให้แห้งด้วยการ freeze dry ดังอธิบายในหัวข้อ 2.11.1



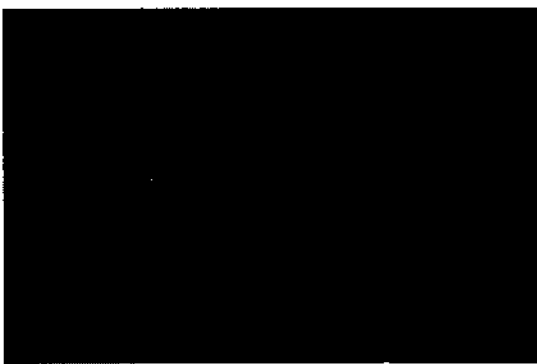
(ก)



น้ำพอกอนุภาคดินตะกอน

- เซนต์ปีเตอร์สเบิร์ก
- เซนต์ปีเตอร์สเบิร์ก 2
- เซนต์ปีเตอร์สเบิร์ก
- เซนต์ปีเตอร์สเบิร์ก
- เซนต์ปีเตอร์สเบิร์ก
- เซนต์ปีเตอร์สเบิร์ก
- เซนต์ปีเตอร์สเบิร์ก
- เซนต์ปีเตอร์สเบิร์ก
- เซนต์ปีเตอร์สเบิร์ก
- เซนต์ปีเตอร์สเบิร์ก
- เซนต์ปีเตอร์สเบิร์ก
- เซนต์ปีเตอร์สเบิร์ก
- เซนต์ปีเตอร์สเบิร์ก
- เซนต์ปีเตอร์สเบิร์ก

(ข)



(ค)

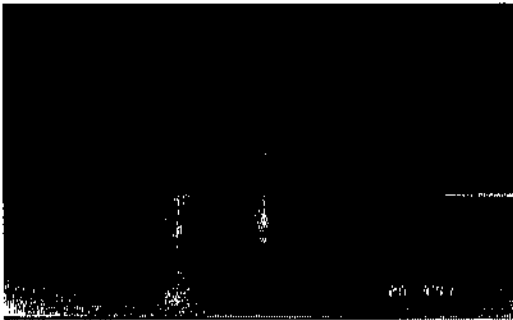


(ง)

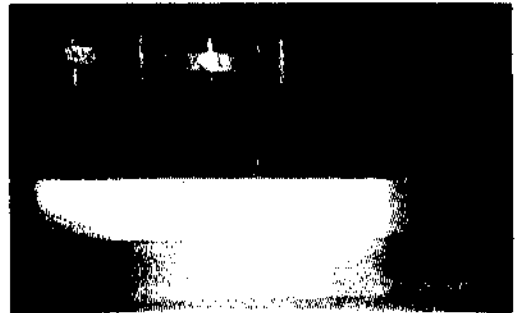
รูปที่ 2-10 แสดงขั้นตอนการตัดแยกตัวอย่างตะกอนและน้ำระหว่างตะกอน



รูปที่ 2-11 แสดงขั้นตอนการนำตะกอนเข้าหมუნเหวียง



(ก)



(ข)

รูปที่ 2-12 น้ำระหว่างตะกอนและตะกอนที่ได้หลังการหมუნเหวียง

## 2.11. การเตรียมตัวอย่างตะกอนเพื่อวิเคราะห์

### 2.11.1. การทำให้แห้ง (freeze drying)

เก็บตัวอย่างตะกอนหลังจากการหมუნเหวียง (จากหัวข้อ 2.10) ในภาชนะพลาสติก (ล้างกรดแล้ว) ให้ความหนาของตะกอนไม่เกิน 1 เซนติเมตร ปิดด้วยแผ่นฟิล์มพลาสติกบางป้องกันการปนเปื้อน แช่แข็งตัวอย่างก่อนนำเข้าเครื่องฟรีสตราย (freeze dryer) ยี่ห้อ Dura-Stop™  $\mu$ P, USA) โดยกรีดแผ่นฟิล์มให้มีช่องระบายอากาศก่อนนำเข้าเครื่องเพื่อให้ไอน้ำระเหยออกได้

### 2.11.2. แยกอนุภาคทรายออกจากตัวอย่าง

ร่อนตะกอนแห้ง (หลังฟรีสตราย) ผ่านตะแกรงไนลอนที่มีขนาดตา 58  $\mu$ m เพื่อนำตะกอนส่วนที่ผ่านตะแกรงมาทำการวิเคราะห์หาความเข้มข้นทั้งหมดของโลหะในดินตะกอนด้วยวิธี Total digestion (Loring and Rantala, 1995) (ภาคผนวก ข)

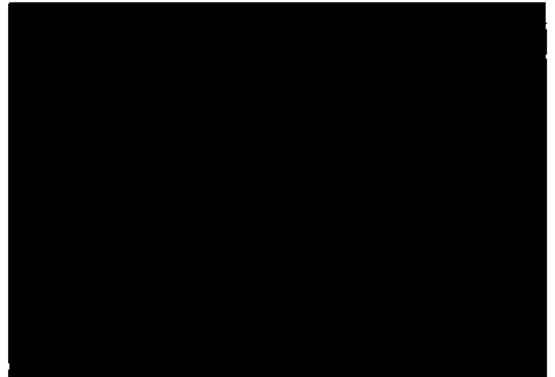
## 2.12. การย่อยตัวอย่างตะกอน

การย่อยตัวอย่างตะกอนใช้วิธี Total digestion ของ Loring and Rantala (1995) โดยชั่งตัวอย่างตะกอนประมาณ 0.3 g (ซึ่งละเอียดเป็นมิลลิกรัม) บรรจุลงในภาชนะเทพลอน เต็มกรดไฮดรอฟลูออริก 6 mL และกรดกัดทอง<sup>1</sup> 1 mL ขั้นตอนตั้งแต่ชั่งตะกอนถึงเติมกรดต้องทำใน Clean bench Class 100 และสวมถุงมือพลาสติกขณะดำเนินการ

จากนั้นบรรจุภาชนะเทพลอนที่มีตัวอย่างตะกอนและกรดลงในหม้ออัดความดันสำหรับเครื่องไมโครเวฟ (ทำได้ครั้งละ 5 ขวด) ก่อนที่จะบรรจุทั้งหมดเข้าในเครื่องไมโครเวฟ<sup>2</sup> ยี่ห้อ Whirlpool รุ่น Pizzolo 850 W พร้อมทั้งวางบีกเกอร์บรรจุน้ำประมาณ 100 mL (รูปที่ 2-13) เปิดเครื่องไมโครเวฟเพื่อย่อยตะกอนดินด้วย Full power นาน 5 นาที และ Half power นาน 10 นาที จำนวน 2 รอบ โดยทิ้งช่วงระหว่างรอบแรกและรอบหลังนาน 10 นาที



(ก)



(ข)

รูปที่ 2-13 การบรรจุภาชนะเทพลอนที่มีตัวอย่างตะกอนและกรด ลงในหม้ออัดความดัน และเครื่องไมโครเวฟ ก่อนทำการย่อยตัวอย่าง

<sup>1</sup> กรดกัดทอง หรือ Aqua regia เตรียมจาก กรดไนตริก 1 ส่วน ผสมกับกรดไฮโดรคลอริก 3 ส่วน

<sup>2</sup> ก่อนทำการย่อยต้องหาความร้อนที่ได้จากการใช้ Full power ของเตาไมโครเวฟ และหาเงื่อนไขที่เหมาะสมในการย่อยตัวอย่างตะกอน (คู่มือการใช้งานภาควง ก)

เมื่อครบเวลาที่กำหนด นำชุดหม้ออัดความดันออกจากเครื่องไมโครเวฟ ตั้งทิ้งไว้ให้เย็นก่อนจะเปิดฝาหม้ออัดความดันเพื่อนำภาชนะเพฟลอนออกมา ค่อย ๆ คลายเกลียวฝาภาชนะเพฟลอนเพื่อลดความดันที่อัดอยู่ภายใน จากนั้นจึงเปิดฝาภาชนะเพฟลอนใน Clean bench Class 100 เพื่อเติมกรดบอริก 2.8 g แล้วทำปริมาตรให้เป็น 50 mL ในขวดวัดปริมาตร ด้วยน้ำ Nanopure (Barnstead) ซึ่งมีค่าการนำไฟฟ้าไม่น้อยกว่า 18 mΩ

### 2.13. การวิเคราะห์ปริมาณโลหะในตัวอย่าง

เนื่องจากความเข้มข้นของโลหะในน้ำเหนือตะกอน ในน้ำระหว่างตะกอน และในตะกอน มีความเข้มข้นอยู่ในระดับที่ต่างกัน จึงต้องใช้เทคนิคที่แตกต่างกันในการวิเคราะห์ความเข้มข้น ดังนี้

- วิธีเฟลมอะตอมมิกแอบซอร์ปชันสเปกโตรโฟโตเมตรีสำหรับการวิเคราะห์
  - เหล็ก แมงกานีส สังกะสี และทองแดง ในตะกอน
  - เหล็ก และแมงกานีส ในน้ำระหว่างตะกอน
  - เหล็ก และแมงกานีส ในน้ำเหนือตะกอน
- วิธีแกรไฟต์เฟอเนสอะตอมมิกแอบซอร์ปชันสเปกโตรโฟโตเมตรีสำหรับการวิเคราะห์
  - ตะกั่ว ในตะกอน
  - ตะกั่ว สังกะสี และทองแดง ในน้ำระหว่างตะกอน
  - ตะกั่ว สังกะสี และทองแดง ในน้ำเหนือตะกอน

#### 2.13.1. เทคนิคเฟลมอะตอมมิกแอบซอร์ปชันสเปกโตรโฟโตเมตรีสำหรับการวิเคราะห์เหล็ก แมงกานีส สังกะสี และทองแดง

##### 2.13.1.1. ศึกษาช่วงความเป็นเส้นตรง

จากทฤษฎีการดูดกลืนแสงของสาร การดูดกลืนแสงมีค่าเพิ่มขึ้นตามค่าความเข้มข้นของสาร ตามกฎของเบียร์ ในกรณีสารมีความเข้มข้นอยู่ในระดับต่ำ ๆ ความสัมพันธ์ระหว่างค่าการดูดกลืนแสงกับค่าความเข้มข้นสาร จะเป็นเส้นตรง ถ้าหากความเข้มข้นมากเกินไป ค่าการดูดกลืนแสงจะเบี่ยงเบนออกจากเส้นตรง

ศึกษาช่วงความเข้มข้นที่ให้ผลการตอบสนองเป็นเส้นตรงของเหล็ก แมงกานีส สังกะสี และทองแดง โดยเตรียมสารมาตรฐานที่ความเข้มข้นต่าง ๆ จากสารมาตรฐาน 1,000 mg/L ของโลหะแต่ละชนิด (Baker Instra-Analyzed Reagent, J.T. Baker, U.S.A.)

### 2.13.1.2. ศึกษาขีดจำกัดต่ำสุดของการตรวจวัด (Detection limit)

ขีดจำกัดต่ำสุดของการตรวจวัด คือ ความเข้มข้นของสารในตัวอย่างที่สามารถตรวจวัดได้โดยมีความแน่นอน (certainty) 95% ซึ่งมีค่าเท่ากับ 3 เท่าของค่าเบี่ยงเบนมาตรฐาน (standard deviation) ของแบลนค์ (blank level) หาค่าด้วยค่าความชัน (slope) ของเส้นกราฟคาติเบรชันของสารมาตรฐาน แต่เนื่องจากค่าแบลนค์ที่ได้จากเทคนิคนี้ใช้การปรับศูนย์อัตโนมัติ (auto zero) จึงต้องเลือกใช้สารมาตรฐานที่มีความเข้มข้นต่ำที่สุดเป็นตัวตรวจวัด โดยทำการวิเคราะห์สารมาตรฐานชุดหนึ่งและทำการวิเคราะห์สารมาตรฐานที่มีความเข้มข้นต่ำที่สุด 15 ชุด

### 2.13.1.3. ศึกษาความไววิเคราะห์ (sensitivity)

ความไวในการวิเคราะห์สำหรับเครื่องอะตอมมิกแอบซอร์บชันสเปกโตรมิเตอร์ คือ ค่าความเข้มข้นของสารในสารละลาย เมื่อเทียบกับตัวทำละลายบริสุทธิ์แล้ว ให้ค่าการดูดกลืนแสงเท่ากับ 0.0044 หน่วยการดูดกลืนแสง ณ ความยาวคลื่นที่ใช้ (Christian and O'Rielly, 1986)

## 2.13.2. เทคนิคแกรไฟต์เฟอเนสอะตอมมิกแอบซอร์บชันสเปกโตรโฟโตเมตรี สำหรับการวิเคราะห์ตะกั่ว สังกะสี และทองแดง

### 2.13.2.1. การหาอุณหภูมิที่เหมาะสมสำหรับขั้นตอนต่าง ๆ

การวิเคราะห์หาปริมาณโลหะโดยใช้เทคนิคแกรไฟต์เฟอเนสอะตอมมิกแอบซอร์บชันสเปกโตรโฟโตเมตรี ปัจจัยที่สำคัญสองประการ คือ อุณหภูมิที่ทำให้เป็นเถ้า (ashing temperature) และอุณหภูมิที่ทำให้เป็นไออะตอม (atomizing temperature) ดังนั้นจึงต้องมีการตั้งโปรแกรมอุณหภูมิสำหรับขั้นตอนต่าง ๆ ให้เหมาะสมกับตัวอย่างที่จะวิเคราะห์

การหาอุณหภูมิที่ทำให้เป็นเถ้าที่เหมาะสม ทำโดยตั้งค่าอุณหภูมิที่ทำให้เป็นไออะตอมคงที่แล้วแปรค่าอุณหภูมิที่ทำให้เป็นเถ้า ที่อุณหภูมิค่าการดูดกลืนแสงจะสูง แต่ถ้าอุณหภูมิที่ทำให้เป็นเถ้าสูงเกินไปจะทำให้สูญเสียอะตอมบางส่วนไปในขั้นตอนนี้ ดังนั้นอุณหภูมิที่เหมาะสม คือ ค่าอุณหภูมิก่อนที่การดูดกลืนแสงจะลดลง

สำหรับการหาอุณหภูมิที่ทำให้เป็นไอที่เหมาะสม ทำโดยตั้งค่าอุณหภูมิที่ทำให้เป็นเถ้าคงที่แล้วแปรค่าอุณหภูมิที่ทำให้เป็นไอ ที่อุณหภูมิค่าการดูดกลืนแสงจะต่ำ เพราะว่าการเกิดไออะตอมยังไม่สมบูรณ์ ดังนั้นอุณหภูมิที่เหมาะสม คือ ค่าอุณหภูมิที่เริ่มให้ค่าการดูดกลืนแสงคงที่ แต่ถ้าอุณหภูมิสูงเกินไปจะทำให้หลอดแกรไฟต์เสื่อมเร็วกว่าที่ควร

### 2.13.3. ศึกษาการใช้โมดิไฟเออร์ (modifier) ที่เหมาะสมของตะกั่วในน้ำระหว่างตะกอน

เมทริกซ์ (matrix) ที่มีในตัวอย่าง เป็นตัวการที่ทำให้ค่าการดูดกลืนแสงต่ำกว่าที่ควรจะได้ โดยเฉพาะอย่างยิ่งเมื่อใช้เทคนิคแกรไฟต์เฟอแนสอะตอมมิกแอบซอร์ปชันสเปกโตรโฟโตเมตรี เนื่องจากเมทริกซ์อาจเกิดเป็นสารประกอบกับโลหะที่กำลังวิเคราะห์ และทำให้เกิดผลต่อเนื่องได้ 2 ประการ คือ ถ้าสารประกอบที่ได้เป็นสารประกอบที่สลายตัวได้ง่าย ก็อาจจะทำให้เกิดการสูญหายไปของโลหะในขั้นตอนที่ทำให้เป็นเถ้า แต่ถ้าสารประกอบที่ได้เป็นสารประกอบที่สลายตัวได้ยาก โลหะไม่สามารถกลายเป็นไออะตอมได้ในขั้นตอนการทำให้เป็นไออะตอม สารโมดิฟายเออร์เป็นสารเติมเข้าไปในตัวอย่างเพื่อทำปฏิกิริยากับเมทริกซ์ จึงลดการรบกวนของเมทริกซ์ลง และมีผลในการเพิ่มค่าการดูดกลืนแสงของตัวอย่าง

เนื่องจากตัวอย่างมีตะกั่วในปริมาณน้อยมาก และเมทริกซ์ได้รบกวนการวิเคราะห์ จนให้ค่าการดูดกลืนแสงต่ำมาก จึงได้ทดลองเติมสารโมดิฟายเออร์ลงไปเพื่อเพิ่มประสิทธิภาพการวิเคราะห์ สารโมดิฟายเออร์ที่เลือกใช้ในการศึกษามี 2 ชนิด คือ

- Ammonium Oxalate (3%) (Williams *et al.*, 1998)
- Palladium nitrate 0.15% + magnesium nitrate 0.1% (Hayes *et al.*, 1998)

#### 2.13.3.1. ศึกษาขีดต่ำสุดในการตรวจวัด

ขีดจำกัดต่ำสุดของการตรวจวัด คือ ความเข้มข้นของสารในตัวอย่างที่สามารถตรวจวัดได้ โดยมีความแน่นอน (Certainty) 95% ซึ่งมีค่าเท่ากับ 3 เท่าของค่าเบี่ยงเบนมาตรฐาน (standard deviation) ของแบลนค์ (Blank Level)หารด้วยค่าความชัน (slope) ของเส้นกราฟคาลิเบรชันของสารมาตรฐาน ในการทดลองนี้ทำการวิเคราะห์สารมาตรฐานชุดหนึ่ง และทำการวิเคราะห์แบลนค์ 15 ซ้ำ

#### 2.13.3.2. ศึกษาความไววิเคราะห์

ความไวในการวิเคราะห์สำหรับเครื่องอะตอมมิกแอบซอร์ปชันสเปกโตรมิเตอร์ คือ ค่าความเข้มข้นของสารในสารละลาย เมื่อเทียบกับตัวทำละลายบริสุทธิ์แล้ว ให้ค่าการดูดกลืนแสงเท่ากับ 0.0044 หน่วยการดูดกลืนแสง ณ ความยาวคลื่นที่ใช้ (Christian and O'Reilly, 1986)

### 2.14. ศึกษาความถูกต้องในการย่อยตัวอย่างตะกอน

ศึกษาความถูกต้องในการย่อยตัวอย่างตะกอน โดยทำการย่อยตะกอนอ้างอิง (Reference materials) PACS-2 จาก National Research Council of Canada ด้วยวิธีการเดียวกับตัวอย่าง ตามวิธีในหัวข้อ 2.12 โดยทำ 2 ซ้ำ แล้วเปรียบเทียบค่าความเข้มข้นของโลหะกับค่าความเข้มข้นรับรองของตะกอนอ้างอิง PACS-2

2.15. เปรียบเทียบเทคนิคการวิเคราะห์หาปริมาณโลหะ ระหว่างเทคนิคอะตอมมิกแอบซอร์ปชันสเปกโตรโฟโตเมตรี (AAS) และเทคนิคอินดักทีฟพลาสมาอะตอมมิกออปติคัลอีมิสชันสเปกโตรสโคปี (ICP-OES)

วิเคราะห์ความเข้มข้นของโลหะในสารละลายที่ได้จากการย่อยตะกอนมาตรฐานอ้างอิง PACS-2 ด้วยเทคนิคอะตอมมิกแอบซอร์ปชันสเปกโตรโฟโตเมตรี โดยเหล็ก แมงกานีส สังกะสี และทองแดงใช้เทคนิคเฟลมอะตอมมิกแอบซอร์ปชัน ส่วนตะกั่ว ใช้เทคนิคแกรไฟต์เฟอเนสอะตอมมิกแอบซอร์ปชัน แล้วเปรียบเทียบกับผลวิเคราะห์กับผลที่ได้จากการวิเคราะห์ด้วยเทคนิคอินดักทีฟพลาสมาอะตอมมิกออปติคัลอีมิสชันสเปกโตรสโคปี