

บทที่ 3

วิธีการดำเนินการวิจัย

อุปกรณ์และสารเคมี

1. อุปกรณ์สำหรับเก็บตัวอย่าง

- 1.1 Core สำหรับเก็บตัวอย่างดินตะกอน
- 1.2 Global Positioning System (GPS)

2. อุปกรณ์และเครื่องมือสำหรับเตรียมตัวอย่างเพื่อการวิเคราะห์

- 2.1 ตะแกรงสำหรับร่อนแยกขนาดดินตะกอน
- 2.2 เครื่องชั่งไฟฟ้าอย่างละเอียด 4 ตำแหน่ง
- 2.3 ตู้แช่แข็ง (deep freezer)
- 2.4 เครื่องอบแห้งระบบทำความเย็น (freezer dryer)
- 2.5 แผ่นทำความร้อน (hot plate)
- 2.6 มีดพลาสติกสำหรับตัดดินตะกอน
- 2.7 ตู้ดักควัน
- 2.8 เครื่องกลั่นกรด
- 2.9 เครื่องย่อยตัวอย่างด้วยคลื่นสั้น
- 2.10 เตาเผา
- 2.11 บีเปออัดโนมัตติ
- 2.12 ขวดเทฟลอน
- 2.13 ครูซิเบิลสำหรับเผาสารเคมี
- 2.14 เคซิเคเตอร์

3. เครื่องมือสำหรับวิเคราะห์ตัวอย่าง

เครื่อง Cold Vapor Atomic Fluorescence Spectrometry (CVAFS) โดยใช้เครื่อง Atomic Fluorescence ของ PS Analytical รุ่น Merlin

4. สารเคมีสำหรับย่อยดินตะกอนและวิเคราะห์ตัวอย่าง

- 4.1 กรดไฮโดรคลอริกเข้มข้น (HCl) (redistilled grade)
- 4.2 กรดไนตริกเข้มข้น (HNO₃) (redistilled grade)
- 4.3 โซเดียมไฮดรอกไซด์ (NaOH) (A.R. grade)

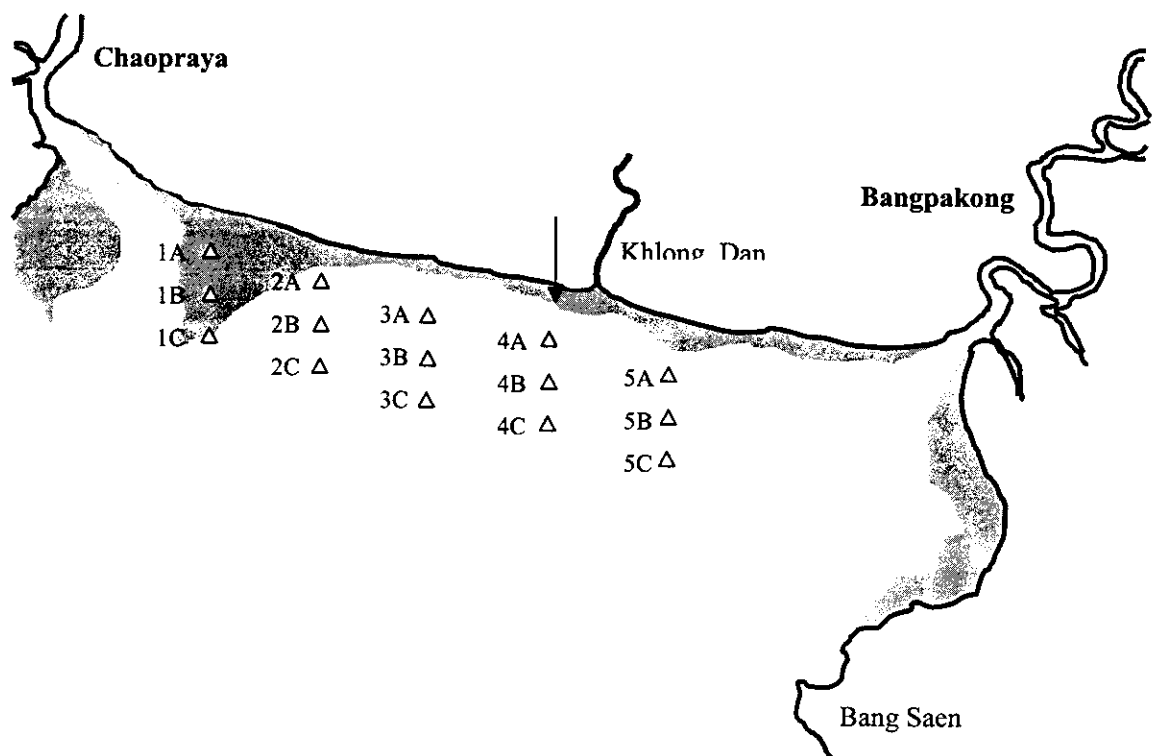
- 4.4 Stannous chloride ($\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$)
- 4.5 สารละลายมาตรฐานของปรอท (standard solution) (ASS grade)
- 4.6 Argon Gas
- 4.7 Deionized water
- 4.8 Distilled water
- 4.9 0.2 N Potassium Bromate (KBrO_3)
- 4.10 0.2 N Potassium Bromide (KBr)
- 4.11 Hydroxyammonium chloride

วิธีดำเนินการ

1. สถานีเก็บตัวอย่าง พื้นที่ศึกษา คือ บริเวณชายฝั่งทะเลนิคมอุตสาหกรรมบางปู จ.สมุทรปราการ ตั้งแต่ปากแม่น้ำเจ้าพระยา ต.ปากน้ำ อ.เมือง จ.สมุทรปราการ มาถึง ต.สองคลอง อ.บางปะกง จ.ฉะเชิงเทรา จำนวน 5 สถานี ในแต่ละสถานีถูกแบ่งย่อยออกเป็น 3 ระยะห่างจากฝั่ง โดยระยะห่างจากฝั่งจะแบ่งเป็นระยะ A, B และ C ซึ่งห่างจากฝั่งประมาณ 2 กิโลเมตร 3 กิโลเมตร และ 4 กิโลเมตร ตามลำดับ รวมเป็น 15 จุด (ตารางที่ 7 และ ภาพที่ 7) ในแต่ละจุดมีการเก็บตัวอย่างจำนวน 3 ซ้ำ และเพื่อให้การกำหนดระยะห่างจากฝั่งและระยะห่างในแต่ละสถานีเป็นไปอย่างแน่นอน จึงใช้เครื่องวัดพิกัดบนพื้นโลกด้วยดาวเทียม (global position system) ช่วยในการตรวจสอบพื้นที่ในการปฏิบัติงาน

ตารางที่ 7 จุดพิกัดพื้นที่ของสถานีสำรวจและเก็บตัวอย่างบริเวณชายฝั่งทะเลนิคมอุตสาหกรรม
บางปู จ.สมุทรปราการ

Distance (Km.)	Station				
	1	2	3	4	5
2 - Lat (deg)	13°29'52.95"	13°29'14.83"	13°28'36.71"	13°28'00.52"	13°27'13.95"
- Lon (deg)	100°39'02.19"	100°41'59.55"	100°44'59.02"	100°48'01.21"	100°51'01.93"
3 - Lat (deg)	13°29'20.61"	13°28'42.49"	13°28'04.37"	13°27'28.18"	13°26'41.61"
- Lon (deg)	100°39'02.19"	100°41'59.55"	100°44'59.02"	100°48'01.21"	100°51'01.93"
4 - Lat (deg)	13°28'48.27"	13°28'10.15"	13°27'32.03"	13°28'55.84"	13°26'09.27"
- Lon (deg)	100°29'02.19"	100°41'59.55"	100°44'59.02"	100°48'01.21"	100°51'01.93"



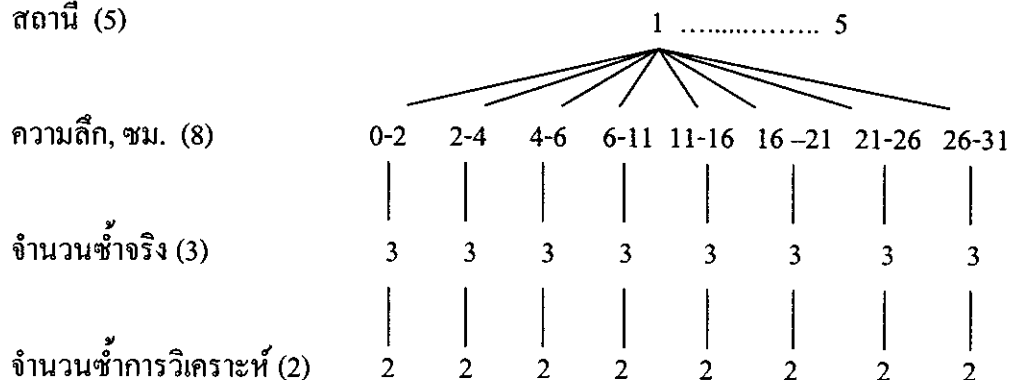
ภาพที่ 7 สถานีสำรวจและเก็บตัวอย่างดินตะกอนบริเวณชายฝั่งทะเลนิคมอุตสาหกรรม
บางปู จ.สมุทรปราการ

การศึกษาการสะสมสารปรอทในดินตะกอน แบ่งออกเป็น 3 ส่วนคือ

1. การศึกษาการสะสมของดินตะกอนตามระดับความลึก จะใช้ดินตะกอนจากสถานีที่ 1 – 5 ที่จุด 1A , 2A , 3A , 4A และ 5A (เป็นจุดที่อยู่ใกล้ฝั่งและมีโอกาสได้รับการปนเปื้อนมากที่สุด)
2. การศึกษาการแพร่กระจายของปรอท ในรูป Total Hg จะใช้ดินตะกอนจากสถานีที่ 1 – 5 ทั้ง 3 ระยะห่างจากฝั่ง
3. วิเคราะห์การเกิดการดูดซับและการปลดปล่อยจะใช้ดินตะกอนจากสถานีที่ 2 ที่จุด 2A และ 2C

2. การศึกษาการสะสมของปรอทตามระดับความลึก การศึกษาการสะสมของปรอทตามระดับความลึก จะเก็บดินตะกอนจากสถานีที่ 1 – 5 ที่ระยะห่างจากฝั่ง 2 กิโลเมตร ซึ่งเป็นจุดที่อยู่ใกล้ฝั่งและมีโอกาสได้รับการปนเปื้อนมากที่สุด ดังแสดงในภาพที่ 7 และแผนการเก็บตัวอย่างในภาพที่ 8 ดินตะกอนในทุกสถานีจะถูกเก็บโดยใช้ชุดเก็บดินแบบแท่งดินตะกอน (sediment core) ซึ่งทำจากวัสดุ Polyvinyl Chloride (PVC) โดยในแต่ละสถานีจะเก็บแท่งดินตะกอนทั้งหมด 4 แท่ง แท่งดินตะกอนที่ถูกเก็บขึ้นมาจะถูกปิดด้านหัวด้วยจุกยางและปิดท้ายด้วยถุงพลาสติกอีกชั้นหนึ่งทันที และเก็บรักษาไว้ในถังแช่เย็นจนถึงห้องปฏิบัติการ

สถานี (5)

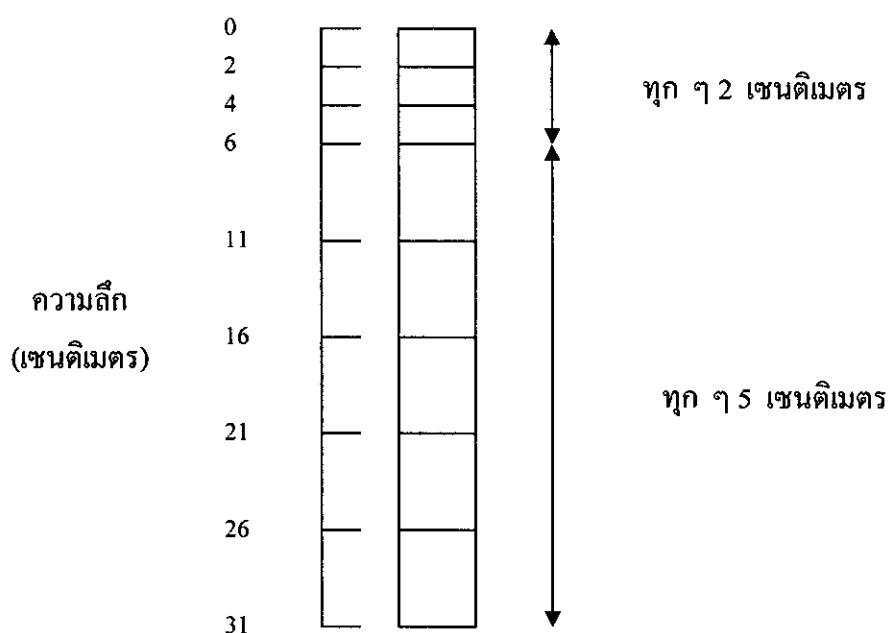


n = 240

ภาพที่ 8 แผนการศึกษาการสะสมของปรอทตามระดับความลึก

ทันทีที่ถึงห้องปฏิบัติการศักย์ไฟฟ้าของแท่งดินตะกอนแท่งที่ 1 จะถูกวัดโดย Platinum – Calomel Electrode โดยทำการอ่าน 2 ครั้ง ค่าที่วัดได้จะถูกปรับให้เป็นค่าของ Hydrogen Reference

Electrode โดยการบวกด้วย 244 mV แท่งดินตะกอนที่เหลืออีก 3 แท่งจะถูกนำมาตัดเป็นชั้น ๆ โดยที่ความลึก 1 – 6 เซนติเมตร จะตัดตามระดับความลึกทุก ๆ 2 เซนติเมตร และที่ความลึกมากกว่า 6 เซนติเมตรขึ้นไป จะตัดตามระดับความลึกทุก ๆ 5 เซนติเมตร จนถึงความลึก 31 เซนติเมตร ดังภาพที่ 9 โดยใช้มีดพลาสติก และใส่ลงในภาชนะพลาสติกที่แช่กรดและล้างให้สะอาดด้วยน้ำกลั่นแล้ว ดินตะกอนที่ได้จะถูกแบ่งออกเป็น 2 ส่วน ส่วนที่หนึ่งจะถูกแบ่งไปวิเคราะห์ % Ignition Loss อีกส่วนหนึ่งจะถูกแช่แข็งและนำมาทำให้แห้งด้วยเครื่องทำแห้งระบบความเย็น (freeze dryer) เพื่อใช้ในการวิเคราะห์ปริมาณสารปรอท เหล็กออกไซด์ และแมงกานีสออกไซด์ในดินตะกอนต่อไป

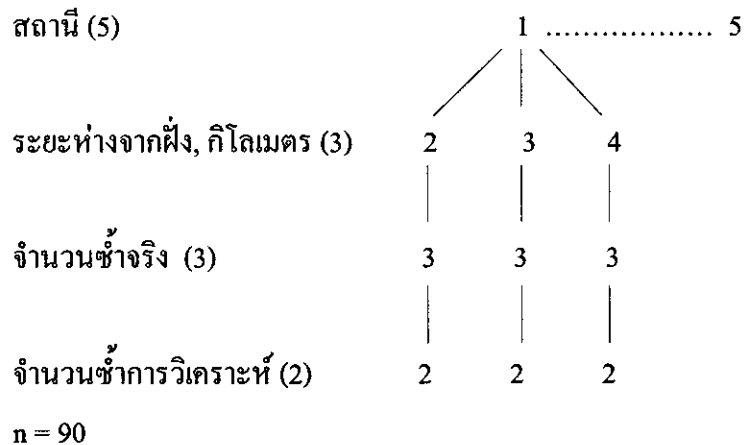


ภาพที่ 9 การตัดดินตะกอนตามระดับความลึก

3. การศึกษาการแพร่กระจายของปรอทตามแนวระนาบ การศึกษาการแพร่กระจายของปรอทตามแนวระนาบ เก็บดินตะกอนด้วย Grab ตักดินตะกอนในบริเวณชายฝั่งทะเลนิคมอุตสาหกรรมบางปู จ.สมุทรปราการ จำนวน 5 สถานี แบ่งเป็นระยะ A, B และ C ซึ่งห่างจากฝั่งประมาณ 2 กิโลเมตร 3 กิโลเมตร และ 4 กิโลเมตร ตามลำดับ โดยมีแผนการศึกษาดังภาพที่ 10

ในการเก็บตัวอย่างดินตะกอนจะใช้ชุดเก็บดินตะกอน โดยเก็บสถานีละ 3 ซ้ำ จำนวน 2 ส่วน ชุดที่ 1 นำไปวิเคราะห์ปริมาณสารปรอท เหล็กออกไซด์ และแมงกานีสออกไซด์ในดิน

และชุดที่ 2 จะถูกแบ่งไปวิเคราะห์ % Ignition Loss เมื่อได้ดินตะกอนแล้วนำดินตะกอนที่ได้จะถูกปิดทับด้วยถุงพลาสติกอีกชั้นหนึ่งทันทีและเก็บไว้ในถังแช่เย็น นำกลับมาที่ห้องปฏิบัติการ



ภาพที่ 10 แผนการศึกษาการแพร่กระจายของปรอท

4. การเตรียมตัวอย่างเพื่อการวิเคราะห์สารปรอท ดินตะกอนที่แบ่งออกในแต่ละส่วน จะทำการคลุกเคล้าให้เป็นเนื้อเดียวกัน แล้วแยกเปลือกหอยออกและเก็บในภาชนะพลาสติก นำดินตะกอนที่แยกเปลือกหอยออกแล้ว ใส่ลงในภาชนะพลาสติกที่ปิดสนิท นำไปเข้าตู้แช่แข็งที่อุณหภูมิ -80°C เป็นเวลา 1-2 วัน แล้วนำตัวอย่างดินตะกอนออกจากตู้แช่แข็งไปเข้าเครื่องอบแห้งระบบทำความเย็นที่อุณหภูมิ -55°C (ประมาณ 1 – 2 วัน) หลังจากนั้นจึงนำตัวอย่างดินตะกอนออกจากเครื่องอบแห้งระบบทำความเย็นและเก็บตัวอย่างดินตะกอนไว้ในถุงพลาสติกทันที ปิดถุงให้สนิทและเก็บไว้ในถังแช่เย็น เพื่อรอขั้นตอนการย่อยดินตะกอน ที่จะกล่าวถึงในหัวข้อวิธีวิเคราะห์สารปรอทในดินตะกอน

5. การศึกษากระบวนการดูดซับและการปลดปล่อยของปรอทโดยดินตะกอน

5.1 การศึกษากระบวนการดูดซับ กระบวนการดูดซับและกระบวนการปลดปล่อย เป็นกระบวนการที่มีผลต่อการเคลื่อนที่ รวมถึงการแพร่กระจายของสารปรอทในสิ่งแวดล้อม ทั้งสองกระบวนการนี้ถูกควบคุมโดยปัจจัยทางกายภาพและทางเคมีต่าง ๆ เช่น ค่าความเป็นกรด-ด่าง ค่าศักย์ไฟฟ้า ปริมาณสารอินทรีย์ และเหล็กและแมงกานีสออกไซด์ เป็นต้น

วัตถุประสงค์ของการวิจัยครั้งนี้ต้องการศึกษาความสามารถในการดูดซับและการปลดปล่อยสารปรอทของดินตะกอนเมื่อความเค็มของน้ำเปลี่ยนแปลงไป โดยความเค็มที่ศึกษาคือ 5, 15, 25 และ 35 ‰ ดินตะกอนที่ใช้ ใช้ดินตะกอนจากสถานีที่ 2 ที่จุด 2A และ 2C ดินตะกอนในทุกสถานีจะถูกเก็บโดยใช้ชุดเก็บดินแบบแท่งดินตะกอน เช่นเดียวกับการศึกษาการสะสมของสารปรอทตามระดับความลึก ในแต่ละสถานีจะเก็บแท่งดินตะกอนทั้งหมดจำนวน 3 แท่ง แท่งดินตะกอนที่ถูกเก็บขึ้นมาจะถูกปิดด้านหัวด้านท้ายด้วยจุกยางและปิดทับด้วยถุงพลาสติกอีกชั้นหนึ่งทันที และเก็บรักษาไว้ใน Cool Box จนถึงห้องปฏิบัติการ

5.1.1 การศึกษาเบื้องต้น (pre test)

5.1.1.1 การทดลองเบื้องต้นเพื่อหาความเข้มข้นของ Mercury Stock Solution ที่จะใช้ในการทดลอง โดยศึกษาเปอร์เซ็นต์การดูดซับที่ความเข้มข้นของปรอทในสารละลาย 0.01 M $\text{Ca}(\text{NO}_3)_2$ จำนวน 20 ความเข้มข้น ตั้งแต่ 10 $\mu\text{g/L}$ – 100 mg/L พบว่าดินตะกอนที่ทำการศึกษามีความสามารถในการดูดซับปรอทมากกว่า 99 เปอร์เซ็นต์ แต่ความสามารถในการดูดซับจะลดลงที่ความเข้มข้นของสารปรอทมากกว่า 10 mg/L ฉะนั้นเพื่อให้ครอบคลุมความสามารถในการดูดซับของสารปรอทที่ความเข้มข้นต่ำมากถึงสูงมาก จึงเลือกทำการศึกษาที่ความเข้มข้นของสารปรอท 0.01 mg/L , 0.1 mg/L , 1 mg/L , 10 mg/L และ 100 mg/L

5.1.1.2 การทดลองเบื้องต้นเพื่อหาจุดสมดุลการดูดซับสารปรอทของดินตะกอนโดยใช้ 0.01 M $\text{Ca}(\text{NO}_3)_2$ ที่มีความเข้มข้นของปรอท 1 mg/L ใส่ลงในดินตะกอน 2.00 g ที่ความเค็ม 35 ppt เอาเข้าเครื่องเขย่าที่ความเร็ว 100 รอบ/นาที เก็บตัวอย่างสารละลายออกมาวัดความเข้มข้นของปรอทที่เหลืออยู่ในสารละลาย โดยใน 2 ชั่วโมงแรกจะเก็บทุก ๆ ครึ่งชั่วโมง และในช่วงชั่วโมงที่ 2 – 8 จะเก็บทุก ๆ 1 ชั่วโมง หลังจากนั้นจะเก็บทุก ๆ 4 ชั่วโมงจนถึง 24 ชั่วโมง และเก็บซ้ำอีกครั้งเมื่อครบ 48 ชั่วโมง พบว่าสารปรอทจะถูกดูดซับอย่างรวดเร็วภายใน 1 ชั่วโมงแรก แล้วค่อย ๆ เพิ่มขึ้นอย่างช้า ๆ และคงที่ภายในเวลา 24 ชั่วโมง จึงใช้เวลา 24 ชั่วโมงเป็นจุดสมดุลที่ใช้ในการศึกษาครั้งนี้

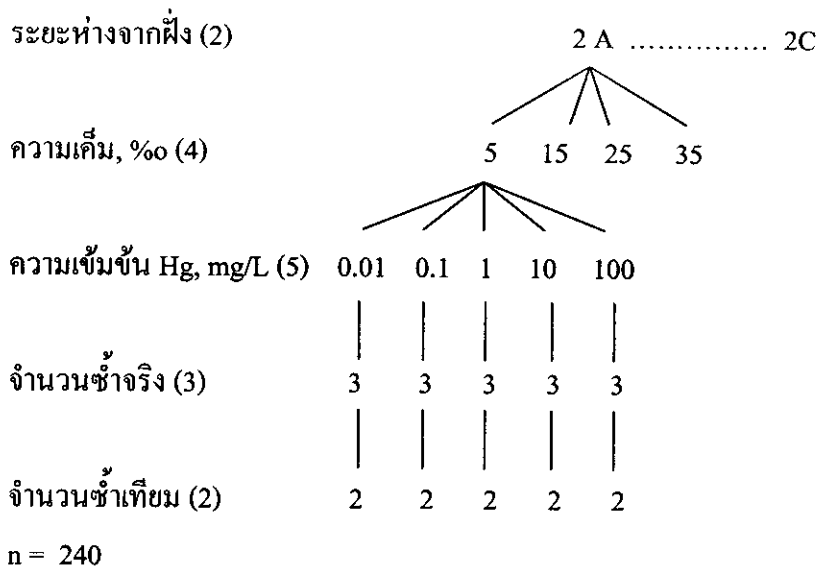
5.1.2 แผนการศึกษา

5.1.2.1 เก็บตัวอย่างดินตะกอน จากสถานีที่ 2 ระยะห่างจากฝั่ง 2 ระยะ

5.1.2.2 ระดับความเค็ม 4 ระดับ คือ 5, 15, 25 และ 35 ppt

5.1.2.3 ความเข้มข้นของ Stock Solution ของ Hg ที่ได้จากการทำ Pre Test จำนวน 5 ความเข้มข้น

5.1.2.4 จำนวนซ้ำการทดลอง 2 ซ้ำ แผนการศึกษาแสดงดังภาพที่ 11



ภาพที่ 11 แผนการศึกษากระบวนการดูดซับของปรอทที่ระดับความเค็มต่าง ๆ

5.1.3 การศึกษากระบวนการ Adsorption ตามระดับความเค็ม

การศึกษากระบวนการดูดซับสารปรอทโดยดินตะกอนที่ระดับความเค็มต่าง ๆ แสดงดังภาพที่ 13 โดยมีรายละเอียด ดังนี้

5.1.3.1 ชั่งดินตะกอนประมาณ 2 กรัม ใส่ใน Centrifuge Tube ขนาด 50 มิลลิลิตร

5.1.3.2 เติม Stock Solution ของ Hg ใน 0.01 M $\text{Ca}(\text{NO}_3)_2$ ปริมาตร 20 มิลลิลิตร

5.1.3.3 ปรับความเค็มโดยใช้โซเดียมคลอไรด์ ให้ได้ 5 , 15 , 25 และ 35 ppt แต่ละระดับความเค็มเติม Mercury Stock Solution ที่เตรียมจาก $\text{Hg}(\text{NO}_3)_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$ (A.R. grade)

5.1.3.4 นำเข้าเครื่องเขย่าที่ความเร็ว 100 รอบ/นาที ที่อุณหภูมิ 27°C เป็นเวลา 24 ชั่วโมง

5.1.3.5 นำเข้าเครื่อง Centrifuge ที่ 3,500 rpm เป็นเวลา 15 นาที เพื่อแยกส่วนที่เป็นดินตะกอนออกจากส่วนที่เป็นสารละลาย

5.1.3.6 นำส่วนที่เป็นสารละลาย มาวิเคราะห์ปริมาณความเข้มข้นของสารปรอท ด้วยเครื่อง CVAFS ตามวิธีการที่กล่าวถึงในหัวข้อการวิเคราะห์สารปรอทในน้ำ

5.1.4 การคำนวณปริมาณปรอทที่ถูกดูดซับโดยดินตะกอน

ปริมาณปรอทที่ถูกดูดซับโดยดินตะกอน = Initial conc. - Equilibrium conc.

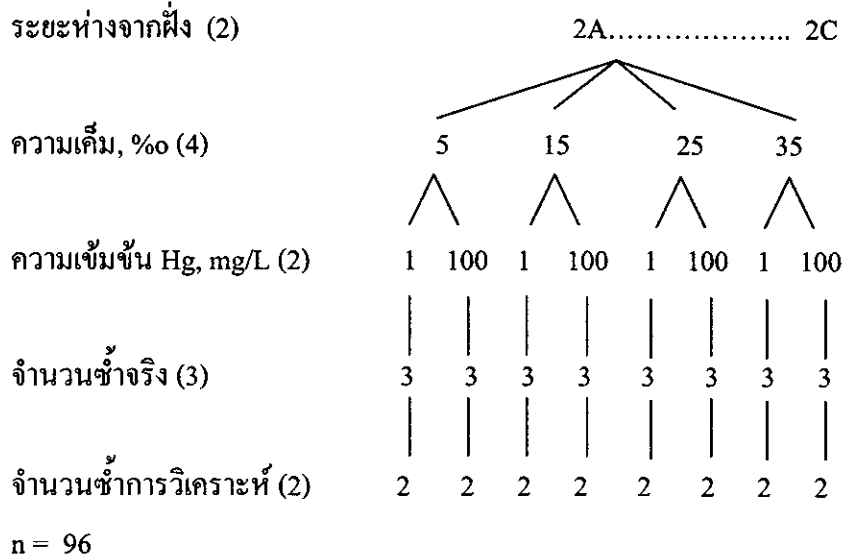
Initial conc. = ความเข้มข้นของสารปรอทที่เติมลงไป

Equilibrium conc. = ความเข้มข้นของสารปรอทในส่วนของสารละลาย ที่เวลา 24 ชั่วโมง

5.2 การศึกษากระบวนการปลดปล่อยสารปรอทของดินตะกอน การศึกษากระบวนการปลดปล่อยทำทันทีหลังจากกระบวนการดูดซับสิ้นสุดลง โดยเลือกที่ความเข้มข้น 2 ความเข้มข้น คือ 1 mg/L และ 100 mg/L จากการศึกษากระบวนการดูดซับ มาทำการทดสอบกระบวนการปลดปล่อย โดยมีแผนการศึกษาแสดงดังภาพที่ 12

5.2.1 แผนการศึกษา

ระยะห่างจากฝั่ง (2)



ภาพที่ 12 แผนการศึกษากระบวนการปลดปล่อยสารปรอทในดินตะกอนที่ระดับความเค็มต่าง ๆ

5.2.2 วิธีการ การศึกษากระบวนการปลดปล่อยสารปรอทจากดินตะกอนที่ระดับความเค็มต่าง ๆ แสดงดังภาพที่ 13 โดยมีรายละเอียด ดังนี้

5.2.2.1 นำดินตะกอนที่ได้จากกระบวนการ Adsorption มาทำการศึกษาโดยเติมสารละลาย 0.01 M $\text{Ca}(\text{NO}_3)_2$ ปริมาตร 20 มิลลิลิตร

5.2.2.2 ปรับความเค็มโดยใช้โซเดียมคลอไรด์ ให้ได้ 5 , 15 , 25 และ 35 ppt

5.2.2.3 นำเข้าเครื่องเขย่าที่ความเร็ว 100 รอบ/นาที ที่อุณหภูมิ 27°C เป็นเวลา 24 ชั่วโมง

5.2.2.4 นำเข้าเครื่อง Centrifuge ที่ 3,500 rpm เป็นเวลา 15 นาที เพื่อแยก ส่วนที่เป็นดินตะกอนออกจากส่วนที่เป็นสารละลาย

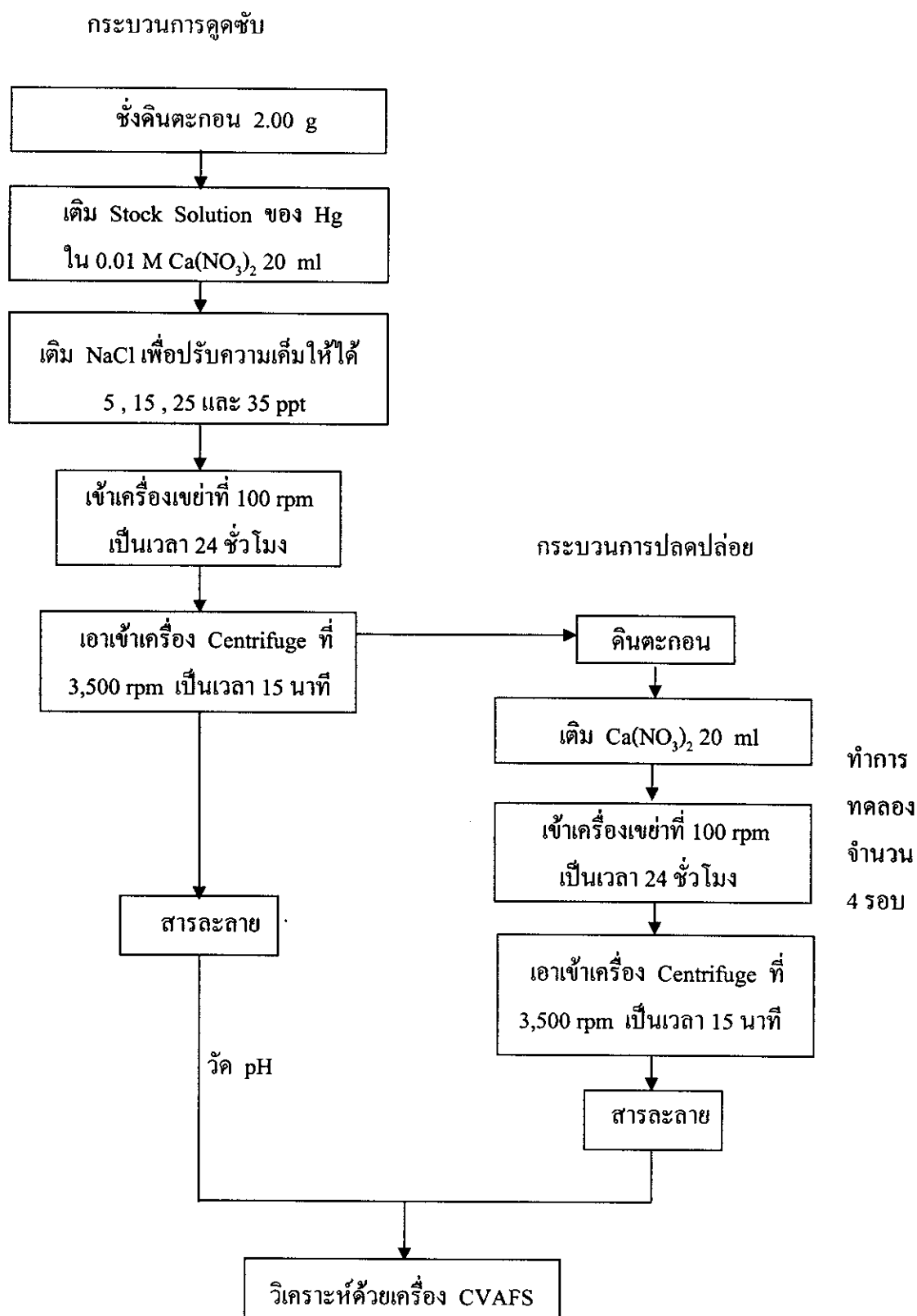
5.2.2.5 นำส่วนที่เป็นสารละลาย มาวิเคราะห์ปริมาณความเข้มข้นของสารปรอท ด้วยเครื่อง CVAFS ตามวิธีการที่กล่าวถึงในหัวข้อการวิเคราะห์สารปรอทในน้ำ ทำซ้ำ จำนวน 4 Desorption Cycle

5.2.3 การคำนวณ

5.2.3.1 ความเข้มข้นของปรอทใน Desorption Solution จะถูกวัดทุกๆ Desorption Cycle

5.2.3.2 ความเข้มข้นของสารปรอทที่ยังคงดูดซับอยู่ในดินตะกอน ของแต่ละ Desorption Cycle สามารถคำนวณได้จาก

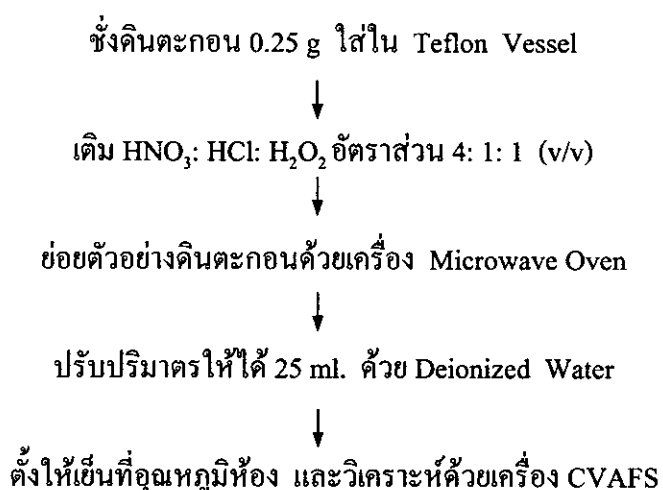
ความเข้มข้นของ Hg ในดินตะกอน = ความเข้มข้นเริ่มต้น - ความเข้มข้นที่ Desorbed ออกมา



ภาพที่ 13 ขั้นตอนการศึกษากระบวนการดูดซับและการปลดปล่อยปรอทของดินตะกอน

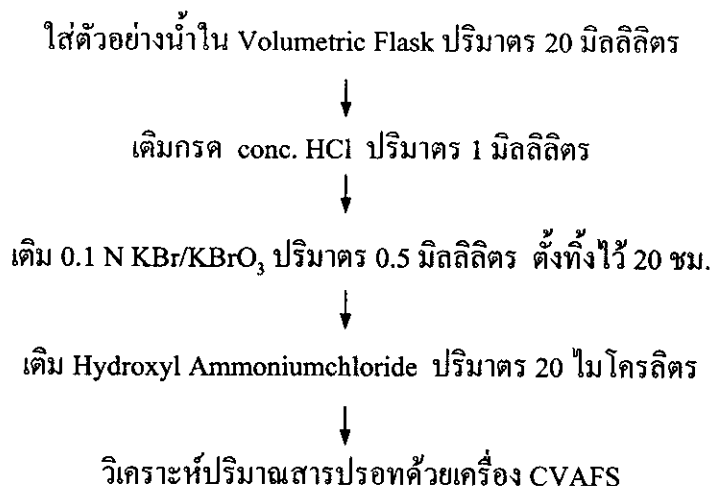
การวิเคราะห์สารปรอท

1. การย่อยตัวอย่างดินตะกอน ทำการวิเคราะห์ Total Hg โดยการย่อยตัวอย่างดินตะกอนด้วยเครื่อง Microwave Oven โดยใช้ HNO_3 : HCl : H_2O_2 อัตราส่วน 4: 1: 1 (v/v) นำตัวอย่างดินตะกอนที่ย่อยเสร็จแล้ว มาปรับปริมาตรด้วย Deionized Water ให้ได้ 25 ml และนำตัวอย่างไปวิเคราะห์ด้วยเครื่อง Cold Vapor Atomic Fluorescence Spectrometry ขั้นตอนการวิเคราะห์แสดงดังภาพที่ 14



ภาพที่ 14 ขั้นตอนการวิเคราะห์สารปรอทในดินตะกอน

2. การย่อยตัวอย่างน้ำ ทำการวิเคราะห์ Total Hg โดยใส่ตัวอย่างน้ำใน Volumetric Flask ปริมาตร 20 มิลลิลิตร เติมกรด HCl ปริมาตร 1 มิลลิลิตร และ 0.1 N KBr/KBrO_3 ปริมาตร 0.5 มิลลิลิตร ปิดฝา ตั้งทิ้งไว้ในตู้ Low Temp เป็นเวลา 24 ชั่วโมง แล้วนำมาเติม Hydroxyl Ammoniumchloride ปริมาตร 20 ไมโครลิตร และนำตัวอย่างไปวิเคราะห์ด้วยเครื่อง Cold Vapor Atomic Fluorescence Spectrometry ขั้นตอนการวิเคราะห์แสดงดังภาพที่ 15

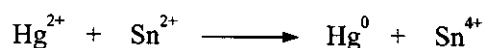


ภาพที่ 15 ขั้นตอนการวิเคราะห์สารปรอทในน้ำ

3. การวิเคราะห์สารปรอทด้วยเครื่อง Cold Vapor Atomic Fluorescence

Spectrometry

3.1 การวิเคราะห์ วิเคราะห์สารปรอทโดยใช้เครื่อง Cold vapor Atomic Fluorescence Spectrometry (CVAFS) โดยใช้เครื่อง Atomic Fluorescence ของ PSA analytical รุ่น Merlin โดยในการวิเคราะห์จะใช้ Stannous Chloride (SnCl₂) เป็นตัวรีดิวซ์ให้ Hg²⁺ กลายเป็น Hg⁰ ซึ่งสามารถระเหยกลายเป็นไอได้ ดังสมการ



เมื่อไอของปรอทเกิดขึ้นจะถูกขับเข้าไปใน Fluorescence cell โดยมีก๊าซอาร์กอนเป็นตัวพา อะตอมอิสระที่ผ่านไปตามความยาวของ Fluorescence cell จะถูกวัดค่าการดูดกลืนแสงโดยลำแสงจากหลอดฮาโลเจนที่ความยาวคลื่น 253.7 นาโนเมตร

3.2 การสร้างกราฟมาตรฐาน (standard calibration curve) การสร้างกราฟมาตรฐานของสารปรอทโดยทำการวัดแบล็กคัด้วยเครื่องอะตอมมิคแอบซอร์ปชัน แล้วจึงทำการวัดสารละลายมาตรฐานของสารปรอทตามความเข้มข้นที่เตรียมไว้คือ 0, 0.1, 0.5 และ 1 µg/L ตามลำดับ เครื่องจะทำการคำนวณและสร้างกราฟมาตรฐานของสารปรอท

3.3 การคำนวณ สร้างกราฟมาตรฐานโดยเขียนกราฟระหว่างความสูงของพีคของสารละลายมาตรฐานกับความเข้มข้นของสารละลายมาตรฐาน วัดความสูงของพีคที่อ่านได้จากสารตัวอย่าง นำไปเปรียบเทียบกับกราฟมาตรฐานและอ่านความเข้มข้นจากกราฟ นำความเข้มข้นที่ได้ซึ่งมีหน่วยเป็น ng/L และนำไปแทนค่าในสูตรคำนวณความเข้มข้นของสารปรอทในดินตะกอนในหน่วย ng/g

สูตรการคิดคำนวณ

$$\frac{A = ((B-C) \times D)}{E}$$

A = ความเข้มข้นของปรอทในตัวอย่างดินตะกอน (ng/g)

B = ความเข้มข้นของปรอทในสารละลายที่ได้จากการย่อยตัวอย่างดินตะกอน (μg/L)

C = ความเข้มข้นของปรอทใน Blank (μg/L)

D = ปริมาตรสุดท้ายในการเตรียมตัวอย่าง (ml)

E = น้ำหนักตัวอย่างดินตะกอน (g)

3.4 Limit of detection

3.4.1 Limit of detection ของการวิเคราะห์สารปรอทในดินตะกอน ค่า Detection limit ของการวิเคราะห์สารปรอทในดินตะกอน คำนวณจาก 3 เท่าของค่าเบี่ยงเบนมาตรฐานของ Blank จำนวน 8 ซ้ำ โดยมีวิธีการเตรียมตัวอย่าง เช่นเดียวกับการเตรียมตัวอย่างเพื่อการวิเคราะห์สารปรอทในดินตะกอน ตามรายละเอียดในหัวข้อการวิเคราะห์สารปรอทในดินตะกอน และวิเคราะห์ความเข้มข้นของปรอทด้วยเครื่อง Cold Vapor Atomic Fluorescence Spectrometry (CVAFS)

$$\text{Mean of Blank} = 0.0079 \mu\text{g/g}$$

$$\text{SD of Blank} = 0.0021 \mu\text{g/g}$$

$$\text{Limit of Detection} = 3 \text{ SD of Blank}$$

$$= 3 \times 0.0021$$

$$= 0.0084 \mu\text{g/g}$$

3.4.2 Limit of Detection ของการวิเคราะห์สารปรอทในน้ำ ค่า Detection Limit ของการวิเคราะห์สารปรอทในน้ำตัวอย่าง คำนวณจาก 3 เท่าของค่าเบี่ยงเบนมาตรฐานของ Blank จำนวน 8 ซ้ำ โดยมีวิธีการเตรียมตัวอย่าง เช่นเดียวกับการเตรียมตัวอย่างเพื่อการวิเคราะห์สารปรอทในน้ำ ตามรายละเอียดในหัวข้อการวิเคราะห์สารปรอทในน้ำ และวิเคราะห์ความเข้มข้นของปรอทด้วยเครื่อง Cold Vapor Atomic Fluorescence Spectrometry (CVAFS)

$$\begin{aligned}
 \text{Mean of Blank} &= 0.0033 \mu\text{g/L} \\
 \text{SD of Blank} &= 0.0018 \mu\text{g/L} \\
 \text{Limit of Detection} &= 3 \text{ SD of Blank} \\
 &= 3 \times 0.0018 \mu\text{g/L} \\
 &= 0.005 \mu\text{g/L}
 \end{aligned}$$

การตรวจวัด % Recovery เพื่อตรวจสอบประสิทธิภาพของเครื่องมือ

1. ปริมาณสารปรอทในดินตะกอน การหา % Recovery เพื่อทดสอบประสิทธิภาพของเครื่องมือและกระบวนการวิเคราะห์ปริมาณสารปรอทรวมในดินตะกอน โดยใช้ตัวอย่างดินตะกอนมาตรฐาน (marine sediment reference material; MASS-2) ของ National Research Council Canada โดยมีค่าปริมาณปรอทรับรองเท่ากับ $0.092 \pm 0.002 \mu\text{g/g}$ น้ำหนักแห้ง

วิธีการวิเคราะห์ ทำการทดสอบเพื่อหาสภาวะที่เหมาะสมของเครื่อง Microwave Oven Milestone 1200 Mega ในการย่อยตัวอย่าง โดยทำการทดสอบสารมาตรฐานจำนวน 8 ตัวอย่าง (ซ้ำ) ตามวิธีการวิเคราะห์ปรอทในดินตะกอนในการวิเคราะห์ครั้งนี้ และนำค่าความเข้มข้นที่ได้มาทำการคำนวณ % recovery ดังนี้

$$\% \text{ Recovery} = \frac{\text{ความเข้มข้นของปรอทที่วัดได้} \times 100}{\text{ความเข้มข้นของปรอทในสารมาตรฐาน}}$$

ตารางที่ 8 แสดง % Recovery จากการวิเคราะห์ Reference Material MASS-2 (NRC-CNRC) ด้วยเทคนิค Acid Digestion และทำการตรวจวัดด้วยเครื่อง Cold Vapor Atomic Fluorescence Spectrometry (CVAFS) ค่าที่ได้อยู่ในเกณฑ์ที่ยอมรับได้

ตารางที่ 8 % Recovery ของปรอทใน Reference Material MESS-2 ที่วิเคราะห์ด้วยเทคนิค
Acid Digestion และทำการตรวจวัดด้วยเครื่อง Atomic Fluorescence Spectrometry
(CVAFS)

Heavy metal	No. of test	Mean	Std. Dev.	Certified Values	% Recovery
Hg	8	0.083	0.003	0.092	90.72

2. ปริมาณสารปรอทในน้ำ การตรวจวิเคราะห์ปริมาณสารปรอทในน้ำ มีการควบคุมคุณภาพตัวอย่าง ด้วยวิธีการ Spike Recovery Test โดยการเติมสารละลายมาตรฐานของปรอทลงในตัวอย่างน้ำทะเลกรอง 20 มิลลิลิตร ที่ 2 ระดับความเข้มข้น คือที่ 0.01 µg/L และ 0.1 µg/L โดยทำซ้ำความเข้มข้นละ 4 ซ้ำ พร้อมกันนี้ได้เตรียมตัวอย่างน้ำทะเลตัวอย่างเช่นเดียวกับชุดแรกอีกหนึ่งชุด แต่ไม่เติมสารมาตรฐานโลหะหนัก หลังจากนั้นนำไปตรวจวิเคราะห์ความเข้มข้นของสารปรอทด้วยเครื่อง Cold Vapor Atomic Fluorescence Spectrometry (CVAFS) และนำค่าที่ได้มาคำนวณหาเปอร์เซ็นต์ recovery โดยมีสูตรการคำนวณ ดังนี้

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

- เมื่อ
- A คือ ความเข้มข้นของสารปรอทในตัวอย่างน้ำทะเลปกติที่ไม่เติมสารละลายมาตรฐานปรอท
 - B คือ ความเข้มข้นของสารปรอทในตัวอย่างน้ำทะเลที่เติมสารละลายมาตรฐานปรอท ซึ่งรู้ความเข้มข้น
 - C คือ ความเข้มข้นของสารปรอทที่เติมลงไป

ตารางที่ 9 เปอร์เซ็นต์ recovery ของสารปรอทในน้ำ โดยวิธีการเดิมสารละลายปรอทมาตรฐาน ลงในตัวอย่างน้ำทะเล (n=4)

ปริมาณที่เติม	ความเข้มข้น (ไมโครกรัมต่อลิตร)		% recovery
	ค่าที่วัดได้ในน้ำทะเล ก่อนเติมสารปรอท	ค่าที่วัดได้ในน้ำทะเล หลังเติมสารปรอท	
0.01	0.0048	0.0140	92.34
0.1	0.0052	0.0140	98.84

การวิเคราะห์คุณสมบัติของดินตะกอน

ตารางที่10 วิธีการวิเคราะห์คุณสมบัติของดินตะกอน

คุณสมบัติ	วิธีการวิเคราะห์	เอกสารอ้างอิง
ค่าศักย์ไฟฟ้า	A platinum – Calomel Electrode System	AOAC, (1990)
ปริมาณสารอินทรีย์	Loss on Ignition	
เหล็กออกไซด์และ แมงกานีสออกไซด์	Dithionite – Citrate Method	http://sis.agr.gu.ca/consis/publication/m anauk/analytical_s4-010.pdf

การวิเคราะห์หาปริมาณสารอินทรีย์

1. เตา Crucible เป่าที่ 450 °C นาน 4 ชั่วโมง
2. ทิ้งให้เย็นใน Desicator แล้วชั่งน้ำหนัก Crucible
3. ชั่งตัวอย่างดินเปียก ประมาณ 0.25 กรัม ใส่ใน Crucible
4. นำไปอบที่ 110 °C นาน 24 ชั่วโมง ทิ้งให้เย็นใน Desicator แล้วชั่งน้ำหนัก Crucible

คำนวณหา %Water Content

5. นำไปเผาต่อที่ 450 °C นาน 4 ชั่วโมง ทิ้งให้เย็น ใน Desicator แล้วชั่งน้ำหนัก

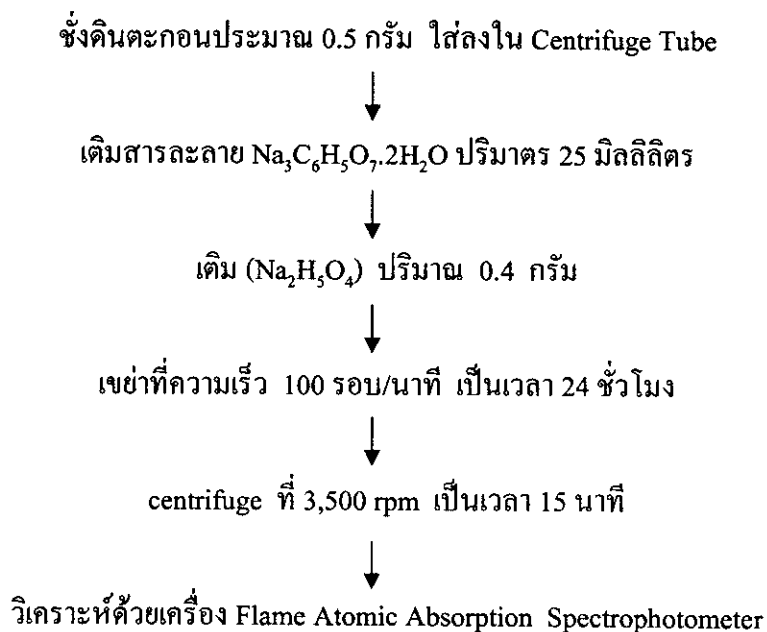
Crucible คำนวณหา % Ignition Loss

วิธีคำนวณ

$$\% \text{ Ignition Loss} = \frac{\text{น้ำหนักดินที่หายไป} \times 100}{\text{น้ำหนักดินก่อนเผาที่ } 450^{\circ}\text{C}}$$

การวิเคราะห์หาเหล็กออกไซด์และแมงกานีสออกไซด์ การวิเคราะห์หาเหล็กออกไซด์และแมงกานีสออกไซด์ มีขั้นตอนการวิเคราะห์แสดงดังภาพที่ 16 โดยมีรายละเอียด ดังนี้

1. ชั่งดินตะกอนประมาณ 0.5 กรัม ใส่ลงใน Centrifuge Tube
2. เติมสารละลายโซเดียมซิคเตรต ($\text{Na}_3\text{C}_6\text{H}_5\text{O}_7 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) ปริมาตร 25 มิลลิลิตร
3. เติมโซเดียมไดไฮโอไนท์ ($\text{Na}_2\text{H}_2\text{O}_4$) ปริมาณ 0.4 กรัม
4. นำเข้าเครื่องเขย่าที่ความเร็ว 100 รอบ/นาที เป็นเวลา 24 ชั่วโมง
5. นำเข้าเครื่อง Centrifuge ที่ 3,500 rpm เป็นเวลา 15 นาที เพื่อแยกส่วนที่เป็นดินตะกอนออกจากส่วนที่เป็นสารละลาย
6. นำส่วนที่เป็นสารละลาย มาวิเคราะห์ปริมาณความเข้มข้นของเหล็กออกไซด์และแมงกานีสออกไซด์ ด้วยเครื่อง Flame Atomic Absorption Spectrophotometer ของ VARIAN รุ่น SpectrAA 55B)



ภาพที่ 16 ขั้นตอนการวิเคราะห์เหล็กและแมงกานีสออกไซด์ในดินตะกอน

สูตรการคิดคำนวณ

$$A = \frac{((B-C) \times D \times E)/1000}{E}$$

A = ความเข้มข้นของเหล็กและแมงกานีสออกไซด์ในตัวอย่างดินตะกอน (mg/g)

B = ความเข้มข้นของเหล็กและแมงกานีสออกไซด์ในสารละลาย (mg/L)

C = ความเข้มข้นของเหล็กและแมงกานีสออกไซด์ใน Blank (mg/L)

D = ปริมาตรสุดท้ายในการเตรียมตัวอย่าง (ml)

E = Dilution

F = น้ำหนักตัวอย่างดินตะกอน (g)

การวิเคราะห์ข้อมูลทางสถิติ

การวิจัยครั้งนี้นำข้อมูลที่ได้ไปวิเคราะห์โดยอาศัยโปรแกรมสำเร็จรูป SPSS (statistical package for social science) for Windows

1. สถิติเชิงพรรณนา ใช้ค่าเฉลี่ย (mean) ค่าพิสัย (range) มาอธิบายปริมาณสารปรอทที่พบในดินตะกอนที่นำมาศึกษา

2. สถิติเชิงอนุมาน

2.1 การศึกษาการแพร่กระจายของปรอท

2.1.1 วิเคราะห์ความแปรปรวนจาก 2 ปัจจัย คือ สถานีและระยะห่างจากฝั่ง โดยใช้แบบหุ้न Two – way ANOVA ทดสอบความแตกต่างของแต่ละปัจจัย

2.1.2 ใช้สถิติ Duncan's New Multiple Range Test (DMRT) ในการเปรียบเทียบค่าเฉลี่ยระหว่างแต่ละสถานีและระยะห่างจากฝั่ง

2.2 การศึกษาการสะสมของปรอทตามระดับความลึก

2.2.1 วิเคราะห์ความแปรปรวนจาก 2 ปัจจัย คือ สถานีและความลึก โดยใช้แบบหุ้นของ ANOVA แบบ 2 Fixed - Factor ทดสอบความแตกต่างของแต่ละปัจจัย

2.2.2 ใช้สถิติ Duncan's New Multiple Range Test (DMRT) ในการเปรียบเทียบค่าเฉลี่ยระหว่างสถานีและระดับความลึก

2.3 วิเคราะห์การดูดซับและการปลดปล่อยโปรทของดินตะกอนที่ระดับความเค็มต่าง ๆ

2.3.1 การดูดซับที่ระดับความเค็มต่าง ๆ วิเคราะห์ความแปรปรวนจาก 3 ปัจจัย คือ ระยะห่างจากฝั่ง ความเค็ม และความเข้มข้นของโปรทที่ใช้ในการศึกษา โดยใช้แบบหุ่่นของ ANOVA (3 – fixed factor) ทดสอบความแตกต่างของแต่ละปัจจัย

2.3.2 การปลดปล่อยที่ระดับความเค็มต่าง ๆ วิเคราะห์ความแปรปรวนจาก 3 ปัจจัย คือ ระยะห่างจากฝั่ง ความเค็ม และความเข้มข้นของโปรทที่ใช้ในการศึกษา โดยใช้แบบหุ่่นของ ANOVA (3 – fixed factor) ทดสอบความแตกต่างของแต่ละปัจจัย

2.4 วิเคราะห์ความสัมพันธ์ของความเค็มที่มีผลต่อปริมาณโปรทที่ถูกดูดซับและปลดปล่อยโดยดินตะกอนโดยใช้ค่าสถิติ Pearson Correlation Coefficient

2.5 วิเคราะห์ความสัมพันธ์ระหว่างปริมาณสารโปรทกับคุณสมบัติของดินตะกอนโดยใช้ค่าสถิติ Pearson Correlation Coefficient