



## วัสดุอุปกรณ์ และการดำเนินการวิจัย

### วัสดุอุปกรณ์ สำหรับ การวิเคราะห์โลหะ

#### 1. อุปกรณ์การเก็บตัวอย่าง

- 1.1 ขวดโพลีเอทิลีนขนาดความจุ 1 ลิตร ที่ได้ทำความสะอาดแล้ว (acid-wash)
- 1.2 กรวยพลาสติก
- 1.3 ถังพลาสติกใส่น้ำ ขนาด 4 ลิตร ที่ได้ทำความสะอาดด้วยวิธี acid-wash
- 1.4 กุ้งพลาสติก ขนาด 18 x 28 ตารางเซนติเมตร สำหรับใส่ตัวอย่างตะกอน
- 1.5 Grab sampler และเชือก ขนาด 7 เมตร สำหรับตักตะกอน
- 1.6 กุ้งกระดาษขนาด 38 x 48 ตารางเซนติเมตร สำหรับใส่ผักตบชวา

แล้ว

#### 2. อุปกรณ์การเตรียมและวิเคราะห์ตัวอย่าง

- 2.1 Pressurized Filtration System ประกอบไปด้วย ขวดโพลีเอทิลีน ขนาด 250 มิลลิลิตร 4 ขวด ขนาด 2 ลิตร 4 ขวด ท่อนำก๊าซ และชุดกรอง
- 2.2 membrane filter pore size 0.45 ไมครอน 0.47 มิลลิเมตร
- 2.3 แก๊ซไนโตรเจน และที่กรองอนุภาคในแก๊ซ ขนาด pore size 0.1 ไมครอน
- 2.4 Autopipet ขนาด 50-250 ไมโครลิตร
- 2.5 ขวดโพลีเอทิลีนขนาด 250 มิลลิลิตร พร้อมฝาปิดสำหรับเก็บตัวอย่างน้ำ
- 2.6 ภาควอลูมิเนียมขนาด 13 x 13 ตารางเซนติเมตร สำหรับใส่ตัวอย่างผักตบชวาและตะกอน เพื่อไปทำให้แห้ง
- 2.7 แผ่นฟิล์มพลาสติก สำหรับรองภาควอลูมิเนียม
- 2.8 Lyophilizer
- 2.9 กุ้งพลาสติกขนาด 18 x 28 ตารางเซนติเมตร ใส่ตัวอย่างที่แห้งแล้ว
- 2.10 Nylon sieve pore size 70 ไมครอน สำหรับร่อนตัวอย่างตะกอนที่แห้ง

แล้ว

- 2.11 TEFLON บิดเกอร์ ขนาด 250 มิลลิลิตร
- 2.12 TEFLON VIAL ขนาด 50 มิลลิลิตร
- 2.13 HOT PLATE
- 2.15 บิดเกอร์ขนาด 50, 250, 500 มิลลิลิตร พร้อมด้วยกระจกนาฬิกา
- 2.16 Pipet ขนาด 1, 2, 5, และ 10 มิลลิลิตร
- 2.17 หลอดใส่ตัวอย่างทำจากโพลีเอทิลีน ขนาด 8 มิลลิลิตร
- 2.18 Centrifuge
- 2.19 เครื่องชั่ง
- 2.20 Atomic Absorption Spectrophotometer Pye Unicam

(SP 2900)

### 3. สารเคมี

- 3.1 น้ำกลั่นชนิด 2 ครั้ง จากเครื่องกลั่น Quartz
- 3.2 กรดไนตริกเข้มข้นที่กลั่นแล้วด้วยวิธี sub-boiling distillation
- 3.4 กรดเปอร์คลอริกเข้มข้น
- 3.5 กรดซัลฟูริกเข้มข้น
- 3.6 นำสารละลายมาตรฐานแมงกานีส 1 มิลลิกรัมต่อ มิลลิลิตร แมงกานีส (BDH Spectro Grade) บีเบต มา 1 มิลลิลิตร เจือจางด้วย 10% HNO<sub>3</sub> ให้ได้ 100 มิลลิลิตร
- 3.7 นำสารละลายมาตรฐานตะกั่ว 1 มิลลิกรัม ต่อ มิลลิลิตร ตะกั่ว (BDH Spectro Grade) มาเจือจางเหมือน 3.6
- 3.8 นำสารละลายมาตรฐานแคดเมียม 1 มิลลิกรัมต่อ มิลลิลิตร แคดเมียม (BDH Spectro Grade) มาเจือจางเหมือน 3.6
- 3.9 นำสารละลายมาตรฐานเหล็ก 1 มิลลิกรัม ต่อ มิลลิลิตร เหล็ก (BDH Spectro Grade) มาเจือจางเหมือน 3.6
- 3.10 นำสารละลายมาตรฐานอลูมิเนียม 1 มิลลิกรัม ต่อ มิลลิลิตร อลูมิเนียม (BDH Spectro Grade) มาเจือจางเหมือน 3.6

### วัสดุอุปกรณ์สำหรับการวัดพารามิเตอร์อื่น ๆ

- 1. เครื่องมือ



- 1.1 ขวด BOD ขนาด 300 มิลลิลิตร
- 1.2 Erlenmeyer flask ขนาด 150 มิลลิลิตร
- 1.3 ปิวาเรตขนาด 50 มิลลิลิตร
- 1.4 PH - Meter - Voltmeter (Model HA)
- 1.5 S-C-T Meter (YSI Model 33 & M)

## 2. สารเคมี

- 2.1 สารละลายแมงกานีสซัลเฟต  
ละลาย  $\text{MnSO}_4 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$  480 กรัมในน้ำกลั่น นำไปกรอง และเติมน้ำกลั่นจนได้ปริมาตร 1 ลิตร
- 2.2 Alkali - iodide azide reagent  
ละลาย NaOH 500 กรัม และ NaI 135 กรัม ในน้ำกลั่น เติมน้ำกลั่นจนได้ปริมาตร 1 ลิตร ละลาย  $\text{NaN}_3$  10 กรัม ในน้ำกลั่น 40 มิลลิลิตร แล้วเติมลงในสารละลายข้างต้น
- 2.3 กรดกำมะถันเข้มข้น (36 นอร์มัล)  
กรดกำมะถันเข้มข้น 1 มิลลิลิตร จะสมมูลกับ 3 มิลลิลิตร ของ alkali - iodide azide reagent
- 2.4 น้ำแป้ง  
โดยละลาย soluble starch 5 กรัม ในน้ำต้มประมาณ 800 มิลลิลิตร คนให้เข้ากัน เติมน้ำให้ได้ 1 ลิตร ต้มให้เดือดประมาณ 2-3 นาที ตั้งค้างคืนไว้ สารละลายใส นำมาเติม 1.25 กรัม salicylic acid ต่อน้ำแป้ง 1 ลิตร เพื่อป้องกันการเจริญเติบโตของแบคทีเรีย
- 2.5 สารละลายโซเดียมไฮโอซัลเฟต 0.10 นอร์มัล  
ละลาย 24.82 กรัม  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$  ในน้ำต้มที่ทำให้เย็นแล้ว เติมน้ำจนได้ปริมาตร 1 ลิตร และใส่คลอโรฟอร์ม 5 มิลลิลิตร ต่อบริมาตร 1 ลิตร ในการเก็บรักษา
- 2.6 สารละลายมาตรฐานโซเดียมไฮโอซัลเฟต 0.0250 นอร์มัล



เตรียมโดยใช้ 250 มิลลิลิตร ของสารละลายโซเดียมไฮโอซัลเฟต 0.10 นอร์มัล เติมน้ำกลั่นจนครบ 1 ลิตร และใส่คลอโรฟอร์ม 5 มิลลิลิตร ต่อสารละลาย 1 ลิตร ในการรักษาหาความเข้มข้นที่แน่นอนโดยไตเตรทกับสารละลายมาตรฐานโปตัสเซียมไดโครเมต

1. หาความเข้มข้นที่แน่นอนของสารละลาย  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$

โดยละลาย KI 2 กรัม ใน erlenmeyer flask ขนาด 500 ml ด้วยน้ำกลั่น 100 มิลลิลิตร เติม 10 มิลลิลิตร 10 x v/v  $\text{H}_2\text{SO}_4$  ตามด้วย 20 มิลลิลิตร ของสารละลายมาตรฐาน  $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$  ที่ใส่ไว้ในที่มืด 5 นาที เติมน้ำกลั่นจนได้ปริมาตร 400 มิลลิลิตร แล้วไตเตรทด้วย 0.0250 นอร์มัล  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$  เติมน้ำแบ่งเมื่อใกล้ถึง end point ที่ end point สีของสารละลายเป็นสีฟ้าขาว และจะใช้  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$  0.0250 นอร์มัลไป 20 มิลลิลิตรพอดี ถ้าไม่เป็นตามนี้จะปรับความเข้มข้นของ  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$  ให้เท่ากับ 0.0250 นอร์มัล

2. สารละลายมาตรฐานโปตัสเซียมไดโครเมต 0.250 นอร์มัล

อบ  $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$  ที่ 103 องศาเซลเซียส ประมาณ 2 ชั่วโมง สารละลายมาตรฐานที่มี  $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$  อยู่ 1.226 กรัม/ลิตร จะสมมูลกับโซเดียมไฮโอซัลเฟต 0.0250 นอร์มัล

3. สารละลายโปตัสเซียมฟลูออไรด์

ละลาย  $\text{KF} \cdot 2\text{H}_2\text{O}$  0.4 กรัม ในน้ำกลั่นทำให้เจือจางได้ปริมาตร 1 ลิตร

วิธีการทดลอง

1. การเตรียมตัวอย่างสำหรับการวิเคราะห์โลหะ

1.1 การเตรียมตัวอย่างสำหรับการวิเคราะห์โลหะในน้ำ

นำน้ำตัวอย่างมากรองด้วยกระดาษกรอง pore size 0.45 ไมโครเมตร เส้นผ่านศูนย์กลาง 47 มิลลิเมตร ด้วยระบบ pressurized filtration เพื่อแยกสารแขวนลอยออก แล้ว preserve น้ำด้วยกรดไนตริกเข้มข้นที่กลั่นแล้วให้มีพีเอชประมาณ 2 ตัวอย่างน้ำวิเคราะห์โดยตรงด้วยวิธีอะตอมมิกแบบชอบขึ้น

### 1.2 การเตรียมตัวอย่างสำหรับการวิเคราะห์โลหะในสารแขวนลอย

สารแขวนลอยบนกระดาษกรองที่ถูกแช่แข็งเป็นเวลา 24 ชั่วโมง มาทิ้งให้อุณหภูมิเท่ากับอุณหภูมิห้อง ซึ่งนำนักสารแขวนลอยและกระดาษกรอง นำไป leach ใน TEFLON VIAL ขนาด 50 มิลลิลิตร ด้วยกรดไนตริก 10% ที่อุณหภูมิ 110°C เป็นเวลา 15 นาที นำ TEFLON VIAL ไป Centrifuge ที่ความเร็ว 3000 รอบ/นาที เป็นเวลา 20 นาที นำสารละลายใส่ไปวิเคราะห์ด้วยวิธีอะตอมมิคแอปซอบชั่น (Chester & Voutsinou, 1989 ; Surat, 1982)

### 1.3 การเตรียมตัวอย่างสำหรับการวิเคราะห์โลหะในตะกอน

นำตะกอนเปียกใส่ภาตอลูมิเนียมที่มีแผ่นฟิล์มพลาสติกกรองไว้ ไป freeze dry ด้วยเครื่อง lyophilizer เป็นเวลา 18 ชั่วโมง แล้วนำตะกอนแห้งมาร้อนผ่านผ้ากรองไนลอนขนาดรู 70 ไมครอน ตัวอย่างตะกอนที่ร้อนแล้วปริมาณ 0.5 กรัม นำไป leach เหมือน 1.2

### 1.4 การเตรียมตัวอย่างสำหรับการวิเคราะห์โลหะในผักตบชวา

นำผักตบชวาล้างด้วยน้ำกลั่นแล้วบดด้วย homogenizer ใส่ภาตอลูมิเนียมที่มีแผ่นฟิล์มพลาสติกกรอง ซึ่งนำนักเปียก นำไป freeze dry ด้วยเครื่อง lyophilizer เป็นเวลา 18 ชั่วโมง ซึ่งนำนักแห้งก่อนนำไปใส่ถุงพลาสติกไปเก็บใน Desicator ซึ่งตัวอย่างแห้ง 1 กรัม ใน TEFLON บิดเกอร์ขนาด 250 มิลลิลิตร นำไปย่อยด้วย 2 มิลลิลิตร 60% HClO<sub>4</sub> และ 1 มิลลิลิตร H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> conc และ 15 มิลลิลิตร HNO<sub>3</sub> conc ที่กลั่นแล้วที่ 110°C จนวันสีน้ำตาลหมดไป มีควันสีขาวขึ้นมาแทนที่ เทใส่ TEFLON VIAL นำไป centrifuge ที่ความเร็ว 3000 รอบ/นาที เป็นเวลา 20 นาที นำสารละลายใส่ไปวิเคราะห์ด้วยวิธี อะตอมมิคแอปซอบชั่น (Allen, 1974)

### 1.5 การเตรียมสารละลายแปลงค์ (blank solution)

ตัวอย่างน้ำ ตะกอน สารแขวนลอย และผักตบชวา ต้องมีการทำสารละลายแปลงค์ไปด้วยเพื่อกำจัดความผิดพลาดอันเนื่องมาจากการทดลอง โดยตัวอย่างน้ำใช้ 10% HNO<sub>3</sub> เป็นสารละลายแปลงค์ ตัวอย่างตะกอนและผักตบชวาให้ทำเหมือนการเตรียมตัวอย่างโดยไม่ใส่ตัวอย่างลงไป ตัวอย่างสารแขวนลอยใช้กระดาษกรองที่ยังไม่ใช้ ทำการเตรียมเหมือนการเตรียมตัวอย่าง



## 2. การวิเคราะห์หาปริมาณโลหะ

วิเคราะห์ตัวอย่างเพื่อหาปริมาณด้วยเครื่อง Atomic Absorption Spectrophotometer ทำโดยการ Atomize สารตัวอย่างในรูปของสารละลาย ให้อยู่ในรูปอะตอม แล้วทำการ excite อะตอมของโลหะเหล่านั้นโดยส่ง resonance radiation จาก Hallow cathod lamp ของธาตุที่ต้องการวัด จากนั้นวัดพลังงานที่อะตอมดูดกลืนไปเพื่อใช้ในการ excitation พลังงานที่ถูกดูดกลืนไปจะมากหรือน้อยขึ้นกับความเข้มข้นของจำนวนของอะตอมของธาตุที่วิเคราะห์

เนื่องจากสารตัวอย่างที่วิเคราะห์ มีตัวกลางที่ลักษณะองค์ประกอบแปรปรวนซับซ้อน การวิเคราะห์ปริมาณโลหะในสารตัวอย่าง จึงไม่อาจเทียบได้กับ Calibration curve ที่เตรียมขึ้นโดยการใช้กรดเป็นตัวกลางอย่างเดียวนในการหาปริมาณ จึงใช้วิธี Standard Addition และหา Calibration curve จากการทำ Standard addition นำมาคำนวณหาปริมาณโลหะในตัวอย่าง เพื่อลดอิทธิพล matrix effect ที่มีต่อการวิเคราะห์นี้

### 2.1 วิธีเตรียม matrix

นำตัวอย่างที่เตรียมให้อยู่ในรูปสารละลายทั้งหมดของตัวอย่างชนิดเดียวกัน เช่น ตัวอย่างตะกอนที่ถูกทำให้อยู่ในรูปสารละลายแล้วทุกตัวอย่าง มาผสมกันในปริมาณที่ใกล้เคียงกันเพื่อนำมาใช้ในการทำ Standard addition

### 2.2 การทำ Standard addition

การทำ Standard addition คือการนำ Stock Solution ของโลหะแต่ละชนิดมาผสมกับ matrix เพื่อทำ calibration curve โดยค่าความเข้มข้นที่เตรียมขึ้นนี้จะต้องให้ผลการวัด absorbance อยู่ในช่วงเดียวกับค่า absorbance ของตัวอย่าง และ calibration curve ที่ได้เป็นเส้นตรง เช่น 0.5 ppm, 1.0 ppm, 2.0 ppm เป็นต้น

## 3. วิธีการตรวจวัดพารามิเตอร์อื่น

### 3.1 ความเป็นกรดเป็นด่าง (pH)

โดยใช้เครื่องมือ pH-Meter (HA Model) ด้วยวิธีโพเทนทิโอเมตริก

### 3.2 อุณหภูมิ (Temperature)

โดยใช้เครื่องมือ S-C-T Meter (YSI Model 33 )

### 3.3 ออกซิเจนละลาย (Dissolved oxygen)

การวัดปริมาณออกซิเจนละลายทำด้วยวิธี Azide modification method (APHA, AWWA and WPCF, 1972) โดยเก็บตัวอย่างน้ำใส่ขวด BOD ขนาด 300 มิลลิลิตร ให้เต็มทั้ง 2 ขวด เติม 2 มิลลิลิตร ของสารละลายแมงกานีสซัลเฟตและ 2 มิลลิลิตร ของสารละลาย alkali - iodide ลงไปในขวดน้ำปิดจุกกลับขวดไปมาประมาณ 15 ครั้ง ปล່อยให้ตะกอนนอนก้น เขย่าเหมือนเดิมและปล່อยให้ตะกอนนอนก้นอีกครั้ง เมื่อสังเกตน้ำใสข้างบนมีปริมาตรประมาณ 100 มิลลิลิตร ให้เติมกรดกำมะถันเข้มข้น 2 มิลลิลิตร โดยปล່อยให้กรดไหลลงช้า ๆ ตามคอขวดปิดจุก และเขย่าเหมือนเดิมจนตะกอนละลายหมด ตั้งทิ้งไว้เพื่อให้ไอโอดีนที่เกิดกระจายไปที่ขวด รินใส่ erlenmeyer flask ในปริมาตรที่แน่นอนแล้วไตเตรตด้วย 0.0250 นอร์มัล  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$  โดยใช้สีน้ำแป้งเป็นอินดิเคเตอร์ 1-2 หยด ที่ end point สีของสารละลายจะเปลี่ยนจากสีน้ำเงินเป็นไม่มีสี

#### ตารางที่ 2.1 Condition สำหรับการวิเคราะห์ของเครื่อง Atomic Absorption

Spectrophotometer Pye Unicam (sp 2900) ของธาตุชนิดต่าง ๆ

Condition	Fe	Mn	Pb	Cd	Al
Fuel (L/min)	1.2	1.2	1.1	1.0	3.0
Air (L/min)	5.0	5.0	5.0	5.0	4.0
Energy (mA)	10.25	7	3.5	2.9	5.0
Band pass (mm)	0.4	0.4	0.4	0.4	0.4
Wavelength (nm)	248.33	279.48	279.00	288.80	309.2