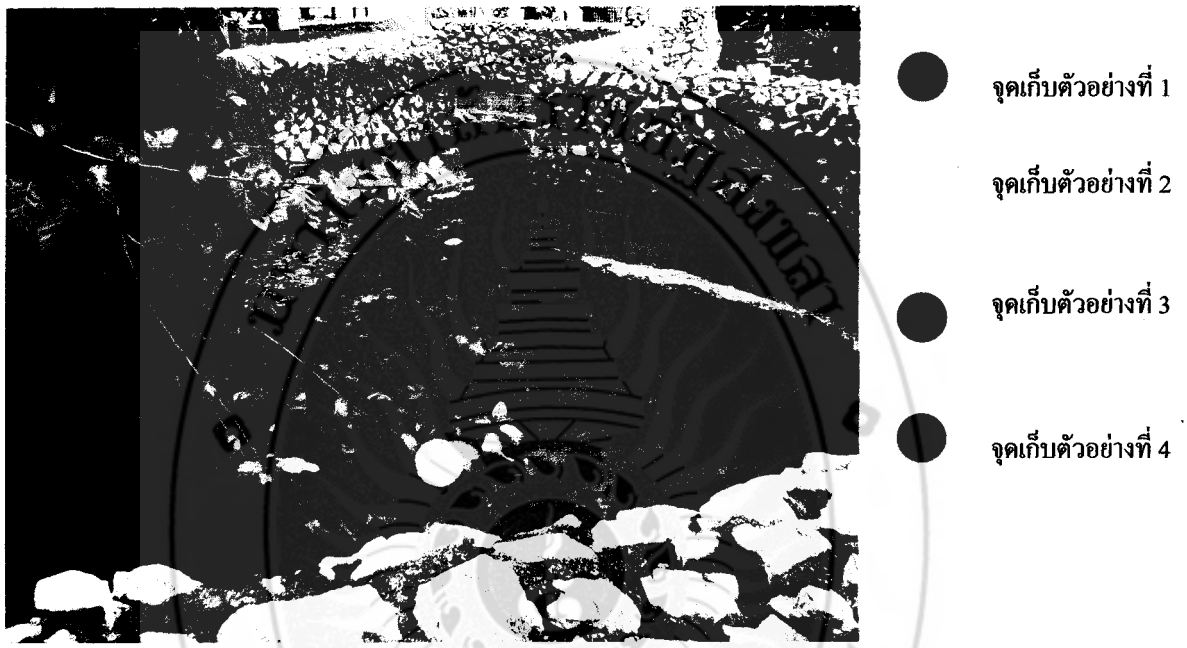
บทที่ 3
วิธีดำเนินการวิจัย

3.1 การกำหนดสถานีเก็บตัวอย่าง พารามิเตอร์ที่ศึกษา การเก็บตัวอย่าง และการวิเคราะห์

1. กำหนดสถานีในการเก็บตัวอย่างซึ่งใช้น้ำตัวอย่างจากบ่อน้ำร้อนเขาชัยสน อำเภอเขาชัยสน จังหวัดพัทลุง 4 จุด (ดังภาพที่ 3.1)



ภาพที่ 3.1 แสดงจุดเก็บตัวอย่างน้ำ

2. กำหนดพารามิเตอร์ที่ศึกษาคือ ปริมาณโลหะหนัก 3 ชนิด ได้แก่ สารหนู (Arsenic) ตะกั่ว (Lead) แคดเมียม (Cadmium) และลักษณะทางกายภาพบางประการ ได้แก่ ความเป็นกรดด่าง (pH) อุณหภูมิ (Temperature) สภาพนำไฟฟ้า (Conductivity) ปริมาณของแข็งแขวนลอยทั้งหมด (Total Suspended Solids) และความขุ่น (Turbidity)

3. เก็บตัวอย่างน้ำแบบสุ่ม (Grap Sampling) โดยใช้อุปกรณ์เก็บตัวอย่างน้ำ (Water Sapler) จำนวน 3 ครั้ง ในวันที่ 7, 20 มีนาคม 2548 และ 3 เมษายน 2548 เก็บครั้งละ 4 จุด (ดังภาพที่ 3.1)

4. นำตัวอย่างน้ำมาวิเคราะห์โดยเครื่องอะตอมมิกแอบซอร์พชันสเปกโทรโฟโตมิเตอร์(AAS) สำหรับวิเคราะห์หาปริมาณ ตะกั่ว (Pb) และเครื่อง Inductively Coupled Plasma Spectrophotometer (ICP) สำหรับวิเคราะห์หาปริมาณ สารหนู (As) และ แคดเมียม (Cd) แล้วทำการวิเคราะห์ลักษณะทางกายภาพของแต่ละพารามิเตอร์ ดังตารางที่ 3.1

ตาราง 3.1 แสดงพารามิเตอร์ลักษณะทางกายภาพและวิธีการวิเคราะห์

พารามิเตอร์	**วิธีการวิเคราะห์**
ความเป็นกรดด่าง (pH)	เครื่อง pH meter แบบ Electrometric
อุณหภูมิ (Temperature)	เทอร์โมมิเตอร์
สภาพนำไฟฟ้า (Conductivity)	เครื่อง Conductivity meter
ปริมาณของแข็งแขวนลอยทั้งหมด (Total Suspended Solids)	โดยกรองด้วยกระดาษกรองใยแก้ว แล้วทำให้แห้งที่อุณหภูมิ 103-105 องศาเซลเซียส
ความขุ่น (Turbidity)	เครื่อง Turbidity meter รุ่น 2100 N

5. นำค่าปริมาณโลหะหนักที่วิเคราะห์ได้มาเปรียบเทียบกับค่ามาตรฐานคุณภาพน้ำใต้ดิน ของกรมควบคุมมลพิษ กระทรวงทรัพยากรธรรมชาติและสิ่งแวดล้อม

3.2 เครื่องมือวัสดุและอุปกรณ์

1. เครื่องอะตอมมิกแอบซอร์พชันสเปกโทรโฟโตมิเตอร์ (Atomic Absorption Spectrophotometer: AAS) รุ่น AA-6200 ยี่ห้อ SHIMADZU สำหรับวิเคราะห์หาปริมาณ สารตะกั่ว (Pb)

2. เครื่อง Inductively Coupled Plasma Emission Spectrophotometer (ICP) สำหรับวิเคราะห์หาปริมาณ สารหนู (As) และ แคดเมียม (Cd)

3. เครื่อง pH meter แบบ Electrometric

4. เทอร์โมมิเตอร์ ที่อ่านค่าอุณหภูมิ 0-100 องศาเซลเซียส

5. เครื่อง Conductivity meter

6. เครื่อง Turbidity meter รุ่น 2100 N เพื่อหาความขุ่น (Turbidity)

7. กระดาษกรองใยแก้วใช้สำหรับกรองของแข็งแขวนลอย (Suspended Solids)

8. เครื่อง Hot Air Oven สำหรับใช้อบกระดาษกรองใยแก้วให้แห้งที่อุณหภูมิ 103-105 °C

9. ขวดเก็บตัวอย่างน้ำที่ทำด้วยพลาสติก

10. เครื่องแก้วชนิดต่างๆ

11. กล่องโฟมสำหรับใส่น้ำแข็งเพื่อเก็บรักษาตัวอย่างน้ำระหว่างการเดินทาง

12. น้ำแข็งใช้เพื่อรักษาอุณหภูมิที่ 4 องศาเซลเซียส

13. อุปกรณ์เก็บตัวอย่างน้ำ (Water Sampler)

3.3 การเก็บรักษาตัวอย่างน้ำ

การรักษาคุณภาพน้ำตัวอย่าง และการเตรียมตัวอย่างในการวิเคราะห์โลหะหนัก

1. ขวดเก็บตัวอย่างน้ำใช้ขวดพลาสติกชนิด Linear Polyethylene (Linear PE)

2. การล้างขวดตัวอย่าง

- ครั้งที่ 1 ล้างด้วย Detergent และล้างออกด้วยน้ำประปา

- ครั้งที่ 2 แทกรด HNO_3 1:1 (โดยใช้กรด HNO_3 conc. 1 ลิตร+น้ำกลั่นปราศจากไอออน 1 ลิตร) ลงในขวดเก็บตัวอย่างน้ำจนเต็มขวด เขย่าให้ผสมทั่วทั้งขวดและตั้งทิ้งไว้ 24 ชั่งโมง เพื่อกำจัดโลหะหนักที่อาจติดข้างขวด

- ครั้งที่ 3 ล้างด้วยน้ำกลั่นปราศจากไอออนอย่างน้อย 2 ครั้ง และทิ้งไว้ให้แห้ง

3. วิธีการเก็บรักษาคุณภาพน้ำตัวอย่าง (Sample Preservation)

- เติมกรด HNO_3 conc. ร้อยละ 65 ชนิด AR Grade 5 mL ต่อน้ำตัวอย่าง 1 ลิตร เพื่อปรับ pH ของน้ำตัวอย่างให้มีค่า pH < 2

- นำขวดน้ำที่เติมกรด HNO_3 conc. แล้วแช่เย็นที่อุณหภูมิประมาณ 4 องศาเซลเซียส เพื่อรักษาคุณภาพน้ำตัวอย่างและสามารถเก็บไว้ได้นาน 6 เดือน (ในกรณีวิเคราะห์ตะกั่ว (Pb) หรือ โลหะหนักชนิดอื่นที่มีปริมาณต่ำๆระดับ ppb ควรวิเคราะห์ทันทีหลังการเก็บตัวอย่าง)

- การเก็บตัวอย่างน้ำ Field Blank โดยใช้น้ำกลั่นปราศจากไอออน เพื่อใช้เป็นตัวอย่าง ควบคุมการปนเปื้อนระหว่างการเก็บตัวอย่างและการขนส่งมาวิเคราะห์ยังห้องปฏิบัติการ ปริมาณของโลหะหนักที่ตรวจพบในตัวอย่างน้ำ Field Blank ต้องมีค่าต่ำมากๆ

3.4 การเตรียมสารละลายมาตรฐาน

การเตรียมสารละลายมาตรฐานโลหะหนัก เตรียมได้โดย

1. Stock Solution 1000 มิลลิลิตร

2. Intermediate Solution 5 มิลลิกรัมต่อลิตร เตรียมโดย เจือจาง Stock Solution 0.5 มิลลิลิตร เป็น 100 มิลลิลิตร

3. Working Solution ในการทำกราฟของสารละลายมาตรฐาน (Calibration Curve) เตรียมโดย เจือจาง Intermediate Solution 0 มิลลิลิตร 3 มิลลิลิตร 6 มิลลิลิตร 9 มิลลิลิตร และ 12 มิลลิลิตร เป็น 50 มิลลิลิตร จะได้สารละลายมาตรฐานความเข้มข้น 0 มิลลิกรัมต่อลิตร 0.3 มิลลิกรัมต่อลิตร 0.6 มิลลิกรัมต่อลิตร 0.9 มิลลิกรัมต่อลิตร และ 1.2 มิลลิกรัมต่อลิตร

3.5 การวิเคราะห์แคดเมียม และสารหนู

การวิเคราะห์หาแคดเมียมและสารหนูโดยใช้ ICP Spectrophotometer มีวิธีการวิเคราะห์ดังนี้

1. เขย่าตัวอย่างน้ำ ปิเปตมา 200 มิลลิลิตร ใส่ในบีกเกอร์ 250 มิลลิลิตร เติมกรดไนตริก (1:1) 3 มิลลิลิตร ปิดด้วยกระจกนาฬิกาเพื่อกันการกระเด็น

2. นำไปย่อยโดยให้ความร้อนและระเหยจนเหลือปริมาตรประมาณ 100 มิลลิลิตร ทิ้งให้เย็น และเติมกรดไนตริก (1:1) 3 มิลลิลิตร และให้ความร้อนต่อจนการย่อยสมบูรณ์(ตัวอย่างน้ำจะใส)

3. เติมกรดไฮโดรคลอริก (1:1) 2 มิลลิลิตร และให้ความร้อนต่อจนเกือบแห้งเพื่อละลายสิ่งตกค้าง

4. ล้างบีกเกอร์และกระจกนาฬิกาด้วยน้ำกลั่น กรองแล้วปรับปริมาตรเป็น 25 มิลลิลิตร

5. ฉีดสารละลายที่ได้จากการเตรียมเข้าเครื่อง ICP Spectrophotometer คำนวณหาค่าความเข้มข้นของ Cd และ As ในตัวอย่างจากกราฟของสารละลายมาตรฐาน (Calibration Curve)

3.6 การวิเคราะห์ตะกั่ว

การวิเคราะห์หาตะกั่วโดยวิธีการ Flame Atomic Absorption มีวิธีการวิเคราะห์ดังนี้

1. เขย่าตัวอย่างน้ำ ปิเปตมา 200 มิลลิลิตร ใส่ในบีกเกอร์ 250 มิลลิลิตร เติมกรดไนตริก (1:1) 3 มิลลิลิตร ปิดด้วยกระจกนาฬิกาเพื่อกันการกระเด็น

2. นำไปย่อยโดยให้ความร้อนและระเหยจนเหลือปริมาตรประมาณ 100 มิลลิลิตร ทิ้งให้เย็น และเติมกรดไนตริก (1:1) 3 มิลลิลิตร และให้ความร้อนต่อจนการย่อยสมบูรณ์ (ตัวอย่างน้ำจะใส)

3. เติมกรดไฮโดรคลอริก (1:1) 2 มิลลิลิตร และให้ความร้อนต่อจนเกือบแห้งเพื่อละลายสิ่งตกค้าง

4. ล้างบีกเกอร์และกระจกนาฬิกาด้วยน้ำกลั่น กรองแล้วปรับปริมาตรเป็น 25 มิลลิลิตร

5. ฉีดสารละลายที่ได้จากการเตรียมเข้าเครื่อง Flame Atomic Absorption คำนวณหาค่าความเข้มข้นของ Pb ในตัวอย่างจากกราฟของสารละลายมาตรฐาน (Calibration Curve)