



บริ เวณที่เก็บตัวอย่าง

บริ เวณที่เก็บตัวอย่างเพื่อนำมาวิเคราะห์นั้น คือ แหล่งน้ำที่อยู่ใกล้เคียงโรงงานผลิตโซดาไฟในเขตอุตสาหกรรมพระประแดง

การ เก็บตัวอย่าง

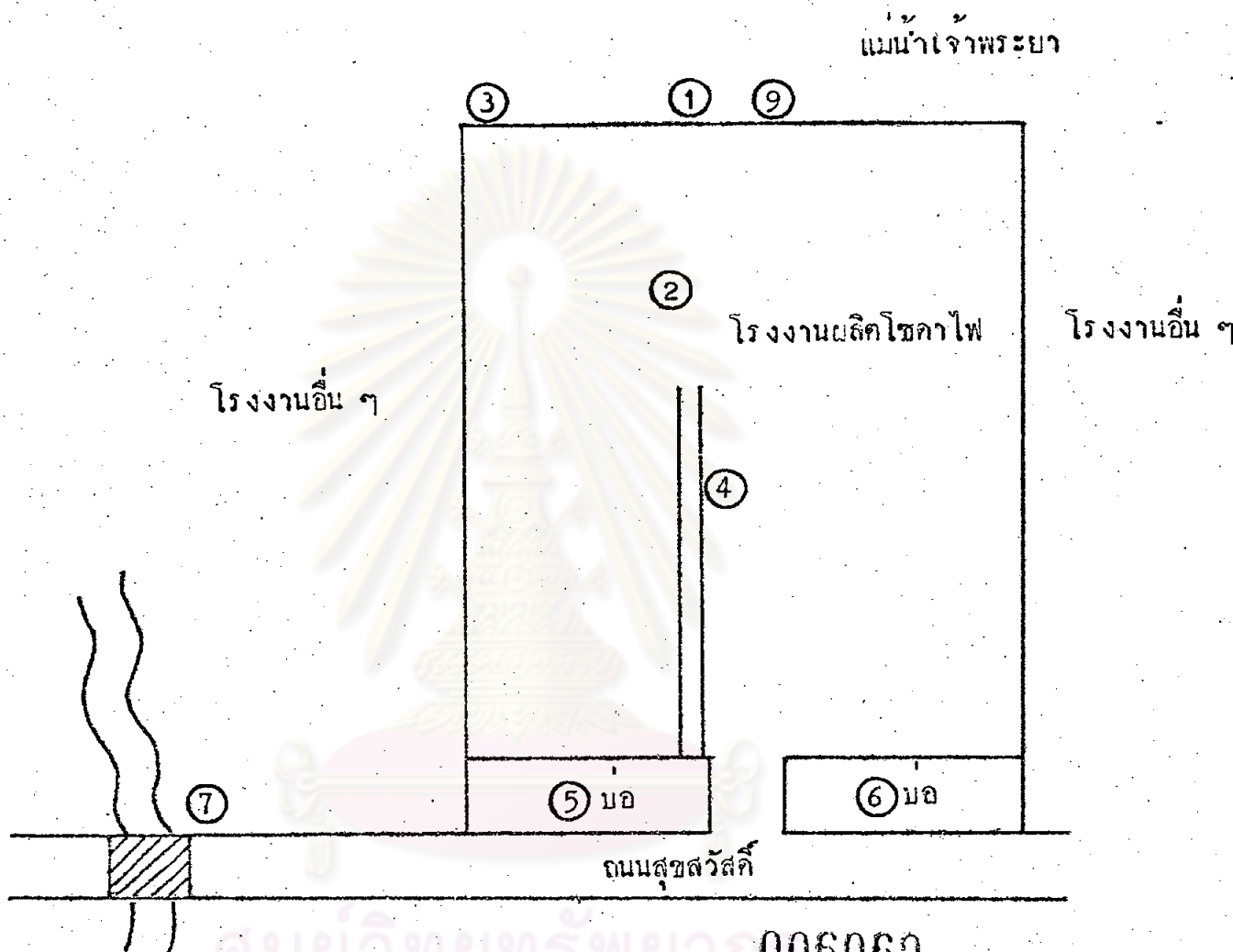
ตัวอย่างที่จะ เก็บมาวิเคราะห์นั้นมี 3 ชนิด

1. น้ำบริ เวณรอบ ๆ และภายในโรงงานผลิตโซดาไฟ
2. ปลาบริ เวณรอบ โรงงานผลิตโซดาไฟ
3. กินตะกอนบริ เวณรอบ โรงงานผลิตโซดาไฟ

ขั้นตอนในการ เก็บตัวอย่าง

เนื่องจากโรงงานผลิตโซดาไฟแห่งนี้ คั่นข้าง 2 คั่นติดกับโรงงานอื่น ๆ คั่นหน้าโรงงานติดกับบ่อน้ำ 2 บ่อ คั่นหลังโรงงานติดกับแม่น้ำเจ้าพระยา ดังนั้นจึงมีขั้นตอนในการ เก็บตัวอย่างดังนี้

1. เก็บตัวอย่างน้ำ 9 จุด ประกอบด้วยบริ เวณรอบ โรงงาน 6 จุด, ภายใน โรงงาน 2 จุด . บริ เวณเหนือจากโรงงานประมาณ 10 กิโลเมตรอีก 1 จุด
2. เก็บตัวอย่างปลา 3 จุด . ประกอบด้วยบริ เวณรอบหน้า โรงงาน 2 จุด บริ เวณเหนือจาก โรงงานประมาณ 10 กิโลเมตรอีก 1 จุด
3. เก็บตัวอย่างกินตะกอน 4 จุด . ประกอบด้วยบริ เวณรอบหน้า โรงงาน 2 จุด, หลัง โรงงาน 1 จุด, บริ เวณเหนือจาก โรงงานประมาณ 10 กิโลเมตรอีก 1 จุด



006060

รูปที่ 4 แสดงแผนภูมิในการเก็บตัวอย่าง น้ำ, ปลา และกินตะกอน

- จุดที่ 1 บริเวณที่ปล่อยน้ำที่กำจัดปรอทแล้วลงโรงงานผลิตโซดาไฟ
- จุดที่ 2 บริเวณอพักน้ำที่กำจัดปรอทแล้วลงโรงงานผลิตโซดาไฟ
- จุดที่ 3 บริเวณที่อยู่ห่างจากจุดที่ 1 ประมาณ 40 เมตร
- จุดที่ 4 บริเวณท่อนำน้ำภายในโรงงานผลิตโซดาไฟ
- จุดที่ 5-6 บริเวณบ่อน้ำโรงงานผลิตโซดาไฟ
- จุดที่ 7 บริเวณสะพานห่างจากโรงงานผลิตโซดาไฟ 200 เมตร
- จุดที่ 8 บริเวณท่าเรือคลองเตย
- จุดที่ 9 บริเวณที่อยู่ห่างจากจุดที่ 1 ประมาณ 5 เมตร

ตัวอย่างน้ำ, ปลา และกินตะกอนที่มีบริเวณเหนือโรงงานประมาณ 10 กิโลเมตร
นั้น ใช้บริเวณท่าเรือคลองเตยเป็นจุดที่เก็บตัวอย่างซึ่งเป็นบริเวณที่ไม่มีการแพร่กระจายของปรอท

ตัวอย่างน้ำใช้เวลาในการเก็บ 6 เดือน ๆ ละ 2 ครั้ง

ตัวอย่างปลาและกินตะกอนใช้เวลาในการเก็บ 6 เดือน, 2 เดือน ต่อ 1 ครั้ง

อุปกรณ์ที่ใช้ในการวิเคราะห์

1. เครื่องมือวัดปริมาณของปรอทชนิดเฟลมเลสอะตอมมิคแอบซอร์ปชัน สเปกโตรโฟโตมิเตอร์ (Flameless Atomic Absorption Spectrophotometer)

วิธีอะตอมมิคแอบซอร์ปชันนี้ วอลซ์ (Walsh) ชาวออสเตรเลียได้นำมาใช้
วิเคราะห์ธาตุตั้งแต่ปี ค.ศ. 1955 เพราะเป็นวิธีวิเคราะห์ที่ทำได้ง่ายและไม่เสียเวลา
มาก มีการแทรกสอด (Interference) น้อยกว่าวิธีอื่น สามารถหาปริมาณของธาตุ
ที่มีปริมาณน้อย ปัจจุบันมีนิยมใช้กันมาก

การอธิบายเกี่ยวกับอะตอมมิคแอบซอร์ปชันสเปกโตรสโคปี

เทคนิคของอะตอมมิคแอบซอร์ปชัน อาศัยการวัดจากการดูดกลืนแสงโดยอะตอม
ที่เป็นไอ ทุก ๆ อะตอมจะดูดกลืนแสงที่มีความยาวคลื่นแสงที่มีค่าเฉพาะค่าหนึ่งเท่านั้น สำหรับ
ธาตุหนึ่ง ๆ ความยาวคลื่นของแสงนี้จะพอสอดกับพลังงานที่จะทำให้ธาตุนั้นเปลี่ยน อิเล็กทรอนิกส์
สเทต (Electronic state) ที่สูงกว่า เอกไซค์ (Excited) ซึ่งมีโคหหลายสเทต
แล้วแต่พลังงานของแสง พลังงานที่ใช้ในการทำให้ธาตุเปลี่ยนจากกราวด์สเทต (Ground
state) ไปยังสเทตที่สูงกว่าและมีพลังงานน้อยที่สุด เรียกพลังงานรีโซแนนซ์ (Reso-
nance energy) ดังนั้นอะตอมของธาตุจึงดูดกลืนแสงที่มีพลังงานนี้มากที่สุด ความ
เข้มข้นของแสงที่ถูกดูดกลืนจะเป็นปฏิภาคโดยตรงกับความเข้มข้นของธาตุในสารตัวอย่างเป็นไป
ตามหลักของ Beer Lambert Law

ส่วนประกอบของเครื่องมือเฟลมเลสอะตอมมิคแอบซอร์ปชัน สเปกโตรโฟโตมิเตอร์ (แบบ MAS-50 Perkin Elmer) มีดังนี้

1. หลอดเมอคิวรี (Mercury lamp) หรือ Light source
2. อะตอมไมซ์เซอร์ (Atomizer) หรือ เซลล์แอมซอพชั่น

(Absorption cell)

3. เครื่องแยกแสง (Filter)
4. โฟโตดีเทคเตอร์ (Photo detector)
5. เครื่องอ่านค่า (Read out)

หลอดเมอคิวรี (Mercury lamp) หรือ Light source

หลอดเมอคิวรีจะให้แสงขนาด 253.7 nm เข้าสู่อะตอมไมซ์เซอร์หรือเซลล์

แอมซอพชั่น

อะตอมไมซ์เซอร์ (Atomizer) หรือเซลล์แอมซอพชั่น (Absorption cell)

อะตอมไมซ์เซอร์ เป็นส่วนที่ทำให้ธาตุในสารประกอบตัวอย่างกลายเป็นไอหรือ

อะตอมอิสระ

การเกิดอะตอมโดยไม่ใช่ความร้อนจากเปลวไฟ เรียกว่าเปลวเลสอะตอมไมเซชัน (Flameless atomization) เทคนิคนี้เรียก Vapour generation techniques ใช้กับธาตุที่สามารถระเหยได้ซึ่งแยกสลายที่อุณหภูมิค่าไปเป็นอะตอมอิสระ ถูกใส่เข้าไปในเซลล์แอมซอพชั่น ซึ่งเป็นทางที่แสงผ่านวัดการดูดกลืนแสง วิธีนี้นิยมใช้วิเคราะห์หาปริมาณของปรอท, ซีลีเนียม (Selenium) ฯลฯ

สำหรับปรอท ปรอทจะถูกรีดิวซ์ (Reduce) ให้เป็นอะตอมอิสระด้วยสารละลายสแตนนัสคลอไรด์ (Stannous chloride) โดยอากาศไดไฮโดรเจนเข้าสู่เซลล์แอมซอพชั่นซึ่งเป็นทางที่แสงผ่าน วัดการดูดกลืนของแสง

เครื่องแยกแสง (Filter)

ทำหน้าที่แยกแสงของสเปกตรัม (Spectrum) ให้เป็นอะตอมมิกรีโซแนนซ์ไลน์ (Atomic resonance lines)

โฟโตคัลเทคเตอร์ (Photo detector)

วัดความเข้มของแสงที่เหลือจากการถูกกลืนแสงและส่งต่อไปยัง โฟโตแอมพลิไฟเออร์ (Photo amplifier) เพื่อขยายสัญญาณที่ได้รับ

เครื่องอ่านค่า (Read out)

เป็นเครื่องวัดกระแสไฟฟ้าที่ได้จากโฟโตแอมพลิไฟเออร์ ซึ่งเป็นปฏิกิริยาโดยตรงกับความเข้มของแสง อ่านค่าด้วยเข็ม scale

หลักการทํางานของเครื่องวัดปริมาณของปรอทชนิดเฟลมเลสอะตอมมิคแอบซอร์ปชัน

แบบ MAS-50 Perkin Elmer มี 3 ชั้นคอน

1. ไซท์หลักทางวิชาเคมี (Chemistry)
2. ไซท์หลักของเครื่องเป่าอากาศ (Aerator)
3. ไซท์หลักของเฟลมเลส อะตอมมิคแอบซอร์ปชัน (Flameless Atomic Absorption)

หลักทางวิชาเคมี เป็นพื้นฐานของวิธีนี้ซึ่งปรับปรุงโดย Hatch และ Ott (Anal. Chem, 40, 2085, December 1968) ปรอทในตัวอย่างจะถูกออกซิไดซ์เป็น Hg^{+2} ด้วยสารละลาย โพแทสเซียม เปอร์แมงกาเนต (Potassium permanganate solution) ในสารละลายกรดไนตริก-ซัลฟูริก (Nitric-sulfuric solution) เติมสารละลายไฮดรอกซีลามีน ไฮโดรคลอไรด์ (Hydroxylamine hydrochloride) ลงไปเพื่อขจัดโพแทสเซียมเปอร์แมงกาเนต ส่วนที่เกินออก สารละลายสแตนนัสคลอไรด์ (Stannous chloride) จะเติมลงไปเพื่อรีดิวซ์ปรอทเป็นโลหะปรอท แล้วโลหะปรอทจะกลายเป็นไอและหมุนเวียนด้วยเครื่องเป่าอากาศ ค่อยจากนั้นลำแสง 253.7 nm ที่ออกมาจากหลอดปรอทควี (Mercury lamp) จะถูกดูดกลืนโดยไอปรอทภายในเซลล์ แอบซอร์ปชัน (Absorption cell) สัญญาณต่างๆ จะถูกวัดโดยโฟโตทิวบ์ (Photo tube)

2. ขวด BOD (Biological Oxygen Demand Bottle)
มีปริมาตร 300 ml. ใช้ใส่ตัวอย่างที่เป็นสารละลาย

3. เครื่องมือวัดปริมาณของปรอทโดย Colorimetric Dithizone Method (Spectrophotometer แบบ Unicam SP. 600 Series 2)

ใช้วัดหาปริมาณปรอทจากตัวอย่างเพื่อเปรียบเทียบกับวิธี Flameless Atomic Absorption Spectrophotometer วิธีวิเคราะห์อธิบายในภาคผนวก ข.

วิธีเตรียมตัวอย่างและการดำเนินการวิเคราะห์

1. วิธีเตรียมตัวอย่างน้ำเพื่อวิเคราะห์หาปริมาณของปรอท

สารเคมีที่ใช้

1. 5% Potassium permanganate solution
2. 5.6N Nitric acid
3. 18N Sulfuric acid
4. 1.5% Hydroxylamine hydrochloride solution
5. 10% Stannous chloride solution
6. Double distilled water
7. Mercury standard solution (1000 mg Hg/l)

สารละลายมาตรฐาน (Standard solution)

ใช้สารละลายปรอทมาตรฐาน (Mercury standard solution) 10 ml. ทำเป็น 1 l ใน Volumetric flask ด้วย 1N Nitric acid จะได้สารละลายที่มีความเข้มข้นของปรอท 10 mg/l แล้วใช้สารละลายนี้ 10 ml. ทำเป็น 1 l ใน Volumetric flask ด้วย 1N Nitric acid ดังนั้น Mercury standard solution ที่ใช้งานนี้ 1 ml. \equiv 0.1 μ g Hg

วิธีวิเคราะห์ (Procedurce)

นำตัวอย่างน้ำที่เก็บได้ 100 ml. ใส่ในขวด BOD แล้ว

1. เติม 5.6N Nitric acid 5 ml. ลงไปแล้วเขย่า ตั้งทิ้งไว้
15 นาที

2. เติม 18N Sulfuric acid 5 ml. เขย่าตั้งทิ้งไว้ 45 วินาที
เติม 5% Potassium permanganate solution 2-3 หยด จะได้สีชมพูอ่อน

3. เติม 1.5% Hydroxylamine hydrochloride solution
5 ml. สารละลายตัวอย่างจะใส

4. เติม Stannous chloride solution 5 ml. แล้วเป่าอากาศ
ด้วย aerator ทันที

5. วัดค่าออกมาด้วยเข็ม scale

2. วิธีเตรียมตัวอย่างดินตะกอนเพื่อวิเคราะห์หาปริมาณของปรอท

สารเคมีที่ใช้ (Reagents)

1. 50% Hydrogen peroxide
2. 5% Potassium permanganate solution
3. Sulfuric acid (concentrated)
4. Sodium chloride-hydroxylamine sulfate solution

โดยละลาย Sodium chloride 3 g. กับ Hydroxylamine sulfate

$(\text{NH}_2\text{OH})_2 \text{H}_2\text{SO}_4$ 5 g. ในน้ำกลั่น 500 ml.

5. 10% Stannous sulfate solution
6. Mercury standard solution (1000 mg Hg/l)

สารละลายมาตรฐาน (Standard solution)

ใช้สารละลายปรอทมาตรฐาน (Mercury standard solution)

10 ml. ทำเป็น 1 l ใน Volumetric flask ด้วย 1 N Nitric acid จะได้
สารละลายที่มีความเข้มข้นของปรอท 10 mg/l แล้วใช้สารละลายนี้ 10 ml. ทำเป็น

1 l ใน Volumetric flask ด้วย 1 N Nitric acid ดังนั้น Mercury
standard solution ที่ใช้งาน 10 ml. จะมีปรอท $1 \mu\text{g}$ ($1 \text{ ml.} \equiv 0.1 \mu\text{g Hg}$)

วิธีวิเคราะห์ (Procedure)

1. ชั่งดินตะกอน 1 - 4 g ละลายด้วย H_2SO_4 (conc) 25 ml. ในขวดกลม (Round bottle flask) ขนาด 250 ml. คอย ๆ เติม 50% Hydrogen peroxide 3 ครั้ง ๆ ละ 1 ml. ตั้งทิ้งไว้เพื่อให้เกิดการย่อยสลาย อนุไล Hydrogen peroxide ที่เหลือ ทำให้อยู่ที่ 20°ซ. แล้วทำปริมาตรเป็น 100 ml. ด้วยน้ำกลั่น ถ่ายใส่ขวด BOD (ขนาด 300 ml.) เติม 5% Potassium permanganate solution จนเป็นสีชมพูอม
2. เติม Sodium chloride-hydroxylamine sulfate solution 20 ml. จนสารละลายใส
3. เติม Stannous sulfate solution 10ml แล้วเป่าอากาศโดย aerator ทันที
4. วัดค่าออกมาด้วยเข็ม scale

3. วิธีเตรียมตัวอย่างปลา เพื่อวิเคราะห์หาปริมาณของปรอท

สารเคมีที่ใช้ (Reagents)

1. 6% Potassium permanganate solution
2. Sulfuric acid (concentrated)
3. Reducing solution ใช้ส่วนผสมดังนี้
 - 3.1 Double distilled water 600 ml.
 - 3.2 H_2SO_4 (conc) 100 ml.
 - 3.3 Sodium chloride 5 g.
 - 3.4 Hydroxy lamine sulfate 10 g.
 - 3.5 Stannous sulfate 20 g.
 ทำให้อยู่แล้วเติมน้ำกลั่นจนเป็น 1 l.
4. Mercury Standard solution (1000 mg Hg/l)

สารละลายมาตรฐาน (Standard solution) เหมือนวิธีที่ 1 และ 2

วิธีวิเคราะห์ (Procedure)

1. ชั่งตัวอย่างปลา (ในที่นี้ใช้ปลาช่อน) 0.1 - 0.5 g ใส่ในขวด kjeldahl flask ขนาด 30 ml. (แต่ในการทดลองครั้งนี้ใช้ round bottle flask ขนาด 100 ml.) เติม Sulfuric (conc) 4 ml อุณหภูมิ 50 - 60 °C. จนสารละลายมีลักษณะเป็น clear solution (สีของสารละลายเป็น deep red brown) แล้วเติมน้ำแข็งให้เย็นทำสารละลายให้เป็น 100 ml. คำนวณน้ำหนักแล้ว เปลี่ยนได้ในขวด BOD เติม 6% Potassium permanganate solution 15 ml. สารละลายเป็นสีชมพูอ่อน

2. เติม Reducing solution 30 ml สารละลาย ใส่
3. เป่าอากาศด้วย aerator ทันที
4. วัดค่าออกมาด้วยเข็ม scale

4. การเปรียบเทียบ Calibration Data

จากการวางทั้ง 2 ครั้ง ปริมาณของปรอทที่วัดได้แสดงผลให้เห็นว่า เครื่องมือ

Flameless Atomic Absorption Spectrophotometer รุ่น MAS-50 Perkin Elmer นี้อยู่ในสภาพที่ดีเพราะค่าที่ได้เป็น Reproducible Data

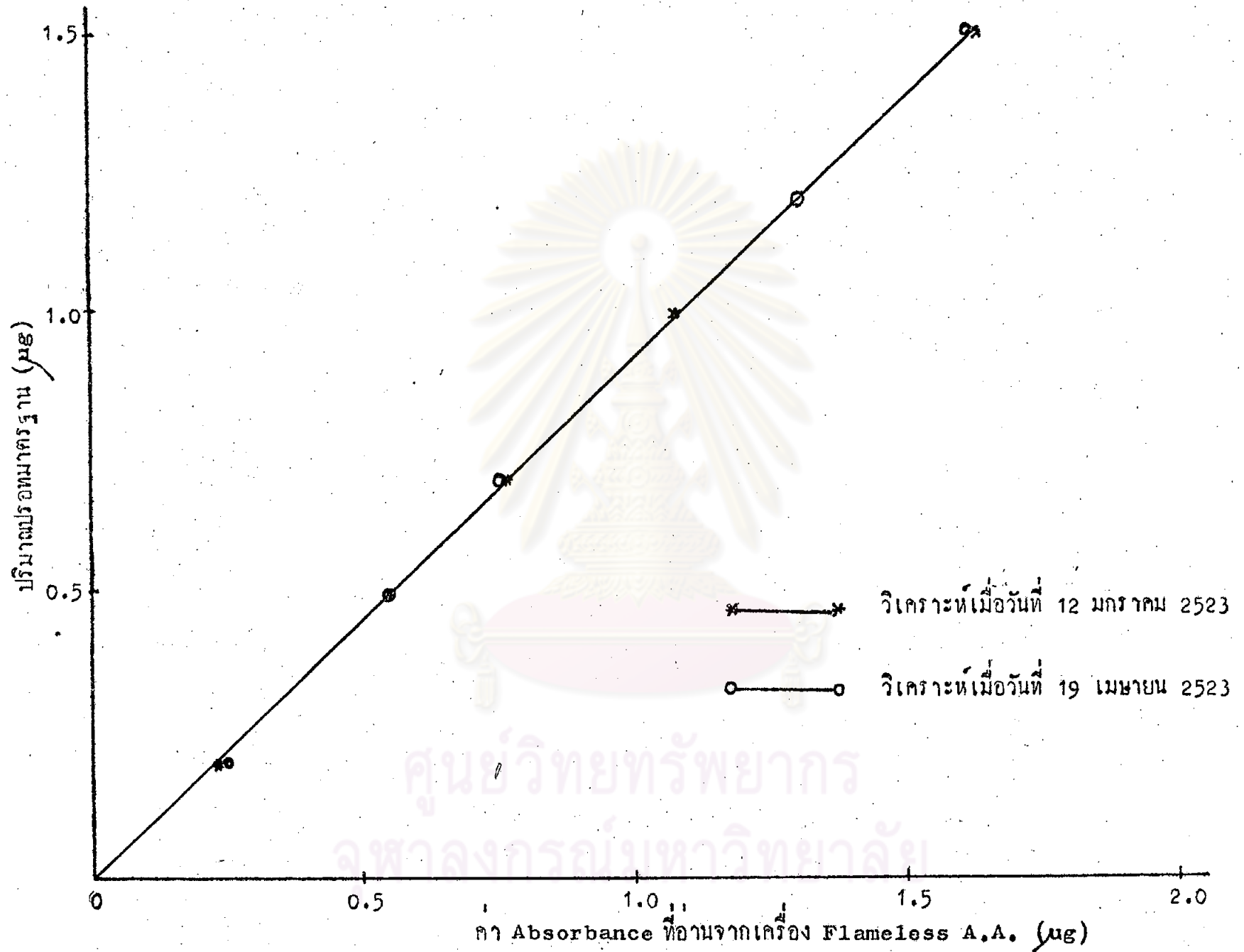
(ดูรูปที่ 5)

ศูนย์วิจัยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

ตารางที่ 3 แสดงถึง Calibration Data ของเครื่อง Flameless Atomic Absorption Spectrophotometer MAS-50 Perkin Elmer

การวัด	ค่าปรอทมาตรฐาน (μg)	ค่า Absorbance Flameless A.A (μg)
<u>ครั้งที่ 1</u> เมื่อวันที่ 12 มค.23	0.20	0.23
	0.50	0.54
	0.70	0.76
	1.00	1.07
	1.50	1.64
<u>ครั้งที่ 2</u> เมื่อวันที่ 19 เมย.23	0.20	0.24
	0.50	0.54
	0.70	0.74
	1.20	1.30
	1.50	1.62

ศูนย์วิจัยทรัพยากร
 จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย



รูปที่ 5 แสดง Calibration Curve ของ Hg

Calculation

โดยการเปรียบเทียบค่า Absorbance ที่ได้จากการวัดสารละลายปรอทมาตรฐานและ blank เพื่ออ่านค่าของปริมาณปรอทในสารตัวอย่างจาก Calibration curve ค่าที่ได้เป็นปริมาณของปรอท หน่วยเป็น μg

ตัวอย่างกินตะกอนหรือปลา

$$\text{ปริมาณของปรอทเป็น } \mu\text{g/g} = \frac{\text{ปริมาณของปรอทในสารละลายตัวอย่าง } (\mu\text{g})}{\text{ปริมาณของสารตัวอย่าง } (\text{g})}$$

ตัวอย่างน้ำ

$$\text{ปริมาณของปรอทเป็น } \mu\text{g/l} = \frac{\text{ปริมาณของปรอทในสารละลายตัวอย่าง } (\mu\text{g})}{\text{ปริมาตรของสารตัวอย่าง } (\text{l})}$$

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย