

บทที่ 2

การทดลอง

2.1 เครื่องมือ อุปกรณ์และสารเคมี

2.1.1 เครื่องมือและอุปกรณ์ที่ใช้ในการทดลอง

1. เครื่อง Flame Atomic Absorption Spectrometer, Spectra AA 220, VARIAN, USA
2. เครื่อง Fourier Transform Infrared Spectrometer, spectrum GX, Perkin Elmer, USA
3. เครื่อง Scanning electron Micrometer, 1455 VP, LEO, England
4. เครื่องทำน้ำปราศจากไอออน, ELGA, England
5. เครื่อง Ultrasonicator, Elma S 30H Elmasonic, Germany
6. เครื่อง Shaker, Maxi-Shake, Heto Lab equipment, Denmark
7. เครื่องบด, Pulverisette 6, FRITSCH, Germany
8. เตาอบรุ่น Binder, USA
9. pH meter รุ่น SG2, Mettler Toledo, Switzerland
10. Pipette ขนาด 1 mL, 5 mL และ 10 mL, PRECICOLOR HBG, Germany
11. Beaker ขนาด 25 mL, 50 mL, 100 mL, 250 mL และ 1000 mL, SCHOTT DURAN, Germany
12. Thermometer 300° C รุ่น LX-012-A, Larxi, China
13. ขวดกั่นกลม ขนาด 100 mL, SCHOTT DURAN, Germany
14. Condenser, SCHOTT DURAN, Germany
15. ขวดปรับปริมาตร ขนาด 10 mL, 25 mL, 50 mL, 100 mL และ 1000 mL, DURAN, Germany
16. ขวด Polyethylene (PE) ขนาด 120 mL
17. กระดาษทราย ขนาดเส้นผ่าศูนย์กลาง 3 นิ้ว
18. สายยาง (สำหรับต่อเข้ากับ Condenser)

19. กระจกตวง ขนาด 10 mL, 25 mL และ 100 mL, WITEG, Germany
20. Dropper ขนาด 3 mL
21. กรวยกรอง, PYREX®, USA

2.1.2 สารเคมีที่ใช้ในการทดลอง

1. Ethylenediaminetetraacetic acid disodium salt, EDTA ($C_{10}H_{14}N_2Na_2O_8 \cdot 2H_2O$)
MW 372.24, assay 100.9 % , AR grade, Fisher Scientific, UK
2. Thiourea (NH_2CSNH_2) MW 76.12, assay 99.0% , AR grade, Carlo ERBA, Italy
3. Sodium Tetraborate Decahydrate, Borax ($Na_2B_4O_7 \cdot 10H_2O$) MW 381.37, assay
98.5 % , RFCL Limited, India
4. Sodium Hydroxide (NaOH) MW 40, assay 99.0 % , AR grade, Lab-Scan Asia,
Bangkok
5. Hydrochloric acid (HCl) MW 36.46, assay 37 % , AR grade, RCI Labscan
Limited, Bangkok
6. Nitric acid (HNO_3) MW 63.01, assay 65 % , AR grade, RCI Labscan Limited,
Bangkok
7. Hydrogen peroxide (H_2O_2) assay 30 % , Merck Schuchardt OHG, Germany
8. สารละลายมาตรฐานแคดเมียม (Cd (II)) 1000 mg/L, AVS Titrimetric AAS
Standard, VWR PROLABO,UK
9. สารละลายมาตรฐานนิกเกิล (Ni (II)) 1,000 mg/L, AAS grade, Fisher Scientific,
UK
10. สารละลายมาตรฐานตะกั่ว (Pb(II)) 1,000 mg/L, AAS grade, Merck, Germany



2.2 การเตรียมสารละลาย

2.2.1 การเตรียมสารละลายกรดไนตริกเข้มข้น 1 โมลต่อลิตร ปริมาตร 1000 มิลลิลิตร สำหรับแช่เยื่อเปลือกไข่

ปีเปต 96.94 มิลลิลิตรของสารละลายกรดไนตริกเข้มข้น 65% (ร้อยละโดยมวลต่อปริมาตร) ลงในขวดปรับปริมาตรขนาด 1000 มิลลิลิตร ปรับปริมาตรจนถึงขีดด้วยน้ำปราศจากไอออน

2.2.2 การเตรียมสารละลายสำหรับการย่อยด้วยเทคนิค UAD

เตรียมกรดไนตริกต่อไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ ในอัตราส่วน 2 ต่อ 1 ปริมาตร 10 มิลลิลิตร

2.2.3 สารละลายกรดไฮโดรคลอริกเข้มข้น 0.2 โมลต่อลิตร

ปีเปต 1.97 มิลลิลิตร ของสารละลายกรดไฮโดรคลอริกเข้มข้น 37% (ร้อยละโดยมวลต่อปริมาตร) ลงในขวดปรับปริมาตรขนาด 100 มิลลิลิตร ปรับปริมาตรจนถึงขีดด้วยน้ำปราศจากไอออนเพื่อให้ได้สารละลายที่มีความเข้มข้น 0.2 โมลต่อลิตรตามลำดับ

2.2.4 สารละลายกรดไนตริกเข้มข้น 0.2, 0.5 และ 1.0 โมลต่อลิตร

ปีเปต 1.94, 4.85 และ 9.69 มิลลิลิตร ของสารละลายกรดไนตริกเข้มข้น 65% (ร้อยละโดยมวลต่อปริมาตร) ลงในขวดปรับปริมาตรขนาด 100 มิลลิลิตร ปรับปริมาตรจนถึงขีดด้วยน้ำปราศจากไอออนเพื่อให้ได้สารละลายที่มีความเข้มข้น 0.2, 0.5 และ 1.0 โมลต่อลิตรตามลำดับ

2.2.5 สารละลาย EDTA เข้มข้น 0.01 และ 0.5 โมลต่อลิตร

ชั่ง EDTA มา 0.37 และ 18.612 กรัม ละลายด้วยน้ำปราศจากไอออน และเทลงในขวดปรับปริมาตรขนาด 100 มิลลิลิตร ปรับปริมาตรจนถึงขีดด้วยน้ำปราศจากไอออน เพื่อให้ได้สารละลายที่มีความเข้มข้น 0.01 และ 0.5 โมลต่อลิตร ตามลำดับ

2.2.6 สารละลาย Thiourea (TU) เข้มข้น 0.01 โมลต่อลิตร

ชั่ง TU มา 0.076 กรัม ละลายด้วยน้ำปราศจากไอออน และเทลงในขวดปรับปริมาตรขนาด 100 มิลลิลิตร ปรับปริมาตรจนถึงขีดด้วยน้ำปราศจากไอออน เพื่อให้ได้สารละลายที่มีความเข้มข้น 0.01 โมลต่อลิตร

2.2.7 การเตรียมสารละลายบอแรกซ์เข้มข้น 0.50 โมลต่อลิตร และสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์เข้มข้น 50%

ชั่งบอแรกซ์ ($\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$) 19.0686 กรัม ละลายในน้ำปราศจากไอออน จากนั้นปรับปริมาตรเป็น 100 มิลลิลิตร

ชั่งโซเดียมไฮดรอกไซด์ 25 กรัม ละลายในน้ำปราศจากไอออน จากนั้นปรับปริมาตรให้เป็น 50 มิลลิลิตร เก็บสารละลายทั้งสองไว้สำหรับการปรับพีเอชของน้ำตัวอย่างหลังรีฟลักซ์ต่อไป

2.2.8 การเตรียมสารละลายมาตรฐานสำหรับสร้างกราฟมาตรฐาน

เตรียมสารละลายมาตรฐานของแคดเมียม นิกเกิล และ ตะกั่ว เข้มข้น 100 มิลลิกรัมต่อลิตร โดยปิเปต 10 มิลลิลิตร ของสารละลายมาตรฐานที่มีความเข้มข้น 1,000 มิลลิกรัมต่อลิตร ลงในขวดปรับปริมาตรขนาด 100 มิลลิลิตร ปรับปริมาตรจนถึงขีดด้วยน้ำปราศจากไอออน จากนั้นเก็บไว้ในขวด PE เพื่อใช้เป็น Stock solution ในการสร้างกราฟมาตรฐานต่อไป

เตรียมสารละลายมาตรฐานของแคดเมียม นิกเกิล และ ตะกั่ว เข้มข้น 10 มิลลิกรัมต่อลิตร โดยปิเปต 5 มิลลิลิตร ของสารละลายมาตรฐานที่มีความเข้มข้น 100 มิลลิกรัมต่อลิตร ลงในขวดปรับปริมาตรขนาด 50 มิลลิลิตร ปรับปริมาตรจนถึงขีดด้วยน้ำปราศจากไอออน เพื่อใช้เตรียมสารละลายมาตรฐานสำหรับสร้างกราฟมาตรฐานต่อไป

เตรียมสารละลายมาตรฐานแคดเมียม นิกเกิล และ ตะกั่ว ให้มีความเข้มข้นเป็น 0.1, 0.5, 1.0, 1.5 และ 2.0 มิลลิกรัมต่อลิตร โดยปิเปตสารละลายมาตรฐานจาก Stock solution เข้มข้น 10 มิลลิกรัมต่อลิตร ปริมาตร 0.25, 1.25, 2.50, 3.75 และ 5.00 มิลลิลิตร ตามลำดับลงในขวดปรับปริมาตรขนาด 25 มิลลิลิตร ปรับปริมาตรจนถึงขีดด้วยน้ำปราศจากไอออน จากนั้นนำไปวัดค่าการดูดกลืนแสงด้วยเครื่อง FAAS ที่ความยาวคลื่น 228.8, 232.0 และ 217.0 นาโนเมตร ตามลำดับ

2.3 วิธีการทดลอง

การหาปริมาณแคดเมียม นิกเกิล และ ตะกั่ว ที่ปนเปื้อนในแม่น้ำน่าน ในเขตภาคเหนือตอนล่าง โดยมีการเพิ่มความเข้มข้นด้วยเชื้อเพลิงไอโซโทปร่วมกับเทคนิคอะตอมมิกแอบซอร์ปชันสเปกโทรโฟโตเมตริมีขั้นตอนการทดลองดังนี้

2.3.1 การเตรียมเยื่อเปลือกไข่ (ESMs)

เก็บเปลือกไข่ไก่จากร้านอาหารตามสั่งรอบๆ มหาวิทยาลัยนเรศวร และเปลือกไข่เปิดจากร้านขายขนมไทย (ละม) ในจังหวัดพิษณุโลก เมื่อได้เปลือกไข่มาอันดับแรกทำความสะอาดเปลือกไข่ด้วยน้ำสะอาด ซึ่งแบ่งเป็นเปลือกไข่ที่ยังไม่ได้ต้ม และเปลือกไข่ที่ผ่านการต้ม จากนั้นทำการลอกเอาเฉพาะเยื่อไข่ออกจากเปลือกไข่นำไปแช่ในน้ำปราศจากไอออนเป็นเวลา 15 นาที แล้วนำไปแช่ต่อในสารละลายกรดไนตริกเข้มข้น 1 โมลต่อลิตร เป็นเวลา 12 ชั่วโมง²⁴ จากนั้นนำออกมาล้างด้วยน้ำปราศจากไอออนหลายๆ ครั้ง แล้วจึงนำไปอบที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 4 ชั่วโมง (ขณะอบต้องคอยไปเปิดตู้อบคุเป็นระยะๆ เพื่อป้องกันการไหม้) เมื่อครบ 4 ชั่วโมงแล้วนำเยื่อเปลือกไข่ออกมา สังเกตเยื่อเปลือกไข่ที่ใช้ได้จะต้องมีลักษณะสีเหลืองอ่อนไม่ขึ้นจากนั้นนำไปบดด้วยเครื่องบดลูกบดกลม (ball mill) นำเยื่อเปลือกไข่ที่บดมาผ่านตะแกรงร่อนเพื่อให้มีขนาดเท่าๆ กัน (ขนาด 25 เมช) และใส่ถุงเก็บไว้ในโถสุญญากาศ ทำการศึกษาลักษณะทางกายภาพของเยื่อเปลือกไข่ ด้วยเทคนิคฟูเรียร์ทรานสฟอร์ม อินฟราเรด สเปกโทรสโกปี และกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบสแกน เพื่อให้ดูหมู่ฟังก์ชัน และความแตกต่างของเยื่อเปลือกไข่ไก่ และไข่เป็ดก่อนทำการทดลองขั้นต่อไป

2.3.2 ศึกษาปริมาณของเยื่อเปลือกไข่ที่มีผลต่อการดูดซับของโลหะบางตัวบนเยื่อเปลือกไข่

นำเยื่อเปลือกไข่ที่อบแห้งแล้วปริมาณต่างกัน (100-1000 มิลลิกรัม) ชั่งใส่ขวดพลาสติกขนาด 100 มิลลิลิตร เติมสารละลายมาตรฐานแคดเมียม 3 มิลลิกรัมต่อลิตรปริมาตร 25 มิลลิลิตร จากนั้นนำไปเขย่าด้วยเครื่องเขย่าที่อุณหภูมิห้อง ความเร็ว 200 รอบต่อนาที เป็นเวลา 1 ชั่วโมง ก่อนกรองแยกน้ำตัวอย่างหลังการดูดซับไปทำการวิเคราะห์ด้วยเครื่อง FAAS เพื่อคำนวณหาเปอร์เซ็นต์การดูดซับ (% Adsorption)

2.3.3 ศึกษาผลของค่าพีเอชของตัวอย่างต่อการดูดซับของแคดเมียม นิกเกิล และ ตะกั่ว บนเยื่อเปลือกไข่

เตรียมสารละลายมาตรฐานแคดเมียม นิกเกิล และ ตะกั่ว เข้มข้น 3 มิลลิกรัมต่อลิตร ปริมาตร 100 มิลลิตร จากสารละลายมาตรฐาน 1000 มิลลิกรัมต่อลิตร จากนั้นทำการศึกษาพีเอช ในช่วง 4-14 โดยปรับพีเอชด้วยสารละลายบัฟเฟอร์ และพีเอชมิเตอร์

ซึ่งเยื่อเปลือกไข่ 500 มิลลิกรัม ในขวดพลาสติกขนาด 100 มิลลิตร เติมสารละลายมาตรฐานแคดเมียม นิกเกิล และ ตะกั่ว เข้มข้น 3 มิลลิกรัมต่อลิตร ปริมาตร 25 มิลลิตร จากนั้นนำไปเขย่าด้วยเครื่องเขย่าที่อุณหภูมิห้อง ความเร็ว 200 รอบต่อนาที เป็นเวลา 1 ชั่วโมง ก่อนกรอง แยกน้ำตัวอย่างหลังการดูดซับไปทำการวิเคราะห์ด้วยเครื่อง FAAS เพื่อคำนวณหาเปอร์เซ็นต์การดูดซับ (% Adsorption) และนำเยื่อเปลือกไข่หลังจากการดูดซับมาศึกษาร้อยละการกลับคืน (% Recovery) ต่อไป

2.3.4 ศึกษาอิทธิพลของตัวชะ ที่มีผลต่อร้อยละการกลับคืนของโลหะบางตัว

ศึกษาร้อยละการกลับคืนโดยใช้ตัวชะชนิดต่างๆ โดยนำเยื่อเปลือกไข่ที่ได้หลังจากการดูดซับ (การทดลองที่ 2.3.3) มาเติมตัวชะชนิดต่าง ปริมาตร 25 มิลลิตร ในการช่วยสกัดที่อุณหภูมิ 65 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 1 ชั่วโมง จากนั้นกรองเอาเฉพาะสารละลายนำไปวิเคราะห์ด้วยเทคนิค FAAS และคำนวณร้อยละการกลับคืน

ชนิดของตัวชะมีดังนี้

- กรดไนตริกเข้มข้น 0.5 และ 1.0 โมลต่อลิตร
- EDTA เข้มข้น 0.01 โมลต่อลิตร
- EDTA เข้มข้น 0.5 โมลต่อลิตร เตรียมในกรดไนตริกเข้มข้น 65%
- กรดไฮโดรคลอริกเข้มข้น 37%
- Thiourea เข้มข้น 0.01 โมลต่อลิตร
- Thiourea ที่ความเข้มข้นต่างๆ ซึ่งเตรียมในกรดไฮโดรคลอริกเข้มข้น 0.2 โมลต่อลิตร
- Thiourea ที่ความเข้มข้นต่างๆ ซึ่งเตรียมในกรดไนตริกเข้มข้น 0.2 และ 1.0 โมลต่อลิตร

2.3.5 ศึกษาการใช้เทคนิคอัลตราโซนิกเอซิดไดเจสชัน ที่มีผลต่อร้อยละการกลับคืน

ศึกษาร้อยละการกลับคืนโดยเทคนิคอัลตราโซนิกเอซิดไดเจสชัน โดยนำเยื่อเปลือกไข่ที่ได้หลังจากการดูดซับโลหะหนัก (การทดลองที่ 2.3.2) มาเติมกรดไนตริกกับไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ ในอัตราส่วน 2 ต่อ 1 ปริมาตร 10 มิลลิลิตร ตั้งทิ้งไว้ 10 นาที ก่อนใช้เครื่องอัลตราโซนิกในการช่วยย่อยที่อุณหภูมิ 70 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 30 นาที ตั้งทิ้งไว้ให้เย็นแล้วปรับปริมาตรเป็น 25 มิลลิลิตร ด้วยน้ำปราศจากไอออน จากนั้นนำไปวิเคราะห์ด้วยเทคนิค FAAS แล้วคำนวณร้อยละการกลับคืน

2.3.6 ศึกษาอิทธิพลการรบกวนของไอออนอื่นๆ ที่มีผลต่อร้อยละการกลับคืนของแคดเมียม นิกเกิล และ ตะกั่ว

อิทธิพลของไอออนต่างๆ ที่มีอยู่ในน้ำตัวอย่าง ที่น่าจะมีผลกระทบต่อร้อยละการกลับคืนของแคดเมียม นิกเกิล และ ตะกั่ว ทำได้โดยศึกษาปริมาณของไอออนสูงสุดที่มีผลทำให้ร้อยละการกลับคืนของแคดเมียม นิกเกิล และ ตะกั่ว มีค่าน้อยกว่าร้อยละ 80 ในการทดลองใช้สารละลายมาตรฐาน แคดเมียม นิกเกิล และ ตะกั่ว เข้มข้น 0.5 มิลลิกรัมต่อลิตร ที่มีไอออนรบกวนอื่นๆ ดังตาราง 2.1 (ปริมาตรรวม 25 มิลลิลิตร) นำไปเขย่าร่วมกับ เยื่อเปลือกไข่ 500 มิลลิกรัม ในขวดพลาสติกขนาด 100 มิลลิลิตร ด้วยเครื่องเขย่าที่อุณหภูมิห้อง ความเร็ว 200 รอบต่อนาที เป็นเวลา 1 ชั่วโมง ก่อนกรองแยกน้ำตัวอย่างหลังการดูดซับ แล้วนำเยื่อเปลือกไข่ที่ได้เข้าสู่กระบวนการหาร้อยละการกลับคืน และวิเคราะห์ด้วยเครื่อง FAAS เพื่อคำนวณหาร้อยละการกลับคืน (% Recovery) ต่อไป

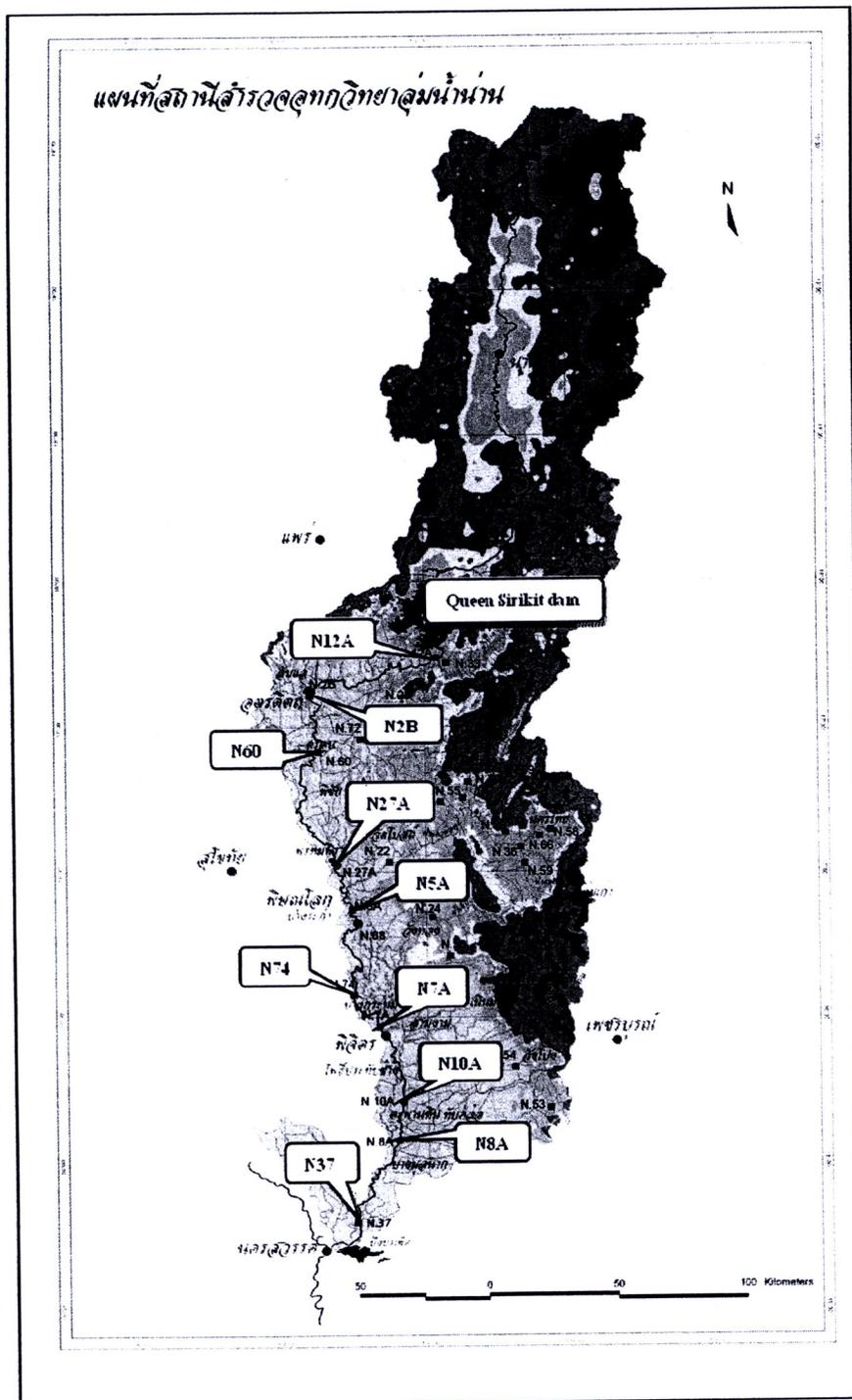
ตาราง 2.1 การทดลองการศึกษาอิทธิพลการรบกวนของไอออนต่างๆ ที่มีผลต่อร้อยละการกลับคืนของแคดเมียม นิกเกิล และ ตะกั่ว

Co-existing ions	Target metals (0.5 mg/L)		
	Ni(II)	Cd(II)	Pb(II)
Ni ²⁺	-	/	/
Cd ²⁺	/	-	/
Pb ²⁺	/	/	-
Zn ²⁺	/	/	/
Mn ²⁺	/	/	/
Cu ²⁺	/	/	/
Fe ²⁺	/	/	/
SO ₄ ²⁻	/	/	/
NO ₂ ⁻	/	/	/
NO ₃ ⁻	/	/	/
Cl ⁻	/	/	/
Na ⁺	/	/	/
K ⁺	/	/	/

2.3.7 การเก็บและวิเคราะห์น้ำตัวอย่าง

ได้ทำการเก็บน้ำตัวอย่างบริเวณผิวน้ำจากแม่น้ำน่าน ในเขตภาคเหนือตอนล่าง โดยอ้างอิงจุดเก็บน้ำตัวอย่างตามแผนที่ตั้งของสถานีสำรวจอุทกวิทยาลุ่มน้ำน่าน โดยจะเริ่มตั้งแต่จุด N12A ซึ่งอยู่บริเวณท้ายเขื่อนสิริกิติ์ จังหวัดอุตรดิตถ์ จนถึง จุด N37 ที่อำเภอชุมแสง จังหวัดนครสวรรค์ ก่อนถึงจุดตัดกับแม่น้ำยม โดยจัดว่าเป็นแหล่งน้ำประเภทที่ 3⁽³⁰⁾ ตามประกาศกรมควบคุมมลพิษ เรื่องกำหนดประเภทของแหล่งน้ำในแม่น้ำน่าน ซึ่งหมายถึงแหล่งน้ำที่ได้รับน้ำทิ้งจากกิจกรรมบางประเภท และสามารถเป็นประโยชน์เพื่อการอุปโภค บริโภคโดยต้องผ่านการฆ่าเชื้อโรคตามปกติและผ่านกระบวนการปรับปรุงคุณภาพน้ำทั่วไปก่อน และเพื่อการเกษตร โดยทำการเก็บน้ำตัวอย่างแบบแยก⁽³¹⁾ (Grab of Catch Sample) ซึ่งเป็นการเก็บตัวอย่างครั้งเดียวที่จุดเดียวใน

เวลาใดเวลาหนึ่งแล้วนำมาวิเคราะห์ซึ่งจะเป็นผลการวิเคราะห์คุณภาพน้ำ ณ จุดนั้น และในเวลานั้นเท่านั้น การเก็บตัวอย่างแบบนี้จะทำให้ทราบถึงลักษณะคุณสมบัติของแหล่งน้ำเฉพาะจุด และทำให้เห็นความผันแปรของคุณภาพน้ำในจุดต่าง ๆ ได้อย่างชัดเจน ตัวอย่างแยกเพียงตัวอย่างเดียวอาจใช้เป็นตัวแทนของแหล่งน้ำบางแห่งได้เลย ในการเก็บตัวอย่างน้ำจะใช้ขวดพลาสติกชนิด Polyethylene หรือ PE เนื่องจากว่าขวด PE เป็นภาชนะที่เหมาะสมในการเก็บตัวอย่าง เพื่อวิเคราะห์โลหะหนัก ทั้งในแง่ของสารปนเปื้อนและอายุการใช้งาน แต่การใช้ขวด PE ในการเก็บน้ำตัวอย่างก็มีข้อเสียก็คือ ในกระบวนการผลิตขวด PE อาจมีอนุภาคโลหะขนาดเล็กฝังตัวอยู่บริเวณใต้ผิวหรือถูกดูดซับบนผิวนอกจากนี้สารเติมแต่ง (Additive) ในพลาสติก อาจจะรบกวนผลการวิเคราะห์โดยทำปฏิกิริยากับโลหะในน้ำ ดังนั้นภาชนะใหม่จึงควรล้างให้สะอาดก่อนนำไปใช้ เช่น ล้างด้วยน้ำปราศจากไอออนแล้วแช่ในสารละลายกรดไนตริกเข้มข้น 12% เป็นเวลา 1 คืน ก่อนนำออกมาล้างด้วยน้ำปราศจากไอออน การเก็บน้ำตัวอย่างต้องใช้ตัวอย่างน้ำที่จะเก็บแล้วขวดเก็บตัวอย่างก่อน 2 - 3 ครั้งก่อนทำการเก็บน้ำตัวอย่างและเมื่อเก็บน้ำตัวอย่างแล้วต้องรีบปิดฝาขวดทันที จากนั้นนำตัวอย่างน้ำที่เก็บมาทำการวิเคราะห์ทันทีเพื่อให้ผลการตรวจวิเคราะห์ที่ได้ไม่คลาดเคลื่อนจากความเป็นจริง เพราะถ้าหากไม่ได้ทำการวิเคราะห์ทันทีแล้วส่วนประกอบของตัวอย่างน้ำจะเปลี่ยนแปลงไป เนื่องจากการเติบโตของสิ่งมีชีวิตในน้ำ มลพิษหลายชนิดที่ไม่คงตัว มีการเปลี่ยนแปลงอยู่เสมอ โดยเฉพาะอย่างยิ่งข้อมูลที่มีการเปลี่ยนแปลงอย่างรวดเร็วตามเวลา เช่น อุณหภูมิ พีเอช ค่าการนำไฟฟ้า เป็นต้น ซึ่งจุดที่ได้ทำการเก็บน้ำได้แสดงไว้ในรูป 2.1



รูป 2.1 แผนที่แสดงจุดเก็บน้ำตัวอย่าง แม่น้ำน่านในเขตภาคเหนือตอนล่าง ประเทศไทย

จุดเก็บน้ำตัวอย่าง แม่น้ำน่าน ในเขตภาคเหนือตอนล่าง ได้แก่

จังหวัดอุตรดิตถ์

N12A: บ้านหาดไผ่ อ.ท่าปลา

N2B: อ.เมืองอุตรดิตถ์

N60: บ้านเด่นสำโรง อ.ตรอน

จังหวัดพิษณุโลก

N27A: ท้ายเขื่อนนเรศวร อ.พรมพิราม

N5A: อ.เมืองพิษณุโลก

N74: อ.บางกระทุ่ม

จังหวัดพิจิตร

N7A: บ้านราชช้างขวัญ อ.เมืองพิจิตร

N10A: อ.ตะพานหิน

N8A: อ.บางมูลนาก

จังหวัดนครสวรรค์

N37: อ.ชุมแสง

หลังจากที่เก็บน้ำตัวอย่างเรียบร้อยแล้ว ทำการกรองด้วยกระดาษกรองชนิดเซลลูโลสอะซิเตดขนาด 0.45 ไมครอน ก่อนทำการทดลองขั้นต่อไป ตาราง 2.2 แสดงสถานะสำหรับการวิเคราะห์แคดเมียม นิกเกิล และ ตะกั่ว ด้วยเครื่อง FAAS

ตาราง 2.2 สภาวะที่เหมาะสมของเครื่อง FAAS สำหรับการวิเคราะห์แคดเมียม นิกเกิล และ ตะกั่ว

Conditions	Ni(II)	Cd(II)	Pb(II)
Wavelength (nm)	232.0	228.8	217.0
Lamp current (mA)	4.0	4.0	10.0
Slit width (nm)	0.2	0.5	1.0
Burner height (mm)		0.0	
Fuel flow rate (L/min)	3.50/1.50 (Air/Acetylene)		

2.3.8 การเตรียมตัวอย่างสำหรับการหาค่าการกลับคืน สำหรับแคดเมียม นิกเกิล และ ตะกั่ว (%recovery)

ชั่งเชื้อเพลิง 500 มิลลิกรัม ใส่ในขวดพลาสติก 7 ขวด จากนั้นนำน้ำตัวอย่าง หลังจากการกรอง ปรับพีเอชเสร็จแล้วทั้งหมด 6 flask มาแบ่งออกเป็น 2 ชุด ชุดละ 3 ขวด ชุดแรก เทลงในขวดพลาสติกที่มีเชื้อเพลิงที่ชั่งไว้แล้ว 3 ขวดแล้วปิดฝาให้สนิท ส่วนน้ำตัวอย่างชุดที่ 2 ให้เติมสารมาตรฐานแคดเมียม และนิกเกิลที่ความเข้มข้น 100 มิลลิกรัมต่อลิตร (Sample + Standard) อย่างละ 1 มิลลิตร แล้วเทลงในขวดพลาสติกที่มีเชื้อเพลิงที่ชั่งไว้อีก 3 ขวดปิดฝาให้สนิท ขวดสุดท้ายเติมน้ำปราศจากไอออน (Blank) 25 มิลลิตร ปิดฝา แล้วนำไปเขย่าด้วยเครื่องเขย่าเป็นเวลา 1 ชั่วโมง ที่อุณหภูมิ 25 องศาเซลเซียส เมื่อเขย่าเสร็จนำมากรองด้วยผ้าขาวบาง โดยเก็บน้ำตัวอย่าง หลังจากการกรองใส่ในขวดพลาสติก คือ Pure sample 1 ขวด Sample + Standard 1 ขวด และ Blank อีก 1 ขวด รวมทั้งหมด 3 ขวด นำไปวัดด้วยเครื่อง FAAS เพื่อหา % Adsorption

สำหรับแคดเมียม นิกเกิล นำเชื้อเพลิงที่เหลือจากการกรองนำมาใส่บีกเกอร์ แล้วเติม สารละลายกรดไนตริกและไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ ในอัตราส่วน 2 ต่อ 1 ปริมาณ 10 มิลลิตร จากนั้นปิดปากบีกเกอร์ด้วยพาราฟิล์ม ตั้งทิ้งไว้ 10 นาที แล้วนำไปเข้าเครื่องอัลตราโซนิก ที่ตั้ง อุณหภูมิไว้ 70 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 30 นาที เมื่อสังเกตเห็นว่าเชื้อเพลิงขุ่นหมดยิ่งอาจเกิด ฟองขึ้นให้เปลี่ยนโหมดของเครื่องอัลตราโซนิกเป็น Degas ประมาณ 5 นาที ฟองจะค่อยๆ หายไป

จากนั้นให้นำออกจากเครื่องอัลตราโซนิค ตั้งทิ้งไว้ให้เย็นแล้วเทใส่ขวดปรับปริมาตร ปรับเป็น 25 มิลลิลิตร ด้วยน้ำปราศจากไอออนแล้วนำไปวัดด้วยเครื่อง FAAS เพื่อหา % Recovery ต่อไป

สำหรับตะกั่ว หลังจากกระบวนการดูดซับตะกั่วแล้ว ให้นำเฉพาะเชื้อเพลิงไข มาเติมกรดไนตริกเข้มข้น 0.5 โมลต่อลิตร ปริมาตร 25 มิลลิลิตร แล้วนำไปเข้าเครื่องอัลตราโซนิค ที่ตั้งอุณหภูมิไว้ 70 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 60 นาที นำออกจากเครื่องอัลตราโซนิค ตั้งทิ้งไว้ให้เย็น กรอง และนำไปวัดด้วยเครื่อง FAAS เพื่อหา % Recovery ต่อไป