

## บทที่ 3

### วิธีดำเนินการวิจัย

#### 3.1 เครื่องมือ วัสดุอุปกรณ์และสารเคมีที่ใช้ในการวิจัย

##### 3.1.1 เครื่องมือ อุปกรณ์และเครื่องแก้ว

- gas chromatograph/ECD/FID (GC/ECD/FID)
- headspace solid-phase microextraction system (HS-SPME)
- high performance liquid chromatograph (HPLC)
- flame-atomic absorption spectrophotometer (AAS)
- spectronic genesys V
- ultrasonic bath
- mechanical shaker
- polydimethylsiloxane (PDMS) fiber 100  $\mu\text{m}$
- blender
- pH meter
- laboratory test seive ขนาด 63  $\mu\text{m}$
- rotary evaporator
- solid phase extraction (SPE) vacuum manifold
- SPE tube (0.5 g) ได้แก่ polystyrenedivynylbenzene(SDB) SPE tube , octadecyl (C18) SPE tube , graphite carbon black(GCB) SPE tube
- column สำหรับเครื่อง GC/MS GC/ECD/FID และ HPLC ได้แก่ column C18 DB-1 และ DB-5 MS
- glass fiber filter ( 1  $\mu\text{m}$  pore size ) 47 mm diameter
- Nylon membrane filter 0.45 $\mu\text{m}$  13 mm และ 47 mm
- Water bath
- เครื่องแก้ว ได้แก่ ขวดวัดปริมาตร กระบอกตวง ขวดรูปชมพู่ บีกเกอร์
- อุปกรณ์เก็บตัวอย่างน้ำใต้ดินและดิน
  - แก๊สความบริสุทธิ์สูง 99.999% ได้แก่ acetylene hydrogen nitrogen helium oxygen และแก๊ส nitrogen 99%

### 3.1.2 สารเคมี

- สารมาตรฐานของสารฆ่าแมลงกลุ่มออร์แกโนคลอรีน ประกอบด้วย heptachlor aldrin endosulfan I 4,4-DDE endrin endosulfan II 2,4-DDT 4,4-DDT เข้มข้น 2000 mg/l
- สารละลายมาตรฐานของโลหะหนัก ประกอบด้วย นิกเกิล สังกะสี โครเมียม แคดเมียม ตะกั่ว แมงกานีส และทองแดง เข้มข้น 1,000 mg/l
- สารมาตรฐานของสาร 2,4-D เข้มข้น 1,000 mg/l
- สารมาตรฐานของสาร polychlorinated biphenyl เข้มข้น 1,000 mg/l
- สารเคมี ได้แก่ กลีเซอิลดีเอมคลอไรด์ สารนินไฮดริน โซเดียมคาร์บอเนต โซเดียมไฮดรอกไซด์ โซเดียมไซยาไนด์ กรดไฮโดรคลอริก
- ตัวทำละลายอินทรีย์ ได้แก่ hexane acetone acetonitrile ethyl acetate dichloromethane methanol (AR grade และ HPLC grade)

### 3.2 พารามิเตอร์

ปริมาณสารฆ่าแมลงกลุ่มออร์แกโนคลอรีน สารโพลีคลอรีเนตไบฟีนิล สาร 2,4-D สารไซยาไนด์อิสระ และโลหะหนัก

### 3.3 สถานที่ทำการวิจัย

- ห้องปฏิบัติการเคมี สาขาวิชาเคมี คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยราชภัฏอุบลราชธานี
- ห้องเครื่อง Gas Chromatograph, UV-Vis spectrophotometer, High Performance Liquid Chromatograph และ Flame - atomic absorption spectrophotometer ณ ศูนย์วิทยาศาสตร์ คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยราชภัฏอุบลราชธานี

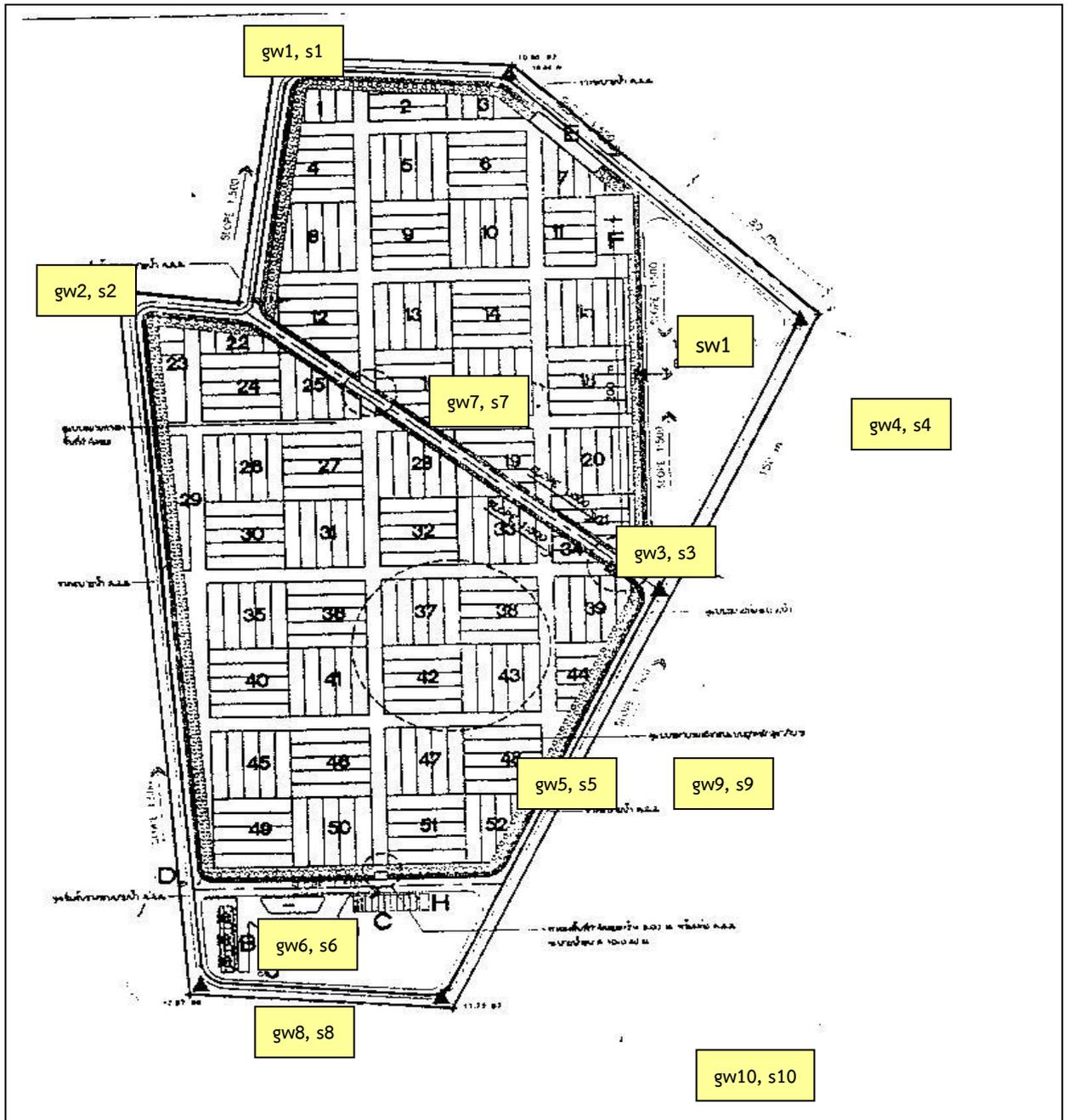
### 3.4 การเก็บตัวอย่าง

สำรวจแหล่งเก็บตัวอย่างและเก็บตัวอย่างน้ำใต้ดิน น้ำผิวดินและดินบริเวณบ่อฝังกบขยะ มูลฝอยของเทศบาลเมืองอำนาจเจริญ จังหวัดอำนาจเจริญ โดยเก็บตัวอย่างน้ำใต้ดินและดินบริเวณบ่อฝังกบขยะ 4 ทิศทาง ระยะทางห่างจากบ่อฝังกบขยะประมาณ 30 - 500 เมตร แผนผังแสดงตำแหน่งการเก็บตัวอย่างและบริเวณบ่อฝังกบขยะ แสดงในภาพที่ 3.1- 3.3

เก็บตัวอย่างน้ำใต้ดินจากบ่อขุดเจาะน้ำใต้ดิน 4 ทิศทาง ลึกประมาณ 15 - 30 เมตร โดยใช้ท่อสูบ จำนวน 10 สถานี ภาพอุปกรณ์ การเก็บน้ำใต้ดิน แสดงในภาพที่ 3.4 เก็บตัวอย่างดินบริเวณใกล้เคียงกับสถานีเก็บน้ำใต้ดิน 4 ทิศทาง โดยใช้ hand auger ที่ระดับความลึก 10 - 30 เซนติเมตร จำนวน 10 สถานี ส่วนตัวอย่างน้ำผิวดิน (น้ำทิ้งหรือน้ำชะขยะมูลฝอย) เก็บบริเวณบ่อฝังกบขยะ 1 สถานี ที่ระดับความลึกประมาณ 10 - 30 เซนติเมตร

ภาพนี้สำหรับบรรจุตัวอย่างน้ำและดินเพื่อวิเคราะห์โลหะหนักจะเก็บใส่ขวดพลาสติกและถุงพลาสติก ตามลำดับ ทำการเตรียมตัวอย่างและวิเคราะห์ตัวอย่างภายใน 2 สัปดาห์

ภาพนี้สำหรับใส่ตัวอย่างน้ำและดินเพื่อวิเคราะห์สารอินทรีย์ ( สารฆ่าแมลงกลุ่มออร์แกโนคลอรีน, สารฆ่าหญ้า 2,4-D, PCBs) จะบรรจุในภาชนะที่ทำจากแก้วหรือขวดแก้วสีชา ทำการเตรียมตัวอย่างและวิเคราะห์ตัวอย่างภายใน 1 สัปดาห์



ภาพที่ 3.1 แผนที่บริเวณบ่อฝังกบขยะและสถานีเก็บตัวอย่างน้ำผิวดิน(น้ำทิ้งหรือน้ำชะขยะ) น้ำใต้ดินและดิน

สถานีเก็บตัวอย่างน้ำใต้ดินและดิน มีจำนวนทั้งหมด 10 สถานี ดังนี้

- สถานีที่ 1 gw1,s1 สถานีเก็บตัวอย่างน้ำใต้ดินและดินบริเวณบ่อฝังกบขยะทางทิศเหนือ บริเวณด้านข้างของถนนรอบพื้นที่บ่อขยะ (AJ-1)
- สถานีที่ 2 gw2,s2 สถานีเก็บตัวอย่างน้ำใต้ดินและดินบริเวณบ่อฝังกบขยะทาง ทิศตะวันตก บริเวณด้านข้างของถนนรอบพื้นที่บ่อขยะ (AJ-2)
- สถานีที่ 3 gw3,s3 สถานีเก็บตัวอย่างน้ำใต้ดินและดินบริเวณบ่อฝังกบขยะทางทิศ ตะวันออก บริเวณด้านข้างของถนนรอบพื้นที่บ่อขยะ (AJ-3)
- สถานีที่ 4 gw4,s4 สถานีเก็บตัวอย่างน้ำใต้ดินและดินบริเวณบ่อฝังกบขยะทาง ทิศตะวันออกเฉียงเหนือบริเวณท้ายน้ำ (AJ-4)
- สถานีที่ 5 gw5,s5 สถานีเก็บตัวอย่างน้ำใต้ดินและดินบริเวณบ่อฝังกบขยะทาง ทิศตะวันออกเฉียงใต้ บริเวณด้านข้างของถนนรอบพื้นที่บ่อขยะ (AJ-5)
- สถานีที่ 6 gw6,s6 สถานีเก็บตัวอย่างน้ำใต้ดินและดินบริเวณบ่อฝังกบขยะทางทิศใต้ บริเวณด้านข้างของถนนรอบพื้นที่บ่อขยะด้านหลังอาคาร (AJ-6)
- สถานีที่ 7 gw7,s7 สถานีเก็บตัวอย่างน้ำใต้ดินและดินบริเวณบ่อฝังกบขยะบริเวณด้านข้าง ของถนนรอบพื้นที่บ่อขยะด้านใน
- สถานีที่ 8 gw8,s8 สถานีเก็บตัวอย่างน้ำใต้ดินและดินบริเวณบ่อฝังกบขยะทางทิศใต้ บริเวณด้านข้างของถนนรอบพื้นที่บ่อขยะด้านหลังอาคาร ห่างจากสถานี gw6 ประมาณ 30 เมตร
- สถานีที่ 9 gw9,s9 สถานีเก็บตัวอย่างน้ำใต้ดินและดินบริเวณบ่อฝังกบขยะทางทิศ ตะวันออกเฉียงใต้ของบ่อขยะบริเวณด้านข้างของถนนรอบพื้นที่บ่อขยะ ห่างจาก สถานี gw5 ประมาณ 20 เมตร
- สถานีที่ 10 gw10, s10 สถานีเก็บตัวอย่างน้ำใต้ดินและดินบริเวณบ่อฝังกบขยะทางทิศ ตะวันออกเฉียงใต้ของบ่อขยะ (สถานีหมู่บ้าน) ห่างจากสถานี gw6 ประมาณ 300 เมตร

สถานีเก็บตัวอย่างน้ำผิวดินหรือน้ำชะขยะหรือน้ำทิ้ง มีจำนวน 1 สถานี คือ

- สถานีที่ 1 sw1 สถานีเก็บตัวอย่างน้ำผิวดินและดินบริเวณบ่อกักเก็บน้ำเสีย อยู่บริเวณทิศ ตะวันออกเฉียงเหนือของบ่อขยะ

เก็บตัวอย่าง 4 ครั้ง คือ ครั้งที่ 1 เดือนมิถุนายน 2555 ครั้งที่ 2 เดือนสิงหาคม 2555 ครั้งที่ 3 เดือนตุลาคม 2555 และครั้งที่ 4 เดือนธันวาคม 2555



ภาพที่ 3.2 บ่อฝังกลบขยะเทศบาลเมืองอำนาจเจริญ จังหวัดอำนาจเจริญ



ภาพที่ 3.3 บ่อน้ำทิ้งบริเวณบ่อฝังกลบขยะเทศบาลเมืองอำนาจเจริญ จังหวัดอำนาจเจริญ



ภาพที่ 3.4 ท่อเทพลอนยาว 50 เมตร สำหรับเก็บตัวอย่างน้ำใต้ดิน

### 3.5 ลักษณะตัวอย่างน้ำและดิน

เก็บตัวอย่างดินในระดับ 10-30 เซนติเมตร โดยใช้ hand auger ใส่ในถุง polytetrafluoroethylene (PTFE bag) และ ขวดแก้วสีชา ระหว่างการขนส่งตัวอย่างมายังห้องปฏิบัติการต้องเก็บตัวอย่างภายใต้อุณหภูมิ -4 องศาเซลเซียส (แช่เย็น) จากนั้นทำให้ตัวอย่างดินแห้งโดยวิธี air-dried หรืออบในตู้อบภายใต้อุณหภูมิ 40-60 องศาเซลเซียส บดเพื่อทำให้ตัวอย่างเป็นเนื้อเดียวกัน (homogenized) และร่อนผ่านตะแกรงร่อน (sieve) ขนาด 2 มิลลิเมตร เก็บตัวอย่างดินที่ผ่านการร่อนแล้วไว้ภายใต้อุณหภูมิ -4 องศาเซลเซียส เพื่อรอการวิเคราะห์ต่อไป

ตัวอย่างน้ำใต้ดินที่มีปริมาณการใช้งานเป็นประจำจะมีลักษณะใส ฝุ่นละอองหรือตะกอนปนเปื้อนในปริมาณน้อย ได้แก่ ตัวอย่างน้ำใต้ดินสถานีที่ 7 (gw7) เป็นสถานีเก็บตัวอย่างน้ำใต้ดินและดินบริเวณด้านข้างของถนนรอบพื้นที่บ่อขยะด้านใน โดยจะใช้น้ำใต้ดินบริเวณนี้ในการทำความสะอาดรถขนขยะ ใช้ทำความสะอาดวัสดุอุปกรณ์และใช้เพื่อการอุปโภคของคณงานเก็บขยะในพื้นที่ และตัวอย่างน้ำใต้ดินในสถานีที่ 6 (gw6) จะใช้น้ำใต้ดินชะล้างทำความสะอาดรถขยะภายหลังจากการเก็บ/ขนขยะมาทิ้งภายในบ่อฝังกลบฯ และใช้เพื่อการอุปโภคบริโภคของเจ้าหน้าที่เก็บขยะของเทศบาลเมืองอำนาจเจริญ ตัวอย่างน้ำใต้ดินในสถานียดังกล่าวแสดงในภาพที่ 3. 5 ส่วนตัวอย่างน้ำใต้ดินในสถานีอื่นๆ จะมีลักษณะใสแต่มีฝุ่นหรือตะกอนในปริมาณมาก เมื่อตั้งทิ้งไว้ภายในเวลา 1 ชั่วโมงฝุ่นละอองและตะกอนต่างๆ จะตกตะกอนลงด้านล่างของภาชนะทำให้น้ำมีลักษณะใสขึ้น

ตัวอย่างน้ำผิวดินจะมีลักษณะขุ่น และมีลักษณะสีเขียวอ่อนของสาหร่ายน้ำ แสดงในภาพที่ 3.6 และตัวอย่างดินจะมีลักษณะเป็นดินร่วนปนทราย หรือดินร่วนปนดินเหนียวและดินทราย นอกจากนี้ยังมีอนุภาคอื่นๆปน อยู่จำนวนมาก ได้แก่ หินลูกรัง เศษไม้ กิ่งไม้ขนาดเล็ก ก้อนดินก้อนหินขนาดเล็ก เมื่อผ่านการกรองด้วยตะแกรงขนาด 2 มิลลิเมตร จะทำให้ได้ดินที่มีความละเอียดมากขึ้น



ภาพที่ 3.5 ตัวอย่างน้ำใต้ดิน



ภาพที่ 3.6 ตัวอย่างน้ำผิวดินบริเวณบ่อบริเวณบ่อกักเก็บน้ำเสีย

### 3.6 การวิเคราะห์ปริมาณสารไซยาไนด์อิสระในน้ำใต้ดินและน้ำผิวดิน

ปิเปตตัวอย่างน้ำใต้ดินหรือน้ำผิวดินปริมาตร 0.5 ml ใส่ในหลอดทดลอง เติมสารละลายนินไฮดรินเข้มข้น 0.08 M จำนวน 1 ml เขย่าให้เข้ากัน แล้วเติมสารละลายโซเดียมคาร์บอเนตเข้มข้น 0.4 M จำนวน 1 ml เขย่าให้เข้ากัน จากนั้นเจือจางสารละลายตัวอย่างให้เป็น 5 ml ด้วยสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์เข้มข้น 2.5 M และวัดค่าการดูดกลืนคลื่นแสงของสารละลายตัวอย่างที่ 600 nm โดยใช้เครื่อง spectronic genesys V

สำหรับสารละลายมาตรฐานของสารไซยาไนด์อิสระเตรียมจากโซเดียมไซยาไนด์ให้มีปริมาณสารไซยาไนด์อิสระ (CN<sup>-</sup>) เข้มข้น 1,000 mg/l จากนั้นเจือจางให้มีความเข้มข้นเป็น 100 mg/l และเตรียมสารละลายมาตรฐานของสารไซยาไนด์อิสระที่มีความเข้มข้นอยู่ระหว่าง 1 - 5 mg/l และดำเนินวิธีการวิเคราะห์เช่นเดียวกันกับการเตรียมสารละลายตัวอย่าง

### 3.7 การวิเคราะห์ปริมาณของสารฆ่าหญ้า 2,4-ไดคลอโรฟีนอกซีอะซิติกแอซิด (2,4-D)

#### 3.7.1 การเตรียมตัวอย่างดิน

ชั่งตัวอย่างดินมาประมาณ 20 g ใส่ในขวดรูปชมพู่ขนาด 125 ml เติม KOH เข้มข้น 0.5 N (ใน 10% KCl) ปริมาตร 50 ml และสกัดตัวอย่างโดยใช้การเขย่าเป็นเวลา 10 นาที จากนั้นนำตัวอย่างไปวางใน water bath ควบคุมอุณหภูมิ 95 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 15 นาที สกัดตัวอย่างต่อโดยใช้ horizontal shaker เป็นเวลา 15 นาที แล้วแยกสารสกัดออกจากตัวอย่างดินด้วยวิธี centrifuge ด้วยอัตราเร็วรอบ 1200 - 1500 รอบ/นาที 15 นาที (ภาพที่ 3.7) แยกส่วนของสารสกัดมา 3 ml ใส่หลอดเซนทริฟิวจ์ และเติม H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> เข้มข้น 12 N 150 µl เขย่าด้วยวิธี vortex 30 วินาที (ทดสอบค่า pH ของสารสกัด; ควรมีค่าต่ำกว่า 1.5 ถ้า pH สูงกว่า 1.5 ให้เติมสารละลายกรด) จากนั้นเติม CHCl<sub>3</sub> 2 ml vortex 30 วินาที ตามด้วยเซนทริฟิวจ์ 2 นาที (3000 รอบ/นาที) แยกสารสกัดในชั้นคลอโรฟอร์มใส่ในหลอดทดลองอันใหม่ (ทำการสกัดเช่นเดียวกันซ้ำอีก 2 ครั้ง) รวมสารสกัดที่ได้ในแต่ละครั้ง และระเหยตัวทำละลายออกจนเกือบแห้งโดยการเป่าด้วยแก๊สไนโตรเจน จากนั้นเติมน้ำ (HPLC grade) ปริมาตร 4 ml หรือ mobile phase (acetonitrile : H<sub>2</sub>O: acetic acid) แล้วเขย่าด้วย vortex 30 วินาที sonicate 5 นาที เขย่าด้วย vortex อีก 30 วินาที กรองสารสกัดผ่าน nylon membrane filter 0.45µm และวิเคราะห์สารเป้าหมายด้วยวิธี high performance liquid chromatography-ultraviolet detection (Chin-Kai Meng, *Agilent Technologies*, printed in USA, July 25, 2006)



ภาพที่ 3.7 การแยกสารสกัดออกจากตัวอย่างดินด้วยวิธีเซนทริฟิวจ์

### 3.7.2 การเตรียมตัวอย่างน้ำ

กรองตัวอย่างน้ำ 500 ml ใส่ขวดรูปชมพู่ นำตัวอย่างน้ำที่กรองได้มาสกัดด้วยวิธี solid phase extraction (ภาพที่ 3. 8) โดยนำตัวอย่างน้ำเทผ่านลงใน LC-18 SPE column (500 mg , 3 ml) ที่ปรับสภาวะเหมาะสมด้วย methanol 10 ml และน้ำกลั่น 10 ml (อัตราการไหล 10 ml/min) และทำให้ SPE column แห้งด้วยวิธี gentle vacuum เป็นเวลา 30 วินาที จากนั้นจะสารเป้าหมายออกจาก SPE column ด้วยตัวทำละลายผสมระหว่าง ethyl acetate:methanol (1:1, v/v) 4 ml และเติม methanol:NH<sub>3</sub> (4:1) 50 µl ระเหยตัวทำละลายออกจนเกือบแห้งโดยการเป่าด้วยแก๊สไนโตรเจนหรือใช้ rotary evaporator ปรับปริมาตรสารสกัดด้วย methanol:H<sub>2</sub>O (1:4) จนได้ปริมาตร 1 ml และวิเคราะห์สารเป้าหมายด้วยวิธี high performance liquid chromatography - ultraviolet detection (Aleksandra Nestorovska - Krsteska et.al., *Macedonian Journal of Chemistry and Chemical engineering*, Vol 27, No.1, pp.25-33, 2008)

3.7.3 วิเคราะห์สารสกัดที่ได้จากข้อ 3.7.1 และ 3. 7.2 ด้วยวิธี high performance liquid chromatography (ภาพที่ 3.9) โดยใช้สภาวะเหมาะสม ดังนี้

Mobile phase	:	acetonitrile : water : acetic acid (39:59:2)
Flow rate	:	1.0 ml/min
Column	:	stability RP-18 (4.6x250mm , 5 µm)
Injection volume	:	20 µl

Detector : UV 229 nm  
Column temperature : ambient temperature  
Retention time ของ 2,4-D : 12.216 min



ภาพที่ 3.8 การสกัดตัวอย่างน้ำด้วยวิธี solid phase extraction (SPE)

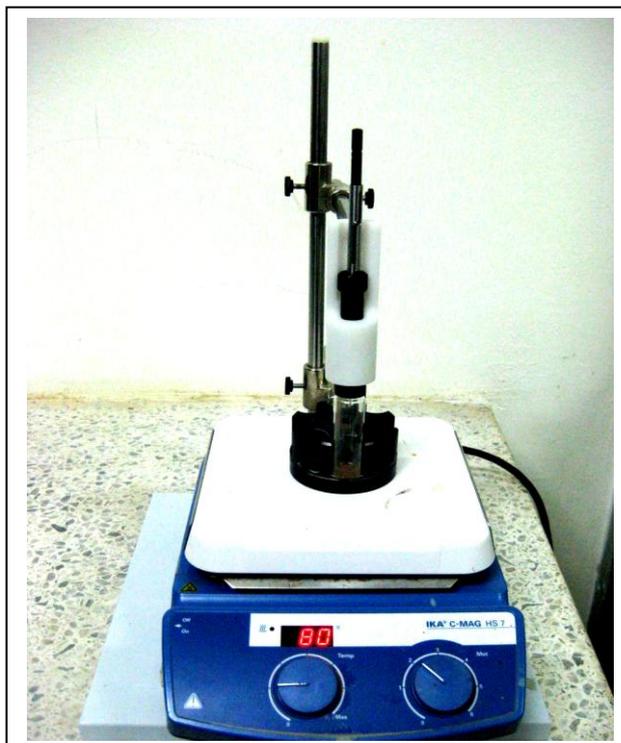


ภาพที่ 3.9 การวิเคราะห์สาร 2,4-D ในสารละลายตัวอย่างด้วยวิธี HPLC-UV detection

### 3.8 การวิเคราะห์ปริมาณของสารฆ่าแมลงกลุ่มออร์แกโนคลอรีน (organochlorine pesticides; OCPs) และสารโพลีคลอรีเนตไบฟีนิล (polychlorinated biphenyls; PCBs)

#### 3.8.1 ตัวอย่างดิน

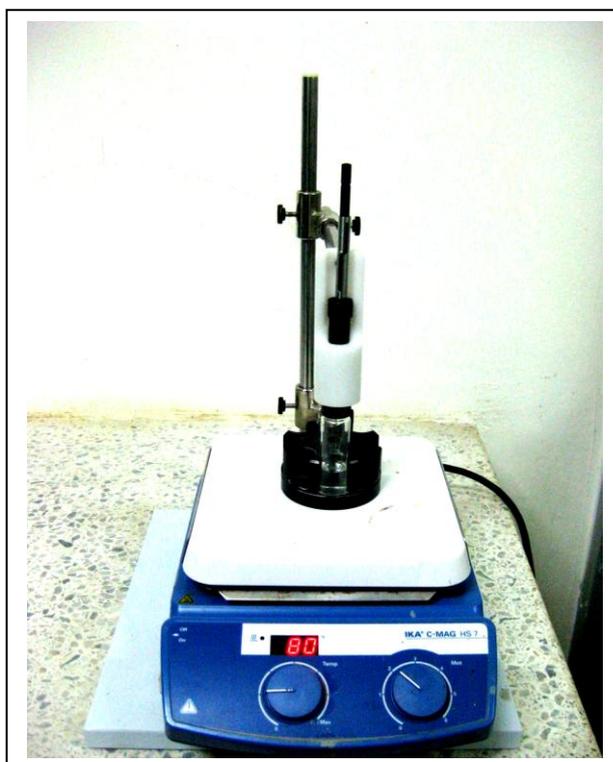
ซึ่งตัวอย่างดินมา 0.5 กรัม ใส่ใน amber vials ขนาด 15 ml เติมน้ำปราศจากไอออน 1 ml และใส่ magnetic bar (หุ้มด้วย Teflon ยาว 0.8 cm) ลงใน vial ปิดปาก vial ด้วย PTFE coated septa กวนตัวอย่างให้เป็น slurry ด้วย magnetic stirrer ความเร็วรอบ 500 รอบต่อนาที เป็นเวลา 2 นาที จากนั้นทำให้สารเข้าสู่สมดุลโดยการจุ่ม vial ลงใน water bath ควบคุมอุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 5 นาที และทำให้สารเป้าหมายเข้าสู่สมดุลอีกครั้งโดยการกวนตัวอย่าง ด้วยความเร็วรอบ 500 รอบต่อนาที เป็นเวลา 2 นาที สกัดสารเป้าหมายด้วยวิธี headspace - solid phase microextraction โดยจุ่ม 100- $\mu\text{m}$  PDMS fiber ลงไปบริเวณ headspace โดยใช้อุณหภูมิ และเวลาการสกัด 80 องศาเซลเซียส และ 60 นาที ตามลำดับ และ inject เข้า GC injector port เพื่อไล่สารออกจาก fiber (desorption) โดยใช้ desorption temperature และ desorption time 260 องศาเซลเซียส และ 5 นาที ตามลำดับ และวิเคราะห์สารเป้าหมายด้วยวิธี gas chromatography–electron capture detection (Abdelkader Derouiche et.al., *Journal of Chromatography A*, 1138 (2007), pp. 231-243; Ruey-An Doong, Pei-Lin Liao, *Journal of chromatography A*, 918; 2001: pp.177-188) ภาพการสกัดตัวอย่างดินแสดงในภาพที่ 3.10



ภาพที่ 3.10 การสกัดตัวอย่างดินด้วยวิธี headspace-solid phase microextraction (HS-SPME)

### 3.8.2 ตัวอย่างน้ำ

ปิเปตตัวอย่างน้ำมาปริมาตร 5 ml ใส่ใน amber vials ขนาด 15 ml และใส่ magnetic bar (หุ้มด้วย Teflon ยาว 0.8 cm) ลงใน vial ปิดปาก vial ด้วย PTFE coated septa กวนตัวอย่างให้เป็นเนื้อเดียวกันด้วย magnetic stirrer ด้วยความเร็วรอบ 500 รอบต่อนาที เป็นเวลา 1 นาที จากนั้นทำให้สารเข้าสู่สมดุลโดยการจุ่ม vial ลงใน water bath ควบคุมอุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 5 นาที และทำให้สารเป้าหมายเข้าสู่สมดุลอีกครั้งโดยการกวนตัวอย่าง ด้วยความเร็วรอบ 500 รอบต่อนาที เป็นเวลา 2 นาที สกัดสารเป้าหมายด้วยวิธี headspace-solid phase microextraction โดยจุ่ม 100- $\mu$ m PDMS fiber ลงไปบริเวณ headspace โดยใช้ อุณหภูมิและเวลาในการสกัด 80 องศาเซลเซียส และ 60 นาที ตามลำดับ และ inject เข้า GC injector port เพื่อไล่สารออกจาก fiber (desorption) โดยใช้ desorption temperature และ desorption time 260 องศาเซลเซียส และ 5 นาที ตามลำดับ และวิเคราะห์สารเป้าหมายโดยวิธี gas chromatography–electron capture detection (Abdelkader Derouiche et,al., *Journal of Chromatography A*, 1138(2007), pp. 231-243; Ruey-An Doong, Pei-Lin Liao, *Journal of chromatography A*, 918; 2001: pp.177-188) ภาพการสกัดตัวอย่างน้ำแสดงในภาพที่ 3.11



ภาพที่ 3.11 การสกัดตัวอย่างน้ำใต้ดินและน้ำผิวดินด้วยวิธี headspace - solid phase microextraction (HS-SPME)

3.8.3 วิเคราะห์สารสกัด ที่ได้จากข้อ 3. 8.1 และ 3. 8.2 ด้วยวิธี gas chromatography – electron capture detector (ภาพที่ 3.12) โดยใช้สภาวะเหมาะสม ดังนี้

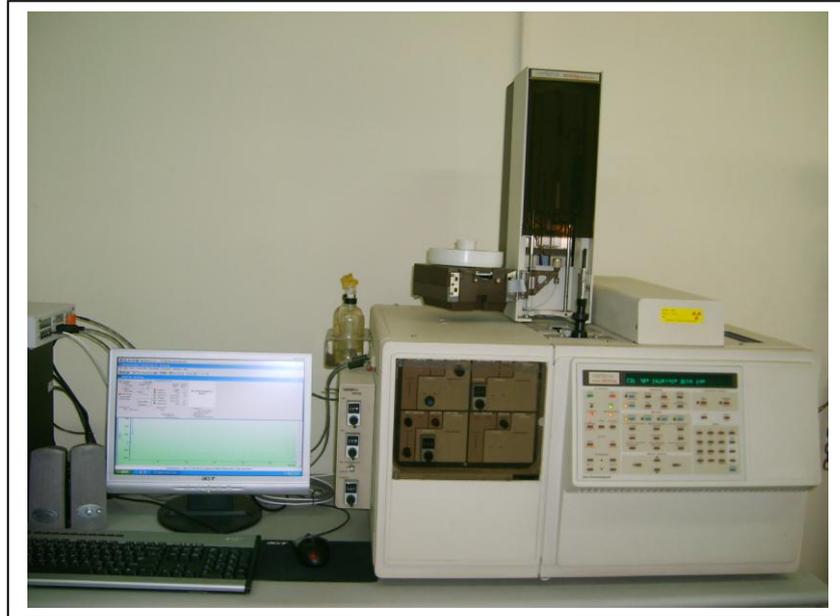
Injection mode	:	splitless mode
Injection temperature	:	260°C
Column temperature	:	50°C hold 2 min 160°C hold 5 min rate 10°C/min 260°C hold 10 min rate 20°C/min
Detector temperature	:	300°C
Column flow rate	:	1.5 ml/min
Totoa time	:	33 min

ตารางที่ 3.1 retention time ของสาร OCPs

ชนิดของ OCPs	Retention time (min)
Heptachlor	19.0152
aldrin	19.9813
Endosulfan I	21.3715
DDE	21.7464
Endrin	22.0587
Endosulfan II	22.1426
2,4-DDT	22.3655
4,4-DDT	22.7674

ตารางที่ 3.2 retention time ของสาร PCBs

ชนิดของ PCBs	Retention time (min)
2,4,4-trichlorobiphenyl	18.4117
2,2,5,5-tetrachlorobiphenyl	19.5656
2,2,4,5,5-pentachlorobiphenyl	21.3220
2,2,3,4,4,5-hexachlorobiphenyl	22.5277
2,2,4,4,5,5-hexachlorobiphenyl	22.8425
2,2,3,4,4,5,5-heptachlorobiphenyl	23.7225



ภาพที่ 3.12 การวิเคราะห์สาร OCPs และ PCBS โดยวิธี gas chromatography  
electron capture detection

### 3.9 การวิเคราะห์ปริมาณโลหะหนัก (heavy metals)

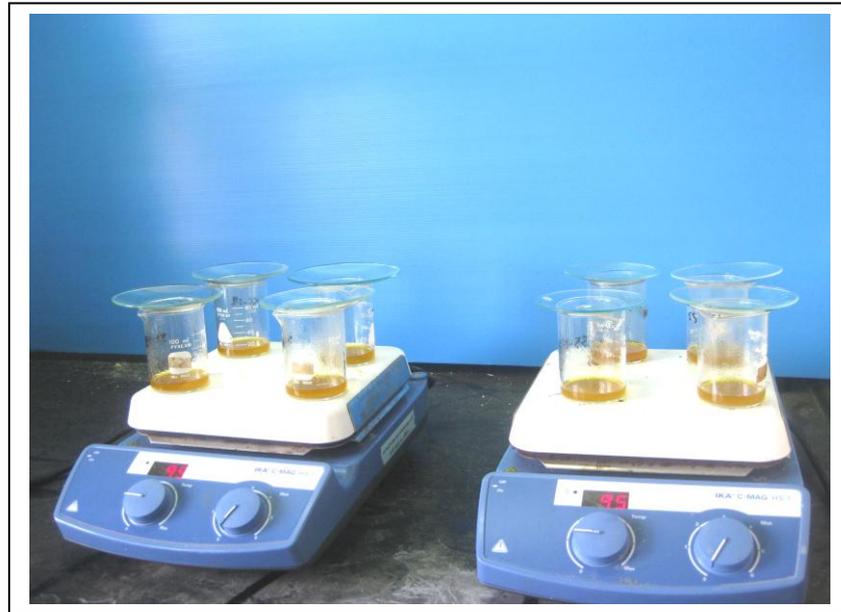
#### 3.9.1 ตัวอย่างดิน

ชั่งตัวอย่างดินประมาณ 0.5 กรัม ใส่ในบีกเกอร์ขนาด 150 ml เติมกรดไฮโดรคลอริกเข้มข้น : กรดไนตริกเข้มข้น (3:1) 8 ml และกรดเปอร์คลอริกเข้มข้น 3 ml ย่อยตัวอย่างดินที่อุณหภูมิ 90 – 95 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 6 ชั่วโมง กรองสารละลายตัวอย่างใส่ในขวดวัดปริมาตรขนาด 25 ml ด้วยกระดาษกรองเบอร์ 1 (เพื่อแยกดินทิ้งไป) เจือจางสารละลายตัวอย่างด้วยน้ำกลั่นจนกระทั่งได้สารละลายตัวอย่างปริมาตร 25 ml และวิเคราะห์ปริมาณโลหะหนักด้วยวิธี atomic absorption spectrophotometry (Mustafa Tuzen, *Microchemical journal* 74; 2003: 289-297) สารละลายแปลงค่าสามารถดำเนินการได้ตามขั้นตอนข้างต้น ภาพการย่อยตัวอย่างดินแสดงในภาพที่ 3.13

#### 3.9.2 ตัวอย่างน้ำ

ปีเปตตัวอย่างน้ำปริมาตร 100 ml ใส่บีกเกอร์ขนาด 250 ml เติมกรดไนตริกเข้มข้น ปริมาตร 2 ml และกรดไฮโดรคลอริกเข้มข้นปริมาตร 5 ml ปิดปากบีกเกอร์ด้วยกระดาษฟิวส์ ย่อยตัวอย่างน้ำที่อุณหภูมิ 90 – 95 องศาเซลเซียส โดยใช้ steam bath หรือ hot plate จนกระทั่ง ปริมาตรของตัวอย่างน้ำลดลงเหลือปริมาตร 15-20 ml ปล่อยให้สารละลายตัวอย่างเย็นลงที่ อุณหภูมิห้อง ล้างขอบด้านข้างบีกเกอร์และกระดาษฟิวส์ด้วยน้ำกลั่น กรองสารละลายตัวอย่างใส่ ขวดวัดปริมาตรขนาด 100 ml ด้วยกระดาษกรองเบอร์ 1 ล้างกระดาษกรองด้วยกรดไนตริกเจือจาง

เข้มข้น 0.1 M ก่อนปรับปริมาตรเป็น 100 ml ด้วยน้ำกลั่น และวิเคราะห์ปริมาณโลหะหนักด้วยวิธี atomic absorption spectrophotometry (modified by EPA method 3005A) สารละลายแบบลงค์สามารถดำเนินการได้ตามขั้นตอนข้างต้น ภาพการย่อยตัวอย่างน้ำแสดงในภาพที่ 3.14



ภาพที่ 3.13 การย่อยตัวอย่างดินด้วยสารละลายกรด



ภาพที่ 3.14 การย่อยตัวอย่างน้ำด้วยสารละลายกรด

3.9.3 การวิเคราะห์โลหะหนักในตัวอย่างน้ำและดินโดยวิธี flame - atomic absorption spectrophotometry (ภาพที่ 3.15) โดยใช้สภาวะเหมาะสมดังต่อไปนี้

ตารางที่ 3.3 สภาวะเหมาะสมของการวิเคราะห์โลหะหนักโดยวิธี Flame-AAS

Metal	wavelength (nm)	slit width (nm)	lamp current	gas flow
Fe	248.3	0.2 High	30	air/C <sub>2</sub> H <sub>2</sub> (4:2)
Cu	324.8	0.7 high	30	air/C <sub>2</sub> H <sub>2</sub> (4:2)
Cd	228.8	0.7 high	12	air/C <sub>2</sub> H <sub>2</sub> (4:2)
Cr	357.9	0.7 high	30	air/C <sub>2</sub> H <sub>2</sub> (4:2)
Pb	283.3	0.7 high	12	air/C <sub>2</sub> H <sub>2</sub> (4:2)
Mn	279.5	0.2 high	30	air/C <sub>2</sub> H <sub>2</sub> (4:2)
Ni	232.0	0.2 high	30	air/C <sub>2</sub> H <sub>2</sub> (4:2)
Zn	213.9	0.7 high	12	air/C <sub>2</sub> H <sub>2</sub> (4:2)



ภาพที่ 3.15 การวิเคราะห์สารละลายตัวอย่างน้ำและดินโดยวิธี Flame - atomic absorption spectrophotometry