

บทที่ 3

การดำเนินการวิจัย

3.1 วัสดุอุปกรณ์ในการวิจัย

- 3.1.1 ถังโพลีเอทีลีนขนาด 20 ลิตร สำหรับเก็บตัวอย่างน้ำเสียมาใช้ในการทดลอง
- 3.1.2 กระจกพลาสติกขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 11 นิ้ว สำหรับปลูกหญ้าแฝก
- 3.1.3 หลอดโพลีเอทีลีน และกระบอกอะลูมิเนียม(ดังแสดงในรูปที่3.1) สำหรับใช้ในการนำสารตัวอย่างเข้าอบรังสีนิวตรอน ที่ระบบ Lazy Susan
- 3.1.4 ชุดอุปกรณ์ในการเตรียมสารตัวอย่างสำหรับการวิเคราะห์ด้วยวิธีการเรืองรังสีเอกซ์ (แสดงในรูปที่ 3.2 และรูปที่3.3) ประกอบด้วย
 - 3.1.4.1 ถ้วยอะลูมิเนียมขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 4 ซม.
 - 3.1.4.2 เครื่องผสมตัวอย่าง รุ่น SX-NMA ของบริษัทJEOL LTD./JAPAN X-RAY
 - 3.1.4.3 เครื่องอัดตัวอย่าง ยี่ห้อ PHILIPS รุ่น MiNipress
 - 3.1.4.4 ถ้วยใส่สารตัวอย่างเส้นผ่านศูนย์กลาง 6 ซม. สำหรับเข้าเครื่องวิเคราะห์
 - 3.1.4.5 ถ้วยสำหรับผสมสารตัวอย่างและ H_3BO_3
 - 3.1.4.6 ถ้วย stainless steel สำหรับใส่ตัวอย่างเข้าเครื่องอัด
- 3.1.5 เครื่องมือวิเคราะห์ตัวอย่าง
 - 3.1.5.1 เครื่องวิเคราะห์ และชุดอุปกรณ์สำหรับวิเคราะห์ตัวอย่างด้วยเทคนิคนิวตรอนแอคติเวชัน ยี่ห้อ OXFORD ชนิดหัววัด HPGe
 - 3.1.5.2 เครื่องวิเคราะห์ตัวอย่างด้วยวิธีการเรืองรังสีเอกซ์ ยี่ห้อ PHILIPS รุ่น PW2400 X-ray Spectrometer
- 3.1.6 เครื่องชั่งน้ำหนัก ยี่ห้อ METTLER รุ่น AE 200
- 3.1.7 กระจาดใยแก้วสำหรับเป็นภาชนะรองรับ เพื่อให้ความร้อนในการปิดผนึกของหลอดโพลีเอทีลีน

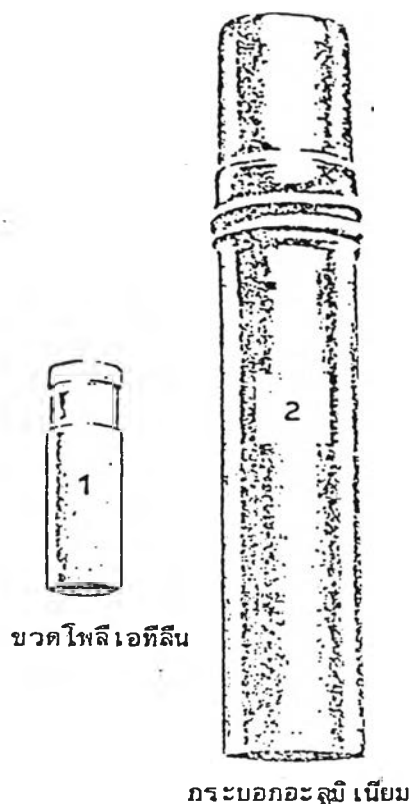
3.2 สารเคมีที่ใช้

- 3.2.1 สารมาตรฐานที่ใช้ในการวิเคราะห์ด้วยเทคนิคนิวตรอนแอคติเวชัน คือ สารมาตรฐาน SL-1(Trace element in lake sediment) ของทบวงการพลังงานปรมาณูระหว่างประเทศ(IAEA)
- 3.2.2 แหล่งกำเนิดรังสีแกมมาพลังงานต่ำที่ใช้เป็นสารเปรียบเทียบพลังงานของรังสีแกมมาในการวิเคราะห์ด้วยเทคนิคนิวตรอนแอคติเวชันได้แก่ Co-60, Cs-137, K-40, Mn-54 และ Eu-152

3.2.3 สารเคมีที่ใช้ในการปรับพีเอชน้ำเสียทั้ง 2 ชนิดคือ โซเดียมไฮดรอกไซด์(NaOH) และกรดซัลฟิวริก(H_2SO_4)

3.2.4 สารมาตรฐานที่ใช้ในการวิเคราะห์ด้วยวิธีการเรืองรังสีเอ็กซ์ มีดังนี้

- 3.2.4.1 CuO 98% บริษัท Fluka เกรดวิเคราะห์
- 3.2.4.2 NiO 99% บริษัท Fluka เกรดวิเคราะห์
- 3.2.4.3 ZnO 99% บริษัท BDH เกรด GPR
- 3.2.4.4 PbO บริษัท HOPKIN & WILLIAMS เกรดวิเคราะห์
- 3.2.4.5 $K_2Cr_2O_7$ 98% บริษัท RIEDEL-DE HAEN
- 3.2.4.6 H_3BO_3 (Boric Acid) บริษัท MERCK เกรด GR
- 3.2.4.7 IAEA-SL-1, Lake Sediment



รูปที่ 3.1 ภาชนะบรรจุตัวอย่าง(vial) (1) และภาชนะนำสารเข้าอานรังสีนิวตรอน (2)
(พรทิพย์ ตัดตะวะศาสตร์, 2529)

3.3 ดิน น้ำชะมูลฝอย และน้ำเสียอุตสาหกรรม

3.3.1 วิเคราะห์คุณภาพ และปริมาณโลหะหนัก ในน้ำเสียทั้ง 2 ชนิด ก่อนการทดลอง เพื่อศึกษาเบื้องต้นถึงลักษณะน้ำเสีย และโลหะหนักที่สนใจคือ ตะกั่ว สังกะสี ทองแดง นิเกิล และโครเมียม ผลการวิเคราะห์แสดงในภาคผนวก ง.

3.3.2 ขั้นตอนการปลูก

3.3.2.1 เพื่อให้การทดลองใกล้เคียงกับความเป็นจริงในภาคสนาม ดินที่ใช้ในการทดลองจึงนำมาจากบริเวณใกล้เคียงกับหลุมฝังกลบขยะชุมชนของบริษัทกลุ่ม 79 จำกัด ตั้งอยู่ที่อำเภอกำแพงแสน จังหวัดนครปฐม โดยชั่งดินใส่กระถางๆละ 7 กก.

3.3.2.2 นำหญ้าแฝกที่เพาะให้มีอายุประมาณ 3 เดือน ปลูกลงในกระถาง กระถางละ 2 ต้น ตัดหญ้าแฝกก่อนเริ่มการทดลองให้มีความสูงเท่ากันคือ 15 ซม.จำนวน 64 กระถาง(แสดงในรูปที่ 3.5) โดยแบ่งเป็น 2 ชุด คือ ชุดแรกรดด้วยน้ำชะมูลฝอย และชุดที่สองรดด้วยน้ำเสียอุตสาหกรรม นำหญ้าแฝกทั้ง 64 กระถางไปตั้งไว้ในอาคารเรือนกระจก(green house) เพื่อควบคุมสภาวะต่างๆที่มีผลต่อการเจริญเติบโตให้ใกล้เคียงกัน โดยตำแหน่งการจัดเรียงกระถางทั้ง 64 กระถางแสดงดังรูปที่ 3.4 ในระยะแรกของการปลูกได้ใส่ปุ๋ยสูตร 15-15-15 อัตรา 3 กรัมต่อดิน 7 กก. แบ่งการใส่ปุ๋ยเป็น 3 ช่วงๆละ 1 กรัม

3.3.2.3 ปรับค่าพีเอชของน้ำชะมูลฝอยที่มีค่าประมาณ 11 และน้ำเสียอุตสาหกรรมที่มีค่าพีเอชประมาณ 3 ให้มีค่าพีเอชของน้ำเสียทั้ง 2 ชนิดเท่ากับ 7 โดยใช้กรดซัลฟูริกในการปรับค่าพีเอชของน้ำชะมูลฝอย และใช้โซเดียมไฮดรอกไซด์ในการปรับค่าพีเอชของน้ำเสียอุตสาหกรรม จากนั้นนำน้ำเสียทั้ง 2 ชนิดมาแปรค่าความเข้มข้นเป็น 50 70 100 และ0(น้ำประปา) เปอร์เซ็นต์ในแต่ละความเข้มข้นมี 4 ข้ำ

3.3.2.4 นำน้ำเสียที่ปรับพีเอชเรียบร้อยแล้วในข้อ 3.3.2.3 มารดหญ้าแฝก โดยรดวันเว้นวันในปริมาณ 200 มล.ต่อกระถางต่อครั้ง

3.3.3 การเก็บเกี่ยวหญ้าแฝกของทั้ง 2 ชุด แบ่งออกเป็น 2 ช่วงระยะเวลาการเก็บเกี่ยว คือ ชุดที่รดด้วยน้ำชะมูลฝอยมีระยะเวลาการเก็บเกี่ยวแรกและระยะที่สอง เป็น 90 และ 120 วัน ตามลำดับ ส่วนชุดที่รดด้วยน้ำเสียอุตสาหกรรมมีระยะเวลาการเก็บเกี่ยวแรกและระยะที่สอง เป็น 45 และ 90 วัน ตามลำดับ ทั้งนี้โดยดูจากความเหมาะสมในด้านการเจริญเติบโตของหญ้าแฝกที่รดด้วยน้ำเสียทั้ง 2 ชนิดเป็นสำคัญ ซึ่งได้ทำการทดสอบความสามารถในการอยู่รอดของแฝก แล้วปรากฏว่าแฝกที่รดด้วยน้ำเสียอุตสาหกรรมตายก่อนแฝกที่รดด้วยน้ำชะมูลฝอย

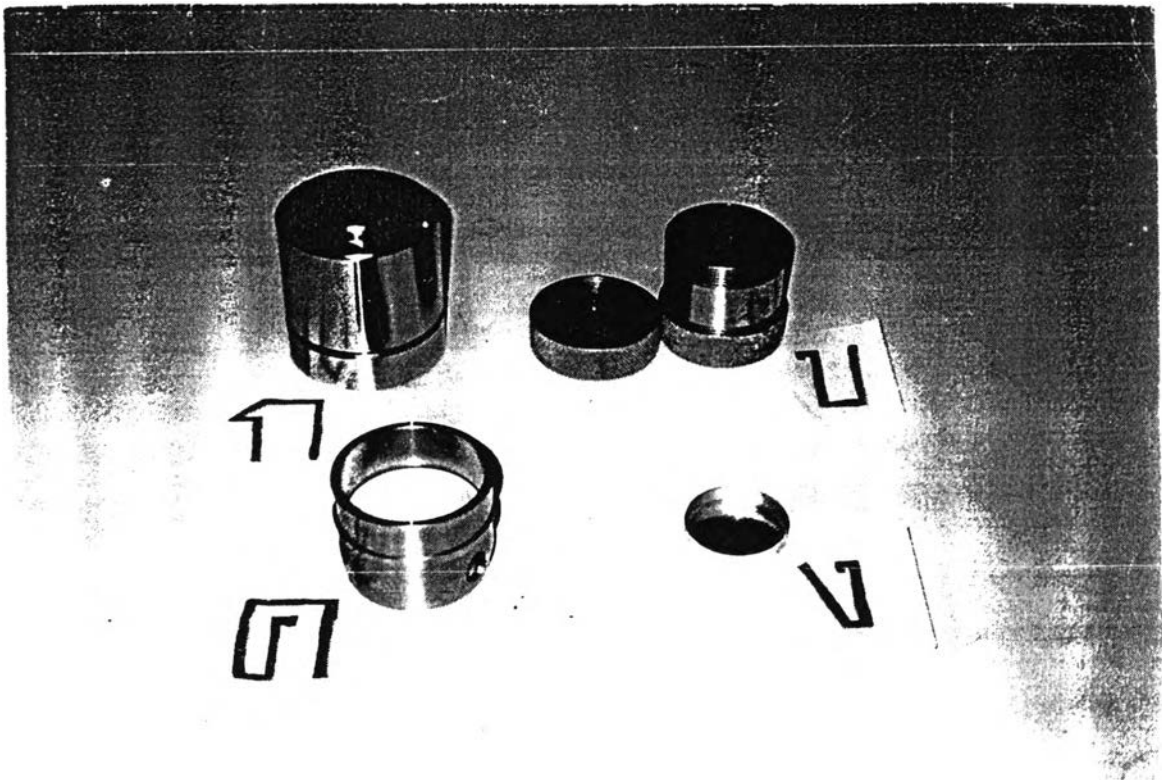
3.3.4 การเตรียมตัวอย่าง

3.3.4.1 เมื่อครบระยะเวลาเก็บเกี่ยวในหัวข้อที่ 3.3.3 ได้นำหญ้าแฝกออกจากกระถาง

* คุณภาพน้ำ และปริมาณโลหะหนัก ได้รับการวิเคราะห์เบื้องต้นจากกรมควบคุมมลพิษ โดยโลหะหนักใช้

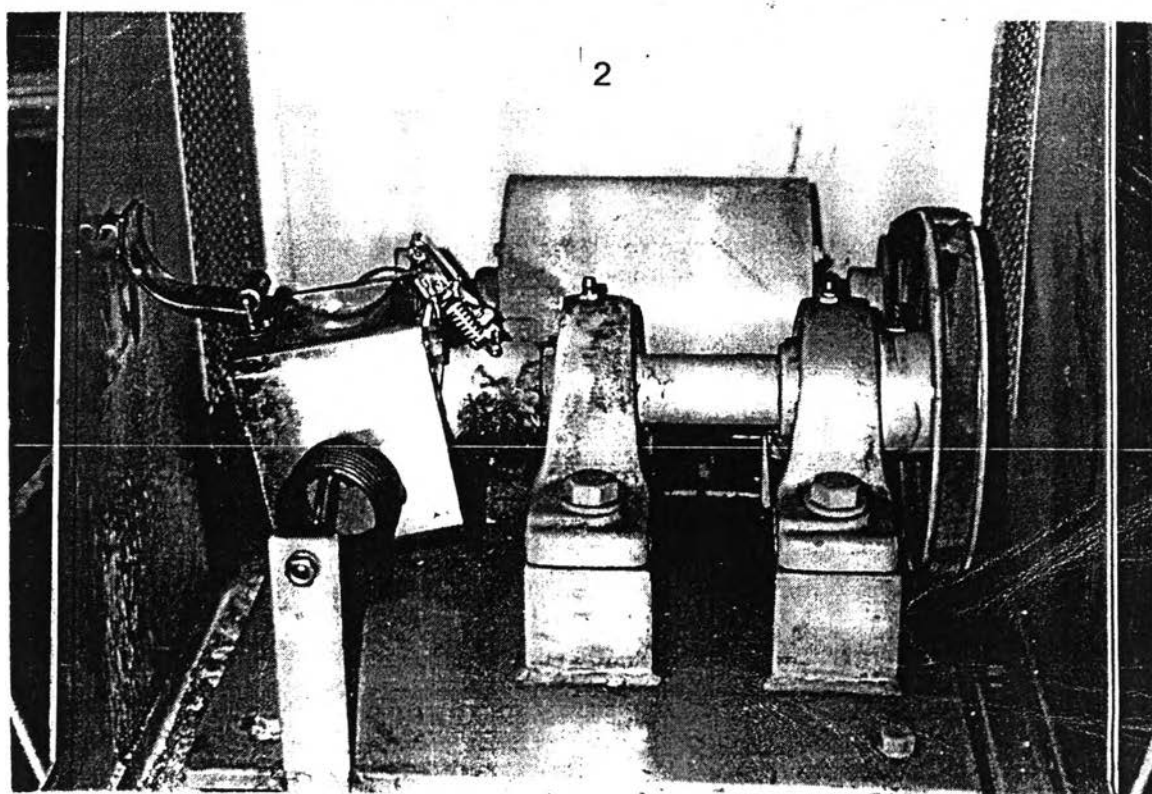
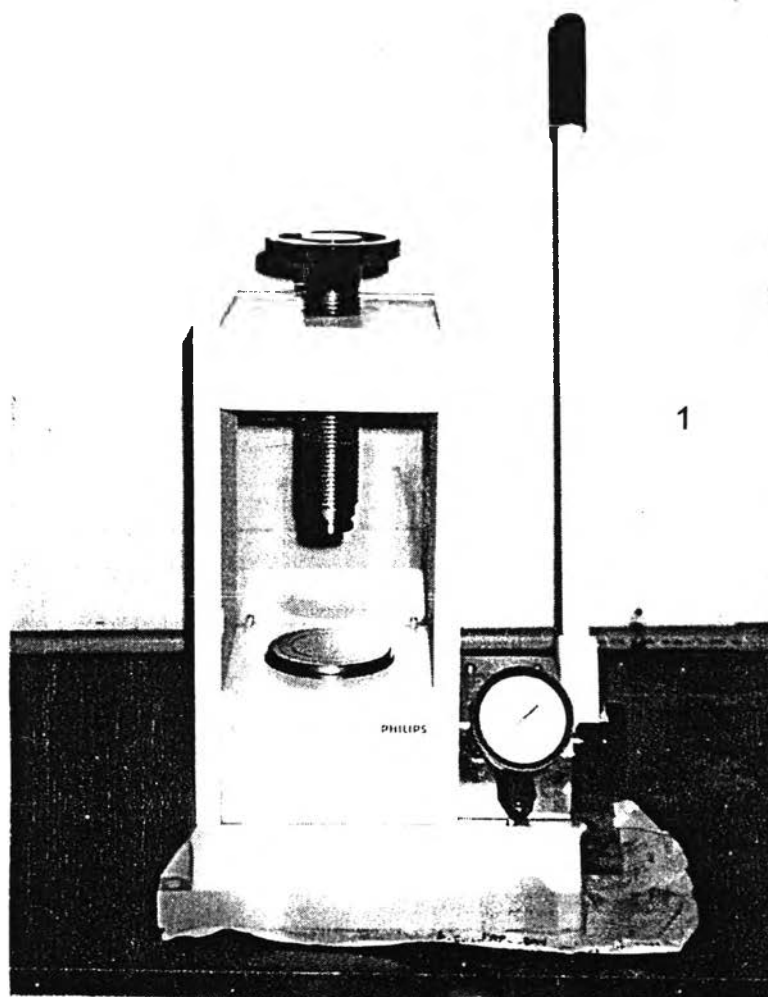
โดยแบ่งออกเป็น 3 ส่วนคือ ต้น ราก และ ดินที่ใช้ปลูกในกระถางนั้นๆ นำต้น และราก ล้างให้สะอาดด้วยน้ำประปา อบให้แห้งที่อุณหภูมิ 50 องศาเซลเซียส นาน 1 สัปดาห์ บดให้ละเอียดด้วยเครื่องบดน้ำผลไม้ ส่วนดินนำไปตากในสภาวะอากาศปกติ(air dry) แล้วบดให้ละเอียดด้วยครกหินอ่อน

3.3.4.2 น้ำเสียทั้ง 2 ชนิด นำมาทำระเหยน้ำออกเพื่อให้มีความเข้มข้นเพิ่มขึ้น (preconcentrate) จากนั้นอบจนแห้งที่อุณหภูมิ 70 องศาเซลเซียส นาน 10 ชม. นำน้ำเสียทั้ง 2 ชนิดที่แห้งแล้วมาบดให้ละเอียด โดยใช้ครกหินอ่อน



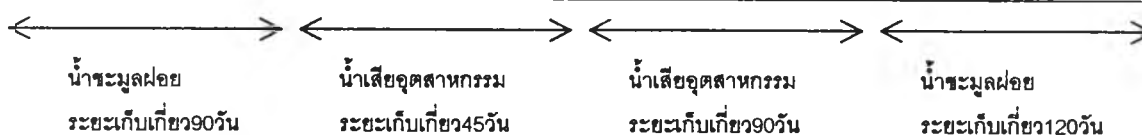
รูปที่ 3.2 อุปกรณ์ที่ใช้ในการเตรียมตัวอย่างสำหรับการวิเคราะห์ด้วยวิธีเรอจิงส์เอกซ์

- (ก) ถ้วย stainless steel ใส่ตัวอย่างเข้าเครื่องอัดไฮดรอลิก
- (ข) ภาชนะสำหรับผสมสารตัวอย่างกับกรดบอริก
- (ค) ภาชนะสำหรับใส่ตัวอย่างที่อัดเรียบร้อยแล้วเข้าเครื่องวิเคราะห์
- (ง) ถ้วยอะลูมิเนียมใส่ตัวอย่าง



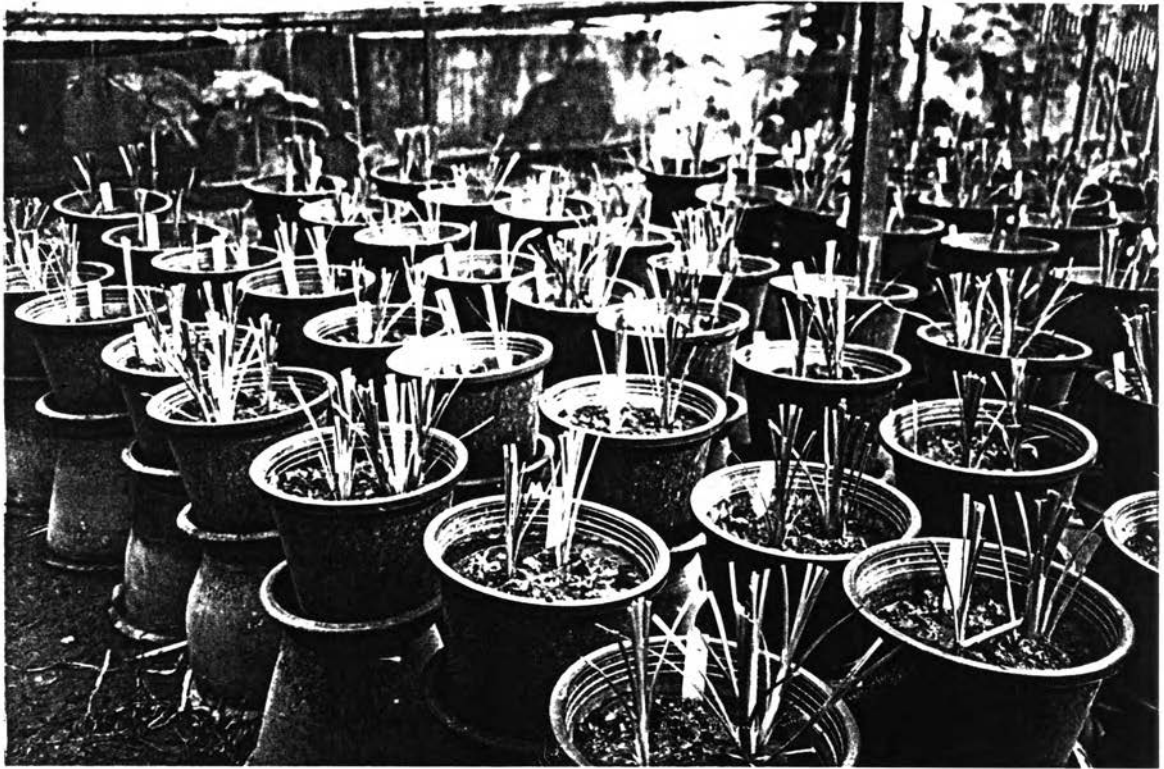
รูปที่ 3.3 เครื่องอัดไฮดรอลิก(1) และเครื่องผสมสารตัวอย่างกับ H_3BO_3 (2)

L 100% ซ้ำที่ 1	L 100% ซ้ำที่ 2	I 100% ซ้ำที่ 1	I 100% ซ้ำที่ 2	I 100% ซ้ำที่ 1	I 100% ซ้ำที่ 2	L 100% ซ้ำที่ 1	L 100% ซ้ำที่ 2
L 100% ซ้ำที่ 3	L 100% ซ้ำที่ 4	I 100% ซ้ำที่ 3	I 100% ซ้ำที่ 4	I 100% ซ้ำที่ 3	I 100% ซ้ำที่ 4	L 100% ซ้ำที่ 3	L 100% ซ้ำที่ 4
L 70% ซ้ำที่ 1	L 70% ซ้ำที่ 2	I 70% ซ้ำที่ 1	I 70% ซ้ำที่ 2	I 70% ซ้ำที่ 1	I 70% ซ้ำที่ 2	L 70% ซ้ำที่ 1	L 70% ซ้ำที่ 2
L 70% ซ้ำที่ 3	L 70% ซ้ำที่ 4	I 70% ซ้ำที่ 3	I 70% ซ้ำที่ 4	I 70% ซ้ำที่ 3	I 70% ซ้ำที่ 4	L 70% ซ้ำที่ 3	L 70% ซ้ำที่ 4
L 50% ซ้ำที่ 1	L 50% ซ้ำที่ 2	I 50% ซ้ำที่ 1	I 50% ซ้ำที่ 2	I 50% ซ้ำที่ 1	I 50% ซ้ำที่ 2	L 50% ซ้ำที่ 1	L 50% ซ้ำที่ 2
L 50% ซ้ำที่ 3	L 50% ซ้ำที่ 4	I 50% ซ้ำที่ 3	I 50% ซ้ำที่ 4	I 50% ซ้ำที่ 3	I 50% ซ้ำที่ 4	L 50% ซ้ำที่ 3	L 50% ซ้ำที่ 4
0% ซ้ำที่ 1	0% ซ้ำที่ 2	0% ซ้ำที่ 1	0% ซ้ำที่ 2	0% ซ้ำที่ 1	0% ซ้ำที่ 2	0% ซ้ำที่ 1	0% ซ้ำที่ 2
0% ซ้ำที่ 3	0% ซ้ำที่ 4	0% ซ้ำที่ 3	0% ซ้ำที่ 4	0% ซ้ำที่ 3	0% ซ้ำที่ 4	0% ซ้ำที่ 3	0% ซ้ำที่ 4



หมายเหตุ ที่ 0% คือ รดด้วยน้ำประปา

รูปที่ 3.4 ตำแหน่งการจัดเรียงกระถางที่ใช้ในการทดลอง ที่ระดับความเข้มข้นต่างๆ ทั้ง 4 ซ้ำ โดยที่ L คือ กระถางน้ำชะมูลฝอย และ I คือกระถางที่รดด้วยน้ำเสียอุตสาหกรรม



(1)



(2)

รูปที่ 3.5 ลักษณะของแฝกก่อนเริ่มการทดลอง(1) และเมื่ออายุ 30 วัน(2)

3.3.5 การวิเคราะห์ด้วยเทคนิคนิวตรอนแอคติเวชัน

3.3.5.1 นำสารตัวอย่าง คือ ดิน ราก ดิน และน้ำเสีย ที่ละเอียดแล้วในข้อที่ 3.3.4.1 และ 3.3.4.2 รวมทั้งสารมาตรฐานใส่หลอดโพลิเอทิลีน โดยชั่งน้ำหนักของสารตัวอย่างและสารมาตรฐานให้ใกล้เคียงกันประมาณ 50 มิลลิกรัม นำสารตัวอย่างและสารมาตรฐานที่ใส่ในหลอดโพลิเอทิลีน นำหลอดโพลิเอทิลีนที่ใส่สารตัวอย่างเรียบร้อยแล้วมารีดด้วยเตารีด เพื่อให้ผ่านหลอดปิดสนิท จากนั้นนำไปใส่ลงในกระบอกอะลูมิเนียม เพื่อนำไปอบรังสีนิวตรอนในห้อง Lazy Susan (ค่านิวตรอน

ฟลักซ์เท่ากับ 3.2×10^{12} นิวตรอนต่อตารางเซนติเมตรต่อวินาที) นาน 3 วัน และทิ้งไว้ 15 วัน ก่อนนำสารตัวอย่างเข้าวิเคราะห์ ทั้งนี้เพื่อให้ความแรงรังสีที่เกิดจากภาชนะบรรจุสารตัวอย่างลดลง และป้องกันพลังงานของรังสีแกมมาที่เกิดจากธาตุที่ไม่สนใจไปรบกวนพลังงานของธาตุที่สนใจ

3.3.5.2 นำสารตัวอย่างและสารมาตรฐานที่เตรียมไว้ไปวัดความแรงรังสีด้วยหัววัดรังสีแกมมา ชนิดหัววัดรังสีแบบ HPGe (hyperpure Ge) พร้อมทั้งปรับค่า coarse gain 20, fine gain 1.5, high voltage 1800 V. และเวลาที่ใช้ในการวัดรังสี 30 นาทีต่อหนึ่งตัวอย่าง จากนั้นคำนวณหาปริมาณโลหะหนัก โดยการคำนวณเปรียบเทียบกับระหว่างอัตรานับรังสีของสารมาตรฐาน และ สารตัวอย่าง ซึ่งขั้นตอนการคำนวณแสดงในภาคผนวก ก.

3.3.6 การวิเคราะห์ด้วยวิธีเรืองรังสีเอกซ์

3.3.6.1 นำสารตัวอย่างที่บดละเอียดแล้วในข้อที่ 3.3.4.1 และ 3.3.4.2 มาผสมกับกรดบอริกซึ่งเป็นตัวช่วยให้สารตัวอย่างยึดติดกันแน่นขึ้น จากนั้นนำตัวอย่างเข้าเครื่องผสมตัวอย่างเพื่อให้แน่ใจว่าสารตัวอย่างกับกรดบอริกผสมเป็นเนื้อเดียวกัน (homogeneous)

3.3.6.2 นำตัวอย่างที่ได้จากหัวข้อ 3.3.6.1 มาใส่ในถ้วยอะลูมิเนียม แล้วนำไปอัดด้วยเครื่องอัดไฮดรอลิก เพื่อให้มีความหนาแน่นเท่าๆกัน ก่อนนำไปวิเคราะห์ในเครื่องวิเคราะห์รังสีเอกซ์

3.3.6.3 เนื่องจากปริมาณโลหะหนักที่ต้องการวิเคราะห์ในสารตัวอย่างมีปริมาณน้อยจึงจำเป็นต้องนำสารมาตรฐานที่ทราบความเข้มข้นแน่นอน มาทำกราฟเปรียบเทียบ โดยการคำนวณหาปริมาณสารมาตรฐานที่ต้องการใช้แสดงไว้ในภาคผนวก ก. ซึ่งค่าความเข้มข้นของสารมาตรฐานที่ใช้ในการทำกราฟเปรียบเทียบแบ่งเป็น 2 ช่วงได้แก่ ช่วงความเข้มข้นต่ำคือ 0.1 0.5 1 5 10 50 70 และ 100 ส่วนในล้านส่วน (ppm) และช่วงความเข้มข้นสูงคือ 500 1000 3000 5000 7000 และ 10000 ส่วนในล้านส่วน (ppm) ทั้งนี้เพื่อให้ครอบคลุมถึงปริมาณโลหะหนักที่มีอยู่ในสารตัวอย่างที่จะทำการวิเคราะห์

3.3.6.4 นำสารมาตรฐานทั้ง 2 ช่วงจากหัวข้อที่ 3.3.6.3 มาทำกราฟเปรียบเทียบโดยวิเคราะห์โลหะหนักแต่ละชนิดในทุกระดับความเข้มข้นที่เตรียมไว้ บันทึกค่าความเข้มข้นและค่า

อัตรานับรังสีเอกซ์ของโลหะหนัก และอัตรานับรังสีเอกซ์กระเจิงของหลอดกำเนิดรังสีเอกซ์ แต่ละชนิดที่เครื่องวิเคราะห์อ่านได้ เพื่อนำมาสร้างเป็นกราฟมาตรฐาน(ดังแสดงในภาคผนวก ค.)ที่ใช้เป็นตัวอ้างอิงในการวิเคราะห์สารตัวอย่าง

3.3.6.4 นำตัวอย่างที่อัดเรียบร้อยแล้ว ไปวัดด้วยเครื่องมือวิเคราะห์รังสีเอกซ์ พร้อมปรับตั้งค่ากระแสที่ 50 mA. โวลต์เทจที่ 60 kV. และใช้เวลาในการวัด 780 วินาทีต่อหนึ่งตัวอย่าง บันทึกค่าอัตรานับรังสีเอกซ์ของธาตุ และอัตรานับรังสีเอกซ์กระเจิง ที่วัดได้จากสารตัวอย่าง มาคำนวณปรับเทียบกับค่าแฟคเตอร์การเจือจาง(dilution factor)ซึ่งเกิดจากการผสมตัวอย่างกับกรดบอริก ตัวอย่างการคำนวณแสดงในภาคผนวก ก.

3.3.7 ศึกษาความเหมาะสม และเปรียบเทียบค่าความเข้มข้นที่ได้จากการวิเคราะห์ทั้ง

3.3.8 สรุป และวิเคราะห์ผลการวิจัย