

### บทที่ 3

#### วิธีดำเนินงานวิจัย

##### 3.1 การสำรวจพื้นที่ศึกษา

พื้นที่ศึกษาได้แก่อ่าวระยอง มีอาณาเขตตั้งแต่ช่องแสมสาร อำเภอสัตหีบ จังหวัดชลบุรี จนถึงบริเวณเขาแหลมหญ้า จังหวัดระยอง หรือบริเวณเส้นละติจูดที่  $12^{\circ} 37' 5''$  เหนือ และระหว่างเส้นลองจิจูดที่  $101^{\circ} 00'$  ถึง  $101^{\circ} 30'$  ตะวันออก การสำรวจพื้นที่ศึกษาเพื่อหาจุดที่เหมาะสมสำหรับการเก็บตัวอย่างตะกอน ดำเนินการดังนี้

###### 3.1.1 สำรวจข้อมูลด้านเอกสารและภาพถ่ายดาวเทียม

จุดเก็บตัวอย่างที่เหมาะสมสำหรับศึกษาประวัติการสะสมโลหะในตะกอน คือ บริเวณที่อัตราการตกตะกอนมีความสม่ำเสมอ ไม่ได้รับการรบกวนจากกิจกรรมของมนุษย์ เช่น การขุด (dredging) และถม (reclamation) พื้นทะเลเพื่อการเดินเรือ หรืออื่นๆ บริเวณที่มีการรบกวนดังกล่าวสามารถจะหลีกเลี่ยงได้ด้วยการศึกษารายงานการวิเคราะห์ผลกระทบสิ่งแวดล้อมของโครงการก่อสร้างท่าเทียบเรือ (รูปที่ ก.7)

นอกจากนี้ ได้อาศัยข้อมูลภาพถ่ายดาวเทียมซึ่งสะท้อนให้เห็นถึงการแพร่ของตะกอนเมื่อมีการขุดลอกร่องน้ำเพื่อการเดินเรือ จากภาพดังกล่าวได้ประมาณว่าทิศทางการแพร่ของตะกอนอ่าวระยองมีแนวโน้มจะถูกพัดพาไปทางจังหวัดจันทบุรี (รูปที่ ก.8)

###### 3.1.2 สำรวจภาคสนาม

ออกสำรวจด้วยเรือ “จุฬาวิจัย” ของสถานีวิจัยวิทยาศาสตร์ทางทะเล และศูนย์ฝึกนิสิต เกาะสีชัง เมื่อวันที่ 22-24 มิถุนายน 2537 ทำการสุ่มเก็บตัวอย่างตะกอนพื้นทะเลด้วยเครื่องตักดินแบบ Peterson ตัวอย่างตะกอนที่เก็บขึ้นมานั้นแสดงให้เห็นว่า ตะกอนบริเวณใกล้ชายฝั่งส่วนใหญ่มีลักษณะเป็นทราย ทรายปนโคลน และโคลนปนทราย โดยตะกอนมีลักษณะเป็นโคลนละเอียดมากขึ้นเรื่อยๆ เมื่อไกลฝั่งออกไป จนถึงบริเวณที่ห่างจากชายฝั่งออกมาประมาณ 18-20 กิโลเมตร ลักษณะตะกอน

จึงเหมาะต่อการเก็บตัวอย่างด้วยเครื่องเจาะตะกอน (corer) โดยสามารถเจาะลงไปใต้ลึกลงจากผิวน้ำพื้นทะเลไม่น้อยกว่า 30 เซนติเมตร ซึ่งคาดว่าจะมีความลึกที่เพียงพอสำหรับการศึกษาครั้งนี้

พร้อมกับการออกสำรวจเบื้องต้นได้ทดลองใช้เครื่องเจาะตะกอนแบบ gravity corer ซึ่งพบว่า ตะกอนที่เก็บได้ในแต่ละครั้งมีปริมาณน้อยมาก การศึกษาครั้งนี้จึงได้เลือกวิธีการเก็บตัวอย่างตะกอนแบบแท่งด้วย Box corer เพื่อที่จะให้ได้ปริมาณตัวอย่างที่เพียงพอในการวิเคราะห์ห้องปฏิบัติการต่างๆ

### 3.2 การกำหนดสถานีเก็บตัวอย่าง

ผลการสำรวจภาคสนามทำให้สามารถประมาณจุดที่เหมาะสมสำหรับการเก็บตัวอย่างตะกอนแบบแท่ง (coring) ว่าต้องมีระยะห่างจากชายฝั่งไม่น้อยกว่า 18 กิโลเมตร ด้วยเหตุผล 2 ประการคือ

- เป็นระยะทางที่ห่างจากชายฝั่งมากพอที่ตะกอนจะมีลักษณะเป็นโคลนเหนียว เมื่อทำการเก็บตัวอย่างตะกอนแบบแท่งแล้วจะได้รับความลึกที่เหมาะสมสำหรับการศึกษา (ไม่น้อยกว่า 30 เซนติเมตร)
- เป็นระยะทางที่ห่างออกมาจากชายฝั่งจนน้ำลึกพอที่เรือขนาดใหญ่ บรรทุกเครื่องมือหนัก (Box corer) สามารถเข้าไปทำงานได้

การศึกษานี้ ได้แบ่งวิธีการเก็บตัวอย่างตะกอนออกเป็น 2 ประเภท ได้แก่ การเก็บตัวอย่างตะกอนแบบแท่ง (coring) และการเก็บตัวอย่างตะกอนผิวน้ำ (grab sampling) โดยมีรายละเอียดของสถานีเก็บตัวอย่าง ดังต่อไปนี้

#### 3.2.1 สถานีเก็บตัวอย่างตะกอนแบบแท่ง

การเก็บตัวอย่างตะกอนแบบแท่ง (coring) กำหนดให้มี 2 สถานี ดังนี้ (ตารางที่ 3.1)

- บริเวณกลางอ่าวระยองจำนวน 1 สถานี ห่างจากชายฝั่งประมาณ 20 กิโลเมตร
- บริเวณอำเภอแกลง จังหวัดระยอง (ใกล้จังหวัดจันทบุรี) จำนวน 1 สถานี ห่างจากชายฝั่งประมาณ 40 กิโลเมตร เพื่อเป็นจุดเปรียบเทียบ

ตารางที่ 3.1 จุดเก็บตัวอย่างตะกอนแบบแท่ง

สถานี	ละติจูด	ลองจิจูด	ระยะห่างจากชายฝั่ง (กิโลเมตร)
อ่าวระยอง	12/28.5 N	101/12.7 E	21
อำเภอแกลง	12/10.0 N	101/45.0 E	40

### 3.2.2 สถานีเก็บตัวอย่างตะกอนผิวหน้า

สถานีเก็บตัวอย่างตะกอนผิวหน้า อ่าวระยอง (รูปที่ 3.2) กำหนดให้มีระยะห่างจากชายฝั่งออกมาเป็น 3 ระยะ ได้แก่ ระยะทาง 3,6 และ 9 กิโลเมตร สุ่มเก็บตัวอย่างระยะทางละ 3 สถานี ตามแนวขนานกับชายฝั่ง รวมเป็น 9 สถานี

ตารางที่ 3.2 จุดเก็บตัวอย่างตะกอนผิวหน้า อ่าวระยอง

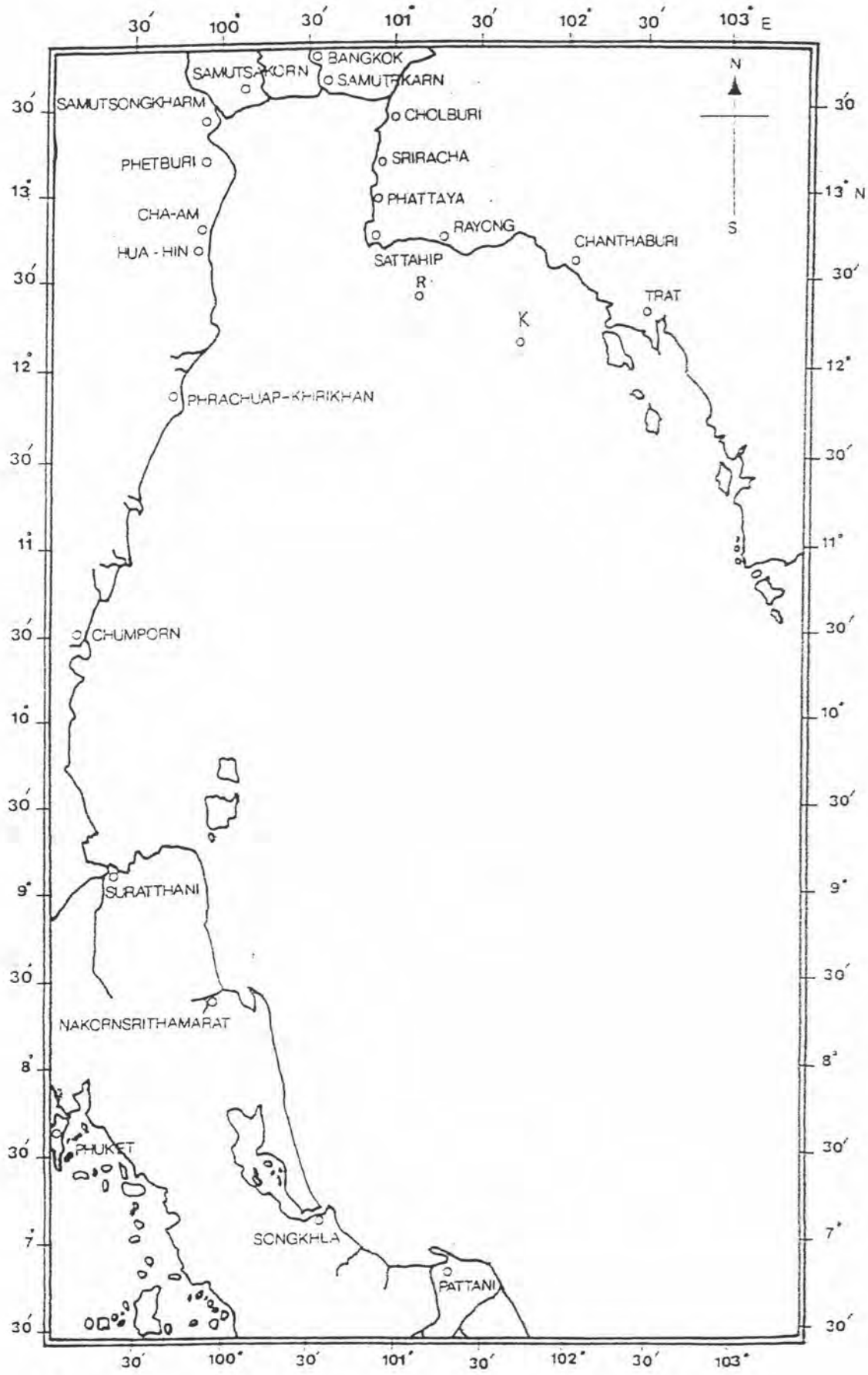
สถานี	ละติจูด	ลองจิจูด	ระยะห่างจากชายฝั่ง (กิโลเมตร)
A1	12/40.25 N	101/7.5 E	3
A2	12/40.2 N	101/8.3 E	3
A3	12/4.1 N	101/10.4 E	3
B1	12/37.17 N	101/6.35 E	6
B2	12/37.47 N	101/8.3 E	6
B3	12/37.3 N	101/10.25 E	6
C1	12/34.45 N	101/6.1 E	9
C2	12/34.45 N	101/7.5 E	9
C3	12/34.45 N	101/10.15 E	9

### 3.3 วิธีดำเนินการเก็บตัวอย่าง

#### 3.3.1 การเก็บตัวอย่างตะกอนแบบแท่ง

รูปที่ ก.5 - ก.6 (ภาคผนวก ก) แสดงวิธีการเก็บตัวอย่างตะกอนแบบแท่ง (coring) ดังมีรายละเอียดตามขั้นตอนต่อไปนี้

- ออกเก็บตัวอย่างในวันที่ 30 - 31 กรกฎาคม 2537 ด้วยเรือวิจัยจุฬารักษ์ ทำการเก็บตัวอย่างตะกอนตามสถานีที่กำหนด ด้วยเครื่องเจาะตะกอนแบบ Box Corer ขนาดพื้นที่หน้าตัด 20 x 30 เซนติเมตร สามารถทำการเจาะตะกอนได้ความลึกไม่น้อยกว่า 40 เซนติเมตร



รูปที่ 3.1 แสดงรายละเอียดจุดเก็บตัวอย่างตะกอนตามความลึก

- ทำการตัด (section) แท่งตะกอนให้มีความหนาช่วงละ 2.0 เซนติเมตร ด้วยแผ่นโลหะปลอดสนิม
- ตัดตัวอย่างตะกอนส่วนขอบที่ติดกับผนังด้านในของ core liner ทิ้งไป
- นำตัวอย่างส่วนที่เหลือมาเคล้าให้เข้ากัน
- บรรจุตัวอย่างตะกอนที่ผสมแล้ว ในถุงพลาสติกที่ใหม่และสะอาด เก็บรักษาไว้ด้วยการแช่แข็ง เพื่อรอการวิเคราะห์ในห้องปฏิบัติการต่อไป

### 3.3.2 การเก็บตัวอย่างตะกอนผิวหน้า

ออกเก็บตัวอย่างด้วยเรือ “จุฬาริภัย 1” และเรือของศูนย์วิจัยและพัฒนาประมงทะเลชายฝั่งตะวันออก (EMDEC) เมื่อวันที่ 15-18 กันยายน 2537 ทำการเก็บตัวอย่างตะกอนพื้นผิวทะเลด้วยเครื่องตักดินแบบ Peterson บรรจุตัวอย่างตะกอนที่ได้ในถุงพลาสติกที่ใหม่และสะอาด เก็บรักษาไว้ด้วยการแช่แข็งเพื่อรอการวิเคราะห์ต่อไป

### 3.4 การเตรียมวัสดุอุปกรณ์

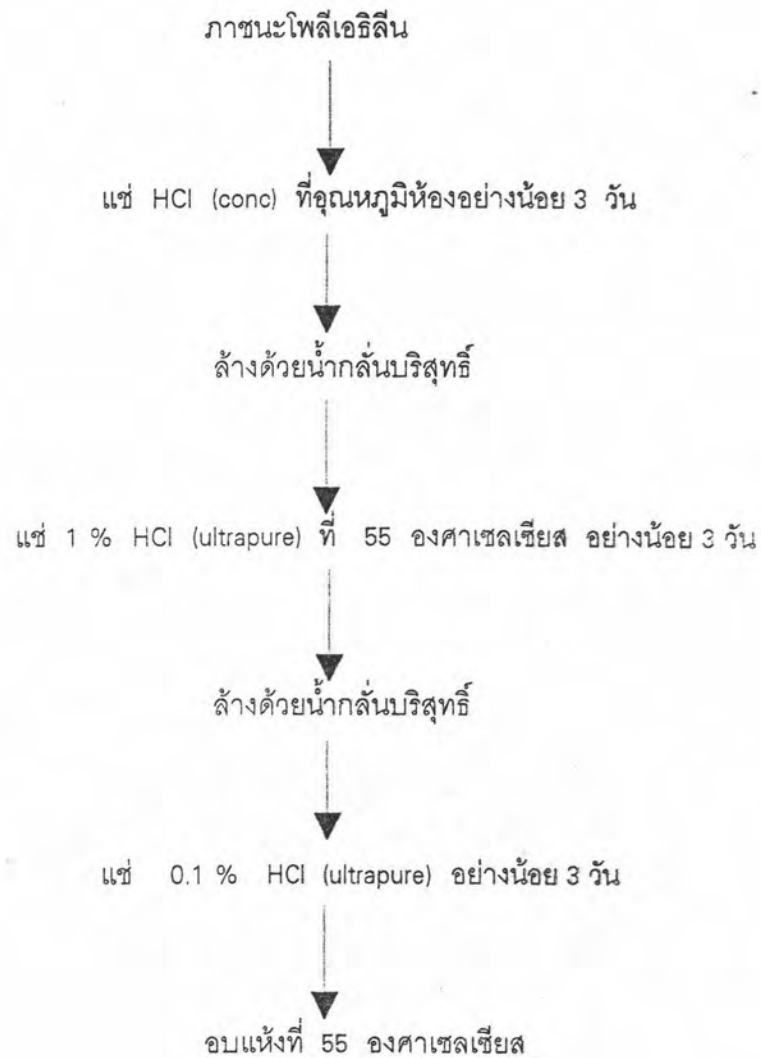
เพื่อลดการปนเปื้อน (contamination) ซึ่งอาจเกิดขึ้นได้ในทุกขั้นตอนการดำเนินงาน ไม่ว่าจะเป็นการเก็บตัวอย่าง การเตรียมตัวอย่าง และการวิเคราะห์ จึงทำการเตรียมวัสดุอุปกรณ์ที่เกี่ยวข้อง ดังต่อไปนี้

- ห้องปฏิบัติการต้องมีบรรยากาศที่สะอาด เนื่องจากฝุ่นละอองและอนุภาคขนาดเล็กในอากาศประกอบด้วยโลหะหลายชนิด ซึ่งอาจปลิวตกลงไปปนเปื้อนในตัวอย่างได้

- ภาชนะที่เก็บสารเคมี หรือใช้ในการวิเคราะห์ เช่น บีกเกอร์ ไปเปต กระบอกตวง เลือกใช้พลาสติกคุณภาพสูงประเภท polyethylene, polypropylene หรือ teflon ระวังครีวงมีให้ตัวอย่างสัมผัสกับโลหะทุกชนิด เครื่องแก้วประเภท borosilicate ไม่มีความเหมาะสม เนื่องจากมีความสามารถในการแลกเปลี่ยนไอออนสูง (Kremling และคณะ, 1983)

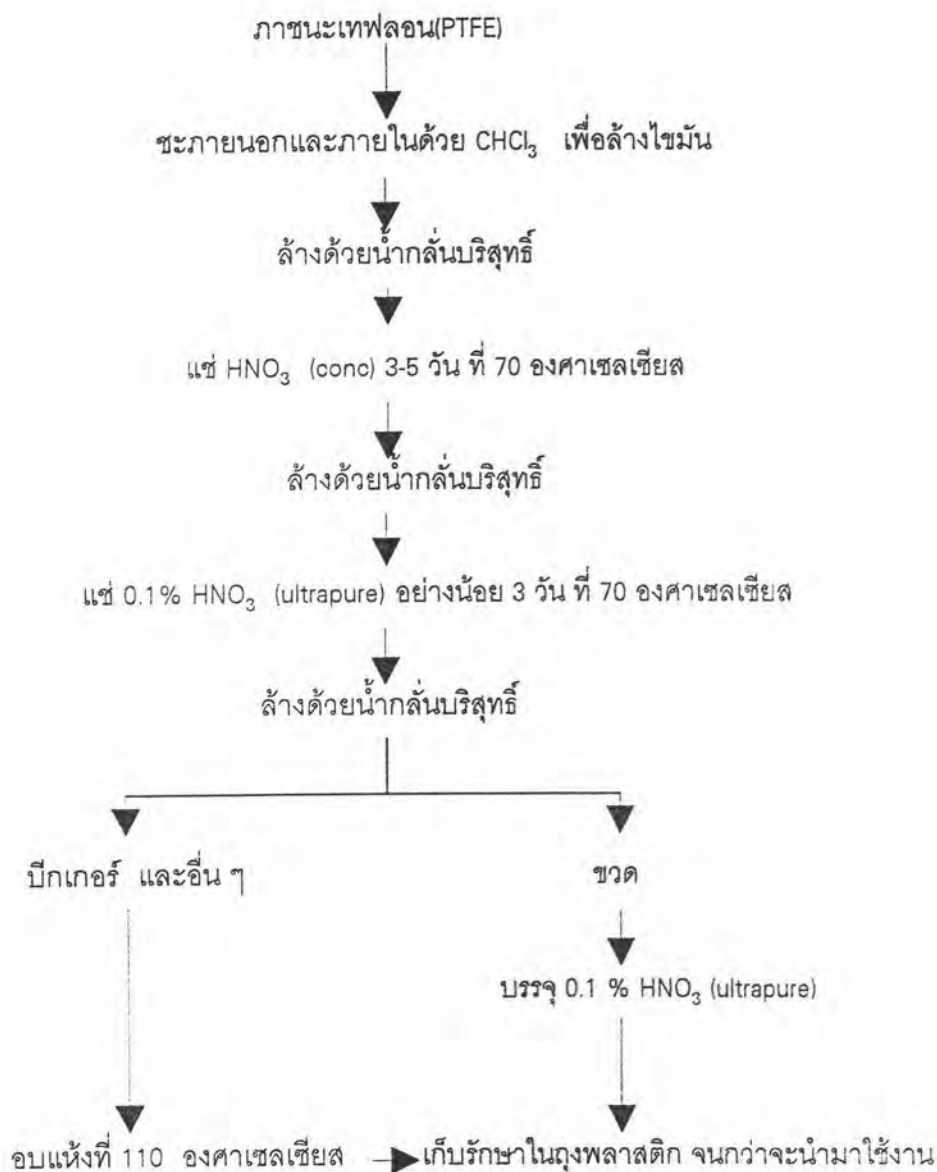
- ล้างทำความสะอาดภาชนะตามชนิดของวัสดุ ด้วยวิธีการของ Kremling และคณะ (1983) ผึ่งให้แห้งใน clean bench แล้วเก็บภาชนะไว้ในถุงพลาสติก ผูกปากถุงให้แน่น จนกว่าจะนำมาใช้งาน

- สารเคมี มีความสำคัญต่อการปนเปื้อนเช่นเดียวกัน เช่น กรดชนิด Analytical grade ก็ยังมีโลหะเจือปนอยู่ จึงต้องนำมาล้างก่อนการใช้งาน หรือเลือกใช้กรดชนิด Ultrapure reagent grade



รูปที่ 3.2 ขั้นตอนการล้างภาวะพิษโพลีออส

ที่มา Patterson and Settle (1976) อ้างถึงใน Grasshoff, Ehrhardt and Kremling (1983)



รูปที่ 3.3 ขั้นตอนการล้างภาชนะเทฟลอน

ที่มา Patterson and Settle (1976) อ้างถึงใน Grasshoff, Eherhardt and Kremling (1983)

การศึกษาครั้งนี้ ได้เลือกใช้กรดสำหรับการเตรียมตัวอย่างตะกอนด้วยวิธีย่อยสลายหมด  
ดังนี้

- $\text{HNO}_3$  65% ชนิด Suprapure (Merck)
- $\text{HClO}_4$  70% ชนิด Redistilled 99.999% (Aldrich)
- น้ำบริสุทธิ์ที่ใช้ได้แก่ Double Distilled Water (DDW) จากเครื่องกลั่น Quartz แบบ 2 ครั้ง และนำไปผ่านระบบ Deionization (Nanopure 4 column)

### 3.5 การเตรียมตัวอย่างตะกอน

#### วิธีการ

- นำตัวอย่างตะกอนใส่ในภาชนะพลาสติก เคลี่ยให้บาง
- นำเข้าเครื่อง Freeze-dry (Eyelar รุ่น FD-550) เป็นเวลาไม่น้อยกว่า 10-12 ชั่วโมง หรือจนกว่าตัวอย่างตะกอนจะแห้งสนิท
- บดตะกอนที่แห้งแล้วให้กระจายออกด้วย Mortar อย่างระมัดระวัง โดยไม่ให้ตัวอย่างตะกอนเปลี่ยนแปลงขนาดไปจากเดิม
- ร่อนตะกอนผ่านตะแกรงไนลอนขนาดตา 63 ไมครอน (230 mesh)
- บรรจุตัวอย่างตะกอนที่ได้จากการร่อนในซองพลาสติก เก็บไว้ในเดสิเคเตอร์ เพื่อรอการวิเคราะห์ต่อไป

### 3.6 การวิเคราะห์โลหะในตัวอย่างตะกอน

ทำการวิเคราะห์ปริมาณโลหะในตัวอย่างตะกอน ด้วยการเตรียมตัวอย่างแบบย่อยสลายหมด (Total digestion) ตามวิธีการที่ปรับปรุงโดย Loring and Rantala (1990) ดังนี้

#### วิธีการ

- ชั่งตัวอย่างตะกอนที่ร่อนแล้ว 0.1-0.5 กรัม ใส่ในบีกเกอร์เทฟลอน (PTFE) ขนาด 250 มิลลิลิตร (ปริมาณตัวอย่างตะกอนขึ้นกับความไวของเครื่องมือที่ใช้ในการวัดโลหะ)
- ทำการย่อยสลายตัวอย่างตะกอนด้วย  $\text{HF-HClO}_4\text{-HNO}_3$  mixture บนเตาผ่านความร้อน ที่อุณหภูมิ 180 - 200 องศาเซลเซียส เป็นเวลาประมาณ 8 -12 ชั่วโมง จนได้สารละลายใส



- ปรับปริมาตรสารละลายให้เป็น 25 มิลลิลิตร ด้วย 10% HNO<sub>3</sub> เก็บสารละลายไว้ในขวดพลาสติกโพลีเอทิลีน เพื่อวัดปริมาณโลหะต่อไป
  - วัดปริมาณโลหะด้วยเครื่อง Flame Atomic Absorption Spectrophotometry (Varian รุ่น Spectra AA- 300/400)
  - ทำการย่อยสลายสารมาตรฐาน (Standard Reference Material) และวัดปริมาณโลหะควบคู่ไปกับการย่อยสลายตัวอย่างตะกอนทุกครั้ง เพื่อตรวจสอบมาตรฐานผลการวิเคราะห์
- สารมาตรฐานที่ใช้ได้แก่ตะกอนทะเล 2 ชนิด ดังนี้ (ภาคผนวก ข.)
- Marine sediment จาก IAEA รหัส SD-N-1/2
  - Marine sediment จาก IAEA รหัส SD-M-2/TM

#### วิธีคำนวณผลการวิเคราะห์

ความเข้มข้นของโลหะในตัวอย่างตะกอน คำนวณได้ดังนี้

$$x = \frac{(C-B) \times V}{M}$$

- เมื่อ X = ความเข้มข้นของโลหะในตัวอย่างตะกอน (ไมโครกรัมต่อกรัม)
- C = ความเข้มข้นของโลหะในสารละลายที่ได้จากการย่อยสลายตัวอย่างตะกอน (มิลลิกรัมต่อลิตร)
- B = ความเข้มข้นของโลหะในสารละลายที่ทำการย่อยสลายโดยไม่มีตัวอย่างตะกอน (มิลลิกรัมต่อลิตร)
- V = ปริมาตรสุดท้ายของสารละลาย (มิลลิลิตร)
- M = น้ำหนักตัวอย่างตะกอน (กรัม)

### 3.7 การวิเคราะห์ปริมาณกัมมันตภาพรังสี Pb-210

#### วิธีการ

- ชั่งตัวอย่างตะกอนที่ผ่านการร่อนแล้ว 3.0 กรัม ใส่ในบีกเกอร์ขนาด 250 มิลลิลิตร
- เติมสารละลายไอโซโทป Po-208 ความแรงรังสี 5-10 dpm (disintegration per minute) จำนวน 1 มิลลิลิตร เพื่อเป็น tracer

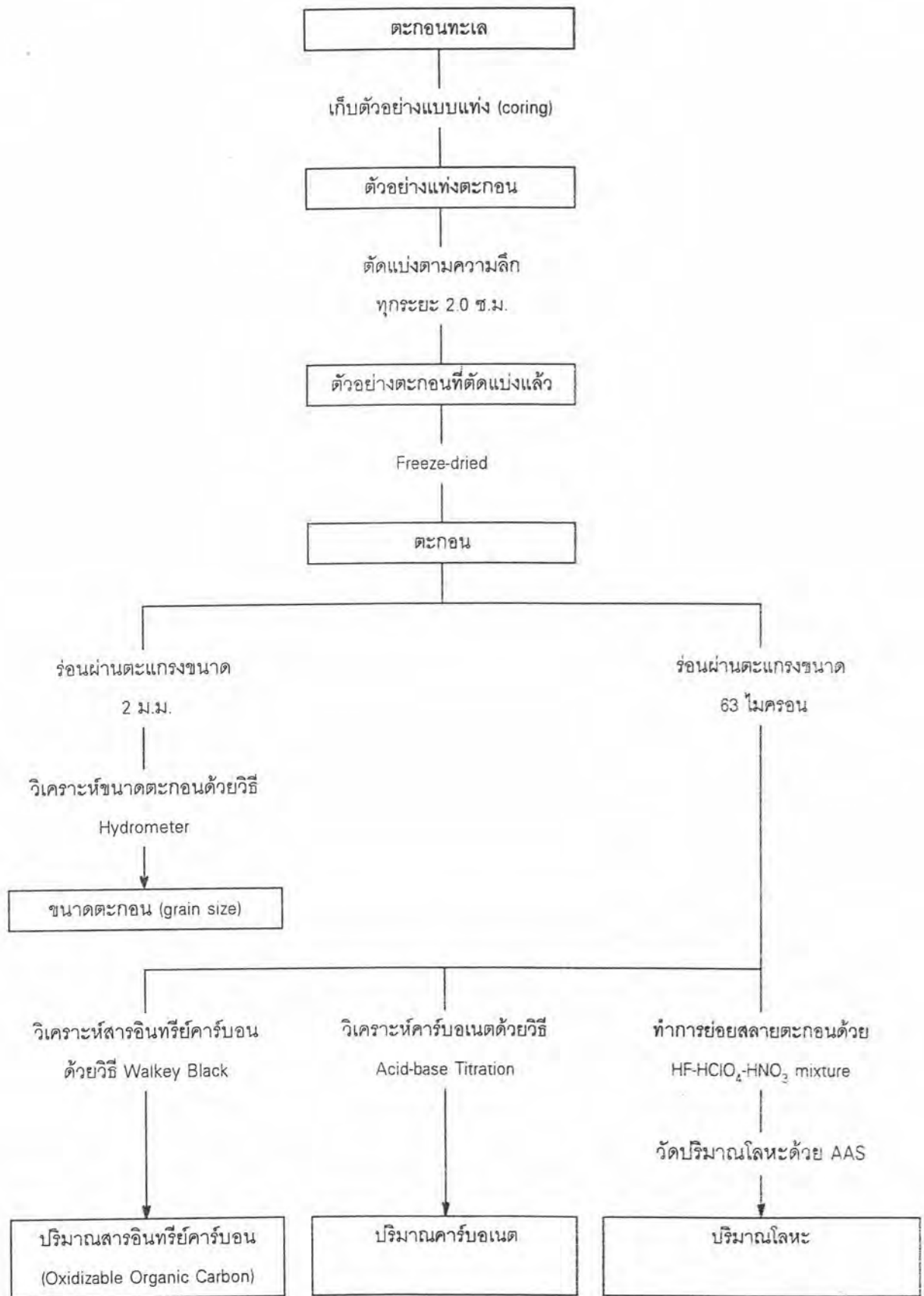
- สกัด Pb-210 จากตัวอย่างตะกอนด้วยการเติม  $\text{HNO}_3$  (conc) จำนวน 30 มิลลิลิตร ตั้งบนเตาผ่านความร้อนที่อุณหภูมิไม่สูงนัก ทิ้งไว้ในตู้ควันเป็นเวลาไม่น้อยกว่า 12 ชั่วโมง (หรือค้างคืน) จนกว่าตัวอย่างตะกอนจะแห้งสนิท
- เติม  $\text{HClO}_4$  (conc) 3 มิลลิลิตร นำขึ้นตั้งบนเตาผ่านความร้อนจนกว่าตัวอย่างตะกอนจะแห้ง
- เติมสารละลาย 0.3 N HCl 10 มิลลิลิตร คนให้ทั่ว นำเข้าเครื่อง centrifuge ประมาณ 10 นาที รินสารละลายใสส่วนบนเก็บไว้ ทำซ้ำอีก 2 ครั้ง จนได้ปริมาตรสารละลายประมาณ 30 มิลลิลิตร
- ทำการ Electroplating โดยแขวนแผ่นเงินบริสุทธิ์ (ขนาด 1x1 ซม.) ไว้ในสารละลายข้างต้น ทำการกวนด้วยเครื่องกวนแม่เหล็กไฟฟ้าที่ความเร็วปานกลางเป็นเวลาไม่น้อยกว่า 12 ชั่วโมง (หรือค้างคืน) เพื่อให้ Po-208 และ Pb-210 เกาะติดที่แผ่นเงิน
- ล้างแผ่นเงินที่ Plate ด้วยน้ำกลั่นบริสุทธิ์ ซับให้แห้ง เก็บไว้ใน petri-dish เพื่อวัดปริมาณกัมมันตรังสีต่อไป
- วัดปริมาณรังสีแอลฟาด้วยเครื่อง Alpha spectroscopy

### 3.8 การวิเคราะห์องค์ประกอบของตะกอน

ชนิดขององค์ประกอบอื่นๆ ของตะกอนที่วิเคราะห์ และวิธีการวิเคราะห์ แสดงในตารางที่ 3.3 ต่อไปนี้

ตารางที่ 3.3 องค์ประกอบของตะกอนที่วิเคราะห์ และวิธีการวิเคราะห์

พารามิเตอร์	วิธีการ	เอกสารอ้างอิง
ร้อยละความชื้น	อบที่ 103 องศาเซลเซียส	Loring and Rantala (1990)
สารอินทรีย์คาร์บอน (oxidizable)	Walkey-Black method (1947)	Loring and Rantala (1990)
ขนาดตะกอน ( grain size )	Hydrometer	Caver (1971)
คาร์บอนเนต	Acid-base titration	Dharmvanij (1987)



รูปที่ 3.4 ขั้นตอนการเตรียมและวิเคราะห์ตัวอย่างตะกอน