

บทที่ 4

วัสดุ อุปกรณ์ และการดำเนินการวิจัย

4.1 วัสดุอุปกรณ์ที่ใช้ในการเก็บตัวอย่าง

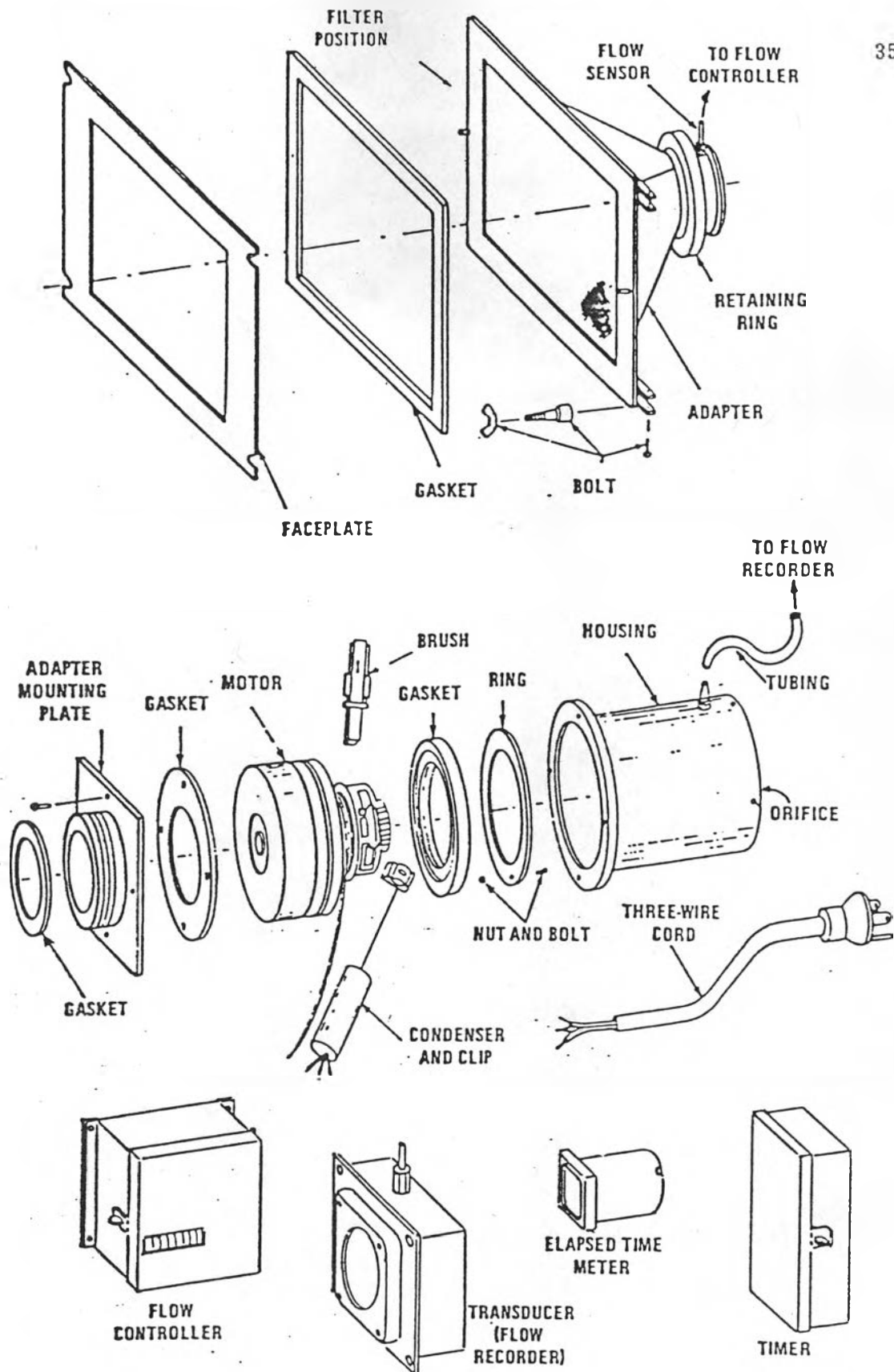
4.1.1 เครื่องเก็บตัวอย่างอากาศแบบ Hi-Vol (High Volume Sampler) ใช้เก็บตัวอย่างฝุ่นในอากาศ โดยมีอัตราการดูดอากาศได้ประมาณ 40 - 45 ลูกบาศก์ฟุตต่อนาที และสามารถทำงานติดต่อกันได้นาน 24 ชั่วโมง ลักษณะของเครื่องเก็บตัวอย่างอากาศแบบนี้ แสดงไว้ในรูปที่ 4.1 และ 4.2 การไหลของอากาศผ่านเข้าเครื่อง แสดงไว้ในรูปที่ 4.3 เครื่อง Hi-Vol ที่ใช้ในการวิจัยครั้งนี้ได้แก่รุ่น B/M 2000 HX ผลิตโดย General Metal Works, Inc.

4.1.2 กระดาษกรองที่ใช้เก็บตัวอย่างฝุ่นในอากาศ ได้แก่ กระดาษกรองเซลลูโลส (Whatman No.41) ขนาด 8 นิ้ว x 10 นิ้ว เมื่อใช้ประกอบกับเครื่องเก็บตัวอย่างอากาศแบบ Hi-Vol พื้นที่ของกระดาษกรองที่จะใช้เก็บตัวอย่างฝุ่นในอากาศจะมีขนาด 23.0 x 17.9 ตารางเซนติเมตร (411.7 cm^2) ข้อมูลบางอย่างของกระดาษกรองชนิดนี้แสดงในภาคผนวก ค. (ตารางที่ ค.1 - ตารางที่ ค.3)

4.2 วัสดุอุปกรณ์ที่ใช้สำหรับวิเคราะห์โดยทางเทคนิคการเรืองรังสีเอกซ์

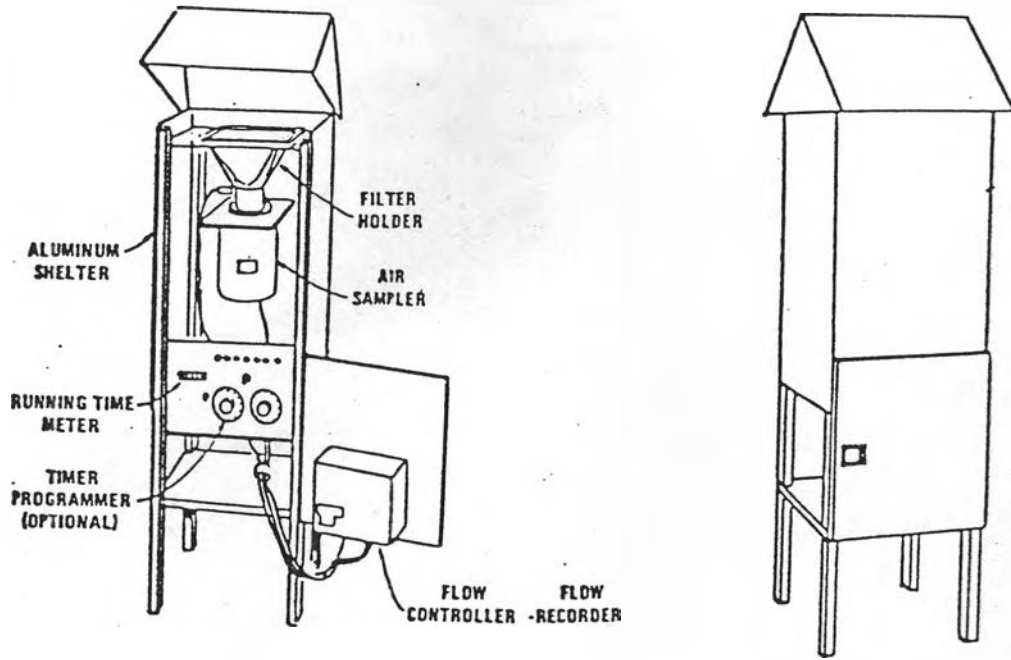
4.2.1 เครื่องมือวิเคราะห์รังสีเอกซ์เรืองแบบ EDX รุ่น LINK EDXRF XR-200 ที่ศูนย์เครื่องมือวิจัยวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยี จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย (รูปที่ 4.4) รายละเอียดของเครื่องแสดงในตารางที่ ค.4 (ภาคผนวก ค.)

4.2.2 เครื่องมือวิเคราะห์รังสีเอกซ์เรืองแบบ WDX รุ่น JEOL JSX-60PA ที่ศูนย์เครื่องมือวิจัยวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยี จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย (รูปที่ 4.5) รายละเอียดของเครื่องแสดงในตารางที่ ค.4 (ภาคผนวก ค.)



High-volume sampler (exploded view) used for gravimetric comparison method.

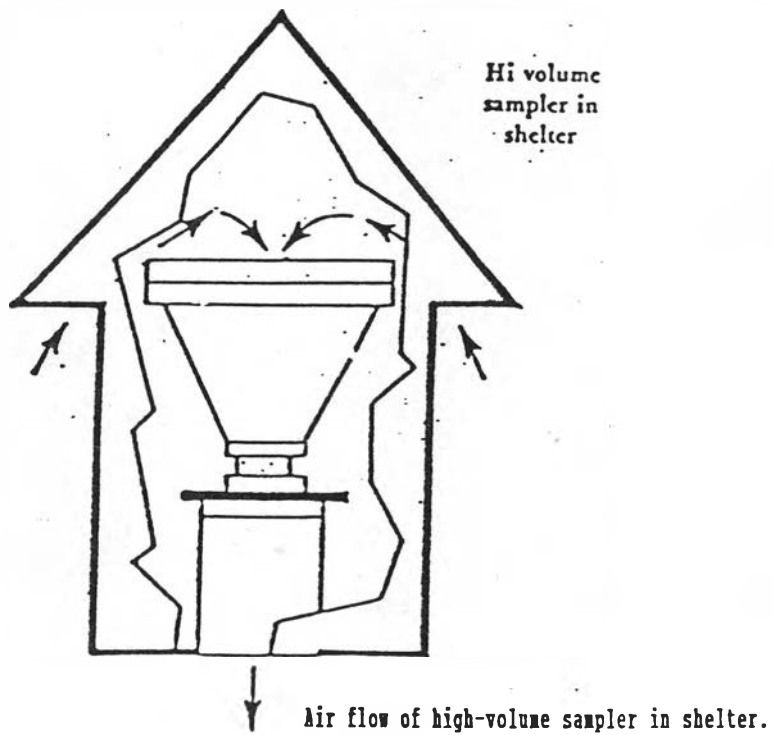
รูปที่ 4.1 รายละเอียดของส่วนประกอบต่าง ๆ ของ High-Volume sampler



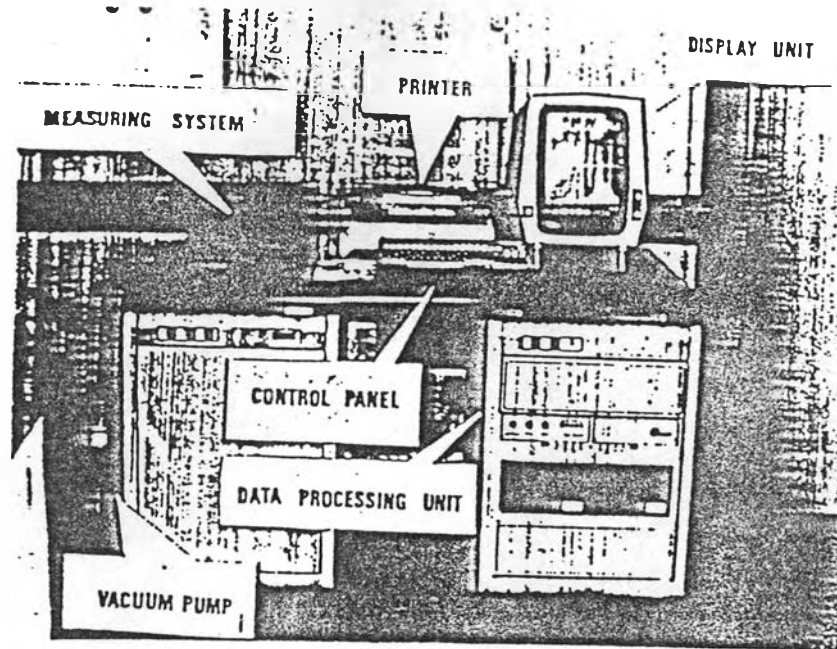
Internal configuration of high-volume sampler.

External configuration of high-volume sampler.

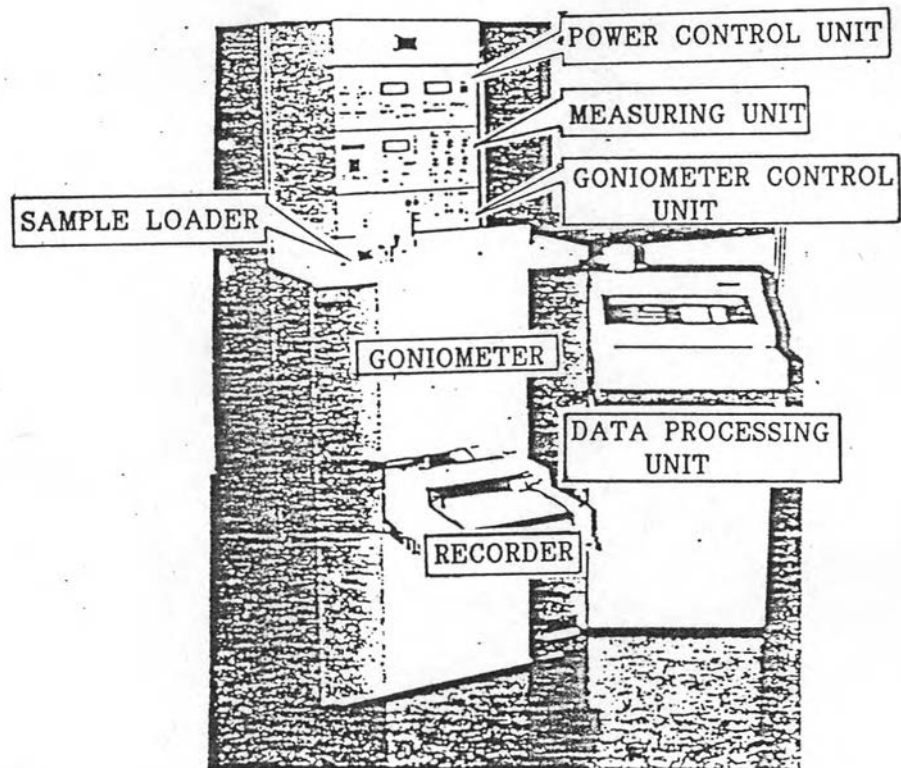
รูปที่ 4.2 ลักษณะภายในและภายนอกของเครื่อง High-Volume sampler



รูปที่ 4.3 การไหลของอากาศผ่านเข้าเครื่อง High-Volume sampler



รูปที่ 4.4 เครื่องมือวิเคราะห์รังสีเอกซ์เรอแบบ EDX (LINK EDXRF XR-200)
 ที่ศูนย์เครื่องมือวิจัยวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยี จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย



รูปที่ 4.5 เครื่องมือวิเคราะห์รังสีเอกซ์เรอแบบ WDX (JEOL JSX-60PA)
 ที่ศูนย์เครื่องมือวิจัยวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยี จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

4.2.3 สารเคมีที่ใช้

ก. สารละลายมาตรฐานของธาตุต่าง ๆ ได้แก่ เหล็ก ตะกั่ว แมงกานีส โครเมียม นิกเกิล สังกะสี ทิตเนียม แคลเซียม เป็นชนิดเกรดที่ใช้กับเทคนิคอะตอมมิก แอสซอร์ปชัน (AAS Grade) ความเข้มข้น 1.0 มิลลิกรัมต่อมิลลิลิตร (1000 ppm)

ข. โพแทสเซียมโบรไมด์ (KBr) ใช้สำหรับเตรียมสารละลายมาตรฐานของธาตุโบรมีน และโซเดียมซัลเฟต (Na_2SO_4) ใช้สำหรับเตรียมสารละลายมาตรฐานของกำมะถัน

ค. สารประกอบออกไซด์ของโลหะของธาตุต่าง ๆ ชนิดเกรดสำหรับงานวิเคราะห์

ง. สารประกอบบอริกแอซิด (H_3BO_3)

จ. พาราฟินเหลว (Liquid paraffin oil) ชนิด IR Grade

ฉ. สารอ้างอิงมาตรฐาน (Standard Reference Material) ของ NIST (National Institute of Standard and Technology) ได้แก่

- NIST 1633a (Trace elements in coal fly ash)
- NIST 2682a (Sulfur in coal subbituminous)
- NIST 2684a (Sulfur in coal)
- NIST 2685 (Sulfur in coal)
- NIST 2692 (Sulfur in coal)

4.3 การดำเนินการวิจัย

การวิจัยครั้งนี้แบ่งออกได้เป็น 6 ขั้นตอน

4.3.1 การศึกษาธาตุต่าง ๆ ที่เตรียมบนกระดาษกรอง มีขั้นตอนดังนี้

4.3.1.1 หาพื้นที่ของกระดาษกรองที่ถูกกระตุ้น ด้วยรังสีเอกซ์ปฐมภูมิของเครื่องวิเคราะห์แบบ EDX และ WDX

4.3.1.2 เตรียมสารละลายมาตรฐานของธาตุต่างๆ ที่ต้องการวิเคราะห์ แล้วหยดลงบนกระดาษกรองที่จุ่มพื้นที่ไว้แล้ว โดยให้มีปริมาณธาตุนบนกระดาษกรองอยู่ในช่วง

1-50 ไมโครกรัม แล้วนำไปหยดด้วยพาราฟินเหลวประมาณ 4 หยด ออกกระดาษกรองที่อุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียส นาน 3 ชั่วโมง

4.3.1.3 เตรียมกระดาษกรองที่ยังไม่ได้ใช้งานตามขั้นตอนต่าง ๆ เช่นเดียวกับข้อ ข. ยกเว้นไม่ต้องหยดสารละลายมาตรฐาน กระดาษกรองนี้จะเรียกว่า แบลงค์ (blank filter) บันทึกสเปกตรัมของแบลงค์ โดยใช้เครื่องทั้งสองระบบ แล้ววิเคราะห์สเปกตรัมเพื่อหาชนิดของสารที่ปนเปื้อนด้วย

4.3.1.4 ใช้เครื่อง WDX บันทึกสเปกตรัมของธาตุต่าง ๆ ที่อยู่บนกระดาษกรองที่ได้จากการเตรียมในข้อ 4.3.1.2 พร้อมทั้งบันทึกสเปกตรัมของพีคกระเจิงกลับ Compton และ Rayleigh peaks ด้วย

4.3.1.5 ตรวจสอบตำแหน่งของยอดพีค และแบคกราวด์ (Background) ของธาตุต่าง ๆ

4.3.1.6 กำหนดสภาวะ (Condition) ของเครื่อง WDX เพื่อใช้วิเคราะห์ปริมาณธาตุแต่ละธาตุ

4.3.1.7 วัดความเข้มของรังสีเอกซ์เรืองของธาตุแต่ละธาตุ ค่าแบคกราวด์ และความเข้มของรังสีเอกซ์เรืองของ scattered x-ray ที่ 0.9 องศาของกระดาษกรองที่เตรียมขึ้นในข้อ 4.3.1.2 พร้อมทั้งวัดกระดาษกรองที่ใช้เป็นแบลงค์ด้วย

4.3.1.8 จัดเตรียมกราฟมาตรฐาน โดยใช้ความสัมพันธ์ของความเข้มของรังสีเอกซ์เรือง ความเข้มของ scattered x-ray และค่าปริมาณธาตุต่าง ๆ ที่เตรียมขึ้น

4.3.1.9 หาขีดจำกัดในการวิเคราะห์ธาตุในฝุ่น ซึ่งอาจหาได้จากสมการ

$$LLD = \frac{2\sqrt{2}}{m} \sqrt{\frac{R_b}{T}} \dots\dots\dots (4.1)$$

เมื่อ LLD คือ ขีดจำกัดในการวิเคราะห์

R_b คือ จำนวนนับรังสีของแบคกราวด์ต่อหน่วยเวลา

T คือ เวลาในการนับรังสีรวม

m คือ ความชันของเส้นกราฟ

4.3.1.10 ทดลองเตรียมฝุ่นละอองบนกระดาษกรอง โดยใช้สารอ้างอิงมาตรฐานบางชนิด บันทึกน้ำหนักของสารอ้างอิงมาตรฐานที่ใช้ แล้วนำไปวิเคราะห์หาปริมาณธาตุต่าง ๆ โดยใช้กราฟมาตรฐานที่เตรียมขึ้นจากข้อ 4.3.1.8

4.3.2 การเก็บตัวอย่างฝุ่นในอากาศ มีขั้นตอนดังนี้

4.3.2.1 การเตรียมกระดาษกรอง เพื่อใช้เก็บตัวอย่างฝุ่นในอากาศด้วยเครื่อง Hi-Vol

ก. กำหนดหมายเลขของกระดาษกรองที่จะใช้เก็บตัวอย่าง

ข. นำกระดาษกรองที่จัดเตรียมไว้ ใส่ไว้ในภาชนะบรรจุสารดูดความชื้น (Desiccator) ทิ้งไว้ 24 ชั่วโมง นำกระดาษกรองออกมาชั่งน้ำหนัก โดยใช้เครื่องชั่งที่อ่านค่าได้ละเอียดถึงระดับ 0.1 หรือ 0.01 มิลลิกรัม บันทึกน้ำหนักของกระดาษกรองไว้เก็บกระดาษกรองที่ชั่งน้ำหนักแล้วไว้ในถุงพลาสติก เพื่อรอการนำไปใช้งานต่อไป

4.3.2.2 นำกระดาษที่มีข้อมูลเกี่ยวกับน้ำหนัก แล้วไปประกอบเข้ากับเครื่องเก็บตัวอย่างฝุ่นในอากาศแบบ Hi-Vol เดินเครื่องและเก็บตัวอย่างฝุ่นในอากาศติดต่อกันนาน 24 ชั่วโมง จดบันทึกข้อมูลของสถานที่เก็บตัวอย่าง วัน เวลา และอัตราการไหลของอากาศผ่านกระดาษกรอง

4.3.2.3 นำกระดาษกรองที่ผ่านการเก็บตัวอย่างแล้วไปเก็บไว้ในภาชนะที่บรรจุสารดูดความชื้น ทิ้งไว้ 24 ชั่วโมง นำกระดาษกรองตัวอย่างออกมาชั่งน้ำหนัก บันทึกน้ำหนักไว้ แล้วเก็บกระดาษกรองตัวอย่างไว้ในถุงพลาสติก เพื่อรอการนำไปวิเคราะห์ในขั้นต่อไป

4.3.3 การวิเคราะห์ชนิดและปริมาณของธาตุในฝุ่นจากอากาศ

สำหรับการวิเคราะห์ตัวอย่างฝุ่นที่เก็บจากอากาศมีขั้นตอนดังนี้

4.3.3.1 นำกระดาษกรองที่เก็บตัวอย่างฝุ่นจากอากาศแล้วมาตัดเป็นวงกลม เส้นผ่าศูนย์กลางประมาณ 4.5 เซนติเมตร แล้วนำไปอบที่อุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียส 1 ชั่วโมง หยดพาราฟินเหลวลงไปบนกระดาษกรองตัวอย่างประมาณ 4 หยด แล้วอบตัวอย่างที่อุณหภูมิเดิมต่ออีก 3 ชั่วโมง

4.3.3.2 กระจกษกรองตัวอย่างที่ผ่านการเตรียมแล้วนำไปวิเคราะห์ธาตุเชิงคุณภาพและเชิงปริมาณ ในการวิเคราะห์อาจแบ่งกลุ่มธาตุที่พบออกเป็น 2 กลุ่ม ได้แก่ ธาตุที่มีปริมาณมาก (Major elements) และธาตุที่มีปริมาณน้อย (Trace elements) ธาตุที่มีปริมาณน้อยจะวิเคราะห์โดยใช้เครื่องระบบ WDX ส่วนธาตุที่มีปริมาณมากจะวิเคราะห์โดยเครื่องระบบ EDX

4.3.4 การวิเคราะห์ตัวอย่างฝุ่นในอากาศ ด้วยวิธีอะตอมมิกแอบсорปชันสเปกโตรโฟโตเมตรี (AAS) และอินดักทีฟลิปเบิลพลาสมาอิมิชชันสเปกโตรเมตรี (ICP) มีขั้นตอนดังนี้

4.3.4.1 การเตรียมตัวอย่าง

ก. นำกระจกษกรองตัวอย่างมาตัดให้มีพื้นที่พอควร บันทึกค่าพื้นที่ของกระจกษกรองที่ใช้

ข. นำกระจกษกรองตัวอย่างที่ตัดแล้วไปอบที่อุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียส นาน 1 ชั่วโมง แล้วนำมาตัดให้เป็นชิ้นเล็ก ๆ ใส่ภาชนะที่เตรียมไว้

ค. นำตัวอย่างที่ตัดแล้วไปทำให้เป็นเถ้า (ash) โดยใช้เครื่อง Oxygen Plasma Ashing โดยกำหนดเงื่อนไขของการทำเป็นเถ้าดังนี้

- อัตราการไหลของก๊าซออกซิเจนเท่ากับ 100 มิลลิลิตร

ต่อนาที

- กำลังของคลื่นวิทยุ (RF power) ที่ใช้เท่ากับ 300 วัตต์

- เวลาที่ใช้จำนวน 3 ชั่วโมง

ง. นำตัวอย่างเถ้าที่ได้ไปละลายด้วยกรดผสมระหว่างกรดไนตริกและไฮโดรคลอริก แล้วนำไปต้มจนเหลือสารละลายประมาณ 3 มิลลิลิตร เติมน้ำกลั่น 15 มิลลิลิตร กรองและปรับปริมาณเป็น 50 มิลลิลิตร

จ. นำสารละลายตัวอย่างที่ได้ไปวิเคราะห์ด้วยเครื่องอะตอมมิกแอบсорปชันสเปกโตรโฟโตมิเตอร์ (AAS) และ อินดักทีฟลิปเบิลพลาสมาสเปกโตรมิเตอร์ (ICP-AES) คำนวณผลและบันทึกไว้

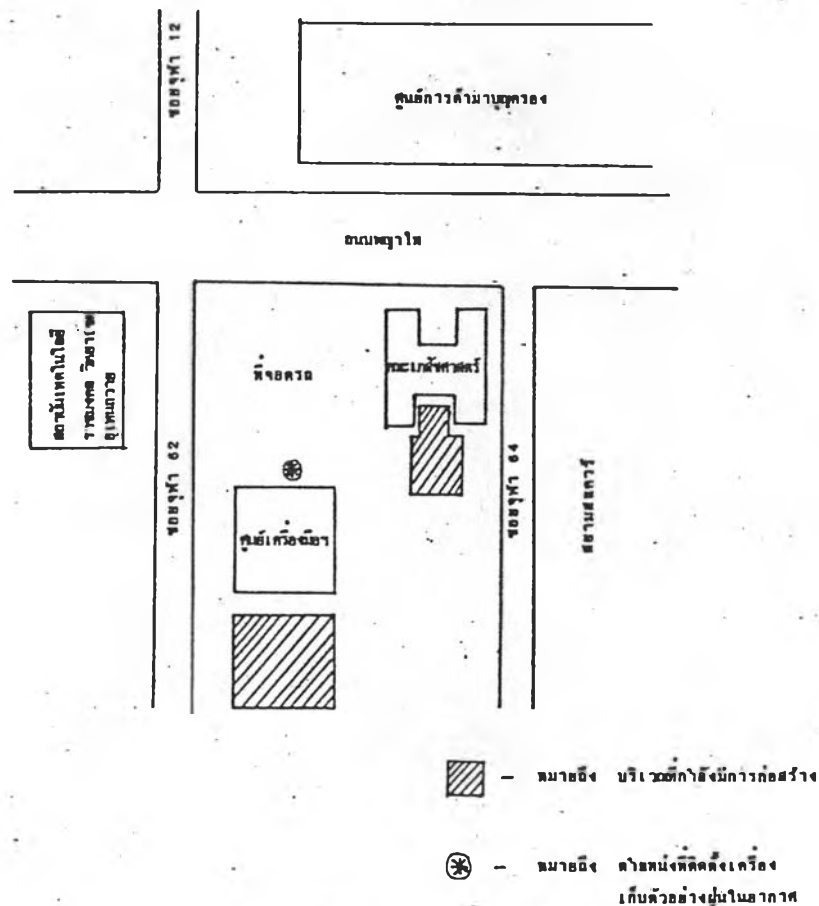
4.3.5 ศึกษาชนิด และ ปริมาณธาตุของตัวอย่างดินบริเวณใกล้เคียงกับแหล่งเก็บตัวอย่างฝุ่นในอากาศ

4.3.6 ทดลองศึกษาฝุ่นละอองบนกระดาษกรอง โดยใช้กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning Electron Microscope, SEM) ที่ติดตั้งหน่วยวิเคราะห์รังสีเอกซ์เรียงด้วย

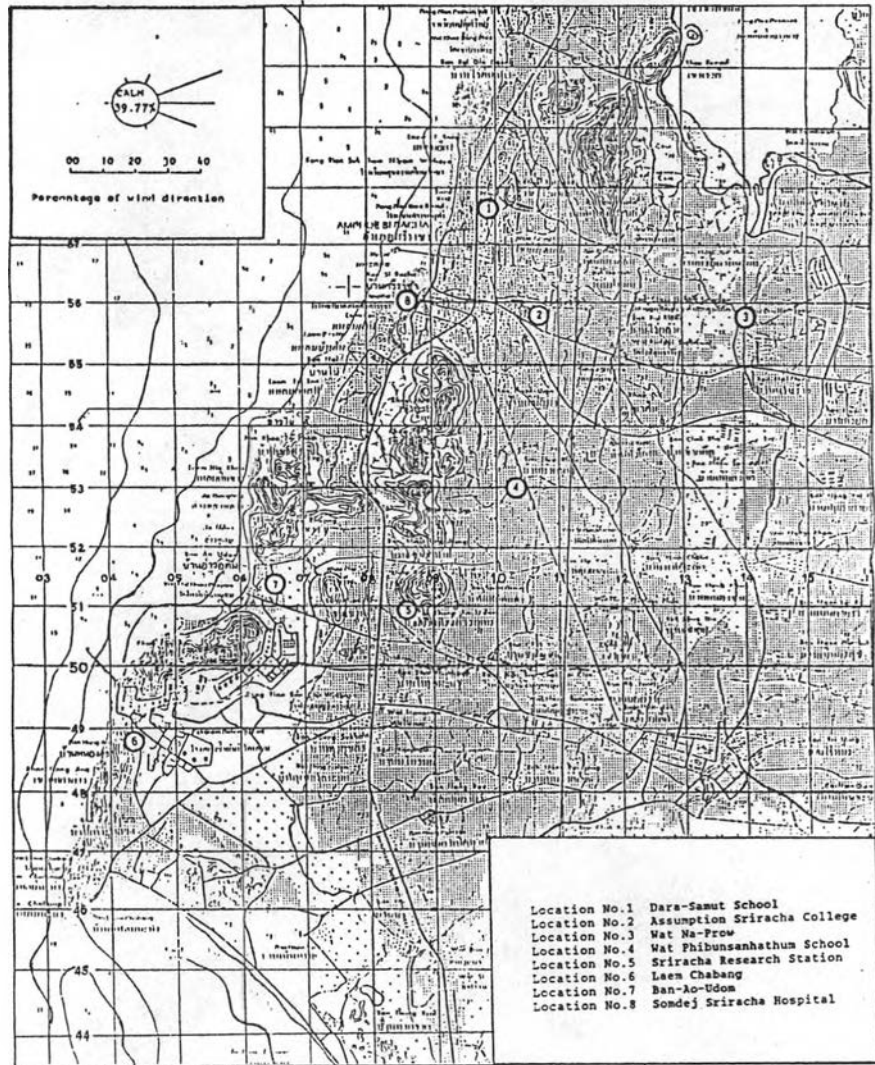
บริเวณที่เก็บตัวอย่างฝุ่นในอากาศที่ใช้ เพื่อการศึกษาวิจัยในครั้งนี้ ได้แก่

ก. บริเวณหน้าศูนย์เครื่องมือวิจัยวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยี
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย เขตปทุมวัน กรุงเทพฯ ตำแหน่งที่ติดตั้งเครื่องเก็บตัวอย่างฝุ่นในอากาศ
แสดงได้ดังรูปที่ 4.6

ข. บริเวณเขตอำเภอศรีราชา จังหวัดชลบุรี ตำแหน่งที่ติดตั้งเครื่องเก็บ
ตัวอย่างฝุ่นในอากาศแสดงได้ดังรูปที่ 4.7



รูปที่ 4.6 แผนผังแสดงตำแหน่งที่ติดตั้งเครื่องเก็บตัวอย่างฝุ่นในอากาศ บริเวณ
ศูนย์เครื่องมือวิจัยวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยี จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย



รูปที่ 4.7 แผนที่แสดงตำแหน่งที่ตั้งเครื่องเก็บตัวอย่างฝนในอากาศ บริเวณเขต
อำเภอศรีราชา จังหวัดชลบุรี