

ภาคผนวก

ภาคผนวก ก

วิธีวิเคราะห์คุณภาพน้ำและโลหะหนักในน้ำ

รายละเอียดการวิเคราะห์ค่าพีเอช (pH) โดยวิธี Electrometric Method

1. หลักการ

การวัดพีเอช (pH) คือ การวัดสภาพความเป็นกรดหรือด่างของสารละลายที่มีน้ำเป็นตัวทำละลาย (Aqueous Solution) โดยวัดค่าความต่างศักย์ (Potential) ที่เกิดขึ้นระหว่างอิเล็กโทรดอ้างอิง (Reference Electrode) กับอิเล็กโทรดตรวจวัด (Sensing Electrode) ความต่างศักย์ที่ได้ เกิดขึ้นจากจำนวนของไฮโดรเจนไอออน (H^+) อิเล็กโทรดจะเปลี่ยนความต่างศักย์ที่เกิดจากไอออน (Ionic Potential) ให้เป็นความต่างศักย์ไฟฟ้า (Electronic Potential) แล้วขยายให้มีความต่างศักย์สูงขึ้นด้วยเครื่องวัด (Potentiometer)

2. เครื่องมือและอุปกรณ์

2.1 เครื่องวัดพีเอช (pH Meter)

เครื่องวัดพีเอชเป็นเครื่องมือทางไฟฟ้าที่ใช้วัดค่าความเป็นกรดและด่างของสารละลาย โดยหลักการวัดความต่างศักย์ ประกอบด้วยส่วนสำคัญ 2 ส่วน คือ อิเล็กโทรดและตัวเครื่อง

2.1.1 อิเล็กโทรด (Electrode)

ทำหน้าที่เป็นภาคตรวจรับ ในปัจจุบันส่วนใหญ่เป็นอิเล็กโทรดรวม (Combined Electrode) ซึ่งออกแบบไว้ให้สะดวกในการใช้งานโดยรวมอิเล็กโทรดอ้างอิงและอิเล็กโทรดตรวจวัดมาอยู่ด้วยกัน อิเล็กโทรดตรวจวัดทำด้วยแก้วพิเศษที่ยอมให้ไฮโดรเจนไอออนผ่าน ส่วนใหญ่ออกแบบเป็นรูปกระเปาะ ภายในบรรจุบัฟเฟอร์เอาไว้ อิเล็กโทรดอ้างอิงทำหน้าที่ให้ศักย์ไฟฟ้าที่เกิดขึ้นที่ขั้วตรวจวัดเกิดครบวงจรโดย KCl ชนิดอิ่มตัวที่อยู่ในอิเล็กโทรดอ้างอิงซึมผ่านออกมาเป็น Salt เชื่อมกับอิเล็กโทรดตรวจวัด

2.1.2 ตัวเครื่อง (Potentiometer)

ทำหน้าที่สำคัญ 3 ประการ คือ ปรับความต่างศักย์ให้กับอิเล็กโทรดอ้างอิงให้มีค่าความต่างศักย์เป็นศูนย์และคงที่ แปลสัญญาณจากความต่างศักย์ของไอออนของอิเล็กโทรดให้

เป็นความต่างศักย์ทางไฟฟ้า และขยายสัญญาณของความต่างศักย์ทางไฟฟ้าให้เพิ่มมากขึ้นอย่างเพียงพอให้เข็มหรือตัวเลขแสดงออกทางมิเตอร์

2.2 ปีกเกอร์ ขนาด 100 มิลลิเมตร

2.3 เครื่องกวนแม่เหล็ก (Magnetic Stirrer)

3. การเตรียมสารละลายมาตรฐานพีเอช (บัฟเฟอร์)

สามารถทำได้โดยดูจากตารางที่ ก. 1 สารละลายบัฟเฟอร์เป็นสารอินทรีย์จึงอาจเสื่อมคุณภาพเพราะการเจริญเติบโตของเชื้อราหรือจากการปนเปื้อนของสารอื่น ดังนั้น จึงควรเตรียมใช้ใหม่ ๆ เสมอ สำหรับน้ำกลั่นที่นำมาใช้ เตรียมที่อุณหภูมิ 25 องศาเซลเซียส ควรมีค่าสภาพการนำไฟฟ้าน้อยกว่า 2 ไมโครโมห์ต่อเซนติเมตร และมีพีเอชอยู่ในช่วง 5.6 – 6.0 สารละลายบัฟเฟอร์ควรเก็บในขวดพีอี (Polyethylene)

4. วิธีวิเคราะห์

4.1 หลังจากเปิดเครื่องวัดพีเอช ควรปล่อยให้เครื่องร้อนอย่างน้อย 15 นาที ก่อนใช้งาน

4.2 ปรับเทียบมาตรฐาน (Standardization) เครื่องให้พร้อมก่อนที่จะวัดพีเอชตัวอย่าง โดยใช้สารละลายบัฟเฟอร์มาตรฐานที่ทราบค่าพีเอชแน่นอน

4.3 ตัวอย่างน้ำที่จะนำมาวัดพีเอชต้องปล่อยให้มีอุณหภูมิคงที่เสียก่อน เช่น ในกรณีตัวอย่างน้ำแช่เย็นไว้ ต้องนำออกจากตู้เย็นตั้งทิ้งไว้จนหายเย็นจึงจะนำไปวัดพีเอช เพราะค่าพีเอชจะเปลี่ยนไปตามอุณหภูมิ

4.4 ก่อนวัดให้ทำการเช็ดตัวอย่างน้ำให้เข้ากันดี เทใส่ปีกเกอร์ และวางบนเครื่องกวนแม่เหล็ก จุ่มอิเล็กโทรดแล้วเปิดเครื่องกวนให้หมุนเบา ๆ จนตัวเลขแสดงค่าพีเอชหยุดนิ่ง อ่านค่าพีเอชของตัวอย่างน้ำ

4.5 เมื่อจะวัดตัวอย่างถัดไปให้ขัดล้างอิเล็กโทรดด้วยน้ำกลั่นแล้วซับด้วยกระดาษหรือผ้านุ่ม ๆ แล้วจึงวัดตัวอย่างถัดไป แต่ถ้าจะเลิกวัด หลังจากทีล้างอิเล็กโทรดด้วยน้ำกลั่นจนสะอาดและเช็ดให้แห้งแล้ว ให้แช่อิเล็กโทรดไว้ในสารละลายที่มีอิออนมากพอสมควรและมีฤทธิ์เป็นกรด เช่น สารละลายบัฟเฟอร์ 4 หรือที่ดีที่สุดในน้ำยาสำหรับเก็บรักษาสีอิเล็กโทรด

ตารางที่ ก.1 การเตรียมสารละลายมาตรฐานพีเอช (บัฟเฟอร์) สูตรต่าง ๆ ที่อุณหภูมิ
25 องศาเซลเซียส

สารละลายมาตรฐานปฐมภูมิ (Primary Standard)	ค่าพีเอชที่ 25 °C	น้ำหนักสารเคมี (กรัม) ที่ต้องใช้ ต่อน้ำกลั่น 1,000 มิลลิลิตร
1. โพแทสเซียมไฮโดรเจนตาร์เตรต (อิมตัว)	3.557	$\text{KHC}_4\text{H}_4\text{O}_6$ 6.4 กรัม ^(A)
2. โพแทสเซียมไฮโดรเจนซิเตรต 0.05 N	3.776	$\text{KH}_2\text{C}_6\text{H}_5\text{O}_7$ 11.14 กรัม
3. โพแทสเซียมไฮโดรเจนพทาเลต 0.05 N	4.008	$\text{KHC}_8\text{H}_4\text{O}_4$ 10.12 กรัม
4. โพแทสเซียมไฮโดรเจนฟอสเฟต 0.025 N + ไดโซเดียมไฮโดรเจนฟอสเฟต 0.025 N	6.865	KH_2PO_4 3.388 กรัม ^(B) + Na_2HPO_4 3.533 กรัม ^(B,C)
5. โพแทสเซียมไฮโดรเจนฟอสเฟต 0.008695 N + ไดโซเดียมไฮโดรเจน ฟอสเฟต 0.03043 N	7.413	KH_2PO_4 1.179 กรัม ^(B) + Na_2HPO_4 4.301 กรัม ^(B,C)
6. โซเดียมบอเรตเดคาไฮเดรต (บอแรกซ์) 0.01 N	9.180	$\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$ 3.80 กรัม ^(C)
7. โซเดียมไบคาร์บอเนต 0.025 N + โซเดียมคาร์บอเนต 0.025 N	10.012	NaHCO_3 2.092 กรัม + NaCO_3 2.640 กรัม
8. โพแทสเซียมเตตระออกซาลेट ไดไฮเดรต 0.05 N	1.679	$\text{KH}_2\text{C}_4\text{O}_8 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ 12.61 กรัม
9. แคลเซียมไฮดรอกไซด์ (อิมตัว)	12.454	Ca (OH)_2 1.5 กรัม ^(A)

หมายเหตุ: (A) การละลายโดยประมาณ

(B) สารเคมีแห้ง หลังจากอบความร้อนที่ 110–130 °C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง

(C) เตรียมด้วยน้ำกลั่นที่ต้มจนเดือดและปล่อยให้เย็น (เพื่อไล่ CO_2)

รายละเอียดการวิเคราะห์ของแข็งละลายน้ำทั้งหมด (TDS) โดยวิธีทำให้แห้งที่ 180 องศาเซลเซียส

1. หลักการ

ตัวอย่างน้ำที่กรองผ่านกระดาษกรองในถ้วยระเหยที่ทราบน้ำหนักจะถูกนำไประเหยด้วยไอน้ำจนแห้งแล้วนำไปอบที่อุณหภูมิ 180 องศาเซลเซียส ทำให้เย็นแล้วชั่ง น้ำหนักที่เพิ่ม คือน้ำหนักของของแข็งละลายน้ำทั้งหมด สำหรับน้ำที่มีสารอินทรีย์และค่าเกลือแร่ทั้งหมดต่ำอาจอบที่อุณหภูมิ 103 หรือ 180 องศาเซลเซียส ก็ได้ แต่สำหรับน้ำที่มีสารอินทรีย์ค่อนข้างสูงหรือพวกที่มีพีเอชเกิน 9 ควรอบให้แห้งที่อุณหภูมิ 180 องศาเซลเซียส

2. เครื่องมือและอุปกรณ์

- 2.1 ถ้วยระเหยซึ่งมีความจุ 100 มิลลิลิตร
- 2.2 เตาเผา ที่อุณหภูมิ 550 ± 50 องศาเซลเซียส
- 2.3 ช่างไอน้ำ
- 2.4 ตู้อบที่มีเครื่องควบคุมอุณหภูมิ
- 2.5 โถทำแห้ง (Desiccator) พร้อมสารดูดความชื้น
- 2.6 เครื่องชั่งชนิดละเอียด ขนาด 200 กรัม สามารถชั่งได้ถึง 0.1 มิลลิกรัม
- 2.7 กระดาษกรอง (Glass Fiber Filter Disks) Whatman GF/C หรือ Gelman

Type A

- 2.8 เครื่องมือสำหรับกรอง
 - 2.8.1 Filter Holder
 - 2.8.2 ถ้วยกรองกูช (Gooch Crucible)
- 2.9 เครื่องดูดสูญญากาศ

3. วิธีวิเคราะห์

3.1 เตรียมกระดาศกรองโดยวางแผนกระดาศกรองบนกันของถ้วยกรองดูช เปิดเครื่องดูดสุญญากาศและล้างแผ่นกระดาศกรองนี้ติดต่อกัน 3 ครั้งด้วยน้ำกลั่นครั้งละ 20 มิลลิลิตร เปิดเครื่องดูดสุญญากาศต่อเพื่อกำจัดน้ำจำนวนเล็กน้อยบนกระดาศกรอง ทิ้งน้ำล้าง

3.2 เตรียมถ้วยระเหย (ถ้วยกระเบื้อง) โดยเผาถ้วยระเหยที่อุณหภูมิ 550 ± 50 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 1 ชั่วโมง ทำให้เย็นในโถทำแห้ง เก็บไว้ในโถทำแห้งจนถึงเวลาที่จะใช้ ทำการชั่งก่อนใช้

3.3 เลือกปริมาตรตัวอย่างที่ให้ค่าของแข็งที่ละลายทั้งหมดระหว่าง 25 – 200 มิลลิกรัม เพราะของแข็งที่มากเกินไปในถ้วยระเหยจะเกิดเป็นเปลือกแข็งซึ่งดักเอาน้ำไว้ข้างใน ใช้เครื่องดูดสุญญากาศกรองตัวอย่าง 100 มิลลิลิตร หรือมากกว่าผ่านแผ่นกรอง ภายหลังจากกรองเรียบร้อยแล้วให้เปิดเครื่องดูดต่ออีก 3 นาที เพื่อกำจัดน้ำออกไปให้มากที่สุด

3.4 ถ่ายน้ำที่ผ่านการกรองลงในถ้วยระเหยที่ซึ่งเรียบร้อยแล้ว ระเหยบนอ่างไอน้ำจนแห้งอบตัวอย่างที่ระเหยจนแห้งในตู้อบที่อุณหภูมิ 180 องศาเซลเซียส อย่างน้อย 1 ชั่วโมง ปล่อยให้เย็นในโถทำแห้ง ชั่ง ทำการอบ และชั่งซ้ำจนได้น้ำหนักคงที่หรือจนกระทั่งน้ำหนักหายไปน้อยกว่า 0.5 มิลลิกรัม

4. การคำนวณ

$$\text{ของแข็งละลายน้ำทั้งหมด (มิลลิกรัมต่อลิตร)} = \frac{(A - B) \times 1,000}{C}$$

เมื่อ	A	เป็นน้ำหนักของของแข็งที่แห้ง + ถ้วยระเหย (มิลลิกรัม)
	B	เป็นน้ำหนักของถ้วยระเหย (มิลลิกรัม)
	C	เป็นปริมาตรของตัวอย่างน้ำ (มิลลิลิตร)

รายละเอียดการวิเคราะห์ของแข็งแขวนลอย (SS) โดยวิธีทำให้แห้งที่ 103 – 105 องศาเซลเซียส

1. หลักการ

ตัวอย่างน้ำที่กรองผ่านกระดาษกรองที่ทราบน้ำหนัก ตะกอนที่ติดอยู่บนกระดาษกรองจะนำไปอบให้แห้งที่อุณหภูมิ 103 – 105 องศาเซลเซียส ทำให้เย็นแล้วชั่ง น้ำหนักที่เพิ่ม คือน้ำหนักของของแข็งแขวนลอยทั้งหมด

2. เครื่องมือและอุปกรณ์

2.1 ตู้อบที่มีเครื่องควบคุมอุณหภูมิ

2.2 โถทำแห้ง (Desiccator) พร้อมสารดูดความชื้น

2.3 เครื่องชั่งชนิดละเอียด ขนาด 200 กรัม สามารถชั่งได้ถึง 0.1 มิลลิกรัม

2.4 กระดาษกรอง (Glass Fiber Filter Disks) Whatman GF/C หรือ Gelman Type A

2.5 เครื่องมือสำหรับกรอง

2.5.1 Filter Holder

2.5.2 ถ้วยกรองกูช (Gooch Crucible)

2.6 เครื่องดูดสุญญากาศ

3. วิธีวิเคราะห์

3.1 เตรียมกระดาษกรองโดยวางแผ่นกระดาษกรองบนก้นของถ้วยกรองกูช เปิดเครื่องดูดสุญญากาศและล้างแผ่นกระดาษกรองนี้ติดต่อกัน 3 ครั้ง ด้วยน้ำกลั่นครั้งละ 20 มิลลิลิตร เปิดเครื่องดูดสุญญากาศต่อเพื่อกำจัดน้ำจำนวนเล็กน้อยบนกระดาษกรอง ทิ้งน้ำล้าง นำถ้วย

กรองกูชพร้อมแผ่นกระดาษกรองไปอบให้แห้งในตู้อบที่อุณหภูมิ 103 – 105 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 1 ชั่วโมง ทิ้งให้เย็นในโถทำแห้ง ชั่ง และเก็บไว้ในโถทำแห้งจนถึงเวลาที่จะใช้

3.2 เนื่องจากของแข็งในปริมาณที่มากเกินไปบนแผ่นกระดาษกรองอาจจะจับเอาน้ำได้ และทำให้ต้องใช้เวลาในการทำให้แห้งเพิ่มขึ้น ดังนั้น จึงใช้ตัวอย่างที่ให้ค่าของแข็งไม่ละลายน้ำ ทั้งหมดไม่เกิน 200 มิลลิกรัม ใช้เครื่องดูดสุญญากาศกรองตัวอย่าง 100 มิลลิลิตร หรือมากกว่า ผ่านแผ่นกระดาษกรอง

3.3 นำถ้วยกรองกูชพร้อมแผ่นกระดาษกรองที่กรองตัวอย่างน้ำแล้วไปอบให้แห้งที่อุณหภูมิ 103 – 105 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 1 ชั่วโมง ทำให้แห้งในโถทำแห้ง ชั่ง ทำการอบ และชั่งซ้ำจนได้น้ำหนักคงที่หรือจนกระทั่งน้ำหนักหายไปน้อยกว่า 0.5 มิลลิกรัม

4. การคำนวณ

$$\text{ของแข็งแขวนลอยในน้ำทั้งหมด (มิลลิกรัมต่อลิตร)} = \frac{(A - B) \times 1,000}{C}$$

เมื่อ	A	เป็นน้ำหนักของของแข็งที่แห้ง + แผ่นกระดาษกรอง (มิลลิกรัม)
	B	เป็นน้ำหนักของแผ่นกระดาษกรอง (มิลลิกรัม)
	C	เป็นปริมาตรของตัวอย่างน้ำ (มิลลิลิตร)

รายละเอียดการวิเคราะห์บีโอดี (BOD)

โดยวิธี 5 – Days BOD Test

1. หลักการ

การหาบีโอดีเป็นกระบวนการทดสอบทางชีววิทยาเพื่อหาปริมาณค่าออกซิเจนซึ่งแบคทีเรียใช้ในการย่อยสลายสารอินทรีย์ในน้ำเสียภายใต้สภาวะที่เหมือนกับที่เกิดในธรรมชาติที่สุด เพื่อที่จะให้การวิเคราะห์เป็นปริมาณวิเคราะห์จึงต้องทำให้ปัจจัยต่าง ๆ ที่มีอิทธิพลต่ออัตราการย่อยสลายคงที่ นั่นคือ ค่าบีโอดีมาตรฐานต้องบ่ม (Incubate) ที่อุณหภูมิ 20 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 5 วัน

วิธีวิเคราะห์มี 2 วิธี คือ วิธีแบบโดยตรง (Direct Method) ใช้ในกรณีที่ตัวอย่างน้ำมีค่าบีโอดีไม่เกิน 7 มิลลิกรัมต่อลิตร และวิธีแบบเจือจางใช้ในกรณีที่ตัวอย่างน้ำมีความสกปรกสูง (มีค่าบีโอดีมากกว่า 7 มิลลิกรัมต่อลิตร) จำเป็นต้องทำให้ตัวอย่างน้ำที่สกปรกเจือจางลงเพื่อให้มีออกซิเจนเพียงพอที่แบคทีเรียจะใช้ในการย่อยสลายสารอินทรีย์นั้น วิธีแบบเจือจางจะแบ่งเป็น 2 กรณี คือ ไม่ต้องการเติมหัวเชื้อ (No Seeding) และต้องการเติมหัวเชื้อ (Seeding) โดยวิธีแบบไม่ใช้หัวเชื้อเหมาะสำหรับตัวอย่างน้ำเสียหรือน้ำทิ้งทั่วไปซึ่งมีจุลินทรีย์เพียงพอและมีพีเอชที่เหมาะสมสำหรับการย่อยสลายทางชีวภาพ ตัวอย่างน้ำจะต้องไม่ผ่านการเติมคลอรีนหรือความร้อนมาก่อน ส่วนวิธีแบบใช้หัวเชื้อเป็นวิธีที่ใช้สำหรับตัวอย่างน้ำทิ้งที่ไม่มีแบคทีเรียอยู่เลยหรือมีอยู่ปริมาณน้อยมากจำเป็นที่จะต้องหาแบคทีเรียจากที่อื่นมาช่วยในการย่อยสลายสารอินทรีย์ในน้ำเสีย

2. เครื่องมือและอุปกรณ์

- 2.1 ขวดบีโอดี (BOD Bottle) ขนาด 250 – 300 มิลลิลิตร พร้อมจุกปิดสนิท
- 2.2 ตู้ควบคุมอุณหภูมิ ซึ่งควบคุมอุณหภูมิได้ที่ 20 ± 1 องศาเซลเซียส และต้องมี
- 2.3 อุปกรณ์เครื่องแก้วต่าง ๆ เช่น กระบอกตวง บิวเรต ขวดรูปกรวย เป็นต้น
- 2.4 เครื่องจ่ายลม

3. สารเคมี

3.1 น้ำกลั่น

3.2 สารละลายฟอสเฟตบัฟเฟอร์ เตรียมโดย ละลายโพแทสเซียมไดไฮโดรเจนฟอสเฟต (KH_2PO_4) 8.5 กรัม ไดโซเดียมไฮโดรเจนฟอสเฟตเฮปตะไฮเดรต ($\text{Na}_2\text{HPO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$) 33.4 กรัม ไดโพแทสเซียมไฮโดรเจนฟอสเฟต (K_2HPO_4) 21.75 กรัม และแอมโมเนียมคลอไรด์ (NH_4Cl) 1.7 กรัม ในน้ำกลั่น 500 มิลลิลิตร แล้วเจือจางให้เป็น 1 ลิตร

3.3 สารละลายแมกนีเซียมซัลเฟต เตรียมโดย ละลายแมกนีเซียมซัลเฟตเฮปตะไฮเดรต ($\text{MgSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$) จำนวน 22.5 กรัม ในน้ำกลั่น แล้วเจือจางเป็น 1 ลิตร

3.4 สารละลายแคลเซียมคลอไรด์ เตรียมโดย ละลายแคลเซียมคลอไรด์ปราศจากน้ำ (Anhydrous CaCl_2) 27.5 กรัม ในน้ำกลั่น แล้วเจือจางเป็น 1 ลิตร

3.5 สารละลายเฟอริกคลอไรด์ เตรียมโดย ละลายเฟอริกคลอไรด์เฮกซะไฮเดรต ($\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$) จำนวน 0.25 กรัม แล้วเจือจางเป็น 1 ลิตร

3.6 สารละลายแมงกานีสซัลเฟต เตรียมโดย ละลายแมงกานีสซัลเฟตโมโนไฮเดรต ($\text{MnSO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$) 364 กรัม หรือแมงกานีสซัลเฟตเตตราไฮเดรต ($\text{MnSO}_4 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$) 480 กรัม หรือแมงกานีสซัลเฟตไดไฮเดรต ($\text{MnSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) 400 กรัม ในน้ำกลั่น กรองแล้วเจือจางเป็น 1 ลิตร

3.7 สารละลายอัลคาไล - ไอโอไดด์ - เอไซด์ (Alkali - iodide - azide Reagent) เตรียมโดย ละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ (NaOH) 500 กรัม และโซเดียมไอโอไดด์ (NaI) 135 กรัม ในน้ำกลั่น เจือจางเป็น 1 ลิตร และละลายโซเดียมเอไซด์ (NaN_3) 10 กรัม ในน้ำกลั่น 40 มิลลิลิตร แล้วเติมลงในสารละลายข้างต้น

3.8 กรดซัลฟูริกเข้มข้น (36 N)

3.9 น้ำแป้ง เตรียมโดย ละลายแป้ง 5 กรัม ในน้ำต้ม 800 มิลลิลิตร เติมน้ำให้ได้ 1 ลิตร ต้มให้เดือด 2-3 นาที ตั้งค้างคืน ใช้แต่น้ำใส เติมกรดซาลิไซลิก (Salicylic Acid) 1.25 กรัม ต่อน้ำแป้ง 1 ลิตร

3.10 สารละลายโซเดียมไฮโอซัลเฟต 0.1 นอร์มัล เตรียมโดย ละลายโซเดียมไฮโอซัลเฟตเพนตะไฮเดรต ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$) 24.82 กรัม ในน้ำต้มที่เย็นแล้ว เติมน้ำได้ปริมาตร 1 ลิตร เก็บรักษาโดยการเติมคลอโรฟอร์ม 5 มิลลิลิตร หรือโซเดียมไฮดรอกไซด์ 1 กรัมต่อสารละลาย 1 ลิตร

3.11 สารละลายมาตรฐานโซเดียมไฮดรอกไซด์ 0.025 นอร์มัล เตรียมโดยเจือจางสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ 0.1 นอร์มัล จำนวน 250 มิลลิลิตร ด้วยน้ำกลั่นให้เป็น 1 ลิตร เก็บรักษาโดยการเติมคลอโรฟอร์ม 5 มิลลิลิตร หรือโซเดียมไฮดรอกไซด์ 0.4 กรัมต่อสารละลาย 1 ลิตร

3.12 สารละลายมาตรฐานโพแทสเซียมไดโครเมต 0.025 นอร์มัล เตรียมโดยละลายโพแทสเซียมไดโครเมตที่อบแห้งที่อุณหภูมิ 103 องศาเซลเซียส นาน 2 ชั่วโมง จำนวน 1.226 กรัมต่อน้ำกลั่น 1 ลิตร

3.13 สารละลายโซเดียมซัลไฟต์ 0.025 นอร์มัล เตรียมโดยละลายโซเดียมซัลไฟต์ปราศจากน้ำ (Na_2SO_3) 1.575 กรัม ในน้ำกลั่น 1 ลิตร

4. การเตรียมตัวอย่างน้ำก่อนการวิเคราะห์

4.1 ในกรณีที่ตัวอย่างน้ำเป็นด่างหรือกรด จะต้องปรับพีเอชให้เป็นกลาง (6.5 – 7.5) ก่อนด้วยโซเดียมไฮดรอกไซด์ 1 นอร์มัล หรือกรดซัลฟูริก 1 นอร์มัล โดยที่ปริมาตรของด่างหรือกรดที่เติมจะต้องไม่เจือจางตัวอย่างมากเกินไปร้อยละ 0.5

4.2 ในกรณีที่ตัวอย่างน้ำมีสารประกอบคลอรีนตกค้าง จะต้องกำจัดออกก่อนโดยให้ตั้งตัวอย่างน้ำทิ้งไว้ 1 – 2 ชั่วโมง คลอรีนตกค้างจะลดลงสลายไปเอง แต่ถ้าในตัวอย่างมีคลอรีนตกค้างปริมาณมาก ๆ ต้องกำจัดโดยการเติมสารละลายโซเดียมซัลไฟต์ (Na_2SO_3) ซึ่งการหาปริมาณที่จะใช้เติมในตัวอย่างน้ำ หาได้โดยนำตัวอย่างน้ำมาในปริมาณที่เหมาะสม (100 – 1,000 มิลลิลิตร) เติมกรดอะซิติก (1+1) หรือกรดซัลฟูริก (1+50) 10 มิลลิลิตร เติมสารละลายโพแทสเซียมไอโอไดด์ 10 มิลลิลิตร (เตรียมโดยละลายโพแทสเซียมไอโอไดด์ 10 กรัม ในน้ำกลั่น 100 มิลลิลิตร) แล้วไตเตรตด้วยสารละลายโซเดียมซัลไฟต์ 0.025 นอร์มัล โดยใช้น้ำแบ่งเป็นอินดิเคเตอร์ จนถึงจุดยุติ จากนั้นก็จะทราบปริมาณของโซเดียมซัลไฟต์ที่ใช้เติมลงไป ในตัวอย่างน้ำที่จะหาค่าบีโอดี หลังจากเติมสารละลายโซเดียมซัลไฟต์ตามปริมาณที่คำนวณได้ลงในตัวอย่างแล้ว กวนให้เข้ากันตั้งทิ้งไว้ 10 – 20 นาที

4.3 ในกรณีที่ตัวอย่างน้ำที่มีโลหะหนักหรือมีสารพิษเจือปนอยู่จะต้องศึกษาและกำจัดเสียก่อนเป็นเฉพาะกรณี

4.4 ตัวอย่างที่มีออกซิเจนละลายอิมตัวอย่างมากเกินไป เช่น ค่าออกซิเจนละลายมากกว่า 9 มิลลิกรัมต่อลิตร ที่อุณหภูมิ 20 องศาเซลเซียส ซึ่งอาจพบได้ในน้ำที่เย็นจัดหรือน้ำที่มีการ

สังเคราะห์แสงเกิดขึ้น ให้ลดออกซิเจนละลายอยู่ในชั้นอิมตัวโดยการเอาตัวอย่างใส่ขวดแล้วเขย่าแรง ๆ หรือโดยการเป่าอากาศลงไป ทั้งนี้เพื่อป้องกันการสูญเสียออกซิเจนละลายในการวิเคราะห์

4.5 เมื่อมีการเก็บรักษาตัวอย่างโดยการแช่เย็นต้องทำให้ตัวอย่างอยู่ที่อุณหภูมิห้องก่อนทำการวิเคราะห์

4.6 ในกรณีที่ตัวอย่างน้ำเกิดในตรีฟิเคชัน ต้องทำการยับยั้งโดยเติม 2 – คลอโร 6 – ไตรคลอโรเมทิล (CTCMP) 3 มิลลิกรัมต่อตัวอย่างขนาด 300 มิลลิลิตร หรือเติมในน้ำเชื้อจากจนมีความเข้มข้น 10 มิลลิกรัมต่อลิตร ก่อนก็ได้

5. วิธีวิเคราะห์บีโอดีแบบโดยตรง

5.1 วิธีวิเคราะห์

5.1.1 นำตัวอย่างน้ำมาปรับอุณหภูมิให้ได้ประมาณ 20 องศาเซลเซียส

5.1.2 เติมอากาศให้มียออกซิเจนละลายอิมตัว

5.1.3 เติมตัวอย่างน้ำลงในขวดบีโอดีจนเต็ม 2 ขวด ปิดจุกให้สนิทและมีน้ำหล่อที่ปากขวด

5.1.4 นำขวดหนึ่งมาหาค่าออกซิเจนละลาย ถือว่าเป็นค่าออกซิเจนละลายที่เริ่มต้น

5.1.5 นำอีกขวดใส่ตู้ควบคุมอุณหภูมิที่อุณหภูมิ 20 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 5 วัน เมื่อครบ 5 วันแล้ว นำตัวอย่างนั้นมาหาค่าออกซิเจนละลายน้ำที่เหลืออยู่

5.2 การคำนวณ

$$\text{ค่าบีโอดี (มิลลิกรัมต่อลิตร)} = DO_0 - DO_5$$

เมื่อ DO_0 = ค่าออกซิเจนละลายที่ไดเตรตได้ในวันแรก

DO_5 = ค่าออกซิเจนละลายที่ไดเตรตได้ในวันที่ 5

6. วิธีวิเคราะห์แบบเจือจางที่ไม่ต้องเติมหัวเชื้อ

6.1 วิธีเตรียมน้ำเจือจาง (Dilution Water)

6.1.1 ตวงน้ำกลั่นให้มากกว่าปริมาตรที่จะใช้ 1 ลิตร ใส่ขวดแอสไพเรเตอร์ (Aspirator Bottle) ที่สะอาด

6.1.2 เป่าอากาศที่สะอาดเพื่อเพิ่มออกซิเจนในน้ำอย่างน้อย 1 ชั่วโมง

6.1.3 เติมสารละลายฟอสเฟตบัฟเฟอร์ แมกนีเซียมซัลเฟต แคลเซียมคลอไรด์ และเพริกคลอไรด์ อย่างละ 1 มิลลิลิตรต่อน้ำเจือจาง 1 ลิตร

6.2 วิธีวิเคราะห์

6.2.1 การเลือกปริมาณตัวอย่างที่จะใช้ ถ้าไม่ทราบค่าบีโอดีโดยประมาณของตัวอย่างน้ำ ต้องหาซีโอดีก่อนพร้อมกับพิจารณาลักษณะของตัวอย่างน้ำและแหล่งเก็บตัวอย่างน้ำ รวมด้วย เพื่อประมาณค่าบีโอดี การเลือกปริมาณตัวอย่างน้ำนิยมนิยมเลือกให้มีปริมาณออกซิเจนเหลืออยู่อย่างน้อย 1 มิลลิกรัมต่อลิตร และควรจะมีการใช้ออกซิเจนอย่างน้อย 2 มิลลิกรัมต่อลิตร การเลือกขนาดตัวอย่างและอัตราการเจือจางสำหรับช่วงบีโอดีต่าง ๆ ตามตารางที่ ก.2

ตารางที่ ก.2 การเลือกขนาดตัวอย่างและอัตราเงิอจางสำหรับช่วงปีโอดีต่าง ๆ

ปริมาณตัวอย่าง (มิลลิลิตร)	ช่วงปีโอดี (มิลลิกรัมต่อลิตร)	อัตราเงิอจาง
0.02	30,000 – 105,000	15,000
0.05	12,000 – 42,000	6,000
0.10	6,000 – 21,000	3,000
0.20	3,000 – 10,500	1,500
0.50	1,200 – 4,200	600
1.0	600 – 2,100	300
2.0	300 – 1,050	150
5.0	120 – 420	60
10.0	60 – 210	30
20.0	30 – 105	15
50.0	12 – 42	6
100	6 – 21	3
300	0 - 7	1

หมายเหตุ: ถ้าปริมาณตัวอย่างที่ใช้น้อยกว่า 1.0 มิลลิลิตร ควรเงิอจางตัวอย่างก่อนปีเปิดไฟ
ขวดปีโอดี

6.2.2 เมื่อเลือกปริมาณตัวอย่างได้แล้ว ปีเปิดตัวอย่างตามจำนวนที่เลือกไว้วาง
ลงในขวดปีโอดีขนาด 300 มิลลิลิตร อย่างละ 2 ขวด เติมน้ำเงิอจางจนเต็มขวดปีโอดี ปิดฝา
ให้แน่น นำขวดปีโอดีขวดหนึ่งมาหาค่าออกซิเจนละลายที่มีเริ่มต้น ส่วนอีกขวดนำไปบ่มที่
ตู้ควบคุมอุณหภูมิที่อุณหภูมิ 20 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 5 วัน

6.2.3 เมื่อครบ 5 วันแล้ว นำขวดปีโอดีที่บ่มไว้มาหาค่าออกซิเจนละลายน้ำที่
เหลืออยู่

6.3 การคำนวณ

$$\begin{aligned} \text{ค่าบีโอดี (มิลลิกรัมต่อลิตร)} &= (DO_0 - DO_5) \times \text{อัตราเจือจาง} \\ \text{เมื่อ } DO_0 &= \text{ค่าออกซิเจนละลายที่ไตเตรตได้ในวันแรก} \\ DO_5 &= \text{ค่าออกซิเจนละลายที่ไตเตรตได้ในวันที่ 5} \\ \text{อัตราเจือจาง} &= \frac{\text{ปริมาตรน้ำเติมขวดบีโอดี (300 มิลลิตร)}}{\text{ปริมาตรตัวอย่างที่ใช้}} \end{aligned}$$

7. วิธีวิเคราะห์แบบเจือจางที่ต้องเติมหัวเชื้อ

7.1 วิธีการวิเคราะห์

7.1.1 การเลือกปริมาณตัวอย่างและวิธีทำเหมือนกับกรณีไม่ต้องเติมหัวเชื้อ เพียงแต่ต้องเติมหัวเชื้อปริมาตรเท่ากันลงในแต่ละชุด ปริมาตรของหัวเชื้อที่จะใช้ควรมีค่าบีโอดีประมาณ 0.6 – 1.0 มิลลิกรัมต่อลิตร เนื่องจากการเติมหัวเชื้อเช่นนี้ ทำให้ปริมาณการใช้ออกซิเจนละลายเพิ่มขึ้น จึงต้องทำการแก้ค่าบีโอดีที่ผิดพลาดเนื่องจากการเติมหัวเชื้อ (Seed Correction) ทุกครั้งเพื่อนำมาคำนวณหาค่าบีโอดีที่แท้จริงของตัวอย่าง ปริมาตรของหัวเชื้อที่ใช้เติมไม่ควรเกิน 5 มิลลิตร

7.1.2 การแก้ค่าเนื่องจากการเติมหัวเชื้อ ทำโดยนำหัวเชื้อมาหาค่าการใช้ออกซิเจนหรือหาค่าบีโอดี เริ่มด้วยการหาค่าออกซิเจนละลายเริ่มต้น แล้วนำไปป้อนที่อุณหภูมิ 20 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 5 วัน แล้วจึงนำมาหาค่าออกซิเจนละลาย

7.2 การคำนวณ

$$\begin{aligned} \text{ค่าบีโอดีเมื่อเติมหัวเชื้อ} &= ((D1 - D2) - (B1 - B2) f) \times \text{อัตราเจือจาง} \\ \text{เมื่อ } D1 &= \text{ค่าออกซิเจนละลายเริ่มต้นของตัวอย่างที่มีการเติมหัวเชื้อ} \\ D2 &= \text{ค่าออกซิเจนละลายที่ 5 วัน ของตัวอย่างที่มีการเติมหัวเชื้อ} \\ B1 &= \text{ค่าออกซิเจนละลายเริ่มต้นของหัวเชื้อ} \\ B2 &= \text{ค่าออกซิเจนละลายที่ 5 วัน ของหัวเชื้อ} \end{aligned}$$

$$f = \frac{\text{ปริมาตรของหัวเชื้อที่เติมในขวดปิไอดีตัวอย่าง}}{\text{ปริมาตรของหัวเชื้อในการทำ Seed Correction}}$$

$$\text{อัตราเจือจาง} = \frac{\text{ปริมาตรน้ำเต็มขวดปิไอดี (300 มิลลิลิตร)}}{\text{ปริมาตรตัวอย่างที่ใช้}}$$

รายละเอียดการวิเคราะห์ซีโอดี (COD) โดยวิธี Close Reflux, Titrimetric Method

1. หลักการ

ภายใต้สภาวะการรีฟลักซ์ในสารละลายกรดซัลฟริกเข้มข้นที่มีอุณหภูมิสูง สารอินทรีย์ในน้ำจะถูกออกซิไดซ์โดยสารละลายโพแทสเซียมไดโครเมตที่ทราบความเข้มข้นและมีปริมาณเกินพอที่ทราบจำนวน หลังจากรีฟลักซ์ วัดปริมาณโพแทสเซียมไดโครเมตที่เหลือโดยนำไปไตเตรตกับเฟรสแอมโมเนียมซัลเฟต (Ferrous Ammonium Sulfate) และใช้เฟอโรอิน (Ferroin) เป็นอินดิเคเตอร์ ทำให้ทราบปริมาณของโพแทสเซียมไดโครเมตที่ใช้ในการออกซิไดซ์สารอินทรีย์ได้

2. เครื่องมือและอุปกรณ์

2.1 หลอดย่อย (Digestion Vessels) เป็นหลอดแก้วบอโรซิลิเกต (Borosilicate) ซึ่งใช้เลี้ยงเชื้อ ขนาด 16 x 100 หรือ 20 x 150 หรือ 25 x 150 มิลลิเมตร

2.2 เตาหลอด (Heater Block) หรือเตาซีโอดี (COD Reactor) เป็นอุปกรณ์ให้ความร้อนสำหรับหลอดแก้วโดยเฉพาะ สามารถควบคุมอุณหภูมิให้อยู่ที่ 150 ± 2 องศาเซลเซียส

2.3 เตาอบ (Oven) สามารถควบคุมอุณหภูมิให้อยู่ที่ 150 ± 2 องศาเซลเซียส

2.4 บิวเรต

2.5 ขวดรูปกรวย ขนาด 125 มิลลิลิตร

3. สารเคมี

3.1 สารละลายมาตรฐานโพแทสเซียมไดโครเมต (Standard Potassium Dichromate Solution) 0.1 นอร์มัล เตรียมโดย ละลายโพแทสเซียมไดโครเมต ($K_2Cr_2O_7$) ซึ่งอบแห้งที่อุณหภูมิ 103 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง น้ำหนัก 4.913 กรัม ในน้ำกลั่น 500 มิลลิลิตร

เติมกรดซัลฟูริกเข้มข้น 167 มิลลิลิตร และปรอทซัลเฟต 33.3 กรัม ละลายให้เข้ากัน ปล่อยให้เย็น แล้วเจือจางด้วยน้ำกลั่นจนได้ปริมาตร 1,000 มิลลิลิตร

3.2 กรดซัลฟูริกและซิลเวอร์ซัลเฟต เตรียมโดย ซิงซิลเวอร์ซัลเฟต (Ag_2SO_4) 8.8 กรัม ใส่ลงในกรดซัลฟูริกเข้มข้น 1 ลิตร ตั้งทิ้งไว้ 1–2 วัน เพื่อให้ซิลเวอร์ซัลเฟตละลายได้ทั้งหมด ก่อนนำไปใช้ต่อไป

3.3 สารละลายเฟอโรอินอินดิเคเตอร์ (Ferroin Indicator Solution) เตรียมโดย ละลาย 1,10 – ฟีนแอนโทรลีนโมโนไฮเดรต (1,10 – Phenanthroline Monohydrate: $\text{C}_{12}\text{H}_8\text{N}_2\cdot\text{H}_2\text{O}$) 1.485 กรัม และเฟรัสซัลเฟต (Ferrous Sulfate: $\text{FeSO}_4\cdot 7\text{H}_2\text{O}$) 695 มิลลิกรัม ในน้ำกลั่นแล้วเจือจางเป็น 100 มิลลิกรัม

3.4 สารละลายมาตรฐานเฟรัสแอมโมเนียมซัลเฟต (Standard FAS) 0.05 นอร์มัล เตรียมโดย ละลายเฟรัสแอมโมเนียมซัลเฟต ($\text{Fe}(\text{NH}_4)_2(\text{SO}_4)_2\cdot 6\text{H}_2\text{O}$) 19.6 กรัมในน้ำกลั่น เติมกรดซัลฟูริกเข้มข้น 20 มิลลิลิตร แล้วเจือจางเป็น 1,000 มิลลิลิตร ด้วยน้ำกลั่น

3.5 กรดซัลฟามิก (Sulfamic Acid) ใช้ป้องกันการรบกวนของไนไตรต์ ปริมาณที่ใช้คือ 10 มิลลิกรัม ต่อทุก ๆ 1 มิลลิกรัม ของไนไตรต์

3.6 สารละลายมาตรฐานโพแทสเซียมไฮโดรเจนพธาลเลต (Potassium Hydrogen Phthalate หรือ KPH) เตรียมโดย บด KPH เพื่อลดขนาดแล้วนำไปอบที่อุณหภูมิ 103 องศาเซลเซียส จนแห้งและมีน้ำหนักคงที่ แล้วละลาย KPH 425 มิลลิกรัม ในน้ำกลั่น เจือจางให้เป็น 1,000 มิลลิลิตร

3.7 สารละลายกลูโคส เตรียมโดย ละลายกลูโคส 486.6 มิลลิกรัม ในน้ำกลั่น เจือจางให้เป็น 1,000 มิลลิลิตร

4. วิธีวิเคราะห์

4.1 ใส่ตัวอย่างลงในหลอดแก้วขนาดที่เหมาะสม เติมน้ำยาย่อยสลายหรือโพแทสเซียมไดโครเมต ตามด้วยกรดซัลฟูริกอย่างช้า ๆ ปิดฝาให้แน่นและเขย่าผสมกัน สำหรับแบบลงคิให้น้ำกลั่นแล้วทำเหมือนน้ำตัวอย่างทุกประการ ขนาดของหลอดแก้ว ปริมาตรตัวอย่างน้ำ และสารเคมีที่เหมาะสม แสดงตามตารางที่ ก.3

ตารางที่ ก.3 ขนาดของหลอดแก้ว ปริมาตรตัวอย่างน้ำและสารเคมีที่เหมาะสม

ขนาด หลอดแก้ว (มม.)	ปริมาตร ตัวอย่างน้ำ (มล.)	สารละลาย ไดโครเมต (มล.)	สารละลาย กรดซัลฟูริก (มล.)	ปริมาตร ทั้งหมด (มล.)
16 x 100	2.5	1.5	3.5	7.5
20 x 150	5.0	3.0	7.0	15.0
25 x 150	10.0	6.0	14.0	30.0

4.2 วางหลอดแก้วในบลิ๊อค แล้วใส่ตุ๋บ ตั้งอุณหภูมิไว้ที่ 150 ± 2 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง แล้วนำออกจากตุ๋บปล่อยให้เย็น

4.3 การทำไตเตรชัน เทสารละลายออกจากหลอดแก้วลงในขวดรูปกรวย ให้น้ำกลั่นฉีดล้างสารละลายในหลอดแก้วให้หมด แล้วเทรวมลงในขวดรูปกรวย เติมเฟอโรอินประมาณ 2-3 หยด เป็นอินดิเคเตอร์ แล้วไตเตรตด้วยสารละลายมาตรฐาน FAS จุดยุติจะมีการเปลี่ยนแปลงจากสีเหลืองเป็นสีเขียวอมเหลือง เปลี่ยนเป็นสีฟ้า และเปลี่ยนเป็นสีน้ำตาลแดง จดปริมาตร FAS ที่ใช้ไตเตรต

5. การคำนวณ

$$\text{ซีไอดี (มิลลิกรัม O}_2 \text{ ต่อลิตร)} = \frac{(A - B) \times N \times 8,000}{C}$$

- เมื่อ
- A คือ FAS ที่ใช้ในการไตเตรตแบลงค์ (มิลลิลิตร)
 - B คือ FAS ที่ใช้ในการไตเตรตตัวอย่าง (มิลลิลิตร)
 - C คือ ตัวอย่างที่ใช้ (มิลลิลิตร)
 - N คือ ความเข้มข้นของ FAS (นอร์มัล)

รายละเอียดการวิเคราะห์ทีเคเอ็น (TKN) โดยวิธี Kjeldahl Method

1. หลักการ

สารอินทรีย์ไนโตรเจนจะถูกย่อยสลายเปลี่ยนไปเป็นแอมโมเนียโดยการออกซิไดซ์ของกรดกำมะถัน ทำให้ไนโตรเจนหลุดออกมาในรูปแอมโมเนีย ส่วนคาร์บอนและไฮโดรเจนจะถูกออกซิไดซ์เป็น CO_2 และ H_2O แล้วนำไปกลั่นเพื่อเก็บแอมโมเนียในกรดบอริก จากนั้นจึงนำกรดบอริกไปหาปริมาณแอมโมเนียโดยวิธี Nesslerization หรือไตเตรตด้วยสารละลายกรดแก่มาตรฐาน ทำให้ทราบปริมาณทีเคเอ็นที่มีอยู่ในตัวอย่างน้ำ

2. เครื่องมือและอุปกรณ์

- 2.1 ขวดเจลดดาห์ล (Kjeldahl Flask) ขนาด 800 มิลลิลิตร
- 2.2 ชุดเครื่องมือสำหรับการย่อยสลาย
- 2.3 ชุดเครื่องมือสำหรับการกลั่นแอมโมเนีย

3. สารเคมี

3.1 สารละลายปรอทซัลเฟต เตรียมโดย ละลายปรอทออกไซด์ (HgO , Red) 8 กรัม ในกรดกำมะถัน 6 นอร์มัล ปริมาตร 100 มิลลิลิตร

3.2 น้ำยาสำหรับย่อยสลาย (Digestion Reagent) เตรียมโดย ละลายโพแทสเซียมซัลเฟต (K_2SO_4) 134 กรัม ในน้ำกลั่น 650 มิลลิลิตร เติมกรดซัลฟูริกเข้มข้น 200 มิลลิลิตร คนให้เข้ากัน และเติมสารละลายปรอทซัลเฟต 25 มิลลิลิตร เจือจางด้วยน้ำกลั่นให้สารละลายมีปริมาตร 1 ลิตร เก็บรักษาที่อุณหภูมิ 20 องศาเซลเซียส เพื่อป้องกันการตกผลึก

3.3 สารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ – โซเดียมไธโอซัลเฟต (Sodium Hydroxide – Sodium Thiosulfate Reagent) เตรียมโดย ละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ 500 กรัม และโซเดียมไธโอซัลเฟต ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$) 25 กรัม ในน้ำและเจือจางเป็น 1 ลิตร

3.4 สารละลายฟีนอล์ฟทาลีนอินดิเคเตอร์ เตรียมโดย ละลายฟีนอล์ฟทาลีน 5 กรัม ในเอธานอล ($\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$) ร้อยละ 95 จำนวน 500 มิลลิลิตร เติมน้ำกลั่นอีก 500 มิลลิลิตร

4. วิธีวิเคราะห์

4.1 การเลือกขนาดตัวอย่าง

เลือกปริมาตรตัวอย่างที่จะใช้ตามตารางที่ ก.4 ขนาดของตัวอย่างจะต้องสอดคล้องกับปริมาณไนโตรเจนที่คาดว่าจะมี (สังเกตได้จากลักษณะน้ำและแหล่งที่มาของตัวอย่าง) ถ้าใช้ขนาดตัวอย่างมากเกินไปอาจเสียเวลาในการย่อยนานหลายชั่วโมง เมื่อเลือกปริมาตรตัวอย่างได้แล้ว ตวงตัวอย่างใส่ในขวดเจลดคาร์ลขนาด 800 มิลลิลิตร เติมลูกแก้ว 3–4 เม็ด เพื่อป้องกันการเดือดอย่างรุนแรงภายในขวด

ตารางที่ ก.4 การเลือกขนาดตัวอย่างสำหรับการวิเคราะห์ที่เคเอ็น

Org – N ในตัวอย่าง (มิลลิกรัมต่อลิตร)	ขนาดตัวอย่าง (มิลลิลิตร)
0 – 1	500
1 – 10	250
10 – 20	100
20 – 50	50
50 – 100	25

4.2 การย่อยสลาย (Digestion)

เติมน้ำยาสำหรับย่อยสลาย 50 มิลลิลิตร ลงในขวดเจลดคาร์ล นำเข้าเครื่องย่อยสลาย ต้มจนกระทั่งเกิดควันสีขาวของ SO_3 ให้ต้มต่อไปเรื่อย ๆ จนได้สารละลายใส จากนั้นย่อยสลายต่ออีก 20–30 นาที ปิดไฟและปล่อยให้เย็น แล้วเติมน้ำกลั่น 300 มิลลิลิตร และฟีนอล์ฟทาลีน 0.5 มิลลิลิตร เขย่าให้เข้ากันและทำให้เป็นด่างโดยค่อย ๆ เติมน้ำยาโซเดียม

ไฮดรอกไซด์ไฮโอซัลเฟต 50 มิลลิลิตร เขย่าให้เข้ากัน ถ้าสีชมพูของฟีนอล์ฟทาลีนยังไม่เกิด ให้เติมน้ำยาไฮเดียมไฮดรอกไซด์ไฮโอซัลเฟตลงไปอีก จากนั้นนำไปกลั่น

4.3 การกลั่น

ต่อขวดเจลดาร์ลเข้ากับเครื่องกลั่น ทำการกลั่นโดยให้ความร้อนที่พอเหมาะ เก็บส่วนที่กลั่นออกมา 200 มิลลิลิตร ผ่านหลอดแก้วที่จุ่มอยู่ในสารละลายกรดบอริก 50 มิลลิลิตร ถ้าจะหาแอมโมเนียไนโตรเจนโดยวิธี Nesslerization ให้ใช้กรดบอริกธรรมดา แต่ถ้าจะหาโดยวิธี ไตรเตรต ให้ใช้กรดบอริกที่เติมอินดิเคเตอร์ เมื่อกลั่นครบ 200 มิลลิลิตร เลื่อนขวดเก็บสารละลายที่ได้จากการกลั่นออกและนำไปหาแอมโมเนียต่อไป ให้ทำแบบลงค์ด้วยโดยใช้น้ำกลั่นแล้วทำตามขั้นตอนเหมือนของตัวอย่างน้ำ

5. การคำนวณ

ปริมาณแอมโมเนียที่วิเคราะห์ได้จากตัวอย่างน้ำที่ผ่านการย่อยและการกลั่นมาแล้วจะเป็นค่าที่เคเอ็นในน้ำทิ้ง

รายละเอียดการวิเคราะห์ปรอท (Hg) โดยวิธี Atomic Absorption Spectrometric Method

1. หลักการ

การวิเคราะห์ปริมาณโลหะหนักโดยวิธี Atomic Absorption Spectrometric Method จะต้องทำการย่อยสลายโลหะหนักด้วยกรดเข้มข้นภายใต้อุณหภูมิสูงเพื่อเปลี่ยนให้อยู่ในรูปละลายน้ำ จากนั้นโลหะหนักต่าง ๆ ที่อยู่ในสารละลายจะถูกเผาด้วยความร้อนสูงจากระบบเปลวไฟ (Flame) หรือระบบไม่ใช้เปลวไฟ (Non – flame) จนแตกตัว (Dissociation) กลายเป็นอะตอมอิสระ (Atomization) และอะตอมอิสระเหล่านี้จะดูดกลืนพลังงานแสงที่มีความยาวช่วงคลื่นเฉพาะตัว ซึ่งพลังงานแสงที่ดูดกลืนจะเป็นสัดส่วนกับปริมาณอะตอมของโลหะหนักนั้น ๆ โดยโลหะแต่ละชนิดจะดูดกลืนพลังงานที่มีความยาวช่วงคลื่นแตกต่างกัน

การวิเคราะห์ปรอทโดยวิธีนี้ จะใช้วิธีแบบไม่ใช้เปลวไฟ หรือ ไอเย็น (Cold – vapor Atomic Absorption Spectrometric Method)

2. เครื่องมือและอุปกรณ์

- 2.1 เครื่อง Atomic Absorption Spectrometer
- 2.2 หลอด Absorption Cell และที่ยึดเซลล์ (Cell Support)
- 2.3 เครื่องสูบลำอากาศ ที่สามารถให้อากาศออกมาด้วยปริมาตร 2,000 มิลลิลิตร/นาที
- 2.4 มาตรวัดอัตราการไหลของอากาศ
- 2.5 หลอดแกว่งนำอากาศ (Aeration Tube)
- 2.6 ขวดปฏิกิริยา ใช้ขวดเฮกซ์เลนเมเยอร์ขนาด 250 มิลลิลิตร
- 2.7 หลอดบรรจุสารดูดความชื้น (Drying Tube)
- 2.8 หลอดไฟขนาดเล็ก 60 วัตต์ ใช้รักษาอุณหภูมิของอากาศในหลอด Absorption Cell ให้สูงกว่าอุณหภูมิห้องประมาณ 10 องศาเซลเซียส เพื่อป้องกันการกลั่นตัวของไอน้ำ

2.9 ท่อพลาสดิกชนิดไวนิลไซ เพื่อนำไอ น้ำของปรอทจากขวดปฏิกิริยาถึงหลอด Absorption Cell และใช้ต่อระหว่างภาชนะต่าง ๆ เข้าด้วยกัน

3. สารเคมี

3.1 น้ำกลั่น

3.2 กรดไนตริกเข้มข้น

3.3 สารละลายสต็อกของปรอท เตรียมโดย ละลายเมอร์คิวรี (II) คลอไรด์ (HgCl_2) 1.354 กรัม ลงในน้ำกลั่น 700 มิลลิลิตร เติมกรดไนตริกเข้มข้น 1.5 มิลลิลิตร เจือจางด้วยน้ำ กลั่นจนได้ปริมาตร 1 ลิตร

3.4 สารละลายปรอทมาตรฐาน มีความเข้มข้นตั้งแต่ 0–5 ไมโครกรัม/ลิตร เตรียมโดย เจือจางสารละลายสต็อกของปรอทด้วยน้ำกลั่น

3.5 สารละลายโพแทสเซียมเปอร์แมงกาเนต เตรียมโดย ละลายโพแทสเซียม-เปอร์แมงกาเนต (KMnO_4) 50 กรัม ลงในน้ำกลั่น แล้วเติมน้ำกลั่นจนได้ปริมาตร 1 ลิตร

3.6 สารละลายโพแทสเซียมเปอร์ซัลเฟต เตรียมโดย ละลายโพแทสเซียมซัลเฟต ($\text{K}_2\text{S}_2\text{O}_8$) 50 กรัม ลงในน้ำกลั่น แล้วเติมน้ำกลั่นจนได้ปริมาตร 1 ลิตร

3.7 สารละลายไฮเดียมคลอไรด์ไฮดรอกซิลลามีนซัลเฟต เตรียมโดย ละลายไฮเดียม-คลอไรด์ 120 กรัม และไฮดรอกซิลลามีนซัลเฟต ($(\text{NH}_2\text{OH})_2\cdot\text{H}_2\text{SO}_4$) 120 กรัม ลงในน้ำกลั่น แล้วเติมน้ำกลั่นจนได้ปริมาตร 1 ลิตร

3.8 สารละลายทิน (II) คลอไรด์ เตรียมโดย ละลายทิน (II) คลอไรด์ (SnCl_2) 100 กรัม ลงในน้ำกลั่นซึ่งมีกรดไฮโดรคลอริก 12.5 มิลลิลิตร เมื่อละลายหมดแล้ว เติมน้ำกลั่นจนได้ ปริมาตร 1 ลิตร

3.9 กรดซัลฟูริกเข้มข้น

3.2 กรดไนตริกเข้มข้น

3.3 สารละลายสต็อกของแคดเมียม (Stock Cadmium Solution) เตรียมโดย ละลาย โลหะแคดเมียม 0.1 กรัม ในกรดไนตริกเข้มข้น 4 มิลลิลิตร แล้วเติมอีก 8 มิลลิลิตร เจือจาง ด้วยน้ำกลั่นจนได้ปริมาตร 1 ลิตร สารละลายแคดเมียมนี้ 1 มิลลิลิตร เท่ากับ 100 ไมโครกรัม แคดเมียม

3.4 สารละลายแคดเมียมเข้มข้นปานกลาง (Intermediate Cadmium Solution) เตรียมโดย ดูดสารละลายแคดเมียมเข้มข้นจากข้อ 3.3 จำนวน 10 มิลลิลิตร เติมน้ำกลั่นจนได้ 100 มิลลิลิตร ในขวดวัดปริมาตร

4. วิธีวิเคราะห์

4.1 การเตรียมตัวอย่าง ขึ้นอยู่กับว่าต้องการวัดรูปละลายน้ำทั้งหมด หรือโลหะ แหวนลอย ซึ่งจะใช้วิธีย่อยด้วยกรดไนตริก หรือไนตริก-ซัลฟูริก

4.2 เตรียมเครื่อง Atomic Absorption Spectrometer และติดตั้งอุปกรณ์ต่าง ๆ ให้ พร้อมใช้งาน

4.3 การเตรียมกราฟมาตรฐาน ขึ้นอยู่กับต้องการค่าละเอียดมากแค่ไหนและความสามารถของเครื่องที่จะวัดได้ เตรียมสารละลายมาตรฐานอย่างน้อย 4 ตัวอย่าง ให้มีความเข้มข้น 0.2, 0.4, 0.6 และ 0.8 มิลลิกรัมต่อลิตร และเติมกรดไนตริกเข้มข้น 0 – 15 มิลลิลิตร ต่อ 100 มิลลิลิตร ให้กับสารละลายมาตรฐาน นำตัวอย่างมาตรฐานเข้าวิเคราะห์ตามวิธีการใช้ เครื่อง Atomic Absorption Spectrometer แต่ละเครื่อง แล้วนำผลการวิเคราะห์มาสร้างเป็น กราฟมาตรฐาน

4.4 นำตัวอย่างมาวิเคราะห์ตามวิธีการใช้เครื่อง Atomic Absorption Spectrometer แต่ละเครื่อง

5. การคำนวณ

คำนวณหาค่าความเข้มข้นของสารตัวอย่างโดยคิดเป็นมิลลิกรัม/ลิตร โดยอ่านจากกราฟ มาตรฐานที่ถูกต้อง

รายละเอียดการวิเคราะห์ตะกั่ว (Pb) โดยวิธี Atomic Absorption Spectrometric Method

1. หลักการ

การวิเคราะห์ปริมาณโลหะหนักโดยวิธี Atomic Absorption Spectrometric Method จะต้องทำการย่อยสลายโลหะหนักด้วยกรดเข้มข้นภายใต้อุณหภูมิสูงเพื่อเปลี่ยนให้อยู่ในรูปละลายน้ำ จากนั้นโลหะหนักต่าง ๆ ที่อยู่ในสารละลายจะถูกเผาด้วยความร้อนสูงจากระบบเปลวไฟ (Flame) หรือระบบไม่ใช้เปลวไฟ (Non – flame) จนแตกตัว (Dissociation) กลายเป็นอะตอมอิสระ (Atomization) และอะตอมอิสระเหล่านี้จะดูดกลืนพลังงานแสงที่มีความยาวช่วงคลื่นเฉพาะตัว ซึ่งพลังงานแสงที่ดูดกลืนจะเป็นสัดส่วนกับปริมาณอะตอมของโลหะหนักนั้น ๆ โดยโลหะแต่ละชนิดจะดูดกลืนพลังงานที่มีความยาวช่วงคลื่นแตกต่างกัน

การวิเคราะห์ตะกั่วโดยวิธีนี้ จะใช้วิธี Direct Air – acetylene Flame Method โดยสารละลายจะถูกเผาด้วยความร้อนสูงจากเปลวไฟที่เกิดจากก๊าซผสมระหว่างอากาศและ Acetylene เปลวไฟที่เกิดจากก๊าซผสมระหว่างอากาศและ Acetylene นี้ จะให้พลังงานที่ทำให้ธาตุแตกตัวเป็นอะตอมอิสระเพื่อให้ดูดกลืนแสงที่มีความยาวคลื่น 217 นาโนเมตร

2. เครื่องมือและอุปกรณ์

2.1 เครื่อง Atomic Absorption Spectrometer

2.2 เครื่องแก้วอื่น ๆ

3. สารเคมี

3.1 น้ำกลั่นที่ปราศจากตะกั่ว ใช้สำหรับเตรียมน้ำยาเคมี เตรียมสารละลายมาตรฐานและการเจือจางตัวอย่าง

3.2 กรดไนตริกเข้มข้น

3.3 สารละลายสต็อกของตะกั่ว (Stock Lead Solution) เตรียมโดย ละลายตะกั่วไนเตรท (Lead Nitrate: $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$) 0.1598 กรัม ในกรดไนตริก (1+1) จำนวนเล็กน้อย แล้วเติมกรดไนตริกเข้มข้น 10 มิลลิลิตร เจือจางด้วยน้ำกลั่นจนได้ปริมาตร 1 ลิตร สารละลายตะกั่วนี้ 1 มิลลิลิตร เท่ากับ 100 ไมโครกรัมตะกั่ว

3.4 สารละลายตะกั่วเข้มข้นปานกลาง (Intermediate Cadmium Solution) เตรียมโดย คูณสารละลายสต็อกตะกั่วจากข้อ 3.3 จำนวน 10 มิลลิลิตร เติมน้ำกลั่นจนได้ 100 มิลลิลิตร ในขวดวัดปริมาตร สารละลายตะกั่วนี้ 1 มิลลิลิตร เท่ากับ 10 ไมโครกรัมตะกั่ว

4. วิเคราะห์

4.1 การเตรียมตัวอย่าง ขึ้นอยู่กับว่าต้องการวัดรูปละลายน้ำทั้งหมด หรือโลหะแขวนลอย ถ้าวัดในรูปละลายน้ำต้องกรองตัวอย่างน้ำก่อนนำไปย่อยด้วยกรดไนตริก แต่ถ้าวัดในรูปตะกั่วทั้งหมดให้น้ำตัวอย่างมาย่อยได้เลย

4.2 เตรียมเครื่อง Atomic Absorption Spectrometer และติดตั้งอุปกรณ์ต่าง ๆ ให้พร้อมใช้งาน

4.3 การเตรียมกราฟมาตรฐาน เตรียมสารละลายมาตรฐานตามช่วงความเข้มข้นที่เหมาะสม อย่างน้อย 4 ระดับ เช่น 0.2, 0.4, 0.6 และ 0.8 มิลลิกรัมต่อลิตร โดยเติมกรดไนตริกเข้มข้น 0.15 มิลลิลิตรต่อ 100 มิลลิลิตร ใช้แบลงค์น้ำกลั่นที่เติมกรดไนตริกเข้มข้น 1.5 มิลลิลิตรต่อน้ำกลั่น 1,000 มิลลิลิตร นำตัวอย่างมาตรฐานเข้าวิเคราะห์ตามวิธีการใช้เครื่อง Atomic Absorption Spectrometer แต่ละเครื่อง แล้วนำผลการวิเคราะห์มาสร้างเป็นกราฟมาตรฐาน

4.4 นำตัวอย่างมาวิเคราะห์ตามวิธีการใช้เครื่อง Atomic Absorption Spectrometer แต่ละเครื่อง

5. การคำนวณ

คำนวณหาค่าความเข้มข้นของสารตัวอย่างโดยคิดเป็นมิลลิกรัม/ลิตร โดยอ่านจากกราฟมาตรฐานที่ถูกต้อง

ภาคผนวก ข

วิธีวิเคราะห์ปริมาณไนโตรเจนในพืช

รายละเอียดการวิเคราะห์ปริมาณไนโตรเจนในพืช

โดยวิธี Kjeldahl Method

1. หลักการ

การวิเคราะห์ปริมาณธาตุไนโตรเจนในพืชวิธีนี้เป็นการวิเคราะห์ปริมาณไนโตรเจนทั้งหมดในเนื้อเยื่อพืช โดยตัวอย่างพืชที่นำมาใช้ในการวิเคราะห์ต้องทำการย่อยสลายด้วยกรดเสียก่อนเพื่อเปลี่ยนสารประกอบไนโตรเจนชนิดต่าง ๆ ในพืชให้เปลี่ยนมาอยู่ในรูปสารอนินทรีย์ไนโตรเจน (แอมโมเนียมไนโตรเจน : $\text{NH}_4^+ - \text{N}$) ซึ่งเป็นรูปที่สามารถวิเคราะห์ได้โดยการกลั่น (Distillation)

2. สารเคมีและอุปกรณ์

2.1 บอริกแอซิดอินดิเคเตอร์ (Boric Acid Indicator)

2.1.1 อินดิเคเตอร์ผสม (Mixed Indicator) เตรียมโดย ละลายบรอมครีซอล-กรีน 0.5 กรัม และเมธิลเรด 0.1 กรัม ในเอทิลแอลกอฮอล์ความเข้มข้นร้อยละ 95 ปริมาตร 100 มิลลิลิตร

2.1.2 กรดบอริก (H_3BO_3) เตรียมโดย ละลายกรดบอริก 40 กรัม ในน้ำร้อน 700 มิลลิลิตร ตั้งทิ้งไว้ให้เย็น

2.1.3 เดมอินดิเคเตอร์ผสม (ข้อ 2.1.1) ปริมาตร 5 มิลลิลิตร ลงในกรดบอริก (ข้อ 2.1.2)

2.1.4 ปรับปริมาตรด้วยน้ำกลั่นจนมีปริมาตร 1 ลิตร

2.2 โซเดียมไฮดรอกไซด์ความเข้มข้นร้อยละ 40 เตรียมโดย ละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ 400 กรัม ในน้ำกลั่น 1 ลิตร (ควรทำในตู้ดูดควัน)

2.3 สารละลายมาตรฐานกรดซัลฟูริกความเข้มข้น 0.02 นอร์มัล เตรียมโดยละลายกรดซัลฟูริกความเข้มข้น 1 นอร์มัล ปริมาตร 20 มิลลิลิตร ในน้ำกลั่นและปรับปริมาตรให้เป็น 1 ลิตร

3. วิธีวิเคราะห์

3.1 การกลั่น

3.1.1 เปิดเครื่องกลั่นและล้างเครื่องกลั่น 1 ครั้ง ด้วยน้ำกลั่น

3.1.2 เติมนอร์มัลแอซิดอินดิเคเตอร์ประมาณ 10 มิลลิลิตร ลงในขวดรูปกรวย (Erlenmeyer Flask) ขนาด 125 มิลลิลิตร นำไปวางที่ปลายของเครื่องกลั่นโดยให้ปลายจุ่มอยู่ในนอร์มัลแอซิดอินดิเคเตอร์

3.1.3 ปิดเปิดสารละลายตัวอย่างพืชที่ได้จากการย่อยสลายด้วยกรดซัลฟูริก ปริมาตร 10 มิลลิลิตร ลงในหลอดกลั่น (Distillation Tube)

3.1.4 เติมนอร์มัลไฮดรอกไซด์ความเข้มข้นร้อยละ 40 ปริมาตร 1 มิลลิลิตร

3.1.5 กลั่นเป็นเวลา 4 นาที

3.2 การไตเตรต

3.2.1 ไตเตรตสารละลายที่ได้จากการกลั่นด้วยสารละลายมาตรฐานกรดซัลฟูริกความเข้มข้น 0.02 นอร์มัล จนสีของสารละลายเปลี่ยนจากสีเขียวเป็นสีม่วงแดง

3.2.2 บันทึกปริมาตรกรดที่ใช้เพื่อคำนวณหาปริมาณไนโตรเจน

4. การคำนวณ

$$\text{ปริมาณไนโตรเจนในตัวอย่างพืช (ร้อยละ)} = \frac{(V_s - V_b) \times N \times 0.014 \times V_d \times 100}{W \times V_a}$$

เมื่อ V_s = ปริมาตรสารละลายมาตรฐานกรดซัลฟูริกที่ไตเตรตตัวอย่าง (มิลลิลิตร)

V_b = ปริมาตรสารละลายมาตรฐานกรดซัลฟูริกที่ไตเตรต blank (มิลลิลิตร)

N = ความเข้มข้นกรดซัลฟูริกมาตรฐาน 0.02 นอร์มัล

V_d = ปริมาตรสารละลายตัวอย่างพืชที่ได้จากการย่อยสลาย (มิลลิลิตร)

W = น้ำหนักตัวอย่างพืช (กรัม)

V_a = ปริมาตรสารละลายตัวอย่างพืชที่ใช้ในการวิเคราะห์ (10 มิลลิลิตร)