คู่มือ การปฏิบัติงาน
(Work Manual)

การวิเคราะห์คุณภาพน้ำ
กลุ่มงานวิจัยและพัฒนาด้านวิทยาศาสตร์

สำนักวิจัยและพัฒนา

กลุ่มงานเคมี ส่วนวิจัยและพัฒนาด้านวิทยาศาสตร์
สำนักวิจัยและพัฒนา กรมชลประทาน

มีนาคม 2550

คู่มือการปฏิบัติงาน

การวิเคราะห์คุณภาพน้ำ

จัดทำโดย

กลุ่มงานเคมี

ส่วนวิจัยและพัฒนาด้านวิทยาศาสตร์

สำนักวิจัยและพัฒนา

คำนำ

คู่มือการปฏิบัติงานกลุ่มงานเคมีฉบับนี้ จัดทำขึ้นเพื่อเป็นแนวทางในการปฏิบัติของบุคลากรในกลุ่มงาน เคมี มีความรู้ความเข้าใจ บทบาทหน้าที่ และขอบข่ายงานที่ได้รับมอบหมายเป็นไปอย่างมีประสิทธิภาพและบรรลุตามเป้าหมายที่ตั้งไว้

สารบัญ

หน้า

คำนำ

หน้าที่กลุ่มงานเคมี (1)

หน้าที่ความรับผิดชอบของบุคลากร (2)

ภารกิจของกลุ่มงานเคมี (4)

การปฏิบัติงานของกลุ่มงานเคมี (5)

วิธีการวิเคราะห์คุณภาพน้ำ

- การเก็บตัวอย่างน้ำ 1
- ความขุ่น 15
- ความเป็นกรด-ด่าง 17
- ความนำไฟฟ้า 19
- ความเป็นกรด 21
- ความเป็นด่าง 24
- ความกระด้างของน้ำ 29
- คลอไรด์ 36
- ซัลเฟต 39
- โซเดียมและโพแทสเซียม 43
- ของแข็ง 45

การหาปริมาณของแข็งทั้งหมด 46

การหาปริมาณของแข็งที่ไม่ละลายน้ำ 48

การหาปริมาณของแข็งที่ละลายน้ำ 50

- ออกซิเจนละลายน้ำ 52
- บีโอดี 59
- ซีโอดี 65

สารบัญ (ต่อ)

หน้า

ซัลไฟด์ 69

สารประกอบไนโตรเจน 79

Total Kjeldahl Nitrogen 81

แอมโมเนีย 83

ไนเตรท 86

ไนไตรท์ 91

ฟอสฟอรัส 94

ออร์โทฟอสเฟต 95

ฟอสเฟตทั้งหมด 96

โลหะหนัก 98

การตรวจวิเคราะห์คุณภาพน้ำทางแบคทีเรีย 108

ความเค็มของน้ำ 127

เอกสารอ้างอิง 129

กลุ่มงานเคมี

หน้าที่ของกลุ่มงานเคมี

กลุ่มงานเคมีมีหน้าที่ศึกษาวิเคราะห์ วิจัยและพัฒนาเกี่ยวกับคุณภาพน้ำเพื่อนำผลมาเป็นข้อมูลประกอบการพิจารณาวางโครงการก่อสร้างระบบชลประทาน การเลือกใช้วัสดุควบคุมทางน้ำชลประทานให้ได้มาตรฐานสำหรับ อนุรักษ์แหล่งน้ำไว้ใช้ในการเกษตร อุปโภคบริโภค การประมง การจำแนกประเภทดิน ศึกษาผลกระทบต่อสิ่งแวดล้อมตลอดจนศึกษาแนวทางในการปรับปรุงแก้ไขเพื่อลดผลกระทบ ต่อวัสดุที่ใช้ในการก่อสร้าง ระบบชลประทานให้ใช้ได้ยืนนานเป็นการประหยัด การเลือกปลูกพืชให้เหมาะสม การล้างดิน การให้ปุ๋ยหรือสารเคมี การส่งและระบายน้ำให้พอดีกับความต้องการของพืช ให้เหมาะสมกับคุณภาพน้ำในแต่ละพื้นที่ เพื่อให้ได้ผลผลิตสูงสุดและศึกษาคุณสมบัติของวัสดุ

บุคลากร

กลุ่มงานเคมีมีบุคลากร จำนวน 16 อัตรา แบ่งออกเป็น ข้าราชการ 7 อัตรา ลูกจ้างประจำ 8 อัตรา และพนักงานราชการ 1 อัตรา ประกอบด้วยตำแหน่งต่าง ๆ ดังนี้

1. นักวิทยาศาสตร์ ชำนาญการพิเศษ 2 อัตรา
2. นักวิทยาศาสตร์ ชำนาญการ 4 อัตรา
3. นักวิทยาศาสตร์ ปฏิบัติการ 1 อัตรา
4. พนักงานห้องทดลอง 2 อัตรา
5. คนงานห้องทดลอง 2 อัตรา
6. คนงาน 3 อัตรา
7. นักการภารโรง 1 อัตรา
8. เจ้าหน้าที่วิทยาศาสตร์ 1 อัตรา

หน้าที่ความรับผิดชอบของบุคลากร

1. นักวิทยาศาสตร์ ชำนาญการพิเศษ (ตำแหน่งเลขที่ 6914)
   1. วางแผนการปฏิบัติงาน / แผนงาน / โครงการวิจัยและพัฒนาวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยีด้านคุณภาพน้ำเพื่อให้การดำเนินงานเป็นไปตามแผนงาน / โครงการที่ถูกต้องและมีประสิทธิภาพมากขึ้น
   2. ศึกษาค้นคว้า วิเคราะห์ข้อมูล และดำเนินการวิจัยคุณภาพน้ำด้านวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยีเพื่อสร้างองค์ความรู้ แลกเปลี่ยนความรู้ประสานแนวคิด เทคนิค หรือแก้ไขปัญหาขัดข้องทางวิชาการ
   3. กำกับ ดูแล และวิเคราะห์ ทดสอบ ตรวจสอบทางวิทยาศาสตร์ด้านคุณภาพน้ำและวัสดุสำหรับก่อสร้างในด้านชลประทานสอบเทียบเครื่องมือ / อุปกรณ์วัดที่ต้องใช้เทคนิคและประสบการณ์ ช่วยแก้ปัญหา
   4. ติดต่อประสานงานกับหน่วยงานที่เกี่ยวข้อง เพื่อเกิดความร่วมมือและผลสัมฤทธิ์ตามที่กำหนดไว้
   5. ให้คำปรึกษาแนะนำด้านวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยีที่ค่อนข้างยากซับซ้อนแก่ผู้ประกอบการส่วนราชการและประชาชนผู้สนใจทั่วไป
   6. เผยแพร่/ถ่ายทอดความรู้ด้านวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยี
   7. ปฏิบัติหน้าที่อื่นที่เกี่ยวข้องตามที่ได้รับมอบหมาย

2. นักวิทยาศาสตร์ ชำนาญการ (ตำแหน่งเลขที่ 6915, 6917, 6918, 6919)
   1. วางแผนหรือร่วมดำเนินการวางแผนการทำงานตามแผนงาน / โครงการด้านวิทยาศาสตและเทคโนโลยีด้านคุณภาพน้ำ แก้ปัญหาในการปฏิบัติงาน เพื่อให้การดำเนินงานเป็นไปตามเป้าหมายผลสัมฤทธิ์ที่กำหนดและมีประสิทธิภาพมากขึ้น
   2. ศึกษาค้นคว้าวิเคราะห์ข้อมูล และดำเนินการวิจัยคุณภาพน้ำด้านวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยีเพื่อสร้างองค์ความรู้แลกเปลี่ยนเรียนรู้ ประสานแนวคิดทางเทคนิควิชาการ
   3. วิเคราะห์ ตรวจสอบ ทดสอบทางวิทยาศาสตร์ของคุณภาพน้ำและวัสดุสำหรับก่อสร้างในด้านชลประทาน สอบเทียบเครื่องมือ/อุปกรณ์วัด ที่ต้องใช้เทคนิคแลประสบการณ์ ช่วยแก้ปัญหา
   4. ติดต่อประสานงานกับหน่วยงานที่เกี่ยวข้อง เพื่อเกิดความร่วมมือและผลสัมฤทธิ์ตามที่กำหนดไว้

5. ให้คำปรึกษาแนะนำทางด้านวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยีที่ค่อนข้างยาก แก่ผู้ประกอบการ ส่วนราชการและประชาชนผู้สนใจทั่วไป
6. เผยแพร่/ถ่ายทอดความรู้ด้านวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยี
7. ปฏิบัติหน้าที่อื่นที่เกี่ยวข้องตามที่ได้รับมอบหมาย

3. นักวิทยาศาสตร์ ปฏิบัติการ (ตำแหน่งเลขที่ 6916)
   1. วางแผนการทำงานที่รับผิดชอบร่วมดำเนินการวางแผนการทำงานเพื่อให้การดำเนินงานเป็นไปตามเป้าหมายผลสัมฤทธิ์ที่กำหนด
   2. ศึกษาค้นคว้าวิเคราะห์ข้อมูลและร่วมดำเนินการวิจัยคุณภาพน้ำด้านวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยี เพื่อสร้างองค์ความรู้
   3. วิเคราะห์ ทดสอบ ตรวจสอบทางวิทยาศาสตร์ของคุณภาพน้ำ และวัสดุสำหรับก่อสร้างในด้านชลประทาน สอบเทียบเครื่องมือ/อุปกรณ์วัด
   4. ติดต่อประสานงานกับหน่วยงานที่เกี่ยวข้องเพื่อให้ได้ข้อมูล เพื่อเกิดความร่วมมือ ในการปฏิบัติงานร่วมกันระหว่างหน่วยงาน
   5. ให้คำแนะนำทางด้านวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยีแก่ส่วนราชการและประชาชน ผู้สนใจทั่วไป
   6. เผยแพร่/ถ่ายทอดความรู้ด้านวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยี
   7. ปฏิบัติหน้าที่อื่นที่เกี่ยวข้องตามที่ได้รับมอบหมาย

4. พนักงานห้องทดลอง (เลขที่อัตรา 30978, 30981), เจ้าหน้าที่วิทยาศาสตร์ (พนักงานราชการ)
   1. จัดเตรียมตัวอย่างน้ำ อุปกรณ์ สารเคมีเบื้องต้น
   2. ผู้ช่วยปฏิบัติงานวิเคราะห์ในห้องปฏิบัติการและภาคสนาม
   3. ผู้ช่วยดูแลความสะอาด เก็บรักษา อุปกรณ์ เครื่องมือในภาคสนาม
   4. ปฏิบัติงานอื่น ๆ ตามที่ได้รับมอบหมาย

5. คนงานห้องทดลอง (เลขที่อัตรา 30982, 30984)

1. ผู้ช่วยเตรียมตัวอย่างน้ำ และอุปกรณ์ใช้ในการวิเคราะห์
2. ดูแลทำความสะอาดเครื่องแก้ว อุปกรณ์ และโต๊ะห้องปฏิบัติการ
3. ปฏิบัติงานอื่น ๆ ตามที่ได้รับมอบหมาย

6. คนงาน (เลขที่อัตรา 30985, 30986, 30987)

1. ผู้ช่วยเตรียมเครื่องแก้ว อุปกรณ์ใช้ในการวิเคราะห์
2 ดูแลทำความสะอาดเครื่องแก้ว อุปกรณ์และจัดเก็บให้มีสภาพพร้อมใช้งาน
3. ปฏิบัติงานอื่น ๆ ตามที่ได้รับมอบหมาย

7. นักการภารโรง (เลขที่อัตรา 397)

1. เปิด-ปิด อาคารที่ทำการ
2. รับ-ส่ง เอกสาร
3. รดน้ำต้นไม้-สนามหญ้า
4. เปิด-ปิด สวิตซ์ไฟฟ้า และเครื่องใช้ไฟฟ้า
5. ปฏิบัติงานอื่น ๆ ตามที่ได้รับมอบหมาย

ภารกิจของกลุ่มงานเคมี

กลุ่มงานเคมี มีภาระหน้าที่ ดังนี้

1. งานวิจัยและพัฒนา
   - วิจัยและพัฒนาตามวิสัยทัศน์และยุทธศาสตร์ของกรมชลประทาน เพื่อสนับสนุน หรือสนองนโยบายงานของกรมชลประทาน
2. งานวิเคราะห์ ตรวจสอบ
   - วิเคราะห์คุณภาพทางกายภาพ เคมี และชีวะ ในแหล่งน้ำต่าง ๆ ที่อยู่ในเขตความรับผิดชอบของกรมชลประทาน เพื่อนำข้อมูลไปใช้ในการบริหารจัดการ พัฒนา อนุรักษ์ การใช้ประโยชน์ และการแก้ปัญหาสำหรับกิจกรรมต่าง ๆ
   - งานทดสอบวัสดุ ของกรมฯที่จัดซื้อ เพื่อสนับสนุนงานชลประทาน
   - บริการวิเคราะห์คุณภาพน้ำ ทางกายภาพ เคมี และชีวะ ในหน่วยงานอื่น ๆ ของกรมชลประทาน เพื่อเป็นข้อมูลของงานวิจัย
3. งานอื่น ๆ ที่ได้รับมอบหมาย

การปฏิบัติงานของกลุ่มงานเคมี

1. งานวิจัยและพัฒนา

ขั้นตอนในการดำเนินงาน

1.1 สรรหาหัวข้อวิจัย ตามวิสัยทัศน์ ยุทธศาสตร์ของสำนักฯและกรมชลประทาน รวมถึงนวัตกรรมใหม่ ๆ และเทคโนโลยีที่เกี่ยวข้องกับงาน

1.2 เสนอหัวข้องานวิจัย ต่อสำนักฯ เพื่ออนุมัติและของบประมาณ ดังนี้

- จากสำนักงบประมาณโดยผ่านสำนักงานคณะกรรมการวิจัยแห่งชาติ (วช)
- จากงบประมาณรายจ่ายประจำปีของกรม (งบรายจ่ายอื่น)
- จากหน่วยงานอื่น ๆ ที่สนับสนุนงานวิจัย เช่น สกว. เป็นต้น

1.3 ได้รับอนุมัติจากกรมฯ ดำเนินงานวิจัยตามแผนที่เสนอไว้

1.4 รายงานความก้าวหน้าของการดำเนินงานทุก 3 เดือน หรือตามคำสั่งของ ผส.วพ.

1.5 วิเคราะห์ผลและจัดทำรูปเล่ม เสนอต่อสำนัก

1.6 เผยแพร่ผลงานวิจัย

2. งานวิเคราะห์ ตรวจสอบคุณภาพน้ำและพัสดุ

ขั้นตอนในการดำเนินงาน

1. กลุ่มงานรับงาน

- ตัวอย่างวัสดุ ตรวจสอบให้ตรงกับหนังสือนำส่งตัวอย่าง
- ผู้ส่งลงนามในแบบฟอร์มนำส่ง
- หนังสือนำส่งลงนามโดย ผส.ชป. หรือผู้ที่ได้รับมอบหมาย

2. กลุ่มงานรับเอกสารจากสำนักฯ สั่งการและผู้อำนวยการส่วนวิทยาศาสตร์ (สั่งดำเนินการ)

3. ดำเนินการวิเคราะห์ (ตามคู่มือปฏิบัติการวิเคราะห์และมาตรฐานเวลาทดสอบ)
4. จัดทำรายงานผลการวิเคราะห์
5. ตรวจสอบความถูกต้องของรายงานและส่งกลับให้สำนักฯ
6. การแจ้งผลทดสอบ มีขั้นตอน ดังนี้

- แจ้งผลทดสอบเบื้องต้นทางวิทยุ
- ส่งรายงานผลการทดสอบตรงถึง E-mail ของผู้รับ
- รายงานผลการทดสอบกับ Website ของกรมฯ
- ต้นฉบับรายงานจัดส่งทางไปรษณีย์

ลำดับที่	ตำแหน่งเลขที่	ชื่อตำแหน่งในสายงาน	ระดับตำแหน่ง	หน้าที่ความรับผิดชอบ	หมายเหตุ
1.	6914	ส่วนวิจัยและพัฒนาด้านวิทยาศาสตร์ กลุ่มงานเคมี นักวิทยาศาสตร์	ชำนาญการพิเศษ	1. วางแผนการปฏิบัติงาน/แผนงาน/โครงการวิจัยและพัฒนาวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยีด้านคุณภาพน้ำเพื่อให้การดำเนินงานเป็นไปตามแผนงาน/โครงการที่ถูกต้องและมีประสิทธิภาพมากขึ้น 2. ศึกษาค้นคว้า วิเคราะห์ข้อมูล และดำเนินการวิจัยคุณภาพน้ำด้านวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยีเพื่อสร้างองค์ความรู้ แลกเปลี่ยนความรู้ประสานแนวคิด เทคนิคหรือแก้ไขปัญหาขัดข้องทางวิชาการ 3. กำกับ ดูแลและวิเคราะห์ ทดสอบ ตรวจสอบทางวิทยาศาสตร์ด้านคุณภาพน้ำและวัสดุสำหรับก่อสร้างในด้านชลประทาน สอบเทียบเครื่องมือ/อุปกรณ์วัดที่ต้องใช้เทคนิคและประสบการณ์ ช่วยแก้ปัญหา 4. ติดต่อประสานงานกับหน่วยงานที่เกี่ยวข้อง เพื่อเกิดความร่วมมือและผลสัมฤทธิ์ตามที่กำหนดไว้ 5. ให้คำปรึกษาแนะนำด้านวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยีที่ค่อนข้างยาก ซับซ้อนแก่ผู้ประกอบการส่วนราชการและประชาชนผู้สนใจทั่วไป 6. เผยแพร่/ถ่ายทอดความรู้ด้านวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยี 7. ปฏิบัติหน้าที่อื่นที่เกี่ยวข้องตามที่ได้รับมอบหมาย	ปริมาณงานจำแนกตามสายงาน ตามที่หัวหน้ากลุ่มงานเคมีมอบหมายได้ตามความเหมาะสม

ลำดับที่	ตำแหน่งเลขที่	ชื่อตำแหน่งในสายงาน	ระดับตำแหน่ง	หน้าที่ความรับผิดชอบ	หมายเหตุ
2. 3. 4. 5.	6915 6917 6918 6919	นักวิทยาศาสตร์ นักวิทยาศาสตร์ นักวิทยาศาสตร์ นักวิทยาศาสตร์	ชำนาญการ ชำนาญการ ชำนาญการ ชำนาญการ	1. วางแผนหรือร่วมดำเนินการวางแผนการทำงานตามแผนงาน/โครงการด้านวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยีด้านคุณภาพน้ำ แก้ปัญหาในการปฏิบัติงาน เพื่อให้การดำเนินงานเป็นไปตามเป้าหมายผลสัมฤทธิ์ที่กำหนดและมีประสิทธิภาพมากขึ้น 2. ศึกษาค้นคว้า วิเคราะห์ข้อมูล และดำเนินการวิจัยคุณภาพน้ำด้านวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยีเพื่อสร้างองค์ความรู้แลกเปลี่ยนเรียนรู้ ประสานแนวคิดทางเทคนิควิชาการ 3. วิเคราะห์ ตรวจสอบ ทดสอบทางวิทยาศาสตร์ของคุณภาพน้ำและวัสดุสำหรับก่อสร้างในด้านชลประทาน สอบเทียบเครื่องมือ/อุปกรณ์วัด ที่ต้องใช้เทคนิคและประสบการณ์ช่วยแก้ปัญหา 4. ติดต่อประสานงานกับหน่วยงานที่เกี่ยวข้อง เพื่อเกิดความร่วมมือและผลสัมฤทธิ์ตามที่กำหนดไว้ 5. ให้คำปรึกษาแนะนำทางด้านวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยีที่ค่อนข้างยากแก่ผู้ประกอบการ ส่วนราชการและประชาชนผู้สนใจทั่วไป 6. เผยแพร่/ถ่ายทอดความรู้ด้านวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยี 7. ปฏิบัติหน้าที่อื่นที่เกี่ยวข้องตามที่ได้รับมอบหมาย	ปริมาณงานจำแนกตามสายงาน ตามที่หัวหน้ากลุ่มงานเคมี มอบหมายให้ตามความเหมาะสม

ลำดับที่	ตำแหน่งเลขที่	ชื่อตำแหน่งในสายงาน	ระดับตำแหน่ง	หน้าที่ความรับผิดชอบ	หมายเหตุ
6.	6916	นักวิทยาศาสตร์	ปฏิบัติการ	1. วางแผนการทำงานที่รับผิดชอบร่วมดำเนินการวางแผนการทำงานเพื่อให้การดำเนินงานเป็นไปตามเป้าหมายผลสัมฤทธิ์ที่กำหนด 2. ศึกษาค้นคว้าวิเคราะห์ข้อมูลและร่วมดำเนินการวิจัยคุณภาพน้ำด้านวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยี เพื่อสร้างองค์ความรู้ 3. วิเคราะห์ ทดสอบ ตรวจสอบทางวิทยาศาสตร์ของคุณภาพน้ำและวัสดุสำหรับก่อสร้างในด้านชลประทาน สอบเทียบเครื่องมือ/อุปกรณ์วัด 4. ติดต่อประสานงานกับหน่วยงานที่เกี่ยวข้อง เพื่อให้ได้ข้อมูล เพื่อเกิดความร่วมมือในการปฏิบัติงานร่วมกันระหว่างหน่วยงาน 5. ให้คำแนะนำทางด้านวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยีแก่ส่วนราชการและประชาชนผู้สนใจทั่วไป 6. เผยแพร่/ถ่ายทอดความรู้ด้านวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยี 7. ปฏิบัติหน้าที่อื่นที่เกี่ยวข้องตามที่ได้รับมอบหมาย	ปริมาณงานจำแนกตามสายงาน ตามที่หัวหน้ากลุ่มงานเคมี มอบหมายให้ตามความเหมาะสม

นักวิทยาศาสตร์

1. วิเคราะห์คุณภาพน้ำ และเตรียมสารละลายเคมี
2. ดูแลทำความสะอาด เก็บรักษา อุปกรณ์ เครื่องมือในห้องปฏิบัติและภาคสนาม
3. ปฏิบัติงานอื่น ๆ ตามที่ได้รับมอบหมาย

เจ้าพนักงานธุรการ (ปวช.)

1. สามารถใช้คอมพิวเตอร์ได้อย่างดี
2. จัดพิมพ์เอกสารต่าง ๆ และจัดเก็บให้เป็นหมวดหมู่
3. ปฏิบัติงานอื่น ๆ ตามที่ได้รับมอบหมาย

พนักงานห้องทดลอง

1. จัดเตรียมตัวอย่างน้ำ อุปกรณ์ สารเคมีเบื้องต้น
2. ผู้ช่วยปฏิบัติงานวิเคราะห์ในห้องปฏิบัติการและภาคสนาม
3. ผู้ช่วยดูแลความสะอาด เก็บรักษา อุปกรณ์ เครื่องมือในภาคสนาม
4. ปฏิบัติงานอื่น ๆ ตามที่ได้รับมอบหมาย

คนงานห้องทดลอง

1. ผู้ช่วยเตรียมตัวอย่างน้ำ และอุปกรณ์ใช้ในการวิเคราะห์
2. ดูแลทำความสะอาดเครื่องแก้ว อุปกรณ์ และโต๊ะห้องปฏิบัติการ
3. ปฏิบัติงานอื่น ๆ ตามที่ได้รับมอบหมาย

คนงาน

1. ผู้ช่วยเตรียมเครื่องแก้ว อุปกรณ์ใช้ในการวิเคราะห์
2. ดูแลทำความสะอาดเครื่องแก้ว อุปกรณ์และจัดเก็บให้มีสภาพพร้อมใช้งาน
3. ปฏิบัติงานอื่น ๆ ตามที่ได้รับมอบหมาย

การเก็บตัวอย่างน้ำ

เจียมจิตร ขวัญแก้ว
นักวิทยาศาสตร์ชำนาญการ

บทนำ

การเก็บตัวอย่างน้ำมีความสำคัญต่อผลการวิเคราะห์มาก หากการเก็บตัวอย่างน้ำไม่ถูกต้องจะทำให้ผลการวิเคราะห์ที่ได้ไม่ถูกต้องไปด้วย การเก็บตัวอย่างน้ำควรมีการวางแผนในการเก็บซึ่งต้องคำนึงถึงกำลังคน (Manpower) เวลา (Time) ค่าใช้จ่าย (Money) จำนวนตัวอย่างที่จะเก็บ (Number Of Sample) สถานที่เก็บ (Location) จุดที่จะเก็บตัวอย่าง (Sample Site) และควรมีการสำรวจก่อนที่จะเริ่มปฏิบัติตามแผนที่วางไว้ ตัวอย่างน้ำที่เก็บควรมีการบันทึกรายละเอียดต่างๆครบถ้วนตามสมควร

หลักการ

วิธีการ เก็บตัวอย่างน้ำ เพื่อนำมาวิเคราะห์ วิจัย คุณภาพน้ำ และ นำข้อมูลไปใช้เป็นแนวทางในการบริหารจัดการน้ำ ของงานชลประทาน ด้านต่างๆ เช่น การเกษตร การอุปโภค - บริโภค การอนุรักษ์สิ่งแวดล้อม และการป้องกันและแก้ไขการระบายน้ำที่มีคุณภาพต่ำลงทางน้ำชลประทานและทางน้ำที่ต่อเชื่อมกับทางน้ำชลประทานในเขตพื้นที่โครงการชลประทาน การเก็บตัวอย่างน้ำจะต้องดำเนินการด้วยความรอบคอบและระมัดระวังการเก็บตัวอย่างน้ำของแต่ละพารามิเตอร์มีวิธีการและเทคนิคแตกต่างกัน ดังนั้นการเก็บตัวอย่างที่ถูกต้องและเป็นตัวแทนของแหล่งน้ำที่แท้ จริง ผู้เก็บตัวอย่างควรมีลักษณะดังนี้

1. รู้รายละเอียดเกี่ยวกับจุดเก็บตัวอย่างนั้นๆ จริง ทั้งสภาพแวดล้อมบริเวณนั้นและตำแหน่งที่เก็บตัวอย่าง

2. ได้รับการอบรมถึงเทคนิคการเก็บตัวอย่างมาอย่างดีรวมถึงความเข้าใจวิธีการรักษาตัวอย่างและการขนส่งไปยังห้องปฏิบัติการ

3. มีความชำนาญในการใช้เครื่องมือเก็บตัวอย่าง เครื่องมือตรวจวัดคุณภาพในภาคสนามแต่ละประเภท และอุปกรณ์ต่างๆ ที่ใช้ในการเก็บตัวอย่างน้ำ

4. มีความซื่อสัตย์ ในการบันทึกข้อมูลเกี่ยวกับการเก็บตัวอย่าง เช่น สถานที่ เวลา วิธีการเก็บ สภาพแวดล้อมต่าง ๆ ตามความเป็นจริง ซึ่งผู้เก็บตัวอย่างจะต้องเป็นผู้รับผิดชอบ เกี่ยวกับข้อมูลต่างๆ ของตัวอย่างด้วยเพราะเมื่อได้ผลการวิเคราะห์แล้วจะได้นำไปใช้บังคับหรือแก้ไขได้อย่างมีประสิทธิภาพ

วิธีการเก็บตัวอย่างน้ำ ที่ปฏิบัติโดยทั่วไปมี 3 วิธีคือ

1. <u>การเก็บแบบจ้วงหรือแบบแยก</u> (Grab Sample) เป็นวิธีที่ง่ายและสะดวกที่สุด เ ป็นการเก็บตัวอย่างน้ำ ณ สถานที่และเวลาใดเวลาหนึ่ง ลักษณะการเก็บเช่นนี้เหมาะสำหรับการเก็บตัวอย่าง น้ำใน

กรณีที่แหล่งน้ำนั้นมีคุณภาพค่อนข้างคงที่มีการเปลี่ยนแปลงไม่มากนัก เช่น ในแหล่งน้ำตามธรรมชาติ แม่น้ำ ลำคลอง น้ำบาดาล

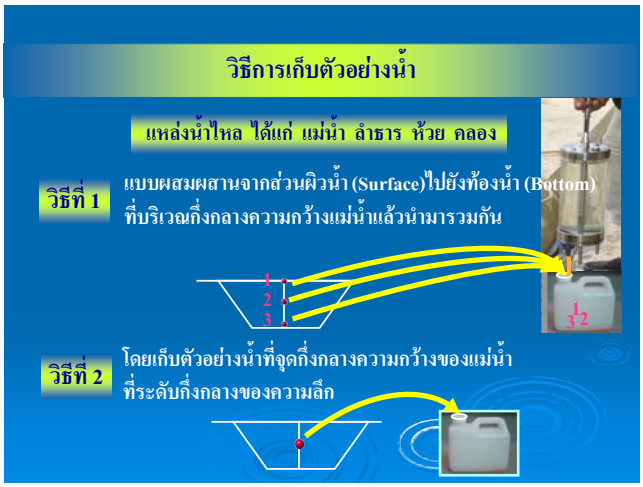
2. การเก็บตัวอย่างรวมแบบคอมโพสิต (Composite Sample) เป็นการเก็บตัวอย่างน้ำรวมที่ได้จากการนำเอาตัวอย่าง น้ำที่เก็บแบบจ้วง ณ จุดเดียวกันแต่ต่างเวลา เช่น เก็บทุก ๆ ชั่วโมง ในเวลา 8 ชั่วโมง หรือทุก 3 ชั่วโมงในเวลา 1 วัน แล้วนำมารวมกันเป็นตัวอย่างเดียว การเก็บตัวอย่างน้ำแบบนี้เพื่อทราบค่าเฉลี่ยของความเข้มข้นของตัวอย่างน้ำ ในกรณีที่แหล่งน้ำนั้นมีคุณสมบัติทางเคมีและกายภาพไม่คงที่ในแต่ละช่วงเวลา เนื่องมาจากกิจกรรมที่ปฏิบัติ เช่น น้ำเสียจากโรงงานอุตสาหกรรม น้ำเสียจากระบบบำบัดน้ำเสีย และน้ำทิ้งจากอาคารบ้านเรือน เป็นต้น

3. การเก็บตัวอย่าง รวมแบบอินทิเกรต (Integrated Sample) เป็นการเก็บตัวอย่าง น้ำรวมที่ได้จากการนำเอาตัวอย่าง น้ำที่เก็บแบบจ้วง ณ จุดเก็บต่างกัน ในเวลาเดียวกันหรือในเวลาที่ใกล้เคียงกัน แล้วนำมารวมกันเป็นตัวอย่างเดียว เช่น น้ำในอ่างเก็บน้ำ อาจจะเก็บหลายจุด เช่น ด้านเหนือน้ำปากทางเข้า ด้านท้ายน้ำปากทางออก ด้านตะวันออก ด้านตะวันตกและกลางอ่าง ฯ หรือตามระดับความลึก เช่น ผิวน้ำ กึ่งกลาง ท้องน้ำ แล้วนำมารวมเป็นตัวอย่างเดียว

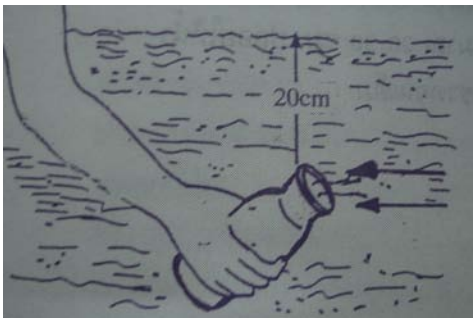
จุดเก็บตัวอย่างน้ำ

การเก็บตัวอย่างน้ำเพื่อนำมาวิเคราะห์ มีการเลือกจุดเก็บและวิธีการเก็บตัวอย่างที่ แตกต่างกันขึ้นอยู่กับแหล่งน้ำหรือประเภทของน้ำที่จะทำการตรวจวิเคราะห์ หลักเกณฑ์โดยทั่วไปที่ใช้สำหรับการเลือกจุดเก็บตัวอย่างน้ำพอสรุปได้ดังนี้

1. แหล่งน้ำไหล ได้แก่ แม่น้ำ ลำธาร ห้วย คลอง คุณสมบัติของน้ำของแหล่ง ดังกล่าวจะแปรผันตามความลึก ความเร็วของกระแสน้ำ และระยะห่างจากฝั่ง เป็นต้น โดยทั่วไปแล้ว การเก็บตัวอย่างน้ำในแม่น้ำลำธาร ควรเก็บแบบผสมผสานจากส่วนผิวน้ำ (Surface) ไปยังท้องน้ำ (Bottom) ที่บริเวณกึ่งกลางความกว้างแม่น้ำ แล้วนำมารวมกัน (Integrated Sample) แต่ถ้าไม่สามารถทำได้อาจจะเก็บแบบจ้วงหรือแบบแยก โดยเก็บตัวอย่าง น้ำที่จุดกึ่งกลางความกว้างของแม่น้ำที่ระดับกึ่งกลางของความลึก โดยใช้เครื่องมือ Kemmerer Depth Sampler ซึ่งเป็นเครื่องมือที่ใช้เก็บตัวอย่างน้ำที่ระดับความลึกต่างๆ ตามความต้องการได้ ส่วนการเก็บตัวอย่างน้ำเพื่อวิเคราะห์แบคทีเรียกลุ่มโคลิฟอร์มทั้งหมดและแบคทีเรียกลุ่มฟีคอลโคลิฟอร์ม ให้เก็บตัวอย่างน้ำที่ระดับ ความลึก 20-30 เซนติเมตร ณ จุดตรวจสอบ



วิธีเก็บตัวอย่างน้ำจากแหล่งน้ำทั่วไปเพื่อวิเคราะห์แบคทีเรีย



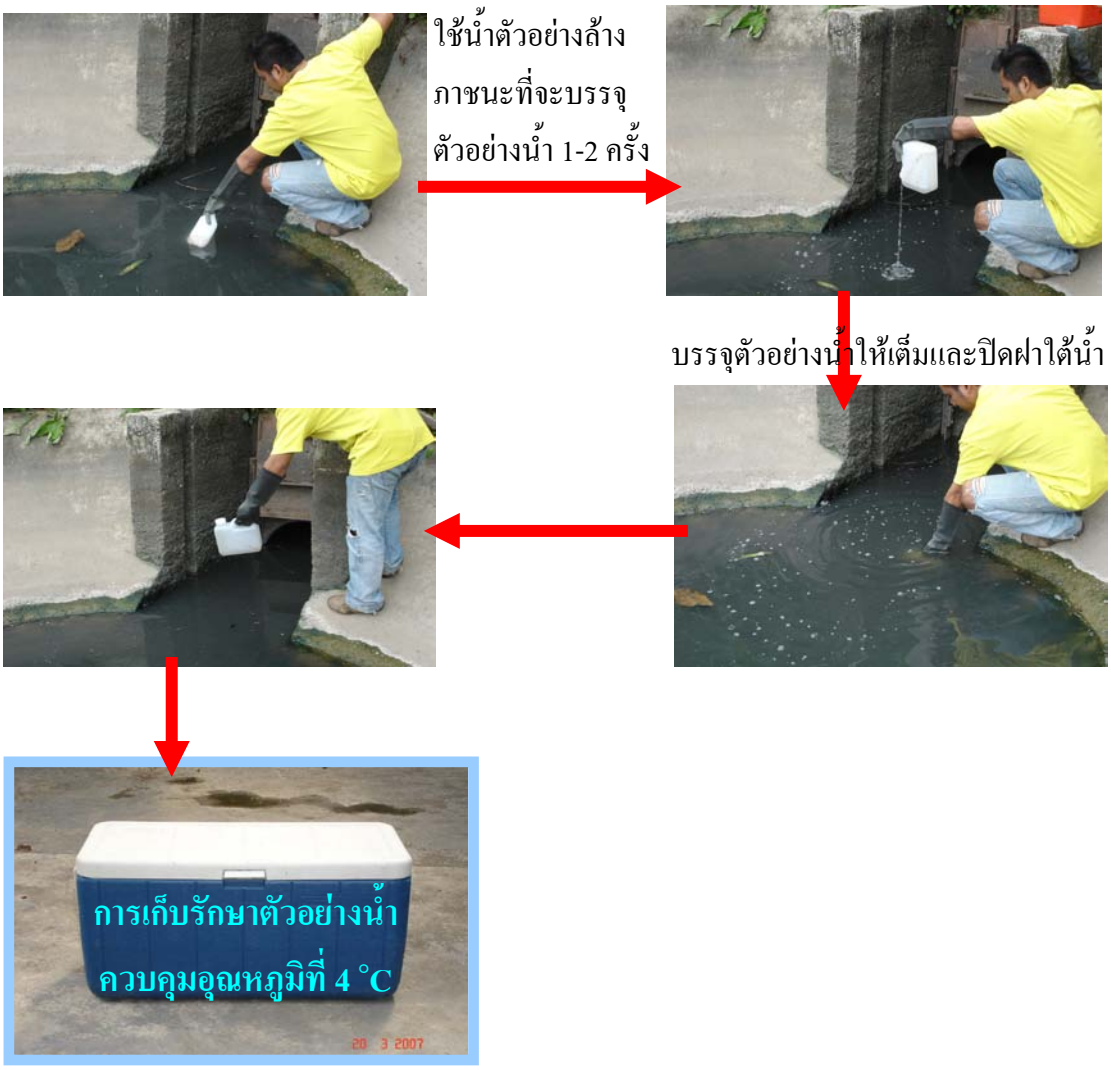
ก. เปิดขวดเก็บตัวอย่างซึ่งผ่านการฆ่าเชื้อแล้ว

ข. ถือขวดส่วนล่าง จุ่มลงใต้แหล่งน้ำโดยหันปากขวดสวนทางการไหลของกระแสน้ำที่ระดับความลึก 20-30 ซม. จากผิวน้ำ เก็บตัวอย่างน้ำประมาณ 4/5 ของขวด ปิดจุกนำขวดตัวอย่างบรรจุในกระป๋องและปิดฉลากข้างกระป๋อง

2. <u>แหล่งน้ำนิ่ง</u> ได้แก่ หนอง บึง อ่างเก็บน้ำ ทะเลสาบ สระ การเก็บตัวอย่างน้ำในแหล่งดังกล่าวจะต้องคำนึงถึงสาเหตุและการเปลี่ยนแปลงต่าง ๆ ที่เกิดขึ้นในแหล่งน้ำที่มีผลต่อคุณภาพน้ำ เช่น ฤดูกาล การแบ่งชั้นน้ำ ปริมาณน้ำฝน น้ำไหลบ่า ดังนั้นการเลือกจุดเก็บ ความลึก ความถี่ของการเก็บตัวอย่าง ขึ้นอยู่กับวัตถุประสงค์ของการศึกษา การเก็บตัวอย่างน้ำ ให้เก็บที่ระดับความลึก 1 เมตร ณ จุดตรวจสอบ สำหรับแหล่งน้ำ ที่มีความลึกเกินกว่า 2 เมตร และให้เก็บที่จุดกึ่งกลางความลึก ณ จุดตรวจสอบ สำหรับแหล่งน้ำที่มีความลึก ไม่เกิน 2 เมตร เว้นแต่แบคทีเรีย กลุ่มโคลิฟอร์มทั้งหมดและแบคทีเรียกลุ่มฟีคอลโคลิฟอร์มให้เก็บที่ระดับความลึก 20-30 เซนติเมตร ณ จุดตรวจสอบ (วิธีการเก็บตัวอย่างน้ำใช้วิธีเดียวกับการเก็บตัวอย่างน้ำจากแหล่งน้ำทั่วไป)

3. <u>การเก็บตัวอย่างน้ำทิ้ง</u> ให้เก็บตัวอย่างจากปลายท่อระบาย ณ จุดที่ระบายลงสู่แหล่งน้ำสาธารณะหรือออกสู่สิ่งแวดล้อมนอกเขตที่ตั้งของโรงงานอุตสาหกรรม นิคมอุตสาหกรรม หรือพื้นที่ประกอบกิจกรรมต่างๆ ในกรณีที่มีการระบายน้ำทิ้งหลายจุดให้เก็บทุกจุด การเก็บตัวอย่างน้ำทิ้งของโรงงานอุตสาหกรรมให้เก็บแบบจ้วง 1 ครั้ง ส่วนนิคมอุตสาหกรรม ให้เก็บ ตัวอย่างรวมแบบคอมโพสิต (Composite Sample) โดยเก็บ 4 ครั้ง ๆ ละ500 มิลลิลิตร ทุก 2 ชั่วโมงต่อเนื่องกัน

วิธีการเก็บตัวอย่างน้ำ



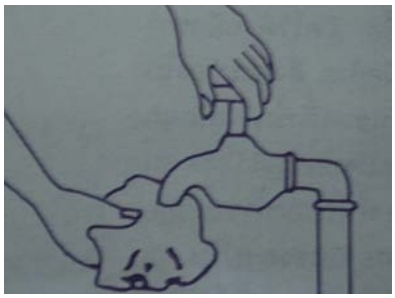
4. <u>การเก็บตัวอย่างน้ำจากบ่อที่มีปั๊มมือหรือสูบโยก</u> จะต้องปั๊มน้ำหรือสูบน้ำปล่อยทิ้งประมาณ 3-5 นาที แล้วจึงนำขวดเก็บตัวอย่างไปรองรับน้ำระวังอย่าให้ปากขวดไปสัมผัสกับปากปั๊ม

5. <u>การเก็บตัวอย่างน้ำจากก๊อกประปา</u> ควรเลือกก๊อกที่ต่อโดยตรงจากท่อประธาน มายังท่อบริการ (ไม่ควรเก็บจากก๊อกที่ไหลมาจากถังในตัวอาคารซึ่งเป็นถังที่มีการกักเก็บน้ำไว้บนดาดฟ้าก่อน แล้วจึงปล่อยลงมาใช้) การเก็บตัวอย่างน้ำเพื่อวิเคราะห์ควรใช้สำลีชุบแอลกอฮอล์ทำความสะอาดก๊อกน้ำก่อน แล้วเปิดก๊อกให้น้ำไหลทิ้งประมาณ 3-5 นาที เพื่อให้น้ำที่ค้างอยู่ตามท่อไหลทิ้งไปให้หมดแล้วจึงนำขวดเก็บตัวอย่างไปเก็บตัวอย่างน้ำได้ ในกรณีเก็บตัวอย่างน้ำเพื่อวิเคราะห์หาปริมาณแบคทีเรีย ต้องเติมสารละลายโซเดียมไธโอซัลเฟต ($Na_2S_2O_3$) 10 % ปริมาตร 0.1มิลลิลิตรต่อน้ำตัวอย่าง 150 มิลลิลิตร ลงไปในขวดเก็บตัวอย่างน้ำก่อนเพื่อทำลายคลอรีนที่เหลืออยู่และใช้สำลีชุบแอลกอฮอล์ทำความสะอาดบริเวณปากก๊อกทั้งภายในและภายนอกนำไฟไปลนเพื่อฆ่าเชื้อปลายก๊อกประมาณ 5 นาที และปล่อยน้ำ

ไหลทิ้งประมาณ 2-3 นาที จึงนำขวดไปรองรับน้ำตัวอย่างได้ ต้องระวังอย่าให้ปากขวดไปสัมผัสกับปลายก๊อกหรือสิ่งอื่นๆ เพราะจะทำให้มีการปนเปื้อนเกิดขึ้นได้

วิธีเก็บตัวอย่างน้ำจากก๊อกเพื่อวิเคราะห์แบคทีเรีย

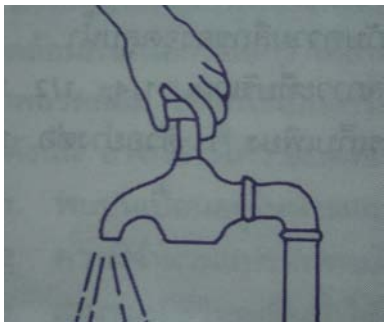
ก. ทำความสะอาดหัวก๊อกโดยใช้ผ้าสะอาดเช็ด



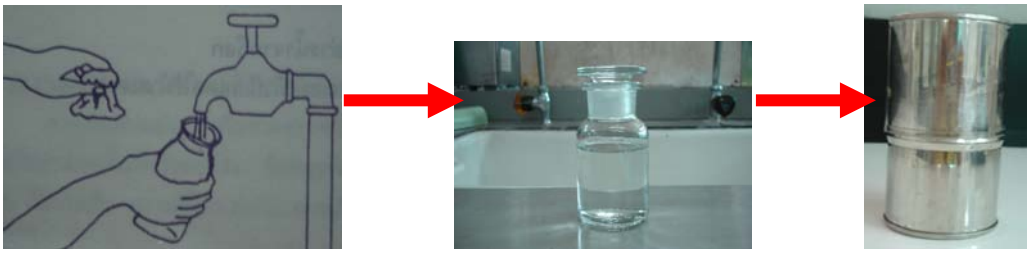
ข. เปิดน้ำที่ค้างอยู่ในท่อทิ้งไปก่อนโดยเปิดก๊อกให้น้ำไหลเต็มที่เป็นเวลา 1-2 นาที แล้วปิดก๊อก

ค. ใช้ไฟลนปากก๊อก เพื่อฆ่าเชื้อ ประมาณ 1 นาที

ง. เปิดก๊อกเพื่อเก็บตัวอย่างน้ำโดยเปิดให้น้ำไหลปานกลางและทิ้งไว้ประมาณ 1-2 นาที



จ. บรรจุตัวอย่างน้ำลงในขวดเก็บตัวอย่าง โดยการนำขวดที่บรรจุในกระป๋องซึ่งผ่านการฆ่าเชื้อถือไว้ด้วยมือขวาแล้วคว่ำลงบนมือซ้าย ดึงกระป๋องใบล่างออก จับก้นขวดตั้งขึ้น เปิดจุกขวดโดยจับบนกระ ดาษอะลูมิเนียม ลนไฟครอบปากขวด นำไปรองน้ำจากก๊อกให้ได้ประมาณ 4/5 ของขวด (ประมาณ 100 มิลลิลิตร) ก่อนปิดจุกลนไฟรอบปากขวดและจุกอีกหนึ่งครั้ง ปิ ดจุก ให้แน่น แล้วบรรจุลงในกระป๋อง



ฉ. พันรอยต่อของกระป๋องด้วยกระดาษกาวย่น 2-3 รอบ

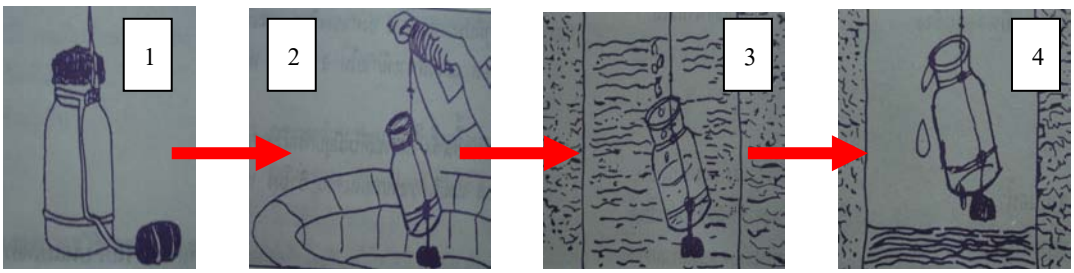
ช. ปิดฉลากให้เรียบร้อย

ฌ. นำกระป๋องบรรจุตัวอย่างน้ำไปเก็บที่อุณหภูมิ 4-10 องศาเซลเซียส

ญ. นำส่งห้องปฏิบัติการทันที

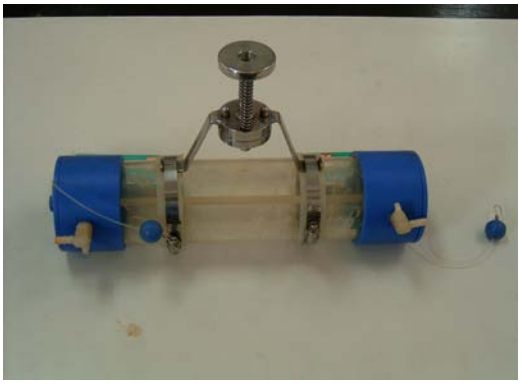
วิธีเก็บตัวอย่างน้ำจากบ่อเพื่อวิเคราะห์แบคทีเรีย

1. เปิดขวดเก็บตัวอย่างซึ่งผ่านการฆ่าเชื้อแล้ว ใช้เชือกผูกขวดและถ่วงติดกับพื้น
2. หย่อนขวดเก็บตัวอย่างลงในบ่อ ระวังอย่าให้ขวดเก็บตัวอย่างน้ำไปถูกบริเวณขอบบ่อ
3. หย่อนขวดให้จมลงใต้ระดับน้ำที่ความลึกประมาณ 20-30 ซม. ปล่อยให้น้ำไหลเข้าขวดจนเต็ม
4. ดึงขวดเก็บตัวอย่างน้ำขึ้น เทน้ำส่วนหนึ่งทิ้งให้ระดับน้ำเหลือเพียง 4/5 ของขวดเก็บตัวอย่างน้ำปิดจุก นำขวดเก็บตัวอย่างน้ำบรรจุลงในกระป๋องแล้วปิดฉลาก



เครื่องมือสำหรับเก็บตัวอย่างน้ำ (Water Sample)

เครื่องมือที่ใช้สำหรับเก็บตัวอย่างน้ำ เครื่อง Kemmerer Depth Sampler มีหลายรูปแบบด้วยกัน ซึ่งแต่ละรูปแบบสามารถเก็บตัวอย่างน้ำที่ระดับความลึกที่ต้องการได้ และตัวอย่างน้ำที่เก็บได้เป็นตัวแทนที่ถูกต้องของน้ำในแหล่งน้ำนั้น ส่วนมากมักจะทำเป็นรูปทรงกระบอก ที่มีความจุต่าง ๆ กัน โดยทั่วไปขนาดความจุใช้ประมาณ 1–2 ลิตร เพราะหากมีปริมาตรมากกว่านี้จะทำให้มีน้ำหนักมากไม่สะดวกในการใช้งาน นอกจากนี้วัสดุที่ใช้ทำเครื่องมือก็ควรเป็นวัสดุที่มีความแข็งแรงและโปร่งใส เช่น พลาสติกใส หรือ เทฟลอน เป็นต้น ซึ่งความโปร่งใสของเครื่องมือจะทำให้เห็นสภาพของตัวอย่างน้ำที่เก็บว่ามีความเหมาะสมหรือไม่



เครื่อง Kemmerer Depth Sampler

ภาชนะบรรจุตัวอย่างน้ำ

ภาชนะที่ใช้สำหรับเก็บตัวอย่างน้ำเพื่อการวิเคราะห์ควร เลือกให้เหมาะสมว่าควรใช้ภาชนะ บรรจุประเภทใดในการเก็บรักษาสภาพน้ำตัวอย่าง โดยทั่วไปแบ่งออกเป็น 2 ลักษณะดังนี้

1. <u>ขวดปากแคบ</u> ใช้เก็บตัวอย่างน้ำที่ไม่สกปรกมากเช่นน้ำแม่น้ำ น้ำในอ่างเก็บน้ำ น้ำทะเล เป็นต้น

2. ขวดปากกว้าง ใช้สำหรับเก็บตัวอย่างน้ำที่สกปรกมากและมีพิษเช่นน้ำทิ้งจากอาคาร โรงพยาบาล โรงงานอุตสาหกรรม เป็นต้น

ขวดเก็บตัวอย่างน้ำทั้ง 2 ลักษณะ แบ่งออกเป็น 3 ประเภท (หมายถึงวัสดุที่ใช้ผลิตขวด) เพราะน้ำตัวอย่างอาจจะทำปฏิกิริยากับวัสดุที่ใช้ผลิตขวด และกระบวนการรักษาสภาพตัวอย่างน้ำของแต่ละพารามิเตอร์ต้องเลือกประเภทของขวดให้เหมาะสมกับวัตถุประสงค์ ดังนี้

ขวด polyethylene ใช้เก็บตัวอย่างน้ำ ที่ไม่ใช้สารเคมีในการรักษาสภาพ

ขวด HDPE ใช้เก็บตัวอย่างน้ำที่ใช้สารเคมีใน การรักษาสภาพ เพราะมีสภาพทน กรด-ด่าง

ขวดแก้ว สำหรับเก็บเฉพาะบางพารามิเตอร์ เช่น Coliform Bacteria, Oil Grease และ Pesticides เป็นต้น

ขวดเก็บตัวอย่างน้ำจะต้องผ่านขั้นตอนการทำความสะอาดด้วยวิธีที่เหมาะสม ตามข้อกำหนดของแต่ละพารามิเตอร์

ปริมาณของตัวอย่างน้ำ

ปริมาณของตัวอย่าง น้ำที่เก็บจะมากหรือน้อยขึ้นอยู่กับปริมาณที่ใช้ในการวิเคราะห์ของแต่ละพารามิเตอร์ ขวดเก็บตัวอย่างน้ำต้องปิดฝาอยู่ตลอดเวลา เมื่อจะเก็บตัวอย่างจึงเปิด การวางฝาขวดตัวอย่างต้องวางหงายขึ้นอย่าวางคว่ำลงบนพื้นเพราะเกิดการปนเปื้อนได้ และเมื่อเก็บตัวอย่างน้ำแล้วต้องรีบปิดฝาทันที ปริมาตรของตัวอย่างน้ำที่เก็บไม่ควรเก็บเต็มขวดเพราะต้องเหลือที่ว่างไว้สำหรับเติมสารเคมีรักษาสภาพและสำหรับเขย่าให้ผสมกันก่อนทำการวิเคราะห์ ยกเว้นตัวอย่างที่จะทำการวิเคราะห์หาปริมาณ BOD DO Alkalinity และ Acidity ที่ต้องเก็บตัวอย่างน้ำเต็มขวดและปิดฝาให้สนิทเพื่อเป็นการป้องกันไม่ให้อากาศที่เหลืออยู่บนผิวน้ำละลายเข้าไปในตัวอย่างเป็นการเพิ่มปริมาณออกซิเจนให้กับตัวอย่างและจะทำให้ผลการวิเคราะห์คลาดเคลื่อนจากความเป็นจริงได้

รายละเอียดของปริมาณตัวอย่างน้ำที่เก็บจะสัมพันธ์กับวิธีการวิเคราะห์ของแต่ละพารามิเตอร์ โดยแต่ละพารามิเตอร์จะเกี่ยวข้องกับชนิดของภาชนะบรรจุตัวอย่างน้ำ วิธีการรักษาสภาพตัวอย่างน้ำ และระยะเวลาที่เก็บรักษาตัวอย่างน้ำ ดังนี้

พารามิเตอร์	ภาชนะบรรจุ	ปริมาณน้ำน้อยที่สุดที่ต้องการ(มิลลิลิตร)	วิธีการเก็บรักษา	ระยะเวลาเก็บรักษา
สภาพกรด	พลาสติก(HDPE) หรือแก้วบอโรซิลิเกต	100	แช่เย็นที่ 4 °C	24 ชั่วโมง
สภาพด่าง	พลาสติก(HDPE) หรือแก้ว	200	แช่เย็นที่ 4 °C	24 ชั่วโมง
บี โอ ดี	พลาสติก(HDPF)	1000	แช่เย็นที่ 4 °C	6 ชั่วโมง
โบรอน	พลาสติก(HDPE)	100	ไม่ต้องการเก็บรักษา	28 วัน
ซี โอ ดี	พลาสติก(HDPE) หรือแก้ว	100	เติม H_2SO_4 pH<2 และแช่เย็นที่ 4 °C	7 วัน
คลอไรด์	พลาสติก(HDPE) หรือแก้ว	100	แช่เย็นที่ 4 °C	7 วัน
โคลิฟอร์มแบคทีเรียและฟีคัลโคลิฟอร์มแบคทีเรีย	ขวดแก้วสีชาที่อบฆ่าเชื้อแล้ว	150	แช่เย็นที่ 4 °C	24 ชั่วโมง
สี	พลาสติก(HDPE) หรือแก้ว	500	แช่เย็นที่ 4 °C	48 ชั่วโมง
สภาพนำไฟฟ้า	พลาสติกหรือแก้ว	500	แช่เย็นที่ 4 °C	28 วัน
ฟลูออไรด์	พลาสติก(HDPE)	300	ไม่ต้องการเก็บรักษา	28 วัน
ความกระด้าง	พลาสติก(HDPE) หรือแก้ว	100	เติม HNO_3 pH<2	6 เดือน

พารามิเตอร์	ภาชนะที่บรรจุ	ปริมาณน้ำน้อยที่สุดที่ต้องการ(มิลลิลิตร)	วิธีการเก็บรักษา	ระยะเวลาเก็บรักษา
โลหะทั่วไป	พลาสติก(HDPE) หรือแก้วที่กลั้ว (rinse)ด้วยกรด (1+1 nitric)	200	สำหรับ Dissolved Metals กรองทันที และเติม HNO_3 ให้ pH < 2	6 เดือน
แอมโมเนีย-ไนโตรเจน	พลาสติก(HDPE) หรือแก้ว	500	เติม H_2SO_4 ให้ pH< 2และแช่เย็นที่ 4 °C	28 วัน
ไนโตรเจน-เจลดาห์ล	พลาสติก(HDPE) หรือแก้ว	500	เติม H_2SO_4 ให้pH< 2และแช่เย็นที่ 4 °C	7 วัน
ไนเตรท+ไนไตรท์	พลาสติก(HDPE) หรือแก้ว	200	เติม H_2SO_4 ให้ pH<2 และแช่เย็นที่ 4°C	28 วัน
ไนไตรท์	พลาสติก(HDPE) หรือแก้ว	200	แช่เย็นที่ 4 °C	48 ชั่วโมง,28 วันหากมีคลอรีนปนอยู่
กลิ่น	แก้ว	500	แช่เย็นที่ 4 °C	6 ชั่วโมง
ดี โอ(Electrode)	แก้ว, ขวด BOD	300	วิเคราะห์ทันที	0.5 ชั่วโมง
ดี โอ(Winkler)	แก้ว, ขวด BOD	300	ไนเตรทหลังจากการ fix	8 ชั่วโมง
ฟอสเฟต	พลาสติก(HDPE) หรือแก้วที่กลั้ว (Rinse)ด้วยกรด (1+1 nitric)	100	สำหรับ Dissolved Phosphate กรองทันทีและแช่เย็นที่ 4 °C	48 ชั่วโมง
ฟอสฟอรัสทั้งหมด	พลาสติก(HDPE) ที่กลั้ว(Rinse)ด้วยกรด(1+1 nitric)	100	เติม H_2SO_4 ให้ pH<2แช่เย็นที่ 4 °C	2 วัน

พารามิเตอร์	ภาชนะบรรจุ	ปริมาณน้ำน้อยที่สุดที่ต้องการ(มิลลิลิตร)	วิธีการเก็บรักษา	ระยะเวลาเก็บรักษา
ความเค็ม	แก้วที่เคลือบด้วย Wax	240	วิเคราะห์ทันที, หรือใช้ Wax เคลือบ	6 เดือน
ซิลิกา	พลาสติก(HDPE)	100	แช่เย็นที่ 4 °C ห้ามแช่แข็ง	28 วัน
ซัลเฟต	พลาสติก(HDPE) หรือแก้ว	150	แช่เย็นที่ 4 °C	28 วัน
ซัลไฟด์	พลาสติก(HDPE) หรือแก้ว	100	เติม 2N Zine acetate 4 หยด ต่อ 100 มิลลิลิตร หรือ NaOH ให้ pH>9 และแช่เย็นที่ 4 °C	7 วัน
ความขุ่น	พลาสติก หรือ แก้ว	200	วิเคราะห์ทันทีหรือเก็บในที่มืดมากกว่า 24 ช.ม และแช่เย็นที่4 °C	48 ชั่วโมง
ของแข็ง	พลาสติก(HDPE) หรือแก้ว	500	แช่เย็นที่ 4 °C	2 วัน

การเก็บรักษาสภาพตัวอย่างน้ำ

ตัวอย่างน้ำที่เก็บมาเพื่อทำการวิเคราะห์นั้น บางพารามิเตอร์ต้องตรวจวัดในภาคสนาม เพราะค่าจะเปลี่ยนแปลงได้ง่าย ส่วนพารามิเตอร์อื่นๆ สามารถที่จะนำมาทำการวิเคราะห์ที่ห้องปฏิบัติการได้โดยการรักษาคุณภาพน้ำไว้ เพื่อไม่ให้คุณภาพ น้ำเปลี่ยนแปลงไปทั้งทางเคมีและทางกายภาพ เนื่องจากการเติบโตของสิ่งมีชีวิตในน้ำวิธีการรักษาสภาพมีดังนี้

1. การแช่เย็น จุดประสงค์เพื่อลดการทำงานของพวก จุลินทรีย์ และลดอัตราเร็วของการเกิดกระบวนการเปลี่ยนแปลงทางกายภาพและเคมี

2. การเติมสารเคมี เช่น กรดไนตริก (HNO_3) หรือกรดซัลฟูริก (H_2SO_4) เข้มข้นเป็นการรักษาสภาพน้ำตัวอย่างโดยควบคุมพีเอช (พีเอชน้อยกว่า 2) วัตถุประสงค์คือ ป้องกันการ ดูดซับ

ไอออนที่ผิวภาชนะบรรจุตัวอย่างน้ำ และการตกตะกอน รวมทั้งยังช่วยยับยั้งการเจริญเติบโต หรือการทำงานของพวกจุลินทรีย์

ความถี่ในการเก็บตัวอย่างน้ำ

ความถี่ในการเก็บตัวอย่างขึ้นอยู่กับวัตถุประสงค์ของการศึกษา ซึ่งอาจจะเก็บ ทุกวันหรือทุกเดือนหรือเดือนเว้นเดือนหรือ แบ่งเป็น 3 ช่วงให้ครอบคลุมฤดูกาล หรือ 12 ครั้งต่อปี ทั้งนี้จะต้องคำนึงถึงงบประมาณ และ บุคคลากรด้วย

ฉลากปิดขวดบรรจุตัวอย่างน้ำ

1. เพื่อมิให้เกิดการสับสนให้ปิดฉลากที่ขวดหรือภาชนะบรรจุตัวอย่างน้ำเสมอ สำหรับเป็นข้อมูลพื้นฐานเบื้องต้น

.2. การเขียนรายละเอียดบนฉลากต้องใช้ปากกาลูกลื่นที่หมึกไม่ละลายน้ำ ไม่ควรใช้ดินสอหรือปากกาหมึกซึม

3. ฉลากปิดข้างขวดเก็บตัวอย่างน้ำควรมีรายละเอียดดังนี้

ตัวอย่างน้ำ
โครงการ……..
ชนิดของตัวอย่างน้ำ……..
จุดที่ตัก……
ความลึก……..อุณหภูมิ……
วันที่เก็บตัวอย่างน้ำ……..เวลา……..
เก็บตัวอย่างน้ำแบบ……
ชนิดของสารเคมีที่เติมลงในตัวอย่างน้ำ……
ผลการวิเคราะห์นำไปใช้สำหรับ…….
ผู้เก็บตัวอย่างน้ำ……..
หมายเหตุ……

4. ควรปิดฉลากบนขวดเก็บตัวอย่างน้ำก่อนเก็บน้ำ และฉลากไม่ควรหลุดง่าย

วิธีส่งตัวอย่างน้ำ

1. บรรจุตัวอย่างน้ำทั้งหมดลงในลังหรือหีบที่มีช่องสำหรับใส่ขวดเพื่อป้องกันขวดล้มหรือตัวอย่างที่ต้องแช่เย็นก็ให้บรรจุลงในหีบแช่เย็น พร้อมเอกสารส่งตัวอย่างน้ำ

2. ปิดผนึกหีบห่อให้แน่นและปิดใบปะหน้าที่มีรายละเอียดแจ้งว่าส่ง ถึงใคร หน่วยงานใด จากหน่วยงานไหน แล้วจัดส่งห้องปฏิบัติการโดยเร็วที่สุด

ความขุ่น (Turbidity)

สุขลัคน์ นาเนกรังสรรค์
นักวิทยาศาสตร์ปฏิบัติการ

บทนำ

ความขุ่นของน้ำเกิดจากการที่มีสารแขวนลอยอยู่ในน้ำทำให้ขัดขวางทางเดินของแสงที่ผ่านน้ำนั้น เมื่อแสงส่องกระทบสารแขวนลอยจะเกิดการหักเหของแสงอย่างไม่เป็นระเบียบหรือแสงนั้นอาจจะถูกกั้นไม่ให้ทะลุผ่านไปได้ จึงทำให้มองเห็นน้ำนั้นว่าขุ่น สารแขวนลอย เหล่านี้ ได้แก่ ดินเหนียว อินทรียสาร อนินทรียสาร แพลงตอนและสิ่งมีชีวิตเล็กๆ ความขุ่นของน้ำขึ้นอยู่กับชนิดของพื้นท้องน้ำ ความเร็วของน้ำ การใช้ที่ดินต้นน้ำลำธาร การย่อยสลายของพืช อุณหภูมิ เป็นต้น น้ำที่มีความขุ่นมากจะมีผลต่อการนำน้ำนั้นไปใช้ประโยชน์ในด้านต่างๆ เช่น การใช้บริโภค การเกษตรและการอุตสาหกรรม

หลักการ

วิธีที่ใช้วัดความขุ่นของน้ำมี 2 วิธี คือ

1. วิธีวัดปริมาณแสงที่ส่องทะลุความขุ่น (Turbidimetric Method) เป็นการวัดความขุ่นของน้ำโดยให้แสงสีขาวส่องผ่านตัวอย่างน้ำ แล้วเปรียบเทียบกับแสงซึ่งส่องผ่าน สารละลายที่มีความขุ่นมาตรฐาน เครื่องมือวัดความขุ่นที่อาศัยหลักการนี้ ได้แก่ เครื่องวัดความขุ่นแบบเทียนแจ๊คสัน (Jackson Candle Turbidimeter)

2. วิธีเนฟีโลเมตริก (Nephelometric Method) เป็นการวัดความขุ่นของน้ำโดยเปรียบเทียบความเข้มของแสงที่กระจัดกระจายของตัวอย่างน้ำกับสารมาตรฐานภายใต้สภาวะต่างๆที่เหมือนกัน เมื่อฉายลำแสงขนานไปยังสารละลายหรือของเหลวที่ใสและไปมองในทิศทางตั้งฉากกับลำแสงจะเห็นเป็นสีดำ ส่วนของเหลวที่ขุ่นเมื่อมองในวิธีเดียวกันจะเห็นจ้า เนื่องจากการสะท้อนของแสงของสารแขวนลอยในตัวอย่างน้ำ

ความแม่นยำ ความไวและการประยุกต์ใช้ที่ครอบคลุมช่วงความขุ่นที่กว้างกว่า ทำให้วิธีเนฟีโลเมตริก มีความสำคัญกว่าวิธี Jackson Candle จึงทำให้ในหนังสือ Standard Methods ตั้งแต่ฉบับพิมพ์ครั้งที่ 17 ไม่มีการกล่าวถึงวิธี Jackson Candle อีกต่อไป

หน่วยของความขุ่นจะวัดเป็น หน่วยเฉพาะ และ ไม่ใช้ หน่วย มิลลิกรัมต่อลิตร เนื่องจากไม่สามารถแยกออกได้ว่าสารแขวนลอยชนิดไหนยอมให้แสงผ่านหรือชนิดไหนไม่ยอมให้แสงผ่าน หน่วยของการวัดความขุ่นโดยใช้วิธีเนฟีโลเมตริก คือ Nephelometric Turbidity Unit หรือ NTU

วิธีการ

วิธีเนฟิโลเมตริก (Nephelometric Method)

เครื่องมือและอุปกรณ์

1. เครื่องวัดความขุ่น (Turbidity Meter)
2. บีกเกอร์

สารเคมี

1. Formazin Turbidity Standard ที่มีค่าความขุ่น 20, 200, 1000 และ 4000 NTU
2. StablCal® Vial Calibration Kit ที่มีค่าความขุ่น < 0.1, 20, 200, 1000, 4000 และ 7500 NTU

วิธีวิเคราะห์

1 . เปิดเครื่องทิ้งไว้ประมาณ 30 นาที หรือตามที่กำหนดไว้ในคู่มือ เพื่ออุ่นเครื่อง

2. ปรับตั้งเครื่องวัดความขุ่น ตามคู่มือของเครื่อง

3. วัดสารละลายมาตรฐานตามช่วงการใช้งาน โดยกดปุ่ม CAL/ZERO แล้วเทน้ำกลั่นใส่หลอดแก้ว จากนั้นกดปุ่ม ENTER

4. นำหลอดแก้วออกมาเทน้ำกลั่นทิ้งแล้วเท Formazin Turbidity Standard ที่มีค่าความขุ่น 20 NTU ลงในหลอดแก้ว จากนั้นกดปุ่ม ENTER

5. ทำตามข้อ 4 จนวัดค่า Formazin Turbidity Standard ที่มีค่าความขุ่น 200, 1000 และ 4000 NTU ครบ

6. ใช้ StablCal® Vial Calibration Kit ที่มีค่าความขุ่น < 0.1, 20, 200, 1000, 4000 และ 7500 NTU ในการตรวจสอบความคลาดเคลื่อนในการอ่านค่าความขุ่นที่เกิดจากหลอดแก้วและระบบวัดแสงของเครื่องวัดความขุ่น โดยวัดค่าความขุ่นของ StablCal® Vial Calibration Kit และบันทึกค่าที่อ่านได้ ถ้าค่าที่อ่านได้มีความคลาดเคลื่อนมากกว่าค่าที่แสดงไว้ที่คู่มือต้องติดต่อบริษัทเพื่อตรวจสอบเครื่องวัดความขุ่น

7. วัดความขุ่นของตัวอย่างน้ำ โดยเขย่าขวดเก็บตัวอย่างน้ำและรินตัวอย่างน้ำใส่ในบีกเกอร์ขนาด 100 มิลลิลิตร แล้วใช้แท่งแก้วคนให้ทั่ว เทตัวอย่างน้ำลงในหลอดแก้ว จากนั้นนำไปวางไว้ในช่องใส่หลอดแก้วในเครื่องวัดความขุ่นรอจนเครื่องแสดงค่าความขุ่นและบันทึกค่าความขุ่นที่ได้

การคำนวณ

ค่าความขุ่นที่อ่านจากเครื่องวัดความขุ่นจะมีหน่วยเป็น NTU

ความเป็นกรด – ด่าง (pH)

สุขลัคน์ นาเนกรังสรรค์
นักวิทยาศาสตร์ปฏิบัติการ

บทนำ

ค่าความเป็นกรด – ด่าง (pH) เป็นค่าที่แสดงปริมาณความเข้มข้นของไฮโดรเจนอิออนในน้ำมาจากคำว่า positive potential of hydrogen ions โดยพีเอชของสารละลายคือค่าลบของ logarithm ของความเข้มข้นของไฮโดรเจนอิออน หรือ $pH = - \log [H^+]$ ค่าที่บอกความเป็นกรดคือความเข้มข้นของไฮโดรเจนอิออน $[H^+]$ และค่าที่บอกความเป็นด่าง คือ ความเข้มข้นของไฮดรอกซิลอิออน $[OH^-]$ โดยพีเอชมีค่าตั้งแต่ 0-14 ค่าพีเอช = 7 แสดงความเป็นกลาง พีเอชต่ำกว่า 7 แสดงความเป็นกรด ส่วน ค่าพีเอช สูงกว่า 7 แสดงความเป็นด่าง ค่า พีเอช มีความสำคัญต่อการคำนวณค่าคาร์บอเนต ไบคาร์บอเนต และคาร์บอนไดออกไซด์ น้ำธรรมชาติมีค่าพีเอชอยู่ในช่วง 4-9 และส่วนใหญ่เป็นด่างอ่อนๆ เพราะมีไบคาร์บอเนตและคาร์บอเนต

หลักการ

การวัดค่าพีเอชมี 2 วิธี คือ

1. วิธีเทียบสี (Colorimetric) จะเปรียบเทียบกับสีของสารละลายอินดิเคเตอร์ที่รู้ค่าพีเอช หรือใช้กระดาษวัดพีเอชโดยจุ่มกระดาษลงในตัวอย่างน้ำแล้วนำมาเทียบสีกับแถบสีต่าง ๆ ที่รู้ค่าพีเอช

2. วิธีไฟฟ้า (Electrometric) โดยใช้หลักการ Electrochemistry โดยวัดความต่างศักย์ที่เกิดขึ้น (Potential) ระหว่างอิเล็กโทรดอ้างอิง (reference electrode) กับอิเล็กโทรดตรวจวัด (Sensing Electrode) ความต่างศักย์ที่ได้เกิดจากจำนวนของไฮโดรเจนอิออน (H^+) ความต่างศักย์ที่เกิดจากอิออนจะถูกเปลี่ยนให้เป็นความต่างศักย์ทางไฟฟ้าแล้วขยายให้มีความต่างศักย์สูงขึ้นด้วยเครื่อง วัดค่าพีเอช (pH Meter) ซึ่งเครื่องวัดค่าพีเอช ประกอบด้วยอิเล็กโทรดแก้ว (Glass Electrode) การใช้อิเล็กโทรดแก้วจะไม่มีความคลาดเคลื่อนจากค่าสี ความขุ่น อนุภาคคอลลอยด์ สารออกซิแดนท์ สารรีดักแตนซ์หรือค่าความเค็มสูง แต่จะมีความคลาดเคลื่อนจากโซเดียมเมื่อพีเอชมากกว่า 10 ซึ่งลดความคลาดเคลื่อนนี้โดยใช้อิเล็กโทรดชนิดพิเศษที่ลดความคลาดเคลื่อนจากโซเดียมแล้ว

การวัดค่า พีเอช ควรใช้เครื่อง วัดค่าพีเอช ที่สามารถอ่านค่า พีเอช ได้ละเอียด ถึงทศนิยมหนึ่งตำแหน่ง และมีการชดเชยอุณหภูมิแล้วเนื่องจากอุณหภูมิมีผลต่อการเปลี่ยนแปลงคุณสมบัติของอิเล็คโทรด ทำให้เกิดความคลาดเคลื่อนในการอ่านค่า พีเอช ดังนั้นในการวัดค่า พีเอชจึงต้องบอกค่าอุณหภูมิขณะที่วัดค่าพีเอชด้วย ก่อนที่จะใช้เครื่อง วัดค่าพีเอช จะต้องเลือกสารละลายบัฟเฟอร์มาตรฐานที่มีค่าพีเอชครอบคลุมค่าพีเอชของตัวอย่างน้ำในการปรับเทียบเครื่องมือ โดยเลือกค่าพีเอชที่ต่างกันอย่าง

น้อย 2 ค่า สารละลายบัฟเฟอร์มาตรฐานนี้จะเสื่อมคุณภาพได้จากการเจริญเติบโตของเชื้อราจึงควรต้องสังเกตลักษณะของสารละลายบัฟเฟอร์มาตรฐานก่อนที่จะนำมาใช้

วิธีการ

วิธีไฟฟ้า (Electrometric)

เครื่องมือและอุปกรณ์

1. เครื่องวัดค่าพีเอช (pH meter)
2. บีกเกอร์

สารเคมี

สารละลายบัฟเฟอร์มาตรฐานที่มีค่าพีเอช 4 และ 7

วิธีวิเคราะห์

1. เปิดเครื่องทิ้งไว้ประมาณ 5-10 นาที หรือตามที่กำหนดไว้ในคู่มือเพื่ออุ่นเครื่อง

2. ติดตั้งอิเล็คโทรดแก้ว (glass electrode) เปิดช่องระบายอากาศล้างแท่งอิเล็คโทรดให้สะอาดด้วยน้ำกลั่นและซับให้แห้ง

3. จุ่มอิเล็กโทรดลงในสารละลายบัฟเฟอร์มาตรฐานเพื่อเปรียบเทียบเครื่องมือ โดยกดปุ่มปรับเทียบ (Calibrate) แล้วจุ่มอิเล็กโทรดลงในสารละลายบัฟเฟอร์มาตรฐานที่มีค่าพีเอช 7 กดปุ่ม READ รอจนอ่านค่าพีเอช 7 เสร็จ จากนั้นจุ่มอิเล็กโทรดลงในสารละลายบัฟเฟอร์มาตรฐานที่มีค่าพีเอช 4 กดปุ่ม READ รอจนอ่านค่าพีเอช 4 เสร็จ จากนั้นเครื่องจะแสดงค่า slope กดปุ่ม EXIT นำอิเล็คโทรดออกแล้วล้างให้สะอาดด้วยน้ำกลั่นและซับให้แห้ง

4. วัดค่าพีเอชของตัวอย่างน้ำ โดยเขย่าขวดเก็บตัวอย่างน้ำและรินตัวอย่างน้ำใส่ลงในบีกเกอร์ขนาด 100 มิลลิลิตร จากนั้นจุ่มอิเล็คโทรดลงในตัวอย่างน้ำ บันทึกค่าพีเอชที่อ่านได้

ความนำไฟฟ้า (Electrical Conductivity : EC)

สุขลัคน์ นาเนกรังสรรค์
นักวิทยาศาสตร์ปฏิบัติการ

บทนำ

ความนำไฟฟ้าของน้ำเป็นการวัดความสามารถของน้ำที่จะให้กระแสไฟฟ้าไหลผ่าน ซึ่งขึ้นอยู่กับความเข้มข้นและชนิดของอิออนที่อยู่ในน้ำ รวมทั้งอุณหภูมิขณะที่วัดค่าความนำไฟฟ้า ค่าความนำไฟฟ้าของน้ำเป็นการแสดงถึงการเพิ่มขึ้นหรือลดลงของอิออนที่ละลายในน้ำ ไม่สามารถบอกถึงชนิดของสารที่ละลายในน้ำเพราะค่าความนำไฟฟ้าเป็นค่ารวมของอิออนในน้ำ นอกจากนี้ค่าความนำไฟฟ้าของน้ำเป็นปฏิภาคโดยตรงกับปริมาณของแข็งทั้งหมดที่ละลายในน้ำ (TDS) ค่าความนำไฟฟ้าของน้ำมีความสำคัญมากต่อการนำน้ำไปใช้ประโยชน์ควรจะมีการตรวจวัดเป็นอันดับแรกเพื่อประเมินคุณภาพน้ำเสมอ

หลักการ

การวัดความนำไฟฟ้าจะต้องมี เซลล์มาตรฐานซึ่งใช้อิเล็คโทรด 2 อัน มีพื้นที่ผ่าตัด 1 ตารางเซนติเมตร วางห่างกัน 1 เซนติเมตร โดยจุ่มอิเล็คโทรด 2 อัน นี้ไว้ในสารละลายที่ต้องการวัดและผ่านกระแสไฟฟ้าจนทำให้มีความต่างศักย์ขึ้น เรียกความนำไฟฟ้าที่ได้เป็น Specific Conductance มีหน่วยเป็นโมห์ต่อเซนติเมตร (mohs/cm) แต่ค่าที่ได้มีค่าน้อยมากจึงมักใช้หน่วยเป็นไมโครโมห์ต่อเซนติเมตร (μmohs/cm) แต่ถ้าตามหน่วย SI ต้องใช้ซีเมนต์แทนโมห์ จึงใช้ไมโครซีเมนต์ต่อเซนติเมตร (μ S/cm) และนิยมวัดที่อุณหภูมิ 25 องศาเซลเซียส ซึ่งเป็นอุณหภูมิมาตรฐาน

สาเหตุที่ทำให้ค่าความนำไฟฟ้าที่อ่านได้มีความคลาดเคลื่อนเนื่องมาจากความสกปรกของอิเล็คโทรดและการหมุนวนอิเล็คโทรดเมื่อจุ่มลงในตัวอย่างน้ำ นอกจากนี้ค่าความนำไฟฟ้าที่มีค่ามากกว่า 10,000 ไมโครซีเมนต์ต่อเซนติเมตรหรือน้อยกว่า 10 ไมโครซีเมนต์ต่อเซนติเมตรจะมีความคลาดเคลื่อนสูงต้องศึกษาคู่มือการใช้งานว่ามีข้อแนะนำอย่างไร

ค่าความนำไฟฟ้ามักนำไปใช้ในการประมาณค่าของแข็งทั้งหมดที่ละลายในน้ำ (TDS) โดยคูณค่าความนำไฟฟ้าด้วยค่าคงที่ 0.55 – 0.90 จะใช้ค่าคงที่ค่าใดในการคูณจะขึ้นอยู่กับส่วนประกอบที่ละลายน้ำและอุณหภูมิขณะวัดค่า โดยจะใช้ค่าคงที่ที่มีค่าสูงสำหรับน้ำที่มีความเค็มสูงและใช้ค่าคงที่ที่มีค่าต่ำสำหรับน้ำที่มี OH^- หรือ Free Acid

วิธีการ

วิธีไฟฟ้า (Electrometric)

เครื่องมือและอุปกรณ์

1. เครื่องวัดค่าความนำไฟฟ้า
2. บีกเกอร์

สารเคมี

สารละลายมาตรฐานโปแทสเซียมคลอไรด์ 0.01 นอร์มอล

ละลายโปแทสเซียมคลอไรด์ 0.7456 กรัม ในน้ำกลั่นที่กำจัดอิออนจนได้ปริมาตรครบ 1 ลิตร ซึ่งมีค่าความนำไฟฟ้าเท่ากับ 1,413 ไมโครโมห์ต่อเซนติเมตร ที่อุณหภูมิ 25 องศาเซลเซียส

วิธีวิเคราะห์

1. เปิดเครื่องทิ้งไว้ประมาณ 5-10 นาที หรือตามที่กำหนดไว้ในคู่มือเพื่ออุ่นเครื่อง
2. ปรับตั้งเครื่องวัดความนำไฟฟ้า ตามคู่มือของเครื่อง
3. วัดสารละลายมาตรฐานตามช่วงการใช้งาน เช่น สารละลายมาตรฐานโปแทสเซียมคลอไรด์ 0.01 นอร์มัล จะมีค่าความไฟฟ้าเท่ากับ 1,413 ± 5 ไมโครโมห์ต่อเซนติเมตร ที่ 25 องศาเซลเซียส หรือตามกำหนดในคู่มือ เพื่อปรับเครื่องมือให้มีค่าถูกต้อง
4. ล้างอิเล็คโทรดด้วยน้ำกลั่นให้สะอาดและเช็ดให้แห้ง
5. วัดค่าความนำไฟฟ้าของตัวอย่างน้ำ โดยเขย่าขวดเก็บตัวอย่างน้ำและรินตัวอย่างน้ำใส่ในบีกเกอร์ขนาด 100 มิลลิลิตร จากนั้นจุ่มอิเล็กโทรดลงในตัวอย่างน้ำ และกวนผสมตัวอย่างน้ำประมาณ 30-60 วินาที บันทึกค่าความนำไฟฟ้าที่อ่านได้

5. วัดค่าความนำไฟฟ้าของตัวอย่างน้ำ โดยเขย่าขวดเก็บตัวอย่างน้ำและรินตัวอย่างน้ำใส่ในบีกเกอร์ขนาด 100 มิลลิลิตร จากนั้นจุ่มอิเล็กโทรดลงในตัวอย่างน้ำ และกวนผสมตัวอย่างน้ำประมาณ 30-60 วินาที บันทึกค่าความนำไฟฟ้าที่อ่านได้

ความเป็นกรด (Acidity)

สุขลัคน์ นาเนกรังสรรค์
นักวิทยาศาสตร์ปฏิบัติการ

บทนำ

ความเป็นกรดของน้ำเป็นความสามารถของน้ำในการทำปฏิกิริยากับด่างแก่ การวัดค่าความเป็นกรดจะแปรตามพีเอชที่จุดยุติ ความเป็นกรดเป็นการวัดคุณสมบัติของน้ำและสามารถแสดงในรูปสาร เฉพาะเมื่อรู้องค์ประกอบทางเคมีของตัวอย่างน้ำ กรดแร่แก่ (Strong Mineral Acids) กรดอ่อน เช่น กรดคาร์บอนิค และกรดอะซีติค และเกลือที่ละลายน้ำ (Hydrolyzing Salts) เช่น เหล็กหรืออะลูมินัมซัลเฟต จะวัดความเป็นกรดได้ ความเป็นกรดมีผลกระทบต่อการกัดกร่อนและอัตราการเกิดปฏิกิริยาทางเคมี ดังนั้นการวัดความเป็นกรดจึงสะท้อนการเปลี่ยนแปลงคุณภาพของแหล่งน้ำ

หลักการ

ไฮโดรเจน อิออนในตัวอย่างน้ำเป็นผลจากการแตกตัวหรือไฮโดรไลซิสของสารที่ละลายทำปฏิกิริยากับสารละลายเบสมาตรฐาน ความเป็นกรดขึ้นอยู่กับพีเอชที่จุดยุติหรืออินดิเคเตอร์ที่ใช้ สำหรับงานประจำและงานที่ต้องการความรวเร็วจะใช้การเปลี่ยนสีของอินดิเคเตอร์ในการบอกจุดยุติ

น้ำผิวดินที่ยังไม่มีการปนเปื้อนมักมีคาร์บอนไดออกไซด์ที่ละลายเป็นองค์ประกอบสำคัญของความเป็นกรด การเก็บตัวอย่างจึงมีความสำคัญต่อการสูญเสียก๊าซที่ละลาย ในตัวอย่างที่มีเพียงคาร์บอนไดออกไซด์ ไบคาร์บอเนตและคาร์บอเนตเมื่อไทเทรตจนถึงพีเอช 8.3 ณ อุณหภูมิ 25 องศาเซลเซียส จะสัมพันธ์กับการสะเทินของกรดคาร์บอนิคไปเป็นไบคาร์บอเนต เพราะการเปลี่ยนสีของฟีนอล์ฟทาลีน อินดิเคเตอร์มีค่าใกล้พีเอช 8.3 ค่านี้เป็นที่ยอมรับว่าเป็นจุดยุติมาตรฐานของการไทเทรตหาความเป็นกรดทั้งหมดซึ่งประกอบด้วย คาร์บอนไดออกไซด์และกรดอ่อนส่วนใหญ่

การไทเทรตตัวอย่างน้ำจนถึง Phenolphthalein End Point ที่พีเอช 8.3 เป็นการวัดทั้ง Mineral Acidity และ Carbondioxide Acidity เรียกว่า Total Acidity หรือ Phenolphthalein Acidity สำหรับ Mineral Acidity หาได้โดยไทเทรตด้วยสารละลายมาตรฐานโซเดียมไฮดรอกไซด์จนถึงพีเอช 3.7 ใช้เมทธิลออเรนจ์เป็นอินดิเคเตอร์ บางทีเรียกว่า Methyl Orange Acidity

วิธีบอกถึงจุดยุติของการไทเทรตมี 2 วิธี คือ

1. วิธีอินดิเคเตอร์ (Indicator Method) ซึ่งเหมาะกับน้ำธรรมชาติและน้ำทิ้งที่ไม่มีสีและความขุ่นไปรบกวนสีของอินดิเคเตอร์ในการไทเทรต

2. วิธีโพเทนชิออเมตริก (Potentiometric Method) วิธีนี้เหมาะสำหรับน้ำที่ทีสีและความขุ่นมากจนไม่สามารถจะสังเกตเห็นการเปลี่ยนสีของอินดิเคเตอร์ได้

โดยการไทเทรตที่ใช้อินดิเคเตอร์จะมีสารที่ขัดขวางการใช้อินดิเคเตอร์เป็นตัวบอกจุดสมมูล คือ คลอรีนอิสระในน้ำเพราะจะฟอกจางสีอินดิเคเตอร์ จึงต้องเติมโซเดียมไธโอซัลเฟตในปริมาณที่น้อยที่สุดเพื่อทำลายคลอรีน

วิธีการ

วิธีไทเทรตโดยใช้อินดิเคเตอร์

เครื่องมือและอุปกรณ์

1. ขวดวัดปริมาตร
2. บีกเกอร์
3. ปิเปต
4. บิวเรตต์

สารเคมี

1. น้ำที่ปราศจากคาร์บอนไดออกไซด์โดยต้มให้เดือดประมาณ 15 นาที ตั้งทิ้งไว้ให้เย็นที่อุณหภูมิห้อง จะใช้น้ำนี้ในการเตรียมน้ำยาเคมี สารละลายมาตรฐานและสำหรับการเจือจาง

2. สารละลายโพแทสเซียมแอซิดพทาเลต 0.02 นอร์มัล

บด 5-10 กรัม ของสารปฐมภูมิโพแทสเซียมแอซิดพทาเลตและอบให้แห้งที่ 120 องศาเซลเซียส 2 ชั่วโมง ทิ้งให้เย็นในเดสิกเคเตอร์ ชั่ง 0.03 กรัม ละลายในน้ำกลั่นปริมาตร 100 มิลลิลิตร

3. สารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ 0.5 นอร์มัล

ละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ 2.9 กรัม ในน้ำกลั่น ปล่อยให้เย็น กรองหรือดูดแต่น้ำใสมาแล้วเติมน้ำกลั่นจนได้ปริมาตร 100 มิลลิลิตร ทำการแสตนดาร์ดไดซ์โดยใช้สารละลายโพแทสเซียมแอซิดพทาเลต 0.02 นอร์มัล ปริมาตร 100 มิลลิลิตร และใช้สารละลายฟีนอล์ฟทาลีนอินดิเคเตอร์ ไทเทรตจนกระทั่งเปลี่ยนเป็นสีชมพู จดปริมาตรของสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ที่ใช้แล้วนำมาคำนวณหาความเข้มข้นของสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ ใช้สูตร

$$\text{ความเข้มข้นของสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์} = \frac{\text{ปริมาตรสมมูลของโพแทสเซียมแอซิดพทาเลต}}{\text{ปริมาตรของสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ที่ใช้ไทเทรต}}$$

ปริมาตรสมมูลของโพแทสเซียมแอซิดพทาเลต = น้ำหนักของโพแทสเซียมแอซิดพทาเลต / 0.204229

4. สารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ 0.02 นอร์มัล

ปิเปตสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ 0.5 นอร์มัล ปริมาตร 46 มิลลิลิตร และปรับปริมาตรเป็น 1 ลิตร ด้วยน้ำกลั่น ทำการแสตนดาร์ดไดซ์โดยใช้สารละลายโพแทสเซียมแอซิดพทาเลต 0.02 นอร์มัล ปริมาตร 100 มิลลิลิตร และใช้สารละลายฟีนอล์ฟทาลีนอินดิเคเตอร์ ไทเทรตจนกระทั่งเปลี่ยนเป็นสีชมพู จดปริมาตรของสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ที่ใช้แล้วนำมาคำนวณหาความเข้มข้นของสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ ใช้สูตรตามข้อ 3

5. สารละลายฟีนอล์ฟทาลีนอินดิเคเตอร์

ละลายฟีนอล์ฟทาลีน 5 กรัม ใน 500 มิลลิลิตร 95% เอธานอล และเติมน้ำกลั่น 500 มิลลิลิตร

6. สารละลายเมทธิลออเรนจ์อินดิเคเตอร์

ละลายเมทธิลออเรนจ์ 0.5 กรัม ในน้ำกลั่น และปรับปริมาตรเป็น 1 ลิตร

วิธีวิเคราะห์

1. Phenolphthalein Acidity

หยดสารละลายฟีนอล์ฟทาลีนอินดิเคเตอร์ 2 หยด ลงในตัวอย่างน้ำ 50 มิลลิลิตร ไทเทรตด้วยสารละลายมาตรฐานโซเดียมไฮดรอกไซด์ความเข้มข้น 0.02 นอร์มัล จนกระทั่งได้สีชมพูซึ่งบ่งบอกว่าพีเอชเป็น 8.3 จดปริมาตรของสารละลายมาตรฐานโซเดียมไฮดรอกไซด์ความเข้มข้น 0.02 นอร์มัล ที่ใช้

2. Methyl Orange Acidity

หยดสารละลายเมทธิลออเรนจ์อินดิเคเตอร์ 2 หยด ลงในตัวอย่างน้ำ 50 มิลลิลิตร ไทเทรตด้วยสารละลายมาตรฐาน โซเดียมไฮดรอกไซด์ความเข้มข้น 0.02 นอร์มัล จนกระทั่งเปลี่ยนจากสีแดงเป็นสีเหลืองอ่อน ๆ ที่พีเอช 4.5 จดปริมาตรของสารละลายมาตรฐาน โซเดียมไฮดรอกไซด์ความเข้มข้น 0.02 นอร์มัล ที่ใช้

การคำนวณ

$$\text{Acidity as mg/ L } CaCO_3 = (A \times N \times 50{,}000) / \text{ปริมาตรตัวอย่างน้ำ}$$

เมื่อ A = ปริมาตรของสารละลายมาตรฐานโซเดียมไฮดรอกไซด์ที่ใช้ไทเทรต

N = ความเข้มข้นของสารละลายมาตรฐานโซเดียมไฮดรอกไซด์

ความเป็นด่าง (Alkalinity)

สุขลัคน์ นาเนกรังสรรค์
นักวิทยาศาสตร์ปฏิบัติการ

บทนำ

ความเป็นด่าง (Alkalinity) ในน้ำธรรมชาติ ประกอบด้วย ไฮดรอกไซด์ (OH^-), คาร์บอเนต (CO_3^{2-}) และไบคาร์บอเนต (HCO_3^-) ส่วนใหญ่ความเป็นด่างของน้ำธรรมชาติจะอยู่ในรูปไบคาร์บอเนต น้ำที่มีค่าความเป็นด่างเกิดจากคาร์บอเนตอย่างเดียวจะมีค่าพีเอชมากกว่า 9.4 ส่วนน้ำที่มีค่าความเป็นด่างเกิดจากคาร์บอเนตและไบคาร์บอเนตรวมกันมีค่า พีเอชมากกว่า 8.3 น้ำชลประทานที่มีไบคาร์บอเนตสูงเมื่อให้น้ำแบบฝนโปรย (Sprinkler Irrigation) จะทำให้เกิดสีขาวเกาะติดที่ใบหรือผล ซึ่งทำให้ราคาผลผลิตตกต่ำ นอกจากนี้คาร์บอเนตและไบคาร์บอเนตใช้เป็นดัชนีคุณภาพน้ำที่ใช้ในการชลประทานในรูปของ Residual Sodium Carbonate (RSC) ซึ่งเป็นค่าแสดงความสัมพันธ์ของปริมาณคาร์บอเนตและไบคาร์บอเนต แคลเซียมและแมกนีเซียม

หลักการ

การหาค่าคาร์บอเนตและไบคาร์บอเนตใช้วิธีไ ทเทรตด้วยกรดแร่ที่แตกตัวให้โปรตอนสูง เช่น กรดเกลือหรือกรดซัลฟูริค จนกระทั่งถึงจุดสมมูล วิธีบอกถึงจุดสมมูลหรือจุดยุติของการไทเทรตมี 2 วิธี คือ

1. วิธีอินดิเคเตอร์ (Indicator Method) ซึ่งเหมาะกับน้ำธรรมชาติและน้ำทิ้งที่ไม่มีสีและความขุ่นไปรบกวนสีของอินดิเคเตอร์ในการไทเทรต

2. วิธีโพเทนชิออเมตริก (Potentiometric Method) วิธีนี้เหมาะสำหรับน้ำที่ทีสีและความขุ่นมากจนไม่สามารถจะสังเกตเห็นการเปลี่ยนสีของอินดิเคเตอร์ได้

โดยการไทเทรตที่ใช้อินดิเคเตอร์จะมีสารที่ขัดขวางการใช้อินดิเคเตอร์เป็นตัวบอกจุดสมมูล คือ คลอรีนอิสระในน้ำเพราะจะฟอกจางสีอินดิเคเตอร์ จึงต้องเติมโซเดียมไธโอซัลเฟตในปริมาณที่น้อยที่สุดเพื่อทำลายคลอรีน

ตัวอย่างน้ำที่มีค่า พีเอชมากกว่า 8.3 ต้อง ไทเทรต 2 ระยะ โดยระยะที่ 1 ใช้ฟีนอล์ฟทาลีนเป็นอินดิเคเตอร์และ ไทเทรต จนกระทั่งฟีนอล์ฟทาลีนเปลี่ยนจากสีชมพูเป็นไม่มีสี ระยะที่ 2 ใช้เมทธิลออเรนจ์เป็นอินดิเคเตอร์และ ไทเทรตจนกระทั่งเมทธิลออเรนจ์เปลี่ยนจากสีเหลืองเป็นสีส้ม ถ้าตัวอย่างน้ำมีค่าพีเอชน้อยกว่า 8.3 จะไทเทรตเพียงครึ่งเดียวโดยใช้เมทธิลออเรจ์เป็นอินดิเคเตอร์

ปฏิกิริยาที่เกิดขึ้นในการไทเทรต ได้แก่

$$CO_3^{2-} + H^+ \longrightarrow HCO_3^-$$

$$HCO_3^- \text{ (จาก } CO_3^{2-}) + H^+ \longrightarrow H_2O + CO_2$$

$$HCO_3^- \text{(ในตัวอย่างน้ำ)} + H^+ \longrightarrow H_2O + CO_2$$

วิธีการ

วิธีไทเทรตโดยใช้อินดิเคเตอร์

เครื่องมือและอุปกรณ์

5. ขวดวัดปริมาตร
6. บีกเกอร์
7. ปิเปต
8. บิวเรตต์

สารเคมี

1. น้ำที่ปราศจากคาร์บอนไดออกไซด์โดยต้มให้เดือดประมาณ 15 นาที ตั้งทิ้งไว้ให้เย็นที่อุณหภูมิห้อง จะใช้น้ำนี้ในการเตรียมน้ำยาเคมี สารละลายมาตรฐานและสำหรับการเจือจาง

2. สารละลายโพแทสเซียมแอซิดพทาเลต 0.02 นอร์มัล

บด 5-10 กรัม ของสารปฐมภูมิโพแทสเซียมแอซิดพทาเลตและอบให้แห้งที่ 120 องศาเซลเซียส 2 ชั่วโมง ทิ้งให้เย็นในเดสิกเคเตอร์ ชั่ง 0.03 กรัม ละลายในน้ำกลั่นปริมาตร 100 มิลลิลิตร

3. สารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ 0.5 นอร์มัล

ละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ 2.9 กรัม ในน้ำกลั่น ปล่อยให้เย็น กรองหรือดูดแต่น้ำใสมาแล้วเติมน้ำกลั่นจนได้ปริมาตร 100 มิลลิลิตร ทำการแสตนดาร์ดไดซ์โดยใช้สารละลายโพแทสเซียมแอซิดพทาเลต 0.02 นอร์มัล ปริมาตร 100 มิลลิลิตร และใช้สารละลายฟีนอล์ฟทาลีนอินดิเคเตอร์ ไทเทรตจนกระทั่งเปลี่ยนเป็นสีชมพู จดปริมาตรของสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ที่ใช้แล้วนำมาคำนวณหาความเข้มข้นของสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ ใช้สูตร

$$\text{ความเข้มข้นของสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์} = \frac{\text{ปริมาตรสมมูลของโพแทสเซียมแอซิดพทาเลต}}{\text{ปริมาตรของสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ที่ใช้ไทเทรต}}$$

ปริมาตรสมมูลของโพแทสเซียมแอซิดพทาเลต = น้ำหนักของโพแทสเซียมแอซิดพทาเลต / 0.204229

4. สารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ 0.02 นอร์มัล

ปิเปตสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ 0.5 นอร์มัล ปริมาตร 46 มิลลิลิตร และปรับปริมาตรเป็น 1 ลิตร ด้วยน้ำกลั่น ทำการแสตนดาร์ดไดซ์โดยใช้สารละลายโพแทสเซียมแอซิดพทาเลต 0.02 นอร์มัล ปริมาตร 100 มิลลิลิตร และใช้สารละลายฟีนอล์ฟทาลีนอินดิเคเตอร์ ไทเทรตจนกระทั่งเปลี่ยนเป็นสีชมพู จดปริมาตรของสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ที่ใช้แล้วนำมาคำนวณหาความเข้มข้นของสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ ใช้สูตรตามข้อ 3

5. สารละลายมาตรฐานกรดซัลฟูริคความเข้มข้น 0.02 นอร์มัล

ตวงกรดซัลฟูริค 5.5 มิลลิลิตร ใส่ขวดเติมน้ำกลั่น 10 ลิตร จากนั้นปิเปตมา 10 มิลลิลิตร ทำการแสตนดาร์ดไดซ์โดยใช้สารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ 0.02 นอร์มัล ที่ทราบความเข้มข้นแน่นอน และใช้ สารละลายฟีนอล์ฟทาลีนอินดิเคเตอร์ ไทเทรตจนกระทั่งเปลี่ยนจากไม่มีสีเป็นสีชมพู จดปริมาตรของสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ที่ใช้แล้วนำมาคำนวณหาความเข้มข้นของสารละลายกรดซัลฟูริค ใช้สูตร

$$N_1 V_1 = N_2 V_2$$

เมื่อ N_1 = ความเข้มข้นของสารละลายมาตรฐานกรดซัลฟูริค หน่วย นอร์มัล

V_1 = ปริมาตรของสารละลายกรดซัลฟูริค หน่วย มิลลิลิตร

N_2 = ความเข้มข้นของสารละลายมาตรฐานโซเดียมไฮดรอกไซด์ หน่วย นอร์มัล

V_2 = ปริมาตรของสารละลายมาตรฐานโซเดียมไฮดรอกไซด์ หน่วย มิลลิลิตร

6. สารละลายฟีนอล์ฟทาลีนอินดิเคเตอร์

ละลายฟีนอล์ฟทาลีน 5 กรัม ใน 500 มิลลิลิตร 95% เอธานอล และเติมน้ำกลั่น 500 มิลลิลิตร

7. สารละลายเมทธิลออเรนจ์อินดิเคเตอร์

ละลายเมทธิลออเรนจ์ 0.5 กรัม ในน้ำกลั่น และปรับปริมาตรเป็น 1 ลิตร

วิธีวิเคราะห์

1. Phenolphthalein alkalinity

1.1. ใช้น้ำกลั่นเป็นตัวเทียบสีในการไทเทรต ตัวอย่างน้ำด้วยวิธีอินดิเคเตอร์ (ทำ blank) โดยใช้ขวดวัดปริมาตรขนาด 50 มิลลิลิตรตวงน้ำกลั่น ใส่ในบีกเกอร์ขนาด 100 มิลลิลิตร เติมสารละลายเมทธิลออเรนจ์อินดิเคเตอร์ 2 หยด ไทเทรตกับสารละลายมาตรฐาน กรดซัลฟูริคความเข้มข้น 0.02 นอร์มัล จนเป็นสีส้ม จดปริมาตรสารละลายมาตรฐานกรดกำมะถันความเข้มข้น 0.02 นอร์มัลที่ใช้

1.2. ตวงตัวอย่างน้ำ 50 มิลลิลิตร โดยใช้ ขวดวัดปริมาตร ใส่ในบีกเกอร์ ขนาด 100 มิลลิลิตร เติมสารละลายฟีนอล์ฟทาลีนอินดิเคเตอร์ 2 หยด ถ้ามีสีชมพูไ ทเทรตกับสารละลายมาตรฐาน

กรดซัลฟูริคความเข้มข้น 0.02 นอร์มัลจนสีชมพูหายไป จดปริมาตรสารละลายมาตรฐาน กรดซัลฟูริคความเข้มข้น 0.02 นอร์มัล ที่ใช้ ถ้าไม่มีสีชมพูให้ข้ามไปทำข้อ 2

2. Total alkalinity

หยดสารละลายเมทธิลออเรนจ์อินดิเคเตอร์ 2 หยด ลงในสารละลายซึ่งได้ทำการหา Phenolphthalein alkalinity แล้ว หรือใช้ตัวอย่างน้ำ 50 มิลลิลิตร ไทเทรตด้วย สารละลายมาตรฐานกรดซัลฟูริคความเข้มข้น 0.02 นอร์มัล จนกระทั่งเปลี่ยนจากสีเหลืองเป็นสีส้ม จดปริมาตรของสารละลายมาตรฐานกรดซัลฟูริคความเข้มข้น 0.02 นอร์มัล ที่ใช้

การคำนวณ

$$\text{meq/L ของ } CO_3^{2-} = \frac{2y \times \text{ความเข้มข้นของสารละลายมาตรฐานกรดกำมะถัน} \times 1000}{\text{ปริมาตรตัวอย่างน้ำ}}$$

$$\text{meq/L ของ } HCO_3^{-} = \frac{[(z\text{-}bl)\text{-}2y] \times \text{ความเข้มข้นของสารละลายมาตรฐานกรดกำมะถัน} \times 1000}{\text{ปริมาตรตัวอย่างน้ำ}}$$

เมื่อ bl = ปริมาตรของสารละลายมาตรฐานกรดซัลฟูริคที่ใช้ไทเทรตกับน้ำกลั่น

y = ปริมาตรของสารละลายมาตรฐานกรดซัลฟูริคที่ใช้ไทเทรตจนถึง Phenolphthalein end point

z = ปริมาตรของสารละลายมาตรฐานกรดซัลฟูริคที่ใช้ไทเทรตจนถึง methyl orange end point

$$\text{Phenolphthalein alkalinity as mg/ L } CaCO_3 = (A \times N \times 50{,}000) / \text{ปริมาตรตัวอย่างน้ำ}$$

$$\text{Total alkalinity as mg/ L } CaCO_3 = (B \times N \times 50{,}000) / \text{ปริมาตรตัวอย่างน้ำ}$$

เมื่อ A = ปริมาตรของสารละลายมาตรฐานกรดซัลฟูริคที่ใช้ไทเทรตจนถึง Phenolphthalein End Point

B = ปริมาตรของสารละลายมาตรฐานกรดซัลฟูริคที่ใช้ไทเทรตกับตัวอย่างจนถึง Methyl Orange End Point

N = ความเข้มข้นของสารละลายมาตรฐานกรดซัลฟูริค

จากค่า P (Phenolphthalein alkalinity) และ T (Total alkalinity) อาจคำนวณหารูปต่าง ๆ ของความเป็นด่างในน้ำตัวอย่างได้จากตาราง 1

ตาราง 1 ความสัมพันธ์ระหว่าง Phenolphthalein Alkalinity และ Total Alkalinity กับรูปต่าง ๆ ของ Alkalinity ในน้ำ

Result of titration	OH^- alkalinity mg/ L as $CaCO_3$	CO_3^{2-} alkalinity mg/ L as $CaCO_3$	HCO_3^- alkalinity mg/ L as $CaCO_3$
P = 0	0	0	T
P < ½ T	0	2P	T – 2P
P = ½ T	0	2P	0
P > ½ T	2P – T	2 (T - P)	0
P = T	T	0	0

ความกระด้างของน้ำ (Water Hardness)

แสงดาว วงศ์ปัน
นักวิทยาศาสตร์ชำนาญการ

บทนำ

ความกระด้างในน้ำเกิดจากอิออนโลหะที่มีประจุบวกสอง (+2) ต่างๆ เช่น Ca^{2+} Mg^{2+} Fe^{2+} และ Sr^{2+} เป็นต้น แต่เนื่องจากแคลเซียมและแมกนีเซียมเป็นอิออนบวกส่วนใหญ่ในน้ำ ดังนั้น ความกระด้างของน้ำส่วนใหญ่เกิดจากอิออนแคลเซียม (Calcium Hardness)และแมกนีเซียม (Magnesium Hardness)

น้ำบาดาลมีความกระด้างสูงกว่าน้ำผิวดินเนื่องจากในน้ำบาดาลมีคาร์บอนไดออกไซด์เป็นตัวทำละลายแร่แคลเซียมและแมกนีเซียมที่อยู่ในดินและปล่อยอิออนแคลเซียม(Ca^{2+})และอิออนแมกนีเซียม(Mg^{2+}) ให้กับน้ำ ดังสมการต่อไปนี้

$$CO_2 + CaCO_3 + H_2O \longrightarrow Ca^{2+} + 2HCO_3^-$$

$$CO_2 + MgCO_3 + H_2O \longrightarrow Mg^{2+} + 2HCO_3^-$$

ความกระด้างของน้ำมิได้เป็นอันตรายต่อการบริโภค น้ำกระด้างสามารถใช้เป็นน้ำบริโภคได้ดีเท่าๆ กับน้ำอ่อน มาตรฐานน้ำดื่มจึงกำหนดความเข้มข้นที่ยอมให้มีได้สูงถึง 300 มิลลิกรัมต่อลิตร หินปูน ดังนั้นในการควบคุมระดับความกระด้างของน้ำจึงขึ้นอยู่กับวัตถุประสงค์ในการอุปโภคและการใช้งาน น้ำที่มีความกระด้างสูงกว่า 100 มิลลิกรัมต่อลิตร เริ่มไม่เหมาะสมที่จะใช้เนื่องจากทำให้สบู่ไม่เป็นฟอง และเกิดตะกรันในภาชนะ การตกตะกรันของเกลือแคลเซียมและแมกนีเซียมทำให้เกิดปัญหาในเรื่องตะกรันหินปูนในภาชนะใส่น้ำ ท่อน้ำเย็นและร้อน ท่อของเครื่องควบแน่น หม้อน้ำ และอื่นๆ ซึ่งสาเหตุเกิดจากเกลือแคลเซียมและแมกนีเซียมที่มีความสามารถละลายน้ำลดลงเมื่ออุณหภูมิสูงขึ้นความกระด้างของน้ำไม่มีผลต่อสิ่งมีชีวิตในน้ำ แต่มีผลต่อผลผลิตทางชีวภาพของแหล่งน้ำและ มีผลลดความเป็นพิษของโลหะหนักบางชนิดที่มีต่อสิ่งมีชีวิตในน้ำ เพราะโลหะหนักส่วนใหญ่จะละลายได้ดีในน้ำที่มีสภาพกรด น้ำที่ไม่กัดกร่อนโลหะเป็นน้ำที่ตกตะกรันได้เล็กน้อยและควรมีแคลเซียมและสภาพด่างในปริมาณใกล้เคียงกัน และไม่น้อยกว่า 40 มิลลิกรัมต่อลิตร หินปูน

การจัดความกระด้างของน้ำ

ความกระด้างทั้งหมดมิลลิกรัมต่อลิตร ของ $CaCO_3$	ประเภทของน้ำ
0 – 10	น้ำอ่อนมาก
10 – 75	น้ำอ่อน
75 – 100	น้ำค่อนข้างกระด้าง
100 – 200	น้ำกระด้างปานกลาง
200 – 300	น้ำกระด้าง
300 ขึ้นไป	น้ำกระด้างมาก

วิธีการหาค่าความกระด้างในน้ำ

การหาค่าความกระด้างในน้ำสามารถคำนวณจากผลรวมของอิออนบวก เนื่องจากความกระด้างทั้งหมดในน้ำเกิดจากอิออน +2 ต่างๆ ในน้ำ Ca^{2+} และ Mg^{2+} มีปริมาณมากกว่าอิออน +2 ชนิดอื่นเป็นส่วนใหญ่ จึงถือได้ว่าความกระด้างทั้งหมดเท่ากับ Ca^{2+} + Mg^{2+} ดังนั้นการหาค่าความกระด้างในน้ำจึงอาจทำได้โดยวิเคราะห์หา Ca^{2+} และ Mg^{2+} ก่อนจากนั้นคำนวณหาค่าความกระด้างทั้งหมดจากผลบวกของแคลเซียมและแมกนีเซียม ซึ่งการวิเคราะห์หาค่าความกระด้างในน้ำสามารถหาได้จากวิธีคำนวณหรือวิธีไทเทรชันด้วย อีดีทีเอ (EDTA Titration) แต่ในการทดลองนี้จะหาค่าความกระด้างในน้ำโดยใช้วิธีไทเทรชันด้วย อีดีทีเอ (EDTA Titration)

วิธีไทเทรชันด้วย อีดีทีเอ (EDTA Titration)

หลักการ

การไทเทรตตัวอย่างน้ำด้วย EDTA โดยมีอินดิเคเตอร์ที่เหมาะสมสามารถวิเคราะห์หาความกระด้างทั้งหมดได้โดยตรง

EDTA เป็นชื่อย่อของ Ethylenediaminetetraacetic Acid หรืออาจอยู่ในรูปสารประกอบเกลือโซเดียม EDTA เป็นสารปะกอบอินทรีย์ที่สามารถทำปฏิกิริยากับ Ca^{2+} Mg^{2+} และอิออน+2 ต่างๆ ได้ดี ผลปฏิกิริยาที่ได้เป็นสารประกอบเชิงซ้อนที่คงตัวมาก

$$EDTA + M^{2+} \longrightarrow [M.EDTA]_{\text{เชิงซ้อน}}$$

ถ้าทราบค่า EDTA ที่ใช้ไปพอดีในการทำปฏิกิริยากับอิออน +2 ต่างๆ ก็สามารถคำนวณหาค่าความกระด้างทั้งหมดได้ ดังนั้นจำเป็นต้องมีอินดิเคเตอร์ที่สามารถบอกถึงจุดยุติของการไทเทรต อินดิเคเตอร์

เหมาะสมที่สุดได้แก่ อีรีโอโครม แบลคที (Eriochrome BlackT หรือ EBT) เนื่องจาก EBT ทำปฏิกิริยากับอิออน + เพียงเล็กน้อย จะได้สารเชิงซ้อนที่มีสีไวน์แดงหรือสีม่วงแดง จากเดิมที่มีสีน้ำเงิน

M^{2+} + EBT ⟶ [M.EBT] complex + $2H^{+}$

สีน้ำเงิน สีไวน์แดงหรือสีม่วงแดง

ก่อนทำไทเทรชันด้วยEDTA เติม EBT ให้กับตัวอย่างน้ำที่มีความกระด้างและจะได้น้ำสีไวน์แดง แสดงว่ามีสารเชิงซ้อน [M.EBT] เกิดขึ้นแล้ว การไทเทรตด้วยEDTA จะเกิดปฏิกิริยาจนในที่สุดไม่มีอิออน +2 อิสระเหลืออีก การเติมEDTA ต่อไปอีก จะทำให้สีแดงกลายเป็นสีน้ำเงินซึ่งเป็นสีดั้งเดิมของอินดิเคเตอร์EBT ตำแหน่งนี้จะเป็นจุดยุติของงานวิเคราะห์ เนื่องจากEDTA ไปแย่งอิออน +2 ที่อยู่ในสมการเชิงซ้อน[M.EBT] เพื่อมารวมกับตัวเอง ทำให้ได้[M.EDTA] ซึ่งเป็นสารเชิงซ้อนที่คงตัวมากกว่า การเปลี่ยนแปลงสีจากสีไวน์แดงเป็นสีน้ำเงิน สามารถเห็นได้ชัดเจนมาก

ในกรณีที่ต้องการวิเคราะห์เฉพาะแคลเซียม จะต้องกำจัดแมกนีเซียมออกจากตัวอย่างน้ำก่อน โดยการทำบัฟเฟอร์น้ำจนมีพีเอชเท่ากับ 12 ด้วยโซเดียมไฮดรอกไซด์ (NaOH) ทำให้อิออนแมกนีเซียมส่วนใหญ่ตกตะกอนอยู่ในรูปของแมกนีเซียมไฮดรอกไซด์ ($Mg(OH)_2$) ซึ่งไม่ทำปฏิกิริยากับอีดีทีเอ ดังนั้นเมื่อเติมเมอเรกไซด์อินดิเคเอตร์ (Murexide) ซึ่งมีสีม่วงน้ำเงิน อิออนแคลเซียมที่พีเอช 12 จะเกิดสารเชิงซ้อนแคลเซียม-เมอเรกไซด์สีชมพู ([Ca- Murexide]) เมื่อไทเทรตด้วยอีดีทีเอ แคลเซียมอิสระจะรวมตัวเป็นสารเชิงซ้อนแคลเซียม-อีดีทีเอ (Ca-EDTA) ซึ่งไม่มีสีและอยู่ตัวกว่าจนไม่มีแคลเซียมเหลืออีดีทีเอก็จะไปดึงแคลเซียมมาจากสารเชิงซ้อนแคลเซียม-เมอเรกไซด์ซึ่งไม่เสถียรและปล่อยเมอเรกไซด์เป็นอิสระ สีของสารละลายจะเปลี่ยนเป็นสีม่วงน้ำเงินของเมอเรกไซด์แสดงว่า ถึงจุดยุติดังสมการดังนี้

Ca^{2+} + Murexide ⟶ [Ca - murexide] + $2H^{+}$

สีม่วงน้ำเงิน สีชมพู

Ca^{2+} + [Ca - murexide] + EDTA ⟶ [Ca - EDTA] + murexide

สีชมพู ไม่มีสี สีม่วงน้ำเงิน

<u>หมายเหตุ</u> ในการทดลองนี้ใช้ คลอเรต (Calred) เป็นเมอเรกไซด์อินดิเคเอตร์ (Murexide)

เครื่องมือและอุปกรณ์

1. บิวเรต (Buret) ขนาด 10 มิลลิลิตร
2. ขวดรูปชมพู่หรือรูปกรวย(Erlenmeyer flask) ขนาด 150 มิลลิลิตร
3. ปิเปต (pipet) ขนาด 5 และ 10 มิลลิลิตร
4. ขวดวัดปริมาตร (Volumetric flask) ขนาด 25 มิลลิลิตร
5. เครื่องแก้วต่างๆ เช่น แท่งแก้ว, หลอดหยด (dropper) และอื่นๆ
6. ขวดน้ำกลั่น (Distillation water bottle)

สารเคมี

1. สารละลายบัฟเฟอร์ ของแอมโมเนียมคลอไรด์-แอมโมเนียมไฮดรอกไซด์ (NH_4Cl-NH_4OH buffer solution : Ammonium chloride-ammonium hydroxide buffer solution)

ชั่งแอมโมเนียมคลอไรด์(NH_4Cl) 67.5กรัมละลายในแอมโมเนียมไฮดรอกไซด์เข้มข้น(NH_4OH conc.) 570 มิลลิลิตร แล้วเจือจางโดยใช้น้ำกลั่นให้ได้ปริมาตร 1 ลิตร(lit.)

2. สารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ความเข้มข้น 4 นอร์มัล (4 N NaOH : Sodium hydroxide solution) ชั่งโซเดียมไฮดรอกไซด์160 กรัม ละลายในน้ำกลั่นเจือจางให้ได้ปริมาตร 1 ลิตร(lit.)

3. สารละลายมาตรฐานแคลเซียมคลอไรด์ ความเข้มข้น 0.01 นอร์มัล (0.01 N $CaCl_2$: Standard Calcium chloride)

ชั่งแคลเซียมคาร์บอเนต(pure $CaCO_3$) 1 กรัม ในจานระเหย นำไปให้แห้งในตู้อบความร้อน(Oven) ที่อุณหภูมิ 105 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง ทิ้งให้เย็นในโถอบหรือโถดูดความชื้น (Desiccator) ชั่งน้ำหนักให้ได้ 0.500 กรัม นำมาละลายในกรดไฮโดรคลอริกความเข้มข้น 3 นอร์มัล (3 N HCl : (1:3, HCl : H_2O))ปริมาตร 10 มิลลิลิตร (ml.) แล้วเจือจางโดยใช้น้ำกลั่นให้ได้ปริมาตร 1 ลิตร

4. สารละลายมาตรฐานอีดีทีเอ 0.01 โมลาร์(0.01M EDTA : Ethylenediamine tetra acetate : Versenate)

ชั่งเกลือโซเดียมของอีดีทีเอ($Na_2EDTA.2H_2O$: Disodium ethylene diamine trtraacetate dehydrate) 2 กรัม และแมกนีเซียมคลอไรด์เฮกซะไฮเดรท ($MgCl_2.6H_2O$: Magnesium chloride hexahydrate) 0.05 กรัม นำมาละลายในน้ำกลั่นแล้วเจือจางให้ได้ปริมาตร 1 ลิตร แล้วนำมาเทียบความเข้มข้นที่แน่นอน (Standardize) กับสารละลายมาตรฐานแคลเซียมคลอไรด์ และใช้สารละลายอีริโอโครมแบลกทีT(Erichrome black T) เป็นอินดิเคเตอร์ (indicator)

<u>การหาความเข้มข้นที่แน่นอนของอีดีทีเอ 0.01 โมลาร์</u>

ปิเปตสารละลายแคลเซียมคลอไรด์25.0 มิลลิลิตร เติมน้ำกลั่นให้เป็น 50 มิลลิลิตร แล้วทำเหมือนวิธีวิเคราะห์ตัวอย่างน้ำ ถ้าสารละลายอีดีทีเอ 1.00 มิลลิลิตร = 1.00 มิลลิกรัม แคลเซียมคาร์บอเนตจะใช้

อีดีทีเอ 25.0 มิลลิลิตร พอดี ควรเก็บสารละลายมาตรฐานอีดีทีเอที่เตรียมในขวดโพลีเอทธิลีนหรือขวดแก้วบอโรซีลิเคต

5. อินดิเคเตอร์ (Indicator)

5.1 Eriochrome Black T(Sodium salt of 1-(1-Hydroxy-2-Naphthylazo-5-Nitro-2-Naphthol-4-Sulfonic acid)

ชั่งอิริโอโครมแบลค ที(Eriochrome black T) 0.5 กรัม และไฮดรอกซีลามีนไฮโดรคลอไรด์ (Hydroxylamine hydrochloride) 4.5 กรัม นำมาละลายใน 95 % เอธิลอัลกอฮอล์ (EtOH : Ethyl alcohol : ethanol 95%) ปริมาตร 100 มิลลิลิตร เก็บในขวดที่มีหลอดหยด เก็บได้นาน 6 เดือน

5.2 คลอเรต(Cal red : 2 Hydroxy-1-(2 Hydroxy-4-sulpho-1-Napthylazo-3 Naphthoic acid : $C_{21}H_{14}N_2O_7S$)

ชั่งคลอเรต (Cal red) 0.3 กรัม และโซเดียมคลอไรด์ (NaCl : Sodium chloride) 100 กรัม ผสมให้เข้ากันเก็บไว้ในภาชนะที่ทำด้วยแก้วที่มีฝาปิด

การวิเคราะห์

1. การหาปริมาณแคลเซียม (Ca : Calcium) และแมกนีเซียม (Mg : Magnecium)

1.1 ปิเปต (pipet) ตัวอย่างน้ำ ให้มีปริมาตรที่แน่นอนใส่ในขวดรูปกรวยขนาด 150 มิลลิลิตร โดยประมาณจากค่าความนำไฟฟ้า(EC : Electric conductivity) ต่ำกว่า 100 ไมโครซีเมนต์ต่อเซนติเมตร(µS/cm) ใช้ตัวอย่างน้ำ 25 มิลลิลิตร ถ้าค่าความนำไฟฟ้า อยู่ในช่วง 100-1,000 มิลลิลิตร ใช้ตัวอย่างน้ำ 10 มิลลิลิตร เป็นต้น

1.2 นำตัวอย่างน้ำมาปรับให้มีความเป็นด่าง (pH 10) โดยการเติมสารละลายบัฟเฟอร์ของแอมโมเนียมคลอไรด์-แอมโมเนียมไฮดรอกไซด์ 10 หยด แล้วเติม Eriochrome black T 3-4 หยด จะได้สารละลายสีม่วง แล้วนำมาไทเทรต (titrate) กับสารละลายมาตรฐานอีดีทีเอ

แคลเซียมและแมกนีเซียมจะทำปฏิกิริยากับ อีดีทีเอ เกิดเป็นสารละลายคีเลตคอมเล็กซ์ (Chelated Complex) จนถึงจุดยุติ (end point) สารละลายจะเปลี่ยนจากสีม่วงเป็นสีน้ำเงิน จดปริมาตรอีดีทีเอที่ใช้ เป็น y มิลลิลิตร(y ml.)

<u>สิ่งรบกวนการวิเคราะห์</u>

อิออนของโลหะบางตัวขวางการหาความกระด้างทำให้สีของจุดยุติจางไปหรือเห็นไม่ชัดเจน อาจทำการแก้ไขโดยการเติมอินฮิบิเตอร์(Inhibitors) ก่อนไทเทรตด้วยอีดีทีเอ อินฮิบิเตอร์ ที่ใช้อาจเป็นเกลือของแมกนีเซียม(Mg CDTA : Magnesium Salt of 1,2-Cyclohexanediaminetetraacetic Acid) โดยเติม Mg CDTA 250 มิลลิกรัม ต่อตัวอย่างน้ำ 100 มิลลิลิตร ให้ละลายหมด ก่อนจึงค่อยเติมสารละลายบัฟเฟอร์ การใช้ Complexing Agent ชนิดนี้เพื่อต้องการหลีกเลี่ยงการใช้สารพิษหรือสารที่มีกลิ่น หรืออาจเจือจางความเข้มข้นของตัวอย่างน้ำก่อนจะนำมาวิเคราะห์

ถ้าตัวอย่างน้ำมีสารแขวนลอยหรือสารอินทรีย์ที่จะรบกวนสีของจุดยุติสามารถกำจัดด้วยการกรองก่อนนำมาวิเคราะห์

ข้อเสนอแนะและข้อควรระวัง

1. เวลาที่ใช้ในการไทเทรตไม่ควรเกิน 5 นาที เพื่อป้องกันการตกตะกอนของ $CaCO_3$ และ $Mg(OH)_2$ ซึ่งจะทำให้จุดยุติคลาดเคลื่อนได้

2. เมื่อเติมโซเดียมไฮดรอกไซด์และเมอเรกไซด์อินดิเคเตอร์แล้ว ต้องไทเทรตทันทีเพราะที่พีเอช 12 อาจทำให้แคลเซียมอิออนตกตะกอน ถ้าทิ้งไว้นานเกินไป

3. ถ้าทราบค่าความกระด้างโดยประมาณ ให้เติมสารละลายมาตรฐานอีดีทีเอลงไปประมาณ 90% ของปริมาณที่คาดว่าจะใช้ลงในตัวอย่างน้ำก่อนเติมสารละลายบัฟเฟอร์เพื่อป้องกันการตกตะกอนของ $CaCO_3$

4. ถ้าตัวอย่างน้ำเป็นกรดควรปรับพีเอชให้เป็นกลางก่อนเติมสารละลายบัฟเฟอร์

การคำนวณ

$$\text{meq/l Ca + Mg} = \text{y ml.} \times \text{A} \times \frac{1000}{\text{ml. sample}}$$

meq/l Ca + Mg คือ มิลลิกรัมสมมูลย์ของแคลเซียมและแมกนีเซียมต่อน้ำตัวอย่าง 1 ลิตร

y ml. คือ ปริมาตรของอีดีทีเอที่ใช้

A คือ ความเข้มข้นของอีดีทีเอ (โมลาร์)

ml. sample คือ ปริมาตรของตัวอย่างน้ำที่ใช้ (มิลลิลิตร)

2. การหาปริมาณของแคลเซียม

2.1 ปิเปตตัวอย่างน้ำให้มีปริมาตรเท่ากับการวิเคราะห์หาปริมาณแคลเซียมและแมกนีเซียม

2.2 นำตัวอย่างน้ำมาปรับให้มีความเป็นด่าง pH (12-13) โดยการเติมสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ (NaOH) ปริมาณ 5 หยด ซึ่งแมกนีเซียมจะตกตะกอนเป็น แมกนีเซียมออกไซด์ ($MgOH_2$)

2.3 เติมคลอเรตปริมาณ 50 มิลลิกรัม จะได้สารละลายที่มีสีม่วง

2.4 นำมาไทเทรตกับสารละลายมาตรฐานอีดีทีเอโดยอีดีทีเอจะรวมตัวกับแคลเซียมเท่านั้น จนถึงจุดยุติ สีของสารละลายจะเปลี่ยนเป็นสีน้ำเงิน จดปริมาตรอีดีทีเอ ที่ใช้ เป็น Z มิลลิลิตร(z ml.)

การคำนวณ

$$\text{meq/l Ca} = z \text{ ml.} \times A \times \frac{1000}{\text{ml. sample}}$$

meq/l Ca คือ มิลลิกรัมสมมูลย์ของแคลเซียมต่อน้ำตัวอย่าง 1 ลิตร

z ml. คือ ปริมาตรของอีดีทีเอที่ใช้

A คือ ความเข้มข้นของอีดีทีเอ (โมลาร์)

ml. sample คือ ปริมาตรของตัวอย่างน้ำที่ใช้ (มิลลิลิตร)

3. การหาปริมาณของแมกนีเซียม

การคำนวณ

$$\text{meq/l Mg} = (\text{meq/l. Ca+Mg}) - (\text{meq/l. Ca})$$

meq/l Mg คือ มิลลิกรัมสมมูลย์ของแมกนีเซียมต่อน้ำตัวอย่าง 1 ลิตร

meq/l Ca + Mg คือ มิลลิกรัมสมมูลย์ของแคลเซียมและแมกนีเซียมต่อน้ำตัวอย่าง 1 ลิตร

meq/l Ca คือ มิลลิกรัมสมมูลย์ของแคลเซียมต่อน้ำตัวอย่าง 1 ลิตร

4. การหาปริมาณความกระด้างทั้งหมด (Total hardness : TH)

$$\text{TH as } CaCO_3 \text{ (mg/l.)} = \text{meq/l. Ca+Mg} \times 50.04$$

TH as $CaCO_3$ (mg/l.) คือ มิลลิกรัมของค่าความกระด้างทั้งหมดต่อน้ำตัวอย่าง 1 ลิตร ในรูป $CaCO_3$

คลอไรด์ (Cl)

จงกลณี วรรณเพ็ญสกุล
นักวิทยาศาสตร์ชำนาญการ

บทนำ

คลอไรด์เมื่ออยู่ในน้ำจะอยู่ในรูปคลอไรด์ไอออน พบได้ทั่วไปในน้ำธรรมชาติและน้ำเสีย ถ้าในน้ำมีปริมาณคลอไรด์มากกว่า 250 มิลลิกรัมต่อลิตร จะทำให้น้ำมีรสเค็มเนื่องจากการรวมตัวกับโซเดียม เกิดเป็นโซเดียมคลอไรด์หรือเกลือแกง นอกจากนี้คลอไรด์ยังสามารถรวมตัวกับแคลเซียมและแมกนีเซียมในน้ำได้ วิธีการวิเคราะห์หาคลอไรด์มีหลายวิธี ดังนี้

1. Argentometric Method เหมาะกับตัวอย่างน้ำที่เป็นด่างเล็กน้อยหรือน้ำที่ค่อนข้างสะอาด ใช้วัดคลอไรด์ที่ความเข้มข้น 0.15 ถึง 10 มิลลิกรัม ไตเตรตโดยใช้ซิลเวอร์ไนเตรต มีโปแตสเซียมโครเมตเป็นอินดิเคเตอร์
2. Mercuric Nitrate Methods ไตเตรตโดยใช้เมอคิวริกไนเตรต มีคาร์บาซีนเป็นอินดิเคเตอร์ จุดยุติได้สีม่วง วิธีนี้ง่ายต่อการทดสอบ
3. Potentiometric Method (Reference Method) เหมาะกับตัวอย่างน้ำที่มีความขุ่นมากและน้ำเสียจากโรงงาน
4. Automated Ferricyanide Method ตัวอย่างน้ำก่อนนำมาทดสอบต้องมีการกำจัดสารปนเปื้อนออกก่อน เหมาะสำหรับทดสอบกับน้ำดื่ม น้ำผิวดิน น้ำจากแห่งชุมชนและน้ำเสียจากโรงงาน
5. Mercuric Thiocyanate Flow injection Analysis เหมาะสำหรับตัวอย่างน้ำที่มีปริมาณมาก หลักการน้ำตัวอย่างจะเข้าสู่ carrier stream ซึ่งจะมีการเติมเมอคิวริกไทโอไซยาเนต และเฟอริกไนเตรต เกิดเป็นสารเชิงซ้อนของคลอไรด์กับปรอท เทียบแสงที่ความยาวคลื่น 480 นาโนเมตร

หลักการ

การวิเคราะห์หาปริมาณคลอไรด์ในน้ำโดย Argentometric Method (Mohr Method)

1. **Mohr Method** วิธีนี้ใช้ $AgNO_3$ เป็นตัว titrant และใช้ K_2CrO_4 เป็นอินดิเคเตอร์

สารละลาย $AgNO_3$ ที่ใช้จะต้อง standardize ด้วยสารละลายมาตรฐาน NaCl ซึ่งเตรียมจากเกลือแกงที่บริสุทธิ์ ในการ Titrate คลอไรด์อิออนจะตกลงมาเป็นตะกอนสีขาวของ AgCl ดังสมการ

$$Ag^{+} + Cl \rightleftharpoons AgCl \qquad (Ksp = 3 \times 10^{-10})$$

End point ของมันไม่สามารถวัดด้วยตา ดังนั้นจึงต้องใช้อินดิเคเตอร์เป็นตัวช่วยบอก ในที่นี้ใช้ K_2CrO_4 ซึ่งจะให้ CrO_4^{-}

ในการนี้โครเมตอิออนจะทำหน้าที่เป็นอินดิเคเตอร์ โดยให้สีแดงของ Ag_2CrO_4 ซึ่งเป็นตะกอนและ solubitity ของ Ag_2CrO_4 จะต้องมากกว่า AgCl เพื่อว่า Cl^- ทั้งหมดจะได้ตกตะกอนก่อนที่ปริมาณที่มองเห็นได้ของ Ag_2CrO_4 จะเกิดขึ้น นั่นหมายความว่า effective solubitity product (Ksp) ของ Ag_2CrO_4 จะต้องมากกว่าของ AgCl เล็กน้อย เนื่องจากอินดิเคเตอร์ชนิดนี้ต้องการปริมาณน้ำยาเคมีที่ใช้ในการ Titrate จำนวนมากเกินพอ เพื่อที่จะทำให้เกิดตะกอนที่มีสีซึ่งสามารถจะมองเห็นได้ เราจึงต้องหาค่าที่เกินพอนี้ ซึ่งเรียกว่า Indicator error หรือ blank ซึ่งต้องทำกับการ Titrate แทบทุกอย่าง และเอาไปลบออกจากค่าที่ได้จากการ Titrate ตัวอย่าง เพื่อทราบปริมาณของ $AgNO_3$ ที่ทำปฏิกริยากับคลอไร ด์จริงๆ

ในขณะที่ถึง end point นั้นคลอไรด์ในน้ำจะหมดไป เมื่อหยด $AgNO_3$ ลงมาอีก Ag^+ จะทำปฏิกริยากับ CrO_4^- ทำให้เกิดตะกอนแดงของ Ag_2CrO_4 ดังสมการ

$$2.\ Ag^+ + CrO_4^- \rightleftharpoons Ag_2CrO_4$$

ซึ่งจะเป็นเครื่องแสดงให้เห็นว่าในขณะนั้นคลอไรด์ในน้ำ ได้กลายเป็นตะกอน AgCl หมดแล้ว ดังนั้น Ag^+ ที่เกินก็จะทำปฏิกิริยากับ CrO_4^- ดังกล่าว

ในการหาปริมาณคลอไรด์นี้ เพื่อให้ได้ผลที่แน่นอน ต้องคำนึงถึงสิ่งต่อไปนี้

1. pH ของน้ำที่จะ Titrate ควรจะอยู่ระหว่าง 7-10.5 ถ้าน้ำเป็นกรดจะทำให้ Chromate Ion ทำปฏิกิริยากับ Hydrogen Ion

$$CrO_4^{-2} + H^+ \rightleftharpoons HCrO_4^{-1}$$

ซึ่งจะทำให้ผลการวิเคราะห์ผิด แต่ถ้าน้ำเป็นด่างมากจะทำให้ Silver hydroxide ตกตะกอนก่อน Silver Chromate ซึ่งจะหา End Point ยาก จึงไม่ควร adjust pH โดยใช้ NaOH ถ้าน้ำเป็นกรดควร Adjust pH โดยใช้ Calcium Carbonate ($CaCO_3$) ซึ่งจะไม่ทำให้ตัวอย่างน้ำเป็นด่างมากเกินไป

2. ปริมาณของอินดิเคเตอร์ที่ใช้ควรแน่นอนเท่ากันทุกครั้ง เพื่อที่จะให้ความเข้มข้นที่แน่นอนของ CrO_4^- มิฉะนั้น Ag_2CrO_4 อาจเกิดเร็วหรือช้าไป สำหรับค่า blank ควรอยู่ระหว่าง 0.2 - 0.4 มิลลิลิตรของ Titrant

วิธีการ Argentometric Method (Mohr Method)

เครื่องมือและอุปกรณ์

1. บิวเรต
2. ปิเปต
3. ปีกเกอร์ (Beaker) ขนาด 100 มิลลิลิตร

สารเคมี

1. สารละลายโพแทสเซียมโครเมตอินดิเคเตอร์
   ละลาย K_2CrO_4 50 กรัม ในน้ำกลั่นเล็กน้อย $AgNO_3$ จนกระทั่งได้ตะกอนสีแดงเกิดขึ้น ตั้งทิ้งไว้ 12 ชั่วโมง กรอง และเติมน้ำกลั่นจนได้ปริมาตร 1 ลิตร (เติม $AgNO_3$ เพื่อกำจัดคลอไรด์ในน้ำยาเคมี)
2. สารละลายมาตรฐานเงินไนเตรท 0.005 นอร์มัล
   ละลาย $AgNO_3$ 0.8494 กรัม ในน้ำกลั่น และเติมน้ำกลั่นจนได้ปริมาตร 1 ลิตร ให้ standardize ด้วย 0.005 นอร์มัล โซเดียมคลอไรด์ก่อนใช้ทุกครั้ง
3. สารละลายมาตรฐานโซเดียมคลอไรด์ 0.005 นอร์มัล
   ละลาย NaCl 0.2922 มิลลิกรัม ในน้ำกลั่น และเติมน้ำกลั่นจนได้ปริมาตร 1 ลิตร (ก่อนใช้ทุกครั้งอบ NaCl ให้แห้งที่ 140 °C)

วิธีวิเคราะห์

1. ปิเปตตัวอย่างน้ำให้มีปริมาตรที่แน่นอน (ประมาณจากค่า EC x 10^6 ที่ 25 °C) เติมสารละลายโพแทสเซียมโครเมตอินดิเคเตอร์ (K_2CrO_4) 5 หยด จะได้สารละลายสีเหลืองไทเทรตกับสารละลายมาตรฐานเงินไนเตรท ($AgNO_3$) 0.005 นอร์มัล จนกระทั่งสารละลายเปลี่ยนเป็นสีส้ม จดปริมาตรที่ใช้
2. ทำ blank โดยใช้น้ำกลั่นปริมาตรเท่ากับตัวอย่างน้ำ เติมสารละลายโพแทสเซียมโครเมตอินดิเคเตอร์ (K_2CrO_4) 5 หยด จะได้สารละลายสีเหลืองไทเทรตกับสารละลายมาตรฐานเงินไนเตรท ($AgNO_3$) 0.005 นอร์มัล จนกระทั่งสารละลายเปลี่ยนเป็นสีส้ม จดปริมาตรที่ใช้

การคำนวณ

$$Cl^- \text{ (meq /l)} = \frac{(\text{ml } AgNO_3 - \text{Blank}) \times \text{ความเข้มข้น } AgNO_3 \times 1000}{\text{ml sample}}$$

ซัลเฟต (Sulfate)

จงกลณี วรรณเพ็ญสกุล
นักวิทยาศาสตร์ชำนาญการ

บทนำ

ซัลเฟตพบอยู่ทั่วไปในน้ำธรรมชาติ เช่น น้ำบาดาล, น้ำบ่อตื้น ฯลฯ มีปริมาณตั้งแต่ 2-3 มิลลิกรัมต่อลิตร จนกระทั่งปืน 1,000 มิลลิกรัมต่อลิตร นอกจากนี้ยังพบมาจากของเสียจากเหมืองแร่ ทำให้มีซัลเฟตจำนวนมาก เนื่องจากการออกซิเดชั่นของแร่ไพไรต์ การวิเคราะห์หาปริมาณซัลเฟต มีด้วยกันหลายวิธี เช่น

1. Gravimetric Methods วัดซัลเฟต ช่วงมากกว่า 10 มก./ล.
2. Turbidimetric Methods วัดซัลเฟต ช่วง 1 ถึง 40 มก./ล.
3. Automated methylthymol blue Method วัดซัลเฟตจำนวนมาก

หลักการ

หลักการโดยทั่วไปคือ จะตกตะกอนซัลเฟตให้อยู่ในรูปแบเรียมซัลเฟต(Barium sulphate)แล้วนำเอาปริมาณของแบเรียมซัลเฟตมาคำนวณเป็นเปอร์เซ็นต์ซัลเฟต ซึ่งอาจจะใช้วิธีไทเทรตด้วย EDTA หรือวัดความขุ่นโดยใช้เครื่อง EEL Nephelomete r (Nephelometric Method) นิยมใช้วิธี Turbidimetric เนื่องจากเป็นวิธีที่ไว และใช้กันมากโดยเฉพาะกับตัวอย่างที่มีซัลเฟตน้อย

ส่วนวิธี Gravimetric Method ให้ผลแน่นอนที่สุด ใช้กับตัวอย่างที่มีค่าซัสเฟตมากกว่า 10 มิลลิกรัมต่อลิตร โดยวิธีนี้ Ba^{++} จะถูกทำให้ตกตะกอบเป็น $BaSO_4$ ดังสมการ

$$Ba^{++} + SO_4 \longrightarrow BaSO_4$$

การตกตะกอนนี้จะเกิดขึ้นสมบูรณ์ถ้าเติม $BaCl_2$ ให้เกินพอลงในตัวอย่างน้ำที่ทำให้เป็นกรดด้วยกรดเกลือและรักษาอุณหภูมิให้สูงใกล้จุดเดือดประมาณ 2-3 ชั่วโมง เพื่อเปลี่ยนสภาพของคอลลอยด์ให้ไปเป็นตะกอน เนื่องจากตะกอนของ $BaSO_4$ ละเอียดมาก จึงต้องใช้กระดาษกรองที่ละเอียดจริงๆ และล้างตะกอนให้หมด $BaCl_2$ ก่อนที่จะทำให้แห้งและชั่ง การทำให้แห้งอาจใช้เผาที่ 800 °ซ. หรือใช้อบให้แห้งที่ 103 °ซ. ก็ได้แล้วแต่จะเลือกวิธีนั้น ๆ ในการทำ

พวกสารห้อยแขวน ซิลิค่า ซัลไฟต์ ไนเตรต และตัวที่ทำให้แบเรียมคลอไรด์และตะกอน (Barium chloride precipitant) ในน้ำเป็นตัวขัดขวางที่ทำให้ผลที่ได้สูงเกินค่าความจริง ส่วนพวกโลหะอัลคาไล อาจจะเกิดเป็นอัลคาไลซัลเฟตในตะกอน $BaSO_4$ ทำให้ผลที่ได้น้อยกว่า ความเป็นจริง จะเห็นว่าเราต้องตกตะกอนใน acid medium เพื่อป้องกันการตกตะกอนของ $BaCO_3$ และ $Ba_3(PO_4)_2$ แต่ข้อเสียก็คือ $BaSO_4$ สามารถละลายได้บ้างอันอาจทำให้ผลที่ได้ผิดไป

วิธีการ 1. Gravimetric Method

เครื่องมือและอุปกรณ์

4. บิวเรต
5. ปิเปต
6. ตู้อบ (Drying oven)
7. เตาเผา (Muffle furnace)
8. เดสิเคเตอร์ (Desiccator)
9. ตาชั่งอย่างละเอียด (Analylical Balance)
10. กระดาษกรองและถ้วยกรองกูช (acid-washed ashless filter paper, gooch crucible)
11. เครื่องมือสำหรับกรองที่เหมาะสม

สารเคมี

1. กรดเกลือเข้มข้น (Conc. HCl)
2. สารละลายแบเรียมคลอไรด์ ($BaCl_2$) 10% ละลาย $BaCl_2$ 100 กรัม ในน้ำกลั่นแล้วทำให้มีปริมาตรเป็น 1 ลิตร
3. สารละลายเมทธีลเรดอินดิเคเตอร์ ละลาย methyl red sodium salt 10 มิลลิกรัมในน้ำกลั่นจนได้ปริมาตร 100 มิลลิลิตร
4. สารละลายเงินไนเตรต -กรดไนตริก ละลายเงินไนเตรต 8.5 กรัมและ conc.HNO_3 0.5 มิลลิลิตรในน้ำกลั่น 500 มิลลิลิตร

วิธีวิเคราะห์

1. กำจัดอิออนบวกซึ่งเป็นตัวขัดขวาง ในกรณีที่มีอิออนบวกในน้ำมากกว่าหรือเท่ากับ 250 มิลลิกรัมต่อลิตร หรือมีโลหะหนักมากกว่าหรือเท่ากับ 10 มิลลิกรัมต่อลิตร ให้ผ่านน้ำนั้นลงไปใน cation-removing ion exchange column ก่อน

2. กำจัดซิลิกา ถ้ามีซิลิกามากกว่า 25 มิลลิกรัมต่อลิตร ให้ระเหยตัวอย่างในชามแพลทตินัมบนอ่างไอน้ำจนเกือบแห้ง ใส่กรดเกลือ 1 มิลลิลิตรแล้วระเหยจนแห้งนำไปอบในตู้ที่ 180 °C เติมน้ำกลั่น 2 มิลลิลิตร กรดเกลือ 1 มิลลิลิตร ระเหยจนแห้งบนอ่างไอน้ำ เติมกรดเกลือ 2 มิลลิลิตร กรอง ล้างซิลิกาที่ไม่ละลายน้ำ (insoluble silica) ด้วยน้ำร้อยเล็กน้อย รวมฟิลเตรตกับน้ำล้างเข้าด้วยกัน

3. ตกตะกอน $BaSO_4$ ให้ปรับตัวอย่างที่ใส หรือตัวอย่างที่ผ่านการกำจัดตัวขัดขวางแล้วจนมีซัลเฟตประมาณ 50 มิลลิกรัมในปริมาตร 250 มิลลิลิตร ทำให้เป็นกรดด้วยกรดเกลือจนมีพีเอช 4.5-5.0

โดยใช้ pH meter หรือใช้เมทธีลเรดจนได้สีส้ม เติม 1-2 มิลลิลิตรของกรดเกลือต้มจนเดือด คนเรื่อยๆ เติมสารละลายแบเรียมคลอไรด์ที่อุ่นช้าๆ จนตะกอนเกิดสมบูรณ์ เติมเกินพออีก 2 มิลลิลิตร ถ้าตะกอนเกิดน้อยให้เติม $BaCl_2$ อีกจนครบ 5 มิลลิลิตร digest ตะกอนที่ 80-90 °C อย่างน้อย 2 ชั่วโมง

4. เตรียมถ้วยกรองกูช โดยเผาที่ 800 °C 1 ชั่วโมง และทำให้เย็นใน dessicator แล้วชั่ง

5. กรองตะกอน $BaSO_4$ ที่เกิด ล้างตะกอนด้วยน้ำอุ่นจำนวนเล็กน้อยจนกระทั่งน้ำล้างไม่มีคลอไรด์ (โดยการทดสอบด้วย Silver nitrate-niric acid reagent) อบให้แห้ง และเผาที่ 800 °C 1 ชั่งโมง ปล่อยให้เย็นใน dessicator แล้วชั่ง

การคำนวณ

$$\text{Meq/l ของซัลเฟต} = \frac{\text{gm. } BaSO_4 \times 8568.2}{\text{ml. Sample}}$$

วิธีการ 2. Turbidimetric Method

หลักการ

วิธีนี้ $BaSO_4$ จะตกตะกอนและอยู่ในรูป คอลลอยด์ซึ่งทำได้โดยการเติม $BaCl_2$ ในacid medium (HCI) ซึ่งมี glycerol อยู่ วัด absorbance ของ $BaSO_4$ suspension โดยใช้ Naphelometer หรือ transmission photometer วิธีนี้ต้องทำ calibration curve เพื่ออ่านค่าซัลเฟตของตัวอย่าง เป็นวิธีที่ไวและใช้กันมาก โดยเฉพาะกับตัวอย่างที่มีซัลเฟตน้อย สำหรับปริมาณซัลเฟตที่มากกว่า 10 มิลลิกรัมต่อลิตร อาจใช้วิธีนี้ได้โดยใช้ตัวอย่างให้น้อยลงแล้วเติมน้ำกลั่นจนได้ปริมาตร 50 มิลลิลิตร ในการทำทุกครั้งควรทำ standand ควบคู่ไปด้วย ข้อเสียของวิธีนี้ คือ สีและสารห้วยแขวนที่มีอยู่ในตัวอย่างน้ำเป็นจำนวนมากจะขัดขวางการหา แต่อาจกำจัดได้โดยการกรอง โดยวิธีนี้สามารถหาซัลเฟตได้น้อยถึง 1 มิลลิกรัมต่อลิตร

เครื่องมือและอุปกรณ์

1. Magnetic Stirrer และ Magnetic bar
2. Photometer อาจใช้

Naphelometer

Spectrophotometer ที่ 420 มิลลิไมครอน และ Light Path 4-5 เซนติเมตร

Filter photometer พร้อม violet filter เพื่อให้ค่า maximum tranmittance ที่ใกล้ 420 มิลลิไมครอนและ Light path 4-5 เซนติเมตร

3. Stop-watch
4. ช้อนตวงที่มีความจุ 0.2-0.3 มิลลิลิตร

สารเคมี

1. Conditioning reagent ให้ผสมกลีเซอรอล 50 มิลลิลิตร กับ สารละลายที่ประกอบด้วย กรดเกลือเข้มข้น 30 มิลลิลิตร น้ำกลั่น 300 มิลลิลิตร 95 % เอทธิลอัลกอฮอล์ 100 มิลลิลิตร และโซเดียมคลอไรด์ 75 กรัม
2. $Bacl_2$ crystal 20-30 mesh
3. สารละลายมาตรฐานซัลเฟต โดยการละลาย Na_2SO_4 (anhydrous) 147.9 มิลลิกรัม ในน้ำกลั่นจนได้ปริมาตร 1000 มิลลิลิตร หรือโดยการนำกรดกำมะถัน 0.02 นอร์มัล มา 10.41 มิลลิลิตร เติมน้ำกลั่นจนได้ปริมาตร 100 มิลลิลิตร

    1 มิลลิลิตร = 100 ไมโครกรัมซัลเฟต

วิธีการวิเคราะห์

1. Formmation of $BaSO_4$ Turbidity

นำตัวอย่างมา 100 มิลลิลิตร ใส่ลงในขวดรูปกรวยขนาด 250 มิลลิลิตร เติม Conditioning 5 มิลลิลิตร ผสมและคนค่อยๆ เติม $BaCl_2$ crystal 1 ช้อน จับเวลาพอได้ 1 นาที ให้หยุดคนทันที

2. Measurement of $BaSO_4$ Turbidity

เทสารละลายจากข้อ 1 ลงใน absorption cell ของ Spectrophotometer วัดค่าความขุ่นทุก ๆ 30 วินาทีที่ 420 นาโนเมตร เป็นเวลา 4 นาที ทั้งนี้เพราะ maxiumum turbidity จะเกิดขึ้นที่ 2 นาที และจะอยู่ตัวไปถึง 10 นาที ให้เอาค่าที่อ่านได้มากที่สุดภายใน 4 นาที

3. Preparation of calibration curve

เตรียมสารละลายมาตรฐานซัลเฟตที่มีความเข้มข้น 0, 10, 15, 20, 25, 30, 35, 40 มิลลิกรัมต่อลิตร (ถ้ามากกว่า 40 มิลลิกรัมต่อลิตร ความแน่นอนของวิธีนี้จะลดลง)โดยการปิเปต 0, 5, 10, 15, 20, 25, 30, 35 และ 40 มิลลิลิตร ของสารละลายมาตรฐานซัลเฟตที่เตรียมไว้ใส่ในขวดรูปกรวย แล้วเติมน้ำจนได้ปริมาตรแต่ละขวดเป็น100 มิลลิลิตร และทำทุกอย่างเหมือนตัวอย่าง

4. Correction of sample color and turbidity โดยการทำ blank เหมือนตัวอย่างแต่ไม่ต้องเติม $BaCl_2$

โซเดียมและโพแทสเซียม (Sodium & Potassium)

วิมลมาศ สตารัตน์
นักวิทยาศาสตร์ชำนาญการพิเศษ

บทนำ

โซเดียมและโพแทสเซียม จัดอยู่ในจำพวก Alkali earth metal พบอยู่ในน้ำตามธรรมชาติทั่วไป ปกติพบโพแทสเซียมในปริมาณที่น้อยกว่าโซเดียมมาก โซเดียมที่พบในแหล่งน้ำผิวดินมีปริมาณน้อยกว่าในน้ำบาดาล และในน้ำทะเลจะพบโซเดียมมากที่สุด ในรูปโซเดียมคลอไรด์ (เกลือแกง) โซเดียมจะทำให้น้ำมีรสชาติเปลี่ยนไป น้ำชลประทานที่มีปริมาณโซเดียมสูงจะทำให้เกิดปัญหาดินแน่นทึบ ส่งผลให้ความสามารถในการซึมน้ำของดินลดลง สำหรับพืชเมื่อได้รับโซเดียมในปริมาณมากจะแสดงลักษณะอาการของใบไหม้เกรียม

วิธีการ โดยใช้วิธี Flame Photometry

หลักการ

โมเลกุลของสาร เมื่อได้รับพลังงานความร้อนจะแตกตัวออกเป็นอะตอมอิสระ และจะถูกกระตุ้นให้อยู่ในสภาพพลังงานสูง (Excited) หลังจากถูกกระตุ้นให้อยู่ในสภาพพลังงานสูงแล้ว อะตอมของธาตุนั้นจะปลดปล่อยพลังงานในรูปคลื่นแสงออกมา (Emission Spectrum) เพื่อจะกลับมาอยู่ในสภาพพลังงานปกติที่เสถียร ดังนั้นการวัดความเข้มของแสงที่เปล่งออกมา จึงสามารถหาปริมาณของธาตุนั้น ๆ ได้

เครื่องมือและอุปกรณ์

1. Flame Photometer
2. ตู้อบ (Oven)
3. เครื่องชั่ง (Analytical Balance)
4. ปิเปต (Pipette)
5. ขวดปริมาตร (Volumetric Flask)
6. บีกเกอร์ (Beaker)

สารเคมี

1. เตรียมสารละลายมาตรฐานสต๊อกโซเดียม 100 มิลลิโมลต่อลิตร โดยอบโซเดียมคลอไรด์ ที่อุณหภูมิ 105ºC เป็นเวลา 24 ชั่วโมง ทำให้เย็นในโถอบ (Desicator) ชั่งน้ำหนัก 5.846 กรัม ละลายในน้ำกลั่นและปรับปริมาตรให้ได้ 1,000 มิลลิลิตร
2. เตรียมสารละลายมาตรฐานสต๊อกโพแทสเซียม 100 มิลลิโมลต่อลิตร โดยอบโพแทสเซียมคอลไรด์ ที่อุณหภูมิ 105ºC เป็นเวลา 24 ชั่วโมง ทำให้เย็นในโถอบ (Desicator) ชั่งน้ำหนัก 7.455 กรัม ละลายในน้ำกลั่นและปรับปริมาตรให้ได้ 1,000 มิลลิลิตร
3. เตรียมสารละลายมาตรฐานโซเดียม 10 มิลลิโมลต่อลิตร โดยปิเปต 10 มิลลิลิตร จากสต๊อกโซเดียม 100 มิลลิโมลต่อลิตร แล้วเจือจางด้วยน้ำกลั่นจนครบ 100 มิลลิลิตร และนำมาเจือจางต่อโดยปิเปต 10 มิลลิลิตร และ 5 มิลลิลิตรของสารละลายมาตรฐาน 10 มิลลิโมลต่อลิตร เจือจางจนครบ 100 มิลลิลิตร จะได้สารละลายมาตรฐานโซเดียมความเข้มข้น 1.0, 0.5 มิลลิโมลต่อลิตรตามลำดับ
4. เตรียมสารละลายมาตรฐานโพแทสเซียม 10 มิลลิโมลต่อลิตร โดยปิเปต 10 มิลลิลิตร จากสต๊อกโพแทสเซียม 100 มิลลิโมลต่อลิตร แล้วเจือจางด้วยน้ำกลั่นจนครบ 100 มิลลิลิตร และนำมาเจือจางต่อโดยปิเปต 10 มิลลิลิตร และ 5 มิลลิลิตรของสารละลายมาตรฐาน 10 มิลลิโมลต่อลิตร เจือจางจนครบ 100 มิลลิลิตร จะได้สารละลายมาตรฐานโพแทสเซียมความเข้มข้น 1.0, 0.5 มิลลิโมลต่อลิตร ตามลำดับ

วิธีวิเคราะห์

1. ต้องตรวจสอบเครื่อง Flame ทุก Mode ตรงตามคุณลักษณะของเครื่องให้พร้อมที่จะใช้งาน
2. นำสารละลายมาตรฐานโซเดียมและโพแทสเซียม ความเข้มข้น 0.5 และ 1.0 มิลลิโมลต่อลิตร จากข้อ 3, 4 ไปปรับเทียบค่าความเข้มข้นก่อนที่จะทำการวัดตัวอย่าง
3. นำตัวอย่างที่ผ่านการกรองแล้วมาวัดหาค่าโซเดียมและโพแทสเซียม โดยมีหน่วยเป็น มิลลิโมลต่อลิตร (มิลลิอีควิวาเลนซ์ต่อลิตร)

หมายเหตุ ในกรณีที่ตัวอย่างมีความเข้มข้นของโซเดียมและโพแทสเซียมสูงกว่าค่ามาตรฐานให้ทำการเจือจาง (Dilute)

ของแข็ง (Solids)

แสงดาว วงศ์ปัน
นักวิทยาศาสตร์ชำนาญการ

บทนำ

ของแข็ง หมายถึง ของแข็งที่มีอยู่ในน้ำหรือน้ำเสีย ทั้งที่ละลายน้ำได้หรือที่เป็นสารแขวนลอย การหาค่าของแข็งนี้ทำทั้งในน้ำที่จะนำมาทำน้ำประปา ในน้ำเสียจาก วิเคราะห์หาค่าของแข็งจึงมีชนิดต่างๆ โรงงาน บ้านเรือน เป็นต้น ดังนั้นการของของแข็งที่จะหาแล้วแต่วัตถุประสงค์ในการนำไปใช้ ซึ่งในห้องทดลองจะทดสอบวิเคราะห์หาปริมาณของแข็งดังนี้

1. ของแข็งทั้งหมด (Total Solids) หมายถึง ของแข็งทั้งหมดในตัวอย่างน้ำ หรือสารที่เหลืออยู่ในภาชนะหลังจากระเหยน้ำออกจากตัวอย่าง แล้วนำตัวอย่างไปอบแห้งในตู้อบที่อุณหภูมิ 103-105 องศาเซลเซียส(oC) ของแข็งทั้งหมดแบ่งเป็นของแข็งแขวนลอยทั้งหมด และของแข็งละลาย มีประโยชน์มากในการพิจารณาความเหมาะสมของน้ำที่จะนำมาทำเป็นน้ำอุปโภคบริโภค

2. ของแข็งที่ละลายและไม่ละลายน้ำ (Dissolved and Undissolved Solids) หมายถึง ปริมาณและชนิดของสารที่ละลายและไม่ละลายน้ำแตกต่างกันไป แล้วแต่ชนิดของของเหลว ในน้ำเสียหรือน้ำโสโครกต่างๆ การหาค่า Dissolved และ Undissolved ทำได้โดยหาค่า Solids ของส่วนที่ผ่านการกรองกับส่วนที่ไม่ผ่านการกรอง สารที่ไม่ละลายน้ำเรียกว่า Suspended Solids หรือ Suspended Matter

3. ของแข็งแขวนลอย หมายถึง ส่วนของแข็งที่เหลือค้างบนกระดาษกรองใยแก้วมาตรฐานหลังจากการกรองตัวอย่าง และนำไปอบแห้งที่อุณหภูมิ 103-105 องสาเซลเซียส

ประโยชน์ของค่าปริมาณของแข็งที่มีต่อการกำจัดน้ำเสีย

ค่าปริมาณของแข็ง	ประโยชน์
ปริมาณของแข็งทั้งหมด (Tolal Solids, TS)	- สามารถรู้ถึงค่าความหนาแน่นของน้ำเสียได้ว่ามีค่าสูง หรือต่ำ - ใช้ในการเลือกวิธีการกำจัดความกระด้างของน้ำ
ปริมาณของแข็งที่แขวนลอย Settleable Solids	- บ่งถึงความสกปรกของน้ำเสีย - บอกถึงประสิทธิภาพของระบบกำจัดน้ำเสียต่างๆได้
Total Dissolved Solids (TDS)	- ใช้ประมาณค่าปริมาณของตะกอนที่จะถูกกำจัดโดยถังตกตะกอน - สามารถบอกถึงค่าของประสิทธิภาพของถังตกตะกอน - สามารถบอกปริมาณของธาตุเกลือในน้ำเสีย เช่น คลอไรด์ อย่างคร่า

การหาปริมาณของแข็งทั้งหมด (Total Solids : TS)

วิธีการหาปริมาณของแข็งทั้งหมดโดยใช้วิธี Gravimetric method

เป็นการหาค่าของปริมาณสารที่เหลืออยู่ในภาชนะ หลังจากระเหยน้ำออกจากตัวอย่างน้ำจนแห้ง นำไปอบที่อุณหภูมิ 103 – 105 องศาเซลเซียส (^{o}C)

หลักการ

ของแข็งทั้งหมด หาได้โดยนำตัวอย่างมาใส่ภาชนะที่ทนความร้อนซึ่งมักใช้ Platinum Dish เพราะน้ำหนักคงที่ แต่ราคาแพง ส่วน Porcelain Dish ราคาถูกก็จริง แต่ต้องระมัดระวังในการใช้ ในการดูดความชื้น เพราะน้ำหนักเปลี่ยนแปลงเร็วมาก เนื่องจากดูดความชื้นได้ดี ในการทดลองนี้ใช้บีกเกอร์ภายหลังจากระเหยด้วยไอน้ำจนแห้งแล้ว นำไปอบที่ 103 -105 องศาเซลเซียส (^{o}C) ทำให้เย็น แล้วชั่งน้ำหนักที่เพิ่มขึ้นเป็นน้ำหนักของ Total Solids ในน้ำ ของแข็งทั้งหมดมีความจำเป็นสำหรับน้ำเสียจากโรงงานอุตสาหกรรมบางชนิด ที่มีเกลืออินทรีย์ละลายอยู่มาก

เครื่องมือและอุปกรณ์

1. บีกเกอร์แก้ว (beaker) ขนาด 100 มิลลิลิตร
2. ขวดวัดปริมาตร (volumetric flask) ขนาด 50 มิลลิลิตร
3. ตู้อบ (Oven) ควบคุมอุณหภูมิได้ 103 – 105 ^{o}C
4. เดสสิเคเตอร์ (Desiccator)
5. เครื่องชั่งละเอียด (Analytical balance) ทศนิยม 4 ตำแหน่ง

การวิเคราะห์

1. เตรียมบีกเกอร์ที่ทำรหัสไว้ จะต้องสะอาดและนำไปอบที่อุณหภูมิ 103 -105 ^{o}C ทิ้งให้เย็นที่อุณหภูมิห้องใน desiccator แล้วนำมาชั่งน้ำหนักทำจนกระทั่งได้น้ำหนักคงที่จดน้ำหนักที่ได้ (B กรัม) และนำไปเก็บใน desiccator จนกว่าจะนำไปใช้
2. ตวงปริมาณตัวอย่างน้ำ 50 มิลลิลิตร
3. เทตัวอย่างน้ำใส่บีกเกอร์ แล้วนำไปเข้าตู้อบจนระเหยแห้งแล้วนำไปอบที่อุณหภูมิ 103-105 ^{o}C ประมาณ 1 ชั่วโมง
4. ปล่อยให้เย็นที่อุณหภูมิห้องใน desiccator แล้วนำมาชั่งน้ำหนัก ทำจนกระทั่งได้น้ำหนักคงที่จดน้ำหนักที่ได้ (A กรัม)

การคำนวณ

$$\text{Total Solids (mg/L)} = \frac{(A-B) \times 10^6}{\text{mL of sample}}$$

Total Solids (mg/L) คือ ปริมาณของแข็งทั้งหมด หน่วยเป็นมิลลิกรัมต่อลิตร

A คือ น้ำหนักของบีกเกอร์และน้ำตัวอย่าง (กรัม)

B คือ น้ำหนักของบีกเกอร์ (กรัม)

mL of sample คือ ปริมาณของตัวอย่างน้ำ (มิลลิลิตร)

การหาปริมาณของแข็งที่ไม่ละลายน้ำ (Suspended Solids or SS)

วิธีการหาปริมาณของแข็งที่ไม่ละลายน้ำ โดยใช้วิธี Gravimetric method

เป็นการหาส่วนของของแข็งแขวนลอยที่เหลืออยู่บนกระดาษกรองใยแก้ว หลังจากการกรองตัวอย่าง และนำไปอบแห้งที่อุณหภูมิ 103 – 105 ^{o}C

หลักการ

ของแข็งแขวนลอย หาได้โดยการกรองตัวอย่างโดยใช้ Gooch Crucible การหาค่าปริมาณของแข็งที่แขวนลอยได้นั้น เกิดข้อผิดพลาดง่ายถ้าใช้ตัวอย่างน้อย ดังนั้นควรใช้ตัวอย่างในการกรองให้มากที่สุดเท่าที่จะมากได้ สำหรับน้ำที่ผ่านการกำจัดสารแขวนลอยแล้วหรือมีความสกปรกน้อย อาจต้องใช้ปริมาตรถึง 500 มิลลิลิตร ของแข็งแขวนลอยมีประโยชน์มากสำหรับการวิเคราะห์น้ำโสโครก เป็นค่าหนึ่งที่จะบอกถึงความสกปรกของน้ำเสียนั้น ตลอดจนบอกถึงประสิทธิภาพของหน่วยกำจัดน้ำเสียต่างๆ ค่าของของแข็งแขวนลอยจะเพิ่มขึ้นตามความสกปรกของน้ำนั้น

เครื่องมือและอุปกรณ์

1. ตู้อบ (Oven) ควบคุมอุณหภูมิได้ 103 – 105 ^{o}C
2. เดสสิเคเตอร์ (Desiccator)
3. เครื่องชั่งละเอียด (Analytical balance) ทศนิยม 4 ตำแหน่ง
4. กระดาษกรอง Whatman GF/C ϕ4.7 cm
5. อุปกรณ์ชุดกรอง
6. เครื่องดูดอากาศ (Suction pump)
7. ครูซิเบิล (Crucible dish)
8. กระบอกตวง (Cylinder)
9. คีมหนีบ (forceps)

การวิเคราะห์

1. อบกระดาษกรอง (วางบนถ้วย Crucible Dish ที่ทำรหัสไว้) ให้แห้งที่อุณหภูมิ 103 – 105 ^{o}C นาน 1 ชั่วโมงแล้วทิ้งให้เย็นใน Desiccator ประมาณ 1 ชั่วโมง ชั่งน้ำหนัก จดค่าน้ำหนักที่ได้ (B กรัม) และนำไปเก็บใน Desiccator จนกว่าจะนำไปใช้
2. วางกระดาษกรองบนกรวยในชุดกรอง ซึ่งต่อเข้ากับเครื่องดูดอากาศโดยใช้คีมหนีบ โดยให้ด้านขรุขระของกระดาษกรองอยู่ด้านบน

3. ใช้น้ำกลั่นฉีดกระดาษกรองให้เปียกแล้วเปิดเครื่องดูดอากาศเพื่อให้กระดาษกรองติดแน่นกับกรวยในชุดกรอง

4. เขย่าตัวอย่างน้ำให้เข้ากันดี แล้วเทตัวอย่างน้ำใส่กระบอกตวงให้ได้ตามปริมาตรที่ต้องการ แล้วจดบันทึกปริมาตรที่เทได้

5. กรองตัวอย่างน้ำที่เตรียมไว้ โดยใช้เครื่องดูดอากาศแล้วล้างเครื่องกรองด้วยน้ำกลั่นประมาณ 10 มิลลิลิตร เปิดเครื่อง ใช้น้ำกลั่นฉีดล้างของแข็งที่อาจติดอยู่ข้างกระบอกตวง และชุดกรองจนหมด รอจนกว่ากระดาษกรองแห้ง แล้วจึงปิดเครื่องดูดอากาศ

6. นำกระดาษกรองวางบนถ้วย Crucible dish อันเดิมโดยใช้คีมหนีบ แล้วนำไปอบให้แห้งที่อุณหภูมิ 103 – 105 ^{o}C นาน 1 ชั่วโมง แล้วทิ้งให้เย็นที่อุณหภูมิห้องใน Desiccator และชั่งน้ำหนัก จนได้น้ำหนักคงที่(A กรัม)

การคำนวณ

$$\text{Suspended Solids (mg/L)} = \frac{(A-B) \times 10^{6}}{\text{mL of sample}}$$

Suspended Solids (mg/L) คือ ปริมาณของแข็งที่ไม่ละลายน้ำ หน่วยเป็นมิลลิกรัมต่อลิตร

A = น้ำหนักของ Crucible dish และน้ำตัวอย่าง (กรัม)

B = น้ำหนักของ Crucible dish (กรัม)

mL of sample คือ ปริมาณของตัวอย่างน้ำ (มิลลิลิตร)

การหาปริมาณของแข็งที่ละลายน้ำ (Dissolved Solids or TDS)

วิธีการหาของแข็งที่ละลายน้ำ โดยใช้วิธี Gravimetric method

เป็นการหาค่าปริมาณของแข็งที่ละลายน้ำได้และไหลผ่านกระดาษกรองใยแก้ว เมื่อกรองปริมาณการแขวนลอยออก แล้วเอาน้ำใสที่ผ่านกระดาษกรองใยแก้วไประเหย จะหาปริมาณสารละลาย

หลักการ

ของแข็งละลายน้ำ หาได้โดยนำตัวอย่างที่ผ่านการกรองจากการหาของแข็งแขวนลอยแล้ว โดยใช้หลักการเดียวกันกับการหาค่าของแข็งทั้งหมด ของแข็งที่ละลายน้ำมีความสำคัญที่จะสามารถบอกปริมาณของธาตุเกลือในน้ำเสีย เช่น คลอไรด์ อย่างคร่าวๆ ได้

เครื่องมือและอุปกรณ์

1. บีกเกอร์แก้ว (beaker) ขนาด 100 มิลลิลิตร
2. ขวดวัดปริมาตร (volumetric flask) ขนาด 50 มิลลิลิตร
3. ตู้อบ (Oven) ควบคุมอุณหภูมิได้ 103 – 105 ^{o}C
4. เดสสิเคเตอร์ (Desiccator)
5. เครื่องชั่งละเอียด (Analytical balance) ทศนิยม 4 ตำแหน่ง

การวิเคราะห์

1. เตรียมบีกเกอร์ที่ทำรหัสไว้ จะต้องสะอาดและนำไปอบที่อุณหภูมิ 103 - 105 ^{o}C ประมาณ 1 ชั่วโมง ทิ้งให้เย็นที่อุณหภูมิห้องใน Desiccator แล้วนำมาชั่งน้ำหนักทำจนกระทั่งได้น้ำหนักคงที่จดน้ำหนักที่ได้ (B กรัม) และนำไปเก็บใน Desiccator จนกว่าจะนำไปใช้
2. ตวงปริมาณตัวอย่างน้ำ 50 มิลลิลิตร
3. เทตัวอย่างน้ำใส่บีกเกอร์ แล้วนำไปเข้าตู้อบจนระเหยแห้งแล้วนำไปอบที่อุณหภูมิ 103-105 ^{o}C ประมาณ 1 ชั่วโมง
4. ปล่อยให้เย็นที่อุณหภูมิห้องใน Desiccator แล้วนำมาชั่งน้ำหนัก ทำจนกระทั่งได้น้ำหนักคงที่จดน้ำหนักที่ได้ (A กรัม)

การคำนวณ

$$\text{Dissolved Solids (mg/L)} = \frac{(A-B) \times 10^6}{\text{mL of sample}}$$

Dissolved Solids (mg/L) คือ ปริมาณของแข็งที่ละลายน้ำหน่วยเป็นมิลลิกรัมต่อลิตร

A คือ น้ำหนักของบีกเกอร์และน้ำตัวอย่าง (กรัม)

B คือ น้ำหนักของบีกเกอร์ (กรัม)

mL of sample คือ ปริมาณของตัวอย่างน้ำ (มิลลิลิตร)

ออกซิเจนละลาย (Dissolved Oxygen , DO)

เจียมจิตร ขวัญแก้ว
นักวิทยาศาสตร์ชำนาญการ

บทนำ

ค่าออกซิเจนละลายคือ ปริมาณออกซิเจนที่ละลายอยู่ในน้ำ มีหน่วยเป็นมิลลิกรัมต่อลิตร ก๊าซออกซิเจนสามารถละลายน้ำได้น้อยในน้ำสะอาดออกซิเจนละลายมีค่าอยู่ในช่วง 14.6-7 มิลลิกรัมต่อลิตร ที่อุณหภูมิ 0-35 องศาเซลเซียส ซึ่งการละลายน้ำจะลดลงเมื่อเพิ่มอุณหภูมิของน้ำและเพิ่มสิ่งเจือปนในน้ำเช่นความเค็ม, สารแขวนลอย ฯลฯ สิ่งมีชีวิตในน้ำต้องการออกซิเจนในการหายใจ ดังนั้นควรมีออกซิเจนละลายในน้ำไม่ต่ำกว่า 3 มิลลิกรัมต่อลิตร

วิธีการ

การหาค่าออกซิเจนละลายสามารถวัดโดยใช้เครื่องดีโอ (DO Meter) ซึ่งเป็นเครื่องมือที่สามารถวัดปริมาณออกซิเจนในน้ำได้โดยตรง เป็นมิลลิกรัมต่อลิตร หรือใช้วิธีวิเคราะห์ทางเคมีที่เรียกว่า เอไซด์โมดิฟิเคชั่น (Azide Modification) ซึ่งเป็นวิธีที่ใช้วัดออกซิเจนละลายได้ทั้งในน้ำที่สะอาด น้ำเสีย และน้ำที่ผ่านการบำบัดทางชีววิทยาแล้ว

หลักการ

ออกซิเจนไม่สามารถตรวจวัดโดยวิธีทางเคมีโดยตรง วิธีการตรวจวิเคราะห์ที่ใช้ เป็นวิธีตรวจวัดทางอ้อมโดยใช้หลักความจริงว่า ออกซิเจนละลาย จะออกซิไดซ์ไอออนแมงกานีส (Mn^{2+}) เป็น Mn^{4+} ภายใต้สภาวะที่เป็นด่าง ซึ่ง Mn^{4+} นี้ในสภาวะที่เป็นกรดจะแอกทีฟและจะสามารถออกซิไดซ์ไอโอไดไอออนเป็นไอโอดีน ดังนั้นปริมาณไอโอดีนที่เกิดขึ้นจะสมดุลกับปริมาณออกซิเจนละลายเริ่มต้นในน้ำ ไอโอดีนสามารถตรวจวัดโดยทำปฏิกิริยากับโซเดียมไธโอซัลเฟตที่เตรียมให้มีความเข้มข้นเท่ากับ 1 มิลลิลิตร 0.0250 N โซเดียมไธโอซัลเฟต = 1 มิลลิกรัมต่อลิตรของออกซิเจนละลาย

ปฏิกิริยาเคมี

1. <u>การจับออกซิเจนให้ตกตะกอน</u>

$MnSO_4 + 2KOH \longrightarrow Mn(OH)_2 + K_2SO_4$ เติมน้ำยาเอไซด์ ; Mn ทำปฏิกิริยากับด่าง เกิดตะกอนสี ขาว $Mn(OH)_2$

$2\ Mn(OH)_2 + O_2 \longrightarrow 2\ MnO(OH)_2$ $Mn(OH)_2$ ทำปฏิกิริยากับ O_2 เกิดตกตะกอนสีน้ำตาล $MnO(OH)_2$

2. การเติมกรด

$MnO(OH)_2 + 2H_2SO_4 \longrightarrow Mn(SO_4)_2$ ตะกอนละลายหลังเติมกรดได้ $Mn(SO_4)_2$

3. การเกิดไอโอดีน

$Mn(SO_4)_2 + 2KI \longrightarrow MnSO_4 + K_2SO_4 + I_2$ Mnจับกับ KI ที่มีเติมในน้ำยาเอไซด์แล้วออกซิไดซ์ ได้เป็นไอโอดีน (สีเหลือง)

4. การไตเตรทหาปริมาณไอโอดีน

$I_2 + 2Na_2S_2O_3 \longrightarrow Na_2S_4O_6 + 2NaI$ ไตเตรทด้วย $Na_2S_2O_3$ จนสีเหลืองจางไป(สีฟางอ่อน) เติมน้ำแป้งก่อนถึงจุดยุติเพื่อให้เห็นสีจุดยุติชัดเจนขึ้น

การวิเคราะห์

การวิเคราะห์ทางเคมี :การวิเคราะห์ออกซิเจนละลายโดยวิธีเอไซด์โมดิฟิเคชั่น

เครื่องมือและอุปกรณ์

1. ขวดบีโอดี ขนาด 300 มิลลิลิตร
2. ขวดรูปชมพู่ขนาด 500 มิลลิลิตร
3. กระบอกตวงขนาด 200 มิลลิลิตร
4. บิวเรต

สารเคมี

1. สารละลายแมงกานีสซัลเฟต : ละลาย $MnSO_4.4H_2O$ 480 กรัมในน้ำกลั่นแล้วเติมน้ำกลั่นจนได้ปริมาตร 1 ลิตร

2. สารละลายอัลคาไล-ไดโอไดด์- เอไซด์ : ละลาย 500 กรัม NaOH และ135 กรัม NaI ในน้ำกลั่น คนจนละลายหมดแล้วผสมสารละลายทั้ง 2 เข้าด้วยกันแล้วเติมน้ำกลั่นจนได้ปริมาตร 1 ลิตร ละลาย 10 กรัม NaN_3 ในน้ำกลั่น 40 มิลลิลิตรแล้วเติมลงในสารละลายข้างต้น(วิธีกำจัด NO_2^- เมื่อเติมกรดซัลฟูริกเข้มข้น)

3. กรดซัลฟูริกเข้มข้น (36 นอร์มัล)

4. น้ำแป้ง:ละลายแป้งมัน 2 กรัม ในน้ำกลั่น 100 มิลลิลิตร ต้มจนเป็นเนื้อเดียวกัน เติมกรดซาลิกไซลิก 0.2 กรัม เพื่อกันบูด

5. สารละลายโซเดียมไธโอซัลเฟต 0.0250 N : สารละลายโซเดียมไธโอซัลเฟต ($Na_2S_2O_3 .5H_2O$) 6.205 กรัมในน้ำกลั่น แล้วเติมน้ำกลั่นจนครบ 1ลิตร นำไปหาความเข้มข้นที่แน่นอนกับสารละลายมาตรฐานโปตัส เซียมไดโครเมต 0.0250 N เก็บรักษาโดยการเ ติม 0.4 กรัมโซเดียมไฮดรอกไซด์ (NaOH) หรือ คลอโรฟอร์ม 5 มิลลิลิตร

6. สารละลายมาตรฐานโปตัสเซียมไ ดโครเมต 0.0250 N: ละลาย 1.226 มิลลิกรัม $K_2Cr_2O_7$ ในน้ำกลั่นเจือจางจนได้ปริมาตร 1 ลิตร โดย $K_2Cr_2O_7$ที่นำมาใช้ต้องอบให้แห้งที่ 103°C ประมาณ 2 ชั่วโมง

การหาความเข้มข้นของสารละลายมาตรฐานโซเดียมไธโอซัลเฟต :ละลาย 2 กรัมKl ในขวดรูปกรวย ด้วยน้ำกลั่น 100 ถึง 150 มิลลิลิตร เติม10 มิลลิลิตรของ1+9 H_2SO_4และ 20.00 มิลลิลิตร สารละลายมาตรฐานโปตัสเซียมไ ดโครเมต 0.0250 Nทิ้งไว้ในที่มืด 5 นาที เติมน้ำกลั่นจน ได้ปริมาตร เป็น400 มิลลิลิตรแล้วไตเตรทหาปริมาณไอโอดีนด้วยสารละลายมาตรฐานไทโอซัลเฟต เมื่อ ใกล้ถึงจุดยุติจะได้สารละลายสีฟางอ่อนเติมน้ำแป้งจะได้สารละลายสี น้ำเงิน แล้วไตเตรท ต่อจนถึงจุดยุติจะได้สารละลายไม่มีสี ซึ่งต้องใช้ 0.025 0 N สาร ละลายมาตรฐานไทโอซัลเฟตจำนวน 20.0 มิลลิลิตร ถ้าไม่ได้ต้องคำนวณนอร์มัลลิตี้ของสารละลายนี้ใหม่

วิธีวิเคราะห์

1. เก็บตัวอย่างน้ำด้วยขวดบีโอดีโดยใช้น้ำตัวอย่างล้างภาชนะที่จะบรรจุตัวอย่างน้ำ 1-2 ครั้ง บรรจุตัวอย่างน้ำให้เต็มขวดและปิดฝาใต้น้ำ เทน้ำที่ฝาทิ้ง

2. เติมสารละลายแมงกานีสซัลเฟต 2 มิลลิลิตร และสารละลายอัลคาไลด์-ไอโอได-เอไซด์ 2 มิลลิลิตร ขณะเติมสารเคมีให้ปลายหลอดจมอยู่ใต้ผิวน้ำ

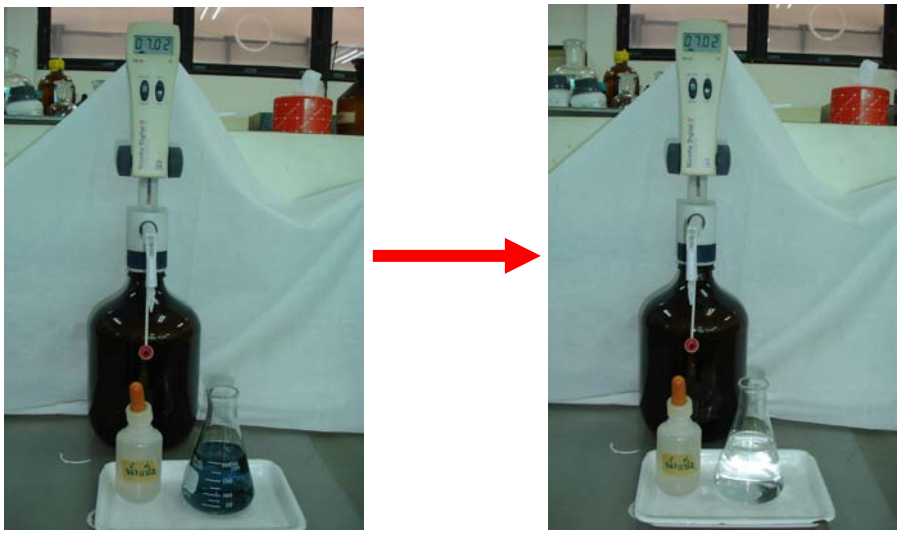
3. ปิดจุกขวด ระวังอย่าให้มีฟองอากาศอยู่ในขวด ผสมสารเคมีให้เข้ากันโดย เขย่าขวดขึ้นลงอย่างน้อย 15 ครั้ง

4. ตั้งทิ้งไว้ให้ตกตะกอนนอนก้น เปิดจุกแล้วเติมกรดซัลฟูริกเข้มข้น 2 มิลลิลิตร โดยให้กรดค่อยๆ ไหลลงไปตามคอขวด

5. ปิดจุก แล้วเขย่าขวดขึ้นลงจนตะกอนละลายหมด

6. ตวงน้ำจากขวดบีโอดีมา 203 มิลลิลิตร แล้วเทลงในขวดรูปชมพู่

7. ไตเตรทด้วยสารละลายโซเดียมไธโอซัลเฟต 0.0250 N เมื่อใกล้ถึงจุดยุติจะได้สารละลายสีฟางอ่อนเติมน้ำแป้งจะได้สารละลายสีน้ำเงินไตเตรทต่อจนกระทั่งถึงจุดยุติได้สารละลายไม่มีสี



การคำนวณ

ออกซิเจนละลาย,มิลลิกรัมต่อลิตร = ปริมาณโซเดียมไธโอซัลเฟต 0.0250N ที่ใช้ไตเทรท, มิลลิลิตร

การวิเคราะห์ออกซิเจนละลายโดยวิธีใช้เครื่องวัดดีโอ

เครื่องมือและอุปกรณ์ : เครื่องวัดดีโอ

1. ต้องปรับเทียบเครื่องวัดดีโอทุกวันที่ใช้โดยเทียบกับออกซิเจนอิ่มตัวในอากาศ และควรปรับเทียบกับวิธีเอไซด์ใช้ตัวอย่างเดียวกันเป็นระยะ
2. ควรเปลี่ยนเมมเบรนของหัววัดบ่อยๆ ตามวิธีที่ผู้ผลิตระบุ และเมื่ออ่านค่าได้ไม่เที่ยงตรงเนื่องจากมีของแข็งแขวนลอยสะสมบนเมมเบรนการวัดให้เปลี่ยนหัววัดใหม่
3. อ่านค่าออกซิเจนละลายทันทีหลังเก็บตัวอย่าง

ค่าออกซิเจนละลาย,มิลลิกรัมต่อลิตร สามารถอ่านค่าได้จากหน้าจอทันที

หมายเหตุ

1. ออกซิเจนละลายควรจะวิเคราะห์ทันทีที่จุดเก็บตัวอย่าง ถ้าไม่สามารถวิเคราะห์ทันทีควรจะ ตรึงออกซิเจนเพื่อหยุดกิจกรรมของแบคทีเรีย ซึ่งมีผลกับปริมาณออกซิเจนในตัวอย่าง
2. ไม่เขย่าตัวอย่างน้ำ
3. ไม่เปลี่ยนแปลงอุณหภูมิของตัวอย่างน้ำ
4. ไม่เจือจางตัวอย่างน้ำ
5. ขณะเก็บตัวอย่างหรือวิเคราะห์ต้องไม่ให้อากาศเข้าไปเพิ่มในตัวอย่างน้ำ
6. การเก็บตัวอย่างน้ำเพื่อวิเคราะห์หาออกซิเจนละลายน้ำควรใช้ขวดบีโอดีจุ่มลงในน้ำที่ระดับความลึกที่ต้องการแล้วเปิดฝาใต้น้ำ หรืออาจใช้อุปกรณ์เก็บตัวอย่างน้ำแล้วจึงใช้สายยางปล่อยน้ำจากอุปกรณ์ลงขวดบีโอดี โดยให้ปลายสายยางอยู่ที่ก้นขวดบีโอดี และปล่อยให้น้ำล้นขึ้นมา เพื่อป้องกันไม่ให้ออกซิเจนจากอากาศละลายในน้ำเพิ่มขึ้น

บีโอดี (Biochemical Oxygen Demand , BOD)

เจียมจิตร ขวัญแก้ว
นักวิทยาศาสตร์ชำนาญการ

บทนำ

บีโอดี (BOD)เป็นปริมาณออกซิเจนที่แบคทีเรียใช้ในการย่อยสลาย สารอินทรีย์ชนิดที่ย่อยสลายได้ภายใต้สภาวะที่มีออกซิเจนดังนั้นค่าบีโอดีนี้ จึงสามารถบอกถึงลักษณะของน้ำว่ามีความสกปรกมากน้อยแค่ไหน ถ้าตัวอย่างน้ำมีสารอินทรีย์มากจะทำให้แบคทีเรียมีความต้องการใช้ปริมาณออกซิเจนมาก ค่าบีโอดีก็สูงและในทำนองเดียวกันถ้าน้ำมีสารอินทรีย์อยู่น้อยค่าบีโอดีก็จะต่ำน้ำเสียที่มีค่าบีโอดีสูงเมื่อถูกทิ้งลงในแหล่งน้ำจะทำให้ปริมาณออกซิเจนในแหล่งน้ำลดลงจนอาจเกิดสภาพไร้ออกซิเจนน้ำเน่าเสียและทำให้ปลาตายนอกจากนี้ค่าบีโอดีสามารถนำไปใช้คำนวณการออก แบบระบบบำบัดน้ำเสียได้

วิธีการ เอไซด์โมดิฟิเคชั่น (Azide Modification)

หลักการ

หลักการคือเติมตัวอย่างลงในขวดบีโอดีปิดจุกให้แน่นไม่ให้อากาศเข้า-ออกได้ แล้วนำขวดไปเลี้ยงเชื้อภายใต้สภาวะที่กำหนดเป็นเวลาจำกัด วัด ปริมาณออกซิเจนละลาย (DO)ตอนเริ่มต้นและหลังจากเลี้ยงเชื้อ 5 วันหาค่าความแตกต่างของ DOในวันแรกและวันที่ 5 แล้วนำไปคำนวณค่าบีโอดี สำหรับน้ำทิ้งส่วนใหญ่ต้องการออกซิเจนมากกว่าปริมาณ ออกซิเจน อิ่มตัวในน้ำ จึงจำเป็นต้องเจือจางตัวอย่างก่อนนำไปเลี้ยงเชื้อเพื่อให้ค่าความต้องการออกซิเจนลดลง น้ำที่ทำเจือจางตัวอย่างต้องเติมอาหารสำหรับการเจริญเติบโตของแบคทีเรีย เช่น ไนโตรเจน ฟอสฟอรัส และโลหะปริมาณน้อยๆที่จำเป็น และปรับพีเอชของตัวอย่างให้คงที่ด้วยบัฟเฟอร์ เพื่อให้พีเอชอยู่ในช่วงที่เหมาะสมสำหรับการเจริญเติบโตของแบคทีเรียในระหว่างเลี้ยงเชื้อ ช่วงเวลามาตรฐานในการเลี้ยงเชื้อคือ 5 วัน

การ วิเคราะห์บีโอดีของตัวอย่างน้ำจะหาค่าบีโอดี 5วัน (BOD_5) โดยนำตัวอย่างน้ำมาเติมออกซิเจนให้อิ่มตัว แล้วเติมลงในขวดบีโอดี 4 ขวด ขวดแรกนำมาวิเคราะห์หาค่าออกซิเจนละลายทันที (DO_0) อีก 3 ขวดนำไปเก็บในตู้ควบคุมอุณหภูมิ 20 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 5 วัน แล้วนำมาวิเคราะห์หาออกซิเจนที่เหลือในขวด (DO_5) ดังนั้น บีโอดี 5 วันคือ ปริมาณออกซิเจนในวันแรกลบด้วยปริมาณออกซิเจนที่เหลือหลังจากเก็บตัวอย่างน้ำไว้ 5 วัน

การวัดบีโอดีจะรวมค่าออกซิเจนที่ใช้สำหรับออกซิไดซ์สารอินทรีย์ และสารไนโตรเจน ซึ่งค่าหลังเป็นค่าที่เราไม่ต้องการ ดังนั้นต้องใช้สารเคมีเพื่อยับยั้งการเกิดการย่อยสลายแอมโมเนีย ทำให้เราสามารถวัดออกซิเจนที่ใช้ออกซิไดซ์สารอินทรีย์ และไนโตรเจนแยกกันได้

เครื่องมือและอุปกรณ์

1. ขวดบีโอดี ขวดมีฝาแก้วปิดขนาด 300 มิลลิลิตรให้หล่อน้ำไว้ที่ปากขวด เพื่อป้องกันมิให้อากาศเข้าไปในขวดระหว่างเลี้ยงเชื้อ ครอบปากขวดด้วยถ้วยพลาสติกหรือกระดาษหรือฟอร์ยเพื่อป้องกันการระเหยน้ำ

2. ตู้เพาะเชื้อ หรือ อ่างน้ำ ควบคุมอุณหภูมิที่ 20 $\pm$1 องศาเซลเซียส เก็บในที่มืดเพื่อป้องกันการสังเคราะห์แสงทำให้ออกซิเจนเพิ่มขึ้น

สารเคมี

1. สารละลายฟอสเฟตบัฟเฟอร์ : ละลายKH_2PO_4 8.5 กรัม K_2HPO_4 21.75 กรัม $NaHPO_4$. $7H_2O$ 33.4 กรัม และ NH_4Cl 1.7 กรัม ในน้ำกลั่น 500 มิลลิลิตร แล้วเจือจางเป็น 1 ลิตร สารละลาย นี้ควรมีพีเอชเท่ากับ 7.2

2. สารละลายแมกนีเซียมซัลเฟต:ละลาย $MgSO_4.7H_2O$ 22.5 กรัมในน้ำกลั่นเจือจางเป็น 1 ลิตร

3. สารละลายแคลเซียมคลอไรด์ : ละลาย $CaCl_2$ 27.5 กรัม ในน้ำกลั่นแล้วเจือจางเป็น 1 ลิตร

4. สารละลายเฟอร์ริกคลอไรด์ :ละลาย $FeCl_3.6H_2O$ 0.25 กรัมในน้ำกลั่นแล้วเจือจางเป็น 1 ลิตร

5. สารละลายกรดและสารละลายด่าง 1N : เพื่อใช้ปรับพีเอชของน้ำเสียให้เป็นกลาง

6. สารยับยั้งการเกิดไนตริพิเคชั่น : ใช้ 2- chloro-6-(Trichloromethy) Pyridine

7. สารละลายกลูโคส- กลูตามิกแอซิค (Glucose-glutamic Acid Solution) : อบกลูโคสและกรดกลูตามิกให้แห้งที่ 103 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 1 ชั่งโมง ชั่งกลูโคส 150 มิลลิกรัม และกรดกลูตามิก 150 มิลลิกรัมละลายในน้ำกลั่น แล้วเจือจางเป็น 1 ลิตร เตรียมใหม่ทุกครั้ง

การเตรียมตัวอย่างน้ำก่อนวิเคราะห์

1. ปรับพีเอชของตัวอย่างน้ำให้เป็น 6.5-7.5 ด้วย H_2SO_4 หรือ NaOH 1 นอร์มัล

2.น้ำทิ้งจากระบบบำบัดน้ำเสียแบบแอกติเวทเต็ดสลัดจ์และระบบไม่ใช้ออกซิเจนให้ทำการยับยั้งการเกิดไนตริฟิเคชั่นโดยเติม 10 มิลลิกรัม 2-chloro-6 (trichloro methyl) pyridine ในน้ำทำเจือจาง 1 ลิตร โดยเติมพร้อมการเติมสารอาหาร

การวิเคราะห์

การวิเคราะห์บีโอดีโดยการหาโดยตรง

สำหรับตัวอย่างน้ำที่มีค่าบีโอดีต่ำกว่า 7 มิลลิกรัมต่อลิตร เช่น น้ำจากแม่น้ำลำคลอง น้ำผิวดินทั่วๆไป

1. วัดพีเอชของตัวอย่างน้ำ และปรับให้เป็นกลาง (pH = 7) โดยใช้สารละลายกรดหรือด่าง
2. ปรับอุณหภูมิของตัวอย่างน้ำให้ได้ประมาณ 20 องศาเซลเซียส
3. นำตัวอย่างน้ำมาเติมออกซิเจนละลายให้อิ่มตัว โดยใช้ปั๊มอากาศประมาณ 15 นาที
4. ใช้สายยางดูดน้ำตัวอย่างลงในขวดบีโอดี 4 ขวด (สีขาวใส 1 ขวดและสีดำ 3 ขวด) ให้เต็ม โดยให้ปลายสายยางอยู่ที่ก้นขวดบีโอดีปิดจุกให้สนิทอย่าให้มีฟองอากาศ

5. นำขวดสีขาวใสมาหาค่าดีโอทันทีโดยวิธีการที่กล่าวในบทออกซิเจนละลายหรือใช้ดีโอมิเตอร์ (DO_0) อีก 3 ขวดสีดำ นำไปเพาะเชื้อที่ตู้ควบคุมอุณหภูมิ 20 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 5 วัน

6. หลังจากครบ 5 วันแล้วนำมาหาค่าดีโอที่เหลือ (DO_5)

การคำนวณ

$$\text{บีโอดี, มิลลิกรัม/ลิตร} = DO_0 - DO_5$$

เมื่อ :

DO_0 = ค่าดีโอที่หาได้ในวันแรก, มิลลิกรัม/ลิตร

DO_5 = ค่าดีโอที่หาได้เมื่อครบ 5 วัน, มิลลิกรัม/ลิตร

การวิเคราะห์บีโอดีโดยการเจือจางตัวอย่างน้ำ

สำหรับตัวอย่างน้ำที่มีค่าบีโอดีสูงกว่า 7 มิลลิกรัมต่อลิตร ซึ่งจำเป็นต้องเจือจางตัวอย่างน้ำด้วยน้ำเจือจาง เพื่อให้น้ำมีความสกปรกลดลงและใช้ออกซิเจนในขวดบีโอดีไม่เกิน 7 มิลลิกรัมต่อลิตร ซึ่งต้องเตรียมเจือจางหลายๆความเข้มข้นเนื่องจากยังไม่ทราบค่าบีโอดีที่แน่นอน การประมาณค่าบีโอดีสามารถทำได้โดยวิธีวิเคราะห์หาค่าซีโอดีของน้ำแล้วนำมาประเมินค่าบีโอดี โดยการคำนวณจากค่าประมาณบีโอดีเท่ากับ 60 % ของค่าซีโอดี เช่นน้ำเสียมีค่าซีโอดีประมาณ1,000 มิลลิกรัมต่อลิตร จะประมาณค่าบีโอดีได้เท่ากับ (60x1,000)/100 = 600 มิลลิกรัมต่อลิตร แล้วนำค่าประมาณบีโอดีนี้ไปเทียบกับตารางที่ 1ว่าจะต้องทำเจือจางที่กี่เปอร์เซ็นต์

ตารางที่ 1 แสดงปริมาตรตัวอย่างที่จะนำมาทำเจือจางโดยใช้ค่าประมาณบีโอดีและเทียบ % เจือจาง

ช่วงบีโอดีที่ประมาณได้	% เจือจาง น้ำเสีย	ปริมาตรตัวอย่างน้ำ (มิลลิลิตร) ที่นำมาเจือจางเป็น 1 ลิตร
20,000 ─ 70,000	0.01	0.1
10,000 ─ 35,000	0.02	0.2
4,000 ─ 14,000	0.05	0.5
2,000 ─ 7,000	0.1	1
1,000 ─ 3,500	0.2	2
400 ─ 1,400	0.5	5
200 ─ 700	1.0	10
100 ─ 350	2.0	20
40 ─ 140	5.0	50
20 ─ 70	10.0	100
10 ─ 35	20.0	200
4 ─ 14	50.0	500
0 ─ 7	100	1,000

การเจือจางโดยใช้เปอร์เซ็นต์ของน้ำเสีย

วิธีนี้เหมาะกับการวัด DO โดยวิธีไตเตรท ซึ่งจะต้องเจือจางตัวอย่างน้ำเป็น 1 ลิตร ในกระบอกตวงและไซฟอน ใส่ขวดบีโอดี 4 ขวด ซึ่งมีตัวอย่างการเตรียมคำนวณดังนี้คือ

ตัวอย่างน้ำมีค่าซีโอดี 1000 มิลลิกรัมต่อลิตร ซึ่งประมาณค่าบีโอดีได้ 600 มิลลิกรัมต่อลิตร และเช็คจากตารางพบว่าที่ 600 มิลลิกรัมต่อลิตรอยู่ในช่วงบีโอดี 200-700 มิลลิกรัมต่อลิตร ซึ่งต้องเจือจางตัวอย่างน้ำที่ 1% โดยตวงตัวอย่างน้ำมา 10 มิลลิกรัมใส่ลงในกระบอกตวง แล้วเจือจางด้วยน้ำเจือจางจนครบ 1 ลิตร ผสมให้เข้ากัน แล้วไซฟอนใส่ขวดบีโอดี 4 ขวด (ใช้ปริมาตรตัวอย่างน้ำ + น้ำเจือจาง รวมกันประมาณ 1200 มิลลิลิตร) และทำเจือจางเพิ่มอีก 2 ความเข้มข้นคือที่สูงกว่าและต่ำกว่า 1% อย่างละ 1 ค่า คือที่ 2 % และ 0.5% ดังนั้นน้ำเสียจะต้องทำ 3 ความเข้มข้นคือที่ 0.5 % , 1% และ 2%

การเตรียมน้ำสำหรับใช้เจือจาง

1. คำนวณปริมาตรน้ำกลั่นที่ใช้เพื่อเจือจางใส่ลงในขวดที่สะอาดนำไปปรับอุณหภูมิให้ได้ประมาณ 20 องศาเซลเซียส
2. เติมออกซิเจนละลายลงในน้ำให้อิ่มตัวโดยใช้ปั๊มอากาศ นานประมาณ 1 ชั่วโมง
3. เติมสารละลายฟอสเฟตบัฟเฟอร์, สารละลายแมกนีเซียมซัลเฟต, สารละลายแคลเซียมคลอไรด์ และสารละลายเฟอร์ริกคลอไรด์ อย่างละ 1 มิลลิลิตรต่อน้ำกลั่น 1 ลิตรผสมให้เข้ากัน

การเจือจางน้ำตัวอย่างเพื่อวิเคราะห์บีโอดี

1. เลือกเปอร์เซ็นต์ในการทำการเจือจางที่คาดว่าจะให้ค่าบีโอดีอยู่ในช่วงที่กำหนด (ตามตารางที่ 1)
2. ตวงปริมาตรตัวอย่างน้ำตามเปอร์เซ็นต์ที่เจือจางลงในกระบอกตวงขนาด 1.5 ลิตร
3. เติมน้ำสำหรับใช้เจือจางลงในกระบอกตวงจนครบ 1.5 ลิตร
4. ใช้แท่งแก้วกวนเบาๆให้น้ำผสมกัน
5. ใช้สายยางดูดน้ำจากกระบอกตวงใส่ขวดบีโอดี 4 ขวด โดยให้ปลายสายยางอยู่ที่ก้นขวดบีโอดี ปิดจุกให้มีน้ำหล่อไว้ที่ปากขวด
6. นำขวดหนึ่งไปวิเคราะห์หาดีโอทันที (DO_0) อีก 3 ขวด นำไปเก็บในตู้ควบคุมอุณหภูมิ 20 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 5 วัน เมื่อครบ 5 วัน นำมาวิเคราะห์หาค่าดีโอที่เหลือ (DO_5)
7. เตรียมความเข้มข้นบีโอดีอีก 2 ความเข้มข้น คือที่สูงกว่าและต่ำกว่าเปอร์เซ็นต์เจือจางในข้อ 1. แล้วทำเช่นเดียวกับข้อ 1 ถึง ข้อ 6

การคำนวณ

$$\text{บีโอดี, มิลลิกรัมต่อลิตร} = \frac{(DO_0 - DO_5) \times 100}{\text{เปอร์เซ็นต์เจือจาง}}$$

หมายเหตุ

1. ผลที่น่าเชื่อถือและจะใช้คำนวณต่อไป ขวดที่เก็บไว้ครบ 5 วัน จะต้องมีค่าดีโอเหลืออยู่อย่างน้อย 1 มิลลิกรัม (DO_5 > 1 มิลลิกรัมต่อลิตร) ต่อลิตร และต้องมีดีโอลดลงอย่างน้อย 2 มิลลิกรัมต่อลิตร จึงจะทำให้ค่าบีโอดีที่คำนวณออกมาได้นั้นถูกต้อง

2. ค่าบีโอดีคำนวณได้จากสูตรในทุกความเข้มข้นที่ทำเจือจางควรมีค่าใกล้เคียงกัน ถ้าค่าบีโอดีที่ได้แตกต่างกันเกินกว่า 20 % ให้ตัดค่านั้นทิ้ง นำเฉพาะค่าที่แตกต่างกันไม่เกิน 20 % มาเฉลี่ยกันเท่านั้น

ซีโอดี (Chemical Oxygen Demand, COD)

ศรีสมร สิทธิกาญจนกุล
นักวิทยาศาสตร์ชำนาญการ

บทนำ

การวิเคราะห์หาค่าซีโอดี เป็นการวัดความสกปรกในรูปของสารอินทรีย์ที่มีอยู่ในน้ำ เสียโดยคิดเปรียบเทียบในรูปของปริมาณออกซิเจนที่ต้องการใช้ ในการออกซิไดซ์สารอินทรีย์โดยใช้สารเคมีซึ่งมีอำนาจในการออกซิไดซ์ ในสารละลายที่เป็นกรด

ข้อดี และข้อเสียของซีโอดีเมื่อเปรียบเทียบกับบีโอดี

ข้อดีของซีโอดี	ข้อเสียของซีโอดี
1. รวดเร็ว ใช้เวลาในการหาเพียง 3 ชั่วโมง ก็ทราบผลในขณะที่การหาค่าบีโอดี ต้องใช้เวลาถึง 5 วัน 2. มีตัวแปรผันน้อย เมื่อเทียบกับการหาบีโอดี และ ค่าที่ได้มีความแน่นอนน่าเชื่อถือกว่า 3. สิ้นเปลืองค่าใช้จ่าย น้อยกว่าการหาค่าบีโอดีเหมาะสำหรับงานประจำ 4. สารมีพิษไม่ขัดขวางการหาค่าซีโอดี	1. ไม่สามารถแสดงความแตกต่างของสารอินทรีย์ที่สามารถออกซิไดซ์ทางชีวภาพกับสารอินทรีย์ที่ไม่สามารถออกซิไดซ์ทางชีวภาพได้ 2. ไม่สามารถบ่งบอกถึงอัตราการย่อยสลายของสารอินทรีย์ทางชีวภาพภายใต้สภาวะทางธรรมชาติ

การวิเคราะห์หาค่าซีโอดี สามารถทำได้หลายวิธี แต่ในที่นี้จะใช้วีการย่อยสลายแบบปิด และเปรียบเทียบสี (Closed-Reflux, Colorimetric Method)

การวิเคราะห์ซีโอดีโดยวิธี รีฟลักซ์แบบปิด/เปรียบเทียบสี (Closed Reflux, Colorimetric Method)

หลักการ

สารอินทรีย์ส่วนใหญ่สามารถถูกออกซิไดซ์ ได้ด้วยตัวออกซิไดซ์ที่รุนแรง ในการวิเคราะห์หาค่าซีโอดีจะใช้ โปแตสเซียมไดโครเมต (Potassium dichromate, $K_2Cr_2O_7$) เป็นตัวออกซิไดซ์ (Oxidizing agent) ในสารละลายกรดซัลฟูริค โดยใช้ซิลเวอร์ซัลเฟตเป็นตัวเร่งปฏิกิริยา ในสภาวะที่ร้อนและมีความเป็นกรดสูง สารผสมระหว่างกรดโครมิก และกรดซัลฟูริค จะออกซิไดซ์สารประกอบอินทรีย์ในสารละลาย ซึ่งสารละลายผสมนี้มีความสามารถในการออกซิไดซ์สูงมากในสภาวะที่ร้อน

$$K_2Cr_2O_7 + \text{excess } H_2SO_4 \longrightarrow H_2Cr_2O_7 / K_2SO_4 / H_2SO_4$$

การวิเคราะห์ค่าซีโอดีทำได้โดยการหาปริมาณของโปแตสเซียมไดโครเมตที่ใช้ในการย่อยสลายอินทรีย์ทั้งหมดในตัวอย่างแล้วคำนวณเป็นปริมาณออกซิเจน

สารละลายโปแตสเซียมไดโครเมทที่ทราบปริมาณและความเข้มข้นที่แน่นอนและถูกเติมลงในน้ำตัวอย่างในปริมาณที่มากเกินพอ ทำการย่อยตัวอย่างที่อุณหภูมิ 150 องศาเซลเซียล เป็นเวลา 2 ชั่วโมง ในสภาวะปิดในสารละลายที่มีสภาพเป็นกรดเข้มข้น ซึ่งสารละลายโปแ ตสเซียมไดโครเมทมากพอที่จะทำปฏิกิริยากับสารอินทรีย์ ดังสมการที่ 1

$$C_nH_aO_bN_c + dCr_2O^{2-}_7 + (8d+c)H^+ \xrightarrow{\Delta} nCO_2 + (a+8d-3c)/2\ H_2O + cNH^+_4 + 2dCr^{3+} \quad .....1$$

หลังจากการย่อยสลายแล้ว ปริมาณของสารละลายโปแ ตสเซียมไดโครเมตที่เหลือ (ยังไม่ถูกรีดิวส์) จะถูกไทเทรตกับสารละลายเฟอรัสแอมโมเนียมซัลเฟต (Ferrous ammonium sulfate standard solution) โดยใช้เฟอโรอีนเป็นอินดิเคเตอร์เพื่อหาปริมาณของสารละลายโปแตสเซียมไดโครเมทที่ถูกใช้ในการออกซิไดซ์สารอินทรีย์ ดังสมการที่ 2

$$6Fe^{2+} + Cr_2O^{2-}_7 + 14H^+ \longrightarrow 6Fe^{3+} + 2Cr^{3+} + 7H_2O \quad .....2$$

การเก็บและรักษาตัวอย่าง

ควรเก็บตัวอย่างในขวดแก้วหรือขวด Polyethylene หรือเทียบเท่า และทำการวิเคราะห์ในทันที หากไม่สามารถวิเคราะห์ตัวอย่างได้ทันทีให้เก็บรักษาตัวอย่าง โดยการทำให้ตัวอย่างเป็นกรดด้วยกรดซัลฟูริคเข้มข้น โดยให้ตัวอย่างมีค่า pH ไม่เกิน 2 แล้วนำตัวอย่างแช่เย็นไว้ โดยให้วิเคราะห์ตัวอย่างภายใน 28 วัน

ก่อนทำการวิเคราะห์ควรผสมตัวอย่างให้ตะกอนและน้ำผสมกันดี ถ้าหาก ตัวอย่าง มีตะ กอนขนาดใหญ่ปะปนอยู่ ให้ปั่นตัวอย่าง เพื่อให้ตะกอนมีขนาดเล็กลงเป็นเนื้อเดียวกันก่อน โดยใช้เครื่องกวนผสม (Homogenizer) ทั้งนี้เพื่อให้การปิเปตน้ำตัวอย่างจากขวดเก็บตัวอย่างมาทำการวิเคราะห์เป็นตัวแทนของตัวอย่างน้ำที่เก็บมา และในกรณีที่ น้ำตัวอย่างมีค่าซีโอดีสูง ควรทำการเจือจางตัวอย่าง ก่อนนำมาวิเคราะห์ทั้งนี้เพื่อลดความผิดพลาดในการปิเปตตัวอย่าง

เครื่องมือและอุปกรณ์

1. ภาชนะที่ใช้ในการย่อยสลาย (Digestion Vessel)ควรใช้หลอดทดสอบที่เป็นบอโรซิลิเคตซึ่งมีขนาด 16x100 มม. 20x150มม.หรือ 25x150 มม. พร้อมทั้งฝาจุกเกลียวที่ทำด้วยTFE (Tetrafluoroethylene)

2. เครื่องให้ความร้อน (Block Heater) ที่สามารถให้ความร้อนและควบคุมให้มีอุณหภูมิอยู่ระหว่าง 150 ± 2 องศาเซลเซียส

3. ฮีตติงบล็อค (Heating Block) เป็นอลูมิเนียมหล่อ (Cast Aluminum) มีช่องหลายๆช่องที่มีความลึก 45 ถึง 50 มิลลิเมตร เป็นช่องที่จะให้หลอดตั้งอยู่ได้พอดีและให้ความร้อนแก่สารละลายได้ทั่วถึง

4. ที่วางหลอดทดลอง (test tube rack)

5. Micropipette & pipette tips

6. Spectrophotometer

สารเคมี

1. Standard Potassium Digestion Solution 0.0167 M

ชั่งสาร โปแตสเซียมไดโครเมท ($K_2Cr_2O_7$) (อบแห้ง ที่ 103 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง ทำให้เย็นในโถอบ) 4.913 กรัม ใส่ลงในน้ำกลั่นประมาณ 500 มิลลิลิตร ค่อยๆเติมกรดซัลฟูริคเข้มข้น 167 มิลลิลิตร และสารเมอคิวรีซัลเฟต ($HgSO_4$) 33.3 กรัม คนให้ละลายตั้งทิ้งไว้ให้เย็นที่อุณหภูมิห้อง เจือจางด้วยน้ำกลั่นให้มีปริมาตร 1,000 มิลลิลิตร

2. กรดซัลฟูริครีเอเจนท์ (Sulfuric Acid Reagent)

เตรียมสารละลายผสมระหว่างสารซิลเวอร์ซัลเฟต (Ag_2SO_4) และกรดซัลฟูริคเข้มข้น ในอัตราส่วน 5.5 กรัมของสาร Ag_2SO_4 ต่อ 1กิโลกรัมของกรด ซัลฟูริคเข้มข้น ตั้งทิ้งไว้ 1-2 วัน เพื่อให้สาร Ag_2SO_4 ละลายจนหมด แต่ถ้าต้องการละลายให้เร็วขึ้นก็อาจจะใช้วิธีการกวนอย่างต่อเนื่องซึ่งจะละลายสาร Ag_2SO_4 ได้ภายในเวลา 30 นาที

3. Ferroin Indicator Solution

ละลาย 1,10 – phenanthroline monohydrate ($C_{12}H_8N_2.H_2O$) 1.485 กรัม และสารเฟอรัสซัลเฟต ($FeSO_4.7H_2O$) 695 มิลลิกรัม ในน้ำกลั่น และปรับปริมาตรให้ได้ 100 มิลลิลิตร

4. กรดซัลฟามิค (Sulfamic acid)

เพื่อใช้ในการกำจัดไนไตรท์ในตัวอย่างน้ำ โดยใส่กรดซัลฟามิค 10 มิลลิกรัมต่อ 1 มิลลิกรัมของไนไตรท์ไนโตรเจน โดยใส่ในภาชนะย่อยสลายก่อนนำไปย่อย

5. Potassium Hydrogen Phthalate (KHP) Standard

ละลาย Potassium hydrogen phthalate ($HCOOC_6H_4COOK$) (อบแห้งจนน้ำหนักคงที่แล้วที่อุณหภูมิ 120 องศาเซลเซียส ทำให้เย็นในโถอบ) จำนวน 425 มิลลิกรัม ในน้ำกลั่นและเจือจางจนได้ปริมาตร 1,000 มิลลิลิตร จะได้สารมาตรฐานที่มีค่าซีโอดี เท่ากับ 500 มิลลิกรัม O_2 ต่อลิตร ในทางทฤษฎี Potassium hydrogen phthalate มีค่าซีโอดี 1.176 มิลลิกรัม O_2 ต่อมิลลิกรัม สารละลายนี้สามารถเก็บไว้ในตู้เย็นได้ 3 เดือน

วิธีวิเคราะห์

1. ล้างหลอดย่อยสลาย และฝาจุกด้วยกรดซัลฟูริค 20 % ก่อนนำไปใช้ เพื่อป้องกันการปนเปื้อนด้วยสารอินทรีย์

2. เลือกใช้ปริมาตรของตัวอย่างน้ำและสารเคมีที่เหมาะสม ตามตารางข้างล่าง

ขนาดของภาชนะย่อยสลาย	น้ำตัวอย่าง (มิลลิลิตร)	สารละลายในการย่อยสลาย (มิลลิลิตร)	กรดซัลฟูริค รีเอเจนท์ (มิลลิลิตร)	ปริมาตรทั้งหมด (มิลลิลิตร)
16 x 100 มม.	2.5	1.5	3.5	7.5
20 x 150 มม.	5.0	3.0	7.0	15.0
25 x 150 มม.	10.0	6.0	14.0	30.0

3. นำตัวอย่างน้ำมาใส่หลอดย่อยสลายที่เตรียมไว้ เติมสารละลายที่ใช้ในการย่อยสลาย (Standard Potassium Digestion Solution 0.0167 M)

4. ค่อยๆใส่กรดซัลฟูริครีเอเจนท์ลงไปในหลอดย่อย โดยให้กรดซัลฟูริครีเอเจนท์ไหลลงตามข้างหลอดย่อย เพื่อให้ชั้นของกรดอยู่ใต้ชั้นตัวอย่างน้ำและสารละลายที่ใช้ในการย่อยสลาย

5. ปิดจุกหลอดย่อยให้สนิท แล้วคว่ำหลอดย่อยไปมาหลายๆครั้ง เพื่อให้สารผสมกันอย่างทั่วถึง

6. นำหลอดย่อยเหล่านี้ไปใส่เครื่องย่อยสลาย ซึ่งทำให้ร้อนถึงอุณหภูมิ 150 องศาเซลเซียสแล้วทำการย่อยเป็นเวลา 2 ชั่วโมง ตั้งทิ้งให้เย็นถึงอุณหภูมิห้อง โดยนำหลอดย่อยมาวางไว้ใน test tube rack

7. ทำแบลงค์ (blank) เหมือนกับตัวอย่างทุกขั้นตอน โดยใช้น้ำกลั่น

8. ด้วยวิธีทำเช่นเดียวกับในข้อ 1 ถึง ข้อ 6 แต่ใช้สารละลายาตรฐานความเข้มข้น 20 ถึง 900 ไมโครกรัมต่อลิตร อย่างน้อย 5 ความเข้มข้น โดยใช้ปริมาตรของสารละลายมาตรฐานเท่ากับตัวอย่างที่ใช้ สำหรับทำกราฟมาตรฐาน (Standard or calibration curve)

9. วัดค่าการดูดกลืนคลื่นแสงที่ความยาวคลื่น 600 นาโนเมตร

10. ทำกราฟมาตรฐานและหาค่าซีโอดีของตัวอย่างจากกราฟมาตรฐาน

การคำนวณ

$$\mathbf{COD = 1{,}000\ A/B}$$

COD = ค่าซีโอดี หน่วยเป็น มิลลิกรัม O_2 ต่อลิตร

A = ปริมาณออกซิเจนของตัวอย่างที่อ่านได้จากกราฟมาตรฐาน (มิลลิลิตร)

B = ปริมาตรตัวอย่างที่ใช้ (มิลลิลิตร)

ซัลไฟด์ (Sulfide)

ศรีสมร สิทธิกาญจนกุล
นักวิทยาศาสตร์ชำนาญการ

บทนำ

โดยปรกติจะพบสารประกอบซัลไฟด์ (Sulfides)ในน้ำใต้ดินโดยเฉพาะอย่างยิ่งในน้ำพุร้อนซึ่งจะสามารถได้กลิ่นเมื่อไปยืนอยู่ในบริเวณบ่อน้ำพุร้อนในที่ต่างๆ นอกจากนี้ยังสามารถพบสารประกอบซัลไฟด์ในน้ำเสีย ซึ่งซัลไฟด์ในน้ำเสียส่วนมากจะมาจากปฏิกิริยารีดักชั่นของซัลเฟตโดยจุลชีพในน้ำเสีย ในสภาพที่น้ำเสียมีค่าพีเอชเป็นกรด ก๊าซไฮโดรเจนซัลไฟด์ (Hydrogen Sulfide) จะหนีออกมาจากน้ำเสีย ทำให้เกิดกลิ่นเหม็นรบกวนเหมือนก๊าซไข่เน่าจึงเรียกก๊าซนี้ว่าก๊าซไข่เน่า ปริมาณหรือความเข้มข้นต่ำสุดในน้ำที่สามารถจะได้กลิ่นก๊าซไฮโดรเจนซัลไฟด์ระเหยออกมา อยู่ระหว่าง 0.025 - 0.25 ไมโครกรัมต่อลิตรโดยที่ปริมาณความเข้มข้นของก๊าซไฮโดรเจนซัลไฟด์ในบรรยากาศที่ต่ำมากถึง 0.3 ส่วนในล้านส่วน ก็สามารถรับรู้ได้ว่าเป็นกลิ่นของก๊าซนี้ ในทางการก่อสร้างไฮโดรเจนซัลไฟด์อาจจะก่อให้เกิดปัญหาได้เนื่องจากไฮโดรเจนซัลไฟด์อาจจะถูกออกซิไดซ์ได้ ในทางชีววิทยาไปเป็นกรดซัลฟูริคได้ถ้าอยู่ภายใต้สภาวะที่เหมาะสมทำให้เกิดการกัดกร่อนต่อคอนกรีตที่อยู่ในน้ำได้

โดยทั่วไป ปริมาณไฮโดรเจนซัลไฟด์ในน้ำสามารถใช้เป็นตัวบอกอย่างคร่าวๆได้ว่าน้ำในแหล่งน้ำนั้นอยู่ในสภาวะที่มีออกซิเจนละลายอยู่น้อยมากและมีสภาพเป็นกรดเพียงใด ซัลไฟด์อิออนเป็นอิออนที่สามารถเกิดเป็นสารประกอบกับโลหะได้โดยตรงในน้ำได้ง่าย ตัวอย่างเช่น การเกิดปฏิกิริยาระหว่างเหล็กและซัลไฟด์ได้เป็นเฟอริกซัลไฟด์ (Iron (III) sulfide)ในน้ำเสีย ซึ่งสามารถพบได้บ่อยทั้งนี้เนื่องจากในน้ำจะมีปริมาณเหล็กอยู่ค่อนข้างสูง จึงเกิดเป็นเฟอริกซัลไฟด์ในปริมาณสูงด้วยและเนื่องจากเฟอริกซัลไฟด์เป็นตะกอนสีดำ ดังนั้นเมื่อมีประมาณเฟอริกซัลไฟด์ในน้ำจำนวนมากพอจึงเป็นส่วนหนึ่งที่ทำให้น้ำเสียมีสีดำ

การวิเคราะห์ปริมาณซัลไฟด์ โดยวิธีเทียบสีเมทิลีนบลู (Methylene Blue Colorimetric Method)

หลักการ

เป็นการวิเคราะห์โดยอาศัยหลักการเกิดปฏิกิริยาระหว่างซัลไฟด์ เฟอริกคลอไรด์ และ Dimethyl p-Phenylenediamine ทำให้เกิดเป็น Methylene Blue สีที่เกิดจากเฟอริกคลอไรด์สามารถกำจัดได้โดยการเติมสารละลายแอมโมเนียมฟอสเฟตซึ่งจะทำให้เกิดเป็นกรดฟอสฟอริกในปฏิกิริยา ในขั้นตอนแรกจะเป็นการทำให้เกิดสีและหลังจากนั้นจะเปรียบเทียบสีที่เกิดขึ้นในตัวอย่างกับสีที่เกิดจากการใช้สารละลายมาตรฐานซัลไฟด์ที่ทราบความเข้มข้นแล้ว วิธีการเทียบสีนี้จะสามารถวิเคราะห์หาปริมาณซัลไฟด์ได้ในช่วง ประมาณ 0.02 - 20 มิลลิกรัมต่อลิตร

การเก็บและรักษาตัวอย่าง (Sampling and Sample Preservation)

การเก็บตัวอย่างน้ำจะต้องใช้ความระมัดระวังมากทั้งนี้เพื่อให้ได้ตัวอย่างน้ำที่เป็นตัวแทนของน้ำในแหล่งน้ำที่ต้องการทราบปริมาณซัลไฟด์ โดยจะต้องเก็บตัวอย่างโดยให้สัมผัสและมีอากาศอยู่ในตัวอย่างน้อยที่สุด เนื่องจากออกซิเจนในอากาศสามารถจะทำลายซัลไฟด์ได้โดยการออกซิไดซ์ซัลไฟด์ให้เป็นซัลเฟอร์และซัลเฟตในที่สุด ด้วยเหตุนี้การวิเคราะห์หาปริมาณซัลไฟด์ควรทำในทันทีหลังจากเก็บตัวอย่าง แต่ถ้าไม่สามารถจะดำเนินการวิเคราะห์ตัวอย่างได้ในทันที่ จะต้องเก็บรักษาตัวอย่างน้ำเป็นอย่างดีเพื่อมิให้น้ำตัวอย่างเปลี่ยนแปลงสภาพไปจากเดิม ด้วยการเติมสารละลายซิงค์อะซีเตต (Zinc Acetate) เข้มข้น 2 นอร์มัล จำนวน 4 หยด ต่อตัวอย่าง 100 มิลลิลิตรแล้วจึงค่อยๆเติมตัวอย่างลงไปในขวดเก็บตัวอย่างจนเต็มพยายามอย่าให้สัมผัสอากาศนานเกินไปหรือมีการเติมอากาศลงไปในตัวอย่างน้ำ

เครื่องมือและอุปกรณ์

1. หลอดเปรียบเทียบสี (matched test tubes) ยาวประมาณ 125 มิลลิเมตร เส้นผ่าศูนย์กลางกว้างประมาณ 15 มิลลิเมตร หรือใช้หลอดเนสสเลอร์ ขนาดความจุ 50 มิลลิลิตร

2. หลอดหยด (Droppers) ขนาด 20 หยดต่อ 1 มิลลิลิตร เพื่อใช้กับสารละลายเมทิลีนบลู และเพื่อให้การหยดสารละลายเมทิลีนบลูเป็นไปอย่างสม่ำเสมอควรตั้งหลอดหยด (Droppers)

3. ขวดซึ่งมีจุกเป็นกราวด์จอยท์ ขนาด 100-300 มิลลิลิตร หรือใช้ขวดบีโอดี

4. Spectrophotometer ซึ่งสามารถวัดการดูดกลืนแสงที่ความยาวคลื่น 664 นาโนเมตรได้

สารเคมี

1. สารละลายสต๊อกกรดอะมีน-ซัลฟูริค (amine-sulfuric acid stock solution)

ผสมกรดซัลฟูริคเข้มข้น 50 มิลลิลิตร กับน้ำกลั่น 30 มิลลิลิตร (ควรระมัดระวังขณะผสมเนื่องจากการผสมกรดซัลฟูริคลงในน้ำจะทำให้เกิดความร้อนมากจึงควรแช่ภาชนะที่ใส่น้ำกลั่นไว้ในน้ำแล้วจึงค่อยๆเทกรดซัลฟูริคลงไปพร้อมกับคนให้เข้ากันตลอดเวลา) ทำให้เย็น ใส่รีดีสทิลอะมีน (redistilled amine) 20 กรัม หรืออะมีนซัลเฟต 27.2 กรัม หรือ N,N-Dimethyl p-phenylenediamine oxalate 27 กรัม คนจนกระทั่งละลายหมด เจือจางด้วยน้ำกลั่นจนได้ปริมาตรเป็น 100 มิลลิลิตร เก็บสารละลายสต็อกนี้ไว้ในขวดสีชา ปิดจุกให้แน่น ในการวิเคราะห์ถ้าเติมสารละลายนี้ในน้ำกลั่นที่ไม่มีซัลไฟด์อยู่ในตอนแรกสารละลายจะเป็นสีชมพูและเปลี่ยนไปเป็นไม่มีสีในที่สุดภายใน 3 นาที

2. สารละลายทดสอบกรดอะมีน-ซัลฟูริค ตัวที่ 1

เจือจางสารละลายสต็อกกรดอะมีนซัลฟูริค 25 มิลลิลิตร ด้วย 975 มิลลิลิตร กรดซัลฟูริค (1+1) เก็บสารละลายนี้ไว้ในขวดสีชา ใช้น้ำยานี้กับตัวอย่างน้ำที่มีปริมาณซัลไฟด์ ไม่เกิน 20 มิลลิกรัมต่อลิตร

3. สารละลายทดสอบกรดอะมีน-ซัลฟูริค ตัวที่ 2

เจือจางสารละลายทดสอบกรดอะมีน-ซัลฟูริค ตัวที่ 1 10 มิลลิลิตร ด้วย 990 มิลลิลิตร กรดซัลฟูริค (1+1) ทำให้เย็นก่อนใช้ น้ำยาตัวนี้ใช้กับตัวอย่างน้ำที่มีปริมาณซัลไฟด์ไม่เกิน 5 มิลลิกรัมต่อลิตร

4. สารละลายกรดซัลฟูริค (1+1)

5. สารละลายเฟอริกคลอไรด์หรือไอร์ออน (III) คลอไรด์ (Ferric Chloride)

ละลายไอร์ออน (III) คลอไรด์เฮกซาไฮเดรต (Ferric Chloride hexahydrate; $FeCl_3.6H_2O$) 100 กรัม ด้วยน้ำกลั่น 40 มิลลิลิตร

6. สารละลายไดแอมโมเนียมไฮโดรเจนฟอสเฟต (Diammonium Hydrogen Phosphate Solution)

ละลายไดแอมโมเนียมไฮโดรเจนฟอสเฟต $[(NH_4)_2HPO_4]$ 400 กรัมด้วยน้ำกลั่น 800 มิลลิลิตร

7. สารละลายเมทิลีนบลู ตัวที่ 1 (Methylene blue solution I)

ละลายเมทิลีนบลู (Methylene blue) ชนิดผง USP grade หรือเทียบเท่าซึ่งควรจะมีปริมาณเมทิลีนบลูอย่างน้อย 84 % จำนวน 1 กรัม ในน้ำกลั่น แล้วทำปริมาตรให้เป็น 1000 มิลลิลิตร สารละลายนี้ควรเทียบมาตรฐานกับสารละลายซัลไฟด์ ให้ได้สารละลายซึ่ง 1 หยด (0.05 มิลลิลิตร) เท่ากับ ซัลไฟด์ ($S^{=}$) เข้มข้น 1.0 มิลลิกรัมต่อลิตร

การเทียบมาตรฐาน

วิธีที่ 1 เตรียมซิงค์ซัลไฟด์ โดยหยดสารละลายซิงค์แอซีเตต 2 โมลต่อลิตร 6 หยด ลงในน้ำกลั่น 1 ลิตรผ่านแก๊สไฮโดรเจนซัลไฟด์ลง 2 นาที เพื่อจะไล่แก๊สไฮโดรเจนซัลไฟด์ส่วนที่เกินที่มีอยู่ออกไปให้หมด ทำให้เย็น เขย่าแล้วแบ่งซิงค์ซัลไฟด์แขวนลอย (suspended zinc sulfide) ออกมา 200 มิลลิลิตร ใส่ลงในขวด ตรวจหาปริมาณซัลไฟด์ทั้งหมดตามวิธีไทเทรต ถ้าใช้สารละลายซิงค์แอซีเตต 3 หยด จำนวนไอโอดีนที่ใช้ควรเป็น 12 มิลลิลิตร

เมื่อได้ทำการวิเคราะห์หาปริมาณซัลไฟด์ทั้งหมด ให้ทำการหาปริมาณซัลไฟด์ทั้งหมดโดยวิธีเทียบสี เพื่อเปรียบเทียบผลการวิเคราะห์ ถ้าผลการวิเคราะห์โดยวิธีเทียบสีได้ต่ำกว่าวิธีไทเทรต ให้เจือจางสารละลายเมทิลีนบลู ถ้าผลที่ได้สูงกว่าก็ให้เพิ่มสารเมทิลีนบลูลงในสารละลายจนกระทั่งได้ผลการทดลองด้วยวิธีไทเทรตเท่ากับวิธีเทียบสี ภายหลังที่ทำให้เท่ากันแล้วให้ทำวิธีเทียบสีอีกครั้ง ผลที่ได้จากวิธีเทียบสีจะต้องได้ความแตกต่างไม่มากกว่าร้อยละ 5 ของผลที่ได้จากวิธีไทเทรต ถ้าความแตกต่างสูงเกินร้อยละ 10 จะต้องทำสารละลายเมทิลีนบลูใหม่โดยเติมหรือเจือจางตามวิธีที่กล่าวข้างต้นจนกระทั่งได้ผลของการวิเคราะห์แตกต่างไม่เกินร้อยละ 10 ของวิธีไทเทรต

สารละลายมาตรฐานซิงค์ซัลไฟด์นี้ต้องเตรียมใหม่ทุกครั้งที่ใช้

วิธีที่ 2 เตรียมสารละลายที่อิ่มตัวของโซเดียมซัลไฟด์โดยการใส่ $Na_2S.9H_2O$ ที่มากเกินพอในน้ำกลั่นโดยต้องเตรียมขึ้นใหม่ทุกครั้งที่ต้องการใช้ หยดสารละลายที่อิ่มตัวของโซเดียมซัลไฟด์จำนวน 1หยด ลงในน้ำกลั่น 1 ลิตร ผสมให้กันดี และหาปริมาณซัลไฟด์ทั้งหมดโดยวิธีการติเตรทแบบไอโอโดเมตริกและด้วยวิธีเมทิลีนบลู ถ้าผลการวิเคราะห์โดยวิธีเทียบสีได้ต่ำกว่าวิธีไทเทรต ให้เจือจางสารละลายเมทิลีนบลู ถ้าผลที่ได้สูงกว่าก็ให้เพิ่มสารเมทิลีนบลูลงในสารละลายจนกระทั่งได้ผลการทดลองด้วยวิธีไทเทรตเท่ากับวิธีเทียบสี ภายหลังที่ทำให้เท่ากันแล้วให้ทำวิธีเทียบสีอีกครั้ง ผลที่ได้จากวิธีเทียบสีจะต้องได้ความแตกต่างไม่มากกว่าร้อยละ 5 ของผลที่ได้จากวิธีไทเทรต ถ้าความแตกต่างสูงเกินร้อยละ 10 จะต้องทำสารละลายเมทิลีนบลูใหม่โดยเติมหรือเจือจางตามวิธีที่กล่าวข้างต้นจนกระทั่งได้ผลของการวิเคราะห์แตกต่างไม่เกินร้อยละ 10 ของวิธีไทเทรต

8. สารละลายเมทิลีนบลู ตัวที่ 2

เจือจางสารละลายเมทิลีนบลูตัวที่ 1 ที่เทียบมาตรฐานแล้ว 10 มิลลิลิตร ด้วยน้ำกลั่นจนได้ปริมาตรเป็น 100 มิลลิลิตร สารละลายนี้ 1 หยด (0.05 มิลลิลิตร) จะเท่ากับซัลไฟด์ ($S^{=}$) จำนวน 0.1 มิลลิกรัมต่อลิตร

9. สารละลายซิงค์แอซีเตต (Zinc Acetate Solution) เข้มข้น 2 นอร์มัล (1 โมลต่อลิตร)

ละลายซิงค์แอซีเตตไดไฮเดรต $[Zn(C_2H_3O_2)_2.2H_2O]$ จำนวน 220 กรัม ในน้ำกลั่น แล้วเจือจางจนได้ปริมาตรเป็น 1,000 มิลลิลิตร

วิธีวิเคราะห์

การเตรียมตัวอย่างก่อนการวิเคราะห์ (Sample Pretreatment)

เพื่อให้การวิเคราะห์ปริมาณซัลไฟด์เป็นไปอย่างถูกต้อง จะต้องทำการกำจัดสารรบกวนหรือสารแทรกสอด (Interfering substances) ที่อาจจะมีในตัวอย่างน้ำก่อนการวิเคราะห์ต่อไป เนื่องจากสารแทรกสอดนี้จะทำให้ค่าที่ได้จากการวิเคราะห์ผิดไปจากความเป็นจริง ทั้งในการวิเคราะห์โดยวิธีไอโอโดเมตริก และวิธีเทียบสีโดยใช้เมทิลีนบลู อีกทั้งยังสามารถใช้ในการทำให้ความเข้มข้นของซัลไฟด์ในตัวอย่างเพิ่มขึ้นเพื่อจะได้ดำเนินการวิเคราะห์ได้อย่างดีและถูกต้อง ทั้งในการวิเคราะห์ปริมาณซัลไฟด์ทั้งหมด และการวิเคราะห์ปริมาณซัลไฟด์ส่วนที่ละลายในตัวอย่างน้ำ

การเตรียมตัวอย่างเพื่อวิเคราะห์ปริมาณซัลไฟด์ทั้งหมด

ก่อนการวิเคราะห์ปริมาณซัลไฟด์ทั้งหมด จะต้องนำตัวอย่างไปตกตะกอนซัลไฟด์ด้วยซิงค์อะซีเตต (Zinc Sulfide Precipitation) เป็นการกำจัดสารแทรกสอดที่อยู่ในตัวอย่างโดยการตกตะกอนซัลไฟด์

ด้วยซิงค์อะซีเตต แล้วทำการกรองน้ำใสทิ้งไป ตะกอนที่ได้นำมาทำปฏิกิริยากับไอโอดีนในสภาวะที่เป็นกรด โดยมีวิธีการวิเคราะห์ ดังนี้

1) เติมสารละลายซิงค์อะซีเตต เข้มข้น 2 นอร์มัล จำนวน 0.5 มิลลิลิตร ลงในปฏิกิริยาขนาด 300 มิลลิลิตร (อาจจะใช้สารละลายซิงค์อะซีเตต มากกว่า 0.5 มิลลิลิตร ถ้ามีปริมาณซัลไฟด์สูงในตัวอย่างและปริมาณซิงค์อะซีเตตยังไม่เพียงพอต่อการตกตะกอนซัลไฟด์ หรืออาจจะใช้สารละลายซิงค์อะซีเตต น้อยกว่านี้ก็ได้ตามความเหมาะสม)

2) ใส่ตัวอย่างลงไปในขวดปฏิกิริยาจนเต็มแล้วเติมสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ เข้มข้น 6 นอร์มัล จำนวน 0.3 มิลลิลิตร หรือจนกระทั่งสารละลายในขวดปฏิกิริยามีพีเอชมากกว่า 9

3) ปิดจุกอย่าให้มีฟองอากาศ ผสมให้เข้ากัน ตั้งทิ้งไว้ให้ตกตะกอน ประมาณ 30 นาที

4) กรองตะกอน ล้างตะกอนด้วยสารละลายเจือจางโซเดียมไฮดรอกไซด์ นำตะกอนใส่กลับลงไปในขวดปฏิกิริยาแล้วเติมน้ำกลั่น จำนวน 100 มิลลิลิตร

5) ทำการวิเคราะห์ปริมาณซัลไฟด์ตามวิธีการวิเคราะห์ต่อไป

การเตรียมตัวอย่างเพื่อวิเคราะห์ปริมาณซัลไฟด์ส่วนที่ละลาย

ก่อนการวิเคราะห์ปริมาณซัลไฟด์ส่วนที่ละลาย จะต้องนำตัวอย่างไปแยกเอาตะกอน (Sespended solid) ที่มีอยู่ออกโดยวิธีฟล็อคคูเลชัน (Flocculation) และตั้งทิ้งไว้ให้ตะกอนนอนก้น นำเอาเฉพาะส่วนน้ำใสไปวิเคราะห์ ยกเว้นว่าในตัวอย่างไม่มีตะกอนอยู่เลยก็ไม่ต้องตกตะกอนออก วิธีการตกตะกอนเพื่อเอาน้ำใสไปวิเคราะห์หาปริมาณซัลไฟด์ส่วนที่ละลายเป็นดังนี้

1) ใส่โซเดียมไฮดรอกไซด์ เข้มข้น 6 โมลต่อลิตร จำนวน 2 มิลลิลิตร ลงในขวดตกตะกอนขนาด 1 ลิตร รินตัวอย่างน้ำใส่ขวดตัวอย่างจนล้นออกมา เพื่อทำให้ตัวอย่างน้ำถูกกับอากาศน้อยที่สุด ใส่สารละลายอะลูมินัมคลอไรด์ เข้มข้น 2 โมลต่อลิตร จำนวน 2 มิลลิลิตร และปิดจุกไม่ให้มีฟองอากาศอยู่ใต้จุกเลย คว่ำขวดไปมาอย่างรวดเร็วอย่างน้อย 1 นาที เพื่อให้เกิดฟล็อคคูเลชัน จำนวนสารเคมีที่ใส่อาจมากหรือน้อยกว่า 2 มิลลิลิตร ขึ้นอยู่กับปริมาณสารแขวนลอย แต่จุดมุ่งหมายของการทำเช่นนี้ก็เพื่อให้เกิดการตกตะกอนได้ในน้ำใส โดยใช้สารเคมีจำนวนน้อยที่สุดและต้องใช้น้ำยาทั้ง 2 นี้ให้มีปริมาตรเท่ากันเสมอ

2) ตั้งทิ้งไว้ 15 นาทีหรือจนกระทั่งได้น้ำใส ดูดน้ำใสออกมา 500 มิลลิลิตร

3) แล้วทำการวิเคราะห์เช่นเดียวกับการหาปริมาณซัลไฟด์ทั้งหมด

วิธีวิเคราะห์ปริมาณซัลไฟด์ทั้งหมด

1) วิธีไอโอโดเมตริก (Iodometric Titration Method)

ในกรณีที่ใช้การเตรียมตัวอย่างโดยวิธีการตกตะกอนซัลไฟด์ด้วยซิงค์อะซีเตต ให้ดำเนินการวิเคราะห์ดังต่อไปนี้

1) หลังจากกรองตะกอน ล้างตะกอนและนำตะกอนใส่กลับลงไปในขวดที่ใช้ตกตะกอน (ขวดปฏิกิริยา) แล้ว ใส่สารละลายไอโอดีนจำนวนมากเกินพอลงในขวดปฏิกิริยาตามความเหมาะสม เช่น อาจจะใส่สารละลายไอโอดีน จำนวน 5 มิลลิลิตร เป็นต้น โดยที่สารละลายไอโอดีน 0.025 โมลต่อลิตร จำนวน 1 มิลลิลิตร จะทำปฏิกิริยาพอดีกับ 0.400 มิลลิกรัมซัลไฟด์

2) ใส่กรดไฮโดรคลอริกเข้มข้น 2.5 มิลลิลิตร ลงในแต่ละขวดปิดจุกเขย่าให้เข้ากัน แล้วไทเทรตด้วยสารละลายโซเดียมไทโอซัลเฟต 0.025 โมลต่อลิตร ใช้น้ำแป้งเป็นอินดิเคเตอร์ ทำแบลงค์เช่นเดียวกับวิธีตรวจตัวอย่าง

การคำนวณ

ถ้าใช้สารละลายโซเดียมไทโอซัลเฟตและไอโอดีน เข้มข้น 0.025 นอร์มัล เท่ากัน ปริมาณซัลไฟด์ทั้งหมดคิดเทียบเป็นไฮโดรเจนซัลไฟด์ (H_2S) หน่วยเป็นมิลลิกรัมต่อลิตร คือ

S = [(mL of Iodine Solution) - (mL of Thiosulfate Solution)]x 400 / (mL Sample)

กรณีที่ใช้สารละลายโซเดียมไทโอซัลเฟตและสารละลายไอโอดีนที่มีความเข้มข้นเป็นอย่างอื่น ปริมาณซัลไฟด์ทั้งหมดคิดเทียบเป็นไฮโดรเจนซัลไฟด์ (S) หน่วยเป็นมิลลิกรัมต่อลิตร จะสามารถคำนวณได้จากสมการ

$$S = \{(aA - bB) \times 17{,}000\}/C$$

เมื่อ S = ซัลไฟด์คิดเทียบเป็นไฮโดรเจนซัลไฟด์ (H_2S) (มิลลิกรัมต่อลิตร)

a = ปริมาตรสารละลายไอโอดีนที่ใช้ (มิลลิลิตร)

b = ปริมาตรสารละลายโซเดียมไทโอซัลเฟตที่ใช้ (มิลลิลิตร)

C = ปริมาตรตัวอย่างที่ใช้ (มิลลิลิตร)

A = ความเข้มข้นสารละลายไอโอดีนที่ใช้ (นอร์มัล)

B = ความเข้มข้นสารละลายโซเดียมไทโอซัลเฟตที่ใช้ (นอร์มัล)

2) วิธีการทำให้เกิดสี (Color Development)

การวิเคราะห์ต้องทำด้วยความรวดเร็วเท่าที่จะสามารถทำได้โดย

1. ต้องระวังไม่ให้ตัวอย่างถูกอากาศมากและไม่ให้มีสารแขวนลอยปนอยู่ด้วย ปิเปตตัวอย่างใส่ลงในหลอดทดลอง 2 หลอด หลอดละ 7.5 มิลลิลิตร หลอดแรก(Tube A) เติมสารละลายทดสอบกรดอะมีน-ซัลฟิวริก จำนวน 0.5 มิลลิลิตร (ตัวอย่างที่ 1 หรือตัวอย่างที่ 2 ตามความเข้มข้นของซัลไฟด์ในตัวอย่างน้ำ) หลอดที่สอง (Tube B) ใส่กรดซัลฟิวริก (1+1) จำนวน 0.5 มิลลิลิตร แล้วหยดไอร์ออน (III) คลอไรด์ (Ferric Chloride Solution) จำนวน 3 หยด (0.15 มิลลิลิตร)ลงในทั้ง 2 หลอด ปิดจุกทั้งสองเพื่อผสมสารละลายในหลอดทดลองโดยคว่ำไปมาช้าๆหลอดละ 1 ครั้ง (ถ้าผสมหลายครั้งอาจจะเกิดการสูญเสียไฮโดรเจนซัลไฟด์ก่อนจะเกิดปฏิกิริยาทำให้ค่าที่ได้ต่ำกว่าความเป็นจริง)

2. ถ้ามีซัลไฟด์อยู่ เมื่อใส่สารละลายทดสอบตัวที่ 1 ลงไปจะเกิดสีฟ้าอย่างสมบูรณ์ในหลอดทดลองอันแรก (Tube A) ภายใน 1 นาที หลังจากนั้นให้เติมสารละลายไดแอมโมเนียมไฮโดรเจนฟอสเฟต 1.6 มิลลิลิตร ลงทั้ง 2 หลอดและผสมโดยวิธีดังข้อ 1

3. ถ้าใช้สารละลายตัวที่ 2 จะต้องคอยจนถึง 5 นาที จึงจะเติมสารละลายไดแอมโมเนียมไฮโดรเจนฟอสเฟต สีที่เกิดจะคงอยู่ได้ประมาณ 2 ชั่วโมง ถ้าเก็บไว้ในที่ที่ไม่มีแสงสว่างจัด

4. ทิ้งไว้ประมาณ 3-15 นาที จึงหยดสารละลายเมทิลีนบลู ตัวที่ 1 หรือตัวที่ 2 ลงในหลอดที่สองทีละหยดหรือทีละน้อยๆ ให้มีสีเท่ากับสีในหลอดทดลองอันแรก จดจำนวนสารละลายเมทิลีนบลู ที่หยดลง (ถ้าใช้ซิงค์แอซีเตต จะต้องทิ้งไว้อย่างน้อย 10 นาที จึงจะทำการเทียบสี)

การเทียบสีระหว่างทั้ง 2 หลอด

1. การเทียบสีด้วยการมองเห็น (Visual Color Determination)

การเทียบสี

ถ้าสีที่ได้อ่อนหรือจาง แสดงว่ามีก๊าซไฮโดรเจนซัลไฟด์ น้อยกว่า 3 มิลลิกรัมต่อลิตร ควรจะเทียบสีโดยดูจากข้างบนหลอดทดลอง ซึ่งวางอยู่บนแผ่นกระดาษหรือแผ่นกระเบื้องขาว ถ้าสีที่ได้เข้มแสดงว่าซัลไฟด์มากกว่า 3 มิลลิกรัมต่อลิตรจนถึง 20 มิลลิกรัมต่อลิตร การดูสีเปรียบเทียบให้ดูหลอดทดลองตามขวาง ปริมาตรสารละลายในหลอดทั้งสองต้องเท่ากัน (เติมด้วยน้ำกลั่นให้เท่ากัน)
ในกรณีที่ใช้สารละลายทดสอบตัวที่ 1 แล้วให้สีที่แสดงว่าปริมาณซัลไฟด์มากกว่า 20 มิลลิกรัมต่อลิตร ให้เจือจางตัวอย่างน้ำลงโดยวิธีดังต่อไปนี้

1) ตวงน้ำกลั่นต้มใหม่ๆและทำให้เย็นลงแล้ว 6 มิลลิลิตร ใส่ลงในหลอดทดลอง เติมสารละลายทดสอบตัวที่ 1 จำนวน 0.5 มิลลิลิตร แล้วใส่ตัวอย่างน้ำ 1.5 มิลลิลิตร

2) หยดไอร์ออน (III) คลอไรด์ 0.15 มิลลิลิตร (3หยด)และเทียบสีตามวิธีดังกล่าวมาแล้ว

3) ผลที่ได้ต้องคูณด้วย 5 จึงจะได้ปริมาณซัลไฟด์คิดเป็นมิลลิกรัมต่อลิตรของตัวอย่างน้ำที่มีซัลไฟด์สูง

4) ถ้าใช้สารละลายทดสอบตัวที่ 2 แล้วให้สีเข้มกว่าสีที่แสดงว่ามีซัลไฟด์ 5 มิลลิกรัมต่อลิตรแสดงว่าสีที่เกิดขึ้นไม่เป็นสัดส่วนกับจำนวนซัลไฟด์ที่มีอยู่ ในกรณีเช่นนี้ให้รายงานว่า “5+”

การคำนวณ

1) เมื่อใช้สารละลายเมทิลีนบลู ตัวที่ 1 ซึ่ง 1 หยด (0.05มิลลิลิตร) เท่ากับซัลไฟด์ ($S^{=}$) จำนวน 1.0 มิลลิกรัมต่อลิตร ต่อตัวอย่างที่ใช้ 7.5 มิลลิลิตร

$\therefore$ ปริมาณซัลไฟด์ ($S^{=}$) (มิลลิกรัมต่อลิตร) จะเท่ากับ จำนวนหยดของสารละลายเมทิลีนบลูตัวที่ 1หรือเท่ากับ จำนวนมิลลิลิตรของสารละลายเมทิลีนบลูตัวที่ 1ที่ใช้ x 20

2) เมื่อใช้สารละลายเมทิลีนบลูตัวที่ 2 ซึ่ง 1 หยด (0.05 มิลลิลิตร) เท่ากับซัลไฟด์ 0.1 มิลลิกรัมต่อลิตร ต่อตัวอย่าง 7.5 มิลลิลิตร

$\therefore$ ปริมาณซัลไฟด์ ($S^{=}$) (มิลลิกรัมต่อลิตร) จะเท่ากับจำนวนหยดของสารละลายเมทิลีนบลูตัวที่ 2 x 0.1 หรือเท่ากับ จำนวนมิลลิลิตรของสารละลายเมทิลีนบลูตัวที่ 2 x 2

2. การเทียบสีด้วยเครื่องสเปคโตรไฟโตมิเตอร์ (Photometric Color Determination)

ถ้าใช้เซลล์ที่มี Light path ยาว 1 เซ็นติเมตร จะเหมาะสำหรับใช้วัดปริมาณซัลไฟด์ในช่วง 0.1 ถึง 2.0 มิลลิกรัมต่อลิตร ถ้าปริมาณซัลไฟด์ในช่วงอื่นๆให้เลือกใช้เซลล์ที่เหมาะสมโดยที่มีข้อจำกัดคือปริมาณซัลไฟด์ที่สามารถหาได้จะต้องทำให้ตัวอย่างมีปริมาณซัลไฟด์น้อยกว่า 20 มิลลิกรัมต่อลิตร วิธีการเทียบสี ทำดังนี้

1) เตรียมสารละลายมาตรฐานโซเดียมซัลไฟด์ (Standard Sodium Sulfide Solution) ที่ความเข้มข้นต่างๆ ซึ่งสามารถหาความเข้มข้นที่แท้จริงโดยวิธีการไอโอโดเมตริก

2) ทำให้เกิดสีตามวิธีที่ได้กล่าวมาแล้ว

3) ปรับเครื่องมือให้วัดค่าการดูดกลืนแสง (Absorbance) ที่ความยาวคลื่น (Working Wavelength) 664 นาโนเมตร

4) ปรับให้ค่าการดูดกลืนแสงเป็นศูนย์ (0) โดยใช้สารละลายที่ได้ในหลอดที่ 2 หรือหลอด B (Tube B)

5) อ่านค่าการดูดกลืนแสง (Absorbance)ของหลอดที่ 1 หรือหลอดเอ (Tube A) ของสารละลายมาตรฐานโซเดียมซัลไฟด์ที่ความเข้มข้นต่างๆ ในช่วง 0 ถึง 1.0 มิลลิกรัมต่อลิตร

6) สร้างกราฟมาตรฐาน (Calibration or Standard Curve) โดยกราฟจะเป็นเส้นตรงในช่วงความเข้มข้น 0 ถึง 1.0 มิลลิกรัมต่อลิตร

7) อ่านค่าการดูดกลืนแสง(Absorbance)ของหลอดที่ 1 หรือหลอดเอ (Tube A) ของตัวอย่าง แล้วนำมาหาปริมาณซัลไฟด์จากกราฟมาตรฐาน

วิธีวิเคราะห์ซัลไฟด์ส่วนที่ละลาย

ทำเช่นเดียวกับวิธีไตเตรต (ไอโอโดเมตริก) ข้อ 1 และ 2 แต่ใช้ขวด 100 มิลลิลิตร แทนที่จะเป็นขวด 1 ลิตร และลดจำนวนอะลูมินัมคลอไรด์ ($AlCl_3$) และโซเดียมไฮดรอกไซด์เป็น 4 หยด หรือจำนวนที่พอจะทำให้น้ำใส จำนวนสารละลายทั้งสองที่ใช้ต้องเท่ากัน แล้วตรวจวิเคราะห์โดยวิธีเทียบสีต่อไป โดยใช้ตัวอย่างน้ำใส 7.5 มิลลิลิตร

วิธีวิเคราะห์ปริมาณซัลไฟด์ทั้งหมดในกรณีที่มีปริมาณต่ำมาก

หลักการ

จำนวนซัลไฟด์ในน้ำที่มีปริมาณต่ำมากๆ 0.1 ถึง 0.01 มิลลิกรัมต่อลิตร จะต้องใช้ซิงค์แอซีเตตใส่ลงไปช่วยให้เกิดซิงค์ซัลไฟด์ ซึ่งจะตกตะกอนรวมมากับซิงค์ไฮดรอกไซด์เมื่อทำให้เป็นด่าง ตั้งทิ้งไว้ให้ปริมาณซัลไฟด์รวมกันเข้าและมีปริมาตรน้อยลง ซึ่งจะนำมาตรวจโดยวิธีเทียบสีได้

สารเคมี

1. ซิงค์แอซีเตต 1 โมลต่อลิตร

ละลายซิงค์แอซีเตตไดไฮเดรต 22 กรัม ในน้ำกลั่น แล้วเติมน้ำกลั่นจนได้ปริมาตรเป็น 100 มิลลิลิตร

2. โซเดียมไฮดรอกไซด์ 1 โมลต่อลิตร

ละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ หนัก 4 กรัม ในน้ำกลั่น แล้วเติมน้ำกลั่นจนได้ปริมาตรเป็น 100 มิลลิลิตร

วิธีวิเคราะห์

1. ใส่สารละลายซิงค์แอซีเตต 1 มิลลิลิตร ในขวด 250 มิลลิลิตร หรือ 500 มิลลิลิตร เติมตัวอย่างน้ำลงในขวด วัดจำนวนตัวอย่างน้ำโดยทำเครื่องหมายไว้บนขวด

2. ใส่โซเดียมไฮดรอกไซด์ เข้มข้น 1 โมลต่อลิตร จำนวน 1 มิลลิลิตร คนให้เข้ากัน ประมาณ 1 หรือ 2 นาที เพื่อให้เกิดตะกอน ตั้งทิ้งไว้ให้ตะกอนนอนก้นดูดน้ำใสออกเกือบหมดราวร้อยละ 80-95 ของปริมาตรทั้งหมด แต่ต้องระวังอย่าให้ตะกอนออกมาด้วย เทตะกอนและน้ำที่เหลือลงในกระบอกตวงและวัดปริมาตร แล้วนำมาตรวจซัลไฟด์โดยวิธีเทียบสีต่อไป

3. ปริมาตรของสารละลายซิงค์แอซีเตตที่ใส่อาจเปลี่ยนแปลงได้ เพื่อให้ตะกอนตกดี ปริมาตรของสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ที่ใส่ต้องเท่ากับปริมาตรของสารละลายซิงค์แอซีเตตที่ใช้ด้วย

การคำนวณ

ซัลไฟด์ทั้งหมด = T x B/A

เมื่อ A = ปริมาตรของน้ำตัวอย่าง (มิลลิลิตร)

B = ปริมาตรตัวอย่างที่เหลือรวมกับตะกอนภายหลังที่รินเอาน้ำใสออกแล้ว (มิลลิลิตร)

T = ปริมาณซัลไฟด์ทั้งหมดที่หาได้โดยวิธีเทียบสี (มิลลิกรัมต่อลิตร)

สารประกอบไนโตรเจน (Nitrogen Compounds)

ศรีสมร สิทธิกาญจนกุล
นักวิทยาศาสตร์ชำนาญการ

สารประกอบไนโตรเจนที่เกี่ยวข้องกับงานด้านคุณภาพน้ำ มีหลายรูปแบบ อาทิเช่น สารอินทรีย์ สารอนินทรีย์ รูปที่ละลาย รูปเป็นหยดของเหลว หรือรูปที่เป็นของแข็ง ไนโตรเจนจัดเป็นปัจจัยที่สำคัญในวงจรชีวิตของสิ่งมีชีวิต เนื่องจากเป็นส่วนประกอบที่สำคัญของอินทรียสารที่จำเป็นต่อการดำรงชีวิต เช่น เป็นส่วนประกอบของโปรตีนและไขมันบางชนิด ไนโตรเจนรูปแบบต่างๆเกิดขึ้นมาจากจุลินทรีย์ทั้งจำพวกที่อาศัยได้ในสภาวะที่มีออกซิเจน และไม่มีออกซิเจน สารประกอบไนโตรเจนมีมากมายหลายรูปในวาเลนซีที่แตกต่างกันถึง 7 ค่า คือ NH_3(-3), N_2 (0), N_2O (+1), NO(+2), N_2O_3(+3), NO_2(+4), และ N_2O_5(+5) สารประกอบไนโตรเจนที่เกี่ยวข้องในน้ำอุปโภคบริโภคและน้ำเสีย อาจแบ่งเป็น 2 ประเภท คือ (1) สารประกอบอนินทรียไนโตรเจน เช่น NH_4^+, NO_2^-, NO_3^- สารประกอบจำพวกนี้อาจจะอยู่ในรูปปุ๋ย หรือเกลือในปัสสาวะ (2) สารประกอบอินทรียไนโตรเจน เช่น โปรตีน กรดอะมิโน กรดนิวคลีอิค สารพวกนี้เป็นส่วนประกอบของร่างกายพืชและสัตว์ ในอุจจาระ ในปุ๋ยคอก เป็นต้น สาเหตุที่สารเหล่านี้เข้ามามีบทบาทในน้ำ เพราะไนโตรเจนสามารถเปลี่ยนรูปจากสารอินทรีย์ไปเป็นสารอนินทรีย์โดยกระบวนการที่เรียกว่า Mineralization ซึ่งจุลินทรีย์เป็นตัวสำคัญในการทำให้เกิดการเปลี่ยนแปลง นอกจากนี้สารอนินทรีย์ในรูปต่างๆก็อาจเปลี่ยนรูปไปมาได้โดยจุลินทรีย์เช่นกัน กระบวนการในการเกิดมีชื่อเรียกต่างๆกัน เช่น Ammonification, Nitrification และ Denitrification

สารประกอบไนโตรเจนในรูปต่างๆ ที่เกี่ยวข้องกับงานด้านคุณภาพน้ำ

1) อินทรียไนโตรเจน (Organic nitrogen) หมายความถึงไนโตรเจนในรูปของโปรตีนและเปปไทด์ (Proteins and Peptides) กรดนิวคลีอิกและยูเรีย (Nucleic acid and Urea) และสารอินทรีย์อื่นๆ ที่สังเคราะห์ขึ้น ความเข้มข้นของอินทรียไนโตรเจนแปรผัน 100 ไมโครกรัมต่อลิตรในน้ำ จนถึงมากกว่า 20 มิลลิกรัมต่อลิตรในน้ำเสีย

2) แอมโมเนีย (Ammonia) หมายถึง แก๊สไนโตรเจนที่อยู่ในรูป Ionized form (NH_4^+) หรือในรูป un-ionized form (NH_3) ซึ่งสมดุลกันเรียกว่า แอมโมเนีย-ไนโตรเจน ตามธรรมชาติจะพบแอมโมเนียในน้ำผิวดิน น้ำใต้ดินและน้ำโสโครก แอมโมเนียจำนวนมากเกิดจากขบวนการดึงแอมโมเนียออกจากสารประกอบที่มีอินทรียสารไนโตรเจน (Deamination) และเกิดจากการแยกสลายยูเรียด้วยน้ำ (Hydrolysis) นอกจากนี้ยังเกิดตามธรรมชาติโดยการ reduction ไนเตรทภายใต้สภาวะที่ไม่มีออกซิเจน (Anaerobic)

3) ไนเตรท (Nitrate) พบน้อยมากในน้ำผิวดิน แต่อาจพบมากในบางแห่งของน้ำใต้ดิน และถ้ามีปริมาณมากเกินไปจะทำให้เกิดโรค “Methemoglobinemia” จึงได้มีการกำหนดมาตรฐานของไนโตรเจนในน้ำดื่มต้องไม่เกิน 10 มิลลิกรัมต่อลิตร น้ำทิ้งตามบ้านเรือนจะพบว่ามีไนเตรทน้อยกว่าน้ำที่ถูกทำให้สกปรกเป็นเวลานาน หรือน้ำที่ออกจากระบบบำบัดทางชีวภาพ ซึ่งอาจสูงถึง 30 มิลลิกรัมไนเตรทไนโตรเจนต่อลิตร นอกจากนี้ยังเป็นสารอาหารที่จำเป็นต่อสิ่งมีชีวิตที่มีการสังเคราะห์แสงและในบางกรณีใช้เป็น Growth limiting nutrient

ไนเตรทไนโตรเจน ปกติจะมีอยู่ในปริมาณค่อนข้างต่ำในแหล่งน้ำธรรมชาติ โดยเฉลี่ยจะพบประมาณ 0.3มิลลิกรัมต่อลิตร แต่จะไม่เกิน 10 มิลลิกรัมต่อลิตร และ บ่อยครั้งที่พบน้อยกว่า 1 มิลลิกรัมต่อลิตร ในระหว่างช่วงเวลาที่มีผลผลิตปฐมภูมิสูง

มาตรฐานคุณภาพน้ำในแหล่งน้ำผิวดิน กำหนดให้มีปริมาณไนเตรทไนโตรเจน มีค่าสูงสุดไม่เกิน 5.0 มิลลิกรัมต่อลิตร ปริมาณแอมโมเนียไนโตรเจน มีค่าสูงสุดไม่เกิน 0.5 มิลลิกรัมต่อลิตร

4) ไนไตรท์ (Nitrite) สามารถเปลี่ยนรูปของไนโตรเจนกลับไปมาได้จากการเกิดออกซิเดชั่น (Oxidation) ของแอมโมเนียไปเป็นไนเตรท และจากการรีดักชัน (Reduction) ของไนเตรท การออกซิเดชันและรีดักชัน อาจเกิดขึ้นในระบบบำบัดน้ำเสีย ระบบการจ่ายน้ำและแหล่งน้ำธรรมชาติ

ไนเตรทสามารถเข้าสู่ Water supply system รวมทั้งเป็นตัวยับยั้งการสึกกร่อน (Corrosion inhibitor) ในขบวนการอุตสาหกรรม นอกจากนี้ไนไตรท์ยังเป็น Actual etiologic agent ของโรค Methemoglobinemia อีกด้วย กรดไนตรัส (Nitrous acid) เกิดจากไนไตรท์ที่อยู่ในสภาวะที่เป็นกรด สามารถเกิดปฏิกิริยา กับ Secondary amines (RR’NH) ไปเป็น Nitrosamines (RR’N-NO) ซึ่งเป็นสารก่อมะเร็ง (Carcinogens) ความเป็นพิษของ Nitrosation reactions ใน Vivo และในสิ่งแวดล้อมตามธรรมชาติที่เกิดขึ้นยังคงต้องศึกษาและวิจัยต่อไป

Total Kjeldahl Nnitrogen (TKN)

ศรีสมร สิทธิกาญจนกุล
นักวิทยาศาสตร์ชำนาญการ

บทนำ

ไนโตรเจนในรูปของสารประกอบอินทรีย์ส่วนใหญ่ในรูปของโปรตีน Amino acids และ polypeptides เป็นต้น การวิเคราะห์ปริมาณไนโตรเจนอินทรีย์สามารถวิเคราะห์ได้ในรูปของไนโตรเจนทั้งหมด หรือเรียกตามเทคนิคที่ใช้วิเคราะห์ว่า "Total Kjeldahl nitrogen" ซึ่งจะหมายถึงค่าแอมโมเนียและไนโตรเจนอินทรีย์ แต่ไม่ได้รวมไนไตรท์ไนโตรเจนและไนเตรทไนโตรเจน

การวิเคราะห์ Total kjeldahl nitrogen โดยวิธี Distillation and Titration

หลักการ

โดยวิธี Kjeldahl นี้จะเปลี่ยนสารพวกอินทรีย์ไนโตเจน เช่น Amino acid, Protein, Peptides ให้เป็นแอมโมเนียซัลเฟต $[(NH_4)_2SO_4]$ ด้วยการย่อย (digest) กับกรดซัลฟูริค (H_2SO_4) และCopper sulfate ($CuSO_4$) ดังสมการ

$$\underset{\text{Alanine}}{CH_3CHNH_2COOH} + 7\,H_2SO_4 \xrightarrow{Cat./\Delta} 3CO_2 + 6SO_2 + 8H_2O + NH_4HSO_4$$

จากนั้น ทำให้เป็นด่างด้วยโซเดียมไฮดรอกไซด์เข้มข้น(Conc.NaOH) นำไปกลั่น Ammonia ลงในสารละลายกรดบอริค (Boric Acid) แล้วนำไปหาปริมาณไนโตรเจนโดยการเติม Nessler Reagent หรือไทเทรตกับกรดอินทรีย์ (Mineral Acid)

การเก็บและรักษาตัวอย่าง

การวิเคราะห์ TKN ควรใช้ตัวอย่างที่เก็บมาใหม่ๆ ถ้าต้องการเก็บตัวอย่างไว้วิเคราะห์ภายหลังให้เติม 2.0 มิลลิลิตร H_2SO_4 conc. ต่อตัวอย่างน้ำ 1 ลิตร แล้วนำไปแช่เย็น

เครื่องมือและอุปกรณ์

1. ชุดเครื่องย่อยสลาย (Digestion apparatus) ประกอบด้วย Kjeldahl flasksขนาด 800 มิลลิลิตร และ อุปกรณ์ทำความร้อนที่ให้ความร้อนได้ถึง 365-370 °C การทำ Digestion จะต้องทำในตู้ดูดควันที่มีอุปกรณ์สำหรับดักไอกรดที่เกิดขึ้นจากการย่อย

2 . ชุดเครื่องกลั่น (Distillation apparatus) ประกอบด้วย Kjeldahl flasks ขนาด 800 มิลลิลิตร , Condensers และ Heater

3. เครื่องแก้ว ประกอบด้วย Beaker, Burette, Cylinder, Erlenmeyer flask

สารเคมี

1. น้ำกลั่นที่ปราศจากแอมโมเนีย

2. สารละลายผสม Indicator (mixed indicator solution)

ละลาย 200 มิลลิกรัม Methylred ใน 95% EtOH จำนวน 100 มิลลิลิตร และละลาย 100 มิลลิกรัม Methylene blue ใน 95% EtOH จำนวน 50 มิลลิลิตร นำสารละลายทั้งสองผสมกันสารละลายผสมนี้มีอายุการใช้งานภายใน 1 เดือน

3. สารละลายกรดบอริค (Boric acid solution)

ละลายH_3BO_3 20 กรัม ในน้ำกลั่นปราศจากแอมโมเนีย แล้วเจือจางจนปริมาตรเป็น 1 ลิตร

4. สารละลาย โซเดียมไฮดรอกไซด์ 35 %

ละลาย NaOH 350กรัม ในน้ำกลั่นปราศจากแอมโมเนียและเจือจางเป็น 1 ลิตร

5. กรดซัลฟูริคเข้มข้น

6. สาร $CuSO_4$

7. สารละลายมาตรฐานกรดซัลฟูริค 0.02 N

วิธีวิเคราะห์

1. ตวงตัวอย่างน้ำ 500 มิลลิลิตร ใส่ในขวดเจลดาห์ล เติม pumice stone 1-2 ช้อน

2. การย่อยสลาย : เติมน้ำยาย่อยสลาย (H_2SO_4 conc. : $CuSO_4$) ในอัตราส่วน 10 : 1 V/W ลงในขวดเจลดาห์ล นำเข้าเครื่องย่อยสลาย จนกระทั่งเกิดควันสีขาวของ SO_3 ให้ต้มต่อไปเรื่อยๆจนได้สารละลายใส จากนั้นย่อยต่ออีก 20-30 นาที ปิดไฟ ปล่อยให้เย็น เติมน้ำกลั่น 300 มิลลิลิตร และทำให้เป็นด่างโดยการเติม 35% ของสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ 150 มิลลิลิตร จากนั้นนำไปกลั่น

3. การกลั่นและการไทเทรต : เช่นเดียวกับการวิเคราะห์แอมโมเนียไนโตรเจน

การคำนวณ

$$TKN\ (mg/l) = (A-B)\ N\ (14000\ )\ /\ V$$

$$Organic\text{ - }nitrogen\ (mg/l) = TKN\ -\ (Ammonia\text{ - }nitrogen\ )$$

A = ปริมาตรของกรดซัลฟูริคที่ใช้ติเตรตตัวอย่าง (มิลลิลิตร)

B = ปริมาตรของกรดซัลฟูริคที่ใช้ติเตรตแบลงค์ (มิลลิลิตร)

N = ความเข้มข้นของกรดซัลฟูริคที่ใช้เป็นนอร์มัลลิตี้

V = ปริมาตรของตัวอย่าง (มิลลิลิตร)

แอมโมเนีย (Ammonia)

ศรีสมร สิทธิกาญจนกุล
นักวิทยาศาสตร์ชำนาญการ

บทนำ

แอมโมเนียไนโตรเจน หมายถึง ไนโตรเจนทั้งหมดที่อยู่ในรูป NH_4^+ หรือ NH_3 ซึ่งสมดุลกัน ดังสมการ

$$NH_4^+ \longrightarrow NH_3 + H^+$$

ในน้ำผิวดินและน้ำใต้ดินบางแห่ง โดยทั่วไปจะมีแอมโมเนียไนโตรเจน ในปริมาณน้อยกว่า 1 mg/l ซึ่งได้มาจากขบวนการย่อยสลายสารประกอบอินทรีย์ไนโตรเจนโดยแบคทีเรีย และน้ำเสียจะมีความเข้มข้นของ NH_3 เพิ่มมากขึ้น ทำให้มีค่า pH สูง ซึ่งอาจเกิดอันตรายต่อสิ่งมีชีวิตในน้ำ

การวิเคราะห์แอมโมเนียไนโตรเจนโดยวิธี Distillation Method

หลักการ

แอมโมเนียไนโตรเจนอิสระหาปริมาณได้โดยการกลั่นและขณะที่กลั่นต้องควบคุมสารผสมให้มี pH อยู่ประมาณ 9.5 โดยใช้สารละลายบัฟเฟอร์และเก็บส่วนที่กลั่นได้ (distillate) ในสารละลายของกรดบอริคดังสมการ

$$NH_3 + H_3BO_3 \longrightarrow NH_4^+ + H_2BO_3^-$$

หลังจากนั้นนำไปหาปริมาณแอมโมเนียไนโตรเจน โดยวิธี Nesslerization หรือ โดยการนำไปไทเทรตกับกรดซัลฟูริคมาตรฐาน 0.02 N

การเก็บและรักษาตัวอย่าง

การวิเคราะห์แอมโมเนีย ควร ใช้ตัวอย่าง ที่เก็บมาใหม่ๆ ถ้าต้องการเก็บตัวอย่างไว้วิเคราะห์ภายหลัง ให้เก็บในขวดแก้วหรือขวดพลาสติก แล้วเติม 0.8 มิลลิลิตร H_2SO_4 Conc. ต่อน้ำตัวอย่าง 1 ลิตร แล้วแช่เย็นที่ อุณหภูมิ 4 °C

เครื่องมือและอุปกรณ์

1. ชุดเครื่องกลั่น (Distillation apparatus) ประกอบด้วย Kjeldahl flasks ขนาด 800 มิลลิลิตร , Condensers และ Heater
2. เครื่องวัด pH
3. เครื่องแก้ว ประกอบด้วย Beaker, Burette, Cylinder, Erlenmeyer flask

สารเคมี

1. น้ำกลั่นที่ปราศจากแอมโมเนีย

2. สารละลายบอเรตบัฟเฟอร์ (Borate Buffer solution)

ผสม 88 มิลลิลิตร 0.1 N NaOH เข้ากับ 500 มิลลิลิตร สารละลายโซเดียมเตตระบอเรต 0.025 โมลาร์ ($Na_2B_4O_7 .10H_2O$ 9.5 กรัม/H_2O 1 ลิตร) เจือจางด้วยน้ำกลั่นจนปริมาตรเป็น 1 ลิตร

3. สารละลายกรดบอริค (Boric acid solution)

ละลายH_3BO_3 20 กรัม ในน้ำกลั่นปราศจากแอมโมเนีย แล้วเจือจางจนปริมาตรเป็น 1 ลิตร

4. สารละลายที่ใช้ปรับ pH

4.1) NaOH 1 N ละลายNaOH 40 กรัม ในน้ำกลั่นปราศจากแอมโมเนียและเจือจางเป็น 1 ลิตร

4.2) NaOH 6 N ละลายNaOH 240 กรัม ในน้ำกลั่นปราศจากแอมโมเนียและเจือจางเป็น 1 ลิตร

4.3) H_2SO_4 1 N ละลายกรดซัลฟูริคเข้มข้น 28 มิลลิลิตร ในน้ำกลั่นปราศจากแอมโมเนีย 0.5 ลิตร ทิ้งให้เย็นแล้วเจือจางจนปริมาตรเป็น 1 ลิตร

5. สารละลายสังกะสีอะซิเตรท (Zinc acetate solution) 10%

ละลาย 100 กรัม ของ $Zn(CH_3COO)_2$ ในน้ำกลั่นเจือจางให้ได้ 1 ลิตร

6. สารละลายผสม Indicator (mixed indicator solution)

ละลาย 200 มิลลิกรัม Methylred ใน 95% EtOH จำนวน 100 มิลลิลิตร และละลาย100 มิลลิกรัม Methylene blue ใน 95% EtOH จำนวน 50 มิลลิลิตร นำสารละลายทั้งสอง ผสมกันสารละลายผสมนี้มีอายุการใช้งานภายใน 1 เดือน

7. สารละลายมาตรฐานกรดซัลฟูริค 0.02 N

วิธีวิเคราะห์

1.การเตรียมเครื่องมือ (กลั่นล้างชุดกลั่น)

1.1 น้ำกลั่นปราศจากแอมโมเนีย 500 มิลลิลิตร ผสมกับสารละลายบอเรตบัฟเฟอร์ 20 มิลลิลิตร ปรับ pH เป็น 9.5 ด้วย 6 N NaOH หรือ 1 N NaOH หรือ 1 N H_2SO_4 เทใส่ขวดกลั่น

1.2 เติม Pumice stone แล้วนำไปกลั่นล้างชุด เครื่องมือกลั่นจนกระทั่งสารที่กลั่นออกมาไม่มีแอมโมเนีย

2.การเตรียมตัวอย่าง

2.1 น้ำตัวอย่าง 500 มิลลิลิตร หรือใช้ปริมาตรตามตารางข้างล้าง แล้วเติมน้ำกลั่นจนได้ 500 มิลลิลิตร ปรับ pH ให้ได้ประมาณ 7 ด้วยกรดหรือด่างอ่อนโดยใช้เครื่อง pH

ปริมาณแอมโมเนียไนโตรเจนในตัวอย่าง (มิลลิกรัมต่อลิตร)	ปริมาณตัวอย่างที่ใช้ (มิลลิลิตร)
5 - 10	250
10 - 20	100
20 - 50	50.0
50 - 100	25.0

2.2 เติมสารละลายบอเรตบัฟเฟอร์ 25 มิลลิลิตร และ 2 มิลลิลิตร 10% Zinc acetate solution แล้วปรับ pH ให้ได้ 9.5 ด้วย 6 N NaOH และ 1 N NaOH โดยใช้เครื่องวัด pH

3.การกลั่น

3.1 เพื่อป้องกันการปนเปื้อนหลังจากที่ทำการกลั่นล้างชุดกั่นแล้ว ให้คงสภาพไว้อย่างนั้น

3.2 นำขวดกลั่นที่ใช้กลั่นล้างออกแล้ว นำขวดกลั่นที่มีตัวอย่างและเติม Pumice stone 1-2 ช้อนมาประกอบกับชุดกลั่นทันที แล้วกลั่น ด้วยอัตราเร็ว 6- 10 มิลลิลิต รต่อนาที โดยให้ปลายหลอดของชุดกลั่น จุ่มลงใน Erlenmeyer flask ขนาด 500 มิลลิลิตร ที่มีสารละลายบอริค 50 มิลลิลิตร

3.3 เก็บตัวอย่างน้ำที่กลั่นได้อย่างน้อย 300 มิลลิลิตร

3.4 ถ้ามีแอมโมเนีย สารละลายที่ได้จะมีสีเขียว เมื่อหยด Mixed indicator ถ้าไม่มีแอมโมเนีย สารละลายที่ได้จะมีสีม่วง นำไปหาปริมาณแอมโมเนีย โดยวิธีไทเทรต

3.5 ทำแบลงค์ (Blank) เหมือนกับตัวอย่าง โดยใช้น้ำกลั่นที่ปราศจากแอมโมเนีย

การคำนวณ

$$\text{Ammonia-}\underline{N}\ (mg/L) = (A-B)\ N\ (14{,}000)/\ V$$

A = ปริมาตรของกรดซัลฟูริคที่ใช้ไทเทรตตัวอย่าง (มิลลิลลิตร)

B = ปริมาตรของกรดซัลฟูริคที่ใช้ไทเทรตแบลงค์ (มิลลิลลิตร)

N = ความเข้มข้นของกรดซัลฟูริคที่ใช้เป็นนอร์มัลลิตี้

V = ปริมาตรของตัวอย่าง (มิลลิลลิตร)

ไนเตรท (Nitrate)

วิมลมาศ สตารัตน์
นักวิทยาศาสตร์ชำนาญการพิเศษ

บทนำ

ไนเตรท จะพบในปริมาณค่อนข้างน้อยในน้ำธรรมชาติ โดยปกติจะสามารถพบความเข้มข้นของไนเตรท ไม่เกิน 10 มิลลิกรัมไนโตรเจนต่อลิตรในน้ำเสียจะมีปริมาณของไนเตรท มากเป็นพิเศษ และอาจทำให้เกิดการเพิ่มประชากรของพืชน้ำอย่างรวดเร็ว และเป็นสาเหตุให้สิ่งมีชีวิตในแหล่งน้ำนั้นได้รับผลกระทบจากการลดปริมาณของออกซิเจนในเวลากลางคืนด้วย

วิธีการ โดยใช้วิธี Colorimetric, Cadmium Reduction Method

หลักการ

ไนเตรทในน้ำจะถูกเปลี่ยนเป็นไนไตรท์ โดยผ่านตัวอย่างน้ำที่ผสมแอมโมเนียมคลอไรด์ ลงไปในคอลัมน์ ซึ่งบรรจุเม็ดแคดเมียมที่ฉาบด้วย คอปเปอร์ซัลเฟต ไนไตรท์ที่เกิดขึ้นหาได้โดยวิธีทำให้เกิดสี ด้วย ซัลฟานิลามีนและ แนฟทิลเอทธิลลีน ไดอะมีน ไดไฮโดรคลอไรด์ วิธีการนี้เป็นการหาผลรวมของไนเตรทและไนไตรท์ที่มีในตัวอย่างน้ำ ดังนั้นจึงต้องหาปริมาณไนไตรท์ด้วย เพื่อนำไปลบออกจากวิธีการข้างต้น วิธีนี้สามารถหาค่า ไนเตรทไนโตรเจน ได้ในช่วง 0.01-1.0 มิลลิกรัมต่อลิตร

เครื่องมือและอุปกรณ์

1. ใยแก้ว (Glass Wool)
2. Reduction Column
3. ตู้อบ (Oven)
4. เครื่องชั่ง (Analytical Balance)
5. ปิเปต (Pipette)
6. ขวดปริมาตร (Volumetric Flask)
7. กระบอกตวงขนาด 10, 25, 100 มิลลิลิตร (Cylinder)
8. บีกเกอร์ (Beaker)
9. แท่งแก้ว
10. กระดาษกรอง
11. Spectrophotometer

สารเคมี

1. น้ำซึ่งปราศจากไนเตรท ใช้น้ำกลั่นหรือน้ำซึ่งผ่านการ Deionzed ซึ่งมีความบริสุทธิ์สูงสำหรับการเตรียมสารละลาย หรือการเจือจาง และค่าของการดูดกลืนคลื่นแสงของ Reagent Blank ที่เตรียมโดยน้ำกลั่นนี้ไม่ควรเกิน 0.01

2. Granulated Cadmium (40-60 mesh)

3. กรดไฮโดรคลอริก (HCl) 1:1 : เจือจาง 50 มิลลิลิตรของกรดไฮโดรคลอริกเข้มข้น ให้เป็น 100 มิลลิลิตร ด้วยน้ำกลั่น

4. กรดไนตริก (HNO_3) 1:40 : เจือจาง 1 มิลลิลิตรของกรดไนตริกเข้มข้นด้วยน้ำกลั่น 4 มิลลิลิตร

5. Copper Sulfate Solution 2% : ละลาย 20 กรัม $CuSO_45H_2O$ ในน้ำกลั่น 500 มิลลิลิตร และ เจือจางให้ได้ปริมาตร 1 ลิตร

6. EDTA Solution 4% : ละลาย Disodium Ethylenediamine Tetraacetic Acid 40 กรัม ในน้ำกลั่น 1 ลิตร

7. Column Activated Solution : ผสม 4% EDTA Solution 75 มิลลิลิตร และ Stock Nitrate Standard Solution 160 มิลลิลิตร แล้วปรับปริมาตรให้ได้ 4 ลิตร ด้วยน้ำกลั่น

8. Ammonium Chloride-EDTA Solution : ละลาย 13 กรัม ของ Ammonium Chloride และ 1.7 กรัม Disodium Ethylenediamine Tetraacetic ใน 900 มิลลิลิตรของน้ำกลั่น ปรับ pH ให้ได้ 8.5 ด้วย NaOH(6N,0.1N) แล้วเจือจางให้ได้ปริมาตร 1 ลิตร

9. Dilute Ammonium Chloride-EDTA Solution : เจือจาง 200 มิลลิลิตร ของ NH_4Cl-EDTA Solution ด้วยน้ำกลั่นให้ได้ปริมาตร 500 มิลลิลิตร

10. Sulfanilamide Solution : ละลาย 10 กรัมของ Sulfanilamide ในสารละลายผสมของ HCL 100 มิลลิลิตร ในน้ำกลั่น 600 มิลลิลิตร แล้วปรับปริมาตรเป็น 1 ลิตรด้วยน้ำกลั่น

11. N-(1-Napthyl)- Ethylenediamine Dihydrochloride Solution : ละลาย 0.1 กรัม ของ N-(1-Napthyl)-Ethylenediamine Dihydrochloride ในน้ำกลั่น 100 มิลลิลิตร และเก็บในขวดสีชา

12. Stock Nitrate Standard Solution : ละลาย 0.7218 กรัมของ KNO_3 (อบให้แห้งที่ 105-110 °C ประมาณ 4 ชั่วโมง) ในน้ำกลั่น 1 ลิตร เก็บรักษาด้วย $CHCl_3$ 2 มิลลิลิตรต่อลิตร และเก็บในตู้เย็นได้นานอย่างน้อย 6 เดือน(1.0 มิลลิลิตร = 0.10 มิลลิกรัม NO^-_3-N)

13. Standard Nitrate Solution : เจือจาง 50.0 มิลลิลิตรของ Stock Nitrate Solution ให้ได้ปริมาตร 500 มิลลิลิตร ด้วยน้ำกลั่น (1.0 มิลลิลิตร = 0.010 มิลลิกรัม NO^-_3-N)

14. Copper – Cadmium ล้าง Cadmium Granules ประมาณ 30 กรัม ด้วย 50 มิลลิลิตร HCI (1:1) และ 50 มิลลิลิตร HNO_3 (1:40) ล้างโดยการแกว่งกับน้ำกลั่น 500 มิลลิลิตร แล้วล้างด้วย 50 มิลลิลิตร HCI (1:1) อีกครั้ง และล้างโดยการแกว่งกับน้ำกลั่น 500 มิลลิลิตร Cadmium ที่ล้างแล้วควรมีสีเงิน จากนั้น

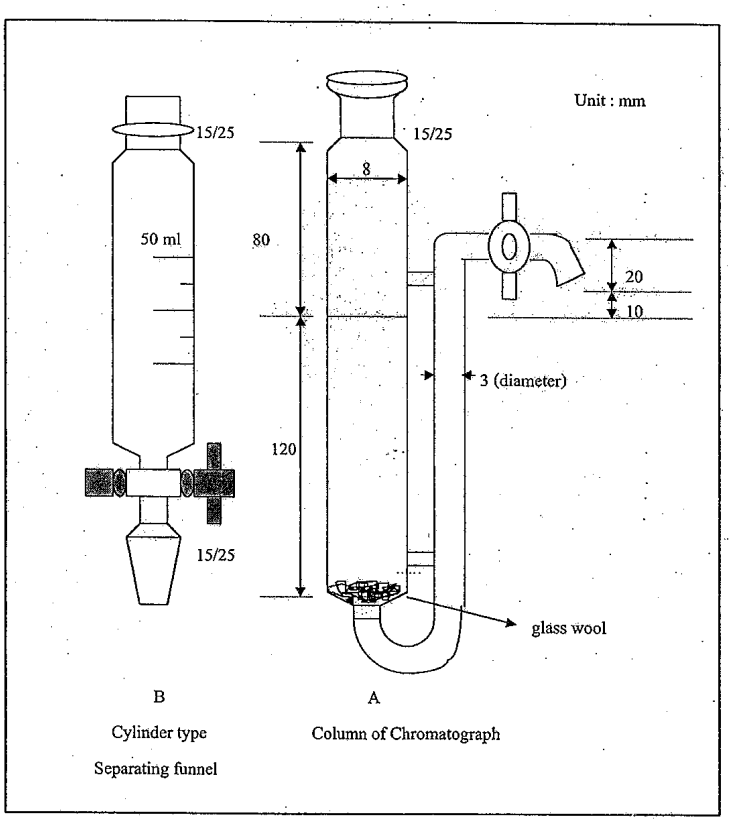
เติม 50 มิลลิลิตร ของสารละลาย 2% Copper Sulfate ค่อยๆ แกว่งประมาณ 5 นาที หรือจนกระทั่งสีของ Copper Sulfate จางลงแล้วเททิ้ง และเติม 2% Copper Sulfate อีกแกว่งจนเกิดตะกอนสีน้ำตาล ล้าง Copper – Cadmium ด้วยน้ำกลั่นอย่างน้อย 10 ครั้ง เพื่อขจัดตะกอนสีน้ำตาลออก สีของ Cadmium ที่ได้ควรเป็นสีดำ และต้องเก็บ Copper – Cadmium Granulesในน้ำกลั่นอย่าให้แห้ง

การเตรียมคอลัมน์ (Reduction Column)

ใส่ ใยแก้ว (Glass Wool) เล็กน้อยลงในส่วนล่างสุดของรีดักชันคอลัมน์ แล้วเติมน้ำกลั่นลงไปไล่ฟองอากาศออกให้หมด ค่อย ๆ เติม Copper - Cadmium Granules ลงไปทีละน้อย พร้อมทั้งฉีดน้ำกลั่นให้ท่วม Copper - Cadmium Granules อยู่เสมอ แล้วใช้แท่งแก้วเคาะข้าง ๆ คอลัมน์เบา ๆ เพื่อที่จะให้คอลัมน์มีความแน่นพอดี บรรจุ Copper - Cadmium Granules ให้มีความสูง 12 เซนติเมตร วัดจากเหนือชั้นของ ใยแก้ว ใส่น้ำกลั่นให้ท่วม Copper - Cadmium Granules แล้วล้างคอลัมน์โดยใช้สารละลาย Ammonium Chloride – EDTA เจือจาง แล้วทำการ Activated Column โดยผ่าน Column Activated Solution 4 ลิตร ปรับอัตราการไหลให้อยู่ระหว่าง 7-10 มิลลิลิตรต่อนาที

วิธีการวิเคราะห์

1. เตรียมกราฟมาตรฐาน โดยใช้ Stock Solution ในข้อ 13 ทำอนุกรมของสารละลายมาตรฐานไนเตรทไนโตรเจน ความเข้มข้น 0, 0.05 , 0.1, 0.2, 0.5, 1.0 มิลลิกรัมต่อลิตร โดยนำสารละลายมาตรฐาน 25 มิลลิลิตร เติมสารละลาย NH_4CL-EDTA 75 มิลลิลิตร ผสมให้เข้ากัน จากนั้นนำมาผ่านคอลัมน์ทิ้ง 25 มิลลิลิตรแรก และเก็บ 10 มิลลิลิตรถัดมา แล้วนำ 10 มิลลิลิตรเติม 1 มิลลิลิตร Sulfanilamide และ 1 มิลลิลิตร N-(1-Napthyl)-Ethylenediamine Dihydrochloride เพื่อทำให้เกิดสีแล้วนำไปวัดค่าการดูดกลืนคลื่นแสงที่ 540 นาโนเมตร



Reduction Column

2. ปิเปตตัวอย่างน้ำ 25 มิลลิลิตร เติมสารละลาย NH_4C1-EDTA 75 มิลลิลิตร ผสมให้เข้ากัน จากนั้นนำมาผ่านคอลัมน์ทิ้ง 25 มิลลิลิตรแรกและเก็บ 10 มิลลิลิตรถัดมา (ที่อัตราการไหลประมาณ 7 มิลลิลิตรต่อนาที) ใช้น้ำกลั่นเป็น Blank และทำการวิเคราะห์เช่นเดียวกับตัวอย่าง

3. เติม 1 มิลลิลิตรของสารละลาย sulfanilamide ใน 10.0 มิลลิลิตรของตัวอย่างที่ผ่านคอลัมน์แล้ว จากนั้นทิ้งไว้ให้เกิดปฏิกิริยานาน 2–8 นาที และเติม 1.0 มิลลิลิตรของสารละลาย N-(1-Napthyl)-Ethylenediamine Dihydrochloride ผสมให้เข้ากันทันที หลังจากนั้นในระหว่าง 10 นาที ถึง 2 ชั่วโมง นำไปวัดค่าการดูดกลืนคลื่นแสงที่ 540 นาโนเมตร เปรียบเทียบกับ Blank

หมายเหตุ

ตัวอย่างที่ผ่านการ Reduced แล้วไม่ควรปล่อยไว้นานเกินกว่า 15 นาที ก่อนเติมสารละลายที่ทำให้เกิดสีและไม่จำเป็นต้องล้างคอลัมน์หลังจากผ่านตัวอย่างแต่ละตัว แต่ถ้าคอลัมน์นั้นไม่ได้งานเป็นเวลาหลายชั่วโมง หรือนานกว่านั้นให้เติม 50 มิลลิลิตรสารละลายเจือจางของ NH_4Cl-EDTA ผ่านคอลัมน์ก่อน และควรเก็บ Cu-Cd คอลัมน์ในสารละลายนี้ ไม่ควรทิ้งให้คอลัมน์แห้ง

สิ่งรบกวน

1. ความขุ่น มีผลต่ออัตราการไหลผ่านคอลัมน์ จึงควรกรองตัวอย่างก่อนโดยใช้ Glass Filter หรือ 0.45 ไมโครเมตร Membrane Filter และถ้าตัวอย่างขุ่นมากอาจจะเติม Zinc Sulfate เพื่อให้จับกันเป็นอนุภาคก้อนใหญ่ก่อนกรอง

2. ผลการวิเคราะห์ต่ำ อาจเนื่องจากตัวอย่างมีความเข้มข้นของ Iron, Copper หรือโลหะอื่น กำจัดโดยการเติม EDTA ลงในตัวอย่าง

3. ตัวอย่างมีความเข้มข้นของ Oil and Grease สูง จะเคลือบผิวของ Cadmium ซึ่งกำจัดโดยสกัดตัวอย่าง Organic Solvent ก่อน

การคำนวณ

คำนวณหาความเข้มข้นของไนเตรทจาก Standard Curve ค่าที่ได้เป็นผลรวมของไนเตรทกับไนไตรท์ (ไนเตรทที่ถูก Reduce เป็นไนไตรท์และไนไตรท์ที่มีอยู่เดิมในตัวอย่างน้ำ) ต้องนำค่าไนไตรท์มาหักออกจึงจะเป็นค่าไนเตรทของตัวอย่าง ตามสมการ

$$NO_3\text{-N (mg/L)} = [NO_2\text{-N} + NO_3\text{-N (mg/L)}] - NO_2\text{-N (mg/L)}$$

เมื่อต้องการผลในรูปไนเตรทให้ใช้สูตร

$$\text{mg/L NO3} = \text{mg/L } NO_3\text{-N} \times 4.43$$

ไนไตรท์ (Nitrite)

วิมลมาศ สตารัตน์
นักวิทยาศาสตร์ชำนาญการพิเศษ

บทนำ

ไนไตรท์เป็นสภาวะกึ่งกลางในวัฏจักรของไนโตรเจน ทั้งขั้นตอนการออกซิเดชั่นของแอมโมเนียเป็นไนเตรท และการรีดักชันของไนเตรท ไนไตรท์ปริมาณเล็กน้อยที่พบในน้ำเกิดจากการสลายตัวทางชีวะของโปรตีน ซึ่งเป็นตัวชี้ให้ทราบถึงความสกปรกเนื่องจากอินทรีย์สาร ในน้ำผิวดินและน้ำใต้ดินมักพบไนไตรท์ในความเข้มข้นที่น้อยมาก ไม่เกิน 0.1 มิลลิกรัมต่อลิตร

วิธีการ โดยใช้วิธี Colorimetric Method

หลักการ

ภายใต้สภาวะที่เป็นกรด (พีเอช 2.0-2.5) ไนไตรท์จะทำปฏิกิริยากับกลุ่มอะมีโนของกรดซัลฟานิลิก (Sulfanili acid) เกิดเป็นเกลือไดอะโซเนียม ซึ่งจะรวมตัวกับ แนฟทิลเอทธิลลีนไดอะมีน ไดโฮโดรคลอไรด์ เกิดเป็นสีย้อมเอโซ ซึ่งมีสีม่วงแดง สีที่เกิดจะเป็นสัดส่วนโดยตรงกับปริมาณไนไตรท์ ที่มีในน้ำตัวอย่าง หาปริมาณได้โดยเทียบสีที่เกิดกับสารละลายมาตรฐานที่ทราบความเข้มข้น โดยใช้เครื่อง Spectrophotometer ที่ความยาวคลื่น 540 นาโนเมตร วิธีนี้สามารถวัดไนไตรท์ไนโตรเจน ได้ในช่วง 0.1 ถึง 1.0 มิลลิกรัมต่อลิตร

เครื่องมือและอุปกรณ์

1. Spectrophotometer
2. ตู้อบ (Oven)
3. เครื่องชั่ง (Analytical Balance)\
4. ปิเปต (Pipette)
5. ขวดปริมาตร (Volumetric Flask)
6. บีกเกอร์ (Beaker)
7. แท่งแก้ว
8. กระดาษกรอง

สารเคมี

1. น้ำกลั่นซึ่งปราศจากไนไตรท์และไนเตรท สำหรับเตรียมน้ำยาเคมีและสารละลายมาตรฐานทุกชนิด
2. Sulfanilamide Reagent

ละลาย 5 กรัม Sulfanilamide ในสารละลายผสมของ 50 มิลลิลิตร HCI เข้มข้น และน้ำที่ปราศจากไนไตรท์ ประมาณ 300 มิลลิลิตร แล้วเจือจางให้เป็น 500 มิลลิลิตร ด้วยน้ำซึ่งปราศจากไนไตรท์ สารละลายนี้เก็บได้นานหลายเดือน

3. N-(1-Napthyl)-Ethylenediamine Dihydrochloride

ละลาย 500 มิลลิกรัม N-(1-Napthyl)-Ethylenediamine Dihydrochloride ใน 500 มิลลิลิตร ของน้ำกลั่นที่ปราศจากไนไตรท์ เก็บในขวดสีชา ควรเปลี่ยนภายใน 1 เดือนหรือทันทีเมื่อสารละลายเปลี่ยนเป็นสีน้ำตาลแก่

4. Nitrite Stock Solution

ละลาย 0.6072 กรัม ของ โพแทสเซียมไนไตรท์ (KNO_2) ที่อบแห้งแล้ว (ทิ้งให้เย็นประมาณ 24 ชั่วโมง ในโถดูดความชื้น) ในน้ำกลั่นและเจือจางให้ได้ปริมาตร 1,000 มิลลิลิตร เก็บรักษาด้วย 2 มิลลิลิตร Chloroform ต่อลิตร (1.0 มิลลิลิตร = 0.1 มิลลิกรัม NO_2-N)

5. Nitrite Standard Solution (1.0 มิลลิลิตร = 0.001 มิลลิกรัม NO_2-N)

เจือจาง 10.0 มิลลิลิตร ของ Stock Solution ในข้อ 4. ให้เป็น 1,000 มิลลิลิตร

วิธีการวิเคราะห์

1. การเตรียมกราฟมาตรฐาน โดยใช้ Stock Solution ในข้อ 5 ทำอนุกรมของสารละลายมาตรฐานไนไตรท์ ไนโตรเจน ความเข้มข้น 0, 0.2, 0.4, 0.6, 0.8, 1.0 มิลลิกรัมต่อลิตร โดยนำสารละลายมาตรฐาน 50 มิลลิลิตร เติม Sulfanilamide 7 มิลลิลิตร และ N-(1-Napthyl)-Ethylenediamine Dihydrochloride 1 มิลลิลิตร ผสมให้เข้ากันเพื่อทำให้เกิดสี แล้วนำไปอ่านค่าโดยใช้ Spectrophotometer ที่ความยาวคลื่น 540 นาโนเมตร
2. ปิเปตตัวอย่างที่ผ่านการกรอง 50 มิลลิลิตร ใส่ในบีกเกอร์ขนาด 100 มิลลิลิตร เติม Sulfanilamide 1 มิลลิลิตร คนด้วยแท่งแก้วทิ้งไว้ 2-8 นาที จากนั้นเติมสารละลาย N-(1-Napthly)-Ethylenediamine Dihydrochloride 1 มิลลิลิตร และผสมให้เข้ากันทันที ตั้งทิ้งไว้อย่างน้อย 10 นาที แต่ไม่เกิน 2 ชั่วโมง
3. วัดหาปริมาณโดยใช้ Spectrophotometer ที่ความยาวคลื่น 540 นาโนเมตรเปรียบเทียบกับ Blank

สิ่งรบกวน

1. ในตัวอย่างที่มีตัวออกซิไดซ์หรือตัวรีดิวซ์ที่ดี จะมีผลต่อความเข้มข้นของ NO^-_2 และค่าของ Alkalinity สูง (600 mg/L) จะทำให้ผลการวิเคราะห์ต่ำ

2. อิออนที่มีสีจะเปลี่ยนแปลงสีของระบบจึงควรกำจัดก่อน

3. กำจัด Suspended Solids โดยการกรองผ่านกระดาษกรองขนาด 0.45 ไมโครเมตร (Membrane Filter) ก่อนการทำให้เกิดสี

การคำนวณ

ถ้าต้องการผลในรูปไนไตรท์ให้ใช้สูตร

$$mg/L\ NO_2 = mg/L\ NO_2\text{-}N \times 3.29$$

ฟอสฟอรัส (Phosphorus)

วิมลมาศ สตารัตน์
นักวิทยาศาสตร์ชำนาญการพิเศษ

บทนำ

ฟอสฟอรัสในน้ำธรรมชาติและในน้ำโสโครกจะพบอยู่ในรูปต่างๆ ของฟอสเฟต ซึ่งฟอสเฟตเหล่านี้อาจจะอยู่ในรูปที่ละลายน้ำ หรือในรูปของซากพืชและซากสัตว์ โดยปกติฟอสฟอรัสสะสมอยู่ในดินและหินแร่ หรือแหล่งสะสมอื่นๆ ซึ่งจะปลดปล่อยฟอสเฟตออกมา ในรูปที่ละลายน้ำได้โดยการชะล้างพืชและสัตว์จะนำไปใช้ในการเจริญเติบโตและสร้างโปรโตพลาสซึม โดยเฉพาะแพลงตอนพืชสามารถเจริญเติบโตได้อย่างรวดเร็ว ซึ่งจะเป็นการสร้างความอุดมสมบรูณ์แก่แหล่งน้ำ แต่ถ้ามีมากเกินไปจะทำให้เกิดสภาวะเสื่อมโทรมของแหล่งน้ำ

ฟอสฟอรัสเจ้ามาปะปนกับน้ำธรรมชาติได้หลายทาง เช่นการถูกชะล้างโดยน้ำฝน จากน้ำทิ้งโรงงานอุตสาหกรรม จากการใช้ผงซักฟอกหรือล้างถ้วยชาม จากปุ๋ยเพื่อการเกษตร เป็นต้น

ฟอสฟอรัสที่พบในน้ำในรูปฟอตเฟสมี 3 ชนิดคือ ออร์โธฟอสเฟต โพลีฟอสเฟต และอินทรีย์ฟอสเฟตในการวิเคราะห์ฟอสฟอรัสนั้น จะนิยมวัดหาความเข้มข้นของฟอสเฟตทั้งหมด (Total Phosphate) และออร์โธฟอสเฟต (Orthophosphate)

หลักการ

การวิเคราะห์หาปริมาณฟอสฟอรัสในรูปของออร์โธฟอสเฟตด้วยวิธีแอสคอร์บิค (Aseorbic Acid Method) เป็นการทำให้เกิดสีโดย แอมโมเนียโมลิเดท (Ammonium Molybdate) และโพแทสเซียมแอนติโมนิลทาเทรท (Potassium Antimony Tartrate) จะทำปฏิกริยากับสารละลายออโรฟอสเฟต (Orthophosphate) เจือจางในสภาวะที่เป็นกรด เกิดเป็นสารใหม่ (Heteropoly Acid Phosphomolybdic Acid) ซึ่งเมื่อทำปฏิกริยากับกรดแอสคอร์บิคแล้วได้สารโมลิบดีนัมสีฟ้า (Molybdenum Blue) นำไปวัดหาปริมาณโดย Spectrophotometer ที่ความยาวคลื่น 880 นาโนเมตร ซึ่งสีที่เกิดเป็นปฏิภาคกับปริมาณฟอสเฟตในน้ำ

วิธีการ โดยใช้วิธี Colorimetric Method & Ascorbic acid Method

เครื่องมือและอุปกรณ์

1. Spectrophotometer
2. Hood สำหรับดูดควัน
3. เครื่องชั่ง

4. Hot Plate
5. ขวดปริมาตร (Volumetric Flask)
6. บีกเกอร์ และกระจกนาฬิกา
7. ปิเปต
8. แท่งแก้ว

การวิเคราะห์ออร์โธฟอสเฟต (Orthophosphate) โดยวิธี Colorimetric & Ascorbic acid Method

สารเคมี

1. ฟีนอล์ฟทาลีน อินดิเคเตอร์ (Phenolphthalein Indicator)
2. สารละลายกรดกำมะถัน 5 นอร์มัล เติม CONC.H_2SO_4 70 มิลลิลิตร ลงในน้ำกลั่น แล้วเติมน้ำกลั่นจนครบ 500 มิลลิลิตร
3. สารละลายโพแทสเซียมแอนติโมนิลทาเทรท ละลาย 1.3715 กรัม $K(SbO)-C_4H_4O6.½H_2O$ ในน้ำกลั่น 200 มิลลิลิตร เติมน้ำกลั่นจนได้ปริมาตร 500 มิลลิลิตร เก็บในขวดแก้ว
4. สารละลายแอมโมเนียมโมลิบเดท ละลาย 20 กรัม $(NH_4)_6Mo_7O_{24}·4H_2O$ ในน้ำกลั่น 500 มิลลิลิตร เก็บในขวดพลาสติกที่ 4 องศาเซลเซียส
5. สารละลายแอสคอร์บิคแอซิด ละลาย 1.76 กรัม แอสคอร์บิคแอซิด ในน้ำกลั่น 100 มิลลิลิตร สารละลายนี้จะอยู่ตัวประมาณ 1 อาทิตย์ ถ้าเก็บไว้ที่ 4 องศาเซลเซียส
6. น้ำยารวม (Combined Reagent) ผสมน้ำยาเคมีในข้อ 2-5 ในสัดส่วนสำหรับ 100 มิลลิลิตร น้ำยารวมดังนี้ 50 มิลลิลิตร กรดกำมะถัน 5 นอร์มัล 5 มิลลิลิตร สารละลายโพแทสเซียมแอนติโมนิลทาเทรท 15 มิลลิลิตร สารละลายแอมโมเนียมโมลิเดท และ 30 มิลลิลิตร กรดแอสคอร์บิค น้ำยารวมนี้อยู่ตัวได้ 4 ชั่วโมง
7. สารละลายสต๊อกฟอสเฟต ละลาย 219.5 มิลลิกรัม KH_2PO_4 (Amhydrous) เติมน้ำกลั่นจนครบ 1,000 มิลลิลิตร จะได้สารละลายที่มีความเข้มข้น 50 มิลลิกรัม ฟอสเฟสฟอสฟอรัสต่อลิตร

วิธีการวิเคราะห์

1. เตรียมอนุกรมของสารละลายมาตรฐานฟอสฟอรัสความเข้ม 0, 0.1, 0.2, 0.4, 0.6, 0.8, 1.0 มิลลิกรัมต่อลิตร จากสารละลายสต๊อกในข้อ 7. สำหรับทำกราฟมาตรฐาน (Calibration Curve) โดยนำสารละลายมาตรฐาน 50 มิลลิลิตร เติมน้ำยารวมจำนวน 8 มิลลิลิตร ตั้งทิ้งไว้อย่างน้อย 10 นาที แต่ไม่เกิน 30 นาที แล้วนำไปวัดโดยใช้เครื่อง Spectrophotometer ที่ความยาวคลื่น 880 นาโนเมตร

2. การเตรียมตัวอย่าง ปิเปตตัวอย่างที่กรองแล้ว 50 มิลลิลิตร ใส่ในบีกเกอร์ เติม Phenolphthalein 1 หยด ถ้าได้สีชมพูให้หยด 5 นอร์มัลกรดกำมะถันลงไปทีละหยด จนกระทั่งสีชมพูจางหายไป เติมน้ำยารวม 8 มิลลิลิตร ใช้แท่งแก้วคนให้เข้ากัน ตั้งทิ้งไว้อย่างน้อย 10 นาที แต่ไม่เกิน 30 นาที เพื่อให้เกิดสี แล้ววัดปริมาณโดยใช้ Spectrophotometer ที่ความยาวคลื่น 880 นาโนเมตร แล้วเปรียบเทียบกับ Blank โดยใช้น้ำกลั่นและทำการวิเคราะห์เช่นเดียวกับตัวอย่าง

3. การทำ Correction สำหรับสีหรือความขุ่น ในกรณีที่น้ำขุ่นมากหรือมีสีมากให้ทำแบลงค์ โดยเติมน้ำยาเคมีทุกอย่างยกเว้น แอสคอร์บิค และโพแทสเซียมแอนติโมนิลทาเทรท ลงในตัวอย่าง หักค่าที่วัดได้ของแบลงค์จากค่าของตัวอย่าง

การวิเคราะห์ฟอสเฟตทั้งหมด (Total Phosphate) แบ่งได้เป็น 2 ขั้นตอน คือ

1. เปลี่ยนฟอสฟอรัสทั้งหมดให้อยู่ในรูปของออร์โธฟอสเฟตซึ่งละลายน้ำด้วยวิธีย่อยสลาย โดยใช้กรดซัลฟิวริก-กรดไนทริก (Sulfuric acid-Nitric acid Digestion)
2. หาปริมาณออร์โธฟอสเฟตด้วยวิธี Colorimetric Method & Ascorbic acid Method

สารเคมี

1. กรดซัลฟิวริกเข้มข้น (H_2SO_4)
2. กรดไนทริกเข้มข้น (HNO_3)
3. ฟีนอล์ฟทาลีน อินดิเคอร์เตอร์
4. โซเดียมไฮดรอกไซด์ 1 นอร์มัล (NaOH)

วิธีการวิเคราะห์

1. เตรียมกราฟมาตรฐาน โดยทำอนุกรมของสารละลายมาตรฐานฟอสเฟต ความเข้มข้น 0, 1, 3, 5 มิลลิกรัมต่อลิตร โดยนำสารละลายมาตรฐาน 50 มิลลิลิตร เติมกรดซัลฟิวริกเข้มข้น 1 มิลลิลิตร และไนทริกเข้มข้น 5 มิลลิลิตร แล้วย่อยสลาย (Digest) ทิ้งให้เย็นเติมน้ำกลั่นประมาณ 20 มิลลิลิตร หยดฟีนอล์ทาลีน 1 หยด คนให้เข้ากัน ค่อย ๆ เติมโซเดียมไฮดรอกไซด์ 1 นอร์มัล จนมีสีชมพูอ่อน เทลงในขวดวัดปริมาตรขนาด 50 มิลลิลิตร แล้วทำโดยวิธี Colorimetric & Ascorbic Acid Method ต่อไป
2. นำตัวอย่าง 50 มิลลิลิตร ใส่ในบีกเกอร์ขนาด 100 มิลลิลิตร หรือ ขวดไมโครเจดาห์ล เติมกรดซัลฟิวริกเข้มข้น 1 มิลลิลิตรและกรดไนทริกเข้มข้น 5 มิลลิลิตร
3. นำตัวอย่างไปย่อยสลายบน Hot-Plate หรือบนเครื่องไดเจสชั่นแรค จนได้ปริมาตร 1 มิลลิลิตรและย่อยสลายต่อไปเพื่อไล่กรดไนทริก จนกว่าสารละลายไม่มีสี
4. ทิ้งให้เย็น เติมน้ำกลั่นประมาณ 20 มิลลิลิตร หยดฟีนอล์ทาลีนอินดิเคอร์เตอร์ 1 หยด คนให้

เข้ากัน ค่อย ๆ เติมโซเดียมไฮดรอกไซด์ 1 นอร์มัล จนสารละลายมีสีชมพูอ่อน เทลงในขวดวัดปริมาตร (Valumetric Flask) ขนาด 50 มิลลิลิตร

5. นำไปหาค่าฟอสฟอรัสโดยใช้วิธี Colorimetric & Ascorbic Acid Method ต่อไป

การคำนวณ

$$mg/L\ P = mg/L/PO_4\ /3.06$$

โลหะหนัก

โดยวิธี Inductively Coupled Plasma (ICP – OES)

จงกลณี วรรณเพ็ญสกุล
นักวิทยาศาสตร์ชำนาญการ

บทนำ

น้ำเป็นปัจจัยสำคัญในการดำรงชีวิตของสิ่งมีชีวิต แต่ในปัจจุบันน้ำกลับเป็นปัจจัยสำคัญอย่างหนึ่งในปัญหามลพิษทางสภาวะแวดล้อม เพราะน้ำเป็นตัวทำละลายที่ดี หากน้ำนั้นมีสารพิษละลายปนอยู่ สารเหล่านี้จะทำให้น้ำมีคุณภาพไม่เหมาะสมต่อการนำไปใช้ประโยชน์ทั้งในด้านการอุปโภคและบริโภค ซึ่งเรามิอาจปฏิเสธได้ว่า แหล่งที่มาของสารพิษในน้ำส่วนหนึ่งเป็นผลมาจากการกระทำของมนุษย์ ไม่ว่าจะเป็นน้ำทิ้งจากโรงงานอุตสาหกรรม น้ำทิ้งในชีวิตประจำวันตามบ้านเรือน ปริมาณโลหะหนักในน้ำเป็นดัชนีชี้วัดหนึ่ง ที่ใช้เพื่อควบคุมมาตรฐานคุณภาพน้ำ

คำนิยามของโลหะหนัก คือโลหะที่มีความหนาแน่นเกินกว่า 5 กรัม / ลบ.ซม. เช่น ตะกั่ว แคดเมียม โครเมียม ปรอท นิกเกิล สังกะสี และทองแดง เป็นต้น โลหะหนักนับวันยิ่งจะมีอัตราการถ่ายเทเข้าสู่สิ่งแวดล้อมมากขึ้น โลหะเหล่านี้บางชนิดร่างกายไม่ต้องการ ในขณะที่บางชนิดจำเป็นต่อร่างกาย แต่ถ้าหากร่างกายได้รับโลหะหนักเหล่านี้ในปริมาณมากเกินไปก็จะทำให้เกิดความเป็นพิษขึ้นได้ ด้วยเหตุนี้การหาปริมาณโลหะหนักในน้ำ จึงมีความสำคัญ อย่างยิ่ง ในด้านคุณภาพน้ำสามารถแบ่งได้เป็น 2 กลุ่ม คือ

1. กลุ่มโลหะหนักที่ไม่เป็นพิษมีความจำเป็นสำหรับสิ่งมีชีวิต แต่ต้องได้รับในปริมาณที่พอเหมาะ ถ้ามากเกินไปจะเป็นพิษ ได้แก่ โครเมียม (Cr), ทองแดง(Cu), เหล็ก(Fe), แมงกานีส(Mn), สังกะสี(Zn),…

2. กลุ่มโลหะหนักที่เป็นพิษเป็นอันตรายต่อสิ่งมีชีวิต ดังนั้นน้ำที่มีคุณภาพดีควรจะไม่มีโลหะหนักในกลุ่มนี้อยู่เลย หรือหากมีต้องมีปริมาณน้อยมาก ๆ ได้แก่ แคดเมียม (Cd), ตะกั่ว(Pb), ปรอท (Hg), นิกเกิล(Ni),…

Inductively Couple Plasma-Optical Emission Spectrometer (ICP-OES) เป็นเครื่องมือวิเคราะห์ทดสอบทั้งเชิงคุณภาพและปริมาณ รวมทั้งวิเคราะห์ได้ครั้งละหลาย ๆ ธาตุในขณะเดียวกัน (Simultaneous Multielements Analysis) โดยใช้เวลาไม่ถึงนาที สารตัวอย่างจะอยู่ในรูปของแข็งจะเป็นผงหรือเป็นก้อนก็ได้ ของเหลวหรือแก๊ส สามารถทำการวิเคราะห์ได้ทั้งสิ้น ซึ่งตัวอย่างในรูปของแข็งต้องเตรียมตัวอย่างให้กลายเป็นสารละลายโดยทำการย่อยตัวอย่างด้วยเทคนิค Dry- ashing หรือ Acid digestion ก่อนการวิเคราะห์ โดยใช้เทคนิคเป็น 2 ส่วน คือ ส่วน ICP จะผลิตพลาสมาที่อุณหภูมิสูงด้วยการปล่อยแก๊สอาร์กอนผ่าน torch ที่ต่อกับเครื่องส่งความถี่วิทยุ เมื่อให้ความถี่เข้าไปจะเกิดสนามแม่เหล็กชักนำให้มีกระแสไฟฟ้าเกิดการสปาร์คด้วยเทสลา เกิดอิเล็กตรอนที่มีพลังงานสูงชนกับอิเล็กตรอนตัวอื่น ๆ เป็นปฏิกิริยาลูกโซ่ กลายเป็นพลาสมา ส่วน OES ใช้หลักการทำให้สารเปลี่ยนจากสถานะพื้นไปยังสถานะกระตุ้นเพื่อให้สารที่วิเคราะห์เปล่งแสงหรือสเปกตรัมออกมา และวัดความเข้มของแสงนั้น ซึ่งเทคนิคนี้เป็นเทคนิคที่มีความเที่ยง สภาพไวสูง การรบกวนต่ำ มีขีดจำกัดการตรวจวัดที่ดี นอกจากนี้ยังไม่จำเป็นต้องใช้สารเคมี หรือสารละลายใดๆ ทำให้ประหยัดงบประมาณได้ จึงเหมาะสม ที่จะนำมาพัฒนาถึงวิธีการวิเคราะห์แร่ธาตุต่อไป

หลักการ

องค์ประกอบต่าง ๆ ของเครื่อง ICP

องค์ประกอบที่สำคัญของเครื่อง ICP สเปกโทรมิเตอร์ มีดังนี้

1. Nenulizer, Spary Chamber และแก๊สอาร์กอน
2. ICP torch
3. Radiofrequency Generator`
4. Spectrometer
5. Microprocessor Computer

สารละลายที่จะทำการวิเคราะห์จะถูกส่งเข้าเครื่อง โดยสารละลายจะถูกเปลี่ยนให้เป็นละอองลอย (aerosol) โดยกระบวนการnebulization แล้วสารละลายตัวอย่างที่เป็นละอองนี้จะถูกพาเข้าพลาสมาของ ICP torch ซึ่งจะทำให้ตัวอย่างแห้งกลายเป็นไอ กลายเป็นอะตอมแล้วเกิดการกระตุ้น หรือเกิดไอออไนส์ อะตอมหรือไอออนที่ถูกกระตุ้น (excited) จะเปล่งแสงซึ่งมีลักษณะเฉพาะออกมา แสงที่เกิดขึ้นนี้จะผ่านเข้าไปในเครื่องสเปกโทรมิเตอร์ เพื่อแยกเอาเฉพาะแสงที่ต้องการวัดที่ความยาวคลื่นที่ต้องการ แล้วให้แสงดังกล่าวตกลงบนดีเทคเตอร์ เพื่อวัดออกมาเป็นสัญญาณซึ่งสามารถเปลี่ยนเป็นความเข้มข้นได้ ในการควบคุมแต่ละขั้นตอนตลอดจนข้อมูลที่ได้จะถูกบันทึกหรือเก็บไว้ด้วยเครื่องคอมพิวเตอร์

วิธีการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค ICP

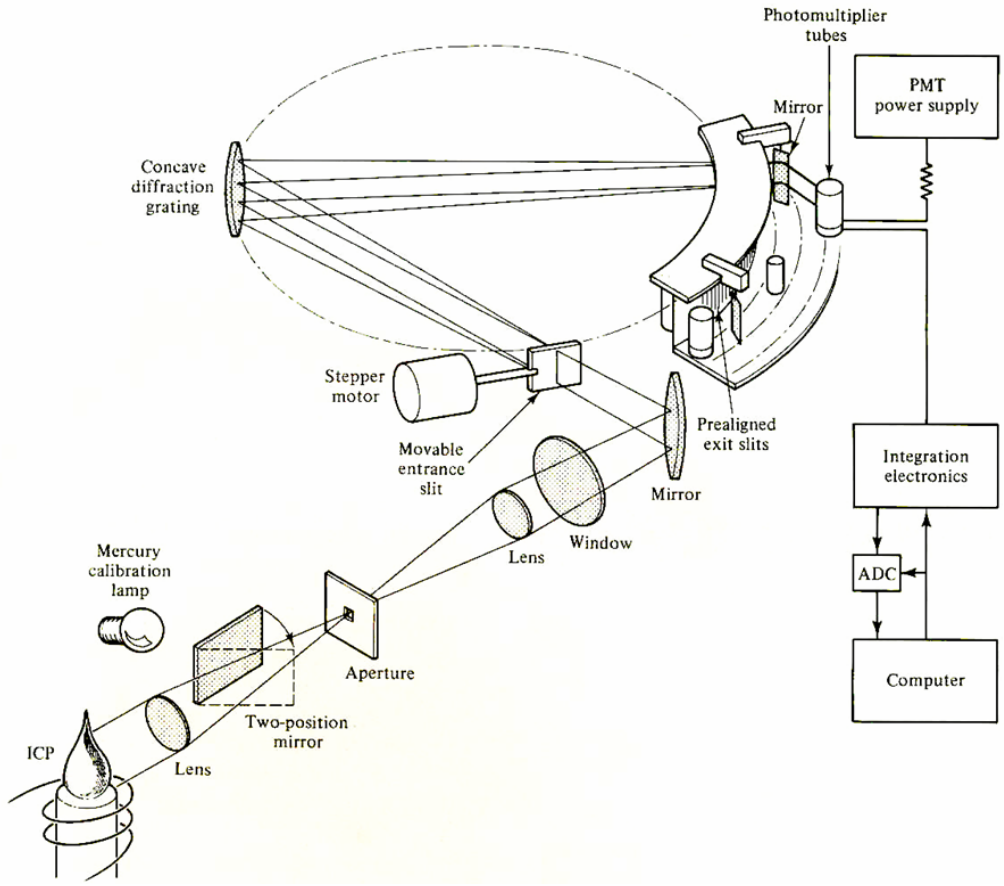
1. ในการวิเคราะห์สารนั้น เริ่มต้นด้วยการเตรียมสารตัวอย่าง และสารมาตรฐานเพื่อใช้กับเครื่อง ICP สเปกโทรมิเตอร์ ซึ่งขั้นตอนนี้ขึ้นอยู่กับสมบัติทางกายภาพ และทางเคมีของสารตัวอย่างนั้น ๆ แล้วทดลองวิเคราะห์ดู เพื่อหาช่วงของความเข้มข้นที่เหมาะสม

2. เกี่ยวกับวิธีการที่จะนำสารละลายตัวอย่างเข้าสู่ในเครื่องและการเตรียมเครื่องมือที่จะใช้ ซึ่งโดยทั่วไปแล้วขั้นนี้ควรจะพร้อมอยู่แล้ว บางครั้งเราอาจจะใช้วิธีการอื่น ๆ ก็ได้ เช่น ในกรณีที่สารละลายตัวอย่างที่จะวิเคราะห์มีอนุภาคแขวนลอยอยู่มาก ๆ อาจจะต้องใช้วิธีการพิเศษ

3. ถ้าจะพัฒนาวิธีการวิเคราะห์ คือ การที่จะต้องทำโปรแกรมใหม่ โดยสามารถใช้ computer software ที่ให้มาพร้อมกับเครื่องทำงาน เพื่อเก็บข้อมูลและตั้งโปรแกรมกระบวนการต่าง ๆ เช่น การเลือกความยาวคลื่น การ calibrate เครื่องมือ การวัดความเข้มของอิ มิสชัน ตลอดจนการที่จะวิเคราะห์สารตัวอย่างจริง โดยทั่วไปของการวิเคราะห์ บริษัทผู้ผลิตเครื่องมือมักจะทำโปรแกรมกำหนดสภาวะและขั้นตอนต่าง ๆ ให้เรียบร้อยจนได้ผลของการวิเคราะห์เป็นที่พอใจ อย่างไรก็ตาม ก่อนที่จะใช้เครื่องมือทำการวิเคราะห์ ผู้วิเคราะห์ควรตรวจสอบเสียก่อนว่าเครื่องมือนั้นทำงานได้อย่างถูกต้องมิฉะนั้นแล้วจะทำให้ผู้วิเคราะห์เสียเวลาเปล่า

เมื่อเครื่องมือพร้อมที่จะทำงานทั้ง hardware และ software คือโปรแกรมการวิเคราะห์ เลือกไว้เรียบร้อยแล้ว สารมาตรฐานและสารตัวอย่างได้เตรียมเสร็จเรียบร้อยแล้ว สามารถดำเนินการได้ทันที นั่นคือ ทำ calibration แล้วทำการวิเคราะห์ตัวอย่าง แต่จะต้องไม่ลืมว่าสารละลายตัวอย่างและสารมาตรฐานควรจะต้องคล้ายกัน (matching) เพื่อป้องกัน matching effect แต่ถ้าไม่สามารถทำสารละลายตัวอย่างและสารมาตรฐานให้คล้ายกัน ควรจะใช้เทคนิค internal standard method หรือ standard addition method

ไดอะแกรมของเครื่อง ICP



เครื่องมือและอุปกรณ์

12. ปีกเกอร์ (Beaker) ขนาด 10, 50, 100, 250 มิลลิลิตร
13. ขวดวัดปริมาตรขนาด 25, 50 และ 100, 2000 มิลลิลิตร
14. ไมโครปิเปต ชนิด Transferpette ขนาด100, 1000, 5000ไมโครลิตร
15. เครื่อง ICP-OES

สารเคมี

1. สารละลายมาตรฐานธาตุ As, Cd, Cr, Cu, Fe, Mn, Pb และ Zn ที่มีความเข้มข้น 1000 มิลลิกรัม/ลิตร
2. สารละลายมาตรฐานผสมที่ 1, 2, 3, 4 และ 5 (ที่มีความเข้มข้นตามต้องการ)
3. กรดไนทริก (HNO_3 70%)
4. น้ำ Deionized water (Demineralized water)

5. ขวดวัดปริมาตรขนาด 25, 50 และ 100, 2000 มิลลิลิตร

6. ไมโครปิเปต ชนิด Transferpette ขนาด100, 1000, 5000ไมโครลิตร

การเตรียมสารละลายมาตรฐานผสม

1. เตรียมสารละลายมาตรฐานความเข้มข้น 1 มิลลิกรัม/ลิตรของแต่ละธาตุ (ธาตุAs, Cd, Cr, Cu, Fe, Mn, Pb และ Zn) จากสารละลายมาตรฐาน 1000 มิลลิกรัม/ลิตร เจือจางด้วย 1% HNO_3

2. การเตรียมสารละลายมาตรฐานผสมที่ 1, 2, 3, 4 และ 5 ตามลำดับ

เตรียมสารละลายมาตรฐาน ผสมที่ 1, 2, 3, 4 และ 5 ตามลำดับ ให้มีความเข้มข้น ของสารละลายมาตรฐาน As, Cd, Cr, Cu, Fe, Mn, Pb และ Zn ดังแสดงในตาราง

Standard	As (mg/l)	Cd (mg/l)	Cr (mg/l)	Cu (mg/l)	Fe (mg/l)	Mn (mg/l)	Pb (mg/l)	Zn (mg/l)
1	0.0100	0.0050	0.0050	0.0050	0.0050	0.0050	0.0100	0.0050
2	0.0200	0.0100	0.0100	0.0100	0.0500	0.0500	0.0200	0.0500
3	0.0300	0.0150	0.0150	0.0150	1.0000	1.0000	0.0300	1.0000
4	0.0400	0.0200	0.0200	0.0200	2.0000	2.0000	0.0400	2.0000
5	0.0500	0.0250	0.0250	0.0250	4.0000	4.0000	0.0500	4.0000

การเลือกความยาวคลื่น (Select of Wavelengths)

1. ความยาวคลื่นที่เลือกใช้จะต้องเหมาะสมกับความเข้มข้นของธาตุที่จะวิเคราะห์ คือ จะต้องใช้ให้อยู่ภายใน working range หรือ calibration curve

2. ความยาวคลื่นที่เลือกใช้ควรจะปลอดจาก spectral interference ในทางปฏิบัติแล้วทำได้ยาก เพราะ ICP ให้พลังงานสูง สามารถทำให้ธาตุปล่อยแสงออกมาได้หลายความยาวคลื่น ทำให้มีโอกาสเกิด spectral interference เสมอ

วิธีวิเคราะห์

1. การทำกราฟมาตรฐาน (Calibration curve)

เพื่อให้ได้สิ่งแวดล้อมเดียวกัน จำเป็นต้องสร้าง กราฟมาตรฐาน (Calibration curve) สำหรับการวิเคราะห์แต่ละครั้ง

1.1 เตรียมสารละลายมาตรฐานผสมที่ 1 , 2, 3, 4 และ 5 ตามลำดับ (ที่มีความเข้มข้นตามต้องการ) อย่างน้อย 5 ความเข้มข้น

1.2 สร้างกราฟมาตรฐาน จากค่าความเข้มข้นของสารละลายมาตรฐานกับค่าการ คายแสง โดยใช้ 1% HNO_3 เป็นสารละลาย blank นำไปวัดด้วยเครื่อง Inductively Couple Plasma-Optical Emission Spectrometer (ICP-OES) ที่ความยาวคลื่นต่าง ๆ

2. วิเคราะห์ สารละลายตัวอย่าง

3. หาความเข้มข้นของสารละลายตัวอย่างโดยคิดเป็นมิลลิกรัม/ลิตรของแต่ละธาตุ (ธาตุ As, Cd, Cr, Cu, Fe, Mn, Pb และ Zn) โดยอ่านจากกราฟมาตรฐานที่ถูกต้อง

การตรวจสอบการทำงานของเครื่อง

ก่อนที่ทำการวิเคราะห์สารตัวอย่าง ควรทำการตรวจสอบการทำงานของเครื่องว่าอยู่ในสภาพดีหรือไม่ มิฉะนั้นเราจะไม่ทราบว่าข้อมูลหรือผลการวิเคราะห์ที่ได้รับนั้นถูกต้องจริง การตรวจสอบบางอย่างก็ทำได้ง่าย ๆ ถ้าเครื่องทำงานผิดปกติจะได้จัดการซ่อมให้ดี เพื่อให้พร้อมที่จะใช้งานได้

1. การเตรียมเครื่องก่อนการวิเคราะห์

1.1 ตรวจสอบระดับ และชนิดของของเหลวในขวดน้ำทิ้ง (ภาชนะรองรับ) ต้องอยู่ต่ำกว่าปลายท่อน้ำทิ้ง

1.2 ตรวจเช็คความดันในถัง Argon gas ว่าเหลือเพียงพอสำหรับการใช้งาน (ดูตารางข้อกำหนดเกี่ยวกับแก๊ส ข้อ 3)

1.3 ตรวจสอบเครื่อง ICP และอุปกรณ์ต่อพ่วงทั้งหมด ว่าอยู่ในสภาพพร้อมจะใช้งาน

- ตรวจสอบ Tubing ของ Torch , Spray chamber , Nebulizer
- ตรวจสอบระดับของเหลวในเครื่องทำน้ำหล่อเย็น เติมน้ำให้ถึงระดับ

2. ตรวจสอบความปลอดภัยเกี่ยวกับแก๊ส

สังเกตสภาพของท่อแก๊สว่าอยู่ในสภาพดี ไม่มีรอยรั่ว โดยเฉพาะอย่างยิ่งที่รอยต่อที่หัวปรับความดัน และถังแก๊ส ถ้าพบให้จัดการแก้ไขก่อนการใช้งาน

3. ข้อกำหนดเกี่ยวกับแก๊ส

ชนิด	Purity	ความดันในถังแก๊ส	ความดันขาออก	Recommended
Ar	> 99.996%	> 100 psi	57 – 88 psi หรือ 400 – 600 kPa	80 psi หรือ 550 kPa

4. การเปิดเครื่องและอุปกรณ์

เปิด Ar gas ⟶ เปิด Stabilizer ⟶ Power On เครื่อง ICP ⟶ Power On เครื่อง Accessories (ถ้ามี เช่น SPS-3) ⟶ เปิด UPS ⟶ เปิด Computer + Monitor ⟶ เปิด Printer ⟶ เปิดเครื่องทำน้ำหล่อเย็น (หลังจากเปิดเครื่อง ICP 10 นาที) (ปรับอุณหภูมิ 20-25 °C) ⟶ เปิด Hood

5. Basic Operation

5.1 เปิดถัง Argon gas โดยหมุน valve ที่ถัง gas ประมาณ 0.5 – 1 รอบ และตั้ง Outlet Pressure ประมาณ 80 psi หรือ 550 kPa (ซึ่ง gas จะ flow เข้าเครื่องทันที เนื่องจากมีการ preset ไว้แล้ว)

5.2 Power On เครื่อง ICP และ Computer (ตามขั้นตอนที่แนะนำไว้ในการเปิดเครื่องและอุปกรณ์)

<u>หมายเหตุ</u>

ให้เปิด Argon gas เข้าเครื่อง ICP และเปิด software ของ ICP ก่อน ประมาณ 5 นาที จึงเปิดเครื่องทำน้ำหล่อเย็น (ปรับอุณหภูมิ 20-25 °C)

5.3 ที่ Computer Click Start ⟶ เลือก All Programs ⟶ เลือก ICP Expert II ⟶ เลือก ICP Expert II (หรือ Double click ที่ icon ของ ICP Expert II) เครื่องจะทำการ Load Program ของ ICP Expert II ขึ้นมา แล้วจะปรากฏหน้าจอ

5.4 จากหน้าจอนี้ click [Instrument] เครื่องจะปรากฏหน้าจอ

จากหน้าจอนี้ สังเกต

- Gas Flow OK หรือไม่ (ถ้ายังไม่เปิด จะขึ้นแถบสีแดง ที่ Flow off)
- Water Cooler Flow OK หรือไม่ (ถ้ายังไม่เปิด จะขึ้นแถบสีแดง ที่ Argon off)

- Polychromator

: Casting 35 °C

: Peltier - 35 °C (สำหรับ ICP 720/725/730/735 ES)

- 35 °C (สำหรับ ICP 710/715 ES)

จากนั้น click [X] เครื่องจะกลับมาที่หน้าจอ

5.5 จากหน้าจอนี้ click [worksheet] เครื่องจะปรากฏหน้าจอ

5.6 จากหน้าจอนี้ (เลือกอย่างใดอย่างหนึ่ง) Click [New] หรือ Click [Open]

<u>หมายเหตุ</u>

New : เป็นการสร้าง Worksheet และ Method ใหม่ทั้งหมด

New > Create From Template : เป็นการเรียก Worksheet เก่า (ที่มีอยู่แล้ว) ออกมาใช้งาน โดยต้องเปลี่ยนชื่อ File name ใหม่ (ไม่สามารถ save ทับ File เดิม)

Open : เป็นการเรียก Worksheet เก่า (ที่มีอยู่แล้ว) ออกมาใช้งาน และค่าที่วัดได้ก็จะ Save อยู่ใน File เดิม (save ทับข้อมูลเดิม)

6. ขั้นตอนการปิดเครื่อง

หลังจากการทำ Aspirate สารละลายที่กำหนดไว้ในตารางเสร็จเรียบร้อยแล้ว

1. ทำการ Aspirate DI water เข้าไปใน plasma อย่างน้อย 3-5 นาที หรือประมาณ 30-50 ml เพื่อทำความสะอาด Sample tube , Nebulizer , Spray chamber , Torch

2. click icon ที่ menu เพื่อดับ plasma

3. ปลด tubing ต่างๆ ที่ตต่อที่ Peristatic pump ออก

4. ออกจาก Software ของ ICP Expert II โดย click [file] ที่ Menu bar > เลือก Exit หรือ click ที่มุมขวาบนเครื่องจะออกจาก Software ของ ICP

5. Power Off เครื่อง Accessories (ถ้ามี เช่น SPS-3) ⟶ Power Off เครื่อง ICP ⟶ ปิดเครื่องทำน้ำหล่อเย็น ⟶ เปิด Ar gas ⟶ ปิด Stabilizer ⟶ ปิด UPS ⟶ ปิด Printer ⟶ ปิด Computer + Monitor ⟶ ปิด Hood

การบำรุงรักษาเครื่อง

งานทุกครั้งที่มีการใช้เครื่อง

- ให้ถ่ายกำจัดน้ำเสียในภาชนะรองรับ

งานประจำวัน

- ตรวจดูความดันแก๊สก่อนใช้งาน
- ตรวจระบบดูดควันก่อนใช้งาน
- นำของเหลวในขวดน้ำทิ้ง (ภาชนะรองรับ) ไปเททิ้ง
- ทำความสะอาด Nebulizer , Spray chamber , Torch โดยผ่าน DI water เข้าไปใน plasma ก่อนดับเปลวไฟทุกครั้ง

งานประจำสัปดาห์

- ทำความสะอาด Torch

:- rinse ด้วย DI water เพื่อ remove พวก salt

:- แช่ใน aqua regia over night (HNO_3 : HCL = 1:3)

:- ล้างออกด้วย DI water ทำให้แห้งก่อนใช้งาน

- ทำความสะอาด Cone (Axial instrument)

:- เช็ดด้วยผ้าหมาด ๆ

:- ล้างด้วย DI water ทำให้แห้งก่อนใช้งาน

- ทำความสะอาด Snout (Radial instrument)

:- ล้างด้วย dilute detergent solution (เช่น TritonX-100)

:- ล้างด้วย DI water ทำให้แห้งก่อนใช้งาน

- ทำความสะอาด Bonnet (Radial instrument)

:- ล้างด้วย DI water ทำให้แห้งก่อนใช้งาน

งานประจำเดือน

- ทำความสะอาด Spray chamber

:- Sturman-Masters spraychamber

- ห้ามสัมผัส ด้านในของ Sturman-Masters spraychamber โดยเด็ดขาด

- Sonicate 15-30 min. in 0.5% TritonX-100 แล้วออกล้างด้วย DI Water

:- glass cyclonic spraychamber

- แช่ใน 0.5% TritonX-100 (5 – 15 นาที) แล้วล้างออกด้วย

DI Water

- ทำความสะอาด Nebulizer

:- Concentric glass nebulizer

- แช่ conc.HNO_3 overnight

:- V-groove

- Sonicate 2-3 min. in 0.5% TritonX-100 แล้วออกล้างด้วย DI Water

- ทำความสะอาด wavelength calibration

:- โดยใช้ Mix STD

:- ที่หน้าจอ

จากหน้าจอนี้ click[Worksheet] > Click [Open] > Click Servers > เลือกฐานข้อมูล ชื่อ "Supplied Worksheet" > เลือกชื่อ file "Wavelength Calibration" ที่ Name > OK > สั่งทำ Wavelength Calibration ที่ [Calibration ที่ [Instrument Setup] > click [W/L Calib] Tab (ให้ดูขั้นตอนการทำ wavelength calibration ใน Help)

- Check pump tube (เปลี่ยน ถ้าจำเป็น)

<u>หมายเหตุ</u>

- รายละเอียดทั้งหมด ในการถอด / การทำความสะอาด ให้ดูใน Help
- ทุกครั้งที่มีการถอด Torch ออกมาทำความสะอาด เมื่อประกอบ Torch กลับเข้าตำแหน่งเดิมแล้ว จะต้องทำการ Align Torch ใหม่ทุกครั้ง

งานเมื่อเปลี่ยนถังแก๊ส

- ตรวจหารอยรั่วตามข้อต่อต่างๆ
- ตรวจการทำงานของอุปกรณ์ควบคุมความดันแก๊ส
- ตรวจการทำงานของ วาล์ว เปิด-ปิด
- ตรวจท่อส่งแก๊ส

การตรวจวิเคราะห์คุณภาพน้ำทางแบคทีเรีย

วิมลมาศ สตารัตน์
นักวิทยาศาสตร์ชำนาญการพิเศษ

บทนำ

โรคที่เกี่ยวกับระบบทางเดินอาหารของมนุษย์ที่สำคัญมักเกิดจากเชื้อแบคทีเรียที่ก่อโรคซึ่งปนเปื้อนอยู่ในอาหารและน้ำ การแพร่กระจายของโรค สาเหตุหนึ่งมาจากของเสียที่ขับถ่ายโดยมนุษย์และสัตว์เลือดอุ่นปนเปื้อนอยู่ในน้ำซึ่งใช้บริโภคโดยตรงหรือใช้ในทางอ้อม ทำให้เกิดโรคต่างๆ เช่น ไทฟอยด์ ท้องร่วง อหิวาตกโรค ไข้รากสาด ฯลฯ ดังนั้นจึงจำเป็นต้องตรวจวิเคราะห์หาชนิดของแบคทีเรียที่เป็นอันตรายในน้ำ เพื่อป้องกันการแพร่ของโรคดังกล่าว ซึ่งมาตรฐานน้ำดื่มและมาตรฐานแหล่งน้ำผิวดินของประเทศไทย หรือมาตรฐานน้ำทิ้งของบางประเทศจะกำหนดปริมาณของแบคทีเรียรวมอยู่ด้วย แบคทีเรียที่ถูกเลือกเป็นแบคทีเรียชี้แนะที่บ่งบอกถึงความสกปรกของน้ำมักนิยมใช้กลุ่มของโคลิฟอร์ม ซึ่งสามารถจำแนกออกได้เป็น 2 พวก คือ โคลิฟอร์มแบคทีเรีย และ ฟีคัลโคลิฟอร์มแบคทีเรีย โคลิฟอร์มแบคทีเรีย หมายถึง กลุ่มของพวก Aerobic และ Facultative Anaerobic Bacteria ซึ่งเป็นแบคทีเรียที่ย้อมติดสีแกรมลบ ไม่สร้างสปอร์ มีรูปร่างเป็นแท่ง สามารถหมักย่อยน้ำตาลแลคโทสที่อุณหภูมิ 35±0.5°Cในเวลา 24-48 ชั่วโมงและให้ผลเป็นกรดและแก๊ส แบคทีเรียกลุ่มนี้พ บทั่ว ไปในดิน น้ำ อากาศ โดยเฉพาะในลำไส้คนและสัตว์เลือดอุ่น ได้แก่แบคทีเรียในสกุล Escherichia, Enterobacter klebsiella citrobacter และ Serratia

ฟีคัลโคลิฟอร์มแบคทีเรีย ได้แก่ โคลิฟอร์มแบคทีเรียที่มีแหล่งกำเนิดจากอุจจาระของคนและสัตว์เลือดอุ่น แบคทีเรียชนิดนี้สามารถหมักย่อยน้ำตาลแลคโทสที่อุณหภูมิ 44.5 ±0.2°C ในเวลา 24 ชั่วโมง ได้แก่ แบคทีเรียในสกุล Escherichia

ทั้งนี้ไม่ว่าจะพบพวกไหนอยู่ในน้ำเกินกว่ามาตรฐานก็ให้ถือว่าน้ำนั้นถูกปนเปื้อนมากต้องผ่านกรรมวิธีต่างๆ ที่จะลดโคลิฟอร์มเหล่านี้ลงให้อยู่ในปริมาณที่ต่ำกว่ามาตรฐานที่กำหนด

วิธีการ โดยวิธี Most Probable Number(MPN) หรือ Multiple tube fermentation technique

หลักการ

วิธี MPN เป็นการวิเคราะห์หาปริมาณของโคลิฟอร์ม โดยอาศัยความสามารถในการย่อยสารอาหารให้เกิดแก๊สในหลอดทดลอง เมื่อนำมาอบเพาะเชื้อไว้ตามเวลาและอุณหภูมิที่กำหนด และจากจำนวนของหลอดทดลองที่ให้ผล Positive นำไปอ่านค่า MPN Index ซึ่งจะเป็นการประมาณทางสถิติถึงปริมาณของโคลิฟอร์มที่น่าจะตรวจพบได้ในน้ำโดยมีหน่วยเป็น MPN/100 ml

การตรวจวิเคราะห์แบคทีเรียโดยวิธี MPN มี 3 ขั้นตอนได้แก่ การตรวจสอบขั้นแรก (Presumptive Tests) การตรวจสอบขั้นยืนยัน (Confirmed Tests) และการตรวจสอบขั้นสมบรูณ์ (Completed Tests) กรมอนามัย (2539) กล่าว่า โดยทั่วไปการปฏิบัติงานด้านการตรวจวิเคราะห์คุณภาพน้ำทางแบคทีเรีย โดยอาศัยโคลิฟอร์มแบคทีเรียเป็นตัวบ่งชี้ มักนิยมปฏิบัติกันเฉพาะขั้นตอนแรก และขั้นตอนยืนยันเท่านั้น โดยนำผลที่อ่านได้จากขั้นตอนยืนยันมาอ่านค่า MPN Index แล้วนำค่าของ MPN ที่อ่านได้มาคำนวณหาปริมาณของโคลิฟอร์มแบคทีเรีย และฟีคัลโคลิฟอร์มแบคทีเรียโดยมีหน่วยเป็น MPN/100ml

วัสดุ อุปกรณ์และสารเคมี

1. หลอดทดลองขนาด 20x150 mm พร้อมฝาครอบอะลูมิเนียม
2. หลอดดักอากาศ (Durham Tube) ขนาด 6x50 mm
3. ปิเปตขนาด 10,1 และ 0.1 มิลลิลิตร ที่ผ่านการอบฆ่าเชื้อแล้ว
4. ตะเกียงแอลกอฮอล์
5. ตู้อบเพาะเชื้ออุณหภูมิ 35$\pm$0.5°C และ 44.5$\pm$0.2°C
6. อาหารเหลวแลคโทสบรอธ (Lactose Broth) หรือ ลอรีลทริปโทสบรอธ (Lauryl Tryptose Broth) บริลเลียนท์กรีนแลคโทสไบล์ (Brilliant Green Lactose Bile 2%) และอีซีมีเดียม (EC Medium)
7. โพแตสเซียมไดไฮโดรเจนฟอสเฟต (KH_2PO_4)
8. แมกนีเซียมซัลเฟต ($MgSO_4 7H_2O$)
9. Vertex สำหรับ Mixed สารละลาย
10. เครื่องจ่ายอาหารเลี้ยงเชื้อและสารละลายเจือจางตัวอย่างน้ำ (Automatic Dispensor) ขนาด 1 และ 9 มิลลิลิตร ตามลำดับ
11. หมอนึ่งอัดไอน้ำ (Autoclave)

วิธีเตรียมสารละลายเจือจางตัวอย่างน้ำ (Dilution Water)

1. เตรียมสารละลายบัฟเฟอร์ โดยละลายโพแทสเซียมไฮโดรเจนฟอสเฟต 34 กรัมในน้ำกลั่น 500 มิลลิลิตร ต้มด้วยไฟอ่อนๆ ทิ้งให้เย็นลงที่อุณหภูมิประมาณ 20 °C แล้วปรับค่า pH ให้ได้ 7.2 ด้วยสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ (NaoH) เข้มข้น 1 นอร์มัล (ใช้โซเดียมไฮดรอกไซด์ 40 กรัมผสมน้ำกลั่น 1,000 มิลลิลิตร) เติมน้ำกลั่นเพื่อให้ได้ปริมาณ 1,000 มิลลิลิตร เก็บไว้ในตู้เย็น
2. เตรียมสารละลายแมกนีเซียมซัลเฟต โดยละลายแมกนีเซียมซัลเฟต 50 กรัมในน้ำกลั่น 1,000 มิลลิลิตร

3. ดูดสารละลายบัฟเฟอร์ในข้อ 1 จำนวน 1.25 มิลลิลิตร และสารละลายแมกนีเซียมซัลเฟต ในข้อ 2 จำนวน 5.0 มิลลิลิตร เติมน้ำกลั่นผสมให้เข้ากันจนได้ปริมาตร 1,000 มิลลิลิตร แล้วนำสารละลายเจือจางที่ได้ใส่หลอดทดลองขนาด 20x150 mm โดยผ่านเครื่องจ่ายจำนวน หลอดละ 9 มิลลิลิตร นำไปนึ่งฆ่าเชื้อที่อุณหภูมิ 121˚C ความดัน 15 ปอนด์/ตารางนิ้ว นาน 15 นาที

วิธีเตรียมอาหารเลี้ยงเชื้อ (จากอาหารสำเร็จรูป)

1. การเตรียมอาหารเหลวแลคโทส หรือ ลอรีลทริปโทสโดยชั่งน้ำหนักผงอาหารละลายในน้ำกลั่นตามที่ระบุไว้ข้างขวด จากนั้นนำไปอุ่นบนเตาเพื่อช่วยให้ละลายดีขึ้นแล้ว ดูดใส่หลอดทดลองขนาด 20x150 mm ซึ่งมีหลอดดักอากาศ (Durham Tube) วางคว่ำอยู่ภายใน โดยผ่านเครื่องจ่าย จำนวนหลอดละ 10 มิลลิลิตร นำไปนึ่งฆ่าเชื้อที่อุณหภูมิ 121 ˚C ความดัน 15 ปอนด์/ตารางนิ้ว นาน 15 นาที กรณีที่ต้องเตรียมอาหารความเข้มข้น 2 เท่า สำหรับน้ำที่ค่อนข้างสะอาด ให้ชั่งผงอาหารเป็น 2 เท่าของน้ำหนักปกติ โดยปริมาณน้ำกลั่นที่ละลายเท่าเดิม
2. การเตรียมอาหารเหลวบริลเลียนกรีนไบท์ 2 % และอาหารเหลวอีซีมีเดียม ชั่งน้ำหนักผงอาหารละลายในน้ำกลั่นตามที่ระบุไว้ข้างขวด จากนั้นนำไปอุ่นบนเตา แล้วดูดใส่หลอดทดลองขนาด 20 x150 mm ซึ่งมีหลอดดักอากาศ (Durham Tube) วางคว่ำอยู่ภายใน โดยผ่านเครื่องจ่าย จำนวนหลอดละ 10 มิลลิลิตร นำไปนึ่งฆ่าเชื้อที่อุณหภูมิ 121 ˚C ความดัน 15 ปอนด์/ตารางนิ้ว นาน 15 นาที เช่นเดียวกันกับข้อ 1.

การเลือกระบบจำนวนหลอดเลี้ยงเชื้อ ระบบหลอดเลี้ยงเชื้อมีหลายระบบที่นิยมมี 2 ระบบ คือ ระบบแถวละ 3 หลอด 3 แถว หรือ 3 ระดับ และระบบแถวละ 5 หลอด 3 แถว หรือ 3 ระดับแต่ละระดับใช้ปริมาณตัวอย่างน้ำต่างกัน 10 เท่า เช่น ระดับแรกใส่ปริมาณตัวอย่างน้ำ 10 มิลลิลิตรต่อหลอด ตามลำดับ แต่ในบางกรณีที่ไม่สามารถคาดการณ์ความสกปรกของน้ำได้ อาจจะต้องเพิ่มจำนวนระดับเป็น 4-5 ระดับ ทั้งนี้ขึ้นอยู่กับความสกปรกของตัวอย่างน้ำ

การเลือกใช้ปริมาณตัวอย่างน้ำ เพื่อการตรวจวิเคราะห์ ในการเลือกใช้ปริมาณตัวอย่างน้ำ ในระดับแรกหรือระดับเริ่มต้น ขึ้นอยู่กับชนิดของตัวอย่างน้ำและข้อมูลที่ได้มา ดังเช่น ตารางที่1

ตารางที่ 1 การคาดคะเนปริมาณตัวอย่างน้ำที่ควรใช้ในระดับเริ่มต้นจากแหล่งต่างๆ โดยวิธี MPN Technique

ประเภทแหล่งน้ำ	ปริมาณตัวอย่างน้ำของระดับแรก (มิลลิเมตร)				
	10	1.0	0.1	0.01	0.001
บ่อตื้น	x				
ทะเลสาบ	x----------x				
ชายหาด		x----------x			
ลำห้วย		x----------x			
แม่น้ำ		x----------x			
น้ำทิ้ง				x----------x	
น้ำเติมคลอรีน	x----------x				
น้ำผ่านการปรับปรุงครั้งที่ 1			x----------x		
น้ำผ่านการปรับปรุงครั้งที่ 2		x----------x			
น้ำดิบ				x----------x	

ขั้นตอนการตรวจวิเคราะห์โคลิฟอร์มแบคทีเรีย

ก. การตรวจสอบขั้นแรก (Presumptive Tests)

1. เตรียมหลอดอาหารเหลวแลคโทส พร้อมหลอดดักอากาศสำหรับเพาะเลี้ยงแบคทีเรีย ถ้าตัวอย่างน้ำเป็นน้ำค่อนข้างสะอาด ให้อาหารเลี้ยงเชื้อในแถวแรกมีความเข้มข้นเป็น 2 เท่า ของแถวที่ 2 และแถวที่3 ถ้าเป็นระบบแถวละ 5 หลอด จะใช้อาหารเลี้ยงเชื้อทั้งหมด 15 หลอดต่อน้ำหนึ่งตัวอย่าง
2. เขียนสัญลักษณ์ และปริมาณตัวอย่างน้ำที่ใช้ข้างหลอดทดลอง
3. เขย่าขวดเก็บตัวอย่างน้ำขึ้นลงประมาณ 20 ครั้ง เพื่อให้น้ำในขวดผสมเข้ากันดี
4. ใช้ปิเปตดูดตัวอย่างน้ำใส่ลงในหลอดอาหารเลี้ยงเชื้อ ด้วยวิธีปลอดเชื้อ (Aseptic Technique) สำหรับตัวอย่างน้ำ 3 ระดับ ๆ ละ 5 หลอด โดยใช้ปริมาณตัวอย่างน้ำในระดับแรกหลอดละ 10 มิลลิลิตร ระดับที่สองหลอดละ 1 มิลลิลิตร และระดับที่สามหลอดละ 0.1 มิลลิลิตร (ปิเปตตัวอย่างน้ำ 1 มิลลิลิตร ใส่หลอดสารละลายเจือจางตัวอย่างน้ำที่เตรียมไว้ 9 มิลลิลิตร เขย่าให้ผสมเข้ากันแล้ว ปิเปตตัวอย่างน้ำที่เจือจางแล้วจากหลอดสารละลายปริมาตร 1 มิลลิลิตร ใส่หลอดอาหารเลี้ยงเชื้อแลคโทส ครบ 5 หลอด)

การถ่ายตัวอย่างน้ำจากปิเปตลงในหลอดอาหารเลี้ยงเชื้อ ควรให้ปลายปิเปตอยู่เหนือผิวของอาหารเลี้ยงเชื้อประมาณ 1 เซนติเมตร แล้วค่อย ๆ ปล่อยตัวอย่างน้ำให้ไหลลงตามข้างหลอด

5. เขย่าหลอดเบาๆ เพื่อให้อาหารผสมกับตัวอย่างน้ำ

6. นำหลอดทั้งหมดไปอบเพาะเชื้อในตู้อบเพาะเชื้ออุณหภูมิ 35 ± 0.5 องศาเซลเซียส นาน 24 ถึง 48 ชั่วโมง

7. อ่านผลครั้งแรกหลังจากอบเพาะเชื้อที่อุณหภูมิ 35 ± 0.5 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 24 ชั่วโมง ตรวจดูหลอดที่ให้ผลบวกโดยสังเกตความขุ่นและแก๊สในแต่ละหลอด ตรวจหาแก๊สจากการดูการแทนที่ของอากาศในหลอด หรือมีฟองปุดเมื่อเขย่าหลอดเบาๆ หลอดที่ให้ผลลบให้นำกลับไปอบเพาะเชื้อต่ออีก 24 ชั่วโมง แล้วตรวจดูแก๊สเช่นเดียวกับข้างต้น

ข. การตรวจสอบขั้นยืนยัน (Confirmed Tests)

1. เลือกหลอดที่ให้ผลบวกจากการตรวจสอบขั้นแรกมาตรวจสอบในขั้นยืนยัน โดยจัดหลอดอาหารเลี้ยงเชื้อบริลเลียนท์กรีนแลคโทสไบล์ 2 % และ อีซีมีเดียม หลอดละ 10 มิลลิลิตร เท่าจำนวนหลอดที่ให้ผลบวกในขั้นแรก

2. เขียนสัญลักษณ์ข้างหลอดอาหารที่เตรียมไว้ให้ตรงกับหลอดที่ให้ผลบวกในการตรวจสอบขั้นแรก

3. เขย่าหลอดที่ให้ผลบวกเบาๆ ให้ปิเปตขนาด 0.1 มิลลิลิตรที่อบฆ่าเชื้อแล้วถ่ายเชื้อจากหลอดที่ให้ผลบวกใส่หลอดบรรจุอาหารเลี้ยงเชื้อในข้อ 1. หลอดต่อหลอดโดยวิธีปลอดเชื้อ (หลอดที่ให้ผลบวกจากการตรวจสอบขั้นแรก 1 หลอดจะต้องถ่ายเชื้อใส่หลอดบริลเลียนกรีนไบล์ 2 % และหลอดอีซีมีเดียม)

4. นำหลอดบริลเลียนกรีนไบล์ 2 % ไปอบเพาะเชื้อในตู้อบเพาะเชื้ออุณหภูมิ 35 ± 0.5 °C นาน 24-48 ชั่วโมง ส่วนหลอดอีซีมีเดียมนำไปอบเพาะเชื้อในตู้อบอุณหภูมิ 44.5± 0.2 °C นาน 24 ชั่วโมง

5. เมื่อครบ 24 ชั่วโมง นำหลอดบริลเลียนกรีนไบท์ 2 % มาอ่านผลครั้งแรกโดยให้ผลบวกสำหรับหลอดที่มีความขุ่น และมีแก๊สในหลอดดักอากาศ หรือมีฟองปุดเมื่อเขย่าเบาๆ ส่วนหลอดที่ให้ผลลบ จะมีลักษณะใสและไม่มีฟองแก๊ส นำหลอดที่ให้ผลลบไปอบเพาะเชื้อที่อุณหภูมิ 35 ± 0.5 °C ต่ออีก 24 ชั่วโมง จึงนำมาอ่านผลเป็นครั้งที่ 2 ในทำนองเดียวกัน ส่วนหลอดอีซีมีเดียมเมื่อครบ 24 ชั่วโมง นำมาอ่านผลเช่นกัน

6. ตรวจดูผล และบันทึกผลที่ได้เป็นผลบวกหรือผลลบ แล้วเทียบหาจำนวนโคลิฟอร์มแบคทีเรียจากตาราง MPN Index ซึ่งปริมาณโคลิฟอร์มแบคทีเรีย ที่ตรวจวิเคราะห์ได้จากหลอดบริลเลียนกรีนไบล์ 2 % คือ จำนวนโคลิฟอร์มแบคทีเรียทั้งหมด (Total Coliform Bacteria :TCB) ส่วน

ปริมาณโคลิฟอร์มแบคทีเรียที่ตรวจวิเคราะห์ได้จากหลอดอีซีมีเดียม คือ จำนวน ฟีคัลโคลิฟอร์มแบคทีเรีย (Faecal Coliform Bacteria : FCB)

ตารางที่ 2 แสดงตัวอย่างในการเลือกอ่านผลจากตัวอย่างน้ำที่ตรวจวิเคราะห์มากกว่า 3 ระดับ (ปริมาณ) เพื่อหาค่าของ MPN/100ML

ตัวอย่าง	จำนวนหลอดที่ให้ผลบวกในแต่ละระดับ					ตัวเลขที่เลือกอ่าน	ค่าที่อ่านได้จากตาราง MPN
	1.0 ลบ.ซม.	0.1 ลบ.ซม.	0.01 ลบ.ซม.	0.001 ลบ.ซม.	0.0001 ลบ.ซม.		
1	5	5	2	0	0	5-2-0	50
2	5	5	4	1	0	5-4-1	170
3	5	3	0	0	0	5-3-0	80
4	5	5	5	3	1	5-3-1	110
5	0	1	0	0	0	0-1-0	2

ถ้าตัวอย่างน้ำที่ใช้ในการตรวจสอบไม่ได้เริ่มต้นด้วยจำนวนตัวอย่างน้ำ 10 มิลลิลิตรต่อหลอด ให้นำค่าที่อ่านได้จากตาราง MPN มาคำนวณหาปริมาณของโคลิฟอร์มแบคทีเรียหรือฟีคัลโคลิฟอร์มแบคทีเรียดังสูตร

$$\text{ปริมาณของโคลิฟอร์มแบคทีเรีย (หรือฟีคัลโคลิฟอร์มแบคทีเรีย)} = \frac{\text{MPN x 10}}{\text{ปริมาณตัวอย่างน้ำในแถวแรกต่อหลอด}} \text{ MPN/100ML}$$

เช่น ค่า MPN จากตาราง MPN INDEX ของผลที่อ่านได้ 5-3-0 คือ 80 โดยปริมาณตัวอย่างน้ำที่ใช้ในแต่ละหลอดของระดับเริ่มต้นที่ให้ผลบวกเป็นจำนวน 5 หลอด คือ 1.0 มิลลิลิตร

$$\text{ปริมาณโคลิฟอร์มแบคทีเรีย} = \frac{80 \times 10}{1.0}$$

$$= 800 \text{ MPN/100ML}$$

ทั้งนี้ ค่าของ MPN ที่อ่านได้จากตาราง สามารถคำนวณได้โดยใช้สูตรตามข้างล่างนี้

สูตร

$$\text{MPN/100ML} = \frac{\text{จำนวนหลอดที่ให้ผลบวก x 100}}{\sqrt{\text{จำนวนตัวอย่างน้ำที่ใช้ทดสอบซึ่งให้ผลลบ x จำนวนตัวอย่างน้ำที่ใช้}}}$$

แผนผังที่ 1 แสดงขั้นตอนในการตรวจวิเคราะห์โคลิฟอร์มแบคทีเรียและฟีคัลโคลิฟอร์มแบคทีเรีย

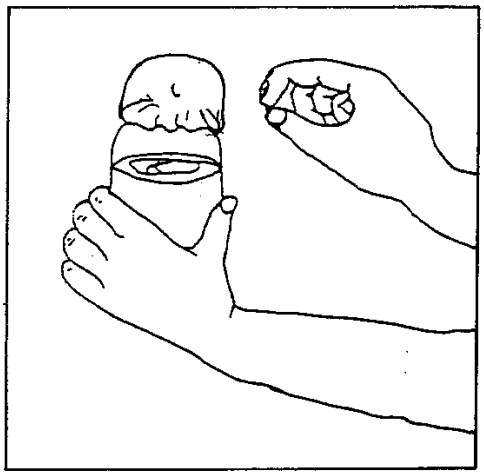
-- ดูในExcel --

MPN INDEX TABLE

-- ดูในExcel --

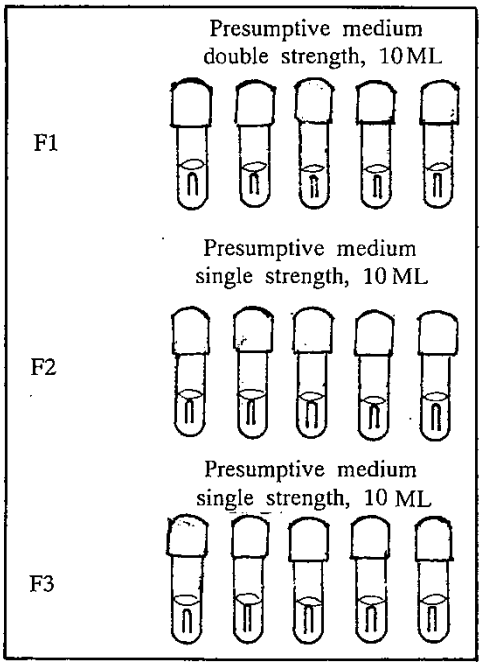
ขั้นตอนการตรวจวิเคราะห์คุณภาพน้ำ โดยวิธี MPN Technique

เปิดฝากระป๋อง

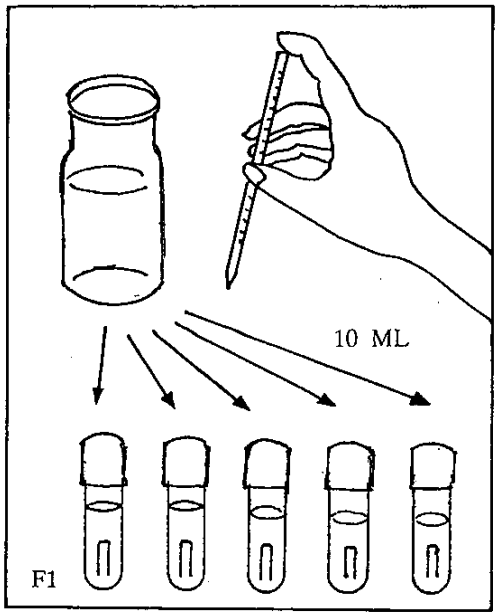


นำขวดที่บรรจุตัวอย่างน้ำออกจากกระป๋อง

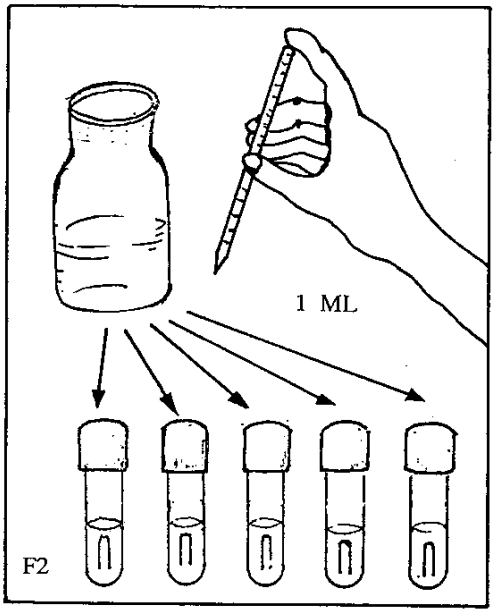
เขย่าขวดขึ้นลง (ช่วง 1 ฟุต) ประมาณ 20 ครั้ง
เพื่อให้น้ำในขวดผสมเข้ากันดี



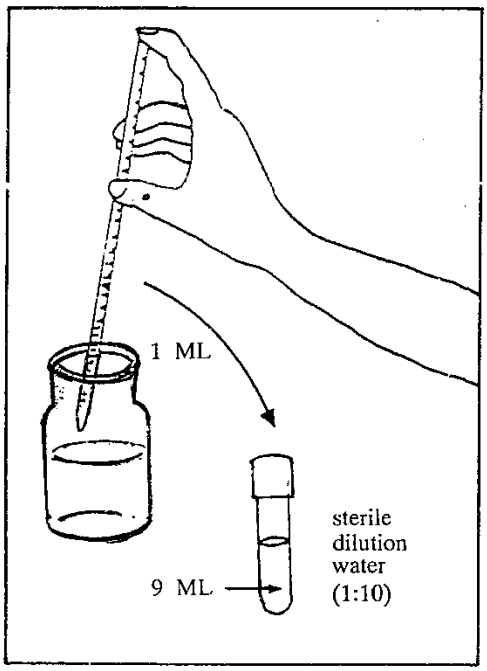
F1 = อาหารเลี้ยงเชื่อ Lactose Broth ความเข้มข้น 2 เท่า, ปริมาตร 10 มิลลิลิตรต่อหลอด
F2, F3 = อาหารเลี้ยงเชื้อ Lactose Broth ความเข้มข้น 1 เท่า (ตามสูตร) ปริมาตร 10 มิลลิลิตรต่อหลอด



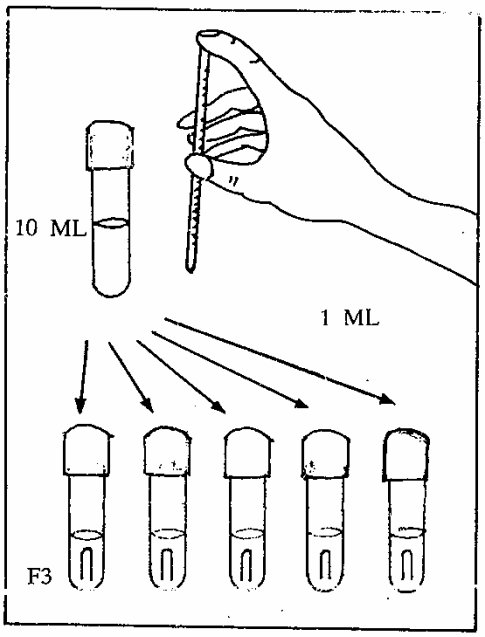
ปิเปตตัวอย่างน้ำ 10 มิลลิลิตร ด้วย
ปิเปตขนาด 10 มิลลิลิตร ใส่ลงใน
หลอดอาหารเลี้ยงเชื้อ (F1) จำนวน 5 หลอด



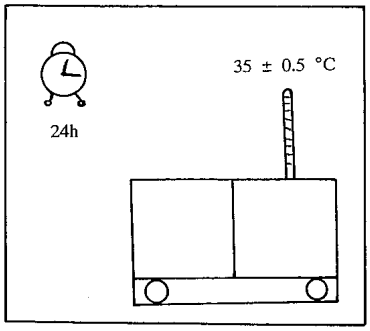
ปิเปตตัวอย่างน้ำ 1 มิลลิลิตร ด้วย
ปิเปตขนาด 1 มิลลิลิตร ใส่
หลอดอาหารเลี้ยงเชื้อ (F2) จำนวน 5 หลอด



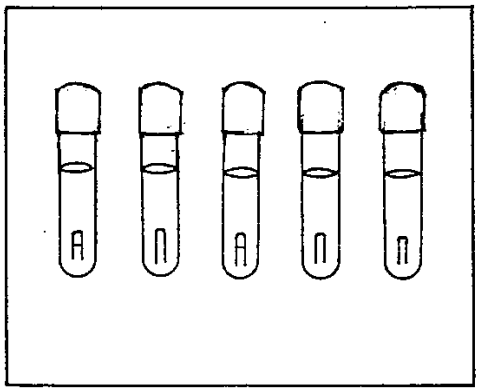
ปิเปตตัวอย่างน้ำ 1 มิลลิลิตร ใส่หลอดสารละลายเจือจาง ตัวอย่างน้ำที่เตรียมไว้ 9 มิลลิลิตร เขย่าหลอดให้ผสมเข้ากัน



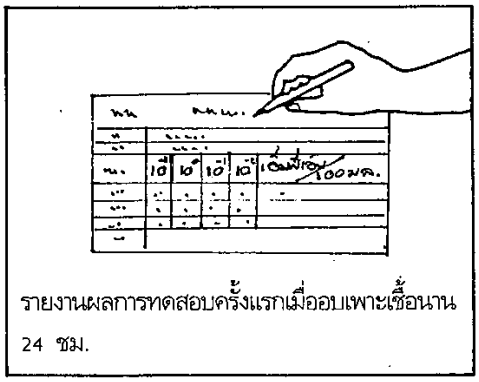
ปิเปตตัวอย่างน้ำที่เจือจางแล้วจากหลอดสารละลายปริมาตร 1 มิลลิลิตร ใส่หลอดอาหารเลี้ยงเชื้อ Lactose Broth ให้ครบ 5 หลอด



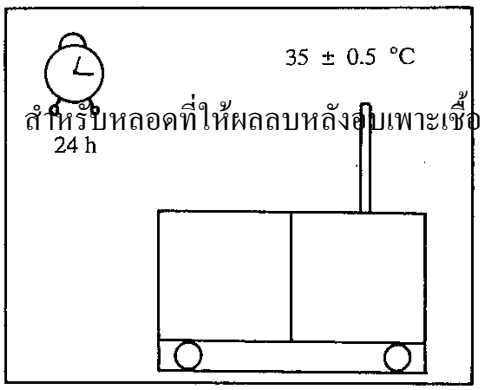
นำหลอดอาหารเลี้ยงเชื้อที่ผสมตัวอย่างน้ำแล้วไปอบเพาะเชื้อที่ตู้อบเพาะเชื้ออุณหภูมิ 35±0.5 องศาเซลเซียสนาน 24 ชั่วโมง



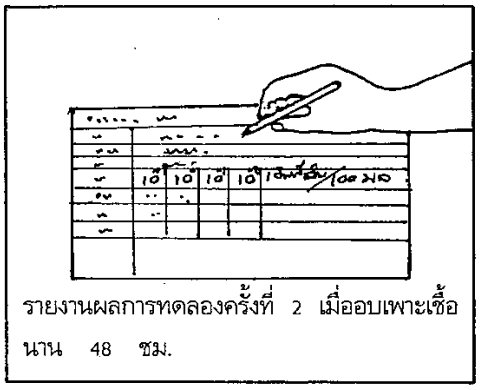
- ถ้าหลอดอาหาร Lactose Broth มีลักษณะขุ่นและมีฟองแก๊สเกิดขึ้นในหลอดเดอร์แรมให้บันทึกผลเป็นบวก
- ถ้าหลอดอาหาร Lactose Broth มีลักษณะใสและไม่มีฟองแก๊สเกิดขึ้นในหลอดเดอร์แรมให้บันทึกผลเป็นลบ



บันทึกผลที่อ่านได้ลงในสมุดบันทึกผล

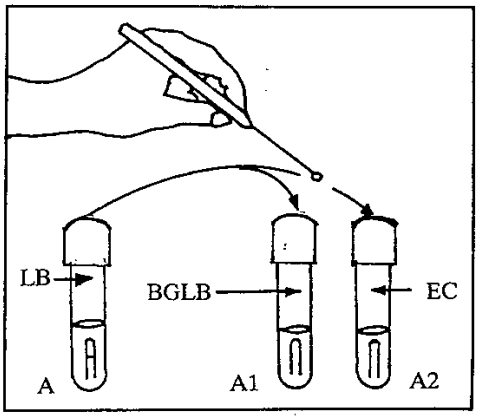


สำหรับหลอดที่ให้ผลลบหลังอบเพาะเชื้อไว้ 24 ชั่วโมง ให้นำไปอบเพาะเชื้อต่อที่อุณหภูมิ 35±0.5 องศาเซลเซียสอีก 24 ชั่วโมง

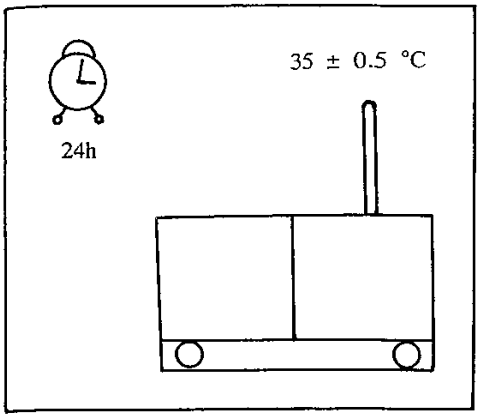


รายงานผลการทดลองครั้งที่ 2 เมื่ออบเพาะเชื้อ นาน 48 ชม.

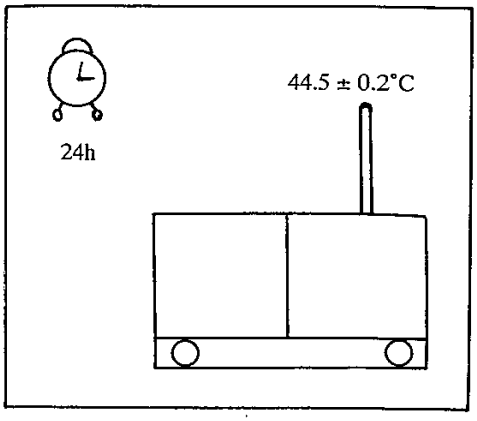
บันทึกผลลงในสมุดบันทึกผล



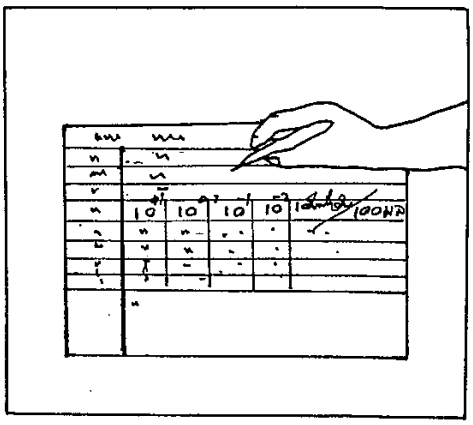
ถ่ายเชื้อที่ให้ผลบวกลงในหลอดอาหารเพาะเชื้อ BGLB 2% และ EC Medium หลอดต่อหลอด



นำหลอด BGLB 2% ที่ได้รับการถ่ายเชื้อแล้ว ไปอบเพาะเชื้อที่อุณหภูมิ 35±0.5 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 24 ชั่วโมง



นำหลอด EC Medium ที่ได้รับการถ่ายเชื้อแล้ว ไปอบเพาะเชื้อที่อุณหภูมิ 44.5±0.2 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 24 ชั่วโมง



บันทึกผลลงในสมุดบันทึกผลแล้วคำนวณหาปริมาณโคลิฟอร์มแบคทีเรียและฟีคัลโคลิฟอร์มแบคทีเรียโดยมีหน่วยเป็น MPN/100ML

แบบฟอร์มบันทึกผล

-- ดูในExcel --

ตัวอย่างที่1 แบบฟอร์มบันทึกผล

-- ดูในExcel --

ตัวอย่างที่2 แบบฟอร์มบันทึกผล

-- ดูในExcel --

ความเค็มของน้ำ (salinity)

เจียมจิตร ขวัญแก้ว
นักวิทยาศาสตร์ชำนาญการ

บทนำ

ความเค็มของน้ำเกิดจากเกลือต่าง ๆ ที่ละลายอยู่ในน้ำ น้ำตามแหล่งน้ำต่าง ๆ จะมีค่าความเค็มต่าง ๆ กันไป น้ำในมหาสมุทรมีความเค็มค่อนข้างคงที่เฉลี่ย 35 psu ส่วนความเค็มของน้ำบริเวณชายฝั่งมีค่าต่ำกว่าและผันแปรสูง คำจำกัดความของความเค็ม คือปริมาณเป็นกรัมของเกลืออนินทรีย์ทั้งหมดที่มีอยู่ในน้ำทะเล 1 กิโลกรัม ซึ่งการวัดความเค็มด้วยวิธีนี้กระทำได้ด้วยการระเหยน้ำทะเลให้แห้ง แล้วชั่งน้ำหนักเกลือที่เหลือ ได้มีการจำแนกประเภทของน้ำตามระดับความเค็ม ดังนี้ น้ำจืด (freshwater) มีความเค็มอยู่ในช่วง 0.0-0.21 psu น้ำกร่อย (brackishwater) มีความเค็มอยู่ในช่วง 0.21-30 psu และน้ำทะเล (seawater) มีความเค็มมากกว่า 30 psu

วิธีการ

การหาค่าความเค็มของน้ำสามารถหาได้โดยใช้เครื่องวัดความนำไฟฟ้าซึ่งเป็นเครื่องมือที่สามารถวัดค่าความเค็มของน้ำได้โดยตรง หน่วยเป็น **ppt** หรือ **psu**

หลักการ

ค่า chlorinity เป็นปริมาณฮาโลเจนอิออนทั้งหมดในหน่วยเป็นกรัมในน้ำทะเล 1 กิโลกรัม เมื่อธาตุในหมู่ฮาโลเจนทั้งหมดถูกแทนที่ด้วยคลอไรด์ ความสัมพันธ์ระหว่างความเค็มและคลอไรด์เป็นดังนี้

$$S\ (‰) = 0.03+1.805Cl\ (‰)$$

ความเค็มที่ได้จากการวัดด้วยวิธีดังกล่าวมีหน่วยเป็นส่วนในพันส่วน (part per thousand , ppt) หรือใช้สัญลักษณ์ ‰ ในปี 1969 คณะกรรมการร่วมทางสมุทรศาสตร์ของยูเนสโก(UNESCO) จึงได้ตัดสินเปลี่ยนสมการความสัมพันธ์ระหว่างความเค็มและคลอไรด์ใหม่ดังนี้

$$S\ (‰) = 1.80655Cl\ (‰)$$

ต่อมาได้มีการทบทวนคำนิยามของความเค็มอีกครั้งเมื่อได้มีการพัฒนาเทคนิคการหาความเค็มจากการวัดค่าความนำไฟฟ้า อุณหภูมิ และความดัน โดย The Practical Salinity Scale of 1978 เรียกความเค็มใหม่ว่า **practical salinity** ซึ่งหมายถึง อัตราส่วนของค่าความนำไฟฟ้าของน้ำทะเลต่อค่าความนำไฟฟ้าของความเข้มข้นมาตรฐานของสารละลายโปแทสเซียมคลอไรด์

จากนิยามนี้จะไม่ใช้สัญลักษณ์ ‰ หรือ **ppt** เป็นหน่วยวัดความเค็มของน้ำอีกต่อไปแต่จะใช้หน่วย **practical salinity unit** หรือ **psu** แสดงถึงค่าความเค็มที่วัดได้ อย่างไรก็ตามค่าความเค็ม 35 practical salinity unit (psu) จะเท่ากับ 35 ‰ การวัดความเค็มจากค่าความนำไฟฟ้าเป็นวิธีที่เที่ยงตรงและใช้กันแพร่หลายในปัจจุบัน

การวิเคราะห์

การวิเคราะห์ความเค็มโดยวิธีใช้เครื่องวัดความนำไฟฟ้า

<u>เครื่องมือและอุปกรณ์</u> : เครื่องวัดความนำไฟฟ้า

<u>วิธีการวัดความเค็มด้วยเครื่องวัดความนำไฟฟ้า</u>

1. เสียบหัววัด salinity/conductivity เข้ากับตัวเครื่อง แล้วกดปุ่ม on/off
2. calibrated เครื่องวัดตามคู่มือ
3. เมื่อ calibrated เสร็จเรียบร้อยแล้วล้างหัววัดให้สะอาดด้วยน้ำกลั่น
4. จากนั้นเข้าสู่ mode การวัดโดยกดปุ่มเพื่อเลือก function salinity /conductivity
5. ทำการวัดความเค็มของน้ำตัวอย่างโดยจุ่มหัววัดลงแหล่งน้ำที่ต้องการวัดหรือวัดในขวดเก็บตัวอย่าง
6. บันทึกค่าความเค็มที่ได้ ค่าความเค็มที่วัดนี้มีหน่วยเป็น psu

เครื่องวัดความนำไฟฟ้า

เอกสารอ้างอิง

กรมอนามัย กระทรวงสาธารณะสุข. 2539 **การตรวจวิเคราะห์คุณภาพสิ่งแวดล้อมในห้องปฏิบัติการ.** โรงพิมพ์ มหาวิทยาลัยธรรมศาสตร์. กรุงเทพฯ. 363 หน้า

กรรณิการ์ สิริสิงห์. 2549 **เคมีของน้ำ น้ำโสโครกและการวิเคราะห์.** คณะวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยี สถาบันราชภัฏจันทรเกษม. กรุงเทพฯ. 370 หน้า

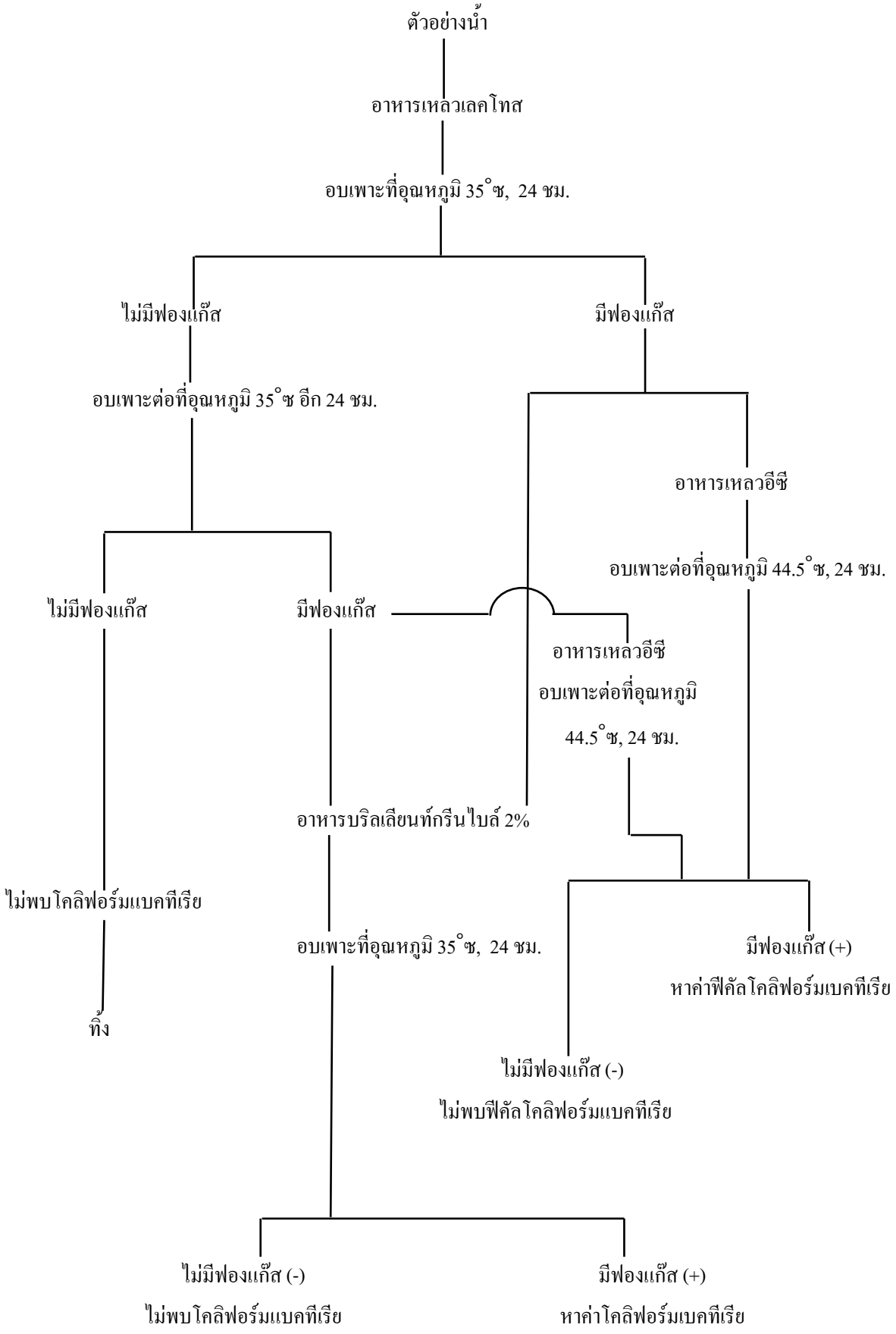
เปี่ยมศักดิ์ เมนะเศวต. 2543 **แหล่งน้ำกับปัญหามลพิษ.** สำนักพิมพ์แห่งจุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย. กรุงเทพฯ. 318 หน้า

มั่นสิน ตัณฑุลเวศม์. 2545 **เคมีวิทยาของน้ำและน้ำเสีย.** สำนักพิมพ์แห่งจุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย. กรุงเทพฯ.

มั่นสิน ตัณฑุลเวศม์, ดร.มั่นรักษ์ ตัณฑุลเวศม์. 2551 **คู่มือวิเคราะห์คุณภาพน้ำ.** สำนักพิมพ์แห่งจุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย. กรุงเทพฯ.

APHA, AWWA and WPCF. 1992 **Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater.** 18th ed. Washington D.C. : American Public Health Association.

แผนผังที่ 1 แสดงขั้นตอนในการตรวจวิเคราะห์โคลิฟอร์มแบคทีเรียและฟีคัลโคลิฟอร์มแบคทีเรีย



MPN INDEX TABLE

5 of 10 ML each	5 of 1 ML each	5 of 0.1 ML each	MPN index / 100 ML
- - - - -	- - - - -	- - - - -	<2
- - - - -	- - - - -	+ - - - -	2
- - - - -	- - - - -	+ + - - -	4
- - - - -	+ - - - -	- - - - -	2
- - - - -	+ - - - -	+ - - - -	4
- - - - -	+ - - - -	+ + - - -	6
- - - - -	+ + - - -	- - - - -	4
- - - - -	+ + - - -	+ - - - -	6
- - - - -	+ + + - -	- - - - -	6
+ - - - -	- - - - -	- - - - -	2
+ - - - -	- - - - -	+ - - - -	4
+ - - - -	- - - - -	+ + - - -	6
+ - - - -	- - - - -	+ + + - -	8
+ - - - -	+ - - - -	- - - - -	4
+ - - - -	+ - - - -	+ - - - -	6
+ - - - -	+ - - - -	+ + - - -	8
+ - - - -	+ + - - -	- - - - -	6
+ - - - -	+ + - - -	+ - - - -	8
+ - - - -	+ + - - -	+ + - - -	10
+ - - - -	+ + + - -	- - - - -	8
+ - - - -	+ + + - -	+ - - - -	10
+ - - - -	+ + + + -	- - - - -	11
+ + - - -	- - - - -	- - - - -	4
+ + - - -	- - - - -	+ - - - -	7
+ + - - -	- - - - -	+ + - - -	9
+ + + + -	- - - - -	- - - - -	13
+ + + + -	- - - - -	+ - - - -	17
+ + + + -	- - - - -	+ + - - -	20
+ + + + -	- - - - -	+ + + - -	25
+ + + + -	+ - - - -	- - - - -	17
+ + + + -	- - - - -	+ - - - -	17
+ + + + -	+ - - - -	+ - - - -	21
+ + + + -	+ - - - -	+ + - - -	26
+ + + + -	+ + - - -	- - - - -	22
+ + + + -	+ + - - -	+ - - - -	26
+ + + + -	+ + - - -	+ + - - -	30
+ + + + -	+ + + - -	- - - - -	27
+ + + + -	+ + + - -	+ - - - -	33
+ + + + -	+ + + - -	+ + - - -	40
+ + + + -	+ + + + -	- - - - -	34
+ + + + -	+ + + + -	+ - - - -	40
+ + + + -	+ + + + -	+ + - - -	45
+ + + + -	+ + + + +	- - - - -	40
+ + + + -	+ + + + +	+ - - - -	50
+ + + + -	+ + + + +	+ + - - -	55
+ + + + +	- - - - -	- - - - -	23
+ + + + +	- - - - -	+ - - - -	30
+ + + + +	- - - - -	+ + - - -	40
+ + + + +	- - - - -	+ + + - -	60
+ + + + +	- - - - -	+ + + + -	75

+ + - - -	- - - - -	+ + + - -	12
+ + - - -	+ - - - -	- - - - -	7
+ + - - -	+ - - - -	+ - - - -	9
+ + - - -	+ - - - -	+ + - - -	12
+ + - - -	+ + - - -	- - - - -	9
+ + - - -	+ + - - -	+ - - - -	12
+ + - - -	+ + - - -	+ + - - -	14
+ + - - -	+ + + - -	- - - - -	12
+ + - - -	+ + + - -	+ - - - -	14
+ + - - -	+ + + + -	- - - - -	15
+ + + - -	- - - - -	- - - - -	8
+ + + - -	- - - - -	+ - - - -	11
+ + + - -	- - - - -	+ + - - -	13
+ + + - -	+ - - - -	- - - - -	11
+ + + - -	+ - - - -	+ - - - -	14
+ + + - -	+ - - - -	+ + - - -	17
+ + + - -	+ + - - -	+ + + - -	20
+ + + - -	+ + - - -	- - - - -	14
+ + + - -	+ + - - -	+ - - - -	17
+ + + - -	+ + + - -	+ + - - -	20
+ + + - -	+ + + - -	- - - - -	17
+ + + - -	+ + + - -	+ - - - -	20
+ + + - -	+ + + + -	- - - - -	20
+ + + - -	+ + + + -	+ - - - -	25
+ + + - -	+ + + + +	- - - - -	25
+ + + - -	+ + + + +	+ - - - -	27
+ + + + +	+ - - - -	- - - - -	30
+ + + + +	+ - - - -	+ - - - -	50
+ + + + +	+ - - - -	+ + - - -	60
+ + + + +	+ - - - -	+ + + - -	85
+ + + + +	+ - - - -	+ + + + -	110
+ + + + +	+ + - - -	- - - - -	50
+ + + + +	+ + - - -	+ - - - -	70
+ + + + +	+ + - - -	+ + - - -	90
+ + + + +	+ + - - -	+ + + - -	120
+ + + + +	+ + - - -	+ + + + -	150
+ + + + +	+ + - - -	+ + + + +	175
+ + + + +	+ + + - -	- - - - -	80
+ + + + +	+ + + - -	+ - - - -	110
+ + + + +	+ + + - -	+ + - - -	140
+ + + + +	+ + + - -	+ + + - -	170
+ + + + +	+ + + - -	+ + + + -	200
+ + + + +	+ + + - -	+ + + + +	250
+ + + + +	+ + + + -	- - - - -	130
+ + + + +	+ + + + -	+ - - - -	170
+ + + + +	+ + + + -	+ + - - -	220
+ + + + +	+ + + + -	+ + + - -	280
+ + + + +	+ + + + -	+ + + + -	350
+ + + + +	+ + + + -	+ + + + +	425
+ + + + +	+ + + + +	- - - - -	240
+ + + + +	+ + + + +	+ - - - -	300
+ + + + +	+ + + + +	+ + - - -	500
+ + + + +	+ + + + +	+ + + - -	900
+ + + + +	+ + + + +	+ + + + -	1600
+ + + + +	+ + + + +	+ + + + +	≥1600

แบบฟอร์มบันทึกผล

การตรวจวิเคราะห์คุณภาพน้ำทางแบคทีเรีย

ผู้วิเคราะห์		รหัสตัวอย่างน้ำ วันที่วิเคราะห์ เวลา สถานที่เก็บ วันที่																				รหัสตัวอย่างน้ำ วันที่วิเคราะห์ เวลา สถานที่เก็บ วันที่																			
ปริมาณตัวอย่างน้ำ		10^{-}					10^{-}					10^{-}					10^{-}					เอ็มพีเอ็น / 100 มล.	10^{-}					10^{-}					10^{-}					10^{-}					เอ็มพีเอ็น / 100 มล.
ผลในอาหารเหลว	24 ชม.																																									
แลคโทส	48 ชม.																																									
ผลในอาหารเหลว	24 ชม.																																									
บริลเลี่ยนท์กรีนไบล์ 2%	48 ชม.																																									
ผลในอาหารเหลวอีซี	24 ชม.																																									

หมายเหตุ

หมายเหตุ

ตัวอย่าง

แบบฟอร์มบันทึกผล

การตรวจวิเคราะห์คุณภาพน้ำทางแบคทีเรีย

ผู้วิเคราะห์		รหัสตัวอย่างน้ำ R 123 วันที่วิเคราะห์ 15-5-52 เวลา 10.30 สถานที่เก็บ นนทบุรี วันที่ 15-5-52																					รหัสตัวอย่างน้ำ R 124 วันที่วิเคราะห์ 16-5-52 เวลา 11.00 สถานที่เก็บ ปทุมธานี วันที่ 16-5-52																				
ปริมาณตัวอย่างน้ำ		10^{-1}					10^{-2}					10^{-3}					10^{-}					เอ็มพีเอ็น/100 มล.	10^{-1}					10^{-2}					10^{-3}					10^{-}					เอ็มพีเอ็น/100 มล.
ผลในอาหารเหลว	24 ชม.	+	+	+	+	+	+	+	+	+	+	+	-	-	-	-							+	+	+	+	+	+	+	+	+	+	+	+	+	-	-						
แลคโทส	48 ชม.												+	+	-	-																					+	-						
ผลในอาหารเหลว	24 ชม.	+	+	+	+	+	+	+	+	+	+	-	+	-	-	-						50,000	+	+	+	+	+	+	+	+	+	+	+	+	+	+	+	-						160,000
บริลเลี่ยนท์กรีนไบล์ 2%	48 ชม.											+		-																														
ผลในอาหารเหลวอีซี	24 ชม.	+	+	+	+	+	+	+	+	+	+	-	-	-	-	-						24,000	+	+	+	+	+	+	+	+	+	+	+	+	+	+	-	-						90,000
จำนวนแบคทีเรียทั้งหมด	24 ชม.	ซีเอฟยู/มล.																					ซีเอฟยู/มล.																				

หมายเหตุ

หมายเหตุ

ตัวอย่าง

แบบฟอร์มบันทึกผล

การตรวจวิเคราะห์คุณภาพน้ำทางแบคทีเรีย

ผู้วิเคราะห์		รหัสตัวอย่างน้ำ R 123 วันที่วิเคราะห์ 15-5-52 เวลา 10.30 สถานที่เก็บ นนทบุรี วันที่ 15-5-52																					รหัสตัวอย่างน้ำ R 124 วันที่วิเคราะห์ 16-5-52 เวลา 11.00 สถานที่เก็บ ปทุมธานี วันที่ 16-5-52																				
ปริมาณตัวอย่างน้ำ		10^{-1}					10^{-2}					10^{-3}					10^{-}					เอ็มพีเอ็น/100 มล.	10^{-1}					10^{-2}					10^{-3}					10^{-}					เอ็มพีเอ็น/100 มล.
ผลในอาหารเหลว	24 ชม.	+	+	+	+	+	+	+	+	+	+	+	-	-	-	-							+	+	+	+	+	+	+	+	+	+	+	+	+	-	-						
แลคโทส	48 ชม.												+	+	-	-																					+	-						
ผลในอาหารเหลว	24 ชม.	+	+	+	+	+	+	+	+	+	+	-	+	-	-	-						50,000	+	+	+	+	+	+	+	+	+	+	+	+	+	+	+	-						160,000
บริลเลี่ยนท์กรีนไบล์ 2%	48 ชม.											+		-																														
ผลในอาหารเหลวอีซี	24 ชม.	+	+	+	+	+	+	+	+	+	+	-	-	-	-	-						24,000	+	+	+	+	+	+	+	+	+	+	+	+	+	+	-	-						90,000
จำนวนแบคทีเรียทั้งหมด	24 ชม.	ซีเอฟยู/มล.																					ซีเอฟยู/มล.																				

หมายเหตุ

หมายเหตุ