คู่มือวิเคราะห์น้ำเสีย

ของแข็ง (Solids)

บทนำ

การวิเคราะห์ของแข็งในรูปแบบต่างๆ ได้ทำในตัวอย่างน้ำและกากตะกอน เช่น น้ำดื่ม น้ำเสีย น้ำทิ้งจากบ้านเรือน และโรงงานอุตสาหกรรม กากตะกอนที่ได้จากระบบบำบัดน้ำเสีย ซึ่งของแข็งนี้จะประกอบด้วยสารอินทรีย์และอนินทรีย์ การวิเคราะห์ของแข็งในรูปต่างๆ ส่วนใหญ่จะใช้วิธีชั่งน้ำหนัก และของแข็งแบ่งได้ดังนี้ คือ

- ของแข็งทั้งหมด (TS) = ของแข็งแขวนลอยทั้งหมด (TSS) + ของแข็งละลายทั้งหมด (TDS)
- ของแข็งทั้งหมดเผาที่ 550 องศาเซลเซียส = สารระเหยได้ (TVS) + สารคงตัว (TFS)
- ของแข็งแขวนลอยทั้งหมด = ของแข็งแขวนลอย (SS) + ตะกอนหนัก

ปริมาณของแข็งทั้งหมดในน้ำสามารถบอกได้ว่า น้ำนั้นมีคุณภาพดีเพียงใด (สามารถประมาณค่าของสารอินทรีย์ละลายน้ำ ตะกอนหนัก) ถ้ามีปริมาณของแข็งทั้งหมดน้อยกว่า 500 มิลลิกรัมต่อลิตรนับว่าเป็นน้ำที่มีคุณภาพดี การหาตะกอนหนักมีความสำคัญในการออกแบบและควบคุมระบบถังตกตะกอนขั้นแรก ค่าของแข็งระเหย สามารถบอกได้ถึงปริมาณสารอินทรีย์ที่มีอยู่ในน้ำ

หลักการ

ของแข็ง หมายถึง สารทุกอย่างที่อยู่ในน้ำเสียทั้งที่ละลายในน้ำได้ หรือที่เป็นสารแขวนลอย

ของแข็งทั้งหมด หมายถึงสารที่เหลืออยู่ในภาชนะหลังจากระเหยน้ำออกจากตัวอย่างแล้วนำตัวอย่างไปอบแห้งในตู้อบที่อุณหภูมิ 103 – 105 องศาเซลเซียส ของแข็งทั้งหมดแบ่งเป็นของแข็งแขวนลอยทั้งหมด และของแข็งละลาย

ของแข็งแขวนลอย หมายถึง ส่วนของของแข็งที่เหลือค้างบนกระดาษกรองใยแก้วมาตรฐานหลังจากการกรองตัวอย่าง และนำไปอบแห้งที่อุณหภูมิ 103 – 105 องศาเซลเซียส

ของแข็งระเหยได้ ได้แก่ส่วนของของแข็งที่ระเหยไปได้เมื่อนำไปเผาที่ 550 องศาเซลเซียส ซึ่งของแข็งระเหยได้นี้คือ สารอินทรีย์ที่ปนเปื้อนในน้ำเสียนั่นเอง การหาค่าของแข็งระเหยได้มีประโยชน์ในการควบคุมระบบบำบัดน้ำเสีย เพราะเราสามารถประมาณปริมาณสารอินทรีย์ที่มีในน้ำเสีย และปริมาณจุลชีพในถังเติมอากาศของระบบแอคติเวเต็ดสลัดจ์

ของแข็งคงตัว คือ ส่วนของของแข็งที่เหลือค้างอยู่ เมื่อนำไปเผาที่ 550 องศาเซลเซียส ของแข็งคงตัวคือสารอนินทรีย์ที่ปนเปื้อนในน้ำ

ตะกอนหนัก หมายถึงของแข็งที่จมตัวลงสู่ก้นภาชนะเมื่อตั้งทิ้งไว้ในที่สงบภายในเวลา 1 ชั่วโมง สามารถหาในเชิงปริมาตรหรือน้ำหนักได้

คาดการณ์ปริมาณของแข็งในน้ำ

ของแข็งทั้งหมด

- สลัดจ์จากถังตกตะกอนขั้นต้น:3 – 5%
- สลัดจ์จากถังบำบัดแบบไม่ใช้ออกซิเจน: 7 – 10%
- สลัดจ์จากระบบที่ใช้ออกซิเจน: 2 – 5%
- สลัดจ์ที่รีดน้ำแล้ว(ใช้ออกซิเจน): 6 – 9%

<u>เอ็มแอลเอสเอส</u>

- เอ็มแอลเอสเอส: 1,500 – 4,000 มก./ล.
- สลัดจ์แอกติเวท: 5,000 – 30,000 มก./ล.
- เอสวี 30: 200 – 400 มล. ในกระบอกตวง 1 ลิตร
- SVI: ประมาณ 100

การควบคุมคุณภาพ

1. ผสมตัวอย่างให้เข้ากันดี เทตัวอย่างก่อนที่ของแข็งจะตกตะกอน ตวงปริมาตรน้ำโดยกระบอกตวงถ้ามีของแข็งขนาดใหญ่ให้กำจัดทิ้งไป
2. เครื่องชั่งน้ำหนักจะต้องเปรียบเทียบกับน้ำหนักมาตรฐานแล้วชั่งในหน่วยมิลลิกรัม
3. ใช้คีมคีบจับถ้วยกระเบื้อง ไม่ใช้นิ้วมือจับ
4. ชั่งน้ำหนักตัวอย่างขณะที่มีอุณหภูมิเท่าอุณหภูมิห้องแล้ว ทิ้งตัวอย่างให้เย็นในเดสิกเคเตอร์
5. การแก้ปัญหาน้ำหนักแตกต่างกัน ให้ทำแบลงค์ โดยใช้น้ำกลั่นแล้ววิเคราะห์พร้อมกับการทำตัวอย่างน้ำ
6. ตู้อบและเตาเผาควรมีเครื่องเทอร์โมมิเตอร์ติดถาวรและควรปรับเทียบเทอร์โมมิเตอร์ด้วยเทอร์โมมิเตอร์ที่ปรับเทียบแล้ว
7. ขณะเผาในเตาเผา ไม่ปล่อยให้อุณหภูมิสงเกิน 550 องศาเซลเซียส องค์ประกอบของกระดาษกรองอาจถูกเผาไหม้ สารอนินทรีย์ในตัวอย่างบางส่วนอาจถูกเผาไหม้ไป
8. ไม่เปิดประตูของเตาเผาหลังจากที่ใส่ตัวอย่างเข้าไปเผาแล้ว
9. น้ำตัวอย่างที่มีน้ำมันและไขมันลอยที่ผิวหน้าให้นำไปปั่นให้กระจายก่อนวิเคราะห์

การวิเคราะห์ของแข็งแขวนลอยทั้งหมด

เครื่องมือและอุปกรณ์

1. จานระเหยทำด้วยกระเบื้อง, ทองคำขาว หรือแก้วที่มีซิลิก้าสูง
2. เครื่องอังไอน้ำ
3. ตู้อบ ควบคุมอุณหภูมิได้ที่ 103 – 105 องศาเซลเซียส
4. เดสิกเคเตอร์
5. เครื่องชั่งละเอียด ทศนิยม 4 ตำแหน่ง

วิธีการวิเคราะห์

1. อบกระดาษกรองให้แห้งที่อุณหภูมิ 103 – 105 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 1 ชั่วโมงทิ้งให้เย็นในเดสิกเคเตอร์แล้วชั่งน้ำหนัก (B) เก็บกระดาษกรองไว้ในเดสิกเคเตอร์จนกว่าจะใช้ทดลอง
2. วางกระดาษกรองลงในกรวยบุคเนอร์ซึ่งต่อเข้ากับเครื่องดูดสุญญากาศ
3. ใช้น้ำกลั่นฉีดกระดาษกรองให้เปียกแล้วเปิดเครื่องดูดอากาศ เพื่อให้กระดาษกรองแนบติดกับกรวยบุคเนอร์
4. ตวงปริมาตรน้ำตัวอย่างที่ผสมเข้ากันดีแล้ว 50 – 100 มล. แล้วเทน้ำตัวอย่างลงในกรวยบุคเนอร์และเปิดเครื่องดูดสุญญากาศจนน้ำแห้ง แล้วล้างเครื่องกรองด้วยน้ำกลั่น 10 มล. เปิดเครื่องทิ้งไว้ 3 นาที
5. เมื่อแห้งแล้วนำกระดาษกรองออกวางในภาชนะเดิม (อาจใช้ถ้วยระเหยหรือกระดาษอลูมิเนียมก็ได้) แล้วนำไปอบให้แห้งที่อุณหภูมิ 103 – 105 องศาเซลเซียส เป็นเวลาอย่างน้อย 1 นาทีทิ้งไว้ให้เย็นในเดสิเสคเตอร์ และชั่งน้ำหนัก (A)
6. ของแข็งที่กรองได้นี้สามารถนำไปวิเคราะห์หาของแข็งแขวนลอยระเหยได้ และของแข็งแขวนลอยคงตัวที่ 550 องศาเซลเซียสต่อไป

การคำนวณ

$$\text{ของแข็งแขวนลอยทั้งหมด (มก./ล.)} = \frac{(A-B)\times 10^6}{Volume\ (mL)}$$

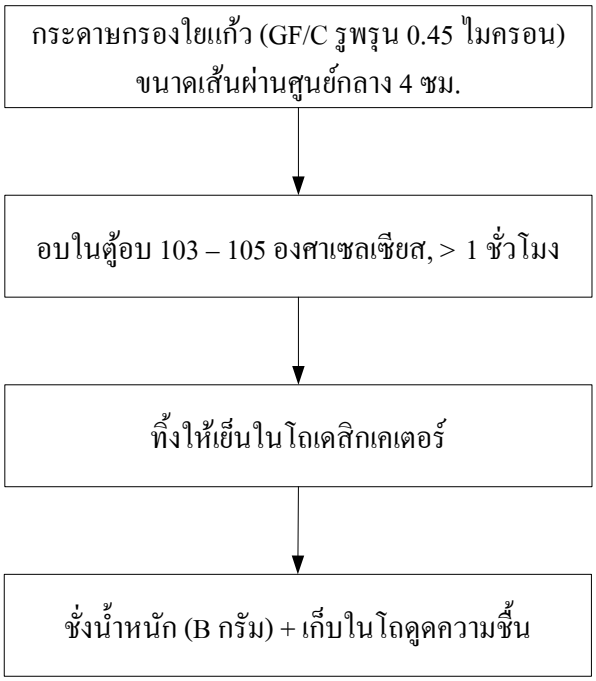
เมื่อ

A = น้ำหนักของกระดาษกรองและของแข็งแขวนลอย (กรัม)

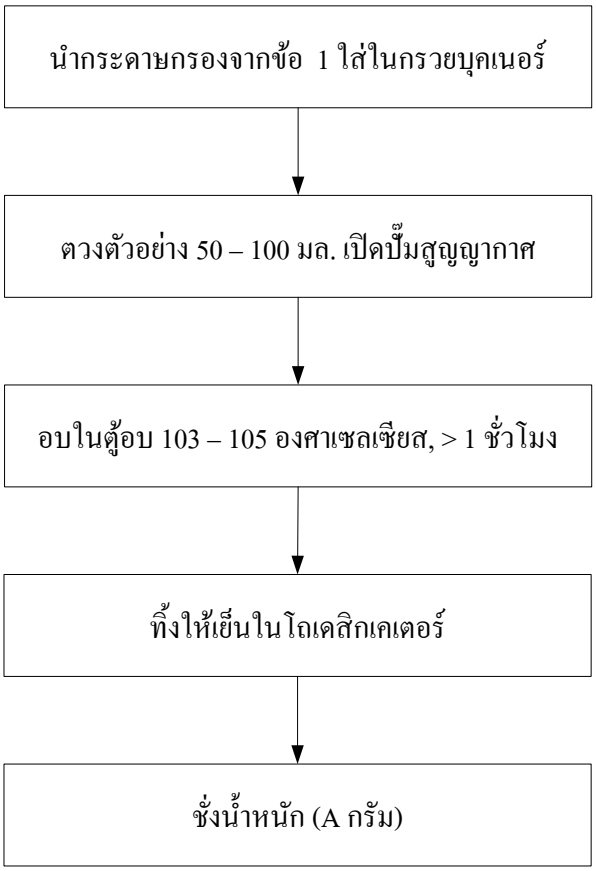
B = น้ำหนักของกระดาษกรอง (กรัม)

การวิเคราะห์ของแข็งลอยทั้งหมด

1. การเตรียมกระดาษกรองใยแก้ว



2. การวิเคราะห์



<u>การวิเคราะห์ของแข็งละลาย (อบแห้งที่ 180 องศาเซลเซียส)</u>

เครื่องมือและอุปกรณ์

เครื่องมือทุกชนิดที่ใช้ในการวิเคราะห์ของแข็งทั้งหมดและของแข็งแขวนลอยทั้งหมด

วิธีวิเคราะห์

1. กรองของแข็งแขวนลอยทั้งหมดออก หลังจากกรองล้างกระดาษกรองด้วยน้ำกลั่น 10 มล. 3 ครั้ง หรืออาจจะใช้น้ำส่วนที่ได้จากการกรองที่เหลือจากการหาของแข็งแขวนลอยทั้งหมดก็ได้
2. ตวงน้ำส่วนที่ได้จากการกรองนี้ 50 – 100 มล. ใส่ลงในจานระเหยที่ได้อบแห้งที่ 180±2 องศาเซลเซียส และชั่งน้ำหนักแล้ว (B) ถ้าตัวอย่างมีปริมาณสารละลายน้อยกว่า 0 มก./ล. ให้ใช้น้ำตัวอย่าง 250 มล.
3. นำไประเหยน้ำให้แห้งบนเครื่องอังไอน้ำ แล้วนำไปเข้าตู้อบ 180±2 องศาเซลเซียสเป็นเวลาอย่างน้อย 1 ชั่วโมง
4. ทิ้งให้เย็นในเดสิเคเตอร์ แล้วชั่งน้ำหนัก (A) ดังแสดงในแผนผังการวิเคราะห์ของแข็งละลายน้ำทั้งหมด

การคำนวณ

$$\text{ของแข็งละลายทั้งหมด (มก./ล.)} = \frac{(A-B)\times 10^6}{Volume\ (mL)}$$

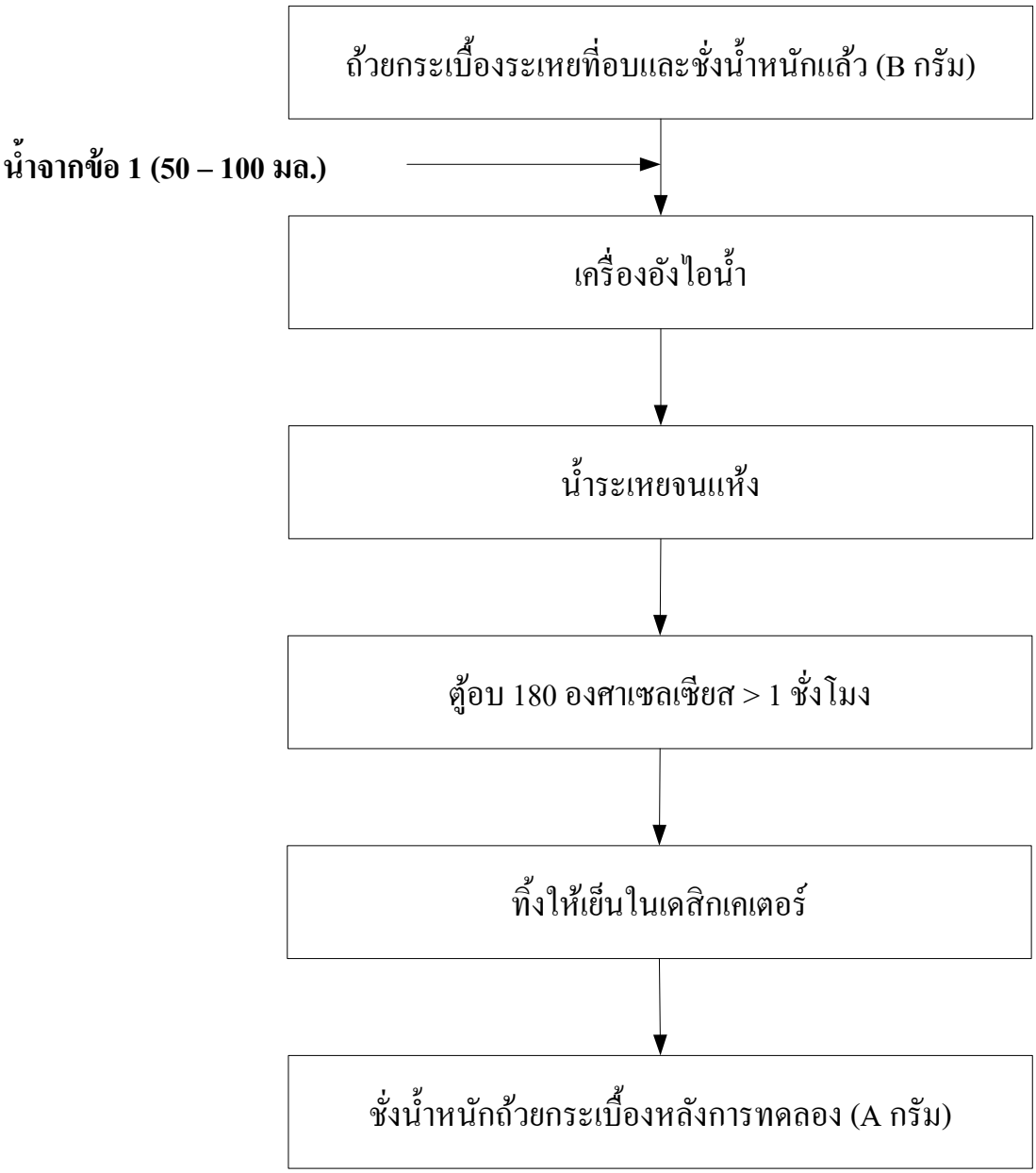
เมื่อ

A = น้ำหนักของกระดาษกรองและของแข็งแขวนลอย (กรัม)

B = น้ำหนักของกระดาษกรอง (กรัม)

การวิเคราะห์ของแข็งละลายน้ำทั้งหมด

1. นำน้ำตัวอย่างไปกรองของแข็งแขวนลอยทั้งหมดออก
หรือใช้น้ำส่วนที่ได้สจากการกรองหาของแข็งแขวนลอยทั้งหมด



<u>การวิเคราะห์ตะกอนหนัก</u>

เครื่องมือและอุปกรณ์

เครื่องมือต่างๆ เหมือนการหาของแข็งทั้งหมด และเพิ่มกรวยอิมฮอฟฟ์ (Imhoff cone) ขนาด 1,000 มิลลิลิตร

วิธีการวิเคราะห์

1. โดยปริมาตร

   ผสมตัวอย่างให้เข้ากันแล้วเทใส่กรวยอิมฮอฟฟ์จนถึงขีด 1 ลิตร ตั้งทิ้งไว้ให้ตกตะกอนเป็นเวลา 45 นาที ใช้แท่งแก้วกวนข้างๆ กรวยหรือหมุนกรวยเบาๆ ทิ้งให้ตกตะกอนต่ออีก 15 นาที จดปริมาตรของแข็งตกตะกอนในกรวยเป็นมิลลิลิตรต่อลิตร

2. โดยน้ำหนัก

   2.1 หาค่าของแข็งแขวนลอยทั้งหมดตามวิธีที่กล่าวแล้ว

   2.2 เทตัวอย่างที่ผสมเข้ากันดีแล้วลงในโหลที่มีเส้นผ่านศูนย์กลางไม่น้อยกว่า 9 เซนติเมตร ใช้ตัวอย่างน้ำอย่างน้อย 1 ลิตร เพื่อให้ได้ความสูงของน้ำอย่างน้อย 20 เซนติเมตร ถ้าใช้ภาชนะใหญ่กว่านี้ก็ต้องใช้น้ำตัวอย่างปริมาตรมากขึ้นด้วย ตั้งทิ้งไว้ในที่สงบเป็นเวลา 1 ชั่วโมง ดูดน้ำออกมา 250 มิลลิลิตรจากศูนย์กลางของภาชนะ แล้วนำไปวิเคราะห์ตามวิธีของแข็งแขวนลอย ซึ่งค่านี้ก็คือ ของแข็งที่ไม่ตกตะกอน (ของแข็งแขวนลอย)

การคำนวณ

ตะกอนหนัก (มก./ล.) = ของแข็งแขวนลอยทั้งหมด – ของแข็งแขวนลอย

<u>การวิเคราะห์ เอ็มแอลเอสเอส (Mix Liquor Suspended Solids, MLSS)</u>

เอ็มแอลเอสเอส หมายถึง ปริมาณหรือความเข้มข้นของจุลชีพในถังเติมอากาศในระบบแอ็กติเวเต็ดสลัดจ์ วิเคราะห์เหมือนปริมาณของแข็งแขวนลอยของน้ำในถังเติมอากาศ ซึ่งเป็นของผสมระหว่างน้ำทิ้งกับตะกอนจุลชีพในถังเติมอากาศ

การควบคุมคุณภาพ

1. ผสมตัวอย่างให้เข้ากันและเทตวงทันที
2. เพื่อให้แน่ใจว่าตัวอย่างอบแห้งทั่วถึง เช็คเวลาที่ต้องใช้ แล้วอบแห้ง ทิ้งให้เย็น ชั่งน้ำหนักอบแห้งอีกครั้ง ทิ้งให้เย็นและชั่งน้ำหนัก

วิธีการวิเคราะห์

ใช้วิธีการเช่นเดียวกับการหาสารแขวนลอยทั้งหมด โดยใช้น้ำในถังเติมอากาศแทนตัวอย่างน้ำทิ้ง

<u>การวิเคราะห์ปริมาตรตะกอนที่ 30 นาที (SV 30)</u>

การหาค่าปริมาตรตะกอนหนักมีประโยชน์ในการติดตามในการทำงานของระบบบำบัดทางชีววิทยาสำหรับระบบแอกติเวเต็ดสลัดจ์ ใช้ค่าปริมาตรตะกอนหนักที่เวลา 30 นาที เพื่อนำไปหาค่าดัชนีปริมาตรตะกอน

การควบคุมคุณภาพ

1. วิเคราะห์ทันทีที่เก็บตัวอย่าง
2. ผสมตัวอย่างให้เข้ากันดีก่อนตวงวัด
3. ของแข็งที่ลอยขึ้นที่หน้าน้ำ ไม่จัดเป็นตะกอนหนัก
4. รักษาอุณหภูมิให้คงที่

เครื่องมือและอุปกรณ์

กระบอกตวงหรือกรวยอิมฮอฟฟ์ขนาด 1,000 มิลลิลิตร

วิธีวิเคราะห์

1. เติมตัวอย่างน้ำ 1 ลิตร ลงในกระบอกตวงหรือกรวยอิมฮอฟฟ์
2. ตั้งทิ้งไว้ให้ตกตะกอน ใช้แท่งแก้วกวนข้างๆ ของภาชนะ หรือหมุนภาชนะเป็นครั้งคราว
3. บันทึกปริมาณตะกอนช่วงเวลาต่างกัน เช่น 15 และ 30 นาที โดยวัดในหน่วยของมิลลิลิตร

<u>การวิเคราะห์ดัชนีปริมาตรตะกอน (SVI)</u>

ดัชนีปริมาตรตะกอน หมายถึง ปริมาตรของฟล็อคจุลชีพหนัก 1 กรัม ที่ตกตะกอนลงได้เมื่อตั้งทิ้งไว้ 30 นาที มีหน่วยเป็นมิลลิลิตรต่อกรัม ค่าดัชนีปริมาตรตะกอนใช้ในการติดตามตรวจสอบลักษณะการตกตะกอนของฟล็อคจุลชีพและสิ่งมีชีวิตที่แขวนลอยในน้ำ

วิธีวิเคราะห์

1. เก็บตัวอย่างน้ำจากถังเติมอากาศประมาณ 2 ลิตร
2. เติมตัวอย่างน้ำ 1 ลิตรลงในกระบอกตวงหรือกรวยอิมฮอฟฟ์ แล้วหาค่าเอสวี 30
3. นำตัวอย่างน้ำประมาณ 20 – 50 มิลลิลิตร ไปกรองผ่านกระดาษกรอง 0.45 ไมครอน เพื่อหาค่าเอ็มแอลเอสเอส
4. นำค่าเอสวี 30 และเอ็มแอลเอสเอส ไปคำนวณหาค่าดัชนีปริมาตรตะกอน

การคำนวณ

$$\text{ดัชนีปริมาตรตะกอน (มก./ล.)} = \frac{SV\ 30\ \left(\frac{mL}{L}\right) \times 1{,}000}{MLSS\ \left(\frac{mg}{L}\right)}$$

ตารางที่ 1 แสดงสาเหตุของปัญหาและแนวทางแก้ไขปัญหาจากการวิเคราะห์ค่าของแข็ง

สาเหตุ	ปัญหา	การแก้ไข
1. แบลงค์มีค่าสูง	• ทิ้งให้เย็นในเดสิเคเตอร์น้อยไป เดสิเคเตอร์ไม่ดี	• ใช้เวลาในเดสิเคเตอร์นานขึ้น นำสารดูดความชื้นไปอบอีกครั้ง • ปรับศูนย์และชั่งอย่างระมัดระวัง
2. แบลงค์มีค่าต่ำ	• ไม่ได้อบกระดาษกรองก่อนทดลอง ไม่ได้ปรับศูนย์เครื่องชั่งน้ำหนัก	• อบกระดาษกรองและเก็บในเดสิเคเตอร์ ปรับศูนย์และชั่งอย่างระมัดระวัง

ตารางข้อมูลการวิเคราะห์ของแข็งทั้งหมด

วันที่:_____ เวลา:_____ ชื่อผู้วิเคราะห์:_____

จุดเก็บตัวอย่าง:_____

ลักษณะของตัวอย่าง:_____

(1)	(2)	(3)	(4)	(5)	(4) – (5)	$[(6)/(3)]\times10^6$
					(6)	(7)
ตัวอย่างที่	เลขที่ถ้วย	ปริมาตรตัวอย่าง (มล.)	น้ำหนักถ้วยหลังทดลอง (กรัม)	น้ำหนักถ้วยก่อนทดลอง (กรัม)	น้ำหนักของแข็ง (กรัม)	ของแข็งทั้งหมด (มก./ล.)

ตารางข้อมูลการวิเคราะห์ของแข็งแขวนลอย

วันที่:____________________ เวลา:______________ ชื่อผู้วิเคราะห์:______________________________

จุดเก็บตัวอย่าง:____

ลักษณะของตัวอย่าง:____

(1)	(2)	(3)	(4)	(5)	(4) – (5)	$[(6)/(3)]\times10^{6}$
					(6)	(7)
ตัวอย่างที่	กระดาษกรอง เลขที่	ปริมาตร ตัวอย่าง (มล.)	น้ำหนักกระดาษ กรองหลังทดลอง (กรัม)	น้ำหนัก กระดาษกรอง (กรัม)	น้ำหนักของแข็ง แขวนลอย (กรัม)	ของแข็ง แขวนลอย ทั้งหมด (มก./ล.)

วิเคราะห์หาฟอสฟอรัสทั้งหมดและฟอสเฟต

การย่อยสลายขั้นต้นด้วยกรดฟอสฟอรัสทั้งหมด (Preliminary Digestion Step for Total Phosphorus)

ค่าฟอสฟอรัสทั้งหมดของตัวอย่างรวมถึงออร์โธฟอสเฟต Condensed Phosphate ทั้งอินทรีย์และอนินทรีย์สาร เพื่อจะจับฟอสเฟตที่รวมอยู่กับสารอินทรีย์ต้องนำตัวอย่างมาย่อยหรือออกซิไดซ์ก่อน ความรุนแรงของการย่อยที่จะใช้ขึ้นอยู่กับชนิดของตัวอย่างดังกล่าวมาแล้วข้างต้น วิธีที่ใช้ในการย่อยมีหลายวิธี ดังนี้

Sulfuric acid-Nitric acid Digestion

เครื่องมือและอุปกรณ์

(1) Fume Hood สำหรับดูดควันออก

(2) บีกเกอร์ขนาด 150 มล.กระจกนาฬิกาเส้นผ่านศูนย์กลาง 5 ซม.

(3) Hot Plate ที่ควบคุมอุณหภูมิได้ไม่เกิน 220 °C

(4) Volumetric Flask ขนาด 50 มล.

(5) Erlenmeyer flaskขนาด 125 มล.

สารเคมี

(1) กรด H_2SO_4 conc.

(2) กรด HNO_3 conc.

(3) สารละลาย Phenolphthalein Indicator

(4) Sodium Hydroxide 5 N

วิธีการวิเคราะห์

(1) นำตัวอย่าง 50 มล. ใส่ในบีกเกอร์ขนาด 150 มล. เติมกรด H_2SO_4 conc. 0.5 มล. และกรด HNO_3 conc. 2.5 มล.

(2) นำตัวอย่างมาตั้งบน Hot Plate ที่ควบคุมอุณหภูมิไม่เกิน 220 °C ใส่ glass-bead 5 เม็ด ปิดปากบีกเกอร์ด้วยกระจกนาฬิกา

(3) ย่อยตัวอย่างจนได้ปริมาตร 10 มล. แล้วย่อยต่อไปจนกระทั่งได้สารละลายที่ไม่มีสีเพื่อไล่ HNO_3

(4) ทำให้เย็น เติมน้ำกลั่นประมาณ 10 มล. กรองสารละลายด้วย กระดาษกรอง GF/A ใน Volumetric Flask ขนาด 50 มล. หยด Phenolphthalein 5 หยด ค่อยๆ เติม Sodium Hydroxide 5 N จนได้สีชมพูอ่อน เติมน้ำกลั่นจนได้ปริมาตร 50 มล. และเทใส่ Erlenmeyer Flask ขนาด 125 มล. และทำให้สีชมพูหายไปโดยหยดกรด H_2SO_4 conc. 2-3 หยด จนสีชมพูหายไป

(5) เตรียม Calibration Curve

หมายเหตุ ย่อยตัวอย่างอุณหภูมิไม่เกิน 220 °C จะได้ Phosphorus ในรูปออร์โธฟอสเฟตถ้าอุณหภูมิมากกว่า 220 °C จะได้ในรูป Pyrophosphate

<u>การวิเคราะห์ออร์โธฟอสเฟตโดย Colorimetric Method</u>

วิธีที่ 1 Vanadomolybdophosphoric Acid Method

แอมโมเนียโมลิบเดทจะทำปฏิกิริยากับออร์โธฟอสเฟตภายใต้สภาวะที่เป็นกรด เกิดเป็น Heteropoly Acid, Molybdophosphoric Acid เมื่อมีแวนาเดียมอยู่ด้วยจะเกิดเป็น Vanadomolybdophosphoic Acid ซึ่งมีสีเหลือง ความเข้มข้นของสีเป็นปฏิภาคกับความเข้มข้นของฟอสเฟตในสารละลายนั้น วิธีนี้สามารถวัดฟอสฟอรัสในความเข้มข้นต่ำได้ถึง 20 มก.ฟอสฟอรัส/ล. ในเซลล์ขนาด 1 ซม.

เครื่องมือและอุปกรณ์

(1) Colorimetric Equipment ไม่ควรเปรียบเทียบสีด้วยตา เพราะ Sensitivity ของวิธีนี้ขึ้นอยู่กับ Wavelength ที่ใช้ อาจใช้อย่างใดอย่างหนึ่งของ

(ก) Spectrophotometer ที่ 400 – 490 นาโนเมตร

(ข) Filter Photometer พร้อมด้วย Blue หรือ Violet Filter ที่แสดงว่า Maximum Transmittance ระหว่าง 400 และ 470 นาโนเมตร (nm) Sensitivity ในการวัดแปรผันไปได้ถึง 10 เท่าในช่วง Wavelength ต่างๆ กันดังนี้

Range mg/L	Wavelength, nm
1.0 – 5.0	400
2.0 – 10	420
4.0 - 18	470

(2) Acid-washed Glassware สำคัญมากโดยเฉพาะถ้าตัวอย่างมีฟอสฟอรัสในความเข้มข้นต่ำๆ ไม่ควรใช้ผงซักฟอกที่มีฟอสเฟตล้างเครื่องแก้ว เครื่องแก้วควรล้างด้วยกรดล้างแก้วแล้วล้างด้วยน้ำกลั่นจะสะอาด และควรแยกเครื่องแก้วที่ใช้หาฟอสเฟตไว้ต่างหากไม่ปนกับเครื่องแก้วอื่น

สารเคมี

(1) สารละลาย Phenolphthalein Indicator

(2) กรด HCl conc.

(3) Activated Carbon

(4) Vanadate-molybdate Reagent

(ก) สารละลาย A ละลาย 25 กรัม Ammonium Molybdate ในน้ำกลั่น 400 มล.

(ข) สารละลาย B ละลาย 1.25 กรัม Ammonium Metavanadate (NH_4VO_3) โดยการต้มให้เดือดในน้ำกลั่น 300 มล. ทำให้เย็นแล้วเติมกรด HCl conc. 330 มล. ทิ้งสารละลาย B ให้เย็นจนเท่าอุณหภูมิห้อง เทสารละลาย A ลงในสารละลาย B เติมน้ำกลั่นให้ได้ปริมาตร 1 ลิตร

(5) สารละลายมาตรฐานฟอสเฟต ละลาย 219.5 มก. KH_2PO_4 (Anhydrous) เติมน้ำกลั่นจนครบ 1,000 มล. 1 มล.ของสารละลายนี้ = 50 มคก. Phosphate-P = 50 mg Phosphate-P/L

วิธีการวิเคราะห์

(1) การปรับพีเอชของตัวอย่าง ถ้าพีเอชของตัวอย่างอยู่ระหว่าง 4 – 10 ไม่จำเป็นต้องทำการปรับ ถ้าพีเอชต่ำกว่า 4 ให้นำตัวอย่างมา 50 มล. เติมน้ำกลั่นจนได้ 1 ลิตร โดยใช้ขวดปรับปริมาตร เขย่าให้เข้ากัน ใช้ตัวอย่างที่ทำให้เจือจางแล้วนี้ในขั้นตอนต่อไป ถ้าพีเอชสูงกว่า 10 ให้เติม Phenolphthalein 1 หยด ลงในตัวอย่าง 50 มล. ในกรณีที่ตัวอย่างมีความเข้มข้นมากกว่า 15 มก.ฟอสเฟต/ล. จะต้องทำการเจือจาง ซึ่งนำมาทำให้เกิดสีจากนั้นนำไปย่อยตามข้อ 1 -4 ของวิธี Sulfuric Acid – Nitric Acid Digestion

(2) การกำจัดสีจากตัวอย่าง ทำได้โดยเขย่าตัวอย่าง 50 มล. ด้วย Activated Carbon 200 มก.(Darco G 60) ในขวดรูปกรวย 5 นาที กรองโดยใช้กระดาษกรองของ Whatman No. 42 เพื่อขจัดคาร์บอนออก กรองหลายๆ ครั้งด้วย Activated Carbon จนได้สารละลายใส

(3) การทำให้ตัวอย่างเกิดสี นำตัวอย่าง 35 มล. หรือน้อยกว่านี้ (มี 50 – 100 มคก. ฟอสฟอรัส) จากข้อ (1) มาใส่ในขวดวัดปริมาตรขนาด 50 มล. เติม Vanadate – molybdate 10 มล. เติมน้ำกลั่นจนถึงขีดบอกปริมาตร ทำ Blank โดยใช้น้ำกลั่นแทนและทำตามข้อ (1) ตั้งทิ้งไว้ 10 นาที (นับเวลาจากที่เติม Vanadate – molybdate) วัดค่าดูดกลืนแสงของตัวอย่างเทียบกับ Blank ที่ความยาวคลื่น 470 นาโนเมตร สีที่เกิดจะอยู่ตัวได้หลายวัน และความเข้มข้นของสีไม่เปลี่ยนแปลงเนื่องจากอุณหภูมิห้อง

(4) เตรียม Calibration Curve โดยปิเปตจากสารละลายมาตรฐานฟอสเฟต ฟอสฟอรัสที่มีความเข้มข้น (50 มก./ล.) โดยใช้ 0 2 5 10 30 และ 50 มล. ใส่ในขวดวัดปริมาตรขนาด 50 มล. เติมน้ำกลั่นจนได้ปริมาตร 50 มล. ทุกขวด จะได้อนุกรมของฟอสเฟตที่มีความเข้มข้น 0 2 5 10 30 และ 50 มก./ล. เมื่อจะวัดฟอสเฟตฟอสฟอรัสที่ช่วงต่ำ เช่น 0.1 0.2 0.4 0.6 0.8 1.0 มก./ล. ให้ปิเปตสารละลายมาตรฐานฟอสเฟตฟอสฟอรัส 0.1 0.2 0.4 0.6 0.8 1.0 มล. ใส่ในขวดปรับปริมาตรขนาด 50 มล. เติมน้ำกลั่นจนได้ปริมาตร 50 มล. แล้วใช้สารละลายเหล่านี้ เตรียม Standard Curve ของฟอสเฟตฟอสฟอรัสตามวิธีการในข้อ (1) ถึง (3) ต่อไป

การคำนวณ

$$\text{mg./L-P} = \frac{\text{mg } P \times 1{,}000}{Sample\ (mL)}$$

วิธีที่ 2 Ascorbic Acid Method

Ammonium Molybdate และ Potassium Antimonyl Tartrate จะทำปฏิกิริยาในสารละลายที่เป็นกรดกับสารละลายออร์โธฟอสเฟตเจือจางเกิดเป็น Heteropoly Acid Phosphomolybdic Acid ซึ่งจะถูกรีดิวซ์โดย

Ascorbic Acid ได้สี Molybdenum Blue วิธีนี้วัดได้ถึงความเข้มข้นต่ำสุด 1 มคก.ฟอสฟอรัส/ล. ซึ่งาความยาวของ Light Path ที่ใช้ขึ้นอยู่กับความเข้มข้นของฟอสฟอรัส ดังนี้

Range mg/L	Light Path, cm
0.30 – 2.0	0.5
0.15 – 1.30	1.0
0.01 – 0.25	5.0

เครื่องมือและอุปกรณ์

(1) Colorimetric Equipment อาจใช้อันใดอันหนึ่งข้างล่างนี้

(ก) Spectrophotometer พร้อมด้วย Infrared Phototube สำหรับที่ใช้ 880 nm โดยใช้ Light Path 0.5 ซม. หรือยาวน้อยกว่านี้

(ข) Filter Photometer พร้อมด้วยRed Color Filter และ Light Path 0.5 ซม. หรือยาวกว่านี้

(2) Acid – washed Glassware

สารเคมี

(1) เตรียมสารละลายกรด H_2SO_4. 5 N โดยการเติมกรด H_2SO_4conc. 70 มล.แล้วเติมน้ำกลั่นจนครบ 500 มล.

(2) ละลาย Potassium Antimonyl Tartrate 1.3715 กรัม $K(SbO)\text{-}C_4H_4O_6 \cdot 1/2H_2O$ ในน้ำกลั่น 200 มล. เติมน้ำกลั่นจนได้ปริมาตร 500 มล.เก็บในขวดแก้ว

(3) สารละลาย Ammonium Molybdate ละลาย 20 กรัม $(NH_4)_6Mo_7O_{24} \cdot 4H_2O$ ในน้ำกลั่น 500 มล. เก็บในขวดพลาสติกที่ 4 °C

(4) กรด Ascorbic 0.1 โมลาร์ ละลาย 1.76 กรัม กรด Ascorbic ในน้ำกลั่น 100 มล. สารละลายนี้อยู่ตัวประมาณ 1 สัปดาห์ ถ้าเก็บไว้ที่ 4 °C ในขวดสีชา

(5) น้ำยารวม (Combined Reagent) ผสมน้ำยาเคมีข้างบนในสัดส่วน สำหรับ 100 มล. น้ำยารวมดังนี้ 50 มล. 5 N กรด H_2SO_4 5 มล. สารละลาย Potassium Antimonyl Tartrate 15 มล. สารละลาย Ammonium Molybdate และ 30 มล. กรด Ascorbic ตั้งน้ำยาเคมีเหล่านี้ทิ้งไว้ 2 – 3 นาที จนกระทั่งความขุ่นหายไป จึงจะเติมน้ำยาตัวอื่นต่อไป น้ำยารวมตัวนี้อยู่ได้ 4 ชั่วโมง

(6) สารละลาย Stock Phosphate เหมือนวิธีที่ 1

(7) สารละลายมาตรฐานฟอสเฟต นำสารละลาย Stock Phosphate มา 50 มล. เติมน้ำกลั่นจนได้ปริมาตร 1,000 มล. 1 มล. = 2.5 มคก.ฟอสฟอรัส

วิธีการวิเคราะห์

(1) การเตรียมตัวอย่าง ดูดตัวอย่าง 50 มล. ใส่ลงในขวดรูปกรวยขนาด 125 มล. เติม Phenolphthalein Indicator 1 หยด ถ้าได้สีแดงให้หยด กรด H_2SO_4 5 N ลงไปทีละหยดจนกระทั่งสีแดงหายไป เติมน้ำยารวม 8 มล.เขย่าให้เข้ากัน ตั้งทิ้งไว้อย่างน้อย 10 นาที แต่ไม่ให้เกิน 30 นาที เพื่อให้เกิดสี แล้วอ่านค่า Absorbance โดยใช้ Spectrophotometer ที่ความยาวคลื่น 880 นาโนเมตร หรือใช้ Filter Photometer พร้อมด้วย Red Color Filter ใช้ Reagent Blank เป็น Reference Solution

(2) การทำ Correction สำหรับสีหรือความขุ่น สีของน้ำธรรมชาติไม่ขัดขวางการหาที่ Wavelength สูง ซึ่งใช้อยู่ ในกรณีที่น้ำขุ่นหรือมีสีมาก ให้ทำ Blank โดยเติมน้ำยาเคมีทุกอย่างยกเว้นกรด Ascorbic และ Potassium Antimonyl Tartrate ลงในตัวอย่าง หักค่า Absorbance ของ Blank จาก ค่า Absorbance ของตัวอย่างทุกอัน

(3) การเตรียม Calibration curve เตรียมอนุกรมของสารละลายมาตรฐานฟอสเฟตในช่วงที่กำหนดไว้ในตาราง เช่น ถ้าใช้ Light Path 1 cm. ก็ให้เตรียมความเข้มข้นของฟอสเฟตในช่วง 0.15 – 1.30 มก. ฟอสฟอรัส/ล. โดยปิเปตสารละลายมาตรฐานฟอสเฟต 62.5 มคก.ฟอสฟอรัส/มล. 0 2 6 10 16 24 มล. ใส่ในขวดวัดปริมาตรขนาด 50 มล.และปรับปริมาตรด้วยน้ำกลั่นจนได้ 50 มล. เขย่าให้เข้ากันจะได้สาละลายฟอสเฟตที่มีความเข้มข้น 0 5 15 25 40 60 มคก. เป็นแบลงค์พล็อตค่า Absorbance กับความเข้มข้นของฟอสฟอรัส (เป็นไมโครกรัม) จะได้เป็นเส้นตรงผ่านจุดเริ่มต้น

การคำนวณ

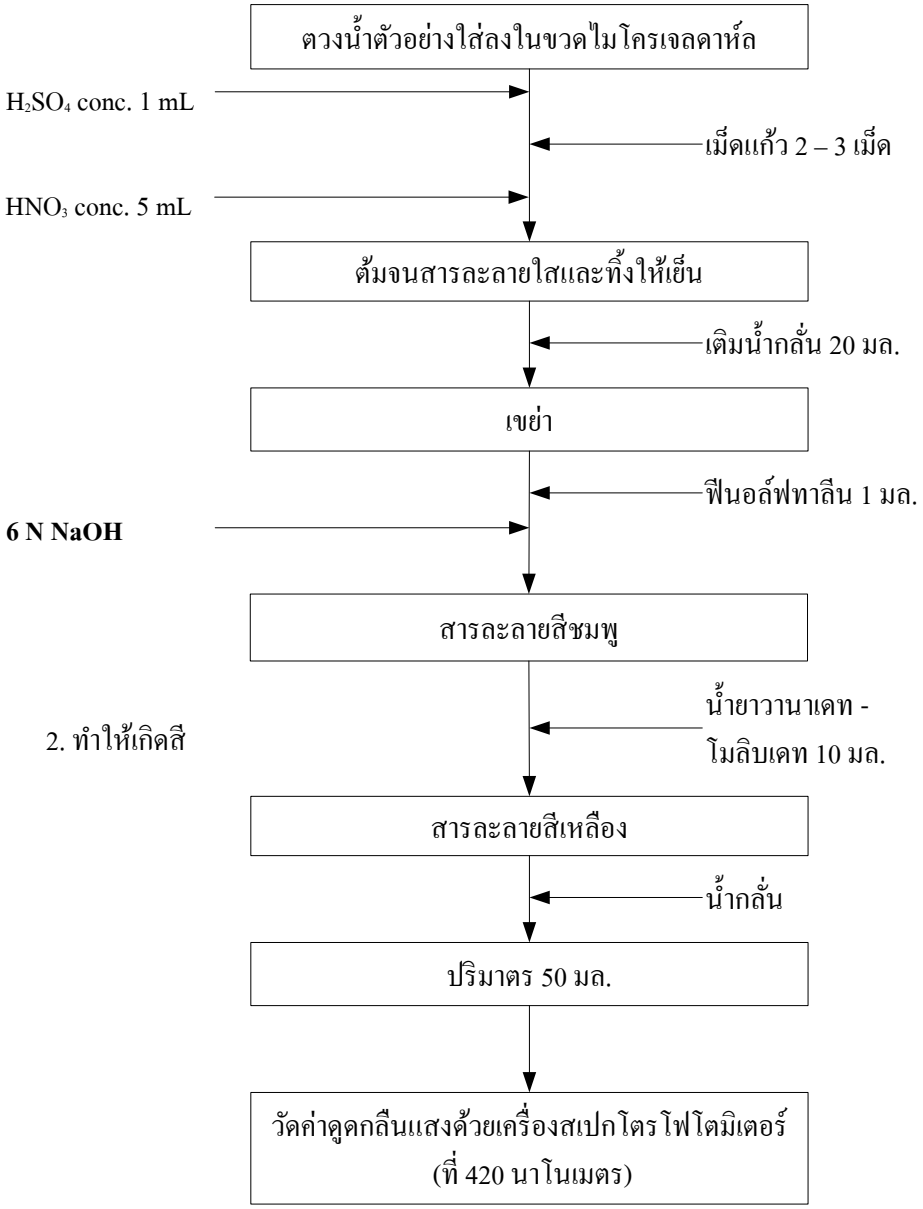
$$\text{mg./L-P} = \frac{\text{mg } P \times 1{,}000}{Sample\ (mL)}$$

ถ้าต้องการผลในรูปฟอสเฟตให้ใช้สูตร

$$\text{mg/L-}PO_4^{3-} = \text{mg/L-P} \times 3.06$$

การวิเคราะห์ฟอสฟอรัสทั้งหมด

1. การย่อยสลายตัวอย่าง



ตารางที่ 2 ปัญหาและแนวทางแก้ไขของการวิเคราะห์ฟอสฟอรัสและฟอสเฟต

สาเหตุ	ปัญหา	แก้ไข
1. ค่าการดูดกลืนแสงเกินจริง	• ตัวอย่างมีความเข้มข้นสูงเกินไป • เกิดสีและความขุ่นขึ้น • สีสารหนูหรือซิลิกาอยู่ในตัวอย่าง	• เจือจางตัวอย่างและวิเคราะห์ใหม่ • เจือจางตัวอย่างและวิเคราะห์ใหม่ • สารรบกวนที่ละลายน้ำบางครั้งแก้ไขได้โดยใช้เทคนิคการเติมสารที่เท่ากับตัวอย่างลงในการทำกราฟมาตรฐาน • เครื่องแก้วทุกชนิดควรจะล้างด้วย 1% HCl และน้ำกลั่นก่อนใช้
2. ค่าการดูดกลืนแสงต่ำกว่าจริง	• ฟอสฟอรัสไม่ได้อยู่ในรูปออร์โธ • มีโครเมียม (Cr^{6+}) และไนไตรท์มาก • ฟอสฟอรัสถูกดูดซับหรือเกิดสารประกอบกับเหล็กและอลูมิเนียมหรือตกตะกอนกับโลหะหนัก • พีเอชของตัวอย่างต่ำกว่า 2.0 • น้ำยาทำให้เกิดสีไม่ดี	• ย่อยสลายตัวอย่างให้นานขึ้น 2 เท่า • ใช้เทคนิคการเติมสารที่เท่ากับตัวอย่างลงในสารละลายมาตรฐานที่ทำกราฟมาตรฐาน • หลังการย่อยสลายแล้วสารละลายยังขุ่นให้กรองหรือเซ็นติฟิวก่อนที่จะทำให้เกิดสี • ตัวอย่างน้ำก่อนที่จะทำให้เกิดสีต้องมีค่าพีเอชประมาณ 8.3 • ถ้าน้ำยามีสีน้ำตาลเข้มต้องเตรียมใหม่
3. ตัวอย่างน้ำขุ่น	• มีสารแขวนลอยมาก • ระหว่างวิเคราะห์มีโลหะไดออกไซด์ตกตะกอน	• ถ้าวิเคราะห์หาออร์โธอย่างเดียวให้กรองตัวอย่างผ่านกระดาษกรอง 0.45 ไมครอน แล้วนำน้ำใสไปวิเคราะห์ • กรองหรือเซ็นติฟิวซ์ตัวอย่างก่อนทำให้เป็นกลาง เติมกรดซัลฟิวริคเข้มข้น 2 – 3 หยด เพื่อละลายตะกอนโลหะ แต่ต้องให้พีเอชของน้ำอยู่ที่ 8.3 ก่อนเติมสารทำให้เกิดสี

ตารางข้อมูลการวิเคราะห์ฟอสฟอรัสทั้งหมด

วันที่:_____ เวลา:_____ ชื่อผู้วิเคราะห์:_____

จุดเก็บตัวอย่าง:_____

ลักษณะของตัวอย่าง:_____

หมายเหตุ วิธีการวิเคราะห์โดยการทำให้เกิดสีจะต้องควบคุมเวลาและอุณหภูมิขณะทำให้เกิดสีคงที่เท่ากันเพื่อให้เกิดความเที่ยงตรงของการวิเคราะห์

ขนาดหลอดคิวเวท:_____มม. ความยาวคลื่น:_____นาโนเมตร กราฟมาตรฐานกำหนดให้แนวตั้งเป็นค่าการดูดกลืนแสงและแนวนอนเป็นไมโครกรัมฟอสฟอรัส

(1)	(2)	(3)	(4)	(5)	(5)/(2) = (6)	(7)
ตัวอย่างที่	ปริมาตรตัวอย่าง (มล.)	อุณหภูมิ (°C)	ค่าการดูดกลืนแสง	ไมโครกรัม PO_4-P จากกราฟ	มก./ล. PO_4-P โดย	ฟอสเฟต ฟอสฟอรัส มก./ล. PO_4-P
แบลงค์						
STD – 1						
STD - 2						
STD - 3						
STD - 4						
ตัวอย่าง						

การวิเคราะห์แอมโมเนีย-ไนโตรเจน

หลักการทั่วไปของการกลั่น หลักสำคัญคือ แอมโมเนีย-ไนโตรเจนจะถูกกลั่นออกมา ถ้ารักษาพีเอชให้อยู่ใกล้เคียงกับ 7.4 เนื่องจากน้ำตามธรรมชาติมีพีเอชและขีดความสามารถเป็นบัฟเฟอร์ต่างกัน ดังนั้นในการกลั่นจำเป็นต้องใส่สารละลายบัฟเฟอร์เพื่อควบคุมพีเอชให้อยู่ใกล้เคียง 7.4 ตลอดการกลั่น ถ้าพีเอชสูงเกินไปสารอินทรีย์ที่มีไนโตรเจนจะถูกเปลี่ยนเป็นแอมโมเนีย แต่ถ้าพีเอชต่ำไปแอมโมเนียจะถูกกลั่นออกมาไม่หมด เนื่องจากแอมโมเนียเป็นสารที่ระเหยได้ง่าย จึงจำเป็นต้องจับไว้โดยให้แอมโมเนียที่ถูกกลั่นออกมาทำปฏิกิริยากับกรดซัลฟุริคและกรดบอริค โดยผ่านส่วนที่กลั่นออกมาลงไปในสารละลายดังกล่าวแล้วจึงนำสารที่ได้นี้ไปหาปริมาณของแอมโมเนีย-ไนโตรเจนโดยการเทียบสี หรือโดยการไทเทรตกับสารละลายของกรดซึ่งทราบความเข้มข้นที่แน่นอน

เครื่องกลั่นแต่ละหน่วยจะประกอบด้วย เตา ขวดเจดาห์ล (Kjeldahl Flask) ขนาด 500 – 1,000 มิลลิลิตร ต่อกับกระเปาะแก้ว Connecting Bulb แล้วจึงต่อกับเครื่องควบแน่นชนิดตรง (Vertical Condenser) 1 อัน ซึ่งที่ปลายจะจุ่มอยู่ใต้สารที่ใช้จับแอมโมเนีย เครื่องควบแน่นอาจเป็นแก้ว หรือท่ออลูมิเนียม เครื่องกลั่นที่ใช้อาจจะประกอบด้วยหนึ่งหน่วย หรือมากกว่าหนึ่งก็ได้ ปกตินิยมเป็น 6 8 หรือ 12 หน่วย

สารเคมี

(1) น้ำที่ปราศจากแอมโมเนียละลายอยู่ (Ammonia-free Water) เพื่อนำไปใช้ในการเตรียมสารละลายต่างๆ ในการทดลองนี้เตรียมได้โดยวิธีใดวิธีหนึ่งดังต่อไปนี้

(ก) ใส่ Cation-exchange Resin 10 กรัม ลงในน้ำกลั่น 1,000 มิลลิลิตร เขย่าแรงๆ หรืออาจผ่านน้ำเข้าไปในคอลัมน์ซึ่งมี Cation-exchange Resin ก็ได้

(ข) เติมกรด Sulfuric conc.0.1 มิลลิลิตร ต่อน้ำกลั่น 1,000 มิลลิลิตร แล้วนำไปกลั่นอีกครั้ง

(2) สารละลาย Borate Buffer

นำ Sodium Hydroxide 0.1 โมลาร์ จำนวน 88 มล. เติมลงในสารละลาย Sodium Tetraborate ($Na_2B_4O_7$) 500 มิลลิลิตร เจือจางด้วยน้ำกลั่นที่ปราศจากแอมโมเนีย จนได้ปริมาตร 1,000 มิลลิลิตร (สารละลาย Sodium Tetraborate เตรียมได้โดยนำ 5 กรัม ของ $Na_2B_4O_7$ หรือ 9.5 กรัม ของ $Na_2B_4O_7 \cdot 10H_2O$ เจือจางด้วยน้ำกลั่นจนได้ปริมาตร 1,000 มิลลิลิตร)

(3) โซเดียมไฮดรอกไซด์ 6 N: ละลาย NaOH 240 กรัมในน้ำกลั่นแล้วเจือจางจนครบ 1 ลิตร

(4) สารละลายใช้ปรับพีเอช

(ก) Sodium Hydroxide 1 โมลาร์

(ข) Sulfuric 0.5 โมลาร์

(5) กรดบอริก: ละลาย 20 กรัม H_3BO_3 ในน้ำกลั่นแล้วเจือจางเป็น 1 ลิตร

(6) สารละลายอินดิเคเตอร์ผสม: ละลาย 200 มิลลิกรัม เมทิลเรดอินดิเคเตอร์ใน 95% เอธิลหรือไอโซโพพิลแอลกอฮอล์ 100 มล. แล้วละลาย 100 มิลลิกรัมเมทธิลลีนบลูใน 95% เอธิลแอลกอฮอล์ 50 มิลลิลิตร ผสมทั้ง 2 เข้าด้วยกัน เตรียมใหม่ทุกเดือน

(7) สารละลายอินดิเคเตอร์บอริกแอซิด: ละลาย 20 กรัม H_3BO_3ในน้ำกลั่นแล้วเติมสารละลายอินดิเคเตอร์ผสม 10 มิลลิลิตร แล้วเติมน้ำกลั่นจนครบ 1 ลิตร เตรียมใหม่ทุกเดือน

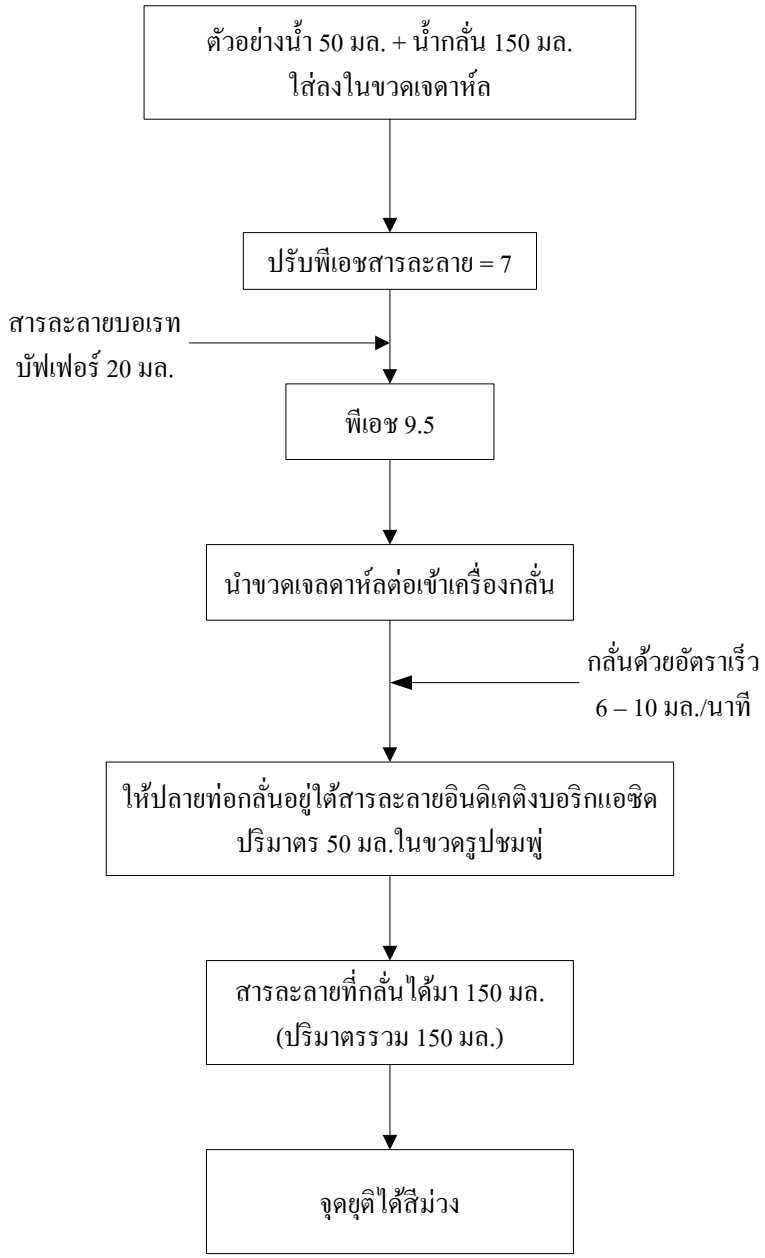
(8) กรดซัลฟุริค 0.04 N: เจือจาง 1.0 มิลลิลิตร conc. H_2SO_4ด้วยน้ำกลั่นจนเป็น 1 ลิตร

วิธีการวิเคราะห์

(1) การเตรียมตัวอย่างน้ำก่อนวิเคราะห์ ใช้ตัวอย่างน้ำเสีย 200 มล.หรือน้อยกว่าแต่เจือจางให้ได้ 200 มล. (ถ้ามีแอมโมเนียไนโตรเจนน้อยกว่า 100 ไมโครกรัม/ลิตร) .ใช้ตัวอย่างปริมาตร 1,000 มิลลิลิตร) ปรับให้สารละลายมีพีเอช 7 ด้วยกรดหรือเบส แล้วเติม 25 มิลลิลิตรสารละลายบอเรตบัฟเฟอร์

(2) การกลั่นแยกแอมโมเนีย นำขวดกลั่นที่มีตัวอย่างน้ำมาต่อเข้ากับอุปกรณ์กลั่นแอมโมเนีย กลั่นด้วยอัตรา 6 – 10 มิลลิลิตร/นาที โดยให้ปลายหลอดที่ต่อเพื่อนำไอน้ำออกมาจุ่มอยู่ใต้สารละลายกรดบอริกอย่างน้อย 2 เซนติเมตร เก็บน้ำที่กลั่นได้ในขวดรูปกรวย ขนาด 250 มิลลิลิตรที่ใส่ 50 มิลลิลิตรสารละลายกรดบอริก สำหรับวิธีเนสเลอร์ไลเซชั่นเก็บน้ำที่กลั่นได้อย่างน้อย 100 มิลลิลิตร (รวมสารทั้งหมดเป็น 150 มิลลิลิตร) แล้วดึงปลายหลอดให้พ้นผิวสารละลาย นำน้ำที่กลั่นได้นี้ไปหาปริมาณแอมโมเนียต่อไป ทำการกลั่นต่อประมาณ 2 นาที เพื่อทำความสะอาดเครื่องควบแน่น และหลอดนำน้ำที่กลั่นได้

การวิเคราะห์แอมโมเนียไนโตรเจนโดยวิธีการกลั่นและไตเตรท



การคำนวณ

$$NH_3 - N\ mg/L = \frac{(A-B) \times 280}{Sample(mL)}$$

เมื่อ A = ปริมาตร H_2SO_4ที่ใช้ไตเตรทตัวอย่าง (มล.)

เมื่อ B = ปริมาตร H_2SO_4ที่ใช้ไตเตรทแบลงค์ (มล.)

การแก้ไขปัญหาจากการวิเคราะห์แอมโมเนีย

ตารางที่ 3 ปัญหาและแนวทางการแก้ไขจากการวิเคราะห์แอมโมเนีย

สาเหตุ	ปัญหา	การแก้ไข
1. มีความขุ่นเกิดขึ้นในขณะทำให้เกิดสี	● มีแคลเซียมไอออนและแมกนีเซียมไอออนหรือซัลไฟต์สูงในสารละลาย	● เติม EDTA และเขย่าให้ทั่วก่อนเติมทำให้เกิดสี ● ถ้าความขุ่นไม่มีผลต่อความเข้มข้นให้นำตัวอย่างไปเซ็นติฟิวซ์แล้วนำน้ำในไปวัดเครื่องวัดแสง
2. สีที่เกิดจากการทำสีต่ำกว่าจริง	● แอมโมเนียไอออนหายไปขณะตกตะกอนหรือเมอร์คิวริกไอออนถูกกันไม่ให้ทำปฏิกิริยากับแอมโมเนียม	● ไม่ได้ปิดฝาขวดขณะตกตะกอนทำให้แอมโมเนียไอออนในน้ำกลายเป็นแอมโมเนียระเหยไป ● เติม EDTA มากไป ซึ่งจะไปจับกับเมอร์คิวริคก่อนที่จะทำปฏิกิริยากับแอมโมเนียไอออน
3. หลังตกตะกอนตัวอย่างน้ำแล้วยังมีสีอยู่	● สีย้อมหรือไอออนอนินทรีย์ เช่น Cr^{6+} ทำให้เกิดสีในสารละลายและอาจจะดูดกลืนที่ช่วง 400 – 425 นาโนเมตร	● ถ้าใช้น้ำกลั่นเป็นแบลงค์ไม่สามารถปรับเครื่องโฟโตมิเตอร์เป็น 0 อีกครั้งได้ ให้ใช้ตัวอย่างน้ำที่ยังไม่ได้ใส่สารเนสเลอร์มาปรับแทน ถ้ายังปรับ 0 อีกครั้งไม่ได้ให้นำตัวอย่างน้ำไปกลั่นแล้วมาทำให้เกิดสี
4. เกิดความขุ่นหลังจากทำให้เกิดสี	● มีไอออนในสารละลายมากเกินไป ได้แก่ แคลเซียมและแมกนีเซียม หรือมีซัลไฟต์ความเข้มข้นสูง	● เติม 0.1 EDTA 1 – 2 หยด ก่อนทำการตกตะกอน ● นำตัวอย่างไปเซ็นติฟิวซ์แล้วเทน้ำชั้นบนไปวัดสี
5. ตัวอย่างยังมีความขุ่นหลังจากตกตะกอนแล้ว	● มีสารซักฟอกในน้ำซึ่งขัดขวางการรวมตะกอน ● แคลเซียมหรือแมกนีเซียมมีความเข้มข้นแต่ละชนิดมากกว่า 150 มก./ล.	● ให้ใช้วิธีเซ็นติฟิวซ์หรือกรองแทน ● ถ้า NH_3-N มีความเข้มข้นเกิน 15 มก./ล.ให้เจือจางตัวอย่างน้ำก่อนทำให้เกิดสี ● กลั่นตัวอย่างก่อนทำให้เกิดสี

การวิเคราะห์อินทรีย์ไนโตรเจน (Organic Nitrogen)

ความสำคัญต่อระบบบำบัดน้ำเสีย

น้ำเสียชุมชนจะมีอินทรีย์ไนโตรเจนปริมาณต่ำ โดยมีแหล่งกำเนิดจากยูเรียซึ่งเป็นองค์ประกอบที่สำคัญในปัสสาวะ และส่วนใหญ่จะถูกสลายเป็นแอมโมเนียในระบบท่อน้ำเสียแล้ว น้ำเสียจากโรงงานอุตสาหกรรมบางประเภทอาจพบอินทรีย์ไนโตรเจนปริมาณมาก ได้แก่ อุตสาหกรรมแปรรูปอาหารที่ทิ้งของเสียโปรตีน และอุตสาหกรรมทอผ้า การวิเคราะห์หาทีเคเอ็น หรืออินทรีย์ไนโตรเจน มีความสำคัญในการตรวจวัดน้ำเสียจากโรงงานอุตสาหกรรม

การควบคุมคุณภาพ

1. ตัวอย่างน้ำที่มีไนโตรทมากกว่า 10 มก./ล. สารอินทรีย์ หรือสารอินทรีย์ที่มีปริมาณมากจะรบกวนการย่อยสลาย ดังนั้นจึงต้องเติมเพิ่มกรดซัลฟุริคทุก 1 มล. เมื่อตัวอย่างมีเกลือ 1 กรัมหรือ เติมกรดเพิ่ม 1 มล. ถ้าตัวอย่างมีซีโอดีสูงขึ้น 3 กรัม
2. ในแต่ละชุดของตัวอย่างทำสไปค์ของแบลงค์ 1 ตัว และวิเคราะห์เหมือนกับตัวอย่างเพื่อตรวจสอบความถูกต้องของวิธีการ

เครื่องมือและอุปกรณ์

1. อุปกรณ์ย่อยสลาย ประกอบด้ายขวดเจดาห์ลขนาด 500 มิลลิลิตร และเตาให้ความร้อนอยู่ในช่วง 365 – 370 องศาเซลเซียส
2. อุปกรณ์กลั่น: เหมือนการแยกแอมโมเนียก่อนวิเคราะห์
3. อุปกรณ์สำหรับตรวจวิเคราะห์: ดูการวิเคราะห์หาแอมโมเนีย

สารเคมี

เตรียมน้ำยาเคมีทุกชนิดด้วยน้ำกลั่นปราศจากแอมโมเนีย และเตรียมน้ำยาทุกชนิดที่ใช้สำหรับวิเคราะห์หหาแอมโมเนีย และเตรียมเพิ่มดังนี้

1. น้ำยาย่อยสลาย: ละลาย K_2SO_4 134 กรัม และ $CuSO_4$ 7.3 กรัม ในน้ำกลั่น 800 มิลลิลิตร เติม H_2SO_4 conc. 134 มิลลิลิตร ลงไปแล้วทำให้เย็น เติมน้ำกลั่นจนครบ 1 ลิตร เก็บไว้ที่อุณหภูมิ 20 องศาเซลเซียส เพื่อป้องกันการตกผลึก
2. ฟีนอล์ฟธาลีนอินดินเคเตอร์
3. สารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ – โซเดียมไธโอซัลเฟต: ละลาย NaOH 500 กรัม และ $Na_2S_2O_3 \cdot 5H_2O$ 25 กรัม ในน้ำและเจือจางเป็น 1 ลิตร
4. สารละลายบอเรตบัฟเฟอร์: ดูจากการกลั่นแยกแอมโมเนียก่อนการวิเคราะห์
5. โซเดียมไฮดรอกไซด์: 6 N

วิธีวิเคราะห์

1. การเลือกใช้ปริมาตรน้ำตัวอย่าง: ปริมาตรของตัวอย่างน้ำที่ใช้ขึ้นอยู่กับปริมาณที่มีสารประกอบไนโตรเจนสูงของอินทรีย์ไนโตรเจนในตัวอย่างน้ำนั้นๆ ดังแสดงในตารางที่ 4 ถ้าเป็นตัวอย่างน้ำเสียที่มีสารประกอบไนโตรเจนสูง ให้ใช้ตัวอย่างไม่เกิน 50 มิลลิลิตร

ตารางที่ 4 ปริมาตรตัวอย่างน้ำ

อินทรีย์ไนโตรเจนในตัวอย่าง (มก./ล.)	ปริมาตรตัวอย่าง (มล.)
0-1	500
1-10	250
10-20	100
20-30	50
50-100	25

2. แล้วตวงน้ำตัวอย่างปริมาตรที่ต้องการใส่ลงในขวดเจลดาห์ล ขนาด 500 มิลลิลิตร แล้วเจือจางด้วยน้ำกลั่นจนได้ปริมาตร 200 มิลลิลิตร และทำให้เป็นกลางที่พีเอช 7
3. การกำจัดแอมโมเนียในน้ำตัวอย่าง: โดยเติมบอเรตบัฟเฟอร์ 25 มิลลิลิตร แล้วเติม 6N NaOH จนกระทั่งพีเอชเป็น 9.5 เติมเม็ดแก้ว 5 – 10 เม็ด ต้มให้เดือดเพื่อไล่น้ำออกไป 100 มิลลิลิตรหรือนำน้ำส่วนที่เหลือจากการกลั่นวิเคราะห์หา NH_3 – N แล้วนำมาต้มหาอินทรีย์สารไนโตรเจน
4. การย่อยสลายอินทรีย์ไนโตรเจนเป็นแอมโมเนีย
   - ปล่อยให้ตัวอย่างที่เหลือในขวดกลั่นเย็นลง แล้วค่อยๆ เติมน้ำยาย่อยสลาย 20 มิลลิลิตรลงในขวดกลั่น
   - ใส่เม็ดแก้ว 2 – 3 เม็ดแล้วนำไปต้มเครื่องย่อยสลาย จนกระทั่งสารละลายใส (หรือมีสีฟางซีดๆ) ให้ทำการย่อยสลายต่ออีก 30 นาที แล้วทิ้งให้เย็น (ถ้าสารละลายไม่ใสให้เติมน้ำยาย่อยสลายอีก 20 มิลลิลิตรแล้วต้มต่อไปอีก)
   - เติมน้ำกลั่นที่ปราศจากแอมโมเนียจนได้ปริมาตร 200 มิลลิลิตร เติมฟีนอล์ฟธาลีนอินดิเคเตอร์ 0.5 มิลลิลิตรเขย่าให้เข้ากัน
   - เอียงขวดค่อยๆ เติมน้ำยาโซเดียมไฮดรอกไซด์ – โซเดียมไธโอซัลเฟต (ใช้ 20 มิลลิลิตรต่อ 20 มิลลิลิตร สารย่อยสลาย) เพื่อให้เกิดชั้นของด่างที่ก้นขวดแล้วนำขวดเจลดาห์ลไปต่อเข้ากับเครื่องกลั่นเขย่าขวดเพื่อให้สารเข้ากันอย่างดี
5. การกลั่นแยกแอมโมเนีย: กลั่นและเก็บส่วนที่กลั่นออกมา 100 มิลลิลิตร ภายใต้ผิวของกรดบอริก 50 มิลลิลิตร (รวม 150 มล.) ให้ใช้กรดบอริคธรรมดา ถ้าจะหาแอมโมเนียไนโตรเจนโดยวิธีเนสเลอร์ไลเซชั่น และใช้กรดบอริคที่เติมอินดิเคเตอร์ ถ้าจะหาแอมโมเนียไนโตรเจนโดยวิธีไตเตรท ให้ปลายหลอดที่ต่อจากเครื่องควบแน่นจุ่มใต้ผิวของกรดบอริคและเลื่อนขวดที่ใช้เก็บน้ำกลั่นโดยให้ปลายหลอดพ้นจากระดับกรดบอริค แล้วทำการกลั่นต่ออีก 2 – 3 นาทีเพื่อล้างเครื่องควบแน่น

6. การตรวจวิเคราะห์แอมโมเนีย โดยวิธีเสนเลอร์ไลเซชั่น หรือไตเตรท ดังนี้

6.1 วิธีเนสเลอร์ไลเซชั่น เขย่าส่วนที่กลั่นออกมาได้ให้เข้ากันนำมา 50.0 มิลลิลิตร หรือน้อยกว่าเพื่อหาแอมโมเนียไนโตรเจน โดยวิธีเนสเลอร์ไลเซชั่น ดังกล่าวข้างต้น

6.2 วิธีไตเตรท ไตเตรทน้ำที่กลั่นได้ ด้วย 0.02N H_2SO_4จนกระทั่งสีเปลี่ยนเป็นสีม่วงอ่อนต้องทำแบลงค์โดยใช้น้ำกลั่นแล้วทำแบลงค์ ทุกขั้นตอนเหมือนตัวอย่าง

การคำนวณ

อินทรีย์ไนโตรเจน (มก./ล.) $= \frac{A \times 1{,}000}{V\ (mL)} \times \frac{B}{50}$

เมื่อ :

A = มิลลิกรัมไนโตรเจนที่หาได้จากกราฟมาตรฐานจากการวัดสี

B = มิลลิลิตรของน้ำที่กลั่นออกมาทั้งหมดที่ทำการเก็บ (รวมกรดบอริคด้วย)

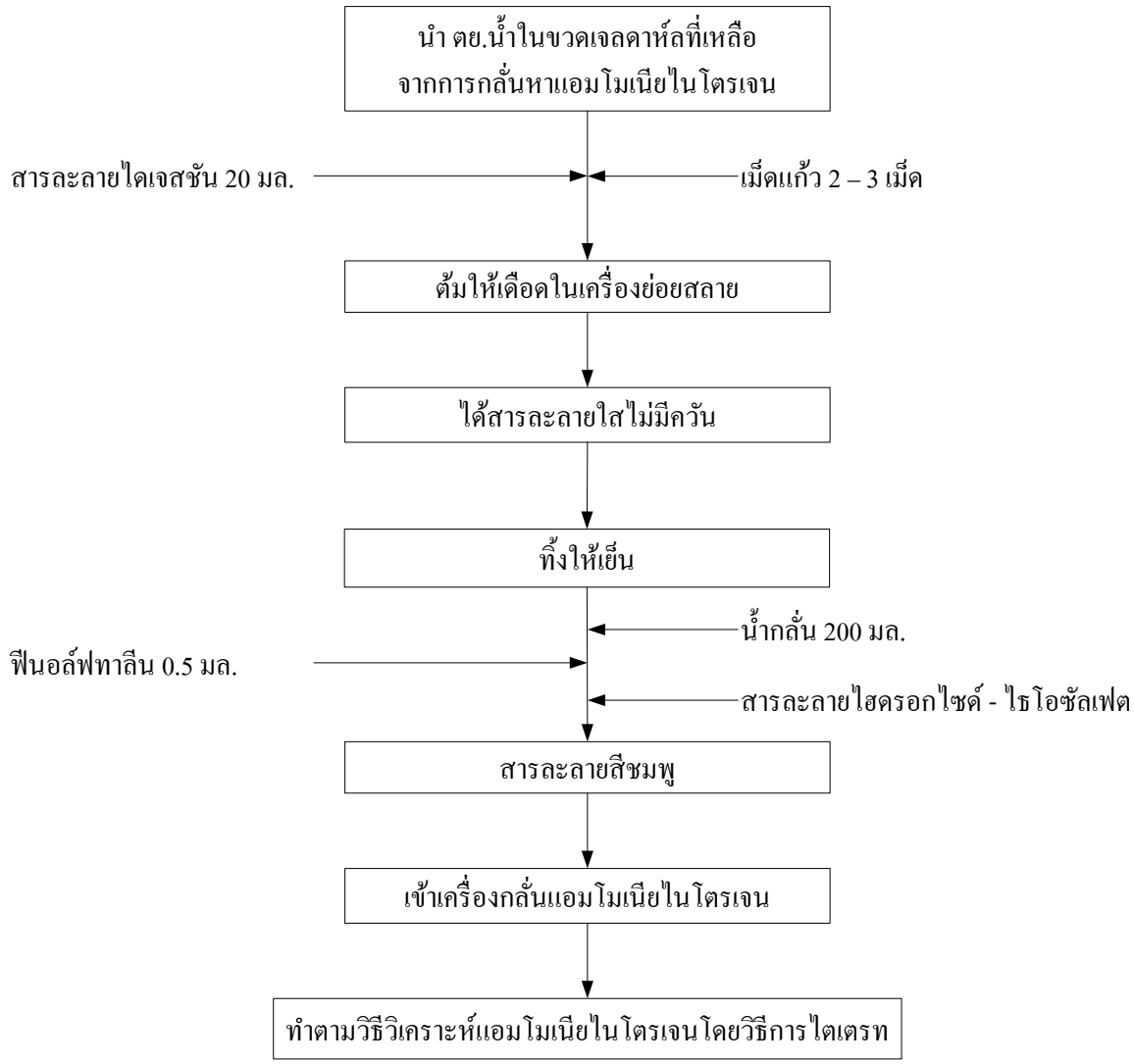
ข.วิธีไตเตรท

อินทรีย์ไนโตรเจน (มก./ล.) $= \frac{(D-E)\times 280}{V\ (mL)}$

D = มิลลิลิตรของ 0.02 N H_2SO_4ที่ใช้ในการไตเตรทตัวอย่าง

E = มิลลิลิตรของ 0.02 N H_2SO_4ที่ใช้ในการไตเตรทแบลงค์

การวิเคราะห์อินทรีย์ไนโตรเจนโดยวิธีแมคโครเจลดาห์ล



หมายเหตุ ปริมาตรสารเคมีแปรตามปริมาตรตัวอย่างน้ำ

ตารางที่ 5 แนวทางการแก้ปัญหาจากการวิเคราะห์อินทรีย์ไนโตรเจน

สาเหตุ	ปัญหา	การแก้ไข
1. ตัวอย่างน้ำหลังย่อยสลายไม่ใส	● มีสารอินทรีย์หรือสารอนินทรีย์ปริมาณมาก	● เติมน้ำยาย่อยสลายอีก 20 มล. แล้วนำไปต้มต่ออีก
2. ปริมาณอินทรีย์ไนโตรเจนที่ได้ต่ำกว่าปกติ	● ชุดกลั่น NH_3มีจุดรั่ว ● ไม่ได้เปิดน้ำหล่อเย็นชุดกลั่น ● NH_3บางส่วนระเหยไป	● เช็คชุดกลั่นแล้วปิดให้แน่น ● เปิดน้ำหล่อเย็นทุกครั้งที่กลั่น ● ให้ผสมด่างกับตัวอย่างน้ำหลังย่อยสลายหลังจากต่อเข้ากับชุดกลั่นแล้ว
3. หลังจากกลั่น NH_3แล้วกรดบอริกที่มีอินดิเคเตอร์ไม่เปลี่ยนเป็นสีเขียว	● เตรียมอินดิเคติ้งบอริคเอซิคผิด ● แอมโมเนียระเหยไป	● เตรียมอินดิเคติ้งบอริคเอซิคใหม่ ● เช็คให้ปลายหลอดกลั่นอยู่ใต้ผิวน้ำยาอินดิเคติ้งบอริคเอซิค

ตารางข้อมูลการวิเคราะห์อินทรีย์ไนโตรเจน

วันที่:_____ เวลา:_____ ชื่อผู้วิเคราะห์:_____

จุดเก็บตัวอย่าง:_____

ลักษณะของตัวอย่าง:_____

หมายเหตุ ค่าทีเคเอ็น = อินทรีย์ไนโตรเจนรวมกับแอมโมเนียไนโตรเจการวิเคราะห์ทีเคเอ็น และอินทรีย์ไนโตรเจนจะวิเคราะห์โดยวิธีแมคโครเจลดาห์ล

$$\text{อินทรีย์ไนโตรเจน (มก./ล.)} = \frac{(\text{มล.กรดสำหรับตัวอย่าง} - \text{มล.กรดสำหรับแบลงค์}) \times 280}{\text{มล.ตัวอย่าง}}$$

280 มาจาก (14 มก./นน.เทียบเท่า สำหรับ N) (0.02 N H_2SO_4)(1000 มล./ล.)

(1)	(2)	(3)	(4)	(4)-(3) = (5)	(6)	[(5)-(6)]280/(2) = (7)
ตัวอย่างที่	ปริมาตรตัวอย่าง (มล.)	0.02N กรดซัลฟุริคที่อ่านจากบิวเรต (มล.)			ปริมาตรกรดที่ไตเตรทแบลงค์ (มล.)	อินทรีย์ไนโตรเจน (มก./ล.)
แบลงค์	200	เริ่มต้น	สุดท้าย	ใช้ไป		

หมายเหตุ ให้ใช้ทีเคเอ็นแทนอินทรีย์ไนโตรเจนถ้านำตัวอย่างน้ำมาต้มย่อยสลายโดยไม่ได้กำจัดแอมโมเนียก่อน

บีโอดี

บทนำ

บีโอดี (Biochemical oxygen demand) เป็นวิธีมาตรฐานสำหรับการทดสอบในห้องปฏิบัติการเพื่อหาปริมาณออกซิเจนที่ต้องการสำหรับน้ำทิ้ง น้ำโสโครกและน้ำเสีย เป็นการวัดปริมาณออกซิเจนที่ต้องการสำหรับการสลายตัวทางชีวะของสารอินทรีย์ (carbonaceous oxygen demand) และออกซิเจนที่ใช้ในการออกซิไดซ์สารอนินทรีย์ เช่น ซัลไฟด์ และเฟอร์รัสไอออน ซึ่งอาจจะรวมค่าออกซิเจนที่ใช้ในการออกซิไดซ์ไนโตรเจน (Nitrogenous demand) ถ้าไม่ใส่สารยับยั้งการย่อยสลายไนโตรเจน

ค่าบีโอดี เป็นการหาปริมาณออกซิเจนที่แบคทีเรียใช้หายใจ โดยแบคทีเรียเหล่านี้กินสารอินทรีย์ในน้ำเป็นอาหาร ดังนั้นค่าบีโอดีจึงสามารบอกถึงลักษณะของน้ำว่ามีความสกปรก (ในรูปสารอินทรีย์) มากน้อยแค่ไหน ถ้าตัวอย่างน้ำมีสารอินทรีย์มากจะทำให้แบคทีเรียมีปริมาณมากและหายใจใช้ออกซิเจนมาก ค่าบีโอดีก็สูงในทำนองเดียวกันถ้าน้ำมีสารอินทรีย์อยู่น้อยค่าบีโอดีก็จะน้อย น้ำเสียที่มีค่าบีโอดีสูงเมื่อถูกทิ้งลงในแหล่งน้ำ จะทำให้ปริมาณออกซิเจนในแหล่งน้ำลดลงจนอาจเกิดสภาพไร้ออกซิเจน น้ำเน่าเสียและทำให้ปลาตายได้

การควบคุมคุณภาพ

1. ทำการวิเคราะห์บีโอดีของน้ำเจือจาง (แบลงค์) อย่างน้อย 1 ค่าต่อการวิเคราะห์แต่ละชุด (บีโอดีของน้ำเจือจางมีค่าไม่ควรเกิน 0.2 มก./ล.)
2. การวิเคราะห์บีโอดีต้องทำภายใน 24 ชั่วโมงหลังเก็บตัวอย่าง (ตัวอย่างต้องเก็บที่อุณหภูมิ 4 องศาเซลเซียส)
3. เทอร์โมมิเตอร์ที่ติดตั้งในเครื่องควบคุมอุณหภูมิต้องเช็คกับเทอร์โมมิเตอร์ที่ปรับเทียบแล้ว
4. ปรับเทียบเครื่องดีโอทุกครั้งก่อนใช้
5. รักษาคุณภาพน้ำเจือจางและหัวเชื้อ ภาชนะใส่น้ำเจือจางต้องสะอาด และไม่ให้โดนแสงแดด ล้างด้วยกรดเป็นระยะ
6. เช็คความเที่ยงตรงและความแม่นยำในการวิเคราะห์ด้วยวิธีที่ใช้ ควบคุมคุณภาพของน้ำเจือจางและหัวเชื้อ วิเคราะห์สารมาตรฐานพร้อมกับตัวอย่างเป็นระยะโดยวิธีกลูโคสกรดกลูตามิค ดังนี้
    1) เตรียมสารละลายมาตรฐาน 300 มก./ล. (กลูโคส 150 มก. และกรดกลูตามิค 150 มก. ละลายในน้ำ 1 ลิตร)
    2) เติมสารละลายนี้ 6 มล. ในขวดบีโอดี (เจือจาง 2%) เติมหัวเชื้อ และเติมน้ำเจือจางให้เต็ม ทำ 2 ขวด
    3) วัดค่าออกซิเจนละลายขวดแรก (DO_0) ขวดที่สองนำไปเพาะเชื้อ 5 วัน พร้อมกับตัวอย่างน้ำอื่นๆ แล้ววัดค่าออกซิเจนละลาย (DO_0) นำมาคำนวณค่าบีโอดี สารมาตรฐานควรจะมีค่าบีโอดี 198 มก./ล.

เครื่องมือและอุปกรณ์

1. ขวดบีโอดี ขวดมีฝาแก้วปิดขนาด 300 มิลลิลิตร ให้หล่อน้ำไว้ที่ปากขวด เพื่อป้องกันมิให้อากาศเข้าไปในขวดระหว่างเลี้ยงเชื้อ ครอบปากขวดด้วยถ้วยพลาสติกหรือกระดาษหรือฟรอยด์เพื่อป้องกันการระเหยน้ำ
2. ตู้เพาะเชื้อ หรืออ่างน้ำ ควบคุมอุณหภูมิที่ 20 ±1 องศาเซลเซียส เก็บในที่มืดเพื่อป้องกันการสังเคราะห์แสงทำให้ออกซิเจนเพิ่มขึ้น

สารเคมี

1. สารละลายฟอสเฟตบัฟเฟอร์ สารละลาย KH_2PO_4 8.5 g K_2HPO_4 21.75 g $Na_2HPO_4 \cdot 7H_2O$ 33.4 g และ NH_4Cl 1.7 g ในน้ำกลั่น 500 mL แล้วเจือจางเป็น 1 ลิตร สารละลายนี้ควรมีพีเอชเท่ากับ 7.2
2. สารละลายแมกนีเซียมซัลเฟต ละลาย $MgSO_4 \cdot 7H_2O$ 22.5 g ในน้ำกลั่นแล้วเจือจางเป็น 1 ลิตร
3. สารละลายแคลเซียมคลอไรด์ ละลาย $CaCl_2$ 27.5 g ในน้ำกลั่นแล้วเจือจางเป็น 1 ลิตร
4. สารละลายเฟอร์ริกคลอไรด์ ละลาย $FeCl_3 \cdot H_2O$ 0.25 g ในน้ำกลั่นแล้วเจือจางเป็น 1 ลิตร
5. สารละลายกรดและสารละลายด่าง 1 N เพื่อใช้ปรับพีเอชของน้ำเสียให้เป็นกลาง
6. สารยับยั้งการเกิดไนตริฟิเคชั่น ใช้ 2-chloro-6-(trichloromethy) pyridine ของ Hach Co., หรือเทียบเท่า
7. สารละลายกลูโคส – กลูตามิคแอซิด (Glucose-glutamic acid solution) อบกลูโคสและกรดกลูตามิกให้แห้งที่ 103 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 1 ชั่วโมง ชั่งกลูโคส 150 มิลลิกรัม และกรดกลูตามิก 150 มิลลิกรัมละลายในน้ำกลั่น แล้วเจือจางเป็น 1 ลิตร เตรียมใหม่ทุกครั้ง

การเตรียมตัวอย่างน้ำก่อนวิเคราะห์

1. ปรับพีเอชของตัวอย่างน้ำให้เป็นกลาง พีเอช 6.5 – 7.5 ด้วย H_2SO_4หรือ NaOH 1 N
2. น้ำทิ้งจากระบบบำบัดน้ำเสียแบบแอกติเวเต็ดสลัดจ์และระบบไม่ใช้ออกซิเจนให้ทำการยับยั้งการเกิดไนตริฟิเคชั่นโดยเติม 10 มก. 2 – chloro – 6 (trichloro methyl) pyridine ในน้ำทำเจือจาง 1 ลิตร โดยเติมพร้อมการเติมสารอาหาร

การวิเคราะห์บีโอดีโดยการหาโดยตรง

สำหรับเก็บตัวอย่างน้ำที่มีค่าบีโอดีต่ำกว่า 7 มิลลิกรัมต่อลิตร เช่น น้ำจากแม่น้ำลำคลอง น้ำผิวดินทั่วๆ ไป

1. วัดพีเอชของตัวอย่างน้ำ และปรับให้เป็นกลาง (pH = 7) โดยใช้สารละลายกรดหรือด่าง
2. นำตัวอย่างน้ำมาเติมออกซิเจนให้อิ่มตัว โดยใช้ปั๊มอากาศประมาณ 10 นาที
3. ใช้สายยางดูดน้ำตัวอย่างลงในขวดบีโอดี 3 ขวด ให้เต็ม โดยให้ปลายสายยางอยู่ที่ก้นขวดบีโอดีปิดจุกให้สนิทอย่าให้มีฟองอากาศ

4. นำขวดหนึ่งมาหาค่าดีโอทันที โดยวิธีการที่กล่าวในบทออกซิเจนละลายหรือใช้ดีโอมิเตอร์ (DO_0) อีก 2 ขวด นำไปเพาะเชื้อที่ตู้ควบคุมอุณหภูมิ 20 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 5 วัน
5. หลังจากครบ 5 วัน แล้วนำมาหาค่าดีโอที่เหลือ (DO_5)

การคำนวณ

บีโอดี (มิลลิกรัม/ลิตร) = DO0 – DO5

เมื่อ

DO_0= ค่าดีโอที่หาได้ในวันแรก

DO_5 =ค่าดีโอที่หาได้เมื่อครบ 5 วัน

การวิเคราะห์บีโอดีโดยการเจือจางตัวอย่างน้ำ

สำหรับตัวอย่างน้ำที่มีค่าบีโอดีสูงกว่า 7 มิลลิกรัมต่อลิตร ซึ่งจำเป็นต้องเจือจางตัวอย่างน้ำด้วยน้ำเจือจาง เพื่อให้น้ำมีความสกปรกลดลงและใช้ออกซิเจนในขวดบีโอดีไม่เกิน 7 มิลลิกรัมต่อลิตร ซึ่งต้องเตรียมเจือจางหลายๆ ความเข้มข้น เนื่องจากยังไม่ทราบค่าบีโอดีที่แน่นอน การประมาณค่าบีโอดีสามารถทำได้ โดยวิธีวิเคราห์หาค่าซีโอดีของน้ำแล้วนำมาประเมินค่าบีโอดีโดยการคำนวณจากค่าประมาณบีโอดีเท่ากับ 60% ของค่าซีโอดี เช่นน้ำเสียมีค่าซีโอดีประมาณ 1,000 มิลลิกรัมต่อลิตร จะประมาณค่าบีโอดีได้เท่ากับ (60x1,000)/100 = 600 มิลลิกรัมต่อลิตร แล้วนำค่าประมาณบีโอดีนี้ไปเทียบกับตารางที่ 1 ว่าจะต้องทำเจือจางที่กี่เปอร์เซ็นต์

ตารางที่ 1 แสดงปริมาณตัวอย่างน้ำที่จะนำมาทำเจือจาง โดยใช้ค่าประมาณบีโอดีและเทียบ % เจือจาง

ช่วงบีโอดีที่ประมาณได้	% เจือจางน้ำเสีย	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

ตารางที่ 1 แสดงปริมาณตัวอย่างน้ำที่จะนำมาทำเจือจาง โดยใช้ค่าประมาณบีโอดีและเทียบ % เจือจาง(ต่อ)

ช่วงบีโอดีที่ประมาณได้	% เจือจางน้ำเสีย	ปริมาตรตัวอย่างน้ำ (มิลลิลิตร) ที่นำมาเจือจางเป็น 1 ลิตร
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

<u>กรณีที่ 1 การเจือจางโดยใช้เปอร์เซ็นต์ของน้ำเสีย</u>

วิธีนี้เหมาะกับการวัด DO โดยวิธีไตเตรท ซึ่งจะต้องเจือจางตัวอย่างน้ำเป็น 1 ลิตร ในกระบอกตวงและไซฟอน ใส่ขวดบีโอดี 3 ขวด ซึ่งมีตัวอย่างการเตรียมคำนวณดังนี้คือ

ตัวอย่างน้ำมีค่าซีโอดี 1,000 มิลลิกรัมต่อลิตร ซึ่งประมาณค่าบีโอดีได้ 600 มิลลิกรัมต่อลิตรและเช็คจากตารางพบว่าที่ 600 มิลลิกรัมต่อลิตรอยู่ในช่วงบีโอดี 200 – 700 มิลลิกรัมต่อลิตร ซึ่งต้องเจือจางตัวอย่างน้ำที่ 1% โดยตวงตัวอย่างน้ำมา 10 มิลลิกรัมใส่ลงในกระบอกตวง แล้วเจือจางด้วยน้ำเจือจางจนครบ 1 ลิตร ผสมให้เข้ากัน แล้วไซฟอนใส่ขวดบีโอดี 3 ขวด และทำเจือจางเพิ่มอีก 2 ความเข้มข้นคือที่สูงกว่าและต่ำกว่า 1% อย่างละ 1 ค่า คือที่ 2% และ 0.5% ดังนั้นน้ำเสียจะต้องทำ 3 ความเข้มข้นคือที่ 0.5% 1% และ 2%

การเตรียมน้ำสำหรับใช้เจือจาง

1. คำนวณปริมาตรน้ำกลั่นที่ใช้ โดยตัวอย่างน้ำ 1 ตัวอย่าง ใช้น้ำกลั่นเพื่อเจือจางประมาณ 1 ลิตร ตวงน้ำกลั่นปริมาตรที่ต้องการใส่ลงในขวดโหล
2. เติมสารละลายฟอสเฟตบัฟเฟอร์ สารละลายแมกนีเซียมซัลเฟต สารละลายแคลเซียมคลอไรด์ และสารละลายเฟอร์ริกคลอไรด์ อย่างละ 1 มิลลิลิตรต่อน้ำกลั่น 1 ลิตรผสมให้เข้ากัน
3. เติมออกซิเจนละลายลงในน้ำให้อิ่มตัวโดยใช้ปั๊มอากาศ นาน 20 นาที

การเจือจางน้ำตัวอย่างเพื่อวิเคราะห์บีโอดี

1. เลือกเปอร์เซ็นต์ในการทำเจือจางที่คาดว่าจะให้ค่าบีโอดีอยู่ในช่วงที่กำหนด (ตามตารางที่ 1)
2. ตวงปริมาตรตัวอย่างน้ำตามเปอร์เซ็นต์ที่เจือจางลงในกระบอกตวงขนาด 1 ลิตร
3. เติมน้ำสำหรับใชเจือจางลงในกระบอกตวงจนครบ 1 ลิตร
4. ใช้แท่งแก้วกวนให้น้ำผสมกัน
5. ใช้สายยางดูดน้ำจากกระบอกตวงน้ำใส่ขวดบีโอดี 3 ขวด โดยให้ปลายสายยางอยู่ที่ก้นขวดบีโอดีปิดจุกให้มีน้ำหล่อไว้ที่ปากขวด

6. นำขวดหนึ่งไปวิเคราะห์หาดีโอทันที (DO0) อีก 2 ขวด นำไปเก็บในตู้ควบคุมอุณหภูมิ 20 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 5 วัน เมื่อครบ 5 วัน นำมาวิเคราะห์หาค่าดีโอที่เหลือ (DO5)

7. เตรียมความเข้มข้นบีโอดีอีก 2 ความเข้มข้น คือที่สูงกว่าและต่ำกว่าเปอร์เซ็นต์เจือจางในข้อ 1. แล้วเช่นเดียวกับข้อ 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 มิลลิกรัมต่อลิตร (DO_5> 1 มก./ล.) และต้องมีดีโอลดลงอย่างน้อย 2 มิลลิกรัมต่อลิตร จึงจะทำให้ค่าบีโอดีที่คำนวณออกมาได้นั้นถูกต้อง
2. ค่าบีโอดีที่คำนวณได้จากสูตรในทุกความเข้มข้นที่ทำเจือจางควรมีค่าใกล้เคียงกัน ถ้าค่าบีโอดีที่ได้แตกต่างกันเกินกว่า 20% ให้ตัดค่านั้นทิ้ง นำเฉพาะค่าที่แตกต่างกันไม่เกิน 20% มาเฉลี่ยกันเท่านั้น

กรณีที่ 2 การเจือจางในขวดบีโอดีโดยตรง

วิธีนี้เหมาะกับการตรวจวัดดีโอโดยใช้ดีโอมิเตอร์ ดังนั้นจึงสามารถเตรียมน้ำเจือจางความเข้มข้นละ 2 ขวดเท่านั้นและสามารถเจือจางน้ำเสียลงในขวดบีโอดีโดยตรง ดังมีวิธีการดังนี้

1. เลือกปริมาตรตัวอย่างน้ำที่คาดว่าจะให้ค่าบีโอดีอยู่ในช่วงบีโอดีที่กำหนด (ตามตารางที่ 2) โดยดูค่าประมาณบีโอดีจากค่าซีโอดี
2. ตวงปริมาตรตัวอย่างน้ำที่ได้ในข้อ 1 เติมลงในขวดบีโอดี เตรียมอย่างน้อย 2 ขวด
3. เติมน้ำเจือจางลงในขวดบีโอดีจนครบ 300 มิลลิลิตร
4. ปิดฝาขวดบีโอดีแล้วกลับขวดไปมาให้น้ำผสมกันดี
5. นำขวดที่ 1 มาวัดดีโอทันที (DO_0) แล้วปิดฝาหล่อน้ำไว้แล้วนำไปเก็บในตู้ที่ 20 องศาเซลเซียส พร้อมขวดที่ 2 เมื่อครบ 5 วัน นำมาวิเคราะห์ค่าดีโอที่เหลือ (DO_5)
6. เตรียมความเข้มข้นบีโอดีอีก 2 ความเข้มข้น คือที่สูงกว่าและต่ำกว่า แล้วทำตามวิธีข้อ 1 – 5

ตารางที่ 2ค่าบีโอดีกับปริมาตรของน้ำตัวอย่างที่นำมาทำการเจือจาง

ปริมาตรตัวอย่างน้ำที่ตวงใส่ขวดบีโอดีขนาด 300 มิลลิลิตรโดยตรง ช่วงของบีโอดีของน้ำตัวอย่าง	มิลลิลิตร
30,000 – 105,000	0.20
12,000 – 42,000	0.05
6,000 – 21,000	0.10
3,000 – 10,000	0.20
1,200 – 4,200	0.50
600 – 2,100	1.0
300 – 1,050	2.0
120 – 420	5.0
60 – 210	10.0
30 – 150	20.0
12 – 42	50.0
6 – 21	100
0 -7	300

การตรวจสอบความถูกต้องของการวิเคราะห์โดยใช้กลูโคส – กรด กลูตามิก

การหาค่าบีโอดีเป็นการทำโดยใช้สิ่งมีชีวิต ดังนั้นผลของมันจึงได้รับอิทธิพลจากสารพิษ การตรวจเช็คน้ำเจือจาง ประสิทธิภาพของเชื้อที่เติม และเทคนิคการวิเคราะห์โดยตรวจวัดค่าบีโอดีกับสารประกอบบริสุทธิ์ สำหรับการหาค่าบีโอดีโดยใช้สารผสมของ 150 มิลลิกรัมกลูโคสและ 150 มิลลิกรัมกลูตามิกต่อน้ำ 1 ลิตร เป็นสารละลายมาตรฐาน และเติมเชื้อแบคทีเรียลงไป สารผสมนี้จะมีอัตราการย่อยสลายตัวคงที่นำสารละลายมาตรฐานกลูโคส– กลูตามิกเอซิดมาทำเจือจาง 2% แล้วตรวจวัดค่าบีโอดี 5 วัน 20 องศาเซลเซียส ค่าบีโอดีที่ถูกต้องของสารละลายนี้มีค่าเท่ากับ 200 มิลลิกรัมต่อลิตร ถ้าวิเคราะห์แล้วได้ค่าบีโอดีไม่อยู่ในช่วง 170 -230 มิลลิกรัมต่อลิตรให้ค้นหาข้อผิดพลาดที่อาจเกิดจากน้ำทำเจือจางเชื้อที่เติมหรือเทคนิคการวิเคราะห์

แนวทางการแก้ไขปัญหาจากการวิเคราะห์บีโอดี

ปัญหา	สาเหตุ	การแก้ไข
1. ค่าบีโอดีของแบลงค์สูงกว่ามาตรฐานการยอม (0.5 – 0.2 มก./ล.)	- ขวดบีโอดีสกปรก	- ทำความสะอาดขวดด้วยกรดโครมิก
	- ภาชนะใส่น้ำเจือจางสกปรก	- ล้างให้สะอาดและอย่าให้โดนแสงแดดเพื่อกันการเติบโตของสาหร่าย
	- น้ำกลั่นที่ทำน้ำเจือจางปนเปื้อน	- เติมเชื้อ 1 มล. ลงในน้ำกลั่นทิ้งไว้ 1 สัปดาห์ก่อนทำน้ำเจือจางเพื่อให้แบคทีเรียย่อยสลายสารปนเปื้อนก่อนใช้และไม่มีผลในการลด O_2อีก
	- ธาตุอาหารที่เติมในน้ำเจือจางปนเปื้อนหรือหมดอายุ	- สังเกตว่ามีจุลชีพเกิดในขวดเก็บธาตุอาหารทิ้งของเดิม และเตรียมใหม่
	- ปรับเทียบเครื่องวัด DO ไม่ถูกต้อง	- ดูวิธีการปรับเทียบใหม่
	- น้ำตัวอย่างหรือน้ำเจือจางมี DO สูงเกินจุดอิ่มตัว ทำให้ O_2 สูญหายได้	- ดูค่า DO อิ่มตัวที่อุณหภูมิต่างๆ
2. ค่า DO วันที่ 5 สูงกว่า DO เริ่มต้น	- ปรับเทียบเครื่องวัด DO ไม่ถูกต้อง	- ดูวิธีการปรับเทียบใหม่ทั้งครั้งแรกและครั้งสุดท้าย
	- มีสาหร่ายเติบโตในขวด BOD	- ล้างขวด BOD หลังใช้งานและเก็บในที่มืด
	- มีสาหร่ายเติบโตในภาชนะเก็บสารอาหารที่จะทำเจือจาง	- เก็บภาชนะในที่ไม่มีแสงแดด ถ้าใช้ขวดแก้วขนาดใหญ่ (20 ลิตร) ให้ห่อด้วยอลูมิเนียมฟรอยด์
	- ไม่ได้หาความเข้มข้นที่ถูกต้องของไธโอซัลเฟต	

แนวทางการแก้ไขปัญหาจากการวิเคราะห์บีโอดี(ต่อ)

ปัญหา	สาเหตุ	การแก้ไข
3. การทำมาตรฐานบีโอดีโดยกลูโคส/กรดกลูตามิกให้ค่าบีโอดีสูงหรือต่ำเกินร้อยละ 20 ของค่าที่ถูกต้อง	- ดูรายละเอียดเหมือนข้อ 1	
	- สารละลายมาตรฐานกลูโคส/กรดกลูตามิกเตรียมไม่ถูกต้อง	- ดูวิธีการที่ถูกต้อง
4. ค่า DO ไม่ลดลงในการทำมาตรฐานกลูโคส/กรดกลูตามิก	- เชื้อไม่ทำงาน	- ใช้เชื้อจากแหล่งอื่น
	- มีสารพิษหรือค่าพีเอชไม่เป็นกลาง	- เช็ควิธีการล้างขวดและวัดค่าพีเอชในขวดที่ DO ไม่ลด
5. ค่า DO เริ่มต้นของน้ำเจือจางหรือน้ำตัวอย่างต่ำกว่ามาตรฐาน (7 มก./ล.)	- น้ำตัวอย่างมีภาระบีโอดีสูงมาก	- ใช้อัตราส่วนน้ำเจือจางสูงขึ้น, ลดน้ำตัวอย่างลง
	- มีโซเดียมซัลไฟท์ที่เติมเพื่อกำจัดคลอรีนตกค้างเหลืออยู่มาก	- เช็คปริมาณคลอรีนตกค้าง ไม่เติมโซเดียมซัลไฟท์มากเกินพอ
6. ค่า DO เริ่มต้นของน้ำเจือจางสูงกว่า 9.0 มก./ล. ที่ 25 องศาเซลเซียส	- DO สูงกว่าค่าอิ่มตัว	- ตั้งทิ้งไว้ให้อุณหภูมิของน้ำสูงขึ้นหรือตั้งทิ้งไว้ 2 ชั่วโมงก่อนใช้

ตารางข้อมูลการวิเคราะห์บีโอดี (โดยทำเจือจางในขวดบีโอดี)

วันที่ :_____เวลา : _____ชื่อผู้วิเคราะห์ :_____

จุดเก็บตัวอย่าง : _____

ลักษณะของตัวอย่าง : _____

หมายเหตุ ในขวดบีโอดี DO_5ควรจะเหลือมากกว่า 1 มก./ล. และ DO ควรจะถูกใช้ไปมากกว่า 2 มก./ล. ควรทำเจือจางอย่างน้อย 2 ความเข้มข้น และทำแบลงค์น้ำเจือจาง 2 ชุดในแต่ละชุดการทดลอง ถ้าน้ำเจือจางมีการใช้ออกซิเจนมากกว่า 0.5 มก./ล. ให้ทิ้งผลการทดลองชุดนั้น ถ้ามีบีโอดีของน้ำเสียมีค่ามากกว่า 50 มก./ล. ไม่จำเป็นต้องคำนวณ F หรืออัตราส่วนของหัวเชื้อ

ข้อมูลการทำแบลงค์น้ำเจือจาง

วันที่เริ่ม	เวลาเข้า	วันที่ 5	เวลาออก	แบลงค์ เลขที่	DO_1	DO_5	ออกซิเจนใช้ไป $DO_1 - DO_5$
ค่าเฉลี่ย							

การวิเคราะห์บีโอดี

					(4) – (5)		[(6)-(7)]·100/(3)
(1)	(2)	(3)	(4)	(5)	(6)	(7)	(8)
ตัวอย่างที่	เลขที่ ขวด	% เจือจาง	DO1 (มก./ล.)	DO5 (มก./ล.)	ออกซิเจน ที่ใช้ไป	อัตราส่วน ของหัวเชื้อ	บีโอดี (มก./ล.)