

### บทที่ 3

#### วิธีดำเนินการทดลอง

#### 3.1 สถานที่เก็บ, สภาพแวดล้อม, และวิธีการเก็บตัวอย่าง

แบ่งเป็นจุดเก็บตัวอย่างน้ำ 3 จุด ระยะห่างโดยเฉลี่ยในแต่ละจุดประมาณ 1.5 กิโลเมตร ดังนี้

##### จุดเก็บที่ 1

สถานที่เก็บ : บริเวณคลองหนองเหล็กช่วงก่อนถึงมหาวิทยาลัยนเรศวร ถัดเข้าไปตามทางเลียบบ  
คลองประมาณ 500 เมตร ดังรูป



รูปที่ 3.1 ภูมิประเทศจุดเก็บที่ 1

สิ่งแวดล้อม : ลักษณะคลองทั้งสองฝั่งเป็นตลิ่งค่อนข้างชัน ฝั่งด้านตะวันตกมีความชันประมาณ  $70^\circ$  ริมฝั่งจะมีวัชพืชปกคลุมหนาแน่น และคอนบนตลิ่งจะมีต้นไม้ใหญ่ขึ้นโดยรอบ ห่างจากตลิ่งประมาณ 10 เมตร จะเป็นทุ่งนาและบ้านเรือนของประชาชนประมาณ 5-6 หลังคาเรือน บริเวณจุดเก็บจะมีลักษณะคล้ายกับเป็นจุดที่ชาวบ้านใช้สำหรับสูบน้ำเข้านา จึงมีท่าจอดเรือ และบันไดดินเป็นขั้นๆ พอใช้ขึ้นลงได้สะดวก ภายในรัศมี

100 เมตรจากจุดเก็บน้ำตัวอย่างจะมีร้านอาหารอยู่ข้างลำคลอง สำหรับฝั่งทางด้านทิศ ตะวันออกจะมีความชันน้อยกว่าฝั่งตะวันตก และมีวัชพืชขึ้นน้อยกว่า ทั้งนี้เป็น เพราะบริเวณดังกล่าวถูกใช้เป็นที่เลี้ยงเป็ด และพื้นที่ด้านข้างจะเป็น ทุ่งนา



รูปที่ 3.2 ริมฝั่งมีวัชพืชปกคลุมหนาแน่นและตอไม้บนตลิ่งมีต้นไม้ใหญ่ขึ้น



รูปที่ 3.3 ลักษณะคลองทั้งสองฝั่งเป็นตลิ่งค่อนข้างชัน



รูปที่ 3.4 ห่างจากตลิ่งประมาณ 10 เมตร จะเป็นทุ่งนา



รูปที่ 3.5 บ้านเรือนของประชาชนและพื้นที่ที่ใช้สำหรับเลี้ยงเป็ด



รูปที่ 3.6 แสดงพื้นที่บริเวณร้านอาหารที่มีการระบายน้ำเสียลงสู่คลอง

วิธีการเก็บน้ำ: จะเก็บน้ำตรงบริเวณริมขอบฝั่ง โดยใช้ขวดพลาสติกที่เตรียมไว้สำหรับบรรจุน้ำ  
ตัวอย่างเก็บ โดยตรง

#### จุดเก็บที่ 2

สถานที่เก็บ : ลำคลองหนองเหล็กบริเวณด้านข้างมหาวิทยาลัยนเรศวร บริเวณประตูทางออกด้าน  
ทิศตะวันตก โดยมีระยะห่างจากจุดเก็บที่ 1 ประมาณ 1-1.5 กิโลเมตร



รูปที่ 3.7 ภูมิประเทศจุดเก็บที่ 2

๗  
๑D  
A12  
พ.๓๑๒๗  
๒๕๔๔

- 2 ก.ค. 2545

4540128



สำนักหอสมุด



รูปที่ 3.8 แสดงลักษณะทางกายภาพทั่วไปของจุดเก็บน้ำที่ 2

สิ่งแวดล้อม : ทั้งสองฝั่งลำน้ำเป็นตลิ่งที่มีความลาดชันน้อย และมีลักษณะของตลิ่งสองชั้นทางทิศตะวันตกของคลอง ในตัวคลองจะมีวัชพืชขึ้นเล็กน้อย และเป็นที่เพาะปลูกพืชไร่เช่น ผักบุ้ง, ผักกะเฉด เป็นต้น ถ้าคลองถูกกั้นไว้โดยเครื่องมือดักปลาของชาวบ้านบริเวณใกล้เคียงส่งผลให้อัตราการไหลของน้ำในคลองมีน้อย บริเวณฝั่งตะวันออกของคลองจะเป็นพื้นที่ของมหาวิทยาลัยนเรศวร ด้านทิศตะวันตกจะเป็นชุมชนขนาดกลาง โดยมีทั้งบ้านเรือนและหอพักเอกชนประมาณ 100 หลังคาเรือน

วิธีการเก็บน้ำ: จะเก็บน้ำโดยใช้ถังน้ำดักน้ำบริเวณกลางคลอง (จุดเก็บที่ 2 นั้นมีสะพานข้ามลำคลอง) แล้วทำการถ่ายน้ำจากถังสู่ภาชนะพลาสติกที่ใช้สำหรับเก็บน้ำตัวอย่าง

### จุดเก็บที่ 3

สถานที่เก็บ : ลำคลองหนองเหล็กช่วงหลัง มหาวิทยาลัยนเรศวร ห่างจากจุดเก็บที่ 2 ประมาณ 2 กิโลเมตร



รูปที่ 3.9 ภูมิประเทศจุดเก็บที่ 3

สิ่งแวดล้อม : ทั้งสองฝั่งลำน้ำเป็นตลิ่งชัน บริเวณกลางลำน้ำจะมีพืชน้ำ ขึ้นอยู่หนาแน่นเป็นช่วงๆ ไม่ตลอดลำน้ำ บริเวณข้างตลิ่งจะมีวัชพืชขึ้นปกคลุมมากพอสมควร บริเวณทั้งสองข้างของตลิ่งจะเป็นทุ่งนาของชาวบ้าน ในรัศมี 300 เมตร ไม่มีที่พักอาศัยของชาวบ้านอยู่ในบริเวณดังกล่าว จุดที่เก็บตัวอย่าง จะเป็นบริเวณที่ใช้สำหรับสูบน้ำเข้านา



รูปที่ 3.10 มีการเลี้ยงสัตว์ข้างลำคลองทำให้มีปริมาณของเสียไหลลงสู่คลองมากกว่าบริเวณอื่น



รูปที่ 3.11 บริเวณกลางลำน้ำมีพืชน้ำขึ้นอยู่หนาแน่นเป็นช่วงๆ



รูปที่ 3.12 บริเวณทั้งสองข้างของคลองจะเป็นทุ่งนาของชาวบ้าน



รูปที่ 3.13 บริเวณดักปลาของชาวบ้าน ทำให้การไหลของน้ำไม่สะดวก

วิธีการเก็บ : จะเก็บน้ำบริเวณกลางลำน้ำโดยใช้เรือของชาวบ้านที่มาจอดไว้ หรือในบางครั้งต้องเก็บที่ริมตลิ่งเพราะไม่มีเรือ



### 3.2 อุปกรณ์ที่ต้องใช้ในการเก็บน้ำตัวอย่าง

- 3.2.1 ถังคักน้ำในคลอง พร้อมเชือก
- 3.2.2 ขวดพลาสติกสำหรับบรรจุตัวอย่างน้ำ ขนาด 2 ลิตร จำนวน 3 ขวด
- 3.2.3 ปิเปต 2 อัน
- 3.2.4 ขวดปิไอคี่ 3 ขวด
- 3.2.5 สาร AIA,  $MnSO_4$  อย่างละ 1 ขวด
- 3.2.6 ตะกร้าใส่อุปกรณ์
- 3.2.7 น้ำกลั่น
- 3.2.8 กระดาษชำระ
- 3.2.9 เทอร์โมมิเตอร์
- 3.2.10 โซริงบอลล์



รูปที่ 3.14 อุปกรณ์ที่ต้องใช้ในการเก็บน้ำตัวอย่าง

### 3.3 พารามิเตอร์ที่ทำการวิเคราะห์

เก็บน้ำในคลองหนองเหล็กสัปดาห์ละครั้ง นำน้ำที่ได้มาวิเคราะห์คุณภาพตามวิธีการวิเคราะห์มาตรฐานใน Standard Method For Examination of Water and Wastewater Ffp APHA AWWA และ WPCF ดังนี้

ตารางที่ 3.1 พารามิเตอร์ที่ทำการวิเคราะห์

พารามิเตอร์	วิธีการวิเคราะห์
1. อุณหภูมิ	1. เทอร์โมมิเตอร์
2. พีเอช	2. เครื่องวัดพีเอช
3. สภาพความนำไฟฟ้า	3. เครื่องวัดความนำไฟฟ้า
4. ความขุ่น	4. Nephelometric Method เครื่องวัดความขุ่น ยี่ห้อ Jenway รุ่น 6035
5. ของแข็งแขวนลอย	5. เครื่องกรองและกระดาศกรอง GF/C
6. ออกซิเจนละลายน้ำ	6. Azide Modification
7. บีโอดี	7. 5-Day BOD test
8. ซีโอดี	8. Open Reflux test
9. ไนโตรท	9. VIS-spectrophotometer
10. ไนเตรท	10. VIS-spectrophotometer
11. TKN	11. Kjeldahl
12. แอมโมเนียไนโตรเจน	ไตเตรชัน

### 3.4 วิธีการทดลองวิเคราะห์คุณภาพน้ำ (2)

#### 3.4.1 อุณหภูมิ

อุณหภูมิ หมายถึงระดับความร้อน อุณหภูมิของน้ำมีผลต่อสิ่งมีชีวิตในน้ำทั้งทางตรงและทางอ้อม โดยที่สิ่งมีชีวิตในน้ำอาจถึงตายได้ในกรณีที่อุณหภูมิของน้ำสูงเกินไปและยังมีผลทำให้การละลายของออกซิเจนในน้ำลดลง ทำให้เกิดการเร่งปฏิกิริยาการใช้ออกซิเจนของจุลินทรีย์ส่งผลทำให้น้ำมีคุณภาพที่ลดลงได้

#### ก. เครื่องมือ

เทอร์โมมิเตอร์ (Mercury filled thermometer) ชนิดอ่านค่าออกมาเป็นองศาเซลเซียส สเกลอ่านได้ละเอียด 0.1 °C

#### ข. วิธีการทดลอง

นำเทอร์โมมิเตอร์จุ่มลงในน้ำที่ต้องการจะวัดอุณหภูมิ ทิ้งไว้ให้อุณหภูมิคงที่แล้วทำการอ่านค่าอุณหภูมิ โดยทำการอ่านค่าอุณหภูมิในแนวระดับที่ตรงกับระดับสายตา เพื่อให้ได้ค่าอุณหภูมิที่ถูกต้อง

#### 3.4.2 พีเอช

ค่าพีเอชเป็นสิ่งที่บ่งบอกให้ทราบถึงสภาพความเข้มข้นของสภาพความเป็นกรดหรือสภาพความเป็นด่างของสารละลายโดยวัดออกมาในรูปของแอกทิวิตีของไอออนไฮโดรเจนดังแสดงในสมการ 3.4.2.1

$$\text{pH} = -\log a_{\text{H}^+} \quad 3.4.2.1$$

เมื่อ  $a_{\text{H}^+}$  = แอกทิวิตีของไอออนไฮโดรเจน

สำหรับสารละลายที่เจือจางมากๆ ( Ionic strength < 0.1) ค่าแอกทิวิตีของไอออนไฮโดรเจนนี้จะมีค่าใกล้เคียงกับความเข้มข้นของไอออนไฮโดรเจนในหน่วยโมลาร์ หรือ โมลต่อลิตร ดังนั้นสมการ 3.4.2.1 อาจเขียนใหม่ได้ดังนี้

$$\text{pH} = -\log (\text{H}^+) \quad 3.4.2.2$$

เมื่อ  $(\text{H}^+)$  = ความเข้มข้นของไอออนไฮโดรเจน, โมลต่อลิตร

ในทางปฏิบัติสเกลของพีเอชจะเริ่มตั้งแต่ 0 ถึง 14 สารละลายที่มีค่าพีเอชเท่ากับ 7 จะมีค่าสภาพเป็นกลางกล่าวคือ ไม่เป็นทั้งกรดและด่าง สารละลายที่มีค่าพีเอชต่ำกว่า 7 จะมีสภาพเป็นกรดและความเข้มข้นสภาพความเป็นกรดจะเพิ่มขึ้นเมื่อค่าพีเอชลดลง ส่วนสารละลายที่มีค่าพีเอชสูงกว่า 7 นั้น จะมีสภาพเป็นด่างและความเข้มข้นสภาพความเป็นด่างจะเพิ่มขึ้นเมื่อค่าพีเอชเพิ่มขึ้น

การวัดพีเอชของสารละลายนั้นทำได้หลายแบบดังนี้คือ

- การเปรียบเทียบกับสารละลายมาตรฐานที่ทราบค่าพีเอชแน่นอนแล้ว ด้วยการเติมอินดิเคเตอร์ปริมาณเท่าๆ กัน
- การใช้กระดาษพีเอชซึ่งเป็นกระดาษที่ชุบอินดิเคเตอร์ที่มีสีเปลี่ยนแปลงไปตามค่าพีเอชไว้
- การใช้เครื่องวัดพีเอช

สำหรับวิธีการวัดพีเอชของสารละลายที่จะกล่าวถึงโดยละเอียดในที่นี้เป็นกรวัดพีเอชโดยการใช้เครื่องวัดพีเอช เครื่องวัดพีเอชทุกชนิดจะประกอบไปด้วยกลาอิเล็กโทรด คาโลเมลอิเล็กโทรด (อิเล็กโทรดทั้ง 2 ชนิดอาจแยกกันอยู่หรืออยู่รวมกันเป็นอิเล็กโทรดรวมก็ได้) และโวลต์มิเตอร์ดังแสดงในรูปที่ 2.1 เครื่องวัดพีเอชจะทำการวัดแอกทิวิตีของไอออนไฮโดรเจน โดยทำการวัดความต่างศักย์ที่เกิดขึ้นที่ขั้วอิเล็กโทรด เนื่องจากแอกทิวิตีของไอออนไฮโดรเจนภายในและภายนอกอิเล็กโทรดนั้นแตกต่างกัน แล้วแปลงค่าความต่างศักย์ที่วัดได้ให้ไปอยู่ในสเกลของพีเอช ดังนั้นการใช้เครื่องวัดพีเอชของสารละลายจึงสามารถอ่านค่าจากหน้าปัดของเครื่องวัด โดยตรงและการวัดพีเอชโดยวิธีนี้จะวัดได้ละเอียดมากน้อยแค่ไหนขึ้นอยู่กับแบบของเครื่องมือที่ใช้



รูปที่ 3.15 ส่วนประกอบของเครื่องวัดพีเอช

ก. เครื่องมือ

1. เครื่องวัดพีเอชพร้อมอิเล็กโทรด
2. บีกเกอร์ ทำด้วยแก้วหรือพลาสติกโพลีเอทิลีนหรือเทฟลอน
3. เครื่องกวนแม่เหล็กไฟฟ้าพร้อมแท่งกวนที่หุ้มด้วยเทฟลอน

ข. สารเคมี

1. สารละลายบัฟเฟอร์ที่ทราบค่าพีเอชแล้วอย่างน้อย 2 สารละลาย
2. น้ำกลั่น

### ค. วิธีการทดลอง

1. ล้างแท่งอิเล็กโทรดโดยน้ำกลั่นให้สะอาดแล้วใช้กระดาษทิชชูซับให้แห้ง
2. เติสารละลายบัฟเฟอร์หรือน้ำอย่างลงในบีกเกอร์ที่สะอาดในปริมาณที่มากพอทำให้ท่วมบริเวณที่เซนซิทีฟของอิเล็กโทรด และให้มีระยะห่างระหว่างแท่งกวนกับอิเล็กโทรดพอสมควร
3. ปรับเครื่องวัดตามคำแนะนำในคู่มือการใช้เครื่องวัดนั้นๆ ซึ่งในปกติจะโดยใช้สารละลายบัฟเฟอร์ที่ทราบค่าพีเอชแล้ว 2 สารละลาย และจะทำการปรับจนกระทั่งสามารถใช้เครื่องวัดอ่านค่าพีเอชของสารละลายบัฟเฟอร์ได้คลาดเคลื่อนไม่เกิน 0.05 ของค่าพีเอชของสารละลายบัฟเฟอร์นั้นๆ
4. ล้างแท่งอิเล็กโทรดด้วยน้ำกลั่นอีกครั้งหนึ่งแล้วใช้กระดาษทิชชูซับให้แห้ง
5. วัดค่าพีเอชของน้ำตัวอย่าง โดยที่น้ำตัวอย่างที่จะนำมาวัดพีเอชจะต้องมีอุณหภูมิเท่ากับหรือใกล้เคียงกับสารละลายบัฟเฟอร์ กล่าวคือต่างกันไม่เกิน  $\pm 2^{\circ}\text{C}$  ถ้าต่างกันมากเกินกว่านี้จะต้องทำการปรับค่าพีเอชที่อ่านได้ให้ถูกต้องตามวิธีการที่แนะนำในคู่มือการใช้เครื่องวัดนั้นๆ

### หมายเหตุ

- ในขณะที่ทำการวัดพีเอชของสารละลายทุกครั้ง ให้ทำการกวนสารละลายด้วยเครื่องกวนแม่เหล็กไฟฟ้า
- ต้องล้างแท่งอิเล็กโทรดให้สะอาดด้วยน้ำกลั่น แล้วใช้กระดาษทิชชูซับให้แห้งก่อนใช้ทุกครั้ง
- ถ้าเครื่องวัดมีโพรบสำหรับปรับอุณหภูมิอัตโนมัติ ให้จุ่มโพรบลงในสารละลายที่ทำการวัดพีเอชทุกครั้ง แต่ถ้าไม่มีก็ให้ปรับอุณหภูมิในเครื่องวัดให้มีค่าเท่ากับอุณหภูมิของสารละลายที่ทำการวัดพีเอชแทน

### 3.4.3 สภาพการนำไฟฟ้า

สภาพการนำไฟฟ้าเป็นตัวเลขที่บ่งบอกถึงความสามารถในการนำกระแสไฟฟ้าของน้ำตัวอย่างซึ่งมีค่ามากหรือน้อยนั้นขึ้นอยู่กับความเข้มข้นของสารมีประจุทั้งหมดที่ละลายอยู่ในน้ำและอุณหภูมิที่ทำการวัด จากการศึกษาพบว่า สภาพการนำไฟฟ้าจะมีค่าเพิ่มขึ้นตามอุณหภูมิในอัตราส่วน 2 % ต่อหนึ่งองศาเซลเซียส เพราะฉะนั้นจึงจำเป็นที่จะต้องทำการวัดอุณหภูมิของน้ำตัวอย่างให้ถูกต้องทุกครั้งที่ทำกรวัดสภาพการนำไฟฟ้า

### ก. เครื่องมือ

เครื่องวัดสภาพการนำไฟฟ้า

### ข. สารเคมี

1. สารละลายมาตรฐาน 84  $\mu\text{cm}$  ที่ 25 °ซ
2. สารละลายมาตรฐาน 14  $\mu\text{cm}$  ที่ 25 °ซ

### ค. วิธีการทดลอง

ให้ปฏิบัติตามคำแนะนำในคู่มือการใช้เครื่องวัดสภาพการนำไฟฟ้ายี่ห้อ Denver Instrument Model 250 โดยมีขั้นตอนดังนี้

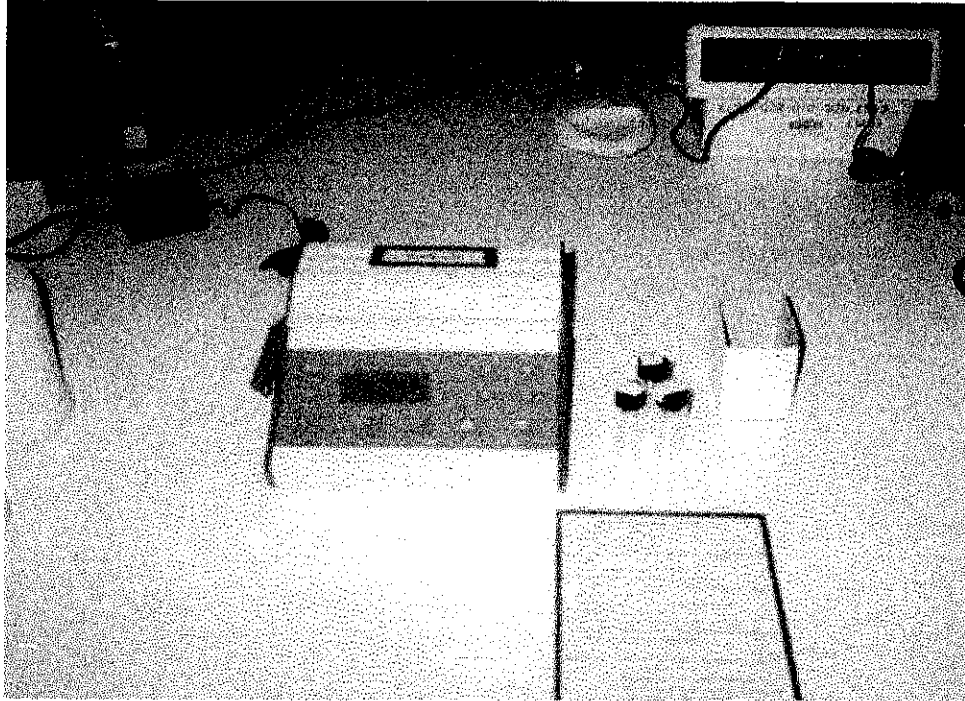
1. เสียบปลั๊กและเลือกใช้ Mode ที่ทำการวัดค่าสภาพการนำไฟฟ้า
2. ทำการ Calibrate เครื่องด้วยสารละลายมาตรฐาน 2 ค่า โดยเริ่มจากสารละลายมาตรฐาน เพื่อที่จะได้คำนวณค่าสภาพการนำไฟฟ้าที่แท้จริงของสารละลายมาตรฐาน โดยการเทียบจากค่าที่เขียนติดไว้ข้างขวด จากนั้นจึงป้อนค่าที่แท้จริงแล้วทำการ Calibrate ได้ ทั้งนี้การวัดค่าสภาพการนำไฟฟ้าจะต้องจุ่ม Probe ที่ทำการวัดในสารละลาย อัน โดยจะเป็น Probe ที่ทำการวัดค่าสภาพการนำไฟฟ้ากับการวัดอุณหภูมิ ถ้าง Probe ด้วยน้ำกลั่น หลังจากนั้นจึงทำการ Calibrate ครั้งที่สองด้วยสารละลายมาตรฐาน 1413  $\mu\text{cm}$  ที่ 25 °ซ
3. ทำการวัดน้ำตัวอย่าง โดยการจุ่ม Probe ทั้ง 2 ในน้ำตัวอย่าง

### 3.4.4 ความขุ่น

ความขุ่นของน้ำเกิดขึ้นจากการมีสารแขวนลอยต่างๆ อยู่ในน้ำ อย่างเช่น ดินละเอียด สารอินทรีย์ แพลงคตอน และสิ่งมีชีวิตเล็กๆ อื่นๆ สารแขวนลอยเหล่านี้จะขัดขวางทางเดินของแสง โดยการดูดซึม และการกระเจิงแสงแทนการปล่อยให้แสงเดินทางผ่านเป็นเส้นตรง

การวัดความขุ่นของน้ำนั้น โดยปกติทำได้ 2 วิธีคือ วิธี Visual ซึ่งมีหน่วยเป็น เจทียู (JTU : Jackson Turbidity Units ) และวิธีเนฟิโอมेटริก ซึ่งมีหน่วยเป็น เอ็นทียู ( NTU : Nephelometric Turbidity Units )

ในที่นี้ขอกล่าวถึงการวัดความขุ่นของน้ำโดยวิธีเนฟิโอมेटริก โดยการเปรียบเทียบความเข้มของแสงที่กระเจิงออกในแนวตั้งฉากกับแนวแสงเดิม โดยอนุภาคแขวนลอยในน้ำตัวอย่างกับในสารละลายความขุ่นมาตรฐานภายใต้สภาวะเดียวกัน



รูปที่ 3.16 เครื่องมือวัดค่าความขุ่น

ก. เครื่องมือ

เครื่องวัดความขุ่นแบบเนฟิโลเมตริก

ข. สารเคมี

สารละลายความขุ่นมาตรฐาน โดยมีวิธีเตรียมดังนี้

1. ไฮดร่าซีนซัลเฟต  $(\text{NH}_2)_2\text{H}_2\text{SO}_4$  1 g สารละลายในน้ำกลั่นทำให้มีปริมาตร 100 ml
2. เฮกซะเมททิลีนเตตระอามีน  $(\text{CH}_2)_6\text{N}_4$  10 g ละลายในน้ำกลั่นทำให้มีปริมาตร 100 ml
3. ผสมสารละลาย ในข้อ 1 และ 2 อย่างละ 10 ml เข้าด้วยกัน สารดังกล่าวจะมีความขุ่น 4000 NTU ตั้งทิ้งไว้ในที่อุณหภูมิ 20-22° ซ เป็นเวลา 2 วัน จะมีอายุการใช้งานประมาณ 6 เดือน
4. สารละลายความขุ่นมาตรฐาน เจือจางสารละลายผสมในข้อ 3 ให้มีความขุ่นเป็น 200, 100, 50, 10 และ 1 NTU ด้วยน้ำกลั่น

ค. วิธีการทดลอง

ให้ปฏิบัติตามคำแนะนำในคู่มือการใช้เครื่องวัดความขุ่นยี่ห้อ JENWAY ซึ่งวัดความขุ่นได้ไม่เกิน 199 NTU ให้ทำดังนี้

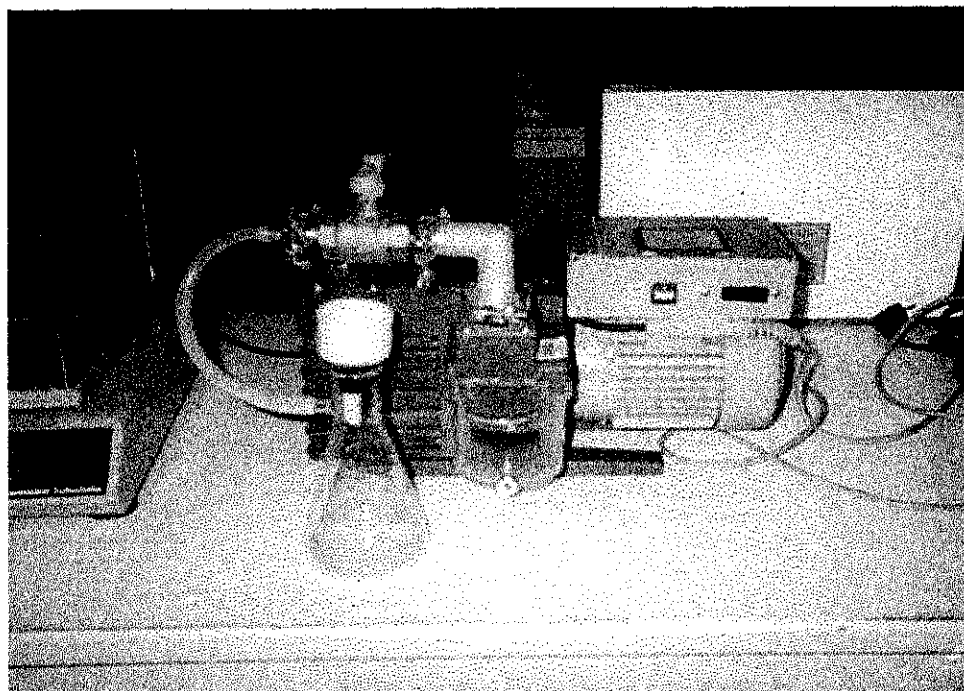
1. เปิดเครื่องเลือกช่วงที่ทำการวัดให้เหมาะสมกับความขุ่นของน้ำตัวอย่าง
2. สแตนด์การ์ดเครื่องวัด โดยใช้น้ำกลั่นและสารละลายความขุ่นมาตรฐานที่เหมาะสม

3. เขย่าน้ำตัวอย่างแล้วเทลงในหลอดแก้วสำหรับใส่น้ำตัวอย่างระวังมิให้มีสัมผัสกับหลอดทดลองโดยตรง จากนั้นปิดฝาหลอดแล้วใส่หลอดแก้วนั้นลงไปในห้องใส่หลอดแก้ว โดยให้ชนิดบนหลอดตรงกับชนิดบนตัวเครื่อง

4. กดปุ่ม Read เพื่ออ่านค่าความขุ่นของน้ำตัวอย่าง

#### 3.4.5 ของแข็งในน้ำ

ของแข็งที่มีอยู่ในน้ำทั้งหมด คือ สารที่เหลืออยู่ภายหลังจากการระเหยเอาน้ำออกด้วยไอน้ำ ที่อุณหภูมิ 103-105 ° ซ ซึ่งประกอบไปด้วยของแข็งแขวนลอย (Suspended Solids, SS) และของแข็งที่ละลายน้ำ (Dissolved Solid, DS) การแยกของแข็งทั้ง 2 ชนิดนี้ออกจากกันทำได้โดยใช้กระดาษกรอง ส่วนที่ติดอยู่บนกระดาษกรองคือของแข็งแขวนลอย และของแข็งที่ละลายน้ำคือส่วนที่ผ่านกระดาษกรอง



รูปที่ 3.17 ชุดกรองน้ำ



### 3.4.5.1 ของแข็งทั้งหมด

#### ก. เครื่องมือที่ใช้

1. ถ้วยกระเบื้องขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 90 mm
2. Water bath สามารถควบคุมอุณหภูมิ ได้ถึง  $100^{\circ}\text{C}$
3. ตู้อบ สำหรับใช้ที่อุณหภูมิ  $103^{\circ}\text{C}$
4. เตาช็อคเคเตอร์
5. เครื่องชั่งละเอียด



รูปที่ 3.18 เตาช็อคเคเตอร์

#### ข. วิธีทำ

1. ล้างถ้วยกระเบื้องให้สะอาด นำไปอบในตู้อบที่อุณหภูมิ  $103^{\circ}\text{C}$  เป็นเวลา 1 ชั่วโมง แล้วทำให้เย็นในเตาช็อคเคเตอร์
2. ชั่งน้ำหนักของถ้วยกระเบื้องที่ได้ แล้วเทน้ำตัวอย่างที่ทราบปริมาตรแน่นอนใส่ลงในถ้วยกระเบื้อง โดยที่ปริมาตรที่ใช้จะทำให้ได้สารที่เหลือค้างอยู่บนถ้วยกระเบื้องมีน้ำหนักอยู่ในช่วง 25-250 มิลลิกรัม
3. นำถ้วยกระเบื้องที่มีน้ำตัวอย่างในข้อ 2 ไปประเหยเอาน้ำออกบน Water bath จนแห้งแล้วนำไปอบในตู้อบที่  $103^{\circ}\text{C}$  เป็นเวลา 1 ชั่วโมง แล้วทำให้เย็นในเตาช็อคเคเตอร์

4. ชั่งน้ำหนักของถ้วยกระเบื้อง

5. นำค่าที่ได้ไปคำนวณหาปริมาณของแข็งทั้งหมดจากสูตร

$$\text{ของแข็งทั้งหมด (มก./ล)} = \frac{(A-B) \times 1000}{C}$$

เมื่อ A = น้ำหนักถ้วยกระเบื้องรวมน้ำหนักของสารที่เหลืออยู่หลังระเหย  
มิลลิกรัม

B = น้ำหนักถ้วยกระเบื้อง, มิลลิกรัม

C = ปริมาตรของน้ำตัวอย่าง, มิลลิลิตร

### 3.4.5.2 ของแข็งแขวนลอย

ของแข็งแขวนลอย คือสารแขวนลอยที่ไม่สามารถละลายน้ำได้ เช่น อนุภาคของดิน เกลลี่  
ของโลหะ สารอินทรีย์ที่มีโมเลกุลขนาดใหญ่ หาได้จากการนำน้ำมากรองด้วยกระดาษกรอง GF/C

ก. เครื่องมือ

1. กระดาษกรอง GF/C ขนาด 4 มิลลิเมตร
2. ชุดกรองน้ำ
3. เหมือนข้อ ก.

ข. วิธีการทดลอง

1. นำน้ำกลั่นหยดลงบนกระดาษกรองให้ชุ่ม จากนั้นนำไปอบในตู้ที่อุณหภูมิ 103 ° ซ เป็น  
เวลา 1 ชั่วโมง จากนั้นจึงนำไปทำให้เย็นในเดซิเคเตอร์

2. ชั่งน้ำหนักกระดาษกรองที่เย็นแล้ว (ทศนิยม 4 ตำแหน่ง)

3. นำกระดาษกรองไปวางบนที่กรอง แล้วนำน้ำตัวอย่างที่ทราบปริมาตรแน่นอนแล้วมา

กรอง

4. นำกระดาษกรองไปอบในตู้อบที่อุณหภูมิ 103 ° ซ เป็นเวลา 1 ชั่วโมง จากนั้นจึงนำไป  
ทำให้เย็นในเดซิเคเตอร์

5. ชั่งน้ำหนักกระดาษกรองที่เย็นแล้ว

6. นำค่าที่ได้ไปคำนวณจากสูตร

สูตรการคำนวณ

$$\text{ของแข็งแขวนลอย (มก./ล)} = \frac{(A-B) \times 1000}{C}$$

C

- เมื่อ A = น้ำหนักกระดาษหลังกรอง, มิลลิกรัม  
 B = น้ำหนักกระดาษก่อนกรอง, มิลลิกรัม  
 C = ปริมาตรของน้ำตัวอย่าง, มิลลิลิตร

### 3.4.5.3 ของแข็งละลายน้ำ

ของแข็งละลายน้ำ คือสารแขวนลอยที่สามารถละลายน้ำได้ หาได้จากการนำของแข็งทั้งหมดลบด้วยของแข็งแขวนลอย

$$\text{ของแข็งละลายน้ำ (มก/ล.)} = \text{ของแข็งทั้งหมด} - \text{ของแข็งแขวนลอย}$$

### 3.4.5.4 ของแข็งทั้งหมดที่ระเหยได้

#### ก. เครื่องมือ

1. ถ้วยกระเบื้องขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 90 มิลลิเมตร
2. Water bath สามารถควบคุมอุณหภูมิ ได้ถึง 100 °ซ
3. ตู้อบ สำหรับใช้ที่อุณหภูมิ 103 °ซ
4. เชชเคเตอร์
5. เครื่องชั่งละเอียด

#### ข. วิธีทำ

1. ตีถ้วยกระเบื้องให้สะอาด นำไปเผาที่อุณหภูมิ 550 °ซ เป็นเวลา 1 ชั่วโมง แล้วทำให้เย็นในเชชเคเตอร์
2. ชั่งน้ำหนักของถ้วยกระเบื้องที่ได้ แล้วเทน้ำตัวอย่างที่ทราบปริมาณแน่นอนใส่ลงในถ้วยกระเบื้อง โดยที่ปริมาตรที่ใช้จะทำให้ได้สารที่เหลือค้างอยู่บนถ้วยกระเบื้องมีน้ำหนักอยู่ในช่วง 25-250 มิลลิกรัม
3. นำถ้วยกระเบื้องที่มีน้ำตัวอย่างในข้อ 2 ไประเหยเอาน้ำออกบน Water bath จนแห้งแล้วนำไปอบในตู้อบที่ 103 °ซ เป็นเวลา 1 ชั่วโมง แล้วทำให้เย็นในเชชเคเตอร์ ชั่งน้ำหนัก
4. นำถ้วยกระเบื้องที่เผาที่ 550 °ซ เป็นเวลา 15 นาที แล้วทำให้เย็นในเชชเคเตอร์
5. ชั่งน้ำหนักของถ้วยกระเบื้อง
6. นำค่าที่ได้ไปคำนวณหาปริมาณของแข็งทั้งหมดจากสูตร

$$\text{ของแข็งทั้งหมดที่ระเหยได้ (มก./ล)} = \frac{(A-B) \times 1000}{C}$$

เมื่อ A = น้ำหนักด้วยกระเบื้องรวมน้ำหนักของสารที่เหลืออยู่หลังระเหยเอาน้ำออกก่อนนำไปเผา, มิลลิกรัม

B = น้ำหนักด้วยกระเบื้องรวมน้ำหนักของสารที่เหลืออยู่หลังระเหยเอาน้ำออกหลังนำไปเผา, มิลลิกรัม

C = ปริมาตรของน้ำตัวอย่าง, มิลลิลิตร

#### 3.4.5.5 ของแข็งแขวนลอยที่ระเหยได้

##### ก. วิธีการทดลอง

1. นำน้ำกลั่นหยดลงบนกระดาษกรองให้ชุ่ม จากนั้นนำไปอบในตู้ที่อุณหภูมิ  $103^{\circ}\text{C}$  เป็นเวลา 1 ชั่วโมง และนำไปเผาที่  $550^{\circ}\text{C}$  เป็นเวลา 15 นาที จากนั้นจึงนำไปทำให้เย็นในเคซิเคเตอร์

2. ชั่งน้ำหนักกระดาษกรองที่เย็นแล้ว (ทศนิยม 4 ตำแหน่ง)

3. นำกระดาษกรองไปวางบนที่กรอง แล้วนำน้ำตัวอย่างที่ทราบปริมาตรแน่นอนแล้วมากรอง

4. นำกระดาษกรองไปอบในตู้อบที่อุณหภูมิ  $103^{\circ}\text{C}$  เป็นเวลา 1 ชั่วโมง จากนั้นจึงนำไปทำให้เย็นในเคซิเคเตอร์

5. ชั่งน้ำหนักกระดาษกรองที่เย็นแล้ว

6. นำกระดาษกรองไปเผาที่  $550^{\circ}\text{C}$  เป็นเวลา 15 นาที ทำให้เย็นในเคซิเคเตอร์

7. ชั่งน้ำหนักกระดาษกรองที่เย็นแล้ว

นำค่าที่ได้ไปคำนวณจากสูตร

$$\text{ของแข็งแขวนลอย (มก./ล)} = \frac{(A-B) \times 1000}{C}$$

เมื่อ A = น้ำหนักกระดาษหลังกรองรวมน้ำหนักของสารที่เหลือภายหลังการอบที่  $103^{\circ}\text{C}$ , มิลลิกรัม

B = น้ำหนักกระดาษก่อนกรองรวมน้ำหนักของสารที่เหลือภายหลังการเผาที่  $550^{\circ}\text{C}$ , มิลลิกรัม

C = ปริมาตรของน้ำตัวอย่าง, มิลลิลิตร

### 3.4.5.6 ตะกอนหนัก

มีวิธีในการหาตะกอนหนักอยู่ 2 วิธี คือ การหาโดยปริมาตรและโดยน้ำหนัก ในที่นี้ขอกล่าวถึงเฉพาะการหาตะกอนหนักโดยปริมาตรดังนี้

#### ก. วิธีการทดลอง

1. เขี่ยน้ำตัวอย่างให้เข้ากันแล้วเทลงใน Imhoff cone จนถึงขีดบอกปริมาตร 1 ลิตร
2. ตั้งทิ้งไว้ 1 ชั่วโมง อ่านปริมาตรของแข็งที่นอนก้น ได้ตะกอนหนักในหน่วย มิลลิลิตร ต่อลิตร

### 3.4.6 ออกซิเจนละลายน้ำ

ก๊าซออกซิเจนเป็นสิ่งสำคัญต่อการดำรงชีวิตของสิ่งมีชีวิตเกือบทุกชนิด สิ่งมีชีวิตในน้ำสามารถดำรงชีวิตได้โดยอาศัยก๊าซออกซิเจนที่ละลายน้ำซึ่งได้มาจากการสังเคราะห์แสงของพืชและจากอากาศ ทั้งนี้การละลายน้ำของออกซิเจนนั้นขึ้นอยู่กับอุณหภูมิและความเข้มข้นของเกลือแร่ในน้ำที่ความดันหนึ่งๆ การหาปริมาณออกซิเจนละลายน้ำกระทำได้ 2 วิธี ได้แก่ วิธี ไอ โอ โดเมตริก และการใช้เมมเบรนออสโมมาตร หรือวิธีทางเคมีและทางเครื่องมือ

#### 3.4.6.1 วิธีทางเคมี

ได้แก่วิธี ไอ โอ โดเมตริกแบบ azide modification ซึ่งเป็นวิธีที่ใช้ในการหาปริมาณออกซิเจนละลายในน้ำที่มีไนไตรท์ปนอยู่

#### ก. เครื่องมือ

ขวดบีโอดี บิวเรต ปิเปต กระบอกตวง ขวดปริมาตร

#### ข. สารเคมี

1. สารละลายมังกานีสซัลเฟต ;  $\text{MnSO}_4$  ละลาย  $\text{MnSO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$  364 g ทำให้มีปริมาตร 1 ลิตรด้วยน้ำกลั่น
2. สารละลาย AIA ; ละลาย NaOH 500 g และ KI 150 g แล้วเติมน้ำกลั่นให้ได้ปริมาตร 1 ลิตร จากนั้นละลาย  $\text{NaN}_3$  ในน้ำกลั่น 40 ml แล้วเติมลงไป
3. กรดซัลฟูริกเข้มข้น  $\text{H}_2\text{SO}_4$
4. น้ำแป้ง; ละลาย soluble starch 2 g และกรด salicylic 0.2 g ในน้ำกลั่นร้อน 100 ml

5. สารละลายมาตรฐานโซเดียมไซโอซัลเฟต 0.0250 N ; ละลาย  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$  6.205 g ใน น้ำกลั่นที่ต้มเดือดแล้วเย็นใหม่ๆ เติม NaOH 0.4 g ทำให้มีปริมาตร 1 ลิตร นำไปสแตนดาร์ดไคซ์กับ สารละลายมาตรฐาน  $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$  0.0250 N

6. สารละลายมาตรฐานโปตัสเซียมไดโครเมต  $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$  0.0250 N ; อบ  $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$  ที่ อุณหภูมิ 103 C เป็นเวลา 2 ชั่วโมงและทำให้เย็น ชั่ง 1.226 g แล้วทำให้มีปริมาตรเป็น 1 ลิตร

#### วิธีสแตนดาร์ดไคซ์

- ละลาย KI 2 g ด้วยน้ำกลั่น 100 – 150 ml ลงในขวดรูปชมพู่ 500 ml
- เติมสารละลาย  $\text{H}_2\text{SO}_4$  (กรด 1 ml + น้ำกลั่น 9 ml) 10 ml
- ดูด  $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$  0.0250 N ลงไป 20 ml เก็บในที่มืด 5 นาที จากนั้นเจือจางให้มี ปริมาตร 400 ml
- ไตเตรทกับสารละลายมาตรฐาน  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$  จนได้สีเหลืองเจือจาง เติมน้ำแบ่ง 5 หยด จะได้สีน้ำเงิน ไตเตรทต่อจนสีหายไป นำไปคำนวณความเข้มข้นของ สารละลายมาตรฐาน  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$  จากสูตร

$$N_1V_1 = N_2V_2$$

#### ค. วิธีการทดลอง

1. เก็บน้ำในขวด บีโอดี 300 ml
2. เติม  $\text{MnSO}_4$
3. ปิดจุกเขย่ากลับไปกลับมา
4. ตั้งทิ้งไว้จนตกตะกอนประมาณครึ่งขวด
5. เติม  $\text{H}_2\text{SO}_4$  conc. 1 ml
6. ปิดจุกเขย่าไปมา จนตะกอนละลายหมด ทิ้งไว้ 5 นาที
7. ตวงน้ำ 200 ml ไปไตเตรทกับ  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$  0.0250 N
8. คำนวณค่า DO จากสูตร

$$\text{DO (mg/l)} = \frac{A \times N \times 8000}{(B_2(B_1 - R))}$$

$B_1$

เมื่อ A = ปริมาตร ของ  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$  ที่ใช้ในการไตเตรท, ml

N = ความเข้มข้นของ  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$

$B_1 = 300$  ml

$B_2 = 200$  ml

R = 2 ml

#### 3.4.6.2 ทางเครื่องมือ

ได้แก่การใช้เมมเบรนอิเล็กโทรดซึ่งวิธีการวัดขึ้นอยู่กับแต่ละเครื่อง โดยบริษัทผู้ผลิตจะบอกวิธีการใช้งานมาในคู่มือ

##### ก. เครื่องมือ

เครื่องวัดค่าออกซิเจนละลายน้ำ

##### ข. วิธีทำ

1. Calibrate เครื่องมือก่อนใช้งานจริงด้วยวิธีที่แนะนำในคู่มือ
2. จุ่มน้ำลงในน้ำตัวอย่าง
3. อ่านค่า
4. ล้างโพรบด้วยน้ำกลั่นให้สะอาดแล้วเช็ดให้แห้ง
5. หากเลิกใช้งานให้นำโพรบไปใส่ลงในปลอกที่บรรจุน้ำกลั่นหรือสารละลายอื่นแล้วแต่คำแนะนำในคู่มือ ระวังอย่าให้โพรบแห้ง

#### 3.4.7 บีโอดี

บีโอดี คือ ปริมาณของออกซิเจนที่จุลินทรีย์ต้องใช้ ในการย่อยสลายสารอินทรีย์ หากมีค่า บีโอดีสูงแสดงว่าในน้ำมีสารอินทรีย์จำนวนมากปนเปื้อนอยู่ วิธีการหาค่าบีโอดีได้แก่การหาค่าออกซิเจนละลายน้ำในวันที่เริ่มต้นและค่าออกซิเจนที่เหลืออยู่หลังจากทิ้งไว้ที่อุณหภูมิ  $20^{\circ}\text{C}$  เป็นเวลา 5 วัน ค่าที่ได้เรียกว่า  $\text{BOD}_5$  ซึ่งเป็นค่าที่นิยมใช้ โดยจะมีค่าเป็น 70–80 % ของค่าบีโอดีทั้งหมด

##### ก. เครื่องมือ

เหมือนทำ DO เพิ่มคู่อบ  $20 \pm 1^{\circ}\text{C}$

##### ข. สารเคมี

เหมือนทำ DO เพิ่ม

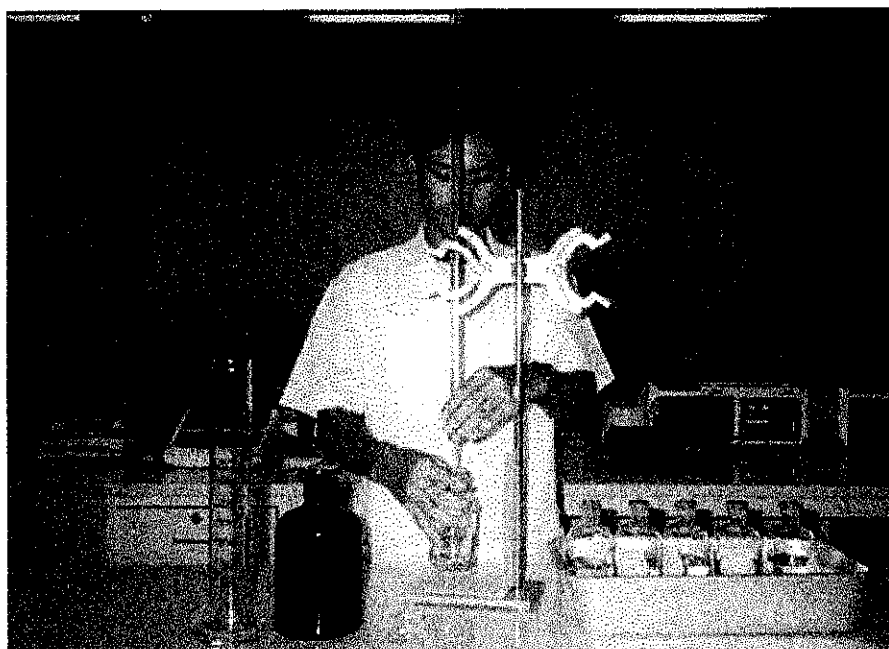
1. สารละลายฟอสเฟตบัฟเฟอร์ ; ละลาย  $\text{KH}_2\text{PO}_4$  21.75 g  $\text{Na}_2\text{HPO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$  33.4 g และ  $\text{NH}_4\text{Cl}$  1.7 g ในน้ำกลั่น 500 ml แล้วทำให้มีปริมาตร 1 ลิตร
2. สารละลายแมกนีเซียมซัลเฟต ; ละลาย  $\text{MgSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$  22.5 g ทำให้มีปริมาตร 1 ลิตร
3. สารละลายแคลเซียมคลอไรด์ ; ละลาย  $\text{CaCl}_2$  27.5 g ทำให้มีปริมาตร 1 ลิตร
4. สารละลายเฟอร์ริกคลอไรด์ ; ละลาย  $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$  0.25 g ในน้ำกลั่นแล้วทำให้มีปริมาตร 1 ลิตร

การเตรียมน้ำกลั่น: เพื่อใช้ในการเจือจางความเข้มข้นของน้ำเสียที่มีค่า BOD มากกว่า 7 mg/l เดิม อากาศในน้ำ 20-30 นาทีจากนั้นเติม สารละลายทั้ง 4 ชนิด จากข้อ 1-4 อย่างละ 1 ml ต่อน้ำกลั่น 1 ลิตร นำไปผสมกับน้ำเสียในอัตราที่คิดไว้แล้ว

#### ค. วิธีการทดลอง

1. ไซฟอนน้ำที่ต้องการหาค่า บีโอดีลงในขวด 2 ใบ แบ่งเป็นหา  $\text{DO}_0$  กับ  $\text{DO}_5$
2. ปิดจุกให้แน่น นำกระดาษอลูมิเนียมฟลอยด์ห่อฝาขวด  $\text{DO}_5$  ให้แน่น จากนั้นนำไปเก็บไว้ในตู้บอดูณหภูมิ  $20^\circ\text{C}$
3. นำขวด  $\text{DO}_0$  มาหาค่า DO ตามหัวข้อที่แล้ว
4. ครบ 5 วัน นำขวด  $\text{DO}_5$  มาหาค่า DO แล้วนำไปคำนวณดังสูตร

$$\text{BOD (mg/l)} = \frac{(\text{DO}_5 - \text{DO}_0) \times 100}{P}$$



รูปที่ 3.19 แสดงการไตเตรทหาค่า บีโอดี



เมื่อ  $P =$  ค่าเปอร์เซ็นต์การเจือจาง

### 3.4.8 ซีโอดี

ซีโอดี ( chemical oxygen demand ; COD ) เป็นปริมาณของออกซิเจนที่ต้องการใช้ในการย่อยสลายสารอินทรีย์ให้เป็นคาร์บอนไดออกไซด์และน้ำ โดยสารเคมีที่เป็นตัวออกซิไดซ์ที่แรง ( strong oxidizing agents ) ค่าซีโอดีนี้บอกถึงปริมาณของสารอินทรีย์ที่มีอยู่ทั้งหมดในน้ำ ดังนั้นค่าซีโอดีของน้ำจึงแสดงให้เห็นถึงความรุนแรงของการปนเปื้อนหรือการเน่าเสียเช่นเดียวกับค่าบีโอดี แต่ค่าซีโอดีไม่ได้บ่งบอกถึงปริมาณของสารอินทรีย์ที่สามารถถูกย่อยสลายได้โดยจุลินทรีย์ซึ่งเป็นปริมาณสารอินทรีย์ที่ถูกย่อยสลายจริงในธรรมชาติ อย่างไรก็ตามค่าซีโอดีก็ยังนิยมใช้ และมักใช้แทนค่าบีโอดีบ่อยครั้งทั้งนี้เนื่องจากการหาค่าซีโอดีทำได้ง่าย สะดวกและรวดเร็วกว่าการหาค่าบีโอดีมาก

วิธีการหาค่าซีโอดีจะกล่าวถึงในที่นี้เป็นวิธีมาตรฐาน ซึ่งทำโดยการย่อยสลายสารอินทรีย์ด้วยสารละลายมาตรฐานไปตัสเซียมไดโครเมตที่มากเกินพอในสภาวะกรดและมีไอออนเงินเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาแล้วจึงทำให้การไตเตรดหาปริมาณของสารละลายมาตรฐานไปตัสเซียมไดโครเมตที่มากเกินพอ โดยใช้สารละลายแอมโมเนียมเฟอร์รัสซัลเฟต และในกรณีที่มิน้ำตัวอย่างมีคลอไรด์ปนอยู่จะต้องทำการกำจัดคลอไรด์ออกจากน้ำตัวอย่างก่อน โดยการใช้ปรอทซัลเฟต ทั้งนี้เนื่องจากเป็นสารรบกวนถ้าไม่กำจัดออกจะทำให้ผลวิเคราะห์ผิดพลาดไป

วิธีการหาค่าซีโอดีมีหลายวิธี วิธีที่ให้ความแม่นยำมากที่สุดได้แก่วิธี Open Reflux แต่จะเปลืองสารเคมีและก่อให้เกิดของเสียอันตรายที่เป็นสารเคมีปริมาณมาก วิธีที่ให้ความแม่นยำต่ำกว่าได้แก่วิธี Close Reflux ซึ่งประหยัดสารเคมีและก่อให้เกิดของเสียอันตรายในปริมาณที่น้อยกว่า อย่างไรก็ตามการวิเคราะห์หาค่าซีโอดีที่แน่นอนควรใช้วิธี Open Reflux

#### 3.4.8.1 การหาค่าซีโอดีโดยวิธี Open Reflux

ก. เครื่องมือ

1. อุปกรณ์ที่ใช้ในการรีฟลักซ์ ได้แก่ ขวดรีฟลักซ์กันแบบ คอขวดเป็น ground-glass 24/40 และคอนเดนเซอร์ 24/40 ground-glass joint

2. เตาไฟฟ้า สามารถใช้พลังงานความร้อนอย่างน้อย 1.4 วัตต์ ต่อตารางเซนติเมตร

ข. เครื่องแก้ว

ได้แก่ บิวเรต ปิเปต กระจบอกตวง บีกเกอร์ และ ลูกแก้ว

ค. สารเคมี

1. สารละลายมาตรฐานโปตัสเซียมไดโครเมต 0.25 นอร์มัล ;  $K_2Cr_2O_7$  ละลาย  $K_2Cr_2O_7$  ซึ่งอบให้แห้งที่  $150^\circ C$  2 ชั่วโมง ถ้าทำให้เย็นในเคซิเคเตอร์แล้ว 12.259 กรัมในน้ำกลั่น แล้วทำให้มีปริมาตรทั้งหมดเป็น 1 ลิตร

2. สารละลายกรดซัลฟูริก เดิมเงินซัลเฟต ;  $Ag_2SO_4$  ลงไปในสารละลายกรดซัลฟูริกเข้มข้นในอัตราส่วน 5.5 กรัมต่อหนึ่งกิโลกรัมของสารละลายกรดซัลฟูริก ตั้งทิ้งไว้ 1-2 วันเพื่อให้เงินซัลเฟตละลาย

3. สารละลายเฟอร์โรอิน ละลาย 1, 10 พีแนนโทลินโมโนไฮเดรต 1.485 กรัมและเฟอร์รัสซัลเฟต ;  $FeSO_4 \cdot 7H_2O$  695 มิลลิกรัมในน้ำกลั่น แล้วทำให้มีปริมาตรทั้งหมดเป็น 100 มิลลิลิตร

4. สารละลายมาตรฐานแอมโมเนียเฟอร์รัสซัลเฟต 0.10 นอร์มัล  $Fe(NH_4)_2(SO_4)_2 \cdot 6H_2O$  ละลาย  $Fe(NH_4)_2(SO_4)_2 \cdot 6H_2O$  39 กรัมในน้ำกลั่น เติมสารละลายกรดซัลฟูริกเข้มข้น 20 มิลลิลิตรทำให้เย็นแล้วทำให้มีปริมาตรทั้งหมดเป็น 1 ลิตร นำสารละลายที่ได้ไปสแตนคาร์ดโคชกับสารละลายมาตรฐานโปตัสเซียมไดโครเมต 0.25 นอร์มัล โดยทำดังนี้

- ควบสารละลายมาตรฐานโปตัสเซียมไดโครเมต 0.25 นอร์มัล 10.00 มิลลิลิตร ใส่ลงในขวดชมพูขนาด 250 มิลลิลิตร แล้วทำให้มีปริมาตรทั้งหมดเป็น 100 มิลลิลิตร ด้วยน้ำกลั่น

- เติมสารละลายกรดซัลฟูริกเข้มข้นลงไป 30 มิลลิลิตร แล้วทำให้เย็น นำสารละลายที่ได้ไปไตเตรตกับสารละลายมาตรฐานแอมโมเนียเฟอร์รัสซัลเฟต โดยใช้สารละลายเฟอร์โรอิน 2-3 แล้วคำนวณหาความเข้มข้นของสารละลายมาตรฐานแอมโมเนียเฟอร์รัสซัลเฟต โดยใช้สูตร

$$N_1V_1 = N_2V_2$$

5. ปรอตซัลเฟต ;  $HgSO_4$

6. กรดซัลฟามิก ใช้เมื่อต้องการกำจัดไนไตรท์ออกจากน้ำตัวอย่าง

ง.วิธีทำการทดลอง

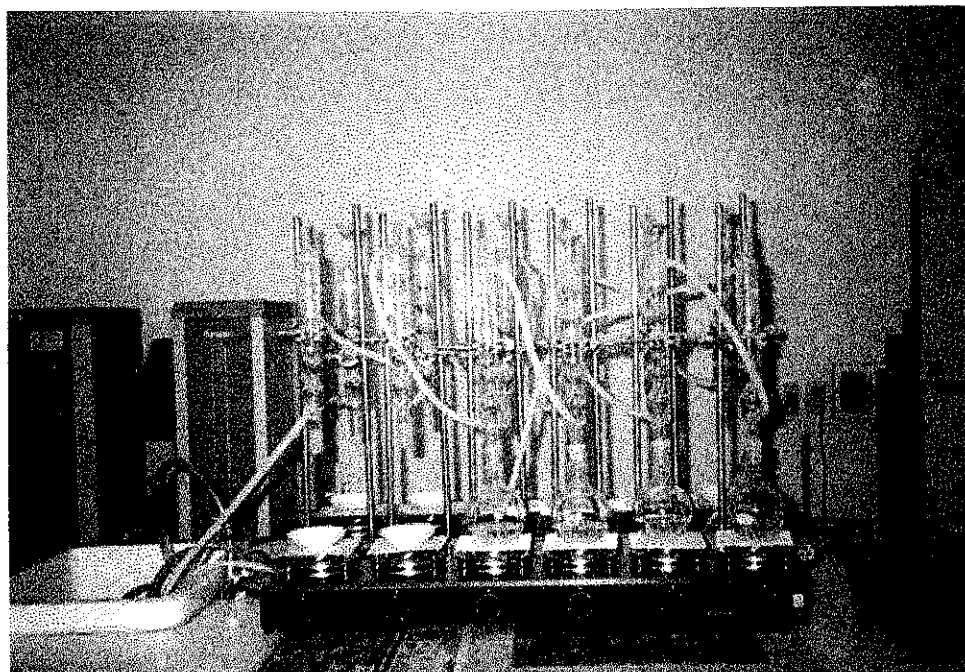
1. การหาซีโอดีของน้ำตัวอย่างที่มีค่าซีโอดีมากกว่า 50 มิลลิกรัมต่อลิตร

1.1 ควบน้ำตัวอย่าง 20.00 มิลลิลิตรหรือน้อยกว่า แล้วทำให้มีปริมาตรทั้งหมดเป็น 20 มิลลิลิตร ด้วยน้ำกลั่น ใส่ลงในขวดรีฟลักซ์

1.2 เติมปรอตซัลเฟตลงไป 0.4 กรัมแล้วใส่ลูกแก้วลงไปพอประมาณ

1.3 ค่อยเติมสารละลายกรดซัลฟูริกลงไป 5 มิลลิลิตร อย่างช้าๆพร้อมกับเขย่าขวดเพื่อ

1.4 ทำให้เย็นแล้วเติมสารละลายมาตรฐานโปตัสเซียมไดโครเมตลงไป 10 มิลลิลิตร แล้วเขย่าให้เข้ากัน



รูปที่ 3.20 การทดลองหาค่าซีไอดี ด้วยวิธี Open Reflux

1.5 ต่อขวครีฟลักซ์เข้ากับคอนเดนเซอร์ แล้วเปิดน้ำหล่อเย็นเข้าคอนเดนเซอร์ดังรูปที่ 3.20

1.6 ค่อยๆเติมสารละลายกรดซัลฟูริกลงไปอีก 25 มิลลิลิตรทางปลายเปิดด้านบนของคอนเดนเซอร์ พร้อมทั้งเขย่าขวดเพื่อผสมให้แล้วกัน แล้วเปิดเตาทำการรีฟลักซ์ 2 ชั่วโมง

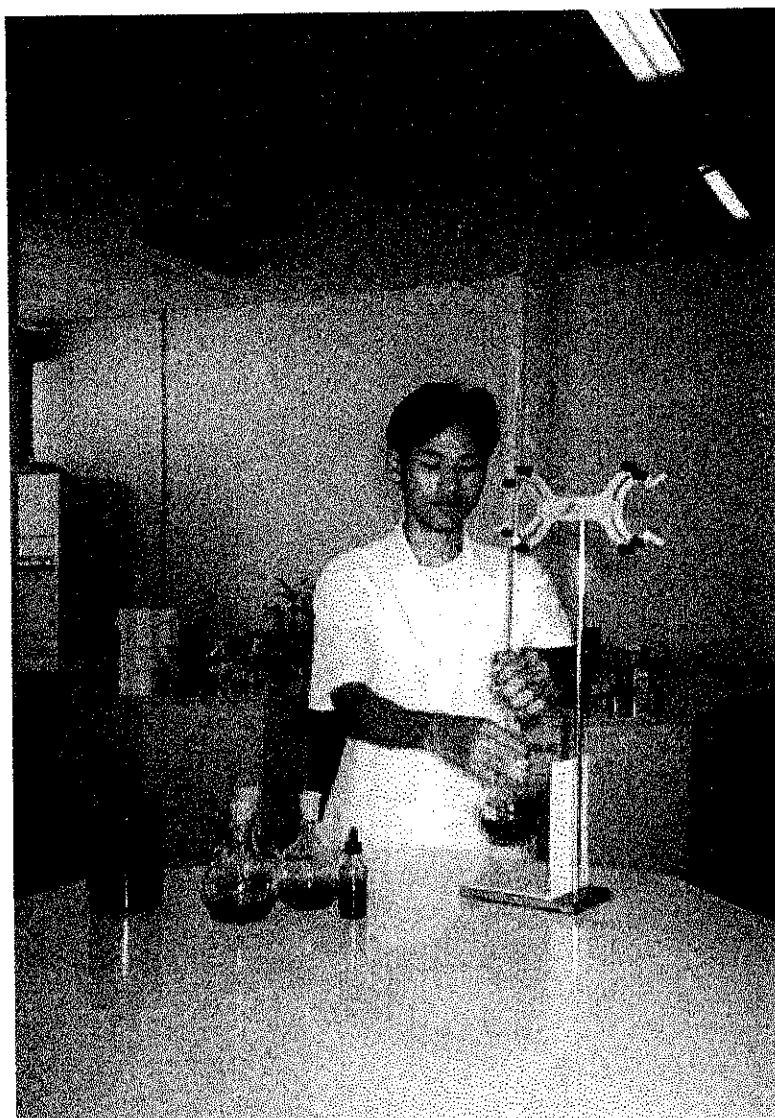
1.7 ปลดขั้วทิ้งไว้ให้เย็น แล้วล้างเอาสารที่ติดอยู่ข้างๆ คอนเดนเซอร์ลงไปในขวครีฟลักซ์ โดยใช้น้ำกลั่นเทลงไปทางปลายเปิดด้านบนของคอนเดนเซอร์แล้วทำให้มีปริมาตรทั้งหมดเป็น 140 มิลลิลิตรด้วยน้ำกลั่น ตั้งทิ้งไว้ให้เย็น

1.8 นำสารละลายที่ได้ไปไตเตรตกับสารละลายมาตรฐานแอมโมเนียเฟอร์รัสซัลเฟต โดยใช้สารละลายเฟอร์โรอินเป็นอินดิเคเตอร์

1.9 ทำการหาค่าแบลงค์โดยการใช้น้ำกลั่นแทนน้ำตัวอย่าง แล้วคำนวณวิธีเดียวกันกับน้ำตัวอย่าง

1.10 คำนวณค่าซีไอดี จากสูตร

$$\text{ซีไอดี (มก./ล.)} = \frac{(B-A) \times N \times 8 \times 1000}{C}$$



รูปที่ 3.21 แสดงการไตเตรทเพื่อหาค่า ซีไอดี

- เมื่อ A = ปริมาตรของสารละลายมาตรฐานแอมโมเนียเฟอร์ซัลเฟตที่ใช้ในการไตเตรตน้ำ  
ตัวอย่าง, มิลลิลิตร
- B = ปริมาตรของสารละลายมาตรฐานแอมโมเนียเฟอร์ซัลเฟตที่ใช้ในการไตเตรต  
น้ำกลั่น, มิลลิลิตร
- N = ความเข้มข้นของสารละลายมาตรฐานแอมโมเนียเฟอร์ซัลเฟต, นอร์มัล
- C = ปริมาตรน้ำตัวอย่าง, มิลลิลิตร

2. การหาค่าซีไอของน้ำตัวอย่างที่มีค่าซีไอ น้อยกว่า 50 มิลลิกรัมต่อลิตร  
การหาค่าซีไอของน้ำตัวอย่างน้ำที่มีค่าซีไอต่ำนั้นทำได้ แบบ ดังนี้

- ดำเนินการหาค่าซีไอตามวิธีการในข้อ 1 แต่ใช้สารละลายมาตรฐานโปตัสเซียม ไดโครเมต 0.025 นอร์มัล สารละลายมาตรฐานแอมโมเนียเฟอร์รัสซัลเฟต 0.01 นอร์มัลแทน หรือ
- ทำให้น้ำตัวอย่างเข้มข้นขึ้นโดยใช้น้ำตัวอย่างปริมาณที่มากกว่า 20 มิลลิลิตรใส่ สารเคมีที่ใช้ในการรีฟลักซ์ทุกชนิดลงไป (เพิ่มปรอทซัลเฟตตามสัดส่วนของคลอไรด์ในน้ำตัวอย่าง) แล้วต้มจนกระทั่งเหลือปริมาตรเท่ากับ 20 มิลลิลิตร จึงต่อขวดรีฟลักซ์เข้ากับคอนเดนเซอร์แล้วทำการรีฟลักซ์อีก 2 ชั่วโมง จากนั้นก็ดำเนินการตามข้อ 1.7 ถึง 1.10 ต่อไป

### 3.4.9 ไนโตรท

ก. เครื่องมือ

1. อุปกรณ์ที่ใช้วัดสี เลือกใช้อุปกรณ์ใดอุปกรณ์หนึ่งดังนี้

1.1 VIS-spectrophotometer สำหรับใช้ที่ 543 นาโนเมตร และสามารถให้ความยาวแสงตั้งแต่ 1 เซนติเมตรขึ้นไป

1.2 filter photometer เป็น photometer ที่สามารถให้ความยาวแสงตั้งแต่ 1 เซนติเมตรขึ้นไป และคิลฟิลเตอร์สีเขียวซึ่งยอมให้แสงมีความยาวคลื่นใกล้เคียงกับ 540 นาโนเมตรผ่านได้มากที่สุด



รูปที่ 3.22 เครื่อง VIS-spectrophotometer

## 2. เครื่องแก้ว ได้แก่ ขวดรูปخمพู่ ขวดปริมาตร และปิเปต

### ข. สารเคมี

1.1 น้ำกลั่นที่ปราศจากไนเตรท เตรียมน้ำกลั่นที่ปราศจากไนเตรทด้วยวิธีการใดวิธีการหนึ่งดังนี้

- เติม โปตัสเซียมเปอร์แมงกาเนต;  $\text{KMnO}_4$  และแบเรียมไฮดรอกไซด์ หรือแคลเซียมไฮดรอกไซด์อย่างละหนึ่งเกล็ดเล็กลงในน้ำกลั่น 1 ลิตร แล้วทำการกลั่นน้ำกลั่นดังกล่าวอีกครั้งหนึ่งโดยใช้อุปกรณ์ที่ทำด้วยแก้วบอโรซิลิเกตทั้งหมด ทิ้งน้ำกลั่นที่ได้ 50 มิลลิลิตรแรก น้ำกลั่นที่กลั่นได้ที่จะนำมาใช้จะต้องปราศจากแมงกาเนต ซึ่งสามารถทดสอบได้ด้วยการใช้สารละลาย DPD (N, N-diethyl-p-phenylenediamine) กล่าวคือ ถ้าน้ำกลั่นมีเปอร์แมงกาเนตจะให้สีชมพูเมื่อเติมสารละลาย DPD ลงไป

- เติมกรดซัลฟูริกเข้มข้น 1 มิลลิลิตรและสารละลายแมงกานีสซัลเฟต ( $\text{MnSO}_4$  36.4 กรัม ในน้ำกลั่น 1 ลิตร ) 0.2 มิลลิลิตรลงในน้ำกลั่น 1 ลิตร แล้วทำให้มีสีชมพูโดยการเติมสารละลายโปตัสเซียมเปอร์แมงกาเนต ( $\text{KMnO}_4$  400 มิลลิกรัม ในน้ำกลั่น 1 ลิตร ) 1-3 มิลลิลิตร นำน้ำกลั่นดังกล่าวไปกลั่นใหม่อีกครั้งหนึ่ง โดยวิธีการเดียวกันกับวิธีแรก

1.2 สารละลายซัลฟานิลาไมด์ ละลายซัลฟานิลาไมด์ 5 กรัมในสารละลายผสมของกรดไฮโดรคลอริกเข้มข้น 50 มิลลิลิตรกับน้ำกลั่นที่ปราศจากไนเตรท 300 มิลลิลิตร แล้วเจือจางให้มีปริมาตรเป็น 100 มิลลิลิตรด้วยน้ำกลั่นดังกล่าว

1.3 สารละลายเนฟธิลเอทิลีนไดเอมีนไดไฮโดรคลอไรด์ ละลาย N-(1-naphthyl)-ethylenediamine dihydrochloride 500 มิลลิกรัมในน้ำกลั่นที่ปราศจากไนเตรท 500 มิลลิลิตร เก็บสารละลายนี้ไว้ในที่มืด และให้เตรียมใช้ใหม่ทุกเดือน หรือทันทีที่สารละลายมีสีน้ำตาล

1.4 สารละลายสต็อกไนเตรท ละลายโซเดียมไนเตรทแอนไฮดรัสที่แห้ง ;  $\text{NaNO}_2$  หรือโปตัสเซียมไนเตรท;  $\text{KNO}_2$  ( เก็บไว้ในเดซิเคเตอร์ 24 ชั่วโมง ) 0.49265 กรัม หรือ 0.6072 กรัม ตามลำดับ ในน้ำกลั่นที่ปราศจากไนเตรทและทำให้มีปริมาตรทั้งหมดเป็น 1 ลิตรด้วยน้ำกลั่นดังกล่าว ทำการเก็บรักษาสารละลายนี้ด้วยการเติมคลอโรฟอร์มลงไป 2 มิลลิลิตร ต่อสารละลาย 1 ลิตร ละลายสารที่เตรียมได้นี้ 1 มิลลิลิตร มีไนเตรท-ไนโตรเจนอยู่ 100 ไมโครกรัม และมีอายุการใช้งานประมาณ 3 เดือน

1.5 สารละลายมาตรฐานไนเตรท เจือจางสารละลายสต็อกไนเตรท 10 มิลลิลิตร ให้มีปริมาตรทั้งหมดเป็น 1 ลิตรด้วยน้ำกลั่นที่ปราศจากไนเตรท สารละลายที่ได้ 1 มิลลิลิตรมีไนเตรท-ไนโตรเจนอยู่ 1 ไมโครกรัม สารละลายนี้ต้องเตรียมใช้ใหม่ทุกครั้ง

1.6 สารละลายกรดไฮโดรคลอริก (1+3) เดิมกรดไฮโดรคลอริกเข้มข้น 25 มิลลิลิตร ลงในน้ำกลั่นที่ปราศจากไนเตรท 75 มิลลิลิตร

ค. วิธีการทดลอง

1.1 ถ้าน้ำตัวอย่างขุ่นหรือมีสารแขวนลอย ให้กรองน้ำตัวอย่างด้วย Membrane filter ที่มีรูขนาด 0.45 ไมครอน

1.2 บีบตัวอย่างที่ใส่ 10 มิลลิลิตรหรือน้อยกว่า แล้วทำให้มีปริมาตรทั้งหมดเป็น 10 มิลลิลิตร ด้วยน้ำกลั่นที่ปราศจากไนเตรท ใส่ลงในขวดชมพู

1.3 ในกรณีที่น้ำตัวอย่างมีพีเอชมากกว่า 10 หรือมีความเป็นด่างรวมเกิน 600 มก/ล แคลเซียมคาร์บอเนต ให้ปรับพีเอชของน้ำตัวอย่างให้มีค่าประมาณ 6 ด้วยสารละลายกรดซัลฟูริก แล้วเติมสารละลายซัลฟานิลาไมด์ลงไป 1 มิลลิลิตร

1.4 เติมสารละลายเนฟทีลเอทริลีนไดเอมีนไฮโดรคลอไรด์ลงไป 1 มิลลิลิตร แล้วเขย่าให้เข้ากันทันที ตั้งทิ้งไว้ 10 นาที แต่ไม่เกิน 2 ชั่วโมง

1.5 นำสารละลายที่ได้จากข้อ 1.4 ไปทำการวัด absorbance หรือ % transmission ที่ 543 นาโนเมตร

1.6 นำค่า absorbance หรือ % transmission ที่อ่านได้ไปหาความเข้มข้นของไนเตรท-ไนโตรเจน จาก calibration curve

1.7 ในกรณีที่ใช้น้ำตัวอย่างน้อยกว่า 10 มิลลิลิตร ให้คำนวณหาปริมาณของ ไนเตรท-ไนโตรเจน จากสูตร

$$\text{มก/ล ของ ไนเตรท-ไนโตรเจน} = \frac{\text{มก/ล ที่อ่านได้} \times 10}{\text{มก น้ำตัวอย่าง}}$$

1.8 การทำ calibration curve สำหรับปริมาณไนเตรท-ไนโตรเจน

- บีบสารละลายมาตรฐานไนเตรทปริมาณต่าง ๆ กัน ใส่ลงในขวดปริมาตรขนาด 50 มิลลิลิตร แล้วเติมน้ำกลั่นที่ปราศจากไนเตรทจนถึงขีดบอกปริมาตร
- นำสารละลายที่ได้จากข้อ ก. สารละลายละ 10 มิลลิลิตร ไปดำเนินการด้วยวิธีการเดียวกับน้ำตัวอย่างในข้อ 1.2-1.5

- ทำการวัดค่า absorbrance หรือ % transmission ของสารละลายมาตรฐานไนเตรทโดยเลือกใช้ความยาวแสงให้เหมาะสมดังนี้

ตารางที่ 3.2 ค่าความยาวของแสง ในการหาค่าไนเตรทไนโตรเจน

ความยาวแสง เซนติเมตร	ไนเตรท-ไนโตรเจน มิลลิกรัมต่อลิตร
1	0.02-0.20
5	0.02-0.06
10	< 0.02

- นำค่า absorbrance หรือ % transmission ที่วัดได้มาเขียนกราฟเทียบกับความเข้มข้นของไนเตรทในหน่วยมิลลิกรัมต่อลิตรของไนโตรเจน ก็จะได้ calibration curve

### 3.4.10 ไนเตรท

#### ก. เครื่องมือ

1. อุปกรณ์ที่ใช้ในการหาปริมาณไนเตรท-ไนโตรเจนโดยวิธีไฮดราซีน

- 1.1 เหมือนกับการหาไนเตรท
- 1.2 หลอดทดลองขนาด 20 มิลลิลิตร
- 1.3 ตู้อบ 30 °ซ

2. เครื่องแก้ว ได้แก่ ขวดรูปชมพู่ ขวดปริมาตร และปิเปต

#### ข. สารเคมี

2.1 สารละลายเหมือนที่ใช้ในการหาปริมาณไนเตรท-ไนโตรเจน

2.2 น้ำกลั่นที่ปราศจากไนเตรท ใช้น้ำกลั่นที่ผ่านการกลั่น 2 ครั้ง หรือน้ำกลั่นที่ผ่านกระบวนการดีไอออนในซ์ที่มีคุณภาพดีที่สุดแล้วในการเตรียมสารละลายที่จะกล่าวถึงต่อไป น้ำกลั่นที่ปราศจากไนเตรทดังกล่าวเมื่อนำไปหาปริมาณไนเตรทแล้ว ค่า absorbrance ที่วัดได้ต้องไม่เกิน 0.1

2.3 สารละลายสต็อกไนเตรท อบไปตัสเซียมไนเตรท;  $KNO_3$  ในตู้อบที่อุณหภูมิ 105 °ซ 24 ชั่วโมง แล้วทิ้งไว้ให้เย็นในเคซิเตอร์ ละลาย  $KNO_3$  ที่อบแห้งแล้ว 0.7218 กรัม ในน้ำกลั่นที่ปราศจากไนเตรทแล้วเจือจางให้มีปริมาตรเป็น 1 ลิตร เก็บรักษาสารละลายดังกล่าวด้วยการเติมการเคมคลอโรฟอร์ม 2 มิลลิลิตรต่อสารละลาย 1 ลิตร สารละลายที่ได้นี้ 1.00 มิลลิลิตร มีไนเตรท-ไนโตรเจน 100 ไมโครกรัม และมีอายุการใช้งานอย่างน้อย 6 เดือน



2.4 สารละลายมาตรฐานไนเตรท เจือจางสารละลายในข้อ ค. 5.00 มิลลิลิตร ให้มีปริมาตรทั้งหมดเป็น 500 มิลลิลิตร ด้วยน้ำกลั่นที่ปราศจาก ไนเตรท สารละลายที่ได้ 1.00 มิลลิลิตร มีไนเตรท-ไนโตรเจน 1.00 ไมโครกรัม

2.5 สารละลายฟีนอล ละลายฟีนอล 4.6 กรัม ด้วยน้ำกลั่นที่ปราศจากไนเตรท แล้วทำให้มีปริมาตรทั้งหมดเป็น 100 มิลลิลิตร

2.6 สารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ ละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ 1.45 กรัม ด้วยน้ำกลั่นที่ปราศจากไนเตรท แล้วทำให้มีปริมาตรทั้งหมดเป็น 100 มิลลิลิตร

2.7 สารละลายผสมชนิดที่หนึ่ง ผสมสารละลายในข้อ 2.5 และ 2.6 อย่างละเท่ากัน แล้วคนให้ทั่ว

2.8 สารละลายคอปเปอร์ซัลเฟต ละลาย  $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$  15.6 มิลลิกรัม ด้วยน้ำกลั่นที่ปราศจากไนเตรท แล้วทำให้มีปริมาตรทั้งหมดเป็น 100 มิลลิลิตร

2.9 สารละลายไฮดรารซินซัลเฟต ละลายไฮดรารซินซัลเฟต 0.725 กรัม ด้วยน้ำกลั่นที่ปราศจากไนเตรท แล้วทำให้มีปริมาตรทั้งหมดเป็น 100 มิลลิลิตร

2.10 สารละลายผสมชนิดที่สอง ผสมสารละลายในข้อ 2.8 และ 2.9 อย่างละเท่ากัน แล้วคนให้ทั่ว

2.11 อะซิโตน

หมายเหตุ : สารละลายผสมในข้อ 2.7 และ 2.10 ให้เตรียมใหม่แล้วใช้ทันที

#### ค. วิธีการทดลอง

2.1 บีบขวดด้วยน้ำ 10 มิลลิลิตร หรือน้อยกว่าแล้วทำให้มีปริมาตรทั้งหมดเป็น 10 มิลลิลิตร ด้วยน้ำกลั่นที่ปราศจากไนเตรท ใส่ลงในหลอดทดลอง

2.2 เติมสารละลายผสมชนิดที่หนึ่ง 0.5 มิลลิลิตร แล้วตามด้วยสารละลายผสมชนิดที่สอง 0.25 มิลลิลิตร

2.3 ปิดปากหลอดด้วยจุกยางหรือฝาปิด แล้วเขย่าให้เข้ากัน

2.4 นำไปอบในที่มืดและที่อุณหภูมิ 30 °C เป็นเวลา 15-20 ชั่วโมง

2.5 นำสารละลายที่ได้จากข้อ 2.4 มาเติมอะซิโตน 0.4 มิลลิลิตร เขย่าแล้วตั้งทิ้งไว้ 2 นาที

2.6 เติมสารละลายซัลฟานิลาไมด์ 0.2 มิลลิลิตร เขย่าแล้วตั้งทิ้งไว้ 2 นาทีแต่ไม่เกิน 8 นาที

2.7 เติมสารละลายเนฟทริลีนไดเอมีนไฮโดรคลอไรด์ลงไป 0.2 มิลลิลิตร เขย่าให้เข้ากัน

2.8 นำสารละลายที่ได้จากข้อ 2.7 ไปทำการวัด absorbance หรือ % transmission ภายหลังจากตั้งทิ้งไว้ 5-10 นาที แต่ไม่เกิน 2 ชั่วโมง ที่ 543 นาโนเมตร ในกรณีที่มีการเจือจางน้ำ

ตัวอย่างให้นำค่าที่อ่านได้ไปปรับให้ถูกต้องโดยใช้สูตรดังแสดงในสมการที่ 3.4.10.1 ทั้งนี้เนื่องจากในน้ำกลั่นที่ปราศจากไนเตรทนั้นยังมีไนเตรทอยู่เล็กน้อย

$$\text{absorbance ของน้ำตัวอย่าง} = \frac{A - (10-X)B}{10} \quad 3.4.10.1$$

เมื่อ A = absorbance ของน้ำตัวอย่างที่เจือจางแล้ว(ที่อ่านได้)

B = absorbance ของน้ำกลั่นที่ปราศจากไนเตรท

X = ปริมาณของน้ำตัวอย่าง, มิลลิลิตร

2.9 นำค่า absorbance หรือ % transmission ที่ปรับให้ถูกต้องแล้ว ไปอ่านค่าความเข้มข้นของไนเตรท-ไนโตรเจนจาก calibration curve

2.10 คำนวณหาปริมาณของไนเตรท-ไนโตรเจนจากสูตรในสมการที่ 3.4.10.2

$$\text{มก/ล ของไนเตรท-ไนโตรเจน} = \frac{\text{มก/ล ที่อ่านได้} \times 10 - \text{มก/ล ของไนเตรท-ไนโตรเจน}}{\text{มล น้ำตัวอย่าง}} \quad 3.4.10.2$$

2.11 เตรียม calibration curve โดยทำดังนี้

- เปิดสารละลายมาตรฐานไนเตรทปริมาณต่าง ๆ กันดังนี้ คือ 0.0, 2.0, 4.0, 6.0 และ 8.0 มิลลิลิตร ใส่ลงในหลอดทดลอง แล้วเจือจางให้มีปริมาตรเป็น 10.0 มิลลิลิตร ด้วยน้ำกลั่นที่ปราศจากไนเตรท แล้วไปดำเนินการตามวิธีในข้อ 2.2 – 2.8

- นำค่า absorbance หรือ % transmission ที่ปรับให้ถูกต้องแล้ว มาเขียนกราฟเทียบกับปริมาณไนเตรท-ไนโตรเจนในหน่วยมิลลิกรัมต่อลิตร ก็จะได้ calibration curve

### 3.4.11 แอมโมเนีย-ไนโตรเจน

ไนโตรเจนที่เป็นส่วนประกอบในสารอินทรีย์นั้นมีได้หมายถึง สารอินทรีย์ที่มีไนโตรเจนทั้งหมด แต่เป็นเพียงสารอินทรีย์บางชนิดซึ่งได้แก่ โปรตีน เปปไทด์ กรดนิวคลีอิก ยูเรีย และสารอินทรีย์สังเคราะห์ที่มีไนโตรเจนเป็นองค์ประกอบบางตัว สารอินทรีย์เหล่านี้ในน้ำได้มาจากซากพืช-ซากสัตว์ และสิ่งขับถ่ายของสัตว์ ซึ่งจะถูกละลายโดยจุลินทรีย์ให้แอมโมเนีย ดังนั้นจึงมีแอมโมเนียปรากฏอยู่ทั่วไปทั้งในน้ำธรรมชาติและน้ำเสีย

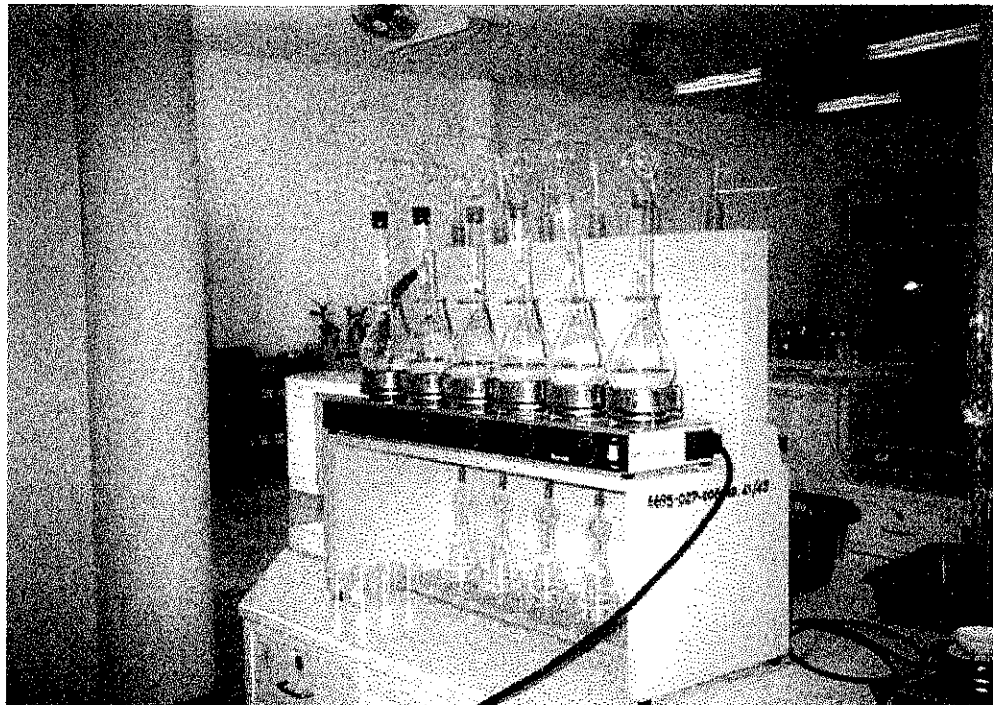
การหาปริมาณของแอมโมเนีย-ไนโตรเจนนั้นทำได้หลายวิธี แต่ละวิธีก็มีหลักการที่แตกต่างกันไป การที่จะเลือกใช้วิธีการใดนั้นขึ้นอยู่กับปริมาณของแอมโมเนียและสารรบกวนที่มีอยู่ในน้ำตัวอย่าง วิธีการที่จะกล่าวถึงโดยละเอียดในที่นี้มี 3 วิธี คือ วิธีเนสเตอร์ วิธีฟินด์ และวิธีการไตเตรด สำหรับวิธีเนสเตอร์นั้นจะใช้ในการหาแอมโมเนีย-ไนโตรเจน ได้ต่ำถึง 20 ไมโครกรัมต่อลิตร และอาจได้ถึง 5 มิลลิกรัมต่อลิตร วิธีฟินด์นี้เหมาะที่จะใช้กับน้ำตัวอย่างที่มีปริมาณแอมโมเนีย-ไนโตรเจนต่ำ คือจะเซนซิทีฟในช่วง 10-500 ไมโครกรัมต่อลิตร ส่วนวิธีการไตเตรดนั้นควรใช้ในกรณีที่มีน้ำตัวอย่างมีปริมาณแอมโมเนีย-ไนโตรเจนสูงกว่า 5 มิลลิกรัมต่อลิตร

### ก. เครื่องมือ

#### 1. เครื่องมือที่ใช้ในการหาปริมาณแอมโมเนีย-ไนโตรเจน

1.1 เครื่องมือที่ใช้ในการกลั่นน้ำตัวอย่างเพื่อแยกแอมโมเนีย ออกจากสารรบกวน

- อุปกรณ์ที่ใช้น้ำกลั่น ซึ่งทำด้วยแก้วบอโรซิลิเกตทั้งชุด และประกอบด้วยขวดเจดาคขนาด 800 มิลลิลิตร ต่อกับคอนเดนเซอร์ที่วางตัวในแนวตั้งด้วย splash head และมี receiver ต่อกับปลายคอนเดนเซอร์ โดยที่ปลาย receiver ต้องจุ่มได้สารละลายกรดที่ใช้รองรับแอมโมเนีย



รูปที่ 3.23 ชุดเครื่องมือกลั่นแอมโมเนีย

- เตาไฟฟ้า เป็นเตาที่สามารถให้ความร้อนได้สูงถึง 700 °ซ
- เครื่องวัดพีเอช

#### 1.2 เครื่องมือที่ใช้ในการหาปริมาณแอมโมเนีย-ไนโตรเจนด้วยวิธีเนสเลอร์

- อุปกรณ์ที่ใช้วัดสี เลือกใช้อุปกรณ์ใดอุปกรณ์หนึ่งดังนี้
  - VIS- Spectrophotometer สำหรับใช้ที่ 400-500 นาโนเมตร และสามารถให้ความยาวแสงตั้งแต่ 1 เซนติเมตรหรือมากกว่า

- filter photometer เป็น photometer ที่สามารถให้ความยาวแสงตั้งแต่ 1 เซนติเมตรขึ้นไป และคิลฟิลเตอร์สีม่วงซึ่งยอมให้แสงที่มีความยาวคลื่นในช่วง 400-425 นาโนเมตรผ่านได้มากที่สุด

- เครื่องวัดพีเอช
- หลอดเนสเลอร์

#### 1.3 เครื่องมือที่ใช้ในการหาปริมาณแอมโมเนีย-ไนโตรเจน ด้วยวิธีฟีนอล

- อุปกรณ์วัดสี เลือกใช้อุปกรณ์ใดอุปกรณ์หนึ่งดังนี้
  - VIS- Spectrophotometer สำหรับใช้ที่ 630 นาโนเมตร และสามารถให้ความยาวแสงตั้งแต่ 1 เซนติเมตรหรือมากกว่า

- filter photometer เป็น photometer ที่สามารถให้ความยาวแสงตั้งแต่ 1 เซนติเมตรขึ้นไป และคิลฟิลเตอร์สีส้มแดงซึ่งยอมให้แสงที่มีความยาวคลื่นใกล้เคียง ๆ กับ 630 นาโนเมตรผ่านได้มากที่สุด

- หลอดทดลอง ทรงสูง ขนาด 18 x 150 มิลลิเมตร
- ที่ใส่หลอดทดลอง

#### 1.4 เครื่องมือที่ใช้ในการหาปริมาณแอมโมเนีย-ไนโตรเจนด้วยวิธีไตเตรด

#### 2. เครื่องแก้ว ได้แก่ ปิเปต บิวเรต และขวดรูปชมพู่

### ข. สารเคมี

#### 1. สารเคมีที่ใช้ในการหาแอมโมเนีย-ไนโตรเจน

##### 1.1 สารเคมีที่ใช้ในการกลั่นน้ำตัวอย่าง

- น้ำกลั่นที่ปราศจากแอมโมเนีย เตรียมโดยใช้วิธีการใดวิธีการหนึ่งดังนี้ (ใช้น้ำกลั่นที่ปราศจากแอมโมเนียในการเตรียมสารเคมี เจือจางน้ำตัวอย่างและล้างเครื่องแก้ว)

- การแลกเปลี่ยนไอออน ผ่านน้ำกลั่นลงไปในคอลัมน์ที่บรรจุ strongly acidic cation-exchange resin ผสมกับ strongly anionic-exchange resin (ให้เลือกใช้เรซินที่สามารถกำจัดเอาสารอินทรีย์ที่เป็นสารรบกวนในการหาแอมโมเนียออกจากน้ำกลั่นด้วย)

- การกลั่น เติมสารละลายกรดซัลฟูริกเข้มข้น 0.1 มิลลิลิตรลงในน้ำกลั่น 1 ลิตร แล้วนำไปกลั่นใหม่โดยทิ้งสารละลายที่กลั่นได้ 100 มิลลิลิตรแรก

- สารละลายบอเรตบัฟเฟอร์ เติมสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ 0.1 นอร์มัล ( NaOH 0.4 กรัม ในสารละลาย 100 มิลลิลิตร ) 88 มิลลิลิตร ลงในสารละลายโซเดียมเตตราบอเรต ;  $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7$  0.025 โมลาร์ ( $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7$  5 กรัม หรือ  $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$  9.5 กรัม ในสารละลาย 1 ลิตร ) 500 มิลลิลิตร แล้วเจือจางให้มีปริมาตรทั้งหมดเป็น 1 ลิตร ด้วยน้ำกลั่นที่ปราศจากแอมโมเนีย

- สารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ 6 นอร์มัล ละลาย NaOH 240 กรัม ในน้ำกลั่นที่ปราศจากแอมโมเนีย แล้วเจือจางให้มีปริมาตรเป็น 1 ลิตร ด้วยน้ำกลั่นดังกล่าว

- สารละลายที่ใช้ในการกำจัดคลอรีนตกค้าง เลือกใช้สารละลายโคสารละลายหนึ่งดังนี้ ( สารละลายเหล่านี้ 1 มิลลิลิตรสามารถกำจัดคลอรีนตกค้าง 1 มิลลิกรัมต่อลิตร ในน้ำตัวอย่าง 500 มิลลิลิตร )

- สารละลายโซเดียมซัลไฟท์ ;  $\text{Na}_2\text{SO}_3$  ละลาย  $\text{Na}_2\text{SO}_3$  0.9 กรัม ในน้ำกลั่นที่ปราศจากแอมโมเนีย แล้วเจือจางให้มีปริมาตรทั้งหมดเป็น 1 ลิตร

- สารละลายโซเดียมไฮโอซัลเฟต ;  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$  ละลาย  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$  3.5 กรัม ในน้ำกลั่นที่ปราศจากแอมโมเนีย แล้วเจือจางให้มีปริมาตรทั้งหมดเป็น 1 ลิตร สารละลายนี้ต้องเตรียมใช้ใหม่ทุกอาทิตย์

- สารละลายกรดบอริก 2 % ;  $\text{H}_3\text{BO}_3$  ละลาย  $\text{H}_3\text{BO}_3$  20 กรัม ในน้ำกลั่นที่ปราศจากแอมโมเนีย แล้วเจือจางให้มีปริมาตรทั้งหมดเป็น 1 ลิตรด้วยน้ำกลั่นดังกล่าว

- สารละลายกรดซัลฟูริก 0.04 นอร์มัล เจือจางสารละลายกรดซัลฟูริกเข้มข้น 1.0 มิลลิลิตร ให้มีปริมาตรเป็น 1 ลิตร ด้วยน้ำกลั่นที่ปราศจากแอมโมเนีย

- สารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ 1 นอร์มัล และสารละลายกรดซัลฟูริก 1 นอร์มัล สำหรับใช้ในการปรับพีเอชของน้ำตัวอย่าง

## 1.2 สารเคมีที่ใช้ในการหาปริมาณแอมโมเนีย-ไนโตรเจนด้วยวิธีเนสเลอร์

- น้ำกลั่นที่ปราศจากแอมโมเนีย ดูวิธีการเตรียมในข้อ 1.1

- สารละลายซิงค์ซัลเฟต ;  $\text{ZnSO}_4$  ละลาย  $\text{ZnSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$  100 กรัม ในน้ำกลั่นที่ปราศจากแอมโมเนีย แล้วเจือจางให้มีปริมาตรทั้งหมดเป็น 1 ลิตร

- stabilizer reagent เลือกใช้สารละลายโคสารละลายหนึ่งต่อไปนี้ เพื่อใช้ในการป้องกันการตกตะกอนของแคลเซียม หรือแมกนีเซียมในน้ำตัวอย่างที่ไม่ได้กลั่น ซึ่งอาจเกิดขึ้นภายหลังจากการเติมสารละลายเนสเลอร์ลงไปในน้ำตัวอย่างดังกล่าว

- สารละลายอีดีทีเอ ละลายโซเดียมเอทิลีนไดเอมีนเตตราอะซิเตด 50 กรัม ในน้ำกลั่นที่ปราศจากแอมโมเนีย 60 มิลลิลิตรที่เติมโซเดียมไฮดรอกไซด์ 10 กรัมเอาไว้แล้ว ถ้าจำเป็นให้ต้มด้วยไฟอ่อน ๆ เพื่อช่วยในการละลาย ทำให้เย็นแล้วจึงอาจให้มีปริมาตรทั้งหมดเป็น 100 มิลลิลิตร

- สารละลาย Rochelle salt ละลายโปตัสเซียมโซเดียมทาร์เตดเตตราไฮเดรต ;  $\text{KNaC}_4\text{H}_4\text{O}_6 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$  50 กรัม ในน้ำกลั่นที่ปราศจากแอมโมเนีย 100 มิลลิลิตร กำจัดแอมโมเนียด้วยการต้มสารละลายให้ระเหยไป 30 มิลลิลิตร ทำให้เย็นแล้วจึงอาจให้มีปริมาตรทั้งหมดเป็น 100 มิลลิลิตรด้วยน้ำกลั่นที่ปราศจากแอมโมเนีย

- สารละลายเนสเลอร์ ละลายปรอทไอโอไดด์ ;  $\text{HgI}_2$  100 กรัม และโปตัสเซียมไอโอไดด์ ; KI 70 กรัม ในน้ำกลั่นที่ปราศจากแอมโมเนียปริมาณเล็กน้อย เติมสารละลายดังกล่าวอย่างช้า ๆ พร้อมทั้งคนไปด้วย ลงในสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ที่เย็น ( $\text{NaOH}$  160 กรัมในน้ำกลั่น 500 มิลลิลิตร) แล้วจึงอาจให้มีปริมาตรเป็น 1 ลิตร ด้วยน้ำกลั่นที่ปราศจากแอมโมเนีย เก็บสารละลายนี้ไว้ในขวดแก้วบอโรซิลิเกตที่มีฝาปิดเป็นจุกยางและเก็บไว้ในที่มืดถูกแสงแดด เพื่อให้สารละลายดังกล่าวคงตัวได้นานเป็นปี สารละลายเนสเลอร์นี้ต้องให้สีกับสารละลายที่มีแอมโมเนีย-ไนโตรเจน 0.1 มิลลิกรัมต่อลิตร ภายใน 10 นาที และไม่ทำให้เกิดตะกอนกับแอมโมเนียปริมาณเล็กน้อยภายใน 2 ชั่วโมง

- สารละลายสต็อกแอมโมเนีย ละลายแอมโมเนียคลอไรด์ ;  $\text{NH}_4\text{Cl}$  ที่อบแห้งที่ 100 °C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง และทำให้เย็นในเคซิเคเตอร์แล้ว 3.819 กรัม ในน้ำกลั่นที่ปราศจากแอมโมเนีย แล้วจึงอาจให้มีปริมาตรทั้งหมดเป็น 1 ลิตรด้วยน้ำกลั่นที่ปราศจากแอมโมเนีย สารละลายนี้ 1.00 มิลลิลิตร จะมีแอมโมเนีย-ไนโตรเจนอยู่ 1.00 มิลลิกรัม

- สารละลายมาตรฐานแอมโมเนีย เจือจางสารละลายสต็อกแอมโมเนีย 10.00 มิลลิลิตร ให้มีปริมาตรทั้งหมดเป็น 1 ลิตรด้วยน้ำกลั่นที่ปราศจากแอมโมเนีย สารละลายที่ได้ 1.00 มิลลิลิตร จะมีแอมโมเนีย-ไนโตรเจนอยู่ 10.00 ไมโครกรัม

- สารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ 6 นอร์มัล

### 1.3 สารเคมีที่ใช้ในการหาแอมโมเนีย-ไนโตรเจนด้วยวิธีการฟีนอล

- สารละลายฟีนอล ละลายฟีนอล 10 กรัม และเมธานอล 10 มิลลิลิตร ในน้ำกลั่นที่ปราศจากแอมโมเนีย แล้วทำให้มีปริมาตรทั้งหมดเป็น 100 มิลลิลิตรด้วยน้ำกลั่นดังกล่าว

- สารละลายไนโตรปริสต์ไซค์ ละลายโซเดียมไนโตรปริสต์ไซค์ 1 กรัม ในน้ำกลั่นที่ปราศจากแอมโมเนีย แล้วทำให้มีปริมาตรทั้งหมดเป็น 100 มิลลิลิตร
  - สารละลายผสม ผสมสารละลายทั้งสองข้อข้างต้น เข้าด้วยกันในอัตราส่วน 1:1 สารละลายนี้ต้องเตรียมใช้ใหม่ทุกครั้งและต้องใช้ทันทีภายหลังจากเตรียมเสร็จ
  - สารละลายไฮโปคลอไรด์ ผสมสารละลายโซเดียมไฮโปคลอไรด์ 10 % ; NaOCl 20 มิลลิลิตร กับสารละลายโซเดียมไฮโครอิกไซค์ 2.5 % 100 มิลลิลิตร เข้าด้วยกันแล้วเจือจางให้มีปริมาตรทั้งหมดเป็น 500 มิลลิลิตรด้วยน้ำกลั่นที่ปราศจากแอมโมเนีย สารละลายนี้ต้องเตรียมใช้ใหม่ทุกครั้ง
  - สารละลายสต็อกแอมโมเนีย ละลายแอมโมเนียคลอไรด์ ;  $\text{NH}_4\text{Cl}$  ที่อบให้แห้งที่  $100^\circ\text{C}$  เป็นเวลา 2 ชั่วโมง และทำให้เย็นในเดซิเคเตอร์แล้ว 381.9 มิลลิกรัม ในน้ำกลั่นที่ปราศจากแอมโมเนีย แล้วทำให้มีปริมาตรทั้งหมดเป็น 1 ลิตรด้วยน้ำกลั่นดังกล่าว สารละลายนี้ 1.00 มิลลิลิตร จะมีแอมโมเนีย-ไนโตรเจนอยู่ 100 ไมโครกรัม
  - สารละลายมาตรฐานแอมโมเนีย เจือจางสารละลายสต็อกแอมโมเนีย 10.00 มิลลิลิตร ให้มีปริมาตรทั้งหมดเป็น 1 ลิตรด้วยน้ำกลั่นที่ปราศจากแอมโมเนีย สารละลายที่ได้ 1.00 มิลลิลิตร จะมีแอมโมเนีย-ไนโตรเจนอยู่ 1.00 ไมโครกรัม
  - สารละลายโซเดียมไฮโครอิกไซค์ 1 นอร์มัล
- 1.4 สารเคมีที่ใช้ในการหาปริมาณแอมโมเนีย-ไนโตรเจนด้วยวิธีการไตเตรด
- เหมือนกับสารเคมีที่ใช้ในการกลั่นน้ำตัวอย่างในข้อ 1.1
  - สารละลายอินดิเคเตอร์ผสม ละลายเมทิลเรด 200 มิลลิกรัม ในสารละลายเอทานอล 95 % 100 มิลลิลิตร ละลายเมทิลลีสบูต 100 มิลลิกรัม ในสารละลายเอทานอล 95 % 50 มิลลิลิตร แล้วผสมสารละลายทั้ง 2 เข้าด้วยกัน สารละลายผสมนี้ต้องเตรียมใช้ใหม่ทุกเดือน
  - สารละลายมาตรฐานกรดซัลฟูริก 0.02 นอร์มัล

#### ค. วิธีการทดลอง

##### 1. การหาปริมาณของแอมโมเนีย-ไนโตรเจน

##### 1.1 การกลั่นน้ำตัวอย่างเพื่อแยกแอมโมเนียออกจากสารรบกวน

1.1.1 เตรียมอุปกรณ์การกลั่นด้วยการกลั่นน้ำกลั่นที่ปราศจากแอมโมเนีย 500 มิลลิลิตร ซึ่งได้เติมสารละลายบัพเฟอร์ลงไป 20 มิลลิลิตร และปรับให้มีพีเอช 9.5 ด้วยสารละลายโซเดียมไฮโครอิกไซค์ 6 นอร์มัลแล้ว (อย่าลืมเติมลูกแก้วหรือ boiling chips ลงไป

เล็กน้อยด้วย) ทำการกลั่นสารละลายดังกล่าว จนกระทั่งสารละลายที่ได้จากการกลั่นไม่มีแอมโมเนียปนอยู่จึงหยุด อย่าเพิ่งแยกเอาขดกลั่นออกจากอุปกรณ์จนกว่าจะทำการกลั่นน้ำตัวอย่าง

1.1.2 นำน้ำตัวอย่างที่ผ่านการเอาคลอรีนตกค้างออกแล้วในขณะที่ทำการเก็บน้ำตัวอย่างนั้น 500 มิลลิลิตรหรือน้อยกว่า แล้วเจือจางให้มีปริมาตรเป็น 500 มิลลิลิตรด้วยน้ำกลั่นที่ปราศจากแอมโมเนีย (ในกรณีที่น้ำมีแอมโมเนียในโตรเจนต่ำกว่า 100 ไมโครกรัมต่อลิตร ให้ใช้น้ำตัวอย่าง 1000 มิลลิลิตร) มาทำการปรับให้มีพีเอชประมาณ 7 ด้วยสารละลายกรดหรือสารละลายด่างเจือจาง

1.1.3 เติมสารละลายบอแรดบัพเฟอร์ลงไป 25 มิลลิลิตร แล้วปรับให้มีพีเอชเท่ากับ 9.5 ด้วยสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ 6 นอร์มัล

1.1.4 เติมลูกแก้วหรือ boiling chips ปริมาณเล็กน้อยลงไปในสารละลายที่ได้จากข้อ ค. แล้วนำไปกลั่นด้วยอัตราเร็ว 6-10 มิลลิลิตรต่อนาที โดยทำการเก็บสารละลายที่กลั่นได้ได้ผิวสารละลายกรดบอริค 2% 50 มิลลิลิตรที่บรรจุในขวดชมพูขนาด 500 มิลลิลิตร ในกรณีที่ต้องการหาปริมาณแอมโมเนีย-ไนโตรเจนด้วยวิธีเนสเลอร์ หรือวิธีการไตเตรด ส่วนในกรณีที่ต้องการหาปริมาณแอมโมเนีย-ไนโตรเจนด้วยวิธีฟินเนลให้ทำการเก็บสารละลายที่กลั่นได้ภายใต้ผิวของสารละลายกรดซัลฟูริก 0.04 นอร์มัล 50 มิลลิลิตร

1.1.5 ทำการเก็บสารละลายที่กลั่นได้อย่างน้อย 250 มิลลิลิตร แล้วลดระดับของขวดชมพูที่เก็บสารละลายที่กลั่นได้ลงจนกระทั่งผิวของสารละลายดังกล่าวไม่สัมผัสกับปลายของ receiver ทำการกลั่นต่ออีก 1-2 นาที เพื่อทำความสะอาดอุปกรณ์การกลั่น

1.1.6 นำสารละลายที่ได้จากการกลั่นมาเจือจางให้มีปริมาตรเป็น 500 มิลลิลิตร ด้วยน้ำกลั่นที่ปราศจากแอมโมเนีย แล้วนำไปทำการหาปริมาณแอมโมเนีย-ไนโตรเจนด้วยวิธีการใดวิธีการหนึ่งที่เหมาะสม

## 1.2 การหาปริมาณของแอมโมเนีย-ไนโตรเจน ในน้ำตัวอย่างด้วยวิธีเนสเลอร์

การหาปริมาณของแอมโมเนีย-ไนโตรเจน ในน้ำตัวอย่างด้วยวิธีเนสเลอร์นี้สามารถที่จะใช้กับน้ำตัวอย่างได้โดยตรงในกรณีที่น้ำตัวอย่างเป็นตัวอย่างของน้ำดื่ม น้ำจากแหล่งน้ำธรรมชาติหรือน้ำเสียที่ผ่านกระบวนการบำบัดขั้นสูงมาแล้ว โดยที่น้ำตัวอย่างเหล่านี้ต้องมีปริมาณแอมโมเนีย-ไนโตรเจนสูงเกิน 20 ไมโครกรัมต่อลิตรและต้องไม่มีสีหรือมีสีเจือจาง หรืออาจใช้โดยตรงกับน้ำตัวอย่างที่เป็นตัวอย่างน้ำเสียชุมชนในกรณีที่สามารถยอมรับความคลาดเคลื่อนในช่วง 1-2 มิลลิกรัมต่อลิตรได้ และการหาปริมาณของแอมโมเนีย-ไนโตรเจนด้วยวิธีนี้มีขั้นตอนดังนี้



1.2.1 นำสารละลายที่ได้จากการกลั่นในข้อ 1.1.6 มา 50.0 มิลลิลิตร หรือน้อยกว่า แล้วเจือจางให้มีปริมาตรทั้งหมดเป็น 50.0 มิลลิลิตร ด้วยน้ำกลั่นที่ปราศจากแอมโมเนีย ใส่ลงในหลอดเนสเลอร์ขนาด 50.0 มิลลิลิตร ด้วยน้ำกลั่นที่ปราศจากแอมโมเนีย ใส่ลงในหลอดเนสเลอร์ขนาด 50 มิลลิลิตร

1.2.2 เติมสารละลายเนสเลอร์ลงไป 2 มิลลิลิตรแล้วปิดปากหลอดด้วยจุกยางที่สะอาด เขย่าโดยการกลับหลอดขึ้นลงอย่างน้อย 6 ครั้ง แล้วตั้งทิ้งไว้อย่างน้อย 10 นาที ( ถ้าแอมโมเนีย-ไนโตรเจนในน้ำตัวอย่างต่ำมากให้ตั้งทิ้งไว้ อย่างน้อย 20 นาที )

1.2.3 นำไปวัดค่า absorbance หรือ % transmission ที่ 425 นาโนมิเตอร์ แล้วนำค่า absorbance หรือ % transmission ที่อ่านได้ไปอ่านปริมาณแอมโมเนีย-ไนโตรเจน จาก calibration curve

1.2.4 นำค่าปริมาณแอมโมเนีย-ไนโตรเจน ที่อ่านได้ไปคำนวณหาปริมาณแอมโมเนีย-ไนโตรเจน ในหน่วยมิลลิกรัมต่อลิตร โดยใช้สูตร

$$\text{ปริมาณแอมโมเนีย-ไนโตรเจน (มก/ล)} = \frac{\text{ไมโครกรัมของแอมโมเนีย-ไนโตรเจน}}{\text{มล ของตัวอย่างน้ำ}} \quad 3.4.11.1$$

1.2.5 สำหรับน้ำตัวอย่างที่นำมาหาปริมาณแอมโมเนีย-ไนโตรเจน โดยตรงนั้นทำได้ดังนี้

- นำตัวอย่างที่ผ่านการกำจัดคลอรีนตกค้างในขณะทำการเก็บตัวอย่างแล้วมา 100 มิลลิลิตร แล้วเติมสารละลายซิงค์ซัลเฟตลงไป 1 มิลลิลิตร เขย่าให้เข้ากัน

- ปรับพีเอชของสารละลายที่ได้ให้มีพีเอชเป็น 10.5 ด้วยสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ 6 นอร์มัล 0.4-0.5 มิลลิลิตรแล้วตั้งทิ้งไว้ 2-3 นาที

- นำสารละลายที่ได้ไปแยกเอาตะกอนออก โดยใช้แรงเหวี่ยง แล้วเจือจางส่วนใสที่ได้ให้มีปริมาตรเป็น 100 มิลลิลิตรด้วยน้ำกลั่นที่ปราศจากแอมโมเนีย

- นำสารละลายใสที่ได้ 50.0 มิลลิลิตรหรือน้อยกว่าแล้วเจือจางให้มีปริมาตรเป็น 50.0 มิลลิลิตรด้วยน้ำกลั่นที่ปราศจากแอมโมเนีย ใส่ลงในหลอดเนสเลอร์ขนาด 50 มิลลิลิตร

- หยอดสารละลายอีดีทีเอ 1 หยด หรือสารละลาย Rochelle salt 1-2 หยดลงไป แล้วคนให้เข้ากัน นำสารละลายนี้ไปดำเนินการต่อตามวิธีการในข้อ 1.2.2-1.2.4

1.2.6 เตรียม calibration curve โดยทำดังนี้

- บีเปตสารละลายมาตรฐานแอมโมเนียปริมาณต่าง ๆ กัน ดังนี้ คือ 0.0, 0.5, 1.0, 2.0, 3.0, 4.0, 5.0, 8.0 และ 10.0 มิลลิลิตร ใส่ลงในหลอดเนสเลอร์ขนาด 50 มิลลิลิตร แล้วเจือจางให้มีปริมาตรเป็น 50 มิลลิลิตรด้วยน้ำกลั่นที่ปราศจากแอมโมเนีย

- นำสารละลายมาตรฐานแอมโมเนียที่เตรียมได้ไปดำเนินการโดยวิธีการเดียวกันกับข้อ 1.2.2 เนื่องจากความเข้มข้นของสีที่เกิดขึ้นกับอุณหภูมิและเวลาสัมผัส ดังนั้นจึงต้องทำการ develope สีสารละลายมาตรฐานแอมโมเนียไปพร้อม ๆ กับน้ำตัวอย่าง

- นำสารละลายมาตรฐานไปวัด absorbance หรือ % transmission แล้วนำค่า absorbance หรือ % transmission ที่อ่านได้ไปเขียนกราฟเทียบกับปริมาณของแอมโมเนีย-ไนโตรเจน ในหน่วยไมโครกรัม ก็จะได้ calibration curve

### 1.3 การหาปริมาณแอมโมเนีย-ไนโตรเจนในน้ำตัวอย่างด้วยวิธีพีเนต

การหาปริมาณแอมโมเนีย-ไนโตรเจน โดยวิธีนี้สามารถใช้กับน้ำตัวอย่างได้โดยตรง ยกเว้นในกรณีที่น้ำตัวอย่างมีความเป็นด่างมากเกินกว่า 500 มิลลิกรัมต่อลิตรแคลเซียมคาร์บอเนต หรือมีความเป็นกรดรวมเกิน 100 มิลลิกรัมต่อลิตรแคลเซียมคาร์บอเนต หรือน้ำตัวอย่างมีสีหรือขุ่น หรือน้ำตัวอย่างที่ทำการเก็บรักษาด้วยกรด ในกรณีเหล่านี้ให้ทำการกลั่นน้ำตัวอย่างก่อนตามวิธีการที่ได้กล่าวมาแล้วในข้อ 1.1 การหาปริมาณแอมโมเนีย-ไนโตรเจนด้วยวิธีนี้มีขั้นตอนดังนี้

1.3.1 บีเปตตัวอย่างน้ำ 10.0 มิลลิลิตร หรือน้อยกว่า แล้วเจือจางให้มีปริมาตรเป็น 10.0 มิลลิลิตรด้วยน้ำกลั่นที่ปราศจากแอมโมเนียในหลอดทดลอง

1.3.2 เติมน้ำสารละลายผสมลงไปหลอดละ 0.5 มิลลิลิตร แล้วเติมน้ำสารละลายไฮโปคลอไรต์ลงไปหลอดละ 1 มิลลิลิตร ตามลำดับ

1.3.3 เขย่าให้เข้ากันแล้วตั้งทิ้งไว้อย่างน้อย 2 ชั่วโมง

1.3.4 นำสารละลายที่ได้ไปอ่านค่า absorbance หรือ % transmission ที่ 630 นาโนมิเตอร์ ในกรณีที่เจือจางน้ำตัวอย่างให้นำค่าที่อ่านได้ไปปรับให้ถูกต้องโดยใช้สูตรดังแสดงในสมการ 3.4.11.2 ทั้งนี้เนื่องจากน้ำกลั่นที่ปราศจากแอมโมเนียนั้นยังมีแอมโมเนียอยู่เล็กน้อย

$$\text{absorbance ของน้ำตัวอย่าง} = \frac{A - (10 - X)B}{10} \quad 3.4.11.2$$

เมื่อ A = absorbance ของน้ำตัวอย่างที่เจือจางแล้ว (ที่อ่านได้)

B = absorbance ของน้ำกลั่นที่ปราศจากแอมโมเนีย

$X$  = ปริมาณของน้ำตัวอย่าง, มิลลิลิตร

1.3.5 นำค่า absorbance หรือ % transmission ที่ปรับให้ถูกต้องแล้ว ไป อ่านค่าปริมาณของแอมโมเนีย-ไนโตรเจนจาก calibration curve

1.3.6 คำนวณหาปริมาณแอมโมเนีย-ไนโตรเจน ในหน่วยมิลลิกรัมต่อลิตร โดยใช้สูตรในสมการที่ 14.1

1.3.7 เตรียม calibration curve โดยทำดังนี้

- เปิดสารละลายมาตรฐานแอมโมเนียปริมาณต่าง ๆ กันดังนี้ คือ 0.0, 2.0, 4.0 , 6.0, 8.0 และ 10.0 มิลลิลิตร ใส่ลงในหลอดทดลอง แล้วเจือจางให้มีปริมาตรเป็น 10.0 มิลลิลิตร ด้วยน้ำกลั่นที่ปราศจาก แอมโมเนียแล้วไปดำเนินการตามวิธีในข้อ 1.3.2 –1.3.4

- นำค่า absorbance หรือ % transmission ที่ปรับให้ถูกต้องแล้ว มาเขียนกราฟเทียบกับปริมาณแอมโมเนีย-ไนโตรเจนในหน่วยไมโครกรัม ก็จะได้ calibration curve

หมายเหตุ ในกรณีที่ทำกรหาปริมาณแอมโมเนีย-ไนโตรเจนในสารละลายที่กลั่นได้จากน้ำตัวอย่าง ให้ทำการปรับพีเอชของสารละลายดังกล่าวให้เป็นกลางก่อนด้วยสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ 1 นอร์มัล แล้วจึงดำเนินการต่อไป

#### 1.4 การหาปริมาณแอมโมเนีย-ไนโตรเจนด้วยวิธีการไตเตรด

การหาปริมาณแอมโมเนีย-ไนโตรเจนด้วยวิธีการไตเตรดนี้ ต้องทำการ กลั่นน้ำตัวอย่างก่อนเสมอ สำหรับปริมาณของน้ำตัวอย่างที่ใช้ในการกลั่นและการไตเตรดที่ เหมาะสม นั้นมีดังนี้

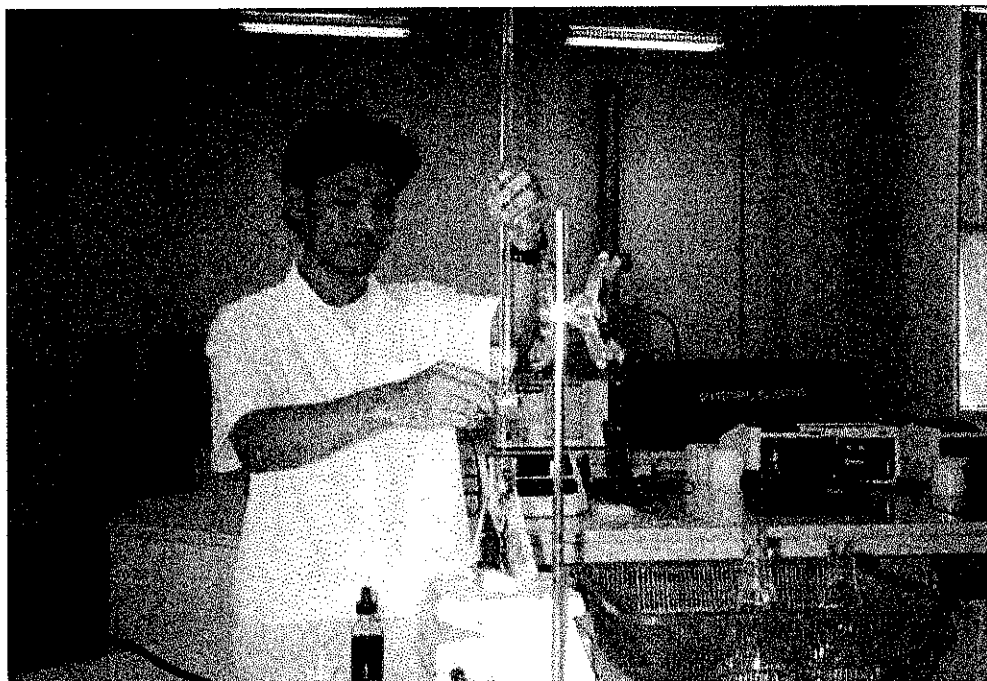
ตารางที่ 3.2 แสดงปริมาณน้ำตัวอย่างที่ใช้ในการกลั่นและการไตเตรด

แอมโมเนีย-ไนโตรเจนในน้ำตัวอย่าง มก/ล	ปริมาณน้ำตัวอย่างที่เหมาะสม มิลลิลิตร
1.0-1.5	1000
2.5-5.0	500
5.0-10.0	250
10.0-20.0	100
20.0-50.0	50
50.0-100.0	25

วิธีการหาปริมาณแอมโมเนียในโตรเจนด้วยวิธีนี้มีดังนี้คือ

1.4.1 ทำการกลั่นน้ำตัวอย่างตามวิธีการในข้อ 1.1

1.4.2 หยดสารละลายอินดิเคเตอร์ลงไปในการกลั่นที่กลั่นได้ 3 หยด จะได้สารละลายสีเขียว แล้วนำไปไตเตรดกับสารละลายมาตรฐานกรดซัลฟูริก 0.02 นอร์มัล จนกระทั่งได้สารละลายสีม่วง จดปริมาตรของสารละลายกรดซัลฟูริกที่ใช้ในการไตเตรด



รูปที่ 3.24 แสดงการไตเตรดเพื่อหาค่าแอมโมเนียในโตรเจน

1.4.3 นำน้ำที่ปราศจากแอมโมเนียไปดำเนินการด้วยวิธีเดียวกันกับน้ำตัวอย่างทุกประการ

1.4.4 คำนวณหาปริมาณแอมโมเนียในโตรเจน ในน้ำตัวอย่างจากสูตร

$$\text{แอมโมเนีย-ในโตรเจน (มก/ล)} = \frac{(A-B) \times N \times 14 \times 1000}{C}$$

เมื่อ A = ปริมาตรของสารละลายมาตรฐานกรดซัลฟูริกที่ใช้ไปในการไตเตรดน้ำตัวอย่าง , มิลลิลิตร

B = ปริมาตรของสารละลายมาตรฐานกรดซัลฟูริกที่ใช้ไปในการไตเตรดน้ำกลั่น , มิลลิลิตร

N = ความเข้มข้นของสารละลายมาตรฐานกรดซัลฟูริก, นอร์มัล

C = ปริมาตรของน้ำตัวอย่าง, มิลลิลิตร

### 3.4.12 ไนโตรเจนที่เป็นส่วนประกอบในสารอินทรีย์

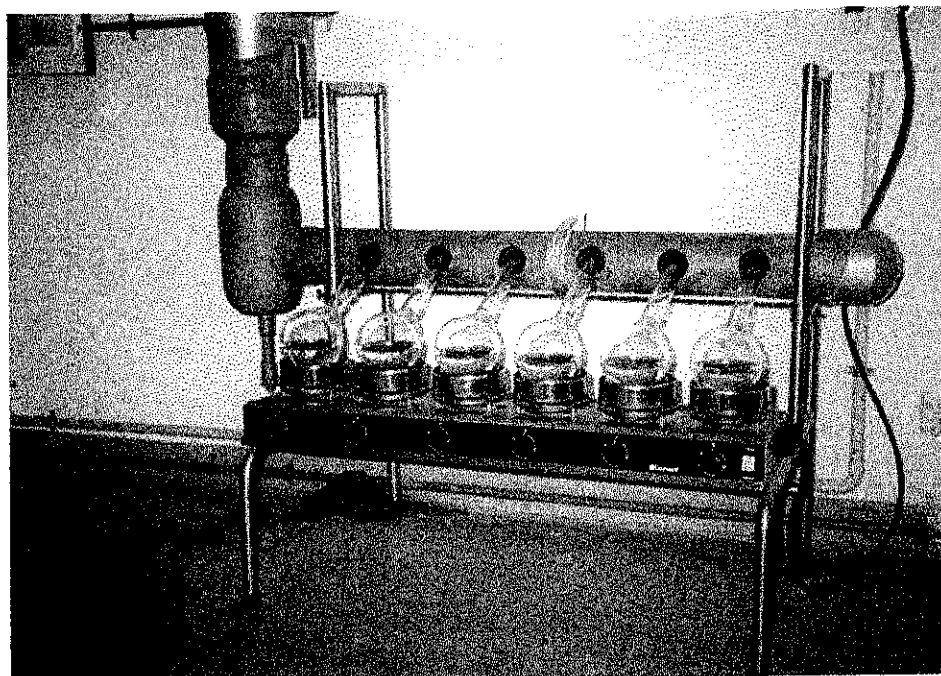
การหาปริมาณของไนโตรเจนที่เป็นส่วนประกอบในสารอินทรีย์นั้น ทำได้โดยการย่อยสลายสารอินทรีย์ด้วยกรดซัลฟูริกเข้มข้น เพื่อเปลี่ยนไนโตรเจนในสารอินทรีย์ให้กลายเป็นแอมโมเนีย แล้วทำการกลั่นเพื่อแยกแอมโมเนียออกจากสารรบกวน จากนั้นจึงนำไปดำเนินการด้วยวิธีการเดียวกับการหาแอมโมเนีย-ไนโตรเจน

ปริมาณไนโตรเจนที่หาได้นี้เรียกว่า เจดาค-ไนโตรเจน ซึ่งเป็นผลรวมของปริมาณแอมโมเนีย-ไนโตรเจน กับปริมาณของไนโตรเจนที่เป็นส่วนประกอบในสารอินทรีย์ เมื่อต้องการทราบปริมาณของไนโตรเจนที่เป็นส่วนประกอบในสารอินทรีย์ ก็ทำได้โดยการนำเจดาค-ไนโตรเจน มาหักลบกับปริมาณแอมโมเนีย-ไนโตรเจน

#### ก. เครื่องมือ

1. เครื่องมือที่ใช้ในการหาปริมาณไนโตรเจน ที่เป็นส่วนประกอบของสารอินทรีย์

1.1 อุปกรณ์การย่อยสลาย ประกอบด้วยขวดเจดาคขนาด 800 มิลลิลิตรและเตาไฟฟ้าที่ให้ความร้อนได้สูงถึง  $700^{\circ}\text{C}$



รูปที่ 3.25 แสดงการเครื่องมือและวิธีการในการย่อยสลาย

1.2 อุปกรณ์การกลั่น เหมือนกับข้อ 1.1

1.3 อุปกรณ์ที่ใช้ในการหาปริมาณแอมโมเนีย-ไนโตรเจน เหมือนกับข้อ 1.2 หรือ 1.3 หรือ

1.4

ข. สารเคมี

2. สารเคมีที่ใช้ในการหาปริมาณไนโตรเจนที่เป็นส่วนประกอบในสารอินทรีย์

2.1 เหมือนกับสารเคมีที่ใช้ในการหาปริมาณแอมโมเนียด้วยวิธีการใดวิธีการหนึ่ง

2.2 สารละลายกรดซัลฟูริกเข้มข้น ;  $H_2SO_4$  conc.

2.3 สารละลายเมอร์คิวริกซัลเฟต ;  $HgSO_4$  ละลายเมอร์คิวริกออกไซด์สีแดง ;  $HgO$  8 กรัม ในสารละลายกรดซัลฟูริก 6 นอร์มัล 100 มิลลิลิตร

2.4 โพแทสเซียมซัลเฟต ;  $K_2SO_4$

2.5 คอปเปอร์ซัลเฟต ;  $CuSO_4 \cdot 5H_2O$

2.6 สารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ 35 % ละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ 350 กรัม ในน้ำกลั่นที่ปราศจากแอมโมเนีย แล้วเจือจางทำให้มีปริมาตรทั้งหมดเป็น 1 ลิตรด้วยน้ำกลั่นดังกล่าว

หมายเหตุ สารเคมีในข้อ 2.2-2.4 ใช้ในกรณีที่ใช้ปรอทเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาการย่อยสลายสารอินทรีย์ ส่วนสารเคมีในข้อ 2.2 และ 2.5 ใช้ในกรณีที่ใช้ทองแดงเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาดังกล่าว

ค. วิธีการทดลอง

1. การหาปริมาณไนโตรเจนที่เป็นส่วนประกอบของสารอินทรีย์

เลือกใช้ปริมาณน้ำตัวอย่างให้เหมาะสมดังนี้

ตารางที่ 3.3 แสดงปริมาณน้ำที่เหมาะสมที่จะใช้ในการหาปริมาณไนโตรเจน  
ที่เป็นส่วนประกอบของสารอินทรีย์

ปริมาณของไนโตรเจนที่เป็น ส่วนประกอบของสารอินทรีย์ มก/ต	ปริมาณน้ำตัวอย่างที่เหมาะสม มต
0-1	500
1-10	200
10-20	100
20-50	50.0
50-100	25.0

แล้วตวงน้ำตัวอย่างปริมาณดังกล่าวใส่ลงในขวดเจดาคขนาด 800 มิลลิลิตร

1.1 เติมสารละลายกรดซัลฟูริกเข้มข้นลงไป 10 มิลลิลิตร

1.2 ในกรณีที่ใช้ทองแดงเป็นตัวเร่งปฏิกิริยา ให้เติมคอปเปอร์ซัลเฟตลงไป 1 กรัม แต่ถ้าใช้ปรอทเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาให้เติมโปตัสเซียม ซัลเฟต 6.7 กรัม และสารละลายปรอทซัลเฟต 1.25 มิลลิลิตร

1.3 ใส่ลูกแล้วลงไปเล็กน้อยแล้วแกว่งให้เข้ากัน นำไปต้มโดยใช้เตา ไฟฟ้าในตู้ควันทันหรือที่มีอุปกรณ์ดูดควันทันออกจนกระทั่งมีควันสีขาวเกิดขึ้น

1.4 ทำการต้มต่อไปอีก 30 นาที จะได้สารละลายใสหรือมีสีศรอก (น้ำตาลแดง)

1.5 ทิ้งไว้ให้เย็นแล้วเจือจางให้มีปริมาตรประมาณ 300 มิลลิลิตรด้วยน้ำกลั่นที่ปราศจากแอมโมเนีย

1.6 ค่อย ๆ เติมสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ 35 % 150 มิลลิลิตรลงไป (ห้ามเขย่า)

1.7 นำขวดเจดาคไปต่อกับเครื่องกลั่นแล้วเขย่าสารละลายให้เข้ากัน ทำการกลั่นและเก็บสารละลายที่กลั่นได้ 200 มิลลิลิตร ด้วยวิธีการเดียวกับการกลั่นน้ำตัวอย่างเพื่อหาปริมาณแอมโมเนีย-ไนโตรเจน

1.8 นำสารละลายที่กลั่นได้ไปหาปริมาณแอมโมเนีย-ไนโตรเจน ด้วยวิธีการใดวิธีการหนึ่งที่เหมาะสม ปริมาณของไนโตรเจนที่หาได้นี้เป็นปริมาณของแอมโมเนีย-ไนโตรเจนรวมกับไนโตรเจนที่เป็นส่วนประกอบของสารอินทรีย์ซึ่งเรียกว่า ปริมาณเจดาค-ไนโตรเจน  
คำนวณหาปริมาณเจดาค-ไนโตรเจน ในน้ำตัวอย่างจากสูตร

$$\text{ปริมาณเจดาล-ไนโตรเจน (มก/ล)} = \frac{(A-B) \times N \times 14 \times 1000}{C}$$

เมื่อ A = ปริมาตรของสารละลายมาตรฐานกรดซัลฟูริก 0.05 M ที่ใช้ในการไตเตรตน้ำ  
ตัวอย่าง, มิลลิลิตร

B = ปริมาตรของสารละลายมาตรฐานกรดซัลฟูริก 0.05 M ที่ใช้ในการไตเตรด  
น้ำกลั่น, มิลลิลิตร

N = ความเข้มข้นของสารละลายมาตรฐานกรดซัลฟูริก, นอร์มัล

C = ปริมาตรของน้ำตัวอย่าง, มิลลิลิตร

1.9 คำนวณหาปริมาณของไนโตรเจนที่เป็นส่วนประกอบของสารอินทรีย์ โดยนำปริมาณ  
เจดาล-ไนโตรเจนไปหักลบกับปริมาณแอมโมเนีย-ไนโตรเจนของน้ำตัวอย่างเดียวกัน