

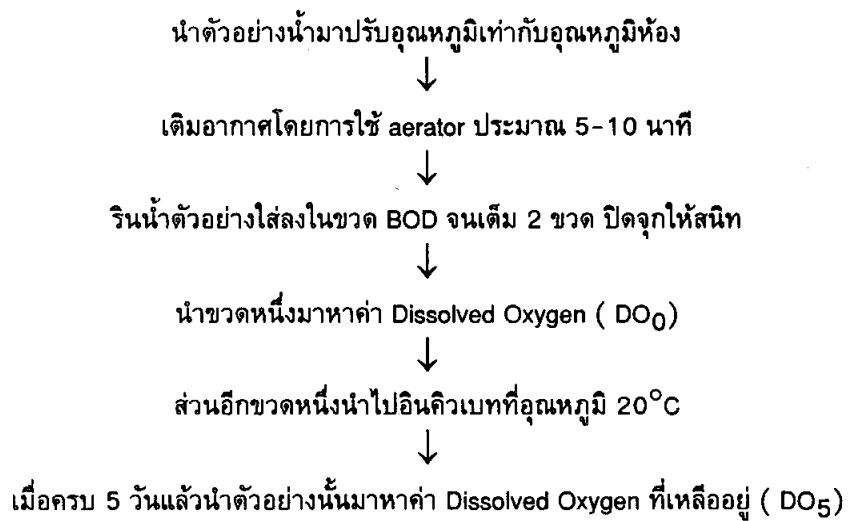


## ภาคผนวก A

## วิธีวิเคราะห์ตัวแปรต่าง ๆ ในตัวอย่างน้ำ

1. การวิเคราะห์หาค่า **Biochemical Oxygen Demand (BOD)**

มีขั้นตอนดังนี้



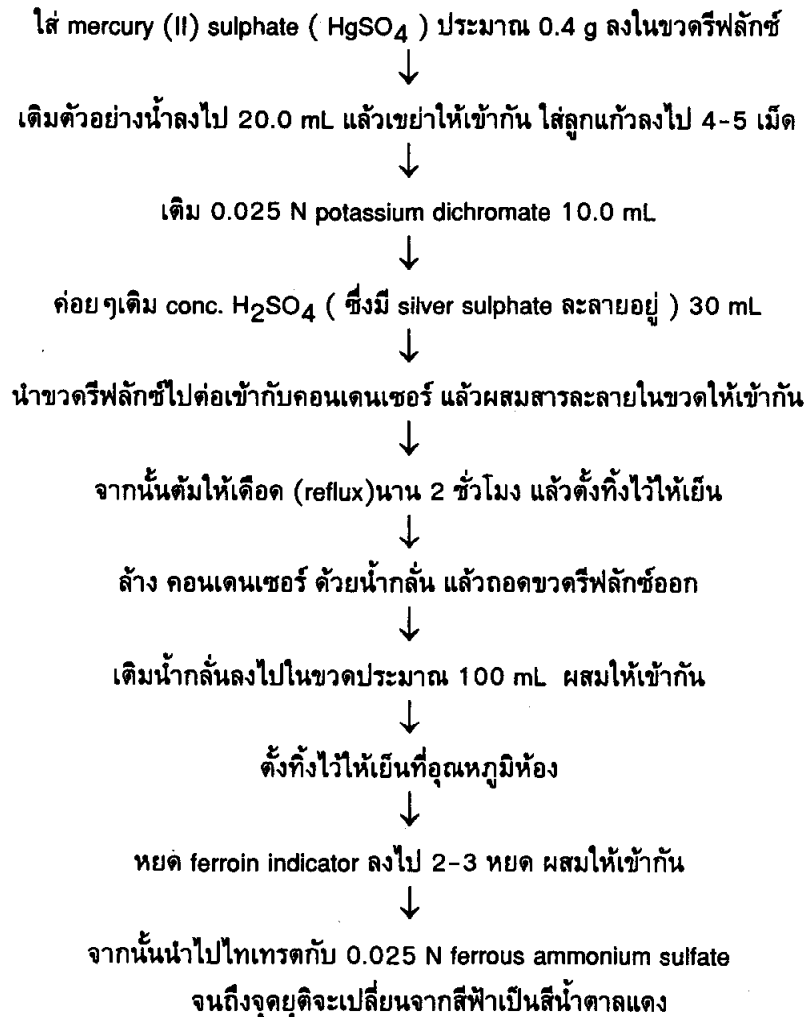
การคำนวณ

$$\text{BOD ( mg/L )} = \text{DO}_0 - \text{DO}_5$$

DO<sub>0</sub> = mg/L ของ Dissolved Oxygen ที่ไทเทรตได้ในวันแรกDO<sub>5</sub> = mg/L ของ Dissolved Oxygen ที่ไทเทรตได้ในวันที่ 5

## 2. การวิเคราะห์หาค่า **Chemical Oxygen Demand ( COD )**

มีขั้นตอนดังนี้



### การคำนวณ

$$\text{COD} = (A - B) \times N \times 8000 / \text{mL ของตัวอย่าง}$$

A = mL ของ ferrous ammonium sulfate ที่ใช้ไทเทรตแบลนด์

B = mL ของ ferrous ammonium sulfate ที่ใช้ไทเทรต ตัวอย่าง

N = นอร์แมลิตี (normality) ของ ferrous ammonium sulfate

### 3. การวิเคราะห์หาปริมาณของแข็ง( Solid)

#### 3.1. Total solid ( Gravimetric Method )

##### เครื่องมือ และ อุปกรณ์

1. จานระเหย (Evaporating Dish)
2. เตาเผา (Muffle Furnace) ควบคุมอุณหภูมิได้ 550° C
3. เครื่องอังไอน้ำ (Steam Bath)
4. ตู้อบ (Oven) ควบคุมอุณหภูมิได้ 103- 105° C
5. โถบรรจุสารดูดความชื้น (Desiccator)
6. เครื่องชั่งละเอียด ( Analytical balance)

##### วิธีวิเคราะห์

1. เมาจานระเหยที่อุณหภูมิ 550 ± 50° C นาน 1 ชั่วโมงในเตาเผา
2. ปลดปล่อยให้เย็นในโถบรรจุสารดูดความชื้น แล้วนำมาชั่งน้ำหนัก และนำไปเก็บในโถบรรจุสารดูดความชื้น จนกว่าจะนำไปใช้
3. เลือกปริมาณตัวอย่างน้ำกะให้ได้ค่าประมาณของของแข็ง 2.5 - 50 mg  
( ประมาณ 50-100 mL )
4. เทตัวอย่างน้ำใส่จานระเหยแล้วนำไปตั้งบนเครื่องอังไอน้ำ ปลดปล่อยให้ระเหยจนแห้งแล้ว นำจานระเหยเข้าตู้อบที่อุณหภูมิ 103-105° C นาน 1 ชั่วโมง
5. ปลดปล่อยให้เย็นในโถบรรจุสารดูดความชื้น แล้วนำมาชั่งน้ำหนัก
6. นำจานระเหยเข้าตู้อบที่อุณหภูมิ 103-105° C ปลดปล่อยให้เย็นในโถบรรจุสารดูดความชื้น แล้วนำมาชั่งน้ำหนัก ทำจนกระทั่งได้น้ำหนักคงที่หรือน้ำหนักลดลงน้อยกว่า 4 % ของการชั่งครั้งที่แล้ว

##### การคำนวณ

mg /L total residue = ( A - B ) X 1,000 / mL of sample

A = น้ำหนักของจานระเหยและน้ำตัวอย่าง , mg

B = น้ำหนักของจานระเหย , mg

### 3.2. Nonfiltrable Residue (Suspended Solid) (Gravimetric Method)

#### เครื่องมือและอุปกรณ์

1. ตู้อบ (Oven) ควบคุมอุณหภูมิได้  $103-105^{\circ}\text{C}$
2. โถบรรจุสารดูดความชื้น (Desiccator )
3. เครื่องชั่งละเอียด (Analytical balance )
4. กระดาษกรอง Whatman GF/C
5. เครื่องกรองบุชเนอร์ (Buchner Funnel)
6. เครื่องดูดอากาศ (Suction Pump)
7. Aluminium foil

#### วิธีวิเคราะห์

1. อบกระดาษกรอง (วางบนด้วย aluminium foil ) ให้แห้งที่อุณหภูมิ  $103 \pm 2^{\circ}\text{C}$  นาน 1 ชั่วโมง แล้วทิ้งให้เย็นในโถบรรจุสารดูดความชื้น ประมาณ 30 นาที แล้วชั่งน้ำหนัก
2. วางกระดาษกรองบนกรวยบุชเนอร์ซึ่งต่อเข้ากับเครื่องดูดอากาศ
3. ใช้น้ำกลั่นฉีดกระดาษกรองให้เปียกแล้วเปิดเครื่องดูดอากาศ เพื่อให้กระดาษกรองติดกับกรวยบุชเนอร์
4. กรองตัวอย่างน้ำที่ผสมเข้ากันดีแล้วโดยใช้เครื่องดูดอากาศ แล้วล้างเครื่องกรองด้วยน้ำกลั่น  $\sim 10\text{ mL}$  เปิดเครื่องทิ้งไว้  $\sim 3$  นาที
5. เมื่อแห้งแล้วนำกระดาษกรองวางบนด้วย aluminium foil อันเดิม แล้วนำไปอบให้แห้งที่อุณหภูมิ  $103 - 105^{\circ}\text{C}$  นาน 1 ชั่วโมง แล้วทิ้งไว้ให้เย็นในโถบรรจุสารดูดความชื้น และชั่งน้ำหนักจนได้น้ำหนักคงที่  
( ของแข็งที่กรองได้นี้สามารถนำไปหา volatile solid และ fixed solid ที่อุณหภูมิ  $550^{\circ}\text{C}$  )

#### การคำนวณ

$$\text{mg/L Suspended Solid} = (A-B) \times 100 / \text{mL of sample}$$

A = น้ำหนักของกระดาษกรองและสารแขวนลอย, mg

B = น้ำหนักของกระดาษกรอง, mg

### 3.3. Total Filtable Residue ( Dissolved Solid)

#### เครื่องมือและอุปกรณ์

เครื่องมือทุกชนิดที่ใช้ในการวิเคราะห์ Total Solid และ Suspended Solid

#### วิธีวิเคราะห์

1. เมาจานระเหยที่อุณหภูมิ  $103 \pm 2^\circ \text{C}$  นาน 1 ชั่วโมงในตู้อบ
2. ปลอ่ยให้เย็นใน desiccator แล้วนำมาชั่งน้ำหนัก และนำไปเก็บในโถบรรจุสารดูความชื้นจนกว่าจะนำไปใช้
3. เลือกปริมาณตัวอย่างน้ำ ( กรองสารแขวนลอยทั้งหมดออกหรือใช้น้ำจากการกรองหาปริมาณ Suspended Solid ประมาณ 50-100 mL ถ้าตัวอย่างมีปริมาณ Dissolved Solid น้อยกว่า 10 mg/L ให้น้ำตัวอย่าง 250 mL
4. นำไปตั้งบนเครื่องอังไอน้ำ ปลอ่ยให้ระเหยจนแห้งแล้ว นำจานระเหยเข้าตู้อบที่อุณหภูมิ  $105 \pm 2^\circ \text{C}$  นาน 1 ชั่วโมง
5. ปลอ่ยให้เย็นในโถบรรจุสารดูความชื้นแล้วนำมาชั่งน้ำหนัก

#### การคำนวณ

$$\text{mg/ L Dissolved Solid} = (A - B) \times 1000 / \text{mL of sample}$$

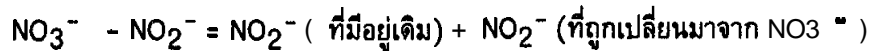
A = น้ำหนักของจานระเหย และสารละลายที่แห้ง, mg

B = น้ำหนักของจานระเหย, mg

#### 4. การวิเคราะห์หา Nitrate-nitrite ( Cadmium Reduction Method)

##### หลักการ

วิธีไนเตรต ( $\text{NO}_3^-$ ) จะถูกเปลี่ยนไปเป็นรูปไนไตรต์ ( $\text{NO}_2^-$ ) ด้วย cadmium (ซึ่ง coat ด้วย copper sulphate และบรรจุอยู่ใน reduction column) แล้วทำการหาปริมาณ ไนไตรต์โดยให้เกิดปฏิกิริยา diazotize กับ sulfanilic acid และ coupling กับ N-(1-naphthyl) ethylene diamine dihydrochloride ได้เป็น azo dye วิธีนี้สามารถหาปริมาณ Nitrate-nitrite ได้ตั้งแต่ 0.01 - 1.0 mg/L ได้ในน้ำบริโภคน้ำผิวดิน และน้ำกร่อย ซึ่ง Nitrate-nitrite ที่ได้นั้นเป็นผลรวมของ Nitrate ที่ถูกทำให้เปลี่ยนรูปเป็น nitrite และ nitrite ที่มีอยู่เดิม



##### สิ่งรวมกวน

1. ความขุ่น จะทำให้อัตราการไหลผ่านคอลัมน์ช้าลง ดังนั้นควรกรองตัวอย่างก่อน แต่ถ้าตัวอย่างขุ่นมาก ให้เติม zinc sulphate ( $\text{ZnSO}_4$ ) ก่อนกรอง
2. โลหะหนัก เช่น copper (Cu), iron (Fe) ถ้ามีปริมาณสูง จะทำให้ผลการวิเคราะห์ต่ำกว่าความเป็นจริง ( ใช้ EDTA ขจัดออก )
3. oil and grease จะไปเคลือบผิวของ cadmium ทำให้การรีดิวส์ลดลง ขจัดโดยการสกัดด้วยตัวทำละลายอินทรีย์

##### การเก็บรักษาตัวอย่าง

ควรจะทำการวิเคราะห์ในทันที หรือ กรองตัวอย่างผ่าน cellulose nitrate membrane filter 0.45 pm แล้วนำเก็บไว้ที่ 4°C แล้วทำการวิเคราะห์ภายใน 24 ชั่วโมง

##### เครื่องมือและอุปกรณ์

1. Reduction column
2. Spectrophotometer
3. Glass fiber filter or 0.45 pm membrane filter ( cellulose nitrate)
4. Suction pump
5. pH meter

**วีเอเจนต์**

1. น้ำกลั่น
2. Granular cadmium (40-60 mesh)
3. Hydrochloric acid 6N : เจือจาง conc. HCl 50 mL ให้เป็น 100 mL ด้วยน้ำกลั่น
4. Copper sulphate solution 2% : ละลาย 20g  $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$  ด้วยน้ำกลั่น 500 mL แล้วเจือจางจนได้ 1,000 mL
5. EDTA solution 4% : ละลาย disodium ethylenediamine tetraacetic acid 40 g ด้วยน้ำกลั่น 1 ลิตร
6. Nitric acid (1 +40)
7. Column activated solution : ผสม 4% EDTA 75 mL และ stock nitrate solution 160 mL เข้าด้วยกันแล้วเจือจางเป็น 4 ลิตร
8. ammonium chloride - EDTA solution : ละลาย ammonium chloride 13 g และ disodium ethylene diamine tetraacetate 1.7 g ด้วยน้ำกลั่น 900 mL ปรับ pH ให้ได้ 8.5 ด้วย conc.  $\text{NH}_4\text{OH}$
9. Dilute ammonium chloride- EDTA solution : เจือจาง ammonium chloride-EDTA solution(8) 300 mL ด้วยน้ำกลั่นจนครบ 500 mL
10. Sulfanilamide solution : ละลาย sulfanilamide 10 g ด้วยสารละลายผสมระหว่าง conc. HCl 100 mL และน้ำกลั่น 100 mL แล้วปรับปริมาตรให้เป็น 1 ลิตร
11. N-( 1 -naphthyl)-ethylene diamine dihydrochloride solution :  
ละลาย N-( 1 -naphthyl)-ethylene diamine dihydrochloride 0.1 g ด้วย น้ำกลั่น 100 mL
12. Stock nitrate solution : ละลาย anhydrous potassium nitrate ( $\text{KNO}_3$ ) 0.7218 g ( หนักในตู้อบ 105-110°C นาน 4 ชั่วโมง ) ด้วยน้ำกลั่นแล้วเจือจางจนได้ 1 ลิตร ( เก็บในตู้เย็นได้นาน 6 เดือน ) ( 1.0 mL = 0.10 mg  $\text{NO}_3\text{-N}$  )
13. Stock nitrite solution : ละลาย  $\text{KNO}_2$  0.6072 g หรือ  $\text{NaNO}_2$  0.4926 g ด้วยน้ำกลั่น 500 mL แล้วเจือจางจนได้ 1,000 mL ( 1.0 mL = 0.10 mg  $\text{NO}_2\text{-N}$  )
14. Copper-cadmium : ล้าง cadmium granular 30 g ด้วย 6N HCl 50 mL และ  $\text{HNO}_3$  (1+40) 50 mL แล้ว rinse ด้วยน้ำกลั่น 500 mL แล้วล้างด้วย 6N HCl อีก 50 mL ( cadmium จะเปลี่ยนเป็นสีเงิน ) แล้ว coat cadmium ด้วย 2% copper sulphate จนกระทั่งเมื่อเติม copper sulphate ลงไปแล้วสีของสารละลายไม่ชัด จากนั้นล้างด้วยน้ำกลั่นจนกระทั่งไม่มีตะกอนของ copper ออกมาอีก (cadmium จะเป็นสีดำ) จากนั้นบรรจุลงในคอลัมน์ แล้ว activated คอลัมน์ ด้วย column activated solution 4 ลิตร โดยทำการปรับอัตราการไหลผ่าน column 7- 10 mL via นาฬิกา



การเตรียมตัวอย่าง

กรองตัวอย่างน้ำประมาณ 100 mL ด้วยกระดาษกรอง cellulose nitrate 0.45  $\mu$ m แบ่งตัวอย่างเป็น 2 ส่วน ส่วนแรกนำไปทำการวิเคราะห์หา nitrite อีกส่วนหนึ่งนำไปหาปริมาณ nitrate-nitrite

## 5. การวิเคราะห์หา Total Phosphorus โดยวิธี Colorimetric, Ascorbic acid

### หลักการ

ฟอสฟอรัสในตัวอย่างน้ำจะถูกเปลี่ยนให้อยู่ในรูปของออร์โธฟอสเฟต (Orthophosphate) ที่ละลายน้ำได้โดย Persulphate Oxidation Technique หลังจากนั้นออร์โธฟอสฟอรัส (Orthophosphorus) จะทำปฏิกิริยากับ ammonium molybdate และ antimony potassium tartrate ในสภาวะกรด ได้ antimony-phospho-molybdate complex และจะเกิดสีน้ำเงิน เมื่อถูก reduce ด้วย ascorbic acid

วิธีนี้สามารถใช้วิเคราะห์หาปริมาณฟอสฟอรัสได้ในน้ำดื่ม น้ำผิวดิน น้ำกร่อย ตลอดจนน้ำทิ้งจากโรงงานอุตสาหกรรมและจากชุมชน และสามารถวิเคราะห์หาปริมาณฟอสฟอรัสได้ตั้งแต่ 0.01-0.5 mg/L

### การเก็บรักษาตัวอย่าง

ควรเก็บตัวอย่างด้วยขวดแก้ว pyrex หรือขวดพลาสติกชนิด nalgene (ซึ่งล้างด้วย  $\text{HNO}_3$  1:1) แล้วเติม conc.  $\text{H}_2\text{SO}_4$  2 mL ต่อตัวอย่าง 1 ลิตร แล้วแช่เย็นที่  $4^\circ\text{C}$

### สิ่งรบกวน

เหล็ก (Fe) ถ้ามีความเข้มข้นสูงจะทำให้เกิดการตกตะกอนและทำให้เกิดการสูญเสียของฟอสฟอรัส สารหนู (arsenic) มากกว่า 0.1 mg/L จะทำปฏิกิริยากับ molybdate ได้สารสีน้ำเงิน เช่นเดียวกับ ฟอสฟอรัส hexavalent chromium มากกว่า 1.0 mg/L nitrite มากกว่า 10.0 mg/L

### เครื่องมือและอุปกรณ์

1. hot plate
2. spectrophotometer
3. เครื่องแก้วล้างด้วยกรด : ครั้งแรกล้างด้วยผงซักฟอก น้ำประปา น้ำกลั่นแล้วล้างด้วย  $\text{HNO}_3$  1:1 ตามด้วยน้ำประปา และน้ำกลั่น
4. pH meter

### สารเคมี

1. 5N  $\text{H}_2\text{SO}_4$  : เจือจาง conc.  $\text{H}_2\text{SO}_4$  70 mL ด้วยน้ำกลั่นให้เป็น 500 mL
2. 1 N  $\text{H}_2\text{SO}_4$  : เจือจาง conc.  $\text{H}_2\text{SO}_4$  310 mL ด้วยน้ำกลั่นให้เป็น 1 ลิตร
3. Stock phosphorus solution : ละลาย 0.2197 g  $\text{K}_2\text{HPO}_4$  (potassium hydrogen phosphate) อบในเตาอบที่อุณหภูมิ  $105^\circ\text{C}$  ประมาณ 3 ชั่วโมง ด้วยน้ำกลั่น แล้วปรับปริมาตรเป็น 1 ลิตร (สารละลายนี้ 1 mL = 0.05 mg P)
4. Standard Phosphorus solution : เจือจาง stock phosphorus solution ( ข้อ 3) 10.0 mL ให้เป็น 1 ลิตรด้วยน้ำกลั่น ( สารละลายนี้ 1 mL = 0.5  $\mu\text{g}$  P)

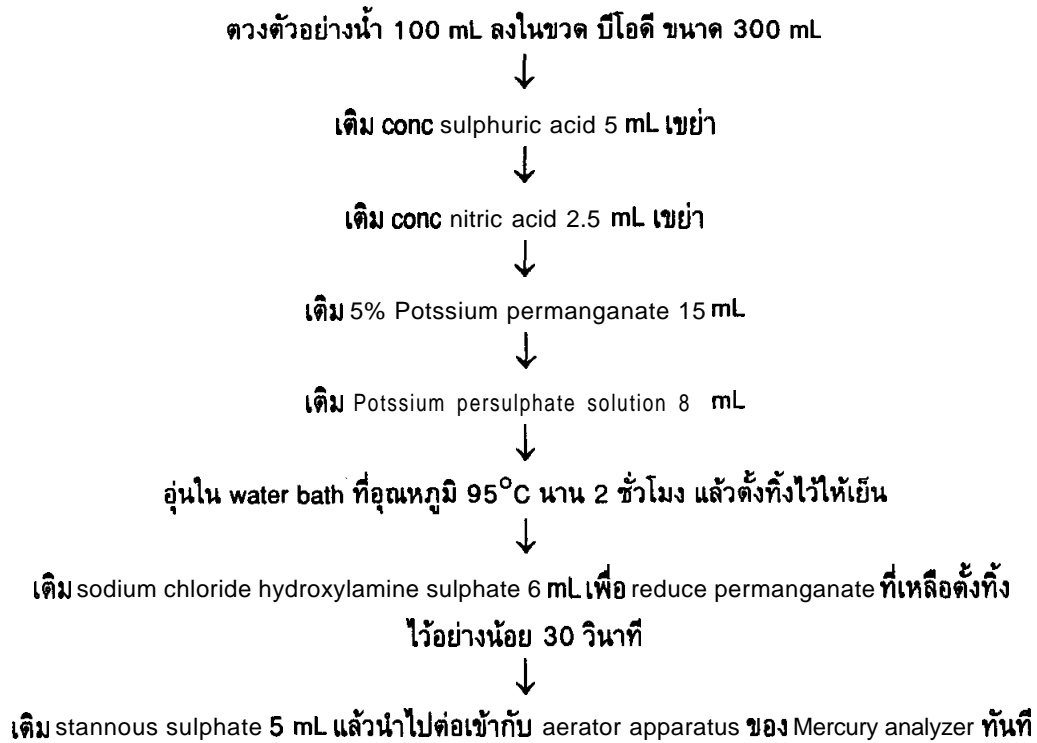
5. 1 N Sodium hydroxide : ละลาย NaOH (sodium hydroxide ) 40 g ด้วยน้ำกลั่น 600 mL แล้วปล่อยให้เย็น จากนั้นปรับปริมาตรให้เป็น 1 ลิตรด้วยน้ำกลั่น
6. Ammonium persulphate  $(\text{NH}_4)_2\text{S}_2\text{O}_8$
7. Sodium bisulphite : ละลาย  $\text{NaHSO}_3$  (sodium bisulphite) 5.2 g ด้วย 1.0 N  $\text{H}_2\text{SO}_4$  100 mL
8. Antimony potassium tartrate : ละลาย  $\text{K}(\text{SbO})\text{C}_4\text{H}_4\text{O}_6 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$  (Antimony potassium tartrate) 1.3715 g ด้วยน้ำกลั่น แล้วปรับปริมาตรให้เป็น 500 mL (เก็บไว้ในขวดสีชา แช่เย็นที่  $4^\circ\text{C}$ )
9. Ammonium Molybdate solution : ละลาย  $(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24} \cdot 4\text{H}_2\text{O}$  (ammonium molybdate) 20 g ด้วยน้ำกลั่น แล้วปรับปริมาตรให้เป็น 500 mL (เก็บไว้ในขวดพลาสติก แช่เย็นที่  $4^\circ\text{C}$ )
10. 0.1 N Ascorbic acid : ละลาย ascorbic acid 1.76 g ในน้ำกลั่น 100 mL (ascorbic acid ควรจะเตรียมในวันที่ต้องการวิเคราะห์ แต่ถ้าแช่เย็น  $4^\circ\text{C}$  สามารถเก็บได้ไม่เกิน 1 อาทิตย์)
11. Combine reagent : เป็นสารละลายผสมระหว่าง 5N  $\text{H}_2\text{SO}_4$  (ข้อ 1) 50 mL antimony potassium tartrate solution (ข้อ 8) 5 mL ammonium molybdate solution (ข้อ 9) 15 mL และ 0.1 N ascorbic acid (ข้อ 10) 30 mL โดยที่สารทั้งหมดต้องผสมที่อุณหภูมิห้อง

#### การคำนวณ

หาปริมาณของฟอสฟอรัสโดยเทียบกับกราฟมาตรฐาน เตรียมกราฟมาตรฐานฟอสเฟต โดยใช้สารละลายฟอสเฟตมาตรฐานความเข้มข้นต่างๆกันดังนี้ 0.00, 0.01, 0.03, 0.05, 0.10, 0.20, 0.30, 0.40 และ 0.50 mg/L ของ P โดยทำวิธีเดียวกับตัวอย่าง และนำค่าความเข้มข้น (P, mg/L) ของสารละลายมาตรฐานต่างๆ มาพล็อตกับค่าการดูดกลืนคลื่นแสงที่วัดได้

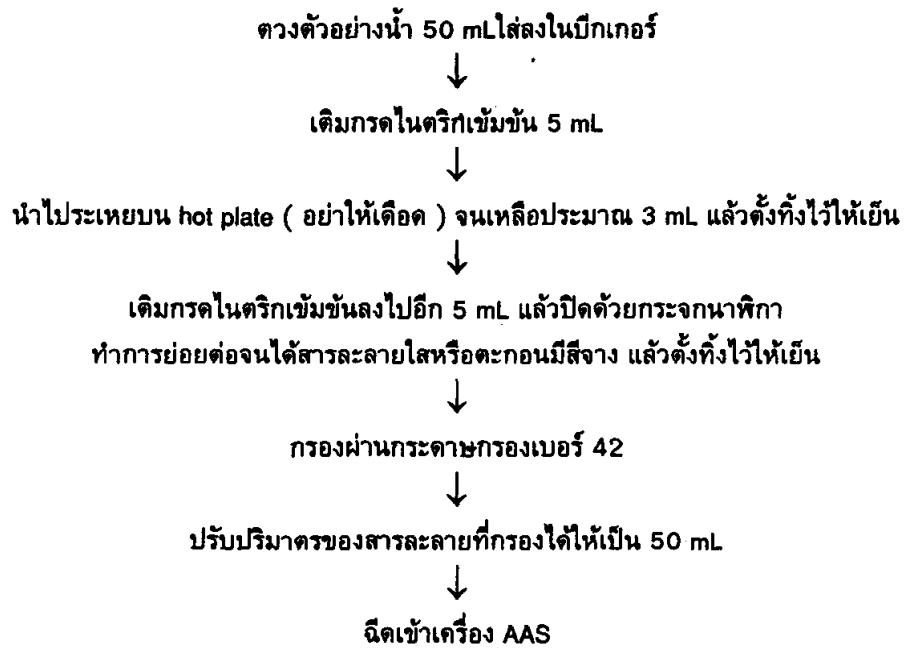
## 6. การวิเคราะห์หาปริมาณปรอท (Mercury, Cold Vapor Technique)

มีขั้นตอนดังนี้



## 7. การวิเคราะห์หาปริมาณโลหะหนักในตัวอย่างน้ำ

มีขั้นตอนดังนี้



## 8. วิธีการวิเคราะห์น้ำมัน และไขมัน (n-Hexane Extracts)

มีขั้นตอนดังนี้

