

## ภาคผนวก ข. การเตรียมตัวอย่างดินตะกอนและวิธีการวิเคราะห์คุณภาพน้ำเสียและน้ำทิ้ง

### 1. การเตรียมตัวอย่างดินตะกอน

ขั้นตอนการเตรียมตัวอย่างดินตะกอน

- ตากตัวอย่างให้แห้งที่อุณหภูมิห้อง
- บดตัวอย่างที่แห้งให้ละเอียดอย่างระมัดระวังไม่ให้ปริมาณของตะกอนเปลี่ยนไป
- ชั่งตัวอย่างให้ได้ 10 กรัมเติมกรดไฮโดรคลอริก 0.5 นอร์มัล 100 มล. แล้วปิดฝาให้แน่น
- เขย่าตัวอย่าง 16 ชั่วโมงที่อุณหภูมิห้อง
- นำสารละลายที่ได้ไปวิเคราะห์ค่าต่างๆต่อไป

### 2. ลักษณะสมบัติของน้ำเสียที่สำคัญในการตรวจวิเคราะห์

#### 2.1 ซีไอดี (Chemical Oxygen Demand)

การวิเคราะห์หาค่า COD (Chemical Oxygen Demand) เป็นการวิเคราะห์ปริมาณความต้องการออกซิเจนเพื่อใช้ในการย่อยสลายสารอินทรีย์ที่มีอยู่ในน้ำเสีย การย่อยวิธีนี้แตกต่างจากการย่อยทาง BOD คือในการวิเคราะห์ BOD ตัวที่จะเป็นตัวย่อยของเสียหรือสารอินทรีย์ในน้ำคือแบคทีเรียแต่ในการวิเคราะห์ COD ตัวที่ทำการย่อยคือสารเคมีซึ่งมีอำนาจในการออกซิไดซ์สูง เติมกรดซัลฟูริกเข้มข้น เพื่อให้สารละลายมีสภาพเป็นกรดคือ การย่อยสารหรือตั้มสาร ไอของสารที่ระเหยออกมาจะถูกทำให้ควบแน่นตกกลับลงไปในขณะที่บรรจุ ไบร่เยออกออกไปภายนอก

#### ซีไอดีโดยวิธีรีฟลักซ์แบบเปิด (Open Reflux Method)

สารอินทรีย์ส่วนใหญ่จะถูกออกซิไดซ์ โดยสารละลายผสมของ Chromic และ Sulfuric acid ที่ตั้มเดือด ตัวอย่างจะถูกรีฟลักซ์ ในสารละลายกรดแก่ที่รู้ปริมาณของ Potassium dichromate ( $K_2Cr_2O_7$ ) หลังจากย่อยสลายแล้วทำการรีดิวซ์  $K_2Cr_2O_7$  ที่ถูกใช้ไป แล้วจึงนำมาคำนวณหาสารอินทรีย์ที่ถูกออกซิไดซ์ โดยเปรียบเทียบกับปริมาณออกซิเจน

#### เครื่องมือและอุปกรณ์

1. ชุดเครื่องมือการกลั่นแบบไหลกลับคืน (Reflux apparatus) ประกอบด้วยขวดรูปกรวยที่มีคอทำด้วยแก้วขนาด 20/40 ปริมาตร 500 หรือ 250 มล. และ Condenser 300-mm jacket liebig ที่มีข้อต่อขนาด 20/40
2. เตาให้ความร้อน (Hot plate) ที่มีกำลังอย่างน้อย  $1.4 \text{ W/cm}^2$

#### รีเอเจนต์

1. Standard potassium dichromate solution 0.25 N : ละลาย 12.259 กรัม  $K_2Cr_2O_7$  (อบแห้งที่  $103^\circ \text{C}$  เป็นเวลา 2 ชั่วโมง) ในน้ำกลั่นแล้วเติมน้ำจนครบ 1 ลิตร

2. Silver sulfate,  $\text{Ag}_2\text{SO}_4$  เป็นผลึกหรือผง
3. Sulfuric acid,  $\text{H}_2\text{SO}_4$  conc.
4. Sulfuric acid reagent : เติม  $\text{Ag}_2\text{SO}_4$  ลงใน conc.  $\text{H}_2\text{SO}_4$  ในอัตราส่วน 22 กรัม  $\text{Ag}_2\text{SO}_4$  ต่อ conc.  $\text{H}_2\text{SO}_4$  4 กิโลกรัม ทิ้งไว้ 1-2 วัน เพื่อให้  $\text{Ag}_2\text{SO}_4$  ละลาย
5. Ferroin indicator solution: ละลาย 1.485 กรัม 1,10-Phenanthroline Monohydrate และ 0.695 กรัม  $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$  ในน้ำกลั่นและเจือจางเป็น 100 มล.
6. Standard ferrous ammonium sulfate, 0.25: ละลาย 98 กรัม ( $\text{Fe}(\text{NH}_4)_2(\text{SO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ ) ในน้ำกลั่น เติม 20 มล. Conc.  $\text{H}_2\text{SO}_4$  ทิ้งไว้ให้เย็นแล้วเจือจางเป็น 1 ลิตร Standardize สารละลายนี้ก่อนใช้ด้วยสารละลาย  $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$  มาตรฐาน 10 มล. เติม Conc.  $\text{H}_2\text{SO}_4$  30 มล. ทำให้เย็น ไตเตรตด้วย FAS โดยใช้ Ferroin Indicator Solution 2-3 หยด

Normality of FAS solution (M)

$$= \frac{\text{Volume 0.25 N Potassium Dichromate Solution titrated, ml} \times 0.25}{\text{Volume FAS used in titration, ml}}$$

7. Mercuric Sulfate :  $\text{HgSO}_4$  ผลึกหรือผง

#### วิธีการวิเคราะห์

1. ชั่งเมอร์คิวรีซัลเฟต ( $\text{HgSO}_4$ ) ประมาณ 0.4 กรัม ใส่ลงในขวดกลั่น
2. ปิเปตตัวอย่างน้ำใส่ลงไป 20 มล. (หรือส่วนที่เจือจางเป็น 20 มล.)
3. ปิเปตสารละลายโปตัสเซียมไดโครเมตปริมาตร 10 มล. ใส่ลูกแก้ว เพื่อช่วยให้การเดือดสมบูรณ์
4. นำขวดสารที่เตรียมไว้ ต่อเข้ากับคอนเดนเซอร์ของอุปกรณ์รีฟลักซ์แล้วเปิดน้ำหล่อเย็น ป้องกันไม่ให้สารที่ต้มระเหยออกไปได้
5. ค่อยๆ เติมกรดซัลฟูริกเข้มข้น ซึ่งมีซิลเวอร์ซัลเฟตอยู่ ( $\text{Ag}_2\text{SO}_4$ ) แล้วลงไป 30 มล. โดยเติมผ่านคอนเดนเซอร์ ขณะเติมค่อยๆ เทลงไปที่ละน้อยๆ เพื่อไม่ให้เกิดความร้อนจัด ในขณะเทกรด
6. เปิดเตาให้ความร้อน ต้มสารจนเดือดติดต่อกันเป็นเวลา 2 ชม.
7. เมื่อครบกำหนดเวลา ปิดเตาปล่อยให้เย็น ใช้น้ำกลั่นฉีดล้างคอนเดนเซอร์ เพื่อให้สารที่ค้างอยู่ในคอนเดนเซอร์ลงไปในส่วนน้ำกลั่น

8. เจือจางด้วยน้ำกลั่น ให้ได้ปริมาตร 140 มล. หยดอินดิเคเตอร์ 2-3 หยด นำไปไตเตรทด้วยสารละลายมาตรฐานแอมโมเนียมเพอร์ซัลเฟต จนกระทั่งจุดยุติเปลี่ยนจากสีเขียวแกมฟ้าเป็นสีน้ำตาลแดง
9. การทำแบลนด์ (Blank) ทำไปพร้อมๆกับน้ำตัวอย่างโดยใช้สารเคมีเช่นเดียวกับการวิเคราะห์ตัวอย่างแตกต่างกันตรงที่ใช้น้ำกลั่นแทนน้ำตัวอย่าง

#### การคำนวณหาค่า COD

$$\text{COD (mg/L)} = \frac{(a-b) \times C \times 8000}{\text{มล.น้ำตัวอย่าง}}$$

a = มล.ของสารละลายแอมโมเนียมเพอร์ซัลเฟตที่ใช้กับ Blank

b = มล.ของสารละลายแอมโมเนียมเพอร์ซัลเฟตที่ใช้กับตัวอย่าง

C = ความเข้มข้นของสารละลายแอมโมเนียมเพอร์ซัลเฟต 0.1 mol/L

#### 2.2 ซัลเฟต (Sulfate)

นิยมใช้วิธี Turbidimetric เพราะเป็นวิธีที่ง่ายสะดวกรวดเร็วและสามารถหาซัลเฟต ปริมาณต่ำๆได้ดี (วัดซัลเฟตช่วง 1 ถึง 40 มิลลิกรัม/ลิตร) ถ้าซัลเฟตมีปริมาณสูงสามารถวิเคราะห์ได้โดยการเจือจางตัวอย่างด้วยน้ำ

##### หลักการ

BaSO<sub>4</sub> จะตกตะกอนและอยู่ในรูปคอลลอยด์ ซึ่งทำได้โดยการเติม BaCl<sub>2</sub> ใน acid medium (HCl) ซึ่งมี glycerol อยู่ วัดแอบซอร์เบอแन्ซ์ (Absorbance) ของ BaSO<sub>4</sub> suspension โดยใช้ Spectrophotometer วิธีนี้ต้องทำ Calibration Curve เพื่ออ่านค่าซัลเฟตของตัวอย่างเป็นวิธีที่ไวและใช้กันมาก โดยเฉพาะกับตัวอย่างที่มีซัลเฟตน้อย สำหรับปริมาณซัลเฟตที่มากกว่า 40 มิลลิกรัมต่อลิตร อาจใช้วิธีนี้ได้โดยใช้ตัวอย่างให้น้อยลงแล้วเติมน้ำกลั่นจนได้ปริมาตร 100 มล. ในการทำงานทุกครั้ง ควรทำ Standard ควบคู่ไปด้วย วิธีนี้สามารถหาซัลเฟตได้น้อยถึง 1 มิลลิกรัมต่อลิตร

##### เครื่องมือและอุปกรณ์

1. เครื่องกวนสารละลายแบบแม่เหล็ก (Magnetic Stirrer) แท่งกวนสารละลายแบบแม่เหล็ก (Magnetic bar)
2. เครื่อง Spectrophotometer ที่ 420 นาโนเมตร และ light path 4-5 เซนติเมตร
3. นาฬิกาจับเวลา (Stop-Watch)

4. ซ้อนดวงที่มีความจุ 0.2-0.3 มิลลิลิตร

### รีเอเจนต์

1. เตรียม Conditioning reagent โดยการผสมกลีเซอรอล 50 มิลลิลิตร กับสารละลายที่ประกอบด้วยกรดเกลือเข้มข้น 30 มิลลิลิตร น้ำกลั่น 300 มิลลิลิตร 95 %เอธิลแอลกอฮอล์ 100 มิลลิลิตร และโซเดียมคลอไรด์ 75 กรัม
2.  $\text{BaCl}_2$  crystal 23-30 mesh
3. เตรียมสารละลายมาตรฐานซัลเฟต โดยการละลาย  $\text{Na}_2\text{SO}_4$  (Anhydrous) 147.9 มิลลิกรัม ในน้ำกลั่นจนได้ปริมาตร 1000 มิลลิลิตร หรือโดยการนำกรดกำมะถัน 0.02 นอร์มัล มา 10.41 มิลลิลิตร เติมน้ำกลั่นจนได้ปริมาตร 100 มิลลิลิตร (1 มิลลิลิตร = 100 ไมโครกรัมซัลเฟต = 100 มิลลิลิตรซัลเฟต/ลิตร = 100 ppm)

### วิธีการวิเคราะห์

1. การเกิดความขุ่นของแบเรียมซัลเฟต (Formation of  $\text{BaSO}_4$  Turbidity)  
เติมตัวอย่าง 100 มิลลิลิตร ใส่ขวดรูปกรวยขนาด 250 มิลลิลิตร เติม Conditioning 5 มิลลิลิตร ผสมให้เข้ากัน โดยใช้เครื่องกวนสารแม่เหล็กและแท่งกวนสารแม่เหล็กคนช้า ค่อยๆเติม  $\text{BaCl}_2$  crystal 1 ซ้อน จับเวลาพอได้ 1 นาที ให้หยุดคนทันที
2. การวัดความขุ่นของแบเรียมซัลเฟต (Measurement of  $\text{BaSO}_4$  Turbidity)  
เทสารละลายจากข้อ 1 ลงใน absorption cell ของ spectrophotometer วัดค่าความขุ่นทุกๆ 30 วินาที 420 นาโนเมตร เป็นเวลา 4 นาที ทั้งนี้เพราะ maximum turbidity จะเกิดขึ้นที่ 2 นาที และจะอยู่ตัวไปถึง 10 นาที ให้เอาค่าที่อ่านได้มากที่สุดภายใน 4 นาที
3. การเตรียมกราฟมาตรฐาน (Preparation of calibration curve)  
เตรียมสารละลายมาตรฐานซัลเฟตที่มีความเข้มข้น 0, 5, 10, 15, 20, 25, 30, 35, 40 มิลลิกรัมต่อลิตร (ถ้ามากกว่า 40 มิลลิกรัมต่อลิตร ความแน่นอนของวิธีนี้จะลดลง) โดยการปิเปต 0, 5, 10, 15, 20, 25, 30, 35, 40 มิลลิลิตร ของสารละลายมาตรฐานซัลเฟตที่เตรียมไว้ใส่ในขวดรูปกรวย แล้วเติมน้ำจนได้ปริมาตรแต่ละขวดเป็น 100 มิลลิลิตร และทำทุกอย่างเหมือนตัวอย่าง
4. การทำ Correction สำหรับตัวอย่างน้ำที่มีสีหรือความขุ่น (Correction of sample color and turbidity)  
โดยการทำให้ Blank เหมือนตัวอย่างแต่ไม่ต้องเติม  $\text{BaCl}_2$

## 2.3 สี (Color)

สีของตัวอย่างน้ำเสียจะมีลักษณะที่บ่งบอกถึงลักษณะประจำตัวได้ดี ถ้าตัวอย่างน้ำที่เก็บมามีสีเข้ม ผู้วิเคราะห์จะต้องระวังมากในเรื่องการวิเคราะห์พารามิเตอร์อื่นๆ ส่วนมากน้ำจากโรงงานที่มีสีคล้ำจะมีความสกปรกมากหรือมีอินทรีย์สารมากด้วย แต่หากตัวอย่างที่เก็บมาเป็นน้ำจากแหล่งน้ำธรรมชาติซึ่งไม่มีการปนเปื้อนจากโรงงานอุตสาหกรรมและมีสี สีของน้ำนั้นเกิดจากการย่อยสลายของสารอินทรีย์ในซากพืช ซากสัตว์ในดิน หรือเกิดจากแร่ธาตุในดิน เช่น สีเกิดจากเหล็ก จะมีสีเหลือง บางครั้งสีอาจเกิดสารแขวนลอยก็ได้

ดังนั้นการวัดสีจึงแบ่งได้เป็น 2 ชนิดคือ

1. สีจริง (true color) เกิดจากการย่อยสลายของพืชและสารอินทรีย์ในดิน
2. สีปรากฏ (apparent color) เกิดจากสารแขวนลอย

### อุปกรณ์

1. สเปกโตรโฟโตมิเตอร์ (spectrophotometer) ที่ความยาวคลื่น 500 นาโนเมตร (nm)

### รีเอเจนต์

1. สารละลายมาตรฐานคลอโรแพลทตินัมเตรียม โดยละลายโปตัสเซียมคลอโรแพลทตินัม (potassium chloroplatinate,  $K_2PtCl_6$ ) 1.246 กรัม และโคบอลต์คลอไรด์ (cobaltous chloride,  $CoCl_2 \cdot 6H_2O$ ) 1 กรัม ในน้ำกลั่นซึ่งเติมกรดไฮโดรคลอริกเข้มข้น (conc. HCl) 100 มล. คนให้สารละลายจนหมด ค่อยๆ เทใส่ขวดวัดปริมาตรขนาด 1 ลิตร ล้างสารละลายที่ติดค้างอยู่เทใส่ลงไปหลายๆ ครั้ง แล้วเจือจางจนปริมาตรครบ 1 ลิตร สารละลายที่เตรียมได้นี้ จะมีความเข้มข้นของสีเท่ากับ 500 หน่วยสี (color unit) นำสารละลายที่เตรียมได้นี้ไปเตรียมสารละลายความเข้มข้นของหน่วยสีต่างๆ ดังตารางที่ 2

ตาราง 70 ค่าสีของสารละลายมาตรฐานที่ความเข้มข้นต่างๆ

ลบ.ซม.ของสารละลายมาตรฐานที่เจือจางเป็น 50 ลบ.ซม.ด้วยน้ำกลั่น	ค่าของสีในหน่วยของ Co-Pt-Unit
0.0	0
0.5	5
1.0	10
1.5	15
2.0	20
2.5	25
3.0	30
3.5	35
4.0	40
4.5	45
5.0	50
5.5	55
6.0	60
6.5	65

### วิธีการวิเคราะห์

1. นำสารละลายมาตรฐานที่เตรียมไว้ตามตารางมาวัดค่าการดูดกลืนแสง (absorbency) แล้วนำค่าที่วัดได้ไปพลอตกราฟระหว่างค่าของหน่วยสี และค่าการดูดกลืนแสงที่วัดได้
2. นำตัวอย่างน้ำที่จะทำการวัดค่าสีมาทำการแยกโดยใช้แรงเหวี่ยง เพื่อให้ของแข็งที่แขวนลอยอยู่ตกตะกอน นำไปวัดค่าสีอ่านค่าเป็นค่าการดูดกลืนแสงที่วัดได้จะเป็นสีจริงมีไม่ใช่สีปรากฏ
3. นำค่าการดูดกลืนแสงที่อ่านได้จากเครื่องวัด ไปพลอตกราฟหาความสัมพันธ์ระหว่างค่าของสี และค่าการดูดกลืนแสงถ้าตัวอย่างที่นำมาวัดค่าดูดกลืนแสง มีค่าสูงเกินกว่าค่ามาตรฐานที่เตรียมไว้ให้ทำการเจือจางตัวอย่างน้ำให้อยู่ในช่วงที่เตรียมไว้ก่อน แล้วนำผลที่วัดได้คูณด้วยเท่าของการเจือจาง หรืออาจจะใช้สูตร

$$\text{หน่วยสี Color Units} = \frac{A \times 50}{V}$$

A = ค่าการดูดกลืนแสงที่อ่านได้

V = ปริมาตรของตัวอย่างน้ำที่นำมาเจือจาง

## 2.4 การวิเคราะห์หาปริมาณของโลหะด้วยอะตอมมิคแอบซอร์ปชันสเปกโตริโฟโตเมตตรี

### การวิเคราะห์หาปริมาณแคลเซียม (Calcium)

#### เครื่องมือและอุปกรณ์

1. อะตอมมิคแอบซอร์ปชันสเปกโตริโฟโตเมตตรีพร้อมด้วยอุปกรณ์
2. หัวเตาที่ช่องสามช่อง (Three-Slot-Burner head) ถ้าไม่มีหัวเตาชนิดนี้อาจใช้หัวเตาที่มีช่องเดียว

#### รีเอเจนต์

1. อากาศ โดยใช้เครื่องอัดอากาศ อากาศที่ใช้ต้องสะอาดและแห้งทำให้โดยการผ่านเครื่องกรองที่เหมาะสม
2. แก๊สอะเซทิลีน ใช้ชนิดมาตรฐานการค้าที่บรรจุในท่อ ควรหยุดใช้เมื่อความดันในถังลดลงถึง 7 กก./ตร.ซม. หรือ 100 psig เพื่อป้องกันมิให้แอสซีโตนออกมาด้วย
3. สารละลายแคลเซียม ซึ่งแคลเซียมคาร์บอเนต ( $\text{CaCO}_3$ ) 630 มก. ละลายในกรดไฮโดรคลอริก (1+5) 50 ลบ.ซม. บางครั้งจำเป็นต้องต้มสารละลายให้เดือดซำๆเพื่อให้ได้สารละลายใส ทำให้เย็นและเติมน้ำกลั่นจนครบ 1 ลิตร
4. น้ำกลั่นดีไอออนไนซ์ (Deionized distilled water)
5. กรดไฮโดรคลอริกเข้มข้น
6. สารละลายแลนทานัม (Lanthanum solution) ละลายแลนทานัมออกไซด์ ( $\text{La}_2\text{O}_3$ ) 58.65 กรัม ในกรดไฮโดรคลอริกเข้มข้น 250 มล. โดยค่อยๆเติมจนกระทั่งแลนทานัมออกไซด์ละลายหมดแล้วเติมน้ำกลั่นจนครบ 1 ลิตร
7. สารละลายมาตรฐานแคลเซียม เติมน้ำ 50 มล. ลงในแคลเซียมคาร์บอเนต 2.497 กรัม แล้วเติมกรดไฮโดรคลอริกเข้มข้นที่ละหยดเพื่อใช้กรดไฮโดรคลอริกน้อยที่สุดและทำปฏิกิริยาสมบูรณ์ เติมน้ำกลั่นจนครบ 1,000 มล. (1 มล. = 1 มก. Ca)

#### การสร้างกราฟมาตรฐาน

1. เลือกสารมาตรฐานแคลเซียมที่มีความเข้มข้นต่างๆแล้ววัดค่าแอบซอร์ปชัน
2. สำหรับการเตรียมสารละลายมาตรฐานแคลเซียม ให้ผสมสารละลายแลนทานัม 10 มล. ในสารละลายมาตรฐาน 100 มล.
3. การสร้างกราฟมาตรฐานแคลเซียมคิดจากความเข้มข้นเดิมของสารละลายมาตรฐาน ก่อนเจือจางด้วยสารละลายแลนทานัม

### การวิเคราะห์สารตัวอย่าง

1. การหาปริมาณแคลเซียมให้ผสมและเจือจางสารละลายตัวอย่าง 100 มล. ด้วยสารละลายแลนทานัม 10 มล.
2. วัดค่าแอมซอพแบนซ์ด้วยเครื่อง AAS

### 2.5 การวิเคราะห์หาปริมาณเหล็ก (Iron)

#### เครื่องมือและอุปกรณ์

เหมือนกับการวิเคราะห์หาปริมาณแคลเซียม

#### รีเอเจนต์

1. อากาศ และแก๊สอะเซทิลีน ใช้เหมือนกับการวิเคราะห์หาปริมาณแคลเซียม
2. สารละลายเหล็ก เติมกรดซัลฟูริกเข้มข้น 20 มล. ลงในน้ำกลั่น 50 มล. อย่างช้าๆ แล้วนำไปใช้ละลายเฟอร์รัสแอมโมเนียมซัลเฟต (Ferrous Ammonium Sulfate,  $\text{Fe}(\text{NH}_4)_2(\text{SO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ ) จำนวน 1.404 กรัม เติมโปแตสเซียมเปอร์แมงกาเนต ( $\text{KMnO}_4$ ) 0.1 นอร์มัล ที่ละหยดจนกระทั่งเกิดสีชมพูอ่อนๆ เติมน้ำกลั่นจนได้ 1 ลิตร แล้วเขย่าให้เข้ากัน

สารละลายนี้ 1.00 มล. = Fe 200 ไมโครกรัม

3. น้ำกลั่นดีไอออนไนซ์ (Deionized distilled water)
4. สารละลายมาตรฐานเหล็ก ปิเปตสารละลายเหล็ก(จากหัวข้อ 2) 5 มล. ลงในขวดวัดปริมาตรขนาด 1 ลิตร เจือจางด้วยน้ำกลั่นจนครบปริมาตร

สารละลายนี้ 1.00 มล. = Fe 1.00 ไมโครกรัม

#### การสร้างกราฟมาตรฐาน

1. เลือกสารมาตรฐานเหล็กที่ความเข้มข้นต่างๆ แล้ววัดค่าแอมซอพแบนซ์

### การวิเคราะห์สารตัวอย่าง

1. วัดค่าแอมซอพแบนซ์ด้วยเครื่อง AAS