

**ภาคผนวก ข**  
**การวิเคราะห์พารามิเตอร์ต่างๆ**

**1. การวิเคราะห์เหล็ก (iron) โดยวิธี ฟีนแอนโทรลีน**

เหล็กเป็นธาตุที่พบในธรรมชาติมาก และก่อให้เกิดปัญหาแก่ผู้บริโภค คือ ทำให้น้ำมีสีแดง มีกลิ่น และขุ่น ทำให้สุขภาพและเสื้อผ้ามีสี

**1.1. อุปกรณ์**

- 1.1.1. สเปกโตรโฟโตมิเตอร์ ที่ความยาวคลื่น 510 นาโนเมตร วิธีแสง 1 ซม.
- 1.1.2. ขวดรูปชมพู่ ขนาด 250 มล.
- 1.1.3. ขวดวัดปริมาตร ขนาด 50 มล.
- 1.1.4. บีกเกอร์ ขนาด 100 มล.
- 1.1.5. ปิเปต ขนาด 10 มล.
- 1.1.6. กระจกดวง ขนาด 50 มล.

**1.2. สารเคมี**

- 1.2.1. กรดเกลือเข้มข้น (HCl conc)
- 1.2.2. สารละลายไฮดรอกซาลามีน (hydroxylamine solution) เตรียมโดยละลายไฮดรอกซาลามีน 10 กรัม ในน้ำกลั่น 100 มล.
- 1.2.3. สารละลายแอมโมเนียมอะซิเตตบัฟเฟอร์ (ammonium acetate buffer) เตรียมโดยละลาย แอมโมเนียมอะซิเตต ( $\text{NH}_4\text{C}_2\text{H}_3\text{O}_2$ ) 250 กรัม ในน้ำกลั่น 150 มล. แล้วเติมกรดอะซิติก (acetic acid) เข้มข้น 700 มล. คนให้สารละลายเข้าด้วยกัน
- 1.2.4. สารละลาย ฟีนแอนโทรลีน (phenanthroline solution) เตรียมโดย ละลาย 1,10-phenanthroline monohydrate ( $\text{C}_{12}\text{H}_8\text{N}_2\cdot\text{H}_2\text{O}$ ) 100 มิลลิกรัม. ในน้ำกลั่น 100 ml ซึ่งหยดกรดเกลือเข้มข้น ประมาณ 2 หยด เพื่อช่วยในการละลายของสาร
- 1.2.5. สารละลายสต็อกเหล็ก (stock iron solution) เตรียมโดยชั่งแอมโมเนียมเฟอร์รัส  $[\text{Fe}(\text{NH}_4)_2(\text{SO}_4)_2\cdot 6\text{H}_2\text{O}]$  หนัก 1.404 กรัม ละลายในน้ำกลั่น (ซึ่งมีกรดเกลือเข้มข้นละลายอยู่ 20 มล) 50 มล. เมื่อได้สารละลายแล้ว หยดสารละลายโปตัสเซียมเปอร์มันกาเนต ( $\text{KMnO}_4$ ) 0.1 นอร์มัล ลงไปที่หยดจนกระทั่งเริ่มมีสีชมพูนำสารละลายนี้มาเจือจางให้เป็น 1 ลิตร
- 1.2.6. สารละลายมาตรฐานเหล็ก นำสารละลาย สต็อกเหล็ก มา 50 มล. เจือจางเป็น 1 ลิตรสารละลายนี้ 1 มล. = 10.0 ไมโครกรัม ของเหล็ก (Fe)
- 1.2.7. นำสารละลาย ข้อ 1.2.6 มา 5 มล. เจือจางด้วย น้ำกลั่นเป็น 1 ลิตร สารละลายนี้

1 มล. = 1.00 ไมโครกรัมของเหล็ก (Fe)

### 1.3. วิธีการวิเคราะห์

- 1.3.1. อุปกรณ์เครื่องแก้วทุกชนิดล้างด้วยกรดโครมิก ล้างให้สะอาดด้วยน้ำกลั่นหลายๆ ครั้ง
- 1.3.2. ตวงตัวอย่าง 50 มล. ใส่ในขวดรูปชมพู่ เติม กรดเกลือเข้มข้น 2 มล. และ สารละลายไฮดรอกซาลามีนไฮโดรคลอไรด์ 1 มล.
- 1.3.3. ใส่ลูกแก้ว 4-5 เม็ด คัมให้เดือดบนเตา (hot plate) จนเดือดเหลือสารละลายประมาณ 15-20 มล.
- 1.3.4. วางให้เย็น แล้วเทใส่ขวดวัดปริมาตรขนาด 50 มล ล้างภาชนะเทใส่ลงไป แต่อย่าให้เต็ม (เพื่อเติมอะซิเตด บัฟเฟอร์ 10 มล. และ ฟีนานโทโร-ลีน 2 มล.) เขย่าให้เกิดสี จะได้สีส้ม ทิ้งไว้ 5 นาที แล้วเจือจางเป็น 50 มล. วางทิ้งไว้อีก 10 นาที
- 1.3.5. นำสารที่เตรียมได้ไปวัดค่า การดูดกลืนแสง (absorbance) ด้วยเครื่อง UV-Vis Spectrophotometer, Hewlett Packard 8483 ที่ความยาวคลื่น 510 นาโนเมตร (nm)

### 1.4. การคำนวณ

$$\text{เหล็ก (มก / ลิตร)} = \frac{\text{ไมโครกรัม ของ เหล็ก}}{\text{มล.ของน้ำตัวอย่าง}}$$

## 2. วิเคราะห์หาความกระด้าง โดยวิธีติเตรดด้วย อิติทีเอ

ความกระด้างของน้ำเกิดจากอออนบวกของโลหะที่มีวาเลนซ์ 2 ได้แก่  $\text{Ca}^{2+}$ ,  $\text{Mg}^{2+}$ ,  $\text{Sr}^{2+}$ ,  $\text{Fe}^{2+}$  ฯลฯ แต่ในธรรมชาติจะพบแคลเซียม และแมกนีเซียม มากกว่าโลหะอื่นๆ ในน้ำทะเลเป็นที่รวมของธาตุต่างๆ มากมายความกระด้างจึงสูงกว่าน้ำผิวดินและบาดาล ความกระด้างอาจแบ่งตามอนุพลประจุลบที่จับกับอออนประจุบวกได้ 2 ประเภท

ความกระด้างคาร์บอเนตหรือความกระด้างชั่วคราว (carbonate or temporary hardness) เป็นความกระด้างที่เกิดจากอนุพลลบคาร์บอเนต และไบคาร์บอเนต ( $\text{CO}_3^{2-}$ ,  $\text{HCO}_3^-$ ) การจับตัวจะอยู่ในรูปของ แคลเซียมคาร์บอเนต ( $\text{CaCO}_3$ ) แคลเซียมไบคาร์บอเนต ( $\text{Ca(HCO}_3)_2$ ) เป็นต้น

ความกระด้างที่ไม่ใช่คาร์บอเนตหรือความกระด้างถาวร (non-carbonate or permanent hardness) เป็นความกระด้างที่เกิดจากอนุพลลบพวกซัลเฟต คลอไรด์ และไนเตรด การจับตัวจะอยู่ในรูปของ แคลเซียมซัลเฟต ( $\text{CaSO}_4$ ) แคลเซียมคลอไรด์ ( $\text{CaCl}_2$ ) เป็นต้น

## 2.1. อุปกรณ์

- 2.1.1. ขวดรูปชมพู่ ขนาด 100 มล.
- 2.1.2. ปิเปต ขนาด 10 มล.
- 2.1.3. กระจกตวง ขนาด 50 มล.
- 2.1.4. บีกเกอร์ ขนาด 50 มล.
- 2.1.5. บิวเรต ขนาด 25 มล.

## 2.2. สารเคมี

- 2.2.1. สารละลายบัฟเฟอร์ ซึ่ง อีดีทีเอ 1.179 กรัม. และ แมกนีเซียมซัลเฟต( $MgSO_4 \cdot 7H_2O$ ) 780 มก. .นำมาละลายในน้ำกลั่น 50 มล. นำสารละลายนี้ไปเติมลงในสารละลายของ 16.9 กรัม ของแอมโมเนียมคลอไรด์( $NH_4Cl$ ) และ 143 มล. ของแอมโมเนียมไฮดรอกไซด์ (Conc. $NH_4OH$ ) คนให้ผสมเข้ากันให้ดี แล้วเจือจางเป็น 250 มล. ด้วยน้ำกลั่น เก็บสารละลายนี้ไว้ในขวดพลาสติก
- 2.2.2. สารละลายอินฮิบิเตอร์ (inhibitors) ใช้สำหรับยับยั้งพวกออกซิเจนที่จะมารบกวนการวิเคราะห์เตรียมโดยละลายไฮดรอกซิลเอมีนไฮโดรคลอไรด์ (hydroxylamine hydrochloride) 4.5 กรัม ใน เอธิลแอลกอฮอล์ 95% ปริมาตร 100 มล.
- 2.2.3. สารละลายอินดิเคเตอร์ เตรียมโดยบด อิริโครม เบล็ก ที ( Eriochrome Black.T ) 0.5 กรัม และ โซเดียมคลอไรด์ (NaCl) 100 กรัม บดละเอียดผสมรวมกัน ใช้ครั้งละประมาณ 0.2 กรัม.

## 2.3. วิธีการทดลอง

- 2.3.1. ปิเปตตัวอย่างน้ำ 50 มล.
- 2.3.2. เติมสารละลายบัฟเฟอร์ 1-2 มล. สารละลายอินฮิบิเตอร์ 1-2 มล.. และ อินดิเคเตอร์ 0.2 กรัม. เขย่าให้สารละลายผสมกัน ถ้าตัวอย่างมีความกระด้าง จะได้สารละลายสีแดงหรือม่วงแดง
- 2.3.3. นำไปไตเตรดด้วยสารละลายมาตรฐาน EDTA จนสารละลายเปลี่ยนสีจากแดง หรือ ม่วงแดงเป็นสีน้ำเงิน ถึงจุดยุติ(end point)

## 2.4. การคำนวณ

$$\text{ความกระด้าง (มก./ลิตร } CaCO_3 \text{)} = \frac{A \times B \times 1000}{\text{มล.ตัวอย่างที่ใช้}}$$

มล.ตัวอย่างที่ใช้

A = มล.ที่ไตเตรดตัวอย่าง

B = มก.ของแคลเซียมคาร์บอเนต ที่สมมูลกับ 1 มล.อีดีทีเอ

### 3. ของแข็งละลายทั้งหมด (total dissolved solids)

ของแข็งละลายคือ ของแข็งที่ได้จากการกรองเอาสารแขวนลอยออก นำของเหลวที่กรองได้มาระเหยให้แห้ง

#### 3.1. อุปกรณ์

3.1.1. กรวยกรองบุคเนอร์

3.1.2. กระดาษกรอง GF/C

3.1.3. ถ้วยระเหย (อบแห้งและปล่อยให้เย็นในเดสซิเคเตอร์)

#### 3.2. วิธีวิเคราะห์

3.2.1. นำตัวอย่างที่ได้จากการกรองหาปริมาณสารแขวนลอย ส่วนที่กรองได้นำไปหาปริมาณของแข็งละลาย

3.2.2. ชั่งน้ำหนักถ้วยระเหย (ซึ่งอบแห้งแล้ว) วางบนอ่างอังไอน้ำ ตวงตัวอย่างที่กรองได้ 50 มล. ให้ระเหยจนแห้งนำไปอบที่อุณหภูมิ 103-105°C. เป็นเวลา 1 ชั่วโมง

3.2.3. วางให้เย็นในโถดูดความชื้น

3.2.4. ชั่งน้ำหนัก

#### 3.3. การคำนวณ

ของแข็งละลาย (มก./ลิตร)

$$= \frac{\text{น้ำหนักถ้วย}(g) + \text{ของแข็ง}(g) - \text{น้ำหนักถ้วย}(g) \times 1000 \times 1000}{\text{มล. ตัวอย่างที่ใช้}}$$

### 4. พีเอช (pH)

ใช้เครื่องวัดพีเอช (pH Meter) ยี่ห้อ Schott



ภาพประกอบที่ 34 เครื่องพีเอชมิเตอร์

#### 4.1. สารเคมี

4.1.1. สารละลายบัฟเฟอร์ พีเอช 4 และ 7

#### 4.2. วิธีการวัด

4.2.1. ใช้น้ำกลั่นฉีดล้างอิเล็กโทรด ซึ่งโดยทั่ว ๆ ไป จะเป็นอิเล็กโทรดแบบคอมบิเนชันอิเล็กโทรด (combination electrode)

4.2.2. Calibrate เครื่องด้วยบัฟเฟอร์ พีเอช 4 และ 7 ที่อุณหภูมิ 25 °C ตามคู่มือเครื่อง

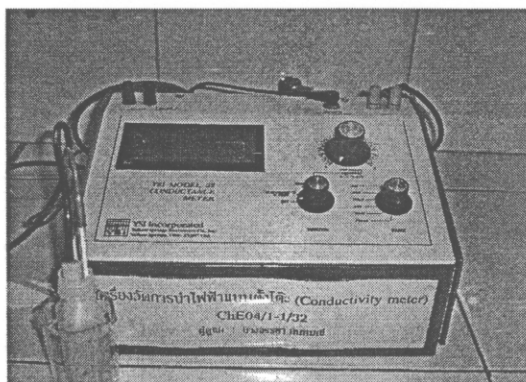
4.2.3. ซับแท่งอิเล็กโทรดด้วยกระดาษทิชชูให้แห้ง

4.2.4. วัดค่าพีเอชของตัวอย่าง

4.2.5. เมื่อวัดพีเอชของตัวอย่างเสร็จแล้ว ถ้างออิเล็กโทรดด้วยน้ำกลั่น ซับให้แห้งวัดตัวอย่างอื่น ๆ ต่อไป

#### 5. ค่าการนำไฟฟ้า

ค่าการนำไฟฟ้าบอกถึงมลทินที่อยู่ในน้ำ สื่อถึงความบริสุทธิ์ของน้ำ ใช้เครื่องวัดค่าการนำไฟฟ้ายี่ห้อ YSI Model 32



ภาพประกอบที่ 35 เครื่องวัดค่าการนำไฟฟ้า

#### 5.1. สารเคมีที่ใช้สำหรับ Calibrate

5.1.1. สารละลาย มาตรฐาน 0.0001 M. KCl

5.1.2. สารละลาย มาตรฐาน 0.0005 M. KCl

5.1.3. สารละลาย มาตรฐาน 0.001 M.KCl

#### 5.2. วิธีการวัด

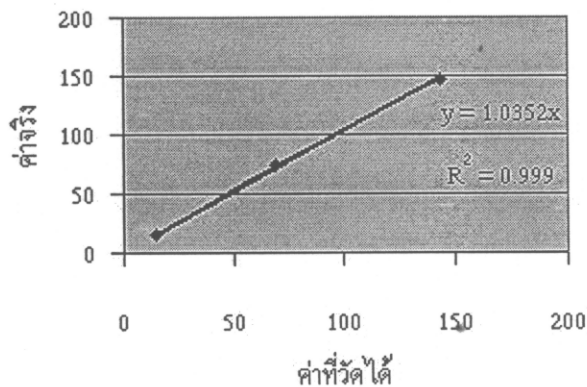
5.2.1. นำสารละลายมาตรฐานที่เตรียมไว้ ไปควบคุมอุณหภูมิที่ 25 °C

5.2.2. ล้างอิเล็กโทรดด้วยน้ำ DI หลายๆ ครั้ง จุ่มอิเล็กโทรดในสารละลายมาตรฐานที่เตรียมไว้ บันทึกค่าการนำไฟฟ้าของสารละลายมาตรฐานที่อ่านได้ นำไปสร้างกราฟมาตรฐาน

สารละลาย    ค่าCond. ตามทฤษฎี(micromho/cm)    ค่าCond. ที่วัดได้(micromho/cm)

KCl 0.0001 M.	14.89	14.92
KCl 0.0005 M.	73.9	68.8
KCl 0.001 M.	146.9	146.2

5.2.3. นำข้อมูลที่ได้สร้าง Calibration curve สำหรับเทียบค่า เพื่อแก้ไขความคลาดเคลื่อน



ภาพประกอบที่ 36 กราฟสำหรับปรับเทียบค่าการนำไฟฟ้าที่อ่านได้

5.2.4. ควบคุมอุณหภูมิของตัวอย่างที่ต้องการวัดที่ 25 °C

5.2.5. ล้างอิเล็กโทรดให้สะอาด จุ่มวัดค่าการนำไฟฟ้าของตัวอย่าง บันทึกค่าที่อ่านได้ นำไปคำนวณค่าที่ถูกต้องจากกราฟ