

การวิเคราะห์คุณภาพน้ำและดินเลน

1. แอมโมเนีย (Strickland and Parsons, 1972)

1.1 สารเคมี

1. สารละลายไฮโปคลอไรท์

ใช้โซเดียมไฮโปคลอไรท์ (NaClO) ซึ่งมีคลอรีนประมาณร้อยละ 5.5 ควรเก็บไว้ในภาชนะทึบแสง และไม่ควรถูกเก็บไว้นาน

2. สารละลายอัลคาไลน์

ละลายโซเดียมซิงโครท 100 กรัม และโซเดียมไฮดรอกไซด์ 5 กรัม ในน้ำกลั่นกำจัดอิมพิริมาตรครบ 500 มิลลิลิตร

3. ออกซิไดซ์ซิงรีเอเจนท์ (Oxidizing reagent)

ผสมสารละลายอัลคาไลน์ 4 ส่วน กับสารละลายไฮโปคลอไรท์ 1 ส่วน สารละลายนี้จะเตรียมเมื่อต้องการใช้ในแต่ละครั้งและจะต้องเก็บไว้ในขวดทึบแสงปิดฝา

4. สารละลายโซเดียมไนโตรพรัสไซด์ $[\text{Na}_2(\text{NO})\text{Fe}(\text{CN})_5 \cdot 2\text{H}_2\text{O}]$

ละลายโซเดียมไนโตรพรัสไซด์ 1 กรัม ในน้ำกลั่นกำจัดอิมพิริมาตรครบ 200 มิลลิลิตร

5. ฟีนอล รีเอเจนท์ (Phenol reagent)

ละลายฟีนอล 5 กรัม ในไดเอทิลแอลกอฮอล์ ร้อยละ 93 จนได้ปริมาตร 1,000 มิลลิลิตร

6. สารละลายมาตรฐานแอมโมเนีย

สารละลายแอมโมเนียเข้มข้น ละลายแอมโมเนียซัลเฟต $(\text{NH}_4(\text{SO}_4)_2$ (อบที่ 110°C 2 ชั่วโมง) 0.100 กรัม ในน้ำกลั่นกำจัดอิมพิริมาตรครบ 1,000 มิลลิลิตร (1 ml เท่ากับ 1,500 $\mu\text{g at - N/I}$)

สารละลายแอมโมเนียเจือจาง นำสารละลายแอมโมเนียเข้มข้น 10 มิลลิลิตรเติมน้ำกลั่นกำจัดอิมพิริมาตรครบ 500 มิลลิลิตร (1 ml เท่ากับ 30 $\mu\text{g at - N/I}$)

7. การทำกราฟมาตรฐานของแอมโมเนีย

ดูดสารละลายแอมโมเนียเจือจาง 3.33 , 6.67 , 16.67 , 33.33 และ 66.67 มิลลิลิตร เติมน้ำกลั่นกำจัดอิมพิริมาตรครบ 100 มิลลิลิตร สารละลายที่ได้มีความเข้มข้นของแอมโมเนียเท่ากับ 1 , 2 , 5 , 10 และ 20 $\mu\text{g at - N/I}$

1.2 วิธีการวิเคราะห์

1. ดูดตัวอย่างน้ำที่ผ่านการกรองด้วยกระดาษกรอง GF/C 10 มิลลิลิตร ใส่ในหลอดทดลองที่มีฝาปิดขนาด 15 มิลลิลิตร

2. เติมฟีนอลรีเอเจนท์ 0.4 มิลลิลิตร เขย่าให้ผสมกัน

3. เติมสารละลายโซเดียมไนโตรพรัสไซด์ 0.4 มิลลิลิตร เขย่าให้ผสมกัน

4. เติมออกซิไดซ์ซิงรีเอเจนท์ 1 มิลลิลิตร เขย่าให้ผสมกันทิ้งไว้ในที่มีคอด่างน้อย 1 ชั่วโมง แต่ไม่ควรเกิน 24 ชั่วโมง หลังจากนั้นนำไปวัดค่าดูดกลืนแสงที่ความยาวคลื่น 640 นาโนเมตร

5. Blank และ สารละลายมาตรฐาน ทำเช่นเดียวกันกับน้ำตัวอย่าง

2. ไนโตรท์ (Strickland and Parsons, 1972)

2.1 สารเคมี

1. สารละลายซัลฟานิลาไมด์ 5 กรัม ในกรดเจือจาง (กรดเกลือ 50 มิลลิลิตรในน้ำกลั่น 300 ลิตร) เติมน้ำกลั่นให้ได้ปริมาตร 500 มิลลิลิตร (เก็บไว้ในแก้วหรือขวดพลาสติก)

2. สารละลาย *N*- (1-naphthyl)-ethylenediamine dihydrochloride 0.50 กรัม ในน้ำกลั่น 500 มิลลิลิตร เก็บไว้ในขวดแก้วสีชา (ถ้าสารละลายมีสีน้ำตาลต้องเตรียมใหม่)

3. สารละลายมาตรฐานไนโตรท์

ละลาย NaNO_2 0.345 กรัม (อบที่ 110°C 2 ชั่วโมง) เติมน้ำกลั่นจนได้ปริมาตร 1,000 มิลลิลิตร (1 ml เท่ากับ 5,000 $\mu\text{g at-N/1}$)

สารละลายไนโตรท์เจือจาง นำสารละลายไนโตรท์เข้มข้น 5 มิลลิลิตร เติมน้ำกลั่นกำจัดออกจนได้ปริมาตรครบ 500 มิลลิลิตร (1 ml เท่ากับ 50 $\mu\text{g at-N/1}$)

2.2 การทำกราฟมาตรฐานของไนโตรท์

ดูดสารละลายไนโตรท์เจือจาง 2, 4, 10, 20 และ 40 มิลลิลิตร เติมน้ำกลั่นกำจัดออกจนได้ปริมาตรครบ 100 มิลลิลิตร สารละลายที่ได้มีความเข้มข้นของไนโตรท์เท่ากับ 1, 2, 5, 10 และ 20 $\mu\text{g at-N/1}$

2.3 การวิเคราะห์

1. ดูดตัวอย่างน้ำที่ผ่านการกรองด้วยกระดาษกรอง GF/C 10 มิลลิลิตร ใส่ในหลอดทดลองขนาด 15 มิลลิลิตร

2. เติมสารละลายซัลฟานิลาไมด์ 0.2 มิลลิลิตร ผสมให้เข้ากันทิ้งไว้ 2-8 นาที

3. เติมสารละลาย *N*- (1-naphthyl) - ethylenediamine dihydrochloride 0.5 มิลลิลิตร ผสมให้เข้ากัน และต้องทำการวัดภายใน 2 ชั่วโมง ที่ความยาวคลื่น 543 นาโนเมตร

4. Blank และสารละลายมาตรฐาน ทำเช่นเดียวกันกับน้ำ ตัวอย่าง

3. ไนเตรท (Strickland and Parsons, 1972)

3.1 สารเคมี

1. สารละลายซัลฟานิลาไมด์ เตรียมเช่นเดียวกับการวิเคราะห์หาไนโตรเจนในน้ำ
2. สารละลาย *N* - (1- naphthyl) - ethylenediamine dihydrochloride เตรียมเช่นเดียวกับการวิเคราะห์หาไนโตรเจนในน้ำ
3. สารละลายแอมโมเนียมคลอไรด์เข้มข้น
ละลายแอมโมเนียมคลอไรด์ 125 กรัม ในน้ำกลั่น 500 มิลลิลิตร (เก็บในขวดแก้วหรือขวดพลาสติก)
4. สารละลายแอมโมเนียมคลอไรด์เจือจาง
เจือจางสารละลายแอมโมเนียมคลอไรด์เข้มข้น 25 มิลลิลิตร ปรับให้ได้ปริมาตร 1,000 มิลลิลิตร
5. สารละลายคอปเปอร์ซัลเฟต (CuSO_4)
ละลายคอปเปอร์ซัลเฟต 20 กรัม ในน้ำกลั่นจนได้ปริมาตร 1,000 มิลลิลิตร
6. กรดไฮโดรคลอริก (HCl) 2 นอร์มัล
กรดไฮโดรคลอริก 25 มิลลิลิตร ค่อยๆเติมลงในบีกเกอร์ที่มีน้ำกลั่น 200 มิลลิลิตร ปรับปริมาตรด้วยน้ำกลั่นจนได้ 500 มิลลิลิตร
7. แคดเมียมฟิลลิ่ง (cadmium filling)
ใช้โลหะแคดเมียมที่มีขนาดเส้นผ่าศูนย์กลาง 0.5 มิลลิเมตร

การเตรียม column cadmium

- ชั่งแคดเมียม 50 กรัม ใส่ลงในพลาสติกที่มีกรดไฮโดรคลอริก 2 นอร์มัล 25 มิลลิลิตร ตั้งทิ้งไว้อย่างน้อย 1 ชั่วโมง ใช้แท่งแก้วคนเป็นครั้งคราว
- รินส่วนใสที่เป็นของเหลวออก ล้างด้วยน้ำกลั่นหลายๆครั้งจนกระทั่งกรดไฮโดรคลอริกถูกล้างหมดไป
- เติมสารละลายคอปเปอร์ซัลเฟตลงไป 10 มิลลิลิตร แกว่งไปมาจนกระทั่งสีฟ้าของสารละลายหมดไป ผงแคดเมียมจะมีสีแดง (หากเกิดตะกอนแดงให้ดูดออกด้วยหลอดหยดระวังอย่าให้ผงแคดเมียมที่เคลือบผิวแล้วสัมผัสอากาศ)
- ใช้คีมคีบใยแก้ว (glass wool) ใส่ลงใน column เกลี่ยใยแก้วให้อยู่ที่ก้นของ column เพื่อรองรับผงแคดเมียม แล้วเติมน้ำกลั่นหรือสารละลายแอมโมเนียมเจือจางลงใน column จนเต็ม
- ตักผงแคดเมียมที่เคลือบผิวด้วยคอปเปอร์ซัลเฟตลงใน column ระวังมิให้ผงแคดเมียมอัดตัวแน่นเกินไปและควรให้น้ำเต็ม column อยู่เสมอ เพื่อให้แคดเมียมถูกอากาศน้อยที่สุด

- เติมสารละลายแอมโมเนียมคลอไรด์เจือจาง ปริมาณ 50 มิลลิเมตร ปรับอัตราการไหลผ่าน column ให้ได้ปริมาตร 100 มิลลิลิตร ภายใน 8-12 นาที (ถ้าอัตราการไหลเร็วหรือช้ากว่าที่กำหนด ให้ทำการปรับระดับของสายยางที่ไหลออก)

- ใส่ใบแก้วเหนือแผงแคดเมียม แล้วล้างด้วยสารละลายแอมโมเนียมเจือจางอีกครั้งหากไม่ใช้งานทันทีจะต้องเติมสารละลายแอมโมเนียมคลอไรด์เจือจาง

- เมื่อใช้งาน column ได้ประมาณ 100 ตัวอย่าง ต้องเคลือบแผงแคดเมียมใหม่ โดยล้างด้วยกรดเกลือร้อยละ 5 (น้ำหนักต่อปริมาตร) 300 มิลลิลิตร เททิ้ง 2 ครั้ง จากนั้นล้างด้วยน้ำกลั่น (200 – 300 มิลลิลิตรต่อครั้ง) จนน้ำใสและค่า pH มากกว่า 5 เทน้ำทิ้งให้แห้งแล้วเคลือบผิวใหม่ตามวิธีข้างต้น

8. สารละลายมาตรฐานในเตรท

ละลาย KNO_3 1.02 กรัม (อบที่ $110^\circ C$ 2 ชั่วโมง) เติมน้ำกลั่นจนได้ปริมาตร 1,000 มิลลิลิตร (1 ml เท่ากับ $1,000 \mu g$ at - N/l)

สารละลายในเตรทเจือจาง นำสารละลายในเตรทเข้มข้น 1 มิลลิลิตร เติมน้ำกลั่นกำจัดไอออนจนได้ปริมาตรครบ 500 มิลลิลิตร (1 ml μg at - N/l)

3.2 การทำกราฟมาตรฐานของในเตรท

จุดสารละลายในเตรทเจือจาง 5, 10, 25, 50 และ 100 มิลลิลิตร เติมน้ำกลั่นกำจัด ไอออนจนได้ปริมาตรครบ 100 มิลลิลิตร สารละลายที่ได้มีความเข้มข้นของในเตรทเท่ากับ 1, 2, 5, 10 และ $20 \mu g$ at - N/l

3.3 การวิเคราะห์

1. ดูคตัวอย่างน้ำที่ผ่านการกรองด้วยกระดาษกรอง GF/C 50 มิลลิลิตร เติมแอมโมเนียมคลอไรด์เข้มข้น 1 มิลลิลิตร เทสารละลายลงใน column

2. เติมสารละลายซัลฟานิลไมด์ 0.2 มิลลิลิตร ผสมให้เข้ากันทิ้งไว้ 2- 8 นาที

3. เติมสารละลาย *N* - (1- naphthyl) - ethylenediamine dihydrochloride) 0.5 มิลลิลิตร ผสมให้เข้ากัน และต้องทำการวัดภายใน 2 ชั่วโมง ที่ความยาวคลื่น 543 นาโนเมตร

4. Blank และสารละลายมาตรฐาน ทำเช่นเดียวกันกับน้ำตัวอย่าง

4. ออร์โธฟอสเฟต (Strickland and Parsons, 1972)

4.1 สารเคมี

1. สารละลายแอมโมเนียมโมลิบเดต ($(NH_4)_6Mo_7O_{24} \cdot 4H_2O$)

ละลายแอมโมเนียมโมลิบเดต 15 กรัม ในน้ำกลั่น 500 มิลลิลิตร

2. สารละลายกรดซัลฟูริก (H_2SO_4)

ดวงกรดซัลฟูริกเข้มข้น 140 มิลลิลิตร ใส่น้ำกลั่น 900 มิลลิลิตร (ตั้งไว้ให้เย็นเก็บไว้ในขวดแก้ว)

3. สารละลายกรดแอสคอร์บิก (L-Ascorbic acid)
ละลายกรดแอสคอร์บิก 27 กรัม ในน้ำกลั่น 500 มิลลิลิตร (เก็บในขวดพลาสติก และ
แช่แข็งไว้)

4. สารละลายโพแทสเซียมแอนติโมทิลทาร์เทรต ($(\text{K}(\text{SbO})\text{C}_4\text{H}_4\text{O}_6)$)
ละลายโพแทสเซียมแอนติโมทิลทาร์เทรต 0.34 กรัม ในน้ำกลั่น 250 มิลลิลิตร

5. สารผสม

ผสมสารละลายแอมโมเนียมโมลิบเดท 100 มิลลิลิตร สารละลายกรดซัลฟูริก 250
มิลลิลิตร สารละลายกรดแอสคอร์บิก 100 มิลลิลิตร และสารละลายโพแทสเซียมแอนติโมทิลทาร์
เทรต 50 มิลลิลิตร (เก็บได้ไม่เกิน 6 ชั่วโมงหลังผสม)

6. สารละลายมาตรฐานฟอสเฟตเข้มข้น

ละลาย KH_2PO_4 0.2194 กรัม ด้วยน้ำกลั่น ปริมาตรจนครบ 1,000 มิลลิลิตร (ใส่
คลอโรฟอร์ม 1 มิลลิลิตร สามารถเก็บได้นาน 6 เดือน) ได้สารละลายมาตรฐานฟอสเฟตเข้มข้น 50
มิลลิกรัม $\text{PO}_4\text{-P/ล.}$ แล้วดูดสารละลายมา 10 มิลลิลิตร เติมน้ำกลั่นจนได้ปริมาตร 100 มิลลิลิตร จะได้
สารละลายมาตรฐานฟอสเฟตเข้มข้น 5 มิลลิกรัม $\text{PO}_4\text{-P/ล.}$ แล้วนำสารละลายมาตรฐานนี้ไปเจือจาง
ความเข้มข้นที่ระดับต่างๆต่อไป

7. สารละลายมาตรฐานฟอสเฟตเจือจาง

ดูดสารละลายมาตรฐานฟอสเฟตเข้มข้น 5 มิลลิกรัม $\text{PO}_4\text{-P/ล.}$ มา 0, 0.1, 0.2, 1.0,
2.0 และ 10 มิลลิลิตร ปรับปริมาตรด้วยน้ำกลั่นให้ได้ 100 มิลลิลิตร จะได้สารละลายมาตรฐาน
ฟอสเฟตเข้มข้น 0, 0.005, 0.01, 0.05, 0.1 และ 0.5 มิลลิกรัม $\text{PO}_4\text{-P/ล.}$

4.2 วิธีการ

1. ดูดน้ำตัวอย่างที่ผ่านการกรองด้วยกระดาษกรอง GF/C 10 มิลลิลิตร ใส่ใน
หลอดแก้วทดลอง เติมสารผสม 1 มิลลิลิตร เขย่าให้ผสมเข้ากัน ทิ้งไว้ 5 นาที (ไม่เกิน 3 ชั่วโมง)

2. นำไปวัดค่าการดูดกลืนแสงด้วยเครื่องสเปกโตรโฟโตมิเตอร์ที่ความยาวคลื่น 885
นาโนเมตร

3. Blank และสารละลายมาตรฐานเจือจางทำเช่นเดียวกับน้ำตัวอย่าง

4. การหาความเข้มข้นของออร์โธฟอสเฟต โดยการเขียนเส้นกราฟมาตรฐานแสดงความสัมพันธ์ระหว่างความเข้มข้นของสารละลายมาตรฐานออร์โธฟอสเฟตกับค่าการดูดกลืนแสง
แล้วนำค่าการดูดกลืนแสงที่อ่านได้จากน้ำตัวอย่างไปเปรียบเทียบกับเส้นกราฟมาตรฐาน ก็จะทราบ
ความเข้มข้นของออร์โธฟอสเฟตในน้ำตัวอย่างนั้น