

### ภาคผนวก ก. ตัวอย่างการคำนวณ

การคำนวณที่เกี่ยวข้องกับการบำบัดน้ำทิ้งด้วยปฏิกิริยาเฟนตัน

#### 1. การคำนวณอัตราส่วนโดยน้ำหนักของค่า COD ต่อเหล็กต่อไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ต่อแคลเซียมออกไซด์

##### การทดลองชุดที่ 1

- น้ำทิ้งสังเคราะห์ 1000 mL มีค่า COD 2415 mg/L  
ดังนั้นในน้ำทิ้งสังเคราะห์ มี COD 2.415 g
- FeSO<sub>4</sub>·7H<sub>2</sub>O 1.0 g  
FeSO<sub>4</sub>·7H<sub>2</sub>O น้ำหนัก 278.01 g ประกอบด้วย Fe 56 g  
ดังนั้น FeSO<sub>4</sub>·7H<sub>2</sub>O 1.0 g ประกอบด้วย Fe  $\frac{(55.85\text{g})(1.0\text{g})}{278.18\text{g}} = 0.20 \text{ g}$
- H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> 7.0 mL ในสารละลาย 1000 เตรียมจาก 30 %H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> (d = 1.112)  
ดังนั้น H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> 7.0 mL คิดเป็น (7.0 mL)(0.30)(1.112 g/mL) = 2.34 g
- CaO 0.90 g ต่อสารละลาย 1000 ml  
ดังนั้น ในสารละลาย 1000 ml จะมี CaO 0.90 g

เพราะฉะนั้นอัตราส่วนโดยน้ำหนักของ

$$\begin{aligned} \text{COD: Fe: H}_2\text{O}_2\text{:CaO} &= 2.41 : 0.20 : 2.34 : 0.90 \\ &= 1 : 0.08 : 0.97 : 0.37 \\ \text{Fe: H}_2\text{O}_2\text{:CaO} &= 1 : 11.7 : 0.45 \end{aligned}$$

##### การทดลองชุดที่ 7

- น้ำทิ้งจากโรงงานผลิตเฟอร์นิเจอร์ 1000 mL มีค่า COD 798 mg/L  
ดังนั้นในน้ำทิ้งจากโรงงานผลิตเฟอร์นิเจอร์มี COD 0.798 g
- FeSO<sub>4</sub>·7H<sub>2</sub>O 1.0 g  
FeSO<sub>4</sub>·7H<sub>2</sub>O น้ำหนัก 278.01 g ประกอบด้วย Fe 56 g  
ดังนั้น FeSO<sub>4</sub>·7H<sub>2</sub>O 1.0 g ประกอบด้วย Fe  $\frac{(55.85\text{g})(1.0\text{g})}{278.18\text{g}} = 0.20 \text{ g}$
- H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> 7.0 mL ในสารละลาย 1000 เตรียมจาก 30 %H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> (d = 1.112)  
ดังนั้น H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> 7.0 mL คิดเป็น (7.0 mL)(0.30)(1.112 g/mL) = 2.34 g

4. CaO 0.90 g ต่อสารละลาย 1000 ml

ดังนั้น ในสารละลาย 1000 ml จะมี CaO 0.90 g

เพราะฉะนั้นอัตราส่วนโดยน้ำหนักของ

$$\text{COD: Fe: H}_2\text{O}_2\text{:CaO} = 0.798 : 0.20 : 2.34 : 0.90$$

$$= 1 : 0.24 : 2.88 : 1.13$$

$$\text{Fe: H}_2\text{O}_2\text{:CaO} = 1 : 11.7 : 0.45$$

### การทดลองชุดที่ 13

1. น้ำทิ้งบ่อสุดท้ายจากโรงงานผลิตกล่องกระดาษ 1000 mL มีค่า COD 588 mg/L

ดังนั้นในน้ำทิ้งบ่อสุดท้ายจากโรงงานผลิตกล่องกระดาษมี COD 0.59 g

2. FeSO<sub>4</sub>·7H<sub>2</sub>O 1.0 g

FeSO<sub>4</sub>·7H<sub>2</sub>O น้ำหนัก 278.01 g ประกอบด้วย Fe 56 g

$$\text{ดังนั้น FeSO}_4\cdot 7\text{H}_2\text{O 1.0 g ประกอบด้วย Fe } \frac{(55.85\text{g})(1.0\text{g})}{278.18\text{g}} = 0.20 \text{ g}$$

3. H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> 7.0 mL ในสารละลาย 1000 เตรียมจาก 30% H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> (d = 1.112)

ดังนั้น H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> 7.0 mL คิดเป็น (7.0 mL)(0.30)(1.112 g/mL) = 2.34 g

4. CaO 0.90 g ต่อสารละลาย 1000 ml

ดังนั้น ในสารละลาย 1000 ml จะมี CaO 0.90 g

เพราะฉะนั้นอัตราส่วนโดยน้ำหนักของ

$$\text{COD: Fe: H}_2\text{O}_2\text{:CaO} = 0.587 : 0.20 : 2.34 : 0.90$$

$$= 1 : 0.34 : 3.99 : 1.53$$

$$\text{Fe: H}_2\text{O}_2\text{:CaO} = 1 : 11.7 : 0.45$$

## 2. การคำนวณปริมาณสารต่าง ๆ ในตะกอน

ตัวอย่าง การคำนวณปริมาณโบรอนในตะกอนของการทดลองที่ 1 ซึ่งมีน้ำหนักตะกอน 0.8336 g/L

— จากวิธีการเตรียมตะกอนโดยละลายตะกอนทั้งหมดด้วยกรด HCl

แล้วปรับปริมาตรได้ 25 ml

— ผลจากการวิเคราะห์ด้วยเครื่อง ICO – OES = 116 mg/L

$$\text{คั่งน้ันในตะกอน } 0.8336 \text{ g/L} = \frac{(116 \text{ mg/L})(25 \text{ mL})}{1000 \text{ mL}} = 3 \text{ mg}$$

— คั่งน้ันปริมาณโบรอนในตะกอน = 3 mg

การคำนวณปริมาณซัลเฟตในตะกอนของการทดลองที่ 1 ซึ่งมีน้ำหน้กตะกอน 0.8336 g/L

— จากวิธีการเตรียมตะกอนโดยละลายตะกอนทั้งหมดด้วยกรด HCl แล้วปรับปริมาตรได้ 25 ml

— ผลจากการวิเคราะห์ด้วยเครื่อง UV = 2498 mg/L

$$\text{คั่งน้ันในตะกอน } 0.8336 \text{ g/L} = \frac{(2498 \text{ mg/L})(25 \text{ mL})}{1000 \text{ mL}} = 62 \text{ mg}$$

— คั่งน้ันปริมาณซัลเฟตในตะกอน = 62 mg

การคำนวณปริมาณแคลเซียมในตะกอนของการทดลองที่ 1 ซึ่งมีน้ำหน้กตะกอน 0.8336 g/L

— จากวิธีการเตรียมตะกอนโดยละลายตะกอนทั้งหมดด้วยกรด HCl แล้วปรับปริมาตรได้ 25 ml

— ผลจากการวิเคราะห์ด้วยวิธี EDTA = 516 mg/L

$$\text{คั่งน้ันในตะกอน } 0.8336 \text{ g/L} = \frac{(516 \text{ mg/L})(25 \text{ mL})}{1000 \text{ mL}}$$

— คั่งน้ันปริมาณแคลเซียมในตะกอน = 13 mg

การคำนวณปริมาณเหล็กในตะกอนของการทดลองที่ 1 ซึ่งมีน้ำหน้กตะกอน 0.8336 g/L

— จากวิธีการเตรียมตะกอนโดยละลายตะกอนทั้งหมดด้วยกรด HCl แล้วปรับปริมาตรได้ 25 ml

— ผลจากการวิเคราะห์ด้วยเครื่อง UV = 6320 mg/L

$$\text{คั่งน้ันในตะกอน } 0.8336 \text{ g/L} = \frac{(6320 \text{ mg/L})(25 \text{ mL})}{1000 \text{ mL}} = 158 \text{ mg}$$

— คั่งน้ันปริมาณเหล็กในตะกอน = 158 mg

### 3. การคำนวณปริมาณร้อยละในสารละลายและในตะกอน

#### 3.1 Mass Balance

ปริมาณสารในสารละลายกรด = ปริมาณสารในสารละลาย + ปริมาณสารในตะกอน

### 3.2 คิดเป็นปริมาณร้อยละในสารละลายและในตะกอน

$$\begin{aligned} \text{ร้อยละ ของสารในสารละลาย} &= \frac{\text{ปริมาณสารในสารละลาย}}{\text{ปริมาณสารในสารละลาย} + \text{ปริมาณสารในตะกอน}} \times 100 \\ \text{ร้อยละ ของสารในตะกอน} &= \frac{\text{ปริมาณสารในตะกอน}}{\text{ปริมาณสารในสารละลาย} + \text{ปริมาณสารในตะกอน}} \times 100 \end{aligned}$$

#### ตัวอย่างการคำนวณของการทดลองชุดที่ 1

##### 1. ปริมาณโบรอน

ในสารละลาย 1 ลิตร

ผลการวิเคราะห์ด้วยเครื่อง ICP – OES

โบรอนในสารละลายกรด 1391 mg/L

ดังนั้นในสารละลายกรด 1 ลิตรมีโบรอน 1391 mg

โบรอนในสารละลาย 1325 mg/L

ดังนั้นในสารละลายมี โบรอน 1325 mg

จากการคำนวณ ในข้อ 2 ปริมาณโบรอนในตะกอน 3 mg

สมมูลมวล

ปริมาณซัลเฟตในสารละลายกรด = ปริมาณซัลเฟตในสารละลาย + ปริมาณซัลเฟตในตะกอน

$$1391 \text{ mg} = 1325 \text{ mg} + 3 \text{ mg}$$

$$1391 \text{ mg} \sim 1328 \text{ mg}$$

คิดเป็นปริมาณร้อยละในสารละลายและในตะกอน

ร้อยละของโบรอนในสารละลาย

$$= \frac{\text{ปริมาณโบรอนในสารละลาย}}{\text{ปริมาณโบรอนในสารละลาย} + \text{ปริมาณโบรอนในตะกอน}} \times 100$$

$$\text{ร้อยละของโบรอนในสารละลาย} = \frac{1325}{1325 + 3} \times 100 = 99.8$$

ร้อยละของโบรอนในตะกอน

$$= \frac{\text{ปริมาณโบรอนในตะกอน}}{\text{ปริมาณโบรอนในสารละลาย} + \text{ปริมาณโบรอนในตะกอน}} \times 100$$

$$\text{ร้อยละของโบรอนในตะกอน} = \frac{3}{1325 + 3} \times 100 = 0.2$$

## 2. ปริมาณซัลเฟต

ในสารละลาย 1 ลิตร

ผลการวิเคราะห์ด้วยเครื่อง UV

$$\text{ซัลเฟตในสารละลายกรด} = 3140 \text{ mg/L}$$

$$\text{ดังนั้นในสารละลายกรด 1 ลิตรมีซัลเฟต} = 3140 \text{ mg}$$

$$\text{ซัลเฟตในสารละลาย} = 3030 \text{ mg/L}$$

$$\text{ดังนั้นในสารละลายมีซัลเฟต} = 3030 \text{ mg}$$

$$\text{จากการคำนวณ ในข้อ 2 ปริมาณซัลเฟตในตะกอน} = 62 \text{ mg}$$

**สมมูลมวล**

$$\text{ปริมาณซัลเฟตในสารละลายกรด} = \text{ปริมาณซัลเฟตในสารละลาย} + \text{ปริมาณซัลเฟตในตะกอน}$$

$$3140 \text{ mg} = 3030 \text{ mg} + 62 \text{ mg}$$

$$3140 \text{ mg} \sim 3092 \text{ mg}$$

**คิดเป็นปริมาณร้อยละในสารละลายและในตะกอน**

ร้อยละของซัลเฟตในสารละลาย

$$= \frac{\text{ปริมาณซัลเฟตในสารละลาย}}{\text{ปริมาณซัลเฟตในสารละลาย} + \text{ปริมาณซัลเฟตในตะกอน}} \times 100$$

$$\text{ร้อยละของซัลเฟตในสารละลาย} = \frac{3030}{3030 + 62} \times 100 = 98.0$$

ร้อยละของซัลเฟตในตะกอน

$$= \frac{\text{ปริมาณซัลเฟตในตะกอน}}{\text{ปริมาณซัลเฟตในสารละลาย} + \text{ปริมาณซัลเฟตในตะกอน}} \times 100$$

$$\text{ร้อยละของซัลเฟตในสารละลาย} = \frac{62}{3030 + 62} \times 100 = 2.0$$

## 3. ปริมาณแคลเซียม

ในสารละลาย 1 ลิตร

สารละลายก่อนบำบัด

$$\text{ผลการวิเคราะห์การไทเทรตด้วย EDTA} = 88 \text{ mg/L}$$

คั่งนํ้าในสารละลายก่อนบำบัดมี แคลเซียม	= 88 mg
แคลเซียมที่เติมลงไป 0.9 g มีแคลเซียม	= 643 mg
ปริมาณแคลเซียมในสารละลาย	= 675 mg/L
คั่งนํ้าในสารละลายมี แคลเซียม	= 675 mg
จากการคำนวณ ในข้อ 2 ปริมาณแคลเซียมในตะกอน	= 13 mg

#### สมมูลมวล

$$\begin{aligned} \text{ปริมาณ Ca ที่เติม} + \text{ปริมาณ Ca ในสารละลายก่อนบำบัด} \\ &= \text{ปริมาณ Ca ในสารละลาย} + \text{ปริมาณ Ca ในตะกอน} \\ &= 675 \text{ mg} + 13 \text{ mg} \\ 643 \text{ mg} + 88 \text{ mg} &\sim 688 \text{ mg} \end{aligned}$$

#### คิดเป็นปริมาณร้อยละในสารละลายและในตะกอน

$$\text{ร้อยละของแคลเซียมในสารละลาย} = \frac{\text{ปริมาณ Ca ในสารละลาย}}{\text{ปริมาณ Ca ในสารละลาย} + \text{ปริมาณ Ca ในตะกอน}} \times 100$$

$$\text{ร้อยละของแคลเซียมในสารละลาย} = \frac{675}{675 + 13} \times 100 = 98.1$$

$$\text{ร้อยละของแคลเซียมในตะกอน} = \frac{\text{ปริมาณ Ca ในตะกอน}}{\text{ปริมาณ Ca ในสารละลาย} + \text{ปริมาณ Ca ในตะกอน}} \times 100$$

$$\text{ร้อยละของแคลเซียมในสารละลาย} = \frac{13}{675 + 13} \times 100 = 1.9$$

#### 4. ปริมาณเหล็ก

ในสารละลาย 1 ลิตร

ผลการวิเคราะห์ด้วยเครื่อง UV

เหล็กในสารละลายกรด	166 mg/L
คั่งนํ้าในสารละลายกรด 1 ลิตรมีเหล็ก	166 mg
เหล็กในสารละลาย	6 mg/L
คั่งนํ้าในสารละลายมี เหล็ก	6 mg
จากการคำนวณ ในข้อ 2 ปริมาณเหล็กในตะกอน	158 mg

### สมดุลมวล

ปริมาณเหล็กในสารละลายกรด = ปริมาณเหล็กในสารละลาย + ปริมาณเหล็กในตะกอน

$$\begin{aligned} 166 \text{ mg} &= 6 \text{ mg} + 158 \text{ mg} \\ 166 \text{ mg} &\sim 164 \text{ mg} \end{aligned}$$

### คิดเป็นปริมาณร้อยละในสารละลายและในตะกอน

$$\text{ร้อยละของเหล็กในสารละลาย} = \frac{\text{ปริมาณเหล็กในสารละลาย}}{\text{ปริมาณเหล็กในสารละลาย} + \text{ปริมาณเหล็กในตะกอน}} \times 100$$

$$\text{ร้อยละของเหล็กในสารละลาย} = \frac{6}{158 + 6} \times 100 = 3.6$$

$$\text{ร้อยละของเหล็กในตะกอน} = \frac{\text{ปริมาณเหล็กในตะกอน}}{\text{ปริมาณเหล็กในสารละลาย} + \text{ปริมาณเหล็กในตะกอน}} \times 100$$

$$\text{ร้อยละของเหล็กในสารละลาย} = \frac{158}{158 + 6} \times 100 = 96.4$$

ตารางที่ 61 แสดงปริมาณสารจากการสมดุลมวล

สาร	ปริมาณ (mg)			
	ปฏิกิริยาเฟนตัน	ปฏิกิริยาเฟนตัน + CaO		
		สารละลายกรด	สารละลาย	ตะกอน
โบรอน	1391	1325	3	1328
ซัลเฟต	3140	3030	62	3092
เหล็ก	166	6	158	164
แคลเซียม	731*	675	13	688

\* เป็นปริมาณแคลเซียมในน้ำทิ้งและแคลเซียมที่เติมลงไป

#### 4. การคำนวณ % BAE (Boric Acid Equivalence)

$$\% \text{ BAE} = 100 \text{ G B (mg/L)} \times \frac{1 \text{ g}}{1000 \text{ mg}} \times \frac{MW H_3BO_3}{MW B} \times \frac{V(\text{make})}{\text{weight, g}} \times \frac{1 \text{ L}}{1000 \text{ mL}}$$

$$MW H_3BO_3 = 61.8 \text{ g/mol}$$

$$MW B = 10.8 \text{ g/mol}$$

หรือคำนวณจากปริมาณ  $H_3BO_3$  โดยที่  $\% \text{ BAE} = \frac{H_3BO_3 \text{ (kg/m}^3\text{)}}{d \text{ (650 kg/m}^3\text{)}}$



## ภาคผนวก ข. การเตรียมตัวอย่างตะกอนและวิธีการวิเคราะห์คุณภาพน้ำเสีย

### 1. การเตรียมตัวอย่างตะกอน

- อบตัวอย่างให้แห้งที่  $105^{\circ}\text{C}$
- นำตะกอนทั้งหมดมาชั่งน้ำหนัก
- ละลายตัวอย่างด้วยกรดไฮโดรคลอริก 0.5 นอร์มัล ประมาณ 5 ml
- ให้ความร้อนเล็กน้อยเพื่อให้ตะกอนละลายจนหมด
- นำสารละลายที่ได้มาปรับปริมาตรด้วยน้ำกลั่น ในขวดวัดปริมาตรขนาด 25 mL
- นำสารละลายที่ได้ไปวิเคราะห์ค่าต่าง ๆ ต่อไป

### 2. ลักษณะสมบัติของน้ำเสียที่สำคัญในการตรวจวิเคราะห์

#### 2.1 COD (Chemical oxygen demand)

การวิเคราะห์หาค่า COD เป็นการวิเคราะห์หาความสกปรกของน้ำเสียต่าง ๆ โดยเป็นการวัดปริมาณออกซิเจนทั้งหมดที่ใช้ในการออกซิไดซ์สารอินทรีย์ของน้ำเสียเพื่อให้เกิดคาร์บอนไดออกไซด์ และน้ำเป็นผลปฏิกิริยาสุดท้าย เงื่อนไขสำคัญในการวิเคราะห์ซีโอดีคือ ปฏิกิริยาออกซิเดชันต้องเกิดขึ้นโดยอาศัยออกซิไดซิงเอเจนต์ (Oxidizing agent) อย่างแรงภายใต้สภาวะที่เป็นกรดเข้มข้นและมีอุณหภูมิสูง

#### หลักการวิเคราะห์ซีโอดี โดยวิธีรีฟลักซ์แบบปิด (Open reflux method)

ภายใต้สภาวะการรีฟลักซ์ในสารละลายกรดซัลฟูริกเข้มข้นที่อุณหภูมิสูง สารอินทรีย์ในน้ำจะถูกออกซิไดซ์โดยสารละลายโปตัสเซียมไดโครเมทที่ทราบความเข้มข้นและมีปริมาณมากเกินพอที่ทราบจำนวน หลังจากรีฟลักซ์ วัดปริมาณโปตัสเซียมไดโครเมทที่เหลือโดยนำไปไตเตรตกับ เฟอรัสแอมโมเนียมซัลเฟต (Ferrous ammonium sulfate) และใช้เฟอโรอิน (Ferroin) เป็นอินดิเคเตอร์ ทำให้ทราบปริมาณของโปตัสเซียมไดโครเมทที่ใช้ในการออกซิไดซ์สารอินทรีย์ได้

#### เครื่องมือและอุปกรณ์

1. ชุดเครื่องกลั่นแบบไหลกลับคืน (Reflux apparatus) ประกอบด้วยขวดรูปกรวยที่มีคอทำด้วยแก้วขนาด 20/40 ปริมาตร 500 หรือ 250 ml และ condenser 300 – mm Jacket liebig ที่มีข้อต่อขนาด 20/40
2. เตาให้ความร้อน (Hot plate) ที่มีกำลังอย่างน้อย  $1.4 \text{ W/cm}^2$

### สารเคมี

1. Standard potassium dichromate solution 0.25 N : ละลาย 12.259 กรัม  $K_2Cr_2O_7$  (อบแห้งที่  $103^{\circ}C$  เป็นเวลา 2 ชั่วโมง) ในน้ำกลั่นแล้วเติมน้ำจนครบ 1 ลิตร
2. Silver sulfate,  $Ag_2SO_4$  เป็นผลึกหรือผง
3. Sulfuric Acid,  $H_2SO_4$  conc.
4. Sulfuric acid reagent : เติม  $Ag_2SO_4$  ลงใน conc.  $H_2SO_4$  ในอัตราส่วน 8.8 กรัม  $Ag_2SO_4$  ต่อ conc.  $H_2SO_4$  1 ลิตร ตั้งทิ้งไว้ 1 – 2 วัน เพื่อให้  $Ag_2SO_4$  ละลาย
5. Ferroin indicator solution
6. Standard ferrous ammonium sulfate, 0.25 : ละลาย 98 กรัม  $(Fe(NH_4)_2(SO_4)_2 \cdot 6H_2O)$  ในน้ำกลั่น เติม 20 ml conc.  $H_2SO_4$  ทิ้งไว้ให้เย็น แล้วเจือจางเป็น 1 ลิตร Standardize สารละลายนี้ก่อนใช้ด้วยสารละลาย  $K_2Cr_2O_7$  มาตรฐาน 10 ml เติม conc.  $H_2SO_4$  30 ml 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 :  $HgSO_4$  ผลึกหรือผง

### วิธีการวิเคราะห์

1. ชั่ง  $HgSO_4$  ประมาณ 0.4 กรัม ใส่ลงในขวดกลั่น
2. ปิเปตตัวอย่างน้ำใส่ลงไป 20 ml (หรือส่วนที่เจือจางเป็น 20 ml)
3. ปิเปต Potassium dichromate solution 10 mL ใส่ลูกแก้ว เพื่อช่วยให้การเดือดสมบูรณ์
4. นำขวดกลั่นต่อเข้ากับคอนเดนเซอร์ของอุปกรณ์รีฟลักซ์แล้วเปิดน้ำหล่อเย็น ป้องกันไม่ให้อุณหภูมิระเหย ออกไปได้
5. ค่อย ๆ เติมกรดซัลฟูริกเข้มข้นซึ่งมี  $Ag_2SO_4$  อยู่แล้ว ลงไป 30 mL โดยเติมผ่านคอนเดนเซอร์
6. เปิดเตาให้ความร้อน ต้มสารจนเดือดเป็นเวลา 2 ชั่วโมง
7. เมื่อครบกำหนดปิเปต ปล่อยให้เย็น ใช้น้ำฉีดล้างคอนเดนเซอร์เพื่อล้างสารที่ติดอยู่ที่คอนเดนเซอร์ลงไปขวดกลั่น

8. เจือจางด้วยน้ำกลั่น ให้ได้ปริมาตร 140 mL หยดอินดิเคเตอร์ 2-3 หยด นำไปไตเตรตด้วยสารละลาย Ferrous ammonium sulfate
9. การทำแบลนค์ (Blank) ทำไปพร้อม ๆ กับน้ำตัวอย่างโดยใช้สารเคมีเช่นเดียวกับการวิเคราะห์ตัวอย่างแตกต่างกันตรงที่ใช้น้ำกลั่นแทนน้ำตัวอย่าง
10. การคำนวณ ค่า COD

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

a = mL ของสารละลาย Ferrous ammonium sulfate ที่ใช้กับ blank

b = mL ของสารละลาย Ferrous ammonium sulfate ที่ใช้กับตัวอย่าง

C = ความเข้มข้นของ สารละลาย Ferrous ammonium sulfate

## 2.2 ซัลเฟต (Sulfate) วิธี Tubidimetric

### หลักการ

BaSO<sub>4</sub> จะตกตะกอนและอยู่ในรูปคอลลอยด์ ซึ่งทำให้การเติม BaCl<sub>2</sub> ใน Acid medium (HCL) ซึ่งมี Glycerol อยู่ วัดแอบซอร์เบอานซ์ (Absorbance) ของ BaSO<sub>4</sub> Suspension โดยใช้ spectrophotometer วิธีนี้ต้องทำ Calibration curve เพื่อให้อ่านค่าซัลเฟตของตัวอย่างเป็นวิธีที่ไวและใช้กันมาก โดยเฉพาะกับตัวอย่างที่มีซัลเฟตน้อย สำหรับปริมาณซัลที่มากกว่า 40 mg/L อาจใช้วิธีนี้โดยเฉพาะกับตัวอย่างให้น้อยลงแล้วเติมน้ำกลั่นจนได้ปริมาตร 100 mL การทำทุกครั้ง ๆ ควรทำ Standard ควบลูกกันไปด้วย วิธีนี้สามารถหาซัลเฟตได้น้อยถึง 1 mg/L

### เครื่องมือและอุปกรณ์

1. เครื่องกวนสารละลายแบบแม่เหล็ก (Magnetic stirrer) แท่งกวนสารละลายแบบแม่เหล็ก (Magnetic bar)
2. เครื่อง Spectrophotometer ที่ 420 นาโนเมตร
3. นาฬิกาจับเวลา (Stop- watch)
4. ช้อนตวงที่มีความจุ 0.2 – 0.3 mL

### สารเคมี

1. เตรียม Conditioning reagent โดยการผสมกลีเซอรอล 50 mL กับสารละลายที่ประกอบด้วยเกลือเข้มข้น 30 mL น้ำกลั่น 300 mL 95 % เอทิลแอลกอฮอล์ 100 mL และโซเดียมคลอไรด์ 75 กรัม
2. BaCl<sub>2</sub> Crystal 23-30 mesh

- เตรียมสารละลายมาตรฐานซัลเฟต โดยการละลาย  $\text{Na}_2\text{SO}_4$  (Anhydrous) 147.9 mg ในน้ำกลั่นจนได้ปริมาตร 1000 mL โดยการนำกรดกำมะถัน 0.02 นอร์มัล มา 10.41 mL เติมน้ำกลั่นจนได้ปริมาตร 100 mL (1 mL = 100 ไมโครกรัมซัลเฟต = 100 mL ซัลเฟต/ลิตร = 100 ppm )

### วิธีการวิเคราะห์

- การเกิดความขุ่นของแบเรียมซัลเฟต (Formation of  $\text{BaSO}_4$  turbidity)  
เติมตัวอย่าง 100 mL ใส่ขวดรูปกรวยขนาด 250 mL เติม Conditioning reagent 5 mL ผสมให้เข้ากัน โดยใช้เครื่องกวนสารแม่เหล็กและแท่งกวนสารแม่เหล็กคนช้า ๆ ค่อย ๆ เติม  $\text{BaCl}_2$  Crystal 1 ซ้อน จับเวลาพอได้ 1 นาทีให้หยุดคนทันที
- การวัดความขุ่นการวัดความขุ่นของแบเรียมซัลเฟต (Measurement of  $\text{BaSO}_4$  turbidity)  
เทสารละลายจากข้อ 1 ลงใน absorption cell ของ spectrophotometer วัดค่าความขุ่นทุก ๆ 30 วินาที ที่ 420 นาโนเมตร เป็นเวลา 4 นาที ทั้งนี้เพราะ Maximum turbidity จะเกิดขึ้นที่ 2 นาทีและจะอยู่ตัวไปถึง 10 นาที ให้เอาค่าที่อ่านได้มากที่สุดภายใน 4 นาที
- การเตรียมกราฟมาตรฐานซัลเฟตที่มีความเข้มข้น 0, 5, 10, 15, 20, 25, 30, 35, 40 mg/L โดยการปิเปต 0, 5, 10, 15, 20, 25, 30, 35, 40 mL ของสารละลายมาตรฐานซัลเฟตที่เตรียมไว้ใส่ในขวดรูปกรวยแล้วเติมน้ำกลั่นได้ปริมาตรแต่ละขวดเป็น 100 mL และทำทุกอย่างเหมือนตัวอย่าง
- การทำ Correction สำหรับตัวอย่างน้ำที่มีสีหรือความขุ่น ( Correction of sample color and turbidity ) โดยการทำให้ blank เหมือนตัวอย่างแต่ไม่ต้องเติม  $\text{BaCl}_2$

### 2.3 สี (Color)

สีของน้ำธรรมชาติมักจะเป็นสีเหลืองน้ำตาลหรือสีชา เกิดขึ้นจากการเน่าเปื่อยของพืช ซึ่งมีสารลิกนิน (Lignin) เป็นส่วนประกอบ เมื่อสลายตัวจะให้สารแทนนิน (Tannin) กรดฮิวมิก (Humic Acid) และสารฮิวเมต (Humate) ซึ่งให้สีเหลืองชา นอกจากนี้ยังเกิดจากไอออนของโลหะ เช่น เหล็ก แมงกานีส และจากการปนเปื้อนของน้ำทิ้งของโรงงานอุตสาหกรรม สีของตัวอย่างน้ำเสียจะมีลักษณะที่บ่งบอกถึงลักษณะประจำตัวได้ดี ดังนั้นการวัดสีจึงแบ่งได้เป็น 2 ชนิด คือ

- สีจริง (True color) เกิดจากการย่อยสลายของพืชและสารอินทรีย์ในดิน
- สีปรากฏ (Apparent color) เกิดจากสารแขวนลอย

### อุปกรณ์

1. เครื่อง Spectrophotometer ความยาวคลื่น 500 นาโนเมตร

### สารเคมี

1. สารละลายมาตรฐานคลอโรเพลทตินเททเรียม โดยละลายโปตัสเซียมคลอโรเพลทตินเทท (Potassium chloroplatinate,  $K_2PtCl_6$ ) 1.246 กรัม และโคบอลต์สคลอไรด์ (Cobaltous chloride,  $CoCl_2 \cdot 6 H_2O$ ) 1 กรัม ในน้ำกลั่นซึ่งเติมกรดไฮโดรคลอริกเข้มข้น (conc. HCl) 100 mL คนให้สารละลายจนหมด ค่อย ๆ เทใส่ขวดวัดปริมาตรขนาด 1 ลิตร แล้วเจือจางจนครบ 1 ลิตร สารละลายที่เตรียมได้นี้จะมีความเข้มข้นของสีเท่ากับ 500 หน่วยสี (Color unit) นำสารละลายนี้ไปเตรียมสารละลายมาตรฐาน ของหน่วยสีต่าง ๆ ดังตารางที่ 61

ตารางที่ 61 ค่าสีของสารละลายมาตรฐานที่ค่าความเข้มข้นต่าง ๆ

มล.ของสารละลายมาตรฐานเจือจางเป็น 50 มล. ด้วยน้ำกลั่น	ค่าของสีในหน่วย Co-Pt-Unit
0	0
0.5	5
1.5	15
3.0	30
4.5	45
6.0	60

### วิธีการวิเคราะห์

1. นำสารละลายมาตรฐานที่เตรียมไว้ตามตารางมาวัดค่าการดูดกลืนแสง (Absorbency) แล้วนำค่าที่วัดได้ไปพลอตกราฟระหว่างค่าของหน่วยสี และค่าการดูดกลืนแสงที่วัดไว้
2. นำตัวอย่างน้ำที่จะทำการวัดสีมาทำการแยกโดยใช้แรงเหวี่ยง เพื่อให้ของแข็งที่แขวนลอยอยู่ตกตะกอน นำไปวัดค่าสีอ่านค่าเป็นค่าการดูดกลืนแสงที่วัดได้จะเป็นสีจริง มิใช่สีปรากฏ

3. นำค่าการดูดกลืนแสงที่อ่านได้จากเครื่องวัด ไปพลอตกราฟหาความสัมพันธ์ระหว่างค่าของสีและค่าการดูดกลืนแสงถ้าตัวอย่างที่นำมาวัดค่าการดูดกลืนแสง มีค่าสูงเกินกว่ามาตรฐานที่เตรียมไว้ให้ทำการเจือจางตัวอย่างน้ำให้อยู่ในช่วงที่เตรียมไว้ก่อน แล้วนำผลที่วัดได้คูณด้วยเท่าของการเจือจาง หรืออาจจะใช้สูตร

$$\text{หน่วยสี (Color Unit)} = \frac{A \times 50}{V}$$

A = ค่าการดูดกลืนแสงที่อ่านได้

V = ปริมาตรของตัวอย่างน้ำที่นำมาเจือจาง

#### 2.4 แคลเซียม (Calcium) วิธี EDTA

แคลเซียมเป็นต้นเหตุสำคัญที่ทำให้น้ำมีความกระด้างร่วมกับแมกนีเซียม ทำให้เกิดตะกรันและอุดตันท่อน้ำทิ้งต่าง ๆ แต่ก็ช่วยป้องกันไม่ให้โลหะผุ กร่อนและใช้ปรับ pH ของน้ำได้ พบแคลเซียมได้ทั่วไปทั้งในน้ำผิวดินและใต้ดิน โดยเฉพาะน้ำบริเวณที่ไหลผ่านหินปูน

##### หลักการ

เมื่อบัฟเฟอร์น้ำจันมี pH เท่ากับ 12 ด้วยโซเดียมไฮดรอกไซด์ (NaOH) แคลเซียมไอออน ( $\text{Ca}^{2+}$ ) จะเกิดสารเชิงซ้อนสีชมพูกับเมอร์เรกไซด์ ([Ca-Murexide]) และเมื่อไตเตรตด้วย อีดีทีเอ (EDTA) พวกแคลเซียมไอออนอิสระจะรวมตัวเป็นสารประกอบเชิงซ้อน แคลเซียม-อีดีทีเอ ([Ca-EDTA] complex) ซึ่งไม่มีสีและอยู่ตัวจนกว่าจะหมด อีดีทีเอก็จะไปดึงแคลเซียมไอออนมาจากสารเชิงซ้อนของเมอร์เรกไซด์ ซึ่งไม่เสถียรปล่อยเมอร์เรกไซด์เป็นอิสระ สีของสารละลายจะเปลี่ยนเป็นสีม่วงน้ำเงินของเมอร์เรกไซด์แสดงว่าถึงจุดยุติ

##### อุปกรณ์

1. บิวเรตต์ขนาด 50 mL
2. ขวดรูปกรวย ขนาด 250 mL

##### สารเคมี

1. โซเดียมไฮดรอกไซด์ 1 นอร์มัล
2. เมอร์เรกไซด์อินดิเคเตอร์ ชนิดแห้งโดยผสมเมอร์เรกไซด์ 200 mL และ โซเดียมคลอไรด์ 100 กรัม ให้เข้ากัน

3. สารละลายมาตรฐาน อีดีทีเอ 0.01 โมลาร์ : ละลายผงเกลืออีดีทีเอไดโซเดียม (EDTA Disodium salt) 3.723 กรัม ในน้ำกลั่น 1 ลิตรปรับความเข้มข้นที่แน่นอน (Standardize) กับสารละลายมาตรฐานแคลเซียมที่ทราบความเข้มข้น ปรับความเข้มข้นของสารละลาย EDTA ให้  $1 \text{ ml} = 1 \text{ mg CaCO}_3$
4. สารละลายมาตรฐานแคลเซียม : ชั่งแคลเซียมคาร์บอเนต ( $\text{CaCO}_3$ ) ซึ่งได้อบแห้งแล้ว จำนวน 1.000 กรัมใส่ในขวดรูปกรวยขนาด 500 mL วางกรวยไว้ที่คอกขวด ค่อย ๆ เติมกรดไฮโดรคลอริก (1+1) ทีละน้อย จนกระทั่งแคลเซียมคาร์บอเนตละลายหมด เติมน้ำกลั่น 200 mL ต้มให้เดือดประมาณ 2 – 3 นาทีเพื่อไล่คาร์บอนไดออกไซด์ ทิ้งให้เย็น เติมนาทริลเรดิอินดิเคเตอร์ 2-3 หยด ปรับให้เป็นสีส้มด้วยแอมโมเนียมไฮดรอกไซด์ 3 นอร์มัลหรือกรดเกลือ (1+1) ถ่ายลงในขวดวงขนาด 1 ลิตร เติมน้ำกลั่นจนได้ปริมาตร 1 ลิตร สารละลายมาตรฐานนี้ 1.00 mL สมมูลกับ 1.00 mg  $\text{CaCO}_3$

#### วิธีวิเคราะห์

1. ตวงตัวอย่าง 50 mL หรือปริมาณน้อยกว่านี้ (ที่คาดว่ามีความเข้มข้นอยู่ในช่วง 5 – 10 mg) แล้วเติมน้ำกลั่นจนได้ปริมาตรเป็น 50 mg ลงในขวดรูปกรวย
2. เติมสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ 1 นอร์มัล 2 mL วัด pH ของสารละลายตัวอย่างน้ำ ถ้า pH ต่ำกว่า 12 ให้เติมโซเดียมไฮดรอกไซด์ลงไปอีกจนได้ pH ดังกล่าว แล้วเติมเมอเรกซ์อินดิเคเตอร์ประมาณ 0.2 กรัม สารละลายตัวอย่างจะเป็นสีชมพู
3. ไตเตรตด้วยสารละลายมาตรฐาน อีดีทีเอ 0.01 โมลาร์ อย่างรวดเร็วซึ่งสีชมพูจะค่อย ๆ เข้มขึ้นเรื่อย ๆ ซึ่งแสดงว่าใกล้ถึงจุดยุติจึงค่อยเติมทีละน้อยจนถึงจุดยุติซึ่งสารละลายจะเปลี่ยนเป็นสีม่วงน้ำเงิน
4. การคำนวณ

$$\text{แคลเซียม (mg แคลเซียม/ลิตร)} = \frac{A \times B \times 400.8}{\text{ปริมาตรตัวอย่าง (mL)}}$$

A = mL ของอีดีทีเอที่ใช้ไตเตรต

B = mL ของแคลเซียมคาร์บอเนตที่สมมูลกับ 1.00 mL EDTA

(ถ้าสารละลาย EDTA สมมูลพอดี ค่า B = 1.0)

## 2.5 เหล็ก (Iron) วิธีฟีแนนโทโรลีน (Phenanthroline)

### หลักการ

น้ำธรรมชาติส่วนใหญ่ โดยเฉพาะในน้ำใต้ดินจะพบเหล็กอยู่ด้วยเสมอ มักจะอยู่ในรูปละลายน้ำเนื่องจากขาดออกซิเจน อยู่ในรูปของเหล็กเฟอร์รัส ( $\text{Fe}^{2+}$ ) เช่น เฟอร์รัสไบคาร์บอเนต ( $\text{Fe}(\text{HCO}_3)_2$ ) เฟอร์รัสซัลเฟต ( $\text{FeSO}_4$ ) และ เฟอร์รัสคลอไรด์ ( $\text{FeCl}_2$ ) แต่เมื่อบาดาลนั้นสัมผัสกับออกซิเจนที่จากอากาศ น้ำจะพุ่งขึ้นเพราะ เฟอร์รัสจะถูกออกซิไดซ์กลายเป็นเฟอริก ( $\text{Fe}^{3+}$ ) ซึ่งไม่ละลายน้ำ เช่น เฟอริกไฮดรอกไซด์ ( $\text{Fe}(\text{OH})_3$ ) เป็นต้น

เหล็กเฟอร์รัส ( $\text{Fe}^{2+}$ ) จะทำให้ปฏิกิริยารวมกับ 1, 10 ฟีแนนโทโรลีน ที่ pH ประมาณ 3 เกิดเป็นไอออนเชิงซ้อนที่มีสีส้มแดง ความเข้มข้นของสีขึ้นอยู่กับปริมาณของเหล็กที่มีอยู่ในน้ำ สีที่เกิดขึ้นจะคงตัวอยู่ได้นานประมาณ 6 เดือน ในกรณีที่ต้องการวิเคราะห์เหล็กทั้งหมด ( $\text{Fe}^{2+}$ ,  $\text{Fe}^{3+}$ ) ที่อยู่ในน้ำจะเป็นจะต้องเปลี่ยนเหล็กเฟอริกให้เป็นเหล็กเฟอร์รัสก่อน โดยการเติมกรดไฮโดรคลอริกเพื่อละลายตะกอน เฟอริกไฮดรอกไซด์ และเปลี่ยนไอออนของเหล็กเฟอริกให้เป็นไอออนของเหล็กเฟอร์รัสโดยใช้ไฮดรอกซีลามีน (Hydroxylamine) เป็นตัวรีดิวซ์ ปรับ pH ของสารละลายให้อยู่ในช่วง 3.2-3.3 ด้วยสารละลายแอมโมเนียมอะซีเตตบัฟเฟอร์ แล้วเติม 1, 10 ฟีแนนโทโรลีน โดย 3 โมเลกุลของฟีแนนโทโรลีนจะรวมกับเหล็กเฟอร์รัส 1 ตัวเกิดเป็นสารประกอบเชิงซ้อนสีส้มแดง

### อุปกรณ์

1. เครื่อง spectrophotometer ความยาวคลื่น 510 นาโนเมตร
2. ขวดวัดปริมาตรขนาด 50 mL
3. บีกเกอร์
4. เตาให้ความร้อน

### สารเคมี

1. กรดไฮโดรคลอริกเข้มข้น
2. สารละลายไฮดรอกซีลามีน: ละลายไฮดรอกซีลามีน ( $\text{NH}_2\text{OH}\cdot\text{HCl}$ ) 10 g ในน้ำกลั่น 100 mL
3. สารละลายแอมโมเนียมอะซีเตตบัฟเฟอร์: ละลายแอมโมเนียมอะซีเตต ( $\text{NH}_4\text{C}_2\text{H}_3\text{O}_2$ ) 250 g ในน้ำกลั่น 150 mL เติมกรดอะซีติกชนิด Glacial 700 mL
4. สารละลายฟีแนนโทโรลีน: ละลาย 1, 10 ฟีแนนโทโรลีนโมไฮเดรต ( $\text{C}_{12}\text{H}_8\text{N}_2\cdot\text{H}_2\text{O}$ ) 100 mg ในน้ำกลั่น 100 mL คนและอุ่นให้ร้อนมีอุณหภูมิ  $80^\circ\text{C}$  อย่างน้อยให้เดือด



5. สารละลายสต็อกเหล็ก: ละลาย เฟรตแอมโมเนียมซัลเฟต  $\text{Fe}(\text{NH}_4)_2(\text{SO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$  1.404 g เติมโปตัสเซียมเปอร์มันганเนต ( $\text{KMnO}_4$ ) 0.1 นอร์มัลที่ลดหยดจนกระทั่งเกิดสีชมพูอ่อน ๆ เติมน้ำกลั่นจนได้ 1000 mL (สารละลายนี้ 1.00 mL = Fe 200 ไมโครกรัม)

#### วิธีวิเคราะห์

1. เขย่าตัวอย่าง ดวงตัวอย่าง 50 mL ใส่บีกเกอร์ เติมกรดเกลือเข้มข้น 2 mL และเติมสารละลายไฮดรอกซีลามีน 1 mL ใส่ลูกแก้ว 3-4 เม็ดแล้วนำไปต้มบนเตาให้ความร้อนให้เดือดเพื่อให้แน่ใจว่าเหล็กในน้ำละลายหมดแล้ว ต้มต่อไปจนเหลือปริมาตรประมาณ 15 – 20 mL ยกลงเพื่อให้เย็นเท่าอุณหภูมิห้อง
2. เทใส่ขวดวัดปริมาตร เติมสารละลายแอมโมเนียมอะซีเตตบัฟเฟอร์ 10 mL และสารละลายฟีนานโทรีน 4 mL เติมน้ำกลั่นให้ได้ 50 ml เขย่าให้เข้ากัน ตั้งทิ้งไว้อย่างน้อย 10-15 นาที เพื่อให้เกิดสีเข้มที่สุด
3. นำไปวัดค่า %T ที่ความยาวคลื่น 510 นาโนเมตร แบลงค์ใช้น้ำกลั่นแทนตัวอย่างน้ำ แล้วทำตามขั้นตอนเหมือนตัวอย่าง
4. ทำกราฟมาตรฐานโดยเตรียมสารละลายเหล็กให้มีความเข้มข้น 10, 20, 30, 40, 50 และ 60 ไมโครกรัม แล้วทำตามขั้นตอน 1 – 3 พล็อตกราฟระหว่างความเข้มข้นเหล็กเป็นไมโครกรัมกับ %T ที่อ่านได้

## 2.6 ไนเตรท-ไนโตรเจน (Nitrate-Nitrogen) วิธีบรูซีน (Brucine Method)

### หลักการ

สารประกอบไนโตรเจนที่สำคัญในน้ำอย่างหนึ่งก็คือ ไนเตรท ( $\text{NO}_3^-$ ) วิธีบรูซีนนั้นใช้หา ไนเตรท-ไนโตรเจน ในช่วงความเข้มข้นสูง เหมาะกับน้ำเสีย น้ำโสโครก น้ำที่มีสารแขวนลอยสูงและน้ำที่มีปริมาณแร่ธาตุสูง ๆ ได้ โดยที่บรูซีน (Brucine) จะรวมกับไนเตรทเกิดเป็นสารสีเหลืองภายใต้สภาวะที่เป็นกรดและอุณหภูมิที่สูง ซึ่งสามารถวัดความเข้มของสีได้ด้วยความยาวคลื่น

### อุปกรณ์

1. เครื่อง spectrophotometer ความยาวคลื่น 410 นาโนเมตร
2. เครื่องอ่างน้ำ (water bath)
3. ที่วางหลอดทดลอง
4. หลอดทดลองขนาดบรรจุน้ำได้ 50 mL

### สารเคมี

1. สารละลายสต็อกไนเตรท : ละลายแอนไฮดรัสโพแทสเซียมไนเตรท ( $\text{KNO}_3$ ) 721.8 mg ในน้ำกลั่นแล้วเติมน้ำกลั่นจนได้ปริมาตรเป็น 1L สารละลายนี้ 1 mL จะมีไนเตรท-ไนโตรเจนอยู่ 0.1 mg
2. สารละลายมาตรฐานไนเตรท-ไนโตรเจน : นำสารละลายสต็อกไนเตรท 10.0 mL มาเติมน้ำกลั่นจนได้ปริมาตรเป็น 1 L โดยสารละลายนี้ 1 mL จะมีไนเตรท-ไนโตรเจน อยู่ 1 ไมโครกรัม
3. สารละลายโซเดียมอาร์เซไนต์ : ละลายโซเดียมอาร์เซไนต์ ( $\text{NaAsO}_2$ ) 5 g ในน้ำกลั่นแล้วจึงเติมน้ำกลั่นจนได้ปริมาตรเป็น 1 L
4. สารละลายบรูซัน-กรดซัลฟานิลิก: สารละลายบรูซันซัลเฟต 1 g และ กรดซัลฟานิลิก 0.1 g ในน้ำร้อนประมาณ 70 mL แล้วใส่กรดเกลือเข้มข้น 3 mL ทิ้งให้เย็น เติมน้ำกลั่นจนได้ปริมาตรเป็น 100 mL สารละลายนี้จะคงตัวอยู่ได้นานหลายเดือน ถ้ามีสีชมพูเกิดขึ้นก็ไม่กระทบกระเทือนต่อปฏิกิริยา
5. สารละลายกรดซัลฟูริก (4+1) : ค่อยๆ เทกรดซัลฟูริกเข้มข้น 500 mL ลงในน้ำกลั่น 125 mL ทีละน้อย แล้วทำให้ เย็นที่อุณหภูมิห้อง ปิดจุกให้แน่นเพื่อกันความชื้นจากอากาศภายนอก
6. สารละลายโซเดียมคลอไรด์ : ละลายโซเดียมคลอไรด์ 300 g ในน้ำกลั่นแล้วเติมน้ำกลั่นจนได้ปริมาตรเป็น 1 L

### วิธีวิเคราะห์

1. ปิเปตตัวอย่าง 10 mL หรือน้อยกว่าแล้วเติมน้ำให้เป็น 10 mL ใส่ลงในหลอดทดลอง
2. เติมสารละลายโซเดียมคลอไรด์ 2 mL ใช้แท่งแก้วคนในหลอดทดลองให้เข้ากันอย่างดี
3. แล้วเติมกรดซัลฟูริก (4+1) 10 mL คนให้ทั่ว นำหลอดทดลองไปแช่น้ำให้หายร้อน
4. เมื่อเย็นแล้วนำมาเติมสารละลายบรูซัน- กรดซัลฟานิลิก 0.5 mL คนให้เข้ากัน นำหลอดทดลองไปใส่ในเครื่องอังน้ำซึ่งมีอุณหภูมิ 95 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 20 นาที
5. เมื่อครบกำหนดแล้วนำหลอดทดลองทั้งหมดมาแช่ในอ่างน้ำเย็น ทิ้งไว้จนมีอุณหภูมิเท่าอุณหภูมิห้อง นำไปวัดค่าดูดกลืนแสงที่ 410 nm ใช้น้ำกลั่นเป็นแบลนด์ นำค่าที่ได้ไปพลอตกราฟเพื่อหาความสัมพันธ์กับความเข้มข้นของไนเตรท
6. การสร้างกราฟมาตรฐานความเข้มข้น 1, 2, 4, 6, 8 และ 10 mg/L โดยปิเปตสารละลายมาตรฐาน 1, 2, 4, 6, 8 และ 10 mL เจือจางด้วยน้ำกลั่นเป็น 100 mL ใช้น้ำกลั่นสำหรับเป็นแบลนด์ ทำการทดลองเช่นเดียวกับน้ำตัวอย่าง (ข้อ 1-5)

## 2.7 AOAC Official Method 985.01 Metals and Other Elements in plants Inductively Coupled Plasma Spectroscopic Method

PLANTS  
Chapter 3, p. 4

AOAC OFFICIAL METHODS OF ANALYSIS (1985)

continue heating. Heat to white fumes of  $\text{HClO}_4$ . Cool, add 10 mL  $\text{HCl}$  (1 + 1), and transfer quantitatively to 50 mL volumetric flask.

### C. Determination

To solution in 50 mL volumetric flask, add 10 mL 5% La solution, and dilute to volume. Let silica settle, decant supernate, and proceed as in 965.09D (see 2.6.01).

Make necessary dilutions with 10%  $\text{HCl}$  to obtain solutions within range of instrument.

### D. Calculations

$$\begin{aligned} \text{ppm Element} &= (\mu\text{g/mL}) \times F/\text{g sample} \\ \% \text{ Element} &= \text{ppm} \times 10^{-4} \end{aligned}$$

where  $F = (\text{mL original dilution} \times \text{mL final dilution})/\text{mL aliquot if original 50 mL is diluted}$ .

Reference: JAOAC 58, 436(1975).

### 3.2.06

#### AOAC Official Method 985.01 Metals and Other Elements in Plants Inductively Coupled Plasma Spectroscopic Method First Action 1985 Final Action 1988

(Applicable to B, Ca, Cu, K, Mg, Mn, P, and Zn.)

### A. Principle

Sample is dry-ashed, treated with  $\text{HNO}_3$ , and dissolved in  $\text{HCl}$ . Elements are determined by ICP emission spectroscopy.

### B. Reagents and Apparatus

(a) *Stock solutions*.—1000  $\mu\text{g/mL}$ . Weigh designated reagent into separate 1 L volumetric flasks, dissolve in minimum amount of dissolving reagent, and dilute to volume with  $\text{H}_2\text{O}$ . See Table 985.01A.

Table 985.01A Preparation of Stock Solutions

Element	Reagent	g	Dissolving Reagent
B	$\text{H}_2\text{BO}_3$	5.7192	$\text{H}_2\text{O}$
Ca	$\text{CaCO}_3$	2.4873	6N $\text{HCl}$
Cu	pure metal	1.0000	$\text{HNO}_3$
K	KCl	1.9067	$\text{H}_2\text{O}$
Mg	$\text{MgSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$	10.1382	$\text{H}_2\text{O}$
Mn	$\text{MnO}_2$	1.5825	6N $\text{HCl}$
P	$\text{NH}_4\text{H}_2\text{PO}_4$	3.7138	$\text{H}_2\text{O}$
Zn	pure metal	1.0000	6N $\text{HCl}$

(b) *Standard solutions*.—Pipet volumes of stock solution (see Table 985.01B) into 1 L volumetric flasks. Add 100 mL  $\text{HCl}$  and dilute to volume with  $\text{H}_2\text{O}$ .

Make any needed subsequent dilutions with 10%  $\text{HCl}$  (1 + 9).

(c) *ICP emission spectrometer*.—Suggested operating parameters: forward power, 1.1 kilowatt; reflected power, <10 watts; aspiration rate, 0.85–3.5 mL/min; flush between samples, 15–45 s; integration time, 1–10 s. See Table 985.01C.

Table 985.01B Preparation of Standard Solutions

Element	Standard Solution 1		Standard Solution 2	
	Stock Solution, mL	Final Concn, $\mu\text{g/mL}$	Stock Solution, mL	Final Concn, $\mu\text{g/mL}$
B	0	0	10	10
Ca	5	5	60	60
Cu	0	0	1	1
K	5	5	60	60
Mg	1	1	20	20
Mn	0	0	10	10
P	5	5	60	60
Zn	0	0	10	10

Table 985.01C Operating Parameters

Element	Wavelength, Å
B (CAS-7440-42-8)	2496
Ca (CAS-7440-70-2)	3179
Cu (CAS-7440-50-8)	3247
K (CAS-7440-09-7)	7663
Mg (CAS-7439-95-4)	2795
Mn (CAS-7439-95-5)	2576
P (CAS-7723-14-0)	2149
Zn (CAS-7440-66-6)	2136

### C. Dry Ashing

Accurately weigh 1 g sample, dried and ground as in 922.02(a) (see 3.1.02), into glazed, high-form porcelain crucible. Ash 2 h at  $500^\circ$  and let cool. Wet ash with 10 drops of  $\text{H}_2\text{O}$ , and carefully add 3–4 mL  $\text{HNO}_3$  (1 + 1). Evaporate excess  $\text{HNO}_3$  on hot plate set at  $100$ – $120^\circ$ . Return crucible to furnace and ash additional 1 h at  $500^\circ$ . Cool crucible, dissolve ash in 10 mL  $\text{HCl}$  (1 + 1), and transfer quantitatively to 50 mL volumetric flask. Dilute to volume with  $\text{H}_2\text{O}$ .

### D. Determination

Elemental determination is accomplished by inductively coupled plasma emission spectroscopy. Calibration of instrument is done through use of known calibration standards. After calibration is complete, samples can be analyzed. Check calibration after every 10 samples. If instrument has drifted out of calibration (>3% of original values), recalibrate.

Calculate concentration for each element of each diluted sample as  $\mu\text{g/mL}$ .

Reference: JAOAC 68, 499(1985).

## Subchapter 3 INDIVIDUAL METALS

### 3.3.01

#### AOAC Official Method 928.03 Aluminum and Iron in Plants Titrimetric Method Final Action

(Caution: See Appendix B, safety notes on sulfuric acid and fuming acids.)