

ภาคผนวก ก.

สารเคมีและวิธีการเตรียมสารเคมีสำหรับวิเคราะห์คุณภาพน้ำ
ของ APHA AWWA and WPCF (1995)

สารเคมีและวิธีการเตรียมสารเคมีสำหรับวิเคราะห์ปริมาณออกซิเจนที่ละลายในน้ำ
(Dissolved Oxygen, DO) และปริมาณความต้องการของออกซิเจนทางชีวเคมี
(Biochemical Oxygen Demand, BOD)

วิธีวิเคราะห์ : Azide Modification Method

สารเคมี

1. สารละลายแมงกานีสซัลเฟต (Manganous sulfate solution)

สารละลาย $MnSO_4 \cdot 4H_2O$ 480 กรัม หรือ $MnSO_4 \cdot 2H_2O$ 400 กรัม หรือ $MnSO_4 \cdot H_2O$ 364 กรัม ในน้ำกลั่น นำมากรองแล้วเติมน้ำกลั่นจนได้ปริมาตร 1 ลิตร สารละลายที่ได้ไม่ควรให้สีกับน้ำแบ่งในสารละลายที่ทำให้เป็นกรดแล้วของโพแทสเซียมไอโอไดด์ (KI)

2. สารละลายอัลคาไลไดโอไดเอไซด์ (Alkali-iodide azide reagent)

ละลาย NaOH 500 กรัม (หรือ KOH 700 กรัม) และ NaI 135 กรัม (หรือ KI 150 กรัม) ในน้ำกลั่น เติมน้ำกลั่นจนได้ปริมาตร 1 ลิตร ละลาย NaN_3 10 กรัม ในน้ำกลั่น 40 มิลลิลิตร แล้วเติมลงในสารละลายข้างต้น

3. กรดกำมะถันเข้มข้น (concentrate sulfuric acid : H_2SO_4) (36 นอร์มัล) ซึ่ง 1 มิลลิลิตรจะสมมูลกับ 3 มิลลิลิตรของ Alkali-iodide azide reagent

4. น้ำแป้ง

ละลาย soluble starch 2 กรัม และ salicylic acid 0.2 กรัม นำมาละลายในน้ำกลั่นที่ร้อน 100 มิลลิลิตร

5. สารละลายมาตรฐานโซเดียมไฮโอซัลเฟต 0.025 นอร์มัล

ละลาย $Na_2S_2O_3 \cdot 5H_2O$ 6.205 กรัม ในน้ำกลั่น เติมน้ำกลั่น 6 นอร์มัล ลงไป 1.5 มิลลิลิตร (หรือ ผล็ก NaOH 0.4 กรัม) ทำให้เจือจางเป็นปริมาตร 1000 มิลลิลิตร นำสารละลายนี้ไปไตเตรทเพื่อเทียบค่ากับสารละลายมาตรฐานโพแทสเซียมไบโอไอเดต

6. สารละลายมาตรฐานโพแทสเซียมไบโอไอเดต 0.0021 นอร์มัล

ละลายโพแทสเซียมไบโอไอเดต ($KH(IO_3)_2$) 812.4 มิลลิกรัม ในน้ำกลั่นและปรับปริมาตรเป็น 1000 มิลลิลิตร

วิธีการเทียบค่ามาตรฐาน (Standardization)

เพื่อหาความเข้มข้นที่แน่นอนของสารละลายโซเดียมไธโอซัลเฟต ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$) ละลาย KI ประมาณ 2 กรัม ในขวดรูปกรวยด้วยน้ำกลั่น 100-150 มิลลิลิตร เติม 10 มิลลิลิตรของ $1+9 \text{ H}_2\text{SO}_4$ ลงไป ตามด้วย 20 มิลลิลิตรสารละลายมาตรฐานโพแทสเซียมโบไดโอไดเตอ 0.0021 นอร์มัล เติมน้ำกลั่นจนได้ปริมาตร 200 มิลลิลิตร ไทเทรต I_2 ซึ่งถูกขับออกมาด้วยสารละลายมาตรฐานโซเดียมไธโอซัลเฟต ที่เตรียมไว้ให้เติมน้ำแบ่งเมื่อใกล้จะถึงจุดยุติ ซึ่งสังเกตได้จากสีของสารละลายเป็นสีฟางข้าว ถ้าสารละลายโซเดียมไธโอซัลเฟต มีความเข้มข้น 0.025 นอร์มัล ปริมาตรที่ใช้ในการไทเทรตจะเท่ากับ 20.0 มิลลิลิตร ปกติแล้วมักปรับความเข้มข้นของสารละลายโซเดียมไธโอซัลเฟต ให้เท่ากับ 0.025 นอร์มัล เพื่อความสะดวกในการคำนวณ

สารเคมีและวิธีการเตรียมสารเคมีสำหรับวิเคราะห์ปริมาณไนไตรท์ (Nitrite)

วิธีการ : Colorimetric Method

สารเคมี

1. น้ำที่ปราศจากไอออน (de-ionization water)
2. สารละลายสี (color reagent)

น้ำกลั่น 800 มิลลิลิตร เติมกรด phosphoric 100 มิลลิลิตร (phosphoric acid 85%) และเติม 10 กรัม ของ sulfanilamide หลังจากละลาย Sulfanilamide จนสมบูรณ์ เติม 1 กรัม ของ N-(1-naphthyl) ethylenediamine dihydrochloride ผสมสารละลายให้เข้ากันดี ทำปริมาตรให้ได้ 1 ลิตร (สารละลายนี้สามารถเก็บได้ 1 เดือน ถ้าเก็บในขวดสีชาในตู้เย็น)

3. Stock Nitrite Solution

ละลาย NaNO_2 1.232 กรัม ในน้ำกลั่นทำให้ได้ปริมาตร 1 ลิตร เติมคลอโรฟอร์ม 1 มิลลิลิตร (สารละลายมีความเข้มข้น 1 มิลลิลิตร = 250 ไมโครกรัม)

4. Standard Nitrite

นำ Stock 10 มิลลิลิตร ปรับด้วยน้ำให้ได้ปริมาตร 1000 มิลลิลิตร จะได้สารละลายที่มีความเข้มข้นของไนไตรท์ 1 มิลลิลิตร = 2.5 ไมโครกรัม

สารเคมีและวิธีการเตรียมสารเคมีสำหรับวิเคราะห์ปริมาณไนเตรท(Nitrate)

วิธีการ : Cadmium reduction method

สารเคมี

1. น้ำที่ปราศจากอิออน (de-ionization water)
2. สารละลาย $\text{NH}_4\text{Cl-EDTA}$: ละลาย 13 กรัมของ NH_4Cl และ 1.7 กรัม ของ disodium ethylenediamine tetraacetate (EDTA) ในน้ำ 900 มิลลิลิตร ปรับ pH ของสารละลายให้ได้ 8.5 โดยการเติม NH_4OH หลังจากนั้นทำปริมาตรให้ได้ 1 ลิตร
3. Dilute ammonium Chloride-EDTA solution ตวงปริมาตรสารละลาย $\text{NH}_4\text{Cl-EDTA}$ 300 มิลลิลิตร และทำให้ได้ปริมาตร 500 มิลลิลิตร
4. กรดไฮโดรคลอริก (Hydrochloric acid, HCl) : 6 N
นำกรดไฮโดรคลอริกเข้มข้น ผสมกับน้ำอัตราส่วน 1 : 1
5. สารละลายคอปเปอร์ซัลเฟต 2% (CuSO_4)
ละลาย 20 กรัม ของ CuSO_4 ในน้ำ 500 มิลลิลิตร และทำปริมาตรให้ได้ 1 ลิตร
6. Color reagent : เตรียมเช่นเดียวกับการวิเคราะห์หาปริมาณไนไตรท์
7. Copper-Cadmium granules
ซึ่ง 25 กรัม ของ Cd granule ใหม่ (สำหรับ 1 column) ล้างด้วยกรด HCl 6 N เทกรดทิ้ง ล้าง Cd granule ด้วยน้ำกลั่นหลาย ๆ ครั้ง จนกระทั่งน้ำที่มี Cd granule มี pH มากกว่า 5 จากนั้นเทน้ำทิ้ง เติม 100 มิลลิลิตรของสารละลายคอปเปอร์ซัลเฟต 2% (CuSO_4) คน Cd granule ด้วยแท่งแก้วคน ประมาณ 5 นาที หรือจนกระทั่งเกิดตะกอนคอลลอยด์สีน้ำตาลแดง (ถ้ายังไม่เกิดคน Cd จนสารละลาย CuSO_4 สีจาง เททิ้งและเติมสารละลาย CuSO_4 ลงไปใหม่ จนกระทั่งเกิดคอลลอยด์สีน้ำตาล เทน้ำทิ้งเบา ๆ โดยตะกอนคอลลอยด์สีน้ำตาลทิ้ง (โดยที่ Cd granule มีน้ำอยู่ตลอดเวลา ห้ามให้แห้ง) ล้างด้วยน้ำกลั่นหลาย ๆ ครั้ง จนกระทั่งตะกอนคอลลอยด์หมด ถ้าแห้งเติมน้ำ
8. Stock Nitrate Solution
อบ KNO_3 ในตู้อบที่ 105 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 24 ชั่วโมง ทำให้เย็นใน desicator ซึ่ง KNO_3 ที่อบแล้ว 0.7218 กรัม ละลายในน้ำ 1000 มิลลิลิตร เติมคลอโรฟอร์ม 2 มิลลิลิตร (ความเข้มข้นของสารละลาย 1 มิลลิลิตร = 100 ไมโครกรัม)
9. Standard Nitrate
นำ Stock 100 มิลลิลิตร ปรับด้วยน้ำให้ได้ปริมาตร 1000 มิลลิลิตร จะได้สารละลายที่มีความเข้มข้นของไนไตรท์ 1 มิลลิลิตร = 10 ไมโครกรัม

สารเคมีและวิธีการเตรียมสารเคมีสำหรับวิเคราะห์ปริมาณแอมโมเนีย (Ammonia)

วิธีการ : Phenate Method

สารเคมี

1. น้ำที่ปราศจากไอออน (de-ionization water)
2. สารละลายฟีนอล (phenol solution)
ผสมสารละลายฟีนอล 11.1 มิลลิลิตร กับเอทิลแอลกอฮอล์ 95% 50 มิลลิลิตร แล้วปรับปริมาตรเป็น 100 มิลลิลิตร เก็บได้ประมาณ 1 อาทิตย์
3. โซเดียมไนโตรปริสไซด์ 0.5% (sodium nitroprusside 0.5%)
ละลายไนโตรปริสไซด์ 0.5 กรัม ในน้ำ 100 มิลลิลิตร เก็บในขวดสีชาได้ประมาณ 1 เดือน
4. อัลคาไลด์ซีเตรท (alkaline citrate)
ละลายไตรโซเดียมซีเตรท (trisodium citrate) 200 กรัม กับโซเดียมไฮดรอกไซด์ (Sodium hydroxide) 10 กรัม ในน้ำปรับปริมาตรเป็น 1000 มิลลิลิตร
5. โซเดียมไฮโปคลอไรต์ 5% (Sodium hypochlorite 5%)
6. Oxidizing solution
ผสมสารละลายอัลคาไลด์ซีเตรท 100 มิลลิลิตร กับโซเดียมไฮโปคลอไรต์ 5% 25 มิลลิลิตร
7. สารละลายบอเรทบัฟเฟอร์
เติม 88 มิลลิลิตร 0.1 นอร์มัล NaOH ลงใน 500 มิลลิลิตร 0.025 โมลาร์ โซเดียมเตตราบอเรท ($\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7$) (5 กรัม $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7$ หรือ 9.5 กรัม $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$ ต่อสารละลาย 1 ลิตร) แล้วเติมน้ำกลั่นจนครบ 1 ลิตร
8. โซเดียมไฮดรอกไซด์ 6 นอร์มัล (NaOH 6 N)
ละลาย NaOH 240 กรัม ในน้ำจนได้ปริมาตร 1 ลิตร
9. Stock Ammonium Solution
ละลาย 0.3819 กรัม ของ NH_4Cl (อบแห้งที่ 100 องศาเซลเซียส 2 ชั่วโมง) และทำปริมาตรให้ได้ 1 ลิตร (ความเข้มข้น 1 มิลลิลิตร = 100 ไมโครกรัม = 122 ไมโครกรัม NH_3)
10. Standard Ammonium
นำ Stock Ammonium 5 มิลลิลิตร ปรับด้วยน้ำกลั่นให้ได้ปริมาตร 1000 มิลลิลิตร จะได้สารละลายที่มีความเข้มข้นของไนโตรเจน 1 มิลลิลิตร = 0.5 ไมโครกรัม

สารเคมีและวิธีการเตรียมสารเคมีสำหรับวิเคราะห์ปริมาณฟอสฟอรัส (Phosphorus)

วิธีการ : Ascorbic Method

สารเคมี

1. น้ำกลั่น

2. ฟีนอล์ฟทาลีน (phenolphalein indicator)

เตรียมโดยละลาย 0.5 กรัม ของ phenolphalein ใน 50 มิลลิลิตรของ 95% ethyl alcohol แล้วเติมน้ำกลั่น 50 มิลลิลิตร และหยด NaOH จนเกิดสีชมพู

3. กรดกำมะถัน (sulfuric acid solution, H_2SO_4 , 5N)

เติม 70 มิลลิลิตร ของ H_2SO_4 (conc.) ลงในน้ำกลั่น ทำปริมาตรให้ได้ 500 มิลลิลิตร

4. สารละลายแอมโมเนียมโมลิบเดต (Ammonium molybdate solution, $(NH_4)_6Mo_7O_{24} \cdot 4H_2O$) ละลาย 20 กรัมของ $(NH_4)_6Mo_7O_{24} \cdot 4H_2O$ ในน้ำกลั่นให้มีปริมาตรเป็น 500 มิลลิลิตร แล้วเก็บในขวดแก้วและแช่ในตู้เย็น

5. สารละลายโพแทสเซียมแอนติโมนีลทาเทรท (Potassium antimonyl tatrte solution, $K(SbO)C_4H_4O_6 \cdot 1/2H_2O$) ละลาย 1.3715 กรัมของ $K(SbO)C_4H_4O_6 \cdot 1/2H_2O$ ทำให้ปริมาตรเป็น 500 มิลลิลิตร ด้วยน้ำกลั่น

6. สารละลายกรดแอสคอร์บิก (Ascorbic acid solution)

ละลาย 1.76 กรัม ของ Ascorbic acid ในน้ำกลั่น 100 มิลลิลิตร (นำไปแช่ในตู้เย็นอุณหภูมิต่ำกว่า 4 องศาเซลเซียส สามารถเก็บไว้ได้นาน 1 อาทิตย์)

7. Mixed reagent

เติม 5 มิลลิลิตร ของ Potassium antimonyl tatrte solution ลงใน 50 มิลลิลิตร ของ H_2SO_4 (5N) ผสมให้เข้ากันเติม Ascorbic acid 30 มิลลิลิตร แล้วผสมเช่นเดิม (สารนี้ต้องเตรียมใหม่ทุกครั้งที่วิเคราะห์ และไม่ควรผสมทิ้งไว้เกิน 4 ชั่วโมง)

8. Stock phosphorus solution

ละลาย 0.2197 กรัม KH_2PO_4 (โดยอบแห้งที่ 105 องศาเซลเซียส นาน 1 ชั่วโมง) ในน้ำกลั่น ปรับปริมาตรให้เท่ากับ 1000 มิลลิลิตร แล้วเติม 1 มิลลิลิตร คลอโรฟอร์ม สารละลายนี้จะต้องเก็บไว้ในตู้เย็น และจะเก็บไว้ใช้ได้ (1 มิลลิลิตร = 50 ไมโครกรัม)

7. Standard phosphorus

นำ Stock phosphorus 50 มิลลิลิตร มาเจือจางด้วยน้ำกลั่นให้ได้ปริมาตร 1000 มิลลิลิตร (1 มิลลิลิตร = 2.5 ไมโครกรัม)