รายการอ้างอิง

ภาษาอังกฤษ

APCTT. (1997). Vatis Update: Waste Technology (January-April 1997). 8-10.

APHA, AWWA, and WEF. (1992). Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater (18th ed.). Washington: American Public Health Association.

BHP Research. (1992). News from BHP (28 December 1992).

Bolto, B. A., et al. (1996). The Use of Soluble Organic Polymer in Waste Treatment. Water Science Technology 34(9): 117-124.

Boyer, S. L., et al. (1977). Analytical Method of Nonionic Surfactants in Laboratory Biodegradation and Environmental Studies. Environ Sci. Tech 11(3): 1167-1171.

Chin, K. K. (1994). Evaluation of Treatment Efficiency of Processes for Petroleum Refinery Waste-Water. Wat. Sci.&Tech 29(8): 47-50.

Clint, J. T. (1992). Surfactant Aggregation. New York: Blackie&Son. Chap.11: 1-11.

Dautzenberg, H.; Jaeger, W.; Kotz, J.; Philipp, B.; Seidel, Ch.; and Stscherbina, D. (1994). Polyelectrolytes: Formation, Characterization and Application, Hanser. 1-281.

Davies, J. T., and Rideal, E. K. (1963). Interfacial Phenomena. 2nd ed. New York: Academic.

Dean, O. H., and Lemlich, R. (1965). Bubble and Foam Fractionation Combined. I&EC Process Design and Development 4(1): 13-16.

Dobiáš, B. (1993). Coagulation and Flocculation: Theory and Applications (Surfactant Science Series Vol 47). New York: Marcel Dekker. Ch.7: 321-351.

Evans, D. F., and Wennerström, H. (1994). The Colloids Domain. VCH Publishers. 455-488.

Fleer, G. J., et al. (1993). Polymers at Interfaces. UK: Chapman&Hall.

Fuerstenau, D. W. (1980). The Floatability of Fines. In P. Somasundaran (ed.), Fine Paticle Processing, pp.669. New York: SME/AIME.

Garcia, A. B., and Martinez-Tarazona, M. R. (1993). Removal of Trace Elements from Spanish Coals. Fuel 72: 329-335.

Gehr, R., and Henry, J. G. (1982). Water Sci. Technol. 14: 689.

Gibbs, J. W. (1928). Collected Works. New York: Longmans.

Gray, S. R.; Harbour, P. J.; and Dixon, D. R. (1997). Effect of Polyelectrolyte Charge Density and Molecular Weight on the Flotation of Oil in Water Emulsions. Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects 126: 85-95.

Gulyas, H., and Reich, M. (1995). Organic Compounds at Different Stages of a Refinery Wastewater Treatment plant. Wat. Sci. Tech. 32(7): 119-126.

Hoffmann, H., et al. (1996). Gels from Modified Hydroxyethyl Cellulose and Ionic Surfactants. Polymer Gels and Networks 4: 509-526.

Ityokumbul, M. T.; Bulani, W.; and Kosaric, N. (1988). Flotation Kinetics for Titanium, Zirconium and Bitumen Recovery from Oil Sand. Com.J.Chem.Eng. 66: 382-385.

Kastner, U.; Hoffmann, H.; Dönges, R.; and Ehrler, R. (1996). Interactions between Modified Hydroxyethyl Cellulose (HEC) and Surfactants. Colloids and Surfaces 112: 209-225.

Koutlemani, M. M.; Mavros, P.; Zouboulis, A. I.; and Matis, K. A. (1994). Recovery of Co^{2+} Ions from Aqueous- Solutions by Froth Flotation. Sep.Sci.&Tech. 29(7): 867-886.

Koutlemani, M. M.; Mavros, P.; and Zouboulis, A. I. (1995). Recovery of Co^{2+} Ions from Aqueous- Solutions by Froth Flotation.2. CoS Precipitation. Sep.Sci.&Tech. 30(2): 263-284.

Kubota, K.; Harima, T.; and Hayashi, S. (1990). Removal of Fine Particles from Aqueous Medium by Flotation: Sodium Dodecylbenzenesulfonate-Barium Sulfate System. The Can.J.of Chem.Eng. 68: 608-613.

Kulicke, W. M.; Lenk, S.; Detzner, H.D.; and Weiss, Th. (1993). Chem.-Ing.-Tech 65: 541.

Manahan, S. E. (1994). Environmental Chemistry (6th ed.). USA: Lewis Publishers. 118-124.

Matis, K. A., and Mavros, P. (1991). Foam/Froth Flotation: Part II. Removal of Particulate Matter. Separation and Purification Methods 20(2): 163-198.

Omar, A. M. A.; Adly, R. A. El; Keera, S. T.; and Mohamed, M. S. (1998). Recovery of Residual Lubricating Oil from Waste Clay by Flotation. Monatshefte Fur Chemie 129(4): 387-392.

Pal, R., and Masliyah, J. (1990). Oil Recovery from Oil in Water Emulsions Using a Flotation Column. Com.J.ChemEng. 68: 959-967.

Pondstabodee, S.; Scamehorn, J. F.; Chavadej, S.; and Harwell, J. H. (1998). Cleanup of Oily Wastewater by Froth Flotation: Effect of Microemulsion Formation. Separation Science and Technology 33(4): 591-609.

Porter, M. R. (1995). Handbook of Surfactants (2nd ed.). Melboune: Chapman&Hull.

Rosen, M. J. (1989). Surfactants and Interfacial Phenomena (2nd ed.). New York: John Wiley&Son.

Schmitt, T. M. (1992). Analysis of Surfactants. New York: Marcel Dekker.

Stefess, G. C. (1998). Monitoring of Environmental Effects and Process Performance during Biological Treatment of Sediment from the Petroleum Harbour in Amsterdam. Wat. Sci. Tech. 37(6-7): 395-402.

Sylvester, N. D., and Byeseda, J. J. (1980). Oil/Water Separation by Induced-Air Flotation. Soc.Pet.Eng.J. 20: 579-590.

Takada, H., and Ishiwatari, R. (1987). Linear Alkylbenzenes in Urban Riverine Environments in Tokyo: Distribution, Source and Behavior. Environ. Sci. Technol 21(9): 875-883.

Tang, S. Y., and Lu, X. W. (1993). The Use of Eichhornia-Crassipes to Cleanse Oil-Refinery Waste-Water in China. Ecological Engineering 2(3): 243-251.

Tantayakom, P. (1997). Oil Removal from DOP Wastewater by Froth Flotation Process. Master's Thesis, Inter-Department of Environmental Science, Graduate School, Chulalongkorn University.

Tóth, J.; Török, J.; and Mamedov, Y. G. (1991). Chemical Enhanced Oil Recovery Methods in the East European Countries and in the USSR. Chemicals in the Oil Industry: Developments and Applications, 32-41.

Watanabe, K., Yamanouchi, H.; Ueta, Y.; and Nagata, O. (1991). Present Situation and Problem Related to Marine Oily-Water Separating Techniques. Wat. Sci. Tech. 23: 319-328.

Winnik, F. M.; Regismond, S.T.A.; and Goddard, E.D. (1996). Interactions of Cationic Surfactants with a Hydrophobically Modified Cationic Cellulose Polymer: A Study by Fluorescence Spectroscopy. Colloids and Surfaces 106: 243-247.

Wungrattanasopon, P.; Scamehorn, J. F.; Chavadej, S.; and Harwell,J. H. (1996). Use of Foam Flotation to Remove Tert-butylphenol from Water. Separation Science and Technology, 1523-1540.

Yoshiyuki, O., and Eng, J.C. (1979). Handbook of Separation Techniques for Chemical Engineers. New York: Mc Graw-Hill. 183-197.

Zhu, X. F.; Reed, B. A.; Lin, W.; Carriere, P. E.; and Roark, G. (1997). Investigation of Emulsified Oil Wastewater Treatment with Polymers. Separation Science and Technology 32(13): 2173-2187.

ภาคผนวก

ภาคผนวก ก

วิธีการวิเคราะห์ปริมาณสารน้ำมัน (Oil & Grease) ด้วยวิธีสกัดแยก
(Partition-Gravimetric Method)

หลักการ

การวัดปริมาณน้ำมันและไขมันในน้ำเสีย เป็นการวัดปริมาณรวมของกลุ่มน้ำมันและไขมันที่มีคุณสมบัติทางกายภาพใกล้เคียงกัน ซึ่งสามารถละลายรวมกันได้ในตัวทำละลาย เช่น เฮกเซน ดังนั้นไขมันและน้ำมันในที่นี้จะหมายถึง สารประกอบไฮโดรคาร์บอน กรดไขมัน สบู่ ไขมัน ขี้ผึ้ง น้ำมัน รวมทั้งสารอื่นๆ ซึ่งสามารถสกัดได้โดยตัวทำละลายจากตัวอย่างที่ถูกทำให้เป็นกรดแล้ว และสารนั้นจะต้องไม่กลายเป็นไอในระหว่างการระเหยตัวทำละลาย

นอกจากนี้ยังมีข้อควรระวังเพิ่มเติม คือ เรื่องการเก็บตัวอย่างและการเก็บรักษาตัวอย่างน้ำที่จะวิเคราะห์ ควรเก็บในขวดแก้วความจุ 1 ลิตร ถ้าไม่สามารถทำการวิเคราะห์ได้ภายใน 2-3 ชั่วโมง ต้องเติมกรดกำมะถัน (1+1) จำนวน 5 มล ต่อตัวอย่างน้ำ 1 ลิตร ทันทีที่เก็บตัวอย่าง เนื่องจากน้ำมันและไขมันมักจะติดข้างภาชนะต่างๆที่ใช้เก็บตัวอย่างน้ำ ดังนั้นการเก็บตัวอย่างรวมจึงไม่เหมาะเมื่อเทียบกับการเก็บตัวอย่างเฉพาะตามช่วงเวลาที่ต้องการ และทำการวิเคราะห์แต่ละตัวอย่าง นำค่าที่ได้มาหาค่าเฉลี่ยจะได้ค่าที่ถูกต้องมากกว่า

วิธีวิเคราะห์ไขมันและน้ำมันในตัวอย่างน้ำ แบบสกัดด้วยกรวยแยก สามารถทำได้โดยการปรับพีเอชของตัวอย่างให้เป็นกรดให้พีเอชน้อยกว่า 2 สกัดน้ำมันและไขมันด้วยตัวทำละลายในกรวยแยก จากนั้นระเหยตัวทำละลายออกจนแห้ง ทิ้งให้เย็นในโถทำแห้ง ชั่งหาน้ำหนักที่เพิ่มขึ้นมาเนื่องจากน้ำหนักของไขมันและน้ำมัน ตัวทำละลายที่ใช้จะเป็นเฮกเซน หรือฟรีออน

เครื่องมือและอุปกรณ์

1. กรวยแยก (separatory funnel) ขนาด 500 มล ซึ่งล้างด้วยเฮกเซนไว้ก่อน
2. ถ้วยระเหย (evaporating disc)
3. เครื่องอังน้ำ (water bath)
4. กระดาษกรอง ขนาด 11 ซม เบอร์ 40
5. บีกเกอร์ ขนาด 600 มล และ 100 มล ซึ่งล้างด้วยเฮกเซนไว้ก่อน
6. เครื่องชั่งละเอียด

สารเคมี

1. กรดกำมะถันเข้มข้น (conc.H_2SO_4)
2. เฮกเซน (n-hexane) หรือฟรีออน
3. โซเดียมซัลเฟต ปราศจากน้ำ (Sodium sulfate anhydrous)

วิธีการวิเคราะห์

1. เทตัวอย่างน้ำที่รู้ปริมาตรจำนวนหนึ่ง (500 มล หรือน้อยกว่า) ใส่ในบีกเกอร์ขนาด 600 มล เติมกรดกำมะถันเข้มข้น จนพีเอชน้อยกว่า 2 (หรือประมาณ 2 มล ต่อตัวอย่างน้ำ 1 ลิตร)

2. เทตัวอย่างน้ำจากบีกเกอร์ใส่กรวยแยก เติมเฮกเซนจำนวน 10-15 มล เขย่าอย่างแรง ประมาณ 2 นาที ตั้งทิ้งไว้ สารผสมจะแยกชั้น โดยชั้นของเฮกเซนจะอยู่ส่วนบน และส่วนของชั้นน้ำจะอยู่ส่วนล่าง

3. ไขสารละลายชั้นล่างซึ่งเป็นชั้นน้ำไว้ในบีกเกอร์ใบเดิม เพื่อนำมาสกัดอีก

4. ไขสารละลายชั้นบนซึ่งเป็นชั้นของเฮกเซน ผ่านกรวยกรองที่มีโซเดียมซัลเฟตบนกระดาษกรอง ลงในถ้วยระเหยซึ่งได้ทำให้แห้ง มีน้ำหนักคงที่ และได้ชั่งน้ำหนักไว้แล้ว สมมติเป็น A กรัม

5. ทำการสกัดซ้ำด้วยวิธีเดียวกันนี้อีกหลายๆครั้ง จนกระทั่งไขมันและน้ำมันถูกสกัดออกจากตัวอย่างจนหมด

6. นำถ้วยระเหยซึ่งมีเฮกเซน และน้ำมันละลายอยู่ ไประเหยเอาเฮกเซนออกบนเครื่องอังน้ำที่อุณหภูมิ 70°ซ จนแห้งปราศจากความชื้น แล้วปล่อยให้เย็นในโถทำแห้ง ประมาณ 30 นาที แล้วชั่งน้ำหนัก สมมติเป็น B กรัม

หมายเหตุ

1. หากชั้นของตัวทำละลายมีน้ำปนอยู่ ให้ใขเฮกเซนที่มีน้ำมันและไขมันลงในบีกเกอร์ขนาด 100 มล ใส่โซเดียมซัลเฟตลงไป จนได้สารละลายใส หรือโซเดียมซัลเฟตจับตัวกันดี กลิ้งไปกลิ้งมาได้ ไม่เหลว และควรใส่โซเดียมซัลเฟตไปบนกระดาษกรองด้วย แล้วจึงเทตัวทำละลายที่ใสผ่านกระดาษกรอง เพื่อให้อิมัลชัน และโซเดียมซัลเฟตจับกับน้ำ

2. ในกรณีที่มีสารลดแรงตึงผิวปนอยู่ในตัวอย่างน้ำในปริมาณมาก อาจมีผลทำให้ปริมาณของสารน้ำมันหลังสกัดด้วยเฮกเซนมีค่าสูงผิดไปจากความเป็นจริงมาก ทั้งนี้เนื่องจากสารลดแรงตึงผิวบางส่วนถูกสกัดเข้าไปอยู่ในชั้นของเฮกเซนด้วย ดังนั้นในการวิเคราะห์ปริมาณสารน้ำมันในกรณีนี้ หลังจากที่ได้ชั้นของเฮกเซนที่สกัดน้ำมันรวมทั้งสารลดแรงตึงผิวมาแล้ว ให้เติมน้ำอุ่น (ประมาณ 60°ซ) ในปริมาณเป็น 2 เท่าของปริมาตรชั้นเฮกเซนลงในกรวยแยก ปิดจุกแล้วเขย่าแรงๆ ตั้งทิ้งไว้จนสารละลายแยกชั้นแกว่งกรวยแยกเบาๆ แล้วไขสารละลายชั้นล่างทิ้งไป จากนั้นทำซ้ำขั้นตอนการเติมน้ำอุ่นอีก 2-3 ครั้ง จน

สารละลายในชั้นบนใส ไขผ่านกระดาษกรองที่มีโซเดียมซัลเฟตใส่ในถ้วยระเหย จากนั้นนำไประเหยเอาเฮกเซนออกในวิธีการเดียวกับที่ได้กล่าวมาแล้วในข้างต้น

การคำนวณ

$$\text{ไขมันและน้ำมัน (มก / ลิตร)} = \frac{(B-A) \times 10^6}{\text{มล ของตัวอย่างน้ำที่ใช้}}$$

เมื่อ B = น้ำหนักรวมเป็นกรัม ของน้ำมันและไขมัน + ถ้วยระเหย

A = น้ำหนักถ้วยระเหยอบแห้ง

ภาคผนวก ข

วิธีวิเคราะห์ปริมาณค่าซีโอดี (COD) แบบ closed reflux และ colorimetric method

หลักการ

COD (chemical oxygen demand) คือ การวิเคราะห์หาปริมาณความเข้มข้นสารอินทรีย์ที่อยู่ในตัวอย่างน้ำเสีย โดยการใช้สารเคมีซึ่งมีอำนาจการออกซิไดซ์สูงในสารละลายที่เป็นกรด ออกซิไดซ์สารอินทรีย์ในตัวอย่างน้ำเสีย โดยคำนวณปริมาณความเข้มข้นสารอินทรีย์ในรูปของออกซิเจนที่ใช้ในการออกซิไดซ์สารอินทรีย์ โดยสารอินทรีย์ที่ถูกออกซิไดซ์อาจเป็นสารอินทรีย์ที่ย่อยสลายได้โดยจุลินทรีย์ (biodegradable) และย่อยสลายไม่ได้โดยจุลินทรีย์ (nonbiodegradable)

ค่าซีโอดีสูง หมายความว่า ในน้ำนั้นมีความสกปรกสูง มีปริมาณสารอินทรีย์มาก ทำให้ต้องการปริมาณออกซิเจนในการออกซิไดซ์มาก

การหาค่าซีโอดีโดยวิธีรีฟลักซ์แบบปิด (closed reflux) จะทำให้สารอินทรีย์ที่ระเหยสามารถถูกออกซิไดซ์ได้มากกว่าในระบบเปิด เพราะมีเวลาสัมผัสกับสารออกซิไดซ์ได้นานกว่า ก่อนทำการทดลองควรตรวจดูฝาปิดหลอดแก้วว่า มีรอยแตกตรงรอยต่อของ TFE liner หรือไม่ การเลือกขนาดของหลอดที่ใช้ขึ้นอยู่กับความไว (sensitivity) ที่ต้องการ สำหรับตัวอย่างน้ำที่ค่าซีโอดีสูง ควรใช้หลอดแก้วขนาด 16 × 100 มม เพราะจะได้ใช้ปริมาตรของตัวอย่างน้ำที่น้อย

เครื่องมือและอุปกรณ์

1. ภาชนะที่ใช้ในการย่อยสลาย (digestion vessels) ควรใช้หลอดทดลองที่เป็นบอโรซิลิเคต (borosilicate) ซึ่งมีขนาด 16 ×100 มม พร้อมทั้งฝาสลักเกลียวซึ่งทำด้วย TFE
2. ฮีตติงบล็อค (heating block) เป็นอะลูมิเนียมหล่อ (cast-aluminium) มีช่องหลายๆช่อง ซึ่งมีความลึก 45-50 มม เป็นช่องที่จะให้หลอดทดลองตั้งอยู่ได้พอดี
3. เครื่องให้ความร้อน หรือเตาอบ (block heater) ให้ความร้อนอยู่ระหว่าง 150 ± 2°ซ
4. เครื่องสเปคโทรโฟโตมิเตอร์ ที่ความยาวคลื่น 600 นาโนเมตร

สารเคมี

1. น้ำยาย่อยสลาย (digestion reagent)

ชั่งสารละลายปฐมภูมิโพแทสเซียมไดโครเมต ($K_2Cr_2O_7$) 10.216 กรัม ซึ่งอบให้แห้งที่อุณหภูมิ 103°ซ เป็นเวลา 2 ชั่วโมง ใส่ลงในน้ำกลั่น 500 มล จากนั้นค่อยๆเติมกรดกำมะถัน 98% ประมาณ 167 มล แล้วเติมเมอร์คิวริกซัลเฟต ($HgSO_4$) 33.3 กรัม คนให้ละลายแล้วทิ้งไว้ที่อุณหภูมิห้อง เจือจางให้มีปริมาตรครบ 1000 มล ด้วยน้ำกลั่น

2. กรดกำมะถันรีเอเจนต์ ($HgSO_4$- Ag_2SO_4)

ละลายซิลเวอร์ซัลเฟต (Ag_2SO_4) 22.0 กรัม ลงในกรดกำมะถันเข้มข้น 98% ที่มีน้ำหนัก 4.0 กิโลกรัม (ในการละลายค่อยๆเติมซิลเวอร์ซัลเฟตลงในสารละลายกรดทีละน้อยจนกว่าจะละลายหมด ต้องใช้เวลาในการละลายประมาณ 1-2 วัน)

3. สารละลายมาตรฐานซีโอดีเข้มข้น 500 มก/ล (stock solution)

ชั่งสารละลายกรดโพแทสเซียมพทาเลท ซึ่งอบแห้งที่อุณหภูมิ 103°ซ มา 0.425 กรัม ละลายในน้ำกลั่นจนมีปริมาตรครบ 1,000 มล (สารละลายนี้จัดเป็น stock solution ซึ่งควรจะเก็บไว้ในขวดสีชา เพื่อป้องกันการออกซิไดซ์ และเก็บไว้ในอุณหภูมิที่เย็น)

วิธีการวิเคราะห์

1. ล้างหลอดซีโอดีและฝาจุกด้วยกรดกำมะถันร้อยละ 20 ก่อนนำไปใช้ เพื่อป้องกันการปนเปื้อนด้วยสารอินทรีย์

2. เติมน้ำตัวอย่าง 2.5 มล ลงในหลอดซีโอดี

3. เติมน้ำยาย่อยสลาย 1.5 มล จากนั้นค่อยๆหยดกรดกำมะถันรีเอเจนต์ปริมาตร 3.5 มล ปิดฝาให้แน่น แล้วแกว่งไปมาหลายๆครั้ง เพื่อผสมให้เข้ากันอย่างทั่วถึง

4. เช็ดรอบหลอดซีโอดีให้แห้ง ก่อนนำไปใส่ในเครื่องย่อยสลาย ที่ 150°ซ ทำการรีฟลักซ์เป็นเวลา 2 ชั่วโมง แล้วทิ้งให้เย็นถึงอุณหภูมิห้อง โดยนำหลอดซีโอดีมาวางไว้ในที่วางหลอดทดลอง (test tube rack)

5. นำไปวัดค่าการดูดกลืนแสงหรือวัดค่าซีโอดี ที่ความยาวคลื่น 600 นาโนเมตร ด้วยเครื่องสเปคโตรโฟโตมิเตอร์

6. ทำแบลงค์ (blank) โดยใช้น้ำกลั่น 2.5 มล ทำเช่นเดียวกับน้ำตัวอย่างทุกประการ และ reflux ไปพร้อมกับน้ำตัวอย่าง

ข้อเสนอแนะและข้อควรระวัง

1. สามารถตรวจสอบความถูกต้องวิธีวัดซีโอดีได้ โดยใช้สารละลายมาตราฐานโพแทสเซียมพทาเลทที่ทราบค่าซีโอดี นำไปวิเคราะห์หาซีโอดีโดยใช้สารละลายมาตรฐานนี้แทนตัวอย่างน้ำ ค่าซีโอดีที่

วัดได้ควรมีค่าไม่น้อยกว่า 95% ของค่าซีโอดีที่เตรียม

2. ถ้าในตัวอย่างน้ำมีสารรบกวนพวกไนไตรท์จำนวนมาก แก้ไขโดยเติมกรดซัลฟามิค 10 มก ต่อทุกๆมก ของไนไตรท์ที่มีในตัวอย่างน้ำ

3. ตัวอย่างน้ำที่มีปริมาณคลอไรด์สูงมากกว่า 2,000 มก/ล ต้องเติม $HgSO_4$ เพิ่มจนเกินพอ เช่น น้ำทะเล ถ้าใช้ปริมาณตัวอย่าง 5 มล อาจใช้ $HgSO_4$ สูงถึง 1.5 กรัม การเติม $HgSO_4$ ให้เติมหลังจากเติมตัวอย่างน้ำ เขย่าให้ทั่วแล้วค่อยเติมสารละลายมาตรฐานโพแทสเซียมไดโครเมต และกรดกำมะถัน

4. การเลือกปริมาณตัวอย่าง ควรเลือกให้เหมาะสมเพื่อให้มีโพแทสเซียมไดโครเมตมากเกินพอสำหรับออกซิไดซ์สารอินทรีย์ การเลือกปริมาณตัวอย่างควรพิจารณาจากลักษณะน้ำ ที่มาของตัวอย่าง ประกอบการสังเกตสีของสารละลายก่อนนำไปรีฟลักซ์ ถ้าเป็นสีเขียว ให้ทำใหม่โดยลดปริมาณตัวอย่างลง แต่ถ้าสีของสารละลายเหลืองเข้มมาก ควรจะเพิ่มปริมาณตัวอย่างขึ้น (สีที่เหมาะสมควรเป็นสีเหลืองอมเขียวอ่อนๆ) จะได้ไม่เสียเวลาในการรีฟลักซ์ และเริ่มทำใหม่อีกครั้ง

5. ต้องทำแบลงค์พร้อมกับตัวอย่างทุกครั้ง เพื่อให้อยู่ในสภาวะอย่างเดียวกัน ผลวิเคราะห์จะได้ถูกต้องยิ่งขึ้น

ภาคผนวก ค

วิธีวิเคราะห์ปริมาณบีโอดี (BOD)

หลักการ

การวิเคราะห์หาค่าบีโอดี เป็นการวิเคราะห์เพื่อที่จะทราบถึงปริมาณความสกปรกของน้ำ เพื่อประโยชน์ในการออกแบบระบบบำบัดควบคุมคุณภาพน้ำทิ้ง และประสิทธิภาพของระบบนั้นๆ โดยคิดเปรียบเทียบในรูปของปริมาณออกซิเจนที่จุลินทรีย์ต้องการใช้ในการย่อยสลายสารอินทรีย์ในน้ำเสีย ภายใต้สภาวะที่เหมือนกับที่เกิดในธรรมชาติที่สุด เพื่อที่จะให้การวิเคราะห์เป็นปริมาณวิเคราะห์

การวิเคราะห์ค่าบีโอดี โดยทั่วไปเป็นการวัดปริมาณออกซิเจน ที่ถูกใช้หมดไปในเวลา 5 วัน ในตู้ควบคุมอุณหภูมิ เนื่องจากออกซิเจนในอากาศสามารถละลายน้ำได้ในจำนวนจำกัด คือ ประมาณ 9 มก/ล ในน้ำบริสุทธิ์ ที่อุณหภูมิ 20°ซ ดังนั้นในน้ำเสียซึ่งมีความสกปรกมาก จำเป็นต้องทำให้ปริมาณความสกปรกเจือจางลงอยู่ในระดับซึ่งสมมูลพอดีกับปริมาณออกซิเจนที่มีอยู่ การวิเคราะห์นี้เกี่ยวข้องกับจุลินทรีย์ในน้ำ จึงจำเป็นต้องทำให้มีสภาพที่เหมาะสม สำหรับการเจริญเติบโตของจุลินทรีย์ กล่าวคือ ไม่มีสารพิษ แต่มีอาหารเสริมเพียงพอสำหรับจุลินทรีย์ เช่น ไนโตรเจน ฟอสฟอรัส เป็นต้น นอกจากนี้การย่อยสลายสารอินทรีย์ให้เป็นคาร์บอนไดออกไซด์และน้ำ กระทำโดยจุลินทรีย์หลายชนิด จึงจำเป็นต้องมีปริมาณจุลินทรีย์ชนิดต่างๆเหล่านี้อย่างเพียงพออยู่ในตัวอย่างน้ำซึ่งทำการวิเคราะห์ ถ้าไม่มีหรือมีปริมาณน้อยไปควรเติมจุลินทรีย์ ซึ่งเรียกว่า หัวเชื้อ (seed) ลงไป

การเลือกวิธีวิเคราะห์

วิธีวิเคราะห์มี 2 วิธี คือ

1. วิธีแบบโดยตรง (direct method) เหมาะสำหรับตัวอย่างที่มีความสกปรกน้อยที่มีค่าบีโอดีไม่เกิน 7 มก/ล เช่น น้ำธรรมชาติจากแม่น้ำลำคลองที่สะอาด วิธีนี้ไม่ต้องทำให้ตัวอย่างเจือจางด้วยน้ำกลั่น นำตัวอย่างน้ำหาค่าบีโอดีโดยตรงเลย

2. วิธีแบบเจือจาง (dilution method) เหมาะสำหรับตัวอย่างที่มีความสกปรกมาก เช่น มีค่าบีโอดีเกิน 7 มก/ล เนื่องจากปริมาณของออกซิเจนที่ใช้ไปในการย่อยสลายสารอินทรีย์จะเป็นปฏิภาคโดยตรงกับจำนวนสารอินทรีย์ที่มีอยู่ในน้ำทิ้งนั้น เมื่อตัวอย่างน้ำมีสารอินทรีย์จำนวนมาก จึงต้องเจือจางตัวอย่างเพื่อให้มีออกซิเจนเพียงพอที่แบคทีเรียจะใช้ในการย่อยสลายสารอินทรีย์นั้น

วิธีแบบเจือจางจะแบ่งออกเป็น 2 กรณี คือ

ก. ไม่ต้องมีการเติมหัวเชื้อ (no seeding)

วิธีนี้เหมาะสำหรับตัวอย่างน้ำเสียหรือน้ำทิ้งทั่วไป ซึ่งมีจุลินทรีย์พอเพียง และมีพีเอชที่เหมาะสมสำหรับการย่อยสลายทางชีวภาพ ตัวอย่างน้ำจะต้องไม่ผ่านการเติมคลอรีนหรือความร้อนมาก่อน

ข. ต้องมีการเติมหัวเชื้อ (seeding)

วิธีนี้ใช้สำหรับตัวอย่างน้ำที่ไม่มีแบคทีเรียอยู่เลย หรือมีอยู่ปริมาณน้อยมาก และไม่ active จำเป็นที่จะต้องหาแบคทีเรียจากที่อื่นมาให้ช่วยในการย่อยสลายสารอินทรีย์ในน้ำเสียชนิดนั้นๆ น้ำทิ้งที่เป็นกรดหรือด่างสูง ต้องปรับพีเอชเป็นกลางก่อนจึงใส่หัวเชื้อ น้ำทิ้งอุณหภูมิสูง น้ำทิ้งผ่านการฆ่าเชื้อด้วยคลอรีนซึ่งต้องกำจัดคลอรีนก่อน แล้วจึงค่อยเติมหัวเชื้อ บางกรณีน้ำเสียบางชนิดมีสารพิษแบคทีเรียไม่สามารถอยู่ได้ ถ้าใส่หัวเชื้อไปโดยตรงแบคทีเรียจะตาย จำเป็นต้องเลี้ยงแบคทีเรียให้คุ้นเคยกับตัวอย่างน้ำที่สารพิษนั้นก่อน แล้วจึงนำมาใช้เป็นหัวเชื้อต่อไป แหล่งหัวเชื้อหาได้จากน้ำโสโครกจากบ้านเรือน น้ำทิ้งของระบบบำบัดน้ำเสียทางชีวภาพ หรืออาจเตรียมขึ้นเองในห้องปฏิบัติการ

การเก็บและรักษาตัวอย่างน้ำ

หลังจากเก็บตัวอย่างควรจะทำการวิเคราะห์ทันที แต่ถ้าไม่สามารถทำได้ ควรนำตัวอย่างน้ำไปแช่เย็นที่อุณหภูมิ 4°ซ เมื่อจะนำตัวอย่างที่แช่เย็นมาวิเคราะห์ ต้องปล่อยตัวอย่างให้มีอุณหภูมิห้องเสียก่อน

เครื่องมือและอุปกรณ์

1. ขวดอินคิวเบท (incubation bottles) หรือขวดบีโอดี (BOD bottles) ขนาด 250-300 มล ซึ่งมีจุกปิดเป็นจุกแก้วปิดสนิท

ก่อนที่จะนำขวดบีโอดีมาใช้ จะต้องนำขวดมาล้างให้สะอาดปราศจากอินทรียสารต่างๆ การล้างควรล้างด้วยสารละลายของกรดโครมิก (chromic acid solution) หลังจากนั้นนำขวดมาล้างด้วยน้ำให้สะอาด ครั้งสุดท้ายล้างด้วยน้ำกลั่นอีกครั้งหนึ่ง แล้วทำให้แห้ง

2. ตู้อินคิวเบท (incubator) ซึ่งสามารถควบคุมและปรับอุณหภูมิได้เองโดยอัตโนมัติที่ 20 ± 1°ซ และต้องเป็นตู้ซึ่งสามารถป้องกันไม่ให้แสงผ่านเข้าไปได้

3. อุปกรณ์เครื่องแก้วต่าง เช่น บิวเรตต์ ขนาด 25 มล ขวดเออร์เลนเมเยอร์ ขนาด 500 มล กระบอกตวง ขนาด 1,000 มล

4. เครื่องจ่ายลม แบบเดียวกับที่ใช้กับตู้เลี้ยงปลาสวยงาม และหัวลูกฟู่ (หัวจ่ายลม)

สารเคมี

1. น้ำกลั่น

จะต้องมีคุณภาพดี กลั่นจากเครื่องกลั่นที่ทำด้วยแก้ว และต้องเป็นน้ำกลั่นซึ่งมีปริมาณทองแดงน้อยกว่า 0.001 มก/ล ปราศจากคลอรีน คลอรามีน ความเป็นด่างเนื่องจากไฮดรอกไซด์ อินทรียสาร และกรด

2. สารละลายฟอสเฟตบัฟเฟอร์

ละลายโพแทสเซียมไดไฮโดรเจนฟอสเฟต (KH_2PO_4) 8.5 กรัม ไดโพแทสเซียมไฮโดรเจนฟอสเฟต (K_2HPO_4) 21.75 กรัม ไดโซเดียมไฮโดรเจนฟอสเฟตเฮปต้าไฮเดรต ($Na_2HPO_4.7H_20$) 33.4 กรัม และแอมโมเนียมคลอไรด์ (NH_4Cl)1.7 กรัม ในน้ำกลั่น 500 มล แล้วทำให้เจือจางเป็น 1,000 มล สารละลายนี้จะมีค่าพีเอชเท่ากับ 7.2

3. สารละลายแมกนีเซียมซัลเฟต

ละลายแมกนีเซียมซัลเฟตเฮปต้าไฮเดรต ($MgSO_4.7H_2O$) 22.5 กรัม ในน้ำกลั่น แล้วทำให้เจือจางเป็น 1,000 มล

4. สารละลายแคลเซียมคลอไรด์

ละลายแอนไฮดรัสแคลเซียมคลอไรด์ (anhydrous $CaCl_2$) 27.5 กรัม ในน้ำกลั่น แล้วทำให้เจือจางเป็น 1,000 มล

5. สารละลายเฟอริกคลอไรด์

ละลายเฟอริกคลอไรด์เฮกซาไฮเดรต ($FeCl_3.6H_2O$) 0.25 กรัม ในน้ำกลั่น แล้วทำให้เจือจางเป็น 1,000 มล

6. สารละลายกรดและด่างเข้มข้น 1 โมลาร์

ใช้สำหรับปรับตัวอย่างน้ำที่เป็นกรดและด่างให้เป็นกลาง ก่อนที่จะนำมาวิเคราะห์

7. สารละลายแมงกานีสซัลเฟต

ละลายแมงกานีสซัลเฟตเตตราไฮเดรต ($MnSO_4.4H_2O$) 480 กรัม หรือแมงกานีสซัลเฟตไดไฮเดรต ($MnSO_4.2H_2O$) 400 กรัม หรือแมงกานีสซัลเฟตโมโนไฮเดรต ($MnSO_4.H_2O$) 364 กรัมในน้ำกลั่น กรองแล้วทำให้เจือจางเป็น 1,000 มล สารละลายนี้จะต้องไม่เกิดสีกับน้ำแป้ง เมื่อเติมสารละลายโพแทสเซียมไอโอไดด์ในสภาพที่เป็นกรด

8. สารละลายอัลคาไล-ไอโอไดด์-เอไซด์ (alkali-iodide-azide reagent)

ละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ 500 กรัม และโซเดียมไอโอไดด์ (NaI) 135 กรัม (หรือโพแทสเซียมไฮดรอกไซด์ (KOH) 700 กรัม และโพแทสเซียมไอโอไดด์ (KI) 150 กรัม) ในน้ำกลั่น แล้วทำให้เจือจางเป็น 1,000 มล หลังจากนั้นเติมโซเดียมเอไซด์ (NaN_3) 10 กรัม ซึ่งละลายในน้ำกลั่น

จำนวน 40 มล ก่อนที่จะใช้เติมลงในสารละลายที่เตรียมไว้ สารละลายนี้ไม่ควรเกิดสีกับน้ำแป้ง เมื่อทำให้เป็นเกรดหรือทำให้เจือจาง

9. กรดกำมะถันเข้มข้น

10. น้ำแป้ง

ละลายแป้ง 5 กรัม ในน้ำต้ม 800 มล เติมน้ำให้ได้ 1 ลิตร ต้มให้เดือด 2-3 นาที ตั้งค้างคืน ใช้แต่น้ำใส เติม salicylic acid 1.25 กรัม ต่อน้ำแป้ง 1 ลิตร

11. สารละลายมาตรฐานไทโอซัลเฟต 0.1 นอร์มาล

ละลายโซเดียมไทโอซัลเฟตเพนตะไฮเดรต ($Na_2S_2O_3.5H_2O$) จำนวน 24.82 กรัม ในน้ำต้มที่เย็นแล้ว เติมจนได้ปริมาตร 1000 มล เก็บรักษาโดยการเติมคลอโรฟอร์ม 5 มล หรือโซเดียมไฮดรอกไซด์ 1 กรัมต่อสารละลาย 1 ลิตร

12. สารละลายมาตรฐานไทโอซัลเฟต 0.025 โมลาร์

เจือจางสารละลายโซเดียมไทโอซัลเฟต 0.1 นอร์มาล จำนวน 250 มล ด้วยน้ำกลั่นให้เป็น 1000 มล เก็บรักษาโดยการเติมคลอโรฟอร์ม 5 มล หรือใช้โซเดียมไฮดรอกไซด์ 0.4 กรัมต่อสารละลาย 1ลิตร สารละลายนี้ต้องนำมาหาความเข้มข้นที่แน่นนอนด้วยสารละลายมาตรฐานไดโครเมต

13. สารละลายโซเดียมซัลไฟต์ 0.025 โมลาร์

ละลายแอนไฮดรัสโซเดียมซัลไฟต์ (Na_2SO_3) 1.575 กรัม ในน้ำกลั่น 1,000 มล (สารละลายนี้ไม่อยู่ตัวต้องเตรียมในวันที่จะใช้เท่านั้น)

การเตรียมตัวอย่างน้ำก่อนการวิเคราะห์

1. ในกรณีที่ตัวอย่างน้ำไม่เป็นกลาง จะต้องทำให้มีพีเอช 6.5-7.5 โดยใช้กรดกำมะถัน 0.5 โมลาร์ หรือโซเดียมไฮดรอกไซด์ 1 โมลาร์

2. ในกรณีที่ตัวอย่างน้ำมีคลอรีนตกค้าง จะต้องกำจัดออกก่อน โดยปกติคลอรีนตกค้างจะลดลงเองเมื่อตั้งทิ้งไว้ 1-2 ชั่วโมง แต่ในตัวอย่างซึ่งมีคลอรีนตกค้างปริมาณมากๆ จะต้องกำจัดโดยการเติมสารละลายโซเดียมซัลไฟต์ ซึ่งจะทราบปริมาณว่าต้องเติมไปเท่าใด โดยนำตัวอย่างน้ำมาในปริมาณที่เหมาะสม (ระหว่าง 100-1,000 มล) เติมกรดแอซิติก (1+1) หรือกรดกำมะถัน (1+50) 10 มล เติมสารละลายโพแทสเซียมไอโอไดด์ 10 มล (เตรียมโดยละลายโพแทสเซียมไอโอไดด์ 10 กรัม ในน้ำกลั่น 100 มล) แล้วไทเทรตด้วยสารละลายโซเดียมซัลไฟต์ 0.0125 โมลาร์ โดยใช้น้ำแป้งไอโอไดด์เป็นอินดิเคเตอร์ จากนี้ก็จะทราบปริมาณของโซเดียมซัลไฟต์ที่ใช้ไปในตัวอย่าง หลังจากเติมสารละลายโซเดียมซัลไฟต์ตามปริมาณที่คำนวณได้ลงในตัวอย่างแล้ว กวนให้เข้ากัน ตั้งทิ้งไว้ 10-20 นาที

3. ตัวอย่างน้ำที่มีโลหะหนักหรือสารที่เป็นพิษชนิดอื่นเจือปนอยู่ จะต้องศึกษา และกำจัดเสียก่อนเป็นเฉพาะกรณี

4. ตัวอย่างน้ำที่ออกซิเจนละลายอิ่มตัวเกินไป เช่น ค่าออกซิเจนละลายมากกว่า 9 มก/ล ที่อุณหภูมิ 20°ซ ซึ่งอาจพบได้ในน้ำที่เย็นจัด หรือในน้ำที่มีการสังเคราะห์แสงเกิดขึ้น ให้ลดออกซิเจนละลายอยู่ในขั้นอิ่มตัว โดยการเอาตัวอย่างใส่ขวดแก้วแล้วเขย่าแรงๆ หรือโดยการเป่าอากาศลงไปทั้งนี้เพื่อป้องการการสูญเสียออกซิเจนละลายในการวิเคราะห์

5. เมื่อมีการเก็บรักษาตัวอย่างโดยการแช่เย็น ต้องทำให้ตัวอย่างอยู่ที่อุณหภูมิห้องเสียก่อนทำการวิเคราะห์

6. ในกรณีที่ตัวอย่างน้ำเกิดไนตริฟิเคชัน ต้องทำการยับยั้งได้โดยเติม 2-คลอโร 6-ไตรคลอโรเม็ทธิล (CTCMP) 3 มก ต่อตัวอย่างขนาด 300 มล หรือเติมในน้ำเจือจางจนมีความเข้มข้น 10มก/ล ก่อนก็ได้

วิธีวิเคราะห์บีโอดีแบบโดยตรง

1. **วิธีวิเคราะห์**

1.1 นำตัวอย่างน้ำมาปรับอุณหภูมิให้ได้ประมาณ 20°ซ

1.2 เติมออกซิเจนโดยการเติมอากาศผ่านหัวลูกฟู่ (หัวจ่ายลม) จนออกซิเจนละลายอิ่มตัว ใช้เวลาประมาณ 5-10 นาที

1.3 รินตัวอย่างลงใส่ขวดบีโอดีจนเต็ม 2 ขวด ปิดจุกให้สนิท ดูให้แน่ใจว่ามีน้ำหล่อที่ปากขวด นำขวดหนึ่งมาหาค่าออกซิเจนละลายก่อน ถือว่าเป็นออกซิเจนละลายที่มีเริ่มต้น สมมติเป็น DO_0

1.4 อีกขวดหนึ่งนำไปอินคิวเบทที่อุณหภูมิ 20°ซ เป็นเวลา 5 วัน หลังจาก 5 วันแล้ว นำตัวอย่างนั้นมาหาค่าออกซิเจนละลายที่เหลืออยู่ สมมติเป็น DO_5

2. **การคำนวณ**

$$\text{ค่าบีโอดี (มก ออกซิเจน / ลิตร)} = DO_0 - DO_5$$

เมื่อ DO_0 = ค่าออกซิเจนละลายที่ไทเทรตได้ในวันแรก

DO_5 = ค่าออกซิเจนละลายที่ไทเทรตได้ในวันที่ 5

วิธีวิเคราะห์แบบเจือจางที่ไม่ต้องเติมเชื้อ seed

1. **การเตรียมน้ำผสมเจือจาง**

น้ำเจือจางหมายถึงน้ำสะอาดซึ่งมีออกซิเจนละลายอยู่มากหรือเกือบอิ่มตัว วิธีเตรียมทำได้โดยการฟนอากาศเข้าไปในน้ำ น้ำสำหรับเจือจางจะต้องมีพีเอชที่เหมาะสม และมีสารที่จำเป็นแก่การเจริญเติบโตของแบคทีเรีย วิธีเตรียมมีดังนี้

1.1 นำน้ำกลั่นที่ปราศจากสารมีพิษ มาปรับอุณหภูมิให้อยู่ระหว่าง 20 ± 1°ซ

1.2 ปรับคุณภาพให้เหมาะสมกับการดำรงชีวิตของจุลินทรีย์ โดยเติมสารละลายฟอสเฟตบัฟเฟอร์ แมกนีเซียมซัลเฟต แคลเซียมคลอไรด์ และไอร์ออนคลอไรด์ อย่างละ 1 มล ต่อน้ำกลั่น 1,000 มล

1.3 เติมอากาศให้มีออกซิเจนละลายอิ่มตัว

2. **วิธีวิเคราะห์**

2.1 การเลือกปริมาณตัวอย่างที่จะใช้ ถ้าไม่ทราบค่าบีโอดีโดยประมาณของตัวอย่างน้ำต้องหาซีโอดีก่อน พร้อมกับพิจารณาลักษณะของตัวอย่างน้ำ แล้วเก็บตัวอย่างน้ำร่วมด้วย เพื่อกะประมาณค่าบีโอดี เช่น น้ำตัวอย่างที่มีค่าของแข็งละลายมาก ควรจะมีค่าบีโอดี ร้อยละ 60-70 ของซีโอดี หรือเมื่อทราบว่าเป็นน้ำเสียชุมชนก็ควรจะมีค่าบีโอดี ระหว่าง 100-300 มก/ล การเลือกปริมาณตัวอย่างนิยมเลือกให้มีปริมาณออกซิเจนเหลืออยู่อย่างน้อย 1 มก/ล และควรจะมีการใช้ออกซิเจนอย่างน้อย 2 มก/ล เมื่อทราบค่าบีโอดีโดยประมาณ ควรเลือกปริมาณตัวอย่างที่คาดว่าจะให้ค่าบีโอดีอยู่ในช่วงที่กำหนด แล้วจึงเลือกปริมาณตัวอย่างที่ใช้ให้สูงและต่ำกว่าที่อยู่ติดกันตามตาราง ค-1 เช่น ประมาณค่าบีโอดีไว้ประมาณ 100 มก/ล จะเลือกใช้ปริมาณตัวอย่าง 10.0 มล เลือกสูงขึ้นเป็น 5.0 มล และต่ำลงเป็น 20.0 มล

ตาราง ค-1 การเลือกขนาดตัวอย่างและอัตราเจือจางสำหรับช่วงบีโอดีต่าง ๆ

ปริมาณตัวอย่าง (มล)	ช่วงบีโอดี (มก/ล)	อัตราเจือจาง
0.02	30,000-105,000	15,000
0.05	12,000-42,000	6,000
0.10	6,000-21,000	3,000
0.20	3,000-10,500	1,500
0.50	1,200-4,200	600
1.0	600-2,100	300

ปริมาณตัวอย่าง (มล)	ช่วงบีโอดี (มก/ล)	อัตราเจือจาง
2.0	300-1,050	150
5.0	120-420	60
10.0	60-210	30
20.0	30-105	15
50.0	12-42	6
100	6-21	3
300	0-7	1

2.2 เมื่อเลือกปริมาณตัวอย่างได้แล้ว ปิเปตตัวอย่างตามจำนวนที่เลือกไว้ลงในขวดบีโอดีขนาด 300 มล อย่างละ 2 ขวด เติมน้ำสำหรับใช้เจือจางจนเต็มขวดบีโอดี ต้องระมัดระวังพยายามอย่าให้เกิดฟองอากาศ ปิดฝาให้แน่น นำขวดบีโอดีขวดหนึ่งของแต่ละปริมาตรที่เลือก มาหาค่าออกซิเจนละลายที่มีเริ่มต้น สมมติเป็น DO_0 ส่วนอีกขวดนำไปบ่มที่ตู้ควบคุมอุณหภูมิที่ 20°ซ เป็นเวลา 5 วัน

2.3 เมื่อครบ 5 วัน นำขวดบีโอดีที่บ่มไว้มาหาค่าออกซิเจนละลายที่เหลืออยู่ สมมติเป็น DO_5

3. การคำนวณ

$$\text{ค่าบีโอดี (มก ออกซิเจน / ลิตร)} = (DO_0 - DO_5) \times \text{อัตราส่วนเจือจาง}$$

เมื่อ DO_0 = ค่าออกซิเจนละลายที่ไทเทรตได้ในวันแรก

DO_5 = ค่าออกซิเจนละลายที่ไทเทรตได้ในวันที่ 5

$$\text{อัตราเจือจาง} = \frac{\text{ปริมาตรน้ำเต็มขวดบีโอดี 300 มล}}{\text{ปริมาตรตัวอย่างที่ใช้}}$$

4. การตรวจสอบและควบคุมคุณภาพน้ำเจือจาง

รินน้ำกลั่นที่ใช้เจือจาง แต่ไม่ได้ใส่หัวเชื้อลงในขวดบีโอดี 2 ขวด ปิดจุกแล้วเอาขวดหนึ่งบ่มที่ 20°ซ ส่วนอีกขวดนำไปหาปริมาณออกซิเจนละลายทันที ปริมาณออกซิเจนละลายที่ถูกใช้ไปจะแสดงให้เห็นถึงคุณภาพของน้ำกลั่นที่ใช้เป็นน้ำเจือจาง น้ำเจือจางไม่ควรมีค่าออกซิเจนละลายลดเกินกว่า 0.2 มก/ล และถ้าจะให้ดียิ่งขึ้นไม่ควรลดเกิน 0.1 มก/ล น้ำเจือจางที่มีความต้องการออกซิเจนมากกว่า 0.2 มก/ล อาจแสดงว่าน้ำสกปรก จะต้องมีการเตรียมน้ำเจือจางใหม่ที่สะอาดกว่านี้ อนึ่งความต้องการออกซิเจนของน้ำเจือจางไม่ควรนำไปใช้คำนวณค่าบีโอดีของตัวอย่างน้ำ

วิธีวิเคราะห์แบบเจือจางที่ต้องเติมเชื้อ seed

1. วิธีวิเคราะห์

1.1 การเลือกปริมาณตัวอย่าง และวิธีทำเหมือนกับกรณีไม่ต้องเติมหัวเชื้อ เพียงแต่เติมหัวเชื้อปริมาณเท่ากันลงในแต่ละชุด ปริมาตรของหัวเชื้อที่จะใช้ควรมีค่าบีโอดีประมาณ 0.6-1.0 มก/ล เนื่องจากการเติมหัวเชื้อเช่นนี้ ทำให้ปริมาณการใช้ออกซิเจนละลายเพิ่มขึ้น จึงต้องทำการแก้ค่าบีโอดีที่ผิดพลาด เนื่องจากการเติมหัวเชื้อ (seed correction) ทุกครั้ง เพื่อนำมาคำนวณหาค่าบีโอดีที่แท้จริงของตัวอย่าง ปริมาตรของหัวเชื้อที่ใช้เติมไม่ควรเกิน 5 มล

1.2 การแก้ค่าเนื่องจากการเติมหัวเชื้อ กระทำโดยนำหัวเชื้อมาหาค่าการใช้ออกซิเจน หรือหาค่าบีโอดี เริ่มด้วยการหาค่าออกซิเจนละลายเริ่มต้น (B1) และนำไปบ่มที่อุณหภูมิ 20°ซ ครบเวลา 5 วัน จึงนำมาหาค่าออกซิเจนละลาย (B2)

2. การคำนวณ

$$\text{ค่าบีโอดีเมื่อเติมหัวเชื้อ} = [(D1 - D2) - (B1 - B2)f] \times \text{อัตราเจือจาง}$$

เมื่อ D1 = ค่าออกซิเจนละลายเริ่มต้นของตัวอย่างที่มีการเติมหัวเชื้อ

D2 = ค่าออกซิเจนละลายที่เวลาห้าวันของตัวอย่างที่มีการเติมหัวเชื้อ

B1 = ค่าออกซิเจนละลายเริ่มต้นของหัวเชื้อ

B2 = ค่าออกซิเจนที่เวลาห้าวันของหัวเชื้อ

$$f = \frac{\text{ปริมาตรของหัวเชื้อที่เติมในขวดบีโอดีตัวอย่าง}}{\text{ปริมาตรของหัวเชื้อที่ใช้ในการทำ Seed correction}}$$

$$\text{อัตราเจือจาง} = \frac{\text{ปริมาตรน้ำเต็มขวดบีโอดี 300 มล}}{\text{ปริมาตรตัวอย่างที่ใช้}}$$

3. ข้อเสนอแนะในการหาบีโอดี

3.1 การเลือกปริมาตรตัวอย่าง ถ้าไม่ทราบว่าจะเลือกใช้ปริมาณเท่าใด ควรหาค่าซีโอดีก่อน แต่น้ำบางชนิดมีค่าซีโอดี และบีโอดีที่แตกต่างกันมาก ควรต้องพิจารณาจากลักษณะน้ำและแหล่งที่มาของน้ำประกอบด้วย ควรจะมีการบันทึกข้อมูลเก็บไว้เพื่อนำมาใช้พิจารณาในครั้งต่อๆไปได้

3.2 น้ำสำหรับเจือจาง ควรเตรียมในวันที่จะวิเคราะห์ และต้องแน่ใจว่าน้ำเจือจางอิ่มตัวด้วยออกซิเจน ภาชนะใส่น้ำเจือจางเมื่อใช้เสร็จแล้ว ควรเททิ้ง และล้างให้สะอาดเพื่อกันสาหร่ายเจริญเติบโต

ภาคผนวก ง

วิธีการวิเคราะห์ปริมาณของแข็ง

การวิเคราะห์ของแข็งทั้งหมด (total solids, TS) โดยวิธีอบแห้ง

1. หลักการ

ตัวอย่างน้ำที่ผสมเข้ากันอย่างดีในถ้วยระเหย ซึ่งทราบน้ำหนักจะถูกนำไประเหยด้วยไอน้ำจนแห้ง แล้วนำไปอบที่ 103-105°ซ ทำให้เย็นแล้วและชั่งน้ำหนัก น้ำหนักส่วนที่เพิ่ม คือ น้ำหนักของของแข็งทั้งหมดในน้ำ

2. สิ่งรบกวนการวิเคราะห์

น้ำตัวอย่างที่มีเกลือแร่สูงๆพวกแคลเซียม แมกนีเซียม คลอไรด์ และซัลเฟต จะดูดความชื้นได้ง่าย ดังนั้นระยะเวลาในการทำให้แห้ง ควรเพิ่มมากขึ้น และปล่อยให้อยู่ในโถทำแห้งนานๆ เมื่อนำออกมาชั่งน้ำหนักควรชั่งอย่างรวดเร็ว ความผิดพลาดอาจเกิดขึ้นจากพวกเศษชิ้นส่วนต่างๆที่มีขนาดใหญ่ ทั้งที่ลอยน้ำ และกึ่งลอยน้ำที่ไม่ผสมเป็นเนื้อเดียวกันในตัวอย่าง สำหรับตัวอย่างน้ำที่มีน้ำมันและไขมันลอยอยู่ที่ผิวหน้า ควรปั่นด้วยเครื่องปั่นให้แตกออกเสียก่อนนำไปวิเคราะห์

3. การเก็บและรักษาตัวอย่าง

ควรเก็บตัวอย่างน้ำในขวดแก้ว หรือขวดพลาสติกที่จะไม่ทำให้สารแขวนลอยติดที่ภาชนะ รีบนำส่งห้องวิเคราะห์ และควรจะรีบวิเคราะห์ทันที แต่ถ้าไม่สามารถทำได้ให้รักษาตัวอย่างไว้โดยนำไปแช่เย็นที่ 4°ซ ทางที่ดีไม่ควรเก็บไว้เกิน 1 วัน แต่ถ้าเก็บไว้เกิน 7 วัน อย่านำตัวอย่างนั้นมาใช้วิเคราะห์อีก ตัวอย่างน้ำที่แช่เย็นไว้เมื่อจะนำมาวิเคราะห์ ต้องทิ้งให้หายเย็นอยู่ที่อุณหภูมิห้องเสียก่อน

4. เครื่องมือและอุปกรณ์

4.1 ถ้วยระเหย (evaporating dishes) ซึ่งมีความจุ 100 มล

4.2 เครื่องอังน้ำ (water bath)

4.3 โถทำแห้ง (desiccator)

4.4 ตู้อบ (oven) ที่มีเครื่องควบคุมอุณหภูมิ

4.5 ตาชั่งละเอียด สามารถชั่งได้ถึง 0.0001 กรัม

5. วิธีวิเคราะห์

5.1 นำถ้วยระเหยไปอบในตู้อบที่อุณหภูมิ 103-105°ซ เป็นเวลา 1 ชม ปล่อยทิ้งให้เย็นในโถทำแห้ง

5.2 เมื่อจะใช้ นำถ้วยระเหยมาชั่งน้ำหนัก สมมติมีน้ำหนัก A กรัม

5.3 เขย่าตัวอย่างน้ำให้เข้ากันอย่างดี เทตัวอย่างน้ำที่ทราบปริมาตรแน่นอนลงในถ้วยระเหยนี้ (การเลือกปริมาตรตัวอย่างน้ำ ควรเลือกให้เหมาะสมโดยพิจารณาจากลักษณะน้ำและแหล่งที่มา) นำไประเหยบนเครื่องอังน้ำที่อุณหภูมิไว้ที่ 100°ซ จนแห้ง ปริมาตรตัวอย่างที่พอเหมาะ ควรเหลือกากแห้งภายหลังการอบอยู่ในช่วง 10-200 มก

5.4 นำเข้าอบในตู้อบที่ควบคุมอุณหภูมิไว้ที่ 103-105°ซ เป็นเวลาอย่างน้อย 1 ชม

5.5 นำออกจากตู้อบ ปล่อยทิ้งให้เย็นในโถทำแห้ง ชั่งน้ำหนัก สมมติมีน้ำหนัก B กรัม

5.6 ควรทำข้อ 4-5 ซ้ำ จนได้น้ำหนักคงที่ หรือจนกระทั่งมีการเปลี่ยนแปลงน้ำหนักน้อยกว่า 4% ของน้ำหนักหนก่อน หรือประมาณ 0.5 มก

6. การคำนวณ

$$\text{ของแข็งทั้งหมด (มก/ล)} = \frac{(B - A) \times 10^6}{C}$$

เมื่อ A = น้ำหนักถ้วยระเหยอย่างเดียว , กรัม

B = น้ำหนักถ้วยระเหยและของแข็ง , กรัม

C = ปริมาตรตัวอย่างน้ำ , มล

7. ข้อเสนอแนะและข้อควรระวัง

7.1 การเลือกปริมาตรตัวอย่าง นอกจากดูจากลักษณะน้ำและแหล่งน้ำแล้ว ยังพิจารณาดูได้จากค่าสภาพนำไฟฟ้า เมื่อมีค่าสภาพนำไฟฟ้าสูงควรใช้ตัวอย่างน้ำปริมาณน้อย แต่ถ้ามีค่าสภาพนำไฟฟ้าน้อยก็ควรใช้ตัวอย่างน้ำมากๆ ดังนั้นจึงควรวัดค่าสภาพนำไฟฟ้าก่อนทำทุกครั้งด้วยจึงจะดี (ค่าสภาพนำไฟฟ้าจะสอดคล้องกับค่าของแข็งละลายมากกว่า)

7.2 ถ้าเป็นน้ำที่มีเกลือแร่สูงๆ เช่น น้ำทะเล ควรเจือจางตัวอย่างน้ำก่อนเพื่อลดปริมาณเกลือแร่ลง เมื่อเวลาระเหยแห้ง จะได้ไม่ดูดความชื้นมาก

7.3 สำหรับน้ำสะอาด เช่น น้ำดื่ม น้ำDI ควรใช้ปริมาณตัวอย่าง 100 มล หรือมากกว่า นำไประเหยให้แห้ง แล้วเติมตัวอย่างน้ำลงไปอีก นำไประเหย ทำซ้ำเช่นนี้จนคิดว่ามี residue เพียงพอที่จะแสดงถึงผลต่างๆได้

7.4 เพื่อความถูกต้องแน่นอน ควรจะทำ 2 ครั้ง และค่าที่ได้ไม่ควรแตกต่างกันเกิน 5%

7.5 สารดูดความชื้นในโถทำแห้ง เมื่อดูดความชื้นไว้มากแล้ว (ซึ่งสังเกตจากการเปลี่ยนสีน้ำเงินเป็นสีชีดจาง) ควรนำไปอบให้แห้งอยู่เสมอ

การวิเคราะห์ของแข็งละลายน้ำ (total dissolved solids , TDS) โดยวิธีอบแห้ง

1. หลักการ

ตัวอย่างน้ำที่กรองผ่านกระดาษกรอง GF/C ในถ้วยระเหยทราบน้ำหนัก จะถูกนำไประเหยด้วยไอน้ำจนแห้ง แล้วนำไปอบที่ ทำให้เย็นแล้วชั่ง น้ำหนักที่เพิ่ม คือ น้ำหนักของของแข็งละลายน้ำทั้งหมด หรืออาจหาได้จากนำค่าของแข็งแขวนลอยทั้งหมดมาหักออกจากค่าของแข็งทั้งหมด

2. สิ่งรบกวนการวิเคราะห์

สิ่งรบกวน ได้แก่ พวกแคลเซียม แมกนีเซียม คลอไรด์ และซัลเฟตที่มีปริมาณสูงๆ จะดูดความชื้นได้ง่าย ทำให้น้ำหนักเพิ่มขึ้นได้ค่าเกินจริง ดังนั้นควรใช้เวลาในการทำให้แห้งให้มากขึ้น เก็บในโถทำแห้งนานๆ และเวลาชั่งต้องทำอย่างรวดเร็ว อีกอย่างคือ ควรเจือจางตัวอย่างก่อนเสมอ

3. เครื่องมือและอุปกรณ์

3.1 ถ้วยระเหย (evaporating dish) ซึ่งมีความจุ 100 มล

3.2 เครื่องอังน้ำ (water bath)

3.3 โถทำแห้ง (desiccator)

3.4 ตู้อบ (oven)

3.5 ตาชั่งละเอียด

3.6 กระดาษกรอง GF/C (glass fiber filter) ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 4.7 ซม

3.7 ชุดกรอง อย่างใดอย่างหนึ่งตามความเหมาะสม

- 3.7.1 ขวดกรองเมมเบรน (membrane filter funnel)
- 3.7.2 ถ้วยกรองกูช (Gooch funnel) หรือกรวยบุคเนอร์ (Buchner funnel) ความจุ 100 มล

3.8 เครื่องดูดสูญญากาศ (suction pump) พร้อมขวดดูดสูญญากาศขนาด 500-1000 มล

4. วิธีวิเคราะห์

4.1 การกรองตัวอย่าง ต่อสายยางระหว่างปลายท่อดูดของเครื่องดูดและของขวดกรอง วางกระดาษกรอง บนกรวยบุคเนอร์ เปิดเครื่องสูญญากาศ ล้างกระดาษกรองด้วยน้ำกลั่น 3 ครั้งๆละ 20 มล และ

ปล่อยให้ดูดน้ำออกจากกระดาษกรองจนหมด ทิ้งน้ำล้างไป นำตัวอย่างน้ำมาเขย่าให้เข้ากันอย่างดี เนื่องจากน้ำตัวอย่างที่เหลือในขวดเก็บตัวอย่างจะได้นำไปวิเคราะห์อย่างอื่นได้ มากรองผ่านกระดาษกรองที่เตรียมไว้ ให้กรองให้มากกว่าปริมาตรที่เลือกใช้ที่จะนำไประเหย จะใช้น้ำตัวอย่างที่ผ่านการกรองจากการหาค่าของแข็งแขวนลอยก็ได้

4.2 ทำต่อเช่นเดียวกับการหาค่าของแข็งทั้งหมด

4.3 สามารถหาค่าของแข็งละลายทั้งหมดได้อีกทางหนึ่ง คือ หาค่าของแข็งทั้งหมด และของแข็งแขวนลอยทั้งหมด นำมาลบกัน ผลต่างที่ได้ คือ ค่าของแข็งละลายทั้งหมด

5. การคำนวณ

$$\text{ของแข็งละลายทั้งหมด มก/ล} = \frac{(B - A) \times 10^6}{C}$$

เมื่อ A = น้ำหนักถ้วยระเหยอย่างเดียว , กรัม

B = น้ำหนักถ้วยระเหยและของแข็ง , กรัม

C = ปริมาตรตัวอย่างน้ำ , มล

หรือ

ของแข็งละลาย = ของแข็งทั้งหมด - ของแข็งแขวนลอย

6. ข้อเสนอแนะและข้อควรระวัง

ข้อเสนอแนะและข้อควรระวังเป็นเช่นเดียวกับการหาค่าของแข็งทั้งหมด สิ่งที่ต้องระวังเพิ่มคือ ถ้าตัวอย่างมีสารอินทรีย์ที่ละลายน้ำอยู่สูง จะทำให้ได้ค่าไม่สอดคล้องกับค่าสภาพนำไฟฟ้า เนื่องจากสารอินทรีย์ไม่นำไฟฟ้า

การวิเคราะห์ของแข็งแขวนลอยทั้งหมด (total suspended solid , TSS) โดยวิธีอบแห้ง

1. หลักการ

กรองน้ำตัวอย่างผ่านกระดาษกรอง GF/C ที่ทราบน้ำหนักตะกอนที่ติดอยู่บนกระดาษกรอง จะนำไปอบให้แห้งที่อุณหภูมิ103-105°ซ และทำให้เย็นในโถทำแห้ง แล้วชั่ง น้ำหนักที่เพิ่ม คือ น้ำหนักของของแข็งแขวนลอยทั้งหมดต่อปริมาตรตัวอย่างน้ำที่ใช้

2. สิ่งรบกวนการวิเคราะห์

เศษชิ้นส่วนลอยน้ำ และกึ่งลอยน้ำที่มีขนาดใหญ่ไม่ผสมเป็นเนื้อเดียวกันที่มีในตัวอย่างน้ำ อาจทำให้ได้ค่าที่ไม่ถูกต้องนัก เนื่องจากไม่เป็นตัวแทนที่ดีของตัวอย่างน้ำ สำหรับตัวอย่างน้ำที่มีพวกของแข็งละลายสูงๆ เมื่อกรองตัวอย่างน้ำ พวกเกลือแร่ต่างๆจะจับติดที่กระดาษกรอง ทำให้ได้ค่าเกินจริง (สังเกตได้จากเมื่อนำไปอบแห้งแล้ว จะเห็นคราบเกลือขาวๆติดบนกระดาษกรอง) ดังนั้นหลังจากกรองตัวอย่างแล้ว ต้องล้างด้วยน้ำกลั่นจำนวนมากหลายๆครั้ง จนแน่ใจว่าพวกเกลือแร่ละลายออกมากับน้ำกลั่นจนหมด

3. เครื่องมือและอุปกรณ์

3.1 โถทำแห้ง
3.2 ตู้อบ
3.3 เครื่องชั่งละเอียด
3.4 กระดาษกรอง ขนาด 4.7 ซม
3.5 ชุดกรองสูญญากาศ
3.6 ถ้วยอะลูมิเนียมฟอยล์
3.7 ปากคีบ

4. วิธีวิเคราะห์

4.1 นำกระดาษกรอง GF/C ไปอบในตู้อบที่อุณหภูมิ 103-105°ซ เป็นเวลา 1 ชม ปล่อยให้เย็นในโถทำแห้ง

4.2 ชั่งน้ำหนักกระดาษกรอง GF/C สมมติมีน้ำหนัก A กรัม วางบนถ้วยอะลูมิเนียมฟอยล์

4.3 ต่อชุดเครื่องมือสำหรับกรอง ใช้ปากคีบหยิบกระดาษกรอง GF/C วางบนกรวยบุคเนอร์ เปิดเครื่องดูดสูญญากาศ ล้างกระดาษกรองด้วยน้ำกลั่น 3 ครั้งติดต่อกัน โดยใช้ครั้งละ 20 มล เปิดเครื่องดูดสูญญากาศต่อให้ดูดน้ำออกจนแห้ง ทิ้งน้ำล้างไป

4.4 เลือกปริมาตรตัวอย่างน้ำที่จะใช้โดยพิจารณาจากลักษณะน้ำ ถ้าน้ำขุ่นมีของแข็งแขวนลอยมาก ควรใช้ปริมาณน้อยๆ แต่ถ้าน้ำใสควรใช้ปริมาณน้ำตัวอย่างให้มากที่สุดเท่าที่จะทำได้ (ควรเลือกให้มีค่าของแข็งแขวนลอยที่ติดบนกระดาษกรองไม่เกิน 200 มก และไม่ควรต่ำกว่า 1 มก เนื่องจากถ้ามีของแข็งปริมาณมากเกินไป อาจจะจับเอาน้ำไว้) เขย่าตัวอย่างน้ำให้เข้ากันอย่างดี เทตัวอย่างที่ทราบปริมาตรลงกรอง โดยค่อยๆเททีละน้อยอย่างต่อเนื่องจนหมด ใช้น้ำกลั่นฉีดล้างภาชนะที่ใช้ตวงตัวอย่าง เทลงกรอง และฉีดน้ำกลั่นที่ด้านข้างของกรวยบุคเนอร์ รวมทั้งบนกระดาษกรอง GF/C ปล่อยให้เครื่องดูดสูญญากาศดูดน้ำออกจนแห้ง ปิดเครื่อง

4.5 ใช้ปากคีบหนีบขอบกระดาษกรองขึ้นวางบนถ้วยอะลูมิเนียมฟอยล์ นำไปอบที่อุณหภูมิ 103-105°ซ อย่างน้อยเป็นเวลา 1 ชม นำออกจากตู้อบ ปล่อยให้เย็นในโถทำแห้ง ชั่งน้ำหนักกระดาษกรองสมมติมีน้ำหนัก B กรัม

4.6 ควรทำข้อ 1.5 ซ้ำ จนได้น้ำหนักคงที่ หรือจนกระทั่งมีการเปลี่ยนแปลงน้ำหนักน้อยกว่า 4 ของน้ำหนักครั้งก่อน หรือประมาณ 0.5 มก

5. การคำนวณ

$$\text{ของแข็งแขวนลอย (มก/ล)} = \frac{(B-A)\times 10^{6}}{C}$$

เมื่อ A = น้ำหนักถ้วยระเหยอย่างเดียว , กรัม
B = น้ำหนักถ้วยระเหยและของแข็ง , กรัม
C = ปริมาตรตัวอย่างน้ำ , มล

6. ข้อเสนอแนะและข้อควรระวัง

6.1 การหาของแข็งแขวนลอย เวลาชักตัวอย่างควรเขย่าตัวอย่างให้เข้ากันอย่างดี ควรใช้ปิเปตปากกว้างในการดูดตัวอย่าง

6.2 ตัวอย่างน้ำที่มีของแข็งแขวนลอยมากๆ ควรเจือจางตัวอย่างก่อนนำมากรอง เพื่อกระดาษกรอง GF/C จะได้ไม่ตัน และดูดน้ำให้แห้งได้ง่าย

ภาคผนวก จ

วิธีการวิเคราะห์ฟอสเฟต (phosphate)

หลักการ

ฟอสฟอรัสพบได้ทั้งในน้ำธรรมชาติและน้ำเสียในรูปของฟอสเฟต ปัจจุบันนิยมจำแนกฟอสฟอรัสได้ 3 ประเภท คือ ออร์โธฟอสเฟต คอนเดนซ์ฟอสเฟต (พอลิฟอสเฟตต่างๆ) และสารอินทรีย์ฟอสเฟต อาจพบฟอสฟอรัสได้ทั้งในรูปสารละลาย สารแขวนลอยในน้ำ ตะกอนดินก้นบ่อ ตลอดจนในตัวของสิ่งมีชีวิตต่างๆ

ฟอสฟอรัสประเภทต่างๆ อาจจำแนกได้ตามวิธีวิเคราะห์ทางเคมี ดังนี้

ก) ฟอสฟอรัสละลายน้ำ หมายถึง ฟอสฟอรัสที่กรองผ่านกระดาษกรองเมมเบรนขนาดรู 0.45 ไมครอน

ข) ฟอสฟอรัสแขวนลอย หมายถึง ฟอสฟอรัสที่ไม่สามารถผ่านกระดาษกรองเมมเบรนขนาดรู 0.45 ไมครอน

ค) ฟอสฟอรัสแบบ reactive หมายถึง ฟอสฟอรัสที่วิเคราะห์ได้โดยไม่ต้องผ่านขั้นตอนไฮโดรไลซิส หรือย่อยสลายด้วยกรด ฟอสฟอรัสทั้งหมดหรือเกือบทั้งหมดจะเป็นออร์โธฟอสฟอรัส และพบได้ทั้งในรูปละลายน้ำหรือแขวนลอย

ง) ฟอสฟอรัสแบบ acid hydrolyzable หมายถึง ฟอสฟอรัสที่วิเคราะห์ได้จากการใช้กรดสร้างปฏิกิริยาไฮโดรไลซิสกับตัวอย่างน้ำที่อุณหภูมิของน้ำเดือด สภาวะเช่นนี้จะเกิดการเปลี่ยนรูปของคอนเดนซ์ฟอสเฟตทั้งละลายน้ำและแขวนลอย ให้กลายเป็นออร์โธฟอสเฟต

จ) ฟอสฟอรัสอินทรีย์หรือสารอินทรีย์ฟอสเฟต หมายถึง ฟอสฟอรัสที่วิเคราะห์ได้จากการย่อยสลายตัวอย่างด้วยกรดเข้มข้นอย่างแรง ฟอสฟอรัสที่รวมอยู่กับอินทรีย์สารจะถูกเปลี่ยนเป็นออร์โธฟอสเฟต เมื่อถูกออกซิไดซ์ด้วยสารละลายกรดเข้มข้นดังกล่าว

การเก็บและรักษาตัวอย่าง

ถ้าต้องการจำแนกฟอสฟอรัสในรูปของสารละลายหรือแขวนลอย ต้องรีบกรองตัวอย่างน้ำทันทีที่เก็บมาได้ รักษาตัวอย่างโดยวิธีแช่แข็งหรือแช่เย็นที่อุณหภูมิ –10°ซ หรือต่ำกว่า ถ้ามีความจำเป็นต้องเก็บรักษาตัวอย่างเป็นเวลานาน ควรเติม 40 มก ต่อตัวอย่าง 1 ลิตร ถ้าต้องการวิเคราะห์เฉพาะฟอสฟอรัสทั้งหมด อาจเติมกรดไฮโดรคลอริกเข้มข้น 1 มล ต่อตัวอย่าง 1 ลิตร เนื่องจากฟอสเฟตอาจเกาะติดพลาสติก

จึงไม่ควรใช้ขวดพลาสติกในการเก็บตัวอย่างน้ำ การล้างขวดหรือภาชนะแก้ว ควรใช้กรดเกลือเจือจางที่ร้อน และชำระด้วยน้ำกลั่นหลายๆครั้ง ไม่ควรใช้น้ำยาล้างจานหรือผงซักฟอกใดๆที่มีฟอสเฟตเป็นส่วนผสมในการทำความสะอาดเครื่องแก้วที่ใช้ในการวิเคราะห์ฟอสฟอรัส

วิธีวิเคราะห์

การวิเคราะห์ฟอสฟอรัสมี 2 ขั้นตอน คือ

1. การเปลี่ยนรูปของฟอสฟอรัสที่ต้องการวิเคราะห์ ให้เป็นออร์โธฟอสเฟตที่ละลายน้ำ โดยการย่อยตัวอย่างด้วยกรดเข้มข้น วิธีย่อยด้วยกรดมี 3 แบบ คือ

แบบที่ 1 ใช้กรดเปอร์คลอริก เหมาะกับตัวอย่างที่มีสารอินทรีย์มากและย่อยยาก การย่อยด้วยวิธีนี้มีปฏิกิริยารุนแรงและเสียเวลามาก

แบบที่ 2 ใช้กรดไนตริก-กรดกำมะถัน มักนิยมใช้กันทั่วไปกับตัวอย่างน้ำธรรมดา หรือน้ำเสีย

แบบที่ 3 ใช้กรดเปอร์ซัลเฟต เป็นวิธีที่ง่ายที่สุด และเหมาะสำหรับใช้กับตัวอย่างน้ำธรรมชาติ

2. การวิเคราะห์ออร์โธฟอสเฟตที่ละลายน้ำด้วยวิธีเทียบสี วิธีเทียบสีมี 3 วิธี คือ

วิธีที่ 1 vanadomolybdophosphoric acid

วิธีที่ 2 stannous chloride

วิธีที่ 3 ascorbic acid

ในการวิเคราะห์นี้จะใช้กรดไนตริก-กรดกำมะถันในการย่อยสลายฟอสฟอรัสให้เป็นออร์โธฟอสเฟต และใช้วิธีกรดแอสคอร์บิคในการวิเคราะห์ปริมาณออร์โธฟอสเฟต

1. การย่อยสลายขั้นแรกโดยวิธีกรดไนตริก-กรดกำมะถัน

1.1 เครื่องมือและอุปกรณ์

1.1.1 ไดเจสชั่นแรค (digestion rack) ใช้ไฟฟ้าหรือก๊าซ มีทางสำหรับระบายควัน

1.1.2 ขวดไมโครเจลดาห์ล (microkjeldahl flask)

1.2 สารเคมี

1.2.1 กรดกำมะถันเข้มข้น

1.2.2 กรดไนตริกเข้มข้น

1.2.3 สารละลายฟีนอล์ฟทาลีน อินดิเคเตอร์

1.2.4 โซเดียมไฮดรอกไซด์ 1 โมลาร์

1.3 วิธีการวิเคราะห์

1) ใส่น้ำตัวอย่างจำนวนพอเหมาะประมาณ 25-100 มล ลงในขวดไมโครเจลดาห์ล

2) ใส่กรดกำมะถันเข้มข้น 1 มล และกรดไนตริกเข้มข้น 5 มล ลงในขวด ทำการย่อยสลายบนเครื่องไดเจสชั่นแรคจนได้ปริมาตร 1 มล แล้วย่อยสลายต่อไปเพื่อไล่กรดไนตริกจนกว่าสารละลายจะไม่มีสี

3) ทำให้เย็น และเติมน้ำกลั่นประมาณ 20 มล

4) ใส่ฟีนอล์ฟทาลีนอินดิเคเตอร์ลงในขวด 1 หยด เติมโซเดียมไฮดรอกไซด์ 1 โมลาร์ ลงไปทีละน้อยจนสารละลายมีสีชมพูอ่อน

5) ถ้าสารละลายนี้ขุ่น ให้กรองก่อน แล้วถ่ายลงในขวดวัดปริมาตรขนาด 100 มล ใช้น้ำกลั่นล้างสารละลายที่ติดตามขวดเจลดาห์ล จนแน่ใจว่าล้างหมด รวมน้ำที่ใช้ล้างทั้งหมดลงในสารละลายที่อยู่ในขวดวัดปริมาตร และเติมน้ำกลั่นลงไปจนถึงขีด จะได้ปริมาตร 100 มล เก็บสารละลายนี้ไว้สำหรับหาฟอสฟอรัสต่อไป

หมายเหตุ ในกรณีที่ไม่มีไดเจสชั่นแรคและขวดไมโครเจลดาห์ล อาจใช้ถ้วยระเหย (porcelain evaporating dish)แทน และให้ระเหยในตู้ควัน (hood)

2. การวิเคราะห์หาปริมาณฟอสฟอรัสโดยวิธีกรดแอสคอร์บิก

2.1 หลักการ

แอมโมเนียมโมลิบเดต (ammonium molybdate) และโพแทสเซียมแอนติโมนิลตาเตรต (potassium antimonyl tartrate) จะทำปฏิกิริยากับสารละลายออร์โธฟอสเฟต (orthophosphate) เจือจางในสภาวะที่เป็นกรด ได้สารใหม่ซึ่งเมื่อทำปฏิกิริยากับกรดแอสคอร์บิกแล้ว ได้สารโมลิบดีนัมสีฟ้า (molybdenum blue)

2.2 เครื่องมือและอุปกรณ์

2.2.1 เครื่องสเปกโทรโฟโตมิเตอร์ ซึ่งมีอินฟราเรดโฟโตทิวบ์สำหรับใช้กับความยาวคลื่น 880 นาโนเมตร และเซลล์ขนาด 0.5 ซม หรือยาวกว่านั้น

2.2.2 เครื่องแก้วที่ล้างด้วยกรดและน้ำกลั่นตามลำดับ

2.3 สารเคมี

2.3.1 เอทิลแอลกอฮอล์ ร้อยละ 95 หรือไอโซโพรพิล

2.3.2 กรดกำมะถัน 2.5 โมลาร์

2.3.3 สารละลายแอนติโมนิโพแทสเซียมตาเตรต

ละลาย K (SbO) $C_4H_4O_6$.1/2H_2O จำนวน 1.3715 กรัม ในน้ำกลั่น แล้วเจือจางให้ได้ปริมาตร 500 มล เก็บรักษาไว้ในขวดกันแสงที่ 4°ซ

2.3.4 สารละลายแอมโมเนียมโมลิบเดต

ละลาย (NH_4)$_6Mo_7O_{24}$.4H_2O จำนวน 20 กรัม ในน้ำกลั่น แล้วเจือจางให้ได้ปริมาตร 500มล เก็บรักษาไว้ในขวดกันแสงที่ 4°ซ

2.3.5 กรดแอสคอร์บิก 0.1 โมลาร์

ละลายกรดแอสคอร์บิก จำนวน 1.76 กรัม ในน้ำกลั่น แล้วเจือจางให้ได้ปริมาตร 100 มล สารละลายนี้จะคงตัวประมาณ 1 สัปดาห์ ถ้าเก็บไว้ที่ 4°ซ

2.3.6 สารเคมีรวม (combined reagent)

นำสารเคมีที่เตรียมไว้จากข้อ 2.3.2-2.3.5 มาผสมกัน โดยใช้ส่วนผสมแต่ละชนิดดังนี้

สารละลายข้อ 2.3.2 จำนวน 50 มล

สารละลายข้อ 2.3.3 จำนวน 5 มล

สารละลายข้อ 2.3.4 จำนวน 15 มล

สารละลายข้อ 2.3.5 จำนวน 30 มล

ก่อนผสม ทิ้งสารละลายแต่ละชนิดไว้จนได้อุณหภูมิห้อง จึงนำมาผสมกัน หลังจากที่เติมสารละลายข้อ 2.3.3 และ2.3.4 ลงไป ถ้าขุ่น ให้เขย่าและตั้งทิ้งไว้ 2-3 นาที จนสารละลายใส สารละลายรวมนี้จะคงตัวอย่างน้อยที่สุด 1 สัปดาห์ ถ้าเก็บไว้ที่ 4°ซ

2.3.7 สารละลายสต๊อกฟอสเฟต (stock phosphate solution)

ละลาย KH_2PO_4 (anhydrous potassium dihydrogen phosphate) จำนวน 0.2195 กรัม ในน้ำกลั่นจำนวนพอเหมาะ แล้วเติมน้ำกลั่นจนได้ปริมาตรเป็น 1000 มล สารละลายนี้ 1 มล จะมีปริมาณฟอสฟอรัส 50.0 ไมโครกรัม

2.3.8 สารละลายมาตรฐานฟอสเฟต (standard phosphate solution)

นำสารละลายสต๊อกฟอสเฟตมา 50.0 มล เจือจางด้วยน้ำกลั่น แล้วเติมน้ำกลั่นจนได้ปริมาตรเป็น 1000 มล สารละลายนี้ 1 มล จะมีปริมาณฟอสฟอรัส 2.50 ไมโครกรัม

2.4 วิธีการวิเคราะห์

1) วิธีการสร้างกราฟมาตรฐาน ใช้สารละลายมาตรฐานจากข้อ 2.3.8 ในจำนวนที่มีฟอสฟอรัสตามต้องการ และนำไปผ่านการย่อยสลายขั้นแรกเช่นเดียวกับตัวอย่าง ตั้งแต่ใส่กรดกำมะถันเข้มข้น 1 มล จนจบ จะได้สารละลายมาตรฐานที่พร้อมจะนำไปใช้ต่อไป

เตรียมสารละลายมาตรฐาน 20 มล ซึ่งมีปริมาณฟอสฟอรัสต่างๆกัน ตั้งแต่ 0.3-2.0 ไมโครกรัมต่อมล ในขวดเออร์เลนเมเยอร์ ใช้น้ำกลั่น 20 มล เป็นแบลงค์ แล้วเตรียมแต่ละตัวอย่างกับแบลงค์ดังต่อไปนี้

- ใส่เอทิลแอลกอฮอล์ 1 มล เขย่าให้เข้ากัน ใช้แอลกอฮอล์ชนิดเดียวกันตลอดการวิเคราะห์ ใส่สารเคมีรวมจากข้อ 2.3.6 จำนวน 1 มล เขย่าให้เข้ากันดี ตั้งทิ้งไว้ 10 นาที เพื่อให้เกิดสีเต็มที่ จึงนำไปอ่านค่าการดูดกลืนแสงด้วยเครื่องสเปคโทรโฟโตมิเตอร์ เขียนกราฟระหว่างค่าการดูดกลืนแสงและความเข้มข้นของฟอสฟอรัสในหน่วยไมโครกรัม

2) นำตัวอย่างที่ผ่านการย่อยสลายขั้นแรกมา 20 มล ใส่ขวดเออร์เลนเมเยอร์ ทำเช่นเดียวกับสารละลายมาตรฐานในข้อ 1) โดยเริ่มตั้งแต่ใส่เอทิลแอลกอฮอล์ 1 มล จนอ่านค่าการดูดกลืนแสง นำค่าการดูดกลืนแสงที่อ่านได้ไปอ่านค่าฟอสฟอรัสจากกราฟมาตรฐานที่เตรียมได้ในข้อ 1)

3) ในกรณีที่ตัวอย่างมีความขุ่นหรือมีสารแทรกสอด ก็สามารถหาค่าการดูดกลืนแสงของสีที่เกิดจากสารแทรกสอดนี้ได้ โดยเตรียมแบลงค์ คือ ใช้น้ำตัวอย่างที่สารแทรกสอดหรือความขุ่นมาจำนวน 20 มล ดำเนินการอย่างเดียวกับข้อ 2) โดยเริ่มตั้งแต่ใส่ในขวดเออร์เลนเมเยอร์ แต่สารเคมีรวมที่นำมาใช้ไม่ต้องใส่สารข้อ 2.3.3 และ 2.3.4 นอกจากนั้นทำเหมือนกันหมด จะอ่านค่าการดูดกลืนแสงได้ นำไปลบออกจากค่าการดูดกลืนแสงของน้ำตัวอย่าง จะได้ค่าการดูดกลืนแสงของน้ำตัวอย่างที่ไม่มีความขุ่นและสารแทรกสอด

2.5 การคำนวณ

$$\text{มก / ลิตร ฟอสฟอรัส} = \frac{\text{มก ฟอสฟอรัส} \times 1000}{\text{มล น้ำตัวอย่าง}}$$

$$\text{มก / ลิตร ฟอสเฟต} = \text{มก / ลิตร ฟอสฟอรัส} \times 3.06$$

ภาคผนวก ฉ

วิธีวิเคราะห์ไนโตรเจน (total kjeldahl nitrogen, TKN)

หลักการ

ไนโตรเจนที่พบในน้ำตามแม่น้ำ ลำคลอง น้ำโสโครก และน้ำที่มาจากโรงงานอุตสาหกรรมต่างๆ มีอยู่หลายรูปแบบ คือ ไนโตรเจนที่อยู่ในรูปของแอมโมเนียไนโตรเจน หรือไนโตรเจนที่อยู่ในรูปของสารอินทรีย์ที่เรียกว่าออร์กานิกไนโตรเจน ทีเคเอ็นหมายถึงผลรวมระหว่างออร์กานิกไนโตรเจนและแอมโมเนียมไนโตรเจนที่เกิดจากกระบวนการของสิ่งมีชีวิต

แอมโมเนียไนโตรเจนจะมีในปริมาณสูงในน้ำเสียจากโรงงานอุตสาหกรรม เนื่องจากมีสารอินทรีย์อยู่มาก การหาแอมโมเนียไนโตรเจนอาจมีสารรบกวนหลายอย่างอยู่ในน้ำ เช่น อิออนของแคลเซียม จึงจำเป็นที่จะต้องปรับพีเอชให้เหมาะสม เพื่อให้ผลของการวิเคราะห์ที่ได้มีค่าที่ถูกต้อง ในกรณีที่ไม่สามารถวิเคราะห์ได้ทันที ควรเติมเมอร์คิวรี (II) คลอไรด์ ให้มีปริมาณของอิออนของเมอร์คิวรีเท่ากับ 40 มิลลิกรัม หรือกรดกำมะถันเข้มข้น 0.8 ลบ.ดม.ต่อทุกๆ 1 ลบ.ดม.ของตัวอย่างน้ำ

ออร์กานิกไนโตรเจนที่มีอยู่ในตัวอย่างน้ำ อาจอยู่ในรูปของสารประกอบเหล่านี้ คือ กรดอะมิโน พอลิเพพไทด์ และโปรตีน ซึ่งหาได้โดยวิธีเจลดาห์ล มีเมอร์คิวรี (II) ซัลเฟตเป็นตัวเร่งปฏิกิริยา ถ้าไม่ได้แยกแอมโมเนียไนโตรเจนออกเสียก่อน ผลที่ได้จะเป็นไนโตรเจนทั้งหมด

วิธีวิเคราะห์

การวิเคราะห์ไนโตรเจน ประกอบด้วย 2 ขั้นตอน คือ

1. การย่อยสลายสารตัวอย่าง เพื่อเปลี่ยนไนโตรเจนที่อยู่ในน้ำ ให้เป็นรูปแอมโมเนียไนโตรเจน
2. การหาปริมาณไนโตรเจนทั้งหมด โดยวิธีเนสสเลอร์

1. การย่อยสลายสารตัวอย่างด้วยกรดเข้มข้น

1.1 เครื่องมือและอุปกรณ์

1.1.1 ชุดเครื่องมือย่อยสลาย (Digesdahl digestion apparatus)

1.1.2 ชุดเครื่องกรองสารละลาย

1.1.3 boiling chips, silicon carbide

1.2 สารเคมี

1.2.1 กรดกำมะถันเข้มข้น

1.2.2 ไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ เข้มข้น 5%

1.3 วิธีวิเคราะห์

1) เลือกปริมาตรของตัวอย่างน้ำที่จะใช้ย่อยสลาย โดยดูจากตาราง ฉ-1 แล้วเทลงในขวดย่อยสลายซึ่งเป็นขวดวัดปริมาตรก้นแบนขนาด 100 มล

2) เติมกรดกำมะถันเข้มข้นในปริมาตรที่กำหนดในตาราง ฉ-1 และเม็ดแก้วหรือเศษกระเบื้อง 3-4 ชิ้น ลงในขวดย่อยสลาย

3) เปิดน้ำผ่านเครื่องย่อยสลาย และตั้งอุณหภูมิที่ 440 องศาเซลเซียส

4) วางขวดย่อยสลายที่บรรจุสารละลายตัวอย่างบนเครื่องย่อยสลาย เสียบคอนเดนเซอร์ที่ส่วนบนของขวดย่อย ให้ความร้อนจนสารละลายเดือดเป็นเวลา 3-5 นาที ระวังอย่าให้สารละลายในขวดแห้ง

5) เทไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์เข้มข้น 5% จำนวน 10 มล ผ่านกรวยเฉพาะลงในขวดย่อย แล้วให้ความร้อนต่ออีกเป็นเวลา 1 นาที หลังจากที่ไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ไหลลงผสมกับสารละลายในขวดย่อยอย่างสมบูรณ์

6) ยกขวดย่อยออกจากเครื่องย่อยสลาย แล้วตั้งทิ้งไว้ให้เย็นที่อุณหภูมิห้อง

7) ถ้าสารละลายตัวอย่างขุ่น ให้กรองก่อน แล้วปรับปริมาตรให้ได้ 100 มล ในขวดย่อยใบเดิม

8) เตรียมสารละลายแบลงค์ โดยใช้น้ำกลั่นปราศจากแร่ธาตุแทนสารละลายตัวอย่าง จากนั้นทำตามวิธีข้างต้นเหมือนกับสารละลายตัวอย่าง

ตาราง ฉ-1 ปริมาตรของสารที่ใช้ในการย่อยสลายและการวิเคราะห์ (ใช้ได้ในกรณีสารตัวอย่างเป็นของเหลวและมีปริมาณของแข็งน้อยกว่า 1%)

ช่วงความเข้มข้นของไนโตรเจน (พีพีเอ็ม)	ปริมาตรของสารที่ใช้ในการย่อยสลาย (มล)	ปริมาตรของสารที่ใช้ในการวิเคราะห์ (มล)	ปริมาตรของ 12.0 N KOH ที่ต้องใช้ (มล)
0.3-20	50	10	1
1-60	30	6	0.6
2-150	20	3	0.3
10-500	10	2	0.2
50-2,000	5	1	0
500-20,000	1	0.5	0

2. การหาปริมาณไนโตรเจนทั้งหมดโดยวิธีเนสสเลอร์

2.1 เครื่องมือและอุปกรณ์

2.1.1 เครื่องสเปคโทรโฟโตมิเตอร์ ของบริษัท HACH

2.1.2 กระบอกตวงขนาด 25 มล พร้อมจุกปิด (graduated mixing cylinder)

2.1.3 เซลสำหรับบรรจุสารของเครื่องสเปคโทรโฟโตมิเตอร์ แบบ Pour-Thru cell

2.2 สารเคมี

2.2.1 สารละลายมาตรฐานโพแทสเซียมไฮดรอกไซด์ เข้มข้น 12.0 นอร์มาล

2.2.2 สารละลาย mineral stabilizer ของบริษัท HACH

2.2.3 สารละลายเนสสเลอร์ (Nessler reagent) ของบริษัท HACH

2.2.4 สารละลาย polyvinyl alcohol dispersing agent ของบริษัท HACH

2.3 วิธีวิเคราะห์

1) เปิดเครื่องสเปคโทรโฟโตมิเตอร์ โดยใช้โปรแกรม 399 และที่ความยาวคลื่น 460 นาโนเมตร

2) เลือกปริมาตรของสารละลายที่ผ่านการย่อยแล้ว ทั้งสารละลายตัวอย่างและสารละลายแบลงค์ จากตาราง ฉ-1 ปิเปตใส่ในกระบอกตวงขนาด 25 มล แต่ละใบ

3) เติมสารละลายโพแทสเซียมไฮดรอกไซด์ เข้มข้น 12 นอร์มาล ในปริมาตรตามตาราง ฉ-1 ลงในกระบอกทั้งสองใบ

4) เติมน้ำกลั่นลงในกระบอกตวงทั้งสองจนได้ปริมาตรประมาณ 20 มล

5) หยดสารละลาย mineral stabilizer จำนวน 3 หยด ลงในกระบอกตวงแต่ละใบ ปิดจุกแล้วเขย่าหลายๆครั้ง จากนั้นหยดสารละลาย polyvinyl alcohol dispersing agent จำนวน 3 หยด ลงไปในกระบอกตวงทั้งสอง ปิดจุกเขย่า

6) ปรับปริมาตรสารละลายในกระบอกตวงทั้งสองใบเป็น 25 มล ด้วยน้ำกลั่น แล้วเติมสารละลายเนสสเลอร์ 1 มล ลงในกระบอกตวงทั้งสองใบ เขย่าแรงๆ จะได้สารละลายใส ตั้งทิ้งไว้ประมาณ 2 นาที แล้วเทสารละลายแบลงค์ลงในเซล นำไปตั้งค่าศูนย์ของเครื่องสเปคโทรโฟโตมิเตอร์

7) เทสารละลายตัวอย่างลงในเซล แล้วนำไปอ่านค่าจากเครื่องสเปคโทรโฟโตมิเตอร์

2.4 การคำนวณ

$$\text{มก/ล ของทีเคเอ็น} = \frac{75 \times A}{B \times C}$$

เมื่อ A = ค่าที่อ่านได้จากเครื่องสเปคโทรโฟโตมิเตอร์, มก/ล

B = ปริมาตรของสารตัวอย่างที่ใช้ย่อยสลาย, มล

C = ปริมาตรของสารละลายที่ใช้ในการวิเคราะห์, มล

ภาคผนวก ช

วิธีวิเคราะห์ปริมาณสารซักฟอก (detergent and liquid detergent) (APHA, 1992)

หลักการ

สารซักฟอกที่ใช้ในการทำความสะอาดทั่วไป มักจะมีสารลดแรงตึงผิวเป็นองค์ประกอบสำคัญ เพื่อช่วยลดความตึงผิวของน้ำ ดังนั้นในการวิเคราะห์หาปริมาณสารซักฟอก จึงมักนิยมหาในรูปของสารลดแรงตึงผิว อนึ่งสารลดแรงตึงผิวนี้อาจแบ่งออกได้เป็น ชนิดแอนอิออน (anionic) ชนิดแคทอิออน (cationic) และชนิดนอนอิออน (nonionic) แต่ที่นิยมใช้กันแพร่หลายส่วนใหญ่เป็นชนิดแอนอิออน เช่น สารประกอบอัลคิลเบนซินซัลโฟเนต (alkyl benzene sulfonate, ABS) และลิเนียอัลคิเลตซัลโฟเนต (linear alkylate sulfonate, LAS) สารประกอบ ABS เป็นสารประกอบซึ่งสลายตัวได้ยาก ส่วน LAS เป็นสารซึ่งสลายตัวได้ง่ายกว่า

การใช้สาร ABS ทำให้เกิดปัญหาสิ่งแวดล้อมที่สำคัญ คือ ทำให้เกิดฟองในแหล่งน้ำทั่วไป และในระบบบำบัดน้ำทิ้ง เนื่องจากสารชนิดนี้สลายตัวได้ยากจึงเกิดการสะสมในแหล่งน้ำ และสารนี้เพียง 1 มก ในน้ำ 100 มล ก็สามารถทำให้เกิดฟองบางๆได้ ดังนั้นในปัจจุบันหลายประเทศได้หันมาใช้สารประกอบ LAS แทน ABS ในการควบคุมคุณภาพแหล่งน้ำ โดยทั่วไปมักจะควบคุมไว้มิให้มีสารลดแรงตึงผิวเกินกว่า 0.5 มก/ล ในการตรวจวิเคราะห์หาปริมาณสารลดแรงตึงผิวในน้ำ นิยมใช้กันอยู่ 2 วิธี คือ

1. วิธีเมทิลีนบลู (methylene blue method) เป็นวิธีที่ใช้หาปริมาณสารลดแรงตึงผิวชนิดแอนอิออนที่น้อยกว่า 0.5 มก/ล ซึ่งสามารถทำได้ง่าย ค่าใช้จ่ายไม่สูงนัก แต่มีสิ่งแทรกสอดหลายชนิด

2. วิธีอินฟราเรด แอบซอร์บชัน (infrared absorption method) เป็นวิธีที่ใช้หาปริมาณสารลดแรงตึงผิวชนิดแอนอิออนที่มีมากกว่า 0.5 มก/ล หรือในกรณีที่เกิดปัญหากับวิธีเมทิลีนบลู

3. วิธีโคบอลท์ไทโอไซยาเนต (cobolt thiocyanate method) เป็นวิธีที่ใช้หาปริมาณสารลดแรงตึงผิวชนิดนอนอิออน

สำหรับในการทดลองนี้จะใช้วิธีเมทิลีนบลู และวิธีโคบอลท์ไทโอไซยาเนต ในการวิเคราะห์ปริมาณสารลดแรงตึงผิวชนิดแอนอิออนและนอนอิออนตามลำดับ

ก่อนที่จะหาปริมาณสารลดแรงตึงผิวใดๆ จะต้องมีการกำจัดสิ่งแทรกสอดที่อยู่ในตัวอย่างน้ำที่อาจส่งผลต่อการอ่านค่าปริมาณสารลดแรงตึงผิวที่แท้จริงได้ วิธีการที่ใช้ในการแยกสารลดแรงตึงผิวออกจากสารละลาย คือ วิธีซับเลชัน (sublation method)

1. การแยกสารลดแรงตึงผิวออกจากสารละลายโดยวิธีซับเลชัน(sublation method)

1.1 หลักการ

กระบวนการซับเลชันเป็นการแยกสารที่เป็นสารลดแรงตึงผิวออกจากสารที่ไม่เป็นสารลดแรงตึงผิวในสารละลาย โดยการเป่าก๊าซไนโตรเจนผ่านตัวอย่างน้ำที่อยู่ในคอลัมน์ สารลดแรงตึงผิวจากชั้นน้ำจะถูกแยกไปอยู่ในชั้นของเอทิลอะซิเทต เมื่อระเหยไล่ตัวทำละลายเอทิลอะซิเทตออกไปแล้ว ก็จะเหลือเฉพาะสารที่เป็นสารลดแรงตึงผิวเท่านั้น

1.2 เครื่องมือและอุปกรณ์

1.2.1 ชุดซับเลเตอร์ (sublator) ดังแสดงในรูป ช-1 เป็นคอลัมน์แก้วขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 4 ซม สูง 127 ซม โดยมีตัวกระจายอากาศเป็น sintered glass disk ชนิด coarse-porosity frit มีก๊อกไขน้ำออก 2 ระดับ ระดับที่ 1 อยู่ที่บริเวณแผ่นกระจายฟองที่ก้นคอลัมน์ และระดับที่ 2 อยู่สูงจากแผ่นกระจายฟอง 92 ซม ซึ่งทำให้ความจุของคอลัมน์ถึงก๊อกระดับที่ 2 เท่ากับ 1 ลิตร ส่วนบนของคอลัมน์ต่อท่อเข้าสู่ตู้ควัน ตัวอย่างน้ำเสียจะถูกเติมลงในคอลัมน์ สารลดแรงตึงผิวที่ละลายอยู่ในน้ำเสียจะถูกสกัดออกมาด้วยเอทิลอะซิเทต น้ำเสียจะถูกเป่าด้วยก๊าซไนโตรเจนซึ่งควบคุมอัตราการไหลคงที่ที่ 1 ลิตร/นาที เป็นเวลา 5 นาที และก่อนจะเป่าเข้าคอลัมน์ จะถูกเป่าผ่านเอทิลอะซิเทตเพื่อทำความสะอาดก๊าซ หลังจากนั้นก๊าซจะถูกเป่าเข้าคอลัมน์ผ่านทางแผ่นกระจายฟอง ไขสารละลายชั้นบนออกทางก๊อกระดับที่ 2 แล้วนำไปวิเคราะห์หาปริมาณสารลดแรงตึงผิว

1.2.2 ขวดสำหรับทำความสะอาดก๊าซ (gas washing bottle) ขนาด 100 มล

1.2.3 กรวยแยก (separatory funnel) ขนาด 250 มล

1.2.4 ชุดกรองสารละลาย (filtration equipment) โดยใช้กระดาษกรองชนิด medium-porosity qualitative-grade filter paper

1.2.5 อุปกรณ์วัดอัตราการไหลของก๊าซ (gas flowmeter) ที่อัตราการไหล 1 ลิตร/นาที

1.3 สารเคมี

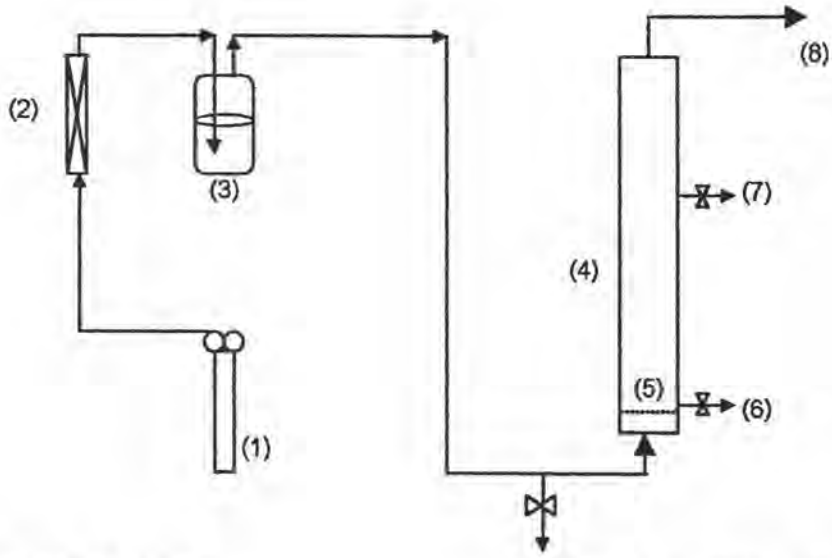
1.3.2 ก๊าซไนโตรเจน (standard-commercial grade nitrogen gas)

1.3.3 เอทิลอะซิเทต (ethyl acetate)

1.3.4 โซเดียมไบคาร์บอเนต (sodium bicarbonate, $NaHCO_3$)

1.3.5 โซเดียมคลอไรด์ (Sodium chloride, NaCl)

1.3.6 น้ำกลั่นปราศจากสารลดแรงตึงผิว



(1) ถังก๊าซไนโตรเจน
(2) เครื่องวัดอัตราการไหล (flow meter)
(3) ขวดสำหรับล้างก๊าซ (wash bottle)
(4) คอลัมน์ซับเลเตอร์ (sublator column)
(5) แผ่นกระจายฟองชนิดซินเทอร์กลาส
(6) ก๊อกไขระดับที่ 1
(7) ก๊อกไขระดับที่ 2 สำหรับเก็บตัวอย่าง
(8) ทางออกของก๊าซสู่ตู้ควัน

รูปที่ ช-1 ชุดอุปกรณ์ซับเลเตอร์ (APHA, 1992)

1.4 วิธีการทดลอง

1) เลือกปริมาตรตัวอย่างน้ำประมาณ 1 ลิตร กรองผ่านกระดาษกรอง โดยทิ้งส่วนที่กรองได้ 200มล แรกไปเพื่อล้างกระดาษกรอง

2) ต่อเครื่องมือดังรูปที่ ช-1 โดยต่อก๊าซไนโตรเจนผ่านอุปกรณ์วัดอัตราการไหลเข้ากับขวดสำหรับล้างก๊าซ และที่ปลายส่วนบนของคอลัมน์ให้ต่อสายเข้าตู้ควัน

3) เติมเอทิลอะซิเทตลงในขวดสำหรับล้างก๊าซประมาณ 2 ใน 3 ของขวด

4) ชะคอลัมน์ด้วยเอทิลอะซิเทต แล้วเทตัวอย่างน้ำที่กรองแล้วและทราบปริมาตรแน่นอนลงในคอลัมน์ เติมโซเดียมไบคาร์บอเนต 5 กรัม โซเดียมคลอไรด์ 100 กรัม และเติมน้ำจนได้ปริมาตรรวม 1 ลิตร สังเกตได้จากระดับของเหลวในคอลัมน์จะอยู่ที่ระดับไขน้ำออกตัวบน

5) เติมเอทิลอะซิเทต 100 มล ลงในคอลัมน์ โดยค่อยๆเทสารลงผ่านด้านข้างของคอลัมน์

6) เปิดวาล์วก๊าซไนโตรเจน ปรับอัตราการไหลให้ได้ 1 ลิตร/นาที ระวังอย่าให้เกิดการผสมกันอย่างรุนแรงภายในคอลัมน์ จับเวลา 5 นาที แล้วปิดวาล์วก๊าซ ถ้าต้องใช้อัตราการไหลที่ต่ำกว่า 1 ลิตร/นาที เวลาในการซับเลชันจะต้องเพิ่มขึ้นตามสัดส่วน

7) ไขชั้นของเอทิลอะซิเทตใส่ในกรวยแยก ถ้ามีชั้นน้ำปนออกมาให้ไขชั้นน้ำกลับใส่คอลัมน์

8) กรองชั้นเอทิลอะซิเทตที่ได้ผ่านกระดาษกรองลงในบีกเกอร์ที่แห้ง

9) ทำซ้ำในขั้นตอนที่ 6) และ 7) โดยใช้เอทิลอะซิเทตจำนวน 100 มล หลังจากผ่านก๊าซไนโตรเจนแล้ว ไขผ่านกรวยแยกและกรองด้วยอุปกรณ์ชุดเดียวกับการทำในครั้งแรก ใช้เอทิลอะซิเทตประมาณ 20 มล ฉีดล้างด้านข้างของคอลัมน์ แล้วรวมสารละลายทั้งหมดในบีกเกอร์ในเดียวกัน

10) ทำการระเหยเอทิลอะซิเทตออก โดยวางบีกเกอร์บนเครื่องอังน้ำในตู้ควัน ซึ่งอาจใช้ก๊าซไนโตรเจนหรืออากาศเป่าเบาๆ เพื่อช่วยให้เกิดการระเหยเร็วขึ้น หลังจากเอทิลอะซิเทตระเหยไปหมดแล้ว จะเหลือสารลดแรงตึงผิวที่ได้ในบีกเกอร์

2. <u>การวิเคราะห์หาปริมาณสารลดแรงตึงผิวชนิดแอนอิออน โดยวิธีเมทิลีนบลู</u>

(Takada Ishiwatari, 1987)

2.1 หลักการ

เมทิลีนบลูสามารถทำปฏิกิริยากับสารลดแรงตึงผิวชนิดแอนอิออน ให้เกลือสีน้ำเงินซึ่งละลายได้ในคลอโรฟอร์ม ความเข้มข้นของสีวัดได้โดยใช้เครื่องสเปกโทรโฟโตมิเตอร์ ที่ความยาวคลื่น 652 นาโนเมตร ปริมาณความเข้มข้นของสีเป็นสัดส่วนโดยตรงกับปริมาณความเข้มข้นของสาร วิธีนี้สามารถวิเคราะห์น้ำตัวอย่างที่มีความเข้มข้นตั้งแต่ 0.025-100 มก/ล

2.2 สิ่งแทรกสอด

สารอินทรีย์และอนินทรีย์หลายชนิดเป็นสิ่งแทรกสอดในการวิเคราะห์นี้ กล่าวคือสารประกอบอินทรีย์ ซัลเฟต ซัลโฟเนต คาร์บอกซีเลต ฟีนอล ฟอสเฟต และสารประกอบอนินทรีย์พวกไซยาไนด์ คลอไรด์ ไนเตรต ไทโอไซยาเนต ซึ่งสามารถรวมกับเมทิลีนบลูให้เกลือสีน้ำเงินเหมือนกัน ทำให้อ่านค่าปริมาณความเข้มข้นของสารลดแรงตึงผิวได้มากกว่าค่าแท้จริง

แต่ในทางตรงกันข้าม สารอินทรีย์ประเภทอะมีน สามารถจะรวมตัวกับกลุ่มแอนอิออนได้ ดังนั้นจึงทำให้อ่านค่าปริมาณความเข้มข้นของสารลดแรงตึงผิวได้น้อยลง

2.3 เครื่องมือและอุปกรณ์

2.3.1 เครื่องสเปคโทรโฟโตมิเตอร์ ที่มีช่วงความยาวคลื่น 652 นาโนเมตร และใช้เซลที่มีช่องแสงผ่านกว้าง 1 ซม หรือยาวกว่า

2.3.2 กรวยสำหรับแยกขนาด 500 มล ที่มีจุกและก๊อกทำด้วยเทฟลอน

2.4 สารเคมี

2.4.1 สารละลายสต๊อกสารลดแรงตึงผิว

ละลายโซเดียมโดเดคซิลเบนซีนซัลโฟเนต 1.00 กรัม ในน้ำกลั่น แล้วเจือจางได้ปริมาตร 1,000 มล สารละลายนี้ 1.00 มล เท่ากับ 1.00 มก ของสารลดแรงตึงผิว

2.4.2 สารละลายมาตรฐานสารลดแรงตึงผิว

นำสารละลายสต๊อกสารลดแรงตึงผิวมา 10.00 มล มาทำให้เจือจางเป็น 1,000 มล ด้วยน้ำกลั่น สารละลายมาตรฐานนี้ 1.00 มล เท่ากับ 10.0 ไมโครกรัมของสารลดแรงตึงผิว

2.4.3 สารละลายฟีนอล์ฟทาลีน

ละลายฟีนอล์ฟทาลีนไดโซเดียม 5 กรัม ในน้ำกลั่น และเจือจางจนได้ปริมาตร 1,000 มล หยดสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ 0.02 โมลาร์ทีละหยด จนกระทั่งสีชมพูจางๆเกิดขึ้น

2.4.4 สารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ 1 โมลาร์

2.4.5 สารละลายกรดกำมะถัน 0.5 โมลาร์

2.4.6 คลอโรฟอร์ม

2.4.7 สารละลายเมทิลีนบลู

ละลายเมทิลีนบลู 0.1 กรัม ลงในน้ำ 100 มล ตวงสารละลายที่ได้มา 30 มล ใส่ในขวดวัดปริมาตรขนาด 1 ลิตร เติมน้ำกลั่น 500 มล กรดกำมะถันเข้มข้น 6.8 มล และโมโนโซเดียมไดไฮโดรเจนฟอสเฟตโมโนไฮเดรต (monosodium dihydrogen phosphate monohydrate) 50 กรัม เขย่าจนละลายหมดแล้วเติมน้ำกลั่นจนได้ปริมาตรเป็น 1,000 มล

2.4.8 สารละลายสำหรับล้าง (wash solution)

เติมกรดกำมะถันเข้มข้น 6.8 มล ลงในน้ำกลั่น 500 มล เติมโมโนโซเดียมไดไฮโดรเจนฟอสเฟตโมโนไฮเดรต 50 กรัม เขย่าจนละลาย แล้วทำให้ปริมาตรเป็น 1,000 มล ด้วยน้ำกลั่น

2.4.9 เมทิลแอลกอฮอล์

2.4.10 ไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ (H_2O_2) ร้อยละ 30

2.4.11 ใยแก้ว (glass wool)

2.4.12 ไอโซโพรพิลแอลกอฮอล์ (isopropyl alcohol)

2.5 วิธีวิเคราะห์

2.5.1 การสร้างกราฟมาตรฐาน

1) เติมสารละลายมาตรฐานสารลดแรงตึงผิวปริมาตร 0.00 1.00 3.00 5.00 7.00 9.00 11.00 13.00 15.00 และ 20.00 มล ลงในกรวยแยก 10 ใบ ตามลำดับ

2) เติมน้ำกลั่นลงในแต่ละกรวยจนครบ 100 มล

3) สกัดและทำให้เกิดสีด้วยวิธีเดียวกับสารตัวอย่างในข้อ 2.5.2

4) วัดค่าการดูดกลืนแสง แล้วสร้างกราฟมาตรฐาน โดยใช้ค่าการดูดกลืนแสงบนแกนตั้ง และค่าความเข้มข้นของสารละลายมาตรฐานสารลดแรงตึงผิวบนแกนนอน

2.5.2 **การวิเคราะห์ตัวอย่าง**

1) ละลายสารลดแรงตึงผิวที่ผ่านวิธีซับเลชันด้วยเมทิลแอลกอฮอล์ 10-20 มล

2) เทสารละลายทั้งหมดลงในน้ำกลั่น 25-50 มล แล้วนำไประเหยไล่เมทิลแอลกอฮอล์ ระวังอย่าให้แห้ง ทิ้งไว้ให้เย็นแล้วเจือจางเป็น 100 มล

3) หยดไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ลงไป 2-3 หยด แล้วเทสารละลายลงในกรวยแยก

4) หยดฟีนอล์ฟทาลีนลงในน้ำตัวอย่าง ถ้าไม่มีสีชมพูเกิดขึ้นเติมสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์จนเกิดสีชมพู แล้วเติมสารละลายกรดกำมะถันจนสีชมพูพอดีหายไป ถ้าเกิดสีชมพู ก็เติมสารละลายกรดกำมะถันจนสีชมพูพอดีหายไป

5) เติมคลอโรฟอร์ม 10 มล และสารละลายเมทิลีนบลู 25 มล ปิดจุกเขย่าแรงๆเป็นเวลา 30 วินาที แล้วตั้งไว้จนแยกชั้น เติมไอโซโพรพิลแอลกอฮอล์ลงไป 5-10 มล เพื่อทำลายอิมัลชัน แกว่งเบาๆให้ตกตะกอน แล้วไขชั้นคลอโรฟอร์มออกใส่ในกรวยแยกใบที่สอง ใช้คลอโรฟอร์มปริมาณเล็กน้อยล้างก้านกรวยแยก ทำซ้ำเช่นนี้อีก 2 ครั้ง ถ้าสีน้ำเงินในชั้นน้ำจางลงมาก ให้เติมสารละลายเมทิลีนบลูอีก 25 มล ไขชั้นคลอโรฟอร์มรวมไว้ด้วยกันในกรวยแยกใบที่สอง

6) เติมสารละลายสำหรับล้าง 50 มล ลงในกรวยแยกใบที่สอง เขย่าแรงๆเป็นเวลา 30 วินาที ตั้งไว้ให้แยกชั้น ไขชั้นคลอโรฟอร์มกรองผ่านใยแก้ว ลงในขวดวัดปริมาตรขนาด 100 มล

7) สกัดสารออกจากสารละลายสำหรับล้างด้วยคลอโรฟอร์ม ครั้งละ 10 มล อีก 2 ครั้ง ไขเอาชั้นคลอโรฟอร์มกรองผ่านใยแก้วรวมไว้ด้วยกัน

8) ล้างใยแก้ว และกรวยกรองด้วยคลอโรฟอร์มเล็กน้อย รวมไว้ในขวดวัดปริมาตรขนาด 100 มล ใบเดิม และเติมคลอโรฟอร์มจนได้ปริมาตร 100 มล

9) วัดค่าการดูดกลืนแสงของสารละลายในคลอโรฟอร์ม โดยใช้สเปคโทรโฟโตมิเตอร์ที่ความยาวคลื่น 652 นาโนเมตร ใช้คลอโรฟอร์มเป็นแบลงค์ นำค่าการดูดกลืนแสงที่อ่านได้ไปหาปริมาณสารลดแรงตึงผิวจากกราฟมาตรฐาน

2.6 การคำนวณ

$$\text{ปริมาณสารลดแรงตึงผิว มก/ล ในรูปเอ็มบีเอเอส} = \frac{\text{ไมโครกรัมของสารลดแรงตึงผิว}}{\text{มิลลิลิตรของน้ำตัวอย่าง}}$$

<u>หมายเหตุ</u> เอ็มบีเอเอส คือ สารที่ให้สีน้ำเงินกับเมทิลีนบลูทั้งหมด (methylene blue active substance, MBAS)

ในการรายงานผลการวิเคราะห์ ต้องระบุชนิด และน้ำหนักโมเลกุลของแอลเอเอสที่ใช้ เช่น

"MBAS, calculated as LAS, mol wt___ "

3. การวิเคราะห์ปริมาณสารลดแรงตึงผิวชนิดนอนอิออนิกโดยวิธีโคบอลท์ไทโอไซยาเนต (Boyer และคณะ, 1977)

3.1 หลักการ

โคบอลท์ไทโอไซยาเนตสามารถทำปฏิกิริยากับสารลดแรงตึงผิวชนิดนอนอิออน ให้เกลือซึ่งละลายได้ในเมทิลีนคลอไรด์ ความเข้มข้นของสีวัดได้โดยใช้สเปคโทรโฟโตมิเตอร์ ที่ความยาวคลื่น 620 นาโนเมตร ปริมาณความเข้มข้นของสีเป็นสัดส่วนโดยตรงกับปริมาณความเข้มข้นของสาร วิธีนี้สามารถวิเคราะห์น้ำตัวอย่างที่มีความเข้มข้นอย่างน้อยที่สุด 0.1 มก/ล

3.2 สิ่งแทรกสอด

สารลดแรงตึงผิวทั้งชนิดแอนอิออนและแคทอิออนสามารถรวมกับโคบอลท์ไทโอไซยาเนต ทำให้อ่านค่าปริมาณความเข้มข้นของสารลดแรงตึงผิวได้มากกว่าค่าที่แท้จริง แต่สามารถแก้ไขได้ โดยผ่านน้ำตัวอย่างลงในคอลัมน์แลกเปลี่ยนอิออน (ion-exchange column) เพื่อกำจัดสารที่มีประจุออกไปได้

3.3 เครื่องมือและอุปกรณ์

3.3.1 คอลัมน์แลกเปลี่ยนอิออน (ion-exchange column) เป็นคอลัมน์แก้วที่มีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 1 ซม และสูง 30 ซม เตรียมโดยผสมเรซินชนิดประจุลบ (anion-exchange resin) ในเมทิลแอลกอฮอล์ แล้วเทลงในคอลัมน์ บรรจุให้มีความสูงประมาณ 10 ซม ใส่ใยแก้วลงไปบนชั้นเรซินชนิดประจุลบ จากนั้นเติมเรซินชนิดประจุบวก (cation-exchange resin) ลงในคอลัมน์ให้ความสูงประมาณ 10 ซม

3.3.2 เครื่องสเปคโทรโฟโตมิเตอร์ ที่ความยาวคลื่น 620 นาโนเมตร

3.3.3 กรวยแยกพร้อมจุกและก๊อกทำด้วยเทฟลอน ขนาด 125 มล

3.3.4 ชุดสกัดแบบซอกซ์เลต (extraction flask, Soxhlet type) ขนาด 150 มล

3.4 สารเคมี

3.4.1 เรซินชนิดประจุลบ (anion-exchange resin) ชนิดพอลิสไตรีนควอเทอร์นารีแอมโมเนียม โดยเปลี่ยนคลอไรด์อิออนให้เป็นไฮดรอกไซด์อิออน โดยชะคอลัมน์ด้วยโซเดียมไฮดรอกไซด์ 1 นอร์มาล ปริมาตรเป็น 20 เท่าของปริมาตรเรซิน แล้วล้างด้วยเมทิลแอลกอฮอล์

3.4.2 เรซินชนิดประจุบวก (cation-exchange resin) ชนิดพอลิสไตรีนซัลโฟเนต

3.4.3 สารละลายโคบอลท์ไทโอไซยาเนต

ละลายโคบอลท์ไนเตรตเฮกซะไฮเดรต 30 กรัม และแอมโมเนียมไทโอไซยาเนต 200 กรัม ในน้ำกลั่น แล้วเจือจางเป็น 1000 มล สารละลายนี้เก็บได้นาน 1 เดือนที่อุณหภูมิห้อง

3.4.4 สารละลายสต๊อกสารลดแรงตึงผิว

- ชั่งสารลดแรงตึงผิวชนิดนอนอิออนิก TERIC N11 จำนวน 1 กรัม ในแอมพูลที่แห้งและได้ชั่งน้ำหนักไว้แล้ว

- เทสารที่ชั่งได้ลงในขวดวัดปริมาตร ชะแอมพูลด้วยเมทิลแอลกอฮอล์ แล้วปรับปริมาตรเป็น 500 มล ด้วยเมทิลแอลกอฮอล์ ชั่งน้ำหนักแอมพูลอีกครั้งเพื่อหาน้ำหนักของสารลดแรงตึงผิวที่แท้จริง

- สารละลายนี้จะมีความเข้มข้น 2 มก ต่อเมทิลแอลกอฮอล์ 1 มล เมื่อใช้สารตั้งต้น 1 กรัม

3.4.5 สารละลายมาตรฐานสารลดแรงตึงผิว

เจือจางสารละลายสต๊อกสารลดแรงตึงผิวจำนวน 10.00 มล ด้วยเมทิลแอลกอฮอล์ 200 มล จะได้สารละลายมาตรฐานเข้มข้นเป็น 1/20 ของความเข้มข้นสารละลายสต๊อก

3.4.6 โซเดียมไฮดรอกไซด์ 1 นอร์มาล

3.4.7 ใยแก้วที่ผ่านการสกัดด้วยเมทิลีนคลอไรด์แล้ว

3.4.8 เมทิลแอลกอฮอล์

3.4.9 เมทิลีนคลอไรด์

3.4.10 น้ำกลั่นหรือน้ำปราศจากอิออน

3.5 วิธีวิเคราะห์

3.5.1 การสร้างกราฟมาตรฐาน

1) เตรียมชุดของสารละลายมาตรฐาน โดยการดูดสารละลายมาตรฐานมา 0.00 5.00 10.00 20.00 และ 30.00 มล ใส่ในขวดสกัดทั้ง 5 ใบ เติมเมทิลแอลกอฮอล์ 10-20 มล แล้วนำไประเหยตัวทำละลายบนเครื่องอังน้ำ โดยใช้การเป่าก๊าซไนโตรเจนหรืออากาศช่วย

2) สกัดและทำให้เกิดสีโดยวิธีเดียวน้ำตัวอย่างในข้อ 3.5.2

3) วัดค่าการดูดกลืนแสง และสร้างกราฟมาตรฐาน

3.5.2 การวิเคราะห์สารตัวอย่าง

1) นำน้ำตัวอย่างที่ผ่านวิธีซับเลชันแล้วมาละลายในเมทิลแอลกอฮอล์ 5-10 มล แล้วเทสารละลายทั้งหมดลงในคอลัมน์แลกเปลี่ยนอิออน

2) ชะคอลัมน์ด้วยเมทิลแอลกอฮอล์ด้วยอัตราการไหล 1 หยดต่อวินาที เก็บสารละลายที่ผ่านการชะในขวดสกัดขนาด 150 มล จนได้ปริมาตรประมาณ 125 มล แล้วนำไประเหยตัวทำละลายออกบนเครื่องอังน้ำ โดยใช้การเป่าก๊าซไนโตรเจนหรืออากาศช่วย

3) เติมเมทิลีนคลอไรด์ 10.00 มล ลงในตัวอย่างจากข้อ 2) แกว่งเบาๆแล้วรีบเทสารละลายทั้งหมดลงในกรวยแยกซึ่งได้ชะด้วยสารละลายโคบอลท์ไทโอไซยาเนต 5 มล แล้ว

4) เขย่ากรวยแยกแรงๆเป็นเวลา 1 นาที แล้วทิ้งให้แยกชั้น

5) ไขสารละลายชั้นล่างใส่เซล โดยกรองผ่านใยแก้ว ถ้าสารละลายขุ่น ให้นำไปใส่เครื่องหมุนเหวี่ยง (centrifuge) ที่ 1000×g เป็นเวลา 3 นาที แล้วใช้หลอดหยดดูดส่วนใสใส่เซล

6) วัดค่าการดูดกลืนแสงที่ความยาวคลื่น 620 นาโนเมตรโดยใช้เมทิลีนคลอไรด์เป็นแบลงค์ (ถ้าสารละลายมีสีเลือนลางลง ควรนำไปอุ่นเบาๆเพื่อทำให้สารละลายใสขึ้น)

3.6 การคำนวณ

$$\text{ปริมาณสารลดแรงตึงผิว มก/ล ในรูปซีทีเอเอส} = \frac{\text{ปริมาณสารลดแรงตึงผิวเป็นมิลลิกรัม}}{\text{ปริมาตรน้ำตัวอย่างเป็นลิตร}}$$

<u>หมายเหตุ</u> ซีทีเอเอส คือ สารที่ให้สีกับโคบอลท์ไทโอไซยาเนตทั้งหมด (cobolt thiocyanate active substance, CTAS)

ในการรายงานผลการวิเคราะห์ ต้องระบุชนิดของซีทีเอเอสที่ใช้ เช่น

" CTAS, calculated as nonionic surfactant $C_{12\text{-}18}E_{11}$"

ภาคผนวก ซ

ข้อมูลการทดลองบำบัดน้ำเสียจากสถานีบริการโดยระบบฟองลอย

ตารางที่ ซ-1 ข้อมูลการทดลองเพื่อหาอัตราการเป่าอากาศที่เหมาะสมสำหรับน้ำเสียสถานีบริการ

อุณหภูมิ	25	องศาเซลเซียส
ความดัน	1.5	บาร์
เวลาทำการทดลอง	3	นาที
ปริมาตรน้ำในคอลัมน์	1,500	มิลลิลิตร

Chemicals	Air flowrate (ml/min)	% gas holdup
without addition	200	0
	300	0
	400	0
	500	0
	600	0.34
	700	0.45
	800	1.36
	900	1.92
	1,000	2.38
SDS	500	1.56
DTAB	500	0
TERIC N10	500	0.26
cationic polyelectrolyte	500	0.13
anionic polyelectrolyte	500	0.13
nonionic polyelectrolyte	500	0.26

ตารางที่ ซ-2 ข้อมูลการทดลองเพื่อหาเวลาเก็บกักที่เหมาะสมสำหรับน้ำเสียสถานีบริการน้ำมัน เมื่อไม่มีการเติมหรือเติมสารลดแรงตึงผิว

อุณหภูมิ	25	องศาเซลเซียส
ความดัน	1.5	บาร์
อัตราการเป่าอากาศ	500	มล/นาที
ความเข้มข้นของสารลดแรงตึงผิว	1	เท่าของซีเอ็มซี

Chemicals	Average oil content in feed (mg/l)	HRT (min)	Operating time (min)	Average oil content in effluent (mg/l)	% Oil removal
without addition	85	10	0	85	0
			5	60	29.4
			10	57.5	32.4
			15	70	17.7
			20	67.5	20.6
			25	72.5	14.7
			30	60	29.4
		20	0	85	0
			5	52.5	38.2
			10	37.5	55.9
			15	51	40
			20	48.7	42.7
			25	57.5	32.4
			30	47.5	44.1

Chemicals	Average oil content in feed (mg/l)	HRT (min)	Operating time (min)	Average oil content in effluent (mg/ l)	% Oil removal
without addition	85	30	0	85	0
			5	32.5	61.8
			10	37.5	55.9
			15	50	41.2
			20	45	47.1
			25	54	36.5
			30	40	52.9
SDS	40	10	0	40	0
			8	33.3	16.7
			12	21.9	45.2
			15	16.7	58.3
			20	16.7	58.3
			25	19	52.4
			30	21.7	45.7
		20	0	40	0
			8	28	30.1
			12	18	55
			15	13.3	50.3
			20	23.3	41.7
			25	24.7	38.3
			30	26.7	33.3

Chemicals	Average oil content in feed (mg/l)	HRT (min)	Operating time (min)	Average oil content in effluent (mg/l)	% Oil removal
SDS	40	30	0	40	0
			8	30	25
			12	15.7	60.8
			15	10	75
			20	6.7	83.3
			25	6.7	83.3
			30	6.7	83.3
DTAB	280	10	0	280	0
			5	83	70.4
			10	85	69.6
			15	85	69.6
			20	83	70.4
			25	83	70.4
			30	83	70.4
	150	20	0	150	0
			5	27.5	81.7
			10	0	100
			15	7.5	95
			20	0	100
			25	0	100
			30	0	100

Chemicals	Average oil content in feed (mg/l)	HRT (min)	Operating time (min)	Average oil content in effluent (mg/l)	% Oil removal
DTAB	150	30	0	150	0
			5	15	90
			10	0	100
			15	0	100
			20	0	100
			25	0	100
			30	0	100
TERIC N 10	170	10	0	170	0
			5	55	67.7
			10	53	68.8
			15	57	66.5
			20	50	70.6
			25	48.5	71.5
			30	50	70.6
	150	20	0	150	0
			5	117.5	21.7
			10	122.5	18.3
			15	125	16.7
			20	105	30
			25	105	30
			30	70	53.3

Chemicals	Average oil content in feed (mg/l)	HRT (min)	Operating time (min)	Average oil content in effluent (mg/l)	% Oil removal
TERIC N 10	150	30	0	150	0
			5	67.5	55
			10	60	60
			15	75	50
			20	112.5	25
			25	62.5	58.3
			30	25	83.3

ตารางที่ ซ-3 ข้อมูลการทดลองบำบัดน้ำเสียจากสถานีบริการเมื่อเติมสารโคแอกกูแลนท์ต่างๆ

อุณหภูมิ	25	องศาเซลเซียส
ความดัน	1.5	บาร์
อัตราการเป่าอากาศ	500	มล/นาที
เวลาเก็บกัก	30	นาที

Coagulant	Concentration of coagulant	Average oil content in feed (mg/l)	Operating time (min)	Average oil content in effluent (mg/l)	% Oil removal
cationic polyelectrolyte (Novous CE 2680)	0.0025% w/v	243	0	243	0
			5	87	64.2
			10	93	61.7
			15	85.8	64.7
			20	67	72.4
			25	77	68.3
			30	90	63
	0.0050% w/v	174	0	174	0
			5	57.5	67
			10	40.2	76.9
			15	25	85.6
			20	25	85.6
			25	25	85.6
			30	20	88.5

Coagulant	Concentration of coagulant	Average oil content in feed (mg/l)	Operating time (min)	Average oil content in effluent (mg/l)	% Oil removal
cationic polyelectrolyte (Novous CE 2680)	0.0075% w/v	60	0	60	0
			5	16.7	72.2
			10	6.7	88.9
			15	8.6	85.6
			20	6.7	88.9
			25	8.6	85.6
			30	6.7	88.9
	0.01% w/v	60	0	60	0
			5	6.7	88.9
			10	6.7	88.9
			15	3.3	94.5
			20	0	100
			25	0	100
			30	0	100
cationic polyelectrolyte (polymer 1154L)	0.01% w/v	174	0	174	0
			5	62.5	64.1
			10	67.5	61.2
			15	45	74.1
			20	55	68.4
			25	78.3	55
			30	85.1	51.1

Coagulant	Concentration of coagulant	Average oil content in feed (mg/l)	Operating time (min)	Average oil content in effluent (mg/l)	% Oil removal
cationic polyelectrolyte (polymer 1154L)	0.1% w/v	174	0	60	0
			5	58.1	66.6
			10	60.9	65
			15	44.7	74.3
			20	56.2	67.7
			25	78.3	55
			30	68.4	60.7
cationic polyelectrolyte (polymer 1192)	0.1% w/v	174	0	174	0
			5	112.5	35.3
			10	102.5	41.1
			15	104.1	40.2
			20	60	65.5
			25	67.5	61.2
			30	65	62.6
	1% w/v	84	0	84	0
			5	47.5	43.4
			10	42.5	49.4
			15	30	64.3
			20	30	64.3
			25	32.5	61.3
			30	25	70.2

Coagulant	Concentration of coagulant	Average oil content in feed (mg/l)	Operating time (min)	Average oil content in effluent (mg/l)	% Oil removal
anionic polyelectrolyte (Qemifloc VH 1007)	0.005% w/v	40	0	40	0
			8	16.7	58.3
			15	10	75
			20	33.3	16.7
			25	21.8	45.4
			30	23.3	41.7
	0.01% w/v	40	0	40	0
			8	26.7	33.3
			15	23.3	41.7
			20	36.7	8.3
			25	26.7	33.3
			30	33.3	16.7
nonionic polyelectrolyte (Qemifloc 720)	0.005% w/v	50	0	50	0
			5	30	40
			10	26.7	46.7
			15	40	20
			20	42.5	15
			25	43.3	13.3
			30	43.3	13.3

Coagulant	Concentration of coagulant	Average oil content in feed (mg/l)	Operating time (min)	Average oil content in effluent (mg/l)	% Oil removal
nonionic polyelectrolyte (Qemifloc 720)	0.01% w/v	50	0	50	0
			5	26.7	46.7
			10	23.3	53.3
			15	30	40
			20	40	20
			25	42.4	15.3
			30	43.3	13.3
$FeCl_3$	1% w/v	84	0	84	0
			5	72.5	13.7
			10	50	40.5
			15	45	46.4
			20	55	34.5
			25	54.3	35.3
			30	47.5	43.5

ตารางที่ ซ-4 ข้อมูลการทดลองบำบัดน้ำเสียจากสถานีบริการน้ำมันเมื่อเติมสารลดแรงตึงผิว DTAB ที่ความเข้มข้นต่าง ๆ

อุณหภูมิ	25	องศาเซลเซียส
ความดัน	1.5	บาร์
อัตราการเป่าอากาศ	500	มล/นาที
เวลาเก็บกัก	30	นาที
ความเข้มข้นของสารน้ำมันก่อนเข้าระบบเฉลี่ย	147	มก/ล

เวลาทดลอง (นาที)	ประสิทธิภาพการกำจัดสารน้ำมันเฉลี่ย ,%		
	1.0 CMC DTAB	0.5 CMC DTAB	0.1 CMC DTAB
0	0	0	0
5	90	54.4	77.6
8	95	70	75.5
10	100	72.8	74.8
15	100	77.6	66
20	100	75	45.6
25	100	64	45.6
30	100	66	45.6

ตารางที่ ช-5 ข้อมูลการทดลองบำบัดน้ำเสียจากสถานีบริการน้ำมันเมื่อเติมสารลดแรงตึงผิว DTAB ควบคู่กับสารโคแอกกูแลนท์ชนิดแคทอิออนิกพอลิอิเล็คโทรไลต์

อุณหภูมิ	25	องศาเซลเซียส
ความดัน	1.5	บาร์
อัตราการเป่าอากาศ	500	มล/นาที
เวลาเก็บกัก	30	นาที
ความเข้มข้นของสารลดแรงตึงผิว	0.1	เท่าของซีเอ็มซี
ความเข้มข้นของสารน้ำมันก่อนเข้าระบบเฉลี่ย	147	มก/ล

สารเคมีที่ใช้	เวลาทดลอง (นาที)	ความเข้มข้นของสารน้ำมันหลังออกจากระบบเฉลี่ย (มก/ล)	ประสิทธิภาพการกำจัดสารน้ำมัน ,%
DTAB + polymer 2680 (0.005% w/v)	0	147	0
	5	20	86.4
	10	33	77.6
	15	33	77.6
	20	33	77.6
	25	43.2	70.6
	30	23	84.4
DTAB + polymer 1154L (0.01% w/v)	0	147	0
	5	93	50.3
	10	53	64
	15	53	64
	20	53	64
	25	47	68
	30	47.1	67.6

สารเคมีที่ใช้	เวลาทดลอง (นาที)	ความเข้มข้นของสารน้ำมันหลังออกจากระบบเฉลี่ย (มก/ล)	ประสิทธิภาพการกำจัดสารน้ำมัน ,%
DTAB + polymer 1192 (0.1% w/v)	0	147	0
	5	113	23.1
	10	97	34
	15	107	27.2
	20	107	27.2
	25	103	29.9
	30	107	27.2

ตารางที่ ซ-6 ข้อมูลการทดลองบำบัดน้ำเสียจากสถานีบริการน้ำมันเมื่อเติมสารลดแรงตึงผิว SDS ที่ความเข้มข้นต่าง ๆ

อุณหภูมิ	25	องศาเซลเซียส
ความดัน	1.5	บาร์
อัตราการเป่าอากาศ	500	มล/นาที
เวลาเก็บกัก	30	นาที
ความเข้มข้นของสารน้ำมันก่อนเข้าระบบเฉลี่ย	243	มก/ล

เวลาทดลอง (นาที)	ประสิทธิภาพการกำจัดสารน้ำมันเฉลี่ย ,%	
	1.0 CMC SDS	0.5 CMC SDS
0	0	0
15	50.6	10.7
20	58.9	10.7
25	46.5	10.7
30	50.6	10.7

ตารางที่ ซ-7 ข้อมูลการทดลองบำบัดน้ำเสียจากสถานีบริการน้ำมันเมื่อเติมสารลดแรงตึงผิว SDS ควบคู่กับสารโคแอกกูแลนท์ชนิดต่างๆ

อุณหภูมิ	25	องศาเซลเซียส
ความดัน	1.5	บาร์
อัตราการเป่าอากาศ	500	มล/นาที
เวลาเก็บกัก	30	นาที
ความเข้มข้นของสารลดแรงตึงผิว	1	เท่าของซีเอ็มซี
ความเข้มข้นของสารน้ำมันก่อนเข้าระบบเฉลี่ย	50	มก/ล

สารเคมีที่ใช้	เวลาทดลอง (นาที)	ความเข้มข้นของสารน้ำมันหลังออกจากระบบเฉลี่ย (มก/ล)	ประสิทธิภาพการกำจัดสารน้ำมัน ,%
SDS + polymer 2680 (0.005% w/v)	0	50	0
	5	16.7	66.7
	10	13.3	73.3
	15	6.7	86.7
	20	26.7	46.7
	25	33.3	33.3
	30	34.9	30.3
SDS + Qemifloc VH1007 (0.005% w/v)	0	50	0
	5	30	40
	10	40	20
	15	26.7	46.7
	20	10	80
	25	26.7	46.7
	30	22.3	55.5

สารเคมีที่ใช้	เวลาทดลอง (นาที)	ความเข้มข้นของสารน้ำมันหลังออกจากระบบเฉลี่ย (มก/ล)	ประสิทธิภาพการกำจัดสารน้ำมัน ,%
SDS + Qemifloc 720 (0.005% w/v)	0	50	0
	5	30	40
	10	40	20
	15	16.7	66.7
	20	20	60
	25	10	80
	30	12.5	75

ตารางที่ ซ-8 ข้อมูลการทดลองเปรียบเทียบประสิทธิภาพการแยกน้ำมันด้วยระบบฟองลอยแบบคอลัมน์และแบบถัง เมื่อเติมสารแคทอิออนิกพอลิอิเล็คโทรไลต์ (polymer 2680)

อุณหภูมิ	25	องศาเซลเซียส
ความดัน	1.5	บาร์
อัตราการเป่าอากาศในคอลัมน์	0.5	ล/นาที
อัตราการเป่าอากาศในถัง	6.67	ล/นาที
เวลาเก็บกัก	30	นาที
เวลาการทดลอง	30	นาที

ชนิดของระบบฟองลอย	ความเข้มข้นของสารแคทอิออนิกพอลิอิเล็คโทรไลต์ (มก/ล)	ความเข้มข้นของสารน้ำมันก่อนเข้าระบบเฉลี่ย (มก/ล)	ความเข้มข้นของสารน้ำมันหลังออกจากระบบเฉลี่ย (มก/ล)	ประสิทธิภาพการกำจัดสารน้ำมัน , %
แบบคอลัมน์	0	85	40	52.9
	25	243	90	63
	50	174	20	88.5
	75	60	6.7	88.9
	100	60	0	100
	150	60	0	100
แบบถัง	0	80.3	40.7	49.3
	25	86.7	60	30.8
	50	70	26.7	61.9
	75	70	23.3	66.7
	100	83.3	26.7	68
	150	76.5	23	70

ประวัติผู้เขียน

นางสาวอโณชา เกตุเวชช์ เกิดเมื่อวันที่ 13 ตุลาคม พ.ศ.2517 ที่จังหวัดชุมพร สำเร็จการศึกษาปริญญาตรีวิทยาศาสตรบัณฑิต สาขาเคมี ภาควิชาเคมี คณะวิทยาศาสตร์ สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าธนบุรี ในปีการศึกษา 2538 และเข้าศึกษาต่อในหลักสูตรปัณฑิตศึกษา ภาควิชาเคมีเทคนิค จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย ในปีการศึกษา 2539