

บทที่ 4

วิธีการวิเคราะห์ตัวอย่างน้ำ

การเตรียมภาชนะที่ใช้ในการวิจัย

1. ภาชนะที่ใช้ในการเก็บตัวอย่างและรักษาตัวอย่างใช้ขวดชนิด Linear polyethylene ขนาด 4.5 ลิตรและ 1 ลิตร
 - ล้างด้วยน้ำยาซักฟอก (Teepole) 1 ครั้ง แล้วล้างด้วยน้ำประปาจนสะอาด
 - ล้างด้วยกรดไนตริก เข้มข้น แล้วล้างด้วยน้ำกลั่น
 - แช่ด้วยกรดไนตริก 10% นาน 2-3 วัน
 - ล้างด้วย double-distilled water อีก 3 ครั้ง
2. เครื่องแก้วที่ใช้ในการวิเคราะห์
 - ล้างด้วยน้ำยาซักฟอก (Teepole) 1 ครั้ง แล้วล้างด้วยน้ำประปาจนสะอาด
 - ล้างด้วยกรดไนตริก เข้มข้น แล้วล้างด้วยกรดไนตริก 1 : 1
 - แช่ในกรดไนตริก 10% นาน 1 วัน
 - ล้างด้วย double-distilled water อีก 3 ครั้ง

การเก็บตัวอย่างและเครื่องมือที่ใช้

1. วัดค่าความเค็มของน้ำบริเวณที่จะเก็บตัวอย่างด้วย Fisher Conductivity meter model 151
2. ก่อนเก็บตัวอย่างน้ำด้วยขวด Linear polyethylene ขนาด 4.5 ลิตร ล้างขวดด้วยน้ำตัวอย่างบริเวณที่จะเก็บ 1 ครั้งก่อน
3. เก็บน้ำตัวอย่างที่ระดับผิวน้ำ โดยให้ปากขวดอยู่ใต้น้ำประมาณ 0.5 เมตร แล้วปิดฝาไว้
4. ใช้ Kemmerer sampler เก็บน้ำตัวอย่างที่ระดับกึ่งกลางความลึกของน้ำของบริเวณกึ่งกลางแม่น้ำ แล้วใส่ขวดปิดฝาไว้

การกรองน้ำตัวอย่างและการเก็บรักษา

1. ล้างแผ่นกรอง GF/C ด้วยกรดไนตริก 10% แล้วล้างด้วย doubledistilled water อีก 2 ครั้ง ก่อนใช้
2. กรองน้ำตัวอย่างจำนวนหนึ่งเพื่อล้างขวด Linear polyethylene ขนาด 1 ลิตร ก่อนใช้เก็บตัวอย่างน้ำที่กรองแล้วทุกครั้ง
3. น้ำตัวอย่างที่กรองแล้ว เติมกรดไนตริก เข้มข้นประมาณ 1 มิลลิลิตร จนมี $\text{pH} \leq 2$ เก็บไว้ที่อุณหภูมิห้อง
4. แผ่นกรอง GF/C ที่กรองน้ำตัวอย่างแล้ว เก็บในขวดพลาสติกปิดฝาแน่น เก็บไว้ที่อุณหภูมิห้อง

การวิเคราะห์หาความเค็ม (salinity) ของน้ำตัวอย่างในห้องปฏิบัติการ (ใช้วิธีของ K. Grasshoff, 1981)

1. เครื่องมือ

- 1.1 บิวเรต ขนาด 5 มิลลิลิตร อ่านค่าละเอียด 0.01 มิลลิลิตร
- 1.2 บีเปต ขนาด 1 มิลลิลิตร
- 1.3 ขวดรูปชมพู่ (Erlenmeyer flask) ขนาด 150 มิลลิลิตร
- 1.4 เครื่องคนสารด้วยแรงแม่เหล็ก (Teflon coated magnetic stirrer)

2. สารเคมี

- 2.1 ซิลเวอร์ไนเตรด (AgNO_3) : ละลายซิลเวอร์ไนเตรด จำนวน 17.818 กรัม ในน้ำกลั่นทำให้เป็นปริมาตร 500 มิลลิลิตร
- 2.2 อินดิเคเตอร์ (Indicator) : ละลายโซเดียมฟลูออรีเรซิเนด จำนวน 5 มิลลิกรัม ในน้ำกลั่นทำให้เป็นปริมาตร 5 ลิตร
- 2.3 สารมาตรฐานคลอไรด์ (NaCl) : ละลายโซเดียมคลอไรด์ จำนวน 32.731 กรัม ในน้ำกลั่นทำให้เป็นปริมาตร 1 ลิตร

3. วิธีการวิเคราะห์

3.1 การหาความเข้มข้นที่แท้จริงของสารละลายซิลเวอร์ไนเตรต

- บีเปิดสารละลายอินดิเคเตอร์ 50 มิลลิลิตร ใส่ในขวดรูปชมพู่ ขนาด 150 มิลลิลิตร แล้วเติมน้ำกลั่น 25 มิลลิลิตร
- บีเปิดสารละลายมาตรฐานคลอไรด์ 1 มิลลิลิตร ด้วยบีเปิด (ส่วนที่เหลืออยู่ในบีเปิดยังไม่ใส่ลงในขวดรูปชมพู่)
- ไทเทรตจนเกิดสีขาวขุ่นเปลี่ยนเป็นสีชมพู
- ล้างบีเปิดให้ส่วนที่เหลืออยู่ในขวดรูปชมพู่ แล้วไทเทรตอีกครั้งจนสีขาวขุ่นเปลี่ยนเป็นสีชมพู
- อ่านปริมาตรของซิลเวอร์ไนเตรต ค่าละเอียด 0.01 มิลลิลิตร

3.2 การไทเทรตตัวอย่างน้ำ

- ทำเช่นเดียวกับข้อ 3.1
- ถ้า chlorinity ของตัวอย่างค่ามาก จนส่วนที่เหลือในบีเปิดไม่มากพอ ให้ไทเทรตซ้ำอีก เป็นครั้งที่สองโดยทำเช่นเดียวกัน
- ไทเทรตจนเกิดสีขาวขุ่นเปลี่ยนเป็นสีชมพู
- อ่านปริมาตรของซิลเวอร์ไนเตรต ค่าละเอียด 0.01 มิลลิลิตร

3.3 การคำนวณ

$$CL = \text{chlorinity ของสารมาตรฐานคลอไรด์} + k(\text{ค่าคงที่})$$

$$= 19.375 + 0.47 = 19.845 \text{ ppt.}$$

$$f = \frac{CL}{V_C} \text{ เมื่อ } V_C \text{ เป็นปริมาตรของซิลเวอร์ไนเตรต}$$

ที่ใช้ standardization

$$CL_s = fV_s \text{ เมื่อ } V_s \text{ เป็นปริมาตรของซิลเวอร์ไนเตรต}$$

ที่ใช้ไทเทรตตัวอย่าง

$$CL = CL_s - k \text{ หน่วยเป็น part per thousand (ppt.)}$$

$$S = 1.80655 \times CL \text{ หน่วยเป็น part per thousand (ppt,%)}$$

การวิเคราะห์โลหะปริมาณน้อยที่อยู่ในตะกอนแขวนลอย (particulate metals)

1. การสกัดโลหะปริมาณน้อย (มนูวดี หังสพฤกษ์ และคณะ, 2528)
 - 1.1 นำแผ่นกรอง GF/C ที่กรองน้ำตัวอย่าง (รู้ปริมาตรน้ำตัวอย่างที่ผ่านแผ่นกรองนี้) ใส่ใน beaker ขนาด 100 มิลลิลิตร
 - 1.2 เติมกรดไนตริก 10% จำนวน 20 มิลลิลิตร ปิดกระจกนาฬิกา ตั้งบนแผ่นเหล็กให้ความร้อน (hot plate) 110-130 องศาเซลเซียส นาน 30 นาที
 - 1.3 กรองสารละลายด้วยกระดาษกรอง Whatman No. 41 ที่ล้างด้วยกรดไนตริก 10% แล้ว
 - 1.4 ทำให้สารละลายเป็นปริมาตร 25 มิลลิลิตร นำไปอ่านค่าจาก Flame Atomic Absorption Spectrophotometer
2. การคำนวณ

$$A = \frac{C \times 1000}{B}$$

เมื่อ A เป็น ความเข้มข้นโลหะปริมาณน้อย ในหน่วย ไมโครกรัม/ลิตร

B เป็น จำนวนเท่า คือปริมาตรน้ำตัวอย่างผ่านแผ่นกรอง GF/C /25 มิลลิลิตร

C เป็น ความเข้มข้นโลหะปริมาณน้อย ในหน่วย ไมโครกรัม/ลิตร อ่านค่าจาก calibration curve

การวิเคราะห์โลหะปริมาณน้อยส่วนที่ละลายน้ำ (dissolved metals)

1. เครื่องมือ
 - 1.1 กรวยแยก ขนาด 500 มิลลิลิตร
 - 1.2 บีกเกอร์ขนาด 100 มิลลิลิตร
 - 1.3 กระจกนาฬิกา

2. สารเคมี

- 2.1 น้ำกลั่น ใช้น้ำกลั่น 2 ครั้ง (double-distilled water)
- 2.2 กรดไพโรลิดีนไดไทโอคาร์บามิก (Pyrolidine dithiocarbamic acid) (A.R grade)
- 2.3 คาร์บอนไดซัลไฟด์ (CS_2) (A.R grade)
- 2.4 คลอโรฟอร์ม กลั่นใหม่
- 2.5 กรดไนตริก กลั่นใหม่

3. การสกัด (EPA, 1979)

- 3.1 กรดไพโรลิดีนไดไทโอคาร์บามิก พีดีซีเอ - คลอโรฟอร์ม (chloroform) (พีดีซีเอ-คลอโรฟอร์ม)
 - เติมพีดีซีเอ (A.R grade) 18 มิลลิลิตร ในขวดรูปชมพู่ขนาด 1 ลิตร ที่บรรจุคลอโรฟอร์ม 500 มิลลิลิตร
 - ทำให้เย็น เติมคาร์บอนไดซัลไฟด์ทีละน้อย จำนวนทั้งหมด 15 มิลลิลิตร พร้อมทั้งคนไปด้วย
 - เจือจางเป็น 1 ลิตร ด้วยคลอโรฟอร์ม เก็บในขวดสีชาในตู้เย็น (เก็บไว้ได้นานหลายเดือน)
- 3.2 น้ำตัวอย่าง 300 มิลลิลิตร ใส่ในกรวยแยก ปรับ pH เป็น 2.3 ด้วย 2 กรัมสมดุลย์/ลิตร โซเดียมไฮดรอกไซด์
- 3.3 เติมสารละลาย พีดีซีเอ-คลอโรฟอร์ม 5 มิลลิลิตร เขย่าแรงๆ 2 นาที ตั้งทิ้งไว้ให้แยกชั้น เก็บส่วนคลอโรฟอร์มในบีกเกอร์ ปิดด้วยกระดาษฟิวส์
- 3.4 เติมสารละลาย พีดีซีเอ-คลอโรฟอร์มในน้ำตัวอย่างเดิมอีก 5 มิลลิลิตร เขย่าแรงๆ 2 นาที ตั้งทิ้งไว้ให้แยกชั้น เก็บส่วนคลอโรฟอร์มในบีกเกอร์เดิม
- 3.5 ปรับ pH เป็น 4.5 ทำเช่นเดียวกับข้อ 3.3 เก็บส่วนคลอโรฟอร์มในบีกเกอร์เดิม
- 3.6 ปรับ pH เป็น 5.5 ทำเช่นเดียวกับข้อ 3.3 เก็บส่วนคลอโรฟอร์มในบีกเกอร์เดิม

- 3.7 ระเหยคลอโรฟอร์มในบิกเกอร์จนแห้ง บนเครื่องอังไอน้ำ
- 3.8 เอียงบิกเกอร์ท่ามุม 45 องศา ค่อยๆ เติมกรดไนตริกเข้มข้น จำนวน 2 มิลลิลิตร ให้รอบ แล้วระเหยจนแห้ง บนแผ่นเหล็กให้ความร้อนที่อุณหภูมิ ต่ำๆ
- 3.9 เติมกรดไนตริก 1:1 จำนวน 2 มิลลิลิตร ให้ความร้อนนาน 1 นาที ปล่องให้เย็น แล้วทำปริมาตรให้เป็น 10 มิลลิลิตรด้วยน้ำกลั่น นำไปอ่านค่าจาก Flame Atomic Absorption Spectrophotometer

การวิเคราะห์หาโลหะปริมาณน้อยที่ยึดกับสารอินทรีย์ (organic form)

1. เครื่องมือ
 - 1.1 กรวยแยก ขนาด 500 มิลลิลิตร
 - 1.2 บิกเกอร์ ขนาด 100 มิลลิลิตร
 - 1.3 กระจกนาฬิกา
2. สารเคมี
 - 2.1 กรดไนตริก กลิ่นใหม่
 - 2.2 คลอโรฟอร์ม กลิ่นใหม่
 - 2.3 น้ำกลั่น ใช้น้ำกลั่น 2 ครั้ง (double-distilled water)
3. การสกัด (Slowey, 1960)
 - 3.1 น้ำตัวอย่าง 400 มิลลิลิตร เติมคลอโรฟอร์ม 15 มิลลิลิตร เขย่าแรงๆ นาน 5 นาที ตั้งทิ้งไว้ให้แยกชั้น เก็บส่วนคลอโรฟอร์มในบิกเกอร์
 - 3.2 เติมคลอโรฟอร์ม จำนวน 15 มิลลิลิตร ในน้ำตัวอย่างเดิม ทำเช่นเดียวกับข้อ 3.1 เก็บส่วนคลอโรฟอร์มในบิกเกอร์เดิม
 - 3.3 เติมคลอโรฟอร์ม อีก 15 มิลลิลิตร ทำเช่นเดียวกับข้อ 3.1 เก็บส่วนคลอโรฟอร์มในบิกเกอร์เดิม
 - 3.4 ล้างคลอโรฟอร์มทั้งหมดด้วยน้ำกลั่น เพื่อกำจัดโลหะประเภทไอออนิก (ionic metal)

- 3.5 ระบายคลอโรฟอร์มในบีกเกอร์จนแห้ง บนแผ่นเหล็กให้ความร้อนโดยใช้
อุณหภูมิต่ำๆ (ทำในตู้ควัน)
- 3.6 เติมกรดไนตริก เข้มข้น จำนวน 5 มิลลิลิตร หมุนบีกเกอร์ให้รอบ
แล้วระบายจนแห้ง
- 3.7 เติมกรดไนตริก 10% จำนวน 5 มิลลิลิตร เพื่อละลายตะกอน ให้ความ
ร้อนนาน 1 นาที ปล่อยให้เย็นแล้วทำปริมาตรให้เป็น 5 มิลลิลิตร ด้วยน้ำ
กลั่น นำไปอ่านค่าจาก Flame Atomic Absorption Spectropho-
meter



ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย