

อุปกรณ์และวิธีดำเนินงาน



1. อุปกรณ์และวิธีดำเนินงานในการเก็บตัวอย่างน้ำ

1.1 อุปกรณ์ที่ใช้ในการเก็บตัวอย่างน้ำ

เครื่องมือเก็บตัวอย่างน้ำ (sampler)

เครื่องวัด conductivity (conductivity meter)

ถังเก็บน้ำขนาดบรรจุ 2 ลิตร

เทอร์โมมิเตอร์

เครื่องมือวัดความขุ่นใสของน้ำ (sacchi disc)

ขวดแก้วมาตรฐาน ความจุ 250 - 300 มล. พร้อมจุกแก้ว

กระบอกตวงขนาด 1 ลิตร

กรวยพลาสติก

น้ำยาสำหรับ fix ออกซิเจนที่ละลายอยู่ในน้ำ

กระดาษบันทึกผล

กล้องถ่ายรูปพร้อมฟิล์ม

1.2 วิธีดำเนินงาน

ทำการสำรวจจุดน้ำซึ่งอยู่ด้านหลังของราชตฤณมัยสมาคมแห่งประเทศไทย และกำหนดจุดเก็บตัวอย่างน้ำไว้ 3 สถานีคือ

(1) สถานีแรกอยู่ห่างจากทอระบายน้ำทางด้านอาคารสงเคราะห์ ประมาณ 100 เมตร

(2) สถานีที่สองอยู่ห่างจากสถานีแรกประมาณ 100 เมตร

(3) สถานีที่สามห่างจากสถานีที่สองประมาณ 200 เมตร สถานีที่

ศึกษาได้แสดงไว้ในแผนผังและแผนภาพรูปที่ 1 - 8



แผนภาพที่ 2

ภาพแสดงบริเวณทอระบายน้ำทางคานอาคารสงเคราะห์  
ถ่ายเมื่อวันที่ 28 กรกฎาคม 2519

แผนภาพที่ 3

ภาพแสดงปริมาณทอระบายน้ำทางคานวัดเบญจมบพิตร  
ถ่ายเมื่อวันที่ 8 กันยายน 2519



2



3



แผนภาพที่ 4 ภาพแสดงประตูน้ำแห่งที่หนึ่งที่อยู่คานตรงข้ามวัด  
เบญจมาพิตร ถ่ายเมื่อวันที่ 8 กันยายน 2519

แผนภาพที่ 5 ภาพแสดงประตูน้ำแห่งที่อยู่คานตรงข้ามวัดเบญจมาพิตร  
ถ่ายเมื่อวันที่ 8 กันยายน 2519



4



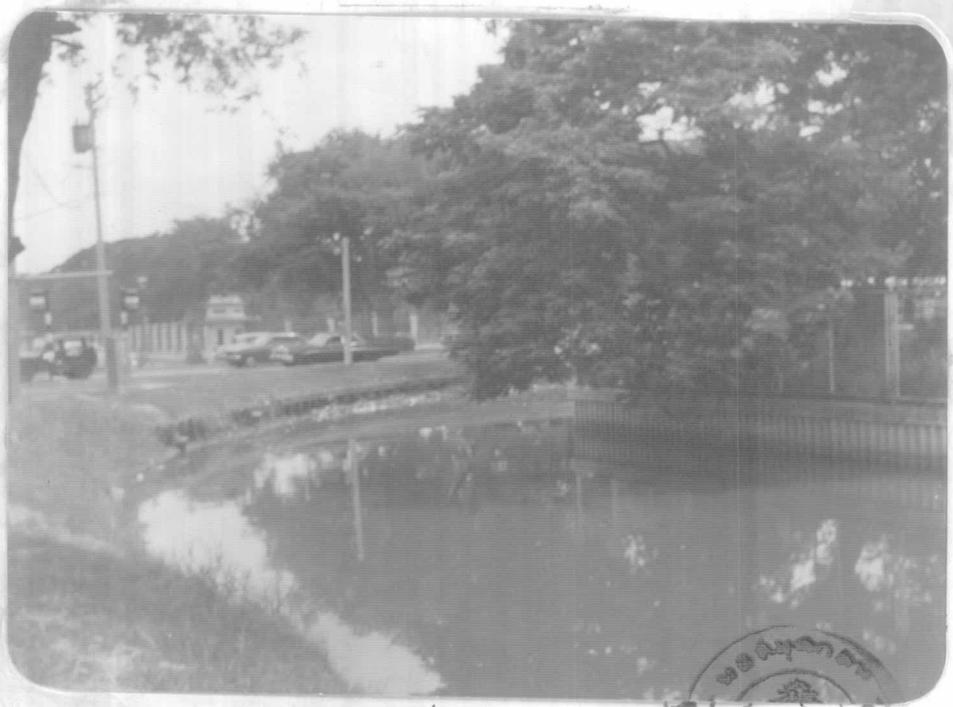
5

แผนภาพที่ 6

ภาพแสดงตำแหน่งสถานีเก็บน้ำสถานีแรกซึ่งอยู่ห่างจากทอระบาย  
น้ำทางกานอาคารสงเคราะห์ประมาณ 100 เมตร  
ถ่ายเมื่อวันที่ 8 กันยายน 2519

แผนภาพที่ 7

ภาพแสดงตำแหน่งสถานีเก็บน้ำสถานีที่สองซึ่งอยู่ห่างจากสถานี  
แรกประมาณ 100 เมตร ถ่ายเมื่อวันที่ 19 สิงหาคม 2519



6



7



แผนภาพที่ 8

ภาพแสดงตำแหน่งสถานีเก็บน้ำสถานีที่สามซึ่งห่างจาก  
สถานีที่สองประมาณ 200 เมตร ถ่ายเมื่อวันที่ 8 กันยายน 19

ช่วงห่างของการเก็บตัวอย่างน้ำ เก็บอาทิตย์ละครั้งเป็นเวลา 6 เดือนติดต่อกันคือตั้งแต่เดือนสิงหาคม 2519 ถึงเดือนมกราคม 2520 โดยที่ 3 เดือนแรก คือเดือนสิงหาคม ถึงเดือนตุลาคม 2519 ได้ทำการปิดประตูน้ำทั้ง 2 แห่งไว้ เพื่อไม่ให้มีการระบายน้ำ และอีก 3 เดือนต่อมาคือ เดือนพฤศจิกายน 2519 ถึงเดือนมกราคม 2520 ได้ทำการเปิดประตูน้ำ 2 แห่ง เพื่อที่จะนำผลที่ได้ไปเปรียบเทียบกับช่วงระยะ 3 เดือนแรกที่ประตูน้ำถูกปิด

การเก็บตัวอย่างน้ำแต่ละครั้ง เก็บสถานีละ 1 ถึง 2 ขวดมาตรฐาน 2 ขวดขวดหนึ่งใส่ fixative สำหรับหาปริมาณออกซิเจนที่ละลายในน้ำ อีกขวดหนึ่งไว้หา alkalinity และ free carbondioxide วัดความลึก อุณหภูมิ sacchi disc reading และ conductivity ของน้ำแต่ละสถานี

ตัวอย่างน้ำต้องนำไปวิเคราะห์ในห้องปฏิบัติการภายใน 24 ชั่วโมงเป็นอย่างช้า

## 2. อุปกรณ์ที่ใช้ในห้องปฏิบัติการและวิธีการวิเคราะห์

2.1 วัดค่า pH โดยวิธีใช้แท่งแก้ว electrode (glass electrode)

### เครื่องมือและอุปกรณ์

pH meter พร้อมควย electrodes

Standard solutions.

การวัดค่า pH ในหลอดทดลอง จะต้อง calibrate electrode กับน้ำยามาตรฐาน buffer solution ที่รู้ค่า pH ก่อน น้ำยานี้จะเสื่อมไถ่เกิดการเจือปนกับสารอื่น

จำนวนสารเคมีที่ใช้ในการเตรียมน้ำยาได้แสดงไว้ในตารางที่ 1 ให้ละลายสารเคมีควยน้ำกลั่นที่อุณหภูมิ 25° ซ แล้วทำให้เป็น 1,000 มล.

น้ำกลั่นที่ใช้ควรมีค่า specific conductance ต่ำกว่า 2 micromhos ที่ 25° ซ และ pH อยู่ระหว่าง 5.6 - 6.0

ตารางที่ 1 การเตรียมสารละลายมาตรฐาน

สารละลายมาตรฐาน (โมลาร์)	ค่า pH ที่อุณหภูมิ 25° ซ.	น้ำหนักของสารเคมีที่ต้องการ คอปริงวาท 1,000 มิลลิลิตร ของสาร ตมภายในอุณหภูมิ 25° ซ.
<b>Primary standards</b>		
potassium hydrogen tartrate (saturated at 25° C)	3.557	6.4 g $\text{KHC}_4\text{H}_4\text{O}_6$
0.05 potassium dihydrogen citrate	3.776	11.14 g $\text{KH}_2\text{C}_6\text{H}_5\text{O}_7$
0.05 potassium hydrogen phthalate	4.008	10.12 g $\text{KHC}_8\text{H}_4\text{O}_4$
0.025 potassium dihydrogen phosphate		
+ 0.025 disodium hydrogen phosphate	6.865	3.88 g $\text{KH}_2\text{PO}_4^{**}$ + 3.533 g $\text{Na}_2\text{HPO}_4^{***}$
0.008696 potassium dihydrogen phosphate		
+ 0.03043 disodium hydrogen phosphate	7.413	1.179 g $\text{KH}_2\text{PO}_4^{**}$ + 4.302 g $\text{Na}_2\text{HPO}_4^{***}$
0.01 sodium borate decahydrate (borax)	9.180	3.80 g $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$
0.025 sodium bicarbonate + 0.025 sodium carbonate	10.012	2.092 g $\text{NaHCO}_3$ + 2.640 g $\text{Na}_2\text{CO}_3$
<b>Secondary standards</b>		
0.05 potassium tetroxalate dihydrate	1.679	12.61 g $\text{KH}_3\text{C}_4\text{O}_8 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$
calcium hydroxide (saturated at 25° C)	12.454	1.5 g $\text{Ca}(\text{OH})_2$

- จำนวนการละลายโดยประมาณ
- \*\* สารเคมีแห้ง หลังการอบความชื้นที่ 110° - 130° 2 ชั่วโมง
- \*\*\* เคมีที่ความชื้นเล็กน้อย และละลายที่ไว้ให้เย็น (เพื่อใช้ในการบอมน้ำออกจากขวด)

น้ำกลั่นที่ใส่ละลาย borax และ phosphate จะต้องมีได้ carbon - dioxide เสียก่อน

potassium dihydrogen phosphate และ disodium hydrogen phosphate จะต้องอบที่ 100 - 130° ซ เป็นเวลา 2 ชั่วโมงก่อนซัง

ให้เลือกใช้ buffer solutions พวก primary standards สำหรับน้ำ ตัวอย่างทั่ว ๆ ไป ส่วน secondary standards ใช้สำหรับพวงน้ำเสีย

น้ำยา buffer solution พวก primary standards เมื่อเตรียมเสร็จ ให้ใส่ขวดพลาสติก ส่วนพวก secondary standards ให้ใส่ขวดแก้ว

### วิธีการวัดค่า pH

ใช้น้ำกลั่นชนิดต่าง electrodes ให้สะอาด ใสกระดามที่ขูดซับให้แห้ง ปรับค่ามาตรฐานเครื่องมือคว่าน้ำยามาตรฐาน buffer เสียก่อน ใช้น้ำกลั่นชนิดต่าง electrodes อีกครั้ง ซับน้ำให้แห้งแจวจึงวัด pH ของน้ำ ตัวอย่างได้

น้ำยามาตรฐาน buffer solutions ที่ใช้กันมากคือ

pH 9.180

pH 9.865

pH 4.008

## 2.2 การเตรียมน้ำกลั่นและน้ำยาเคมีที่ใช้เป็นประจำ

### น้ำกลั่น

น้ำกลั่นที่ปราศจาก carbondioxide ทมน้ำกลั่นให้เดือดประมาณ 15 นาที แล้วนำไปทำให้เย็นอย่างรวดเร็วจนเทากับอุณหภูมิต้อง ปิดจุกเพื่อป้องกัน carbondioxide ในอากาศเข้าไปผสมในขณะที่ทำให้เย็น

น้ำกลั่นจากน้ำกลั่น (redistilled water) นำน้ำกลั่นมากลั่นใหม่อีก หนึ่งก่อนจะใช้ โดยใช้เครื่องกลั่นในห้องปฏิบัติการ

## น้ำยาเคมี

เตรียมน้ำยา กรด และด่าง ความเข้มข้นต่าง ๆ จากตารางที่ 2 และ 3  
Sodium hydroxide solution 15 N. เพื่อเก็บไว้เตรียมสารละลาย  
 มีความเข้มข้น 6N, 1N และ 0.1 N ละลาย sodium hydroxide  
 625 กรัม ในน้ำกลั่นที่ไม่มี carbon dioxide ประมาณ 800 มล. ปล่อยให้ตั้งไว้  
 ให้เย็นแล้วเติมเป็น 1 ลิตร โดยใช้ volumetric flask sodium hydroxide  
 solution นี้ต้องเก็บไว้ในขวด polyethylene ชนิดแข็งมีฝาจากเกลียว  
 ปิดสนิท ตรวจเช็คความเข้มข้นเป็นครั้งคราว เพื่อให้แน่ใจว่าไม่มี carbon -  
 dioxide ในอากาศเข้าไปเจือปน

## Indicator solutions

Phenolphthalein solution เตรียมได้โดยการละลาย phenol -  
 phthalein 5 กรัม ในแอลกอฮอล์ 95% จำนวน 500 มล. แล้วเติมน้ำกลั่น  
 และเติมจนเป็น 1 ลิตร

## 2.3 การเก็บรักษาตัวอย่างน้ำ (sample preservation)

ดูจากตารางที่ 4

ตารางที่ 2 การเตรียมสารละลายกรด

องค์ประกอบที่ต้องการ	Hydrochloric acid (HCl)	Sulfuric acid (H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> )	Nitric acid (HNO <sub>3</sub> )
ความวางจำเพาะ(กรดเข้มข้น)	1.174 - 1.189	1.834-1.836	1.409-1.148
เปอร์เซ็นต์ขององค์ประกอบที่สำคัญ ในน้ำยาเข้มข้น	36 - 37	96 - 98	69 - 70
Normality(N) ของน้ำยา เข้มข้น	11 - 12	36	15 - 16
<u>ปริมาตร(มด.)ของน้ำยาที่จะใช้</u> <u>เตรียมสารละลายปริมาณ 1 ลิตร</u>			
สารละลายเข้มข้น 18 N		500(1 + 1)*	
สารละลายเข้มข้น 6 N	500 (1 + 1)**	167(1+ 5)**	380
สารละลายเข้มข้น 1 N	83(1 + 11)**	28	64
สารละลายเข้มข้น 0.1 N	8.3	2.8	6.4
<u>ปริมาตร(มด.)ของสารละลาย</u> <u>6 N ที่จะเตรียมสารละลายเข้มข้น</u> <u>0.1 N 1 ลิตร</u>	17	17	17
<u>ปริมาตร(มด.) ของสารละลาย</u> <u>1 N. ที่จะใช้เตรียมสารละลาย</u> <u>เข้มข้น 0.02 N. 1 ลิตร</u>	20	20	20

\* กาโดยประมาณ

\*\* ระบบ a + b ที่ใช้ในการเตรียมสารละลายต่าง ๆ นั้น

a คือ ปริมาตรของน้ำยาเข้มข้น

b คือ ปริมาณของน้ำกลั่นที่ใช้เจือจางเพื่อให้ได้สารละลายที่

ความเข้มข้นตามต้องการ

ตารางที่ 3 การเตรียม Sodium hydroxide solution

Normality ของ Sodium hydroxide solution	น้ำหนัก Sodium hydroxide (NaOH) ใช้เตรียมสารละลาย 1 ลิตร (กรัม)	ปริมาณของ Sodium hydroxide 15 N ใช้เตรียมสารละลาย 1 ลิตร (มด.)
6	240	400
1	40	67
0.1	4	6.7

ตารางที่ 4 การเก็บรักษาตัวอย่างน้ำ (Sample preservation)

วิเคราะห์	การเก็บรักษา	ระยะเวลาที่ ที่สุดที่จะเก็บรักษา ให้อยู่ในสภาพเดิม
Alkalinity	เก็บในตู้เย็นที่ 4 °C	24 ชั่วโมง
Biochemical oxygen demand	เก็บในตู้เย็นที่ 4 °C	6 ชั่วโมง
Chemical oxygen demand	เติม 2 มล. $H_2SO_4$ / ลิตร	7 วัน
Chloride	ไม่ทองไซ	7 วัน
Dissolved oxygen	ตรวจหาทันที	เก็บไม่ได้
Nitrogen, Ammonia	ใส่ 40 มก. $HgCl_2$ / ลิตร ที่ 4 °C	7 วัน
Nitrogen, Nitrate - Nitrite	ใส่ 40 มก. $HgCl_2$ / ลิตร ที่ 4 °C	7 วัน
pH	ตรวจหาทันที	เก็บไม่ได้
Phosphorus	ใส่ 40 มก. $HgCl_2$ / ลิตร ที่ 4 °C	7 วัน
Conductance	ไม่ทองไซ	7 วัน
Total solids	ไม่ทองไซ	7 วัน

## 2.4 Alkalinity (ความเป็นด่าง) โดยวิธีใช้ indicator

ความเป็นด่างของน้ำ หมายถึงความสามารถของน้ำในการรับ proton ความเป็นด่างของน้ำธรรมชาติหรือน้ำที่ถูกกำจัดแล้วเพื่อใช้ในการอุปโภคบริโภค เกิดขึ้นจากองค์ประกอบของสารละลาย bicarbonate, carbonate และ hydroxide หาได้โดยวิธี titration กับกรดแรกที่แตกตัวให้  $H^+$  สูง เช่นกรดเกลือ หรือกรดกำมะถัน เป็นต้น เมื่อถึงจุดสมมูล (equivalent point) จะสังเกตได้จากสีของ indicator ที่เปลี่ยนไป ซึ่งแสดงว่าความเป็นด่างในน้ำนั้นทำปฏิกิริยาได้หมดพอดีกับกรดที่ใช้ titrate

เพื่อที่จะได้ผลดี ควรเก็บตัวอย่างน้ำในขวด polyethylene เพื่อป้องกันการกักกรอน และควรทำการวิเคราะห์โดยทันทีทันใด หรืออย่างช้าภายในวันเดียว

### น้ำยาเคมี

Carbondioxide - free distilled water

Phenolphthalein indicator solution

Standard sulfuric acid 0.02 N. โดย titrate กับสารละลายมาตรฐาน sodium carbonate 0.02 N. ซึ่งเตรียมได้โดยละลาย sodium carbonate (อบแห้งที่  $110^{\circ}C$  เป็นเวลา 1 ชั่วโมง) จำนวน 1.060 กรัม ละลายด้วยน้ำกลั่นที่ปราศจาก carbondioxide ทำให้เป็น 1 ลิตร โดยใช้ volumetric flask

1 ml น้ำยา 0.02 N. sulfuric acid = 1 mg. calcium carbonate

Methyl orange indicator solution

### วิธีการทำ

ดูดตัวอย่างน้ำ 100 มล. ใส่ลงใน Erlenmeyer flask และคูนน้ำกลั่น 100 มล. ใส่ลงใน Erlenmeyer flask อีกใบหนึ่ง หยด phenolphthalein indicator flask ละ 3 หยด

ถ้าตัวอย่างน้ำมีสีชมพู ให้ titrate ด้วย 0.02 N. sulfuric acid จนกระทั่งสีชมพูหายไป

หยด methyl orange indicator 3 หยด ลงในแต่ละ flask

ถ้าตัวอย่างน้ำมีสีเหลือง ให้ titrate ด้วย 0.02 N. sulfuric acid จนกระทั่งสังเกตเห็นสีเริ่มเปลี่ยนไปโดยเทียบกับสีในขวดที่มีน้ำกลั่น แสดงว่าถึงจุดสมมูลย์ ซึ่งจะมีสีส้ม

จกปริมาตร 0.02 N. sulfuric acid ทั้งหมดที่ใช้

#### การคำนวณ

Total alkalinity = ปริมาตรกรดที่ใช้ทั้งหมด x 10  
หน่วยความเข้มข้นเป็น mg/l as CaCO<sub>3</sub>

## 2.5 Free carbon dioxide

### น้ำยาเคมี

Phenolphthalein indicator solution

Standard alkali titrant

Sodium hydroxide 0.0227 N.

น้ำยา sodium hydroxide 1 ml. = 1.00 mg CO<sub>2</sub>

วิธีการเตรียม คุก 1 N. sodium hydroxide solution 22.7 ml ทำให้เป็น 1 ลิตร ด้วย carbon-dioxide free distilled water บรรจุใส่ขวดปิดฝาเพื่อ

กัน CO<sub>2</sub> จากอากาศ จะเป็นน้ำยา 0.0227 N. sodium hydroxide (NaOH)

standardize น้ำยา 0.0227 N. NaOH กับ 0.0227 N. potassium

biphthalate solution (KHC<sub>8</sub>H<sub>4</sub>O<sub>4</sub>) โดยชั่ง anhydrous KHC<sub>8</sub>H<sub>4</sub>O<sub>4</sub>

4.636 กรัม ละลายน้ำกลั่นที่ปราศจาก CO<sub>2</sub> ทำให้เป็น 1 ลิตร

### วิธีการหา

เก็บตัวอย่างน้ำโดยปล่อยให้ไหลเข้าขวด ระวังอย่าให้เกิดฟองอากาศ

ดูดตัวอย่างน้ำ 100 มล. เติม phenolphthalein indicator 10 หยด  
(จำนวนทองเท่ากันทุกตัวอย่าง)

ถ้าเกิดสีชมพูในตัวอย่างน้ำ แสดงว่าไม่มี carbon-dioxide  
ถ้าไม่มีสีเกิดขึ้น ให้ titrate กับ 0.0227 N NaOH เขย่าไปด้วยจนได้  
สีชมพูถาวรเกิดขึ้นนานประมาณ 30 วินาที

การดูดสีชมพู ให้หยด phenolphthalein 5 - 10 หยดลงไปใน 100 มล.  
0.01 N (NaHCO<sub>3</sub>) sodium bicarbonate ซึ่งเตรียมได้โดยชั่ง anhydrous  
NaHCO<sub>3</sub> มา 0.1 กรัม ทำให้เป็น 100 มล. ด้วย carbondioxide free  
distilled water

#### การคำนวณ

$$\text{mg/l CO}_2 = \frac{A \times N \times 44,000}{\text{ml sample}}$$

A = ml titration for sample

N = normality of NaOH

## 2.6 Chloride

โดยวิธี Argentometric Method

### น้ำยาเคมี

chloride free water ให้ใช้ redistilled water

Potassium chromate indicator solution เตรียมได้โดยละลาย  
50 กรัม potassium chromate (K<sub>2</sub>CrO<sub>4</sub>) ในน้ำกลั่นเล็กน้อย ใส่ silver ni-  
trate solution จนเกิดตะกอนแดง ตั้งทิ้งไว้ 12 ชั่วโมง กรองแล้ว dilute ส่วน  
filtrate ทำให้เป็น 1 ลิตรด้วยน้ำกลั่น

Standard silver nitrate titrant 0.0141 N . ละลาย

2.395 กรัม silver nitrate (AgNO<sub>3</sub>) ในน้ำกลั่นแล้วทำให้เป็น 1 ลิตร stan-

standardize กับ 0.0141 N sodium chloride (NaCl) โดยวิธีเดียวกับการวิเคราะห์หา chloride

น้ำยามาตรฐาน 0.0141 N.  $\text{AgNO}_3$  1 มล. = 0.5 mg. Cl

Standard sodium chloride 0.0141 N.

อบ NaCl ที่ 140° ซ เป็นเวลา 1 ชั่วโมง ละลาย 824.1 mg NaCl ที่อบแล้ว ทำให้เป็น 1 ลิตร น้ำยานี้ 1 มล. = 0.5 ml Cl

### วิธีการหา

ตวงตัวอย่างน้ำ 100 มล.

เติม 1 มล. potassium chromate indicator

titrate ตัวอย่างน้ำกับน้ำยามาตรฐาน silver nitrate

end point จะเป็นสีเหลืองอมชมพู (pinkish yellow)

ให้หาค่า reagent blank โดยใช้น้ำกลั่นวิเคราะห์ใช้วิธีเดียวกัน

blank ปกติมีค่า 0.2 - 0.3 มล.

### การคำนวณ

$$\text{mg/l Cl} = \frac{(A - B) N \times 35,450}{\text{ml of sample}}$$

A = ml titration for sample

B = ml titration for blank

N = normality of  $\text{AgNO}_3$

## 2.7 Phosphate

โดยวิธี Aminonaphtholsulfonic acid

ปริมาณ total phosphate ของตัวอย่างน้ำในที่นี้หมายถึงปริมาณ soluble orthophosphate รวมกับ phosphate ที่ไม่ละลายน้ำซึ่งจะตกตะกอนเมื่อตั้งทิ้ง

ไว้ phosphate ที่ควบแน่นได้ โคแกพวก pyrophosphate triphosphate และ phosphate ที่มีโมเลกุลใหญ่ ปกติไม่ปรากฏอยู่ในน้ำตามธรรมชาติ แต่มักจะถูกเติมลงไปในระบบกำจัดน้ำเสีย ทำให้มีหลงเหลืออยู่ในน้ำทิ้งได้ ในการหาปริมาณ total phosphate จะต้อง hydrolyze เพื่อเปลี่ยนสารพวก polyphosphate โดยต้มกับกรด ซึ่งในขณะเดียวกัน phosphate ที่ไม่ละลายน้ำก็จะละลายได้ในกรดพร้อมกันไป

### เครื่องมือ

colorimetric equipment

spectrophotometer ใช้ wavelength 690 mu

เครื่องมือใช้ในการกรอง กระดาษกรอง

Erlenmeyer flask ขนาด 125 มล.

volumetric flask ขนาด 50 มล.

hot plate

### น้ำยาเคมี

phenolphthalein indicator solution

strong acid solution คอย ๆ ริน conc.  $H_2SO_4$  300 มล.

ลงในน้ำกลั่นประมาณ 600 มล. ทำให้เย็น เติม 4.0 มล. conc.  $HNO_3$  เจือจางจนเป็น 1 ลิตร

ammonium molybdate reagent

ammonium molybdate reagent : ละลาย ammonium molybdate

$(NH_4)_6 Mo_7 O_{24} \cdot 4H_2O$  31.4 กรัม ในน้ำกลั่น 200 มล. คอย ๆ เติม conc.  $H_2SO_4$  400 มล. ลงในน้ำกลั่น 400 มล. ทำให้เย็น เติม conc.  $HNO_3$  3.4 มล. เติม

molybdate solution และเจือจางจนปริมาตรเป็น 1 ลิตร

## Aminonaphtholsulfonic acid reagent

ตั้ง 1 - amino - 2 naphthol - 4 -sulfonic acid (ใช้ชนิดผงที่มีสีชมพูอ่อน)  
 0.75 กรัม anhydrous sodium sulfite ( $\text{Na}_2\text{SO}_3$ ) 42 กรัม และ anhy -  
 drous sodium pyrosulfite ( $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_5$ ) 70 กรัม ผสม sulfonic acid กับ  
 $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_5$  ส่วนหนึ่งในกรรกที่สะอาด ละลาย  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_5$  ส่วนที่เหลือและ  $\text{Na}_2\text{SO}_3$   
 ในน้ำกลั่น 900 มล. เติ sulfonic acid ที่บดละเอียดลงไป คนให้ละลายแล้วเจือ  
 จางให้ปริมาตร 1 ลิตร สารละลายนี้ 1 มล. เท่ากับ 500 ug  $\text{PO}_4^{3-}$  P

Sodium hydroxide, 1N.

วิธีการหา

ดูดตัวอย่างน้ำที่คนเข้ากันดีแล้ว 50 มล. ใส่ลงใน flask ขนาด 125 มล. หยด  
 phenolphthalein indicator 1 หยด

ถ้ามีสีชมพูเกิดขึ้น เติม strong acid ที่ละหยกจนสีชมพูหายไปแล้วหยดให้มาก  
 เกินพอคืออีก 1 หยด

ต้มให้เดือดค่อย ๆ เป็นเวลาอย่างน้อย 90 นาที

ปล่อยให้เย็น กรอง ทำให้เป็นกลางด้วย NaOH 1 N. จนสารละลายมีสีชมพูแล้ว  
 เติมน้ำกลั่นจนปริมาตรเป็น 50 มล.

เติม molybdate reagent 2 มล. เขย่าให้เข้ากัน

เติม aminonaphthosulfonic acid reagent 2 มล. เขย่าให้เข้ากัน

ตั้งทิ้งไว้ 5 นาที นำไปวัดเปอร์เซ็นต์การยอมให้แสงผ่าน (% transmittance)  
 โดยเทียบกับ blank) ซึ่งวัดค่าเปอร์เซ็นต์การยอมให้แสงผ่านได้เป็น 100% ด้วยเครื่อง  
 วัดแสง (spectrophotometer)

หมายเหตุ จะต้องทำเส้นกราฟมาตรฐาน โดยใช้สารละลาย phosphate มาตรฐาน  
 ที่มีความเข้มข้นต่าง ๆ กัน โดยเฉพาะในช่วงความเข้มข้น 0.1 ถึง 3.0 mg/l

$\text{PO}_4^{3-}$

2.8 Nitrate

โดยใช้วิธี Brucine method วิธีนี้โดยผลเป็นที่น่าพอใจสำหรับการหาปริมาณ nitrate - nitrogen ในช่วงระหว่าง 1 - 10 mg/l

หลักการ ปฏิกริยาระหว่าง nitrate และ brucine จะได้สีเหลืองของ sulfur ซึ่งสามารถจะวัดความเข้มข้นของสีได้โดยใช้เครื่องมือ spectrophotometer ดังนั้นจึงจำเป็นต้องหาเส้นกราฟมาตรฐานระหว่างความเข้มข้นของ nitrate กับการยอมให้แสงผ่านได้ สำหรับอ่านค่าของตัวอย่าง การวัดยอมให้แสงผ่าน ทำได้โดยหาออกมาเป็นเปอร์เซ็นต์ที่ wavelength 410 m $\mu$  ด้วย spectrophotometer

เครื่องมือ

Spectrophotometer

safety pipette

beaker ขนาด 50 มล.

น้ำยาเคมี

stock nitrate solution ละลาย potassium nitrate ( $KNO_3$ ) 721.8 มิลลิกรัม ในน้ำกลั่นแล้วเจือจาง จนปริมาตรเป็น 1 ลิตร สารละลายนี้มีไนโตรเจน (N) 100 mg/l.

standard nitrate solution เจือจาง stock nitrate solution 100 มล. ให้เป็น 100 มล. ด้วยน้ำกลั่น จะได้สารละลายมาตรฐานซึ่ง 1 มล. เท่ากับ 10  $\mu$ g N

sodium arsenite solution ละลาย sodium arsenite ( $NaAsO_2$ ) 5 กรัม ในน้ำกลั่นแล้วเจือจางจนปริมาตรเป็น 1 ลิตร ขอควรระวัง สารนี้เป็นพิษ ระวังอย่าให้เข้าปาก

Brucine - sulfanilic acid reagent ละลาย brucine sulfate 1 กรัม และ sulfanilic acid 0.1 กรัม ในน้ำร้อนประมาณ 70 มล. เติม conc.  $H_2SO_4$  3 มล. ต้มจนเดือด แล้วเติมน้ำให้เป็น 100 มล. สารละลายนี้สามารถคงตัวอยู่โดยหลายเดือน ถึงแม้จะมีสีชมพูเกิดขึ้นแต่ไม่มีผลกระทบกระเทือนปฏิกิริยาของมัน

## ข้อควรระวัง สารนี้เป็นพิษ ระวังอย่าให้เข้าปาก

Sulfuric acid solution กอย ๆ เทกรด conc.  $H_2SO_4$  500 มล. อย่างระมัดระวังลงในน้ำกลั่น 75 มล. ทำให้เย็นเท่าอุณหภูมิต้องกอนใช้ ปิดจุกให้แน่นเพื่อป้องกัน การดูดความชื้นจากอากาศภายนอก

### วิธีการหา

#### ก. การหาเส้นกราฟมาตรฐาน (Standard curve)

เตรียมสารละลาย standard nitrate ในช่วง 0.00 - 10.0 mg N/l โดยการเจือจางปริมาณ standard nitrate solution ที่เตรียมไว้ด้วยน้ำกลั่นให้เป็น 100 มล. ปริมาตรของสารละลาย nitrate มาตรฐานที่ใช้เป็น 0, 5, 15, 25, 35, 50, 75 และ 100 มล. ใช้สารละลายแต่ละอัน 2.0 มล. ไปทำให้เกิดสีตามหัวข้อ ข. แล้วนำไปวัดความเข้มข้นของสีด้วย

#### ข. การทำให้เกิดสี

ใช้ pipette ถูคตัวอย่างน้ำ 2 มล. ใส่ลงใน beaker ขนาด 50 มล. เติม brucine sulfanilic acid reagent 1 มล. ตวง sulfuric acid solution 10 มล. ใส่ลงใน beaker ขนาด 50 มล. ใบที่สอง

กอย ๆ เทตัวอย่างน้ำที่ผสมกับน้ำยา brucine sulfanilic acid ลงใน ที่บรรจุ conc.  $H_2SO_4$  แล้วเทกลับไปมา 5 - 6 ทน เพื่อแน่ใจว่าผสมเป็นเนื้อเดียวกัน

นำตัวอย่างที่ได้ไปตั้งทิ้งไว้ในที่มืด  $10 \pm 1$  นาที ตวงน้ำกลั่น 10 มล. ใส่ beaker ใบที่สาม พอลครบ 10 นาที กอย ๆ เทน้ำกลั่นลงในตัวอย่างน้ำ แล้วเทกลับไปกลับมาเพื่อให้ผสมกันดี

ปล่อยให้เย็นลงโดยตั้งทิ้งไว้ในที่มืดเป็นเวลา 20 - 30 นาที

ตั้ง spectrophotometer ที่ความยาวคลื่น 410 m $\mu$  แล่วัด  
ทำ blank โดยใส่น้ำกลั่นแทนตัวอย่างนำพรอมกันไปขณะทำกับตัวอย่างนำ

## 2.9 Nitrite - Nitrogen

หลักการ ความเข้มข้นของ nitrite หาได้โดยการเกิดสีม่วงแกมแดงที่ pH 2.0-  
2.5 โดยเกิดจากการ coupling ของ diazotized sulfanilic acid กับ  
naphthylamine hydrochloride

### เครื่องมือ

colorimetric equipment : spectrophotometer

Erlenmeyer flask ขนาด 125 มล.

### น้ำยาเคมี

Nitrite free water ใช้เตรียมน้ำยาเคมี

EDTA solution ละลาย EDTA (sodium salt) 0.5 กรัมในน้ำกลั่นเจือ  
จางจนเป็น 100 มล.

sulfanilic acid reagent ละลาย sulfanilic acid 0.6 กรัม ในน้ำ  
รอน 70 มล. ปล่อยให้เย็นเติม conc. HCl 20 มล. เจือจางจนเป็น 100 มล.

Naphthylamine hydrochloride reagent ละลาย 1 - naphthyl -  
amine hydrochloride 0.6 กรัม ในน้ำกลั่นที่เติม conc. HCl 1 มล. เจือจาง  
จนเป็น 100 มล. เก็บไว้ในตู้เย็น กรองก่อนใช้

Sodium acetate buffer solution 2 M. ละลาย sodium acetate  
(NaC<sub>2</sub>H<sub>3</sub>O<sub>2</sub>) 16.4 กรัม ในน้ำกลั่น เจือจางจนเป็น 100 มล.

1 ml. = 0.25 mg N.

Stock nitrite solution ละลาย 1.232 กรัม sodium nitrite (NaNO<sub>2</sub>)  
ในน้ำกลั่น เจือจางจนเป็น 1,000 มล. 1 มล. เท่ากับ 0.25 mg N.

## วิธีการหา

### ก. การหาเส้นกราฟมาตรฐาน

เตรียมสารละลาย nitrite มาตรฐานในช่วง 0.0 - 1.00 mg/l  
นำไปวิเคราะห์ตามหัวข้อ ข. แล้ววัดความเข้มข้นของสี

### ข. การทำให้เกิดสี

ใส่ตัวอย่างน้ำ 50 มล.

เติม EDTA solution 1 มล.

เติม sulfanilic acid reagent 1 มล. คนให้เข้ากัน ทิ้งไว้ 3 - 10

นาที

เติม naphthylamine hydrochloride reagent 1 มล.

เติม sodium acetate buffer solution 1 มล. คนให้เข้ากันทิ้งไว้

10 - 30 นาที

วัด absorbance ของสีที่ wavelength 520 m $\mu$  เทียบกับ reagent blank ที่ใส่น้ำกลั่นแทนตัวอย่างน้ำ

## 2.10 Ammonia nitrogen

โดย Distillation method

หลักการ free ammonia nitrogen หาปริมาณได้โดยการกลั่นและขณะที่ยก  
ต้องควบคุมสารผสมให้มี pH ที่ประมาณ 7.4 โดยใช้สารพวก buffer เก็บส่วน  
ที่กลั่นได้ เพื่อนำไปหาปริมาณแบบ nesslerization

### เครื่องมือ

เครื่องมือที่ใช้ในการกลั่น ซึ่งประกอบด้วย Kjeldahl flasks, condensers  
และ heaters  
spectrophotometer

## น้ำยาเคมี

Ammonia free water

Phosphate buffer solution 0.5M. ละลาย anhydrous potassium dihydrogen phosphate ( $\text{KH}_2\text{PO}_4$ ) 14.3 กรัม และ anhydrous dipotassium hydrogen phosphate ( $\text{K}_2\text{HPO}_4$ ) 68.8 กรัม ในน้ำกลั่นเจือจางจนเป็น 1 ลิตร

EDTA solution (stabilizer solution) ละลาย disodium dihydrogen ethylenediamine tetraacetate dihydrate 50 กรัม ในน้ำกลั่น 60 มล. ซึ่งมี sodium hydroxide 10 กรัม ละลายอยู่ ทำให้เป็นเท่าอุณหภูมิห้องแล้วเจือจางจนปริมาตรเป็น 100 มล.

Neutralization agent

ก. sodium hydroxide 1 N.

ข. sulfuric acid 1 N.

Nessler reagent ละลาย anhydrous mercuric iodide ( $\text{HgI}_2$ ) 100 กรัม ในน้ำกลั่นประมาณ 50 มล. ละลาย sodium hydroxide 170 กรัม ในน้ำกลั่น 150 มล. ปล่อยให้เย็น ค่อย ๆ เทสารละลาย  $\text{HgI}_2$  ลงในสารละลาย sodium hydroxide คนให้เข้ากัน เจือจางจนเป็นปริมาตร 1 ลิตร เก็บสารละลายที่ได้ในขวด Pyrex สีชาป้องกันแสง

Standard ammonium chloride solution ละลาย ammonium chloride ( $\text{NH}_4\text{Cl}$ ) 3.819 กรัม ในน้ำกลั่นเจือจางจนปริมาตรเป็น 1 ลิตร เก็บไว้ใช้เป็น stock solution จาก stock solution นี้ 10 มล. เจือจางเป็น 1,000 มล. 1 มล. เท่ากับ 0.0100 mg N หรือ 10 mg/l

## วิธีการหา

ก. การหาเส้นกราฟมาตรฐาน

เตรียมสารละลาย ammonium chloride มาตรฐานในช่วง 0.25 -

3.00 mg/l นำไปวิเคราะห์ตามหัวข้อ ข. แลว่าคดี

### ข. การทำให้เกิดสี

ตวงตัวอย่างน้ำ 200 มล. ใส่ใน Kjeldahl flask ขนาด 800 มล.  
ถ้าตัวอย่างน้ำเป็นกรดหรือด่าง ปรับให้เป็นกลางก่อน

เติม phosphate buffer 25 มล. ซึ่งจะช่วยรักษาค่า pH ให้อยู่ที่  
7.4 ในระหว่างการกลั่น

เจือจางให้เป็น 400 มล. คายน้ำกลั่นนำไปกลั่นจนได้ของเหลว 200 มล. ใน  
graduate flask ขนาด 250 มล. เพื่อนำไปหาปริมาณ ammonia - nitrogen  
แบบ nesslerization

Nesslerization สำหรับความเข้มข้น 1 - 5 mg N/l

ตวงสารละลายที่กลั่นได้ใน graduate flask 50 ml

หยด stabilizer solution 1 - 2 หยด

เติม nessler reagent 1 มล. เขย่าให้เข้ากัน

ปล่อยให้ปฏิกิริยาเกิดขึ้นอย่างสมบูรณ์ โดยตั้งทิ้งไว้เป็นเวลาอย่างน้อย 10 นาที

อ่านเปอร์เซ็นต์การยอมให้แสงผ่านด้วย spectrophotometer ที่ความถี่แสง 400 mμ  
ควรเทียบกับ blank

### 2.11 Organic - nitrogen

โดยวิธี Kjeldahl method มี mercuric sulfate เป็นตัว catalyst  
จะเปลี่ยนสารพวก organic - nitrogen ให้เป็น ammonium bisulfate ด้วยการ  
เคี่ยวกับ sulfuric acid ที่เติม potassium sulfate เพื่อช่วยเพิ่มจุดเดือดให้เป็น  
345 - 370° ซ. เจือจางส่วนที่เหลือจากการเคี่ยวแล้วทำให้เป็นด่างด้วย sodium hy-  
droxide เติม นำไปหาปริมาณ organic-nitrogen ด้วยวิธี nessleriza-  
tion

เครื่องมือ

เครื่องมือในการเคี้ยวจะต้องมีเครื่องดูดอากาศเพื่อดูดไอน้ำและไอควีน sulfur dioxide ( $\text{SO}_2$ ) ที่

เครื่องกลั่น ชุดเดียวกับที่ใช้หา ammonia - nitrogen

น้ำยาเคมี

Ammonium - free water

Phosphate buffer 0.5 M.

Mercuric sulfate solution ละลาย mercuric oxide ( $\text{HgO}$ ) 8 กรัมใน  $\text{H}_2\text{SO}_4$  (1 + 5) 50 มล. แล้วเจือจางเป็น 100 มล. ค่ายน้ำกลั่น

sulfuric acid-mercuric sulfate-potassium sulfate solution ละลาย potassium sulfate 267 กรัม ในน้ำกลั่น 1300 มล. เติม  $\text{H}_2\text{SO}_4$  เขมข้น 400 มล. แล้วเติม mercuric sulfate solution 50 มล. คนให้เข้ากัน ตั้งทิ้งไว้ให้เย็น แล้วเจือจางจนปริมาตรเป็น 2 ลิตร

sodium hydroxide - sodium thiosulfate solution ละลาย hydroxide 500 กรัม และ sodium thiosulfate ( $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ ) 25 กรัม ในน้ำกลั่นเจือจางจนเป็นปริมาตร 1 ลิตร

phenolphthalein indicator

วิธีการหา

ส่วนที่เหลือจากการหา ammonia - nitrogen นำมาหา organic - nitrogen ทำได้โดยเติม sulfuric acid - mercuric sulfate - potassium sulfate solution 50 มล.

เคี้ยวสารผสมที่จุดเดือด จนได้สารละลายใสแล้วทิ้งไปอีก 20 - 30 นาที ปล่อยให้เย็นและเติมน้ำกลั่น 300 มล.

ทำให้เป็นกลางด้วย sodium hydroxide - sodium thiosulfate solution

โดยใช้ phenolphthalein เป็น indicator

ก้นลงใน graduate flask ขนาด 250 มล. จนได้ปริมาตร 200 มล.

นำไปหาปริมาณ organic - nitrogen วิธีเดียวกับหาปริมาณของ ammonia - nitrogen

#### Total - nitrogen

total nitrogen คือปริมาณของ organic - nitrogen รวมกับ ammonia - nitrogen

#### Dissolved Oxygen (D.O.)

โดยวิธี Azide modification of iodometric วิธีนี้เหมาะสำหรับหาปริมาณ D.O. ในน้ำโสโครก น้ำทิ้งจากโรงงานอุตสาหกรรมและน้ำในแม่น้ำลำคลอง น้ำยาเคมี

Manganese sulfate solution ละลาย 480 กรัม  $MnSO_4 \cdot 4H_2O$  ใน น้ำกลั่นเจือจางจนเป็น 1 ลิตร

Alkali - iodide - azide reagent ละลาย sodium hydroxide 500 กรัม และ sodium iodide (NaI) 135 กรัมในน้ำกลั่น แล้วเติมจนเป็น 1 ลิตร เสร็จแล้วเติม sodium azide ( $NaN_3$ ) 10 กรัม ที่ละลายในน้ำกลั่น 40 มล.

#### Sulfuric acid

น้ำแข็ง ละลายแข็งมัน 5 กรัม ในน้ำกลั่นประมาณ 50 มล. ค่อย ๆ เเทลงในน้ำกลั่นที่ต้มเดือดแล้ว และจนจนเป็นเนื้อเดียวกัน เติมน้ำอีกจนเป็น 1 ลิตร ปล่อยให้เดือดประมาณ 5 นาที ปล่อยให้เย็น เติม salicylic acid 1.25 กรัม หรือใช้ toluene 2 - 3 หยด เติมลงไปในส่วนละลายแข็งเพื่อกันบูด

ใส่  $H_2SO_4$  เข้มข้น 2 มล. ปิดจุก แล้วกว่าขวดเพื่อให้ตะกอนละลายหมด ตวงมา 203 มล. ใส่ flask ขนาด 500 มล.

titrate กับน้ำยามาตรฐาน  $0.0250 \text{ N. Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$  ใช้น้ำแฉ่งเป็น indicator end point น้ำแฉ่งจะเปลี่ยนจากสีน้ำเงินเป็นไม่มีสี

### การคำนวณ

1 ml. sodium thiosulfate = 1 mg/l D.O.

### 2.12 Biochemical oxygen demand (B.O.D.)

การหาค่า B.O.D. นี้เป็นการหาปริมาณ oxygen ที่ต้องการโดย bacteria เพื่อใช้ในปฏิกิริยาย่อยสลายสารอินทรีย์ในน้ำเสีย ค่า B.O.D. นี้จะบอกถึงคุณลักษณะของน้ำเสียนั้นว่ามีสารอินทรีย์ปนอยู่มากน้อยแค่ไหน ถ้ามีสารอินทรีย์ปนอยู่มากค่า B.O.D. ก็จะมีค่าสูง และในทำนองเดียวกัน ถ้ามีสารอินทรีย์ปนอยู่น้อย ค่า B.O.D. ก็จะมีค่าต่ำ

### เครื่องมือและอุปกรณ์

ขวดมาตรฐาน ความจุ 250 - 300 มล. มีจุกปิดไคสนิท ปากกว้างออกเล็กน้อยทำให้มีร่องเห็นจุกและปากขวด เพื่อให้มีน้ำหอดออยู่เสมอขณะ incubate ที่  $20^{\circ}\text{C}$  เพื่อป้องกันการดึงเอาอากาศจากภายนอกเข้าไปในขวด ขวดนี้ต้องล้างให้สะอาดทุกครั้งก่อนใช้

เครื่องควบคุมอุณหภูมิที่  $20^{\circ}\text{C}$  สามารถใช้ได้กับตู้เย็นธรรมดา  
ตู้เย็นขนาด 6 ลิตร  
กระบอกตวงขนาด 1 ลิตร

### น้ำยาเคมี

ใช้ชุดเกี่ยวกับการหาสารละลายออกซิเจน (D.O.)

Standard sodium thiosulfate titrant  $0.0250\text{N.}$  ละลาย sodium thiosulfate ( $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ ) 6.205 กรัม ในน้ำกลั่นที่ต้มจนเดือดใหม่ ๆ และปล่อยให้เย็น แล้วเติมจนปริมาตรเป็น 1 ลิตร

1 มล. = 0.200 mg D.O.

การหาคามาตรฐานของ sodium thiosulfate solution ด้วย standard potassium dichromate solution 0.025 N.

Standard potassium dichromate solution 0.025 N. ละลาย  $K_2Cr_2O_7$  ที่อบแห้งแล้ว 1.226 กรัม ในน้ำกลั่นและเติมจนปริมาตรเป็น 1 ลิตร

### Standardization

ละลาย KI ปริมาณ 2 กรัม ด้วยน้ำกลั่น 100 - 150 มล.

เติม  $H_2SO_4$  (1 + 9) 10 มล. เติมสารละลาย  $K_2Cr_2O_7$  20 มล. แล้ว ตั้งทิ้งไว้ในที่มืด 5 นาที เจือจางด้วยน้ำกลั่นจนปริมาตรเป็น 400 มล. titrate iodide ที่เกิดขึ้นด้วยสารละลาย sodium thiosulfate

Normality ของสารละลาย sodium thiosulfate =  $\frac{a \times N}{20}$

a = ml. sodium thiosulfate used

N = normality of  $K_2Cr_2O_7$  solution used

เสร็จแล้วปรับสารละลาย sodium thiosulfate ให้มีความเข้มข้นแน่นอนเป็น 0.0250 N.

### วิธีการหา

เก็บตัวอย่างน้ำที่จะวิเคราะห์ D.O. โดยใช้ขวด 250 - 300 มล.

ใส่ manganese sulphate solution 2 มล. ใต้น้ำตัวอย่าง

ใส่ alkali - iodide - azide reagent 2 มล. ใต้น้ำตัวอย่าง

ปิดจุก และคว่ำขวดกลับไปมา 15 ครั้ง

ปล่อยให้ตะกอนนอนก้น แล้วเขย่าอีกครั้ง ตั้งทิ้งไว้สักครู่

### วิธีการหา

การเตรียมตัวอย่างน้ำที่จะหา

ควมตัวอย่างน้ำ 1 ลิตร ลงในกระบอกทรงที่สะอาด เป่าอากาศให้เพิ่มออกซิเจน เป็นเวลาอย่างน้อย 1 ชั่วโมง จากนั้นใส่ลงในขวดมาตรฐาน 3 ขวด ระวังอย่าให้เกิด

ฟองอากาศขณะเท

การหาปริมาณ D.O.

หาปริมาณ D.O. ( $D_1$ ) ที่จุดเริ่มต้น โดยวิธี Azide modification of the iodometric method ในขวดมาตรฐาน 1 ขวด

การเพาะเลี้ยง

เพาะเลี้ยงโดยเก็บ 2 ขวด มาตรฐานที่เหลือในตู้เย็นที่มีอุณหภูมิ  $20 \pm 1$  °C เป็นเวลา 5 วัน จึงนำออกมาหาปริมาณ D.O. ( $D_2$ ) ใช้วิธีเดียวกับ  $D_1$

การคำนวณ

$$\text{mg/l B.O.D.}_{20}^5 = D_1 - D_2$$

2.13 Chemical oxygen demand (C.O.D.)

เครื่องมือ

เครื่องมือในการกลั่นแบบไหลกลับคืน (reflux)

flask กนกกลมขนาด 250 มล.

condensers ขนาดยาว 45 ซม.

heaters

น้ำยาเคมี

Standard potassium dichromate solution 0.250 N ละลาย potassium dichromate ( $K_2Cr_2O_7$ ) 12.259 กรัม ที่อบแห้งค้แล้วในน้ำกลั่นเติม sulfuric acid 0.12 กรัม เจือจางจนเป็น 1 ลิตร

Sulfuric acid reagent ปกติจะบรรจุในขวดขนาด 9 ปอนด์ (2.65 ลิตร) เติม silver sulfate ( $AgSO_4$ ) 22 กรัม ปล่อยให้ละลายจนหมด ซึ่งอาจกินเวลา 1 - 2 วัน

Standard ferrous ammonium sulfate titrant 0.10 N มาตรฐาน analytical grade

ละลาย ferrous ammonium sulfate ( $\text{Fe}(\text{NH}_4)_2(\text{SO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ ) 39 กรัม ในน้ำกลั่น เติม  $\text{H}_2\text{SO}_4$  เข้มข้น 20 มล. คนและทำให้เจือจางจนเป็น 1 ลิตร

### Standardization

เจือจาง standard potassium dichromate solution 10 มล. ให้มีปริมาตรเป็น 100 มล. เติม  $\text{H}_2\text{SO}_4$  เข้มข้น 30 มล. ปล่อยให้เย็น titrate ด้วย ferrous ammonium sulfate solution ใช้ ferrous indicator 2 - 3 หยด

$$\text{Normality} = \frac{\text{ml } \text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7 \times 0.250}{\text{ml } \text{Fe}(\text{NH}_4)_2(\text{SO}_4)_2}$$

ละลาย Ferrion indicator solution 1.485 กรัม พร้อมกับ  $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$  0.695 กรัม ในน้ำกลั่นและเจือจางให้เป็น 100 มล.

silver sulfate, reagent powder

mercuric sulfate ชนิดเป็นผลึกบริสุทธิ์

### วิธีการทำ

ใส่ mercuric sulfate 0.4 กรัม ในขวดกลั่น เติมตัวอย่างน้ำ 20 มล.

เติม standard potassium dichromate 0.250 N. 10 มล.

ค่อย ๆ เติม  $\text{H}_2\text{SO}_4$  เข้มข้นที่มี  $\text{AgSO}_4$  ผสมอยู่ลงไป 30 มล.

ใส่ลูกแก้วลงไป 5 - 10 เม็ด

กลั่นสารผสมทั้งหมดเป็นเวลา 2 ชั่วโมง

ปล่อยให้เย็น และฉีดล้างส่วนที่ค้างอยู่ใน condenser ด้วยน้ำกลั่น

เจือจางด้วยน้ำกลั่น ให้มีปริมาตรเป็น 140 มล. โดยประมาณ ปล่อยให้เย็น

เทาคูณหมักทอง

titrate dichromate ที่เหลือด้วย standard ferrous ammonium sulfate  
ใช้ ferrous indicator 2 - 3 หยด จนกระทั่งเปลี่ยนจากสีน้ำเงินแกมสีเขียวเป็น  
สีน้ำตาลแดง แสดงว่าถึงจุดสมมูล

ทำ blank โดยใช้น้ำกลั่น 20 มล. แทนตัวอย่างน้ำและทำเช่นเดียวกันทุกประ  
การ reflux พร้อมกันไป

### การคำนวณ

$$\text{mg/l C.O.D.} = \frac{(a - b)C \times 8000}{\text{ml sample}}$$

C.O.D. = Chemical oxygen demand for dichromate

a = ml  $\text{Fe}(\text{NH}_4)_2 (\text{SO}_4)_2$  used for blank

b = ml  $\text{Fe}(\text{NH}_4)_2 (\text{SO}_4)_2$  used for sample

c = normality of  $\text{Fe}(\text{NH}_4)_2 (\text{SO}_4)_2$

### 2.14 Total solids

total solids หมายถึงปริมาณสารที่เหลืออยู่ในภาชนะหลังจากระเหยน้ำออก  
จากตัวอย่างน้ำจนหมดแล้ว นำไปอบในตูบที่อุณหภูมิ  $103 - 104^\circ \text{C}$  จนน้ำหนักคงที่ ปล่อยให้เย็นลงใน desiccator แล้วชั่งหาน้ำหนักทั้งหมดของสารในภาชนะนั้น ก็จะได้ปริ  
มาณ total solids มีหน่วยเป็น mg/l

### เครื่องมือและอุปกรณ์

Evaporating dish ขนาด 150 - 200 มล.

Steam bath

ตูบความร้อน (drying oven)

Desiccator

Analytical balance

วิธีการทำ

การเตรียม evaporating dish

dish ที่จะใช้ต้องอบให้แห้งในตู้อบที่อุณหภูมิ 103 - 105 ° C ประมาณ 1 ชั่วโมง  
ปล่อยให้เย็นใน desiccator แล้วชั่งน้ำหนัก เลือกใช้ปริมาณตัวอย่างน้ำให้เหมาะสม  
สมปรกต์ใช้ 50 หรือ 100 มล.

ค่อย ๆ รินตัวอย่างน้ำที่ต้องการลงใน dish ที่ตั้งบน steam bath เมื่อ  
ไอระเหยออกหมด นำ dish ไปอบในตู้อบที่อุณหภูมิ 103 - 105 ° C จนน้ำหนักคงที่ ปล่อยให้เย็นใน desiccator

ชั่ง dish ทันทีที่เย็นลง เตาอุณหภูมิห้อง น้ำหนักที่เพิ่มขึ้นคือน้ำหนักของ total  
solids

การคำนวณ

$$\text{mg/l Total solids} = \frac{\text{mg. total solids} \times 1000}{\text{ml sample}}$$

2.15 การหาปริมาณ Chlorophyll

เนื่องจากปริมาณของสาหร่ายในตัวอย่างน้ำมีจำนวนมาก เพื่อความถูกต้องแน่นอน  
จึงใช้ปริมาณ chlorophyll แทนการนับจำนวนสาหร่าย

เครื่องมือและอุปกรณ์

millipore filtration equipment

millipore filters ขนาดเส้นผ่าศูนย์กลาง 47 มม.

centrifuge tubes มีฝาปิดสนิท ขนาด 15 มล.

spectrophotometer

ตุ้มน้ำ 1 คู่

เครื่อง centrifuge

สารเคมี

acetone ชนิด analytical grade

magnesium carbonate suspension ละลาย magnesium carbonate  
1 กรัม ในน้ำกลั่น 100 มล. เขย่าทุกครั้งก่อนใช้

วิธีการหา

ใช้ตัวอย่างน้ำ 10 มล. หยด magnesium carbonate suspension ลงไป 1 -  
2 หยด นำไปกรอง กระดาษกรองที่กรองสารหยาบไว้ นำไปใส่ลงใน centrifuge tube

เติม acetone 10 มล. ลงไปละลาย chlorophyll, millipore filter  
จะละลายได้ควาย

หอคควยกระดาษอะลูมิเนียม นำไปเก็บไว้ในตู้เย็นเป็นเวลา 20 ชั่วโมง

หลังจาก 20 ชั่วโมง นำออกจากตู้เย็น นำไป centrifuge

นำส่วนใสไปวัดหา optical density ด้วย spectrophotometer ที่ wave-  
length 6630, 6450 และ 6300 Å

ทำ blank เทียบ โดยใช้น้ำกลั่นแทนตัวอย่างน้ำ

การคำนวณ

$$\text{mg chlorophyll} / \text{m}^3 = \frac{C}{V}$$

C = ค่าได้จากสูตรข้างล่าง

V = ปริมาตรของตัวอย่างน้ำที่ใช้กรองเป็นลิตร

สูตรการหาค่า

$$C = 11.64 E_{6630} - 2.16 E_{6450} + 0.10 E_{6300}$$

E = ค่าที่ได้จากการวัดด้วย spectrophotometer ที่ wave-  
length ต่าง ๆ

2.16 ปริมาณน้ำฝน ได้จากรายงานของกรมอุตุนิยมวิทยา