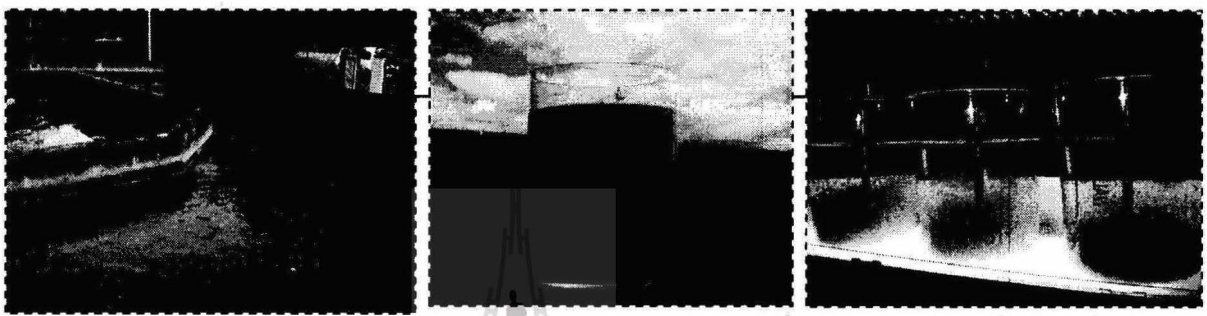
157059

# การวิเคราะห์น้ำและน้ำเสีย

# (Water and Wastewater Analysis)

## เอกสารประกอบการเรียน



## DO, BOD, COD, Chlorine, Hardness and Solid

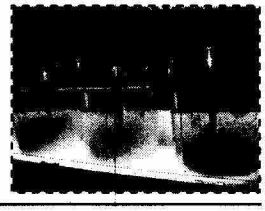
มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีสุรนารี

ดร.ประพัฒน์ เป็นตามวา
สาขาวิชาอนามัยสิ่งแวดล้อม
มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีสุรนารี

ศูนย์บรรณสารและสื่อการศึกษา
มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีสุรนารี

Call No. .....
วัน เดือน ปี .....
เลขทะเบียน B5703545

# คำนำ

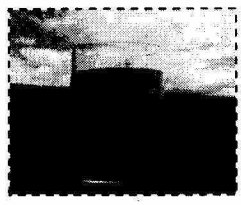


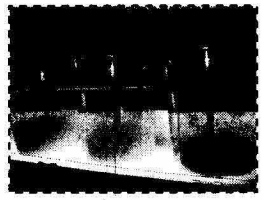
เอกสารประกอบการเรียนการสอนนี้ เป็นส่วนหนึ่งของรายวิชา 617 427 การวิเคราะห์น้ำและน้ำเสีย (Water and Wastewater Analysis) โดยมีวัตถุประสงค์เพื่อให้นักศึกษาสาขาวิชาอนามัยสิ่งแวดล้อม สำนักวิชาแพทยศาสตร์ มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีสุรนารี ใช้ประกอบในการเรียน เพื่อให้เกิดความรู้ความเข้าใจ เกี่ยวกับการวิเคราะห์คุณภาพน้ำสะอาด น้ำเสีย โดยในเอกสารประกอบการเรียนนี้จะอธิบายเฉพาะดัชนีคุณภาพน้ำที่สำคัญคือการวิเคราะห์ค่า DO, BOD, COD, Chlorine, Hardness and Solid เอกสารฉบับนี้ประกอบด้วยเนื้อหาวิธีการวิเคราะห์และนำเสนอในรูปของสไลด์การนำเสนอ ผู้จัดทำหวังเป็นอย่างยิ่งที่จะให้นักศึกษาได้ใช้เป็นแนวทางในการเรียนในรายวิชานี้ ให้มีความรู้ ความเข้าใจมากยิ่งขึ้น

มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีสุรนารี

ดร.ประพัฒน์ เป็นตามวา

# หัวข้อการเรียน





- การวิเคราะห์ค่า DO, BOD
- การวิเคราะห์ค่า COD
- การวิเคราะห์ค่าปริมาณคลอรีนอิสระตกค้างและปริมาณคลอไรด์
- การวิเคราะห์ค่าความกระด้างทั้งหมด
- การวิเคราะห์ค่าของแข็ง
- เอกสารอ้างอิง

มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีสุรนารี

# ออกซิเจนละลายน้ำ (DO) และปริมาณสารอินทรีย์ละลายน้ำ (BOD)

## 1.1 ออกซิเจนละลาย (Dissolved Oxygen, DO)

ออกซิเจนเป็นก๊าซที่มีความสำคัญต่อการดำรงชีวิตของสิ่งมีชีวิตชนิดต่างๆทั้งที่อาศัยอยู่บนพื้นดินและในน้ำ สิ่งมีชีวิตในน้ำได้รับออกซิเจนจากการสังเคราะห์แสงของพืชที่ปล่อยออกซิเจนอิสระออกมาละลายอยู่ในน้ำและจากการแพร่ของออกซิเจนจากบรรยากาศลงสู่พื้นน้ำ ออกซิเจนเป็นก๊าซที่ละลายน้ำได้น้อยมากและไม่ทำปฏิกิริยาทางเคมีกับน้ำ การละลายของออกซิเจนขึ้นอยู่กับความดัน อุณหภูมิและปริมาณของแข็งละลายละลายปริมาณออกซิเจนละลายในน้ำธรรมชาติและน้ำเสีย ขึ้นอยู่กับลักษณะทางเคมี กายภาพ และกระบวนการชีวเคมีของสิ่งมีชีวิต ค่าออกซิเจนละลายมีความสำคัญใช้บอกให้ทราบได้ว่าน้ำนั้นมีความเหมาะสมเพียงใดต่อการดำรงชีวิตของสิ่งมีชีวิตในน้ำและใช้ในการควบคุมระบบบำบัดน้ำเสีย และมลภาวะทางน้ำ

### 1.1.1 วิธีวิเคราะห์ออกซิเจนละลายที่นิยมใช้มี 2 วิธี

1) วิธี The Azide Modification of the Winkler Method หรือ เอไซด์ปรับปรุง

2) วิธีเมมเบรนอิเล็กโทรด (เครื่องวัดออกซิเจนละลายน้ำแบบเมมเบรน)

วิธีเอไซด์แบบปรับปรุงเป็นวิธีที่ใช้หาปริมาณอกซิเจนละลายได้ดีในน้ำเกือบทุกชนิด แม้ว่าจะยังไม่ได้ใช้กับน้ำเสียจากโรงงานบางอย่าง หรือน้ำที่มีสารลดออกซิเจนหรือสารเติมออกซิเจนอยู่ วิธีนี้เหมาะที่จะวิเคราะห์ในห้องปฏิบัติการและไม่เหมาะที่จะใช้ในภาคสนามหรือใช้วัดออกซิเจนในแม่น้ำและในระบบบำบัดน้ำเสียซึ่งต้องวัดออกซิเจนละลายอย่างต่อเนื่อง สำหรับวิธีเมมเบรนอิเล็กโทรดหรือใช้เครื่องวัดออกซิเจนละลายน้ำแบบเมมเบรนสามารถลดปัญหาเกี่ยวกับสิ่งรบกวนต่างๆได้จากน้ำโสโครก น้ำที่ใสมาก และน้ำทิ้งของระบบบำบัดน้ำเสีย วิธีนี้ยังนิยมที่จะนำไปใช้ในภาคสนามอีกด้วย

### 1.1.2การเก็บตัวอย่างน้ำ

การเก็บตัวอย่างน้ำต้องใช้ความระมัดระวังเป็นพิเศษ เนื่องจากน้ำส่วนใหญ่มักมีดีโอต่ำกว่าค่าอิ่มตัว การปล่อยให้น้ำตัวอย่างสัมผัสกับอากาศจะทำให้ผลผิดพลาด ด้วยเหตุนี้ขวดที่ใช้เก็บตัวอย่างน้ำที่จะวัดดีโอจึงใช้จุกแก้ว ground joint เพื่อไม่ให้ตัวอย่างที่เก็บมาถูกอากาศ สำหรับน้ำผิวดินทั่วๆ ไป การ

เก็บตัวอย่างน้ำควรจะล้างขวดน้ำด้วยน้ำตัวอย่างก่อนเก็บตัวอย่าง และเก็บให้เต็มขวด ปิดจุกทันที อย่าให้มีฟองอากาศอยู่ในขวด สำหรับการเก็บตัวอย่างที่ลึกมากกว่า 5 ฟุต ควรใช้อุปกรณ์เก็บตัวอย่างเฉพาะและจดอุณหภูมิของน้ำขณะเก็บด้วย

## วิธี The Azide Modification of The Winkler Method

### หลักการ

ออกซิเจนจะออกซิไดส์ $Mn^{+2}$ เป็น Mn4+ภายใต้สภาวะเป็นด่าง Mn4+ นี้สามารถจะออกซิไดส์ I- ไปเป็น I2 อิสระภายใต้สภาวะที่เป็นกรดนั้นคือปริมาณของ $I_2$ อิสระที่ถูกขับออกมาจะสมมูลย์กับออกซิเจนที่ละลายอยู่ในน้ำตอนเริ่มต้นและวัดได้โดยการไตเตรตด้วยสารละลายมาตรฐานโซเดียมไธโอซัลเฟตปฏิกิริยาที่เกิดขึ้นจะเป็นดังนี้

1. เมื่อเติม $MnSO_4$ และ Alkali - Azide

   $Mn^{+2} + 2OH \longrightarrow Mn(OH)_2$ ตะกอนสีขาว

   ถ้าในน้ำมี $O_2$ จะเกิดปฏิกิริยาต่อไปนี้

   $Mn(OH)_2 + 1/2O_2 \longrightarrow MnO_2 + H_2O$ ตะกอนสีน้ำตาล
2. เมื่อเติมกรดกำมะถันเข้มข้น $I^-$ จะถูกออกซิไดซ์ไปเป็น $I_2$

   $MnO_2 + 2I^- + 4H^+ \longrightarrow Mn^{+2} + I_2 + 2H_2O$
3. ไตเตรตด้วย $Na_2S_2O_3$ เพื่อหาค่า $I_2$ ที่เกิดขึ้น

   $I_2 + 2S_2O_3^{2-} \longrightarrow S_4O_6^{2-} + 2I^-$

น้ำที่มีไนเตรตอยู่จะรบกวนการหาค่าออกซิเจนละลายทำให้ได้ค่าสูงกว่าจริง กำจัดไนไตรท์ได้โดยใช้ $NaN_3$ ซึ่งใส่รวมกับน้ำยา Alkali-Iodide

### สิ่งรบกวนการวิเคราะห์

สิ่งรบกวนการวิเคราะห์ออกซิเจนละลายมีสารหลายอย่างเช่น เกลือของธาตุ เหล็ก สารอินทรีย์ สารแขวนลอยที่มากเกินไป ซัลไฟด์ ซัลเฟอร์ไดออกไซด์ คลอรีนที่ตกค้าง และไซยาไนด์

### เครื่องมือและอุปกรณ์

1. ขวดบีโอดี ขนาด 300 มล. พร้อมจุกแก้วที่เป็น ground joint
2. กระบอกตวงขนาด 250 มล.
3. ขวดเออร์เลนเมเยอร์ ขนาด 250 มล.
4. บิวเรตต์

**สารเคมี**

**1.สารละลายแมงกานีสซัลเฟต**

ละลายแมงกานีสซัลเฟตเตตราไฮเดรต ($MnSO_4.4H_2O$) 480 กรัม หรือแมงกานีสซัลเฟตไดไฮเดรต ($MnSO_4.2H_2O$) 400 กรัม หรือแมงกานีสซัลเฟตโมโนไฮเดรต ($MnSO_4.H_2O$) 364 กรัม ในน้ำกลั่นกรองละลายแล้วกรองตะกอนออก ทำให้เจือจางเจือจางเป็น 1 ลิตร สารละลายนี้ต้องไม่เกิดสีกับน้ำแป้งเมื่อเติมสารละลายโพแทสเซียมไอโอไดส์ในสภาพที่เป็นกรด

**2.สารละลายอัลคาไล-ไอโอไดด์-เอไซด์**

สารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ (NaOH) 500 กรัม (หรือโปแตสเซียมไฮดรอกไซด์ 700 กรัม) และโซเดียมไอโอไดด์(NaI) 135 กรัม (หรือโปแตสเซียมไอโอไดด์ 150 กรัม) ในน้ำกลั่น เจือจางเป็น 1 ลิตรและละลายโซเดียมเอไซด์ ($NaN_3$) 10 กรัม ในน้ำกลั่น 40 มล. แล้วเติมลงสารละลายข้างต้น

**3.กรดซัลฟุริกเข้มข้น (36 นอร์มัล)**

**4.น้ำแป้ง**

ละลายแป้ง (Soluble starch) 2 กรัม ในน้ำกลั่นที่ร้อนปริมาตร 100 ลบ.ซม. และเติมกรดซาลิไซลิก (Salicylic Acid) 0.2 กรัม

**5.สารละลายมาตรฐานโซเดียมไธโอซัลเฟต 0.025 นอร์มัล**

ละลายโซเดียมไธโอซัลเฟตเพนตะไฮเดรต ($Na_2S_2O_3.5H_2O$) จำนวน 6.205 กรัม ในน้ำกลั่นให้ได้ปริมาตร 1 ลิตร เทียบค่าความเข้มข้นกับสารละลายมาตรฐานโพแทสเซียมไบไอโอเดต 0.025 นอร์มัล โดยนำไปทดสอบ เก็บรักษาโดยการเติมคลอโรฟอร์ม 5 มล. หรือโซเดียมไฮดรอกไซด์ 1.6 กรัม ต่อสารละลาย 1 ลิตร

**6.สารละลายมาตรฐานโพแทสเซียมไบไอโอเดต 0.025 นอร์มัล**

ละลายโพแทสเซียมไบไอโอเดต ($KN(IO_3)$) 812.4 มิลลิกรัม (อบให้แห้งที่ 105 $^0$C ก่อนชั่ง) ในน้ำกลั่นให้ได้ปริมาตร 1 ลิตร

**7.สารละลายมาตรฐานโพแตสเซียมฟลูออไรด์**

ละลายโปแตสเซียมฟลูออไรด์ไดไฮเดรต($KF.2H_2O$) 40 กรัม ในน้ำกลั่นแล้วทำให้เจือจางเป็น 100 มิลลิลิตร สารละลายนี้ใช้ต่อเมื่อน้ำตัวอย่างมี ไอร์ออน Fe(II) มาก (เท่ากับหรือมากกว่า 5 มก/ลิตร เกลือเฟอร์ริกไอออน)

**8.การหาความเข้มข้นที่แน่นอนของสารละลายโซเดียมไธโอซัลเฟต**

โดยละลายโปแตสเซียมไอโอไดด์(KI) ประมาณ 2 กรัม ในน้ำกลั่น 150 มิลลิลิตร ใส่ขวดเออร์เลนเมเยอร์ เติมกรดซัลฟุริกเข้มข้น 3 โมล/ลบ.ดม. จำนวน 1 ลบ.ซม. หรือกรดซัลฟุริก เข้มข้น 2-3 หยดและสารละลายมาตรฐานไบไอโอเดต 20 ลบ.ซม. แล้วทำให้เจือจางเป็น 200 มิลลิลิตร(ลบ.ซม.) แล้วไตเตรต

ไอโอดีนซึ่งถูกขับออกมาด้วยสารละลายมาตรฐานโซเดียมไธโอซัลเฟต เติมน้ำแป้งเมื่อใกล้ถึงจุดยุติ สังเกตจากสีของสารละลายจะมีสีเหลืองอ่อน ถ้าสารละลายมาตรฐานโซเดียมไธโอซัลเฟตมีความเข้มข้น 0.025 นอร์มัล พอดีปริมาตรที่ใช้ในการไทเทรตจะเท่ากับ 20 ลบ.ซม. ถ้าความเข้มข้นของสารละลายมาตรฐานโซเดียมไธโอซัลเฟตไม่ได้ค่าดังกล่าว ให้ปรับความเข้มข้นให้เท่ากับ 0.025 นอร์มัล

| ความเข้มข้นของสารละลายโซเดียมไธโอซัลเฟต (นอร์มัลลิตี้,N) = 0.0250 x A/20 |
|---|

ในเมื่อ A = ปริมาตรสารละลายโซเดียมไธโอซัลเฟตที่ใช้ไตเตรต, มล.

**วิธีวิเคราะห์**

1. เติมตัวอย่างน้ำที่จะวิเคราะห์ลงในขวดบีโอดีให้เต็มโดยใช้วิธีกาลักน้ำช้าๆและปล่อยน้ำให้ล้นพ้นคอขวดออกมาซักพัก ระวังอย่างให้มีฟองอากาศ สำหรับตัวอย่างน้ำซึ่งเก็บจากแหล่งน้ำตามธรรมชาติ เช่น จากแม่น้ำ ทะเลสาบ เป็นต้น ถ้าเก็บบริเวณผิวน้ำให้คว่ำขวดบีโอดีแล้วกดให้จมลงใต้น้ำค่อยเอียงขวดขึ้นให้น้ำไหลเข้าขวดแทนที่อากาศจนเต็มขวด ยกขึ้นเหนือผิวน้ำ ถ้าเก็บบริเวณใต้น้ำลึกๆ จะต้องใช้เครื่องเก็บตัวอย่างน้ำพิเศษสำหรับขวดบีโอดีโดยเฉพาะ

2. เติมสารละลายแมงกานีสซัลเฟต 1 มล. และสารละลายอัลคาไล-ไอโอไดด์-เอไซด์ 1 มล. โดยให้ปลายปิเปตอยู่ข้างขวด ปิดจุกขวด ระวังอย่าให้มีฟองอากาศ เขย่าให้เข้ากันโดยการกลับขวดไปมาประมาณ 15 ครั้ง แล้วตั้งทิ้งให้ตกตะกอน (จะเกิดตะกอนสีน้ำตาล และถ้าเกิดตะกอนสีขาวแสดงว่าตัวอย่างน้ำไม่มีออกซิเจนละลาย ) จนได้ปริมาณน้ำใสประมาณ ½ ขวด

3. เปิดจุกออกแล้วเติมกรดซัลฟุริกเข้มข้น 1 มล.โดยปล่อยให้กรดค่อยๆไหลลงไปตามข้างๆคอขวดโดยให้ปลายปิเปตอยู่เหนือผิวน้ำ ปิดจุกขวดก่อนตะกอนจะล้นออกจากปากขวด เขย่าให้เข้ากันโดยการกลับขวดไปมาจนกระทั่งตะกอนละลายหมด

4. ถ้าใช้ขวดบีโอดีที่มีความจุขนาด 300 มล. จะใช้ตัวอย่างน้ำจากขวดในข้อ 3 เท่ากับ 201 มล. เพื่อนำไปไทเทรต ปริมาตรตัวอย่างนี้มีค่าเท่ากับปริมาตรตัวอย่างน้ำเริ่มต้น 200 มล. เนื่องจากมีการสูญเสียตัวอย่างน้ำจากขวดบีโอดีโดยการแทนที่ของสารละลายเคมีที่เติมลงไปทั้งสิ้น 2 มล. ดังนั้นปริมาตรน้ำตัวอย่างซึ่งใช้ในการไทเทรตจึงควรเท่ากับ

$$\frac{200 \times 300}{(300-2)} = 201 \text{ มล.}$$

5. วัดปริมาตรของสารละลายในขวดมา 201 มล. แล้วไตเตรตกับสารละลายมาตรฐานโซเดียมไธโอซัลเฟต 0.025 นอร์มัล จนกระทั่งสารละลายมีสีเหลืองอ่อน เติมน้ำแป้ง 2-3 หยด (1 มล.) จะได้สีน้ำเงินเข้ม แล้วไทเทรตจนถึงจุดยุติเป็นสารละลายไม่มีสี จดปริมาตรสารละลายมาตรฐานโซเดียม

ไธโอซัลเฟตที่ใช้ (ถ้าใช้ตัวอย่างน้ำในการไทเทรต 200 มล. สารละลายมาตรฐานโซเดียมไธโอซัลเฟต 0.025 นอร์มัล จำนวน 1 มล. จะมีค่าเท่ากับออกซิเจนละลาย 1 มก./ล.)

**การคำนวณ**

ปริมาตรออกซิเจนละลาย (มก./ล.) = ปริมาตรสารละลายมาตรฐานโซเดียมไธโอซัลเฟต (มล.)

(ถ้าใช้ตัวอย่างน้ำในการไทเทรต 200 มล. สารละลายมาตรฐานโซเดียมไธโอซัลเฟต 0.025 นอร์มัล จำนวน 1 มล. จะมีค่าเท่ากับออกซิเจนละลาย 1 มก./ล.)

## 1.2 การวิเคราะห์ค่าบีโอดี (Biochemical Oxygen Demand, BOD)

การวิเคราะห์หาค่าบีโอดี (Biochemical Oxygen Demand,BOD) เป็นการวัดความสกปรกของน้ำเสียในเทอมของออกซิเจนที่แบคทีเรียใช้ในการย่อยสารอินทรีย์ ชนิดที่ย่อยสลายได้ภายใต้สภาวะที่มีออกซิเจน การหาบีโอดีเป็นกระบวนการทดสอบทางชีววิทยาเพื่อหาปริมาณค่าออกซิเจนซึ่งแบคทีเรียใช้ในการย่อยสารอินทรีย์ในน้ำเสียภายใต้สภาวะที่เหมือนกับที่เกิดในธรรมชาติที่สุด เพื่อที่จะให้การวิเคราะห์เป็นปริมาณวิเคราะห์ จึงต้องทำให้แฟคเตอร์ต่างๆที่มีอิทธิพลต่อการย่อยสลายคงที่ นั่นคือบีโอดีมาตรฐานต้องบ่ม (incubate) ที่อุณหภูมิ 20±1 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 5 วัน

มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีสุรนารี

### 1.2.1 การเลือกวิธีวิเคราะห์

**วิธีวิเคราะห์มี 2วิธี** คือ

**1) วิธีแบบโดยตรง (Direct Method)** เหมาะสำหรับตัวอย่างที่มีความสกปรกน้อยที่มีค่าบีโอดีไม่เกิน 7 มก./ลิตร เช่น น้ำธรรมชาติจากแม่น้ำลำคลองที่สะอาด วิธีนี้ไม่ต้องทำให้ตัวอย่างเจือจางด้วยน้ำกลั่น นำตัวอย่างน้ำหาค่าบีโอดีโดยตรงได้เลย

**2) วิธีแบบเจือจาง** ใช้สำหรับตัวอย่างที่มีความสกปรกมาก เช่น มีค่าบีโอดี เกิน 7 มก./ลิตร เนื่องจากปริมาณของออกซิเจนที่ใช้ไปในการย่อยสลาย สารอินทรีย์จะเป็นปฏิภาคโดยตรงกับจำนวนสารอินทรีย์ที่มีอยู่ในน้ำนั้น เมื่อตัวอย่างน้ำมีสารอินทรีย์จำนวนมาก จึงต้องเจือจางตัวอย่างเพื่อให้มีออกซิเจนเพียงพอที่แบคทีเรียจะใช้ในหารย่อยสลายสารอินทรีย์นั้น

วิธีแบบเจือจางจะแบ่งออกเป็น 2 กรณี คือ

*2.1 ไม่ต้องเติมหัวเชื้อ (No Seeding)* วิธีแบบไม่ใช้หัวเชื้อเหมาะสำหรับตัวอย่างน้ำเสียหรือน้ำทิ้งทั่วไปซึ่งมีจุลินทรีย์พอเพียง และมีพีเอชที่เหมาะสมสำหรับการย่อยสลายทางชีวภาพ ตัวอย่างน้ำจะต้องไม่ผ่านการเติมคลอรีน หรือความร้อนมาก่อน

*2.2 ต้องมีการเติมหัวเชื้อ ( Seeding )*วิธีแบบใช้หัวเชื้อเป็นวิธีที่ใช้สำหรับตัวอย่างน้ำที่ไม่มีแบคทีเรียอยู่เลย หรือปริมาณน้อยมากและไม่ Active จำเป็นที่จะต้องหาแบคทีเรียจากที่อื่นมาให้ช่วยในการย่อยสลายสารอินทรีย์ในน้ำเสียชนิดนั้นๆ น้ำทิ้งที่เป็นกรดหรือด่างสูงต้องปรับพีเอชเป็นกลางก่อนจึงใส่หัวเชื้อ น้ำทิ้งอุณหภูมิสูง น้ำทิ้งผ่านการฆ่าเชื้อด้วยคลอรีน ซึ่งต้องกำจัดคลอรีนก่อน แล้วจึงค่อยเติมหัวเชื้อ บางกรณีน้ำเสียบางชนิดมีสารพิษแบคทีเรียไม่สามารถอยู่ได้ ถ้าใส่หัวเชื้อไปโดยตรงแบคทีเรียจะตาย จำเป็นที่จะต้องเลี้ยงแบคทีเรียให้คุ้นเคยกับตัวอย่างน้ำที่มีสารพิษนั้นก่อน แล้วจึงนำมาใช้เป็นหัวเชื้อต่อไป แหล่งหัวเชื้อหาได้จากน้ำโสโครกจากบ้านเรือน น้ำทิ้งของระบบบำบัดน้ำเสียทางชีวภาพหรืออาจเตรียมขึ้นเองในห้องปฏิบัติการ

### 1.2.3 การเก็บและรักษาตัวอย่างน้ำ

หลังจากเก็บตัวอย่างควรจะทำการวิเคราะห์ทันที แต่ถ้าไม่สามารถทำได้ ควรนำตัวอย่างน้ำไปแช่เย็นที่อุณหภูมิ 4 องศาเซลเซียส เมื่อจะนำตัวอย่างที่แช่เย็นมาวิเคราะห์ ต้องปล่อยตัวอย่างให้มีอุณหภูมิห้องเสียก่อน

### 1.2.4 เครื่องมือและอุปกรณ์

1) ขวดบีโอดี ขนาด 250-300มล.พร้อมจุกปิดสนิท ส่วนใหญ่ใช้ขวดที่ทำพิเศษเพื่อการหา DO โดยเฉพาะ ขวดที่ใช้ต้องสะอาดปราศจากสารอินทรีย์ การทำความสะอาดควรล้างด้วยสารละลายโครมิค (Chromic Acid)แล้วล้างด้วยน้ำสะอาด ฉีดน้ำกลั่นล้างอีกหลายๆครั้ง คว่ำให้แห้ง

2) ตู้ควบคุมอุณหภูมิ ซึ่งควบคุมอุณหภูมิได้ที่ 20±1 องศาเซลเซียส และต้องมืด

3) อุปกรณ์เครื่องแก้วต่างๆ เช่น กระบอกตวง, บิวเรต, ขวดรูปกรวย เป็นต้น

4) เครื่องจ่ายลมบน แบบเดียวกับที่ใช้กับตู้เลี้ยงปลาสวยงามและหัวลูกฟู่ (หัวจ่ายลม)

### 1.2.5 สารเคมี

**1) น้ำกลั่น**

ต้องมีคุณภาพสูง ควรมีทองแดงน้อยกว่า 0.001 มก./ลิตร ปราศจากคลอรีน คลอรามีน สารอินทรีย์ กรดและด่าง (พีเอชต้องเป็นกลาง)

**2) สารละลายฟอสเฟตบัฟเฟอร์**

ละลายโปแตสเซียมไดไฮโดรเจนฟอสเฟส ($KH_2PO_4$) 8.5 กรัม ไดโซเดียมไฮโรเจนฟอสเฟตเฮปตะไฮเดรต ($Na_2HPO_4.7H_2O$) 33.4 กรัม ไดโปแตสเซียมไฮโดรเจนฟอสเฟต ($K_2HPO_4$) 21.75 กรัม และแอมโมเนียมคลอไรด์ ($NH_4Cl$) 1.7 กรัม ในน้ำกลั่น 500 มล. แล้วเจือจางให้เป็น 1 ลิตร

สารละลายนี้จะมีพีเอชเท่ากับ 7.2 ข้อควรระวัง ให้เททิ้งทันทีถ้าพบเห็นการเจริญเติบโตของเชื้อจุลินทรีย์ในขวดเก็บสารละลาย

**3) สารละลายแมกนีเซียมซัลเฟต**

ละลายแมกนีเซียมซัลเฟตเฮปต้าไฮเดรต ($MgSO_4.7H_2O$) จำนวน 22.5 กรัม ในน้ำกลั่นแล้วเจือจางเป็น 1 ลิตร

**4) สารละลายแคลเซียมคลอไรด์**

ละลายแคลเซียมคลอไรด์ปราศจากน้ำ (Anhydrous $CaCl_2$) 27.5 กรัม ในน้ำกลั่นแล้วเจือจางเป็น 1 ลิตร

**5) สารละลายเฟอริคคลอไรด์**

ละลายเฟอริคคลอไรด์เฮกซะไฮเดรต ($FeCl_2.6H_2O$) จำนวน 0.25 กรัม แล้วเจือจางเป็น 1 ลิตร

**6) สารละลายแมงกานีสซัลเฟต**

ละลายแมงกานีสซัลเฟตโมโนไฮเดรต ($MnSO_4.H_2O$) 364 กรัม หรือ แมงกานีสซัลเฟตเตตราไฮเดรต ($MnSO_4.4H_2O$) 480 กรัม หรือ แมงกานีสซัลเฟตไดไฮเดรต ($MnSO.2H_2O$) 400 กรัมในน้ำกลั่นกรองแล้วเจือจางเป็น 1 ลิตร

**7) สารละลายอัลคาไลน์-ไอโอไดด์-เอไซด์ (Alkali-Iodide-Azide reagent)**

ละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ (NaOH) 500 กรัม (หรือ โปแทสเซียมไอโอไดด์ 700 กรัม) และโซเดียมไอโอไดด์ (NaI) 135 กรัม (หรือโปแทสเซียมไอโอไดด์ 150 กรัม) ในน้ำกลั่นเจือจางเป็น 1 ลิตร และละลายโซเดียมเอไซด์ ($NaN_3$) 10 กรัมในน้ำกลั่น 40 มล. แล้วเติมลงในสารละลายข้างต้น

**8) กรดซัลฟุริกเข้มข้น (36N)**

**9) น้ำแป้ง**

ละลายแป้ง (Soluble starch) 2 กรัม ในน้ำกลั่นที่ร้อนปริมาตร 100 ลบ.ซม. และเติมกรดซาลิไซลิก (Salicylic Acid) 0.2 กรัม

**10) สารละลายโซเดียมไธโอซัลเฟต 0.1 นอร์มัล**

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

**11) สารละลายมาตรฐานโซเดียมไธโอซัลเฟต 0.0250 นอร์มัล**

เตรียมโดยเจือจางสารละลายโซเดียมไธโอซัลเฟต 0.1 นอร์มัล จำนวน 250 มล.ด้วยน้ำกลั่นให้เป็น 1 ลิตร เก็บรักษาโดยการเติมคลอโรฟอร์ม 5 มล.หรือใช้โซเดียมไฮดรอกไซด์ 0.4 กรัมต่อสารละลาย 1ลิตร สารละลายนี้ต้องนำมาหาความเข้มข้นที่แน่นอน(Standardization) ด้วยสารละลายมาตรฐานไดโครเมท

**12) สารละลายมาตรฐานโปแทสเซียมไดโครเมท 0.0250 นอร์มัล**

ละลายโปแทสเซียมไดโครเมทที่อบแห้งที่อุณหภูมิ 103 องศาเซลเซียส นาน 2 ชม.จำนวน 1.226 กรัมต่อน้ำกลั่น 1 ลิตร

**13) สารละลายโซเดียมซัลไฟต์ 0.025 นอร์มัล**

ละลายโซเดียมซัลไฟต์ปราศจากน้ำ ($Na_2SO_3$) 1.575 กรัม ในน้ำกลั่น 1 ลิตร (สารละลายนี้ไม่อยู่ตัวต้องเตรียมในวันที่จะใช้เท่านั้น)

**14) สารละลายมาตรฐานไบไอโอเดต 0.0021 M**

ละลาย $KH(IO_3)_2$ 812.4 มก. ในน้ำกลั่นให้เป็น 1 ลิตร

**15) น้ำกลั่น**

เตรียมน้ำกลั่น 1 ลิตร ในขวดพลาสติก เก็บในตู้เย็น 4°ซ

**การเตรียมตัวอย่างน้ำก่อนการวิเคราะห์**

1) ตัวอย่างน้ำไม่กลาง (ที่เป็นด่างหรือกรด) ต้องปรับพีเอชให้เป็นกลาง (13.5 ถึง 7.5) ก่อนด้วยโซเดียมไฮดรอกไซด์ 1 นอร์มัล หรือกรดซัลฟุริก 1 นอร์มัล โดยที่ปริมาตรของด่างหรือกรดที่เติมจะต้องไม่เจือจางตัวอย่างมากเกิน 0.5 เปอร์เซ็นต์
2) ตัวอย่างน้ำที่มีสารประกอบคลอรีนตกค้าง จะต้องกำจัดออกก่อนวิเคราะห์โดยให้ตั้งตัวอย่างน้ำทิ้งไว้1 - 2 ชั่วโมง คลอรีนตกค้างจะลดลงสลายไปเอง แต่ถ้าในตัวอย่างมีคลอรีนตกค้างปริมาณมากๆ ต้องกำจัดโดยการเติมสารละลายโซเดียมซัลไฟต์ ($Na_2SO_3$) การหาปริมาณสารละลายโซเดียมซัลไฟต์ที่จะใช้เติมลงในตัวอย่างน้ำเท่าใดนั้น ทำโดยนำตัวอย่างน้ำมาในปริมาณที่เหมาะสม (100 –1000 มล.) เติมกรดอะซิติก(1+1) หรือกรดซัลฟุริก (1+50) จำนวน 10 มล.เติมสารละลายโปแทสเซียมไอโอไดด์ 10 มล. (เตรียมโดยละลายโปแทสเซียมไอโอไดด์ 10 กรัม ในน้ำกลั่น 100 มล.) แล้วไตเตรตด้วยสารละลายโซเดียมซัลไฟต์ 0.025 นอร์มัล โดยใช้น้ำแป้งเป็นอินดิเคเตอร์ จนถึงจุดยุติ จากนี้ก็จะทราบปริมาณของโซเดียมซัลไฟต์ที่ใช้เติมลงไปในตัวอย่างน้ำที่จะหาค่าบีโอดี หลังจากเติมสารละลายโซเดียมซัลไฟต์ตามปริมาณที่คำนวณได้ลงในตัวอย่างแล้ว กวนให้เข้ากัน ตั้งทิ้งไว้ 10-20 นาที
3) ตัวอย่างน้ำที่มีโลหะหนัก หรือสารที่เป็นพิษชนิดอื่นเจือปนอยู่จะต้องศึกษาและกำจัดเสียก่อนเป็นเฉพาะกรณี
4) ตัวอย่างที่มีออกซิเจนละลายอิ่มตัวเกินไป เช่น ค่าออกซิเจนละลายมากกว่า 9 มก./ล. ที่อุณหภูมิ 20 องศาเซลเซียส ซึ่งอาจพบได้ในน้ำที่เย็นจัด หรือในน้ำที่มีการสังเคราะห์แสงเกิดขึ้นให้ลดออกซิเจนละลายอยู่ในขั้นอิ่มตัวโดยการเอาตัวอย่างใส่ขวดแล้วเขย่าแรงๆหรือโดยการเป่าอากาศลงไป ทั้งนี้เพื่อป้องกันการสูญเสียออกซิเจนละลายในการวิเคราะห์
5) เมื่อมีการเก็บรักษาตัวอย่างโดยการแช่เย็น ต้องทำให้ตัวอย่างอยู่ที่อุณหภูมิห้องเสียก่อนการวิเคราะห์

6) ในกรณีที่ตัวอย่างน้ำเกิดไนตริฟิเคชั่น ทำการยับยั้งได้โดยเติม2-คลอโร 6-ไตรคลอโรเมิ์ทธิล (CTCMP) 3มิลลิกรัมต่อตัวอย่างขนาด 300 มล. หรือเติมในน้ำเจือจางจนมีความเข้มข้น 10 มก./ลิตร ก่อนก็ได้

**สาเหตุที่อาจทำให้การวิเคราะห์บีโอดีผิดพลาด**

1) การเปลี่ยนแปลงของอุณหภูมิ ถ้าอุณหภูมิไม่คงที่ ( 20 องศาเซลเซียส) เพิ่มขึ้น หรือลดลง ตลอดเวลา 5 วัน จะทำให้ค่าบีโอดีเพิ่มขึ้นหรือลดลง จากค่าบีโอดีที่เป็นจริงได้
2) ส่วนประกอบของน้ำเจือจาง ต้องมีคุณสมบัติที่เหมาะสม เช่น ค่าพีเอชอยู่ในช่วง 13.5 – 8.5 มีสารอาหารที่จำเป็น ไม่มีสารพิษต่อแบคทีเรีย เป็นต้น
3) การเลือกเจือจางปริมาณตัวอย่าง ถ้าเลือกไม่เหมาะอาจทำให้ค่าผิดพลาดได้ ควรเลือกให้แบคทีเรียมีการใช้ออกซิเจนละลาย ภายในเวลา 5 วัน ประมาณ 50 เปอร์เซ็นต์
4) สารยับยั้งการเจริญเติบโตของแบคทีเรีย เช่น พวกโลหะหนักและสารพิษ จะไประงับการเจริญเติบโตของแบคทีเรียหรือฆ่าแบคทีเรีย ทำให้ค่าที่ได้ผิดพลาดต่ำกว่าความเป็นจริง
5) การเกิดไนตริฟิเคชั่น น้ำที่ได้รับการบำบัดแล้วหลายชนิดที่มีไนตริฟิเคชั่นเกิดขึ้น จะทำให้ค่าบีโอดีสูงกว่าความเป็นจริง เพราะออกซิเจนถูกนำไปในการออกซิไดส์สารอนินทรีย์ไนโตรเจน
6) ผลของจุลินทรีย์พวกที่ไม่ใช้ออกซิเจน น้ำที่มาจากแหล่งที่มีออกซิเจนต่ำแบคทีเรียที่มีอยู่ในน้ำจะต้องปรับตัว 2-3 วัน เพื่อปรับสภาวะจากที่ใช้ออกซิเจนน้อยหรือไม่ต้องการออกซิเจนให้เป็นพวกใช้ออกซิเจน ดังนั้นค่าบีโอดีจึงต่ำกว่าปกติ
7) สาเหตุอื่นๆ เช่น มีสารรบกวน ในการหาค่าออกซิเจนละลาย

## วิธีวิเคราะห์บีโอดีแบบโดยตรง (Direct Method)

**ก. วิธีวิเคราะห์**

1. นำตัวอย่างน้ำมาปรับอุณหภูมิให้ได้ประมาณ 20 องศาเซลเซียส
2. เติมออกซิเจนโดยการเติมอากาศผ่านหัวลูกฟู่ (หัวจ่ายลม) จนออกซิเจนละลายอิ่มตัว
3. เติมตัวอย่างน้ำใส่ลงขวดบีโอดีจนเต็ม 2 ขวด ปิดจุกให้สนิทและมีน้ำหล่อที่ปากขวด
4. นำขวดหนึ่งมาหาค่าออกซิเจนละลาย ถือว่าเป็นค่าออกกซิเจนละลายที่มีเริ่มต้น สมมติ เป็น $DO_0$ ด้วยวิธี The Azide Modification of the Winkler Method
5. นำอีกขวดหนึ่งใส่ในตู้ควบคุมอุณหภูมิ ที่อุณหภูมิ $20^0$ซ. เป็นเวลา 5 วัน เมื่อครบ 5 วันแล้วนำตัวอย่างนั้นมาหาค่าออกซิเจนละลายที่เหลืออยู่ สมมติเป็น $DO_5$

**การคำนวณ**

| ค่าบีโอดี (มก.ออออกซิเจน/ลิตร) = $DO_0$ - $DO_5$ |
|---|

เมื่อ BOD = ค่าของปริมาณออกซิเจนที่ถูกใช้ไปในเวลา 5 วัน (มก./ล.)
$DO_0$ = ค่าออกซิเจนละลายที่หาได้ในวันเริ่มต้น
$DO_5$ = ค่าออกซิเจนละลายที่หาได้ในวันที่ 5

## วิธีวิเคราะห์บีโอดีแบบเจือจาง (Dilutiion Method )

**1. No Seeding**

ใช้สำหรับน้ำตัวอย่างที่มีปริมาณและชนิดของจุลินทรีย์ต่างๆ ที่ใช้ในการย่อยสลายสารอินทรีย์ในน้ำตัวอย่างมากพอสมควร เพื่อให้เกิดสภาวะที่เหมาะสมที่สุด สำหรับการเจริญเติบโตของจุลินทรีย์

**วิธีเตรียมน้ำเจือจาง (Dilution water)**

น้ำเจือจางหมายถึงน้ำสะอาดซึ่งมีออกซิเจนละลายอยู่มากหรือเกือบอิ่มตัว วิธีเตรียมทำได้โดยการพ่นอากาศเข้าไปในน้ำ น้ำสำหรับเจือจางจะต้องมีพีเอชที่เหมาะและมีสารจำเป็นแก่การเจริญเติบโตของแบคทีเรียวิธีเตรียมมีดังนี้

1. นำน้ำกลั่นที่ปราศจากสารพิษ (กลั่นด้วยเครื่องกลั่นแก้ว) จำนวนมากกว่าที่จะใช้ 1 ลิตร มาทำการปรับอุณหภูมิให้อยู่ระหว่าง $20^0$ซ.

2. ปรับสภาพน้ำให้เหมาะสมกับการดำเนินชีวิตของจุลินทรีย์ โดยเติมสารละลายฟอสเฟตบัฟเฟอร์ แมกนีเซียมซัลเฟต แคลเซียมคลอไรด์ และเฟอริกคลอไรด์ อย่างละ 1 มล. ต่อน้ำกลั่น 1 ลิตร
3. เป่าอากาศที่สะอาดเพื่อเพิ่มออกซิเจนในน้ำให้มีออกซิเจนละลายอิ่มตัว อย่างน้อย 1 ชั่วโมง

**วิธีวิเคราะห์**

1. การเลือกปริมาณตัวอย่างที่จะใช้ ถ้าไม่ทราบค่าบีโอดีประมาณของตัวอย่างน้ำ ต้องหาซีโอดีก่อนหรืออาจจะดูค่า Rapid COD (ซีโอดีอย่างง่าย) พร้อมกับพิจารณาลักษณะของตัวอย่างน้ำ แหล่งเก็บตัวอย่างน้ำร่วมด้วย เพื่อกะปริมาณค่าบีโอดี เช่น น้ำตัวอย่างที่มีค่าของแข็งละลายมาก ควรจะมีค่าบีโอดี ร้อยละ 60 - 70 ของซีโอดี หรือเมื่อทราบว่าเป็นน้ำเสียชุมชนก็ควรจะมีค่าบีโอดี ระหว่าง 100-300 มก./ลิตร การเลือกปริมาณตัวอย่างนิยมเลือกให้มีปริมาณออกซิเจนเหลืออยู่อย่างน้อย 1 มก./ลิตรและควรจะมีการใช้ออกซิเจนอย่างน้อย 2 มก./ลิตร เมื่อทราบว่าค่าบีโอดีโดยประมาณ ควรเลือกปริมาณตัวอย่างที่คาดว่าจะให้ค่าบีโอดีอยู่ในช่วงที่กำหนดแล้วจึงเลือกปริมาณตัวอย่างที่ใช้ให้สูงและต่ำกว่าที่อยู่ติดกันตามตารางเช่น ประมาณค่า BOD ไว้ประมาณ 100 มก./ลิตร จะเลือกใช้ปริมาณตัวอย่าง 10 มล. เลือกสูงขึ้นเป็น 5 มล. และต่ำกว่าเป็น 20 มล. (อย่างน้อย 3 ความเข้มข้น)

**ตารางที่ 1 การเลือกขนาดตัวอย่างและอัตราเจือจางสำหรับช่วง BOD ต่างๆ**

| ปริมาณตัวอย่าง (มล.) | ช่วงบีโอดี (มก./ลิตร) | 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 |
| 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 | 06 |
| 100 | 6 - 21 | 3 |
| 300 | 0 - 7 | 1 |

2. เมื่อเลือกปริมาณตัวอย่างแล้ว ปิเปตตัวอย่างตามจำนวนที่เลือกไว้ลงในขวดบีโอดี ขนาด 300 มล. อย่างละ 2 ขวด เติมน้ำสำหรับใช้เจือจางจนเต็มขวดบีโอดี ต้องระมัดระวังพยายามอย่าให้เกิดฟองอากาศ ปิดฝาให้แน่น นำขวดบีโอดีขวดหนึ่งของแต่ละปริมาตรที่เลือก มาหาค่าออกซิเจนละลายที่มีเริ่มต้น สมมติเป็น $DO_0$ ส่วนอีกขวดนำไปบ่มที่ตู้ควบคุมอุณหภูมิที่อุณหภูมิ 20° ซ. เป็นเวลา 5 วัน

3.เมื่อครบ 5 วัน นำขวดบีโอดีที่บ่มไว้มาหาค่าออกซิเจนละลายที่เหลืออยู่ สมมติเป็น $DO_5$

การคำนวณค่าบีโอดี ทำได้ดังนี้

| ค่าบีโอดี( มก.ออกซิเจน/ลิตร) = $(DO_0-DO_5)$ x อัตราส่วนเจือจาง |
|---|

เมื่อ $DO_0$ = ค่าออกซิเจนละลายที่ไตเตรตได้ในวันแรก

$DO_5$ = ค่าออกซิเจนละลายที่ไตเตรตได้ในวันที่ 5

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

**ตัวอย่าง** เมื่อนำน้ำเสียมาหาค่าบีโอดีด้วยการเจือจางโดยใช้ตัวอย่างปริมาตร 5, 10 และ 20 มล. ปรากฏว่ามีค่าออกซิเจนละลายเริ่มต้นเท่ากับ 7.0 มก./ลิตร เท่ากัน และเมื่อนำมาหาค่าออกซิเจนละลายในวันที่ 5 มีออกซิเจนละลายเหลืออยู่ 5.0 และ 3.0 มก./ลิตร ตามลำดับ ส่วน 20 มล. ไม่เหลือออกซิเจนละลาย

เมื่อใช้ปริมาตรตัวอย่าง 5 มล.

อัตราส่วนเจือจาง = 300/5 = 60

BOD ของน้ำเสีย = (7.0-5.0) x 60 = 120 mg/l

เมื่อใช้ปริมาตรตัวอย่าง 10 มล.

อัตราส่วนเจือจาง = 300/10 = 30

BOD ของน้ำเสีย = (7.0-3.0) x 30 = 120 mg/l

เมื่อใช้ปริมาตรตัวอย่าง 20 มล. ออกซิเจนละลายถูกใช้หมด จึงไม่สามารถรายงานค่า BOD ได้

**การตรวจสอบและควบคุมคุณภาพน้ำเจือจาง**

รินน้ำกลั่นที่ใช้เจือจางแต่ไม่ได้ใส่หัวเชื้อลงในขวดบีโอดี 2 ขวด ปิดจุกแล้วเอาขวดหนึ่งมาบ่มที่ 20 องศาเซลเซียส ส่วนอีกขวดนำไปหาปริมาณออกซิเจนละลายทันที ปริมาณออกซิเจนละลายที่ถูกใช้ไปจะแสดงให้เห็นถึงคุณภาพของน้ำกลั่นที่ใช้เป็นน้ำเจือจาง น้ำเจือจางไม่ควรมีค่าออกซิเจนละลายลดเกินกว่า 0.2 มก./ลิตร และถ้าจะให้ดียิ่งขึ้นไม่ควรลดเกิน 0.1มก./ลิตร น้ำเจือจางที่มีความต้องการออกซิเจนมากกว่า 0.2 มก./ลิตร อาจแสดงว่าน้ำสกปรก จะต้องมีการเตรียมน้ำเจือจางใหม่ที่สะอาดกว่านี้ อนึ่งความต้องการออกซิเจนของน้ำเจือจางไม่ควรนำไปใช้คำควณค่าบีโอดีของตัวอย่างน้ำ

**2. Seeding**

เป็นการเติมหัวเชื้อจุลินทรีย์ (Seeding) เพื่อต้องการให้มีจำนวนจุลินทรีย์ที่มากพอในการย่อยสลายสารอินทรีย์ในน้ำทิ้ง ใช้สำหรับตัวอย่างน้ำที่ไม่มีจุลินทรีย์อยู่เลยหรือมีอยู่ในปริมาณที่น้อยมากและไม่ Active

**วิธีวิเคราะห์**

1. การเลือกปริมาณตัวอย่างและวิธีทำเหมือนกับกรณีไม่ต้องเติมหัวเชื้อ เพียงแต่ต้องเติมหัวเชื้อปริมาณเท่ากันในแต่ละชุด ปริมาตรของหัวเชื้อที่จะใช้ควรมีค่าบีโอดีประมาณ 0.6 - 1.0 มก./ลิตร เนื่องจากการเติมหัวเชื้อเช่นนี้ ทำให้ปริมาณการใช้ออกซิเจนละลายเพิ่มขึ้น จึงต้องทำการแก้ค่าบีโอดีที่ผิดพลาดเนื่องจากการเติมหัวเชื้อ (Seed correction) ทุกครั้งเพื่อนำมาหาค่าบีโอดีที่แท้จริงของตัวอย่าง ปริมาตรของหัวเชื้อที่ใช้เติมไม่ควรเกิน 5 มล. ปกติจะใช้ Seed 1 – 2 มิลลิลิตรต่อลิตรของ Dilution water (น้ำเจือจาง)

2.การแก้ค่าเนื่องจากการเติมหัวเชื้อ กระทำโดยนำหัวเชื้อมาหาค่าการใช้ออกซิเจน หรือหาค่าบีโอดี เริ่มด้วยการหาค่าออกซิเจนละลายเริ่มต้น (B1) แล้วนำไปบ่มที่อุณหภูมิ 20องศาเซลเซียส ครบเวลา 5 วัน จึงนำมาหาค่าออกซิเจนละลาย

การคำนวณหาบีโอดี ทำได้ดังนี้

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

เมื่อ D1 = ค่าออกซิเจนละลายเริ่มต้นของตัวอย่างที่มีการเติมหัวเชื้อ

D5 = ค่าออกซิเจนละลายที่เวลาห้าวันของตัวอย่างที่มีการเติมหัวเชื้อ

B1 = ค่าออกกซิเจนละลายเริ่มต้นของหัวเชื้อ

B2 = ค่าออกซิเจนละลายที่เวลาห้าวันของหัวเชื้อ



ศูนย์บรรณสารและสื่อการศึกษา
มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีสุรนารี

$$F = \frac{\text{ปริมาตรของหัวเชื้อที่เติมในขวดบีโอดีตัวอย่าง}}{\text{ปริมาตรของหัวเชื้อที่ใช้ในการทำ seed Correction}}$$

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

**ตัวอย่าง** น้ำทิ้งจากระบบบำบัดน้ำเสียผ่านการเติมคลอรีน เมื่อนำมาหาค่า BOD โดยวิธีการเติมหัวเชื้อหลังการกำจัดคลอรีน โดยเลือกใช้ปริมาณตัวอย่าง 30 มล. และปริมาณหัวเชื้อที่จะใช้เติม 2.0 มล. ปรากฏว่ามีค่าออกซิเจนละลายเริ่มต้น 7.0 มก./ลิตร หลังจากบ่ม 5วัน ค่าออกซิเจนละลายลดลงเหลือ 2.0 มก./ลิตร พร้อมกันนี้ได้ทำ Seed correction ไปด้วยโดยใช้ปริมาณหัวเชื้อ 10 มล. มีออกซิเจนละลายเริ่มต้น 7.0 มก./ลิตร และเมื่อเวลา 5 วัน เหลือออกซิเจน 3.0 มก./ลิตร

BOD (มก.ออกซิเจน/ลิตร) = [ (D1-D2) – (B1-B2)f ] x อัตราเจือจาง

F = 2/10 = 0.2

อัตราเจือจาง = 300/30 = 10

BOD น้ำทิ้ง = [ (7.0 - 2.0) – (7.0 – 3.0) x 0.2 ] x 10

= [ 5 – (4x 0.2) ]x10

= 42 มก./ลิตร

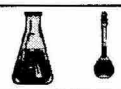
มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีสุรนารี

**ข้อเสนอแนะในการหาบีโอดี**

1. การเลือกปริมาตรตัวอย่าง ถ้าไม่ทราบว่าจะเลือกใช้ปริมาตรเท่าใด ควรหาค่าซีโอดีก่อน หรือถ้าจะให้รวดเร็วควรดูจากค่า Rapid COD มาพิจารณา แต่น้ำบางชนิดมีค่าซีโอดีและบีโอดีที่แตกต่างกันมาก ควรต้องพิจารณาลักษณะน้ำและแหล่งที่มาของน้ำประกอบด้วย ควรจะมีการบันทึกข้อมูลเก็บไว้เพื่อนำมาใช้พิจารณาในครั้งต่อๆไปได้
2. น้ำสำหรับเจือจาง ควรเตรียมในวันที่จะวิเคราะห์และต้องแน่ใจว่าน้ำเจือจางอิ่มตัวด้วยออกซิเจน ภาชนะใส่น้ำเจือจางเมื่อใช้เสร็จแล้วควรเททิ้งและล้างให้สะอาดเพื่อกันส่าหร่ายเจริญบางชนิด
3. ขวดบีโอดีที่นำไปบ่มในตู้ควบคุมอุณหภูมิต้องปิดจุกขวดให้แน่น และใช้น้ำกลั่นหล่อบนจุกขวดเสมอ หรือมีฝาครอบกันน้ำระเหย
4. อุปกรณ์เครื่องแก้วต่างๆ ต้องมั่นใจว่าสะอาดปราศจากสารอินทรีย์และไม่มีสารอินทรีย์ปนเปื้อน

การตรวจวิเคราะห์น้ำทางเคมี

DO BOD



ดร.ประพัฒน์ เป็นตามวา

สาขาวิชาอนามัยสิ่งแวดล้อม

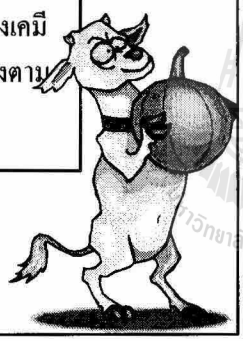
มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีสุรนารี

## หัวข้อปฏิบัติการ

- วัตถุประสงค์
- หลักการของ DO BOD เครื่องมือและอุปกรณ์ สารเคมี
- วิธีการวิเคราะห์
- การวิเคราะห์ข้อมูล สรุปผล และรายงานผล

## วัตถุประสงค์

- เพื่อให้นักศึกษามีความรู้ความเข้าใจการตรวจวิเคราะห์คุณภาพน้ำทางเคมี ได้แก่ DO BOD ได้อย่างถูกต้องตามวิธีมาตรฐานกำหนด



## ขั้นตอนการศึกษา

- ให้นักศึกษาแต่ละกลุ่มทำปฏิบัติการ โดยนำน้ำตัวอย่างทำการวิเคราะห์ตามขั้นตอนดังต่อไปนี้
- ทำการวิเคราะห์ค่าออกซิเจนละลายน้ำ (DO) และ BOD ด้วยวิธี Azide Modification of the Winkler Method
- จัดทำรายงานอภิปรายสรุปผลการปฏิบัติการ
- นำเสนอผลการปฏิบัติการ

## หลักการ

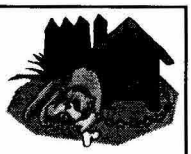
- ดีโอ Dissolved Oxygen, DO ปริมาณออกซิเจนที่ละลายอยู่ในน้ำ น้ำเสีย หรือของเหลวอื่นๆ โดยปกติจะวัดเป็นมิลลิกรัมต่อลิตร ส่วนในล้านส่วน หรือเปอร์เซนต์การอิ่มตัว

## การวิเคราะห์ Dissolve Oxygen, DO

- วิธี The Azide Modification of the Winkler Method
- เครื่องมือและอุปกรณ์
  - ขวดบีโอดี ขนาด 300 มล. พร้อมจุกแก้วที่เป็น ground joint
  - กระบอกตวงขนาด 250 มล.
  - ขวดเออร์เลนเมเยอร์ ขนาด 250 มล.
  - บิวเรตต์

การวิเคราะห์ Dissolve Oxygen, DO

## สารเคมี



- สารละลายแมงกานีสซัลเฟต
- สารละลายอัลคาไล-ไอโอไดด์-เอไซด์
- กรดซัลฟุริกเข้มข้น (36 นอร์มัล)
- น้ำแป้ง
- สารละลายมาตรฐานโซเดียมไธโอซัลเฟต 0.025 นอร์มัล
- สารละลายมาตรฐานโพแทสเซียมไบไอโอเดต 0.025 นอร์มัล
- สารละลายมาตรฐานโพแตสเซียมฟลูออไรด์
- ความเข้มข้นที่แน่นอนของสารละลายโซเดียมไธโอซัลเฟต

การวิเคราะห์ Dissolve Oxygen, DO

## วิธีวิเคราะห์

- เติมตัวอย่างน้ำที่จะวิเคราะห์ลงในขวดบีโอดีให้เต็ม ระวังอย่าให้มีฟองอากาศ
- เติมสารละลายแมงกานีสซัลเฟต 1 มล. และสารละลายอัลคาไล-ไอโอไดด์-เอไซด์ 1 มล.โดยให้ปลายปิเปตอยู่ข้างขวด ปิดจุกขวด ระวังอย่าให้มีฟองอากาศ เขย่าให้เข้ากันโดยการกลับขวดไปมาประมาณ 15 ครั้ง แล้วตั้งทิ้งให้ตกตะกอน (จะเกิดตะกอนสีน้ำตาล และถ้าเกิดตะกอนสีขาวแสดงว่าตัวอย่างน้ำไม่มีออกซิเจนละลาย ) จนได้ปริมาณน้ำใสประมาณ ½ ขวด

การวิเคราะห์ Dissolve Oxygen, DO

## วิธีวิเคราะห์

- เปิดจุกออกแล้วเติมกรดซัลฟุริกเข้มข้น 1 มล.โดยปล่อยให้กรดค่อยๆ ไหลลงไปตามข้างๆคอขวดโดยให้ปลายปิเปตอยู่เหนือผิวน้ำ ปิดจุกขวดก่อนตะกอนจะล้นออกจากปากขวด เขย่าให้เข้ากันโดยการกลับขวดไปมาจนกระทั่งตะกอนละลายหมด
- ใช้ตัวอย่างน้ำจากขวดในข้อ 3 เท่ากับ 201 มล. เพื่อนำไปไทเทรตกับสารละลายมาตรฐานโซเดียมไธโอซัลเฟต 0.025 นอร์มัล จนกระทั่งสารละลายมีสีเหลืองอ่อน เติมน้ำแป้ง 2-3 หยด (1 มล.) จะได้สีน้ำเงินเข้ม แล้วไทเทรตจนถึงจุดยุติเป็นสารละลายไม่มีสี จดปริมาตรสารละลายมาตรฐานโซเดียมไธโอซัลเฟตที่ใช้

การวิเคราะห์ Dissolve Oxygen, DO

## การคำนวณ

- ปริมาตรออกซิเจนละลาย (มก./ล.) = ปริมาตรสารละลายมาตรฐานโซเดียมไธโอซัลเฟต (มล.)

(ถ้าใช้ตัวอย่างน้ำในการไทเทรต 200 มล. สารละลายมาตรฐานโซเดียมไธโอซัลเฟต 0.025 นอร์มัล จำนวน 1 มล. จะมีค่าเท่ากับออกซิเจนละลาย 1 มก./ล.)

## หลักการ

- บีโอดี Biochemical Oxygen Demand, BOD ความต้องการออกซิเจนทางชีวเคมี เป็นค่าวัดความสกปรกของน้ำในรูปค่าอินทรียสาร ปริมาณออกซิเจนที่แบคทีเรียใช้ในการย่อยสลายสารอินทรีย์ในเวลา 5 วัน ที่อุณหภูมิ 20 °C มีหน่วยเป็นมิลลิกรัมต่อลิตร

## การวิเคราะห์ค่า BOD

### วิธีวิเคราะห์

- นำน้ำกลั่นมาปรับอุณหภูมิให้ได้ประมาณ 20 °C ปรับสภาพน้ำเติมออกซิเจนจนออกซิเจนละลายอิ่มตัว
- เติมตัวอย่างน้ำใส่ลงขวดบีโอดี เติมน้ำเจือจาง ปิดจุกให้สนิทและมีน้ำหล่อที่ปากขวด
- นำขวดหนึ่งมาหาค่า $DO_0$ ด้วยวิธี The Azide Modification of the Winkler Method
- นำอีกขวดหนึ่งใส่ใน Incubator $20^0$ซ. 5 วัน เมื่อครบ 5 วันแล้วนำตัวอย่างนั้นมาหาค่า $DO_5$

## การวิเคราะห์ค่า BOD

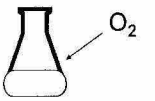
**วิธีวิเคราะห์ BOD No seeding ในปฏิบัติการนี้**

- **ควรวิเคราะห์ Rapid COD**
- **เตรียมน้ำเจือจาง 2 ลิตรทุกกลุ่ม**
- **วิเคราะห์หา BOD 2 Dilution**
- **วิเคราะห์ $DO_0$ ในแต่ละ Dilution**
- **Blank น้ำเจือจาง 3 ขวด ($DO_0$ + $DO_{5\ Duplicate}$)**
- **ครบ 5 วัน วิเคราะห์หา $DO_5$**

## สรุป: No Seeding

1. **เตรียม** Dilution Water

1 ml, ฟอสเฟตบัฟเฟอร์ แมกนีเซียมซัลเฟต
แคลเซียมคลอไรด์ เฟอริคคลอไรด์




1L of Distilled water : ปรับให้ได้ Temp. 20°C

2. เลือกปริมาณตัวอย่างที่จะใช้ ดูในตาราง ในเรื่อง BOD
3. ปิเปตน้ำตัวอย่างตามที่ปริมาณที่เลือกไว้ แล้วเติม Dilution water จนเต็มขวดบีโอดี ตัวอย่างละ 2 ขวด
4. นำ 1 ขวดของแต่ละตัวอย่างมาหาค่าออกซิเจนละลาย ($DO_0$) ใช้วิธี Azide Modification
5. นำ 1 ขวดของแต่ละตัวอย่างไปบ่มไว้ที่ 20°ซ เป็นเวลา 5 วัน ($DO_5$)

## การวิเคราะห์ค่า BOD

### การคำนวณ

**ค่าบีโอดี (mg $O_2$/l) = $DO_0$ - $DO_5$ x อัตราส่วนเจือจาง**

เมื่อ **BOD = ค่าของปริมาณออกซิเจนที่ถูกใช้ไปในเวลา 5 วัน (มก./ล.)**
**$DO_0$ = ค่าออกซิเจนละลายที่หาได้ในวันเริ่มต้น**
**$DO_5$ = ค่าออกซิเจนละลายที่หาได้ในวันที่ 5**

อัตราส่วนเจือจาง = **ปริมาตรน้ำเต็มขวดบีโอดี (300 ml) / ปริมาตรตัวอย่างที่ใช้**

## วิธี Azide Modification ในการหา DO

1 ml, $MnSO_4$ 1 ml, Alkali-iodide-azide

เขย่ากลับขวดไปมา 15 ครั้ง แล้วตั้งทิ้งไว้ให้ตกตะกอน (**สีน้ำตาล**)
ได้น้ำใสประมาณครึ่งขวด

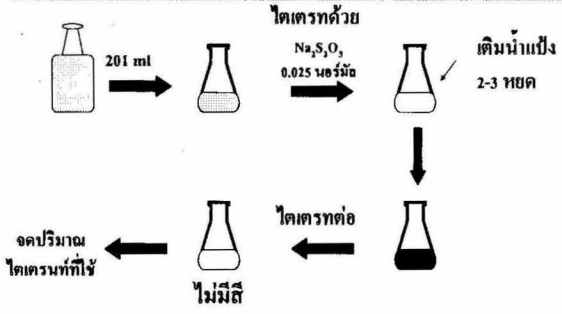
## วิธี Azide Modification (ต่อ)

1 ml, conc. $H_2SO_4$

เขย่ากลับขวดไปมา จนกระทั่งตะกอนละลายหมด

มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีสุรนารี

## วิธี Azide Modification (ต่อ)




- ปริมาณออกซิเจนละลาย (มก./ลิตร) = ปริมาณ $Na_2S_2O_3$ ที่ใช้

## ทำ Standardization ของ $Na_2S_2O_3$

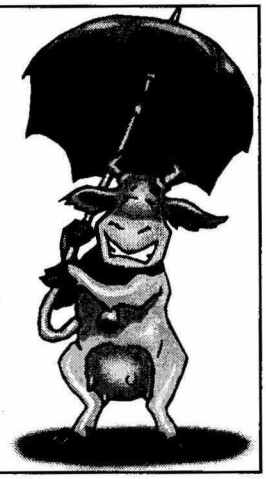
1. ละลาย KI 2 กรัม ในน้ำกลั่น 150 มล. ใน flask
2. เติม conc. $H_2SO_4$ 2-3 หยด
3. เติม สารละลายมาตรฐานไบไอโอเดต 20 มล.
4. เติมน้ำกลั่นให้เป็น 200 มล.
5. ไตเตรทด้วยสารละลายมาตรฐานโซเดียมไธโอซัลเฟต ($Na_2S_2O_3$)
6. เติมน้ำแป้งเมื่อสีของสารละลายเป็นสีเหลืองอ่อน
7. ไตเตรทต่อจนสารละลายใสไม่มีสี

## การวิเคราะห์ข้อมูล

- ให้นำเสนอผลการศึกษาในรูปตาราง
- วิเคราะห์ความสัมพันธ์ของผลการศึกษาในแต่ละ Parameter
- วิเคราะห์ความสัมพันธ์ของผลการศึกษากับมาตรฐานที่เกี่ยวข้อง

## สรุป

- การส่งรายงาน
- คำถาม
- เริ่มปฏิบัติการ



มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีสุรนารี

# ซีโอดี (Chemical Oxygen Demand, COD)

การวิเคราะห์หาซีโอดีเป็นวิธีวิเคราะห์หาความสกปรกของน้ำเสียต่างๆ โดยเป็นการวัดปริมาณออกซิเจนทั้งหมดที่ใช้ในการออกซิไดซ์สารอินทรีย์ของน้ำเสียเพื่อให้เกิดคาร์บอนไดออกไซด์และน้ำเป็นผลปฏิกิริยาสุดท้าย นอกจากนี้พวกกรดอะมิโนจะถูกเปลี่ยนเป็นแอมโมเนียไนโตรเจน เงื่อนไขสำคัญในการวิเคราะห์ซีโอดี คือ ปฏิกิริยาออกซิเดชันต้องเกิดขึ้น โดยอาศัยออกซิไดซิงเอเจนต์ (Oxidizing Agent) อย่างแรง ภายใต้สภาวะที่เป็นกรดเข้มข้นและมีอุณหภูมิสูง หลักการของซีโอดีจะคล้ายกับบีโอดีคือ สารอินทรีย์ในน้ำจะถูกออกซิไดซ์จนได้คาร์บอนไดออกไซด์กับน้ำ เพียงแต่บีโอดีต้องใช้แบคทีเรียในการย่อยสลาย ส่วนซีโอดีใช้ออกซิไดซิงเอเจนต์ ซีโอดีและบีโอดีต่างเป็นพารามิเตอร์ที่ใช้แสดงค่าความเข้มข้นของสารอินทรีย์ในน้ำ แต่ซีโอดีไม่สามารถจะบอกได้ถึงความยากง่ายในการย่อยสลายทางชีวภาพได้ เนื่องจากสารอินทรีย์จะถูกออกซิไดซ์ได้เกือบหมดไม่ว่าจะสามารถออกซิไดซ์ได้ทางชีวภาพหรือไม่ แม้กระนั้นซีโอดีก็มีข้อดีที่ใช้เวลาในการหาเพียง 3 ชม. ในขณะที่การหาบีโอดีใช้เวลาถึง 5 วัน มีตัวแปรผันน้อยกว่าค่าที่ได้มีความแน่นอนน่าเชื่อถือกว่าและสารมีพิษไม่ขัดขวางการหาซีโอดี โดยปกติซีโอดีมักมีค่าสูงกว่าบีโอดี อัตราส่วนของค่าซีโอดีและค่าบีโอดีสำหรับน้ำเสียชนิดต่างๆมีค่าไม่เท่ากันเพราะส่วนประกอบของน้ำเสียไม่เหมือนกัน อัตราส่วนระหว่างบีโอดีและซีโอดี (BOD:COD) อาจเป็นไปได้ตั้งแต่ 0.1-0.8 แต่ไม่เกิน1 บีโอดีอาจมีค่าสูงกว่าซีโอดีได้แต่มีโอกาสน้อยมาก

มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีสุรนารี

ซีโอดีมีประโยชน์ สรุปได้ดังนี้

1. ถ้าใช้พิจารณาร่วมกับค่าบีโอดี ทำให้บอกได้ว่าน้ำเสียมีแนวโน้มในการย่อยสลายโดยทางชีววิทยาได้ยากหรือง่ายเพียงใด
2. ใช้ในการประมาณค่าบีโอดีอย่างคร่าวๆ ถ้ารู้แหล่งกำเนิดหรือที่มาของตัวอย่างน้ำ
3. เป็นข้อมูลพื้นฐานที่ใช้ในการคำนวณออกแบบระบบบำบัดน้ำเสีย
4. เป็นข้อมูลที่มีประโยชน์สำหรับการควบคุมระบบบำบัดน้ำเสีย
5. ใช้บอกความสกปรกของน้ำเสียจากโรงงานอุตสาหกรรมต่างๆหรือจากบ้านเรือนได้
6. ผลการวิเคราะห์ค่าซีโอดีเมื่อพิจารณาร่วมกับค่าบีโอดีสามารถบอกได้ว่าน้ำนั้นมีสารเป็นพิษหรือไม่

**วิธีวิเคราะห์ซีโอดีโดยใช้ไดโครเมตเป็นออกซิไดซิง เอเจนต์ มี 2 วิธีดังนี้**

1. วิธีรีฟลักซ์แบบเปิด (Open Reflux Method)
2. วิธีรีฟลักซ์แบบปิด (Close Reflux Method)

วิธีรีฟลักซ์แบบเปิดเหมาะสำหรับหาค่าซีโอดีในช่วงกว้างๆ ต้องการใช้ปริมาณตัวอย่างมาก ส่วนวิธีรีฟลักซ์แบบปิดจะใช้ปริมาณตัวอย่างน้อยกว่าและจะประหยัดการใช้สารเคมี แต่ก็เหมาะกับตัวอย่างน้ำที่มีสารแขวนลอยที่เข้ากันเป็นเนื้อเดียวกัน วิธีรีฟลักซ์ยังแบ่งออกได้ 2 แบบคือ การไตเตรทและการเทียบสี แต่ในที่นี้จะกล่าวเฉพาะวิธีไตเตรทเพราะเป็นวิธีที่ง่าย สะดวก รวดเร็วและให้ผลถูกต้อง

## 1. วิธีรีฟลักซ์แบบเปิด (Open Reflux Method)

**หลักการ**

ภายใต้สภาวะการรีฟลักซ์ในสารละลายกรดซัลฟุริกเข้มข้นที่มีอุณหภูมิสูง สารอินทรีย์ในน้ำจะถูกออกซิไดซ์โดยสารละลายโพแทสเซียมไดโครเมทที่เหลือโดยนำไปไตเตรทกับเฟรัสแอมโมเนียซัลเฟต (Ferrous Ammonium Sulfate, FAS) และใช้เฟอโรอิน (Ferroin) เป็นอินดิเคเตอร์ ทำให้ทราบปริมาณของโพแทสเซียมไดโครเมท ที่ใช้ในการออกซิไดซ์สารอินทรีย์ได้ ปฏิกิริยาต่างๆ ที่เกิดขึ้นเป็นดังนี้

1. เมื่อรีฟลักซ์ด้วย $K_2Cr_2O_7 + H_2SO_4$

$$CHO + Cr_2O^{2-}_7 + H^+ \rightarrow CO_2 + H_2O + Cr^{+3} + Cr_2O^{-2}_7$$

(เกินพอ) (เหลือ)

2. หาปริมาณ $Cr^{-2}_7$ ที่เหลือโดยการไตเตรทด้วย FAS มีเฟอโรอินเป็นอินดิเคเตอร์

$$6Fe^{+2} + Cr_2O^{-2}_7 + 14H^+ \rightarrow 6Fe^{+3} + 2Cr^{+3} + 7H_2O$$

(สีเหลือง) (สีน้ำตาลแดง)

$Cr_2O^{-2}_7$ ที่เหลือจะทำปฏิกิริยากับ $Fe^{2+}$ (FAS) ได้โครมิค ($Cr^{+3}$) จนหมด แล้ว $Fe^{2+}$ จึงทำปฏิกิริยากับเฟอโรอินได้สารประกอบสีน้ำตาลแดงซึ่งแสดงจุดยุติของการไตเตรท

**สิ่งรบกวนการวิเคราะห์**

1. สารอินทรีย์คาร์บอนบางตัว (เช่น พวกกรดไขมันที่มีน้ำหนักโมเลกุลต่ำๆ) ไม่ถูกออกซิไดซ์โดยโครเมต ทำให้ผลที่ได้น้อยกว่าจริง แก้ไขได้โดยการเติม $Ag_2SO_4$ ให้ $Ag^+$ เป็นตัวคะตะลิสต์

2. สารรีดิวซิงเอเจนต์ที่ไม่ใช่สารอินทรีย์ที่มีในตัวอย่างน้ำเช่นคลอไรด์ ไนไตรต์ ($NO^-_2$) เฟรัส ($Fe^{+2}$) และซัลไฟด์ ($S^-$) เป็นต้น จะไปรีดิวซ์โพตัสเซียมไดโครเมททำให้ค่าซีโอดีสูงกว่าเป็นจริง

- การแก้ไขคลอไรด์และเฮไลด์อื่น โดยการเติม $HgSO_4$ ลงในน้ำตัวอย่างก่อนเติมน้ำยาเคมีอื่นเพื่อให้ $Hg^{+2}$ ไปรวมกับ $Cl^-$ เกิดเป็น $HgCl_2$ ซึ่งเป็นสารที่แตกตัวเป็นอิออนได้น้อยมาก ดังนั้นจึงมีอิออนคลอไรด์อยู่ในตัวอย่างน้ำน้อยมากจนไม่สามารถไปรีดิวซ์ไดโครเมตได้ สำหรับปริมาณ $HgSO_4$ ที่จะใช้สำหรับตัวอย่างน้ำที่มีความเข้มข้นของคลอไรด์น้อยกว่า 2000 มก./ล. ให้ใช้ $HgSO_4$ 1 กรัมกับตัวอย่างน้ำ 50.0มล. เพื่อเกิดสารเชิงซ้อนกับคลอไรด์ 100มก. ถ้าใช้ปริมาณตัวอย่างน้อยกว่านี้ให้ลดปริมาณ $HgSO_4$ ลงตามความเข้มข้นของคลอไรด์ที่มีในปริมาณตัวอย่างที่ใช้โดยรักษาอัตราส่วน $HgSO_4$ : Cl ให้เท่ากับ 10: 1 เช่น ถ้าใช้ตัวอย่าง 10มล. จะต้องใช้ $HgSO_4$ 0.2 กรัม ($HgSO_4$ 200มก. : Cl 20 มก.)
- ไนไตรต์ทุกๆ 1 มก. N สามารถให้ค่าซีโอดีได้ 1.1 มก. แต่เนื่องจากในน้ำมักมีปริมาณไนไตรต์น้อยมากจนอาจไม่ต้องคำนึงถึง ถ้ามีไนไตรต์มาก สามารถแก้ไขได้โดยการเติมกรดซัลฟามิค 10 มล.ต่อทุกๆมก.ของไนไตรต์ที่มีในตัวอย่างน้ำ

**การเก็บและรักษาตัวอย่าง**

ควรเก็บตัวอย่างน้ำใส่ขวดแก้วและนำมาวิเคราะห์ทันที แต่ถ้าไม่สามารถจะทำได้ ควรแช่เย็นไว้ก่อน หากไม่สามารถวิเคราะห์ภายใน 1 วัน ให้เติมกรดซัลฟุริคจนตัวอย่างน้ำมีพีเอชน้อยกว่า 2

**เครื่องมือและอุปกรณ์**

1. ขวดเออร์เลนเมเยอร์ หรือขวดกลมแบบก้นแบนขนาดความจุ 250-500 มล. ปากขวดแบบ Ground Glass Joint ขนาด 24/40 (ใช้เป็นขวดรีฟลักซ์)
2. เครื่องควบแน่นหรือคอนเดนเซอร์ซึ่งมี Jacket ขนาด 300 มล. และต่อได้พอดีกับขวดเออร์เลนเมเยอร์
3. เตาแผ่น (Hot plate) ซึ่งสามารถให้ความร้อนได้อย่างน้อย 1.4 วัตต์/ตร.ซม. ที่ผิวหน้าเตา
4. บิวเรต ขนาด 50 มล.

**สารเคมี**

**1. สารละลายมาตรฐานโพตัสเซียมไดโครเมท (Standard Potassium Dichromate Solution) 0.0417 โมล/ลบ.ดม.**

ละลายโพตัสเซียมไดโครเมท ($K_2Cr_2O_7$) ซึ่งอบแห้งที่ 103 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชม. หนัก 12.259 กรัม ในน้ำกลั่น ทำให้เจือจางจนมีปริมาตร 1,000 มล.ในขวดตวง

**2. กรดซัลฟุริครีเอเจนต์**

ซั่งซิลเวอร์ซัลเฟต ($Ag_2SO_4$) 8.8 กรัม ใส่ลงในกรดซัลฟุริคเข้มข้น 1 ลิตร ตั้งทิ้งไว้ 1-2วัน เพื่อให้ซิลเวอร์ซัลเฟตละลายได้ทั้งหมด ก่อนนำไปใช้ต่อไป

**3. สารละลายเฟอโรอีนอินดิเคเตอร์ (Ferroin Indicator Solution)**

ละลาย 1,10 ฟีแนนโทลีนโมโนไฮเดรต (1,10-Phenanthroline Monohydrate,$C_{12}H_8N_2.H_2O$) 1.485 กรัม และเฟอรัสซัลเฟต (Ferrous Sulfate, $FeSO_4.7H_2o$) 0.695 กรัม ในน้ำกลั่นแล้วเจือจางเป็น 100 มล.

**4. สารละลายมาตรฐานเฟอรัสแอมโมเนียซัลเฟต (Standard FAS) 0.25 โมล/ลบ.ดม.**

ละลายแอมโมเนียมซัลเฟต ($Fe(NH_4)_2(SO_4)_2.6H_2O$) 98 กรัมในน้ำกลั่น เติมกรดซัลฟุริคเข้มข้น 20 มล. แล้วเจือจางเป็น 1,000 มล. ด้วยน้ำกลั่น เนื่องจากความเข้มข้นของเฟรัสแอมโมเนียซัลเฟต (FAS) ไม่คงที่และลดลงเรื่อยๆดังนั้นต้องหาความเข้มข้นที่แน่นอนทุกวันที่ใช้โดยเทียบกับสารละลายมาตรฐานโพตัสเซียมไดโครเมท ดังนี้ ปิเปตสารละลายมาตรฐานโพตัสเซียมไดโครเมท 10 มล. ใส่ในขวดรูปกรวยเติมน้ำกลั่น 90 มล. แล้วค่อยๆ เติมกรดซัลฟุริคเข้มข้น 30 มล. ทิ้งไว้ให้เย็น ไตเตรทด้วยเฟรัสแอมโมเนียมซัลเฟตโดยใช้เฟอโรอีนเป็นอินดิเคเตอร์จำนวน 0.01-0.15 มล. (2-3 หยด) จุดยุติเป็นสีน้ำตาลแดง จดปริมาตร FAS ที่ใช้

$$\text{ความเข้มข้นของ FAS , โมล/ลบ.ดม.} = \frac{\text{มล. } K_2Cr_2O_7 \times 0.25}{\text{มล.FAS ที่ใช้}}$$

**5. เมอคิวริค ซัลเฟต (Mercuric Sulfate, $HgSO_4$)** เป็นผลึกหรือผง

**วิธีดำเนินการทดลอง**

1. เติมตัวอย่างน้ำที่จะวิเคราะห์ 10 มล. หรือใช้น้ำตัวอย่างน้อยกว่า แต่เติมน้ำกลั่นให้เป็น 10 มล. ลงในขวดรีฟลักซ์ เติมเมอคิวริคซัลเฟต 0.2 กรัม ใส่ลูกแก้วขนาดจิ๋ว 5-6 เม็ด แล้วจึงเติมสารละลายมาตรฐานโพตัสเซียมไดโครเมท 5.0 มล. เขย่าให้เข้ากัน
2. นำขวดรีฟลักซ์ในข้อ1 ไปต่อกับเครื่องรีฟลักซ์ เปิดน้ำหล่อเย็น เติมกรดซัลฟุริค-ซิลเวอร์ซัลเฟต 15 มล.ลงที่ปากคอนเด็นเซอร์ ซึ่งกรดซัลเฟตจะไหลไปยังขวดรีฟลักซ์เอง เปิดไฟแล้วรีฟลักซ์เป็นเวลา 2 ชม.เมื่อครบ 2 ชม. นำขวดรีฟลักซ์ออกและทำให้เย็น
3. ทำแบลงค์ (Blank) พร้อมกับตัวอย่างน้ำโดยใช้น้ำกลั่น 10 มล. ใช้สารเคมีต่างๆ เหมือนกับของตัวอย่างน้ำทำการรีฟลักซ์เช่นเดียวกับตัวอย่างน้ำทุกประการ
4. เมื่อรีฟลักซ์ครบ 2 ชม.แล้วปิดไฟ ทิ้งไห้เย็น แล้วเติมน้ำกลั่นลงที่ปากเครื่องรีฟลักซ์ 40 มล. เพื่อล้างไอสารภายในคอนเดนเซอร์ แล้วจึงปิดน้ำหล่อเย็น
5. นำขวดรีฟลักซ์มาไตเตรทหาปริมาณโพตัสเซียมไดโครเมท ที่เหลือด้วยสารละลายเฟรัสแอมโมเนียมซัลเฟต โดยใช้เฟอโรอีนประมาณ 2-3 หยดเป็นอินดิเคเตอร์ ควรใช้ปริมาณอินดิเคเตอร์เท่าๆ กันทุกตัวอย่างจุดยุติจะมีการเปลี่ยนแปลงจากเหลืองเป็นฟ้าอมเขียวและเป็นสีน้ำตาลแดง จดปริมาตร FAS ที่ใช้ไตเตรท

**การคำนวณ**

$$\text{COD, มิลลิกรัม / ลิตร} = \frac{(A-B) \times M \times 8,000}{\text{มล.ตัวอย่างที่ใช้}}$$

มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีสุรนารี

เมื่อ A = มล.ของ FAS ที่ใช้ในการไตเตรทแบลงค์
B = มล.ของFAS ที่ใช้ในการไตเตรทตัวอย่าง
M = ความเข้มข้นของ FAS เป็นโมล/ลบ.คม.

**ข้อเสนอแนะและข้อควรระวัง**

ถ้าต้องการหาซีโอดีที่มีค่าต่ำๆ (น้อยกว่า 50 มก./ล.) ควรลดความเข้มข้นของสารละลายมาตรฐาน $K_2Cr_2O_7$ เป็น 0.00417 โมล/ลบ.คม. และสารละลายมาตรฐาน FAS เป็น 0.025 โมล/ลบ.คม. การวิเคราะห์ต้องทำด้วยความระมัดระวังเป็นพิเศษ เพราะสารอินทรีย์จำนวนเล็กน้อยที่ติดอยู่กับเครื่อแก้วหรือจากบรรยากาศก็จะทำให้เกิดความผิดพลาดได้ สำหรับการวิเคราะห์น้ำที่มีปริมาณคลอไรด์สูงๆ เช่น ทะเล ต้องเติม $HgSO_4$ เพิ่มจนเกินพอ

## 2. วิธีรีฟลักซ์แบบปิด (Close Reflux Method)

**หลักการ**

มีหลักการเช่นเดียวกับวิธีรีฟลักซ์แบบเปิดแต่จะรีฟลักซ์ในหลอดแก้วที่มีฝาเกลียวปิดและไม่ต้องใช้คอนเดนเซอร์

**สิ่งรบกวนการวิเคราะห์**

เหมือนการรีฟลักซ์แบบเปิดแต่การรีฟลักซ์แบบปิดสามารถออกซิไดซ์สารอินทรีย์ที่ระเหยได้อย่างสมบูรณ์

**การเก็บและรักษาตัวอย่าง**

วิธีการเก็บรักษาตัวอย่าง เช่นเดียวกับวิธีรีฟลักซ์แบบเปิด

**เครื่องมือและอุปกรณ์**

1. หลอดย่อย (Digestion Vessels) เป็นหลอดแก้วบอโรซิลิเคท (Borosilicate) ขนาด 16x100 หรือ 20x150หรือ 25x150 มม. มีฝาสลักเกลียวซึ่งทำด้วย TEE
   *** ในการทดลองนี้ให้ใช้หลอดขนาด 20x150 มม.**
2. บล็อค (Block) หรือที่ใส่หลอดแก้วแบบตัน ทำด้วยอลูมิเนียม ความลึกของช่องใส่หลอดประมาณ 45-50 มม.
   *การให้ความร้อนเพื่อต้มย่อยสลายกระทำได้โดยวางบล็อคบนเตาแผ่น
3. ตู้อบ (Oven) สามารถควบคุมอุณหภูมิให้อยู่ประมาณ 150± 2 $^{o}$C
4. บิวเรต
5. ขวดรูปกรวยขนาด 125 มล.

**สารเคมี**

**1. สารละลายมาตรฐานโพตัสเซียมไดโครเมท (Standard Potassium Dichromate Solution) 0.0167 โมล/ลบ.ดม.**

ละลายโพตัสเซียมไดโครเมท ($K_2Cr_2O_7$) ซึ่งอบแห้งที่ 103 $^{o}$C เป็นเวลา 2 ชม. หนัก 4.913 กรัม ในน้ำกลั่น 500 มล. แล้วเติมกรดกำมะถันเข้มข้น 167 มล. และเมอร์คิวริคซัลเฟต 33.3 กรัม คนให้ละลาย ปล่อยทิ้งไว้ให้เย็น แล้วเจือจางด้วยน้ำกลั่นจนได้ปริมาตร 1,000 มล.

**2. กรดซัลฟุริครีเอเจนต์**

ชั่งซิลเวอร์ซัลเฟต ($Ag_2SO_4$) 8.8 กรัม ใส่ลงในกรดซัลฟุริคเข้มข้น 1 ลิตร ตั้งทิ้งไว้ 1-2 วัน เพื่อให้ซิลเวอร์ซัลเฟตละลายได้ทั้งหมด ก่อนนำไปใช้ต่อไป

**3. สารละลายมาตรฐานเฟอรัสแอมโมเนียซัลเฟต (Standard FAS) 0.1 โมล/ลบ.ดม.**

ละลายแอมโมเนียมซัลเฟต $(Fe(NH_4)_2(SO_4)_2.6H_2O$ 39.2 กรัมในน้ำกลั่น 500 มล. เติมกรดซัลฟุริคเข้มข้น 20 มล. คนให้ละลาย ทิ้งให้เย็น แล้วเจือจางเป็น 1 ลิตร ด้วยน้ำกลั่น

**วิธีการตวรจสอบความเข้มข้นของสารละลาย FAS**

ปิเปตสารละลายมาตรฐานโพตัสเซียมไดโครเมต 0.0167 โมล/ลบ.คม. 3.0 มล. ใส่ในขวดรูปกรวย เติมน้ำกลั่น 5.0 มล.แล้วจึงค่อยๆเติมกรดซัลฟุริคเข้มข้น 7.0 มล. ทิ้งไว้ให้เย็น เติมเฟอโรอีนเป็นอินดิเคเตอร์ 2-3 หยด ไตเตรทด้วยสารละลายมาตรฐาน FAS จนได้สีน้ำตาลแดงเป็นจุดยุติ ทำการตรวจสอบซ้ำประมาณ 2 ครั้ง

$$\text{ความเข้มข้นของ FAS , โมล/ลบ.คม. ( M )} = \frac{\text{มล. } K_2Cr_2O_7 \times 0.1}{\text{มล.FAS ที่ใช้}}$$

**4. สารละลายเฟอโรอีนอินดิเคเตอร์ (Ferroin Indicator Solution)**

ละลาย 1,10 ฟีแนนโทลีนโมโนไฮเดรต (1,10-Phenanthroline Monohydrate,$C_{12}H_8N_2.H_2O$) 1.485 กรัม และเฟอรัสซัลเฟต (Ferrous Sulfate, $FeSO_4.7H_2o$) 0.695 กรัม ในน้ำกลั่นแล้วเจือจางเป็น 100มล.

**5. กรดซัลฟามิค (Sulfamic Acid)**

ใช้สำหรับป้องกันการรบกวนของไนเตรต์ ($NO_2^-$) ปริมาณที่ใช้ คือ 10 มก. ต่อทุกๆ 1 มก. ของไนไตรต์

**6. สารละลายมาตรฐานโพแตสเซียมไฮโดรเจนฟธาเลต (Potassium Hydrogen Phthalate หรือ KHP)**

บด KHP เพื่อลดขนาดลงและนำไปอบที่อุณหภูมิ 103°ซ. จนแห้งและมีน้ำหนักคงที่ แล้วละลาย KHP ที่บดและอบแห้งแล้ว 425 มก. ในน้ำกลั่นเจือจางให้เป็น 1,000 มล. สารละลายนี้มีค่า COD เท่ากับ 500 มก./ล. สามารถเก็บรักษาในตู้เย็นได้นานไม่เกิน 3 เดือน

**7. สารละลายกลูโคส**

สารละลายกลูโคส 486.6 มก.ในน้ำกลั่นแล้วเจือจางให้เป็น 1,000 มล. สารละลายนี้มีค่า COD เท่ากับ 500 มก./ล.(กลูโคส 1 กรัม จะให้COD 1.067 กรัม) สารละลายกลูโคสจะไม่ค่อยคงตัวเพราะสามารถย่อยสลายทางชีวภาพได้อย่างรวดเร็ว

**วิธีดำเนินการทดลอง**

ต้องล้างหลอดแก้วและฝาปิดด้วยสารละลายกรดกำมะถัน 20 % เสมอทุกครั้งก่อนใช้งาน เพื่อป้องกันการปนเปื้อนด้วยสารอินทรีย์

1. การเลือกขนาดของหลอดแก้วสำหรับการต้มซีโอดีให้เหมาะสม

ถ้าตัวอย่างน้ำมีซีโอดีต่ำให้เลือกใช้หลอดแก้วขนาด 25 x 150 มม. (ปริมาตรตัวอย่างน้ำ 10 มล.) ถ้าซีโอดีค่อนข้างสูงให้ใช้หลอดแก้วขนาด 20 x 150 มม. (ปริมาตรตัวอย่างน้ำ 5 มล.) และถ้าซีโอดีสูงสามารถใช้หลอดแก้วขนาด 16 x 100 มม. (ปริมาตรตัวอย่างน้ำ 2.5 มล.) ในที่นี้ขอแนะนำว่า ไม่จำเป็นต้องใช้หลอดหลายขนาด ใช้เพียง 2 ขนาด คือ 25 x 150 มม. สำหรับหาค่าซีโอดีที่มี ขนาดต่ำและขนาด 20 x 150 มม. สำหรับหาค่าซีโอดีที่มีค่าสูง ถ้าตัวอย่างที่มีค่าสูงมากก็ให้เจือจางตัวอย่างน้ำก่อน

2. การเลือกปริมาณค่าตัวอย่างน้ำ

ถ้าเป็นน้ำสะอาด น้ำธรรมชาติหรือ น้ำที่มีค่า ซีโอดีต่ำๆ (< 40 มก./ล.) ควรใช้ตัวอย่างน้ำ 10 มล. โดยใช้หลอดแก้วขนาด 25 x 150 มม. แต่ถ้ามีค่า ซีโอดีสูงกว่านั้น ให้ใช้หลอดแก้วขนาด 20 x 150 มม. โดย

เลือกใช้ปริมาณน้ำตัวอย่างมากสุด 5 มล. หรือใช้น้อยกว่า แล้วเติมน้ำกลั่นให้เป็น 5 มล. และถ้าตัวอย่างน้ำมีค่าซีโอดีสูงมากต้องเจือจางตัวอย่างน้ำก่อนนำมาใช้ ควรประมาณค่าซีโอดีของตัวอย่างน้ำอย่างคร่าวๆ ก่อน เพื่อที่จะได้เลือกใช้ปริมาณตัวอย่างได้อย่างเหมาะสม การประมาณค่าซีโอดีสามารถทำได้โดยพิจารณาจากลักษณะตัวอย่างน้ำ แหล่งที่มาของน้ำ และจากค่า Rapid COD ในทางปฏิบัติควรเลือกใช้ปริมาณน้ำตัวอย่างให้ผลต่างของ FAS ที่ใช้ในการการไตเตรทแบลงค์และตัวอย่างน้ำอยู่ระหว่าง 1-5 มล.

3. ใส่ตัวอย่างน้ำลงในหลอดแก้วขนาดเหมาะสม เติมน้ำยาย่อยสลายหรือสารละลายโพตัสเซียมไดโครเมต ตามด้วยกรดซัลฟุริคอย่างช้าๆ เพื่อให้ชั้นของกรดอยู่ใต้ชั้นตัวอย่างน้ำและน้ำยาย่อยสลาย ตามปริมาณที่แสดงอยู่ในตารางที่ 1 (ถ้าใช้ปริมาณตัวอย่างน้ำน้อยกว่าที่แสดงไว้ในตารางที่ 1 ให้เติมน้ำกลั่นให้ครบตามจำนวน) ปิดฝาให้แน่นและเขย่าผสมกันให้ดี (คว่ำหลอดแก้วไปมาหลายๆ ครั้ง) สำหรับแบลงค์ใช้น้ำกลั่นแล้วทำเหมือนตัวอย่างทุกอย่าง
4. วางหลอดแก้วในบล็อค แล้วใส่ตู้อบ ตั้งอุณหภูมิไว้ที่ $150 \pm 2$ °ซ เป็นเวลา 2 ชั่วโมง
5. เมื่อครบ 2 ชั่วโมง แล้ว นำออกจากตู้อบปล่อยทิ้งให้เย็น
6. เทสารละลายออกจากหลอดแก้วลงในขวดรูปกรวย (Flask) เติมเฟอโรอีนอินดิเคเตอร์ 1-2 หยด แล้วไตเตรทด้วยสารละลายมาตรฐาน FAS สีของสารละลายจะค่อยๆ เปลี่ยนจากฟ้าอมเขียวเป็นน้ำตาลแดง ซึ่งแสดงว่าถึงจุดยุติ (ถึงแม้ว่าสีฟ้าอมเขียวจะกลับมาปรากฏอีกในหลายนาทีต่อมา) จดปริมาณ FAS ที่ใช้ไตเตรท

**ตารางที่ 1 ขนาดของหลอดแก้ว ปริมาตรตัวอย่างน้ำและสารเคมีที่เหมาะสม**

| ขนาดหลอดแก้ว (มล.) | ปริมาตรตัวอย่างน้ำ (มล.) | สารละลายโพแทสเซียมไดโครเมต (มล.) | สารละลายกรดซัลฟุริค (มล.) | ปริมาตรทั้งหมด (มล.) |
|---|---|---|---|---|
| 16 x 100 | 2.5 | 1.5 | 3.5 | 7.5 |
| **20 x 150** | **5.0** | **3.0** | **7.0** | **15.0** |
| 25 x 150 | 10.0 | 6.0 | 14.0 | 30.0 |

*** ในการทดลองนี้ให้ใช้หลอดแก้วขนาด 20 x 150**

**การคำนวณ**

$$\text{COD, มิลลิกรัม / ลิตร} = \frac{(A-B) \times M \times 8{,}000}{\text{มล.ของตัวอย่างน้ำ}}$$

เมื่อ A = มล.ของ FAS ที่ใช้ในการไตเตรทแบลงค์
B = มล.ของFAS ที่ใช้ในการไตเตรทตัวอย่างน้ำ
M = ความเข้มข้นของ FAS ,โมล/ลบ.ดม.

**ข้อเสนอแนะและข้อควรระวัง**

1. สามารถตรวจสอบความถูกต้องวิธีวัด COD ได้ โดยใช้สารละลายมาตรฐานโพแตสเซียมไฮโดรเจนพธาเลต หรือกลูโคส ที่ทราบค่า COD นำไปวิเคราะห์หา COD โดยใช้สารละลายมาตรฐานนี้แทนตัวอย่างน้ำ ค่า COD ที่วัดได้ควรมีค่าไม่น้อยกว่า 95% ของค่า COD ที่เตรียม
2. ถ้าในตัวอย่างน้ำมีสารรบกวนพวกไนโตรเจนจำนวนมาก แก้ไขโดยเติมกรดซัลฟามิค 10 มก. ต่อทุกๆ มก. ของไนเตรทที่มีในตัวอย่างน้ำ
3. ตัวอย่างน้ำที่มีปริมาณคลอไรด์สูงมากกว่า 2000 มก./ล. ต้องเติม $HgSO_4$ เพิ่มจนเกินพอ เช่น น้ำทะเลถ้าใช้ปริมาณตัวอย่าง 5 มล. อาจใช้ $HgSO_4$ สูงถึง 1.5 กรัม การเติม $HgSO_4$ ให้เติมหลังจากเติมตัวอย่างน้ำเขย่าให้ทั่วแล้วค่อยเติมสารละลายมาตรฐานโพตัสเซียมไดโครเมตและกรดซัลฟุริค
4. การเลือกปริมาณตัวอย่าง ควรเลือกให้เหมาะสมเพื่อให้มีโพตัสเซียมไดโครเมตมากเกินพอสำหรับออกซิไดซ์สารอินทรีย์ การเลือกปริมาณตัวอย่างควรพิจารณาจากลักษณะน้ำ ที่มาของตัวอย่างประกอบกับค่า Rapid COD หรือ จากการสังเกตสีของสารละลายก่อนนำไปรีฟลักซ์ ถ้าเป็นสีเขียว ให้ลดปริมาณตัวอย่างลง ถ้าเป็นสีเหลืองเข้มมาก ควรจะเพิ่มปริมาณตัวอย่างขึ้น (สีที่เหมาะสมควรเป็นสีเหลืองอมเขียวอ่อนๆ) จะได้ไม่ต้องเสียเวลาในการรีฟลักซ์ใหม่อีกครั้ง
5. ต้องทำแบลงค์พร้อมกับตัวอย่างทุกครั้งเพื่อให้อยู่ในสภาวะอย่างเดียวกัน ผลวิเคราะห์จะได้ถูกต้องยิ่งขึ้น
6. ต้องตรวจสอบความเข้มข้นของ FAS ทุกวันที่ใช้ไตเตรท ถ้าความเข้มข้นลดลงมากๆ ควรเตรียมใหม่

มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีสุรนารี

## วิธีวิเคราะห์ COD อย่างรวดเร็ว (Rapid COD)

**หลักการ**

คล้ายกับการวิเคราะห์ซีโอดีแบบธรรมดา แต่ไม่ต้องนำไปรีฟลักซ์และไม่ต้องไตเตรทหาปริมาณไดโครเมต ที่เหลือ อาศัยหลักการสังเกตการเปลี่ยนสีของสารละลายโพตัสเซียมที่เกิดขึ้นในระหว่างปฏิกิริยาออกซิไดซ์สารอินทรีย์ในสภาพกรดเข้มข้น ถ้าโพตัสเซียมไดโครเมตถูกใช้ออกซิไดซ์หมดสารละลายจะเป็นสีเขียวของกรดโครมิคและถ้ายังเหลืออยู่บ้างวารละลายจะเป็นสีเหลืองอมเขียวหรือ ถ้าเหลือไดโครเมตอยู่มากสีจะเหลืองเข้ม

**เครื่องมือและอุปกรณ์**

1. หลอดแก้วขนาด 30 มล.
2. ปิเปตขนาด 1 มล.
3. ที่วางหลอดแก้วแบบตัน (Block)

**สารเคมี**

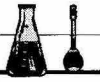
1. สารละลายโพตัสเซียมไดโครเมต 0.1 นอร์มัล
2. กรดซัลฟุริค
3. สารละลายโพตัสเซียมไดโครเมต 0.02 นอร์มัล เจือจางสารละลายโพตัสเซียมไดโครเมต 0.1 นอร์มัล 100 มล. ด้วยน้ำกลั่นให้เป็น 500 มล.

**วิธีวิเคราะห์**

1. เติมโพตัสเซียมไดโครเมต 0.1นอร์มัลจำนวน 1 มล. ลงในหลอดแก้ว
2. เติมตัวอย่างน้ำ 0.5 มล. และเขย่าหลอดแก้วทันที
3. เติมกรดกำมะถันเข้มข้น 3 มล. เขย่าให้เข้ากัน
4. สังเกตสีและจดบันทึกผล
5. ถ้าได้สีเหลืองแสดงว่า ซีโอดีน้อยกว่า 1600 มก./ล. แต่ถ้าได้สีเขียวแสดงว่า ซีโอดีสูงกว่า 1600 มก.ล.
6. หากต้องการรู้ค่าซีโอดีให้ละเอียดมากขึ้นให้ทำต่อไป เช่น ในกรณีที่ได้สีเหลืองในขั้นตอน (4) ให้ใช้ขนาดตัวอย่าง 1 มล. แต่ถ้าได้สีเขียวให้ลดขนาดตัวอย่างเหลือ 0.1 มล.
7. ทำตามข้อ 1-4 ใหม่ แต่เปลี่ยนขนาดของตัวอย่างตามข้อ (6) และสังเกตสีค่า COD ที่ได้
8. ถ้าต้องการทราบค่า COD ที่น้อยกว่า 800 มก./ล. ทำต่อดังนี้
9. เติมโพตัสเซียมไดโครเมต 0.02 นอร์มัล 1 มล. ลงในหลอดแก้ว
10. เติมตัวอย่างน้ำ 1.0 มล. เขย่าหลอด
11. เติมกรดซัลฟุริคเข้มข้น 3 มล.
12. สังเกตสีและจดบันทึกผล
13. ถ้าได้สีเหลืองแสดงว่า COD น้อยกว่าหรือเท่ากับ 160 มก./ล. แต่ถ้าได้สีเขียวแสดงว่า COD สูงกว่า 160 มก./ล. ให้เปลี่ยนขนาดตัวอย่างเป็น 0.25 มล. ถ้าได้สีเหลืองแสดงว่า COD อยู่ในช่วง 160-640 มก./ล. แต่ถ้าได้สีเขียวแสดงว่า COD มีค่าอยู่ในช่วง 640-800 มก.

# การตรวจวิเคราะห์น้ำทางเคมี

## COD



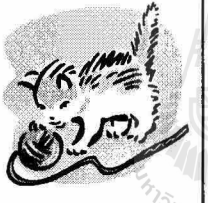
ดร.ประพัฒน์ เป็นตามวา
สาขาวิชาอนามัยสิ่งแวดล้อม
มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีสุรนารี

## หัวข้อปฏิบัติการ

- วัตถุประสงค์
- หลักการของ COD
- เครื่องมือและอุปกรณ์ สารเคมี
- วิธีการวิเคราะห์
- การวิเคราะห์ข้อมูล สรุปผล และรายงานผล

## วัตถุประสงค์

- เพื่อให้นักศึกษามีความรู้ความเข้าใจการตรวจวิเคราะห์คุณภาพน้ำทางเคมี ได้แก่ COD ได้อย่างถูกต้องตามวิธีมาตรฐานกำหนด

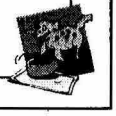


## ขั้นตอนการศึกษา

- ให้นักศึกษาแต่ละกลุ่มทำปฏิบัติการ โดยนำน้ำตัวอย่างทำการวิเคราะห์ตามขั้นตอนดังต่อไปนี้
- ทำการวิเคราะห์ค่า COD ด้วยวิธี รีฟลักซ์แบบปิด (Close reflux)
- จัดทำรายงานอภิปรายสรุปผลการปฏิบัติการ
- นำเสนอผลการปฏิบัติการ

## หลักการ

- ซีโอดี Chemical Oxygen Demand, COD ปริมาณออกซิเจนที่ใช้ในการย่อยสลายสารอินทรีย์ด้วยวิธีทางเคมี ปริมาณออกซิเจนทั้งหมดที่ต้องการใช้เพื่อออกซิเดชั่นสารอินทรีย์ในน้ำให้กลายเป็นคาร์บอนไดออกไซด์และน้ำ สารอินทรีย์ส่วนใหญ่จะถูกออกซิไดซ์โดยสารละลายผสมของ Chromic และ Sulfuric acid ที่ต้มเดือด ตัวอย่างจะถูก Reflux ในสารละลายกรดแก่ที่รู้ปริมาณของ Potassium dichromate ($K_2Cr_2O_7$) หลังจากย่อยสลายแล้ว ทำการรีดิวซ์ $K_2Cr_2O_7$ ที่ถูกใช้ไปแล้วจึงนำมาคำนวณหาสารอินทรีย์ที่ถูกออกซิไดซ์ โดยการเปรียบเทียบกับปริมาณ $O_2$



## การวิเคราะห์ค่า COD

**วิธีรีฟลักซ์แบบปิด ( Close Reflux Method )**

- **เครื่องมือและอุปกรณ์**
- **หลอดย่อย (Digestion Vessels) มีฝาสลักเกลียวซึ่งทำด้วย TEE**
- **บล็อค (Block) หรือที่ใส่หลอดแก้วแบบตัน ทำด้วยอลูมิเนียม ความลึกของช่องใส่หลอดประมาณ 45-50 มม.**
- **การให้ความร้อนเพื่อต้มย่อยสลายกระทำได้โดยวางบล็อคบนเตาแผ่น**
- **ตู้อบ (Oven) สามารถควบคุมอุณหภูมิให้อยู่ประมาณ 150+ 2 $^{o}$C**
- **บิวเรต**
- **ขวดรูปกรวย**

การวิเคราะห์ค่า COD

**สารเคมี**

- **สารละลายมาตรฐานโปตัสเซียมไดโครเมท ( $K_2Cr_2O_7$)**
- **กรดซัลฟุริค**
- **สารละลายมาตรฐานเฟรัสแอมโมเนียซัลเฟต (FAS)**
- **สารละลายเฟอโรอีนอินดิเคเตอร์ (Ferroin Indicator Solution)**
- **กรดซัลฟามิค (Sulfamic Acid)**
- **สารละลายมาตรฐานโปแตสเซียมไฮโดรเจนฟธาเลต (KHP)**
- **สารละลายกลูโคส**

Close Reflux Method

1. ล้างหลอดย่อยขนาด 20 x 150 มม. และฝาจุกด้วย กรดซัลฟูริค 20 % ก่อนนำไปใช้ เพื่อป้องกันการปนเปื้อนสารอินทรีย์

*ให้เตรียมหลอดทั้งหมด 6 หลอด/กลุ่ม

Close Reflux Method

2. การเลือกปริมาตรของตัวอย่างน้ำ (ต้องได้ปริมาตรตัวอย่างน้ำรวม 5 มล.)
   - ถ้าเป็นน้ำสะอาด หรือจากแหล่งน้ำธรรมชาติที่มีค่า COD ต่ำ ให้ใช้น้ำตัวอย่าง 5 มล. และให้เลือกใช้น้ำตัวอย่างน้อยกว่าอีกเท่าไหร่ก็ได้ โดยต้องเติมน้ำกลั่นให้ครบ 5 มล. เพื่อเปรียบเทียบ

Close Reflux Method

- ถ้าเป็นน้ำตัวอย่างที่มีค่า COD สูงหรือมีความสกปรกมาก ให้เจือจางก่อน โดยใช้น้ำตัวอย่างน้อยกว่า 5 มล. (เช่น 3 มล.) และให้เลือกใช้น้ำตัวอย่างน้อยกว่าอีกเท่าไหร่ก็ได้ (เช่น 2 มล.) โดยต้องเติมน้ำกลั่นให้ครบ 5 มล. เพื่อเปรียบเทียบ

มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีสุรนารี

Close Reflux Method

- ทำแบลงค์ (Blank) โดยใช้น้ำกลั่น 5 มล. และทำเช่นเดียวกับน้ำตัวอย่างทุกประการ

* ให้ทำการทดลอง 2 ซ้ำ ในแต่ละปริมาตรที่เลือกใช้ ดังนั้นจะได้หลอดย่อยสลายที่มีตัวอย่างน้ำทั้งหมด 6 หลอด (รวมแบลงค์)

Close Reflux Method

3. เติมน้ำยาย่อยสลายหรือสารละลายโพแตสเซียมไดโครเมต 3 มล. ในทุกหลอด
4. เติมกรดซัลฟูริครีเอเจนต์ 7 มล. อย่างช้าๆ ในทุกหลอด

*จะได้ปริมาตรรวมในหลอดย่อยสลาย 15 มล.

## Close Reflux Method

5. ปิดฝาและเขย่าคว่ำหลอดไปมาผสมกันให้ดี
6. วางหลอดแก้วในบล็อก แล้วเข้าตู้อบที่อุณหภูมิ 150 $\pm 2^{\circ}$ซ เป็นเวลา 2 ชั่วโมง
7. เมื่อครบ 2 ชั่วโมง ให้นำออกจากตู้อบ ปล่อยไว้ให้เย็น

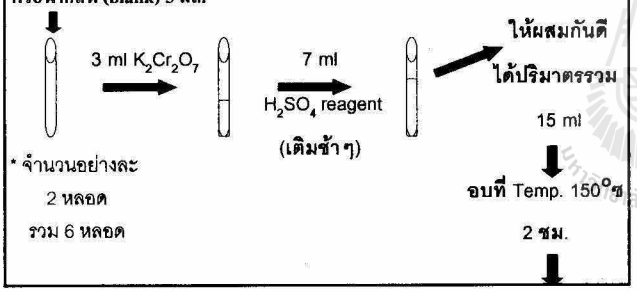
## Close Reflux Method

8. เทสารละลายออกจากหลอดย่อยสลายใส่ในขวดรูปกรวย
9. เติมเฟอโรอีนอินดิเคเตอร์ 1-2 หยด
10. ไตเตรทด้วย FAS สีจะเปลี่ยนจาก

เหลือง → ฟ้าอมเขียว → น้ำตาลแดง (จุดยุติ)

## สรุป Close Reflux Method

ตัวอย่างน้ำ 5 มล. หรือ
ตัวอย่างน้ำ+น้ำกลั่นให้เท่ากับ 5 มล.
หรือน้ำกลั่น (blank) 5 มล.




ปิดฝาเขย่า
ให้ผสมกันดี
ได้ปริมาตรรวม
15 ml

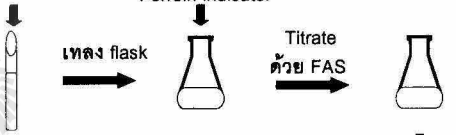
อบที่ Temp. 150$^{\circ}$ซ
2 ชม.

* จำนวนอย่างละ
2 หลอด
รวม 6 หลอด

## สรุป Close Reflux Method

หลังจาก 2 ชม.
นำออกจากตู้อบ
ทิ้งให้เย็น

1-2 หยด
Ferroin indicator




เหลือง → ฟ้าอมเขียว → น้ำตาลแดง (จุดยุติ)

## การวิเคราะห์ค่า COD

**การคำนวณ**

**ซีโอดี , mg/l** = $\frac{\text{(A-B) x N x 8000}}{\text{มล.ของตัวอย่างน้ำ}}$

เมื่อ A = มล.ของ FAS ที่ใช้ในการไตเตรตแบลงค์
B = มล.ของFAS ที่ใช้ในการไตเตรตตัวอย่างน้ำ
N = ความเข้มข้นของ FAS ,นอร์มัล

## การวิเคราะห์ข้อมูล

- ให้นำเสนอผลการศึกษาในรูปตาราง
- วิเคราะห์ความสัมพันธ์ของผลการศึกษาในแต่ละ Parameter
- วิเคราะห์ความสัมพันธ์ของผลการศึกษากับมาตรฐานที่เกี่ยวข้อง

## สารเคมีที่ต้องเตรียมสำหรับ BOD

1. สารละลายฟอสเฟตบัฟเฟอร์
2. สารละลายแมกนีเซียมซัลเฟต
3. สารละลายแคลเซียมคลอไรด์
4. สารละลายเฟอริคคลอไรด์
5. สารละลายแมงกานีสซัลเฟต
6. สารละลายอัลคาไลน์-ไอโอไดด์-เอไซด์
7. น้ำแป้ง
8. สารละลายโซเดียมไธโอซัลเฟต
9. สารละลายมาตรฐานโซเดียมไธโอซัลเฟต
10. สารละลายมาตรฐานไบไอโอเดต
11. น้ำกลั่น 1 ลิตร ใส่ขวดพลาสติกแช่ในตู้เย็น

## สรุป

- การส่งรายงาน
- คำถาม
- เริ่มปฏิบัติการ

มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีสุรนารี

# การวิเคราะห์ปริมาณคลอรีนอิสระตกค้างและปริมาณคลอไรด์

## 1. การวิเคราะห์ปริมาณคลอรีนอิสระตกค้าง (Residual chlorine)

**วัตถุประสงค์** เพื่อให้นักศึกษาเข้าใจหลักการและสามารถตรวจวิเคราะห์หาปริมาณคลอรีนอิสระตกค้างใน น้ำ ด้วยวิธี Iodometric Method ได้อย่างถูกต้อง

**หลักการ**

การวิเคราะห์หาปริมาณคลอรีนอิสระตกค้างด้วยวิธี Iodometric Method หรือน้ำแป้ง-ไอโอไดด์ มีหลักการคือ คลอรีนสามารถเปลี่ยนอิออนไอโอไดด์ให้เป็นไอโอดีนได้ดังนี้

$$Cl_2 + 2I^- \longrightarrow I_2 + 2Cl^-$$

ในการวัด $I_2$ ที่เกิดขึ้นสามารถทำได้ง่ายโดยใช้น้ำแป้งเป็นอินดิเคเตอร์ ไอโอดีนจะทำปฏิกิริยากับน้ำแป้งได้สีน้ำเงินดังปฏิกิริยานี้

$$I_2 + \text{น้ำแป้ง} \longrightarrow \text{สีน้ำเงิน}$$

ปฏิกิริยาข้างต้นจะบ่งบอกได้ว่ามีคลอรีนในน้ำ และถ้าต้องการหาความเข้มข้นของคลอรีนต่อสามารถทำได้โดยการไทเทรตกับสารรีดิวซิงเอเจนต์ เช่น โซเดียมไธโอซัลเฟต ($Na_2S_2O_3$) จนสีน้ำเงินหายไปดังนี้

$$I_2 + 2Na_2S_2O_3 \longrightarrow Na_2S_4O_6 + 2NaI$$

หรือ

$$I_2 + 2S_2O_3^{2-} \longrightarrow S_4O_6^{2-} + 2I^-$$

**เครื่องมือ และอุปกรณ์**

1. Erlenmeyer Flask 100-250 ml sized
2. 100 ml Pipette
3. 100 ml Measuring Cylinder
4. Burette 50 ml sized

**สารเคมี**

1. กรดอะซิติกเข้มข้น (Acetic acid, conc (glacial), $CH_3COOH$)
2. โพแตสเซียมไอโอไดด์ (Potassium iodide, KI, crystals)
3. สารละลายโซเดียมไธโอซัลเฟต 0.1 นอร์มัล $Na_2S_2O_3$: ละลาย $Na_2S_2O_3.5H_2O$ 25 กรัม ในน้ำกลั่นที่ต้มเดือดและปล่อยให้เย็นแล้ว ทำการ standardize กับโพแตสเซียมไบไอโอเดตหรือโพแตสเซียมไดโครเมตภายหลังจากที่เก็บไว้นาน 2 อาทิตย์ และทำการ standardize 0.1 นอร์มัล ดังนี้

ทำ Standardization โดยวิธีไดโครเมต (Dichromate method), 0.1 นอร์มัล $K_2Cr_2O_7$ : ละลาย anhydrous $K_2Cr_2O_7$ 4.904 กรัมในน้ำกลั่น เจือจางจนได้ 1 ลิตร เก็บในขวดแก้วที่มีจุกปิด

นำน้ำกลั่น 80 มล. ใส่ใน Flask เติมพร้อมคน 1 มล.ของ conc. $H_2SO_4$ เติม10 มล.ของ 0.1 นอร์มัล $K_2Cr_2O_7$ และ 1 กรัมของ KI ตั้งทิ้งไว้ในที่มืด 6 นาที หลังจากนั้นไทเทรตด้วย 0.1 นอร์มัล $Na_2S_2O_3$ จนสีเหลืองของ $I_2$ ที่ถูกปล่อยออกมากลายเป็นสีฟางข้าว เติม 1 มล.ของสารละลายน้ำแป้งอินดิเคเตอร์ และไทเทรตต่อจนสีน้ำเงินหายไป

$$\text{Normality } Na_2S_2O_3 = \frac{1}{\text{ml } Na_2S_2O_3}$$

4. สารละลายมาตรฐานโซเดียมไธโอซัลเฟต 0.01 นอร์มัล $Na_2S_2O_3$ (Standard sodium thiosulfate titrant): ใช้น้ำกลั่นที่ต้มเดือดใหม่ในการเจือจาง 0.1 นอร์มัล $Na_2S_2O_3$ *โดยอาจเติมโซเดียมบอเรต 4 กรัมและเมอร์คิวริกไอโอไดด์ 10 มิลลิกรัม (เพื่อลดปฏิกิริยาของแบคทีเรียและเพื่อหยุดยั้งการเกิดรา)* ต่อสารละลาย 1 ลิตร

(สำหรับงานที่ต้องการความแน่นอนให้ทำการ standardize สารละลายนี้ทุกวันตามวิธีข้อ 3 )

5. สารละลายอินดิเคเตอร์แป้ง: ละลายแป้งมัน 5 กรัมในน้ำเย็นเล็กน้อยเทลงในน้ำกลั่นที่กำลังเดือด 1 ลิตร คนให้เข้ากัน ตั้งค้างคืน ให้ใช้แต่น้ำใสด้านบนในการทดลอง

6. สารละลายมาตรฐานไอโอดีน 0.1 นอร์มัล: ละลาย 40 กรัมของ KI ในน้ำกลั่นที่ปราศจาก chlorine demand เติม resublimed $I_2$ 13 กรัม คนจนละลาย ปรับปริมาตรด้วยน้ำกลั่นให้ได้ 1 ลิตร เก็บในขวดสีชา

ทำ Standardization โดยวัดปริมาตรที่แน่นอนประมาณ 40-50 มิลลิลิตรของสารละลายอาร์ซีไนต์ ลงใน Flask และไทเทรตด้วยสารละลายมาตรฐานไอโอดีน 0.1 นอร์มัล โดยใช้น้ำแป้งเป็นอินดิเคเตอร์ เพื่อให้ได้ผลที่แน่นอน ก่อนถึงจุดยุติให้หยด 2-3 หยดของ HCl ลงในสารละลายเพื่อให้เกิด $CO_2$ ที่เพียงพอจะทำให้สารละลายอิ่มตัว (*ขั้นตอนนี้ควรระวังเพราะสารละลายอาร์ซีไนต์มีพิษรุนแรงและอาจเป็นสารก่อมะเร็ง*)

7. สารละลายมาตรฐานไอโอดีน 0.0282 นอร์มัล: ละลาย 25 กรัมของ KI ในน้ำกลั่นเล็กน้อยและเติมปริมาตรที่แน่นอนของสารละลายมาตรฐานไอโอดีน 0.1 นอร์มัล และปรับปริมาตรให้ได้ 1 ลิตร เก็บในขวดสีชา

(สำหรับงานที่ต้องการความแน่นอนให้ทำการ standardize สารละลายนี้ทุกวันตามวิธีข้อ 6)

**วิธีการทดลอง**

1. การเตรียมตัวอย่างน้ำ: ให้เลือกปริมาตรตัวอย่างน้ำซึ่งจะต้องการ 0.01 นอร์มัล $Na_2S_2O_3$ มากกว่า 30 มล. และไม่น้อยกว่า 0.02 มล.หลังเติมน้ำแป้งอินดิเคเตอร์:

- ถ้าตัวอย่างน้ำที่มีคลอรีนในช่วง 1-10 มก.ต่อลิตร ให้ใช้ตัวอย่าง 500 มล.
- ถ้าตัวอย่างน้ำมีคลอรีนสูงกว่า 10 มก.ต่อลิตร ให้ลดปริมาตรตัวอย่างลงตามส่วน

2. การเตรียมการไทเทรต: เติมกรดอะซิติก 5 มล. (หรือเพียงพอให้ค่า pH อยู่ในช่วง 3.0-4.0) ลงใน Flask เติม 1 กรัมของ KI และเติมตัวอย่างน้ำที่ทราบปริมาตรแล้วลงไป ผสมให้ทั่วโดยใช้แท่งแก้วคน

3. การไทเทรต: ให้ไทเทรตในที่ที่ไม่ถูกแสงแดด ค่อยๆ ไทเทรตด้วย 0.01 นอร์มัล $Na_2S_2O_3$ จนสีเหลืองของ $I_2$ ที่ถูกปล่อยออกมากลายเป็นสีฟางข้าว เติมน้ำแป้งอินดิเคเตอร์ 1 มิลลิลิตร และไทเทรตจนสีน้ำเงินหายไป

4. การทำแบลงค์: ให้ใช้น้ำกลั่นในปริมาตรเดียวกับตัวอย่าง และทำการทดลองเช่นเดียวกับตัวอย่าง สังเกตผลดังนี้

- ถ้าได้สีน้ำเงินเกิดขึ้น ให้ไทเทรตด้วย 0.01 นอร์มัล $Na_2S_2O_3$ จนสีน้ำเงินหายไป จดผลที่ได้ (B เป็น -)
- ถ้าไม่ได้สีน้ำเงินเกิดขึ้น ให้ไทเทรตด้วย 0.0282 นอร์มัล $I_2$ จนสีน้ำเงินเกิดขึ้น จากนั้นให้ไทเทรตกลับด้วย 0.01 นอร์มัล $Na_2S_2O_3$ จดผลที่ได้ (B เป็น +)

**การคำนวณ** ปริมาณคลอรีนอิสระตกค้างรวม (Total available residual chlorine) คำนวณได้ดังนี้

$$\text{mg Cl as } Cl_2/L = \frac{(A \pm B) \times N \times 35450}{\text{ml Sample}}$$

**2. การวิเคราะห์ปริมาณคลอไรด์ (Chloride)**

**วัตถุประสงค์** เพื่อให้นักศึกษาเข้าใจหลักการและสามารถตรวจวิเคราะห์หาปริมาณคลอไรด์ใน น้ำด้วยวิธี Argentometric Method ได้อย่างถูกต้อง

**หลักการ**

การวิเคราะห์หาปริมาณคลอไรด์ด้วยวิธี Argentometric Method หรือ Mohr method นี้จะใช้ 0.0141 นอร์มัลของ $AgNO_3$ เป็นตัว titrant และใช้ $K_2CrO_4$ เป็นอินดิเคเตอร์ ซึ่งแต่ละมิลลิลิตรของ 0.0141 นอร์มัลของ $AgNO_3$ (Standardize ด้วยสารละลายมาตรฐานของ NaCl ก่อนทุกครั้ง) จะพอดีกับ 0.5 มิลลิกรัมของปริมาณคลอไรด์ ซึ่งปฏิกิริยาที่เกิดขึ้นในการไทเทรตนั้น คลอไรด์อิออนจะตกลงมาเป็นตะกอนสีขาวของ AgCl ดังสมการ

$$Ag^+ + Cl^- \rightleftharpoons AgCl$$

เมื่อถึงจุดยุติของปฏิกิริยาไม่สามารถสังเกตได้ด้วยตาเปล่า จึงต้องใช้อินดิเคเตอร์เป็นตัวช่วยบอก เมื่อปริมาณของ $Cl^-$ ในน้ำหมดไปจะทำให้ได้สีแดงของ $AgCrO_4$ ซึ่งเกิดจากปฏิกิริยาของ $K_2CrO_4$ ที่ใช้เป็นอินดิเคเตอร์ ทำปฏิกิริยากับ $Ag^+$ ที่เกินนั้น ดังสมการ

$$2Ag^+ + CrO_4^{2-} \rightleftharpoons Ag_2CrO_4$$

สำหรับงานที่ทำเป็นประจำ มักใช้ $AgNO_3$ ที่มีความเข้มข้น 0.0282 นอร์มัล ซึ่งแต่ละมิลลิลิตรของ $AgNO_3$ จะทำปฏิกิริยาพอดีกับ 1 มิลลิกรัมคลอไรด์ และ ไม่ต้องคูณด้วยแฟคเตอร์ 0.5

**เครื่องมือ และอุปกรณ์**

1. Erlenmeyer Flask 100-250 ml sized
2. 100 ml Pipette
3. 100 ml Measuring Cylinder
4. Burette 50 ml sized

**สารเคมี**

1. โปตัสเซียมโครเมตอินดิเคเตอร์: ละลาย $K_2CrO_4$ 50 กรัม ในน้ำเล็กน้อย เติม $AgNO_3$ จนกระทั่งได้ตะกอนสีแดงเกิดขึ้น ตั้งทิ้งไว้ 12 ชั่วโมง กรอง และ เติมน้ำกลั่นจนได้ปริมาณ 1 ลิตร (เติม $AgNO_3$ เพื่อกำจัดคลอไรด์ในน้ำยาเคมี)

2. สารละลายมาตรฐานซิลเวอร์ไนเตรท 0.0141 นอร์มัล: ละลาย $AgNO_3$ 2.395 กรัม ในน้ำกลั่น และ เติมน้ำกลั่นจนครบ 1 ลิตร ให้ standardize ด้วย 0.0141 นอร์มัลโซเดียมคลอไรด์ก่อนใช้ทุกครั้ง

3. สารละลายาตรฐานโซเดียมคลอไรด์ 0.0141 นอร์มัล: ละลาย NaCl 824.1 mg (อบให้แห้งที่ 140°C) ในน้ำกลั่น และ เติมน้ำกลั่นจนได้ปริมาตรครบ 1 ลิตร

4. น้ำยาพิเศษ สำหรับกำจัดตัวขัดขวาง

4.1 Aluminium hydroxide suspension : ละลาย 125 กรัม $AIK(SO_4)_2\ 12H_2O$ หรือ $AINH_4(SO_4)_2\ 12H_2O$ ในน้ำกลั่น 1 ลิตร อุ่นที่ 60°C และ เติม 55 ml ของ conc. NH4OH ช้า ๆ พร้อมกับคนแล้วตั้งทิ้งไว้ 1 ชั่วโมง และ ถ่ายลงขวด

4.2 ฟีนอล์ฟทาลีนอินดิเคเตอร์ : ละลายฟีนอล์ฟทาลีน 5 กรัม ใน 95% $C_5H_5OH$ 500 ml เติมน้ำกลั่นอีก 500 ml

4.3 โซเดียมไฮดรอกไซด์ 1 นอร์มัล : ละลาย 40 กรัม NaOH ด้วยน้ำกลั่นจนปริมาตรได้ 1 ลิตร

4.4 กรดกำมะถัน 1 นอร์มัล : เจือจาง 28 ml Conc. $H_2SO_4$ ด้วยน้ำกลั่นจนปริมาตรได้ 1 ลิตร

4..5 $H_2O_2$30%

**วิธีการทดลอง**

1. การเตรียมตัวอย่างน้ำ : ใช้ตัวอย่างน้ำ 100 ml หรือเลือกปริมาตรที่เหมาะสมใส่ในขวด Erlenmeyer Flask ขนาด 250 ml ถ้าน้ำมีสิ่งขัดขวางให้กำจัดออก ดังนี้

- ถ้าตัวอย่างขุ่น หรือมีตะกอนปะปนมาให้กรองตัวอย่างน้ำก่อนนำมาวิเคราะห์
- ถ้ามี $S^{2-}$, $SO_3^{2-}$, $S_2O_3^{2-}$ ทำให้น้ำนั้นเป็นด่างต่อฟีนอล์ฟทาลีนด้วย NaOH เติม 30%$H_2O_2$ 1 ml คนและทำให้เป็นกลางด้วย $H_2SO_4$
- ถ้าตัวอย่างน้ำมีสีเข้มมาก กำจัดได้โดยเติม Aluminium hydroxide suspension 3 ml ลงในน้ำ ตัวอย่าง 100 ml คนให้เข้ากัน ตั้งทิ้งไว้ 2-3 นาที แล้วกรองล้างตะกอนด้วยน้ำกลั่น เก็บน้ำส่วนที่กรองได้รวมทั้งน้ำล้างตะกอนทั้งหมดไปวิเคราะห์ต่อไป

2. ปรับ pH ของสารละลายตัวอย่างน้ำ ซึ่งได้กำจัดสารขัดขวางแล้วให้อยู่ในช่วง pH 7-10 โดย

- ถ้าตัวอย่างน้ำมี pH<7.0 เติมสารละลาย NaOH 1 N
- ถ้าตัวอย่างน้ำมี pH>7.0 เติมสารละลาย $H_2SO_4$ 1 N

3. การไทเทรต เติมสารละลายโปตัสเซียมโครเมตอินดิเคเตอร์ 1 ml ไทเทรตกับสารละลายมาตรฐานซิลเวอร์ในเตรท 0.0141 นอร์มัลจนกระทั่งได้สีเหลืองอมส้ม หรือ ตะกอนสีแดงอิฐของซิลเวอร์โครเมต ($Ag_2CrO_4$) ในสารละลาย

4. Blank ทำ blank โดยใช้น้ำกลั่น 100 ml แทนตัวอย่างน้ำ (ใช้ปริมาตรเดียวกับตัวอย่างน้ำที่ใช้) ค่า blank ควรอยู่ระหว่าง 0.2 – 0.4 ml

5. Standardization วิธีเทียบมาตรฐานสารละลายซิลเวอร์ไนเตรต ($AgNO_3$) ทำเช่นเดียวกับวิธีวิเคราะห์ตัวอย่างน้ำ แต่ใช้สารละลายมาตรฐานโซเดียมคลอไรด์แทนตัวอย่างน้ำ

**การคำนวณ**

$$\text{คลอไรด์ (mg/l)} = \frac{(A-B) \times N \times \text{eq. Wt. Of } Cl^- \times 1000}{\text{ml Sample}} = \frac{(A-B) \times 0.5 \times 1000}{\text{ml Sample}}$$

A = ml ของ $AgNO_3$ ที่ใช้ในการไทเทรตตัวอย่างน้ำ

B = ml ของ $AgNO_3$ ที่ใช้ในการไทเทรต Blank

N = Normality ของ $NgNO_3$ (ปกติ = 0.0141)

Equivalent Weight of Cl- = 35.45 mg

# การวิเคราะห์ความกระด้าง (Hardness)

**วัตถุประสงค์** เพื่อให้นักศึกษาเข้าใจหลักการและสามารถตรวจวิเคราะห์ความกระด้างในน้ำด้วยวิธี EDTA titrimetric method ได้อย่างถูกต้อง

**หลักการ**

EDTA เป็น Chelating Agent สามารถสร้างอิออนเชิงซ้อนที่เสถียรกับ $Ca^{2+}$, $Mg^{2+}$ และ Divalent Ion อื่นที่เป็นสาเหตุของความกระด้างของน้ำ เมื่อเติม Eriochrome Black T (EBT) Indicator ที่บัฟเฟอร์น้ำให้มี pH $10.0 \pm 0.1$ แล้ว EBT จะรวมกับ $Ca^{2+}$ และ $Mg^{2+}$ เกิดเป็นสารเชิงซ้อน ([M-EBT] complex) สีม่วงแดง (ถ้าไม่มีอิออนของโลหะละลายอยู่จะได้สารละลายสีน้ำเงิน) ดังสมการที่ 1

$$M^{2+} + {}^{2+}\,EBT \leftrightarrow^{pH=10} [M-EBT]_{complex} \qquad (1)$$

และ เมื่อไทเทรตด้วย EDTA แล้ว $Ca^{2+}$, และ อิออน +2 ตัวอื่น ๆ (ที่เป็นสาเหตุของความกระด้างของน้ำ) จะรวมตัวกับ EDTA เป็นสารเชิงซ้อน ([M-EDTA] complex) ซึ่งไม่มีสีและคงตัวกว่า ([M-EBT] complex) โดยจะรวมตัวกับ $Ca^{2+}$ ก่อนแล้วจึงรวมกับ $Mg^{2+}$ เมื่อมี EDTA รวมตัวกับ Free Hardness Ions หมดแล้วจะไปดึง อิออนโลหะ ($M^{2+}$) มาจาก ([M-EBT] complex) จะหมด และ ปล่อย ETB เป็นอิสระ สีของสารละลายจะเปลี่ยนเป็นสีน้ำเงินของ EBT แสดงว่าถึงจุดยุติดังสมการที่ 2

$$\underset{\text{สีม่วงแดง}}{[M-EBT]_{complex}} + EDTA \leftrightarrow^{pH=10} [M-EDTA]_{complex} + \underset{\text{สีน้ำเงิน}}{EBT} \qquad (2)$$

**สิ่งรบกวนการวิเคราะห์**

อิออนของโลหะบางตัวจะขัดขวางการหาความกระด้างโดยวิธีนี้ด้วยการทำให้สีของจุดยุติจางไปหรือ เห็นไม่ชัด การแก้ไขทำได้โดยการเติม Inhibitors ก่อนการไทเทรตด้วย EDTA ความเข้มข้นสูงสุดของสารรบกวนที่ยอมให้มีได้ในการไตแสดงใน ตารางที่ 1 ขนาดของตัวอย่างน้ำเท่ากับ 25 ml และ เติมน้ำกลั่นจนได้ปริมาตร 50 ml ถ้าตัวอย่างน้ำมีโลหะหนักมาก ๆ ไม่ควรวิเคราะห์ด้วยวิธีนี้ ควรตรวจวัดแคลเซียม และแมกนีเซียมก่อนโดยวิธีอื่น แล้วนำมาคำนวณตามวิธีคำนวณที่ได้เรียนไปแล้ว ในกรณีตัวอย่างน้ำมีสารแขวนลอยหรือ สารอินทรีย์ที่จะรบกวนสีของจุดยุติสามารถกำจัดได้โดยการระเหยตัวอย่างจนแห้งบนเครื่องอังน้ำแล้วนำไปเผาในตู้เผาที่อุณหภูมิ 550°C จนกระทั่งสารอินทรีย์ถูกออกซิไดซ์จนสมบูรณ์ ละลายตะกอนที่เหลือด้วยกรดไฮโดรคลอริค 1 N ปริมาตร 20 ml แล้วสะเทินให้เป็นกลางที่ pH 7 ด้วย NaOH 10N เติมน้ำกลั่นจนได้ 50 ml ทิ้งให้เย็นที่อุณหภูมิห้องแล้วนำไปหาความกระด้างต่อไป

**เครื่องมือ และ อุปกรณ์**

1. บิวเรต ขนาด 50 ml
2. ขวดรูปกรวย ขนาด 250 ml

**ตารางที่ 1** ค่าความเข้มข้นสูงสุดของโลหะที่รบกวนการวิเคราะห์

| โลหะ | ความเข้มข้นสูงสุดของสารที่รบกวนการวิเคราะห์ (mg/l) | |
|---|---|---|
| | Inhibitor I | Inhibitor II |
| อลูมิเนียม | 20 | 20 |
| แบเรียม | + | + |
| แคดเมียม | + | 20 |
| โคบอลท์ | >20 | 0.3 |
| ทองแดง | >20 | 20 |
| เหล็ก | >30 | 5 |
| ตะกั่ว | + | 20 |
| แมงกานีส ($Mn^{+2}$) | + | 1 |
| นิกเกิล | >20 | 0.3 |
| สตรอนเทียม | + | + |
| สังกะสี | + | 200 |
| โพลีฟอสเฟต | | 10 |

+ ถูกไตรเตรตและวัดเป็นความกระด้าง

**สารเคมี**

1. Buffer Solution

ละลายแอมโมเนียมคลอไรด์ ($NH_4Cl$) 16.9 g ใน แอมโมเนียมไฮดรอกไซด์เข้มข้น ($NH_4OH$, Conc.) 143 ml เติมเกลือแมกนีเซียมของ EDTA 1.25g แล้วเจือจางให้เป็น 250 ml ด้วยน้ำกลั่น

2. Complexing Agents

น้ำส่วนใหญ่ไม่จำเป็นต้องใช้ Complexing Agents แต่ถ้าน้ำนั้นมีสิ่งรบกวนการวิเคราะห์จำเป็นต้องใช้ Complexing Agents เพื่อทำให้เห็นการเปลี่ยนสีของอินดิเคเตอร์ที่จุดยุติได้อย่างชัดเจน Complexing Agents ที่ใช้มีดังนี้

2.1 Inhibitor I

ถ้าตัวอย่างน้ำเป็นกรดควรปรับ pH ให้เป็น 6 หรือสูงกว่าด้วยสารละลายบัฟเฟอร์หรือ NaOH 0.1 N ก่อนเติม NaCN 250 mg ลงไปในสารละลายตัวอย่าง แล้วเติมสารละลายให้เพียงพอที่จะปรับ pH ให้เป็น $10.1 \pm 0.1$

**(ข้อควรระวัง:NaCN มีพิษร้ายแรงมากจึงควรใช้ความระมัดระวังเป็นพิเศษ)**

2.2 Inhibitor II

ละลายโซเดียมซัลไฟด์โมโนไฮเดรต ($Na_2S.H_2O$) 5.0 g หรือ $Na_2S.5H_2O$ 3.7g ในน้ำกลั่น 100 ml ปิดขวดให้แน่นด้วยจุกยางเพื่อป้องกันไม่ให้เกิดการออกซิเดชั่นเนื่องจากออกซิเจนในอากาศ Inhibitor II จะทำให้โลหะหนักซึ่งขัดขวางการวิเคราะห์ตกเป็นตะกอนซัลไฟด์ ปริมาณของ Inhibitor II ที่ควรใช้คือ 1 ml

2.3 Mg CDTA (Magnesium Salt of 1, 2 – Cyclohexane diamine tetraacetic Acid)

เติม Mg CDTA 250 mg ต่อตัวอย่างน้ำ 100 ml ให้ละลายหมดก่อนจึงค่อยเติมสารละลายบัฟเฟอร์ การใช้ complexing Agent ชนิดนี้เพื่อต้องการหลีกเลี่ยงการใช้สารพิษหรือ สารที่มีกลิ่นจาก Inhibitor และ II

3. Eriochrome Black T Indicator

ให้เตรียมชนิดเป็นผงแห้ง โดยการ ผสมอีริโอโครม แบลค ที 0.5 g และ NaCl 100 g ให้เข้ากัน

4. Calcium Carbonate Standard Solution

ชั่ง $CaCO_3$ ซึ่งได้อบแห้งแล้วจำนวน 1.000 g ใส่ในขวดรูปกรวยขนาด 500 ml วางกรวยไว้ที่คอขวด ค่อย ๆ เติมกรด HCl (1+1) ทีละน้อยจนกระทั่ง $CaCO_3$ ละลายหมด เติมน้ำกลั่น 200 ml ต้มให้เดือดประมาณ 2-3 นาทีเพื่อไล่ $CO_2$ ทิ้งให้เย็น เติม Methyl Red indicator 2-3 หยด ปรับให้เป็นสีส้มกลาง ๆ ด้วยแอมโมเนียมไฮดรอกไซด์ 3 N หรือ กรดไฮโดรคลอริก (1+1) ถ่ายลงในขวดวัดปริมาตรขนาด 1 ลิตร เติมน้ำกลั่นจนได้ปริมาตร 1 ลิตร

5. EDTA Standard Soltuion (0.01 M)

ละลายผง EDTA Disodium Salt 3.723 g ในน้ำกลั่นแล้วเจือจางให้เป็น 1 ลิตร แล้วเทียบความเข้มข้นที่แน่นอน (Standardize) กับสารละลายมาตรฐานแคลเซียมที่ทราบความเข้มข้น (จากข้อ 4) ปรับความเข้มข้นของสารละลาย EDTA ให้ได้ 1.00 ml = 1.00 mg $CaCO_3$

วิธีเทียบความเข้มข้นที่แน่นอนกระทำโดยปิเปตสารละลายแคลเซียมคาร์บอเนตมา 25.0 ml เติมน้ำกลั่นให้เป็น 50 ml แล้วทำเหมือนวิธีวิเคราะห์ตัวอย่างน้ำ ถ้าสารละลาย EDTA 1.00 ml = $CaCO_3$1.00 mg จะใช้ EDTA 25.0 ml พอดี ควรเก็บสารละลายมาตรฐาน EDTA ที่เตรียมในขวด Polyethylene

**วิธีการวิเคราะห์**

1. การไทเทรตตัวอย่างน้ำ

เลือกปริมาตรตัวอย่างที่จะใช้ EDTA ในการไทเทรตน้อยกว่า 15 ml และ ใช้เวลาในการไทเทรตน้อยกว่า 5 นาที นับจากหลังเติมสารละลายบัฟเฟอร์ ปิเปตตัวอย่างตามปริมาตรที่เลือกใส่ขวดรูปกรวย (ถ้าเป็นน้ำธรรมชาติทั่วไปมักใช้ตัวอย่างประมาณ 25 ml) เติมน้ำกลั่นให้มีปริมาตรประมาณ 50 ml เติมสารละลายบัฟเฟอร์เพียง 1 ml ก็เพียงพอที่จะปรับให้ pH ของตัวอย่างน้ำเป็น $10.0 \pm 0.1$ เติมอีริโอโครม แบลค ที

อินดิเคเตอร์ ถ้าเป็นชนิดสารละลายเติม 1-2 หยด แต่ถ้าเป็นชนิดผงแห้งเติมปริมาณพอควร (ประมาณ 0.2 g) สารละลายตัวอย่างจะเป็นสีม่วงแดง ไทเทรตด้วยสารละลายมาตรฐานอีดีทีเอ 0.01 M โดยค่อย ๆ เติมอย่างช้า ๆ สีจะค่อย ๆ เปลี่ยนจากสีม่วงแดงเป็นสีม่วงและจะค่อย ๆ เข้มข้นซึ่งแสดงว่าใกล้ถึงจุดยุติ จึงค่อยเติมทีละหยดจนถึงจุดยุติ สีสารละลายตัวอย่างจะเปลี่ยนเป็นสีน้ำเงิน ถ้าการเปลี่ยนสีที่จุดยุติเห็นไม่ชัดแสดงว่าจะเติมตาม Complexing Agent ชนิดใดชนิดหนึ่ง หรือไม่ก็แสดงว่าอินดิเคเตอร์เสื่อมคุณภาพ

2. ตัวอยางน้ำที่มีความกระด้างต่ำ

ตัวอย่างน้ำที่มีความกระด้างต่ำคือ น้อยกว่า 5 mg/l ให้ใช้ปริมาตรตัวอย่างน้ำ 100-1000 ml สำหรับการไทเทรตและเพิ่มจำนวนบัฟเฟอร์ อินฮิบิเตอร์ และ อินดิเคเตอร์ในปริมาณที่เหมาะสมและ ควรใช้ Micro Buret ในการไทเทรตทำแบลงค์โดยใช้น้ำกลั่นหรือ น้ำ DI ในปริมาณที่เท่ากับตัวอย่างรวมทั้งปริมาณของบัฟเฟอร์ อินฮิบิเตอร์ และอินดิเคเตอร์ด้วย

**การคำนวณ**

$$\text{ความกระด้าง (mg/l as } CaCO_3) = \frac{A \times B \times 1000}{\text{ml Sample}}$$

เมื่อ A = ปริมาตร EDTA ที่ใช้ในการไทเทรตเป็น ml

B = mg $CaCO_3$ ซึ่งสมมูลย์กับ 1.00 ml EDTA

**ข้อควรระวัง**

1. เวลาที่ใช้ในการไทเทรตไม่ควรเกิน 5 นาที เพื่อป้องกันการตกตะกอนของ $CaCO_3$ และ $Mg(OH)_2$

2. ถ้าทราบค่าความกระด้างโดยประมาณ ให้เติมสารละลายมาตรฐาน EDTA ลงไปประมาณ 90% ของปริมาณที่คาดว่าจะใช้ลงในตัวอย่างน้ำก่อนเติมสารละลายบัฟเฟอร์เพื่อป้องกันการตกตะกอน $CaCO_3$ หรืออาจแก้ไขโดยการปรับตัวอย่างน้ำให้เป็นกรด และ คมนาน 2 นาที เพื่อไล่ $CO_2$ ก่อนการปรับ pH ด้วยสารละลายบัฟเฟอร์ วัดค่าสภาพด่างเพื่อแสดงจำนวนกรดที่ถูกเติม

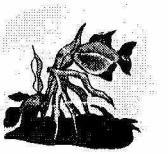
3. ถ้าตัวอย่างน้ำเป็นกรดควรปรับ pH ให้เป็นกลางก่อนเติมสารละลายบัฟเฟอร์

# การวิเคราะห์ปริมาณ Residual chlorine & Chloride

สาขาวิชาอนามัยสิ่งแวดล้อม
มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีสุรนารี

## Residual Chlorine

- เพื่อให้นักศึกษาเข้าใจหลักการและสามารถตรวจวิเคราะห์หาปริมาณคลอรีนอิสระตกค้างในน้ำด้วยวิธี Iodometric method ได้อย่างถูกต้อง



## หลักการ

1. คลอรีนสามารถเปลี่ยนอิออนไอโอไดด์ให้เป็นไอโอดีนได้

$$Cl_2 + 2I^- \longrightarrow I_2 + 2Cl^-$$

2. วัด $I_2$ ที่เกิดขึ้นโดยใช้น้ำแป้งเป็น indicator

$I_2$ + น้ำแป้ง ⟶ สีน้ำเงิน

3. หาความเข้มข้นของคลอรีนต่อโดยการไทเทรต

## Residual Chlorine

เตรียมสารเคมี

1. Conc. $CH_3COOH$
2. KI
3. 0.1N $Na_2S_2O_3$ : ละลาย 25g ของ $Na_2S_2O_3.5H_2O$ ในน้ำกลั่นต้มเดือดและเย็นแล้ว (เตรียมไว้ก่อน 2 อาทิตย์) (กลุ่มที่ 1 เตรียม 01N $K_2Cr_2O_7$) (ทุกกลุ่มต้องทำ Standardize)
4. 0.01N $Na_2S_2O_3$ : เจือจาง 0.1N $Na_2S_2O_3$ ในน้ำกลั่นต้มเดือดและเย็นแล้ว (กลุ่มที่ 2)
5. สารละลายน้ำแป้ง : ละลายแป้งมัน 5g ในน้ำกลั่นเล็กน้อย เทลงในน้ำกลั่นที่กำลังเดือด 1 L คนให้เข้ากัน ใช้เฉพาะส่วนใส

## Residual Chlorine

เตรียมสารเคมี (ต่อ)

6. 0.1N $I_2$ : ละลาย 4g KI ในน้ำกลั่น เติม 1.3g resublimed $I_2$ คนจนละลาย ปรับปริมาตรด้วยน้ำกลั่นให้ได้ 100 mL เก็บในขวดสีชา (กลุ่มที่ 3)
7. 0.0282N $I_2$ : ละลาย 2.5g KI ในน้ำกลั่นเล็กน้อย และเติมปริมาตรที่แน่นอนของ 0.1N $I_2$ 28.2 mL และปรับปริมาตรให้ได้ 100 mL เก็บในขวดสีชา (กลุ่มที่ 4)

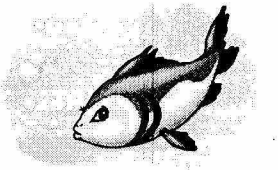
* ข้อ 6 และ 7 ให้เตรียมเมื่อทำ blank แล้วไม่ได้สีน้ำเงิน

## Methods

1. เตรียม Sample

ถ้ามีคลอรีนในช่วง 1-10 mg/L ⟹ 500 ml

ถ้ามีสูงกว่า 10 mg/L ⟹ < 500 ml



มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีสุรนารี

## Methods (cont.)

**2. เตรียม Titrate**

5 ml Acetic acid + 1 g KI

Sample or DW.

ผสมให้ทั่วโดยใช้แท่งแก้ว

## Methods (cont.)

**3. Sample titration**

Titrate ด้วย 0.01 N $Na_2S_2O_3$ (ในที่มืด)

เหลืองของ $I_2$ จนได้สีฟางข้าว

1 ml น้ำแป้ง

Titrate ต่อด้วย 0.01 N $Na_2S_2O_3$

End point สารละลายใส

## Methods (cont.)

**4. Blank titration**

Titrate ด้วย 0.01 N $Na_2S_2O_3$

เหลืองของ $I_2$ จนได้สีฟางข้าว

1 ml น้ำแป้ง

B = -

Titrate ต่อด้วย 0.01N $Na_2S_2O_3$

Titrate ด้วย 0.0282N $I_2$

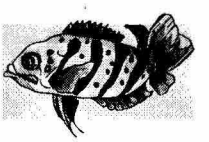
Titrate กลับด้วย 0.01N $Na_2S_2O_3$

B = +

## Methods (cont.)

**Calculation**

$$\text{mg Cl as } Cl_2/L = \frac{(A \pm B) \times N \times 35450}{\text{ml Sample}}$$



## Chloride

- เพื่อให้นักศึกษาเข้าใจหลักการและสามารถตรวจวิเคราะห์หาปริมาณคลอไรด์ในน้ำด้วยวิธี Argentometric method or Mohr method ได้อย่างถูกต้อง

## หลักการ

**1. ใช้ 0.0141N ของ $AgNO_3$ เป็น Titrant**

$Ag^+ + Cl^- \longrightarrow AgCl$ (ตะกอนสีขาว)

**2. ใช้ $K_2CrO_4$ เป็น indicator**

$2Ag^+ + CrO_4^{2-} \longrightarrow Ag_2CrO_4$ (สีแดง)

## Chloride

เตรียมสารเคมี

1. $K_2CrO_4$ indicator : ละลาย 50g $K_2CrO_4$ ในน้ำกลั่นเล็กน้อย เติม $AgNO_3$ จนได้ตะกอนสีแดง ตั้งทิ้งไว้ 12 ชม.กรอง และเติมน้ำกลั่นจนได้ 1L
2. 0.0141N $AgNO_3$ : ละลาย 2.395g $AgNO_3$ ในน้ำกลั่นจนได้ 1L
3. 0.0141N NaCl : ละลาย 824.1 mg NaCl (อบแห้งที่ 140°C) ในน้ำกลั่นปรับปริมาตร 1L (กลุ่มที่ 5)
4. 1N NaOH
5. 1N $H_2SO_4$

## Methods

1. เตรียม Sample และ Blank ➡ 100 ml หรือที่เหมาะสม

2. ปรับ pH ให้อยู่ในช่วงpH 7-10
   - ถ้ามี pH < 7 ➡ เติม 1N NaOH
   - ถ้ามี pH > 7 ➡ เติม 1N $H_2SO_4$

(1) ให้ทำการทดลอง Blank ก่อน

(2) Standardization $AgNO_3$ ด้วย NaCl (NaCl 10 mL + DW 90 mL)

(3) Do samples

## Methods (cont.)

3. Sample & Blank titration

➡ เติม 1 ml $K_2CrO_4$ indicator ➡

⬇

⬅ Titrate ด้วย 0.0141N $AgNO_3$

End point
ตะกอนสีเหลืองอมส้ม
หรือแดงอิฐ

## Methods (cont.)

Calculation

$$mg/L = \frac{(A-B) \times 0.5 \times 1000}{ml\ Sample}$$

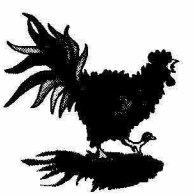
มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีสุรนารี

# การวิเคราะห์ความกระด้าง
# Hardness

สาขาวิชาอนามัยสิ่งแวดล้อม
มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีสุรนารี

## Hardness

- เพื่อให้นักศึกษาเข้าใจหลักการและสามารถตรวจวิเคราะห์ความกระด้างในน้ำด้วยวิธี EDTA titrimetric method ได้อย่างถูกต้อง



## หลักการ

1. EBT indicator จะรวมตัวกับ $Ca^{2+}$, $Mg^{2+}$ ที่pH≈10.0 เกิด Rex.

$$M^{2+} + EBT \longrightarrow [M\text{-}EBT]_{complex}$$

2. เมื่อไทเทรตด้วย EDTA ที่เป็น chelating agent สามารถสร้าง ionเชิงซ้อนกับ $Ca^{2+}$, $Mg^{2+}$ (Free ion) ซึ่งไม่มีสี จนหมด จึงไปดึง Ion จาก $[M\text{-}EBT]_{complex}$ จนหมด EBT จึงเป็นอิสระกลายเป็นสีน้ำเงิน

$$[M\text{-}EBT]_{complex} + EDTA \longleftrightarrow [M\text{-}EDTA]_{complex} + EBT$$

## สารเคมี

1. Buffer solution : ละลาย $NH_4Cl$ 16.9g ใน conc.$NH_4OH$ 143 ml เติมเกลือแมกนีเซียมของ EDTA 1.25g แล้วเจือจางด้วย DW ให้เป็น 250 ml
2. Complexing agents ใช้ในกรณีที่น้ำมีสิ่งรบกวนการวิเคราะห์
3. ผง Eriochrome Black T indicator: ผสม 0.5g EBT และ 100g NaCl เข้ากัน
4. Standard calcium solution: ชั่ง $CaCl_2$ 1.11g ใส่ใน flask 1000 ml ค่อยๆ เติม 1+1HCl (เตรียม 100 ml) ทีละน้อย จน $CaCl_2$ ละลายหมด เติมน้ำกลั่น 200 ml ต้มให้เดือดประมาณ 2-3 นาที ทิ้งให้เย็น เติม Methyl red indicator 2-3 หยด ปรับให้เป็นสีส้มกลางๆ ด้วย 1+1HCl ถ่ายลงใน volumetric flask 1L และปรับปริมาตรให้เป็น 1L (1ml = 1mg $CaCl_2$) (กลุ่มที่ 6)
5. 0.01M EDTA standard solution: ละลาย EDTA 3.723g แล้วเจือจางให้เป็น 1L เก็บไว้ในขวด PE

## สารเคมี

* ทำการ standardize 0.01M EDTA standard solution โดยการเทียบกับ Standard calcium solution ที่ทราบความเข้มข้น ทำโดยปิเปต Standard calcium solution 10 ml เติมน้ำกลั่นให้ครบ 50 ml แล้วทำเช่นเดียวกันกับ sample

∴ ถ้าใช้ Standard calcium solution 10 ml จะต้องใช้ปริมาณ EDTA titrant ที่สมมูลกันพอดีคือ 10 ml จึงจะได้ว่า 1ml = 1mg $CaCl_2$

## Methods

1. เตรียม Sample

เลือกปริมาตรตัวอย่าง ➡ ที่ใช้ EDTA < 15 ml & 5min

∴ น้ำผิวดินทั่วไป ➡ ใช้ตัวอย่าง 25 ml

↓

เติม DW ให้มีปริมาตร 50 ml

*ถ้า Hardness < 5mg/L ให้ใช้ตัวอย่าง 100-1000ml

## Methods (cont.)

2. เตรียม Titrate

1 ml Buffer sol. + 1-2 หยด EBT indicator หรือ 0.2g

Sample or DW.

ผสมให้ทั่ว จะได้สารละลายสีม่วงแดง

↓

## Methods (cont.)

3. Sample titration

Titrate ด้วย 0.01M EDTA ช้าๆ

↓

ม่วงเข้มข้น

ค่อยๆ เติมทีละหยด

↓

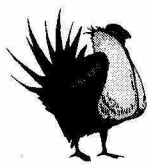
End point

มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีสุรนารี

## Method (cont.)

**Calculation**

$$\text{mg/L as } CaCO_3 = \frac{A \times B \times 1000}{\text{ml Sample}}$$



## การวิเคราะห์ปริมาณคลอรีนอิสระตกค้างในน้ำโดยใช้ชุดทดสอบอย่างง่าย

ตรวจวิเคราะห์ลักษณะคุณภาพน้ำประปาและน้ำดื่ม ทางเคมี

- ตรวจวิเคราะห์คลอรีน โดยชุดทดสอบคลอรีนอิสระคงเหลือในน้ำ (ว 720)

ทำการเทียบสีที่เกิดขึ้นกับสีมาตรฐานคลอรีนอิสระคงเหลือ ค่าที่อ่านได้คือ ค่าคลอรีนอิสระคงเหลือในน้ำดื่ม (มิลลิกรัม / ลิตร)

เกณฑ์แสดงถึงคุณภาพน้ำบริโภคโดยองค์การอนามัยโลก พ.ศ. 2527

- ซึ่งได้กำหนดค่าคลอรีนไว้ดังนี้ คลอรีนอิสระคงเหลือ 0.2 - 0.5 มิลลิกรัม/ลิตร

26

## การวิเคราะห์ความกระด้างในน้ำโดยใช้ชุดทดสอบอย่างง่าย

- ตรวจวิเคราะห์ความกระด้าง โดยชุดทดสอบความกระด้างทั้งหมดของน้ำ

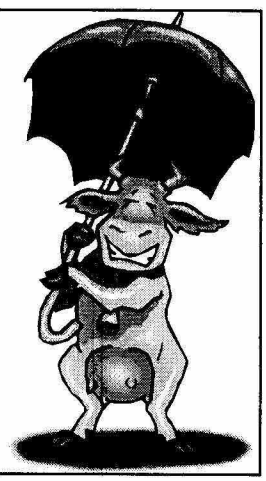
**การอ่านผล**

| ปริมาณน้ำยาความกระด้าง 3 | สีที่ปรากฏ | ความกระด้าง (มิลลิกรัม/ลิตร) |
|---|---|---|
| 0 หยด | น้ำเงิน | ไม่พบ |
| 1 หยด | น้ำเงิน | น้อยกว่า 5 |
| 0.5 ซีซี | น้ำเงิน | ไม่เกิน 50 |
| | น้ำม่วงแดง | มากกว่า 50 |
| 1.0 ซีซี | น้ำเงิน | ไม่เกิน 100 |
| | น้ำม่วงแดง | มากกว่า 100 |
| 1.5 ซีซี | น้ำเงิน | ไม่เกิน 150 |
| | น้ำม่วงแดง | มากกว่า 150 |
| 2.0 ซีซี | น้ำเงิน | ไม่เกิน 200 |
| | น้ำม่วงแดง | มากกว่า 200 |
| 3.0 ซีซี | น้ำเงิน | ไม่เกิน 300 |
| | น้ำม่วงแดง | มากกว่า 300 |

27

## สรุป

- การส่งรายงาน
- คำถาม
- เริ่มปฏิบัติการ



มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีสุรนารี

# ของแข็ง (Solid)

**ของแข็งในน้ำ (Solids)**

ของแข็ง (Solid) สารทุกอย่างในของเหลว ยกเว้นน้ำ ของแข็งประกอบด้วยสารอินทรีย์และสารอนินทรีย์มากมายหลายชนิด จึงวิเคราะห์โดย Gravimetric Method เพราะคุณสมบัติของสารที่เป็นของแข็งแต่ละตัวแตกต่างกัน การวิเคราะห์ของแข็งในน้ำเสีย เพื่อหาค่าดังนี้คือ

Dissolved Solids (DS) หมายถึง ของแข็งละลายน้ำซึ่งมองไม่เห็นด้วยตาเปล่า เมื่อระเหยตัวอย่างน้ำ จะมีของแข็งเป็นผงหรือผลึกซึ่งสามารถมองเห็นได้ ของแข็งละลายน้ำอาจเป็นสารอินทรีย์หรือสารอนินทรีย์ก็ได้

Suspended Solids (SS) หมายถึง ของแข็งแขวนลอยในน้ำ เป็นส่วนของแข็งที่เหลือค้างบนกระดาษกรองใยแก้วมาตรฐาน (รูพรุน 0.45 um) หลังจากกรองตัวอย่างและนำไปอบแห้งที่อุณหภูมิ 103 105 °C

Total Solid (TS) หมายถึง ของแข็งทั้งหมดในน้ำ แสดงถึงสารต่างๆทุกชนิดที่อยู่ในน้ำ โดย

$$TS = TDS + TSS$$

$$TS = TVS + TFS$$

Settleable Solid หมายถึงของแข็งจมตัวสู่ก้นภาชนะ เมื่อตั้งทิ้งไว้ 1 ชม. ควรให้น้ำตัวอย่างมีอุณหภูมิเท่าอุณหภูมิห้อง

Volatile Solid (VS) คือของแข็งส่วนที่เป็นสารอินทรีย์ ตรวจวัดโดยการนำกระดาษกรองที่วิเคราะห์หาของแข็งแขวนลอยแล้ว หรือถ้วยกระเบื้องระเหยที่วิเคราะห์หาของแข็งละลายน้ำทั้งหมดแล้วไปเผาที่อุณหภูมิ 550 °C น้ำหนักของแข็งที่หายไปคือของแข็งระเหยมีหน่วยเป็นมิลลิกรัมต่อลิตร

Fixed Solid (FS) หมายถึงของแข็งคงตัว ซึ่งเป็นของแข็งที่เหลืออยู่จากการเผาของแข็งทั้งหมดภายใต้อุณหภูมิ 550-600 °C โดย TS = VS + FS

ความสำคัญในการหาค่าของแข็ง ค่าของแข็งทั้งหมดมีประโยชน์มากในการพิจารณาความเหมาะสมของน้ำที่นำมาใช้ในการอุปโภคบริโภค น้ำที่มีค่าของแข็งทั้งหมดสูงจะมีคุณสมบัติในการระบายท้อง สำหรับน้ำเสียอุตสาหกรรม ค่าของแข็งตกตะกอนสำคัญมาก เพราะเป็นพื้นฐานว่าควรมีถังตกตะกอนขั้นต้นหรือไม่ ค่าของแข็งทั้งหมดมีความสำคัญในโรงงานอุตสาหกรรมบางชนิดที่มีสารซึ่งละลายน้ำในรูปของเกลืออนินทรีย์

## 1) ของแข็งทั้งหมด (Total Solids; TS)

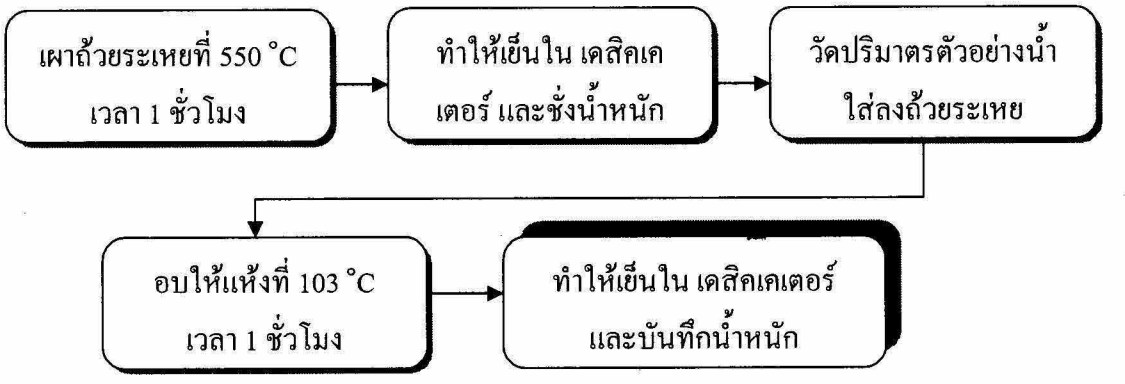
### เครื่องมือ

1) ถ้วยระเหย (Evaporating dishes) ทำด้วยพรอเลนซ์ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 90 มม.
2) เครื่องชั่งละเอียด ทศนิยม 4 ตำแหน่ง
3) เครื่องอังไอน้ำ แบบ Water bath
4) เดสิคเคเตอร์
5) ตู้อบ (Drying oven) ที่อุณหภูมิ 103 – 105 $^0$C

### วิธีทดลอง

1) เผาถ้วยระเหยในตู้อบที่อุณหภูมิ 103 – 105 $^0$C นาน 1 ชั่วโมง แล้วทำให้เย็นในเดสิคเคเตอร์
2) เลือกปริมาตรตัวอย่างน้ำที่ให้ค่าของแข็งในช่วง 10 – 200 มิลลิกรัม (ปกติใช้ 50 – 100 มล.)
3) ผสมตัวอย่างน้ำให้เข้าดี แล้วใส่ในถ้วยระเหยที่ชั่งน้ำหนักแล้ว ทำให้ระเหยจนแห้งบนเครื่องอังไอน้ำ
4) เอาถ้วยระเหยเข้าตู้อบที่อุณหภูมิ 103 – 105 $^0$C นานอย่างน้อย 1 ชั่วโมง แล้วทำให้เย็นในเดสิคเคเตอร์ จึงชั่งน้ำหนักที่เพิ่มขึ้นคือ น้ำหนักของ Total Solids
5) เอาถ้วยระเหยเข้าอบอีกที่อุณหภูมิ แล้วทำให้เย็นในเดสิคเคเตอร์ ชั่งน้ำหนักถ้วยระเหยอีกครั้ง จนได้น้ำหนักสารคงที่หรือน้ำหนักเปลี่ยนแปลงน้อยกว่า 4 % หรือเปลี่ยนแปลงน้อยกว่า 0.5 มก. ของการชั่งครั้งที่แล้ว

### สรุปวิธีการทดลอง



**การคำนวณ**

$$\text{ของแข็งทั้งหมด (มก./ล.)} = \frac{(A-B) \times 1,000}{\text{ปริมาตรตัวอย่างน้ำ (มล.)}}$$

เมื่อ A คือ น้ำหนักสารที่เหลือและถ้วยระเหย , มล. และ
B คือ น้ำหนักถ้วยระเหย , มล.

**2) ของแข็งที่ละลายน้ำ (Total Dissolved Solids ; TDS)**

**เครื่องมือ**

1) ถ้วยกรอง (Gooch crucible) ทำด้วยพรอเลนซ์ ขนาด 25 – 40 มล.
2) ชุดกรองประกอบด้วยเครื่องดูดอากาศ กระดาษกรอง Whatman GF/C และ Flask
3) เครื่องชั่งละเอียด
4) เครื่องอังไอน้ำ
5) เดสิคเคเตอร์
6) ตู้อบที่อุณหภูมิ 180 + 2 $^{0}$C

มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีสุรนารี

**วิธีทดลอง**

1) ชั่งถ้วยระเหยที่อบแห้งดีแล้ว ( อบที่อุณหภูมิ 103 – 105 $^{0}$C นาน 1 ชม. แล้วทำให้เย็นในเดสิคเคเตอร์จนอุณหภูมิเท่าอุณหภูมิห้อง )

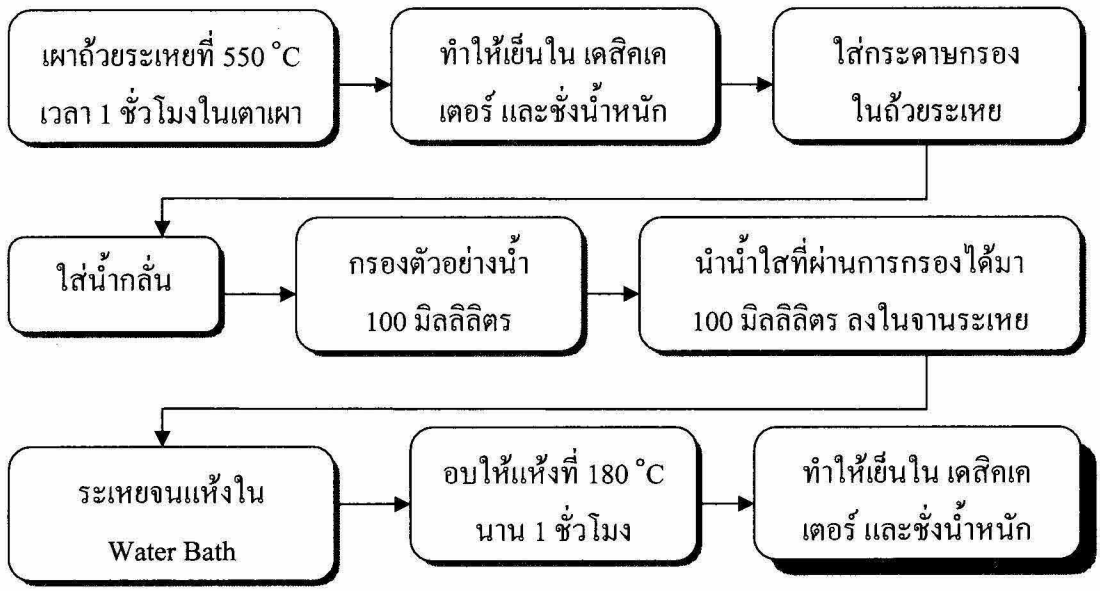
2) เลือกปริมาตรตัวอย่างน้ำที่ให้ค่าของแข็งละลายน้ำ หนักในช่วง 10 – 200 มล. (ปกติใช้ 70 – 100 มล.)

3) ผสมตัวอย่างน้ำที่ผสมเข้ากันดีแล้ว นำมากรองผ่านกระดาษกรองใยแก้วให้สารแขวนลอยออกโดยใช้เครื่องดูดอากาศช่วย เอาน้ำใสส่วนที่กรองได้ใส่ในถ้วยระเหย ระเหยจนแห้งบนเครื่องอังไอน้ำ

4) แล้วเอาถ้วยระเหยนั้น เข้าอบที่อุณหภูมิ 180 + 2 $^{0}$C นานอย่างน้อย 1 ชม. ทำให้เย็นเดสิคเคเตอร์ จึงชั่งน้ำหนักถ้วยระเหย น้ำหนักที่เพิ่มขึ้น คือ น้ำหนักของ TDS

5) เอาถ้วยระเหยเข้าอบที่อุณหภูมิ 180 + 2 $^{0}$C แล้วทำให้เย็นในเดสิคเคเตอร์ ชั่งน้ำหนักถ้วยระเหยอีกครั้ง ทำจนได้น้ำหนักสารคงที่หรือน้ำหนักเปลี่ยนน้อยกว่า 4 % หรือเปลี่ยนน้อยกว่า 0.5 มก. ของการชั่งครั้งที่แล้ว

**สรุปวิธีการทดลอง**




**การคำนวณ**

$$\text{ของแข็งละลายน้ำทั้งหมด (มก./ล.)} = \frac{(A-B) \times 1,000}{\text{ปริมาตรตัวอย่างน้ำ (มล.)}}$$

เมื่อ A และ B เหมือนการวัดค่าของแข็งทั้งหมด

**3) ของแข็งแขวนลอย (Total Suspended Solids ; TSS)**

**เครื่องมือ**

เหมือนการวัด Total dissolved Solids แต่ใช้ Gooch crucible แทนถ้วยระเหย

**วิธีทดลอง**

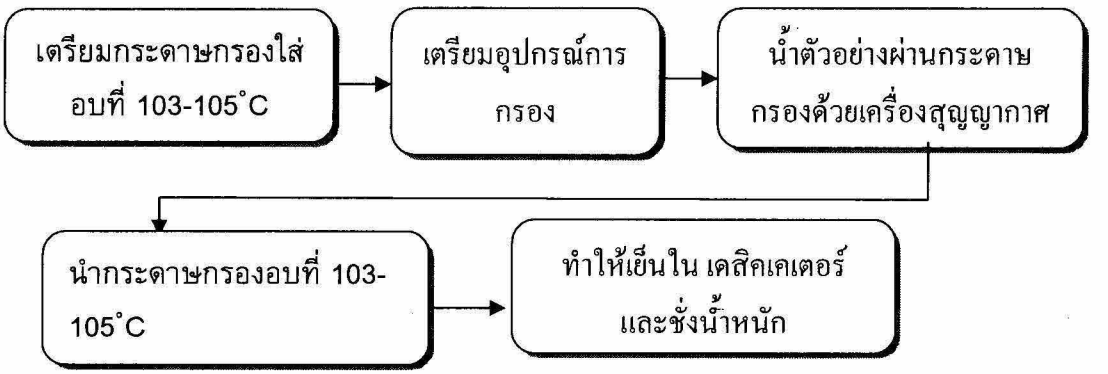
1) ชั่งถ้วย Gooch crucible พร้อมกระดาษกรองที่ได้อบแห้งดีแล้ว อบที่อุณหภูมิ 103 – 105 $^0$C นาน 1 ชม. แล้วทำให้เย็นเดสิคเคเตอร์ จนอุณหภูมิเท่าอุณหภูมิห้อง

2) ผสมตัวอย่างน้ำให้เข้ากันดี แล้วนำมากรองผ่านกระดาษกรองที่อยู่ในถ้วย Gooch crucible ใช้เครื่องดูดอากาศช่วยกรองจนน้ำแห้งแล้วให้ดูดอากาศต่ออีกประมาณ 3 นาที จะได้สารแขวนลอยแห้งติดอยู่บนกระดาษกรอง

3) แล้วเอาถ้วย Gooch crucible นั้น เข้าตู้อบที่อุณหภูมิ 103 – 105 $^0$C นานอย่างน้อย 1 ชั่วโมง ทำให้เย็นเดสิคเคเตอร์ จึงชั่งน้ำหนักถ้วย น้ำหนักที่เพิ่มขึ้นคือน้ำหนักของ Total Suspended Solids

4) เอาถ้วย Gooch crucible เข้าอบอีกครั้งที่อุณหภูมิ 103 – 105 $^{0}$C แล้วทำให้เย็นในเดสิคเคเตอร์ ชั่งน้ำหนักถ้วย Gooch crucible อีก ทำจนได้น้ำหนักสารคงที่หรือน้ำหนักเปลี่ยนน้อยกว่า 4 % หรือเปลี่ยนน้อยกว่า 0.5 มก. ของการชั่งครั้งที่แล้ว

**สรุปวิธีการทดลอง**




**การคำนวณ**

$$\text{ของแข็งแขวนลอยทั้งหมด (มก./ล.)} = \frac{(A-B) \times 1,000}{\text{ปริมาตรตัวอย่างน้ำ (มล.)}}$$

เมื่อ A คือ น้ำหนักสารที่เหลือและถ้วย Gooch crucible + กระดาษกรอง (มก.) และ

B คือ น้ำหนักถ้วย Gooch crucible + กระดาษกรอง (มก.)

มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีสุรนารี

**4) สารระเหยง่ายและสารคงตัว (Volatile Solids ; VS และ Fixed Solids ; FS)**

**เครื่องมือ**

เหมือนการหา Total Solids และเพิ่มเตาเผา (Muffle furnace) ที่ควบคุมอุณหภูมิได้ที่ 550 + 50 $^{0}$C

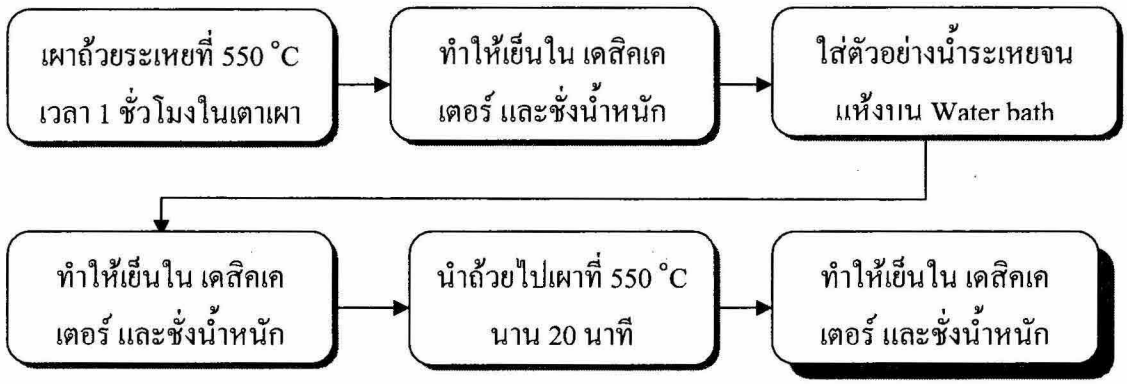
**วิธีทดลอง**

1) เผาถ้วยระเหยในเตาเผาที่อุณหภูมิ 550 + 50 $^{0}$C นาน 1 ชม. แล้วทำให้เย็นในเดสิคเคเตอร์

2) ทำเหมือนการวัด Total Solids คือ ผสมตัวอย่างน้ำให้เข้ากันดี แล้วใส่ลงในถ้วยระเหยที่ได้ชั่งน้ำหนักแล้ว ทำให้ระเหยจนแห้งบนเครื่องอังไอน้ำ แล้วอบที่อุณหภูมิ 103 – 105 $^{0}$C ทำให้เย็นในเดสิคเคเตอร์ และชั่งน้ำหนักถ้วย ต่อจากนั้นเอาถ้วยนี้ไปเผาที่อุณหภูมิ 550 + 50 $^{0}$C นานอย่างน้อย 15 – 20 นาที และทำให้เย็นในเดสิคเคเตอร์จนอุณหภูมิเท่าอุณหภูมิห้อง จึงชั่งน้ำหนักถ้วยระเหย น้ำหนักที่ชั่งได้เป็นน้ำหนักของ Fixed Solids และน้ำหนักที่หายไป คือ น้ำหนักของ Volatile Solids

3) เอาถ้วยระเหยเข้าเผาอีกครั้งที่อุณหภูมิ 550 + 50 $^{0}$C แล้วทำให้เย็นเดสิคเคเตอร์ ชั่งน้ำหนักถ้วยอีกครั้ง ทำจนได้น้ำหนักสารคงที่หรือน้ำหนักเปลี่ยนน้อยกว่า 4 % หรือเปลี่ยนน้อยกว่า 0.5 มก. ของการชั่งครั้งที่แล้ว

**สรุปวิธีการทดลอง**




**การคำนวณ**

$$\text{ของแข็งระเหย (มก./ล.)} = \frac{(A-B) \times 1{,}000}{\text{ปริมาตรตัวอย่างน้ำ (มล.)}}$$

$$\text{ของแข็งคงตัว (มก./ล.)} = \frac{(B-C) \times 1{,}000}{\text{ปริมาตรตัวอย่างน้ำ (มล.)}}$$

เมื่อ A คือ น้ำหนักสารและถ้วยระเหยก่อนเผาที่อุณหภูมิ 550 + 50 $^{0}$C (มก.)
B คือ น้ำหนักสารและถ้วยระเหยหลังเผาที่อุณหภูมิ 550 + 50 $^{0}$C (มก.)
C คือ น้ำหนักถ้วยระเหย (มก.)

**5) Settleable Solids**

**เครื่องมือ**

1) กรวยอิมฮอฟฟ์ (Imhoff cone) พร้อมแท่งวางกรวย
2) แท่งแก้วสำหรับคน
3) นาฬิกาจับเวลา

**วิธีทดลอง**

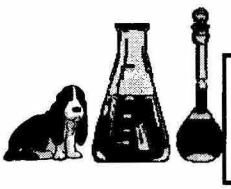
1) เทตัวอย่างน้ำที่ผสมเข้ากันดีแล้วลงในกรวยอิมฮอฟฟ์ ปริมาตร 1,000 มล.
2) ปล่อยให้ของแข็งที่หนักตกตะกอนจนครบ 45 นาที จึงใช้แท่งแก้วคนข้างๆ กรวย เพื่อให้ของแข็งที่ตกตะกอน ได้จมตัวลงก้นกรวยทั้งหมด
3) ทิ้งไว้อีก 15 นาที อ่านปริมาตรของแข็งที่ตกตะกอน ได้เป็น มิลลิลิตร/ลิตร

1. ผสมตัวอย่างน้ำให้เข้ากันดี เทลงกรวยอิมฮอฟฟ์ ปริมาตร 1 ลิตร
2. ทิ้งให้ตกตะกอน 45 นาที ใช้แท่งแก้วคนข้างกรวย
3. ทิ้งให้ตกตะกอนอีก 15 นาที อ่านปริมาตรของแข็งที่ขีดข้างกรวยจนได้ปริมาตรของแข็งตกตะกอน

มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีสุรนารี

ศูนย์บรรณสารและสื่อการศึกษา
มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีสุรนารี

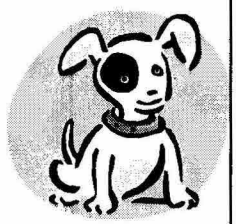
**ปฏิบัติการ**
**การตรวจวิเคราะห์ของแข็งในน้ำ**
**SOLID**



ดร.ประพัฒน์ เป็นตามวา
สาขาวิชาอนามัยสิ่งแวดล้อม
มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีสุรนารี

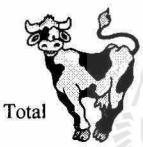
## วัตถุประสงค์

- เพื่อให้นักศึกษามีความรู้ความเข้าใจการตรวจวิเคราะห์คุณภาพน้ำทางเคมี ได้แก่ $SV_{30}$ Total Solid (TS), Total Dissolved Solid (TDS), Total Suspended Solid (TSS)



## ขั้นตอนการศึกษา

- ให้นักศึกษาแต่ละกลุ่มทำปฏิบัติการ โดยนำน้ำตัวอย่างทำการวิเคราะห์ตามขั้นตอนดังต่อไปนี้
- ทำการวิเคราะห์หาค่า $SV_{30}$ Total Solid
- ทำการวิเคราะห์ค่า Total Dissolved Solid และ Total Suspended Solid
- รายงาน วิจารณ์และสรุปผลการทดลอง



## การตรวจเช็คการตกตะกอนของสลัดจ์ SV30

Imhoff Cone

- นำน้ำจากบ่อเติมอากาศมา 1,000 mL
- ใส่ใน Imhoff Cone ขนาด 1,000 มล. (1 ลิตร) เป็นระยะเวลา 30 นาที
- ค่าที่ได้ในหน่วย mL/L

## Total Solids (TS)

1. อบถ้วยระเหยในเตาอบแห้งที่ 103-105°ซ เป็นเวลา 1 ชม.

⇩

ทิ้งให้เย็นใน desiccator ⟹ ชั่งน้ำหนัก = A, mg

2. เท Sample ที่ทราบปริมาณ ลงในถ้วยระเหย (50-100 mL)

⇩

นำไประเหยบน Water Bath (100°C) จนแห้ง

⇩

นำไปอบที่ 103-105°ซ เป็นเวลา 1 ชม.

ทิ้งให้เย็นใน desiccator ⟹ ชั่งน้ำหนัก = B, mg

## Total Solids

คำนวณ

$$\text{ปริมาณของแข็งทั้งหมด (mg/L)} = \frac{\text{น้ำหนักที่เพิ่มขึ้น } (B - A) \times 1{,}000}{\text{Sample volume, ml}}$$

A = น้ำหนักถ้วยระเหย, mg
B = น้ำหนักถ้วยระเหย+น้ำหนักตัวอย่าง, mg

## Total Suspended Solids (TSS) (MLSS)

1. อบกระดาษกรองในเตาอบแห้งที่ 103-105°ซ เป็นเวลา 1 ชม.

⇩

ทิ้งให้เย็นใน desiccator ⟹ ชั่งน้ำหนัก = A, mg

2. ต่อชุดเครื่องมือ วางกระดาษบนกรวยบุคเนอร์

⇩

เปิดเครื่องดูดสุญญากาศ

⇩

ใช้น้ำกลั่นล้างครั้งละประมาณ 20 ml

⇩

## Total Suspended Solids (TSS)

⇩

เท Sample ที่ทราบปริมาณ ลงเครื่องกรอง (70-100 mL)

⇩

ใช้น้ำกลั่นล้างภาชนะให้ทั่ว รอจนแห้ง ปิดเครื่อง

⇩

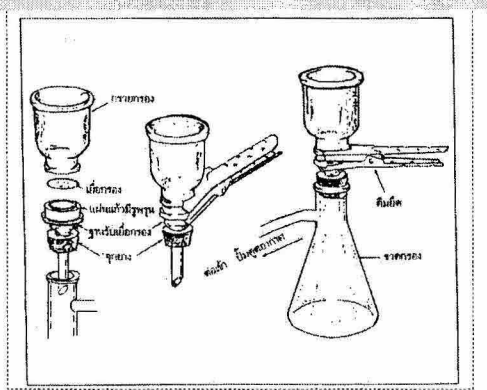
ใช้ปากคีบคีบกระดาษกรองวางบนภาชนะรอง

⇩

นำไปอบที่ 103-105°ซ เป็นเวลา 1 ชม.

ทิ้งให้เย็นใน desiccator ⟹ ชั่งน้ำหนัก = B, mg

## Total Suspended Solids (TSS)



## Total Suspended Solids (TSS)

คำนวณ

$$TSS\ (mg/L) = \frac{\text{น้ำหนักที่เพิ่มขึ้น } (B - A) \times 1{,}000}{\text{Sample volume, ml}}$$

A = น้ำหนักแผ่นกระดาษกรอง, mg

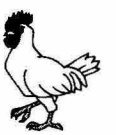
B = น้ำหนักแผ่นกระดาษกรอง+น้ำหนักตัวอย่าง, mg

## Total Dissolved Solids (TDS)

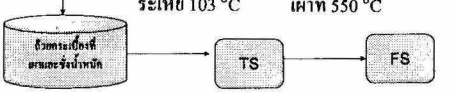
$$TDS\ (mg/L) = TS - TSS$$

## การวิเคราะห์ TS, VS, FS (MLVSS)

ตัวอย่างน้ำ 50-100 mL



ระเหย 103 °C เผาที่ 550 °C




$$VS = TS - FS$$

## การวิเคราะห์ข้อมูล

- ให้นำเสนอผลการทดลองในรูปตารางอย่างเป็นระเบียบ
- ให้วิเคราะห์ความสัมพันธ์ของปริมาณของแข็งในรูปต่างๆ จากผลการทดลอง
- เปรียบเทียบกับมาตรฐานที่เกี่ยวข้อง

# เอกสารอ้างอิง

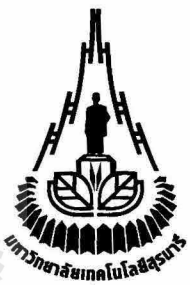

กรรณิการ์ สิริสิงห์ (2549) **เคมีน้ำ น้ำโสโครก และการวิเคราะห์** คณะสาธารณสุขศาสตร์ มหาวิทยาลัยมหิดล

ธงชัย พรรณสวัสดิ์ และ อุษา วิเศษสุมน. (2535) **คู่มือวิเคราะห์น้ำเสีย** พิมพ์ครั้งที่ 2 กรุงเทพ:โรงพิมพ์แห่งจุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย,

มั่นสิน ตัณฑุลเวศม์ และ มั่นรักษ์ ตัณฑุลเวศม์. (2545) **เคมีวิทยาของน้ำและน้ำเสีย** กรุงเทพ:โรงพิมพ์แห่งจุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย,

American Public Health Association American Water Works. (1992). **Water Environmental Federation Satandard Methods for the Examination of Water and Wastewater**. 18th ed. Washington D.C. American Public Health Association


มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีสุรนารี




หนังสือเป็นสมบัติของท่าน
โปรดช่วยกันรักษา

ศูนย์บรรณสารและสื่อการศึกษา มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีสุรนารี
โทรศัพท์ 0 4422 3073 โทรสาร 0 4422 3060

มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีสุรนารี
Suranaree University of Technology
31051002115158