

ภาคผนวก ข
วิธีการวิเคราะห์พารามิเตอร์

1.การวิเคราะห์ของแข็งแขวนลอย (Suspended Solids; SS)

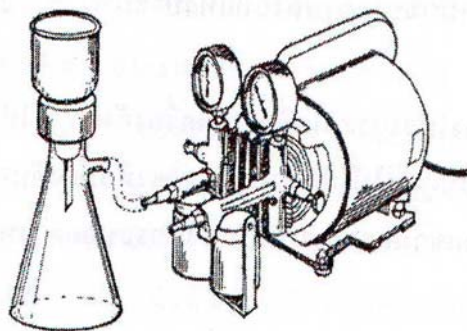
(ธงชัยและวิบูลย์ลักษณ์, 2540)

1.1 เครื่องมืออุปกรณ์

- กระดาษกรองใยแก้ว (Glass fiber filter) เส้นผ่านศูนย์กลาง 4.7 ซม.
- กรวยบุคเนอร์ (Buckner funnel) ความจุ 100 มล.
- เครื่องดูดอากาศ (Suction pump)
- ขวดดูด (Suction flask)
- ตู้อบแห้ง (Oven)
- โถทำแห้ง (Desiccator)
- เครื่องชั่งอย่างละเอียด 4 ตำแหน่ง

1.2 วิธีการวิเคราะห์

อบกระดาษกรองให้แห้งที่อุณหภูมิ $103-105^{\circ}\text{C}$ เป็นเวลา 1 ชั่วโมง ทิ้งให้เย็นในโถทำแห้ง ชั่งน้ำหนักกระดาษกรองและบันทึกไว้ (X) เป็นมก. สำหรับใช้ในการคำนวณ



ภาพผนวก ข ที่ 1 การติดตั้งชุดกรองน้ำตัวอย่าง



วางกระดาษกรองลงในกรวยบุคเนอร์ นำกรวยบุคเนอร์วางบนขวดดูดที่ต่อเข้ากับเครื่องดูดอากาศ ดังแสดงในภาพผนวก ข ที่ 1



ใช้น้ำกลั่นฉีดกระดากกรองให้เปียก และเปิดเครื่องดูดอากาศเพื่อให้
ดูดตัวอย่างน้ำตามปริมาณที่กำหนดโดยปิเปตวัดปริมาตร แล้วปล่อยลงบนกระดาก
กรอง ใช้น้ำกลั่นล้างของแข็งที่ติดอยู่ข้างกรวยจนหมดและรองจนกว่าจะแห้ง



ปิดเครื่องดูดอากาศ ใช้ปากคีบคีบกระดากกรองใส่ถ้วยอะลูมิเนียมแล้วนำไป
อบในตู้อบแห้งอุณหภูมิ 103-105°C ประมาณ 1 ชั่วโมงหรือจนกว่าจะแห้ง



ทิ้งให้เย็นในโถทำแห้งแล้วชั่งน้ำหนักกระดากกรองใหม่ บันทึกน้ำหนัก
กระดากกรองที่มีตะกอนของแข็งอยู่ (Y) เป็นมก.

การคำนวณ

$$\text{ของแข็งแขวนลอย (มก./มล.)} = \frac{\text{น้ำหนักที่เพิ่มขึ้น (Y-X) x 1,000}{\text{ปริมาตรน้ำตัวอย่าง (มล.)}}$$

X = น้ำหนักแห้งของกระดากกรอง (มก.)

Y = น้ำหนักแห้งของกระดากกรองที่มีของแข็งแขวนลอยอยู่ (มก.)

2. การวิเคราะห์ของแข็งระเหยง่าย (Volatile Suspended Solids; VSS)

(ธงชัยและวิบูลย์ลักษณ์, 2540)

2.1 เครื่องมือและอุปกรณ์

- เครื่องมือวิเคราะห์ของแข็งแขวนลอย
- เตาเผาอุณหภูมิ $500 \pm 50^{\circ}\text{C}$

2.2 วิธีการวิเคราะห์

เตรียมจานระเหย โดยนำไปเผาที่อุณหภูมิ $500 \pm 50^{\circ}\text{C}$ เป็นเวลา 1 ชั่วโมง
และปล่อยให้เย็นและชั่งน้ำหนัก



นำจานระเหยที่ชั่งน้ำหนักปริมาณของแข็งแขวนลอยแล้ว ไปเผาในเตาเผา
อุณหภูมิ $500 \pm 50^{\circ}\text{C}$ เป็นเวลา 1 ชั่วโมง



ปล่อยให้เย็นในโถทำแห้ง ชั่งน้ำหนักสารที่เหลืออยู่

การคำนวณ

$$\text{ของแข็งคงตัว (มก./มล.)} = \frac{\text{มิลลิกรัมปริมาณสารที่เหลืออยู่} \times 1,000}{\text{ปริมาตรน้ำตัวอย่าง (มล.)}}$$

$$\text{ของแข็งแขวนลอยระเหยง่ายทั้งหมด (มก./ล.)} = \text{ของแข็งแขวนลอยทั้งหมด (มก./ล.)} - \text{ของแข็งคงตัว (มก./ล.)}$$

3. การวิเคราะห์ไนโตรเจนทั้งหมดโดยวิธีเจลดาคัล (Total Kjeldahl Nitrogen; TKN)

(Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater, 1998)

3.1 เครื่องมือ อุปกรณ์และสารเคมี

- เครื่องมือในการย่อยสลายและเครื่องดูดอากาศเพื่อดูดไอน้ำและซัลเฟอร์ไดออกไซด์ออกไป ซึ่งแสดงในภาพผนวก ข ที่ 2
- เครื่องกลั่นประกอบด้วยหลอดเจลดาคัล ขนาด 250 มล. ต่อเข้ากับกระเปาะแก้วคอนเนคติง บัลบ์แล้วจึงต่อเข้ากับเครื่องควบแน่นชนิดตรง (Vertical condenser) แสดงในภาพผนวก ข ที่ 3
- สารเคมีบอเรตบัฟเฟอร์ โซเดียมไฮดรอกไซด์ 0.1 นอร์มัล โซเดียมเททราโบเรตเดคาไฮเดรต 0.025 โมลล์ และสารละลายกำจัดคลอรีน
- รีเอเจนต์สำหรับการย่อยสลาย : เจลแท็บ ซึ่งประกอบด้วยโปแทสเซียมซัลเฟต 3.5 กรัม และ คอปเปอร์ซัลเฟต 0.4 กรัม
- สารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์เข้มข้นร้อยละ 40 : สารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ 400 กรัม เจือจางเป็น 1 ลิตร



ภาพผนวก ข ที่ 2 เครื่องย่อยสลายและสำหรับวิเคราะห์ TKN



ภาพผนวก ข ที่ 3 เครื่องกลั่นสำหรับวิเคราะห์ TKN

3.2 วิธีการวิเคราะห์

ปิเปตน้ำตัวอย่างใส่หลอดเจลดาคาล์ 50-100 มล. แล้วปรับ pH ให้เท่ากับ 7



เติมเจลดแท็บ 1 เม็ด และกรดซัลฟูริกเข้มข้น 5 มล.



นำเข้าเครื่องย่อยสลายและเปิดเครื่องดูดอากาศ ย่อยที่อุณหภูมิ 390°C เป็นเวลา 1 ชั่วโมง จึงปิดเครื่องย่อยสลาย ทิ้งไว้ให้เย็น โดยเปิดเครื่องดูดอากาศ จนควันขาวของซัลเฟอร์ไดรอกไซด์หมดไป



นำหลอดเจลดาคาล์ที่บรรจุตัวอย่างที่ผ่านการย่อยสลายเข้าเครื่องกลั่น เครื่องกลั่นจะเติมน้ำกลั่นลงไปประมาณ 50 มล. และโซเดียมไฮดรอกไซด์เข้มข้น ร้อยละ 40 ประมาณ 50 มล.



ทำการกลั่นและไตเตรททำเบลงค์โดยใช้น้ำกลั่นแทนน้ำตัวอย่างและทำทุก
ขั้นตอนเหมือนกับน้ำตัวอย่าง

การคำนวณ

$$\begin{aligned} \text{TKN} &= \text{NH}_3\text{-N} + \text{Organic-N} \\ \text{TKN (mg/l NH}_3\text{-N)} &= \frac{(A-B) \times 1,000 \times N \times 14}{\text{มล. ตัวอย่างน้ำที่ใช้ในการย่อย}} \end{aligned}$$

เมื่อ A = มล. ของกรดซัลฟูริกที่ใช้ในการไตเตรทตัวอย่าง
B = มล. ของกรดซัลฟูริกที่ใช้ในการไตเตรทเบลงค์
C = ความเข้มข้นที่แน่นอนเป็นนอร์มัลของกรดซัลฟูริก

4. การวิเคราะห์ซีไอดีโดยวิธีรีฟลักซ์แบบปิด

(Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater, 1998)

4.1 เครื่องมือ อุปกรณ์และสารละลายเคมี

- ตู้อบอุณหภูมิ 150 ± 2 °C
- สารละลายย่อยสลายมาตรฐานโพแทสเซียมไดโครเมตความเข้มข้น 0.0167 โมลาร์
- รีเอเจนต์กรดซัลฟูริก
- สารละลายเฟอร์ไรนิกเคเตอร์
- สารไตเตรนเฟอร์รัสแอมโมเนียมซัลเฟตความเข้มข้น 0.1 นอร์มัล

4.2 วิธีการวิเคราะห์

ดูดน้ำตัวอย่างใส่หลอดย่อยสลายและเติมน้ำกลั่นให้ได้ปริมาตร 10 มล. เติม
สารละลายย่อยสลายมาตรฐานโพแทสเซียมไดโครเมต 2 มล.



ค่อยๆเทรีเอเจนต์กรดซัลฟูริกลงในหลอดย่อยสลาย แล้วปิดฝาหลอดย่อย
สลายให้แน่นเขย่าให้เข้ากัน



นำหลอดย่อยสลายเข้าตู้อบที่อุณหภูมิ 150 ± 2 °C ใช้เวลารีฟลักซ์ 2 ชั่วโมง
นำหลอดออกจากตู้อบ ทิ้งให้เย็นถึงอุณหภูมิห้อง



เปิดฝาหลอดย่อยสลายแล้วใส่แท่งแม่เหล็กที่หุ้มด้วยทีเอฟอีเดิมเฟอร์ไร-
นิกเคเตอร์ 2-3 หยด ผสมให้ทั่วโดยใช้เครื่องกวนแม่เหล็ก ไตเตรทด้วย 0.1
นอร์มัลเอพเอเอส อินดิเคเตอร์จะเปลี่ยนสีจากเหลืองเป็นสีเขียวอมเหลือง
สีฟ้าอ่อนและสีน้ำตาลแดง ซึ่งเป็นจุดยุติ จดปริมาตรเอพเอเอสที่ใช้ไตเตรท

การคำนวณ

$$\text{ซีโอดี (มก./ล)} = \frac{(A-B) \times N \times 8,000}{\text{มล. ปริมาตรน้ำตัวอย่าง}}$$

เมื่อ A = มล. ของเอฟเอเอสที่ใช้ในการไตเตรทแบบลงค์
 B = มล. ของเอฟเอเอสที่ใช้ในการไตเตรทน้ำตัวอย่าง
 C = นอร์มัลของเอฟเอเอส

หมายเหตุ : การวิเคราะห์ซีโอดีละลายทำการกรองน้ำตัวอย่างและนำส่วนที่ใสมาวิเคราะห์ด้วยวิธีการเหมือนกัน

5. การวิเคราะห์กรดไขมันระเหยง่าย (VFA) โดยวิธีไทเตรท

(ธงชัยและวินุชลักษณ์, 2540)

5.1 อุปกรณ์และสารเคมี

- เครื่องวัด pH
- เครื่องกวนผสม พร้อมแท่งแม่เหล็ก
- สารละลายกรดซัลฟูริก 0.05 นอร์มัล

5.2 วิธีการวิเคราะห์

วิเคราะห์ความเป็นด่างทั้งหมด โดยดูดตัวอย่างน้ำที่ผ่านการกรองมา 50-200 มล. ใส่ใน
บีกเกอร์ 300 มล. วัด pH ของน้ำตัวอย่างแล้วไทเตรทตัวอย่างน้ำจนถึง pH 4.0 ด้วย
สารละลายกรดซัลฟูริก 0.05 นอร์มัล จดปริมาตรสารละลายกรดที่ใช้ = A มล.



ไทเตรทตัวอย่างน้ำต่อไปจน pH อยู่ระหว่าง 3.3-3.5 ไม่ต้องจดปริมาตรที่ใช้
หลังจากนั้นต้มตัวอย่างน้ำจนเดือดประมาณ 2-3 นาที



ไทเตรทกลับเพื่อปรับ pH ให้ถึง 4.0 ด้วยสารละลายมาตรฐาน โซเดียมไฮดรอกไซด์
0.05 นอร์มัล แล้วไทเตรทต่อจาก pH 4 ถึง 7 ปริมาณโซเดียมไฮดรอกไซด์ในช่วง
หลังนี้คือ B

การคำนวณ

ความเป็นด่างทั้งหมด, mg/l as CaCO_3 = $\frac{A \times \text{นอร์มัลลิตีของกรดซัลฟูริก} \times 50 \times 1,000}{\text{ปริมาตรน้ำตัวอย่าง (มล.)}}$

ความเป็นด่าง VFA, mg/l as CaCO_3 = $\frac{B \times \text{นอร์มัลลิตีของโซเดียมไฮดรอกไซด์} \times 50 \times 1,000}{\text{ปริมาตรน้ำตัวอย่าง (มล.)}}$

6. การวิเคราะห์ก๊าซมีเทนด้วย- Gas chromatography

(Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater, 1998)

6.1 อุปกรณ์และสารเคมี

- กระบอกกึ่งคิดยา ปริมาตร 10 มล.
- Gas chromatography ยี่ห้อ Shimadzu รุ่น 8A (TCD detector) ดังแสดงในภาพผนวก ข ที่ 4

Pack column : port 1. Unibeads C Max.Temp 270^oซ

Port 2. Unisole 30T (Reference) Max.Temp 280^oซ

Injet 160^oซ

Initial 110^oซ

Final 110^oซ

Current 100 mA

Stop time 22 นาที

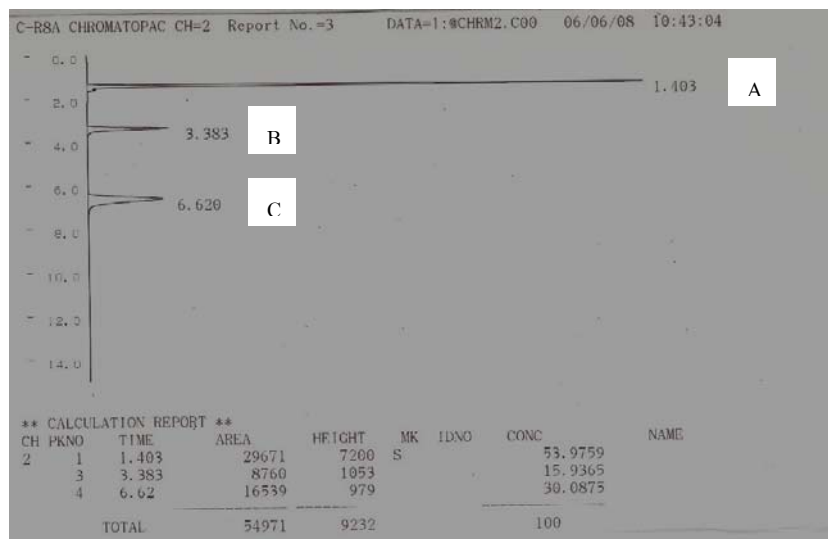
- MIX 218 (% by mole) CO₂ 1.0% CO 1.0% H₂ 1.0% และ CH₄ 1.0% Balance of Nitrogen



ภาพผนวก ข ที่ 4 Gas chromatography ยี่ห้อ Shimadzu รุ่น 8A

6.2 วิธีการวิเคราะห์

เปิดเครื่องและตั้งค่ามาตรฐานทิ้งไว้ประมาณ 45 นาที จากนั้นฉีดก๊าซตัวอย่างปริมาตร 3 มล. เข้าเครื่อง GC และรอผลที่แสดงออกด้วยกระดาษกราฟ



ภาพผนวก ข ที่ 5 ตัวอย่างกราฟที่ได้จากการวิเคราะห์ก๊าซมีเทนด้วยเครื่อง GC รุ่น 8A

A: CH_4 , B: CO_2 และ C: CO

7. การวิเคราะห์กรดไขมันระเหยง่าย (VFA) ด้วย Gas chromatography

(Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater, 1998)

7.1 อุปกรณ์และสารเคมี

- กระบอกฉีดยา ปริมาตร 10 มล.
- Gas chromatography ยี่ห้อ Shimadzu รุ่น 14B (FID detector) ดังแสดงในภาพผนวก ข ที่ 5
Pack column Unisole 30T Max.Temp 280^oซ
- สารละลายมาตรฐาน คือสารละลายผสมของ Formic acid Acetic acid Propionic acid
Butyric acid Isobutyric acid Valeric acid Isocaproic acid Isovaleric acid Hexanoic acid
และ Heptanoic acid



ภาพผนวก ข ที่ 5 Gas chromatography ยี่ห้อ Shimadzu รุ่น 14B

7.2 วิธีการวิเคราะห์

เปิดเครื่องและตั้งค่ามาตรฐานทิ้งไว้ประมาณ 30 นาที จากนั้นฉีดน้ำตัวอย่างปริมาตร 1 - 3 มล. เข้าเครื่อง GC และรอผลที่แสดงออกด้วยกระดาษกราฟ

8 การวิเคราะห์ฟอสฟอรัสทั้งหมด (TP) โดยวิธีการย่อยด้วยกรดซัลฟูริกและไนตริก

(Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater, 1998)

8.1 เครื่องมือ อุปกรณ์และสารเคมี

- ชุดย่อยสลายประกอบด้วยเตาและตู้ดูดควัน
- ขวดรูปชมพู่
- ลูกแก้ว
- กรดซัลฟูริกเข้มข้น
- กรดไนตริกเข้มข้น
- สารละลายฟีนอล์ฟทาลีนอินดิเคเตอร์
- โซเดียมไฮดรอกไซด์เข้มข้น 6 นอร์มัล
- เครื่องสเปกโตรโฟโตมิเตอร์

8.2 วิธีการวิเคราะห์

ปิเปตน้ำตัวอย่าง 50 มล. ใส่ลงในขวดรูปชมพู่ขนาด 125 มล.เติมน้ำกลั่น

จนได้ 50 มล.



ใส่ลูกแก้ว 2-3 เม็ด ปิเปตกรดซัลฟูริกเข้มข้น 1 มล. และกรดไนตริกเข้มข้น 5 มล. ลงในน้ำตัวอย่างในขวดรูปชมพู่ และคั่นน้ำตัวอย่างในตู้ดูดควันให้เหลือปริมาตร 1-2 มล.



ทิ้งให้เย็น เติมน้ำกลั่นประมาณ 10 มล. แล้วหยดอินดิเคเตอร์ 2 หยด และเติมโซเดียมไฮดรอกไซด์ 6 นอร์มัลลงไปทีละหยด จนกระทั่งสารละลายมีสีชมพูอ่อน



นำตัวอย่างใส่ขวดวัดปริมาตรขนาด 50 มล. แล้วใช้น้ำกลั่นล้างเทอมไว้ในขวดวัดปริมาตร แล้วนำไปวิเคราะห์อโทฟอสเฟตแล้วอ่านค่า แอบซอร์เบ้นท์ที่ความยาวคลื่น 400 420 และ 470 นาโนเมตร