

ระบบฟลาว์อินเจกชันอะนาไลซิส สำหรับการวิเคราะห์แอมโมเนียในน้ำทิ้ง Flow Injection Analysis System for Determination of Ammonia in Waste Water

เทวัญ อยู่หนู¹ และ พิมพชนา สกทา^{2*}

Tawan U-nhu¹ and Pimchana Hoktha^{2*}

บทคัดย่อ

ระบบฟลาว์อินเจกชันอะนาไลซิส สำหรับวิเคราะห์หาปริมาณแอมโมเนียในน้ำทิ้ง โดยอาศัยหลักการเกิดปฏิกิริยาของเบอร์ท็อล็อต แอมโมเนียทำปฏิกิริยากับไฮโปคลอไรท์ในสารละลายเบส และฟีนอล โดยมีไนโตรปริสไซด์เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาได้อินโดฟีนอลบลูเป็นผลิตภัณฑ์ ซึ่งสามารถตรวจวัดค่าการดูดกลืนแสงที่ความยาวคลื่น 630 นาโนเมตร กราฟมาตรฐานมีความเป็นเส้นตรงในช่วงความเข้มข้น 5.0 ถึง 600.0 ไมโครกรัม (ไนโตรเจน) ต่อลิตร และมีค่าเบี่ยงเบนมาตรฐานสัมพัทธ์เท่ากับร้อยละ 0.7 สำหรับการวิเคราะห์สารละลายมาตรฐานแอมโมเนียความเข้มข้น 300.0 ไมโครกรัม (ไนโตรเจน) ต่อลิตร จำนวน 19 ครั้ง วิธีการนี้สามารถนำไปประยุกต์ใช้วิเคราะห์ตัวอย่างน้ำทิ้ง ในอัตรา 45 ตัวอย่างต่อชั่วโมง

คำสำคัญ : ระบบฟลาว์อินเจกชันอะนาไลซิส แอมโมเนีย น้ำทิ้ง

Abstract

Flow injection analysis system for determination of ammonia in waste water samples was performed. The determination was based on the Berthelot's reaction. The result showed that ammonia can be reacted in alkaline solution with hypochlorite. Phenol, catalytic amounts of nitroprousside was provided an indophenol blue that measured absorbance value at 630 nm. The calibration graph revealed that linear was over the range of 5.0 – 600.0 $\mu\text{g N/L}$ and the %RSD of 0.7 % for 300.0 $\mu\text{g N/L}$ (n=19) was obtained. The method has been successfully applied to the determination of ammonia in waste water sample with the sample throughput of 45 h-1.

Keywords : Flow Injection Analysis, Ammonia, Waste Water

¹ นิสิตปริญญาตรี สาขาวิชาเคมี คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยทักษิณ สงขลา 90000

² อาจารย์สาขาวิชาเคมี คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยทักษิณ สงขลา 90000

* Corresponding author : โทรศัพท์ 074-311885 ต่อ 2322 e-mail: hoktha@gmail.com

คำนำ

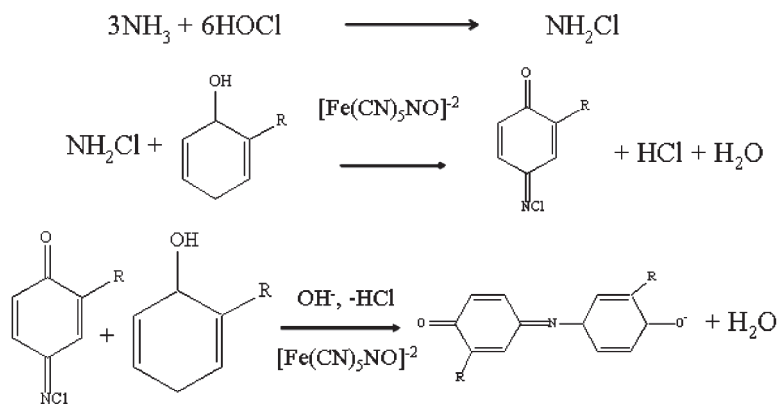
การวิเคราะห์น้ำทิ้ง แอมโมเนีย ในรูปของไนโตรเจน เป็นการตรวจลักษณะทางเคมีอย่างหนึ่ง ที่เป็นตัวบ่งชี้คุณภาพของน้ำ วิธีมาตรฐานที่ใช้วิเคราะห์โดยทั่วไป สามารถทำได้โดยการกลั่น ที่ค่อนข้างยุ่งยาก ใช้เวลานาน หรือการใช้หลักการให้สารตัวอย่างทำปฏิกิริยากับสารละลายนัสตเลอร์ ซึ่งเป็นสารละลายผสม HgI_2 กับ KI ในสารละลายเบส [1] เกิดเป็นผลิตภัณฑ์สีน้ำตาลแดงที่สามารถนำไปหาเชิงปริมาณได้โดยการเทียบสีกับสารละลายมาตรฐาน วิธีนี้มีข้อเสียคือปฏิกิริยาที่เกิดขึ้นจะต้องอาศัยเวลา และการเทียบสีเพื่อหาความเข้มข้นได้โดยประมาณไม่สามารถบอกความเข้มข้นที่แท้จริงของแอมโมเนียได้ นอกจากนี้ ต้นทุนในการวิเคราะห์ค่อนข้างสูง และของเสียอันตรายที่เกิดขึ้นหลังการวิเคราะห์ ซึ่งทำให้เกิดความยุ่งยากในการกำจัดของเสียดังกล่าว

ปัจจุบันเทคนิคที่ช่วยลดปัญหาดังกล่าว คือ การนำระบบฟลว์อินเจกชันอะนาไลซิส (Flow injection analysis) มาประยุกต์ใช้ [2,3] ซึ่งเป็นเทคนิคที่อาศัยการผสมสารที่มีการควบคุมอัตราส่วนผสม ทำให้สามารถวิเคราะห์น้ำตัวอย่างได้ต่อเนื่อง โดยควบคุมอัตราการไหลของสารละลาย การฉีดสารมาตรฐานปริมาตรคงที่ เพื่อให้เกิด

ปฏิกิริยา แล้วตรวจวัดสัญญาณที่เกิดขึ้น ณ เวลาคงที่ จากข้อได้เปรียบของเทคนิคนี้ สามารถประยุกต์ใช้ในการวิเคราะห์แอมโมเนียในตัวอย่างน้ำกร่อยหรือน้ำทะเลได้ [4] ซึ่งทำให้การวิเคราะห์สารมีความรวดเร็ว มีความแม่นยำ ไม่เสียเวลา ในการรอให้เกิดปฏิกิริยา หรือมีความยุ่งยากในการควบคุมอุณหภูมิ นอกจากนี้ยังใช้สารตัวอย่างและสารเคมีปริมาณน้อย ที่ช่วยลดต้นทุนในการวิเคราะห์ ดังนั้นงานวิจัยนี้ จึงเลือกใช้ระบบฟลว์อินเจกชันอะนาไลซิสในการวิเคราะห์แอมโมเนียในน้ำทิ้ง โดยอาศัยปฏิกิริยาดังแสดงในภาพที่ 1

อุปกรณ์และวิธีการ

1. ติดตั้งอุปกรณ์ ของระบบฟลว์อินเจกชันอะนาไลซิส [4]
2. เตรียมรีเอเจนต์และสารละลายบัฟเฟอร์ โดยใช้ น้ำดีไอออนซ์
 - 2.1 สารละลายไนโตรปริสไซด์ ความเข้มข้น 0.01 โมลาร์
 - 2.2 สารละลายไฮโปคลอไรท์ ความเข้มข้น 4 เปอร์เซ็นต์โดยปริมาตร
 - 2.3 ฟีนทรีเอเจนต์ ชั่งฟีนอล 83 กรัมละลาย



ภาพที่ 1 แสดงปฏิกิริยาของ Berthelot [4]

ในน้ำดีไอออนซ์ ในระหว่างคนสารละลายค่อย ๆ เติม
โซเดียมไฮดรอกไซด์ 32 กรัม ลงไปช้า ๆ วางทิ้งให้เย็น
แล้วปรับปริมาตรเป็น 500 มิลลิลิตร

2.4 สารละลายคีเลตบัฟเฟอร์ ละลายโซเดียม
อีดีทีเอ (Na₂EDTA) 50.0 กรัม และ โซเดียมไฮดรอกไซด์
11.0 กรัม และปรับปริมาตรเป็น 1000 มิลลิลิตร

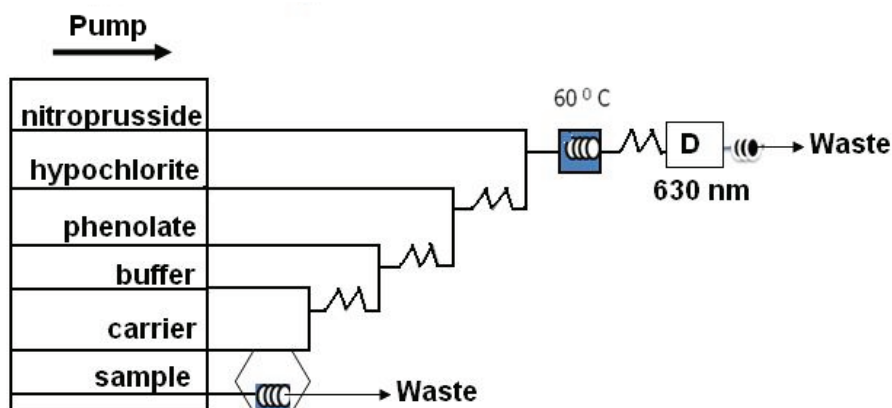
3. เตรียมสารละลายแอมโมเนียมาตรฐานความ
เข้มข้น 0.0, 5.0, 10.0, 50.0, 100.0, 300.0 และ 600.0
ไมโครกรัม (ไนโตรเจน) ต่อลิตร เพื่อสร้างกราฟแสดงความ
สัมพันธ์ระหว่างความเข้มข้นของสารละลายมาตรฐาน
แอมโมเนีย กับความสูงของพีค

4. ศึกษาความแม่นยำของการวิเคราะห์ จิตสาร
ละลายแอมโมเนียมาตรฐานความเข้มข้น 300.0 ไมโครกรัม
(ไนโตรเจน) ต่อลิตร อย่างต่อเนื่อง จำนวน 19 ครั้ง

5. การวิเคราะห์ปริมาณแอมโมเนียในตัวอย่าง
น้ำทิ้ง จำนวน 20 ตัวอย่าง

ผลการวิจัยและอภิปรายผล

ระบบโฟลว์อินเจกชันอะนาไลซิส ที่ทำการศึกษา
เป็นระบบการวิเคราะห์แบบอัตโนมัติ มีการจัดอุปกรณ์
และออกแบบมาให้สอดคล้องกับวิธีมาตรฐาน [4] โดย
ใช้ปั๊มขับเคลื่อนสารละลายที่เกี่ยวข้องในท่อขนาดเล็ก
ด้วยความเร็วคงที่ เมื่อต้องการวิเคราะห์ตัวอย่างสารจะใช้
การฉีดสารปริมาตรคงที่แทรกเข้าไป ดังนั้นสัญญาณที่เกิด
ขึ้นก็จะเปลี่ยนแปลงไปตามความเข้มข้นของสารละลาย
แอมโมเนีย หลักการสำคัญจะเกี่ยวข้องกับทั้งทางกายภาพ
และทางเคมี ในด้านกายภาพเมื่อมีการติดตั้งอุปกรณ์ดัง
แสดงในภาพที่ 2 จะมีการตรวจสอบอัตราการไหลของ
สารละลายเพื่อให้ผลการทดลองมีความแม่นยำ สาร
ละลายที่ใช้ต้องผ่านการไล่ออกซิเจนที่ละลายอยู่เพื่อ
ป้องกันไม่ให้เกิดการสะสมฟองอากาศภายในระบบ ใน
ระหว่างการทดลอง และปรับให้ระบบอยู่ในสภาวะที่นิ่ง
ซึ่งสังเกตได้จากความคงที่ของสัญญาณ (baseline)



ภาพที่ 2 แมนิโฟลด์สำเร็จรูป (FIA QuickChem 8000, Lachat) ประกอบด้วย เพอร์ิสตาลดิกปั๊มที่ปั๊มสารละลาย
(ไนโตรปริสไซด์ไฮโปคลอไรท์ ฟีนอลเลต และบัฟเฟอร์) ตัวพา(น้ำดีไอออนซ์) และสารตัวอย่าง
เมื่อสารละลายผสมกัน ไหลผ่านอุปกรณ์ที่ให้ ความร้อน 60 องศาเซลเซียส ได้อินโดฟีนอลบลู ซึ่งดูดกลืนแสง
ที่ความยาวคลื่น 630 นาโนเมตร หลังจากนั้นสารละลายจะไหลไปยังภาชนะบรรจุของเสีย (waste)

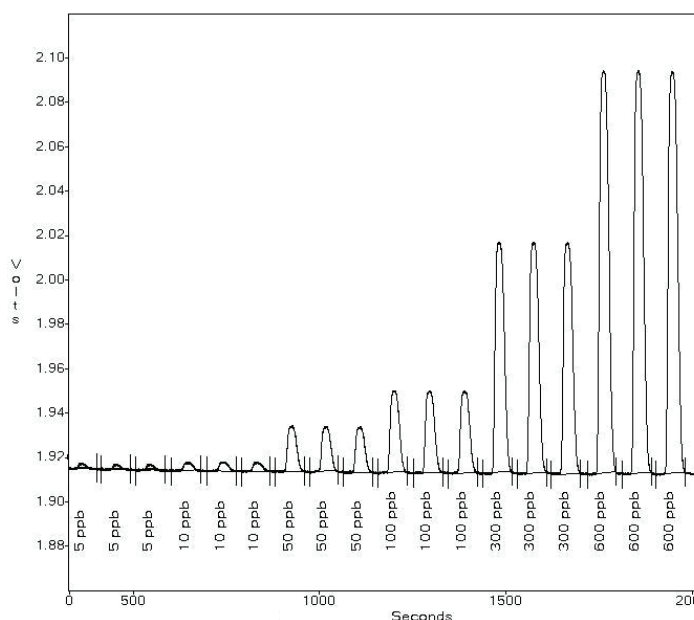
หลังจากระบบคั่งที่ได้เตรียมกราฟมาตรฐาน โดยการฉีดสารละลายมาตรฐานความเข้มข้นต่างๆ จำนวน 3 ซ้ำ ความสูงเฉลี่ยของพีคมีความสัมพันธ์แบบเส้นตรงกับความเข้มข้นของสารละลายแอมโมเนีย ($y = 0.025x + 0.149$) ค่า $R^2 = 0.992$ ซึ่งสามารถใช้ในทางปริมาณวิเคราะห์ ดังแสดงในภาพที่ 3

พบว่าระบบโพลีอิเล็กโตรอนอะนาไลซิสสามารถวิเคราะห์ปริมาณแอมโมเนียได้ในช่วงความเข้มข้น 5.0 – 600.00 ไมโครกรัม (ไนโตรเจน) ต่อลิตร ในการฉีดสาร 1 ครั้งใช้เวลา 80 วินาที ดังนั้น ในเวลา 1 ชั่วโมงสามารถวิเคราะห์ได้ 45 ครั้ง ซึ่งถือเป็นข้อได้เปรียบของการวิเคราะห์โดยใช้ระบบนี้

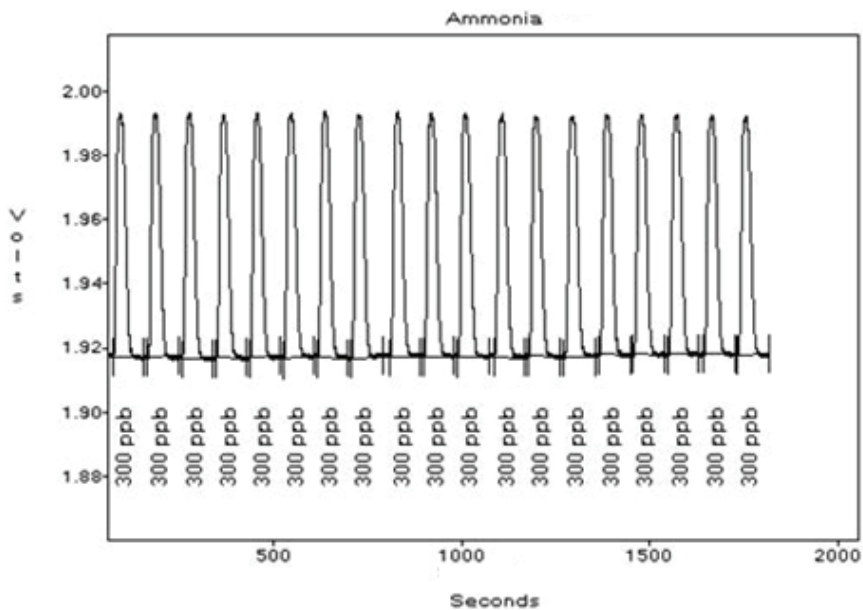
ระบบโพลีอิเล็กโตรอนอะนาไลซิสที่ใช้สามารถเร่งการเกิดปฏิกิริยาได้ โดยตั้งอุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียส

ซึ่งจะช่วยประหยัดเวลา ทำให้วิเคราะห์สารได้รวดเร็วยิ่งขึ้น นอกจากนี้ การหาความแม่นยำทำได้โดยฉีดสารมาตรฐานความเข้มข้น 300.0 ไมโครกรัม (ไนโตรเจน) ต่อลิตร จำนวน 19 ครั้ง ให้ค่าสัมประสิทธิ์การแปรปรวน (%RSD) เท่ากับร้อยละ 0.7 ซึ่งถือมีความแม่นยำสูง

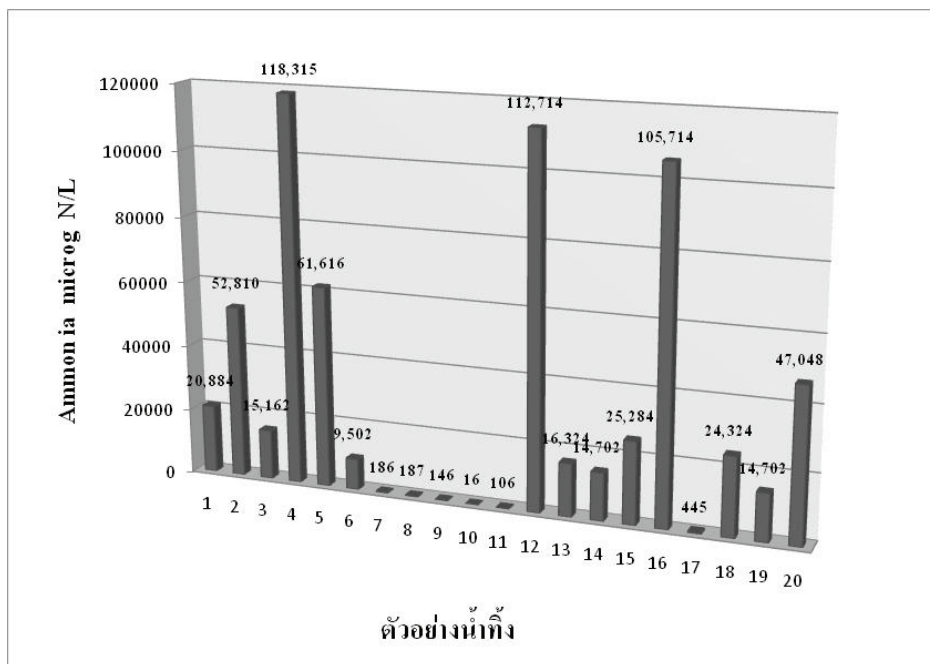
ความเข้มข้นของแอมโมเนียในน้ำตัวอย่างที่มีค่าน้อยพบในตัวอย่างที่ 7 - 11 ซึ่งผลการวิเคราะห์มีความเข้มข้นแอมโมเนียระหว่าง 16.0 – 187.0 ไมโครกรัม (ไนโตรเจน) ต่อลิตร เนื่องจากเป็นน้ำทิ้งจากบ่อปลาซึ่งได้ผ่านการบำบัดแล้ว สำหรับตัวอย่างที่ 1-6 และ 12-20 เป็นตัวอย่างน้ำทิ้งจากบ่อน้ำเสียของโรงงานอุตสาหกรรมแปรรูปสัตว์น้ำ พบปริมาณแอมโมเนียสูงซึ่งมีความเข้มข้นในช่วง 445.2– 118.3 x 103 ไมโครกรัม (ไนโตรเจน) ต่อลิตร



ภาพที่ 3 เอฟเฟกต์แสดงความสัมพันธ์ระหว่างความเข้มข้นของสารละลายมาตรฐานแอมโมเนีย 5.0 – 600.0 ไมโครกรัม (ไนโตรเจน) ต่อลิตร



ภาพที่ 4 เฟปไอเอแกรมแสดงการหาค่าความแม่นยำ โดยการฉีดสารละลายมาตรฐานแอมโมเนีย 19 ครั้ง ความเข้มข้น 300.0 ไมโครกรัม (ไนโตรเจน) ต่อลิตร



ภาพที่ 5 กราฟแสดงปริมาณแอมโมเนียในน้ำตัวอย่างจำนวน 20 ตัวอย่าง

สรุปผลการวิจัย

ระบบฟลูอออินเจกชันที่ใช้สามารถวิเคราะห์แอมโมเนียในตัวอย่างน้ำทิ้ง มีความถูกต้อง แม่นยำ มีความไวในการวิเคราะห์สูง สามารถวิเคราะห์ได้รวดเร็ว สะดวกในการทำการทดลอง โดยเฉพาะอย่างยิ่งในการวิเคราะห์แอมโมเนียโดยใช้ปฏิกิริยา Berthelot ซึ่งจำเป็นต้องมีการเพิ่มอุณหภูมิของสารละลายเพื่อเร่งอัตราการเกิดปฏิกิริยาของผลิตภัณฑ์ ตลอดจนการประหยัดสารเคมี ลดของเสียที่เกิดขึ้นหลังปฏิกิริยา ดังนั้นถือได้ว่าระบบฟลูอออินเจกชันสามารถนำไปประยุกต์ใช้ในการวิเคราะห์ปริมาณแอมโมเนียในตัวอย่างน้ำทิ้งได้อย่างมีประสิทธิภาพ

คำขอบคุณ

สาขาวิชาเคมี และสาขาวิชาชีววิทยา คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยทักษิณ

เอกสารอ้างอิง

- [1] Vogel, A. I.(1961). **A textbook of quantitative inorganic Analysis.** Longmans. Green and Co.
- [2] Wang, L., Cardwell, T., Cattrall, R., Castro, M. and Kolev, S. (2003). Determination of ammonia in beers by pervaporation flow injection analysis and spectrophotometric detection. **Talanta.** **60**, 1269-1275.
- [3] Chow, C.W.K., Lane, R., Yeow, T.C.W., Davey, D.E. and Mulcahy, D.E. (1998) Development of a fully integrated microdistillation flow injection system for the determination of trace level ammonia. **Laboratory Automation and Information Management.** **33**, 199-206.
- [4] Liao, N. (2002). **Determination of ammonia in brackish or seawater by flow injection analysis.** Quikchem Method. 31-107-06-1-B for Lachat Instruments. Milwaukee, WI.