บทที่ 2
อุปกรณ์และวิธีการทดลอง

2.1 บ่อทดลองและผักตบชวา

การวิจัยครั้งนี้เป็นการวิจัยแบบทดลอง (experimental research) ทำการศึกษาโดยเลี้ยงผักตบชวาในบ่อทดลองที่ทำด้วย acrylic ขนาด 57 x 58 x 50 เซนติเมตร บ่อทดลองตั้งอยู่ใกล้บ่อบำบัดน้ำเสียบ่อสุดท้ายภายในวัฒนากรฟาร์ม อำเภอหนองหญ้าปล้อง จังหวัดเพชรบุรี

น้ำเสียที่ใช้ในการทดลองเป็นน้ำเสียจากบ่อบำบัดบ่อสุดท้าย เจือจางด้วยน้ำจากแหล่งน้ำธรรมชาติภายในฟาร์มเพื่อให้ได้ค่าบีโอดีที่เหมาะสมแก่การเจริญเติบโตของผักตบชวา และทำการเติมน้ำเสียจากบ่อบำบัดบ่อสุดท้ายที่เจือจางด้วยน้ำจากแหล่งน้ำธรรมชาติในอัตราส่วนเดียวกับวันเริ่มต้นการทดลองลงในบ่อทดลองทุก 7 วัน

ผักตบชวาที่ใช้ในการทดลองครั้งนี้คือ *Eichhornia Crassipes* (Mart.) Solms. เก็บจากแหล่งน้ำธรรมชาติใกล้ๆฟาร์ม ความหนาแน่นของผักตบชวาที่ใช้ตลอดการศึกษาครั้งนี้เท่ากับ 4 กิโลกรัมน้ำหนักเปียกต่อตารางเมตรของพื้นที่บ่อ ผักตบชวาที่ใช้เป็นผักตบชวาทั้งต้นขนาดความสูงประมาณ 20 เซนติเมตร เมื่อนำขึ้นจากแหล่งน้ำแล้ววางบนตะแกรงให้สะเด็ดน้ำนานประมาณ 3 นาที ชั่งน้ำหนัก และนำไปใส่ในบ่อทดลอง ทำการเลี้ยงผักตบชวาเป็นเวลา 7 วัน ก่อนเริ่มการทดลอง เพื่อให้ผักตบชวาได้ปรับสภาพ (acclimatization) กับบ่อทดลอง

2.2 สารเคมี

2.2.1 สารเคมีสำหรับการวิเคราะห์บีโอดี

2.2.1.1 Magnesium sulfate (Merck)

2.2.1.2 Calcium chloride (Merck)

2.2.1.3 Ferric chloride (Merck)

2.2.1.4 Sodium thiosulfate (Carlo Erba)

2.2.1.5 Potassium iodide (Mallinckrodt Chemical)

2.2.1.6 Sodium azide (Merck)

2.2.1.7 Sodium hydroxide (BDH)

2.2.1.8 Sodium sulfide (Merck)

2.2.1.9 Starch (Carlo Erba)

2.2.1.10 Sulfuric acid (J.T. Baker)

2.2.2 สารเคมีสำหรับการวิเคราะห์ซีโอดี

2.2.2.1 Mercuric sulfate (Merck)

2.2.2.2 Ferrous ammonium sulfate (Merck)

2.2.2.3 Ferroin indicator (Sigma)

2.2.2.4 Silver sulfate (Merck)

2.2.3 สารเคมีสำหรับการวิเคราะห์ทีเคเอ็น

2.2.3.1 Mercury (II) sulfate (Merck)

2.2.3.2 Potassium sulfate (Merck)

2.2.3.3 Phenolphthalein (BDH)

2.2.4 สารเคมีสำหรับการวิเคราะห์ฟอสเฟต

2.2.4.1 Antimonyl potassium tartrate (Carlo Erba)

2.2.4.2 Ammonium molybdate (J.T. Baker)

2.2.4.3 Ascorbic acid (Sigma)

2.2.4.4 Potassium dihydrogen phosphate (Merck)

2.2.5 สารเคมีสำหรับการวิเคราะห์ซัลไฟด์

2.2.5.1 Hydrochloric acid (Merck)

2.2.5.2 Potassium iodide (Merck)

2.2.5.3 Iodine (Sigma)

2.2.5.4 Zinc acetate (Merck)

2.3 อุปกรณ์และเครื่องมือ

2.3.1 อุปกรณ์และเครื่องมือสำหรับการวิเคราะห์บีโอดี

2.3.1.1 ขวดแก้วสำหรับเก็บตัวอย่างน้ำเสียจากฟาร์มสุกรขนาด 500 มิลลิลิตร

2.3.1.2 ขวดบีโอดี ขนาด 300 มิลลิลิตร พร้อมจุกปิดสนิท

2.3.1.3 ตู้ควบคุมอุณหภูมิที่ 20 ± 1 องศาเซลเซียส และทึบแสง

2.3.1.4 อุปกรณ์เครื่องแก้วต่างๆ เช่น กระบอกตวง บิวเรต ปิเปต เป็นต้น

2.3.1.5 เครื่องเติมอากาศ

2.3.2 อุปกรณ์และเครื่องมือสำหรับการวิเคราะห์ซีโอดี

2.3.2.1 erlenmeyer flask หรือขวดกลมก้นแบนขนาด 250 มิลลิลิตร ปากขวดเป็นแบบ ground glass joint ขนาด 24/40 (ใช้เป็นขวดสำหรับรีฟลักซ์)

2.3.2.2 condenser ซึ่งมี jacket ขนาด 300 มิลลิเมตร และต่อได้พอดีกับ erlenmeyer flask

2.3.2.3 hot Plate

2.3.2.4 burette ขนาด 50 มิลลิลิตร

2.3.3 อุปกรณ์และเครื่องมือสำหรับการวิเคราะห์ของแข็งแขวนลอยและของแข็งละลายน้ำ

2.3.3.1 โถทำแห้ง พร้อมสารดูดความชื้น

2.3.3.2 ตู้อบ ที่มีเครื่องควบคุมอุณหภูมิ

2.3.3.3 ตาชั่งแบบละเอียด ที่สามารถชั่งได้ถึง 0.0001 กรัม

2.3.3.4 glass fiber filter (GF/C) ขนาดเส้นผ่าศูนย์กลาง 4.70 เซนติเมตร

2.3.3.5 ชุดกรองประกอบด้วย membrane filter funnel และ กรวยบุคเนอร์

2.3.3.6 เครื่องดูดสูญญากาศพร้อมขวด ขนาด 1,000 มิลลิลิตร

2.3.4 อุปกรณ์และเครื่องมือสำหรับวิเคราะห์ทีเคเอ็น

2.3.4.1 Kjeldahl flask ขนาด 500 มิลลิลิตร

2.3.4.2 hot plate

2.3.4.3 UV-Vis spectrophotometer (Milton Roy, Spectronic 3000 Array)

2.3.5 อุปกรณ์และเครื่องมือสำหรับการวิเคราะห์ฟอสเฟต

2.3.5.1 UV-Vis spectrophotometer (Milton Roy, Spectronic 3000 Array)

2.3.5.2 หลอดทดลองขนาด 10 มิลลิลิตร

2.3.6 อุปกรณ์และเครื่องมือสำหรับการวิเคราะห์ซัลไฟด์

2.3.6.1 ขวดบีโอดี ขนาด 300 มิลลิลิตร

2.3.6.2 burette ขนาด 25 มิลลิลิตร

2.3.6.3 ขวดรูปกรวย

2.3.6.4 glass fiber filter GF/C ขนาด 7 เซนติเมตร

2.3.6.5 กรวยบุคเนอร์ เส้นผ่าศูนย์กลาง 7 เซนติเมตร

2.3.6.6 เครื่องดูดสูญญากาศ

2.4 วิธีการทดลอง

2.4.1 การศึกษาคุณลักษณะของน้ำเสียจากฟาร์มสุกรที่ผักตบชวาสามารถเจริญเติบโตได้

2.4.1.1 เก็บตัวอย่างน้ำเสียจากบ่อสุดท้ายของฟาร์มสุกร วิเคราะห์หาค่าบีโอดี เพื่อใช้เป็นข้อมูลสำหรับการเจือจาง

2.4.1.2 ทำการเจือจางน้ำเสียบ่อสุดท้ายของฟาร์มสุกรด้วยน้ำจากแหล่งน้ำธรรมชาติใกล้ๆฟาร์มให้ค่าบีโอดีของน้ำที่เจือจางแล้วมีค่าประมาณ 170, 100 และ 70 มิลลิกรัมต่อลิตร

2.4.1.3 นำผักตบชวาความสูงประมาณ 20 เซนติเมตรจากแหล่งน้ำธรรมชาติมาใส่ลงในบ่อทั้ง 4 บ่อ โดยใช้ความหนาแน่นของผัก

ตบชวา 4 กิโลกรัมเปียกต่อตารางเมตร เก็บตัวอย่างน้ำเสียจากบ่อทั้ง 4 ตรวจวิเคราะห์หาค่าบีโอดี

2.4.1.4 สังเกตการเจริญเติบโตของผักตบชวาในบ่อทดลอง 1 สัปดาห์หลังจากเริ่มการทดลอง สำหรับบ่อ ที่ผักตบชวายังคงเจริญเติบโตให้สังเกตผลต่ออีก 1 สัปดาห์

2.4.1.5 ทำการทดลองซ้ำข้อ 3-6 เพื่อยืนยันผลการทดลอง

2.4.2 การศึกษาประสิทธิภาพของผักตบชวาในการบำบัดน้ำเสียจากฟาร์มสุกร

2.4.2.1 เตรียมบ่อทดลองที่ทำด้วย acrylic จำนวน 6 บ่อ แบ่งเป็นบ่อทดลอง 3 บ่อ ซึ่งทำการเลี้ยงผักตบชวาไว้ และบ่อควบคุมที่ไม่ใช้ผักตบชวา 3 บ่อ ตั้งบ่อทดลองทั้ง 6 บ่อ ใกล้ๆกับบ่อสุดท้ายของบ่อบำบัดน้ำเสียในฟาร์มสุกร เพื่อให้การทดลองครั้งนี้มีสภาพใกล้เคียงความเป็นจริงมากที่สุด

2.4.2.2 เจือจางน้ำเสียด้วยน้ำจากแหล่งน้ำสาธารณะใกล้ๆฟาร์ม เพื่อปรับสภาพน้ำเสียให้มีค่าบีโอดีน้อยกว่า 110 มิลลิกรัมต่อลิตร

2.4.2.3 นำผักตบชวาใส่ลงในบ่อทดลอง 3 บ่อ ความหนาแน่น 4 กิโลกรัมเปียกต่อตารางเมตร

2.4.2.4 ทำการเก็บตัวอย่างน้ำเสียปริมาณ 500 มิลลิลิตร จากบ่อทดลองทั้ง 6 บ่อ ในขวดแก้ว แช่น้ำแข็งตลอดเวลาเพื่อควบคุมอุณหภูมิจนถึงห้องปฏิบัติการ

2.4.2.5 วิเคราะห์พารามิเตอร์ต่างๆของน้ำเสียของวันที่ 0 (D_0)

2.4.2.6 เก็บตัวอย่างน้ำเสียในวันที่ 7 (D_7) แล้ววิเคราะห์พารามิเตอร์ต่างๆของน้ำเสียเช่นเดียวกับวันที่ 0

2.4.2.7 เปรียบเทียบผลการทดลองที่ได้จากการวิเคราะห์คุณภาพน้ำเสีย ระหว่างวันที่7 กับวันแรก ของบ่อทดลองและบ่อควบคุม

2.5 การวิเคราะห์คุณลักษณะน้ำเสีย

2.5.1 พารามิเตอร์ที่ใช้ในการวัดคุณลักษณะน้ำเสีย

2.5.1.1 คุณลักษณะทางกายภาพ

- ของแข็งแขวนลอย
- ของแข็งละลายน้ำ

2.5.2.2 คุณลักษณะทางเคมี

- บีโอดี
- ซีโอดี
- ทีเคเอ็น
- ฟอสเฟต
- ซัลไฟด์

2.5.2 วิธีการวิเคราะห์ค่าพารามิเตอร์

ตารางที่ 3 แสดงวิธีการวิเคราะห์พารามิเตอร์ต่างๆของน้ำเสียจากฟาร์มสุกรที่ใช้ในการศึกษาครั้งนี้ วิธี ที่ใช้เป็นวิธีมาตรฐานสำหรับการวิเคราะห์น้ำและน้ำเสีย (Standard Methods for Examination of Water and Wastewater) ซึ่งกำหนดโดย American Public Health Association, American Water Works Association, Water Pollution Control Federation (APHA, AWWA, WPCF, 1992)

1. บีโอดี (biochemical oxygen demand) เป็นการแสดงถึงความสกปรกที่เป็นสารอินทรีย์และเป็นสารประกอบของคาร์บอนของน้ำเสียในรูปของออกซิเจนที่แบคทีเรียใช้ในการย่อยสลายได้ ภายใต้สภาวะที่มีออกซิเจน

ออกซิเจนละลายน้ำจะออกซิไดส์ Mn^{+2} ไปเป็น Mn^{+4} ภายใต้สภาวะด่าง Mn^{+4} นี้สามารถจะออกซิไดส์ I^- ไปเป็น I_2 อิสระภายใต้สภาวะที่เป็นกรดนั้นคือ ปริมาณของ I_2 อิสระที่ถูกขับออกมาจะสมมูลย์กับออกซิเจนที่ละลายอยู่ในน้ำตอนเริ่มต้นและวัดได้โดยการไตเตรตด้วยสารละลายมาตราฐานโซเดียมไธโอซัลเฟต ปฏิกิริยาที่เกิดขึ้นเป็นดังนี้

1. เมื่อเติม $MnSO_4$ และ Alkali-Iodide-Azide

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

ตารางที่ 3 วิธีการวิเคราะห์ค่าพารามิเตอร์

PARAMETER	ANALYTICAL METHOD
1. BOD	1. Azide modification
2. COD	2. Open reflux with potassium dichromate
3. SS	3. Glass fiber filter disc
4. TDS	4. Glass fiber filter disc
5. TKN	5. Kjeldahl method
6. Phosphorus	6. Colorimeter with ascorbic acid
7. Sulfide	7. Iodometric method

ถ้าในน้ำมีออกซิเจน จะเกิดปฏิกิริยาต่อไปนี้

$$Mn(OH)_2 + 1/2\ O_2 \longrightarrow MnO_2 + H_2O$$ ตะกอนสีน้ำตาล

2. เมื่อเติมกรดกำมะถันเข้มข้น I^- จะถูกออกซิไดส์ไปเป็น I_2

$$MnO_2 + 2\ I^- + 4H^+ \longrightarrow Mn^{+2} + I_2 + 2H_2O$$

3. ไตเตรตด้วย $Na_2S_2O_3$ เพื่อหาค่า I_2 ที่เกิดขึ้น

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

2. ซีโอดี (chemical oxygen demand) เป็นการแสดงถึงความสกปรกของน้ำเสีย โดยเป็นการวัดปริมาณออกซิเจนทั้งหมดที่ใช้ในการออกซิไดซ์สารอินทรีย์ของน้ำเสีย เพื่อให้เกิดคาร์บอนไดออกไซด์และน้ำ เงื่อนไขสำคัญในการวิเคราะห์ซีโอดีคือ ปฏิกิริยาออกซิเดชั่น (oxidation) จะต้องเกิดขึ้นโดยอาศัยออกซิไดซิ่งเอเจนต์ (oxidizing agent) อย่างรุนแรง ภายใต้สภาวะที่เป็นกรดเข้มข้นและมีอุณหภูมิสูง

หลักการของซีโอดีจะคล้ายกับบีโอดี คือ สารอินทรีย์ในน้ำจะถูกออกซิไดซ์จนได้คาร์บอนไดออกไซด์กับน้ำ เพียงแต่บีโอดีต้องใช้แบคทีเรียในการย่อยสลาย ส่วนซีโอดี ใช้ออกซิไดซิ่งเอเจนต์ ดังนั้นส่วนใหญ่ในน้ำเสียจึงมีค่าซีโอดีมากกว่าบีโอดี

ภายใต้สภาวะการรีฟลักซ์ในสารละลายกรดซัลฟุริคเข้มข้นที่มีอุณหภูมิสูง สารอินทรีย์ในน้ำจะถูกออกซิไดส์โดยสารละลายโปแตสเซียมไดโครเมตที่ทราบความเข้มข้นและมีปริมาณเกินพอที่ทราบจำนวน หลังจากรีฟลักซ์ วัดปริมาณโปแตสเซียมไดโครเมตที่เหลือ โดยนำไปไตเตรตกับเฟอรัสแอมโมเนียซัลเฟต และใช้เฟอโรอินเป็นอินดิเคเตอร์ ทำให้ทราบปริมาณของโปแตสเซียมไดโครเมตที่ใช้ในการออกซิไดส์สารอินทรีย์ได้ ปฏิกิริยาต่างๆที่เกิดขึ้นเป็นดังนี้

1. เมื่อรีฟลักซ์ด้วย $K_2Cr_2O_7 + H_2SO_4$

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

(เกินพอ) (สีเหลือง)

2. หาปริมาณ Cr^{-2}_{7} ที่เหลือโดยการไตเตรตด้วย เฟอรัสแอมโมเนียซัลเฟต มีเฟอโรอินเป็นอินดิเคเตอร์

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

(สีเหลือง) (สีน้ำตาลแดง)

$Cr_2O^{-2}_{7}$ ที่เหลือจะทำปฏิกิริยากับ Fe^{+2} ได้โครมิค (Cr^{+3}) จนหมด แล้ว Fe^{+2} จึงทำปฏิกิริยากับเฟอโรอินได้สารประกอบสีน้ำตาลแดง ซึ่งแสดงจุดยุติของการไตเตรต

3. ทีเคเอ็น (total Kjeldahl nitrogen) หมายถึงผลรวมของแอมโมเนียและสารอินทรีย์ไนโตรเจน ถ้าพบในปริมาณที่สูงจะทำให้แบคทีเรียที่พบในแหล่งน้ำธรรมชาติสามารถใช้เป็นอาหารได้ และเจริญเติบโตเพิ่มจำนวนมากขึ้น นอกจากนี้ยังทำให้วัชพืชรอบแหล่งน้ำเติบโตได้ดีก่อให้เกิดการตื้นเขินได้

สารอินทรีย์ไนโตรเจนจะถู กย่อยสลายเปลี่ยนไปเป็นแอมโมเนีย โดยการออกซิไดส์ของกรดกำมะถัน ทำให้ไนโตรเจนหลุดออกมาในรูปแอมโมเนีย จากนั้นจึงนำไปหาปริมาณแอมโมเนียโดยทำปฏิกริยากับ Nessler's reagent ทำให้ทราบปริมาณทีเคเอ็นที่มีอยู่ในตัวอย่างน้ำ

4. ฟอสฟอรัส (phosphorus) มักพบในรูปของฟอสเฟต ซึ่งมีทั้งที่สามารถละลายน้ำได้และเป็นสารแขวนลอยในน้ำ ดังนั้นถ้าพบในปริมาณมากจะทำให้เกิดการตื้นเขินของแหล่งน้ำได้เช่นเดียวกับไนโตรเจน

แอมโมเนียโมลิบเดต และโปแตสเซียมแอนติโมนิลตาร์เตรต จะทำปฏิกิริยากับออโธฟอสเฟตในสภาวะที่เป็นกรดฟอสฟอโมลิบดิค ซึ่งถูกรีดิวซ์โดยกรดแอสคอร์บิคได้สีน้ำเงินของโมลิบดีนัม วิธีนี้สามารถวัดฟอสเฟตได้ต่ำถึง 10 ไมโครกรัม/ลิตร

5. ของแข็งละลายน้ำ (total dissolved solids) หมายถึงของแข็งที่ละลายน้ำได้ประกอบด้วยสารอินทรีย์และสารอนินทรีย์อยู่ในสภาพที่พืชน้ำและแบคทีเรียสามารถนำไปใช้ในการเจริญเติบโตได้ หลักการของการวิเคราะห์ของแข็งละลายน้ำและของแข็งแขวนลอยเหมือนกัน

6. ของแข็งแขวนลอย (suspended solids) หมายถึงของแข็งที่ไม่ละลายน้ำ และสามารถแขวนลอยอยู่ในน้ำได้ ตะกอนมีขนาดเล็ก น้ำหนักเบา ถ้าในน้ำทิ้งมีของแข็งแขวนลอยจำนวนมาก จะทำให้น้ำขุ่น บดบังแสงอาทิตย์ส่องลงสู่พื้นดินใต้น้ำ ทำให้พืชใต้น้ำไม่สามารถเจริญเติบโตได้ และเกิดการตื้นเขินของแหล่งน้ำจากการตกตะกอนอย่างช้าๆของของแข็งแขวนลอย

7. ซัลไฟด์ (sulfide) เกิดจากการที่แบคทีเรียรีดิวซ์ซัลเฟต ในสภาวะที่น้ำมีค่าพีเอช (pH) ต่ำ และอาจอยู่ในรูปของก๊าซไฮโดรเจนซัลไฟด์ ซึ่งมีกลิ่นเหม็นและเป็นอันตรายต่อสุขภาพมนุษย์

ภายใต้สภาวะที่เป็นกรด ไอโอดีนสามารถออกซิไดซ์ซัลไฟด์เป็นซัลเฟอร์ ปริมาณไอโอดีนจะสมมูลย์กับซัลไฟด์ วัดปริมาณไอโอดีนที่เหลือโดยการไตเตรต ด้วยโซเดียมไธโอซัลเฟต เหมาะสำหรับการวิเคราะห์ซัลไฟด์ที่มีความเข้มข้นมากกว่า 1 มิลลิกรัมต่อลิตร

2.5.3 ขั้นตอนและวิธีการในการวิเคราะห์ข้อมูล

2.5.3.1 วิธีการคำนวณประสิทธิภาพการบำบัดน้ำเสียของการลดลงของมลสารแต่ละชนิดในบ่อทดลองและบ่อควบคุม โดยใช้สมการ

$$E = \frac{[(P)d_n - (P)d_{n+i}] \times 100}{(P)d_n}$$

E เป็นประสิทธิภาพการบำบัดน้ำเสีย คำนวณเป็นเปอร์เซ็นต์

$(P)d_n$ เป็นความเข้มข้นของมลสารในน้ำเสียวันที่ n เช่นวันที่ 0

$(P)d_{n+i}$ เป็นความเข้มข้นของมลสารในน้ำเสียวันที่ n+i เช่นวันที่ 7

2.5.3.2 เปรียบเทียบประสิทธิภาพของการบำบัดน้ำเสียในการลดลงของมลสารแต่ละชนิดโดยเปรียบเทียบระหว่างบ่อทดลองที่มีผักตบชวา และบ่อควบคุมที่ไม่มีผักตบชวา

(1) การวิเคราะห์บีโอดี

การเก็บและรักษาตัวอย่างน้ำ

นำตัวอย่างน้ำเสียจากฟาร์มสุกร บรรจุใส่ในขวดแก้วขนาด 500 มิลลิลิตร แล้วทำการแช่น้ำแข็งเพื่อควบคุมอุณหภูมิประมาณ 4 องศาเซลเซียส จนกระทั่งทำการวิเคราะห์

การเตรียมตัวอย่างน้ำเสีย

1. นำตัวอย่างน้ำเสียจากฟาร์มสุกรมาเจือจางด้วยน้ำกลั่น ในอัตราส่วนที่เหมาะสมสำหรับการ วิเคราะห์หาค่าบีโอดี บรรจุในบีกเกอร์ขนาด 2,000 มิลลิลิตร

2. เติมอากาศที่สะอาด เพื่อเพิ่มปริมาณออกซิเจนในน้ำ นานอย่างน้อย 1 ชั่วโมง

3. เติมสารละลาย ฟอสเฟตบัฟเฟอร์ แมกนีเซียมซัลเฟต แคลเซียมคลอไรด์ และเฟอริกคลอไรด์ อย่างละ 1 มิลลิลิตร ต่อตัวอย่างน้ำ 1 ลิตร

4. บรรจุตัวอย่างน้ำเสียลงในขวดบีโอดี 4 ขวด ปิดจุกให้แน่นสนิทและมีน้ำหล่อที่ปากขวด ระวังอย่าให้มีฟองอากาศภายในขวด

5. นำ 2 ขวดแรกมาหาค่าออกซิเจนละลายน้ำทันที ถือว่าเป็น ค่าออกซิเจนละลายเริ่มต้น สมมติเป็น DO_0

6. นำ 2 ขวดที่เหลือ เก็บไว้ในตู้ควบคุมอุณหภูมิที่ 20 ± 1 องศาเซลเซียส และทึบแสง เป็นเวลา 5 วัน หลังจากนั้นนำมาหาค่าออกซิเจนละลายน้ำที่เหลืออยู่ สมมติเป็น DO_5

การวิเคราะห์หาค่าบีโอดี

1. เติมสารละลายแมงกานีสซัลเฟต 1.5 มิลลิลิตร และสารละลายอัลคาไล-ไอโอไดด์-เอไซด์ 1.5 มิลลิลิตร ลงในขวดบีโอดีโดยให้ปลายปิเปตอยู่ใต้ผิวน้ำ แล้วปิดจุกระวังอย่าให้มีฟองอากาศ เขย่าอย่างแรงประมาณ 15 ครั้ง จะเกิดตะกอนสีน้ำตาล ปล่อยทิ้งไว้ให้ตกตะกอน (ถ้าเกิดตะกอนสีขาว แสดงว่าตัวอย่างนั้นไม่มีออกซิเจนละลาย)

ตารางที่ 4 การเลือกขนาดตัวอย่างและอัตราเจือจางสำหรับช่วงบีโอดีต่างๆ

ปริมาณตัวอย่าง (มิลลิลิตร)	ช่วงบีโอดี (มิลลิกรัม/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	6
100.0	6-21	3
300.0	0-7	1

2.เติมกรดซัลฟุริคเข้มข้น 3 มิลลิลิตร โดยปล่อยให้ค่อยๆไหลลงไปตามข้างขวด และให้ปลายปิเปตอยู่เหนือผิวน้ำ เขย่าให้เข้ากันจนตะกอนละลายหมด ตั้งทิ้งไว้ 5 นาที

3. ปริมาตรของตัวอย่างน้ำที่ใช้ในการไตเตรตเ ท่ากับ 202 มิลลิลิตร นำมาไตเตรตด้วยโซเดียมไธโอซัลเฟต 0.0250 นอร์มัล จนกระทั่งสีเหลืองเริ่มจางลง (คล้ายสีฟางข้าว)

4. เติมน้ำแป้ง 5 หยด จะได้สีน้ำเงิน แล้วไตเตรตต่อไปจนสีน้ำเงินหายไป

การคำนวณ

เนื่องจาก 1 มิลลิลิตร ของโซเดียมไธโอซัลเฟต 0.0250 นอร์มัล สมมูลย์กับออกซิเจนละลาย 0.300 มิลลิกรัม ดังนั้น แต่ละมิลลิลิตรของโซเดียมไธโอซัลเฟตที่ใช้จะสมมูลย์กับออกซิเจนละลาย 1 มิลลิกรัมต่อลิตร

ค่าบีโอดี (มก.ออกซิเจนต่อลิตร) = $DO_0 - DO_5$

DO_0 ค่าออกซิเจนละลายที่ไตเตรตได้ในวันแรก

DO_5 ค่าออกซิเจนละลายที่ไตเตรตได้ในวันที่ 5

(2) การวิเคราะห์ซีโอดี

การเก็บและรักษาตัวอย่างน้ำ

นำตัวอย่างน้ำเสียจากฟาร์มสุกร บรรจุใส่ในขวดแก้วขนาด 500 มิลลิลิตร แล้วทำการแช่น้ำแข็งเพื่อควบคุมอุณหภูมิประมาณ 4 องศาเซลเซียส จนกระทั่งทำการวิเคราะห์

การวิเคราะห์ค่าซีโอดี

1. เติมตัวอย่างน้ำที่จะวิเคราะห์ 10 มิลลิลิตร หรือใช้ตัวอย่างน้ำน้อยกว่าแต่เติมน้ำกลั่นให้เป็น 10 มิลลิลิตร ลงในขวดรีฟลักซ์ เติมเมอคิวริคซัลเฟต 0.2 กรัม ใส่ลูกแก้วขนาดจิ๋ว 5-6 เม็ด แล้วจึงเติมสารละลายมาตรฐานโปแตสเซียมไดโครเมต 5.0 มิลลิลิตร เขย่าให้เข้ากัน

2. นำขวดรีฟลักซ์ในข้อ 1. ไปต่อกับเครื่องรีฟลักซ์ เปิดน้ำหล่อเย็น เติมกรดซัลฟุริค-ซิลเวอร์ซัลเฟต 15 มิลลิลิตร ลงที่ปากคอนเดนเซอร์ ซึ่งกรดซัลเฟตจะไหลไปยังขวดรีฟลักซ์เอง เปิดไฟแล้วรีฟลักซ์เป็นเวลา 2 ชั่วโมง เมื่อครบ 2 ชั่วโมง นำขวดรีฟลักซ์ออกแล้วทำให้เย็น

3. ทำ blank พร้อมกับตัวอย่างน้ำ โดยใช้น้ำกลั่น 10 มิลลิลิตร ใช้สารเคมีต่างๆ เหมือนกับของตัวอย่างน้ำ ทำการรีฟลักซ์เช่นเดียวกับตัวอย่างน้ำทุกประการ

4. เมื่อรีฟลักซ์ครบ 2 ชั่วโมงแล้วปิดไฟ ทิ้งไว้ให้เย็น แล้วเติมน้ำกลั่นลงที่ปากเครื่องรีฟลักซ์ 40 มิลลิลิตร เพื่อล้างไอสารภายในคอนเดนเซอร์ แล้วจึงปิดน้ำหล่อเย็น

5. นำขวดรีฟลักซ์มาไตเตรตหาปริมาณโปแตสเซียมไดโครเมตที่เหลือด้วยสารละลายเฟอรัสแอมโมเนียซัลเฟต โดยใช้เฟอโรอีนประมาณ 2-3 หยดเป็นอินดิเคเตอร์ ควรใช้ปริมาณอินดิเคเตอร์เท่าๆกันทุกตัวอย่าง จุดยุติจะมีการเปลี่ยนแปลงจากสีเหลืองเป็นสีฟ้าอมเขียวและเป็นสีน้ำตาล จดปริมาตรของเฟอรัสแอมโมเนียซัลเฟตที่ใช้ไตเตรต

การคำนวณ

$$\text{ค่าซีโอดี (มก.ออกซิเจนต่อลิตร)} = \frac{(A-B) \times N \times 8,000}{\text{มล. ของตัวอย่างที่ใช้}}$$

A มิลลิลิตรของเฟอรัสแอมโมเนียซัลเฟตที่ใช้ในการไตเตรตของ blank

B มิลลิลิตรของเฟอรัสแอมโมเนียซัลเฟตที่ใช้ในการไตเตรตของตัวอย่าง

N ความเข้มข้นของเฟอรัสแอมโมเนียซัลเฟตเป็นนอร์มัลลิตี้

(3) การวิเคราะห์ของแข็งแขวนลอยและของแข็งละลายน้ำ

การเก็บและรักษาตัวอย่างน้ำ

นำตัวอย่างน้ำเสียจากฟาร์มสุกร บรรจุใส่ในขวดแก้วขนาด 500 มิลลิลิตร แล้วทำการแช่น้ำแข็งเพื่อควบคุมอุณหภูมิประมาณ 4 องศาเซลเซียส จนกระทั่งทำการวิเคราะห์

วิธีวิเคราะห์

1. นำกระดาษกรอง GF/C ไปอบในตู้อบที่อุณหภูมิ 103-105 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 1 ชั่วโมง ปล่อยให้เย็นในโถทำแห้ง

2. ชั่งน้ำหนักกระดาษกรอง GF/C สมมติว่ามีน้ำหนัก A กรัม วางบนถ้วยอลูมินั่มฟอยล์

3. ต่อชุดเครื่องมือสำหรับกรอง แล้วใช้ปากคีบหยิบกระดาษกรอง GF/C วางบนกรวยบุคเนอร์ เปิดเครื่องดูดสูญญากาศ ล้างกระดาษกรองด้วยน้ำกลั่น 3 ครั้ง ติดต่อกัน โดยใช้ครั้งละ 20 มิลลิลิตร เปิดเครื่องดูดสูญญากาศต่อ ดูดน้ำออกจนแห้ง ทิ้งน้ำล้างไป

4. ปริมาตรตั วอย่างน้ำที่ใช้ เท่ากับ 100 มิลลิลิตร เขย่าให้เข้ากันอย่างดี

5. ค่อยๆเทตัวอย่างน้ำลงกรองทีละน้อยๆอย่างต่อเนื่องจนหมด แล้วใช้น้ำกลั่นล้างภาชนะที่ใช้ ตวงตัวอย่าง เทลงกรองและล้างบริเ วณด้านข้างของกรวยบุคเนอร์ รวมทั้งบน กระดาษกรอง GF/C ปล่อยให้เครื่องดูดสูญญากาศดูดน้ำออกจนแห้ง จึงปิดเครื่อง

6. ใช้ปากคีบหนีบขอบกระดาษกรอง ขึ้นวางบนถ้วยอลูมินั่มฟอยล์ นำไปอบในตู้ อบที่อุณหภูมิ 103-105 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 1 ชั่วโมง นำออกจากตู้อบ ปล่อยให้เย็นในโถ ทำแห้ง ชั่งน้ำหนักกระดาษกรอง สมมติมีน้ำหนัก B กรัม

การคำนวณ

$$\text{ของแข็งแขวนลอย (มก./ล.)} = \frac{(B-A) * 10^6}{C}$$

A น้ำหนักกระดาษกรองอย่างเดียว (กรัม)

B น้ำหนักกระดาษกรองและของแข็ง (กรัม)

C ปริมาตรตัวอย่างน้ำ (มิลลิลิตร)

(4) การวิเคราะห์ทีเคเอ็น (TKN)

การเก็บและรักษาตัวอย่างน้ำ

นำตัวอย่างน้ำเสียจากฟาร์มสุกร บรรจุใส่ในขวดแก้วขนาด 500 มิลลิลิตร แล้วทำการแช่น้ำแข็งเพื่อควบคุมอุณหภูมิประมาณ 4 องศาเซลเซียส จนกระทั่งทำการวิเคราะห์

วิธีวิเคราะห์

1. การเลือกขนาดตัวอย่าง

ทำการเลือกขนาดตัวอย่างตามตาราง แล้วตวงตัวอย่างใส่ในขวดเคลดาห์ลขนาด 800 มิลลิลิตร เติมลูกแก้ว 3-4 เม็ด เพื่อป้องกันการเดือดอย่างรุนแรงภายในขวด

2. การย่อยสลาย

เติมน้ำยา สำหรับย่อย สลาย 50 มิลลิลิตร ลงในขวดเจลดาห์ล นำเข้าเครื่องย่อยสลาย ต้มจนกระทั่งเกิดควันสีขาวของ SO_3 ให้ต้มต่อไปเรื่อยๆจนได้สารละลายใส จากนั้นย่อยสลายต่ออีก 20-30 นาที ปิดไฟแล้วปล่อยทิ้งให้เย็น เติมน้ำกลั่น 300 มิลลิลิตร และ พีนอล์ฟทาลีน 0.5 มิลลิลิตร เขย่าให้เข้ากันและทำให้เป็นด่างโดยค่อยๆเติมน้ำยาโซเดียมไฮ ดรอกไซด์โซเดียมไธโอซัลเฟต 50 มิลลิลิตร เขย่าให้เข้ากัน จากนั้นนำไปกลั่น

3. การกลั่น

ต่อขวดเจลดาห์ลเข้ากับเครื่องกลั่น ทำการกลั่นโดยให้ความร้อนที่เหมาะสม เก็บส่วนที่กลั่นออกมา 200 มิลลิลิตร ผ่านหลอดแก้วที่จุ่ม อยู่ในสารละลายกรดบอริค 50 มิลลิลิตร เมื่อ กลั่นครบ 200 มิลลิลิตร เลื่อนขวดเก็บสารละลายที่ได้จากการกลั่นออก และนำไปหาปริมาตรของแอมโมเนียต่อไป

4. การคำนวณ

ปริมาตรแอมโมเนียที่วิเคราะห์ได้จากตัวอย่างน้ำที่ผ่านการย่อยและการกลั่นมาแล้ว จะเป็นค่าทีเคเอ็น

ตารางที่ 5 การเลือกขนาดตัวอย่างของทีเคเอ็น

Org-N ในตัวอย่าง (มิลลิกรัมต่อลิตร)	ขนาดตัวอย่าง (มิลลิลิตร)
0-1	500
1-10	250
10-20	100
20-50	50
50-100	25

(5) การวิเคราะห์ฟอสเฟต

การเก็บและรักษาตัวอย่างน้ำ

นำตัวอย่างน้ำเสียจากฟาร์มสุกร บรรจุใส่ในขวดแก้วขนาด 500 มิลลิลิตร แล้วทำการแช่น้ำแข็งเพื่อควบคุมอุณหภูมิประมาณ 4 องศาเซลเซียส จนกระทั่งทำการวิเคราะห์

วิธีวิเคราะห์

1. การเตรียมตัวอย่าง

ปิเปตตัวอย่างน้ำ 50 มิลลิลิ ตรใส่ลงในขวดรูปกรวยขนาด 125 มิลลิลิตร เติมสารละลายฟีนอล์ฟทาลีนอินดิเคเตอร์ 1 หยด ถ้าเป็นสีแดงให้หยดกรดซัลฟุริค 5 นอร์มัล ลงไปทีละหยดจนกระทั่ งสีแดงหายไป เติมน้ำยารวม 8 มิลลิลิตร เขย่าให้เข้ากัน ตั้งทิ้งไว้อย่างน้อย 10 นาที แล้วนำไปวัดค่าการดูดกลืนแสง(absorbance) ที่ความยาวคลื่นแสง 800 นาโนเมตร โดยใช้ reagent blank เป็น reference

2. การเตรียมกราฟมาตรฐาน

เตรียมอนุกรมความเข้มข้นของสารละลายมาตรฐานฟอสเฟตดังนี้ 5, 10, 15, 20, 25 และ 30 ไมโครกรัม โดยปิเปตสารละลายมาตรฐานฟอสเฟต (1 มิลลิลิตร เท่ากับ 2.5 ไมโครกรัม ฟอสเฟต) มา 0 , 2, 4, 6, 8, 10 และ 12 มิลลิลิตร ใส่ในขวดวัดปริมาตรขนาด 50 มิลลิลิตร แต่ละขวด แล้วเติมน้ำกลั่นให้ครบขีดปริมาตร เขย่าให้เข้ากัน เทใส่ขวดรูปกรวยขนาด 125 มิลลิลิตร เติมน้ำยารวม 8 มิลลิลิตร เขย่าให้เข้ากันตั้งทิ้งไว้อย่างน้อย 10 นาที แล้วนำไปวัด ค่าการดูดกลืนแสง ที่ความยาวคลื่นแสง 800 นาโนเมตร โดยใช้ขวดที่มีความเข้มข้น 0 ไมโครกรัมเป็น blank

การคำนวณ

$$\text{ฟอสเฟต (มก.ฟอสเฟต/ล.)} = \frac{\text{ไมโครกรัมฟอสเฟตที่อ่านได้จากกราฟ}}{\text{ปริมาตรตัวอย่าง (มล.)}}$$

(6) การวิเคราะห์ซัลไฟด์

การเก็บและรักษาตัวอย่างน้ำ

นำตัวอย่างน้ำเสียจากฟาร์มสุกร บรรจุใส่ในขวดแก้วขนาด 500 มิลลิลิตร แล้วทำการแช่น้ำแข็งเพื่อควบคุมอุณหภูมิประมาณ 4 องศาเซลเซียส จนกระทั่งทำการวิเคราะห์

วิธีวิเคราะห์

1. หยดสารละลายสังกะสีอะซิเตด 0.45 มิลลิลิตร ลงในขวดบีโอดีขนาด 300 มิลลิลิตร เติมตัวอย่างน้ำจำนวน 300 มิลลิลิตร แล้วเติมโซเดียมไฮดรอกไซด์ 6 นอร์มัล 0.3 มิลลิลิตร จะเต็มขวดบีโอดีพอดี แล้วปิดจุกโดยไม่ให้มีช่องว่างของอากาศอยู่ภายในขวด เขย่าขวดไปมาอย่างแรง จนกระทั่งเกิดการตกผลึกของสังกะสีซัลไฟด์ (ZnS) ภายในขวด ตั้งทิ้งไว้นาน 30 นาทีเพื่อให้ผลึกตกตะกอน

2. รินน้ำใสทิ้ง และกรองผลึกผ่านกระดาษกรอง GF/C เก็บกระดาษกรองที่มีผลึกตะกอนไว้วิเคราะห์ต่อไป

3. ใส่กระดาษกรองที่มีผลึกของสังกะสีซัลไฟด์ ในขวดรูปกรวย และเติมน้ำกลั่น 100 มิลลิลิตร

4. เติมกรดไฮโดรคลอริคเข้มข้น 6 นอร์มัลจำนวน 2 มิลลิลิตร แล้วเติมสารละลายไอโอดีน 10 มิลลิลิตร เขย่าให้เข้ากัน ตัวอย่างน้ำควรมีสีเหลืองของไอโอดีน ถ้าไม่มีสี เหลืองเกิดขึ้นให้เติมสารละลายไอโอดีนจนกระทั่งมีสีเกิดขึ้น จดปริมาณของสารละลายไอโอดีนที่เติมทั้งหมด(สารละลายไอโอดีน 1 มิลลิลิตร เท่ากับ ซัลไฟด์ 0.04 มิลลิกรัม)

5. นำสารละลายในขวดรูปกรวยมาไตเตรตด้วยสารละลายมาตรฐานโซเดียมไธโอซัลเฟต 0.025 นอร์มัล โดยใช้น้ำแป้งเป็นอินดิเคเตอร์จนกระทั่งสีน้ำเงินหายไป (จดปริมาตรที่ใช้ไตเตรต)

การคำนวณ

$$\text{ปริมาณซัลไฟด์ทั้งหมด (มก./ล.)} = \frac{[(AxB)-(CxD)]x16,000}{\text{ปริมาตรตัวอย่าง(มล.)}}$$

A ปริมาณ (มิลลิลิตร) ของสารละลายไอโอดีนที่ใช้

B ความเข้มข้น (N) ของสารละลายไอโอดีน

C ปริมาณ (มิลลิลิตร) ของสารละลายมาตรฐานโซเดียม ไธโอซัลเฟตที่ใช้

D ความเข้มข้น(N) ของสารละลายมาตรฐานโซเดียมไธโอซัลเฟต

สถิติที่ใช้ในการวิเคราะห์

1. ใช้ Analysis of Covariance (ANCOVA) และเปรียบเทียบค่าเฉลี่ยโดยวิธีDuncan's new multiple range test. (เติมศรี ชำนาญกิจ, 2531)

2. หาความสัมพันธ์ระหว่างความเข้มข้นของพารามิเตอร์ กับ ระยะเวลา โดยใช้สมการถดถอยเชิงเส้นตรง (linear regression) $Y = a+b \log (x)$