บทที่ 3

วิธีการดำเนินการวิจัย

วัตถุประสงค์ของการวิจัยในครั้งนี้ เพื่อศึกษาประสิทธิภาพของการประยุกต์ใช้เตยหอมในการบำบัดน้ำเสียจากศูนย์อาหาร มหาวิทยาลัยราชภัฏสงขลา โดยตรวจวัดคุณภาพน้ำจากการวัดด้วยพารามิเตอร์ที่กำหนด เพื่อนำไปเปรียบเทียบกับมาตรฐานน้ำทิ้งจากอาคาร แล้วสามารถเปรียบเทียบประสิทธิภาพของการบำบัดได้ สามารถนำไปเป็นข้อมูลในการปรับปรุงระบบการบำบัดน้ำเสียได้ต่อไป

3.1 สถานที่เก็บตัวอย่างน้ำ

ศูนย์อาหาร มหาวิทยาลัยราชภัฏสงขลา

3.2 สถานที่ใช้ในการทำวิจัย

ศูนย์วิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยราชภัฏสงขลา

3.3 ระยะเวลาในการเก็บตัวอย่างน้ำ

การวางแผนในการเก็บตัวอย่างน้ำจะเก็บทุกๆ สัปดาห์ สัปดาห์ละ 1 ครั้ง รวมเก็บตัวอย่างทั้งหมด 8 ครั้ง โดยแบ่งการเก็บตัวอย่างน้ำเป็น 2 ระยะ

ระยะที่1 เก็บตัวอย่างน้ำก่อนใช้เตยหอมในการบำบัด ในเดือนกุมภาพันธ์ 2548 (เก็บตัวอย่างทุกสัปดาห์รวม 4 ครั้ง)

ระยะที่2 เก็บตัวอย่างน้ำที่ใช้เตยหอมในการบำบัด ในเดือนเมษายน 2548 (เก็บตัวอย่างทุกสัปดาห์รวม 4 ครั้ง)

3.4 การเก็บตัวอย่าง

เก็บตัวอย่างน้ำบริเวณคูระบายน้ำของศูนย์อาหาร มหาวิทยาลัยราชภัฏสงขลา โดยคว่ำขวดแล้วกดให้จมลงใต้ผิวน้ำด้วยขวดเก็บน้ำพลาสติกโพลิเอทธิลีน (Polyethylene : PE) ปากกว้าง มีขนาดความจุ 2 ลิตร

3.5 การวิเคราะห์คุณภาพน้ำเสีย

3.5.1 คุณลักษณะน้ำเสียทางกายภาพ ได้แก่

- อุณหภูมิ (°C)
- pH (ค่าความเป็นกรด-ด่าง)
- ความขุ่น (Turbudity)

3.5.2 คุณลักษณะน้ำเสียทางเคมี ได้แก่

- ปริมาณของแข็งแขวนลอยทั้งหมด (Total Suspended Solids)
- ปริมาณของแข็งตกตะกอนได้ (Settleable Solids)
- ความต้องการทางออกซิเจนทางชีวเคมี :BOD (Biochemical Oxygen Demand)
- ความต้องการทางออกซิเจนทางเคมี : COD (Chemical Oxygen Demand)
- ทีเคเอ็นไนโตรเจน : TKN (Total Kjeldahl Nitrogen)
- ฟอสเฟต (Phosphate)

3.6 การวิเคราะห์ตัวอย่างน้ำ

3.6.1 เครื่องมือและอุปกรณ์

1. เครื่อง pH meter ยี่ห้อ Denver Instrument รุ่น Model 215 USA
2. Magnetic stirrer ยี่ห้อ YAMATO รุ่น M-66 JAPAN
3. ตู้อินคิวเบท (Incubator) ยี่ห้อ CONTERM DIGITAL รุ่น COOLED NEW ZELAND
4. เครื่อง Suction ยี่ห้อ BUCHI รุ่น B-169 SWITZERLAND
5. เครื่องกลั่น Micro Kjeldahl ยี่ห้อ Gerhard รุ่น KB 20 GERMANY
6. เครื่องย่อยสลาย Micro Kjeldahl ยี่ห้อ Gerhard รุ่น Vapodest 12 GERMANY
7. สเปคโทรโฟโตมิเตอร์ ยี่ห้อ SHIMADZU รุ่น UV 1240 V JAPAN
8. Digestion Vessel
9. กรวยบุคเนอร์
10. Heating Block
11. ขวด BOD

3.6.2 สารเคมี

1. ความต้องการออกซิเจนทางชีวเคมี (Biochemical Oxygen Demand)

1. สารละลายฟอสเฟตบัฟเฟอร์
2. สารละลายแมกนีเซียมซัลเฟต ($MgSO_4$)
3. สรละลายแคลเซียมคลอไรด์ ($CaCl_2$)
4. สารละลายเฟริคคลอไรด์ ($FeCl_2$)
5. สารละลายแมงกานีสซัลเฟต ($MnSO_4$)
6. สารละลายอัลคาไล – ไอโอไดด์ – เอไซด์ รีเอเจนต์ (Alkali – Iodide – Azide Reagen)
7. กรดซัลฟูริกเข้มข้น (H_2SO_4)
8. น้ำแป้ง
9. สารละลายมาตรฐาน $K_2Cr_2O_7$ 0.0250 mole/L

2. ความต้องการออกซิเจนทางเคมี (Chemical Oxygen Demand)

1.สารละลายมาตรฐาน $K_2Cr_2O_7$ 0.0167 mole/L

2.กรดซัลฟูริก

3.Ferroin Indicator

4.สารละลายมาตรฐาน Ferrous Ammonium Sulfate Titrant (FAS) 0.050 mole/L

3. ไนโตรเจน (Total Kjeldahl Nitrogen , TKN)

1.สารละลายสำหรับการย่อยสลาย (Digestion Reagent)

2.สารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ – โซเดียมไทโอซัลเฟต (Sodium – Hydroxide – Sodium Thiosulphate Reagent) NaOH – $Na_2S_2O_3$

3.Absorbent Solution

4.Mixed Idicator

5.สารละลายบอแรทบัฟเฟอร์ (Borate Buffer Solution)

6.สารละลายมาตรฐานซัลฟูริก 0.01 mole/L

7.สารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ (NaOH)

4. ฟอสเฟต (Phosphate)

1. กรดซัลฟูริก (H_2SO_4)

2. Potassium Antimonyl Tartrate Solution)

3. Ammonium Molybate Solution

4. Ascorbic Acid 0.1 M

5. น้ำยารวม (Combined Reagent)

6. Stock Phosphate Solution

7. Standard Phosphate Solution

3.7 ช่วงเวลาระหว่างการเก็บและการวิเคราะห์ในห้องปฏิบัติการ

เมื่อเก็บตัวอย่างน้ำมาแล้วควรทำการวิเคราะห์ให้เร็วที่สุด เพราะถ้าหากทิ้งไว้นานส่วนประกอบของน้ำอาจจะเปลี่ยนไป เนื่องจากการเจริญเติบโตของจุลินทรีย์ในน้ำ ความผิดพลาดนี้จะลดน้อยลงเมื่อเก็บตัวอย่างน้ำไว้ในที่มืด และอุณหภูมิต่ำ เช่น ในตู้เย็น หรือแช่ในน้ำแข็ง

การวิเคราะห์หาค่า DO ณ จุดเก็บและ BOD จะต้องวิเคราะห์ทันทีเมื่อกลับถึงห้องปฏิบัติการ สำหรับการวิเคราะห์หาปริมาณไนโตรเจน และฟอสเฟต ต้องวิเคราะห์ภายใน 24 ชั่วโมง หลังจากการเก็บ

ตัวอย่างถ้าไม่สามารถทำการวิเคราะห์ได้ในทันทีให้เก็บตัวอย่างน้ำไว้ที่อุณหภูมิ 4°C แต่ถ้าต้องการเก็บไว้นานกว่านั้นให้เติมกรดซัลฟิวริคเข้มข้นลงไป 0.8 mL ต่อตัวอย่างน้ำ 1 ลิตรแล้วเก็บในตู้อุณหภูมิ 4 °C ได้นาน 7 วัน เมื่อต้องการวิเคราะห์จึงนำออกมาปรับ pH ให้เป็นกลางก่อน

สำหรับตัวอย่างน้ำที่จะวิเคราะห์หาปริมาณไนโตรเจน ควรวิเคราะห์ทันทีเพื่อป้องกันการผิดพลาด เนื่องจากแบคทีเรียในน้ำสามารถเปลี่ยนไนไตรให้เป็นไนเตรทหรือแอมโมเนีย ถ้าไม่สามารถวิเคราะห์ได้ทันทีต้องแช่เย็นที่อุณหภูมิ 4 °C และวิเคราะห์ในวันรุ่งขึ้น (ภายใน 24 ชั่วโมง) การเก็บในตู้เย็นอุณหภูมิ 4 °C เพื่อชะลอการเกิดปฏิกิริยาทางชีววิทยา การเกิดไฮโดรลิซีสของสารเคมี การเกิดสารเชิงซ้อน และลดการระเหยของส่วนประกอบของตัวอย่างน้ำ

3.8 วิธีการวิเคราะห์

3.8.1 ค่าความเป็นกรด-ด่าง (pH)

วิธีวิเคราะห์

1.หลังจากเปิดเครื่องวัด pH ควรปล่อยให้เครื่องร้อนอย่างน้อย 15 นาที ก่อนใช้งาน

2.ปรับเทียบมาตรฐาน (standardization) เครื่องให้พร้อมก่อนที่จะวัดตัวอย่าง โดยใช้สารละลายบัฟเฟอร์มาตรฐานที่ทราบค่า pH แน่นอน

3.ตัวอย่างน้ำที่จะนำมาวัด pH ต้องปล่อยให้มีอุณหภูมิคงที่เสียก่อน เช่น ในกรณีที่ตัวอย่างน้ำแช่เย็นไว้ต้องนำออกจากตู้เย็น ทิ้งไว้จนหายเย็น จึงจะนำไปวัด pH เพราะค่า pH เปลี่ยนไปตามอุณหภูมิ

4.ก่อนวัดเขย่าตัวอย่างน้ำให้เข้ากันดี เทใส่บีกเกอร์ วางบีกเกอร์ stirrer จุ่มอิเล็คโทรด แล้วเปิดเครื่อง Stirrer ให้หมุนเบา ๆ (ถ้าไม่มีเครื่อง Stirrer ให้ขยับอิเล็คโทรดเบา ๆ) จนกว่าเลขแสดงค่า pH หยุดนิ่งอ่านค่า pH ของตัวอย่างน้ำ

5.เมื่อจะวัดตัวอย่างต่อไปให้ฉีดล้างอิเล็คโทรดด้วยน้ำกลั่น แล้วซับด้วยกระดาษหรือผ้านุ่มๆ แล้วจึงวัดตัวอย่างถัดไป แต่ถ้าจะเลิกวัดหลังจากที่ล้างอิเล็คโทรดด้วยน้ำกลั่นจนสะอาดและซับให้แห้งแล้วให้แช่อิเล็คโทรดไว้ในสารละลายที่มีอิออนมากพอควรและมีฤทธิ์เป็นกรด เช่น สารละลายบัฟเฟอร์ 4 หรือที่ดีที่สุดในน้ำยาสำหรับเก็บอิเล็คโทรด

3.8.2 ความขุ่น (Turbidity)

วิธีการวิเคราะห์

1.เปิดเครื่องวัดความขุ่นและเตรียมตามคู่มือการใช้และการวัดความขุ่นของน้ำตัวอย่างตามวิธีของเครื่องนั้น ๆ

2.น้ำตัวอย่างต้องเขย่าให้เข้ากันดีก่อนเทใส่หลอดวัดตัวอย่างเพื่อนำไปวัดความขุ่น

3.เครื่องวัดความขุ่นบางรุ่นจะมีสารละลาย Stock Standard Turbidity ความขุ่นมาให้แล้ว ต้องมีการตรวจเช็คว่าเสื่อมคุณภาพหรือไม่ โดยเทียบกับสารละลายมาตรฐานความขุ่นที่เตรียมขึ้น

4.ถ้าตัวอย่างน้ำมีความขุ่นเกินเครื่องจะวัดได้ให้เจือจางตัวอย่างน้ำก่อน

3.8.3 ปริมาณของสารแขวนลอย (Suspended Solids, SS)

วิธีการวิเคราะห์

1.อบกระดาษกรองใยแก้วให้แห้งที่อุณหภูมิ 103 – 105 °C นาน 1 ชั่วโมง ทิ้งให้เย็นในโถทำให้แห้งแล้วชั่งน้ำหนักกระดาษกรอง

2.เลือกปริมาตรตัวอย่างน้ำ

3.วางกระดาษกรองลงในกรวยบุคเนอร์ ซึ่งต่อเข้ากับเครื่องดูดอากาศ

4.ใช้น้ำกลั่นฉีดกระดาษให้เปียกและให้ถูกดูดติดแน่นกับกรวยบุคเนอร์

5.กรองตัวอย่างน้ำตามปริมาตรที่ต้องการโดยอาศัยแรงดูดช่วย

6.ใช้น้ำกลั่นฉีดล้างของแข็งที่ติดอยู่ข้างกรวยจนหมดและรอให้แห้ง

7.ปิดเครื่องดูดอากาศ ใช้ปากคีบกระดาษกรองใส่ภาชนะทนไฟเช่นจานเพาะเชื้อ ถ้วยอลูมิเนียมหรือกระจกนาฬิกา

8.นำไปอบในตู้อบแห้งที่อุณหภูมิ 103-105 °C จนกว่าจะแห้งใช้เวลา 1 ชั่วโมง

9.ทิ้งให้เย็นเท่าอุณหภูมิห้องในโถทำแห้งและชั่งน้ำหนักกระดาษกรองใหม่

10.ทำซ้ำในข้อ 8, 9 จนชั่งน้ำหนักกระดาษกรองได้คงที่หรือน้ำหนักเปลี่ยนแปลงน้อยกว่าร้อยละ 4

การคำนวณ

$$\text{Suspended Solids, SS (mL/L/h)} = \frac{\text{น้ำหนักที่เพิ่มขึ้น (B – A)*1000}}{\text{ปริมาตรตัวอย่างน้ำ}}$$

3.8.4 BOD (Biochemical Oxygen Demand)

วิธีการวิเคราะห์แบบเจือจางที่ไม่ต้องเติมเชื้อ seed

1.การเตรียมน้ำเจือจาง (Dilution water)

น้ำเจือจาง หมายถึงน้ำสะอาดมี O_2 ละลายอยู่มากหรืออิ่มตัว วิธีเตรียมทำได้โดยการพ่นอากาศเข้าไปในน้ำ น้ำสำหรับเจือจางจะต้องมี pH ที่เหมาะและมีสารที่จำเป็นแก่การเจริญเติบโตของแบคทีเรีย โดยวิธีการเตรียมมีดังนี้

- ตวงน้ำกลั่นให้มากกว่าปริมาตรที่จะใช้ 1 L ใส่ขวด Aspirator Bottles ที่สะอาด
- เป่าอากาศที่สะอาดเพื่อเพิ่ม O_2ในน้ำ อย่างน้อย 1 ชั่วโมง
- เติมสารละลายฟอสเฟตบัฟเฟอร์ แมกนีเซียมซัลเฟต แคลเซียมคลอไรด์และเฟริคคลอไรด์อย่างละ 1mL ต่อน้ำเจือจาง 1 L

วิธีการวิเคราะห์

2.1 การเลือกปริมาตรตัวอย่างที่จะใช้ ถ้าไม่ทราบค่า BOD โดยปริมาณของตัวอย่างน้ำ ต้องหา COD ก่อนหรืออาจจะดูค่า Rapid COD พร้อมกับพิจารณาลักษณะของตัวอย่างน้ำ แหล่งเก็บตัวอย่างน้ำร่วมด้วย เพื่อกะประมาณค่า BOD เช่น น้ำตัวอย่างที่มีค่าของแข็งละลายมาก ควรจะมีค่า BOD ร้อยละ 60-70 ของ COD หรือเมื่อทราบว่า เป็นน้ำเสียชุมชนก็ควรจะมีค่า BOD ระหว่าง 100-300 mg/L การเลือกปริมาณตัวอย่างน้ำนิยมเลือกให้มีปริมาณ O_2 เหลืออยู่อย่างน้อย 1 mg/L และควรจะใช้ O_2 อย่างน้อย 2 mg/L เมื่อทราบค่า BOD โดยปริมาณ ควรเลือกปริมาณตัวอย่าง ที่คาดว่าให้ค่า BOD อยู่ในช่วงที่ กำหนดแล้ว จึงเลือกปริมาณตัวอย่าง ที่ใช้ให้สูงและต่ำกว่าที่อยู่ติดกันตามตาราง ที่ 1 เช่น ประมาณค่า BOD ไว้ประมาณ 100 mg/L จะเลือกใช้ปริมาณตัวอย่าง 10 mL เลือกสูงขึ้นเป็น 5 mL และต่ำลงเป็น 20 mL

2.2 เมื่อเลือกปริมาณตัวอย่างได้แล้ว ปิเปตตัวอย่างตามจำนวนที่เลือกไว้ในลงในขวด BOD ขนาด 300 mL อย่างละ 2 ขวด เติมน้ำยาสำหรับใช้เจือจางจนเต็มขวด BOD ต้องระมัดระวังพยายามอย่างให้เกิดฟองอากาศ ปิดฝาให้แน่ นำขาด BOD ขาดหนึ่งของแต่ละปริมาตรที่เลือกมาหาค่า DO ที่เริ่มต้น สมมติเป็น DO_0 ส่วนอีกขวดนำไปบ่มที่ตู้ควบคุมอุณหภูมิ 20 ° C เป็นเวลา 5 วัน

2.3 เมื่อครบ 5 วัน นำขวด BOD ที่บ่มไว้มาหาค่า DO ที่เหลืออยู่ สมมติเป็น DO_5

ตารางที่ 3.1 การเลือกขนาดตัวอย่างและอัตราการเจือจางสำหรับช่วง BOD

ปริมาณตัวอย่างน้ำ (mL)	ช่วงBOD (mg/L)	อัตราการเจือจาง
0.02	30,000 - 105,000	15,000
0.05	12,000 - 4,2000	6,000
0.1	6,000 - 21,000	3,000
0.2	3,000 - 10,500	1,500
0.5	1,200 - 4,200	600
1	600 - 2,100	300
2	300 - 1,050	150
5	120 - 420	60
10	60 - 210	30
20	30 - 105	15
50	12 -42	6
100	6 – 21	3
300	0 – 7	1

การคำนวณ

$$BOD = (DO_0 - DO_5) \times \text{อัตราการเจือจางน้ำ}$$

เมื่อ DO_0 = ค่า O_2 ที่ไทเทรตได้ในวันแรก

DO_5 = ค่า O_2 ที่ไทเทรตได้ในวันที่ 5

$$\text{อัตราส่วนเจือจาง} = \frac{\text{ปริมาตรน้ำเต็มขวด BOD (300 mL)}}{\text{ปริมาตรตัวอย่างน้ำที่ใช้}}$$

3.8.5 Chemical Oxygen Demand : COD

วิธีการวิเคราะห์

1.ก่อนทำการทดลองต้องหลอดแก้วและฝาปิดด้วยสารละลายกรด H_2SO_4 20% เสมอทุกครั้งก่อนใช้งาน

2.เลือกขนาดของหลอดแก้วสำหรับต้ม COD ให้เหมาะสม

- ตัวอย่างน้ำมี COD ต่ำ ให้เลือกใช้หลอดแก้วขนาด 25x150 mm (ปริมาตรตัวอย่างน้ำ 10 mL)
- ตัวอย่างน้ำมี COD ค่อนข้างสูงให้ใช้หลอดแก้วขนาด 20x150 mm (ปริมาตรตัวอย่างน้ำ5 mL)
- ถ้าตัวอย่างน้ำมี COD สูงสามารถใช้หลอดแก้วขนาด 16x100 mm (ปริมาตรตัวอย่างน้ำ 2.5 mL)

3.การเลือกปริมาตรตัวอย่างน้ำ

ถ้าเป็นน้ำสะอาด น้ำธรรมชาติหรือน้ำที่มีค่า COD ต่ำ ๆ (<40 mg/L) ควรใช้ตัวอย่างน้ำ 10 mL โดยใช้หลอดแก้วขนาด 25x150 mm แต่ถ้ามีค่า COD สูงกว่านั้นให้ใช้หลอดแก้วขนาด 20x150 mm โดยเลือกใช้ปริมาณตัวอย่างน้ำมากที่สุด 5 mL หรือใช้น้อยกว่า แล้วเติมน้ำกลั่นให้เป็น 5 mL และถ้าตัวอย่างมีค่า COD สูงมากต้องเจือจางตัวอย่างน้ำก่อนนำมาใช้ ควรประมาณค่า COD ของตัวอย่างน้ำอย่างคร่าว ๆ ก่อน เพื่อที่จะได้เลือกปริมาณตัวอย่างได้เหมาะสม การประมาณค่า COD สามารถทำได้โดยพิจารณาจากลักษณะตัวอย่างน้ำ แหล่งที่มาของน้ำ และจากค่า Rapid COD การเลือกขนาดตัวอย่างน้ำที่จะใช้วิเคราะห์ให้เหมาะสม

4. ใส่ตัวอย่างน้ำในหลอดแก้วขนาดเหมาะสม เติมน้ำย่าย่อยสลายตามด้วยกรด H_2SO_4 อย่างช้า ๆ ในปริมาณที่แสดงในตารางที่ 3.4 (ถ้าใช้ปริมาตรตัวอย่างน้ำน้อยกว่าที่แสดงไว้ในตารางให้เติมน้ำกลั่นให้ครบตามจำนวน) ปิดฝาให้แน่นและเขย่าผสมกันให้ดี ถ้าตัวอย่างน้ำเปลี่ยนเป็นสีแก้วให้ทำใหม่โดยลดปริมาณตัวอย่างลง แต่ถ้าสีของสารละลายเหลืองเข้มมาก ควรเพิ่มปริมาณตัวอย่าง (สีที่เหมาะสมควรเป็นสีเหลืองอมเขียวอ่อน ๆ) สำหรับ Blank ใช้น้ำกลั่นแล้วทำเหมือนตัวอย่างทุกตัวอย่าง

5.วางหลอดแก้วใน Block แล้วใส่ตู้อบ ตั้งอุณหภูมิไว้ที่ 150±2 ° C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง

6.เมื่อครบ 2 ชั่วโมง แล้วนำออกจากตู้อบปล่อยทิ้งให้เย็น

7.เทสารละลายออกจากหลอดแก้วลงใน Erlenmayer Flask ใช้น้ำกลั่นฉีดล้างสารละลายในหลอดแก้วให้หมด แล้วเทรวมลงในขวดรูปกรวย เติม Ferroin Indicator 2-3 หยด แล้วทิเทรตด้วยสารละลายมาตรฐาน FAS สีของสารละลายจะค่อย ๆ เปลี่ยนจากสีเหลือง ⟶ เขียวอมเหลือง ⟶ ฟ้า ⟶ น้ำตาลแดง ซึ่งแสดงว่าถึงจุดยุติ จดปริมาณ FAS ที่ใช้ไทเทรต

การคำนวณ

$$COD\ (mg/L) = \frac{(A - B) * N * 8,000}{ml.Sample}$$

A = ml. FAS ที่ใช้ในการไทเทรตของ Blank

B = ml. FAS ที่ใช้ในการไทเทรตของ Sample

N = ความเข้มข้นของ FAS, mole / L

3.8.6 ไนโตรเจน (Total Kjeldahl Nitrogen : TKN)

วิธีการวิเคราะห์

1.การเลือกขนาดตัวอย่าง

เลือกปริมาตรตัวอย่างที่จะใช้ตามตารางด้านล่าง ขนาดของตัวอย่างจะต้องสอดคล้องกับปริมาณไนโตรเจนที่คาดว่าจะมี (อาจสังเกตได้จากลักษณะน้ำและแหล่งน้ำที่มาของตัวอย่าง) ถ้าใช้ขนาดตัวอย่างมากเกินไป อาจจะสียเวลาในการย่อยสลายนานหลายชั่วโมง เมื่อเลือกปริมาตรตัวอย่างน้ำได้แล้ว ตวงตัวอย่างน้ำใส่ในขวด Kjeldahl เติมลูกแก้ว 3-4 เม็ด เพื่อกันการเดือดอย่างรุนแรงภายในขวด

ตารางที่ 3.2 การเลือกขนาดตัวอย่าง

Org-N ในตัวอย่าง (mg/L)	ขนาดตัวอย่าง (mL)
0-1	500
1-10	250
10-20	100
20-50	50
50-100	25

2.Digestion

เติม Digestion Reagent 50 mL ลงในขวด Kjeldahl นำเข้าเครื่องย่อยสลาย ต้มจนกระทั่งเกิดควันสีขาวของ SO_3 ให้ต้มต่อไปเรื่อย ๆ จนได้สารละลายใส จากนั้นย่อยสลายต่ออีก 20-30 นาที (ถ้ายังไม่ได้สารละลายใสให้เติมน้ำยาย่อยสลายอีก 50 mL แล้วย่อยต่อไปจนได้สารละลายใส) ปิดไฟและปล่อยทิ้งให้เย็น แล้วเติมน้ำกลั่น 25 mL จากนั้นนำไปกลั่น

3.Distillation

เติม สารละลาย NaOH-$Na_2S_2O_3$ ประมาณ 50 mL ทำการกลั่นโดยให้ความร้อนที่พอเหมาะ เก็บส่วนที่กลั่นออกมา 125 mL ผ่านหลอดแก้วที่จุ่มในสารละลาย Absorbent Solution 25 mL นำมาหาแอมโมเนีย

การคำนวณ

$$COD\ (mg/L) = \frac{(A - B) * N * 8{,}000}{ml.Sample}$$

A = ml. FAS ที่ใช้ในการไทเทรตของ Blank

B = ml. FAS ที่ใช้ในการไทเทรตของ Sample

N = ความเข้มข้นของ FAS, mole / L

3.8.6 ไนโตรเจน (Total Kjeldahl Nitrogen : TKN)

วิธีการวิเคราะห์

1.การเลือกขนาดตัวอย่าง

เลือกปริมาตรตัวอย่างที่จะใช้ตามตารางด้านล่าง ขนาดของตัวอย่างจะต้องสอดคล้องกับปริมาณไนโตรเจนที่คาดว่าจะมี (อาจสังเกตได้จากลักษณะน้ำและแหล่งน้ำที่มาของตัวอย่าง) ถ้าใช้ขนาดตัวอย่างมากเกินไป อาจจะสียเวลาในการย่อยสลายนานหลายชั่วโมง เมื่อเลือกปริมาตรตัวอย่างน้ำได้แล้ว ตวงตัวอย่างน้ำใส่ในขวด Kjeldahl เติมลูกแก้ว 3-4 เม็ด เพื่อกันการเดือดอย่างรุนแรงภายในขวด

ตารางที่ 3.2 การเลือกขนาดตัวอย่าง

Org-N ในตัวอย่าง (mg/L)	ขนาดตัวอย่าง (mL)
0-1	500
1-10	250
10-20	100
20-50	50
50-100	25

2.Digestion

เติม Digestion Reagent 50 mL ลงในขวด Kjeldahl นำเข้าเครื่องย่อยสลาย ต้มจนกระทั่งเกิดควันสีขาวของ SO_3 ให้ต้มต่อไปเรื่อย ๆ จนได้สารละลายใส จากนั้นย่อยสลายต่ออีก 20-30 นาที (ถ้ายังไม่ได้สารละลายใสให้เติมน้ำยาย่อยสลายอีก 50 mL แล้วย่อยต่อไปจนได้สารละลายใส) ปิดไฟและปล่อยทิ้งให้เย็น แล้วเติมน้ำกลั่น 25 mL จากนั้นนำไปกลั่น

3.Distillation

เติม สารละลาย NaOH-$Na_2S_2O_3$ ประมาณ 50 mL ทำการกลั่นโดยให้ความร้อนที่พอเหมาะ เก็บส่วนที่กลั่นออกมา 125 mL ผ่านหลอดแก้วที่จุ่มในสารละลาย Absorbent Solution 25 mL นำมาหาแอมโมเนีย

ไนโตรเจนโดยวิธีทิเทรตด้วยสารละลายมาตรฐาน H_2SO_4 0.01 mole/L .ให้ทำ Blank ด้วยโดยใช้น้ำกลั่นแล้วทำตามขั้นตอนเหมือนของตัวอย่างน้ำ

การคำนวณ

$$TKN\ (mg / L) = \frac{(A - B)*1{,}000*M*28}{ml.\ Sample}$$

A = ml.Std. H_2SO_4 ที่ใช้ไทเทรตกับตัวอย่างน้ำ

B = ml.Std. H_2SO_4 ที่ใช้ไทเทรตกับ Blank

M = mole / L.Std. H_2SO_4

3.8.7 ฟอสเฟต (Phosphate)

วิธีการวิเคราะห์

1.การเตียมตัวอย่าง

ปิเปตตัวอย่างน้ำ 50.0 mL ใส่ลงในขวดรูปกรวยขนาด 125 mL เติมสารละลาย ฟีนอล์ฟทาลีนอินดิเคเตอร์ 1 หยด ถ้าเป็นสีแดงให้หยอดกรด H_2SO_4 5 N ลงไปที่ละหยดจนกระทั่งสีแดงหายไป เติมน้ำยารวม 8.0 mL เขย่าให้เข้ากัน ตั้งทิ้งไว้อย่างน้อย 10 นาที แต่ไม่เกิน 30 นาที นำไปวัด %T ที่ความยาวแสง 880 nm โดยใช้ Reagent Blank เทียบ 100%T

2.การเตรียมกราฟมาตรฐาน

เตรียมอนุกรมความเข้มข้นของ Standard Phosphate ดังนี้ 5,10,15,20,20,25 และ30 µg P โดยปิเปต Standard Phosphate (1 mL=2.5 µg P) มา 0,2,4,6,8,10 และ 12 mL ตามลำดับ ใส่ในขวดวัดปริมาตร 50 mL แต่ละขวด แล้วเติมน้ำกลั่นให้ครบขีดปริมาตร เขย่าให้เข้ากัน เทใส่ขวดรูปกรวย ขนาด 125 mL เติมน้ำยารวม 8 mL เขย่าให้เข้ากัน ตั้งทิ้งไว้อย่างน้อย 10 นาที แต่ไม่เกิน 30 นาที นำไปวัด %T ที่ความยาวแสง 880 nm โดยใช้ขวดที่มีความเข้มข้น 0 µg P เป็น Blank

Plot กราฟระหว่างความเข้มข้นเป็น µg กับ %T ที่ได้แต่ละความเข้มข้น โดยใช้กราฟ Semilog

การคำนวณ

$$ฟอสเฟต\ (mgP / L) = \frac{\mu g\ P\ ที่อ่านได้จากกราฟ}{ปริมาตรตัวอย่าง\ (ml)}$$

3.8.8 ปริมาณตะกอนหนัก (Settleable Solids)

วิธีการวิเคราะห์

1.เทตัวอย่างน้ำที่เขย่าจนเข้ากันดีแล้วลงในกรวยอิมฮอฟฟ์หรือกระบอกตวง จนกระทั่งได้ปริมาตร 1,000 mL

2.ปล่อยให้สารที่หนักจมตัวลงเป็นเวลา 45 นาที ใช้แท่งแก้วค่อย ๆ กวนข้าง ๆ กรวย เพื่อให้สารต่าง ๆ จมตัวให้ถึงก้นให้หมด

3.ตั้งทิ้งไว้ต่อไปอีก 15 นาที (รวมทั้งหมดเป็นเวลา 60 นาที) จึงอ่านปริมาตรของสารที่จมตัวได้เป็น ml ค่าตะกอนหนักที่ได้นี้มีหน่วยเป็น mL /L /h