

ภาคผนวก ก
การวิเคราะห์ทางเคมี

1. ของแข็งแขวนลอย (Suspend Solids: SS) โดยวิธี Gravimetric method (APHA, AWWA and WPCF, 1998)

เครื่องมือและอุปกรณ์

1. กระดาษกรองใยแก้ว
2. กรวยกรองบุคเนอร์ (bucher funnel)
3. เครื่องดูดอากาศ (suction pump)
4. ตู้อบ (drying oven)
5. เครื่องชั่งละเอียด

วิธีการ

1. อบกระดาษกรองให้แห้งที่อุณหภูมิ 103-105 องศาเซลเซียส ประมาณ 1 ชั่วโมง ทิ้งไว้ให้เย็นในเดซิเคเตอร์ ชั่งน้ำหนัก
2. เลือกปริมาณน้ำตัวอย่าง ที่จะได้ปริมาณของแข็งแขวนลอยไม่น้อยกว่า 2.5 มิลลิกรัม
3. วางกระดาษลงในกรวยบุคเนอร์ซึ่งต่อเข้ากับเครื่องดูดอากาศ
4. ใช้น้ำกลั่นฉีดล้างของแข็งที่ติดอยู่ข้างกรวยจนหมด
5. กรองน้ำตัวอย่างโดยอาศัยแรงดึงดูดจากเครื่องดูดอากาศ
6. ใช้น้ำกลั่นฉีดล้างของแข็งที่ติดอยู่ข้างกรวยจนหมด
7. ปิดเครื่องดูดอากาศ คีบกระดาษกรองใส่ภาชนะทนไฟ เช่น จานเพาะเชื้อ หรือกระเจกนาฬิกา นำไปอบที่อุณหภูมิ 103-105 องศาเซลเซียส ในตู้อบประมาณ 1 ชั่วโมง
8. ทิ้งให้เย็นลงจนเท่าอุณหภูมิห้องในเดซิเคเตอร์ ชั่งน้ำหนักเพิ่มขึ้น

การคำนวณ

ของแข็งแขวนลอย (mg/l) = $\frac{(A-B) \times 1000}{\text{ปริมาณน้ำตัวอย่าง (ml)}}$

โดยที่ A = น้ำหนักกระดาษกรองก่อนการวิเคราะห์ (มิลลิกรัม)

B = น้ำหนักกระดาษกรองหลังการวิเคราะห์ (มิลลิกรัม)

2. กรดระเหย (Volatile acids) โดยวิธีไตเตรท (Direct titration method) (APHA, AWWA and WPCF, 1998)

เครื่องมือและอุปกรณ์

1. เครื่องวัดความเป็นกรด-ด่าง
2. บิวเรตขนาด 50 มล. 2 อันและขาตั้งบิวเรต
3. เตาไฟฟ้า (Hot plate)
4. เครื่องกวน โดยใช้แท่งแม่เหล็ก (Magnetic stirrer)
5. บีกเกอร์ขนาด 200 มล.

สารละลายที่ใช้

1. สารละลายบัฟเฟอร์ พีเอช 7.00
2. สารละลายบัฟเฟอร์ พีเอช 4.00
3. สารละลายกรดซัลฟูริกมาตรฐาน ความเข้มข้น 0.1 นอร์มัล
4. สารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ ความเข้มข้น 0.1 นอร์มัล

วิธีการ

1. ตั้งตัวอย่างน้ำทิ้งที่จะหากรดระเหยให้ตกตะกอน และรินเอาส่วนที่ใส
2. ตวงน้ำทิ้งใส่บีกเกอร์ขนาด 200 มล. โบละ 50 มล. 2 ใบ
3. ปรับเครื่องวัดความเป็นกรด-ด่าง ด้วยสารละลายบัฟเฟอร์ทั้ง 2 ค่าพีเอช
4. วัดพีเอชของน้ำทิ้ง
5. ไตเตรทน้ำทิ้งด้วยสารละลายกรดมาตรฐาน เขย่าตลอดเวลาโดยเครื่องกวนแท่งแม่เหล็ก จดปริมาตรกรดที่พีเอช 4 (A) แล้วไตเตรทต่อจนพีเอชเป็น 3.5 หรือ 3.0
6. คำนวณให้เดือคเบาๆประมาณ 3 นาที ทิ้งให้เย็นเท่าอุณหภูมิห้อง
7. ไตเตรทน้ำทิ้งข้อ 6 ด้วยสารละลายด่างมาตรฐานจนพีเอชขึ้นเป็น 4 โดยกวนตลอดเวลา จากพีเอช 4 ไตเตรทต่อจนพีเอชขึ้นเป็น 7 จดจำนวนค่าที่ใช้ในการไตเตรทจากพีเอช 4 ถึงพีเอช 7(B)

การคำนวณ

1. ค่าความเป็นด่างของน้ำทิ้งทั้งหมด (Total alkalinity) (มก./ล ในรูป CaCO_3)
$$= A \times 0.1 \times 50 \times 1000 / \text{มล.ของน้ำตัวอย่าง}$$
2. คำนวณค่าความเป็นด่างเนื่องจากกรดระเหย (Volatile acid alkalinity) (มก./ล ในรูป CaCO_3)
$$= B \times 0.1 \times 50 \times 1000 / \text{มล.ของน้ำตัวอย่าง}$$
3. การคำนวณค่าของกรดระเหย จากค่าความเป็นด่างของกรดระเหยในข้อ 2

กรณีที่ 1 ความเป็นค่าของกรกระเหยมากกว่า 180 มก./ล CaCO_3

ค่ากรกระเหยคิดในรูปกรคอะซิดิก มก./ล. = ค่าความเป็นค่าเนื่องจาก
กรกระเหย x 1

กรณีที่ 2 ความเป็นค่าของกรกระเขยน้อยกว่า 180 มก./ล CaCO_3

ค่ากรกระเหยคิดในรูปกรคอะซิดิก มก./ล. = ค่าความเป็นค่าเนื่องจาก
กรกระเหย x 1.5

3. ปริมาณซัลเฟต (Sulfate) โดยวิธี Turbidimetric method (APHA, AWWA and WPCF, 1998)

เครื่องมือและอุปกรณ์

1. เครื่องสเปกโตรโฟโตมิเตอร์ (Spectrophotometer)
2. แท่งแม่เหล็กกวน
3. ช้อนตวงที่มีความจุ 0.2-0.3 มิลลิลิตร

สารละลายที่ใช้

1. สารละลายบัฟเฟอร์ A ผสม $\text{MgCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ 30 กรัม $\text{CH}_3\text{COONa} \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ 5 กรัม และ KNO_3 1 กรัม ด้วยกรคอะซิดิกเข้มข้น 20 มล. น้ำกลั่น 500 มล. แล้วปรับปริมาตรให้เป็น 1000 มล.
2. BaCl_2 Crystal 20-30 mesh
3. สารละลายมาตรฐานซัลเฟต โดยละลาย Na_2SO_4 (anhydrous) 147.9 มล. ในน้ำกลั่นจนได้ปริมาตร 1000 มล. (1 มิลลิลิตร = 100 ไมโครกรัมซัลเฟต)

วิธีการ

1. การเตรียมตัวอย่าง

นำน้ำตัวอย่างมา 100 มล. ใส่ลงในขวดรูปกรวยขนาด 250 มล. เติมสารละลายบัฟเฟอร์ A 20 มล. ผสมและคน ค่อยๆเติม BaCl_2 Crystal 1 ช้อน จับเวลาพอครบ 1 นาที ให้หยุดคนทันที

2. การวัดความขุ่นของ BaSO_4

เทสารละลายที่หยุดคนลงในเซลล์ของสเปกโตรโฟโตมิเตอร์ วัดค่าความขุ่นที่ 5 ± 0.5 นาที่ ที่ 420 นาโนเมตร

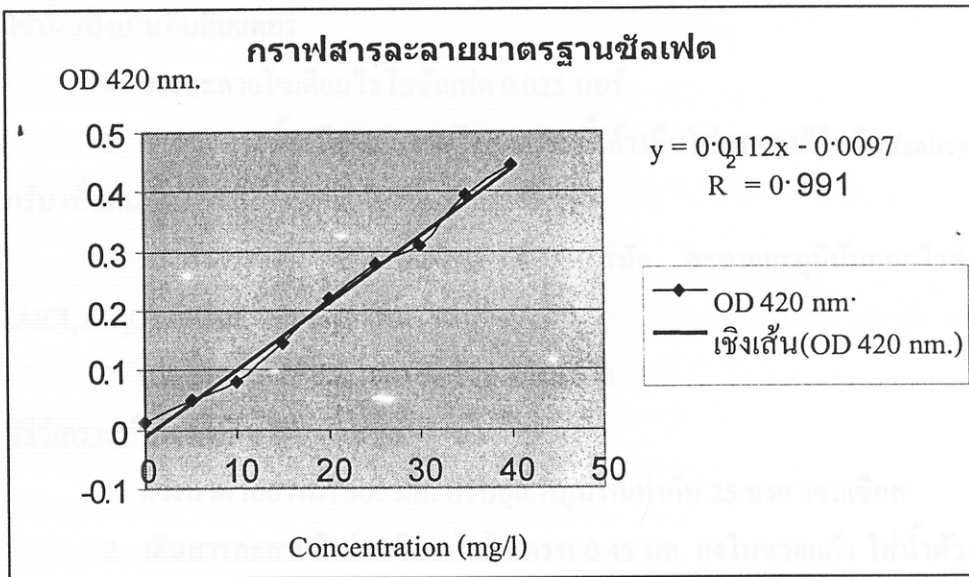
3. การเตรียมกราฟสายละลายมาตรฐานซัลเฟต

เตรียมสารละลายมาตรฐานซัลเฟตที่มีความเข้มข้น 0, 5, 10, 15, 20, 25, 30, 35 และ 40 มิลลิกรัมต่อลิตร โดยการปิเปต 0, 5, 10, 15, 20, 25, 30, 35 และ 40 มิลลิลิตร ของสารละลายซัลเฟตที่เตรียมไว้ ใส่ในขวดรูปกรวยแล้วเติมน้ำจนได้ปริมาตรแต่ละขวดเป็น 100 มล. และทำทุกอย่างเหมือนตัวอย่าง

4. จำนวนค่าปริมาณซัลเฟต โดยนำค่าที่วัดได้จากตัวอย่าง มาเทียบกับกราฟสารละลายมาตรฐานซัลเฟต

กราฟสารละลายมาตรฐานซัลเฟต

concentration(mg/l)	OD 420 nm.
0	0.011
5	0.05
10	0.08
15	0.144
20	0.221
25	0.278
30	0.31
35	0.394
40	0.447



4. ปริมาณซัลไฟด์ (Sulfide) โดยวิธี Iodometric Method (APHA, AWWA and WPCF, 1998)

หลักการ

การวิเคราะห์สารประกอบซัลไฟด์ในน้ำทิ้ง จะพบสารประกอบที่สำคัญ 3 ประการ คือ

1. ปริมาณซัลไฟด์ทั้งหมด ซึ่งรวมทั้งไฮโดรเจนซัลไฟด์ส่วนที่ละลายน้ำ (dissolved H_2S) และไฮโดรเจนซัลไฟด์ไอออน (HS^- ion) รวมทั้งสารประกอบโลหะซัลไฟด์ (ที่ละลายได้ในกรด) ซึ่ง

ปนอยู่กับตะกอนแขวนลอยในน้ำ สารประกอบซัลไฟด์มีจำนวนน้อยเมื่อพีเอชต่ำกว่า 13 สารประกอบซัลไฟด์ที่ไม่ละลายในกรดได้แก่ คอปเปอร์ และซิลเวอร์ ซัลไฟด์ที่เป็นสารอยู่ในกลุ่มนี้และไม่สามารถวิเคราะห์ได้โดยวิธีที่จะกล่าวในที่นี้

2. ซัลไฟด์ส่วนที่ละลาย (dissolved sulfide) คือส่วนที่เหลือจากการแยกเอาตะกอนแขวนลอยออกไปแล้วโดยวิธีฟล็อกกูเลชัน (flocculation) หรือการหมุนเหวี่ยง

3. ก๊าซไฮโดรเจนซัลไฟด์ซึ่งไม่แตกตัว (un-ionized hydrogen sulfide) จำนวนได้จากความเข้มข้นของซัลไฟด์ส่วนที่ละลาย และค่าพีเอชของตัวอย่างน้ำ

เครื่องมือและอุปกรณ์

1. ขวดแก้วมีฝาปิด ขนาด 500-1000 มิลลิลิตร

สารเคมี

1. สารละลายซิงก์แอสเตต 1 นอร์มัล ละลายซิงก์แอสเตตไดไฮเดรท [$Zn(C_2H_3O_2)_2 \cdot 2H_2O$] 220 กรัม ในน้ำ 870 มล. แล้วเติมน้ำกลั่นจนได้ปริมาตรเป็น 1000 มล.

2. สารละลายกรดไฮโดรคลอริก 6 นอร์มัล

3. สารละลายมาตรฐานไอโอดีน (iodine solution) 0.025 นอร์มัล ละลายโพแทสเซียมไอโอไดด์ (KI) 20-25 กรัม ในน้ำกลั่นเล็กน้อย ใส่ไอโอดีน 3.2 กรัม จนไอโอดีนละลายหมด เติมน้ำกลั่นจนได้ปริมาตรเป็น 1000 มล. เทียบมาตรฐานกับสารละลายโซเดียมไรโอซัลเฟต 0.025 นอร์มัล ใช้น้ำแบ่งเป็นอินดิเคเตอร์

4. สารละลายโซเดียมไรโอซัลเฟต 0.025 นอร์มัล

5. สารละลายน้ำแบ่ง ละลายแบ่ง 5 กรัม ตั้งค้ำคืนใส่กรดซาลิไซลิก (salicylic acid) 1.25 กรัม เพื่อกันบูด

6. สารละลายอะลูมิเนียมคลอไรด์ 6 นอร์มัล ละลายอะลูมิเนียมคลอไรด์เฮกซาไฮเดรต ($AlCl_3 \cdot 6H_2O$) 100 กรัม ด้วยน้ำกลั่น 144 มล.

7. สารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ 6 นอร์มัล

วิธีวิเคราะห์ปริมาณซัลไฟด์ทั้งหมด

1. ตวงน้ำตัวอย่างมา 300 มล. ปรับอุณหภูมิให้เท่ากับ 25 องศาเซลเซียส

2. เติมสารละลายซิงก์แอสเตตไดไฮเดรท 0.45 มล. ลงในขวดแก้ว ใส่น้ำตัวอย่าง 300 มล. เติมโซเดียมไฮดรอกไซด์ 6 นอร์มัล 0.3 มล. ปิดฝาเขย่าให้เข้ากัน (pH > 9) ทิ้งไว้ให้ตกตะกอน 30 นาที

3. คั่งส่วนที่ใสทิ้งไป โดยกรองผ่านกระดาษกรอง GF/C

4. ตะกอนมาละลายในน้ำกลั่นให้มีปริมาตรรวม 100 มล.

5. ไตเตรตตามวิธี Iodometric Method

วิธีวิเคราะห์ปริมาณซัลไฟด์ส่วนที่ละลาย

ซัลไฟด์ส่วนที่ละลายจะวิเคราะห์โดยนำตัวอย่างไปแยกเอาตะกอนที่มีอยู่ออกโดยวิธีฟล๊อคคูเลชัน และตั้งทิ้งไว้ให้ตะกอนนอนกัน นำเอาเฉพาะน้ำใสไปวิเคราะห์ โดยขั้นตอนดังต่อไปนี้

1. ตวงน้ำตัวอย่างมา 300 มล. ปรับอุณหภูมิให้เท่ากับ 25 องศาเซลเซียส
2. เติมสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ 6 นอร์มัล 0.6 มล. ลงในขวดแก้ว เติมน้ำตัวอย่าง 300 มล. แล้วเติมสารละลายอะลูมิเนียมคลอไรด์ 6 นอร์มัล 0.6 มล. ปิดฝาขวดเขย่าให้เข้ากัน (พีเอช 6-9)
3. ตั้งทิ้งไว้ให้ตกตะกอน 5-15 นาที
4. เทส่วนที่ใสเก็บไว้ประมาณ 200 มล.
5. นำส่วนใสที่ได้มาเติมสารละลายซิงค์แอสีเตต 0.1 มล. และสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ 6 นอร์มัล 0.1 มล. ต่อน้ำตัวอย่าง 100 มล. ปิดฝาขวดให้สนิท เขย่าตั้งทิ้งไว้ 30 นาที
6. คั่งส่วนใสทิ้งโดยกรองผ่านกระดาษกรอง GF/C
7. นำตะกอนไปละลายในน้ำกลั่นให้มีปริมาตรรวม 100 มิลลิลิตร
8. ไตเตรตตามวิธี Iodometric Method

การไตเตรตโดยวิธีของ Iodometric Method

1. เติมสารละลายมาตรฐานไอโอดีน 0.025 นอร์มัล ลงในฟลาสก์ โดยกะประมาณสารละลายไอโอดีนจากบิวเรตในปริมาณที่มากพอที่จะทำปฏิกิริยาพอดีกับซัลไฟด์ เติมน้ำกลั่นให้มีปริมาตรรวม 20 มล.
2. เติมสารละลายกรดไฮโดรคลอริก 6 นอร์มัล 2 มล.
3. ปิเปิดตัวอย่างปริมาณ 200 มล. ลงในฟลาสก์เขย่าให้เข้ากัน ถ้าสีของไอโอดีนหายไปให้เติมสารละลายไอโอดีนเพิ่มจนกระทั่งสีเหมือนเดิม
4. ไตเตรทกลับด้วยสารละลายโซเดียมไธโอซัลเฟต 0.025 นอร์ โดยใช้น้ำแข็งเป็นอินดิเคเตอร์ จุดยุติสีฟ้าจะหายไป

การคำนวณปริมาณซัลไฟด์

$$\text{มก. S}^{2-} / \text{ล.} = [(A \times B) - (C \times D)] \times 16000 / \text{มล. ของตัวอย่างน้ำ}$$

A = จำนวนมิลลิลิตรของสารละลายไอโอดีน

B = นอร์มัลของสารละลายไอโอดีน

C = จำนวนมิลลิลิตรของสารละลายโซเดียมไธโอซัลเฟต

D = นอร์มัลของสารละลายโซเดียมไธโอซัลเฟต

วิธีวิเคราะห์หาปริมาณไฮโดรเจนซัลไฟด์ซึ่งไม่แตกตัว

วัตถุประสงค์ของตัวอย่างน้ำที่อุณหภูมิ 25 องศาเซลเซียส แล้วตรวจหาซัลไฟด์ส่วนที่ละลายตามวิธีข้างต้น ความเข้มข้นของไฮโดรเจนซัลไฟด์ที่ไม่แตกตัวจะเท่ากับจำนวนซัลไฟด์ส่วนที่ละลายคูณด้วยแฟกเตอร์ในตารางผนวก 1

ตารางผนวก 1 ไฮโดรเจนซัลไฟด์แฟกเตอร์ (Hydrogen sulfide factors)

pH	Factor	pH	Factor
5.0	0.99	7.3	0.28
5.4	0.97	7.4	0.24
5.8	0.92	7.5	0.24
6.0	0.89	7.6	0.16
6.2	0.83	7.7	0.13
6.4	0.76	7.8	0.11
6.5	0.71	7.9	0.089
6.6	0.66	8.0	0.072
6.7	0.61	8.2	0.046
6.8	0.55	8.4	0.030
6.9	0.49	8.8	0.012
7.0	0.44	9.2	0.0049
7.1	0.38	9.6	0.0019
7.2	0.33		

- Revised 1968. Based on $K_1 = 1.1 \times 10^{-7}$ (25°C)

ionic strength = 0.02

5. ซีไอดี (APHA, AWWA and WPCE, 1998)

วัสดุอุปกรณ์

1. อุปกรณ์กักเก็บไหลกลับ

- ขวดกลมขนาด 250 มิลลิลิตร
- เครื่องควมแน่น
- เตาให้ความร้อน

2. บิวเรต

สารเคมี

1. สารละลายโพแทสเซียมไดโครเมตเข้มข้น 0.25 นอร์มัล เตรียมโดยละลายโพแทสเซียม ($K_2Cr_2O_7$) ซึ่งอบแห้งที่ 103 องศาเซลเซียส 2 ชั่วโมง จำนวน 12.259 กรัมในน้ำกลั่น เดิมกรดซัลฟามิก (NH_2SO_3H) 0.12 กรัม แล้วเจือจางจนปริมาตรเป็น 1,000 มิลลิลิตร

2. Sulfuric acid reagent เตรียมโดยละลายซิลเวอร์ซัลเฟต (Ag_2SO_4) 22 กรัมในกรดซัลฟิวริกเข้มข้นบรรจุขวดขนาด 2.65 ลิตร ซิลเวอร์ซัลเฟตละลายยากอาจต้องใช้เวลา 1-2 วันจึงจะละลายหมด

3. สารละลายมาตรฐานแอมโมเนียมซัลเฟตเข้มข้น 0.10 นอร์มัล

3.1 การเตรียมสารละลาย

ละลายเฟอร์รัสแอมโมเนียมซัลเฟต (FAS) โดยซัง ($Fe(NH_4)_2(SO_4)_2 \cdot 6H_2O$) จำนวน 39 กรัมในน้ำกลั่นเดิมกรดซัลฟิวริกเข้มข้น 20 มิลลิลิตร ทำให้เย็นแล้วเติมน้ำกลั่นให้ครบ 1,000 มิลลิลิตร

3.2 การหาความเข้มข้นของสารละลาย

ปิเปตสารละลายมาตรฐานโพแทสเซียมไดโครเมต (0.25 นอร์มัล) จำนวน 10 มิลลิลิตร เติมน้ำกลั่นจนได้ปริมาตร 100 มิลลิลิตร เติม Sulfuric acid reagent 30 มิลลิลิตรทิ้งไว้ให้เย็นไทเทรตด้วยสารละลายเฟอร์รัสแอมโมเนียมซัลเฟต เติมเฟอร์โรอิน 2-3 หยดเป็นอินดิเคเตอร์

$$\text{ความเข้มข้น (นอร์มัล)} = \frac{\text{ปริมาณสารละลายโพแทสเซียมไดโครเมต (ม.ม.)} \times 0.25}{\text{ปริมาณสารละลายเฟอร์รัสแอมโมเนียมซัลเฟต (ม.ม.)}}$$

4. สารละลายเฟอร์โรอิน

ละลาย 1-10 พีแนนโทรีนโมโนไฮเดรต ($C_{12}H_8N_2H_2O$) จำนวน 1,485 กรัมและเฟอร์รัสซัลเฟต ($FeSO_4 \cdot 7H_2O$) จำนวน 0.695 กรัม เติมน้ำจนปริมาตรเป็น 100 มิลลิลิตร

5. ซิลเวอร์ซัลเฟตชนิดผง

6. เมอร์คิวรีซัลเฟต ($HgSO_4$) ชนิดผลึกบริสุทธิ์หรือผง ใช้เป็นตัวกำจัดอนุภาคคลอไรด์ (Cl) ในอัตราส่วน $HgSO_4$ ต่อ $Cl^- = 10:1$

7. กรดซัลฟามิก (Sulfamic acid) ใช้ในกรณีกำจัดไนเตรตเท่านั้น

วิธีวิเคราะห์

1. ใส่ตัวอย่างน้ำ 20 มิลลิลิตร หรือเจือจางจนได้ปริมาตร 20 มิลลิลิตร ลงในขวดรีฟลักซ์ขนาด 250 มิลลิลิตร เติม $HgSO_4$ 1 กรัม พร้อมด้วย glass beads 5 เม็ด เติม sulfuric acid agent 5 มิลลิลิตร ให้เต็มอย่างช้าๆ พร้อมกับเขย่าให้ $HgSO_4$ ละลาย ขณะที่เติมกรดควรนำไปแช่ในอ่างเพื่อหลีกเลี่ยงการสูญหายไปของสารที่ระเหยได้ในตัวอย่าง

2. เติม $K_2Cr_2O_7$ 0.250 นอร์มัล ปริมาตร 10 มิลลิลิตร เขย่า ให้เข้ากันอีกครั้งแล้วสวมขวดรีฟลักซ์เข้ากับเครื่อง condenser เปิดให้น้ำเย็น ไหลผ่านเติม sulfuric acid reagent ผ่านทางปลายเปิดของ condenser อีก 25 มิลลิลิตร ค่อยๆ เขย่าให้ของผสมในรีฟลักซ์เข้ากันดี ก่อนจะเปิด hot plate ให้ความร้อน

3. รีฟลักซ์เป็นเวลา 3 ชั่วโมง ปิด hot plate แต่ยังไม่ต้องปิดน้ำวางจนกระทั่งของผสมเย็น ล้างท่อ condenser ด้วยน้ำกลั่น ปลดขวดรีฟลักซ์ออก แล้วเติมน้ำกลั่นอีกเท่าตัวปล่อยให้เย็นเท่าอุณหภูมิห้อง

4. ไทเทรตด้วย $K_2Cr_2O_7$ ที่เหลือ ด้วย FAS โดยใช้เฟอร์โรอิน เป็นอินดิเคเตอร์ 2-3 หยด ควรหยดให้เท่าๆ กันในแต่ละครั้ง ให้ถือเอาจุดที่เปลี่ยนสีจากสีเขียวเงินเป็นสีน้ำตาลแดงเป็นจุดยุติ

5. ทำ blank โดยใช้ น้ำกลั่นแทนน้ำตัวอย่าง ให้ปริมาตรเท่ากัน ใช้น้ำยาเคมีและการรีฟลักซ์เหมือนกันและทำพร้อมกันน้ำตัวอย่าง

การคำนวณ

$$COD (mgO_2/L) = \frac{(A - B) \times N \times 8,000}{ml \text{ sample}}$$

เมื่อ A = ml. ของ FAS ที่ใช้ในการไทเทรต blank

B = ml. ของ FAS ที่ใช้ในการไทเทรตตัวอย่าง

N = Normality ของ FAS ที่ใช้ในการไทเทรต

6. บีโอดี (BOD) (APHA, AWWA and WPCF , 1998)

วิธีการหาค่า BOD ของน้ำแบ่งได้เป็น 2 วิธี ขึ้นกับความสกปรกมากน้อยของน้ำ

วิธีที่ 1 Direct Method

ใช้กับน้ำที่มีความสกปรกน้อย มีค่า BOD_5 ไม่เกิน 7 mg/l ส่วนใหญ่เป็นน้ำในแม่น้ำลำคลอง วิธีนี้ไม่ต้องเจือจางตัวอย่างด้วยน้ำกลั่น สามารถหาค่า BOD ได้โดยตรงวิธีการทำโดยปรับอุณหภูมิของน้ำให้ได้ประมาณ 20 องศาเซลเซียส เติมออกซิเจนในน้ำโดยการพ่นอากาศลงไป แล้วเติมน้ำนั้นลงในขวด BOD 2 ขวดให้เต็ม นำขวด BOD ขวดที่ 1 มาหาค่า DO ของจุดเริ่มต้นหรือวันที่ศูนย์ และขวดที่ 2 นำไปบ่มในที่มืด 20 ± 1 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 5 วัน และวิเคราะห์หาค่า DO ของวันที่ 5 คำนวณค่า BOD จาก สมการ $BOD_5 = DO_0 - DO_5$

วิธีที่ 2 Dilution Method

ใช้กับน้ำที่มีความสกปรกมาก เช่น น้ำเสียจากบ้านเรือน หรือโรงงานอุตสาหกรรม มีค่า BOD เกิน 7 mg/l จึงจำเป็นต้องเจือจางตัวอย่างน้ำลง มิฉะนั้นปริมาณออกซิเจนในตัวอย่างไม่

พอที่จะใช้ย่อยสารอินทรีย์ในน้ำ เนื่องจากออกซิเจนถูกใช้ในการย่อยสลายสารอินทรีย์เป็นอัตราส่วนโดยตรงกับปริมาณสารอินทรีย์ที่ถูกออกซิไดซ์ และอัตราการใช้ออกซิเจนในตัวอย่างที่ถูกทำให้เจือจางก็เป็นปฏิภาคโดยตรงกับเปอร์เซ็นต์ของการทำเจือจาง เช่น 10% dilution ก็จะใช้ ออกซิเจนในอัตรา 1/10 ของ 100% ตัวอย่าง

อุปกรณ์

- | | |
|---|--------|
| 1. ตัวอย่างน้ำที่ต้องการวิเคราะห์
(นักศึกษาเก็บมาเอง) | 1 ลิตร |
| 2. ขวด BOD ขนาด 300 ลบ.ซม. | 3 ขวด |
| 3. กระจกบอดวงขนาด 1 ลิตร | 1 ใบ |
| 4. บิวเรตขนาด 50 มล. | 1 อัน |
| 5. ฟลากลัสขนาด 500 ลบ.ซม. | 3 ใบ |
| 6. ตู้บ่มเพาะเชื้อซึ่งควบคุมอุณหภูมิที่ 20±1 องศาเซลเซียส | |
| 7. Reagent | |

7.1 Reagent ต่าง ๆ เช่นเดียวกับการวิเคราะห์ปริมาณออกซิเจนที่ละลายในน้ำโดยใช้วิธี Azide modification (APHA, AWWA and WPCE, 1998)

7.2 สารละลายฟอสเฟตบัฟเฟอร์ ละลาย KH_2PO_4 8.5 กรัม K_2HPO_4 21.75 กรัม $\text{Na}_2\text{HPO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ 33.4 กรัม และ NH_4Cl 1.7 กรัม ในน้ำกลั่น 500 มล. แล้วปรับปริมาตรให้ครบ 1 ลิตร สารละลายที่ได้นี้ควรมี pH 7.2

7.3 สารละลายแมกนีเซียมซัลเฟต ละลาย $\text{MgSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ 22.5 กรัม ในน้ำกลั่นและปรับปริมาตรให้ครบ 1 ลิตร

7.4 สารละลายแคลเซียมคลอไรด์ ละลาย CaCl_2 27.5 กรัม ในน้ำกลั่น และปรับปริมาตรจนครบ 1 ลิตร

7.5 สารละลายเฟอร์ริกคลอไรด์ ละลาย $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ 0.25 กรัม ในน้ำกลั่น และปรับปริมาตรจนครบ 1 ลิตร

7.6 สารละลายกรดหรือด่าง 1 N ไว้สำหรับปรับ pH ของน้ำตัวอย่างให้เป็นกลาง

7.7 สารละลายโซเดียมซัลไฟท์ ละลาย Na_2SO_3 1.575 กรัม ในน้ำกลั่น 1 ลิตร สารละลายนี้ไม่คงตัว จึงควรเตรียมเวลาจะใช้เท่านั้น

วิธีปฏิบัติ

1. การเตรียมน้ำสำหรับใช้เจือจาง

1.1 เติมน้ำกลั่นให้ปริมาณมากกว่าที่ต้องการ 1 ลิตร ลงในภาชนะที่สะอาดแล้วเติมสารละลาย phosphate buffer, $MgSO_4$, $CaCl_2$ และ $FeCl_3$ ปริมาตร 1 มล. ต่อ 1 ลิตร

1.2 เป่าอากาศด้วยเครื่องเป่าอากาศ เพื่อเพิ่มปริมาณออกซิเจนให้น้ำเจือจางอย่างน้อยเป็นเวลา 1 ชั่วโมง

2. การเตรียมตัวอย่างน้ำที่จะหา

2.1 วัด pH ตัวอย่างน้ำที่จะหา pH ของตัวอย่างควรเป็นกลาง (ซึ่งอยู่ในช่วง 6.5-7.5) ถ้าเป็นกรดหรือเป็นด่างให้ปรับ pH ให้เป็นกลางด้วย 1 N H_2SO_4 หรือ 1 N $NaOH$

2.2 ตัวอย่างที่มีสารประกอบคลอรีนตกค้าง แก้ไขโดยทิ้งไว้ให้ถูกแสง 1-2 ชั่วโมง คลอรีนที่ตกค้างจะสลายไป หลังจากปรับ pH ให้เป็นกลางแล้ว ถ้ายังมีคลอรีนเหลืออยู่มาก กำจัดโดยเติมสารละลายโซเดียมซัลไฟท์ (Na_2SO_3) หาปริมาณคร่าว ๆ ของโซเดียมซัลไฟท์ที่จะเติมโดยใช้ตัวอย่าง 100-1000 มล. เติมน้ำ 10 มล. 1+1 กรดอะซิติกหรือ 1+50 กรดซัลฟูริกตามด้วยสารละลายโปตัสเซียมไอโอไดด์ 10 กรัม/ตัวอย่างน้ำ 100 มล. แล้วดีเทรทด้วยโซเดียมซัลไฟท์ 0.025 N ใช้น้ำแบ่งเป็นอินดิเคเตอร์ก็จะทราบปริมาณของโซเดียมซัลไฟท์ที่ต้องใช้ แล้วนำตัวอย่างน้ำที่กำจัดคลอรีนที่ตกค้างแล้วไปหาค่า BOD

2.3 ตัวอย่างจากโรงงานอุตสาหกรรมบางชนิดอาจมีสารพิษตกค้าง ต้องศึกษาหาวิธีกำจัดเสียก่อนหาค่า BOD

2.4 ตัวอย่างน้ำที่อุณหภูมิสูงเกินไป ควรปรับให้อยู่ในช่วง 20 ± 1 องศาเซลเซียส ก่อนนำมาใช้เจือจาง

3. วิธีเจือจางตัวอย่าง

ปกติควรทำ 3 ระดับความเจือจาง แต่ถ้าทราบค่า BOD โดยประมาณก็จะสะดวกในการเจือจางมาก และผลของ BOD ที่ได้จากการเจือจาง ซึ่งทำให้ออกซิเจนลดลงมากกว่า 2 mg/l และมีออกซิเจนเหลืออยู่อย่างน้อย 1 mg/l จึงจัดว่าเป็นค่าที่เชื่อถือได้สำหรับการทำการเจือจางใช้ช่วงดังในตารางภาคผนวก 2

การประมาณค่า BOD อาจประมาณจากค่า COD คือประมาณ 60% ของค่า COD หรือจากชนิดของโรงงาน จากกลิ่น สี ของน้ำตัวอย่าง เช่น ถ้านำตัวอย่างมีค่า BOD ประมาณ 1000 mg/l จากตารางที่ 1 จะเป็นว่าควรใช้ตัวอย่าง 0.5% แต่ถ้าทำ 0.2 และ 1.0% ด้วยก็จะคลุมค่า BOD ตั้งแต่

200-3500 mg/l วิธีการเลือกเปอร์เซ็นต์ ตัวอย่างในการเจือจาง จึงควรเลือกเปอร์เซ็นต์ตัวอย่างเจือจางที่สูงกว่าและต่ำกว่าที่อยู่ติดกันอีก 2 อัน

ตารางผนวก 2 ช่วงของค่า BOD และเปอร์เซ็นต์ตัวอย่างที่ใช้ในการเจือจาง

% ตัวอย่าง ที่ใช้ในการเจือจาง	ช่วงของ BOD
0.01	20,000 -70,000
0.02	10,000 -35,000
0.05	4,000 -14,000
0.1	2,000 - 7,000
0.2	1,000 - 3,500
0.5	400 - 1,400
1.0	200 - 700
2.0	100 - 350
5.0	40 - 140
10.0	20 - 70
10.0	10 - 35
50.0	4 - 14
100.0	0 - 7

ที่มา : Chemistry for Sanitary Engineers. Sawyer and McLarty. 1967. p 424

3.1 เลือกเปอร์เซ็นต์ตัวอย่างในการเจือจางที่คาดว่าค่า BOD อยู่ในช่วงนั้นแล้วเลือกเปอร์เซ็นต์ตัวอย่างที่สูงกว่าและต่ำกว่าที่อยู่ติดกันอีก 2 อัน ตามตารางที่ 1

3.2 ค่อย ๆ รินน้ำสำหรับใช้เจือจาง 300-500 มล. ลงในกระบอกตวงขนาด 1,000 มล. พยายามอย่าให้มีฟองอากาศ

3.3 เติมน้ำเชื้อ 2 มล. (ถ้าจำเป็นต้องเติม)

3.4 เติมน้ำตัวอย่างที่ต้องการ แล้วเติมน้ำสำหรับใช้เจือจางจนปริมาตรครบ

1 ลิตร

3.5 ใช้แท่งแก้วคนให้เข้ากัน อย่าให้มีฟองอากาศ แล้วค่อย ๆ รินใส่ขวด BOD 3 ขวด ปิดจุก นำไปเก็บในตู้ที่ 20 ± 1 องศาเซลเซียส 2 ขวด เป็นเวลา 5 วัน จึงนำมาหาค่า DO ส่วนขวดที่เหลือนำไปหาค่า DO ทันที เพื่อหาค่า DO ที่จุดเริ่มต้น

3.6 ทำเช่นเดียวกันตั้งแต่ข้อ 2 ถึงข้อ 6 สำหรับเปอร์เซ็นต์ตัวอย่างเจือจางที่ต่ำกว่าและสูงกว่า

4. การหาค่า DO

การหาค่าปริมาณ DO ใช้วิธี Azide Modification ดังกล่าวไว้ในปฏิบัติการที่ 10

5. การลดปริมาณ DO เนื่องจากน้ำเชื้อ

ถ้ามีการเติมน้ำเชื้อลงในน้ำกลั่นสำหรับเจือจาง ต้องหาปริมาณ DO ที่ลดลงเนื่องจากน้ำเชื้อในน้ำเจือจาง แล้วนำไปคิดค่าคำนวณเทียบตามเปอร์เซ็นต์ของน้ำเชื้อที่ใช้ในการเจือจาง ปกติแล้วปริมาณ DO ที่ลดลงเนื่องจากน้ำเชื้อไม่ควรเกิน 1 mg/l

6. การควบคุมคุณภาพของน้ำเจือจาง

รินน้ำกลั่นที่ใช้เจือจางแต่ไม่ได้ใส่น้ำเชื้อลงในขวด BOD 2 ใบ ปิดจุกแล้วเอาขวดหนึ่งบ่มที่ 20 ± 1 องศาเซลเซียส ส่วนอีกขวดหนึ่งหาปริมาณ DO ทันที ผลต่างของ DO ในวันที่ 0 และวันที่ 5 จะใช้เป็นเครื่องชี้คุณภาพของน้ำกลั่นที่ใช้เจือจาง ถ้าปรากฏว่าปริมาณ DO ลดลง ก็ไม่ควรใช้เป็น blank correction ปริมาณ DO ไม่ควรลดเกิน 0.2 mg/l ถ้าให้ดีไม่ควรเกิน 0.1 mg/l

7. การพิจารณาผลเพื่อใช้ในการคำนวณ BOD

ผลที่น้ำเชื้อถือและใช้ในการคำนวณ ต้องมีค่า DO เหลืออยู่อย่างน้อย 1 mg/l และจะต้องมีการลดปริมาณ DO ลงไปอย่างน้อย 2 mg/l จึงจะทำให้ค่า BOD ที่คำนวณออกมามีความถูกต้อง

8. การคำนวณ

8.1 กรณีไม่เติมน้ำเชื้อ

$$\text{mg/l BOD} = \frac{D_1 - D_2}{P}$$

8.2 กรณีเติมน้ำเชื้อ

$$\text{mg/l BOD} = \frac{(D_1 - D_2) - (B_1 - B_2)f}{P}$$

เมื่อ $D_1 = DO$ ของตัวอย่างน้ำเจือจางภายหลังการเตรียม 15 นาที

$D_2 = DO$ ของตัวอย่างน้ำเจือจางหลังจากบ่ม 5 วัน

P = Decimal fraction ของตัวอย่างน้ำที่ใช้

$B_1 = DO$ ของตัวอย่างน้ำเจือจางที่เติมน้ำเชื้อ (Seed) ก่อนเข้าบ่ม

$B_2 = DO$ ของตัวอย่างน้ำเจือจางที่เติมน้ำเชื้อ (Seed) หลังบ่ม 5 วัน

f = อัตราส่วนของน้ำเชื้อในตัวอย่างต่อในน้ำเจือจางที่เติมน้ำเชื้อ

$$= \frac{\% \text{ น้ำเชื้อใน } D_1}{\% \text{ น้ำเชื้อใน } B_1}$$

เอกสารอ้างอิง

APHA, AWWA and WPCF. 1998. Standard Method for Examination of Water and Wastewater. 20th ed. American Public Health Association, D.C.