ภาคผนวก

ภาคผนวก ก

สารเคมีและวิธีวิเคราะห์

ของแข็ง (Solids)

ของแข็งแขวนลอยทั้งหมด (TSS)

วิธีการ Gravimetric method

เครื่องมือและอุปกรณ์

1. กระดาษกรอง GF/C
2. ตู้อบ
3. ตู้ดูดความชื้น (Desiccator)
4. เครื่องชั่งน้ำหนักดิจิตอล ทศนิยม 4 ตำแหน่ง
5. กรวยบุชเนอร์
6. เครื่องดูดอากาศ
7. ปิเปตขนาด 5 มิลลิลิตร

วิธีวิเคราะห์

1. อบกระดาษกรองให้แห้งที่อุณหภูมิ 103 – 105 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 1 ชั่วโมง ทิ้งให้เย็นในตู้ดูดความชื้น แล้วชั่งน้ำหนัก (B)

2. วางกระดาษกรองลงในกรวยบุชเนอร์ซึ่งต่อเข้ากับเครื่องดูดอากาศ

3. ใช้น้ำกลั่นฉีดกระดาษกรองให้เปียกแล้วเปิดเครื่องดูดอากาศ เพื่อให้กระดาษกรองแนบติดกับกรวยบุชเนอร์

4. ตวงปริมาตรตัวอย่างน้ำที่ผสมเข้ากันดีแล้ว 10 มิลลิลิตร แล้วเทตัวอย่างน้ำลงในกรวยบุชเนอร์และเปิดเครื่องดูดอากาศจนกระดาษกรองแห้ง

5. เมื่อแห้งแล้วนำกระดาษกรองออกวางในกระดาษอลูมิเนียม จากนั้นนำไปอบให้แห้งที่อุณหภูมิ 103-105 องศาเซลเซียส เป็นเวลาอย่างน้อย 1 ชั่วโมง ทิ้งไว้ให้เย็นในตู้ดูดความชื้น และชั่งน้ำหนัก (A)

คำนวณ

$$\text{ของแข็งแขวนลอยทั้งหมด (มิลลิกรัม/ลิตร)} = \frac{\mathbf{A-B\times10^6}}{\mathbf{ml.Sample}}$$

A = น้ำหนักของกระดาษกรองและของแข็งแขวนลอย (กรัม)

B = น้ำหนักของกระดาษกรอง (กรัม)

ของแข็งละลายทั้งหมด (TDS)

วิธีการ Gravimetric method

เครื่องมืออุปกรณ์

1. ตู้อบ
2. ตู้ดูดความชื้น (Desiccator)
3. เครื่องชั่งน้ำหนักดิจิตอล ทศนิยม 4 ตำแหน่ง
4. กรวยบุชเนอร์
5. เครื่องดูดอากาศ
6. ถ้วยกระเบื้อง
7. เครื่องอังไอน้ำ
8. กระดาษกรอง

วิธีวิเคราะห์

1. อบถ้วยกระเบื้องให้แห้งที่อุณหภูมิ 103 – 105 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 1 ชั่วโมงทิ้งให้เย็นในตู้ดูดความชื้น แล้วชั่งน้ำหนัก (B) เก็บถ้วยกระเบื้องในตู้ดูดความชื้นจนกว่าจะใช้ทดลอง

2. วางกระดาษกรองลงในกรวยบุชเนอร์ซึ่งต่อเข้ากับเครื่องดูดอากาศ

3. ใช้น้ำกลั่นฉีดกระดาษกรองให้เปียกแล้วเปิดเครื่องดูดอากาศ เพื่อให้กระดาษกรองแนบติดกับกรวยบุชเนอร์

4. ตวงตัวอย่างน้ำที่เจืองจาง 50 เท่า มา 100 มิลลิลิตร แล้วเทน้ำตัวอย่างลงในกรวยบุชเนอร์และเปิดเครื่องดูดอากาศจนกระดาษกรองแห้ง

5. ตวงน้ำที่ผ่านกระดาษกรองมา 50 มิลลิลิตร ใส่ลงในถ้วยกระเบื้อง

6. นำถ้วยกระเบื้องไประเหยบนเครื่องอังไอน้ำ จนตัวอย่างแห้ง

7. เมื่อแห้งแล้ว นำไปอบที่อุณหภูมิ 103 – 105 องศาเซลเซียส เป็นเวลาอย่างน้อย 1 ชั่วโมง ทิ้งไว้ให้เย็นในตู้ดูดความชื้น และชั่งน้ำหนัก (A)

คำนวณ

$$\text{ของแข็งแขวนลอยทั้งหมด (มิลลิกรัม/ลิตร)} = \frac{\mathbf{A-B\times10^6}}{\mathbf{ml.Sample}}$$

A = น้ำหนักของถ้วยระเหยและของแข็งละลายทั้งหมด (กรัม)

B = น้ำหนักของถ้วยระเหย (กรัม)

ของแข็งทั้งหมด (TS) และ **ของแข็งระเหยทั้งหมด (TVS)**

วิธีการ Gravimetric method

เครื่องมือและอุปกรณ์

1. ตู้อบ
2. ตู้ดูดความชื้น
3. เครื่องชั่งน้ำหนักดิจิตอล ทศนิยม 4 ตำแหน่ง
4. ถ้วยกระเบื้อง
5. กระบอกตวง 50 มิลลิลิตร

วิธีวิเคราะห์

ของแข็งทั้งหมด (TS)

1. อบถ้วยกระเบื้องให้แห้งที่อุณหภูมิ 103 – 105 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 1 ชั่วโมง ทิ้งให้เย็นในตู้ดูดความชื้น แล้วชั่งน้ำหนัก (B) เก็บถ้วยระเหยไว้ในตู้ดูดความชื้นจนกว่าจะใช้ทดลอง
2. ตวงปริมาตรตัวอย่างน้ำที่ผสมเข้ากันดีแล้ว 50 มิลลิลิตร เทใส่ในถ้วยกระเบื้อง
3. นำถ้วยกระเบื้องไประเหยบนเครื่องอังไอน้ำ จนตัวอย่างแห้ง
4. เมื่อแห้งแล้ว นำไปอบที่อุณหภูมิ 103 – 105 องศาเซลเซียส เป็นเวลาอย่างน้อย 1 ชั่วโมง ทิ้งไว้ให้เย็นในตู้ดูดความชื้น และชั่งน้ำหนัก (A)

ของแข็งระเหยทั้งหมด (TVS)

นำถ้วยระเหยจาก ข้อ 4 ของ (TS) ไปเผาด้วยอุณหภูมิ 550 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 1 ชั่วโมง จากนั้นทิ้งไว้ให้เย็นในตู้ดูดความชื้น และชั่งน้ำหนักหลังเผา

คำนวณ

$$\text{ของแข็งทั้งหมด (มิลลิกรัม/ลิตร)} = \frac{\mathbf{A-B\times10^6}}{\mathbf{ml.Sample}}$$

$$\text{ของแข็งระเหยทั้งหมด (มิลลิกรัม/ลิตร)} = \frac{\mathbf{C-B\times10^6}}{\mathbf{ml.Sample}}$$

A = น้ำหนักของถ้วยกระเบื้องและของแข็งทั้งหมด (กรัม)

B = น้ำหนักของถ้วยกระเบื้อง (กรัม)

C = น้ำหนักหลังเผา (กรัม)

ฟอสฟอรัส

วิธีการ Sulfuric Acid-Nitric Acid Digestion

เครื่องมือและอุปกรณ์

1. Fume Hood
2. Hot Plate
3. ปิเปต ขนาด 10 มิลลิลิตร
4. ขวดปรับปริมาตร (Volumetric Flask) ขนาด 50 มิลลิลิตร
5. ขวดปรับปริมาตร (Volumetric Flask) ขนาด 100 มิลลิลิตร
6. ขวดปรับปริมาตร (Volumetric Flask) ขนาด 500 มิลลิลิตร
7. ขวดปรับปริมาตร (Volumetric Flask) ขนาด 1000 มิลลิลิตร
8. ขวดรูปชมพู่ (Erlenmeyer flask) ขนาด 125 มิลลิลิตร
9. บีกเกอร์ขนาด 150 มิลลิลิตร
10. เครื่องชั่งดิจิตอลทศนิยม 4 ตำแหน่ง
11. แท่งแก้วคนสาร
12. เครื่อง Ultraviolet-Visible Spectrophotometer

สารเคมี

1. Nitric acid (HNO_3, conc.)
2. Sulfuric acid (H_2SO_4, conc.)

ปิเปต Sulfuric acid (H_2SO_4, conc.) ปริมาตร 70 มิลลิลิตร ลงในขวดปรับปริมาตร 500 มิลลิลิตร ที่มีน้ำกลั่นอยู่พอเหมาะ แล้วเติมน้ำกลั่นจนครบปริมาตร 500 มิลลิลิตร

3. Potassium antimony tartrate

ชั่ง Potassium antimony tartrate 1.3715 กรัม ลงในบีกเกอร์ จากนั้นนำมาละลายในน้ำกลั่นปริมาตร 400 มิลลิลิตร นำมาปรับในขวดปรับปริมาตรขนาด 500 มิลลิลิตร จนครบปริมาตร

4. Ammonium molybdate solution

ชั่ง Ammonium molybdate 20 กรัม ในบีเกอร์ นำมาละลายในน้ำกลั่นจำนวนพอเหมาะ ปรับปริมาตรในขวดปรับปริมาตร 500 มิลลิลิตร

5. Ascorbic acid solution ความเข้มข้น 0.1 M

ชั่ง Ascorbic acid ที่ 1.76 กรัม ในบีกเกอร์ จากนั้นนำมาละลายน้ำกลั่นในจำนวนพอเหมาะ แล้วปรับปริมาตรในขวดปรับปริมาตรขนาด 100 มิลลิลิตร (สารละลายนี้ควรเก็บไว้ในขวดสีชา และอยู่ได้ประมาณ 1 สัปดาห์ ถ้าแช่ไว้ที่อุณภูมิ 4 องศาเซลเซียส)

6. Combined reagent

ผสมสารข้อที่ 2 ถึง 5 ในสัดส่วน 50 มิลลิลิตร

Sulfuric acid	25 มิลลิลิตร
Potassium antimony tartrate	2.5 มิลลิลิตร
Ammonium molybdate	7.5 มิลลิลิตร
Ascorbic acid	15 มิลลิลิตร

ก่อนผสมให้ทิ้งสารละลาย Ascorbic acid ไว้อุณหภูมิห้องก่อน แล้วจึงนำมาผสมให้เข้ากัน

7. Stock phosphate solution ความเข้มข้น 50 มิลลิกรัมเปอร์เซ็นต์ ต่อ ลิตร

ชั่ง Potassium dihydrogen orthophosphate 0.2195 กรัม ในบีกเกอร์ จากนั้นนำมาละลายน้ำกลั่นจำนวนพอเหมาะแล้วปรับปริมาตรด้วยน้ำกลั่น ในขวดปรับปริมาตร 1000 มิลลิลิตร

8. Standard phosphate solution ความเข้มข้น 2.5 มิลลิกรัมเปอร์เซ็นต์ ต่อ ลิตร

ปิเปต Stock phosphate solution ความเข้มข้น 50 มิลลิกรัมเปอร์เซ็นต์ ต่อ ลิตร (ข้อ 7) ปริมาตร 50 มิลลิลิตรลงในขวดปรับปริมาตรขนาด 1000 มิลลิลิตร ที่มีน้ำกลั่นอยู่จำนวนพอเหมาะ และปรับด้วยน้ำกลั่นจนได้ปริมาตรครบ 1000 มิลลิลิตร

การเตรียมสารละลายมาตรฐาน

1. เตรียมสารละลายมาตรฐานที่ความเข้มข้น 0, 0.1, 0.3, 0.5, 0.8, 1.2 มิลลิกรัมเปอร์เซ็นต์ต่อลิตร ใช้ปิเปตดูด Standard phosphate solution ความเข้มข้น 2.5 มิลลิกรัมเปอร์เซ็นต์ต่อลิตร (ข้อ 8) ใส่ในขวดรูปชมพู่ ปริมาตร 0, 2, 6, 10, 16, และ 24 และปรับปริมาตรด้วยน้ำกลั่นจนได้ปริมาตรประมาณ 50 มิลลิลิตร ตามลำดับ

2. ปิเปต Sulfuric acid (H^2SO^4 , conc.) 1 มิลลิลิตร และ Nitric acid (HNO3 , conc.) 5 มิลลิลิตร ใส่ในขวดรูปชมพู่ที่มี Standard phosphate solution ที่ความเข้มข้นต่างๆ

3. นำ Standard phosphate solution ที่ความเข้มข้นต่างๆ ไปย่อยสลายบน Hot plate จนได้ปริมาตร 1 มิลลิลิตร และย่อยสลายต่อไปจนไม่มีสี

4. ตั้งทิ้งไว้ให้เย็นแล้วเติมน้ำกลั่นประมาณ 20 มิลลิลิตร ใส่ Phenolphthalein indicator aqueous solution 1 หยด และค่อยๆเติม $NaOH_3N$ ลงไปจนได้สีชมพู

5. เติม Sulfuric acid ความเข้มข้น 5 N ลงไปจนกระทั่งไม่มีสี

6. นำ Standard phosphate solution มาปรับปริมาตรด้วยน้ำกลั่นในขวดปรับปริมาตรขนาด 50 มิลลิลิตร จนได้ปริมาตรครบ

7. นำ Standard phosphate solution ที่ผ่านการสกัดและปรับปริมาตรแล้วไปสร้างกราฟมาตรฐานสำหรับการวัดน้ำตัวอย่าง

การเตรียมน้ำตัวอย่าง

1. ปิเปตตัวอย่างน้ำ 50 มิลลิลิตร ใส่ในขวดรูปชมพู่

2. นำตัวอย่างน้ำไปผ่านการสกัดด้วยวิธี Sulfuric Acid-Nitric Acid Digestion เหมือนวิธีการเตรียมสารละลายมาตรฐานตั้งแต่ ข้อ 1 ถึง 5

3. นำน้ำตัวอย่างที่ผ่านการสกัดมาปรับปริมาตรด้วยน้ำกลั่นในขวดปรับปริมาตรขนาด 100 มิลลิลิตร ถ้าตัวอย่างมีอนุภาคหรือขุ่นให้กรองลงในขวดปรับปริมาตรขนาด 100 มิลลิลิตร ก่อน เก็บสารละลายนี้ไว้สำหรับหาปริมาณฟอสฟอรัสทั้งหมดต่อไป

การสร้างกราฟมาตรฐาน

1. นำ Standard phosphate solution ที่ผ่านการสกัดใส่ลงไปในขวดรูปชมพู่

2. ปิเปต Combined reagent 8.0 มิลลิลิตร ลงในขวดรูปชมพู่ เขย่าให้ผสมกันตั้งทิ้งไว้อย่างน้อย 10 นาที แต่ไม่ควรเกิน 30 นาที

3. นำไปวัดค่าการดูดกลืนแสงที่ความยาวคลื่น 880 นาโนเมตร ด้วยเครื่อง Ultraviolet-Visible Spectrophotometer

4. พล็อตกราฟระหว่างค่าดูดกลืนแสงกับความเข้มข้นของฟอสฟอรัสทั้งหมดเป็นมิลลิกรัมต่อลิตร

5. เมื่อสร้างกราฟแล้วให้วัดตัวอย่างน้ำ

วิธีวิเคราะห์

1. ปิเปตตัวอย่างน้ำ 50 มิลลิลิตร ที่ผ่านการสกัดใส่ในขวดรูปชมพู่

2. ปิเปต Combined reagent 8.0 มิลลิลิตร ลงในขวดรูปชมพู่ เขย่าให้ผสมกันตั้งทิ้งไว้อย่างน้อย 10 นาที แต่ไม่ควรเกิน 30 นาที

3. นำไปวัดค่าการดูดกลืนแสงที่ความยาวคลื่น 880 นาโนเมตร ด้วยเครื่อง Ultraviolet-Visible Spectrophotometer

4. พล็อตกราฟระหว่างค่าดูดกลืนแสงกับความเข้มข้นของฟอสฟอรัสทั้งหมดเป็นมิลลิกรัมต่อลิตร

คำนวณ

$$mg/L\text{-}P = A \times 2 \times D$$

A = ค่าที่อ่านจากเครื่อง UV

D = อัตราเจือจาง

Total Kjeldahl Nnitrogen (TKN)

วิธีการ Distillation and Titration

เครื่องมือและอุปกรณ์

1. ชุดเครื่องย่อยสลาย (Digestion apparatus)
2. ชุดเครื่องกลั่น (Distillation apparatus)
3. บีกเกอร์ ขนาด 100 มิลลิลิตร
4. บิวเรตต์ ขนาด 50 มิลลิลิตร
5. ขวดรูปชมพู่ ขนาด 125 มิลลิลิตร
6. ช้อนตักสาร
7. เครื่องชั่งดิจิตอลทศนิยม 4 ตำแหน่ง
8. กระบอกตวง 100 มิลลิลิตร
9. ขวดเจลดาห์ล ขนาด 800 มิลลิลิตร

สารเคมี

1. โพแทสเซียมซัลไฟต์
2. คอปเปอร์ซัลเฟต ($CuSO_4$)
3. Sulfuric acid (H_2SO_4, conc.)
4. โซเดียมไฮดรอกไซด์ (NaOH) 40 เปอร์เซ็นต์
5. Boric acid (H_3BO_3)

วิธีวิเคราะห์

1. ชั่งโพแทสเซียมซัลไฟต์ 6.7 กรัม ใส่ในขวดเจลดาห์ล เติม คอปเปอร์ซัลเฟต ($CuSO_4$) 10 มิลลิลิตร
2. เติมน้ำกลั่น 40 มิลลิลิตร และน้ำตัวอย่าง 10 มิลลิลิตร
3. เติม Sulfuric acid (H_2SO_4, conc.) 10 มิลลิลิตร
4. เข้าเครื่องย่อย 1.30 นาที หรือจนน้ำในขวดเจลดาห์ลใส รอให้เย็นประมาณ 30 นาที
5. เมื่อเย็นแล้ว เติมน้ำกลั่น 100 มิลลิลิตร และ โซเดียมไฮดรอกไซด์ (NaOH) 40 เปอร์เซ็นต์ 45 มิลลิลิตร
6. เตรียม Boric acid (H_3BO_3) 25 มิลลิลิตร ลงในขวดรูปชมพู่ขนาด 125 มิลลิลิตร
7. นำ ข้อ 6 และ 7 ไปใส่เครื่องกลั่น (กลั่นประมาณ 7 นาที)
8. นำไปไทเทรตด้วย Sulfuric acid (H_2SO_4, conc.) 0.02 N จนได้สีม่วง จดค่าที่อ่านได้

คำนวณ

$$\text{TKN (mg/l)} = \frac{(A-B)\times N\times 14000}{V}$$

A = ปริมาตรของกรดซัลฟูริคที่ใช้ไทเตรตตัวอย่าง (มิลลิลิตร)

B = ปริมาตรของกรดซัลฟูริคทที่ไทเตรตแบลงค์ (มิลลิลิตร)

N = ความเข้นข้นของกรดซัลฟูริคที่ใช้เป็นนอร์มัลลิตี้

V = ปริมาตรของตัวอย่าง (มิลลิลิตร)

ความเป็นด่าง (Alkalinity) และ VFA

วิธีการ ไทเทรตโดยใช้อินดิเคเตอร์

เครื่องมือและอุปกรณ์

1. กระบอกตวง ขนาด 50 มิลลิลิตร
2. บีกเกอร์ ขนาด 100 มิลลิลิตร
3. ปิเปต ขนาด 5 มิลลิลิตร
4. จุกยาง
5. บิวเรตต์ ขนาด 50 มิลลิลิตร
6. หลอดทดลอง+ฝาปิด
7. pH meter
8. เครื่องปั่นเหวี่ยง
9. Hot plate
10. Fume Hood

สารเคมี

1. Sulfuric acid (H_2SO_4, conc.)

ปิเปต Sulfuric acid (H_2SO_4, conc.) 7 มิลลิลิตร ใส่ในขวดปรับปริมาตร 250 มิลลิลิตร ที่มีน้ำกลั่นพอเหมาะแล้วปรับปริมาตรจนครบ 250 มิลลิลิตร

2. โซเดียมไฮดรอกไซด์ (NaOH)

ชั่งโซเดียมไฮดรอกไซด์ (NaOH) 10 กรัม ในบีกกอร์ จากนนั้นนำมาละลายในน้ำกลั่นจำนวนพอเหมาะแล้วปรับปริมาตรด้วยขวดปรับปริมาตร 500 มิลลิลิตร จนครบ 500 มิลลิลิตร

วิธีวิเคราะห์

วิเคราะห์ ALK

1. เตรียมน้ำตัวอย่างใส่หลอดทดลอง 3 หลอด หลอดละ 10 มิลลิลิตร จากนั้นนำหลอดทดลองไปปั่นเหวี่ยงที่ความเร็ว 2300 รอบต่อนาที เป็นเวลา 10 นาที

2. ตวงน้ำตัวอย่างที่ผ่านการปั่นเหวี่ยงแล้ว 20 มิลลิลิตร ใส่บีกเกอร์ วัด pH

3. ไทเทรตด้วย สารละลาย Sulfuric acid 1 นอร์มัล ก่อนไทเทรตจดค่าเริ่มก่อน จากนั้นไทเทรตจน pH เท่ากับ 4.00 จดค่าหลัง แล้วไทรเทรตต่อจน pH 3.4

คำนวณ

$$\text{ALK} = \frac{50 \times 1000 \times \text{ความเข้มข้นของ} H_2SO_4 \times \text{ปริมาณที่ใช้} H_2SO_4}{\text{sample mL.}}$$

วิเคราะห์ VFA

1. นำน้ำตัวอย่าง จากข้อ 3 มาต้มบน Hot plate ประมาณ 2-3 นาที เพื่อไล่ไอกรด Sulfuric acid จากนั้นตั้งทิ้งไว้ให้เย็น

2. นำมาไทเทรตด้วย สารละลาย โซเดียมไฮดรอกไซด์ (NaOH) 0.5 นอร์มัล จนได้ pH 4 แล้วจดค่าที่อ่านได้ และไทเตรทต่อจนได้ pH 7 แล้วจดค่าที่อ่านได้

คำนวณ

$$\text{VFA} = \frac{50 \times 1000 \times \text{ความเข้มข้นของ} NaOH \times \text{ปริมาณที่ใช้} NaOH}{\text{sample mL.}}$$

คลอไรด์

วิธีการ Argentometric method

เครื่องมือและอุปกรณ์

1. บิวเรต
2. ปิเปต
3. บีกเกอร์
4. ขวดรูปชมพู่

สารเคมี

1. สารละลายโพแทสเซียมโครเมตอินดิเคเตอร์

ละลาย K_2CrO_4 50 กรัม ในน้ำกลั่นเล็กน้อย จนกระทั่งได้ตะกอนสีแดงเกิดขึ้น ตั้งทิ้งไว้ 12 ชั่วโมง กรองและเติมน้ำกลั่นจนได้ปริมาตร 1,000 มิลลิลิตร (เติม $AgNO_3$ เพื่อกำจัดคลอไรด์ในน้ำยาเคมี)

2. สารละลายมาตรฐานเงินไนเตรท 0.005 นอร์มัล

ละลาย $AgNO_3$ 0.8494 กรัม ในน้ำกลั่น และเติมน้ำกลั่นจนได้ปริมาตร 1,000 มิลลิลิตร ให้ standardize ด้วยโซเดียมคลอไรด์ 0.005 นอร์มัล ก่อนใช้ทุกครั้ง

3. สารละลายมาตรฐานโซเดียมคลอไรด์ 0.005 นอร์มัล

ละลาย NaCl 0.2922 มิลลิกรัม ในน้ำกลั่น และเติมน้ำกลั่นจนได้ปริมาตร 1,000 มิลลิลิตร (ก่อนใช้ทุกครั้งอบ NaCl ให้แห้งที่ 140 องศาเซลเซียส)

วิธีวิเคราะห์

1. นำตัวอย่างน้ำ 1 มิลลิลิตรมาเจือจางด้วยน้ำกลั่น 1,000 มิลลิลิตร
2. ตวงตัวอย่างน้ำที่ผ่านการเจือจาง 100 มิลลิลิตร ใส่ในขวดรูปชมพู่
3. หยดสารละลายโพแทสเซียมโครเมตอินดิเคเตอร์ 5 หยด ลงในขวดรูปชมพู่ จะได้สารละลายสีเหลือง นำไปไทเทรตด้วยสารละลายมาตรฐานเงินไนเตรท ($AgNO_3$) 0.005 นอร์มัล จนกว่าจะได้สีส้มจดปริมาตรที่ใช้
4. ทำ Blank โดยใช้น้ำกลั่นปริมาตรเท่ากับตัวอย่างน้ำ เติมสารละลายโพแทสเซียมโครเมตอินดิเคเตอร์ 5 หยด จะได้สารละลายสีเหลือง นำไปไทเทรตด้วยสารละลายมาตรฐานเงินไนเตรท ($AgNO_3$) 0.005 นอร์มัล จนกว่าจะได้สีส้ม จดปริมาตรที่ใช้

คำนวณ

$$\text{Mg/l Cl} = \frac{(A-B) \times N \times 35{,}450}{\text{ml.sample}}$$

A = ml.ของ $AgNO_3$ ที่ใช้ไทเทรต sample

B = ml.ของ $AgNO_3$ ที่ใช้ไทเทรต Blank

N = นอร์มัลลิตี้ ของ $AgNO_3$

บีโอดี

วิธีการ บ่ม 5 วัน อุณหภูมิ 20 องศา

เครื่องมือและอุปกรณ์

1. ขวดบีโอดี ขนาด 300 มิลลิลิตร
2. ชุดเติมอากาศ
3. ตู้ควบคุมอุณหภูมิ
4. เครื่องวัดบีโอดี
5. อุปกรณ์เครื่องแก้ว

สารเคมี

1. น้ำกลั่น

ต้องมีคุณภาพสูง ควรมีทองแดงน้อยกว่า 0.001 มิลลิกรัมต่อลิตร ปราศจากคลอรีน คลอรามีน สารอินทรีย์กรดและด่าง พีเอชต้องเป็นกลาง

2. สารละลายฟอสเฟตบัฟเฟอร์

ละลายโปแตสเซียมไดไฮโดรเจนฟอสเฟต (KH_2PO_4) 8.5 กรัม ไดโซเดียมไฮโดรเจนฟอสเฟต-เฮปตะไฮเดรต ($Na_2HPO_47H_2O$) 33.4 กรัม ไดโปแตสเซียมไฮโดรเจนฟอสเฟต (K_2HPO_4) 21.75 กรัม และแอมโมเนียมคลอไรด์ (NH_4Cl) 1.7 กรัม ในน้ำกลั่น 500 มิลลิลิตร แล้วเจือจางให้เป็น 1,000 มิลลิลิตร

3. สารละลายแมกนีเซียมซัลเฟต

ละลายแมกนีเซียมซัลเฟตเฮปต้าไฮเดรต ($MgSO_4.7H_2O$) จำนวน 22.5 กรัม ในน้ำกลั่นแล้วเจืองจางเป็น 1,000 มิลลิลิตร

4. สารละลายแคลเซียมคลอไรด์

ละลายแคลเซียมคลอไรด์ปราศจากน้ำ (anhydrous $CaCl_2$) 27.5 กรัม ในน้ำกลั่นแล้วเจือจางเป็น 1,000 มิลลิลิตร

5. สารละลายเฟอคลอไรด์

ละลายเฟอคลอไรด์เฮกซะไฮเดรต ($FeCl_2.6H_2O$) 0.25 กรัม แล้วเจือจางเป็น 1,000 มิลลิลิตร

วิธีวิเคราะห์

1. นำตัวอย่างน้ำมาเจือจางด้วยน้ำกลั่น (อัตราการเจือจางขึ้นอยู่กับลักษณะน้ำ)
2. นำตัวอย่างน้ำที่ผ่านการเจือจางมาปรับอุณหภูมิให้ได้ประมาณ 20 องศาเซลเซียส
3. นำน้ำกลั่นเติมออกซิเจนโดยการเติมอากาศผ่านหัวลูกฟูเป็นเวลา 1 ชั่วโมง จนออกซิเจนอิ่มตัว
4. เติมสารละลายฟอสเฟตบัฟเฟอร์, สารละลายแมกนีเซียมซัลเฟต, สารละลายแคลเซียมคลอไรด์ และสารละลายเฟอคลอไรด์ ในปริมาตร 1 มิลลิลิตรต่อน้ำกลั่น 1 ลิตร (เพิ่มสัดส่วนสารละลายตามปริมาตรน้ำกลั่น) เพื่อเป็นสารอาหาร เติมอากาศอีก 30 นาที

5. ตวงตัวอย่างน้ำที่เจือจาง 30 มิลลิลิตร ใส่ในขวดบีโอดี เติมน้ำสารอาหารจนเต็ม 300 มิลลิลิตร นำไปวัดค่า DO_0 ปิดจุกให้สนิทและมีน้ำหล่อที่ปากขวด

6. นำขวดบีโอดีใส่ตู้ควบคุมอุณหภูมิ ใช้ถุงดำคลอบขวด ควบคุมอุณหภูมิที่ 20 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 5 วัน เมื่อครบกำหนด 5 วันแล้วนำตัวอย่างนั้นมาวัดค่าออกซิเจนที่เหลืออยู่ หรือ DO_5

วิธีคำนวณ

ค่าบีโอดี (มิลลิกรัมออกซิเจนต่อลิตร) = $(DO_0-DO_5) \times$ อัตราเจือจาง

DO_0 = ค่าออกซิเจนที่วัดในวันแรก

DO_5 = ค่าออกซิเจนที่วัดในวันที่ 5

ซีโอดี

วิธีการ Closed reflux, titrate method

เครื่องมือและอุปกรณ์

1. หลอดย่อย ขนาด 16x100
2. เครื่องย่อย
3. บิวเรต
4. ขวดรูปชมพู่ 125 มิลลิลิตร

สารเคมี

1. สารละลายมาตรฐานโปแตสเซียมไดโครเมต 0.1 นอร์มัล

ละลายโปแตสเซียมไดโครเมต ซึ่งอบแห้งที่ 103 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง หนัก 4.913 กรัม ในน้ำกลั่น 500 มิลลิลิตร เติมกรดซัลฟูริคเข้มข้น 167 มิลลิลิตร และปรอทซัลเฟต 33.3 กรัม คนให้ละลาย ปล่อยทิ้งไว้ให้เย็นแล้วเจืองจางด้วยน้ำกลั่นจนได้ปริมาตร 1,000 มิลลิลิตร

2. กรดซัลฟุริคและซิลเวอร์ซัลเฟต

ชั่งซิลเวอร์ซัลเฟต (Ag_2SO_4) 8.8 กรัม ใส่ลงในกรดซัลฟูริคเข้มข้น 1,000 มิลลิลิตร ตั้งทิ้งไว้ 1-2 วัน เพื่อให้ซิลเวอร์ซัลเฟตละลายได้ทั้งหมด ก่อนน้ำไปใช้

3. สารละลายมาตรฐานเฟรัสแอมโมเนียมซัลเฟต (FAS)

ละลายเฟอรัสแอมโมเนียมซัลเฟต ($Fe(NH_4)_2(SO_4)_2.6H_2O$) 9.8 กรัมในน้ำกลั่น เติมกรดซัลฟูริคเข้มข้น 5 มิลลิลิตร แล้วเจือจางเป็น 250 มิลลิลิตร ด้วยน้ำกลั่น

4. สารละลายเฟอโรอีนอินดิเคเตอร์

ละลาย 1,10-ฟีแนนโทรลีน โมโนไฮเดรต (1,10-Phenanthroline Monohydrate, $C_{12}H_8N_2.H_2O$) 1.485 กรัมและเฟรัสซัลเฟต (Ferrous Sulfate, $FeSO_4.7H_2O$) 695 มิลลิกรัม ในน้ำกลั่นแล้วเจือจางเป็น 100 มิลลิลิตร

วิธีวิเคราะห์

1. เจือจางตัวอย่างน้ำตามความเหมาะสม

2. ใส่สารละลายมาตรฐานโปแตสเซียมไดโครเมต 1.5 มิลลิลิตร ตัวอย่างน้ำที่เจือจาง 2.5 มิลลิลิตร และซิลเวอร์ซัลเฟต 3.5 มิลลิลิตร ลงในหลอดย่อยตามลำดับ ปิดฝาและเช็ดหลอดให้แห้ง สำหรับ Blank ใช้น้ำกลั่นแล้วทำเหมือนตัวอย่างทุกอย่าง

3. นำหลอดย่อยเข้าเครื่องย่อยที่อุณหภูมิ 150 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง

4. เมื่อครบ 2 ชั่วโมง นำออกมาตั้งทิ้งไว้ให้เย็น

5. เทสารออกจากหลอดย่อยลงในขวดรูปชมพู่ หยดเฟอโรอีนอินดิเคเตอร์ 2 หยด แล้วไตเตรตด้วยสารละลาย FAS สีของสารจะค่อย ๆ เปลี่ยนจากเหลืองเป็นเขียวอมเหลือง สีฟ้า และน้ำตาลแดง ซึ่งแสดงว่าถึงจุดยุติ จดปริมาณที่ใช้ไตเตรต

*ก่อนไตเตรตต้องตรวจสอบความเข้มข้นของสารละลาย FAS ทุกครั้งที่ใช้ไตเตรต ถ้าความเข้มข้นลดลงมาก ๆ ควรเตรียมสารใหม่

<u>วิธีตรวจสอบความเข้มข้นของสารละลาย FAS</u>

ปิเปตสารละลายมาตรฐานโปแตสเซียมไดโครเมต 5 มิลลิลิตร ใส่ในขวดรูปชมพู่ เติมน้ำกลั่น 5 มิลลิลิตร หยดเฟอโรอีนอินดิเคเตอร์ 2 หยด แล้วไทเทรตด้วยสารละลาย FAS จนได้สีน้ำตาลเป็นจุดยุติ

คำนวณ

$$\text{ซีโอดี, มิลลิกรัมต่อลิตร} = \frac{(A-B)\ x\ N\ x\ 8000\ x\ \text{อัตราการเจือจาง}}{\text{ml.sample}}$$

A = มิลลิลิตรของ FAS ที่ใช้ในการไทเทรต Blank

B = มิลลิลิตรของ FAS ที่ใช้ในการไทเทรตตัวอย่างน้ำ

N = ความเข้มข้นของ FAS

โพแทสเซียม,แมกนีเซียม,แคลเซียม

วิธีการ Inductivity Coupled Plasma Spectroscopy (ICP)

เครื่องมือและอุปกรณ์

1. เตาย่อย
2. บีกเกอร์ ขนาด 150 มิลลิลิตร
3. ขวดปรับปริมาตร ขนาด 100 มิลลิลิตร
4. กระจกนาฬิกา

สารเคมี

1. กรดไนตริกเข้มข้น
2. สารละลายกรดไนตริกเข้มข้น

ตวงกรดไนตริกเข้มข้น ปริมาตร 500 มิลลิลิตร ลงในขวดปรับปริมาตรขนาด 1,000 มิลลิลิตร ที่มีน้ำกลั่นอยู่ 400 มิลลิลิตร ปรับปริมาตรเป็น 1,000 มิลลิลิตร ด้วยน้ำกลั่น

วิธีวิเคราะห์

1. ปิเปตตัวอย่าง 100 มิลลิลิตร ใส่บีกเกอร์
2. เติมกรดไนตริกเข้มข้น 5.0 มิลลิลิตร ใส่ลูกแก้วเพื่อป้องกันการเดือดอย่างรุนแรง ปิดด้วยกระจกนาฬิกา
3. นำไปย่อยบนเตาย่อยโดยไม่ให้ตัวอย่างเดือด จนมีปริมาตรเหลือน้อยกว่า 15-20 มิลลิลิตร และต้องไม่มีส่วนหนึ่งส่วนใดของก้นภาชนะที่ใช้ย่อยแห้ง
4. ใช้น้ำกลั่นฉีดข้างๆภาชนะและกระจกนาฬิกาเล็กน้อย ย่อยต่อจนปริมาตรเหลือน้อยกว่า 15-20 มิลลิลิตร และตัวอย่างใส
5. นำตัวอย่างออกจากเตาย่อย ตั้งทิ้งไว้ให้เย็นที่อุณหภูมิห้อง
6. กรองผ่านกระดาษกรอง เบอร์ 4 ใส่ขวดวัดปริมาตรขนาด 100 มิลลิลิตร ปรับปริมาตรด้วยน้ำกลั่น
7. เทตัวอย่างน้ำลงในขวดพลาสติก นำไปเข้าเครื่อง

การทดสอบ SMA (Specific Methanogenic Activity)

เครื่องมือและอุปกรณ์

1. ขวดไวแอลสีชา ปริมาตร 100 มิลลิลิตร พร้อมฝายางและฝาอลูมิเนียม
2. เครื่องชั่งน้ำหนักดิจิตอลทศนิยม 4 ตำแหน่ง
3. บีกเกอร์
4. ขวดปรับปริมาตรขนาด 250 มิลลิลิตร

5. กระบอกตวงขนาด 250 มิลลิลิตร

6. ปิเปตขนาด 10 มิลลิลิตร

7. คีมปิดฝาขวดไวแอลอลูมิเนียม (Vial Capping Tool)

8. เครื่องวิเคราะห์ก๊าซชีวภาพแบบพกพา (Portable Biogas Analyzer) รุ่น COMBIMASS GA-M

สารเคมี

1. สารละลายกลูโคส 0.1, 0.5, 1

- ละลายกลูโคส 0.3 กรัม ในน้ำกลั่น 240 มิลลิลิตร จะได้ความเข้มข้น 0.1
- ละลายกลูโคส 1.5 กรัม ในน้ำกลั่น 240 มิลลิลิตร จะได้ความเข้มข้น 0.5
- ละลายกลูโคส 3 กรัม ในน้ำกลั่น 240 มิลลิลิตร จะได้ความเข้มข้น 1

2. สารละลายกรดอะซิติก 0.1, 0.5, 1

- ปิเปตกรดอะซิติก 0.1 มิลลิลิตร ใส่ในขวดปรับปริมาตร 1,000 มิลลิลิตร ที่มีน้ำกลั่นอยู่ในจำนวนพอเหมาะ จากนั้นปรับปริมาตรจนครบ 1,000 มิลลิลิตร จะได้ความเข้มข้น 0.1
- ปิเปตกรดอะซิติก 5 มิลลิลิตร ใส่ในขวดปรับปริมาตร 1,000 มิลลิลิตร ที่มีน้ำกลั่นอยู่ในจำนวนพอเหมาะ จากนั้นปรับปริมาตรจนครบ 1,000 มิลลิลิตร จะได้ความเข้มข้น 0.5
- ปิเปตกรดอะซิติก 10 มิลลิลิตร ใส่ในขวดปรับปริมาตร 1,000 มิลลิลิตร ที่มีน้ำกลั่นอยู่ในจำนวนพอเหมาะ จากนั้นปรับปริมาตรจนครบ 1,000 มิลลิลิตร จะได้ความเข้มข้น 1

3. สารละลายโซเดียมไบคาร์บอเนต

ละลายโซเดียมไบคาร์บอเนต ($NaHCO_3$) 8 กรัมในน้ำกลั่นแล้วเจืองจางให้เป็น 100 มิลลิลิตร

วิธีทำ

1. เตรียมขวดไวแอล (Vial) ฝายาง และฝาอลูมิเนียม ทั้งหมด 21 ชุด

2. ชั่งตะกอนใส่ขวดไวแอล 10 กรัม (กรณีที่ใช้ 1 gVSS)

3. ตวงกลูโคสความเข้มข้น 0.1 ใส่ขวดไวแอลที่มีตะกอนทั้งหมด 3 ขวด ขวดละ 80 มิลลิลิตร โดยแต่ละขวดจะมีพื้นที่ว่างสำหรับเกิดแก๊ส (กลูโคสความเข้มข้นอื่น กรดอะซิติก และน้ำเสียทำเช่นเดียวกัน)

4. เมื่อใส่สารละลายครบทุกขวด ควรปรับ pH ให้ได้ 7 โดยใช้สารละลายโซเดียมไบคาร์บอเนต (NaHCO3) ทุกขวด

5. ปิดจุกยางและฝาอลูมิเนียม วัดปริมาณแก๊สที่เกิดขึ้นด้วยวิธีการแทนที่น้ำ ทุกๆ 4 ชั่วโมง สังเกตเมื่อปริมาณแก๊สเริ่มลดลงให้วัดทุกๆ 8 ชั่วโมง 12 ชั่วโมง และวันละ 1 ครั้ง

6. วิเคราะห์องค์ประกอบของก๊าซชีวภาพ สัปดาห์ละ 1 ครั้ง ด้วยเครื่องวิเคราะห์ก๊าซชีวภาพแบบพกพา (Portable Biogas Analyzer) รุ่น COMBIMASS GA-M

7. เมื่อครบวันที่ทำการทดลองจึงวิเคราะห์หากิจกรรมจำเพาะการเกิดแก๊สมีเทน (SMA) โดยการพล็อตกราฟระหว่างแก๊สมีเทนสะสมเทียบกับเวลาที่ทำการทดลอง โดยพิจารณาในช่วงที่กราฟมีความชันสูงสุด

การคำนวณ

ปริมาณแก๊สมีเทนที่เกิดขึ้น (ml/day) $= \frac{(Y2-Y1)}{(X2-X1)}$

SMA (ml.CH4/gVSS/day) $= \frac{\text{ปริมาณแก๊สมีเทนที่เกิดขึ้น } (ml/day)}{gVSS}$

X1 = เวลาที่ทำการทดลองที่ X1 (วัน)

X2 = เวลาที่ทำการทดลองที่ X2 (วัน)

Y1 = ปริมาณแก๊สมีเทนสะสมที่ Y1 (มิลลิลิตร)

Y2 = ปริมาณแก๊สมีเทนสะสมที่ Y2 (มิลลิลิตร

ภาคผนวก ข
ผลการทดสอบทางสถิติด้วยโปรแกรม SPSS

1) การเปรียบเทียบประสิทธิภาพการกำจัดสารอินทรีที่ OLR ต่างกัน

Paired Samples Statistics

		Mean	N	Std. Deviation	Std. Error Mean
Pair 1	OLR2	84.5667	15	5.77194	1.49031
	OLR4	69.3800	15	21.18845	5.47083

Paired Samples Correlations

		N	Correlation	Sig.
Pair 1	OLR2 & OLR4	15	.813	.000

Paired Samples Test

		Paired Differences					t	df	Sig. (2-tailed)
		Mean	Std. Deviation	Std. Error Mean	95% Confidence Interval of the Difference Lower	Upper			
Pair 1	OLR2 - OLR4	15.18667	16.83707	4.34731	5.86261	24.51073	3.493	14	.004

2) เปรียบเทียบปริมาณก๊าซชีวภาพระหว่างไม่เติม SS เติม SS

Paired Samples Statistics

		Mean	N	Std. Deviation	Std. Error Mean
Pair 1	NOSS	2444.500	30	763.6215	139.4176
	SS	1918.133	30	829.9296	151.5237

Paired Samples Correlations

		N	Correlation	Sig.
Pair 1	NOSS & SS	30	.445	.014

Paired Samples Test

		Paired Differences					t	df	Sig. (2-tailed)
		Mean	Std. Deviation	Std. Error Mean	95% Confidence Interval of the Difference Lower	Upper			
Pair 1	NOSS - SS	526.3667	841.5653	153.6481	212.1210	840.6123	3.426	29	.002

3) เปรียบเทียบปริมาณก๊าซชีวภาพที่ OLR ต่างกัน

Paired Samples Statistics

		Mean	N	Std. Deviation	Std. Error Mean
Pair 1	Biogas2	2444.500	30	763.6215	139.4176
	Biogas4	2078.800	30	1203.5910	219.7447

Paired Samples Correlations

		N	Correlation	Sig.
Pair 1	Biogas2 & Biogas4	30	.512	.004

Paired Samples Test

		Paired Differences					t	df	Sig. (2-tailed)
		Mean	Std. Deviation	Std. Error Mean	95% Confidence Interval of the Difference Lower	Upper			
Pair 1	Biogas2 - Biogas4	365.7000	1044.4027	190.6810	-24.2864	755.6864	1.918	29	.065

4) เปรียบเทียบสภาวะแวดล้อมในระบบที่ OLR ต่างกัน

Paired Samples Statistics

		Mean	N	Std. Deviation	Std. Error Mean
Pair 1	VFAALK2	.38983	30	.135341	.024710
	VFAALK4	.52527	30	.272101	.049679

Paired Samples Correlations

		N	Correlation	Sig.
Pair 1	VFAALK2 & VFAALK4	30	.663	.000

Paired Samples Test

		Paired Differences					t	df	Sig. (2-tailed)
		Mean	Std. Deviation	Std. Error Mean	95% Confidence Interval of the Difference Lower	Upper			
Pair 1	VFAALK2 - VFAALK4	-.135433	.208700	.038103	-.213363	-.057503	-3.554	29	.001