

บทที่ 3

วิธีดำเนินการวิจัย

3.1 ตัวอย่าง

ตัวอย่างที่ใช้ศึกษาประกอบด้วย

3.1.1 น้ำตัวอย่าง

3.1.2 ขั้วไฟฟ้า

3.2 ตัวแปรที่ศึกษาในงานวิจัย

3.2.1 ตัวแปรอิสระ

1) ชนิดของน้ำตัวอย่าง

- 1.1) น้ำทิ้งจากแม่น้ำเจ้าพระยาที่ได้จากตลาดสะพานดำ จ. นครสวรรค์
- 1.2) น้ำจากท่อระบายน้ำทิ้งในโรงเรียนสาธิต มหาวิทยาลัยราชภัฏนครสวรรค์
- 1.3) น้ำจากท่อระบายน้ำทิ้งตึก 7 มหาวิทยาลัยนครสวรรค์

2) ชนิดของขั้วไฟฟ้า

- 2.1) ตะแกรงอะลูมิเนียม
- 2.2) ตะแกรงเหล็ก

3.2.2 ค่าตัวแปรคงที่

ปริมาณน้ำตัวอย่างที่ใช้ 1 ลิตร

3.2.3 ตัวแปรตาม

1) คุณภาพของน้ำที่ผ่านการบำบัด

- ลักษณะทางกายภาพของน้ำ
- บีโอดี ซีโอดี ดีโอ และ pH ไม่เกินมาตรฐานน้ำทิ้งของโรงงานอุตสาหกรรม

2) ความสามารถในการตกตะกอน

- เวลาที่ใช้ในการตกตะกอน
- ปริมาณกระแสไฟฟ้าและความต่างศักย์ที่ใช้
- ชนิดของน้ำที่ใช้ตกตะกอน

3.3 อุปกรณ์ สารเคมี และเครื่องมือ

3.3.1 อุปกรณ์

- 1) ถังตกตะกอนตามแบบ
- 2) ถังเก็บน้ำขนาดใหญ่
- 3) แผ่นพลาสติกใส
- 4) ตะแกรงอะลูมิเนียม
- 5) ตะแกรงเหล็ก
- 6) ตาข่ายพลาสติก
- 7) สายยาง
- 8) สายไฟ
- 9) ปืนยิงกา
- 10) ก้อนน้ำพร้อมท่อ
- 11) นาฬิกาจับเวลา
- 12) บีกเกอร์ขนาด 25 , 50 , 250 , 1000 มิลลิลิตร
- 13) แท่งแก้วคนสาร
- 14) ช้อนตักสาร
- 15) หลอดหยด
- 16) ขาตั้งพร้อมที่จับ
- 17) ปิเปตขนาด 1, 2 , 5 , 10 มิลลิลิตร พร้อมลูกยางดูดสาร
- 18) ขวดวัดปริมาตรขนาด 25 , 50 , 100 , 500 , 1000 มิลลิลิตร
- 19) กระจกตวงขนาด 10 , 100 , 250 , 500 มิลลิลิตร
- 20) ขวดเก็บน้ำปิโอซีขนาด 300 มิลลิลิตร
- 21) ขวดรูปชมพู่ขนาด 250 มิลลิลิตร
- 22) กรวยกรอง
- 23) กระดาษกรอง
- 24) บิวเรตขนาด 50 มิลลิลิตร
- 25) ขวดก้นกลมขนาด 250 มิลลิลิตร
- 26) เครื่องควบแน่นหรือคอนเดนเซอร์
- 27) เตาให้ความร้อนชนิดหลุม

3.3.2 สารเคมี

- 1) แมกนีเซียมซัลเฟตมอนไฮเดรต (manganese sulphate monohydrate : $\text{MnSO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$)
- 2) โพแทสเซียมไฮดรอกไซด์ (potassium hydroxide : KOH)
- 3) โพแทสเซียมไอโอไดด์ (potassium iodide : KI)
- 4) โซเดียมเอไซด์ (sodium azide : NaN_3)
- 5) กรดซัลฟิวริกเข้มข้น (sulphuric acid : conc. H_2SO_4)
- 6) โซเดียมไทโอซัลเฟตเพนตะไฮเดรต
(sodium thiosulfate pentahydrate : $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$)
- 7) โพแทสเซียมไดโครเมต (potassium dichromate : $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$)
- 8) กรดซาลิไซลิก หรือทูลอีน (salicylic acid or toluene)
- 9) แคลเซียมคลอไรด์ (calcium chloride : CaCl_2)
- 10) เฟอริกคลอไรด์เฮกซะไฮเดรต (ferric chloride hexahydrate : $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$)
- 11) ซิลเวอร์ซัลเฟต (silver sulfate : Ag_2SO_4)
- 12) เมอร์คิวรีซัลเฟต (mercury sulfate : HgSO_4)
- 13) 1-10 ฟีนานโทรลีนโมโนไฮเดรต (1,10-phenanthroline monohydrate : $\text{C}_{12}\text{H}_8\text{N}_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$)
- 14) เฟอริกซัลเฟตเซปตะไฮเดรต (ferric sulfate heptahydrate : $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$)
- 15) เฟอรัสแอมโมเนียมซัลเฟต (ferrous ammonium sulfate : $\text{Fe}(\text{NH}_4)_2(\text{SO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$)
- 16) โพแทสเซียมไดไฮโดรเจนฟอสเฟต (potassium dihydrogen phosphate : KH_2PO_4)
- 17) แอมโมเนียมคลอไรด์ (ammonium chlorid : NH_4Cl)
- 18) ไดโซเดียมไฮโดรเจนฟอสเฟตเซปตะไฮเดรต
(disodium hydrogen phosphate heptahydrate : $\text{Na}_2\text{HPO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$)
- 19) ไดโพแทสเซียมไฮโดรเจนฟอสเฟต (dipotassium hydrogen phosphate: K_2HPO_4)
- 20) แมกนีเซียมซัลเฟตเซปตะไฮเดรต (magnesium sulfate : $\text{MgSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$)
- 21) แป้ง
- 22) น้ำกลั่น

3.3.3 เครื่องมือ

- 1) เครื่องชั่งน้ำหนักทศนิยม 4 ตำแหน่ง ผลิตโดย METTLER TOLEDO รุ่น AG204
- 2) เครื่องพีเอชมิเตอร์ รุ่น MP120 pH METER
- 3) ตู้อบ ของ LABORATORY EQUIPMENT PTY.LTD.
- 4) เตาให้ความร้อน (hot plate) ของ SCHTT
- 5) เครื่องชาร์จแบตเตอรี่ 30A (Battery Charger) ของ SNAPMAN

3.4 วิธีการทดลอง

3.4.1 การศึกษาปัจจัยที่มีผลต่อการตกตะกอนและสภาวะที่เหมาะสมในการตกตะกอนด้วยไฟฟ้าเคมี

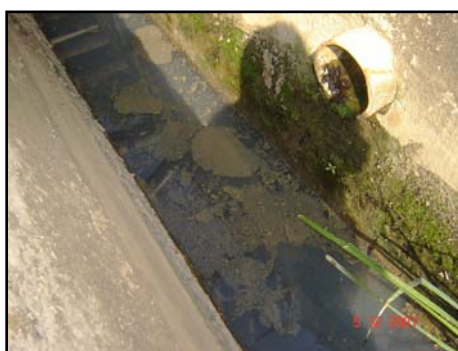
1) การเก็บน้ำตัวอย่าง

เก็บน้ำตัวอย่าง 3 แหล่ง คือ น้ำทิ้งจากแม่น้ำเจ้าพระยาที่ได้จากตลาดสะพานดำ

จ. นครสวรรค์ น้ำจากท่อระบายน้ำทิ้งในโรงเรียนสาธิต มหาวิทยาลัยราชภัฏนครสวรรค์ และน้ำจากท่อระบายน้ำทิ้งตึก 7 มหาวิทยาลัยนครสวรรค์



รูปที่ 3.1 แสดงน้ำทิ้งจากแม่น้ำเจ้าพระยาที่ได้จากตลาดสะพานดำ จ. นครสวรรค์



รูปที่ 3.2 แสดงน้ำจากท่อระบายน้ำทิ้งในโรงเรียนสาธิต มหาวิทยาลัยราชภัฏนครสวรรค์



รูปที่ 3.3 แสดงน้ำจากท่อระบายน้ำทิ้งตึก 7 มหาวิทยาลัยนครสวรรค์

2) การเตรียมน้ำตัวอย่าง

ตวงน้ำตัวอย่างที่เก็บจาก 3 แหล่ง แหล่งละ 1 ลิตร ใส่บีกเกอร์ขนาด 1 ลิตร



รูปที่ 3.4 แสดงการเตรียมน้ำจากแม่น้ำเจ้าพระยาที่ได้จากตลาดสะพานดำ จ. นครสวรรค์



รูปที่ 3.5 แสดงการเตรียมน้ำจากโรงเรียนสาธิต มหาวิทยาลัยราชภัฏนครสวรรค์



รูปที่ 3.6 แสดงการเตรียมน้ำจากท่อระบายน้ำข้างตึก 7 มหาวิทยาลัยราชภัฏนครสวรรค์

3) การเตรียมขั้วไฟฟ้า

ตัดตะแกรงอะลูมิเนียมและตะแกรงเหล็ก ขนาด 2×8 นิ้ว อย่างละ 240 แผ่น ประกบกันโดยมีตาข่ายพลาสติกขนาด 2.5×8.5 นิ้ว กั้นอยู่ตรงกลางระหว่างขั้วไฟฟ้าทั้งสองด้าน ซึ่งมัดติดกัน

สำหรับตาข่ายพลาสติกที่ใช้ในการทดลองจะใช้ชุดละ 1 แผ่น ดังนั้นในการทดลอง 40 ชุด จะใช้จำนวนตาข่ายพลาสติกทั้งหมด 40 แผ่น (แผ่นพลาสติกสามารถหมุนเวียนกลับมาใช้ในการทดลองชุดต่อไปได้)



(ก)



(ข)

รูปที่ 3.7 (ก) แสดงการตัดตะแกรงอะลูมิเนียม (ข) แสดงตะแกรงอะลูมิเนียมที่ตัดแล้ว



(ก)



(ข)

รูปที่ 3.8 (ก) แสดงตะแกรงเหล็กที่ยังไม่ได้ตัด (ข) แสดงตะแกรงเหล็กที่ตัดแล้ว

4) ขั้นตอนการทดลอง

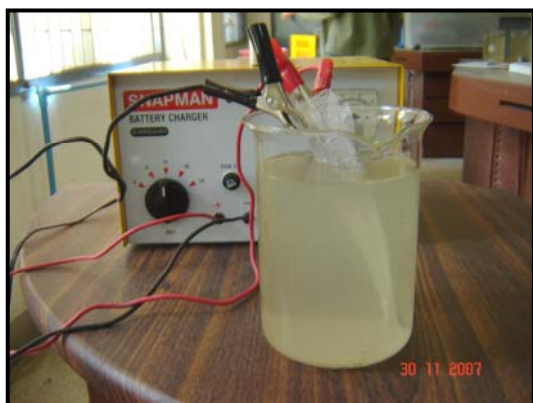
นำขั้วไฟฟ้าทั้ง 2 ชนิด ใส่ลงไปในน้ำตัวอย่าง 3 แห้งที่เตรียมไว้ 1 ลิตร แล้วต่อไฟฟ้า กระแสตรงจากเครื่องชาร์จแบตเตอรี่ 30A (Battery Charger) ไปยังขั้วไฟฟ้าที่เตรียมไว้ โดย กระแสไฟฟ้าและความต่างศักย์ที่ใช้ในการทดลองหาสภาวะที่เหมาะสม แสดงดังตาราง 3.2

ตารางที่ 3.1 แสดงกระแสไฟฟ้า (แอมแปร์) และความต่างศักย์ (โวลต์) ที่ใช้ในการหาสภาวะที่เหมาะสมในการตกตะกอนด้วยไฟฟ้าเคมี

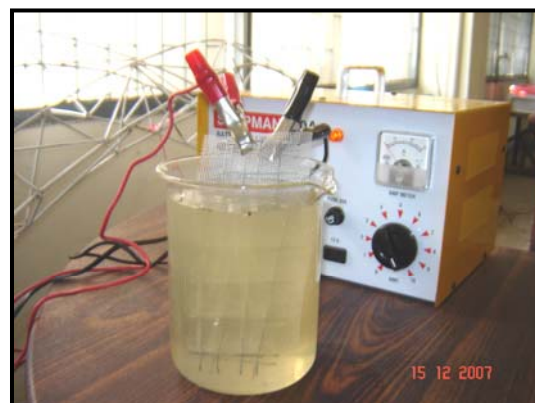
กระแสไฟฟ้า (แอมแปร์)	ความต่างศักย์ (โวลต์)
1	12
5	12
10	12
1	18
5	18
10	18
1	24
5	24
10	24

ทดลองหาสภาวะที่เหมาะสมที่ใช้ในการตกตะกอน ในน้ำตัวอย่าง 3 แห้ง แห้งละ 4 ชุด โดยจะประกอบด้วยขั้วไฟฟ้าอะลูมิเนียม 2 ชุด และขั้วไฟฟ้าเหล็ก 2 ชุด รวมเป็น 4 ชุดต่อน้ำตัวอย่าง 1 แห้ง จัปเวลา 1 ชั่วโมง สังเกตการเปลี่ยนแปลงในการตกตะกอนของน้ำเสียที่เกิดขึ้น จดบันทึกผลการทดลอง

เมื่อได้สภาวะที่เหมาะสมแล้ว ทำการทดลองซ้ำจำนวน 10 ครั้ง เพื่อทดสอบประสิทธิภาพในการตกตะกอนของขั้วไฟฟ้าแต่ละชนิดและหาปัจจัยที่มีผลต่อการตกตะกอน ในน้ำตัวอย่าง 3 แห้ง เมื่อทราบแล้วว่าขั้วไฟฟ้าชนิดไหนเหมาะสมแล้วทำการสร้างต้นแบบอุปกรณ์ในการบำบัดน้ำเสียด้วยไฟฟ้าเคมี



(ก)



(ข)

รูปที่ 3.9 แสดงการต่อไฟฟ้ากระแสตรงจากเครื่องชาร์จแบตเตอรี่ 30A (Battery Charger) ไปยังขั้วไฟฟ้า (ก) อะลูมิเนียม (ข) เหล็ก ในตัวอย่างน้ำทิ้งจากแม่น้ำเจ้าพระยาที่ได้จากตลาดสะพานดำ จ. นครสวรรค์

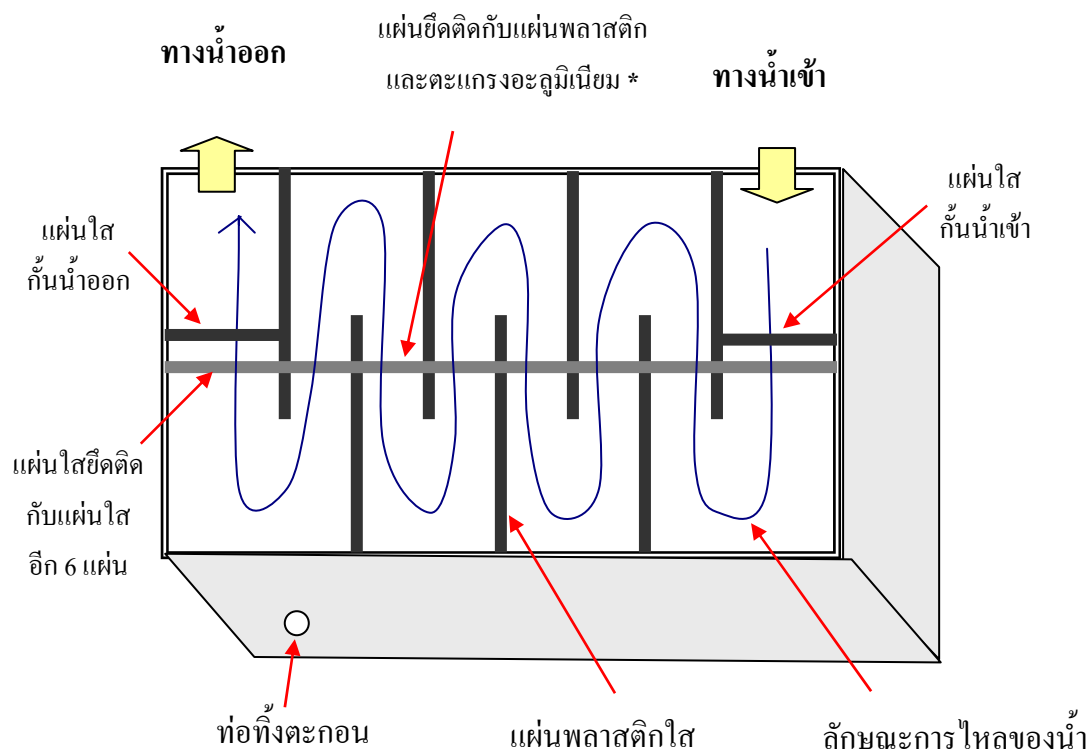


รูปที่ 3.10 แสดงการต่อขั้วบวกและลบเข้ากับขั้วไฟฟ้าอะลูมิเนียมของตัวอย่างน้ำทิ้งจากแม่น้ำเจ้าพระยาที่ได้จากตลาดสะพานดำ จ. นครสวรรค์

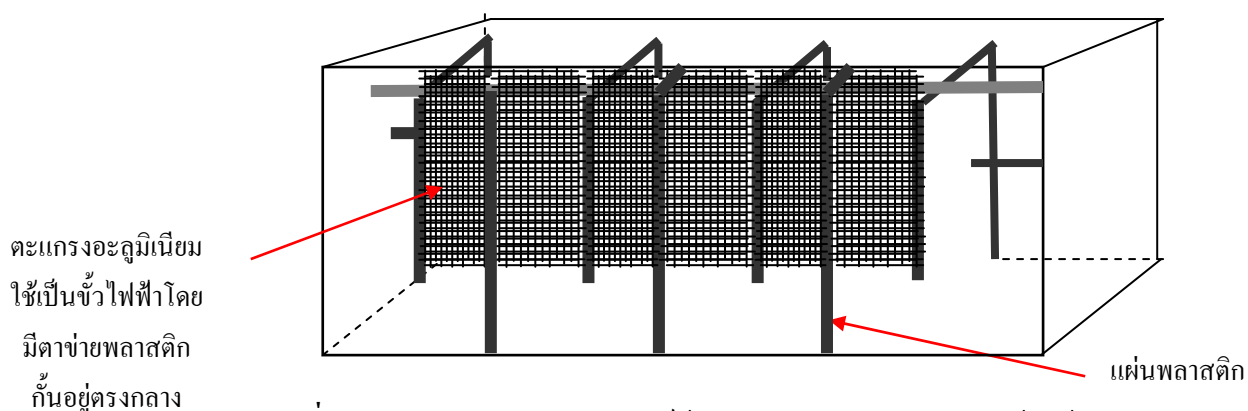
3.4.2 การสร้างอุปกรณ์ต้นแบบในการตกตะกอนน้ำเสียด้วยไฟฟ้า

1) การออกแบบอุปกรณ์ต้นแบบ

1.1) นำถังพลาสติกที่ใช้เป็นถังตกตะกอนมาวัดขนาด แล้วนำมาคำนวณเพื่อติดตั้งส่วนประกอบต่าง ๆ ดังแบบจำลอง

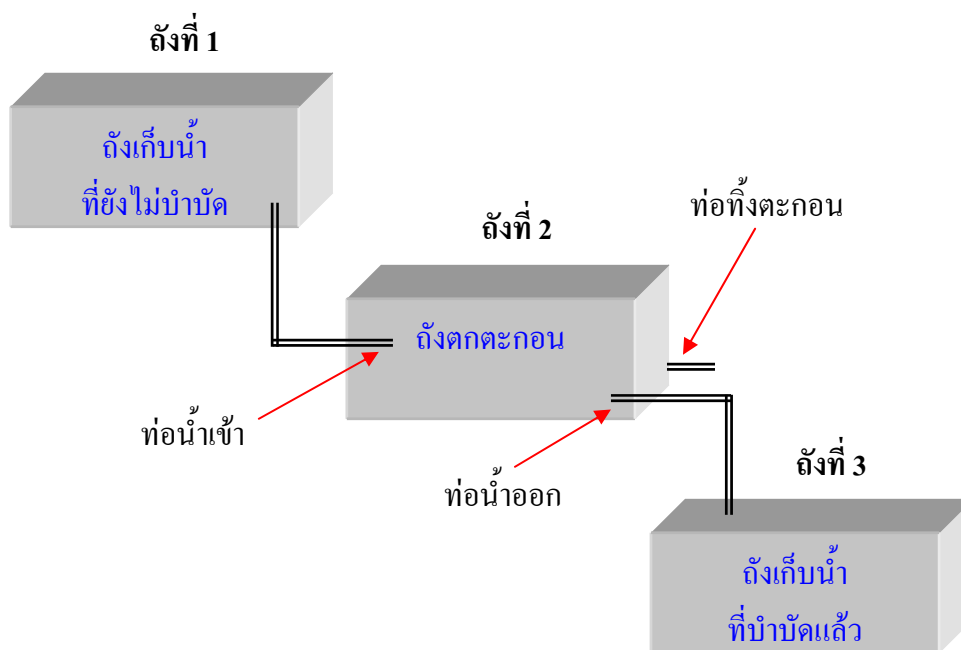


รูปที่ 3.11 แสดงภาพจำลองอุปกรณ์ต้นแบบถังตกตะกอนมองจากด้านบน



รูปที่ 3.12 แสดงภาพจำลองอุปกรณ์ต้นแบบถังตกตะกอนมองจากด้านข้าง

* หมายเหตุ ขั้วไฟฟ้าที่ใช้ในการสร้างอุปกรณ์ต้นแบบ คือ อะลูมิเนียม เนื่องจากหาได้ง่ายและราคาถูกกว่าเหล็ก และมีประสิทธิภาพในการตกตะกอนใกล้เคียงกัน



รูปที่ 3.13 แผนภาพจำลองอุปกรณ์ต้นแบบการบำบัดน้ำเสียด้วยไฟฟ้าเคมี

2) การสร้างอุปกรณ์ต้นแบบบำบัดน้ำเสียตามแบบจำลอง
ขั้นตอนการสร้าง

2.1) นำถังพลาสติกที่เตรียมไว้มา 3 ถัง ซึ่งแต่ละถังมีความกว้าง 13 นิ้ว ยาว 26 นิ้ว และสูง 11 นิ้ว มีความจุประมาณ 50 ลิตร



รูปที่ 3.14 แสดงถังพลาสติกที่ใช้สร้างอุปกรณ์ต้นแบบการบำบัดน้ำเสียด้วยไฟฟ้าเคมี

2.2) ตัดแผ่นพลาสติกใสขนาดกว้าง 8 นิ้ว ยาว 11 นิ้ว จำนวน 6 แผ่น ขนาดกว้าง 3 นิ้ว ยาว 7.5 นิ้ว สำหรับทำแผ่นกั้นน้ำเข้า จำนวน 1 แผ่น ขนาดกว้าง 3 นิ้ว ยาว 7 นิ้วสำหรับทำแผ่นกั้นน้ำออก จำนวน 1 แผ่น และขนาดกว้าง 2 นิ้ว ยาว 26 นิ้ว จำนวน 1 แผ่น เพื่อใช้เป็นแผ่นยึดติด



รูปที่ 3.15 แสดงถึงตะกอนที่ทำการติดตั้งชิ้นส่วนตามภาพแบบจำลองมองจากด้านบน



(ก)



(ข)

รูปที่ 3.16 (ก) และ (ข) แสดงด้านข้างถึงตะกอนของอุปกรณ์ต้นแบบ
บำบัดน้ำเสียด้วยไฟฟ้าเคมี

2.3) นำเครื่องชาร์จแบตเตอรี่มาต่อกับแผ่นขั้วไฟฟ้าในถังตกตะกอน ดังรูปที่ 3.18



รูปที่ 3.17 แสดงการต่อเครื่องชาร์จแบตเตอรี่กับขั้วไฟฟ้าอะลูมิเนียมในถังตกตะกอน

2.4) นำอุปกรณ์ทั้งหมดมาประกอบกัน (ดังรูป 3.19) จะได้อุปกรณ์ต้นแบบบำบัดน้ำเสียด้วยไฟฟ้าเคมี



(ก)



(ข)

รูปที่ 3.18 (ก) และ (ข) แสดงอุปกรณ์ต้นแบบบำบัดน้ำเสียด้วยไฟฟ้าเคมี

3.4.3 การวิเคราะห์คุณภาพน้ำก่อนและหลังตกตะกอนด้วยไฟฟ้าเคมี

ในการวิเคราะห์คุณภาพน้ำก่อนและหลังตกตะกอนด้วยไฟฟ้าเคมี ต้องวัดพีเอชก่อนและหลังทำการทดลอง รวมทั้งการวิเคราะห์ซีไอดี บีไอดี ดีไอ ต้องทำการวิเคราะห์น้ำทั้งก่อนและหลังทำการทดลอง เพื่อเปรียบเทียบคุณภาพน้ำที่ตกตะกอนนั้นได้

1) วิธีการทดลอง

1. เตรียมน้ำตัวอย่างที่ได้จาก 3 แหล่ง คือ น้ำทิ้งจากแม่น้ำเจ้าพระยาที่ได้จากตลาดสะพานดำ จ. นครสวรรค์ น้ำจากท่อระบายน้ำทิ้งในโรงเรียนสาธิต มหาวิทยาลัยราชภัฏนครสวรรค์ และน้ำจากท่อระบายน้ำทิ้งตึก 7 มหาวิทยาลัยนครสวรรค์ แหล่งละประมาณ 100 ลิตร (ถังที่ใช้ในการตกตะกอนมีความจุประมาณ 50 ลิตร) พร้อมทั้งเก็บน้ำตัวอย่างเพื่อทำการวิเคราะห์ก่อนการตกตะกอนโดยใช้อุปกรณ์ต้นแบบการบำบัดน้ำเสียด้วยไฟฟ้าเคมี

2. วัดค่าพีเอชของน้ำเสียตัวอย่างที่ได้จากแม่น้ำเจ้าพระยา แล้วใส่ลงในถังที่ 1 (ถังเก็บน้ำที่ยังไม่ได้บำบัด) ดังรูปที่ 3.13 ปล่อยน้ำให้ไหลไปตามท่อไปยังถังที่ 2 (ถังตกตะกอน) แล้วทำการให้กระแสไฟฟ้าจากเครื่องชาร์จแบตเตอรี่ผ่านขั้วไฟฟ้าอลูมิเนียม โดยใช้กระแสไฟฟ้าและความต่างศักย์ที่เหมาะสม ซึ่งได้จากการทดลองข้างต้น

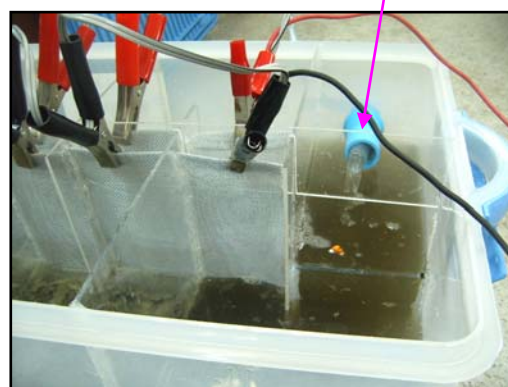
3. ทำการตกตะกอนประมาณ 2 – 3 ชั่วโมง (ขึ้นอยู่กับน้ำตัวอย่าง) จากนั้นปล่อยน้ำจากถังที่ 2 (ถังตกตะกอน) ให้ไหลไปยังถังที่ 3 (ถังเก็บน้ำที่บำบัดแล้ว) พร้อมทั้งปล่อยน้ำจากถังที่ 1 ให้ไหลไปยังถังที่ 2 ซ้ำ ๆ

4. วัดพีเอชของน้ำหลังผ่านการตกตะกอนด้วยอุปกรณ์แบบบำบัดน้ำเสียด้วยไฟฟ้าเคมี พร้อมทั้งเก็บตัวอย่างน้ำที่ผ่านการตกตะกอนแล้ว มาทำการวิเคราะห์คุณภาพของน้ำ

5. ปล่อยตะกอนทิ้งทางท่อทิ้งตะกอน จากนั้นทำความสะอาดถัง แล้วทำการทดลองตัวอย่างต่อไป ซึ่งวิธีการทดลองดังที่กล่าวมา



(ก)



(ข)

รูปที่ 3.19 (ก) และ (ข) แสดงการตกตะกอนน้ำจากท่อระบายน้ำทิ้งตึก 7 มหาวิทยาลัยนครสวรรค์ ด้วยอุปกรณ์ต้นแบบบำบัดน้ำเสียด้วยไฟฟ้าเคมี

2) วิธีการวิเคราะห์คุณภาพน้ำ

2.1) การวิเคราะห์ค่าซีโอดี (Determination of chemical Oxygen Demand : COD)

2.1.1) การเตรียมสารละลาย

1. สารละลายมาตรฐานโพแทสเซียมไดโครเมต 0.25 นอร์มัล (N)

ละลายโพแทสเซียมไดโครเมต ($K_2Cr_2O_7$) 12.259 กรัม ซึ่งอบแห้งที่ $103^\circ C$ เป็นเวลา 2 ชม. ในน้ำกลั่น แล้วปรับปริมาตรให้เป็น 1 ลิตร

2. กรดซัลฟิวริกเข้มข้นที่ผสมซิลเวอร์ซัลเฟต (Sulfuric Acid reagent)

ละลายซิลเวอร์ซัลเฟต (Ag_2SO_4) 8.8 กรัม ในกรดซัลฟิวริกเข้มข้น (Conc. H_2SO_4) 1 ลิตร แล้วตั้งทิ้งไว้ 1-2 วันเพื่อให้สารละลาย

3. สารละลายเฟอโรอินอินดิเคเตอร์ (ferroin indicator solution)

ละลาย 1-10 ฟีนแอนโทรลีนโมโนไฮเดรต (1,10-phenanthroline monohydrate : $C_{12}H_8N_2 \cdot H_2O$) 1.485 กรัม และเฟอริกซัลเฟตเฮปตะไฮเดรต ($FeSO_4 \cdot 7H_2O$) 0.695 กรัม ในน้ำกลั่น แล้วเจือจางให้เป็น 100 มิลลิลิตร

4. สารละลายมาตรฐานเฟอร์รัสแอมโมเนียมซัลเฟต (FAS) 0.1 นอร์มัล

เฟอร์รัสแอมโมเนียมซัลเฟต ($Fe(NH_4)_2(SO_4)_2 \cdot 6H_2O$) 39 กรัม ในน้ำกลั่น แล้วเติมกรดซัลฟิวริกเข้มข้น (conc. H_2SO_4) ลงไป 20 มิลลิลิตร ทำให้เย็นแล้วปรับปริมาตรด้วยน้ำกลั่นให้มีปริมาตรเป็น 1 ลิตร

สารละลายนี้ต้องนำมาหาความเข้มข้นที่แน่นอนด้วยสารละลายมาตรฐานโพแทสเซียมไดโครเมต ($K_2Cr_2O_7$) 0.25 นอร์มัล ดังนี้ คือ นำสารละลายมาตรฐานโพแทสเซียมไดโครเมต 0.25 นอร์มัล 10 มิลลิลิตร มาเติมน้ำกลั่น 90 มิลลิลิตร แล้วเติมกรดซัลฟิวริกเข้มข้น (conc. H_2SO_4) ลงไป 30 มิลลิลิตร ทิ้งไว้ให้เย็น แล้วนำมาไทเทรตกับสารละลายมาตรฐานเฟอร์รัสแอมโมเนียมซัลเฟต (FAS) 0.25 นอร์มัล โดยใช้เฟอโรอิน จำนวน 2-3 หยด เป็นอินดิเคเตอร์ สารละลายจะเปลี่ยนจากสีเหลืองเป็นสีฟ้าอมเขียวและเป็นสีน้ำตาลแดงที่จุดยุติ

$$\text{Normality of FAS solution} = \frac{\text{ml } K_2Cr_2O_7}{\text{ml } Fe(NH_4)_2(SO_4)_2} \times 0.25$$

5. เมอร์คิวริกซัลเฟต ($HgSO_4$)

6. ซิลเวอร์ซัลเฟต ($AgSO_4$)

2.1.2) วิธีการวิเคราะห์

1. เติมน้ำตัวอย่าง 20 มิลลิลิตร ลงในขวดรีฟลักซ์ ใส่เมอร์คิวริกซัลเฟต (HgSO_4) 0.4 กรัม พร้อมด้วย glass bead 2-3 เม็ด ลงในขวด แล้วเติมสารละลายมาตรฐานโพแทสเซียมไดโครเมต ($\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$) 10 มิลลิลิตร เขย่าให้เข้ากัน

2. ค่อย ๆ เติม กรดซัลฟิวริกเข้มข้นที่ผสมซิลเวอร์ซัลเฟต ลงไป 30 มล. ลงที่ปากคอนเดนเซอร์ (ไม่ต้องเขย่า) นำขวดรีฟลักซ์นี้ไปต่อกับเครื่องควบแน่น ค่อย ๆ หมุนขวดให้ส่วนผสมเข้ากันดีก่อน แล้วจึงทำการรีฟลักซ์เป็นเวลานาน 2 ชม. ปล่อยให้เย็น ใช้น้ำกลั่นฉีดล้างเครื่องควบแน่นก่อนที่จะถอดขวดรีฟลักซ์ออกไปไทเทรต

3. ทำแบลнк (Blank) โดยใช้ น้ำกลั่น 20 มล. และสารเคมีต่าง ๆ เหมือนที่ใช้วิเคราะห์น้ำตัวอย่าง แล้วทำการรีฟลักซ์ไปพร้อมกับตัวอย่าง

4. ไทเทรตหาปริมาณโพแทสเซียมไดโครเมต ($\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$) ที่เหลือ หรือมากเกินไปด้วยสารละลายมาตรฐานเฟอร์รัสแอมโมเนียมซัลเฟต 0.05 นอร์มัล (FAS) โดยใช้สารละลายเฟอร์โรอิน (ferroin) เป็นอินดิเคเตอร์ 2-3 หยด (ควรใช้ปริมาณอินดิเคเตอร์เท่า ๆ กันทุกตัวอย่าง) จะมีการเปลี่ยนแปลงจากสีเหลืองเป็นสีฟ้าอมเขียวและเป็นสีน้ำตาลแดงที่จุดยุติ จดปริมาตรสารละลายมาตรฐานเฟอร์รัสแอมโมเนียมซัลเฟต (FAS) ที่ใช้ไทเทรต

การคำนวณ

$$\text{COD, mg / L} = \frac{(a - b) \times N \times 8000}{\text{ml sample}}$$

a = ml ของสารละลายมาตรฐานเฟอร์รัสแอมโมเนียมซัลเฟตที่ใช้ไทเทรตแบลнк (Blank)

b = ml ของสารละลายมาตรฐานเฟอร์รัสแอมโมเนียมซัลเฟต ที่ใช้ไทเทรตน้ำตัวอย่าง

N = ความเข้มข้นเป็นนอร์มัลของสารละลายมาตรฐานเฟอร์รัสแอมโมเนียมซัลเฟตที่ใช้

2.2) การวิเคราะห์ค่า DO (Dissolved Oxygen)

2.2.1) การเตรียมสารละลาย

1. สารละลายแมงกานีสซัลเฟต

ละลายแมงกานีสซัลเฟตเตตระไฮเดรต ($\text{MnSO}_4 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$) 480 กรัม หรือแมงกานีสซัลเฟตเตตระไฮเดรต ($\text{MnSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) 400 กรัม หรือแมงกานีสซัลเฟตโมโนไฮเดรต ($\text{MnSO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$) 364 กรัม ในน้ำกลั่น กรองแล้วปรับปริมาตรเป็น 1 ลิตร

2. สารละลายอัลคาไล-ไอโอไดด์-เอไซด์ (alkali-iodide-azide reagent)

ละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ (NaOH) 500 กรัม (หรือโพแทสเซียมไฮดรอกไซด์ (KOH) 700 กรัม) และโซเดียมไอโอไดด์ (NaI) 135 กรัม (หรือโพแทสเซียมไอโอไดด์ (KI) 150 กรัม) ในน้ำกลั่น แล้วเจือจางให้มีปริมาตรเป็น 1 ลิตร และละลายโซเดียมเอไซด์ NaN_3 10 กรัม ในน้ำกลั่น 40 มิลลิลิตร แล้วเติมลงในสารละลายข้างต้น

3. conc. H_2SO_4

4. น้ำเป้ง

ละลายเป้ง 5 กรัมในน้ำต้ม แล้วปรับปริมาตรเป็น 1 ลิตร ถ้าต้องการเก็บไว้เป็นเวลานาน (เดิม) กรดซาลิไซลิก (salicylic acid) 1.25 กรัม หรือทูลูอิน (toluene) 2-3 หยดต่อ น้ำเป้ง 1 ลิตร

5. สารละลายโซเดียมไทโอซัลเฟต ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$) 0.025 นอร์มัล (N)

ละลายโซเดียมไทโอซัลเฟตเพนตะไฮเดรต ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$) 6.205 กรัมในน้ำกลั่นต้มเดือด ทิ้งไว้ให้เย็นแล้วปรับปริมาตรเป็น 1 ลิตร

6. สารละลายมาตรฐานโพแทสเซียมไดโครเมต ($\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$) 0.025 นอร์มัล (N)

ละลายโพแทสเซียมไดโครเมต ($\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$) 1.226 กรัม ในน้ำกลั่น 1 ลิตร

7. การหาความเข้มข้นที่แน่นอนของสารละลายโซเดียมไทโอซัลเฟต

เพื่อปรับความเข้มข้นของสารละลายมาตรฐานโซเดียมไทโอซัลเฟต ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$) ที่เตรียมไว้ให้เท่ากับ 0.025 นอร์มัลพอดี เพื่อสะดวกในการคำนวณ สามารถทำได้ดังนี้

ละลายโพแทสเซียมไอโอไดด์ (KI) 2 กรัมด้วยน้ำกลั่น 150 มิลลิลิตร ใส่ขวดรูปชมพู่ เติมน้ำ $\text{H}_2\text{SO}_4(1+9)$ 10 มิลลิลิตร ตามด้วยสารละลายมาตรฐานโพแทสเซียมไดโครเมต ($\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$) 0.025 นอร์มัล จำนวน 20 มิลลิลิตร ตั้งทิ้งไว้ในที่มืด 5 นาที เติมน้ำกลั่นจนได้ปริมาตร 200 มิลลิลิตร จากนั้นนำมาไทเทรตไอโอดีน (I_2) ที่ถูกขับออกมาด้วยสารละลายโซเดียมไทโอซัลเฟต ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$) ที่เตรียมไว้ ให้เติมน้ำเป้งเมื่อใกล้ถึงจุดยุติ (end point) ซึ่งสังเกตได้จากสีของสารละลายเป็นสีฟางข้าว ไทเทรตต่อจนถึงจุดยุติ สารละลายจะเปลี่ยนจากสีฟ้าเป็นไม่มีสี จดปริมาตร $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ ที่ใช้ไป แล้วนำมาคำนวณหาความเข้มข้นของสารละลายโดยใช้สูตร

$$\text{ความเข้มข้นของสารละลายโซเดียมไทโอซัลเฟต (N)} = \frac{0.025 \times 20}{A}$$

A = ปริมาตรสารละลายโซเดียมไทโอซัลเฟตที่ใช้ไทเทรต

สารละลายโซเดียมไทโอซัลเฟต ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$) ที่ใช้ที่มีความเข้มข้น 0.025 นอร์มัลพอดี ปริมาตรที่ใช้ในการไทเทรตจะเท่ากับ 20 มิลลิลิตรพอดี ถ้าปริมาตรของสารละลายโซเดียมไทโอซัลเฟต

2.2.2) วิธีการวิเคราะห์

1. เทตัวอย่างน้ำใส่ขวด BOD ขนาด 300 มิลลิลิตร ให้เต็มโดยวิธีกักน้ำ (ระวังอย่าให้มีฟองอากาศ)

2. เติมสารละลายแมงกานีสซัลเฟต 2 มิลลิลิตรและ alkali-iodide 2 มิลลิลิตร ลงในขวด BOD โดยทุกครั้งให้ปิดจุ่มอยู่ใต้น้ำ ปิดจุกอย่าให้มีฟองอากาศ ผสมให้เข้ากันโดยการคว่ำขวดไปมาหลาย ๆ ครั้ง เขย่าแล้วปล่อยให้ตะกอนนอนก้นจนได้น้ำใสประมาณ 1/3 ของขวด

3. เติมกรดซัลฟิวริกเข้มข้น (conc. H_2SO_4) 2 มิลลิลิตร ได้ผิวน้ำ ปิดจุกเขย่าจนตะกอนละลายหมด ตั้งทิ้งไว้ 5 นาที ก่อนนำไปไทเทรต สารละลายนี้จะเก็บได้ 2 ชั่วโมง

4. นำตัวอย่างน้ำในข้อ 3. มา 203* มิลลิลิตร ใส่ลงในขวดรูปชมพู่ไทเทรตด้วยสารละลายมาตรฐานโซเดียมไทโอซัลเฟต ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$) 0.025 นอร์มัล จนสารละลายมีสีจางลงก่อน จึงเติมน้ำแข็ง 1 มิลลิลิตร จะได้สีน้ำเงิน ไทเทรตต่อไปจนสีน้ำเงินจางหายไป

การคำนวณ

$$\text{DO (mg/L)} = \frac{\text{ml. Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \times 0.025 \times 8 \times 1000}{\text{ml ของตัวอย่างน้ำที่ใช้ในการไทเทรต}}$$

* หมายเหตุ

สารละลาย $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 0.025 N 1 มล. สมมูลกับ DO 0.2 มก. ดังนั้น $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 1 มล. จะสมมูลกับ DO 1 มก./ล เมื่อใช้ปริมาตรน้ำตัวอย่าง 200 มล. แต่เนื่องจากการสูญเสียตัวอย่างน้ำจากขวด BOD โดยการแทนที่สารละลายเคมีที่เติมลงไป 4 มล. ดังนั้นปริมาตรตัวอย่างที่ใช้ในการไทเทรต จึงควรเท่ากับ $\frac{200 \times 300}{(300 - 4)} = 203$ มล.

2.3) การวิเคราะห์ค่า BOD (Biochemical Oxygen Demand)

2.3.1) การเตรียมสารละลาย

1. สารละลายฟอสเฟตบัฟเฟอร์ (Phosphate buffer)

ละลายโพแทสเซียมไดไฮโดรเจนฟอสเฟต (KH_2PO_4) 8.5 กรัม , ไดโพแทสเซียมไฮโดรเจนฟอสเฟต (K_2HPO_4) 21.75 กรัม , ไดโซเดียมไฮโดรเจนฟอสเฟตเฮปตะไฮเดรต ($\text{Na}_2\text{HPO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$) 33.4 กรัม และ

2. สารละลายแมกนีเซียมซัลเฟต

ละลายแมกนีเซียมซัลเฟตเฮปตะไฮเดรต ($\text{MgSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$) 22.5 กรัม ในน้ำกลั่น แล้วเจือจางให้เป็น 1 ลิตร

3. สารละลายแคลเซียมคลอไรด์

ละลายแคลเซียมคลอไรด์ปราศจากน้ำ (anhydrous CaCl_2) 27.5 กรัม ในน้ำกลั่น แล้วเจือจางให้เป็น 1 ลิตร

4. สารละลายเฟอร์ริกคลอไรด์

ละลายเฟอร์ริกคลอไรด์เฮกซะไฮเดรต ($\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$) 0.25 กรัม ในน้ำกลั่น แล้วเจือจางให้เป็น 1 ลิตร

5. สารเคมีที่ใช้ในการวิเคราะห์ DO

2.3.2) วิธีการวิเคราะห์

การวิเคราะห์ค่า BOD สามารถทำได้ 2 วิธี คือ

วิธีที่ 1 การหาโดยตรง

ในกรณีที่ตัวอย่างมีค่า BOD ไม่เกิน 7 mg/L ไม่จำเป็นต้องเจือจางตัวอย่าง ส่วนใหญ่จะได้แก่น้ำจากแม่น้ำลำคลอง ให้วิเคราะห์ตัวอย่างตามขั้นตอนต่อไปนี้

1. ปรับอุณหภูมิตัวอย่างให้ได้ประมาณ 20 °C
2. เติมอากาศให้ตัวอย่างมีปริมาณออกซิเจนที่ละลายในน้ำใกล้จุดอิ่มตัว
3. เติมตัวอย่างในขวด BOD จำนวน 2 ขวด
4. วิเคราะห์หาปริมาณออกซิเจนที่ละลายน้ำในขวดที่ 1 ทันที
5. นำขวดที่ 2 เข้าเก็บในตู้ควบคุมอุณหภูมิที่ 20 °C เป็นเวลา 5 วัน
6. หลังจาก 5 วัน วิเคราะห์หาปริมาณออกซิเจนที่ละลายน้ำที่เหลืออยู่ในขวดที่ 2

วิธีที่ 2 การเจือจางน้ำตัวอย่าง

1. ตวงน้ำกลั่นให้มากกว่าปริมาตรที่จะใช้ 1 ลิตร ใส่ขวดบีโอดีที่สะอาด
2. เป่าอากาศที่สะอาดเพื่อเพิ่มออกซิเจนในน้ำ อย่างน้อย 1 ชั่วโมง
3. เติมสารละลายฟอสเฟตบัฟเฟอร์ แมกนีเซียมซัลเฟต แคลเซียมคลอไรด์และเฟอร์ริกคลอไรด์อย่างละ 1 มิลลิลิตร ต่อน้ำเจือจาง 1 ลิตร

4. กำหนดปริมาณการเจือจางตัวอย่างโดยส่วนใหญ่กำหนด 3 ช่วง ให้ครอบคลุมค่า BOD ที่ประเมินไว้ การเจือจางที่ดีควรให้ผลของ DO ที่เวลา 5 วัน มีค่าอย่างน้อย 1 mg/L และปริมาณของ DO ที่ลดลงหลังจากเวลา 5 วัน ควรมีค่าอย่างน้อย 2 mg/l การหาค่า COD ของตัวอย่าง ซึ่งสามารถรู้

น้ำเสียจากโรงงานอุตสาหกรรม ให้เจือจาง น้อยกว่า 1.0%

น้ำเสียชุมชน ให้เจือจาง 1 ถึง 5%

น้ำที่ผ่านการบำบัดทางชีวภาพ ให้เจือจาง 5 ถึง 25%

น้ำแม่น้ำที่เน่าเสีย ให้เจือจาง 25 ถึง 100%

สำหรับช่วงของค่า BOD ที่สัมพันธ์กับสัดส่วนการเจือจางนั้นแสดงไว้ในตารางข้างล่าง

ตารางที่ 3.2 ช่วงของค่า BOD กับวิธีการเจือจางต่าง ๆ ของตัวอย่าง

Using Percent mixtures		By direct pipetting into BOD bottles	
%mixture	Range of BOD	ml	Range of BOD
0.01	20,000-70,000	0.02	30,000-105,000
0.02	10,000-35,000	0.05	12,000-42,000
0.05	4,000-14,000	0.10	6,000-21,000
0.1	2,000-7,000	0.20	3,000-10,500
0.2	1,000-3,500	0.50	1,200- 4,200
0.5	400-1,400	1.0	600-2,100
1.0	200-700	2.0	300-1,050
2.0	100-350	5.0	120-420
5.0	40-140	10.0	60-210
10.0	20-70	20.0	30-105
20.0	10-35	50.0	12-42
50.0	2-14	100	6-21
100	0-7	300	0-5

From : Chemistry for Sanitary Engineering, Sawyer and McCarty, p. 424

3.3) ขั้นตอนการวิเคราะห์

1. เทตัวอย่างน้ำใส่ขวด BOD ขนาด 300 มิลลิลิตร ให้เต็มโดยวิธีกลักน้ำ (ระวังอย่าให้มีฟองอากาศ)
2. เติมน้ำละลายแมงกานีสซัลเฟต 2 มิลลิลิตรและ alkali-iodide 2 มิลลิลิตร ลงในขวด BOD โดยทุกครั้งให้ปิดจุ่มอยู่ใต้น้ำ ปิดจุกอย่าให้มีฟองอากาศ ผสมให้เข้ากันโดยการคว่ำขวดไปมาหลาย ๆ ครั้ง เขย่าแล้วปล่อยให้ตะกอนนอนก้นจนได้น้ำใสประมาณ 1/3 ของขวด

3. เติมกรดซัลฟิวริกเข้มข้น (conc. H_2SO_4) 2 มิลลิลิตร ได้ผิวน้ำ ปิดจุกเขย่าจนตะกอนละลายหมด ตั้งทิ้งไว้ 5 นาที ก่อนนำไปไทเทรต

4. นำตัวอย่างน้ำมา 203 มิลลิลิตร ใส่ลงในขวดรูปชมพู่ไทเทรตด้วยสารละลายมาตรฐานโซเดียมไทโอซัลเฟต ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$) 0.025 นอร์มัล จนสารละลายมีสีจางลงก่อน จึงเติมน้ำแบ่ง 1 มิลลิลิตร จะได้สีน้ำเงิน ไทเทรตต่อไปจนสีน้ำเงินจางหายไป

การคำนวณ

$$\text{DO (mg/L)} = \frac{\text{ml. Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \times 0.025 \times 8 \times 1000}{\text{ml ของตัวอย่างน้ำที่ใช้ในการไทเทรต}}$$

$$\text{และ BOD (mg/L)} = \text{DO}_0 - \text{DO}_5 \times \text{อัตราส่วนเจือจาง}$$

DO_0 = ค่าออกซิเจนละลายที่ไทเทรตได้ในวันแรก

DO_5 = ค่าออกซิเจนละลายที่ไทเทรตได้ในวันที่ 5

$$\text{อัตราส่วนเจือจาง} = \frac{\text{ปริมาณน้ำเต็มขวดบีโอดี (300มล.)}}{\text{ปริมาตรตัวอย่างที่ใช้}}$$