บทที่ 3
วิธีการทดลอง

3.1 การวิเคราะห์ค่าออกซิเจนละลายในน้ำ (Determination of Dissolved Oxygen in Water)

3.1.1 เครื่องมือและอุปกรณ์

1) ขวดบี โอ ดี ขนาด 300 มิลลิลิตร จำนวน 2 ขวด

2) Pipet ขนาด 3 และ 100 มิลลิลิตร

3) Buret ขนาด 50 มิลลิลิตร

4) Erlenmeyer flask ขนาด 250 และ 500 มิลลิลิตร

5) Beaker ขนาด 250 มิลลิลิตร

3.1.2 สารเคมี

1) สารละลายมาตรฐาน Potassium dichromate 0.00417 โมลาร์ ละลาย $K_2Cr_2O_7$ ที่อบแห้งแล้ว 1.266 กรัม ในน้ำกลั่น แล้วปรับปริมาตรด้วยน้ำกลั่นเป็น 1 ลิตร

2) KI

3) สารละลายกรด H_2SO_4 เข้มข้น 1:9 โดยปริมาตร

4) สารละลาย Maganese sulfate สารละลาย $MnSO_4.4H_2O$ 480 กรัม หรือ $MnSO_4.2H_2O$ 400 กรัม หรือ $MnSO_4.H_2O$ 364 กรัม ในน้ำกลั่น แล้วปรับปริมาตรด้วยน้ำกลั่นเป็น 1 ลิตร

5) สารละลาย Alkali-iodide-azide ละลาย NaOH 500 กรัม และ Nal 135 กรัม ในน้ำกลั่น แล้วปรับปริมาตรด้วยน้ำกลั่นเป็น 1 ลิตร เสร็จแล้วเติม NaN_3 10 กรัม ที่ละลายในน้ำกลั่น 40 มิลลิลิตร

6) Conc. H_2SO_4

7) น้ำแป้ง ละลายแป้งมัน 5 กรัม ในน้ำกลั่นประมาณ 50 มิลลิลิตร ค่อยๆ เทลงในน้ำกลั่นประมาณ 800 มิลลิลิตร ที่ต้มจนเดือดและคนจนเป็นเนื้อเดียวกัน เติมน้ำกลั่นจนเป็น 1 ลิตร ปล่อยให้เดือดประมาณ 5 นาที ปล่อยทิ้งให้เย็น เติมกรด Salicylic 1.25 กรัม หรือ Toluene 2-3 หยด ลงในน้ำแป้งเพื่อกันบูด

8) สารละลาย Sodium thiosulfate 0.0250 โมลาร์ สารละลาย $Na_2S_2O_3$ 6.205 กรัม ในน้ำกลั่นที่ต้มจนเดือดใหม่ๆ และปล่อยให้เย็น แล้วเติมจนปริมาตรเป็น 1 ลิตร

3.1.3 วิธีการทดลอง

ให้นักศึกษานำขวดบี โอ ดี ขนาด 300 มิลลิลิตร เก็บตัวอย่างน้ำตามแหล่งต่างๆในบริษัทสยามเซมี จำกัด (มหาชน) ถ้าแหล่งน้ำเดียวกันให้กระจายตำแหน่งและระดับความลึกที่แตกต่างกัน ก่อนเก็บให้กลั้วขวดบี โอ ดี ด้วยน้ำตัวอย่างก่อน 2-3 ครั้ง จึงเก็บ และรักษาตัวอย่างน้ำตามที่อธิบายข้างต้น และนำมาทำการทดลองหาค่า DO โดยมี 3 ขั้นตอนดังนี้

ตอนที่ 1 การปรับมาตรฐานสารละลาย $Na_2S_2O_3$ ด้วยสารละลายมาตรฐาน $K_2Cr_2O_7$ เข้มข้น 0.00417 โมลาร์

1) ละลาย KI 2 กรัม ใน Erlenmeyer flask ด้วยน้ำกลั่น 100 มิลลิลิตร

2) เติมกรด H_2SO_4 เข้มข้น 1:9 โดยปริมาตร 10 มิลลิลิตร

3) เติมสารละลายมาตรฐาน $K_2Cr_2O_7$ 20 มิลลิลิตร แล้วตั้งไว้ในที่มืด 5 นาที

4) เจือจางด้วยน้ำกลั่น 100 มิลลิลิตร แล้วไทเทรตสารละลาย I_2 ด้วยสารละลาย $Na_2S_2O_3$ จนมีสีเหลืองอ่อนแล้วจึงเติมน้ำแป้ง 1 มิลลิลิตร จะมีสีน้ำเงิน แล้วไทเทรตต่อด้วย $Na_2S_2O_3$ จนสีน้ำเงินหายไป บันทึกปริมาตรสารละลาย $Na_2S_2O_3$ ที่ใช้ นำไปคำนวณหาความเข้มข้นที่แท้จริงของสารละลาย $Na_2S_2O_3$ จากสูตร

การคำนวณ

$$\text{ความเข้มข้น } Na_2S_2O_3 \text{ mol/L} = \frac{6 \times 0.00417 \times 20}{\text{ml of } Na_2S_2O_3} \quad (1)$$

ตอนที่ 2 การหาค่า DO ของตัวอย่างน้ำ

นำตัวอย่างน้ำในขวดบี โอ ดี ขวดที่ 1 มาเติมสารละลายต่อไปนี้

1) สารละลาย $MnSO_4$ 2 มิลลิลิตร โดยให้ปลาย Pipet อยู่ใต้ผิวน้ำ

2) สารละลาย Alkali-iodide-azidec 2 ml โดยให้ปลาย Pipet อยู่ใต้ผิวน้ำ

3) ปิดจุกเขย่าแรงๆโดยกลับขวดไปมา 15 ครั้ง (ตะกอนคล้ายวุ้นสีอิฐ)

4) ปล่อยให้ตะกอนนอนก้น เขย่า แล้วปล่อยให้นอนก้นอีกครั้ง จนมีน้ำใสๆ ข้างบนประมาณ 100 มิลลิลิตร เติม Conc. H_2SO_4 2 มิลลิลิตร โดยปล่อยให้เป็นสายลงไปที่คอขวด

5) ปิดจุกเขย่าแรงๆจนตะกอนละลายหมดเหลือแต่น้ำสีเหลืองของไอโอดีน ตวงสารละลายที่ได้ 203 มิลลิลิตร (ซึ่งเท่ากับตัวอย่างน้ำ 200 มิลลิลิตร) ใส่ลงใน Erlenmeyer flask ขนาด 500 มิลลิลิตร แล้วนำไปไทเทรตด้วยสารละลาย $Na_2S_2O_3$ ที่ทราบความเข้มข้นแล้วในตอนที่ 1 บันทึกปริมาตร แล้วนำไปคำนวณตามสูตร

การคำนวณ

DO,mg/L = 40 Mv

M = ความเข้มข้นของ $Na_2S_2O_3$

V = ปริมาตรของ $Na_2S_2O_3$ ที่ได้จากการไทเทรต

ตอนที่ 3 นำขวดบี โอ ดี ขวดที่ 2 มาวัดค่า DO (Electrode membrane)

$$DO = 40\ MW \quad (2)$$

3.2 การวิเคราะห์หาค่าความต้องการออกซิเจนทางเคมีในน้ำ (Determination of Chemical Oxygen Demand in Water)

ตอนที่ 1 การวิเคราะห์ค่า COD แบบ Close Reflux ,Titrimetric method

3.2.1 เครื่องมือและอุปกรณ์

1) หลอดทดลองชนิด Borosilicate ขนาด 25 × 150 mm.

2) เตาอบที่อุณหภูมิ 150 $\pm$ 2 °C

3) Buret ขนาด 50 ml

4) Erlenmeyer flask

5) Evaporating dish

3.2.2 สารเคมี

1) สารละลาย Digestion reagent ละลาย $K_2Cr_2O_7$ มา 4.91 กรัม ซึ่งอบแห้งที่ 103 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง ในน้ำกลั่น 500 มิลลิลิตร ค่อยๆเติม Conc.H_2SO_4 167 มิลลิลิตร เติม $HgSO_4$ ลงไป 33 กรัม คนให้ละลาย ตั้งไว้ให้เย็นที่อุณหภูมิห้อง แล้วปรับปริมาตร ให้เป็น 1 ลิตร

2) กรด Sulfuric เข้มข้นที่ผสม $AgSO_4$ (Sulfuric Acid reagent) ละลาย Ag_2SO_4 22 กรัม ใน Conc.H_2SO_4 ซึ่งมีน้ำหนัก 4.1 กิโลกรัม (2.5 ลิตร) แล้วตั้งทิ้งไว้ 1-2 วัน เพื่อให้ละลาย

3) สารละลายมาตรฐาน Ferrous ammonium sulfate (FAS) 0.1 นอร์มอล ละลาย $Fe(NH_4)_2(SO_4)_2.6H_2O$ 39 กรัม ในน้ำกลั่น แล้วเติม Conc.H_2SO_4 ลงไป 20 มิลลิลิตร ทำให้เย็นแล้วปรับปริมาตรด้วยน้ำกลั่นให้มีปริมาตรเป็น 1 ลิตร

สารละลายนี้ต้องนำมาหาความเข้มข้นที่แน่นอนด้วยสารละลายมาตรฐาน $K_2Cr_2O_7$ 0.25 นอร์มอล ดังนี้ คือ นำสารละลายมาตรฐาน $K_2Cr_2O_7$ 0.25 N 10 มิลลิลิตร มาเติมน้ำกลั่น 90 มิลลิลิตร แล้วเติม Conc.H_2SO_4 ลงไป 30 มิลลิลิตร ทิ้งไว้ให้เย็น แล้วนำมาไทเทรตกับสารละลาย Ferrous ammonium sulfate (FAS) โดยใช้ Ferrion จำนวน 2-3 หยด เป็นอินดิเคเตอร์ สารละลายจะเปลี่ยนจากสีเหลืองเป็นสีฟ้าอมเขียวและเป็นสีน้ำตาลแดงที่จุดยุติ

การคำนวณ

$$\text{Normality of FAS solution} = \frac{\text{ml of } K_2Cr_2O_7 \times 0.25}{\text{ml of } 2(SO_4)2.6H_2O} \quad (3)$$

4) สารละลาย Ferroin อินดิเคเตอร์ ละลาย 1-10 Phenantroline monohydrate 1.485 กรัม และ FeSO4.7H2O 695 มิลลิกรัม ในน้ำกลั่น แล้วเติมน้ำกลั่นจนมีปริมาตรครบ 100 มิลลิลิตร

5) Mercuric sulfate (HgSO4)

6) Silver sulfate (AgSO4)

3.2.3 วิธีการทดลอง

1) ล้างหลอดทดลอง และฝาจุกด้วยกรด H_2SO_4 20% เพื่อป้องกันการปนเปื้อนจากสารอินทรีย์

2) ปิเปตตัวอย่างน้ำ 2.5 มิลลิลิตร ใส่ลงในหลอดทดลอง แล้วเติม Digestion reagent ลงไป 1.5 มิลลิลิตร

3) ค่อยๆเติม Conc. H_2SO_4 ที่ผสม AgSO4 ลงไป 3.5 มิลลิลิตร ให้ไหลลงก้นหลอดแก้ว เพื่อให้ชั้นของกรดอยู่ใต้ชั้นของตัวอย่างและ Digestion reagent

หมายเหตุ ภายหลังการเติมกรด H_2SO_4 ให้สังเกตสีของตัวอย่างต่อไปนี้

ถ้าได้สีเขียว แสดงว่า $K_2Cr_2O_7$ เหลืออยู่มาก ใช้ปริมาณน้ำตัวอย่างน้อยเกินไปต้องเพิ่มปริมาณตัวอย่างน้ำ

ถ้าได้สีเขียวอมเหลือง แสดงว่าปริมาณตัวอย่างน้ำเหมาะสม สามารถนำตัวอย่างไปรีฟลักซ์ได้

ถ้าได้สีเขียวอมฟ้า แสดงว่า ปริมาณตัวอย่างน้ำมากเกินไป ต้องทำการเจือจางตัวอย่างน้ำให้มีความเข้มข้นน้อยกว่านี้ โดยใช้อัตราส่วนระหว่างน้ำตัวอย่าง : น้ำกลั่น เท่าไหร่ก็ได้

4) ปิดจุกหลอดแก้วให้แน่น แล้วคว่ำหลอดแก้วไปมาหลายๆครั้ง อย่างทั่วถึงก่อนจะนำตัวอย่างไปรีฟลักซ์ เพื่อป้องกันไม่ให้เกิดความร้อนสะสมอยู่ที่ก้นหลอด ซึ่งอาจแตกได้ในขณะรีฟลักซ์

5) ให้ทำ Blank โดยใช้น้ำกลั่นแทนน้ำตัวอย่างด้วยวิธีการทดลองเช่นเดียวกันกับการวิเคราะห์ตัวอย่างน้ำ

6) นำหลอดแก้วทั้งหมดที่ใส่ตัวอย่างน้ำและ Blank วางบนที่ตั้งหลอดทดลอง แล้วเอาเข้าเตาอบที่ทำให้อุณหภูมิสูงถึง 150 + 2 องศาเซลเซียส เมื่อครบเวลา 2 ชั่วโมง ให้นำตัวอย่างออกมาทิ้งไว้ที่อุณหภูมิห้องจนกระทั่งเย็น

7) เทตัวอย่างจากหลอดทดลองใส่ลงในขวดรูปชมพู่ แล้วไทเทรตกับสารละลาย FAS จนกระทั่งถึงจุดยุติ โดยใช้ Ferroin เป็นอินดิเคเตอร์ 2-3 หยด การเปลี่ยนแปลงจากสีเหลืองเป็นสีฟ้าอมเขียว และเป็นสีน้ำตาลแดงที่จุดยุติ อ่านปริมาตรที่ไทเทรตตอนเริ่มเปลี่ยนสีน้ำตาลแดงทันที

การคำนวณ

$$\text{COD,mg/L} = \frac{(a-b)\times n \times 8000}{\text{ml of sample}} \quad (4)$$

a = มิลลิลิตร ของ $Fe(NH_4)_2(SO_4)_2$ ที่ใช้ในการไทเทรต Blank

b = มิลลิลิตร ของ $Fe(NH_4)_2(SO_4)_2$ ที่ใช้ในการไทเทรตน้ำตัวอย่าง

N = Normality ของ $Fe(NH_4)_2(SO_4)_2$ ที่ใช้

3.3 การวิเคราะห์ปริมาณน้ำมันและไขมันในน้ำ (Determination of Oil and Grease)

3.3.1 เครื่องมือและอุปกรณ์

1. Hot air oven
2. Water bath
3. Hot pleat
4. Analytical balance
5. Desiccator
6. Separator funnel ขนาด 500 หรือ 1000 ml
7. Beaker ขนาด 150 ml

3.3.2 สารเคมี

1. สารละลาย Methyl red
2. สารละลาย H2SO4 เข้มข้น 1 M
3. Hexane

3.3.3 วิธีการทดลอง

1) ล้างและอบ Evaporating dish ขนาด 125 มิลลิลิตร ที่ 103 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 1 ชั่วโมง และทำให้เย็นโดยเก็บใน Desiccator แล้วชั่งน้ำหนัก

2) ตวงน้ำตัวอย่าง 500 มิลลิลิตร หยด Methyl red 3 หยด แล้วหยดกรดจนตัวอย่างน้ำเป็นกรด (น้ำเปลี่ยนเป็นสีชมพู)

3) ถ่ายน้ำตัวอย่างใส่ Separator funnel แล้วสกัดด้วย hexane 2 ครั้ง ๆ ละ 20 มิลลิลิตร ถ่ายใส่ขวดรูปชมพู่ขนาด 125 มิลลิลิตร และใส่ $NaSO_4$ เพื่อกำจัดน้ำที่ผสมอยู่กับ hexane และถ่ายใส่ Evaporating dish ขนาด 125 มิลลิลิตร

4) ระเหย hexane ออกบน Hot plate จนเกือบแห้งแล้วนำไปอบที่อุณหภูมิ 103 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 1.30 ชั่วโมง ทำให้เย็นโดยเก็บใน Desiccator 30 นาที แล้วชั่งน้ำหนัก

การคำนวณ

$$\text{ปริมาณน้ำมันและไขมัน (ppm)} = \frac{(A-B)\times 10^6}{ml\ sample} \quad (5)$$

A = น้ำหนัก Evaporating dish หลังการทดลอง

B = น้ำหนัก Evaporating dish ก่อนการทดลอง

3.4 การวิเคราะห์ปริมาณของแข็งในน้ำ (Determination of Solids)

3.4.1 เครื่องมือและอุปกรณ์

1) Hot air oven

2) Water bath

3) Analytical balance

4) Evaporating dish

5) Desiccator

6) Buchner funnel

7) กระดาษกรองใยแก้ว GF/C ขนาดเส้นผ่าศูนย์กลาง 70 มิลลิเมตร

8) เครื่องกรอง พร้อมปั๊มดูดอากาศ

3.4.2 วิธีทดลอง

Total Solids (TS)

1) นำ Evaporating dish ที่มีน้ำหนักคงที่แล้วจาก Desiccator มาชั่ง สมมุติให้น้ำหนัก = A กรัม

2) คนตัวอย่างน้ำให้เข้ากันแล้วตวงโดยใช้กระบอกตวง 50 มิลลิลิตร (ปริมาตรที่ใช้ขึ้นกับปริมาณของแข็งในน้ำ) ทำการกรองตัวอย่างน้ำที่ตวงไว้ ใส่น้ำตัวอย่างที่กรองแล้วใน Desiccator (ข้อ 1) นำไประเหยบน Water bath จนแห้ง

3) นำ Evaporating dish ที่ระเหยน้ำแล้วไปใส่ใน Hot air oven ที่อุณหภูมิ 103 – 105 °C เพื่อไล่ความชื้นประมาณ 1 ชั่วโมง แล้วนำไปทำให้เย็นใน Desiccator

4)เมื่อเย็นแล้วจึงนำมาชั่ง สมมุติ = B

การคำนวณ

$$\text{TS, mg/L} = \frac{(\mathbf{B-A})\times\mathbf{10^6}}{\mathbf{ml\ of\ sample}} \quad (6)$$

Suspended Solids (SS)

1) นำกระดาษกรอง GF/C ไปกรองด้วยน้ำกลั่นปริมาตร 100 มิลลิลิตร แล้วนำไปเข้า Hot air oven จนแห้ง ทำให้เย็น Desiccator

2) นำกระดาษกรอง GF/C ไปวางบน Evaporating dish มาชั่ง สมมุติได้น้ำหนัก = C กรัม

3) วางกระดาษกรองลงบน Buchner funnel ซึ่งต่อเข้ากับเครื่องดูดอากาศ ใช้น้ำกลั่นฉีดบนกระดาษกรองให้ทั่ว แล้วเปิดปั๊มดูดอากาศเพื่อให้กระดาษกรองแนบสนิทกับกรวยกรอง

4) ตวงตัวอย่างน้ำ 100 มิลลิลิตร ใส่ลงบนกระดาษกรองทีละนิด พยายามให้ของแข็งกระจายให้ทั่วกระดาษกรอง

5) ใช้น้ำกลั่นล้างของแข็งที่ติดอยู่ข้างกรวยกรองจนหมด และรอจนแห้ง แล้วใช้ปากคีบหยิบกระดาษกรองออกนำไปวางบนภาชนะเดิม

6) นำไปอบให้แห้งในตู้อบที่อุณหภูมิ 103 – 105 °C นานประมาณ 1 ชั่วโมง ทำให้เย็นใน Desiccator

แล้วนำไปชั่ง สมมุติได้น้ำหนัก = D กรัม

การคำนวณ

$$\text{SS, mg/L} = \frac{(\mathbf{D-C})\times\mathbf{10^6}}{\mathbf{ml\ of\ sample}} \quad (7)$$