

# เอกสารประกอบการสอน

รายวิชา 432 204 ปฏิบัติการเคมีสิ่งแวดล้อม 1

ดร. บุญชัย วิจิตรเสถียร  
สาขาวิชาวิศวกรรมสิ่งแวดล้อม  
สำนักวิชาวิศวกรรมศาสตร์  
มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีสุรนารี

ชั้นวาคม 2547

## สารบัญ

การทดลองที่	เรื่อง	หน้า
	ตัวอย่างรูปแบบการเขียนรายงาน	ค
1	การเตรียมสารละลายมาตรฐาน	1
2	pH, Acidity, Alkalinity และระบบคาร์บอเนต	4
3	การหาความขุ่น	11
4	การวัดสีในน้ำ	14
5	ความกระด้าง แคลเซียม และแมกเนเซียม	17
6	การหาคलोไรด์	23
7	การหาซัลเฟต	26
8	การก่อดั้วสารเชิงซ้อนและการวิเคราะห์หาเหล็ก	29
9	การหาแอมโมเนีย	33
10	การหาคลอรินตกค้างในน้ำ	37
	การบำบัดน้ำกระด้างด้วยปูนขาวและโซดาแอช	45
	การก่อดตะกอนด้วยสารส้ม	50

(ตัวอย่าง)

# รายงานปฏิบัติการเคมีสิ่งแวดล้อม 1

เรื่อง

การเตรียมสารละลายมาตรฐาน

โดย

นายมานะ ขันหมั่นเพียร

B4700001

รายงานนี้เป็นส่วนหนึ่งของรายวิชา 432 204 ปฏิบัติการเคมีสิ่งแวดล้อม 1

สาขาวิชาวิศวกรรมสิ่งแวดล้อม สำนักวิชาวิศวกรรมศาสตร์

มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีสุรนารี

พ.ศ. 2547

## รูปแบบการเขียนรายงานปฏิบัติการเคมีสิ่งแวดล้อม 1

รูปแบบการเขียนรายงานสำหรับรายวิชา 432 204 ปฏิบัติการเคมีสิ่งแวดล้อม 1 ประกอบด้วยโครงสร้างดังนี้

1. ปกรายงาน
2. บทคัดย่อ
3. บทนำ
4. วัตถุประสงค์และวิธีการทดลอง
5. ผลการทดลอง และวิจารณ์ผลการทดลอง
6. สรุปผลการทดลอง
7. เอกสารอ้างอิง

### 1. ปกรายงาน

หัวข้อปฏิบัติการที่นักศึกษาทำการทดลอง

### 2. บทคัดย่อ

สาระสังเขปที่มีความสมบูรณ์ที่สุด เป็นข้อเขียนที่บรรจุไว้ในย่อหน้าเดียวที่ประกอบด้วยประโยคสั้นๆ ซึ่งรวมถึงบทนำ วัตถุประสงค์ของหัวข้อปฏิบัติการ วัตถุประสงค์และวิธีการที่ใช้ในการทดลอง ผลการทดลองที่สำคัญที่ได้จากการทดลอง และสรุปว่าหมายถึงอะไร

### 3. บทนำ

ข้อเขียนเกี่ยวกับความเป็นมาและพื้นฐานของหัวข้อที่ทำการทดลอง รวมทั้งบอกสมมุติฐานหรือปัญหาของการทดลอง และบอกวัตถุประสงค์ของการทดลองในตอนท้ายของบทนำด้วย

### 4. วัตถุประสงค์และวิธีการทดลอง

ข้อเขียนที่บอกรายละเอียดเกี่ยวกับวัสดุ อุปกรณ์ สารเคมี และสิ่งทีนำมาทดลอง ตามด้วยวิธีการทดลองที่ชัดเจนว่าทำอะไร โดยให้แสดงเป็นแผนภาพ (Flow diagram)

### 5. ผลการทดลอง และวิจารณ์ผลการทดลอง

การรายงานข้อมูลที่ได้จากการทดลองนั้นๆ หรือการทดลองย่อยที่ได้ปฏิบัติจริงในเรื่องนั้นๆ โดยแสดงเป็นรูป และ/หรือตาราง รวมถึงการตีความหรือแปลความหมายของผลการทดลองนั้นให้เป็นข้อเขียน

อย่างละเอียด โดยนักศึกษาสามารถเปรียบเทียบผลที่ได้กับผลการทดลองในอดีต เช่นตำราเรียน เอกสารประกอบการเรียน และรายงานปฏิบัติการเคมีสิ่งแวดล้อมของกลุ่มอื่นๆ รวมทั้งการวิจารณ์ข้อขัดแย้ง และการถ้อยตามของผลการทดลอง และข้อเท็จจริงที่ได้รับ เพื่อการสนับสนุนสมมุติฐานที่วางไว้ให้ชัดเจน และหนักแน่นยิ่งขึ้น นอกจากนี้ในตอนสุดท้ายของบทวิจารณ์จะต้องมีข้อเขียนที่เกี่ยวกับข้อคิดเห็น

#### 6. สรุปผลการทดลอง

สรุปประเด็นสำคัญที่ได้รับจากการทดลอง และข้อแนะนำในประเด็นต่างๆ เพื่อให้การทดลองมีความสมบูรณ์มากยิ่งขึ้น

#### 7. เอกสารอ้างอิง

รายการของชื่อเรื่องหรือสิ่งพิมพ์ต่างๆ ที่นำมาใช้เพื่อการรวบรวมสนับสนุนและโต้แย้งข้อเท็จจริงต่างๆ ที่ปรากฏอยู่ในเรื่องที่ทำกรทดลอง รายการชื่อเรื่องหรือสิ่งพิมพ์ดังกล่าวมีรูปแบบของการจัดทำโดยเฉพาะ คือมีชื่อผู้แต่ง ชื่อเรื่อง ชื่อวารสารที่บรรจุสิ่งพิมพ์ ปีที่พิมพ์ และหน้าของสิ่งพิมพ์ ซึ่งจะปรากฏอยู่ในสิ่งพิมพ์แต่ละฉบับ



## การทดลองที่ 1

### การเตรียมสารละลายมาตรฐาน

#### วัตถุประสงค์

เพื่อให้นักศึกษาเข้าใจวิธีการเตรียมสารละลายมาตรฐานที่มีความถูกต้อง และแม่นยำ

#### ทฤษฎี

การเตรียมสารละลายมาตรฐาน (Standard Solutions) เป็นสิ่งสำคัญยิ่งในขั้นตอนการวิเคราะห์หาปริมาณสารทั้งทางด้านปริมาณและคุณภาพ ดังนั้นการเตรียมสารละลายมาตรฐานที่มีความถูกต้อง และความแม่นยำ ย่อมจะส่งผลให้การวิเคราะห์คุณภาพน้ำดี และน้ำเสีย (Water and Wastewater Analysis) นั้น มีความถูกต้อง ในการเตรียมสารละลายมาตรฐานโดยปกติจะเตรียมในหน่วยสารละลายเป็นนอร์มัลลิตี (Normality, N)

#### วิธีการทดลอง

1. เตรียมสารละลายมาตรฐานกรดซัลฟิวริก ( $H_2SO_4$ ) เข้มข้น 0.1 N จำนวน 500 ml โดยทำการไตเตรทเทียบกับสารละลาย  $Na_2CO_3$  โดยใช้สาร Methyl orange เป็นอินดิเคเตอร์ ให้สังเกตการเปลี่ยนสีของสารละลาย (จุดยุติ pH ประมาณ 4.3-4.5)
2. เตรียมสารละลายกรดซัลฟิวริก ( $H_2SO_4$ ) เข้มข้น 0.02 N จำนวน 500 ml จากสารละลายมาตรฐานกรดซัลฟิวริก ( $H_2SO_4$ ) เข้มข้น 1 N ที่ได้จากข้อ 1 (ให้นักศึกษาเก็บสารละลายไว้ใช้ในการทดลองที่ 2)
3. ตรวจสอบความเข้มข้นของสารละลาย  $H_2SO_4$  (ที่ได้จากข้อ 2) กับสารละลาย  $Na_2CO_3$  เข้มข้น 0.05 N
4. เตรียมสารละลายมาตรฐานโซเดียมไฮดรอกไซด์ (NaOH) เข้มข้น 0.1 N จำนวน 500 ml โดยทำการไตเตรทเทียบกับสารละลาย KHP (Potassium Hydrogen Phthalate,  $KHC_8H_4O_4$ ) โดยใช้สาร Phenolphthalein เป็นอินดิเคเตอร์ ให้สังเกตการเปลี่ยนสีของสารละลาย (จุดยุติ pH ประมาณ 8.3-8.7)
5. เตรียมสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ (NaOH) เข้มข้น 0.02 N จำนวน 500 ml จากสารละลายมาตรฐานโซเดียมไฮดรอกไซด์ (NaOH) เข้มข้น 1 N ที่ได้จากข้อ 4 (ให้นักศึกษาเก็บสารละลายไว้ใช้ในการทดลองที่ 2)
6. ตรวจสอบความเข้มข้นของสารละลาย NaOH (ที่ได้จากข้อ 5) กับสารละลาย KHP เข้มข้น 0.05 N

7. ตรวจสอบหาความเข้มข้นของสารละลายตัวอย่างที่ไม่รู้ความเข้มข้น

เครื่องมือทดลอง

- Magnetic stirrer and Magnetic bar
- Volumetric flasks, Burettes, Pipettes, Beakers, Erlenmeyer flasks

สารเคมี

- สารละลายกรดซัลฟิวริก
- สารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ (NaOH)
- สารละลายมาตรฐาน  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  0.05 N: อบ  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  3.5 กรัมที่อุณหภูมิ  $250^\circ\text{C}$  เป็นเวลา 4 ชั่วโมง ปล่อยให้เย็นใน desiccators ชั่ง  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  มา 2.5 กรัม เจือจางด้วยน้ำกลั่นจนได้ปริมาตร 1 ลิตร
- สารละลายมาตรฐาน Potassium Hydrogen Phthalate (KHP,  $\text{KHC}_8\text{H}_4\text{O}_4$ ) 0.05 N: บด KHP 15-20 กรัม อบให้แห้งที่อุณหภูมิ  $120^\circ\text{C}$  เป็นเวลา 2 ชั่วโมง ปล่อยให้เย็นใน desiccators ชั่ง KHP มา  $10.0 \pm 0.5$  กรัม เจือจางด้วยน้ำกลั่นจนได้ปริมาตร 1 ลิตร
- Phenolphthalein indicator: ละลาย Phenolphthalein disodium salt 5 g ในน้ำกลั่น 1 ลิตร
- Methyl orange indicator: ละลายผง Methyl orange 500 mg ในน้ำกลั่น 1 ลิตร
- สารละลายตัวอย่างไม่ทราบความเข้มข้น

การคำนวณ

$$N_1 V_1 = N_2 V_2$$

เมื่อ  $N_1, N_2$  = Normality ของสารละลายที่ 1 และ 2

$V_1, V_2$  = ปริมาตรของสารละลายที่ 1 และ 2

คำถามท้ายการทดลอง

1. ให้อธิบายความหมายของศัพท์ต่อไปนี้

- Molecular weight
- Equivalent weight
- Standard solution
- Moral solution
- Molar solution
- Normal solution



2. จงคำนวณหาจำนวนมิลลิลิตรของ NaOH เข้มข้น 1.0 N ที่ใช้ในการทำให้เป็นกลาง (Neutralization) ของกรด HCl เข้มข้น 0.5 g.
3. จงคำนวณหาจำนวนมิลลิลิตรของ NaOH เข้มข้น 1.0 N ที่ใช้ในการเตรียมสารละลาย NaOH เข้มข้น 0.05 N จำนวน 500 มิลลิลิตร
4. จงคำนวณหาจำนวนมิลลิลิตรของ H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> เข้มข้น 1.0 N ที่ใช้ในการเตรียมสารละลาย H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> เข้มข้น 0.05 N จำนวน 2 ลิตร

#### เอกสารอ้างอิง

APHA, AWWA, WPCF, 1998. *Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater*. 20<sup>th</sup> Edition, Washington DC, USA. ISBN: 0-87-553235-7.

Sawyer, C.N., McCarty, P.L., and Parkin, G.F., 1994. *Chemistry for Environmental Engineering*. 4<sup>th</sup> Edition, McGraw-Hill Inc. USA. ISBN: 0-07-113908-7.

## การทดลองที่ 2

### pH, Acidity, Alkalinity, และระบบคาร์บอเนต

#### วัตถุประสงค์

เพื่อให้นักศึกษาเข้าใจวิธีการ Titration ของกรดแก่/ด่างอ่อน และหลักการหา Acidity และ Alkalinity นักศึกษาสามารถคำนวณหาความเข้มข้นของ Species ต่าง ๆ ในระบบคาร์บอเนตได้จากการวัดค่า Alkalinity

#### ทฤษฎี

pH เป็นค่าที่ใช้วัดความเป็นกรด หรือความเป็นด่าง การหาค่า pH จะมีความสัมพันธ์กับการหาค่าความเป็นกรด และความเป็นด่าง ซึ่งเป็นค่าที่มีความสำคัญในกระบวนการ ก่อตะกอน, การทำน้ำอ่อน และการควบคุมการกัดกร่อน

Acidity เป็นค่าความสามารถของน้ำที่จะทำปฏิกิริยากับด่างจนถึง pH ค่าหนึ่ง (ปกติ pH 8.5) จึงกล่าวได้ว่า น้ำที่มี pH ต่ำกว่า 8.5 มีค่า Acidity โดยปกติ Acidity ของน้ำธรรมชาติจะเกิดจากคาร์บอนไดออกไซด์ และกรดแก่ น้ำที่มีคาร์บอนไดออกไซด์จะมี pH มากกว่า 4.5 ในขณะที่ กรดแก่จะมีค่า pH ต่ำกว่า 4.5 ในกรณีที่ค่า Acidity มีค่าสูงเกินไปจะทำให้แบคทีเรียหยุดการเจริญเติบโตหรือเจริญเติบโตช้าลง นอกจากนี้ยังทำให้เกิดการผุกร่อนของโลหะ คอนกรีต และสารอื่นๆ

Alkalinity เป็นค่าที่แสดงถึง ความสามารถในการสะเทินกรด หรือปริมาณของกรดที่ใช้ในการลด pH ต่ำลงถึง 4.5 ค่า Alkalinity ในน้ำธรรมชาติจะเกิดจากระบบคาร์บอเนต โดยสามารถแสดงด้วยสมการดังนี้

$$\text{Total Alkalinity} = [\text{HCO}_3^-] + 2[\text{CO}_3^{2-}] + [\text{OH}^-] - [\text{H}^+]$$

โดยที่ Total Alkalinity มีหน่วย eq/L หรือ moles H<sup>+</sup>/L

น้ำที่มีค่า Alkalinity สูงเป็นน้ำที่มีความสามารถในการต้านทานการเปลี่ยนแปลง pH ได้ดี คุณสมบัติข้อนี้มีความสำคัญหลายอย่าง เช่นช่วยให้ปฏิกิริยา Coagulation สามารถเกิดขึ้นได้ดี โดยไม่มีการลดต่ำลงของ pH นอกจากนี้ค่า Alkalinity ยังมีบทบาทสูงในการกำจัดความกระด้าง การป้องกันการกัดกร่อนโลหะ การตกตะกอนทางเคมี และการบำบัดน้ำเสียทางชีวภาพ เป็นต้น

น้ำจืดธรรมชาติส่วนใหญ่ มี pH อยู่ระหว่าง 6 ถึง 9 และใน pH ช่วงนี้ Species ของคาร์บอเนตคือ  $\text{HCO}_3^-$  ดังนั้นภายใต้สภาวะนี้ ค่า Alkalinity จึงเท่ากับความเข้มข้นของ bicarbonate ( $\text{HCO}_3^-$ ) แต่ Alkalinity ยังสามารถเกิดขึ้นได้จากไอออนของด่างแก่ จึงมีการให้คำนิยามดังนี้ (Sawyer, *et al.*, 1994)

Caustic Alkalinity: ปริมาณกรดแก่ (mol/L) ที่ใช้ในการลด pH ไปสู่ pH ที่มี  $\text{CO}_3^{2-}$  มาก ( $\text{pH}(\text{CO}_3^{2-}) = 10.5$ )

Carbonate Alkalinity: ปริมาณกรดแก่ (mol/L) ที่ใช้ในการลด pH ไปสู่ pH ที่มี  $\text{HCO}_3^-$  มาก ( $\text{pH}(\text{HCO}_3^-) = 8.3$ )

Total Alkalinity: ปริมาณกรดแก่ (mol/L) ที่ใช้ในการลด pH ไปสู่ pH ที่มี  $\text{H}_2\text{CO}_3$  หรือ  $\text{CO}_2$  มาก ( $\text{pH}(\text{CO}_2) = 4.3$ )

ในลักษณะเดียวกัน Acidity ก็ยังสามารถเกิดขึ้นได้หลาย ๆ ฟอर्म ดังคำนิยามนี้ (Sawyer, *et al.*, 1994)

Mineral Acidity: ปริมาณด่างแก่ (mol/L) ที่ใช้ในการเพิ่ม pH ไปสู่ pH ที่มี  $\text{H}_2\text{CO}_3$  หรือ  $\text{CO}_2$  มาก ( $\text{pH}(\text{CO}_2) = 4.3$ )

Carbon dioxide Acidity: ปริมาณด่างแก่ (mol/L) ที่ใช้ในการเพิ่ม pH ไปสู่ pH ที่มี  $\text{HCO}_3^-$  มาก ( $\text{pH}(\text{HCO}_3^-) = 8.3$ )

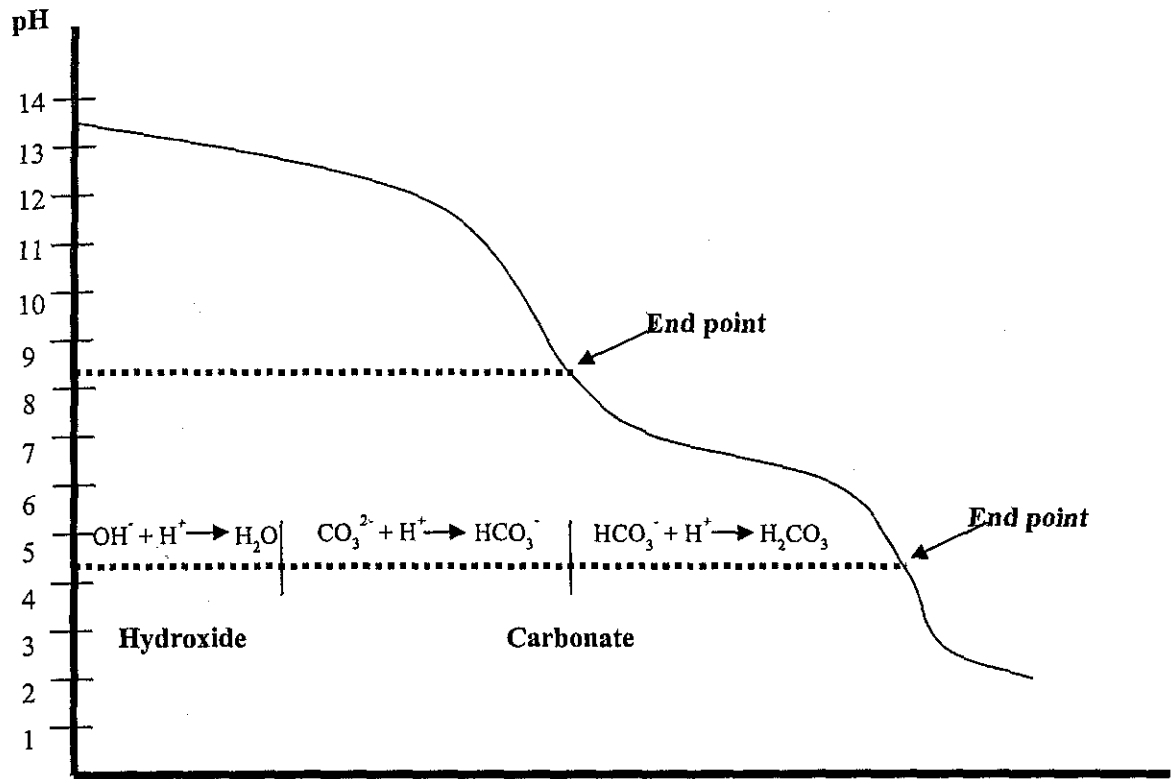
Total Acidity: ปริมาณด่างแก่ (mol/L) ที่ใช้ในการเพิ่ม pH ไปสู่ pH ที่มี  $\text{CO}_3^{2-}$  มาก ( $\text{pH}(\text{CO}_3^{2-}) = 10.5$ )

จากข้อมูลที่ได้กล่าวข้างต้นสามารถอธิบายได้ด้วยกราฟความสัมพันธ์ระหว่างการไตเตรทกับค่า Alkalinity ในรูปต่างๆดังแสดงในรูปที่ 1

ในการวิเคราะห์น้ำเพื่อกำหนดหาความเข้มข้นของ Species จากการทำให้ Alkalinity titration เราจะใช้สมมติฐานดังนี้

- $\text{H}^+$  มีความเข้มข้นน้อยเมื่อเปรียบเทียบกับ Species อื่น
- ครึ่งหนึ่งของ  $\text{CO}_3^{2-}$  ถูกเปลี่ยนไปเป็น  $\text{HCO}_3^-$  ที่  $\text{pH} = 8.3$  (Phenolphthalein endpoint)
- $\text{H}_2\text{CO}_3^*$  เป็น Species หลักที่  $\text{pH} = 4.3$  (Methyl orange endpoint)

ฉะนั้น ถ้า  $V_p$  เท่ากับปริมาตร (ml) ของกรดที่ทำให้ถึง Phenolphthalein endpoint,  $V_{mo}$  เท่ากับปริมาตร (ml) ของกรดจาก Phenolphthalein endpoint ไปสู่ Methyl orange endpoint,  $V$  เท่ากับปริมาตร (ml) ของตัวอย่าง, และ  $N$  คือ Normality ที่ใช้ในการ titration เราจะได้ตามตารางที่ 1



**Titration Curve for a Hydroxide-Carbonate Mixture**

รูปที่ 1 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างการไตเตรทตัวอย่างกับค่า Alkalinity ในรูปต่างๆ

ตารางที่ 1 การประเมินค่า Alkalinity

สภาพ Titration	Species ของ Alkalinity	Species (Normal / l
$V_p = V_{mo}$	$CO_3^{2-}$	$[CO_3^{2-}] = V_p * N * V^{-1}$
$V_p = 0$	$HCO_3^-$	$[HCO_3^-] = V_{mo} * N * V^{-1}$
$V_{mo} = 0$	$OH^-$	$[OH^-] = V_p * N * V^{-1}$
$V_{mo} > V_p$	$CO_3^{2-}$ และ $HCO_3^-$	$[CO_3^{2-}] = V_p * N * V^{-1}$ $[HCO_3^-] = (V_{mo} - V_p) * N * V^{-1}$
$V_p > V_{mo}$	$OH^-$ และ $CO_3^{2-}$	$[CO_3^{2-}] = V_{mo} * N * V^{-1}$ $[OH^-] = (V_p - V_{mo}) * N * V^{-1}$

## วิธีการทดลอง

1. หาคความเข้มข้นที่แท้จริงของสารละลายกรดซัลฟิวริก ( $H_2SO_4$ ) (ประมาณ 0.02 N) โดยทำ Titration กับสารละลายมาตรฐาน  $Na_2CO_3$  0.02 N 20 ml จำนวน 3 ตัวอย่าง ด้วยกรด ใช้ pH meter วัดให้ได้ pH = 4.3 หรือใช้สาร Methyl orange เป็นอินดิเคเตอร์ และสังเกตการเปลี่ยนสีของสารละลาย (ให้นักศึกษาใช้สารละลาย  $H_2SO_4$  ที่เตรียมไว้ใน การทดลองที่ 1)

2. หาคความเข้มข้นที่แท้จริงของสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ (NaOH) (ประมาณ 0.02 N) โดยทำ Titration กับสารละลายมาตรฐาน KHP (Potassium Hydrogen Phthalate,  $KHC_8H_4O_4$ ) 0.02 N 20 ml จำนวน 3 ตัวอย่าง ด้วยด่าง ใช้ pH meter วัดให้ได้ pH = 8.5 หรือใช้สาร Phenolphthalein เป็นอินดิเคเตอร์ และสังเกตการเปลี่ยนสีของสารละลาย (ให้นักศึกษาใช้สารละลาย NaOH ที่เตรียมไว้ใน การทดลองที่ 1)

3. ทำ Titration กับสารละลายตัวอย่างแต่ละชนิด (A ถึง E) ปริมาตร 50 ml ด้วยกรดที่ได้จากข้อ 1 ดังนี้

(ก) วัด pH เริ่มต้น ด้วย pH meter

(ข) เติม Phenolphthalein indicator 3-5 หยด แล้วทำ Titration บันทึกปริมาตร ( $V_p$ ) ของกรดที่ใช้เมื่อ Phenolphthalein ในตัวอย่างไม่มีสี และ/หรือ เมื่อ pH ถึง 8.3 ( $V_{8.3}$ )

(ค) เติม Methyl orange indicator 3-5 หยด แล้วทำ Titration บันทึกปริมาตร ( $V_{mo}$ ) ของกรดที่ใช้เมื่อ Methyl orange เปลี่ยนสี และ / หรือ เมื่อ pH ถึง 4.3 ( $V_{4.3}$ )

(ง) ในข้อ (ข) ถ้าเติม Phenolphthalein แล้วไม่มีสีเกิดขึ้น ให้บันทึกค่า pH แล้วเติม Methyl orange เพื่อทำการ titration ตามข้อ (ค)

3. นักศึกษาแต่ละกลุ่มจะต้องหา Titration Curve ของสารตัวอย่าง E โดยการวัด pH เริ่มต้นแล้วเติมกรดด้วยปริมาตรที่น้อยที่เหมาะสม พร้อมกับบันทึกค่า pH ที่ได้ ทำไป จนถึง 3.5 – 3.0

4. นักศึกษาหาค่า Alkalinity และ Acidity ของสารละลายตัวอย่างที่ไม่รู้ความเข้มข้น

## การรายงานผล

1. รายงานผลเป็นรูปตาราง

2. คำนวณหา hydroxide, carbonate และ bicarbonate alkalinity ของแต่ละตัวอย่าง

### การวิเคราะห์ข้อมูล

1. เปรียบเทียบความเข้มข้นของ Species ที่ได้จากการทดลองกับ ความเข้มข้นที่บอกไว้ในหัวข้อ สารเคมี สำหรับ 5 ตัวอย่าง โดยใช้วิธีประเมินในตารางที่ 1 ในการหาค่าความเข้มข้นจากข้อมูลที่ได้ในการ Titration
2. ในแต่ละตัวอย่างที่ทำการทดลอง ค่าความเข้มข้นของ  $\text{OH}^-$ ,  $\text{CO}_3^{2-}$  และ  $\text{HCO}_3^-$  แตกต่างไปจากค่าที่ให้ไว้ในหัวข้อ สารเคมี หรือไม่? ทำไม? หรือ  $\text{CO}_2$  ละลายลงไปในสารละลาย หรือระเหยออกไป?
3. ในตัวอย่าง E แสดง Titration curve และชี้จุด  $\text{pK}_{a1}$  และ  $\text{pK}_{a2}$  และที่ indicator endpoints หาจุดหักเห (Inflection points) ของ Titration curve เปรียบเทียบกับ  $\text{pK}_{a1}$ ,  $\text{pK}_{a2}$  , และ indicator endpoints. จงวิจารณ์เหตุผล
4. Buffer intensity มีนิยามว่า  $\beta = -dC_A / \text{dpH}$  โดยที่  $C_A$  คือ moles  $\text{H}^+/\text{L}$  ที่เติมลงไป จากข้อมูลที่ได้ในการกระทำ Titration curve จงคำนวณและเขียนกราฟ  $\beta$  กับ pH หารว่า ที่ pH ค่าใดมี buffer intensity สูงที่สุด? เปรียบเทียบความสัมพันธ์ ระหว่างค่า Buffer intensity สูงสุด และต่ำสุดจาก curve กับค่า  $\text{pK}_{a1}$  และ  $\text{pK}_{a2}$  ว่าเป็นอย่างไร

### เครื่องมือทดลอง

- pH meter (1 ต่อนักศึกษาหนึ่งกลุ่ม)
- Magnetic stirrer (1 ต่อนักศึกษาหนึ่งกลุ่ม)
- Magnetic bar (2 ต่อนักศึกษาหนึ่งกลุ่ม)
- Burette และ pipettes

### สารเคมี

- สารละลายมาตรฐาน Sulfuric acid, ประมาณ 0.02 N: ขั้นตอนการเตรียมการทดลองที่ 1
- สารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ (NaOH), ประมาณ 0.02 N: ขั้นตอนการเตรียมการทดลองที่ 1
- สารละลายมาตรฐาน  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  0.05 N: อบ  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  3.5 กรัมที่อุณหภูมิ  $250^\circ\text{C}$  เป็นเวลา 4 ชั่วโมง ปล่อยให้เย็นใน desiccators ชั่ง  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  มา 2.5 กรัม เจือจางด้วยน้ำกลั่นจนได้ปริมาตร 1 ลิตร (สารละลายนี้ควรใช้ภายใน 1 สัปดาห์)

สารละลายมาตรฐาน Potassium Hydrogen Phthalate (KHP,  $\text{KHC}_8\text{H}_4\text{O}_4$ ) 0.05 N: บด KHP 15-20 กรัม อบแห้งที่อุณหภูมิ 120 °C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง ปล่อยให้เย็นใน desiccators ซึ่ง KHP มา 10.0±0.5 กรัม เจือจางด้วยน้ำกลั่นจนได้ปริมาตร 1 ลิตร

**Phenolphthalein Indicator:** ละลาย Phenolphthalein disodium salt 5 g ลงในน้ำกลั่น 1 ลิตร

**Methyl Orange Indicator:** ละลายผง Methyl orange 500 mg ลงในน้ำกลั่น 1 ลิตร

สารละลายมาตรฐาน pH buffer: pH 4, pH 7, และ pH 10

สารละลายตัวอย่าง :

A. นำ 1 M NaOH 3 ml มาเจือจางด้วยน้ำกลั่นให้ได้ 1 ลิตร ( $[\text{OH}^-] = 3 \times 10^{-3} \text{ M}$ )

B. นำ 1 M NaOH 3 ml และ 1 ml  $\text{NaHCO}_3$  3 ml มาเจือจางด้วยน้ำกลั่นให้ได้ 1 ลิตร ( $[\text{CO}_3^{2-}] = 3 \times 10^{-3} \text{ M}$ )

C. นำ 1 M  $\text{NaHCO}_3$  3 ml มาเจือจางด้วยน้ำกลั่นให้ได้ 1 ลิตร ( $[\text{HCO}_3^-] = 3 \times 10^{-3} \text{ M}$ )

D. นำ 1 M NaOH 5 ml และ 1 M  $\text{NaHCO}_3$  3 ml มาเจือจางด้วยน้ำกลั่นให้ได้ 1 ลิตร ( $[\text{OH}^-] = 2 \times 10^{-3} \text{ M}$ ;  $[\text{CO}_3^{2-}] = 3 \times 10^{-3} \text{ M}$ )

E. นำ 1 M NaOH 3 ml และ 1 M  $\text{NaHCO}_3$  4 ml มาเจือจางด้วยน้ำกลั่นให้ได้ 1 ลิตร ( $[\text{HCO}_3^-] = 1 \times 10^{-3} \text{ M}$ ;  $[\text{CO}_3^{2-}] = 3 \times 10^{-3} \text{ M}$ )

(ตัวอย่างละ 250 ml ต่อนักศึกษาหนึ่งกลุ่ม)

สารละลายตัวอย่าง: สารละลายไม่ทราบความเข้มข้น และน้ำประปา

การคำนวณ

$$\text{Normality, } N = \frac{A * B}{53.00 * C}$$

โดยที่

A = g  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  ในน้ำ 1 ลิตร

B = ml สารละลาย  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  ที่ใช้ใน Titration

C = สารละลายกรดที่ใช้

$$\text{Alkalinity, mg/L as CaCO}_3 = \frac{A * N * 50000}{B}$$

โดยที่

A = ปริมาตร (ml) ของสารละลายกรดที่ใช้

N = Normality ของสารละลายกรด

B = ปริมาตร (ml) ของสารละลายตัวอย่าง

$$\text{Normality, } N = \frac{A * B}{204.2 * C}$$

โดยที่

- A = g KHP ในน้ำ 1 ลิตร
- B = ml สารละลาย KHP ที่ใช้ใน Titration
- C = สารละลาย NaOH ที่ใช้

$$\text{Acidity, mg/L as CaCO}_3 = \frac{(A * B) - (C * D) * 50000}{\text{ml sample}}$$

โดยที่

- A = ปริมาตร (ml) ของสารละลาย NaOH ที่ใช้
- B = Normality ของสารละลาย NaOH
- C = ปริมาตร (ml) ของสารละลายกรดที่ใช้
- D = Normality ของสารละลายกรด

#### คำถามท้ายการทดลอง

1. จงหาความเข้มข้นของ  $[\text{OH}^-]$  ถ้าความเข้มข้น  $[\text{H}^+]$  เท่ากับ  $3 \times 10^{-2} \text{ mol/L}$
2. จงหาค่า pH ที่เพิ่มขึ้นเมื่อความเข้มข้นของ  $[\text{H}^+]$  ลดลง 50%
3. ให้นักศึกษาหาค่า Acidity และค่า Alkalinity ของตัวอย่างที่มีค่า pH ดังนี้ 6.5, 3.5, 9.0, และ 7.4 ตามลำดับ
4. สิ่งรบกวนการวิเคราะห์หาค่า Alkalinity และ Acidity มีอะไรบ้าง ให้อธิบาย

#### เอกสารอ้างอิง

APHA, AWWA, WPCF, 1998. *Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater*. 20<sup>th</sup> Edition, Washington DC, USA. ISBN: 0-87-553235-7.

Sawyer, C.N., McCarty, P.L., and Parkin, G.F., 1994. *Chemistry for Environmental Engineering*. 4<sup>th</sup> Edition, McGraw-Hill Inc. USA. ISBN: 0-07-113908-7.



### การทดลองที่ 3 การหาค่าความขุ่น

#### วัตถุประสงค์

เพื่อหาความสัมพันธ์ของการวัดความขุ่นด้วยวิธีการต่าง ๆ และหาความสัมพันธ์ระหว่างความเข้มข้นของอนุภาคชนิดต่าง ๆ กับค่าความขุ่น

#### ทฤษฎี

ความขุ่นในน้ำเกิดขึ้นจากการที่น้ำมีสารแขวนลอย ซึ่งรบกวนเส้นทางของแสงที่ส่องผ่าน ทำให้เกิดการหักเห อันเป็นผลให้ความลึกที่เห็นได้ (Visual Depth) ลดลง สารแขวนลอยที่ทำให้เกิดความขุ่นมีหลายชนิด ตั้งแต่สารคอลลอยด์ไปจนถึงเม็ดอนุภาค ทั้งนี้ขึ้นอยู่กับความปั่นป่วนของน้ำ กล่าวคือความขุ่นในน้ำนิ่ง เช่น ในทะเลสาบ หรืออ่างเก็บน้ำจะเกิดจากคอลลอยด์ หรือสารแขวนลอยที่มีขนาดเล็ก ๆ แต่ในแม่น้ำที่ไหลหลาก ความขุ่นจะเกิดจากเม็ดดิน เม็ดทรายซึ่งเป็นสารแขวนลอยที่มีขนาดใหญ่

ในการวัดค่าความขุ่นนั้น เมื่อแสงส่องผ่านสารแขวนลอย ปรากฏการณ์ต่าง ๆ จะเกิดขึ้น นั่นคือแสงอาจกระทบกับอิเล็กตรอนของอนุภาค แล้วหักเหกระจายไปในทิศทางต่าง ๆ กัน ด้วยความยาวคลื่นเหมือนเดิม แต่แสงบางส่วนมีความยาวคลื่นมากขึ้น บางส่วนถูกเปลี่ยนเป็นพลังงานความร้อนซึ่งมีความยาวคลื่นสูง รูปแบบของปรากฏการณ์ต่าง ๆ ข้างต้นที่เกิดขึ้น จะขึ้นอยู่กับ ขนาดและรูปร่างของอนุภาค และความยาวคลื่นของแสงที่ใช้วัด

หลักการที่ใช้วัดความขุ่นมี 2 วิธี คือ (1) วัดความเข้มของแสงที่วิ่งผ่านตัวอย่าง (Transmittance) เปรียบเทียบกับความเข้มของแสงจากแหล่ง และ (2) วัดความเข้มของแสงที่หักเหออกมา  $90^\circ$  (เรียก Nephelometry) ความขุ่นในน้ำอาจมีหน่วยเป็น NTU หรือ JTU ขึ้นอยู่กับอุปกรณ์ที่ใช้วัดความขุ่น NTU (Nephelometric Turbidity Unit) เป็นหน่วยความขุ่นที่ได้จากการใช้อุปกรณ์วัดความเข้มของแสงที่หักเหที่เรียกว่า Nephelometer ส่วน JTU (Jackson Turbidity Unit) เป็นหน่วยความขุ่นที่ได้จากการใช้อุปกรณ์ที่เรียกว่า Jackson Turbidimeter ซึ่งวัดปริมาณแสงที่เหลือจากการส่องผ่านอนุภาคความขุ่น ตัวอย่างเช่น ถ้า น้ำไม่มีสารแขวนลอย ก็จะไม่เกิดการหักเหของแสง เครื่องมือที่ใช้วัดความเข้มของแสงที่หักเหจะอ่านค่าได้เท่ากับศูนย์

สำหรับสารแขวนลอยที่มีความเข้มข้นปานกลาง ความเข้มข้นของอนุภาคจะมีความสัมพันธ์กับความเข้มของแสงที่ลอดผ่าน (Transmitted) ตามกฎของ Beer – Lambert (เรียกสั้น ๆ ว่า Beer's Law) ในขณะเดียวกัน ความเข้มของแสงที่เกิดการหักเห (Scattered) แบบ Nephelometry ก็ก็จะเกิดขึ้นด้วย จึงกล่าวได้ว่า การวัดความขุ่นของน้ำที่มีความเข้มข้นของสารแขวนลอยปานกลางสามารถกระทำได้ทั้ง 2 หลักการ แต่สำหรับสารแขวนลอยที่มีความขุ่นน้อย ๆ ความเข้มของแสงที่ลอดผ่านตัวอย่างจะลดลงน้อย

มาก ทำให้การใช้ค่า Transmittance ของแสงในการวัดความขุ่น ไม่มีความละเอียดที่ดีพอ ดังนั้นการวัดความเข้มของแสงที่หักเหเป็นมุม  $90^\circ$  จากทางเดินของแสง จึงมีความละเอียดที่ดีกว่าในการวัดความขุ่น

### วิธีการทดลอง

1. ปรับมาตรฐานเครื่องวัดความขุ่นทั้งแบบ Nephelometry และแบบ Transmittance โดยใช้สารละลายมาตรฐาน Formazine

2. เตรียมสารแขวนลอย Kaolinite 2 ชุด โดยให้แต่ละชุด มีความเข้มข้น 0, 15, 50, 100, 150, 200 และ 250 mg/l

2.1 สารแขวนลอย Kaolinite ชุดที่หนึ่งให้เติมสารละลายน้ำชา 5 ml ในแต่ละความเข้มข้น (เป็นส่วนหนึ่งของการทำเจือจาง) ก่อนวัดความขุ่นต้องเขย่าสารแขวนลอยทุกครั้ง

2.2 สารแขวนลอย Kaolinite ชุดที่สองไม่ต้องเติมสารละลายน้ำชา

3. วัดความขุ่นของสารแขวนลอย Formazine และ Kaolinite ด้วยเครื่องมือ Turbidimeter (เพื่อวัดการหักเหของแสง) และ Spectrophotometer (เพื่อวัด Transmittance) ที่ 400 nm.

### การวิเคราะห์ข้อมูล

1. สำหรับสารละลายมาตรฐาน Formazine ให้หาความสัมพันธ์ของค่าความขุ่นที่อ่านได้จากการวัดด้วย Transmittance และ Nephelometry อยากทราบว่า ค่าความขุ่นที่อ่านได้กับค่าความเข้มข้น มีความสัมพันธ์เป็นเส้นตรงหรือไม่? ถ้าไม่ เพราะอะไร?

2. เขียนกราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างค่าความขุ่นกับความเข้มข้น (mg/l) ของสารแขวนลอย Kaolinite อยากทราบว่า สีของน้ำชาจะทำให้เกิดค่าความขุ่นสูงขึ้นหรือต่ำลง เมื่อวัดด้วย (ก) วิธี Transmittance และ (ข) Nephelometry? ทำไม?

### เครื่องมือทดลอง

Turbidimeter (HACH Model 2100)

Spectrophotometer (Spectronic 21)

Volumetric flasks, pipettes, and beakers

### สารเคมี

สารแขวนลอยมาตรฐาน Formazine:

- สารละลาย A: ละลาย 1.000 g hydrazine sulfate  $(\text{NH}_2)_2\text{H}_2\text{SO}_4$  ในน้ำกลั่น แล้วเจือจางให้ได้ 100 ml (ระวัง: เป็นสารทำให้เกิดมะเร็ง อย่าสูดดม กิน หรือสัมผัสผิวหนัง)

- สารละลาย B: ละลาย 10.00 g hexamethylene tetramine (Common name: Hexamine)  $(\text{CH}_2)_6\text{N}_4$  ในน้ำกลั่นแล้วเจือจางให้ได้ 100 ml

- เติมสารละลาย A 25 ml เข้ากับสารละลาย B 25 ml เก็บไว้ 24 ชม. ที่  $25 \pm 3^\circ\text{C}$  แล้วเติมน้ำกลั่นให้ได้ 500 ml สารแขวนลอยนี้มีความขุ่น 400 NTU จากนั้นเตรียมสารละลายที่มีความขุ่น 200, 100, 50, 20 และ 10 NTU (สารละลายนี้ใช้ได้ภายใน 1 เดือน)

สารแขวนลอย Kaolinite: 500 mg/l

น้ำชา: ละลายชาผง (Instant tea) 15 g ลงในน้ำกลั่น แล้วเจือจางให้ได้ 1 ลิตร (ประมาณ 50 ml ต่อนักศึกษาหนึ่งกลุ่ม)

#### การคำนวณ

$$\text{NTU} = \frac{A * (B + C)}{C}$$

โดยที่ A = NTU ที่อ่านได้จากตัวอย่าง

B = ปริมาณน้ำกลั่น, ml

C = ปริมาตรตัวอย่างที่ใช้ในการเจือจาง, ml

#### คำถามท้ายการทดลอง

1. ให้นักศึกษาอธิบายว่าทำไมจึงไม่สามารถนำการวัดค่าความขุ่นน้ำตัวอย่างมาแสดงความเกี่ยวพันกันกับน้ำหนัของแข็ง (ความเข้มข้นของแข็ง) ในน้ำตัวอย่าง
2. สิ่งรบกวนการวิเคราะห์หาค่าความขุ่นมีอะไรบ้าง ให้อธิบาย

#### เอกสารอ้างอิง

APHA, AWWA, WPCF, 1998. *Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater*. 20<sup>th</sup> Edition, Washington DC, USA. ISBN: 0-87-553235-7.

Sawyer, C.N., McCarty, P.L., and Parkin, G.F., 1994. *Chemistry for Environmental Engineering*. 4<sup>th</sup> Edition, McGraw-Hill Inc. USA. ISBN: 0-07-113908-7.

## การทดลองที่ 4 การวัดสีในน้ำ

### วัตถุประสงค์

เพื่อสาธิตวิธีการใช้ Spectrophotometer ในการวัดสีและการประยุกต์ใช้ Beer's law.

### ทฤษฎี

สีในน้ำเกิดขึ้นจากอิออนของสารโลหะต่าง ๆ หรือวัสดุจำพวกฮิวมัสและฟิต และสามารถจำแนกได้เป็น 2 ประเภท คือ สีจริง (True color) เป็นสีของน้ำที่ไม่มีความขุ่น เกิดจากการย่อยสลายของพืชหรืออนุภาคคอลลอยด์ต่างๆ และ สีปรากฏ (Apparent color) ซึ่งประกอบด้วยทั้งสีจากสารละลายและสีที่เกิดจากสารแขวนลอยต่างๆ สำหรับการผลิตประปาและการบำบัดน้ำเสีย จะต้องกำจัดสีให้ได้เกณฑ์มาตรฐานและไม่เป็นที่น่ารังเกียจ

นอกจากนั้นสีในสารละลายยังใช้ประโยชน์ในการหาความเข้มข้นของสารได้หลายชนิด ตามหลักการของ Beer's Law คือ

$$\text{Log} \frac{I_0}{I} = A = abC$$

### โดยที่

- I = ความเข้มของแสงที่ลอดผ่าน (Transmitted) สารตัวอย่าง
- $I_0$  = ความเข้มข้นของแสงที่ลอดผ่านสารอ้างอิง (Blank)
- A = การดูดกลืนแสง (absorbance) (ไม่มีหน่วย)
- b = ความยาวที่แสงผ่าน (light path) (ปรกติมีหน่วย cm)
- a = ความสามารถในการดูดกลืนแสง (absorptivity) เป็นค่าคงที่สำหรับสารชนิดหนึ่ง ๆ และที่ความยาวคลื่นหนึ่ง ๆ
- C = ความเข้มข้นของสาร (g/l)

Beer's Law กล่าวว่า สำหรับสารละลายหนึ่ง ๆ การดูดกลืนแสง (absorbance) จะเป็นสัดส่วนโดยตรงกับความยาวของทางเดินแสง (light path length) และความเข้มข้นของสารที่ดูดกลืนแสงนั้น ฉะนั้น แสงที่ลอดผ่านสารละลายถูกตรวจวัดความเข้มในรูปของ Transmittance (T) โดยเท่ากับ  $I/I_0$  และ % T เท่ากับ  $I/I_0 \times 100$

เครื่องมือวัดสี (Colorimeter) หรือ Visible-wavelength spectrophotometer จะปล่อยแสงจากหลอดทั้งสแตนด้วยแถบความยาวคลื่นแคบ ๆ ผ่านปริซึม (หรือ diffraction grating) และมีหลอดรับภาพที่ไวต่อแสง (phototube) เพื่อวัดความเข้มแสง อาทิ เมื่อแสงที่มีความยาวคลื่นหนึ่งส่องผ่านตัวอย่าง แสงที่

ไม่ได้ถูกดูดกลืน โดยสารละลายจะไปกระทบหลอดภาพ และสัญญาณจะปรากฏบนมิเตอร์ของเครื่อง ดังนั้น ความละเอียดของการวิเคราะห์ตาม Beer's Law จะขึ้นอยู่กับการใช้ความยาวคลื่น ซึ่งเกี่ยวข้องกับ ความสามารถดูดกลืนแสงของสารละลายหนึ่ง ๆ โดยที่คุณลักษณะนี้จะเป็นฟังก์ชันของความยาวคลื่น ความละเอียดในการวัดจะเกิดขึ้นที่ความยาวคลื่นที่มีการดูดกลืนแสงมากที่สุด และที่ความยาวคลื่นนี้ ความเข้มข้นของสารละลายจะเป็น สัดส่วนตรงกับค่าความเข้มของแสงที่วัดได้

อย่างไรก็ตาม ยังมีปัจจัยหลายอย่างที่ทำให้ Beer's Law มีข้อผิดพลาดในการวัดสีเกิดขึ้นได้ อาทิเช่น หลอดใส่ตัวอย่างน้ำ (Cuvette) อาจจะถูกดูดกลืนแสงเข้าไปด้วย แต่เราสามารถแก้ไขทดแทนการดูดกลืนแสงนี้ได้ โดยการใช้ Blank นอกจากนี้ Beer's Law จะมีความผิดพลาดที่ความเข้มข้นสูง ๆ

### วิธีการทดลอง

1. เปิดเครื่อง Spectronic 21 และอุ่นเครื่องประมาณ 20 นาที
2. เตรียมสารละลาย p-Nitrophenol (ประมาณ  $3 \times 10^{-5}$  M) โดยเจือจางจากสารละลายมาตรฐานที่เตรียมไว้แล้วเติม 0.1 M NaOH ทีละหยด เพื่อปรับ pH ให้ถึง 9 (ถ้าเติมไปหนึ่งหรือสองหยดแล้ว สีเหลืองไม่เข้มขึ้นอีก แสดงว่า pH ถึง 9 แล้ว)
3. ใช้ Cuvette อันหนึ่งสำหรับสารอ้างอิง (ในที่นี้คือ น้ำกลั่น) ใส่ในเครื่องปรับความยาวคลื่นไปที่ 530 nm.
4. หมุนปุ่มควบคุมความเข้มแสงให้ได้ 80% T หรือสูงสุดที่เป็นไปได้ (100%) จากนั้นหมุนปุ่มความยาวคลื่น และให้สังเกตการเปลี่ยนแปลงของมิเตอร์ ซึ่งการเปลี่ยนแปลงนี้เนื่องจาก ลักษณะสมบัติของแสง การดูดกลืนแสงของ Cuvette และน้ำกลั่นที่ความยาวคลื่นต่าง ๆ ตลอดจนการไหวตัวของหลอดภาพ
5. ทำการวัด Adsorption spectrum ของสารละลายที่เตรียมในข้อ 2 ที่ความยาวคลื่น 350, 375, 400, 425, 450, 475, 500, 525 และ 550 nm โดยแต่ละความยาวคลื่นในดำเนินการดังนี้
  - ปรับความเข้มของแสงที่ลอดผ่านสารอ้างอิง ให้ได้ 100% T
  - วัดความเข้มของแสงที่ลอดผ่านสารตัวอย่าง บันทึกค่า %T และ Absorbance (การดูดกลืนแสง)
6. เขียนกราฟความสัมพันธ์ระหว่างความยาวคลื่นกับ Absorbance และระหว่างความยาวคลื่นกับ %T ในช่วงที่จะเกิด Absorbance สูงสุดให้วัดค่า Absorbance ทุกๆ ช่วงความยาวคลื่น 5 nm หลังจากนั้นให้เลือกความยาวคลื่นที่ดีที่สุด เพื่อใช้วิเคราะห์หาความเข้มข้นของสารตัวอย่างในขั้นตอนต่อไป (ปรึกษาอาจารย์ควบคุม ก่อนทำการทดลองต่อไป)

7. เตรียมสารละลายมาตรฐาน p-Nitrophenol ให้ได้ความเข้มข้น 5 ค่า โดยใช้ Volumetric flask (ระวังต้องปรับ pH ให้ถึง 9 ด้วย NaOH ที่ละหยด) ซึ่งความเข้มข้นทั้งหมดนี้ควรจะให้ค่า Absorbance ระหว่าง 0.1 – 0.7

8. ทำการวัดสารละลายในข้อ 7 ด้วยความยาวคลื่นที่ดีที่สุด โดยเริ่มวัดจากความเข้มข้นน้อยไปหามาก อ่านค่า Absorbance และ %Transmittance

9. เขียนกราฟ Absorbance กับความเข้มข้นสารละลาย p-Nitrophenol บน Arithmetic scale และ %Transmittance กับความเข้มข้นสารละลาย p-Nitrophenol บน Semi-log scale

10. หาค่าเข้มข้นของสารละลาย p-Nitrophenol ที่เตรียมไว้ (Unknown solution) ในหน่วย moles/l

### เครื่องมือทดลอง

Spectrophotometer (Spectronic 21) (หนึ่งเครื่องต่อนักศึกษาหนึ่งกลุ่ม)

Cuvettes – 1 cm light path (2 ต่อนักศึกษาหนึ่งกลุ่ม)

Pipettes

Volumetric flasks และ beakers

### สารเคมี

NaOH, 0.1 M : ละลาย 1 g NaOH ในน้ำกลั่น 250 ml (ใช้ประมาณ 30 ml ใส่ขวดหยดต่อนักศึกษาหนึ่งกลุ่ม)

p-Nitrophenol,  $10^{-3}$  M : เติม p-Nitrophenol 0.139 g ลงในน้ำกลั่น 500 ml ปรับ pH ให้มากกว่า 9 ด้วย 0.1 M NaOH แล้วเจือจางด้วยน้ำกลั่นให้ได้ 1 ลิตร (ใช้ประมาณ 250 ml ต่อนักศึกษาหนึ่งกลุ่ม)

p-Nitrophenol, ไม่รู้ความเข้มข้น

### คำถามท้ายการทดลอง

1. ให้นักศึกษาอธิบายสาเหตุของการเกิดสีในน้ำ และสามารถกำจัดสีได้อย่างไร
2. ให้นักศึกษาบอกความแตกต่างของ “สีจริง” และ “สีปรากฏ”

### เอกสารอ้างอิง

Sawyer, C.N., McCarty, P.L., and Parkin, G.F., 1994. *Chemistry for Environmental Engineering*. 4<sup>th</sup> Edition, McGraw-Hill Inc. USA. ISBN: 0-07-113908-7.

## การทดลองที่ 5

### ความกระด้าง แคลเซียม และแมกเนเซียม

#### วัตถุประสงค์

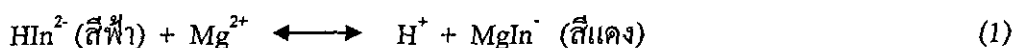
เพื่อให้นักศึกษาทราบหลักการใช้สารประกอบเชิงซ้อนในการวิเคราะห์หาค่าความกระด้างของน้ำ และความเข้มข้นของแคลเซียม และแมกเนเซียม

#### ทฤษฎี

น้ำกระด้าง (Hardness water) หมายถึง น้ำที่ต้องการสบู่ค่อนข้างมากจึงจะทำให้เกิดฟอง หรือน้ำที่ทำให้เกิดตะกอนใน Hot-water pipes, Heaters, Boilers และอื่นๆ น้ำกระด้างจะมีรสไม่เป็นปกติ สาเหตุหลักที่ทำให้เกิดความกระด้างในน้ำคือ แคลเซียม และแมกเนเซียม ซึ่งเป็นโลหะที่มีประจุ +2 มักพบมากที่สุด在水ธรรมชาติ ความกระด้างในน้ำสามารถแบ่งได้เป็น 2 ประเภทขึ้นอยู่กับการจับตัวกับไอออนลบ (เช่น  $\text{SO}_4^{2-}$  และ/หรือ  $\text{CO}_3^{2-}$ )

การวิเคราะห์ความกระด้างนิยมใช้หลักการของการก่อตัวสารประกอบเชิงซ้อนกับ divalent cations ซึ่งสารที่ทำให้เกิดเชิงซ้อนที่ใช้กันในทางปฏิบัติเรียกว่า Chelating agent (สารเชิงซ้อนที่เกิดขึ้นเรียกว่า Chelate) ในที่นี้ Chelating agent ได้แก่ Ethylene Diamine Tetraacetic Acid (EDTA) ซึ่งเป็นกรด Tetraprotic ( $\text{pK}_{a1} = 2.0$ ,  $\text{pK}_{a2} = 2.8$ ,  $\text{pK}_{a3} = 6.2$ , และ  $\text{pK}_{a4} = 10.3$ )

ในการวัดความกระด้างด้วย EDTA จะต้องระมัดระวังความสมดุล (Equilibrium) ที่แข่งขันกัน อันอาจทำให้การวิเคราะห์ผิดพลาด อาทิ สารละลายตัวอย่างจะต้องถูกทำให้สะเทินที่  $\text{pH} = 10.0 \pm 0.1$  เพื่อให้เกิดเสถียรภาพของสารเชิงซ้อนที่ดี (EDTA เชิงซ้อนจะมีเสถียรภาพสูงขึ้นเมื่อ pH สูงขึ้น) และการป้องกันการเกิด precipitation ของ cations เช่น  $\text{CaCO}_3(\text{s})$  และ  $\text{Mg}(\text{OH})_2(\text{s})$  ที่กำลังวิเคราะห์ ฉะนั้นจึงมีการใช้ Ammonia buffer เพื่อป้องกันการเกิด precipitation ดังกล่าว อย่างไรก็ตาม EDTA และสาร EDTA เชิงซ้อนจะไม่มีสี จึงต้องเติมสาร Chelating agent เพิ่มเติมเพื่อให้สังเกตจุดสุดท้ายของ titration ได้ง่ายขึ้นซึ่งได้แก่ Eriochrome Black T (EBT) โดยเป็นกรด triprotic ที่เป็น divalent anion มีสีน้ำเงินที่  $\text{pH} = 10$  (อยู่ในรูป  $\text{HIn}^{2-}$ ) ดังนั้นเมื่อเติม EBT ลงไปเล็กน้อยในน้ำตัวอย่างก่อน Titration ด้วย EDTA จะเกิดสารเชิงซ้อนของ  $\text{Mg}^{2+}$  เป็นสีแดงดังสมการ

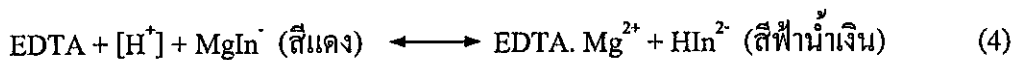


การใส่สาร EBT เพื่อให้สังเกต  $[\text{EDTA} \cdot \text{Mg}^{2+}]_{\text{complex}}$  ง่ายขึ้นที่จุดสุดท้าย (Endpoint) โดยเฉพาะอย่างยิ่งในกรณีตัวอย่างไม่มี  $\text{Mg}^{2+}$  อยู่เลย เมื่อทำ Titration ด้วย EDTA มันจะรวมตัวกับ  $\text{Ca}^{2+}$  ก่อนแล้ว

จึงรวมตัวกับ  $Mg^{2+}$  เนื่องจาก  $[EDTA \cdot Ca^{2+}]_{complex}$  มีเสถียรภาพมากกว่า  $[EDTA \cdot Mg^{2+}]_{complex}$  ตามสมการต่อไปนี่

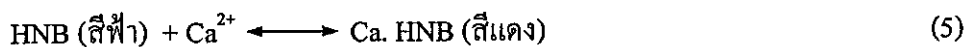


Cation ที่ถูกทำเชิงซ้อนด้วยแอมโมเนียจะหลุดออกมาเนื่องจากสาร EDTA เชิงซ้อนจะมีเสถียรภาพมากกว่า ภายหลังจากที่ EDTA ทำเชิงซ้อนกับ  $Mg^{2+}$  หมดแล้ว จะไปดึง  $Mg^{2+}$  มาจาก  $[MgIn^-]$  (สีแดง) ทำให้สมการ (1) เคลื่อนจากขวาไปซ้ายและทำให้เกิดสีน้ำเงินของ  $HIn^{2-}$  ดังนี้



### การวิเคราะห์ $Ca^{2+}$ ด้วย EDTA Titration

หลักการหา  $Ca^{2+}$  จะมีวิธีการคล้ายกับการหาความกระด้าง กล่าวคือ Hydroxynaphthol Blue (HNB) จะทำปฏิกิริยากับ  $Ca^{2+}$  เป็นสารประกอบเชิงซ้อนสีแดง เมื่อเติม EDTA ลงไป  $Ca^{2+}$  จะถูกดึงออกมาเป็น  $[EDTA \cdot Ca^{2+}]_{complex}$  และสีของสารละลายจะเปลี่ยนจากสีแดงของ  $[Ca \cdot HNB]_{complex}$  ไปเป็นสีฟ้าของ HNB อิสระ ดังสมการ:



Titration จะกระทำที่  $pH > 12$  เพื่อให้  $Mg^{2+}$  ตกตะกอนเป็น  $Mg(OH)_2(s)$  และไม่ทำปฏิกิริยากับ EDTA อย่างไรก็ตามที่  $pH > 12$  นี้ จะเกิดตะกอนของ  $CaCO_3(s)$  ด้วยเช่นกัน ซึ่งในระหว่าง Titration มันจะค่อยๆ ละลายออกมา ทำให้จุดสุดท้าย (Endpoint) ของ Titration ไม่สิ้นสุด แต่ปัญหานี้สามารถแก้ได้โดยการลอง Titration ครั้งหนึ่งก่อน เพื่อหาปริมาตรโดยประมาณ แล้วจึงทำ Titration จริงโดยเติม EDTA เกือบเท่า Titration ครั้งแรก จากนั้นปรับ  $pH$  ให้มากกว่า 12 แล้วรีบทำ Titration สูจุดสุดท้าย

### วิธีการทดลอง

#### ก. การหาความกระด้างทั้งหมด (Total Hardness)

1. ใสตัวอย่างน้ำ 50 ml ลงใน 125-ml Erlenmeyer flask
2. เติมสาร Buffer solution 1-2 ml ลงในตัวอย่าง  $pH$  ควรจะได้  $10.00 \pm 0.1$



3. เติม Eriochrome Black T indicator 3-4 หยด ตัวอย่างน้ำจะมีสีม่วง-แดง (ถ้าตัวอย่างน้ำมีสีฟ้า แสดงว่าไม่มีความกระด้าง)
4. ทำการไตเตรทด้วยสารละลายมาตรฐาน EDTA เข้มข้น 0.01 M จนได้สีฟ้า ระยะเวลาของ Titration ไม่ควรเกิน 5 นาที
5. ทำการไตเตรท กับตัวอย่างสารละลายที่ให้
6. ทำการไตเตรทกับน้ำกลั่นที่เติมด้วยสารละลาย Buffer เพื่อใช้เป็น "Blank"

#### ข. การหาความกระด้างแคลเซียม (Ca-Hardness)

1. นำตัวอย่าง 50 ml หรือน้อยกว่า (ให้มีปริมาณ  $\text{Ca}^{2+}$  น้อยกว่า 5-10 mg) ใส่ 125-ml Erlenmeyer flask แล้วเจือจางให้ได้ 50 ml ด้วยน้ำกลั่น
2. เติม 1 N NaOH 2-3 ml วัด pH ของตัวอย่างด้วย pH meter หรือกระดาษวัด pH ถ้า pH น้อยกว่า 12 เติม NaOH ลงไปอีก
3. จากนั้นใส่ HNB indicator ประมาณ 0.1-0.2 g ตัวอย่างน้ำจะมีสีชมพู-แดง (ถ้าตัวอย่างน้ำมีสีม่วง-ฟ้า แสดงว่าไม่มีความกระด้างแคลเซียม)
4. ทำการไตเตรทด้วยสารละลายมาตรฐาน EDTA เข้มข้น 0.01 M จนได้สีฟ้า
5. ทำการไตเตรทอีกครั้งเหมือน แต่ไม่เติม NaOH และ HNB indicator จนกระทั่งใกล้จุดยุติ (Endpoint) แล้วจึงเติม NaOH และ HNB จากนั้นให้รีบทำการไตเตรท (เพราะว่าตัวอย่างน้ำจะไม่มีเสถียรภาพในสภาวะต่าง)
6. ทำการไตเตรท กับตัวอย่างสารละลายที่ให้
7. ทำ Titration กับ Blank 50 ml น้ำกลั่นที่เติมด้วย NaOH

#### การวิเคราะห์ข้อมูล

- (1) รายงานข้อมูลความเข้มข้นของความกระด้างทั้งหมด ความกระด้างแคลเซียม และความกระด้างแมกเนเซียมของตัวอย่างน้ำในรูปของตาราง
- (2) คำนวณหาความกระด้างแคลเซียม และความกระด้างแมกเนเซียม ตามทฤษฎี
- (3) ให้อธิบายเปรียบเทียบข้อมูลที่ได้จากข้อ (1) และ (2)

#### อุปกรณ์ทดลอง

Burette และ Pipettes

Volumetric flasks และ Erlenmeyer flasks

pH meter หรือ pH paper

## สารเคมี

สารละลายมาตรฐาน EDTA, 0.01 M (1 ml = 1 mg hardness as CaCO<sub>3</sub>): ละลาย 3.723 g Disodium EDTA dihydrate ลงในน้ำกลั่น 1 ลิตร แล้วทำ Standardization กับสารละลายมาตรฐาน Calcium carbonate (ประมาณ 200 ml ต่อนักศึกษา 1 กลุ่ม)

สาร Buffer: ละลาย 16.9 g Ammonium chloride (NH<sub>4</sub>Cl) ในสารละลายเข้มข้น Ammonium Hydroxide 143 ml เติม Dimagnesium salt ของ EDTA 1.25 g แล้วเจือจางด้วยน้ำกลั่นให้ได้ 250 ml เก็บไว้ในขวดพลาสติกที่ปิดแน่น (ประมาณ 50 ml ต่อนักศึกษา 1 กลุ่ม)

Eriochrome Black T: ละลาย 0.5 g Eriochrome Black T และ 4.5 g Hydroxylamine hydrochloride ลงใน 95% Ethyl alcohol 100 ml

Methyl Red: ละลาย 0.1 g Methyl Red ลงใน Ethyl alcohol 50 ml แล้วเจือจางให้ได้ 100 ml ด้วยน้ำกลั่น

สารละลายตัวอย่าง: ตัวอย่างน้ำใช้กลุ่มละประมาณ 200 ml

- 100 mg/L as Mg : ละลาย 0.8458 g MgCl<sub>2</sub> 6H<sub>2</sub>O ในน้ำกลั่น 1 ลิตร
- 100 mg/L as Ca : ละลาย 0.2775 g CaCl<sub>2</sub> ในน้ำกลั่น 1 ลิตร
- 50 mg/L as Mg + 50 mg/L as Ca
- ตัวอย่างน้ำคิบหรือน้ำประปา

สารละลายมาตรฐาน Calcium carbonate : ชั่งผง CaCO<sub>3</sub> anhydrous 1.000 g ลงใน 500 ml Erlenmeyer flask แล้วใส่กรวยที่ flask ค่อย ๆ หยด 1 + 1 HCl ลงไปจนผง CaCO<sub>3</sub> ละลายหมด เติมน้ำกลั่น 200 ml แล้วต้มประมาณ 2-3 นาที เพื่อไล่ CO<sub>2</sub>(g) ปล่อยให้เย็น เติม methyl red 2 – 3 หยด ปรับ pH ของสารละลายให้ได้สีส้มกลาง ๆ ด้วย 3N NH<sub>4</sub>OH หรือ 1 + 1 HCl จากนั้นเทสารละลายลงใน Volumetric flask อย่างระมัดระวังแล้วเติมน้ำกลั่นให้ได้ 1000 ml (1 ml = 1.00 mg CaCO<sub>3</sub>)

สารละลาย 0.1 N NaOH: ละลาย NaOH 40 g ลงในน้ำกลั่น 1 ลิตร เก็บไว้ในขวดพลาสติก ปิดฝาให้แน่น

## ผง Hydroxynaphthol Blue

### การคำนวณ

$$\text{Hardness (mg/L as CaCO}_3\text{)} = \frac{A * B * 1000}{C} \quad (6)$$

โดยที่ A = ปริมาตร EDTA ที่ใช้ Titration (ml)

B = mg CaCO<sub>3</sub> สมมูลกับ 1.00 ml สารละลาย EDTA

C = ปริมาตรตัวอย่าง (ml)

$$\text{Ca (mg/l)} = \frac{A * B * 400.8}{C} \quad (7)$$

$$\text{Calcium Hardness (mg/l as CaCO}_3) = \frac{A * B * 1000}{C} \quad (8)$$

โดยที่ A = ปริมาตร EDTA ที่ใช้ Titration (ml)

B = mg CaCO<sub>3</sub> สมมูลกับ 1.00 ml สารละลาย EDTA

C = ปริมาตรตัวอย่าง (ml)

### คำถามท้ายการทดลอง

1. ความกระด้างของน้ำคืออะไร และอะไรคือสาเหตุของความกระด้าง
2. ในการหาความกระด้างของน้ำ ถ้าทำการทดลองที่ pH 9 (แทนที่ pH 10) จะได้ผลอย่างไร?
3. จงคำนวณหาปริมาณสูงสุดของแมกเนเซียม ที่จะละลายได้ ณ pH 12 โดยที่ Magnesium hydroxide [Mg(OH)<sub>2</sub>(s)] มีค่าคงที่ของการละลาย (Solubility Product, K<sub>sp</sub>) เท่ากับ 10<sup>-10.74</sup> ที่ 25°C
4. จงหาความกระด้างทั้งหมด, ความกระด้างถาวร และความกระด้างชั่วคราวในหน่วย mg/L as CaCO<sub>3</sub> ของตัวอย่างน้ำดังแสดงในตาราง

Parameter	Concentration (mg/L)
pH	7.8
Na <sup>+</sup>	20
K <sup>+</sup>	9
Ca <sup>+2</sup>	32
Mg <sup>+2</sup>	5
Cl <sup>-</sup>	40
HCO <sub>3</sub> <sup>-</sup>	70
CO <sub>3</sub> <sup>-2</sup>	0
SO <sub>4</sub> <sup>-2</sup>	8
NO <sub>3</sub> <sup>-</sup>	6

### เอกสารอ้างอิง

APHA, AWWA, WPCF, 1998. *Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater*. 20<sup>th</sup> Edition, Washington DC, USA. ISBN: 0-87-553235-7.

Sawyer, C.N., McCarty, P.L., and Parkin, G.F., 1994. *Chemistry for Environmental Engineering*. 4<sup>th</sup> Edition, McGraw-Hill Inc. USA. ISBN: 0-07-113908-7.

## การทดลองที่ 6 การหาคลอไรด์ (Cl<sup>-</sup>)

### วัตถุประสงค์

การทดลองนี้ได้ออกแบบเพื่อชี้ให้เห็นถึงแนวคิดในการก่อตะกอน (Precipitation) ตลอดจนการประยุกต์ใช้ในการวิเคราะห์เชิงปริมาณหาคลอไรด์ในน้ำ

### ทฤษฎี

คลอไรด์ (Cl<sup>-</sup>) ในรูปของคลอไรด์ (Cl<sup>-</sup>) เป็น anion ที่สำคัญทั้งในน้ำประปาและน้ำเสีย ในน้ำประปา รสเค็มของน้ำจากความเข้มข้นของ คลอไรด์ จะแปรเปลี่ยนและขึ้นอยู่กับองค์ประกอบ ทางเคมีของน้ำ กล่าวคือ น้ำที่มีคลอไรด์ประมาณ 250 mg/l จะมีรสเค็ม ในทางกลับกัน น้ำอาจไม่มีรสเค็ม ถึงแม้มีคลอไรด์ถึง 1000 mg/l ถ้า Cations เป็น Calcium และ Magnesium

วิธีวิเคราะห์หาคลอไรด์ ในการทดลองนี้เรียกว่า Mohr method หรือ Argentometric method โดยใช้สารละลาย Silver nitrate (AgNO<sub>3</sub>) เป็น titrant ทำปฏิกิริยากับคลอไรด์ในน้ำได้ตะกอนสีขาวของ Silver chloride (AgCl) ดังปฏิกิริยา Solubility:



จุดสุดท้ายของ Titration สามารถตรวจพบได้ด้วยสาร Potassium chromate (K<sub>2</sub>CrO<sub>4</sub>) กล่าวคือ เมื่อคลอไรด์ก่อตะกอนกับ Ag<sup>+</sup> หมดแล้ว Ag<sup>+</sup> ส่วนเกินจะไปทำปฏิกิริยากับ CrO<sub>4</sub><sup>2-</sup> ก่อตะกอน Ag<sub>2</sub>CrO<sub>4</sub> (s) ซึ่งมีสีน้ำตาลแดง ดังปฏิกิริยา



### วิธีการทดลอง

1. หาความเข้มข้นของสารละลาย Silver nitrate โดยทำ Standardization กับสารละลายมาตรฐาน Sodium chloride 3 ครั้ง แต่ละครั้งใช้ตัวอย่างสารละลายมาตรฐาน Sodium chloride 10 ml (5 mg as Cl<sup>-</sup>) แล้วเจือจางให้ได้ 100 ml ด้วยน้ำกลั่น โดยมีรายละเอียดของ titration ดังนี้

1.1 ปรับ pH ของสารละลายตัวอย่างให้อยู่ในช่วง 7 ถึง 10 โดยใช้สารละลาย H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> หรือ NaOH (ตรวจสอบด้วย pH meter หรือ กระดาษ pH หรือ Phenolphthalein indicator)

1.2 เติมสารละลาย  $K_2CrO_4$  1.0 ml แล้วทำ titration ด้วยสารละลาย  $AgNO_3$  จนได้สีน้ำตาลแดง ที่จุดสุดท้าย

1.3 ทำ titration กับน้ำกลั่น (Blank)

2. ทำ Titration กับสารละลายตัวอย่างน้ำประปา อย่างน้อย 5 ครั้ง ตามข้อ 1 (ก) ถึง (ค)

### ข้อควรระวัง

- ควรใช้ขนาดตัวอย่าง 100 ml เท่า ๆ กันทุกตัวอย่าง เพื่อให้ความเข้มข้นของ Ions ในการเข้าสู่จุดสุดท้ายของ titration มีความคงที่

- pH ของสารละลายตัวอย่างควรอยู่ในช่วงที่ได้กล่าวไว้ในข้อ (ก) เพราะถ้า pH สูงเกินไป  $Ag^+$  จะก่อตะกอนเป็น  $AgOH$  (s) ทำให้ค่าวิเคราะห์ได้ สูงเกินไป และถ้า pH ต่ำเกินไป  $CrO_4^{2-}$  จะถูกเปลี่ยนไปเป็น  $Cr_2O_7^{2-}$  ทำให้สังเกตจุดสุดท้ายลำบาก

- ควรใช้ปริมาณ  $K_2CrO_4$  indicator เท่า ๆ กันทุกตัวอย่าง มิฉะนั้น สีของ  $Ag_2CrO_4$  อาจเกิดขึ้นเร็วหรือช้าเกินไป ไม่แน่นอน

### เครื่องมือทดลอง

Erlenmeyer flasks ขนาด 250 ml

Pipettes และ burettes

pH meter หรือ กระดาษ pH

### สารเคมี

สารละลายมาตรฐาน Sodium chloride 0.0141 M (0.0141 N) (1.00 ml = 0.5 mg Cl): อบสาร Sodium chloride ที่  $140^\circ C$  เป็นเวลาหนึ่งคืน ละลาย 824 mg NaCl ในน้ำกลั่น เจือจางให้ได้ 1 ลิตร

สารละลาย Potassium chromate indicator. ละลาย  $K_2CrO_4$  50 g ในน้ำกลั่นจำนวนหนึ่ง เติมสารละลาย  $AgNO_3$  ให้ได้ตะกอนสีแดงเกิดขึ้น ปล่อยให้ทิ้งไว้ 12 ชั่วโมง แล้วกรองผ่าน glass-fibre filter เจือจางสารละลายที่ผ่านกรองให้ได้ 1 ลิตร ด้วยน้ำกลั่น

สารละลาย Phenolphthalein indicator

สารละลาย Sodium hydroxide (1 N)

สารละลาย Sulfuric acid (1 N)

สารละลาย Silver nitrate ประมาณ 0.0141 M (0.0141 N): ละลาย  $AgNO_3$  2.395 g ในน้ำกลั่น แล้วเจือจาง ให้ได้ 1 ลิตร (ประมาณ 500 ml ต่อนักศึกษาหนึ่งกลุ่ม)

สารละลายตัวอย่าง: สารละลายไม่ทราบความเข้มข้น และน้ำประปา

### การคำนวณ

$$\text{mg/l as Cl}^- = \frac{(A - B) * N * 35450}{C} \quad (3)$$

$$\text{mg/l as NaCl} = [\text{mg/l as Cl}^-] * 1.65 \quad (4)$$

### โดยที่

- A = ml titration สำหรับตัวอย่าง
- B = ml titrant สำหรับน้ำกลั่น (Blank)
- C = ml สารละลายตัวอย่าง
- N = Normality ของ  $\text{AgNO}_3$

### การวิเคราะห์ข้อมูล

1. คำนวณหาค่าเฉลี่ยความเข้มข้นของสารละลาย Silver nitrate
2. คำนวณหาค่าเฉลี่ยและค่าเบี่ยงเบนมาตรฐานของความเข้มข้นคลอไรด์ในสารตัวอย่างจากการทำ titration 5 ครั้ง
3. คำนวณหาค่าความเข้มข้นคลอไรด์ในสารละลายตัวอย่าง

### คำถาม

1. จงหาความสามารถในการละลายของ  $\text{Cl}^-$  และ  $\text{CrO}_4^{2-}$  จากปฏิกิริยากับ  $\text{Ag}^+$  ในสมการ (1) และ (2) ตอบเป็นหน่วย  $\text{mg/l as Cl}^-$  และ  $\text{CrO}_4^{2-}$
2. สิ่งรบกวนการวิเคราะห์หาปริมาณคลอไรด์มีอะไรบ้าง ให้อธิบาย

### เอกสารอ้างอิง

APHA, AWWA, WPCF, 1998. *Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater*. 20<sup>th</sup> Edition, Washington DC, USA. ISBN: 0-87-553235-7.

Sawyer, C.N., McCarty, P.L., and Parkin, G.F., 1994. *Chemistry for Environmental Engineering*. 4<sup>th</sup> Edition, McGraw-Hill Inc. USA. ISBN: 0-07-113908-7.

## การทดลองที่ 7 การหาซัลเฟต ( $\text{SO}_4^{2-}$ )

### วัตถุประสงค์

เพื่อให้นักศึกษาเข้าใจหลักการ Precipitation chemistry ที่ใช้ในการวิเคราะห์หาซัลเฟตแบบ Gravimetric method

### ทฤษฎี

ซัลเฟต ( $\text{SO}_4^{2-}$ ) เป็นรูปแบบของซัลเฟอร์ (S) ที่มีเสถียรภาพมากที่สุด มีประจุ + 6 และมีอยู่ในแหล่งน้ำธรรมชาติต่างๆ ในน้ำบริโภคน้ำดื่มมีปริมาณซัลเฟตมาก อาจเป็นอันตรายเบาๆ ตั้งแต่ความเข้มข้นน้อยๆ จนถึงหลายพัน mg/l ในน้ำทะเล Sodium และ Magnesium sulfate ในน้ำบริโภคน้ำดื่มอาจมีผลเป็นอันตรายเบาๆ มาตรฐานน้ำประปาของการประปานครหลวง จึงกำหนดให้มีซัลเฟตไม่เกิน 250 mg/l และถ้ามีน้ำที่ปนเปื้อนซัลเฟตสูงจะทำให้เกิดตะกอนแข็งของแคลเซียมซัลเฟต นอกจากนี้ในสถานะไร้อากาศของระบบบำบัดน้ำเสียซัลเฟตจะเปลี่ยนไปเป็นซัลไฟด์

ในการวิเคราะห์หาซัลเฟต ( $\text{SO}_4^{2-}$ ) แบบ Gravimetric method นั้น ซัลเฟต ( $\text{SO}_4^{2-}$ ) จะถูกทำให้เป็นตะกอน Barium sulfate ( $\text{BaSO}_4$ ) ในสภาพที่ค่อนข้างเป็นกรด ด้วยการเติม Barium chloride ( $\text{BaCl}_2$ ) ปฏิกริยา Precipitation ที่เกิดขึ้น คือ



ตะกอน  $\text{BaSO}_4(\text{s})$  มีความสามารถในการละลายที่ต่ำมาก ในการวิเคราะห์หาซัลเฟต ( $\text{SO}_4^{2-}$ ) ตะกอน  $\text{BaSO}_4(\text{s})$  ที่เกิดขึ้นจะถูกนำไปต้มแล้วกรองด้วย Membrane filter แผ่นกรองที่มีตะกอนจะถูกนำไปล้างให้คลอไรด์ ( $\text{Cl}^-$ ) หมดไป จากนั้นจึงนำไปอบแห้ง ชั่งอ่านน้ำหนักของตะกอนแห้ง  $\text{BaSO}_4(\text{s})$

### วิธีการทดลอง

1. เตรียมสารตัวอย่างจำนวน 3 ตัวอย่าง โดยแต่ละตัวอย่างให้มี  $\text{SO}_4^{2-}$  ประมาณ 50 mg ในปริมาตร 250 ml (ถ้าสารตัวอย่างมีสารแขวนลอย ให้กรองผ่านกระดาษกรอง GF/C ก่อน)
2. ปรับ pH ด้วยสารละลายกรด HCl 1 + 1 ให้อยู่ในช่วง pH 4.5 ถึง 5.0 โดยดูจากสีส้มของ Methyl red indicator เติม HCl ประมาณ 1 ถึง 2 ml



3. นำตัวอย่างไปต้มให้เดือด แล้วระหว่างที่กวนช้า ค่อย ๆ เติมสารละลาย  $BaCl_2$  จนกระทั่งการก่อตะกอนปรากฏสมบูรณ์ หลังจากนั้นเติมสารละลาย  $BaCl_2$  ลงไปอีก 2 ml ถ้าประมาณตะกอนเกิดขึ้นน้อย ให้เติมสารละลาย  $BaCl_2$  ลงไปทั้งหมด 5 ml ทำการต้มต่อไปอีก 10 นาที แล้วปล่อยให้เย็น

4. ระหว่างที่เริ่มต้มสารละลายตัวอย่างในข้อ 3 ให้นำ membrane filter ใส่กระจกนาฬิกาหรือถ้วย aluminum แล้วนำเข้าตู้อบที่ 103 ถึง 105°C จนกระทั่ง เมื่อสารละลายตัวอย่าง (หลังจากต้มแล้ว) เริ่มเย็น นำ Membrane filter ออกมา ปล่อยให้เย็นใน Desiccators และก่อนที่จะนำไปใช้กรอง ให้นำเฉพาะ Membrane filter ไปชั่งน้ำหนักด้วยเครื่องชั่งละเอียด

5. กรองตะกอน  $BaSO_4$  ที่อุณหภูมิต่ำ (ระวัง - อย่าให้ตะกอนจับตัว อยู่ที่ผนังของถ้วยกรอง) แล้วล้างตะกอนด้วยน้ำกลั่นให้คลอไรด์หมดไป ซึ่งสามารถตรวจสอบน้ำล้างได้ ด้วยสารละลาย  $AgNO_3 - HNO_3$  [ถ้า น้ำล้างยังมีคลอไรด์หลงเหลืออยู่ เมื่อหยดสารละลาย  $AgNO_3 - HNO_3$  ลงไป จะเกิดตะกอนของ  $AgCl (s)$ ]

6. นำแผ่นกรองใส่กระจกนาฬิกา หรือถ้วย aluminum เข้าตู้อบที่ 103 ถึง 105°C ทิ้งไว้หนึ่งคืน แล้วเอามาปล่อยให้เย็นใน Desiccators ชั่งเฉพาะแผ่นกรอง ด้วยเครื่องชั่งละเอียด

#### เครื่องมือทดลอง

ตู้อบที่ควบคุมแบบ Thermostatic

Desiccators

เครื่องชั่งละเอียด (อ่านได้ 0.1 mg)

ชุดกรองพร้อมปั๊มสุญญากาศ

แผ่นกรอง Membrane (0.45  $\mu m$ )

กระจกนาฬิกา หรือ ถ้วย Aluminum

Hot plate พร้อม Magnetic stirrer

#### สารเคมี

สารละลาย Methyl red indicator

สารละลายกรด HCl, 1+1: น้ำกลั่น 1 ส่วน และกรดเข้มข้น 1 ส่วน

สารละลาย Barium chloride: ละลาย  $BaCl_2 \cdot 2H_2O$  100 g ลงในน้ำกลั่น 1 ลิตร กรองสารละลายผ่านกระดาษกรอง GF/C ก่อนนำไปใช้ (1 ml สามารถก่อตะกอน  $SO_4^{2-}$  ได้ประมาณ 40 mg)

สารละลาย Silver nitrate – nitric acid: ละลาย  $AgNO_3$  8.5 g และกรดเข้มข้น  $HNO_3$  0.5 ml ลงในน้ำกลั่น 500 ml (ใส่ขวดหยดที่บีบแสง (dropper bottle) 1 ขวด ค่อนักศึกษาหนึ่งกลุ่ม)

สารละลายตัวอย่าง: สารละลายไม่ทราบความเข้มข้น และน้ำประปา

### การคำนวณ

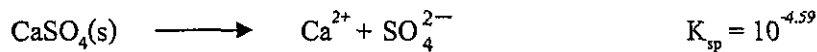
$$\text{mg/l as SO}_4^{2-} = \frac{\text{mg BaSO}_4 * 411.6}{\text{ml sample}} \quad (2)$$

### การวิเคราะห์ข้อมูล

1. คำนวณหาค่าเฉลี่ยและค่าเบี่ยงเบนมาตรฐานของความเข้มข้น Sulfate ในสารละลายตัวอย่างจากการทดลอง 3 ครั้ง
2. คำนวณหาค่าความเข้มข้นซัลเฟตในสารละลายตัวอย่าง

### คำถาม

1. แหล่งน้ำดิบเพื่อการประปาแห่งหนึ่งได้รับการปนเปื้อนจากน้ำล้างเหมืองแร่ ทำให้มีซัลเฟต ( $\text{SO}_4^{2-}$ ) สูงถึง 500 mg/l จงหาความสามารถในการละลาย (Solubility) ของ  $\text{CaSO}_4(\text{s})$  ในหน่วย mg/l as  $\text{SO}_4^{2-}$



2. จากข้อ 1 ถ้าต้องการกำจัดซัลเฟต ( $\text{SO}_4^{2-}$ ) ออกไปให้เหลือในน้ำเพียง 100 mg / l จะต้องใช้ปริมาณ  $\text{Ca}^{2+}$  เท่าไร? (หน่วย mg/l as  $\text{Ca}^{2+}$ )
3. สิ่งรบกวนการวิเคราะห์หาปริมาณซัลเฟตมีอะไรบ้าง ให้อธิบาย

### เอกสารอ้างอิง

APHA, AWWA, WPCF, 1998. *Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater*. 20<sup>th</sup> Edition, Washington DC, USA. ISBN: 0-87-553235-7.

Sawyer, C.N., McCarty, P.L., and Parkin, G.F., 1994. *Chemistry for Environmental Engineering*. 4<sup>th</sup> Edition, McGraw-Hill Inc. USA. ISBN: 0-07-113908-7.

## การทดลองที่ 8

### การก่อดั้วสารเชิงซ้อนและการวิเคราะห์เหล็ก

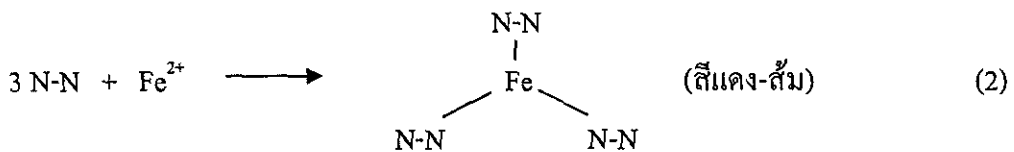
#### วัตถุประสงค์

เพื่อสาธิตการก่อดั้วของสารประกอบเชิงซ้อนที่มีสีของเหล็ก ( $Fe^{2+}$ ) และการประยุกต์ใช้ในการวิเคราะห์เชิงปริมาณ

#### ทฤษฎี

โดยปกติน้ำผิวดินที่ได้รับออกซิเจนจากอากาศอย่างเพียงพอ จะมีโอกาสน้อยมากที่ความเข้มข้นของเหล็ก ( $Fe^{2+}$ ) จะมากกว่า 1 mg/l แต่ในน้ำใต้ดินและน้ำระบายจากเหมืองที่เป็นกรดจะมีปริมาณของเหล็กสูงมาก น้ำประปาที่มีเหล็กจะทำให้เกิดสีสนิมเหล็ก เบื่อนเสื้อผ้าที่ซัก และทำให้ถ้วยชาม Porcelain เป็นรอยดำ นอกจากนั้นน้ำค้ำที่มีเหล็กมากกว่า 1 mg/l จะไม่เป็นที่นิยมของผู้บริโภค

เหล็กมีสองรูปแบบคือ Ferrous ( $Fe^{2+}$ ) และ Ferric ( $Fe^{3+}$ ) แต่ในการวิเคราะห์เหล็กในสารละลายตัวอย่างจะถูกทำให้อยู่ในรูปของ Ferrous ( $Fe^{2+}$ ) โดยการต้มในสภาวะที่เป็นกรดและมี Hydroxylamine เป็น Reducing agent (เปลี่ยน  $Fe^{3+}$  ให้เป็น  $Fe^{2+}$ ) จากนั้นเหล็ก ( $Fe^{2+}$ ) ทำปฏิกิริยากับ 1,10-phenanthroline ที่ pH 3.2 – 3.3 สามโมเลกุลของ Phenanthroline จะก่อดั้วเชิงซ้อนกับเหล็กหนึ่งอะตอมได้สีแดง-ส้ม ดังแสดงในสมการที่ (1) และ (2) ซึ่งสารละลายสีนี้เป็นไปตามกฎของ Beer ความเข้มของสีจะไม่เปลี่ยนแปลงในช่วง pH 3 - 9 แต่ในช่วง pH 2.9 - 3.5 และมี Phenanthroline มากเกินไป จะทำให้เกิดสีในสารละลายเร็วขึ้น



#### วิธีการทดลอง

1. เตรียมสารละลายมาตรฐานเหล็กที่จัดให้ (1.00 ml = 10.0  $\mu\text{g Fe}$ ) ประมาณ 6 ถึง 8 ตัวอย่างที่มีเหล็กอยู่ไม่เกิน 200  $\mu\text{g Fe}$  เพื่อทำกราฟมาตรฐาน โดยมีรายละเอียดดังนี้

1.1 เตรียมสารละลายมาตรฐานเหล็กที่มีน้ำหนักไม่เกิน 200  $\mu\text{g Fe}$  ใน 125-ml flask เติมกรดเข้มข้น HCl 2 ml และสารละลาย Hydroxylamine 1 ml ใส่ลูกแก้ว 3-4 เม็ด

1.2 นำไปต้มให้เดือดเพื่อให้แน่ใจว่าเหล็กในน้ำละลายหมด แล้ววัดต่อจนกระทั่งปริมาตรลดลงเหลือ 15-20 ml ทำให้เย็น

1.3 เทใส่ Volumetric flask ขนาด 50 ml เติมสารละลายอะซิเตท Ammonium acetate 10 ml และสารละลาย Phenanthroline 4 ml เขย่าให้สารละลายผสมกัน

1.4 เจือจางให้ได้ 50 ml ด้วยน้ำกลั่น เขย่าให้ผสมกัน แล้ววัดความเข้มของแสงจากสารละลายภายในช่วง 10 ถึง 15 นาที

1.5 นำไปวัด Absorbance ที่ความยาวคลื่น 510 nm เริ่มวัดจากตัวอย่างที่มีสีจาง ไปหาสีเข้ม

1.6 ใช้น้ำกลั่นเป็น Blank แล้วทำขั้นตอนการวิเคราะห์เหมือนตัวอย่าง

2. หาคความเข้มข้นของเหล็กในสารละลายตัวอย่างตามวิธีการในข้อ 1 จำนวน 3 ครั้ง

#### ข้อควรระวัง

- ถ้าความเข้มแสงที่วัดได้มีค่าสูงกว่าช่วงการวัดในข้อ 1 ให้ทำการเจือจางอยู่ในช่วงดังกล่าว แล้วทำการวัดใหม่

#### เครื่องมือทดลอง

Spectrophotometer: Spectronic 21, ใช้ที่ความยาวคลื่น 510 nm มีทางเดินแสง (light path) 1 cm หรือมากกว่า (หนึ่งเครื่องต่อนักศึกษาหนึ่งกลุ่ม)

Volumetric Flasks: ขนาด 100 ml (10 อันต่อนักศึกษาหนึ่งกลุ่ม)

Volumetric Pipettes: ขนาด 1, 2, 5, 10 และ 20 ml

Erlenmeyer flasks, Graduated pipettes และ Beakers

#### สารเคมี

กรดเข้มข้น HCl

สารละลาย Hydroxylamine: ละลายผง 10 g  $\text{NH}_2\text{OH}\cdot\text{HCl}$  ลงในน้ำกลั่น 100 ml (ประมาณ 50 ml ต่อนักศึกษาหนึ่งกลุ่ม)

สารละลายอะซิเตท Ammonium acetate : ละลายผง 250 g  $\text{NH}_4\text{C}_2\text{H}_3\text{O}_2$  ลงในน้ำกลั่น 150 ml แล้วเติมกรดเข้มข้น Acetic acid (glacial) 700 ml (ประมาณ 200 ml ต่อนักศึกษาหนึ่งกลุ่ม)

สารละลาย Phenanthroline: ละลายผง 100 mg 1,10-phenanthroline monohydrate ( $\text{C}_{12}\text{H}_8\text{N}_2\cdot\text{H}_2\text{O}$ ) ลงในน้ำกลั่น 100 ml เติมกรดเข้มข้น HCl ลงไป 2 หยด ถ้าสารละลายมีสีดำ ใช้ไม่ได้ (ประมาณ 500 ml ต่อนักศึกษาหนึ่งกลุ่ม)

หมายเหตุ: สารละลาย Phenanthroline 1 ml สามารถทำปฏิกิริยากับเหล็กได้ไม่เกิน 100  $\mu\text{g Fe}$

สารละลายมาตรฐานเหล็ก (1.00 ml = 200  $\mu\text{g}$  Fe) : ค่อย ๆ เติมกรดเข้มข้น 20 ml  $\text{H}_2\text{SO}_4$  ลงในน้ำกลั่น 50 ml แล้วจึงละลายผง 1.404 g Ferrous ammonium sulfate  $[\text{Fe}(\text{NH}_4)_2(\text{SO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}]$  เติมสารละลาย 0.1 N Potassium permanganate ( $\text{KmnO}_4$ ) ที่ละหยด จนกระทั่งมีสีชมพูม่วงจางๆ ปรากฏ แล้วเจือจางด้วยน้ำกลั่นให้ได้ 1000 ml เขย่าผสมให้สมบูรณ์

สารละลายมาตรฐานเหล็ก (1.00 ml = 10.0  $\mu\text{g}$  Fe): จากสารละลายมาตรฐาน (1.00 ml = 200  $\mu\text{g}$  Fe) ข้างต้น นำมา 50.00 ml แล้วเจือจางด้วยน้ำกลั่นให้ได้ 1 ลิตรใน Volumetric flask (ประมาณ 500 ml ต่อนักศึกษาหนึ่งกลุ่ม)

สารละลายตัวอย่าง: สารละลายไม่ทราบความเข้มข้น และน้ำประปา

### การคำนวณ

$$\text{Fe (mg/l)} = \frac{\mu\text{g Fe (in 100 ml final volume)}}{\text{ml sample}}$$

$$\text{Fe (mg/l)} = \frac{\mu\text{g Fe ที่อ่านจากกราฟ}}{\text{ml sample}}$$

### การวิเคราะห์ข้อมูล

1. เขียนกราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างค่า Absorbance และความเข้มข้นของ  $\text{Fe}^{2+}$
2. รายงานผลของสารละลายตัวอย่างด้วยค่าเฉลี่ยและค่าเบี่ยงเบนมาตรฐาน
3. คำนวณหาความเข้มข้นของเหล็กในสารละลายตัวอย่าง

### คำถาม

1. จงชี้จุดสำคัญที่ใช้ในการทดลองวิเคราะห์หาปริมาณเหล็กทั้งหมด, Ferrous ( $\text{Fe}^{2+}$ ), Ferric ( $\text{Fe}^{3+}$ ), และอนุภาคของแข็งของเหล็ก
2. ในการวิเคราะห์หาปริมาณเหล็ก เพราะเหตุใดจึงต้องต้มสารละลายตัวอย่างในสภาพกรด
3. สิ่งรบกวนการวิเคราะห์หาปริมาณเหล็กมีอะไรบ้าง ให้อธิบาย

### เอกสารอ้างอิง

APHA, AWWA, WPCF, 1998. *Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater*. 20<sup>th</sup> Edition, Washington DC, USA. ISBN: 0-87-553235-7.

Sawyer, C.N., McCarty, P.L., and Parkin, G.F., 1994. *Chemistry for Environmental Engineering*. 4<sup>th</sup> Edition, McGraw-Hill Inc. USA. ISBN: 0-07-113908-7.

## การทดลองที่ 9 การหาแมงกานีส ( $Mn^{2+}$ )

### วัตถุประสงค์

เพื่อแนะนำปฏิกิริยา Oxidation-reduction ที่นำมาใช้ในการวิเคราะห์เชิงปริมาณหาความเข้มข้นของ Manganese ในสารละลาย

### ทฤษฎี

ผลกระทบของแมงกานีสในน้ำประปาจะมีลักษณะคล้ายกับเหล็ก กล่าวคือ ทำให้เสื้อผ้าที่ซักแปดเปลี่ยนสี และทำให้ถ้วยชามเป็นรอยดำ ในสภาวะที่มีอากาศ (Aerobic conditions) ความเข้มข้นของแมงกานีสในน้ำจะน้อยกว่า 1 mg/l และในสภาวะไร้อากาศ (Anaerobic conditions) เช่น ในน้ำใต้ดินแมงกานีสจะอยู่ในรูปสารละลาย divalent ion ( $Mn^{2+}$ )

แมงกานีส (Mn) มี valency หลากหลายตั้งแต่ +2 จนถึง +7 แต่ในการวิเคราะห์ Mn ในรูปแบบต่างๆ จะถูกทำปฏิกิริยา Oxidation กับ Persulfate ( $S_2O_8^{2-}$ ) ไปเป็น Mn (VII) (เรียกว่า Permanganate) โดยมีเงิน ( $Ag^+$ ) เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา สีของ Permanganate จะมีเสถียรภาพเป็นเวลา 24 ชั่วโมง และเป็นไปตามกฎของ Beer ในขณะที่วุ้นกันคลอไรด์ซึ่งเป็นสารรบกวนในการวิเคราะห์หาแมงกานีสจะถูกป้องกันโดยให้เกิดสารประกอบเชิงซ้อนกับปรอท ( $Hg^{2+}$ )

### วิธีการทดลอง

1. เตรียมสารละลายมาตรฐานแมงกานีสที่จัดให้ (1.00 ml = 50.0  $\mu g$  Mn) ประมาณ 6 ถึง 8 ตัวอย่าง ที่มีแมงกานีสอยู่ไม่เกิน 1500  $\mu g$  Mn เพื่อทำกราฟมาตรฐาน โดยมีรายละเอียดดังนี้
  - 1.1 เตรียมสารละลายมาตรฐานแมงกานีสที่มีน้ำหนักไม่เกิน 1500  $\mu g$  Fe ใส่ 250-ml flask แล้วเจือจางให้ได้ปริมาตรประมาณ 100 ml เติมสารละลายพิเศษ 5 ml และ  $H_2O_2$  1 หยด
  - 1.2 นำไปต้มให้เดือดบนเตา จนเหลือปริมาตรประมาณ 90 ml (ถ้าปริมาตรน้อยกว่าให้เจือจางเป็น 90 ml) เติมผง 1 g ( $(NH_4)_2S_2O_8$ ) ในขณะที่เดือด ต้มต่ออีก 1 นาที จากนั้นนำตัวอย่างไปทำให้เย็นด้วยน้ำประปา
  - 1.2 นำสารละลายตัวอย่างใส่ Volumetric flask เจือจางให้ได้ 100 ml ด้วยน้ำกลั่น เขย่าให้เข้ากัน แล้วนำไปวัด Absorbance ที่ความยาวคลื่น 525 nm เริ่มวัดจากตัวอย่างที่มีสีจาง ไปหาสีเข้ม
  - 1.6 ใช้น้ำกลั่นเป็น Blank แล้วทำขั้นตอนการวิเคราะห์เหมือนตัวอย่าง
2. หาความเข้มข้นของแมงกานีสในสารละลายตัวอย่างตามวิธีการในข้อ 1 จำนวน 3 ครั้ง

### ข้อควรระวัง

### ข้อควรระวัง

- ถ้าความเข้มแสงที่วัดได้มีค่าสูงกว่าช่วงการวัดในข้อ 1 ให้ทำการเจือจางอยู่ในช่วงดังกล่าวแล้วทำการวัดใหม่
- อย่าต้มนานเกินไป เพราะจะทำให้สีของ Permanganate เกิดการสูญเสีย และถ้าทำให้เย็นซ้ำเกินไปก็จะมีผลเช่นเดียวกัน

### เครื่องมือทดลอง

Spectrophotometer: Spectronic 21, ใช้ที่ความยาวคลื่น 525 nm มีทางเดินแสง (light path) 1 cm หรือมากกว่า (หนึ่งเครื่องต่อนักศึกษาหนึ่งกลุ่ม)

Volumetric Flasks: ขนาด 100 ml (10 ใบต่อนักศึกษาหนึ่งกลุ่ม)

Volumetric Pipettes: ขนาด 1, 2, 5, 10 และ 20 ml

Erlenmeyer flasks, Graduated pipettes และ Beakers

Hot plate พร้อม Magnetic Stirrer

### สารเคมี

สารละลายพิเศษ : ละลาย 75 g HgSO<sub>4</sub> ลงในสารละลายที่มีน้ำกลั่น 200 ml และกรดเข้มข้น HNO<sub>3</sub> 400 ml เติมกรดเข้มข้น 200 ml 85% H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub> และ 35 mg AgNO<sub>3</sub> เจือจางสารละลายที่เย็นแล้วให้ได้ 1 ลิตรด้วยน้ำกลั่น (ประมาณ 100 ml ต่อนักศึกษาหนึ่งกลุ่ม)

ผง Ammonium persulfate [(NH<sub>4</sub>)<sub>2</sub>S<sub>2</sub>O<sub>8</sub>]

สารละลายมาตรฐาน Manganese (1.00 ml = 50.0 µg Mn): เตรียมสารละลาย 0.1 Potassium permanganate (KMnO<sub>4</sub>) โดยละลายผง 3.2 g KMnO<sub>4</sub> ลงในน้ำกลั่น 1 ลิตร แล้วให้ความร้อนเกือบถึงจุดเดือดประมาณ 1-2 ชั่วโมง จากนั้นนำไปกรองผ่านกระดาษกรอง นำสารละลายผ่านกรองไปทำ Standardization กับ Sodium oxalate ดังนี้

ชั่งสาร Sodium oxalate หลาย ๆ ตัวอย่างให้มีน้ำหนักระหว่าง 100 ถึง 200 mg ในแต่ละ beaker เติมน้ำกลั่น 100 ml แล้วกวนให้ละลาย เติมกรด 10 ml 1+1 H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> และให้ความร้อนจนถึง 90-95°C ทำ Titration บน hot plate ด้วยสารละลาย KMnO<sub>4</sub> จนถึงจุดสุดท้าย ซึ่งมีสีชมพูจางๆ เป็นเวลาอย่างน้อย 1 นาที (ระวัง-อย่าให้อุณหภูมิต่ำกว่า 85°C; 100 mg Na<sub>2</sub>C<sub>2</sub>O<sub>4</sub> ทำปฏิกิริยากับสารละลาย KMnO<sub>4</sub> ประมาณ 15 ml) ทำ Titration กับตัวอย่าง Blank (น้ำกลั่น และกรด H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>)

$$\text{KMnO}_4 \text{ (Normality)} = \frac{\text{g}(\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4)}{(\text{A} - \text{B}) * 0.06701}$$



โดยที่

A = ml titration กับตัวอย่าง

B = ml titration กับ Blank

หาค่าเฉลี่ยของ Normality จากการทำ Titration หลายครั้ง แล้วคำนวณหาปริมาณของสารละลาย  $\text{KMnO}_4$  นี้ที่จะนำไปเตรียมสารละลาย 1 ลิตร ซึ่งจะมี  $1.00 \text{ ml} = 50.0 \mu\text{g Mn}$  ดังนี้

$$\text{KMnO}_4 \text{ (ml)} = \frac{4.55}{\text{KMnO}_4 \text{ (Normality)}}$$

นำปริมาตรนี้ใส่กรดเข้มข้น  $\text{H}_2\text{SO}_4$  2-3 หยด และสารละลาย  $\text{NaHSO}_3$  ที่ละลายจนกระทั่งสีของ Permanganate หายไป นำไปต้มเพื่อไล่  $\text{SO}_2$  แล้วปล่อยให้เย็น จากนั้นนำไปเจือจางด้วยน้ำกลั่นให้ได้ 1 ลิตร (ประมาณ 500 ml ต่อนักศึกษาหนึ่งกลุ่ม)

สารละลาย Hydrogen peroxide ( $\text{H}_2\text{O}_2$ ) 30%

กรดเข้มข้น Nitric acid ( $\text{HNO}_3$ )

กรดเข้มข้น Sulfuric acid ( $\text{H}_2\text{SO}_4$ )

สารละลาย Sodium bisulfite: ละลาย  $\text{NaHSO}_3$  10 g ลงในน้ำกลั่น 100 ml

ผง Sodium oxalate ( $\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$ ) (Primary Standard)

สารละลายตัวอย่าง: สารละลายไม่ทราบความเข้มข้น และน้ำประปา

### การคำนวณ

$$\text{Mn (mg/l)} = \frac{\mu\text{g Mn (in 100 ml final volume)}}{\text{ml sample}}$$

$$\text{Mn (mg/l)} = \frac{\mu\text{g Mn ที่อ่านจากกราฟ}}{\text{ml sample}}$$

### การวิเคราะห์ข้อมูล

1. เขียนกราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างค่า Absorbance และความเข้มข้นของแมงกานีส (Mn)
2. รายงานผลของสารละลายตัวอย่างด้วยค่าเฉลี่ยและค่าเบี่ยงเบนมาตรฐาน
3. คำนวณหาความเข้มข้นของแมงกานีสในสารละลายตัวอย่าง

### คำถาม

1. จงชี้จุดสำคัญที่ใช้ในการทดลองวิเคราะห์หาปริมาณแมงกานีสในแต่ละรูป
2. ในการวิเคราะห์หาปริมาณแมงกานีส เพราะเหตุใดจึงต้องคัมสารละลายตัวอย่างในสภาพกรด
3. สิ่งรบกวนการวิเคราะห์หาปริมาณแมงกานีสมีอะไรบ้าง ให้อธิบาย

### เอกสารอ้างอิง

APHA, AWWA, WPCF, 1998. *Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater*. 20<sup>th</sup> Edition, Washington DC, USA. ISBN: 0-87-553235-7.

Sawyer, C.N., McCarty, P.L., and Parkin, G.F., 1994. *Chemistry for Environmental Engineering*. 4<sup>th</sup> Edition, McGraw-Hill Inc. USA. ISBN: 0-07-113908-7.

## การทดลองที่ 10 การหาคลอรินตกค้างในน้ำ

### วัตถุประสงค์

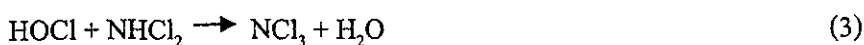
เพื่อให้ นักศึกษาคู่กันเคยกับเทคนิค และขั้นตอนต่าง ๆ ในการวิเคราะห์คลอรีนตกค้างในน้ำ (Chlorine) และสาธิตปฏิกิริยาของการเกิด Chloramines และแก๊ส Nitrogen ในกระบวนการ Breakpoint chlorination.

### ทฤษฎี

การเติมคลอรีน (เรียกว่า Chlorination) ในการผลิตประปาและการบำบัดน้ำเสีย มีวัตถุประสงค์ เพื่อที่จะฆ่าเชื้อโรคและเชื้อจุลินทรีย์ และการเติมคลอรีนยังมีประโยชน์อื่นๆอีก เช่นการเพิ่มคุณภาพน้ำ ให้ดีขึ้น ซึ่งเกิดจากปฏิกิริยาออกซิเดชัน (Oxidation reaction) กับสารต่างๆ เช่น แอมโมเนีย, เหล็ก, แมงกานีส, ซัลไฟด์, และสารอินทรีย์บางชนิด อย่างไรก็ตามปฏิกิริยาของคลอรีนในน้ำ อาจส่งผลกระทบต่อต่างๆ ได้ด้วย เช่น ทำให้น้ำมีกลิ่นและรส เมื่อทำปฏิกิริยากับ Phenols และสารอินทรีย์บางชนิดหรือเมื่อรวมตัวกับสารอินทรีย์ที่ไม่อิ่มตัว จะได้สารประกอบที่ทำให้เกิดมะเร็ง (Carcinogen) เช่น Chloroform (CHCl<sub>3</sub>)

การเติมคลอรีนสามารถกระทำได้โดยใช้คลอรีนในรูปก๊าซ ของเหลว หรือของแข็ง เมื่อเติมในน้ำ คลอรีนจะแตกตัวได้กรด Hypochlorous acid (HOCl) และ Hypochlorite ion (OCl<sup>-</sup>) ซึ่งอัตราส่วนของสารทั้งสองจะขึ้นอยู่กับค่าพีเอช (pH) สารละลาย HOCl จะมีประสิทธิภาพในการฆ่าเชื้อโรคมากกว่า OCl<sup>-</sup> ถึง 40 เท่า ในกระบวนการฆ่าเชื้อโรคด้วยการเติมคลอรีน สารละลาย HOCl และ OCl<sup>-</sup> ที่เกิดขึ้นเรียกว่า คลอรีนอิสระ (Free Chlorine)

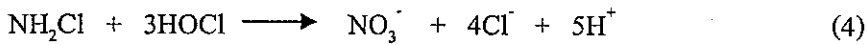
ในกรณีที่น้ำมีแอมโมเนีย (Ammonia) อยู่ด้วยคลอรีนอิสระ (Free chlorine) จะทำปฏิกิริยาได้ สารประกอบคลอรามิน (Chloramines) ดังสมการ



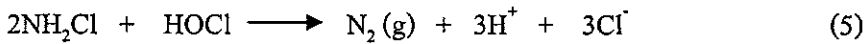
คลอรามิน (Chloramines) หรือเรียกอีกชื่อว่าคลอรีนรวม (Combined chlorine) มีประสิทธิภาพในการฆ่าเชื้อโรคได้เช่นกัน แต่ประสิทธิภาพต่ำกว่าคลอรีนอิสระ อย่างไรก็ตามคลอรามินมีข้อดีกว่าคลอรีนอิสระ

คือคลอรามินจะมีเสถียรภาพคงที่ได้้นานกว่าคลอรีนอิสระ ทำให้มีศักยภาพในการฆ่าเชื้อโรคได้อย่างต่อเนื่องถึงแม้จะค้างอยู่ในเส้นท่อน้ำประปาเป็นเวลานาน

การก่อตัวของคลอรามินแต่ละชนิดขึ้นอยู่กับปริมาณของคลอรีน และแอมโมเนีย รวมทั้งค่า pH ของน้ำด้วย คือเมื่ออัตราส่วน โมลของคลอรีนต่อแอมโมเนีย (Chlorine to ammonia ratio) เพิ่มขึ้นจะเกิดทั้ง Monochloramine (NH<sub>2</sub>Cl) และ Dichloramine (NHCl<sub>2</sub>) ซึ่งปริมาณของ Dichloramine จะมากขึ้นที่ pH ต่ำๆ (pH 4-5) และ Trichloramine (NCl<sub>3</sub>) ก็จะก่อตัวที่ pH ต่ำๆ ด้วย ตามสมการที่ 3 แต่ถ้า pH สูง monochloramine จะเปลี่ยนไปเป็น Nitrate ตามสมการที่ 4



ที่ค่า pH หนึ่งๆ ปริมาณ Chloramines แต่ละชนิดจะขึ้นอยู่กับอัตราส่วน โมลของคลอรีนต่อแอมโมเนีย เมื่ออัตราส่วนดังกล่าวเกินกว่า 1:1 จะเกิดปฏิกิริยาออกซิเดชันของแอมโมเนียได้ก๊าซไนโตรเจน (Nitrogen gas) ตามสมมติฐานของปฏิกิริยาตามสมการที่ 5 ณ จุดนี้เรียกว่า Breakpoint ซึ่งจะไม่มีสารประกอบแอมโมเนียเหลืออยู่ และอัตราส่วน โมลของคลอรีนต่อแอมโมเนีย จะเท่ากับ 3:2



แต่ในทางปฏิบัติ อัตราส่วนที่จุดนี้จะมีค่ามากกว่า 3:2 เนื่องจากคลอรีนจะถูกใช้ในปฏิกิริยาต่างๆ เช่น การก่อตัวของ NO<sub>3</sub><sup>-</sup>, NCl<sub>3</sub>, และ Chlorinated organic nitrogen เป็นต้น การเติมคลอรีนที่จุด Breakpoint (เรียกว่า Breakpoint chlorination) จะใช้อัตราส่วน โมลเท่ากับ 2:1 ซึ่งจะทำให้สาร Chloramines หายไปแล้วได้คลอรีนอิสระในน้ำ ซึ่งวิธี Breakpoint chlorination เป็นวิธีหนึ่งที่ใช้ในการกำจัดแอมโมเนียในน้ำ

วิธีการวิเคราะห์หาคลอรีนในน้ำที่มีความเข้มข้นต่ำ วิธีที่นิยมใช้กันคือ N, N-diethyl-p-phenylenediamine (DPD) method โดย DPD ถูกใช้เป็นตัวบ่งชี้ในขั้นตอน Titration ด้วย Ferrous ammonium sulfate (FAS) วิธีนี้สามารถใช้วิเคราะห์แยกหาคลอรีนอิสระ (Free chlorine) คลอรีนรวม (Combined chlorine หรือ Chloramines) และคลอรีนทั้งหมด (Total chlorine) ได้

**วิธีการทดลอง**

**ก. การหารูปแบบของ Chlorine**

สารละลายตัวอย่าง 2 ตัวอย่าง (2 mg/l as Cl<sub>2</sub> และ 2 mg/l as Cl<sub>2</sub> + 2 mg/l as NH<sub>3</sub>-N) ให้ทำการทดลองดังนี้

เติมสารละลายสะเทิน Phosphate 5 ml และสารละลาย DPD 5 ml ใน 250-ml Erlenmeyer flask แล้วจึงเติมสารละลายตัวอย่าง 100.0 ml ลงไป กวนให้เข้ากัน

- (1) Chlorine อิสระ : รีบทำ Titration ด้วยสารละลายมาตรฐาน FAS จนกระทั่งสีแดงหายไป ถ้าสีกลับมาปรากฏอีก ไม่ต้องทำ Titration ต่อ (ปริมาตร Titration = A)
- (2) Combined chlorine : หลังจาก (1) ใส่เกร็ด KI ประมาณ 1 g ลงไปใน flask กวนให้ละลายแล้วทิ้งไว้ 2 นาที หลังจากนั้นจึงทำ Titration จนกระทั่งสีแดงหายไป (ปริมาตร Titration = B)
- (3) Chlorine ทั้งหมด : ตั้งแต่เริ่มต้น ให้ใส่เกร็ด KI (ประมาณ 1 g) ลงไปใน flask พร้อมกับสารละลาย Phosphate และ DPD แล้วเติมสารละลายตัวอย่าง กวนให้เข้ากัน ทิ้งไว้ 2 นาที หลังจากนั้นจึงทำ Titration (ปริมาตร Titration = C)

#### ข. การทดลอง Breakpoint chlorination

1. เตรียมสารละลายตัวอย่างขนาด 500 ml ของสารละลายสะเทินแอมโมเนีย (Ammonia) แล้วเติมสารละลายคลอรีน (Chlorine) ที่มีความเข้มข้น 1000 mg/l as  $Cl_2$  ด้วยปริมาตรที่จะทำให้ได้อัตราส่วนโมลของ Chlorine/Ammonia เท่ากับ 0.5, 0.75, 1.0, 1.25, 1.5, 1.75, 2.0, 3.0 และ 4.0  
หมายเหตุ: อัตราส่วนโมลของ Chlorine/Ammonia = 1:1 จะเท่ากับอัตราส่วนของน้ำหนักของ Chlorine (as  $Cl_2$ )/Ammonia (as  $NH_3-N$ ) = 5.1:1.0

2. กวนสารละลายแต่ละตัวอย่างให้เข้ากันแล้วทิ้งไว้ ทำการวิเคราะห์หา คลอรีนอิสระ คลอรีนรวม และคลอรีนทั้งหมด เมื่อเวลาผ่านไป 5 นาที และ 30 นาที  
ข้อควรระวัง - ถ้าสารละลายตัวอย่างมีปริมาณคลอรีนทั้งหมดมากกว่า 3 mg/l as  $Cl_2$  ให้ใช้ปริมาตรของตัวอย่างในการทำ Titration ลดลงเป็นสัดส่วน

#### เครื่องมือทดลอง

Burettes และ Pipettes

Magnetic Stirrer

Erlenmeyer flasks: ขนาด 250, 500, และ 1000 ml.

#### สารเคมี

[ก] สารเคมีต่อไปนี้ จะใช้ในการเตรียมสารละลาย Chlorine ซึ่งมีความเข้มข้นมากกว่า 2 mg/l as  $Cl_2$  ซึ่งจะถูกวัดด้วยวิธี Iodometric method

สารละลาย Sodium Thiosulfate (ประมาณ 0.1 N) : ละลาย 25 g  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$  ลงในน้ำกลั่น 1 ลิตร หาความเข้มข้นมาตรฐาน โดยการทำให้ Standardization กับ Potassium bi-iodate ( $\text{KH}(\text{IO}_3)_2$ ) ดังรายละเอียดต่อไปนี้ :-

ในน้ำกลั่น 25-50 ml เติม 1 ml กรดเข้มข้น  $\text{H}_2\text{SO}_4$ , 10.0 ml 0.1 N  $\text{KH}(\text{IO}_3)_2$ , และ 1 g KI แล้วทำ Titration ทันทันที ด้วยสารละลาย Sodium thiosulfate เพื่อทำปฏิกิริยากับ iodine จนกระทั่งสีของ iodine ใกล้เคียง จึงเติม 1 ml สารละลาย Starch indicator ทำ Titration ต่อจนสีฟ้าหายไป (ควรทำ Standardization กับสารละลายมาตรฐาน  $\text{KH}(\text{IO}_3)_2$  ทุกวันก่อนนำไปใช้งาน)

สารละลายมาตรฐาน Sodium Thiosulfate (0.025 N): เตรียมสารละลายมาตรฐานนี้จากสารละลายที่มีความเข้มข้น 0.1 N ตามที่กล่าวไปแล้วข้างต้น โดยการเจือจางด้วยน้ำกลั่น (ควรเตรียมให้ได้ปริมาตรพอดีกับการใช้งานในแต่ละวัน) เติม 4 g Sodium borate และ 10 mg Mercuric iodide ต่อ 1 ลิตรของสารละลาย

สารละลายมาตรฐาน Potassium bi-iodate (0.1 N) : นำสาร  $\text{KH}(\text{IO}_3)_2$  หรือ  $\text{KIO}_3$  เข้าตูบที่  $103 \pm 2^\circ\text{C}$  เป็นเวลา 1 ชั่วโมง แล้วละลาย 3.249 g  $\text{KH}(\text{IO}_3)_2$  หรือ 3.567 g  $\text{KIO}_3$  ในน้ำกลั่น เจือจางให้ได้ 1000 ml.

กรดเข้มข้น Sulfuric acid ( $\text{H}_2\text{SO}_4$ )

เกลือ Potassium iodide (KI)

สารละลาย Starch indicator: ใช้แป้ง 5 g (Starch soluble) พร้อมด้วยน้ำเย็นเล็กน้อยแล้วบดละเอียดใน Mortar จนเป็นเนื้อเดียวกัน เทใส่ น้ำกลั่นที่กำลังเดือด 1 ลิตร กวนให้เข้ากันแล้วปล่อยให้ตกตะกอนหนึ่งคืน นำมาใช้เฉพาะน้ำแป้งใสส่วนบน เติม 1.25 g Salicylic acid หรือ 4 g Zinc chloride หรือส่วนผสมของ 4 g Sodium propionate กับ 2 g Sodium azide ต่อน้ำแป้ง 1 ลิตร เพื่อป้องกันการบูดเน่า

น้ำ Chlorine (ประมาณ 10,000 ml/l as  $\text{Cl}_2$ ) : ไปขอน้ำ Chlorine ที่โรงผลิตประปามาประมาณ 1 ลิตร

สารละลาย Chlorine (ประมาณ 100 mg/l as  $\text{Cl}_2$ ): นำน้ำ Chlorine 10 ml เจือจางให้ได้ 1 ลิตร ด้วยน้ำกลั่นในวันที่ทำการทดลอง ให้หาความเข้มข้นจริงของ Chlorine ดังนี้

(ก) ใน Erlenmeyer flask ขนาด 500 ml เติมสารละลาย Chlorine 25.0 ml ลงไป เติม 5 ml กรดเข้มข้น Acetic acid (glacial) และประมาณ 1 g KI

(ข) ทำ Titration ทันทันทีด้วย 0.025 N  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$  โดยใช้ 1 ml สารละลาย Starch indicator ทำ Titration 2-3 ครั้ง เพื่อหาค่าเฉลี่ย

(ค) ทำ Titration กับ Blank ซึ่งมีน้ำกลั่น 5 ml glacial acetic acid, และ 1 g KI

$$\text{mg/ml as } \text{Cl}_2 = \frac{(A \pm B) * N * 35.45}{\text{ml}(\text{sample})}$$

โดยที่

A = ml titration สำหรับตัวอย่าง

B = ml titration สำหรับ Blank

N = Normality ของ  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$

กรดเข้มข้น Acetic acid (glacial)

[ข] สารเคมีต่อไปนี้ใช้ในการทดลอง หาคความเข้มข้นของ Chlorine  $\leq 2 \text{ mg/l as Cl}_2$

สารละลายสะเทิน  $\text{NaHCO}_3$ : ละลาย 1 g  $\text{NaHCO}_3$  ลงในน้ำกลั่น 7-8 ลิตร ตรวจสอบ pH ให้เท่ากับ 7 ถ้าไม่ ปรับ pH ด้วย 6 N NaOH หรือ HCl แล้วเจือจางด้วยน้ำกลั่นให้ได้ 10 ลิตร (ประมาณ 800 ml ต่อนักศึกษาหนึ่งกลุ่ม)

สารละลาย Chlorine (ประมาณ 1000 mg/l as  $\text{Cl}_2$ ): นำน้ำ Chlorine มาเจือจางให้ได้ความเข้มข้นที่ต้องการ ด้วยน้ำกลั่น ในวันที่ทำการทดลอง (ประมาณ 200 ml ต่อนักศึกษาหนึ่งกลุ่ม)

สารละลายตัวอย่าง 2 mg/l as  $\text{Cl}_2$ : นำสารละลาย Chlorine (ประมาณ 100 mg/l as  $\text{Cl}_2$ ) ที่รู้ความเข้มข้นจริง มาเจือจางด้วยน้ำกลั่น ให้ได้ความเข้มข้น 2 mg/l as  $\text{Cl}_2$  (ประมาณ 800 ml ต่อนักศึกษาหนึ่งกลุ่ม)

สารละลายตัวอย่าง 2 mg/l as  $\text{Cl}_2$  + 2 mg/l as  $\text{NH}_3\text{-N}$ : นำสารละลาย Chlorine (ประมาณ 100 mg/l as  $\text{Cl}_2$ ) ที่รู้ความเข้มข้นจริง มาเจือจางด้วยสารละลายสะเทิน  $\text{NaHCO}_3$  ให้ได้ความเข้มข้น 2 mg/l as  $\text{Cl}_2$  และทุก ๆ หนึ่งลิตรที่เตรียม ให้เติม 7.6 mg  $\text{NH}_4\text{Cl}$  กวนช้าๆ ให้ละลายเข้ากัน (ประมาณ 800 ml ต่อนักศึกษาหนึ่งกลุ่ม)

สารละลายสะเทิน Phosphate : ละลาย 24 g  $\text{Na}_2\text{HPO}_4$  และ 46 g  $\text{KH}_2\text{PO}_4$  ในน้ำกลั่น ผสมสารละลายนี้เข้ากับน้ำกลั่น 100 ml ซึ่งมี 800 mg Disodium ethylenediamine tetraacetate dihydrate (EDTA) ละลายอยู่ เจือจางให้ได้ 1 ลิตรด้วยน้ำกลั่น และเติม 20 mg  $\text{HgCl}_2$  เพื่อป้องกันการขึ้นรา และป้องกันสิ่งรบกวนในการทดลองหาคคลอรีนอิสระ จากปริมาณ iodide ในสารละลายตัวอย่าง (ประมาณ 200 ml ต่อนักศึกษาหนึ่งกลุ่ม)

สารละลาย N, N-diethyl-p-phenylenediamine (DPD): ละลาย 1 g DPD oxalate [หรือ 4-Amino-N, N-diethylaniline oxalate] ในน้ำกลั่นที่มี 8 ml ของสารละลายกรด  $\text{H}_2\text{SO}_4$  9 N และ 200 g EDTA แล้วเจือจางด้วยน้ำกลั่นให้ได้ 1 ลิตร เก็บไว้ในขวดทึบแสง ถ้าสีของสารละลายเปลี่ยนไป แสดงว่าคุณภาพเสื่อม (ระวัง DPD oxalate เป็นสารพิษ หลีกเลี่ยงการสัมผัสจากทวารทั้งห้า) (ประมาณ 200 ml ต่อนักศึกษาหนึ่งกลุ่ม)

แกร์ด Potassium iodide (KI) (ประมาณ 20 g ต่อนักศึกษาหนึ่งกลุ่ม)

สารละลายมาตรฐาน Ferrous ammonium sulfate (FAS): ละลาย 1.106 g  $\text{Fe}(\text{NH}_4)_2(\text{SO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$  ในน้ำกลั่นที่มี 1 ml ของสารละลาย  $\text{H}_2\text{SO}_4$  ประมาณ 9 N แล้วเจือจางด้วยน้ำกลั่นให้ได้ 1 ลิตร (1 ml FAS = 100  $\mu\text{g}$   $\text{Cl}_2$ ) (ประมาณ 500 ml ต่อนักศึกษาหนึ่งกลุ่ม)

สารละลาย Sulfuric acid (ประมาณ 9 N): ค่อย ๆ เติม 250 ml กรดเข้มข้น  $\text{H}_2\text{SO}_4$  ในน้ำกลั่น ประมาณ 750 ml สาร

ละลายสะเทิน Ammonia (1 mg/l as  $\text{NH}_3\text{-N}$ ): เติม 38.2 mg  $\text{NH}_4\text{Cl}$  ในน้ำกลั่น 7- 8 ลิตร แล้วละลาย 1 g  $\text{NaHCO}_3$  ตรวจสอบ pH = 7 ปรับเปลี่ยนด้วย 6 N NaOH หรือ HCl เจือจางด้วยน้ำกลั่นให้ได้ 10 ลิตร (ประมาณ 5 ลิตร ต่อนักศึกษาหนึ่งกลุ่ม)

### การวิเคราะห์ข้อมูล

#### ก. การหารูปแบบของคลอรีน

1. ให้รายงานผลของแต่ละตัวอย่างในรูปของตาราง

#### ข. การทดลอง Breakpoint chlorination

2. เขียนกราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างปริมาณคลอรีนที่เติมลงไปกับปริมาณคลอรีนที่อยู่ในสารละลาย (คลอรีนอิสระ คลอรีนรวม และคลอรีนทั้งหมด) เมื่อเวลาผ่านไป 5 นาที และ 30 นาที แสดงทั้งปริมาณคลอรีนที่เติมลงไป และอัตราส่วน โมลของ Chlorine/Ammonia และให้แสดงเส้นทฤษฎีของการเติมคลอรีน

3. มีคลอรีนอิสระ (Free chlorine) เกิดขึ้นก่อนถึง Breakpoint หรือไม่ ถ้ามีจงอธิบาย ทำไม

4. มีคลอรีนรวม (Combined chlorine) เกิดขึ้นหลังจาก Breakpoint หรือไม่ ถ้ามีจงอธิบาย ทำไม

### คำถาม

1. จงชี้จุดสำคัญที่ใช้ในการทดลองวิเคราะห์หาคลอรีนในรูปแบบต่างๆ
2. จากผลการทดลองในเรื่องการหารูปแบบของคลอรีน ให้แสดงความสัมพันธ์ของคลอรีนอิสระ คลอรีนรวม และคลอรีนทั้งหมด ว่าเป็นไปตามทฤษฎีหรือไม่ เพราะอะไร
3. จากผลการทดลองในเรื่อง Breakpoint chlorination จุด Breakpoint เกิดขึ้นที่อัตราส่วนเท่าใดของ โมลคลอรีนต่อแอม โมเนีย และอัตราส่วนน้ำหนักเท่าใดของคลอรีนต่อแอม โมเนีย และอัตราส่วนเหล่านี้เป็นไปตามทฤษฎีหรือไม่ เพราะเหตุใด
4. สิ่งรบกวนการวิเคราะห์หาคลอรีนตกค้างมีอะไรบ้าง ให้อธิบาย



### เอกสารอ้างอิง

APHA, AWWA, WPCF, 1998. *Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater*. 20<sup>th</sup> Edition, Washington DC, USA. ISBN: 0-87-553235-7.

Sawyer, C.N., McCarty, P.L., and Parkin, G.F., 1994. *Chemistry for Environmental Engineering*. 4<sup>th</sup> Edition, McGraw-Hill Inc. USA. ISBN: 0-07-113908-7.

## Additional Experiment

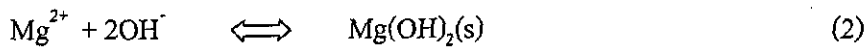
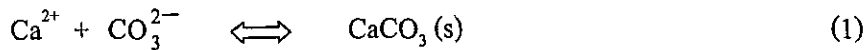
## การทดลองเรื่อง การบำบัดน้ำกระด้างด้วยปูนขาวและโซดาแอซ

### วัตถุประสงค์

เพื่อให้ นักศึกษาทราบวิธีการทดลอง Jar-test ในการกำจัดน้ำกระด้าง ด้วยปูนขาวและโซดาแอซ

### ทฤษฎี

ปูนขาวและโซดาแอซจะถูกใช้กำจัดความกระด้างโดยเกิดปฏิกิริยาที่สำคัญ 2 ปฏิกิริยา คือ



ปริมาณปูนขาวและโซดาแอซที่เติม จะขึ้นอยู่กับชนิดของความกระด้าง ซึ่งได้แก่ Carbonate hardness (CH) และ Non-carbonate hardness (NCH) เราสามารถจำแนกโดยใช้ค่า Alkalinity ได้ดังนี้

$$\text{Alkalinity} < \text{Total hardness (TH)}$$

$$\text{CH} = \text{Alkalinity} \quad (3)$$

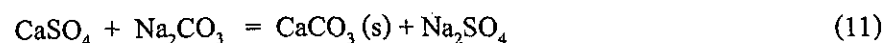
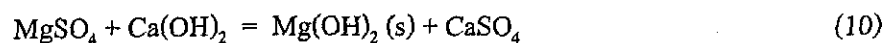
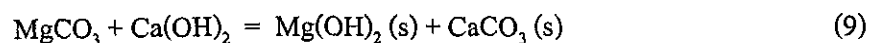
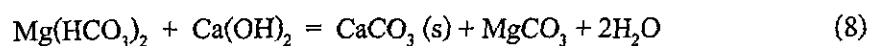
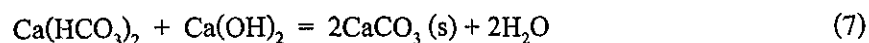
$$\text{Alkalinity} \geq \text{TH}$$

$$\text{CH} = \text{TH} \quad (4)$$

ในทำนองเดียวกัน เราสามารถจำแนก โดยใช้ Cations ที่เกี่ยวข้อง ( $\text{Ca}^{2+}$  และ  $\text{Mg}^{2+}$ ) ได้ดังนี้

$$\text{Mg hardness} = \text{Total hardness} - \text{Calcium hardness} \quad (5)$$

ปฏิกิริยาทางเคมีที่เกี่ยวข้องจะเกิดขึ้นได้สรุปดังนี้



จากสมการ (6) ถึง (11) เราสามารถสรุปการเติมปูนขาวและโซดาแอช ดังแสดงในตารางที่ 1 ปรกติเรา จะยอมให้  $Mg^{2+}$  อยู่ในน้ำได้ 40 mg/L as  $CaCO_3$  ส่วนที่เกินจึงถูกกำจัดออกด้วยปูนขาว (ขั้นตอน 3 ใน ตารางที่ 1) ปริมาณปูนขาวส่วนเกิน (ขั้นตอน 4) ปรกติจะเติมที่ 20 mg/L as  $CaCO_3$  แต่ถ้าการกำจัด  $Mg^{2+}$  อยู่ระหว่าง 20 ถึง 40 mg/L จะเติมปูนขาวส่วนเกินเท่ากับปริมาณ  $Mg^{2+}$  ที่ถูกกำจัด ทั้งนี้ ปริมาณ ปูนขาวส่วนเกิน จะใช้มากที่สุดไม่เกิน 40 mg/L as  $CaCO_3$  สำหรับ NCH ที่ต้องกำจัดออก ( $NCH_R$ ) (ขั้นตอน 5) จะเท่ากับ NCH เริ่มต้น ( $NCH_I$ ) ลบด้วย NCH สุดท้าย ( $NCH_f$ ) ดังสมการที่ (12)

$$NCH_R = NCH_I - NCH_f \quad (12)$$

$NCH_f$  ที่คงเหลืออยู่ในน้ำจะเท่ากับ ความกระด้างสุดท้ายทั้งหมด ลบด้วย CH ที่ยังคงอยู่ เนื่องจาก ความสามารถในการละลาย (ปรกติ 40 mg/L as  $CaCO_3$ )

ตารางที่ 1. ปริมาณสารเคมีที่ใช้กำจัดความกระด้าง (mg/L as  $CaCO_3$ )

ขั้นตอน/สารเคมี	เหตุผล
<b>Carbonate hardness (CH)</b>	
1. ปูนขาว = $CO_2$	ทำละลาย $H_2CO_3$
2. ปูนขาว = $HCO_3^-$	เพิ่ม pH ; เปลี่ยน $HCO_3^-$ เป็น $CO_3^{2-}$
3. ปูนขาว = $Mg^{2+}$ ที่ต้องกำจัด	เพิ่ม pH : ก่อตะกอน $Mg(OH)_2(s)$
4. ปูนขาว = ส่วนเกิน	ผลกดันปฏิกิริยา
<b>Non-carbonate hardness (NCH)</b>	
5. โซดาแอช = NCH ที่ต้องกำจัด	ให้ $CO_3^{2-}$ เพื่อก่อตะกอน $CaCO_3(s)$

**วิธีการทดลอง**

- นำตัวอย่างน้ำ มาทำการวัดค่า pH, Alkalinity, Total hardness, และ Calcium hardness
- จากค่าที่ได้ คำนวณหาปริมาณปูนขาวและโซดาแอช ที่จะต้องใช้ในการกำจัดน้ำกระด้างให้ เหลือ 100 mg/L as  $CaCO_3$  ตามทฤษฎีในตารางที่ 1 โดยสมมติว่าไม่มี  $CO_2$  และ/หรือ Acidity.
- นำตัวอย่างน้ำ 1 ลิตร กวนด้วย Magnetic stirrer (หรือกวนด้วย Stirring rod) เติมสารเคมีด้วย ปริมาณที่ได้จากการคำนวณในข้อ 2 พร้อมกับใส่ผงดินเหนียวประมาณ 1 g (ประมาณ 1 ช้อน spatula) เพื่อเป็น Seed ให้ก่อตะกอนเร็วขึ้น

4. กวนเร็ว (ที่ full speed) 1 นาที ในระหว่างนี้ ให้วัดค่า pH ถ้า  $\text{pH} < 11$  ให้เติมปูนขาวลงไปอีก บันทึกรายละเอียดที่เติมเพิ่มจากการคำนวณ สังเกตความยากง่ายในการปรับ pH (ควรมีการทดสอบก่อนทำจริงว่าต้องใช้ปริมาณสารละลายปูนขาวเท่าไรต่อตัวอย่างน้ำ 1 ลิตร)

5. กวนช้า (ที่ half speed) 2 นาที ในระหว่างนี้ ให้เติม Flocculent-aid polymer 1 ml โดยให้ความเข้มข้นในน้ำตัวอย่างที่ 0.1 ppm ทั้งนี้ เพื่อช่วยเร่งในการเกิดตะกอน

6. ปลอ่ยทิ้งไว้ให้ตกตะกอน (ประมาณ 10-20 นาที) จากนั้นนำน้ำใสส่วนบนไปกรองผ่านกระดาษกรอง GF/C

7. ปรับ pH ของน้ำผ่านการกรองให้ได้ 7 ด้วยกรด 1 M  $\text{H}_2\text{SO}_4$  (บันทึกปริมาณกรดที่ใช้) แล้วนำตัวอย่างน้ำไปวัดค่า pH, Alkalinity, Total hardness, และ Calcium hardness

### เครื่องมือทดลอง

pH meter หรือกระดาษวัด pH

Magnetic stirrer

Magnetic bar

Burettes

Pipettes

Volumetric flasks

Erlenmeyer flasks

Beaker ขนาด 1 L

### สารเคมี

สารละลายมาตรฐาน EDTA 0.01 M: (ดูการทดลองเรื่องความกระด้าง)

สารละลาย NaOH 1 M: ละลาย NaOH 40 g ลงในน้ำกลั่น 1 ลิตร

สารละลายกรด Sulfuric acid 1 M

Phenolphthalein indicator (ดูการทดลองเรื่อง Alkalinity)

Methyl Orange indicator (ดูการทดลองเรื่อง Alkalinity)

สารละลายตัวอย่าง: ความกระด้าง 400 mg/L as  $\text{CaCO}_3$ : เป็นน้ำที่มีไอออน  $\text{Ca}^{2+}$ ,  $\text{Mg}^{2+}$ , และ  $\text{CO}_3^{2-}$  ในปริมาณแตกต่างกัน

ก. ในน้ำ 1 ลิตร ละลาย  $\text{CaCl}_2$  444 mg และ  $\text{NaHCO}_3$  756 mg

( $\text{Ca}^{2+} = 160 \text{ mg/L}$ , Alkalinity = 450 mg/L as  $\text{CaCO}_3$ )

ข. ในน้ำ 1 ลิตร ละลาย  $\text{CaCl}_2$  444 mg และ  $\text{NaHCO}_3$  336 mg

( $\text{Ca}^{2+} = 160 \text{ mg/L}$ , Alkalinity = 200 mg/L as  $\text{CaCO}_3$ )

ค. ในน้ำ 1 ลิตร ละลาย  $\text{CaCl}_2$  222 mg และ  $\text{MgCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$  406 mg และ  $\text{NaHCO}_3$  756 mg  
( $\text{Ca}^{2+} = 80 \text{ mg/L}$ ,  $\text{Mg}^{2+} = 48 \text{ mg/L}$ , Alkalinity = 450 mg/L as  $\text{CaCO}_3$ )

ง. ในน้ำ 1 ลิตร ละลาย  $\text{CaCl}_2$  222 mg และ  $\text{MgCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$  406 mg และ  $\text{NaHCO}_3$  336 mg  
( $\text{Ca}^{2+} = 80 \text{ mg/L}$ ,  $\text{Mg}^{2+} = 48 \text{ mg/L}$ , Alkalinity = 200 mg/L as  $\text{CaCO}_3$ )

จ. ในน้ำ 1 ลิตร ละลาย  $\text{MgCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$  812 mg และ  $\text{NaHCO}_3$  756 mg  
( $\text{Mg}^{2+} = 96 \text{ mg/L}$ , Alkalinity = 450 mg/L as  $\text{CaCO}_3$ )

ฉ. ในน้ำ 1 ลิตร ละลาย  $\text{MgCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$  812 mg และ  $\text{NaHCO}_3$  336 mg  
( $\text{Mg}^{2+} = 96 \text{ mg/L}$ , Alkalinity = 200 mg/L as  $\text{CaCO}_3$ )

สารละลายปูนขาว  $\text{Ca(OH)}_2$  (1 ml = 50 mg as  $\text{CaCO}_3$ ): ละลาย  $\text{Ca(OH)}_2$  37 g ลงในน้ำกลั่น 1 ลิตร

สารละลายโซดาแอช  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  (1 ml = 50 mg as  $\text{CaCO}_3$ ): ละลาย  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  53 g ลงในน้ำกลั่น 1 ลิตร

สารละลาย Flocculent-aid Polymer (1 ml = 0.1 mg): ละลาย Polymer 100 mg ลงในน้ำ 1 ลิตร  
ผงดินเหนียว: Kaolin (Laboratory grade) (ประมาณ 1 g ต่อนักศึกษาหนึ่งกลุ่ม)

### การวิเคราะห์ข้อมูล

1. แสดงวิธีคำนวณหาปริมาณสารเคมีที่ต้องใช้ในการกำจัดน้ำกระด้าง แล้วเปรียบเทียบกับปริมาณสารที่ใช้จริงว่าเป็นไปตามทฤษฎีหรือไม่ เพราะอะไร ให้วิจารณ์ความแตกต่างที่เกิดขึ้น
2. เปรียบเทียบข้อมูลความกระด้างของน้ำเริ่มต้นกับสุดท้าย ถ้าความกระด้างทั้งหมดสุดท้ายมีค่ามากกว่า 100 mg/L as  $\text{CaCO}_3$  ให้วิจารณ์ถึงสาเหตุและวิธีแก้ไข

### คำถาม

จงคำนวณหาปริมาณปูนขาวและโซดาแอช (mg/L as  $\text{CaCO}_3$ ) ที่ใช้กำจัดน้ำกระด้างให้เหลือ 80 mg/L as  $\text{CaCO}_3$  ถ้าปูนขาวในรูป  $\text{CaO}$  มีราคา 2200 บาทต่อตัน และโซดาแอชในรูป  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  ราคา 4000 บาทต่อตัน จงคำนวณราคาใช้จ่ายรายปีในการซื้อสารเคมีมาบำบัดน้ำ 0.5 m<sup>3</sup>/s สมมติว่าปูนขาวและโซดา มีความบริสุทธิ์ 100 % ข้อมูลน้ำดิบเป็นดังนี้:  $\text{Ca} = 238 \text{ mg/L as CaCO}_3$ ,  $\text{Mg} = 55 \text{ mg/L as CaCO}_3$ ,  $\text{HCO}_3 = 198 \text{ mg/L as CaCO}_3$ , และ  $\text{CO}_2 = 22 \text{ mg/L as CaCO}_3$

### เอกสารอ้างอิง

Davis, M.L. and Cornwell, D.A., 1991. *Introduction to Environmental Engineering*. 2<sup>nd</sup> Edition, McGraw-Hill Inc., USA. ISBN: 0-07-015911-4.

Sawyer, C.N., McCarty, P.L., and Parkin, G.F., 1994. *Chemistry for Environmental Engineering*. McGraw-Hill Inc. USA. ISBN: 0-07-113908-7.

## การทดลองเรื่อง การก่ตะกอนด้วยสารส้ม

### วัตถุประสงค์

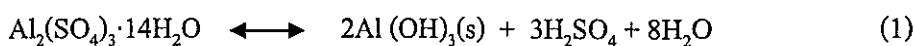
เพื่อให้นักศึกษาเข้าใจหลักการของการก่ตะกอน Hydroxide และการทำ Jar test เพื่อหาปริมาณสารเคมีที่ใช้กำจัดความขุ่นในการกระบวนการผลิตน้ำประปา

### ทฤษฎี

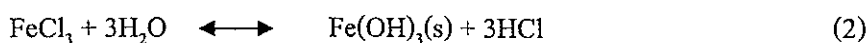
น้ำพิวดินส่วนใหญ่จะมีลักษณะขุ่น เนื่องจากสารแขวนลอยโดยเฉพาะอย่างยิ่ง Colloid ซึ่งมีขนาดเล็ก และไม่สามารถถูกกำจัดได้ด้วยวิธีทางกายภาพ (การตกตะกอน หรือการกรองด้วยทราย) อนุภาคคอลลอยด์ (Colloid) โดยทั่ว ๆ ไป จะมีเสถียรภาพที่ดี เนื่องจากมีประจุลบล้อมรอบพื้นผิว ซึ่งทำให้เกิดแรงผลักซึ่งกันและกัน ทำให้ไม่สามารถรวมตัวกันได้ ในการที่จะทำลายเสถียรภาพอันนี้ เราต้องทำสะเทินประจุให้เป็นกลาง เพื่อให้แต่ละอนุภาคสามารถรวมตัวกันได้ง่ายเป็นก้อนใหญ่ แล้วจึงมีความง่ายในการกำจัดออกจากน้ำด้วยวิธีการตกตะกอนและการกรอง กลไกของการทำลายเสถียรภาพของ Coagulant ควรจะมีประจุบวกมาก กล่าวคือ สารที่มีประจุบวก 3 จะทำลายเสถียรภาพของคอลลอยด์ได้ดี และเร็วกว่าสารที่มีประจุบวก 1 ดังนั้นจึงได้มีข้อกำหนดหลัก 3 ประการของสารเคมีที่จะนำมาใช้เป็น coagulant คือ

- (1) เป็นสารที่มีประจุ 3+ (trivalent cation); ดังที่กล่าวไว้แล้วข้างต้นว่าประจุบวกมากจะทำลายเสถียรภาพได้ดีกว่า ฉะนั้นสารที่มีประจุ 3+ จึงควรมีประสิทธิภาพมากด้วยเช่นกัน
- (2) ไม่เป็นพิษ; เนื่องจากใช้ในการผลิตน้ำประปาเพื่อการอุปโภคบริโภค
- (3) ความสามารถในการละลายต่ำที่ pH ปรกติ (6 – 8) ; Coagulant ที่เติมลงไปจะต้องก่ตะกอน (Precipitation) ซึ่งสามารถแยกตัวออกจากน้ำได้พร้อมกับอนุภาค Colloids

Coagulant ที่นิยมใช้มีสองชนิดคือ สารส้ม ( $Al^{3+}$ ) และเหล็ก ( $Fe^{3+}$ ) ซึ่งมีคุณสมบัติครบ 3 ประการข้างต้น อย่างไรก็ตามสารทั้งสองจะทำปฏิกิริยากับน้ำให้กรด โดยสารส้มที่ใช้คือ  $Al_2(SO_4)_3 \cdot 14H_2O$  และเหล็กที่ใช้ คือ  $FeCl_3$  ดังสมการ

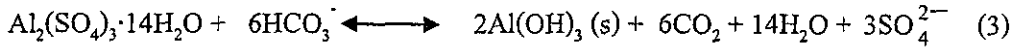


หรือ

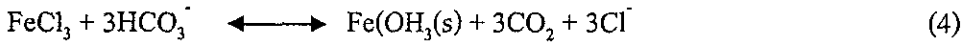




จากสมการ (1) และ (2) ทั้งสารส้มและเหล็กจะทำปฏิกิริยาให้กรด ( $H_2SO_4$  และ  $HCl$  ตามลำดับ) ทำให้ pH ของน้ำต่ำลงแล้ว ยังทำให้ปฏิกิริยาก่อนตะกอน (Precipitation) เกิดขึ้นไม่สมบูรณ์ ดังนั้นน้ำที่นำมาทำ Coagulation จะต้องมี Alkalinity ( $HCO_3^-$ ) พอเพียงที่จะสะเทินกรดที่เกิดขึ้นดังสมการ

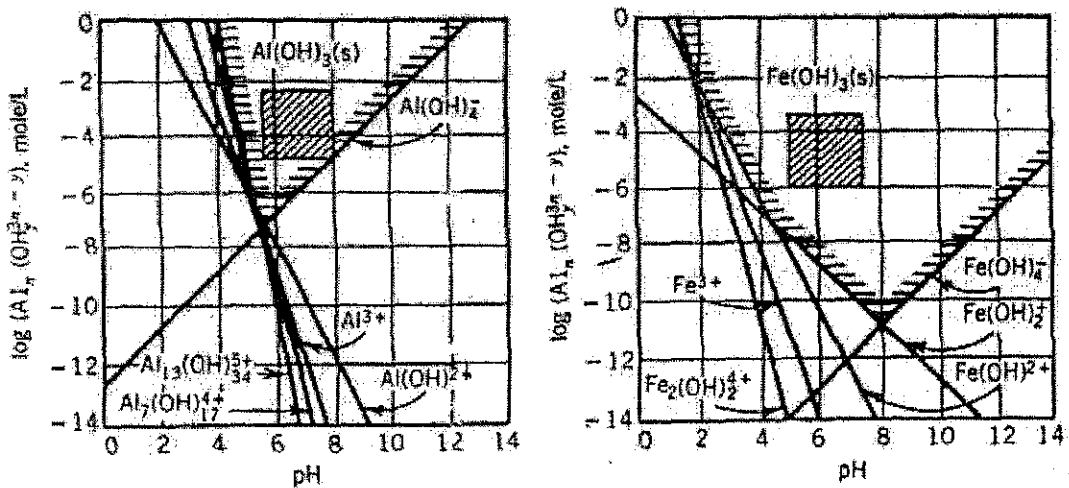


หรือ



ของแข็งที่เกิดขึ้น  $Al(OH)_3(s)$  หรือ  $Fe(OH)_3(s)$  ยังช่วยเสริมขนาดและน้ำหนักของอนุภาค Colloid ทำให้เกิดการตกตะกอนและการกรองมีประสิทธิภาพดียิ่งขึ้น

สาเหตุสำคัญที่น้ำจำเป็นต้องมี Alkalinity ก็เพื่อสะเทินกรดที่เกิดขึ้นเพื่อคงไว้ซึ่ง pH เป็นกลาง เนื่องมาจากการเกิดปฏิกิริยาของสารประกอบเชิงซ้อน (Complexation) ซึ่งทำให้โลหะของ Coagulant ที่ใช้ มีความสามารถในการละลายสูงขึ้นเมื่อ pH มีค่าต่ำลงหรือสูงขึ้น ไปจากค่าที่เหมาะสม (Optimum pH) ดังแสดงในรูปที่ 1 ฉะนั้นเพื่อคงไว้ซึ่งคุณสมบัติ 3 ประการของ Coagulant และการกำจัดอนุภาค Colloid ได้ดี ดังที่กล่าวไปแล้วข้างต้น วิศวกรควบคุมระบบประปาจะต้องควบคุมค่า pH ของน้ำให้อยู่ในช่วงที่เหมาะสมตามรูปที่ 1



รูปที่ 1 ความสมดุลของสารที่ก่อตะกอนใหม่กับ  $Al(OH)_3(s)$  และ  $Fe(OH)_3(s)$  (คำนวณจากค่า Solubility constant และ Hydrolysis)

อย่างไรก็ตามกระบวนการ Coagulation ยังมีข้อจำกัดอีกมากมายในการที่จะคำนวณปริมาณสาร Coagulant ที่จะเติมลงไปได้อย่างแน่นอน อาทิเช่น ไม่สามารถวัดปริมาณประจุลบที่ต้องการถูกสะเทินให้สอดคล้องกับปริมาณสาร Coagulant ได้อย่างแน่นอนและรวดเร็ว หรือลักษณะการกวนไม่สมบูรณ์ จะทำให้สาร Coagulant ทำสะเทินกับประจุรอบผิวอนุภาค Colloid ไม่สมบูรณ์ด้วยเช่นกันถึงแม้ว่าจะเติมลงไปมากเกินพอ ในขณะที่เดียวกัน ระยะเวลาเก็บกัก (Retention time) อาจมีน้อยเกินไปที่จะทำให้การก่อก้อนเกิดได้อย่างสมบูรณ์ ดังนั้นการผลิตประปา จึงต้องมีปฏิบัติการหนึ่งที่สำคัญเพื่อหาปริมาณสาร Coagulant ที่เหมาะสมที่ทำให้มีความขุ่นน้อยที่สุดและประหยัดค่าใช้จ่ายของสาร Coagulant ที่ใช้ปฏิบัติการนี้เรียกว่า Jar Test

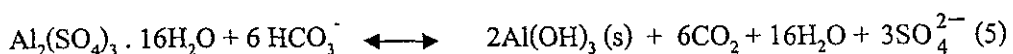
เมื่อเปรียบเทียบข้อดีข้อเสียของสารส้มและเหล็กแล้ว จะพบว่าสารเหล็กที่ใช้ (อาจเป็น  $FeCl_3$  หรือ  $Fe_2(SO_4)_3$  ก็ได้) จะให้ตะกอนที่มีน้ำหนักมากกว่า ตกตะกอนเร็วกว่า และมีปริมาณน้ำในตะกอนน้อยกว่าสารส้ม อย่างไรก็ตาม เนื่องจากสารเหล็กมีราคาแพงกว่าสารส้มมาก ดังนั้นโรงผลิตประปาส่วนใหญ่จึงนิยมใช้สารส้ม ซึ่งมีราคาถูกกว่า (ถึงแม้จะทำให้มีปริมาณตะกอนทิ้งมากกว่า เนื่องจากปริมาณน้ำในตะกอน) ในการทดลองนี้ใช้สารส้มเป็น Coagulant ซึ่งมีสูตรทางเคมี  $Al_2(SO_4)_3 \cdot 16H_2O$  [สารส้มที่มีขายในท้องตลาดอาจมีปริมาณน้ำต่างกัน อาทิ  $Al_2(SO_4)_3 \cdot 14H_2O$  หรือ  $Al_2(SO_4)_3 \cdot 16H_2O$  หรือ  $Al_2(SO_4)_3 \cdot 18H_2O$  นอกจากนั้นยังมีสิ่งเจือปน (Impurities) อื่น ๆ อยู่ด้วย]

โดยปกติน้ำธรรมชาติจะมีความขุ่นระหว่าง 0 ถึง 60 NTU (มาตรฐานน้ำประปำกำหนดความขุ่นไม่เกิน 5 NTU) และปริมาณสารส้มจะใช้อยู่ในช่วงระหว่าง 0 ถึง 120 mg/l.

### วิธีการทดลอง

1. นำน้ำตัวอย่างมาทำการวิเคราะห์หาค่า pH, ความขุ่น, และ Alkalinity ตรวจสอบ pH ของน้ำตัวอย่างด้วย pH meter หรือกระดาษ pH ว่า อยู่ในช่วง pH ที่เหมาะสมของการก่อก้อน  $Al(OH)_3(s)$  ตามรูปที่ 1 หรือไม่

2. เตรียมน้ำตัวอย่างใส่เครื่อง Jar tester ใน 6 Beakers. Beaker ละ 1 ลิตร ซึ่งจะนำสารละลายสารส้มมาเติมด้วยปริมาณความเข้มข้น 100, 80, 70, 60, 50, และ 40 mg/l. ตรวจสอบว่าปริมาณ Alkalinity ในน้ำตัวอย่างมีเพียงพอต่อการสะเทินกรดที่จะเกิดขึ้นจากการเติมสารส้มด้วยปริมาณทั้งหมดความเข้มข้นหรือไม่ แสดงการคำนวณที่ปริมาณสารส้ม 100 mg/l. ถ้า Alkalinity ไม่พอให้เติมปูนขาวเท่ากับค่า Alkalinity ที่ขาดไป ซึ่งได้จากการคำนวณทุกๆ Beaker



3. ในน้ำตัวอย่างที่ Jar tester ทั้ง 6 Beakers เปิดเครื่องกวนที่ความเร็วสูงสุด (HI) ปรับความเร็วรอบของการกวนให้ได้ประมาณ 100 – 150 rpm แล้วเติมสารส้มและปูนขาวลงไปตามข้อ 2 ทุกๆ Beaker โดยพร้อมเพียงกัน

4. กวนเร็ว (ที่ความเร็วรอบ 100 – 150 rpm.) เป็นเวลาอย่างน้อย 1 นาที แล้วปรับการกวนให้เป็นการกวนช้าที่ความเร็วรอบ 50 – 70 rpm. ใช้เวลา 10 นาที ในระหว่างนี้ตรวจสอบ pH ว่าอยู่ในช่วงตามรูปที่ 1 หรือไม่ ถ้าไม่ปรึกษาอาจารย์ผู้ควบคุมเพื่อแก้ไขวิจารณ์ผลแก้ไข

ระวัง - อย่าเปลี่ยนสวิทช์จาก HI เป็น LOW กระทั่งหั่น มิฉะนั้นฟิวส์จะขาด - เสียค่าปรับ

5. เมื่อกวนช้าเสร็จแล้ว ให้ถ่ายเทสารละลายในแต่ละ Beaker ของ Jar tester ลงในภาชนะ (Beaker) ของแต่ละกลุ่มแล้วทิ้งไว้ให้ตกตะกอน 10 – 20 นาที

6. นำน้ำใสส่วนบน (Supernatant) ของแต่ละ Beaker ไปวิเคราะห์หาค่าความขุ่น, pH และ Alkalinity

7. ถ้านักศึกษาไม่ได้ค่าปริมาณสารส้มที่เหมาะสม (Optimum dose) ตามที่ได้เติมสารส้มไปแล้วในข้อ 2 ปรึกษาอาจารย์ผู้ควบคุมห้องปฏิบัติการ เพื่อแก้ไขปัญหา วิเคราะห์ผลการแก้ไขปัญหที่เกิดขึ้นเกี่ยวกับปริมาณสารส้มและความขุ่น

### เครื่องมือทดลอง

เครื่องมือ Jar tester

pH meter หรือกระดาษวัด pH

Magnetic stirrer

Magnetic bar

Burettes และ pipettes

Volumetric และ Erlenmeyer flasks

Beaker ขนาด 1 L

### สารเคมี

สารละลายสารส้ม (1 ml = 10 mg): ละลาย  $\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3 \cdot 16\text{H}_2\text{O}$  10 g ลงในน้ำกลั่น 1 ลิตร

สารละลายปูนขาว (1 ml = 10 mg as  $\text{CaCO}_3$ ): ละลาย  $\text{Ca}(\text{OH})_2$  7.4 g ลงในน้ำกลั่น 1 ลิตร

สารละลายตัวอย่าง : นำน้ำดิบจากคลองหรือแหล่งน้ำธรรมชาติมาใช้ทดลอง (ถ้าไม่มีความขุ่นให้เติมผงดินเหนียว Kaolin ลงไป เพื่อให้เกิดสารแขวนลอยที่มีความขุ่นประมาณ 60 NTU) แล้วเตรียมสารละลายดังกล่าวให้มี Alkalinity เพิ่มเติมนี

- [1] Alkalinity เพิ่มเติม = 0 : ไม่ต้องเติมสารอะไร (แต่อาจมี Alkalinity อยู่แล้วจากน้ำธรรมชาติ)
- [2] Alkalinity เพิ่มเติม = 100 mg/l as  $\text{CaCO}_3$  : ในน้ำ 1 ลิตร ละลาย  $\text{NaHCO}_3$  168 mg.
- [3] Alkalinity เพิ่มเติม = 200 mg/l as  $\text{CaCO}_3$  : ในน้ำ 1 ลิตร ละลาย  $\text{NaHCO}_3$  336 mg.
- [4] Alkalinity เพิ่มเติม = 400 mg/l as  $\text{CaCO}_3$  : ในน้ำ 1 ลิตร ละลาย  $\text{NaHCO}_3$  672 mg.

### การวิเคราะห์ข้อมูล

1. เขียนกราฟระหว่างค่าความขุ่นและปริมาณสารส้ม วิเคราะห์ผลการเปลี่ยนแปลงที่เกิดขึ้นของค่า pH และ Alkalinity
2. เปรียบเทียบข้อมูล Alkalinity ของน้ำเริ่มต้นกับสุดท้ายว่าเป็นไปตามทฤษฎีหรือไม่ เพราะอะไร ให้วิเคราะห์ความแตกต่างที่เกิดขึ้น

### คำถาม

1. ปัจจัยที่มีผลต่อการก่อตะกอนสารส้มเพื่อกำจัดสารแขวนลอยหรือความขุ่น มีอะไรบ้าง
2. ค่า Alkalinity มีความสำคัญอย่างไรในกระบวนการก่อตะกอนด้วยสารส้ม
3. จงคำนวณหาค่าใช้จ่ายรายปีในการซื้อสารเคมี, สารส้ม  $\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3 \cdot 18\text{H}_2\text{O}$  และปูนขาว  $\text{CaO}$  มาใช้ในการผลิตประปา โดยผลเฉลี่ยจากการทำ Jar test พบว่าใช้สารส้มและปูนขาว 110 และ 40 mg ต่อลิตรของน้ำที่ผลิต สารส้มและปูนขาวดังกล่าวมีราคา 2,000 และ 2,500 บาทต่อตัน ตามลำดับ อัตราการผลิตประปา  $0.5 \text{ m}^3/\text{s}$ . สมมติว่า สารเคมีทั้งสองมีความบริสุทธิ์ 100%

### เอกสารอ้างอิง

Davis, M.L. and Cornwell, D.A., 1991. *Introduction to Environmental Engineering*. 2<sup>nd</sup> Edition, McGraw-Hill, USA. ISBN: 0-07-015911-4.

Sawyer, C.N., McCarty, P.L., and Parkin, G.F., 1994. *Chemistry for Environmental Engineering*. 4<sup>th</sup> Edition, McGraw-Hill Inc. USA. ISBN: 0-07-113908-7.