

ภาคผนวก

ภาคผนวก ก

สารเคมีที่ใช้ในการทดลอง

สารเคมีที่ใช้ในการทดลอง

1. สารละลายสต็อกสีมาลาไคน์กรีนความเข้มข้น 10 มิลลิโมลาร์ ซึ่งสีมาลาไคน์กรีน 0.4185 กรัม ละลายในตัวทำละลาย DMSO ปริมาตร 1 มล. จากนั้นเติมน้ำเกลือ 7% จนมีปริมาตร 100 มล. ใช้เป็นสต็อกของสีในการทดลอง

2. สารละลายสต็อกไนเตรทความเข้มข้น 200 มิลลิโมลาร์ นำโปแตสเซียมไนเตรท (KNO_3) มาอบที่อุณหภูมิ 105 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชม. และปล่อยให้เย็นในเคสิเคเตอร์ หลังจากนั้นชั่งมา 2.02 กรัม ละลายในน้ำกลั่นจนมีปริมาตรเป็น 100 มล.

3. สารละลายสต็อกไนไตรท์ความเข้มข้น 50 มิลลิโมลาร์ นำโซเดียมไนไตรท์ (NaNO_2) มาอบที่อุณหภูมิ 105 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 2 ชม. และปล่อยให้เย็นในเคสิเคเตอร์ หลังจากนั้นชั่งมา 0.345 กรัม ละลายในน้ำกลั่นจนมีปริมาตรเป็น 100 มล.

สารที่ใช้ในการวิเคราะห์ปริมาณไนไตรท์ (ธงชัย พรรณสวัสดิ์ และอุษา วิเศษสุนน, 2535)

1. สารละลายอิดีทีเอ ละลายไดโซเดียมเอทิลลีนไดอามีเตตราอะซีเตตไดไฮเดรต 500 มก. ในน้ำซึ่งปราศจากไนไตรท์แล้วเติมจนได้ปริมาตรเป็น 100 ลบ.ซม.

2. สารละลายกรดซัลฟานิลิก ละลายกรดซัลฟานิลิก 600 มก. ให้หมดในน้ำร้อน 70 ลบ.ซม. ทำให้เย็นแล้วเติมกรดไฮโดรคลอริกเข้มข้น 20 ลบ.ซม. แล้วเติมน้ำกลั่นซึ่งปราศจากไนไตรท์ จนได้ปริมาตรเป็น 100 ลบ.ซม. ผสมให้เข้ากัน

3. สารละลายเนพทิลลามี ไฮโดรคลอไรด์ ละลายแอลฟาเนพทิลลามีไฮโดรคลอไรด์ 600 มก. ในน้ำกลั่นซึ่งได้เติมกรดไฮโดรคลอริกเข้มข้น 0.5 ลบ.ซม. ไว้ก่อนแล้ว ทำให้เจือจางมีปริมาตรเป็น 100 ลบ.ซม. ผสมให้เข้ากัน หลังจากนั้น 1 สัปดาห์ จะมีตะกอนตกลงมาซึ่งยังคงใช้ได้อยู่ แต่ต้องกรองก่อนที่จะนำไปใช้ ถ้าจะเก็บไว้นาน ๆ ควรจะเก็บไว้ในตู้เย็น

4. สารละลายโซเดียมอะซีเตตบัฟเฟอร์ 2 โมลต่อลบ.ซม. ละลายแอนไฮดรัสโซเดียมอะซีเตต 16.4 กรัม หรือโซเดียมอะซีเตตแอนไฮดรัส 27.2 กรัม ในน้ำกลั่นซึ่งไม่มีไนไตรท์อยู่ และเติมจนได้ปริมาตรเป็น 100 ลบ.ซม. แล้วกรองสารละลายนี้

สารเคมีที่ใช้ในการวิเคราะห์ไนเตรท (ธงชัย พรรณสวัสดิ์ และอุษา วิเศษสุนน, 2535)

1. สารละลายบรูซัน-กรดซัลฟานิลิก ละลายบรูซัน 1 กรัม และกรดซัลฟานิลิก 0.1 กรัม ในน้ำร้อนประมาณ 70 ลบ.ซม. แล้วใส่กรดเกลือเข้มข้น 3 ลบ.ซม. ทิ้งให้เย็นเติมน้ำกลั่น

จนได้ปริมาณเป็น 100 ลบ.ซม. สารละลายนี้จะคงตัวอยู่ได้นานหลายเดือน ถ้ามีสีชมพูเกิดขึ้นก็ไม่กระทบกระเทือนต่อปฏิกิริยา

2. สารละลายกรดซัลฟิวริก ค่อย ๆ เทกรดซัลฟิวริกเข้มข้น 500 ลบ.ซม. ลงในน้ำกลั่น 125 ลบ.ซม. เททีละน้อย ๆ แล้วทำให้เย็นที่อุณหภูมิห้อง ปิดจุกให้แน่นเพื่อกันความชื้นจากอากาศภายนอก

3. สารละลายโซเดียมคลอไรด์ ละลายโซเดียมคลอไรด์ 300 กรัม ในน้ำกลั่นแล้วเติมน้ำกลั่นจนได้ปริมาณเป็น 1,000 ลบ.ซม.

4. สารละลายโซเดียมคลอไรด์ 7% นำโซเดียมคลอไรด์ (NaCl) มา 70 กรัม ละลายในน้ำกลั่นจนมีปริมาตร 1,000 มล

สารละลายสำหรับการวิเคราะห์ค่าซีไอโอดี (ธงชัย พรรณสวัสดิ์ และอุษา วิเศษสุนน, 2535)

1. สารละลายมาตรฐานโพแทสเซียมไดโครเมตความเข้มข้น 0.0167 โมลาร์ ซึ่งสารละลายมาตรฐานปฐมภูมิโพแทสเซียมไดโครเมต 4.913 กรัม ซึ่งถูกทำให้แห้งในเตาอบที่อุณหภูมิ 103 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง ทั้งให้เย็นในโถทำให้ใสในน้ำกลั่นประมาณ 500 ลบ.ซม. ค่อย ๆ เติมกรดซัลฟิวริกเข้มข้น 167 ลบ.ซม. เติมเมอร์คิวริกซัลเฟต 33.3 กรัม คนให้ละลายตั้งทิ้งไว้ให้เย็นที่อุณหภูมิห้อง แล้วเจือจางให้มีปริมาตรเป็น 1,000 ลบ.ซม. ด้วยน้ำกลั่น

2. สารละลายกรดซัลฟิวริกเอเจนต์ ละลายชีวเวอร์ซัลเฟต 22 กรัม ลงในกรดซัลฟิวริกเข้มข้น 1 ขวด ซึ่งมีน้ำหนัก 4 กิโลกรัม

3. สารละลายมาตรฐานเฟอร์รัสแอมโมเนียมซัลเฟตความเข้มข้น 0.1 โมลาร์ ละลายเฟอร์รัสแอมโมเนียมซัลเฟตเฮกซะไฮเดรต 39.2 กรัม ในน้ำกลั่นประมาณ 500 มล. เติมกรดซัลฟิวริกเข้มข้น 20 ลบ.ซม. คนให้ละลาย ทั้งให้เย็นแล้วเติมน้ำกลั่นจนมีปริมาตรเป็น 1,000 มล.

ภาคผนวก ข

วิธีวิเคราะห์

วิธีวิเคราะห์

1. การหาค่า SVI (ธงชัย พรรณสวัสดิ์ และอุษา วิเศษสุนน, 2535)

1.1 หาค่า SV

1.1.1 นำตัวอย่างตะกอนเร่งใส่กระบอกตวงปริมาตร 1,000 ลบ.ซม

1.1.2 ตั้งทิ้งไว้ให้ตกตะกอนเป็นเวลา 30 นาที

1.1.3 บันทึกปริมาตรของสลัดจ์ที่ตกก้นภาชนะได้ค่า SV30 (sludge volume 30)

1.1.4 เขย่าตัวอย่างในกระบอกตวงให้เข้ากัน แบ่งเอาไปหาค่า MLSS (Mixed

Liquor Suspended Solid)

1.2 หาค่า MLSS

1.2.1 อบกระดาศกรองให้แห้งที่อุณหภูมิ 103-105 องศาเซลเซียส ตั้งทิ้งให้เย็นในโถดูดความชื้น นำกระดาศกรองที่เย็นแล้วมาชั่ง สมมติว่าเป็น A มิลลิกรัม

1.2.2 นำตัวอย่างตะกอนเร่งในข้อ 1.1.4 ปริมาตร 15-25 มิลลิลิตร มากรองผ่านกระดาศกรองที่เตรียมไว้

1.2.3 นำกระดาศกรองที่กรองตะกอนเร่งแล้วไปอบที่อุณหภูมิ 103-105 องศาเซลเซียส จนกว่าจะแห้งใช้เวลาประมาณ 1 ชั่วโมง ทิ้งให้เย็นในโถดูดความชื้น

1.2.4 นำมาชั่งหาน้ำหนักกระดาศกรอง สมมติว่าเป็น B มิลลิกรัม จากนั้นนำมาวิธีคำนวณหาค่า MLSS

$$\text{MLSS (มก./ลิตร)} = \frac{\text{น.น. ที่เพิ่มขึ้น (B-A)}}{\text{ปริมาตรตะกอนเร่ง (ลบ.ซม.)}} \times 1,000$$

วิธีคำนวณหาค่า SVI

$$\text{SVI (มล./มก.)} = \frac{\text{SV (มล./ลิตร)}}{\text{MLSS (มก./ลิตร)}} \times 1,000$$

2. การวิเคราะห์ปริมาณเอสเอส (ธงชัย พรรณสวัสดิ์ และอุษา วิเศษสุนน, 2535)

2.1 อบกระดาศกรอง GF/C ให้แห้งที่อุณหภูมิ 103-105 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 1 ชั่วโมง ทิ้งให้เย็นในโถดูดความชื้นและชั่งน้ำหนัก สมมติให้เป็น A (กรัม)

2.2 วางกระดาศกรองลงในกรวยบุคเนอร์ซึ่งต่อเข้ากับเครื่องดูดอากาศ

2.3 ใช้น้ำกลั่นฉีดกระดาศกรองให้เปียกแล้วเปิดเครื่องดูดอากาศเพื่อให้กระดาศกรองติดกรวยบุคเนอร์

2.4 กรองตัวอย่างน้ำที่ผสมเข้ากันดีแล้ว 50-100 มล. โดยใช้เครื่องดูดอากาศ แล้วล้างเครื่องกรองด้วยน้ำกลั่น 10 มล. เปิดเครื่องทิ้งไว้ 3 นาที

2.5 เมื่อแห้งแล้วนำกระดาษกรองออกมาวางในภาชนะเดิม (อาจเป็นถ้วยระเหยหรือกระดาษอลูมิเนียมก็ได้) แล้วนำไปอบแห้งที่อุณหภูมิ 103-105 องศาเซลเซียส เป็นเวลาอย่างน้อย 1 ชั่วโมง ทิ้งให้เย็นในโถดูดความชื้นและชั่งน้ำหนักจนได้น้ำหนักคงที่ สมมติให้เป็น B (กรัม)

วิธีคำนวณเอสเอส

$$\text{เอสเอส (มก./ลิตร)} = \frac{(A-B) \times 1000000}{\text{ปริมาตรตัวอย่าง (มล.)}}$$

ปริมาตรตัวอย่าง (มล.)

3. การวิเคราะห์ปริมาณทีดีเอส (ธงชัย พรรณสวัสดิ์ และอุษา วิเศษสุมน, 2535)

3.1 ใช้น้ำส่วนที่ได้จากการกรองที่เหลือจากการหาเอสเอส ใส่ลงในถ้วยระเหยที่อบแห้งที่อุณหภูมิ 103-105 องศาเซลเซียส ทิ้งให้เย็นในโถดูดความชื้นและชั่งน้ำหนัก สมมติให้เป็น A (กรัม)

3.2 นำไประเหยน้ำให้แห้งบนเครื่องอังไอน้ำ แล้วนำเข้าถ้วย 103-105 องศาเซลเซียส เป็นเวลาอย่างน้อย 1 ชั่วโมง ทิ้งให้เย็นในโถดูดความชื้นและชั่งน้ำหนักจนได้น้ำหนักคงที่ สมมติให้เป็น B (กรัม)

วิธีคำนวณทีดีเอส

$$\text{ทีดีเอส (มก./ลิตร)} = \frac{(A-B) \times 1000000}{\text{ปริมาตรตัวอย่าง (มล.)}}$$

ปริมาตรตัวอย่าง (มล.)

4. การวิเคราะห์ปริมาณซีโอดี ได้ทำการวิเคราะห์ตามวิธีทดลองของ ธงชัย พรรณสวัสดิ์ และอุษา วิเศษสุมน (2535) ซึ่งวิเคราะห์โดยวิธีรีฟลักซ์แบบปิด (close reflux)

4.1 ใส่ตัวอย่างน้ำ 5 มล. ลงในหลอดซีโอดี

4.2 เติมน้ำละลายโพแทสเซียมไดโครเมต 3 มล.

4.3 ค่อย ๆ เทกรดซัลฟิวริกเอเจนต์ 7 มล. ให้ไหลลงก้นหลอดแก้ว เพื่อให้ชั้นของกรดอยู่ได้ชั้นตัวอย่างน้ำและน้ำยาย่อยสลาย

4.4 ปิดจุกหลอดแก้วให้แน่นแล้วคว่ำหลอดแก้วไปมาหลาย ๆ ครั้งเพื่อผสมให้เข้ากัน

4.5 นำหลอดทดลองไปใส่ในเตาอบซึ่งทำให้อุ่นถึงอุณหภูมิ 150 องศาเซลเซียส ก่อนใช้เวลารีฟลักซ์ 2 ชั่วโมง แล้วทิ้งให้เย็นถึงอุณหภูมิห้อง

4.6 เปิดฝาจากแก้วเทของผสมลงในฟลาสเพื่อนำไปไทเทรต โดยเติมเฟอโรอินอินดิเคเตอร์ ประมาณ 1-2 หยด เขย่าให้เข้ากันแล้วไทเทรตด้วย 0.1 โมลาร์ ของ FAS จุดยุติจะ

เปลี่ยนอย่างรวดเร็วจากฟ้ามืดเป็นน้ำตาลแดง ถึงแม้บางครั้งสีฟ้าอมเขียวอาจจะกลับมาปรากฏอีกในหลายนาทีถัดมา

4.7 ทำการทดลองเช่นเดียวกับข้อ 4.1- 4.6 แต่ตัวอย่างใช้น้ำกลั่นเพื่อทำเป็นแบลงค์
วิธีคำนวณซีไอดี

$$\text{ซีไอดี (มก. O}_2\text{/มล.)} = \frac{(A-B) \times M \times 8000}{\text{ตัวอย่างน้ำ (มล.)}}$$

ตัวอย่างน้ำ (มล.)

โดย A = มล. ของ FAS ที่ใช้ในการไทเทรตแบลงค์

B = มล. ของ FAS ที่ใช้ในการไทเทรตตัวอย่างน้ำ

M = โมลาริตีของ FAS

การเตรียมสารละลายมาตรฐานและกราฟมาตรฐาน

ภาคผนวก ค

การเตรียมสารละลายมาตรฐานและกราฟมาตรฐาน

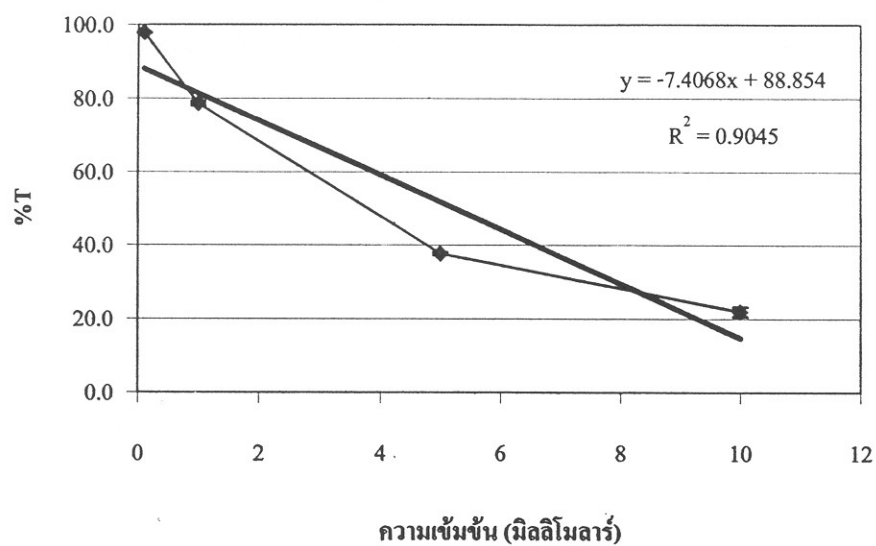
การเตรียมสารละลายมาตรฐานในเตรทและกราฟมาตรฐาน

การเตรียมสารละลายในเตรทมาตรฐาน เตรียมในขวดปริมาตร (volumetric flask) โดยนำโพแทสเซียมไนเตรทที่ผ่านการอบที่ 105 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง จากนั้นชั่งสารมา 2.02 กรัม ละลายในสารละลายน้ำเกลือ 7% ปริมาตร 100 มล. จะมีความเข้มข้นเท่ากับ 200 มิลลิโมลาร์ ใช้เป็นความเข้มข้นตั้งต้น จากนั้นนำไปเจือจางให้มีความเข้มข้นต่าง ๆ ในขวดปริมาตรขนาด 100 มล. ดังตาราง 6

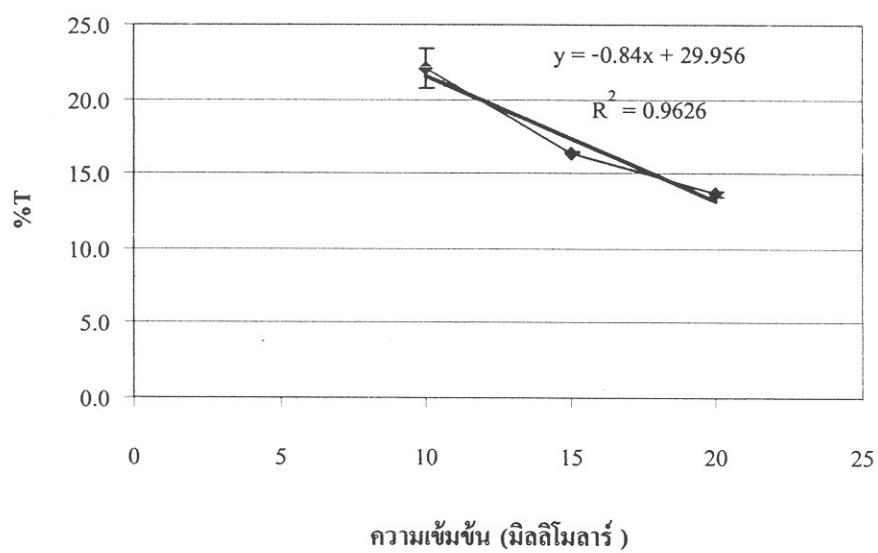
ตารางที่ 6 แสดงการเตรียมสารละลายมาตรฐานในเตรทที่ความเข้มข้นต่าง ๆ กัน ปริมาตร 100 มล. จากสารละลายสต็อกในเตรท 200 มิลลิโมลาร์ และค่า %T ที่วัดได้ที่ความยาวคลื่น 410 นาโนเมตร

ความเข้มข้น (มิลลิโมลาร์)	ปริมาตรสารละลายสต็อก ในเตรท (มล.)	ค่า %T
0.1	0.05	97.8
1	0.5	78.6
5	2.5	37.7
10	5	22.0
15	7.5	16.4
20	10	13.6

ค่าความสัมพันธ์ระหว่างความเข้มข้นของไนเตรทและค่า %T แสดงดังภาพที่ 36 - 37



ภาพที่ 36 กราฟมาตรฐานในเครื่องในช่วงความเข้มข้นระหว่าง 0.1 - 10.0 มิลลิโมลาร์



ภาพที่ 37 กราฟมาตรฐานในเครื่องในช่วงความเข้มข้นระหว่าง 10.0 - 20.0 มิลลิโมลาร์

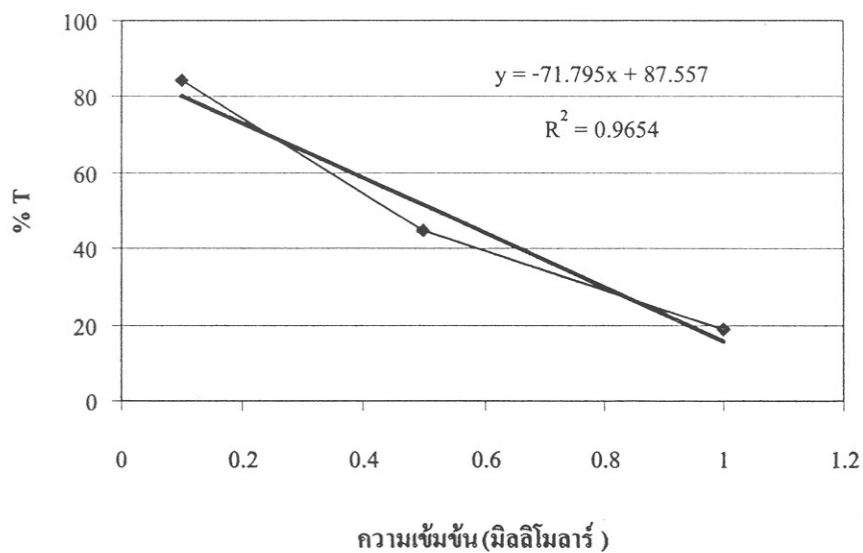
การเตรียมสารละลายมาตรฐานไนไตรท์และกราฟมาตรฐาน

การเตรียมสารละลายไนไตรท์มาตรฐาน เตรียมในขวดปริมาตร (volumetric flask) โดยนำโซเดียมไนไตรท์ (NaNO_2) ที่ผ่านการอบที่ 105 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง จากนั้นชั่งสารมา 0.345 กรัม ละลายในสารละลายน้ำเกลือ 7% ปริมาตร 100 มล. จะมีความเข้มข้นเท่ากับ 50 มิลลิโมลาร์ ใช้เป็นความเข้มข้นตั้งต้น จากนั้นนำไปเจือจางให้มีความเข้มข้นต่าง ๆ ในขวดปริมาตรขนาด 100 มล. ดังตาราง 7

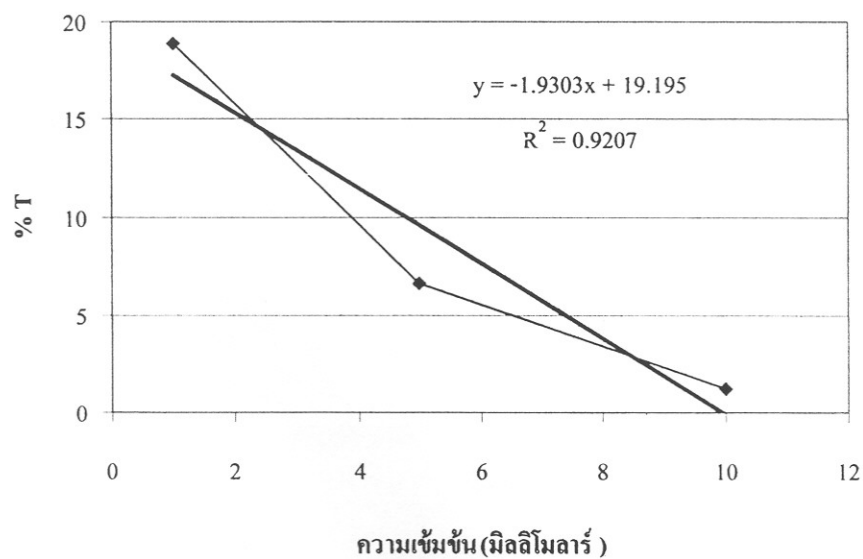
ตารางที่ 7 แสดงการเตรียมสารละลายมาตรฐานไนไตรท์ที่มีความเข้มข้นต่าง ๆ กัน ปริมาตร 100 มล. จากสารละลายสต็อกไนไตรท์ 50 มิลลิโมลาร์ และค่า %T ที่วัดได้ที่ความยาวคลื่น 520 นาโนเมตร

ความเข้มข้น (มิลลิโมลาร์)	ปริมาตรสารละลายสต็อก ไนไตรท์ (มล.)	ค่า %T
0.1	0.2	84.3
0.5	1	44.6
1	2	18.9
5	10	6.6
10	20	1.2

ค่าความสัมพันธ์ระหว่างความเข้มข้นของไนไตรท์และค่า %T แสดงดังภาพที่ 38 - 39



ภาพที่ 38 กราฟมาตรฐานไนไตรท์ในช่วงความเข้มข้นระหว่าง 0.1 - 1.0 มิลลิโมลาร์



ภาพที่ 39 กราฟมาตรฐานไนไตรท์ในช่วงความเข้มข้นระหว่าง 1.0 - 10.0 มิลลิโมลาร์