

บทที่ 4

แผนงานและการดำเนินการวิจัย

4.1 แผนการวิจัย

ในการวิจัยครั้งนี้ งานทดลองทั้งหมดกระทำในห้องปฏิบัติการของภาควิชาวิศวกรรมสุขาภิบาล คณะวิศวกรรมศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย โดยได้กำหนดลำดับของการทดลองไว้ดังนี้

1. ตรวจสอบปฏิกิริยาระหว่างสารเคมีต่าง ๆ ที่ใช้สำหรับการไตเตรตคอลลอยด์ โดยแปรพีเอช และความเข้มข้นคลอเจนปริมาณของสารเคมีต่าง ๆ ให้ครอบคลุมช่วงที่จะใช้ในการทดลองต่อไป
2. ศึกษาระยะของสารส้มและสารประกอบเหล็ก ความเข้มข้น 10, 20, 30, 40, 50, 100, 200 และ 300 มก./ล. ในช่วงพีเอช 4 - 10
3. ศึกษาระยะของโพลีเมอร์ชนิดประจุบวกและลบบางชนิด ที่พีเอชและความเข้มข้นต่าง ๆ ตามความเหมาะสม
4. ศึกษาระยะของน้ำส้มเคาะระที่ มีความขุ่นและพีเอชต่าง ๆ ตามความเหมาะสม
5. ทำการทดสอบของน้ำส้มเคาะระ และน้ำธรรมชาติที่เป็นน้ำคิบสำหรับผลิตน้ำประปา โดยใช้สารส้มเป็นโคแอกกูแลนต์ ให้พีเอชในการทดลอง และความเข้มข้นของสารส้มเป็นตัวแทนอิสรระ โดยมีประจุของอนุภาคหลังจากถูกลดเสถียรภาพ, ประจุของอนุภาคในน้ำใสและความขุ่นที่เหลือในน้ำใสเป็นตัวแทนตาม

เนื่องจากหัวข้อในการวิจัยนี้เป็นเรื่องใหม่ และมีผลการวิจัยเกิมน้อย ในการทดลองต่าง ๆ จำเป็นต้องตรวจสอบเทคนิคการไตเตรตไปพร้อมกันด้วย จึงได้วางแผนการวิจัยไว้อย่างคร่าว ๆ และจะได้ปรับปรุงรายละเอียดบางประการ เพื่อให้ได้ข้อมูลที่เป็นประโยชน์ต่อการวิจัยที่จะมีต่อไป

4.2 การดำเนินการวิจัย

4.2.1 การเตรียมสารเคมีสำหรับการไตเตรตคอลลอยด์

สารเคมีสำหรับการไตเตรตคอลลอยด์ ที่ใช้ในการวิจัยนี้ ได้แก่ พีวีเอสเอเค [poly(vinylsulfuric acid) potassium ผลิตโดยบริษัท Eastman สหรัฐอเมริกา] , กิกิพีเอ็ม (1,5-dimethyl-1,5-diazaundecamethylene polymethobromide ผลิตโดยบริษัท Aldrich สหรัฐอเมริกา)

และ ทึบ (toluidine blue) ซึ่งมีขั้นตอนการเตรียมดังนี้

1. สารละลายทึบที่มีความเข้มข้น 1,000 มก./ล.
ละลายทึบ 1.000 กรัม ในน้ำกลั่นให้มีปริมาตรรวม 1 ลิตร
2. สารละลาย ฟิวโรสเอเค ความเข้มข้น 5×10^{-4} นอร์แมล (normal)
 - ก. ละลาย ฟิวโรสเอเค 1.6221 กรัม ในน้ำกลั่นให้มีปริมาตรรวม 1 ลิตร จะได้สารละลายความเข้มข้น 0.01 นอร์แมล
 - ข. นำสารละลายในข้อ ก มา 200 มล. เจือจางด้วยน้ำกลั่น จนมีปริมาตรรวม 1 ลิตร จะได้สารละลายความเข้มข้น 2×10^{-3} นอร์แมล
 - ค. นำสารละลายในข้อ ข มา 250 มล. เจือจางด้วยน้ำกลั่น จนมีปริมาตรรวม 1 ลิตร จะได้สารละลายความเข้มข้น 5×10^{-4} นอร์แมล
3. สารละลาย คีตีพีเอ็ม ความเข้มข้น 5×10^{-4} นอร์แมล
 - ก. ละลาย คีตีพีเอ็ม 2 กรัม ในน้ำกลั่นให้มีปริมาตรรวม 1 ลิตร และเจือจางตามขั้นตอน ก และ ข ในข้อ 2 จะได้สารละลายความเข้มข้น 5×10^{-4} นอร์แมล โดยประมาณ
 - ข. เมื่อต้องการสารละลายที่มีความเข้มข้นแน่นอน จะตรวจสอบได้โดยไทเทรตด้วยสารละลาย ฟิวโรสเอเค 5×10^{-4} นอร์แมล ที่เตรียมไว้ โดยใช้สารละลายทึบ เป็นดัชนี จุดสิ้นสุด คือ จุดที่ ทึบ เปลี่ยนจากสีน้ำเงินเป็นสีม่วง

4.2.2 การเตรียมสารละลายและน้ำล้างเครื่องสำหรับการวิจัย

1. สารละลายสารส้ม

สารส้มที่ใช้ในการวิจัยคือ อลูมิเนียมซัลเฟต $Al_2(SO_4)_3 \cdot 16H_2O$ เตรียมขึ้นให้มีความเข้มข้นต่าง ๆ โดยใช้หน่วย มิลลิกรัมต่อลิตร ของอลูมิเนียมซัลเฟต $Al_2(SO_4)_3 \cdot 16H_2O$ ปรบพีเอชให้มีค่าต่าง ๆ โดยใช้ กรดซัลฟูริก ความเข้มข้น 0.1 นอร์แมล และโซเดียมไฮดรอกไซด์ความเข้มข้น 0.1 นอร์แมล

2. สารละลายโพลิเมอร์ต่าง ๆ

เตรียมสารละลายโพลิเมอร์ทั้งชนิดประจุบวกและลบ ให้มีความเข้มข้นต่าง ๆ โดยใช้หน่วย มิลลิกรัมต่อลิตร ของโพลิเมอร์ชนิดนั้น ๆ ปรบพีเอชให้มีค่าต่าง ๆ โดยใช้กรดซัลฟูริก ความเข้มข้น 0.1 นอร์แมล และโซเดียมไฮดรอกไซด์ความเข้มข้น 0.1 นอร์แมล .

3. น้ำสังเคราะห์

น้ำสังเคราะห์เตรียมขึ้นจากดิน 3 ชนิด คือ เบนโทไนท์ (bentonite) ฟูลเลอร์เอิร์ธ (Fuller's earth) และคาโอลิน (kaolin) ซึ่งจะเตรียมให้เป็นน้ำสังเคราะห์ที่มีความชื้นต่าง ๆ ตามขั้นตอนดังต่อไปนี้

ก. หาความถ่วงจำเพาะของดิน

1. นำดินซึ่งมีน้ำหนักประมาณ 50 กรัม มาผสมกับน้ำกลั่นประมาณ 100 มล. ทิ้งไว้เคือกเพื่อไล่ฟองอากาศประมาณ 15 นาที ปล่อยให้เย็น แล้วปรับให้มีปริมาตรรวม 100 มล. นำไปชั่งน้ำหนัก จะได้น้ำหนักของ ดิน + ภาชนะ + น้ำ (100 มล. - ส่วนที่ถูกลบแทนที่)

2. นำตัวอย่างที่ชั่งน้ำหนักแล้วจากข้อ 1 ไประเหยในน้ำเคือก (water bath) จนแห้ง แล้วนำไปอบที่อุณหภูมิ 103° เซนติเกรด เป็นเวลา 24 ช.ม. ปล่อยให้เย็นในภาชนะปิดความชื้น (dessicator) แล้วนำมาชั่งน้ำหนักจะได้น้ำหนักที่แท้จริงของตัวอย่างดิน

3. ชั่งน้ำหนักของภาชนะที่ใช้ทดสอบ ซึ่งบรรจุน้ำ 100.0 มล. จะได้น้ำหนักของ ภาชนะ + น้ำ 100.0 มล.

4. นำน้ำหนักจากข้อ 3 บวกค่าน้ำหนักดินจากข้อ 2 แล้วลบค่าน้ำหนักที่ชั่งได้จากข้อ 1 จะได้น้ำหนักของน้ำที่ถูกลบแทนที่โดยดินที่ใช้ทดสอบ

5. นำน้ำหนักดินจากข้อ 2 และน้ำหนักน้ำที่ถูกลบแทนที่จากข้อ 4 มาคำนวณค่าความถ่วงจำเพาะของดินได้โดยสมการ 4.1

$$\text{ความถ่วงจำเพาะของดิน} = \frac{\text{น้ำหนักของดิน}}{\text{น้ำหนักของน้ำที่ถูกลบแทนที่}} \dots\dots\dots 4.1$$

ข. เตรียมน้ำสังเคราะห์

1. นำดินมาผสมกับน้ำ โดยให้ความเข้มข้นประมาณ 15 กรัมต่อลิตร กวนผสมให้เป็นเนื้อเดียวกัน

2. เติมโซเดียมไบคาร์บอเนตลงไป ให้ความเข้มข้นประมาณ 100 มก./ล. แล้วเติมอากาศ (aeration) เป็นเวลา 24 ช.ม.

3. ปล่อยให้ในภาชนะน้ำนิ่ง ให้อุณหภูมิคงตัว เป็นเวลา 48 ชม. แล้วใช้วิธีการกักน้ำ (siphon) นำตัวอย่างน้ำออกจากภาชนะที่ความลึกซึ่งจะทำให้ได้อุณหภูมิที่ต่ำกว่า หรือเท่ากับ

1 ไมครอน (10^{-6} ม.) โดยคำนวณจากสูตรที่ประยุกต์จากกฎของ สโตค (Stoke's law) ดังนี้

$$V_c = \frac{g(q_s - q)d^2}{18u}$$

เมื่อ V_c คือ	ความเร็วในการจมตัวของอนุภาค	, ม./วินาที
g คือ	อัตราเร่งเนื่องจากแรงโน้มถ่วงของโลก	, ม./วินาที ²
d_s คือ	ความหนาแน่นของอนุภาค	, กก.(มวล)/ลบ.ม.
q คือ	ความหนาแน่นของน้ำ	, กก.(มวล)/ลบ.ม.
d คือ	ขนาดของอนุภาค	, ม.
u คือ	ความหนืดของน้ำ	, นิวตัน - วินาที/ม. ²

ตัวอย่างเช่นในกรณีของคาโบลิน ซึ่งหาความถ่วงจำเพาะได้เท่ากับ 2.38 ก็คือมีความหนาแน่น 2,380 กก.(มวล)/ลบ.ม. เมื่อแทนค่าในสมการ 4.2 จะได้ความเร็วในการจมตัวเท่ากับ 8.45×10^{-7} ม./วินาที หรือ 0.3 ซม./ชม. เมื่อให้เวลาจมตัว 48 ชม. ก็จะคุดน้ำออกจากภาชนะที่ความลึก 14.4 ซม. เป็นต้น

4. นำน้ำสังเคราะห์จากข้อ 3 มาเจือจางให้มีความขุ่นตามต้องการ

4.2.3 วิธีไทเทรตคอลลอยด์และการคำนวณค่าประจุ

การวิจัยครั้งนี้ใช้เทคนิคการไทเทรตคอลลอยด์ทั้ง 2 วิธี ซึ่งมีขั้นตอนการไทเทรต และการคำนวณค่าประจุดังนี้

1. การไทเทรตย้อนกลับ (back titration) (4,5)

ก. เติมตัวอย่างน้ำที่จะหาประจุ ลงในบีกเกอร์ขนาด 250 มล. กวนผสมบนเครื่องกวนแบบแม่เหล็ก (magnetic stirrer) ที่วางกวนขนาดเส้นผ่าศูนย์กลาง 6 มม. ยาว 25 มม. โดยใช้ความเร็ว 400 รอบต่อนาที

ข. เติมสารละลาย คีซีพีเอ็ม ลงไปปริมาณหนึ่ง แล้วหยดสารละลาย ทีบี ลงไป

1 - 3 หยด

ค. ไทเทรตด้วยสารละลาย ทีวีเอสเอเค โดยใช้ บิวเรต (burette) ขนาด 50 มล. จนสีของตัวอย่างน้ำเปลี่ยนจากสีน้ำเงินเป็นสีม่วงน้ำเงิน (ดูภาพ 4.1)

ง. ใช้น้ำกลั่นปริมาตรเท่าตัวอย่างน้ำเป็นตัวอย่าง แล้วไทเทรตตามข้อ ก - ค



(ก)

(ข)

(ค)

ภาพ 4.1 สีของตัวอย่างน้ำที่มีประจุต่างๆ

(ก) ตัวอย่างที่มีประจุลบ

(ข) สีของจุกสีนํ้า

(ค) ตัวอย่างที่มีประจุบวก

ประจักษ์อย่างน้ำ คำนวณได้จากสมการ 4.3

$$C = \frac{(S - B) N \times 10^7}{M} \dots\dots\dots 4.3$$

เมื่อ C คือ ประจักษ์ในตัวอย่างน้ำ, มิลลิอิกวาเลนซ์/ลิตร $\times 10^4$

S คือ ปริมาตรสารละลาย พีวีเอสเอเค ที่ใช้ไตเตรตตัวอย่างน้ำ, มล.

B คือ ปริมาตรสารละลาย พีวีเอสเอเค ที่ใช้ไตเตรตตัวอย่างน้ำกลั่น, มล.

N คือ ความเข้มข้นของสารละลาย พีวีเอสเอเค, อิกวาเลนซ์/ลิตร

M คือ ปริมาตรของตัวอย่างน้ำ, มล.

การไตเตรตย้อนกลับนี้สามารถเปลี่ยนแปลงปริมาณสารละลาย คีซีพีเอ็ม ได้ตามความเหมาะสม และไม่จำเป็นต้องรู้ความเข้มข้นที่แท้จริงของสารละลาย คีซีพีเอ็ม ด้วย เพราะการทำแบลงค์ (blank) จะแก้ไขความคลาดเคลื่อนต่าง ๆ ได้

2. การไตเตรตโดยตรง (direct titration) (17,18)

2-1 วิธีของ WANG แบ่งออกเป็น 2 กรณี คือ

ก. เมื่อหยด ทีบี ลงในตัวอย่างน้ำแล้วเป็นสีน้ำเงิน แสดงว่าอนุภาคในตัวอย่างน้ำมีประจุบวก จะหาความเข้มข้นของประจุได้โดยไตเตรตด้วยสารละลาย พีวีเอสเอเค ซึ่งเมื่อนำปริมาตรของสารละลาย พีวีเอสเอเค ที่ใช้ไตเตรตตัวอย่างน้ำไปลบด้วยปริมาตรที่ใช้ไตเตรตน้ำกลั่น จะคำนวณความเข้มข้นของประจุได้

ข. เมื่อหยด ทีบี ลงในตัวอย่างน้ำแล้วเป็นสีม่วง แสดงว่าอนุภาคในตัวอย่างน้ำมีประจุลบ จะหาความเข้มข้นของประจุ โดยไตเตรตด้วยสารละลาย คีซีพีเอ็ม ในกรณีนี้ WANG ไม่ได้แสดงวิธีการทำแบลงค์ (blank) ไว้อย่างชัดเจน

ในกรณี ก. นั้น อนุภาคในน้ำไม่จำเป็นต้องมีประจุบวกเสมอไป แต่อาจจะไม่มีประจุหรือมีประจุลบ ซึ่งมีน้อยจนไม่สามารถทำให้ ทีบี เปลี่ยนเป็นสีม่วงอย่างเห็นได้ชัดก็เป็นได้ ที่กล่าวเช่นนี้ได้ เพราะว่าเป็นน้ำกลั่นซึ่งไม่มีอนุภาคนั้น ทีบี เป็นสีน้ำเงินและเมื่อไตเตรตน้ำกลั่นด้วยสารละลาย พีวีเอสเอเค ซึ่งมีประจุลบ ทีบี ไม่ได้เปลี่ยนเป็นสีม่วงในทันทีที่หยดสารละลาย พีวีเอสเอเค ลงไป แต่จะต้องใช้สารละลาย พีวีเอสเอเคในปริมาณที่มียุคสำคัญ จึงสามารถทำให้เกิดสีม่วงอย่างเห็นได้ชัด แต่อย่างไรก็ตาม ในกรณีนี้ การทำแบลงค์จะทำให้รบกวน และความเข้มข้นของประจุ โดยคำนวณตามสมการ 4.3

สำหรับกรณี ข. นั้น มีข้อสงสัยแก่ที่ว่า เนื่องจาก ทีบี ไม่ทำปฏิกิริยากับอนุภาคประจุบวก ดังนั้นในการไตเตรต คีซีพีเอ็ม จึงไม่ได้เปลี่ยนสีของทีบี แต่เป็นเพียงการทำให้ทีบีมีอนุภาค

ประจุลบถูกผลักไปในน้ำเท่านั้น ซึ่งอาจเกิดจากการสมมูลประจุลบของอนุภาค และ/หรือ กลไกอื่นใด ทั้งนี้จุดสิ้นสุด (end point) ซึ่งดีของตัวอย่างน้ำเริ่มไม่เป็นสีม่วงนั้น ประจุลบของอนุภาคยังอาจจะไม่หมดไป แต่เหลืออยู่น้อยจนไม่สามารถทำให้เกิดสีม่วงอย่างเห็นได้ชัดก็ได้ ดังนั้นปริมาณของสารละลาย คีทีพีเอ็ม ที่ใช้โคเตรค จึงอาจจะมีสมมูลย์ของประจุบวก ไม่เท่ากับสมมูลย์ประจุลบในตัวอย่างน้ำ

2-2 วิธีที่ปรับปรุงใหม่

ในการวิจัยครั้งนี้ ได้พยายามปรับปรุง การโคเตรคในกรณี ข. เพื่อขจัดความคลาดเคลื่อนต่าง ๆ ทั้งนี้คือ เมื่อหยดที่มีลงในตัวอย่างน้ำแล้วเป็นสีม่วงในครั้งแรกจะโคเตรคด้วยสารละลาย คีทีพีเอ็ม จนตัวอย่างน้ำเปลี่ยนเป็นสีน้ำเงิน ซึ่งผลลัพธ์ของประจุในตัวอย่างน้ำอาจจะเป็นบวก หรือ เป็นกลางหรือมีประจุลบน้อย ๆ ทั้งนี้กล่าวมา เมื่อถึงจุดนี้ตัวอย่างน้ำจะเข้ากรณี ก. จึงสามารถโคเตรคหาความเข้มข้นและชนิดของประจุในขณะนั้นได้ด้วยสารละลาย พีวีแอลเอเค เพราะฉะนั้นเมื่อรู้สมมูลย์ประจุบวกของ คีทีพีเอ็ม ที่เติมลงในตัวอย่างน้ำ และหาสมมูลย์ของประจุที่มีอยู่หลังจากเติม คีทีพีเอ็ม ได้ ก็สามารถคำนวณชนิดและสมมูลย์ของประจุที่มีอยู่เดิมได้

วิธีโคเตรคโดยตรงในกรณี ข. ที่ปรับปรุงใหม่นี้ จะคล้ายกับวิธีโคเตรคย้อนกลับ แต่จะต่างกันที่ การโคเตรคย้อนกลับจะเติมสารละลาย คีทีพีเอ็ม ด้วยปริมาณคงที่ก่อน แล้วจึงหยด ทีบี ลงไป ส่วนวิธีใหม่นี้จะหยดสารละลายทีบีลงไปก่อนแล้วจึงเติมสารละลายคีทีพีเอ็มซึ่งจะใช้ปริมาณแตกต่างกันไป ซึ่งถ้าหากปฏิกิริยาที่ คีทีพีเอ็ม และพีวีแอลเอเค กระทำต่อกัน และกระทำต่ออนุภาคที่มีประจุตรงข้าม เป็นการลบด่างประจุและเป็นสคอยซิโอเมตริกจริง ๆ แล้ว ผลลัพธ์จากทั้งสองวิธีจะเท่ากัน ในการวิจัยครั้งนี้ได้ใช้วิธีโคเตรคทั้งสองวิธีนี้ตรวจสอบปฏิกิริยาดังกล่าว โดยใช้กับการวัดประจุของน้ำสังเคราะห์ เบนโทไนท์ ซึ่งจะได้อีกกล่าวต่อไปในบทที่ 5

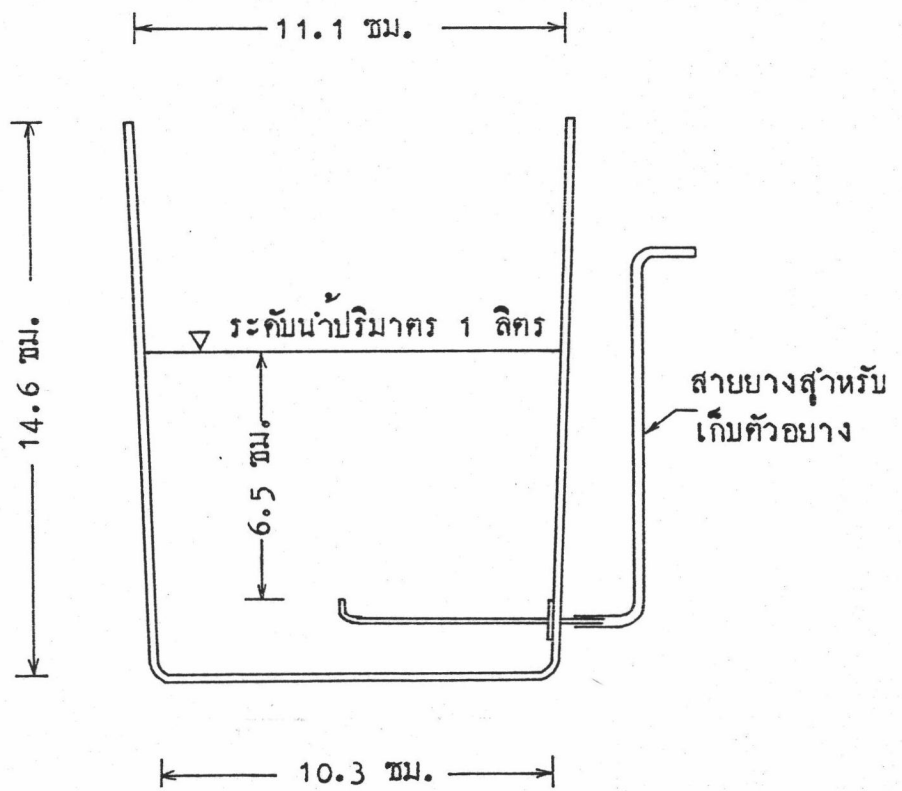
4.2.4 วิธีทำจาร์เทสค์แบบธรรมดา และแบบใช้ความปั่นป่วนสูง

1. อุปกรณ์และเครื่องมือ

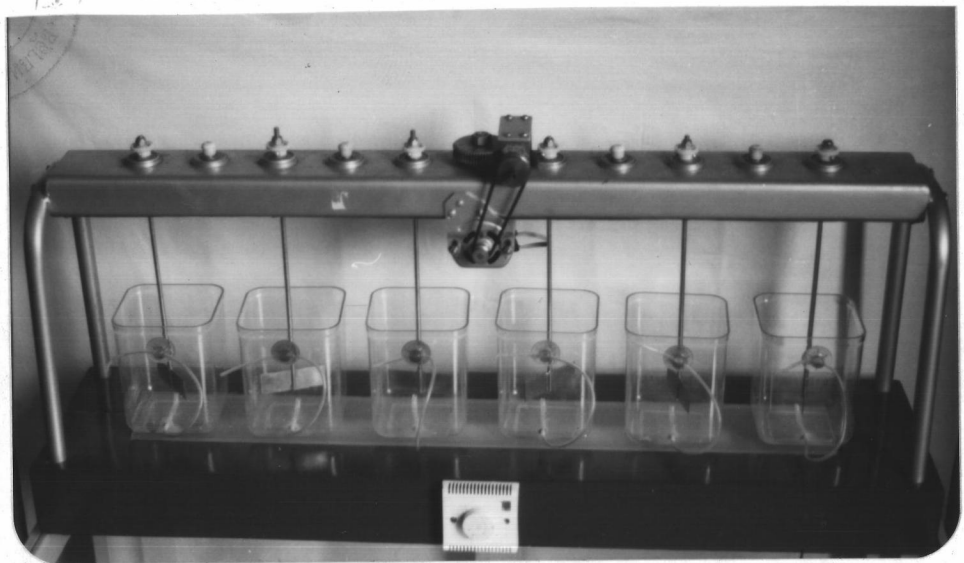
ก. เครื่องกวนที่ใช้ในการทดสอบ เป็นแบบมาตรฐานทั่วไป ซึ่งปรับความเร็วรอบได้ ประกอบด้วยใบพัดสำหรับกวนขนาด 1 / 3 นิ้ว จำนวน 6 ใบ

ข. เครื่องบดสำหรับกรณีที่ต้องการความปั่นป่วนในการกวนผสมสูง ใช้เครื่องปั่นน้ำผลไม้ซึ่งจำหน่ายโดย บริษัท เฮาเกอร์ เมเยอร์ (ประเทศไทย) จำกัด ซึ่งใช้เครื่องหมาย มูลินเน็กซ์ (Moulinex) หมายเลขรุ่น 320/202 ขนาด 700 วัตต์

ค. ถ้วยทดลอง ใช้โพลีพลาสติกทรงเหลี่ยมซึ่งเพิ่มอุปกรณ์สำหรับเก็บตัวอย่าง กิ่ง แสงในภาพ 4.2, 4.3 จำนวน 6 ใบ



ภาพ 4.2 ถ้วยทดลองและอุปกรณ์สำหรับเก็บตัวอย่าง ที่ใช้ในการทำจาร์ เทสต์



ภาพ 4.3 เครื่องจาร์ เทสต์ที่ใช้ในการวิจัย และถ้วยทดลองที่มีอุปกรณ์สำหรับเก็บตัวอย่าง

2. วิธีทดสอบ

การทดสอบจะแบ่งเป็นกรณีที่ใช้การกวนผสม (mixing) ด้วยความปั่นป่วนต่ำ และ ความปั่นป่วนสูง

ก. เมื่อใช้ความปั่นป่วนต่ำ

1. เติมน้ำที่จะทดสอบปริมาตร 1 ลิตร ลงในถ้วยทดลองทั้ง 6 ใบ
2. นำไปปรับค่าพีเอชด้วยกรดเกลือความเข้มข้น 1 นอร์แมล หรือสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ความเข้มข้น 1 นอร์แมล ให้ค่าพีเอชซึ่งคำนวณไว้ก่อนแล้วว่าหลังจากเติมสารส้มแล้ว จะลดลงมาอยู่ในช่วงที่ต้องการ
3. นำมากวนด้วยเครื่องกวน โดยใช้ความเร็ว 100 รอบต่อนาที
4. เติมสารส้มปริมาณต่าง ๆ ตามต้องการ แล้วกวนต่อเป็นเวลา 2 นาที รวมเวลาของการกวนผสมในขั้นตอนที่ 3 และ 4 ประมาณ $2\frac{1}{2}$ นาที
5. ปล่อยให้ตั้งทางสายยางเก็บตัวอย่าง เพื่อชำระสายยางประมาณ 5 มล. แล้วจึงเก็บตัวอย่าง 50.0 มล. เพื่อนำไปหาค่าประจุด้วยการไทเทรต แล้วระบุเป็นประจุหลังการกวนผสม
6. หลังจากเก็บตัวอย่างแล้ว จึงกวนซ้ำด้วยความเร็ว 30 รอบต่อนาทีเป็นเวลา 20 นาที

7. ให้เวลาจมน้ำ (settling time) 15 นาที แล้วเก็บตัวอย่างไปวัดความขุ่นและหาค่าประจุตามแบบข้อ 5 แล้วระบุเป็นค่าความขุ่นและประจุของน้ำใส

ข. เมื่อใช้ความปั่นป่วนสูง

1. นำน้ำที่จะทดสอบซึ่งปรับพีเอชแล้วตามข้อ ก2. ปริมาตร 1 ลิตร มากวนในเครื่องบค เติมสารส้มปริมาณต่าง ๆ ตามต้องการ แต่ใช้เวลาในการเติมทุก ๆ ครั้งใกล้เคียงกัน คือ ประมาณ 5 วินาที แล้วกวนต่อเป็นเวลา 5 วินาที
2. เติมน้ำซึ่งเติมสารส้มและกวนในเครื่องบคแล้วลงในถ้วยทดลองแล้วทำตามข้อ ก 3 ถึง ก7 ยกเว้นข้อ ก 4