บทปฏิบัติการทดลอง
การผลิตแก๊สชีวภาพ

ผศ.อุบล ตันสม

1. การเตรียมเชื้อจุลินทรีย์

เชื้อจุลินทรีย์ที่ใช้ในการทดลองนี้ คือ มูลวัวสดที่นำมาละลายน้ำในอัตราส่วน 1:2 ของมูลวัวต่อน้ำ

2. การวิเคราะห์ตัวอย่าง (มูลสัตว์) (ใช้วัสดุที่เตรียมในการหมัก แก๊สชีวภาพ)

1) การวิเคราะห์ปริมาณของแข็งทั้งหมด (Total solids;TS) และของแข็งระเหย (Volatial solids;VS)

ปริมาณของแข็งทั้งหมด (TS) ในน้ำสามารถบอกคุณภาพของน้ำ ทำให้สามารถประมาณค่าของสารอินทรีย์ละลายน้ำ ซึ่งน้ำคุณภาพดีนั้นมีปริมาณของแข็งทั้งหมดน้อยกว่า 500 มิลลิกรัมต่อลิตร การหาตะกอนหนักมีความสำคัญในการออกแบบและควบคุมระบบถัง ตกตะกอน และค่าของแข็งระเหยสามารถบอกได้ถึงปริมาณสารอินทรีย์ที่มีอยู่ในน้ำ **TS** หมายถึง ปริมาณของแข็งที่เหลืออยู่ในภาชนะภายหลังจากระเหยน้ำออกจากตัวอย่างน้ำจนหมด แล้วนำไปอบที่อุณหภูมิ 103 - 105 องศาเซลเซียส จนน้ำหนักคงที่ ปล่อยให้เย็นในโถทำแห้งแล้วชั่งหาน้ำหนักของของแข็งในภาชนะนั้น จะได้ปริมาณของของแข็งหรือสารทั้งหมด มีหน่วยเป็น mg/L โดยสามารถวิเคราะห์ได้ ดังนี้

ขั้นตอนการเตรียมถ้วยกระเบื้อง

เผาถ้วยกระเบื้อง (ถ้วยระเหย) ที่อุณหภูมิ 550 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 20 นาที ก่อนนำไปใช้งานให้นำไปอบที่ 103-105 องศาเซลเซียส ประมาณ 1 ชั่วโมง ทิ้งให้เย็นในโถดูดความชื้นอีก 1 ชั่วโมง นำไปชั่งที่เครื่องชั่ง 4 ตำแหน่ง บันทึกน้ำหนัก (g)

ขั้นตอนการวิเคราะห์ของแข็งทั้งหมดและของแข็งระเหย

กวนตัวอย่างให้เป็นเนื้อเดียวกัน จากนั้นปิเปตหรือตวงตัวอย่างใส่ลงในถ้วยกระเบื้อง 10 มิลลิลิตร จากนั้นนำไปอบข้ามคืนที่อุณหภูมิ 103-105 องศาเซลเซียส ตั้งทิ้งไว้ให้เย็นในโถดูดความชื้น 1 ชั่วโมง แล้วนำไปชั่งที่เครื่องชั่ง 4 ตำแหน่ง บันทึกน้ำหนัก (g)

สำหรับการวิเคราะห์ค่าของแข็งระเหย จะนำถ้วยกระเบื้องและตัวอย่างที่อบแล้วจากการวิเคราะห์ค่าของแข็งทั้งหมดไปเผาที่อุณภูมิ 550 องศาเซลเซียส 20 นาที แล้วทิ้งให้เย็นในโถดูดความชื้น 1 ชั่วโมง จากนั้นนำไปชั่งที่เครื่องชั่ง 4 ตำแหน่ง บันทึกน้ำหนัก (g)

การคำนวณ

TS (mg/L) = (B-A) x 106 / V

VS (mg/L) = (B-C) x 106 / V

เมื่อ A = น้ำหนักถ้วยเปล่า (g)

B = น้ำหนักถ้วย + ตัวอย่างหลังอบ (g)

C = น้ำหนักถ้วย + ตัวอย่างหลังเผา (g)

V = ปริมาตรน้ำตัวอย่าง (mL)

ภาพที่ 1 ปริมาณของแข็งทั้งหมดและของแข็งระเหย

วัสดุ อุปกรณ์ และการเตรียมสารเคมี

1. เผาถ้วยกระเบื้อง/ถ้วยระเหย (Evaporating dish)
2. โถดูดความชื้น
3. คีมคีบ
4. กระบอกตวง ขนาด 100 mL
5. บีกเกอร์ ขนาด 100, 250 mL
6. เครื่องชั่ง 4 ตำแหน่ง
7. ตู้อบลมร้อน (Hot Air Oven)
8. เตาเผาความร้อนสูง (Furnace)
9. ถุงมือกันความร้อน
10. น้ำกลั่น

2) การวิเคราะห์ความเป็นด่างและกรดระเหยง่าย

กรดไขมันระเหยนั้นต้องทำการควบคุมให้มีปริมาณกรดไขมันที่ระเหยในถังหมักไม่เกิน 2,000 มิลลิกรัมต่อลิตร เพื่อระบบผลิตที่มีคุณภาพโดยสามารถวิเคราะห์ได้ ดังนี้

ขั้นตอนการทดสอบ

ตั้งตัวอย่างไว้ให้ตกตะกอนเพื่อนำของเหลวใสเทลงในบีกเกอร์ 25 mL เทใส่ในบีกเกอร์แล้วไตเตรทด้วย H_2SO_4 ให้ pH ประมาณ 4.5 บันทึกปริมาตรและความเข้มข้นของ H_2SO_4 และไตเตรทต่อด้วย H_2SO_4 จน pH 3.3-3.5 จากนั้นนำไปต้มให้เดือดเบา ๆ ที่อุณหภูมิประมาณ 300 องศาเซลเซียส นับจากเดือด 3 นาที แช่บีกเกอร์ในน้ำเย็น จนอุณหภูมิประมาณ 30-40 องศาเซลเซียส ปรับ pH ให้ได้ 4.0 ด้วย NaOH แล้วไตเตรทต่อจน pH ถึง 7.0 จดปริมาตร NaOH ที่ใช้ (จาก pH 4.0-7.0) บันทึกปริมาตรและความเข้มข้นของ NaOH

การคำนวณ

AlK (mg/L as $CaCo_3$) = (A x B x 50,000) / V

VFA (mg/L as CH_3COOH) = (C x D x 60,000 x 1.5) / V

เมื่อ A = ความเข้มข้นของ H_2SO_4 (N)

B = ปริมาตร H_2SO_4 ที่ใช้ (mL)

C = ความเข้มข้นของ NaOH (N)

D = ปริมาตร NaOH ที่ใช้ (mL)

V = ปริมาตรน้ำตัวอย่าง (mL)

ภาพที่ 2 ทดสอบความเป็นด่างและกรดระเหยง่าย

วัสดุ อุปกรณ์ และการเตรียมสารเคมี

1. เครื่องวัด pH (pH meter)
2. ปิเปต
3. บิวเรต
4. ขาตั้งและที่จับบิวเรต
5. ขวดรูปชมพู่ 3 ใบ
6. เทอร์โมมิเตอร์
7. กระบอกตวง ขนาด 100 mL
8. บีกเกอร์ ขนาด 25, 100, 250 mL
9. เตาให้ความร้อน (Hot plate)
10. เครื่องชั่ง 4 ตำแหน่ง
11. กะละมัง
12. กรดซัลฟุริก (Sulfuric acid; H_2SO_4)
13. โซเดียมไฮดรอกไซด์ (Sodium hydroxide; NaOH)

3) การวิเคราะห์ปริมาณ COD แบบปิด (COD close reflux)

ค่าซีโอดี COD (Chemical Oxygen Demand) คือ ค่าปริมาณออกซิเจนที่สารเคมีใช้ในการย่อยสลายสารอินทรีย์ในน้ำ มีหน่วยเป็นมวลของออกซิเจนที่ถูกใช้ในการย่อยสลายสารอินทรีย์ในน้ำต่อปริมาณน้ำเสีย (mg/L) เป็นพารามิเตอร์หนึ่งที่สำคัญสำหรับการตรวจสอบคุณภาพน้ำว่ามีความสกปรกมากน้อยเพียงใด ยิ่งค่า COD มากหมายความว่าน้ำมีค่าความสกปรกมาก ซึ่งค่ามาตรฐานน้ำทิ้งตามกฎหมายกรมโรงงานอุตสาหกรรมต้องมีค่า COD ไม่เกิน 120 mg/L การวิเคราะห์หาค่า COD เป็นการวัดความสกปรกของน้ำเสีย โดยคิดเปรียบเทียบในรูปของปริมาณออกซิเจนที่ต้องการใช้ในการออกซิไดซ์สารอินทรีย์ โดยใช้สารเคมีซึ่งมีประสิทธิภาพในการออกซิไดซ์สูงในสารละลายที่เป็นกรด โดยมีขั้นตอนการวิเคราะห์ดังต่อไปนี้

ขั้นตอนการทดสอบ

กวนตัวอย่างให้เป็นเนื้อเดียวกันแล้วปิเปตตัวอย่าง 3 mL หรือน้อยกว่า ใส่ในหลอดทดลอง เติมน้ำกลั่น 2 mL เติมโพแทสเซียมไดโครเมต ($K_2Cr_2O_7$) 0.1 นอร์มอล 3 mL แล้วเติมกรดซัลฟุริก (Sulfuric acid; H_2SO_4) รีเอเจนต์ 7 mL จากนั้นปิดฝา แล้วเขย่าเบา ๆ นำไปอบที่ 150 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง แล้วหยดเฟอร์โรอีน อินดิเคเตอร์ (Ferorin indicator solusion) ลงไป 2-3 หยด เขย่าให้เข้ากัน จากนั้นไตเตรทกับสารละลายมาตรฐานเฟอรัสแอมโมเนียมซัลเฟต (Standard Ferrous Ammonium Sulfate (FAS) solution :$Fe(NH4)_2(SO_4)2.6H_2O$) ความเข้มข้น 0.1 นอร์มอล จนเปลี่ยนสีจากสีเหลืองเป็นสีน้ำตาลแดง ดังแสดงในภาพที่ 3 บันทึกปริมาตร FAS ที่ใช้

การคำนวณ

COD as mg O_2/L = (B-A) x N x 8,000 / V

เมื่อ B = ปริมาตรเฉลี่ย FAS ที่ใช้ไตเตรท blank (mL)

A = ปริมาตร FAS ที่ใช้ไตเตรทตัวอย่าง (mL)

N = ความเข้มข้นของ FAS

V = ปริมาตรตัวอย่าง (mL)

หมายเหตุ: ความเข้มข้นของ FAS คำนวณดังนี้

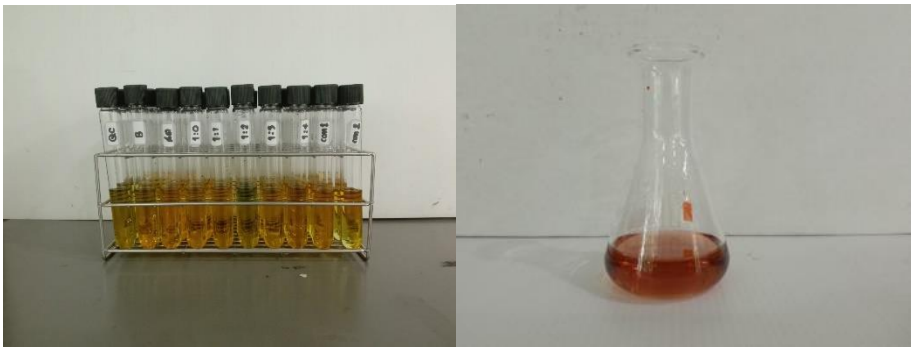
N2 = N1 x V1 / V2

N1 = ความเข้มข้นของ $K_2Cr_2O_7$ (N)

N2 = ความเข้มข้น FAS (N)

V1 = ปริมาตรของ $K_2Cr_2O_7$ (mL)

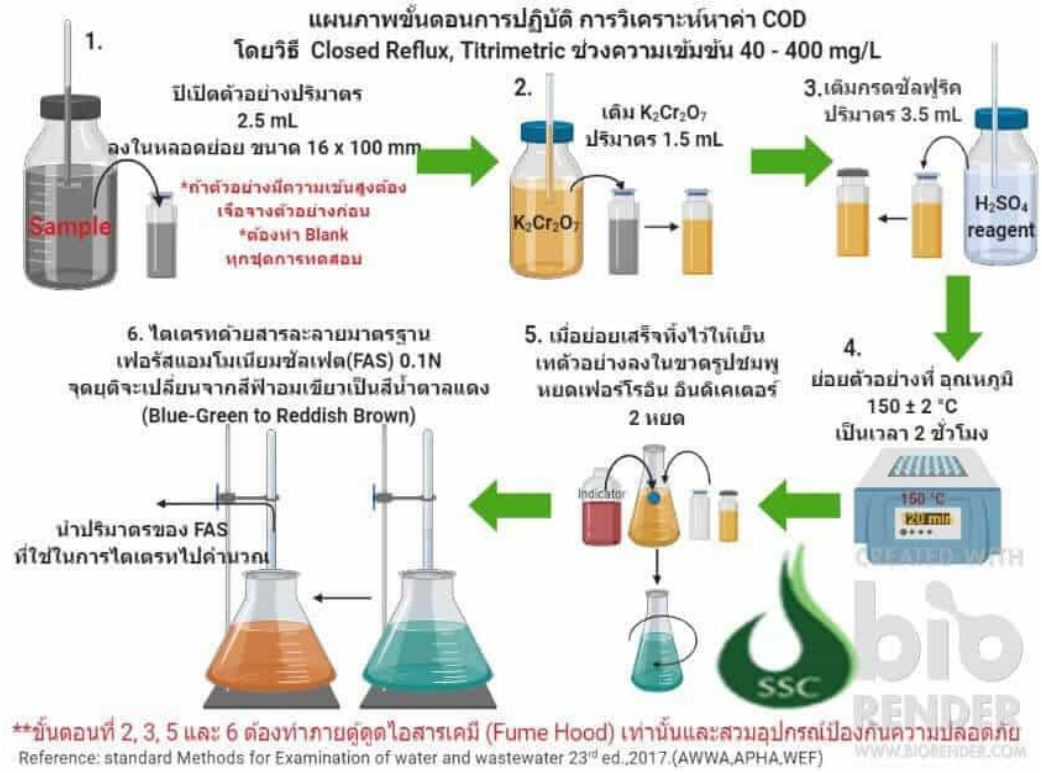
V2 = ปริมาตรเฉลี่ยของ FAS ที่ใช้ไตเตรท (หลอดที่ทำเป็น FAS)



ภาพที่ 3 ทดสอบหาปริมาณ COD แบบปิด

วัสดุ อุปกรณ์ และการเตรียมสารเคมี

1. เครื่องวัด pH (pH meter)
2. ฮีตติงบล็อค (Heating block)
3. ตู้อบลมร้อน (Hot Air Oven)
4. ปิเปต
5. บิวเรต
6. ขาตั้งและที่จับบิวเรต
7. หลอดบอโรซิลิเคต พร้อมฝา ขนาด 16 x 100 mm หรือ 20 x 150 mm หรือ 25 x 150 mm
8. ขวดรูปชมพู่ 3 ใบ
9. บีกเกอร์ ขนาด 100, 250 mL
10. กรดซัลฟุริก (Sulfuric acid; H_2SO_4) รีเอเจนต์
11. โซเดียมไฮดรอกไซด์ (NaOH)
12. โพแทสเซียมไดโครเมต ($K_2Cr_2O_7$) 0.1 นอร์มอล 3 mL
13. เฟอร์โรอีน อินดิเคเตอร์ (Ferorin indicator solusion)
14. เฟอรัสแอมโมเนียมซัลเฟต (Standard Ferrous Ammonium Sulfate (FAS) solution :$Fe(NH4)_2(SO_4)2.6H_2O$)
15. กระบอกตวง ขนาด 100 mL
16. เครื่องชั่ง 4 ตำแหน่ง
17. ที่วางหลอดทดลอง
18. น้ำกลั่น



กิจกรรมนักศึกษา

1. ทำแบบทดสอบก่อนเรียน
2. แบ่งกลุ่มประมาณ 3-5 คน ทำการทดลองตามบทปฏิบัติการ
3. บันทึกผลการทดลอง
4. วิเคราะห์ข้อมูลจากผลการทดลอง
5. ศึกษาค้นคว้าเพิ่มเติมและทำรายงานผลการทดลองส่งหรือนำเสนอ
6. ทำแบบทดสอบหลังเรียน

การวัดผลและการประเมินผล

1. ทดสอบก่อนเรียนและหลังเรียน
2. สังเกตการร่วมกิจกรรมระหว่างทำการทดลอง
3. การรักษาความสะอาด การใช้อุปกรณ์ เครื่องมือและสารเคมี
4. การตรงต่อเวลาและความรับผิดชอบ
5. การนำเสนอรายงานผลการทดลอง
6. การทำแบบฝึกหัด

รายงานผลการทดลอง
การผลิตแก๊สชีวภาพ

สาขาวิชา.....กลุ่มปฏิบัติการที่.....
ชื่อ ผู้รายงาน.....รหัส.....
ผู้ร่วมงาน 1..... รหัส.....
2.....รหัส.....
3..... รหัส.....
วันที่ทำการทดลอง.....ห้องปฏิบัติการ.....
****

ทฤษฎีที่เกี่ยวข้องหรือหลักการ

ผลการทดลอง

คำนวณ

สรุปผลและอภิปรายผล

ข้อเสนอแนะ

หมายเหตุ สามารถเพิ่มเติมภาพ การคำนวณ กราฟ ได้ตามความเหมาะสม