

วิธีการปฏิบัติงาน

การใช้งานเครื่องหาปริมาณน้ำในตัวอย่าง (Karl Fischer)

รุ่น C30S (METTLER TOLEDO)

รหัสเอกสาร : LA-W-051

วันที่เริ่มใช้ : 12/09/66

ครั้งที่แก้ไข : 00

หน้าที่ : 1 / 5

ต้นฉบับ



*****พนักงานที่ใช้เครื่องต้องได้รับการ Training จากหัวหน้างานระดับ Supervisor และผ่านการประเมินผล*****

Karl Fischer Titration: เป็นหลักการวิเคราะห์หาปริมาณน้ำในตัวอย่าง โดยเริ่มต้นจากระบบการทำงานต้องได้เตรทน้ำในตัวทำละลายให้หมดไปก่อน (Pre-titration) จากนั้นหาอัตราการแพร่ของน้ำในอากาศว่าเข้าสู่ระบบปริมาณเท่าไร (Drift หรือ Blank ของระบบ) และสุดท้ายถึงทำการหาปริมาณน้ำในตัวอย่าง

1. แผนผังวิธีการใช้เครื่อง

| Flow | กระบวนการ |
|-------------------------------------------------------------------------|---------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|
| <div><div>1</div><div>↓</div><div>2</div><div>↓</div><div>3</div></div> | <div>1.การเตรียมสารตัวอย่างที่ใช้ในการทดสอบ (Sample)</div> <div>2. การเตรียมสารละลาย ใน titration beaker</div> <div>3. เริ่มการไตเตรท</div> |

| | |
|----------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|---------------------------|
| <div style="text-align: center;"> <h1 style="color: blue;">วิธีการปฏิบัติงาน</h1> <h2 style="color: blue;">การใช้งานเครื่องหาปริมาณน้ำในตัวอย่าง (Karl Fischer)</h2> <h3 style="color: blue;">รุ่น C30S (METTLER TOLEDO)</h3> </div> | รหัสเอกสาร : LA-W-051 |
| | วันที่เริ่มใช้ : 12/09/66 |
| | ครั้งที่แก้ไข : 00 |
| | หน้าที่ : 2 / 5 |

วิธีการปฏิบัติงาน

1. การเตรียมสารตัวอย่างที่ใช้ในการทดสอบ (Sample)

1.1 เตรียมอุปกรณ์สำหรับใส่ตัวอย่างที่เป็นของแข็ง (Master Batch)

ขวดใส่ตัวอย่าง (Sample vial) – ฝาพลาสติก - กระดาษอะลูมิเนียมฟรอยล์

1.2. ชั่งตัวอย่างใส่ขวด ประมาณ 1 กรัม ปิดขวดตัวอย่างด้วยกระดาษอะลูมิเนียมฟรอยล์ จากนั้นปิดทับด้วยฝาพลาสติกอีกชั้น แล้วนำไปวางที่ Drying oven โดยขวดแรกจะต้องเป็นขวดเปล่าที่ใช้ทดสอบ Drift จำนวน 1 ขวด ลำดับต่อมาจะต้องเป็นขวดเปล่าที่ใช้ทดสอบ Blank จำนวนอาจมากกว่า 1 ขวดก็ได้ขึ้นอยู่กับความแม่นยำที่จะใช้ทดสอบ แต่ต้องระบุจำนวนลงในขั้นตอนก่อนเริ่มทดสอบด้วย ต่อมาจึงจะเป็นขวด Sample ของสารที่เราต้องการทดสอบ ซึ่งต้องเรียงลำดับและน้ำหนักให้ชัดเจนเพื่อระบุในขั้นตอนของการเริ่มการทดสอบ เช่นกัน

2. การเตรียมสารละลาย ใน titration beaker

2.1 การเติมน้ำยา Karl Fischer ในส่วนที่เป็น Anolyte และ Catholyte

- ตวงน้ำยา Karl Fischer ที่ใช้สำหรับ Anode ลงในส่วนของ vessel ภายนอก ประมาณ 100 mL.
- ตวงน้ำยา Karl Fischer ที่ใช้สำหรับ Cathode ลงในส่วนของ cell ภายใน ประมาณ 5 mL หรือ 1 ขวดบรรจุ
- ปิดช่องต่างๆ ให้สนิทด้วย desiccator tube หรือ ฝาจุกสำหรับใส่สารตัวอย่าง

2.2 ถ้าต้องการเอาสารละลายออกจาก titration beaker

- กด DRAIN ที่หน้าจอหลัก แล้วเลือกระยะเวลาที่จะให้ pump ทำงาน
- เปิดฝาจุกที่ปิดบน vessel ออกแล้วสอดสาย suction tube ลงไปใน titration beaker
- กด Start เพื่อสั่งการทำงานของ pump, เมื่อ pump ดูดสารละลายออกจาก titration beaker หหมดแล้วก่อนเวลาที่ตั้งไว้ให้ดึงสาย suction tube ขึ้น แล้วกด Stop หยุดการทำงานของ pump หรือรอจนครบระยะเวลาที่กำหนด แล้วกด Home เพื่อเข้าสู่หน้าจอหลัก

3. เริ่มการไตเตรท

การหาปริมาณน้ำในตัวอย่างด้วยเทคนิค Karl Fischer มีขั้นตอนการทำงาน 2 ขั้นตอนด้วยกันคือ

1. Pre titration เป็นการทำให้ น้ำใน titration beaker หหมดไป

2. การหาปริมาณน้ำในตัวอย่าง

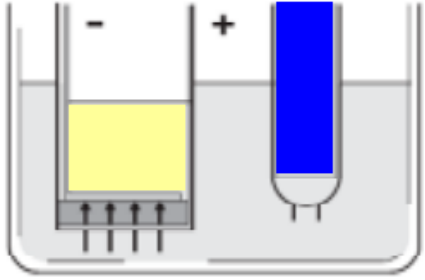
โดยมีขั้นตอนการทำงานดังต่อไปนี้

| | |
|---------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|---------------------------|
| <div> <div>วิธีการปฏิบัติงาน</div> <div>การใช้งานเครื่องหาปริมาณน้ำในตัวอย่าง (Karl Fischer)</div> <div>รุ่น C30S (METTLER TOLEDO)</div> </div> | รหัสเอกสาร : LA-W-051 |
| | วันที่เริ่มใช้ : 12/09/66 |
| | ครั้งที่แก้ไข : 00 |
| | หน้าที่ : 3 / 5 |

- กดเลือก Method ที่เหมาะสม ระบุจำนวน Blank และ Sample ที่ต้องการทดสอบ แล้วกด Sample ที่แถบคำสั่ง หน้าจอจะแสดง จำนวน Blank และ Sample ที่เราระบุไว้จากนั้นให้เราเข้าไประบุน้ำหนักของ Sample ที่ชั่งไว้ตามลำดับ แล้วกดOK ที่แถบคำสั่ง
- กด Start เครื่องจะเริ่มทำ Pre titration โดยอัตโนมัติ สังเกตหน้าจอ จะแสดง bar graph เมื่อ bar graph เข้าใกล้เส้นแบ่งที่กลางหน้าจอ แสดงว่าน้ำที่มีอยู่ใน titration beaker หหมดแล้ว และเครื่องจะเข้าสู่ standby mode และพร้อมทำงานในขั้นตอนต่อไป
- ในขณะที่เครื่องอยู่ใน standby mode เครื่องจะหาค่า online drift ตลอดเวลา โดยสามารถทราบค่า drift จากด้านล่างของหน้าจอ จะแสดงค่า drift ในหน่วย $\mu\text{g}/\text{min}$ โดยทั่วไป จะรอให้ค่า drift คงที่ ก่อน จึงจะเริ่มทำงานในขั้นตอนต่อไป
- เมื่อ ค่า drift คงที่ หน้าจอจะแสดง Start sample กดเลือกเพื่อให้เครื่องเริ่มทำการไทเทรต
- เมื่อเครื่องทำการไทเทรตเสร็จสิ้น ให้เราเลือก Results ที่แถบคำสั่ง เครื่องจะทำการคำนวณผลของการทดสอบแสดงในรูปแบบของ หน่วย ppm และ percentage (%)

| | |
|---------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|---------------------------|
| <div> <div>วิธีการปฏิบัติงาน</div> <div>การใช้งานเครื่องหาปริมาณน้ำในตัวอย่าง (Karl Fischer)</div> <div>รุ่น C30S (METTLER TOLEDO)</div> </div> | รหัสเอกสาร : LA-W-051 |
| | วันที่เริ่มใช้ : 12/09/66 |
| | ครั้งที่แก้ไข : 00 |
| | หน้าที่ : 4 / 5 |

4.การแก้ไขปัญหาเบื้องต้น

| ปัญหา | สาเหตุและวิธีการแก้ไข |
|-------------------------------------------------------------------|-------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|
| สารละลาย Anode มีสีเหลืองเข้มหรือสีน้ำตาลผิดปกติ | <p>Over-titration!</p> <ul style="list-style-type: none"> -ทำความสะอาดPlatinum pin electrode ด้วยกระดาษทิชชู -สายของ Platinum pin electrode ไม่ได้เสียบ - Platinum pin electrode เสียบ |
| ค่า Drift สูงผิดปกติ หลังจาก Pre-Titration น้ำยา KF reagent ใหม่ๆ | <p>Vessel ปิดไม่สนิท</p> <ul style="list-style-type: none"> -เปลี่ยน molecular sieve และsilica gel ในจุดต่างๆ -เช็คว่าฝาปิด และSeal ต่างๆแน่นหรือไม่ และทา grease บริเวณ Joints |
| ค่า Drift สูงตลอดเวลาที่เครื่อง standby | <p>มีความชื้นจาก cathode และ diaphragm</p> <ul style="list-style-type: none"> -เปลี่ยนน้ำยา anode -กำจัดน้ำใน cathode โดยเติม Volumetric KF titrant ปริมาณเล็กน้อยลงในขั้ว cathode -ใช้ระดับน้ำยาของ Anode จะต้องสูงกว่า cathode 3-5 mm  |
| ใช้เวลาในการ titrate นาน และ titrate ไม่จบ | <p>ตั้ง control parameter ไม่เหมาะสม</p> <ul style="list-style-type: none"> -ตั้งให้หยุดการ titrate ที่ rel.dreft -เพิ่มค่า rel.dreft stop -เพิ่มค่า End point -ถ้าค่า conductivity ต่ำ ให้เปลี่ยนน้ำยา anode <p>เมื่อต่อกับ oven น้ำในตัวอย่างระเหยช้า</p> <ul style="list-style-type: none"> -ตั้งให้หยุดการ titrate ที่ t-max |

| | |
|---------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|---------------------------|
| <div> <div>วิธีการปฏิบัติงาน</div> <div>การใช้งานเครื่องหาปริมาณน้ำในตัวอย่าง (Karl Fischer)</div> <div>รุ่น C30S (METTLER TOLEDO)</div> </div> | รหัสเอกสาร : LA-W-051 |
| | วันที่เริ่มใช้ : 12/09/66 |
| | ครั้งที่แก้ไข : 00 |
| | หน้าที่ : 5 / 5 |

| | |
|--------------------------------|-----------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|
| | <div> <div>-ตั้งอุณหภูมิของ oven ให้สูงขึ้น</div> <div>-เพิ่มระยะเวลาในการระเหยของน้ำ โดยเพิ่ม mixing time หรือ max time</div> </div> |
| ใช้เวลาในการ Pre-titration นาน | <div> <div>ค่าศักย์ไฟฟ้าต่ำ (<-350 mV)</div> <div>-ถ้าทำความสะอาด electrode ใหม่ๆ mV เริ่มต้นต่ำกว่า 350 เนื่องจากเครื่องผลิต I2 ช้า</div> <div>-เพิ่ม polarization current เป็น 5uA</div> </div> |
| ผลที่ได้ต่ำเกินไป | <div> <div>เครื่องหยุดการ titrate เร็วเกินไป</div> <div>-ปรับค่า rel. drift stop ให้น้อยลง</div> <div>เติมตัวอย่างไม่ถูกวิธี</div> <div>-ใช้วิธี back weighing</div> </div> |
| ผลที่ได้สูงเกินไป | <div> <div>เครื่องทำการ titrate เร็วเกินไป Over-titration</div> <div>-เปลี่ยนน้ำยาใหม่ หรือเปลี่ยนชนิดของน้ำยาทำความสะอาด vessel และ electrodeการเติมและเตรียมตัวอย่างไม่ถูกวิธี</div> <div>-ตัวอย่างที่มีปรมาณน้ำต่ำๆ (<1000ppm) ส่วนใหญ่จะดูดความชื้นในบรรยากาศ ดังนั้นจะต้องเตรียมตัวอย่างด้วยความระมัดระวังเพื่อป้องกันปัญหานี้</div> </div> |