

DO NOT COPY

## การใช้งานเครื่องหาปริมาณน้ำในตัวอย่างรุ่น DL39D

**Karl Fischer Titration:** เป็นหลักการวิเคราะห์หาปริมาณน้ำในตัวอย่าง โดยเริ่มต้นจากระบบการทำงานต้องไตเตรตน้ำในตัวทำละลายให้หมดไปก่อน (pretitration) จากนั้นหาอัตราการแพร่ของน้ำในอากาศว่าเข้าสู่ระบบปริมาณเท่าไร (Drift หรือ Blank ของระบบ) และสุดท้ายถึงทำการฉีดตัวอย่าง ผลการวิเคราะห์เป็นที่น่าเชื่อถือ เนื่องจาก

1. ได้ทำการหาค่า Drift หรือ Blank ของระบบ
2. นำสารมาตรฐานมาทดสอบหาปริมาณน้ำที่แน่นอนแล้ว

### ขั้นตอนการทำงาน

#### 1. การเตรียมสารละลาย ใน titration beaker

##### 1.1 การเติมน้ำยา Karl Fischer ในส่วนที่เป็น Anolyte และ Catholyte

- ตวงน้ำยา Karl Fischer ที่ใช้สำหรับ Anode ลงในส่วนของ vessel ภายนอกประมาณ 100 mL.
- ตวงน้ำยา Karl Fischer ที่ใช้สำหรับ Cathode ลงในส่วนของ cell ภายในประมาณ 5 mL
- ปิดช่องต่างๆให้สนิทด้วย desiccator tube หรือฝาจุกสำหรับใส่สารตัวอย่าง

##### 1.2 ถ้าต้องการเอาสารละลายออกจาก titration beaker

- กด Pump key
- เปิดฝาจุกที่ปิดบน vessel ออกแล้วสอดสาย suction tube ลงไปใน titration beaker
- กด F3 เพื่อสั่งการทำงานของ pump, เมื่อ pump ดูดสารละลายออกจาก titration

beaker

หมดแล้ว ให้ดึงสาย suction tube ขึ้น แล้วกด F3 หยุดการทำงานของ pump

#### 2. เริ่มการไทเทรต

การหาปริมาณน้ำในตัวอย่างด้วยเทคนิค Karl fischer มีขั้นตอนการทำงาน 2 ขั้นตอนด้วยกันคือ

##### 1. Pretitration เป็นการทำให้ น้ำใน titration beaker หมดไป

##### 2. การหาปริมาณน้ำในตัวอย่าง

โดยมีขั้นตอนการทำงานดังต่อไปนี้

##### ■ กด RUN key

##### ■ กด F3 OK เครื่องจะเริ่มทำ Pretitration โดยอัตโนมัติ สังเกตหน้าจอ จะแสดง bar graph

เมื่อ bar graph เข้าใกล้เส้นแบ่งที่กลางหน้าจอ แสดงว่าน้ำที่มีอยู่ใน titration beaker หมดแล้ว

และเครื่องจะเข้าสู่ standby mode และพร้อมทำงานในขั้นตอนอื่นต่อไป

■ ในขณะที่เครื่องอยู่ใน standby mode เครื่องจะหาค่า online drift ตลอดเวลา โดยสามารถทราบค่า drift จากด้านล่างของหน้าจอ จะแสดงค่า drift ในหน่วย  $\mu\text{g}/\text{min}$  โดยทั่วไป จะรอให้ค่า drift คงที่ ก่อน จึงจะเริ่มทำงานในขั้นตอนต่อไป

■ สามารถสังเกตค่า drift ว่าคงที่หรือไม่ ได้จาก ลูกศร ที่อยู่ด้านหลังค่า drift

→ แสดงว่า ค่า drift คงที่ สามารถเริ่มการทำงานขั้นตอนต่อไปได้

↘ แสดงว่า ค่า drift ไม่คงที่ และกำลังลดลง ไม่ควรเริ่มการทำงานขั้นตอนต่อไป

↗ แสดงว่า ค่า drift ไม่คงที่ และกำลังเพิ่มขึ้น ไม่ควรเริ่มการทำงานขั้นตอนต่อไป

### ■ ขั้นตอนการหาค่าปริมาณน้ำในตัวอย่าง (เมื่อไม่ได้ทำงานร่วมกับ Oven)

( เครื่องจะต้องอยู่ใน Standby mode เท่านั้น จึงจะทำงาน ใน Sample MODE ได้ )

1. กด F3 Sample เลือกหาค่าปริมาณน้ำในตัวอย่าง
  2. เครื่องจะให้ใส่ Sample ID โดยกด F1 ABC (สามารถข้ามไปใส่หลังการไตเตรตเสร็จสิ้นลง)
  3. กด F3 OK เครื่องจะให้ใส่น้ำหนัก sample (สามารถข้ามไปใส่ขณะที่เครื่องทำงานอยู่ได้) ให้ฉีดยาลงไปใน titration beaker
  4. กด F3 OK หน้าจอ ปรากฏข้อความ Please add sample min - max g แล้วเริ่มนับถอยหลังช่วง mix time
  5. กด F1 Sample
  6. กด แป้นตัวเลข เพื่อเติมน้ำหนักตัวอย่าง หรือ กด F2 Bal เพื่อรับน้ำหนักจากเครื่องชั่ง
  7. กด F3 OK เพื่อ confirm ค่าน้ำหนัก ของสาร
- เครื่องจะเริ่มไทเทรต ขณะที่เครื่องกำลังทำงานอยู่นั้น สามารถ กด แป้น F1 /F2 หรือ F3 เพื่อดูข้อมูล ในการไทเทรต ได้ เช่น ค่า drift / ค่า mg น้ำ / เวลาที่ใช้ในการไทเทรต เป็นต้น

เมื่อเครื่องไทเทรตเสร็จ จะคำนวณค่าปริมาณน้ำในตัวอย่าง และแสดงผลที่หน้าจอถ้าต้องการหาค่าตัวอย่างต่อไป ให้กด F3 OK เครื่องจะกลับไป Standby mode และสามารถเริ่มการหาค่าตัวอย่างต่อไปได้ทันที

### ■ ขั้นตอนการหาค่าปริมาณน้ำในตัวอย่าง เมื่อใช้งานร่วมกับ Drying Oven

1. ประกอบท่อนำ sample เข้าสู่ titration vessel ให้เรียบร้อย
2. วางขวดเปล่าที่ seal เรียบร้อยแล้ว ที่ช่อง drift และ blank
3. กด switch เพื่อเปิด drying oven
4. เปิดวาล์วที่ถังแก๊ส หลังจากนั้นปรับ ลูกกลอยที่ flow meter ให้อยู่ที่ประมาณ 80-100 ml/min

5. กด RUN key แล้วใส่ Method ID ที่ต้องการใช้งานในการหาสารตัวอย่าง ถ้าไม่ทราบกด F2 Modify เพื่อเข้าไปเลือกที่ User Method
6. กด F3 OK เครื่องจะเริ่มทำ Pretitration โดยอัตโนมัติ สังเกตหน้าจอ จะแสดง bar graph เมื่อ bar graph เข้าใกล้เส้นแบ่งที่กลางหน้าจอ แสดงว่าน้ำที่มีอยู่ใน titration beaker หมดแล้ว และเครื่องจะเข้าสู่ standby mode และพร้อมทำงานในขั้นตอนอื่นต่อไป
  - ในขณะที่เครื่องอยู่ใน standby mode เครื่องจะหาค่า online drift ตลอดเวลา โดยสามารถทราบค่า drift จากด้านล่างของหน้าจอ จะแสดงค่า drift ในหน่วย  $\mu\text{g}/\text{min}$  โดยทั่วไป จะรอให้ค่า drift คงที่ ก่อน จึงจะเริ่มทำงานในขั้นตอนต่อไป
  - สามารถสังเกตค่า drift ว่าคงที่หรือไม่ ได้จาก ลูกศร ที่อยู่ด้านหลังค่า drift
    - แสดงว่า ค่า drift คงที่ สามารถเริ่มการทำงานขั้นตอนต่อไปได้
    - ↘ แสดงว่า ค่า drift ไม่คงที่ และกำลังลดลง ไม่ควรเริ่มการทำงานขั้นตอนต่อไป
    - ↗ แสดงว่า ค่า drift ไม่คงที่ และกำลังเพิ่มขึ้น ไม่ควรเริ่มการทำงานขั้นตอนต่อไป
7. รอจนกว่าอุณหภูมิที่ drying oven คงที่ตามที่ตั้งไว้ โดยขณะที่รอก็ไปชั่งสารตัวอย่างที่ต้องการหาใส่ในขวด บันทึกร้านหนัก แล้ววางไว้ที่ตำแหน่งที่ 1 2 3 ตามลำดับ
8. เมื่ออุณหภูมิและค่า drift คงที่แล้ว กด F3 Sample เลือกหาค่าปริมาณน้ำในตัวอย่าง เครื่องจะเริ่มทำ drift ที่ตำแหน่ง drift ก่อน
9. เมื่อเสร็จแล้ว หน้าจอจะให้ใส่จำนวนของสารตัวอย่างที่เราต้องการหาค่า เมื่อใส่จำนวนแล้วให้กด F3 START เครื่องจะเริ่มทำ blank แล้วจึงทำสารตัวอย่างตามลำดับ
10. กด F3 Sample เพื่อใส่น้ำหนักสารตัวอย่างและ sample ID แต่ละขวดตามลำดับ
11. เมื่อเครื่องไทเทรตเสร็จจะคำนวณค่าปริมาณน้ำในตัวอย่างซึ่งจะส่งผลการทดลองเข้าเครื่องคอมพิวเตอร์หรือพิมพ์ผลออกมาทางเครื่องพิมพ์ผล
12. เมื่อทำเสร็จหมดแล้วทุกสารตัวอย่างเครื่องจะหมุนกลับมาที่ตำแหน่ง drift แล้วสามารถทำซ้ำข้อ
13. เมื่อต้องการเลิกใช้งานให้กดปุ่ม reset แล้วดึงท่อน้ำ sample ออกจาก vessel แล้วปิด vessel ให้เรียบร้อยเพื่อป้องกันอากาศเข้า
14. ปิด switch เครื่อง KF, Drying oven และ วาร์ลแก๊ส