

วิธีการปฏิบัติงาน	เรื่อง :วิธีการวัดเปอร์เซ็นต์เกลือ	หน้า 1 ของ 17
รหัสเอกสาร : WI-QC-30	วันที่ประกาศใช้ : 20 กุมภาพันธ์ 2556	แก้ไขครั้งที่ : 04
จัดทำโดย :	ทบทวนโดย :	อนุมัติโดย :
หัวหน้าแผนกควบคุมคุณภาพ	ผู้จัดการฝ่ายประกันคุณภาพ	ตัวแทนฝ่ายบริหารคุณภาพ

- 1. ผู้ปฏิบัติพนักงานควบคุมคุณภาพ
- 2. วิธีการวัดเปคร์เต็นต์เกลือ มี 2 วิธี

2.1วิธีการตรวจวัดเปอร์เซ็นต์เกลือ โดยวิธี Automatric Potentionmetric Titrator

เป็น: การไตเตรท โดยใช้เครื่องมือที่มีวิวัฒนาการเพื่อทำให้การไตเตรทได้ผลที่ถูกต้องแม่นยำมากยิ่งขึ้น ประหยัดสารเคมี การรายงานผลเป็นไปตามมาตรฐาน

หลักการ : Automatric Potentionmetric Titrator เป็นการวิเคราะห์ หาปริมาณสารโดยอาศัย การวัดปริมาตรของ สารละลายมาตรฐาน (Titrant) ที่ทราบความเข้มข้นแน่นอน ซึ่งจะทำปฏิกิริยาพอดีกับสารที่ต้องการหาปริมาณ (Titrand)โดยจะวัดค่าการเปลี่ยนแปลงของความต่างศักดิ์ไฟฟ้า ของตะกอนที่เกิดขึ้น เมื่อถึงจุดสมมูล (End point) ในปฏิกิริยาตกตะกอน (Precipation) ดังปฏิกิริยา ที่เกิดขึ้น

 CI +
 Ag +
 ----->
 AgCI

 สารตัวอย่าง
 สารละลายมาตรฐาน
 ตะกอนขาว

 สารเคมีที่ใช้และเครื่องมือ

- สารเคมิทีใช้และเคริ่ย
- 1. 0.1M AgNO₃
 2. NaCl 99%
- 3 เครื่องใตรเตรท

ขั้นตอนการเตรียมสารเคมี

0.1 M AgNO₃

- ก. ซั่ง AgNO_3 มา 16.987 กรัม ใส่ในปีกเกอร์
- ข. ค่อยๆละลายด้วยน้ำกลั่น
- ค.ปรับปริมาตรให้ครบ 1 ลิตร ในขวดปรับปริมาตร

หน้าที่ 2

- ง. เก็บในขวดสีชา และคำนวณค่า Factor
- จ. ระบุวันที่เตรียม และวันหมดอายุ โดยมีอายุการเก็บนาน 2 เดือนนับจากวันเตรียม

<u>การคำนวณค่า Factor</u>

ก. ซั่ง NaCl 99%มา 0.03 -0.05 กรัม. ใน บีกเกอร์ ด้วยเครื่องชั่งละเอียด



- ข. ตวงน้ำ 50 ml ใส่ในปีกเกอร์
- ค. นำไปไตเตรตกับ0.1 M AgNO₃ ที่เตรียมได้ ด้วยเครื่อง Auto titrator

วิธีการวัด (MOHR METHOD) โดยใช้เครื่อง Autotitrator

- 1.ปีเปตตัวอย่างมา 2 มล. ใส่ลงในขวดปรับปริมาตรขนาด 100 มล.
- 2.ปรับปริมาตรด้วยน้ำกลั่น ให้ครบ 100 มล.
- 3.ปิดจุก เขย่า
- 4.ปีเปตสารละลายตัวอย่างที่ปรับปริมาตรแล้วมา 5 มล. ใส่ในปีกเกอร์
- 5.ตวงน้ำ 50 ml ใส่ในปีกเกอร์
- 6.นำไปไตเตรตกับ0.1 M AgNO₃ ที่เตรียมได้ ด้วยเครื่อง Auto titrator
- 7.การคำนวณ
- % NaCl = $\underline{t \text{ (ml)}} \times 0.1 \text{M (AgNO}_3) \times \text{Factor} \times 58.44 \text{ (MW NaCl)} \times 20 \text{ (dilution)}$

10 x m (ปริมาตร)

เมื่อ ; t = ปริมาตรที่ไตเตรตได้ (ml)

Factor = ค่า Factor ของ 0.1 M $AgNO_3$

หมายเหตุ : การทำ 2 ซ้ำ แล้วค่า %NaCIที่ไตเตรตได้มีค่าห่างกันเกิน 0.20% ให้ทำซ้ำอีก 1 ครั้ง แล้วนำค่าที่ใกล้เคียงกัน 2 ค่ามาเฉลี่ย

<u>วิธีการวิเคราะห์หาเกลือ</u> อ้างอิง ตามวิธีมาตรฐาน AOAC (2000) 971.27

หน้าที่ 3

วิธีการทำ Standardization

กรณีเตรียมสาร 0.1 M ${
m AgNO_3}$ ใหม่ ให้ทำการ หา Factor ใหม่ 1.กดปุ่ม Rinse



2.กด ปริมาณ สาร ที่ทำการไล่ทิ้ง 2 ครั้ง 3.กด Standard AgNO $_3$



2.หน้าจอ Start analysis

Start analysis				
Analysis				
Туре	Method			
Method ID	U8000			
Standard	NaCl			
Number of standards	1		123	
Sample size	0 g		¹ 23	
	AddToHome	Samples		
		j		



Enter num	ber of sta	indards		
1 Minimum		Marian in		
Minimum:	1	Maximum:	120	
		2		
	4	5	6	
	7	8	9	
		0		X
			Ŵ	

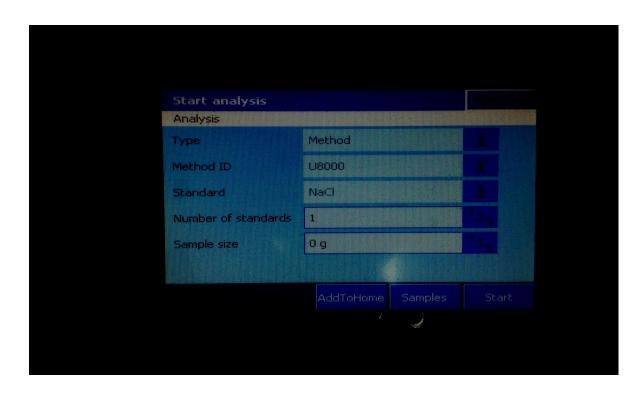
4.ป้อนน้ำหนัก NaCl ระหว่าง 0.03 -0.05 กรัม ในช่อง Sample size แล้วกด Ok



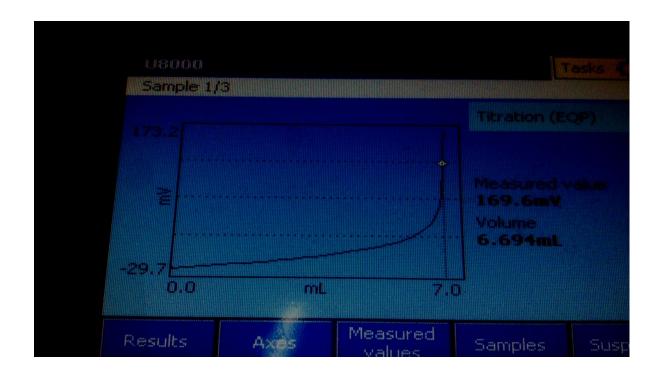


หน้าที่ 5

5..กลับมาที่หน้าจอหน้าจอ Start analysis และ กด start



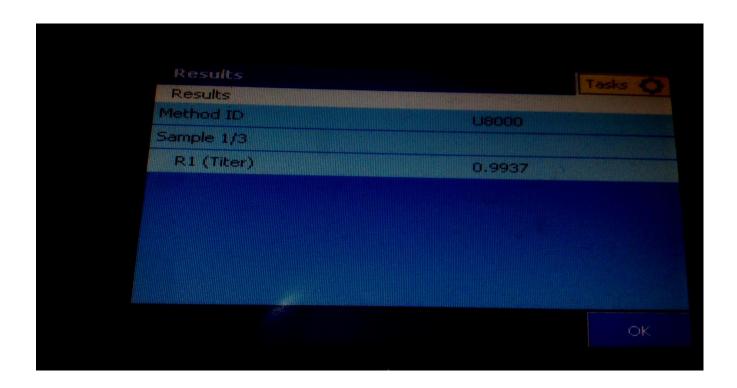
6. กราฟ จะขึ้น รูปตัว S แลจะขึ้นจุดยุติของการไตรเตรท



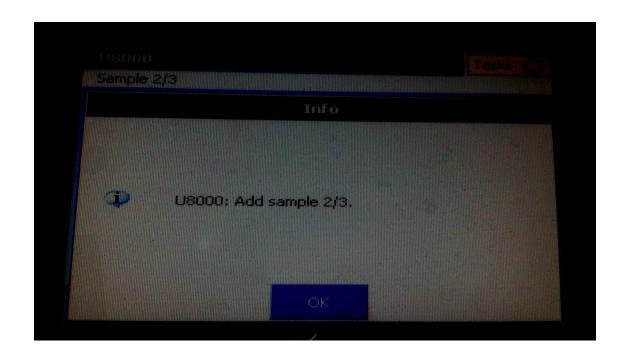


หน้าที่ 6

7. หน้าจอแสดงผล การไตรเตรท และ กด OK



8.ใส่ ตัวอย่าง NaCl ตัวที่ 2 และที่ 3 ต่อไป หน้าจอ จะแสดง Add Sample ใส่ตัวอย่างก่อนแล้วกด OK





หน้าที่ 7

9.เมื่อไตรเตรท ครบ 3 ตัวอย่าาง หน้าจอจะแสดงผล ทั้งหมด แล้วกด OK และจะโชว์ค่า Factor คือ R2

Results Method ID	
Sample 1/3	
R1	0.9937
Sample 2/3	
R1	1.0149
Sample 3/3	
R1	0.9958
R2	1.0015



หน้าที่ 8

วิธีการวัด โดยใช้ เครื่อง Autotitrator

1.เปิดเครื่อง USP ก่อนและต่อHandy Drive หรือ Printer ช่องด้านหลัง แล้วกด ปุ่มเปิด-ปิด ที่ตัวเครื่อง จากนั้น หน้าจอขึ้น การไตรเตรท ด้วยสาร 0.1 M AgNO₃กด OK



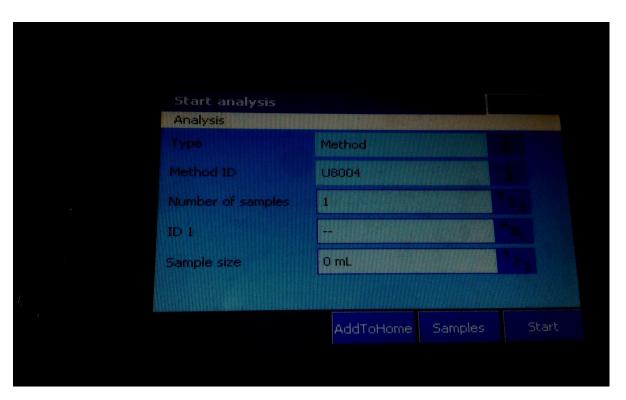
2. กด Rinse สาร ก่อนใช้งาน กรณีมี ฟองอากาศ ในสายยาง จากนั้นกดหน้าจอSample





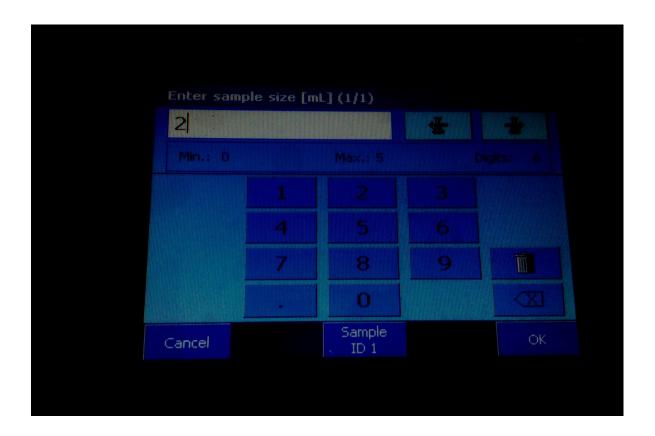
หน้าที่ 9

3.กด Sample Size





4.หน้าจอ Enter sample Size ใส่2 และกด OK



หน้าที่ 10

5.กลับมาหน้า Start Analysis

กด Number of Sample คือ จำนวนตัวอย่างที่ตรวจ เช่น 2 ตัวอย่าง 6 ตัวอย่าง



Start analysis Analysis	
	Method
Method ID	U8004
Number of samples	1
ID 1	^a
Sample size	0 mL
	AddToHome Samples Start

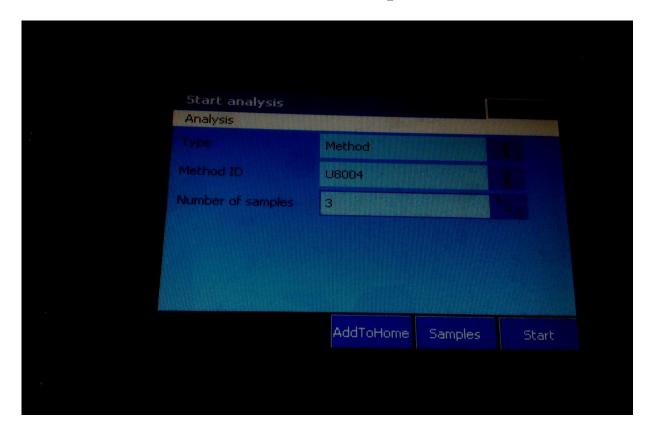
6ใส่จำนวน ตัวอย่าง แล้ว กด OK

Enter num	ber of san	iples	
	1		
	4	5	
	7	8	
		0	
Cancel		IIII II III III II II II II II II II II	ок

หน้าที่ 11

7.กลับหน้าจอ Start analysis และกด Start

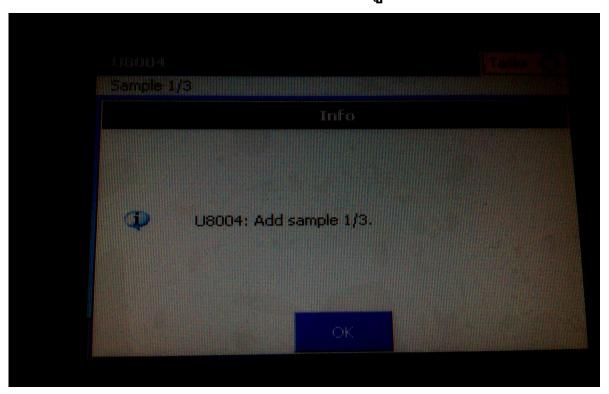




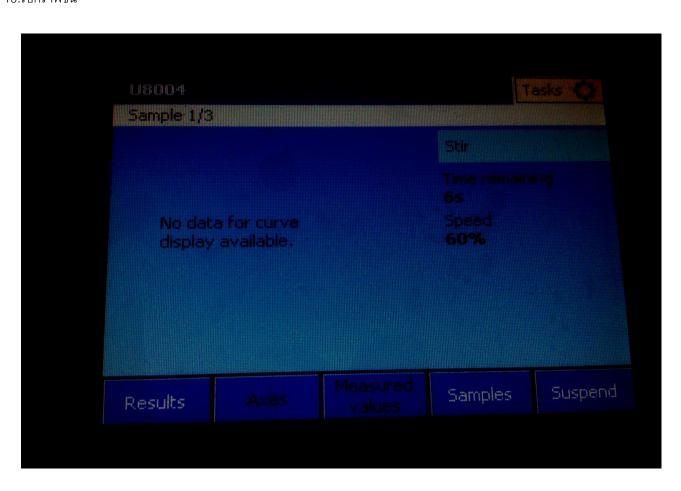
8.ใส่ตัวอย่าง และ จุ่ม Electrode ทุกครั้ง





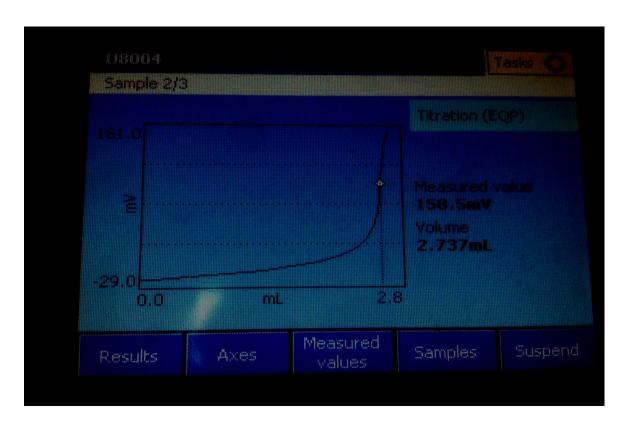


10.รอกราฟขึ้น





หน้าที่ 13



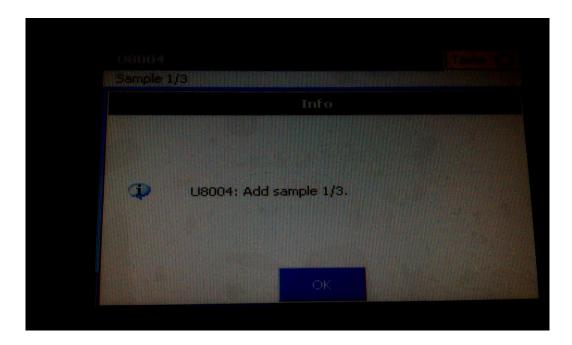
11.กราฟขึ้นเสร็จ จะโชว์หน้าจอ Result จากนั้น กด OK

Results Method ID U8004 Sample 1/3 R1 (Consumption) 2.679 mL
Sample 1/3
R1 (Consumption) 2.679 mL
R2 (Content) 15.672 %

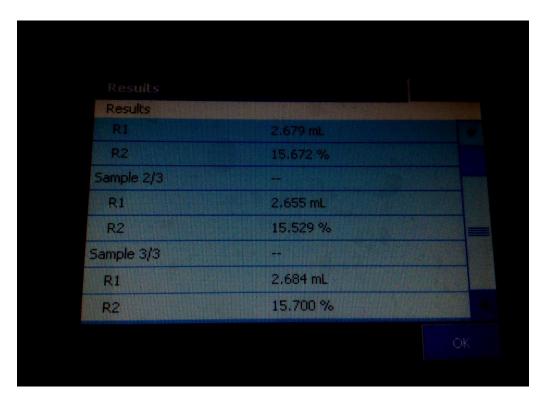


หน้าที่ 14

12.เครื่องบอกให้ใส่ตัวอย่างอันต่อไป เช่น ป้อนไป 3 ตัว จะโชว์ 1/3 2/3 และ 3/3 และ กดOK



13.หน้าจอ จะโชว์ผล ที่ตรวจทั้งหมด แล้วกด OK





หน้าที่ 15

14.กลับมาหน้าจอ เมนู



15.ปิดเครื่อง กด Log out และกด Shut down 16.ล้าง Electrode และเก็บใน Buffer ให้เรียบร้อย 17.ล้าง ใบพัด หัววัดทุกครั้งและเก็บใน Buffer





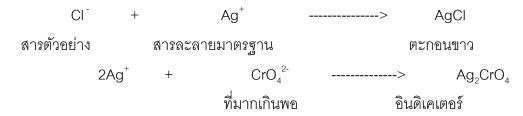
หน้าที่ 16

2.1วิธีการตรวจวัดเปอร์เซ็นต์เกลือโดยวิธี Manual Titration

: เป็นการไตเตรทโดยใช้บิวเรตแก้วเป็นอุปกรณ์และดู End Point โดยใช้การเปลี่ยนสีของ indicator :หลักการ เป็นการวิเคราะห์ หาปริมาณสารโดยอาศัย การวัด ปริมาตรของ สารละลายมาตรฐาน

ที่ทราบความเข้มข้นแน่นอน ซึ่งจะทำปฏิกิริยาพอดีกับสารที่ ต้องการหาปริมาณ (Titrand) จุดที่ทำ ปฏิกิริยา พอดี เรียกว่าจุดสมมูล มีการเติมอินคเตอร์ ลงไปในการไตเตรท จะมีการเปลี่ยนแปลงสี เราเรียกว่าจุดยุติ (End Point) การไตเตรท

ตะกอน (Precipation) ดังปฏิกิริยา ที่เกิดขึ้น



ตะกอนสีแดงอิฐ

<u>สารเคมีที่ใช้</u>

1 / 50 N AgNO₃

Potassium Chromate (K₂CrO₄)

ขั้นตอนการเตรียมสารเคมี

1 / 50 N AgNO₃

- ก. ซั่ง AgNO₃ มา 12 กรัม ใส่ในปีกเกอร์
- ข. ค่อยๆละลายด้วยน้ำกลั่น
- ค.ปรับปริมาตรให้ครบ 2 ลิตร ในขวดปรับปริมาตร
- ง. เก็บในขวดสีชา และคำนวณค่า Factor
- จ. ระบุวันที่เตรียม และวันหมดอายุ โดยมีอายุการเก็บนาน 2 เดือนนับจากวันเตรียม

Potassium Chromate (K₂CrO₄)

- ก.ชั่ง K₂CrO₄ 10 กรัม(หมายเลช 18) ใส่ในปีกเกอร์
- ข.เติมน้ำกลั่น90 มล. ด้วยกระบอกตวง
- ค.เก็บในขวดสี่ชา
- ง.ระบุวันที่เตรียม และวันหมดอายุ โดยมีอายุการเก็บนาน 2 เดือนนับจากวันเตรียม



หน้าที่ 17

การคำนวณค่า Factor

- ก. น้ำ NaCl 99% มาอบที่ 105 -110 °C นาน 2 4 ชม.
- ข. อบใน Desicator 30 นาที่
- ค. ซั่งมา 2 กรัม ด้วยเครื่องซั่งละเอียด
- ง. ละลายด้วยน้ำกลั่นแล้วปรับปริมาตรให้ครบ 1 ลิตรในขวดปรับปริมาตร
- จ. ปีเปตมา 10 มล.นำไปไตเตรตกับ 1/50 N AgNO₃ ที่เตรียมได้ โดย
 ค่าที่ไตเตรตได้นำมาคำนวณ Factor = 10/t

วิธีการวัด (MOHR METHOD)

- 1. ปีเปตตัวอย่างมา 2 มล. ใส่ลงในขวดปรับปริมาตรขนาด 100 มล.
- 2. ปรับปริมาตรด้วยน้ำกลั่น ให้ครบ 100 มล.
- 3. ปิดจุก เขย่า
- 4. ปิเปตสารละลายตัวอย่างที่ปรับปริมาตรแล้วมา 5 มล. ใส่ในขวดรูปชมพู่ขนาด 100 มล.
- 5. หยดสารละลาย ${
 m K_2CrO_4}$ ประมาณ 3 หยด
- 6. นำไปไตเตรตกับสารละลาย 1 / 50 N ${
 m AgNO_3}$ จนได้สี่ส้มจางๆ
- 7 การคำนวณ

% NaCI = $t \times 2 \times F \times C$ เมื่อ ; t = ค่าที่ไตเตรตได้ $F = ค่า Factor ของ 1 / 50 N AgNO_3$

- หมายเหตุ : 1. ถ้าตัวอย่างมีลักษณะเหนียว หรือเป็นผงให้ใช้การชั่งน้ำหนัก 5 กรัมแล้วปรับปริมาตร 250 มล. (การ คำนวณใช้สูตรเดิม)
 - 2. ถ้าตัวอย่างที่มี % เกลือต่ำ คือ ตั้งแต่ 5 %ลงมา ใช้ตัวอย่าง 5 มล. ปรับปริมาตร ด้วยน้ำกลั่นให้ครบ 100 มล. ดังนั้นการคำนวณ = t x 0.8 x F ; F = Factor
 - 3. ถ้าการทำ 2 ซ้ำ แล้วค่าที่ไตเตรตได้มีค่าห่างกันเกิน 0.10 มล. ให้ทำซ้ำอีก 1 ครั้ง แล้วนำค่าที่ใกล้เคียงกัน 2 ค่ามาเฉลี่ย

วิธีการวิเคราะห์หาเกลือ



อ้างอิง ตามวิธีมาตรฐาน AOAC (2000) 971.27

3.เอกสารที่เกี่ยวข้อง

- 1. Titration Excellence (SP-QC-74)
- 2. AOAC (2000) 971.27 (Sodium Chloride in canned Vegetables) (SP-QC-75)