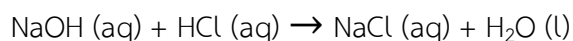


LAB 5: Advanced Acid-Base Titration with Automate Flow system

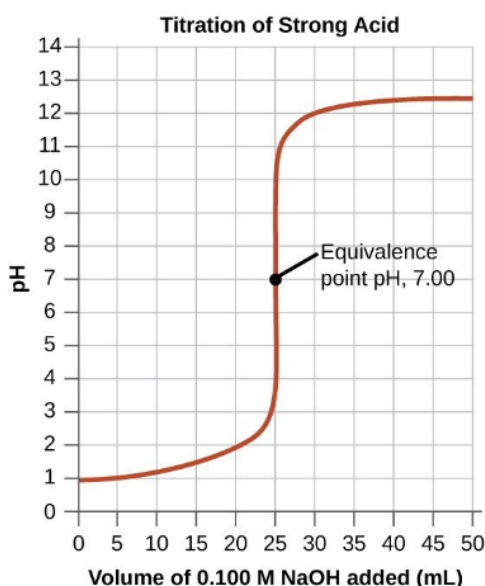
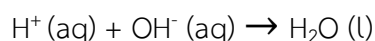
Week 3 (ห้องแลปชั้น 14)

การไทเทรตกรดแก่-เบสแก่

ปฏิกิริยาระหว่างกรดแก่ (เช่น HCl) และเบสแก่ (เช่น NaOH) เขียนแสดงได้ดังนี้



หรือเขียนในรูปแบบสมการไอออน



พิจารณาการไทเทรตที่มีการไทเทรตที่มีการเติมสารละลาย NaOH เข้มข้น 0.1 M (จากบิวเรต) ลงในขวดรูปชมพู่ที่มีสารละลาย NaOH เข้มข้น 0.1 M HCl ปริมาณ 25.0 mL จะแสดงรูปแบบของการไทเทรตก่อนที่จะเติม NaOH ค่า pH ของสารละลายกรดคือ $-\log(0.100)$ หรือ pH จะเพิ่มขึ้นอย่างรวดเร็ว และมีจุดสมมูลที่ $\text{pH} = 7$ เส้นกราฟจะแสดงความชัดเจนเพิ่มขึ้นอย่างมากจนเกือบเป็นเส้นตรง (จุดสมมูลเป็นจุดที่กรดและเบสทำปฏิกิริยาพอดีกัน) กรณีของการไทเทรตกรดแก่และเบสแก่ นั้น ความเข้มข้นของทั้ง H^+ และ OH^- มีค่าน้อยมากที่สุด ณ จุดสมมูล (ประมาณ $1.0 \times 10^{-7} \text{ M}$) ดังนั้นเมื่อเติมเบสลงไปเพียงหนึ่งหยดก็สามารถทำให้ความเข้มข้นของ OH^- เปลี่ยนแปลงไปมาก ส่งผลทำให้ pH ของสารละลายเปลี่ยนด้วย หากเลยจุดสมมูลไปแล้ว pH จะเพิ่มขึ้นอย่างช้า ๆ เมื่อมีการเติม NaOH ลงไป

ขั้นตอนการใช้งานเครื่องสำหรับการไทเทรต

"> Press Button_1 to select an option"

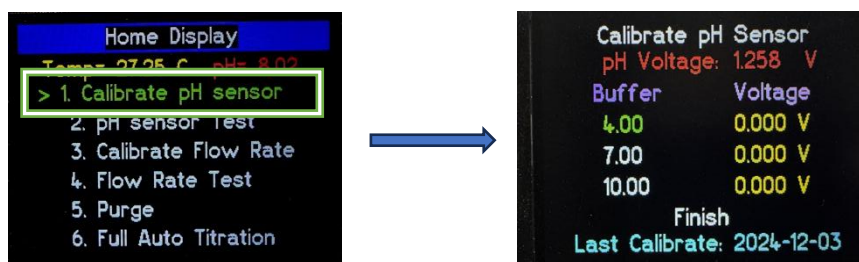
"> Press Button_2 to move to the next item"

"> Hold Button_3 for 3 sec to return to the main menu"

*** ในตลอดการทำการทดลองต้อง เสียบ Battery พร้อมกับ USB เข้าตัวบอร์ดเสมอ ***

Calibrate pH sensor

การใช้งาน mode 1 [Calibrate pH sensor mode]



Calibrate pH sensor mode จะมีการแสดงหน้าจอตั้งรูป โดยการทำงานของ mode นี้ผู้ใช้งานกดปุ่ม 1 เพื่อเข้า mode สามารถเลือกวัดค่า Voltage ของแต่ละ pH ที่ต้องการได้จากปุ่ม 2

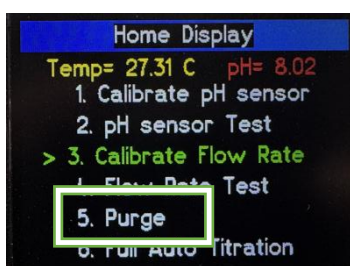
เมื่อจุ่ม pH sensor ลงในบัฟเฟอร์แล้วรอนจนกว่าค่า **pH Voltage** จะนิ่ง และบันทึกค่า Voltage ที่อ่านได้โดยกดที่ปุ่ม 1 ทำจนได้ค่า voltage ครบทุก buffer หลังจากวัดครบทั้ง 3 ค่า ให้เลื่อนไปกดที่ finish โดย mode นี้จะนำค่าที่ Calibrate ทั้ง 3 ค่าไปคำนวณหาสมการเส้นตรง และคำนวณค่า r-squared x 100 ออกมา โดยผู้ใช้งานไม่ต้องทำการคำนวณเอง เครื่องจะทำการจำค่าที่ได้ Calibrate ไว้ซึ่งไม่ควรต่ำกว่า 98% หากต่ำกว่า ต้องทำการ calibrate ใหม่ โดยค่าที่ได้จากการ Calibrate จะทำการบันทึกไว้ในไฟล์ที่ชื่อ data_calibrate.txt ซึ่งจะนำไปใช้ในการทดลอง

*นิสิตสามารถเช็คได้ว่าค่า pH ตรงหรือไม่เมื่อออกมาหน้าแรก หรือสามารถใช้ mode 2 ในการเช็คได้

*ค่าที่ได้จะเป็นหน่วย Volt ซึ่งต่างจาก week2 ที่ทำกราฟจะเป็น mV

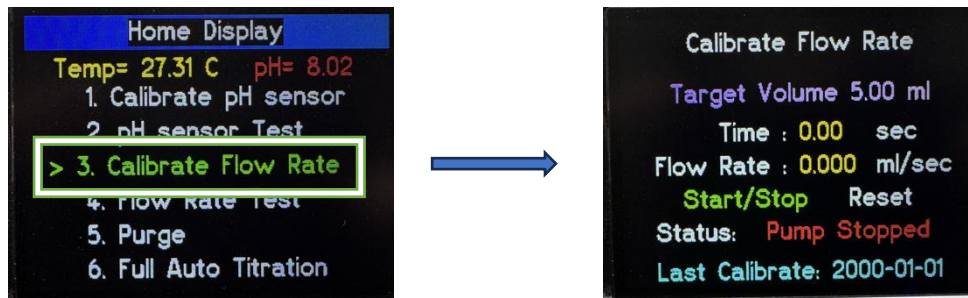
Calibrate Flow rate

1. การใช้งาน mode 5 [Purge]



ก่อนใช้งาน pump ในครั้งแรกต้องใช้ mode 5 จะทำให้สารละลายบรรจุให้เต็มระบบก่อนที่จะทำการ calibrate ใน mode 3 โดยใช้ start และ stop

2. การใช้งาน mode 3 [Calibrate Flow rate]



Calibrate Flow Rate mode จะมีการแสดงหน้าจอตั้งรูป โดยการทำงานของ mode นี้เครื่องจะ Calibrate ได้ด้วยการจับเวลาที่ปั๊มทำงาน ระบุบอกตวงกำหนดปริมาตรไว้ 5.00 mL เครื่องจะนำ 5.00 mL/Time(sec) ใช้ duty 100% เสมอเพื่อให้โค้ดสามารถคำนวณได้อย่างความแม่นยำ

นิสิตต้องกดปุ่ม 1 ที่ **Start/Stop** เพื่อเริ่มและหยุดการทำงานของปั๊มดูดสาร แต่ถ้าหากต้องการ Reset ค่าที่ทำการ Calibrate ไปแล้วให้กดปุ่ม 2 เลือกไปที่ Reset แล้วทำใหม่อีกครั้ง เมื่อเสร็จสิ้นระบบจะคำนวณอัตรา Flow rate ในหน่วย mL/sec ออกมาอัตโนมัติ (ค่าที่ได้ควรเท่ากับ week2 หรือ +- ไม่เกิน 0.005 mL/sec) หลังจากนั้นให้กด ปุ่ม 3 ค้าง เพื่อออกจาก mode นี้ เครื่องจะทำการจำค่าที่ได้ Calibrate ไว้ โดยค่าที่ได้ Calibrate จะทำการบันทึกไว้ในไฟล์ที่ชื่อ data_flowrate.txt ซึ่งจะนำไปใช้ในการทดลอง

*นิสิตต้องทำการหยุดที่ 5.00mL ให้แม่นยำที่สุด โดยค่า FR ที่ได้จะไม่ต่างมาจาก week2 (หากใช้ปั๊มเดิม)

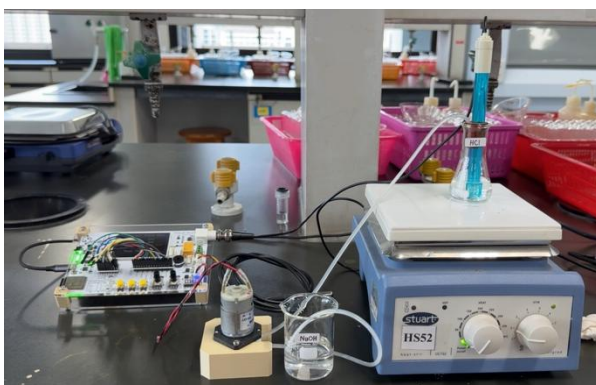
*นิสิตควรตรวจสอบว่า flowrate ที่นิสิตทำได้ แม่นยำแค่ไหนหลังจาก calibrate โดยใช้ mode 4

นิสิตสามารถเลือกปริมาตรที่ต้องการและสั่งเกต pump จะให้ปริมาตรเท่ากับที่นิสิตเลือกหรือไม่

!! คำเตือน เมื่อ calibrate pump เสร็จสิ้นอย่าลืม purge ระบบด้วย NaOH ก่อนที่จะทำการทดลองขั้นตอนต่อไป

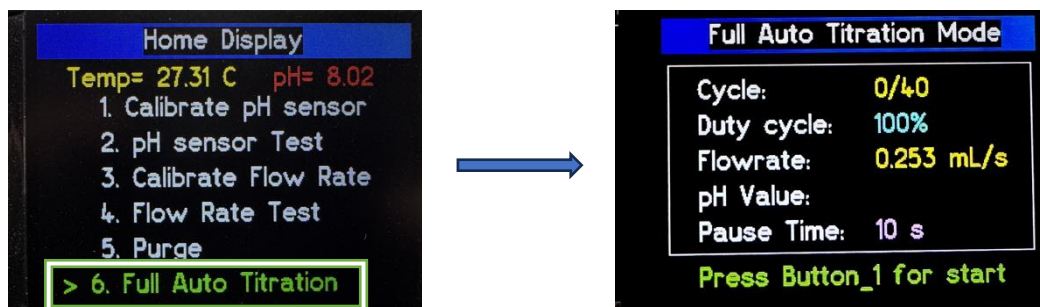
Full Auto Titration

ตัวอย่างการ set up อุปกรณ์



ข้อควรระวัง:

1. อย่าให้ Magnetic Bar ชนหัว probe
2. อย่าเปิด Heat
3. อย่าให้ probe แห้ง
4. คอยดูว่าปลายสายจุ่มกับที่กำลังไทเทรตอยู่ไหม
5. คอยดูว่าสายจุ่มใน NaOH ตลอดการทดลองอย่าให้สายลอยหรือปลายดูดแก้วจะทำให้ดูดไม่ขึ้น



Mode Full Auto Titration จะมีการแสดงหน้าจอ ดังรูป โดยก่อนเริ่มการทำงานของ mode นี้ นิสิต จะต้อง calibrate pH sensor และ flowrate ของ pump มาก่อนเท่านั้นถึงจะสามารถใช้งานได้ โดยกำหนด Flow rate 100% เสมอตลอดการทดลอง นิสิตจะกดปุ่ม 1 เพียงครั้งเดียวตอนเริ่มเท่านั้น เครื่องจะบันทึกค่าเองอัตโนมัติ และออกจาก mode เอง เมื่อการทำงานเสร็จสิ้น โดยจะดึงค่าจากการที่ calibrated pH sensor และ flowrate ที่ทำไปแล้วมาใช้ใน mode นี้ จะมีการทำงานโดยปั๊มดูดสารรอบละ 0.2 mL และหยุด X วินาที (ใน code กำหนด 10 วินาที นิสิตสามารถแก้ไขตามความเสถียรของ probe ที่ได้จาก week2) และวัดค่า pH ในระยะเวลานั้น จากนั้นจะบันทึกค่าลงไฟล์ titration_data_Rx.csv หากนิสิตเกิดความผิดพลาด ก่อนเครื่องจะจบการทำงาน สามารถกดปุ่ม 3 ค้างไว้ เครื่องจะออกจาก mode นั้นทันทีโดยไม่บันทึกข้อมูลในรอบนั้นๆ เมื่อเสร็จการทดลอง สามารถดึงข้อมูลไป plot กราฟในโปรแกรม Microsoft Excel ต่อได้ทันที

*เมื่อทำการทดลองเสร็จสิ้นแล้วให้ดาวน์โหลดไฟล์ .csv ลงเครื่องทันทีเนื่องจากถ้าปิดเครื่องหรือชักสายออก ข้อมูลที่บันทึกไว้อาจจะถูกลบทั้งหมด

รายงานการทดลองต้องประกอบด้วย

1. ข้อมูลและกราฟ Calibrate pH sensor และ Calibrate Flow rate
2. ข้อมูลจากไฟล์ .csv สร้างกราฟที่ได้มาจากเครื่องไทเทรตกรด-เบสอัตโนมัติ
3. ผลการทำการทดลองและการคำนวณหา pH ณ จุดสมมูล และ จุดยุติ (ถ้ามี)
4. วิเคราะห์ผลการทดลอง สรุปผลการทดลอง