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

### Week 2 (ห้อง 1002/3)

### 1. pH Calibration

## 1.1) ความเสถียร pH Probe เพื่อหาเวลาที่เหมาะสมในการวัด

pH probe เป็นอุปกรณ์ที่ใช้วัดค่าความเป็นกรด-เบสของสารละลาย โดยอาศัยการตอบสนองของ electrode ในการเปลี่ยนสัญญาณทางไฟฟ้าเป็นค่า pH อย่างไรก็ตาม เมื่อจุ่ม pH probe ลงในสารละลาย ค่า pH ที่วัดได้จะไม่คงที่ทันที แต่จะใช้เวลาสักระยะหนึ่งจนค่าที่วัดได้เข้าสู่สภาวะนิ่ง (Stable State) ซึ่งเป็นค่าที่ แท้จริงของสารละลาย การตอบสนองนี้ขึ้นอยู่กับปัจจัยหลายประการ เช่น คุณสมบัติของ electrode การไหล ของของเหลวในสารละลาย และการแลกเปลี่ยนไอออนระหว่าง electrode กับสารละลาย

กระบวนการศึกษาความเสถียรของ pH probe ในการทดลองนี้มีจุดประสงค์เพื่อระบุระยะเวลาที่ เหมาะสมที่สุดสำหรับการวัดค่า pH อย่างแม่นยำ โดยเริ่มจากการจุ่ม pH probe ลงในสารละลายมาตรฐานที่ มีค่า pH ทราบแน่ชัด จากนั้นบันทึกค่าที่ probe วัดได้ในช่วงเวลาต่าง ๆ เช่น ทุก 5 วินาที หรือ 10 วินาที จนกระทั่งค่าที่วัดได้เริ่มคงที่ การเปลี่ยนแปลงของค่า pH จะถูกนำเสนอในรูปของกราฟที่แสดงความสัมพันธ์ ระหว่างค่า pH และเวลา เพื่อวิเคราะห์ว่าใช้เวลานานเท่าใดก่อนที่ probe จะให้ค่าที่นิ่งที่สุด

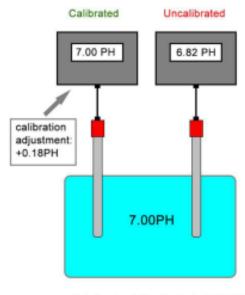
# ความสำคัญของการกำหนดเวลาที่เหมาะสม

ระยะเวลาที่เหมาะสมสำหรับการวัดค่า pH เป็นข้อมูลสำคัญที่ช่วยเพิ่มความแม่นยำและลดข้อผิดพลาด ในการวัด หากทำการอ่านค่าจาก probe ก่อนที่ค่าจะนิ่ง อาจทำให้ค่า pH ที่ได้ไม่สอดคล้องกับค่าที่แท้จริง ของสารละลาย นอกจากนี้ การศึกษาเวลาความเสถียรยังช่วยให้เข้าใจถึงพฤติกรรมของ pH probe และวิธี ปรับการใช้งานให้เหมาะสม เช่น การเลือก probe ที่เหมาะกับสารละลาย หรือการตั้งค่าการวัดให้สัมพันธ์กับ ลักษณะการเปลี่ยนแปลงของ probe

## ขั้นตอนการหาความเสถียร pH Probe

จุ่ม pH probe ลงใน buffer 4 ระยะเวลาประมาณ 20 วินาทีหรือจนกว่าค่าที่วัดได้จะคงที่และจุ่ม buffer 7, 10 ตามลำดับ ในระเวลาเวลา 20 วินาทีหรือจนกว่าค่าจะคงที่ โดยเมื่อย้าย probe ไม่ต้องล้าง probe สามารถใช้วัด pH ต่อไปได้ทันที ระบบจะบันทึกค่าอัตโนมัติ และนิสิตนำมาสร้างกราฟ และหาเวลาที่ เหมาะสม

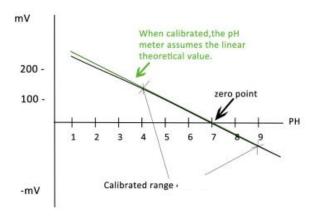
\*\* ข้อแนะนำ: เมื่อย้าย probe ควรทำด้วยความรวดเร็ว และต้องแกว่ง probe ในสารละลายด้วย จะช่วยลด การกักฟองอากาศรอบ probe และช่วยให้ค่าที่ได้แม่นยำขึ้น \*\* 1.2) การสอบเทียบค่า pH คือขั้นตอนการปรับเทียบเครื่อง pH meter โดยการวัดสารละลายของค่า pH ที่ ทราบ ลักษณะของ electrode วัดค่า pH จะเปลี่ยนไปตามกาลเวลาเนื่องจากการเคลือบ electrode และ อายุการใช้งาน และแม้ pH electrode จะมีความเสถียรเมื่อเวลาผ่านไป ก็ไม่สามารถผลิต pH electrode ให้ มีลักษณะเหมือนกับได้



well defined solution(buffer): 7.00 PH

ในทางปฏิบัติ การตอบสนองของ pH electrode ไม่เป็นไปตามสมการของ Nernst ทุกประการ ความแตกต่างระหว่าง theoretical behavior และ actual behavior ของ pH electrode จะต้องได้รับการ ทดแทนค่า จึงจำเป็นต้องมีการสอบเทียบเพื่อให้เครื่องวัดค่า pH ตรงกับคุณลักษณะปัจจุบันของเซ็นเซอร์วัดค่า pH ที่ใช้ เพื่อให้ได้ความแม่นยำที่ดีที่สุดนั้นการสอบเทียบควรครอบคลุมช่วงของค่าการวัดที่ต้องการ หากค่าที่ อ่านได้เกินกว่าช่วงที่สอบเทียบแล้ว เครื่องวัดค่า pH จะถือว่าเป็นเส้นตรงและคาดการณ์ค่าที่จะแสดงค่าที่ แท้จริงอาจแตกต่างกันเล็กน้อย

เครื่อง pH meter ขั้นสูงจะสามารถสอบเทียบได้ที่ค่า pH ที่ 4, 7, 10 กับสารละลายมาตราฐานและ จะได้ค่าเฉลี่ยการสอบเทียบแบบหลายจุด ซึ่งทำให้การวัดค่า pH มีความแม่นยำมากกว่าเมื่อเทียบกับการสอบ เทียบแบบสองจุด



#### 2. Volume Calibration

การสอบเทียบปริมาตรหรือ Volume Calibration เป็นกระบวนการสำคัญที่ใช้ตรวจสอบและกำหนด ความแม่นยำของอัตราการไหล (Flow Rate) ของปั๊มในระบบไหลอัตโนมัติ (Automated Flow System) โดยมีจุดประสงค์เพื่อคำนวณค่าอัตราการไหลในหน่วยมิลลิลิตรต่อวินาที (mL/sec) ซึ่งเป็นค่าที่จำเป็นสำหรับ การควบคุมปริมาณสารละลายที่ใช้ในกระบวนการทดลองหรือการผลิตที่ต้องการความละเอียดสูง

การดำเนินการ Volume Calibration มีความสำคัญเนื่องจากปั้มในระบบอัตโนมัติอาจมีความ คลาดเคลื่อนจากค่าอัตราการไหลที่กำหนดไว้ อันเนื่องมาจากปัจจัยต่าง ๆ เช่น ความหนืดของของเหลว ความ ต้านทานในระบบท่อ หรือการสึกหรอของอุปกรณ์ การสอบเทียบช่วยให้สามารถวัดและปรับค่าอัตราการไหล ให้ตรงกับความต้องการ โดยกระบวนการนี้ยังช่วยระบุความเสถียรและความน่าเชื่อถือของปั้มในแต่ละสภาพ การทำงาน

# ขั้นตอนการสอบเทียบ Flow Rate

ในห้องปฏิบัติการ นักศึกษาจะตั้งค่าความเร็วของปั๊ม (Duty) ที่ระดับต่าง ๆ เช่น 100% หรือค่าที่ กำหนดเฉพาะเจาะจง จากนั้นทำการบันทึกปริมาตรของของเหลวที่ปั๊มได้ในช่วงเวลาหนึ่ง (เช่น 30 วินาที หรือ 1 นาที) โดยใช้ภาชนะตวงของเหลวที่แม่นยำ เช่น กระบอกตวง จากข้อมูลปริมาตรที่ได้และเวลาที่ใช้ จะ สามารถคำนวณค่าอัตราการไหล (Flow rate) และนำค่าที่ได้ไปวิเคราะห์ความสม่ำเสมอหรือความแม่นยำของ ปั๊มโดยคำนวณเปอร์เซ็นต์การเบี่ยงเบนมาตรฐานสัมพัทธ์ (%RSD)



### <u>รายงานการทดลองต้องประกอบด้วย</u>

- 1. กราฟความเสถียรของ pH probe (ระบุเวลาที่เหมาะสมในการวัดค่า pH)
- 2. Calibration Curve (กราฟมาตรฐาน) pH กับ mV pH 4, 7, 10
- ผลการทดลองของ Calibrate Flow Rate (โดยกำหนด Duty 100%) จากนั้นหา %RSD
  ที่ 5 mL ระบุ flow rate (mL/sec) ของ pump
- ผลการทดลองของ Calibrate Flow Rate (โดยกำหนด Duty X %) จากนั้นหา %RSD ที่ 3, 5, 8, 10 mL ระบุ flow rate (mL/sec) ของ pump
- 5. วิจารณ์ผลการทดลอง
- 6. สรุปผลการทดลอง