คู่มือวิเคราะห์โลหะหนักด้วยเทคนิค
Flame Atomic Absorption Spectroscopy
สำหรับงานสิ่งแวดล้อม

ต้องชนะ สกุลเกียรติปัญญา

งานปฏิบัติการสิ่งแวดล้อมและมาตรฐานสากล

คณะสิ่งแวดล้อมและทรัพยากรศาสตร์ มหาวิทยาลัยมหิดล

พ.ศ. 2562

คำนำ

คู่มือปฏิบัติงานการตรวจวิเคราะห์โลหะหนักด้วยเครื่อง Atomic Absorption Spectrometer โดยใช้เทคนิค Flame Atomic Absorption Spectroscopy (FAAS) จัดทำขึ้นเพื่อช่วยให้นักวิทยาศาสตร์ นักศึกษา คณาจารย์และนักวิจัยของคณะสิ่งแวดล้อมและทรัพยากรศาสตร์ และผู้ที่มีความสนใจในการวิเคราะห์โลหะหนักด้วยเทคนิคนี้ สามารถใช้เครื่องได้อย่างมีประสิทธิภาพ และวิธีการใช้งานเครื่องมืออย่างถูกต้อง เนื้อหาภายในคู่มือประกอบด้วย วิธีการเตรียมตัวอย่าง การใช้งานของเครื่องวิเคราะห์โลหะหนัก การบำรุงรักษา การแก้ไขปัญหา รวมถึงข้อควรระวังในการใช้เครื่องวิเคราะห์โลหะหนัก

ทั้งนี้ ผู้จัดทำขอขอบพระคุณ รองศาสตราจารย์ ดร.จำลอง อรุณเลิศอารีย์ คุณชุตินธร มูลทองน้อย (นักวิทยาศาสตร์ชำนาญการพิเศษ) และคุณจิรวีฐ์ แสงทอง (นักวิทยาศาสตร์ชำนาญการพิเศษ) ที่ได้ให้คำแนะนำ รวมถึงข้อเสนอแนะต่างๆ ในการจัดทำคู่มือฉบับนี้

ผู้จัดทำหวังเป็นอย่างยิ่งว่าคู่มือนี้จะให้ความรู้ และประโยชน์แก่ผู้เกี่ยวข้องและผู้สนใจ และหากคู่มือนี้มีข้อผิดพลาดประการใด ผู้จัดทำขอน้อมรับข้อเสนอแนะ

ต้องชนะ สกุลเกียรติปัญญา

10 พฤษภาคม 2562

สารบัญ

	หน้า
บทที่ 1 บทนำ	
1.1 ความเป็นมาและความสำคัญ	1
1.2 วัตถุประสงค์	2
1.3 ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับ	3
1.4 ขอบเขตของคู่มือปฏิบัติงาน	3
1.5 นิยามศัพท์	3
บทที่ 2 บทบาทหน้าที่ความรับผิดชอบ	
2.1 บทบาทหน้าที่ความรับผิดชอบของตำแหน่ง	8
2.2 ลักษณะงานที่ปฏิบัติ	8
2.3 โครงสร้างการบริหารงาน คณะสิ่งแวดล้อมและทรัพยากรศาสตร์ มหาวิทยาลัยมหิดล	9
บทที่ 3 หลักเกณฑ์ วิธีการปฏิบัติงานและเงื่อนไข	
3.1 หลักการของ Atomic Absorption	14
3.2 หลักการทำงานของ Atomic Absorption Spectrometer แบบ Flame Atomization Technique (Flame-AAS)	20
3.3 วิธีการปฏิบัติงาน	21
3.4 เงื่อนไข/ข้อควรระวัง/สิ่งที่ควรคำนึงถึงในการปฏิบัติงาน	21
บทที่ 4 การวิเคราะห์โลหะหนักโดยการใช้เครื่อง AAS	
4.1 ภาชนะและเครื่องแก้วที่ใช้ในการวิเคราะห์โลหะหนัก	23
4.2 ขั้นตอนการเตรียมภาชนะและเครื่องแก้วสำหรับวิเคราะห์โลหะหนัก	24
4.3 การเก็บตัวอย่างเพื่อการวิเคราะห์โลหะหนักในสิ่งแวดล้อม	24
4.4 การเตรียมตัวอย่างเพื่อการวิเคราะห์โลหะหนัก	25
4.5 การเตรียมสารละลายมาตรฐาน	38

สารบัญ (ต่อ)

หน้า

4.6 การควบคุมคุณภาพการวิเคราะห์ในห้องปฏิบัติการ 42

4.7 ขั้นตอนการวิเคราะห์โลหะหนักด้วยเทคนิค Flame Atomic Absorption Spectroscopy ด้วยเครื่อง Atomic Absorption Spectrometer ยี่ห้อ Varian รุ่น AA240FS 44

4.8 การวิเคราะห์และคำนวณผล 68

บทที่ 5 ปัญหาอุปสรรคและแนวทางแก้ไข

5.1 ปัญหาที่พบและการแก้ไขปัญหาเบื้องต้น 70

5.2 ตัวรบกวน (Interference) 75

5.3 การบำรุงรักษาเครื่อง AAS 77

5.4 ข้อเสนอแนะ 82

บรรณานุกรม

ภาคผนวก

สารบัญตาราง

หน้า

ตารางที่ 1 เปรียบเทียบข้อดี – ข้อเสีย ของแต่ละเทคนิคที่ใช้วิเคราะห์โลหะหนัก 18
ตารางที่ 2 แสดงช่วงความเข้มข้นของสารละลายมาตรฐานที่สามารถเตรียมได้ตาม Cookbook ของเครื่องที่กำหนดมาให้ 40
ตารางที่ 3 ข้อกำหนดเกี่ยวกับแก๊สสำหรับวิเคราะห์โลหะหนัก 73
ตารางที่ 4 ตัวรบกวนทางเคมีและวิธีกำจัดตัวรบกวนทางเคมี 75

สารบัญรูป

	หน้า
รูปที่ 1 การสะสมโลหะหนักในสิ่งแวดล้อม	1
รูปที่ 2 แสดงชนิดของ Hollow cathode lamp	4
รูปที่ 3 แสดง Impact bead	5
รูปที่ 4 แสดงชนิดของ Burner	6
รูปที่ 5 โครงสร้างการบริหารงาน คณะสิ่งแวดล้อมและทรัพยากรศาสตร์	10
รูปที่ 6 โครงสร้างของงานปฏิบัติการสิ่งแวดล้อมและมาตรฐานสากล	13
รูปที่ 7 หลักการทำงานของ Monochromator	19
รูปที่ 8 แสดงองค์ประกอบที่สำคัญของเครื่อง AAS	20
รูปที่ 9 แสดงการใส่ตัวอย่างลงในบีกเกอร์	26
รูปที่ 10 แสดงการใส่ Glass bead	26
รูปที่ 11 แสดงการเติมกรด HNO3 ลงในตัวอย่าง	27
รูปที่ 12 แสดงการย่อยตัวอย่างด้วย Hot Plate	27
รูปที่ 13 แสดงการล้างกระจกนาฬิกาด้วยน้ำกลั่น	28
รูปที่ 14 แสดงการกรองตัวอย่าง	28
รูปที่ 15 แสดงเครื่องย่อยด้วยคลื่น Microwave	29
รูปที่ 16 แสดงการนำตัวอย่างใส่ลงใน Vessel	30
รูปที่ 17 แสดงขั้นตอนการเติมกรดไนตริกข้มข้นลงในตัวอย่าง	30
รูปที่ 18 แสดงตำแหน่งที่เหมาะสมในการวาง Vessel ลงใน Rotor	31
รูปที่ 19 แสดง Rotor ที่ติดตั้งลงในเครื่อง Microwave	32
รูปที่ 20 แสดงตำแหน่งสวิสซ์เปิดเครื่อง Microwave	32
รูปที่ 21 แสดงหน้าจอหลักของเครื่อง Microwave	33
รูปที่ 22 แสดง Method ภาพในเครื่อง Microwave	33
รูปที่ 23 แสดงหน้าจอหลักเมนูวิเคราะห์	34
รูปที่ 24 แสดงรายละเอียดของ Method	34
รูปที่ 25 แสดงหน้าจอขณะทำงาน	35
รูปที่ 26 แสดงหน้าจอขณะ Cool down	36

สารบัญรูป (ต่อ)

	หน้า
รูปที่ 27 แสดงการกรองตัวอย่าง	36
รูปที่ 28 แสดงเครื่อง Computer ที่ต่อกับเครื่อง AAS	44
รูปที่ 29 แสดงป้องกันไฟกระชาก (Stabilizer)	45
รูปที่ 30 แสดงตำแหน่งสวิสซ์เปิดเครื่อง Flame – AAS	45
รูปที่ 31 แสดงเชื้อเพลิงและ oxidant ที่ใช้ในการวิเคราะห์โลหะหนัก	46
รูปที่ 32 แสดงโปรแกรม SpectrAA เพื่อการวิเคราะห์โลหะหนัก	46
รูปที่ 33 แสดงหน้าจอหลักของโปรแกรม SpectrAA	47
รูปที่ 34 ขั้นตอนการสร้าง Worksheet	47
รูปที่ 35 ขั้นตอนการเลือกใช้งานเครื่อง Flame หรือ Non Flame	48
รูปที่ 36 ขั้นตอนการตั้งชื่อไฟล์การวิเคราะห์	48
รูปที่ 37 แสดงขั้นตอนการเข้าสู่หน้าการสร้าง Method	49
รูปที่ 38 แสดงขั้นตอนการเลือกเทคนิคและพารามิเตอร์ที่จะใช้ในการวิเคราะห์	49
รูปที่ 39 แสดงตัวอย่างการเลือกพารามิเตอร์และการเลือกเทคนิค ที่ใช้ในการวิเคราะห์	50
รูปที่ 40 ขั้นตอนการเข้าสู่หน้าการตั้งค่า Method	50
รูปที่ 41 ขั้นตอนการตั้งค่าหน้า Type/Mode	51
รูปที่ 42 ขั้นตอนการตั้งค่าหน้า Measurement	51
รูปที่ 43 แสดงการตั้งค่า Lamp Position ในหน้า Optical	52
รูปที่ 44 แสดงการตั้งค่า Lamp Current ในหน้า Optical	52
รูปที่ 45 แสดงการตั้งค่า Wavelength	53
รูปที่ 46 แสดงการตั้งค่าช่องแสง ในหน้า Optical	53
รูปที่ 47 แสดงการตั้งค่า Background Correction	54
รูปที่ 48 แสดงการระบุความเข้มข้นสารละลายมาตรฐานในหน้า Standard	54
รูปที่ 49 แสดงการเลือกชนิดของกราฟมาตรฐาน ในหน้า Calibration	55
รูปที่ 50 แสดงการตั้งค่า Recalibration Rate ในหน้า Calibration	55
รูปที่ 51 แสดงการตั้งค่า Reslope Rate ในหน้า Calibration	56

สารบัญรูป (ต่อ)

หน้า

รูปที่ 52 แสดงการตั้งค่า Reslope Std No. ในหน้า Calibration 56
รูปที่ 53 แสดงหน้า Cookbook 57
รูปที่ 54 แสดงการตั้งค่าจำนวนตัวอย่าง 57
รูปที่ 55 แสดงหน้า Analysis 58
รูปที่ 56 แสดง Icon เพื่อเข้าหน้าต่าง Optimize 58
รูปที่ 57 แสดงหน้าต่างเพื่อเข้าสู่หน้า Optimize 59
รูปที่ 58 แสดงหน้าต่างการ Optimize Lamp 59
รูปที่ 59 แสดงจุดปรับตำแหน่ง Hollow cathode lamp 60
รูปที่ 60 แสดง Burner Cleaning Card 60
รูปที่ 61 แสดงตำแหน่งการวาง Burner Cleaning Card 61
รูปที่ 62 แสดงจุดปรับตำแหน่ง Burner 61
รูปที่ 63 แสดงหน้าต่าง Optimize Signal 62
รูปที่ 64 แสดงตำแหน่งปุ่มที่ใช้ในการจุดเปลวไฟ 62
รูปที่ 65 แสดงขั้นตอนการ Set Zero 63
รูปที่ 66 แสดงจุดปรับต่าง ๆ เพื่อปรับค่าสัญญาณ 64
รูปที่ 67 แสดงขั้นตอนการออกสู่หน้าหลักการวิเคราะห์ 64
รูปที่ 68 แสดง Icon Start กดเพื่อเริ่มการวิเคราะห์ 65
รูปที่ 69 แสดงการวัดค่า Blank 65
รูปที่ 70 แสดงการวัดค่าสารละลายมาตรฐาน 66
รูปที่ 71 แสดงหน้าต่าง ค่า r 66
รูปที่ 72 แสดงการวัดตัวอย่าง 67
รูปที่ 73 แสดงปุ่มดับเปลวไฟ 67
รูปที่ 74 แสดงการทำความสะอาด Burner ด้วย Burner Cleaning Card 74
รูปที่ 75 แสดงเกจวัดแรงดันแก๊ส 77
รูปที่ 76 แสดงจุดสำหรับ Drain น้ำ หลังการใช้งาน 78
รูปที่ 77 แสดงส่วนประกอบของ Nebulizer 79

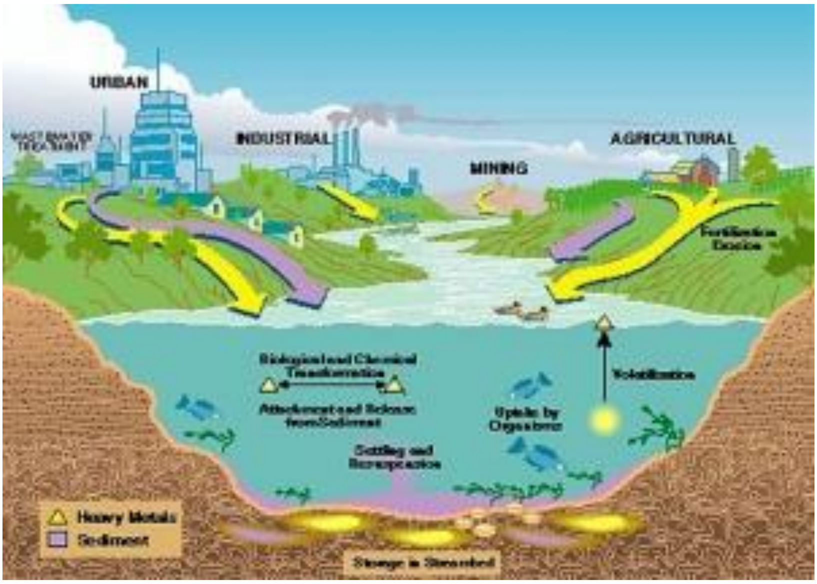
สารบัญรูป (ต่อ)

	หน้า
รูปที่ 78 แสดงวิธีการถอด Spray Chamber	80
รูปที่ 79 แสดงขั้นตอนการล้าง Burner	81

บทที่ 1
บทนำ

1.1 ความเป็นมาและความสำคัญของปัญหา

การสะสมโลหะหนักในสิ่งแวดล้อมมีปัจจัยมาจากธรรมชาติและกิจกรรมของมนุษย์ เช่น การผุพังของหินและแร่ การทำเหมืองแร่ โรงงานอุตสาหกรรม ปุ๋ยเคมี เป็นเหตุให้โลหะหนักกระจายและปนเปื้อนอยู่ในสิ่งแวดล้อม กิจกรรมของมนุษย์โดยเฉพาะโรงงานอุตสาหกรรมที่ปล่อยของเสียที่เกิดจากกระบวนการผลิต การทำเหมืองแร่ นับเป็นกิจกรรมของมนุษย์ที่ส่งผลต่อการแพร่จายของโลหะหนัก โลหะหนักเมื่อถูกปล่อยสู่สิ่งแวดล้อมก็จะเกิดการแพร่กระจายไปสู่แหล่งน้ำ หากปนเปื้อนสู่น้ำใต้ดิน อาจทำให้ดินปนเปื้อนโลหะหนักไปด้วย โลหะหนักที่อยู่ในน้ำจะพบอยู่ในรูปที่ละลายน้ำหรือเกาะติดกับอนุภาคเล็กๆ เช่น สารอินทรีย์ต่างๆ ซึ่งเป็นอาหารของสัตว์น้ำ ทำให้สัตว์น้ำได้รับโลหะหนักเข้าสู่ร่างกายโดยตรง (ทัศวรรณ, 2548)



รูปที่ 1 การสะสมโลหะหนักในสิ่งแวดล้อม
ที่มา : Meade, 1995

การปนเปื้อนโลหะหนักในสิ่งแวดล้อมที่พบในประเทศไทย เช่น การปนเปื้อนสารตะกั่วในลำห้วยคลิตี้ ต.ชะแล อ.ทองผาภูมิ จ.กาญจนบุรี ที่มาจากโรงแต่งแร่ เหตุการณ์ปนเปื้อนของสารหนู ต.ร่อนพิบูลย์ อ.ร่อนพิบูลย์ จ.นครศรีธรรมราช และการปนเปื้อนในตะกอนดินที่ห้วยแม่ตาว ต.แม่ตาว อ.แม่สอด จ.ตาก เป็นต้น (ทัศวรรณ และคณะ, 2559)

และในช่วงปี พ.ศ.2554 เกิดวิกฤตการณ์น้ำท่วมใหญ่ในเขตพื้นที่ลุ่มภาคกลาง ทำให้ 7 นิคมอุตสาหกรรมหลักในจังหวัดปทุมธานีและพระนครศรีอยุธยา อาคารบ้านเรือน และพื้นที่เกษตรกรรมในพื้นที่ ได้รับผลกระทบจากน้ำท่วมดังกล่าว ทำให้อาจมีการปนเปื้อนของสารมลพิษ เช่น โลหะหนัก ปุ๋ยสารเคมีทางการเกษตร เป็นต้น

จากรายละเอียดดังกล่าวข้างต้น นักศึกษา คณาจารย์ และนักวิจัยของคณะสิ่งแวดล้อมและทรัพยากรศาสตร์ จึงให้ความสนใจในการศึกษาวิจัยในเรื่องของการปนเปื้อนของโลหะหนักในสิ่งแวดล้อม ซึ่งการศึกษาวิจัยเกี่ยวกับโลหะหนัก จำเป็นต้องมีการใช้เครื่องมือ และวิธีการที่เหมาะสมเพื่อให้ได้ผลการวิเคราะห์ที่ถูกต้อง แม่นยำ เพื่อใช้เป็นข้อมูลประกอบในการประเมินคุณภาพสิ่งแวดล้อมต่อไป

1.2 วัตถุประสงค์

(1) เพื่อใช้เป็นแนวทางปฏิบัติในการวิเคราะห์โลหะหนักด้วยเครื่อง Atomic Absorption Spectrometer โดยใช้เทคนิค Flame Atomic Absorption Spectroscopy (FAAS) ซึ่งเป็นวิธีการใช้เปลวไฟในการทำให้สารตัวอย่างแตกตัวเป็นไออะตอมอิสระ สำหรับห้องปฏิบัติการ คณะสิ่งแวดล้อมและทรัพยากรศาสตร์ มหาวิทยาลัยมหิดล

(2) เพื่อให้การวิเคราะห์หาโลหะหนักด้วยเครื่องด้วยเครื่อง Atomic Absorption Spectrometer เป็นไปด้วยความถูกต้อง การวิเคราะห์มีประสิทธิภาพ แม่นยำ เชื่อถือได้

(3) เพื่อใช้เป็นคู่มือปฏิบัติงานของนักวิทยาศาสตร์ ในการวิเคราะห์หาโลหะหนักด้วยเครื่อง Atomic Absorption Spectrometer โดยใช้เทคนิค Flame Atomic Absorption Spectroscopy (FAAS) และสามารถทำงานทดแทนกันได้กรณี

ผู้ปฏิบัติงานหลักไม่สามารถปฏิบัติงานได้รวมทั้งนักศึกษาที่สนใจในการทำวิจัยเกี่ยวกับโลหะหนัก

(4) เพื่อใช้เป็นเอกสารอ้างอิงในการปฏิบัติงาน และประกอบการเรียนวิชา ENES 320 มลพิษด้านสิ่งแวดล้อม

1.3 ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับ

(1) นักศึกษา คณาจารย์ นักวิจัยและนักวิทยาศาสตร์ของคณะสิ่งแวดล้อมและทรัพยากรศาสตร์ และบุคคลทั่วไปที่สนใจ สามารถใช้เครื่อง Atomic Absorption Spectrometer โดยใช้เทคนิค Flame Atomic Absorption Spectroscopy (FAAS) เพื่อวิเคราะห์หาโลหะหนักได้อย่างถูกต้อง

(2) เพื่อให้สามารถใช้เป็นแนวทางในการแก้ไขปัญหาที่เกิดจากการใช้งานรวมถึงวิธีการวิเคราะห์โลหะหนักในเบื้องต้น

1.4 ขอบเขตของคู่มือปฏิบัติงาน

(1) ในคู่มือปฏิบัติงานนี้จะอธิบายถึงวิธีการวิเคราะห์หาโลหะหนักในตัวอย่างดิน และน้ำ

(2) การวิเคราะห์หาโลหะหนักในคู่มือนี้เป็นการวิเคราะห์ด้วยเครื่อง Atomic Absorption Spectrometer โดยใช้เทคนิค Flame Atomic Absorption Spectroscopy (FAAS) ซึ่งจะวิเคราะห์หาในปริมาณความเข้มข้นของโลหะหนักในหน่วยมิลลิกรัมต่อลิตร (ppm)

(3) เครื่องย่อยตัวอย่างที่ใช้ในคู่มือนี้เป็นเครื่อง Microwave Digestion ยี่ห้อ CEM รุ่น Mar6 iWave

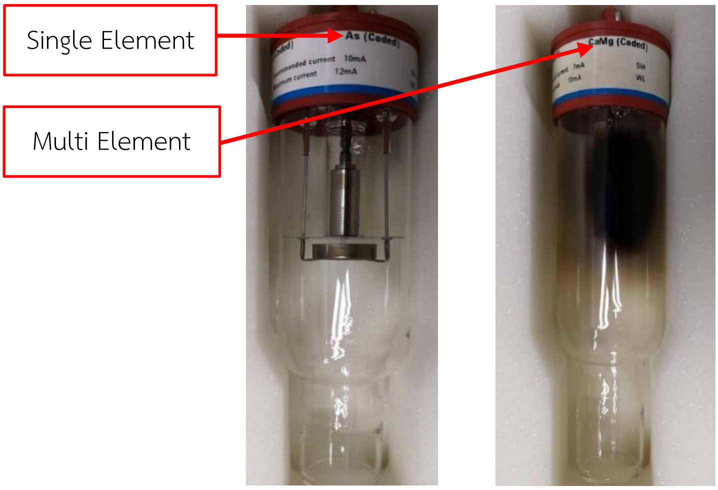
(4) เครื่อง Atomic Absorption Spectrometer ที่ใช้ในคู่มือนี้ ยี่ห้อ Varian รุ่น AA240FS

1.5 นิยามศัพท์

(1) โลหะหนัก (Heavy Metal) หมายถึง ธาตุที่มีน้ำหนักมากกว่าน้ำ 5 เท่า หรือมีความถ่วงจำเพาะตั้งแต่ 5 ขึ้นไป ซึ่งมีเลขอะตอมตั้งแต่ 23-92 จำนวนทั้งหมด 72 ธาตุ ในตารางธาตุคาบที่ 4-7 เช่น แคดเมียม โครเมียม ปรอท ตะกั่ว เป็นต้น

(2) Atomic Absorption Spectroscopy (AAS) เป็นเทคนิคการวิเคราะห์ธาตุอย่างหนึ่ง ซึ่งสามารถทำได้ทั้งในเชิงคุณภาพและเชิงปริมาณ ซึ่งเป็นการวิเคราะห์ที่ได้รับความนิยมมากอย่างหนึ่ง เพราะเป็นเทคนิคที่ให้ความเที่ยง ความแม่นยำ มีสภาพไวสูง และเป็นเทคนิคที่เฉพาะดีมากในการวิเคราะห์โลหะหนัก

(3) Hollow cathode lame (HCL) คือ แหล่งกำเนิดแสงซึ่งภายในหลอดจะบรรจุ buffer ของแก๊สเฉื่อย (inert gas) เช่น แก๊สอาร์กอน (Ar) หรือ นีออน (Ne) และมีการเคลือบเกลือของธาตุโลหะที่จะวิเคราะห์ไว้ที่ขั้ว cathode ของ lamp โดยจะมีการให้ศักดิ์ไฟฟ้า (apply voltage) ให้แก่ขั้ว cathode เกิดการ ionization ของ inert gas ไปชนกับเกลือของธาตุโลหะที่เคลือบไว้ ทำให้ธาตุโลหะหลุดออกจากขั้ว cathode แล้วไปชนกับ inert gas ทำให้ธาตุโลหะเปลี่ยนสถานะจากสถานะพื้น (ground state) ไปเป็นสถานะกระตุ้น (exited state) แต่ไม่เสถียร จึงปล่อยพลังงานออกมาเป็นพลังงานแสงที่ความยาวคลื่นจำเพาะกับธาตุแต่ละธาตุ โดย Hollow Cathode Lamp มี 2 ชนิด ได้แก่ Single Element (ในหลอดมีการเคลือบเกลือของธาตุโลหะไว้เพียงธาตุเดียว) และแบบชนิด Multi Element (ในหลอดมีการเคลือบเกลือของธาตุโลหะไว้ตั้งแต่ 2 ธาตุขึ้นไป)



รูปที่ 2 แสดงชนิดของ Hollow cathode lamp

ที่มา : ต้องชนะ, 2562

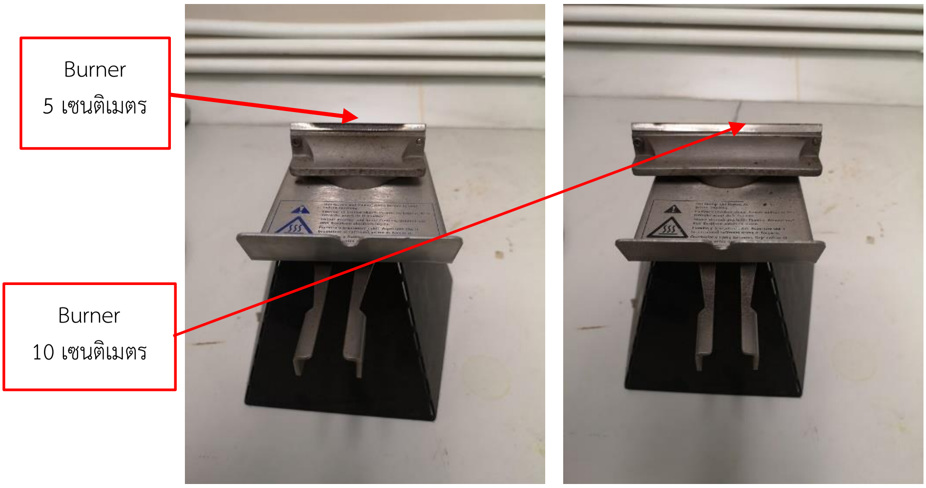
(4) Nebulizer เป็นส่วนประกอบที่ทำหน้าที่ในการดูดสารละลายเข้าสู่ spray chamber เพื่อทำให้เป็นละอองฝอยและผสมกับเชื้อเพลิง

(5) Impact Bead ทำหน้าที่ในการเปลี่ยนสารละลายให้เป็นละอองฝอย (Mist หรือ Aerosol) โดยเมื่อ Nebulizer ดูดสารละลายเข้ามา สารละลายจะไปชนกับ Impact Bead จะทำให้เกิดละอองฝอย

รูปที่ 3 แสดง Impact bead
ที่มา : ต้องชนะ, 2562

(6) Burners ทำด้วยโลหะที่ทนต่อการกัดกร่อนของกรด เช่น ไทเทเนียม หรือ โลหะผสมไททาเนียม ขนาดของช่องที่ทำให้เกิดเปลวไฟมี 2 ขนาดคือ 10 เซนติเมตร และ 5 เซนติเมตร

Burner ที่ใช้เชื้อเพลงเป็น nitrous oxide/acetylene จะใช้ขนาด 5 เซนติเมตร เพราะเชื้อเพลิงเผาไหม้เร็วมาก ส่วนเชื้อเพลิงชนิดอื่นจะใช้ burner ขนาด 10 ซม.



รูปที่ 4 แสดงชนิดของ Burner
ที่มา : ต้องชนะ, 2562

(7) Interference Effects คือ ผลกระทบของสิ่งรบกวนต่อการวิเคราะห์ ซึ่งถึงแม้ว่าเป็นเทคนิคที่ค่อนข้างเฉพาะมาก ทั้งแหล่งกำเนิดและการดูดกลืนแสง แต่ก็มีโอกาสที่สเปกตรัมของธาตุอื่นที่ปนอยู่มารบกวนได้ ทำให้ค่า absorbance ที่วัดได้มากหรือน้อยกว่าปกติ สิ่งเหล่านี้ล้วนเป็นสาเหตุที่ทำให้ผลวิเคราะห์ผิดพลาดได้ ดังนั้นควรศึกษาก่อนว่า สารตัวอย่างเป็นอะไร สามารถละลายด้วยตัวทำละลายอะไร มีองค์ประกอบอะไรบ้าง และจะวิเคราะห์ด้วยเทคนิคอะไร สิ่งเหล่านี้จะช่วยทำให้ผลการวิเคราะห์ผิดพลาดน้อยที่สุด ซึ่งสิ่งรบกวน สามารถจำแนกได้ดังนี้

ก. Physical effects เป็นผลเนื่องจากคุณสมบัติทางกายภาพของสารละลายที่จะวิเคราะห์ ซึ่งไปเกี่ยวข้องกับอัตราการไหลของสารละลายเข้าไปใน nebulizer ขนาดของหยดสารละลาย (drop size) ได้แก่ volatility ของตัวสารละลาย surface tension, viscosity ซึ่งสามารถแก้ไขได้คือทำให้สารละลายเจือจางลง หรือเติม organic solvents หรือเตรียมสารละลายให้มี matrix อย่างเดียวกับสารตัวอย่าง

ข. Chemical effects ได้แก่ แอนไอออน เช่น ฟอสเฟต ซัลเฟต อะลูมิเนต ซิลิเกต หรือ แอนไอออนที่มีออกซิเจนเป็นองค์ประกอบบางตัว ทำให้ ผลการหาปริมาณของกลุ่ม alkaline earth metals ได้น้อยกว่าปกติเมื่อใช้ air- Acetylene flame หรือ เปลวไฟอุณภูมิต่ำเพราะมีการเกิดสารประกอบที่อยู่ตัวบางชนิด เรียกว่า refractory compound จึงทำให้การแตกตัวเป็นอะตอมของธาตุที่จะวิเคราะห์น้อยกว่าที่ควรจะเป็น

(8) SpectrAA เป็นซอฟต์แวร์วิเคราะห์โลหะหนักสำหรับเข้าใช้งานเครื่อง Atomic Absorption Spectrometer ยี่ห้อ Varain

(9) Recalibration เป็นการทำกราฟมาตรฐานใหม่ทั้งชุด เนื่องจากเมื่อวิเคราะห์ตัวอย่างเป็นจำนวนมากแล้ว Burner มีความสกปรก ทำให้ค่า Absorbance ที่ได้ต่ำลง มีผลให้ค่าของตัวอย่างที่วิเคราะห์ได้มีความผิดพลาด (ควรทำการ Recalibration เมื่อมีจำนวนตัวอย่างเกิน 50 ตัวอย่างขึ้นไป)

(10) Reslope เป็นการปรับความชันของเส้นกราฟมาตรฐานใหม่ เนื่องจากเมื่อวิเคราะห์ตัวอย่างเป็นจำนวนมากแล้ว Burner มีความสกปรก ทำให้ค่า Absorbance ที่ได้ต่ำลง มีผลให้ค่าของตัวอย่างที่วิเคราะห์ได้มีความผิดพลาด (ควรทำการ Reslope เมื่อมีจำนวนตัวอย่างเกิน 20 ตัวอย่างขึ้นไป)

(11) Cookbook เป็นส่วนหนึ่งของโปรแกรม SpectrAA ใช้ในการบอกรายละเอียดต่างๆในการวิเคราะห์แต่ละพารามิเตอร์ เช่น Wavelength ความกว้างของช่องแสง Interference เป็นต้น

บทที่ 2
บทบาทหน้าที่ความรับผิดชอบ

2.1 บทบาทหน้าที่ความรับผิดชอบของตำแหน่ง

นักวิทยาศาสตร์ของคณะสิ่งแวดล้อมและทรัพยากรศาสตร์ มหาวิทยาลัยมหิดล มีหน้าที่ในการสนับสนุนการเรียนการสอน การวิจัย และบริการวิชาการ โดยจัดเตรียมเครื่องแก้ว สารเคมี เครื่องมือและอุปกรณ์วิทยาศาสตร์สำหรับการเรียนการสอน อีกทั้งยังให้บริการในการตรวจวิเคราะห์ดิน น้ำ อากาศ ในโครงการตรวจวัดและวิเคราะห์พารามิเตอร์ด้านสิ่งแวดล้อม รวมถึงต้องทำการตรวจวัดพารามิเตอร์ต่างๆ ให้เข้าสู่ระบบมาตรฐานสากล ISO/IEC 17025

2.2 ลักษณะงานที่ปฏิบัติ

(1) เป็นผู้ช่วยสอนในปฏิบัติการสิ่งแวดล้อมด้านดิน น้ำ และอากาศ

(2) ให้คำแนะนำปฏิบัติการวิทยาศาสตร์สำหรับโครงงานทางวิทยาศาสตร์ของนักศึกษาระดับปริญญาตรี และบัณฑิตศึกษาที่ทำวิทยานิพนธ์ที่เกี่ยวข้องกับการวิเคราะห์โลหะหนัก

(3) ให้คำแนะนำปฏิบัติการวิทยาศาสตร์สำหรับนักศึกษาที่ออกฝึกภาคสนาม

(4) ให้การสนับสนุนงานวิจัยของคณะฯ

(5) วิเคราะห์ตัวอย่างในโครงการตรวจวัดและวิเคราะห์พารามิเตอร์ด้านสิ่งแวดล้อม ได้แก่

ก. ด้านน้ำ เช่น การวิเคราะห์หา BOD, Conductivity, Settleable solid, COD, Sulfide, Ammonia, Arsenic, Cadmium, Calcium, Chromium, Cobalt, Copper, Iron, Lead, Manganese, Mercury, Nickel, Potassium, Silver, Sodium, Strontium และ Zinc

ข. ด้านดิน เช่น Arsenic, Cadmium, Calcium, Chromium, Cobalt, Copper, Iron, Lead, Manganese, Mercury, Nickel, Potassium, Silver, Sodium, Strontium, Zinc และ Available Phosphorus

(6) เป็นผู้ทดสอบพารามิเตอร์ COD ในระบบ ISO/IEC 17025

(7) ดูแลเครื่องมือและอุปกรณ์วิทยาศาสตร์ ได้แก่ เครื่องย่อยตัวอย่างด้วยคลื่นไมโครเวฟ (Microwave Digestion), เครื่อง Atomic Absorption Spectrometer เป็นต้น ให้พร้อมในการใช้งานอยู่เสมอ

(8) สามารถแก้ปัญหาเฉพาะหน้าเมื่อเครื่องมือเกิดขัดข้อง และประสานงานกับบริษัทที่เกี่ยวข้องเข้ามาตรวจเช็คและซ่อมบำรุง

(9) จัดทำสถิติการรับตัวอย่างของโครงการตรวจวัดและวิเคราะห์พารามิเตอร์ด้านสิ่งแวดล้อม

(10) ให้บริการแก่ผู้ใช้บริการโครงการตรวจวัดและวิเคราะห์พารามิเตอร์ด้านสิ่งแวดล้อม เช่น ให้คำปรึกษาด้านพารามิเตอร์แก่ผู้ใช้บริการ รับตัวอย่างสำหรับวิเคราะห์ เป็นต้น

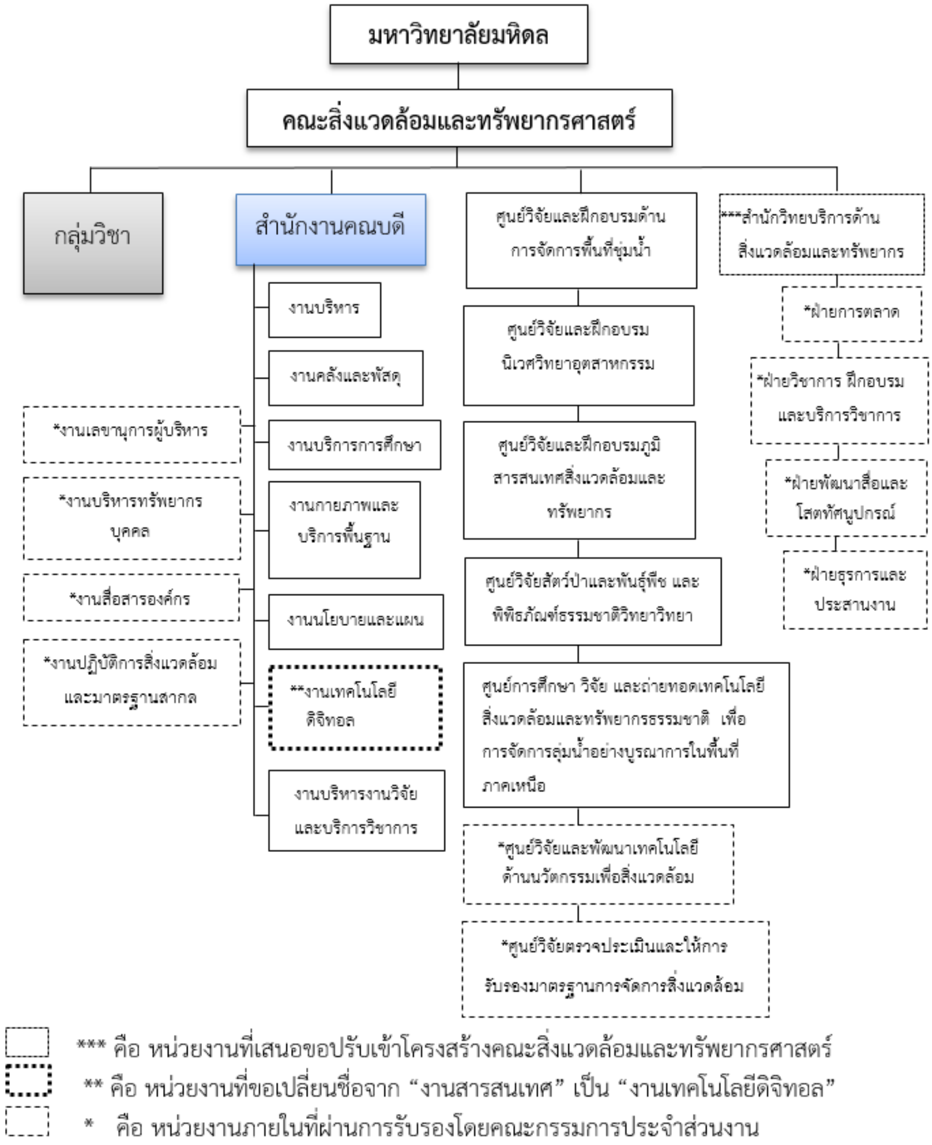
(11) รวบรวมและสรุปผลการประเมินความพึงพอใจในการใช้บริการของโครงการตรวจวัดและวิเคราะห์พารามิเตอร์ด้านสิ่งแวดล้อม

(12) ปรับปรุงและจัดทำเอกสารวิธีการปฏิบัติงานตามมาตรฐาน ISO 17025

2.3 โครงสร้างการบริหารงาน คณะสิ่งแวดล้อมและทรัพยากรศาสตร์ มหาวิทยาลัยมหิดล

งานปฏิบัติการสิ่งแวดล้อมและมาตรฐานสากล มีฐานะเป็นงานหนึ่งของคณะสิ่งแวดล้อมและทรัพยากรศาสตร์ มหาวิทยาลัยมหิดล ซึ่งอยู่ภายใต้การกำกับของรองคณบดี และคณบดีตามลำดับ

(1) โครงสร้างการบริหารงาน



รูปที่ 5 โครงสร้างการบริหารงาน คณะสิ่งแวดล้อมและทรัพยากรศาสตร์

ที่มา : ต้องชนะ, 2562

(2) โครงสร้างและระบบกำกับดูแล

ส่วนงานมีโครงสร้างการบริหารตามแผนผังข้างต้น โดยมีผู้บังคับบัญชาสูงสุด คือ คณบดี ที่กำกับดูแลบุคลากร รวมทั้งหน่วยงานทั้งหมดที่ตั้งขึ้นภายใต้การดำเนินงานของส่วนงาน ทั้งนี้ส่วนงานไม่มีการแบ่งเป็นภาควิชา จึงทำให้บริหารจัดการโดยมีการมอบหมายหน้าที่ตามลำดับสายงานแก่รองคณบดี ผู้ช่วยคณบดี หัวหน้างาน หัวหน้าหน่วย และบุคลากรอื่น ๆ ตามลำดับ และตามความเหมาะสม โดยรองคณบดี และคณาจารย์จะปฏิบัติงานขึ้นตรงต่อคณบดี ส่วนรองคณบดีมีอำนาจหน้าที่กำกับดูแลงานที่ได้รับมอบหมายจากคณบดี โดยมีหัวหน้างานช่วยกำกับดูแลการดำเนินงานของผู้ใต้บังคับบัญชาในงานนั้นๆ ให้ดำเนินไปอย่างมีประสิทธิภาพ ผู้เกี่ยวข้องจะรายงานต่อหัวหน้าหน่วย หัวหน้างาน รองคณบดี และคณบดีตามลำดับ

(3) บทบาทหน้าที่ความรับผิดชอบของงานปฏิบัติการสิ่งแวดล้อมและมาตรฐานสากล

งานปฏิบัติการสิ่งแวดล้อมและมาตรฐานสากลทำหน้าที่สนับสนุนการเรียนการสอน และบริการวิชาการ โดยแบ่งออกเป็น 3 หน่วย และมีภาระหน้าที่ความรับผิดชอบดังนี้

ก. หน่วยสนับสนุนการเรียนการสอนและวิจัย

นักวิทยาศาสตร์ประจำห้องปฏิบัติการ มีหน้าที่ในการจัดเตรียมเครื่องมือวิทยาศาสตร์ เครื่องแก้ว อุปกรณ์ วัสดุ สารเคมี และอาหารเลี้ยงเชื้อ ให้พร้อมสำหรับงานปฏิบัติการการเรียนการสอน ให้คำแนะนำในการปฏิบัติการด้านงานวิจัยสำหรับบัณฑิตศึกษา และโครงงานทางวิทยาศาสตร์สำหรับนักศึกษาปริญญาตรี

ข. หน่วยคลินิคสิ่งแวดล้อม

คณะสิ่งแวดล้อมและทรัพยากรศาสตร์ มหาวิทยาลัยมหิดล นอกจากการให้บริการงานการเรียนการสอน การวิจัย และการฝึกอบรมแล้ว ยังให้บริการวิชาการภายใต้หน่วยคลินิคสิ่งแวดล้อม เป็นผู้ให้บริการโครงการตรวจวัดและวิเคราะห์พารามิเตอร์ด้านสิ่งแวดล้อม ในด้านต่าง ๆ ดังนี้

<u>ด้านน้ำ</u>

สามารถให้บริการตรวจวิเคราะห์หาค่าสี การนำไฟฟ้า ความขุ่นของน้ำ ของแข็งแขวนลอยทั้งหมด ของแข็งที่ละลายน้ำทั้งหมด ของแข็งทั้งหมด ออกซิเจนที่ละลายน้ำ บีโอดี ความเค็ม ความเป็นกรด-ด่าง ความเป็นด่าง ความกระด้าง ฟอสเฟต ซัลเฟต ซัลไฟด์ แอมโมเนียไนโตรเจน ไนไตรท์ไนโตรเจน ไนเตรทไนโตรเจน คลอรีน คลอไรด์ โคลิฟอร์มแบคทีเรีย ฟีคัลโคลิฟอร์ม และโลหะหนักที่อยู่ในน้ำ เป็นต้น

<u>ด้านดิน</u>

สามารถให้บริการตรวจวิเคราะห์หา ค่าการนำไฟฟ้า อินทรียวัตถุ ค่าความเป็นกรด-ด่าง ไนโตรเจนทั้งหมด ฟอสฟอรัสที่เป็นประโยชน์ต่อพืช ความจุในการแลกเปลี่ยนแคทไอออน และโลหะหนักที่อยู่ในดิน เป็นต้น

<u>ด้านอากาศ แสง และเสียง</u>

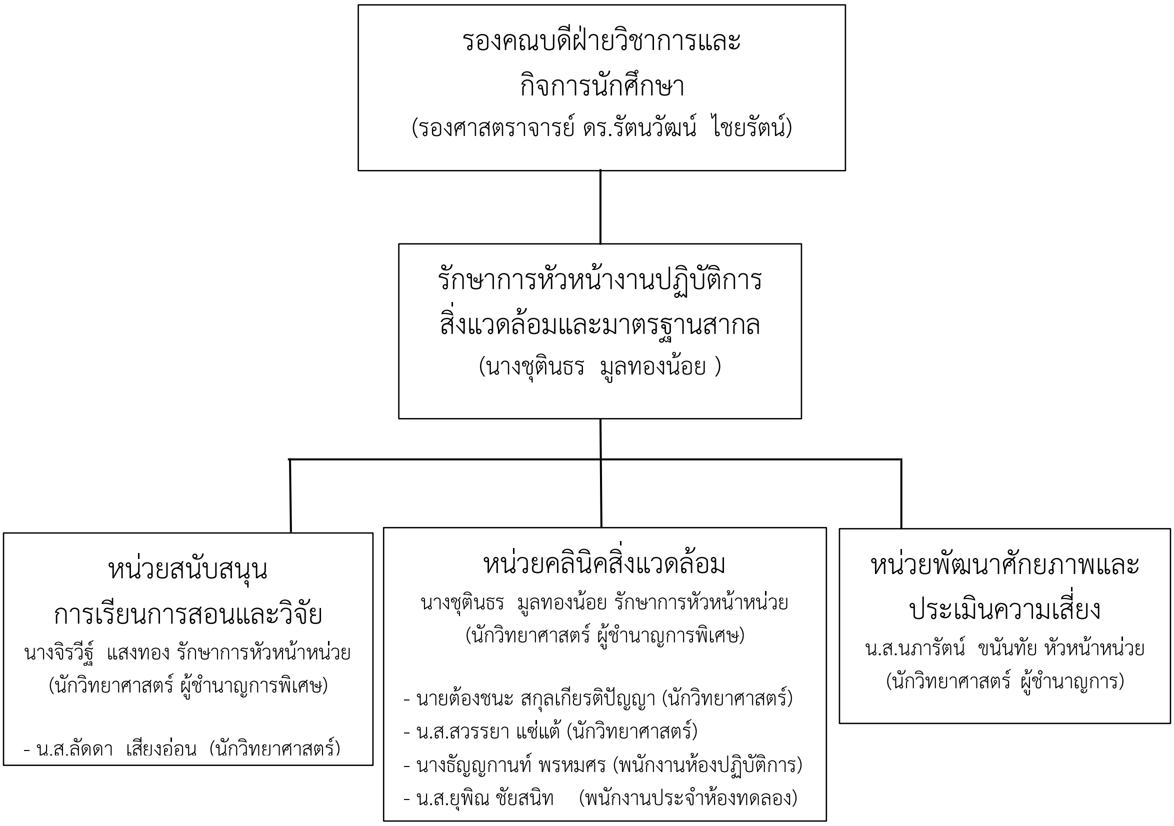
สามารถให้บริการในการตรวจวัดคุณภาพอากาศ แสง และเสียง

ค. หน่วยพัฒนาศักยภาพและประเมินความเสี่ยง

งานปฏิบัติการสิ่งแวดล้อมและมาตรฐานสากลมีบทบาทหน้าที่สำคัญเพื่อยกระดับห้องปฏิบัติการให้เป็นระดับสากล จึงมีการพัฒนาศักยภาพของหน่วยงานในการจัดทำระบบ ISO 17025 ซึ่งห้องปฏิบัติการวิทยาศาสตร์สิ่งแวดล้อมของคณะฯ ได้รับรองความสามารถห้องปฏิบัติการทดสอบตามมาตรฐานเลขที่ มอก.17025-2548 (ISO/IEC 17025 : 2005) หมายเลขการรับรองที่ ทดสอบ 0367 ณ วันที่ 23 ธันวาคม 2556 และจะเพิ่มขอบข่ายของการทดสอบให้มากขึ้น

นอกจากนี้ยังให้บริการในการจัดฝึกอบรมความปลอดภัย และการจัดการของเสียในห้องปฏิบัติการให้กับนักศึกษาระดับปริญญาตรี และบัณฑิตศึกษาก่อนเข้าใช้ห้องปฏิบัติการเพื่อลดความเสี่ยงในการเกิดอุบัติเหตุ

โครงสร้างของงานปฏิบัติการสิ่งแวดล้อมและมาตรฐานสากล



รูปที่ 6 โครงสร้างของงานปฏิบัติการสิ่งแวดล้อมและมาตรฐานสากล

ที่มา : ต้องชนะ, 2562

บทที่ 3
หลักเกณฑ์ วิธีการปฏิบัติงานและเงื่อนไข

การวิเคราะห์หาปริมาณโลหะหนักในสิ่งแวดล้อม โดยการใช้เครื่อง Atomic Absorption Spectrometer (AAS) เป็นวิธีการวิเคราะห์ธาตุอย่างหนึ่ง ซึ่งสามารถทำได้ทั้งในเชิงคุณภาพและปริมาณวิเคราะห์ ที่ได้รับความนิยมมากวิธีหนึ่ง เพราะเป็นวิธีที่สะดวก รวดเร็ว มีความเที่ยง ความแม่นยำ และสามารถวิเคราะห์ปริมาณธาตุโลหะหนักที่มีจำนวนน้อยได้ และมีค่าใช้จ่ายในการปฏิบัติงานที่ไม่สูงมากนัก

3.1 หลักการของ Atomic Absorption

Atomic Absorption เป็นกระบวนการดูดกลืนแสงโดยอะตอมอิสระ ซึ่งอะตอมอิสระของธาตุแต่ละชนิดดูดกลืนแสงที่มีความยาวคลื่นจำเพาะ อะตอมของธาตุต่างชนิดกันจะดูดกลืนแสงที่ความยาวคลื่นต่างกัน สเปกตรัมของอะตอมที่ได้มีลักษณะเป็นเส้น (Spectrum line) ต่างจากสเปคตรัมของโมเลกุล (Spectrum band) เนื่องจากการเปลี่ยนระดับพลังงานในอะตอมมีเฉพาะการเปลี่ยนระดับพลังงานของอิเล็กตรอน แต่การเปลี่ยนระดับพลังงานในโมเลกุลเป็นการเปลี่ยนระดับพลังงานของอิเล็กตรอนร่วมกับพลังงานการสั่น การที่จะทำให้อะตอมของธาตุในสารประกอบเกิดเป็นอะตอมอิสระได้นั้น ต้องมีการดูดกลืนพลังงานเข้าไป ซึ่งอาจจะอยู่ในรูปต่าง ๆ กัน เช่น พลังงานความร้อนจากเปลวไฟ หรือความร้อนจากไฟฟ้า เป็นต้น เมื่ออะตอมของธาตุที่ต้องการวิเคราะห์ดูดกลืนพลังงานและเปลี่ยนเป็นอะตอมอิสระที่อยู่ในสถานะแก๊สหรือไอ ซึ่งจะดูดกลืนแสงจากแหล่งกำเนิดเปลี่ยนจากสถานะพื้นไปสู่สถานะกระตุ้น ทำให้ปริมาณแสงที่ออกจากแหล่งกำเนิดตกกระทบเครื่องวัดแสง (detector) ลดลง หลักการนี้เรียกว่า Atomic Absorption (ฐิติรัตน์, 2548)

องค์ประกอบที่สำคัญของเครื่อง AAS มีด้วยกัน 5 ส่วน ดังนี้

(1) แหล่งกำเนิดแสง (Light source)

(2) ส่วนที่ทำให้ธาตุกลายเป็นอะตอมอิสระ (Atomizer)

(3) โมโนโครมาเตอร์ (Monochromator)

(4) ดีเทคเตอร์ (Detector)

(5) เครื่องประมวลผลและอ่านผล (Data system and read-out units)

(1) แหล่งกำเนิดแสง (Light source)

แหล่งกำเนิดแสง ต้องให้แสงที่มีความเข้มสูง คงที่ เป็นแถบแคบ ๆ และมีความยาวคลื่นเท่ากับความยาวคลื่นที่ใช้วิเคราะห์ โดยทั่วไปแหล่งกำเนิดแสงใช้เป็นหลอดฮอลโลว์แคโทด (hollow cathode lamps, HCL) และหลอดที่ไม่มีขั้วไฟฟ้า (electhodeless discharge lamp, EDL) โดยแหล่งกำเนิดแสงของ AAS ของคณะสิ่งแวดล้อมและทรัพยากรศาสตร์ เป็นชนิดหลอดฮอลโลว์แคโทด (hollow cathode lamps, HCL)

(2) ส่วนที่ทำให้ธาตุกลายเป็นอะตอมอิสระ (Atomizer)

การทำให้อะตอมของธาตุในสารประกอบเกิดเป็นอะตอมอิสระได้นั้นต้องมีการดูดกลืนพลังงานความร้อนเข้าไป ซึ่งพลังงานดังกล่าวอาจอยู่ในรูปต่างๆ เช่น พลังงานความร้อนจากเปลวไฟ พลังงานความร้อนจากกระแสไฟฟ้า เป็นต้น ซึ่งส่วนประกอบของเครื่อง AAS ที่ให้พลังงานความร้อนเพื่อทำให้เกิดอะตอมอิสระนั้นเรียกว่า atomizer และกระบวนการที่ทำให้เกิดอะตอมอิสระนั้นเรียกว่า Atomization process ซึ่ง Atomization process ที่นิยมใช้ในปัจจุบัน ได้แก่ Flame Atomization, Electrothermal atomization หรือ Graphite furnace หรือ flameless atomization, Hydride Generation Techique และ Cold Vapor Technique โดยเทคนิคต่างๆ ที่ใช้ในกระบวนการที่ทำให้เกิดอะตอมอิสระ (Atomization process) มีรายละเอียดของแต่ละเทคนิคดังนี้

ก. Flame Atomization Technique เป็นกระบวนการทำให้สารตัวอย่างแตกตัวเป็นอะตอมด้วยเปลวไฟ (Flame) ที่เหมาะสม โดยตัวอย่างที่เตรียมจะต้องเป็นสารละลายที่เป็นเนื้อเดียวกันและมีของแข็งเหลืออยู่ไม่เกินร้อยละ 5 ตัวทำละลายสามารถใช้ได้ทั้งที่เป็นน้ำหรือสารอินทรีย์ขึ้นอยู่กับการเตรียมตัวอย่างเพื่อวิเคราะห์ การทำให้เกิดอะตอมอิสระแบบใช้เปลวไฟ สารตัวอย่างที่อยู่ในรูป

สารละลาย จะถูกฉีดเข้าไปในเปลวไฟ ความร้อนจากเปลวไฟทำให้ตัวทำละลายระเหยได้เป็นโมเลกุลของแข็งแล้วเปลี่ยนเป็นโมเลกุลแก๊ส เมื่อพันธะเคมีแตกตัวเกิดเป็นอะตอมอิสระในสถานะแก๊สและอยู่ที่สถานะพื้น (แม้น และ อมร, 2534)

ข. Flameless Technique หรือ Non-flame Atomization Technique เป็น กระบวนการทำให้สารตัวอย่างสลายตัวเป็นอะตอมได้ด้วยความร้อนจากกระแสไฟฟ้า (electrothermal atomizer หรือ graphite furnace) โดยตัวอย่างที่ใช้อาจอยู่ในรูปของสารละลาย หรือสารแขวนลอย หรือของแข็งก็ได้ ซึ่งวิธีการนี้มีท่อแกรไฟต์เป็นแหล่งพลังงานความร้อนแทนเปลวไฟ ที่ปลายท่อแกรไฟต์เป็นขั้วไฟฟ้า เมื่อใส่สารในเซลล์ตัวอย่าง แล้วให้ความต่างศักย์ไฟฟ้าเข้าไประหว่างขั้วไฟฟ้าทั้งสอง เตาแกรไฟต์จะเริ่มทำงาน โดยให้ความร้อนที่ระดับหนึ่ง เพื่อระเหยตัวทำละลายจากนั้นอุณหภูมิจะเพิ่มขึ้นอย่างรวดเร็วเพื่อเปลี่ยนโมเลกุลของธาตุที่จะทำการวิเคราะห์เป็นอะตอมอิสระ ขณะทำการอะตอมไมซ์จะต้องมีแก๊สเฉื่อยไหลผ่านเซลล์บรรจุตัวอย่าง เพื่อป้องกันไม่ให้ธาตุที่ต้องการวิเคราะห์เปลี่ยนเป็นออกไซด์ที่ทนไฟ และป้องกันไม่ให้แกรไฟต์ถูกออกซิไดซ์ ส่วนใหญ่นิยมใช้แก๊สอาร์กอน สุดท้ายเตาแกรไฟต์จะให้อุณหภูมิประมาณ 3,000 องศาเซลเซียส เพื่อไล่สารทุกชนิดออกจากเตา (แม้น และ อมร, 2534)

ค. Hydride Generation Technique เนื่องจากธาตุบางชนิด เช่น ดีบุก (Sn) สารหนู (As) แอนติโมนี (Sb) ซิลิเนียม (Se) จะเปลี่ยนให้เป็นอะตอมโดยตรง ด้วยเทคนิค Flame Atomization หรือ เทคนิค Flameless Technique หรือ Non-flame Atomization ไม่ได้ จำเป็นต้องอาศัยปฏิกิริยาเคมีเพื่อเปลี่ยนรูปของโลหะที่อยู่ในสารละลายให้เป็นสารประกอบไฮไดรด์ให้แตกตัวในบรรยากาศที่ปราศจากออกซิเจนเพื่อป้องกันการรวมกับออกซิเจน ดังนั้นจึงต้องใช้วิธีทำให้ธาตุเหล่านั้นกลายเป็นสารที่เป็นไอได้ง่าย ๆ ที่อุณหภูมิห้อง ด้วยการรีดิวซ์ให้เป็นไฮไดรด์ ตัวรีดิวซ์ที่นิยมใช้คือ โซเดียมโบโรไฮไดรด์ (Sodium borohydride) จากนั้นไอของไฮไดรด์จะถูกพาเข้าสู่ท่อซิลิกาซึ่งทำหน้าที่เป็นเซลล์บรรจุตัวอย่างโดยแก๊สไนโตรเจนหรืออาร์กอน ท่อซิลิกาจะมีอุณหภูมิประมาณ 900 องศาเซลเซียส ทำให้สารประกอบไฮไดรด์สลายตัวเป็นอะตอมอิสระ (แม้น และ อมร, 2534)

ง. Cold Vapor Generation Technique จัดเป็น Flameless atomization แบบทำให้เกิดไอของสาร (Vapor Generation) มักใช้ในการวิเคราะห์สารปรอท (Hg) เนื่องจากมีคุณสมบัติในการกลายเป็นไอได้ง่าย และเป็นอะตอมเดี่ยว ปรอทสามารถถูกรีดิวซ์เป็นโลหะได้ง่าย (Hg°) ดังนั้นจึงไม่จำเป็นต้องใช้ความร้อนจากเปลวไฟหรือไฟฟ้า ในการทำให้เป็นอะตอมอิสระ สารเคมีที่ใช้ในการทำให้ปรอทในตัวอย่างกลายเป็น Hg° ได้แก่ $SnCl_2$ (แม้น และ อมร, 2534)

โดยเทคนิคต่าง ๆ ที่ใช้ในการวิเคราะห์มีข้อดี ข้อเสีย และการใช้งานที่แตกต่างกัน ดังนี้

Flame Atomization Technique เป็นวิธีที่ใช้กันอย่างแพร่หลาย ค่าใช้จ่ายส่วนใหญ่อยู่ที่การเตรียมตัวอย่างให้เป็นสารละลาย มีความแม่นยำในการวิเคราะห์สูง ต้องใช้ปริมาณสารละลายอย่างน้อย 5 มิลลิลิตร ใช้เวลาในการวิเคราะห์เร็ว 15 ตัวอย่าง/นาที

Flameless Technique หรือ Non-flame Atomization Technique เป็นวิธีที่ให้ความแม่น และ sensitivity ในการวิเคราะห์ดี มีค่าใช้จ่ายสูงค่ากราไฟท์ทิวป์ ใช้เวลาในการวิเคราะห์ค่อนข้างนาน 1 ตัวอย่าง/นาที แต่ใช้ปริมาตรของสารตัวอย่างน้อย 1.0-100 ไมโครลิตร

Hydride Generation Technique การเตรียมตัวอย่างต้องใช้ความชำนาญสูง มีค่าใช้จ่ายของสารเคมีในการเตรียมตัวอย่างสูง มีความแม่นยำไม่เท่ากับ Flame Atomization Technique และ Flameless Technique ใช้เวลาในการวิเคราะห์ค่อนข้างนาน 1 ตัวอย่าง/นาที

Cold Vapor Generation Technique จัดเป็น Flameless atomization แบบ Vapor Generation ใช้เวลาในการวิเคราะห์นาน ค่าใช้จ่ายสูง การเตรียมตัวอย่างและเครื่องมือต้องชำนาญสูง ใช้เวลาในการวิเคราะห์ค่อนข้างนาน 1 ตัวอย่าง/นาที

ดังนั้นกระบวนการทำให้สารเกิด atomization ไม่มีเทคนิคใดที่จัดว่าดีที่สุดห้องปฏิบัติการวิเคราะห์ต้องเลือกให้เหมาะสมกับความต้องการ โดยคำนึงถึงองค์ประกอบหลาย ๆ อย่าง เช่น ความรวดเร็วของการวิเคราะห์ ความยากง่าย

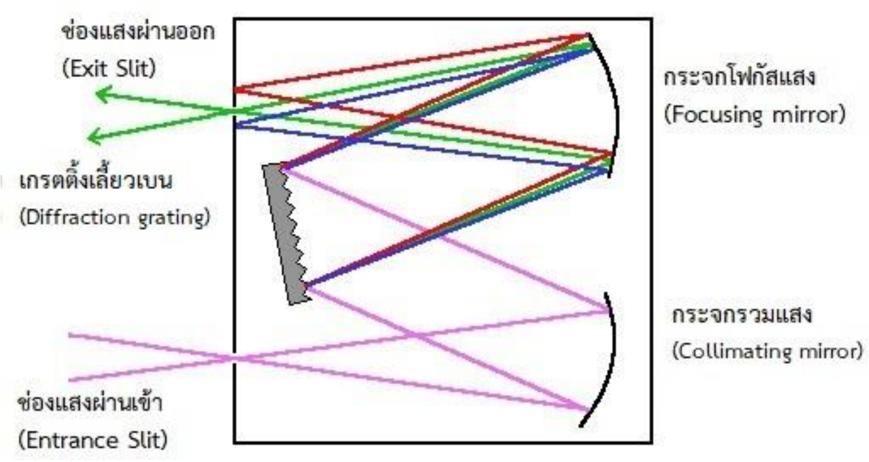
ความเข้มข้น ปริมาตรสารตัวอย่าง ตลอดทั้งเครื่องมือและอุปกรณ์ต่าง ๆ ที่สามารถอำนวยให้ ซึ่งในการวิเคราะห์หาปริมาณโลหะหนัก สามารถวิเคราะห์ด้วยเทคนิคหลายวิธี แต่ในคู่มือปฏิบัติงานเล่มนี้ จะกล่าวถึงเฉพาะการใช้ Flame Atomization Technique ที่มีการใช้ในการวิเคราะห์โลหะหนักของคณะสิ่งแวดล้อมและทรัพยากรศาสตร์

ตารางที่ 1 เปรียบเทียบข้อดี – ข้อเสีย ของแต่ละเทคนิคที่ใช้วิเคราะห์โลหะหนัก

เทคนิค	ข้อดี	ข้อเสีย
Flame	- มีความแม่นยำในการวิเคราะห์สูง - ใช้เวลาวิเคราะห์ต่อตัวอย่างน้อย - ค่าใช้จ่ายไม่สูงมากนัก	- ไม่สามารถวิเคราะห์ตัวอย่างที่มีความเข้มข้นต่ำๆได้
Flameless	- มีความแม่นยำในการวิเคราะห์สูง - สามารถวิเคราะห์ตัวอย่างที่มีความเข้มข้นต่ำๆได้ - ใช้ปริมาตรตัวอย่างในการวิเคราะห์น้อย	- ค่าใช้จ่ายในการวิเคราะห์ค่อนข้างสูง - ใช้เวลาวิเคราะห์นาน
Hydride	- ใช้สำหรับวิเคราะห์ As,Se,Te,Ge,Bi และ Sb	- ต้องใช้ความชำนาญในการเตรียมตัวอย่างสูง - ใช้ปริมาตรตัวอย่างในการวิเคราะห์มาก - ใช้เวลาวิเคราะห์นาน
Cold Vapor	- ส่วนมากใช้สำหรับวิเคราะห์ Hg	- ต้องใช้ความชำนาญในการเตรียมตัวอย่างสูง - ใช้ปริมาตรตัวอย่างในการวิเคราะห์มาก - ใช้เวลาวิเคราะห์นาน

(3) โมโนโครมาเตอร์ (Monochromator)

โมโนโครมาเตอร์ เป็นอุปกรณ์ที่ใช้แยกแสงที่มีความยาวคลื่นที่ต้องการเพียงความยาวคลื่นเดียวออกจากแสงที่มีหลายความยาวคลื่น



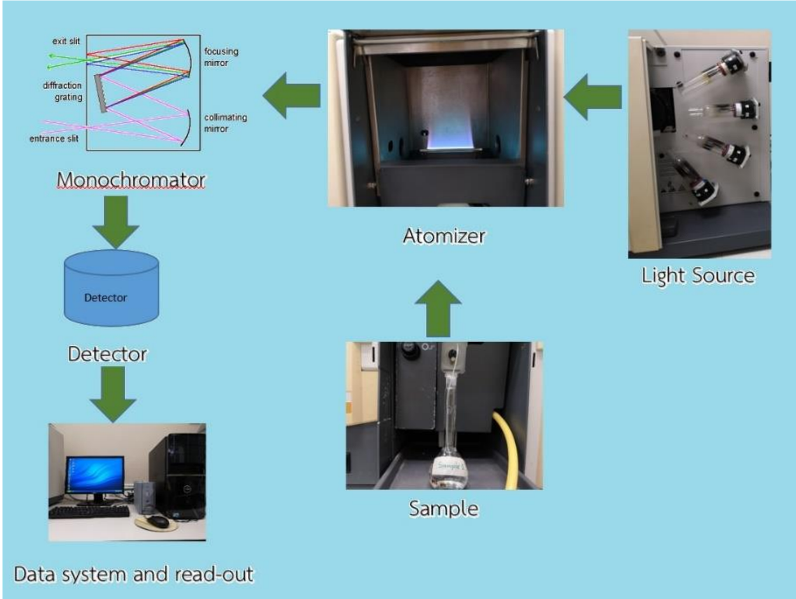
รูปที่ 7 หลักการทำงานของ Monochromator
ที่มา : ต้องชนะ, 2562

(4) ดีเทคเตอร์ (Detector)

ดีเทคเตอร์ ทำหน้าที่วัดความเข้มแสงที่ผ่านออกมาจากโมโนโครมาเตอร์ ปัจจุบันนิยมใช้หลอดโฟโตมัลติพลายเออร์ ซึ่งเป็นหลอดสูญญากาศ ภายในบรรจุด้วยไอโนดและแอโนด หลอดโฟโตมัลติพลายเออร์จะเปลี่ยนแสงให้กลายเป็นสัญญาณทางไฟฟ้า ซึ่งเป็นสัดส่วนโดยตรงกับความเข้มแสงที่ตกกระทบแคโทดในหลอด โฟโตมัลติพลายเออร์ (แม้น และ อมร 2534)

(5) เครื่องประมวลผลและอ่านผล (Data system and read-out unit)

เครื่องประมวลผลและอ่านผล ทำหน้าที่รับสัญญาณจากเครื่องดีเทคเตอร์ แล้วนำไปเข้ากระบวนการทางอิเล็กทรอนิกส์ ทำการแปลความหมาย ประมวลผล และแสดงผลออกมาผ่านเครื่องคอมพิวเตอร์



รูปที่ 8 แสดงองค์ประกอบที่สำคัญของเครื่อง AAS

ที่มา : ต้องชนะ, 2562

3.2 หลักการทำงานของ AAS แบบ Flame Atomization Technique (Flame-AAS)

Flame Atomization ใช้พลังงานความร้อนจากเปลวไฟทำให้เกิด atomization process แบ่งเป็น 5 ขั้นตอน

(1) Nebulization เป็นกระบวนการเปลี่ยนของเหลวให้เป็นละอองฝอยเล็กๆ (aerosol) ด้วยส่วนของเครื่องที่เรียกว่า nebulizer โดยเครื่องจะดูดสารละลายเข้าไปเพื่อพ่นให้สารละลายไปชนกับ Impact bead เพื่อให้เกิดเป็นละอองฝอย

(2) Droplet precipitation เป็นกระบวนการที่ละอองเล็กๆ ของสารละลายบางส่วนรวมตัวกันเป็นก้อนโตเป็นหยดสารละลาย ไม่สามารถลอยอยู่ในอากาศได้ จึงตกลงมาแล้วออกมาทางท่อน้ำทิ้ง (drain)

(3) Mixing เป็นกระบวนการที่ aerosol ผสมกับแก๊สเชื้อเพลิง (fuel) และออกซิแดนซ์แก๊ส (Oxidant gas) เกิดใน spray chamber ของ nebulizer

(4) Desolvation เป็นกระบวนการที่ตัวทำละลายที่อยู่ใน aerosol ถูกกำจัดออกไป ทำให้เป็นอนุภาคเล็ก ๆ ของสารประกอบ (solid particles)

(5) Compound decomposition เป็นกระบวนการที่เกิดขึ้นในเปลวไฟ โดยพลังงานความร้อนจากเปลวไฟจะทำให้ตัวอย่างแห้งกลายเป็นไอ จากนั้นสารละลายที่กลายเป็นไอจะได้รับความร้อนต่อจนกลายเป็นอะตอม (Ground state) อะตอมที่เกิดขึ้นจะดูดกลืนแสงที่มาจากหลอดฮาโลคาโทดที่มีความยาวคลื่นเฉพาะซึ่งขึ้นอยู่กับชนิดของธาตุ (ธาตุแต่ละชนิดมีระดับพลังงานแตกต่างกัน จึงดูดกลืนแสงที่ความยาวคลื่นแตกต่างกัน) ไปสู่สภาวะที่ถูกกระตุ้น (Excited state) ปริมาณแสงที่ถูกดูดกลืนจะแปรผันโดยตรงกับความเข้มข้นของโลหะในสารละลายตัวอย่าง ซึ่งความเข้มข้นของธาตุในสารละลายตัวอย่างจะหาได้โดยการวัดเทียบกับความเข้มข้นของสารละลายมาตรฐาน

3.3 วิธีการปฏิบัติงาน

(1) ในการวิเคราะห์หาปริมาณโลหะหนักด้วยเครื่อง AAS ต้องทำตัวอย่างให้อยู่ในรูปสารละลายที่เป็นเนื้อเดียวกัน (Homogeneous solution)

(2) ต้องมีปริมาณสารละลายตัวอย่าง อย่างน้อย 5 – 10 มิลลิลิตร

(3) ช่วงความเข้มข้นที่สามารถวิเคราะห์ได้ ระดับหนึ่งในล้านส่วน (ppm) หรือมิลลิกรัมต่อลิตรของน้ำ และมิลลิกรัมต่อกิโลกรัมของดิน

3.4 เงื่อนไข/ข้อควรระวัง/สิ่งที่ควรคำนึงถึงในการปฏิบัติงาน

เนื่องจากในการทำงานของนักวิทยาศาสตร์ ที่วิเคราะห์หาปริมาณโลหะหนักด้วยเครื่อง Atomic Absorptions spectrometer (AAS) มีการใช้อุปกรณ์สารเคมี แก๊ส จึงต้องตระหนักถึงความปลอดภัยในการปฏิบัติงานทุกครั้ง จึงต้องปฏิบัติงาน ดังนี้

(1) ห้ามนำอาหารและเครื่องดื่มทุกชนิดเข้ามารับประทานภายในห้องปฏิบัติการ รวมทั้งวัตถุติดไฟง่าย และห้ามสูบบุหรี่โดยเด็ดขาด

(2) ต้องสวมอุปกรณ์ป้องกันส่วนบุคคล สวมถุงมือ ผ้าปิดจมูก เสื้อกาวน์ และแว่นตานิรภัย

(3) เครื่องแก้วที่นำมาวิเคราะห์หาปริมาณโลหะหนักจะต้องล้างให้สะอาด เพื่อป้องกันการวิเคราะห์ที่คลาดเคลื่อน จึงต้องล้างด้วยการแช่กรดไนตริก 1: 1 (กรดไนตริกเข้มข้น 1 ส่วน ต่อน้ำกลั่น 1 ส่วน) เป็นเวลา 24 ชั่วโมง แล้วล้างด้วยน้ำกลั่น

(4) สารเคมีที่ใช้ต้องมีความบริสุทธิ์สูง (High purity)

(5) ตัวอย่างที่ผ่านการย่อยแล้วต้องกรองด้วยกระดาษกรอง สารละลายที่ได้ต้องใสเพื่อป้องกันการอุดตันของ Nebulizer

(6) ในการวิเคราะห์หาปริมาณโลหะหนัก จะมีของเสีย (waste) เกิดขึ้น ให้ปฏิบัติในเรื่องของการกำจัดของเสีย ตามข้อกำหนดของห้องปฏิบัติการสิ่งแวดล้อม คณะสิ่งแวดล้อมและทรัพยากรศาสตร์ (จิรวีฐ์, 2558)

(7) เมื่อวิเคราะห์หาปริมาณโลหะหนักด้วยเครื่อง AAS เสร็จเรียบร้อยแล้ว ให้ล้างทำความสะอาด Nebulizer ด้วยการดูดน้ำกลั่นเป็นเวลาอย่างน้อย 5 -10 นาที

(8) ปิดเครื่อง ปิดแอร์ ปิดแก๊ส และดูความเรียบร้อย

บทที่ 4
การวิเคราะห์โลหะหนักโดยการใช้เครื่อง AAS

การวิเคราะห์หาโลหะหนักด้วยเครื่อง Atomic Absorption Spectrometer (AAS) ด้วยเทคนิค Flame Atomic Absorption Spectroscopy ซึ่งมีหลักการ คือ ธาตุโลหะหนักมีการดูดกลืนพลังงานที่มีความยาวคลื่นที่แตกต่างกัน อะตอมของโลหะหนักแต่ละชนิดที่อยู่ในสารละลายเมื่อถูกเผาด้วยความร้อนสูง อิเลคตรอนของธาตุนั้น ๆ จะเปลี่ยนสถานะจากสถานะพื้น (ground state) ไปเป็นสถานะกระตุ้น (exited sate) โดยอาศัยการดูดกลืนแสงที่ผ่านมาจากความยาวคลื่นเฉพาะเจาะจง (จาก Hallow Cathode Lamp) ซึ่งขึ้นอยู่กับชนิดของธาตุแต่ละชนิด ในการวิเคราะห์โลหะหนักด้วยเครื่อง Atomic Absorption Spectrometer ซึ่งต่อไปนี้จะเขียนสั้น ๆ ว่าเครื่อง AAS นั้น ปริมาณโลหะหนักที่มีอยู่ในน้ำหรือในดินจะมีปริมาณที่ค่อนข้างน้อย จะมีค่าอยู่ในปริมาณ มิลลิกรัมต่อลิตรหรือมิลลิกรัมต่อกิโลกรัม ดังนั้นหากมีการปนเปื้อนจากภาชนะที่ใช้เก็บตัวอย่างและวิเคราะห์ ก็จะทำให้ผลการวิเคราะห์คลาดเคลื่อนไปจากความเป็นจริงได้ จึงต้องมีข้อควรระวัง โดยภาชนะที่ใช้สำหรับเก็บตัวอย่างต้องทำจากพลาสติกชนิดโพลีเอทธิลีนชนิดความหนาแน่นสูง (HDPE) เนื่องจากมีความแข็ง ไม่เปราะหรือแตกง่ายและทนการกัดกร่อน ส่วนเครื่องแก้วที่ใช้ภายในห้องปฏิบัติการวิเคราะห์ ต้องเป็นเครื่องแก้วที่มีคุณภาพดี

4.1 ภาชนะและเครื่องแก้วที่ใช้ในการวิเคราะห์โลหะหนัก

(1) ขวดวัดปริมาตร (Volumetric flask) ขนาด 50 และ 100 มิลลิลิตร

(2) ปิเปตต์แบบปริมาตร (Volumetic pipette) ขนาด 1,2,5 และ 10 มิลลิลิตร

(3) กระบอกตวง (Cylender) ขนาด 50 มิลลิลิตร และ 100 มิลลิลิตร

(4) กรวยกรองแก้ว (Funnel)

(5) ไมโครปิเปตต์ (Micropipette) ขนาด 1000 ไมโครลิตร

(6) บีกเกอร์ (Beaker) ขนาด 150 มิลลิลิตร

(7) Teflon vessel

4.2 ขั้นตอนการเตรียมภาชนะและเครื่องแก้วสำหรับสำหรับวิเคราะห์โลหะหนัก

(1) ล้างภาชนะและเครื่องแก้วด้วยน้ำประปา

(2) ล้างภาชนะและเครื่องแก้วด้วยน้ำยาล้างเครื่องแก้ว

(3) ล้างด้วยน้ำประปาเพื่อล้างน้ำยาล้างเครื่องแก้วออกให้หมด

(4) ล้าง (rinse) ด้วยน้ำกลั่นปราศจากอิออน

(5) นำไปแช่ในถังที่มีกรดไนตริก (อัตราส่วน 1:1) ทิ้งไว้ 24 ชั่วโมง

(6) ล้าง (rinse) ด้วยน้ำกลั่นปราศจากอิออน

(7) นำไปผึ่งให้แห้ง

4.3 การเก็บตัวอย่างเพื่อการวิเคราะห์โลหะหนักในสิ่งแวดล้อม

การเก็บและการรักษาสภาพตัวอย่าง เป็นขั้นตอนอันแรกในการตรวจสอบและวิเคราะห์ที่สำคัญมากเนื่องจากวิธีการและอุปกรณ์ที่ใช้ในการเก็บและการรักษาสภาพตัวอย่าง จะมีผลต่อค่าการวิเคราะห์ที่ได้ ว่าถูกต้องตรงตามความเป็นจริงเพียงใด หากการเก็บและการรักษาสภาพตัวอย่าง ดำเนินการอย่างถูกต้องตามมาตรฐานแล้ว ย่อมเป็นการยืนยันในชั้นต้นถึงผลวิเคราะห์ที่นำเสนอว่า คุณลักษณะ สมบัติและปริมาณสารที่ทำการวิเคราะห์มีความน่าเชื่อถือเพียงใด ทั้งนี้ เป็นไปตามหลักการที่เรียกว่า Quality Assurance ดังนั้นผู้ที่ทำหน้าที่ในการเก็บ และการรักษาสภาพตัวอย่าง จะต้องเป็นผู้ที่เข้าใจในหลักการพื้นฐานและวิธีการที่ถูกต้อง

(1) ขั้นตอนการเก็บตัวอย่างน้ำ

ก. เก็บตัวอย่างน้ำให้เป็นตัวแทนของน้ำที่ต้องการตรวจวิเคราะห์ โดยใช้อุปกรณ์เก็บตัวอย่างน้ำ (Water Sampler)

ข. ล้าง (rinse) ภาชนะที่ใช้บรรจุตัวอย่างด้วยน้ำตัวอย่างที่จะทำการตรวจวิเคราะห์ 2-3 ครั้ง ก่อนแล้วจึงบรรจุน้ำตัวอย่าง ประมาณ 500 มิลลิลิตร แล้วเติมกรดไนตริกเข้มข้น (Cone. HNO_3) ให้ $pH < 2$

ค. นำตัวอย่างส่งห้องปฏิบัติการโดยไม่ต้องแช่เย็น สามารถเก็บตัวอย่างไว้ได้ 180 วัน

(2) ขั้นตอนการเก็บตัวอย่างดิน

ก. ตัวอย่างดินต้องเป็นตัวแทนของพื้นที่ ที่จะทำการตรวจวิเคราะห์

ข. อุปกรณ์และภาชนะที่ใช้เก็บตัวอย่างดินต้องสะอาด

ค. ในการเก็บหน้าดินอาจใช้ พลั่ว จอบ หรือเสียม หากเก็บที่ระดับความลึก 30 – 60 เซนติเมตร ให้ใช้เครื่องมือขุดเจาะ เรียกว่า Auger

ง. นำดินที่ขุดเจาะมาโดยเลือกดินตรงส่วนกลางที่ไม่สัมผัสกับอุปกรณ์การเก็บ เทดินลงบนแผ่นพลาสติกที่สะอาดคลุกเคล้าดินให้ทั่ว

จ. นำไปเก็บในขวดพลาสติกที่ล้างทำความสะอาดอย่างดี หรือเก็บใส่ถุงพลาสติกใหม่ที่ไม่เคยใช้งานส่งเข้าห้องปฏิบัติการวิเคราะห์

ฉ. เมื่อมาถึงห้องปฏิบัติการวิเคราะห์นำดินไปผึ่งให้แห้ง

ช. บดตัวอย่างดินแล้วนำไปร่อนผ่านตะแกรงร่อนดินขนาด 2 มิลลิเมตร

ซ. เก็บในขวดหรือถุงพลาสติกเพื่อรอการตรวจวิเคราะห์

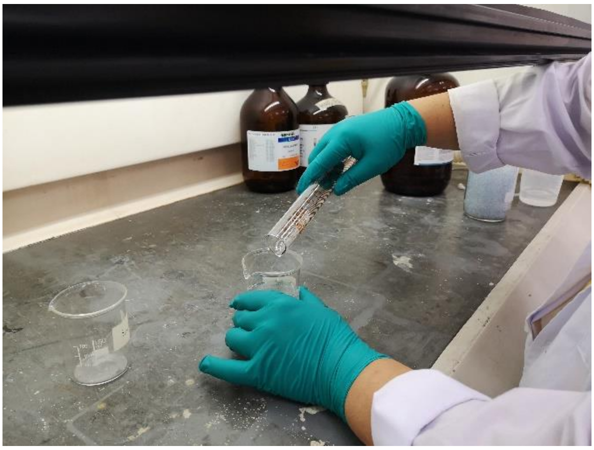
4.4 การเตรียมตัวอย่างเพื่อการวิเคราะห์โลหะหนัก

การเตรียมตัวอย่างเพื่อการวิเคราะห์มีความสำคัญเป็นอย่างมาก หากเกิดการปนเปื้อนในขั้นตอนการเตรียมตัวอย่างย่อมทำให้เกิดผลการวิเคราะห์ผิดพลาด จึงต้องระมัดระวังไม่ให้เกิดการปนเปื้อนในขั้นตอนการเตรียมตัวอย่างเพื่อให้ผลวิเคราะห์ที่ได้มีความถูกต้อง และแม่นยำ

(1) ขั้นตอนการเตรียมตัวอย่างน้ำ

ก. การย่อยด้วยเตาไฟฟ้า (Hot plate)

1) ตวงตัวอย่างน้ำที่เขย่าเข้ากันดีแล้ว 50 มิลลิลิตร ด้วยกระบอกตวง ใส่ลงในบีกเกอร์ขนาด 150 มิลลิลิตร

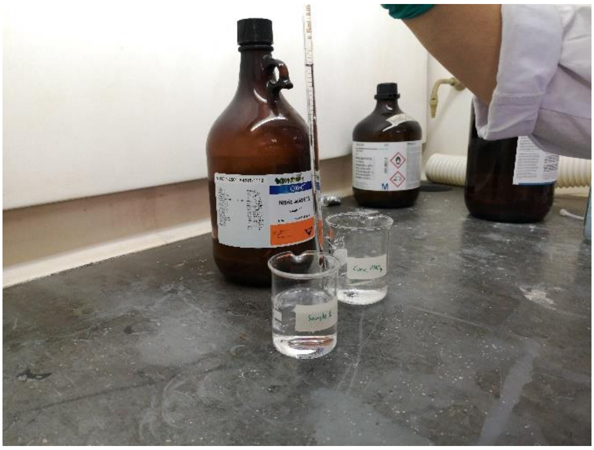


รูปที่ 9 แสดงการใส่ตัวอย่างลงในบีกเกอร์
ที่มา : ต้องชนะ, 2562

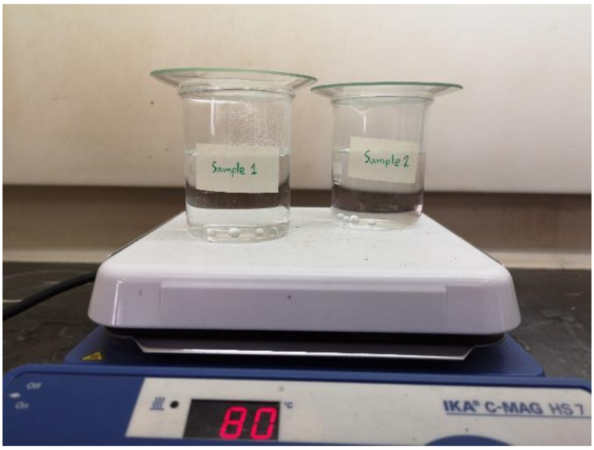
2) ใส่ลูกแก้ว (Glass bead)

รูปที่ 10 แสดงการใส่ Glass bead
ที่มา : ต้องชนะ, 2562

3) เติมกรดไนตริกเข้มข้น 5 มิลลิลิตร แล้วแกว่งเบา ๆ ให้เข้ากัน ปิดด้วยกระจกนาฬิกาแล้วจึงนำไปวางบนเตาไฟฟ้า (Hot Plate) ซึ่งเตาไฟฟ้าต้องตั้งอยู่ในตู้ดูดควัน (Hood) ให้ความร้อนที่อุณหภูมิเหมาะสมโดยให้เดือดเบา ๆ ระเหยจนกระทั่งการย่อยสมบูรณ์สังเกตจากสารละลายจะใสขึ้น จนปริมาตรเหลือประมาณ 5 – 10 มิลลิลิตร แล้วยกลงปล่อยไว้ให้เย็นที่อุณหภูมิห้อง



รูปที่ 11 แสดงการเติมกรด HNO_3 ลงในตัวอย่าง
ที่มา : ต้องชนะ, 2562



รูปที่ 12 แสดงการย่อยตัวอย่างด้วย Hot Plate
ที่มา : ต้องชนะ, 2562

4) ล้าง (rinse) ข้างบีกเกอร์ และกระจกนาฬิกาด้วยน้ำกลั่น แล้วนำมากรองด้วยกระดาษกรอง Whatman เบอร์ 42 ใส่ลงในขวดปรับปริมาตร (Volumetric flask) ขนาด 50 มิลลิลิตร ปรับปริมาตรด้วยน้ำกลั่นให้ได้ 50 มิลลิลิตร เพื่อรอการวิเคราะห์ด้วย AAS ต่อไปหากไม่วิเคราะห์ทันที ให้ถ่ายเก็บใส่ขวดพลาสติกโพลีเอธีลีน (HDPE) และแช่เย็นที่อุณหภูมิ 4 องศาเซลเซียส (°C) เพื่อรอวิเคราะห์ต่อไป

รูปที่ 13 แสดงการล้างกระจกนาฬิกาด้วยน้ำกลั่น
ที่มา : ต้องชนะ, 2562

รูปที่ 14 แสดงการกรองตัวอย่าง
ที่มา : ต้องชนะ, 2562

ข. การย่อยด้วยคลื่นไมโครเวฟ (Microwave Digestion) ยี่ห้อ CEM รุ่น MAR6 iWave

รูปที่ 15 แสดงเครื่องย่อยด้วยคลื่น Microwave

ที่มา : ต้องชนะ, 2562

1) ตวงตัวอย่างที่เขย่าเข้ากันดีแล้ว 45 มิลลิลิตร ด้วยกระบอกตวงขนาด 50 มิลิลิตร ใส่ลงใน Teflon vessel

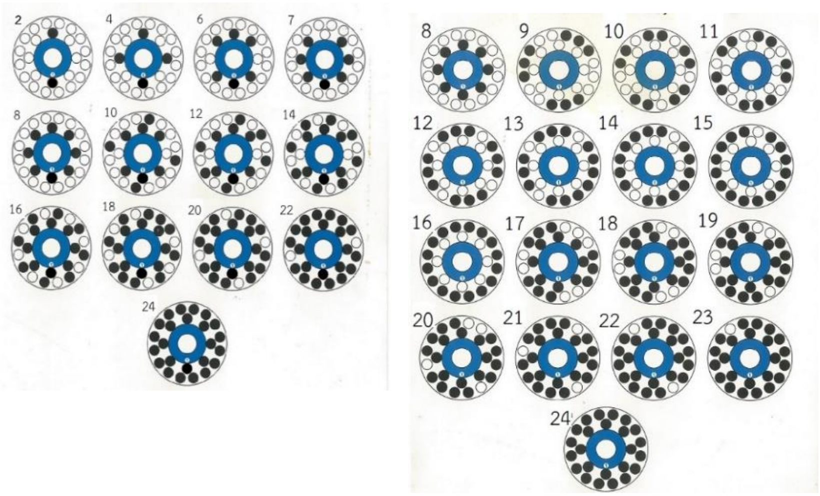
รูปที่ 16 แสดงการนำตัวอย่างใส่ลงใน Vessel
ที่มา : ต้องชนะ, 2562

2) เติมกรดไนตริกเข้มข้น 5 มิลลิลิตร ปิดฝาให้แน่น

รูปที่ 17 แสดงขั้นตอนการเติมกรดไนตริกข้มข้นลงในตัวอย่าง
ที่มา : ต้องชนะ, 2562

3) นำ Teflon Vessel ใส่ลงใน Sleeve เพื่อป้องกันการเสียรูปของ Vessel ขณะทำการย่อย

4) นำชุด Vessel ใส่ลงในชุดจานหมุนในตำแหน่งที่เหมาะสม โดยให้คำนึงถึงความสมดุลของน้ำหนัก หากใส่ Vessel ในตำแหน่งที่ไม่เหมาะสมจะทำให้เกิดการเทน้ำหนักไปข้างใดข้างหนึ่งอาจทำให้ Rotor ของเครื่องย่อยเสียหายได้

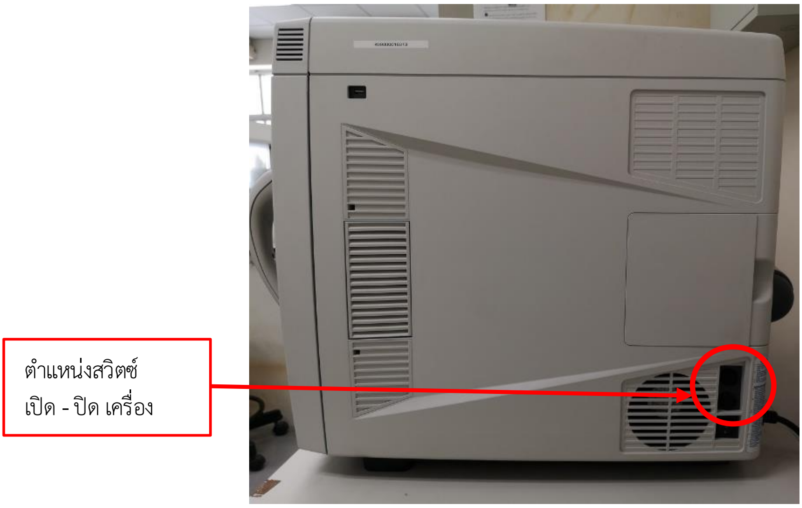


รูปที่ 18 แสดงตำแหน่งที่เหมาะสมในการวาง Vessel ลงใน Rotor
ที่มา : คู่มือใช้งานเครื่องย่อยด้วยคลื่นไมโครเวฟ ยี่ห้อ CEM รุ่น MAR6 iWave

5) ติดตั้งชุดจานหมุนที่บรรจุ Vessel ในเครื่องไมโครเวฟ

รูปที่ 19 แสดง Rotor ที่ติดตั้งลงในเครื่อง Microwave
ที่มา : ต้องชนะ, 2562

6) เปิดสวิตซ์ข้างเครื่อง



รูปที่ 20 แสดงตำแหน่งสวิสซ์เปิดเครื่อง Microwave
ที่มา : ต้องชนะ, 2562

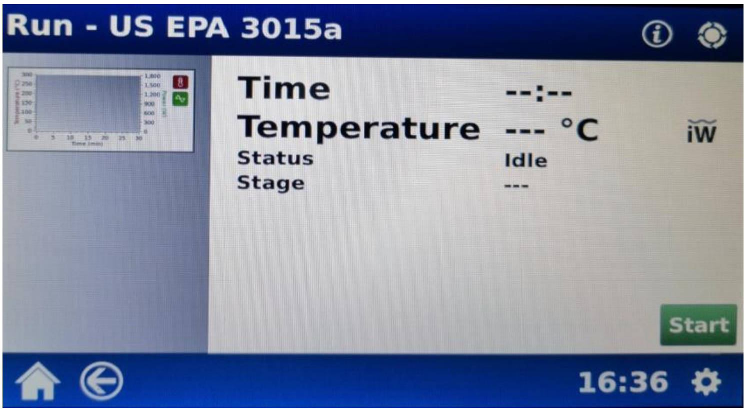
7) เลือก One Touch Method

รูปที่ 21 แสดงหน้าจอหลักของเครื่อง Microwave
ที่มา : ต้องชนะ, 2562

8) เลือก Method US EPA 3015a

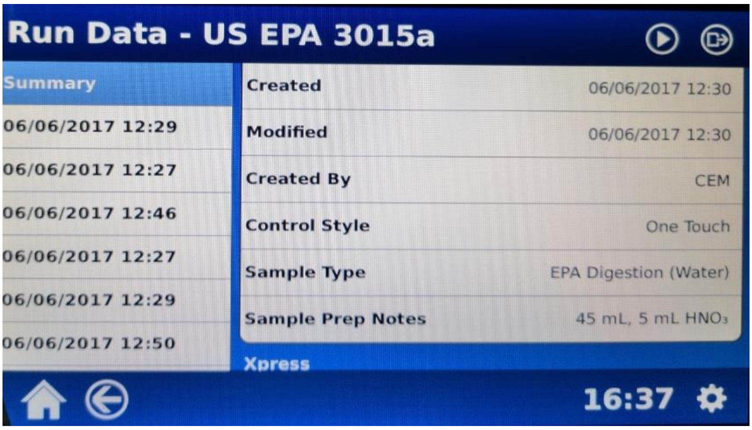
รูปที่ 22 แสดง Method ภาพในเครื่อง Microwave
ที่มา : ต้องชนะ, 2562

9) กดตัว icon ด้านบนมุมขวา เพื่อตรวจสอบข้อมูล



รูปที่ 23 แสดงหน้าจอหลักเมนูวิเคราะห์
ที่มา : ต้องชนะ, 2562

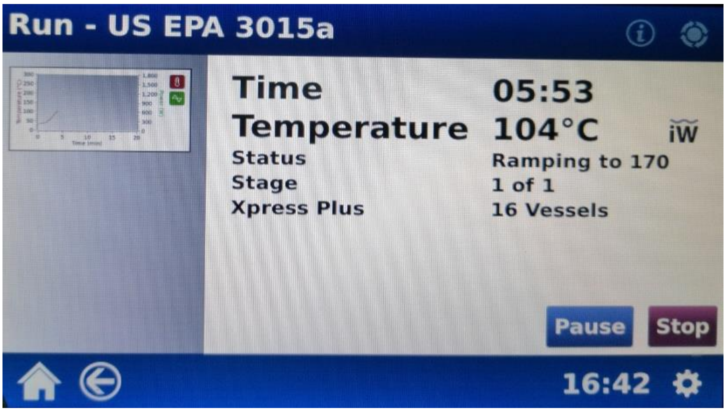
10) ข้อมูลที่แสดงจะบอกถึงชื่อของ Method วิธีการเตรียมตัวอย่าง Method นี้เหมาะกับการย่อยตัวอย่างประเภทใด อุณหภูมิและเวลาที่เหมาะสมกับประเภทของ Vessel



รูปที่ 24 แสดงรายละเอียดของ Method
ที่มา : ต้องชนะ, 2562

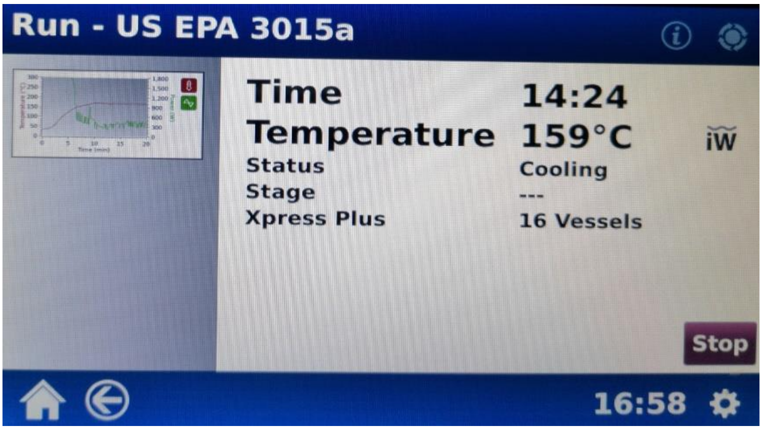
11) เมื่อทำการตรวจเช็คข้อมูลเรียบแล้วว่ามีความถูกต้องและเหมาะสมกับตัวอย่างที่จะวิเคราะห์ให้กดที่ icon เพื่อกลับสู่หน้าหลัก

12) กดปุ่ม Start ที่หน้าจอเพื่อเริ่มการทำงาน โดยด้านขวาจะแสดงข้อมูลเวลา อุณหภูมิปัจจุบัน จำนวน Vessel ด้านซ้ายจะแสดงความสัมพันธ์ของอุณหภูมิกับความดันภายใน Vessel ในรูปแบบกราฟเส้น ส่วนกราฟแท่งแสดงข้อมูลของอุณหภูมิของตัวอย่างภายใน Vessel และจำนวน Vessel ที่อยู่ภายในเครื่อง



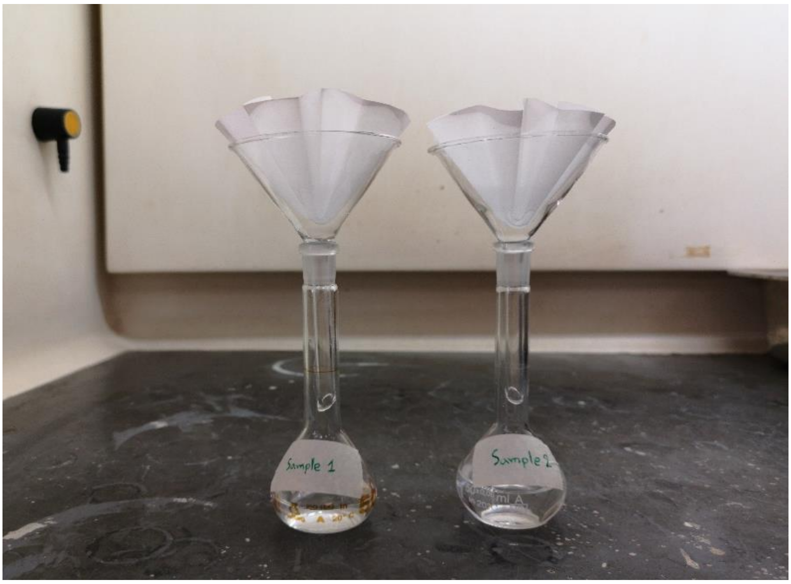
รูปที่ 25 แสดงหน้าจอขณะทำงาน
ที่มา : ต้องชนะ, 2562

13) เมื่อเครื่องทำงานเสร็จ เครื่องจะทำการ Cool Down รอจนอุณหภูมิต่ำกว่า 100 °C จึงเปิดประตูเครื่องไมโครเวฟ และนำชุดจานหมุนที่บรรจุ Vessel ออกจากเครื่องไมโครเวฟ



รูปที่ 26 แสดงหน้าจอขณะ Cool down
ที่มา : ต้องชนะ, 2562

14) นำตัวอย่างที่ย่อยแล้วมากรองด้วยกระดาษกรอง Whatman เบอร์ 42 ลงใน Volumetric Flask ขนาด 50 มิลลิลิตร ปรับปริมาตรด้วยน้ำกลั่นหรือกรดไนตริก 3% ให้ได้ 50 มิลลิลิตร



รูปที่ 27 แสดงการกรองตัวอย่าง
ที่มา : ต้องชนะ, 2562

15) นำตัวอย่างที่ผ่านการกรองไปวิเคราะห์หาปริมาณโลหะหนักด้วยเครื่อง AAS หากไม่วิเคราะห์ทันที ให้ถ่ายเก็บใส่ขวดพลาสติกโพลีเอธีลีนและแช่เย็นที่อุณหภูมิ 4 องศาเซลเซียส เพื่อรอวิเคราะห์ต่อไป

(2) ขั้นตอนการเตรียมตัวอย่างดิน

ก. การย่อยด้วยเตาไฟฟ้า (Hot Plate)

1) นำตัวอย่างดินที่เก็บมาผึ่งลมให้แห้ง โดยทั่วไปใช้เวลาประมาณ 2 สัปดาห์ ทั้งนี้ขึ้นอยู่กับความชื้นและปริมาณของตัวอย่าง หากแบ่งตัวอย่างออกเป็นกองเล็กๆและแผ่ให้บางจะช่วยให้ตัวอย่างแห้งได้เร็วขึ้น

2) นำตัวอย่างดินที่แห้งแล้วมาบดให้เป็นเนื้อเดียวกัน และนำมาร่อนผ่านตะแกรงร่อนขนาด 200 mesh

3) ชั่งตัวอย่างดินที่ผ่านการร่อนแล้ว 1 กรัม ใส่ลงในบีกเกอร์ขนาด 250 มิลลิลิตร

4) เติมน้ำกลั่น 50 มิลลิลิตร ลงในบีกเกอร์

5) เติมกรดไนตริกเข้มข้น 5 มิลลิลิตร ลงในบีกเกอร์

6) ใส่ Glass bead

7) ตั้งสารละลายในข้อ 5 บน hot plate ให้ความร้อนช้าที่อุณหภูมิ 60 – 80 องศาเซลเซียส จนปริมาตรเหลือประมาณ 5 – 10 มิลลิลิตร แล้วยกลงปล่อยไว้ให้เย็นที่อุณหภูมิห้อง

8) กรองสารละลายด้วยกระดาษกรอง Whatman เบอร์ 42

9) ปรับปริมาตรสุดท้ายให้ได้ 50 มิลลิลิตร

10) เก็บรักษาตัวอย่างไว้ในตู้เย็น ก่อนนำไปวิเคราะห์ปริมาณโลหะหนักโดยเครื่อง AAS

ข. การย่อยด้วยคลื่นไมโครเวฟ (Microwave Digestion) ยี่ห้อ CEM รุ่น MAR6 iWave

1) นำตัวอย่างดินที่เก็บมาผึ่งลมให้แห้ง (เวลาขึ้นอยู่กับความชื้นของตัวอย่าง)

2) นำตัวอย่างดินที่แห้งแล้วมาบดให้เป็นเนื้อเดียวกัน และนำมาร่อนผ่านตะแกรงร่อนขนาด 200 mesh

3) ชั่งตัวอย่างดินที่ผ่านการร่อนแล้ว 0.5 - 1 กรัม ใส่ลงใน Teflon vessel

4) เติมกรดไนตริกเข้มข้น 10 มิลลิลิตร ใส่ลงใน Teflon vessel

5) ทำตามขั้นตอนเดียวกับการวิเคราะห์ตัวอย่างน้ำด้วยไมโครเวฟตั้งแต่ข้อที่ 3 เป็นต้นไป โดยในข้อที่ 8 ให้เปลี่ยนจากเลือก Method US EPA 3015a เป็นเลือก Method US EPA 3051 (เป็นวิธีสำหรับการย่อยตัวอย่างที่เป็นของแข็ง) แทน

4.5 การเตรียมสารละลายมาตรฐาน

การเตรียมสารละลายมาตรฐานเป็นกิจกรรมที่จำเป็นอย่างมากต่อการปฏิบัติงานวิเคราะห์ ผู้วิเคราะห์จำเป็นจะต้องมีความรู้ความเข้าใจ และมีทักษะเกี่ยวกับการเตรียมสารละลายชนิดต่างๆ การจัดเก็บ และการเลือกใช้เครื่องมือในการเตรียมสารละลาย เพื่อให้เกิดความมั่นใจในความถูกต้องแม่นยำตาม มาตรฐานสากล และส่งผลให้ผลการวัดน่าเชื่อถือ

การเตรียมสารละลายมาตรฐานที่ใช้ตรวจสอบตัวอย่าง (Working Standard) ที่ใช้ในการวิเคราะห์โลหะหนัก ควรเตรียมอย่างน้อย 4 ความเข้มข้นขึ้นไป เพื่อความถูกต้องและแม่นยำของผลการวิเคราะห์ โดยใช้สูตรคำนวณดังนี้

$$C_1V_1 = C_2V_2$$

เมื่อ C_1 = ความเข้มข้นของสารละลายเริ่มต้น

C_2 = ความเข้มข้นของสารละลายเจือจางที่ต้องการเตรียม

V_1 = ปริมาตรของสารละลายเริ่มต้น

V_2 = ปริมาตรของสารละลายเจือจางที่ต้องการเตรียม

<u>ตัวอย่างการคำนวณเพื่อเตรียมสารละลายมาตรฐานแคดเมียม</u>

เตรียมจากสารละลาย Pure Standard แคดเมียม 1,000 มิลลิกรัมต่อลิตร

1. เตรียมสารละลาย Stock Standard 10 มิลลิกรัมต่อลิตร ปริมาตร 100 มิลลิลิตร

$$C_1V_1 = C_2V_2$$

$$1{,}000\ (\text{มิลลิกรัมต่อลิตร}) \times V_1 = 10\ (\text{มิลลิกรัมต่อลิตร}) \times 100\ (\text{มิลลิลิตร})$$

$$V_1 = \frac{10 \times 100}{1{,}000}$$

$$V_1 = 1\ \text{มิลลิลิตร}$$

ฉะนั้น ต้องปิเปตสารละลาย Pure Standard ความเข้มข้น 1000 มิลลิกรัมต่อลิตร มาจำนวน 1 มิลลิลิตร ใส่ลงในขวดปรับปริมาตรขนาด 100 มิลลิลิตร ปรับปริมาตรสุดท้ายเป็น 100 มิลลิลิตร จะได้สารละลาย Stock Standard แคดเมียม ความเข้มข้น 10 มิลลิกรัม/ลิตร

2. เตรียม Working Standard ความเข้มข้น 0.15, 0.3, 0.6, 1.2 และ 2.4 มิลลิกรัม/ลิตร โดยใช้สารละลาย Stock Standard แคดเมียมความเข้มข้น 10 มิลลิกรัม/ลิตร

เช่นต้องการเตรียมตัวอย่าง Working Standard 0.15 มิลลิกรัมต่อลิตร ปริมาตร 50 มิลลิลิตร เตรียมโดยใช้สูตร

$$C_1V_1 = C_2V_2$$

$$10\ (\text{มิลลิกรัมต่อลิตร}) \times V_1 = 0.15\ (\text{มิลลิกรัมต่อลิตร}) \times 50\ (\text{มิลลิลิตร})$$

$$V_1 = \frac{0.15 \times 50}{10}$$

$$V_1 = 0.75\ \text{มิลลิลิตร}$$

ฉะนั้นต้องปิเปตสารละลาย Stock Standard ความเข้มข้น 10 มิลลิกรัมต่อลิตร มาจำนวน 0.75 มิลลิลิตร ใส่ลงในขวดปรับปริมาตรขนาด 50 มิลลิลิตร ปรับปริมาตรสุดท้ายเป็น 50 มิลลิลิตร จะได้สารละลาย Working Standard แคดเมียมความเข้มข้น 0.15 มิลลิกรัมต่อลิตร

ตารางที่ 2 แสดงช่วงความเข้มข้นของสารละลายมาตรฐาน ที่สามารถเตรียมได้ตาม Cookbook ของเครื่องที่กำหนดมาให้

พารามิเตอร์	ความยาวคลื่น (nm)	ความเข้มข้นที่ 0.2 Abs	ความเข้มข้นที่สามารถเตรียม (มิลลิกรัมต่อลิตร)	
			Max	Min
Calcium	422.7	0.8	2.4	0.0176
	239.9	160	480	3.52
Cadmium	228.8	0.6	2.4	0.0132
	326.1	240	960	5.28
Chromium	357.9	2.5	10	0.055
	429.0	20	80	0.44
	520.8	500	2000	11
	520.5	1500	6000	33
	425.4	12	48	0.264
Cobalt	240.7	2.5	10	0.055
	304.4	40	160	0.88
	346.6	90	360	1.98
	347.4	200	800	4.4
	391.0	7500	30000	165
Copper	324.8	1.5	6	0.033
	327.4	3	12	0.066
	217.9	15	60	0.33
	222.6	60	240	1.32
	244.2	400	1600	8.8
	218.2	15	60	0.33
	249.2	200	800	4.4
Lead	217.0	5	20	0.11
	283.3	10	40	0.22
	261.4	200	800	4.4
	205.3	2500	10000	55

พารามิเตอร์	ความยาวคลื่น (nm)	ความเข้มข้นที่ 0.2 Abs	ความเข้มข้นที่สามารถเตรียม (มิลลิกรัมต่อลิตร)	
			Max	Min
Manganese	279.5	1	4	0.022
	403.1	12	48	0.264
	321.7	3000	12000	66
Magnesium	285.2	0.15	0.6	0.0033
	202.6	5	20	0.11
Nickel	232.0	2	8	0.044
	352.5	10	40	0.22
	351.5	20	80	0.44
	362.5	1000	4000	22
	341.5	35	140	0.77
Potassium	766.5	0.4	1.6	0.0088
	769.9	0.8	3.2	0.0176
	404.4	160	640	3.52
Silver	328.1	1.5	6	0.033
	338.3	3	12	0.066
Sodium	589.0	0.3	1.2	0.0066
	589.6	0.6	2.4	0.0132
	330.3	150	600	3.3
Strontium	460.7	2.5	10	0.055
Zinc	213.9	0.3	1.2	0.0066
	307.6	2400	9600	52.8

4.6 การควบคุมคุณภาพการวิเคราะห์ในห้องปฏิบัติการ

การควบคุมคุณภาพการวิเคราะห์ในห้องปฏิบัติการถือเป็นขั้นตอนที่มีความสำคัญมาก เนื่องจากจะทำให้ผลการวิเคราะห์ถูกต้องและมีความน่าเชื่อถือ

1. การวิเคราะห์รีเอเจนต์แบลงค์ หรือแบลงค์ของวิธีทดสอบ (reagent blank or method blank) การวิเคราะห์รีเอเจนต์แบลงค์หรือแบลงค์ของวิธีทดสอบ หมายถึง การวิเคราะห์ตัวอย่างที่ปราศจากสิ่งที่ต้องการวิเคราะห์ เตรียมโดยใช้น้ำกลั่นและนำไปผ่านกระบวนการเช่นเดียวกับการเตรียมตัวอย่างที่เราจะวิเคราะห์ โดยใช้ reagent เครื่องแก้ว และเครื่องมือเดียวกันกับการวิเคราะห์ตัวอย่าง การวิเคราะห์แบลงค์ชนิดนี้ เพื่อให้แน่ใจว่าสัญญาณทั้งหมดที่เกิดขึ้น เป็นสิ่งที่ต้องการวิเคราะห์ ไม่ใช่จาก reagent หรือจากสิ่งอื่นๆ ที่ใช้ในการวิเคราะห์ ประโยชน์ของรีเอเจนต์แบลงค์หรือแบลงค์ของวิธีทดสอบ เพื่อชี้บ่งและแก้ไขความคลาดเลื่อน จากระบบ (systematic error) ที่มาจากความไม่บริสุทธิ์ของรีเอเจนต์ การปนเปื้อนจากเครื่องแก้ว หรือเครื่องมือ

การวิเคราะห์แบลงค์จะวิเคราะห์ทุกๆ 10-20 % ของจำนวนตัวอย่างในแต่ละชุดตัวอย่าง เช่น ถ้ามีตัวอย่างทั้งหมด 100 ตัวอย่าง จะต้องทำการวิเคราะห์แบลงค์ทุกๆ 10 ตัวอย่าง เป็นต้น และถ้าวิเคราะห์ตัวอย่างที่มีความเข้มข้นสูง ๆ อาจต้องวิเคราะห์แบลงค์ตามทันที เพื่อป้องกันการปนเปื้อนจากตัวอย่างนั้นไปยังตัวอย่างถัดไป

2. การวิเคราะห์ spiked sample หรือการหา % recovery การเตรียม spiked sample ทำได้โดยการเติมสารมาตรฐานความเข้มข้นสูงๆ ปริมาณน้อยๆ ลงในตัวอย่าง (ไม่เกิน 2 % ของปริมาตรตัวอย่าง) เพื่อตรวจสอบ analyte recovery ใน sample matrix หรือถ้ามีการวิเคราะห์ตัวอย่างที่มี matrix ที่แตกต่างไป จะเป็นการทวนสอบปริมาณสารรบกวน

สารละลายมาตรฐานที่ใช้ควรมาจากคนละแหล่ง กับที่ใช้เตรียมกราฟมาตรฐาน และ spiked sample ควรอยู่ในช่วงเดียวกันกับตัวอย่างที่ทำการวิเคราะห์

วิธีการเตรียม spiked sample

1. แบ่งสารละลายตัวอย่างที่ต้องการวิเคราะห์ออกเป็น 2 ส่วน เท่าๆ กัน ในปริมาณที่เท่ากับที่ใช้ในการตรวจวิเคราะห์ส่วนแรกใช้เป็นตัวอย่างปกติไม่ได้เติมสารมาตรฐานลงไป เรียกว่า ตัวอย่างเริ่มต้น (original sample) อีกส่วนหนึ่งนำมาเติมสารมาตรฐานที่ทราบเข้มข้นที่แน่นอนลงไป ส่วนนี้เรียกว่า spiked sample โดยเกณฑ์การยอมรับอยู่ระหว่าง 90-110 %

2. เตรียมตัวอย่างทั้ง 2 ส่วนตามขั้นตอนการวิเคราะห์

3. หา % recovery จากสูตร

$$\% \text{ recovery} = \frac{(\text{ความเข้มข้นของ spiked sample} - \text{ความเข้มข้นของตัวอย่างเริ่มต้น}) \times 100}{\text{ความเข้มข้นของสารมาตรฐานที่อยู่ใน Spiked sample}}$$

4. การวิเคราะห์ซ้ำในตัวอย่างเดียวกัน (duplicate analysis pair)

การวิเคราะห์ซ้ำในตัวอย่างเดียวกัน หมายถึงการวิเคราะห์ตัวอย่างเดียวกัน จำนวน 2 ครั้ง เพื่อทดสอบความแม่นยำของผู้ที่ทำการทดสอบ หลังจากนั้นนำผลการทดสอบมาคำนวณหา % ความแตกต่างสัมพัทธ์ (% Relative Percent Difference : RPD) โดยเกณฑ์การยอมรับต้องไม่เกิน 10 %

$$\% \text{ RPD} = \frac{(\text{Max - Min}) \times 100}{\text{ค่าเฉลี่ยของผลการทดสอบทั้ง 2 ครั้ง}}$$

5. การตรวจสอบสมรรถนะของเครื่องมือ

การตรวจสอบสมรรถนะของเครื่องมือ ใช้สำหรับการทดสอบที่ต้องอาศัยเครื่องมือหลักได้แก่ Spectrophotometer และ Atomic Absorption Spectrometer ทำได้โดย พิจารณาจากช่วงความเป็นเส้นตรง หรือใช้วิธีอื่นที่เหมาะสม ผู้ทดสอบจะใช้สารมาตรฐาน 3-5 ความเข้มข้น แล้วพิจารณาช่วงความเป็นเส้นตรง โดยดูจากค่าสัมประสิทธิ์สหสัมพันธ์ (correlation coefficient : r) หรือค่าสัมประสิทธิ์การตัดสินใจ (coefficient of determination : R2) โดยเกณฑ์การยอมรับ : ค่า r ต้องไม่น้อยกว่า 0.995 และ R^2 ไม่น้อยกว่า 0.990

6. การวิเคราะห์ Certified Reference Materials (CRM)

Certified Reference Materials (CRM) เป็นวัสดุหรือสารอ้างอิงมาตรฐานที่ได้รับการรับรอง โดยการดำเนินการที่ถูกต้องทางวิชาการ และสามารถสอบกลับ (traceable) ไปยังมาตรฐานระหว่างประเทศ (International Standard: SI unit) ได้ การวิเคราะห์ Certified Reference Materials เป็นการทวนสอบให้แน่ใจว่าค่าที่ได้จากการทดสอบสารมาตรฐานที่เตรียมขึ้นเอง มีความถูกต้อง โดยเกณฑ์การยอมรับอยู่ระหว่าง 90 – 110 %

$$\%\ \text{ความถูกต้อง} = \frac{(\text{ค่าที่ได้จากการวิเคราะห์} \times 100)}{\text{ค่าจริง}}$$

4.7 ขั้นตอนการวิเคราะห์โลหะหนักด้วยเทคนิค Flame Atomic Absorption Spectroscopy ด้วยเครื่อง Atomic Absorption Spectrometer ยี่ห้อ Varian รุ่น AA240FS

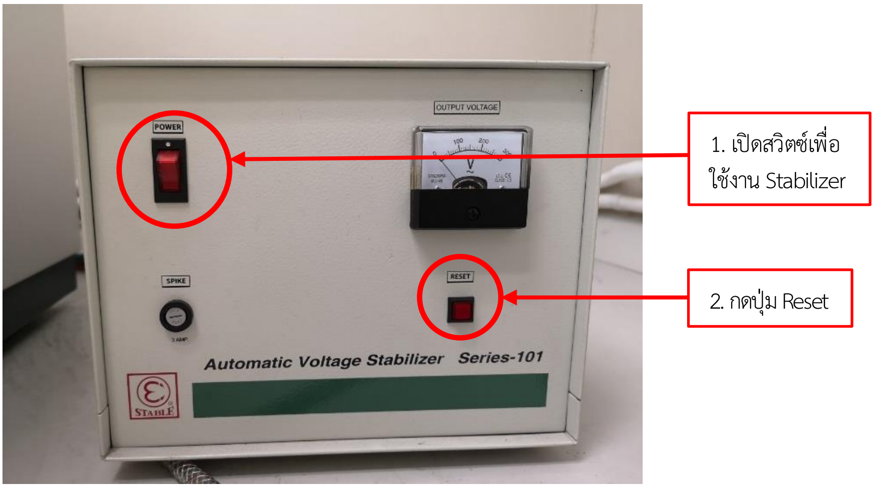
การวิเคราะห์โลหะด้วยเทคนิค Flame Atomic Absorption Spectroscopy เป็นขั้นตอนที่มีความสำคัญ ต้องมีความรู้ความเข้าใจในการปรับตั้งเครื่องให้มีความถูกต้อง เพื่อให้ได้ผลการวิเคราะห์ที่มีถูกต้องแม่นยำ

1. เปิด Computer ที่ต่อกับเครื่อง Atomic Absorption Spectrometer

รูปที่ 28 แสดงเครื่อง Computer ที่ต่อกับเครื่อง AAS

ที่มา : ต้องชนะ, 2562

2. เปิด stabilizer ที่ต่อกับเครื่อง Atomic Absorption spectrometer เพื่อรักษาระดับแรงดันไฟฟ้าขณะทำการวิเคราะห์

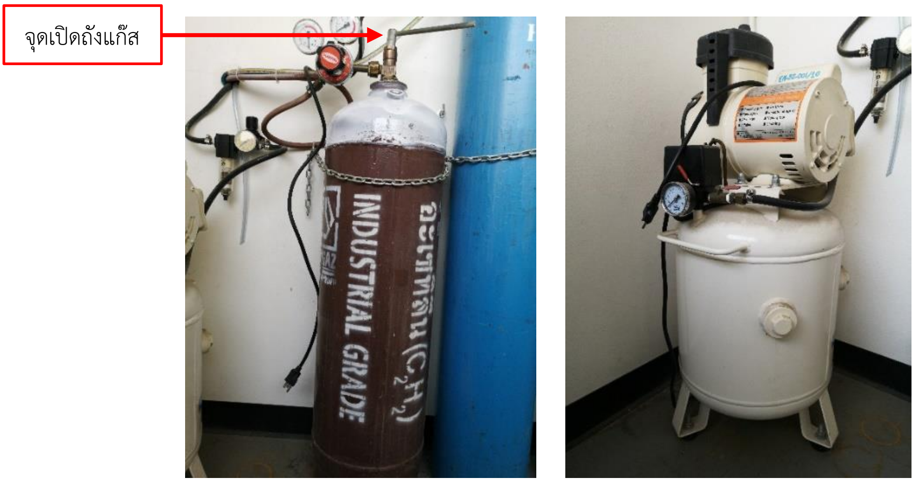


รูปที่ 29 แสดงป้องกันไฟกระชาก (Stabilizer)
ที่มา : ต้องชนะ, 2562

3. เปิดเครื่อง Atomic Absorption Spectrometer

รูปที่ 30 แสดงตำแหน่งสวิสซ์เปิดเครื่อง Flame – AAS
ที่มา : ต้องชนะ, 2562

4. เปิดแก๊สและเสียบปลั๊กปั๊มลม



รูปที่ 31 แสดงเชื้อเพลิงและ oxidant ที่ใช้ในการวิเคราะห์โลหะหนัก
ที่มา : ต้องชนะ, 2562

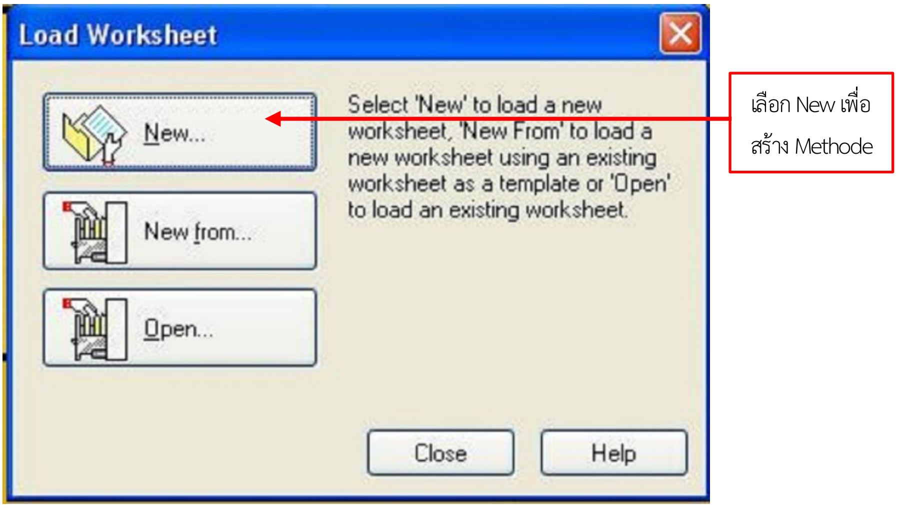
5. เข้าโปรแกรม SpectrAA

รูปที่ 32 แสดงโปรแกรม SpectrAA เพื่อการวิเคราะห์โลหะหนัก
ที่มา : เครื่อง AAS, ยี่ห้อ Varian รุ่น AA240FS

6. เลือก Worksheet เพื่อเริ่มการใช้งานเครื่อง Atomic Absorption Spectrometer

รูปที่ 33 แสดงหน้าจอหลักของโปรแกรม SpectrAA
ที่มา : เครื่อง AAS, ยี่ห้อ Varian รุ่น AA240FS

7. เลือก New เพื่อสร้าง Method ใหม่

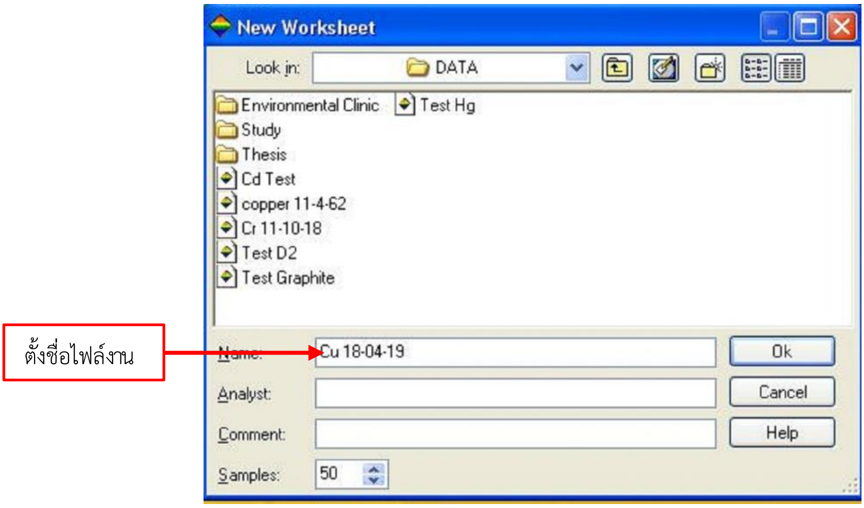


รูปที่ 34 ขั้นตอนการสร้าง Worksheet
ที่มา : เครื่อง AAS, ยี่ห้อ Varian รุ่น AA240FS

8. เลือก Instrument 1 เพื่อใช้งาน เครื่อง Flame Atomic Absorption จากนั้นกด Ok

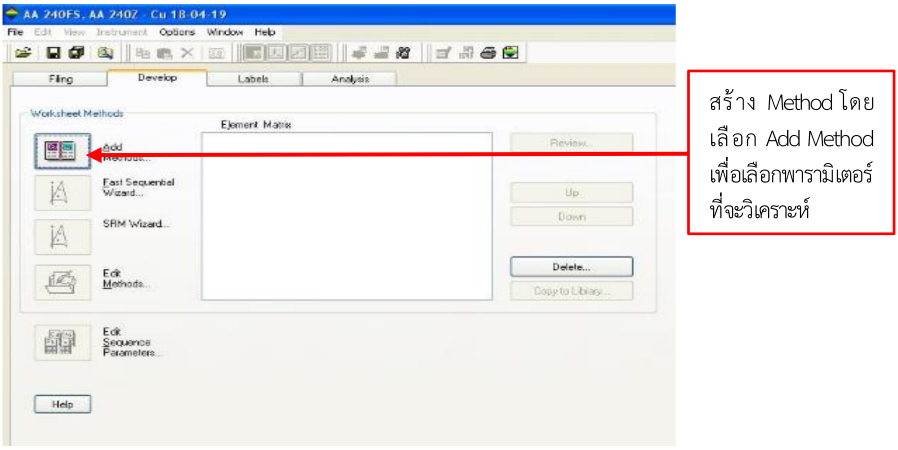
รูปที่ 35 ขั้นตอนการเลือกใช้งานเครื่อง Flame หรือ Non Flame
ที่มา : เครื่อง AAS, ยี่ห้อ Varian รุ่น AA240FS

9. ตั้งชื่อไฟล์ จากนั้นกด Ok



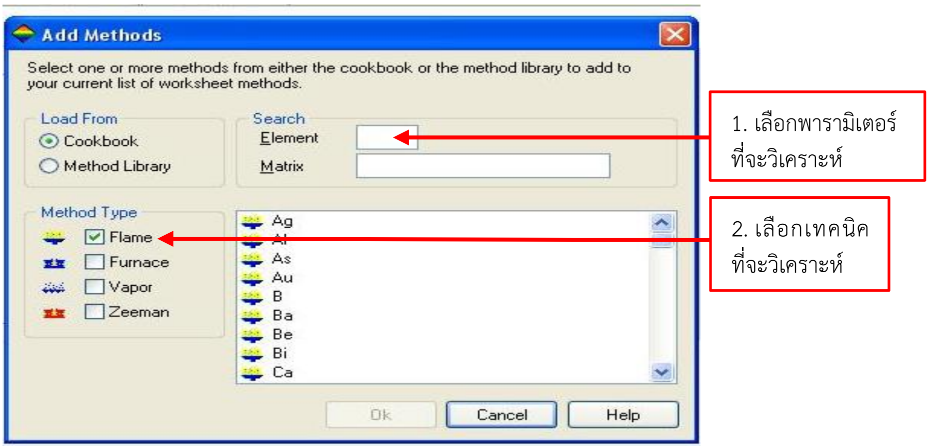
รูปที่ 36 ขั้นตอนการตั้งชื่อไฟล์การวิเคราะห์
ที่มา : เครื่อง AAS, ยี่ห้อ Varian รุ่น AA240FS

10. สร้าง Method โดยเลือก Add Method เพื่อเลือกพารามิเตอร์ที่ต้องการวิเคราะห์

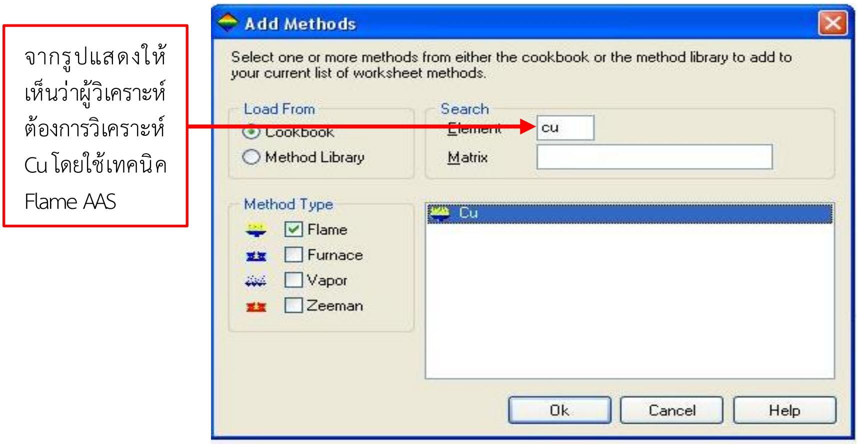


รูปที่ 37 แสดงขั้นตอนการเข้าสู่หน้าการสร้าง Method
ที่มา : เครื่อง AAS, ยี่ห้อ Varian รุ่น AA240FS

11. เลือกพารามิเตอร์ที่ต้องการวิเคราะห์และเทคนิคที่ใช้ในการวิเคราะห์ จากนั้นกด Ok



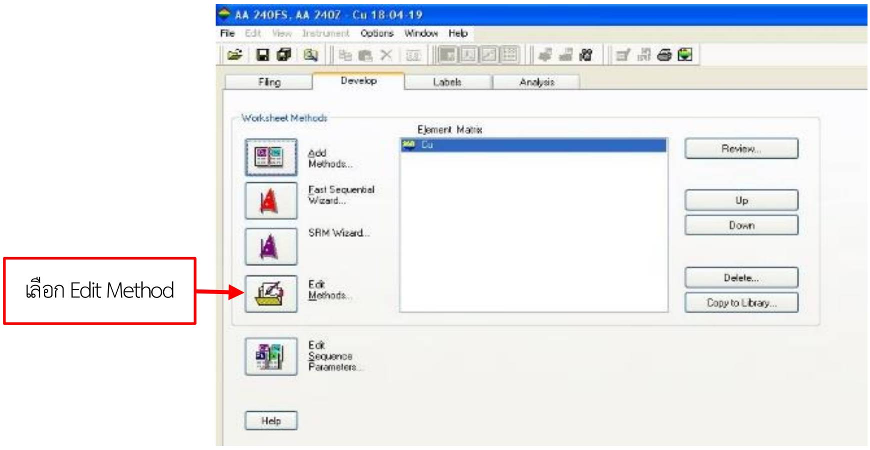
รูปที่ 38 แสดงขั้นตอนการเลือกเทคนิคและพารามิเตอร์ที่จะใช้ในการวิเคราะห์
ที่มา : เครื่อง AAS, ยี่ห้อ Varian รุ่น AA240FS



รูปที่ 39 แสดงตัวอย่างการเลือกพารามิเตอร์และการเลือกเทคนิคที่ใช้ในการวิเคราะห์

ที่มา : เครื่อง AAS, ยี่ห้อ Varian รุ่น AA240FS

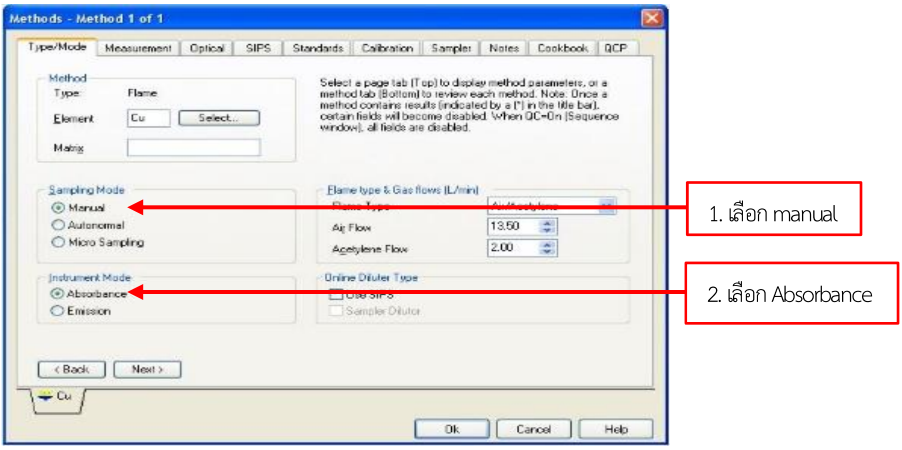
12. เลือก Edit Method เพื่อเข้าสู่หน้าต่างการตั้งค่าต่างๆในการวิเคราะห์



รูปที่ 40 ขั้นตอนการเข้าสู่หน้าการตั้งค่า Method

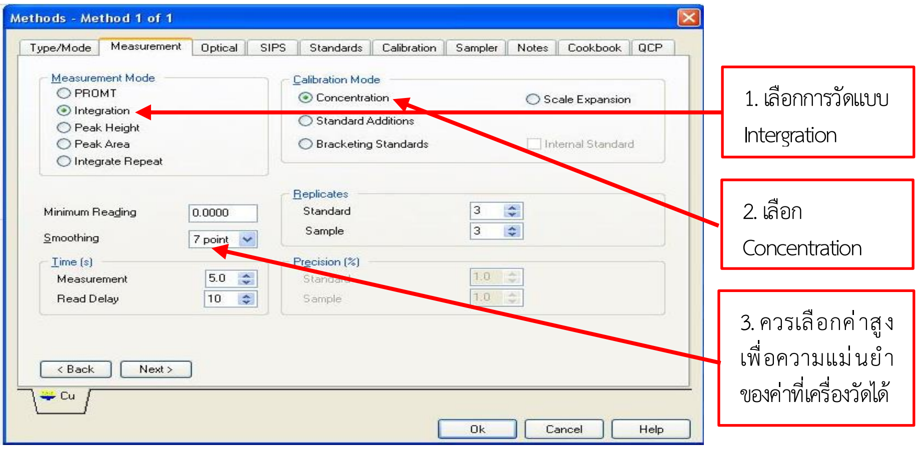
ที่มา : เครื่อง AAS, ยี่ห้อ Varian รุ่น AA240FS

13. Sample Mode ให้เลือก Manual และ Instrument Mode ให้เลือกเป็น Absorbance จากนั้นกด Next เพื่อตั้งค่าในหน้าถัดไป



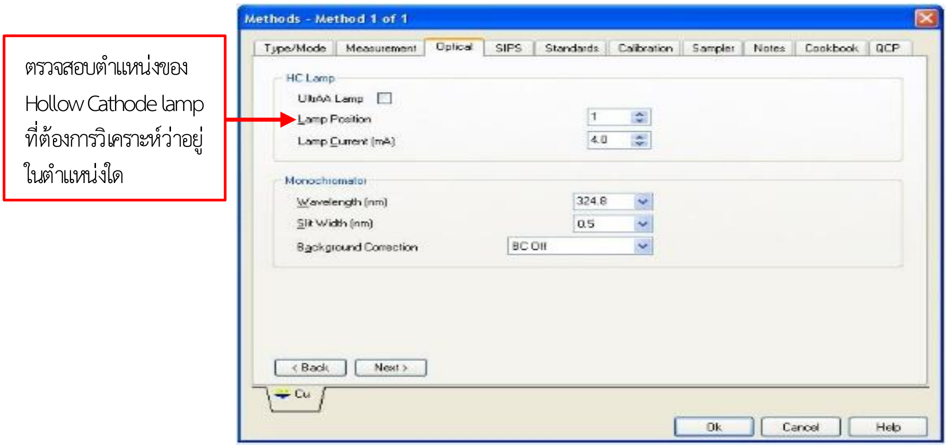
รูปที่ 41 ขั้นตอนการตั้งค่าหน้า Type/Mode
ที่มา : เครื่อง AAS, ยี่ห้อ Varian รุ่น AA240FS

14. Measurement Mode เลือก Integration, Calibration Mode เลือก Concentration และ Smoothing ให้เลือกค่าสูงเพื่อความแม่นยำของค่าที่เครื่องวัดได้ จากนั้นกด Next เพื่อตั้งค่าในหน้าถัดไป



รูปที่ 42 ขั้นตอนการตั้งค่าหน้า Measurement
ที่มา : เครื่อง AAS, ยี่ห้อ Varian รุ่น AA240FS

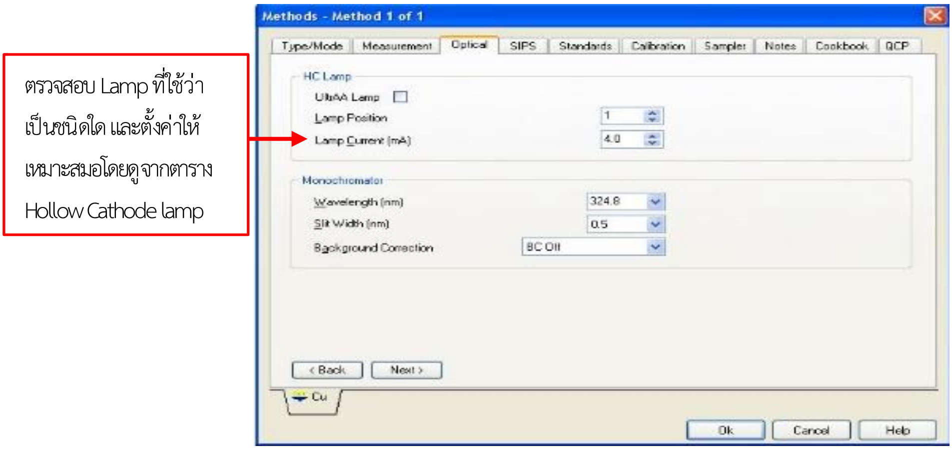
15. ตรวจสอบตำแหน่งของ Hollow Cathode Lamp ว่าติดตั้งอยู่ในตำแหน่งใด จากนั้นตั้งค่าที่ Lamp Position



รูปที่ 43 แสดงการตั้งค่า Lamp Position ในหน้า Optical

ที่มา : เครื่อง AAS, ยี่ห้อ Varian รุ่น AA240FS

16. ตรวจสอบชนิดของ Hollow Cathode Lamp ว่าเป็นชนิดใด และดูค่าแนะนำของ Lamp Current โดยใช้ค่าที่แนะนำจากตาราง

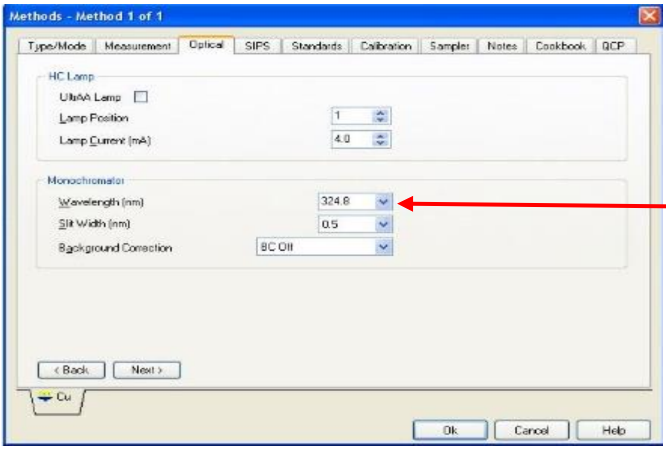


รูปที่ 44 แสดงการตั้งค่า Lamp Current ในหน้า Optical

ที่มา : เครื่อง AAS, ยี่ห้อ Varian รุ่น AA240FS

หมายเหตุ : สามารถดาวน์โหลดตาราง Lamp Current ได้ที่

17. เลือก Wavelength ให้เหมาะสมกับความเข้มของสารตัวอย่าง โดยสามารถดูได้จาก Cookbook

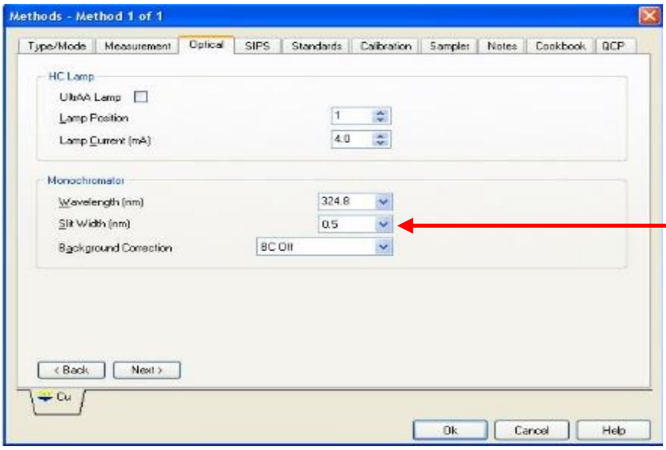


เลือก Wavelength ให้เหมาะสมกับความเข้มข้นของสารตัวอย่างที่จะวิเคราะห์ โดยสามารถดูได้จาก Cookbook

รูปที่ 45 แสดงการตั้งค่า Wavelength

ที่มา : เครื่อง AAS, ยี่ห้อ Varian รุ่น AA240FS

18. ตั้งค่าช่องแสง (Slit Width) ตามที่ Cookbook แนะนำ

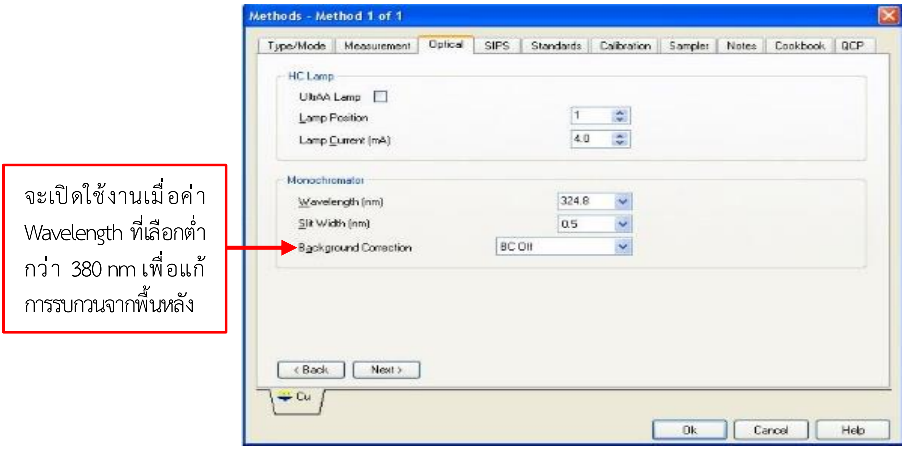


ช่องแสงให้ตั้งค่าตามที่ Cookbook กำหนด แต่ผู้ใช้งานสามารถตั้งค่าความกว้างช่องแสง เพื่อชดเชยแสงที่ลดลงอันเนื่องมาจากการเสื่อมอายุการใช้งานของ Hollow cathide lamp

รูปที่ 46 แสดงการตั้งค่าช่องแสง ในหน้า Optical

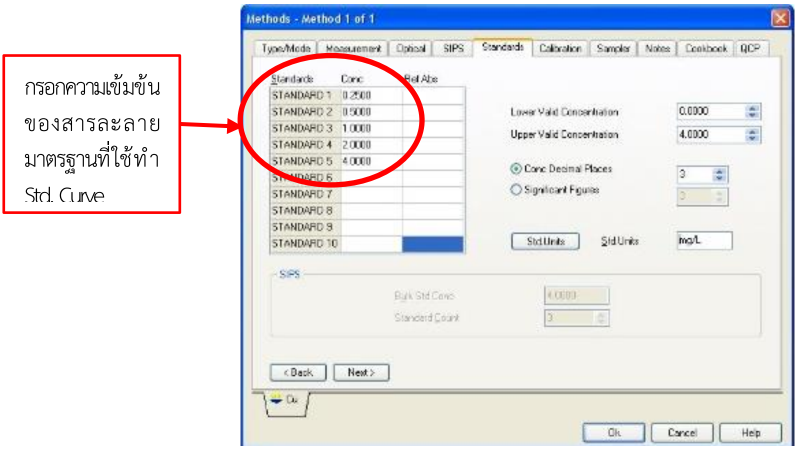
ที่มา : เครื่อง AAS, ยี่ห้อ Varian รุ่น AA240FS

19. เปิดใช้ Background Correction เมื่อใช้ความยาวคลื่น (Wavelength) ต่ำกว่า 350 นาโนเมตร เพื่อแก้การรบกวนจากพื้นหลัง จากนั้นกด เลือกหน้า Standard เพื่อตั้งค่า ความเข้มข้นของสารละลายมาตรฐาน



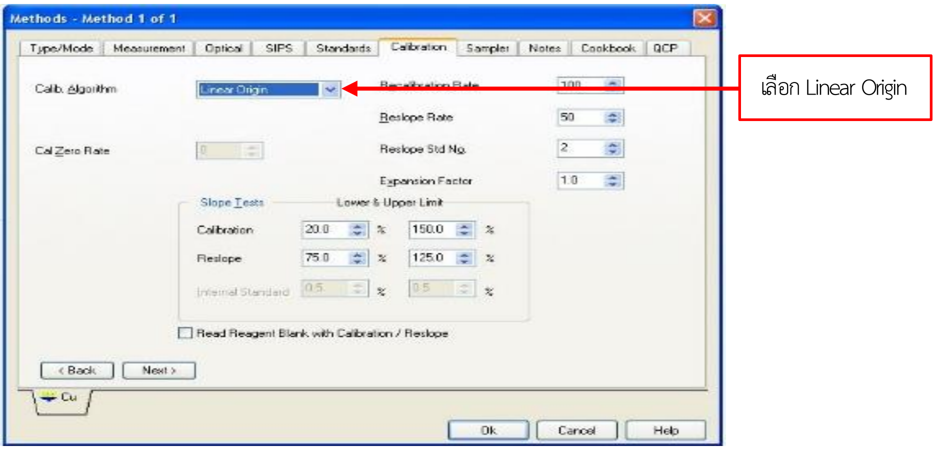
รูปที่ 47 แสดงการตั้งค่า Background Correction
ที่มา : เครื่อง AAS, ยี่ห้อ Varian รุ่น AA240FS

20. ใส่ค่าความเข้มข้นของสารละลายมาตรฐานที่จะใช้ทำ Standard Curve (ควรมีสารละลายมาตรฐานที่ใช้ทำ Standard Curve อย่างน้อย 4 ความเข้มข้น) จากนั้น กด Next เพื่อตั้งค่าในหน้าถัดไป



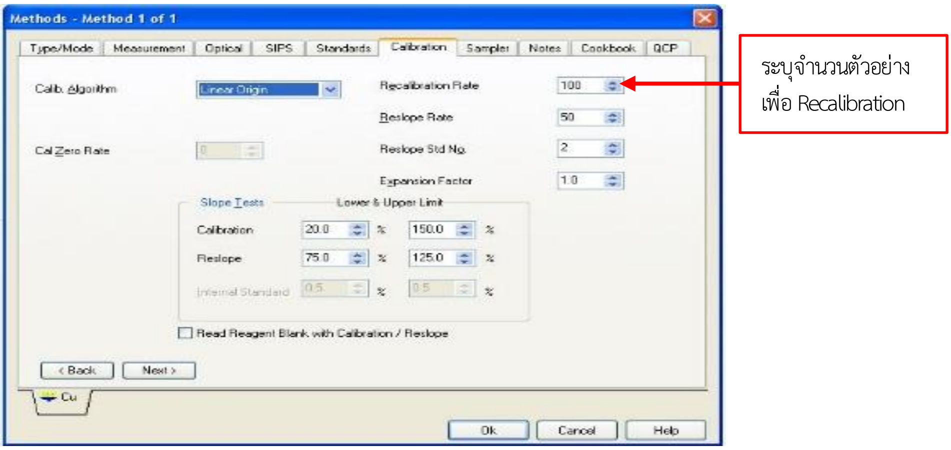
รูปที่ 48 แสดงการระบุความเข้มข้นสารละลายมาตรฐานในหน้า Standard
ที่มา : เครื่อง AAS, ยี่ห้อ Varian รุ่น AA240FS

21. เลือก Linear Origin เพื่อสร้าง Calibration Curve เป็นเส้นตรง โดยเริ่มต้นจากศูนย์



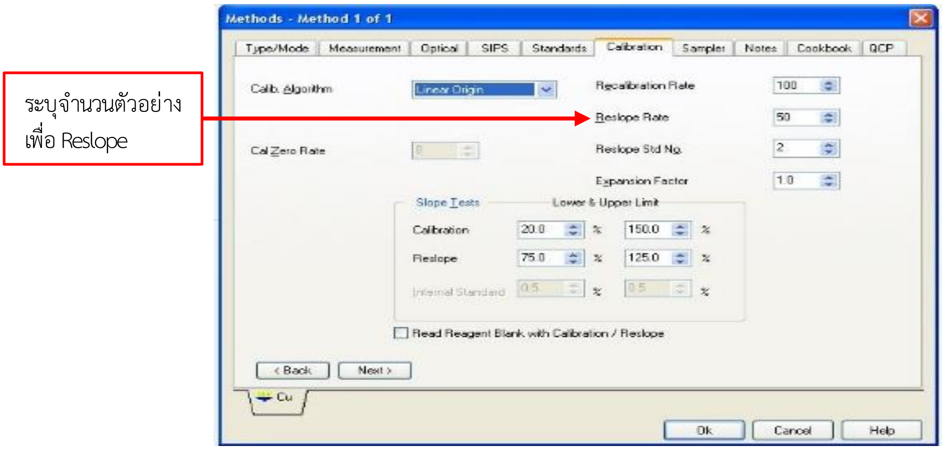
รูปที่ 49 แสดงการเลือกชนิดของกราฟมาตรฐาน ในหน้า Calibration
ที่มา : เครื่อง AAS, ยี่ห้อ Varian รุ่น AA240FS

22. ตั้งค่า Recalibration Rate เพื่อทำการ Recalibration หลังจากวิเคราะห์ตัวอย่างครบตามที่กำหนด



รูปที่ 50 แสดงการตั้งค่า Recalibration Rate ในหน้า Calibration
ที่มา : เครื่อง AAS, ยี่ห้อ Varian รุ่น AA240FS

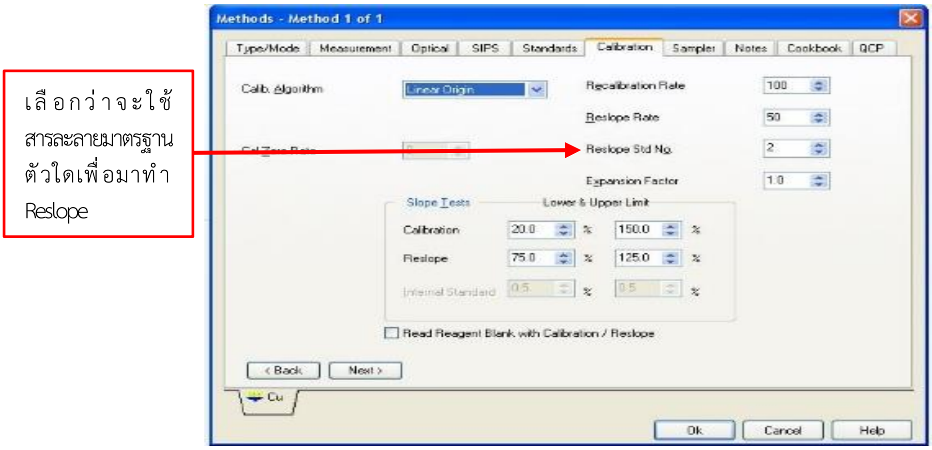
23. ตั้งค่า Reslope Rate เพื่อทำการ Reslope หลังจากวิเคราะห์ตัวอย่างครบตามที่กำหนด



รูปที่ 51 แสดงการตั้งค่า Reslope Rate ในหน้า Calibration

ที่มา : เครื่อง AAS, ยี่ห้อ Varian รุ่น AA240FS

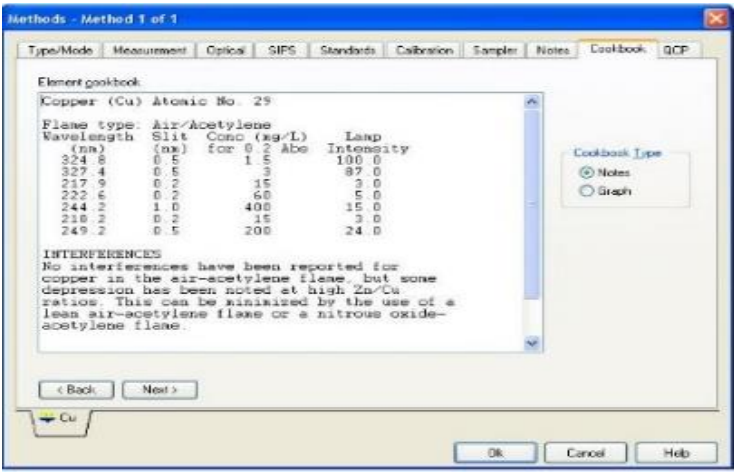
24. ตั้งค่า Reslope Std No. เพื่อเลือกว่าจะใช้สารละลายมาตรฐานตัวใดเพื่อมาทำ Reslope



รูปที่ 52 ภาพแสดงการตั้งค่า Reslope Std No. ในหน้า Calibration

ที่มา : เครื่อง AAS, ยี่ห้อ Varian รุ่น AA240FS

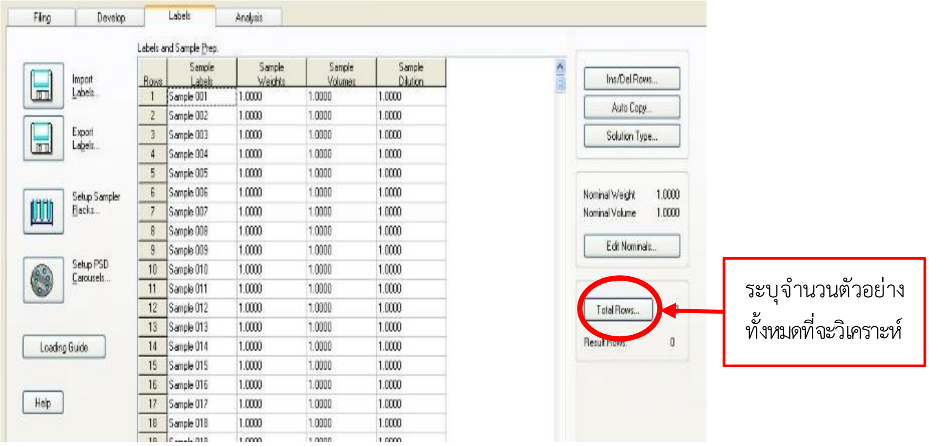
25. Cookbook ใช้สำหรับดูข้อมูลรายละเอียดที่จะใช้ในการตั้งค่าต่าง ๆ เพื่อการวิเคราะห์ธาตุต่าง ๆ กด Ok เพื่อออกสู่หน้าหลัก



รูปที่ 53 แสดงหน้า Cookbook

ที่มา : เครื่อง AAS, ยี่ห้อ Varian รุ่น AA240FS

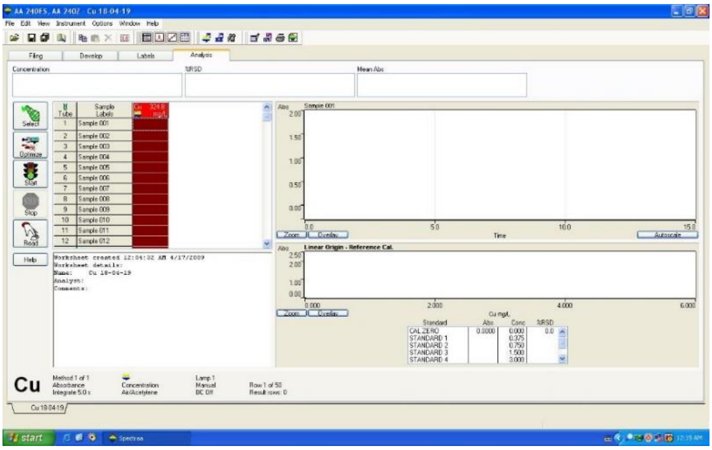
26. เลือกหน้า Labels เพื่อตั้งค่าจำนวนตัวอย่างที่จะวิเคราะห์ สามารถเข้าไปตั้งค่าได้ที่หัวข้อ Total Rows



รูปที่ 54 แสดงการตั้งค่าจำนวนตัวอย่าง

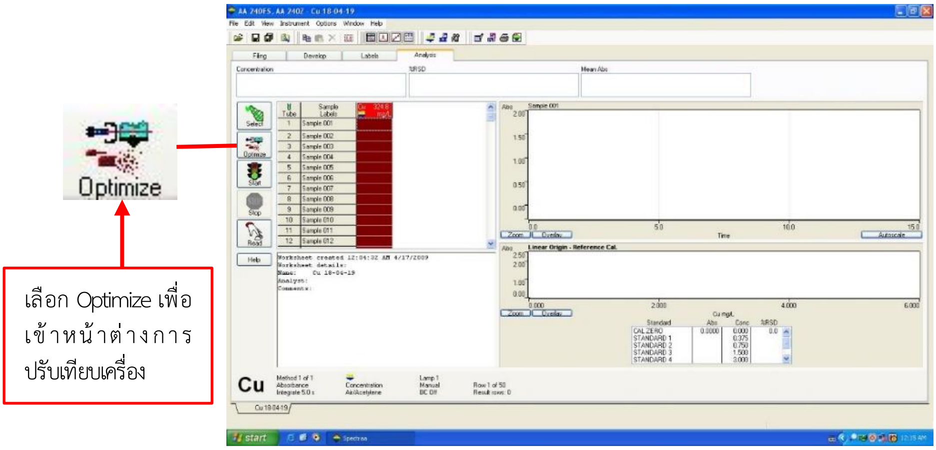
ที่มา : เครื่อง AAS, ยี่ห้อ Varian รุ่น AA240FS

27. เข้าสู่หน้า Analysis



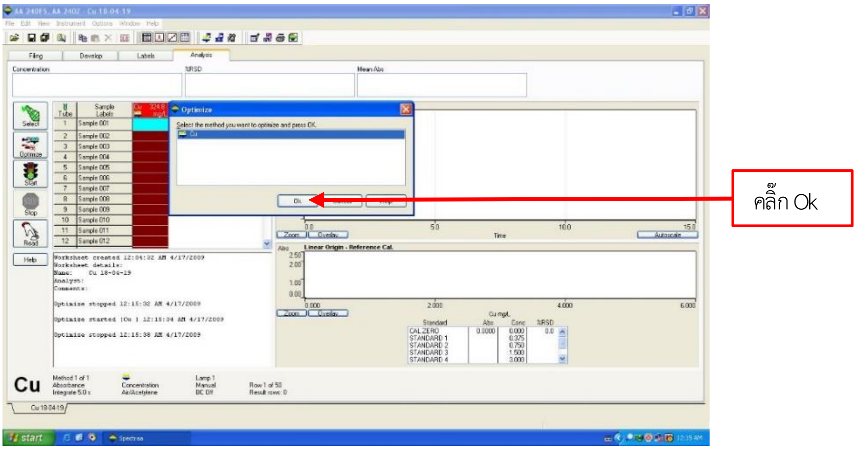
รูปที่ 55 แสดงหน้า Analysis
ที่มา : เครื่อง AAS, ยี่ห้อ Varian รุ่น AA240FS

28. เลือก Optimize เพื่อเข้าสู่หน้าการปรับเทียบเครื่องให้มีความถูกต้องในการวิเคราะห์



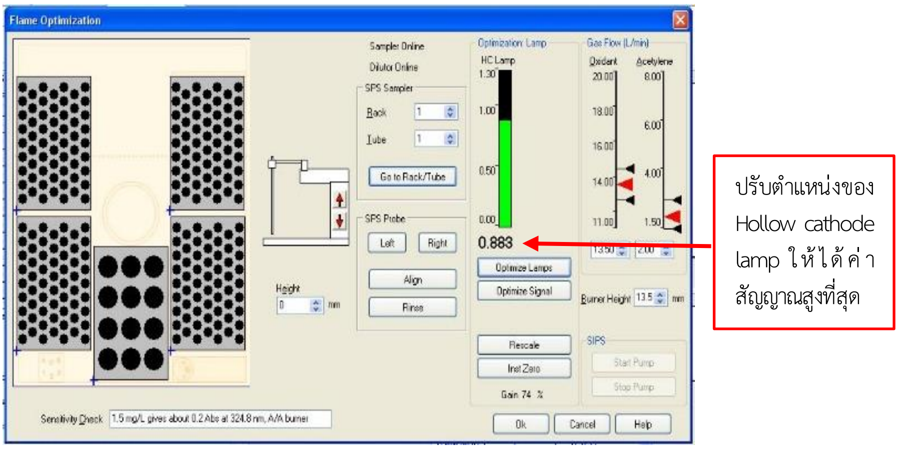
รูปที่ 56 แสดง Icon เพื่อเข้าหน้าต่าง Optimize
ที่มา : เครื่อง AAS, ยี่ห้อ Varian รุ่น AA240FS

29. กด Ok เพื่อเข้าสู่หน้าต่าง Optimize

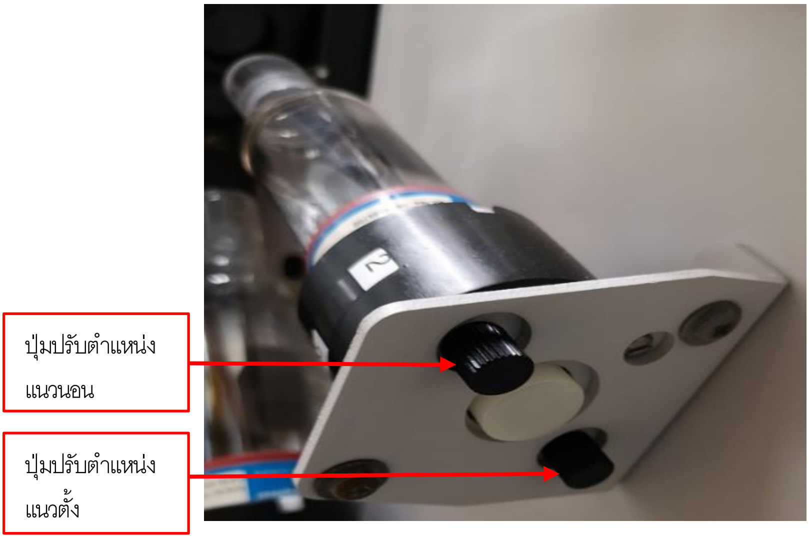


รูปที่ 57 แสดงหน้าต่างเพื่อเข้าสู่หน้า Optimize
ที่มา : เครื่อง AAS, ยี่ห้อ Varian รุ่น AA240FS

30. ทำการวอร์ม Lamp เป็นเวลาอย่างน้อย 5 นาทีเพื่อให้แสงของ Hollow Cathode Lamp คงที่ จากนั้นปรับตำแหน่งของ Hollow Cathode Lamp โดยสังเกตจากสัญญาณ ปรับให้ได้ค่าสัญญาณที่สูงที่สุด (หากค่าสัญญาณสูงกว่า 1.100 ให้ทำการกด Rescale แล้วปรับต่อไปจนกว่าจะได้สัญญาณที่ดีที่สุด)

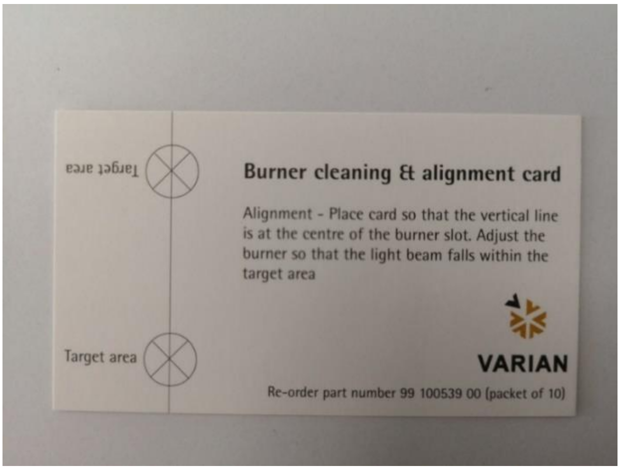


รูปที่ 58 แสดงหน้าต่างการ Optimize Lamp
ที่มา : เครื่อง AAS, ยี่ห้อ Varian รุ่น AA240FS

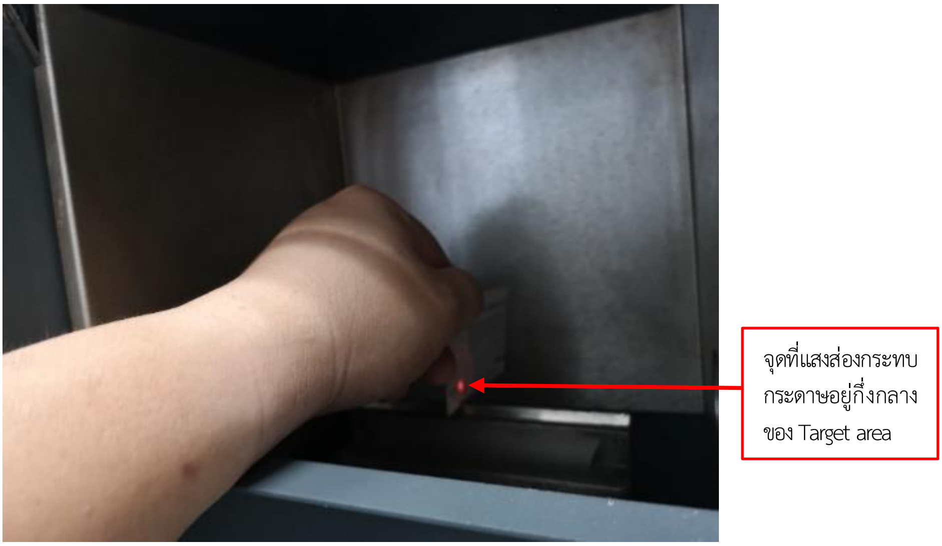


รูปที่ 59 แสดงจุดปรับตำแหน่ง Hollow cathode lamp
ที่มา : ต้องชนะ, 2562

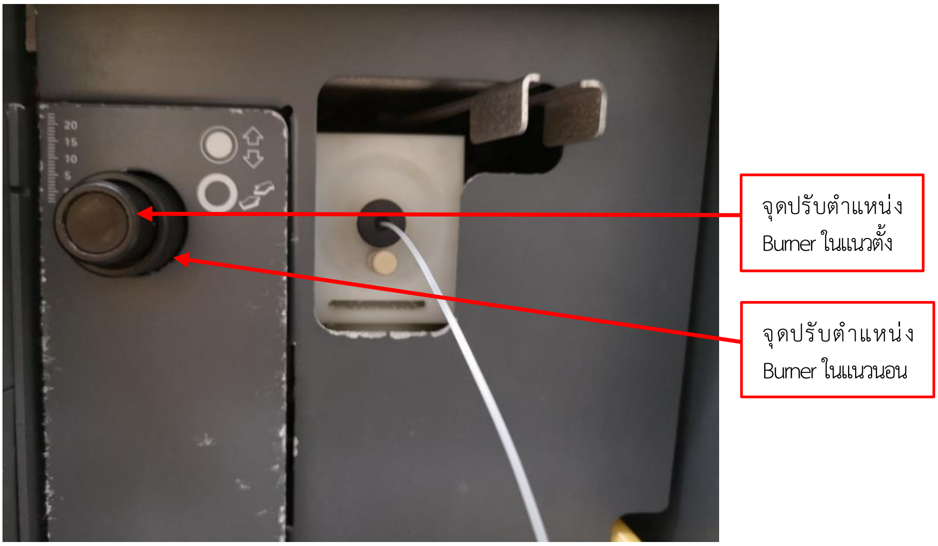
31. วาง Burner Cleaning Card ลงบน Burner ในตำแหน่งกึ่งกลางของ Burner ปรับให้ตำแหน่งแสงที่ตกกระทบกับ Burner Cleaning Card อยู่ในตำแหน่งที่กำหนด



รูปที่ 60 ภาพแสดง Burner Cleaning Card
ที่มา : ต้องชนะ, 2562

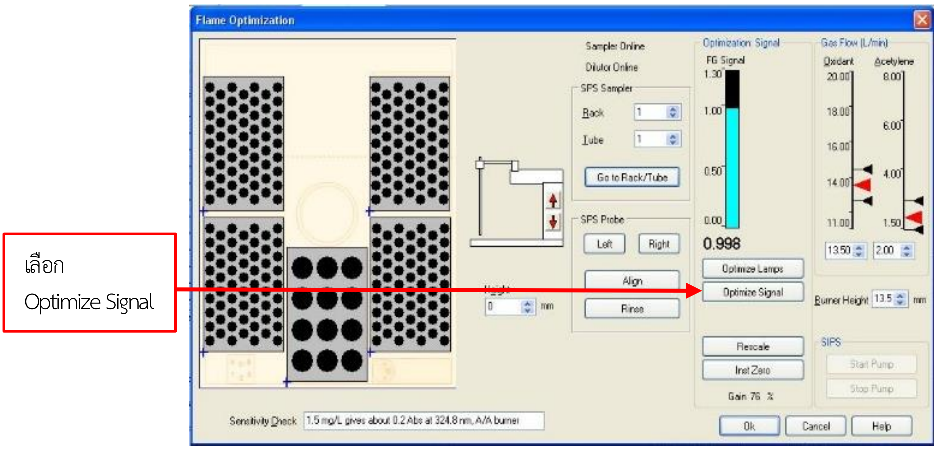


รูปที่ 61 แสดงตำแหน่งการวาง Burner Cleaning Card
ที่มา : ต้องชนะ, 2562



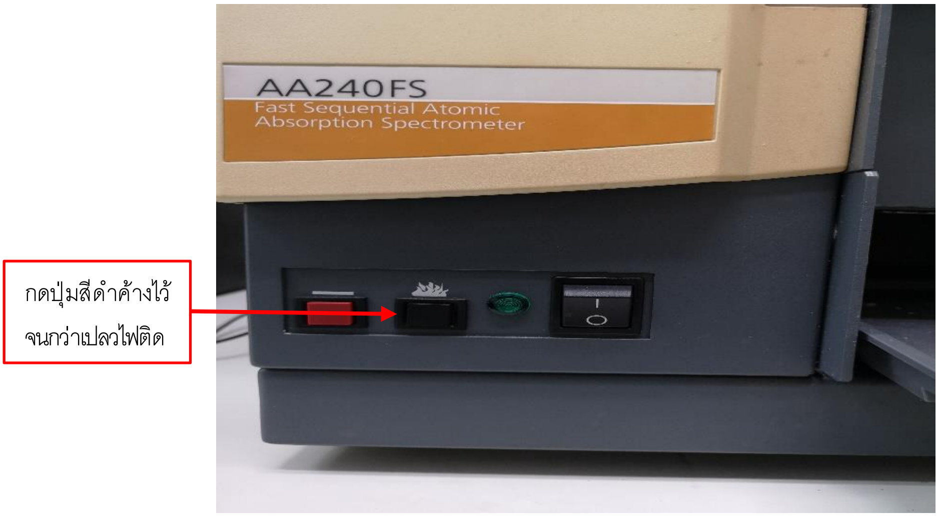
รูปที่ 62 แสดงจุดปรับตำแหน่ง Burner
ที่มา : ต้องชนะ, 2562

32. เลือก Optimize Signal เพื่อทำการปรับเทียบเครื่องมือ



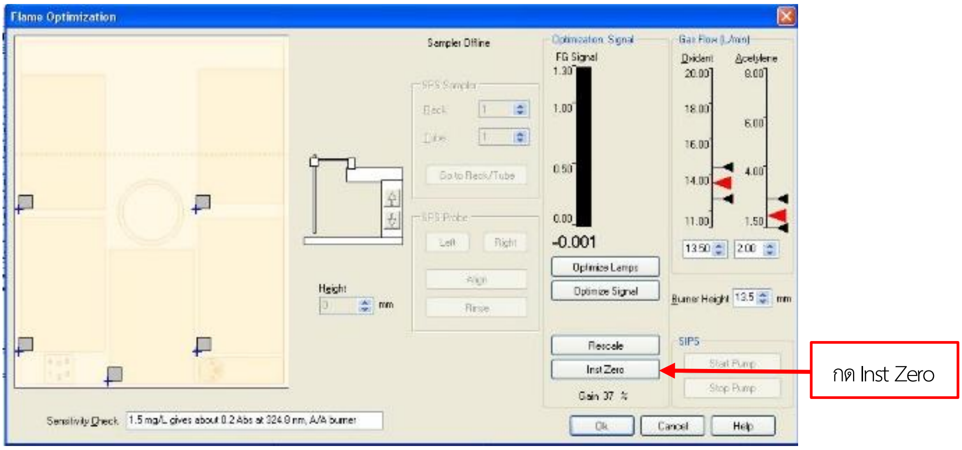
รูปที่ 63 แสดงหน้าต่าง Optimize Signal
ที่มา : เครื่อง AAS, ยี่ห้อ Varian รุ่น AA240FS

33. จุด Flame โดยกดปุ่มสีดำค้างไว้จนเปลวไฟติด นำสาย Capillary tube จุ่มลงในน้ำกลั่น เพื่อเป็นการล้างระบบ จากนั้นรอประมาณ 2 นาทีเพื่อให้เปลวไฟคงที่



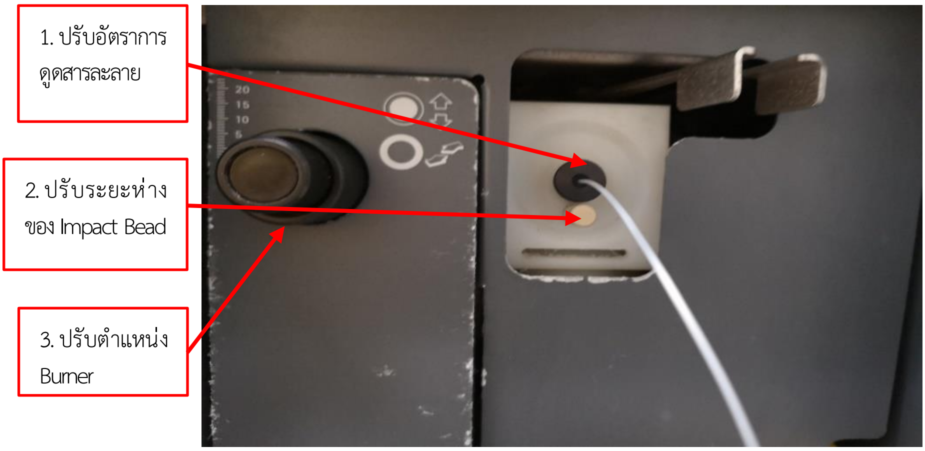
รูปที่ 64 แสดงตำแหน่งปุ่มที่ใช้ในการจุดเปลวไฟ
ที่มา : ต้องชนะ, 2562

34. นำสาย Capillary tube จุ่มลงในสารละลาย Blank ที่ใช้เตรียมสารละลายมาตรฐาน กด Inst Zero เพื่อเป็นการ Set Zero จากนั้นนำสาย Capillary tube จุ่มลงในน้ำกลั่น



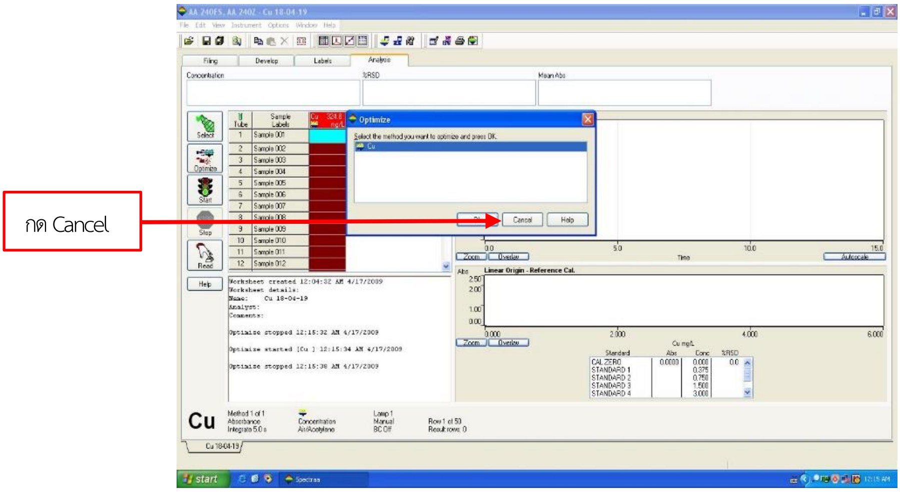
รูปที่ 65 แสดงขั้นตอนการ Set Zero
ที่มา : เครื่อง AAS, ยี่ห้อ Varian รุ่น AA240FS

35. นำสาย Capillary tube จุ่มลงในสารละลายมาตรฐานตามที่ Cookbook ระบุมาทำการปรับเทียบเครื่อง เช่น Cd ใน Cookbook ระบุว่าที่ความเข้มข้น 0.6 ppm จะได้ค่า Absorbance 0.2 นำมาทำการวัด หากไม่ได้ Absorbance 0.2 ให้ทำการปรับโดยเริ่มจากปรับอัตราการดูดสารละลาย ระยะของ Impact bead หากยังไม่ได้ให้ปรับอัตราการไหลของแก๊สและ Oxidant ตามลำดับ ให้ได้ค่า Absorbance 0.2 ± 20% เมื่อปรับได้แล้วให้กด Ok จากนั้นนำสาย Capillary tube จุ่มลงในน้ำกลั่น



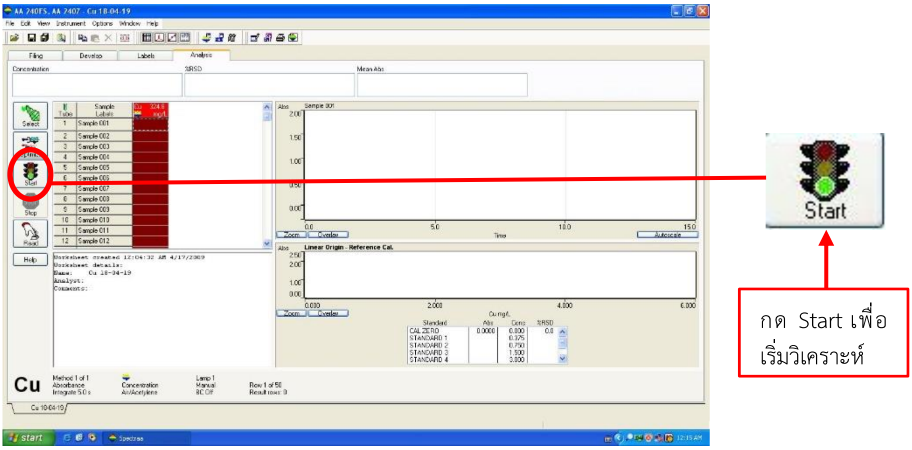
รูปที่ 66 แสดงจุดปรับต่าง ๆ เพื่อปรับค่าสัญญาณ
ที่มา : ต้องชนะ, 2562

36. กด Cancel เพื่อออกสู่หน้าหลักการวิเคราะห์



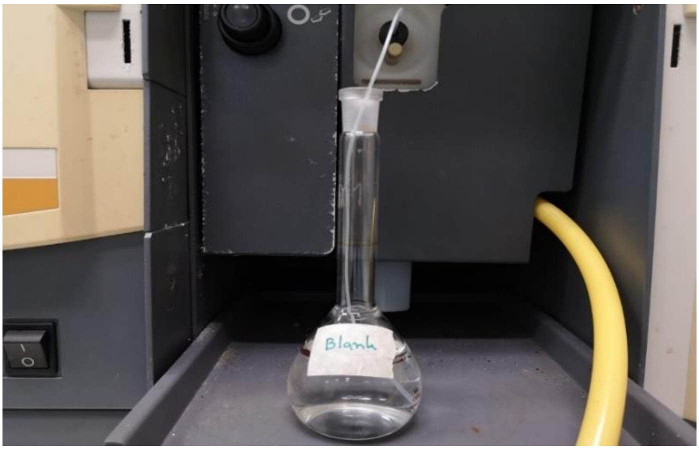
รูปที่ 67 แสดงขั้นตอนการออกสู่หน้าหลักการวิเคราะห์
ที่มา : เครื่อง AAS, ยี่ห้อ Varian รุ่น AA240FS

37. กด Start เพื่อเริ่มการวิเคราะห์



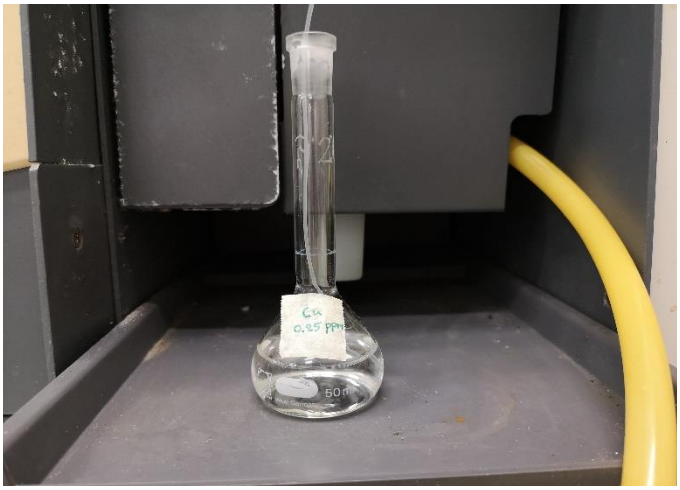
รูปที่ 68 แสดง Icon Start กดเพื่อเริ่มการวิเคราะห์
ที่มา : เครื่อง AAS, ยี่ห้อ Varian รุ่น AA240FS

38. นำสาย Capillary tube จุ่มลงในสารละลาย Blank ที่ใช้เตรียมสารละลายมาตรฐาน จากนั้นกด Ok เพื่อเป็นการวัด Blank



รูปที่ 69 แสดงการวัดค่า Blank
ที่มา : ต้องชนะ, 2562

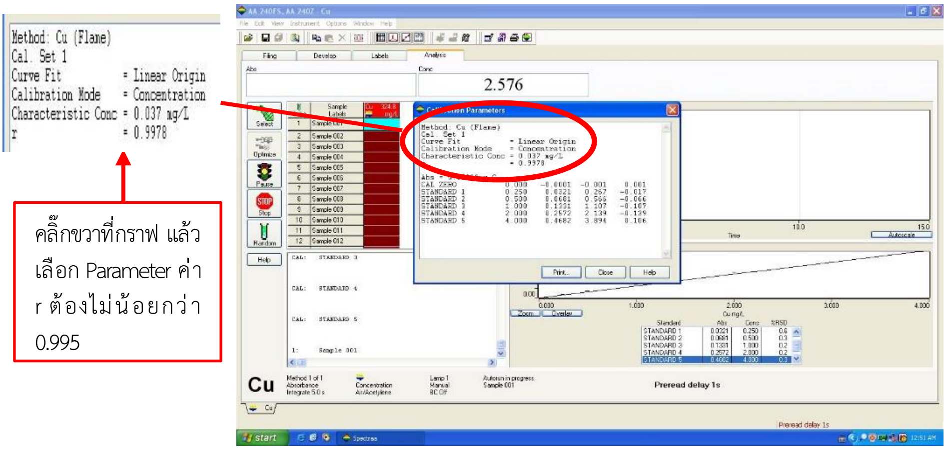
39. นำสาย Capillary tube จุ่มลงในสารละลายมาตรฐานจนครบ



รูปที่ 70 แสดงการวัดค่าสารละลายมาตรฐาน

ที่มา : ต้องชนะ, 2562

40. ตรวจสอบค่า r โดยทำการคลิ๊กขวาที่รูปกราฟ คลิ๊กเลือก Parameter โดยค่า r ที่ได้ต้องไม่น้อยกว่า 0.995 หากไม่เป็นไปตามที่กำหนดต้องทำการเตรียมสารละลายมาตรฐานใหม่



รูปที่ 71 แสดงหน้าต่าง ค่า r

ที่มา : เครื่อง AAS, ยี่ห้อ Varian รุ่น AA240FS

41. เริ่มการวิเคราะห์ตัวอย่าง โดยนำสาย Capillary tube จุ่มลงในตัวอย่าง เมื่อวัดตัวอย่างเสร็จให้นำสาย Capillary tube จุ่มลงในน้ำกลั่นเพื่อล้าง จากนั้นจึงเริ่มวัดตัวอย่างต่อไป

รูปที่ 72 แสดงการวัดตัวอย่าง
ที่มา : ต้องชนะ, 2562

42. เมื่อทำการวิเคราะห์เสร็จให้ทำการนำสาย Capillary tube ดูดน้ำกลั่นเพื่อล้างระบบ เป็นเวลา 3 นาที จากนั้นให้นำสาย Capillary tube ออกดูดอากาศเพื่อเป็นการไล่น้ำออกจากระบบ เป็นเวลา 3 นาที

43. กดปุ่มดับเปลวไฟ

รูปที่ 73 แสดงปุ่มดับเปลวไฟ
ที่มา : ต้องชนะ, 2562

44. ออกจากโปรแกรม SpectrAA จากนั้นปิดสวิตซ์เครื่อง AAS ปิด Stabilizer ปิดเครื่อง Computer ปิดวาร์ลแก๊สเชื้อเพลิง ถอดปลั๊กปั๊มลม

4.8 การคำนวณผล

ตัวอย่างแสดงการคำนวณ Cd ในตัวอย่างน้ำ

ใช้น้ำตัวอย่าง 45 มิลลิลิตร เติมกรด HNO_3 5 มิลลิลิตร

อ่านค่าจากเครื่อง AAS ได้ค่า Blank = 0.001 มิลลิกรัมต่อลิตร และตัวอย่างน้ำ 0.016 มิลลิกรัมต่อลิตร

Cd = ค่าของตัวอย่างที่อ่านได้จาก AAS – ค่าของ Blank ที่อ่านได้จาก AAS

= 0.016 – 0.001

= 0.015 มิลลิกรัมต่อลิตร

หลังจากการย่อยปรับปริมาตรเป็น 50 มิลลิลิตร

ค่า Cd ที่อ่านได้จริง = 0.015 มิลลิกรัมต่อลิตร

สารละลาย 1000 มิลลิลิตร มีเนื้อ Cd 0.015 มิลลิกรัม

สารละลาย 50 มิลลิลิตร มีเนื้อ Cd = $\frac{0.015 \times 50}{1000}$

= 0.00075 มิลลิกรัม

สารละลาย 50 มิลลิลิตร มาจาก สารละลายตัวอย่าง 45 มิลลิลิตร

สารละลาย 45 มิลลิลิตร มีเนื้อ Cd = 0.00075 มิลลิกรัม

สารละลาย 1000 มิลลิลิตร มีเนื้อ Cd = $\frac{1000 \times 0.00075}{45}$

= 0.0167 มิลลิกรัม/ลิตร

ตัวอย่างแสดงการคำนวณ Cd ในตัวอย่างดิน

ใช้ดินในการวิเคราะห์ 1 กรัม ไปย่อย แล้วปรับปริมาตรสุดท้ายเป็น 50 มิลลิลิตร อ่านค่าจากเครื่อง FAAS ได้ Blank = 0 มิลลิกรัมต่อลิตร และตัวอย่างดิน = 0.007 มิลลิกรัมต่อลิตร

ค่าของตัวอย่างดินที่อ่านได้จาก AAS = 0.007 มิลลิกรัมต่อกิโลกรัม แสดงว่า

สารละลาย 1000 มิลลิลิตร มีเนื้อ Cd 0.007 มิลลิกรัม

สารละลาย 50 มิลลิลิตร มีเนื้อ Cd $= \frac{50 \times 0.007}{1000}$

$= 0.00035$ มิลลิกรัม

สารละลายสุดท้าย 50 มิลลิลิตร มาจากตัวอย่างดิน 1 กรัม

ฉะนั้น ดิน 1 กรัม มี Cd อยู่ 0.00035 มิลลิกรัม

ดิน 1000 g มี Cd อยู่ $= \frac{0.00035 \times 1000}{1}$

$= 0.35$ มิลลิกรัม / กิโลกรัม

ตัวอย่างแสดงการคำนวณ Spike Sample

แบ่งตัวอย่าง ก. เป็น 2 ส่วนเท่าๆกัน ปิเปตสารละลายมาตรฐาน Pb ความเข้มข้น 100 มิลลิกรัมต่อลิตร มา 1 มิลลิลิตร ใส่ลงในขวดปรับปริมาตรขนาด 50 มิลลิลิตร เจือจางด้วยตัวอย่าง ก. จนครบ 50 มิลลิลิตร นำไปวิเคราะห์ด้วยเคราะห์ AAS

ค่าที่วิเคราะห์ได้จากเครื่อง AAS มีดังนี้

ตัวอย่าง ก. = 1 มิลลิกรัมต่อลิตร, Spike Sample = 3.101 มิลลิกรัมต่อลิตร

$$\% \text{ recovery} = \frac{(\text{ความเข้มข้นของ spiked sample} - \text{ความเข้มข้นของตัวอย่างเริ่มต้น})}{\text{ความเข้มข้นของสารมาตรฐานที่อยู่ใน Spike sample}} \times 100$$

$$\% \text{ recovery} = \frac{(3.101 - 1) \times 100}{2}$$

$$\% \text{ recovery} = 105.05 \%$$

เกณฑ์การยอมรับอยู่ที่ 90 – 110 %

บทที่ 5
ปัญหาอุปสรรคและแนวทางแก้ไข

ผู้จัดทำคู่มือ ได้สรุปปัญหา/อุปสรรค และแนวทางแก้ไขในภาพรวม ซึ่งปัญหาต่าง ๆ สรุปตามความเป็นจริงที่เกิดขึ้นจากการปฏิบัติงาน ส่วนแนวทางแก้ไข ปรับปรุงพัฒนางาน เป็นเพียงข้อเสนอแนะจากผู้จัดทำคู่มือ

5.1 ปัญหาที่พบและการแก้ไขปัญหาเบื้องต้น

(1) ค่าการดูดกลืนแสงที่วัดได้ต่ำกว่าที่ควรจะเป็นจริง

สาเหตุ

- Nebulizer อุดตัน
- อัตราการดูดสารละลายน้อยกว่าที่ควรจะเป็น ตรวจสอบอัตราการดูดสารละลายจะอยู่ที่ 4 – 6 มิลลิลิตร/นาที
- Burner อยู่ในตำแหน่งที่ไม่เหมาะสม
- สารละลายมาตรฐานมีสารแขวนลอยปนเปื้อน

วิธีตรวจเช็ค

- Nebulizer อุดตัน

นำสารละลายมาตรฐานที่ทราบความเข้มข้นแน่นอนมาวัดเพื่อตรวจสอบค่าการดูดกลืนแสงว่าได้ตามที่ Cookbook กำหนดหรือไม่

- อัตราการดูดสารละลายน้อยกว่าที่ควรจะเป็น

นำน้ำกลั่น 10 มิลลิลิตร ใส่ลงในกระบอกตวงขนาด 10 มิลลิลิตร วัดปริมาตรน้ำที่เหลืออยู่ในกระบอกตวงว่า Nebulizer ดูดไป 1 นาที ปริมาตรที่หายไป คือ อัตราการดูดของสารละลาย

- Burner อยู่ในตำแหน่งที่ไม่เหมาะสม

วาง Burner Cleaning Card ลงบนกึ่งกลาง Burner โดยบน Burner Cleaning Card จะมีตำแหน่งที่เหมาะสมของแสงที่ส่องผ่านจาก Hollow Cathode Lamp

- สารละลายมาตรฐานมีสารแขวนลอยปนเปื้อน

นำสารละลายมาตรฐานวัดเพื่อตรวจสอบ ค่าการดูดกลืนแสงว่าได้ตามที่ Cookbook กำหนดหรือไม่

แนวทางแก้ไข

- Nebulizer อุดตัน

1) ถอดบริเวณ Nebulizer และหลอดพลาสติกเล็ก (Capillary tube) มาทำความสะอาดโดยใช้ Nebulizer Cleaning Wire แยง เพื่อเอาสิ่งที่อุดตันออก

2) ฉีดพ่นน้ำกลั่นนานประมาณ 15 นาที

3) ควรวัดสารละลายแบลงค์สลับกับสารละลายตัวอย่าง เพื่อลดการอุดตันที่จะเกิดขึ้น

- อัตราการดูดสารละลายน้อยกว่าที่ควรจะเป็น

ปรับ Nebulizer และทำการวัดอัตราการดูดสารละลายให้ได้ 4 – 6 มิลลิลิตร/นาที

- Burner อยู่ในตำแหน่งที่ไม่เหมาะสม

ปรับตำแหน่งของ Burner ทั้งในแนวตั้งและแนวนอน เพื่อให้ลำแสงอยู่ในตำแหน่งที่กำหนด

- สารละลายมาตรฐานมีสารแขวนลอยปนเปื้อน

เมื่อตรวจสอบพบว่ามีสารแขวนลอยปนเปื้อน ให้แก้ไขโดยการกรองด้วยกระดาษกรอง Whatman เบอร์ 42

(2) มีการรบกวน (noise) และสัญญาณไม่คงที่ (ขณะที่ยังไม่จุดเปลวไฟ)

สาเหตุ

- Hollow Cathode Lamp เสื่อม หรือหมดอายุการใช้งาน
- ตำแหน่งของ Hollow Cathode Lamp ไม่อยู่ในตำแหน่งที่เหมาะสม
- เลนส์ของ Hollow Cathode Lamp มีรอยเปื้อน หรือมีรอยแตกร้าว
- ไม่ Warm Hollow Cathode Lamp ก่อนการใช้งาน
- เชื้อเพลิงที่ใช้ไม่บริสุทธิ์

- แรงดันแก๊สที่เข้าเครื่อง AAS ไม่เหมาะสม

วิธีตรวจเช็ค

- Hollow Cathode Lamp เสื่อม หรือหมดอายุการใช้งาน

ค่าสัญญาณต่ำกว่าปกติ ตรวจเช็คอายุการใช้งานของ Hollow cathode lamp จากสมุดบันทึกการใช้งาน

- ตำแหน่งของ Hollow Cathode Lamp ไม่อยู่ในตำแหน่งที่เหมาะสม

ขณะทำการ optimize lamp จะพบว่าได้ค่าสัญญาณต่ำ ไม่คงที่

- เลนส์ของ Hollow Cathode Lamp มีรอยเปื้อน หรือมีรอยแตกร้าว

ขณะทำการ Optimize lamp จะพบว่าค่าสัญญาณที่ได้ไม่คงที่

- ไม่ Warm Hollow Cathode Lamp ก่อนการใช้งาน

ดูที่ค่าสัญญาณขณะทำการ Optimize lamp จะพบว่าค่าสัญญาณไม่คงที่

- เชื้อเพลิงที่ใช้ไม่บริสุทธิ์

ตรวจสอบข้างถังเชื้อเพลิงว่าความบริสุทธิ์ของเชื้อเพลิงเป็นไปตามที่คู่มือสำหรับใช้งานเครื่องระบุไว้หรือไม่

- แรงดันแก๊สที่เข้าเครื่อง AAS ไม่เหมาะสม

ตรวจเช็คเกจวัดแรงดันแก๊สที่เข้าเครื่อง AAS ว่าเป็นไปตามที่คู่มือสำหรับใช้งานเครื่องระบุหรือไม่

แนวทางแก้ไข

- Hollow Cathode Lamp เสื่อม หรือหมดอายุการใช้งาน

ทำการจดชั่วโมงการใช้งานของ HCL โดยอายุการใช้งานของ HCL จะอยู่ในช่วง 100 – 300 ชั่วโมง

- ตำแหน่งของ Hollow Cathode Lamp ไม่อยู่ในตำแหน่งที่เหมาะสม

ปรับตำแหน่งของ HCL ให้เหมาะสม ซึ่งสามารถดูได้จากค่าสัญญาณ โดยจะต้องปรับตำแหน่งของ HCL ให้ได้ค่าสัญญาณสูงที่สุด หากค่าสัญญาณสูงเกิน 1.100 ให้ทำการ Rescale และปรับต่อไปจนได้ค่าสูงที่สุด

- เลนส์ของ Hollow Cathode Lamp มีรอยเปื้อน หรือมีรอยแตกร้าว

หากตรวจสอบแล้วพบว่าหลอด HCL มีการแตกร้าว ควรเปลี่ยนใหม่ทันที แต่หากมีแค่รอยเปื้อนให้ใช้ผ้าเช็ดเลนส์ชุบแอลกอฮอล์เช็ดบริเวณที่มีรอยเปื้อนออก

- ไม่ Warm Hollow Cathode Lamp ก่อนการใช้งาน

ทำการ Warm lamp ก่อนการใช้งานเป็นเวลาอย่างน้อย 5 นาที เพื่อให้แสงที่เปล่งออกมามีความคงที่ก่อนทำการวิเคราะห์

- เชื้อเพลิงที่ใช้ไม่บริสุทธิ์

หากตรวจสอบพบว่าความบริสุทธิ์ของเชื้อเพลิงที่ใช้ไม่เป็นไปตามคู่มือการใช้งานเครื่อง ให้ทำการเปลี่ยนเชื้อเพลิงให้เป็นไปตามคู่มือของเครื่องระบุไว้

- แรงดันแก๊สที่เข้าเครื่อง AAS ไม่เหมาะสม

ปรับแรงดันแก๊สเข้าเครื่อง AAS ให้เหมาะสม

ตารางที่ 3 ข้อกำหนดเกี่ยวกับแก๊ส

ชนิด	ค่าความบริสุทธิ์	ความดันในถังแก๊ส	ความดันขาออก	ค่าแนะนำ
C_2H_2	Instument grade > 99.0 %	>100 psi	9.5 – 14.5 psi หรือ 65 – 100 kPa	11 psi หรือ 75 kPa
N_2O	> 99.5 %	>100 psi	35 – 65 psi หรือ 245 – 455 kPa	50 psi หรือ 350 kPa
Air	Must be clean & dry Air filter to be use	-	35 – 65 psi หรือ 245 – 455 kPa	50 psi หรือ 350 kPa

ที่มา : เครื่อง AAS, ยี่ห้อ Varian รุ่น AA 240 FS

(3) **พบการอุดตันของ Burner**

<u>สาเหตุ</u>

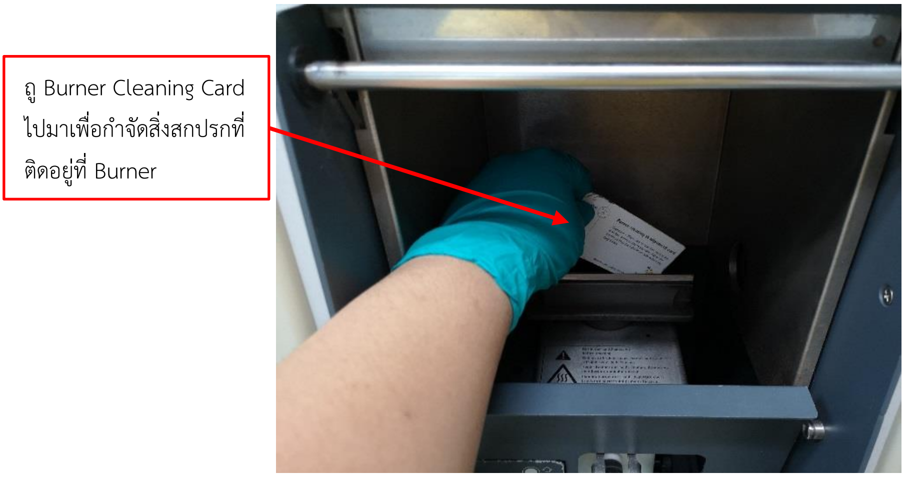
เกิดจากในตัวอย่างมีเกลือหรือของแข็งละลายน้ำได้อยู่สูง

<u>วิธีตรวจเช็ค</u>

สังเกตเปลวไฟ หากมีการอุดตันที่ Burner จะพบว่าเปลวไฟจาก Burner จะไม่เต็มหรือแหว่ง

<u>แนวทางการแก้ไข</u>

- ดับเปลวไฟ จากนั้นใช้ Burner Cleaning Card เสียบไปที่ช่องของ Burner และใช้ Burner Cleaning Card ถูไปมา จากนั้นจุดเปลวไฟและใช้สารละลายมาตรฐานตรวจเช็คว่าค่าที่อ่านได้ถูกต้องหรือไม่ หากค่าที่ได้ยังไม่ถูกต้อง ให้หยุดการทำงานแล้วถอด Burner ออกมาล้าง



รูปที่ 74 แสดงการทำความสะอาด Burner ด้วย Burner Cleaning Card

ที่มา : ต้องชนะ, 2562

- ขณะวิเคราะห์ให้ทำการดูดน้ำล้างสลับกับการวัดตัวอย่าง โดยใช้เวลาในการล้างประมาณ 1 นาที/ตัวอย่าง

5.2 ตัวรบกวน (Interference)

ปัญหาที่เกิดจากตัวรบกวนส่งผลให้ผลวิเคราะห์ผิดพลาด โดยแต่ละธาตุมีตัวรบกวนและแนวทางการแก้ไขที่แตกต่างกัน ผู้วิเคราะห์จึงจำเป็นต้องมีความรู้ ความเข้าใจในการจัดการกับตัวรบกวนให้ถูกต้อง เพื่อป้องกันไม่ให้ผลการวิเคราะห์ผิดพลาด ผู้จัดทำจึงเสนอแนวทางการจัดการตัวรบกวนของธาตุต่าง ๆ ดังตารางต่อไปนี้

ตารางที่ 4 ตัวรบกวนทางเคมีและวิธีกำจัดตัวรบกวนทางเคมี

พารามิเตอร์	ตัวรบกวน	การกำจัดตัวรบกวน
Calcium	แก๊ส Air - Acetylene	เติม Strontium ลงในตัวอย่าง ให้มีความเข้มข้น 5,000 มิลลิกรัม/ลิตร หรือเติม lanthanum ลงในตัวอย่าง ให้มีความเข้มข้น 10,000 มิลลิกรัม/ลิตร
Cadmium	ไม่มี	ไม่มี
Chromium	โคบอลต์ , เหล็ก , นิเกิล โดยเฉพาะที่มีกรดเปอร์คลอริคเป็นส่วนประกอบ	สามารถกำจัดได้โดยการใช้เปลวไฟอะเซทิลีนในอากาศออกซิไดซ์หรือโดยเฉพาะเปลวไฟไนตรัสออกไซด์ - อะเซทิลีน
Cobalt	Nickel ระดับมากกว่า 1,500 มิลลิกรัม/ลิตร จะทำให้เกิดการรบกวนรุนแรงอาจทำให้ผลผิดพลาดถึง 50%	การรบกวนนี้สามารถหลีกเลี่ยงได้ โดยการเจือจางให้ Nickel อยู่ในระดับต่ำกว่า 1,500 มิลลิกรัม/ลิตร และใช้แก๊ส Nitrous oxide - Acetylene
Copper	ไม่มี	ไม่มี
Iron	กรดซิตริกที่มีความเข้มข้น 200 มิลลิกรัม/ลิตร ขึ้นไป มีผลให้ความเข้มข้นของเหล็กลดลง 50%	ใช้แก๊ส Nitrous oxide - acetylene ในการวิเคราะห์

พารามิเตอร์	ตัวรบกวน	การกำจัดตัวรบกวน
Lead	ฟอสเฟต,คาร์บอเนต,ไอโอไดด์, ฟลูออไรด์ และอะซิเตต ยับยั้งการดูดซับตะกั่วอย่างมีนัยสำคัญที่ระดับความเข้มข้นมากกว่าตะกั่วสิบเท่า	ตัวรบกวนเหล่านี้สามารถกำจัดได้โดยการเติม EDTA ลงในตัวอย่างให้มีความเข้มข้น 0.1 โมลาร์
Manganese	การดูดกลืนแสงลดลง เมื่อในตัวอย่างมีฟอสเฟต,เปอร์คลอเรต, เหล็ก,นิกเกิล,ซิลิคอน และโคบอลต์	กำจัดตัวรบกวนได้โดยใช้แก๊ส Nitrous oxide - Acetylene
Magnesium	แก๊ส Air - Acetylene	เติม Strontium ลงในตัวอย่างให้มีความเข้มข้น 1,000 - 5,000 มิลลิกรัม/ลิตร หรือเติม lanthanum ลงในตัวอย่างให้มีความเข้มข้น 10,000 มิลลิกรัม/ลิตร
Nickel	ที่ความยาวคลื่น 232.0 นาโนเมตร ของแข็งที่ละลายน้ำมีความเข้มข้นสูง	เปิดตัวแก้ไขพื้นหลัง (Background Corrector)
Potassium	ไอออนของโปรแทสเซียมบางส่วน ทำให้เกิดการยับยั้งไอออนไนเซชั่น	เติมซีเซียมไนเตรต หรือ ซีเซียมคลอไรด์ลงในตัวอย่างให้มีความเข้มข้น 1,000 มิลลิกรัม/ลิตร
Silver	ไม่มี	ไม่มี
Sodium	ไอออนของโซเดียมบางส่วนทำให้เกิดการยับยั้งไอออนไนเซชั่น	เติมโปรแทสเซียมไนเตรต หรือ ซีเซียมคลอไรด์ ลงในตัวอย่างให้มีความเข้มข้น 2,000 มิลลิกรัม/ลิตร
Strontium	ซิลิคอน, อลูมิเนียม, ไทเทเนียม, เซอร์โคเนียม,ฟอสเฟต และซัลเฟตจะทำให้ความเข้มข้นลดลง	เติม 1% แลนทานัมไนเตรต หรือซีเซียมคลอไรด์ ลงในตัวอย่างให้มีความเข้มข้น 2,000 มิลลิกรัม/ลิตร หรือใช้แก๊ส Nitrous oxide - acetylene ในการวิเคราะห์
Zinc	ไม่มี	ไม่มี

ที่มา : Cookbook เครื่อง AAS, ยี่ห้อ Varian รุ่น AA 240 FS

5.3 การบำรุงรักษาเครื่อง AAS

การบำรุงรักษาเครื่องมือและอุปกรณ์นับเป็นสิ่งที่สำคัญมาก ไม่ควรทำการซ่อมแซมต่อเมื่อได้เกิดข้อบกพร่องบางอย่างแก่เครื่องมือและอุปกรณ์แล้วเท่านั้น ควรป้องกันโดยการบำรุงรักษาเครื่องมือและอุปกรณ์เหล่านั้นให้สามารถใช้งานได้อย่างประสิทธิภาพและยังสามารถยืดอายุการใช้งานเครื่องมือและอุปกรณ์ได้อีกด้วย

(1) ถังแก๊สอะซิทีลีน (Acetylene Cylinder)

ก. ควบคุมแรงดันเข้าเครื่อง FAAS ของแก๊สให้อยู่ระหว่าง 55 – 96 kPa (8 – 14 psi)

รูปที่ 75 แสดงเกจวัดแรงดันแก๊ส
ที่มา : ต้องชนะ, 2562

ข. Bleed Line เพื่อกำจัด Acetylene Gas ออกจากท่อทุกครั้งหลังใช้งาน (เป็นการตรวจเช็คถังแก๊สว่าลืมปิดหรือไม่)

ค. ไม่ควรใช้เมื่อแรงดันแก๊สต่ำกว่า 100 psi เนื่องจาก Acetylene ละลายใน Acetone หากใช้เมื่อแรงดันในถังต่ำกว่า 100 psi อาจทำให้ Acetone เข้าไปทำลาย Oring ภายในเครื่อง AAS ทำให้ Oring เสื่อมก่อนถึงอายุการใช้งาน

(2) Air Pump

ก. ทำการ Drain น้ำออกจาก Air Pump ทุกครั้งหลังการใช้งาน เพื่อป้องกันน้ำค้างภายในสาย และอาจทำให้การใช้งานครั้งถัดไปน้ำที่ค้างภายในสายเข้าสู่เครื่อง AAS ทำให้เกิดความเสียหายได้

รูปที่ 76 แสดงจุดสำหรับ Drain น้ำ หลังการใช้งาน

ที่มา : ต้องชนะ, 2562

ข. ไล่ความชื้นออกจาก Moisture trap ก่อนการใช้งาน

(3) Hollow Cathode Lamp

ก. ตรวจสอบตำแหน่งและชนิดของ Hollow Cathode Lamp ที่ใช้ก่อนการใช้งาน

ข. ตรวจสอบกระแสไฟที่จ่ายให้ Hollow Cathode Lamp (current lamp) ให้เหมาะสม

ค. ไม่ควรสัมผัสบริเวณ Quartz window ของ Hollow Cathode Lamp

(4) Nebulizer

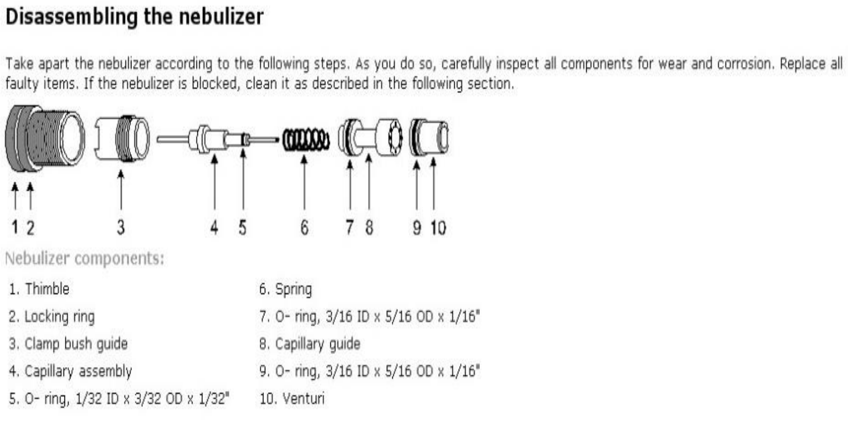
ก. ทำความสะอาดโดยใช้เส้นลวดขนาดเล็ก (Nebulizer Cleaning Wire) แยงก่อนและหลังใช้งาน

ข. ตรวจสอบลักษณะของ Capillary Tube ก่อนการใช้งานว่ารั่ว หรือมีการหักงอหรือไม่

ค. หาก Nebulizer มีการอุดตัน ให้ทำการถอดแช่ในน้ำอุ่น และล้างด้วยน้ำสะอาด

<u>วิธีการถอด Nebulizre</u>

1. คลายเกลียวและทำการถอด Thimble ออก
2. คลายเกลียว Clamp bush guide ออกอย่างระมัดระวัง ป้องกันสปริงกระเด็นหล่นหาย
3. ถอด Capillary assembly และสปริงออก นำ Capillary assembly แช่ในน้ำอุ่นแล้วจึงล้างด้วยน้ำสะอาด


Disassembling the nebulizer

Take apart the nebulizer according to the following steps. As you do so, carefully inspect all components for wear and corrosion. Replace all faulty items. If the nebulizer is blocked, clean it as described in the following section.

Nebulizer components:

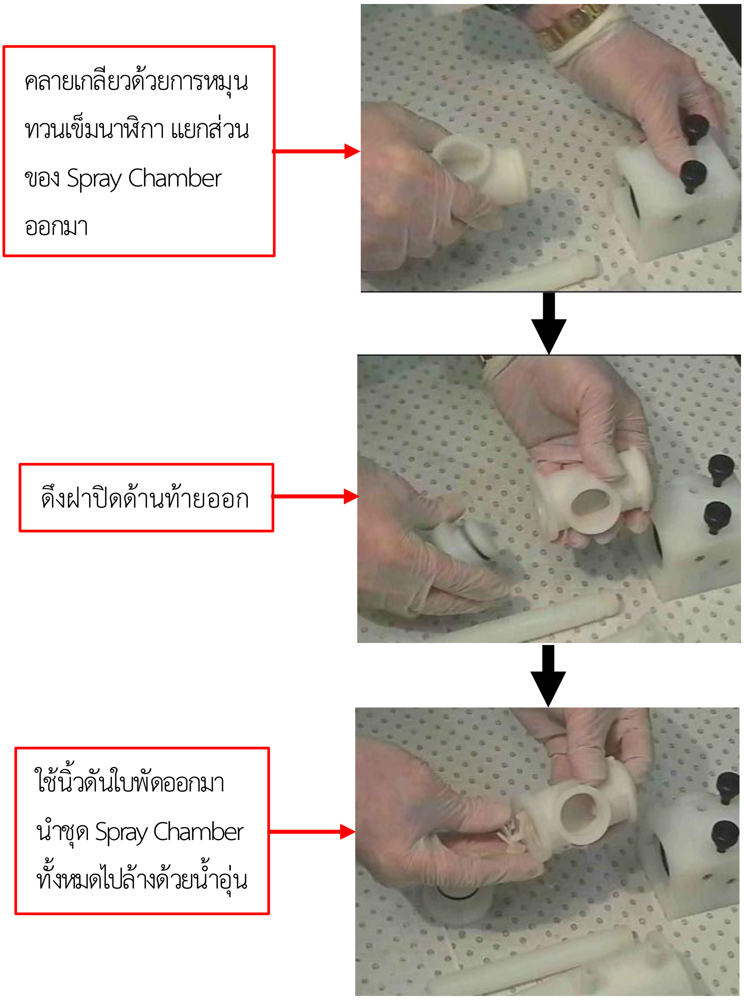
1. Thimble
2. Locking ring
3. Clamp bush guide
4. Capillary assembly
5. O- ring, 1/32 ID x 3/32 OD x 1/32"
6. Spring
7. O- ring, 3/16 ID x 5/16 OD x 1/16"
8. Capillary guide
9. O- ring, 3/16 ID x 5/16 OD x 1/16"
10. Venturi

รูปที่ 77 แสดงส่วนประกอบของ Nebulizer
ที่มา : เครื่อง AAS, ยี่ห้อ Varian รุ่น AA240FS

(5) Spray Chamber

ก. ดูดน้ำกลั่นทิ้งไว้ก่อนดับ Flame เพื่อล้าง Spray Chamber เป็นเวลา 3 นาที ทุกครั้งหลังการใช้งาน และดูดอากาศ เป็นเวลา 3 นาที เพื่อทำการไล่น้ำออกจาก Spray Chamber

ข. ถอดล้างทำความสะอาดเมื่อมีการตกค้างของตัวอย่าง



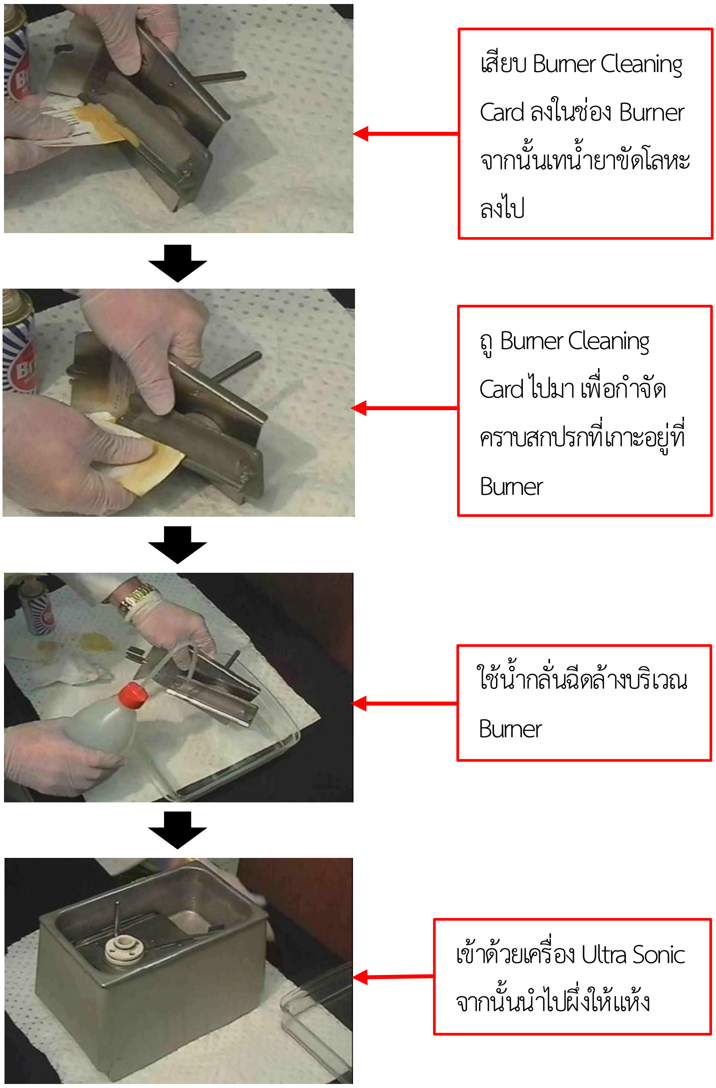
รูปที่ 78 แสดงวิธีการถอด Spray Chamber

ที่มา : เครื่อง AAS, ยี่ห้อ Varian รุ่น AA240FS

(6) Burner

ก. ทำความสะอาดด้วย Burner Cleaning Card ก่อนและหลังการใช้งาน หรือเมื่อพบว่าเปลวไฟมีลักษณะผิดปกติ

ข. ถอดล้างทำความสะอาดเมื่อมีการตกค้างของตัวอย่างบน Burner โดยการแช่ในน้ำอุ่นแล้วใช้ฟองน้ำถู Burner



รูปที่ 79 แสดงขั้นตอนการล้าง Burner
ที่มา : เครื่อง AAS, ยี่ห้อ Varian รุ่น AA240FS

5.4 ข้อเสนอแนะ

นอกจากการตั้งค่าเครื่องมืออย่างถูกวิธีแล้ว การวิเคราะห์โลหะหนักด้วยเครื่อง Atomic Absorption Spectrometer โดยใช้เทคนิค Flame Atomic Absorption Spectroscopy (FAAS) ยังมีปัจจัยอื่นๆที่มีผลต่อความถูกต้อง ความแม่นยำในการวิเคราะห์

(1) ปิเปต การเลือกใช้ประเภทของปิเปตในการเตรียมสารละลายมาตรฐานให้ถูกต้อง และใช้งานปิเปตอย่างถูกวิธีจะช่วยลดความผิดพลาดและช่วยให้ผลวิเคราะห์ที่ได้นั้นมีความถูกต้อง

ก) ควรเลือกใช้ประเภทของปิเปตให้เหมาะสม เช่น เมื่อต้องการดูดสารละลายที่มีปริมาตรน้อยกว่า 1 มิลลิลิตร ควรเลือกใช้ไมโครปิเปตเพราะจะให้ความถูกต้องและแม่นยำในดูดสารละลายได้ดีกว่าปิเปตแบบปริมาตรและปิเปตแบบใช้ตวง

ข) ความลึกในการจุ่มทิปหรือปลายปิเปตที่ถูกต้องช่วยเพิ่มความถูกต้องของปริมาตรได้ สำหรับไมโครปิเปตควรจุ่มทิปให้อยู่ในช่วง 1-2 มิลลิเมตร และสำหรับปิเปตทั่วไปควรจุ่มปลายปิเปตให้อยู่ในช่วง 3-6 มิลลิเมตร หากจุ่มทิปลึกเกินไปปริมาณของก๊าสในทิปจะถูกบีบอัด ทำให้ของเหลวถูกดูดมากเกินไปทั้งนี้ขึ้นอยู่กับขนาดของทิปด้วย

ค) มุมในการจุ่มปิเปตในตัวอย่างควรใกล้เคียงกับแนวตั้งให้มากที่สุดเท่าที่จะเป็นไปได้ และไม่ควรเบี่ยงเบนไปมากกว่า 20 องศาจากแนวตั้ง มุมในแนวนอนที่มากขึ้นจะทำให้ของเหลวถูกดูดเข้าไปในทิปมากเกินไปซึ่งจะส่งผลให้ปริมาตรที่ดูดไม่ถูกต้อง

ง) การจ่ายสารละลายจากปิเปตลงสู่ภาชนะจะต้องมั่นใจว่าได้จ่ายหยดสุดท้ายออกไปจนหมดไม่หลงเหลืออยู่ที่ปลายปิเปต สำหรับการใช้งานส่วนใหญ่แนะนำให้จ่ายโดยพักปลายปิเปตไว้ที่ผนังภาชนะ เพราะจะช่วยลดหรือกำจัดปริมาณของสารละลายที่เหลืออยู่ในปิเปตออกได้ เทคนิคนี้สามารถเพิ่มความถูกต้องของปริมาตรได้อย่างน้อย 1%

จ) ควรเปลี่ยนทิปหรือปิเปตใหม่ทุกครั้งเมื่อต้องการดูดตัวอย่าง หรือสารละลายมาตรฐานที่มีความเข้มข้นต่างกัน ไม่ควรใช้ปิเปตที่ดูดสารละลายความเข้มข้นสูงมาแล้ว นำมาดูดสารละลายมาตรฐานความเข้มข้นต่ำกว่า เนื่องจากจะทำให้เกิดการปนเปื้อนของสารละลายความเข้มข้นสูง

(2) เครื่องชั่ง ควรเลือกใช้เครื่องชั่งให้เหมาะสมกับกับน้ำหนักที่จะชั่ง เช่น หากต้องการชั่งดิน 0.5 กรัม ควรเลือกใช้เครื่องชั่งทศนิยม 2 ตำแหน่ง เป็นต้น การใช้งานเครื่องชั่งให้ถูกวิธีจะช่วยลดข้อผิดพลาดในการวิเคราะห์ได้

ก) การวางของบนจานชั่ง ควรวางสิ่งที่ต้องการชั่งให้อยู่ตรงกลางจาน เพื่อให้โหลดเซลล์ทำงานได้อย่างสมบูรณ์ ค่าน้ำหนักจะได้ไม่คลาดเคลื่อน

ข) ถ้าเกิดเป็นในกรณีที่เครื่องชั่งละเอียด หากมีการใช้งานเกิน 30 นาที ควรวางสิ่งของที่จะชั่งบนจานชั่งเป็นช่วงเวลาสั้นๆ แล้วยกออกก่อนการชั่งจริง เป็นการทำ pre loading warm ก่อนการใช้งาน

ค) ควรรีบนำสิ่งของที่ชั่งออกจากจานชั่งเมื่อชั่งเสร็จแล้ว เพื่อหลีกเลี่ยงการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิและความชื้นภายในเครื่องชั่ง ซึ่งอาจเกิดจากสิ่งที่ชั่งนั้น และไม่ทำให้เครื่องล้า เนื่องจากถ้าเสียบปลั๊กอยู่ตลอดเวลาจะมีแรงต้านอยู่ตลอดเวลา แต่เมื่อปิดเครื่องถอดปลั๊กจะต้องหยิบภาชนะออกเพื่อป้องกัน Load cell เสีย เนื่องจากไม่มีแรงต้านทาน

ง) พื้นที่วางเครื่องชั่งต้องเรียบเสมอกัน หรือถ้าเป็นโต๊ะสำหรับวางเครื่องชั่งต้องมั่นคง แข็งแรง

จ) อุณหภูมิภายในห้องเครื่องชั่งควรคงที่ เนื่องจากอุณหภูมิที่เปลี่ยนไป 1 องศาจะทำให้เครื่องชั่งอ่านค่าผิดไป 1-2 ส่วนในล้านส่วน และไม่ควรชั่งน้ำหนักที่ร้อนหรือชั่งใกล้กับสิ่งที่ทำให้เกิดความร้อน

ฉ) ความชื้นสัมพัทธ์ในห้องเครื่องชั่งควรอยู่ระหว่าง 45-60%

ช) ไม่ควรอยุ่ใกล้ประตูทางเข้าออก หรือ กระแสลมจากเครื่องปรับอากาศและเครื่องมือที่ทำให้เกิดกระแสลม เพราะกระแสลมทำให้การชั่งคลาดเคลื่อน

ซ) ควรเปิดเครื่องชั่งก่อนใช้ทุกครั้ง เพื่อ warm up ก่อนเพื่อให้วงจรอิเลคทรอนิกส์เริ่มทำงานและมีอุณหภูมิที่เหมาะสม ซึ่งระยะเวลาในการ warm จะขึ้นอยู่กับความละเอียดของเครื่องชั่ง

(3) สารละลายมาตรฐาน ควรใช้กรดไนตริก 3 % เจือจางสารละลายมาตรฐานเพื่อให้สารละลายมาตรฐานอยู่ในสภาวะเดียวกับสารละลายมาตรฐานตั้งต้น (Purity standard) ที่ใช้ในการเตรียมสารละลายมาตรฐานเพื่อใช้ในการวิเคราะห์ (Working standard) จะทำให้สามารถเก็บสารละลายมาตรฐานได้นานขึ้นโดยที่ความเข้มข้นของสารละลายมาตรฐานไม่เปลี่ยนไป

บรรณานุกรม

จิรวีรัฐ์ แสงทอง. คู่มือปฏิบัติงานการจัดการของเสียจากห้องปฏิบัติการวิทยาศาสตร์สิ่งแวดล้อม. นครปฐม: มหาวิทยาลัยมหิดล; 2558.

ฐิติรัตน์ จารุวาระกุล. หลักการและการแก้ปัญหาเครื่องอะตอมมิกแอบซอร์พชันสเปกโทรมิเตอร์. กรุงเทพ: กรมอุตสาหกรรมพื้นฐานและการเหมืองแร่; 2548.

ทัศวรรณ ขาวสีจาน, สายหยุด ฤทธิ์ช่วย, ศุภลักษณ์ แช่มบาง, สุภาวดี จุลนวล. คู่มือการวิเคราะห์โลหะหนักในสัตว์น้ำ. กองวิจัยและพัฒนาประมงทะเล: กรมประมง; 2559.

ทัศวรรณ ขาวสีจาน. ผลของฤดูกาลและวิธีการเลี้ยงต่อการปนเปื้อนของโลหะหนักและแบคทีเรียกลุ่มวิบริโอในหอยนางรม บริเวณอ่างศิลา จังหวัดชลบุรี. (วิทยานิพนธ์) ชลบุรี: มหาวิทยาลัยบูรพา; 2548.

นวลศรี นิวัติศัยวงศ์. อะตอมมิกแอบซอร์พชัน สเปกโทรสโกปี. กรุงเทพ: สำนักพิมพ์จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย; 2532.

แม้น อมรสิทธิ์, อมร เพชรสม. หลักการและเทคนิคการวิเคราะห์เชิงเครื่องมือ. กรุงเทพ: โรงพิมพ์ชวนพิมพ์; 2534.

APHA, AWWA, WEF. Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater. 2 3rd ed. American Public Health Association: Washington DC; 2017.

Barnette WB, Kerber JD. Instrumental electronic for use with a flameless atomic absorption sampling device. Am Lab. 1975; 8: 2-6.

Barnette WB, Vollmer JW, DeNuzzo SM. The application of electrodeless discharge lamp in atomic absorption. Atomic Absorption Newsletter. 1976; 15: 33-7.

Ediger RD. Atomic absorption analysis with the graphite furnace using matrix modification. Atomic Absorption Newsletter 1975; 14: 127-30.

Fernandex FJ, Kahn HL. Clinical methods for atomic absorption spectroscopy. Clinical Chemistry Newsletter 1971; 3: 24-8.

Lee LW. Schmidi LM. Elementary principles of laboratory instrument. Toronto: The C.V. Mosby Company; 1983.

Leung FY, Edmond P. Determination of silicon in serum and tissue by electrothermal atomic absorption spectrophotometry. Clin Biochem. 1977; 30: 399-403.

Loon JCV. Selected methods of trace metal analysis: biological and environmental samples. New York: John Willey & Son Inc.; 1985.

Nazmul G, Rahmani H, Sternberg SPK. Bioremoval of lead from water using Lemna Biores. Techn. 1999; 70(3): 225-30.

Pinta M. Modern methods for trace element analysis. Michigan: Ann Arbor Science Publisher Inc.; 1978.

Varian Medical Systems Inc. Analytical methods for the Liberty spectrometer system 100/200 ICP-OES Spectrometers, Publication No. 85 100938 00. (USA), Varian; 1991

ภาคผนวก ก.

แสดง Cookbook ที่มากับเครื่อง

Silver (Ag) Atomic No. 47

Flame type: Air/Acetylene

Wavelength (nm)	**Slit (nm)**	**Conc. (mg/L) for 0.2 Abs**	**Lamp Intensity**
328.1	0.5	1.5	100.0
338.3	0.5	3	90.0

INTERFERENCES

No chemical interferences have been observed in air-acetylene flames.

FLAME EMISSION

Wavelength 328.1 nm, Slit 0.2 nm

Flame type: Nitrous oxide/Acetylene

Arsenic (As) Atomic No. 33

Flame type: N2O/Acetylene

Wavelength (nm)	**Slit (nm)**	**Conc. (mg/L) for 0.2 Abs**	**Lamp Intensity**
193.7	0.5	40	50.0
197.2	1.0	60	100.0
189.0	1.0	20	54.0

INTERFERENCES

One of the main sources of interference in the determination of arsenic is the molecular absorption of flame gases and solution species at the extreme ultraviolet region of the spectrum where the most sensitive lines for arsenic occur (193.7 nm and 197.2 nm).

This non-atomic absorption can be corrected by means of a continuum light source such as a deuterium lamp.

FLAME EMISSION

Arsenic is not generally determined by flame emission because of the poor emission characteristics of the element.

Calcium (Ca) Atomic No. 20

Flame type: N2O/Acetylene

Wavelength (nm)	Slit (nm)	Conc. (mg/L) for 0.2 Abs	Lamp Intensity
422.7	0.5	0.8	100.0
239.9	0.2	160	10.0

INTERFERENCES

Chemical interferences in the air-acetylene flame are pronounced and have been fairly well documented. These interferences which depress the calcium absorbance can be eliminated by the introduction of a releasing agent such as strontium (5000 mg/L) or lanthanum (10000 mg/L). Normally the addition of a releasing agent is used in conjunction with the practice of matching sample and standard solutions to obviate combined interference effects.
The presence of excess sodium or potassium causes 5-10% signal enhancement due to suppression of ionization.

In the nitrous oxide-acetylene flame the main interference is caused by ionization of calcium itself. This is overcome by the addition of a more readily ionizable element such as potassium (2000-5000 mg/L).

FLAME EMISSION

Wavelength 422.7 nm, Slit 0.2 nm
Flame type: Nitrous oxide/Acetylene

Maximum intensity is obtained with an oxidizing nitrous oxide-acetylene flame (red cone 1 mm high).

Cadmium (Cd) Atomic No. 48

Flame type: Air/Acetylene

Wavelength (nm)	Slit (nm)	Conc. (mg/L) for 0.2 Abs	Lamp Intensity
228.8	0.5	0.6	40.0
326.1	0.5	240	100.0

INTERFERENCES

No major chemical interference has been reported in the air-acetylene flame.

FLAME EMISSION

Wavelength 326.1 nm, Slit 0.2 nm

Flame type: Nitrous oxide/Acetylene

Cadmium is not usually determined by flame emission because of the poor emission characteristics of the element.

Chromium (Cr) Atomic No. 24

Flame type: Air/Acetylene

Wavelength (nm)	**Slit (nm)**	**Conc. (mg/L) for 0.2 Abs**	**Lamp Intensity**
357.9	0.2	2.5	40.0
429.0	0.5	20	100.0
520.8	0.2	500	20.0
520.5	0.2	1500	15.0
425.4	0.2	12	85.0

INTERFERENCES

Cobalt, iron and nickel (particularly in the presence of perchloric acid) have been found to cause depression of chromium absorbance.

This can be overcome by the use of an oxidizing air-acetylene flame or preferably a nitrous oxide-acetylene flame. No ionization suppressant is necessary.

Copper (Cu) Atomic No. 29

Flame type: Air/Acetylene

Wavelength (nm)	**Slit (nm)**	**Conc. (mg/L) for 0.2 Abs**	**Lamp Intensity**
324.8	0.5	1.5	100.0
327.4	0.5	3	87.0
217.9	0.2	15	3.0
222.6	0.2	60	5.0
244.2	1.0	400	15.0
218.2	0.2	15	3.0
249.2	0.5	200	24.0

INTERFERENCES

No interferences have been reported for copper in the air-acetylene flame, but some depression has been noted at high Zn/Cu ratios. This can be minimized by the use of a lean air-acetylene flame or a nitrous oxide-acetylene flame.

FLAME EMISSION

Wavelength 327.4 nm, Slit 0.2 nm
Flame type: Nitrous oxide/Acetylene

Iron (Fe) Atomic No. 26

Flame type: Air/Acetylene

Wavelength (nm)	Slit (nm)	Conc. (mg/L) for 0.2 Abs	Lamp Intensity
248.3	0.2	2.5	15.0
372.0	0.2	25	100.0
386.0	0.2	40	50.0
392.0	0.2	500	2.0

INTERFERENCES

Interference from citric acid has been reported to suppress the absorbance by up to 50% for a citric acid level of 200 mg/L. The effect is not overcome by adjustment of flame stoichiometry.

The interference has been minimized by measuring the absorbance in the presence of phosphoric acid. It is necessary to select an optimum burner height to gain maximum freedom from interference.

There is also some evidence that high sulfate concentrations have a slightly depressive effect on iron determination.

The use of a nitrous oxide-acetylene flame has been found to remove all interference.

FLAME EMISSION

Wavelength 372.0 nm, Slit 0.2 nm

Flame type: Air/Acetylene

Mercury (Hg) Atomic No. 80

Flame type: Air/Acetylene

Wavelength (nm)	Slit (nm)	Conc. (mg/L) for 0.2 Abs	Lamp Intensity
253.7	0.5	70	100.0

INTERFERENCES

Mercury (I) and mercury (II) show different sensitivities in the air-acetylene flame. Mercury (I) is more sensitive due to a disproportionation reaction.

$Hg_2^{2+} \rightarrow Hg^{2+} + Hg^0$

Elemental mercury is readily atomized with 100% efficiency.

The 'cold vapor technique' can be used for trace determinations of mercury. Metallic ions which are reduced to the elemental state by stannous chloride can interfere with the cold vapor method. They can amalgamate or form stable compounds with mercury.

With both flame and cold vapor techniques, it is advisable to check for the absence of non-atomic absorption.

FLAME EMISSION

Wavelength 253.7 nm, Slit 0.2 nm

Flame type: Nitrous oxide/Acetylene
Mercury is not usually determined by flame emission.

Potassium (K) Atomic No. 19

Flame type: Air/Acetylene

Wavelength (nm)	Slit (nm)	Conc. (mg/L) for 0.2 Abs	Lamp Intensity
766.5	1.0	0.4	100.0
769.9	1.0	0.8	80.0
404.4	0.5	160	5.0

INTERFERENCES

Potassium is partially ionized in the air- acetylene flame. To suppress ionization, add cesium nitrate or chloride solution to give a final concentration of 1000 mg/L cesium in all solutions including the blank. The purest available cesium compound must be used to avoid potassium contamination.

FLAME EMISSION

Wavelength 766.5 nm, Slit 0.2 nm

Flame type: Air/Acetylene

The flame emission determination of potassium is limited by flame stability and by 'pick up' of potassium from the air and storage vessels.

Air-acetylene can be used if an ionization suppressant is added.

Magnesium (Mg) Atomic No. 12

Flame type: Air/Acetylene

Wavelength (nm)	Slit (nm)	Conc. (mg/L) for 0.2 Abs	Lamp Intensity
285.2	0.5	0.15	100.0
202.6	1.0	5	3.0

INTERFERENCES

The most common interferences in air- acetylene can be overcome by the addition of a known excess of a releasing agent such as strontium (1000-5000 mg/L) or lanthanum (10000 mg/L). Solutions containing 200 mg/L interferent in 0.4 mg/L Mg show the following interference pattern:

Mg Absorbance		Mg Absorbance	
Al	-24%	SiO_3	-42%
Li	+10%	CO_3	-17%
Ti	-16%	SeO_3	-14%
Zr	-9%		

The nitrous oxide-acetylene flame shows no interference except a general absorbance enhancement of 15% by the alkali metals due to suppression of ionization.

FLAME EMISSION

Wavelength 285.2 nm, Slit 0.2 nm

Flame type: Nitrous oxide/Acetylene

Manganese (Mn) Atomic No. 25

Flame type: Air/Acetylene

Wavelength (nm)	**Slit (nm)**	**Conc. (mg/L) for 0.2 Abs**	**Lamp Intensity**
279.5	0.2	1	90.0
403.1	0.2	12	100.0
321.7	0.2	3000	3.0

INTERFERENCES

In a reducing air-acetylene flame the absorbance is depressed in the presence of phosphate, perchlorate, iron, nickel, silicon and cobalt. In an oxidizing air-acetylene flame or a nitrous oxide-acetylene flame these interferences do not arise. No releasing agent is usually necessary.

FLAME EMISSION

Wavelength 403.1 nm, Slit 0.2 nm
Flame type: Nitrous oxide/Acetylene

Sodium (Na) Atomic No. 11

Flame type: Air/Acetylene

Wavelength (nm)	Slit (nm)	Conc. (mg/L) for 0.2 Abs	Lamp Intensity
589.0	0.5	0.3	100.0
589.6	0.2	0.6	60.0
330.3	0.2	150	2.0

INTERFERENCES

Sodium is partially ionized in the air- acetylene flame. To suppress ionization, add potassium nitrate or chloride solution to give a final concentration of 2000 mg/L potassium in all solutions including the blank.

FLAME EMISSION

Wavelength 589.0 nm, Slit 0.2 nm
Flame type: Air/Acetylene

Nickel (Ni) Atomic No. 28

Flame type: Air/Acetylene

Wavelength (nm)	Slit (nm)	Conc. (mg/L) for 0.2 Abs	Lamp Intensity
232.0	0.2	2	5.0
352.5	0.2	10	100.0
351.5	0.2	20	30.0
362.5	0.2	1000	10.0
341.5	0.2	35	44.0

INTERFERENCES

At 232.0 nm wavelength, non-atomic species in the flame absorb strongly. Where the sample has a high concentration of dissolved solids it is necessary to correct for non-atomic absorption by using the background corrector.

At 352.5 nm, this effect is negligible even for high matrix solutions.

In hydrochloric and perchloric acid solution, a slight (5%) absorbance depression has been observed in the presence of iron, cobalt and chromium. In a more oxidizing flame the effects are minimized and in the nitrous oxide-acetylene flame no interferences are observed.

FLAME EMISSION

Wavelength 341.5 nm, Slit 0.2 nm
Flame type: Nitrous oxide/Acetylene

Lead (Pb) Atomic No. 82

Flame type: Air/Acetylene

Wavelength (nm)	Slit (nm)	Conc. (mg/L) for 0.2 Abs	Lamp Intensity
217.0	1.0	5	20.0
283.3	0.5	10	100.0
261.4	0.5	200	30.0
205.3	0.5	2500	0.5

INTERFERENCES

No cationic interferences have been reported for the air-acetylene flame, however a number of anionic interferences have been reported.

Phosphate, carbonate, iodide, fluoride and acetate suppress lead absorbance significantly at concentrations ten times greater than lead. These interferences can be largely overcome by addition of EDTA solution so that the sample solutions are 0.1 molar with respect to EDTA.

At the 217.0 nm wavelength, non-atomic species in the flame absorb strongly. Where the sample has a high concentration of dissolved solids it is necessary to correct for non-atomic absorption.

FLAME EMISSION

Wavelength 405.8 nm, Slit 0.2 nm

Strontium (Sr) Atomic No. 38

Flame type: N2O/Acetylene

Wavelength (nm)	**Slit (nm)**	**Conc. (mg/L) for 0.2 Abs**	**Lamp Intensity**
460.7	0.5	2.5	100.0

INTERFERENCES

In the air-acetylene flame, silicon, aluminium, titanium, zirconium, phosphate and sulfate depress the signal at all concentrations. These effects can be removed by adding 1% lanthanum as nitrate or chloride to all solutions, or 0.01 M EDTA with 2000 mg/L lanthanum.

In the nitrous oxide-acetylene flame these interferences do not occur.

Strontium is partially ionized in all flames. To suppress ionization, add potassium nitrate or chloride solution to give a final concentration of 2000 mg/L potassium in all solutions including the blank.

FLAME EMISSION

Wavelength 460.7 nm, Slit 0.2 nm

Flame type: Nitrous oxide/Acetylene

Zinc (Zn) Atomic No. 30

Flame type: Air/Acetylene

Wavelength (nm)	Slit (nm)	Conc. (mg/L) for 0.2 Abs	Lamp Intensity
213.9	1.0	0.3	100.0
307.6	1.0	2400	67.0

INTERFERENCES

No chemical interferences have been found in an air-acetylene flame. When working with biological samples, ashing is necessary to avoid the physical effects of protein molecules on nebulizer performance. At the 213.9 nm wavelength, non-atomic species in the flame absorb strongly. Where the sample has a high concentration of dissolved solids it is necessary to correct for non-atomic absorption.

FLAME EMISSION

Wavelength 213.9 nm, Slit 0.2 nm

Flame type: Nitrous oxide/Acetylene

ภาคผนวก ข.

วิธีย่อยตัวอย่างตามมาตรฐาน US-EPA
ด้วยเครื่อง Microwave Digestion

MARS 6™
Method Note

Microwave Digestion of US EPA 3015a (Aqueous Sample)

Procedure

Transfer 45 mL of the sample into the digestion vessel. Add 5 mL of HNO3, or alternatively 4 mL of HNO_3 and 1 mL HCl. Gently swirl the mixture before closing the vessel.

Notes

The addition of Conc. HCl (0-4 mL) is appropriate for the stabilization of Ag, Ba and Sb, and high concentrations of Fe and Al in solution. The amount of HCl will vary depending on the matrix and the concentration of the analytes. The addition of HCl may, however, limit the techniques or increase the difficulties of analysis.

Recommended Equipment

MARS 6
MARS 6 iWave

Recommended Vessels

EasyPrep Plus
MARSXpress
MARSXpress Plus

Reagents

HNO_3
HCl (Optional)

Max Sample Weight

45 mL

Sample Type

Water

Control Type

Standard Control

Method Type

One Touch

Heating Program

Stage	Temp (°C)	*Ramp (mm:ss)	Hold (mm:ss)	Pressure (psi)	* Power (W)	Stirring
1	170	10:00	10:00	800	900-1050	Off

* Ramp times and power may vary depending on the type and number of vessels.

Results

This method is intended to be an acid leach, not a total digest. Hydrofluoric acid will be required to provide complete digestion of the sample matrix.

General Precaution

a) This procedure is a reference point for sample digestion using a CEM system and may need to be modified or changed to obtain the required results on your sample.
b) If using a vessel other than the recommended choice, adjust sample size and pressure limit to values appropriate for the vessel chosen.
c) The control / reference vessel must contain the largest and most reactive sample.
d) Manual venting of CEM vessels should be performed when wearing hand/eye/body protection and when the vessel contents are at or below room temperature to avoid the potential for chemical burns. Always point the vent hole away from the operator.
e) If programming as One Touch, the ramp time and power will be automatically determined based on the number and type of vessels detected.

MARS 6™

Method Note

Microwave Digestion of US EPA 3051 (Solid Sample)

Procedure

Weigh 0.5 g of the sample into the digestion vessel. Add 10 mL of HNO_3. Gently swirl the mixture before closing the vessel.

Notes

Recommended Equipment

MARS 6
MARS 6 iWave

Recommended Vessels

EasyPrep Plus
MARSXpress
MARSXpress Plus

Reagents

HNO_3
HCl (Optional)

Max Sample Weight	Sample Type	Control Type	Method Type
0.5 g	Solid	Standard Control	One Touch

Heating Program

Stage	Temp (°C)	*Ramp (mm:ss)	Hold (mm:ss)	Pressure (psi)	* Power (W)	Stirring
1	175	5:30	4:30	800	900-1050	Off

* Ramp times and power may vary depending on the type and number of vessels.

Results

This method is intended to be an acid leach, not a total digest. Hydrofluoric acid will be required to provide complete digestion of the sample matrix. (See method 3052 for total digestion).

General Precaution

a) This procedure is a reference point for sample digestion using a CEM system and may need to be modified or changed to obtain the required results on your sample.
b) If using a vessel other than the recommended choice, adjust sample size and pressure limit to values appropriate for the vessel chosen.
c) The control / reference vessel must contain the largest and most reactive sample.
d) Manual venting of CEM vessels should be performed when wearing hand/eye/body protection and when the vessel contents are at or below room temperature to avoid the potential for chemical burns. Always point the vent hole away from the operator.
e) If programming as One Touch, the ramp time and power will be automatically determined based on the number and type of vessels detected.

ประวัติผู้เขียน

ชื่อ – นามสกุล นายต้องชนะ สกุลเกียรติปัญญา

ตำแหน่ง นักวิทยาศาสตร์

สังกัด งานปฏิบัติการสิ่งแวดล้อมและมาตรฐานสากล
คณะสิ่งแวดล้อมและทรัพยากรศาสตร์
มหาวิทยาลัยมหิดล

ความเชี่ยวชาญ การวิเคราะห์โลหะหนัก,การวิเคราะห์คุณภาพน้ำ ดิน และอากาศ