

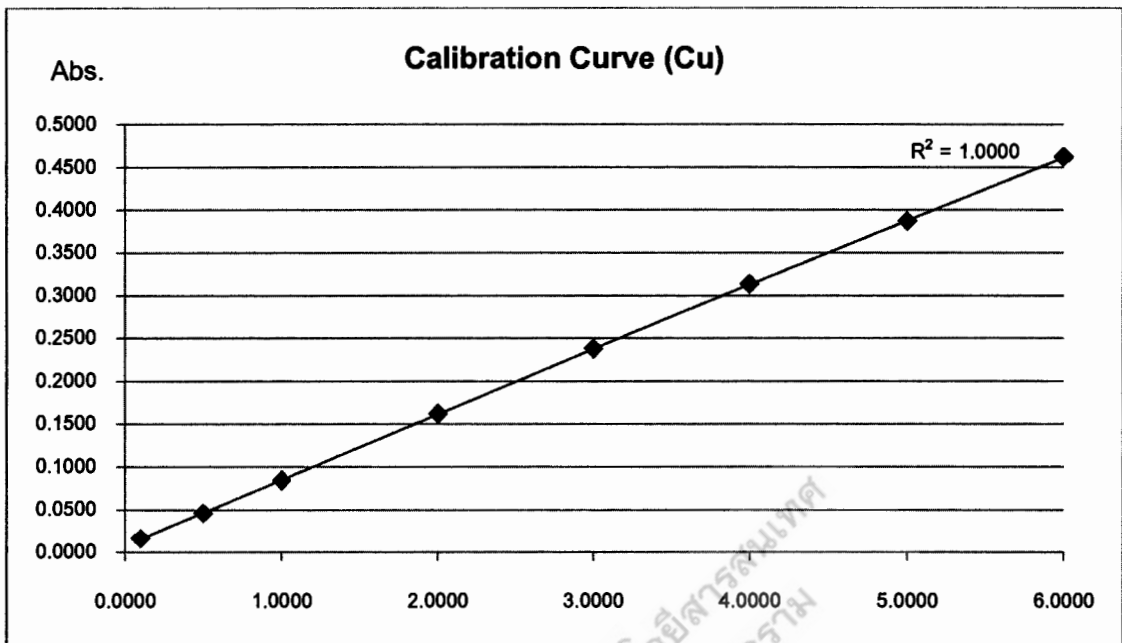
ภาคผนวก

สำนักวิทยบริการและเทคโนโลยีสารสนเทศ
มหาวิทยาลัยราชภัฏวชิรวิทยาดงขาม

ภาคผนวก ก

กราฟมาตรฐานโลหะหนักที่วิเคราะห์กับเครื่อง
Atomic Absorption Spectrophotometer

สำนักวิจัยและพัฒนาเทคโนโลยีสารสนเทศ
มหาวิทยาลัยราชภัฏวไลยอลงกรณ์

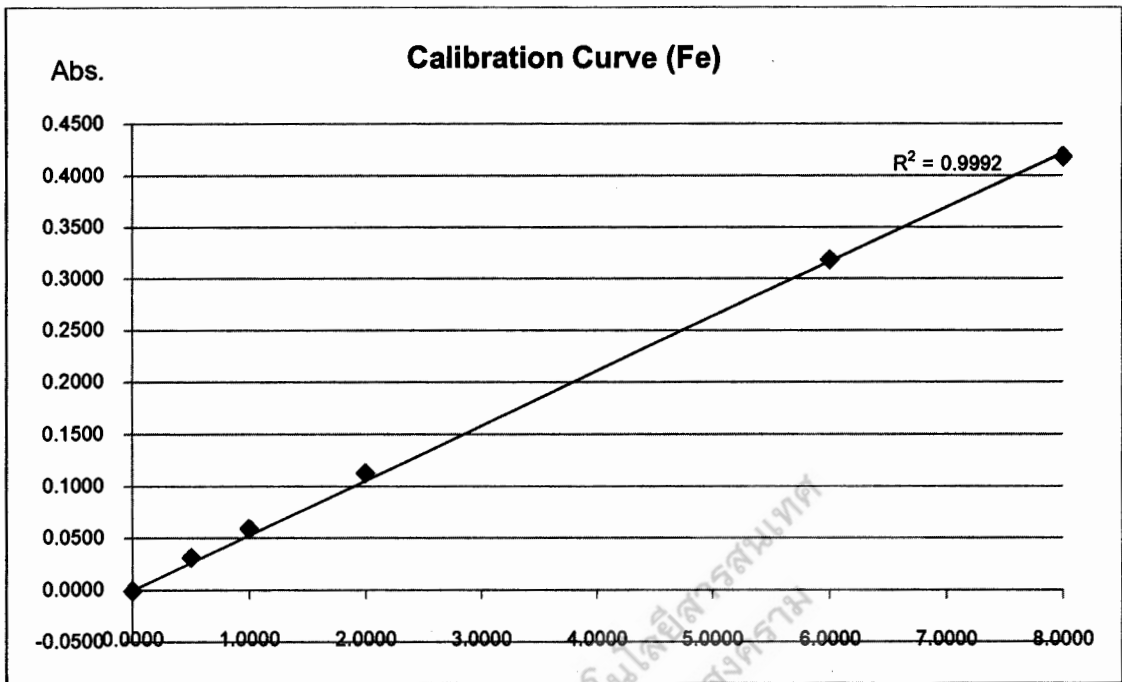


Cu

Conc.

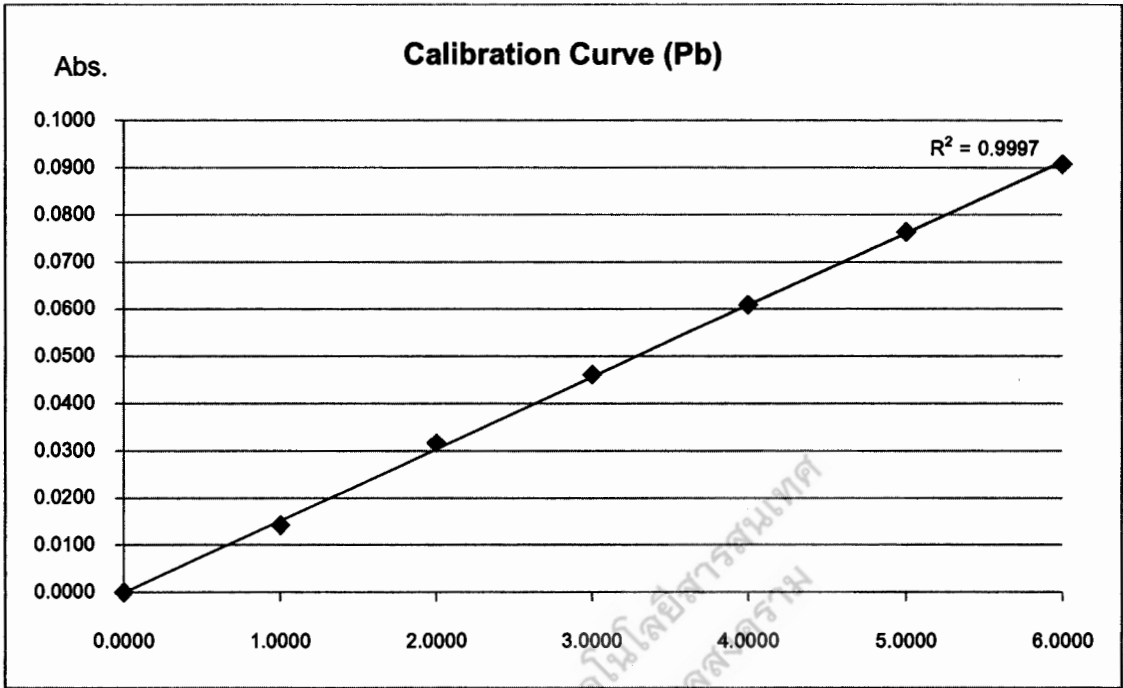
Conc. (ppm.)	Abs
0.0000	-0.0005
0.1000	0.0164
0.5000	0.0461
1.0000	0.0844
2.0000	0.1622
3.0000	0.2377
4.0000	0.3132
5.0000	0.3868
6.0000	0.4622

กราฟมาตรฐานทองแดง (Cu)



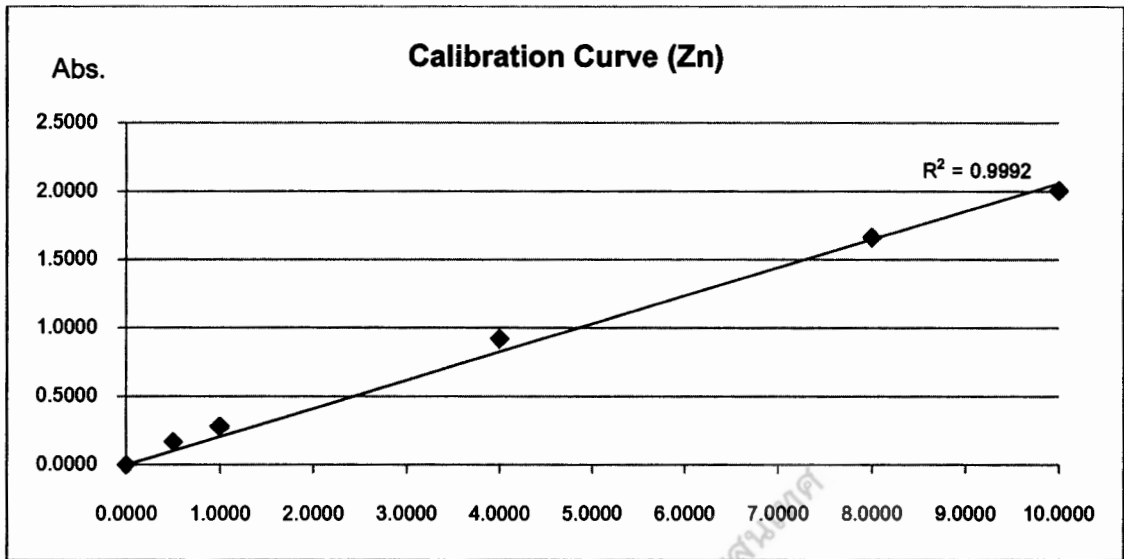
Fe	Conc.
Conc. (ppm.)	Abs
0.0000	-0.0008
0.5000	0.0316
1.0000	0.0587
2.0000	0.1125
4.0000	0.2280
6.0000	0.3185
8.0000	0.4183

กราฟมาตรฐานเหล็ก (Fe)

**Pb****Conc.**

Conc. (ppm.)	Abs
0.0000	0.0000
1.0000	0.0142
2.0000	0.0317
3.0000	0.0462
4.0000	0.0608
5.0000	0.0764
6.0000	0.0907

กราฟมาตรฐานตะกั่ว (Pb)

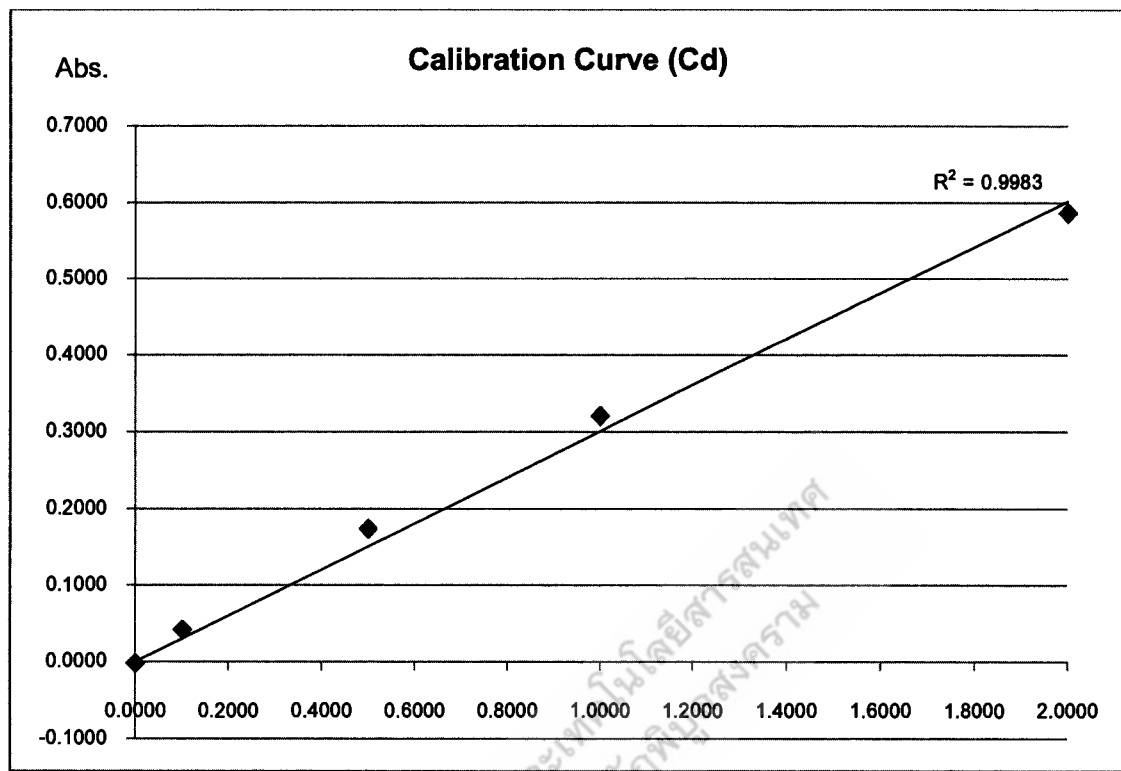


Zn

Conc.

Conc. (ppm.)	Abs
0.0000	0.0000
0.5000	0.1664
1.0000	0.2785
4.0000	0.9180
8.0000	1.6608
10.0000	2.0040

กราฟมาตรฐานสังกะสี (Zn)



Cd

Conc.

Conc. (ppm.)	Abs
0.0000	-0.0020
0.1000	0.0417
0.5000	0.1734
1.0000	0.3201
2.0000	0.5862

กราฟมาตรฐานแคดเมียม (Cd)

ภาคผนวก ข

การหาค่า Limit Of Detection (LOD) และ Limit Of Quantitation (LOQ)

สำนักวิทยบริการและเทคโนโลยีสารสนเทศ
มหาวิทยาลัยราชภัฏวชิรเวศน์บุรีรัมย์

การหาค่า Limit Of Detection (LOD) และ Limit Of Quantitation (LOQ)

LOD

สำหรับการวิเคราะห์เชิงปริมาณ สามารถทำได้ 3 วิธี ได้แก่

1. กรณี Sample Blank มีค่า

- ทดสอบ Reagent Blank ≥ 10 ซ้ำ คำนวณค่าความเข้มข้นเฉลี่ย (X1)
- ทดสอบ Sample Blank ≥ 10 ซ้ำ คำนวณค่าความเข้มข้นเฉลี่ย (X2)

$$\text{LOD} = (X2 - X1) + 3SD$$

2. กรณี Sample Blank ไม่มีค่า

- ทดสอบ Fortified Sample Blank ที่ความเข้มข้นน้อยๆ ≥ 10 ซ้ำ

$$\text{LOD} = 3SD$$

3. ใช้ Fortified Sample Blank 3 ความเข้มข้น

- ทดสอบ Fortified Sample Blank ที่ระดับความเข้มข้น ภายใน Range 3 ความเข้มข้นๆ ละ ≥ 10 ซ้ำ
- คำนวณหาค่า SD ของแต่ละความเข้มข้น
- เขียนกราฟระหว่างความเข้มข้น (แกน X) กับ SD (แกน Y)
- จุดตัดแกน Y คือค่า S_0

$$\text{LOD} = 3S_0$$

สำหรับการวิเคราะห์เชิงคุณภาพ สามารถทำได้ดังนี้

- ทดสอบ Fortified Sample Blank ที่ระดับความเข้มข้นต่างๆ ระดับละ 10 ซ้ำ
- ตรวจสอบผล Positive และ ผล Negative

$$\text{LOD} = \text{ความเข้มข้นต่ำสุดที่ให้ผล Positive ทั้ง 10 ซ้ำ}$$

LOQ

สามารถทำได้ 2 วิธี ได้แก่

1. กรณี Sample Blank มีค่า

- ทดสอบ Reagent Blank ≥ 10 ซ้ำ คำนวณค่าความเข้มข้นเฉลี่ย (X1)
- ทดสอบ Sample Blank ≥ 10 ซ้ำ คำนวณค่าความเข้มข้นเฉลี่ย (X2)

$$\text{LOQ} = (X2 - X1) + 10SD$$

2. กรณี Sample Blank ไม่มีค่า

- ทดสอบ Fortified Sample Blank ที่ความเข้มข้นน้อยๆ ≥ 10 ซี้า
Predicted LOQ = 10SD
- ทดสอบ Sample Blank ≥ 10 ซี้า
- ทดสอบ Fortified Sample Blank ที่มีความเข้มข้นเท่ากับ Predicted LOQ ≥ 10 ซี้า
- ตรวจสอบ Outliner, Accuracy และ Precision ของ Fortified Sample Blank

ภาคผนวก ค

การหาเปอร์เซ็นต์ Recovery

สำนักวิจัยพัฒนาการและเทคโนโลยีสารสนเทศ
มหาวิทยาลัยราชภัฏวไลยอลงกรณ์

การหาเปอร์เซ็นต์ Recovery

$$M1V1 = M2V2$$

$$100 \text{ ppm.} \times V1 = \frac{0.5 \times 50}{100}$$

$$V1 = 0.25 \text{ ml.}$$

ปีเปดโลหะหนักที่ต้องการหาเปอร์เซ็นต์ Recovery 0.25 ml. (จากความเข้มข้น 100 ppm.) ใส่ในตัวอย่างที่ต้องการวิเคราะห์

การ Spilk Sample ต้องทำ 3 ความเข้มข้น

0.5 ppm. Spilk ลงไป 0.25 ml. (3 ซ้ำ)

1.0 ppm. Spilk ลงไป 0.50 ml. (3 ซ้ำ)

1.5 ppm. Spilk ลงไป 0.75 ml. (3 ซ้ำ)

$$\% \text{ Recovery} = \frac{(\text{ค่าที่วัดได้จากการทำ Spilk Sample} - \text{ค่าที่วัดได้จาก Sample}) \times 100}{\text{ความเข้มข้นที่ Spilk ลงไป}}$$

1. Sample 1 กรัม = 0.00 ppm.

Sample + Spilk (0.5 ppm.) = 0.50 ppm.

$$\% \text{ Recovery} = \frac{0.50 - 0.00 \times 100}{0.50} = 100 \%$$

2. Sample 1 กรัม = 0.00 ppm.

Sample + Spilk (1.0 ppm.) = 1.00 ppm.

$$\% \text{ Recovery} = \frac{1.00 - 0.00 \times 100}{1.00} = 100 \%$$

3. Sample 1 กรัม = 0.00 ppm.

Sample + Spilk (1.5 ppm.) = 1.46 ppm.

$$\% \text{ Recovery} = \frac{1.46 - 0.00 \times 100}{1.50} = 97 \%$$

ตาราง % Recovery

ครั้งที่	Sample (ppm.)	Sample+ Spilk 0.5 ppm.	Sample+ Spilk 1.0 ppm.	Sample+ Spilk 1.5 ppm.
1	0.00	0.48	1.01	1.46
2	0.00	0.51	0.98	1.46
3	0.00	0.50	1.01	1.46
ค่าเฉลี่ย	0.00	0.50	1.00	1.46
SD	0.00	0.02	0.02	0.00
% Recovery		100%	100%	97%

หมายเหตุ เปอร์เซ็นต์ Recovery ต้องอยู่ในช่วง 90% – 105%

สำนักวิทยบริการและเทคโนโลยีสารสนเทศ
มหาวิทยาลัยราชภัฏพิบูลสงคราม

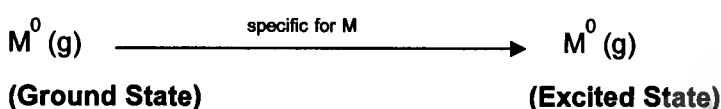
ภาคผนวก ง

หลักการของ Atomic Absorption Spectrophotometry

สำนักวิทยบริการและเทคโนโลยีสารสนเทศ
มหาวิทยาลัยราชภัฏวชิรสุพรรณบุรี

หลักการของ Atomic Absorption Spectrophotometry

โลหะหนักต่างๆ ที่อยู่ในสารละลายจะถูกเผาด้วยความร้อนสูงจากระบบเปลวไฟ (Flame) หรือระบบที่ไม่ใช้เปลวไฟ (Non-Flame) จนแตกตัว (Dissociation) กลายเป็นอิสระ (Atomization) และอะตอมอิสระเหล่านี้จะถูกกลืนพลังงานแสงที่มีความยาวช่วงคลื่นเฉพาะตัว ซึ่งพลังงานแสงที่ถูกกลืนจะเป็นสัดส่วนกับปริมาณอะตอมของโลหะหนักนั้นๆ โดยโลหะแต่ละชนิดจะถูกกลืนพลังงานที่มีความยาวช่วงคลื่นแตกต่างกัน



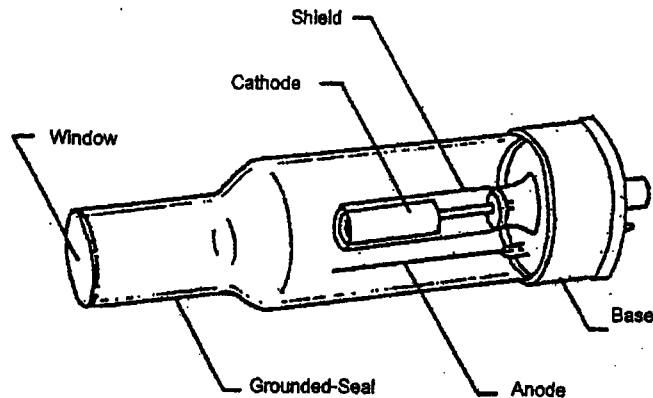
จากสมการข้างบนจะพบว่า สิ่งสำคัญของการวิเคราะห์หาปริมาณโลหะหนักด้วยวิธี AAS คือ

- (1) กระบวนการที่ทำให้เกิดอะตอมอิสระ
- (2) พลังงานความร้อนที่ใช้ในการทำให้เกิดอะตอมอิสระ ซึ่งอาจจะเป็นเปลวไฟหรือไม่ใช่เปลวไฟ
- (3) คลื่นแสงเฉพาะธาตุ

ส่วนประกอบที่สำคัญของ AAS

- (1) แหล่งกำเนิดแสงเฉพาะธาตุ (Light Source)

โดยทั่วไปนิยมใช้หลอดฮอลล์โลแคโทด (Hollow Cathode Lamp, HCL) เนื่องจากให้แสงที่มีความเข้มสูง เมื่อใช้งานต้องอุ่นหลอด (Warm Up) เป็นเวลา 5 -10 นาทีเสมอ เพื่อให้ได้แสงที่ออกมาคงที่



ภาพที่ 1 ลักษณะ (Hollow Cathode Lamp, HCL)

ที่มา : กรมโรงงานอุตสาหกรรม, 2545

ลักษณะของ HCL จะประกอบด้วยขั้วแคโทด ซึ่งเป็นโลหะทำเป็นรูปทรงกระบอกกลวงผนังด้านในฉาบด้วยโลหะ (หรือสารประกอบของโลหะ) ที่ต้องการวิเคราะห์ โดยทั่วไปนิยมใช้โลหะหนึ่งต่อด้วย HCL 1 หลอด เช่น ถ้าต้องการวิเคราะห์ตะกั่ว (Pb) ต้องเลือกใช้ HCL ชนิดของตะกั่วด้วย

(2) อุปกรณ์ทำให้เกิดอะตอมอิสระ (Atomizer)

การวิเคราะห์ด้วยเทคนิค AAS นั้น จะประสบความสำเร็จอย่างดีมากน้อยเพียงใดนั้นขึ้นอยู่กับปริมาณของอะตอมอิสระ (Free Atom) ของธาตุที่ทำให้เกิดขึ้น ดังนั้นความสำคัญจึงอยู่ที่ทำอย่างไรจึงจะทำให้ธาตุที่มีอยู่ในสารตัวอย่างที่จะวิเคราะห์แตกตัวเป็นอะตอมอิสระได้มากที่สุดวิธีที่นิยมใช้ในปัจจุบันมีดังต่อไปนี้

(ก) กระบวนการที่ทำให้สารแตกตัวเป็นอะตอมอิสระด้วยเปลวไฟ (Flame Atomization Process) สำหรับกระบวนการนี้สารตัวอย่างจะต้องเป็นสารละลายเนื้อเดียว ไม่มีสารแขวนลอยอยู่ ตัวทำละลายจะเป็นน้ำหรือสารอินทรีย์ก็ได้ สามารถแบ่งออกได้เป็น 5 ขั้นตอนดังนี้

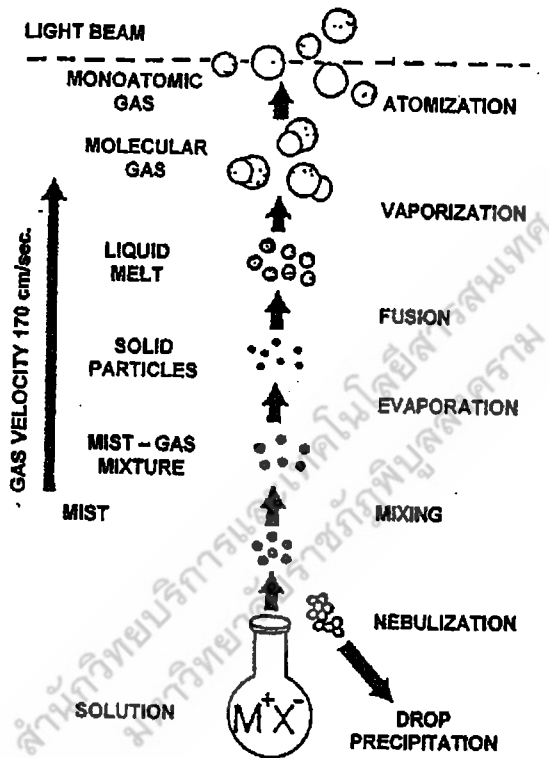
(I) Nebulization เป็นกระบวนการเปลี่ยนแปลงของเหลวให้เป็นละอองเล็ก ๆ (Mist) ด้วยอุปกรณ์ที่เรียกว่า Nebulizer

(II) Droplet Precipitation เป็นกระบวนการที่ละอองเล็ก ๆ ของสารละลายรวมกันเป็นหยดสารละลายขนาดใหญ่ โดยไม่สามารถลอยอยู่ในอากาศได้ จึงตกลงมาแล้วออกไปทางท่อน้ำทิ้ง (Drain)

(III) Mixing เป็นกระบวนการที่ละอองเล็ก ๆ ของสารละลายเกิดผสมกับเชื้อเพลิง (Fuel) และออกซิเจน (Oxidant) ใน Spray Chamber ของ Nebulizer

(IV) Desolvation เป็นกระบวนการที่ทำตัวละลาย ซึ่งอยู่ในละอองเล็ก นั้นถูกกำจัดออกไป ทำให้เกิดเป็นอนุภาคเล็กๆของสารประกอบ กระบวนการนี้จะเกิดขึ้น ตอนล่างของเปลวไฟ

(V) Compound Decomposition เป็นกระบวนการที่เกิดขึ้นในเปลวไฟ โดยที่พลังงานความร้อนจากเปลวไฟจะไปทำให้สารประกอบเกิดการแตกตัวเป็นอะตอมอิสระ

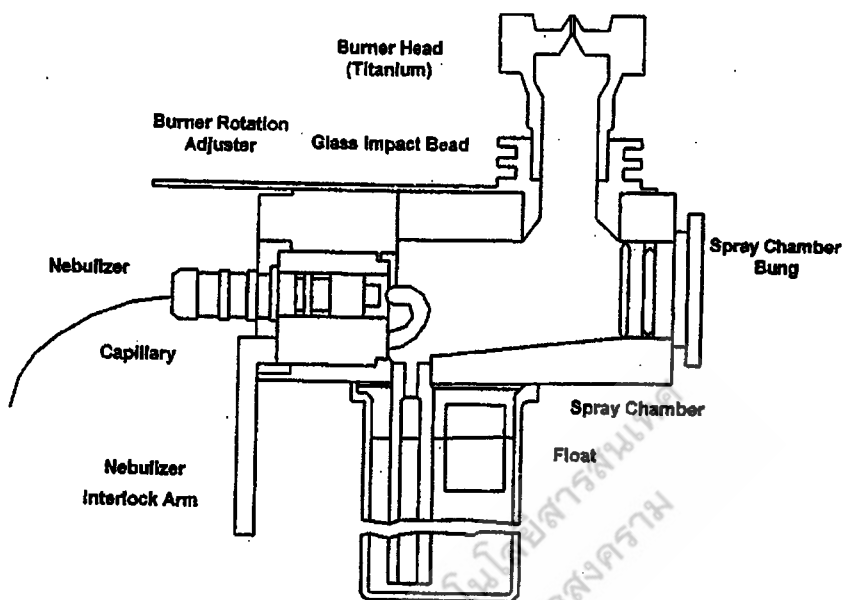


ภาพที่ 2 Flame Atomization Process

ที่มา : กรมโรงงานอุตสาหกรรม, 2545

โดยทั่วไปเมื่อเวลาใช้เครื่อง ก๊าซที่เป็นเชื้อเพลิงและออกซิแดนท์จะไหลผ่านเข้าไปใน Nebulizer ไปออกตรงปลาย ซึ่งเป็นท่อเล็กๆทำให้ความดันลดลง เป็นผลทำให้สารละลายถูกดูดเข้าไปด้วยอัตราเร็วระหว่าง 1- 4 มิลลิลิตร / นาที จากนั้นสารละลายจะถูกกระแทกด้วยอากาศจนแตกกระจายเป็นฝอยละอองเล็กๆเรียกว่า Aerosol ซึ่งเคลื่อนที่ด้วยความเร็วสูงไปชน Glass Bead ใน Spray Chamber ทำให้หยดสารละลายขนาดใหญ่แตกกระจายเป็นละอองขนาดเล็กอย่างสม่ำเสมอ โดยละอองเล็กๆเหล่านี้จะไปผสมกับเชื้อเพลิงและออกซิแดนท์ใน Spray

Chamber แล้วไหลเข้าไปยังเปลวไฟ ความร้อนจากเปลวไฟจะกำจัดตัวทำละลายออกไปทำให้สารที่จะวิเคราะห์อยู่ในสภาวะที่แห้งและเป็นก๊าซ ซึ่งจะสลายตัวเป็นอะตอมอิสระของธาตุ



ภาพที่ 3 Nebulizer Spray Chamber

ที่มา : กรมโรงงานอุตสาหกรรม, 2545

ในการวิเคราะห์โดยใช้เทคนิค AAS นั้น การเลือกใช้เตาเผา (Burner) และชนิดของเปลวไฟเป็นสิ่งสำคัญ ซึ่งเตาเผาแต่ละแบบมีการใช้งานแตกต่างกันออกไป เช่น เตาเผาที่ใช้กับ Air/Acetylene หรือ Nitrous Oxide/ Acetylene เป็นต้น ส่วนชนิดของเปลวไฟก็มีด้วยกันหลายชนิด การเลือกเปลวไฟในการทำให้เกิด Atomization ต้องเลือกให้เหมาะสมเพราะเปลวไฟแต่ละชนิดให้อุณหภูมิสูงต่ำแตกต่างกันคือ

Air/Acetylene Flame เปลวไฟที่เกิดจากอากาศกับก๊าซอะเซทิลีน เป็นเปลวไฟที่ใช้กันมาก ให้อุณหภูมิสูงสุดประมาณ 2,300 องศาเซลเซียส และใช้ในการวิเคราะห์ธาตุได้ประมาณ 30 ธาตุ

Nitrous Oxide/ Acetylene Flame เปลวไฟที่เกิดจากก๊าซไนตรัสออกไซด์กับก๊าซอะเซทิลีนให้อุณหภูมิของเปลวไฟสูงสุดประมาณ 3,000 องศาเซลเซียส เหมาะสำหรับการวิเคราะห์ธาตุที่มีเสถียรภาพมาก เช่น อะลูมิเนียม เป็นต้น

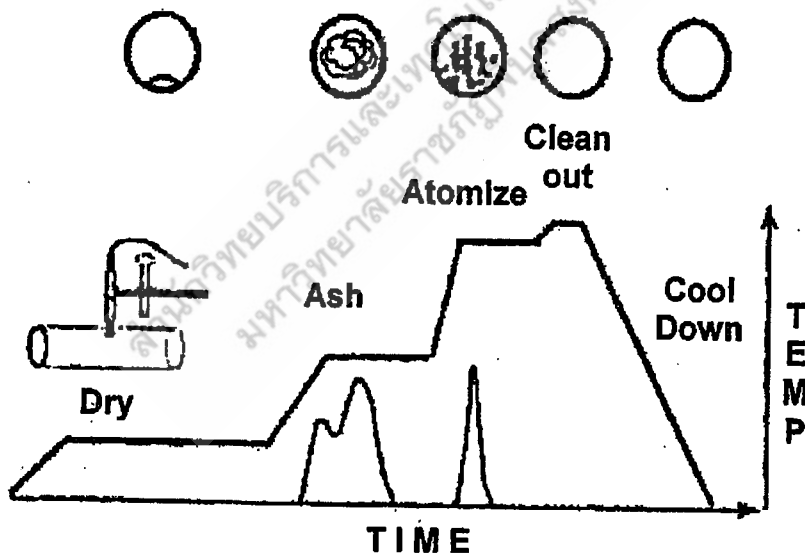
(ข) กระบวนการที่ทำให้สารแตกตัวเป็นอะตอมอิสระด้วยความร้อนจากกระแสไฟฟ้า (Flameless or Electrothermal Atomization Process) กระบวนการนี้เกิดขึ้นจากการให้พลังงานความร้อนแก่ Graphite Tube ซึ่งความร้อนจะทำให้ตัวทำละลายหรือสารอินทรีย์

ที่อยู่ในตัวอย่างระเหยออกไปเหลือไว้เฉพาะธาตุที่เราสนใจ โดยกระบวนการ Atomization แบ่งออกได้เป็น 3 ขั้นตอน ที่สามารถโปรแกรมได้ทั้งอุณหภูมิและเวลาคือ

(I) ขั้นทำให้แห้ง (Drying Stage) เป็นขั้นตอนที่สารตัวอย่างจะค่อยๆ ถูกให้ความร้อน เพื่อระเหยตัวทำละลายให้ออกไปก่อน โดยปกติใช้อุณหภูมิต่ำกว่า 100 องศาเซลเซียส

(II) ขั้นเผาให้เป็นเถ้า (Ashing Stage) เป็นขั้นตอนที่ให้ความร้อนสูงขึ้น อาจถึง 1,500 องศาเซลเซียส เพื่อกำจัดสารอินทรีย์และสารอนินทรีย์ออกจากสารตัวอย่าง เหลือเฉพาะแต่สารอนินทรีย์ที่เสถียรเท่านั้น

(III) ขั้นทำให้เกิดเป็นอะตอม (Atomization Stage) เป็นขั้นตอนของสารที่เหลืออยู่ ถูกเผาที่อุณหภูมิสูงอาจถึง 3,000 องศาเซลเซียส เพื่อให้สลายเกิดเป็นอะตอมอิสระเกิดขึ้นในช่องทางที่แสงผ่าน ซึ่งวัดสัญญาณการดูดกลืนแสงได้ออกมาเป็นพีคแหลม (Sharp Peak) และความสูงของพีคจะแปรผันโดยตรงกับปริมาณของธาตุในสารละลายตัวอย่างนั้น



ภาพที่ 4 Furnace Thermal Stages
ที่มา : กรมโรงงานอุตสาหกรรม, 2545

(3) อุปกรณ์เลือกความยาวคลื่น (Wavelength Selector)

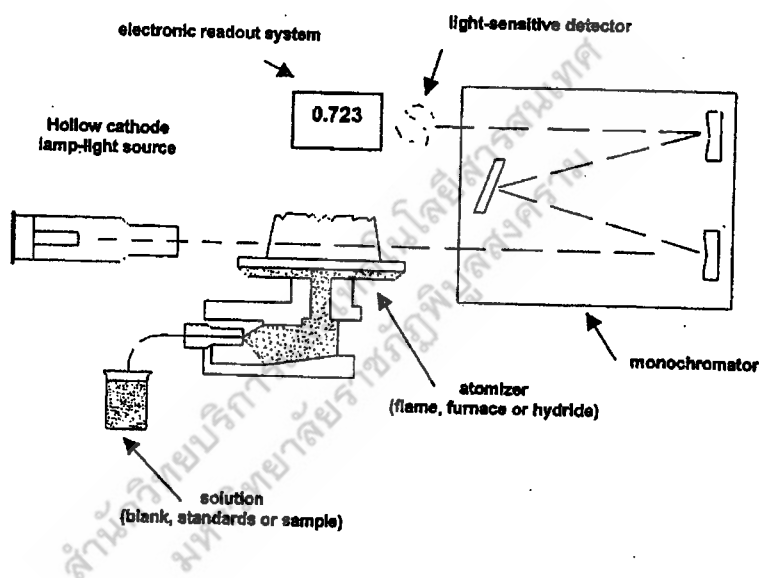
มักใช้กับเครื่องมือที่เรียกว่า Monochromator ซึ่งมีความสามารถในการแยกความยาวคลื่นระหว่างเส้นสเปกตรัม Non-Absorbing Line กับเส้นสเปกตรัม Analytical Line ของธาตุส่วนใหญ่ได้ โดยการวิเคราะห์ธาตุแต่ละธาตุนั้น ต้องการความสามารถในการแยกของ Monochromator ที่ต่างกัน

(4) เครื่องวัดความเข้มของแสง (Detector)

เป็นส่วนของอุปกรณ์ที่ทำหน้าที่แปลงสัญญาณความเข้มของรังสีให้เป็นค่าทางไฟฟ้า

(5) ระบบประมวลผลข้อมูล (Data System)

ในปัจจุบันเครื่อง AAS โดยทั่วไปจะต่อเข้ากับเครื่องคอมพิวเตอร์ ซึ่งสามารถใช้ควบคุมการทำงานและให้ข้อมูลของพารามิเตอร์ต่าง ๆ ที่ต้องการเหมือนกับเป็นตำราทำกับข้าว (Cook Book) เพื่อคอยให้ความช่วยเหลือ นอกจากนี้เครื่องคอมพิวเตอร์ยังสามารถทำหน้าที่เก็บข้อมูล คำนวณผล และพิมพ์รายงานผลให้อีกด้วย ซึ่งนับว่าสะดวกและรวดเร็วมากยิ่งขึ้นในการวิเคราะห์



ภาพที่ 5 ส่วนประกอบที่สำคัญของเครื่อง AAS

ที่มา : กรมโรงงานอุตสาหกรรม, 2545

เทคนิคต่าง ๆ ที่ใช้ในการวิเคราะห์ด้วยวิธี AAS

สามารถทำได้หลายวิธี คือ

(1) Flame Atomization Technique เป็นกระบวนการที่ทำให้สารตัวอย่างแตกตัวเป็นอะตอมด้วยเปลวไฟที่เหมาะสม

(2) Non-Flame Atomization Technique เป็นกระบวนการที่ทำให้สารตัวอย่างแตกตัวเป็นอะตอมด้วยความร้อนจากกระแสไฟฟ้า (Electrothermal) โดยสามารถโปรแกรมให้อุณหภูมิของการเผามีค่าต่าง ๆ กันและใช้เวลาดัง ๆ กันได้

(3) Hydride Generation Technique เนื่องจากมีธาตุบางชนิดไม่สามารถเปลี่ยนให้เป็นอะตอมได้โดยตรงด้วยเทคนิค 1 และ 2 ที่กล่าวมาแล้ว แต่จำเป็นต้องใช้วิธีทำให้แตกตัวใน

บรรยากาศที่ปราศจากออกซิเจน (O_2) เพื่อป้องกันการรวมตัวกับ O_2 ของธาตุเหล่านี้ ดังนั้นเทคนิคนี้จึงต้องใช้วิธีทำให้ธาตุเหล่านี้กลายเป็นสารที่เป็นไอได้ง่ายๆ ที่อุณหภูมิห้องด้วยการรีดิวซ์ให้เป็นไฮไดรด์ แล้วให้ไฮไดรด์นั้นผ่านเข้าไปในเปลวไฟไฮโดรเจน (H_2) ซึ่งความร้อนจากเปลวไฟ H_2 จะทำให้ธาตุกลายเป็นอะตอมอิสระได้ เทคนิคนี้ใช้ในการวิเคราะห์ธาตุสารหนู (As) ซีลีเนียม (Se) เป็นต้น

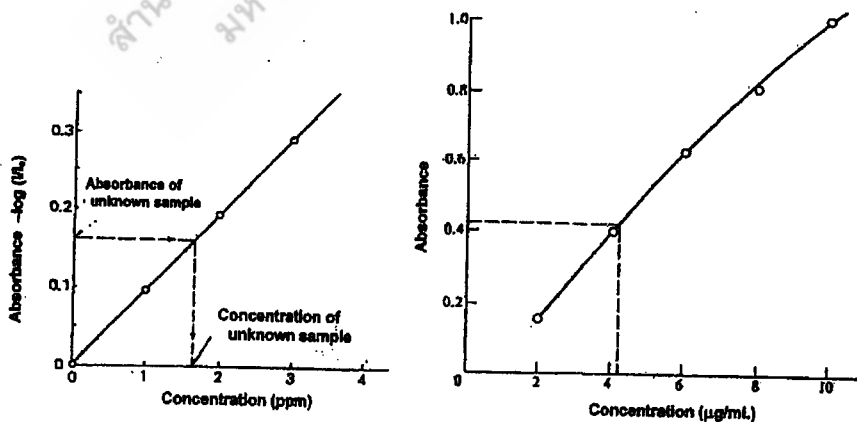
(4) Cold Vapor Generation Technique เทคนิคนี้เหมาะสมกับการวิเคราะห์ธาตุที่สามารถเปลี่ยนให้กลายเป็นไอได้ง่ายๆ เช่น การวิเคราะห์หาปรอท (Hg)

การทำปริมาณวิเคราะห์ (Quantitative Analysis) ด้วยเทคนิค AAS

สามารถทำได้ด้วยวิธีดังต่อไปนี้

(1) Calibration Method

ใช้ในกรณีที่สารตัวอย่างไม่ค่อยมีสารแทรกสอด (Interference) วิเคราะห์โดยเทียบกับสารละลายมาตรฐานที่ทราบความเข้มข้นที่แน่นอนแล้ว โดยปรับสัญญาณ Blank ให้มีค่าเป็นศูนย์ แล้วจึงวัดค่าการดูดกลืนแสง (Absorbance) ของสารละลายมาตรฐานที่มีความเข้มข้นแตกต่างกันประมาณ 4-5 ระดับความเข้มข้น แล้วนำผลมาเขียนกราฟ เพื่อหาความสัมพันธ์กับความเข้มข้นของสารละลายมาตรฐาน จะได้ Calibration Curve ซึ่งอาจเป็นเส้นตรงหรือเส้นโค้งก็ได้ โดยสิ่งสำคัญจะต้องไม่ลืมว่า Calibration Curve ที่ได้จะใช้ได้เฉพาะการวิเคราะห์แต่ละครั้งเท่านั้น เมื่อทำการวิเคราะห์ครั้งใหม่จะต้องทำ Calibration Curve ใหม่ด้วยทุกครั้ง ทั้งนี้เพราะพารามิเตอร์ต่างๆ ที่ใช้อาจเปลี่ยนแปลงไปได้

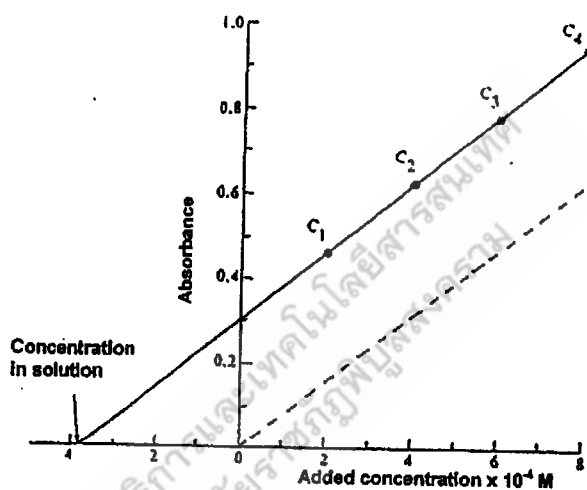


ภาพที่ 6 การหาความเข้มข้นของสารตัวอย่างด้วยวิธี Calibration Curve

ที่มา : กรมโรงงานอุตสาหกรรม, 2545

(2) Standard Addition Method

เป็นวิธีแก้ปัญหาเกี่ยวกับผลกระทบของ Matrix และสารแทรกสอดในสารตัวอย่าง โดยเติมสารละลายมาตรฐานที่มีความเข้มข้นต่างๆ กันลงไป (C_1, C_2, C_3, \dots) ด้วยปริมาณเท่ากัน และนำสารละลายส่วนสุดท้ายมาเติมเฉพาะตัวทำละลายให้มีปริมาณเท่ากันทั้งหมด จากนั้นนำสารละลายทั้งหมดไปวัดค่าการดูดกลืนแสง แล้วนำมาเขียนกราฟ โดยที่แกน Y เป็นค่าการดูดกลืนแสง ส่วนแกน X เป็นระดับความเข้มข้นของสารละลายมาตรฐานที่เติมลงไป ในสารละลายตัวอย่าง และค่าที่จุดตัดของกราฟที่แกน X จะ เป็นความเข้มข้นของสารละลายตัวอย่าง



ภาพที่ 7 การหาความเข้มข้นของสารตัวอย่างด้วยวิธี Standard Addition

ที่มา : กรมโรงงานอุตสาหกรรม, 2545

ภาคผนวก จ

คู่มือการใช้งาน

Shimadzu Atomic Absorption
Spectrometer (AAS) รุ่น AA-6200

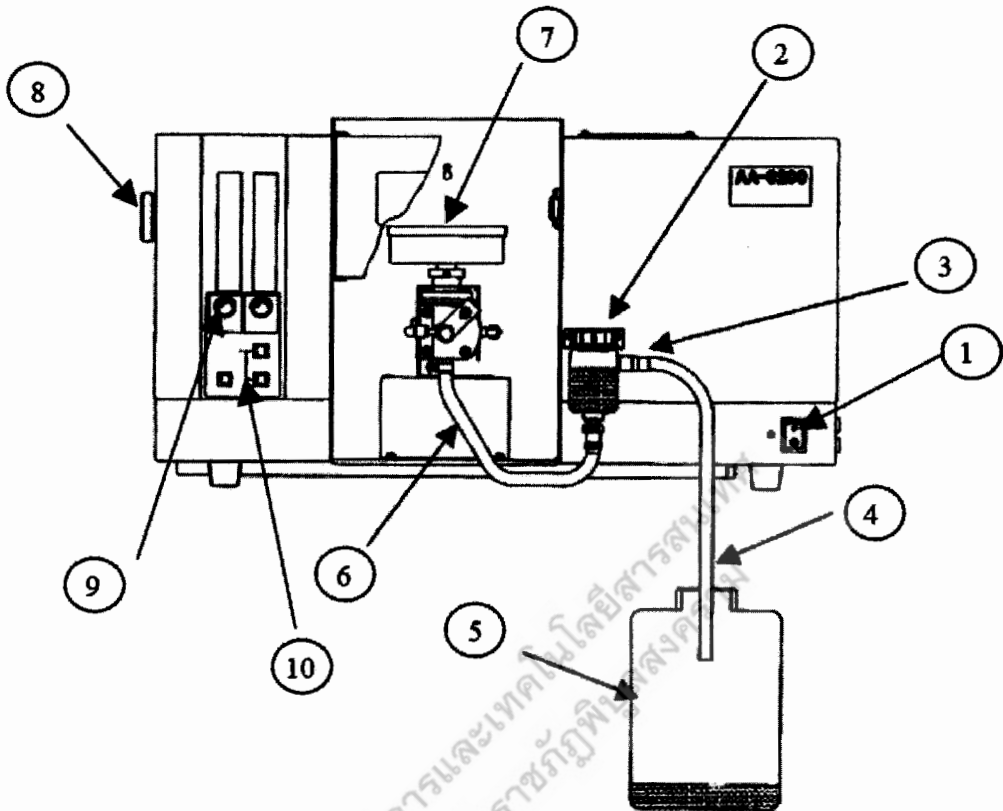
คู่มือการใช้งาน
Shimadzu Atomic Absorption
Spectrometer (AAS) รุ่น AA-6200
ด้วย WizAArd Software

(ฉบับภาษาไทย)



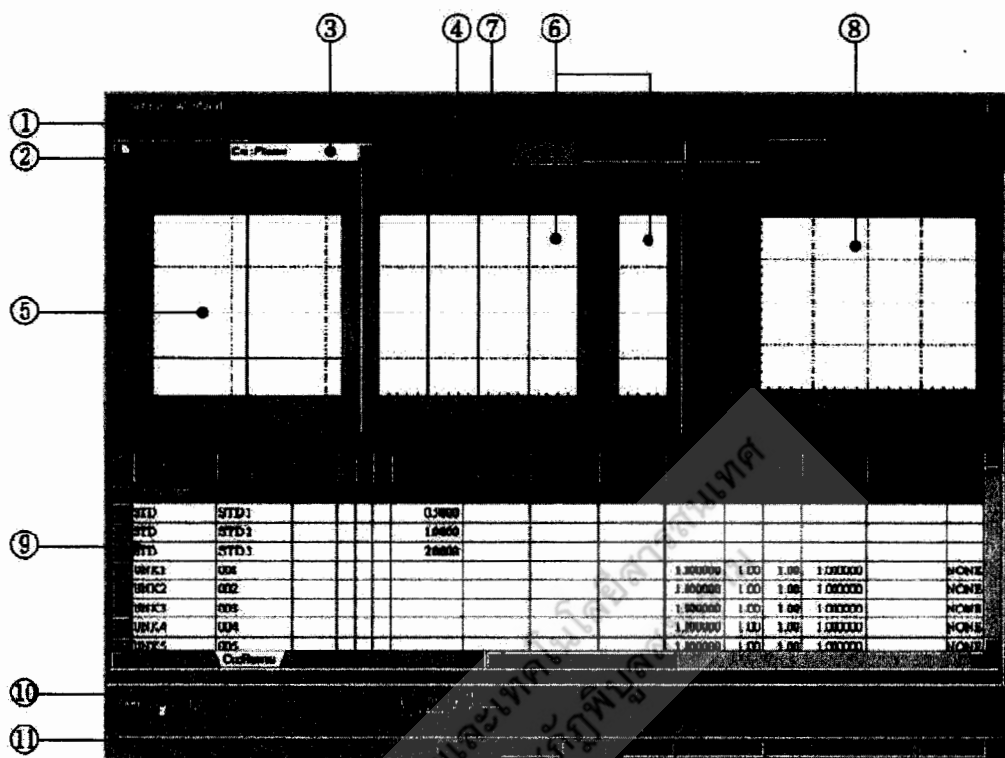
บริษัท พาราไซแอนติฟิค จำกัด
BARA SCIENTIFIC CO., LTD.

ส่วนประกอบของเครื่อง AA-6200



หมายเลข	ชื่อ	ความหมาย
1	Power Switch	ปุ่มเปิดเครื่อง
2	Drain Tank Opening	ฝาปิด Drain tank
3	Discharge Port	ทางออกของน้ำทิ้งจาก Drain tank
4	Drain Tube	สายยางน้ำทิ้งจาก Drain tank
5	Drain Container	ถังเก็บน้ำทิ้ง
6	U-Tube	สายยางน้ำทิ้งจาก Chamber
7	Burner Head	เตาเผาตัวอย่าง
8	Slit Changing Knob	ปุ่มปรับ Slit
9	Fuel/Oxidant Gas Flow Adjusting Knob	ปุ่มปรับอัตราการไหลของแก๊สเชื้อเพลิงและแก๊สช่วยติดไฟ
10	Purge/Ignite/Extinguish Button	ปุ่มกดสำหรับจุดไฟและดับไฟ

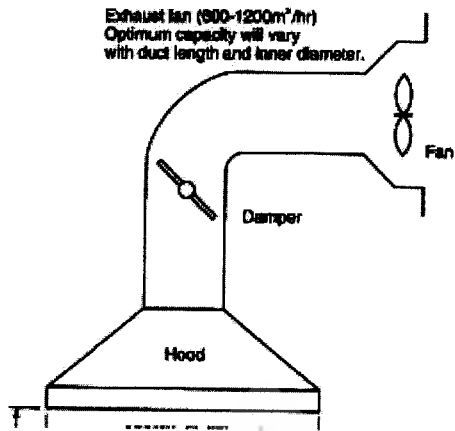
ส่วนประกอบบนหน้าจอ WizArd Software



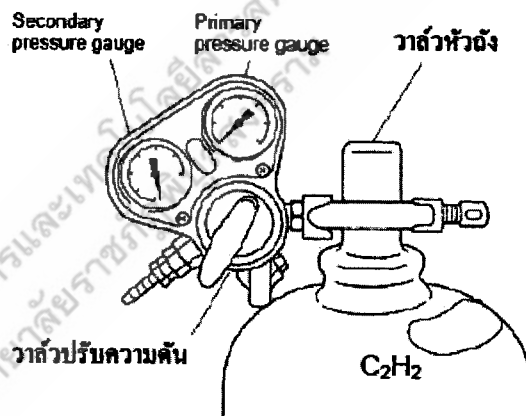
หมายเลข	ความหมาย
1	แถบเมนู
2	แถบไอคอน
3	เมนูเลือกการวิเคราะห์ที่กำหนด
4	ช่องแสดงธาตุและค่าการดูดกลืนแสงที่กำลังวิเคราะห์อยู่
5	ช่องแสดงสัญญาณค่าการดูดกลืนแสงแบบ Real Time
6	ช่องแสดงสัญญาณค่าการดูดกลืนแสงของแต่ละตัวอย่าง
7	ช่องเลือกดู Calibration Curve
8	ช่องแสดง Calibration Curve
9	ตารางแสดงผลการวิเคราะห์
10	แถบปุ่มกดสำหรับสั่งวิเคราะห์
11	แถบแสดงสถานะของเครื่อง

การเปิดเครื่อง AA-6200

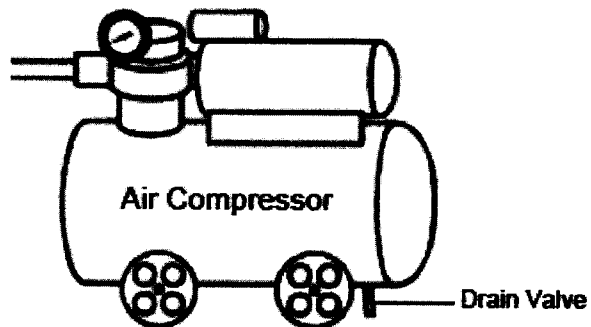
1. เปิด Hood



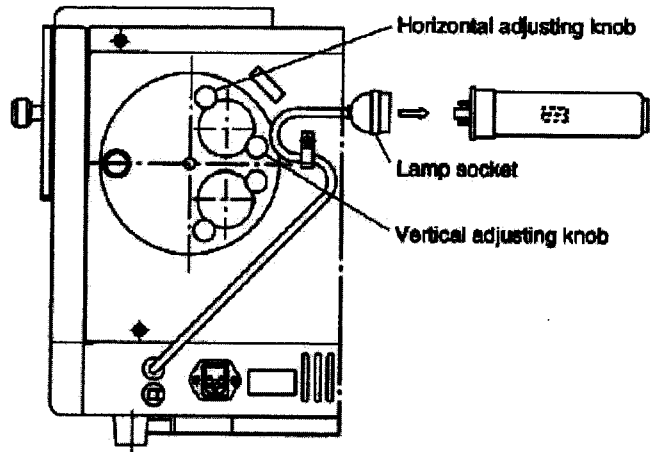
2. เปิดแก๊ส C₂H₂ โดยใช้ประแจ หมุนวาล์วหัวถังทวนเข็มนาฬิกา 1-1.5 รอบ หมุนวาล์วปรับความดันให้ได้ความดันที่ Secondary Pressure Gauge ประมาณ 1 kg/cm² (0.098 Mpa=0.98 bar=14.2 psi)



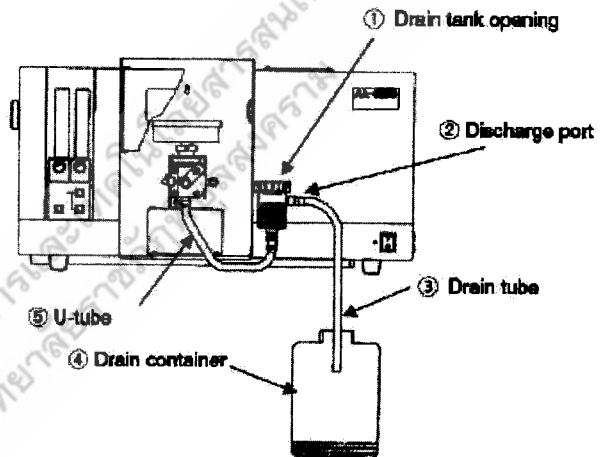
3. เปิด Air Compressor โดยปิด Drain Valve แล้วเปิดสวิตช์ที่ Air Compressor



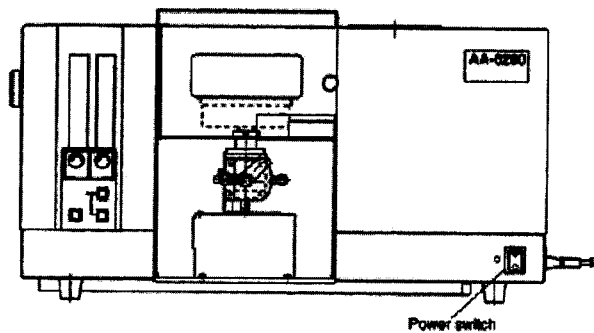
4. ใส่ Lamp ที่ต้องการวิเคราะห์



5. เติมน้ำ DI ที่ Drain Tank และตรวจสอบ Drain Tube ให้ลอยอยู่เหนือน้ำทิ้งใน Drain Container



6. เปิดสวิตช์เครื่อง AA-6200



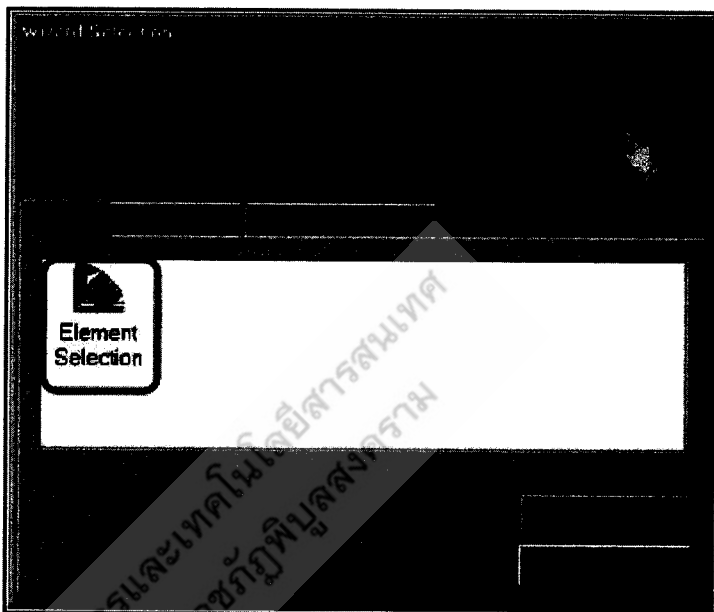
7. เปิดคอมพิวเตอร์

การใช้งาน WizAard Software

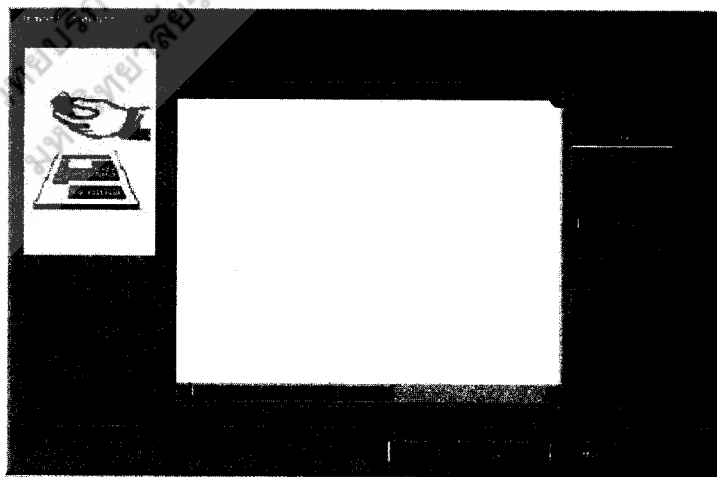
1. ดับเบิลคลิกที่ไอคอน
WizAard



2. ดับเบิลคลิกที่ไอคอน
Element Selection



3. คลิก [Select Elements]



4. คลิกเลือกธาตุ

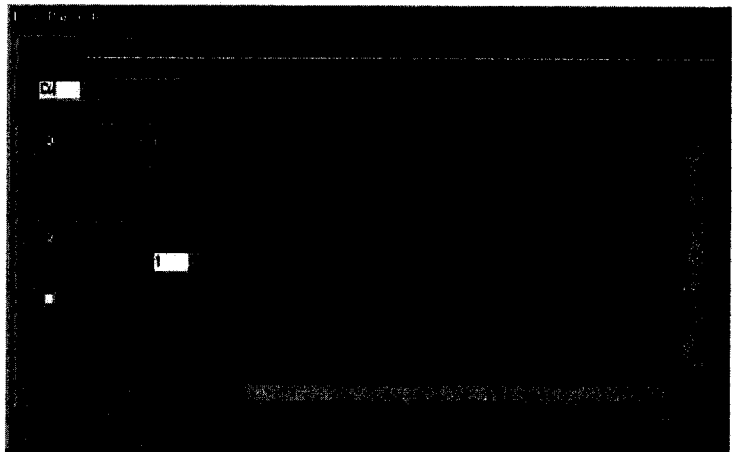
คลิก Flame

คลิก Normal Lamp

คลิกเลือกเบอร์ Socket#

ที่ใส่ Lamp แล้วคลิก [OK]

เมื่อนำจอกลับสู่หน้าเดิม
ให้คลิก [Next>]



5. คลิก [Edit]



ตั้งค่าการวัด Std.* ดังนี้

Order 1st คือ กราฟเส้นตรง

Conc. Unit คือ หน่วยความ

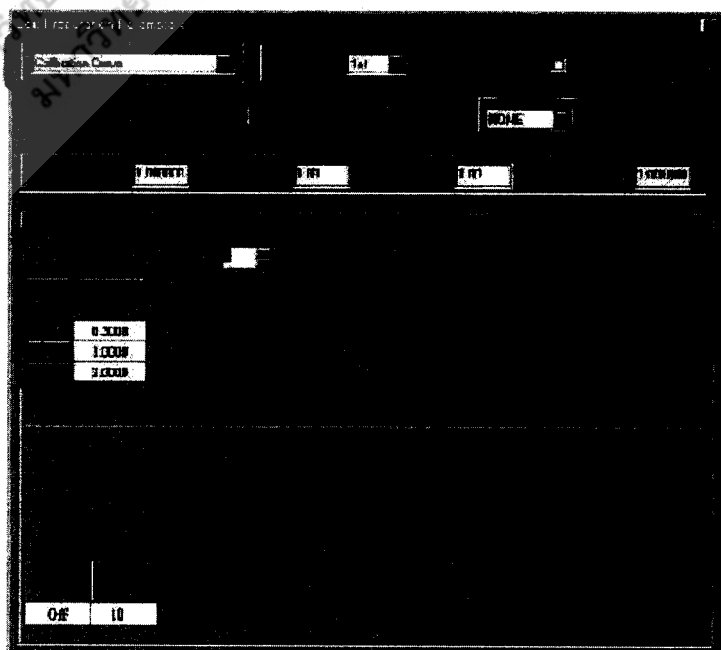
เข้มข้นของ std.*

พิมพ์จำนวน std.* โดยคลิก

ที่ Number of STD

พิมพ์ความเข้มข้น Std.*

ที่ช่อง Conc.



Repeat Conditions คือ
ตั้งค่าการวัดซ้ำของ Blank/
Std.*/ Sample

Num.of Reps. คือ จำนวน
การวัดซ้ำที่ต้องการนำมาหา
ค่าเฉลี่ย

Max. Num.of Reps. คือ
จำนวนการวัดซ้ำที่ต้องการ
นำมาหาค่าเฉลี่ยมากที่สุด

RSD Limit คือ ค่าความ
แตกต่างของผลการวัดซ้ำที่
ต้องการ ผลการวัดซ้ำที่ทำ
ให้ได้ค่าความแตกต่างเกิน
จากนี้จะไม่นำมาคำนวณ
ค่าเฉลี่ย

คลิก [OK]

เมื่อหน้าจอกลับสู่หน้าเดิมให้
คลิก [NEXT>]

*Std. คือ Standard

6.คลิกเลือกNo.of Samples

พิมพ์ชื่อ Sample ในช่อง

Sample ID

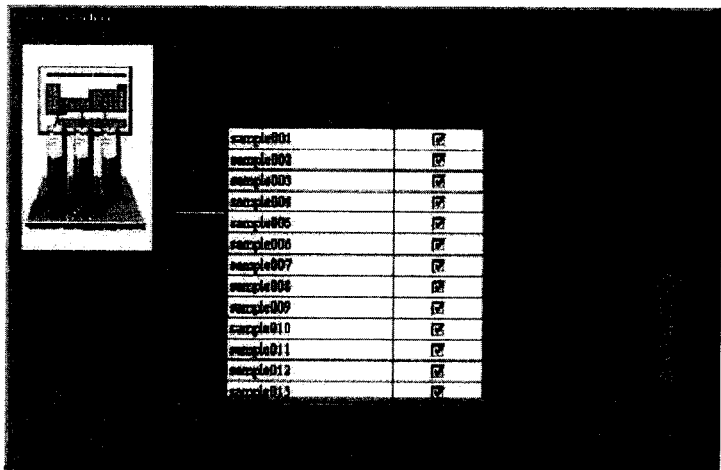
คลิก [OK]

แล้วคลิก [NEXT>]

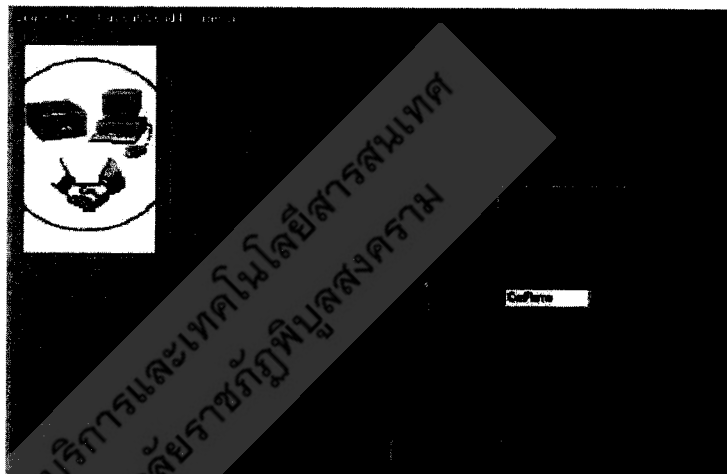
1	1	99.98	0.000000
1	1	99.98	0.000000
1	1	99.98	0.000000
1	1	99.98	0.000000

001	1
002	2
003	3
004	4
005	5
006	6
007	7
008	8
009	9
010	10
011	11
012	12
013	13

7. คลิก [Next >]

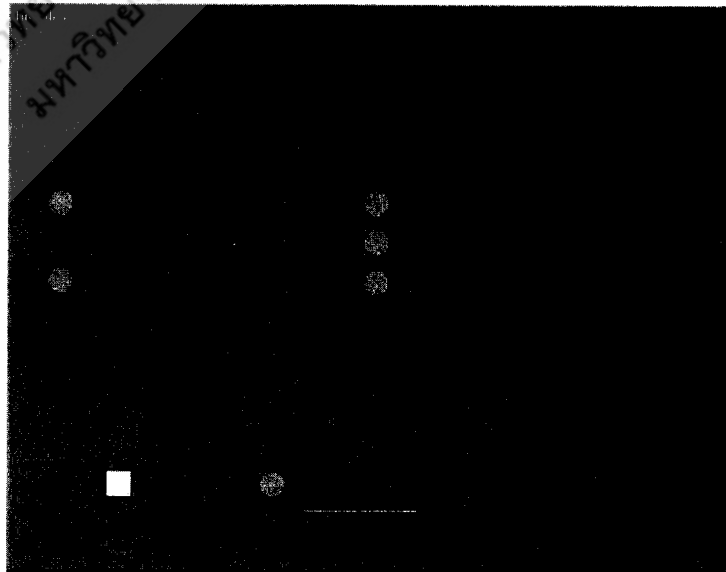


8. คลิก [Connect/sent Parameter]

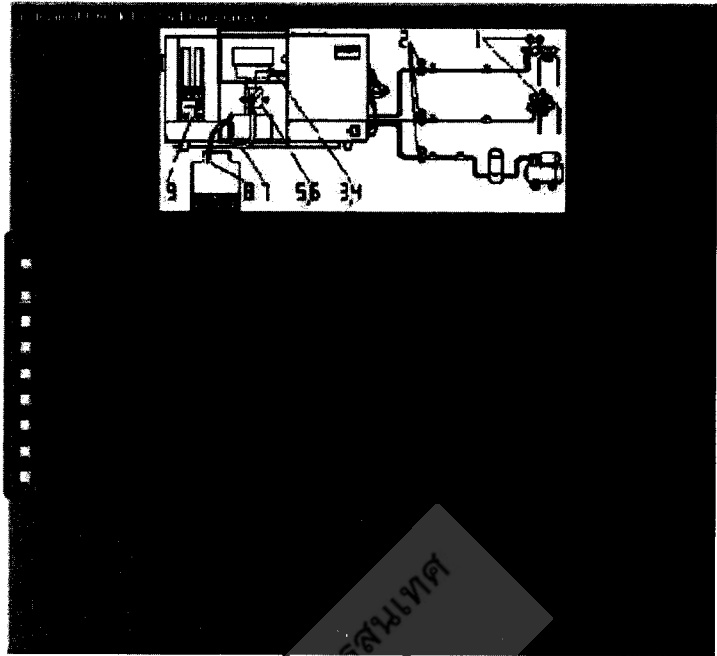


เครื่องจะเริ่มทำการ
Initialize และตรวจสอบ
ระบบ Safety ดังนี้

เมื่อตรวจสอบเสร็จ
คลิก [OK]



ตรวจสอบส่วนประกอบ
ต่างๆ เพื่อความปลอดภัย
ให้คลิก และคลิก [OK]

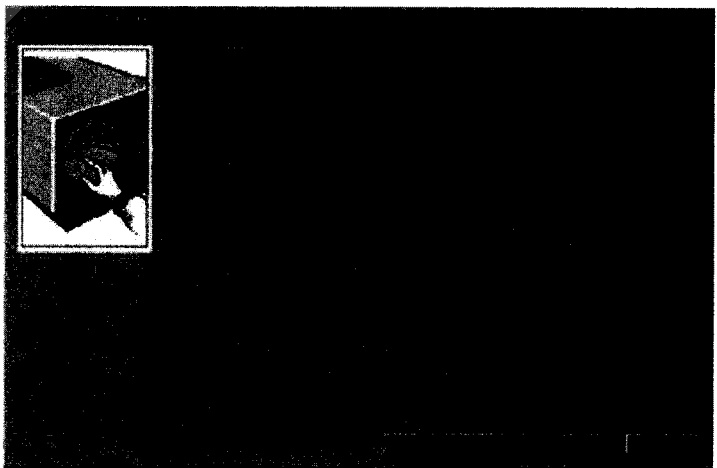


เมื่อนำจอกลับสู่หน้าเดิม
ให้คลิก [Next>]

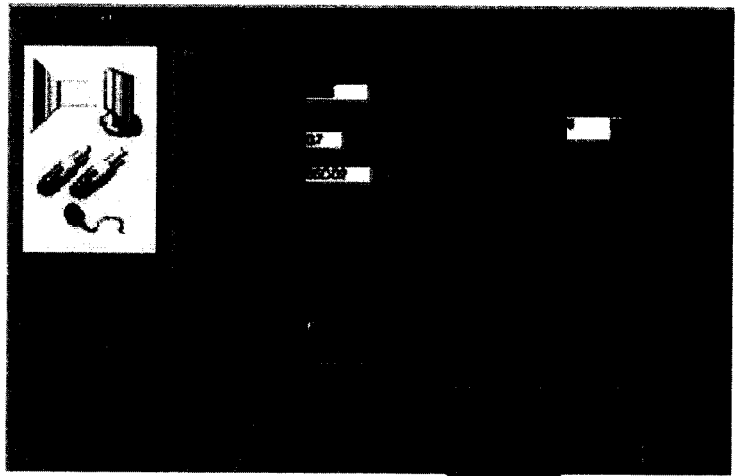
9. ปรับ Slit ทางซ้ายของ
เครื่องปรับ Lamp ทางขวา
ของเครื่อง
คลิก Lamp On
รอมุมขวาล่างเป็น Ready
แล้วคลิก [Next>]
และ [No]



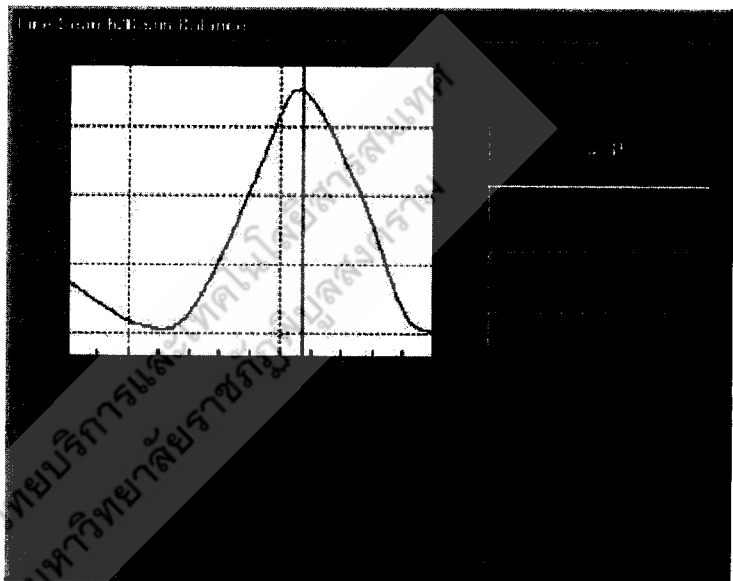
ปรับสัญญาณจาก Lamp
ให้ได้ค่าที่สูงที่สุดแต่ไม่เกิน
ค่า Max.
โดยปรับปุ่มสองข้างของ
Lamp แล้วคลิก [Next>]



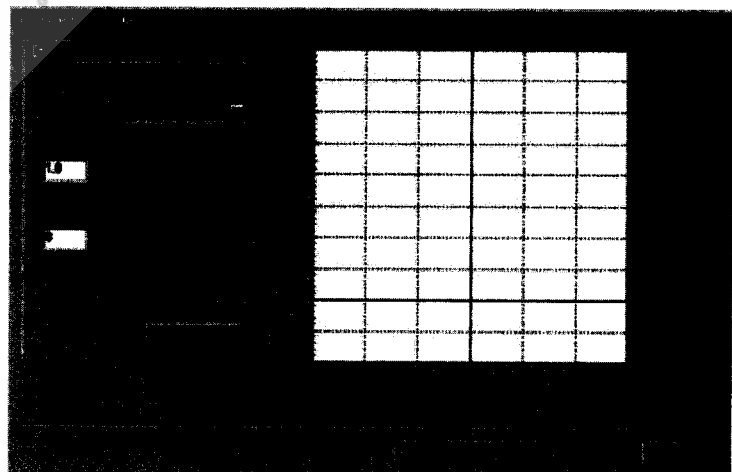
คลิก [Next>]



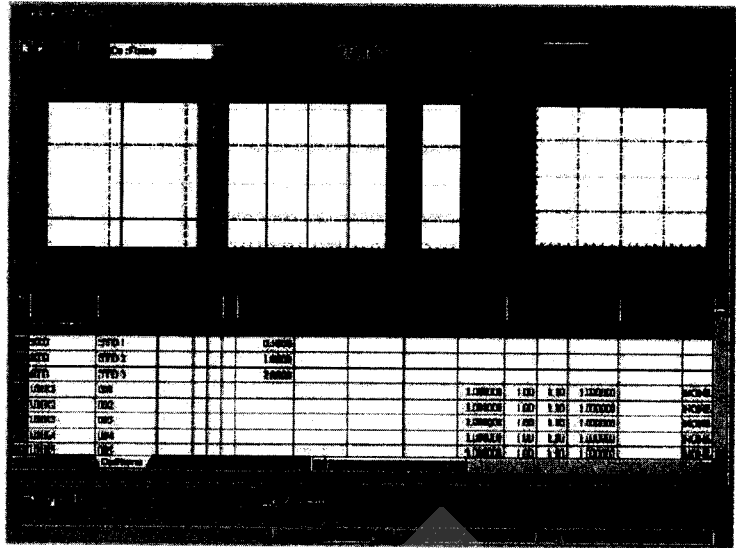
เมื่อ Line Search/Beam Balance เป็น OK แล้วคลิก [Close]



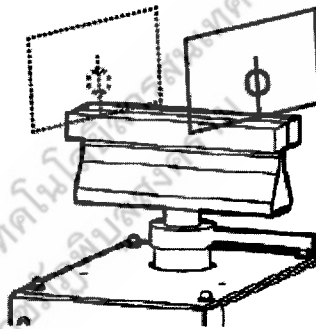
10. ปรับชนิดของแก๊สที่ใช้ โดยคลิกที่ Flam Type ปรับอัตราการไหลของแก๊ส โดยกดปุ่ม PURGE ที่เครื่องแล้วหมุนปุ่มปรับลูกลอยเสร็จแล้วคลิก [Finish]



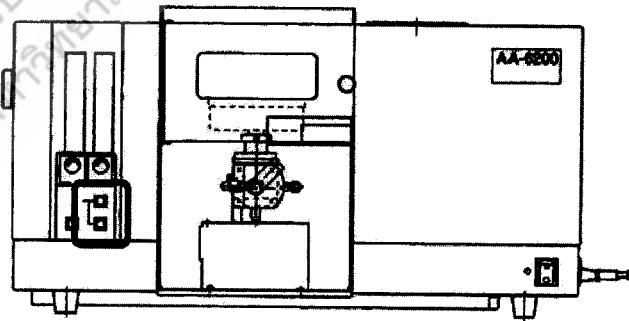
หน้าจอทำงานจะแสดงขึ้น
ดังรูป



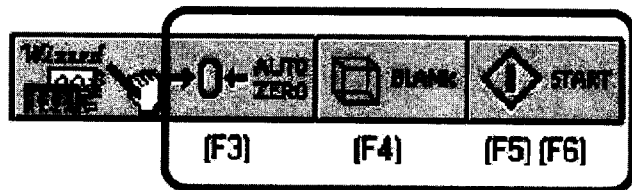
11. ตรวจสอบลำแสงจาก
Lamp ให้ผ่านกลาง Burner
Head ทั้งหน้าและหลัง
ดังรูป



12. จุดไฟ โดยกดปุ่ม
PURGE กับ IGNITE
พร้อมกันจนไฟติด



13. ทำการวิเคราะห์
จุดน้ำ DI ดูสัญญาณที่คงที่
คลิก [AUTO ZERO]
จุด Blank ดูสัญญาณที่คงที่
คลิก [BLANK]
จุด Std./ Sample ดู
สัญญาณที่คงที่คลิก
[START]



14. บันทึกข้อมูลและ
พารามิเตอร์ คลิกเมนู

[File] > [Save As]

เลือกโฟลเดอร์ ตั้งชื่อไฟล์

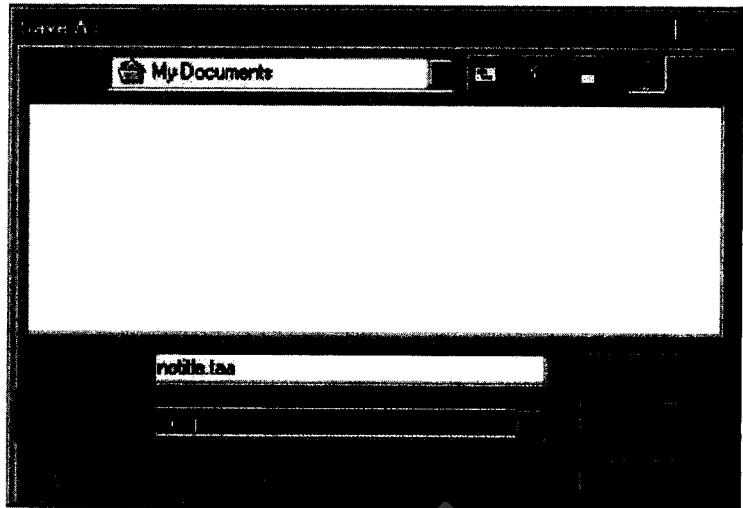
และเลือกนามสกุล

ข้อมูลเลือกData File (*.aa)

พารามิเตอร์ เลือก

Template (*.taa)

แล้วคลิก **[Save]**



15. พิมพ์รายงาน

คลิกเมนู **[File] >**

[Print Data/Parameters]

เพื่อพิมพ์ข้อมูลการวัดและ

พารามิเตอร์หรือ

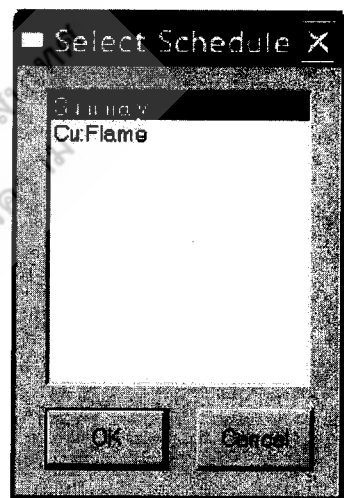
[Print Table Data]

เพื่อพิมพ์ตารางการวัด

หรือ ตารางแสดงผลสรุป



Print Data/Parameter



Print Table Data

ขั้นตอนการปิดเครื่อง AA-6200

1. คลิกเมนู

[Parameters]>

[Edit Parameters]

คลิก Lamp On

เพื่อปิด Lamp

คลิก [OK] และ[Cancel]

2. ทำความสะอาดเครื่อง

ก่อนดับไฟ

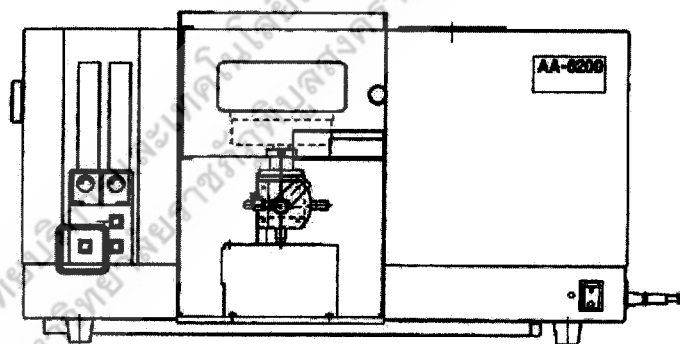
ดูด Blank นาน 3-5 นาที

ดูด น้ำ DI นาน 3-5 นาที

ดูดอากาศ นาน 3-5 นาที

3. ดับไฟ โดยกดปุ่ม

[Extinguish]



4. ปิดแก๊ส C₂H₂

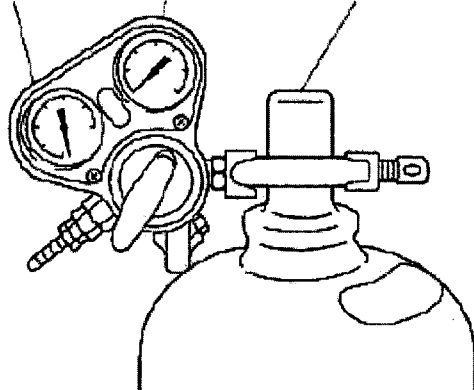
ใช้ประแจหมุนวาล์วหัวถัง

ตามเข็มนาฬิกา

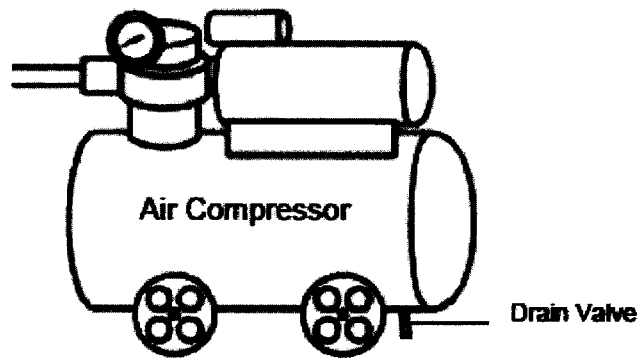
Secondary
pressure gauge

Primary
pressure gauge

วาล์วหัวถัง



5. ปิด Air Compressor
แล้วเปิด Drain Valve ที่
Air Compressor เพื่อไล่ลม
ในถังออกให้หมด ป้องกัน
ถังเป็นสนิม



6. กดปุ่ม **[PURGE]** ค้างไว้
จนลูกลอยด้าน Fuel หล่น
ลงมาที่ศูนย์
7. คลิกเมนู **[Instrument]>**
[Connect]
8. ปิดสวิตช์เครื่อง AA-6200
และปิดคอมพิวเตอร์

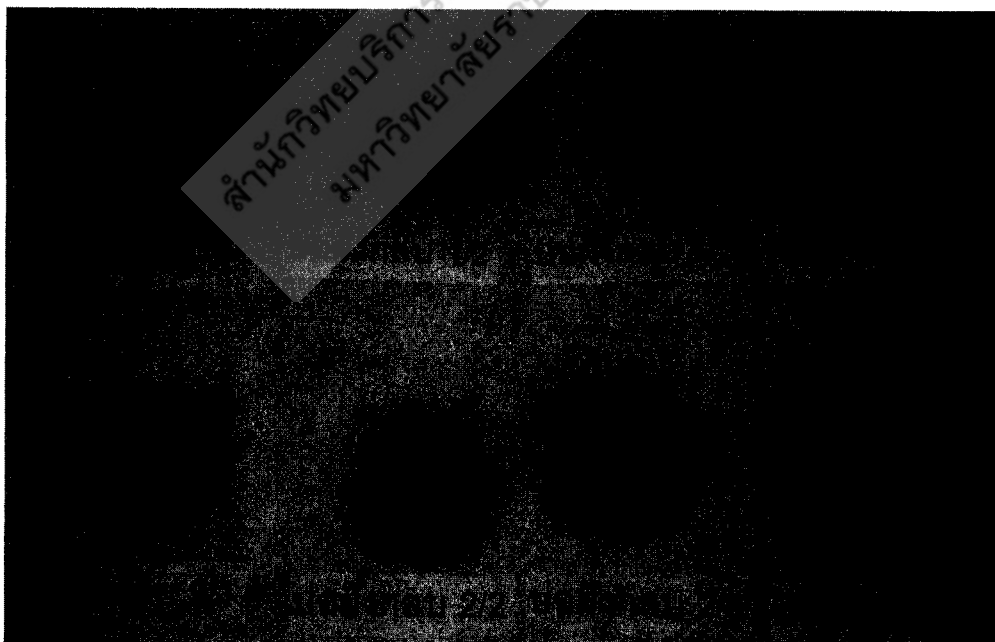
ภาคผนวก ฉ

ภาพประกอบการศึกษาวิจัย

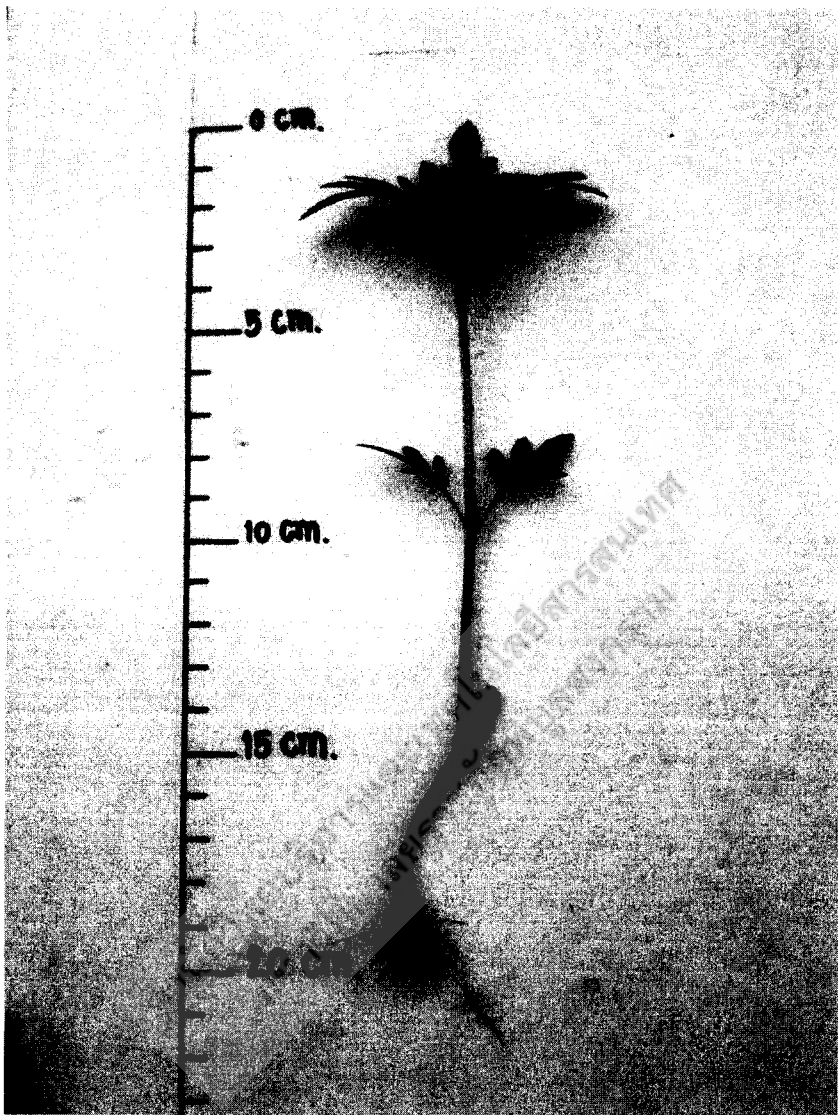
สำนักวิจัยบริการและเทคโนโลยีสารสนเทศ
มหาวิทยาลัยราชภัฏวไลยอลงกรณ์



บ่อฝังกลบขยะ เทศบาลตำบลในเมือง อำเภอพิชัย จังหวัดอุตรดิตถ์



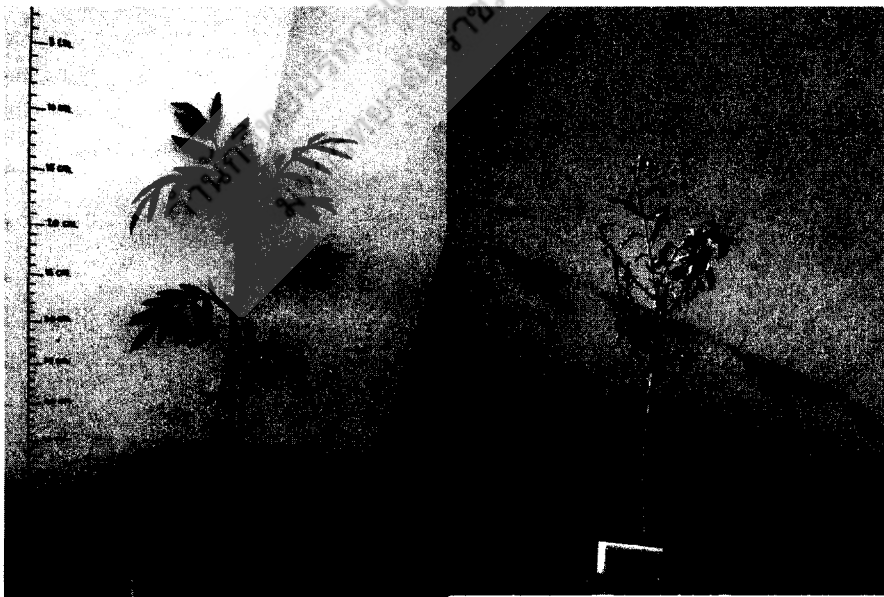
ดินจากบ่อฝังกลบขยะ เทศบาลตำบลในเมือง อำเภอพิชัย จังหวัดอุตรดิตถ์



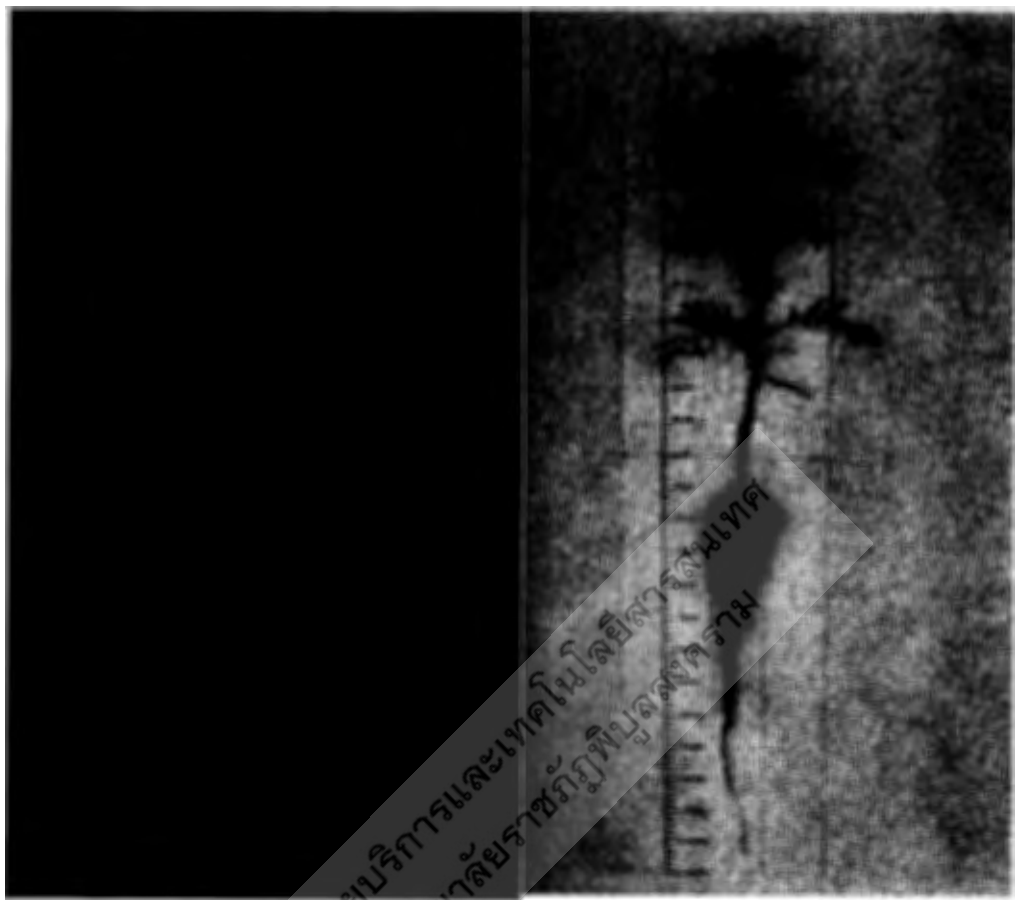
ดาวเรืองที่นำมาปลูกในชุดการทดลอง



ดาวเรืองหลังปลูก 2 สัปดาห์ และเติม EDTA ความเข้มข้น 5 มิลลิโมล/กิโลกรัม



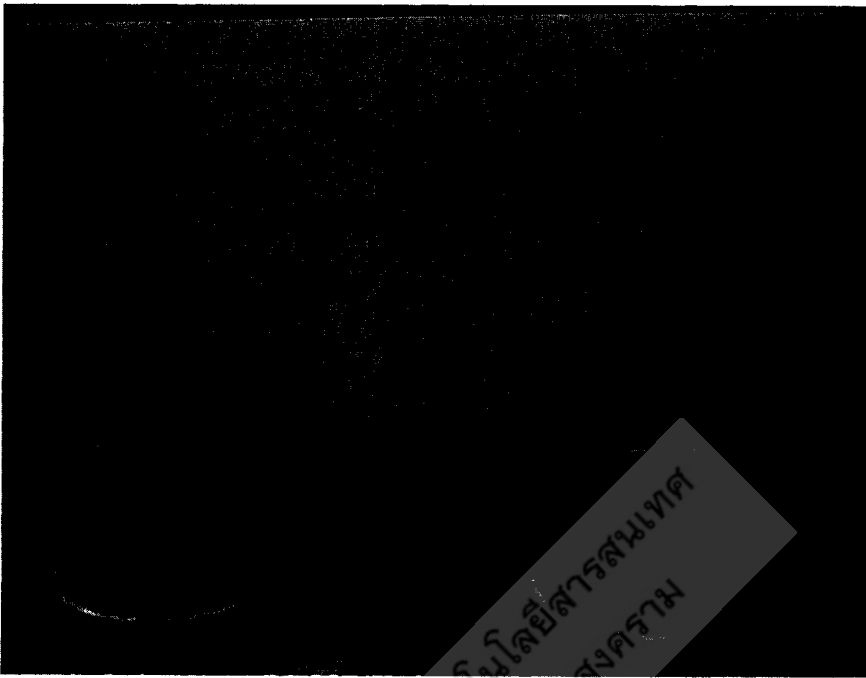
ดาวเรือง และดาวเรือง EDTA อายุ 3 สัปดาห์



ดาวเรียงอายุ 8 สัปดาห์



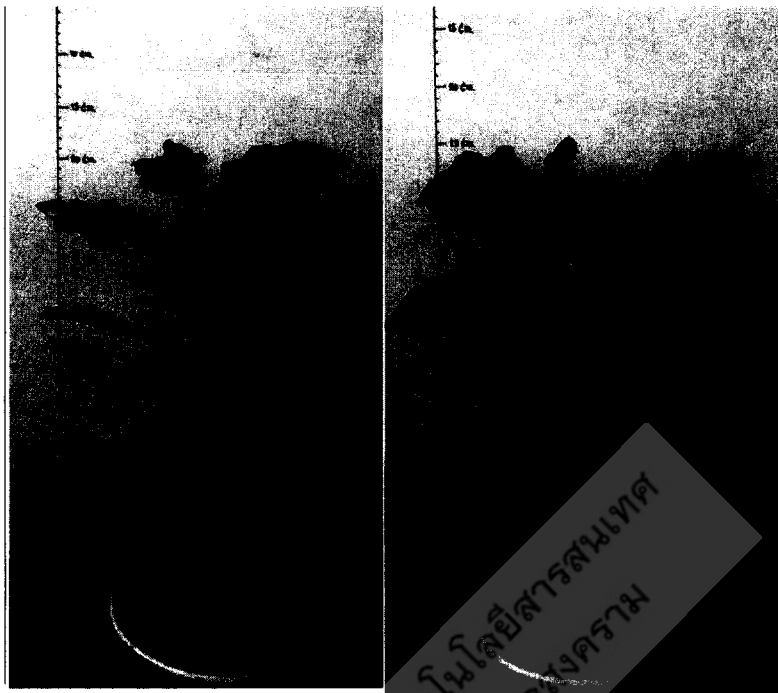
มะเขือที่นำมาปลูกในชุดการทดลอง



มะเขือหลังปลูก 2 สัปดาห์ และเติม EDTA ความเข้มข้น 5 มิลลิโมล/กิโลกรัม



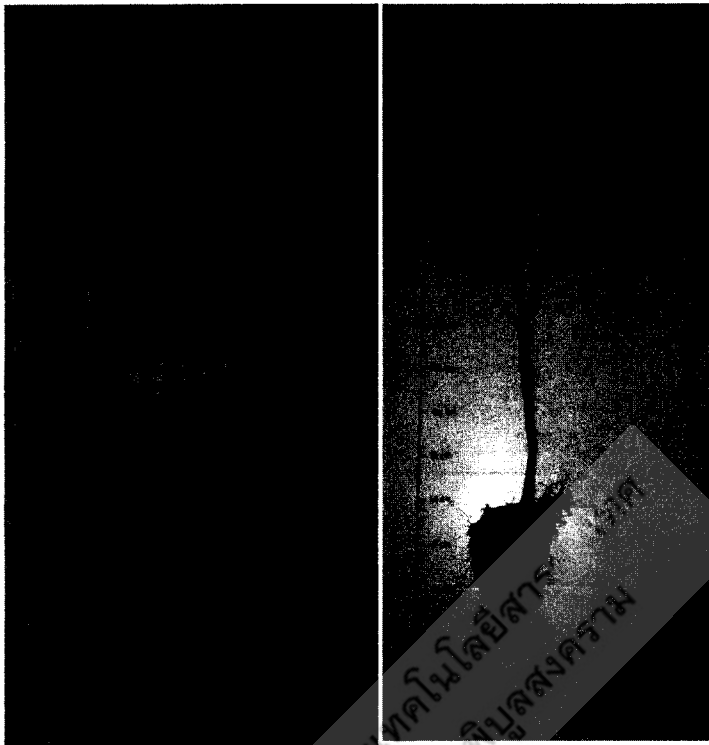
มะเขือและมะเขือ EDTA อายุ 3 สัปดาห์



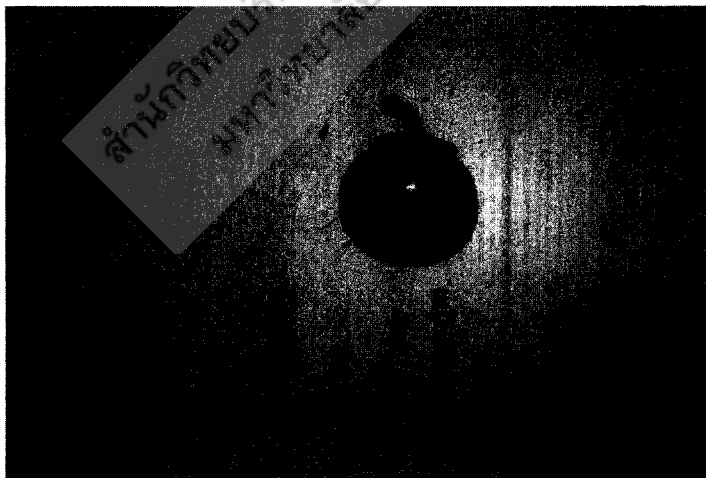
มะเขือและมะเขือ EDTA อายุ 9 สัปดาห์



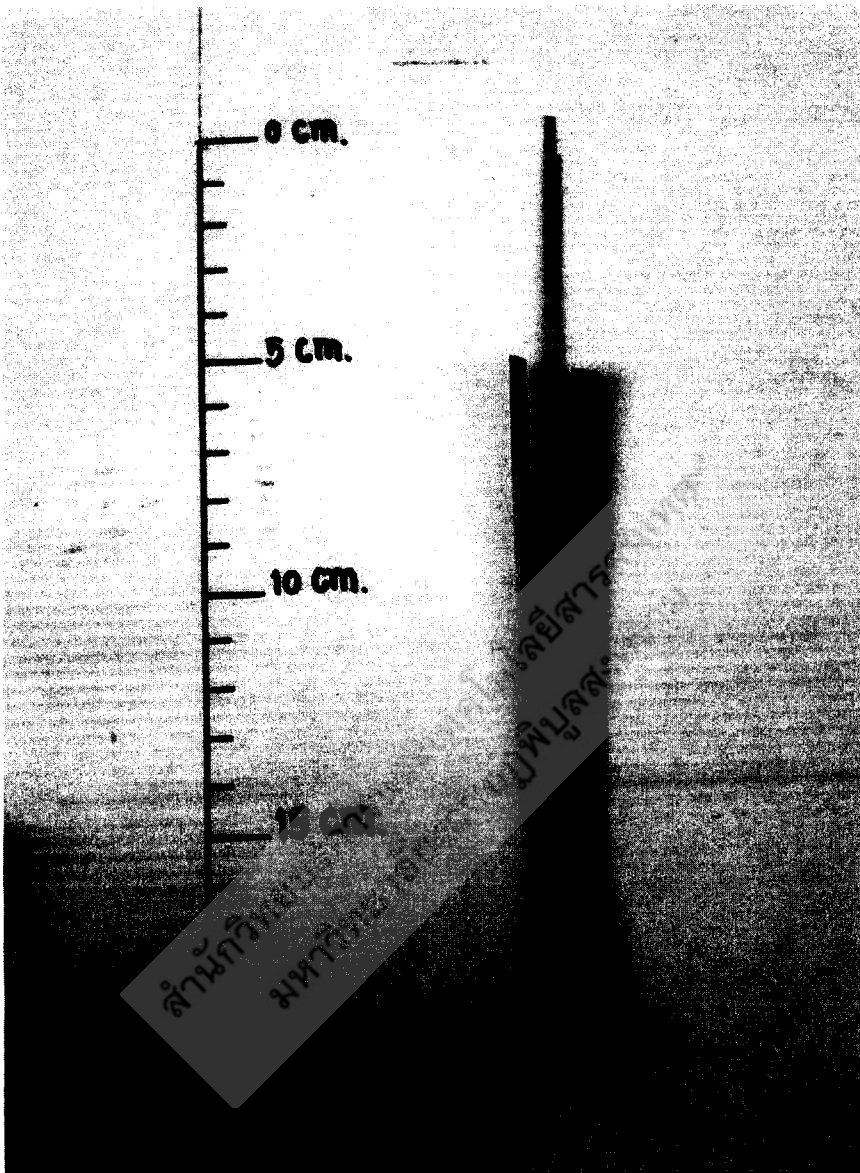
มะเขือและมะเขือ EDTA อายุ 10 สัปดาห์ (ระยะติดผล)



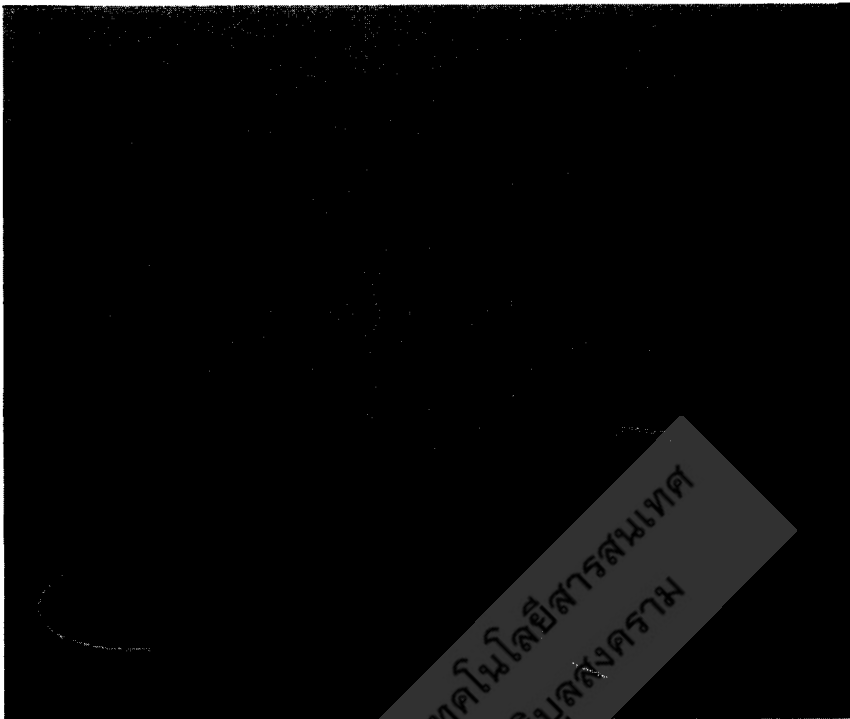
มะเขือและมะเขือ EDTA อายุ 12 สัปดาห์



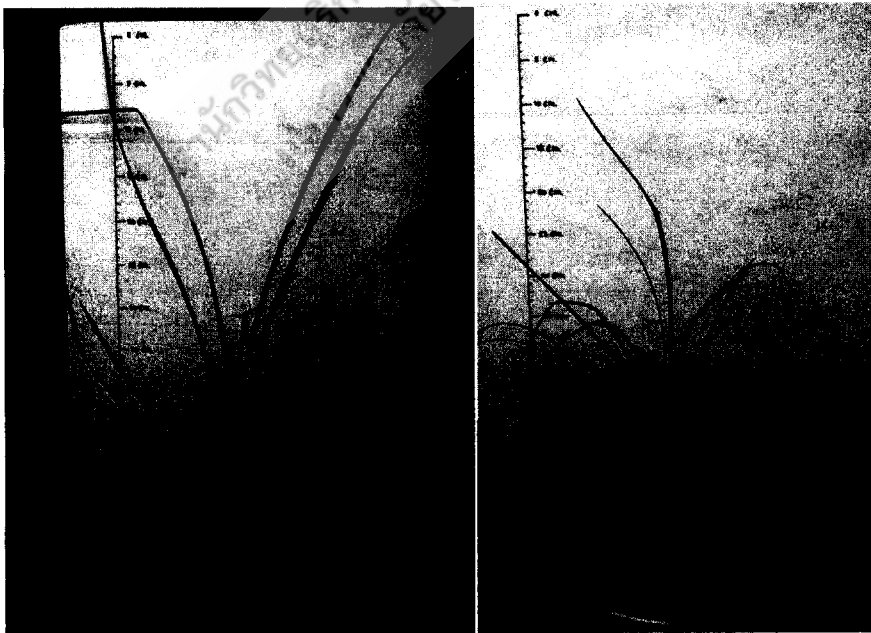
ผลมะเขือ EDTA



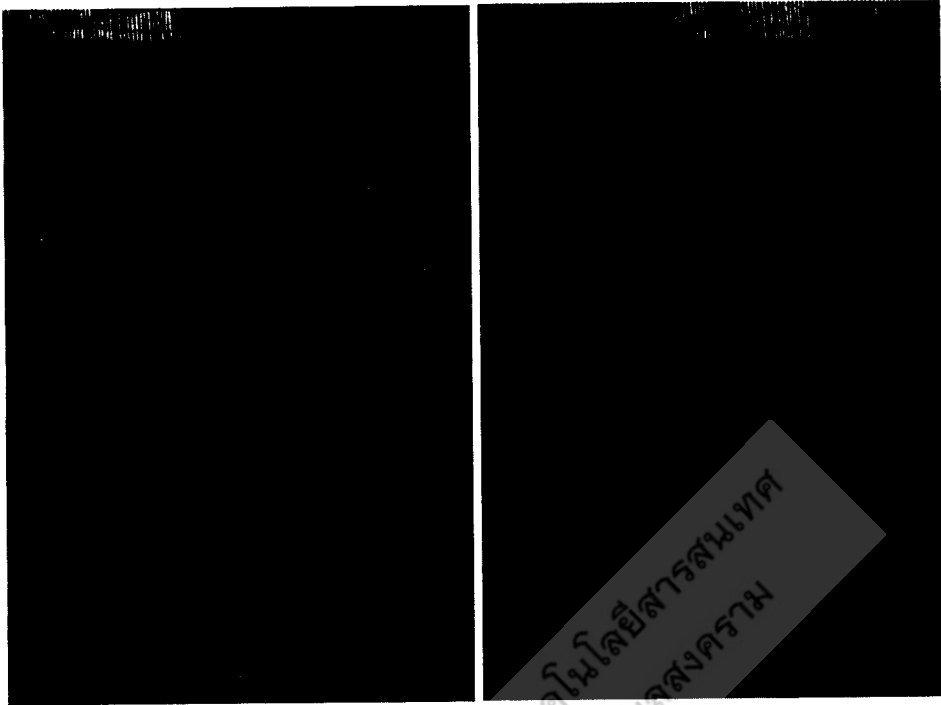
หญ้าแฝกที่นำมาปลูกในชุดการทดลอง



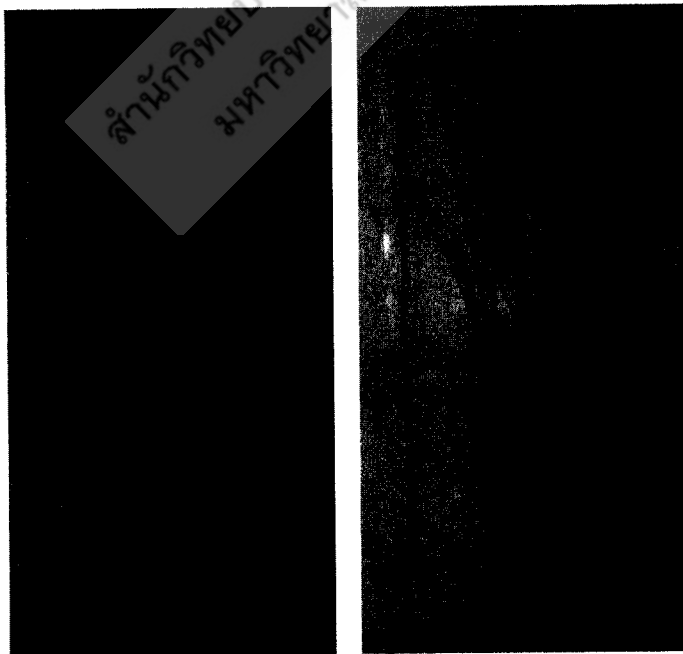
หญ้าแฝกหลังปลูก 2 สัปดาห์ และเติม EDTA ความเข้มข้น 5 มิลลิโมล/กิโลกรัม



หญ้าแฝกและหญ้าแฝก EDTA อายุ 5 สัปดาห์



หญ้าแฝกและหญ้าแฝก EDTA อายุ 9 สัปดาห์



หญ้าแฝกและหญ้าแฝก EDTA อายุ 12 สัปดาห์

ประวัติผู้วิจัย

ชื่อ - สกุล นางสาวสุพัตรา เอี่ยมนาค
 วัน เดือน ปีเกิด 22 สิงหาคม 2527
 สถานที่เกิด 240 หมู่ 1 ตำบลดอนทอง อำเภอเมือง จังหวัดพิษณุโลก 65000
 สถานที่อยู่ปัจจุบัน 240 หมู่ 1 ตำบลดอนทอง อำเภอเมือง จังหวัดพิษณุโลก 65000
 ตำแหน่ง นักวิทยาศาสตร์
 สถานที่ทำงาน สาขาวิชาวิทยาศาสตร์สิ่งแวดล้อม คณะวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยี
 มหาวิทยาลัยราชภัฏพิบูลสงคราม จังหวัดพิษณุโลก

ประวัติการศึกษา

พ.ศ. 2545 มัธยมศึกษาปีที่ 6 โรงเรียนพุทธชินราชพิทยา พิษณุโลก
 พ.ศ. 2550 วิทยาศาสตรบัณฑิต (สาขาวิชาวิทยาศาสตร์สิ่งแวดล้อม)
 มหาวิทยาลัยราชภัฏพิบูลสงคราม พิษณุโลก
 พ.ศ. 2557 วิทยาศาสตรมหาบัณฑิต (สาขาเทคโนโลยีและการจัดการสิ่งแวดล้อม)
 มหาวิทยาลัยราชภัฏพิบูลสงคราม พิษณุโลก