

รายงานการวิจัย

เรื่อง การศึกษาผลกระทบที่มีต่อการวิเคราะห์ทองแดงโดยวิธี
อะตอมมิกแอบซอร์พชันสเปกโตรโฟโตเมตรี

The Study of Effect on the Determination of Copper
by Atomic Absorption Spectrophotometry

ผู้ดำเนินการวิจัย

นายเฉลิมพร ทองพูน

วท.บ. (เคมี) วท.ม. (เคมี)

คณะวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยี

สถาบันราชภัฏพิบูลสงคราม

งานวิจัยนี้ได้รับทุนสนับสนุนการวิจัย

จากสถาบันราชภัฏพิบูลสงคราม ประจำปีงบประมาณ 2543

ชื่อเรื่องวิจัย	การศึกษาผลกระทบที่มีต่อการวิเคราะห์ทองแดงโดยวิธีอะตอมมิก แอบซอร์พชันสเปกโตรโฟโตเมตรี
ผู้ทำการวิจัย	นายเฉลิมพร ทองพูน โปรแกรมวิชาเคมี คณะวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยี สถาบันราชภัฏพิบูลสงคราม

บทคัดย่อ

ได้ทำการทดลองถึงผลกระทบทางกายภาพและทางเคมีที่มีต่อการวิเคราะห์หาปริมาณทองแดงด้วยเครื่องอะตอมมิกแอบซอร์พชันสเปกโตรโฟโตมิเตอร์โดยใช้เปลวไฟชนิดอากาศ-อะเซทิลีน พบว่าสถานะของเครื่องได้แก่ ปริมาณของกระแสไฟ ความกว้างของช่องแสงผ่านอัตราส่วนระหว่างเชื้อเพลิงกับอากาศ และความยาวคลื่น มีผลต่อค่าการดูดกลืนแสงของอะตอมทองแดง สถานะต่าง ๆ ที่เหมาะสมข้างต้น มีค่าเท่ากับ 4.0 มิลลิแอมแปร์ 0.5 นาโนเมตร 0.20 : 0.80 ลิตรต่อนาที และ 324.7 นาโนเมตร ตามลำดับ ส่วนผลกระทบทางเคมีได้ใช้ตัวทำลายกรดที่แตกต่างกัน 3 ชนิดแต่ละชนิดเข้มข้นร้อยละ 1 โดยปริมาตร คือ กรดไนตริก กรดไฮโดรคลอริก และกรดซัลฟิวริก พบว่าในตัวทำลายกรดไนตริกมีความไวในการวิเคราะห์มากที่สุด ได้ทดลองเปรียบเทียบใช้สารละลายช่วยลดการรบกวน 3 ชนิด โดยใช้โซเดียมซัลเฟต เข้มข้นร้อยละ 1 (น้ำหนัก/ปริมาตร) แอมโมเนียมคลอไรด์เข้มข้นร้อยละ 1 (น้ำหนัก/ปริมาตร) และกรดบอริก เข้มข้น 0.0185 โมลาร์ โดยมีธาตุสังกะสี นิกเกิล และแคดเมียมปนอยู่ พบว่าตัวลดการรบกวนนี้มีผลทำให้ค่าการดูดกลืนแสงของอะตอมทองแดงต่ำกว่าความเป็นจริง โดยนิกเกิลจะมีผลกระทบน้อยที่สุด ได้ทำการวิเคราะห์หาปริมาณทองแดงในหอยแมลงภู่มัจฉานวน 6 ตัวอย่าง ภายใต้สถานะที่เหมาะสม พบว่าวิธีที่ใช้ให้กราฟมาตรฐานเป็นเส้นตรงในช่วง 0.0 – 5.00 พีพีเอ็ม ของทองแดง ผลที่ได้มีความแม่นยำ รวดเร็ว และ มีความไวสูง ผลการทดลองพบปริมาณทองแดงในแต่ละตัวอย่างเป็น 3.714 , 3.475 , 2.223, 2.223 , 3.515 และ 2.233 มิลลิกรัมต่อกิโลกรัม ตามลำดับ

สัญลักษณ์และคำย่อ

AAS	Atomic Absorption Spectrophotometry
Abs	Absorbance
EDTA	Ethylene Diamine Tetra Acetic Acid
l / min	liter per minute
mA	milliamperere
mg / l	milligram per liter
nm	nanometre
w / v	weight by volume
ppm	part per million
$\mu\text{g} / \text{ml}$	microgram per milliliter
λ	Wavelength
$^{\circ}\text{A}$	Angstrom
HCL	Hollow Cathode Lamp
EDL	Electrodeless Discharge Lamps

สารบัญ

	หน้า
คำนำ	ก
กิตติกรรมประกาศ	ข
บทคัดย่อ	ค
Abstract	ง
สัญลักษณ์และคำย่อ	จ
บทที่ 1 บทนำ	
1.1 ความสำคัญและที่มาของงานวิจัย	1
1.2 วัตถุประสงค์ของงานวิจัย	2
1.3 ขอบเขตของงานวิจัย	2
1.4 ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้	2
1.5 แผนการดำเนินการวิจัย	2
บทที่ 2 งานวิจัยและทฤษฎีที่เกี่ยวข้อง	
2.1 งานวิจัยที่เกี่ยวข้อง	4
2.2 ทฤษฎีที่เกี่ยวข้อง	4
2.3 การวิเคราะห์โดยวิธี AAS	11
2.4 ทองแดง	20
บทที่ 3 วิธีดำเนินการทดลอง	
3.1 เครื่องมือ	28
3.2 อุปกรณ์	28
3.3 สารเคมี	28
3.4 การเตรียมสารละลายมาตรฐาน	29
3.5 การเตรียมสารละลาย	29
3.6 การเตรียมสารตัวอย่างเพื่อการวิเคราะห์	30
3.7 วิธีการทดลอง	31

สารบัญ (ต่อ)

	หน้า
บทที่ 4 ผลการทดลอง	
4.1 ผลของการศึกษาตัวแปรที่เหมาะสมในการวิเคราะห์ทองแดง	34
4.2 การสร้างกราฟมาตรฐานเพื่อหาช่วงที่เหมาะสมสำหรับวิเคราะห์ทองแดง	41
4.3 ผลของธาตุต่างๆ ที่อยู่รอบๆ ทองแดง	42
4.4 ผลของชนิดของกรดและ Releasing agent	42
4.5 ผลการวิเคราะห์หาปริมาณทองแดงในตัวอย่าง หอยแมลงภู่	46
บทที่ 5 สรุป อภิปรายและวิจารณ์ผลการทดลอง	
5.1 สรุปและอภิปรายผล	48
5.2 วิจารณ์ผลและข้อเสนอแนะ	49
ภาคผนวก ก	
ภาคผนวก ข	
ภาคผนวก ค	
บรรณานุกรม	

สารบัญตาราง

ตารางที่	หน้า
2.1 แสดงอุณหภูมิของเปลวไฟ	14
4.1 การศึกษาผลของ Lamp current ที่มีต่อการดูดกลืนแสง	34
4.2 การศึกษาผลของ slit width ที่มีต่อการดูดกลืนแสง	35
4.3 การศึกษาผลของ fuel flow ที่มีต่อการดูดกลืนแสง	36
4.4 การศึกษาผลของ oxidant flow ที่มีต่อการดูดกลืนแสง	37
4.5 การศึกษาผลของ wave length ที่มีต่อการดูดกลืนแสง	38
4.6 การศึกษาผลของ wave length (ต่อ) ที่มีต่อการดูดกลืนแสง	39
4.7 การศึกษาผลของ wave length (ต่อ) ที่มีต่อการดูดกลืนแสง	40
4.8 แสดงค่าการดูดกลืนแสงของทองแดงที่ความเข้มข้นต่าง ๆ	41
4.9 แสดงค่าการดูดกลืนแสงจากธาตุอื่นที่มีผลต่อการดูดกลืนแสง ของทองแดง	42
4.10 แสดงค่าการดูดกลืนแสงในตัวทำละลาย 1% HNO ₃ (v/v)	42
4.11 แสดงค่าการดูดกลืนแสง ในตัวทำละลาย 1% HCl (v/v)	43
4.12 แสดงค่าการดูดกลืนแสงในตัวทำละลาย 1 %H ₂ SO ₄ (v/v)	44
4.13 ตารางแสดงค่าการดูดกลืนแสงของสารตัวอย่างในตัวทำละลายต่าง ๆ	45
4.14 แสดงผลการวิเคราะห์หาปริมาณทองแดงในตัวอย่างหอยแมลงภู่	46
4.15 แสดงค่าการดูดกลืนแสงของทองแดงในช่วงความเข้มข้นเหมาะสม	47
5.1 ตารางแสดงสภาวะที่เหมาะสมของเครื่อง AAS	48

สารบัญรูปภาพ

รูปที่	หน้า
2.1 แสดงการเกิดไอออไนเซชันของสารละลาย Sr และสารละลายผสมของ Sr กับ K	8
2.2 แสดงแผนภาพ Atypical double – beam atomic absorption spectrophotometer	11
2.3 แสดงเครื่องมืออะตอมมิกแอบซอร์พชันสเปกโตรโฟโตเมตรีแบบลำแสงเดี่ยว	12
2.4 แสดงเครื่องมืออะตอมมิกแอบซอร์พชันสเปกโตรโฟโตเมตรีแบบลำแสงคู่	12
2.5 แผนภาพแสดง Hollow Cathode Lamp (HCL)	13
2.6 แสดงลักษณะของสเปกตรัมและ resonance line ของทองแดง	13
2.7 แสดงลักษณะของ Electrodeless Lamps (EDL)	14
2.8 แผนภาพของเปลวไฟ อากาศ – อะเซทิลีน	16
2.9 แสดงรูปหน้าเสี้ยวของอุณหภูมิของเปลวไฟกับแก๊สธรรมชาติ	16
2.10 แสดง flame atomizer process	17
2.11 แสดงลักษณะของ calibration curve	19
2.12 แสดงการหาความเข้มข้นของสารตัวอย่างด้วยวิธี standard addition	20

บทที่ 1

บทนำ

1.1 ความสำคัญและที่มาของงานวิจัย

Atomic Absorption Spectrophotometry (AAS) เป็นเทคนิคการวิเคราะห์ธาตุต่าง ๆ สามารถทำได้ทั้งในเชิงคุณภาพวิเคราะห์และปริมาณวิเคราะห์ นิยมใช้กันมาก เพราะสามารถวิเคราะห์ธาตุได้มากมายหลายชนิดและมีเทคนิคให้เลือกใช้ตามความเหมาะสม เช่น เทคนิค Flame Atomic Absorption Spectrophotometry (FAAS) วิธีนี้เป็นวิธีที่ง่าย สะดวก ให้ผลการวิเคราะห์ที่แม่นยำ ถูกต้อง และรวดเร็ว ค่าใช้จ่ายในการวิเคราะห์ไม่มาก แต่ก็มีข้อจำกัดของความเข้มข้นที่ใช้ในการวิเคราะห์ คือ ต้องใช้ส่วนในล้านส่วน (ppm) FAAS มีหลักการพื้นฐานคือ เมื่อพ่นสารตัวอย่างให้เป็นละอองฝอยเข้าไปในเปลวไฟ จะเกิดการเปลี่ยนแปลงทำให้เกิดไอของอะตอม อะตอมเหล่านี้บางตัวจะถูกกระตุ้นให้อยู่ในระดับพลังงานที่สูงขึ้นโดยความร้อนจากเปลวไฟ แต่ส่วนใหญ่ยังอยู่ในสถานะพื้น ซึ่งอะตอมเหล่านี้สามารถดูดกลืนแสงที่ถูกเปล่งออกมาจากแหล่งกำเนิดแสงพิเศษที่ทำจากธาตุกำลังศึกษา ซึ่งอะตอมของธาตุแต่ละธาตุจะดูดกลืนแสงที่มีความยาวคลื่นหนึ่งโดยเฉพาะ ขึ้นอยู่กับชนิดของธาตุแต่ละธาตุที่มีระดับพลังงานแตกต่างกันออกไป การดูดกลืนแสงจะเป็นไปตามกฎของเบียร์ (Beer's Law) กล่าวคือ “ค่าการดูดกลืนแสง (Absorbance) จะแปรผันตรงกับระยะทางที่แสงผ่าน (Path length) ในเปลวไฟและแปรผันตรงกับความเข้มข้นของไออะตอมที่อยู่ในเปลวไฟ” ในการทดลองปกติจะให้ระยะทางที่แสงผ่านคงที่และความเข้มข้นของไออะตอมจะแปรผันตรงกับความเข้มข้นที่จะวิเคราะห์ในสารละลาย การวิเคราะห์หาความเข้มข้นทำได้โดยการสร้างกราฟมาตรฐานระหว่างความเข้มข้นของสารละลายกับค่าการดูดกลืนแสง ในการวิจัยครั้งนี้สนใจที่จะศึกษาสถานะที่เหมาะสมของเครื่อง AAS ที่มีผลต่อการวิเคราะห์ทองแดง เช่น ศึกษาพารามิเตอร์ต่าง ๆ ในแต่ละส่วนของเครื่องมือ ผลของแอนไอออนบางชนิด ผลของแคทไอออนบางชนิด ผลของตัวทำละลายบางชนิด การเลือกใช้ releasing agent ที่เหมาะสม และสุดท้ายจะทำการวิเคราะห์หาความเข้มข้นของสารละลายทองแดงในตัวอย่างโดยวิธี Calibration Curve

1.2 วัตถุประสงค์ของงานวิจัย

1.2.1 เพื่อศึกษาถึงผลกระทบต่าง ๆ ที่มีต่อการวิเคราะห์ ทองแดง โดยเทคนิคอะตอมมิก แอ็บซอร์ปชันสเปกโทรโฟโตเมทรี เช่น สภาวะเครื่องมือ ตัวทำละลาย แอนไอออน แคทไอออน และการเตรียมสารละลายตัวอย่าง เป็นต้น

1.2.2 เพื่อศึกษาสภาวะที่เหมาะสมสำหรับการวิเคราะห์ทองแดงในสารละลายตัวอย่าง

1.2.3 เพื่อวิเคราะห์หาปริมาณทองแดงในตัวอย่างโดยวิธี Calibration Curve

1.2.4 เพื่อศึกษาถึงความเหมาะสม releasing agent ที่นำมาใช้ทำการลดธาตุรบกวนอื่นที่มีผลต่อการดูดกลืนแสงของอะตอมทองแดงว่าเหมาะสมหรือไม่

1.3 ขอบเขตของงานวิจัย

ทำการวิจัยโดยทดลองศึกษาผลของพารามิเตอร์ต่าง ๆ ของเครื่องมือ AAS และผลกระทบทางเคมี (Chemical Interference) ต่อการวิเคราะห์ทองแดง ศึกษา releasing agent ที่นำมาทดสอบ และหาสภาวะที่เหมาะสมสำหรับการวิเคราะห์ทองแดงในตัวอย่างจากสิ่งแฉดล้อม

1.4 ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับ

1.4.1 ได้ทราบถึงผลกระทบจากปัจจัยทางกายภาพและปัจจัยทางเคมีที่มีต่อการวิเคราะห์ทองแดง โดยการใช้เทคนิค Atomic Absorption Spectrophotometry (AAS)

1.4.2 ได้ทราบถึงการประยุกต์ใช้เครื่องมือ AAS สำหรับงานวิเคราะห์ปริมาณทองแดง

1.4.3 ได้ทราบถึงสภาวะที่เหมาะสมสำหรับการวิเคราะห์ทองแดงในตัวอย่างจากสิ่งแฉดล้อมโดยการใช้เทคนิค Atomic Absorption Spectrophotometry (AAS)

1.4.4 ได้ทราบถึง releasing agent ที่เหมาะสมสำหรับนำมาใช้ลดผลจากธาตุรบกวนอื่น ๆ

1.5 แผนการดำเนินงานวิจัย

1.5.1 รวบรวมเอกสารและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

1.5.2 เตรียมสารละลายมาตรฐานทองแดงที่ทราบความเข้มข้นที่แน่นอน

1.5.3 จัดเตรียมเครื่องมือ Atomic Absorption Spectrophotometer (AAS) สำหรับพร้อมใช้งาน

1.5.4 ทำการทดลองศึกษาผลของพารามิเตอร์ของเครื่องมือที่มีต่อค่าการดูดกลืนแสง

บทที่ 2

งานวิจัยและทฤษฎีที่เกี่ยวข้อง

2.1 งานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

ยวลี จึงไพศาล และ นันทนา กันยานุวัฒน์⁽⁹⁾ ได้ศึกษาการวิเคราะห์หาปริมาณโครเมียม ในเหล็กและเหล็กกล้าชนิดต่าง ๆ ด้วยเครื่องอะตอมมิกแอบซอร์บชันสเปกโทรโฟโตมิเตอร์ โดยใช้ air – acetylene flame และใช้ releasing agent เพื่อลดการรบกวน ที่เกิดจากเหล็ก ได้ทำการทดลองเปรียบเทียบ releasing agent 4 ชนิด คือ โซเดียมซัลเฟต 1% , 8 – ไฮดรอกซีควิโนโนลีน , แอมโมเนียมคลอไรด์ 1% , และกรดบอริก 0.0185 โมลาร์ ในสารละลายกรด 3 ชนิด คือ กรดไฮโดรคลอริก 0.1 โมลาร์ , กรดไนตริก 0.1 โมลาร์ , กรดซัลฟิวริก 0.1 โมลาร์ พบว่า โซเดียมซัลเฟตแก้ปัญหาการรบกวนจากเหล็กและเพิ่มความไวในการวิเคราะห์ได้ดีที่สุดในกรดทั้ง 3 ชนิด จากการวิเคราะห์ในการหาโครเมียมในตัวอย่างเหล็กกล้าชนิดต่าง ๆ (0.019 – 18.62 % Cr) โดยใช้ โซเดียมซัลเฟต 1 % พบว่าผลที่ได้ถูกต้อง แม่นยำและรวดเร็ว นอกจากนี้ยังได้ศึกษาผลรบกวนของธาตุต่าง ๆ ในเหล็กกล้าที่มีต่อการดูดกลืนแสงของโครเมียมด้วย

ผการัตน์ หาญวิวัฒน์วงศ์⁽⁵⁾ ศึกษาการรบกวนและแก้ไขการรบกวนของธาตุ Fe, Mn, Cr และ Ni ในการวิเคราะห์หาเปอร์เซ็นต์โมลิบดีนัม 20 ppm ที่มีธาตุ Fe, Mn, Cr และ Ni ผสมอยู่ 100 ppm พบว่ากรด ไฮโดรคลอริก (5 % v/v) ธาตุเหล่านี้จะทำให้ค่าการดูดกลืนแสงของโมลิบดีนัมสูงมากกว่าความเป็นจริง ส่วนในกรดไนตริก (5% v/v) ธาตุ Fe , Mn , Cr , จะไปกดให้ค่าการดูดกลืนแสงของโมลิบดีนัมต่ำกว่าความเป็นจริง ส่วน Ni จะมีผลกระทบน้อยมาก แต่เมื่อเติมอลูมิเนียมในรูปของอลูมิเนียมคลอไรด์ (AlCl₃) ลงไป 1000 ppm สามารถแก้ปัญหาการรบกวนจากธาตุดังกล่าวได้ดีและยังช่วยเพิ่มความไวในการดูดกลืนแสงของโมลิบดีนัมด้วย

2.2 ทฤษฎีที่เกี่ยวข้อง

การวิเคราะห์ทองแดงด้วยเทคนิคอะตอมมิกแอบซอร์บชันสเปกโทรโฟโตเมทรี (Atomic Absorption Spectrophotometry : AAS) เป็นที่นิยมแพร่หลาย ถึงอย่างไรก็ตามเทคนิคนี้ก็มีโอกาส

เกิดปัญหาการรบกวนของธาตุต่าง ๆ ได้ ซึ่งส่งผลทำให้การวิเคราะห์มีโอกาสผิดพลาดขึ้นได้ สำหรับสิ่งที่รบกวนการวิเคราะห์ แบ่งออกเป็น 3 ชนิดดังนี้

1. Spectral Interferences^{(9) (5)}

เกิดจาก Spectral line ของธาตุที่ต้องการวิเคราะห์กับธาตุรบกวนไป Overlap หรืออยู่ใกล้เคียงกันมาก ซึ่งไม่สามารถแยกออกจากกันได้ด้วย monochromator โดยปกติแหล่งกำเนิดแสง (Hallow Cathod Lamp : HCL) จะให้ลำแสง (Emission line) ที่แคบมาก โอกาสที่จะเกิด Overlap ของ Spectral line จะเกิดน้อยมาก แต่ก็มีโอกาสเกิดได้ที่ line ทั้งสองอยู่ห่างกันน้อยกว่า 0.1 \AA เช่น line ของวานาเดียมที่ 3082.11 \AA และจะไปรบกวนการวิเคราะห์ของอะลูมิเนียมที่ 3092.7 \AA แทน

Combustion product ก็ทำให้เกิด Spectral line Interference ได้ ซึ่งจะส่งผลให้มีการดูดกลืนแสงจำนวนมาก (Broad band absorption) หรือการเกิด Product จะทำให้เกิดการกระจายของลำแสง (Scatter radiation) ในทั้งสองกรณีนี้เป็นการลดพลังงานแสงที่ผ่านออกมา (Power of the transmitted beam) ซึ่งจะส่งผลให้การวิเคราะห์มากขึ้นเนื่องจากการดูดกลืนแสงมากกว่าความเป็นจริง ซึ่งแก้ไขโดยใช้การวัด blank ซึ่งวิธีนี้ใช้ได้กับเครื่องที่เป็น single beam และ double beam Spectrophotometer

ในสารละลายความเข้มข้นสูงที่มีธาตุ เช่น ไทเทเนียม (Ti) เซอร์โคเรียม (Zr) และทังสเตน (W) เมื่อธาตุเหล่านี้อยู่ในเปลวไฟจะเกิดการรวมตัวเป็นสารทนไฟ หรือออกไซด์ที่เสถียร อนุภาคของโลหะออกไซด์เหล่านี้มีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางใหญ่กว่าลำแสง เมื่อลำแสงมากระทบที่ผิวของออกไซด์จะเกิดการกระจายลำแสงขึ้นได้

Spectral line Interference ที่เกิดจาก Matrix Sample มีน้อยและบ่อยครั้ง แก้ไขโดยใช้ nitrous Oxide - Acetylene flame และทางเลือกอีกทางคือ ถ้าทราบตัวรบกวนเป็นอะไร ก็ให้ใส่ตัวรบกวนที่ทราบนั้นในปริมาณที่มากเกินพอลงไปในตัวอย่างของสารละลายมาตรฐาน ซึ่งเรียกวิธีนี้ว่า radiation buffer และ Spectral Interferences ที่เกิดจาก mass products นั้นอาจจะหลีกเลี่ยงได้โดยการเปลี่ยนแปลงตัวแปรต่าง ๆ เช่น อุณหภูมิ และใช้อีกวิธีคือ fuel/oxidant ratio หรือใช้อีกวิธี คือ radiation buffer

2. Chemical Interferences

การรบกวนชนิดนี้เกิดจากสาเหตุ 3 กรณี คือ

2.1 Low volatility⁽⁹⁾

เกิดจากการที่ แอนไอออน ไปรวมตัวกับธาตุที่ต้องการวิเคราะห์เกิดเป็นสารประกอบที่สามารถกลายเป็นไอได้น้อย (Low volatility) ทำให้ลดการแตกตัวเป็นอะตอม ผลที่ได้จึงลดลง เช่น การดูดกลืนแสงของ Ca จะลดลงเมื่อเพิ่มความเข้มข้นของซัลเฟต (SO_4^{2-}) หรือ ฟอสเฟต (PO_4^{3-})

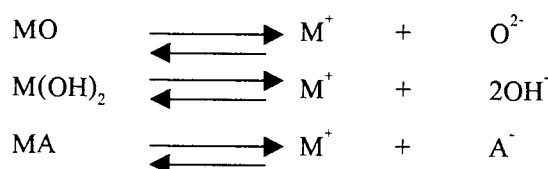
ตัวอย่าง แคลไอออนที่ทำให้เกิด Low volatility เช่น Al เป็นสาเหตุให้การวิเคราะห์ Mg ต่ำลง เพราะไปรวมตัวเกิดเป็นสารประกอบ Aluminium / Magnesium บางทีอาจจะเป็นออกไซด์ซึ่งทนต่อความร้อน

การรบกวนชนิดนี้ สามารถแก้ไขได้โดยการเพิ่มอุณหภูมิของ flame หรือใส่ releasing agent ซึ่งเป็นพวกแคลไอออนลงไปทำปฏิกิริยากับธาตุรบกวน ทำให้ธาตุที่ต้องการวิเคราะห์เป็นอิสระออกมา เช่น การเติมสตรอนเชียม หรือ แลนทาอิมลงไปลดการรบกวนของ PO_4^{3-} ในการวิเคราะห์ Ca การใส่ Na_2SO_4 โซเดียมซัลเฟต เพื่อแก้ปัญหาการรบกวนจากเหล็กและเพิ่มความไว (Sensitivity) ในการวิเคราะห์ Cr

ส่วน Protective agent ป้องกันการรบกวนได้โดยการทำปฏิกิริยากับธาตุรบกวนได้สารประกอบที่เสถียร แต่จะต้องทำปฏิกิริยากับธาตุที่ต้องการวิเคราะห์ เกิดเป็นสารที่กลายเป็นไอได้ง่าย (volatile species) ที่รู้จักกันดีก็คือ EDTA, Oxime และ APDC เช่น EDTA ลดการรบกวนของ Al, Si, PO_4^{3-} ในการวิเคราะห์ Ca และในทำนองเดียวกับ Oxime ลดการรบกวนของ Al ของในการวิเคราะห์ Ca และ Mg

2.2 Dissociation Equilibria⁽⁵⁾

เมื่อตัวอย่างถูกส่งผ่านมาถึง flame ความร้อนจากเปลวไฟจะทำให้เกิดปฏิกิริยาทั้งการแตกตัว (Dissociation) และการรวมตัว (Association) ซึ่งจะนำไปสู่การเปลี่ยนแปลงของสารประกอบโลหะไม่อยู่ในสถานะที่เป็นอะตอม ดังปฏิกิริยา



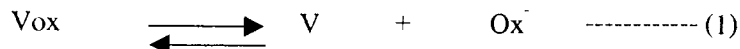
ปฏิกิริยาการแตกตัวจะเกี่ยวข้องกับโลหะออกไซด์และไฮดรอกไซด์ ซึ่งจะมีผลต่อการดูดกลืนแสงของธาตุ เช่น ในแอลคาไลน์เอิร์ทออกไซด์ (alkaline-earth oxide) จะเสถียรมากกว่า

ในรูปของอะตอมและไอออนที่อุณหภูมิต่ำ ทำให้ความเข้มข้นของออกไซด์มีมากกว่าในทางกลับกันที่อุณหภูมิสูง อะตอมและไอออนจะเสถียรกว่าของออกไซด์

กรดที่ใส่ในสารละลายตัวอย่างก็มีผลต่อ dissociation equilibria เช่นในการวัดโซเดียมจะน้อยลงถ้ามีกรดไฮโดรคลอริก (HCl) ร่วมด้วย เนื่องจากคลอไรด์ (Cl) จากกรดไฮโดรคลอริกจะทำปฏิกิริยากับโซเดียมทำให้สมดุลเลื่อนไปทางซ้าย

สำหรับตัวอย่างที่ทำให้การดูดกลืนแสงเพิ่มขึ้น ได้แก่ การวิเคราะห์หัวแวนเดียม (V) โดยมีลูมิเนียมหรือไททานเนียม ปนอยู่ จะพบใน fuel-rich flame มากกว่าใน fuel-lean flame เนื่องจากธาตุทั้งสามสามารถรวมตัวกับออกซิเจน ซึ่งมักพบใน flame

สมมติให้ออกซิเจนอยู่ในรูปของ Ox จะเขียนสมการได้ดังนี้



ใน fuel-rich flame มีออกซิเจนน้อย ธาตุทั้งสามจะแย่งกันรวมตัวกับออกซิเจนทำให้สมดุลเลื่อนไปทางขวา ค่าการดูดกลืนแสงของวานาเดียมจึงสูงขึ้น ในทางกลับกัน fuel-lean flame มีออกซิเจนมากปฏิกิริยาทั้งสามเกิดได้สะดวก สมการที่ (1) จึงไม่ถูกรบกวนด้วยสมการที่ (2) และ (3)

2.3 Ionization in flame

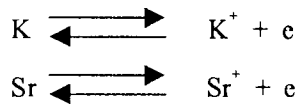
ขบวนการเผาไหม้ที่ใช้อากาศเป็นตัวออกซิไดซ์ (Oxidant) การแตกตัวเป็นไอออนของอะตอมเกิดขึ้นได้น้อย ยกเว้นที่อุณหภูมิสูงเมื่อใช้ออกซิเจนหรือ nitrous oxide ดังสมการ⁽⁹⁾



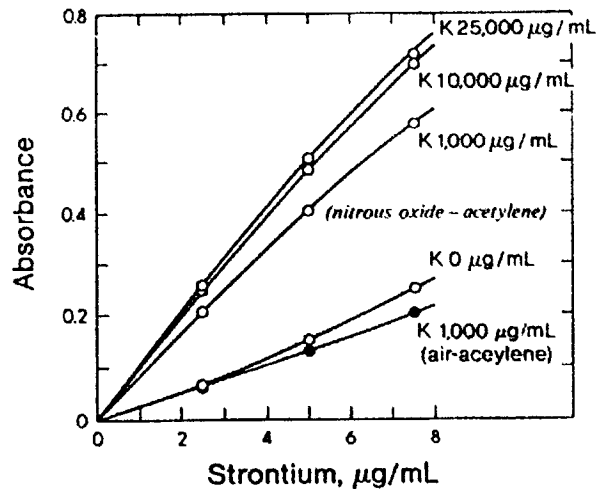
การเกิด ionization ของธาตุจะมากหรือน้อยขึ้นอยู่กับชนิดของธาตุและพลังงานที่จะทำให้อิเล็กตรอนหลุดออกมา ยังขึ้นอยู่กับความสามารถในการ ionize ของธาตุชนิดอื่น ๆ ด้วย เช่นในสารละลาย M ที่มี B ผสมอยู่ด้วยการแตกตัวของ B เป็นไอออนเกิดขึ้นได้ดังสมการ⁽⁹⁾



ดังนั้นการแตกตัวเป็นไอออนของ M จะลดลงเนื่องจากอิทธิพลของอิเล็กตรอนจาก B ทำให้สมดุล ในสมการ (4) เลื่อนไปทางซ้าย การแก้ไขการแตกตัวเป็นไอออนของธาตุที่ต้องการวิเคราะห์ก็อาศัยหลักการนี้โดยการเติม ionization suppressor ลงไป ซึ่งสารพวกนี้จะให้อิเล็กตรอนมากในเปลวไฟ เช่น การแตกตัวของ Sr ลดน้อยลงด้วยการเพิ่มความเข้มข้นของ K^+ และ e และยังเป็น การเพิ่มความไวเมื่อใช้ $N_2O - C_2H_2$ flame เนื่องจากการใช้ nitrous oxide - acetylene flame แทนการใช้ air ทำให้อุณหภูมิสูงขึ้น จะมีผลทำให้อัตราการแตกตัว และกลายเป็นไอ (volatility) ของสารประกอบสตรอนเชียมเพิ่มขึ้น⁽⁸⁾



การเพิ่มอุณหภูมิเป็นการเพิ่มการแตกตัวเป็นไอออน ด้วยเหตุผลนี้การวิเคราะห์โลหะแอลคาไลน์ซึ่งแตกตัวเป็นไอออนได้ง่าย จึงจำเป็นต้องใช้อุณหภูมิต่ำ



รูปที่ 2.1 แสดงการเกิดไอออนในเซชันของสารละลาย Sr และสารละลายผสมของ Sr กับ K

2.4 *Background absorption* หรือ *non-specific absorption* หรือที่เรียกว่า *matrix effect*⁽⁸⁾

ซึ่งเป็น broad-band absorption ปัญหาส่วนใหญ่จะเกิดขึ้นเมื่อใช้ flame temperature ต่ำ ๆ หรือใช้อุณหภูมิต่ำในการทำให้เกิดเป็นอะตอม ดังนั้นใน flame จึงมีสารที่อยู่ในรูปของ โมเลกุล ทั้งโมเลกุลของสาร น้ำ และของเหลว ซึ่งสามารถ absorb แล้วยในช่วง UV ได้ดี แต่ถ้า ในช่วง Visible จะมี effect น้อยกว่า นอกจากนี้ โมเลกุลของสารยังสามารถทำให้แสงจาก Hollow cathode lamp scattering ถึงรบกวนนี้มักจะเกิดขึ้นเสมอกับพวกสารตัวอย่างที่เป็นสาร อินทรีย์หรือสาร biological material หรือ biological samples

สำหรับวิธีแก้ไขปัญหาก็ทำได้ก็คือ ทำให้ matrix เหมือนกัน ในเครื่องมือสมัย ใหม่จะมีส่วนประกอบที่สามารถใช้แก้ปัญหานี้ได้ เรียกว่า background corrector หรือ background correction

3 *Physical effect*⁽⁸⁾

เป็นผลเนื่องมาจากคุณสมบัติทางกายภาพของสารละลายที่จะวิเคราะห์ เกี่ยวข้องกับอัตราการไหลของสารละลายที่เข้าไปใน nebulizer ขนาดของสารละลาย (drop size) เป็นต้น สิ่งเหล่านี้ได้แก่ volatility ของตัวทำละลาย surface tension, viscosity แก้ไขได้โดย ทำให้สารละลายเจือจาง หรือเติม organic solvents ลงไปด้วย หรือ เตรียมสารละลายมาตรฐานใหม่ให้มี matrix อย่างเดียวกับสารตัวอย่าง

สารปลดปล่อยและสารป้องกัน⁽⁴⁾ (Releasing agent or Protection agent)

จะใช้เมื่อธาตุที่ต้องการวิเคราะห์เกิดปฏิกิริยากับสารอื่นที่มีอยู่ในสารตัวอย่างได้ เป็นสารประกอบทไฟมีผลทำให้ความเข้มข้นของอะตอมลดลง สารที่รวมกับธาตุที่ต้องการวิเคราะห์แล้วเกิดเป็นสารประกอบทไฟมักเป็นแอนไอออน ได้แก่ ฟอสเฟต ซิลิเกต และ ออกไซด์ สารรบกวนอาจเป็นแคทไอออนก็ได้ แต่พบได้น้อยกว่า เช่น อะลูมิเนียมรบกวนการวิเคราะห์โลหะแอลคาไลน์เอิร์ท โบรอนรบกวนการวิเคราะห์แคลเซียม แมกนีเซียมรบกวนการวิเคราะห์แคลเซียม

ฟอสเฟตจะทำปฏิกิริยากับแคลเซียมได้เป็นสารประกอบทไฟ ซึ่งไม่ทราบโครงสร้างที่แน่นอน มีผลทำให้การดูดกลืนแสงโดยอะตอมของแคลเซียมลดลง

การรบกวนการวิเคราะห์เนื่องจากธาตุที่ต้องการวิเคราะห์ทำปฏิกิริยากับสารรบกวนได้เป็นสารประกอบทไฟนี้ สามารถแก้ไขได้โดย

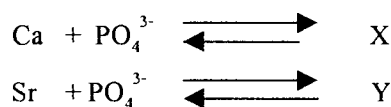
1. วิธีทางกายภาพ (Physical Methods)

- 1.1 ใช้เปลวไฟที่มีอุณหภูมิสูงขึ้นเพื่อให้สารประกอบทนไฟสลายตัว
- 1.2 วัดการดูดกลืนแสงในช่วงเปลวไฟที่สูงเหนือช่องเปิดของตะเกียงมากขึ้น เพื่อให้สารประกอบทนไฟมีเวลาในสลายตัวได้นานขึ้น
- 1.3 ทำให้ละอองลอยที่ฉีดพ่นเข้าสู่เปลวไฟมีขนาดเล็กกลง เพื่อให้สารประกอบทนไฟสลายตัวได้เร็วขึ้น

2. วิธีทางเคมี (Chemical Methods)

2.1 ใช้สารป้องกัน ซึ่งก็คือสารคีเลตนั่นเอง สารคีเลตจะทำปฏิกิริยากับโลหะได้เป็นสารประกอบเชิงซ้อนที่คงตัวและสลายตัวได้ง่ายที่อุณหภูมิของเปลวไฟที่ใช้ในการวิเคราะห์ เช่น การวิเคราะห์แคลเซียมในสารตัวอย่างที่มีฟอสเฟตปนอยู่ จะใช้อีดีทีเอ (EDTA) เป็นสารป้องกันที่เติมลงไปในการตัวอย่าง อีดีทีเอเป็นแอนไอออนของกรดจะทำปฏิกิริยากับแคลเซียมได้เป็นสารประกอบเชิงซ้อน แต่อีดีทีเอเองไม่ทำปฏิกิริยากับฟอสเฟต เนื่องจากฟอสเฟตก็เป็นแอนไอออนเช่นเดียวกับอีดีทีเอ สารประกอบเชิงซ้อนระหว่างแคลเซียมกับอีดีทีเอจะสลายตัวได้ง่ายในเปลวไฟ (อีดีทีเอ เป็นสารอินทรีย์ซึ่งสลายตัวได้ง่ายในเปลวไฟ) ให้อะตอมของแคลเซียมออกมา

2.2 ใช้สารปลดปล่อย เพื่อทำปฏิกิริยาแข่งขันกับธาตุที่ต้องการวิเคราะห์โดยทำปฏิกิริยากับสารรบกวน เช่น การวิเคราะห์แคลเซียมในสารละลายตัวอย่างที่มีฟอสเฟตปนอยู่จะใช้สตรอนเทียมเป็นสารปลดปล่อยที่เติมลงไปในการตัวอย่าง ทั้งสตรอนเทียมและแคลเซียมที่เติมลงไป จะทำปฏิกิริยาแข่งขันกันเพื่อป้องกันและจับกับฟอสเฟตได้เป็นสารประกอบเชิงซ้อน



เมื่อ X และ Y เป็นสารประกอบเชิงซ้อนที่ไม่ทราบโครงสร้างที่แน่นอน

เนื่องจากปฏิกิริยาที่เกิดขึ้นเป็นปฏิกิริยาแข่งขัน จึงต้องใช้สารปลดปล่อยในปริมาณที่มากเกินไปเพื่อให้แน่ใจว่าเกือบทั้งหมดของสารรบกวนทำปฏิกิริยากับสารปลดปล่อย และเหลือสารรบกวนในปริมาณน้อยมากที่จะทำปฏิกิริยากับธาตุที่ต้องการวิเคราะห์

2.3 การวิเคราะห์โดยวิธี Atomic Absorption Spectrophotometry (AAS)

2.3.1 หลักการ

Atomic Absorption Spectrophotometry (AAS) เป็นการวัดการดูดกลืนแสงโดยอะตอมอิสระซึ่งดำรงอยู่สถานะพื้น (ground state) คลื่นแสงของธาตุดูดกลืนเป็นคลื่นที่มีความยาวคลื่นโดยธาตุหนึ่ง ๆ เฉพาะ ขึ้นอยู่กับชนิดของธาตุแต่ละชนิดมีพลังงานแตกต่างกัน เช่น อะตอมอิสระของโซเดียม (Na) จะดูดกลืนแสงที่ 589.0 nm อะตอมอิสระของทองแดง (Cu) ดูดกลืนแสงที่ 324.8 nm เป็นต้น

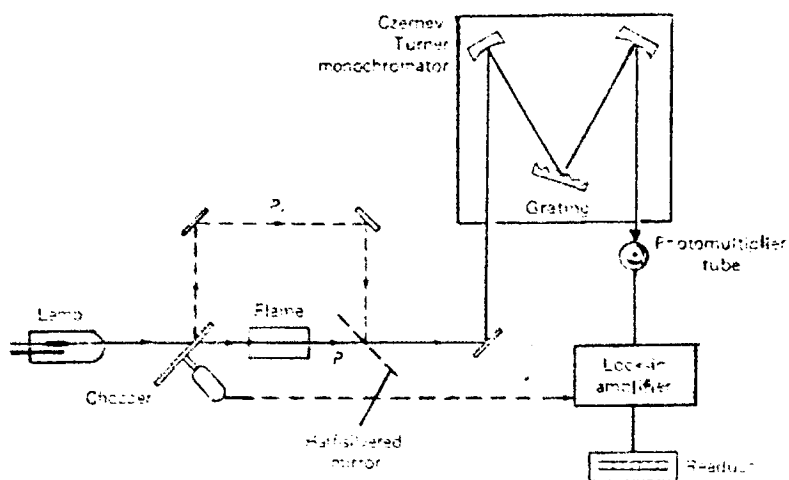
ในการทำให้อะตอมของธาตุในสารประกอบเกิดเป็นอะตอมเสรีได้นั้น ต้องมีการดูดกลืนพลังงานเข้าไป ความร้อนจากเปลวไฟจะทำให้เกิดกระบวนการแตกตัว (dissociation) แล้วเกิดการกระตุ้นจากสถานะพื้นไปสู่สถานะกระตุ้นโดยการดูดกลืนพลังงานจากโฟตอน

2.3.2 ส่วนประกอบสำคัญของเครื่อง AAS⁽²⁾

มีส่วนประกอบสำคัญ 5 ส่วนด้วยกัน คือ

1. แหล่งของแสงเฉพาะธาตุ
2. เครื่องผลิตอะตอมอิสระ
3. เครื่องกระจายแสง
4. เครื่องวัดความเข้มแสงและเครื่องอ่านสัญญาณ

ซึ่งสามารถเขียนแสดงแผนภาพการจับวางเครื่องมือได้ดังรูป



รูปที่ 2.2 แสดงแผนภาพ Atypical double atomic absorption spectrophotometer

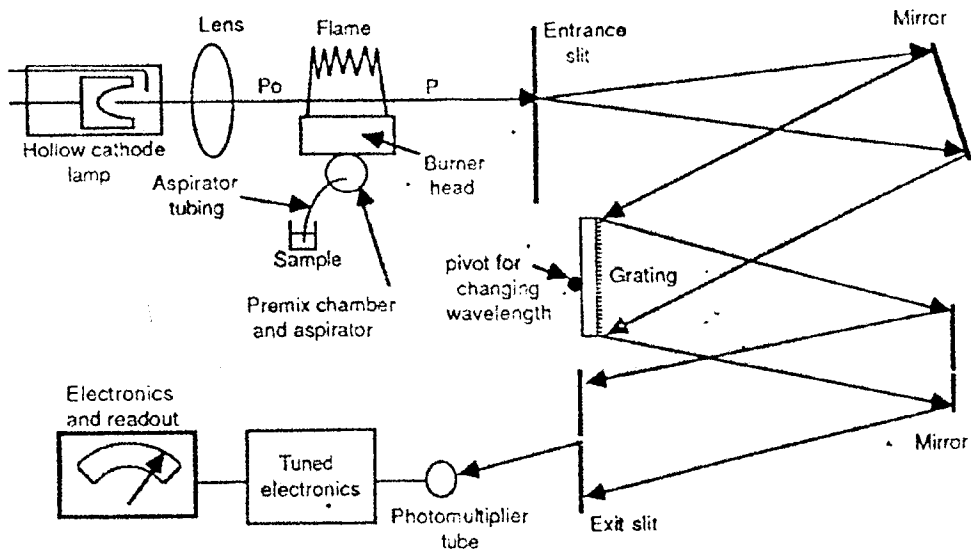


Figure 2.2 Single-beam atomic absorption spectrophotometer.

รูปที่ 2.3 แสดงเครื่องมืออะตอมมิกแอบซอร์ปชันแบบลำแสงเดี่ยว

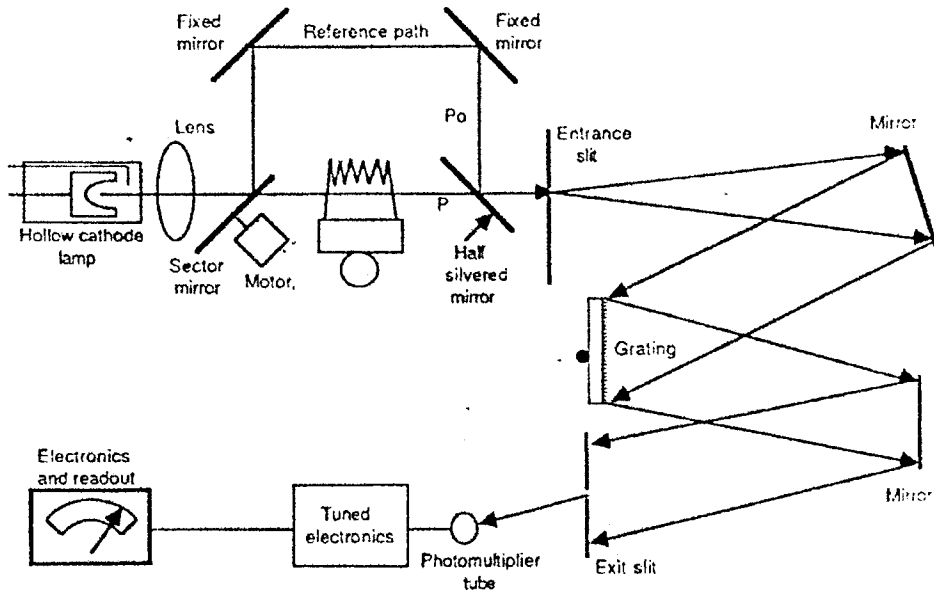


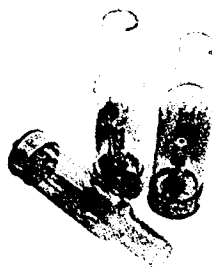
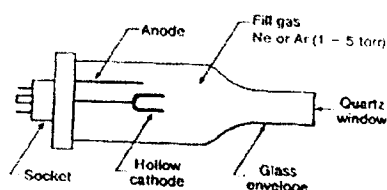
Figure 2.3 Double-beam atomic absorption spectrophotometer.

รูปที่ 2.4 แสดงเครื่องมืออะตอมมิกแอบซอร์ปชันแบบลำแสงคู่

1. แหล่งกำเนิดแสง (light source)

มี 2 ชนิดที่นิยมใช้ดังนี้

1. Hollow Cathode Lamp (HCLs)⁽⁸⁾

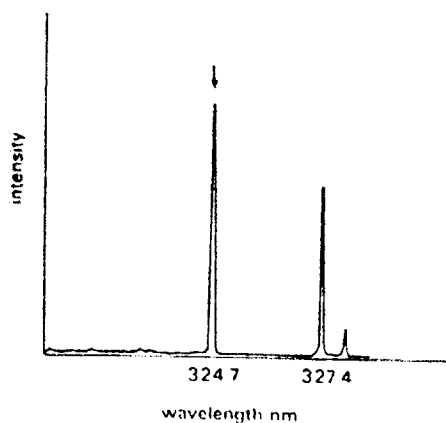


รูปที่ 2.5 แผนภาพแสดง Hollow Cathode Lamp

ประกอบด้วยขั้วแคโทดซึ่งเป็นโลหะทำเป็นรูปทรงกระบอกกลวง หรือ รูปถ้วย แล้วฉาบด้วยโลหะหรือเป็นผงโลหะที่ต้องการให้ถูกกระตุ้น เพื่อให้ได้สเปกตรัมที่มี resonance lines ส่วนขั้วแอโนด ทำด้วยโลหะนิกเกิลหรือทังสเตน หรือเซอร์โคเนียมเป็นแท่งเล็ก ๆ ภายในหลอดแก้วบรรจุด้วยแก๊สนีออนหรืออาร์กอนที่ความดันประมาณ 4 - 10 ทอร์ ส่วน window อาจเป็นแวไฟเร็กหรือ ควอร์ตซ์

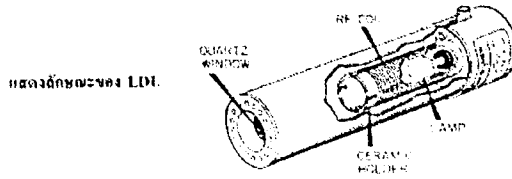
การเกิดสเปกตรัมของ HCL

เมื่อใช้แรงเคลื่อนไฟฟ้าในช่วง 300 - 600 โวลต์ จะทำให้แก๊สเฉื่อยที่บรรจุอยู่เกิดการแตกตัวเป็นไอออนบวก แล้วจะวิ่งไปชนกับธาตุที่ฉาบอยู่ที่แคโทด ทำให้อะตอมของธาตุนั้น ๆ ถูกกระตุ้นและเปล่งแสงออกมาเป็นสเปกตรัมเฉพาะของธาตุนั้น



รูปที่ 2.6 แสดงลักษณะของสเปกตรัมและ resonance line ของทองแดง

2. Electrodeless Discharge Lamps (EDLs)



รูปที่ 2.7 แสดงลักษณะของ Electrodeless Discharge Lamps (EDL)

ใช้หาปริมาณของธาตุบางอย่าง ได้แก่ Bi, Cd, Hg, As, P, Pb, Sb, Se, Te, Tl และ Zn โดยเฉพาะการใช้หาปริมาณของ As, Se และ Hg เพราะให้ความไวในการวิเคราะห์ดีกว่า และยังให้ความเข้มของแสงสูงกว่า

2 ส่วนที่ทำให้ธาตุกลายเป็นอะตอมเสรี (Atomizer)

1. Burners และ Flame⁽⁸⁾

ควรเลือก burner ที่เหมาะกับการวิเคราะห์ซึ่งมี 3 ชนิดด้วยกันคือ burner ที่ใช้กับ air/acetylene, nitrous oxide/acetylene และ hydrogen/entrained air ซึ่งมีการใช้ที่แตกต่างกันแล้ว แต่ธาตุที่ทำการวิเคราะห์โดยทั่วไป burner จะทำด้วยโลหะที่ทนทานต่อการกัดกร่อนของกรด เช่น ไททานเนียม หรือโลหะผสมไททานเนียม ขนาดของช่องที่ทำให้เกิดเปลวไฟ มี 2 ขนาด คือ 5 ซม. กับ 10 ซม. สำหรับ 5 ซม. ใช้กับ nitrous oxide/acetylene เพราะถ้าช่องยาวอาจทำให้เกิดการระเบิดได้ เนื่องจากมีการเผาไหม้ที่รวดเร็ว

2. ชนิดของเปลวไฟ (Type of flames)⁽⁸⁾

การเลือกเปลวไฟในการทำให้เกิด atomization จะต้องเลือกให้เหมาะสม เพราะเปลวไฟแต่ละชนิดให้อุณหภูมิสูงต่ำแตกต่างกัน

ตารางที่ 2.1 แสดงอุณหภูมิของเปลวไฟ

ชนิดของเปลวไฟ	อุณหภูมิสูงสุด °C
Ar-H ₂	1577
Air-H ₂	2045
Air-C ₂ H ₂	2300
N ₂ O-C ₂ H ₂	2955 (~3000)

เปลวไฟที่เกิดจากอากาศและอะเซทิลีน(Air-C₂H₂ flame) ใช้วิเคราะห์ได้ประมาณ 30 ธาตุ

เปลวไฟที่เกิดจากไนตรัสออกไซด์และอะเซทิลีน(N₂O-C₂H₂ flame) เป็นเปลวไฟที่ร้อนที่สุด ซึ่งสามารถนำไปใช้วิเคราะห์ธาตุที่รวมตัวกันเป็นสารทนไฟ หรือ ออกไซด์ที่เสถียร เช่น Al,V,Si และ Ti ซึ่งเปลวไฟนี้สามารถวิเคราะห์ได้ถึง 67 ธาตุ

เปลวไฟที่เกิดจากอากาศและไฮโดรเจน (Air-H₂ flame) หรืออาร์กอนไฮโดรเจน(Ar-H₂) เปลวไฟชนิดนี้ใช้เป็นเชื้อเพลิง อาจเรียกว่า entrained air flame คือแก๊สไฮโดรเจนเองติดไฟได้โดยมีอากาศช่วย เปลวไฟนี้ใช้ในกรณีที่ใช้ hydride generation technique หรือใช้ในการวิเคราะห์ธาตุที่ใช้แสงสั้นในการวิเคราะห์ แต่มีข้อเสียคือมี interference มาก เนื่องจากการใช้อุณหภูมิต่ำ

3.สมบัติของเปลวไฟ (Properties of flame)⁽⁸⁾

องค์ประกอบของเปลวไฟและอุณหภูมิของเปลวไฟขึ้นอยู่กับส่วนผสมของแก๊สเชื้อเพลิง/ออกซิแดนต์ (fuel/oxidant) ทำให้ได้เปลวไฟและมีสมบัติแตกต่างกัน คือ

- 1.Oxidizing flame และ fuel flame เป็นเปลวไฟที่ใช้เชื้อเพลิงน้อย หรือใช้ Oxidant มาก
- 2.Neutral flame หรือ Stoichiometric flame เป็นเปลวไฟที่ใช้เชื้อเพลิงและอากาศเผาไหม้พอดีกัน
- 3.Reducing flame หรือ fuel – rich flame เป็นเปลวไฟที่ใช้เชื้อเพลิงมากกว่าปกติ

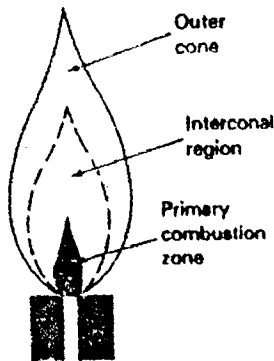
4. โครงสร้างของเปลวไฟ (Flame Structure)⁽³⁾

บริเวณที่สำคัญของเปลวไฟได้แก่ แฉกการเผาไหม้ที่หนึ่ง (primary combustion zone) แฉกที่เกิดปฏิกิริยา (reaction zone or interconal region) และกรวยนอก (outer cone) ดังรูปที่ 2.8 ขนาดและรูปร่างของแฉกหรือบริเวณเหล่านี้ขึ้นกับอัตราส่วนของเชื้อเพลิงต่อออกซิแดนต์ รวมทั้งชนิดเชื้อเพลิงและออกซิแดนต์ แฉกการเผาไหม้ที่อยู่ในสุดมีสีน้ำเงิน เกิดจากแฉกสเปกตร้าของ C₂, CH และอนุมูลอื่นๆ (Orther radicals) บริเวณนี้ความร้อนยังไม่อยู่ในสมดุล การวิเคราะห์จึงไม่ใช้เปลวไฟบริเวณนี้ บริเวณที่เกิดปฏิกิริยา คือบริเวณที่แคบ เปลวไฟบริเวณนี้มีปริมาณไฮโดรคาร์บอนสัมพันธ์กับปริมาณของออกซิแดนต์(สีน้ำเงิน)ถ้าเป็นเปลวไฟที่ได้จากแก๊สอะเซทิลีน มากกว่าอากาศหรืออะเซทิลีนมากกว่าไนตรัสออกไซด์จะมีความสูงหลายเซนติเมตร และมีสีเหลือง สารตัวอย่างที่สนใจก็จะกลายเป็นอะตอมอิสระ การวิเคราะห์จึงนิยมใช้เปลวไฟ

บริเวณนี้ ส่วนกรวยนอกเป็นเขตปฏิกิริยาที่สอง ผลิตภัณฑ์ที่ได้จากบริเวณนี้จะทำปฏิกิริยากับ ออกซิเจนที่ห้อมล้อมการเกิด โมเลกุลที่เสถียร

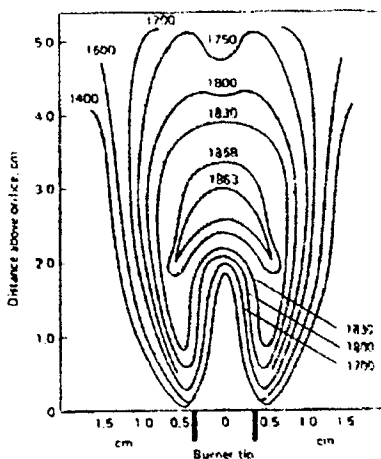
รูปเสี้ยวหน้าของเปลวไฟให้ข้อมูลเกี่ยวกับกระบวนการต่าง ๆ ของสารที่เกิดในเปลวไฟ จากรูป แสดงถึงบริเวณที่เปลวไฟมีสมบัติเหมือนกันเมื่อตรงปริมาณเชื้อเพลิงและออกซิเจน พารามิเตอร์ของเชื้อเพลิงและออกซิเจน มีผลต่ออุณหภูมิ องค์ประกอบเชิงเคมี และค่าการดูดกลืนกลืนแสงของอะตอมของธาตุ

ที่ 2.8 แผนภาพของเปลวไฟ อากาศ-อะเซทิลีน



รูปเสี้ยวหน้าของเปลวไฟให้ข้อมูลเกี่ยวกับกระบวนการต่าง ๆ ของสารที่เกิดในเปลวไฟ จากรูป แสดงถึงบริเวณที่เปลวไฟมีสมบัติเหมือนกันเมื่อตรงปริมาณเชื้อเพลิงและออกซิเจน

รูปหน้าเสี้ยวของอุณหภูมิ (Temperature Profile) ดังรูปที่ 2.9 รูปหน้าเสี้ยวของอุณหภูมิ ที่มีต่ออะตอมมิคสเปกโตรสโกปี อุณหภูมิสูงสุดอยู่หรือแถบการเผาไหม้ชั้นแรก วิธีการเปล่งรังสีออกมาต้องใช้ช่องเล็กยาว (slit width) เข้าโพกัสเปลวไฟเพื่อผลการวิเคราะห์แม่นยำ



รูปที่ 2.9 แสดงรูปหน้าเสี้ยวของ อุณหภูมิของเปลวไฟกับแก๊สธรรมชาติ

2.3.3 กระบวนการทำให้ธาตุแตกตัวเป็นอะตอมเสรีด้วยเปลวไฟ (flame atomizer)⁽⁸⁾

กระบวนการนี้สารตัวอย่างจะต้องเป็นสารละลายที่เข้าเป็นเนื้อเดียวกัน ไม่มีสารแขวนลอยอยู่ ตัวทำละลายจะเป็นน้ำหรือสารอินทรีย์ก็ได้ กระบวนการ atomization แบ่งได้เป็น 5 ขั้นตอนดังนี้

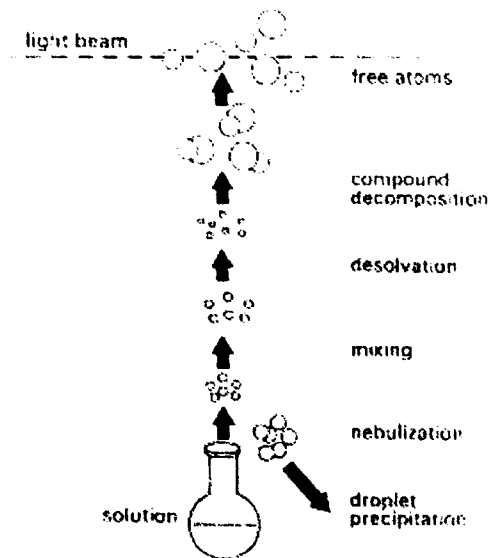
1. Nebulization เป็นกระบวนการเปลี่ยนแปลงของเหลวให้เป็นละอองเล็ก ๆ (mist) ด้วยเครื่องที่เรียกว่า Nebulizer

2. Droplet precipitation เป็นกระบวนการที่ละอองเล็ก ๆ ของสารละลายรวมตัวกันเป็นหยดสารละลายโต ไม่สามารถจะลอยอยู่ในอากาศได้ จึงตกลงมาแล้วออกไปทางท่อน้ำทิ้ง

3. Mixing เป็นกระบวนการที่ละอองเล็ก ๆ ของสารละลายเกิดผสมกับแก๊สเชื้อเพลิง (fuel) และออกซิแดนซ์ (oxidant) ใน spray chamber ของ nebulizer

4. Desolvation เป็นกระบวนการที่ตัวทำละลายที่อยู่ในละอองเล็ก ๆ นั้นถูกกำจัดออกไป ทำให้เกิดเป็นอนุภาคเล็ก ๆ ของสารประกอบ กระบวนการนี้จะเกิดขึ้นตอนล่างของเปลวไฟ

5. Compound decomposition เป็นกระบวนการที่เกิดขึ้นในเปลวไฟ โดยที่พลังงานความร้อน จากเปลวไฟจะไปทำให้สารประกอบเกิดการแตกตัวแล้วเกิดการกระตุ้น



รูปที่ 2.10 แสดง flame atomizer Process

2.3.4 เทคนิคการทำปริมาณวิเคราะห์ด้วย AAS⁽⁸⁾

การทำปริมาณวิเคราะห์โดยเทคนิคนี้อาศัยหลักการจากกฎของเบียร์ กล่าวคือค่าการดูดกลืนแสงที่วัดได้จะเพิ่มขึ้นแบบเส้นตรงกับความเข้มข้นของสารที่จะวิเคราะห์ อย่างไรก็ตามเมื่อความเข้มข้นสูงขึ้นจะเกิดความสับสนแบบเส้นโค้ง ซึ่งในทางปฏิบัติแล้วจะศึกษารูปร่างของกราฟมาตรฐานที่รู้ความเข้มข้นแน่นอน แล้วพล็อตกราฟระหว่างค่าการดูดกลืนแสงเทียบกับความเข้มข้น จากนั้นจะหาความเข้มข้นของสารตัวอย่างได้จากกราฟมาตรฐาน ในการหาปริมาณสารตัวอย่างโดยเทคนิคนี้ เราควรเข้าใจความหมายของเทอมต่างๆ ที่ใช้ในการอธิบายคุณลักษณะการใช้งานของเครื่องมือได้แก่

(1) ขีดจำกัดต่ำสุดของการวิเคราะห์ (limit of detection)

หมายถึง ความเข้มข้นต่ำสุดของสารละลายของธาตุที่ต้องการวิเคราะห์ด้วยความมั่นใจ 95 % ซึ่งเป็นปริมาณของธาตุที่ให้ค่าการดูดกลืนแสงอ่านออกมาได้เป็นสองเท่าของค่าเบี่ยงเบนมาตรฐานที่ได้จากการวิเคราะห์ 10 ครั้ง ค่าเบี่ยงเบนมาตรฐานสัมพัทธ์มีค่า 50 % ที่ขีดจำกัดต่ำสุดของการวิเคราะห์

(2) ความไวของเครื่องมือ (sensitivity)

ความไว หมายถึง ความเข้มข้นของสาร (ในหน่วยไมโครกรัมต่อลิตร หรือ พีพีเอ็ม, $\mu\text{g/l}$ or ppm) ที่ต้องการวิเคราะห์ ซึ่งให้ค่าการเปลี่ยนแปลงเปรียบเทียบกับตัวทำละลายบริสุทธิ์ (blank) คือให้ค่าการดูดกลืนแสงเท่ากับ 0.0044 (หรือ 1 % การดูดกลืนแสง) หนึ่งอธิบายได้ว่าเป็นความเข้มข้นของสารที่จะให้ค่า signal to noise ratio (S/N) เท่ากับสอง ค่าความไวและขีดจำกัดจะมีค่าแตกต่างกันไปตามชนิดของธาตุที่ต้องการวิเคราะห์

(3) ช่วงใช้งาน (working range)

หมายถึง ช่วงความเข้มข้นของสารที่ต้องการวิเคราะห์ความเข้มข้นของสารที่อยู่ในช่วงใช้งานอาจคำนวณได้จากค่าการดูดกลืนแสงและความไวของเครื่องมือดังแสดงในสูตรต่อไปนี้

$$\text{ความเข้มข้นของสารละลาย} = \frac{A \times S}{0.0044}$$

โดยที่ A คือ ค่าการดูดกลืนแสง

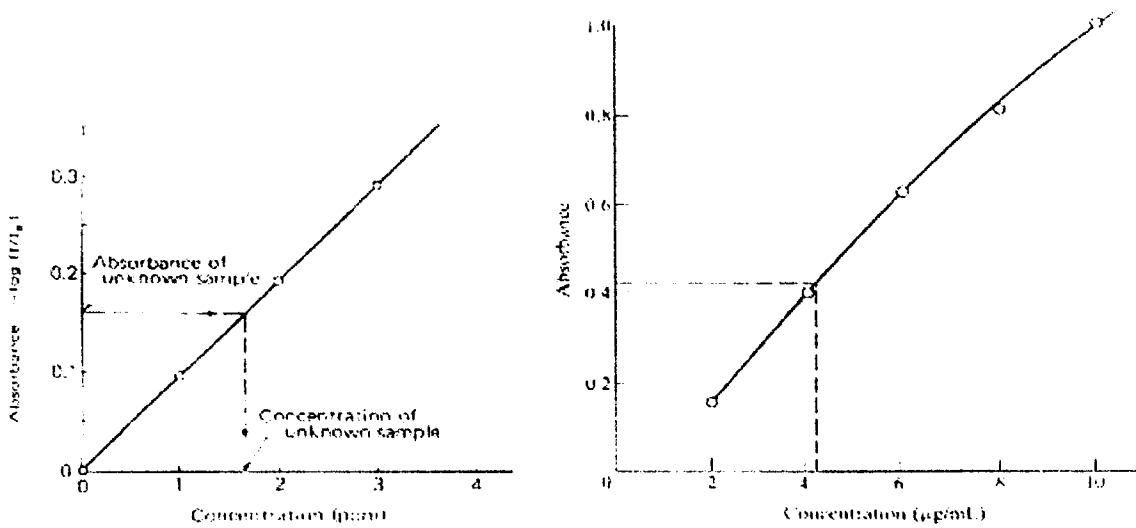
S คือ ความไวของเครื่องมือในการวิเคราะห์ธาตุแต่ละชนิด

ซึ่งกำหนดโดยบริษัทผู้ผลิต

เทคนิคการทำปริมาณวิเคราะห์สามารถทำได้หลายวิธีดังนี้

1. Calibration method (External Method)

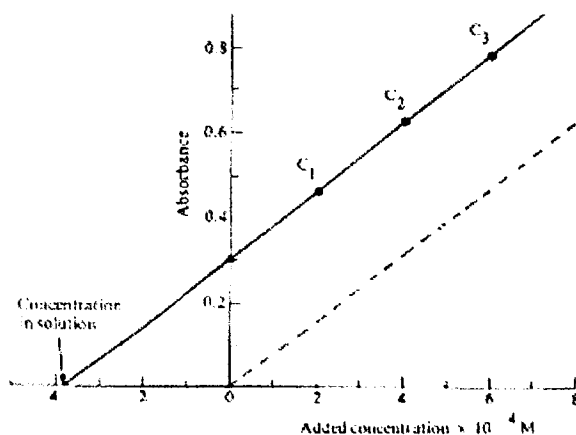
กรณีที่สารตัวอย่างไม่ค่อยมีสิ่งรบกวนและสารตัวอย่างเจือจาง อาจจะทำการวิเคราะห์ได้ง่าย ๆ โดยเทียบกับสารมาตรฐานที่ทราบความเข้มข้นที่แน่นอนแล้ว โดยปรับสัญญาณที่ได้จาก blank ให้เป็นศูนย์ แล้วจึงวัดค่า Absorbance ของสารละลายมาตรฐานที่มีความเข้มข้นต่าง ๆ กัน แล้วนำผลมาเขียนกราฟเพื่อหาความสัมพันธ์กับความเข้มข้นของสารละลาย จะได้ calibration curve ดังรูปที่ 2.11



รูปที่ 2.11 แสดงลักษณะของ calibration curve

2. Standard Addition Method

วิธีนี้สามารถแก้ปัญหาเกี่ยวกับ matrix effect และ interference ทำได้โดยแบ่งสารละลายตัวอย่างออกเป็น 4-5 ส่วน เท่า ๆ กัน และแต่ละส่วนมาเติมสารละลายที่มีความเข้มข้นต่าง ๆ กันลงไป (c_1, c_2, c_3, \dots) จำนวนปริมาตรเท่ากัน ส่วนสารละลายทั้งหมดไปวัดค่า แอมพลิจูด แล้วนำมาเขียนกราฟกับความเข้มข้นของสารละลายมาตรฐานที่เติมลงไปด้วย least-square fit ความเข้มข้นของสารตัวอย่างหาได้จากการ extrapolating ไปตัดแกนความเข้มข้น



รูปที่ 2.12 แสดงการหาความเข้มข้นของสารตัวอย่างด้วยวิธี standard addition

3. Internal Standard Method

อาศัยหลักการเติมสารมาตรฐาน (reference element) ซึ่งเป็นคนละธาตุกับสารที่จะวิเคราะห์ลงไปในการวิเคราะห์ และ blank หลังจากวัดค่า Absorbance แล้วหาอัตราส่วนของ Absorbance ระหว่างสารตัวอย่างและสารมาตรฐาน (AI/As) แล้วเขียนกราฟกับความเข้มข้นของธาตุที่จะทำการวิเคราะห์จะได้ calibration curve เพื่อใช้เป็นมาตรฐานในการหาความเข้มข้นของสารตัวอย่างต่อไป วิธีนี้ใช้ได้ก็ต่อเมื่อ สารตัวอย่างจะต้องไม่มีธาตุที่ใช้เป็นมาตรฐาน ทั้งสารตัวอย่างและสารมาตรฐานต้องมีคุณสมบัติเหมือนกัน

2.4 ทองแดง⁽¹⁾

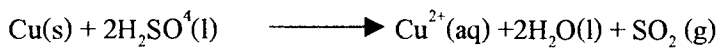
ทองแดงพบก่อนประวัติศาสตร์ มีเลขอะตอม 29 น้ำหนักอะตอม 63.54 มีไอโซโทป 60 62 64 65 66 67 เลขออกซิเดชันนับเบอร์ 2 ลักษณะเป็นโลหะสีน้ำตาลแดง รูปผลึกแบบ Cubic⁽⁶⁾

2.4.1 ทองแดงที่พบบนเปลือกโลก

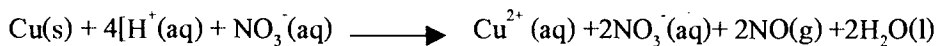
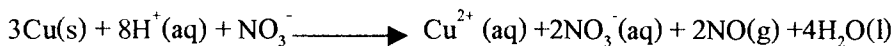
ทองแดงบนเปลือกโลกพบในรูปของซัลไฟด์ เช่น แร่คาลโคไซต์ อยู่ในรูปของทองแดงซัลไฟด์, Cu_2S , แร่คาลโคไพไรต์, CuFeS_2 , ในรูปของออกไซด์ เช่น แร่คัลไพไรต์ หรือทองแดงออกไซด์, Cu_2O (มีสีแดง) ในรูปของคาร์บอเนตเบส เช่น แร่มาลาไคต์, $\text{CuCO}_3 \cdot \text{Cu(OH)}_2$ มีสีเขียว, แร่อะซูไรต์, $2\text{CuCO}_3 \cdot \text{Cu(OH)}_2$ สีน้ำเงิน

2.4.2 ปฏิกิริยาเคมีของทองแดง

ทองแดงก็เหมือนกับธาตุอื่น ๆ ในหมู่ IB เช่น เงิน และทองคำ คือสามารถพบอยู่เป็นโลหะอิสระได้นี้ย่อมแสดงให้เห็นถึงว่าธาตุเหล่านี้ มีความเสถียรที่สภาวะออกซิเดชันเป็นศูนย์ ด้วยทองแดงละลายได้ในกรดไม่ทุกชนิด (เปรียบเทียบจากค่าศักย์ไฟฟ้ามาตรฐาน) แต่ละลายได้ในกรดซัลฟิวริกเข้มข้นและกรดไนตริก ในกรณีที่ว่านี้แอนไอออนของกรดทำหน้าที่เป็นตัวออกซิไดส์ (ไม่ใช่ H⁺ ที่ปกติแล้วจะเป็นตัวออกซิไดส์ในกรด) กรดซัลฟิวริกจะถูกรีดิวซ์ไปเป็น SO₂ ดังนี้



ส่วนกรดไนตริกเจือจางจะถูกรีดิวซ์ไปเป็น NO แต่ถ้าเป็นกรดไนตริกเข้มข้นก็จะถูกรีดิวซ์ไปเป็น NO₂



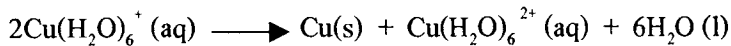
ผลิตภัณฑ์ออกซิเดชันของทองแดงในปฏิกิริยาข้างบนนี้ไอออนทองแดง (II), Cu(H₂O)₆²⁺ (aq) ซึ่งเรียกว่า ไอออนคิวปริก มีสีน้ำเงินสดใส ส่วนเหลือทองแดง(II), ไฮดรอกไซด์เช่น ทองแดง (II) ซัลเฟตเพนตะไฮเดรต, CuSO₄•5H₂O ก็มีสีน้ำเงินเช่นกัน สีโมเลกุลของน้ำของทองแดง (II) ซัลเฟต เพนตะไฮเดรตนั้นเกิดพันธะกับ Cu²⁺ ส่วนโมเลกุลที่ห้ามเกิดพันธะไฮโดรเจนกับไอออนซัลเฟต เราจึงเขียนสูตรเป็น [Cu(H₂O)₄]SO₄•H₂O เพื่อแทนโครงสร้างที่คิดว่าส่วนทองแดง (II) ซัลเฟตมอนไฮเดรต, CuSO₄•H₂O และแอนไฮดรัส CuSO₄ ไม่มีสีจึงแสดงให้เห็นว่ามันเป็นความซับซ้อนของโมเลกุลที่มีต่อไอออนทองแดงจนทำให้เกิดเป็นสีน้ำเงินได้

เมื่อสารละลายในเบสแก่ก่อเกิดเป็นสารละลายของไอออนทองแดง (II) ถูกทำให้เป็นเบสจะได้ตะกอนสีน้ำเงินแกมเขียวของทองแดง (II) ไฮดรอกไซด์, Cu(OH)₂ เกิดขึ้น ถ้านำสารละลายนี้ไปเผามันจะเปลี่ยนไปเป็น แอมโฟเทอริก และละลายในเบสแก่ก่อให้เกิดเป็นสารละลายสีน้ำเงินเข้ม บางทีอาจจะเป็นแอนไอออน, Cu(OH)₄⁻

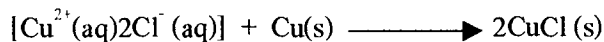
ถึงแม้ว่า เคมีในสารละลายน้ำทั้งหมดของทองแดงจะเกี่ยวข้องกับ สภาวะออกซิเดชัน +2 ก็ตามแต่ก็ยังมีสารประกอบสองธาตุที่สำคัญอยู่จำนวนหนึ่ง และสารเชิงซ้อนของทองแดง (I) เมื่อทองแดงถูกเผาในบรรยากาศออกซิเจนต่ำกว่า 1000 °C มันก่อให้เกิดเป็นทองแดง (II)

ออกไซด์สีดำ, CuO แต่ถ้าอุณหภูมิสูงขึ้นมันก่อเกิดเป็นทองแดง (I) ออกไซด์สีแดงของ Cu₂O ซึ่งออกไซด์นี้พบอยู่ตามธรรมชาติในแร่คิวไพรต์

ในน้ำนั้นทองแดง (I) ออกไซด์, Cu(H₂O)₆⁺ สามารถรีดิวซ์และออกซิไดส์ตัวเองได้

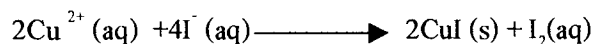


จากเหตุนี้ สารประกอบทองแดง (I) ที่อาจจะถูกคิดว่ามันให้อิออน Cu(H₂O)⁺ ที่ไม่เสถียรในสารละลายน้ำอย่างไรก็ตาม ปฏิกิริยาข้างบนสามารถเลื่อนไปทางซ้าย ถ้าสารประกอบทองแดง (I) ไม่ละลายนี้ก่อเกิดขึ้นดังนั้น ทองแดง (I) คลอไรด์ที่ไม่ละลายก็สามารถเตรียมได้โดยการต้มของผสมที่เป็นกรดของทองแดง (II) คลอไรด์ และโลหะทองแดง



ตะกอนสีขาว

เช่นเดียวกันกับ การรีดิวซ์ของ Cu²⁺ ไปเป็น Cu⁺ สามารถทำได้ง่าย เมื่อความเข้มข้นของ Cu⁺ ถูกทำให้ให้ต่ำโดยการก่อให้เกิดของเกลือทองแดง (I) ที่ไม่ละลายน้ำ ลองพิจารณาการรีดักชันของ Cu²⁺ ไปเป็นทองแดง (I) โดยอิออนไอโอด์ ก่อเกิดเป็นตะกอนสีขาวของทองแดง (I) ไอโอด์



ปฏิกิริยานี้ดำเนินไปทางขวา ถึงแม้ว่าอิออนไอโอด์จะเป็นตัวรีดิวซ์ที่อ่อนมากๆ เนื่องจากการก่อเกิดของทองแดง (I) ไอโอด์ที่ละลายได้น้อยมากนั่นเอง

2.4.3 การกัดกร่อนของทองแดง

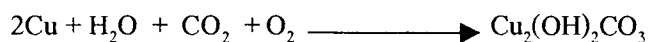
ทองแดงถูกนำมาใช้กันอย่างกว้างขวางในอุตสาหกรรมไฟฟ้า และการผลิตท่อ เช่นน้ำร้อน, รางน้ำ, แผ่นมุงหลังคา, และท่อลำเลียงน้ำมันเชื้อเพลิง ทองแดงเป็นส่วนประกอบหลักของโลหะที่สำคัญอย่างเช่น ทองสัมฤทธิ์, ทองเหลือง, และโลหะโมนีล (Monel metal) ซึ่งประกอบด้วย 30 % Cu และ 70% Ni ซึ่งมีความแข็งแรงมากและต้านการกัดกร่อนจากกรด ด้วยเหตุนี้ในกรณีที่มีท่อต่าง ๆ หรืออุปกรณ์ต่าง ๆ ที่มีทองแดงเป็นส่วนประกอบนั้นมันจะถูกแสดงให้เห็นว่าโลหะนี้ถูกกัดกร่อนโดยสารและตัวกลางชนิดใดหรือไม่ เมื่อมันจำเป็นต้องสัมผัสกับสารหรือตัวกลางนั้น ๆ

2.4.4 ทองแดงในเชิงพาณิชย์

ทองแดงที่ถูกนำไปใช้ในเชิงพาณิชย์หลักก็คือ การใช้เป็นตัวนำไฟฟ้า เนื่องจากความสามารถในการนำไฟฟ้าได้อย่างวิเศษ (ยกเว้นโลหะเงิน) ของมันและเนื่องจากมีสมบัติต่อต้านการกัดกร่อน ทองแดงจึงถูกนำมาใช้ในการบัดกรีและการประยุกต์เชิงโครงสร้างชนิดอื่นๆ ทองแดงก่อเกิดเป็นโลหะผสมที่เป็นที่รู้จักกันอย่างดี คือ ทองเหลืองซึ่งเป็นโลหะผสมระหว่างทองแดงกับสังกะสี

2.4.5 ทองแดงในน้ำผิวดิน

ทองแดงถูกพบมีน้อยมากในน้ำตามธรรมชาติ ด้วยเหตุนี้ปริมาณของทองแดงที่จะปนในน้ำผิวดินได้นั้น ตามปกติแล้วจะได้จากของเหลวที่มาจากโรงงานอุตสาหกรรมน้ำทิ้งจากกองขยะ จากยากำจัดศัตรูพืชในรูปของเบสิกแอซิเตด, คาร์บอเนต, คลอไรด์หรือไฮดรอกไซด์ ถึงแม้ว่าทองแดงจะต่อต้านการกัดกร่อน แต่มันก็จะถูกกัดกร่อนในอากาศชั้นใต้เป็นเบสิกทองแดงคาร์บอเนต ซึ่งมีสีเขียวดังปฏิกิริยาต่อไปนี้



2.4.6 ทองแดงในน้ำเสีย

ทองแดงเป็นโลหะที่ถูกนำมาใช้กันอย่างกว้างขวางด้วยสมบัติด้านการต่อต้านการกัดกร่อน, การนำความร้อน, การนำไฟฟ้า, การขึ้นรูปที่พิเศษของมัน มันถูกนำมาใช้ในโลหะผสมอย่างเช่น ทองเหลือง, ทองสัมฤทธิ์ ฯลฯ กับใช้ในรูปทองแดงบริสุทธิ์ในอุตสาหกรรมเชิงไฟฟ้า ของเหลวที่ประกอบด้วยทองแดงจะถูกผลิตขึ้นในอุตสาหกรรมการผลิตโลหะหลายชนิด เช่น ในอุตสาหกรรมการผลิตวงจรไฟฟ้า ของเหลวที่เหล่านี้จะต้องถูกทำให้บริสุทธิ์ก่อนปล่อยลงสู่ระบบท่อระบายน้ำ หรือ ก่อนไหลออกจากบ่อพัก สารประกอบของทองแดงตามปกติแล้วจะถูกทำให้ตกตะกอนในตัวกลางที่เป็นแอลกอฮอล์ในโรงงานกำจัดพิษของทองแดง ทองแดงจำนวนน้อยมากเป็นสิ่งจำเป็นสำหรับสิ่งมีชีวิตของเซลล์ แต่ถ้ามีมากก็ทำให้เกิดพิษได้โดยเฉพาะพิษที่เกิดกับแบคทีเรีย, สาหร่าย, และเชื้อรา สารเชิงซ้อนของทองแดงที่พบในน้ำเสียที่เสถียรมาก ๆ เช่น สารเชิงซ้อนไซยาโน และ EDTA ถ้าเป็นอย่างนี้สารตัวอย่างที่จะนำมาทำการวิเคราะห์จะต้องนำมาทำปฏิกิริยากับกรดซัลฟิวริกเสียก่อนเพื่อทำลายสารเชิงซ้อน

2.4.7 ทองแดงในน้ำดื่ม

ทองแดงเป็นธาตุที่จำเป็นในปริมาณน้อยมาก มันเป็นส่วนประกอบของเอนไซม์บางชนิด เช่น ไซโตโครมออกซิเดสซึ่งเกี่ยวข้องกับการหายใจของเซลล์ ความต้องการทองแดงประจำวันเป็น 2-3 mg นั้น ได้มาจากอาหาร น้ำที่มีทองแดงในปริมาณต่ำถือว่าปลอดภัยที่จะดื่ม แต่ถ้ามีทองแดงมากถึง 2 mg/l จะทำให้น้ำดื่มมีรสของโลหะ แต่ถ้ามีค่าเกิน 5 mg/l ก็ถือว่าดื่มไม่ได้ ทองแดงอาจมีอยู่ในน้ำดื่มได้อันเป็นผลมาจากการกักกรองบริเวณก๊อกน้ำที่อาศัยทองเหลือง มาตรฐานน้ำดื่ม EEC ได้ตกลงไว้ว่าปริมาณมากที่สุดของทองแดงเป็น 0.1 mg Cu/l ในน้ำดื่มที่เปิดจากก๊อกน้ำ แต่ถ้าน้ำถูกปล่อยให้ทิ้งไว้ให้อยู่ในท่อเป็นเวลานานจะทำให้ปริมาณทองแดงเพิ่มขึ้นเป็น 3 mg/l หรือมากกว่า

2.4.8 ทองแดงในของผสมอาหารสัตว์

แร่ธาตุต่างๆ และธาตุปริมาณน้อยมาก จะต้องถูกเติมลงไปของผสมอาหารสัตว์สำหรับฟาร์มเลี้ยงสัตว์ เพื่อจุดประสงค์ในความต้องการเชิงสรีรวิทยาของสัตว์ตามข้อกำหนดโดยข้อระเบียบการให้อาหารสัตว์ โดยเฉพาะอย่างยิ่งหมูมีความต้องการทองแดง ที่มีอยู่ในอาหารโดยขึ้นอยู่กับระยะของการเจริญเติบโตและการขุนให้อ้วน ความเข้มข้นของทองแดงในอาหารสัตว์ถูกกำหนดไว้เป็น 20-100 mg Cu/kg ของอาหารสัตว์ ถือว่าเป็นอาหาร “ประเภทปกติ” เพื่อที่จะทำให้น้ำใจถึงปริมาณทองแดงที่เพียงพอต่อความต้องการของทองแดงที่เพียงพอต่อความต้องการทำให้บริษัทผู้ผลิตอาหารสัตว์ต้องเติมทองแดงให้มากขึ้นกว่าเดิม คืออาจจะต้องเติมลงไปให้มากถึง 200 mg Cu/kg ในการให้อาหารแต่ละครั้ง ซึ่งปริมาณนี้จำเป็นต้องตรวจสอบ

2.4.9 ทองแดงสำหรับระบบการเจริญของสาหร่าย

วิธีดั้งเดิมและยังคงนิยมกันอย่างกว้างขวางในอันที่จะต่อสู้กับสาหร่ายสีเขียวที่เกิดขึ้นในสระว่ายน้ำก็คือการให้ทองแดงซัลเฟตแก่สระน้ำนั้น โดยการเตรียม 10% ของสารละลายทองแดงซัลเฟต โดยจะให้มี 2-4 g ของทองแดงซัลเฟตต่อน้ำในสระว่ายน้ำ 1 ลูกบาศก์เมตร โดยขึ้นอยู่กับปริมาณการเจริญเติบโตของสาหร่ายด้วย แต่ถ้าให้ปล่อยเกินไปจะทำให้สาหร่ายตายและความเข้มข้นของทองแดงก็ควรตรวจสอบอยู่ตลอดเวลาโดยต้องไม่เกิน 0.1 – 0.3 mg Cu/l แต่ถ้าทองแดงลดลงน้อยกว่า 0.1 mg Cu/l ก็ควรจะเริ่มให้ทองแดงซัลเฟตต่อไป

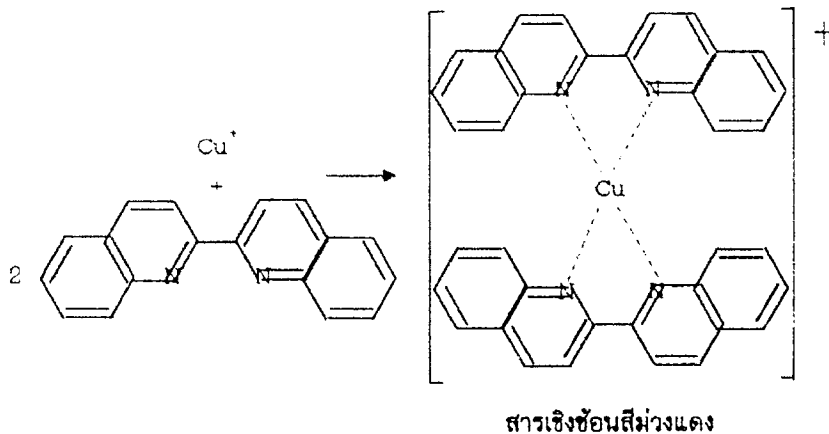
2.4.10 ทองแดงในน้ำเพื่อเป็นแหล่งที่อยู่อาศัยของปลา

ทองแดงเป็นธาตุชนิดหนึ่งที่มีพิษที่สุดต่อปลาปริมาณต่ำที่สุดที่ปลาไม่สามารถมีชีวิตอยู่ได้คือ 0.1 mg Cu/l ซึ่งความเป็นพิษของทองแดงยังขึ้นอยู่กับความกระด้างของน้ำด้วย

ปฏิกิริยาการเกิดสีของทองแดง

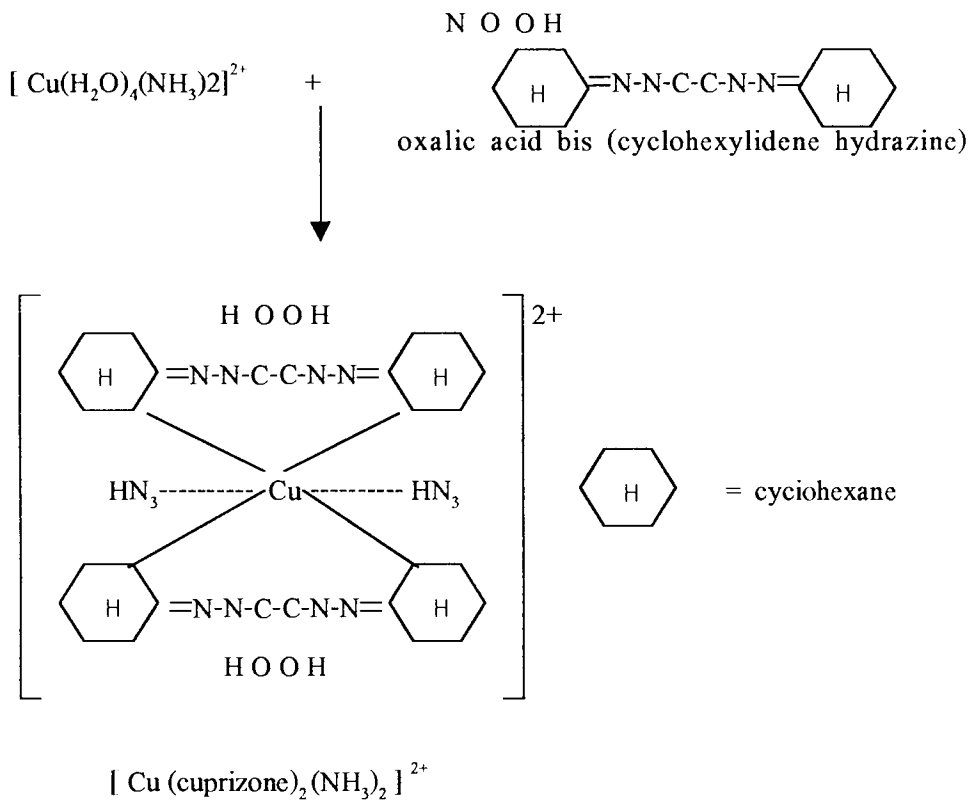
1. การเกิดสีกับคิวโปรอิน

การหาทองแดงนั้นขึ้นอยู่กับปฏิกิริยาที่ไอออนทองแดง (I) เข้าร่วมตัวกับ 2,2 - biquinoline (cuproine) ในสารละลายน้ำของแอลกอฮอล์ก่อเกิดเป็นสารเชิงซ้อนสีม่วงแดง ดังนั้นทองแดง (II) จะต้องถูกรีดิวซ์เสียก่อนที่จะนำมาทำให้เป็นเกิดปฏิกิริยาการเกิดสี



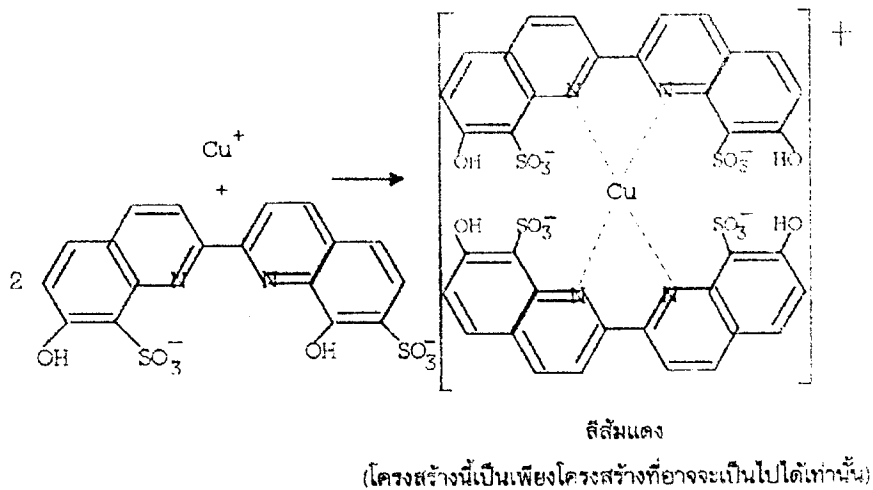
2 การเกิดสีกับคิวปริโซน

หลังจากที่ทองแดง (II) อยู่ในตัวกลางแอมโมเนียทาร์เทรตในน้ำแอมโมเนียจะทำให้ทองแดงเปลี่ยนไปเป็น ไดเอมีนคิวปรต (II) $[\text{Cu}(\text{H}_2\text{O})_4(\text{NH}_3)_2]^{2+}$ จากนั้นสารประกอบนี้จะทำปฏิกิริยากับคิวปริโซน (cuprizone), [Oxalic acid bis cyclohexylidene hydrazide] ดังต่อไปนี้



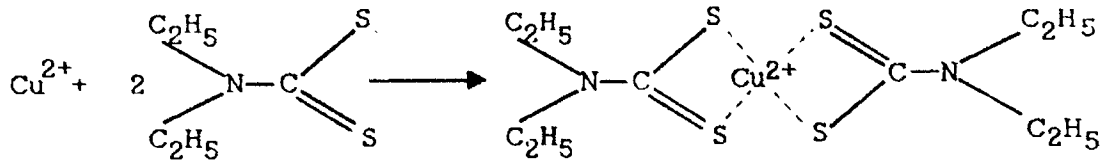
3. การเกิดสีกับสารละลายแบโทคิวโปรอินซัลฟอนิกแอซิดไดโซเดียมซอลต์

ทองแดง (II) ถูกรีดิวซ์ด้วยกรดแอสคอร์บิกไปเป็น ทองแดง (I) จากนั้นทองแดง (I) จะเข้าทำปฏิกิริยากับสารละลายของแบโทคิวโปรอินไดซัลฟอนิกแอซิดไดโซเดียมซอลต์ ได้เป็นสีส้มแดง



4. การเกิดสีส้มกับไดเอทิลไดไทโอคาร์บาโซน

ทองแดง (III) สามารถทำปฏิกิริยาโดยตรงกับไดเอทิลไดไทโอคาร์บาโซนก่อเกิดเป็นสารเชิงซ้อนโดยก่อเกิดพันธะผ่านทางอะตอมกำมะถัน



บทที่ 3

วิธีการดำเนินการทดลอง

3.1 เครื่องมือ

- Atomic Absorption Spectrophotometer Model GBC 933 ประเทศออสเตรเลีย
- Hollow Cathode Lamp (Copper) ผลิตโดยบริษัท Varian Techtron PTY.LTD ประเทศออสเตรเลีย

3.2 อุปกรณ์

- volumetric flask ขนาด 25 ml , 50 ml , 100 ml , 250 ml , 500 ml.
- Beaker ขนาด 100 ml , 250 ml.
- Volume pipette ขนาด 5 ml , 10 ml , 20 ml , 25 ml.
- Transfer pipette ขนาด 1 ml , 2 ml , 5 ml
- ขวดพลาสติก ขนาด 60 ml.
- ขวดน้ำกลั่น
- Stirrer
- Crucible
- ครกบด

3.3 สารเคมี

- Standard stock solution Cu 1000 mg/l ของบริษัท MERCK
- Standard stock solution Zn 1000 mg/l ของบริษัท MERCK
- โซเดียมซัลเฟต (Na_2SO_4)
- แอมโมเนียมคลอไรด์ (NH_4Cl)
- กรดบอริก (H_3BO_3)
- แคดเมียมไนเตรท [$\text{Cd}(\text{NO}_3)_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$]
- นิกเกิลไนเตรท [$\text{Ni}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$]
- กรดไนตริก 1% (1% HNO_3)
- กรดไฮโดรคลอริก 1% (1% HCl)

- กรดซัลฟิวริก 1% (1% H_2SO_4)
- กรดไฮโดรคลอริก (HCl) 32 %

3.4 การเตรียมสารละลายมาตรฐาน

1. Stock Standard Cu Solution 100 ppm

เตรียมโดยปิเปตจาก Stock Standard Cu Solution 1000 ppm มา 10 ml.

ใส่ใน Volumetric flask ขนาด 100 ml ปรับให้ถึงขีดวัดปริมาตรด้วย 1% HNO_3

2. Standard Cu Solution 1, 2, 3, 4, 5, 10, 15, 20 และ 25 ppm⁽²⁾

ปิเปตจาก Stock Standard Cu Solution 100 ppm มา 1 ml, 2 ml, 3 ml, 4 ml, 5 ml, 10 ml, 15 ml, 20 ml และ 25 ml ตามลำดับ ใน Volumetric flask ขนาด 100 ml ปรับปริมาตรให้ถึงขีดด้วย 1% HNO_3

3.5 การเตรียมสารละลาย

1. Standard Solution Cd 1000 ppm

เตรียมจาก $Cd(NO_3)_2 \cdot 4H_2O$ โดยชั่ง $Cd(NO_3)_2 \cdot 4H_2O$ มา 0.6859 กรัม ละลายด้วย

1% HNO_3 ใน Volumetric flask ขนาด 250 ml และปรับปริมาตรให้ถึงขีดด้วย 1% HNO_3 (สำหรับตัวทำละลาย 1% HCl, 1% H_2SO_4 ก็ชั่งมาในปริมาณเท่ากัน)

2. Standard Solution Ni 1000 ppm

เตรียมจาก $Ni(NO_3)_2 \cdot 6H_2O$ โดยชั่ง $Ni(NO_3)_2 \cdot 6H_2O$ มา 1.2381 กรัม ละลายด้วย

1% HNO_3 ใน Volumetric flask ขนาด 250 ml และปรับปริมาตรให้ถึงขีดด้วย 1% HNO_3 (สำหรับตัวทำละลาย 1% HCl, 1% H_2SO_4 ก็ชั่งมาในปริมาณเท่ากัน)

3. กรดบอริก 0.0185 โมลาร์ (H_3BO_3)

ชั่ง กรดบอริก มา 0.1143 กรัม ละลายด้วย 1% HNO_3 ใน volumetric flask ขนาด 100 ml แล้วปรับปริมาตรให้ถึงขีดด้วย 1% HNO_3 (สำหรับตัวทำละลาย 1% HCl, 1% H_2SO_4 ก็ชั่งมาในปริมาณเท่ากัน)

4. โซเดียมซัลเฟต 1% w/v (1% Na_2SO_4)

ชั่ง Na_2SO_4 มา 1 กรัม ละลายด้วย 1% HNO_3 ใน volumetric flask ขนาด 100 ml แล้วปรับปริมาตรให้ถึงขีดด้วย 1% HNO_3 (สำหรับตัวทำละลาย 1% HCl, 1% H_2SO_4 ก็ชั่งมาในปริมาณที่เท่ากัน)

5. แอมโมเนียมคลอไรด์ 1 % w/v (1 %NH₄Cl)

ชั่ง NH₄Cl มา 1 กรัม ละลายด้วย 1% HNO₃ ใน volumetric flask ขนาด 100 ml แล้วปรับปริมาตรให้ถึงขีดด้วย 1 % HNO₃ (สำหรับตัวทำละลาย 1% HCl, 1 % H₂SO₄ ก็ชั่งมาในปริมาณเท่ากัน)

3.6 การเตรียมตัวอย่างเพื่อการวิเคราะห์ ⁽¹⁰⁾

การเก็บตัวอย่างหอยแมลงภู

เก็บตัวอย่างหอยแมลงภู จากตลาดสดเทศบาลนครพิษณุโลก 3 แห่ง ได้แก่ ตลาดสดหน้าสถานีรถไฟ, ตลาดสดเทศบาลบ้านคลอง และ ตลาดสดเทศบาลโคกมะดุม โดยสุ่มซื้อหอยแมลงภูจากตลาดละ 2 ร้าน ดังนั้นจะซื้อหอยแมลงภูคัมทั้งหมด 6 ตัวอย่าง นำหอยแมลงภูที่ได้มาแช่เย็นไว้ เตรียมทำการอบในคอนเซ้า ในการซื้อหอยแมลงภูนั้นจะซื้อในคอนเซ้นเพราะตลาดโคกมะดุมและตลาดบ้านคลองเป็นตลาดที่เปิดขายในคอนเซ้น

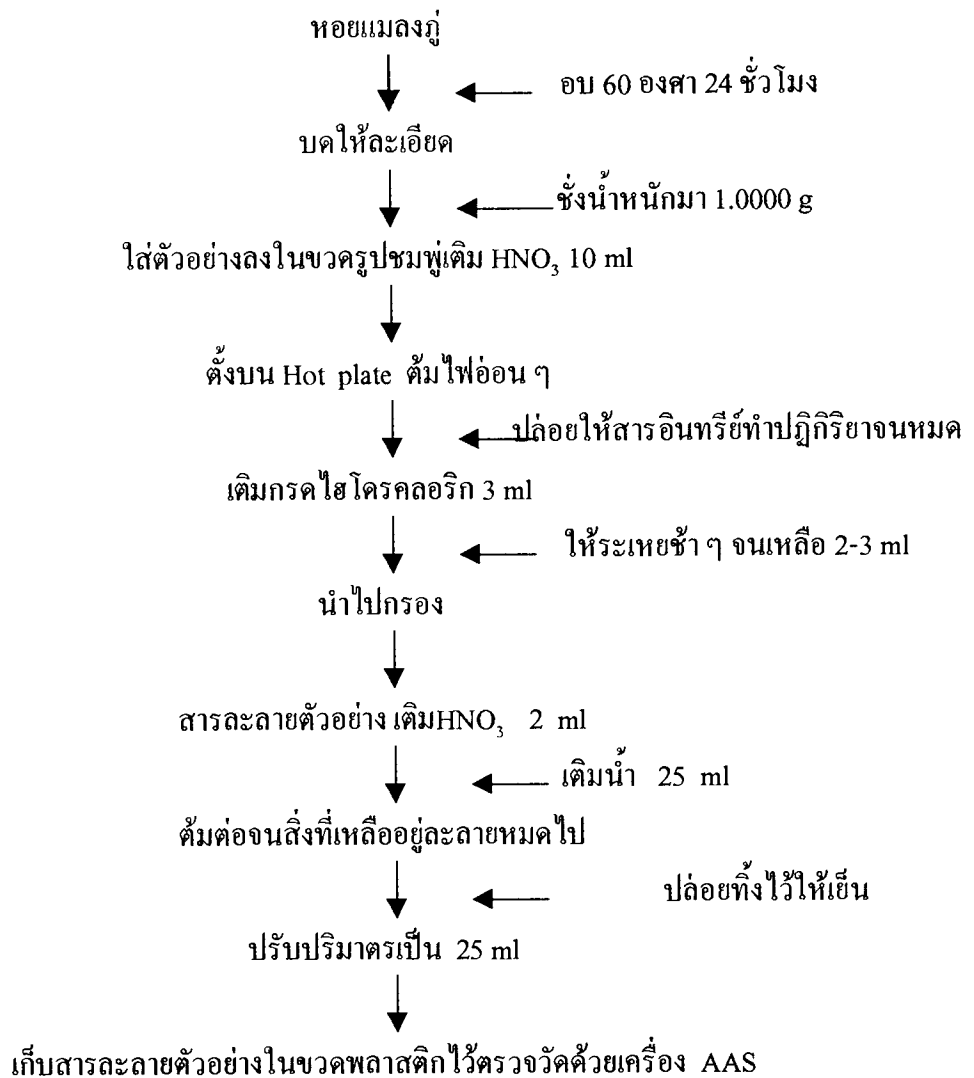
การเตรียมตัวอย่างหอยแมลงภู

นำตัวอย่างหอยแมลงภูออกจากตู้แช่เย็น ปล่อยให้วางอยู่ที่อุณหภูมิห้อง นำหอยแมลงภูมาล้างให้สะอาด นำตัวอย่างใส่ถ้วยเข้าตู้อบที่ 60 °C เป็นเวลา 24 ชั่วโมง เมื่อครบเวลาหอยแมลงภูก็จะแห้ง นำมาบดให้ละเอียด เพื่อจะนำไปวิเคราะห์หาปริมาณตะกั่วและทองแดง ที่ตกค้างอยู่ในหอยแมลงภู

การสกัดตัวอย่างหอยแมลงภู

1. นำตัวอย่างหอยแมลงภูไปอบที่ 60 °C (นาน 24 ชั่วโมง)
2. นำตัวอย่างที่ได้มาบดให้ละเอียด
3. นำ ตัวอย่างที่บดได้ ชั่งน้ำหนักด้วยเครื่องชั่ง 4 ตำแหน่ง
4. เมื่อได้น้ำหนักที่แน่นอนแล้ว ก็ใส่ในขวดรูปชมพู่
5. เติมกรดไนตริก 10 ml นำไปตั้งบน Hot plate (ต้มด้วยไฟอ่อน)
6. ปล่อยให้ตัวอย่างให้ทำปฏิกิริยาจนกระทั่งไม่มีควันสีน้ำตาล ถ้ายังมีสารอินทรีย์เหลืออยู่ให้เติมกรดไนตริกไปอีก 10 ml จนกระทั่งไม่มีสารอินทรีย์เหลืออยู่
7. เติมกรดไฮโดรคลอริกเข้มข้นลงไป 3 ml
8. ปล่อยให้ระเหยช้าๆ จนเหลือประมาณ 2-3 ml
9. นำไปกรองด้วยกระดาษกรองเบอร์ 42
10. เติมกรดไนตริกลงในสารละลายที่กรองได้ ตัวอย่างละ 2 ml
11. เติมน้ำลงไปอีก 25 ml นำไปต้มต่อจนถึงที่เหลืออยู่ละลายหมด

12. ปล่อยทิ้งไว้ให้เย็น ปรับปริมาตรเป็น 25 ml ด้วยน้ำกลั่น
13. เก็บตัวอย่างในขวดพลาสติก นำไปตรวจวัดหาปริมาณโลหะทองแดง



3.7 วิธีทดลอง

1. ศึกษาตัวแปร (parameter) ที่เหมาะสมในการวิเคราะห์ทองแดง⁽²⁾

1.1 ผลของ lamp current

- ใช้สารละลายทองแดงมาตรฐาน ที่เตรียมขึ้นที่ความเข้มข้น 5, 10, 15, 20 และ 25 ppm นำไปวัดค่าการดูดกลืนแสง (absorbance) โดยเปลี่ยนค่าของ Lamp current ให้มีค่าอยู่ในช่วงระหว่าง 2–10 mA

- นำผลที่ได้ไปเขียนกราฟระหว่างค่า Absorbance (abs) กับค่าความเข้มข้นของทองแดงที่ได้จากการปรับ lamp current แต่ละค่า เลือกใช้กระแสที่ให้ค่า abs สูงสุด สำหรับใช้งานต่อไป

1.2 ผลของ Slit width

- วัดค่าการดูดกลืนแสง (absorbance) ของสารละลายทองแดงมาตรฐานที่มีความเข้มข้น 5, 10, 15, 20 และ 25 ppm โดยเปลี่ยนค่า slit width เป็น 0.2, 0.5, 0.7, 1.0, 1.5 และ 2.0 nm ตามลำดับ

- นำผลที่ได้ไปเขียนกราฟระหว่าง abs กับ ความเข้มข้นของทองแดงที่ได้จากการปรับ slit width แต่ละค่า เลือกใช้ slit width ที่ให้ช่วงที่เป็น linearity และมีค่า abs สูงสุด

1.3 ผลของ fuel - flow rate

- ใช้ค่า Optimum lamp current และ Slit width ที่เหมาะสม วัด abs ของสารละลายทองแดงมาตรฐานที่มีความเข้มข้น 5, 10, 15, 20 และ 25 ppm โดยทำการปรับ fuel - flow rate ในขณะที่ทำการทดลอง โดยให้ Oxidant flow คงที่

- จากผลการทดลองสร้างกราฟระหว่างค่า abs กับค่า fuel - flow rate และเลือกใช้ค่า fuel - flow rate ที่ให้ค่าการดูดกลืนแสงสูงสุด

1.4 ผลของ Oxidant flow rate

- ใช้ค่า Optimum lamp current และ Slit width ที่เหมาะสม วัด abs ของสารละลายทองแดงมาตรฐานที่มีความเข้มข้น 5, 10, 15, 20 และ 25 ppm โดยทำการปรับ Oxidant flow rate ในขณะที่ทำการทดลอง โดยให้ fuel - flow rate คงที่

- จากผลการทดลองสร้างกราฟระหว่างค่า abs กับค่า oxidant flow rate และเลือกใช้ค่า oxidant flow rate ที่ให้ค่าการดูดกลืนแสงสูงสุด

1.5 ผลของ wave length

1.5.1 ใช้ค่า Optimum lamp current และ Slit width ที่ 0.2 nm. วัดค่าการดูดกลืนแสงของทองแดงมาตรฐานที่มีความเข้มข้น 5, 10, 15, 20 และ 25 ppm ตามลำดับ

จากการทดลองเขียนกราฟระหว่างค่าการดูดกลืนแสง (abs) กับค่าของ wave length ต่างๆ ที่เลือกทำการทดลอง ที่ slit width 0.2 nm.

1.5.2 ทำการทดลองเช่นเดียวกันกับ ข้อ 1.5.1 แต่เปลี่ยนค่าของ Slit width โดยเลือกใช้ค่า wave length ที่เหมาะสมที่สุด

2. การเตรียมกราฟมาตรฐานทองแดง

เตรียม โดยใช้สารละลายทองแดงมาตรฐานที่มีความเข้มข้นต่าง ๆ ดังนี้

2.1. ช่วง 5–25 ppm (5, 10, 15, 20, 25 ppm)

2.2. ช่วง 1–5 ppm (1, 2, 3, 4, 5 ppm)

นำไปวัดค่าการดูดกลืนแสงแล้วเขียนกราฟระหว่างค่า abs กับค่าความเข้มข้นของทองแดง

3. ศึกษาผลของธาตุรบกวนต่าง ๆ ที่อยู่รอบ ๆ ทองแดง⁽⁹⁾

สารละลายที่ใช้ในการทดลองคือ

- Cu 10 ppm ใน 1 % HNO₃

- สารละลาย 3 สารละลายใน 1 % HNO₃ ของ 100 ppm ของแต่ละธาตุ Zn, Ni และ Cd โดยมี Cu 10 ppm ผสมอยู่

- นำไปวัดค่าการดูดกลืนแสง

4. ศึกษาชนิดของกรดและ releasing agent ที่มีผลต่อการดูดกลืนแสงของทองแดง⁽⁹⁾

สารละลายที่ใช้ในการทดลอง คือ

4.1 สารละลาย 4 สารละลายใน 1 % HNO₃ คือ

- Cu 10 ppm

- Cu 10 ppm + Zn 1000 ppm

- Cu 10 ppm + 1 % Na₂SO₄

- Cu 10 ppm + Zn 1000 ppm + 1 % Na₂SO₄

4.2 เตรียมสารละลายเช่นเดียวกับข้อ 4.1 แต่เปลี่ยน releasing agent เป็น 1 % NH₄Cl, 0.0185 M H₃BO₃ ตามลำดับ

4.3 เตรียมสารละลายเช่นเดียวกันกับข้อ 3.1, 3.2 แต่เปลี่ยนกรดเป็น 1 % HCl, 1 % H₂SO₄ ตามลำดับ

4.4 เตรียมสารละลายเช่นเดียวกันกับข้อ 3.1, 3.2, 3.3 แต่เปลี่ยนธาตุรบกวนจาก Zn ไปเป็น Ni, และ Cd ตามลำดับ

4.5 นำสารละลายทั้งหมดไปวัดค่าการดูดกลืนแสงโดยใช้ Conditions ที่เหมาะสมที่ได้ทำการศึกษาดังการทดลองที่ 1

5. การตรวจวัดหาปริมาณของทองแดงในตัวอย่างหอยแมลงภู

นำตัวอย่างที่เตรียมในข้อ 3.6 ไปวัด abs แล้วคำนวณหาปริมาณทองแดง

บทที่ 4

ผลการทดลอง

4.1 การศึกษาตัวแปรที่เหมาะสมในการวิเคราะห์ทองแดงโดยใช้ AAS

ตารางที่ 4.1 การศึกษาผลของ Lamp current ที่มีต่อการดูดกลืนแสง

condition : lamp current 2.0 – 10.0 mA

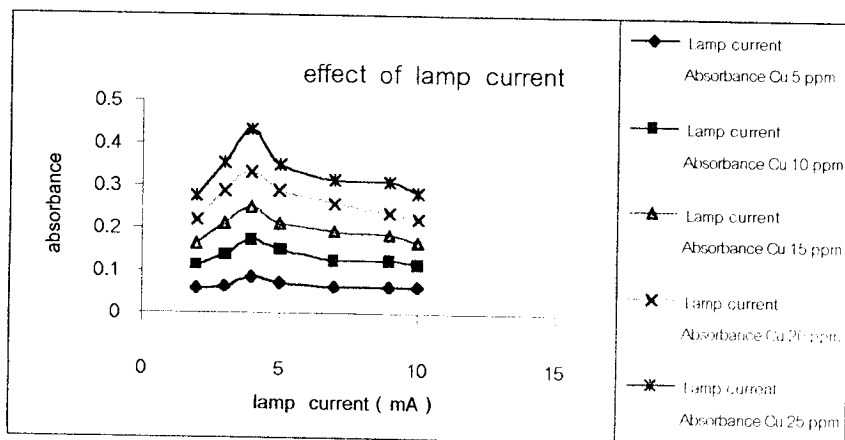
slit width 0.5 nm

wave length 324.7 nm

flame condition : fuel flow 2.0 l/min

oxidant flow 8.0 l/min

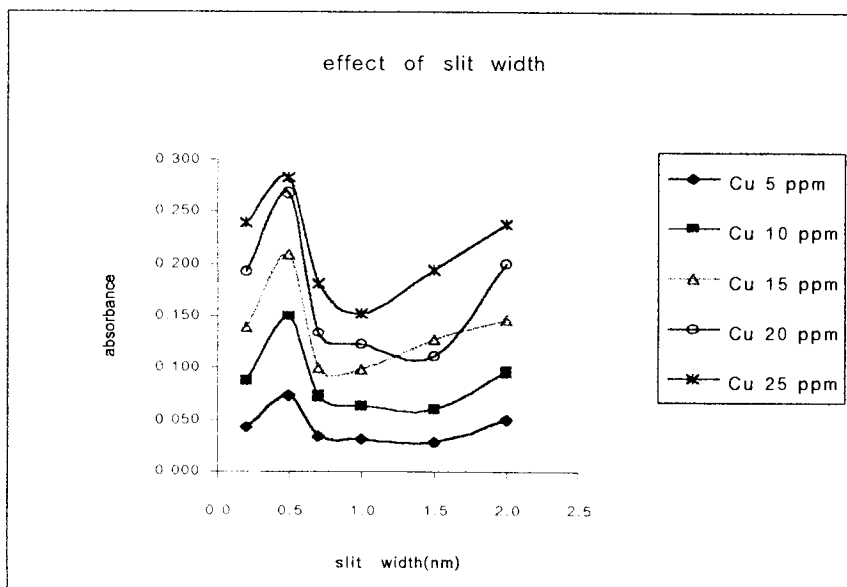
Lamp current (mA)	Absorbance				
	Cu 5 ppm	Cu 10 ppm	Cu 15 ppm	Cu 20 ppm	Cu 25 ppm
2.0	0.056	0.107	0.162	0.216	0.275
3.0	0.059	0.134	0.208	0.288	0.351
4.0	0.084	0.169	0.248	0.332	0.431
5.0	0.071	0.150	0.209	0.286	0.348
7.0	0.063	0.122	0.190	0.258	0.313
9.0	0.059	0.123	0.184	0.233	0.307
10.0	0.059	0.112	0.166	0.221	0.281



ตารางที่ 4.2 การศึกษาผลของ slit width ที่มีต่อการดูดกลืนแสง

condition : lamp current 4.0 mA
 slit width 0.2- 2.0 nm
 wave length 324.7 nm
 flame condition : fuel flow 2.0 l/min
 oxidant flow 8.0 l/min

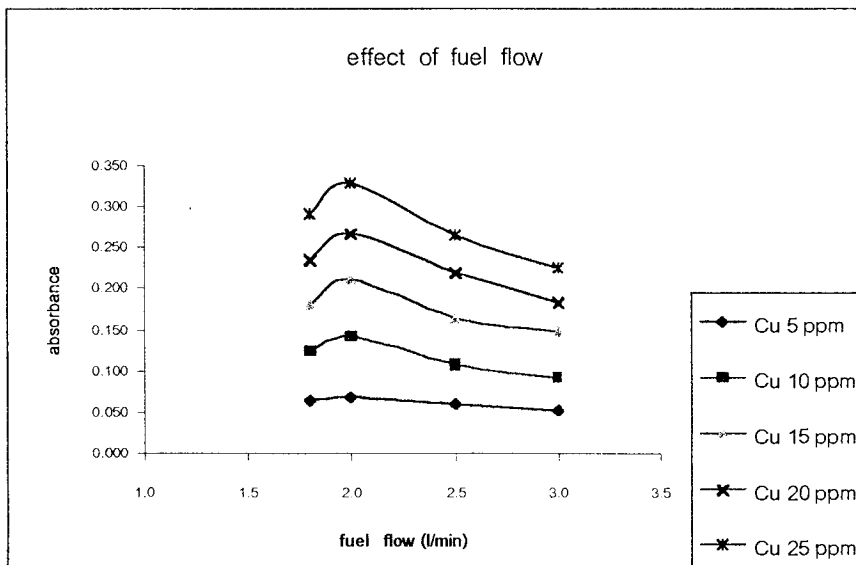
Slit width (nm)	Absorbance				
	Cu 5 ppm	Cu 10 ppm	Cu 15 ppm	Cu 20 ppm	Cu 25 ppm
0.2	0.042	0.087	0.139	0.192	0.239
0.5	0.073	0.148	0.208	0.268	0.283
0.7	0.034	0.073	0.099	0.132	0.181
1.0	0.031	0.062	0.097	0.122	0.151
1.5	0.027	0.060	0.126	0.111	0.194
2.0	0.049	0.096	0.146	0.200	0.237



ตารางที่ 4.3 การศึกษาผลของ fuel flow ที่มีต่อการดูดกลืนแสง

condition : lamp current 4.0 mA
 slit width 0.5 nm
 wave length 324.7 nm
 flame condition : fuel flow 1.8-3.0 l/min
 oxidant flow 8.0 l/min

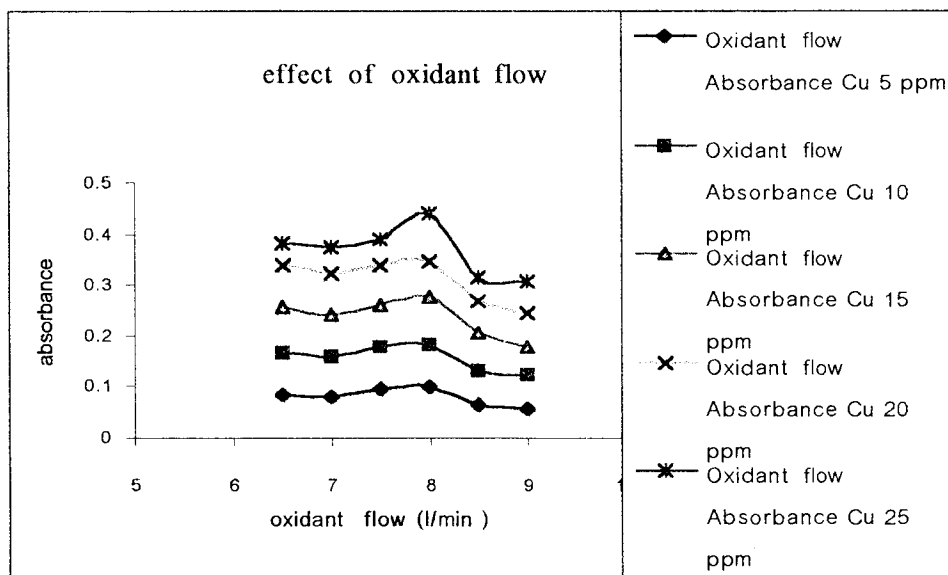
Fuel flow L/min	Absorbance				
	Cu 5 ppm	Cu 10 ppm	Cu 15 ppm	Cu 20 ppm	Cu 25 ppm
1.8	0.063	0.123	0.178	0.235	0.290
2.0	0.068	0.141	0.211	0.266	0.329
2.5	0.060	0.108	0.164	0.218	0.264
3.0	0.052	0.092	0.147	0.183	0.224



ตารางที่ 4.4 การศึกษาผลของ oxidant flow ที่มีต่อการดูดกลืนแสง

condition : lamp current 4.0 mA
 slit width 0.5 nm
 wave length 324.7 nm
 flame condition : fuel flow 2.0 l/min
 oxidant flow 6.5-9.0 l/min

Oxidant flow l/min	Absorbance				
	Cu 5 ppm	Cu 10 ppm	Cu 15 ppm	Cu 20 ppm	Cu 25 ppm
6.5	0.082	0.163	0.254	0.334	0.377
7.0	0.077	0.157	0.24	0.321	0.372
7.5	0.093	0.175	0.259	0.337	0.386
8.0	0.096	0.18	0.275	0.342	0.436
8.5	0.062	0.13	0.203	0.264	0.311
9.0	0.056	0.121	0.177	0.242	0.303



ตารางที่ 4.5 การศึกษาผลของ wave length ที่มีต่อการดูดกลืนแสง

condition : lamp current 4.0 mA

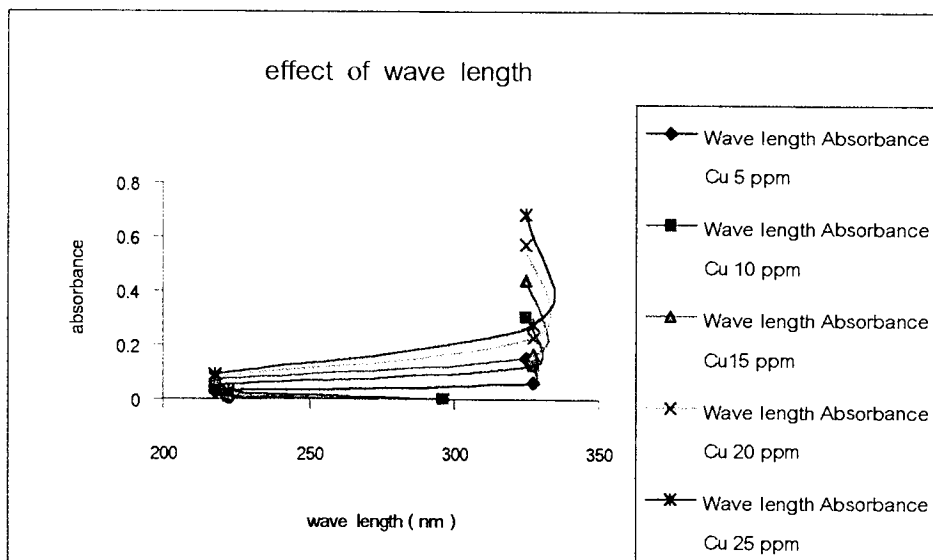
slit width 0.2 nm

wave length 324.7,327.4,217.9,222.6,296.2 nm

flame condition : fuel flow 2.0 l/min

oxidant flow 8.0 l/min

Wave length (nm)	Absorbance				
	Cu 5 ppm	Cu 10 ppm	Cu15 ppm	Cu 20 ppm	Cu 25 ppm
324.7	0.151	0.302	0.443	0.575	0.685
327.4	0.062	0.121	0.168	0.228	0.273
217.9	0.029	0.050	0.066	0.076	0.089
222.6	0.002	0.008	0.016	0.021	0.029
296.2	0.000	0.001	0.001	0.001	0.001



ตารางที่ 4.6 การศึกษาผลของ wave length (ต่อ) ที่มีต่อการดูดกลืนแสง

condition : lamp current 4.0 mA

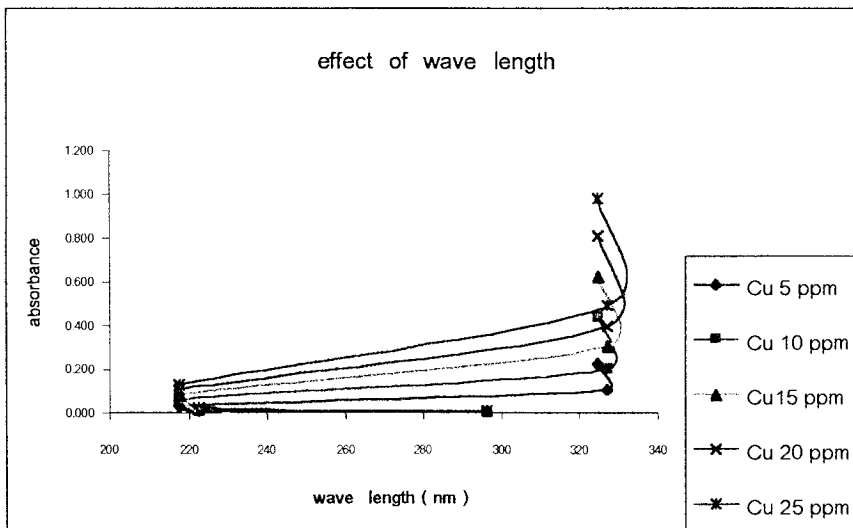
slit width 0.5 nm

wave length 324.7,327.4,217.9,222.6,296.2 nm

flame condition : fuel flow 2.0 l/min

oxidant flow 8.0 l/min

Wave length (nm)	Absorbance				
	Cu 5 ppm	Cu 10 ppm	Cu15 ppm	Cu 20 ppm	Cu 25 ppm
324.7	0.225	0.436	0.620	0.806	0.975
327.4	0.101	0.201	0.301	0.392	0.487
217.9	0.028	0.056	0.079	0.103	0.123
222.6	0.004	0.010	0.013	0.017	0.021
296.2	0.001	0.003	0.006	0.008	0.010



ตารางที่ 4.7 การศึกษาผลของ wave length (ต่อ) ที่มีต่อการดูดกลืนแสง

condition : lamp current 4.0 mA

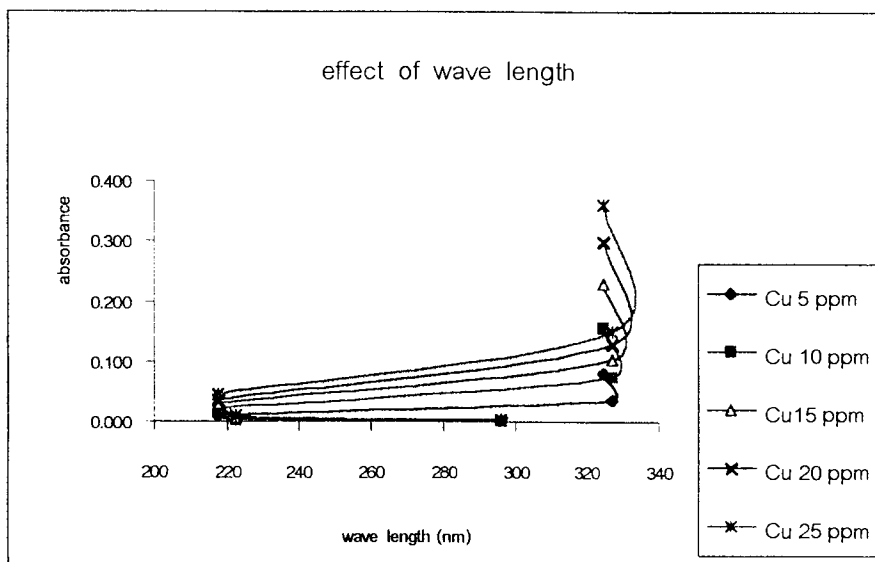
slit width 1.0 nm

wave length 324.7,327.4,217.9,222.6,296.2 nm

flame condition : fuel flow 2.0 l/min

oxidant flow 8.0 l/min

Wave length (nm)	Absorbance				
	Cu 5 ppm	Cu 10 ppm	Cu15 ppm	Cu 20 ppm	Cu 25 ppm
324.7	0.078	0.155	0.228	0.299	0.360
327.4	0.035	0.072	0.103	0.129	0.149
217.9	0.010	0.019	0.028	0.036	0.045
222.6	0.002	0.004	0.006	0.008	0.010
296.2	0.001	0.001	0.001	0.001	0.003



4.2 การสร้างกราฟมาตรฐานเพื่อหาช่วงที่เหมาะสมสำหรับวิเคราะห์ทองแดง

condition : lamp current 4.0 mA

slit width 0.5 nm

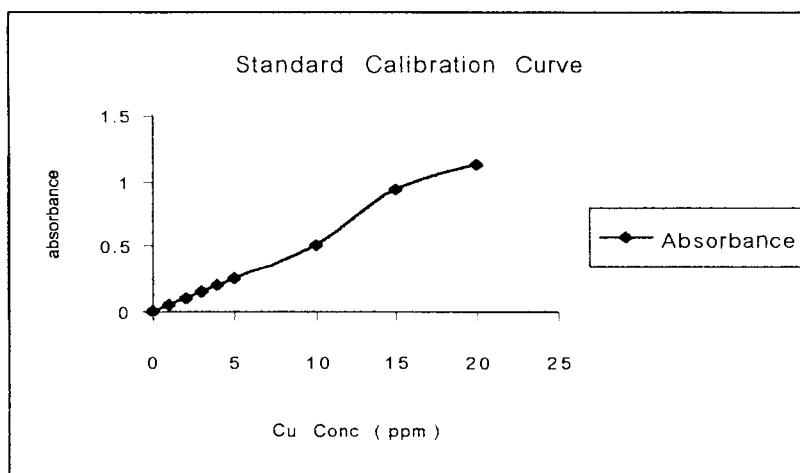
wave length 324.7 nm

flame condition : fuel flow 2.0 l/min

oxidant flow 8.0 l/min

ตารางที่ 4.8 แสดงค่าการดูดกลืนแสงของทองแดงที่ความเข้มข้นต่าง ๆ

Conc.(ppm)	Absorbance
0	0.000
1	0.056
2	0.104
3	0.156
4	0.199
5	0.256
10	0.500
15	0.929
20	1.119



4.3 ผลของธาตุต่าง ๆ ที่อยู่รอบ ๆ ทองแดง

ตารางที่ 4.9 แสดงค่าการดูดกลืนแสงจากธาตุที่มีผลต่อการดูดกลืนแสงของทองแดง

สารละลายใน 1%HNO ₃ (v/v)	ค่าการดูดกลืนแสง (Absorbance)			
	ครั้งที่ 1	ครั้งที่ 2	ครั้งที่ 3	เฉลี่ย
Cu 10 ppm	0.420	0.422	0.415	0.419
Cu 10 ppm + Zn 1000 ppm	0.199	0.197	0.200	0.199
Cu 10 ppm + Ni 1000 ppm	0.202	0.204	0.205	0.204
Cu 10 ppm + Cd 1000 ppm	0.212	0.210	0.210	0.211

4.4 ผลของชนิดของกรดและ Releasing agent

ตารางที่ 4.10 แสดงค่าการดูดกลืนแสงในตัวทำละลาย 1% HNO₃ (v/v)

สารละลายใน 1% HNO ₃ (v/v)	ค่าการดูดกลืนแสง (Absorbance)			
	ครั้งที่ 1	ครั้งที่ 2	ครั้งที่ 3	ค่าเฉลี่ย
Cu 10 ppm	0.408	0.406	0.404	0.406
Cu 10 ppm + Zn 1000 ppm	0.202	0.198	0.203	0.201
Cu 10 ppm + Ni 1000 ppm	0.210	0.210	0.210	0.211
Cu 10 ppm + Cd 1000 ppm	0.213	0.211	0.211	0.211
Cu 10 ppm + 1%Na ₂ SO ₄	0.202	0.203	0.199	0.205
Cu 10 ppm + 1%Na ₂ SO ₄ + Zn 1000 ppm	0.142	0.147	0.148	0.146
Cu 10 ppm + 1%Na ₂ SO ₄ + Ni 1000 ppm	0.147	0.148	0.145	0.147
Cu 10 ppm + 1%Na ₂ SO ₄ + Cd 1000 ppm	0.143	0.142	0.138	0.141
Cu 10 ppm + 1%NH ₄ Cl	0.258	0.260	0.258	0.259
Cu 10 ppm + 1%NH ₄ Cl+ Zn 1000 ppm	0.171	0.167	0.170	0.169
Cu 10 ppm + 1%NH ₄ Cl+ Ni 1000 ppm	0.172	0.169	0.170	0.170
Cu 10 ppm + 1%NH ₄ Cl+ Cd 1000 ppm	0.166	0.166	0.168	0.167
Cu 10 ppm + H ₃ BO ₃	0.207	0.205	0.212	0.207
Cu 10 ppm + H ₃ BO ₃ + Zn 1000 ppm	0.137	0.136	0.140	0.138

สารละลายใน 1% HNO ₃ (v/v)	ค่าการดูดกลืนแสง(Absorbance)			
	ครั้งที่ 1	ครั้งที่ 2	ครั้งที่ 3	ค่าเฉลี่ย
Cu 10 ppm+ H ₃ BO ₃ + Ni 1000 ppm	0.138	0.139	0.140	0.139
Cu 10 ppm+ H ₃ BO ₃ + Cd 1000 ppm	0.141	0.138	0.139	0.139

ตารางที่ 4.11 แสดงค่าการดูดกลืนแสง ในตัวทำละลาย 1% HCl (v/v)

สารละลายใน 1 % HCl (v/v)	ค่าการดูดกลืนแสง(Absorbance)			
	ครั้งที่ 1	ครั้งที่ 2	ครั้งที่ 3	เฉลี่ย
Cu 10 ppm	0.397	0.389	0.390	0.392
Cu 10 ppm + Zn 1000 ppm	0.203	0.205	0.207	0.205
Cu 10 ppm + Ni 1000 ppm	0.218	0.216	0.215	0.216
Cu 10 ppm + Cd 1000 ppm	0.206	0.208	0.210	0.208
Cu 10 ppm + 1%Na ₂ SO ₄	0.212	0.217	0.224	0.218
Cu 10 ppm + 1%Na ₂ SO ₄ +Zn 1000 ppm	0.156	0.159	0.159	0.158
Cu 10 ppm + 1%Na ₂ SO ₄ + Ni 1000 ppm	0.145	0.154	0.153	0.151
Cu 10 ppm + 1%Na ₂ SO ₄ + Cd 1000 ppm	0.153	0.153	0.155	0.154
Cu 10 ppm +1%NH ₄ Cl	0.238	0.239	0.239	0.238
Cu 10 ppm +1%NH ₄ Cl+ Zn 1000 ppm	0.212	0.122	0.122	0.122
Cu 10 ppm +1%NH ₄ Cl+ Ni 1000 ppm	0.119	0.120	0.120	0.120
Cu 10 ppm +1%NH ₄ Cl+ Cd 1000 ppm	0.125	0.123	0.124	0.124
Cu 10 ppm + H ₃ BO ₃	0.183	0.182	0.185	0.183
Cu 10 ppm+ H ₃ BO ₃ + Zn 1000 ppm	0.126	0.124	0.127	0.126
Cu 10 ppm+ H ₃ BO ₃ + Ni 1000 ppm	0.133	0.131	0.130	0.131
Cu 10 ppm+ H ₃ BO ₃ + Cd 1000 ppm	0.128	0.127	0.126	0.127

ตารางที่ 4.12 แสดงค่าการดูดกลืนแสงในตัวทำละลาย 1% H₂SO₄ (v/v)

สารละลายใน 1% H ₂ SO ₄ (v/v)	ค่าการดูดกลืนแสง (Absorbance)			
	ครั้งที่ 1	ครั้งที่ 2	ครั้งที่ 3	เฉลี่ย
Cu 10 ppm	0.379	0.371	0.374	0.375
Cu 10 ppm + Zn 1000 ppm	0.205	0.201	0.205	0.204
Cu 10 ppm + Ni 1000 ppm	0.210	0.208	0.208	0.210
Cu 10 ppm + Cd 1000 ppm	0.208	0.206	0.204	0.206
Cu 10 ppm + 1%Na ₂ SO ₄	0.194	0.194	0.196	0.195
Cu 10 ppm + 1%Na ₂ SO ₄ + Zn 1000 ppm	0.138	0.135	0.138	0.137
Cu 10 ppm + 1%Na ₂ SO ₄ + Ni 1000 ppm	0.140	0.138	0.141	0.139
Cu 10 ppm + 1%Na ₂ SO ₄ + Cd 1000 ppm	0.138	0.137	0.139	0.138
Cu 10 ppm + 1%NH ₄ Cl	0.191	0.197	0.196	0.195
Cu 10 ppm + 1%NH ₄ Cl + Zn 1000 ppm	0.141	0.138	0.139	0.139
Cu 10 ppm + 1%NH ₄ Cl + Ni 1000 ppm	0.136	0.138	0.138	0.137
Cu 10 ppm + 1%NH ₄ Cl + Cd 1000 ppm	0.136	0.127	0.130	0.131
Cu 10 ppm + H ₃ BO ₃	0.193	0.195	0.193	0.194
Cu 10 ppm + H ₃ BO ₃ + Zn 1000 ppm	0.135	0.137	0.140	0.138
Cu 10 ppm + H ₃ BO ₃ + Ni 1000 ppm	0.133	0.134	0.135	0.134
Cu 10 ppm + H ₃ BO ₃ + Cd 1000 ppm	0.127	0.117	0.117	0.120

ตารางที่ 4.13 ตารางแสดงค่าการดูดกลืนแสงของสารตัวอย่างในตัวทำละลายต่าง ๆ

สารละลายที่ใช้	ค่าการดูดกลืนแสง (Absorbance)		
	1%HNO ₃	1%HCl	1%H ₂ SO ₄
Cu 10 ppm	0.406	0.392	0.375
Cu 10 ppm + Zn 1000 ppm	0.201	0.205	0.204
Cu 10 ppm + Ni 1000 ppm	0.211	0.216	0.210
Cu 10 ppm + Cd 1000 ppm	0.211	0.208	0.206
Cu 10 ppm + 1%Na ₂ SO ₄	0.205	0.218	0.195
Cu 10 ppm + 1%Na ₂ SO ₄ +Zn 1000 ppm	0.146	0.158	0.137
Cu 10 ppm + 1%Na ₂ SO ₄ + Ni 1000 ppm	0.147	0.151	0.139
Cu 10 ppm + 1%Na ₂ SO ₄ + Cd 1000 ppm	0.141	0.154	0.138
Cu 10 ppm +1%NH ₄ Cl	0.259	0.238	0.195
Cu 10 ppm +1%NH ₄ Cl+ Zn 1000 ppm	0.169	0.122	0.139
Cu 10 ppm +1%NH ₄ Cl+ Ni 1000 ppm	0.170	0.120	0.137
Cu 10 ppm +1%NH ₄ Cl+ Cd 1000 ppm	0.167	0.124	0.131
Cu 10 ppm + H ₃ BO ₃	0.207	0.183	0.194
Cu 10 ppm+ H ₃ BO ₃ + Zn 1000 ppm	0.138	0.126	0.138
Cu 10 ppm+ H ₃ BO ₃ + Ni 1000 ppm	0.139	0.131	0.134
Cu 10 ppm+ H ₃ BO ₃ + Cd 1000 ppm	0.139	0.127	0.120

4.5 ผลการวิเคราะห์หาปริมาณทองแดงในตัวอย่างหอยแมลงภู

ตารางที่ 4.14 แสดงผลการวิเคราะห์หาปริมาณทองแดงในตัวอย่างหอยแมลงภู

ซึ่งได้ทำการวิเคราะห์ในตัวอย่างที่หาได้ตามท้องตลาดสดในจังหวัดพิษณุโลกที่นำมาจาก 2 แหล่งผลิตใหญ่ ๆ คือ จากตลาดมหาชัย กับ ตลาดเพชรบุรี

ตัวอย่างที่ 1 มาจากตลาดเพชรบุรี

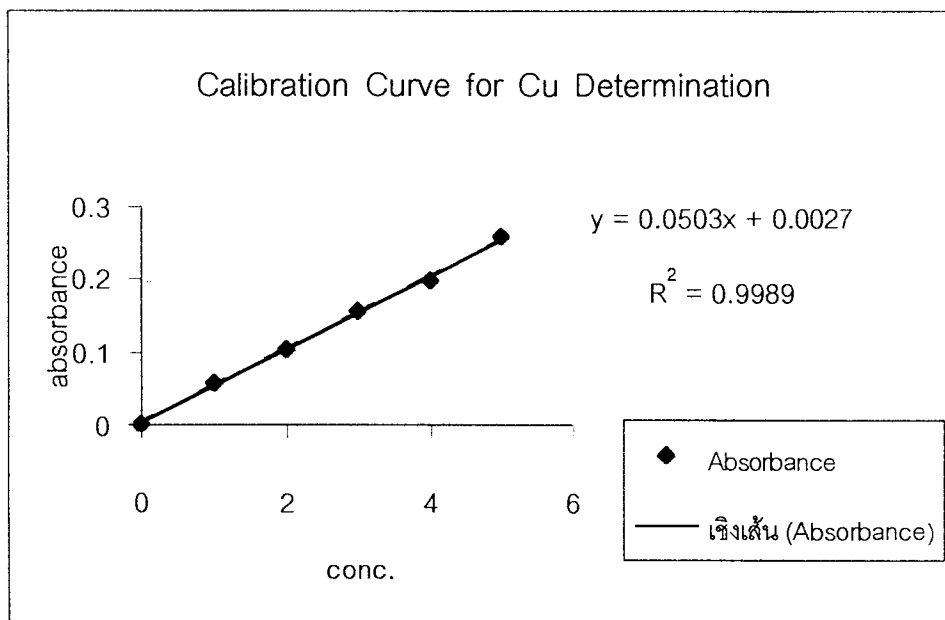
ตัวอย่างที่ 2,3,4,5 และ 6 มาจากตลาดมหาชัย

ซึ่งจากการวิเคราะห์ได้ผลดังตาราง

ตัวอย่างที่	ครั้งที่	Absorbance (Abs)	Conc.Cu (ppm)	Average Conc Cu(ppm)
1	1	0.189	3.704	3.714
	2	0.190	3.724	
2	1	0.185	3.624	3.425
	2	0.170	3.326	
3	1	0.114	2.213	2.223
	2	0.115	2.233	
4	1	0.144	2.213	2.223
	2	0.155	2.233	
5	1	0.179	3.505	3.515
	2	0.180	3.525	
6	1	0.111	2.153	2.233
	2	0.119	2.312	

กราฟมาตรฐานในการวิเคราะห์หาปริมาณทองแดงในตัวอย่าง
ตารางที่ 4.15 แสดงค่าการดูดกลืนแสงของทองแดงในช่วงความเข้มข้นเหมาะสม

conc.(ppm)	Absorbance
0	0.000
1	0.056
2	0.104
3	0.156
4	0.199
5	0.256



บทที่ 5

สรุป อภิปราย และวิจารณ์ผลการทดลอง

5.1 สรุปและอภิปรายผล

จากการศึกษาถึงผลกระทบทั้งทางกายภาพและทางเคมีที่มีต่อการวิเคราะห์ปริมาณทองแดง โดยวิธีอะตอมมิกแอบซอร์พชัน สเปกโตรโฟโตเมตรี (Atomic Absorption Spectrophotometry ; AAS) โดยทำการศึกษาหาสภาวะที่เหมาะสมของพารามิเตอร์ต่างๆ ของเครื่อง Atomic Absorption Spectrophotometer (AAS) และศึกษาผลกระทบทางเคมีบางประการ ในการวิเคราะห์หาปริมาณทองแดง พบว่าสภาวะที่เหมาะสมของแต่ละพารามิเตอร์ของเครื่อง AAS สรุปได้ดังตารางที่ 5.1

ตารางที่ 5.1 สภาวะที่เหมาะสมสำหรับการวิเคราะห์ปริมาณทองแดงโดยวิธี AAS

Conditions	Parameters
Lamp Current	4.0 mA
Slit Width	0.5 nm
Fuel Flow (Acetylene)	0.2 l/ min
Oxidant Flow (Air)	0.8 l/ min
Wave length	324.7 nm

กราฟมาตรฐานที่ได้จากการทดลองพบว่าในช่วงที่ความเข้มข้นต่ำ ๆ (1 - 5 ppm) ลักษณะของกราฟที่ได้จะเป็นเส้นตรงเป็นไปตามกฎของเบียร์ (Beer's law) แต่ที่ความเข้มข้นสูงมากขึ้น (10 , 15 , 20 , และ 25 ppm) พบว่ากราฟมีลักษณะเป็นเส้นโค้ง ไม่เหมาะสมที่จะใช้เป็นกราฟมาตรฐานในการหาปริมาณ สำหรับชนิดของกรด (ตัวทำละลาย) ที่เหมาะสมที่สุด สำหรับใช้ในการวิเคราะห์ คือ 1% HNO_3 ซึ่งให้ค่าการดูดกลืนแสงสูงกว่ากรดอีก 2 ชนิดที่เลือกทำการทดลอง คือ 1% HCl และ 1% H_2SO_4 ในการศึกษาหาสารลดการรบกวน (releasing agent) ใช้สารเคมี 3 ชนิดแตกต่างกัน คือ 1% Na_2SO_4 , 1% NH_4Cl และ 0.0185 M H_3BO_3 ในกรดต่างชนิดกัน (1% HNO_3 , 1% HCl , และ 1% H_2SO_4) สารเหล่านี้เลือกเติมลงไปเพื่อช่วยแก้ไขการรบกวนในการวิเคราะห์หาปริมาณทองแดงจากสารรบกวนอื่น ซึ่งในการทดลองได้

ใช้ตัวอย่างที่สังเคราะห์ขึ้นมาทราบความเข้มข้นและองค์ประกอบ สารละลายตัวอย่างนี้เปรียบเสมือนตัวอย่างจริงที่มีสารรบกวนการวิเคราะห์ทองแดงปะปนอยู่ เตรียมได้โดยนำสารประกอบของธาตุอื่นที่อยู่รอบ ๆ ทองแดงในตารางธาตุ มาเติมลงไปในการละลายทองแดง ผลการวิเคราะห์พบว่า releasing agent ไม่สามารถแก้ไขการรบกวนที่เกิดจากธาตุ Zn, Ni และ Cd ได้เลย นั่นหมายถึงว่า releasing agent ที่เลือกใช้ทำการศึกษาในครั้งนี้ไม่เหมาะสมที่จะนำไปใช้ลดการรบกวนการวิเคราะห์ที่เกิดจากธาตุข้างต้นได้ และในการวิเคราะห์หาปริมาณทองแดงในตัวอย่างจากสิ่งแวดล้อมเลือกใช้ตัวอย่าง คือ หอยแมลงภู่ จำนวน 6 ตัวอย่าง ทำการสุ่มตัวอย่างหอยแมลงภู่ที่วางจำหน่ายในเขตตลาดสดเทศบาลนครพิษณุโลก ซึ่งนำมาจากแหล่งผลิตใหญ่ ๆ คือจากอำเภอมหาชัย และจังหวัดเพชรบุรี (ข้อมูลนี้สอบถามจากร้านค้าที่จัดจำหน่ายโดยตรง) ในการวิเคราะห์หาปริมาณทองแดง ได้เลือกใช้สภาวะที่เหมาะสมของเครื่อง AAS ที่ได้ทำการศึกษาหาสภาวะที่เหมาะสมที่สุดสำหรับการวิเคราะห์ เพื่อจะได้ทราบถึงผลกระทบทั้งทางเคมีและทางกายภาพที่มีผลต่อการวิเคราะห์หาปริมาณทองแดงโดยวิธี AAS และได้ใช้ช่วงกราฟมาตรฐานที่มีช่วงความเข้มข้นที่เหมาะสมคือ ช่วงความเข้มข้น 1 – 5 มิลลิกรัมต่อลิตรของทองแดง ผลการวิเคราะห์พบปริมาณทองแดง 3.714, 3.425, 2.223, 2.223, 3.515, 2.233 ppm ตามลำดับ ซึ่งค่าได้เป็นค่าเฉลี่ยจากการทดลองสามครั้งต่อหนึ่งตัวอย่างที่วิเคราะห์

5.2 วิจัยรณผลและข้อเสนอแนะ

วิจารย์ผล

จากผลการวิเคราะห์ในการหาสภาวะที่เหมาะสม และการแก้ไขธาตุรบกวนในการวิเคราะห์หาปริมาณทองแดงซึ่งสามารถทำได้โดย การทำให้สารละลายมาตรฐานมี matrix ใกล้เคียงกับสารละลายตัวอย่างให้มากที่สุด ซึ่งในการวิเคราะห์ได้ใช้ releasing agent จำนวน 3 ชนิด คือ 1% Na_2SO_4 , 1% NH_4Cl และ 0.0185 M H_3BO_3 ในกรดต่าง ชนิดกัน เพื่อลดธาตุรบกวนจากธาตุ Zn, Ni และ Cd ในการวิเคราะห์ ซึ่งผลการวิเคราะห์พอสรุปได้ว่า releasing agent ที่เลือกเติมลงไปไม่สามารถลดการรบกวนการวิเคราะห์ได้ แสดงว่า releasing agent ทั้ง 3 ชนิดไม่เหมาะสมสำหรับใช้ในการลดธาตุรบกวนจากธาตุ Zn, Ni และ Cd ที่อยู่รอบ ๆ ธาตุ ทองแดงในตารางธาตุ ทั้งนี้ได้ทำการวิเคราะห์ทองแดงในสารละลายตัวอย่างที่ได้สังเคราะห์ (synthetic) ขึ้นมา

ข้อเสนอแนะ

ในการวิเคราะห์หาปริมาณทองแดง หรือ ธาตุใด ๆ ก็ตามโดยวิธี AAS ควรหาสารช่วยลดการรบกวน (releasing agent) ที่เหมาะสม ซึ่งจะต้องพิจารณาว่า สารตัวอย่างนั้นเป็นอะไร มี

อะไรเป็นเมทริกซ์ (matrix) และรวมถึงคุณสมบัติในการแตกตัวของสารนั้นในเปลวไฟ หรือ อะตอมไมซ์เซด (Atomization Unit) ตลอดจนทั้งคุณสมบัติต่าง ๆ ว่าเป็นอย่างไรและในตัวอย่าง ที่ต้องการหาปริมาณน่าจะมีธาตุอะไรผสมอยู่ในตัวอย่างนั้นและจะรบกวนการวิเคราะห์หรือไม่ แล้วก็ควรหาสภาวะที่เหมาะสมของระบบ AAS และหา releasing agent ที่เหมาะสมสำหรับที่จะ ช่วยลดการรบกวนในการวิเคราะห์ เพื่อให้การวิเคราะห์ปริมาณมีประสิทธิภาพสูงสุด และมีความ ถูกต้อง แม่นยำ เป็นที่น่าเชื่อถือ เช่น การวิเคราะห์หาปริมาณโครเมียม (Cr) ในเหล็กกล้าโดยวิธี AAS มีสารรบกวนในการวิเคราะห์คือ ธาตุเหล็ก (Fe) ในการวิเคราะห์จะเลือก releasing agent ที่เหมาะสมก็คือ 1% Na_2SO_4 เป็นต้น

บรรณานุกรม

1. เกษตร ชัยมณีวงศ์. เคมีสภาวะแวดล้อมเชิงปฏิบัติการ. เลข: ภาควิชาเคมี
สถาบันราชภัฏเลข, 2537.
2. เฉลิมพร ทองพูน. รายงานเรื่องอะตอมมิกแอบซอร์พชันสเปกโตรโฟโตเมทรี. เชียงใหม่:
มหาวิทยาลัยเชียงใหม่, 2536.
3. ณรงค์ ไชยสุต. วิธีการวิเคราะห์โดยอุปกรณ. กรุงเทพฯ: สำนักพิมพ์มหาวิทยาลัย
รามคำแหง, 2538.
4. นวลศรี นีวดีวงศ์. อะตอมมิกแอบซอร์พชันและอิมิสชันสเปกโตรสโกปี. กรุงเทพฯ:
สำนักพิมพ์จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย, 2535.
5. ผลารัตน์ หาญวิวัฒน์วงศ์. เทคนิคการแก้ไขในการวัดโมลิตินัมด้วยเครื่องมือ AAS.
ฝ่ายวิเคราะห์วิจัยโลหะ กองวิเคราะห์โลหะ กรมทรัพยากรธรณี, 2537.
6. พรรณี เดชกำแหง. เคมีฉบับแนะนำธาตุ. กรุงเทพฯ: เจริญวิทยาการพิมพ์, 2521.
7. ภาควิชาเคมี. คู่มือการใช้เครื่อง Atomic Absorption Spectrophotometer รุ่น 933.
พิษณุโลก: คณะวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยี สถาบันราชภัฏพิบูลสงคราม,
2540.
8. แม้น อมรสิทธิ์ และ อมร เพชรสม. หลักและเทคนิคการวิเคราะห์เชิงเครื่องมือ.
กรุงเทพฯ: โรงพิมพ์ชวนพิมพ์, 2540.
9. ยวลี จึงไพศาล และ นันทนา กันยานุวัฒน์. เทคนิคการวิเคราะห์โครเมียมในเหล็กและ
เหล็กกล้าด้วยเครื่อง AAS. ฝ่ายวิเคราะห์วิจัยโลหะ กรมทรัพยากรธรณี, 2534.
10. สุขสมาน สัจโคโยคะ. การศึกษาปริมาณโลหะหนักในปลาอุกอุย - เทศที่จำหน่ายอยู่ใน
ตลาดสดเทศบาลนครพิษณุโลก. มหาวิทยาลัยนเรศวร, 2542.
11. Varian Techtron Pty Ltd. Interferent Effects Encountered in As₂ varian,
Printed by Varian Techtron Pty Ltd. National Institute for Metallurgy South
Africa.

ภาคผนวก

ภาคผนวก ก

การคำนวณหาปริมาณทองแดง

การคำนวณ

คำนวณจากกราฟมาตรฐานทองแดง จากสมการ $y = mx + c$

เมื่อ y เป็นค่าการดูดกลืนแสง

x เป็นค่าความเข้มข้น

m เป็นค่าความชัน

c เป็นจุดตัดบนแกน y

แสดงการคำนวณ

ตัวอย่าง 1

จากกราฟได้สมการเส้นตรงเป็น $y = 0.0503 x + 0.0027$

$$x = (y - 0.0027) / 0.0503$$

แทนค่าจะได้

$$x = (0.189 - 0.0027) / 0.0503$$

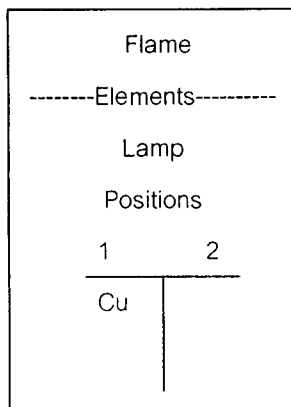
$$x = 3.704 \text{ mg/l}$$

หมายเหตุ สำหรับตัวอย่างอื่น ๆ ก็คำนวณเช่นเดียวกัน

ภาคผนวก ข

วิธีการใช้เครื่อง Atomic Absorption Spectrophotometer ของ GBC รุ่น 933 ของประเทศออสเตรเลีย⁽⁷⁾

1. Power On เครื่องมือ (CPU , Moniter , GBC Instrument)
ตั้งวันเดือนปี ที่ทำการวิเคราะห์
2. รอจนที่หน้าจอคอมพิวเตอร์ขึ้น C:\ ให้พิมพ์
GBC แล้วกด Enter
RUN แล้วกด Enter
3. ขณะนี้เครื่องจะเข้าสู่โปรแกรมของ GBC และแสดง Main Menu ซึ่งจะประกอบไปด้วย
System Type
Load Application Parameter
Run Parameter
Alignment
Application Editor
Lamp Turret Table
4. ใช้ลูกศร (↑ หรือ ↓) เลื่อนแถบสีไปที่ System Type กด ENTER บนหน้าจอจะแสดงตัวเลือก
เลือก Flame (สำหรับ Flame Atomizer)
เลือก Furnace (สำหรับ Graphite)
เลือก Flame โดยการเลื่อนแถบสีไปที่ Flame กด ENTER
5. จากเมนูให้เลือก Lamp Turret Table กด ENTER
ใส่ชื่อ Lamp ที่จะใช้งานลงในตาราง โดยจะต้องให้ตำแหน่งของ Lamp ในตารางตรงกับตำแหน่งของ Lamp ที่ใส่ลงใน GBC Instrument และการใส่ชื่อ Lamp ให้ใส่ชื่อตามธาตุที่ต้องการวิเคราะห์โดยพิมพ์เป็นสัญลักษณ์ของธาตุนั้น



กด Esc เพื่อออกจากเมนูหลัก

6. ในกรณีที่เป็งานงานที่เคยทำการวิเคราะห์ห้มาก่อน และ Save เอาไว้จะต้องนำมาใช้หรือแก้ไขใหม่ ให้เลื่อนไปที่ Load Application กด ENTER

เลื่อนแถบสีมาเลือกช้องงานที่เคยทำ กด ENTER

(ช้องงานจะเป็นช้ของ Application Name Element Matrix Date)

แต่ถ้าเป็งานงานที่เขียนช้ขึ้นมาใหม่ช้ข้ 6 ไปยัง ช้ 7

7. จากเมนูหลักเลือก Application Parameter กด ENTER

ป้อน Parameter ต่าง ๆ ให้เหมาะสมต่อการช้งาน การเลือกรายละเอียดต่าง ๆ เช่น ค่ากระแสที่ป้อนให้ Lamp , ค่าความยาวคลื่น , Slit Width (ดูได้ในคู่มือ)

-----Application Parameters-----	
Application Name	Test Cu
Element	Cu
Matrix	HNO3
Lamp Current (mA)	4.0
Wave length (nm)	324.7
Slit Width (nm)	0.5
Slit Height	Normal
Instrument Mode	Absorbance BC on
Measurement Mode	Integration
Calibration Parameters	
Flame Control Parameters	
Flame Sampler Parameters	
Data Collection	
Save Application parameters	

เข้า Calibration Parameter แล้วเข้า Calibration Table เพื่อใส่ข้อมูลความเข้มข้นของสารละลายมาตรฐาน

-----Calibration parameters-----	
Calibration Mode	Conc. Least Squares
Calibration Table	
Save Application On Recal	Yes
Concentration Units	ppm
Conc. Decimal Places	3

Calibration Table		
	Standard	Mean
	Concentration	Standard Reading
Standard 1	0.500	0.000
Standard 2	1.000	0.000
Standard 3	1.500	0.000
Standard 4	2.000	0.000

เมื่อป้อนทุกอย่างเรียบร้อยแล้ว เลื่อนแถบสีไปที่ Save Parameter กด ENTER (การแก้ไข Parameter ใดๆ ก็ตามที่หน้านี้ต้อง Save ด้วย)
กด Esc เพื่อกลับเข้าสู่เมนูหลัก

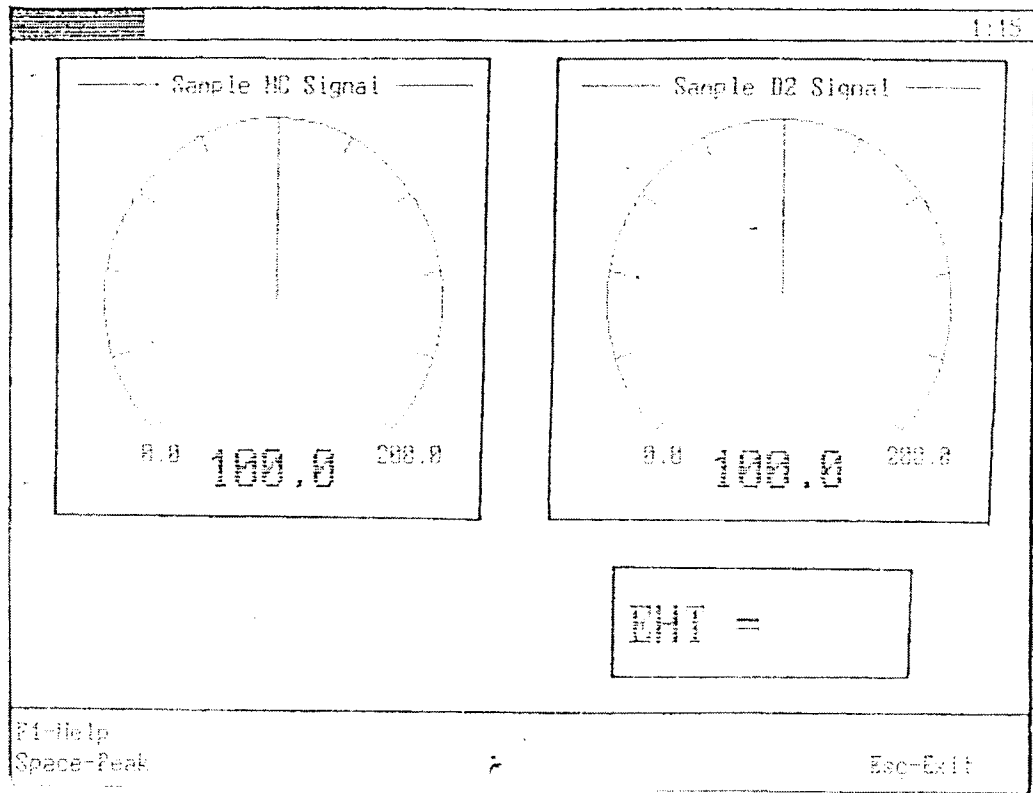
8. จากเมนูหลักเลือก Alignment กด ENTER

ที่หน้าจอจะแสดง Energy Meter ของ Lamp 2 ชนิด คือ

Hollow Cathode Lamp (HC Signal) ทางซ้ายมือ

Lamp สำหรับ Background correction (D2 Signal) ทางขวามือ

ให้ปรับปุ่มที่อยู่บน Lamp housing เพื่อให้พลังงานไปตกที่ detector มากที่สุด หรือเข็มเบนไปทางขวาของ meter มากที่สุด เมื่อได้ตำแหน่งดีแล้วกด spacebar 1 ครั้ง เครื่องจะคำนวณค่า EHT ค่าที่สุด เท่าที่จะเป็นไปได้ (300-500)



กด Esc เพื่อกลับสู่เมนูหลัก

9. ทำการปรับตำแหน่ง burner ให้ได้ตำแหน่งที่เหมาะสม โดยใช้กระดาษ clean burner โดย หมุนตำแหน่ง Rotation Vertical และ Horizontal burner

10. เลือก Application Parameter กด ENTER

เลือก Flame Parameter กด ENTER

เลือก ชนิดของ Flame ว่าเป็น AIR - ACETYLENCE หรือ N2O - ACETYLENCE

ถ้าเลือก AIR - ACETYLENCE ให้ปรับ AIR FLOW = 8.0

ACETYLENCE = 2.0

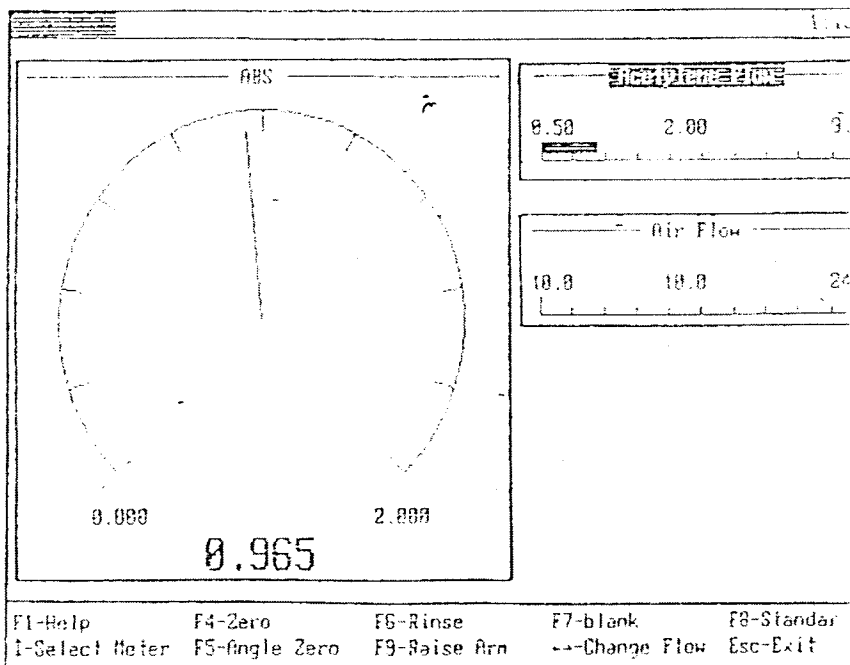
ถ้าเลือก N2O - ACETYLENCE ให้ปรับ N2O - ACETYLENCE = 10.0

ACETYLENCE FLOW = 4.5

-----Flame parameter-----	
Flame Type	Air Acetylene
Acetylene Flow	2.0
Air Flows	8.0
Optimize Flows	

11. กดปุ่ม AIR-ACETYLENE แล้วกดปุ่ม IGNITE ตาม

12. ในหน้าจอของ Flame Parameter เลือก Optimize Flow กด ENTER



ที่หน้าจอจะแสดง absorbance meter (ปริมาณการดูดกลืน) ต้องทำการปรับเครื่องให้ได้ sensitivity สูงสุดดังนี้

1. ปรับอัตราการดูดของ aspiration tube หรืออัตราการไหลของอากาศ โดยนำกระบอกตวงใส่น้ำ มาดูด แล้วปรับอัตราการดูดที่ nebulizer ให้เป็น 4-6 ml/min

2. นำ blank มาดูดสักครู่ จึงกด F₄ เพื่อปรับศูนย์ (Abs=0)
3. นำสารมาตรฐานที่มีความเข้มข้นสูงสุดมาดูด จะเห็นว่ามีการดูดกลืนเกิดขึ้น (ค่าที่ได้ไม่ควรเกิน 0.8 AU.)
4. ปรับอัตราการดูดที่ nebulizer อีกครั้ง เพื่อให้มีการดูดกลืนมากที่สุด
5. ปรับอัตราการไหลของเชื้อเพลิง (ACETYLENE FLOW) โดยการปรับที่ลูกกลอยหน้าเครื่องแต่ควรให้ลูกกลอยอยู่ที่ระดับ 2-3 เพื่อให้มีการดูดกลืนมากที่สุด
6. ปรับตำแหน่ง burner โดยหมุนปุ่ม Vertical และ horizontal เพื่อให้มีการดูดกลืนมากที่สุด
7. ใช้ประแจปรับตำแหน่ง Rotational ของ burner เพื่อให้มีการดูดกลืนมากที่สุด
8. ดูดสารละลาย blank ตรวจสอบค่าศูนย์ และ กด F₄ เพื่อปรับศูนย์อีกครั้ง

13. กด ESC 2 ครั้งจนกระทั่งออกมาสู่หน้า Application Parameter เลือก Save Application กด ENTER

14. กด ESC ออกมาที่เมนูหลักเลือก Run Parameter กด Enter

Run Parameters	
Analysis Mode	Program Seq.
Start New Report	Yes
Sampling Mode	Manual Sampling
Peripheral Mode	None
Next Measurement Parameters	
Run Options	
Report Control	
Warm Up Parameters	
Weight & Dilution File	

ป้อน Parameter ที่จำเป็นต่อการทำงาน โดยเฉพาะอย่างยิ่ง Run Control

Run Control

- Start with Sample Number (เริ่มจากตัวอย่างหมายเลขเท่าไร)เริ่มจาก
- End with Sample Number (สิ้นสุดงานตัวอย่างหมายเลขเท่าไร)
- Start with Sample Type (ชนิดของการเริ่มงาน Cal หรือ STD.Rescale Sample) มักเริ่มจาก

Start with Sample Number เป็น 1

Start with Sample Type เป็น Cal

15. กด F₂ (Results) หน้าจอจะแสดงตารางผลการวัด

Sample	Replicates	Mean	%RSD	Conc.
Blank	5	-0.002		
Standard 1	5	0.058	1.58	3.00
Standard 2	5	0.117	1.87	6.00
Standard 3	5	0.175	1.66	9.00
WS 370-6	5	0.189	0.57	5.68
TMA 909-1	5	0.072	1.95	36.98
9645 #1	5	0.090	0.89	50.44

Program No. 1		Weight & Dilution	
Calibration Mode	Conc. Least Squares	Application Parameters	
Measurement Mode	Integration	Calibration Graph	

F1-Help	F2-Graphics	F3-Cal. Graph	F7-Menu	F10-Start/Stop
Cursor-Select			Enter-Edit	Esc-Exit

16. กด F₇ (menu) เลื่อนแถบสีสว่างไปที่ Results Files name

ถ้าต้องการใช้ file ที่มีอยู่แล้วให้ กด ENTER เพื่อให้มีรายชื่อของ file เก่าออกมาให้เลือก
ถ้าต้องการสร้าง file ที่มีอยู่แล้วให้พิมพ์ชื่อลงไป ในช่องของ Results อีกครั้ง กด ESC ออก

17. นำ blank คุณดักครู่ กด F₁₀ (start/stop) เครื่องจะเข้าสู่ Running Mode ให้ดูคุณสารละลายตามโปรแกรม (เครื่องจะแสดงลำดับให้ และต้องทำงานตามนั้น)

18. เมื่อหยุดการทำงาน กด F₁₀ หรือให้หยุดตามที่ตั้งไว้ในหน้า Run Control

19. ดับ Flame โดยการกดปุ่ม AIR-ACETYLENE

20. ทำการพิมพ์รายงานโดยไปที่หน้า Run Parameter เลือก Report control

-----Report Control-----	
Header File Name	HEADER
Sample Labels File Name	LABELS
Report Printing Options	
Single Element Report	
Multi Element Report	
Printer Setup	
Terminate printing	

21. ทำการเลือกว่าพิมพ์อะไรใน Report โดยดูที่ Report printing Option

-----Report printing Option-----	
Print During Run	No
Print Application Parameter	Yes
Print Calibration Graph	Yes
Print Header	Yes
Print Weights	No

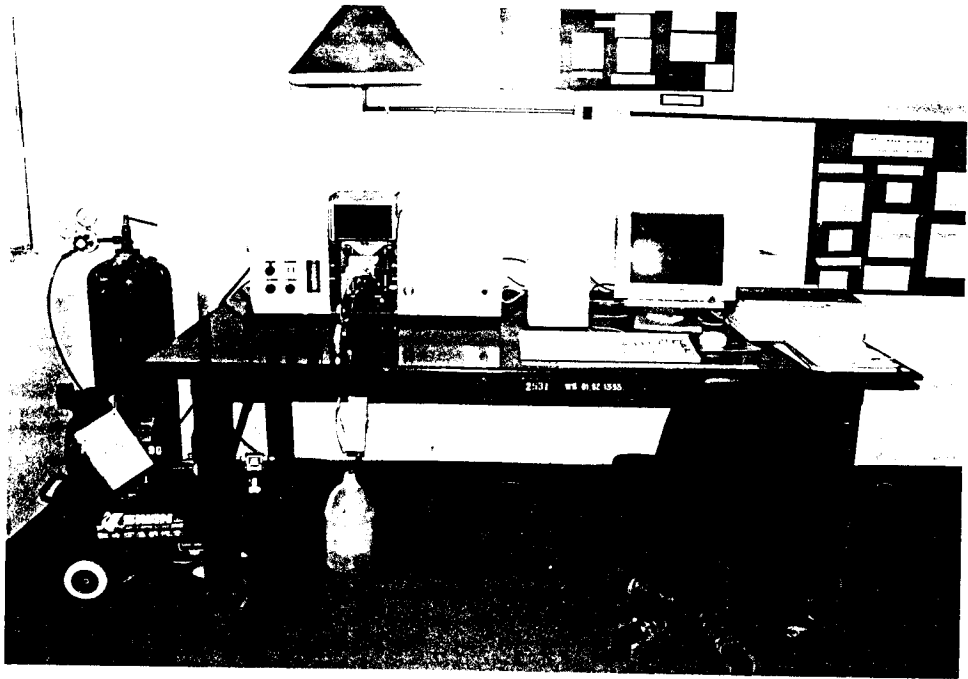
ทำการเลือกว่าพิมพ์อะไรแล้ว ESC ออก

22. เลือก Single Element Report

เลือก result file ที่เก็บข้อมูลไว้ เลือก print report แล้วกด ENTER

-----Single Element Report -----	
Result File Name	RESULTS
<input type="text" value="Print Report"/>	
Export	

23. ใน Application parameter เลื่อนแถบสีสว่างไปที่ *lamp current* แล้วป้อนค่า 0 กด ENTER ถอด lamp ออกจากตัวเครื่อง
24. ทำการไล่ก๊าซอะเซทิลีนออกโดยปิดถังก๊าซอะเซทิลีนแล้วกดปุ่ม AIR-ACETYLENE ที่หน้าเครื่อง จนลูกกลอยไม่ลอยขึ้นมาอีก
25. กด ESC จะปรากฏคำว่า Exit to Dos เลือก Yes. Program จะกลับเข้าสู่ Dos ที่ C:\GBC ให้พิมพ์ CD กด ENTER แล้วจึงปิดเครื่อง



รูปภาพแสดงเครื่อง Atomic Absorption Spectrophotometer ของ GBC รุ่น 933
ประเทศออสเตรเลีย

ภาคผนวก ค

ตาราง แสดงชนิดของเปลวไฟและค่าที่เหมาะสมสำหรับการตั้งเครื่องมือในการวิเคราะห์⁽¹¹⁾

Element	Wavelength A°	Slit width µm	Lamp current mA	Flame
Sb	2175,8	100	10	AAF
Se	1960,8	300	10	AAF
Te	2142,8	100	8	AAF
Bi	2230,6	50	8	AAF
Co	2407,3	25	5	NOAF
Pb	2170,0	300	6	AAF
As	1936,9	300	7	NOAF
Mn	2794,8	50	5	NOAF
Cr	3578,7	100	5	NOAF
Zn	2138,6	100	6	NOAF
Sn	2355,0	100	8	NOAF
Cu	3247,5	50	3	AAF
Ni	2320,0	50	8	NOAF
Fd	2483,3	50	5	NOAF

หมายเหตุ AAF Air-acetylene flame

NOAF Nitrous oxide- acetylene flame

ตาราง แสดงผลกระทบบำเหนียวมากของธาตุ Cu, Ni และ Fe ในการตรวจวัดธาตุ⁽¹¹⁾

Noble metal measured	Recover, %																					
	Sb		Se		Te		Bi		Co		Pb		As		Mn		Cr		Zn		Sn*	
	AAF	AAF	AAF	AAF	AAF	AAF	AAF	NOAF	NOAF	NOAF	AAF	NOAF	NOAF	NOAF	NOAF	NOAF	NOAF	AAF	AAF	NOAF	NOAF	
Concentration, p.p.m.	10	20	10	20	10	20	5	10	5	10	5	10	20	40	4	6	5	10	0,5	1	20	40
Fe 30 g/l	77	87	88	93	95	81	84	99	101	86	87	74	70	91	92	104	103	76	76	105	98	
Cu 30 g/l	82	90	89	97	97	86	89	100	102	89	91	76	74	100	100	109	108	86	83	109	111	
Ni 30 g/l	80	90	92	95	96	86	88	100	100	89	89	74	74	97	97	103	102	83	82	113	109	
Ni 20 g/l, Cu 10 g/l	79	81	92	90	96	88	87	100	100	89	89	74	75	98	98	103	103	81	82	109	110	
Cu 20 g/l, Ni 10 g/l	79	81	95	91	96	86	87	97	100	89	90	74	73	103	101	106	104	85	83	112	111	
Ni 20 g/l, Fe 10 g/l	79	78	90	87	92	85	83	99	98	87	87	74	73	99	96	105	104	83	81	109	109	
Ni 10 g/l, Fe 20 g/l	79	78	93	88	94	86	86	96	98	89	88	74	73	97	96	104	103	80	78	109	107	
Cu 20 g/l, Fe 10 g/l	79	78	93	93	95	88	87	96	99	90	89	74	73	100	99	105	104	83	82	109	109	
Cu 10 g/l, Fe 20 g/l	77	78	87	89	93	83	86	95	98	86	89	74	73	94	97	104	104	80	79	109	105	
Cu 10 g/l, Ni 10 g/l, Fe 10 g/l	79	78	87	91	93	84	85	99	98	87	88	74	73	98	97	104	104	82	81	109	109	

ใช้ wavelength 235.5 nm.

ประวัติผู้วิจัย

ชื่อ-สกุล นายเฉลิมพร ทองพูน
 ภูมิลำเนา อำเภอเมือง จังหวัดเพชรบูรณ์

ประวัติการศึกษา

จบการศึกษาระดับ	สถานศึกษา	วุฒิการศึกษา	ปีการศึกษา
ประถมศึกษา	โรงเรียนอนุบาลเพชรบูรณ์ จังหวัดเพชรบูรณ์	ป. 6	2524
มัธยมศึกษาตอนต้น	โรงเรียนเพชรพิทยาคม จังหวัดเพชรบูรณ์	ม. 3	2527
มัธยมศึกษาตอนปลาย	โรงเรียนเพชรพิทยาคม จังหวัดเพชรบูรณ์	ม. 6	2530
ปริญญาตรี	มหาวิทยาลัยเชียงใหม่ จังหวัดเชียงใหม่	วท.บ. (เคมี)	2535
ปริญญาโท	มหาวิทยาลัยเชียงใหม่ จังหวัดเชียงใหม่	วท.ม. (เคมี)	2539

ประวัติการทำงาน

ปี 2535-2536 นักวิชาการมาตรฐาน 3 สำนักงานมาตรฐานผลิตภัณฑ์อุตสาหกรรม
 กระทรวงอุตสาหกรรม กรุงเทพมหานคร
 ปี 2539 – 2542 อาจารย์ 1 ระดับ 4 ภาควิชาเคมี คณะวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยี
 สถาบันราชภัฏพิบูลสงคราม จังหวัดพิษณุโลก
 ปี 2543 – ปัจจุบัน อาจารย์ 1 ระดับ 5 คณะวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยี
 สถาบันราชภัฏพิบูลสงคราม จังหวัดพิษณุโลก

ประสบการณ์งานวิจัยและผลงานที่พิมพ์เผยแพร่

1. การวิเคราะห์หาปริมาณเหล็ก สังกะสี ทองแดง ตะกั่ว แคดเมียม และแมงกานีส ในน้ำตัวอย่างจากแม่น้ำปิงและคอยอินทนนท์ โดยวิธีอะตอมมิกแอบซอร์พชันสเปกโตรโฟโตเมตรี , มหาวิทยาลัยเชียงใหม่ , 2535 .
2. การพัฒนาวิธีโฟลอินเจกชันอะนาลิซิสสำหรับวิเคราะห์หาปริมาณโครเมียมและสังกะสี , มหาวิทยาลัยเชียงใหม่ , 2539.
3. วิธีโฟลอินเจกชันสำหรับวิเคราะห์ปริมาณโครเมียมในน้ำทิ้งจากกระบวนการผลิตอุตสาหกรรม , การประชุมวิชาการวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยีแห่งประเทศไทย ครั้งที่ 24 (วทท 24) , ศูนย์การประชุมแห่งชาติสิริกิติ์ , 2541 .
4. การวิเคราะห์สารเจือปนในกล้วยตาก , สถาบันราชภัฏพิบูลสงคราม , 2542 .
5. การศึกษาคุณภาพน้ำบางประการในตัวอย่างน้ำจากแม่น้ำน่านบริเวณที่ไหลผ่านเขตเทศบาลนครพิษณุโลก , การประชุมวิชาการวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยีแห่งประเทศไทย ครั้งที่ 26 (วทท 26) , ศูนย์การประชุมแห่งชาติสิริกิติ์ , 2543 .