ภาคผนวก ก การวิเคราะห์โลหะเงิน โดยเครื่องอะตอมมิกแอบชอร์พชันสเปกโทรโฟโตมิเตอร์

ภาคผนวก ก การวิเคราะห์โลหะเงิน โดยเครื่องอะตอมมิกแอบชอร์พชันสเปกโทรโฟโตมิเตอร์ รุ่น PinAAcle 900F

เครื่อง Atomic Absorption Spectrophotometer เป็นเทคนิคการวิเคราะห์ธาตุอย่างหนึ่ง ซึ่งสามารถทำได้ทั้งในเชิงคุณภาพและปริมาณวิเคราะห์ที่ได้รับการนิยมมากวิธีหนึ่ง เพราะเป็นเทคนิคที่ สะดวก รวดเร็ว มีความเที่ยงและความแม่นยำสูง และเป็นเทคนิคที่เฉพาะดีมาก สามารถวิเคราะห์หา ปริมาตรโลหะหนักได้เป็นอย่างดี

1) หลักการวิเคราะห์มีดังนี้

การทำงานของเครื่องวิเคราะห์หาปริมาณโลหะ เริ่มจากสารละลายตัวอย่างถูกส่งผ่านเข้าสู่เปลว ไฟ (Flame) เพื่อทำให้เกิดกระบวนการ แตกตัว โดยไอออนของโลหะจะแตกตัวอยู่ในรูปของออกไซด์ หรือ อะตอมเสรีของธาตุ โดยปรากฏการณ์นี้จะทำให้อิเล็กตรอนของธาตุเกิดการเปลี่ยนแปลงระดับ พลังงานจากสภาวะพื้น (Ground stage) ไปสู่สภาวะกระตุ้น (Excited stage) โดยอาศัยการดูดกลืน แสง (Absorption) ที่ความยาวคลื่นที่เฉพาะเจาะจง ซึ่งขึ้นอยู่กับชนิดของธาตุ

2) องค์ประกอบของเครื่อง AAS มีดังนี้

- ระบบแก็ส (Flame) Acetylei
 - ระบบแก็ส (Graphite)
 - ระบบไฟฟ้า
- เครื่องมือ
- ระบบระบายอากาศ
- คอมพิวเตอร์

- Acetylene 14-15 psi, N₂O 60-70 psi (ถ้าใช้)
- Argon 50-60 psi, Air 60-70 psi
- Breaker, Voltage Stabilizer, UPS
- เครื่อง AAS
 - เมื่อต้องการจุด Flame หรือ Run Graphite Furnace เข้าสู่ Software WinLap32 for AA



ขั้นตอนการวิเคราะห์มีดังนี้

1. เตรียมสารตัวอย่างให้อยู่ในรูปของสารละลายที่เหมาะสมและพร้อมที่จะใช้เครื่อง AAS

- 2. เปิดระบบแก๊ส ระบบไฟฟ้า ตรวจสอบให้เรียบร้อย
- 3. เปิดคอมพิวเตอร์แล้วเข้าโปรแกรม Winlab 32 โดยมีวิธีปฏิบัติดังนี้

Flame Technique for PinAAcle 900F

- Softwareจะแสดงหน้า System Status เพื่อแสดงการเชื่อมต่อเครื่องมือและจะเข้าสู้หน้า การใช้งานหลัก





Flame1. สร้าง Method เพื่อใช้งานตามขั้นตอนดังนี้

1) Click ที่ File --- New --- method (1) เลือกธาตุที่ต้องการวิเคราะห์ (2) และ click OK (3)



1.1 Spectrometer-Define Element – หน้าแรกจะแสดงธาตุที่เลือก (1) โดยระบุความ ยาวคลื่น Slit ให้โดยอัตโนมัติ

Method Description:		Cattingo
Spectrometer		Searings
Element	Cu 🗸 🔫	(1
Wavelength (nm)		
Slit Width (nm)		
Signal		
Туре	AA 🔹	
Measurement	Time Average 🔹	

 1.2 Spectrometer-setting - โดยปกติจะใช้เวลาอ่านค่า 3 วินาทีต่อซ้ำ (1) ซึ่งอาจปรับ เพิ่มได้ (เช่น 5-10 วินาที) เมื่อต้องการผลที่สม่ำเสมอมากขึ้น โดยอาจตั้ง Delay Time (2) 5-10 วินาที เมื่อไม่ใช้ Autosamplerและ 10-20 วินาที เมื่อใช้ Autosamplerโดยใช้การอ่านซ้ำ 2 ครั้งต่อ ตัวอย่าง (3)

Settings	1.		0	etine Elei
Read Parameters	2		s	ettings
Time (sec)		3.0		
Delay Time (sec)		0		
Lamp Current:		3		
 Use value enter 	ed in Lamp Setup window			
C Lise current (mA	1 0			

1.3 Sampler – Flame – ปกติ Software จะเลือกชนิดของ Oxidant (Air หรือ N₂O) (1)
 ให้เหมาะกับธาตุที่เลือก โดยกำหนดอัตราการไหลให้โดยอัตโนมัติ

1				1 Marrie
*	Air	•		Autosampl
	10.00	*		
	2.50	•		
	0.00	*		
		1 Air 10.00 2.50 0.00	Ar • 10.00 • 2.50 • 0.00 •	1 Ar 10.00 ↔ 2.50 ↔ 0.00 ↔

1.4 Sampler – Autosampler – หากมี Autosampler ส่วนใหญ่นิยมให้มีการล้างหลังจาก วิเคราะห์ตัวอย่าง (After all sollution) (1) โดยอาจตั้งเวลาล้างไว้ที่ 10 – 20 วินาที (2)

Autosamp

1.5 Calibration-Equation and Units – ระบุสมการที่ต้องใช้ (นิยมใช้ Linear Through Zero) (1) และกำหนดหน่วยของ Standard (2) และหน่วยของตัวอย่าง (3) ที่ต้องการ

Calibration Equation	n			Units
Equation	Linear Through Zero	2	-	Standard
Maximum Decimal Plac	es: 3 🌲	×	-	Unitial Calibra
Mariana Cimiliana F	1			This Caler
maximum Significant Fi	gures:			Calibration
				Decelibration
Units			- 1	Treconorado
Calibration	mg/L		<u> </u>	
Sample	mg/kg	-	<u> </u>	
			Ĭ	

1.6 Calibration-Standard Concentrations– ใส่ชื่อ (1) ความเข้มข้น (2) และ ตำแหน่งบน Autosampler (3) ของ Standard ทุกตัว

	ID	Conc	A/S Loc. *		Standard
Calib Blank	Calib Blank 1		1		Concentratio
Reslope Std.				1	Initial Calibra
Reagent Blank				14	and a subrick
Standard 1	Calib Std 1	0.25	2	-	Calibration
Standard 2	Calib Std 2	0.50	3	1	Check
Standard 3	Calib Std 3	1.0	4		Pagalibratio
Standard 4	Calib Std 4	1.5	5	1	necalibratio
Standard 5					1
Standard 6	T	T	T	-	
Standard 7		1.00			
Standard 8			-		
	1	2	3		

ทำการบันทึก Method โดย click ที่ File -- Save As -- Method (1) และระบุชื่อที่ต้องการ (2)

Edit Tools Anal	ysis Options W	indow Help								
New			Æ H	in ()	-		Method	Unitled	0	
Open		suits Callb	Manual A	uto Fleproc	Beprint Fi	lame	Sample Info	Untitled	00	
Save		itosamoler	-	Sne	ctrometer		1			
Save As	•	Method	I		1		100			
Save As Text		Sample	Info File		1		ALC: UND		1997 Par - 1	5 Martin Carlo
Import from Results	Library	Sample	Info Design.	**	1					
Message		Worksp	ace			4	Y			
Print						U				
Print Setup		1000			0					
Active Window Pre		and the second s			,0					
	Save Method As			/	/					-
Change Technique										
Change Technique	-		_	1						
Change Technique Utilities	Name	EurAnsyiit		*						ОК
Change Technique Utilities Exit	Name	CuAnslyin		*						OK Cancel
Change Technique Utilities Exit	Name			*						OK Cancel
Change Technique Utilities Exit	Name . Database Library	C.\Users\Put	blic\PerkinElm	er\AA\Data\	Methods\Meth	hods.mdb			Browse	OK Cancel
Change Technique Utilities Exit	Name Database Library Na	C-\Users\Put	blic\PerkinElm	ver\AA\Data\	Methods\Meth	hods.mdb		Description	Browse	OK Cancel
Change Technique Utilities Exit	Name	C:\Users\Put	blic\PerkinElm Elemer Cr	nts 7/1	Methods\Meth Date / Time 2/2011 5:24:51	hods.mdb		Description	Browse	OK Cancel
Change Technique Ublities Exit	Name	C:\Users\Put	blic\PerkinElm Elemer Cr Cu	nts 7/1. 7/1.	Method:\Meth Date / Time 2/2011 5:24:51 2/2011 4:08:55	hods.mdb		Description	Browse	OK Cancel
Change Technique Utilities Exit	Name Database Library Dr 3+ Du	C:\Users\Put	blic\PerkinElm Elemer Cr Cu	nts 7/1 7/1	Methods\Meth Date / Time 2/2011 5:24:51 2/2011 4:08:55	hods.mdb I PM 5 PM		, Description	Browse	OK Cancel
Change Technique Utilities Exit	Name Database Library Na Cr 3+ Cu	C:\Users\Put	blic\PerkinElm Cr Cu	nts 7/1. 7/1	Methods\Meth Date / Time 2/2011 5:24:51 2/2011 4:08:55	hods.mdb I PM 5 PM		Description	Browse	OK Cancel
Change Technique Utilities Exit	Name Database Library Ni Cr3+ Du	C:\Users\Put	blic\PerkinElm Elemer Cr Cu	nts 771	Methods\Meth Date / Time 2/2011 5:24:51 2/2011 4:08:55	nods.mdb I PM 5 Piv		Description	Browse	OK Cancel
Change Technique Ublities Exit	Name Dotabase Library Cr.3+ Du	C.\Users\Put	blic\PerkinElm Eleme Cr Cu	nts 771	Methods\Meth Date / Time 2/2011 5:24:51 2/2011 4:08:55	hods.mdb I PM 5 PM		Description	Browse	OK Cancel
Change Techniqu Ublities Exit	Name Database Library Database Library Na Database D	C/Users/Put	blic\PerkinElm Elemer Cr Cu	nts // 7/1	Methods Meth Date / Time 2/2011 5:24 51 2/2011 4:08 55	hods.mdb I PM 5 Ph		Description	Browse	OK Cancel
Change Techniqu Ublittes Exit	Name Database Library Cr 3+ Cu	C Users/Put	blic\PerkinElm Eleme Cr Cu	nts 771 771	Methods\Meth Date / Time 2/2011 5:24 51 2/2011 4:08 55	hods.mdb I PM 5 PM		Description	Browse	OK Cancel
Change Techniqu Ubilities Euit	Name Database Library Ni Cr 3+ Cu	C-Waers/Put C-Waers/Put anne	blic\PerkinElm Eleme Cr Cu	nts 771 771	Methods\Meth Date / Time 2/2011 5:24 51 2/2011 4:08 55	hods.mdb I PM 5 PM		, Description	Browse	OK Cencel

Flame2. สร้าง Sample Information File เพื่อใช้งานตามขั้นตอนดังนี้

clickที่ File --- New --- Sample Info File (1) เลือกที่ Default (2) click OK (3)



ทำการบันทึก Sample Information File โดย click ที่ File --- Save As --- Sample Info File และระบุชื่อที่ต้องการ (2)



Flame3. ระบุชื่อ Results Data Set Name เพื่อบันทึกข้อมูลในการวิเคราะห์ดังนี้

Click Open (1) เพื่อระบุชื่อที่ต้องการบันทึก และช่อง Save Data จะถูก check ไว้ (2)



		Dela			1 11	Sample Flogress Analysis Flogress
No.	Method	[mn]	Sample Info File	Locations	Sample Nos.	
1	Cu Arvelysis	0.0	All Defined			Step: Idle
2		-				
4		-			-	Analyze Reset
The second se	TE THE	Oper	n Inorg	panic Test	Open	4 4 Callb Std 3
	ne Sample Info. wit Log During An ullo Export	alyses	Off A	ave Data t End Of Analj amps	ysis	5 5 C Cab Std 4 6 9 PerkinElmer_01 7 10 PerkinElmer_02 8 11 PerkinElmer_03

Flame4. เปิดหน้าต่างเพื่อเตรียมพร้อมวิเคราะห์

Click เปิดหน้าต่างเพื่อแสดงผล Result (1), Calibration (2), และ/หรือ Flame (3) และหน้าต่างวิเคราะห์ Manual หรือ Auto (4) โดยอาจจัดหน้าต่างและบันทึกเป็น Workspace เพื่อ ความสะดวกสบายในการเรียกหน้าจอกลับมาใหม่ได้โดย click ที่ File --- Save As --- Workspace (5) ระบุชื่อที่ต้องการ (6)

Seeded Progen: Stree Ids Stree Ids <	1 2 4 Weidabli AA Flame - Flame Control Fife East Tools Analysis Options Wood Hei Weige Ments Sames Units - Same Control	3 Metrod Evidence Sangle Into Data States	Spectrometer
for Help, perc Fl	Munuel Analysis Carted Sampler Hospess Doit Productions Doit Doit	Presta	Image: Second

e Edit Tools Analysis Optio	ons Wins	tow Help							Chevel - Local
New			line	Ö	-	Method	Cu Analysii	Cu	
Open	• F	Rz. Callo Marical	Auto	Reproc	Reptor Flame	Sample Infor	PerkarElmer	Cu	
Save		trometer	- 182	Autos	umpler				
Save As		Method							
Save As Test	1	Sample Info File	-	1			Contraction of the		and the second second
Import from Results Library		Sample Info De	sign						
Message		Workspace							
Print	· • E			-					
Print Setup						1.	Contra Parliana Contra	Sector Sector	
Active Window Preview				E	Save Work	ispece File As			
Change Technique				9	Save in: 🔒	Wokspaces		- 0 0 0 0-	
Utilities					Name			Date modified	Th
Exit					Autofin	n		8/29/2011 3:37 PM	R
					Manual	fim		8/29/2011 3-37 PM	R
					-		_/		
					Flename	Manual	-	· Save	
					and the second	free to be a set of the set of th			

Flame5. Setup Lamp

เปิดหน้าต่าง Lamp (1) และทำการ Setup Lamp ที่ต้องการใช้งานโดย click Set Up ที่ หมายเลข Lamp ที่ต้องการ (2) เครื่องมือจะทำการ Setup ให้โดยอัตโนมัติ และจะแสดงแถบพลังงาน (3) และค่าพลังงาน (4) ของ Lamp นั้น โดยอาจ warm Lamp ไว้ 5-10 นาที



AA					Eleme	ent: elength:	Cu 324.75	E	Energy	
BG Stal	' tus: Se	tup Lar	np		Slit: Curre	nt(mA):	0.7 15		58	
Set Up	On / Off	Actual Current	Elements	Setup Elem	Lamp Type	Desired Current	Wave- length	Slit	Set Midscale	
Lamp 1	0	0	Co	Co	C-HCL	30	240.73	0.2		
Lamp 2	0	0	Cr.Cu.Ni.Ag	Cr	C-HCL	30	357.87	0.7	Background	
Lamp 3	0	0	Cu,Fe,Ni	Cu	C-HCL	30	324.75	0.7	Corrector	
Lamp 4	0	15	Cu	Cu	C-HCL	15	324,75	0.7		
Lamp 5	0	0			HCL	0		0.7	Lamp	- C
Lamp 6	0	U			HLL	U		0.7	Information	
Lamp /	0	0			HLL	0		0.7		
	, ~				HUL	0		J.r		

Flame6. จุด Flame และ check sensitivity

เปิดหน้าต่าง Flame (1) และจุด Flame โดย click ที่ FlameOn (2) เมื่อ Flame ติดให้ ทำการ warm Flame ไว้ประมาณ 10-15 นาทีก่อนเริ่มการวิเคราะห์โดยจุ่มในน้ำ DI





ก่อนเริ่มการวิเคราะห์ จะทำการ check sensitivity โดยการ click ที่ Continuous Graphic (1)

	1		
≼ WinLab32 AA Flame			
File Edit Tools Analysis C	ptions Window Help		
Vikspo MethEd Saminfo Lamps	Cont. Pesults Calib Manual	Auto Reproc Reprint Flame	Method: Cu Analysis Sample Info: PerkinElmer
Flame tele	Spectrometer	Autosampler Probe at location 0	

จุ่ม Blank และ Set Zero (1) จากนั้น จุ่ม Standard ที่จะใช้ check sensitivity (มีค่า Absorbance ประมาณ 0.2) จดค่า Absorbance ที่ได้ (2)



คำนวณ Characteristic Concentration โดย click ที่ --- Analysis --- Characteristic Cone. (1) ระบุความเข้มข้นของ Standard ที่ใช้ (2) และค่า Absorbance ที่ได้ (3) กด Tab 1 ครั้งเพื่อคำนวณค่า โดยค่าที่คำนวณได้ (4) ควรอยู่ในช่วง ± 20% ของค่าที่กำหนดไว้ (5)

ile Edit Tools A	nalysis Options Window Help		
Vikspo MethEd Sa	Print Analytical Header Cancel Analysis	FB	Restor Report Flame Sample Info PerkinE ther
Flame	New Calibration		
•	Recall Calibration		
	Print Calibration Summary		The second se
	Clear Calibration Blank		
	Clear Reagent Blank		
	Characteristic Concentration	-	
	Clear Results Display		
	Manual Analysis	,	Characteristic Concentration
	Automatic Gain Control	F2	
	Autozero Signal	F3	Element 0u 324 75 Close
	Read	F4	
	Flame On/Off	F10	Sample concentration (mod.) 1000 -2
	Bleed Gases	Shift-F10	
	Autosampler	,	Intrumerx risearigi (A)
	Performance Checks		Measured Value 0.025 mg/L - 4
			Comparison Values:
			Stanless Steel Nebulizer 0.077 mg/L
			High Sensitivity Nebulizer 0.025 ma/L

หากค่า Characteristic Concentration ที่ไม่ได้อยู่ในช่วง ± 20% โดยมีค่าน้อยกว่า 20% ส่วนใหญ่เกิดจากการปนเปื้อนหรือเตรียม standard ไม่ถูกต้อง แต่หากมีค่าเกิน 20% ส่วนใหญ่เกิดจาก การที่เครื่องมือไม่ Optimize ซึ่งทำการ Optimize ได้โดยจุด Flame และ click ที่ Align Burner (1)



Click เลือก Automatically align the burner (2) และ click Next (3)



จุ่ม Blank และ click Adjust (4) เครื่องมือจะปรับระดับที่เหมาะสมในแนวตั้งให้โดย อัตโนมัติ เมื่อได้ตำแหน่งจะขึ้นข้อความ Vertical reference position found. ให้ click OK (5)

	Determine Vertical Position The vertical position is best determined with the fiame off. However, if the wavelength is above 250 nm the fiame can remain on while apprating a blank (A) 1. Ium off the fiame or asprate relative the wavelength is above 250 nm. 0. Luck on the Adjust beam below to start the procedure. Muttime Vertical Position (nm) 0. Click on Next > to determine the hotzontal position.	WinLab32 Please note Vertical reference position found. The system has successfully found the position where the burner head is just below the light beam. The zero head's position. Vertical optimization for specific elements, it required, will be relative to this position. Click on OK to tensove this dialog from the cotem. Then click on Nest > to determine the horizontal reference position. [0012]	OK
--	--	--	----

จุ่ม Standard ที่จะใช้ check sensitivity และ click Adjust (6) เครื่องมือจะปรับระดับที่ เหมาะสมในแนวนอนให้โดยอัตโนมัติเมื่อได้ตำแหน่งจะขึ้นข้อความ Horizontal reference position found. ให้ click OK (7) และ click Finish (8)

	Determine Horizontal Position The horizontal position must be determined with the flame on and aspirate a blank. Allow the flame to warm up for a few minutes. 1. Turn the flame on and aspirate a blank. Allow the flame to warm up for a few minutes. 2. If the wavelength is below 2 ⁻⁽⁶⁾ the background conscion should be on. 3. Aspirate a solution containing the current element that will produce a signal of approximately 0.2 absorbance unst. 3. Aspirate a solution containing the current element that will produce a signal of approximately 0.2 absorbance unst. 4. Okic on the Aginer youth below to start the procedure. Adjust Intercellal Position (mm). 0.00 5. Click on Finish to record the bumer point for use when performing analyses. < Back Finish Cancel Help	WinLab32 WinLab32 Please note Horizontal reference position found The system has successfully found the maximum signal is measured. This position will be used for future measurements. Click on OK to remove this dialog from the screen. Then click on Frink tho save the vertical and horizonth reference positions for use when performing analyses. [0014]	JK.
--	---	--	-----

ใช้หน้า Continuous Graphic ที่ยังเปิดอยู่เพื่อปรับ Nebulizer โดยจุ่ม standard ที่ใช้ check sensitivity --- หมุน nebulizer ทวนเข็มนาฬิกาจนเกิดฟองอากาศปุดขึ้นที่สาย nebulizer ---หมุน nebulizer ตามเข็มนาฬิกา จนได้ค่า Absorbance สูงที่สุด --- บันทึกค่า Absorbance ที่ได้และ คำนวณหาค่า Characteristic Concentration อีกครั้ง



Flame7. ทำการวิเคราะห์

สำหรับวิเคราะห์แบบ Manual ให้ click Analyze Blank (1), Analyze Standard 1,2,3,... (2), Analyze Reagent Blank (3), Analyze Sample 1,2,3,... (4)

	ites:			
Step. Ide				
Blank. Calib Blank 1	Analyze Blank		Standard: Calib Std 1 -	Analyze Standard
Sample No. 1	Info. File. PerkinElmer	Open Analyze Sample		Analyze QC
Results Data S Inorganic Test	et Name. Opt	m)	During Analyses: Save Data Print log	
		-	Read Delay (1991)	0



หลังจากการวิเคราะห์ให้ทำการล้างอุปกรณ์โดยการ Flush 2% HNO₃ตามด้วยน้ำ DI ประมาณ 5 นาที จากนั้นดับ Flame โดย click ที่ Flame Off (1) ปิด Acetylene และ N₂O (ถ้าใช้) และ click Bleed Gases (2) และปิด Lamp (3)