

รายงานวิชาการ

ฉบับที่ สอพ. 6/2548

หลักการและการแก้ปัญหา  
เครื่องอะตอมมิกแอบซอร์พชันสเปกโตรมิเตอร์

สำนักอุตสาหกรรมพื้นฐาน  
กรมอุตสาหกรรมพื้นฐานและการเหมืองแร่

รายงานวิชาการ

ฉบับที่ สอพ. 6/2548

หลักการและการแก้ปัญหา  
เครื่องอะตอมมิกแอบซอร์พชันสเปกโทรมิเตอร์

ฉัตรรัตน์ จารุวาระกุล

สำนักอุตสาหกรรมพื้นฐาน  
กรมอุตสาหกรรมพื้นฐานและการเหมืองแร่

# สารบัญ

	หน้า
บทคัดย่อ .....	VI
คำขอบคุณ .....	VII
บทนำ .....	1
วัตถุประสงค์ .....	1
อะตอมมิกแอบซอร์พชันสเปกโทรสโกปี .....	2
หลักการของอะตอมมิกแอบซอร์พชัน .....	2
ความสัมพันธ์ของค่าการดูดกลืนแสงกับความเข้มข้นของสารตัวอย่าง .....	2
องค์ประกอบที่สำคัญของเครื่องอะตอมมิกแอบซอร์พชันสเปกโทรมิเตอร์ .....	4
แหล่งกำเนิดแสง .....	4
ส่วนที่ทำให้ธาตุกลายเป็นอะตอมอิสระ .....	7
โมนอคโคมาเตอร์ .....	13
ดีเทคเตอร์ .....	14
เครื่องประมวลผลและอ่านผล .....	14
ผลกระทบในการวิเคราะห์และการแก้ไขปัญหา .....	15
ผลกระทบของการแทรกสอดต่อการวิเคราะห์ .....	15
การแทรกสอดทางฟิสิกส์ .....	15
การแทรกสอดทางเคมี .....	15
การแทรกสอดสเปกตรา .....	16
การแก้ค่าแบล็คกราวน์ .....	16
การใช้หลอดติวเทอเรียม .....	16
การใช้ผลของซีแมน .....	17
การใช้ผลของสมิท-ฮีฟต์ .....	17
การแก้ปัญหาเมื่อเครื่องมือเกิดขัดข้อง .....	17
ค่าการดูดกลืนแสงที่วัดได้ต่ำกว่าที่ควร .....	17
มีการรบกวน (noise) สูง และสัญญาณไม่คงที่ (ขณะยังไม่จุดเปลวไฟ) .....	18
มีการรบกวน (noise) สูง และสัญญาณไม่คงที่ (เมื่อจุดเปลวไฟ) .....	19
การบำรุงรักษาเครื่องอะตอมมิกแอบซอร์พชันสเปกโทรมิเตอร์ .....	19
การบำรุงรักษาเครื่องโดยทั่วไป .....	19
การบำรุงรักษาเกี่ยวกับแก๊สต่างๆ ที่ใช้ .....	20
การบำรุงรักษาเกี่ยวกับระบบเปลวไฟ .....	21

การตรวจสอบประสิทธิภาพของเครื่องอะตอมมิกแอบซอร์พชันสเปกโตรมิเตอร์ .....	23
ความเที่ยงต่ำสุด .....	23
ขีดจำกัดของการตรวจหา .....	25
ความเป็นเส้นตรงของกราฟ .....	27
สภาพไว .....	28
บทสรุป.....	30
เอกสารอ้างอิง.....	31

## สารบัญรูป

	หน้า
1. ภาพกระบวนการเกิดอะตอมมิกแอบซอร์พชัน .....	3
2. ภาพองค์ประกอบของเครื่องอะตอมมิกแอบซอร์พชันสเปกโตรมิเตอร์ .....	4
3. ภาพส่วนประกอบพื้นฐานของ HCL .....	5
4. ภาพการทำงานของ HCL .....	6
5. ภาพหลอดที่ไม่มีขั้วไฟฟ้าซึ่งผลิตโดยบริษัทเพอร์คินเอลเมอร์ .....	6
6. ภาพกระบวนการอะตอมไมซ์แบบใช้เปลวไฟ .....	7
7. ภาพตะเกียงชนิดเทอร์บิวเลนตีฟลาว์ .....	8
8. ภาพตะเกียงชนิดลามินาร์ฟลาว์ .....	8
9. ภาพลักษณะของอะตอมไมเซอร์แบบใช้ไฟฟ้า .....	11
10. ภาพเซลล์บรรจุตัวอย่างที่ได้จากสารประกอบไฮไดรด์ .....	12
11. ภาพการติดตั้งส่วนประกอบต่างๆ ของโมนอคอมาเตอร์ 2 แบบ .....	14
12. ภาพการลดการรบกวนของแบเรียมโดยใช้เกลือโพแทสเซียม .....	16
13. การหาความเป็นเส้นตรงของกราฟ .....	27

## สารบัญตาราง

	หน้า
1. แสดงอุณหภูมิของเปลวชนิดต่าง ๆ .....	9
2. แสดงการใช้เปลวไฟที่เหมาะสมสำหรับการวิเคราะห์ธาตุต่าง ๆ .....	10
3. แสดงการเปรียบเทียบเทคนิคการวิเคราะห์โดยใช้เปลวไฟ ไม่ใช้เปลวไฟ และทำให้เป็นสารประกอบไฮไดรด์ .....	12
4. การหาความเที่ยงต่ำสุดของการวัดสารละลายแมงกานีส .....	24
5. การหาขีดจำกัดของการตรวจหาของสารละลายแมงกานีส .....	26
6. แสดงค่าการดูดกลืนแสงของสารละลายแมงกานีสที่ความเข้มข้นต่าง ๆ .....	28

# หลักการและการแก้ปัญหา เครื่องอะตอมมิกแอบซอร์พชันสเปกโทรมิเตอร์

โดย ฐิติรัตน์ จารวาระกุล

## บทคัดย่อ

การวิเคราะห์ด้วยเครื่องอะตอมมิกแอบซอร์พชันสเปกโทรมิเตอร์ (AAS) อาศัยหลักการที่ว่า เมื่อมีแสงจากแหล่งกำเนิดที่เหมาะสมผ่านเข้าไปชนอะตอมอิสระที่เป็นไอและอยู่ที่สถานะพื้น อะตอมนี้จะดูดกลืนแสงไว้ทำให้ปริมาณแสงผ่านเข้าสู่เครื่องวัดน้อยลง โดยปริมาณการดูดกลืนแสงเป็นสัดส่วนโดยตรงกับความเข้มข้นของธาตุนั้น ๆ เครื่อง AAS สามารถวิเคราะห์ธาตุได้มากกว่า 67 ธาตุ โดยผลวิเคราะห์ที่ได้จะมีความถูกต้องต่อเมื่อเครื่องจะต้องให้ค่าเกณฑ์มาตรฐาน อาทิเช่น ค่าความเที่ยงต่ำสุด ชีตกำจัดของการตรวจหา ความเป็นเส้นตรงของกราฟ และ สภาพไว ตรงตามเกณฑ์ที่ผู้ผลิตกำหนด จึงจะถือว่าเครื่องอยู่ในสภาพดีและทำงานได้อย่างมีประสิทธิภาพ

ปัญหาที่พบส่วนใหญ่ในการใช้เครื่อง AAS คือ สัญญาณที่วัดได้ต่ำกว่าที่ควร ไม่เสถียร และมีการรบกวนสูง วิธีการแก้ไขทำได้โดย ตรวจสอบชิ้นส่วนประกอบต่าง ๆ ให้อยู่ในสภาพปกติ ไม่ชำรุด ปรับตำแหน่งตะเกียง อัตราการดูดสารละลาย ความดันแก๊ส การลบค่าแบล็คกราวน์ ให้เหมาะสมตามที่คู่มือแนะนำ ทำความสะอาดชิ้นส่วนที่พบว่าเกิดการอุดตันหรือมีสิ่งกีดขวาง และสารละลายที่วัดควรเตรียมใช้ใหม่ ๆ ทุกครั้ง

สำหรับการบำรุงรักษาควรหมั่นเช็ดถูบริเวณตัวเครื่องหลังการใช้งาน เพื่อป้องกันการกีดกร่อน ตรวจสอบรอยรั่วของข้อต่อ วาล์วของท่อแก๊สต่าง ๆ ล้างทำความสะอาดบริเวณที่เกิดการอะตอมไมซ์ เช่น เนบิวไลเซอร์ สเปรย์แชมเปอเร่ ถึงดักจับของเหลว และตะเกียง เพื่อกำจัดสารตกค้างต่าง ๆ ตรวจสอบเช็คอุปกรณ์ทุกชิ้น หากชำรุดหรือถึงกำหนดเปลี่ยนก็ควรเปลี่ยนใหม่ เพียงเท่านั้นเครื่อง AAS ก็จะมีอายุการใช้งานยาวนาน

## คำขอบคุณ

ผู้เขียนขอขอบคุณคุณสุรพงษ์ เชียงทอง ผู้อำนวยการสำนักอุตสาหกรรมพื้นฐาน ที่ให้การสนับสนุนในการจัดทำเอกสารวิชาการ คุณนันทนา กัญยานุวัฒน์ หัวหน้ากลุ่มวิเคราะห์ ที่ให้คำปรึกษาแนะนำในการจัดทำเอกสาร และขอขอบคุณข้าราชการเพื่อนร่วมงานในกลุ่มวิเคราะห์ที่ให้ความช่วยเหลือด้วยดีมาโดยตลอด

## บทนำ

การวิเคราะห์ด้วยเครื่องอะตอมมิกแอบซอร์พชันสเปกโตรมิเตอร์ (Atomic Absorption Spectrometer, AAS) เป็นเทคนิคที่ได้รับความนิยมอย่างมากในงานหลายๆ ด้าน เช่น การวิเคราะห์เพื่อการเกษตร การวิเคราะห์ทางการแพทย์ การวิเคราะห์ทางโลหวิทยา การวิเคราะห์ด้านแร่และวัสดุต่างๆ เป็นต้น เนื่องจากสามารถวิเคราะห์ธาตุต่างๆ ได้มากกว่า 67 ธาตุ สะดวกรวดเร็ว ผลวิเคราะห์ที่ได้มีความแม่นยำ และความเที่ยงสูง

ในปัจจุบันเครื่อง AAS ได้รับการพัฒนาให้ง่ายต่อการใช้งาน เพื่ออำนวยความสะดวกแก่ผู้ใช้ให้มากที่สุด แต่ยังคงไว้ซึ่งประสิทธิภาพการทำงานที่สูง ดังนั้นการวิเคราะห์จึงไม่ต้องใช้เทคนิคที่ยุ่งยากซับซ้อน อย่างไรก็ตามปัญหาความขัดข้องอาจเกิดขึ้นได้ โดยเฉพาะผู้ใช้ที่มีประสบการณ์น้อย และไม่เข้าใจหลักการการทำงานของเครื่อง เมื่อไม่ทราบสาเหตุของความผิดปกติจึงไม่สามารถแก้ไขปัญหาได้ ส่งผลให้การวิเคราะห์ต้องล่าช้า โดยปัญหาส่วนใหญ่ที่พบบ่อยเกิดจากการใช้งานเครื่องมากกว่าความเสียหายจากชิ้นส่วนต่างๆ ของเครื่อง ซึ่งนับว่าเป็นปัญหาเล็กๆ น้อยๆ ที่ผู้ใช้สามารถแก้ไขได้ด้วยตนเอง

นอกจากนี้การทำงานของเครื่อง AAS จำเป็นต้องเกี่ยวข้องกับแก๊สที่มีพิษ ความร้อน และสารละลายที่มีความเป็นกรดสูง หากผู้ใช้งานละเลยหรือไม่ทราบวิธีดูแลรักษาเครื่องมือ อาจเป็นสาเหตุให้เครื่องเกิดความเสียหายหรือเสื่อมเร็วกว่าที่ควร ยิ่งไปกว่านั้นเครื่อง AAS ถือเป็นเครื่องมือที่มีราคาค่อนข้างแพง เมื่อเกิดความเสียหายจึงต้องเสียค่าใช้จ่ายสูง

ผู้เขียนตระหนักถึงประโยชน์ของเครื่อง AAS ที่มีต่องานวิเคราะห์ จึงได้รวบรวมข้อมูลเบื้องต้นเกี่ยวกับการวิเคราะห์ด้วยเครื่อง AAS เป็นเอกสารขึ้น เพื่อเป็นแหล่งความรู้แก่ผู้ใช้งานเครื่องทั่วไป ได้ทราบถึงหลักการของเครื่อง หน้าที่ของส่วนประกอบต่างๆ ปัญหาที่อาจเกิดขึ้น วิธีแก้ไข และการบำรุงรักษาเครื่องอย่างถูกวิธี เพื่อให้ผู้ใช้เกิดความมั่นใจในเครื่องมือและผลวิเคราะห์ที่ได้ และยังช่วยเพิ่มอายุการใช้งานของเครื่องอีกทางหนึ่งด้วย

### วัตถุประสงค์

1. เพื่อเป็นเอกสารเสริมความรู้การใช้เครื่อง AAS สำหรับบุคลากรในกลุ่มวิเคราะห์สำนักอุตสาหกรรมพื้นฐาน กรมอุตสาหกรรมพื้นฐานและการเหมืองแร่
2. เพื่อนำเสนอเอกสารความรู้เกี่ยวกับหลักการ ปัญหาและวิธีแก้ไข ตลอดจนการบำรุงรักษาเครื่อง AAS สำหรับบุคคลทั่วไป



# อะตอมมิกแอบซอร์พชันสเปกโทรสโกปี

## (Atomic Absorption Spectroscopy, AAS)

การวิเคราะห์ด้วยเทคนิคของ AAS สามารถทำได้ทั้งในเชิงวิเคราะห์คุณภาพและวิเคราะห์ปริมาณ ใช้วิเคราะห์ธาตุต่างๆ ได้มากกว่า 67 ธาตุ ซึ่งพบว่ามีธาตุที่พบมากพอสมควรสำหรับเครื่องมือเพียงเครื่องเดียว เทคนิคนี้มีสภาพไว (sensitivity) ในการตรวจวัดสูง ตั้งแต่หนึ่งในล้านส่วน (parts per million, ppm) ถึง หนึ่งในพันล้านส่วน (parts per billion, ppb) ดังนั้นการวิเคราะห์ด้วยวิธีนี้จึงเป็นที่นิยม

### 1. หลักการของอะตอมมิกแอบซอร์พชัน (principle of atomic absorption)

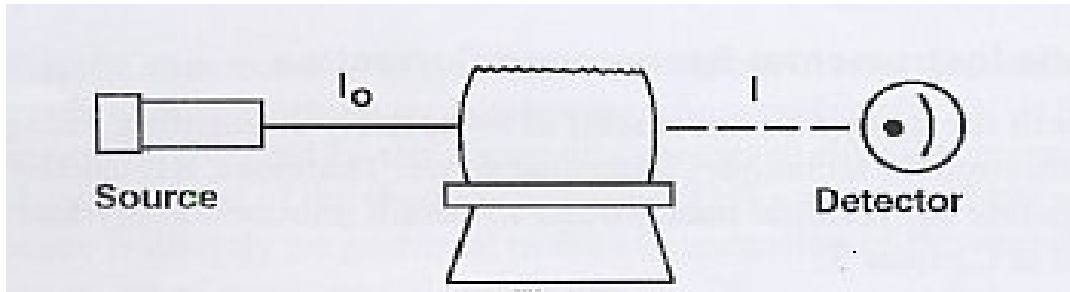
อะตอมมิกแอบซอร์พชันเป็นกระบวนการดูดกลืนแสงโดยอะตอมอิสระ (free atom) อะตอมอิสระของธาตุแต่ละชนิดดูดกลืนแสงที่มีความยาวคลื่นจำเพาะ เช่น อะตอมโซเดียมดูดกลืนแสงที่มีความยาวคลื่น 589.0 นาโนเมตร เพราะเกิดการเปลี่ยนสถานะ (ทรานซิชัน) จากสถานะพื้น 3s ไปสู่สถานะกระตุ้นระดับแรก 3p ใช้พลังงานตรงกับความยาวคลื่นนี้ ถ้าเกิดการทรานซิชันไปที่สถานะกระตุ้นอื่นจะใช้พลังงานต่างจากค่านี้ อะตอมของธาตุต่างชนิดกันจะดูดกลืนแสงที่มีความยาวคลื่นต่างกัน สเปกตรัมของอะตอมที่ได้มีลักษณะเป็นเส้น (spectrum line) ต่างจากสเปกตรัมของโมเลกุล (spectrum band) เนื่องจากการเปลี่ยนระดับพลังงานในอะตอมมีเฉพาะการเปลี่ยนระดับพลังงานของอิเล็กตรอน แต่การเปลี่ยนระดับพลังงานในโมเลกุลเป็นการเปลี่ยนระดับพลังงานของอิเล็กตรอนร่วมกับระดับพลังงานการสั่น

การที่จะทำให้อะตอมของธาตุในสารประกอบเกิดเป็นอะตอมอิสระได้นั้น ต้องมีการดูดกลืนพลังงานเข้าไป ซึ่งอาจจะอยู่ในรูปต่างๆ กัน เช่น พลังงานความร้อนจากเปลวไฟ หรือความร้อนจากไฟฟ้า เป็นต้น เมื่ออะตอมของธาตุที่ต้องการวิเคราะห์ดูดกลืนพลังงานและเปลี่ยนเป็นอะตอมอิสระที่อยู่ในสถานะแก๊สหรือไอ ซึ่งจะดูดกลืนแสงจากแหล่งกำเนิดเปลี่ยนจากสถานะพื้นไปสู่สถานะกระตุ้น ทำให้ปริมาณแสงที่ออกจากแหล่งกำเนิดตกกระทบเครื่องวัดแสง (detector) ลดลง หลักการนี้เรียกว่า อะตอมมิกแอบซอร์พชัน

### 2. ความสัมพันธ์ของค่าการดูดกลืนแสงกับความเข้มข้นของสารตัวอย่าง

ความสัมพันธ์ระหว่างปริมาณการดูดกลืนแสงกับความเข้มข้นของอะตอม อธิบายได้จากกฎของแลมเบิร์ตและเบียร์ (Lambert-Beer's law) ที่กล่าวว่า เมื่อความยาวคลื่นของแสงมีค่าคงที่ ปริมาณของแสงที่ถูกดูดกลืนจะมีความสัมพันธ์แบบเอกซโพเนนเชียลกับระยะทางที่แสงเคลื่อนที่ผ่านอะตอมและความเข้มข้นของอะตอม (นวลศรี นวัตกรรม, 2535) จากรูปที่ 1 กระบวนการเกิด

อะตอมมิกแอบซอร์พชัน เมื่อหาความสัมพันธ์ตามกฎดังกล่าว จะได้ผลดังสมการที่ 1 เมื่อหาความสัมพันธ์ในรูปลอการิทึมจะได้ความสัมพันธ์ดังสมการที่ 2



รูปที่ 1 ภาพกระบวนการเกิดอะตอมมิกแอบซอร์พชัน คัดลอกจาก Beaty and Kerber (1993)

$$T = I/I_0 = e^{-abc} \dots\dots\dots (1)$$

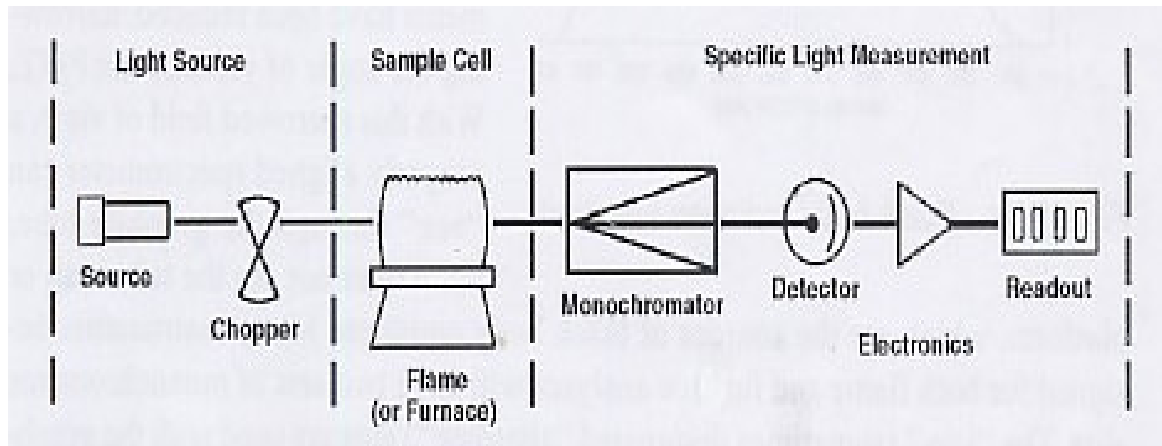
$$\log(I_0/I) = A \text{ (Absorbance)} = abc \dots\dots\dots (2)$$

- เมื่อ
- T = ค่าความส่องผ่าน (transmittance)
  - $I_0$  = ความเข้มแสงก่อนผ่านอะตอม
  - I = ความเข้มแสงหลังผ่านอะตอม
  - A = ค่าการดูดกลืนแสง (absorbance)
  - a = ค่าสัมประสิทธิ์การดูดกลืนแสง
  - b = ความยาวทางเดินแสง (ช่องเปิดบนตะเกียง, slot)
  - c = ความเข้มข้นของอะตอม

จาก Lambert-Beer's law จะเห็นได้ว่าการดูดกลืนแสงเป็นสัดส่วนโดยตรงกับความเข้มข้นของอะตอมที่มีอยู่ในสารตัวอย่าง เมื่อนำความสัมพันธ์ดังกล่าวมาสร้างกราฟเปรียบเทียบ (calibration graph) โดยวัดค่าการดูดกลืนแสงของสารละลายมาตรฐานที่ทราบค่าความเข้มข้นแน่นอนแล้วนำมาเขียนกราฟระหว่างค่าการดูดกลืนแสงและความเข้มข้นของสารละลายมาตรฐาน จากนั้นนำค่าการดูดกลืนแสงของสารตัวอย่างที่วัดได้มาเทียบกับกราฟเปรียบเทียบก็จะทราบค่าความเข้มข้นของสารตัวอย่าง

### 3. องค์ประกอบที่สำคัญของเครื่องอะตอมมิกแอบซอร์พชันสเปกโตรมิเตอร์

องค์ประกอบที่สำคัญของเครื่อง AAS ประกอบด้วย 5 ส่วน (รูปที่ 2) คือ



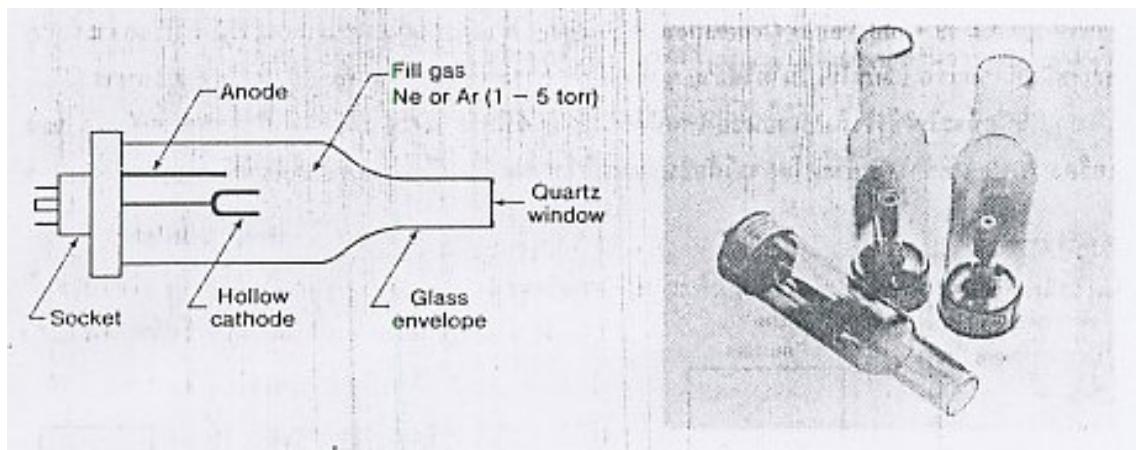
รูปที่ 2 ภาพองค์ประกอบของเครื่องอะตอมมิกแอบซอร์พชันสเปกโตรมิเตอร์ คัดลอกจาก Beaty and Kerber (1993)

#### 3.1 แหล่งกำเนิดแสง (light source)

แหล่งกำเนิดแสงสำหรับเครื่องอะตอมมิกแอบซอร์พชันสเปกโตรมิเตอร์ ต้องให้แสงที่มีความเข้มสูง คงที่ เป็นแถบแคบๆ และมีความยาวคลื่นเท่ากับความยาวคลื่นที่วิเคราะห์ โดยทั่วไปนิยมใช้หลอดฮอลโลว์แคโทด (Hollow Cathode Lamp) และหลอดที่ไม่มีขั้วไฟฟ้า (Electrodeless Discharge Lamp)

##### 3.1.1 หลอดฮอลโลว์แคโทด (Hollow Cathode Lamp, HCL)

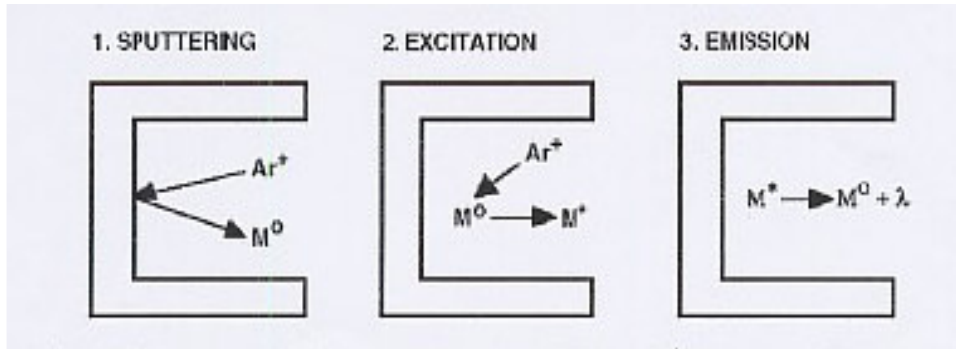
หลอดฮอลโลว์แคโทด ดังรูปที่ 3 เป็นหลอดแก้วทรงกระบอก ผนังหนาและปิดสนิทที่ปลายด้านหนึ่งเป็นหน้าต่างทำจากวัสดุโปร่งใส ซึ่งยอมให้แสงผ่านได้ เช่น ควอตซ์ (quartz) หรือไพเร็กซ์ (pyrex) ส่วนปลายอีกด้านหนึ่งเป็นฐาน ที่ฐานนี้มีขั้วไฟฟ้าอยู่ 2 ขั้ว คือ แคโทดและแอโนด ภายในหลอดบรรจุด้วยแก๊สเฉื่อยที่ความดันต่ำๆ



รูปที่ 3 ภาพส่วนประกอบพื้นฐานของ HCL คัดลอกจากแมน อมรสิทธิ์ (2534)

แคโทดทำจากธาตุที่ต้องการวิเคราะห์ มีลักษณะเป็นรูปถ้วยหรือทรงกระบอก แต่หากเป็นธาตุที่มีราคาแพงมักฉาบด้วยแผ่นหรือผงของธาตุนั้นๆ บนบริเวณแคโทดซึ่งทำด้วยโลหะอื่น เช่น เหล็ก อะลูมิเนียม ทองแดง หรือทองเหลือง เป็นต้น นอกจากนี้แคโทดของ HCL อาจทำจากธาตุหลายชนิดได้ เรียกว่า หลอดฮอลโลว์แคโทดแบบหลายธาตุ ทำให้สามารถวัดได้มากกว่า 2 ธาตุขึ้นไปในเวลาเดียวกัน แต่มีข้อเสียคือ ให้ความเข้มแสงที่ปล่อยออกมาต่ำกว่าแคโทดแบบธาตุเดียว และมีอายุการใช้งานสั้นกว่าถึงครึ่งหนึ่งหรือสามในสี่ของแคโทดแบบธาตุเดียว ส่วนแอโนดทำด้วยทังสเตน นิกเกิล หรือ เซอร์โคเนียม มีรูปร่างหลายแบบ เช่น รูปวงแหวน หรือรูปแท่ง (นวลศรี นิวัตศิษฎ์วงศ์, 2535)

การทำงานของ HCL แสดงดังรูปที่ 4 คือ เมื่อให้ความต่างศักย์แก่ขั้วไฟฟ้าทั้งสอง แก๊สเฉื่อยจะแตกตัวเป็นไอออนบวก และอิเล็กตรอน โดยแก๊สอาร์กอน (Ar) ใช้กับธาตุที่ดูดกลืนรังสีวิสิเบิล (visible light) ส่วนแก๊สนีออน (Ne) ใช้กับธาตุที่ดูดกลืนรังสีอัลตราไวโอเล็ต (ultraviolet light) เมื่อไอออนบวกของแก๊สเฉื่อยวิ่งชนแคโทดทำให้อะตอมของธาตุนั้นแคโทดบางส่วนกลายเป็นไอ เรียกกระบวนการนี้ว่า สปีตเตอริง (sputtering) จากนั้นไอของอะตอมอิสระจะถูกกระตุ้นให้ไปสู่สถานะกระตุ้นด้วยความต่างศักย์ไฟฟ้า ร่วมด้วยการชนของไอออนต่างๆ แต่ไอของธาตุในสถานะกระตุ้นไม่เสถียรจึงกลับสู่สถานะพื้น พร้อมเปล่งแสงที่มีความยาวคลื่นช่วงแคบๆ ออกมา จากนั้นไอส่วนใหญ่จะเข้าไปเกาะที่แคโทดอย่างเดิม (Beaty and Kerber, 1993)



เมื่อ  $Ar^+$  คือ ไอออนบวกของอาร์กอน

$M^0$  คือ อะตอมของธาตุบนแคโทดที่ถูก Sputtering

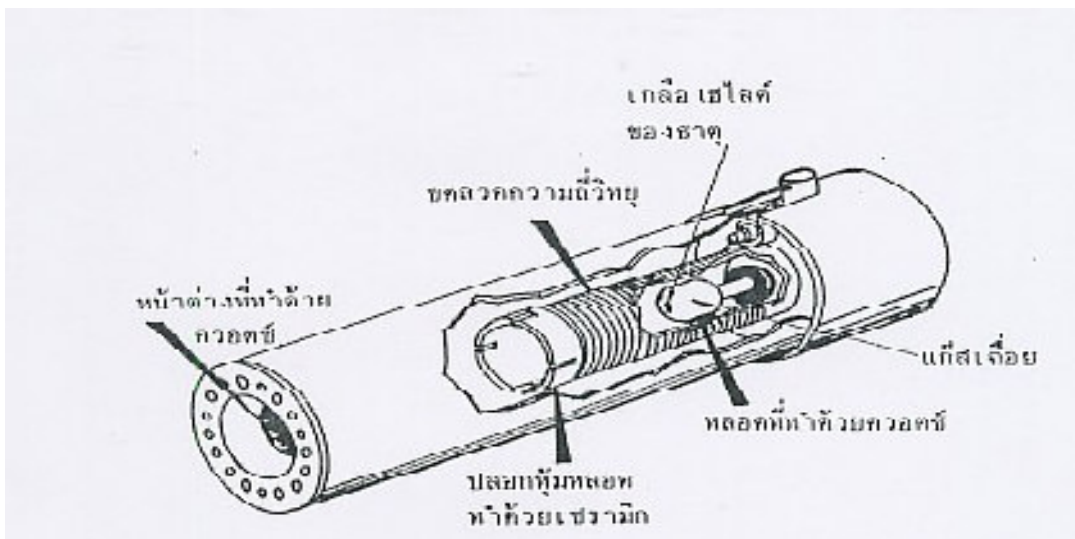
$M^*$  คือ อะตอมของธาตุที่สถานะกระตุ้น

$\lambda$  คือ แสงที่ปล่อยออกมาจากอะตอมของธาตุที่ถูก Sputtering

รูปที่ 4 ภาพการทำงานของ HCL คัดลอกจาก Beatty and Kerber (1993)

### 3.1.2 หลอดที่ไม่มีขั้วไฟฟ้า (Electrodeless Discharge Lamp, EDL)

เป็นหลอดที่ทำด้วย quartz ภายในหลอดบรรจุธาตุหรือเกลือเฮไลต์ของธาตุที่ต้องการวิเคราะห์ พร้อมด้วยแก๊สเฉื่อย หลอดนี้จะถูกปิดสนิทและวางอยู่ในช่องว่างที่เป็นแหล่งกำเนิดของไมโครเวฟหรือความถี่วิทยุ (นวลศรี นีวัตติ์ยวงศ์, 2535) ลักษณะของหลอดชนิดนี้แสดงดังรูปที่ 5



รูปที่ 5 ภาพหลอดที่ไม่มีขั้วไฟฟ้าซึ่งผลิตโดยบริษัทเพอร์คินเอลเมอร์ คัดลอกจากนวลศรี นีวัตติ์ยวงศ์ (2535)

เมื่อให้ความถี่วิทยุหรือสนามไมโครเวฟ อะตอมของธาตุที่อยู่ในหลอดจะถูกกระตุ้น เมื่ออะตอมที่สถานะกระตุ้นกลับสู่สถานะพื้นจะปล่อยแสงที่มีสเปกตรัมเฉพาะของธาตุนั้น ๆ

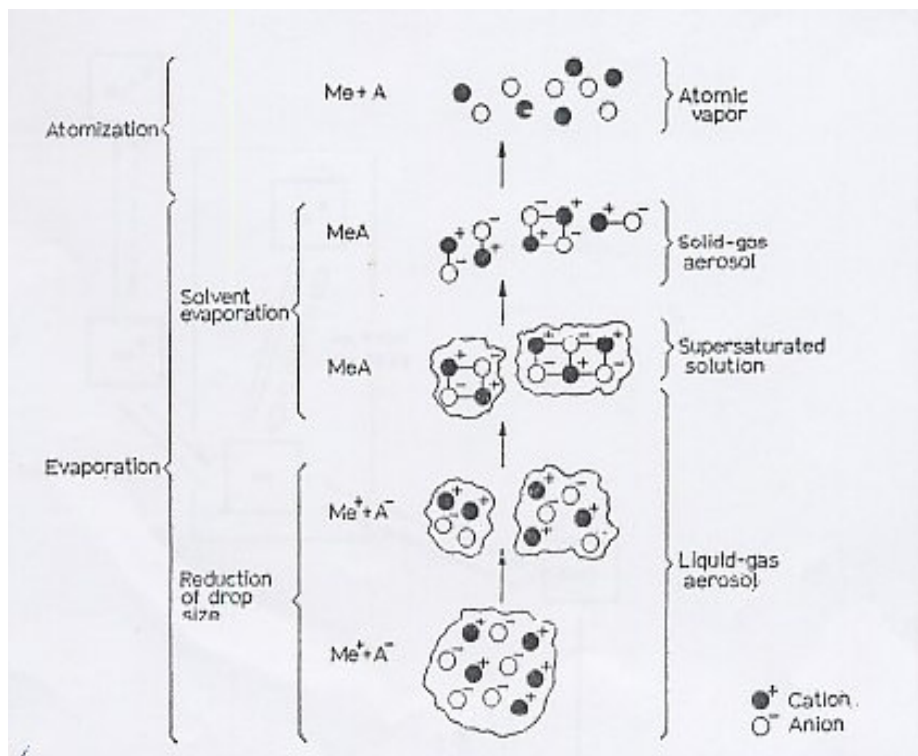
ข้อดีของ EDL คือให้แสงที่มีความเข้มสูง ทำให้เพิ่มขีดจำกัดของการตรวจหาได้ดี เหมาะสำหรับธาตุที่มีความดันไอสูง ซึ่งทำเป็นแคโทดของ HCL ได้ยาก เช่น พลวง สารหนู ซีเซียม ซีลีเนียม เป็นต้น

### 3.2 ส่วนที่ทำให้ธาตุดังกล่าวกลายเป็นอะตอมอิสระ (atomizer)

การทำให้เกิดอะตอมอิสระที่ใช้ในการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค AAS นั้น แบ่งเป็น 3 ชนิด คือ แบบใช้เปลวไฟ แบบไม่ใช้เปลวไฟ และแบบทำให้เป็นสารประกอบไฮโดรด์

#### 3.2.1 การผลิตอะตอมอิสระแบบใช้เปลวไฟ

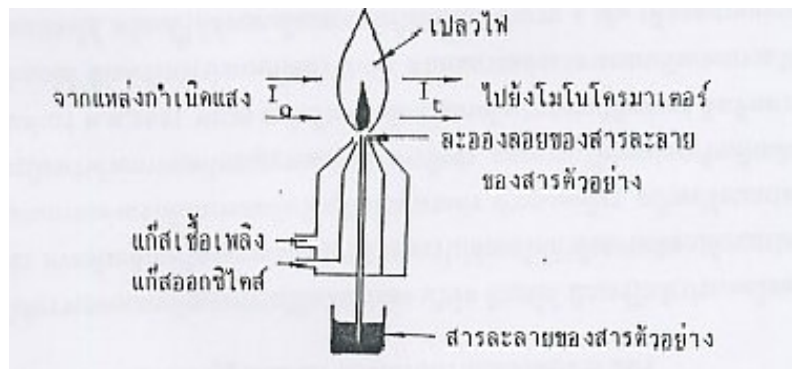
การทำให้เกิดอะตอมอิสระแบบใช้เปลวไฟ สารตัวอย่างต้องอยู่ในรูปของสารละลาย จากนั้นสารละลายถูกฉีดเข้าไปในเปลวไฟ ความร้อนจากเปลวไฟทำให้ตัวทำละลายระเหยได้โมเลกุลของแข็งแล้วเปลี่ยนเป็นโมเลกุลแก๊ส เมื่อพันธะเคมีแตกเกิดเป็นอะตอมอิสระในสถานะแก๊สและอยู่ที่สถานะพื้น (รูปที่ 6)



รูปที่ 6 ภาพกระบวนการอะตอมไมซ์แบบใช้เปลวไฟ คัดลอกจาก Ramiez-Munoz (1973)

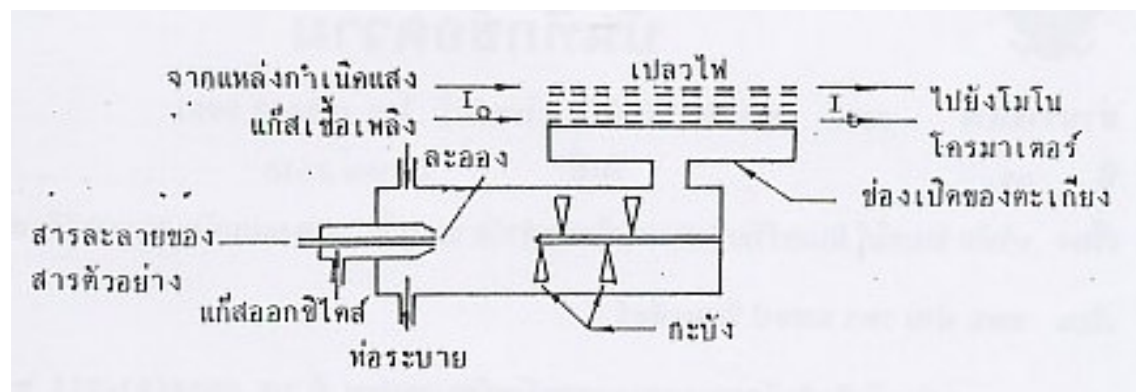
การอะตอมไมซ์แบบนี้ผู้วิเคราะห์ควรทราบก่อนว่าธาตุที่จะวิเคราะห์ควรเลือกใช้ ตะเกียงและเปลวไฟแบบไหน จึงจะเหมาะสมในการทำให้เกิดอะตอมอิสระ โดยตะเกียง (burner) ที่ใช้ กับเครื่อง AAS มี 2 ชนิด (นวลศรี นวัตกรรมค์, 2535)

ชนิดแรก คือ ตะเกียงแบบเทอร์บิวเลนต์โฟลว์ (turbulent flow burner) ดังรูปที่ 7 ตะเกียงชนิดนี้เชื้อเพลิงและออกซิแดนต์จะผ่านเข้าสู่บริเวณฐานตะเกียงโดยแยกกันเดินทาง เชื้อเพลิง และออกซิแดนต์จะทำปฏิกิริยากันที่บริเวณช่องเปิดของตะเกียง โดยออกซิแดนต์ทำหน้าที่พาสาร ตัวอย่างเข้าสู่เปลวไฟ



รูปที่ 7 ภาพตะเกียงชนิดเทอร์บิวเลนต์โฟลว์ คัดลอกจากนวลศรี นวัตกรรมค์ (2535)

ส่วนชนิดที่สองคือ ตะเกียงแบบลามินาร์โฟลว์ (laminar flow burner) ดังรูปที่ 8 ตะเกียงชนิดนี้ออกซิแดนต์ทำหน้าที่พาสารละลายตัวอย่างผ่านหัวฉีด (nebulizer) เข้าชนเม็ดแก้ว (glass bead) เกิดเป็นละอองขนาดเล็กและใหญ่แตกต่างกันภายในห้องผสมละอองฝอย ออกซิแดนต์ และเชื้อเพลิงจะผสมกันจนเข้ากันดี ละอองที่มีขนาดใหญ่ไม่สามารถลอยในอากาศได้จึงตกสู่ช่องดัก จับของเหลว (liquid trap) ส่วนละอองที่มีขนาดเล็กที่ผสมกับแก๊สต่างๆ แล้วเดินทางผ่านช่องทางช่อง เปิดบนตะเกียง (slot) ข้อเสียของตะเกียงชนิดนี้ คือ อาจเกิดการระเบิดได้ถ้ามีเปลวไฟย้อนกลับ



รูปที่ 8 ภาพตะเกียงชนิดลามินาร์โฟลว์ คัดลอกจากนวลศรี นวัตกรรมค์ (2535)

ตะเกียงชนิดลามินาร์โพล์วินิยมใช้กันมากกว่าชนิดเทอร์บิวเลนต์โพล์ เนื่องจากให้ความไวของการวิเคราะห์สูงกว่า สำหรับอันตรายที่อาจเกิดขึ้นจากการระเบิดนั้น สามารถแก้ไขได้โดยการเปลี่ยนหัวตะเกียงให้เหมาะสมกับเปลวไฟที่ใช้ เมื่อพิจารณาตามขนาดช่องเปิดบนตะเกียง (slot) แบ่งเป็น 2 ขนาด คือ slot ที่มีความยาว 5 เซนติเมตร ใช้กับเปลวไนโตรสออกไซด์/อะเซทิลีน ส่วน slot ที่ยาว 10 เซนติเมตร ใช้กับเปลวอากาศ/อะเซทิลีนเท่านั้น เนื่องจากไนโตรสออกไซด์/อะเซทิลีนเกิดการเผาไหม้ที่เร็วมาก ถ้าทำช่องยาวอาจเกิดการระเบิดได้

เปลวไฟที่ใช้จะประกอบไปด้วยออกซิแดนต์และเชื้อเพลิง ออกซิแดนต์ที่นิยมใช้ได้แก่ อากาศ ออกซิเจน และไนโตรสออกไซด์ ส่วนเชื้อเพลิงที่นิยมใช้ได้แก่ อะเซทิลีน (acetylene) ไฮโดรเจน และแก๊สธรรมชาติ โดยเปลวไฟต่างชนิดกันจะให้อุณหภูมิแตกต่างกัน ดังนี้

ตารางที่ 1 แสดงอุณหภูมิของเปลวชนิดต่าง ๆ คัดลอกจาก Beaty and Kerber (1993)

Oxidant-Fuel	Temp., °C
Air-Methane	1850-1900
Air-Natural Gas	1700-1900
Air-Hydrogen	2000-2050
Air-Acetylene	2125-2400
N <sub>2</sub> O-Acetylene	2600-2800

ในทางปฏิบัติเปลวไฟที่นิยมใช้กันมากที่สุดคือ เปลวไฟจากอากาศ/อะเซทิลีน ซึ่งมีอุณหภูมิประมาณ 2,000 องศาเซลเซียส และเปลวไฟจากไนโตรสออกไซด์/อะเซทิลีน มีอุณหภูมิประมาณ 3,000 องศาเซลเซียส ซึ่งเหมาะสมสำหรับธาตุที่ต้องการอุณหภูมิสูงมากในการทำให้เกิดอะตอมอิสระ ดังนั้นธาตุต่างชนิดกันจึงใช้เปลวไฟที่แตกต่างกัน ดังตารางที่ 2



ตารางที่ 2 แสดงการใช้เปลวไฟที่เหมาะสมกับการวิเคราะห์ธาตุต่าง ๆ คัดลอกจากแมน อมรสิทธิ์ (2534)

Li 670.8 1,2	Be 234.9 1+,3											B 249.7 3											
Na 589.0 589.6 1,2	Mg 285.2 1+											Al 309.3 1+,3	Si 251.6 1+,3										
K 766.5 1,2	Ca 422.7 1	Sc 391.2 3	Ti 364.3 3	V 318.4 3	Cr 357.9 1+	Mn 279.5 1,2	Fe 248.3 1	Co 240.7 1	Ni 232.0 1,2	Cu 324.8 1,2	Zn 213.9 2	Ga 287.4 1	Ge 265.2 3	As 193.7 1	Se 196.0 1								
Rb 780.0 1,2	Sr 460.7 1+	Y 407.7 3	Zr 360.1 3	Nb 405.9 3	Mo 313.3 1+		Ru 349.9 1	Rh 343.5 1,2	Pd 244.8 247.6 1,2	Ag 328.1 2	Cd 228.8 2	In 303.9 1,2	Sn 286.3 224.6 1	Sb 217.6 1,2	Te 214.3 1								
Cs 852.1 1	Ba 553.6 1+,3	La 392.8 3	Hf 307.2 3	Ta 271.5 3	W 400.8 3	Re 316.0 3		Ir 264.0 1	Pt 265.9 1,2	Au 242.8 1+,2	Hg 185.0 253.7 0,1,2	Tl 377.6 276.8 1,2	Pb 217.0 283.3 1,2	Bi 223.1 1,2									

- ตัวเลขที่อยู่ใต้สัญลักษณ์ของธาตุ แสดงถึงความยาวคลื่น (นาโนเมตร) ที่ใช้วัดการดูดกลืนแสง

- ตัวเลขอยู่ข้างล่างสุด บอกชนิดของเปลวไฟที่ใช้ในการวิเคราะห์

1 = air-acetylene

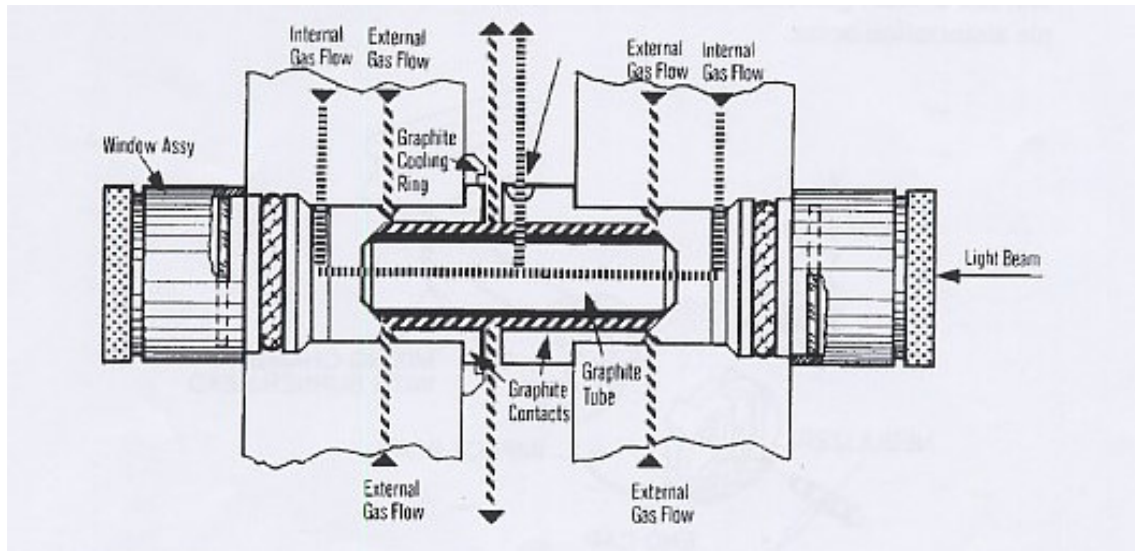
2 = air-propane or air-natural gas

1+ = fuel-rich air-acetylene

3 = nitrous oxide-acetylene

### 3.2.2 การผลิตอะตอมอิสระแบบไม่ใช้เปลวไฟ (ใช้ไฟฟ้า)

วิธีนี้มีท่อแกรไฟต์เป็นแหล่งพลังงานความร้อนแทนเปลวไฟ ดังรูปที่ 9 ที่ปลายท่อแกรไฟต์เป็นขั้วไฟฟ้า เมื่อใส่สารตัวอย่างในเซลล์ตัวอย่าง แล้วให้ความต่างศักย์ไฟฟ้าเข้าไประหว่างขั้วไฟฟ้าทั้งสอง เตากรไฟต์จะเริ่มทำงาน โดยให้ความร้อนที่ระดับหนึ่งเพื่อระเหยตัวทำละลาย จากนั้นอุณหภูมิจะเพิ่มขึ้นอย่างรวดเร็วเพื่อเปลี่ยนโมเลกุลของธาตุที่จะทำการวิเคราะห์เป็นอะตอมอิสระ ขณะทำการอะตอมไมซ์ต้องมีแก๊สเฉื่อยไหลผ่านเซลล์บรรจุตัวอย่าง เพื่อป้องกันไม่ให้ธาตุที่ต้องการวิเคราะห์เปลี่ยนเป็นออกไซด์ที่ทนไฟ และป้องกันไม่ให้แกรไฟต์ถูกออกซิไดส์ ส่วนใหญ่นิยมใช้แก๊สอาร์กอน สุดท้ายเตากรไฟต์จะให้อุณหภูมิประมาณ 3,000 องศาเซลเซียส เพื่อไล่สารทุกชนิดออกจากเตา (นวลศรี นวัตกรรมวงศ์, 2535)



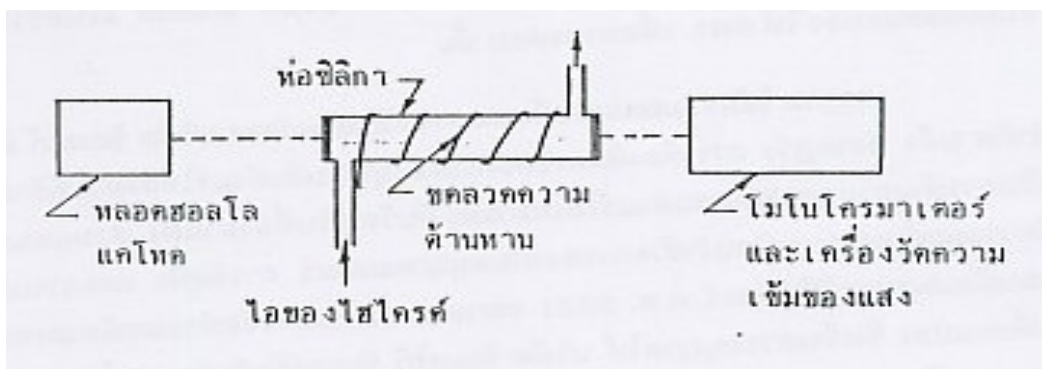
รูปที่ 9 ภาพลักษณะของอะตอมไมเซอร์แบบใช้ไฟฟ้า คัดลอกจาก Beaty and Kerber (1993)

อะตอมไมเซอร์ชนิดนี้มีลักษณะที่สำคัญคือ อะตอมอิสระจะถูกจำกัดให้อยู่ในช่องทางเดินแสงนานกว่าการอะตอมไมซ์แบบใช้เปลวไฟ มีผลทำให้การวิเคราะห์มีความไวสูงขึ้น และใช้สารตัวอย่างปริมาณน้อยมาก เป็นไมโครลิตร

### 3.2.3 การผลิตอะตอมอิสระแบบทำให้เป็นสารประกอบไฮไดรด์

ธาตุหลายชนิดไม่สะดวกที่จะวิเคราะห์ด้วยเปลวไฟ เนื่องจากมีเส้นเรโซแนนซ์ปฐมภูมิเป็นแสงที่มีความยาวคลื่นสั้น คือ ใกล้กับ 200 นาโนเมตร ซึ่งที่ความยาวคลื่นนี้แก๊สเปลวไฟสามารถดูดกลืนแสงได้ เช่น สารหนู พลวง ซีลีเนียม และเจอร์เมเนียม เป็นต้น วิธีนี้ทำได้โดยวิธีธาตุที่ต้องการวิเคราะห์ให้อยู่ในรูปไฮไดรด์โดยใช้ตัวรีดิวซ์ ตัวรีดิวซ์ที่นิยมใช้ คือ โซเดียมโบโรไฮไดรด์ (sodium borohydride) จากนั้นไอของไฮไดรด์จะถูกพาเข้าสู่ท่อซิลิกาซึ่งทำหน้าที่เป็นเซลล์บรรจุตัวอย่าง

โดยแก๊สไนโตรเจนหรืออาร์กอน ท่อซิลิกาจะมีอุณหภูมิประมาณ 900 องศาเซลเซียส ทำให้สารประกอบไฮไดรต์สลายตัวเป็นอะตอมอิสระ อะตอมนี้จะดูดกลืนแสงที่ปล่อยออกมาจากแหล่งกำเนิด โดยแสงเดินทางผ่านตามแนวแกนของท่อซิลิกา (รูปที่ 10) ความร้อนที่ให้กับท่อซิลิกาอาจมาจากไฟฟ้าหรือเปลวไฟก็ได้ แต่ถ้าเป็นเปลวไฟต้องไม่ให้ผ่านเข้าไปยังช่องทางเดินแสง



รูปที่ 10 ภาพเซลล์บรรจุตัวอย่างที่ได้จากสารประกอบไฮไดรต์ คัดลอกจากนวลศรี นีวัตติ์ยวงศ์ (2535)

เทคนิคการผลิตอะตอมอิสระทั้งสามแบบมีความแตกต่างกัน การเลือกใช้แบบใดขึ้นอยู่กับธาตุที่วิเคราะห์ ความเข้มข้น ดังแสดงในตารางที่ 3

ตารางที่ 3 แสดงการเปรียบเทียบเทคนิคการวิเคราะห์ที่ใช้เปลวไฟ ไม่ใช้เปลวไฟ และทำให้เป็นสารประกอบไฮไดรต์ คัดลอกจากบริษัท ไทยยูนิค จำกัด (2528)

	flame	graphite tube	hydride generations
จำนวนธาตุที่วิเคราะห์ได้	67 ธาตุ	30-40 ธาตุ	3
ความแม่นยำ	1 %RSD	2-5 %RSD	2-5 %RSD
ความถูกต้อง	สูง	สูง	สูง
ช่วงความเข้มข้นที่วิเคราะห์ได้	ppb ถึง %	ppb ถึง $10^3$ ppm	ppb ถึง $10^3$ ppm
การเตรียมสารตัวอย่าง	ค่อนข้างยุ่งยาก	ง่าย	ยุ่งยาก
การทำารวิเคราะห์	ค่อนข้างยุ่งยาก	ง่าย	ง่าย
ความชำนาญของผู้ใช้เครื่อง	ปกติ	สูง	ปกติ
ความรวดเร็วของการวิเคราะห์	15 ตัวอย่าง/นาที	1 ตัวอย่าง/นาที	1 ตัวอย่าง/นาที

### 3.3 โมโนโครมาเตอร์ (monochromator)

เป็นอุปกรณ์ที่ใช้แยกแสงที่มีความยาวคลื่นที่ต้องการเพียงความยาวคลื่นเดียวออกจากแสงที่มีหลายความยาวคลื่น โดยมีส่วนประกอบที่สำคัญ 3 ส่วน (รูปที่ 11) คือ (นวลศรี นีวัตติ์ยวงศ์, 2535)

#### 3.3.1 ช่องที่ให้แสงผ่านเข้าออก (entrance and exit slit)

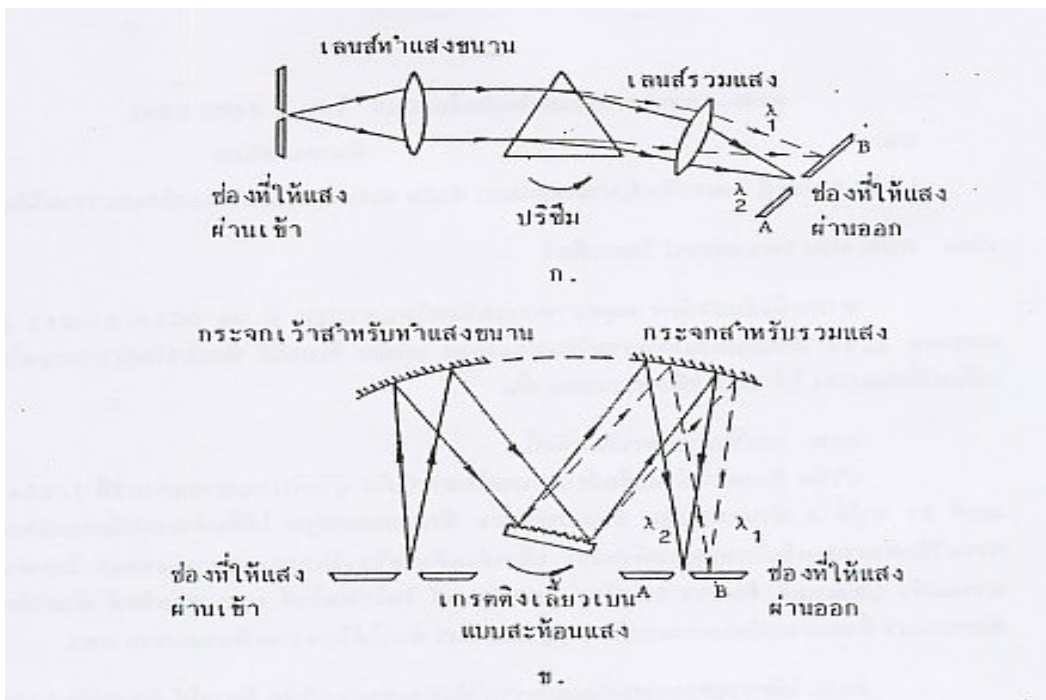
ทำหน้าที่เป็นตัวกำหนดให้แสงเฉพาะจากแหล่งกำเนิดเท่านั้นผ่านเข้าไปในโมโนโครมาเตอร์ และจะให้แสงที่มีความยาวคลื่นที่ต้องการเท่านั้นผ่านออกไปจากโมโนโครมาเตอร์

#### 3.3.2 เครื่องกระจายแสง (dispersive element)

มีหน้าที่ทำให้แสงกระจายออกเป็นความยาวคลื่นต่างๆ เพื่อเลือกแสงที่มีความยาวคลื่นที่ต้องการออกมา โดยทั่วไปนิยมใช้ปริซึม (prism) หรือ เกรตติง (grating) แต่เกรตติงจะได้รับความนิยมมากกว่า เนื่องจากเกรตติงมีกำลังการแยกสูงกว่า สามารถแยกแสงในช่วงความยาวคลื่นกว้างกว่าและให้การกระจายแสงที่คงที่

#### 3.3.3 เลนส์หรือกระจกสำหรับทำให้แสงขนานและรวมแสง

ส่วนประกอบต่างๆ ของโมโนโครมาเตอร์จะถูกติดตั้งให้อยู่ในตำแหน่งที่ทำให้การบิดเบี้ยวมีน้อยที่สุดแต่ให้มีการส่งผ่านมากที่สุด ซึ่งการส่งผ่านแสงจะมีมากที่สุดเมื่อใช้เลนส์และกระจกจำนวนน้อยที่สุด



เมื่อ  $AB$  เป็นความยาวของระนาบโฟกัส  
 $\lambda_1, \lambda_2$  เป็นความยาวคลื่นของแสง และ  $\lambda_1$  มีค่ามากกว่า  $\lambda_2$

รูปที่ 11 ภาพการติดตั้งส่วนประกอบต่างๆ ของโมนโครมาเตอร์ 2 แบบ โดยเครื่องกระจายแสงรูป ก.ใช้ปริซึม และรูป ข.ใช้เกรตติง คัดลอกจากนวลศรี นวัตกรรม (2535)

### 3.4 ดีเทคเตอร์ (detector)

ทำหน้าที่วัดความเข้มแสงที่ผ่านออกมาจากโมนโครมาเตอร์ ปัจจุบันนิยมใช้หลอดโฟโตมัลติพลายเออร์ (photomultiplier tube) ซึ่งเป็นหลอดสูญญากาศ ภายในบรรจุด้วยไอโนดและแอโนด หลอดโฟโตมัลติพลายเออร์จะเปลี่ยนแสงให้กลายเป็นสัญญาณทางไฟฟ้า ซึ่งเป็นสัดส่วนโดยตรงกับความเข้มแสงที่ตกกระทบแคโทดในหลอดโฟโตมัลติพลายเออร์ (แมน อมรสิทธิ์, 2534)

### 3.5 เครื่องประมวลผลและอ่านผล (data system and read-out unit)

ทำหน้าที่รับสัญญาณจากเครื่องดีเทคเตอร์แล้วนำไปเข้ากระบวนการทางอิเล็กทรอนิกส์ทำการแปลความหมาย ประมวลผล และแสดงผลออกมาผ่านเครื่องคอมพิวเตอร์

# ผลกระทบในการวิเคราะห์และการแก้ไขปัญห

## 1. ผลกระทบของการแทรกสอดต่อการวิเคราะห์ (interference effects)

ความไม่ถูกต้องในการวัดโดยวิธีการดูดกลืนแสงของอะตอมคือ การแทรกสอดได้ก็ตามที่เปลี่ยนค่าการดูดกลืนแสงของสารละลายตัวอย่างให้มีค่าต่างไปจากค่าที่ถูกต้อง อาจจำแนกได้ดังนี้

### 1.1 การแทรกสอดทางฟิสิกส์ (physical interference)

เป็นผลมาจากความหนืดและแรงตึงผิวของสารละลายตัวอย่างและสารละลายมาตรฐานที่แตกต่างกัน ทำให้อัตราการไหลและขนาดหยดของสารละลายที่เข้าสู่เปลวไฟแตกต่างกัน เช่น สารละลายที่มีความหนืดและแรงตึงผิวต่ำ จะมีอัตราการไหลที่เร็ว ละอองสารละลายที่ได้มีขนาดเล็ก ทำให้มีปริมาณอะตอมในเปลวไฟมากจึงอ่านค่าการดูดกลืนแสงได้มากขึ้น

การแก้ไขทำได้โดยเติมตัวทำละลายอินทรีย์ (organic solvent) ที่ช่วยเพิ่มประสิทธิภาพการไหลหรือการเตรียมสารละลายมาตรฐานให้มีองค์ประกอบเหมือนสารละลายตัวอย่างมากที่สุด (แม้น อมรสิทธิ์, 2534)

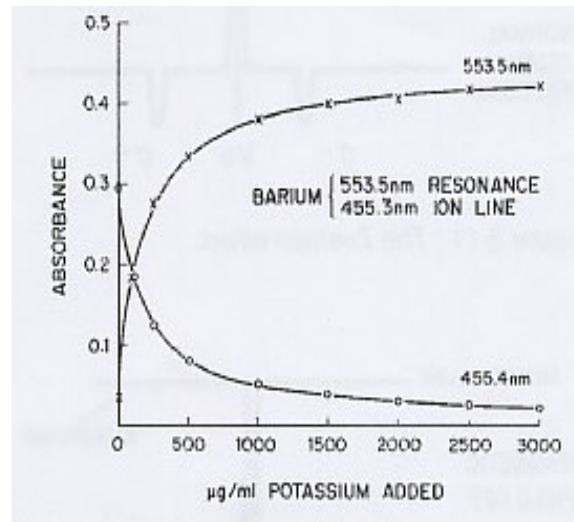
### 1.2 การแทรกสอดทางเคมี (chemical interference)

การแทรกสอดทางเคมีจะเกิดขึ้น เมื่อสารละลายตัวอย่างและสารละลายมาตรฐานกลายเป็นไอและถูกอะตอมไมซ์ต่างกัน มีผลทำให้การแตกตัวเกิดขึ้นผิดไป

เมื่อมีแอนไอออน เช่น ฮาไลด์ ไนเตรต ซัลเฟต และฟอสเฟอรัส อยู่มากเกินไป จะเกิดการรวมตัวกับสารประกอบของธาตุที่ต้องการวิเคราะห์เป็นสารทนไฟ (refractory compound) ทำให้การแตกตัวเป็นอะตอมอิสระลดลง แก้ไขโดยเติมสารคายสารประกอบทนไฟ (releasing agent) ลงไปในสารละลาย เช่น สทรอนเซียม หรือ แลนทานัมคลอไรด์ สารนี้จะจับตัวกับตัวรบกวนทำให้ธาตุที่ต้องการวิเคราะห์เกิดเป็นอะตอมอิสระได้ หรือการให้พลังงานความร้อนที่สูงขึ้น เช่น ใช้เปลวไฟจากไนตริก/อะเซทิลีน

เมื่อมีการรบกวนจากแคทไอออน ซึ่งเกิดมาจากธาตุที่ต้องการวิเคราะห์มีพลังงานการแตกตัวเป็นไอออนต่ำ การรบกวนนี้แก้ไขได้โดยเติมสารลดการไอออไนซ์ (ionization suppressor) เช่น กลีโคโพแทสเซียม รูบิเดียม และซีเซียม ซึ่งสามารถแตกตัวเป็นไอออนได้ง่ายกว่า ตัวอย่างเช่น การวิเคราะห์หาปริมาณแบเรียม โดยใช้เปลวไฟไนตริก/อะเซทิลีน จะเติมโพแทสเซียมลงไปในการละลายเพื่อทำหน้าที่ระงับการเกิดไอออน เนื่องจากโพแทสเซียมสามารถแตกตัวเป็นไอออนได้ง่ายกว่า ทำให้แบเรียมแตกตัวเป็นไอออนได้น้อยลง ค่าการดูดกลืนแสงของแบเรียมไอออนที่ความยาวคลื่น 455.4

นาโนเมตรจึงมีค่าลดลง ส่งผลให้ค่าการดูดกลืนแสงของอะตอมแบเรียมที่ความยาวคลื่น 553.5 นาโนเมตร มีค่าสูงขึ้น เมื่อเติมโพแทสเซียมเพิ่มมากขึ้น ดังรูปที่ 12



รูปที่ 12 ภาพการลดการรบกวนของแบเรียมโดยใช้เกลือโพแทสเซียม คัดลอกจาก Beaty and Kerner (1993)

### 1.3 การแทรกสอดสเปกตรา (spectral interference)

การรบกวนนี้ส่วนใหญ่เกิดจากโมเลกุลของธาตุที่ต้องการวิเคราะห์บางส่วนที่ไม่สามารถเกิดเป็นอะตอมอิสระ หรือธาตุอื่นที่มีอยู่ในสารละลายและโมเลกุลอื่นๆ สามารถดูดกลืนแสงในช่วงที่ใกล้เคียงกับความยาวคลื่นที่ใช้วิเคราะห์จนไม่สามารถแยกออกได้ด้วยโมโนโครมาเตอร์ เรียกการดูดกลืนนี้ว่า การดูดกลืนของพื้นหลัง (background absorption) นอกจากนี้ ยังอาจเกิดจากการกระเจิงแสงของโมเลกุลของสารอีกด้วย การแก้ปัญหานี้สามารถทำได้โดยการแก้ค่าแบล็คกราวนด์ (background correction) ซึ่งในเครื่องมือสมัยใหม่จะมีส่วนนี้อยู่แล้ว (นวลศรี นวัตกรรมวงศ์, 2535)

## 2. การแก้ค่าแบล็คกราวนด์ (background correction)

การแก้ปัญหากับการดูดกลืนของพื้นหลัง สามารถทำได้หลายวิธี คือ

### 2.1 การใช้หลอดดีวเทอเรียม (deuterium lamp)

วิธีนี้มีแหล่งกำเนิดคลื่นแสง 2 ชุด ชุดแรกเป็น HCL ที่ให้คลื่นแสงแบบเส้น ส่วนชุดหลังเป็นหลอดดีวเทอเรียม ซึ่งให้คลื่นแสงแบบต่อเนื่อง คลื่นแสงจากแหล่งกำเนิดทั้งสองสลับกันเข้าสู่บริเวณที่มีอะตอมอิสระ โดยการใช้ช้อฟเฟอร์ (chopper) เมื่อแสงผ่านสารละลายตัวอย่างเครื่องวัดจะทำหน้าที่เปรียบเทียบสัญญาณที่ได้จากแหล่งกำเนิดทั้งสอง

## 2.2 การใช้ผลของซีแมน (Zeeman effect)

สามารถทำได้โดยทำให้แสงจาก HCL ผ่านโพลาไรเซอร์ (polarizer) ได้แสงเป็นแสงโพลาไรซ์ (polarized light) ขนานกับสนามแม่เหล็กผ่านเซลล์ ค่าการดูดกลืนแสงที่วัดได้จะเป็นของแบล็คกราว์เท่านั้น ผลต่างของค่าการดูดกลืนแสงที่วัดได้ทั้งสองจะเป็นค่าการดูดกลืนแสงของสารตัวอย่าง (แมน อมรสิทธิ์, 2534)

## 2.3 การใช้ผลของสมิท-ฮีฟต์ (Smith-Hieftje effect)

เทคนิคนี้สามารถทำได้ด้วยการใช้กระแสไฟฟ้าต่ำกับ HCL ค่าการดูดกลืนแสงที่วัดได้จะเป็นของสารตัวอย่างและแบล็คกราว์ แล้วใช้กระแสไฟฟ้าสูงกับ HCL ค่าการดูดกลืนของสารตัวอย่างจะลดลงอย่างมาก แต่ของแบล็คกราว์จะคงเดิม ผลต่างของค่าการดูดกลืนแสงที่วัดได้ทั้งสองครั้งจะเป็นค่าการดูดกลืนแสงของสารตัวอย่าง (แมน อมรสิทธิ์, 2534)

ค่าการดูดกลืนแสงของสารตัวอย่างเมื่อใช้กระแสไฟฟ้าสูงกับ HCL เกิดจากการดูดกลืนตัวเอง (self absorption หรือ self reversal) เนื่องจากปริมาณอะตอมอิสระของธาตุที่ใช้ทำแคโทดใน HCL ที่ไม่ถูกกระตุ้นมีเพิ่มขึ้น จึงเกิดการดูดกลืนแสงที่ปล่อยออกมาได้ ทำให้ความเข้มแสงที่ออกจาก HCL มีค่าลดลง

## 3. การแก้ปัญหาเมื่อเครื่องมือเกิดขัดข้อง

การวิเคราะห์ด้วยเครื่อง AAS ที่นิยมแพร่หลายมากที่สุด เป็นการวิเคราะห์แบบใช้เปลวไฟ ดังนั้นในเอกสารฉบับนี้จึงกล่าวถึงเฉพาะการแก้ไขปัญหาที่เกิดจากเครื่อง AAS แบบใช้เปลวไฟเท่านั้น จากรายงานของ Brodie and Rowland พบว่าปัญหาดังกล่าวมีดังนี้

### 3.1 ค่าการดูดกลืนแสงที่วัดได้ต่ำกว่าที่ควร

ควรตรวจสอบหาสาเหตุและทำการแก้ไขดังนี้

**ขั้นที่ 1** ตรวจสอบบริเวณเนบิวไลเซอร์และท่อพลาสติกเล็ก (capillary tube) ว่ามีการอุดตันหรือไม่ ส่วนใหญ่การอุดตันบริเวณนี้เกิดจากสารละลายที่วัดมีปริมาณของแข็งมากกว่าร้อยละ 1-2 โดยน้ำหนักต่อปริมาตร เช่น ตัวอย่างน้ำทะเล ตัวอย่างเลือด เป็นต้น ทำให้อัตราการดูดสารละลายลดลง หากพบว่ามี การอุดตันควรปฏิบัติดังนี้

- ถอดเนบิวไลเซอร์และท่อพลาสติกออกมาทำความสะอาด
- ฉีดพ่นน้ำกลั่นผ่านเนบิวไลเซอร์นานประมาณ 15 นาที เพื่อให้แน่ใจว่าเนบิวไลเซอร์สะอาดพอ
- ควรวัดสารละลายตัวอย่างสลับกับสารละลาย blank เพื่อลดการอุดตันที่จะเกิดขึ้น



ขั้นที่ 2 ตรวจสอบอัตราการดูดสารละลาย โดยปกติจะอยู่ที่ 4-6 มิลลิเมตรต่อนาที (หาได้จากเติมน้ำกลั่น 10 มิลลิตรใส่ในกระบอกตวงขนาด 10 มิลลิตร วัดปริมาตรน้ำที่เนบิวไลเซอร์ ดูดไปในเวลา 1 นาที) ถ้าอัตราการดูดสารละลายไม่ได้ตามที่กำหนดให้ทำการปรับเนบิวไลเซอร์ใหม่

ขั้นที่ 3 ตรวจสอบตำแหน่งของเม็ดแก้ว (glass bead) ว่าเหมาะสมหรือไม่ โดยใช้สารละลายมาตรฐานทองแดงเข้มข้น 5 พีพีเอ็ม (ppm) ที่ความยาวคลื่น 324.8 นาโนเมตร ความกว้างของสลิต (slit) 0.5 นาโนเมตร และใช้กระแสไฟฟ้า 4 มิลลิแอมแปร์ เป็นตัวปรับตำแหน่งของ glass bead ให้อ่านค่าการดูดกลืนแสงตามที่ควรจะเป็น

ขั้นที่ 4 ตรวจสอบตำแหน่งของตะเกียงว่าเหมาะสมหรือไม่ โดยการใช้กระดาษแข็งที่ได้มาพร้อมกับเครื่อง AAS ซึ่งมีตำแหน่งของลำแสงที่เหมาะสมบนกระดาษนั้น วางกระดาษนี้ที่กึ่งกลางช่องทางเปิดของตะเกียง แล้วปรับตำแหน่งของตะเกียงทั้งแนวตั้งและแนวนอนจนลำแสงอยู่ในบริเวณที่กำหนด

ขั้นที่ 5 ตรวจสอบสัดส่วนของออกซิแดนซ์และเชื้อเพลิงว่าเหมาะสมกับธาตุที่ต้องการวิเคราะห์หรือไม่ ตัวอย่างเช่น การวิเคราะห์ธาตุแคดเมียม ทองแดง และนิกเกิล ควรใช้เปลวไฟแบบลิ้นเปลว (lean flame) คือมีปริมาณเชื้อเพลิงน้อยกว่าที่ควรจะเป็น ขณะที่ธาตุแบเรียม โมลิบดีนัม และซิลิคอน ควรใช้เปลวไฟแบบริชเปลว (rich flame) คือมีปริมาณเชื้อเพลิงมากกว่าที่ควรจะเป็น ซึ่งเหมาะสมสำหรับธาตุที่มีแนวโน้มการเกิดเป็นออกไซด์หรือไฮดรอกไซด์ที่ทนไฟ ปกติการปรับอัตราส่วนนี้จะช่วยลดการไหลของออกซิแดนซ์ไว้ แล้วเปลี่ยนอัตราการไหลของเชื้อเพลิงเพื่อให้ได้สัญญาณที่ดีที่สุด

ขั้นที่ 6 ตรวจสอบสารละลายที่วัดว่ามีอนุภาคของแข็งแขวนลอยหรือไม่ ต้องเติมสารลดการเกิดไอออนในเซชันหรือไม่ ปกติสารละลายที่ใช้ควรเตรียมใช้ใหม่ ๆ โดยเจือจางจากสารละลายที่เข้มข้น เนื่องจากสารละลายที่มีความเข้มข้นต่ำ ๆ จะไม่คงตัวเมื่อเก็บไว้นาน

### 3.2 มีการรบกวน (noise) สูง และสัญญาณไม่คงที่ (ขณะยังไม่จุดเปลวไฟ)

สำหรับการตรวจสอบปัญหานี้จะเน้นไปที่ HCL

ขั้นที่ 1 ตรวจสอบกระแสไฟฟ้าและความกว้างของแถบสเปกตรัม (spectral band width) ของ HCL เหมาะสมหรือไม่ การเพิ่มกระแสไฟฟ้าให้ HCL จะช่วยลดการรบกวนให้น้อยลง แต่ถ้าใช้กระแสไฟฟ้ามากเกินไปอาจเกิดการดูดกลืนร่วมทำให้ค่าการดูดกลืนแสงต่ำลง และอายุการใช้งานของ HCL สั้นลงด้วย ดังนั้นควรใช้กระแสไฟฟ้าตามที่ผู้ผลิตแนะนำ และการเพิ่มค่ากระแสไฟฟ้าไม่ควรเกินค่าสูงสุดที่กำหนดไว้ ส่วนการกำหนดความกว้างของแถบสเปกตรัมนั้นควรกำหนดให้สามารถแยกเส้นสเปกตรัมที่อยู่ติดกันออกจากกันได้ เพื่อลดการรบกวน

ขั้นที่ 2 ปรับตำแหน่ง HCL และความยาวคลื่นที่ใช้เหมาะสมหรือไม่ การปรับตำแหน่ง HCL ทำได้โดยการหมุนสกรูที่อยู่ซี่วาล์วจนได้สัญญาณสูงสุด การตรวจสอบความยาวคลื่นทำโดยใช้ HCL ของทองแดง ซึ่งมีตำแหน่งพีคสูงสุดที่ 324.8 นาโนเมตร ตัวอย่างเช่น เมื่อ HCL ของทองแดงให้พีคสูงสุดที่ 324.6 นาโนเมตร แสดงว่าตำแหน่งพีคเปลี่ยนไป 0.2 นาโนเมตร ดังนั้นเมื่อต้องวัดแบเรียมต้องวัดที่ความยาวคลื่น 553.3 นาโนเมตร (ปกติวัดที่ 553.5 นาโนเมตร)

ขั้นที่ 3 ตรวจสอบเลนส์และหน้าต่างของ HCL ต้องสะอาดและไม่มีรอยแตกร้าว หากหน้าต่าง HCL เปื้อนให้เช็ดด้วยผ้าสะอาดหรือกระดาษเช็ดเลนส์ที่ซัพเอทานอลหมด ๆ

ขั้นที่ 4 ตรวจสอบว่ามีการขยายสเกลของค่าการดูดกลืนแสงหรือไม่ ควรตั้งไว้ที่ 1x การขยาย (expansion) (แมน อมรสิทธิ์, 2534)

### 3.3 มีการรบกวน (noise) สูง และสัญญาณไม่คงที่ (เมื่อจุดเปลวไฟ)

ขั้นที่ 1 ตรวจสอบการตั้งระดับตะเกียงว่าเหมาะสมหรือไม่ ไม่ควรตั้งตะเกียงให้สูงหรือต่ำเกินไป เพราะจะทำให้ระดับทางเดินแสงไม่พอดีกับบริเวณที่เกิดอะตอมอิสระ

ขั้นที่ 2 เปลวไฟเสถียรหรือไม่ โดยปกติเปลวไฟที่ใช้ในการอะตอมไม่มีความแปรปรวนอยู่บ้าง เนื่องจากการผสมของแก๊สต่างๆ ดังนั้นเพื่อป้องกันการเกิดความแปรปรวนจากภายนอก เช่น ลม ควรติดตั้งกำบังหน้าตะเกียง นอกจากนี้ก่อนทำการวัดควรอุ่น (warm) HCL และตะเกียงนานประมาณ 5 นาที เพื่อให้ผลการวิเคราะห์มีความแม่นยำยิ่งขึ้น

ขั้นที่ 3 ตรวจสอบเช็คอัตราการไหลและความดันแก๊สที่ใช้เหมาะสมหรือไม่ อากาศจากเครื่องอัดลม (air compressor) ต้องผ่านการกรองและไม่มีน้ำมัน แก๊สไนโตรเจนออกไซด์และอะเซทิลีน ต้องบริสุทธิ์และใช้ความดันตามที่ผู้ผลิตแนะนำ

ขั้นที่ 4 มีการอุดตันที่เนบิวโลเซอร์และตะเกียงหรือไม่ บางครั้งการสลายตัวของละอองเกลือต่างๆ อาจไม่หมด จึงทำให้เกิดการอุดตันที่ช่องเปิดของตะเกียง

ขั้นที่ 5 อาจมีการเปล่งแสงของอะตอมของธาตุบางชนิด เช่น แคลเซียม สทรอนเซียม แบเรียม และเรย์เอิร์ท เมื่อมีความเข้มข้นสูงทำให้แสงที่ตกกระทบดีเทคเตอร์มีความเข้มสูงกว่าที่ควรจะเป็น แก้ไขโดยเพิ่มขนาดไฟฟ้าแก่ HCL

## 4. การบำรุงรักษาเครื่องอะตอมมิกแอบซอร์พชันสเปกโตรมิเตอร์

จากรายงานของ Cunliffe, 1984 แบ่งการบำรุงรักษาเครื่อง AAS เป็น 4 ส่วน คือ

### 4.1 การบำรุงรักษาเครื่องโดยทั่วไป

1) ใช้ผ้านุ่มชุบน้ำหรือน้ำยาทำความสะอาดอ่อนๆ (ห้ามใช้ตัวทำละลายอินทรีย์) เช็ดฝุ่นละอองหรือไอของสารที่มีฤทธิ์กัดกร่อนที่เกาะตามตัวเครื่องให้สะอาด

2) เช็ดทำความสะอาดหน้าต่างของ HCL ด้วยกระดาษทิชชูที่ชุบด้วยเมทานอลหรือน้ำผสมเอทานอล เพื่อทำความสะอาดฝุ่นและรอยนิ้วมือต่าง ๆ

สำหรับอุปกรณ์อื่น ๆ ที่เกี่ยวกับระบบทางเดินแสงซึ่งถูกปิดไว้ ไม่ควรเปิดทำความสะอาดด้วยตนเอง ควรเรียกวิศวกรที่รับผิดชอบมาตรวจสอบเป็นประจำทุกปี

## 4.2 การบำรุงรักษาเกี่ยวกับแก๊สต่าง ๆ ที่ใช้ (gas supply maintenance)

แก๊สที่ใช้กับเครื่อง AAS แบบใช้เปลวไฟมี 3 ชนิด คือ อากาศ ไนตรัสออกไซด์ และอะเซทิลีน แก๊สทั้งหมดเดินทางผ่านเข้าเครื่องทางท่อ ท่อของอากาศและไนตรัสออกไซด์ที่ใช้ควรทำมาจากโลหะทองแดงหรือโลหะผสมของทองแดง ส่วนท่อของอะเซทิลีนควรทำจากเหล็กไร้สนิมหรือเหล็กดำ การดูแลรักษาควรปฏิบัติดังนี้

- ตรวจสอบรอยรั่วตามข้อต่อต่าง ๆ โดยใช้น้ำสบู่ โดยเฉพาะเมื่อมีการเปลี่ยนแก๊สถึงใหม่
- ตรวจสอบอุปกรณ์ควบคุมอัตราการไหลว่ายังคงทำงานเป็นปกติหรือไม่
- ตรวจสอบการทำงานของระบบดูดควัน ปกติใช้ควันจากธูปเป็นตัวทดสอบ โดยทั่วไปความสามารถในการดูดควันควรอยู่ที่ประมาณ 6 ลูกบาศก์เมตร/นาที

### 4.2.1 การจัดส่งอากาศ (compressed air supply)

อากาศที่ใช้กับเครื่อง AAS ต้องมีความดัน 60 ปิเอสไอ (psi) และต้องผ่านแผ่นกรองเพื่อให้ได้อากาศที่สะอาด แห้ง และปราศจากน้ำมันปนเปื้อน ดังนั้นระบบกรองอากาศจัดเป็นส่วนสำคัญที่ขาดไม่ได้ เพื่อให้แผ่นกรองอยู่ในสภาพดีควรหมั่นตรวจสอบทุกสัปดาห์ บางครั้งอาจถอดแผ่นกรอง อ่างเก็บน้ำ และวาล์วระบายน้ำออกมาทำความสะอาดบ้างเมื่อเห็นสมควร

### 4.2.2 การจัดส่งไนตรัสออกไซด์ (nitrous oxide supply)

แก๊สไนตรัสออกไซด์ที่ใช้ต้องไม่มีการปนเปื้อนของน้ำมัน แก๊สที่ออกจากถังต้องผ่านอุปกรณ์ให้ความร้อน เพื่อควบคุมอัตราการไหลให้สม่ำเสมอ และไม่ให้แก๊สเกิดการแข็งตัว ความดันแก๊สที่ใช้ประมาณ 10-20 ลิตร/นาที

### 4.2.3 การจัดส่งอะเซทิลีน (acetylene supply)

แก๊สอะเซทิลีนสามารถบรรจุในตัวทำลายหลายชนิดขึ้นอยู่กับบริษัทผู้ผลิต แต่อะเซทิลีนที่ใช้กับเครื่อง AAS ต้องบรรจุในอะซิโตนเท่านั้น เนื่องจากตัวทำลายชนิดอื่นอาจเข้าไปในเครื่องและกัดกร่อนท่อต่าง ๆ เป็นสาเหตุให้เกิดการระเบิดได้ ความดันแก๊สที่ใช้ประมาณ 15 psi ถ้าปริมาณอะเซทิลีนเหลือในถังต่ำกว่า 100 psi ไม่ควรใช้ต่อ ควรเปลี่ยนถังใหม่เมื่อต้องการทำงานต่อ เพราะอะซิโตนอาจเข้าไปในเครื่องและทำความเสียหายแก่ส่วนประกอบต่าง ๆ

### 4.3 การบำรุงรักษาเกี่ยวกับระบบเปลวไฟ (flame component maintenance)

อุปกรณ์ที่เกี่ยวข้องกับระบบเปลวไฟ คือ เนบิวไลเซอร์ สเปรย์แชมเบอร์ และตะเกียง การดูแลรักษาควรปฏิบัติดังนี้

#### 4.3.1 เนบิวไลเซอร์ (nebulizer)

ในส่วนนี้แบ่งออกเป็น 2 ส่วน คือ ท่อคาพิลลารี (capillary tube) ทั้งที่เป็นโลหะและพลาสติก และตัวเนบิวไลเซอร์ เมื่อสวมท่อพลาสติกเข้ากับท่อเนบิวไลเซอร์ควรเสียบให้แน่น อย่าให้มีรอยหักหรืองอเพราะจะทำให้สัญญาณที่ได้ผิดพลาด ท่อพลาสติกที่ใช้ควรมีความยาวประมาณ 15 เซนติเมตร หากเกิดการอุดตันควรปฏิบัติดังนี้

1) เมื่อท่อพลาสติกอุดตันที่บริเวณปลายท่อให้ตัดส่วนที่อุดตันทิ้ง หรือเปลี่ยนท่อพลาสติกใหม่

2) เมื่อตัวเนบิวไลเซอร์อุดตัน ให้ถอดส่วนประกอบต่างๆ ออก แช่ในอ่างอัลตราโซนิก (ultrasonic bath) ซึ่งบรรจุน้ำสบู่เข้มข้นร้อยละ 0.5 นาน 5-10 นาที ถ้ายังมีการอุดตันอยู่ให้สอดลวดทะลุจากปลายหนึ่งไปยังปลายอีกด้าน แล้วนำไปแช่ใน ultrasonic bath อีกครั้ง จากนั้นล้างด้วยน้ำกลั่น แล้วประกอบชิ้นส่วนคืนดังเดิม

การอุดตันที่เกิดขึ้นสามารถป้องกันได้ โดยการพ่นน้ำกลั่น 50-100 มิลลิลิตร ผ่านเนบิวไลเซอร์ทุกครั้งหลังการใช้งาน

#### 4.3.2 สเปรย์แชมเบอร์ (spray chamber)

เมื่อสารละลายผ่านเนบิวไลเซอร์เข้ามาใน spray chamber จะปะทะกับเม็ดแก้ว (glass bead) ทำให้สารละลายเกิดเป็นละอองฝอย ทำให้บนเม็ดแก้วอาจเกิดการสะสมของของแข็ง หรือเกิดการแตกร้าวได้ จึงควรถอดออกมาดูหรือทำความสะอาดทุกครั้งที่มีการถอดเนบิวไลเซอร์ เมื่อประกอบคืนเม็ดแก้วต้องอยู่ในตำแหน่งที่เหมาะสม คือ ตรงกับทางออกของเนบิวไลเซอร์ (venturi) นอกจากนี้ควรถอด spray chamber และถังดักจับของเหลว (liquid trap) ออกมาทำความสะอาดด้วยน้ำสบู่อุ่นๆ จากนั้นล้างด้วยน้ำกลั่น ทิ้งให้แห้ง เติมน้ำกลั่นในถังดักจับของเหลว แล้วประกอบส่วนต่างๆ เข้าที่เดิม ขณะทำการประกอบควรตรวจสอบแหวนยาง (o-ring) ต่างๆ หากพบว่าเสื่อมควรเปลี่ยนใหม่

#### 4.3.3 ตะเกียง (burner)

ขณะใช้งานอาจมีเกลือหรือผงคาร์บอนเกาะอยู่ที่บริเวณช่องเปิดบนตะเกียง ทำให้แก๊สไหลผ่านไม่สะดวกและเปลวไฟขาดตอน แก้ไขโดยพ่นสารละลายกรดไนตริกเจือจาง ขณะทำการวัดตัวอย่าง เพื่อลดการเกาะที่เกิดขึ้นหรือใช้แผ่นทองเหลืองที่ได้มาพร้อมเครื่อง AAS สอดลงไป

ช่องเปิดบนตะเกียงแล้วนำไปมา เพื่อกำจัดเกลือที่เกาะอยู่ (ห้ามใช้มีดขูดเนื่องจากจะทำให้ตะเกียงเป็นรอย ยิ่งทำให้เกิดการเกาะติดได้มากขึ้น) จากนั้นจุดเปลวแล้วพ่นน้ำกลั่นสักครู่ แล้วใช้งานต่อ

ถ้าตะเกียงยังไม่สะอาดให้ถอดออกมาแช่ในน้ำสบู่อุ่นๆ แปรงเบาๆ หรือแช่ในสารละลายกรดไนตริกเจือจางก็ได้ จากนั้นล้างด้วยน้ำกลั่น ทิ้งให้แห้ง แล้วนำมาใช้งานต่อ หลังใช้งานเสร็จควรพ่นน้ำ 50-100 มิลลิลิตร เพื่อทำความสะอาดตะเกียง เนบิวไลเซอร์ และสเปรย์แชมเปอร์ โดยเฉพาะเมื่อวิเคราะห์ทองแดง เงิน และปรอท เพราะธาตุเหล่านี้สามารถเกิดสารประกอบอะเซทิลไลด์ (acetylides) ซึ่งเกิดการระเบิดได้ ดังนั้นหลังการวัดควรถอดออกมาทำความสะอาดให้ทั่ว

# การตรวจสอบประสิทธิภาพของ เครื่องอะตอมมิกแอบซอร์พชันสเปกโทรมิเตอร์

ถึงแม้ว่าการวิเคราะห์ด้วยเครื่อง AAS จะเป็นวิธีที่รวดเร็วและไม่ยุ่งยาก แต่การวิเคราะห์โดยใช้เครื่องมือนี้ ผู้ปฏิบัติงานต้องมีความมั่นใจในความถูกต้องของเครื่องมือ เครื่อง AAS ก็เช่นเดียวกัน ผู้ปฏิบัติงานควรทำการตรวจเช็คประสิทธิภาพของเครื่องมือว่าอยู่ในเกณฑ์ที่บริษัทผู้ผลิตกำหนดหรือไม่ ตามมาตรฐานสากลของ ISO (International Organization for Standardization) กำหนดให้ผู้ใช้เครื่องควรตรวจเช็คเกณฑ์ของเครื่อง (Instrumental Criteria) ก่อนใช้งาน (นันทน กัญยานุวัฒน์, 2542) ดังนี้

## 1. ความเที่ยงต่ำสุด (minimum precision)

เป็นการตรวจสอบความเที่ยงของเครื่อง โดยการวัดค่า absorbance ซ้ำๆ กัน 10 ครั้ง ภายใต้งี้อันเดียวและสภาวะเดียวกัน แล้วคำนวณค่าเบี่ยงเบนมาตรฐาน (standard deviation) ของการวัดให้ตรวจสอบ 2 จุด คือที่ความเข้มข้นสูงสุดและต่ำสุดของ calibration solution คำนวณค่าเบี่ยงเบนมาตรฐานได้จากสูตรดังนี้

$$S_A = \sqrt{\frac{\sum(A_{Ai} - \bar{A}_A)^2}{9}}$$

$$S_B = \sqrt{\frac{\sum(A_{Bi} - \bar{A}_B)^2}{9}}$$

เมื่อ	$S_A$	=	ค่าเบี่ยงเบนมาตรฐานของความเข้มข้นสูงสุด
	$S_B$	=	ค่าเบี่ยงเบนมาตรฐานของความเข้มข้นต่ำสุด
	$A_{Ai}$	=	ค่า absorbance ที่วัดแต่ละครั้งของความเข้มข้นสูงสุด
	$A_{Bi}$	=	ค่า absorbance ที่วัดแต่ละครั้งของความเข้มข้นต่ำสุด
	$\bar{A}_A$	=	ค่า absorbance เฉลี่ยของความเข้มข้นสูงสุด
	$\bar{A}_B$	=	ค่า absorbance เฉลี่ยของความเข้มข้นต่ำสุด

ค่า minimum precision ที่ความเข้มข้นสูงสุด ต้องมีค่าไม่เกิน 1.5% ของค่า absorbance เฉลี่ยของความเข้มข้นสูงสุด และค่า minimum precision ที่ความเข้มข้นต่ำสุด ต้องมีค่าไม่เกิน 0.5% ของค่า absorbance เฉลี่ยของความเข้มข้นสูงสุดซึ่งแสดงผลได้ดังนี้

$$\text{ค่า min. precision ที่ความเข้มข้นสูงสุด} = S_A \times 100/\bar{A}_A$$

$$\text{ค่า min. precision ที่ความเข้มข้นต่ำสุด} = S_B \times 100/\bar{A}_A$$

ในการหาค่า minimum precision ให้วัดค่า absorbance ของความเข้มข้นสูงสุดและต่ำสุดของสารละลายมาตรฐานแต่ละสารละลาย วัด 10 ครั้ง

ตัวอย่างการหา minimum precision ของการวัด Mn ซึ่งใช้สารละลายมาตรฐานที่มีความเข้มข้น 0.80, 1.60, 2.40, 3.20 และ 4.00 ppm ดังนั้นสารละลายที่ต้องตรวจสอบคือ 0.80 ppm และ 4.00 ppm วัดค่าได้ดังนี้

ตารางที่ 4 การหาความเที่ยงต่ำสุดของการวัดสารละลายแมงกานีส คัดลอกจากนันทนา กัญยานุวัฒน์ (2542)

ครั้งที่	absorbance	
	Mn = 0.80 ppm	Mn = 4.00 ppm
1	0.160	0.716
2	0.159	0.717
3	0.160	0.713
4	0.160	0.715
5	0.160	0.714
6	0.160	0.711
7	0.160	0.713
8	0.160	0.713
9	0.159	0.713
10	0.160	0.716
ค่าเฉลี่ย	0.160	0.714
	$S_B = 0.0004$	$S_A = 0.0019$

$$\text{min. precision ของสารละลาย Mn 0.80 ppm} = 0.0004 \times 100/0.714$$

$$= 0.056\%$$

ค่านี้ไม่ควรเกิน 0.5%

$$\begin{aligned} \text{min. precision ของสารละลาย Mn 4.00 ppm} &= 0.0019 \times 100/0.714 \\ &= 0.27\% \\ &\text{ค่านี้ไม่ควรเกิน 1.5\%} \end{aligned}$$

## 2. ขีดจำกัดของการตรวจหา (Limit of Detection, LOD)

ค่านี้มีความหมายเป็นสองเท่าของค่าเบี่ยงเบนมาตรฐาน (เมื่อ  $n = 10$ ) ของสารละลายที่มีความเข้มข้นสูงกว่าความเข้มข้นศูนย์เพียงเล็กน้อยของธาตุที่ต้องการหา LOD ตัวอย่างค่า LOD ของธาตุต่างๆ มีดังนี้

ธาตุ	LOD, ppm
Bi (2230°A)	น้อยกว่าหรือเท่ากับ 0.5
Cr (3579°A)	น้อยกว่าหรือเท่ากับ 0.06
Cu (3247°A)	น้อยกว่าหรือเท่ากับ 0.03
Fe (2483°A)	น้อยกว่าหรือเท่ากับ 0.06
Mn (2795°A)	น้อยกว่าหรือเท่ากับ 0.02

การหาค่า limit of detection (LOD) ทำได้โดยการเตรียมสารละลาย 2 สารละลาย ให้มีองค์ประกอบเหมือนตัวอย่างที่ต้องการวิเคราะห์ โดยมีความเข้มข้นของธาตุที่ต้องการหา LOD สูงกว่าศูนย์เล็กน้อย ตัวอย่างเช่น

- หา LOD ของ Mn เตรียมความเข้มข้น Mn 0.01 ppm
- สารละลาย blank

วัดค่า Absorbance ของสารละลายทั้งสอง 10 ครั้ง ๆ ละ 10 วินาที คำนวณหาค่าเฉลี่ยของแต่ละสารละลาย และคำนวณค่าเบี่ยงเบนมาตรฐานของ Mn 0.01 ppm ดังนี้

$$S_A = \sqrt{\frac{\sum(A_i - \bar{A})^2}{9}}$$

- โดยที่
- $S_A$  = ค่าเบี่ยงเบนมาตรฐานของสารละลาย Mn 0.01 ppm
  - $A_i$  = ค่า Absorbance ที่วัดแต่ละครั้งของสารละลาย Mn 0.01 ppm
  - $\bar{A}$  = ค่า Absorbance เฉลี่ยของสารละลาย Mn 0.01 ppm



คำนวณค่า LOD ได้ดังนี้

$$\text{LOD} = \frac{C \times S_A \times k}{\bar{A} - \bar{A}_0}$$

โดยที่ C = ความเข้มข้นของธาตุที่ต้องการหา LOD, ppm  
(ในที่นี้คือ 0.01 ppm)

$\bar{A}_0$  = ค่า Absorbance เฉลี่ยของสารละลาย blank

k = ปกติใช้ค่า 2

ตัวอย่างการหาค่า LOD ของ Mn ได้ค่าดังนี้

ตารางที่ 5 การหาขีดจำกัดของการตรวจหาของสารละลายแมงกานีส

ครั้งที่	absorbance	
	Mn 0.01 ppm	Blank
1	0.002	0.000
2	0.001	0.000
3	0.002	0.000
4	0.002	0.000
5	0.001	0.000
6	0.002	0.000
7	0.002	0.000
8	0.002	0.000
9	0.002	0.000
10	0.002	0.000
Mean	0.0018	0.000
$S_A$	0.0004	

$$\text{LOD}_{\text{Mn}} = \frac{0.01 \times 0.0004 \times 2}{0.0018 - 0.0000}$$

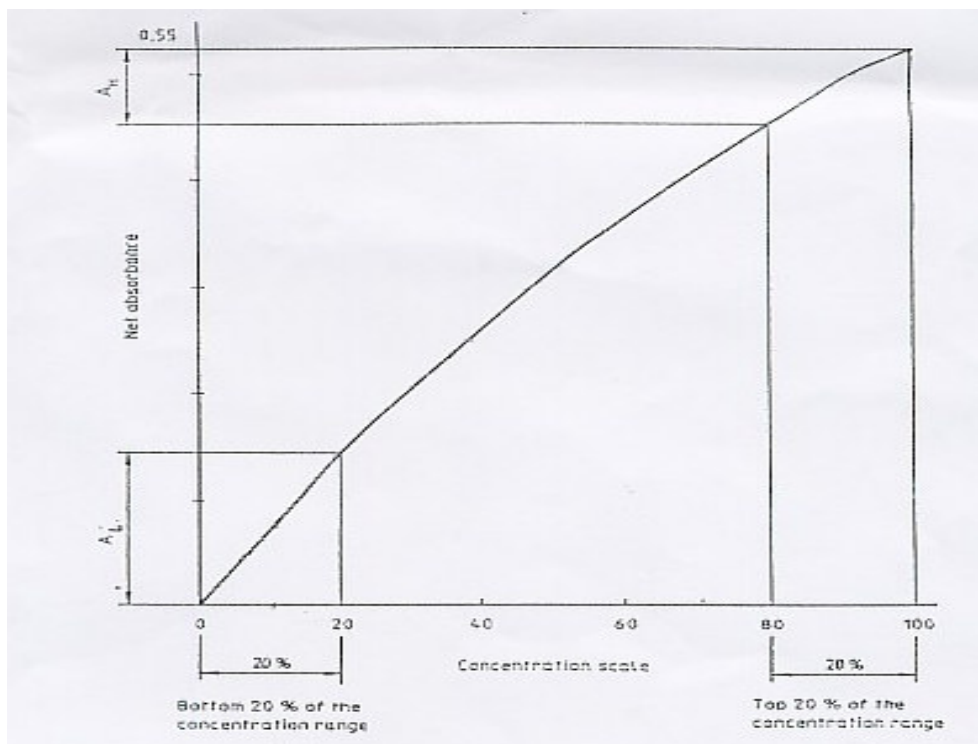
$$= 0.0044$$

(ค่าที่ยอมรับสำหรับ Mn คือ น้อยกว่า 0.02 ppm )

### 3. ความเป็นเส้นตรงของกราฟ (graph linearity)

กราฟปรับเทียบ (calibration curve) ที่ใช้ในการทดสอบต้องมีความเป็นเส้นตรงในขอบข่ายที่ยอมรับ ค่าที่ยอมรับกำหนดว่า ค่าความชัน (slope) ของความเข้มข้นที่ครอบคลุม 20% ของความเข้มข้นสูงสุด (วัดในรูป absorbance) ต้องไม่น้อยกว่า 0.7 เท่าของค่า slope ของความเข้มข้นที่ครอบคลุม 20% ของความเข้มข้นต่ำสุด (วัดในรูป absorbance)

การตรวจเช็ค graph linearity ทำได้โดย เขียน calibration curve ดังรูปที่ 13 หาค่า absorbance ของ  $A_H$  ที่ความสัมพันธ์กับ 20% ของความเข้มข้นสูง และค่า  $A_L$  ที่สัมพันธ์กับ 20% ของความเข้มข้นต่ำ ตามรูป คำนวณค่า  $A_H/A_L$  จะต้องมีค่าไม่น้อยกว่า 0.7



รูปที่ 13 การหาความเป็นเส้นตรงของกราฟ คัดลอกจากนันทนา กัญยานุวัฒน์ (2542)

จากกราฟรูปที่ 13 พบว่า  $A_H$  คือ ค่าความแตกต่างระหว่าง absorbance ที่ความเข้มข้นสูงสุดกับที่ความเข้มข้น 80% ของความเข้มข้นสูงสุด และ  $A_L$  คือ ค่า absorbance ที่ความเข้มข้นที่ 20% ของความเข้มข้นสูงสุด

ตัวอย่างการหาค่าความเป็นเส้นตรงของกราฟของสารละลายแมงกานีส (Mn) ซึ่งใช้สารละลายมาตรฐานที่ความเข้มข้น 1, 2, 3 และ 4 ppm วัดค่า absorbance ได้ดังนี้

ตารางที่ 6 แสดงค่าการดูดกลืนแสงของสารละลายแมงกานีสที่มีความเข้มข้นต่าง ๆ

ความเข้มข้นของสารละลาย Mn (ppm)	absorbance
1	0.142
2	0.276
3	0.409
4	0.530

ดังนั้นที่ 80% และ 20% ของความเข้มข้นสูงสุด คือ 3.2 และ 0.8 ppm ตามลำดับ อ่านค่าความเข้มข้นที่ 3.2 และ 0.8 ppm จากกราฟ จะได้ค่า absorbance เท่ากับ 0.436 และ 0.114 ตามลำดับ นำมาคำนวณหาค่า  $A_H$  และ  $A_L$  ดังนี้

$$A_H = (0.530 - 0.436) = 0.094$$

$$A_L = 0.114$$

$$\text{ดังนั้น ค่าความเป็นเส้นตรงของกราฟ} = A_H / A_L$$

$$= 0.094 / 0.114$$

$$= 0.82$$

(ค่า  $A_H / A_L$  จะต้องมีค่าไม่น้อยกว่า 0.7)

#### 4. สภาพไว (sensitivity หรือ characteristic concentration)

สภาพไว หมายถึงค่าความเข้มข้นของธาตุที่ absorbance อ่านค่าได้ 0.0044 ค่านี้ของแต่ละธาตุมีค่าไม่เท่ากัน ตัวอย่างเช่น

ธาตุ	sensitivity, ppm
Ag (3280°A)	ต่ำกว่าหรือเท่ากับ 0.1
Cr (3579°A)	0.1 – 0.2 หรือต่ำกว่า
Cu (3247°A)	ต่ำกว่าหรือเท่ากับ 0.1
Fe (2483°A)	0.1 – 0.2 หรือต่ำกว่า
Mn (2795°A)	0.1 – 0.2 หรือต่ำกว่า

การหาค่า sensitivity ทำได้โดยการเตรียมสารละลาย 2 สารละลายให้มีองค์ประกอบเหมือนกับตัวอย่างที่ต้องการวิเคราะห์

ตัวอย่างการหา sensitivity ของ Mn

- กรณี Mn เตรียมความเข้มข้น Mn 0.1 ppm
- สารละลาย blank

วัดค่า absorbance ของสารละลายทั้งสอง และคำนวณค่า sensitivity ได้ดังนี้

$$\text{sensitivity} = \frac{C' \times 0.0044}{A - A_0}$$

โดยที่  $C'$  = ความเข้มข้นของธาตุที่ต้องการวิเคราะห์, ppm  
(ในที่นี้คือ Mn ความเข้มข้น 0.1 ppm)

$A$  = ค่า absorbance ของธาตุที่ต้องการวิเคราะห์  
(ของ Mn 0.1 ppm)

$A_0$  = ค่า absorbance ของสารละลาย blank

สารละลาย Mn ที่ความเข้มข้น 0.1 ppm และสารละลาย blank ได้ค่า absorbance เท่ากับ 0.020 และ 0.000 ตามลำดับ คำนวณค่าสภาพไวได้ดังนี้

$$\begin{aligned} \text{sensitivity} &= \frac{0.10 \times 0.0044}{0.020 - 0.000} \\ &= 0.022 \text{ ppm} \end{aligned}$$

(ค่าที่ยอมรับสำหรับ Mn คือน้อยกว่า 0.1 ppm)

## บทสรุป

เครื่องอะตอมมิกแอบซอร์พชันสเปกโทรมิเตอร์นับว่าเป็นเครื่องมือที่มีความสำคัญอย่างมากสำหรับงานวิเคราะห์ เนื่องจากงานวิเคราะห์ส่วนหนึ่งจะเป็นการหาปริมาณธาตุซึ่งมีปริมาณน้อยในสารตัวอย่าง เทคนิคอะตอมมิกแอบซอร์พชันจึงเป็นวิธีที่ได้รับความนิยมอย่างสูง เนื่องจากสะดวกรวดเร็ว และใช้งานง่าย แต่การปฏิบัติงานด้วยเครื่อง AAS ก็มักเกิดปัญหาความขัดข้องขึ้นบ่อยครั้ง ดังนั้นการรู้ถึงสาเหตุของปัญหาและแนวทางการแก้ไขจะช่วยให้งานด้านการวิเคราะห์ดำเนินไปได้อย่างต่อเนื่อง เสร็จตามกำหนดเวลา และสร้างความพึงพอใจแก่ผู้ใช้บริการ นอกจากนี้ห้องปฏิบัติการด้านวิเคราะห์ต้องให้ความสำคัญในเรื่องการดูแลรักษาเครื่องมือให้อยู่ในสภาพดีพร้อมใช้งานอยู่เสมอ และตระหนักว่าการตรวจพบปัญหาแต่เนิ่น ๆ ถือเป็น การป้องกันปัญหาเชิงรุก ซึ่งจะมีค่าใช้จ่ายน้อยกว่าการรอให้เครื่องชำรุดเสียหาย ยิ่งไปกว่านั้นยังเป็นการยืดอายุการใช้งานเครื่อง และเกิดความปลอดภัยสูงสุดแก่ผู้ใช้งานอีกด้วย เช่นเดียวกับการใช้งานเครื่องมืออื่น ๆ ผู้ใช้ควรศึกษาและทำความเข้าใจเครื่องมืออื่น ๆ อย่างละเอียดก่อนการใช้งาน เพื่อเพิ่มความมั่นใจในการทำงานและผลวิเคราะห์ที่ได้ ตลอดจนลดความเสี่ยงที่จะทำให้เครื่องมือเกิดความเสียหาย ส่งผลให้การปฏิบัติงานในห้องปฏิบัติการประสบผลสำเร็จดียิ่งขึ้น

อย่างไรก็ดี หากวิธีการแก้ปัญหาและขั้นตอนการบำรุงรักษาเครื่อง AAS ที่กล่าวมาไม่สัมฤทธิ์ผล หรือเกินขอบเขตที่ผู้ใช้จะกระทำได้ ควรเรียกช่างผู้เชี่ยวชาญมาตรวจสอบจะเป็นการดีที่สุด

## เอกสารอ้างอิง

- นวลศรี นวัตกรรมวงศ์, 2535, อะตอมมิกแอบซอร์พชันและอิมิชชันสเปกโทรสโกปี : กรุงเทพฯ, สำนักพิมพ์จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย, 348 หน้า.
- นันทนา กันยานุวัฒน์, 2542, คู่มือการวิเคราะห์โลหะนอกกลุ่มเหล็ก : ฝ่ายวิเคราะห์โลหะ, กองวิเคราะห์, กรมทรัพยากรธรณี, 125 หน้า.
- บริษัท ไทยยูนิค จำกัด, 2528, เอกสารประกอบการสัมมนาเรื่อง Atomic Absorption Systems for Today and Tomorrow : บริษัท ไทยยูนิค จำกัด, หน้า 4.
- แมน อมรสิทธิ์ และ อมร เพชรสม, 2534, หลักการและเทคนิคการวิเคราะห์เชิงเครื่องมือ : กรุงเทพฯ, โรงพิมพ์ชวนพิมพ์, 886 หน้า.
- Beaty, D.R., and Kerber, D.J., 1993, Concepts, Instrumentation and Techniques in Atomic Absorption Spectrophotometry (2 nd ed.) : USA, The Perkin-Elmer Corporation, 93 p.
- Brodie, K., and Rowland, J., 1981, A Simple Fault-Finding Guide for Flame Atomic Absorption Spectrometry : Victoria, Varian Techtron Pty. Ltd., 6 p.
- Cunliffe, A.M., 1984, Routine Maintenance for Atomic Absorption Spectrophotometers : USA, Varian Associates, 4 p.
- Ramirez-Munoz, Juan, 1973, Atomic Absorption Spectroscopy : New York, American Elsevier Publishing, p.33