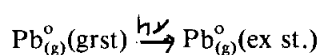


บทที่ 8

อะตอมมิกแอบซอร์ปชันและอะตอมมิกอีมิสชันสเปกโทรสโกปี Atomic Absorption and Atomic Emission Spectroscopy

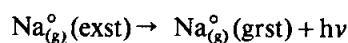
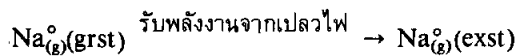
อะตอมมิกสเปกโทรสโกปีใช้ในการวิเคราะห์คุณภาพและปริมาณโลหะที่มีจำนวนน้อยในตัวอย่างของแข็งและของเหลว อะตอมมิกแอบซอร์ปชันสเปกโทรสโกปีใช้หลักการวัดแสงที่ถูกดูดกลืนโดยอะตอมอิสระในสถานะแก๊สและอยู่ที่สถานะพื้น อะตอมมิกอีมิสชัน สเปกโทรสโกปีใช้หลักการวัดแสงที่ปล่อยออกจากอะตอมอิสระในสถานะแก๊ส และอยู่ที่สถานะกระตุ้นกลับสู่สถานะพื้น เพลมอีมิสชันสเปกโทรสโกปีใช้เปลวไฟทำหน้าที่กระตุ้นสารตัวอย่างให้สารตัวอย่างเปลี่ยนไปสู่สถานะกระตุ้น รูป 8-1 แสดงกระบวนการการดูดกลืนและการเปล่ง

เทคนิคการดูดกลืน (absorption) และการเปล่ง (emission) โดยใช้เปลวไฟ ใช้หลักการที่เปลี่ยนสารละลายให้เป็นละอองลอย (aerosol) เข้าสู่เปลวไฟ ขั้นตอนการเกิดละอองลอยขั้นแรกเป็นการระเหยตัวทำละลายออกจากเกลือ ขั้นที่สอง เกลือแตกตัวเป็นอะตอมอิสระในสถานะแก๊ส เปลวไฟชนิดอากาศอะเซทิลีน (อุณหภูมิ 2300 องศาเซลเซียส) เปลี่ยนเกลือของสารตัวอย่างเป็นอะตอมอิสระในสถานะแก๊สและอยู่ที่สถานะพื้น เมื่อมีแสงจากแหล่งกำเนิดแสงชนิดเดียวกับอะตอมของธาตุที่ต้องการวิเคราะห์ผ่านเข้าสู่เปลวไฟ อะตอมอิสระที่อยู่ในสถานะแก๊สและอยู่ที่สถานะพื้นจะดูดกลืนแสงจากแหล่งกำเนิดแสงของอะตอมชนิดเดียวกัน (เส้นรัศมีแคบ) กระโดดไปสู่สถานะที่มีพลังงานสูง เช่น ที่ความยาวคลื่น 283.3 นาโนเมตร



ปริมาณแสงที่ถูกดูดแปรโดยตรงกับความเข้มข้นของธาตุที่อยู่ในเปลวไฟ หลักการนี้เรียกอะตอมมิกแอบซอร์ปชันสเปกโทรสโกปี

ธาตุบางธาตุเมื่ออยู่ในเปลวไฟอากาศอะเซทิลีนจะเกิดอะตอมอิสระในสถานะแก๊ส และอยู่ที่สถานะกระตุ้น ธาตุเหล่านี้ได้แก่ โซเดียมและโพแทสเซียม (โลหะแอลคาไลน์) อะตอมที่อยู่ในสถานะกระตุ้นจะเปล่งแสงที่มีความยาวคลื่นจำเพาะออกมา ปริมาณแสงที่ปล่อยออกมาแปรโดยตรงกับความเข้มข้นของธาตุที่อยู่ในเปลวไฟ หลักการนี้เรียก อะตอมมิกมีสชัน-สเปกโทรสโกปี เช่น ที่ความยาวคลื่น 589 นาโนเมตร



ปริมาณแสงที่ปล่อยออกมาจากเทคนิคการเปล่งแสงหรือแหล่งกำเนิดแสงภายนอก ถูกกระจายโดยตัวทำแสงเอกรงค์ (monochromator) เป็นความยาวคลื่นช่วงแคบ ๆ และถูกวัดโดยหลอดโฟโตมัลติพลายเออร์

แหล่งที่ให้พลังงานมาก เช่น อิเล็กทริกอาร์กและพลาสมา อะตอมที่อยู่ในแหล่งให้พลังงานเหล่านี้จะอยู่ในสถานะกระตุ้นเป็นส่วนใหญ่ อะตอมเหล่านี้อยู่ในสถานะกระตุ้นที่มีพลังงานมากจึงให้เส้นสเปกตรัมที่เปล่งออกมามาก การวิเคราะห์เส้นสเปกตรัมเหล่านี้ต้องใช้เครื่องมือที่มีคุณภาพในการแยกเส้นสเปกตรัมที่อยู่ใกล้กันออกจากกันได้ เครื่องมือจึงมีราคาแพงมาก โลหะแอลลอยด์ให้เส้นสเปกตรัมที่อยู่ใกล้กันจำนวนมาก เครื่องมือที่มีคุณภาพดีวิเคราะห์เส้นสเปกตรัมที่อยู่ใกล้กันได้ เมื่อแหล่งให้พลังงานให้พลังงานสูงมาก อิเล็กตรอนที่อยู่รอบนอกอะตอมจะจัดตัวในสถานะกระตุ้นที่มีระดับพลังงานหลายระดับ เมื่ออิเล็กตรอนเหล่านี้กลับสู่สถานะพื้นหรือสถานะที่มีพลังงานต่ำจึงให้พลังงานเฉพาะ (ปริมาณแสง) ออกมาหลายค่า แสงที่ออกมาจากธาตุแต่ละธาตุมีค่าเฉพาะจึงใช้ในการวิเคราะห์ธาตุนั้น ๆ ได้ การวิเคราะห์โดยใช้หลักการเปล่งแสงเป็นวิธีที่นิยมใช้เนื่องจากมีความจำเพาะดีวิธีหนึ่ง

การทดลอง 8-1 การวิเคราะห์โดยใช้หลักการดูดกลืนแสง

วัตถุประสงค์ของการทดลอง

ศึกษาแฟกเตอร์ที่มีผลต่อความเข้มข้นของอะตอมอิสระ ที่ทำหน้าที่ดูดกลืนแสง แฟกเตอร์เหล่านี้ได้แก่ อุณหภูมิเปลวไฟ อัตราเร็วในการผ่านสารละลาย ตัวทำละลาย องค์ประกอบทางเคมีของธาตุ ความสูงของเปลวไฟที่แสงผ่าน ชนิดของตะเกียงและเนบิวไลเซอร์ อัตราส่วนเชื้อเพลิงต่อออกซิเจน ความสามารถของธาตุที่แตกตัวได้ในเปลวไฟ การทดลองนี้

วิเคราะห์การดูดกลืนคลื่นแสงเมื่อเปลี่ยนความเข้มข้นของทองแดง และการวัดการดูดกลืนแสงโดยวิธีการเติมสารมาตรฐาน

อุปกรณ์

อะตอมมิคแอบซอร์ปชันสเปกโทรโฟโตมิเตอร์
หลอดออลโลแคโทด ทองแดง สังกะสี แคลเซียม
อากาศอัด ไนตรัสออกไซด์ อะเซทิลีน และลิ้นบังคับ
ปิเปตต์ 10, 20, 25, 30 และ 50 ลูกบาศก์เซนติเมตร
ขวดปริมาตร 100 ลูกบาศก์เซนติเมตร 4 ใบ 1,000 ลูกบาศก์เซนติเมตร 4 ใบ
บีกเกอร์ 100 ลูกบาศก์เซนติเมตร 5 ใบ
กรวยแยก 250 ลูกบาศก์เซนติเมตร 4 ใบ

สารละลาย

สารละลายทองแดงซัลเฟต [$\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$] 0.4 กรัมต่อลูกบาศก์เดซิเมตร (มีทองแดง 100 ส่วนในล้านส่วน)

สารละลายแมกนีเซียมคลอไรด์ [MgCl_2] ที่มีแมกนีเซียม 5 ส่วนในล้านส่วน

สารละลายดีบุกคลอไรด์ [SnCl_2] มีดีบุก 5.0 ส่วนในล้านส่วน

สารละลายแมงกานีสคลอไรด์ (MnCl_2) มีแมงกานีส 5.0 ส่วนในล้านส่วน

เมทิลไอโซบิวทิลคีโตน [MIBK]

สารละลายแอมโมเนียมไพโรโรดิดีนไดไทโอคาร์บาเมต [APDC] 1 เปอร์เซ็นต์ โดยน้ำหนักต่อปริมาตรน้ำที่มีเอทานอล 20 เปอร์เซ็นต์ สารละลายแคลเซียม 1,000 ส่วนในล้านส่วน

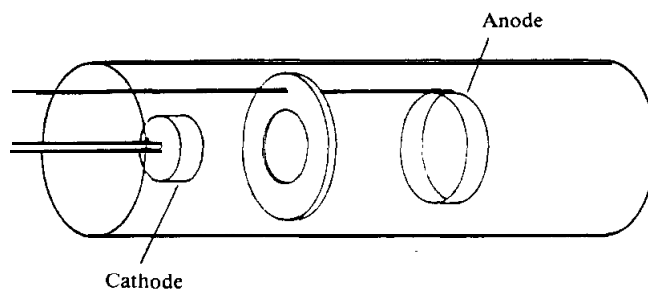
กรดอโรฟอสฟอริก 14.7 โมลต่อลูกบาศก์เดซิเมตร (85 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก)

โพแทสเซียมคลอไรด์ [KCl]

ทฤษฎี

สารตัวอย่างที่นำมาวิเคราะห์โดยวิธีอะตอมมิคแอบซอร์ปชัน ถูกทำให้ร้อนโดยแหล่งให้พลังงานจากเปลวไฟ (หรือแหล่งให้พลังงานชนิดอื่น) สารละลายตัวอย่างเมื่อได้รับความร้อนตัวทำละลายจะระเหย พันธะเคมีของสารแตกเกิดอะตอมอิสระ ของธาตุที่อยู่ในสถานะแก๊สที่สถานะพื้น อะตอมนี้ดูดกลืนคลื่นแสงจากแหล่งกำเนิดคลื่นแสงของธาตุชนิดเดียวกัน แถบ

แคโทดทำจากธาตุที่ต้องการวิเคราะห์ แอโนดเป็นทั้งสแตน ภายในหลอดบรรจุแก๊สเฉื่อย เช่น อาร์กอนหรือนีออนที่ความดันต่ำ เมื่อใส่ศักย์ระหว่างขั้วไฟฟ้าทั้งสอง แก๊สเฉื่อยจะเกิดการแตกตัวเป็นไอออน ได้อิเล็กตรอน และ Ar^+ หรือ Ne^+ ไอออนบวกจะวิ่งชนแคโทดทำให้แคโทดเกิดการฉาบด้วยโลหะ (sputter) แคโทดจะกลายเป็นไอแล้วกระโดดไปสู่สถานะกระตุ้น ซึ่งไม่เสถียร จะกลับสู่สถานะพื้นโดยเปล่งแสงที่ความยาวคลื่นช่วงแคบ ๆ ออกมา ไอของแคโทดที่ไม่กลับไปเกาะกับขั้วแคโทดจะไปวิ่งไปเกาะข้างหลอดแก้วทำให้หลอดแก้วทึบแสง ปรากฏการณ์นี้เกิดขึ้นน้อย เนื่องจากแคโทดมีแก้วกลมทำหน้าที่ให้ไอของแคโทดที่กลับสู่สถานะพื้นเกาะขั้วแคโทดเป็นส่วนใหญ่ รูป 8-2 แสดงรูปทรงของหลอดฮอลโลแคโทด



รูป 8-3 รูปทรงและองค์ประกอบของหลอดฮอลโลแคโทด

หลอดฮอลโลแคโทดมีทั้งแบบหลอดที่มีธาตุเดียวและหลอดที่มีหลายธาตุ

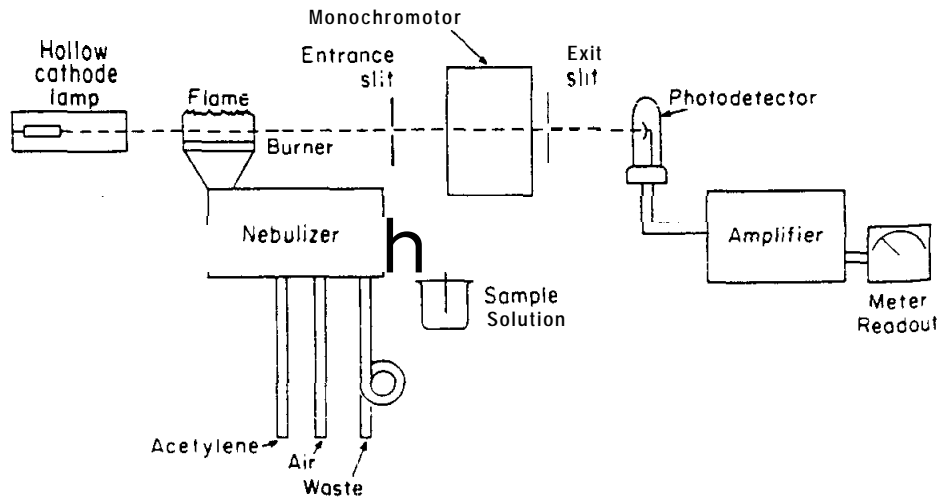
อะตอมมิคแอบซอร์ปชันสเปกโทรโฟโตมิเตอร์บางเครื่องใช้เตาแกรไฟต์ แท่งคาร์บอน แทนตะเกียง แหล่งจัดหาพลังงานชนิดที่ใช้เปลวไฟทำหน้าที่เปลี่ยนสารละลายตัวอย่างให้เป็นฝอยเม็ดเล็ก (fine mist) และกระจายอยู่ทั่วเปลวไฟ เชื้อเพลิงและออกซิแดนต์ที่เลือกใช้ต้องเหมาะสมกับตะเกียง เช่นตะเกียงไนโตรออกไซด์อะเซทิลีนเหมาะกับไนโตรออกไซด์-อะเซทิลีน ตะเกียงที่ใช้ผลิตอะตอมอิสระในสถานะแก๊สที่สถานะพื้นมีสองแบบ (1) ตะเกียงที่ใช้สารละลายทั้งหมด (total consumption burner) ตะเกียงแบบนี้เชื้อเพลิงและออกซิแดนต์ผ่านเข้าสู่บริเวณฐานตะเกียงโดยแยกกันเดินทาง เชื้อเพลิงและออกซิแดนต์ทำปฏิกิริยากันบริเวณฐานเปลวไฟ ออกซิแดนต์ทำหน้าที่พาสารละลายตัวอย่างเข้าสู่เปลวไฟ (2) ตะเกียงแบบผสมล่วงหน้า (premix burner) หรือการไหลแบบแผ่น (laminar flow burner) ตะเกียงแบบนี้มีเฉพาะสารตัวอย่างที่เป็น

ฝอยเม็ดเล็ก เชื้อเพลิงและออกซิเจนผสมเป็นเนื้อเดียวกันแล้ววิ่งเข้าสู่ช่องตะเกียง ตะเกียงแบบแรกมักใช้ออกซิเจนเป็นออกซิเจนเชื้อเพลิงเป็นอะเซทิลีน ตะเกียงแบบที่สองใช้อากาศ-อะเซทิลีนหรือไนโตรสออกไซด์อะเซทิลีน

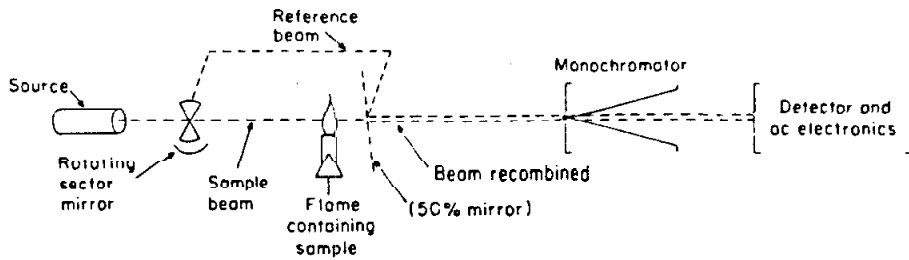
ความร้อนที่ได้จากเตาเผาไฟต์ทำหน้าที่ระเหยและอะตอมไมซ์โมเลกุลสารตัวอย่างเป็นอะตอมอิสระในสถานะแก๊สที่สถานะพื้น เตาชนิดนี้มีประสิทธิภาพในการผลิตอะตอมอิสระมากกว่าการอะตอมไมซ์โดยใช้เปลวไฟ สารตัวอย่างที่ใช้กับเตาเผาไฟต์แบบหลอดหรือแท่งคาร์บอนจึงใช้ปริมาณน้อย (เป็นไมโครกรัมภาคเคมิเมตร) ขั้นตอนการอะตอมไมซ์มีหลายขั้นตอน ขั้นตอนการทำให้แห้ง สารตัวอย่างถูกเผาและสารอินทรีย์ถูกทำลาย ขั้นสุดท้ายความร้อนภายในหลอดหรือแท่งสูงมากจนสารตัวอย่างเปลี่ยนเป็นกลุ่มอะตอมอิสระในสถานะแก๊สที่สถานะพื้น กลุ่มอะตอมนี้ทำหน้าที่ดูดกลืนแสงจากแหล่งกำเนิดแสง เครื่องจะให้พีคดูดกลืนโดยความสูงของพีคแปรโดยตรงกับอะตอมโลหะ

ทางเดินแสงของอะตอมมิกออบซอร์ปชันสเปกโทรโฟโตมิเตอร์ คล้ายกับสเปกโทรโฟโตมิเตอร์ชนิดอื่น ตัวทำแสงเอกรงค์ทำหน้าที่โฟกัสความยาวคลื่นของเส้นอะตอม (atomic line) ของธาตุที่สนใจให้เข้าสู่หลอดโฟโตมัลติพลายเออร์ในเครื่อง เครื่องมือแบบลำแสงเดี่ยว มีทางเดินแสงแบบกระแตรงเพียงทางเดินแสงเดี่ยว เครื่องมือที่มีทางเดินแสงสองทาง (ลำแสงคู่) มีซีพเพอร์ (กระจกเงาและกระจกใส) ที่หมุนได้ทำหน้าที่เปลี่ยนแสงเป็นแบบกระแสดับ แสงถูกแบ่งเป็นจังหวะละเท่า ๆ กันโดยผ่านเข้าสู่เปลวไฟและทางเดินแสงอ้างอิง ลำแสงที่ออกจากลำแสงตัวอย่างและลำแสงอ้างอิงถูกรวมกันโดยเปรียบเทียบเป็นอัตราส่วนความเข้มแสงของลำแสงตัวอย่างต่อลำแสงอ้างอิง รูป 8-4 และ 8-5 เป็นอะตอมมิกออบซอร์ปชันสเปกโทรโฟโตมิเตอร์แบบลำแสงเดี่ยวและลำแสงคู่

การวิเคราะห์ปริมาณโดยเครื่องอะตอมมิกออบซอร์ปชันคล้ายกับเครื่องสเปกโทรแบบอื่น ๆ การวิเคราะห์นี้ใช้กฎของเบียร์ ปริมาณแสงที่เครื่องวัดได้เป็นเปอร์เซ็นต์ T หรือออบซอร์เบ้นซ์ (ค่าความดูดกลืน) ค่าความดูดกลืนแสงแปรโดยตรงกับความเข้มข้น ส่วนเปอร์เซ็นต์ความส่งผ่าน (transmittance) แปรไปกับความเข้มข้นแบบลอการิทึม ความสัมพันธ์ระหว่างความดูดกลืนและค่าเปอร์เซ็นต์ความส่งผ่านแสดงในรูป 8-6 รูป 8-7 แสดงแผนภูมิการทำงานของเครื่องอะตอมมิกออบซอร์ปชัน

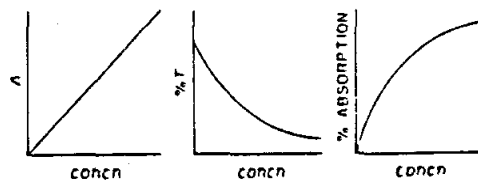


รูป 8-4 อะตอมมิคแอลบอร์ปชั่นโฟโตมิเตอร์แบบลำแสงเดี่ยว

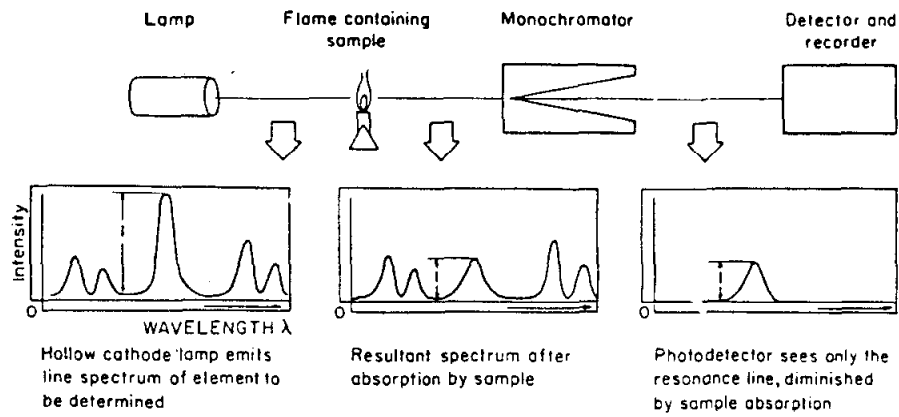


รูป 8-5 อะตอมมิคแอลบอร์ปชั่นโฟโตมิเตอร์แบบลำแสงคู่

| Absorbance | % Transmittance | % Absorption |
|------------|-----------------|--------------|
| 0 | 100 | 0 |
| 0.045 | 90 | 10 |
| 0.097 | 80 | 20 |
| 0.155 | 70 | 30 |
| 0.229 | 60 | 40 |
| 0.301 | 50 | 50 |
| 0.398 | 40 | 60 |
| 0.523 | 30 | 70 |
| 0.699 | 20 | 80 |
| 1.00 | 10 | 90 |
| ∞ | 0 | 100 |



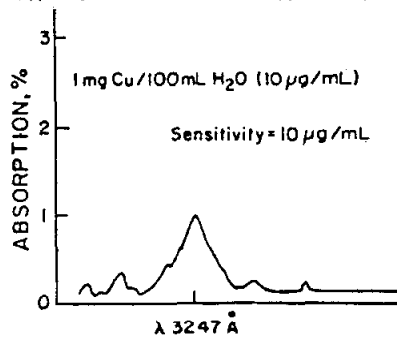
รูป 8-6 ความสัมพันธ์ระหว่างค่าความดูดกลืน เเปอร์เซ็นต์ความส่องผ่าน เเปอร์เซ็นต์ความดูดกลืนกับความเข้มข้น



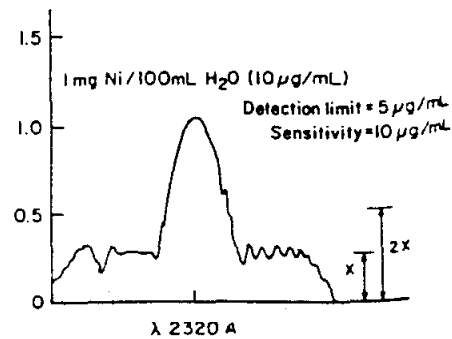
รูป 8-7 แผนภูมิการทำงานของเครื่องอะตอมมิกแอบซอร์ปชัน

การวิเคราะห์ห้ปริมาณ

เทอมที่ใช้ในการวิเคราะห์ปริมาณมีสองเทอม ได้แก่ สภาพไว (sensitivity) และขีดจำกัดในการตรวจหา (detection limit) สภาพไวของวิธีการดูดกลืนแสงโดยอะตอม คือความเข้มข้นของธาตุที่อยู่ในสารละลายให้ค่าความส่องผ่านแสง 1 เปอร์เซ็นต์ หรือแอบซอร์เบ้นซ์ 0.0044 ความเข้มข้นของธาตุเขียนในเทอมส่วนในล้านส่วน (มิลลิกรัมต่อลูกบาศก์เดซิเมตรหรือไมโครกรัมต่อลูกบาศก์เซนติเมตร) ต่อการดูดกลืนแสง 1 เปอร์เซ็นต์ ขีดจำกัดในการตรวจหาคือความเข้มข้นของธาตุที่ให้สัญญาณเป็นสองเท่าของสัญญาณที่ได้จากการรบกวนเมื่อวัดสารอ้างอิง รูป 8-8 และ 8-9 แสดงสภาพไวและขีดจำกัดในการตรวจหาของธาตุเมื่อวัดที่ความยาวคลื่นที่ธาตุมีสภาพไวสูงสุด (primary resonance line) เมื่อนำความเข้มข้นของธาตุที่ให้ค่าความส่องผ่านแสง 1 เปอร์เซ็นต์ไปวัดเทียบกับสารอ้างอิงแล้วความเข้มข้นนี้ให้สัญญาณมากกว่าสองเท่าของค่าแบล็คกราวด์ที่ความยาวคลื่นเรโซแนนซ์ แสดงว่าธาตุนั้นหาโดยวิธีวัดสภาพไวดีกว่า ถ้าสภาพไวและขีดจำกัดในการตรวจหามีค่าใกล้เคียงกัน สัญญาณที่เกิดจากการรบกวนและความผิดพลาดในการวิเคราะห์จะมีค่ามาก



รูป 8-8 สภาพไวของอะตอมมิกแอบ-ซอร์ปชันสเปกโทรโฟโตมิเตอร์



รูป 8-9 ขีดจำกัดการตรวจหาของอะตอมมิกแอบซอร์ปชันสเปกโทรโฟโตมิเตอร์

เคอร์ฟที่ใช้วัดในเครื่องอะตอมมิกแอบซอร์ปชัน

ความยาวคลื่นตรงที่ถูกดูดกลืนดีที่สุดนิยมใช้ในการวิเคราะห์ เช่น การวิเคราะห์ ตะกั่วที่อยู่ในเลือด ใช้ความยาวคลื่น 217 นาโนเมตร หลอดฮอลโลแคโทดตะกั่วให้คลื่น 217 นาโนเมตรออกมาเป็นส่วนใหญ่ อะตอมตะกั่วที่เป็นอิสระในสถานะแก๊สที่สถานะพื้นดูดกลืน แสงนี้ ปริมาณแสงที่ถูกดูดกลืนขึ้นกับความเข้มข้นของตะกั่วในสารตัวอย่าง เคอร์ฟ ที่ได้จากการพล็อตค่าแอบซอร์เบ้นซ์กับความเข้มข้น ไม่ค่อยเป็นเส้นตรง (เส้นโค้ง) ถ้าสารละลายมีความเข้มข้นมาก เช่น ที่ความยาวคลื่น 217 นาโนเมตร เส้นนี้มักจะกว้างเนื่องจาก เกิดการดูดกลืนร่วมมีผลจากใช้หลอดฮอลโลแคโทดให้ปริมาณแสงที่ความยาวคลื่นนี้มาก เพราะใช้กระแสสูง (อาจมีอะตอมในสถานะพื้นป็นจึงดูดกลืนแสงแล้วเปลี่ยนเป็นอะตอม ในสถานะกระตุ้น เคอร์ฟที่ได้จึงไม่เชิงของเบียร์ ผู้วิเคราะห์บางคนจึงใช้ความยาวคลื่น 283.3 นาโนเมตร ซึ่งมีสภาพไวน้อยกว่าเพื่อให้เคอร์ฟที่ได้เป็นเส้นตรง เส้นที่วิเคราะห์อาจจะกว้าง เนื่องจากความดัน เช่น ความดันของแก๊สเฉื่อยในหลอดฮอลโลแคโทดสูงไปและคุณสมบัติของ เปลวไฟ

การแทรกสอดที่มีผลต่อการวิเคราะห์โดยวิธีอะตอมมิกแอบซอร์ปชัน

1. โมเลกุลเปล่งแสงเป็นแบบแถบ (ความยาวคลื่นช่วงกว้าง) ครอบคลุมความยาว คลื่นแบบเส้น เช่น พวกโลหะออกไซด์และสารประกอบทนไฟ

2. อนุภาคของแข็งกระเจิงแสงหรือดูดกลืนแสง ผลของการกระเจิงและการ ดูดกลืนแสงอาจเกิดจากหยดของเหลวที่ไม่กลายเป็นไอ

3. การแทรกสอดเนื่องจากการแตกตัวเป็นไอออน อะตอมหลายชนิดแตกตัวเป็น ไอออนได้ในเปลวไฟที่ร้อน ดังนั้น จำนวนอะตอมอิสระที่อยู่ในสถานะแก๊สที่สถานะพื้นจึงมี น้อยกว่าปกติ

4. การเกิดสารประกอบทนไฟ

ก. แอนไอออนในสารตัวอย่างทำปฏิกิริยากับธาตุที่สนใจเกิดสารประกอบทนไฟ มีผลให้จำนวนอะตอมที่สนใจลดลง

ข. ธาตุที่สนใจทำปฏิกิริยากับออกซิเจนและไอออนไฮดรอกซิลในเปลวไฟมีผลให้ จำนวนอะตอมที่สนใจลดลง

การแก้การแทรกสอดเนื่องจากแบล็คกราว์นทำได้ โดยใช้ 1. แหล่งกำเนิดแสง แบบต่อเนื่อง 2. ใช้เส้นสองเส้น และ 3. ใช้การดูดกลืนร่วม (self reversal หรือ Smith Hieftje) 4. ใช้ผลของซีแมน (Zeeman)

แพคเกจที่มีผลต่อจำนวนอะตอมที่วิ่งเข้าสู่เปลวไฟได้แก่

1. อัตราเร็วของสารละลายที่เข้าสู่เปลวไฟได้รับผลจากความดันของออกซิเจนและความหนืดของแก๊ส
2. ความหนืดของธาตุที่สนใจ สารละลายที่มีความเข้มข้นมาก จำนวนหรือปริมาณอนุภาคของแข็งมีมาก มีผลทำให้อัตราเร็วของสารละลายนี้ลดลง
3. การเลือกตัวทำละลาย ตัวทำละลายอินทรีย์บางชนิดมีผลทำให้ค่าความดูดกลืนเพิ่มขึ้นสองถึงสี่เท่า เนื่องจากตัวทำละลายนี้มีแรงตึงผิวน้อยกว่าน้ำ
4. แรงตึงผิวของตัวทำละลาย ตัวทำละลายที่มีแรงตึงผิวน้อยมีผลทำให้ฝอยเม็ดเล็ก (mist) ที่เข้าสู่เปลวไฟมีขนาดเล็กลง ปริมาณฝอยเม็ดเล็กจึงวิ่งเข้าสู่บริเวณที่เชื้อเพลิงอากาศและสารตัวอย่างผสมกันได้มากกว่าปกติ สารตัวอย่างจึงวิ่งออกสู่เปลวไฟมากกว่าปกติ ค่าความดูดกลืนที่วัดได้จึงมีค่าเพิ่มขึ้น

คุณสมบัติของเปลวไฟ

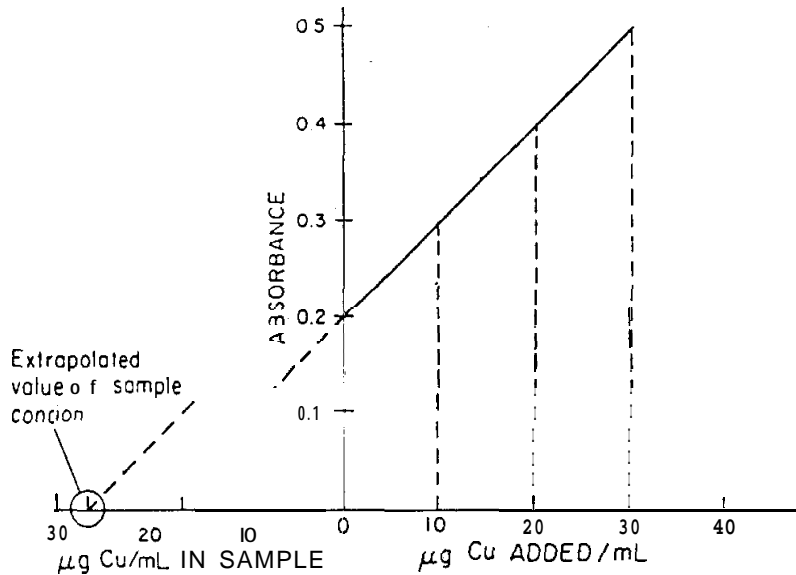
จำนวนอะตอมอิสระที่อยู่ในสถานะแก๊สที่สถานะพื้นขึ้นกับอุณหภูมิของเปลวไฟ ธาตุที่แทรกสอดอาจมีผลทำให้ธาตุที่ต้องการวิเคราะห์เกิดอะตอมอิสระน้อยกว่าปกติ บางครั้งมีผลทำให้ธาตุที่สนใจเกิดเป็นสารประกอบที่เสถียรและไม่ยอมแตกตัวเป็นอะตอมอิสระภายใต้อุณหภูมิของเปลวไฟที่ใช้กับสารละลายมาตรฐาน เช่น ฟอสฟอรัสที่ปนอยู่กับไอออนแคลเซียมมีผลให้อะตอมแคลเซียมอิสระเกิดน้อยกว่าปกติ เพราะแคลเซียมจะรวมตัวกับฟอสฟอรัสเป็นแคลเซียมฟอสเฟต

การเตรียมสารละลายมาตรฐานเพื่อใช้สร้างกราฟมาตรฐาน

สารละลายมาตรฐานควรมีสสมบัติคล้ายกับสารละลายตัวอย่างมากที่สุด (เมทริกซ์คล้ายกัน) เช่น ต้องการวิเคราะห์แคลเซียมในเลือด ควรเตรียมสารละลายมาตรฐานแคลเซียมในสารละลายที่มีสมบัติคล้ายเลือดมากที่สุด

ธาตุส่วนมากที่ต้องการวิเคราะห์ที่มีความเข้มข้นน้อยกว่า 1 ส่วนในล้านส่วน มักให้สัญญาณดูดกลืน 1 เปอร์เซ็นต์ ดังนั้น สารละลายของธาตุที่สนใจที่มีความเข้มข้นประมาณ 1 ส่วนในล้านส่วนจึงวิเคราะห์ได้ด้วยวิธีอะตอมมิคแอบซอร์ปชัน สารละลายที่มีความเข้มข้นมากกว่า 50 ส่วนในล้านส่วน ความสัมพันธ์ระหว่างค่าความดูดกลืนและความเข้มข้นไม่เป็นเส้นตรง ดังนั้น ความเข้มข้นของสารละลายมาตรฐานที่ใช้วิเคราะห์ต้องอยู่ในช่วงความเข้มข้นที่เหมาะสม

ถ้าการเตรียมสารละลายมาตรฐานให้มีสมบัติคล้ายสารตัวอย่างทำไม่ได้ เทคนิคการเติมสารละลายมาตรฐานที่มีความเข้มข้นแน่นอนหลาย ๆ ความเข้มข้นลงในสารตัวอย่าง (standard addition) ก็ใช้ได้ ถ้าความสัมพันธ์ระหว่างค่าความดูดกลืนและความเข้มข้นของสารละลายมาตรฐานเป็นเส้นตรง เช่น การวิเคราะห์ทองแดงในปัสสาวะ เติมทองแดง 1, 2 และ 3 ส่วนในล้านส่วน ลงในปัสสาวะ วัดค่าความดูดกลืนของสารละลายเหล่านี้และเขียนคอร์พจะได้คอร์พรูป 8-10 เมื่อต่อเส้นตรงนี้ไปพบแกนความเข้มข้น จุดตัดบนแกนนี้คือความเข้มข้นของทองแดงในปัสสาวะ



รูป 8-10 เทคนิคการเติมสารมาตรฐานเพื่อใช้หาความเข้มข้นทองแดง

เครื่องอะตอมมิคแอบซอร์ปชันประกอบด้วย แหล่งกำเนิดแสง (light source) แหล่งผลิตอะตอม (atomizer) แหล่งแยกความยาวคลื่น (wavelength isolation) และเครื่องตรวจหา (detector)

แหล่งกำเนิดแสง (Hollow cathode lamp) เป็นแหล่งที่ให้แสงช่วงความยาวคลื่นแคบ ๆ ความกว้างของแหล่งกำเนิดแสงนี้แคบกว่าความกว้างของเส้นที่ดูดกลืนแสงหลอดนี้ทำจากธาตุที่ต้องการวิเคราะห์ อายุการใช้งานของหลอดประมาณ 5,000 มิลลิแอมแปร์ ชั่วโมง

ตัวทำแสงเอกรงค์ (monochromator) ทำหน้าที่แยกเส้น (ความยาวคลื่น) เรโซแนนซ์จากความยาวคลื่นอื่น ปกติใช้เกรตติงแบบสะท้อนแสง

เครื่องตรวจหาแสงเป็นหลอดโฟโตมัลติพลายเออร์ทำหน้าที่รับสัญญาณจากแสงช่วงความยาวคลื่นแคบ ๆ (ความเข้มแสง) แล้วเปลี่ยนเป็นสัญญาณไฟฟ้า จากนั้นขยายสัญญาณไฟฟ้าให้มากจนเครื่องตรวจหาหาปริมาณได้

แหล่งผลิตอะตอม (Atomizer) ทำหน้าที่เปลี่ยนสารที่ต้องการวิเคราะห์ซึ่งอยู่ในสารละลายเป็นอะตอมอิสระที่สถานะพื้น สถานะแก๊ส อะตอมนี้ผลิตได้โดยเทคนิคใช้เปลวไฟ เทคนิคไม่ใช้เปลวไฟ และเทคนิคการทำให้เป็นไอ

แสงจากแหล่งกำเนิดแสงถูกจัดให้ผ่านสารตัวอย่างอิสระ ที่เป็นไอและอยู่ที่สถานะพื้น ปริมาณแสงบางส่วนถูกดูดกลืนโดยอะตอม แสงส่วนที่ไม่ถูกดูดกลืนผ่านไป ปริมาณแสงที่ถูกดูดกลืนเป็นสัดส่วนโดยตรงกับความเข้มข้นของอะตอมที่สนใจ

การทดลอง 8.2

การปรับเครื่องมืออะตอมมิคแอบซอร์ปชันให้ทำงานได้ดีที่สุด

Instrument set-up and optimization

จุดประสงค์ของการทดลอง

ศึกษาการใช้เครื่องอะตอมมิคแอบซอร์ปชัน และวิธีการวิเคราะห์ให้ได้ประสิทธิภาพสูงสุด

อุปกรณ์

- อะตอมมิคแอบซอร์ปชันสเปกโทรโฟโตมิเตอร์ แวเรียนเทคทรอน รุ่น 1,100 ดี (Atomic Absorption Spectrophotometer Varian Techtron 1,110 D)
- ปิเปตต์อัตโนมัติ และปิเปตต์ 1, 2, 5, 10, 25 ลูกบาศก์เซนติเมตร
- บีกเกอร์ 150 ลูกบาศก์เซนติเมตร 1 ใบ
- กรวยแยก 250 ลูกบาศก์เซนติเมตร 5 ใบ
- บีกเกอร์ 50 ลูกบาศก์เซนติเมตร 40 ใบ
- ขวดปริมาตร 100 ลูกบาศก์เซนติเมตร 5 ใบ
- ขวดปริมาตร 50 ลูกบาศก์เซนติเมตร 10 ใบ
- ขวดปริมาตร 25 ลูกบาศก์เซนติเมตร 40 ใบ

สารละลาย

สารละลายมาตรฐานทองแดง 5 ส่วนในล้านส่วน

สภาพมาตรฐานที่ใช้วิเคราะห์ธาตุ

ตัวอย่างทองแดง

การเตรียมสารมาตรฐานทองแดง

ชั่งลวดทองแดงบริสุทธิ์ 99.99 เปอร์เซ็นต์ 1.000 กรัม ละลายในกรดไนตริก 1:1 ใช้ปริมาณกรดน้อยที่สุด ถ่ายใส่ขวดปริมาตร 1 ลูกบาศก์เดซิเมตร เจือจางด้วยน้ำปราศจากไอออนจนถึงขีดปริมาตร เขย่าขวดให้สารละลายเข้ากัน

สารละลายมาตรฐานนี้หาซื้อได้เป็นสารละลายที่บ่งเฉพาะกับการใช้งานอะตอมมิก-แอบซอร์ปชัน สารละลายนี้มีความเข้มข้น 1,000 ส่วนในล้านส่วน และอยู่ในสภาพกรด (ไมโครกรัมต่อลูกบาศก์เซนติเมตร)

การปรับสภาพเครื่องอะตอมมิกแอบซอร์ปชัน

| | |
|---------------------|----------------|
| กระแสที่ให้กับหลอด | 3 มิลลิแอมแปร์ |
| เชื้อเพลิง | อะเซทิลีน |
| ออกซิแดนต์ (ซีฟพอด) | อากาศ |
| สภาพเปลวไฟ | ออกซิไดซิง |

สภาพการทำงานที่ปรับให้มีความเหมาะสม

| ความยาวคลื่น นาโนเมตร | ความกว้างช่องเลือกยาว (spectral band pass) นาโนเมตร | ช่วงการทำงานที่ดีที่สุด ไมโครกรัมต่อลูกบาศก์ เซนติเมตร | สภาพไว ไมโครกรัม ต่อลูกบาศก์ เซนติเมตร |
|--------------------------|---|--|---|
| 324.1 | 0.2 | 2 - 8 | 0.04 |
| 327.4 | 0.2 | 6 - 24 | 0.14 |
| 217.9 | 0.2 | 15 - 60 | 0.33 |
| 218.2 | 0.2 | 20 - 80 | 0.44 |
| 222.6 | 0.1 | 70 - 280 | 1.5 |
| 249.2 | 0.5 | 200 - 800 | 4.9 |
| 244.2 | 1.0 | 500 - 2,000 | 11.2 |

ขีดจำกัดการตรวจหา 0.003 ไมโครกรัมต่อลูกบาศก์เซนติเมตร เมื่อใช้เปลวไฟอากาศ-อะเซทิลีน โดยเฉพาะเปลวไฟแบบออกซิไดซิงให้สัญญาณที่วัดได้เสถียร

ทฤษฎี

วิธีอะตอมมิคแอบซอร์ปชันเป็นการดูดกลืนแสงโดยอะตอม อะตอมของธาตุแต่ละชนิดดูดกลืนแสงที่มีความยาวคลื่นจำเพาะ (พลังงานจำเพาะ) เช่น อะตอมโซเดียมดูดกลืนแสงที่มีความยาวคลื่น 589.0 นาโนเมตร เพราะการทรานซิชันจกสถานะพื้น 3s ไปสู่สถานะกระตุ้น 3p ใช้พลังงานตรงกับความยาวคลื่นนี้ ถ้าเกิดการทรานซิชันที่สถานะกระตุ้นอื่นก็ใช้พลังงานต่างไปจากค่านี้ อะตอมของธาตุต่างกันดูดกลืนแสงที่มีความยาวคลื่นต่างกัน

อะตอมมิคสเปกตราที่เกิดจากอะตอมเห็นเป็นเส้น ถ้าเกิดจากโมเลกุลเห็นเป็นแถบ เส้นสเปกตรัมที่เกิดจากสถานะพื้นเรียกเส้นเรโซแนนซ์ ส่วนเส้นสเปกตรัมอื่น ๆ เกิดจากสถานะกระตุ้น อะตอมที่พบในอะตอมมิคแอบซอร์ปชันเป็นอะตอมที่สถานะพื้นเป็นส่วนใหญ่

ความสัมพันธ์ระหว่างการดูดกลืนแสงกับความเข้มข้น อธิบายได้จากกฎของแลมเบิร์ต ปริมาณแสงที่ถูกดูดกลืนโดยตัวกลางโปร่งแสงไม่ขึ้นกับความเข้มข้นของแสงที่ชนตัวกลาง จากกฎของเบียร์ ปริมาณแสงที่ถูกดูดกลืนเป็นสัดส่วนกับจำนวนอะตอมของสารตัวอย่าง เมื่อรวมกฎทั้งสองได้

$$P_t = P_o e^{-(abc)}$$

$$\log \frac{P_o}{P_t} = abc = \text{Absorbance}$$

P_o ปริมาณแสงที่ตกสู่สาร

P_t ปริมาณแสงที่ผ่านออกจากสาร

a สัมประสิทธิ์การดูดกลืนแสง

b ความยาวของการดูดกลืน

c ความเข้มข้นของอะตอมที่ดูดกลืนแสง

แอบซอร์เบ้นซ์เป็นสัดส่วนโดยตรงกับความเข้มข้นเมื่อกำหนดความยาวของการดูดกลืนแสงและความยาวคลื่น สารตัวอย่างชนิดหนึ่งมีความเข้มข้น C วัดค่าแอบซอร์เบ้นซ์ได้ A เมื่อสารนี้มีความเข้มข้น 2C ค่าแอบซอร์เบ้นซ์ที่วัดได้ต้องเป็น 2A ค่าแอบซอร์เบ้นซ์ที่วัดได้คือปริมาณแสงที่เหลือจากการดูดกลืนโดยอะตอมภายใต้สถานะที่กำหนดให้

วิธีการทดลอง

ตอน I การปรับสภาพเครื่องมือเพื่อใช้ในการวิเคราะห์

1. ก่อนใช้เครื่องให้ศึกษารายละเอียดการใช้เครื่องมือก่อน
2. ปิดลิ้นบังคับแก๊สทุกชนิด
3. ตรวจสอบว่าปุ่มบังคับกระแสที่ให้กับหลอดอยู่ตำแหน่งปิด
4. ใส่หลอดขอลโลแคลโทดของธาตุที่ต้องการวิเคราะห์ (ทองแดง)
5. กดปุ่มเพาเวอร์เปิด
6. กดปุ่มหลอดให้หลอดทำงานและปรับกระแสที่ให้กับหลอดตามคู่มือการวิเคราะห์

ธาตุ

7. หมุนที่ใส่หลอดให้หลอดที่ต้องการใช้อยู่ในทางเดินแสง
8. ปรับความกว้างของช่องเล็กลงตามคู่มือการวิเคราะห์ธาตุ
9. ปรับความยาวคลื่นตามคู่มือการวิเคราะห์ธาตุ
10. ปรับปุ่มบังคับความสูงของตะเกียงให้อยู่ตำแหน่งเลข 4 สังเกตดูว่าตะเกียงบัง

ทางเดินแสงหรือไม่

11. ปรับโมด แทรนซ์ และแดมป์ A ถ้าเข็มไม่อยู่ในสเกลให้ปรับปุ่มบังคับศักย์ให้กับหลอดโฟโตมัลติพลายเออร์เพื่อให้เข็มอยู่ในสเกล หมุนปุ่มปรับความยาวคลื่นจนได้ค่าเข็มวัดชี้มากที่สุด ถ้าเข็มวัดชี้ออกนอกสเกลหรือเข็มวัดไม่ขึ้น ปรับปุ่มคุมศักย์จนกระทั่งเข็มวัดกลับไปสู่สเกล ตัวเลขความยาวคลื่นที่อ่านได้ คือความยาวคลื่นเรโซแนนซ์

12. ปรับตำแหน่งหลอดโดยใช้สกรูทั้งสองตัวจนเข็มวัดอ่านค่าได้มากที่สุด

13. ปรับตำแหน่งตะเกียงให้แสงผ่านกลางร่องตะเกียง

14. กดปุ่มบังคับซีโรจนกระทั่งไฟดับ และอ่านเข็มวัดได้ 100.0 ± 0.1

15. ปรับปุ่มความยาวคลื่นตามขั้นตอนที่ 11

16. เปิดออกซิแดนต์และเชื้อเพลิงตามที่ต้องการตามการปิดเปิดแก๊ส จุดเปลวไฟเมื่อจุดเปลวไฟแล้ว ให้เลือกสภาพของเปลวไฟ (ออกซิไดซ์หรือรีดิวซ์) ตามคู่มือการวิเคราะห์

ธาตุ

17. เลือกโมด ABS และแดมป์ A เพื่ออ่านค่า

18. ผ่านสารละลายอ้างอิง (น้ำปราศจากไอออนหรือตัวทำละลายอ้างอิง) กดปุ่มซีโรจนกระทั่งไฟดับ อ่านค่าเข็มวัด 0.000 ± 0.001

19. ผ่านสารละลายชนิดเดียวกับหลอดฮอลโลแคโทดที่ต้องการวิเคราะห์ โดยความเข้มข้นของสารนี้ให้ค่าความดูดกลืน 0.1
20. ผ่านสารละลายอ้างอิงปรับให้เข็มวัดชี้ที่ศูนย์โดยกดปุ่มซีโรดิงข้อที่ 18
21. ผ่านสารละลายที่ต้องการวิเคราะห์ แล้วปรับปุ่มบังคับอัตราการไหลของเชื้อเพลิงจนได้ความดูดกลืนแสงสูงสุด โดยเปรียบเทียบกับสารอ้างอิงขณะนี้จะมีการรบกวนต่ำสุด การสังเกตผลของเชื้อเพลิงต่อออกซิแดนซ์ ที่มีต่อสัญญาณดูดกลืนทำโดยเพิ่มอัตราการไหลอะเซทิลีนจนได้เปลวไฟสีเหลือง (เพิ่มทีละ 0.5 หน่วย) วัดค่าแอมพลิจูดของสารละลายที่วิเคราะห์ ลดอัตราการไหลอะเซทิลีนจนได้เปลวไฟสีน้ำเงิน (ลดทีละ 0.5 หน่วย) วัดค่าแอมพลิจูดของสารละลายที่วิเคราะห์ เปลวไฟที่มีอัตราส่วนเชื้อเพลิงต่อออกซิแดนซ์พอดี เปลวไฟมีสีน้ำเงินหลายมิลลิเมตรเหนือบริเวณในสุดที่มีสีเขียวน้ำเงิน
22. เพิ่มและลดความสูงของเปลวไฟทีละ 0.5 หน่วย (แล้วแต่สภาพของเปลวไฟ) วัดค่าแอมพลิจูดของสารละลายที่วิเคราะห์เทียบกับสารอ้างอิง
23. เมื่อได้อัตราการไหลของอะเซทิลีนที่เหมาะสม ให้ปรับอัตราการไหลของออกซิแดนซ์โดยเพิ่มหรือลดทีละ 0.5 หน่วย (แล้วแต่สภาพของเปลวไฟ) วัดค่าแอมพลิจูดของสารละลายที่วิเคราะห์เทียบกับกับสารอ้างอิง หาอัตราการไหลของเชื้อเพลิงและออกซิแดนซ์ที่ให้ค่าแอมพลิจูดสูงสุด
24. ขณะที่ผ่านสารละลายที่ต้องการวิเคราะห์ ปรับตำแหน่งของเม็ดแก้ว โดยใช้สกรูพิเศษจนกระทั่งได้ค่าดูดกลืนแสงสูงสุด
25. หลังจากปรับเครื่องมือและเปลวไฟจนดีที่สุดแล้ว ให้ทำการวัดได้
26. ปรับความกว้างช่องเล็กยาวเพิ่มหรือลดลง เพื่อดูว่า ค่าแอมพลิจูดที่วัดได้กับความเข้มข้นต่าง ๆ ของสารละลายที่วิเคราะห์เป็นเส้นตรงหรือไม่

การวิเคราะห์ข้อมูล

หาความสูงของตะเกียงและอัตราส่วนเชื้อเพลิงต่อออกซิแดนซ์จากเคอร์ฟ (ก) แอมพลิจูดกับความสูงของเปลวไฟ (ข) แอมพลิจูดกับความดันแก๊สอะเซทิลีน (ค) แอมพลิจูดกับความดันอากาศ

การหาปริมาณทองแดง วิธีสร้างเคอร์ฟมาตรฐาน

จากสารละลายมาตรฐานทองแดง 1000 ส่วนในล้านส่วน เตรียมสารละลายมาตรฐานทองแดง 100 ส่วนในล้านส่วน และสารละลายทองแดง 2.4, 6 และ 8 ส่วนในล้านส่วน ในขวดปริมาตร 25 ลูกบาศก์เซนติเมตร สารละลายที่มีความเข้มข้นน้อย ๆ ควรเก็บในขวดพลาสติกเพื่อป้องกันไอออนในขวดแก้วแตกที่หรือละลายปนกับไอออนของธาตุที่สนใจ

หลังจากปรับสภาพเครื่องเรียบร้อยแล้ว ผ่านสารละลายอ้างอิง (น้ำปราศจากไอออน) ปรับเครื่องให้เข็มวัดซีทีศูนย์ (หรือเส้นที่ฐานเป็นศูนย์เมื่อใช้เครื่องบันทึก) ผ่านสารละลายทองแดง 8 ส่วนในล้านส่วนแล้วรอจนสัญญาณปรากฏ ดังรูป 8-11 (ก) ผ่านน้ำปราศจากไอออน ผ่านสารละลายทองแดงที่เหลือสลับกับน้ำปราศจากไอออน จะได้พีครูป 8-11 (ข) ผ่านสารละลายตัวอย่างทองแดง ถ้าเครื่องที่ใช้ไม่มีเครื่องเขียนกราฟ บันทึกค่าแอมพลิจูดเบนซ์ไว้

วิธีเติมสารมาตรฐาน

ปิเปตต์สารละลายตัวอย่างมา 10 ลูกบาศก์เซนติเมตร (มีความเข้มข้นประมาณ 2 ถึง 8 ส่วนในล้านส่วน) ใส่ขวดปริมาตร 100 ลูกบาศก์เซนติเมตร 4 ใบ ปิเปตต์สารละลายมาตรฐานทองแดงลงในขวดปริมาตรใบที่ 2, 3, 4 ให้มีความเข้มข้นทองแดง 2, 4, 6 ส่วนในล้านส่วนตามลำดับ เจือจางสารละลายในขวดทั้งสี่ด้วยน้ำปราศจากไอออนจนถึงขีดปริมาตร

หลังจากปรับสภาพเครื่องเรียบร้อยแล้ว ผ่านน้ำปราศจากไอออนปรับเครื่องให้อ่านศูนย์ ผ่านสารละลายในขวดทั้งสี่สลับกับน้ำปราศจากไอออนพร้อมกับบันทึกค่าแอมพลิจูดเบนซ์ไว้

การวิเคราะห์ข้อมูล

วิธีสร้างเคอร์ฟมาตรฐาน

พล็อตเคอร์ฟระหว่างค่าแอมพลิจูดเบนซ์กับความเข้มข้นของทองแดง (ส่วนในล้านส่วน) หากความเข้มข้นของสารตัวอย่างจากเคอร์ฟนี้ เคอร์ฟที่ได้เป็นเส้นตรงหรือไม่ ถ้าไม่เป็นเส้นตรงให้หาเหตุผลมาอธิบาย

วิธีการเติมสารมาตรฐาน

ทำการแก้ไขปริมาตรและพล็อตค่าแอมพลิจูดเบนซ์กับความเข้มข้น ต่อเส้นตรงนี้ออกไปเพื่อหาความเข้มข้นของสารตัวอย่าง

หมายเหตุ สภาพการทดลองให้ใช้ตามข้อมูลการวิเคราะห์ทองแดง ขั้นตอน II (ตาราง 8-1)

ตอน II การแปรสภาพไว

Variation in Sensitivity

จุดประสงค์ของการทดลอง

การทดลองนี้เพื่อศึกษาสภาพไวในการวิเคราะห์ธาตุ ธาตุแต่ละชนิดให้สภาพไวในการวิเคราะห์ต่างกัน สภาพไวยังขึ้นกับการหมุนตะเกียงและการเลือกใช้ความยาวคลื่นรังสีแคโทด

สารละลาย

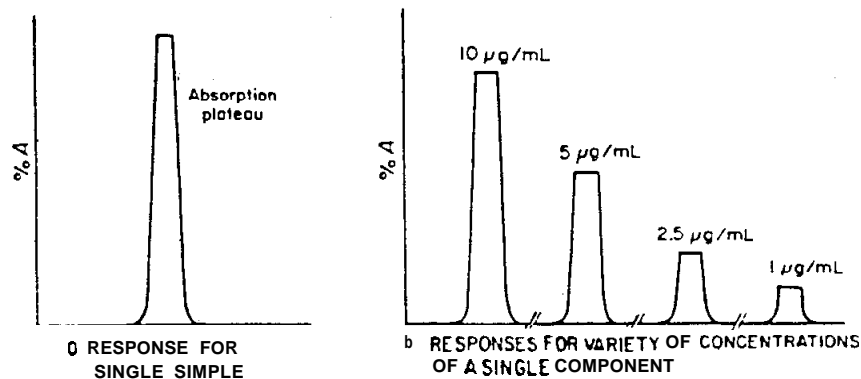
สารละลายมาตรฐานทองแดง 5 ส่วนในล้านส่วน

สารละลายมาตรฐานแมกนีเซียม 0.5 ส่วนในล้านส่วน

สารละลายมาตรฐานดีบุก 100 ส่วนในล้านส่วน

วิธีการทดลอง

หาสภาพการทดลองที่ดีที่สุดดังตอน I สำหรับสารละลายแต่ละชนิดโดยใช้ความยาวคลื่นรังสีแคโทด และความกว้างช่องเล็กลายตามข้อมูลข้างล่าง หรือดูได้จากคู่มือการวิเคราะห์ธาตุของเครื่อง บันทึกค่าแอมป์แอมป์และสังเกตสภาพไวที่เปลี่ยนไป คำนวณสภาพไวในการวิเคราะห์สำหรับแต่ละธาตุ (สภาพไวคือความเข้มข้นที่ให้ค่าแอมป์แอมป์ 0.0044) สารละลายอ้างอิงที่ใช้คือน้ำปราศจากไอออน



รูป 8-11 (ก) สัญญาณที่ได้จากสารตัวอย่าง

รูป 8-11 (ข) สัญญาณที่ได้จากสารตัวอย่างหลายความเข้มข้นสลับกับน้ำปราศจากไอออน

ตาราง 8.1

| สภาพที่ใช้ในการทดลอง | ธาตุ | | |
|---|------------|------------|---|
| | ทองแดง | แมกนีเซียม | ดีบุก |
| กระแส (มิลลิแอมแปร์) | 3 | 3 | 8 |
| ความยาวคลื่น (นาโนเมตร) | 324.7 | 285.2 | 286.3 |
| ความกว้างช่องเล็กยาว (นาโนเมตร) | 0.2 | 0.5 | 0.2 |
| สภาพเปลวไฟ | อากาศ-อะเซ | อากาศ-อะเซ | ไนตรัสออกไซด์ ทิลีนออกซิไดซิง อะเซทิลีนรีดิซิง |
| ช่วงความเข้มข้นที่เหมาะสม (ส่วนในล้านส่วน) | 2–8 | 0.1–0.4 | 50–200 |
| สภาพไว (ส่วนในล้านส่วน) | 0.003 | 0.003 | 1.0 |
| ขีดจำกัดในการตรวจหา (ส่วนในล้านส่วน) | 0.003 | 0.003 | |

ข. สารละลาย

สารละลายมาตรฐานทองแดงสามชุดความเข้มข้น

1. 1, 2.5 และ 5 ส่วนในล้านส่วน
2. 10, 25 และ 50 ส่วนในล้านส่วน
3. 100, 250 และ 500 ส่วนในล้านส่วน
4. สารละลายตัวอย่างสำหรับชุดที่หนึ่ง

วิธีการทดลอง

หาสภาพการทดลองที่ดีที่สุดดังตอน I โดยใช้ข้อมูลจากตารางข้างล่างหรือดูจากคู่มือการวิเคราะห์ธาตุของเครื่อง ผ่านสารละลายมาตรฐานแต่ละชุด และบันทึกค่าแอมป์แอมป์แบนด์ สารละลายอ้างอิงที่ใช้คือน้ำปราศจากไอออน ผ่านสารละลายตัวอย่าง

ตาราง 8.2

| สภาพที่ใช้ในการทดลอง | สารละลายมาตรฐานทองแดงชุดที่ | | |
|--------------------------------------|-----------------------------|-------------|-------------|
| | 1 | 2 | 3 |
| กระแสที่ใช้ (มิลลิแอมแปร์) | 3 | 3 | 3 |
| ความยาวคลื่น (นาโนเมตร) | 324.7 | 217.9 | 217.9 |
| ความกว้างช่องเล็กยาว (นาโนเมตร) | 0.2 | 0.2 | 0.2 |
| ความเข้มข้นของสารละลายที่ใช้ปรับสภาพ | 5 | ไม่ต้องปรับ | ไม่ต้องปรับ |
| การทดลอง (ส่วนในล้านส่วน) | | ใช้สภาพเดิม | ใช้สภาพเดิม |

ผ่านสารละลายมาตรฐานทองแดง 25 ส่วนในล้านส่วน หมุนตะเกียงในแนวราบจนอ่านค่าแอมป์แอมป์ได้ 0.5 ผ่านสารละลายชุด 2 และ 3 พล็ตเคอร์ฟค่าแอมป์แอมป์กับความเข้มข้นของสารละลายทั้งหกความเข้มข้น

การวิเคราะห์ข้อมูล

1. เคอร์ฟนี้ผ่านจุดศูนย์หรือไม่ เฉพาะสารละลายชุด 2 และ 3
2. คำนวณสภาพไวในการวิเคราะห์ทองแดงที่แต่ละความยาวคลื่น
3. หาคความเข้มข้นของสารละลายตัวอย่างจากเคอร์ฟค่าแอมป์แอมป์กับความเข้มข้นของสารละลายชุดที่หนึ่ง

ตอน III การใช้เปลวไฟ (เฟลม) ในตรัสออกไซด์-อะเซทิลีน

Use of Nitrous Oxide-Acetylene flame

จุดประสงค์ของการทดลอง

เพื่อศึกษาการจุดเปลวไฟในตรัสออกไซด์-อะเซทิลีน สำหรับวิเคราะห์ธาตุที่เกิดการอะตอมไมซ์ยาก

สารละลาย

สารละลายมาตรฐานอะลูมิเนียม 1,000 ส่วนในล้านส่วน

สารละลายตัวอย่างอะลูมิเนียม

การจุดเปลวไฟ ในทรัสออกไซด์-อะเซทิลีน

1. เลือกตะเกียงที่ใช้กับในทรัสออกไซด์-อะเซทิลีน ใส่ลงบนฐาน
2. ตรวจสอบว่าที่ดักจับของเหลวมีน้ำเต็มหรือไม่ ให้เติมน้ำให้เต็ม
3. ตรวจสอบว่าแก๊สอะเซทิลีน และแก๊สในทรัสออกไซด์มีพอหรือไม่ ดูจากเข็มวัดความดัน (แก๊สในถังต้องมีไม่น้อยกว่า 60 ปอนด์ต่อตารางนิ้ว)
4. ตรวจสอบว่าในทรัสออกไซด์ไหลออกเป็นปรกติหรือไม่ก่อนที่จะจุดเปลวไฟ
5. จุดเปลวไฟอากาศ-อะเซทิลีนตามขั้นตอน I
6. เพิ่มอัตราการไหลของอะเซทิลีนเป็น 8 ถึง 9 หน่วย
7. เปลี่ยนสวิตช์ควบคุมออกซิไดซิงจากอากาศเป็นในทรัสออกไซด์
8. ปรับอัตราการไหลของแก๊สอะเซทิลีนอย่างช้า ๆ จนได้ขอบเขตตรงกลางเป็นสีแดงสูงประมาณ 1 ถึง 2 เซนติเมตร

เปลวไฟที่ได้นี้พร้อมที่จะใช้ในการวิเคราะห์

วิธีการดับเปลวไฟในทรัสออกไซด์-อะเซทิลีน

- เพิ่มอัตราการไหลของอะเซทิลีนจนได้เปลวไฟสว่างมีสีขาว
- เปลี่ยนสวิตช์ควบคุมออกซิไดซิงจากในทรัสออกไซด์เป็นอากาศ
- ปิดลิ้นบังคับอะเซทิลีนจนเปลวไฟดับ
- ถอดปลั๊กเครื่องทำอากาศ

การทดลองวัดสารละลายมาตรฐานอะลูมิเนียม 25, 50 และ 100 ไมโครกรัมต่อลูกบาศก์เซนติเมตร วัดว่าความดูดกลืนของสารตัวอย่าง

วิธีการทดลอง

เตรียมสารละลายอะลูมิเนียมที่มีความเข้มข้น 25, 50 และ 100 ส่วนในล้านส่วน โดยปิเปตต์สารละลายมาตรฐานนี้มา 0.625, 1.25 และ 2.5 ลูกบาศก์เซนติเมตร ใส่ในขวดปริมาตร 25 ลูกบาศก์เซนติเมตร 3 ใบ แล้วเจือจางด้วยน้ำปราศจากไอออนจนถึงขีดปริมาตร เขย่าขวดให้สารละลายเข้ากัน

1. ปรับสภาพการทดลองตั้งตารางข้างล่าง
2. ใส่ตะเกียงไนตรัสออกไซด์-อะเซทิลีนบนฐานตะเกียง
3. ปรับสภาพการทดลองให้ดีที่สุดตั้งขั้นตอน I ใช้น้ำปราศจากไอออนเป็นสารละลายอ้างอิงผ่านสารละลายมาตรฐานอะลูมิเนียมทั้งสามความเข้มข้น สังเกตดูว่าการวัดแอมป์เซอร์เบนซ์ไวหรือไม่ จดค่าแอมป์เซอร์เบนซ์ของสารละลายมาตรฐานทั้งสามความเข้มข้น
4. เพิ่มอัตราการไหลของอะเซทิลีนจนเปลวไฟสว่าง แล้วผ่านสารละลายอะลูมิเนียมทั้งสาม จดค่าแอมป์เซอร์เบนซ์
5. เพิ่มอัตราการไหลของอะเซทิลีนจนตัวเลขบนหน้าปัดอ่านได้ 8 ถึง 9 หน่วย เปลี่ยนสวิตช์จากอากาศเป็นไนตรัสออกไซด์
6. ปรับอะเซทิลีนจนเปลวไฟช่วงกลางมีสีแดงสูงประมาณ 2 เซนติเมตร
7. ใช้น้ำปราศจากไอออนเป็นสารละลายอ้างอิง ปรับศูนย์โดยกดปุ่มซีโร หาสภาพที่ดีที่สุดของตะเกียงโดยใช้สารละลายที่มีความเข้มข้น 50 ส่วนในล้านส่วน
8. ผ่านสารละลายมาตรฐานและสารละลายตัวอย่าง จดค่าแอมป์เซอร์เบนซ์ ทุกครั้งที่เปลี่ยนความเข้มข้นของสารละลายให้ผ่านสารละลายอ้างอิง เมื่อทำการทดลองเสร็จให้ผ่านสารละลายอ้างอิงนาน 5 นาที และดับเปลวไฟตามวิธีการดับเปลวไฟ

สภาพที่ใช้ในการวิเคราะห์อะลูมิเนียม

- กระแส 10 มิลลิแอมแปร์
- ความยาวคลื่น 309.3 นาโนเมตร
- ความกว้างช่องเล็กยาว 0.2 นาโนเมตร
- สภาพเปลวไฟ ไนตรัสออกไซด์-อะเซทิลีน (รีดิวิง)
- ช่วงความเข้มข้นที่เหมาะสม 40-200 ส่วนในล้านส่วน
- สภาพไว 0.76 ส่วนในล้านส่วน
- ขีดจำกัดในการตรวจหา 0.04 ส่วนในล้านส่วน

การวิเคราะห์ข้อมูล

พล็อตเคอร์ฟระหว่างค่าแอมป์เซอร์เบนซ์กับความเข้มข้นและหาความเข้มข้นของสารตัวอย่าง

ตอน IV ผลของตัวทำละลายที่มีต่อสภาพไว

Effect of miscible organic solvents on Sensitivity

จุดประสงค์ของการทดลอง

ศึกษาสภาพไวของธาตุซึ่งขึ้นกับปริมาณของตัวทำละลาย

สารละลาย

สารละลายมาตรฐานทองแดง 1,000 ส่วนในล้านส่วน

เอทิลแอลกอฮอล์ 95 เปอร์เซ็นต์

วิธีการทดลอง

เตรียมสารละลายมาตรฐานทองแดงที่มีความเข้มข้น 50 ส่วนในล้านส่วน 50 ลูกบาศก์เซนติเมตร โดยปิเปตต์สารละลายมาตรฐานทองแดง 1,000 ส่วนในล้านส่วนมา 2.5 ลูกบาศก์เซนติเมตร ใส่ขวดปริมาตร 50 ลูกบาศก์เซนติเมตร เจือจางด้วยน้ำปราศจากไอออนจนถึงขีดปริมาตร เขย่าขวดให้สารละลายเข้ากัน

เตรียมสารละลายมาตรฐานทองแดงที่มีความเข้มข้น 1, 2.5 และ 5 ส่วนในล้านส่วน โดยปิเปตต์จากสารละลายมาตรฐานทองแดง 50 ส่วนในล้านส่วนมา 0.5, 1.25 และ 2.5 ลูกบาศก์เซนติเมตร ใส่ขวดปริมาตร 25 ลูกบาศก์เซนติเมตร 3 ใบ เจือจางด้วยน้ำปราศจากไอออนจนถึงขีดปริมาตร เขย่าขวดให้สารละลายเข้ากัน

เตรียมสารละลายมาตรฐานทองแดงที่มีความเข้มข้น 1, 2.5 และ 5 ส่วนในล้านส่วนใน 20 เปอร์เซ็นต์เอทานอล ปิเปตต์สารละลายมาตรฐานทองแดง 50 ส่วนในล้านส่วนมา 0.5, 1.25 และ 2.5 ลูกบาศก์เซนติเมตร ตามลำดับ ใส่ขวดปริมาตร 25 ลูกบาศก์เซนติเมตร 3 ใบ ปิเปตต์ 95 เปอร์เซ็นต์เอทานอล ใส่ขวดทั้งสามขวดละ 5 ลูกบาศก์เซนติเมตร เจือจางด้วยน้ำปราศจากไอออนจนถึงขีดปริมาตร เขย่าขวดให้สารละลายเข้ากัน

เตรียมสารละลายมาตรฐานทองแดงที่มีความเข้มข้น 1, 2.5 และ 5 ส่วนในล้านส่วนใน 50 เปอร์เซ็นต์เอทานอล ปิเปตต์สารละลายมาตรฐานทองแดง 50 ส่วนในล้านส่วนมา 0.5, 1.25 และ 2.5 ลูกบาศก์เซนติเมตร ตามลำดับ ใส่ขวดปริมาตร 25 ลูกบาศก์เซนติเมตร 3 ใบ ปิเปตต์ 95 เปอร์เซ็นต์เอทานอล ใส่ขวดทั้งสาม ขวดละ 12.5 ลูกบาศก์เซนติเมตร เจือจางด้วยน้ำปราศจากไอออนจนถึงขีดปริมาตร เขย่าขวดให้สารละลายเข้ากัน

1. ปรับสภาพการทดลองตามขั้นตอน I และตารางที่ 8.1 ขั้นตอนที่ II

2. ผ่านสารละลายมาตรฐานทองแดง 5 ส่วนในล้านส่วน และปรับให้เครื่องทำงานดีที่สุด
3. ผ่านสารละลายชุดที่หนึ่งโดยใช้น้ำปราศจากไอออนเป็นสารละลายอ้างอิง บันทึกค่าแอมป์แอมป์
4. ผ่านสารละลายชุดที่สอง บันทึกค่าแอมป์แอมป์
5. ผ่านสารละลายชุดที่สาม บันทึกค่าแอมป์แอมป์
6. ปรับสภาพเปลวไฟโดยลดความสว่างลง ผ่านสารละลายชุดที่สอง และสาม บันทึกค่าแอมป์แอมป์

การวิเคราะห์ข้อมูล

พล็อตเคอร์ฟระหว่างค่าแอมป์แอมป์กับความเข้มข้นของสารละลายทั้งสามชุดบนกระดาษกราฟแผ่นเดียวกัน

คำถาม

- ก. ทำไมต้องเปลี่ยนสภาพเปลวไฟเมื่อใช้สารละลายที่มีแอลกอฮอล์ผสม
- ข. ให้เหตุผลว่าทำไมสภาพไวจึงเปลี่ยนเมื่อความเข้มข้นของแอลกอฮอล์เพิ่มขึ้น
- ค. เมื่อต้องการวิเคราะห์เครื่องที่มีแอลกอฮอล์ ท่านต้องเตรียมสารมาตรฐานให้มีแอลกอฮอล์ใกล้เคียงกับเครื่องหรือไม่ ให้เหตุผล
- ง. ขณะวัดค่าแอมป์แอมป์ของสารละลายที่มีแอลกอฮอล์ปริมาณต่างกัน ให้เหตุผลว่าทำไมค่าแอมป์แอมป์ที่วัดได้จึงต่างกัน

ตอน V การขยายสเกล

Scale Expansion

จุดประสงค์ของกรทดลอง

วิเคราะห์สารละลายที่มีความเข้มข้นน้อย (ค่าแอมป์แอมป์ต่ำ) โดยวิธีการใช้อุปกรณ์อิเล็กทรอนิกส์

สารละลาย

สารละลายมาตรฐานตะกั่ว 1,000 ส่วนในล้านส่วน
สารละลายตัวอย่างตะกั่ว

วิธีการทดลอง

เตรียมสารละลายมาตรฐานตะกั่วเข้มข้น 50 ส่วนในล้านส่วน 50 ลูกบาศก์เซนติเมตร
ปิเปตต์สารละลายมาตรฐานตะกั่ว 1,000 ส่วนในล้านส่วน 2.5 ลูกบาศก์เซนติเมตร ใส่ขวด
ปริมาตร 50 ลูกบาศก์เซนติเมตร เจือจางด้วยน้ำปราศจากไอออนจนถึงขีดปริมาตร เขย่า
ขวดให้สารละลายเข้ากัน

เตรียมสารละลายมาตรฐานตะกั่วที่มีความเข้มข้น 0.5, 1, 2, 5, 10, 15 และ 20 ส่วน
ในล้านส่วน โดยปิเปตต์สารละลายมาตรฐานตะกั่ว 50 ส่วนในล้านส่วน มา 0.25, 0.5, 1,
2.5, 5, 7.5 และ 10 ลูกบาศก์เซนติเมตร ใส่ขวดปริมาตร 25 ลูกบาศก์เซนติเมตร 7 ใบ ตามลำดับ
เจือจางด้วยน้ำปราศจากไอออนจนถึงขีดปริมาตร เขย่าขวดให้สารละลายเข้ากัน

1. ปรับสภาพการทดลองให้ดีที่สุดตามขั้นตอน I
2. ใช้สารละลายตะกั่วที่มีความเข้มข้น 10 ส่วนในล้าน ปรับเครื่องมือให้ทำงาน
ดีที่สุด และใช้น้ำปราศจากไอออนเป็นสารละลายอ้างอิง
3. ผ่านสารละลายตะกั่ว 0.5, 1, 2, 5, 10, 15 และ 20 ส่วนในล้านส่วน ผ่านเปลวไฟ
ใช้น้ำปราศจากไอออนเป็นสารละลายอ้างอิง ค่าแอมป์แอมป์ที่อ่านได้ไม่ว่าในช่วงความเข้มข้นต่ำ ๆ
4. ถ้าใช้โมดอื่นให้เปลี่ยนเป็น “เอบีเอส” และโมด “แดมพ์” ที่ต้องการ
5. หมุนปุ่มปรับโลว์ ทวนเข็มนาฬิกาจนสุด
6. หมุนปุ่มปรับไฮทวนเข็มนาฬิกาจนสุด
7. ผ่านสารละลายอ้างอิง (น้ำปราศจากไอออนหรือตัวทำละลาย กดปุ่มซีโรจน
ไฟดับ อ่านค่าเข็มอยู่ที่ศูนย์ใหม่)
8. ผ่านสารละลายตะกั่วที่มีความเข้มข้น 0.5 ส่วนในล้านส่วน อ่านค่าแอมป์แอมป์
จากเข็มวัด กดปุ่มคองค์ (conc) ขณะผ่านสารละลายตะกั่ว 0.5 ส่วนในล้านส่วน ปรับให้เข็มวัด
ชี้เท่าเดิม โดยหมุนปุ่มโลว์ (มีสองขั้น) ตามเข็มนาฬิกา เข็มที่อ่านจะแกว่งควรเปลี่ยนเป็นแดมพ์
B หรือ C หรือใช้โมดอินทิเกรต
9. ผ่านสารละลายมาตรฐานตะกั่วที่มีความเข้มข้น 1 และ 2 ส่วนในล้านส่วน อ่าน
ค่าจากสเกล

10. ผ่านสารละลายตัวอย่าง อ่านค่าจากสเกล

สภาพการทดลองของตะกั่ว

| | |
|---------------------------|----------------------------|
| กระแส | 6 มิลลิแอมแปร์ |
| ความยาวคลื่น | 217 นาโนเมตร |
| ความกว้างช่องเล็กยาว | 1.0 นาโนเมตร |
| สภาพเปลวไฟ | อากาศ-อะเซทิลีน ออกซิโดซิง |
| ช่วงความเข้มข้นที่เหมาะสม | 5-20 ส่วนในล้านส่วน |
| สภาพไฟ | 0.11 ส่วนในล้านส่วน |
| ขีดจำกัดการตรวจหา | 0.02 ส่วนในล้านส่วน |

การวิเคราะห์ข้อมูล

พล็อตเคอร์ฟที่ได้จากการหาความเข้มข้นของสารมาตรฐานกับค่าที่อ่านได้จากสเกล หากความเข้มข้นของสารตัวอย่างตะกั่ว

คำถาม

1. จากการทดลองนี้ ถ้าท่านต้องการวิเคราะห์สารตัวอย่างโดยไม่ใช้อุปกรณ์อิเล็กทรอนิกส์ช่วย ท่านจะทำได้อย่างไรจึงจะวิเคราะห์ได้แม่นยำ

ตอน VI การหาปริมาณสารจากเคอร์ฟมาตรฐานที่เป็นเส้นโค้ง

Calibration curvature and curve correction

จุดประสงค์ของการทดลอง

หาปริมาณสารที่มีปริมาณมากและอยู่นอกช่วงความเข้มข้นที่เหมาะสมโดยใช้อุปกรณ์อิเล็กทรอนิกส์ของเครื่อง

สารละลาย

สารละลายมาตรฐานนิกเกิล 1,000 ส่วนในล้านส่วน
สารละลายตัวอย่าง

วธการทดลอง

เตรียมสารละลายมาตรฐานนิกเกิล 100 ส่วนในล้านส่วน ปิเปตต์สารละลายมาตรฐานนิกเกิล 1,000 ส่วนในล้านส่วนมา 5.0 ลูกบาศก์เซนติเมตร ใส่ขวดปริมาตร 50 ลูกบาศก์เซนติเมตร เจือจางด้วยน้ำปราศจากไอออนจนถึงขีดปริมาตร เขย่าขวดให้สารละลายเข้ากัน

เตรียมสารละลายมาตรฐานนิกเกิล 3, 6, 9, 12, 15 และ 20 ส่วนในล้านส่วน โดยปิเปตต์สารละลายนิกเกิล 100 ส่วนในล้านส่วนมา 0.75, 1.5, 2.25, 3.0, 3.75 และ 5 ลูกบาศก์เซนติเมตร ใส่ขวดปริมาตร 25 ลูกบาศก์เซนติเมตร 6 ใบ เจือจางด้วยน้ำปราศจากไอออนจนถึงขีดปริมาตร เขย่าขวดให้สารละลายเข้ากัน

1. ปรับสภาพการทดลองให้ดีที่สุดตามขั้นตอน 1
2. ใช้เปลวไฟอากาศ-อะเซทิลีน ผ่านสารละลายนิกเกิลที่มีความเข้มข้น 9 ส่วนในล้านส่วน ปรับเครื่องให้อ่านค่าแอมป์เซอร์เบนซ์สูงสุด
3. กดปุ่มโหมด “เอ บี เอส” และเดมป์ตามต้องการ
4. ใช้น้ำปราศจากไอออนปรับศูนย์ ผ่านสารละลายนิกเกิล 3, 6, 9, 12, 15 และ 20 ส่วนในล้านส่วน บันทึกค่าที่อ่านได้ พล็อตเคอร์ฟค่าแอมป์เซอร์เบนซ์กับความเข้มข้น
5. กดปุ่ม “คองค์”
6. หมุนปุ่มปรับโลว์ (low) ทวนเข็มนาฬิกาจนสุด
7. หมุนปุ่มปรับไฮ (high) ทวนเข็มนาฬิกาจนสุด
8. ผ่านสารละลายอ้างอิง (น้ำปราศจากไอออนหรือตัวทำละลาย) กดปุ่มบังคับศูนย์ (ซีโร) จนกระทั่งแสงไฟดับ อ่านตัวเลขว่าศูนย์หรือไม่
9. ผ่านสารละลายมาตรฐานนิกเกิลเข้มข้น 9 ส่วนในล้านส่วน และปรับปุ่มบังคับโลว์จนกระทั่งอ่านค่าความเข้มข้นของสารละลายนี้ได้แน่นอน ปรับปุ่มบังคับโลว์จนกระทั่งเข็มอ่านค่าที่ต้องการ
10. ผ่านสารละลายมาตรฐานนิกเกิล 20 ส่วนในล้านส่วน ปรับปุ่มบังคับไฮ (high) จนเข็มอ่านค่าได้แน่นอน ปรับปุ่มไฮ จนกระทั่งเข็มวัดชี้ตัวเลขที่ต้องการ
11. ปรับศูนย์โลว์ และไฮ ตามข้อ 8, 9 และ 10
12. ผ่านสารละลายตัวอย่างที่ต้องการวิเคราะห์ ค่าที่อ่านได้จากเข็มวัดมีหน่วยเป็นความเข้มข้น ความเข้มข้นที่อยู่ในช่วงสารมาตรฐานนี้เป็นเส้นตรง

หมายเหตุ ถ้าต้องการใช้ปุ่มอินทิเกรตให้ทำตามคู่มือการใช้อินทิเกรตของเครื่อง

สภาพการทดลองของนิกเกิล

| | | |
|---------------------------|----------------------------|----------------|
| กระแส | 5 | มิลลิแอมแปร์ |
| ความยาวคลื่น | 232 | นาโนเมตร |
| ความกว้างช่องเล็กยาว | 0.2 | นาโนเมตร |
| สภาพเปลวไฟ | อากาศ-อะเซทิลีน ออกซิไดซิง | |
| ช่วงความเข้มข้นที่เหมาะสม | 3-12 | ส่วนในล้านส่วน |
| สภาพไฟ | 0.006 | ส่วนในล้านส่วน |
| ขีดจำกัดในการตรวจหา | 0.008 | ส่วนในล้านส่วน |

การวิเคราะห์ข้อมูล

จากเคอร์ฟหาความเข้มข้นของสารตัวอย่างนิกเกิล และเปรียบเทียบกับค่าที่อ่านจากตัวเลขโดยตรง

คำถาม

1. การทดลองนี้ถ้าท่านไม่ต้องการใช้อุปกรณ์อิเล็กทรอนิกส์ช่วย ท่านจะวิเคราะห์ให้แม่นยำได้อย่างไร

ตอน VII ขีดจำกัดในการตรวจหาและสภาพไฟ

Detection limits and Sensitivity

จุดประสงค์ของการทดลอง

เพื่อแสดงถึงวิธีการหาสภาพไฟ เนื่องจากเทคนิคต่าง ๆ ที่ใช้เครื่องมือถูกจำกัดโดยสภาพไฟ และขีดจำกัดในการตรวจหา

สารละลาย

สารละลายมาตรฐานทองแดงที่มีความเข้มข้น 100 ส่วนในล้านส่วน

สารละลายมาตรฐานทองแดง 5 ส่วนในล้านส่วน จากตอน II

วิธีการทดลอง

เตรียมสารละลายมาตรฐานทองแดง 1 ส่วนในล้านส่วน โดยปิเปตต์สารละลายทองแดง 100 ส่วนในล้านส่วนมา 1 ลูกบาศก์เซนติเมตร ใส่ขวดปริมาตร 100 ลูกบาศก์เซนติเมตร เจือจางด้วยน้ำปราศจากไอออนจนถึงขีดปริมาตร เขย่าขวดให้สารละลายเข้ากัน

เตรียมสารละลายมาตรฐานทองแดง 0.006 และ 0.015 ส่วนในล้านส่วน โดยปิเปตต์ สารละลายทองแดง 1 ส่วนในล้านส่วน 0.6 และ 1.5 ลูกบาศก์เซนติเมตร ใส่ขวดปริมาตร 100 ลูกบาศก์เซนติเมตร เจือจางด้วยน้ำปราศจากไอออนจนถึงขีดปริมาตร เขย่าขวดให้สารละลายเข้ากัน

1. ปรับสภาพการทดลองให้ดีที่สุดตามขั้นตอน I
2. ใช้เปลวไฟอากาศ-อะเซทิลีน ผ่านสารละลายทองแดง 5 ส่วนในล้านส่วนปรับเครื่องให้อ่านค่าแอมป์เซอร์แบบซ์สูงสุด โดยผ่านสารละลายนาน 5 นาที เพื่อให้เครื่องมีความเสถียร
3. ผ่านน้ำปราศจากไอออนนาน 2 นาที เพื่อทำความสะอาดสเปร์แชมเบอร์
4. เลือกปุ่มอินทิเกรตใช้เวลาานที่สุด ปรับปุ่มขยายสเกลจนสุด
5. ผ่านน้ำปราศจากไอออนอ่านค่า ผ่านสารละลายทองแดง 0.006 ส่วนในล้านส่วน และน้ำปราศจากไอออนสลับกันอ่านตัวเลขสารละลาย และน้ำปราศจากไอออนได้อย่างละ 10 ครั้ง (น้ำปราศจากไอออน 11 ครั้ง สารละลาย 10 ครั้ง) โดยการอ่านสลับกัน เริ่มต้นจากน้ำปราศจากไอออนและสิ้นสุดด้วยน้ำปราศจากไอออน
6. ทำตามข้อ 5 แต่ใช้สารละลายทองแดง 0.015 ส่วนในล้านส่วน อ่านค่าตัวเลขจากสารละลายและน้ำปราศจากไอออน

การวิเคราะห์ข้อมูล

1. นำข้อมูลที่ได้จากการทดลองมาเขียนเคอร์ฟแห่งระหว่างค่าที่อ่านได้แกนนตั้งเวลาที่ใช้อ่านแกนนอน
2. เฉลี่ยค่าแอมป์เซอร์แบบซ์ของสารอ้างอิงสองค่าแรก พีคหนึ่ง และสาม $(67 + 91) \div 2 = 79$
3. ลบค่านี้ออกจากค่าแอมป์เซอร์แบบซ์ที่อ่านได้จากสารละลายทองแดงครั้งแรก $161 - 79 = 82$
4. ลบค่าแอมป์เซอร์แบบซ์ของสารละลายอ้างอิงแต่ละคู่จากค่าสารละลายทองแดงพีคถัดไป
5. ทำจนครบสิบค่าจะได้ความสูงของพีคสิบครั้ง

ตาราง 8.3 ข้อมูลที่ได้จากการทดลอง (สมมติให้เป็นตัวอย่าง)

| สารละลายผ่าน ครั้งที่ | ค่าแอบซอร์เบ้นซ์ | |
|--------------------------|------------------|----------------|
| | สารละลายอ้างอิง | สารละลายทองแดง |
| 1 | 67 | 161 |
| 2 | 91 | 123 |
| 3 | 37 | 199 |
| 4 | 17 | 130 |
| 5 | 57 | 127 |
| 6 | 47 | 134 |
| 7 | 46 | 124 |
| 8 | 60 | 137 |
| 9 | 57 | 137 |
| 10 | 60 | 147 |
| 11 | 77 | |

ตาราง 8.4 แสดงการคำนวณหาค่าเบี่ยงเบน

| ครั้งที่ทดลอง | ความสูงของพีค X | ค่าเบี่ยงเบน $X - \bar{X}$ | (ค่าเบี่ยงเบน) ² $(X - \bar{X})^2$ |
|---------------|--------------------|-------------------------------|--|
| 1 | 82.00 | +4.35 | 18.9225 |
| 2 | 59.00 | -18.65 | 336.7225 |
| 3 | 72.00 | -5.65 | 31.9225 |
| 4 | 93.00 | +15.35 | 235.6225 |
| 5 | 75.00 | -2.65 | 3.0225 |
| 6 | 87.50 | -9.85 | 97.0225 |
| 7 | 71.00 | -6.65 | 44.2225 |
| 8 | 78.50 | +0.85 | 0.7225 |
| 9 | 78.50 | +0.85 | 0.7225 |
| 10 | 80.00 | +2.35 | 5.5225 |
| | Σx 776.50 | | Σd 714.4250 |

6. หาค่าเฉลี่ยจากตาราง

$$\bar{X} = \frac{\Sigma x}{n}$$

$$\bar{X} = \text{ค่าเฉลี่ย}$$

$$x = \text{ค่าความสูงของพีคต่าง ๆ}$$

$$n = \text{จำนวนข้อมูล}$$

7. คำนวณค่าเบี่ยงเบนโดยใช้สูตร

$$\text{ค่าเบี่ยงเบน} = x - \bar{X}$$

8. หาค่าเบี่ยงเบนยกกำลังสอง

9. คำนวณค่าเบี่ยงเบนมาตรฐานโดยใช้สูตร

$$\begin{aligned}\sigma^2 &= \frac{\Sigma d^2}{n-1} \\ &= \frac{774.4250}{10-1} = 86.0472\end{aligned}$$

$$\sigma = 9.2768$$

$$\text{ค่าเฉลี่ย} = \frac{\Sigma x}{n} = \frac{776.50}{10} = 77.65$$

10. คำนวณค่าขีดจำกัดในการตรวจหาโดยใช้สูตร

$$\begin{aligned}&\frac{2 \times \text{ความเข้มข้น} \times \sigma}{\text{ค่าเฉลี่ย}} \\ &= \frac{2 \times 0.015 \times 9.2768}{77.65} \\ &= 0.003584 \\ &= 0.0036 \text{ ส่วนในล้านส่วน (ไมโครกรัมต่อลูกบาศก์เซนติเมตร)}\end{aligned}$$

ตอน VIII การแทรกสอด Interference

จุดประสงค์ของการทดลอง

ศึกษาการแทรกสอดทางเคมีที่ทำให้สภาพไวในการวิเคราะห์ธาตุน้อยลงและการแก้ไข

สารละลาย

สารละลายมาตรฐานแคลเซียม 1,000 ส่วนในล้านส่วน
กรดฟอสฟอริก
แลนทานัมไนเตรด (ของแข็ง)
โพแทสเซียมคลอไรด์ (ของแข็ง)

ทฤษฎี

แหล่งกำเนิดความไม่ถูกต้องในการวัดโดยวิธีอะตอมมิกแอบซอร์ปชันคือการรบกวนสิ่งใดก็ตามที่เปลี่ยนค่าความดูดกลืนแสงของสารละลายตัวอย่างที่อ่านได้และสารละลายอ้างอิงให้มีค่าต่างไปจากค่าที่ถูกต้องเรียก การแทรกสอด

ก. การแทรกสอดจากสเปกตรัม (spectral interference) การทับกันสนิทของการดูดกลืนหรือการเปล่งเส้นหรือแถบเป็นการแทรกสอดการวิเคราะห์เกิดขึ้นหลายแบบ

1. การทับกันสนิทของเส้นที่เปล่งออกมา
2. การทับกันสนิทของเส้นที่ดูดกลืนของธาตุหลายธาตุในเปลวไฟ
3. การทับกันสนิทของเส้นที่เปล่งออกมาต่อเส้นที่ดูดกลืน
4. การทับกันสนิทของเส้นที่เปล่งออกมาต่อแถบดูดกลืน

การรบกวนแบบนี้ไม่ค่อยพบในวิธีการอะตอมมิกแอบซอร์ปชัน

ข. การแทรกสอดทางกายภาพ (physical interference) ขึ้นกับปริมาณสารละลายที่ถูกเนบิวไลซ์เข้าเปลวไฟเปลี่ยน ผลนี้ไม่จำเพาะ การรบกวนนี้มีสองแบบ

1. ผลที่มีต่อการเนบิวไลซ์ ผลนี้เป็นการวัดกำลังการเนบิวไลซ์ซึ่งขึ้นกับความเข้มข้นของเกลือ แรงตึงผิว ความหนืดและความหนาแน่น ความหนืดและแรงตึงผิวของสารละลายตัวอย่างและสารละลายมาตรฐานที่ต่างกันทำให้อัตราการไหลของสารละลายเข้าสู่เปลวไฟต่างกัน

2. ผลที่มีต่อเปลวไฟ ฝอยเม็ดเล็กที่ฉีดเข้าไปในเปลวไฟทำให้คุณสมบัติของเปลวไฟเปลี่ยน เช่น อุณหภูมิ ความสามารถที่ให้แสงผ่าน องค์กรประกอบและความเป็นเนื้อเดียวกัน

ค. การแทรกสอดทางเคมี (chemical interference) เกิดเมื่อสารละลายมาตรฐานและสารละลายตัวอย่างกลายเป็นไอและถูกอะตอมไมซ์ต่างกัน มีผลทำให้ค่าคงที่สมดุลของการแตกตัวที่เกิดขึ้นผิดไป

การแทรกสอดนี้ในสภาพที่เป็นไอ

1. แอนไอออนที่มีอยู่มากเกินพอ เช่น แอลไซด์ ไนเตรต ซัลเฟต และฟอสเฟต มีผลทำให้ค่าแอมพลิจูดของสารพวกแอลคาไลน์เอิร์ทที่วัดได้น้อยลง

2. ผลของแคโทดไอออนเป็นการแทรกสอดแบบไอออนไนเซชันหรืออิเล็กทรอนิกส์ เมื่อธาตุที่มีค่าแตกตัวเป็นไอออนต่ำ เช่น โซเดียม โพแทสเซียมทำให้ค่าการวิเคราะห์ของธาตุแคลเซียม รูบิเดียม และเหล็กมากกว่าเป็นจริง

การแทรกสอดในสภาพที่ควบแน่น

1. การแทรกสอดของแอนไอออนโดยการเกิดที่ออกซิเจน เช่น ซิลิกาเมื่อปนกับแมกนีเซียม และโลหะแอลคาไลน์เอิร์ททำให้ค่าแอมพลิจูดที่วัดได้น้อยลง พวกกรดที่มีออกซิเจนก็เกิดเหมือนกัน

2. การแทรกสอดของแคโทดไอออนโดยการเกิดโลหะผสมออกไซด์ เช่น แคลเซียม เมื่อปนกับสทรอนเซียม แมกนีเซียม และโมลิบดีนัม ทำให้ค่าแอมพลิจูดที่วัดได้น้อยลง

ก. การทดสอบเพื่อตัดการแทรกสอดจากฟอสเฟต

วิธีการทดลอง

เตรียม 1.0 เปอร์เซ็นต์ H_3PO_4 ปิเปตต์ กรด H_3PO_4 เข้มข้น 0.5 ลูกบาศก์เซนติเมตร ใส่ขวดปริมาตร 50 ลูกบาศก์เซนติเมตร ที่มีน้ำปราศจากไอออนอยู่ 25 ลูกบาศก์เซนติเมตร เจือจางด้วยน้ำปราศจากไอออนจนถึงขีดปริมาตร เขย่าขวดให้สารละลายเข้ากัน

เตรียมสารละลายมาตรฐานแคลเซียม 100 ส่วนในล้านส่วน โดยปิเปตต์สารละลายแคลเซียม 1,000 ส่วนในล้านส่วน 2.5 ลูกบาศก์เซนติเมตร ใส่ขวดปริมาตร 25 ลูกบาศก์เซนติเมตร เจือจางด้วยน้ำปราศจากไอออนจนถึงขีดปริมาตร เขย่าขวดให้สารละลายเข้ากัน

เตรียมสารละลายมาตรฐานแคลเซียม 5 ส่วนในล้านส่วน โดยปิเปตต์สารละลายแคลเซียม 100 ส่วนในล้านส่วนมา 1.25 ลูกบาศก์เซนติเมตร ใส่ขวดปริมาตร 25 ลูกบาศก์เซนติเมตร เจือจางด้วยน้ำปราศจากไอออนจนถึงขีดปริมาตร เขย่าขวดให้สารละลายเข้ากัน

เตรียมสารละลายมาตรฐานแคลเซียม 5 ส่วนในล้านส่วน และมี 0.1 เปอร์เซ็นต์ H_3PO_4 ปิเปตต์สารละลายแคลเซียม 100 ส่วนในล้านส่วนมา 1.25 ลูกบาศก์เซนติเมตร ใส่ขวดปริมาตร 25 ลูกบาศก์เซนติเมตร ปิเปตต์กรดฟอสฟอริก 1 เปอร์เซ็นต์มา 2.5 ลูกบาศก์เซนติเมตร ใส่ขวดปริมาตรใส่ HCl เข้มข้น 4 ลูกบาศก์เซนติเมตร เจือจางด้วยน้ำปราศจากไอออนจนถึงขีดปริมาตร เขย่าขวดให้สารละลายเข้ากัน

เตรียมสารละลายมาตรฐานแคลเซียม 5 ส่วนในล้านส่วน ซึ่งมี 0.1 เปอร์เซ็นต์ H_3PO_4 และ 0.5 เปอร์เซ็นต์ $La(NO_3)_3$ ปิเปตต์สารละลายแคลเซียม 100 ส่วนในล้านส่วนมา 1.25 ลูกบาศก์เซนติเมตร ใส่ขวดปริมาตร 25 ลูกบาศก์เซนติเมตร ปิเปตต์ 1 เปอร์เซ็นต์ H_3PO_4 มา 2.5 ลูกบาศก์เซนติเมตร ใส่ลงในขวดเดิม ใส่ HCl เข้มข้น 4 ลูกบาศก์เซนติเมตร ใส่ $La(NO_3)_3$ หนัก 0.125 กรัม เจือจางด้วยน้ำปราศจากไอออนจนถึงขีดปริมาตร เขย่าขวดให้สารละลายเข้ากัน

1. ปรับสภาพการทดลองตามขั้นตอน I
2. ผ่านสารละลายแคลเซียม 5 ส่วนในล้านส่วน ผ่านเปลวไฟ ในตรีสออกไซด์อะเซทิลีน ปรับให้ค่าแอมบอร์แบนซ์สูงสุด
3. ผ่านสารละลายอ้างอิงเพื่อปรับศูนย์
4. ผ่านสารละลายแคลเซียมที่มี 0.1 เปอร์เซ็นต์ H_3PO_4 และ 0.5 เปอร์เซ็นต์ $La(NO_3)_3$ อ่านค่าแอมบอร์แบนซ์ โดยเปรียบเทียบกับสารละลายอ้างอิงที่มี 0.1 เปอร์เซ็นต์ H_3PO_4 และ 0.5 เปอร์เซ็นต์ $La(NO_3)_3$

คำถาม

1. ทำไมฟอสเฟตที่ปนอยู่ในการวิเคราะห์แคลเซียมจึงทำให้การหาปริมาณได้ต่ำกว่าความเป็นจริง
2. $La(NO_3)_3$ ที่เติมลงไปเกิดผลอะไร อธิบาย

ข. การทดลองเพื่อตัดการแทรกสอดจากการแตกตัวเป็นไอออน

วิธีการทดลอง

เตรียมสารละลายมาตรฐานแคลเซียม 5 ส่วนในล้านส่วน ที่มี 0, 10, 100, 250, 500 และ 1000 ส่วนในล้านส่วนโพแทสเซียม

เตรียมสารละลายโพแทสเซียม 1,000 และ 10,000 ส่วนในล้านส่วน โดยชั่ง KCl 0.0476 กรัม และ 0.476 กรัม ใส่ขวดปริมาตร 25 ลูกบาศก์เซนติเมตร 2 ใบ เจือจางด้วยน้ำปราศจากไอออนจนถึงขีดปริมาตร เขย่าขวดให้สารละลายเข้ากัน

เตรียมสารละลายมาตรฐานแคลเซียม 5 ส่วนในล้านส่วนที่มีโพแทสเซียม 0, 10, 100, 250 และ 500 ส่วนในล้านส่วน โดยปิเปตต์สารละลายโพแทสเซียม 1,000 ส่วนในล้านส่วน

0, 0.25, 2.5, 6.25 และ 12.5 ลูกบาศก์เซนติเมตร ใส่ลงในขวดปริมาตร 25 ลูกบาศก์เซนติเมตร ทั้ง 5 ใบ ที่มีสารละลายแคลเซียม 100 ส่วนในล้านส่วนอยู่ 1.25 ลูกบาศก์เซนติเมตร เจือจางด้วยน้ำปราศจากไอออนจนถึงขีดปริมาตร เขย่าขวดให้สารละลายเข้ากัน

เตรียมสารละลายมาตรฐานแคลเซียม 5 ส่วนในล้านส่วน ที่มีโพแทสเซียม 1,000 ส่วนในล้านส่วน โดยบีเบตต์สารละลายโพแทสเซียม 10,000 ส่วนในล้านส่วน 2.5 ลูกบาศก์เซนติเมตร ใส่ขวดปริมาตร 25 ลูกบาศก์เซนติเมตร ที่มีสารละลายแคลเซียม 100 ส่วนในล้านส่วนอยู่ 1.25 ลูกบาศก์เซนติเมตร เจือจางด้วยน้ำปราศจากไอออนจนถึงขีดปริมาตร เขย่าขวดให้สารละลายเข้ากัน

1. ปรับสภาพการทดลองตามขั้นตอน I
2. ผ่านสารละลายแคลเซียมเข้มข้น 5 ส่วนในล้านส่วนเข้าในเปลวไฟไนตรัสออกไซด์-อะเซทิลีน ปรับให้ได้ค่าแอมซอร์แบนซ์สูงสุด
3. ผ่านสารละลายแคลเซียมที่มีโพแทสเซียมปน ทั้ง 5 สารละลายพร้อมกับสารละลายอ้างอิงที่เหมาะสม สำหรับแต่ละชุดของสารละลาย บันทึกค่าแอมซอร์แบนซ์
4. เปลี่ยนตะเกียงเป็นตะเกียงที่ใช้กับไนตรัสออกไซด์-อะเซทิลีน และปรับเครื่องให้ทำงานดีที่สุด
5. ผ่านสารละลายตั้งข้อ 3 บันทึกค่าแอมซอร์แบนซ์
6. พล็อตเคอร์ฟระหว่างค่าแอมซอร์แบนซ์กับความเข้มข้นของสารละลาย

สภาพการทดลองของแคลเซียม

| | | |
|---------------------------|------------------------------------|----------------|
| กระแส | 3 | มิลลิแอมแปร์ |
| ความยาวคลื่น | 422.7 | นาโนเมตร |
| ความกว้างช่องเล็กลาย | 0.2 | นาโนเมตร |
| สภาพเปลวไฟ | ไนตรัสออกไซด์ - อะเซทิลีน รีดิวซิง | |
| ช่วงความเข้มข้นที่เหมาะสม | 1-4 | ส่วนในล้านส่วน |
| สภาพไว | 0.021 | ส่วนในล้านส่วน |
| ขีดจำกัดในการตรวจหา | 0.0005 | ส่วนในล้านส่วน |

คำถาม

ปริมาณโพแทสเซียมเท่าใดที่ทำให้การหาปริมาณแคลเซียมแม่นยำในการใช้เปลวไฟอากาศ - อะเซทิลีน และเปลวไฟไนตรัสออกไซด์ - อะเซทิลีน

ตอน IX ตัวทำละลายอินทรีย์และการสกัดด้วยตัวทำละลาย

Organic Solvents and Solvent Extraction

จุดประสงค์ของการทดลอง

หาปริมาณสารที่มีน้อยกว่าความสามารถของเครื่อง โดยการเพิ่มความเข้มข้นของสารที่วิเคราะห์โดยการสกัดสารที่สนใจเป็นออกาโนเมทัลลิกและให้แพร่ไปในชั้นตัวทำละลายอินทรีย์

สารละลาย

สารละลายตัวอย่าง

สารละลายมาตรฐานทองแดง 1,000 ส่วนในล้านส่วน

1 เปอร์เซ็นต์ แอมโมเนียมไพโรลิดีนไดไทโอคาร์บาเมตในน้ำ (ammonium pyrrolidine dithiocarbamate APDC)

เมทิลไอโซบิวทิลคีโตน (Methyl isobutyl ketone MIBK)

สารละลายแอมโมเนีย 5 เปอร์เซ็นต์

สารละลายกรดเกลือ 5 เปอร์เซ็นต์

วิธีการทดลอง

เตรียมสารละลายมาตรฐานทองแดง 0.5, 0.10 และ 0.20 ส่วนในล้านส่วน จำนวน 200 ลูกบาศก์เซนติเมตร

เตรียม 1 เปอร์เซ็นต์ APDC ในน้ำ

เตรียมสารละลายแอมโมเนีย 5 เปอร์เซ็นต์

เตรียมสารละลายกรดเกลือ 5 เปอร์เซ็นต์

1. ใส่ที่จับของเหลวด้วย MIBK (หลังเนบิวไลเซอร์)
2. ปิเปตต์สารละลายทองแดงทั้งสามความเข้มข้นมาอย่างละ 100 ลูกบาศก์เซนติเมตร ใส่ลงในกรวยแยกขนาด 250 ลูกบาศก์เซนติเมตร 3 ใบ ใบที่ 4 และ 5 ใส่น้ำปราศจากไอออน และสารตัวอย่างปรับสารละลายทั้งห้าให้มี pH 5 ถึง 7 โดยใช้สารละลายแอมโมเนียเจือจางหรือกรดเกลือเจือจาง

3. ปิเปตต์ 1 เปอร์เซ็นต์ APDC ใส่กรวยแยกทั้งห้าใบ ใบละ 5 ลูกบาศก์เซนติเมตร เขย่าให้เข้ากัน ปิเปตต์ MIBK ใส่กรวยแยก ใบละ 10 ลูกบาศก์เซนติเมตร ทั้งห้าใบ เขย่านาน

สองนาที่ ทั้งไว้ให้แยกชั้น

4. เปิดก๊อกกึ่งสารละลายชั้นล่าง ถ่ายชั้นสารละลายอินทรีย์ลงในบีกเกอร์ขนาด 25 ลูกบาศก์เซนติเมตร ห้าใบ

5. ปรับสภาพการทดลองตามขั้นตอน I

6. ปรับอัตราการไหลของสารละลาย (เนบิวไลเซอร์) ให้เครื่องมีสภาพไวในการวิเคราะห์สูงสุด โดยปรับจากสารละลายทองแดงที่สกัดได้

7. ผ่านสารละลายทองแดงทั้งสามความเข้มข้นที่ได้จากการสกัด โดยใช้น้ำปราศจากไอออนที่ทำการสกัดเป็นสารละลายอ้างอิงปรับศูนย์ บันทึกค่าแอมป์เซอร์เบนซ์

8. ผ่านสารละลายตัวอย่างที่สกัดได้ บันทึกค่าแอมป์เซอร์เบนซ์

การวิเคราะห์ข้อมูล

พล็อตเคอร์ฟระหว่างค่าแอมป์เซอร์เบนซ์กับความเข้มข้น หาปริมาณ (ความเข้มข้น) ของสารละลายตัวอย่าง

คำถาม

1. ทำไมต้องใช้น้ำปราศจากไอออนที่ผ่านกระบวนการสกัดเป็นสารละลายอ้างอิง
2. ทำไมต้องลดอัตราการไหลเมื่อผ่านสารละลายอินทรีย์
3. สัญญาณที่เพิ่มขึ้นจากการวัดสารในตัวทำละลายอินทรีย์มีค่าเป็นลบเท่ากับการเพิ่มความเข้มข้นหรือไม่ ให้เหตุผล

ข้อเสนอแนะ

1. สารละลายที่เก็บไว้ใช้ในการวิเคราะห์ ควรมีปริมาณโลหะ 100 ถึง 1,000 ส่วนในล้านส่วน (ไมโครกรัมต่อลูกบาศก์เซนติเมตร) เตรียมโดยชั่งโลหะหรือเกลือของโลหะมาด้วยปริมาณที่ถูกต้อง ละลายสารนี้และทำให้เป็นกรดเพื่อป้องกันการแยกสลายด้วยน้ำหรือการดูดที่ผนังของภาชนะ เจือจางสารละลายจนมีปริมาตรแน่นอน เขย่าขวดให้สารละลายเข้ากัน

2. สารละลายมาตรฐานที่มีความเข้มข้นต่าง ๆ เตรียมได้จากสารละลายที่มีโลหะ 1,000 ส่วนในล้านส่วน ทำให้เป็นกรดและเติมสารที่รบกวนให้มีปริมาณเท่า ๆ กับสารตัวอย่าง เจือจางจนได้ปริมาตรตามต้องการ

3. เครื่องแก้วที่ใช้ในการวิเคราะห์ต้องเป็นไฟเร็กซ์หรือแก้วบอโรซิลิเกตและทนต่อการกัดกร่อนของกรด ขวดพอลิเอทิลีนเหมาะในการใช้เก็บสารละลายกรดเป็นเวลานาน

สารละลายที่มีปริมาณโลหะจำนวนน้อย (สองสามส่วนในล้านส่วน) ไม่ควรเก็บไว้นานกว่าสามวัน

ตอน X การหาปริมาณปรอทในอากาศ น้ำ และปลา โดยวิธีอะตอมมิกแอบซอร์ปชันที่ไม่ใช้เปลวไฟ

วัตถุประสงค์ของการทดลอง

ปรอทเป็นสารที่ระเหยง่ายจึงวิเคราะห์โดยวิธีการใช้เปลวไฟได้ไม่ถูกต้อง การทดลองนี้วิเคราะห์ปรอทโดยวิธีไร้เปลว

อุปกรณ์

เครื่องอะตอมมิกแอบซอร์ปชันและองค์ประกอบ

เซลล์ที่ใช้วิเคราะห์ปรอท ดังรูป 8-12

มาตรฐานอัตราการใช้ไหล

หลอดฮอลโลแคโทดปรอท

ปิเปตต์ 0.5, 1, 2 และ 5 ลูกบาศก์เซนติเมตร

กระบอกตวง 100 ลูกบาศก์เซนติเมตร

สารที่ต้องใช้

แก๊สอาร์กอน

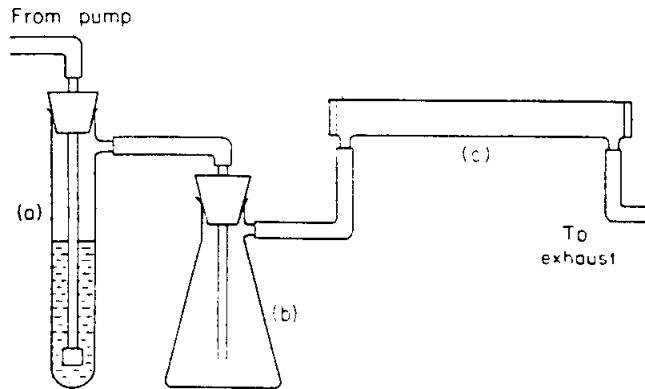
สารละลายดีบุก (II) คลอไรด์ 10 เปอร์เซ็นต์น้ำหนักต่อปริมาตร ชั่งดีบุก (II) คลอไรด์ 10 กรัม ปิเปตต์กรดซัลฟิวริก 9 โมลต่อลูกบาศก์เดซิเมตร 1 ลูกบาศก์เซนติเมตร ใส่ลงในบีกเกอร์ดีบุกคลอไรด์ที่มีน้ำอยู่เล็กน้อยจนสารละลายใส เจือจางด้วยน้ำปราศจากไอออนจนครบ 100 ลูกบาศก์เซนติเมตร (สารละลายนี้ควรเตรียมเมื่อต้องการใช้)

สารละลายโพแทสเซียมเปอร์แมงกาเนต 10 เปอร์เซ็นต์ ใช้ KMnO_4 1 กรัมละลายในน้ำปราศจากไอออน 10 ลูกบาศก์เซนติเมตร

สารละลายมาตรฐานปรอท ชั่งปรอท (II) คลอไรด์ 0.1354 กรัม ละลายด้วยกรดซัลฟิวริก 0.5 โมลต่อลูกบาศก์เดซิเมตร 100 ลูกบาศก์เซนติเมตร เจือจางด้วยน้ำปราศจากไอออนจนครบ 1,000 ลูกบาศก์เซนติเมตร สารละลายนี้มีปรอท 100 ส่วนในล้านส่วน (100 ไมโครกรัมต่อลูกบาศก์เซนติเมตร)

สารละลายปรอท 1 ส่วนในล้านส่วน เตรียมได้จากสารละลายปรอท 100 ส่วนในล้านส่วน ควรเตรียมเมื่อต้องการใช้

- กรดไนตริก 6 โมลต่อลูกบาศก์เดซิเมตร
- กรดซัลฟิวริก 9 โมลต่อลูกบาศก์เดซิเมตร
- ตัวอย่างน้ำ
- ตัวอย่างอากาศ



รูป 8-12 เซลล์ที่ใช้ในการวิเคราะห์ปรอท

ทฤษฎี

การหาปรอทปริมาณน้อย ๆ ทำโดยให้ไอปรอทไหลผ่านเซลล์ ที่มีแสงจากแหล่งกำเนิดแสงปรอท ผ่านปรอท (I) และ (II) ที่อยู่ในสารละลายที่วิเคราะห์โดยการเปลี่ยนเป็นไอออนของปรอท (II) ที่อยู่ในสารละลายโดยการออกซิไดซ์ด้วยโพแทสเซียมเปอร์แมงกาเนตเกลือของปรอทถูกรีดิวซ์ให้เป็นอะตอมปรอทอิสระโดยดีบุก (II) คลอไรด์ อะตอมอิสระของปรอทที่สถานะพื้นจะเกิดการระเหยเมื่อผ่านแก๊สอาร์กอนเข้าไปในสารละลาย ไอของปรอทจะไหลผ่านเซลล์ ค่าแอมป์แอมป์ที่วัดวัดที่ความยาวคลื่น 253.6 นาโนเมตร สารละลายมาตรฐานปรอทก็ต้องผ่านกระบวนการนี้เช่นกัน วิธีนี้วิเคราะห์ปรอทได้ต่ำถึง 1 นาโนกรัมต่อลูกบาศก์เซนติเมตร (ส่วนในพันล้านส่วน) ในสิ่งแวดล้อมมักมีปรอทปนเปื้อน เช่น ปรอทที่อยู่ในปลา สัตว์ มนุษย์ ในอากาศ ในน้ำ และในดิน

วิธีการทดลอง

ก. การเก็บอากาศ ใส่กรดไนตริก 6 โมลต่อลูกบาศก์เดซิเมตร 5 ลูกบาศก์เซนติเมตร กรดซัลฟิวริก 9 โมลต่อลูกบาศก์เดซิเมตร สารละลายโพแทสเซียมเปอร์แมงกาเนต 10 เปอร์เซ็นต์ 2 หยด น้ำปราศจากไอออน 90 ลูกบาศก์เซนติเมตร ถ้าสารละลายใส่ให้หยดโพแทสเซียมเปอร์แมงกาเนตอีกหนึ่งหยดต่อหลอดอากาศเข้ากับที่กรองและมาตรวัดอัตราการไหล ปรับอัตราการไหลอากาศระหว่าง 10 และ 15 ลูกบาศก์เดซิเมตรต่อชั่วโมง (หรือ 0.2 ลูกบาศก์เดซิเมตรต่อนาที) จดเวลาเริ่มเก็บสารตัวอย่างและเก็บสารตัวอย่างนานอย่างน้อย 3 ชั่วโมง ตรวจสอบอัตราการไหลแก๊สเป็นครั้งคราว คำนวณปริมาตรอากาศจากอัตราการไหลและเวลาที่ใช้เก็บสารตัวอย่าง

การหาปริมาณปรอท

การเตรียมเซลล์อะตอมมิกแอบซอร์ปชัน

รูป 8-12 เป็นอุปกรณ์ที่ใช้กับเครื่องอะตอมมิกแอบซอร์ปชันแบบไว้เปลว แก๊สอาร์กอนไหลด้วยอัตราเร็วคงที่และเพียงพอที่จะให้อิฐที่ออกจากภาชนะใส่สารตัวอย่างออกมาสม่ำเสมอ เซลล์ที่ดีมีแสงและไอของสารตัวอย่างผ่านมีลวดนิกโครมที่ให้ความร้อน 70 องศาเซลเซียส และแอสเบสทอสหุ้ม ความร้อนที่ได้จากขดลวดทำให้เซลล์แห้ง ถ้าไม่ใช้ลวดนิกโครมต้องใช้ผงแคลเซียมคลอไรด์ดูดความชื้น

การเตรียมเคอร์ฟมาตรฐาน

เตรียมสารละลายปรอทโดยปิเปตต์ปรอท 1 ส่วนในล้านส่วนมา 0.5, 1.0, 2.0 และ 5.0 ลูกบาศก์เซนติเมตรใส่ขวดรูปกรวย 5 ใบ แต่ละใบมีน้ำปราศจากไอออน 90 ลูกบาศก์เซนติเมตร กรดไนตริก 6 โมลต่อลูกบาศก์เดซิเมตร 5 ลูกบาศก์เซนติเมตรและสารละลายโพแทสเซียมเปอร์แมงกาเนต 10 เปอร์เซ็นต์ 2 หยด คนสารละลายให้เข้ากัน 15 วินาที (ใช้แท่งแม่เหล็กกวนจะดีกว่า) โพแทสเซียมเปอร์แมงกาเนตออกซิไดซ์และละลายสารประกอบของปรอทที่อยู่ในรูปอนินทรีย์และอินทรีย์ สารละลายนี้ต้องมีสี ถ้าสารละลายไม่มีสีให้หยดสารละลายโพแทสเซียมเปอร์แมงกาเนตไปอีก 1 หยด เติมกรดซัลฟิวริก 9 โมลต่อลูกบาศก์เดซิเมตร 5 ลูกบาศก์เซนติเมตร สารละลายไฮดรอกซีลามีนไฮโดรคลอไรด์ 1.5 โมลต่อลูกบาศก์เดซิเมตร 5 ลูกบาศก์เซนติเมตร ทิ้งไว้ 30 วินาที สารละลายจะใส ถ้าสารละลายยังมีสีชมพู ให้หยดไฮดรอกซีลามีนไฮโดรคลอไรด์จนสารละลายใส เติมสารละลายดีบุก (II) คลอไรด์ 10 เปอร์เซ็นต์ 5 ลูกบาศก์เซนติเมตร ปิดจุกทันที ทิ้งไว้ 10 นาที เปิดลิ้นบังคับแก๊สอาร์กอน เพื่อให้ไอปรอทที่เกิดขึ้นผ่านเข้าเซลล์ อ่านค่าแอบซอร์เบ้นซ์สูงสุดจากเครื่องและบันทึกค่าแอบซอร์เบ้นซ์ที่อ่านได้บนกระดาษด้วย

ให้ผ่านสารละลายอ้างอิงสองสามครั้ง (ไม่เติมปรอท) อ่านค่าแอมชอร์เบนซ์ ผ่านสารละลายมาตรฐานปรอท อ่านค่าแอมชอร์เบนซ์ เมื่อต้องการจะวัดสารละลายปรอทที่มีความเข้มข้นอื่น ๆ ให้ผ่านแก๊สอาร์กอนจนค่าแอมชอร์เบนซ์เป็นศูนย์ (ใกล้เส้นที่ฐานดูจากกระดาษกราฟ) หาค่าแอมชอร์เบนซ์ของสารละลาย พล็อตเคอร์ฟระหว่างค่าแอมชอร์เบนซ์กับน้ำหนักเป็นไมโครกรัมของปรอท

การวิเคราะห์ปรอทในตัวอย่างอากาศ

ถ่ายที่จับสารตัวอย่างลงในขวดรูปกรวย เติมสารละลายไฮดรอกซีลามีนไฮโดรคลอไรด์ 1.5 มิลลิต่อลูกบาศก์เดซิเมตร 5 ลูกบาศก์เซนติเมตร เขย่าให้เข้ากัน ตั้งทิ้งไว้ 30 วินาทีเพื่อให้สารละลายไฮโดรอกซีลามีน (II) คลอไรด์ 10 เปอร์เซ็นต์ 5 ลูกบาศก์เซนติเมตร ปิดจุกทิ้งไว้ 10 วินาที ผ่านแก๊สอาร์กอน บันทึกค่าแอมชอร์เบนซ์ หาค่าแอมชอร์เบนซ์ของสารตัวอย่าง (ลบจากค่าแอมชอร์เบนซ์ของสารอ้างอิง) หาปริมาณปรอทจากเคอร์ฟมาตรฐาน คำนวณความเข้มข้นปรอทในสารตัวอย่างจากปริมาตรของสารตัวอย่างเป็นมิลลิกรัมต่อลูกบาศก์เดซิเมตร

การวิเคราะห์ปรอทในตัวอย่างน้ำ

การหาปริมาณปรอทในน้ำประปา น้ำแม่น้ำ โดยเทคนิคแบบไร้เปลว นำสารตัวอย่างอาจเตรียมโดยการเติมปรอท (II) คลอไรด์ลงในน้ำปราศจากไอออน น้ำประปามีปรอทประมาณ 1 นาโนกรัมต่อลูกบาศก์เซนติเมตรหรือน้อยกว่านี้เล็กน้อย ดังนั้น น้ำประปา 90 ลูกบาศก์เซนติเมตรมีปรอท 0.1 ไมโครกรัมหรือน้อยกว่านี้ (ค่านี้ใกล้กับขีดจำกัดในการตรวจหา) การวิเคราะห์ปริมาณปรอททำโดยการวิเคราะห์สารตัวอย่างน้ำ 90 ลูกบาศก์เซนติเมตร และสารมาตรฐานที่มีความเข้มข้นต่าง ๆ และสารอ้างอิงอย่างละสามครั้ง เมื่อแก้ค่าแอมชอร์เบนซ์ของสารตัวอย่างและสารมาตรฐานจากสารอ้างอิง หาคความเข้มข้นของปรอทที่มีในสารตัวอย่าง

การวิเคราะห์ปรอทในตัวอย่างปลา

ชั่งปลา 1 กรัม ใส่กรดซัลฟิวริก 10 ลูกบาศก์เซนติเมตร ทำการย่อยปลาในกรดที่อุณหภูมิ 50 ถึง 60 องศาเซลเซียสจนตัวอย่างเป็นซีเถ้า เติมไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ 3 ลูกบาศก์เซนติเมตรจนสารที่ย่อยไม่มีสี ทำลายไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ที่มากเกินไปด้วยสารละลาย

โพแทสเซียมเปอร์แมงกาเนต 5 เปอร์เซ็นต์ 3 ลูกบาศก์เซนติเมตร สารละลายตัวอย่างมีสีชมพู
เจือจางสารละลายตัวอย่างจนมีปริมาตร 25 ลูกบาศก์เซนติเมตร บีบอัดสารละลายตัวอย่าง
10 ลูกบาศก์เซนติเมตร ปลายควรมีปรอทมากกว่า 0.5 นาโนกรัมต่อกรัม (ถ้าปลายมีปรอทน้อยกว่า
กว่านี้ต้องสร้างเคอร์ฟมาตรฐานใหม่) เติมไฮดรอกซีลามีนไฮโดรคลอไรด์ 1.5 โมลต่อลูกบาศก์
เดซิเมตร 5 ลูกบาศก์เซนติเมตร เขย่าสารละลายให้เข้ากัน ทั้งสารละลายไว้ 30 วินาที สารละลาย
จะใส เติมนิบุก (II) คลอไรด์ 10 เปอร์เซ็นต์ 5 ลูกบาศก์เซนติเมตร ปิดจุกให้สนิท ทิ้งไว้ 20 วินาที
ผ่านแก๊ซอาร์กอนจนจุดค่าแอมซอร์เบนซ์สูงสุด หาปริมาณปรอทในปลา

การวิเคราะห์ข้อมูล

พล็อตเคอร์ฟมาตรฐานระหว่างค่าแอมซอร์เบนซ์กับปริมาณปรอทเป็นมิลลิกรัม หา
ปริมาณปรอทที่มีในบรรยากาศจากเคอร์ฟมาตรฐาน เป็นมิลลิกรัมต่อลูกบาศก์เดซิเมตร
หาปริมาณปรอทในตัวอย่างน้ำจากเคอร์ฟมาตรฐาน เป็นนาโนกรัมต่อลูกบาศก์
เซนติเมตร
หาปริมาณปรอทในปลาจากเคอร์ฟมาตรฐานเป็นนาโนกรัมต่อกรัม

คำถาม

1. เขียนสมการจากปฏิกิริยาที่เกิดขึ้นระหว่างการออกซิไดซ์และการรีดิวซ์
2. เทคนิคนี้ใช้หาโลหะอื่น ๆ ได้หรือไม่

ตอน XI การหาปริมาณ แคลเซียม เหล็ก และทองแดงในอาหารโดยวิธีอะตอมมิก- แอมซอร์ปชัน

วัตถุประสงค์ของการทดลอง

การทดลองนี้ใช้หาธาตุที่มีปริมาณน้อยในอาหารโดยวิธีอะตอมมิกแอมซอร์ปชัน

อุปกรณ์

เครื่องอะตอมมิกแอมซอร์ปชันพร้อมอุปกรณ์ประกอบ

หลอดสอลโลแคโทด ทองแดง เหล็ก แคลเซียม

ขวดปริมาตร 100 ลูกบาศก์เซนติเมตร 13 ใบ 50 ลูกบาศก์เซนติเมตร 2 ใบ

ขวดรูปกรวย 250 ลูกบาศก์เซนติเมตร

กระบอกตวง 100 ลูกบาศก์เซนติเมตร

ปิเปตต์ 1 ลูกบาศก์เซนติเมตร 3 ลูกบาศก์เซนติเมตร อย่างละ 2 อัน 5 ลูกบาศก์เซนติเมตร 3 อัน 10 ลูกบาศก์เซนติเมตร 4 อัน 20 ลูกบาศก์เซนติเมตร 1 อัน กรวยกรองเส้นผ่านศูนย์กลาง 65 มิลลิเมตร

กระดาษกรองเลข 1

สารละลาย

- กรดไฮโดรคลอริก 8 โมลต่อลูกบาศก์เดซิเมตร 1.5 ลูกบาศก์เดซิเมตร
- แลนทานัมออกไซด์ $[La_2O_3]$ ซึ่ง La_2O_3 58.64 กรัม ใส่น้ำปราศจากไอออน 50 ลูกบาศก์เซนติเมตร กรดไฮโดรคลอริก 250 ลูกบาศก์เซนติเมตร เจือจางสารละลายจนมีปริมาตร 1 ลูกบาศก์เดซิเมตรด้วยน้ำปราศจากไอออน เขย่าขวดให้สารละลายเข้ากัน
- สารละลายมาตรฐานแคลเซียม 500 ส่วนในล้านส่วน ซึ่งแคลเซียมคาร์บอเนต 1.249 กรัม ใส่น้ำปราศจากไอออน 50 ลูกบาศก์เซนติเมตร หยดกรดไฮโดรคลอริก 10 โมล ต่อลูกบาศก์เดซิเมตร ที่ละลายจนสารละลายใส เจือจางสารละลายจนมีปริมาตร 1 ลูกบาศก์เดซิเมตรด้วยน้ำปราศจากไอออน
- สารละลายมาตรฐานเหล็ก 1,000 ส่วนในล้านส่วน ซึ่งลวดเหล็ก 1.000 กรัมละลายด้วยกรดไนตริก : น้ำ 1 : 1 50 ลูกบาศก์เซนติเมตร เจือจางสารละลายจนมีปริมาตร 1 ลูกบาศก์เดซิเมตรด้วยน้ำปราศจากไอออน
- สารละลายมาตรฐานทองแดง 500 ส่วนในล้านส่วน ซึ่งโลหะทองแดง 1 กรัม ละลายด้วยกรดไนตริก : น้ำ 1 : 1 50 ลูกบาศก์เซนติเมตร เจือจางสารละลายจนมีปริมาตร 1 ลูกบาศก์เดซิเมตรด้วยน้ำปราศจากไอออน

ทฤษฎี

วิธีอะตอมมิคแอบซอร์ปชันใช้หาโลหะในสารตัวอย่างต่าง ๆ ได้ โลหะในอาหารก็วิเคราะห์ได้โดยเทคนิคนี้ ตัวอย่างอาหารต้องนำมาย่อยด้วยกรดเพื่อสลายโลหะออกมาอยู่ในสารละลาย

วิธีการทดลอง

ก. การเตรียมสารตัวอย่างที่วิเคราะห์ ชั่งอาหาร 2 กรัม ถ่ายใส่ขวดรูปกรวย 250 ลูกบาศก์ เซนติเมตร เติมกรดไฮโดรคลอริก 8 โมลต่อลูกบาศก์เดซิเมตร 25 ลูกบาศก์เซนติเมตร ต้มสารละลายนี้บนเตาไฟฟ้าให้สารละลายเดือดอ่อน ๆ นาน 5 นาที ทิ้งให้สารละลายเย็นเติมน้ำปราศจากไอออน 10 ลูกบาศก์เซนติเมตร กรองสารละลายผ่านกระดาษกรอง เลข 1 น้ำใส่ที่ได้ใส่ขวดปริมาตร 50 ลูกบาศก์เซนติเมตร เจือจางสารละลายด้วยน้ำปราศจากไอออนจนถึงขีดปริมาตร เขย่าขวดให้สารละลายเข้ากัน สารละลายนี้ใช้หาทองแดงและเหล็ก การวิเคราะห์แคลเซียมทำโดยปิเปตต์สารละลายมา 10 ลูกบาศก์เซนติเมตรใส่ขวดปริมาตร 50 ลูกบาศก์เซนติเมตร เติมกรดไฮโดรคลอริก 8 โมลต่อลูกบาศก์เดซิเมตร 20 ลูกบาศก์เซนติเมตร สารละลายแลนทานัม 10 ลูกบาศก์เซนติเมตร เจือจางสารละลายด้วยน้ำปราศจากไอออนจนถึงขีดปริมาตร เขย่าขวดให้สารละลายเข้ากัน แลนทานัมที่เติมลงไปป้องกันไม่ให้แคลเซียมเกิดสารเชิงซ้อนกับฟอสเฟต สารนี้เสถียรในเปลวไฟ

ข. การวิเคราะห์ปริมาณแคลเซียม การสร้างเคอร์ฟมาตรฐาน ปรับเครื่องมือเพื่อให้การวิเคราะห์แคลเซียมดีที่สุด เตรียมสารละลายมาตรฐานแคลเซียมโดยปิเปตต์สารละลายแคลเซียม 500 ส่วนในล้านส่วน 10 ลูกบาศก์เซนติเมตร ใส่ขวดปริมาตร 100 ลูกบาศก์เซนติเมตร เจือจางสารละลายในขวดด้วยน้ำปราศจากไอออนจนถึงขีดปริมาตร เขย่าขวดให้สารละลายเข้ากัน สารละลายในขวดมีแคลเซียม 50 ส่วนในล้านส่วน เตรียมสารละลายมาตรฐานแคลเซียม 1, 2.5, 5, 7.5 และ 10 ส่วนในล้านส่วนโดยปิเปตต์สารละลายแคลเซียม 50 ส่วนในล้านส่วนมา 2, 5, 10, 15 และ 20 ลูกบาศก์เซนติเมตรใส่ขวดปริมาตร 100 ลูกบาศก์เซนติเมตร 5 ใบ เติมกรดไฮโดรคลอริก 8 โมลต่อลูกบาศก์เดซิเมตร 50 ลูกบาศก์เซนติเมตรและสารละลายแลนทานัม 20 ลูกบาศก์เซนติเมตรลงในขวดปริมาตรทุกใบ เจือจางสารละลายในขวดปริมาตรด้วยน้ำปราศจากไอออนจนถึงขีด เขย่าขวดให้สารละลายเข้ากัน สารละลายนี้เก็บไว้ไม่ได้ (ต้องเตรียมแล้วใช้เลย) ผ่านสารละลายมาตรฐานเหล่านี้ผ่านเปลวไฟ บันทึกค่าแอมป์แอมป์

การวิเคราะห์ตัวอย่างอาหาร

ผ่านสารละลายตัวอย่างตามที่เตรียมจากขั้นตอนการเตรียมสารตัวอย่าง ถ้าค่าแอมป์แอมป์ที่อ่านได้อยู่ในช่วงเคอร์ฟมาตรฐาน ถ้าค่าแอมป์แอมป์สูงกว่า ให้เจือจางสารตัวอย่างลง 10 เท่า โดยปิเปตต์สารตัวอย่างมา 10 ลูกบาศก์เซนติเมตร ใส่ขวดปริมาตร 100 ลูกบาศก์เซนติเมตร เติมกรดไฮโดรคลอริก 8 โมลต่อลูกบาศก์เดซิเมตร 45 ลูกบาศก์

เซนติเมตร เติมสารละลายแลนทานัม 18 ลูกบาศก์เซนติเมตร เจือจางสารละลายในขวด ปริมาตรจนถึงขีดเขย่าขวดให้สารละลายเข้ากัน วัดค่าแอบซอร์เบ้นซ์ของสารละลายนี้

ค. การวิเคราะห์ปริมาณเหล็ก

การสร้างเคอร์ฟมาตรฐาน ปรับเครื่องมือเพื่อให้การวิเคราะห์เหล็กดีที่สุดที่จุด บีเปตต์ สารละลายมาตรฐานเหล็ก 1000 ส่วนในล้านส่วน 10 ลูกบาศก์เซนติเมตรใส่ขวดปริมาตร 100 ลูกบาศก์เซนติเมตร เจือจางด้วยน้ำปราศจากไอออนจนถึงขีด เขย่าขวดให้สารละลายเข้ากัน บีเปตต์สารละลายมาตรฐานเหล็ก 100 ส่วนในล้านส่วนมา 1, 3, 5, 7.5 และ 10 ลูกบาศก์เซนติเมตรใส่ขวดปริมาตร 100 ลูกบาศก์เซนติเมตร 5 ใบ เติมกรดไฮโดรคลอริก 8 โมลต่อลูกบาศก์เดซิเมตร 50 ลูกบาศก์เซนติเมตรลงในขวดปริมาตรทั้งห้า เจือจางด้วยน้ำปราศจากไอออนจนถึงขีด เขย่าขวดให้สารละลายเข้ากัน ผ่านสารละลายมาตรฐานเหล็ก 1, 3, 5, 7.5 และ 10 ส่วนในล้านส่วน บันทึกค่าแอบซอร์เบ้นซ์

การวิเคราะห์ตัวอย่างอาหาร

ผ่านสารละลายที่เตรียมจากขั้นตอนการเตรียมสารตัวอย่าง ถ้าค่าแอบซอร์เบ้นซ์ที่อ่านได้สูงกว่าเคอร์ฟมาตรฐานให้เจือจางสารละลายตัวอย่าง โดยบีเปตต์สารตัวอย่าง 10 ลูกบาศก์เซนติเมตรใส่ขวดปริมาตร 100 ลูกบาศก์เซนติเมตร เติมกรดไฮโดรคลอริก 8 โมลต่อลูกบาศก์เดซิเมตร 45 ลูกบาศก์เซนติเมตร เจือจางด้วยน้ำปราศจากไอออนจนถึงขีด เขย่าขวดให้สารละลายเข้ากัน วัดค่าแอบซอร์เบ้นซ์ของสารละลายนี้

การวิเคราะห์ปริมาณทองแดง

การสร้างเคอร์ฟมาตรฐาน ปรับเครื่องมือเพื่อให้การวิเคราะห์ทองแดงดีที่สุดที่จุด เตรียมสารละลายมาตรฐานทองแดง 1, 3, 5, 7.5 และ 10 ส่วนในล้านส่วน ผ่านสารละลายมาตรฐานนี้เพื่อวัดค่าแอบซอร์เบ้นซ์

การวิเคราะห์ตัวอย่างอาหาร

ผ่านสารละลายตัวอย่างที่เตรียมจากขั้นตอนการเตรียมสารตัวอย่าง ถ้าค่าแอบซอร์เบ้นซ์ที่อ่านได้สูงกว่าเคอร์ฟมาตรฐานให้เจือจางสารละลายตัวอย่างเช่นเดียวกับการหาปริมาณเหล็ก

การวิเคราะห์ข้อมูล

พล็อตเคอร์ฟมาตรฐานระหว่างค่าแอบซอร์เบ้นซ์กับความเข้มข้นของสารละลาย แคลเซียม เหล็ก และทองแดง หาปริมาณธาตุเหล่านี้ในสารตัวอย่างอาหาร

ตาราง 8-5 สภาพการทำงานของอะตอมมิคแอบซอร์ปชันสเปกโทรโฟโตมิเตอร์ 1100 วัดที่ ความยาวคลื่นเส้นเรโซแนนซ์ และใช้หลอดโฟโตมัลติพลายเออร์ R 446

| ELEMENT | WAVELENGTH nm | SLIT WIDTH nm | LAMP CURRENT mA | SENSITIVITY ug/ml | † FLAME | NOTES |
|---------|------------------|---------------------|-----------------------|----------------------|----------------|---------|
| Ag | 328.1 | 0.50 | 3 | 0.030 | A-A, A-C, A-P | |
| Al | 309.2 | 0.50 | 10 | 0.70 | N-A | |
| As | 193.6 | 1.0 | 7 | 0.96 | A-H, N-A, A-A | a |
| AU | 242.6 | 0.50 | 3 | 0.16 | A-A, A-C, A-P. | r |
| B | 249.8 | 0.20 | 15 | 15.7 | N-A | c, e |
| Ba | 553.5 | 0.20 | 10 | 0.38 | N-A | f |
| Be | 234.8 | 0.50 | 5 | 0.022 | N-A | |
| Bi | 223.0 | 0.20 | a | 0.23 | A-A, A-C, A-P | |
| Ca | 422.7 | 0.50 | 3 | 0.020 | N-A | f |
| | | | | 0.10 | A-A | |
| cd | 228.8 | 0.50 | 3 | 0.011 | A-A, A-C, A-P | |
| co | 240.7 | 0.20 | 5 | 0.06 | A-A, A-C, A-P | c |
| Cr | 357.8 | 0.20 | 3 | 0.065 | A-A, N-A | e |
| CS | 652.1 | 2.0 | 20 | 0.17 | A-P, A-C | b, d, h |
| Cu | 324.8 | 0.20 | 3 | 0.035 | A-A, A-P, A-C | |
| Dy | 421.2 | 0.20 | 25 | 0.71 | N-A | c |
| Er | 400.8 | 0.50 | a | 0.61 | N-A | f |
| Eu | 458.4 | 0.20 | 10 | 0.33 | N-A | - |
| Fe | 248.3 | 0.20 | 5 | 0.061 | A-A, A-C, A-P | c |
| Ga | 294.4 | 0.20 | 3 | 1.00 | A-A | - |
| Gd | 366.4 | 0.20 | 25 | 28.4 | N-A | f |
| Ge | 265.2 | 0.50 | 5 | 1.5 | N-A | - |
| Hf | 307.3 | 0.20 | 10. | 11.3 | N-A | g |
| Hg | 253.7 | 0.50 | 3 | 2.4 | A-A, A-C, A-P | - |
| Ho | 410.4 | 0.20 | 15 | 0.7 | N-A | f |
| In | 303.9 | 0.50 | 5 | 0.38 | A-A, A-C, A-P | - |
| Ir | 208.9 | 0.20 | 25 | 0.7 | A-A | |
| K | 766.5 | 0.20 | 5 | 0.01 | A-P, A-C, A-A | - |
| La | 550.1 | 0.20 | 20 | 44 | N-A | f |
| Li | 670.8 | 2.00 | 5 | 0.015 | A-P, AC, A-A | - |
| Lu | 335.9 | 0.50 | 10 | 7.3 | N-A | f |

*See Comment j, page A 1-3

t See Comment 3. page AI -3

| ELEMENT | WAVELENGTH nm | SLIT WIDTH nm | LAMP CURRENT mA | SENSITIVITY .ug/ml | t FLAME | NOTES |
|---------|------------------|---------------------|-----------------------|-----------------------|----------------|-------|
| Mg | 285.2 | 0.50 | 3 | 0.004 | A-A, N-A | - |
| Mn | 279.5 | 0.20 | 5 | 0.024 | A-A, A-C, A-P | - |
| Mo | 313.3 | 0.50 | 5 | 0.43 | N-A | - |
| | | | | 0.60 | A-A | - |
| Na | 589.0 | 0.20 | 5 | 0.005 | A-P, A-C, A-A | |
| Nb | 334.9 | 0.20 | 20 | 20 | N-A | f |
| NJ | 492.5 | 0.20 | 20 | 8.8 | N-A | |
| Ni | 232.0 | 0.20 | 5 | 0.073 | A-A, A-C, A-P | c |
| Or | 290.9 | 0.20 | 15 | 1.15 | H A | - |
| Pb | 217.0 | 1.0 | 5 | 0.13 | A-A, A-C, A-P | |
| Pd | 244.6 | 0.2 | 5 | 0.10 | A-A, A-C, A-P | |
| Pr | 495.1 | 0.5 | 8 | 72 | N-A | |
| Pt | 265.9 | 0.2 | 10 | 1.05 | A-A | |
| Rb | 780.0 | 0.5 | 15 | 0.06 | A-A, A-P, A-C | h |
| Re | 346.1 | 0.2 | 20 | 10.7 | N-A | - |
| Rh | 343.5 | 0.2 | 5 | 0.14 | A A | |
| Ru | 349.9 | 0.2 | 10 | 1.0 | A-A | - |
| sb | 217.6 | 0.5 | 10 | 0.50 | A-A, A-C, A-P | |
| Sc | 391.2 | 0.2 | 10 | 0.42 | N-A | - |
| Se | 196.0 | 1.0 | 10 | 0.6 | A-H, A-A | a |
| Si | 261.6 | 0.2 | 15 | 2.0 | N-A | e |
| Sm | 429.7 | 0.5 | 10 | 7.7 | N-A | e |
| Sn | 229.6 | 0.5 | 5 | 1.60 | N-A | |
| | | | | c.91 | A H, A-A | e |
| Sr | 460.7 | 0.5 | 6 | 0.04 | N A, A-A | f |
| Ta | 271.4 | 0.2 | 20 | 11.6 | N-A | g |
| Tb | 432.7 | 0.2 | 15 | 8.4 | N-A | - |
| Te | 214.3 | 0.5 | 5 | 0.48 | A, A, A-C, A-P | - |
| Ti | 364.3 | 0.2 | 20 | 1.25 | N-A | g |
| Tl | 276.8 | 0.2 | 8 | 0.27 | A-A, A-C, A-P | |
| Tm | 371. a | 0.2 | 15 | 0.31 | N-A | |
| U | 358.5 | 0.2 | 20 | 130 | N-A | |
| V | 318.5 | 0.2 | 20 | 1.0 | N-A | |
| W | 255.1 | 0.2 | 20 | 7.3 | N-A | c, e |
| Y | 410.2 | 0.5 | 10 | 4.4 | N-A | |
| Yb | 398.8 | 0.2 | 5 | 0.07 | N-A | |
| Zn | 213.9 | 0.5 | 5 | 0.0006 | A-A, A-C, A-P | |
| Zr | 360.1 | 0.2 | 20 | 9.7 | N-A | g |

* See Comment 1, page AI-3

t See Comment 3, page AI-3

เปลวไฟ

- A A อากาศ อะเซทิลีน
- A C อากาศ แก๊สถ่านหิน (coal gas)
- A P อากาศ โพรเพน
- A H อากาศ ไฮโดรเจน
- N A ไนโตรสออกไซด์ อะเซทิลีน

หมายเหตุ

- a หลอดไฟโคมัลติฟลายเออร์ R 106 เมื่อใช้กับธาตุเหล่านี้ให้สัญญาณดีที่ความยาวคลื่นต่ำ
- b การดูดกลืนแสงขึ้นกับกระแสที่ให้กับหลอด
- c การดูดกลืนแสงขึ้นกับความกว้างช่องเล็กยาว
- cL หลอดไฟโคมัลติฟลายเออร์ R 196 ช่วยตัดการรบกวนของคลื่นอันดับสอง
- e เปลวไฟที่มีเชื้อเพลิงมาก
- f ลดการแตกตัวเป็นไอออน โดยเติม KCl, CsCl และสารอื่น ปกติใช้ K 5,000 ส่วนในล้านส่วน
- g วัดในสารละลาย 2 เปอร์เซ็นต์ HCl
- h ใช้หลอดไฟโคมัลติฟลายเออร์ R 446 ต้องใช้ฟิลเตอร์ช่วยเพื่อลดการรบกวนอันดับสอง ฟิลเตอร์ เบอร์ 0Q-550 นิยมใช้มาก

วิจารณ์

1. ตัวเลขเหล่านี้ไม่ได้เป็นตัวเลขที่จำเพาะสำหรับการวิเคราะห์ แต่เป็นเพียงคำแนะนำว่าธาตุที่ต้องการวิเคราะห์ ทำงานได้ดีที่สุด ถ้าเปลี่ยนกระแสหรือปรับเนบิวไลเซอร์ อาจทำให้สภาพไวในการวิเคราะห์เพิ่มขึ้นหรือลดลง
2. การวัดค่าแอมพลิจูดแบนด์ควรวัดในช่วง 0.1-0.5 ความเข้มข้นหาได้จากตารางโดยการคูณสภาพไว ซึ่งมีหน่วยเป็นความเข้มข้น (ส่วนในล้านส่วน) ด้วย 20 และ 100 ตามลำดับ
3. เมื่อต้องใช้ ออกซิแดนซ์กับเชื้อเพลิงมากกว่า 1 ชนิด สภาพไวในการวิเคราะห์ อาจเพิ่มขึ้น

การทดลอง 8-3

การหาโซเดียมและโพแทสเซียม

Determination of Sodium and Potassium

จุดประสงค์ของการทดลอง

หาปริมาณโซเดียมและโพแทสเซียมโดยเฟลมอิมิซัน

อุปกรณ์

อะตอมมิกแอบซอร์ปชันสเปกโตรโฟโตมิเตอร์แวลวเรียนเทคทรอน 1,100 ดี

บีกเกอร์ 30 ลูกบาศก์เซนติเมตร 6 ใบ

ขวดปริมาตร 1 ลูกบาศก์เดซิเมตร 3 ใบ, 100 ลูกบาศก์เซนติเมตร 13 ใบ

ปิเปตต์ 1, 5, 10, 25 ลูกบาศก์เซนติเมตร

สารละลาย

สารละลายมาตรฐานโซเดียม 1,000 ส่วนในล้านส่วน

สารละลายมาตรฐานโพแทสเซียม 1,000 ส่วนในล้านส่วน

สารละลายมาตรฐานลิเทียม 1,000 ส่วนในล้านส่วน

สารละลายตัวอย่าง

วิธีการทดลอง

1. เตรียมสารละลายดังต่อไปนี้

ก. ชั่งโซเดียมคลอไรด์ 2.5420 กรัม ละลายในน้ำปราศจากไอออน ถ่ายใส่ขวดปริมาตร 1 ลูกบาศก์เดซิเมตร เจือจางด้วยน้ำปราศจากไอออนจนถึงขีดปริมาตร เขย่าขวดให้สารละลายเข้ากัน สารละลายนี้มีโซเดียม 1,000 ส่วนในล้านส่วน

ข. ชั่งโพแทสเซียมคลอไรด์ 1.9070 กรัม หรือโพแทสเซียมไนเตรต 2.586 กรัม ละลายในน้ำปราศจากไอออน ถ่ายใส่ขวดปริมาตร 1 ลูกบาศก์เดซิเมตร เจือจางด้วยน้ำปราศจากไอออนจนถึงขีดปริมาตร เขย่าขวดให้สารละลายเข้ากัน สารละลายนี้มีโพแทสเซียม 1,000 ส่วนในล้านส่วน

ค. ชั่งลิเทียมคาร์บอเนต 2.473 กรัม ถ่ายใส่ขวดปริมาตร 1 ลูกบาศก์เดซิเมตร

เติมน้ำปราศจากไอออน 300 ลูกบาศก์เซนติเมตร ค่อย ๆ เติมกรดเกลือเข้มข้น 15 ลูกบาศก์เซนติเมตร เมื่อแก๊สคาร์บอนไดออกไซด์ระเหยไปหมด เจือจางด้วยน้ำปราศจากไอออนจนถึงขีดปริมาตร เขย่าขวดให้สารละลายเข้ากัน สารละลายนี้มีลิเทียม 1,000 ส่วนในล้านส่วน

2. ก. เตรียมสารละลายมาตรฐานโซเดียม 4, 8, 12, 16 และ 20 ส่วนในล้านส่วน โดยปิเปตต์สารละลายโซเดียม 1,00 ส่วนในล้านส่วนมา 2, 4, 6, 8, และ 10 ลูกบาศก์เซนติเมตร ใส่ขวดปริมาตร 50 ลูกบาศก์เซนติเมตร 5 ใบตามลำดับ เจือจางด้วยน้ำปราศจากไอออนจนถึงขีดปริมาตร เขย่าขวดให้สารละลายเข้ากัน สารละลายนี้ใช้วัดความเข้มแสงโดยตรง (direct intensity)

ข. เตรียมสารละลายมาตรฐานโพแทสเซียม 4, 8, 12, 16 และ 20 ส่วนในล้านส่วน ตามข้อ 2 ก.

ค. เตรียมสารละลายมาตรฐานโซเดียม 0, 4, 8, 12, 16 และ 20 ส่วนในล้านส่วนที่มีลิเทียมอยู่ 2.5 ส่วนในล้านส่วน โดยปิเปตต์สารละลายโซเดียม 2, 4, 6, 8 และ 10 ลูกบาศก์เซนติเมตร ใส่ขวดปริมาตร 50 ลูกบาศก์เซนติเมตร 6 ใบตามลำดับ ปิเปตต์สารละลายมาตรฐานลิเทียม 100 ส่วนในล้านส่วน 1.25 ลูกบาศก์เซนติเมตร ใส่ลงในขวดปริมาตรทั้ง 6 ใบ เจือจางด้วยน้ำปราศจากไอออนจนถึงขีดปริมาตร เขย่าขวดให้สารละลายเข้ากัน สารละลายนี้ใช้วัดแบบอินเทอร์เนลสแตนดาร์ด

ง. เตรียมสารละลายมาตรฐานโพแทสเซียม ที่มีลิเทียมปนดัง 2 ค.

3. กดปุ่มสวิตช์เปิด
4. กดปุ่มโหมด อิมิตชัน และแอดมปี A
5. จุดเปลวไฟตามวิธีการจุดเปลวไฟ
6. ปรับความกว้างช่องเล็กยาวตามสภาพการทดลอง
7. ผ่านสารละลายโซเดียมเข้มข้น 20 ส่วนในล้านส่วน ปรับความยาวคลื่นตามสภาพการทดลองให้อ่านค่าได้สูงสุด
8. ปรับปุ่มขยาย (เกน) ให้อ่านค่าได้ 100
9. ผ่านสารละลายอ้างอิง (น้ำปราศจากไอออน) ใช้ปุ่มบังคับไฮปรับให้อ่านได้ 0
10. ผ่านสารละลายโซเดียมที่มีความเข้มข้น 20 ส่วนในล้านส่วน กดปุ่มซีโรจนเข็มชี้ 100
11. ผ่านสารละลายอ้างอิง ปรับปุ่มบังคับไฮจนเข็มชี้ 0
12. ทำการทดลองข้อ 10 และ 11 ซ้ำ

13. ผ่านสารละลายโซเดียม ชุด 2 ก. ซ้ำ จดค่าอีมิสชัน

14. ผ่านสารละลายตัวอย่าง

หมายเหตุ การวัดความเข้มของลิเทียมก็ให้ทำเช่นเดียวกัน

การวิเคราะห์ข้อมูล

พล็อตเคอร์ฟค่าความเข้มของการเปล่งกับความเข้มชั้นของสารละลายโซเดียม ทั้งแบบสเกลเส้นตรง และแบบล็อก-ล็อก รายงานช่วงเคอร์ฟที่เป็นเส้นตรงของการพล็อตแบบ สเกลเส้นตรง และช่วงเคอร์ฟที่มีความชันเป็น 1 ของการพล็อตแบบล็อก-ล็อก

สภาพการทดลองของโซเดียมและโพแทสเซียม

| สภาพที่ใช้ | โซเดียม | โพแทสเซียม |
|------------------------------|-------------------------------|-------------------------------|
| ความยาวคลื่น นาโนเมตร | 589 | 766.5 |
| ความกว้างช่องเล็กลง นาโนเมตร | 0.2 | 0.2 |
| สภาพเปลวไฟ | อากาศ-อะเซทิลีน ออกซิไดซิง | อากาศ-อะเซทิลีน ออกซิไดซิง |