

บทที่ 11

อิมิสชันสเปกโกรสโกปี

Emission Spectroscopy

บทนี้จะกล่าวถึงอิมิสชันสเปกโกรสโกปีที่ใช้แหล่งให้พลังงานที่มีพลังงานสูงมากในการอะตอมไรซ์ แหล่งให้พลังงานนี้คือ อินดัคทิฟลีคัพเพล็พลาสม่า (ICP) พลาสมาระแสง (DCP) การอาร์กด้วยไฟฟ้า และการสปาร์ค (ทำให้เกิดประกาย) ด้วยไฟฟ้า เครื่องอะตอมมิกอิมิสชันรุ่นเก่าใช้ระบบการการอาร์กและสปาร์คเครื่องรุ่นใหม่ใช้ระบบพลาสม่า

แหล่งให้พลังงานแบบพลาสม่า อาร์กและสปาร์คดีกว่าแหล่งให้พลังงานแบบเบลาไฟ และเรเบลาไฟดังนี้ (1) อุณหภูมิสูง การวิเคราะห์ชาตุได้ผลเม่นเนื่องจากมีการรับกวนน้อย (2) พลังงานที่ได้เพียงพอที่จะกระตุ้นชาตุต่าง ๆ ที่อยู่ในสารตัวอย่างให้อยู่ในสถานะกระตุ้นแล้วเปล่งรังสีแบบเส้นออกม้า จึงวิเคราะห์ชาตุได้พร้อมกันหลายชาตุ ส่วนการวิเคราะห์ชาตุโดยใช้เบลาไฟเป็นแหล่งให้พลังงานต้องคำนึงถึงสมบัติของชาตุที่วิเคราะห์ เช่น ชาตุบางชาตุต้องการอุณหภูมิสูงบางชาตุต้องการอุณหภูมิต่ำ บางชาตุต้องวิเคราะห์ในเบลาไฟสภาพออกซิไดร์ บางชาตุต้องวิเคราะห์ในเบลาไฟสภาพรีดิวเซ็ต (3) วิเคราะห์ชาตุที่มีความเข้มข้นน้อยและขอบเกิดสารประกอบทนไฟได้ เช่น โบรอน ฟอร์ฟอรัส ทังสเตน ยูเรเนียม เซอร์โคเนียมและไนโอลิเบียม แหล่งให้พลังงานพลาสม่าใช้วิเคราะห์ชาตุได้ช่วงความเข้มข้นกว้างมากกว่าวิธีอื่น ส่วนข้อเสียของแหล่งให้พลังงานที่มีค่ามากคือ เครื่องมีราคาแพง ผู้วิเคราะห์ต้องมีความชำนาญ

วิธีอิมิสชันใช้แหล่งให้พลังงานแบบพลาสมาดีกว่าแบบการอาร์กและการสปาร์คคือ สภาพการอะตอมไรซ์เป็นไปอย่างต่อเนื่อง ทำให้ความเที่ยงในการวิเคราะห์ดีกว่าทั้งสองวิธีสิบหรือมากกว่าสิบเท่า องค์ประกอบของเครื่องไม้ชั้บช้อน ราคาไม่แพง ใช้งานสะดวก ส่วนเดียวของวิธีอิมิสชันโดยใช้ระบบอาร์กและสปาร์คคืออะตอมไรซ์สารตัวอย่างได้โดยตรง เช่น พากแร่ทราย แร่ต่าง ๆ แก้ว โลหะผสมโดยไม่ต้องละลายสารตัวอย่าง ส่วนวิธีพลาสม่าและเบลาไฟสารตัวอย่างที่วิเคราะห์ต้องเป็นสารละลาย

สเปกตร้าที่ได้จากแหล่งให้พลังงานที่มีค่ามาก (Spectra From Higher Energy Sources)

จากการตรวจสอบสเปกตราเปล่งออกจาก การอาร์ก สปาร์คด้วยไฟฟ้า หรืออาร์กอน พลาสมามีสามแบบ ต่อเนื่อง (continuous) แบน (band) และเส้น (line) สเปกตราแบบต่อเนื่องที่ได้จากการอาร์กและสปาร์คเกิดจากขั้วไฟฟ้าที่ร้อน หรืออนุภาคที่หลุดจากผิวขั้วไฟฟ้าที่ร้อนเปล่งรังสีออกมานะ การกระจายความถี่ของรังสีขึ้นกับอุณหภูมิและมีสมบัติเมื่อเวลา วัตถุค่า สเปกตราแบบต่อเนื่องที่ได้จากแหล่งกำเนิดอาร์กอนพลาสมานะ เกิดจากการรวมกันของอิเล็กตรอนที่ร้อนกับไอออกนาร์กอน

แบบสเปกตราเกิดจากกลุ่มเส้นสเปกตราที่อยู่ใกล้กัน แบบสเปกตราพบในช่วงความยาวคลื่นแน่นอน แบบสเปกตรัมมักพบจากแหล่งให้พลังงานแบบอาร์กและสปาร์ค แบบสเปกตราได้จากโมเลกุลที่ระเหยง่าย ระดับพลังงานการสั่นของโมเลกุลอาจทับกับระดับพลังงานอิเล็กทรอนิก เช่น แบบไฮยาโนเจนได้จากอนุมูล CN แบบนี้เห็นเมื่อใช้ขั้วไฟฟ้าcarbonyl ในบรรยากาศในโทรศัพท์ ถ้าสารตัวอย่างมีปริมาณซิลิโคนมากจะเห็นเป็นแบบสเปกตรัม SiO ด้วย แบบที่เกิดจากอนุมูล OH มักพบเสมอ ถ้าแบบเหล่านี้บังเส้นสเปกตรัมที่สนใจต้องหาทางกำจัดแบบเหล่านี้ก่อนที่จะทำการวิเคราะห์

แบบที่สามเส้นสเปกตรา (line spectra) เกิดจากอิเล็กตรอนวงนอกหอยู่ในสถานะกระตุ้น กลับสู่สถานะพื้นและให้ความยาวคลื่นเฉพาะสำหรับแต่ละธาตุ เมื่อสารตัวอย่างได้รับการกระตุ้นด้วยการอาร์ก สปาร์คและพลาสม่าให้รังสีแบบเส้นออกมากกว่าการกระตุ้นด้วยเปลวไฟ เส้นสเปกตราที่ได้จากแหล่งให้พลังงานแบบอาร์ก สปาร์คและพลาสมามีจำนวนมากกว่าการอาร์ก การอาร์กให้พลังงานต่ำกว่าการสปาร์ค สารตัวอย่างเมื่อได้รับการกระตุ้นโดยการอาร์กจะเกิดอะตอมที่เป็นกลางและอยู่ในสถานะกระตุ้นจะให้รังสีแบบเส้น ถ้ากระตุ้นสารตัวอย่างโดยการสปาร์คจะเกิดอะตอมที่เป็นกลางและไอออกนในสถานะกระตุ้น ถ้ากระตุ้นสารตัวอย่างด้วยพลาสม่าจะได้เส้นสเปกตรัมจากไอออกนเป็นส่วนใหญ่ สเปกตรัมของอะตอมกับไอออกนเกิดคนละที่กัน

อิมิสชันสเปกโกรสโกปีที่ใช้แหล่งให้พลังงานพลาสม่า Emission Spectroscopy Based on Plasma Source

ระบบพลาสมาทำงานได้ก็ว่าระบบอาร์กและสปาร์ค ความสัมพันธ์ระหว่างความเข้มแสงกับช่วงความเข้มข้นของระบบนี้ได้ก็ว่าระบบอาร์กและสปาร์ค ระบบนี้นิยมใช้เคราะห์

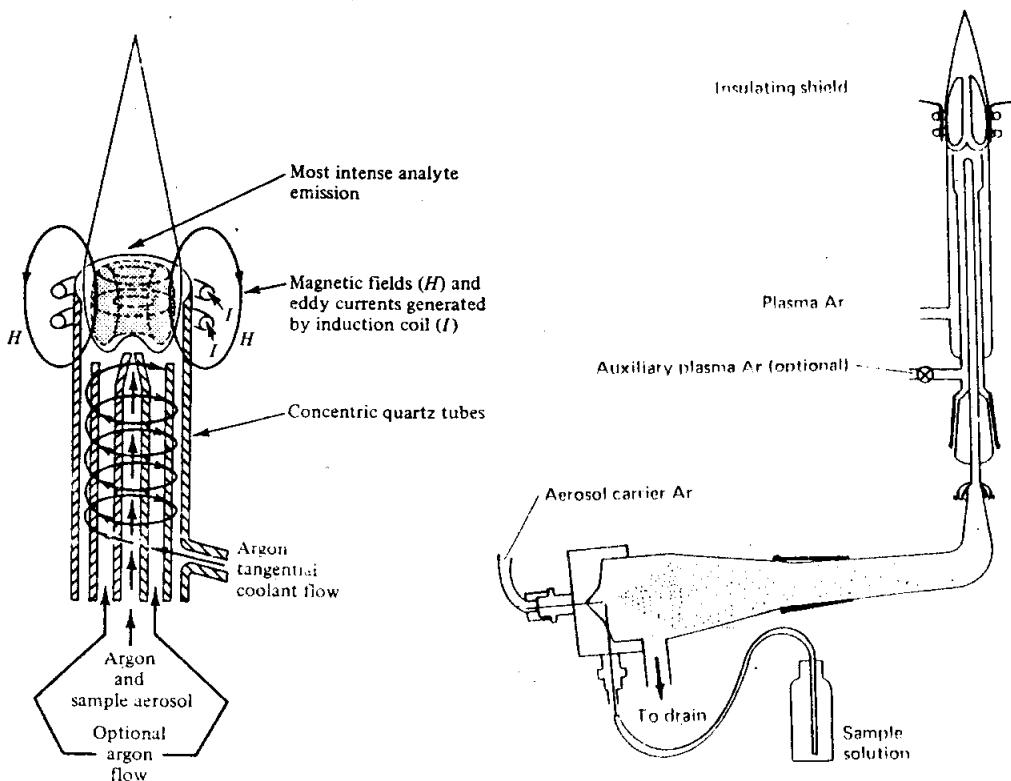
สารตัวอย่างที่อ่อนนุ่ม เช่น พลาสม่า โลหะไฮไดร์ดและแอมโมเนียม ของเหลวที่วิเคราะห์ต้องอยู่ในสภาพละอองลอย สภาพนี้ทำได้โดยใช้นิวมาติกเนบูลาเซอร์ ถ้าสารตัวอย่างมีเกลือปนมากต้องใช้แก๊สอาร์กอนผ่านเข้าไปบริเวณปลายหัวฉีดเนบูลาเซอร์เพื่อกันการอุดตัน

พลาสม่าเป็นของผสมแก๊สตัวนำที่เกิดจากแคทโอดจากไอนิกตرونจำนวนมาก (ประจุรวมของของผสมเป็นศูนย์) การวิเคราะห์โดยใช้หลักการการปล่อยมัคไช้อาร์กอนพลาสม่า ไอนอนอาร์กอนและอิเล็กตรอนทำหน้าที่เป็นสปีซีฟตัวนำ ส่วนแคทโอดจากไอนอนที่เกิดจากสารตัวอย่างแตกตัวเป็นไอนอนมีน้อยมากเมื่อเทียบกับอาร์กอน ไอนอนอาร์กอนชุดแรกที่เกิดในพลาสม่าจะทำหน้าที่ดูดกลืนพลังงานจากแหล่งให้พลังงานภายนอก (สนามแม่เหล็ก) เกิดการแตกตัวเป็นไอนอนออกไปอีกให้พลาสมารเร่อร์ การแตกตัวเป็นไอนอนครั้งหลังช่วยรักษาระดับอุณหภูมิในพลาสม่าให้คงที่ บริเวณที่อุณหภูมิสูงสุดมีค่า 10,000 องศาเคลวิน แหล่งให้พลังงานอาร์กอนพลาสมามีสามชนิด 1 ได้จากแหล่งให้กระแสตรง 2 ได้จากแหล่งให้ความถี่วิทยุ 3 ได้จากแหล่งให้ความถี่ไมโครเวฟ แหล่งให้พลังงานที่นิยมใช้มากที่สุดคือแหล่งให้ความถี่วิทยุหรืออินดัคทีฟลีพลามา (ICP) เพราะ ICP ไม่ต้องมีการแทรกสอดและสภาพไวสูง ส่วนแหล่งให้พลังงานกระแสตรงแก่พลาสม่า (DCP) ครื่องมีราคาถูก อุปกรณ์ไม่ซับซ้อน

แหล่งกำเนิดอินดัคทีฟลีพลามา (Inductively Coupled Plasma Source)

แหล่งกำเนิดอินดัคทีฟลีพลามาแสดงในรูป 11-1 มีหลอดควรอร์ตซ์ร่วมศูนย์กลางอยู่สามชุด ภายในช่องว่างหลอดมีแก๊สอาร์กอนไหลผ่านด้วยอัตราเร็วระหว่าง 11 ถึง 17 ลูกบาศก์เดซิเมตรต่อนาที ช่องกลางใหญ่สุดมีเส้นผ่าศูนย์กลาง 2.5 เซนติเมตร ส่วนบนหลอดนี้มีน้ำเย็นช่วยระบายความร้อนของลวดตัวนำที่เป็นแหล่งผลิตความถี่วิทยุ พลังงานที่ได้จากขดลวด 2 กิโลวัตต์ที่ความถี่ 27 เมกะเอิร์ตซ์ ตอนแรกแก๊สอาร์กอนที่ไหลเข้าไปจะเกิดการแตกตัวเป็นไอนอนจากประกายไฟ (spark) ที่เกิดจากขดลวดตัวนำที่เหล็ก เมื่อเกิดการแตกตัวเป็นไอนอนจะได้ไอนอนอาร์กอนและอิเล็กตรอน ไอนอนอาร์กอนชุดแรกและอิเล็กตรอนจะเกิดอันตรกิริยากับสนามแม่เหล็ก (H) ที่ขดลวดเหนี่ยวนำ เกิดไอนอนอาร์กอนและอิเล็กตรอนเคลื่อนที่เป็นวงปิดภายในขดลวดดังรูป ความต้านทานการเคลื่อนที่ของไอนอนนี้และอิเล็กตรอนในวงปิดทำให้เกิดความร้อน

อุณหภูมิของพลาสมาก็จะต้องจัดให้พลาสมากลูบเนื้อหลอดควรอร์ตซ์อาร์กอนที่จัดให้หลักสัมผัสกับผนังหลอดควรอร์ตซ์ด้วยอัตราเร็ว 1.0 ถึง 1.5 ลูกบาศก์เดซิเมตรต่อนาที จะช่วยระบายความร้อนหลอด และทำให้ได้พลาสม่าเป็นแบบในแนวราบ



รูป 11-1 แหล่งกำเนิด อินดักทีฟลัฟเพลิ อาร์กอน รูป 11-2 เนบุไลเซอร์สำหรับฉีดสารละลายตัวอย่างในแหล่งกำเนิดพลาสma

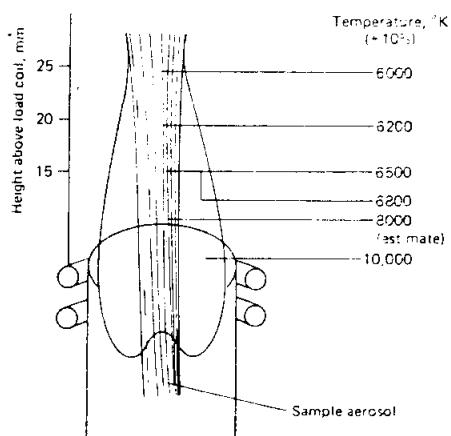
ที่ฉีดสารตัวอย่าง (Sample Injection) อาร์กอนที่ให้ผลด้วยอัตราเร็ว 1 ลูกบาศก์-เซนติเมตรต่อนาทีผ่านตรงกลางหลอดควอร์ตซ์คู่ในจะช่วยพาสารละลายตัวอย่างเข้าสู่ส่วนบนหลอดที่เป็นพลาสมาร้อน สารละลายตัวอย่างที่เข้าไปจะเปลี่ยนละของโลຍแล้วกล้ายเป็นไอหรือองะะเอียด

เครื่องสำเร็จที่ใช้ฉีดสารตัวอย่างมีองค์ประกอบคล้ายกับเนบุไลเซอร์ที่ใช้กับวิธีเบลาไฟ รูป 11-2 เนบุไลเซอร์ที่ใช้ฉีดสารละลายตัวอย่างเข้าสู่พลาสma อาร์กอนช่วยดึงสารละลายตัวอย่างเข้าสู่เนบุไลเซอร์ สุดท้ายหยดเล็ก ๆ จะถูกพาเข้าสู่พลาสma อัลตราโซนิก เนบุไลเซอร์จะผลิตละของโลຍจากตัวอย่างของเหลวและของแข็งได้ อีกวิธีหนึ่งหยดสารตัวอย่างบนแผ่นเทาลัม นำไปประheyด้วยกระแสไฟฟ้าที่มีปริมาณมาก สุดท้ายใช้อาร์กอนพากิษารตัวอย่างเข้าสู่พลาสma

สเปกตร้าที่ได้จากพลาสม่า (Plasma Appearance and Spectra) พลาสมามีสีขาวสุกใส เห็นอ่อนแองกลางเล็กน้อยไม่ป่องใส แบบนี้อยู่เหนือหดความร้อนคู่ในสองสามมิลลิเมตร บริเวณนี้มีรังสีแบบต่อเนื่อง รังสีนี้เกิดจากสเปกตัมาร์กอน และเกิดจากการรวมกันของไอออนอาร์กอน ไอออนอื่น ๆ และอิเล็กตรอน เหนือแกนนี้ 10 ถึง 30 มิลลิเมตร ไม่มีรังสีต่อเนื่อง บริเวณนี้เป็นพลาสม่าที่ป่องใส การวัดสเปกตราจึงวัดที่ความสูง 15 ถึง 20 มิลลิเมตรเหนือชุดลวดเหนียวแน่ บริเวณนี้ไม่มีรังสีต่อเนื่อง (แบล็คกราวน์) จากเส้นอาร์กอน ธาตุที่ไวต่อ ICP มากได้แก่ ไอออนเหล่านี้ Ca^+ , Ca^{2+} , Cd^+ , Cr^{2+} และ Mn^{2+}

การอะตอมิซ์และการทำให้ธาตุที่สนใจแตกตัวเป็นไอออน รูป 11-3 แสดงอุณหภูมิ บริเวณส่วนต่าง ๆ ของพลาสม่า สารตัวอย่างที่เข้าสู่พลาสม่าจะคงอยู่เหนือพลาสมานาน 2 ถึง 3 มิลลิวินาที บริเวณที่วัดธาตุที่สนใจจะอยู่เหนือชุดลวดเหนียวแน่ 15 ถึง 20 มิลลิเมตร และมีอุณหภูมิระหว่าง 6000 ถึง 8000 องศาเคลวิน ตัวอย่างอยู่ในพลาสมานานกว่าเบลวไฟ ถึงสองเท่า และได้รับความร้อนสูงกว่าเบลวไฟในตรัสรอกไฮดร์-อะเซทิลีนสองเท่า การอะตอมิซ์จะเกิดสมบูรณ์ การแทรกสอดทางเคมีไม่ด้อยมีเพระทำในบรรยายกาศแก๊สเฉียบ

ข้อดีของแหล่งกำเนิดพลาสม่า การอะตอมิซ์เกิดในบรรยายกาศแก๊สเฉียบ ธาตุที่สนใจไม่เกิดสารประกายบนออกไซด์ ธาตุที่สนใจจึงอยู่ในพลาสมานานกว่าแบบเบลวไฟ อุณหภูมิภายในพลาสม่าแต่ละชั้น (พื้นที่หน้าตัด) คงที่และสูงมาก ปรากฏการณ์การดูดกลืนร่วมหรือการผันกลับร่วมไม่เกิดขึ้น วิเคราะห์ได้ในช่วงความเข้มข้นกว้าง

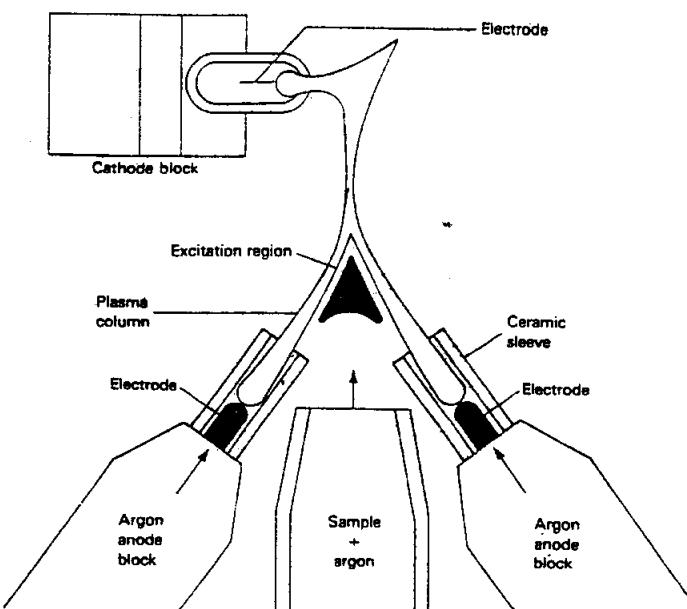


รูป 11-3 อุณหภูมิภายในแหล่งกำเนิดอินฟลักท์พลัฟฟิล์อาร์กอนพลาสม่า

แหล่งกำเนิดอาร์กอนพลาสม่าแบบกระแสตรง The Direct Current Argon Plasma Source

รูป 11-4 เป็นแหล่งผลิตพลาสม่าแบบกระแสตรงสำหรับใช้การตุนสารตัวอย่างที่วิเคราะห์ให้เปล่งสเปกตร้าอగามา แหล่งกำเนิดพลาสม่าพุ่งเป็นลำ (jet) มีข้าไฟฟ้าหั้งสามจัดในรูป Y หัวกลับ แอลูมิโนดเกรไฟต์จัดไว้ที่แขนหั้งสองของ Y แคโทดหั้งสแตนจัดไว้ที่ข้า ให้อาร์กอนไหลผ่านข้าไฟฟ้าแอลูมิโนดหั้งสองซึ่งมีที่กันการไหลของแก๊สนี้ให้ผ่านเข้าสู่ข้าไฟฟ้าแคโทด ลำพลาสม่าเกิดจากการเลื่อนแคโทดไปสัมผัสดกับแอลูมิโนดเป็นครั้งคราว เมื่ออาร์กอนเกิดการแตกตัวเป็นไออ่อนจะเกิดกระแส (ประมาณ 14 แอมป์ร์) กระแสจำนวนมากนี้จะช่วยให้เกิดการแตกตัวเป็นไออ่อนไปเรื่อยๆ กระแสที่ได้จะมีค่าคงที่ (14 แอมป์ร์) แกนที่มีการอาร์กจะมีอุณหภูมิสูงถึง 10,000 องศาเคลวินบริเวณที่วัดจะมีอุณหภูมิประมาณ 5000 องศาเคลวิน อาร์กอนจะช่วยพาราสารตัวอย่างเข้าสู่บริเวณที่เกิดการกระตุ้นที่บริเวณแขนหั้งสองของ Y บริเวณนี้จะเกิดการระดูไม้ซึ่การกระตุ้น และให้เส้นสเปกตรัม

สเปกตร้าที่ได้จากลำพลาสม่ามีจำนวนเส้นน้อยกว่า ICP เส้นเหล่านี้เกิดจากอะตอมเป็นส่วนใหญ่ เส้นที่เกิดจากไออ่อนมีน้อยมาก (อุณหภูมิไม่สูงมาก) สภาพไวของ DCP พอกๆ กับ ICP หรือต่ำกว่า ผลที่ได้จาก DCP และ ICP ค่อนข้างรีโพร์ดิวอร์ DCP ใช้อาร์กอนน้อยกว่า อุปกรณ์แบบนี้ราคาไม่แพง แต่ข้าไฟฟ้าเเกรไฟต์ (แอลูมิโนด) ต้องเปลี่ยนบ่อย (เปลี่ยนเกือบทุกสองชั่วโมงที่ใช้งาน)



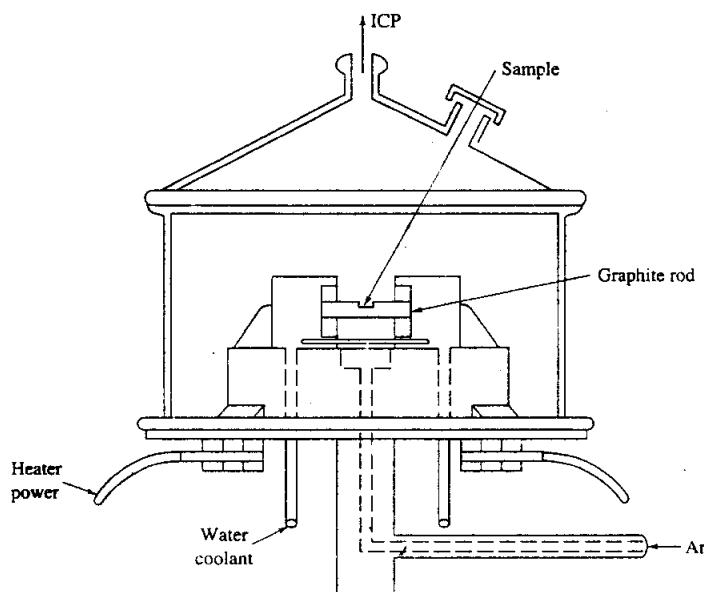
รูป 11-4 ข้าไฟฟ้าสามข้าของลำพลาสม่าแบบกระแสตรง

การพาตัวอย่าง Sample Introduction

สารตัวอย่างเข้าสู่ทอร์ช รูป 11-1 โดยการพาของก๊าซอาร์กอนซึ่งไหลด้วยอัตราเร็ว 0.3 ลิตร 1.5 ลูกบาศก์เมตรต่อนาที ผ่านตอนกลางหลอดควอร์ตซ์ อุปกรณ์ที่ใช้มีค่าร ตัวอย่างคือ เนบุไลเซอร์ รูป 11-2 เนบุไลเซอร์แบบพื้นฐาน สารละลายตัวอย่างถูกเนบุไล泽 แบบไอลตัค โดยใช้ก๊าซอาร์กอนเป็นตัวพา ตัวอย่างที่ผ่านเข้าไปเกิดเป็นละอองลอย (aerosol) เข้าสู่พลาสม่า ละอองลอยยังผลิตได้จากอัลตราโซนิกเนบุไลเซอร์

อีกวิธีหนึ่งที่ใช้สำหรับพาสารตัวอย่างของเหลวและของแข็งเข้าสู่พลาสม่าคือ การระเหยด้วยเตาไฟฟ้า (electrothermal) วิธีนี้ใช้เตาเผา (furnace) ซึ่งคล้ายกับวิธีการคุณก dein อะตอม เตาเผานี้ทำหน้าที่เพียงพาสารตัวอย่าง ไม่ได้ทำหน้าที่ผลิตอะตอม รูป 11-5 เตาไฟฟ้าที่ทำหน้าที่ระเหยสารตัวอย่างโดยการระเหยเกิดบริเวณหลอดกรรไฟต์ปลายเปิด ก๊าซอาร์กอนพาไอตัวอย่างเข้าสู่พลาสม่าทอร์ช สัญญาณที่วัดได้เป็นแบบชั่วระยะหนึ่ง (transient) คล้ายกับสัญญาณการคุณก dein อะตอม เทคนิคนี้ใช้สารตัวอย่างน้อยมาก (จีด จำกัดการตรวจหาตัว) ช่วงความเข้มข้นที่วิเคราะห์กว้าง ไม่ค่อยมีการแทรกสอด ชาตุหlays ชาตุวิเคราะห์ได้โดยเทคนิคนี้

อุปกรณ์ที่ทำให้ตัวอย่างของแข็งกลایเป็นไอ (ablation) ก่อตัวไว้ในบทที่ 10 โดยวิธีการอาร์ค หรือ สปาร์ค หรือ ไส้จำแลงเซอร์ เกิดอันตรรษิยา กับตัวอย่างของแข็งจนเกิดไอ ก๊าซอาร์กอนช่วยพาไอนี้เข้าพลาสม่าทอร์ช



รูป 11-5 อุปกรณ์เตาไฟฟ้าที่ทำให้ตัวอย่างเป็นไอ

แหล่งกำเนิดพลาสม่าของスペกโทรมิเตอร์ Plasma Source Spectrometers

ตาราง 11-1 คุณสมบัติที่ดีของスペกโทรมิเตอร์เปลี่ยนแบบพลาสม่า การแยกสูงต้องใช้ความกว้างช่องเล็กข้าวแคน ความกว้างช่องเล็กข้าวแคนสัญญาณต่อการรับกวนลดลง ความเที่ยงที่วัดได้ลดลง ผู้ผลิตเครื่องมือรุ่นใหม่พัฒนาเครื่องมือใหม่คุณภาพดีขึ้น ดังตาราง 11-1

ตาราง 11-1 สมบัติที่ดีของスペกโทรมิเตอร์แบบเปลี่ยน

- 1 การแยกดี ($0.01 \text{ นาโนเมตร } \text{ หรือ } \lambda / \Delta \lambda > 100,000$)
- 2 วัดสัญญาณเร็ว และถableสู่สภาพเดิมเร็ว
- 3 ปริมาณแสงลดเข้าน้อย
- 4 ช่วงความเข้มข้นกว้าง $> 10^6$
- 5 การเลือกและซักความยาวคลื่นแม่นและเที่ยง
- 6 ค่าความเข้มที่อ่านได้เที่ยง ($< 1 \% \text{ RSD}$ 500 เท่าของขีดจำกัดการตรวจหา)
- 7 ความเสถียรสูงแม้ว่าสภาพแวดล้อมเปลี่ยน
- 8 แก้ค่าเบบลีคกราวน์จ่าย
- 9 การทำงาน การอ่าน การเก็บและวิเคราะห์ข้อมูลด้วยเครื่องคอมพิวเตอร์

บริษัทที่ผลิตスペกโทรมิเตอร์เปลี่ยนแบบพลาสมามักมีถกยั่งยืนการทำงาน ช่วงความยาวคลื่นที่วัดคล้ายกัน การทำงานอยู่ในช่วงรังสีอัลตราไวโอเลตถึงวิสิเบิล (170 ถึง 800 นาโนเมตร) บางเครื่องวัดได้ต่ำถึง 150 นาโนเมตร การวัดในช่วงนี้ต้องทำในระบบสูญญากาศ ชาตุที่ให้สั่นสะเทือนเปลี่ยนในช่วงความยาวคลื่นต่ำๆ ได้แก่ พอดฟอร์ส กำมะถัน และการ์บอน

เครื่องมือที่วัดด้วยเทคนิคการเปลี่ยนแบบพลาสมามีสามแบบ แบบที่หนึ่ง วิเคราะห์ที่ละชาตุ (sequential) แบบที่สองวิเคราะห์ได้พร้อมกันหลายชาตุ (multichannel) แบบที่สามฟลูเรย์แทรนซ์ฟอร์ม เครื่องมือวิเคราะห์ที่ละชาตุมักใช้เครื่องคอมพิวเตอร์โปรแกรม การเลื่อนความยาวคลื่นไปยังชาตุอื่นที่ต้องการวัด และตั้งเวลาวัดสัญญาณนานพอ ปกติการนับสัญญาณนานสัก 50-60 ชาตุ เครื่องที่วิเคราะห์ได้พร้อมกันหลายชาตุวัดความเข้มสั่นเปลี่ยนได้พร้อมกัน (50-60 ชาตุ) เครื่องมือแบบวิเคราะห์ที่ละชาตุใช้วิวิเคราะห์นานกว่า

แบบวิเคราะห์ได้หลายชาติพร้อมกัน
ความซ้ำๆ และใช้เวลา

เครื่องมือแบบวิเคราะห์ที่ละชาติและวิเคราะห์พร้อมกันหลายชาติใช้ตัวทำแสงเอกรังค์เกรตติงแบบเชลเล็ต (echelle) และแบบอีเชลล์ (echelle) เกรตติงเชลล์มีสมบัติในการแยกดีกว่า แต่การใช้งานยุ่งยากกว่า

เครื่องมือวิเคราะห์ที่ละชาตุ Sequential Instruments

เครื่องมือวิเคราะห์ที่ละชาตุใช้เกรตติงซอลโลกราฟิกที่มีจำนวนร่อง 2400 ร่อง หรือ 3600 ร่องต่อมิลลิเมตร การสแกนสเปกตรัมใช้มอเตอร์คุมการหมุนหมุนเกรตติงเพื่อให้ได้ความยาวคลื่นที่ต้องการอกร่องเล็กๆ ยาวๆ กอก

เครื่องมือที่ใช้ระบบตรึงเกรตติงจะใช้ระบบเลื่อนช่องเล็กๆ ยาวๆ กอกและหลอดไฟโคมัลติพลาเยอร์ไปตามระนาบไฟกัส เครื่องมือทั่วไปมักมีช่องเล็กๆ ยาวๆ กอกสองชุด หลอดไฟโคมัลติพลาเยอร์สองชุด ชุดหนึ่งใช้งานช่วงอัลตราไวโอเลต อีกด้วย ชุดสองใช้งานช่วงวิสิเบิล การเลือกความยาวคลื่นช่วงที่ต้องการถูกควบคุมโดยระบบจราสเตชัน รังสีช่วงอัลตราไวโอเลตผ่านช่องเล็กๆ ยาวๆ กอกอันที่หนึ่งเข้าสู่หลอดไฟโคมัลติพลาเยอร์ รังสีช่วงวิสิเบิลผ่านช่องเล็กๆ ยาวๆ กอกอันที่สองเข้าสู่หลอดไฟโคมัลติพลาเยอร์

ตัวทำแสงเอกรังค์เชลล์ Echelle Monochromator

ตัวทำแสงเอกรังค์เชลล์ใช้วัสดุกระดาษแสงสองอัน จัดเป็นแบบลำดับ ชิ้นแรกเป็นเกรตติงพิเศษเชลล์ ชิ้นที่สองเป็นปริซึมที่มีค่าการกระจายต่ำ หรือ ใช้เกรตติง ปี 1964 G. R. Harrison จัดหาอุปกรณ์การกระจายและการแยกสูงกว่าเกรตติงเชลล์ (ขนาดเท่ากัน) รูป 11-6 ที่ที่หน้าตัดของเกรตติงเชลล์ เกรตติงเชลล์ต่างจากเกรตติงเชลล์ หลาดข้อ 1 มุมตกมีค่ามาก 2 มุมเบลซ (ร่องที่สะท้อนแสง) มีค่ามาก รังสีชนร่องและสะท้อนที่ร่องหน้าเบลซ 3 จำนวนร่องน้อย 300 ร่อง ต่อมิลลิเมตรสำหรับช่วงอัลตราไวโอเลต หรือ วิสิเบิล 4 มุมหักเหมือนมากและต้องปรับรังสีที่ชนให้มีมุมตกพอๆ กับรังสีหักเหและเท่ากับมุมเบลซ

$$r \cong i \cong \beta$$

รังสีถูกเลี้ยวบนเป็นไปตามสมการของเบร็ค

$$n \lambda = 2 d \sin \beta$$

เกรตติงเอชเล็ตทั่วไปมีจำนวนร่องมาก (ความกว้างร่องน้อย ระยะห่างระหว่างร่องน้อย ความกว้างไฟก์สมาก) มีการแยกดี ส่วนกลับการกระจายตัว เกรตติงแบบนี้จึงมีความสามารถในการรวมแสงน้อย และตัวทำแสงเอกสารมีขนาดใหญ่ เกรตติงเอชเซลมีการแยกดีเมื่อใช้แสงอันดับสูง (ก มาก) ส่วนกลับการกระจายของเกรตติงนี้

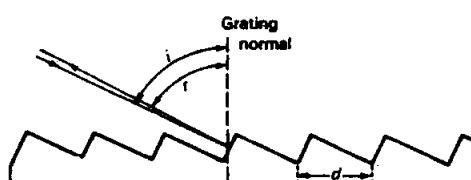
$$D^{-1} = 2d \cos \beta / n F$$

ตาราง 11- 2 เป็นการเปรียบเทียบการทำงานของเกรตติงเอชเล็ตและเอชเซล ความยาวไฟก์สของตัวทำแสงเอกสารทั้งสองเท่ากัน การกระจายเชิงเดี่ยว และการแยกของเกรตติงเอชเล็ตมากกว่าเกรตติงเอชเซล แต่กำลังการรวมแสงแบบเอชเซลคือกว่าเอชเล็ต

ตาราง 11-2 การเปรียบการทำงานของตัวทำแสงเอกสารจากเกรตติงสองชนิด

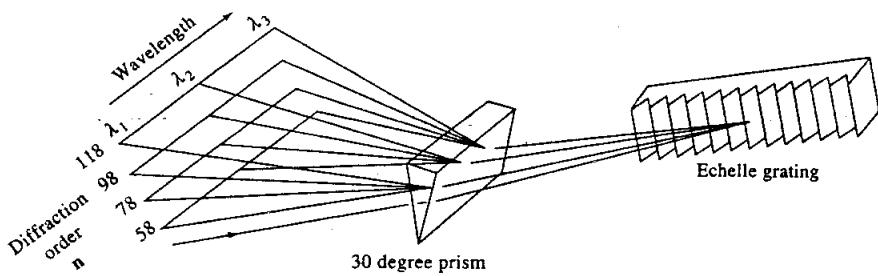
	เกรตติงเอชเล็ต	เกรตติงเอชเซล
ความยาวไฟก์ส	0.5 เมตร	0.5 เมตร
จำนวนร่อง	1200 ต่อมิลลิเมตร	79 ต่อมิลลิเมตร
มุมหักเห (ร่อง)	10 องศา 22 ลิบรา	63 องศา 26 ลิบรา
อันดับร่อง ก (ที่ 300 nm)	1	75
การแยกที่ 300 nm $\lambda / \Delta \lambda$	62,400	763,000
ส่วนกลับการกระจาย	16 อั้งศต棍อนต่อมิลลิเมตร	1.5 อั้งศต棍อนต่อมิลลิเมตร
กำลังการรวมแสง , f	f / 9.8	f / 8.8

$$r \approx i \approx \beta$$

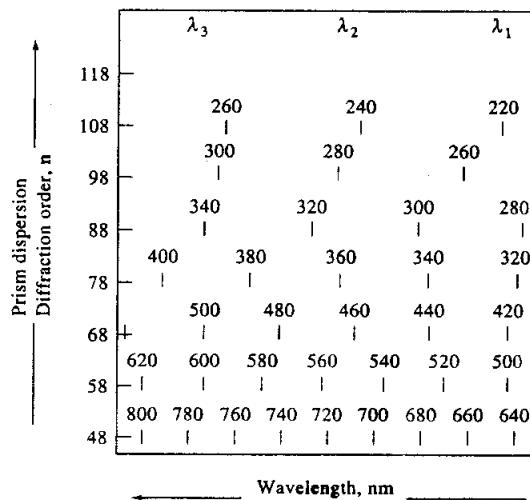


รูป 11-6 เกรตติงเอชเซล มุมหัก = i มุมสะท้อน = r ระยะห่างระหว่างร่อง = d
ขณะใช้งานคุณ $i = r = \beta = 63$ องศา 26 ลิบรา

การใช้เกรตติงเลือกความยาวคลื่นที่ต้องใช้อันดับสูง เครื่องมือที่ใช้วิเคราะห์ช่วง 200 ถึง 800 นาโนเมตร ใช้อันดับการเลี้ยวเบนแสงจาก 28 ถึง 118 อัน (90 อันดับ) สเปกตร้าที่ได้มีจำนวนเส้นมาก เพื่อป้องกันไม่ให้สเปกตราทับกันจึงใช้ระบบการกระจายแบบไขว้ คังรูป 11.7 ก การกระจายแสงแบบนี้ทำให้ได้สเปกตรัมสองมิติ คังรูป 11.7 ข ภาพนี้ตำแหน่งของอันดับ 8 ของ 70 อันดับ แทนค่าเส้นในแนวตั้ง แต่ละอันดับที่กำหนดให้ การกระจายเป็นแบบเชิงเส้น อันดับต่ำการกระจายเชิงเส้นน้อยกว่าที่อันดับสูง สเปกตรัมสองมิติจากเกรตติงอุ่นลมมีเส้นตั้ง 50 ถึง 100 เส้นบนแกนราย แต่ละแกนแทนหนึ่งอันดับเลี้ยวเบน การเปลี่ยนความยาวคลื่นของตัวทำแสงเอกสารค์อุ่นลมจึงต้องเปลี่ยนมุมเกรตติง และมุมปริซึม



(a)



(b)

รูป 11.7 ตัวทำแสงเอกสารค์อุ่นลม (ก) การจัดอุปกรณ์การกระจายรังสี (ข) แผนภูมิทางเดินแสงของรังสีอันดับต่างๆ ที่ถูกกระจาย (แยก) แล้วเข้าสู่แทรนซ์ติวเซอร์

สเปกโทรมิเตอร์ สแกนแบบ สรุล Slew Scan Spectrometers

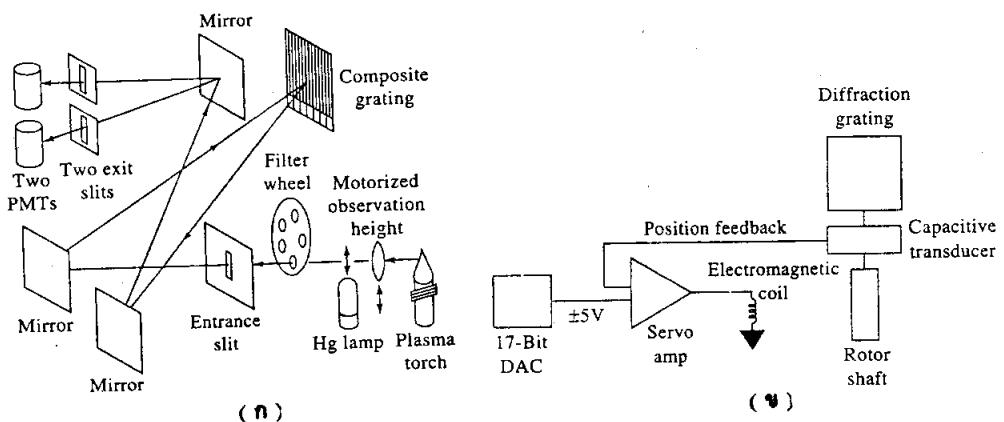
ถ้าสเปกตราที่วิเคราะห์ขับช้อน (อุ่นไกลกันเป็น 100 เส้น) จะใช้สเปกโทรมิเตอร์แบบ slew scan โดยเกรตติง หรือ เครื่องตรวจหาและซองเล็กๆจากขับเคลื่อนด้วยมอเตอร์ ทำงานด้วยสองอัตราเร็ว เครื่องมีจะสแกนอย่างเร็วในช่วงที่ไม่ต้องการศึกษาส่วนที่สนใจ (จนถึงไกลสีน้ำเงินที่สนใจ) แล้วสแกนอย่างช้าๆในช่วงที่สนใจ (0.01 ถึง 0.001 นาโนเมตร) การควบคุมอัตราการสแกนของมอเตอร์ใช้เครื่องคอมพิวเตอร์คุมการสแกนแบบ slew ช่วงความยาวคลื่นที่สนใจจะสแกนช้า (ใช้เวลานาน) เทคนิคนี้จึงช่วยเพิ่มสัญญาณต่อการรับกวน

รูป 11-8 ก สเปกโทรมิเตอร์สแกนแบบ slew เครื่องมีมีระบบเกรตติงเป็นแบบรวม (composite) โดยเกรตติงอันที่หนึ่งคิดอยู่บนเกรตติงอันที่สอง สเปกตรัมลำดับสองได้จากเกรตติงอันที่หนึ่ง 2400 ร่องต่อมิลลิเมตร ใช้งานช่วง 160 ถึง 380 นาโนเมตร สเปกตรัมลำดับหนึ่งได้จากเกรตติงอันที่สอง 1200 ร่องต่อมิลลิเมตร ใช้งานช่วง 380 ถึง 850 นาโนเมตร อุปกรณ์กันแสงทำหน้าที่เลือกให้แสงผ่าน (รังสี) จากเกรตติงอันที่หนึ่ง หรือ สองตามช่วงเวลาที่ต้องการ เกรตติงแบบ echelle ในช่วง 160 ถึง 335 นาโนเมตร มีค่าการแยก 0.008 นาโนเมตร ในช่วง 335 ถึง 670 นาโนเมตร มีค่าการแยก 0.018 นาโนเมตร ในช่วง 670 ถึง 850 นาโนเมตร มีค่าการแยก 0.04 นาโนเมตร ชุดมอเตอร์ขับเคลื่อนฟิลเตอร์แทรกสอดแบบงานสี จึงจัดไว้หน้าช่องเล็กๆมาเพื่อกำจัดอันดับสเปกตราที่ซ้อนกันและดำเนินเสียงที่ลดลงเข้าไป ช่องเล็กๆอาจออกสองอัน หลอดไฟโคมลัติพลาเยอร์สองอัน อันหนึ่งใช้ช่วงอัลตราไวโอเลต อันสองใช้ช่วงวิสิเบิลเพื่อให้ได้สภาพไวสูง กระจากเงาและฟิลเตอร์ถูกคุมด้วยระบบคอมพิวเตอร์

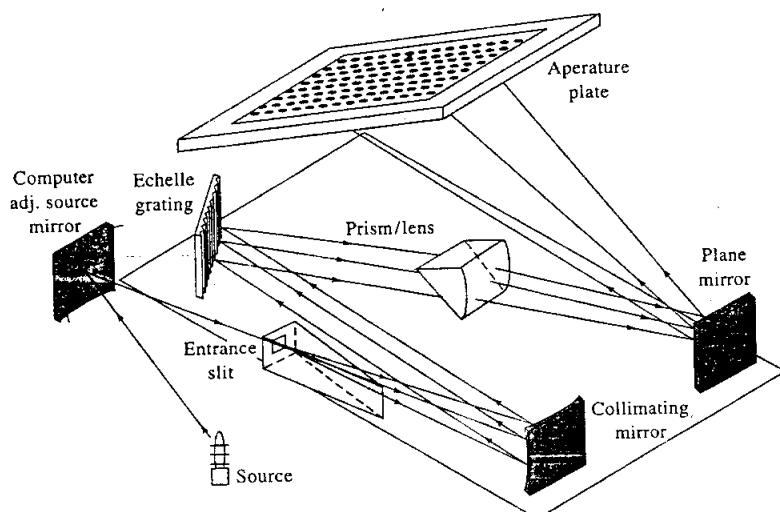
การสแกนช่วงความยาวคลื่นจาก 165 ถึง 850 นาโนเมตร ใช้เวลาเพียง 20 มิลลิวินาที การสแกนถูกควบคุมด้วยตัวเปลี่ยนจาก ดิจิต เป็น แอนაล็อก และวงจรป้อนกลับ ดังรูป 11-8 ข กลไกการทำงานมีส่วนที่สแกนที่เคลื่อนที่เพียงส่วนเดียว โรเตอร์ที่หมุนได้จาก การสั่งงานของชุดควบคุมแม่เหล็กไฟฟ้า ราคาเครื่องสแกนแบบ slew ถูกกว่าสเปกโทรมิเตอร์แบบหลายช่อง แต่เครื่องแบบหลายช่องใช้งานสะดวก เพราะทำงานรวดเร็วและใช้ตัวอย่างน้อย

สเปกโทรมิเตอร์แบบสแกนด้วยเกรตติงเชลล์ echelle รูป 11-19 เริ่มขายปี 1990 แหล่งกำเนิดพลังงานเป็นพลาสมาระดับแรง การทำงานของเครื่องมีให้เลือกแบบสแกนที่

ลดความยาวคลื่น และวัดพร้อมกันหลายความยาวคลื่น การสแกนทำโดยเดินหลอดไฟ โคมัตติพลาเยอร์เพื่อรับแสงที่ผ่านมาตามแกน X และแกน Y แห่งที่มีช่องให้แสงผ่านอยู่



รูป 11-8 (ก) แผนภูมิทางเดินแสงของสเปกโตรมิเตอร์สแกนแบบ slew สำหรับ ICP
(ข) ชุดบังคับแม่เหล็กใช้ขับเคลื่อนเกรตติง

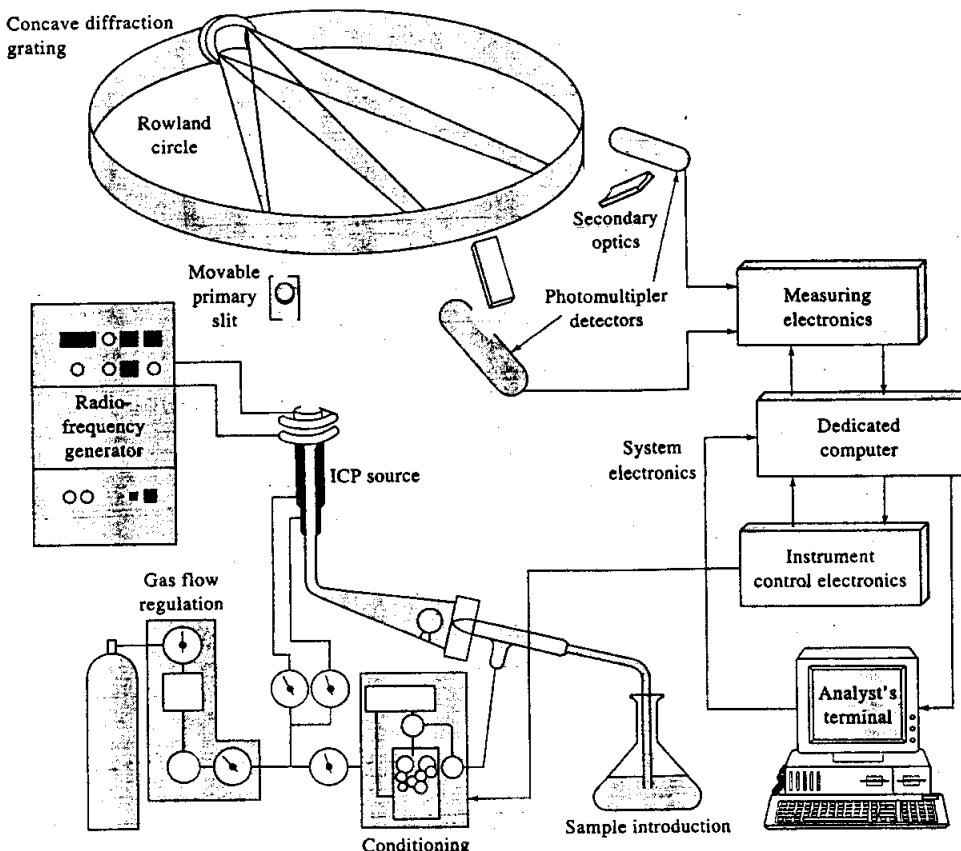


รูป 11-9 แผนภูมิของระบบถ่ายความยาวคลื่นจากเกรตติงเอชแอล

บนระบบไฟกัลของตัวทำแสงเอกสารนี้ เมื่อนำมาใช้แล้วต้องเสียเวลาให้แสงผ่านได้ถึง 300 ช่องเล็ก ขาวออก เวลาที่ใช้เดือนจากช่องเล็กขาวหนึ่งไปอีกช่องเล็กขาวหนึ่งใช้เวลา 1 วินาที เครื่องมือทำงานแบบหลายช่องได้ โดยขั้นตอนไฟโตรามัลติพลาเยอร์ขนาดเล็กจำนวนมาก ไว้หลังช่องเล็กขาวออก (ตรงแสงออก)

สเปก tro มิเตอร์แบบหลายช่อง Multichannel Spectrometers

สเปก tro มิเตอร์แบบหลายช่องที่วัดรังสีความยาวคลื่นต่างๆ มีสองแบบ แบบที่หนึ่ง หลายรังค์ (polychromators) ใช้หลอดไฟโตรามัลติพลาเยอร์หลายอันจัดไว้หลังช่องเล็กขาวออก แบบที่สอง ระบบขบวน (array based systems) ใช้อุปกรณ์ฉีดประจุ (injection) แบบสองมิติ หรือ อุปกรณ์ควบคู่ประจุ (charge coupled) เป็นเครื่องตรวจหา



รูป 11-10 เมนูกมิอินดักทิฟลีคัพเพลิดพลาสม่าแบบหลายรังค์

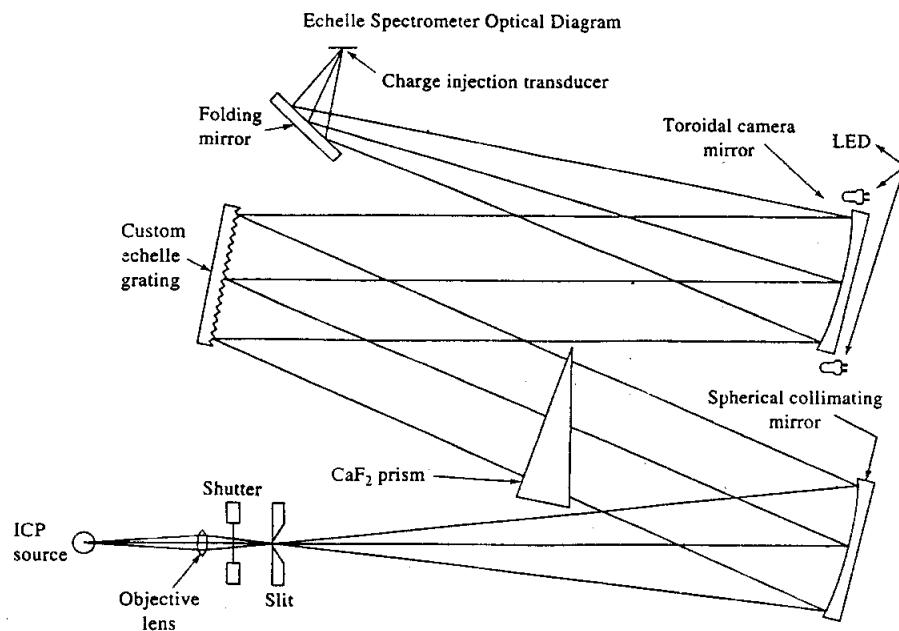
หมายรังค์ Polychromators

สเปกโถรมิเตอร์แบบเปลี่ยนนิคหลาธารค์ บางเครื่องมีหลอดไฟโคมัลติพลาสติก 60 หลอด จัดตรึงไว้ด้านหลังซ่องเล็กข่าวอก (บริเวณENAMEL ไฟกัลโคง) ของตัวทำแสงเอกสารค์ชนิดเกรตติง แผ่นกูมิของเครื่องสเปกโถรมิเตอร์แบบเปลี่ยนนิคหลาธารค์แสดงในรูป 11-10 ซ่องเล็กข่าวเข้า ซ่องเล็กข่าวอก และเกรตติงแบบโคง จัดไว้บนเส้นรอบวงของตัวทำแสงเอกสารค์วงกลมโรว์เดนค์ ความโถงนี้เป็นทั้งความโถงของระบบไฟกัลของซ่องเล็กข่าวเข้า ซ่องเล็กข่าวอก และเกรตติงสะท้อนแบบเว้า รังสีออกจากซ่องเล็กข่าวอกถูกสะท้อนด้วยกระจกเงา (สองอัน) ก่อนเข้าสู่หลอดไฟโคมัลติพลาสติก หรือ เครื่องจะทรงซ่องเล็กข่าวอกให้ตรงเฉพาะกับฐานที่สนิทเท่านั้น บริษัทที่ผลิตสามารถปรับเปลี่ยนตำแหน่งซ่องเล็กข่าวอก และตำแหน่งหลอดไฟโคมัลติพลาสติก สำหรับวิเคราะห์ธาตุอื่นได้ สัญญาณที่วัดได้จากหลอดไฟโคมัลติพลาสติกอื่นต่างๆ ถูกส่งเข้าสู่วงจรรวมสัญญาณและนาฬิกา ซึ่งมีเท่ากับจำนวนหลอด ศักย์ที่วัดได้ถูกแปลงเป็นคิดิค แล้วเปลี่ยนเป็นความเข้มข้น เก็บข้อมูลไว้ และแสดงผลออกมานะ ซ่องเล็กข่าวเข้าเดือนไปตามเส้นรอบวงของวงกลมโรว์เดนค์ด้วยมอเตอร์ที่เดื่อนไปที่ละขั้น สัญญาณที่วัดได้เป็นสัญญาณที่เก็บค่าเบ็ดเตล็ดไว้ การสเปกโถรมิเตอร์ในรูป 11-10 ใช้แหล่งกำเนิดพลasmaแบบ อาร์ค และสปาร์ค การวิเคราะห์โลหะสมโภัยเครื่องมือนี้วิเคราะห์ปริมาณได้พร้อมกันถึง 20 ธาตุ หรือมากกว่าภายในหน้าที่ สเปกโถรมิเตอร์แบบหลาธารซ่องใช้แทรนซิสเตอร์แบบไฟโคมัลติทริก ให้ผลวิเคราะห์เที่ยง ผลที่วิเคราะห์ได้ริโพร์ตคิวช์ เครื่องมือรุ่นใหม่มีตัวทำแสงเอกสารค์ชุดที่สองสำหรับสแกนสเปกต์รัมซึ่งใช้งานสะดวก เพื่อวิเคราะห์ธาตุได้ทุกธาตุ (ปกติเครื่องวิเคราะห์แบบหลาธารซ่องวิเคราะห์ได้เฉพาะธาตุที่โรงงานตั้งไว้เท่านั้น)

เครื่องแบบฉีดประจุ A Charge Injection Instruments

ต้นปี 1990 บริษัทผลิตสเปกโถรมิเตอร์แบบหลาธารซ่องชนิดวิเคราะห์ธาตุได้พร้อมกันโดยใช้เกรตติงสะท้อนแสงแบบเชชล แทรนซิสเตอร์แบบถ่ายโอนประจุชนิดสองมิติซึ่งทำงานได้กว้างขวางกว่าสเปกโถรมิเตอร์หลาธารซ่องแบบเก่า รูป 11-11 แผ่นกูมิทางเดินแสงสเปกโถรมิเตอร์เกรตติงเชชล แทรนซิสเตอร์ชนิดนิคประสงค์วิเคราะห์ธาตุได้พร้อมกันหลาธาร ใช้ปริซึมแคลเซียมฟลูออไรด์เลือกอันดับจากเกรตติงเชชล การแยกของเกรตติงนี้ใช้แสงขั้นต้นสูง การกระจายแสงจัดเป็นแบบไขว้ดังรูป 11-7 ก แบบปริซึมแคลเซียมฟลูออไรด์จัดให้ตั้งฉากกับเกรตติง สเปกต์รัมที่ได้เป็นแบบสองมิติ ดังรูป 11-7 *

แสงในรูปนี้เริ่มต้นจากอันดับ 48 ถึง 118 หรือ 70 อันดับ แสดง 8 ตัวเห็นง่ายของเส้นแนวตั้งแต่ละอันดับ การกระจายความยาวคลื่นเป็นแบบเชิงเส้น การกระจายลดลงเมื่ออันดับแสงที่เลือกใช้มีค่าอย่างมากและความยาวคลื่นที่ใช้มีค่ามาก สเปกตรัมสองมิติซึ่งช้อนมีเส้นตั้ง 50 ถึง 100 เส้นบนแกนราย แต่ละแกนแทนหนึ่งอันดับการเลี้ยวเบน การเปลี่ยนความยาวคลื่นต้องเปลี่ยนทั้งมุมเกรตติ้งและมุมปริซึม



รูป 11-11 แผนภูมิทางเดินแสงสเปกโทรมิเตอร์เกรตติ้งเอชเซลพร้อมแทรนซ์ดิวเซอร์นิดประจุ

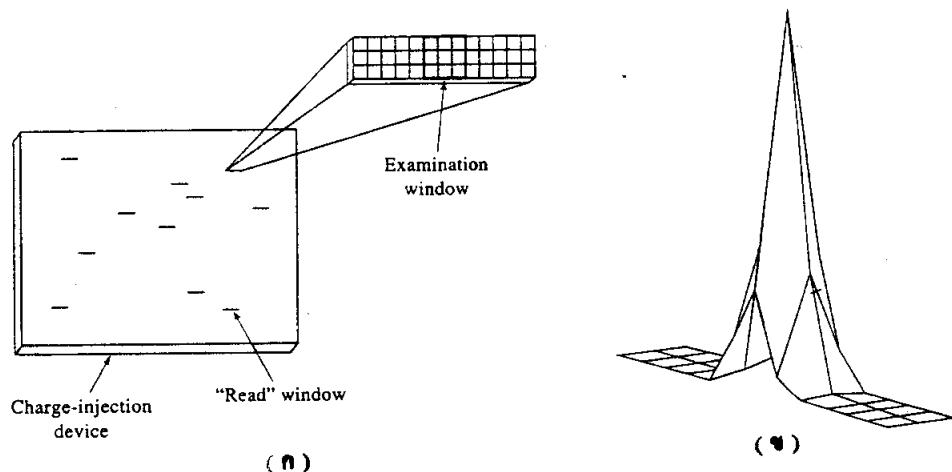
แทรนซ์ดิวเซอร์ของสเปกโทรมิเตอร์เป็นแบบอุปกรณ์นิดประจุ มีขนาด กว้าง 8.7 มิลลิเมตร ยาว 6.6 มิลลิเมตร แทรนซ์ดิวเซอร์นี้มีช่อง (เครื่อง) วัดแสงถึง 94,672 ช่อง (ชาตุ) กระจายเงาโถง พร้อมกับช่องทำหน้าที่ไฟกั๊สภาพ (แสง) ให้ตกลงช่องเล็กของแทรนซ์ดิวเซอร์ แทรนซ์ดิวเซอร์ต้องจัดไว้ในภาชนะพิเศษสำหรับใส่ในโทรเจนเหลาชิ้ง เชิงจัด (135 เคลวิน) เพื่อกำจัดกระแสเม็ด

เครื่องตรวจหาชุดหนึ่ง (เรียก หน้าต่างสำหรับอ่าน read window) มี 39 ช่อง (ชาต) ใช้วัสดุสเปกตรามeteและเส้นในรูป 11-12 ก เมื่อคุณส่วนอย่างหนึ่งหน้าต่างซึ่งเรียกว่า หน้าต่างสอบ (examination window) พับเส้นสเปกตรากองแสงที่ผ่านเข้ามาถูกไฟกั๊สบันช่องตรงกลาง 9 ช่อง ส่วนช่องทางด้านซ้ายและขวาผ่องละ 15 ช่องทำหน้าที่รับสัญญาณ

แบล็คกราวน์ รูป 11-12 ข เป็นภาพบันทึกความเข้มเส้นเหล็กที่ความยาวคลื่น 297.32 นาโนเมตรบนหน้าต่างอ่านหนึ่งหน้าต่าง โดยความเข้มนีอยู่ตรงกลางของหน้าต่างสอง

ข้อดีของเครื่องตรวจพาณิชประจุ ปรินาณที่วัดได้ (เก็บไว้ในถุงทำลาย) ไม่มีการสูญเสียระหว่างการนับ เครื่องตรวจหานี้จะประเมินปรินาณประจุที่นับได้ก่อนที่จะแสดงผลเพื่อให้ได้สัญญาณต่อการรับกวนสูง การวัดความเข้มเส้น ณ หนึ่งหน้าต่างโดยวิธีนี้มีประสิทธิภาพและรวดเร็ว สัญญาณที่นับจะอยู่ที่ส่วนตรงกลาง 9 ช่อง ส่วนซ่องซ้ายและขวาอีกฟังabee 15 ช่องทำหน้าที่วัดสัญญาณแบล็คกราวน์ สัญญาณที่ออกสู่หน้าต่างอ่านเป็นสัญญาณที่เก็บแบบดิจิตอลแล้ว ถ้าเส้นที่วัดมีความเข้มมาก หน้าต่างรับสัญญาณจะใช้เวลาขึ้นถ้าเส้นที่วัดเจือจาง (ความเข้มเส้นน้อย) จะใช้เวลาอ่านนาน บางครั้งใช้เวลาอ่านสัญญาณเป็น 100 เท่าของความเข้มเส้นมาก

การเทียบมาตรฐานความยาวคลื่นของスペกโทรมิเตอร์ใช้เส้นอ้างอิงจากหลอดไอประทที่ 253.65 นาโนเมตร ความเข้มเส้นของธาตุต่างๆ ที่อยู่บนแกน X และแกน Y เทียบกับความเข้มเส้นprototh ถูกเก็บไว้ในเครื่องคอมพิวเตอร์ (มากกว่า 40 ธาตุ) สำหรับแสงของスペกโทรมิเตอร์ปกติไม่จำเป็นต้องเทียบมาตรฐานเครื่องจากข้อมูลที่เก็บไว้ในเครื่อง

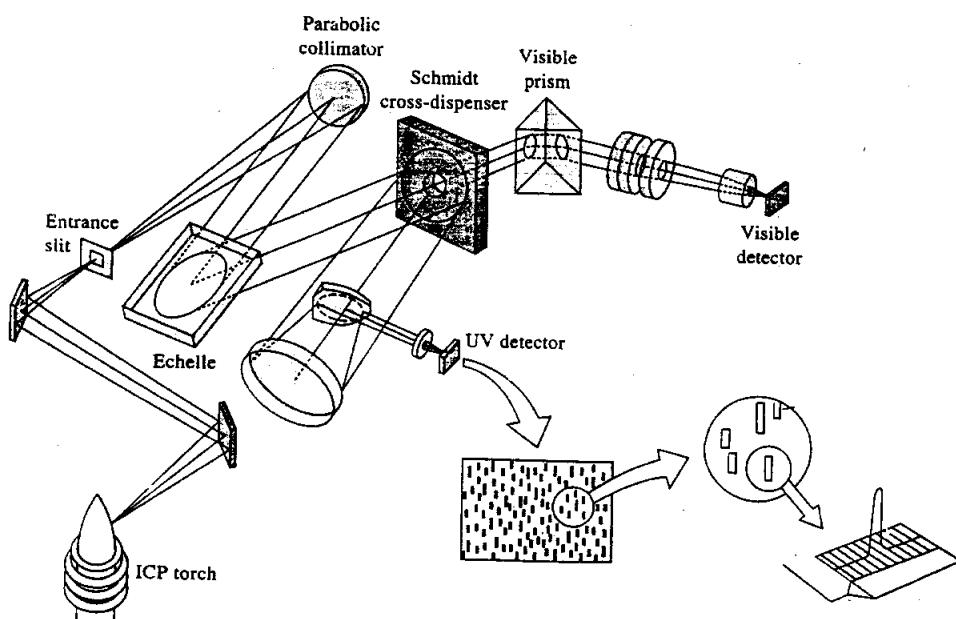


รูป 11-12 (ก) เมนยูมิแทนผิวของอุปกรณ์มีดีประจุ แต่ละเส้นสั้นแนวราบแทนแต่ละหน้าต่างอ่าน ภาพขยายของหน้าต่างอ่านหนึ่งหน้าต่างประกอบศ่วย 9 ช่องตรงกลางคือหน้าต่างสอบ (ตรวจ) (ข) ความเข้มเส้นเหล็ก แสงจากเส้นนีตกบนช่องทั้ง 9 หรือ บนหน้าต่างสอบ 3*3

คอมพิวเตอร์ ซึ่งจำกัดการตรวจหาสเปกไทรามิเตอร์เปล่งที่ใช้ ICP เป็นแหล่งกำเนิดพลังงาน มีค่าเป็นจุดของนาโนกรัม ช่วงความเข้มเหมาะสม (dynamic) ของชาตุโลหะมีค่าเป็น 10^{-4} เท่าของความเข้มข้นตัวศูนย์ พวกลอหะ เช่น ฟอสฟอรัส และสารหมู่ ความเข้มข้นตัวศูนย์มีค่าเป็น 100 เท่าความเข้มข้นตัวศูนย์

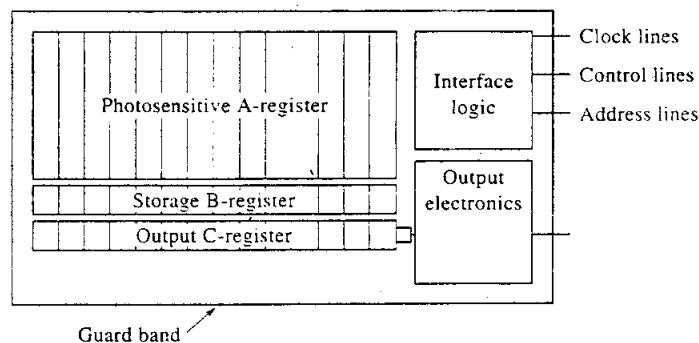
เครื่องความถี่ประจุ A Charge Coupled Instrument

รูป 11-13 เป็นแผนภูมิทางเดินแสงของสเปกไทรามิเตอร์ที่มีระบบเกรตติงเอชเซล สองระบบ เครื่องตรวจหาความถี่ประจุสองอัน ระบบที่หนึ่งออกแบบให้ใช้งานช่วงความยาวคลื่น 160 ถึง 375 นาโนเมตร ระบบที่สองออกแบบให้ใช้งานช่วงความยาวคลื่น 375 ถึง 782 นาโนเมตร รังสีจากแหล่งกำเนิด ICP เข้าสู่ช่องเลือกยาวเข้า ถูกกระจายด้วยเกรตติงเอชเซล รังสีที่ถูกกระจายตกสู่ตัวกระจายชนิด (schmidts cross disperser element) อุปกรณ์ท่าน้ำที่แยกรังสีออกตามไวโอลีดออกจากช่วงวิสิเบิล อุปกรณ์นี้ที่เป็นเกรตติงทรงกลมที่ใช้เป็นร่อง และมีรูตรงกลาง ฐานให้แสงวิสิเบิลผ่าน รังสีวิสิเบิลวิ่งเข้าชนปริซึม ซึ่งทำหน้าที่แยกอันดับของรังสีดังรูป 11-7 ลำรังสีถูกกระจายออกเป็นสองแกน จะถูกไฟกัสน์ผิวเครื่องตรวจหา ดังรูป 11-13



รูป 11-13 สเปกไทรามิเตอร์เอชเซล กับอุปกรณ์เครื่องความถี่ประจุที่จัดเป็นขนาด

ระบบตรวจหาวัสดุเส้นต่างๆได้พร้อมกัน เพราะมีการจัดแบบขบวนย่อยๆ (subarray) หรือ ส่วนของขบวน (array segment) อุปกรณ์ควบคู่ประจุเป็นแผ่นซิลิคอน ซึ่งมีซิลิคอนเป็นขบวนทำหน้าที่รับรังสี แต่ละขบวนซิลิคอนจัดเป็นแบบชิ้งเส้น (มากกว่าแบบสองมิติ) เทคนชิคิวเซอร์ควบคู่ประจุจัดเป็นแบบชิ้งเส้น (มากกว่าแบบสองมิติ) แทนชิคิวเซอร์ควบคู่ประจุจะมี 20 ถึง 80 จุด (pixels) รูป 11-14 แสดงอุปกรณ์ควบคู่ประจุแบบขนาด ส่วน A ทำหน้าที่รับแสงแล้วเปลี่ยนเป็นประจุ ส่วน B ทำหน้าที่เก็บประจุ (สะสมประจุ) เปลี่ยนจากประจุเป็นสัญญาณ จนมีสัญญาณต่อการรับกวนสูงพอ ส่วน C ทำหน้าที่ส่งสัญญาณที่เก็บไว้ เข้าวงจรอิเล็กทรอนิกส์ที่ทำหน้าที่ส่งข้อมูลเป็นค่าที่อ่านได้สะดวก แต่ละส่วนของขบวน (ช่อง) ทำหน้าที่แยกกัน เวลาที่รวมประจุของแต่ละช่องเข้ากับปริมาณแสงที่ชน การจัดแผ่นซิลิคอนให้เป็นขบวนในวิธีการนี้มี 224 ขบวน หนึ่งช่องวัดแสงได้หลายเส้น อุปกรณ์นี้วัดแสงได้พร้อมกันหลายพันเส้น



รูป 11-14 แผนภูมิเครื่องวัดแสงที่มีการจัดแบบขบวน (array segment)

ฟลูเรียร์แทرنช์ฟอร์มสเปกโตรมิเตอร์ Fourier Transform Spectrometers

ต้นปี 1980 มีการประยุกต์เครื่องฟลูเรียร์แทرنช์ฟอร์มมาใช้ศึกษาสเปกตรัมช่วงอัลตราไวโอเลต / วิสิเบิล การออกแบบเครื่องมือนี้คล้ายกับเครื่องอินฟราเรด เครื่องฟลูเรียร์แทرنช์ฟอร์มทำงานช่วงความยาวคลื่นกว้าง 170 ถึง 1000 นาโนเมตร การวัดความยาวคลื่นต่างๆ ทำได้เมื่น การแยกตี วิเคราะห์ได้รวดเร็ว ช่วงความเข้มข้นที่วิเคราะห์กว้าง ขนาดกระหัคด ปริมาณแสงในทางเดินแสงมาก เครื่องฟลูเรียร์แทرنช์ฟอร์มอัลตราไวโอเลต / วิสิเบิล มีการรับกวนแบบช็อต และฟลิกเกอร์ ส่วนฟลูเรียร์แทرنช์ฟอร์ม CH 335

อินฟราเรดมีการรับกวนจากเครื่องตรวจหา แต่เครื่องฟลูเรนซ์ฟอร์มอัลตราไวโอเลต
วิสิเบิล ราคาค่อนข้างแพง จึงใช้เฉพาะกับงานวิจัย

การประยุกต์แหล่งกำเนิดพลาสม่า Applications of Plasma Sources

แหล่งกำเนิดพลาสม่าให้เส้นเปล่งจ้านวนมาก เส้นนี้ใช้ทำคุณภาพและปริมาณวิเคราะห์ แหล่งกำเนิดพลาสม่า ICP และ DCP ทำปริมาณวิเคราะห์ได้กว่าแหล่งกำเนิดพลาสม่าอื่น แหล่งกำเนิดพลาสม่าให้ความเสถียรดี การรับกวนน้อย แบล็คกราวน์ต่ำ ไม่ค่อชีมีการแทรกสอด ถ้าทำการวิเคราะห์ในสภาวะปกติ จึงจำกัดการตรวจหาของพลาสม่า ICP ดีกว่า DCP

การเตรียมสารตัวอย่าง Sample Preparation

สารตัวอย่างที่นำมาวิเคราะห์โดยสเปกโตรสโคปเปล่งอินคัคทีฟลีซึพเพลิดพลาสม่า ต้องอยู่ในรูปสารละลาย (ใช้น้ำ หรือ สารอินทรีย์เป็นตัวทำละลาย) เทคนิคการเตรียมสารตัวอย่างกล่าวไว้ในบทการเตรียมสารตัวอย่างที่ 10 การวิเคราะห์ตัวอย่างของแข็งต้องใช้ เทคนิค เดาไฟฟ้า เลเซอร์ อาร์ค สปาร์ค โกลด์ซิลฟาร์จ ประกายไฟ เปลี่ยนตัวอย่างของแข็งให้เป็นไอ (ablation) ตัวอย่างสารแขวนลอยในสารละลายจะใช้.en.nu.ไอลเซอร์แบบแบนบิงตัน

การวิเคราะห์ธาตุ Elements Determined

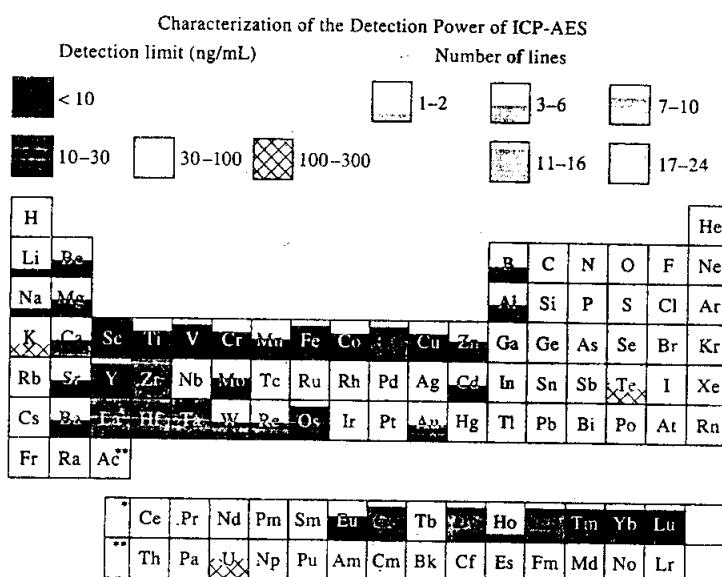
สเปกโตรเมตريเปล่งพลาสม่าใช้วิเคราะห์โลหะได้ทุกชนิด ถ้าต้องการวิเคราะห์ โนรอน ฟอสฟอรัส ในไตรเจน กำมะถัน และการบอนต้องวิเคราะห์ภายใต้สูญญากาศ (ธาตุเหล่านี้เปล่งรังสีความยาวคลื่นน้อยกว่า 180 นาโนเมตร) การวิเคราะห์โลหะเหล็กไอลน์มีจุดจักสองข้อ 1 สภาพที่ใช้วิเคราะห์โลหะต่างๆ ไม่เหมาะสมกับโลหะเหล็กไอลน์ 2 เส้นเปล่ง Li, K, Rb และ Cs อยู่ใกล้ความยาวคลื่นอินฟราเรด เทคนิคพลาสม่า เหมาะสมกับการวัดรังสีอัลตราไวโอเลต เทคนิคนี้ (พลาสม่า) เหมาะสมกับการวิเคราะห์ธาตุเพียง 60 ธาตุ

รูป 11-15 เป็นธาตุที่วิเคราะห์ได้กับเทคนิคเปล่งอินคัคทีฟลีซึพเพลิดพลาสม่า จัด
จำกัดการตรวจหาแสดงด้วยความเข้มแอบรังสี พื้นที่ของແບນรังสีແທນจำนวนเส้นของแต่ละธาตุที่ให้จุดจักการตรวจหาเป็นสามเท่าของความเข้มข้นเส้นที่คือสูด ธาตุที่มีพื้นที่สี

มากแสดงว่าจำนวนเส้นที่ใช้วิเคราะห์มีมาก การวิเคราะห์ตัวอย่างธาตุเหล่านี้หลักเดียวกัน รับกันจากเส้นแม่กริกซ์ได้ (เลือกใช้เส้นอินเทน)

การเลือกเส้น Line Selection

รูป 11-15 ธาตุส่วนใหญ่ให้เส้นเปล่งหดหายเส้น เครื่องมือที่ใช้วัดความขาวคลื่น ได้ ลงทะเบียนคงนิยมสามตำแหน่ง ความเข้มเส้นก่อให้ลงทะเบียน เช่นกัน การเดือกด้วยความขาวคลื่น (เส้นที่ใช้วัด) ขึ้นกับปริมาณและแม่กริกซ์ที่อยู่ในสารตัวอย่าง

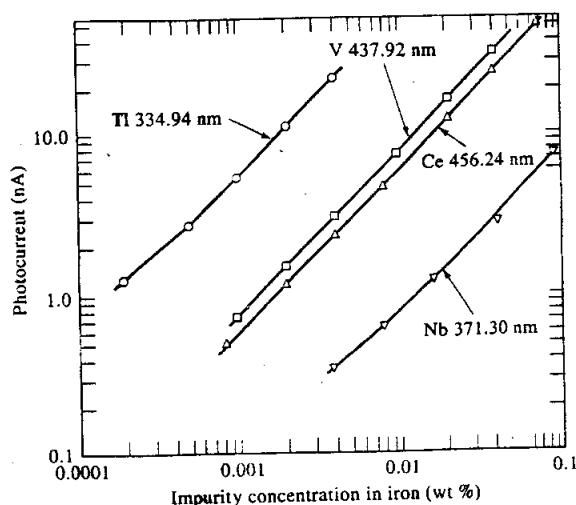


รูป 11-15 ตารางธาตุแสดงความสามารถในการวิเคราะห์และจำนวนเส้นเปล่งจากนิวมาติกเนบุไลเซอร์ ICP พลาสม่า ความเข้มของเงาแทนช่วงความเข้มข้นต่ำสุดของเส้นที่ใช้วิเคราะห์ พื้นที่เรืองแทนจำนวนเส้นเปล่ง

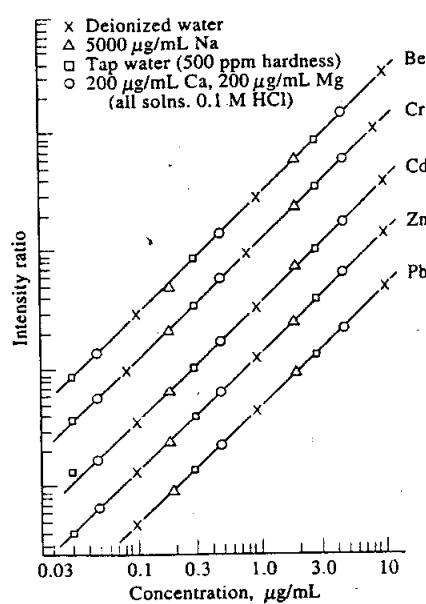
เคอร์ฟมาตรฐาน Calibration Curves

เคอร์ฟมาตรฐาน ได้จากการพล็อตสัญญาณกระแส หรือ ศักย์ ที่วัดได้จากการแทรนซ์คิวเซอร์ กับความเข้มข้นของสารที่สนใจ ถ้าความสัมพันธ์ระหว่างความเข้มข้นกับสัญญาณที่วัดได้กว้าง จะพล็อตแกนทั้งสองด้วยค่า log - log รูป 11-16 เคอร์ฟมาตรฐานสำหรับธาตุสีธาตุในตัวอย่างเหล็กกล้า เคอร์ฟมาตรฐานมักจะໂโค้งลงเมื่อสารละลายที่วิเคราะห์เข้มข้นมาก ที่ความเข้มข้นนี้จะต้องที่ไม่อยู่ในสถานะกระตุ้น (พลังงานจากแหล่งกำเนิดไม่พอ)

จะคุณลักษณะเด่นเรื่อยๆ (การคุณลักษณะร่วม) เครื่องไม่เป็นส่วนต่างนักเกิดจากความผิดพลาดของการแก้ค่าแบบลึกทราบ เช่นเครื่องฟ์ นี้ไม่เปลี่ยนและเหลือเลิ่มที่ความเข้มข้นต่ำ เครื่องไม่เป็นส่วนต่างเพราการแก้ค่าแบบลึกทราบไม่ถูกต้อง (ได้ค่าสูงกว่าปกติ)



รูป 11-16 เครื่องฟ์สามารถตรวจจับ



รูป 11-17 เครื่องฟ์การเติมสารมาตรฐานภายในจากเหล็กกำเนิดพลาสม่า เส้นอัตราเรียบเป็นสารมาตรฐานภายในให้ความเข้มเด่นที่ 242.2 นาโนเมตร

เทคนิคการเดินสารามาตรฐานภายในก็นิยมใช้ รูป 11-17 เครื่องฟามาตรฐานของชาติ ต่างๆ ใช้อิตเทเรียมเป็นสารามาตรฐานภายใน ใส่สารละลายนามาตรฐานอิตเทเรียมปริมาณเน้น นอนลงในสารามาตรฐานความเข้มข้นต่างๆ (รวมทั้งสารตัวอย่าง) วัดความเข้มเส้น อิตเทเรียมที่ 242.2 นาโนเมตร และวัดความเข้มเส้นของชาติอื่น เครื่องฟอกของทุกชาติเป็นเส้น ตรงในช่วงความเข้มข้นที่ศึกษา ขณะทำงานต้องใช้สารละลายนามาตรฐานเทียบมาตรฐาน เครื่อง ความเที่ยงของเครื่องที่ศึกษาคุณจากตาราง 11-3 ความเที่ยงคีเข็มเมื่อเพิ่มความเข้มข้น ของสารละลายนามาตรฐาน

ตาราง 11-3 ข้อมูลการเทียบมาตรฐานเครื่องสเปกโกรแอล์ฟ่านิด ICP พลาสม่า

ช่วงเวลาที่ศึกษา	ค่าเบี่ยงเบนมาตรฐานสัมพัทธ์				
	จำนวนเท่าของจีดจำกัดการตรวจหา (ความเข้มข้น)				
ชั่วโมง	$10^1 - 10^2$	$10^2 - 10^3$	$10^3 - 10^4$	$10^4 - 10^5$	
0.5	3-7	1-3	1-2	1.5-2	
2.0	5-10	2-6	1.5-2.5	2-3	
8.0	8-15	3-10	3-7	4-8	

การแทรกสอด Interferences

เทคนิคพลาสม่าไม่ค่อยมีผลเนื่องจากการแทรกสอดเชิงเคมีและเคมีทริกซ์ ถ้าความเข้มข้นที่วิเคราะห์น้อยจะพบสัญญาณเนื่องจากแบล็คกราวน์ (ไอออนอาร์กอนกับ อิเล็กตรอน) ทำให้ฐานทั้งสองฝั่งสูงขึ้น เครื่องมือแบบช่องแสงเดี่ยวใช้เทคนิคการลากเส้น ที่ฐานแก้ค่าแบล็คกราวน์ ส่วนเครื่องแบบหลายช่องใช้อุปกรณ์เชิงแสงแก้ค่านี้ สเปกトラ ICP มีจำนวนเส้นเปล่งมาก เส้นเหล่านี้อาจซ้อนทับกัน หรือ วิเคราะห์จากเส้นเปล่งอย่าง น้อย 3 เส้น ชาตแต่ละชนิดให้อัตราส่วนเส้นเปล่ง ณ ความยาวคลื่นที่เหมาะสมจำเพาะ

ขีดจำกัดการตรวจหา Detection Limits

ขีดจำกัดการตรวจหาจากแหล่งกำเนิด ICP พลาสม่าต่ำกว่าแหล่งกำเนิดอื่น ตาราง 11-4 แสดงถึงขีดจำกัดการตรวจหาของแหล่งให้พลังงานชนิดต่างๆ

ตาราง 11-4 การเปรียบเทียบขีดจำกัดการตรวจหาจากแหล่งให้พลังงานต่างชนิดกัน

วิธี	จำนวนชัตที่วิเคราะห์ได้ ณ ความเข้มข้น				
	< 1 ppb	1-10 ppb	11-100 ppb	101-500 ppb	> 500 ppb
ICP emission	9	32	14	6	0
Flame atomic emission	4	12	19	6	19
Flame atomic fluorescence	4	14	16	4	6
Flame atomic absorption	1	14	25	3	4

วิธีอะตอมิกฟลูออเรสเซนซ์ที่ใช้การอะตอมไมน์ด้วยพลาสม่า Atomic Fluorescence Based Upon Plasma Atomization

วิธีวิเคราะห์ธาตุได้ในช่วงความเข้มข้นกว้าง มีสภาพไวเดี่ยมสำหรับบางธาตุ วิธีนี้ ดีกว่าวิธีการเปล่ง ราคาเครื่องถูก ผู้วิเคราะห์ที่ไม่ชำนาญก็ใช้ได้ อุปกรณ์แบบไม่กระจายที่ใช้หลักการอะตอมไมน์แบบอินคัคทีฟคัพเพลิพลาสม่า วิเคราะห์ธาตุโดยวิธีฟลูออเรสเซนซ์ ได้พร้อมกันถึง 12 ธาตุ โดยใช้หลอดซอลโลแคนโคโทคเป็นตัวกระตุ้น การออกแบบเครื่องนี้ก็ไม่ซับซ้อน

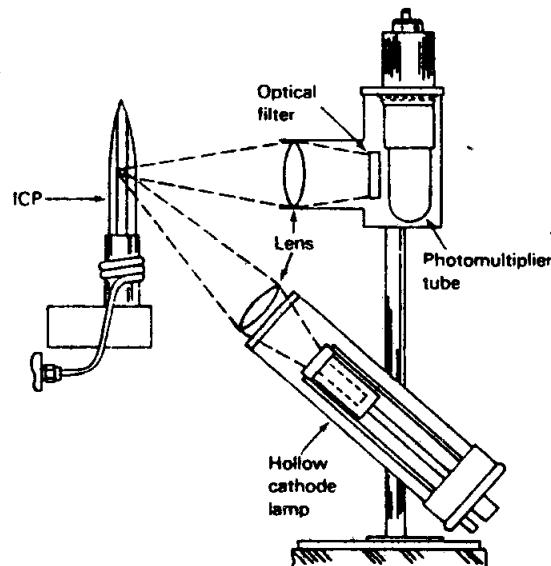
การออกแบบอุปกรณ์ Instrument Designs

รูป 11-18. แทนแหล่งกำเนิดรังสีและเครื่องตรวจหา (หลอดซอลโลแคนโคโทค) อย่างละเอหะนึ่งหลอดในสิบสองหลอด หลอดซอลโลแคนโคโทคและเครื่องตรวจหาจัดไว้บนเส้นรอบวงทรงกลางเป็นอินคัคทีฟคัพเพลิพลาสม่า แต่ละชุดประกอบด้วยหลอดซอลโลแคนโคโทคที่ใช้กระตุ้น หลอดนี้ปล่อยรังสีของธาตุที่สนใจ พลังงานของหลอดซอลโลแคนโคโทคเป็น 500 เมอรัตซ์ เออร์ปกติปีโอนศักย์ให้หลอดซอลโลแคนโคโทคเป็นแบบพัลส์ด้วยความถี่ประมาณ 500 เฮิรตซ์

ระบบตรวจหาจะเปิดรับสัญญาณด้วยความถี่นี้ เช่นกัน การพัลส์หลอดทั้ง 12 หลอดทำในช่วงเวลาต่างกัน ระบบอ่านสัญญาณจะให้สัญญาณฟรุตอเรสเซนซ์อกมาทีละชาตุ

สเปกตรารที่ได้จากอุปกรณ์แบบนี้เป็นแบบเส้น หลอดชุดโลแก็คโทคให้รังสีของชาตุนั้นออกมานะ ไฟล์เตอร์แบบแทรกสอดทำหน้าที่กันรังสีแบบลีคกราวน์ ทำให้สัญญาณต่อการรับกวนสูง เครื่องตรวจหาและแหล่งกำเนิดรังสีเป็นแบบพัลส์ช่วยป้องกันผลกระทบจากรังสีแบบลีคกราวน์ อุปกรณ์แบบนี้ปรับตำแหน่งเครื่องตรวจหาและหลอดชุดโลแก็คโทคแต่ละชาตุได้เพื่อให้รังสีฟรุตอเรสเซนซ์ที่ออกมานาจากแหล่งกำเนิดพลาสมามีความเข้มสูงสุด

เครื่องอะตอมิกฟรุตอเรสเซนซ์ที่ใช้แหล่งให้พลังงานแบบพลาสม่า วิเคราะห์ชาตุได้มากกว่า 36 ชาตุ จัดจำแนกการตรวจหาสำหรับโลหะและคลาไลน์โดยวิธีนี้พอๆ กับวิธีการเปล่งและการคุณภาพรังสีโดยเปล่งไวไฟ วิธีนี้หมายสำหรับวิเคราะห์โลหะที่เกิดสารประกอบทันไฟ เช่น โนบิบีนัม ทังสเทน ไทเทเนียม และ วานเดียม ส่วนชาตุอื่นๆ วิธีนี้ใช้สภาพไวพอๆ กับวิธีการเปล่งและการคุณภาพโดยเปล่งไวไฟ



รูป 11-18 ชุดแหล่งกำเนิดเครื่องตรวจหาอุปกรณ์ฟรุตอเรสเซนซ์ที่ใช้หลักการอะตอมในชุดแบบอินคัสทิพลีคพิลดพลาสม่า

Spectroscopy Based on Arc and Spark Sources

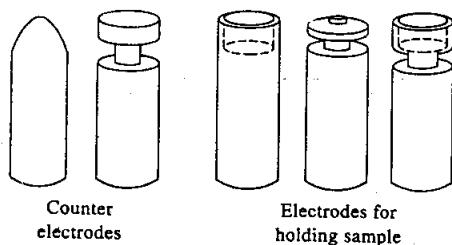
ปี ค.ศ. 1920 บริษัทผลิตเครื่องมือเริ่มผลิตเครื่องสเปกโทรเปล่งจากแหล่งกำเนิดอาร์ค และสปาร์คมาใช้แทนเครื่องวิเคราะห์แบบพื้นฐาน วิเคราะห์คุณภาพและปริมาณตัวอย่างโลหะ โดยผสม ดิน แร่ หิน ปัจจุบันใช้แหล่งไฟฟลังงานพลาสม่า

เทคนิคการอาร์คและสปาร์ค ตัวอย่างถูกกระตุ้นในช่องว่างระหว่างขั้วไฟฟ้าคู่หนึ่งกระแส (อิเล็กตรอน) ไหลจากขั้วแคโทดผ่านช่องว่างไปยังขั้วแอโนด (ตัวอย่าง) กระแสนี้ให้พลังงานผลิตออกซอน หรือ ไอออนในสถานะกระตุ้น

รูปแบบสารตัวอย่างและการนำสารตัวอย่างไปวิเคราะห์ Sample Types and**Sample Handling**

เทคนิคการอาร์คและสปาร์คเหมือนกับวิธีวิเคราะห์ตัวอย่างของแข็ง ตัวอย่างของเหลวและก๊าซเหมماกับเทคนิคพลาสม่า

โลหะ Metals ตัวอย่างโลหะ โดยผสม นำมาทำให้เป็นขั้วไฟฟ้าตัวอย่าง (แอโนด) โดยการนำตัวอย่างมาบด ทำให้เป็นแท่ง หรือ หลอมโลหะในแบบ ขั้วไฟฟ้าตัวอย่างทำให้เป็นรูปทรงกระบอกขนาดเส้นผ่าศูนย์กลาง $1 / 8$ ถึง $1 / 4$ นิ้ว โดยทำให้ปลายด้านหนึ่งเรียวแหลม สารตัวอย่างบางชนิดต้องนำมาจัดเป็นชิ้นให้มีผิวนาน และปลายด้านหนึ่งเรียวแหลม การทำขั้วไฟฟ้าจากสารตัวอย่างต้องระวังการปนเปื้อน



รูป 11-19 รูปแบบขั้วไฟฟ้าเกรไฟต์ ปลายด้านหนึ่งแหลมช่วยลดสภาพนำความร้อน

ของแข็งอโลหะ Nonmetallic Solids ตัวอย่างโดยทั่วไปคือบันนช้าไฟฟ้า แกรไฟฟ์ (แคโทด) ช้าไฟฟ้าแกรไฟฟ์ไม่รับการวิเคราะห์ ทำให้บริสุทธิ์ง่าย เป็นตัวนำที่ดี ทำให้เป็นรูปต่างๆ ง่าย บริษัทผลิตเครื่องผลิตช้าไฟฟ้าแกรไฟฟ์ให้มีขนาด รูปร่าง และรูปแบบต่างๆ โดยช้าที่ใช้เป็นแอลูминียมจะเป็นลายค้านหนึ่งเป็นรู ใส่ตัวอย่างที่บัดล้อแล้ว เข้าไปในช่องนี้ ส่วนช้าแคโทดทำเป็นรูปทรงกระบอกให้ปลายค้านหนึ่งแหลม การจัดแบบนี้ช่วยให้ผลวิเคราะห์ที่ได้จากการอาร์ค หรือ สปาร์คสแตชิยร์ และรีไพร์คิวช์ รูป 11-19 เป็นช้าไฟฟ้าที่นิยมใช้

การทำให้เกิดอะตอมสำหรับตัวอย่างผงใช้หลักการทำให้ตัวอย่างเป็นเม็ด โดยนำตัวอย่างมาบดให้ละเอียดใช้สารน้ำปริมาณเล็กน้อยผสมกับผงแกรไฟฟ์ ทองแดง หรือสารอื่นที่นำไฟฟ้า ทำให้ส่วนผสมนี้เข้ากัน ใช้ความดันสูงอัดเป็นแท่ง

スペクトโรสโคปจากเครื่องที่ใช้แหล่งกำเนิดอาร์คและสปาร์ค Instruments for Arc and Spark Source Spectroscopy

เทคโนโลยีไม่เสถียร การรวมสัญญาณหลังจากการอาร์ค หรือ สปาร์คใช้วาลัยต่างน้อย 20 วินาที หรือมากกว่าเพื่อให้ผลรีไพร์คิวช์ สเปกโตรเปล่งที่วิเคราะห์ได้ที่ธาตุกับแหล่งกำเนิดอาร์ค และ สปาร์ค ไม่ค่อยเหมาะสม จึงนิยมใช้สเปกโตรมิเตอร์แบบวิเคราะห์ได้พร้อมกัน เครื่องมือแบบวิเคราะห์ธาตุได้พร้อมกันมีสองแบบ 1 สเปกโตรกราฟ 2 สเปกโตรมิเตอร์หลายช่อง

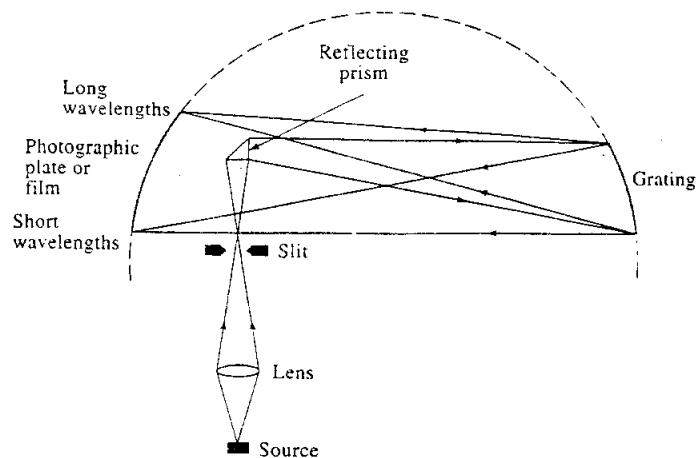
スペクトログラフ Spectrograph

ปี ก.ศ. 1930 บริษัทผลิตสเปกโตรมิเตอร์เปล่งสำหรับวิเคราะห์ตัวอย่างพากวัตถุคิบสารที่นำมาปฏิกรณ์กัน (intermediate) และผลิตภัณฑ์ (finished product) วิเคราะห์รังสีเปล่งออกจากการเหล่านี้ด้วยฟิล์มถ่ายภาพ หรือ แผ่นรับรังสีซึ่งจัดไว้บนระนาบโฟกัส หรือความโค้งของตัวทำแสงเอกสารก์

รูป 11-20 แผนภูมิสเปกโตรกราฟเปล่ง ใช้กรอบติงกระจาบวังสีจากแหล่งกำเนิดการวัดความยาวคลื่นทำโดยเลื่อนแผ่นฟิล์ม (กล้อง) ตามแนวตั้งเพื่อรับสเปกตราต่างๆ

ฟิล์มทำหน้าที่เป็นระบบตรวจหา บันทึก ขยาย และรวมสัญญาณเส้นสเปกตรา เมื่อถ่ายรังสี (โฟตอน) ชนอนุภาคเจนิชาไลค์ซึ่งเป็นอิมัลชันบนฟิล์มจะเกิดปฏิกิริยา เมื่อนำฟิล์มไปล้างด้วยสารรีคิวช์ และนำไปดีวีลือพ กระบวนการนี้เป็นตัวอย่างการขยายเชิงเคมี

จำนวนอนุภาคเงินที่เปลี่ยนเป็นสีคำ ความด้านอัมลัชันขึ้นกับความเข้มรังสีที่ชนและเวลาที่รังสีวิ่ง



รูป 11-20 สเปกโโทรกราฟที่ใช้ตัวทำแสงเกรตติงฮีเก็ต

ข้อเสียของสเปกโโทรกราฟ ใช้วิธีการรวมและวิเคราะห์สัญญาณนาน ขณะทั่วอย่างถูกกระตุ้น รังสีเปล่งจากตัวอย่างชนพืล์มต้องนานพอที่จะวัดสัญญาณเส้นเปล่งได้ นำเส้นที่ได้ไปเปรียบเทียบกับเส้นมาตรฐาน กระบวนการนี้ใช้วิธีการเป็นชั่วโมง สำหรับการทำคุณภาพวิเคราะห์ การทำปริมาณวิเคราะห์ใช้วิธีการนานกว่าที่มาก เพราะต้องทำแคร์ฟมาตรฐาน กระบวนการนี้เรียก การเทียบมาตรฐานเพลท (plate calibration) การเทียบมาตรฐานจำเป็นต้องทำทุกครั้งเมื่อเปลี่ยนน้ำยาต่างๆที่ใช้กับพืล์ม สภาพวิเคราะห์ และความขาวคลื่นที่ทำการวัด

สเปกโตรมิเตอร์หลายช่องชนิดไฟโตอิเล็กทริก Multichannel Photoelectric Spectrometers

อุดสาหกรรมโลหะบางชนิดต้องวิเคราะห์ปริมาณสารต่างๆที่อยู่ในเนื้อโลหอย่างรวดเร็ว ก่อนที่จะหลอมเสร็จแล้วขึ้นรูป ปี ค.ศ. 1930 บริษัทผลิตสเปกโตรมิเตอร์หลายช่อง คัทชูป 11-10 เครื่องนี้ค่อนข้างใหญ่แต่ใช้งานไม่สะดวก เนื่องจากการเปลี่ยนตำแหน่งช่องเด็กษา หลอดไฟโตมัลติพลายเออร์ (สำหรับวัดธาตุต่างๆ) ใช้วิธีการ แล้วเครื่องส่วนใหญ่ต้องตั้งตำแหน่งเหล่านี้ ต่ำมากจึงพัฒนาเครื่องสำหรับวิเคราะห์ธาตุ (เอกพาธชาตุ) ได้

พร้อมกันถึง 20 หรือมากกว่าคิวบิกเมตรแม่น และใช้เวลาวิเคราะห์นาน 2-3 นาที พลังวิเคราะห์ได้ค่อนข้างเที่ยง และ แม่น ค่าเบี่ยงเบนมาตรฐานสัมพัทธ์มีค่าร้อยละ 2 ถึง 3

เครื่องวิเคราะห์หลายช่องที่ใช้อุปกรณ์ถ่ายโอนประจุ Multichannel Instruments based on Charge Transfer Devices

スペกโตรมิเตอร์หลายช่องแบบที่ใช้เกรนซ์ดิวเซอร์ชนิด ถ่ายโอนประจุ คั่งรูป 11-13 ใช้กับแหล่งกำเนิดพลาสม่า ปัจจุบันนำเทคนิคนี้ใช้กับแหล่งกำเนิดอาร์ค หรือ สปาร์ค

スペกโตรสโคปเปล่งจากแหล่งกำเนิดอาร์ค Arc Source Emission Spectroscopy

แหล่งกำเนิดอาร์คใช้ขั้วไฟฟ้าแกรไฟต์ (แคโทด) และขั้วไฟฟ้าโลหะ (ตัวอย่าง) โดยจัดขั้วทั้งสองห่างกัน 2 ถึง 3 มิลลิเมตร การอาร์คเริ่มต้นจากการเผาด้วยกระแสต่ำทำให้เกิดไออกอนชิงนำไฟฟ้าในช่องว่าง การแตกตัวเป็นไออกอนด้วยความร้อน (thermal ionization) ทำให้เกิดกระแสคงที่ อีกเวียนนึง เลื่อนขั้วไฟฟ้าทั้งสองให้มาใกล้กัน อิเล็กตรอนจากแคโทดวิ่งไปที่แอดโนดทำให้เกิดความร้อนสำหรับการแตกตัวเป็นไออกอน แล้วแยกขั้วไฟฟ้าออกให้ขั้วทั้งสองมีระยะห่างพอดี

กระแสที่ใช้สำหรับการอาร์คอยู่ในช่วง 1 ถึง 30 แอมป์ แหล่งกำเนิดกระแสตรงได้จากวงจรศักย์ 200 โวลต์แบบปีก แหล่งกำเนิดกระแสสลับทำงานในช่วงศักย์สูง 2200 ถึง 4400 โวลต์ หรือ ใช้ศักย์ต่ำ 100 ถึง 400 โวลต์ การอาร์คจะดับ (หยุด) ทุกครึ่งจังหวะ ถ้าใช้แบบศักย์สูง การอาร์คจะเกิดขึ้นได้เอง ถ้าใช้แบบศักย์ต่ำ การอาร์คจะต้องใช้สปาร์คดิสชาร์จด้วยกระแสต่ำ

ลักษณะของแหล่งกำเนิดการอาร์ค Characteristics of Arc Sources

การเคลื่อนที่ของอิเล็กตรอนและไออกอนชิงเกิดจากเทอร์มอล ไออกอนในเชิง ให้กระแส ความร้อน (อุณหภูมิสูง) ที่เกิดจากการเคลื่อนที่ของแคಥ ไออกอนในช่องว่างที่มีการอาร์ค อุณหภูมิที่อาร์คขึ้นกับองค์ประกอบของพลาสม่า (ขึ้นกับอัตราการเกิดอะตอนจากตัวอย่างและขั้วไฟฟ้า อุณหภูมิพลาสมามีค่า 4000 ถึง 5000 เคลวิน)

スペกトラจาก การอาร์คให้ความเข้มเส้นอะตอนเป็นส่วนใหญ่ ให้ความเข้มเส้นไออกอนเป็นส่วนน้อย ข้อมูลความเข้มเส้นจากอะตอน ไออกอนประจุบวกหนึ่ง บวกสอง บวกสาม เกิดที่ความชาร์จลิ่นเฉพาะ

แอนสเปกตราไชยาโนเจน Cyanogen Spectral Bands

เมื่อให้ข้าวไฟฟ้าการบันดาล หรือ แกร์ไฟต์เกิดการอาร์คในอากาศ จะพบแอนสเปกตราช่วงความยาวคลื่น 350 ถึง 420 นาโนเมตร แอนนีเก็ตจากอนุมูล CN ธาตุหนาแน่นนิคให้เส้นสเปกตราในช่วงนี้ การหลัก หรือ ลด การแทรกสอดในช่วงความยาวคลื่นนี้มักทำในบรรยายกาศ ควรบันดาลโดยอกไซด์ ชีเลียม หรือ อาร์กอน การกำจัดแอน CN อย่างสมบูรณ์ทำโดยให้ความร้อนข้าวไฟฟ้าแกร์ไฟต์ในสูญญากาศ (ป้องกันการอุดตันก๊าซในโตรเจน)

อัตราการเปล่ง Rates of Emission

ธาตุแต่ละชนิดเกิดการระเหยและถูกกระตุ้นด้วยอุณหภูมิต่างกัน ธาตุบางชนิดให้สเปกตราเร็วและหายไป ธาตุบางชนิดให้สเปกตราช้า การวัดสัญญาณจึงต้องรวมสัญญาณเปล่งนานเป็นนาที หรือ หลายนาที สารตัวอย่างมีธาตุหนาแน่นนิคปานกลาง การวิเคราะห์ต้องเพาตัวอย่างให้เกิดไอสมบูรณ์เพื่อความแม่นใจว่า ธาตุทุกชนิดเกิดเป็นไอสมบูรณ์และวัดสัญญาณได้แล้ว

การประยุกต์แห่งการใช้อาร์ค Applications of Arc Sources

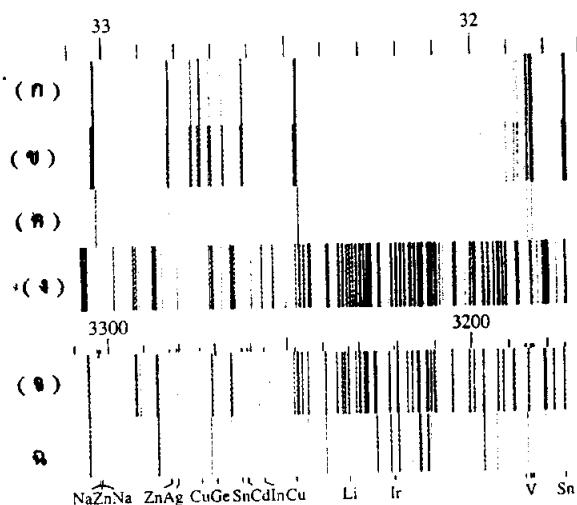
แหล่งกำเนิดการอาร์คสำหรับตัวอย่างโลหะเพื่อทำคุณภาพและกึ่งปริมาณวิเคราะห์คิน ธาตุในพิช หิน แร่ เวลาที่ใช้กระตุ้นและกระแสที่ใช้อาร์คต้องได้เพียงพอที่จะทำให้ตัวอย่างระเหยได้สมบูรณ์ ปกติใช้กระแส 5 ถึง 30 แอมเปอร์ นาน 20 ถึง 200 วินาที นำตัวอย่างในรูป ผง ชิ้น มากดให้ละเอียด ใส่ในช่องใส่ตัวอย่างของข้าวไฟต์ หรือผสมกับแกร์ไฟต์ทำให้เป็นข้าวไฟฟ้าที่ต้องการ (แอโนด)

การทำคุณภาพและกึ่งปริมาณวิเคราะห์ตัวอย่างทั่วไป มักใช้ฟิล์มถ่ายภาพเป็นเครื่องตรวจหา สเปกตราต่างๆที่ได้จากฟิล์มจึงเป็นต้องเทียบกับเส้นสเปกตรามาตรฐานจากแผ่นมาตรฐาน

รูป 11-21 สเปกตราของสารตัวอย่าง ได้จากแหล่งกำเนิดอาร์คช่วงความยาวคลื่นที่ศึกษาในช่วง 3170 ถึง 3310 Å สเปกตรา ก ฯ และ ก ใช้เวลาวิเคราะห์ไม่เท่ากัน สเปกตรา ง เป็นข้าวไฟฟ้าเหล็กสเปกตรานี้ได้หลังจากทำสามสเปกตราเสร็จ สเปกตรา จ ฯ เป็นสเปกตราส่วนเหล็กจากแผ่นมาตรฐาน หลังจากปรับเส้นสเปกตราต่างๆของเหล็กจากแผ่นมาตรฐานให้ตรงกับสเปกตรานเหล็กจากแผ่นตัวอย่าง จึงทำการซีซี (วิเคราะห์) เส้นสเปกตราของธาตุต่างๆ จากภาพพบความเข้มเส้นบริเวณ 3174 และ 3261 Å อังสตروم

ตัวอย่างน่าจะมีคุณภาพดี ทองแดง สังกะสี และแวนเดียม เพื่อความแน่ใจการตรวจสอบ
ความเข้มเส้นของธาตุเหล่านี้ที่ช่วงความยาวคลื่นอินฟรา

การวิเคราะห์กึ่งปริมาณโดยเทคนิคนี้ให้ข้อมูลความเข้มข้นในช่วงร้อยละ 30 ถึง 200
ของค่าจริง เทคนิคนี้ขึ้นกับวิธีเตรียมสารตัวอย่าง ถ้าเตรียมตัวอย่างถูกต้องผลวิเคราะห์แม่น
ตัวอย่างที่ใช้หนัก 1 ถึง 10 มิลลิกรัม ปริมาณสารที่วิเคราะห์ขึ้นกับความเข้ม (ทีบ) ของ
เส้นบนพื้น การใช้เทคนิควัดความเข้มเส้นที่สนใจเทียบกับความเข้มเส้นของเมทริกซ์ที่ใส่
ไป หรือ ความเข้มเส้นแบบลีคกราวน์



รูป 11.21 สเปกตรารสัตว์อย่างและสารมาตรฐานที่วัดจากมาตรฐานที่บีบแสง (ก) (ข)
และ (ค) สเปกตราตัวอย่างใช้เวลาวัดต่างกัน (ง) สเปกตรัมเหล็กบันแพ่นตัวอย่าง (จ)
และ (ฉ) สเปกตราเหล็กบันแพ่นมาตรฐาน

การกระตุ้นคุณภาพเทคนิคการอาร์คใช้ทำปริมาณวิเคราะห์ ความเที่ยงด้วยกว่า
การกระตุ้นคุณภาพเทคนิคการสเปรค และด้วยกว่าเทคนิคพลาสมและปลวไฟมาก ถ้าสาร
มาตรฐานที่ใช้เปรียบเทียบกับสารตัวอย่างต้องมีสมบัติ (องค์ประกอบ) เหมือนกัน ผลที่วิ
เคราะห์ได้แม่น ถ้าสารมาตรฐานคล้ายกับสารตัวอย่างทำไม่ได้ให้ใช้เทคนิคการเติมสาร
มาตรฐานภายใต้ผลนี้

สเปกตรจากแหล่งกำเนิดสปาร์ค Spark Source and Spark Spectra

วงจรผลิตแหล่งกำเนิดสปาร์ค มีหลายแบบ เทคนิคสปาร์ค ให้ผลลัพธ์น้ำหนักเที่ยง พลังงานของเทคนิคนี้ค่อนข้างคงที่ ไฟ 220 โวลต์ กระแสสัลบูกูปเปลี่ยนให้เป็นกระแสตรง และทำให้มีศักย์สูง 50 กิโลโวลต์ วงจรโซลิดสเตทใช้คุณความถี่และช่วงเวลาการสปาร์ค การสปาร์คดิสชาร์จจะเกิดขึ้นสีครึ้งต่อครึ่งจังหวะ

กระแสที่ใช้กับเทคนิคสปาร์คน้อยกว่าเทคนิค อาร์ค 10 เท่า ขณะเริ่มต้นเกิดการสปาร์คดิสชาร์จให้กระแสสูงถึง 1,000 แอมเปอร์ กระแสนี้ (อิเล็กตรอน) ผ่านเป็นลำแสง บริเวณซ่องว่างระหว่างขั้วไฟฟ้า ทำให้มีอุณหภูมิสูงถึง 40,000 เคลวิน (ชั่วระยะเวลาสั้นๆ) ส่วนอุณหภูมิเฉลี่ยของแหล่งกำเนิดนี้ค่าต่ำกว่าเทคนิค อาร์ค พลังงานในบริเวณที่ล้ำ อิเล็กตรอนวิ่งมีมากกว่าเทคนิค อาร์ค ตัวอย่างให้เส้นสเปกตรจากไออกอนมาก เรียก เส้นสปาร์ค

การประยุกต์สเปกโทรสโคปีแหล่งกำเนิดสปาร์ค Applications of Spark Spectroscopy

การวิเคราะห์ปริมาณโดยเทคนิคสปาร์คต้องควบคุมตัวแปรต่างๆให้ดี เช่น การเตรียมสารตัวอย่าง การกระตุ้น การเตรียมและล้างฟิล์ม การทำปริมาณวิเคราะห์ต้องเตรียมสารมาตรฐานสำหรับทำเคอร์ฟมาตรฐาน สารมาตรฐานต้องมีสมบัติคล้ายสารตัวอย่าง การวิเคราะห์ตัวอย่างเทคนิคสปาร์คการใช้การเติมสารมาตรฐานภายใน การวิเคราะห์ปริมาณด้วยเทคนิคนี้มีค่าเบี่ยงเบนมาตรฐานสัมพัทธ์เพียงร้อยละ 2 ถึง 3

แหล่งกำเนิดสปาร์คใช้วิเคราะห์โลหะและวัสดุอื่นที่นำไฟฟ้า เทคนิคสปาร์ค วิเคราะห์ตัวอย่างของแข็งได้ จึงประหยัดเวลาในการละลายให้เปลี่ยนแหล่งกำเนิดที่ใช้กระตุ้นได้ สปาร์ค อาร์ค พลาสม่า และใช้ตัวทำแสงเอกรังสีที่วิเคราะห์ได้พร้อมๆ กัน (multichannel instruments)

เทคนิคสปาร์คนิยมใช้เป็นอุปกรณ์สนับสนุน (เคลื่อนย้ายได้สะดวก) เพื่อทำการวิเคราะห์ตัวอย่างที่สนใจ เพื่อคัดเลือกสาร ดูความบริสุทธิ์สาร หาองค์ประกอบสาร

แหล่งกำเนิดชนิดอื่นที่ใช้กับสเปกโกรสโคป เชิงแสงเปล่ง Miscellaneous Sources for Optical Emission Spectroscopy

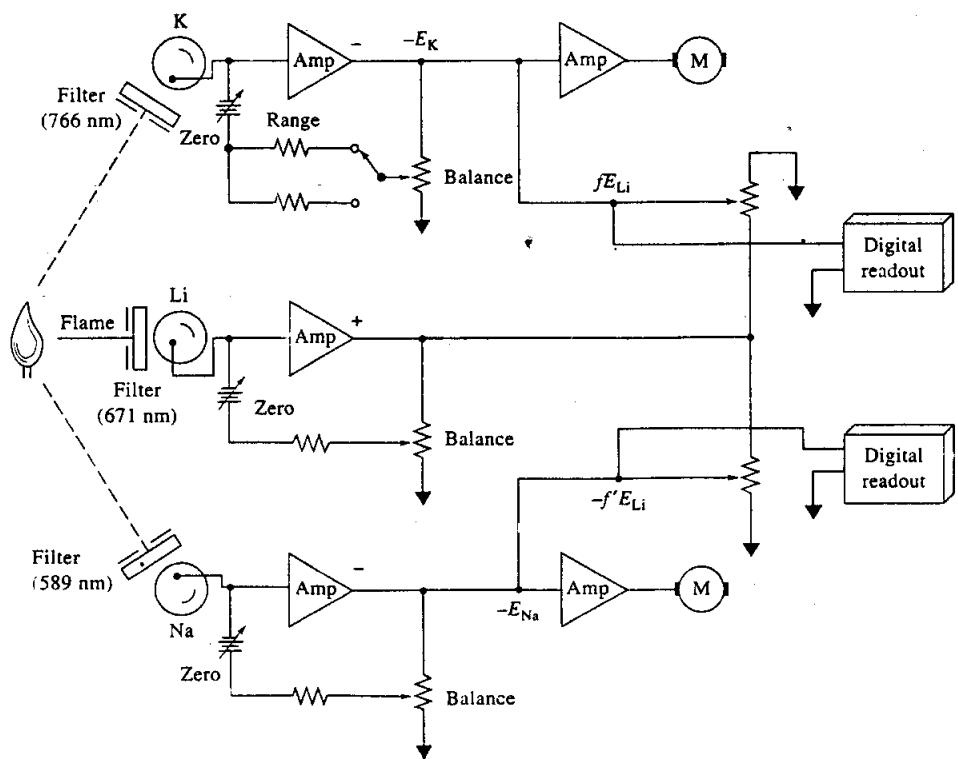
หัวข้อนี้จะกล่าวถึงเครื่องสเปกโกรสโคปเชิงแสงเปล่งจากแหล่งกำเนิดอื่นซึ่งใช้น้อยกว่าแหล่งกำเนิดพลาสมาร์ค

แหล่งกำเนิดเปลวไฟเปล่ง Flames Emission Sources

การใช้เปลวไฟกระตุ้นธาตุบางธาตุ เพื่อให้ธาตุที่สนใจเกิดออกตอนในสถานะกระตุ้น และเปล่งรังสีเฉพาะของมัน การวิเคราะห์ด้วยเครื่องสเปกโกรสโคปเปล่งเปลวไฟแบบช่องเดียว วิเคราะห์ธาตุแยกคลาไลน์ได้ทั่วชาติ การวิเคราะห์พร้อมกันหลายธาตุนิยนใช้แหล่งกำเนิดแบบพลาasma

การวิเคราะห์ตัวอย่างด้วยเทคนิคการกระตุ้นโดยใช้เปลวไฟวิเคราะห์ได้เฉพาะธาตุที่กล่ายเป็นออกตอนและอยู่ในสถานะกระตุ้นได้ง่าย (ใช้พลังงานต่ำ) ธาตุส่วนใหญ่ใช้พลังงานมาก การวิเคราะห์ด้วยเทคนิคนี้จึงให้สีน้ำเงินเพียงไม่กี่สี

การวิเคราะห์ โซเดียม โพแทสเซียม และแคลเซียมในเลือด เซรั่ม ปัสสาวะ และตัวอย่างชีวะโดยเทคนิคเติมสารมาตรฐานภายใน (ลิตเตียน) ใช้ฟลูมิเตอร์แบบสามช่อง ดังรูป 11-22 แหล่งให้พลังงานจากเปลวไฟทำให้สารตัวอย่างเปลี่ยนเป็นออกตอนโซเดียม โพแทสเซียมและลิตเตียนในสถานะกระตุ้น พิลเตอร์อันบนสุดให้รังสีความยาวคลื่น 766 นาโนเมตรผ่านแทرنซ์คิวเซอร์ที่ช่องนี้ วัดความเข้มเส้นโพแทสเซียม พิลเตอร์อันที่สอง (กลาง) ให้รังสีความยาวคลื่น 671 นาโนเมตรผ่านแทرنซ์คิวเซอร์ช่องนี้ วัดความเข้มเส้นลิตเตียน พิลเตอร์อันที่สาม (ล่างสุด) ให้รังสีความยาวคลื่น 589 นาโนเมตรผ่านแทرنซ์คิวเซอร์ช่องนี้วัดความเข้มเส้นโซเดียม เครื่องขยายและอุปกรณ์อ่านสัญญาณจะส่งสัญญาณเป็นสองช่อง โดยสัญญาณที่วัดเป็นสัญญาณความเข้มเส้นโพแทสเซียมต่อความเข้มเส้นลิตเตียน เครื่องวิเคราะห์รุ่นใหม่ใส่อุปกรณ์เจือจางอัตโนมัติเพื่อเจือจางสารตัวอย่างและสารมาตรฐานให้มีความเข้มข้นพอๆ กับความเข้มข้นสารมาตรฐานภายใน ปกติใช้สารมาตรฐานสองตัวทำเครื่องฟ์มาตรฐาน เครื่องรุ่นใหม่วิเคราะห์ปริมาณสารตัวอย่างได้ถึง 100 ตัวอย่างต่อหนึ่งชั่วโมง



รูป 11-22 โฟโตมิเตอร์แบบสามช่องใช้วัด โพแทสเซียม ลิเทียมและโซเดียม

แหล่งกำเนิด Glow Discharge

การทำให้เกิดอะตอมด้วยโกลว์คิวชาร์จใช้กระตุน โลหะ โลหะผสม และวัสดุของแข็งอื่น แหล่งกำเนิดนี้เหมาะสมกับตัวอย่างของแข็ง

แหล่งกำเนิดเลเซอร์ในโคโรโพรบ Laser Microprobe Sources

ใช้สำเดเซอร์แบบจังหวะฟอกสบบผิวตัวอย่าง (ขนาด 5 ถึง 50 ไมโครเมตร) ของแข็งบริเวณผิวเปลี่ยนสภาพเป็นไอ (ablation) ของอะตอม ไออ่อน และโนเลกุล เทคนิคในโคโรโพรบ ไอของสารในสถานะกระตุนเกิดจากการสปาร์คระหว่างข้าไฟฟ้าที่มีตัวอย่างของแข็งอยู่ที่ผิวข้า (หรือทำเป็นข้า) และไนโตร แหล่งกำเนิดเลเซอร์และในโคโรโพรบวิเคราะห์ได้ทั้งตัวอย่างที่นำไฟฟ้า และไม่นำไฟฟ้า รังสีที่เกิดจากอะตอม ไออ่อน หรือโนเลกุลในสถานะกระตุนถูกฟอกสบบตัวทำแสงเอกสารค์ และระบบตรวจหา เทคนิคเลเซอร์ในโคโรโพรบนิยมใช้วิเคราะห์ห้องค์ประกอบของธาตุในเซลล์เม็ดเดือดแดง (เซลล์นี้มีขนาดเล็กมาก) และอนุภาคเด็กๆ ที่อยู่บนผิวของโลหะผสม

แบบฝึกหัด

- 11-1 สารมาตรฐานภายในคืออะไร มีวิธีการใช้อย่างไร
 - 11-2 ทำไมวิธีการเปลี่ยนรังสีโดยอะตอมโดยใช้เทคนิคแห่งล่งกระตุ้นแบบ อินดัคท์พคัพเพลิ่ล พลาสม่าจึงใช้วิเคราะห์ชาตุพร้อมกันหลาย ๆ ชาติดีกว่าวิธีการดูดกลืนและเปลี่ยนรังสีโดยเปลวไฟ
 - 11-3 ทำไมเส้นที่ได้จากไอออนจีงพบมากกว่าเส้นที่ได้จากอะตอมเมื่อใช้แหล่งกระตุ้นแบบ อาาร์กและอินดัคท์พคัพเพลิ่ลพลาสม่า
 - 11-4 บอกหน้าที่ของฟิลเตอร์แบบแทรกสอดที่อยู่ในรูป 11-12
 - 11-5 จงคำนวนส่วนประกอบการกระจายของเกรตติงเอชลีทีมีความยาวโฟกัส 0.75 เมตรความ หนาแน่นร่อง 100 ร่องต่อมิลลิเมตร มุมเลี้ยวเบน 63 องศา 26 ลิบดา เมื่อใช้อันดับเลี้ยว เบน (ก) 30 และ (ข) 100
 - 11-6 ทำไมแหล่งการกระตุ้นโดยวิธีอาาร์กจึงต้องผ่านแก๊สเนื้อย
-