

รายงานวิชาการ

ฉบับที่ สอพ. 6/2548

หลักการและการแก้ปัญหา เครื่องอะตอมมิกแอบซอร์พชันสเปกโตรมิเตอร์

สำนักอุตสาหกรรมพื้นฐาน
กรมอุตสาหกรรมพื้นฐานและการเหมืองแร่

รายงานวิชาการ

ฉบับที่ สอพ. 6/2548

หลักการและการแก้ปัญหา
เครื่องอะตอมมิกแอบซอร์พชันสเปกโตรมิเตอร์

จิตรัตน์ จารุวาระกุล

สำนักอุตสาหกรรมพื้นฐาน
กรมอุตสาหกรรมพื้นฐานและการเหมืองแร่

สารบัญ

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

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

สารบัญรูป

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

สารบัญตาราง

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

หลักการและการแก้ปัญหา เครื่องอะตอมมิกแอบซอร์พชันสเปกโทรมิเตอร์

โดย ฐิติรัตน์ จารวาระกุล

บทคัดย่อ

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

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

สำหรับการบำรุงรักษาควรหมั่นเช็ดถูบริเวณตัวเครื่องหลังการใช้งาน เพื่อป้องกันการกีดกร่อน ตรวจสอบรอยร้าวของข้อต่อ วาล์วของท่อแก๊สต่าง ๆ ล้างทำความสะอาดบริเวณที่เกิดการอะตอมไมซ์ เช่น เนบิวไลเซอร์ สเปรย์แชมเปอร์ ถึงดักจับของเหลว และตะเกียง เพื่อกำจัดสารตกค้างต่าง ๆ ตรวจสอบเช็คอุปกรณ์ทุกชิ้น หากชำรุดหรือถึงกำหนดเปลี่ยนก็ควรเปลี่ยนใหม่ เพียงเท่านั้นเครื่อง AAS ก็จะมีอายุการใช้งานยาวนาน

คำขอบคุณ

ผู้เขียนขอขอบคุณคุณสุรพงษ์ เชียงทอง ผู้อำนวยการสำนักอุตสาหกรรมพื้นฐาน ที่ให้การสนับสนุนในการจัดทำเอกสารวิชาการ คุณนันทนา กันยานุวัฒน์ หัวหน้ากลุ่มวิเคราะห์ ที่ให้คำปรึกษาแนะนำในการจัดทำเอกสาร และขอขอบคุณข้าราชการเพื่อนร่วมงานในกลุ่มวิเคราะห์ที่ให้ความช่วยเหลือด้วยดีมาโดยตลอด

บทนำ

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

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

นอกจากนี้การทำงานของเครื่อง AAS จำเป็นต้องเกี่ยวข้องกับแก๊สที่มีพิษ ความร้อน และสารละลายที่มีความเป็นกรดสูง หากผู้ใช้งานละเลยหรือไม่ทราบวิธีดูแลรักษาเครื่องมือ อาจเป็นสาเหตุให้เครื่องเกิดความเสียหายหรือเสื่อมเร็วกว่าที่ควร ยิ่งไปกว่านั้นเครื่อง AAS ถือเป็นเครื่องมือที่มีราคาค่อนข้างแพง เมื่อเกิดความเสียหายจึงต้องเสียค่าใช้จ่ายสูง

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

วัตถุประสงค์

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

อะตอมมิกแอบซอร์พชันสเปกโทรสโกปี

(Atomic Absorption Spectroscopy, AAS)

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

1. หลักการของอะตอมมิกแอบซอร์พชัน (principle of atomic absorption)

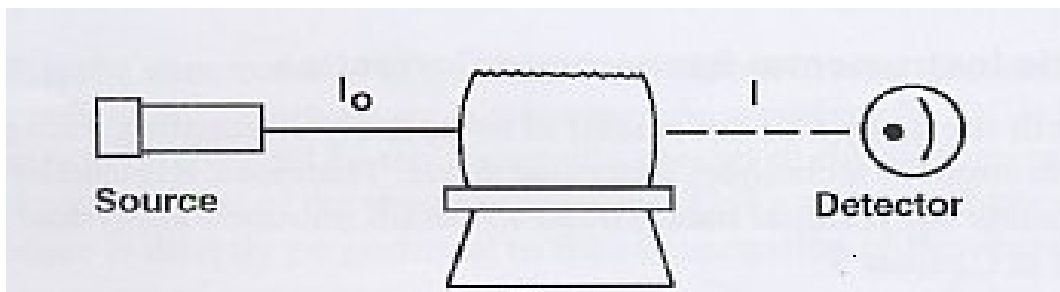
อะตอมมิกแอบซอร์พชันเป็นกระบวนการดูดกลืนแสงโดยอะตอมอิสระ (free atom) อะตอมอิสระของธาตุแต่ละชนิดดูดกลืนแสงที่มีความยาวคลื่นจำเพาะ เช่น อะตอมโซเดียมดูดกลืนแสงที่มีความยาวคลื่น 589.0 นาโนเมตร เพราะเกิดการเปลี่ยนสถานะ (ทรานซิชัน) จากสถานะพื้น 3s ไปสู่สถานะกระตุ้นระดับแรก 3p ใช้พลังงานตรงกับความยาวคลื่นนี้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

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

2. ความสัมพันธ์ของค่าการดูดกลืนแสงกับความเข้มข้นของสารตัวอย่าง

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

อะตอมมิกแอมซอร์พชัน เมื่อหาความสัมพันธ์ตามกฎดังกล่าว จะได้ผลดังสมการที่ 1 เมื่อหาความสัมพันธ์ในรูปลอการิทึมจะได้ความสัมพันธ์ดังสมการที่ 2



รูปที่ 1 ภาพกระบวนการเกิดอะตอมมิกแอมซอร์พชัน คัดลอกจาก Beaty and Kerber (1993)

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

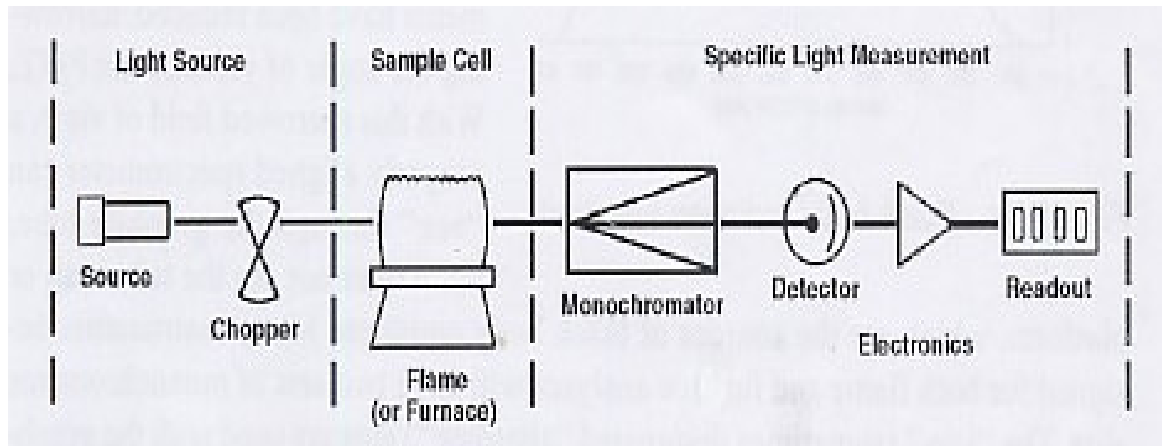
$$\log(I_0/I) = A \text{ (Absorbance)} = abc \quad \dots\dots\dots (2)$$

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

จาก Lambert-Beer's law จะเห็นได้ว่าการดูดกลืนแสงเป็นสัดส่วนโดยตรงกับความเข้มข้นของอะตอมที่มีอยู่ในสารตัวอย่าง เมื่อนำความสัมพันธ์ดังกล่าวมาสร้างกราฟเปรียบเทียบ (calibration graph) โดยวัดค่าการดูดกลืนแสงของสารละลายมาตรฐานที่ทราบค่าความเข้มข้นแน่นอน แล้วนำมาเขียนกราฟระหว่างค่าการดูดกลืนแสงและความเข้มข้นของสารละลายมาตรฐาน จากนั้นนำค่าการดูดกลืนแสงของสารตัวอย่างที่วัดได้มาเทียบกับกราฟเปรียบเทียบก็จะทราบความเข้มข้นของสารตัวอย่าง

3. องค์ประกอบที่สำคัญของเครื่องอะตอมมิกแอบซอร์พชันสเปกโตรมิเตอร์

องค์ประกอบที่สำคัญของเครื่อง AAS ประกอบด้วย 5 ส่วน (รูปที่ 2) คือ



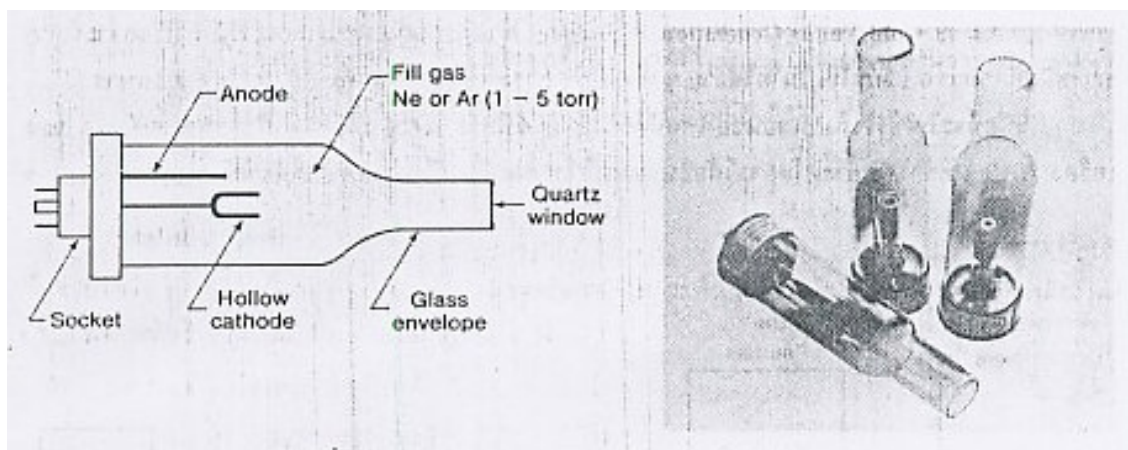
รูปที่ 2 ภาพองค์ประกอบของเครื่องอะตอมมิกแอบซอร์พชันสเปกโตรมิเตอร์ คัดลอกจาก Beaty and Kerber (1993)

3.1 แหล่งกำเนิดแสง (light source)

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

3.1.1 หลอดฮอลโลว์แคโทด (Hollow Cathode Lamp, HCL)

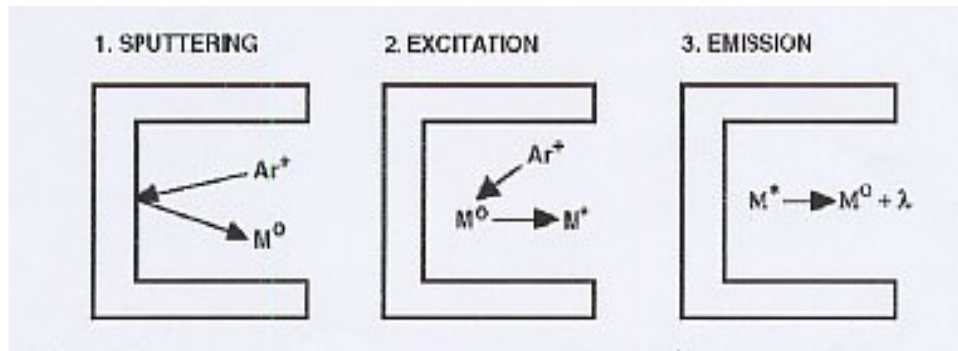
หลอดฮอลโลว์แคโทด ดังรูปที่ 3 เป็นหลอดแก้วทรงกระบอก ผนังหนาและปิดสนิท ที่ปลายด้านหนึ่งเป็นหน้าต่างทำจากวัสดุโปร่งใส ซึ่งยอมให้แสงผ่านได้ เช่น ควอตซ์ (quartz) หรือ ไพเร็กซ์ (pyrex) ส่วนปลายอีกด้านหนึ่งเป็นฐาน ที่ฐานนี้มีขั้วไฟฟ้าอยู่ 2 ขั้ว คือ แคโทดและแอโนด ภายในหลอดบรรจุด้วยแก๊สเฉื่อยที่มีความดันต่ำๆ



รูปที่ 3 ภาพส่วนประกอบพื้นฐานของ HCL คัดลอกจากแมน อมรสิทธิ์ (2534)

แคโทดทำจากธาตุที่ต้องการวิเคราะห์ มีลักษณะเป็นรูปถ้วยหรือทรงกระบอก แต่หากเป็นธาตุที่มีราคาแพงมักฉาบด้วยแผ่นหรือผงของธาตุนั้นๆ บนบริเวณแคโทดซึ่งทำด้วยโลหะอื่น เช่น เหล็ก อะลูมิเนียม ทองแดง หรือทองเหลือง เป็นต้น นอกจากนี้แคโทดของ HCL อาจทำจากธาตุหลายชนิดได้ เรียกว่า หลอดฮอลโลว์แคโทดแบบหลายธาตุ ทำให้สามารถวัดได้มากกว่า 2 ธาตุขึ้นไปในเวลาเดียวกัน แต่มีข้อเสียคือ ให้ความเข้มแสงที่ปล่อยออกมาต่ำกว่าแคโทดแบบธาตุเดี่ยว และมีอายุการใช้งานสั้นกว่าถึงครึ่งหนึ่งหรือสามในสี่ของแคโทดแบบธาตุเดี่ยว ส่วนแอโนดทำด้วยทั้งสแตนนิกเกิล หรือ เซอร์โคเนียม มีรูปร่างหลายแบบ เช่น รูปวงแหวน หรือรูปแท่ง (นวลศรี นิวัติชัยวงศ์, 2535)

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



เมื่อ Ar^+ คือ ไอออนบวกของอาร์กอน

M^0 คือ อะตอมของธาตุบนแคโทดที่ถูก Sputtering

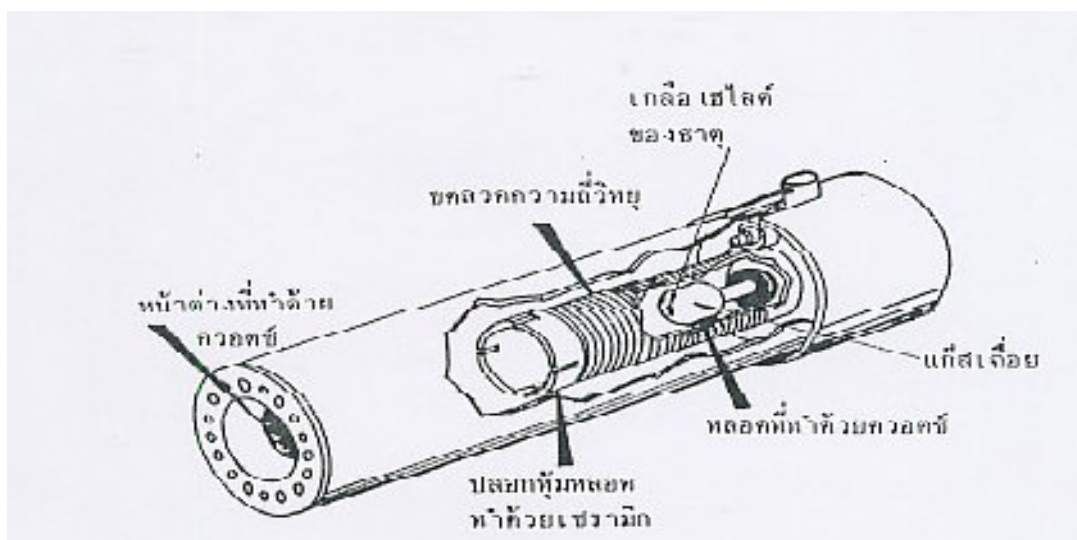
M^* คือ อะตอมของธาตุที่สถานะกระตุ้น

λ คือ แสงที่ปล่อยออกมาจากอะตอมของธาตุที่ถูก Sputtering

รูปที่ 4 ภาพการทำงานของ HCL คัดลอกจาก Beaty and Kerber (1993)

3.1.2 หลอดที่ไม่มีขั้วไฟฟ้า (Electrodeless Discharge Lamp, EDL)

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



รูปที่ 5 ภาพหลอดที่ไม่มีขั้วไฟฟ้าซึ่งผลิตโดยบริษัทเพอร์คินเอลเมอร์ คัดลอกจากนวลศรี นิวัตติ์วงศ์ (2535)

เมื่อให้ความถี่วิทยุหรือสนามไมโครเวฟ อะตอมของธาตุที่อยู่ภายในหลอดจะถูกกระตุ้น เมื่ออะตอมที่สถานะกระตุ้นกลับสู่สถานะพื้นจะปล่อยแสงที่มีสเปกตรัมเฉพาะของธาตุนั้น ๆ

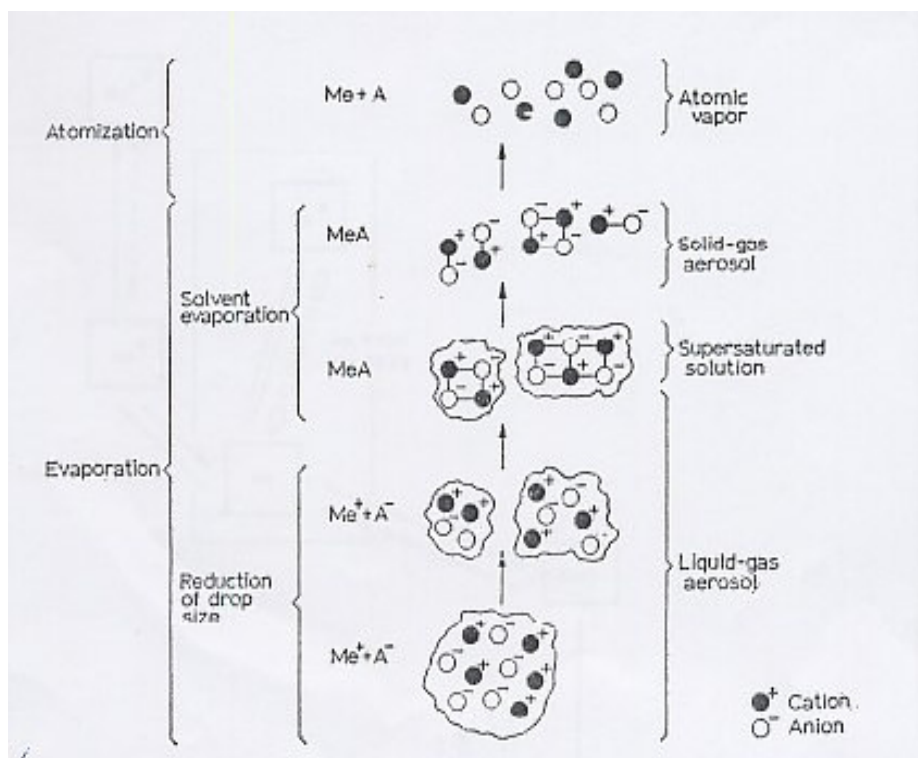
ข้อดีของ EDL คือให้แสงที่มีความเข้มสูง ทำให้เพิ่มขีดจำกัดของการตรวจหาได้ดี เหมาะสำหรับธาตุที่มีความดันไอสูง ซึ่งทำเป็นแคโทดของ HCL ได้ยาก เช่น พลวง สารหนู ซีลีเนียม เป็นต้น

3.2 ส่วนที่ทำให้ธาตุกลายเป็นอะตอมอิสระ (atomizer)

การทำให้เกิดอะตอมอิสระที่ใช้ในการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค AAS นั้น แบ่งเป็น 3 ชนิด คือ แบบใช้เปลวไฟ แบบไม่ใช้เปลวไฟ และแบบทำให้เป็นสารประกอบไฮไดรด์

3.2.1 การผลิตอะตอมอิสระแบบใช้เปลวไฟ

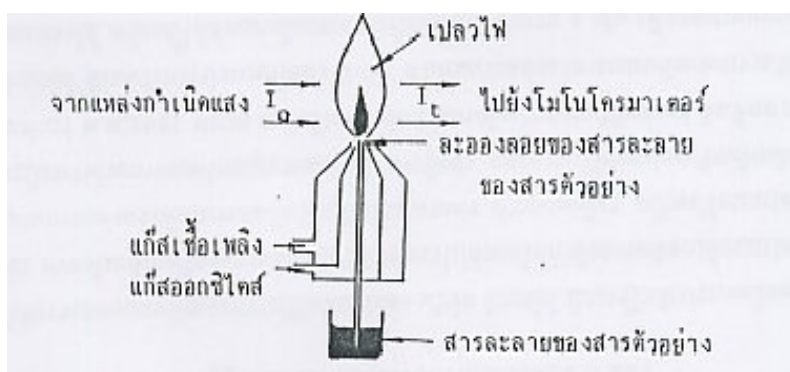
การทำให้เกิดอะตอมอิสระแบบใช้เปลวไฟ สารตัวอย่างต้องอยู่ในรูปของสารละลาย จากนั้นสารละลายถูกฉีดเข้าไปในเปลวไฟ ความร้อนจากเปลวไฟทำให้ตัวทำละลายระเหยได้โมเลกุลของแข็งแล้วเปลี่ยนเป็นโมเลกุลแก๊ส เมื่อพันธะเคมีแตกเกิดเป็นอะตอมอิสระในสถานะแก๊สและอยู่ที่สถานะพื้น (รูปที่ 6)



รูปที่ 6 ภาพกระบวนการอะตอมไมซ์แบบใช้เปลวไฟ คัดลอกจาก Ramiez-Munoz (1973)

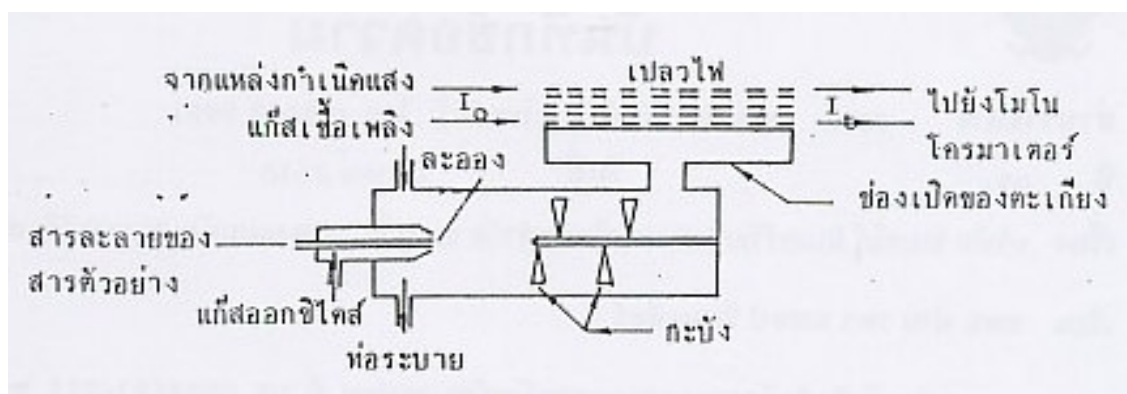
การอะตอมไมซ์แบบนี้ผู้วิเคราะห์ควรทราบก่อนว่าธาตุที่จะวิเคราะห์ควรเลือกใช้ ตะเกียงและเปลวไฟแบบไหน จึงจะเหมาะสมในการทำให้เกิดอะตอมอิสระ โดยตะเกียง (burner) ที่ใช้ กับเครื่อง AAS มี 2 ชนิด (นวลศรี นวัตกรรมค์, 2535)

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



รูปที่ 7 ภาพตะเกียงชนิดเทอร์บิวเลนต์โฟลว์ คัดลอกจากนวลศรี นวัตกรรมค์ (2535)

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



รูปที่ 8 ภาพตะเกียงชนิดลามินาร์โฟลว์ คัดลอกจากนวลศรี นวัตกรรมค์ (2535)

ตะเกียงชนิดลามินาร์โพลว์นิยมใช้กันมากกว่าชนิดเทอร์บิวเลนต์โพลว์ เนื่องจากให้ความไวของการวิเคราะห์สูงกว่า สำหรับอันตรายที่อาจเกิดขึ้นจากการระบิดนั้น สามารถแก้ไขได้โดยการเปลี่ยนหัวตะเกียงให้เหมาะสมกับเปลวไฟที่ใช้ เมื่อพิจารณาตามขนาดช่องเปิดบนตะเกียง (slot) แบ่งเป็น 2 ขนาด คือ slot ที่มีความยาว 5 เซนติเมตร ใช้กับเปลวไนโตรสออกไซด์/อะเซทิลีน ส่วน slot ที่ยาว 10 เซนติเมตร ใช้กับเปลวอากาศ/อะเซทิลีนเท่านั้น เนื่องจากไนโตรสออกไซด์/อะเซทิลีนเกิดการเผาไหม้ที่เร็วมาก ถ้าทำช่องยาวอาจเกิดการระบิดได้

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

ตารางที่ 1 แสดงอุณหภูมิของเปลวชนิดต่าง ๆ คัดลอกจาก Beaty and Kerber (1993)

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

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

ตารางที่ 2 แสดงการใช้เปลวไฟที่เหมาะสมกับการวิเคราะห์ธาตุต่าง ๆ คัดลอกจากแมน อมรสิทธิ์ (2534)

[illegible]

- ตัวเลขที่อยู่ใต้สัญลักษณ์ของธาตุ แสดงถึงความยาวคลื่น (นาโนเมตร) ที่ใช้วัดการดูดกลืนแสง

- ตัวเลขอยู่ข้างล่างสุด บอกชนิดของเปลวไฟที่ใช้ในการวิเคราะห์

1 = air-acetylene

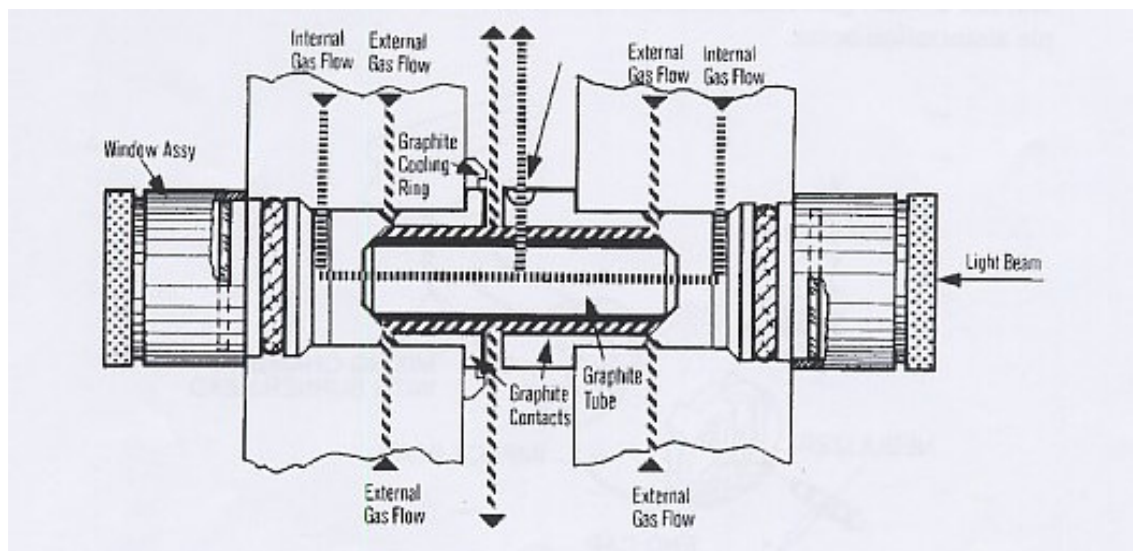
2 = air-propane or air-natural gas

1+ = fuel-rich air-acetylene

3 = nitrous oxide-acetylene

3.2.2 การผลิตอะตอมอิสระแบบไม่ใช้เปลวไฟ (ใช้ไฟฟ้า)

วิธีนี้มีท่อแกรไฟต์เป็นแหล่งพลังงานความร้อนแทนเปลวไฟ ดังรูปที่ 9 ที่ปลายท่อแกรไฟต์เป็นขั้วไฟฟ้า เมื่อใส่สารตัวอย่างในเซลล์ตัวอย่าง แล้วให้ความต่างศักย์ไฟฟ้าเข้าไประหว่างขั้วไฟฟ้าทั้งสอง เตากราไฟต์จะเริ่มทำงาน โดยให้ความร้อนที่ระดับหนึ่งเพื่อระเหยตัวทำละลาย จากนั้นอุณหภูมิจะเพิ่มขึ้นอย่างรวดเร็วเพื่อเปลี่ยนโมเลกุลของธาตุที่จะทำการวิเคราะห์เป็นอะตอมอิสระ ขณะทำการอะตอมไมซ์ต้องมีแก๊สเฉื่อยไหลผ่านเซลล์บรรจุตัวอย่าง เพื่อป้องกันไม่ให้ธาตุที่ต้องการวิเคราะห์เปลี่ยนเป็นออกไซด์ที่ทนไฟ และป้องกันไม่ให้แกรไฟต์ถูกออกซิไดส์ ส่วนใหญ่นิยมใช้แก๊สอาร์กอน สุดท้ายเตากราไฟต์จะให้อุณหภูมิประมาณ 3,000 องศาเซลเซียส เพื่อไล่สารทุกชนิดออกจากเตา (นวลศรี นวัตกรรมศาสตร์, 2535)



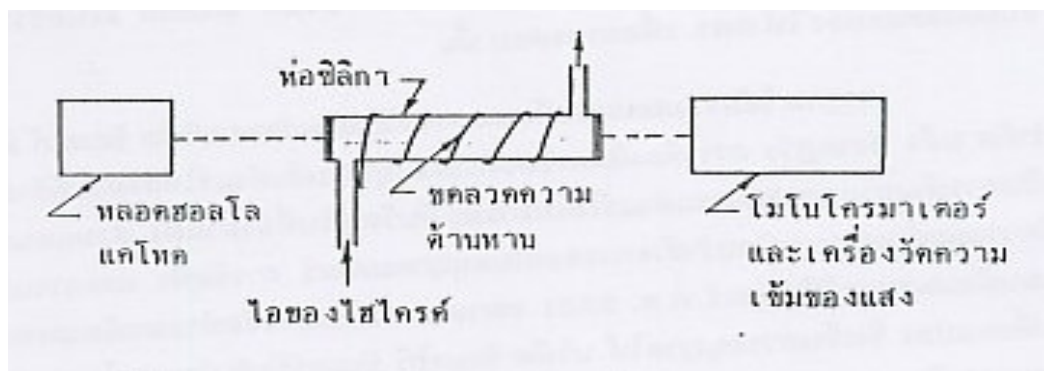
รูปที่ 9 ภาพลักษณะของอะตอมไมเซอร์แบบใช้ไฟฟ้า คัดลอกจาก Beaty and Kerber (1993)

อะตอมไมเซอร์ชนิดนี้มีลักษณะที่สำคัญคือ อะตอมอิสระจะถูกจำกัดให้อยู่ในช่องทางเดินแสงนานกว่าการอะตอมไมซ์แบบใช้เปลวไฟ มีผลทำให้การวิเคราะห์มีความไวสูงขึ้น และใช้สารตัวอย่างปริมาณน้อยมาก เป็นไมโครลิตร

3.2.3 การผลิตอะตอมอิสระแบบทำให้เป็นสารประกอบไฮไดรด์

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

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



รูปที่ 10 ภาพเซลล์บรรจุตัวอย่างที่ได้จากสารประกอบไฮโดรด์ คัดลอกจากนวลศรี นิวัติชัยวงศ์ (2535)

เทคนิคการผลิตอะตอมอิสระทั้งสามแบบมีความแตกต่างกัน การเลือกใช้แบบใดขึ้นอยู่กับธาตุที่วิเคราะห์ ความเข้มข้น ดังแสดงในตารางที่ 3

ตารางที่ 3 แสดงการเปรียบเทียบเทคนิคการวิเคราะห์โดยใช้เปลวไฟ ไม่ใช้เปลวไฟ และทำให้เป็นสารประกอบไฮไดรด์ คัดลอกจากบริษัท ไทยยูนิก จำกัด (2528)

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

3.3 โมโนโครมาเตอร์ (monochromator)

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

3.3.1 ช่องที่ให้แสงผ่านเข้าออก (entrance and exit slit)

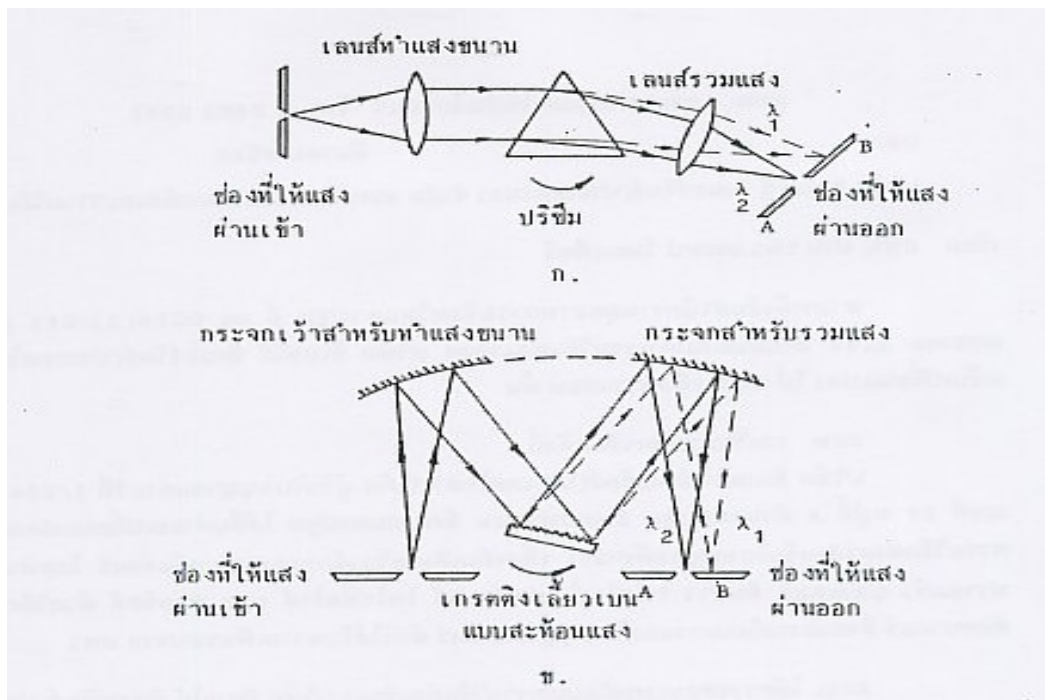
ทำหน้าที่เป็นตัวกำหนดให้แสงเฉพาะจากแหล่งกำเนิดเท่านั้นผ่านเข้าไปในโมโนโครมาเตอร์ และจะให้แสงที่มีความยาวคลื่นที่ต้องการเท่านั้นผ่านออกไปจากโมโนโครมาเตอร์

3.3.2 เครื่องกระจายแสง (dispersive element)

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

3.3.3 เลนส์หรือกระจกสำหรับทำให้แสงขนานและรวมแสง

ส่วนประกอบต่างๆ ของโมโนโครมาเตอร์จะถูกติดตั้งให้อยู่ในตำแหน่งที่ทำให้การบิดเบี้ยวมีน้อยที่สุดแต่ให้มีการส่งผ่านมากที่สุด ซึ่งการส่งผ่านแสงจะมีมากที่สุดเมื่อใช้เลนส์และกระจกจำนวนน้อยที่สุด



เมื่อ AB เป็นความยาวของระนาบโฟกัส

λ_1, λ_2 เป็นความยาวคลื่นของแสง และ λ_1 มีค่ามากกว่า λ_2

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

3.4 ดีเทคเตอร์ (detector)

ทำหน้าที่วัดความเข้มแสงที่ผ่านออกมาจากโมโนโครมาเตอร์ ปัจจุบันนิยมใช้หลอดโฟโตมัลติพลายเออร์ (photomultiplier tube) ซึ่งเป็นหลอดสุญญากาศ ภายในบรรจุด้วยไอโนดและแอโนด หลอดโฟโตมัลติพลายเออร์จะเปลี่ยนแสงให้กลายเป็นสัญญาณทางไฟฟ้า ซึ่งเป็นสัดส่วนโดยตรงกับความเข้มแสงที่ตกกระทบบัคาโทดในหลอดโฟโตมัลติพลายเออร์ (แมน อมรสิทธิ์, 2534)

3.5 เครื่องประมวลผลและอ่านผล (data system and read-out unit)

ทำหน้าที่รับสัญญาณจากเครื่องดีเทคเตอร์แล้วนำไปเข้ากระบวนการทางอิเล็กทรอนิกส์ทำการแปลความหมาย ประมวลผล และแสดงผลออกมาผ่านเครื่องคอมพิวเตอร์

ผลกระทบในการวิเคราะห์และการแก้ไขปัญา

1. ผลกระทบของการแทรกสอดต่อการวิเคราะห์ (interference effects)

ความไม่ถูกต้องในการวัดโดยวิธีการดูดกลืนแสงของอะตอมคือ การแทรกสอดได้ก็ตามที่เปลี่ยนค่าการดูดกลืนแสงของสารละลายตัวอย่างให้มีค่าต่างไปจากค่าที่ถูกต้อง อาจจำแนกได้ดังนี้

1.1 การแทรกสอดทางฟิสิกส์ (physical interference)

เป็นผลมาจากความหนืดและแรงตึงผิวของสารละลายตัวอย่างและสารละลายมาตรฐานที่แตกต่างกัน ทำให้อัตราการไหลและขนาดหยดของสารละลายที่เข้าสู่เปลวไฟแตกต่างกัน เช่น สารละลายที่มีความหนืดและแรงตึงผิวต่ำ จะมีอัตราการไหลที่เร็ว ละอองสารละลายที่ได้มีขนาดเล็ก ทำให้มีปริมาณอะตอมในเปลวไฟมากจึงอ่านค่าการดูดกลืนแสงได้มากขึ้น

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

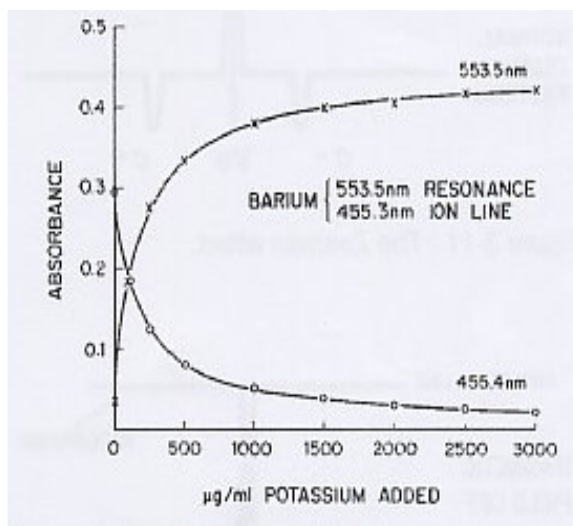
1.2 การแทรกสอดทางเคมี (chemical interference)

การแทรกสอดทางเคมีจะเกิดขึ้น เมื่อสารละลายตัวอย่างและสารละลายมาตรฐานกลายเป็นไอและถูกอะตอมไมซ์ต่างกัน มีผลทำให้การแตกตัวเกิดขึ้นผิดไป

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

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

นาโนเมตรจึงมีค่าลดลง ส่งผลให้ค่าการดูดกลืนแสงของอะตอมแบเรียมที่ความยาวคลื่น 553.5 นาโนเมตร มีค่าสูงขึ้น เมื่อเติมโพแทสเซียมเพิ่มมากขึ้น ดังรูปที่ 12



รูปที่ 12 ภาพการลดการรบกวนของแบเรียมโดยใช้เกลือโพแทสเซียม คัดลอกจาก Beaty and Kerner (1993)

1.3 การแทรกสอดสเปกตรัม (spectral interference)

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

2. การแก้ค่าแบล็คกราวนด์ (background correction)

การแก้ปัญหากับการดูดกลืนของพื้นหลัง สามารถทำได้หลายวิธี คือ

2.1 การใช้หลอดดีวเทอเรียม (deuterium lamp)

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

2.2 การใช้ผลของซีแมน (Zeeman effect)

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

2.3 การใช้ผลของสมิท-ฮีฟต์ (Smith-Hieftje effect)

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

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

3. การแก้ปัญหาเมื่อเครื่องมือเกิดขัดข้อง

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

3.1 ค่าการดูดกลืนแสงที่วัดได้ต่ำกว่าที่ควร

ควรตรวจสอบหาสาเหตุและทำการแก้ไขดังนี้

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

- ถอดเนบิวไลเซอร์และท่อพลาสติกออกมาทำความสะอาด
- ฉีดพ่นน้ำกลั่นผ่านเนบิวไลเซอร์นานประมาณ 15 นาที เพื่อให้แน่ใจว่าเนบิวไลเซอร์สะอาดพอ
- ควรวัดสารละลายตัวอย่างสลับกับสารละลาย blank เพื่อลดการอุดตันที่จะเกิดขึ้น

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

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

ขั้นที่ 4 ตรวจสอบตำแหน่งของตะเกียงว่าเหมาะสมหรือไม่ โดยการใช้กระดาดแข็งที่ได้มาพร้อมกับเครื่อง AAS ซึ่งมีตำแหน่งของลำแสงที่เหมาะสมบนกระดาดนั้น วางกระดาดนี้ที่กึ่งกลางช่องทางเปิดของตะเกียง แล้วปรับตำแหน่งของตะเกียงทั้งแนวตั้งและแนวนอนจนลำแสงอยู่ในบริเวณที่กำหนด

ขั้นที่ 5 ตรวจสอบสัดส่วนของออกซิเจนและเชื้อเพลิงว่าเหมาะสมกับธาตุที่ต้องการวิเคราะห์หรือไม่ ตัวอย่างเช่น การวิเคราะห์ธาตุแคดเมียม ทองแดง และนิกเกิล ควรใช้เปลวไฟแบบลิ้นเฟลม (lean flame) คือมีปริมาณเชื้อเพลิงน้อยกว่าที่ควรจะเป็น ขณะที่ธาตุแบเรียม โมลิบดีนัม และซิลิคอน ควรใช้เปลวไฟแบบริชเฟลม (rich flame) คือมีปริมาณเชื้อเพลิงมากกว่าที่ควรจะเป็น ซึ่งเหมาะสมสำหรับธาตุที่มีแนวโน้มการเกิดเป็นออกไซด์หรือไฮดรอกไซด์ที่ทนไฟ ปกติการปรับอัตราส่วนนี้จะคงอัตราการไหลของออกซิเจนไว้ แล้วเปลี่ยนอัตราการไหลของเชื้อเพลิงเพื่อให้ได้สัญญาณที่ดีที่สุด

ขั้นที่ 6 ตรวจสอบสารละลายที่วัดว่ามีอนุภาคของแข็งแขวนลอยหรือไม่ ต้องเติมสารลดการเกิดโออโนเซนหรือไม่มี ปกติสารละลายที่ใช้ควรเตรียมใช้ใหม่ ๆ โดยเจือจางจากสารละลายที่เข้มข้น เนื่องจากสารละลายที่มีความเข้มข้นต่ำ ๆ จะไม่คงตัวเมื่อเก็บไว้นาน

3.2 มีการรบกวน (noise) สูง และสัญญาณไม่คงที่ (ขณะยังไม่จุดเปลวไฟ)

สำหรับการตรวจสอบปัญหานี้จะเน้นไปที่ HCL

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

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

ขั้นที่ 3 ตรวจสอบเลนส์และหน้าต่างของ HCL ต้องสะอาดและไม่มีรอยแตกร้าว หากหน้าต่าง HCL เปื้อนให้เช็ดด้วยผ้าสะอาดหรือกระดาษเช็ดเลนส์ที่ชุบเอทานอลหมาด ๆ

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

3.3 มีการรบกวน (noise) สูง และสัญญาณไม่คงที่ (เมื่อจุดเปลวไฟ)

ขั้นที่ 1 ตรวจสอบการตั้งระดับตะเกียงว่าเหมาะสมหรือไม่ ไม่ควรตั้งตะเกียงให้สูงหรือต่ำเกินไป เพราะจะทำให้ระดับทางเดินแสงไม่พอดีกับบริเวณที่เกิดอะตอมอิสระ

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

ขั้นที่ 3 ตรวจสอบใช้อัตราการไหลและความดันแก๊สที่ใช้เหมาะสมหรือไม่ อากาศจากเครื่องอัดลม (air compressor) ต้องผ่านการกรองและไม่มีน้ำมัน แก๊สไนโตรเจนออกไซด์และอะเซทิลีน ต้องบริสุทธิ์และใช้ความดันตามที่ผู้ผลิตแนะนำ

ขั้นที่ 4 มีการดูดตันที่เนบิวไลเซอร์และตะเกียงหรือไม่ บางครั้งการสลายตัวของละอองเกลือต่างๆ อาจไม่หมด จึงทำให้เกิดการดูดตันที่ช่องเปิดของตะเกียง

ขั้นที่ 5 อาจมีการเปล่งแสงของอะตอมของธาตุบางชนิด เช่น แคลเซียม สตรอนเชียม แบเรียม และแรร์เอิร์ธ เมื่อมีความเข้มข้นสูงทำให้แสงที่ตกกระทบบนโฟโตเตอร์มีความเข้มสูงกว่าที่ควรจะเป็น แก้ไขโดยเพิ่มขนาดไฟฟ้าแก่ HCL

4. การบำรุงรักษาเครื่องอะตอมมิกแอบซอร์พชันสเปกโตรมิเตอร์

จากรายงานของ Cunliffe, 1984 แบ่งการบำรุงรักษาเครื่อง AAS เป็น 4 ส่วน คือ

4.1 การบำรุงรักษาเครื่องโดยทั่วไป

1) ใช้ผ้านุ่มชุบน้ำหรือน้ำยาทำความสะอาดอ่อนๆ (ห้ามใช้ตัวทำละลายอินทรีย์) เช็ดฝุ่นละอองหรือไอของสารที่มีฤทธิ์กัดกร่อนที่เกาะตามตัวเครื่องให้สะอาด

2) เช็ดทำความสะอาดหน้าต่างของ HCL ด้วยกระดาษทิชชูที่ชุบน้ำเมธานอลหรือน้ำผสมเอทานอล เพื่อทำความสะอาดฝุ่นและรอยนิ้วมือต่าง ๆ

สำหรับอุปกรณ์อื่น ๆ ที่เกี่ยวกับระบบทางเดินแสงซึ่งถูกปิดไว้ ไม่ควรเปิดทำความสะอาดด้วยตนเอง ควรเรียกวิศวกรที่รับผิดชอบมาตรวจสอบเป็นประจำทุกปี

4.2 การบำรุงรักษาเกี่ยวกับแก๊สต่าง ๆ ที่ใช้ (gas supply maintenance)

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

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

4.2.1 การจัดส่งอากาศ (compressed air supply)

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

4.2.2 การจัดส่งไนตรัสออกไซด์ (nitrous oxide supply)

แก๊สไนตรัสออกไซด์ที่ใช้ต้องไม่มีการปนเปื้อนของน้ำมัน แก๊สที่ออกจากถังต้องผ่านอุปกรณ์ให้ความร้อน เพื่อควบคุมอัตราการไหลให้สม่ำเสมอ และไม่ให้แก๊สเกิดการแข็งตัว ความดันแก๊สที่ใช้ประมาณ 10-20 ลิตร/นาที

4.2.3 การจัดส่งอะเซทิลีน (acetylene supply)

แก๊สอะเซทิลีนสามารถบรรจุในตัวทำละลายหลายชนิดขึ้นอยู่กับบริษัทผู้ผลิต แต่อะเซทิลีนที่ใช้กับเครื่อง AAS ต้องบรรจุในอะซิโตนเท่านั้น เนื่องจากตัวทำละลายชนิดอื่นอาจเข้าไปในเครื่องและกัดกร่อนท่อต่าง ๆ เป็นสาเหตุให้เกิดการระเบิดได้ ความดันแก๊สที่ใช้ประมาณ 15 psi ถ้าปริมาณอะเซทิลีนเหลือในถังต่ำกว่า 100 psi ไม่ควรใช้ต่อ ควรเปลี่ยนถังใหม่เมื่อต้องการทำงานต่อ เพราะอะซิโตนอาจเข้าไปในเครื่องและทำความเสียหายแก่ส่วนประกอบต่างๆ

4.3 การบำรุงรักษาเกี่ยวกับระบบเปลวไฟ (flame component maintenance)

อุปกรณ์ที่เกี่ยวข้องกับระบบเปลวไฟ คือ เนบิวไลเซอร์ สเปรย์แชมเบอร์ และตะเกียง การดูแลรักษาควรปฏิบัติดังนี้

4.3.1 เนบิวไลเซอร์ (nebulizer)

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

1) เมื่อท่อพลาสติกอุดตันที่บริเวณปลายท่อให้ตัดส่วนที่อุดตันทิ้ง หรือเปลี่ยนท่อพลาสติกใหม่

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

การอุดตันที่เกิดขึ้นสามารถป้องกันได้ โดยการพ่นน้ำกลั่น 50-100 มิลลิลิตร ผ่านเนบิวไลเซอร์ทุกครั้งหลังการใช้งาน

4.3.2 สเปรย์แชมเบอร์ (spray chamber)

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

4.3.3 ตะเกียง (burner)

ขณะใช้งานอาจมีเกลือหรือผงคาร์บอนเกาะอยู่ที่บริเวณช่องเปิดบนตะเกียง ทำให้แก๊สไหลผ่านไม่สะดวกและเปลวไฟขาดตอน แก้ไขโดยพ่นสารละลายกรดไนตริกเจือจาง ขณะทำการวัดตัวอย่าง เพื่อลดการเกาะที่เกิดขึ้นหรือใช้แผ่นทองเหลืองที่ได้มาพร้อมเครื่อง AAS สอดลงไป

ช่องเปิดบนตะเกียงแล้วดูไปมา เพื่อกำจัดเกลือที่เกาะอยู่ (ห้ามใช้มีดขูดเนื่องจากจะทำให้ตะเกียงเป็นรอย ยิ่งทำให้เกิดการเกาะติดได้มากขึ้น) จากนั้นจุดเปลวแล้วพ่นน้ำกลั่นสักครู่ แล้วใช้งานต่อ

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

การตรวจสอบประสิทธิภาพของ เครื่องอะตอมมิกแอบซอร์พชันสเปกโตรมิเตอร์

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

1. ความเที่ยงต่ำสุด (minimum precision)

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

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

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

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

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

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

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

ในการหาค่า minimum precision ให้วัดค่า absorbance ของความเข้มข้นสูงสุดและต่ำสุดของสารละลายมาตรฐานแต่ละสารละลาย วัด 10 ครั้ง

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

ตารางที่ 4 การหาความเที่ยงต่ำสุดของการวัดสารละลายแมงกานีส คัดลอกจากนันทนา กันยานุวัฒน์ (2542)

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

$$\begin{aligned} \text{min. precision ของสารละลาย Mn 0.80 ppm} &= 0.0004 \times 100/0.714 \\ &= 0.056\% \end{aligned}$$

ค่านี้ไม่ควรเกิน 0.5%

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

2. ขีดจำกัดของการตรวจหา (Limit of Detection, LOD)

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

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

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

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

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

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

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

คำนวณค่า LOD ได้ดังนี้

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

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

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

k = ปกติใช้ค่า 2

ตัวอย่างการหาค่า LOD ของ Mn ได้ค่าดังนี้

ตารางที่ 5 การหาขีดจำกัดของการตรวจหาของสารละลายแมงกานีส

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

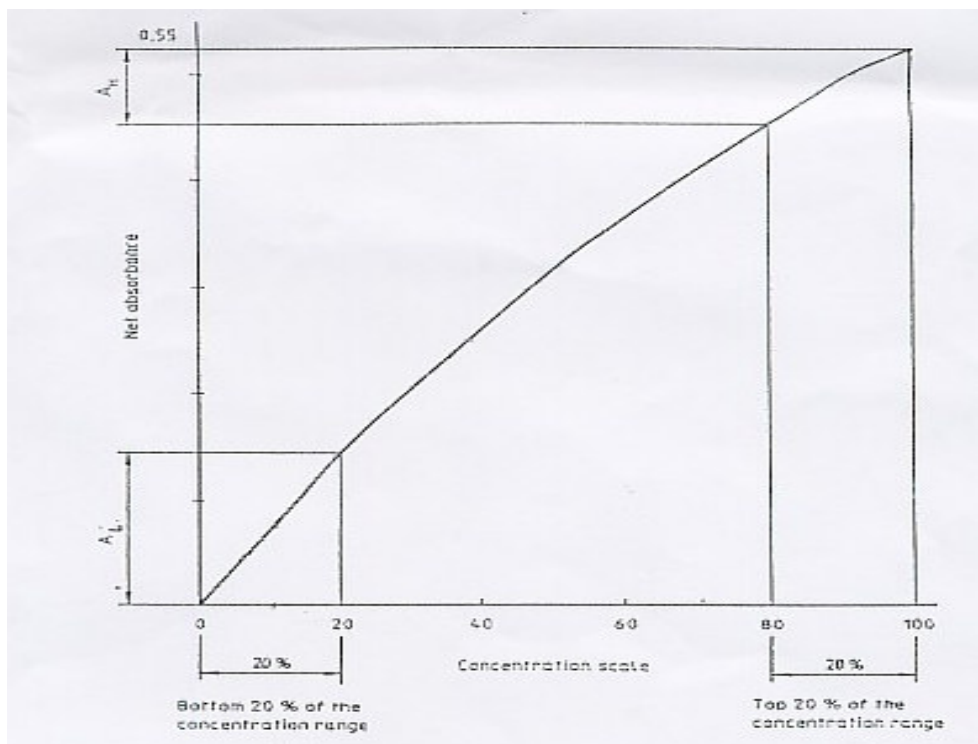
$$\begin{aligned} \text{LOD}_{\text{Mn}} &= \frac{0.01 \times 0.0004 \times 2}{0.0018 - 0.0000} \\ &= 0.0044 \end{aligned}$$

(ค่าที่ยอมรับสำหรับ Mn คือ น้อยกว่า 0.02 ppm)

3. ความเป็นเส้นตรงของกราฟ (graph linearity)

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

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



รูปที่ 13 การหาความเป็นเส้นตรงของกราฟ คัดลอกจากนันทนา กันยานุวัฒน์ (2542)

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

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

ตารางที่ 6 แสดงค่าการดูดกลืนแสงของสารละลายแมงกานีสที่มีความเข้มข้นต่าง ๆ

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

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

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

$$A_L = 0.114$$

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

$$= 0.094 / 0.114$$

$$= 0.82$$

(ค่า A_H / A_L จะต้องมามีค่าไม่น้อยกว่า 0.7)

4. สภาพไว (sensitivity หรือ characteristic concentration)

สภาพไว หมายถึงค่าความเข้มข้นของธาตุที่ absorbance อ่านค่าได้ 0.0044 ค่านี้ของ แต่ละธาตุมีค่าไม่เท่ากัน ตัวอย่างเช่น

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

การหาค่า sensitivity ทำได้โดยการเตรียมสารละลาย 2 สารละลายให้มีองค์ประกอบเหมือนกับตัวอย่างที่ต้องการวิเคราะห์

ตัวอย่างการหา sensitivity ของ Mn

- กรณี Mn เตรียมความเข้มข้น Mn 0.1 ppm
- สารละลาย blank

วัดค่า absorbance ของสารละลายทั้งสอง และคำนวณค่า sensitivity ได้ดังนี้

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

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

A = ค่า absorbance ของธาตุที่ต้องการวิเคราะห์
(ของ Mn 0.1 ppm)

A_0 = ค่า absorbance ของสารละลาย blank

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

$$\begin{aligned}\text{sensitivity} &= \frac{0.10 \times 0.0044}{0.020 - 0.000} \\ &= 0.022 \text{ ppm} \\ &\quad (\text{ค่าที่ยอมรับสำหรับ Mn คือน้อยกว่า 0.1 ppm})\end{aligned}$$

บทสรุป

เครื่องอะตอมมิกแอบซอร์พชันสเปกโทรมิเตอร์นับว่าเป็นเครื่องมือที่มีความสำคัญอย่างมากสำหรับงานวิเคราะห์ เนื่องจากงานวิเคราะห์ส่วนหนึ่งจะเป็นการหาปริมาณธาตุซึ่งมีปริมาณน้อยในสารตัวอย่าง เทคนิคอะตอมมิกแอบซอร์พชันจึงเป็นวิธีที่ได้รับความนิยมอย่างสูง เนื่องจากสะดวกรวดเร็ว และใช้งานง่าย แต่การปฏิบัติงานด้วยเครื่อง AAS ก็มักเกิดปัญหาความขัดข้องขึ้นบ่อยครั้ง ดังนั้นการรู้ถึงสาเหตุของปัญหาและแนวทางการแก้ไขจะช่วยให้งานด้านการวิเคราะห์ดำเนินไปได้อย่างต่อเนื่อง เสร็จตามกำหนดเวลา และสร้างความพึงพอใจแก่ผู้ใช้บริการ นอกจากนี้ห้องปฏิบัติการด้านวิเคราะห์ต้องให้ความสำคัญในเรื่องการดูแลรักษาเครื่องมือให้อยู่ในสภาพดีพร้อมใช้งานอยู่เสมอ และตระหนักว่าการตรวจพบปัญหาแต่เนิ่นๆ ถือเป็นการป้องกันปัญหาเชิงรุก ซึ่งจะมีค่าใช้จ่ายน้อยกว่าการรอให้เครื่องชำรุดเสียหาย ยิ่งไปกว่านั้นยังเป็นการยืดอายุการใช้งานเครื่อง และเกิดความปลอดภัยสูงสุดแก่ผู้ใช้งานอีกด้วย เช่นเดียวกับการใช้งานเครื่องมืออื่นๆ ผู้ใช้ควรศึกษาและทำความเข้าใจเครื่องมือเหล่านั้นๆ อย่างละเอียดก่อนการใช้งาน เพื่อเพิ่มความมั่นใจในการทำงานและผลวิเคราะห์ที่ได้ ตลอดจนลดความเสี่ยงที่จะทำให้เครื่องมือเกิดความเสียหาย ส่งผลให้การปฏิบัติงานในห้องปฏิบัติการประสบผลสำเร็จยิ่งขึ้น

อย่างไรก็ดี หากวิธีการแก้ปัญหาและขั้นตอนการบำรุงรักษาเครื่อง AAS ที่กล่าวมาไม่สัมฤทธิ์ผล หรือเกินขอบเขตที่ผู้ใช้จะกระทำได้ ควรเรียกช่างผู้เชี่ยวชาญมาตรวจสอบจะเป็นการดีที่สุด

เอกสารอ้างอิง

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