ข้อมูลข่าวสาร วศ.

ข้อมูลข่าวสารของกรมวิทยาศาสตร์บริการ
ตาม พ.ร.บ. ข้อมูลข่าวสารของราชการ พ.ศ. 2540

วศ
กม
อว 15

เอกสารผลงานที่เสนอให้ประเมิน
เพื่อแต่งตั้งให้ดำรงตำแหน่งนักวิทยาศาสตร์ 7 ว

เรื่องที่ 2

การพัฒนาวิธีวิเคราะห์ปริมาณซิลิคอน (Si) ฟอสฟอรัส (P) และแมงกานีส (Mn) ในเหล็กกล้าด้วยเครื่อง Spark Emission Spectrometer

โดย

นางวรรณภา ตันยืนยงค์
นักวิทยาศาสตร์ 6 ว

กลุ่มงานอนินทรีย์เคมีวิเคราะห์ 1
กองเคมี กรมวิทยาศาสตร์บริการ
กระทรวงวิทยาศาสตร์เทคโนโลยีและสิ่งแวดล้อม

กรมวิทยาศาสตร์บริการ

เอกสารผลงานที่เสนอให้ประเมิน
เพื่อแต่งตั้งให้ดำรงตำแหน่งนักวิทยาศาสตร์ 7 ว

เรื่องที่ 2

การพัฒนาวิธีวิเคราะห์ปริมาณซิลิคอน (Si) ฟอสฟอรัส (P) และแมงกานีส (Mn)
ในเหล็กกล้าด้วยเครื่อง Spark Emission Spectrometer

เลขหมู่ วม
กม
0015
เลขทะเบียน 9963
วันที่ 14 มิ.ย. 44

โดย

นางวรรณภา ตันยืนยงค์

นักวิทยาศาสตร์ 6 ว

ด้วยอภินันทนาการ

จาก
วม
.....

กลุ่มงานอนินทรีย์เคมีวิเคราะห์ 1

กองเคมี กรมวิทยาศาสตร์บริการ

กระทรวงวิทยาศาสตร์เทคโนโลยีและสิ่งแวดล้อม

บทคัดย่อ

เหล็กกล้าประกอบด้วยธาตุชนิดต่างๆทั้งธาตุหลักและธาตุเจือปนมากมาย ธาตุที่สำคัญส่วนหนึ่ง ได้แก่ ซิลิคอน ฟอสฟอรัส แมงกานีส ซึ่งปริมาณของธาตุเหล่านี้จะเป็นตัวกำหนดชั้นคุณภาพของเหล็กกล้า ดังนั้นการวิเคราะห์เพื่อให้ทราบปริมาณธาตุดังกล่าว จึงเป็นสิ่งสำคัญ โดยแต่ละธาตุจะมีวิธีวิเคราะห์ที่แตกต่างกัน

การวิเคราะห์ปริมาณ ซิลิคอน และฟอสฟอรัส วิเคราะห์ด้วยวิธีตกตะกอน (Gravimetric Method) ส่วนแมงกานีสวิเคราะห์ด้วยเครื่องอะตอมมิกแอบซอร์พชันสเปกโทรโฟโตมิเตอร์ (Atomic Absorption Spectrophotometer) วิธีวิเคราะห์ดังกล่าวข้างต้น มีขั้นตอนการวิเคราะห์หลายขั้นตอน จึงใช้เวลาในการวิเคราะห์นาน และสิ้นเปลืองสารเคมี

จึงได้พัฒนาวิธีวิเคราะห์ด้วยเครื่องสปาร์คอิมิสชันสเปกโทรมิเตอร์(Spark Emission Spectrometer) พบว่าผลวิเคราะห์ที่ได้สอดคล้องกัน ได้ผลในเชิงสถิติที่ไม่มีความแตกต่างของค่าเฉลี่ยอย่างมีนัยสำคัญ ในระดับความเชื่อมั่นร้อยละ 95 และพบว่าวิธีวิเคราะห์ด้วยเครื่องสปาร์คอิมิสชันสเปกโทรมิเตอร์ ให้ผลรวดเร็ว ถูกต้อง (accuracy) และแม่นยำ (precision)กว่า โดยใช้โลหะเหล็กมาตรฐานเป็นตัวทดสอบเปรียบเทียบ นอกจากนี้ยังช่วยลดมลภาวะในห้องปฏิบัติการและสภาพแวดล้อม เนื่องจากไม่ต้องใช้สารเคมี

จากการศึกษาพัฒนาวิธีวิเคราะห์เหล็กกล้าด้วยเครื่องสปาร์คอิมิสชันสเปกโทรมิเตอร์ พบว่าวิธีนี้สามารถใช้เป็นวิธีวิเคราะห์ตัวอย่างเหล็กกล้าได้อย่างมีประสิทธิภาพ

กรมวิทยาศาสตร์บริการ

สารบัญ

	หน้า
1. บทนำ	1
1.1 คำนำ	1-3
1.2 ความเป็นมาของปัญหา	3-5
1.3 วัตถุประสงค์	5
1.4 ประโยชน์ที่ได้รับ	5
1.5 ระยะเวลาดำเนินการ	5
1.6 วิธีการดำเนินการทดลอง	5
2. วัสดุอุปกรณ์และสารเคมี	6
2.1 เครื่องมืออุปกรณ์และสารเคมีวิธีที่ 1	6-7
2.2 เครื่องมือและอุปกรณ์วิธีที่ 2	7-8
2.3 วิธีทดลอง วิธีที่ 1	8-10
วิธีทดลอง วิธีที่ 2	10-11
3. ผลการทดลอง	11-18
4. วิจารณ์	19-20
5. สรุป	21
6. กิตติกรรมประกาศ	21
7. เอกสารอ้างอิง	22
8. ภาคผนวก	23
รูปที่ 1. กราฟมาตรฐานของธาตุซิลิคอน (Si)	23
รูปที่ 2. กราฟมาตรฐานของธาตุฟอสฟอรัส(P)	24
รูปที่ 3. กราฟมาตรฐานของธาตุแมงกานีส (Mn)	25

สารบัญ

	หน้า
ตารางที่ 1. ชุดของโลหะเหล็กอ้างอิงรับรองสำหรับการสร้างกราฟมาตรฐานของซิลิคอน (Si)	26
ตารางที่ 2. ชุดของโลหะเหล็กอ้างอิงรับรองสำหรับการสร้างกราฟมาตรฐานของฟอสฟอรัส (P)	26
ตารางที่ 3. ชุดของโลหะเหล็กอ้างอิงรับรองสำหรับการสร้างกราฟมาตรฐานของแมงกานีส (Mn)	27

การพัฒนาวิธีวิเคราะห์ปริมาณซิลิคอน (Si) ฟอสฟอรัส (P) และแมงกานีส (Mn) ในเหล็กกล้าด้วยเครื่อง Spark Emission Spectrometer

1. บทนำ

1.1 คำนำ

ปัจจุบันอุตสาหกรรมเหล็กในประเทศไทยได้พัฒนาขึ้น เนื่องจากเหล็กมีประโยชน์ในการใช้งานอย่างกว้างขวาง อุตสาหกรรมเหล็กและเหล็กกล้ามีบทบาทสำคัญยิ่งต่อการพัฒนาประเทศ เพราะเหล็กเป็นโลหะพื้นฐานสำหรับอุตสาหกรรมชนิดต่างๆ เช่น อุตสาหกรรมโครงสร้างของสิ่งก่อสร้าง การผลิตรถ เฟอร์นิเจอร์ ฯลฯ ซึ่งการนำเหล็กและเหล็กกล้ามาใช้ให้เหมาะสมกับงานนั้นๆ จำเป็นต้องทราบส่วนประกอบทางเคมีที่สำคัญของเหล็ก เช่น ซิลิคอน (Si) ฟอสฟอรัส (P) และแมงกานีส (Mn) เพราะธาตุเหล่านี้ทำให้คุณสมบัติของเหล็กเปลี่ยนไป ดังนั้นการวิเคราะห์เพื่อหาส่วนประกอบทางเคมีของเหล็ก ว่าเป็นไปตามความต้องการในการใช้งานหรือไม่ จึงเป็นสิ่งสำคัญ

แมงกานีสเป็นส่วนประกอบของเหล็กกล้าธาตุหนึ่ง เป็นตัวเพิ่มความแข็งให้แก่เหล็ก แต่น้อยกว่าธาตุคาร์บอน ประสิทธิภาพขึ้นอยู่กับปริมาณที่มีอยู่ และเป็นสัดส่วนโดยตรงกับปริมาณคาร์บอน คุณลักษณะที่สำคัญอีกประการหนึ่ง คือ สามารถลดอัตราการเย็นตัวในระยะวิกฤต แมงกานีสเป็นตัวไล่ออกซิเจนที่ว่องไว และ มีแนวโน้มในการแยกตัวในเบ้าหลอมน้อยกว่าธาตุอื่นๆ ทำให้คุณภาพผิวของเหล็กกล้าดีขึ้น เพราะจะไปทำปฏิกริยากับกำมะถันในเนื้อเหล็ก ป้องกันไม่ให้กำมะถันทำปฏิกริยากับเหล็กเกิดเป็นเหล็กซัลไฟด์ (iron sulphide) ซึ่งเป็นสาเหตุทำให้เกิดการแตกร้าว และ ฉีกขาด ขณะทำการรีดเหล็กกล้า

ฟอสฟอรัส โดยทั่วไปจัดเป็นสารปนเปื้อนในเหล็กกล้า ยกเว้นในกรณีที่ใช้ทำเครื่องจักร เพราะเป็นตัวป้องกันการเกิดสนิม ช่วยเพิ่มคุณสมบัติทนต่อการกัดกร่อน รวมตัวกับคาร์บอนได้ยาก เป็นตัวเพิ่มความแข็งเช่นเดียวกับแมงกานีสและคาร์บอน ฟอสฟอรัสจะไปลดความอ่อนตัวขณะหลอมเหลวของเหล็กกล้าในสภาวะการทำให้เย็นตัวอย่างรวดเร็ว และลดความเหนียวด้วย

ซิลิคอน เป็นธาตุที่สำคัญตัวหนึ่งที่ใช้ลดออกซิเจน (deoxidizer) ในอุตสาหกรรมเหล็กกล้า เป็นส่วนประกอบที่ทำให้เกิดความแข็ง

<u>การผลิตเหล็กและเหล็กกล้า</u>

เหล็กส่วนใหญ่ผลิตจากแร่เหล็กโดยการหลอม ในเตาหลอมเหล็กที่ใช้ลมเป่า (blast furnaces) ภายในเตาหลอมจะใช้ถ่านคาร์บอน (Coke) เป็นตัวรีดิวซิ่ง โดยคาร์บอนจะรวมตัวกับออกซิเจนจากลมที่เป่าเป็นคาร์บอนมอนอกไซด์ (CO) ซึ่งทำหน้าที่รีดิวซ์เหล็กจากแร่เหล็กซึ่งส่วนใหญ่คือเหล็กออกไซด์ (Fe_2O_3) ให้เป็นเหล็กถลุง (Pig iron) ในกระบวนการนี้ต้องใส่เชื้อถลุง (Flux) อาจเป็นหินปูนหรือปูนขาวหรือเชื้อถลุงอื่นๆ ในปริมาณที่เหมาะสมเพื่อทำหน้าที่รวมตัวกับสารเจือปนต่างๆเป็นขี้โลหะ (slag) เหลวแยกออกจากเนื้อเหล็ก หลังจากนั้นเหล็กถลุงในสภาพของของเหลวจากเตาหลอมจะถูกถ่ายลงในเตาผลิตเหล็กกล้า (steelmaking furnace)

กระบวนการที่ใช้ในการผลิตเหล็กกล้าอาจเป็น basic oxygen หรือ electric arc แบบใดแบบหนึ่ง ในกระบวนการนี้เหล็กถลุงและเศษเหล็ก (steel scrap) มากกว่า 30% จะถูกหลอมเหลวในเตาหลอมโดยมีออกซิเจน และฟลักซ์เป็นตัวช่วย ปริมาณคาร์บอนและสารเจือปนอื่นๆ (impurities)จะรวมตัวกับฟลักซ์เป็นขี้โลหะ แยกออกจากเนื้อเหล็ก ทำให้ได้เหล็กที่มีคุณภาพดีขึ้น

จากนั้นเหล็กกล้าที่หลอมเหลวจากเตา จะถูกหล่อในแม่พิมพ์แบบนิ่งอยู่กับที่ (stationary molds) หรือหล่อเป็นแท่ง slabs อย่างต่อเนื่อง และ ถูกตัดเป็นระยะๆ ในปัจจุบันนี้ เหล็กกล้าประมาณ 63% ที่ผลิตในประเทศสหรัฐอเมริกา เป็นแบบหล่ออย่างต่อเนื่องและคาดว่าปริมาณจะเพิ่มขึ้นอีกในอนาคต หลังจากที่หล่อแล้ว แท่งเหล็ก (ingot) เหล่านี้จะถูกให้ความร้อนใน soaking pit และถูกรีดร้อน (hot-rolled) ไปเป็นแท่งเหล็กแบบ slabs, billets หรือ blooms แท่งเหล็กแบบ slabs มักจะถูกรีดร้อนหรือรีดเย็นต่อไปเพื่อผลิตแผ่นเหล็ก และแท่งเหล็กแบบ billets ก็จะถูกรีดร้อนหรือรีดเย็นต่อไปเป็นเหล็กแท่งกลมหรือลวด (rods, wire) ส่วนแท่งเหล็กแบบ blooms จะถูกรีดร้อนและรีดเย็นไปเป็นแท่งเหล็กรูปหน้าตัดตัว I หรือราง

ในฐานะที่กรมวิทยาศาสตร์บริการ เป็นหน่วยงานกลางทางวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยีที่ให้บริการการวิเคราะห์แห่งหนึ่ง จึงมีผู้ส่งตัวอย่างเหล็กกล้ามาวิเคราะห์เป็นประจำ เพื่อหาปริมาณธาตุดังกล่าวข้างต้น ซึ่งตัวอย่างเหล่านี้ส่งมาจากหน่วยงานราชการและภาคเอกชน โดยข้อมูลเหล่านี้ใช้ประโยชน์ทางการค้า การขึ้นทะเบียนขอการรับรองมาตรฐานผลิตภัณฑ์อุตสาหกรรม หรือเพื่อเป็นข้อมูลแสดงคุณภาพระดับการใช้งานของเหล็ก

สำหรับการวิเคราะห์หาปริมาณธาตุองค์ประกอบในเหล็กทั้ง 3 ธาตุนั้น แต่ละธาตุ แยกวิเคราะห์ ดังนี้

การวิเคราะห์ปริมาณซิลิคอน วิเคราะห์โดยวิธีตกตะกอน (Gravimetric Method) โดยการตกตะกอนซิลิคอนให้อยู่ในรูปของตะกอนซิลิซิกแอซิด (silicic acid) กรอง เผา และฟูม (fume) ด้วยกรดไฮโดรฟลูออริก (hydrofluoric acid)

การวิเคราะห์ปริมาณฟอสฟอรัส วิเคราะห์โดยวิธีตกตะกอน (Gravimetric Method) โดยการตกตะกอนฟอสฟอรัส ด้วยสารละลายซิโตรโมลิบเดท (citromolybdate solution) จะได้ตะกอนสีเหลืองของแอมโมเนียมฟอสโฟโมลิบเดท $\{(NH_4)_3PO_4.12MoO_3\}$

การวิเคราะห์ปริมาณแมงกานีส วิเคราะห์โดยเฟลมอะตอมมิกแอบซอร์พชันสเปกโทรโฟโตมิเตอร์ (Flame Atomic Absorption Spectrophotometer) โดยการเปรียบเทียบข้อมูลระหว่างชุดข้อมูลของสารละลายมาตรฐานแมงกานีสที่มีความเข้มข้นขนาดต่างๆ และ ชุดข้อมูลของสารละลายแมงกานีสที่ต้องการทราบความเข้มข้น

1.2 <u>ความเป็นมาของปัญหา</u>

จากวิธีวิเคราะห์ปริมาณธาตุแต่ละธาตุที่กล่าวมาแล้ว จะเห็นได้ว่าขั้นตอนในการวิเคราะห์ธาตุแต่ละตัวใช้วิธีที่แตกต่างกันออกไป ทำให้ใช้เวลาในการวิเคราะห์แต่ละตัวอย่างนาน และสิ้นเปลืองสารเคมีมาก ซึ่งเป็นปัญหาสำคัญในการทำให้เกิดมลภาวะเป็นพิษต่อสิ่งแวดล้อมและต่อบุคคลากรที่เกี่ยวข้อง

การวิเคราะห์หาส่วนประกอบที่สำคัญ และการควบคุมคุณภาพของเหล็ก ปัจจุบันสามารถวิเคราะห์โดยเครื่องสปาร์คอิมิสชันสเปกโทรมิเตอร์ (Spark Emission Spectrometer) ซึ่งเป็นวิธีที่ไม่ต้องทำลายตัวอย่าง (non destructive method)

<u>หลักการของอิมิสชันสเปกโทรสโกปี (Emission Spectroscopy)</u>

อิมิสชันสเปกโทรสโกปี เป็นวิธีวิเคราะห์โดยอาศัยหลักการ ทำให้สารที่วิเคราะห์เปลี่ยนสถานะจากสถานะพื้น (Ground state) ไปยังสถานะกระตุ้น (Excited state) ด้วยกระบวนการที่เหมาะสม เมื่ออะตอมที่ถูกกระตุ้นกลับสู่สถานะพื้น จะมีการเปล่งแสง หรือรังสี หรือสเปคตรัมออกมา คือ เกิดอะตอมมิกอิมิสชัน (Atomic Emission) ซึ่งอยู่ในช่วงของยูวี-วิสิเบิล และมีลักษณะเฉพาะตัว สามารถนำไปใช้ประโยชน์ในการวิเคราะห์ได้

เครื่องสปาร์คอิมิสชันสเปกโทรมิเตอร์ประกอบด้วยส่วนสำคัญ 4 ส่วน คือ

1. ส่วนที่ทำให้ธาตุกลายเป็นอะตอมอิสระ (Atomizer)

2. โมโนโครมาเตอร์ (Monochromator) ซึ่งใช้แยกแสงให้ได้ความยาวคลื่นของแสงที่ต้องการ คือ Grating

3. ดีเทคเตอร์ (Detector) คือ Photomultiplier tube

4. เครื่องประมวลผลและอ่านผล (Data system and read out unit)

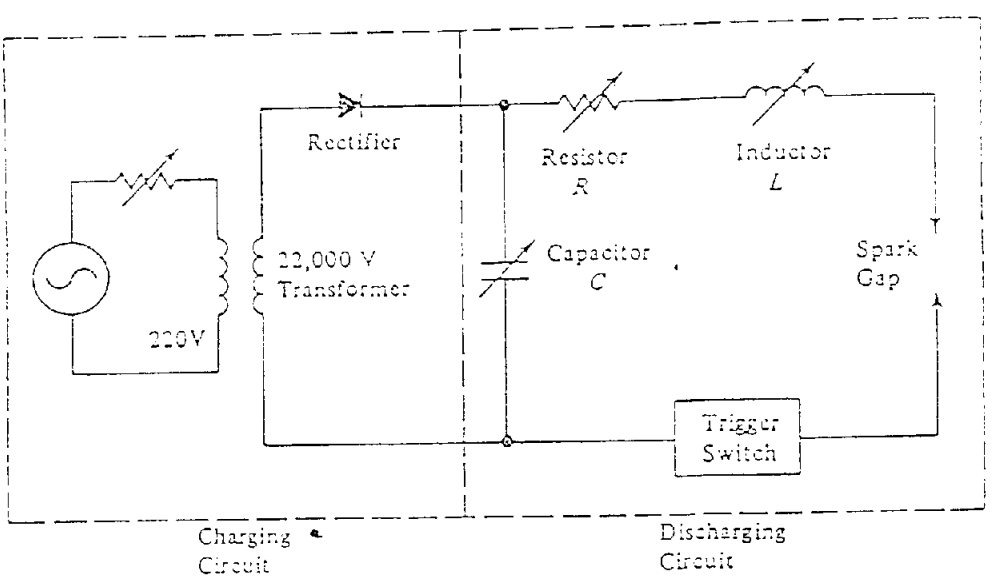
ขั้นตอนการวิเคราะห์ด้วยวิธีสปาร์คอิมิสชันสเปกโทรมิเตอร์

1. ทำสารตัวอย่างให้เป็นอะตอม (Atomization) แล้วอะตอมนั้นจะถูกกระตุ้นเพื่อให้เกิดการเปล่งแสง กระบวนการทั้งสองนี้จะเกิดติดต่อกันไปใน Atomization excitation source

2. แสงที่มีลักษณะเฉพาะจะเปล่งออกมาเป็นสเปคตรัม ซึ่งแยกออกจากกันด้วยระบบการแยกที่เหมาะสม ความเข้มของแสงจะถูกวัดด้วยระบบวัด (Detection system) ซึ่งเป็นสเปคโตมิเตอร์

3. ความเข้มของแสงที่วัดได้ นำไปเปรียบเทียบกับความเข้มของแสงจากโลหะมาตรฐานเพื่อหาความเข้มข้นของธาตุในสารตัวอย่าง ถ้าใช้อุณหภูมิยิ่งสูงในการกระตุ้น ความเข้มของแสงยิ่งมากขึ้น แต่การเกิดไอออนไนเซชั่นก็จะเพิ่มขึ้นด้วย และทำให้สเปคตรัมที่ได้มีความซับซ้อนยิ่งขึ้น ดังนั้นสเปคโตมิเตอร์ควรจะต้องเป็น high resolution

แหล่งของการกระตุ้นที่ทำให้เกิดอะตอมนั้น การกระตุ้นด้วยประกายหรือสปาร์ค (Spark discharge) คือการเกิดของมันเป็นกระบวนการที่ใช้เวลาสั้น โดยทั่วไป สปาร์คเกิดจากการปล่อยประจุของตัวเก็บประจุ (Capacitor) ในระหว่างขั้วไฟฟ้าซึ่งมีขั้วหนึ่งใส่สารตัวอย่าง กับอีกขั้วหนึ่งซึ่งเรียกว่า Counter electrode ดังแสดงในรูป



แสดงแผนภาพของแหล่งผลิตประกาย

ซึ่งเป็นแผนภาพแสดงแหล่งผลิตประกายที่ใช้กันทั่วไป ตัวเก็บประจุมีขนาด 5 ถึง 100 nf จะถูกประจุ (charge) ให้มีศักย์ขนาด 1 ถึง 30 kv แล้วปล่อยประจุด้วย trigger switch ก็จะเกิดสปาร์คขึ้นระหว่างขั้วไฟฟ้าทั้งสองประมาณ 2 - 30 ครั้งต่อไซเคิล (Cycle) หรือ 120 ถึง 1,800 ครั้งต่อวินาที สปาร์คจะได้ผลดีในช่วงของเวลา 10 ถึง 100 μs ความร้อนที่เกิดขึ้นที่ขั้วไฟฟ้าจะต้องพยายามให้เกิดน้อย โดยทำให้เย็นขณะเกิดสปาร์ค เวลาที่ต้องใช้เพื่อให้ได้สเปคตรัมจะใช้เวลาประมาณ 10 วินาที โดยทั่วไป สปาร์คจะได้ผลการวิเคราะห์ที่มีความแม่นยำสูง

1.3 <u>วัตถุประสงค์</u>

เพื่อการศึกษาเปรียบเทียบการวิเคราะห์ด้วยเครื่องสปาร์คอิมิสชันสเปกโทรมิเตอร์

1.4 <u>ประโยชน์ที่ได้รับ</u>

ได้วิธีวิเคราะห์ซึ่งมีประสิทธิภาพสูงกว่าเดิม โดยลดเวลาในการเตรียมตัวอย่างและลดขั้นตอนที่ยุ่งยากในการวิเคราะห์ลงมาก เพื่อให้ได้ผลวิเคราะห์ที่รวดเร็ว ถูกต้องแม่นยำ และ ยังสามารถหลีกเลี่ยงการใช้สารเคมีที่เป็นอันตรายต่อบุคลากรและสภาพแวดล้อม

1.5 <u>ระยะเวลาในการศึกษาทดลอง</u>

ธันวาคม 2539 - ธันวาคม 2540

1.6 <u>วิธีการดำเนินการทดลอง</u>

ศึกษาทดลองวิเคราะห์หาปริมาณ ซิลิคอน ฟอสฟอรัส และ แมงกานีส ในตัวอย่างเหล็กกล้า 5 ตัวอย่าง เปรียบเทียบกับโลหะเหล็กมาตรฐาน (No.C Fe 2/3 ผลิตโดย SUS Germany) โดย

1. วิเคราะห์ด้วยวิธีก่อนการปรับปรุง ซึ่งจะเรียกว่าวิธีที่ 1
   - การวิเคราะห์ปริมาณซิลิคอน วิเคราะห์ด้วยวิธีตกตะกอน
   - การวิเคราะห์ปริมาณฟอสฟอรัส วิเคราะห์ด้วยวิธีตกตะกอน
   - การวิเคราะห์ปริมาณแมงกานีส วิเคราะห์ด้วยเครื่องเฟลมอะตอมมิกแอบซอร์พชันสเปกโทรโฟโตมิเตอร์
2. วิเคราะห์ด้วยเครื่องสปาร์คอิมิสชันสเปกโทรมิเตอร์ ซึ่งจะเรียกว่าวิธีที่ 2
3. ประเมินค่าทางสถิติ เพื่อดูความแม่นยำที่ระดับความเชื่อมั่นร้อยละ 95 โดยใช้ T - test
4. สรุปผลการทดลอง

2. วัสดุอุปกรณ์และสารเคมี

2.1 วิธีที่ 1.

ทุกตัวอย่างเตรียมเป็นเศษเจาะชิ้นเล็กๆ

2.1.1 เครื่องมือและอุปกรณ์

2.1.1.1 เครื่องอะตอมมิกแอบซอร์พชันสเปกโทรโฟโตมิเตอร์ รุ่น 880 ยี่ห้อ Varian ประเทศออสเตรเลีย

2.1.1.2 เครื่องชั่ง (Analytical balance) รุ่น AC 210S ยี่ห้อ Sartorias ประเทศเยอรมนี

2.1.1.3 เครื่องดูดสูญญากาศ (suction pump)

2.1.1.4 หลอดกำเนิดแสง (hollow cathode lamp) แมงกานีส ยี่ห้อ Varian ประเทศออสเตรเลีย

2.1.1.5 ตู้อบ (oven)

2.1.1.6 เตาเผา (muffle furnace)

2.1.1.7 แท่นให้ความร้อน (hot plate)

2.1.1.8 แพลทินัมครูซิเบิล (platinum crucible)

2.1.1.9 เครื่องแก้วที่ใช้ในห้องปฏิบัติการ

2.1.1.10 เดซิกเกเตอร์ (desiccator)

2.1.1.11 ตะเกียงบุนเสน

2.1.1.12 กูชครูซิเบิล (gooch crucible)

2.1.1.13 ไมโครไฟเบอร์ (microfiber)

2.1.1.14 ก๊าซอะเซทิลีน

2.1.2 สารเคมี

2.1.2.1 สารละลายมาตรฐานแมงกานีส (Manganese standard solution) 1000 มิลลิกรัม/ลิตร

2.1.2.2 กรดไฮโดรคลอริกเข้มข้น (Hydrochloric acid) ชนิด AR grade

2.1.2.3 กรดไฮโดรคลอริกความเข้มข้น 1:1 โดยปริมาตร

2.1.2.4 กรดไฮโดรคลอริกความเข้มข้น 1:19 โดยปริมาตร

2.1.2.5 กรดไนตริกเข้มข้น (Nitric acid) ชนิด AR grade

2.1.2.6 กรดไฮโดรฟลูออริกเข้มข้น (Hydrofluoric acid) ชนิด AR grade

2.1.2.7 กรดเปอร์คลอริกเข้มข้น (Perchloric acid) ชนิด AR grade

2.1.2.8 กรดซัลฟิวริกเข้มข้น (Sulphuric acid) ชนิด AR grade

2.1.2.9 แอมโมเนียมไนเตรท (Ammonium nitrate) ชนิด AR grade

2.1.2.10 ซิตริกแอซิด (Citric acid) ชนิด AR grade

2.1.2.11 แอมโมเนียมโมลิบเดท (Ammonium molybdate) ชนิด AR grade

2.1.2.12 ไดแอมโมเนียมไฮโดรเจนฟอสเฟต (Diammonium hydrogen phosphate) ชนิด AR grade เตรียมเป็นสารละลายความเข้มข้น ร้อยละ 20

2.1.2.13 กรดไนโตรซัลฟิวริก (Nitrosulphuric acid)
เตรียมโดยให้มีส่วนผสมของน้ำกลั่น 660 มิลลิลิตร กรดไนตริกเข้มข้น 180 มิลลิลิตร และ กรดซัลฟิวริกเข้มข้น 160 มิลลิลิตร

2.1.2.14 สารละลายซิโตรโมลิบเดท (citromolybdate solution)
เตรียมโดยผสมสารละลาย 2 ชนิด คือ
สารละลายชนิดที่ 1 ประกอบด้วยแอมโมเนียมไนเตรท 100 กรัม ซิตริกแอซิด 128 กรัม แอมโมเนียมโมลิบเดท 136 กรัม และน้ำกลั่น 1,400 มิลลิลิตร
สารละลายชนิดที่ 2 ประกอบด้วยกรดไนตริกเข้มข้น 528 มิลลิลิตร และน้ำกลั่น 300 มิลลิลิตร
ผสมสารละลายชนิดที่ 1 และ 2 เข้าด้วยกัน เติม 10-15 หยดสารละลายไดแอมโมเนียมไฮโดรเจนฟอสเฟตความเข้มข้นร้อยละ 20 ต้มให้เดือด 15 นาที ตั้งไว้ค้างคืน และ กรอง

2.2 <u>วิธีที่ 2</u>

ลักษณะตัวอย่างต้องเป็นเนื้อเดียวกัน ผิวเรียบมีพื้นที่หน้าตัดไม่ต่ำกว่า 1 ตารางเซนติเมตร ความหนาไม่ต่ำกว่า 0.2 เซนติเมตร

2.2.1 <u>เครื่องมือและอุปกรณ์</u>

2.2.1.1 เครื่องสปาร์คอิมิสชันสเปกโทรมิเตอร์ (Spark Emission Spectrometer) รุ่น 1000 DV-4 ยี่ห้อ Baird ประเทศสหรัฐอเมริกา

2.2.1.2 เครื่องขัดและอุปกรณ์ประกอบ

2.2.1.3 ก้อนโลหะเหล็กอ้างอิงรับรอง (Certified Reference Material)

2.2.1.4 ก๊าซอาร์กอน ชนิดความบริสุทธิ์ไม่ต่ำกว่าร้อยละ 99.999

2.3 วิธีทดลอง

2.3.1 การทดลองวิธีที่ 1

การวิเคราะห์ปริมาณซิลิคอน

ชั่งตัวอย่างประมาณ 2 กรัม ให้ได้น้ำหนักที่แน่นอนในบีกเกอร์ขนาด 400 มิลลิลิตร เติมกรดไนโตรซัลฟิวริก 100 มิลลิลิตร ปิดปากบีกเกอร์ด้วยกระจกนาฬิกา นำบีกเกอร์ตั้งบนแท่นให้ความร้อน จนตัวอย่างละลายหมด เปิดกระจกนาฬิกาออกระเหยจนสารละลายตัวอย่างฟูม (fume) จนแห้ง ไล่จนหมดควันขาว ปล่อยให้เย็น เติมน้ำกลั่น 100 มิลลิลิตร และกรดไฮโดรคลอริกเข้มข้น 5 มิลลิลิตร ปิดปากบีกเกอร์ด้วยกระจกนาฬิกา ให้ความร้อนจนเกลือของตัวอย่างละลายหมด

ปล่อยให้เย็น กรองตะกอน (ซึ่งอยู่ในรูปของซิลิซิกแอซิด) ด้วยกระดาษกรอง Whatman no. 41 ล้างตะกอนด้วยกรดไฮโดรคลอริกความเข้มข้น 1 : 19 หลายๆครั้ง ล้างด้วยน้ำกลั่นและน้ำร้อนจนหมดคลอไรด์ นำตะกอนใส่ในแพลทินัมครูซิเบิล และนำไปเผาด้วยไฟอ่อนๆบนตะเกียงบุนเสน จากนั้นเผาด้วยไฟแรงขึ้นจนกระดาษกรองเผาไหม้หมด

นำตะกอนในแพลทินัมครูซิเบิลไปเผาต่อในเตาเผาที่ 1000 °ซ เป็นเวลา 1 ชั่วโมง ปล่อยตัวอย่างให้เย็นในเดซิกเกเตอร์ ชั่งน้ำหนักรวมของแพลทินัมครูซิเบิล และ ตะกอน (ซิลิคอนไดออกไซด์) เติมกรดซัลฟิวริกความเข้มข้น 1 : 1 ลงในแพลทินัมครูซิเบิลเล็กน้อย เติมกรดไฮโดรฟูออริกเข้มข้นให้ท่วมตะกอน ตั้งแพลทินัมครูซิเบิลบนแท่นให้ความร้อนในตู้ควัน ระเหยไล่กรดไฮโดรฟูออริกจนแห้งหมด แล้วนำแพลทินัมครูซิเบิลมาเผาที่ 1000 °ซ ในเตาเผาเป็นเวลา 5 นาที ปล่อยให้เย็นในเดซิกเกเตอร์ แล้วชั่งน้ำหนัก

$$\text{ซิลิคอน (Si) ร้อยละของน้ำหนักของตัวอย่าง} = \frac{(A - B) \times 100 \times 0.4672}{S}$$

A = น้ำหนักของแพลทินัมครูซิเบิลและตะกอนของซิลิคอนไดออกไซด์ (กรัม)

B = น้ำหนักของแพลทินัมครูซิเบิลหลังฟูมไล่กรดไฮโดรฟลูออริก (กรัม)

S = น้ำหนักของตัวอย่าง (กรัม)

การวิเคราะห์ปริมาณฟอสฟอรัส

ชั่งตัวอย่างประมาณ 2 กรัม ให้ได้น้ำหนักที่แน่นอนในบีกเกอร์ขนาด 400 มิลลิลิตร เติมกรดไนตริกความเข้มข้น 1:1 50 มิลลิลิตร ปิดปากบีกเกอร์ด้วยกระจกนาฬิกา นำบีกเกอร์ตั้งบนแท่นให้ความร้อน จนตัวอย่างละลายหมด ยกบีกเกอร์ลง ปล่อยให้เย็น เติมกรดเปอร์คลอริกเข้มข้น 15 มิลลิลิตรเพื่อออกซิไดซ์ฟอสฟอรัส นำบีกเกอร์ตั้งบนแท่นให้ความร้อน จนสารละลายตัวอย่างฟูมเกือบแห้ง ปล่อยให้เย็น เติมน้ำกลั่น 80 มิลลิลิตร ปิดปากบีกเกอร์ด้วยกระจกนาฬิกา ให้ความร้อนจนเกลือของตัวอย่างละลายหมด

ปล่อยให้สารละลายเย็น กรองด้วยกระดาษกรอง Whatman no. 41 ล้างตะกอนด้วยกรดไฮโดรคลอริกความเข้มข้น 1:19 หลายๆครั้งแล้วล้างด้วยน้ำกลั่นและน้ำร้อน นำสารละลายที่กรองได้ไประเหยจนเหลือประมาณ 80 มิลลิลิตร เติมสารละลายซิโตรโมลิบเดท 100 มิลลิลิตร นำสารละลายไปต้มบนแท่นให้ความร้อนจนเดือดนาน 5 - 10 นาที

ปล่อยสารละลายตัวอย่างให้เย็น กรองตะกอนด้วยกูชครูซิเบิล (ซึ่งปูก้นกูชครูซิเบิลด้วยไมโครไฟเบอร์และชั่งน้ำหนักแล้ว หลังจากการอบที่ 110°ซ ในตู้อบ และปล่อยให้เย็นในเดซิกเกเตอร์) ล้างตะกอนด้วยกรดไนตริกความเข้มข้น 1:100 และน้ำกลั่น นำกูชครูซิเบิลไปอบในตู้อบที่อุณหภูมิ 110°ซ เป็นเวลา 1 ชั่วโมง ปล่อยให้เย็นในเดซิกเกเตอร์ และชั่งน้ำหนักรวม

$$\text{ฟอสฟอรัส (P) ร้อยละของน้ำหนักตัวอย่าง} = \frac{(A - B) \times 100 \times 0.0165}{S}$$

A = น้ำหนักของกูชครูซิเบิลและตะกอน (กรัม)

B = น้ำหนักของกูชครูซิเบิล (กรัม)

S = น้ำหนักของตัวอย่าง (กรัม)

การวิเคราะห์ปริมาณแมงกานีส

ชั่งตัวอย่างประมาณ 0.5 กรัม ให้ได้น้ำหนักที่แน่นอน ในบีกเกอร์ขนาด 400 มิลลิลิตร เติมกรดไฮโดรคลอริกความเข้มข้น 1:1 20 มิลลิลิตร ปิดปากบีกเกอร์ด้วยกระจกนาฬิกา หลังจากปฏิกริยาการละลายตัวอย่างในกรดน้อยลง เติมกรดไนตริกเข้มข้น 5 มิลลิลิตร นำสารละลายตัวอย่างระเหยบนแท่นให้ความร้อนจนเกือบแห้ง ปล่อยให้เย็น

เติมน้ำกลั่น 50 มิลลิลิตร และกรดไฮโดรคลอริกเข้มข้น 5 มิลลิลิตร ตั้งบีกเกอร์บนแท่นให้ความร้อน จนสารละลายใส ทิ้งให้เย็น เทสารละลายตัวอย่างลงในขวดปริมาตรขนาด 250

มิลลิลิตร เติมน้ำกลั่นจนถึงขีดปริมาตร กรองสารละลายตัวอย่างด้วยกระดาษกรอง Whatman เบอร์ 42

เตรียมสารละลายแบลงค์ โดยใช้น้ำกลั่นแทนตัวอย่าง และปฏิบัติทุกขั้นตอนตามวิธีเตรียมสารละลายตัวอย่าง

เตรียมสารละลายมาตรฐานแมงกานีส ให้มีความเข้มข้น 1 2 3 และ 5 มิลลิกรัม/ลิตร และนำมาวัดค่าความดูดกลืนแสงของแต่ละจุดความเข้มข้น ด้วยเครื่องอะตอมมิกแอบซอร์พชันสเปกโทรโฟโตมิเตอร์ จะเก็บข้อมูลทั้งหมดมาสร้างกราฟเส้นตรง ที่เปรียบเทียบระหว่างค่าความเข้มข้นของสารละลายมาตรฐานแมงกานีส และค่าความดูดกลืนแสง

นำสารละลายแบลงค์ และสารละลายตัวอย่าง มาวัดหาค่าความดูดกลืนแสงด้วยเครื่องอะตอมมิกแอบซอร์พชันสเปกโทรโฟโตมิเตอร์เช่นเดียวกัน เครื่องจะประเมินผลข้อมูลออกมาในรูปความเข้มข้น (มิลลิกรัม/ลิตร) โดยเปรียบเทียบกับกราฟมาตรฐานของแมงกานีสที่สร้างไว้แล้ว

$$\text{แมงกานีส (Mn) ร้อยละของน้ำหนักของตัวอย่าง} = \frac{D \times A \times V \times 10^{-4}}{S}$$

D = สัมประสิทธิ์การเจือจาง

A = ความเข้มข้น (มิลลิกรัม/ลิตร)ที่วัดได้ของสารละลายตัวอย่างลบด้วยสารละลายของแบลงค์

V = ปริมาตรเริ่มต้น (มิลลิลิตร)

S = น้ำหนักของตัวอย่าง (กรัม)

2.3.2 <u>การทดลองวิธีที่ 2</u>

ขณะทำการทดลอง ภายในห้องทดลองต้องมีอุณหภูมิ 22 ± 2.8 °ซ และความชื้นสัมพัทธ์ไม่เกินร้อยละ 60

2.3.2.1 เตรียมตัวอย่างก้อนเหล็กกล้า ก้อนโลหะเหล็กมาตรฐานและก้อนโลหะเหล็กอ้างอิงรับรอง โดยการขัดผิวหน้าให้เรียบด้วยผ้าทรายบนเครื่องขัด

2.3.2.2 เปิดสวิสซ์ทุกส่วนของเครื่องมือ

2.3.2.3 อุ่นเครื่องอย่างน้อย 4 ชั่วโมง

2.3.2.4 Profile mercury lamp เพื่อปรับลำแสงให้ตรงช่องรับแสง

2.3.2.5 ทำ standardization ด้วยก้อนโลหะเหล็กอ้างอิงรับรองโดยวางก้อนโลหะลงบนฐานรองรับภายในเครื่อง ปล่อยกระแสไฟฟ้ากระตุ้นให้โลหะแตกตัวเป็นอะตอม อะตอมจะปล่อย (Emit) พลังงานออกมาในรูปแสง เครื่องจะตรวจจับพลังงานแสงด้วย Photomultiplier tube และเปลี่ยนพลังงานแสงไปเป็นค่าทางไฟฟ้า ที่สามารถอ่านค่าออกมาเป็นตัวเลข แสดงถึงปริมาณธาตุที่มีอยู่

การทำ standardization เพื่อหาแฟคเตอร์ (factor) ไปคูณกับค่าอินเทนซิตี้ (intensity) ซึ่งเป็นค่าที่อ่านได้ในปัจจุบัน เพื่อปรับความเอียง (slope) ของกราฟ ให้เท่ากับความเอียงของ calibration curve ซึ่งอยู่ในโปรแกรมการวิเคราะห์แล้ว

2.3.2.6 วิเคราะห์ตัวอย่าง

3. <u>ผลการทดลอง</u>

จากการวิเคราะห์ธาตุต่างๆในตัวอย่างเหล็กกล้าจำนวน 5 ตัวอย่างและโลหะเหล็กมาตรฐานด้วยวิธีการวิเคราะห์ก่อนการปรับปรุง (วิธีที่ 1) และวิธีการวิเคราะห์หลังการปรับปรุง (วิธีที่ 2) โดยแต่ละวิธีในแต่ละตัวอย่าง ทำการวิเคราะห์ 7 ครั้ง ได้ผลค่าเฉลี่ย(Mean) ค่าความเบี่ยงเบนมาตรฐาน (SD) และ ค่าความเบี่ยงเบนมาตรฐานสัมพัทธ์ (%RSD) ของการวิเคราะห์ดังข้อมูลต่อไปนี้

<u>ตารางที่ 1</u> ผลการวิเคราะห์ปริมาณซิลิคอน (Si) ในตัวอย่างเหล็กกล้าที่ทำการวิเคราะห์โดยวิธี Gravimetric Method และ Spark Emission Spectrometer

หมายเลขปฏิบัติการ		Gravimetric Method				Spark Emission Spectrometer			
		Si,%	Mean	SD	%RSD	Si,%	Mean	SD	%RSD
No. C Fe 2/3	A	0.438	0.442	0.0069	1.56	0.445	0.447	0.0037	0.81
	B	0.452				0.451			
	C	0.448				0.447			
	D	0.452				0.451			
	E	0.460				0.452			
	F	0.449				0.442			
	G	0.456				0.446			
SN 379	A	0.018	0.016	0.0027	6.88	0.015	0.015	0.0005	3.33
	B	0.021				0.015			
	C	0.013				0.014			
	D	0.015				0.014			
	E	0.017				0.015			
	F	0.016				0.015			
	G	0.014				0.015			
SP 344	A	0.202	0.204	0.0127	6.23	0.211	0.209	0.0052	2.49
	B	0.204				0.199			
	C	0.182				0.211			
	D	0.220				0.213			
	E	0.213				0.213			
	F	0.211				0.205			
	G	0.194				0.212			

หมายเลขปฏิบัติการ		Gravimetric Method				Spark Emission Spectrometer			
		Si, %	Mean	SD	%RSD	Si, %	Mean	SD	%RSD
SP 705	A	0.206	0.201	0.0071	3.53	0.200	0.206	0.0033	1.60
	B	0.208				0.207			
	C	0.201				0.207			
	D	0.188				0.209			
	E	0.206				0.210			
	F	0.200				0.206			
	G	0.195				0.204			
SX 845	A	0.186	0.208	0.0179	8.6	0.210	0.218	0.0047	2.16
	B	0.185				0.220			
	C	0.200				0.203			
	D	0.219				0.214			
	E	0.230				0.221			
	F	0.211				0.218			
	G	0.233				0.222			
UNK 1	A	0.310	0.272	0.0207	7.61	0.277	0.280	0.0064	2.39
	B	0.266				0.282			
	C	0.275				0.290			
	D	0.285				0.276			
	E	0.255				0.272			
	F	0.249				0.276			
	G	0.262				0.296			

ตารางที่ 2 ผลการวิเคราะห์ปริมาณฟอสฟอรัส (P) ในตัวอย่างเหล็กกล้าที่ทำการวิเคราะห์โดยวิธี Gravimetric Method และ Spark Emission Spectrometer

หมายเลขปฏิบัติการ		Gravimetric Method				Spark Emission Spectrometer			
		P,%	Mean	SD	%RSD	P,%	Mean	SD	%RSD
No. C Fe 2/3	A	0.039	0.039	0.0038	9.74	0.040	0.039	0.0008	2.05
	B	0.041				0.040			
	C	0.040				0.039			
	D	0.035				0.038			
	E	0.035				0.039			
	F	0.040				0.039			
	G	0.046				0.040			
SN 379	A	0.015	0.016	0.0010	6.25	0.016	0.016	0.0005	3.13
	B	0.016				0.016			
	C	0.015				0.016			
	D	0.014				0.016			
	E	0.016				0.017			
	F	0.016				0.017			
	G	0.017				0.017			
SP 344	A	0.011	0.012	0.0010	8.33	0.013	0.013	0.0004	3.08
	B	0.011				0.012			
	C	0.013				0.013			
	D	0.013				0.013			
	E	0.011				0.013			
	F	0.013				0.013			
	G	0.012				0.013			

หมายเลขปฏิบัติการ		Gravimetric Method				Spark Emission Spectrometer			
		P,%	Mean	SD	%RSD	P,%	Mean	SD	%RSD
SP 705	A	0.014	0.014	0.0017	12.14	0.013	0.014	0.0005	3.57
	B	0.015				0.013			
	C	0.014				0.013			
	D	0.013				0.014			
	E	0.012				0.014			
	F	0.017				0.014			
	G	0.016				0.013			
SX 845	A	0.008	0.009	0.0011	12.22	0.009	0.010	0.0005	5.00
	B	0.007				0.009			
	C	0.009				0.010			
	D	0.009				0.010			
	E	0.010				0.010			
	F	0.009				0.010			
	G	0.010				0.010			
UNK 1	A	0.024	0.026	0.0020	7.69	0.027	0.027	0.0007	2.59
	B	0.029				0.027			
	C	0.025				0.027			
	D	0.026				0.028			
	E	0.025				0.026			
	F	0.028				0.027			
	G	0.024				0.028			

กรมวิทยาศาสตร์บริการ

ตารางที่ 3 ผลการวิเคราะห์ปริมาณแมงกานีส (Mn) ในตัวอย่างเหล็กกล้าที่ทำการวิเคราะห์โดยวิธี Atomic Absorption Spectrophotometer และ Spark Emission Spectrometer

หมายเลขปฏิบัติการ		Atomic Absorption Spectrophotometer				Spark Emission Spectrometer			
		Mn,%	Mean	SD	%RSD	Mn,%	Mean	SD	%RSD
No. C Fe 2/3	A	0.581	0.572	0.0129	2.26	0.570	0.580	0.0059	1.02
	B	0.556				0.579			
	C	0.563				0.588			
	D	0.586				0.586			
	E	0.570				0.578			
	F	0.588				0.581			
	G	0.561				0.580			
SN 379	A	1.449	1.439	0.0504	3.50	1.464	1.470	0.0062	0.42
	B	1.468				1.471			
	C	1.522				1.478			
	D	1.438				1.461			
	E	1.367				1.469			
	F	1.440				1.473			
	G	1.392				1.476			
SP 344	A	0.464	0.459	0.0112	2.44	0.472	0.468	0.0065	1.39
	B	0.461				0.457			
	C	0.455				0.472			
	D	0.473				0.475			
	E	0.441				0.471			
	F	0.470				0.462			
	G	0.451				0.470			

หมายเลขปฏิบัติการ		Atomic Absorption Spectrophotometer				Spark Emission Spectrometer			
		Mn,%	Mean	SD	%RSD	Mn,%	Mean	SD	%RSD
SP 705	A	0.655	0.646	0.0136	2.11	0.645	0.656	0.0075	1.14
	B	0.654				0.659			
	C	0.632				0.656			
	D	0.666				0.662			
	E	0.628				0.667			
	F	0.640				0.655			
	G	0.649				0.649			
SX 845	A	0.506	0.510	0.0178	3.49	0.504	0.515	0.0061	1.28
	B	0.523				0.517			
	C	0.527				0.521			
	D	0.501				0.509			
	E	0.499				0.518			
	F	0.482				0.515			
	G	0.531				0.519			
UNK 1	A	1.065	1.064	0.0458	4.30	1.107	1.104	0.0121	1.10
	B	1.080				1.110			
	C	1.054				1.116			
	D	1.118				1.101			
	E	1.015				1.081			
	F	1.116				1.099			
	G	0.999				1.115			

ตารางที่ 4 ผลการวิเคราะห์ทางสถิติของปริมาณซิลิคอน (Si) ฟอสฟอรัส (P) และ แมงกานีส(Mn) ในการวิเคราะห์ตัวอย่างเหล็กกล้าโดยใช้ T-test จากการเปรียบเทียบผล วิเคราะห์ระหว่างวิธีที่ 1 และ วิธีที่ 2

หมายเลขปฏิบัติการ	ซิลิคอน (Si)	ฟอสฟอรัส (P)	แมงกานีส(Mn)
No. C Fe 2/3	-2.2856	0.1000	-1.6731
SN 379	1.5454	-2.3238	-1.6208
SP 344	-1.1276	-2.2678	-2.1644
SP 705	-2.0719	1.5398	-1.9179
SX 845	-1.5654	-2.1213	-0.7220
UNK 1	-1.0399	-1.7428	-2.3256

ตารางที่ 5 การเปรียบเทียบค่าความถูกต้องของโลหะเหล็กมาตรฐาน No..C Fe 2/3 จากการวิเคราะห์ด้วยวิธีที่ 1 และวิธีที่ 2

โลหะ	ค่าแท้จริง	ค่าเฉลี่ย		ค่าความถูกต้อง	
No. C Fe 2/3		**วิธีที่ 1**	**วิธีที่ 2**	**วิธีที่ 1**	**วิธีที่ 2**
ซิลิคอน (Si) %	0.45	0.442	0.447	98.2	99.3
ฟอสฟอรัส (P) %	0.41	0.039	0.039	95.1	95.1
แมงกานีส (Mn) %	0.59	0.572	0.580	96.9	98.3

4. <u>วิจารณ์</u>

ในการศึกษาและพัฒนาวิธีวิเคราะห์หาปริมาณซิลิคอน ฟอสฟอรัส และ แมงกานีส ในตัวอย่างเหล็กกล้า ซึ่งซิลิคอนและฟอสฟอรัสวิเคราะห์ด้วยวิธีตกตะกอน ส่วนแมงกานีสวิเคราะห์ด้วยเครื่องอะตอมมิกแอบซอร์พชันสเปกโทรโฟโตมิเตอร์ เปรียบเทียบกับวิธีวิเคราะห์ด้วยเครื่องสปาร์คอิมิสชันสเปกโทรมิเตอร์ จากการวิเคราะห์ข้อมูลทางสถิติโดยใช้ T-test (ตารางที่ 4) พบว่าผลการวิเคราะห์ไม่มีความแตกต่างของค่าเฉลี่ย (Mean) อย่างมีนัยสำคัญในระดับความเชื่อมั่นร้อยละ 95 (The critical value $|t| = 2.45$) แต่เมื่อพิจารณาค่าความเบี่ยงเบนมาตรฐาน (SD) และ ความเบี่ยงเบนมาตรฐานสัมพัทธ์ (%RSD) ของวิธีวิเคราะห์ด้วยเครื่องสปาร์คอิมิสชันสเปกโทรมิเตอร์ มีค่าต่ำกว่าการวิธีวิเคราะห์ด้วยวิธีตกตะกอน และด้วยเครื่องอะตอมมิกแอบซอร์พชันสเปกโทรโฟโตมิเตอร์ (ตารางที่ 1-3) แสดงว่าวิธีวิเคราะห์ด้วยเครื่องสปาร์คอิมิสชันสเปกโทรมิเตอร์มีความแม่นยำ (precision) สูงกว่า และเมื่อพิจารณาถึงผลความถูกต้อง (accuracy) โดยพิจารณาจากผลการวิเคราะห์โลหะเหล็กมาตรฐาน (No. C Fe 2/3) แสดงว่าวิธีนี้วิเคราะห์ได้ผลความถูกต้องสูงกว่าเช่นกัน

จากการเปรียบเทียบข้อมูลผลการวิเคราะห์ของทั้ง 2 วิธี ถึงแม้นค่าเฉลี่ย (Mean) จะไม่แตกต่างกันมากสามารถใช้แทนกันได้ แต่เมื่อพิจารณาถึงค่าความแม่นยำ การวิเคราะห์ด้วยวิธีที่ 2 มีความแม่นยำกว่ามาก ดังได้กล่าวไว้ข้างต้น ทั้งนี้เนื่องจากวิธีที่ 1 เป็นวิธีวิเคราะห์ทางเคมีมีข้อจำกัดหลายประการ เช่น กรณีการวิเคราะห์ปริมาณซิลิคอน ขั้นตอนการฟูมไล่กรดต้องฟูมให้แห้งเพื่อไล่กรดออกให้หมด เพราะอาจมีซิลิคอนบางส่วนละลายกลับไปในสารละลาย ถ้ามีปริมาณกรดมากเกินไป ทำให้ได้ผลการวิเคราะห์น้อยกว่าความเป็นจริง หรือกรณีการวิเคราะห์ปริมาณฟอสฟอรัส ถ้าเหลือกรดอยู่ในสารละลายมากเกินไป หรือเมื่อเติมสารละลายซิโตรโมลิบเดทแล้วต้องต้มให้เดือด 5-10 นาที ถ้าปฏิบัติไม่ถูกทุกขั้นตอน จะได้ผลการวิเคราะห์น้อยกว่าปกติเช่นกัน แต่ถ้าต้มสารละลายจนเดือดนานเกินไป ส่วนประกอบซึ่งอยู่ในสารละลายซิโตรโมลิบเดท จะตกตะกอนปนมากับตะกอนฟอสฟอรัส ทำให้ผลการวิเคราะห์ได้เกินความเป็นจริง ในกรณีการวิเคราะห์ปริมาณแมงกานีสการเจือจางสารละลายก่อนการวัดค่าความเข้มข้นด้วยเครื่องอะตอมมิกแอบซอร์พชันสเปกโทรโฟโตมิเตอร์ เป็นขั้นตอนที่สำคัญที่อาจทำให้ผลวิเคราะห์คลาดเคลื่อนได้

แต่การวิเคราะห์ด้วยเครื่องสปาร์คอิมิสชันสเปกโทรมิเตอร์มีข้อจำกัดด้านลักษณะตัวอย่าง กล่าวคือตัวอย่างที่ใช้วิเคราะห์ต้องเป็นโลหะผิวเรียบมีพื้นที่หน้าตัดไม่ต่ำกว่า 1 ตารางเซนติเมตร ความหนาไม่ต่ำกว่า 0.2 เซนติเมตร แต่ถ้าเป็นวิธีวิเคราะห์เดิมแล้วสามารถวิเคราะห์ตัวอย่างได้ทุกลักษณะ

ตารางการการเปรียบเทียบข้อดีและข้อเสียระหว่างวิธีวิเคราะห์ด้วยเครื่องอะตอมมิกแอบซอร์พชันสเปกโทรโฟโตมิเตอร์และวิธีตกตะกอน (วิธีที่ 1) กับวิธีวิเคราะห์ด้วยเครื่องสปาร์คอิมิสชันสเปกโทรมิเตอร์ (วิธีที่ 2)

	วิธีที่ 1	**วิธีที่ 2**
การเตรียมตัวอย่าง	ยุ่งยาก ใช้เวลานาน	ง่าย รวดเร็ว
การใช้สารเคมี	สิ้นเปลืองสารเคมีมากโดยเฉพาะกรด HCl HNO_3 และ H_2SO_4	ไม่ใช้สารเคมี
สารมาตรฐานที่ใช้เปรียบเทียบ	ใช้สารละลายมาตรฐานซึ่งต้องเจือจางตามความเข้มข้นที่ต้องการ	ชุดโลหะเหล็กอ้างอิงรับรอง
เวลาที่ใช้วิเคราะห์	3 วัน/ตัวอย่าง	10 นาที/ตัวอย่าง
ภาวะเป็นพิษต่อสุขภาพของผู้วิเคราะห์และสิ่งแวดล้อม	มาก	น้อยมาก
ความแม่นยำและความถูกต้อง	มาก	มากกว่า
ขั้นตอนในการวิเคราะห์	ยุ่งยากมาก	ไม่ยุ่งยาก
ลักษณะตัวอย่างสำหรับวิเคราะห์	ทุกลักษณะ	ต้องเป็นโลหะผิวเรียบมีพื้นที่หน้าตัดไม่ต่ำกว่า 1 ตารางเซนติเมตร ความหนาไม่ต่ำกว่า 0.2 เซนติเมตร

5. สรุป

การวิเคราะห์หาส่วนประกอบทางเคมีในตัวอย่างเหล็กกล้า คือ ซิลิคอน ฟอสฟอรัส และแมงกานีส ด้วยเครื่องสปาร์คอิมิสชันสเปกโทรมิเตอร์ โดยการใช้โลหะเหล็กมาตรฐานและตัวอย่างเหล็กกล้า ทดลองซ้ำกันตัวอย่างละ 7 ครั้ง ผลการวิเคราะห์โลหะเหล็กมาตรฐาน ปรากฏว่าผลการวิเคราะห์ซิลิคอน ฟอสฟอรัส และ แมงกานีส เมื่อเปรียบเทียบกับค่าในใบรับรองได้ค่าความถูกต้องสูง (Accuracy) และการวิเคราะห์ตัวอย่างเหล็กกล้าพบว่าได้ค่าความเบี่ยงเบนมาตรฐานน้อยมาก (Precision สูง) แสดงถึงความแม่นยำของการวิเคราะห์สูง

และเมื่อเปรียบเทียบผลวิเคราะห์วิธีที่ 1 กับวิธีที่ 2 โดยใช้ T-test พบว่าค่าเฉลี่ยของทั้ง 2 วิธีไม่มีความแตกต่างกันอย่างมีนัยสำคัญที่ระดับความเชื่อมั่นร้อยละ 95 ดังนั้น วิธีวิเคราะห์ที่ 2 จึงใช้แทนวิธีวิเคราะห์ที่ 1 ได้ และได้ผลวิเคราะห์ที่ดีกว่าดังที่กล่าวไว้แล้วข้างต้น

ประโยชน์ที่ได้รับ

1. ได้พัฒนาวิธีวิเคราะห์ซิลิคอน ฟอสฟอรัส และ แมงกานีส ในตัวอย่างเหล็กกล้าด้วยเครื่องสปาร์คอิมิสชันสเปกโทรมิเตอร์ ซึ่งเป็นวิธีที่เพิ่มประสิทธิภาพในการวิเคราะห์ให้รวดเร็ว แม่นยำ ไม่ต้องใช้สารเคมีซึ่งเป็นอันตรายต่อบุคลากร และช่วยลดมลพิษที่จะเกิดขึ้น
2. ได้ข้อมูลและข้อสรุปจากการศึกษาวิธีวิเคราะห์เพื่อเผยแพร่แก่ผู้สนใจ และผู้เกี่ยวข้องในการนำวิธีไปวิเคราะห์ตัวอย่างเหล็กอื่นๆ

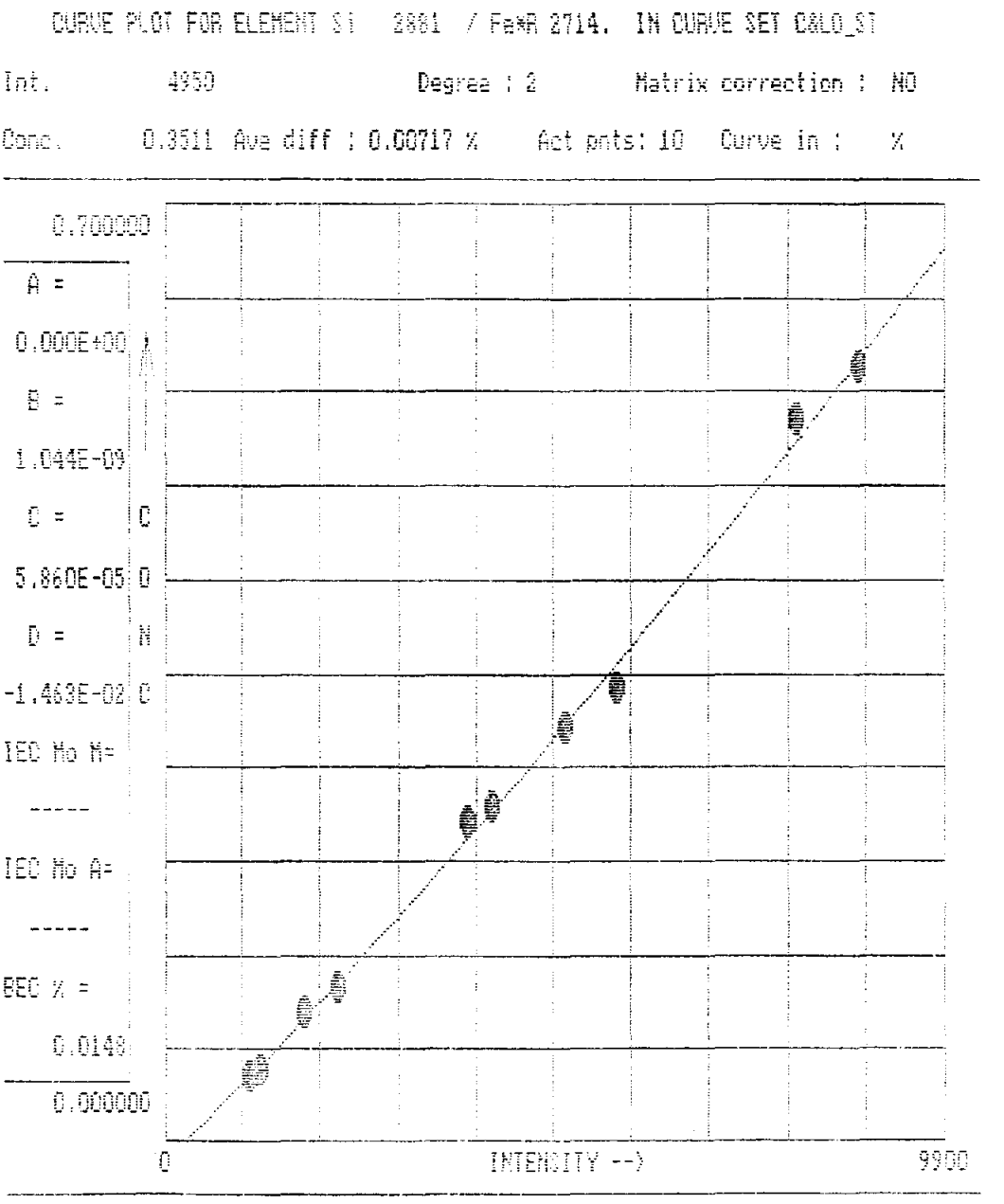
6. กิตติกรรมประกาศ

ผู้เขียนขอขอบคุณ คุณส่องแสง เลี่ยวชวลิต ผู้อำนวยการกองเคมี และ คุณเรณู ตามไท หัวหน้ากลุ่มงานอนินทรีย์เคมีวิเคราะห์ 1 ที่กรุณาให้คำแนะนำอันเป็นประโยชน์ รวมทั้งขอขอบคุณทุกๆท่านในกลุ่มงานฯ ที่มีส่วนร่วมในการช่วยให้งานนี้สำเร็จสมบูรณ์ไปด้วยดี

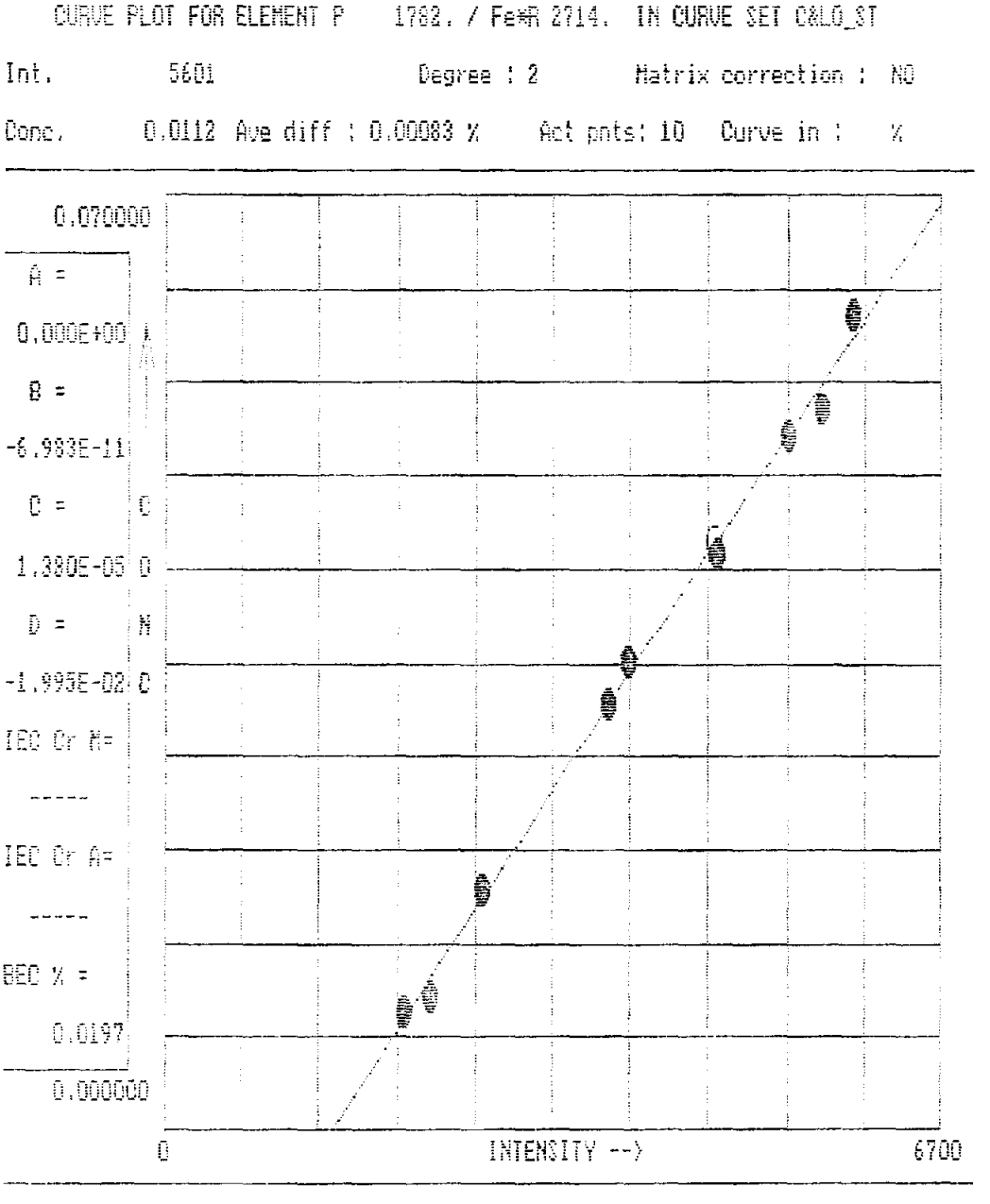
7. เอกสารอ้างอิง

1. ประกอบ จันทร์มา. เหล็กกล้าผสม (Alloy Steels). วารสารแม่พิมพ์. ฉบับที่ 20. ปีที่ 5. 2536.
2. ฝ่ายส่งเสริมและควบคุมโลหะกรรม. สภาวะอุตสาหกรรมเหล็กกล้าภายในประเทศ. ข่าวสารการธรณี. ฉบับที่ 2. ปีที่ 29. 2527.
3. แม้น อมรสิทธิ์ และ สมชัย อัครทิวา. วัสดุวิศวกรรม. กรุงเทพฯ. มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีมหานคร. 2540.
4. แม้น อมรสิทธิ์ และ อมร เพชรสม. หลักการและเทคนิคการวิเคราะห์เชิงเครื่องมือ. กรุงเทพฯ. โรงพิมพ์ชวนพิมพ์. 2534.
5. Bethlehem Steel Corporation. Modern Steels and Their Properties : Carbon and Alloy Steel Bars and Rods. 7 th. ed. Bethlehem. Bethlehem Steel Corporation. 1972
6. Jeffery, G.H., Basscttt, J., Mendham, J. and Denney, R.C. VOGEL's Textbook of Quantitative Chemical Analysis. 5th ed. London. Longman Scientific Technical. 1989.
7. Miller, J.C. and Miller, J.N. Statistics for Analytical Chemistry. 1 st. ed. Southampton. The Camelot Press. 1984.
8. Spectrochemical Equiment division, Baird Corporation. Spectrovac (Model DV-4) Direct Reading Optical Emission Spectrometer. Baird Corporation. Massachusetts. 1984.

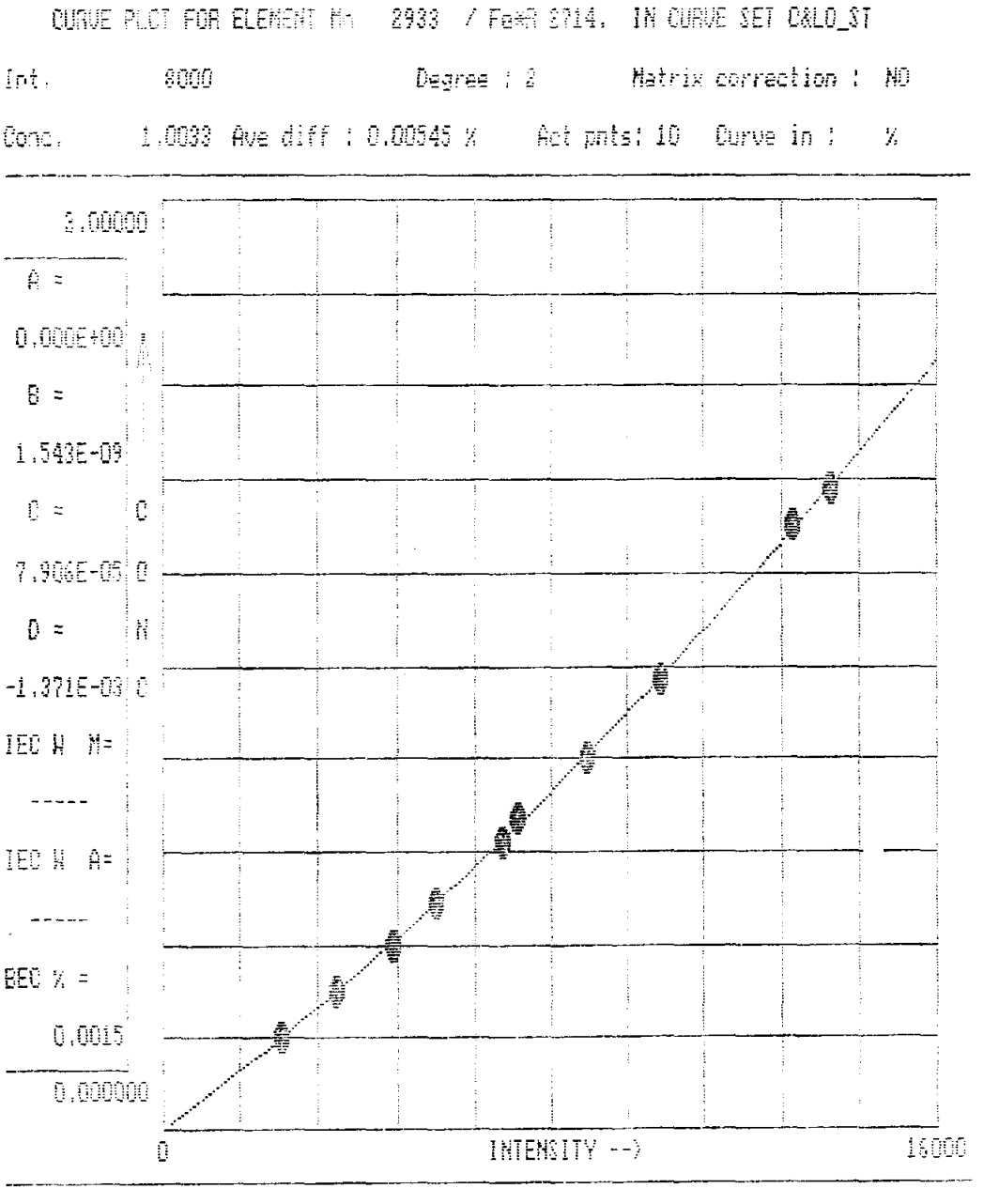
8. ภาคผนวก



รูปที่ 1. กราฟมาตรฐานของธาตุซิลิคอน (Si)



รูปที่ 2. กราฟมาตรฐานของธาตุฟอสฟอรัส (P)



รูปที่ 3. กราฟมาตรฐานของธาตุแมงกานีส (Mn)

F4-Print CURVE CALCULATION IN CURVE FILE : C&LO_ST

Element : Si Wavelength : 2881

Sample	shape	wf	int	real	calc	diff	% diff
SS457_1	1	11	1073	0.0510	0.0495	0.0015	2.9991
SS452_1	1	11	1226	0.0550	0.0588	-0.0038	-6.8951
SS460_1	1	6	1771	0.0980	0.0925	0.0055	5.6624
SS451_1	1	5	2199	0.1160	0.1193	-0.0033	-2.8332
SS456_1	1	2	3848	0.2400	0.2263	0.0137	5.7081
SS455_1	1	2	4149	0.2500	0.2464	0.0036	1.4299
SS454_1	1	2	5105	0.3100	0.3117	-0.0017	-0.5486
SS453_1	1	2	5766	0.3400	0.3579	-0.0179	-5.2784
SS458_1	1	1	8032	0.5400	0.5233	0.0167	3.0890
SS459_1	1	1	8827	0.5800	0.5839	-0.0039	-0.6736

% Average difference = 0.0072 %

<u>ตารางที่ 1.</u> ชุดของโลหะเหล็กอ้างอิงรับรองสำหรับการสร้างกราฟมาตรฐานของซิลิคอน (Si)

F4-Print CURVE CALCULATION IN CURVE FILE : C&LO_ST

Element : P Wavelength : 1782.

Sample	shape	wf	int	real	calc	diff	% diff
SS451_1	1	7	2070	0.0090	0.0083	0.0007	7.6359
SS457_1	1	6	2287	0.0100	0.0112	-0.0012	-12.4591
SS456_1	1	3	2734	0.0180	0.0173	0.0007	4.1385
SS458_1	1	2	3838	0.0320	0.0320	0.0000	0.0441
SS452_1	1	2	4003	0.0350	0.0342	0.0008	2.3511
SS460_1	1	1	4764	0.0430	0.0442	-0.0012	-2.7977
SS453_1	1	1	4735	0.0440	0.0438	0.0002	0.3863
SS455_1	1	1	5361	0.0520	0.0520	-0.0000	-0.0428
SS459_1	1	1	5650	0.0540	0.0558	-0.0018	-3.3023
SS454_1	1	1	5929	0.0610	0.0594	0.0016	2.6141

% Average difference = 0.0008 %

<u>ตารางที่ 2.</u> ชุดของโลหะเหล็กอ้างอิงรับรองสำหรับการสร้างกราฟมาตรฐานของฟอสฟอรัส (P)

F4-Print CURVE CALCULATION IN CURVE FILE : C&LO_ST

Element : Mn Wavelength : 2933

Sample	shape	wf	int	real	calc	diff	% diff
SS456_1	1	7	2425	0.2000	0.1994	0.0006	0.3053
SS457_1	1	5	3566	0.3000	0.3002	-0.0002	-0.0542
SS455_1	1	3	4717	0.4000	0.4058	-0.0058	-1.4621
SS458_1	1	3	5579	0.4900	0.4877	0.0023	0.4637
SS451_1	1	2	6963	0.6200	0.6239	-0.0039	-0.6369
SS460_1	1	2	7267	0.6700	0.6547	0.0153	2.2876
SS454_1	1	2	8735	0.8000	0.8069	-0.0069	-0.8657
SS459_1	1	1	10291	0.9700	0.9757	-0.0057	-0.5856
SS452_1	1	1	13033	1.3000	1.2911	0.0089	0.6830
SS453_1	1	1	13811	1.3800	1.3848	-0.0048	-0.3504

% Average difference = 0.0054 %

<u>ตารางที่ 3.</u> ชุดของโลหะเหล็กอ้างอิงรับรองสำหรับการสร้างกราฟมาตรฐานของแมงกานีส (Mn)