

การประยุกต์ใช้เครื่อง Elemental Analyzer

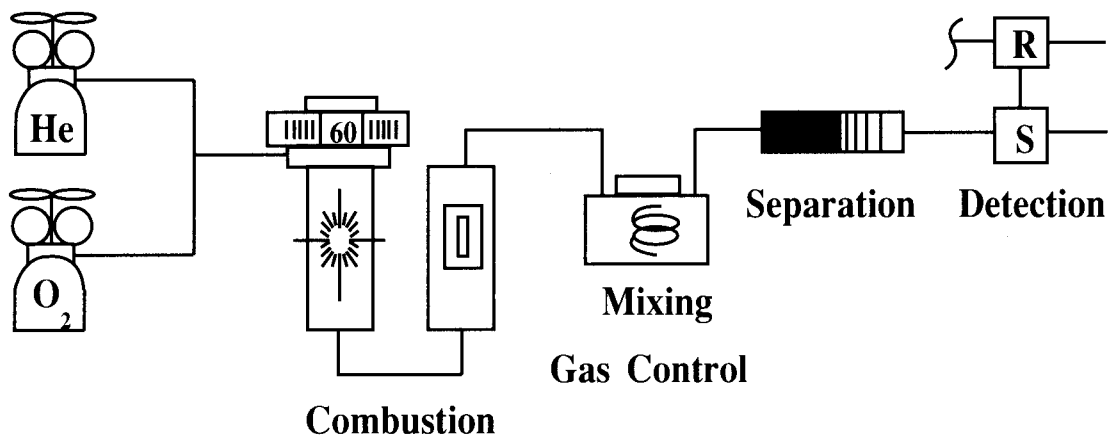
จินตนา ลีกิจวัฒน์นะ

เครื่อง Elemental Analyzer (EA) เป็นเครื่องมือที่ใช้วิเคราะห์หาปริมาณ Carbon, Hydrogen, Nitrogen, Sulfur และ Oxygen ในสารอินทรีย์ที่เป็นของแข็ง และของเหลว เป็นเครื่องมือที่สามารถวิเคราะห์ได้อย่างรวดเร็ว มีความแม่นยำสูง อาศัยหลักการของ Pregal และ Dumas สารจะเผาไหม้ในบรรยากาศของ

ออกซิเจน แก๊สที่เกิดขึ้นจะถูกวัดโดย Thermal conductivity detector

Elemental Analyzer สามารถเลือกวิเคราะห์ให้ได้ 3 mode คือ CHN mode, CHNS mode และ O mode เพียงแต่เปลี่ยน combustion tube, reduction tube และแก๊สที่ใช้ในการเผาไหม้ ใน CHN mode และ CHNS mode ใช้ แก๊สออกซิเจนในการเผาไหม้ ส่วน

ใน O mode ใช้ แก๊สไฮโดรเจนผสมกับแก๊สฮีเลียม ในการเผาไหม้ ส่วนแก๊สที่เป็นตัวพา (carrier gas) ของทั้ง 3 ระบบ ใช้แก๊สไนโตรเจน หรือ แก๊สฮีเลียม ก็ได้ ข้อดีของแก๊สไนโตรเจนมีราคาถูก แต่ถ้าต้องการความถูกต้องแม่นยำสูงมากๆ ควรใช้ แก๊สฮีเลียม ซึ่งมีราคาแพงกว่ามาก



รูปที่ 1 diagram ของ CHN และ CHNS mode

ใน CHN และ CHNS mode ของ Elemental Analyzer มี 4 โซน คือ

1. Combustion zone
2. Gas control zone
3. Separation zone
4. Detection zone

สารที่ต้องการวิเคราะห์จะบรรจุอยู่ในภาชนะบรรจุตัวอย่างซึ่งทำด้วยดีบุก (tin) ซึ่งหาค้นหนักที่แน่นอนของสาร ก่อนใส่ในช่องป้อนตัวอย่างอัตโนมัติ (autosampler) เมื่อสารตัวอย่างผ่านเข้าไปใน combustion zone ซึ่งประกอบด้วย combustion tube และ reduction tube ใน combustion tube จะมี combustion reagent ซึ่งได้แก่ chromium oxides, silver tungstate on magnesium oxide และ silver vanadate บรรจุอยู่ สารเหล่านี้มี oxidative properties ที่ดี ทำให้เกิดการ oxidation ที่สมบูรณ์ และสามารถกำจัดสารอื่นที่รบกวนได้ดี ใน combustion zone นี้มีแก๊สออกซิเจนซึ่งสารตัวอย่างจะเกิดการเผาไหม้และเกิดแก๊สต่างๆ ขึ้น เช่น CO_x อาจอยู่ในรูป CO_2 , CO_3 , CO และ NO_x จะอยู่ในรูป NO_2 , NO_3 เป็นต้น combustion reagent ที่บรรจุอยู่ใน combustion tube จะกำจัดอนุมูลอื่นที่ไม่เกี่ยวข้องออกไป เช่น silver vanadate กำจัด halogen เป็นต้น แก๊สต่างๆ ที่เกิดขึ้นนี้เรียกว่า เป็น combustion product ซึ่งจะผ่านเข้าไปใน reduction tube ซึ่งมี copper plus อยู่ copper จะ reduce

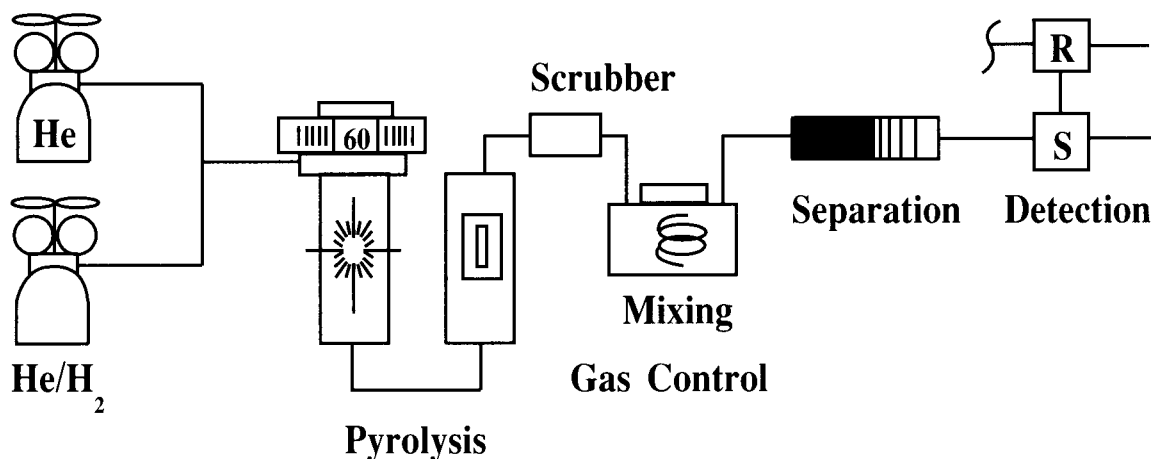
CO_x , HO_x , NO_x และ SO_2 เปลี่ยนทุก form ให้อยู่ในรูป CO_2 , H_2O , N_2 , S แก๊สเหล่านี้จะผ่านเข้าไปใน Gas control zone ใน zone นี้จะควบคุม ปริมาตร, อุณหภูมิ และความดัน ใน zone นี้ แก๊สจะผสมกันอย่างรวดเร็วและจะคงอยู่ในสภาวะที่ควบคุมความดัน อุณหภูมิ และปริมาตร แก๊สจะ homogenize หลังจาก homogenize แล้ว แก๊สจะ depressurized ผ่าน column ใน separation zone แก๊สจะแยกออกจากกัน ผ่านเข้า thermal conductivity detector system ใน detection zone และรายงานเปอร์เซ็นต์ คาร์บอน, ไฮโดรเจน, ไนโตรเจน และซัลเฟอร์

ใน O mode จะมี 4 zone เช่นกัน แต่แตกต่างกับ CHN และ CHNS mode ที่ zone แรกจะเป็น pyrolysis zone เนื่องจากแก๊สที่ใช้ในการเผาไหม้เป็น แก๊สไฮโดรเจน + แก๊สฮีเลียม สารที่บรรจุในภาชนะดีบุก จะผ่านเข้าภายในระบบด้วยเครื่องป้อนตัวอย่างอัตโนมัติ (autosampler) มีแก๊สเฉื่อย คือ ฮีเลียมเป็นแก๊สพา (carrier gas) สารที่เผาไหม้แล้วจะเปลี่ยนคาร์บอนมอนอกไซด์ (CO) ผ่านเข้าไปใน scrubbing reagent เพื่อกำจัดแก๊ส

ที่ไม่เกี่ยวข้องออก เช่น sulfur product และ halogen ออกจากระบบ

scrubbing reagent ที่ใช้ในระบบ ได้แก่ copper และ sodium hydroxide เมื่อ copper ร้อนจะกำจัด sulfur product ที่เกิดจากการเผาไหม้ และ sodium hydroxide ช่วยกำจัด acid gas ที่เกิดออกไป carrier gas จะพา CO ผ่านเข้าไปใน gas control zone, separation zone และ detection zone ที่มี thermal conductivity detector system

ในการวิเคราะห์ตัวอย่างต้องใช้สารมาตรฐานที่รู้ค่า %C, %H, %N, %S และ %O ที่แน่นอน สารมาตรฐานที่นิยมใช้ ได้แก่ Acetanilide, Cystine และ Benzoic acid จะต้องวิเคราะห์สารมาตรฐานก่อนและหลังการวิเคราะห์ตัวอย่างเพื่อความถูกต้องแม่นยำของการวิเคราะห์ เนื่องจากถ้าผลการวิเคราะห์ถูกต้อง ค่าสารมาตรฐานที่วิเคราะห์ได้จะต้องถูกต้องตามที่ระบุ เช่น Acetanilide มีค่า C 71.09% H 6.71% N 10.36% O 11.84% เป็นต้น



รูปที่ 2 diagram ของ O mode

เราสามารถใช้อุปกรณ์ Elemental Analyzer ในการวิเคราะห์ได้อย่างกว้างขวาง ทั้งการวิเคราะห์หาปริมาณไนโตรเจนในปุ๋ย, การวิเคราะห์หาปริมาณไนโตรเจนในกรดอะมิโนในโพลิเมอร์เราสามารถหาปริมาณของโพลิเมอร์ในโคโพลิเมอร์ หรือโพลิเมอร์เบเลน (polymer blend) ได้ ถ้าโพลิเมอร์เหล่านั้นมีสูตรโครงสร้างแตกต่างกัน เช่น polyethylene (C_2H_4)+Polyvinyl acetate ($C_4H_6O_2$) จะเห็นได้ว่า polyvinyl acetate (PVA) มีออกซิเจน ซึ่ง polyethylene ไม่มี เราสามารถหาปริมาณออกซิเจน และนำมาคำนวณหาเปอร์เซ็นต์ของ polyvinyl acetate

ได้ ซึ่งแม้ว่าจะมีวิธีวิเคราะห์ค่าต่างๆ เหล่านี้ทางเคมีแต่ก็เป็นวิธีที่ค่อนข้างยุ่งยากซับซ้อน สิ้นเปลืองสารเคมี และเป็นปัญหาเรื่องมลพิษที่จะกำจัดสารเคมีเหล่านี้เมื่อวิเคราะห์เสร็จเรียบร้อยแล้ว

เครื่อง Elemental analyzer สามารถใช้ในการหา % Acrylonitrile ใน Acrylonitrile Butadiene Styrene Copolymer (ABS) ได้ โดยวิเคราะห์หาปริมาณไนโตรเจนแล้วนำมาคำนวณหาปริมาณ Acrylonitrile วิธีการวิเคราะห์หาปริมาณไนโตรเจนในโพลิเมอร์สามารถวิเคราะห์ได้ด้วย Kjeldahl method ซึ่งเป็นวิธีที่สิ้นเปลืองสารเคมีมาก และวิธีการ

ทำที่ยุงยาก นอกจากนี้ยังสามารถใช้หาปริมาณ Plasticizer ใน Polyvinyl chloride ได้ด้วย ในการวิเคราะห์หาปริมาณ plasticizer สามารถทำได้ด้วยการสกัดเอา plasticizer ออกด้วยสารละลายที่เหมาะสม แต่เป็นวิธีที่ใช้เวลานานมากคือ ประมาณ 8-12 ชั่วโมงเพื่อให้แน่ใจว่าสามารถแยกเอา plasticizer ออกมาได้หมด ดังนั้นการวิเคราะห์ด้วยเครื่อง EA จึงรวดเร็วและไม่สิ้นเปลืองสารเคมีอีกด้วย

ผู้ประสงค์จะขอใช้บริการการวิเคราะห์ด้วยเครื่อง Elemental analyzer สามารถติดต่อได้ที่กองฟิสิกส์และวิศวกรรม กรมวิทยาศาสตร์บริการ ในเวลาราชการ

เอกสารอ้างอิง

Perkin-Elmer. *Elemental analysis newsletters*. Connecticut: Perkin Elmer, 1988