เทคนิคการเตรียมสารละลายตัวอย่าง เพื่อวิเคราะห์ปริมาณธาตุ ด้วยเครื่องมือพิเศษ

รัชดา เหมปฐวี
จิรสา กรงกรด

การวิเคราะห์หาปริมาณธาตุที่เป็นองค์ประกอบและธาตุที่มีปริมาณน้อย ๆในตัวอย่างนั้นขั้นตอนเบื้องต้นที่สำคัญมากเพื่อให้ผลการวิเคราะห์ที่ถูกต้องแม่นยำ คือการเตรียมสารละลายตัวอย่าง เนื่องจากตัวอย่างแต่ละชนิดมีสมบัติการละลายที่แตกต่างกัน เช่น สารซีโอไลท์ สามารถละลายได้ดีในสารละลายกรด จึงจำเป็นที่จะต้องศึกษาหาวิธีเตรียมสารละลายตัวอย่างที่เหมาะสมก่อนจะนำไปวิเคราะห์หาปริมาณธาตุต่าง ๆ ด้วยเครื่องมือพิเศษ เช่น Atomic Absorption Spectrophotometer (AAS), Inductively Coupled Plasma Spectrophotometer (ICP) เป็นต้น

1. การละลายด้วยกรด (acid dissolution) คือ การละลายตัวอย่างด้วยตัวกรดชนิดต่าง ๆ เช่น Hydrochloric acid (HCL), Nitric acid (HNO_3) โดยใช้ความร้อนช่วยเพื่อให้ละลายได้อย่างสมบูรณ์ ซึ่งจะทำให้ธาตุที่อยู่ในรูปสารประกอบเกิดการแตกตัวเป็นอิออนที่สามารถวิเคราะห์ปริมาณได้ ตัวอย่างบางประเภท สามารถละลายได้หมดในกรดชนิดเดียวหรือกรดผสม แต่ตัวอย่างบางประเภทอาจจะละลายได้ไม่หมด ซึ่งส่วนที่หลงเหลือ อยู่จะต้องไม่มีผลต่อการวิเคราะห์

2. การเผา (dry ashing) วิธีนี้เป็นวิธีที่สะดวกและปลอดภัยสำหรับผู้วิเคราะห์ โดยสารอินทรีย์ที่เป็นองค์ประกอบของตัวอย่างจะถูกกำจัดออกไปโดยการเผา จากนั้นจึงละลายส่วนที่เหลือด้วยกรด ในกรณีที่ตัวอย่างประกอบด้วยธาตุที่ต้องการวิเคราะห์ในระดับที่ต่ำมาก ๆ วิธีนี้สามารถเพิ่มปริมาณตัวอย่างได้ แต่การเผาไม่เหมาะสำหรับการวิเคราะห์ธาตุที่ระเหยได้ (volatile) หรือถูกทำลายภายใต้อุณหภูมิที่ใช้เผา เช่น โลหะปรอท (Hg) ซึ่งมีค่าจุดเดือดที่ 356°ซ สารหนู(As) ระเหิดที่ 316°ซ เป็นต้น

3. การย่อยสลาย (digestion) คือกระบวนการที่ทำให้เกิดการย่อยสลายโครงสร้างของสารประกอบให้อนุภาคของธาตุที่ละลายได้ในกรด วิธีการย่อยสลายสามารถจำแนกได้ดังต่อไปนี้

3.1 การหลอม (fusion) วิธีนี้ใช้ในการเตรียมตัวอย่างที่ไม่สามารถใช้วิธีที่ 1 และวิธีที่ 2 ได้ ตัวอย่างที่ใช้จะต้องผ่านการอบแห้ง และมีขนาดเล็กกว่า 100 mesh เพื่อให้การหลอมดีและเป็นเนื้อเดียวกัน สารที่ใช้หลอมกับตัวอย่าง (flux) ได้แก่ Lithium metaborate ($LiBO_2$) Lithium tetraborate (LiB_4O_7) Sodium carbonate (Na_2CO_3) และPotassium carbonate (K_2CO_3) โดยนำตัวอย่างคลุกผสมกับสารที่ใช้หลอมกับตัวอย่าง ใส่ในถ้วยแพลทินัม (platinum crucible) และเผาด้วยตะเกียงบุนเสนจนหมดควัน นำเข้าเตาเผาช่วงอุณหภูมิประมาณ 800-1000° ซ หรือจนหลอมเป็นเนื้อเดียว และให้ความร้อนต่ออีกประมาณ 20-30 นาที ทิ้งให้เย็นแล้วนำไปละลายด้วยสารละลายกรด

3.2 การย่อยสลายโดยทำปฏิกิริยากับกรด (wet-digestion) และให้ความร้อน เพื่อกำจัดสารอินทรีย์ในตัวอย่าง เป็นวิธีที่นิยม ใช้เตรียมสารละลายตัวอย่างทั่ว ๆไป เนื่องจากสามารถวิเคราะห์ ธาตุได้หลายชนิด โดยเฉพาะธาตุที่สามารถถูกกำจัดได้ง่ายที่ความ ร้อนสูง สำหรับกรดที่นิยมใช้ในการ

ย่อยสลายโดยวิธีนี้ได้แก่ Sulfuric acid (H_2SO_4), Nitric acid, Hydrochloric acid และ Perchloric acid ($HClO_4$) นอกจากนี้ยังนิยมใช้ Hydrogen peroxide (H_2O_2) ร่วมในการย่อยสลายและกำจัดสารอินทรีย์ด้วย การย่อยสลายอาจใช้กรดเพียงชนิดเดียวหรือกรดผสมขึ้นกับชนิดของตัวอย่าง สำหรับความยากง่ายในการย่อยสลายนั้น ขึ้นกับการจับตัวกันภายในโครงสร้างของตัวอย่างที่วิเคราะห์ เทคนิค wet digestion สามารถแยกออกเป็น 3 วิธีดังนี้

3.2.1 การย่อยสลายด้วยกรดโดยใช้ความร้อนภายใต้ความดันปกติเป็นวิธีที่นิยมกันทั่วไปเนื่องจากไม่ต้องใช้เครื่องมือพิเศษ ใช้เพียงแท่นให้ความร้อน(hot plate) เท่านั้น วิธีนี้อาจเรียกว่า Hot plate digestion ซึ่งเป็นวิธีที่สามารถเตรียมตัวอย่างได้ครั้งละหลายตัวอย่าง โดยการให้ความร้อนกับตัวอย่างที่มีกรดผสมอยู่ และค่อย ๆเติมกรดลงในตัวอย่างขณะร้อนเพื่อไล่สารอินทรีย์ในตัวอย่าง จนสารละลายตัวอย่างใส แต่ต้องระวังความปลอดภัยของผู้วิเคราะห์ขณะเติมกรดลงในสารละลายตัวอย่างที่ร้อน เพราะอาจเกิดการกระเด็นของสาร ควรยกลงจากเตาทิ้งให้เย็นลงเล็กน้อยและใช้กระจกนาฬิกาปิดปริมาณตัวอย่างที่ใช้จะต้องไม่มากนัก เพราะจะทำให้เกิดปฏิกิริยารุนแรง และใช้ระยะเวลาในการย่อยสลายนาน สำหรับตัวย่อยสลายที่นิยมใช้ได้แก่ Nitric acidร่วมกับ Hydrogen peroxide หรือ Sulfuric acid ร่วมกับ Nitric acid โดยจะต้องควบคุมอุณหภูมิของสารละลายให้อยู่ในช่วง 85-100 °ซ และจะต้องกำจัดสารที่ระเหยได้จำพวกตัวทำละลายอินทรีย์ออกจากตัวอย่างก่อน เพราะอาจเกิดปฏิกิริยารุนแรง และเป็นอันตรายต่อผู้วิเคราะห์ได้

3.2.2 การย่อยสลายด้วยกรดภายใต้ความดันที่กำหนด วิธีนี้เรียกว่า Acid digestion bomb โดยนำตัวอย่างและกรดที่ใช้ย่อยสลายบรรจุในภาชนะทนกรด (acid resistant container) ที่มีฝาปิดนำไปเข้าตู้อบ (oven) ที่สามารถตั้งค่าอุณหภูมิและความดันได้ สำหรับค่าอุณหภูมิ ความดัน และเวลาที่ใช้ในการย่อยสลายนั้นขึ้นอยู่กับสภาพและองค์ประกอบของตัวอย่างซึ่งจะต้องศึกษาสภาวะ (condition)ที่เหมาะสมสำหรับการเตรียมตัวอย่างนั้น ๆ เพื่อให้ได้สารละลายตัวอย่างที่ดีที่สุด วิธีนี้เป็นวิธีที่เตรียมตัวอย่างได้เร็วกว่าวิธีตามข้อ *3.2.1* สำหรับกรดที่นิยมใช้คือ Hydrochloric acid และ Nitric acid

3.2.3 การย่อยสลายด้วยเครื่อง Microwave เป็นเทคนิคการย่อยสลายตัวอย่างด้วยความร้อนจากคลื่นไมโครเวฟ (microwave heating) ภายใต้ระบบปิดที่ควบคุมความดันได้ ซึ่งค่อนข้างปลอดภัยต่อผู้วิเคราะห์เพราะไม่ต้องสัมผัสกับตัวย่อยสลายหรือไอกรดขณะที่เกิดการย่อยสลาย ปริมาณตัวอย่างและกรดที่ใช้ในการวิเคราะห์น้อยมากเมื่อเทียบกับวิธีอื่น ๆ ฉะนั้นวิธีนี้จึงเหมาะสำหรับการเตรียมตัวอย่างที่มีราคาแพงหรือมีปริมาณน้อย ใช้ได้กับการวิเคราะห์โลหะเกือบทุกชนิด โดยเฉพาะโลหะที่สลายตัวได้ง่าย เช่น ปรอทและลดปัญหาจากการเกิดการปนเปื้อนเนื่องจากสิ่งแวดล้อมได้ดีสำหรับกรดที่นิยมใช้เป็นกรดผสมระหว่าง Hydrochloric acid และ Nitric acid

การที่เราจะเลือกเทคนิคใดในการเตรียมสารละลายตัวอย่างนั้น จะต้องคำนึงถึงองค์ประกอบของตัวอย่างว่า มีสารอินทรีย์อยู่หรือไม่ ถ้ามี ปริมาณมากน้อยเพียงใด ตัวอย่างมีลักษณะเป็นเนื้อเดียวกันหรือไม่ ปริมาณของธาตุที่เราต้องการวิเคราะห์ในตัวอย่างเป็นธาตุที่ถูกย่อยสลายได้ง่ายหรือไม่ เพื่อให้ได้ผลการวิเคราะห์ที่ถูกต้องและแม่นยำ สิ่งที่ต้องระมัดระวังเป็นอย่างยิ่งในการเตรียมสารละลายตัวอย่างคือ การปนเปื้อนจากวัสดุและอุปกรณ์ที่ใช้ในการวิเคราะห์ เช่น สารเคมี ตัวทำละลาย น้ำกลั่น หรือ ภาชนะที่ใช้เตรียมตัวอย่าง โดยเฉพาะสารเคมีที่ใช้ต้องมีความบริสุทธิ์สูง น้ำกลั่นที่ใช้จะต้องปราศจากการปนเปื้อนสำหรับการวิเคราะห์ธาตุที่มีปริมาณน้อย ๆ นั้น นิยมใช้น้ำกลั่นที่ผ่านกระบวนการกำจัดอิออน (deionization) ใหม่ ๆ ซึ่งจะมีอิออนที่มีผลต่อการวิเคราะห์ในระดับที่ต่ำ สำหรับภาชนะที่ใช้เตรียมตัวอย่างจะต้องล้างให้สะอาดด้วยกรดเจือจางและน้ำกลั่นเพื่อกำจัดสารปนเปื้อนที่อาจติดอยู่ที่ผิวภาชนะ ในการเตรียมสารละลายตัวอย่างควรจะทำแบลงค์ (blank) ควบคู่ไปด้วย เพื่อหักลบปริมาณสารปนเปื้อนอันเนื่องจากตัวทำละลายและสารเคมีที่ใช้ในกระบวนการเตรียมตัวอย่าง โดยที่แบลงค์จะมีขั้นตอนการเตรียมเหมือนตัวอย่างทุกประการ เพียงแต่ไม่มีตัวอย่าง นอกจากนี้เราควรทำ spike sample ของกระบวนการวิเคราะห์ โดยการเติมสารละลายมาตรฐานชนิดเดียวกันกับที่เราต้องการวิเคราะห์และทราบความเข้มข้นที่แน่นอนลงไป แล้วนำไปผ่านกระบวนการเตรียมสารละลายตัวอย่างตามขั้นตอน เหมือนกับตัวอย่างทุกประการเพื่อหาค่า Recovery ซึ่งแสดงถึง Accuracy ของวิธีวิเคราะห์ได้

เทคนิคหรือวิธีการที่จะใช้ในการเตรียมสารละลายตัวอย่างให้เหมาะสมนั้น จะต้องมีการศึกษาทดลองและเก็บข้อมูล เพื่อให้แน่ใจว่าวิธีดังกล่าวนั้นเหมาะสม ให้ผลการวิเคราะห์ที่ถูกต้องแม่นยำ สำหรับชนิดของตัวอย่างที่มีเอกสารอ้างอิงวิธีวิเคราะห์ที่เป็นที่ยอมรับก็สามารถใช้เป็นวิธีปฏิบัติได้โดยไม่ต้องทำการทดลองเพิ่มเติม

เอกสารอ้างอิง

American Society for Testing and Materials. Standard practices for digestion of samples for determination of metals by flame atomic absorption ... ASTM D 1971-95. In **Annual Book of ASTM Standard 1999. V 11.01.**

_____. Standard practices for hot plate digestion of dust wipe sample for the determination of lead.ASTM E 1644-98. In **Annual Book of ASTM Standard 1999.** V 04.11.

_____. Standard practices for sample digestion of soils for determination of lead by atomic spectrometry. ASTM E 1726-95. In **Annual Book of ASTM Standard 1999.** V 04.11.

_____. Standard practices for sample digestion using vessel microwave heating technique for the determination of total metals in water. ASTM D 4309-96. In **Annual Book of ASTM Standard 1999.** V 11.01.

_____. Standard practices for total digestion of sediment samples for chemical analysis of various metals. ASTM D 4698-92. In **Annual Book of ASTM Standard 1999.** V 11.02.

Perkin-Elmer. **Analytical method for atomic absorption.** Norwalk,CT: Perkin-Elmer, 1994. 300 p.