การทดสอบโลหะด้วย
เทคนิคออพติคอลอิมิสชันสเปกโทรเมตรี
Spark emission spectrometry

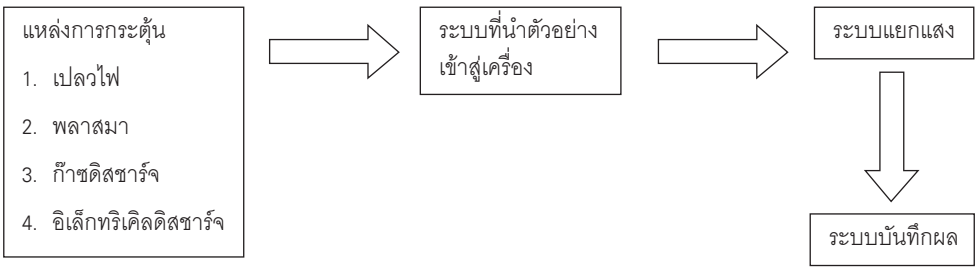
วันดี ลือสายวงศ์

ในอุตสาหกรรมโลหะต่างๆ เช่นเหล็กและเหล็กกล้า อะลูมิเนียม และทองแดง เป็นที่ทราบกันดีว่าเทคนิคออพติคอลอิมิสชันสเปกโทรเมตรีโดยเฉพาะสปาร์กอิมิสชันสเปกโทรเมตรี (spark emission spectrometry) สามารถใช้เพื่อทดสอบหาปริมาณองค์ประกอบหลัก องค์ประกอบรอง และสารปนเปื้อนในโลหะและตัวอย่างที่นำไฟฟ้าได้โดยตรง (กล่าวคือทดสอบตัวอย่างในสถานะของแข็งโดยไม่ต้องมีการย่อยตัวอย่าง) เทคนิคนี้ได้รับการยอมรับในอุตสาหกรรมโลหะเนื่องจากสามารถให้ผลการทดสอบที่รวดเร็วและมีความเที่ยงในระดับความเบี่ยงเบนสัมพัทธ์ร้อยละ 2 - 3 ทำให้กระบวนการผลิตสามารถทำได้อย่างต่อเนื่อง ไม่ต้องหยุดชะงักเพื่อรอผลการทดสอบ ปัจจุบันมีวิธีมาตรฐานที่ใช้เทคนิคนี้เพื่อการทดสอบโลหะต่างๆ เช่น วิธีมาตรฐานในการทดสอบตัวอย่างเหล็กกล้าเจือต่ำด้วยเทคนิคออพติคอลอิมิสชันสเปกโทรเมตรี (ASTM E 415-99a) และการทดสอบอะลูมิเนียมและโลหะผสมของอะลูมิเนียมโดยอะตอมมิกอิมิสชันสเปกโทรเมตรี (ASTM E 1251-2004) สำหรับห้องปฏิบัติการที่เลือกใช้เทคนิคนี้ไม่ว่าเป็นห้องปฏิบัติการที่เป็นส่วนหนึ่งของกระบวนการผลิตหรือห้องปฏิบัติการที่ให้บริการทดสอบทั้งภาครัฐและเอกชน ก่อนการทำการทดสอบหรือให้บริการการทดสอบ ควรมีการตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีตามข้อกำหนดของ ISO/IEC 17025 เพื่อพิจารณาว่าวิธีที่เลือกใช้เป็นไปตามวัตถุประสงค์หรือไม่

บทความนี้จะกล่าวถึงหลักการของเทคนิคออพติคอลอิมิสชันสเปกโทรเมตรีโดยย่อ และการประยุกต์ใช้เทคนิคนี้ในการทดสอบตัวอย่างต่างๆ และในโอกาสต่อไปจะได้กล่าวถึงการตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีของเทคนิคสปาร์กอิมิสชันสเปกโทรเมตรี ซึ่งข้อมูลที่ได้จากการตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีเหล่านี้สามารถนำมาใช้ในการประมาณค่าความไม่แน่นอนของการทดสอบโลหะด้วย

หลักการของเทคนิคออพติคอลอิมิสชันสเปกโทรเมตรี

โดยทั่วไปเทคนิคออพติคอลอิมิสชันสเปกโทรเมตรีประกอบด้วย แหล่งการกระตุ้น (excitation source) ระบบที่นำตัวอย่างเข้าสู่เครื่อง ระบบแยกแสงที่ใช้แยกความยาวคลื่นที่เฉพาะของรังสีที่เปล่งออกมา และระบบบันทึกความเข้มของรังสีที่แยกออกมาดังภาพที่ 1



ภาพที่ 1 เทคนิคออพติคอลอิมิสชันสเปกโทรเมตรี

แหล่งของพลังงานที่ใช้ในการกระตุ้นตัวอย่างเพื่อทำให้เกิดการเปล่งรังสีที่เป็นแม่เหล็กไฟฟ้า (electro-magnetic radiation) จากธาตุต่างๆ ในตัวอย่างอาจเป็น 1) เปลวไฟ 2) พลาสมา 3) ก๊าซดิสชาร์จ (gas discharge) และ 4) อิเล็กทริเคิลดิสชาร์จ (electrical discharge) ซึ่งอาร์คหรือสปาร์กดิสชาร์จ (arc or spark discharge) จัดอยู่ในกลุ่มนี้

เทคนิคสปาร์กอิมิสชันสเปกโทรเมตรีได้เข้ามาแทนที่กระบวนการทดสอบทางเคมีแบบดั้งเดิมสำหรับการวิเคราะห์ธาตุในราวปี ค.ศ. 1920 โดยเทคนิคนี้มีความแม่นในระดับการวิเคราะห์กึ่งปริมาณ (semiquantitative technique) มากกว่าที่จะเป็นการวิเคราะห์เชิงปริมาณ แหล่งของการกระตุ้นตัวอย่างในเทคนิคสปาร์กดิสชาร์จประกอบด้วยขั้วอิเล็กโทรดและแหล่งพลังงานที่มีศักย์ไฟฟ้าสูง การกระตุ้นตัวอย่างเกิดเมื่อมีการผ่านกระแสไฟฟ้าไปยังช่องว่างระหว่างคู่ของอิเล็กโทรด (ขั้วหนึ่งคือตัวอย่างและอีกขั้วเป็นแท่งโลหะ เช่น ทังสเตน เงิน เป็นต้น) ซึ่งเป็นการปล่อยประจุของตัวเก็บประจุในระหว่างขั้วไฟฟ้า ลักษณะเฉพาะของการปล่อยประจุแบบนี้ทำให้เกิดประกาย (spark discharge) ในระยะเวลาที่สั้นมากและพลังงานที่เกิดขึ้นเพียงพอในการทำให้เกิดอะตอม (atomization) ของตัวอย่างและอะตอมหรือไอออนในสภาวะที่ถูกกระตุ้นทางไฟฟ้า อะตอมของธาตุที่ถูกกระตุ้นเหล่านี้จะเปล่งรังสีแม่เหล็กไฟฟ้าในรูปแบบของสเปกตรัมเพื่อกลับมายังสภาวะพื้น เนื่องจากการเปล่งรังสีหรือสเปกตรัมของแต่ละธาตุมีลักษณะเฉพาะตัวและแปรตามความเข้มข้นของธาตุในตัวอย่าง ทำให้สามารถนำไปใช้ประโยชน์ในการวิเคราะห์ทดสอบได้ ทั้งนี้การวิเคราะห์เชิงปริมาณโดยเทคนิคสปาร์กอิมิสชันสเปกโทรเมตรีต้องควบคุมตัวแปรต่างๆ ที่เกี่ยวกับการเตรียมตัวอย่างและกระบวนการกระตุ้นให้ดี รวมทั้งต้องมีชุดของวัสดุมาตรฐานที่ใช้ในการทำกราฟมาตรฐาน ซึ่งเมตริกซ์ควรจะเหมือนองค์ประกอบและสมบัติทางกายภาพในตัวอย่างที่จะทดสอบมากเท่าที่จะมากได้ ซึ่งในสภาวะที่ควบคุมได้อย่างดีการทดสอบจะมีส่วนเบี่ยงเบนมาตรฐานสัมพัทธ์อยู่ที่ร้อยละ 2-3

ในส่วนของเครื่องสปาร์กอิมิสชันสเปกโทรมิเตอร์ คุณลักษณะที่สำคัญที่ต้องพิจารณาคือความแม่น (accuracy) ความเที่ยง (precision) ขีดจำกัดในการตรวจพบ (limit of detection) และความเสถียรในระยะยาว (long-term stability) ความแม่นของเทคนิคนี้ขึ้นกับการเตรียมตัวอย่าง วิธีทดสอบ ความเที่ยงของเครื่องมือ และการสร้างกราฟมาตรฐาน โดยทั่วไปการสร้างกราฟมาตรฐานของโลหะที่ต้องการทดสอบจะถูกสร้างไว้ในเครื่องจากโรงงานผู้ผลิตโดยใช้ชุดของก้อนโลหะที่เป็นวัสดุอ้างอิงรับรองหรือวัสดุอ้างอิง เมื่อเครื่องได้รับการติดตั้งให้ผู้ซื้อ การทดสอบตัวอย่างจะทำโดยการสอบเทียบเครื่อง (standardization) ด้วยชุดโลหะที่เป็นวัสดุอ้างอิงก่อน การทำเช่นนี้เพื่อแก้ไขความคลาดเคลื่อนของความเข้มแสงของธาตุที่ต้องการทดสอบในก้อนโลหะที่เป็นวัสดุอ้างอิงที่อาจมีการเปลี่ยนแปลงที่ขึ้นกับเวลา จากนั้นจึงทำการทวนสอบอีกครั้งด้วยก้อนโลหะที่เป็นวัสดุอ้างอิงเพื่อให้เกิดความมั่นใจว่า การสอบเทียบเครื่องถูกต้องและสามารถใช้เป็นการควบคุมคุณภาพด้วย เมื่อการทวนสอบได้ผลดีจึงทำการทดสอบตัวอย่างต่อไป เครื่องสปาร์กอิมิสชันสเปกโทรมิเตอร์ที่มีใช้กันในปัจจุบันมีทั้งเครื่องมือแบบที่ไม่สามารถเคลื่อนที่ได้หรือสามารถเคลื่อนที่ได้ตามภาพที่ 2 และ 3

การประยุกต์ใช้เทคนิคสปาร์กอิมิสชันสเปกโทรเมตรี

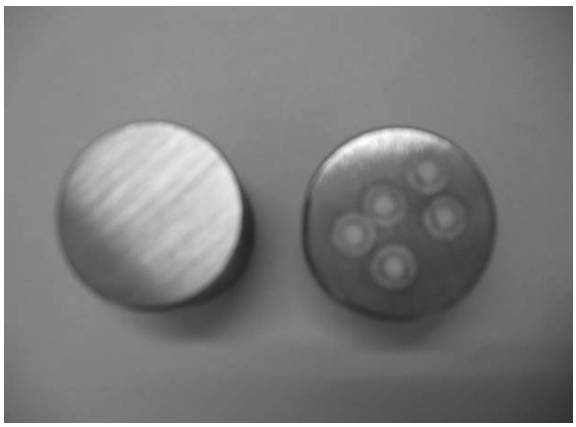
การประยุกต์ใช้เทคนิคนี้ครอบคลุมการหาปริมาณองค์ประกอบหลัก องค์ประกอบรองและสารปนเปื้อนในโลหะต่างๆ เช่น เหล็กและเหล็กกล้า อะลูมิเนียม สังกะสี ตะกั่ว ดีบุก โลหะบัดกรี ทองแดงและโลหะผสมของทองแดง โลหะผสมของนิกเกิลและโคบอลต์ โลหะผสมของไทเทเนียม และโลหะผสมของแมกนีเซียม ภาพที่ 4 แสดงตัวอย่างก้อนเหล็กก่อนและหลังการทดสอบด้วยสปาร์กอิมิสชันสเปกโทรมิเตอร์ และภาพที่ 5 แสดงก้อนโลหะอะลูมิเนียมมาตรฐานและแผ่นตัวอย่างอะลูมิเนียมที่ทดสอบด้วยสปาร์กอิมิสชันสเปกโทรมิเตอร์

นอกจากนี้ตัวอย่างที่ไม่นำไฟฟ้า เช่น กากถลุง (slag) และทังสเตนคาร์ไบด์ (tungsten carbide) สามารถทดสอบโดยใช้หลักการอัดตัวอย่างให้เป็นเม็ด (briquetting หรือ pelleting)โดยการผสมตัวอย่างที่บดละเอียดด้วยผงกราไฟต์ ทองแดง หรือผงสารที่สามารถนำไฟฟ้าและสามารถถูกอัดเป็นเม็ดได้ เมื่อผสมจนเข้ากันดีแล้วนำไปอัดให้เป็นเม็ดเพื่อใช้ในการทดสอบด้วยเครื่องสปาร์กอิมิสชันสเปกโทรมิเตอร์ได้

สรุป

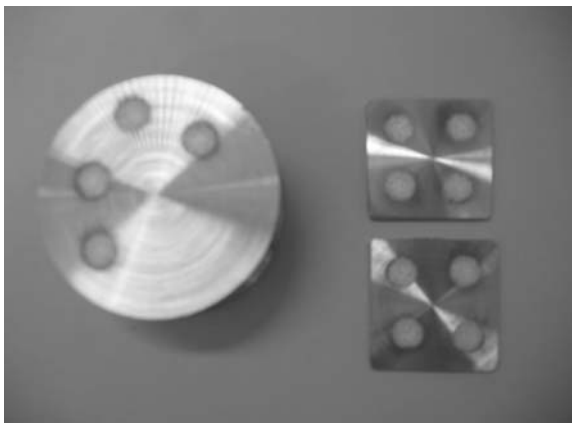
การใช้เทคนิคสปาร์กอิมิสชันสเปกโทรเมตรีเพื่อทดสอบตัวอย่างโลหะ แม้ว่าจะสามารถทดสอบตัวอย่างได้อย่างรวดเร็วเมื่อเทียบกับการทดสอบตัวอย่างด้วยอินดักทีฟลี่คัพเพิลพลาสมาออพติคอลอิมิสชันสเปกโทรเมตรี ซึ่งถือว่าเป็นเทคนิคประเภทอะตอมมิกอิมิสชันสเปกโทรเมตรีด้วยกัน แต่ยังมีข้อจำกัดอยู่บ้าง เช่น ความถูกต้องแม่นยำในการวิเคราะห์เชิงปริมาณอาจน้อยกว่านอกจากนี้วัสดุอ้างอิงที่มีเมตริกซ์เดียวกับตัวอย่างมีราคาสูงมากและถือว่าเป็นวัสดุสิ้นเปลือง สำหรับผู้สนใจการทดสอบโลหะด้วยเทคนิคสปาร์กอิมิสชันสเปกโทรเมตรี โครงการเคมี กรมวิทยาศาสตร์บริการได้ให้บริการทดสอบโลหะ เช่น เหล็กและเหล็กกล้า โลหะบัดกรีและอะลูมิเนียมด้วยเครื่องสปาร์กอิมิสชันสเปกโทรมิเตอร์ โดยเฉพาะการทดสอบแผ่นอะลูมิเนียมนั้นได้รับการรับรอง ISO/IEC 17025 แล้ว

ภาพที่ 2 เครื่องสปาร์กอิมิสชันสเปกโทรมิเตอร์ รุ่น ARL 4460 (บริษัท ARL Applied Research Laboratories S.A.)



ภาพที่ 4 แสดงตัวอย่างก้อนเหล็กก่อนและหลังการทดสอบด้วยสปาร์กอิมิสชันสเปกโทรมิเตอร์

ภาพที่ 3 เครื่องสปาร์กอิมิสชันสเปกโทรมิเตอร์แบบเคลื่อนที่ได้ (บริษัท Jobin Yvon, Division of Instrument SA Inc)



ภาพที่ 5 แสดงก้อนโลหะอะลูมิเนียมมาตรฐานและแผ่นตัวอย่างอะลูมิเนียมที่ทดสอบแล้ว

เอกสารอ้างอิง

American Society for Testing and Materials. Standard test method for optical emission vacuum spectrometric analysis of carbon and low -alloy steel. E 415-99a. In **Annual book of ASTM Standard (I)** : Analytical chemistry for metals, ores, and related materials Vol. 03.05. West Conshohocken : ASTM, 1999, p. 587 - 595.

_____. Standard test method for analysis of aluminum and aluminum alloys by atomic emission spectrometry. E 1251-2004. In Analytical Chemistry for Metals, Ores, and related Materials **(I). Annual book of ASTM Standard,** Vol. 03.05. West Conshohocken : ASTM, 2004, p. 699 - 708.

Australian Standard. Recommended practice for atomic emission spectrometric analysis. **AS 3641.1.** 1999, p. 1-24.

_____. Analysis of metals- procedures for the setting up, calibration and standardization of atomic emission spectrometers using arc/spark discharge. **AS 2883.** 1986, p. 1-12.

Skoog, DA., Holler, FJ., and Nieman, TA. **Principle of instrumental analysis.** 5th ed. Philadelphia : Harcourt Brace College Publishers, 1998, p 244-249.

Thomsen, V. B. E. **Modern spectrochemical analysis of metals: an introduction for users of arc/spark instrumentation.** [n.p] : ASM International.The Materials Information Society, 1994.