

## 1. บทนำ

การวิเคราะห์ตัวอย่างสิ่งแวดล้อมเพื่อหาปริมาณโลหะหนักโดยเฉพาะตัวอย่างน้ำนั้นมีความสำคัญอย่างยิ่งที่จะต้องทำให้มีความถูกต้องและน่าเชื่อถือซึ่งจะทำให้ผลของการวิเคราะห์ที่ได้สามารถที่จะนำไปใช้ประโยชน์ได้อย่างมีประสิทธิภาพ ซึ่งขั้นตอนหนึ่งที่มีความสำคัญมากก็คือขั้นตอนของการเตรียมตัวอย่างสำหรับนำไปวิเคราะห์โดยวิธีการย่อย ซึ่งในคู่มือนี้จะเป็นการนำเสนอขั้นตอนของการย่อยตัวอย่างน้ำด้วยเครื่องไมโครเวฟยี่ห้อ CEM รุ่น MARS5 ซึ่งเป็นการย่อยในระบบปิด (Close System) ที่สามารถจะลดการปนเปื้อนของตัวอย่างน้ำก่อนที่จะนำไปวิเคราะห์โลหะหนักด้วยเครื่อง Inductively Couple Plasma Mass Spectrometry (ICP-MS)

## 2. วัตถุประสงค์

เพื่อใช้เป็นแนวทางสำหรับการย่อยตัวอย่างน้ำด้วยเครื่องไมโครเวฟยี่ห้อ CEM รุ่น MARS5 สำหรับเจ้าหน้าที่ที่เกี่ยวข้องให้สามารถทำได้อย่างถูกต้องและปลอดภัย

## 3. ขอบเขต

เป็นการย่อยตัวอย่างน้ำสำหรับวิเคราะห์ปริมาณโลหะหนักด้วยเครื่อง Inductively Couple Plasma Mass Spectrometry (ICP-MS) หรือเทคนิคอื่นๆ ที่เกี่ยวข้อง

## 4. คำจำกัดความ

- 4.1. ตัวอย่างน้ำ หมายถึง น้ำที่ทำการเก็บจากแหล่งน้ำธรรมชาติ น้ำจากครัวเรือน จากการเกษตร จากอุตสาหกรรม หรือแหล่งน้ำอื่นๆ ที่ทำการวิเคราะห์เพื่อหาปริมาณโลหะหนัก
- 4.2. โลหะหนัก คือ กลุ่มธาตุที่มีความถ่วงจำเพาะมากกว่า 4 ขึ้นไป และส่วนใหญ่เป็นธาตุที่อยู่ในกลุ่ม Transition metals

## 5. ขั้นตอน

- 5.1. การจัดสภาพพื้นที่ เนื่องจากในการย่อยตัวอย่างน้ำเพื่อทำการวิเคราะห์โลหะหนักนั้น จำเป็นต้องมีการใช้กรดประกอบการย่อยเพื่อให้ตัวอย่างสามารถย่อยได้อย่างสมบูรณ์ ซึ่งอาจจะทำให้เกิดไอรก ระหว่างการดำเนินการได้ ดังนั้น เครื่อง Microwave digestion จะต้องมีการต่อท่อระบายไอรกได้เป็นอย่างดี

### 5.2. การสร้างวิธีสำหรับการย่อยตัวอย่าง

- 5.2.1. เปิดสวิตช์ของเครื่อง CEM – MARS 5 แล้วรอประมาณ 1 – 2 นาที หรือเครื่องสั่งให้ press any key เพื่อเข้าสู่เมนูที่หน้าจอถัดไป ซึ่งถ้าเรากดปุ่มใดๆ หน้าจอจะขึ้นเมนู CEM Method Menu

- 5.2.2. ที่เมนู CEM Method Menu เลื่อนปุ่มลูกศร ไปที่เมนู Edit/Create Method แล้วกดปุ่ม Select เพื่อเลือก เมนู Edit/Create Method และเข้าสู่ Directory Menu
- 5.2.3. ที่เมนู Directory Menu เลื่อนปุ่มลูกศรไปที่ CEM Directory แล้วกดปุ่ม Select
- 5.2.4. ที่เมนู CEM Directory เลื่อนปุ่มลูกศรไปที่ 800W POWER TST – Beaker แล้วกดปุ่ม Select
- 5.2.5. ที่เมนู Select Vessel Type เลื่อนปุ่มลูกศรไปที่ Xpress แล้วกดปุ่ม Select
- 5.2.6. ที่เมนู Select Sample Type เลื่อนลูกศรไปที่ Water แล้วกดปุ่ม Select
- 5.2.7. ที่เมนู Select Control Type เลื่อนลูกศรไปที่ RAMP TO TEMPERATURE แล้วกดปุ่ม Select
- 5.2.8. ที่เมนู ENTER METHOD PARAMETERS ให้เปลี่ยน
- RAMP เป็น 15:00
  - °C CONTROL เป็น 120
  - HOLD เป็น 20:00
- 5.2.9. กดปุ่ม NEXT เพื่อตั้งชื่อวิธี (สมมติว่าตั้งชื่อเป็น WATER REUSE) เมื่อตั้งชื่อเสร็จกดปุ่ม NEXT อีกครั้ง จะเข้าสู่เมนู Method Information (หากไม่มีแก้ไขให้ข้ามไป 2.10.)
- 5.2.10. กดปุ่ม NEXT อีกครั้งจะขึ้นเมนู CEM Method Menu ซึ่งจะได้วิธีการย่อยตัวอย่างที่เรา กำหนดค่าขึ้นมาสำหรับการย่อยต่อไป
- 5.2.11. ปิดสวิทช์ของเครื่อง CEM – MARS 5 หากไม่ได้ใช้งาน
- 5.3. การสร้างวิธีสำหรับทำความสะอาด
- 5.3.1. ให้ทำตามขั้นตอนที่ 2.1. – 2.7.
- 5.3.2. ที่เมนู ENTER METHOD PARAMETERS ให้เปลี่ยน
- RAMP เป็น 05:00
  - °C CONTROL เป็น 140
  - HOLD เป็น 05:00
- 5.3.3. กดปุ่ม NEXT เพื่อตั้งชื่อวิธี (สมมติว่าตั้งชื่อเป็น REUSE WASH) เมื่อตั้งชื่อเสร็จกดปุ่ม NEXT อีกครั้ง จะเข้าสู่เมนู Method Information (หากไม่มีแก้ไขให้ข้ามไป 3.4.)
- 5.3.4. กดปุ่ม NEXT อีกครั้งจะขึ้นเมนู CEM Method Menu ซึ่งจะได้วิธีการทำความสะอาดหลอดย่อยตัวอย่างที่เรา กำหนดค่าขึ้นมาสำหรับใช้ต่อไป
- 5.4. การย่อยตัวอย่างน้ำ
- 5.4.1. ผสมตัวอย่างน้ำที่จะนำมาย่อยให้เข้าเป็นเนื้อเดียวกัน
- 5.4.2. ตวงตัวอย่างน้ำ ปริมาตร 30 มล. ใส่ในหลอดย่อยตัวอย่างของเครื่อง Microwave digestion
- 5.4.3. เติมกรดไนตริกเข้มข้น 65% จำนวน 3 มล. ลงในหลอดที่ใส่ตัวอย่างแล้ว โดยต้องทำใน Hood ดูดอากาศ

- 5.4.4. ปิดหลอดที่ใส่ตัวอย่างและกรดแล้วด้วยอุปกรณ์ปิดหลอดของเครื่อง เพื่อป้องกันไม่ให้ฝาน้ำมันหรือหลวมเกินไป
  - 5.4.5. นำหลอดย่อยตัวอย่างไปใส่ในที่ใส่หลอดและนำเข้า Microwave digestion แล้วปิดฝาด้านหน้าของเครื่อง Microwave digestion ให้แน่น
  - 5.4.6. เปิดสวิตช์ของเครื่อง CEM – MARS 5 แล้วรอประมาณ 1 – 2 นาที หรือเครื่องสั่งให้ press any key เพื่อเข้าสู่เมนูที่หน้าจอถัดไป ซึ่งถ้าเรากดปุ่มใดๆ หน้าจอจะขึ้นเมนู CEM Method Menu
  - 5.4.7. ที่เมนู CEM Method Menu เลื่อนปุ่มลูกศร ไปที่เมนู Load Method แล้วกดปุ่ม Select เพื่อเลือก เมนู Load Method และเข้าสู่ Directory Menu
  - 5.4.8. ที่เมนู Directory Menu ให้เลือกลูกศรไปที่ชื่อ WATER REUSE แล้วกดปุ่ม Select
  - 5.4.9. หลังจากนั้นให้กดปุ่ม Start ซึ่งจะเป็นปุ่มที่มีลูกศรสีเขียว
  - 5.4.10. การย่อยตัวอย่างน้ำ จะใช้เวลาทั้งหมดประมาณ 45 นาที คือ Ramp = 5 นาที Hold = 20 นาที และ Cool down = 20 นาที
  - 5.4.11. เมื่อการย่อยสิ้นสุดลง ให้ถ่ายตัวอย่างใส่ในภาชนะพลาสติกที่ทนกรด ก่อนนำไปวิเคราะห์ต่อไป
  - 5.4.12. นำหลอดใส่ตัวอย่างไปล้างด้วยน้ำกลั่น 2 – 3 ครั้ง และทำความสะอาดต่อด้วยการทำความสะอาดหลอดย่อยตัวอย่าง
- 5.5. การทำความสะอาดหลอดย่อยตัวอย่าง
    - 5.5.1. เติมกรดไนตริกเข้มข้น 65% จำนวน 5 มล. ลงในหลอดย่อยตัวอย่าง โดยต้องทำใน Hood ดูดอากาศ
    - 5.5.2. ปิดหลอดย่อยตัวอย่างด้วยอุปกรณ์ปิดหลอดของเครื่อง
    - 5.5.3. นำหลอดที่เติมกรดไปใส่ในที่ใส่หลอดและนำเข้า Microwave digestion แล้วปิดฝาด้านหน้าของเครื่อง Microwave digestion ให้แน่น
    - 5.5.4. เปิดสวิตช์ของเครื่อง CEM – MARS 5 แล้วรอประมาณ 1 – 2 นาที หรือเครื่องสั่งให้ press any key เพื่อเข้าสู่เมนูที่หน้าจอถัดไป ซึ่งถ้าเรากดปุ่มใดๆ หน้าจอจะขึ้นเมนู CEM Method Menu
    - 5.5.5. ที่เมนู CEM Method Menu เลื่อนปุ่มลูกศร ไปที่เมนู Load Method แล้วกดปุ่ม Select เพื่อเลือก เมนู Load Method และเข้าสู่ Directory Menu
    - 5.5.6. ที่เมนู Directory Menu ให้เลือกลูกศรไปที่ชื่อ REUSE WASH แล้วกดปุ่ม Select
    - 5.5.7. หลังจากนั้นให้กดปุ่ม Start ซึ่งจะเป็นปุ่มที่มีลูกศรสีเขียว

5.5.8.การย่อยจะใช้เวลาทั้งหมดประมาณ 30 นาที คือ Ramp = 5 นาที Hold = 5 นาที และ Cool down = 20 นาที

5.5.9. นำกรดที่ย่อยไปที่ทิ้ง แล้วนำหลอดย่อยตัวอย่างไปล้างด้วยน้ำกลั่น 2 – 3 ครั้ง ก่อนจะนำไปย่อยตัวอย่างถัดไป

## 6. แบบฟอร์มที่ใช้

-

## 7. ประโยชน์

- 7.1. ผู้ปฏิบัติงานสามารถทำการย่อยตัวอย่างได้ตามขั้นตอนที่ถูกต้อง ไม่เกิดความสับสน
- 7.2. ผู้ปฏิบัติงานสามารถแลกเปลี่ยน เรียนรู้ ซึ่งกันและกัน และสามารถทำงานแทนกันได้
- 7.3. ลดการปนเปื้อนของตัวอย่าง ซึ่งจะช่วยให้ได้ผลการวิเคราะห์ที่ถูกต้องและน่าเชื่อถือ

## 8. เอกสารอ้างอิง

CEM Corporation, 2001. Operation manual MARS 5, Matthews, North Carolina, USA, 28106.