

Sample preparation technique for AAs, ICP-OES and ICP-MS



การเตรียมตัวอย่าง (Sample preparation)

คือ ขั้นตอนการเปลี่ยนรูปหรือสถานะของตัวอย่างให้อยู่ในรูปทางเคมี หรือสถานะที่เหมาะสมกับเครื่องมือที่ใช้วิเคราะห์ เนื่องจากตัวอย่างที่ผ่านขั้นตอนการเก็บรักษาที่เหมาะสมแล้วยังไม่สามารถนำไปวิเคราะห์ด้วยเครื่องมือที่ได้อีก เช่น การหาโลหะหนักในเนื้อปลา เราไม่สามารถนำเนื้อปลาที่บดละเอียดแล้วไปเข้าเครื่องมือวิเคราะห์ได้โดยตรง จำเป็นต้องย่อยเอาโลหะหนักในตัวอย่างปลาให้อยู่ในรูปของสารละลายก่อนจึงจะสามารถนำไปวิเคราะห์ด้วยเครื่องมือ โดยเทคนิคการวิเคราะห์ทั้งแบบดั้งเดิม สเปกโทรสโคปี และโครมาโทกราฟี จำเป็นต้องมีการผ่านกระบวนการเตรียมตัวอย่างทั้งสิ้น วิธีการเตรียมตัวอย่างมีด้วยกันหลายวิธี เช่น การย่อย (digestion), การละลาย (dissolve), การสกัด (extraction), การ clean up และการเพิ่มความเข้มข้น (pre-concentration) เป็นต้น ซึ่งแต่ละวิธีขึ้นอยู่กับชนิด คุณสมบัติทางกายภาพ ระดับความเข้มข้น ตัวรบกวน และเมทริกซ์ของโลหะที่สนใจ โดยทั่วไปการเลือกวิธีการเตรียมตัวอย่างต้องมีความสอดคล้องกับการเลือกวิธีวิเคราะห์ และเป็นวิธีที่ได้รับมาตรฐาน โดยเทคนิคการเตรียมตัวอย่างสำหรับการวิเคราะห์ธาตุ แบ่งเป็น

1. การเผาตัวอย่างให้เป็นเถ้า (Dry ashing) เป็นวิธีการย่อยที่เหมาะสมสำหรับตัวอย่างอินทรีย์ โดยเผาตัวอย่างใน muffle furnace อุณหภูมิประมาณ 400-550 °C ที่ความดันบรรยากาศ สารจะถูกออกซิไดซ์ด้วยคาร์บอนเกิดเป็นคาร์บอนไดออกไซด์ และไฮโดรเจนจะเปลี่ยนเป็นไอน้ำ เถ้าที่ได้จะถูกละลายด้วยตัวทำละลายที่เป็นกรดที่เหมาะสมเพื่อนำไปวิเคราะห์ด้วยเครื่องมือต่อไป โดยวิธีนี้จะต้องคำนึงถึงการระเหยของสารที่เป็นองค์ประกอบในตัวอย่าง รวมทั้งอุณหภูมิ รูปแบบของสารที่สนใจ อาจมีการเติมสารออกซิไดซ์ เช่น $Mg(NO_3)_2$ หรือ MgO เพื่อช่วยในการเผาให้สมบูรณ์ขึ้นและป้องกันการสลายตัวของสารที่สนใจ



2. การย่อยสลายตัวอย่าง (Digestion) ด้วยตัวทำละลายหรือกรดที่เหมาะสม แบ่งได้เป็น

2.1. การย่อยแบบเปียกด้วยกรด (Wet digestion)

เป็นวิธีการย่อยตัวอย่างด้วยการเติมกรด หรือรีเอเจนต์ที่เหมาะสมและนำไปให้ความร้อน เช่น บน Hot plate จนถึงจุดเดือดของรีเอเจนต์นั้นๆ เนื่องจากวิธีนี้เป็นแบบระบบเปิด อาจเกิดการปนเปื้อนหรือสูญหายของธาตุที่สนใจได้ง่าย ถ้าควบคุมอุณหภูมิไม่ดี

2.2. การย่อยด้วยคลื่นไมโครเวฟ (Microwave digestion)

เป็นการย่อยสลายตัวอย่างอินทรีย์และอนินทรีย์ในภาชนะปิด (Close system) โดยอาศัยหลักการให้พลังงานช่วงคลื่นไมโครเวฟแก่ตัวอย่าง ซึ่งทำให้โมเลกุลของน้ำเกิดการสั่น ความดันในระบบจะสูงขึ้น และเกิดความร้อนขึ้นอย่างเฉียบพลัน ทำให้สามารถย่อยสลายพันธะและโครงสร้างของสารประกอบอินทรีย์ได้ โดยภาชนะที่ใส่ตัวอย่างจะเรียกว่า Vessel ทำจากวัสดุ PTFE หรือ PFA การย่อยจะขึ้นอยู่กับชนิดของตัวอย่าง การโปรแกรมอุณหภูมิ และระยะเวลาในการย่อย ข้อดีของวิธีการย่อยด้วยคลื่นไมโครเวฟคือ สะดวก รวดเร็ว ใช้กรดปริมาณน้อย ลดการปนเปื้อน และลดการสูญเสียของธาตุที่ระเหยได้ง่าย

การเลือกตัวทำละลายในการย่อย จะต้องพิจารณาถึงองค์ประกอบและโครงสร้างของสารที่ต้องการสลาย โดยควรเลือกตัวทำละลายให้เหมาะสมกับชนิดของตัวอย่าง และสามารถละลายสารที่สนใจออกมาได้อย่างสมบูรณ์ การย่อยสลายสารอนินทรีย์จะใช้กรดอนินทรีย์หรือกรดแร่เป็นตัวทำละลาย โดยกรดที่นำมาใช้ต้องพิจารณาถึง ชนิดกรด ปฏิกิริยาข้างเคียง ปริมาณ และการกำจัดกรดที่มากเกินไป เช่น ถ้าในตัวอย่างมีธาตุแบเรียม (Ba) หรือเกลือของแบเรียมเป็นองค์ประกอบ จะไม่สามารถใช้กรด H_2SO_4 ได้ เนื่องจากทำให้เกิดตะกอนของแบเรียมซัลเฟต หรือในกรณีที่มีตัวอย่างมีธาตุเงิน (Ag) เป็นองค์ประกอบ จะไม่ใช้กรด HCl เนื่องจากเกิดตะกอนของ AgCl เป็นต้น

กรด HCl หรือกรดเกลือ

นิยมใช้สลายตัวอย่างของแข็งที่มีธาตุโลหะที่ถูกออกซิไดซ์ได้ง่าย เช่น Ca Mg Fe Mn แต่ออกไซด์ของ Al Si Sn Ti จะไม่สามารถละลายได้ในกรดเกลือ

กรด HNO_3

นิยมใช้ละลายโลหะได้เกือบทุกชนิด ยกเว้น Al Cr Sn W และ Sb เนื่องจาก Al และ Cr จะรวมตัวเกิดเป็นสารประกอบออกไซด์ ส่วน Sn W และ Sb จะเกิดเป็นสารประกอบกรดที่ละลายได้ยาก
กรด HNO_3 อย่างเดียวหรือผสมกับกรด HCl, H_2SO_4 , $HClO_4$, H_3PO_4 สามารถละลายองค์ประกอบบางชนิดในแร่ได้ดี เช่น เกลือซัลไฟด์ เกลือเซเรไนต์ เกลืออาร์ซีเนต เกลือฟอสเฟต เป็นต้น

กรด H_2SO_4

เป็นกรดที่ความเข้มข้นสูงและจุดเดือดสูงประมาณ $340\text{ }^{\circ}\text{C}$ จึงนิยมใช้ละลายตัวอย่างที่เป็นโลหะ และโลหะผสม

กรด $HClO_4$

ที่มีความเข้มข้นและร้อนจะสามารถสลายตัวอย่างที่เป็นเหล็กกล้าและโลหะผสมที่มีเหล็กเป็นองค์ประกอบได้เป็นอย่างดี กรดนี้จะทำปฏิกิริยารุนแรงกับสารอินทรีย์ สามารถทำให้ระเบิดได้ ดังนั้นควรใช้กรดแบบเจือจางหรือใช้กรดเข้มข้นที่เย็นใส่ลงในตัวอย่าง ไม่นิยมใช้กรดนี้กับเทคนิคการย่อยแบบ Microwave digestion



กรด H_3PO_4

ใช้สลายตัวอย่างประเภทออกไซด์ที่เกิดในธรรมชาติที่มีจะย่อยสลายได้ยาก เช่น Chromite, Chromospinel กรดนี้เมื่อผสมกับ H_2SO_4 และ $HClO_4$ จะละลายออกไซด์ของเหล็กและของอลูมิเนียมได้

กรด HF

เป็นกรดอ่อน สามารถทำปฏิกิริยาได้ดีกับซิลิกอน จึงมีประโยชน์ในการสลายซิลิเกต สามารถกำจัดซิลิกอนที่เกิดขึ้นออกจากสารละลายได้ โดยใช้การระเหยของ H_2SiF_6
นิยมใช้กรดนี้ในการย่อยตัวอย่างที่มีซิลิเกตเป็นองค์ประกอบ เช่น ตัวอย่างดิน โดยภาชนะสำหรับการใช้กรดนี้ต้องเป็นพลาสติก หรือแพลตินัมเท่านั้น

กรด Aqua Regia หรือ กรดกัดทอง

เป็นกรดผสมระหว่างกรด HNO_3 และ HCl ในอัตราส่วน 1:3 (v/v) กรดกัดทองใช้ละลายโลหะได้เกือบทุกชนิด สามารถละลายสารอินทรีย์ที่เป็นองค์ประกอบได้เป็นอย่างดี และใช้ละลายสารประกอบไอออนิกที่ละลายได้น้อยในกรดชนิดอื่นๆ สามารถเพิ่มประสิทธิภาพหรือความแรงของกรดโดยใช้ร่วมกับกรด HBr และ H_2O_2 ได้

กรด HBr

ไม่ค่อยเป็นที่นิยม โดยกรดนี้ใช้ในการละลายธาตุพวก Au Pt Ir ในตัวอย่างสินแร่ ซึ่งจะเกิดเป็นสารประกอบเชิงซ้อนของโบรมิเดียม สามารถเข้าไปในชั้นของตัวทำละลายอินทรีย์ได้ เมื่อนำกรดนี้ผสมกับ $HClO_4$ ทำให้เกิดสารประกอบโบรมิเดียมที่ระเหยได้ ทำให้แยกออกจากตัวอย่างได้ง่าย

Part 1 Environmental samples

1. Water samples

Hot plate digestion

a วิธีการเตรียมทั่วไป : เป็นวิธีการย่อยตัวอย่างที่เหมาะสมกับตัวอย่างน้ำเพื่อวิเคราะห์ด้วยเทคนิค AAs, ICP-OES และ ICP-MS โดยสำหรับการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค ICP-MS ต้องทำการเจือจางตัวอย่างก่อนนำเข้าเครื่อง



- เปิดตัวอย่างน้ำ 25 mL ลงในบีกเกอร์ PTFE
- เติมกรด HNO_3 2 mL
- เติมกรด HCl 6 mL
- ให้ความร้อนบน Hot plate อย่ำให้สารละลายเดือด
- ให้ความร้อนจนได้สารละลายใส



- ตั้งสารละลายทิ้งไว้ให้เย็น
- ถ่ายใส่ขวดวัดปริมาตรขนาด 50 mL และปรับปริมาตรด้วยน้ำ Ultrapure

b. อ้างอิงวิธีตาม Standard Method for the Examination of Water and Wastewater, APHA, AWWA, WEF, 23rd edition, 2017, Part 3030F

วิธีการย่อยตัวอย่างนี้จะเหมาะกับการเตรียมตัวอย่างน้ำ, น้ำเสียที่มีตะกอนของแข็งแขวนลอยอยู่ ไม่เหมาะกับการย่อยตัวอย่างที่ระเหยได้ง่าย โดยจะเป็นการหาปริมาณธาตุทั้งหมด (Total metal) ด้วยการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค Flame AAs หรือ ICP-OES



- เปิดตัวอย่างน้ำ 100 mL ลงในบีกเกอร์ทรงสูง
- เติมกรด HNO_3 3 mL
- ปิดด้วยกระจกนาฬิกาแบบมีขา
- ให้ความร้อนบน Hot plate จนเหลือปริมาตร 5 mL ระวังอย่าให้สารละลายเดือด และแห้ง
- ตั้งสารละลายทิ้งไว้ให้เย็น



- เติมกรด HNO_3 3 mL
- ปิดด้วยกระจกนาฬิกาแบบไม่มีขา
- ให้ความร้อนต่อบน Hot plate จนได้สารละลายใส
- ตั้งสารละลายทิ้งไว้ให้เย็น
- เติม 1:1 HCl เล็กน้อย
- ปิดด้วยกระจกนาฬิกา
- ให้ความร้อนต่อ 15 นาที

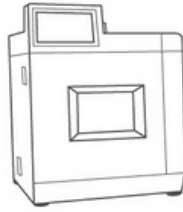


- กรองสารละลายลงในขวดวัดปริมาตรขนาด 100 mL ด้วยกระดาษกรอง Whatman™ เบอร์ 41 หรือปั่นเหวี่ยง (Centrifuge) เพื่อตกตะกอนซิลิเกต (Silicates) และอื่นๆ ป้องกันอุดตันที่ Nebulizer
- ปรับปริมาตรด้วยน้ำ Ultrapure



Microwave Digestion

อ้างอิงวิธีตาม Standard Method for the Examination of Water and Wastewater, APHA, AWWA, WEF, 23rd edition, 2017, Part 3030K



- ปิเปตตัวอย่างน้ำ 45 mL ลงในหลอด Vessel
- เติมกรด HNO_3 5 หรือ HNO_3 4 mL และ HCl 1 mL

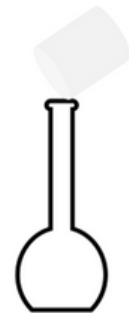
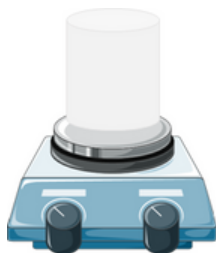
- นำเข้าเครื่อง Microwave
- ตั้งโปรแกรมอุณหภูมิ และเวลาในการย่อย ซึ่งขึ้นกับแต่ละยี่ห้อ
- ตั้งสารละลายทิ้งไว้ให้เย็น

- ถ่ายสารละลายใส่ขวดวัดปริมาตร และปรับปริมาตรด้วยน้ำ Ultra pure
- ถ้ามีตะกอนให้กรอง หรือปั่นเหวี่ยง (Centrifuge) สารละลายก่อนนำไปวิเคราะห์ด้วยเครื่องมือเพื่อป้องกันการอุดตันที่บริเวณ Nebulizer

2. Soil samples

Hot plate digestion

a. วิธีการเตรียมตัวอย่างทั่วไป เหมาะกับการเตรียมตัวอย่างดิน ตะกอน ของเสียนิดของแข็ง โดยทดสอบด้วยเทคนิค ICP-OES หรือ ICP-MS สำหรับตัวอย่างที่เตรียมเพื่อทำการทดสอบด้วยเทคนิค ICP-MS ต้องเจือจางตัวอย่างก่อนการวิเคราะห์



- ชั่งตัวอย่างที่เป็นเนื้อเดียวกัน 0.1 g ลงในถ้วย crucible PTFE
- เติมน้ำ Ultrapure 3 mL
- เติมกรดผสมของ $\text{HF}:\text{HClO}_4$ อัตราส่วน 5:1 ปริมาตร 4 mL
- นำไปให้ความร้อนที่อุณหภูมิ 260 °C ใน Hood
- เติมกรดผสมของ $\text{HF}:\text{HClO}_4$ อัตราส่วน 5:1 ปริมาตร 4 mL และให้ความร้อนต่อ จนหมดควันสีขาว

- เติมกรด aqua regia 2 mL
- เติม 10% aqua regia 10 mL จะได้สารละลายใส
- ตั้งสารละลายทิ้งไว้ให้เย็น
- เติม HNO_3 2 mL

- ถ่ายสารละลายใส่ขวดวัดปริมาตร ขนาด 100 mL
- ปรับปริมาตรด้วยน้ำ Ultrapure

b. อ้างอิงวิธีตาม US EPA SW-846 Method 3050B

- ชั่งตัวอย่างแบบเปียก (wet weight) 1-2 g (ความละเอียดใกล้เคียง 0.01 g) และ 1 g สำหรับตัวอย่างแบบแห้ง (dry weight)
- สำหรับตัวอย่างที่มีปริมาณของเหลวสูง และปริมาณของตัวอย่างสูงต้องใช้เวลาในการย่อยนานขึ้น เพื่อให้เกิดการย่อยที่สมบูรณ์

ขั้นตอนที่ 1 สำหรับการวิเคราะห์ด้วยเครื่อง GFAAs หรือ ICP-MS

- เติมกรด 1:1 HNO₃ 10 mL
- ปิดด้วยกระจกนาฬิกา นำไปให้ความร้อนที่อุณหภูมิ 95 ± 5°C
- รีฟลักซ์ภายใน Fume Hood เป็นเวลา 10-15 นาที อย่าให้สารละลายเดือด
- ตั้งสารละลายทิ้งไว้ให้เย็น
- เติมกรด HNO₃ 5 mL ปิดด้วยกระจกนาฬิกาและนำไปรีฟลักซ์ต่อเป็นเวลา 30 นาที
- จะเกิดควันสีน้ำตาลส้ม แสดงถึงการเกิดปฏิกิริยา Oxidation ของตัวอย่างด้วยกรด HNO₃
- ทำซ้ำโดยเติมกรด HNO₃ 10 mL แล้วนำไปรีฟลักซ์ต่อ จนไม่มีควันสีน้ำตาลส้ม แสดงว่าการย่อยสมบูรณ์
- ให้ความร้อนต่อโดยปิดด้วยกระจกนาฬิกาแบบมีขา จนเหลือสารละลายประมาณ 5 mL หรือให้ความร้อนที่อุณหภูมิประมาณ 95 ± 5°C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง ระมัดระวังอย่าให้สารละลายเดือด
- ตั้งสารละลายทิ้งไว้ให้เย็น
- เติมน้ำ Ultrapure 2 mL
- เติม 30% H₂O₂ 3 mL
- ปิดด้วยกระจกนาฬิกา นำไปให้ความร้อนแบบอ่อนๆ เพื่อเริ่ม peroxide reaction
- สามารถเติม 30% H₂O₂ ได้แต่ห้ามเกิน 10 mL และให้ความร้อนจนสารละลายไม่มีฟองของ H₂O₂



ขั้นตอนที่ 2

a. สำหรับการวิเคราะห์ด้วยเครื่อง GFAAs หรือ ICP-MS

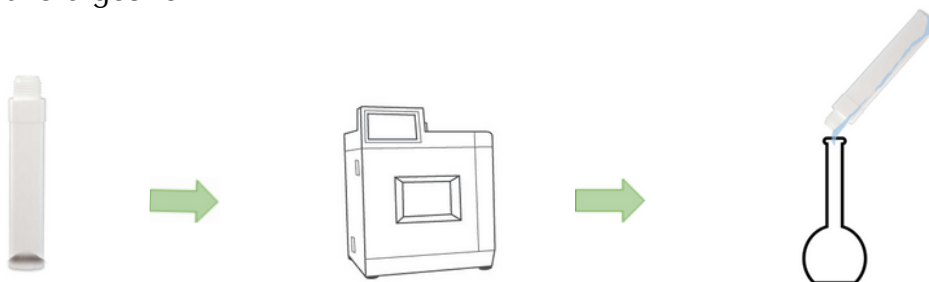
- ตั้งสารละลายทิ้งไว้ให้เย็น
- ปรับปริมาตรด้วยน้ำ Ultrapure จนได้ 100 mL
- กรองสารละลายด้วยกระดาษกรอง Whatman™ เบอร์ 41 หรือนำไปปั่นเหวี่ยง (Centrifuge) หรือตั้งสารละลายทิ้งไว้ก่อนนำไปวิเคราะห์ด้วยเครื่อง GFAAs หรือ ICP-MS

b. สำหรับการวิเคราะห์ด้วยเครื่อง Flame AAs หรือ ICP-OES

- เติมกรด HCl 10 mL
- ปิดด้วยกระจกนาฬิกา นำไปให้ความร้อนที่อุณหภูมิ 95 ± 5°C เป็นเวลา 15 นาที
- กรองสารละลายผ่านกระดาษกรอง Whatman™ เบอร์ 41 ใส่ขวดวัดปริมาตรขนาด 100 mL
- ปรับปริมาตรด้วยน้ำ Ultrapure และนำไปวิเคราะห์ด้วยเครื่อง Flame AAs หรือ ICP-OES

ตัวอย่างที่ผ่านการเตรียมตัวอย่างด้วยวิธี 3050B สามารถนำไปวิเคราะห์โดยใช้วิธี U.S. EPA SW-846 Method 6010D (ICP-OES) และ Method 6020B. (ICP-MS)

Microwave digestion



a. วิธีการเตรียมตัวอย่างทั่วไป เหมาะกับการย่อยตัวอย่างดิน ตะกอน ของเสียภาคตะกอน สำหรับวิเคราะห์ด้วยเทคนิค ICP-OES และ ICP-MS

- ชั่งตัวอย่าง 0.20 ± 0.001 g ลงในหลอด vessel
- เติมกรด HNO_3 9 mL และ HCl 3 mL
- นำเข้าเครื่อง Microwave ตั้งโปรแกรมอุณหภูมิและเวลาในการย่อย ซึ่งขึ้นกับแต่ละยี่ห้อ
- ตั้งสารละลายทิ้งไว้ให้เย็น
- ถ่ายสารละลายใส่ขวดวัดปริมาตรขนาด 50 mL และปรับปริมาตรด้วยน้ำ Ultrapure

b. อ้างอิงวิธีตาม U.S. EPA 3051A

เป็นวิธีการย่อยโดยเลียนแบบการให้ความร้อนแบบวิธีดั้งเดิม ด้วยกรด HNO_3 หรือ กรด HNO_3 และ HCl ซึ่งจะอ้างอิงวิธีตาม U.S. EPA Method 202.2 และ Method 3030B เข้าด้วยกัน

- ชั่งตัวอย่างดิน 0.5 g สำหรับตัวอย่างดินที่มีการปนเปื้อนน้ำมันให้ชั่งไม่เกิน 0.25 g ลงในหลอด Vessel
- เติมกรด HNO_3 10 mL หรือ HNO_3 9 mL และ HCl 3 mL
- นำเข้าเครื่อง Microwave โดยโปรแกรมอุณหภูมิให้ถึง 175 ± 5 °C ภายใน 5.5 ± 0.25 นาที และให้อุณหภูมิ 175 ± 5 °C ต่อ เป็นเวลา 4 นาที 30 วินาที
- ตั้งสารละลายทิ้งไว้ให้เย็น ถ่ายสารละลายใส่ขวดวัดปริมาตรและปรับปริมาตรด้วยน้ำ Ultrapure
- ถ้าเกิดตะกอนให้กรองตัวอย่าง กระดาษกรอง Whatman™ เบอร์ 41 (ashless) หรือปิ่นเหยียง (Centrifuge) ก่อนนำไปวิเคราะห์ด้วยเครื่องมือ เพื่อป้องกันการอุดตันที่อาจเกิดขึ้นได้กับ Nebulizer

ตัวอย่างที่ผ่านการเตรียมตัวอย่างด้วยวิธี 3051A สามารถนำไปวิเคราะห์ด้วยเครื่องมือโดยอ้างอิงตามวิธีมาตรฐาน U.S. EPA SW-846 Method 6010D และ Method 6020B

c. อ้างอิงวิธีตาม HJ 832-2017

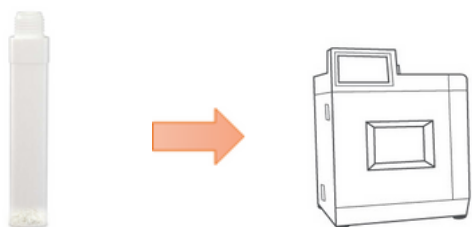
- | | | | | |
|--|---|--|---|--|
| <ul style="list-style-type: none"> • ชั่งตัวอย่างดิน 0.25-0.5 g ลงในหลอด Vessel • เติมกรด HNO_3 6 mL, HCl 3 mL และ HF 2 mL | ➔ | <ul style="list-style-type: none"> • นำเข้าเครื่อง Microwave โดยโปรแกรมอุณหภูมิ $160-190$ °C เป็นเวลา 12 นาที • ตั้งที่อุณหภูมินี้ต่ออีก 5 นาที • ตั้งสารละลายทิ้งไว้ให้เย็น | ➔ | <ul style="list-style-type: none"> • ถ่ายสารละลายใส่ขวดวัดปริมาตรขนาด 25 mL และปรับปริมาตรด้วยน้ำ Ultrapure |
|--|---|--|---|--|



Part 2 Food and beverage samples

1. Food samples

a. ข้าว แป้ง อ่างอิงวิธีตาม Thermo Scientific AN 43326



- ชั่งตัวอย่าง 0.5 g ลงในหลอด vessel
- เติมกรด HNO_3 5 mL และ HCl 1 mL
- นำไปเข้าเครื่อง Microwave และตั้งอุณหภูมิตามที่ ยี่ห้อ microwave แนะนำ (ซึ่งควรให้ความร้อน ตัวอย่างไม่ต่ำกว่า 200 °C เป็นเวลา 15 นาที)



- ตั้งสารละลายทิ้งไว้ให้เย็น
- ถ่ายใส่ขวดวัดปริมาตรขนาด 50 mL และปรับ ปริมาตรด้วยน้ำ Ultrapure

b. นมผง

วิธีที่ 1 : สำหรับการวิเคราะห์ด้วยเครื่อง AAs อ่างอิง วิธีตาม Thermo Scientific AN 44371



- ชั่งตัวอย่าง 1 g ลงในหลอด Centrifuge ขนาด 15 mL
- เติม 0.2% m/v Triton™ X-100 5 mL
- ปิดฝานำไปเขย่าด้วยเครื่อง Vortex
- นำหลอดใส่ลงใน Ultrasonic bath และ sonicate เป็นเวลา 1 ชั่วโมง
- เติม 0.2% m/v Triton™ X-100 จนได้ปริมาตร สุกท้าย 10 mL
- นำไปเขย่าด้วยเครื่อง Vortex ก่อนการวิเคราะห์ด้วย เครื่อง AAs



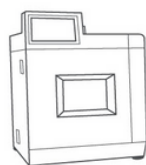
iCE™ 3500 AAS

b. นมผง

วิธีที่ 2 : สำหรับการวิเคราะห์ด้วยเครื่อง ICP-OES อ้างอิงวิธีตาม Thermo Scientific AN 44392

- ชั่งตัวอย่าง 0.5 g ลงในหลอด vessel
- เติมกรด HNO_3 7 mL
- เติมกรด H_2O_2 1 mL เพื่อเพิ่มความแรงของตัวออกซิไดซ์
- นำเข้าเครื่อง Microwave
- ตั้งโปรแกรมอุณหภูมิและเวลาในการย่อย ซึ่งขึ้นกับแต่ละยี่ห้อของเครื่อง microwave
- ตั้งสารละลายทิ้งไว้ให้เย็น
- ถ่ายใส่ขวดวัดปริมาตรขนาด 50 mL และปรับปริมาตรด้วยน้ำ Ultrapure

c. ผลไม้ที่ผ่านการอบแห้ง (freeze-dried) อ้างอิงวิธีตาม Thermo Scientific AN 44474



- ชั่งตัวอย่าง 0.3-0.4 g ลงใน Vessel
- เติมกรด HNO_3 5 mL และ HCl 1 mL
- นำเข้าเครื่อง Microwave
- ตั้งโปรแกรมอุณหภูมิและเวลาในการย่อย ซึ่งขึ้นกับแต่ละยี่ห้อ
- ตั้งสารละลายทิ้งไว้ให้เย็น
- ถ่ายใส่ขวดวัดปริมาตรขนาด 50 mL และปรับปริมาตรด้วยน้ำ Ultrapure
- ปริมาณของ TDS จะประมาณ 0.6% ซึ่งสามารถนำไปวิเคราะห์ด้วยเครื่อง ICP-MS ได้โดยตรง



d. เนื้อสัตว์ อ้างอิงวิธีตาม Thermo Scientific AN 44459

- ชั่งตัวอย่าง 0.5 g ลงใน Vessel ขนาด 75 mL
- เติมสารละลายทอง (Au) โดยให้มีความเข้มข้นสุดท้าย 200 $\mu\text{g}/\text{L}$ เพื่อ Stabilize ธาตุปรอท (Hg)
- เติมกรด HNO_3 2 mL, H_2O_2 1 mL และ HCl 0.2 mL
- ตั้งสารละลายทิ้งไว้ใน Fume hood เป็นเวลา 60 นาที
- เติมน้ำ Ultrapure 1 mL
- นำเข้าเครื่อง Microwave ตั้งโปรแกรมอุณหภูมิและเวลาในการย่อย ซึ่งขึ้นกับแต่ละยี่ห้อ
- ตั้งสารละลายทิ้งไว้ให้เย็น ถ่ายใส่ขวดวัดปริมาตรขนาด 50 mL และปรับปริมาตรด้วยน้ำ Ultrapure
- นำไปวิเคราะห์ด้วยเครื่อง ICP-MS



e. สำหรับตัวอย่างอาหารทั่วไป อ้างอิงวิธีตาม U.S. FDA method

- ชั่งตัวอย่าง 0.5 g ลงในหลอด Vessel
- เติมกรด HNO_3 2 mL และ 30% H_2O_2 1 mL
- นำเข้าเครื่อง Microwave ตั้งโปรแกรมอุณหภูมิตามตาราง
- ตั้งสารละลายทิ้งไว้ให้เย็น ถ่ายใส่ขวดวัดปริมาตรแบบพลาสติกหรือหลอด Centrifuge ชนิด polypropylene
- ปรับปริมาตรด้วยน้ำ Ultrapure
- นำไปวิเคราะห์ด้วยเครื่อง ICP-MS

Digestion	Peroxide oxidation
Maximum power (W)	1200
Control pressure (psi)	800
Ramp time (min)	25
Hold time (min)	15
Control temperature ($^{\circ}\text{C}$)	200

2. Beverage samples

a. น้ำผลไม้ - อ้างอิงวิธีตาม Thermo Scientific AN 43151



- สำหรับการหา Trace element ชั่งตัวอย่าง 20 g ลงในขวดวัดปริมาตร ขนาด 100 mL
- สำหรับการหา Major element ชั่งตัวอย่าง 2 g ลงในขวดวัดปริมาตร ขนาด 100 mL
- ปรับปริมาตรด้วยน้ำ Ultrapure

b. Carbonated non-alcoholic beverages - อ้างอิงวิธีตาม Thermo Scientific AN 44421



- ก่อนนำไปวิเคราะห์ด้วยเครื่อง ICP-OES ใส่แก๊สคาร์บอนไดออกไซด์ในตัวอย่าง ด้วย Ultrasonic bath
- ชั่งตัวอย่าง 10 g ลงในขวดวัดปริมาตรขนาด 50 mL
- ปรับปริมาตรด้วยน้ำ Ultrapure

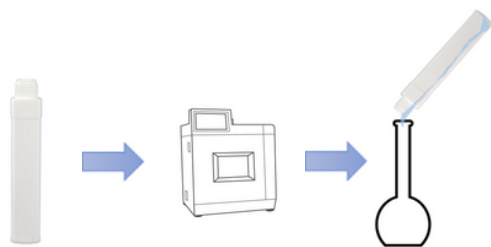




Part 3 Industrial samples

3-1 Metal samples

a. เหล็กกล้าผสม (Steels and alloys) อ้างอิงวิธีตาม Thermo Scientific AN 43146



- ชั่งตัวอย่าง 0.5 g ลงในหลอด Vessel
- เติมกรด HCl 10 mL และ HNO₃ 2 mL
- นำเข้า Microwave โดยย่อยที่อุณหภูมิ 180 °C เป็นเวลา 20 นาที
- ตั้งทิ้งไว้ให้เย็น ถ่ายใส่ขวดวัดปริมาตรขนาด 100 mL และปรับปริมาตรด้วยน้ำ Ultrapure

b. Titanium alloys อ้างอิงวิธีตาม Thermo Scientific AN 40988, ASTM E2371-13



- ชั่งตัวอย่างโลหะไททาเนียมอัลลอยด์ 1 g
- เติมกรด HCl 15 mL, HF 2 mL และ HNO₃ 2 mL
- ให้ความร้อนจนได้สารละลายใส

3-2 Oil samples

Lubricating oil อ้างอิงวิธีตาม Thermo Scientific AN 44426 และ ASTM D-5185



- นำตัวอย่าง และสารมาตรฐานไป sonicate เพื่อให้ตัวอย่างเป็นเนื้อเดียวกัน
- สำหรับตัวอย่างที่หนืด นำไปให้ความร้อนอุณหภูมิประมาณ 60 °C
- เจือจางตัวอย่าง 10% โดยน้ำหนัก ด้วยเติมตัวทำละลายที่เหมาะสม เช่น PremiSOLV, Kerosene หรือ xylene
- Y oil-based standard ความเข้มข้น 10 mg/kg ถูกใช้เป็น Internal Standard

3-3 Refinery products

อ้างอิงวิธีตาม Thermo Scientific AN 44465

Fuel Oil/Crude oil

- ให้ความร้อนที่อุณหภูมิ 40-60 °C ใน Water bath เพื่อให้ตัวอย่างเป็นเนื้อเดียวกัน
- ชั่งตัวอย่าง 1 g ลงในขวดวัดปริมาตรขนาด 50 mL
- เจือจางตัวอย่าง 300 เท่าด้วย xylene

Heavy Naphtha

- เติมสารละลาย Internal Standard
- นำไปทดสอบตัวอย่างด้วยเครื่อง ICP-MS ได้โดยตรง

Light naphtha

- เติมสารละลาย Internal Standard และ เจือจางตัวอย่าง 10 เท่าด้วย Xylene
- นำไปทดสอบด้วยเครื่อง ICP-MS

3-4 Electronic waste

อ้างอิงวิธีตาม Thermo Scientific AN 44466
เหมาะสำหรับตัวอย่างของเสียอิเล็กทรอนิกส์แบบผง
(Electronic waste) เช่น mobile phone,
Thin-film transistor (TFT) screens,
printed circuit boards (PCBs) และอื่นๆ โดย
ตัวอย่างจะถูกบดผ่าน Grinder ก่อนนำมาชั่ง



- ชั่งตัวอย่าง 1-2 g ลงในบีกเกอร์
- เติมกรดผสมของ HCl : HNO₃ (1:1) ย่อยทิ้งไว้ข้ามคืน
- ถ้าตัวอย่างเป็นประเภทแม่เหล็กให้ใช้กรด aqua regia ในการย่อยแทน
- กรองตัวอย่างและปรับปริมาตรด้วย 10% (v/v) HCl : HNO₃ (1:1)
- นำไปวิเคราะห์ด้วยเครื่อง ICP-OES

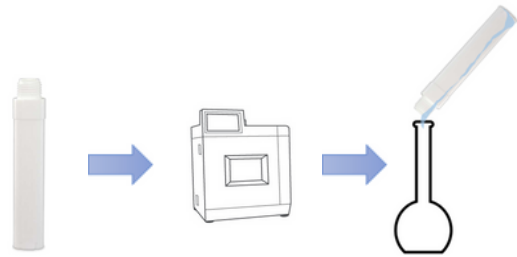


iCAP™ RRO XP Duo ICP-OES

Part 4 Plant & vegetation samples

Plants

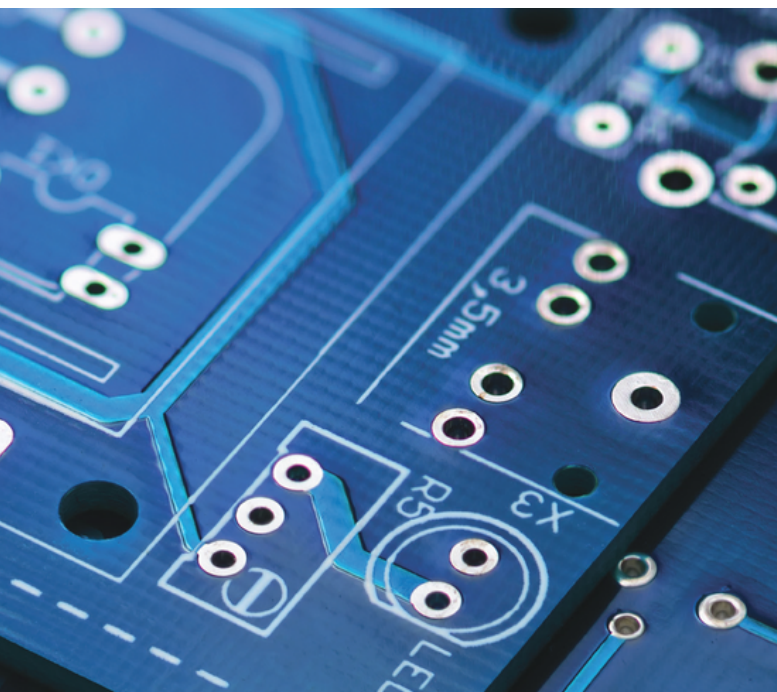
a. อ้างอิงวิธีตาม Thermo Scientific AN 43446



- ชั่งตัวอย่าง 0.3 g ลงในหลอด Vessel
- เติมกรด HNO₃ 5 mL และ HCl 1 mL
- นำเข้าเครื่อง Microwave โดยย่อยที่อุณหภูมิ 200 °C เป็นเวลา 15 นาที
- ตั้งสารละลายทิ้งไว้ให้เย็น ถ่ายใส่ขวดวัดปริมาตรขนาด 10 mL และปรับปริมาตรด้วยน้ำ Ultrapure

b. อ้างอิงวิธีตาม Thermo Scientific AN 44366

- ชั่งตัวอย่าง 0.5 - 0.8 g ลงในหลอด Vessel ชนิด PTFE high pressure
- เติมกรด HNO₃ 6 mL และ H₂O₂ 2 mL เพื่อช่วยเพิ่มความแรงในการย่อยเมทริกซ์ในรูปของสารประกอบอินทรีย์
- นำไปเข้าเครื่อง Microwave โดยตั้งอุณหภูมิการย่อย 200 °C เป็นเวลา 15 นาที
- ตั้งสารละลายทิ้งไว้ให้เย็น และถ่ายใส่ขวดวัดปริมาตรขนาด 50 mL ปรับปริมาตรด้วยน้ำ Ultrapure
- นำไปวิเคราะห์ด้วยเครื่อง ICP-OES



Part 5 Clinical research and pharmaceutical samples

5-1 Blood อ้างอิงวิธีตาม CDC Method No. DLS 3016.8, ITB001A และ HHS Public Access

สำหรับหาปริมาณธาตุ As Cd Hg Pb Mn และ Se โดย Pre-treat ตัวอย่างเลือดด้วย Chelating agent ได้แก่ Tetramethylammonium hydroxide (TMAH) หรือ Ethylenediamine-tetra acetic acid (EDTA) เพื่อป้องกันการแข็งตัวของเลือดและการตกตะกอนของโปรตีน

- เจือจางตัวอย่างเลือด 50 เท่า โดยเปิดตัวอย่างเลือด 50 μL
- เติมสารละลาย diluent 2500 μL (EDTA 0.5 g, TMAH 10 ml, Ethyl alcohol 100 ml, 1% Triton X-100 50 mL และปรับปริมาตรด้วยน้ำ Ultrapure จนได้ปริมาตร 1 L)
- นำไปผสมให้เข้ากันด้วย Vortex
- Internal Standard สำหรับการทดสอบ คือ 10 $\mu\text{g/g}$ Be, 0.1 $\mu\text{g/g}$ Ga, Y, Tb, และ Ir
- นำไปวิเคราะห์ด้วยเครื่อง ICP-MS



5-2 Serum

a. อ้างอิงวิธีตาม Thermo Scientific AN 43283

- ตัวอย่าง Serum จะถูกเจือจางโดยการชั่งน้ำหนักด้วยกรด 0.5% HNO_3 และ 2% tetramethylammonium hydroxide (TMAH) ลงในหลอด Polypropylene
- นำไปวิเคราะห์ด้วยเครื่อง ICP-MS

b. อ้างอิงวิธีตาม ScienceDirect : Practical Laboratory Medicine Volume 18, January 2020, e00142

สำหรับหาปริมาณธาตุ Li, Be, Mg, Al, V, Cr, Mn, Fe, Co, Ni, Cu, Zn, Ga, As, Se, Rb, Sr, Ag, Cd, Cs, Ba, Hg, Tl, Pb และ U



ในกรณีเก็บตัวอย่างเลือดแบบไม่มีสารต้านการแข็งตัวของเลือด (anticoagulant)

- นำตัวอย่างเลือด 3 ml (ห้ามนำตัวอย่างเลือดมาตั้งทิ้งไว้ที่อุณหภูมิห้องเกิน 10 นาที)
- ไป centrifuge ที่ 4000 รอบต่อนาที อุณหภูมิ 4°C เป็นเวลา 10 นาที
- เปิดสารละลายตัวอย่างที่อยู่ด้านบน 20 μL ใส่หลอด Polypropylene ขนาด 15 ml
- นำไปวิเคราะห์ด้วยเครื่อง ICP-MS
- กรณตัวอย่างไม่ใส ให้เติมกรดผสมของ HCl : HNO_3 (1:1) ปริมาตร 360 μL
- นำไปให้ความร้อนที่อุณหภูมิ 90-95 °C จนกระทั่งได้สารละลายใส
- เติม DI water 2 ml
- นำไปเจือจาง 5 หรือ 20 เท่า ด้วยน้ำ Ultrapure และนำไปวิเคราะห์ด้วยเครื่อง ICP-MS

5-3 Urine อ้างอิงวิธีตาม CDC method 3018.6-01, 3018A.4-01 และ Thermo Scientific TN 43357

สำหรับการทดสอบหาปริมาณโลหะ ได้แก่ As, Be, Cd, Cr, Cu, Li, Mn, Mo, Ni, Pb, Pd, Pt, Rb, Sb, Se, Sr และ Tl ในปัสสาวะ



- นำ Base Urine และตัวอย่างปัสสาวะ เจือจาง 20 เท่า ด้วย 0.2% HNO₃
- นำไป Centrifuge ที่ 4000 รอบต่อนาที อุณหภูมิ 4°C เป็นเวลา 10 นาที
- Internal Standard สำหรับการทดสอบ คือ 10 µg/mL Sc, Ge, In, Bi, Rh, Tb และ Lu
- นำไปวิเคราะห์ด้วยเครื่อง ICP-MS

5-4 Speciation

การตรวจวัดรูปฟอร์มของสารหนู (As) ในปัสสาวะ โดยใช้เทคนิคคู่ควบ (Hyphenated technique) อย่างเทคนิคการแยกทางไอออนโครมาโตกราฟี (Ion Chromatography, IC) และการตรวจวัดด้วยเทคนิค ICP-MS เข้าด้วยกัน โดยวัสดุในส่วนของ IC ที่สัมผัสกับของเหลวจะปราศจากโลหะหรือแก้วทั้งหมด ไม่ว่าจะเป็นในส่วนของปั๊ม เข็มดูดจ่ายสาร ระบบวาล์ว ระบบฉีดสารอัตโนมัติ และวัสดุก่อนนำของเหลวทั้งหมดจะเป็นชนิด PEEK เพื่อให้ระบบปราศจากการรบกวนของไอออน ซึ่งจะส่งผลให้ประสิทธิภาพในการแยกดี และมีความถูกต้องสูง

- นำตัวอย่างกรองผ่านตัวกรองเมมเบรนชนิด PTFE ขนาด 0.45 µm
- เจือจางตัวอย่างด้วยน้ำ Ultrapure ด้วยอัตราส่วน 1:5
- นำไปวิเคราะห์ด้วยเครื่อง IC/ICP-MS
- สารละลาย Mobile phase ประกอบด้วย 20 mM และ 200 mM (NH₄)₂CO₃



iCAP™ RQ ICP-MS

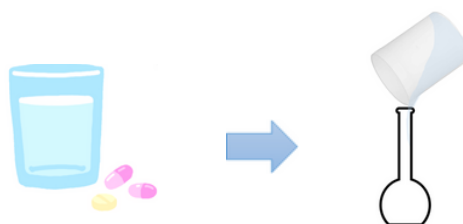


Dionex™ ICS-6000



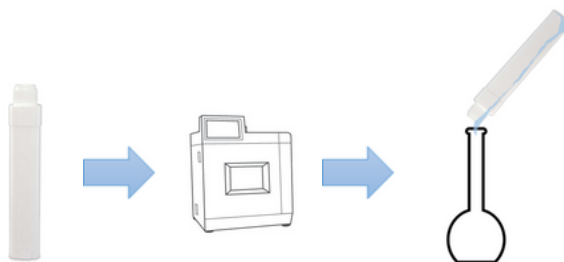
5-5 Pharmaceutical

a. อ้างอิงวิธีตาม Thermo Scientific AN 44385 เป็นวิธีการเตรียมตัวอย่างยาแก้ไอชนิดเม็ดฟู



- ชั่งตัวอย่าง 1 g ละลายด้วยน้ำ Ultrapure เล็กน้อยเพื่อไล่แก๊สคาร์บอนไดออกไซด์
- เติมกรด HCl 2.5 mL และปรับปริมาตรด้วยน้ำ Ultrapure จนได้ปริมาตร 50 mL

b. การเตรียมตัวอย่างยาที่ไม่ละลายน้ำ ด้วยเทคนิค Microwave digestion
วิธีที่ 1 : อ้างอิงวิธีตาม Thermo Scientific AN 43325



- ชั่งตัวอย่าง 0.5 g ลงใน Vessel
- เติม HNO_3 3 mL
- นำเข้าเครื่อง Microwave ที่อุณหภูมิ 200°C เป็นเวลา 15 นาที
- ตั้งทิ้งไว้ให้เย็น ถ่ายใส่ขวดวัดปริมาตรขนาด 50 mL และปรับปริมาตรด้วยน้ำ Ultrapure

วิธีที่ 2

- ชั่งตัวอย่างยาที่ผ่านการบดแล้ว 0.05 - 0.1 g ลงในหลอด Vessel
- เติมกรด HNO_3 6 mL, H_2O_2 3 mL และ HCl 1 mL
- สำหรับตัวอย่างยาที่บดแล้วแต่มีผิวของตัวเคลือบเหลืออยู่ให้ใช้กรด aqua regia ในการย่อย โดยเติม HCl 6 mL และ HNO_3 2 mL
- ตั้งสารละลายทิ้งไว้ 10 นาที จากนั้นนำเข้าเครื่อง Microwave ตั้งโปรแกรม อุณหภูมิและเวลาในการย่อย ซึ่งขึ้นกับแต่ละยี่ห้อ
- ตั้งสารละลายทิ้งไว้ให้เย็น และถ่ายใส่ขวดวัดปริมาตรขนาด 50 mL ปรับปริมาตรด้วยน้ำ Ultrapure



www.scispec.co.th

crm@scispec.co.th



/scispec



@scispec