



TRACE ELEMENT

iCE3000 series Atomic Absorption Spectrometer

ANALYSIS



INDEX

• เทคนิค Atomic Absorption Spectrometer (AAs)	1
• iCE3300 Flame	1
• iCE3400 Graphite Furnace (GFAAs)	1
• iCE3500 Dual	2
• Vapor Generation	2
• การทดสอบหา Cd ในอาหารทะเลด้วยเทคนิค GFAAs	3
• การทดสอบหา Hg ในอาหารทะเลด้วยเทคนิค Hydride Generation	6



อะตอมมิกแอบซอร์พชันสเปกโตรมิเตอร์ (AAs) คือเครื่องมือวิเคราะห์ธาตุเชิงคุณภาพและเชิงปริมาณ โดยอาศัยการดูดกลืนแสงของอะตอมอิสระของธาตุเมื่อถูกกระตุ้นด้วยพลังงานความร้อนจากเปลวไฟ (Flame) หรือกระแสไฟฟ้า (Graphite Furnace) เทคนิคนี้ได้รับความนิยมอย่างมาก เนื่องจากสามารถใช้วิเคราะห์หาปริมาณโลหะได้มากถึง 70 ธาตุ มีความถูกต้อง แม่นยำ จำเพาะเจาะจง และมีความไวสูง (sensitivity)

iCE3300 Flame AAs

- ใช้ระบบทางเดินแสงคู่ (Stockdale Double Beam) ที่ให้ความเข้มแสงเช่นเดียวกับทางเดินแสงเดี่ยว
- สามารถเลือกใส่หลอดกำเนิดแสงได้สูงสุดถึง 6 หลอด ทำให้สะดวกในการทำงาน
- หัว burner ขนาด 5 cm สามารถใช้ได้กับทั้งเปลวไฟ Air-Acetylene และ Nitrous-Acetylene ได้โดยไม่ต้องเปลี่ยนหัว burner ทำให้สะดวกต่อการวิเคราะห์
- ระบบล๊อคประตูหน้า ป้องกันอันตรายจากไฟบน Burner รวมถึงระบบ Interlock ที่ดับไฟอย่างทันที

iCE3400 Graphite Furnace

- Monochromator เป็นชนิด Echelle ประกอบด้วย Grating และ Prism ซึ่งทำหน้าที่ในการแยกแสงให้ได้ Resolution ที่ดี
- หลอดกราฟไฟท์ชนิด Extended Lifetime Cuvettes ถูกออกแบบให้มีอายุการใช้งานได้ยาวนานขึ้น



ICE3500 DUAL

- มีระบบการตัดสัญญาณรบกวนทั้งแบบ Deuterium Background Correction และ Zeeman Background Correction
- เปลี่ยนระบบการวิเคราะห์จากเทคนิค Flame atomizer เป็น Graphite atomizer ได้โดยอัตโนมัติจากโปรแกรม โดยไม่ต้องปรับเปลี่ยนอุปกรณ์ของตัวเครื่อง
- มีระบบ Mass Flow Controller ในการควบคุมแก๊ส เพื่อความเสถียรและบำรุงรักษาอย่างยั่งยืน



ACCESSORIES

Vapor Generation สำหรับการวิเคราะห์ Ge, As, Se, Sn, Sb, Te, Hg, Pb, และ Bi

VP100 Continuous Flow Vapor Generation



EC100 ELECTRICALLY HEATED

การวิเคราะห์ปริมาณแคดเมียมในเนื้อปู โดยเทคนิค GFAAs

วัตถุประสงค์

เพื่อทำการทดสอบหาปริมาณธาตุแคดเมียม (Cd) ในเนื้อปูด้วยเทคนิค Graphite Furnace AAs โดยผ่านขั้นตอนการเตรียมตัวอย่างด้วยเทคนิค Microwave digestion

บทนำ

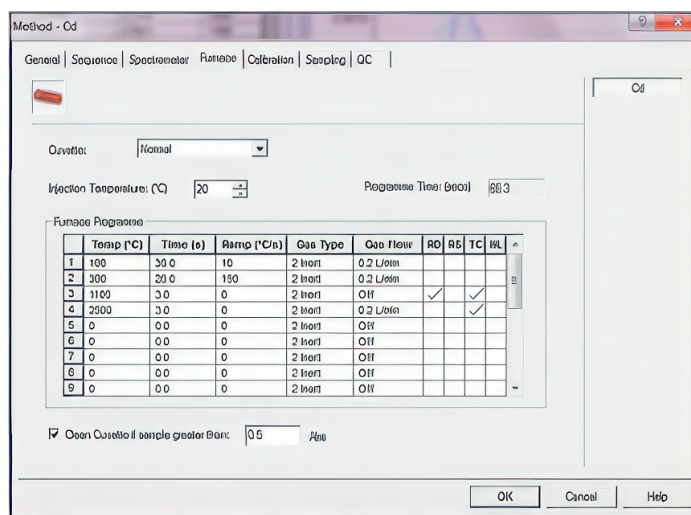
แคดเมียม (Cd) คือโลหะหนักที่พบได้ในธรรมชาติ และสิ่งแวดล้อมและถูกนำมาใช้ประโยชน์ในกระบวนการอุตสาหกรรมอย่างแพร่หลาย แคดเมียมสามารถพบได้ในฝุ่นละออง กากหรือขยะของเสีย รวมถึงผลิตภัณฑ์ปูทางการแพทย์ ความเป็นพิษของแคดเมียมจะส่งผลกระทบต่อไตของมนุษย์และสามารถทำลายกระดูกได้ หน่วยงานความปลอดภัยด้านอาหารแห่งสหภาพยุโรป (EFSA) ซึ่งเป็นหน่วยงานประเมินความปลอดภัยของการปนเปื้อนในอาหาร ได้กำหนดค่าการปนเปื้อนของโลหะแคดเมียมที่ยอมให้เข้าสู่ร่างกายมนุษย์ได้ภายใน 1 สัปดาห์ ไม่เกิน 2.5 ไมโครกรัมต่อกิโลกรัมของน้ำหนักตัว การสำรวจตัวอย่างเนื้อปูจำนวน 399 ตัวอย่างในเดือนกันยายน ปี 2013 โดยหน่วยงาน United Kingdom Food Standard Agency (FSA) พบว่ามีปริมาณแคดเมียมอย่างมีนัยสำคัญ

เทคนิค GFAAs เป็นเทคนิคที่ได้รับความนิยมในการทดสอบโลหะปนเปื้อนปริมาณน้อยที่มีประสิทธิภาพ เนื่องจากให้สัญญาณความไวที่ดี และเหมาะกับตัวอย่างหลากหลายชนิด ในงานนี้ได้ทำการทดสอบหาปริมาณแคดเมียม (Cd) ในตัวอย่างเนื้อปูด้วยเครื่อง ICE3500 ผลิตภัณฑ์ของ Thermo Scientific ประเทศสหรัฐอเมริกา โดยขั้นตอน Ash/Atomize สามารถหาอุณหภูมิได้โดยอัตโนมัติจากโปรแกรม SOLAAR ในส่วนการตัดสัญญาณรบกวน (Background Correction) จะใช้เทคนิคการทำงานร่วมกันของ Deuterium และ Zeman เพื่อติดตามสัญญาณรบกวนในขั้นตอน Dying และ Ashing สำหรับพารามิเตอร์และอุณหภูมิของ Graphite Furnace แสดงดังตารางที่ 1 และภาพที่ 1



ผลการทดสอบ

Parameter	Value
Wavelength	228.8 nm
Band pass	0.5 mm
Background Correction	Combined BGC
Lamp Current	50%
Signal Measurement	Peak Height
Measurement Time	3 S
Replicated	3
Inject/working volume	20 μ L



ตารางที่ 1 แสดงพารามิเตอร์ของเครื่อง iCE3500 GFAAs

ภาพที่ 1 แสดงอุณหภูมิของ Furnace

การเตรียมตัวอย่าง

สารมาตรฐาน :

- Cd Working Standard 10 μ g/L ถูกเตรียมใน 2% HNO₃ (w/v)
- Calibration Blank คือ 2% HNO₃ (w/v)

ตัวอย่าง :

สุ่มตัวอย่างเนื้อปูจำนวน 3 ยี่ห้อ โดยชั่งตัวอย่าง 1.xxxx กรัม ลงในหลอดย่อย เติมกรด HNO₃ ปริมาตร 5 มิลลิลิตร และ น้ำบริสุทธิ์สูง (Ultra-pure) ปริมาตร 4 มิลลิลิตร ตามลำดับ จากนั้นนำเข้าเครื่องย่อย (Microwave digestion) เป็นเวลา 30 นาที โดยตั้งพารามิเตอร์ของเครื่องย่อยตามตารางที่ 2

Step	Time (min)	Temp. 1 (°C)	Temp. 2 (°C)	Pressure (bar)	Power (W)
1	15	200	110	45	1500
2	15	200	110	45	1500

ตารางที่ 2 พารามิเตอร์ของเครื่อง Microwave digestion



ผลการทดสอบ

ผลการทดสอบหาปริมาณแคดเมียมในเนื้อปูโดยเทียบกับกราฟมาตรฐาน R2 0.9995 ให้ผลแสดงดังตารางที่ 3 จากการทดสอบความถูกต้องของวิธี พบว่าให้เปอร์เซ็นต์การกลับคืน (%Recovery) อยู่ในช่วง 90-110% ซึ่งแสดงให้เห็นถึงวิธีการทดสอบน่าเชื่อถือ และเหมาะสม

Sample	Measured Conc. Sample (mg/kg)	Expected Conc. spike (mg/kg)	Measured Conc. spike (mg/kg)	Spike Recovery (%)
Tinned Crab	0.0005	0.50	0.4663	93.2
Dressed Crab	0.9641	1.46	1.4595	100.0
Crab pate	0.6143	1.06	1.0919	103.3

ตารางที่ 3 ผลการทดสอบและค่า % Recovery

เอกสารอ้างอิง :

<https://assets.thermofisher.com/TFS-Assets/CMD/Application-Notes/AN-43188-HR-AN43188-Cadium-Crab-Meat.pdf>



การวิเคราะห์ปริมาณปรอทในระดับต่ำ ด้วยเทคนิค Vapor Generation AAs

วัตถุประสงค์

เพื่อทำการทดสอบหาปริมาณธาตุปรอท (Hg) ในตัวอย่างปลาสดด้วยเทคนิค Vapor generation AAs

บทนำ

ปรอท (Hg) คือโลหะเป็นพิษที่พบได้ในธรรมชาติ ปรอทแบ่งได้ทั้งหมด 3 รูปแบบ คือ ปรอทบริสุทธิ์ ปรอทอินทรีย์ และปรอทอินทรีย์ ปรอทในรูปของอินทรีย์ไม่มีความอันตราย แต่หากถูกย่อยด้วยแบคทีเรียได้เป็น Methyl mercury จะส่งผลให้มีความเป็นพิษ ซึ่งสามารถพบได้ในปลากับหอยบางชนิด ส่วนปรอทบริสุทธิ์สามารถเข้าสู่ร่างกายของมนุษย์ได้โดยการหายใจ เช่น ผู้ที่ทำงานในเหมือง ถ่านหิน หรือโรงงานผลิตถ่านที่มีส่วนผสมของปรอท

ความเป็นพิษของปรอท ส่งผลต่อพัฒนาการของทารกได้ โดยเฉพาะ Methyl mercury ที่พิษต่อทารกในครรภ์มากเป็นพิเศษ นอกจากนี้ความเป็นพิษของปรอทยังส่งผลต่ออาการทางสมองและระบบประสาท ทำให้ปวดศีรษะ ง่วงนอน ตาพร่า และประสาทสัมผัสในการรับรู้ด้อยลง จนถึงทำให้อวัยวะล้มเหลวและเสียชีวิตได้ โดยระดับปรอทที่ปนเปื้อนในปลา แสดงดังตารางที่ 1

Organisation	Limit	Fish Type	Mercury Level	
			Total (mg/kg)	Organic (mg/kg)
EU Commission	Maximum Level ¹	Non-carnivorous fish & crustaceans ^a		0.5
		Carnivorous fish ^a		1
Codex Alimentarius	Guideline Level ²	Non-carnivorous fish & crustaceans ^a		0.5
		Carnivorous fish ^a		1
US FDA	Maximum Level ³	Fish, shellfish, crustaceans & other aquatic animals		1
China	Maximum Level ⁴	Fish (excluding carnivorous fish) & other aquatic products		0.5
		Carnivorous fish (e.g., shark, tuna, etc.)		1
Japan	Maximum Level ⁵	All fish, shellfish & aquatic products	0.4	0.3
Australia	Maximum Level ⁶	Crustaceans, molluscs & non-carnivorous fish	0.5	
		Carnivorous fish & fish samples with low sample numbers	1	
Canada	Maximum Level ⁷	Edible portion of all retail fish with six exceptions ^a	0.5	
		Edible portion of six carnivorous fish ^a	1	

ตารางที่ 1 แสดงเกณฑ์การยอมรับของระดับปรอทปนเปื้อนในประเทศต่างๆ



เครื่องมือการทดสอบ

Vapor generation คือเทคนิคสำหรับทดสอบหาปริมาณปรอท (Hg) ปริมาณต่ำ ด้วยระบบ Continuous flow ที่มีการไหลของรีเอเจนต์อย่างต่อเนื่อง ทำให้ผลที่ได้มีความเที่ยงตรง ลดการเกิด memory effect และสามารถวิเคราะห์ตัวอย่างได้ปริมาณมากขึ้น ในงานนี้เครื่อง VP100 Vapor generation ถูกนำมาใช้ร่วมกับ iCE3000 series AAs Thermo Scientific เพื่อทดสอบหาปรอท (Hg) ในตัวอย่างปลา โดยพารามิเตอร์ของเครื่องแสดงดังตารางที่ 2 และ 3

Spectrometer Parameters	
Wavelength :	253.7 nm
Lamp Current :	75 %
Bandpass :	0.5 nm
Background :	D2 Quadline
Correction Resamples :	5
Measurement Time :	4.0s
VP100 Parameters	
Pump Speed :	40 rpm
Gas Flow :	200 ml/min
Acid Reagent :	50 % HCl
Reductant :	7.5 % stannous chloride in 10 % HCl
Measurement Delay :	70



ตารางที่ 2 พารามิเตอร์ของเครื่อง iCE3000 series และ VP100

Pump Speed (rpm)	Gas Flow (mL/min)	Reagents used per sample ¹			Signal Stabilization ²
		Acid (mL)	Reductant (mL)	Sample (mL)	(s)
40	200	1.40	3.20	15.00	70

ตารางที่ 3 พารามิเตอร์ของเครื่อง VP100

Reagent

- Reductant : 7.5% Stannous Chloride stabilized in 10% Hydrochloric acid
- Acid : 50% Hydrochloric acid
- Potassium Permanganate
- Hydroxylamine Chloride
- Nitric Acid



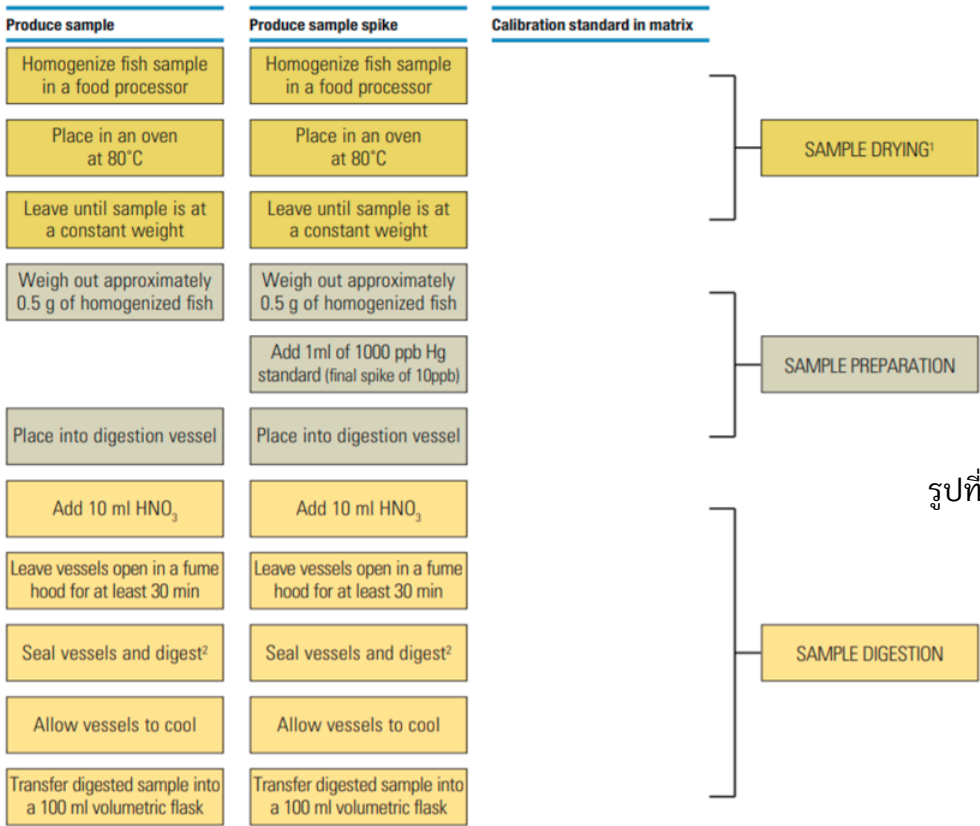
การเตรียมตัวอย่าง

สารมาตรฐานปรอท (Hg) : เตรียมในรูปแบบของ Matrix matched โดยเตรียมความเข้มข้น 1-100 ppb ดังตารางที่ 4

		Standard							
		Blank	1	2	3	4	5	6	7
Final Concentration Hg	ppb	0	1	2	5	10	20	50	100
Volume 1000 ppb Hg Stock Solution	mL	0	0.1	0.2	0.5	1	2	5	10
Volume Conc. HNO ₃	mL	10	10	10	10	10	10	10	10
Volume Potassium Permanganate Solution (6 %)	mL	60	60	60	60	60	60	60	60
Volume Hydroxylamine Chloride (20 %)	mL	15	15	15	15	15	15	15	15
Volume Deionized H ₂ O	mL	15	14.9	14.8	14.5	14	13	10	5
Total Volume	mL	100	100	100	100	100	100	100	100

ตารางที่ 4 แสดงปริมาณของปรอท และ Reagent ต่างๆ สำหรับการสร้างกราฟมาตรฐานความเข้มข้น 1-100 ppb

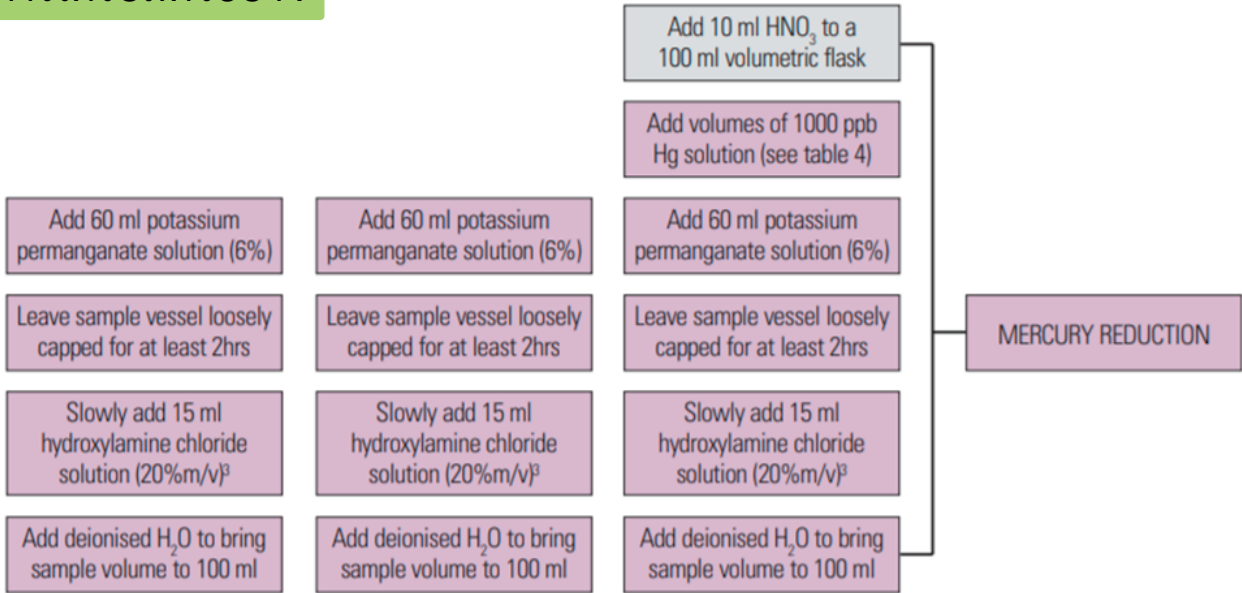
ขั้นตอนการเตรียมตัวอย่างแสดงดังรูปที่ 1 และ 2



รูปที่ 1 แสดงวิธีการเตรียมตัวอย่าง



การเตรียมตัวอย่าง



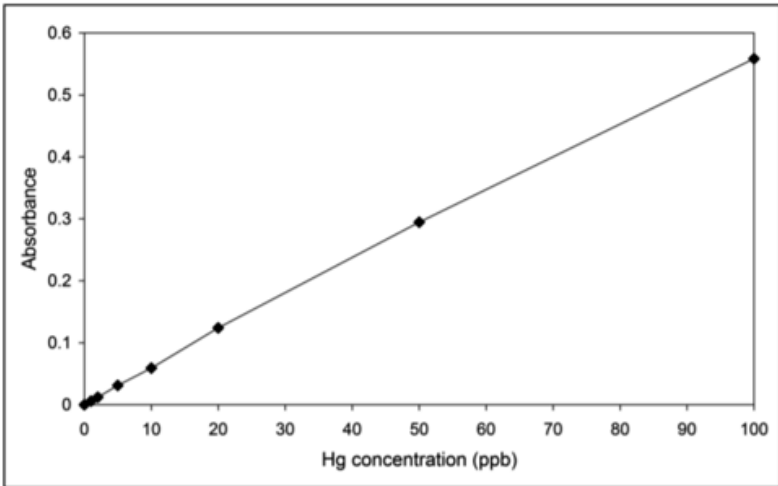
รูปที่ 2 แสดงวิธีการเตรียมตัวอย่าง

สำหรับสภาวะ (condition) ของเครื่อง Microwave แสดงดังตารางที่ 5

Power Max (W)	%	Ramp (min)	Max. Pressure (psi)	Max. Temp. (°C)	Hold (min)
800	100	30	180	190	15

ตารางที่ 5 แสดงอุณหภูมิและเวลาของเครื่อง Microwave digestion

ผลการทดสอบ



จากการทดสอบหาปริมาณปรอทในตัวอย่างปลา Sardine ปลา Salmon และ Reference Material (DORM-2) ด้วยเทคนิค AAS กราฟมาตรฐานแสดงดังรูปที่ 3 ซึ่งให้ค่าความเป็นเส้นตรงในช่วง 0-100 ppb หรือ 0-20 mg/kg (คำนวณเป็นความเข้มข้นของตัวอย่าง) ให้ค่า R2 0.9989 ค่าความเที่ยงในแต่ละความเข้มข้นของสารมาตรฐาน (%RSD) <2.5% และ Method detection limit (MDL) มีค่า 0.014 mg/kg (โดยเทียบกับน้ำหนักตัวอย่าง 0.5 g) สำหรับค่า Characteristic concentration และผลการทดสอบตัวอย่างทั้ง 3 ตัวอย่างแสดงดังตารางที่ 6-9



Pump Speed (rpm)	Gas Flow (mL/min)	Detection Limit		Characteristic Concentration	
		Solution (ppb)	Sample (mg/kg) ¹	Solution (ppb)	Sample (mg/kg) ¹
40	200	0.07	0.01	0.7	0.1

ตารางที่ 6 แสดงค่า Characteristic concentration

Sample	Expected Concentration (mg/kg)	Measured Concentration (mg/kg)	Percentage Recovery (%)	Sample	Expected Concentration (mg/kg)	Measured Concentration (mg/kg)	Percentage Recovery (%)
Sardine 1	2	1.93	97	Salmon 1	2	1.89	94.7
Sardine 2	2	2.08	104	Salmon 2	2	1.948	97.4
Sardine 3	2	1.91	95	Salmon 3	2	1.99	99

Sample	Expected Concentration (mg/kg)	Measured Concentration (mg/kg)	Percentage Recovery (%)
DORM-2 1	4.64 ± 0.26	4.59	99
DORM-2 2	4.64 ± 0.26	4.538	98
DORM-2 3	4.64 ± 0.26	4.57	98

ตารางที่ 7-9 แสดงผลการทดสอบในตัวอย่างปลา Sardine ปลา Salmon และ Reference Material (DORM-2)

Reference

- <http://tools.thermofisher.com/content/sfs/brochures/AN-40992-Accurate-Analysis-of-Low-Levels-of-Mercury-in-Fish-AA.pdf>
- United Nations Environmental Programme (2002) Global Mercury Assessment, <http://www.chem.unep.ch/MERCURY/Report/GMA-report-TOC.htm>

iCAP™ PRO Series

เครื่องมือสำหรับวิเคราะห์ธาตุได้หลายๆธาตุพร้อมกัน (Simultaneous) โดยอาศัยการวัดการคายแสงของธาตุเมื่อได้รับพลังงานความร้อนจากพลาสมา เหมาะกับงานวิเคราะห์ที่หลากหลายทั้งโลหะที่เป็นพิษ ในสิ่งแวดล้อม น้ำดื่ม อาหาร หรือในอุตสาหกรรมต่างๆ

- มีระบบความปลอดภัยที่ตรวจสอบการไหลทิ้งของสารละลายส่วนเกินจาก Spray Chamber
- คบพลาสมา (Torch) ถอดประกอบแยกชิ้นส่วนได้ และปรับตำแหน่งได้อัตโนมัติ (Torch Alignment)



- ระบบ Optic ถูกออกแบบให้มีขนาดเล็ก ทำให้วิเคราะห์ได้อย่างรวดเร็วและประหยัดแก๊ส
- สามารถวัดการคายแสงของธาตุได้ทั้งแบบ axial และ radial view
- ระบบแสงชนิด CID สามารถรับปริมาณแสงที่เปล่งจากธาตุได้มากขึ้น ครอบคลุมความยาวคลื่น 166 ถึง 847 นาโนเมตร

iCAP™ RQ Plus

ICP-MS เป็นเครื่องมือประสิทธิภาพสูงสำหรับวิเคราะห์หาปริมาณธาตุทั้งในเชิงปริมาณและเชิงคุณภาพ ที่มีความรวดเร็วและมีความเที่ยงตรงสูง สามารถวิเคราะห์ตัวอย่างได้ในระดับต่ำ (ppm ถึง ppt) โดยอาศัยการวิเคราะห์มวลต่อประจุ (m/z) ด้วยเครื่องวิเคราะห์มวลแบบ Single Quadrupole ในรุ่น iCAP RQ Plus และ Triple Quadrupole ในรุ่น iCAP TQ เทคนิค ICP-MS สามารถเชื่อมต่อกับเทคนิคอื่น ในลักษณะ Hyphenated Technique ได้ เช่น HPLC-ICPMS, GC-ICPMS, IC-ICPMS สำหรับงาน Speciation หรือ Laser ablation ICPMS, FFF-ICPMS

สอบถามรายละเอียดและติดตามกิจกรรมของทางบริษัทได้ที่



บริษัท ชายนี สเปค จำกัด
 เลขที่ 10 ซอยกาญจนาภิเษก 0010 แยกสอง
 แขวงบางแค เขตบางแค กรุงเทพฯ 10160
 TEL : (66) 2 454-8533



WWW.SCISPEC.CO.TH



/SCISPEC



CRM@SCISPEC.CO.TH



@SCISPEC

