



การวิเคราะห์ซิลิกอนในตัวอย่างคอนเดนเสท ด้วยเทคนิค ICP-MS

ผู้จัดทำ รพีพร สุคนธปฎิภาค

จุดประสงค์

- 1.วิเคราะห์ซิลิกอนในตัวอย่างคอนเดนเสท
- 2.เปรียบเทียบผลการวิเคราะห์ของตัวทำละลาย 2 ชนิด (PremiSolv และ p-Xylene) ที่ใช้ในการเตรียมตัวอย่าง

บทนำ

การวิเคราะห์ธาตุเป็นสิ่งสำคัญสำหรับสารปนเปื้อน/โลหะติดตามที่สามารถทำลายกระบวนการกลั่น และทำให้ตัวเร่งปฏิกิริยาในกระบวนการทางเคมีเสียหาย หรือหมดประสิทธิภาพ นอกจากนี้สารปนเปื้อน/โลหะติดตามเหล่านี้ ยังเป็นอันตรายต่อผลิตภัณฑ์ ที่มีการนำตัวทำละลายที่มีสารปนเปื้อน/โลหะติดตามไปใช้งาน อาจทำให้เกิดการสึกหรอของอุปกรณ์เครื่องจักรกล หรือ ถ้าปล่อยออกสู่สภาพแวดล้อม อาจที่ก่อให้เกิดผลกระทบที่เป็นอันตรายต่อระบบนิเวศ การวิเคราะห์สารปนเปื้อน/โลหะติดตามในตัวอย่าง หรือ ในตัวทำละลายที่มีการระเหยสูง จึงเป็นเรื่องยาก เนื่องจากความผันผวน และความดันไอของตัวอย่าง ส่งผลให้พลาสมาดับและการเสื่อมสภาพท่อปั๊ม ดังนั้นตัวอย่างที่ต้องการการวิเคราะห์ จึงต้องเจือจางในตัวทำละลายระเหยน้อย หรือการทำให้ Spray chamber มีอุณหภูมิต่ำ (2°C ถึง -10°C) และมีอัตราการไหลต่ำ (ประมาณ 10 - 40 ไมโครลิตรต่อนาที) เพื่อลดการความผันผวนและความดันไอของตัวอย่าง

การวิเคราะห์ซิลิกอนในตัวทำละลายอินทรีย์เป็นสิ่งสำคัญ แต่ระดับการติดตามอาจเป็นเรื่องยาก เนื่องจากการปนเปื้อนของซิลิกอนต่ำและการเกิดรบกวน เนื่องจากความผันผวน และความดันไอของตัวอย่าง

สารเคมี

1. CONOSTAN Standard S-21, 100 ppm
2. CONOSTAN Standard Co 5000 ppm เป็น ISTD
3. CONOSTAN PremiSolv
4. p-Xylene

5. Isopropyl alcohol

การเตรียมสารละลายตัวอย่าง

- เจือจางด้วย PremiSolv ใช้ตัวอย่างคอนเดนเสทที่นำมาวิเคราะห์ 1 ตัว

เตรียมเส้นกราฟมาตรฐานและทำ QC spike 3 ครั้ง

- #1. เจือจางตัวอย่าง Condensate residue #1 1:20
เจือจางตัวอย่าง Condensate residue #1 1:20 +
QC spike 200 ng/g
- #2. เจือจางตัวอย่าง Condensate residue #1 1:20
เจือจางตัวอย่าง Condensate residue #1 1:20 +
QC spike 200 ng/g
- #3. เจือจางตัวอย่าง Condensate residue #1 1:20
เจือจางตัวอย่าง Condensate residue #1 1:20 +
QC spike 200 ng/g

- เจือจางด้วย p-Xylene ใช้ตัวอย่างคอนเดนเสทชนิดเดียวกับที่เจือจางด้วย PremiSolv

เตรียม calibration และทำ QC spike 2 ครั้ง

- #1. เจือจางตัวอย่าง Condensate residue #1 1:20
เจือจางตัวอย่าง Condensate residue #1 1:20 +
QC spike 100 ng/g
- #2. เจือจางตัวอย่าง Condensate residue #1 1:20
เจือจางตัวอย่าง Condensate residue #1 1:20 +
QC spike 100 ng/g

การเตรียมสารมาตรฐาน และสารมาตรฐานภายใน (ISTD)

- 1.เตรียมสารมาตรฐาน CONOSTAN Standard S-21, 50-500 ng/g ในตัวทำละลาย PremiSolv
- 2.เตรียมสารมาตรฐาน CONOSTAN Standard S-21, 50-500 ng/g ในตัวทำละลาย p-Xylene
- 3.เตรียมสารมาตรฐานภายใน CONOSTAN Standard Co, 100 ng/g ในตัวทำละลาย PremiSolv
- 4.เตรียมสารมาตรฐานภายใน CONOSTAN Standard Co, 100 ng/g ในตัวทำละลาย p-Xylene

Sample cone	Platinum (Pt) Sample cone
Skimmer cone	Platinum (Pt) Skimmer Cone - Insert Version (Boron free)
Torch	Quartz torch organics
Centre Tube	1.0 mm ID Quartz
Nebulizer	Microflows PFA Nebulizer
Spray Chamber	Quartz cyclonic spray chamber
Sample Tube	Viton Tube 0.76 mm ID Black/Black
Internal STD Tube	Viton Tube 0.51 mm ID Orange/Yellow
Drain Tube	Viton Tube 1.14mm ID Red/Red

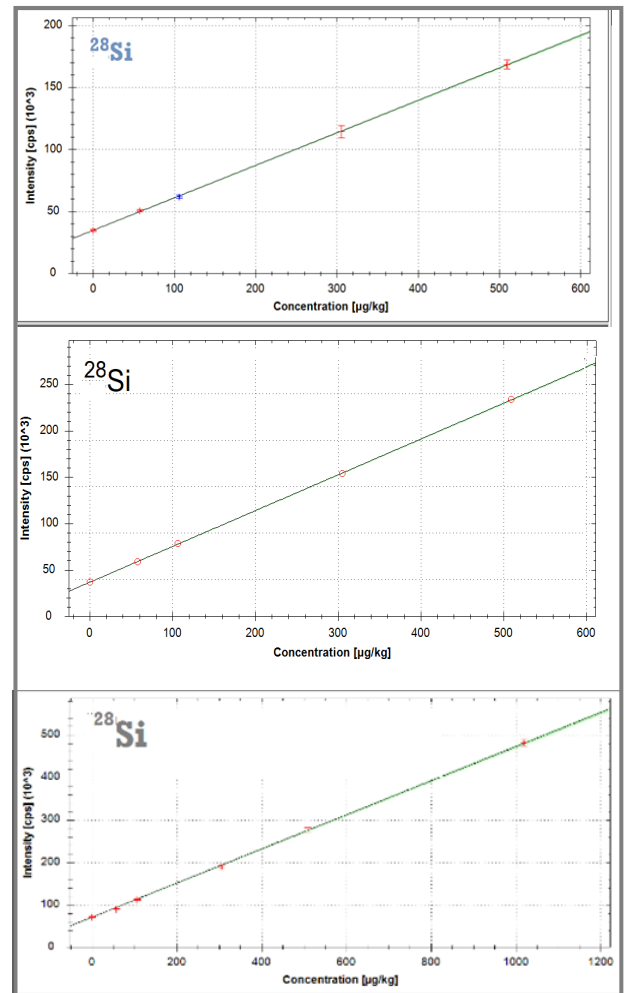
ตารางที่ 1 แสดงอุปกรณ์ที่ใช้ในการวิเคราะห์ของ iCAP-RQ

พารามิเตอร์	การตั้งค่า
Plasma RF Power	1550 w
Coolant Gas Flow	14 L/min
Auxiliary Gas Flow	0.8 L/min
Nebulizer Gas Flow	0.5 L/min
CCT1 (He) Flow	0 ml/min
CCT2 (H2) Flow	4.7 ml/min
Addition Gas Flow	25 % for Xylene 6 % for PremiSolv
Dwell time	0.05 sec.
Sample Depth	8.2 mm
Spray Chamber Temp.	18 °c for Xylene 5 °c for PremiSolv

ตารางที่ 2 แสดงการตั้งค่าพารามิเตอร์ในการวิเคราะห์

#	BEC (ng/g)	Sample	Sample + QC spike (200 ng/g)	% RSD	% R
ครั้งที่ 1	170.297	21.617	199.627	1.9	89.01
ครั้งที่ 2	178.699	22.456	208.551	2.4	93.05
ครั้งที่ 3	175.056	25.043	204.642	2.3	89.50

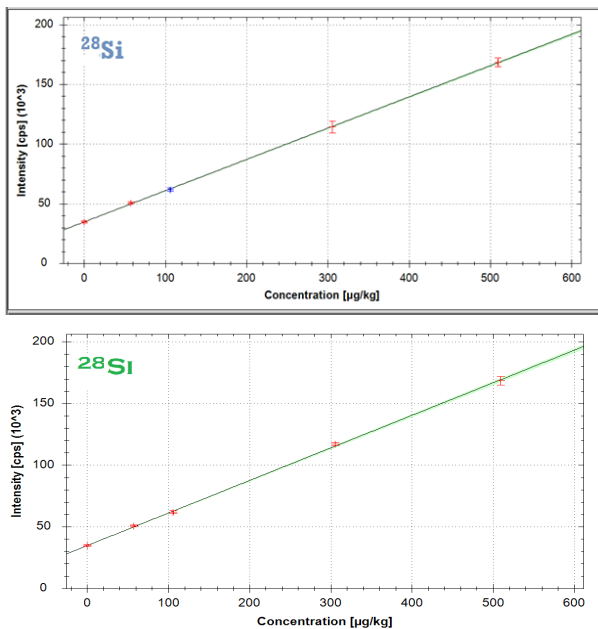
ตารางที่ 3 แสดงผลการวิเคราะห์ของตัวอย่างคอนเดนเสทที่เตรียมด้วย PremiSolv



รูปที่ 1 เส้นกราฟมาตรฐานของตัวอย่างคอนเดนเสทที่เตรียมด้วย PremiSolv

	BEC (ng/g)	Sample	Sample + QC spike (100 ng/g)	% RSD	% R
ครั้งที่ 1	108.343	27.8808	139.404	5.7	111.5
ครั้งที่ 2	102.217	28.7956	138.409	4.2	109.6

ตารางที่ 4 แสดงผลการวิเคราะห์ของตัวอย่างคอนเดนเสท
ที่เตรียมด้วย p-Xylene



รูปที่ 2 เส้นกราฟมาตรฐานของตัวอย่างคอนเดนเสท
ที่เตรียมด้วย p-Xylene

สรุปผลการวิเคราะห์

จากการหาปริมาณโลหะติดตาม เช่นซิลิคอนในตัวอย่าง
คอนเดนเสทจากการทำ QC spike เพื่อหา % Recovery ซึ่งค่าที่
ได้อยู่ในเกณฑ์ 85 - 115 % และ จากการเตรียมตัวอย่างแบบ
สองซ้ำ และแบบสามซ้ำ เพื่อตรวจเช็คค่าที่วัดได้ พบว่าค่าที่ได้มี
ความใกล้เคียงกันโดยอยู่ในเกณฑ์ที่ยอมรับได้ นอกจากนี้จากการ
เปรียบเทียบตัวอย่างละลายระหว่าง PremiSolv และ p-Xylene

พบว่าในการเตรียมตัวอย่างด้วย p-Xylene จะให้ค่า BEC ต่ำกว่า
การเตรียมตัวอย่างด้วย PremiSolv ประมาณ 70 ng/g ซึ่งจากค่า
ของ BEC นี้ ทำให้เราสามารถเลือกตัวทำละลายที่มีผลกระทบต่อ
ความปลอดภัยต่อสุขภาพของเราได้ เนื่องจากค่า Method Detec-
tion Limits (MDL) ของตัวทำละลายทั้ง 2 ชนิดที่ใช้ในการเตรียม
ตัวอย่างคอนเดนเสทอยู่ในระดับ ng/g ทั้ง 2 ชนิดซึ่งแสดงให้เห็น
ถึงประสิทธิภาพ ของเครื่อง iCAP RO ICP-MS และวิธีการเตรียม
ตัวอย่างที่เหมาะสม นอกจากนี้วิธีดังกล่าวยังสามารถพัฒนาเพื่อ
ประยุกต์ใช้ในการตรวจวิเคราะห์ตัวอย่างอื่นๆในอนาคตได้อีกด้วย

เอกสารอ้างอิง

- 1.Peters, K. E., and Moldowan, J. M., The Biomarker Guide, Prentice- Hall, Englewood Cliffs, New Jersey, 1993, p. 363.
- 2.Filby, R.H., and Olsen, S. D., J. Radioanal. Nucl. Chem., 1994, 180, 285
- 3.Kucha, H., Slupczynski, K., and Prochaska, W., Nature, 1993, 363, 680.
- 4.Visser, R.G., Results of Method Evaluating Interlaboratory Study Pb and Hg in Naphtha, Report No. ISS97N01, Institute for Inter- laboratory Studies, Dordrecht, The Netherlands, 1997

ติดตามแอปพลิเคชันอื่น ๆ ได้ที่ <https://www.scispec.co.th>



บริษัท ชายน์ สเปค จำกัด
10 กาญจนภิเษก ซอย 0010 แยกสอง
เขตบางแค กทม. 10160
โทร 02-454-8533



/scispec



@scispec

ThermoFisher
SCIENTIFIC