

การหาปริมาณพลวง ในโลหะผสมตะกั่ว-พลวง โดยเทคนิค ICP-OES

ผู้จัดทำ: รพีพร สุคนธปริญญา

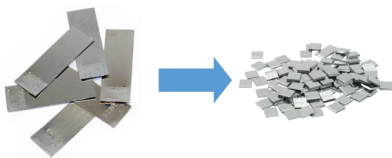
บทนำ

โลหะผสมตะกั่ว-พลวงจะมีคุณสมบัติทางกายภาพขึ้นอยู่กับองค์ประกอบทางเคมีเป็นหลัก ในกรณีนี้คือปริมาณของพลวงที่มีอยู่ คุณสมบัติทางกายภาพนี้จะเป็นตัวกำหนดประสิทธิภาพของโลหะผสมที่นำไปใช้งาน คุณสมบัติของพลวง คือการยับยั้งการกัดกร่อน เปลี่ยนความหนาแน่น และเพิ่มความแข็งให้โลหะผสม นั่นคือการเพิ่มความแข็งให้ตะกั่วเพื่อใช้ทำตัวพิมพ์ต่างๆ นอกจากนี้ยังช่วยให้โลหะผสมนั้นมีคุณสมบัติหดตัวน้อยลงขณะที่แข็งตัว

ตัวอย่างการนำโลหะผสมตะกั่ว-พลวงไปใช้งาน เช่นในอุตสาหกรรมการผลิตแบตเตอรี่รถยนต์ และแหล่งจ่ายไฟฉุกเฉิน

การทดสอบเชิงวิเคราะห์

การวัดปริมาณของพลวงรวมถึงค่าความถูกต้องและความแม่นยำที่มีอยู่ในโลหะผสมตะกั่ว-พลวง โดยใช้เทคนิค ICP-OES สำหรับมาตรฐานภายใน (Internal standard, ISTD) แนะนำแคดเมียมเป็นมาตรฐานภายใน ในกรณีที่โลหะผสมนั้นไม่มีแคดเมียมรวมอยู่ด้วย เนื่องจากแคดเมียม มีความยาวคลื่นและค่าพลังงานไอออนในเซชันใกล้เคียงกับพลวง แต่ถ้าโลหะผสมนั้นมีแคดเมียมรวมอยู่ด้วย แนะนำเลือกอิตเทรียม (Y) เป็นมาตรฐานภายใน



การเตรียมตัวอย่าง

1. ตัดชิ้นงานให้มีขนาดเล็ก พร้อมสู่การย่อยตัวอย่าง
2. ผสมกรดระหว่าง HNO_3 : H_2O : Tartaric acid (100 มล. : 100 มล. : 8 กรัม)
3. ชั่งตัวอย่างที่ตัดแล้ว ประมาณ 0.1 กรัม ใส่ในขวดวัดปริมาตรขนาด 100 มล. แล้วเติมกรดผสมลงไป 5 มล.
4. นำไปให้ความร้อนที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส จนกระทั่งตัวอย่างละลายหมด และรอให้หมดควันสีน้ำตาล

5. ตั้งทิ้งไว้ที่อุณหภูมิห้อง 30 นาที ทำการปรับปริมาตรเป็น 100 มล. ด้วยน้ำกลั่น

การเตรียมสารละลายมาตรฐาน

1. ชั่ง Antimony metal (Sigma-Aldrich) 1.1 กรัม ใส่ในขวดวัดปริมาตรขนาด 100ml
2. ชั่ง tartaric acid 2.5 กรัม ใส่ลงในขวดเดียวกัน
3. เติมกรด HNO_3 เข้มข้น จำนวน 25 มล.
4. เติมกรด HCl เข้มข้น จำนวน 5 มล. (ค่อยๆเติมอย่างช้าๆ)
5. นำไปวางในบีกเกอร์ ที่ควบคุมอุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส จนกระทั่ง Antimony metal และ tartaric acid ละลายหมด
6. ตั้งทิ้งไว้ที่อุณหภูมิห้อง 30 นาที ทำการปรับปริมาตรเป็น 100 มล. ด้วยน้ำกลั่น จะได้ stock solution ของสารละลายมาตรฐานพลวง
7. เตรียมสารละลายมาตรฐาน 0.0 – 0.005 % ในน้ำกลั่น สำหรับสร้างเส้นกราฟมาตรฐาน
8. เตรียมสารละลายมาตรฐานภายใน (Internal standard) Cd 0.0005% ในกรณีที่ตัวอย่างไม่มีแคดเมียม หรือเตรียมสารละลายมาตรฐานภายใน (Internal standard) Y 0.0005% ในกรณีที่ตัวอย่างมีแคดเมียม
10. นำไปวิเคราะห์ด้วยเครื่อง ICP-OES

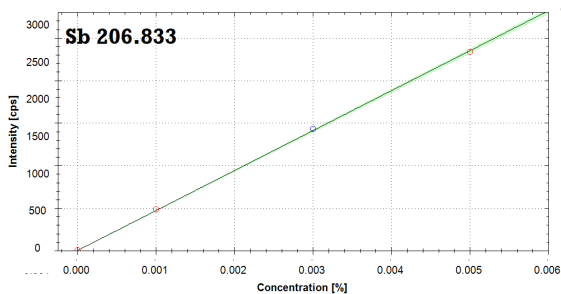


รูปที่ 1 เครื่อง iCAP 7000series ICP-OES

| Parameter | Value |
|-------------------------|---|
| RF power | 1250 W |
| Coolant gas flow rate | 15 L/min |
| Auxiliary gas flow rate | 0.8 L/min |
| Nebulizer gas flow rate | 0.4 L/min |
| Exposure time | 15 s |
| Pump speed | 40 rpm |
| Measurement mode | Radial |
| Nebulizer | Mira mist |
| Spray chamber | cyclonic with baffle |
| Centre Tube | 2 mm |
| Pump Tubing Tygon® | Sample tube; Orange/Yellow Internal STD tube; Orange/Blue Drain tube; White/White |

ตารางที่ 1 แสดงการตั้งค่าเครื่อง iCAP 7000 Series

ผลการวิเคราะห์



| Parameter | Value |
|----------------|---------------|
| b | 9,379,543.768 |
| a | 15.459 |
| R ² | 1.000 |
| BEC | 0.000 % |
| IDL(LOD) | N/A |

จากผลการทดสอบหาปริมาณของพลวงในตัวอย่าง CRM 85x0494Pb3 จำนวน 5 ตัว ด้วยเครื่อง iCAP 7000 series ICP-OES ผลการทดสอบของ CRM แสดงในตารางที่ 2 ซึ่งค่าที่ได้จากการวัดอยู่ในช่วง Certified และ ให้ % Recovery อยู่ในช่วง 95-105% ซึ่งอยู่ในเกณฑ์ดี

| S A M P L E | 85x0494Pb3 (%) | | % | % | %ISTD |
|----------------------------|-------------------|----------|----------|-----|-------|
| | CRM | Measured | Recovery | RSD | Y |
| No.1 | 3.10 ± 0.03 | 3.067 | 98.94 | 0.8 | 105.0 |
| No.2 | | 3.096 | 99.87 | 1.3 | 92.7 |
| No.3 | | 3.085 | 99.57 | 0.6 | 93.8 |
| No.4 | | 3.108 | 100.26 | 1.1 | 97.4 |
| No.5 | | 3.101 | 100.03 | 0.9 | 102.3 |

ตารางที่ 2 : แสดงผลการวิเคราะห์ค่า CRM

สรุปผลการทดสอบ

จากผลการทดสอบแสดงให้เห็นว่าการวิเคราะห์พลวง ใน โลหะผสม ตะกั่ว-พลวง ที่ผ่านการเตรียมตัวอย่างแบบการย่อย ด้วยกรด และทำการเตรียมตัวอย่างแบบสามซ้ำ เมื่อนำมาทดสอบ ด้วยเครื่อง iCAP 7000 series (ICP-OES) นั้นมีความถูกต้อง แม่นยำสูงและรวดเร็ว อีกทั้งวิธีดังกล่าวยังสามารถนำมาประยุกต์ ใช้ในการตรวจสอบวิเคราะห์ตัวอย่างชนิดอื่นๆได้อีกด้วย

เอกสารอ้างอิง

1. JAAS, The determination of antimony in lead-antimony alloys using ICP-OES and internal standardization
2. D. A. Skoog, F. J. Holler and T. A. Nieman, in Principles of Instrumental Analysis, Saunders College Publishing, USA, 5th edn.,1998, p. 13.

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



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



/scispec



@scispec

ThermoFisher
SCIENTIFIC