การหาปริมาณโลหะติดตาม ใน Naphtha ด้วยเทคนิค Inductively Coupled Plasma-Mass Spectrometry (ICP-MS)

ผู้จัดทำ : รพีพร สุคนธปฏิภาค , กานติมา สิทธิ์เหล่าถาวร

แนฟทา (Naphtha) เป็นผลิตภัณฑ์ที่ได้จากการกลั่นน้ำมันดิบ เป็นน้ำมันส่วนเบา อยู่ระหว่าง Gasoline และ kerosene ระเหยได้ง่าย มีสารประกอบไฮโดรคาร์บอน C5 -C12 ซึ่งนิยมใช้ในอุตสาหกรรมปิโตรเลียม และอุตสาหกรรมปิโตรเคมี เพื่อผลิตผลิตภัณฑ์เคมีประเภทต่างๆ เช่น เอทิลีนโพรพิลีน และพารา-ไซลีน

การตรวจสอบปริมาณโลหะติดตาม (trace elements) ในแนฟทามีความสำคัญหลายประการ

- ในการผลิตน้ำมันเชื้อเพลิงการมีโลหะ เช่น แคลเซียม แมกนีเซียม โซเดียม และโพแทสเซียม สามารถก่อตัวเป็นคราบแข็ง ทำให้ส่วนประกอบของเครื่องยนต์สึกหรอมากเกินไป
- ตะกั่ว ฟอสฟอรัส นิกเกิล หรือซิลิคอน จะส่งผลกระทบต่อตัวเร่งปฏิกิริยา ซึ่งโลหะเหล่านี้จะเข้าไปควบคุมปฏิกิริยาในกระบวนการแตกตัวของโมเลกุล ทำให้ตัวเร่งปฏิกิริยาเกิดความเสียหายได้
- วาเนเดียม ทำให้เกิดปัญหาการกัดกร่อน
- นอกจากนี้ ในระหว่างกระบวนการกลั่น จะต้องมีการตรวจสอบอย่างเข้มงวด เพื่อลดการปล่อยโลหะที่เป็นพิษ เช่น ตะกั่ว ปรอท และสารหนู ซึ่งจะส่งผลกระทบต่อสิ่งแวดล้อม

อย่างไรก็ตามเนื่องจากแนฟทา (Naphtha) เป็นตัวทำละลายอินทรีย์ที่ระเหยได้ ดังนั้นในการวิเคราะห์จึงต้องให้ความสนใจเป็นพิเศษทั้งในด้านความเสถียรภาพของพลาสมา การลอยตัวของสัญญาณ การฟอร์มตัวของ Polyatomic ที่มีต้นการเนิดจากคาร์บอน และการอุดตันหรือการสะสมของคาร์บอนบน sample cone และ skimmer cone

iCAP RQ ICP-MS เป็นเครื่องมือวิเคราะห์ธาตุที่มีความไวในการวิเคราะห์สูง สามารถวิเคราะห์ธาตุได้ถึงขีดจำกัดการตรวจวัดที่ระดับความเข้มข้นต่ำ และสามารถวิเคราะห์ธาตุได้พร้อมกันหลายตัวในเวลาเดียวกัน ในปัจจุบันเครื่อง ICP-MS ได้รับการออกแบบให้มีอุปกรณ์ต่างๆ เหมาะสมและรองรับการวิเคราะห์ตัวอย่างประเภท Organic based matrix ได้โดยตรง จึงประหยัดเวลาในการเตรียมตัวอย่างและลดโอกาสการปนเปื้อนของตัวอย่างในขั้นตอนการเตรียม ธาตุคาร์บอนที่เป็นองค์ประกอบหลักในตัวอย่าง ซึ่งเป็น precursor ในการเกิด polyatomic interferences ซึ่งเครื่อง iCAP RQ ICP-MS จะใช้เทคนิค Collision/Reaction Cell โดยการใช้แก๊สฮีเลียม ไฮโดรเจน และออกซิเจน ในการกำจัดตัวรบกวนต่างๆ เพื่อป้องกันสัญญาณ background ที่สูงในการวิเคราะห์ และทำให้ผลการวิเคราะห์ถูกต้องแม่นยำมากขึ้น

ตารางที่ 1 แสดงการตั้งค่า iCAP RQ ICP-MS

Parameter	Setting
Sample cone	Pt Sample cone
Skimmer cone	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 tubing	Silicon tube - ID 0.508 mm (orange/yellow)
Drain tubing	Santoprene™ ID 1.295 mm. (gray/gray)

ตารางที่ 2 แสดง Method Parameter

Parameter	Setting
Plasma RF power	1550 w
Coolant Gas Flow	14 L/min
Auxiliary Gas Flow	0.8 L/min
Nebulizer Gas Flow	0.528 L/min
CCT1 (He) Flow	3.9 ml/min
CCT2 (H2) Flow	4.2 ml/min
Addition Gas Flow	25 % for Xylene 6 % for Premisolv
Sample Depth	8 mm
Spray Chamber Temp.	18 ° c for Xylene 5 °c for Premisolv

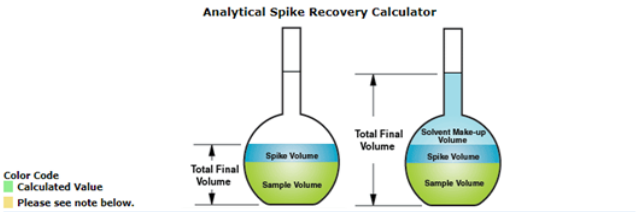
การเตรียมตัวอย่าง

dilute ตัวอย่าง 5 เท่า, 10 เท่า หรือ 20 เท่า (ขึ้นอยู่กับธาตุที่ต้องการวิเคราะห์) ด้วย Premisolv หรือ p-Xylene

ผลการทดสอบ

รูปที่ 1 แสดงการคำนวณ Analytical Spike Recovery

ใช้ความหนาแน่นของแต่ละตัว (standard, sample and solvent) มาคำนวณหาความเข้มข้น



Entered Values						Calculated Value
Sample Solution		Spike Solution		Final Solution		
Volume (mL)	Analyte Concentration (ug/L)	Volume (mL)	Analyte Concentration (ug/L)	Volume (mL)	Analyte Concentration (ug/L)	Percent Recovery of Spike (%)
6.3134	0.20	0.2864	90.14	6.5998	4.16	101.46

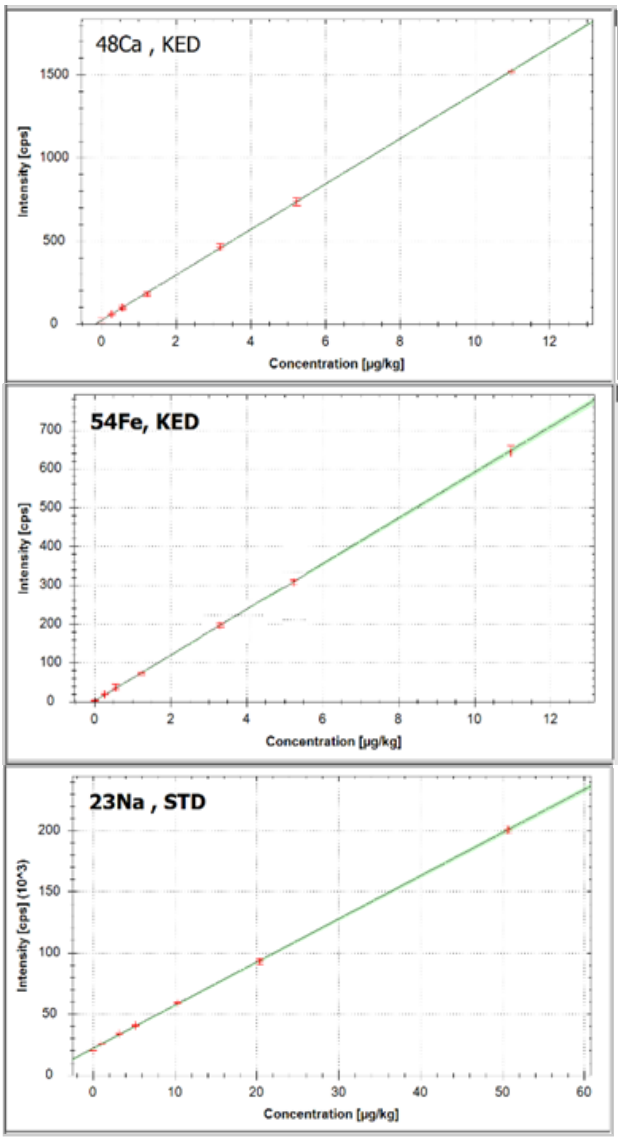
ตารางที่ 3 แสดง %Recovery ของ Light Naphtha

Analyte	Mass (m/z)	Conc. Spike (ng/ml)	% Recovery		
			Sample	Duplicate	Triplicate
As	75	1	91.97	100.91	99.64
Ca	48	1	82.85	80.97	91.34
Cu	63	1	91.81	93.07	89.40
Fe	54	1	104.92	110.85	104.34
Na	23	5	109.20	107.94	115.71
Ni	60	1	94.38	89.25	87.63
Pb	208	1	95.65	96.97	103.23
V	51	1	81.43	82.65	83.11

ตารางที่ 4 แสดง Method detection limit ใน blank solution

Analyte	Mode	Mass (m/z)	MDL (ng/ml)
As	KED	75	0.0983
Ca	KED	48	0.3581
Cu	KED	63	0.0504
Fe	KED	54	0.2602
Na	STD	23	3.8300
Ni	KED	60	0.0554
Pb	KED	208	0.2432
Si	KED	28	36.8112
V	KED	51	0.5469

รูปที่ 2 แสดงตัวอย่างของกราฟมาตรฐาน



สรุปผลการทดสอบ

การตรวจสอบปริมาณโลหะติดตาม เช่น As, Ca, Cu, Fe, Na, Ni, Pb, Si, and Vในตัวอย่าง naphtha จากการทำ QC spike เพื่อหา % Recovery ซึ่งค่าที่ได้อยู่ในเกณฑ์ 80 -120 % และ จากการเตรียมตัวอย่างแบบ triplicate เพื่อตรวจเช็คค่าที่วัดได้ซ้ำๆกัน ปรากฏว่า ค่าที่ได้มีความใกล้เคียงกันโดยอยู่ในเกณฑ์ที่ยอมรับได้ นอกจากนี้ค่า Method Detection Limits (MDL) ที่ได้อยู่ในระดับ ppb ซึ่งแสดงให้เห็นถึงประสิทธิภาพ ของเครื่อง iCAP RQ ICP-MS และวิธีการเตรียมตัวอย่างที่เหมาะสม นอกจากนี้วิธีดังกล่าวยังสามารถพัฒนาเพื่อประยุกต์ใช้ในการตรวจวิเคราะห์ตัวอย่างอื่นๆในอนาคตได้อีกด้วย

ติดตามแอพพลิเคชั่นอื่น ๆ ได้ที่ https://www.scispec.co.th

Sci Spec

บริษัท ซายน์ สเปค จำกัด
10 กาญจนาภิเษก ซอย 0010 แยกสอง
เขตบางแค กทม. 10160

/

@scis-

ThermoFisher SCIENTIFIC