# รายการอ้างอิง


1. ปรารถนา คิ้วสุวรรณ. การทำให้แผ่นยางธรรมชาติวัลคาไนซ์ด้วยรังสีมีความเสถียรโดยเติมสารป้องกันยางเสื่อม. วิทยานิพนธ์ปริญญามหาบัณฑิต ภาคนิวเคลียร์เทคโนโลยี คณะวิศวกรรมศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย, 2535.
2. ศูนย์วิจัยและฝึกอบรมด้านสิ่งแวดล้อม กรมส่งเสริมคุณภาพสิ่งแวดล้อม . คู่มือการใช้สารตัวทำละลายที่มีคลอรีนเป็นองค์ประกอบ (Chlorinated Solvent) อย่างเหมาะสมและถูกวิธี. กรุงเทพฯ : บริษัท อินทิเกรเต็ด โปรโมชัน เทคโนโลยี จำกัด, 2541.
3. สุณี พรรคประพันธ์. คู่มือการอบรมหลักสูตรเข้มข้นการวิเคราะห์โดยใช้ GC. 2-4 เมษายน 2540. กรุงเทพฯ : จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย, 2540.
4. สำนักงานมาตรฐานผลิตภัณฑ์อุตสาหกรรม. ไตรคลอโรเอทิลีนสำหรับใช้ในอุตสาหกรรม-วิธีทดสอบ. สำนักงานมาตรฐานผลิตภัณฑ์อุตสาหกรรม ,กรุงเทพฯ : สำนักงานมาตรฐานผลิตภัณฑ์อุตสาหกรรม, 2544.
5. Carl Peter Tonseth and Jo Dohl. Guidelines for Validation of Analytical Methods. Edition 1. New York : Nycomed Imaging ,1993.
6. Japan International Cooperation Agency (JICA). Proceedings of Seminar and Training on Groundwater Contanimated by Hazardous Subtances.Bangkok: 1996.
7. Marshall Sittig. World -Wide Limits for Toxic and Hazardous Chemicals in Air, Water and Soil. New York : 1984.
8. New Energy and Industrial Technology Development Organization (NEDO), Environmental Research and Training Center (ERTC). Utilization and Management Situation of Volatile Organic Compounds in Thailand. Bangkok : 1998.
9. P. Gehringer, H. Eschweller, W. Szinovatz, H. Fiedler, R. Steiner and G. Sonneck. Radiation-Induced OH Radical Generation and its use for groundwater Remediation. Radiat. Phys. Chem. 42 (1993): 711-714.
10. P. Gehringer, H. Eschweller and H. Fiedler. Ozone-Electron Beam Treatment for Groundwater Remediation. Radiat. Phys. Chem. 46 (1995): 1075-1078.

11. Peter Gehringer, Emil Proksch, Walter Szinovatz and Helmut Eschweiler. Radiation-induced Decomposition of Aqueous Trichloroethylene Solutions. Appl. Radiat.Isot. 39. (1998): 1227-1231.

12. Peter Gehringer. Water treatment for organic pollutants using ozone and electron beam irradiation.Technology for Peace-Science for Mankind,Water and Energy. 27. (1994) : 245-251.

13. Peter Gehringer and Helmut Eschweiler. Ozone/Electron Beam Process for Water Treatment : Design, Limitations and Economic Considerations.Proc.2nd Int. Symposium Environmental Applications of Advanced Oxidation Technologies. 1-12.San Francisco , 1996.

14. S.Biramontri, S.Dechburam, A.Vititheeranon, W.Wanitsuksombut ,W.Thongmitr. Techniques for High Dose Dosimetry in Industry,Agriculture and Medicine.Proceeding of a symposium held in Vienna,2-5 November 1998.80-83.Vienna:IAEA,1999.

15. Werner R. Haag and C.C.David Yao. Rate Constants for Hydroxyl Radicals with Several Drinking Water Contaminants. Environ. Sci. Technol. 26. (1992): 1005-1013.

16. William H. Glaze and Joon- Wun Kang. Advanced Oxidation Processes for Treating Groundwater Contaminated With TCE and PCE. Envir. Sci. & Technol. 22 (1988): 57-63.

17. World Health Organization ,United Nations Environmental Programme,The International Labour Organization. Tetrachloroethylene. Environmental Health Criteria 31. Geneva: The Organization, 1984.

18. World Health Organization, United Nations Environmental Programme ,The International Labour Organization. Trichloroethylene. Environmental Health Criteria 50. Geneva: The Organization, 1985.

19. Wutichai Yentongchai. Analysis of Some Chlotinated Hydrocarbons in Water by Headspace Technique. Master's Thesis, Department of Chemistry, Graduate School, Chulalongkorn University, 1992.

# ภาคผนวก

## ภาคผนวก ก

## รายงานผลการวัดปริมาณรังสี

**ชื่อโครงการ** การลดปริมาณไตรคลอโรเอธีลีนและเพอร์คลอโรเอธีลีน โดยกระบวนการฉายรังสีแกมมาร่วมกับโอโซน

**ผู้ขอฉายรังสี/วัดปริมาณรังสี** นายอวยชัย ทวีชัยไพศาลกุล นิสิตปริญญาโท ภาควิชานิวเคลียร์เทคโนโลยี คณะวิศวกรรมศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย ตามหนังสือขอความอนุเคราะห์จากภาควิชาฯ ที่ 85/2544 ลงวันที่ 21 พฤษภาคม 2544

**วันที่ฉายรังสี** 12 มีนาคม 2544

**เครื่องฉายรังสี** Gammacell 220 ความแรงรังสี มีนาคม 2544 ; 303 TBq

**ชนิดของเครื่องวัดปริมาณรังสี** Oxalic acid [14]

**ผลิตภัณฑ์ที่ฉายรังสี** สารละลายกรดออกซาลิก (ใช้แทนสารละลายตัวอย่าง)

**ลักษณะผลิตภัณฑ์** สารละลาย

**น้ำหนัก** -

**ภาชนะบรรจุ** ขวดแก้วมีฝาปิดขนาด 500 ml

**ขนาดภาชนะ** ขวดแก้วมีฝาปิดขนาด 500 ml เส้นผ่านศูนย์กลาง 8.5 cm. สูง 11.5 cm. (วัดความสูงถึงคอขวด)

**รายละเอียดการฉายรังสี** ขวดแก้วใส่สารละลายกรดออกซาลิก วางตรงกลางของช่องใส่ตัวอย่างเพื่อฉายรังสีของเครื่องฉายรังสี Gammacell 220 ฉายรังสีเป็นเวลา 297, 601 และ 905 วินาที อย่างละ 1 ขวด

**ผลการวัดปริมาณรังสี**

| ขวดตัวอย่าง | เวลาที่ฉายรังสี (วินาที) | ปริมาณรังสี (เกรย์) |
|---|---|---|
| 1 | 297 | 522 |
| 2 | 601 | 771 |
| 3 | 905 | 1428 |

**สรุปผลการวัดปริมาณรังสี**

นำข้อมูลเวลาฉายรังสี และปริมาณรังสีไปหาค่าอัตราปริมาณรังสี (dose rate) เพื่อใช้คำนวณเวลาที่จะต้องใช้ในการฉายรังสีเพื่อให้ได้ปริมาณรังสีตามต้องการ พบว่าอัตราปริมาณรังสีเท่ากับ 1.49 เกรย์ต่อวินาที และ Transient dose (ปริมาณรังสีที่เกิดขึ้นจากการเลื่อนขึ้น-ลง ของตัวอย่าง) เท่ากับ 11 เกรย์

**ผลการคาดหมายปริมาณรังสี เมื่อมีการฉายรังสีตัวอย่างน้ำ** (ดูในตาราง)

**หมายเหตุ** ค่าความไม่แน่นอนของการวัดรวม = $\pm$ 5%

**ตารางผลการคาดหมายปริมาณรังสี เมื่อมีการฉายรังสีตัวอย่างน้ำ** (เนื่องจากไม่มีการติดเครื่องวัดปริมาณรังสี จึงต้องใช้การคาดหมาย จากการวัดปริมาณรังด้วย Oxalic acid)

**เดือนที่ฉายรังสี** มีนาคมและเมษายน

| เวลาที่ฉายรังสี (วินาที) | ปริมาณรังสี (เกรย์) |
|---|---|
| 57 | 96 |
| 119 | 188 |
| 181 | 281 |
| 243 | 373 |
| 305 | 456 |
| 367 | 558 |
| 429 | 650 |
| 491 | 742 |
| 553 | 835 |
| 615 | 927 |

**เดือนที่ฉายรังสี** มิถุนายนและกรกฎาคม

| เวลาที่ฉายรังสี (วินาที) | ปริมาณรังสี (เกรย์) |
|---|---|
| 59 | 96 |
| 123 | 188 |
| 187 | 280 |
| 251 | 373 |
| 315 | 465 |
| 379 | 557 |
| 443 | 649 |
| 507 | 742 |
| 571 | 834 |
| 635 | 926 |

# ภาคผนวก ข

## การวิเคราะห์หาปริมาณ TCE และ PCE ด้วยเทคนิคเฮดสเปส

### ทฤษฎีของ Gas Chromatography (GC)[2]

Gas Chromatography (GC) เป็นการแยกสารโดยให้สารที่ต้องการแยกกระจายไประหว่างสอง phase คือ mobile phase ซึ่งเป็น gas และ stationary phase ที่เป็นของเหลวหรือของแข็งในกรณีที่ stationary phase เป็นของแข็งก็อาจจะเรียกว่า gas-solid chromatography (GC) แต่ถ้า stationary phaseเป็นของเหลวจะเรียกchromatographyชนิดนั้นว่าgas-liquid chromatography (GLC)

การแยกสารโดยวิธีนี้ สารนั้นจะต้องสามารถระเหยได้ ถ้าเป็น GSC คุณสมบัติในการแยกจะขึ้นอยู่กับ adsorptivity และสารที่ใช้เป็น stationary phase มีเช่น silica gel, charcoal เป็นต้น แต่ถ้าเป็น GLC คุณสมบัติในการแยกมักจะขึ้นกับ partition ระหว่าง แก๊สและของเหลวที่เคลือบ เช่น carbowax, silicone เป็นต้น

ในขบวนการของ GC นั้นสามารถแสดงถึงความสัมพันธ์ของความเข้มข้นของสารใน stationary phase กับความเข้มข้นของสารใน mobile phase ค่าที่ได้จากความสัมพันธ์นี้คือค่าคงที่การแพร่กระจาย (distribution constant or partition coefficient, k)

$k = C_s/C_m$

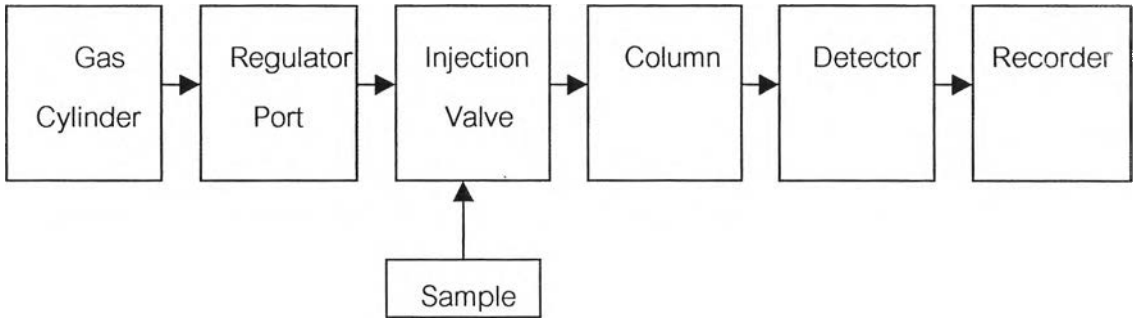
$C_s$ = ความเข้มข้นของสารใน stationary phase

$C_m$ = ความเข้มข้นของสารใน mobile phase

จากค่า k ถ้าค่า k สูงแสดงว่า สารที่ทำการทดสอบจะอยู่ใน stationary phase นานมาก ทำให้ค่า retention time มีค่ามากด้วย (ใช้เวลาในการแยกสารนาน) นั่นคือค่า retention time ของสารต่างชนิดกันต่อ column ที่ใช้วิเคราะห์นั้นจะขึ้นกับค่า k ด้วย นอกจากนี้แล้วการแยกสารใน GC ยังขึ้นกับความสามารถในการละลายของสาร (solubility) ใน retention time ซึ่งความแตกต่างของการละลายของสารนั้นขึ้นกับค่าจุดเดือดของสารน้ำหนักโมเลกุลของสารและชนิดของ interaction forces ระหว่าง molecules ของสารกับ retention time

โดยทั่วไปเมื่อกล่าวถึง GC ส่วนมากมักจะหมายความถึง GLC ซึ่งนิยมใช้กันทั่วไปมากกว่า GSC

Basic diagram ของ GC แสดงดังรูปที่ 1




รูปที่ 1 Basic diagram ของ Gas chromatography

**ส่วนประกอบของเครื่อง** Gas chromatography

1. ถังแก๊สที่ใช้บรรจุตัวพา (Carrier gas)เพื่อจะพาไอของสารตัวอย่างผ่านเข้าไปยังคอลัมน์ ได้แก่ ไนโตรเจน ฮีเลียม และ อาร์กอน เป็นต้น

2. ส่วนที่ใช้ควบคุมการไหลของแก๊สต่าง ๆ (Flow controller) ได้แก่ ไฮโดเจน อากาศ

3. ส่วนที่จะฉีดสารตัวอย่างเข้าไป (injection port)

4. คอลัมน์ (Column) ซึ่งเป็นส่วนที่สำคัญที่สุดที่ใช้ในการแยสาร

5. ดีเทคเตอร์ (Detector) เป็นส่วนที่ใช้สำหรับตรวจวัดสารแต่ละชนิดที่ถูกแยกออกมาจากคอลัมน์

6. ส่วนที่ใช้ควบคุมอุณหภูมิ (Temperature controller) ให้กับ คอลัมน์ ดีเทคเตอร์ และ injector

7. ส่วนที่ใช้ประมวลผลและข้อมูลต่าง ๆ ได้แก่ อินทิเกรเตอร์ เครื่องบันทึกโครมาโทแกรม หรือ data processor หรือคอมพิวเตอร์

ดังนั้นในการวิเคราะห์สารตัวอย่างโดยใช้เทคนิคทาง GC นั้นสามารถแสดงให้เข้าใจได้ง่ายๆ ดังนี้ คือ เมื่อเลือกสภาวะต่าง ๆ ของการวิเคราะห์และจัดสภาวะของเครื่อง GC ให้เรียบร้อยแล้วจึงนำสารตัวอย่างไปฉีดเข้าที่ sample injection port สารจะกลายเป็นไอแล้วถูกนำเข้าไปใน

คอลัมน์ด้วยแก๊สพา (carrier gas) อย่างช้า ๆ สารผสมจะถูกแยกออกเป็นส่วน ๆ ที่คอลัมน์นี้ แล้วออกไปสู่ดีเทคเตอร์ (detector) จะทำให้ได้สัญญาณเกิดขึ้น ซึ่งสามารถเขียนออกมาเป็นโครมาโทแกรมด้วยเครื่อง recorder หรือต่อเข้ากับ printer หรือ integrator ก็จะทำให้ผู้วิเคราะห์สามารถทราบองค์ประกอบของสารตัวอย่างได้

**แก๊สพา (Carrier gas)**

เป็นแก๊สที่ใช้สำหรับพาสารตัวอย่างที่ถูกทำให้เป็นไอ หรือแก๊สเฟสแล้วที่ Injection port ให้เข้าสู่ column ต่อไป แก๊สพานี้จะต้องมีการควบคุมอัตราการไหล (flow rate) ให้คงที่เสมอโดยสามารถเลือกใช้อัตราการไหลให้เหมาะสมได้ตามต้องการ อัตราการไหลของแก๊สพามีส่วนสำคัญต่อการวิเคราะห์ทั้งเชิงคุณภาพและเชิงปริมาณ ดังนั้นจึงมีความจำเป็นที่จะต้องควบคุมให้คงที่

Injection system

การวิเคราะห์ใน GC สารตัวอย่างที่ต้องการวิเคราะห์จะถูกฉีดเข้าไปใน Injection port อย่างรวดเร็ว เนื่องจากสารที่ต้องการวิเคราะห์ จะต้องระเหยได้ดังนั้นจึงจำเป็นต้องทำให้ส่วน Injection system นี้มีอุณหภูมิสูงขึ้นมาก ๆ โดยการให้ความร้อน (heat) โดยทั่วไป อุณหภูมิของ Injection port นี้จะสูงกว่าอุณหภูมิของคอลัมน์ประมาณ 30-50 °C

**ระบบใส่สารตัวอย่างสำหรับ Capillary columns**

เนื่องจาก Capillary column เป็นคอลัมน์ชนิดหลอดเล็ก (capillary tube) ทำให้มีความจุสารตัวอย่างต่ำ เมื่อเทียบกับคอลัมน์ชนิดบรรจุด้วยสารบางชนิด (packed column) ในทางปฏิบัติมีเทคนิคที่ใช้อยู่กับคอลัมน์ชนิดนี้ 3 แบบ คือ

1. split injection
2. splitless or direct injection
3. cool : on-column injection

**คอลัมน์ (Column)**

คอลัมน์ ถือเป็นหัวใจของการแยกสารด้วยเทคนิคทาง GC เมื่อแก๊สผสมหรือไอของสารที่ปนกันอยู่ในสารตัวอย่างผ่านคอลัมน์ สารที่บรรจุในคอลัมน์เปล่าจะทำหน้าที่เป็นตัวแยกแก๊ส หรือ

ไอผสม เหล่านั้นออกจากกันเป็นส่วน ๆ ดังนั้นโครมาโทรแกรมที่ได้จะดีหรือไม่จึงขึ้นอยู่กับชนิดของคอลัมน์มาก การที่จะเลือกใช้คอลัมน์ให้สามารถแยกสารตัวอย่างให้ได้ดีที่สุดนั้น ไม่มีวิธีไหนจะสามารถบอกได้นอกจากจะบอกได้กว้าง ๆ แล้วทดลองใช้ หรืออาจได้จากประสบการณ์เท่านั้น

คอลัมน์ที่ใช้กันทั่วไปใน GC นั้นมี 2 ประเภท คือ

1. Packed column มีอยู่ 2 ชนิด คือ partition column และ adsorption column สำหรับ partition column เป็นคอลัมน์เปล่าที่บรรจุด้วยอนุภาคของแข็ง ที่มีคุณสมบัติเฉื่อยแล้วฉาบผิวด้วยสารอินทรีย์บางชนิดที่เรียกว่า liquid phase อีกชนิดหนึ่ง คือ adsorption column เป็นคอลัมน์ที่บรรจุด้วยอนุภาคของสารดูดซับ เช่น alumina, activated charcoal, silica gel หรือ molecular sieves เป็นต้น

2. capillary column คอมลัมน์ชนิดนี้โดยทั่วไปเป็นหลอดรูเล็ก ๆ กลวง ทำด้วยเหล็กกล้าหรือ เหล็กไร้สนิม แก้ว, quartz (fused silica) มีรัศมีภายใน 0.3 - 0.6 มม. ภายในฉาบผิวด้วย liquid phase เป็นฟิล์มบาง ๆ ตลอดรูเล็ก ๆ ซึ่งอาจมีความยาว 25 – 100 เมตร คอลัมน์ชนิดนี้แม้ว่าจะมีประสิทธิภาพของคอลัมน์ต่อหน่วยความยาวค่อนข้างต่ำ แต่สามารถใช้คอลัมน์ยาวมากได้ เพราะมี pressure drop เพียงเล็กน้อย ดังนั้นเมื่อใช้คอลัมน์ยาวมาก ๆ จึงทำให้ประสิทธิภาพในการแยกมีค่าสูง และเมื่อใช้ภาวะที่เหมาะสมแล้ว capillary column จะมีประสิทธิภาพในการแยกได้ดีที่สุด

**เครื่องดีเทคเตอร์** (Detector)

เป็นเครื่องที่สามารถบ่งบอกว่ามีสารที่ต้องการวิเคราะห์หรือมีสารอื่น ที่แตกต่างไปจากแก๊สพาออกมาจากคอลัมน์หรือไม่ ถ้ามีก็จะสามารถวัดได้ว่ามีปริมาณเท่าใดได้ด้วย ดังนั้นดีเทคเตอร์จึงต้องเป็นเครื่องที่มีลักษณะเฉพาะสามารถให้สัญญาณกับสารต่าง ๆ ได้ ให้สภาพไวที่สูงพอ มีการตอบสนองที่ดีในช่วงความเข้มข้นของสารที่กว้างพอ และมีหลากหลายชนิดแล้วแต่งานของห้องปฏิบัติการนั้น ๆ

GC ดีเทคเตอร์ที่พบเห็นและใช้กันมากในปัจจุบันนี้ ได้แก่

1. Thermal Conductivity Detector (TCD)
2. Flame ionization Detector (FID)
3. Electron Capture Detector (ECD) เป็นต้น

**ลักษณะเฉพาะที่ต้องการของดีเทคเตอร์**

1. ควรจะต้องให้สภาพไวสูง (high sensitivity) นั่นคือ การตอบสนองต่อปริมาณสารควรจะต้องมาก เพื่อจะได้สามารถตรวจหาปริมาณของสารน้อย ๆ ได้ หรือมีค่า MDL (minimum detectable level) ต่ำ ๆ ซึ่งในทางปฏิบัติจะหมายถึงปริมาณของสารที่สามารถทำให้เกิดความสูงของพีกได้เป็น 2 หรือ 3 เท่าของพีกจากสัญญาณรบกวน (signal / noise = 2 หรือ 3)

2. ควรมีความเฉพาะต่อการตรวจหาสาร (selectivity) บ้าง เช่น สารต่างประเภทกัน ควรให้การตรวจสนองที่แตกต่างกัน ถ้าดีเทคเตอร์ใดให้การตอบสนองต่อสารทุกประเภทเหมือน ๆ กัน ดีเทคเตอร์นั้นก็จัดเป็นประเภททั่วไป (universal detector) และถ้าดีเทคเตอร์ใดให้การตอบสนองเฉพาะสารใดสารหนึ่ง จะทำให้ดีเทคเตอร์นั้นสามารถตรวจหาสารนั้น ๆ ได้อย่างดีในสารผสม ซึ่งเป็นสิ่งที่ต้องการ

3. ควรจะต้องมี Dynamic Range ที่กว้าง คือ ดีเทคเตอร์นั้นควรให้ผลการวิเคราะห์เชิงปริมาณมีช่วงความเข้มข้นที่กว้างพอที่จะวัดได้อย่างถูกต้อง

4. ในทางปฏิบัติแล้ว ดีเทคเตอร์ควรจะต้องมีเสถียรภาพ (stability) และความเที่ยง (reproducibility) ที่ดีด้วย มิฉะนั้นค่าที่วัดได้จะไม่มีความถูกต้องและแตกต่างกันจึงใช้ไม่ได้

Electron Capture Detector (ECD)

ECD เป็นดีเทคเตอร์ที่ดีสำหรับตรวจวัดสารประกอบที่มีแฮโลเจนอะตอมเป็นองค์ประกอบ เช่น พวกยาฆ่าแมลง ยาปราบวัชพืช เป็นต้น ซึ่งจับอิเล็คตรอนได้ดี

ดีเทคเตอร์ชนิดนี้มีการทำงานเนื่องจากปรากฏการณ์ที่ว่า สารที่มีความสามารถในการดึงดูดอิเล็คตรอน(electronegativity) สูง ๆ เช่น CX สามารถเกิดปฏิกิริยากับอิเล็กตรอนพลังงานต่ำ (Thermal electrons) ได้เกิดเป็นไอออนที่มีประจุลบ

$$CX + e^- \text{ ---------- } > CX^- + \text{energy}$$

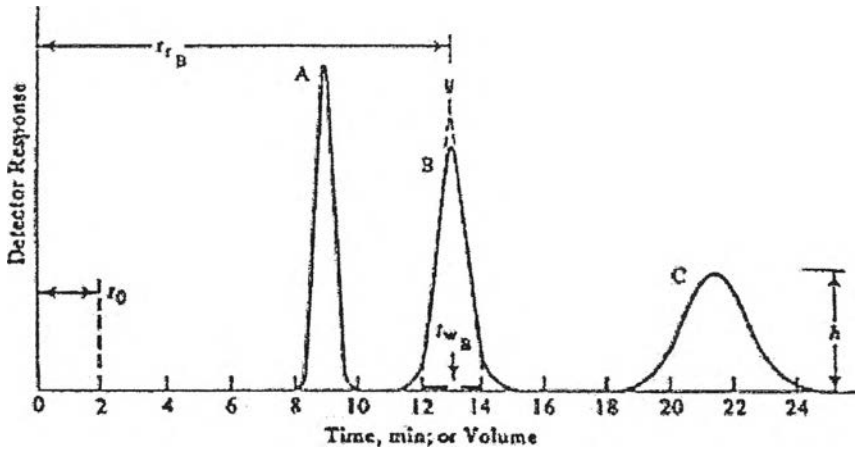
ดังนั้นถ้ามีปริมาณของอิเล็กตรอนอยู่ เมื่อมีสารประกอบที่จับอิเล็กตรอนได้ผ่านไปทำให้ปริมาณของอิเล็กตรอนที่ควรจะวัดได้ลดลง จึงทำให้กระแสไฟฟ้าลดลงด้วย

หลังการของดีเทคเตอร์ชนิดนี้ คือ แก๊สตัวพาที่ออกจากคอลัมน์เข้าดีเทคเตอร์จะถูกทำให้เกิดการไอออไนซ์ด้วยรังสีเบตาที่เกิดจากสารกัมมันตรังสี เช่น $^{3}H$ หรือ $^{63}Ni$ หรือ $^{55}Fe$ จากการไอออไนซ์ จะทำให้เกิดอิเล็กตรอนและอิเล็กตรอนที่เกิดขึ้นนี้จะวิ่งไปที่ขั้วสะสม (collector electrode) ทำให้เกิดความต่างศักย์ระหว่างขั้วทั้งสอง และยังมีอิเล็กตรอนเหลืออยู่อีกจำนวนหนึ่ง เป็น electron cloud) ทำให้เกิดกระแสไฟฟ้าขึ้นเมื่อมีสารตัวอย่างออกจากคอลัมน์เข้าไปในดีเทคเตอร์โมเลกุลของสารตัวอย่างจะดูดกลืนอิเล็กตรอนไว้ได้จำนวนหนึ่งตามปริมาณของสารตัวอย่าง ทำให้กระแสไฟฟ้าที่เกิดขึ้นจากอิเล็กตรอนลดลง ซึ่งการเปลี่ยนแปลงนี้จะทำให้เกิดเป็นสัญญาณส่งไปยังเครื่องบันทึก

Recorder

Recorder เป็นส่วนที่บันทึกผลออกมาเป็น chromatogram โดยใช้สัญญาณที่ได้มาจาก detector

สารต่าง ๆ เมื่อผ่านเข้า column แล้วจะส่งสัญญาณไปยังเครื่องตรวจวัดและบันทึกผลออกมาเป็น chromatogram




รูปที่ 2 ตัวอย่างของ chromatogram ($t_0$ คือ ตำแหน่งของ band ของตัวอย่าง ที่ไม่เกาะกับคอลัมน์เลย)

Chromatogram ที่ได้นี้สามารถอธิบายได้เป็น 4 ประการ คือ

1. สารประกอบแต่ละตัวจะออกจากคอลัมน์ในรูปของ band รูประฆังที่ สมมาตรกัน หรือเป็น peak (Gaussian standard-error, curve)

2. band ที่ออกจากคอลัมน์ที่เวลาหนึ่งนั้น สามารถใช้ตรวจสอบหาชนิดของสารได้เวลานี้เรียกว่า "retention time" ( $t_r$ ) ซึ่งนับตั้งแต่เวลาที่ตัวอย่างถูกฉีดเข้าคอลัมน์จนถึงจุดสูงสุดของ band ที่หลุดออกจากคอลัมน์

3. ความแตกต่างของค่า retention time ระหว่าง band ที่อยู่ใกล้กันแตกต่างกันมาก band ทั้งสองนั้นก็จะแยกออกจากกันได้ง่ายขึ้น

4. คือ band แต่ละ band จะมีค่า bandwidth, $t_w$ ดังแสดงใน band B รูปข้างต้น ซึ่งเกิดจากการลากเส้น tangent ของแต่ละ band ลงมายัง baseline (ตำแหน่งสัญญาณของตัวตรวจวัดที่ความเข้มข้นของตัวอย่างเป็นศูนย์ การแยกจะดีขึ้นถ้า band นั้น มีลักษณะแคบหรือมีค่า $t_w$ น้อยนั่นเองและแต่ละ band จะมีความสูง h ของแต่ละbandดังแสดงใน band C

จาก chromatogram ที่ได้สามารถนำไปคำนวณหาปริมาณของสารตัวอย่างได้โดยเทียบกับสารมาตรฐาน

**การวิเคราะห์เชิงคุณภาพด้วย GC**

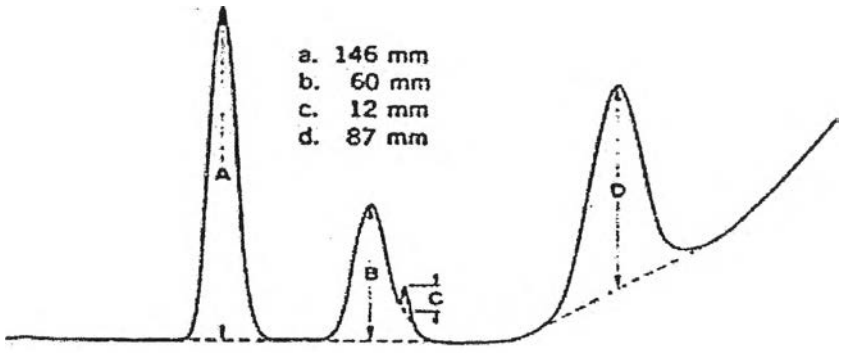
ใช้ Retention time หรือ retention volume ซึ่งเป็นลักษณะเฉพาะของสารแต่ละชนิด และลิควิดเฟส หรือชนิดของคอลัมน์ที่ใช้ โดยขึ้นอยู่กับอัตราการไหลของแก๊สพา และอุณหภูมิที่ใช้กับคอลัมน์ ดังนั้นเมื่อให้ภาวะทั้งหลายคงที่ค่า Retention time ของสารต่าง ๆ ที่ใช้วิเคราะห์ควรจะต้องคงที่หรือมีค่าใกล้เคียงกันที่สุด ดังนั้นในการตรวจพิสูจน์ชนิดของสารในของผสมตัวอย่างจะต้องทำการวิเคราะห์ทั้งตัวอย่าง และสารมาตรฐานที่ใช้ภาวะต่าง ๆ อย่างเดียวกัน นำค่า Retention time มาเปรียบเทียบกัน ก็จะสามารถบอกได้ว่า แต่ละพีกนั้นเป็นพีกของสารใด

**การวิเคราะห์เชิงปริมาณด้วย GC ( Quantitative analysis)**

การวิเคราะห์หาปริมาณสารตัวอย่างโดยวิธีทาง GC นั้นสามารถทำได้ง่ายและรวดเร็ว จึงนิยมใช้ในการวิเคราะห์อย่างกว้างขวาง การหาปริมาณสารตัวอย่างในทาง GC สามารถหาได้จากข้อมูลที่ได้มาจาก chromatogram โดยอาศัยหลักการที่ว่าขนาดของพีกของสารจะแปรตามปริมาณของสาร ดังนั้นการหาปริมาณสารจึงหาจากขนาดของพีกที่ได้

**การวัดขนาดของ** peak ( peak measurement ) นั้นสามารถทำได้2 วิธีใหญ่คือ การวัดความสูงของ peak และการวัดพื้นที่ใต้ peak ของสาร

1. **Peak height measurement** การวัดความสูงของ peak เป็นวิธีการที่ง่ายที่สุด โดยการลากเส้น baseline ของ peak ( เส้นประในรูป ) แล้ววัดความสูงของ peak จาก baseline ไปยังตำแหน่งสูงสุดของ peak จากรูป จะได้ความสูงของ peak ทั้ง 4 peak กรณี baseline ที่ drift ไปนั้นสามารถวัดความสูงของ peak ได้โดยลากต่อระหว่าง จุดเริ่มต้นของ peak ไปยังจุดสุดท้ายของ peak ได้ดัง peak C และ D ในรูป ความสูงของ peak เป็นสัดส่วนโดยตรงกับปริมาณของสารของ peak นั้น การวัด peak height จะทำได้ง่ายมากและเหมาะสำหรับงานวิเคราะห์สารที่มีปริมาณน้อยมาก




รูปที่ 3 การวัดความสูงของ peak

Factor ที่มีผลต่อความกว้างของ peak ( peak width ) ซึ่งทำให้มีผลกระทบต่อความสูงของ peak ด้วยมีดังนี้คือ

1. อุณหภูมิของคอลัมน์พบว่า ถ้าอุณหภูมิเปลี่ยนแปลงไปจะมีผลทำให้ความกว้างของ peak เปลี่ยนไปด้วย ส่งผลกระทบถึงความสูงของ peak ดังนั้นถ้าต้องการให้ผลการวัดความสูงของ peak ถูกต้องมากที่สุด จะต้องควบคุมอุณหภูมิของคอลัมน์ให้อยู่ในช่วง $\pm$ 0.1 °C

2.flow rate ของ carrier gas มีผลต่อความสูงของ peak โดยเฉพาะ detector ชนิด TCD จะมีความไวต่อการเปลี่ยนแปลง flow rate มากดังนั้นจะต้องควบคุม flow rate ให้อยู่ในช่วง $\pm$0.1%

3. ปริมาณสารที่ใช้ ถ้าฉีดสารปริมาณมากเข้าไปในคอลัมน์ จะทำให้ได้ peak ที่กว้างขึ้นและความสูงของ peak ลดลงและเมื่อคอลัมน์เกิด overload ขึ้นจะทำให้ความสัมพันธ์ระหว่างปริมาณสาร

กับความสูงของ peak ไม่เป็นเส้นตรง ลักษณะของ peak ที่ overload จะทำให้เกิด tailing peak และค่าความสูงของ peak ที่ได้จะลดลง

2. Peak area measurement การวัดพื้นที่ใต้ peak ของสารสามารถทำได้โดยการใช้ electronic digital integrator ซึ่งเป็นเครื่องมือที่ใช้กันทั่วไปใน GC ทำงานโดยรับสัญญาณโดยตรงจาก detector และบันทึกออกมาเป็น chromatogram รวมทั้งคำนวณพื้นที่ของ peak ออกมาให้ด้วย เครื่องมือชนิดนี้จะทำงานได้รวดเร็ว และมีความแม่นยำในการวัดพื้นที่ของ peak สัญญาณที่ได้จาก integrator นี้สามารถป้อนเข้าเครื่อง computer integrator ซึ่งสามารถคำนวณพื้นที่ที่วัดได้จากสารตัวอย่างและสารมาตรฐาน โดยการเลือกใช้โปรแกรมเฉพาะสำหรับการวิเคราะห์ที่สนใจ ทำให้ได้ผลวิเคราะห์ออกมา เครื่องนี้เหมาะกับการวิเคราะห์ปริมาณที่ทำเป็นประจำเพราะสะดวกประหยัดเวลา และมีความถูกต้องมาก

การวัดขนาดของ peak โดยวิธีการต่างๆ ที่กล่าวมาแล้วทั้งหมดนั้นพอจะสรุปได้ดังนี้คือ

1. กรณีที่ไม่ใช้เครื่องสำหรับหาขนาดของ peak วิธีที่สะดวกทำได้ง่ายรวดเร็วและมีความถูกต้องคือการวัดความสูงของ peak แต่จะขึ้นกับเงื่อนไขการทดลอง ( condition ) เพราะ การเปลี่ยนแปลงเงื่อนไขการทดลอง จะมีผลต่อความสูงของ peak มากกว่าพื้นที่ใต้ peak เช่น การเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิของคอลัมน์ flow rate และปริมาณสารที่ใช้ในการวิเคราะห์
2. การหาพื้นที่ใต้ peak โดยใช้เครื่อง electronic หรือ computer integration จะให้ผลที่ถูกต้องและรวดเร็วมากที่สุด การคำนวณพื้นที่ใต้ peak จะไม่มีปัญหาถึงแม้ว่า peak จะอยู่ติดกัน

Calibration methods การคำนวณหาปริมาณสารตัวอย่าง หรือความเข้มข้นของสารจากความสูงของ peak หรือพื้นที่ใต้ peak สามารถทำได้หลายวิธีคือ

1 . External standardization ( direct calibration ) ทำได้โดยการเตรียม สารมาตรฐานที่มีความเข้มข้นในระดับใกล้เคียงกับความเข้มข้นของสารตัวอย่างที่จะทำการวิเคราะห์ภายใต้เงื่อนไขการทดลองเดียวกันแล้ว plot กราฟของสารที่ใช้เป็น standard โดย plot ระหว่างความเข้มข้นของสารหรือ ปริมาณของสารกับขนาดของ peak ( ความสูงหรือพื้นที่ ) จะทำให้ได้ calibration curve ความสัมพันธ์ระหว่างขนาดของ peak และความเข้มข้นของสารที่ใช้เป็น standard สามารถหาออกมาเป็นค่า slope ของ calibration curve ซึ่งหาได้จาก ขนาดของ peak/ ความเข้มข้นหรือขนาดของ peak/ น้ำหนักสาร

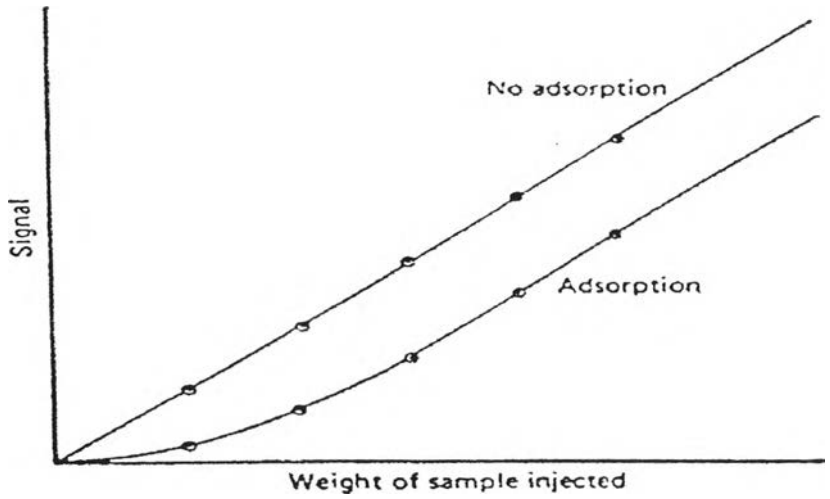
ค่า slope ที่ได้จาก calibration curve สามารถนำมาใช้คำนวณหาปริมาณของสารตัวอย่างได้ดังนี้ คือ ถ้าสารในตัวอย่างที่ต้องการหาปริมาณเป็นสาร A

หอสมุดกลาง สถาบันวิทยบริการ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

$$\text{น้ำหนัก ( \% ) ของสาร A} = \frac{\text{ขนาดของ peak A}}{\text{slope} \times \text{น้ำหนักตัวอย่างเริ่มต้น}(g)} \times 100$$

$$\text{เมื่อ slope} = \frac{\text{ขนาดของ STANDARD peak (height หรือ area)}}{\text{น้ำหนักของ STANDARD}}$$

Calibration curve ที่ใช้สำหรับการหาปริมาณควรจะเป็นเส้นตรงและผ่านจุดกำเนิด แต่ในบางถ้าใช้ขนาดของสารมากเกินไปจะทำให้คอลัมน์เกิด overload ดังนั้นcalibration curve ที่ได้จะไม่เป็นเส้นตรง จึงควรที่จะลดขนาดของสารที่ฉีดเข้าคอลัมน์หรือทำการเจือจางสารนั้นลง เพื่อให้ได้เส้นกราฟที่ตรง นอกจากนี้แล้วการเกิด adsorption ของสารในคอลัมน์จะเป็นสาเหตุที่ทำให้ calibration curve ไม่เป็นเส้นตรงด้วยดังรูป ดังนั้นจึงควรเลือกใช้คอลัมน์ให้เหมาะสม




รูปที่ 4 ผลของ adsorption ต่อ standard curve

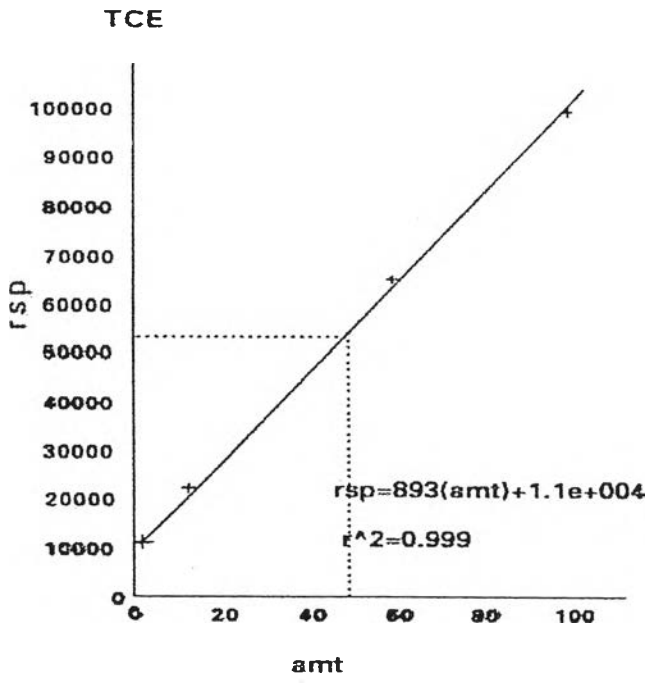
ข้อผิดพลาดส่วนใหญ่ในการทำ external standardization คือการฉีดสารตัวอย่างเข้าเครื่องจะต้องทำอย่างแม่นยำเพื่อให้ขนาดของสารที่ใช้เป็น standard และสารที่จะทำการวิเคราะห์นั้นถูกต้องที่สุด ความแม่นยำของการวิเคราะห์จากการฉีดที่ทำเป็นประจำโดยใช้ syringe จะอยู่ในช่วง $\pm$ 5% การวิเคราะห์หาปริมาณสารนั้นควรจะทำ calibration curveไว้เป็นมาตรฐาน และทำการตรวจสอบแต่ละจุดของ curve ในการทดลองแต่ละวันโดยการใช้ standard เพียงความเข้มข้นจุดเดียว ตรวจหาค่า slope ( calibration factor ) ว่ายังคงมีค่าเท่าเดิมหรือไม่ ถ้าค่า slope

แตกต่างไปจากเดิมมาก สมควรที่จะเตรียม calibration curve ขึ้นมาใหม่เพื่อการวิเคราะห์หาปริมาณสารมีความถูกต้อง

ตัวอย่างในการวิเคราะห์หาปริมาณ TCE ในตัวอย่างน้ำโดยวิธี external standard ทำได้โดยการเตรียม TCE standard ที่มีความเข้มข้นต่างๆดังนี้คือ 1.46 ,11.68 , 58.4 และ 99.28 ppb หลังจากนั้นนำสารละลายมาตรฐานและตัวอย่างน้ำฉีดเข้าเครื่อง GC ในปริมาณ 1ml โดยใช้ Capillary column ใช้ Detecter ECD ได้ผลดังตาราง

| TCE STANDARD | INTEGRATOR COUNT(peak area) |
|---|---|
| 1.46 | 10782 |
| 11.68 | 22448 |
| 58.4 | 64766 |
| 99.28 | 98648 |
| WATER SAMPLE | 53520 |

ตารางที่ 1 ข้อมูลที่ได้จาก chromatogram ในการวิเคราะห์หาปริมาณ TCE ในตัวอย่าง




รูปที่ 5 ตัวอย่าง External Standard Curve

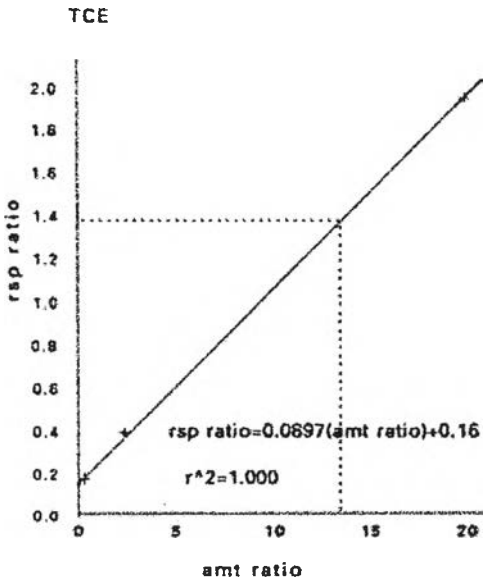
เมื่อนำข้อมูลที่ได้จาก chromatogram คือค่า peak area ของตัวอย่างน้ำซึ่งมีค่าเท่ากับ 53520 มาเปรียบเทียบกับ calibration curve จะได้ปริมาณของ TCE ในตัวอย่างน้ำเท่ากับ 48 ppb

2. Internal standardization เป็นเทคนิคที่ใช้กันอย่างกว้างขวางในการวิเคราะห์หาปริมาณ เพราะว่าให้ความแม่นยำมากกว่าวิธี external standardization ถึง 1.4 เท่า วิธีการนี้ทำได้โดยการเติม internal standard ลงในสารละลายของ standard และตัวอย่างในปริมาณที่เท่ากัน เพื่อลดความผิดพลาดที่เกิดจากการเตรียมตัวอย่างในแต่ละขั้นตอน

ตัวอย่างในการวิเคราะห์หาปริมาณ TCE ในตัวอย่างน้ำโดยวิธี internal standardทำได้โดยการเตรียม TCE standard ที่มีความเข้มข้นต่างๆดังนี้คือ 1.46 ,11.68 , 58.4 และ 99.28 ppb หลังจากนั้นเติม $CCL_4$ ลงไปในสารละลายมาตรฐาน (TCE Standard) ตัวอย่างละ 5 ppb หลังจากนั้นนำสารละลายมาตรฐานและตัวอย่างน้ำฉีดเข้าเครื่อง GC ในปริมาณ 1ml โดยใช้ Capillary column ใช้ Detecter ECD ได้ผลดังตาราง

| sample | Integrator counts | |
|---|---|---|
| TCE standard | TCE peak | $CCL_4$ peak |
| 1.46 ppb | 10782 | 62735 |
| 11.68 ppb | 22448 | 58004 |
| 58.4 ppb | 64766 | 53658 |
| 99.28 ppb | 98648 | 50916 |
| water sample | 64068 | 45787 |

ตารางที่ 2 ตัวอย่างข้อมูลที่ได้จาก chromatogram ในการวิเคราะห์หาปริมาณ TCE ในตัวอย่างน้ำ




รูปที่ 6 ตัวอย่าง Internal Standard Calibration Curve ของ TCE

ข้อมูลที่ได้จาก chromatogram ให้นำมาหาอัตราส่วนของ peak area ของ TCE กับ peak area ของ $CCl_4$ (rsp ratio) แล้วนำค่าอัตราส่วน rsp ratio ที่ได้ไป plot กราฟกับอัตราส่วนความเข้มข้นของ TCE กับ $CCl_4$(amt ratio)จะได้ calibration curve ของ TCE และเมื่อนำ amt ratio ของตัวอย่างน้ำที่หาได้ ซึ่งมีค่าเท่ากับ 1.4 มาเปรียบเทียบกับ calibration curve จะได้ปริมาณของ TCE ในตัวอย่างน้ำเท่ากับ 13.9*5 เท่ากับ 69.5 ppb

ข้อควรระวังในการหาปริมาณสารตัวอย่างโดยวิธี internal standard คือปริมาณ ของ internal standard ที่ใช้เติมใน standard และสารตัวอย่างจะต้องมีปริมาณเท่ากัน ถ้าปริมาณที่เติมลงไปไม่แน่นอนจะทำให้มีผลต่อค่าอัตราส่วนที่จะนำไปใช้ในการ plot กราฟ และมีผลต่อการหาปริมาณของสารที่ต้องการวิเคราะห์ในตัวอย่าง

คุณสมบัติของสารที่ใช้เป็น internal standard คือ

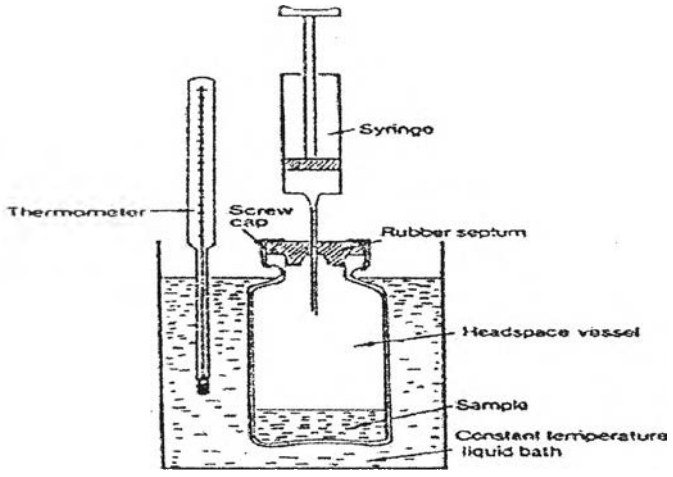
1. ต้องเป็นสารที่แยกออกจากสารอื่นได้อย่างสมบูรณ์ พีกที่ได้จากการวิเคราะห์ไม่ซ้อนกับสารตัวอย่าง
2. Internal standard ควรมีโครงสร้างคล้ายกับสารที่ต้องการวิเคราะห์
3. เป็นสารที่ไม่มีอยู่ในตัวอย่าง
4. Internal standard ที่เติมลงในตัวอย่าง ควรมีความเข้มข้นใกล้เคียงกับสารที่ต้องการ วิเคราะห์
5. เป็นสารที่มีความบริสุทธิ์สูง
6. เป็นสารที่มีความคงตัว ไม่ทำปฏิกิริยากับสารประกอบในตัวอย่างและ stationary phase ในคอลัมน์

การเลือกใช้ internal standard นั้นค่อนข้างจะทำได้ลำบากกรณีที่ตัวอย่างนั้นมีสารประกอบหลายชนิด( complex sample )ซึ่งอาจจะต้องใช้วิธี external standardization แทน

การทำ internal standardization นั้นทำได้โดยการเติม internal standard ที่ทราบความเข้มข้นลงใน standard ความเข้มข้นต่างๆกัน ในปริมาณเท่ากันแล้วนำผลจาก chromatogram ที่ได้ไป plot กราฟระหว่างอัตราส่วนของความสูงของพีก หรือพื้นที่พีกของ standard ต่อ internal standard กับความเข้มข้นของ standard จะได้ความสัมพันธ์ เป็นกราฟเส้นตรงและจากกราฟนี้สามารถนำไปคำนวณหาความเข้มข้นของสารตัวอย่างที่สนใจได้โดยนำอัตราส่วนของ peak height หรือ peak area ของสารตัวอย่างต่อ internal อย่างได้ standardมาเทียบกับกราฟมาตรฐานก็จะสามารถทราบปริมาณสารตัว

Headspace technique

Headspace technique เทคนิคเฮดสเปสเป็นวิธีการวิเคราะห์สารตัวอย่างโดยแยกสารประกอบอินทรีย์ที่สามารถระเหยได้ง่ายออกจากสารประเภทอื่นในสารตัวอย่าง เทคนิคนี้นิยมใช้กันมากเนื่องจากใช้เวลาในการวิเคราะห์น้อยและประหยัดค่าใช้จ่าย การวิเคราะห์สามารถทำได้โดยบรรจุสารตัวอย่างลงในขวดที่ปิดสนิดด้วย เซปตัมและฝาอะลูมิเนียมดังรูปที่ 2.7 สารตัวอย่างอาจเป็นของแข็งหรือของเหลว หลังจากนั้นทำให้ขวดร้อนขึ้นที่อุณหภูมิคงที่ โดยใช้ water bath เมื่อสารตัวอย่างกลายเป็นไอจนเกิดสมดุลขึ้น ระหว่างแก๊สกับของเหลวหรือแก๊สกับของแข็ง หลังจากเกิดสมดุลให้ดูดไอระเหยของตัวอย่างด้วย gas-tight syringe เข้าเครื่อง GC




รูปที่ 7 การจัดอุปกรณ์ต่างๆใน Static Headspace

การวิเคราะห์สารตัวอย่างที่ระเหยได้ง่ายด้วยเทคนิคเฮดสเปสมีข้อดีคือ

1. เหมาะสำหรับสารตัวอย่างที่ระเหยได้ง่ายในตัวอย่างที่เป็นของแข็งหรือของเหลว เช่น สารประกอบอินทรีย์ที่ระเหยได้ง่ายในน้ำ ดิน และของเสีย เป็นต้น

2. องค์ประกอบของสารที่ไม่ระเหยจะไม่รบกวนการวิเคราะห์

3. ขั้นตอนการเตรียมตัวอย่างไม่ทำให้เกิดการเปลี่ยนแปลงในการวิเคราะห์สารที่ระเหยได้ง่ายทั้งคุณภาพและปริมาณ

4. ไม่จำเป็นต้องใช้ตัวทำละลายหรืออาจใช้ปริมาณน้อย

5. เป็นวิธีที่สะอาด ทำให้ไม่ต้องทำความสะอาดเครื่องมือบ่อย และเป็นการเพิ่มอายุการใช้งานของคอลัมน์และเครื่องตรวจวัด

6. เป็นวิธีที่สะดวกและปลอดภัย

เทคนิคเฮดสเปสแบ่งเป็น 2 ประเภท คือ Static Headspace และ Dynamic Headspace

1. Static Headspace สารที่ระเหยได้ง่ายในตัวอย่างที่เป็นของเหลวหรือของแข็ง ที่อยู่ในภาชนะปิดจะถูกสกัดออกมาสู่ในเฟสแก๊สด้วยความร้อยเป็นเวลานานพอที่เกิดสมดุลของปริมาณสารที่ระเหยได้ง่ายในเฟสแก๊สกับเฟสของเหลวหรือของแข็งในสารตัวอย่าง จากนั้นนำส่วนเฟสแก๊สไปวิเคราะห์โดยวิธีทางโครมาโทกราฟี โดยใช้ gas tight syringe ดูดเฟสแก๊สหรือใช้ gas-sampling-valve

2. Dynamic Headspace สารที่ระเหยได้ง่ายในตัวอย่างที่บรรจุในภาชนะปิดจะถูกสกัดออกมาโดยการผ่านแก๊สเฉื่อยลงไปในตัวอย่างและพาสารที่ระเหยได้ง่ายออกจากภาชนะ ซึ่งสารที่ระเหยได้ง่ายจะถูก trap ด้วยความเย็น หรือตัวดูดซับเป็นเวลานานพอเพื่อให้สารตัวอย่างที่ระเหยได้ง่ายถูกสกัดออกมาจากตัวอย่างเกือบทั้งหมด สารที่ระเหยได้ง่ายที่ถูก trap จะถูกทำให้ร้อนเพื่อให้กลายเป็นไอ และเข้าสู่การวิเคราะห์โดยวิธีทางแก๊สโครมาโทกราฟีต่อไป

เทคนิคเฮดสเปสนี้เป็นวิธีการศึกษาแก๊สที่อยู่ในสภาวะสมดุลกับสารตัวอย่าง การกระจายตัวของสารที่ต้องการวิเคราะห์ใน 2 สภาวะ คือ แก๊สกับของเหลว หรือแก๊สกับของแข็ง การกระจายตัวของสารที่สภาวะสมดุลจะถูกควบคุมดุลค่าคงที่ค่าหนึ่ง คือ ค่าสัมประสิทธิ์การกระจาย (Distribution Coefficient, $K_D$) ซึ่งมีค่าเท่ากับ

$$K_D = C_1 / C_2$$

เมื่อ $C_1$ คือ ความเข้มข้นของสารในสภาวะที่ 1

เมื่อ $C_2$ คือ ความเข้มข้นของสารในสภาวะที่ 2

ในระยะที่สารตัวอย่างเป็นของเหลว สภาวะของเหลวจะเป็นสภาวะที่ 1 และแก๊ส จะเป็นสภาวะที่ 2 เมื่อ $C_l / C_g$ เป็นความเข้มข้นของสารที่สภาวะสมดุลในของเหลวและแก๊ส ตามลำดับ

$$K_D = C_l / C_g$$

ความสัมพันธ์ระหว่างความเข้มข้นของสารที่ต้องการวิเคราะห์ในสารตัวอย่างเริ่มต้น ($C^0_1$) กับแก๊สที่สภาวะสมดุล ($C_g$) เป็นแบบแปรผันตรง ดังสมการ

$$C^0_1 = C_g \left( K_D + \frac{V_G}{V_L} \right)$$

โดย $V_G / V_L$ คือ อัตราส่วนของปริมาณของแก๊สต่อของเหลว

$C^0_1$ คือ ค่าความเข้มข้นที่เตรียมขึ้น

$C_g$ คือ ค่าที่สามารถหาได้จากเครื่องแก๊สโครมาโตกราฟ

สภาพไวในการวิเคราะห์ (Sensitivity,S) ขึ้นอยู่กับค่าสัมประสิทธิ์ของการกระจาย ค่าการตอบสนองของเครื่องตรวจวัดในการตรวจวิเคราะห์สาร (Detector response factor ,f) ปริมาณของสมดุลแก๊สที่นำเข้าสู่เครื่อง GC ( Injection volume ,$V_g$) และอัตราส่วนระหว่างปริมาตรของแก๊สต่อของเหลว ($V_G / V_L$) ดังสมการ

$$S = \frac{fVg}{K_D + [V_G / V_L]}$$

การเพิ่ม sensitivity ในการวิเคราะห์ทำได้โดย

1.เพิ่มอุณหภูมิ

2.เพิ่มปริมาตรของสมดุลแก๊สที่เข้าสู่เครื่อง GC

3.เพิ่มปริมาตรของสารตัวอย่างให้มากขึ้น

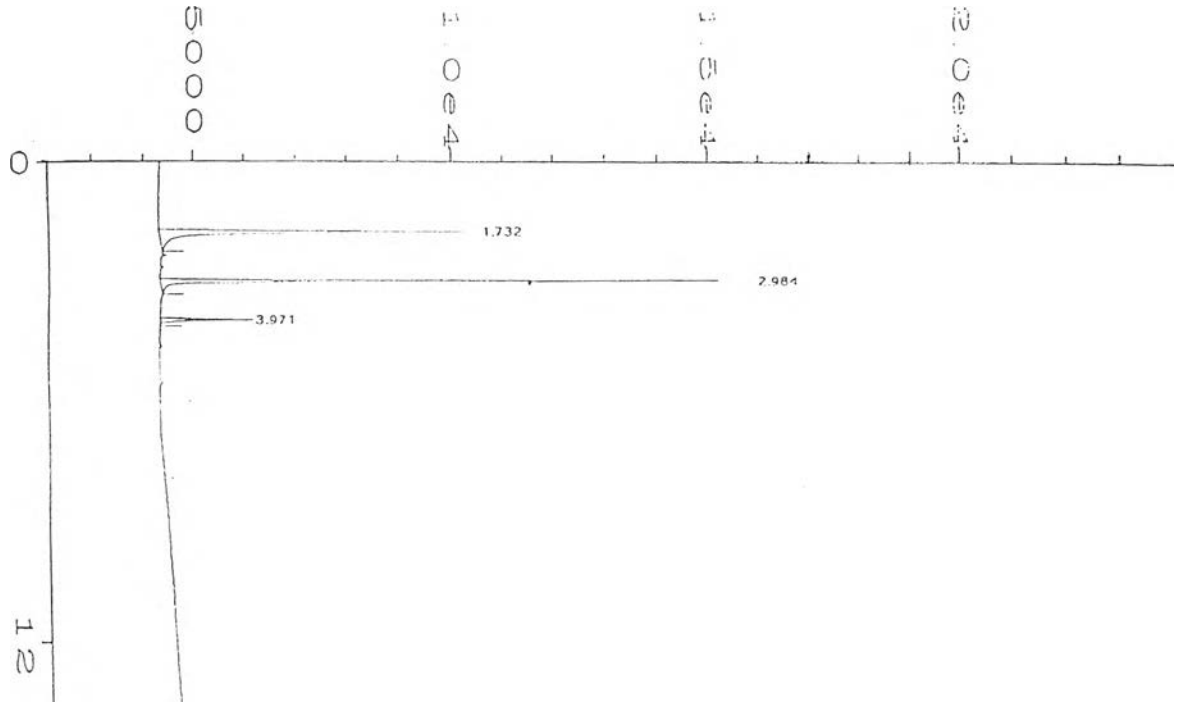
4.เลือกเครื่องตรวจวัดที่เหมาะสมกับสารที่ต้องการวิเคราะห์

5.การเติมเกลือ (Salting out effect)

จากการศึกษาวิทยานิพนธ์เรื่องการวิเคราะห์สารประกอบคลอริเนตเตด ไฮโดรคาร์บอนบางชนิดในน้ำ โดยเทคนิคเฮดสเปส[19] พบว่าการใช้อุณหภูมิ 60 $^{0}$C เป็นเวลา 60 นาที ด้วยอัตราส่วนน้ำต่ออากาศ 25 : 25 ในขวดต่อขนาด 50 มิลลิลิตร ปริมาตรของเฮดสเปสแก๊ส ที่นำเข้าสู่เครื่องแก๊สโครมาโตกราฟ 1 มิลลิลิตร และใช้เกลือโซเดียมซัลเฟต 13 กรัม เป็นสภาวะที่เหมาะที่สุดของการวิเคราะห์ตามเทคนิคเฮดสเปส

# ภาคผนวก ค

## ตัวอย่างภาพ chromatogram ที่ได้จากเครื่อง GC




Internal Standard Report

Data File Name : C:\HPCHEM\1\DATA\TCE7AUG\SAMPLE7.D
Operator : Sirichai K.
Instrument : ANALYZER1
Sample Name : sample7
Run Time Bar Code:
Acquired on : 07 Aug 01 04:31 PM
Report Created on: 09 Aug 01 02:16 PM
Last Recalib on : 09 Aug 01 01:35 PM
Multiplier : 1

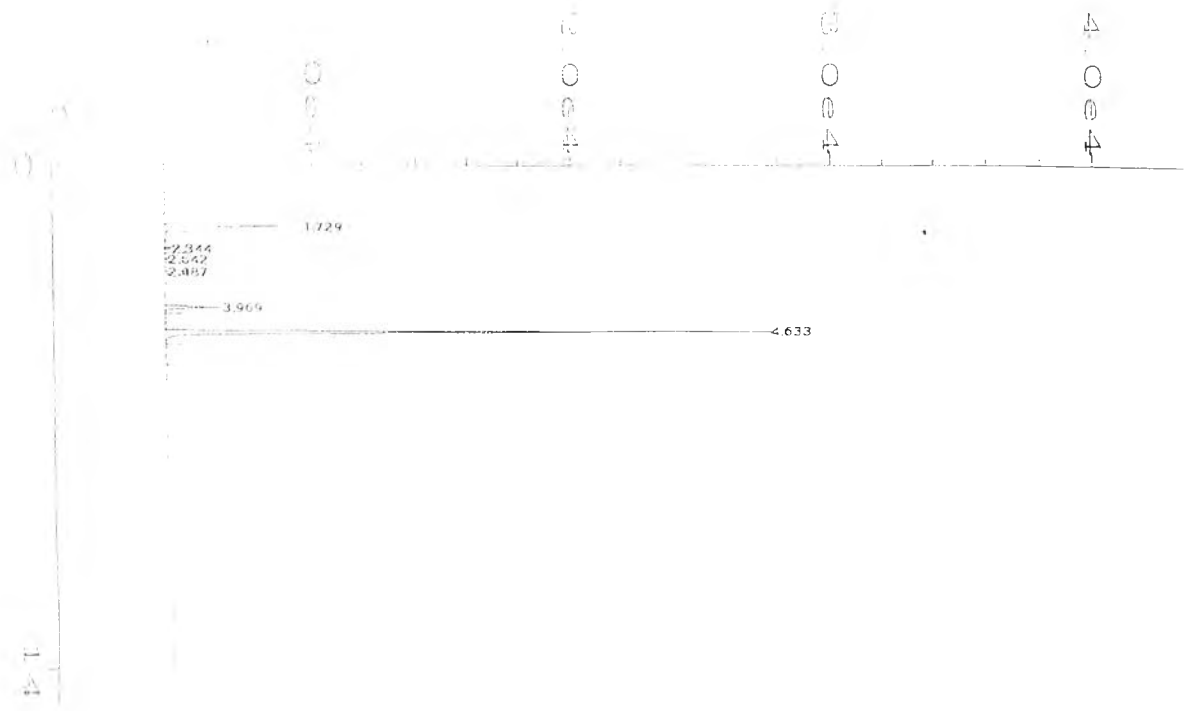
Page Number : 1
Vial Number : 1
Injection Number :
Sequence Line :
Instrument Method: TCE_CU.MTH
Analysis Method : TCE_CU.MTH
Sample Amount : 0
ISTD Amount : 22.95

Sig. 1 in C:\HPCHEM\1\DATA\TCE7AUG\SAMPLE5.D

| Ret Time | Area | Type | Width | Ref# | ppb | Name |
|---|---|---|---|---|---|---|
| 2.984 | 31009 | BB | 0.040 | 1-R | 53.927 | |
| 3.971 | 5282 | BB | 0.043 | 1-I | 22.950 | |

| Time Reference Peak | Expected RT | Actual RT | Difference |
|---|---|---|---|
| 1 | 2.987 | 2.984 | -0.1% |

ภาพแสดง chromatogram ของตัวอย่างน้ำที่ตรวจพบ TCE




Internal Standard Report

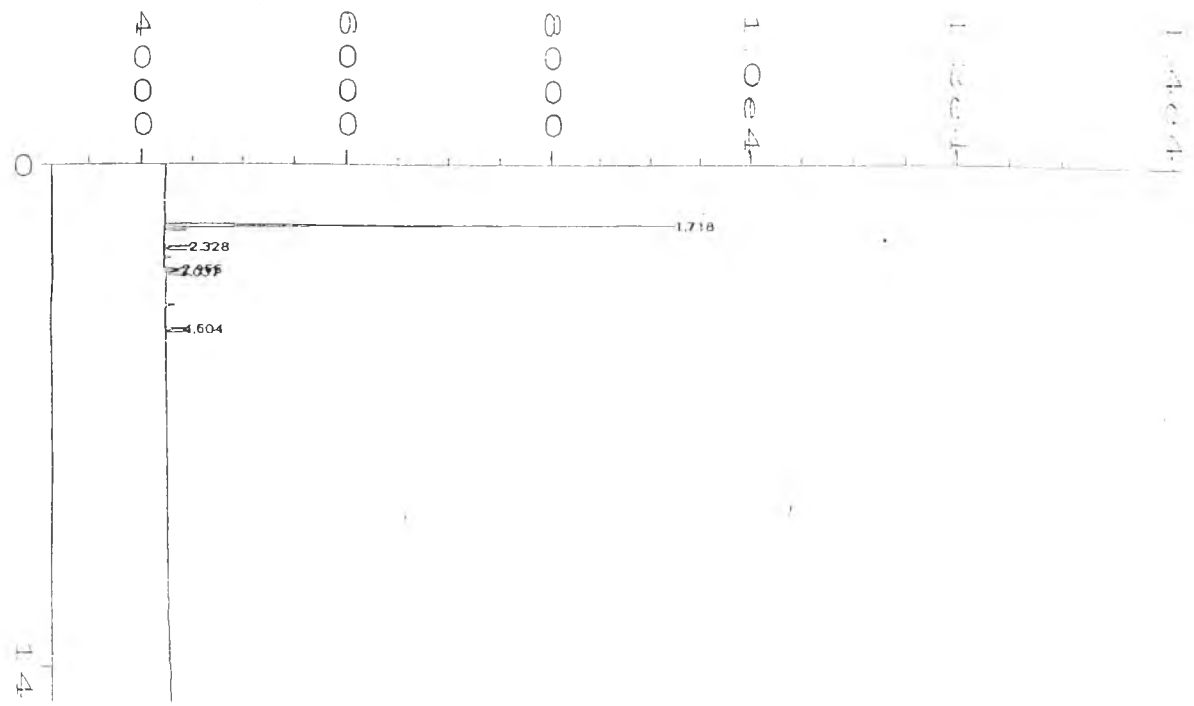
ata File Name : C:\HPCHEM\1\DATA\PCE8AUG\SAM5.D
perator : Sirichai K.
nstrument : ANALYZER1
ample Name : sam5
un Time Bar Code:
cquired on : 08 Aug 01 03:04 PM
eport Created on: 08 Aug 01 03:40 PM
ast Recalib on : 08 Aug 01 03:24 PM
ultiplier : 1

Page Number : 1
Vial Number : 1
Injection Number :
Sequence Line :
Instrument Method: TCE_CU.MTH
Analysis Method : TCE_CU.MTH
Sample Amount : 0
ISTD Amount : 22.95

ig. 1 in C:\HPCHEM\1\DATA\PCE8AUG\SAM5.D

| et Time | Area | Type | Width | Ref# | ppb | Name |
|---|---|---|---|---|---|---|
| 3.969 | 6648 | BB | 0.044 | 1-I | 22.950 | |
| 4.633 | 78990 | BB | 0.048 | 1 | 52.101 | |

ภาพแสดง chromatogram ของตัวอย่างน้ำที่ตรวจพบ PCE




Area Percent Report

Data File Name : C:\HPCHEM\1\DATA\TCE17AUG\VILLA.D
Operator : Sirichai K.
Instrument : ANALYZER1
Sample Name : villa
Run Time Bar Code:
Acquired on : 17 Aug 01 02:56 PM
Report Created on: 29 Aug 01 04:34 PM

Page Number : 1
Vial Number : 1
Injection Number :
Sequence Line :
Instrument Method: TCE_CU.MT
Analysis Method : TCE_CU.MT

Sig. 1 in C:\HPCHEM\1\DATA\TCE17AUG\VILLA.D

| Pk# | Ret Time | Area | Height | Type | Width | Area % |
|---|---|---|---|---|---|---|
| 1 | 1.718 | 13137 | 5026 | BV | 0.039 | 88.6937 |
| 2 | 2.328 | 478 | 249 | BB | 0.030 | 3.2268 |
| 3 | 2.966 | 443 | 165 | BV | 0.041 | 2.9939 |
| 4 | 3.037 | 313 | 130 | VB | 0.036 | 2.1134 |
| 5 | 4.604 | 440 | 169 | BB | 0.040 | 2.9722 |

Total area = 14811

ภาพแสดง chromatogram ของตัวอย่างน้ำที่ตรวจพบ TCE และ PCE

หอสมุดกลาง สถาบันวิทยบริการ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

# ประวัติผู้เขียนวิทยานิพนธ์

นายอวยชัย ทวีชัยไพศาลกุล เกิดเมื่อวันที่ 13 พฤษภาคม พ.ศ. 2519 สำเร็จการศึกษาปริญญาวิศวกรรมศาสตรบัณฑิต สาขาเครื่องกล มหาวิทยาลัยเกษตรศาสตร์ เมื่อปีการศึกษา 2540 จากนั้นเข้ารับการศึกษาต่อที่ ภาควิชานิวเคลียร์เทคโนโลยี คณะวิศวกรรมศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย ในปีการศึกษา 2541