

บทที่ 3

วิธีดำเนินการวิจัย

แบบของการวิจัย

ในการวิจัยครั้งนี้เป็นการศึกษาวิจัยเชิงทดลองในห้องปฏิบัติการเคมีวิเคราะห์ โดยทำการวิจัยเรื่อง การวิเคราะห์สารโพลีไซคลิกอะโรมาติกไฮโดรคาร์บอน (Polycyclic aromatic hydrocarbons, PAHs) ในรูปและวัตถุคิบ ซึ่งผู้วิจัยจะดำเนินการตามขั้นตอนดังต่อไปนี้

1. เก็บตัวอย่างรูปและวัตถุคิบที่ใช้ในการผลิตรูปที่มีจำหน่ายในประเทศไทย
2. ศึกษาวิธีการเก็บตัวอย่างควันจากรูปและวัตถุคิบ
3. การทดสอบประสิทธิภาพของวิธี

3.1 การสกัด (Extraction) สาร PAHs

3.2 การกำจัดสิ่งรบกวน (Clean up) ออกจากสาร PAHs ด้วยการใช้อัลมันซิลิกาเจล (Silica column)

3.3 การวิเคราะห์สาร PAHs ด้วยเครื่อง GC-MS

4. เก็บตัวอย่างควันรูปของแต่ละตัวอย่างรูปตลอดระยะเวลาที่มีการเผาไหม้ไว้ใน PTFE Filter และ Sorbent Tube

5. วิเคราะห์สาร PAHs ที่อยู่ในตัวอย่างรูปและในตัวอย่างวัตถุคิบของการผลิตรูป

6. วิเคราะห์หาปริมาณฝุ่นละอองที่ติดอยู่ใน PTFE Filter ด้วยวิธี Gravimetric Method

7. วิเคราะห์สาร PAHs ที่อยู่ใน PTFE Filter และ XAD-2 resin ด้วย GC-MS โดยเปรียบเทียบกับสารมาตรฐาน PAHs จำนวน 16 ชนิด คือ Naphthalene, Acenaphthylene, Acenaphthene, Fluorene, Phenanthrene, Anthracene, Fluoranthene, Pyrene, Chrysene, Benz[a]anthracene, Benzo[b]fluoranthene, Benzo[k]fluoranthene, Benzo[a]pyrene, Benzo[g,h,i]perylene, Indeno[1,2,3-cd]pyrene และ Dibenz[a,h]anthracene



เครื่องแก้วและอุปกรณ์

1. บีกเกอร์ (Beaker) ขนาด 50, 100, 300, 600 มิลลิลิตร
2. กระจกบอขวด (Cylinder) ขนาด 50 มิลลิลิตร
3. หลอดแก้วก้นแหลมชนิดมีขีดบอปริมาตร (Conical tube with graduation line) ขนาด 15 มิลลิลิตร
4. ขวดแก้วสีชา (Amber vial) ขนาด 50 มิลลิลิตร พร้อมฝาเกลียวที่มี Teflon liner
5. ขวดวัดปริมาตร (Volumetric flask) class A ขนาด 5, 10, 50 และ 200 มิลลิลิตร
6. ขวดก้นกลม (Round bottom flask) ขนาด 100 มิลลิลิตร
7. ขวดแก้วขนาดเล็ก (Vial) 2 มิลลิลิตร สำหรับใช้กับชุดฉีดสารอัตโนมัติ (Automatic injector) ของเครื่อง GC-MS
8. ขวดชั่งสาร (Weighing bottle)
9. คอลัมน์โครมาโตกราฟี (Column chromatography with sinter glass) ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 1 เซนติเมตร พร้อมชุดขาตั้งและที่จับยึดคอลัมน์
10. พาสเจอร์ปีเปตแก้ว (Glass pasteur pipette) ความยาว 13 เซนติเมตร ใช้สำหรับการดูด-ถ่ายสาร
11. กรวยแก้ว (Glass Funnel) ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 15 เซนติเมตร
12. ที่คีบ (Forcep)
13. ไมโครไซริงค์ (Microsyringe) ขนาด 25, 50, 100, 250 และ 500 ไมโครลิตร
14. ปีเปตวัดปริมาตร (Volumetric pipette, class A) ขนาด 1, 10 มิลลิลิตร
15. โถแก้วดูดความชื้น (Desiccator) ที่ใส่สารดูดความชื้นไว้แล้ว
16. เยื่อแผ่นกรองชนิดพีทีเอฟอี (PTFE filter membrane) ขนาด 2 ไมครอน เส้นผ่านศูนย์กลาง 37 มิลลิเมตร พร้อมชุดดัก (Cassette) ที่เป็น Filter Holder สำหรับดักฝุ่นในควันรูปและวัสดุคิบ ยี่ห้อ SKC
17. หลอดสารดูดซับ (Sorbent tube) ขนาด 8 x 11 มิลลิเมตร ชนิด XAD-2 resin ปริมาณส่วนต้น 100 มิลลิกรัม ส่วนท้าย 50 มิลลิกรัม โดยมีใยแก้วก้นกลางและปิดด้านท้ายทั้ง 2 ด้านของ resin อยู่ในหลอดแก้ว ยี่ห้อ SKC
18. ที่เปิดชุด Cassete ยี่ห้อ SKC
19. ชุดกรองสารแบบ Syringe filter membrane ชนิด Nylon 0.2 ไมครอน ขนาด 13 มิลลิเมตร และ Disposable syringe ขนาด 3 มิลลิลิตร
20. ช้อนตักสารชนิดสแตนเลส (Spatula)

21. ครอบแก้วสำหรับเก็บควัน ขนาดความยาว 60 เซนติเมตร และเส้นผ่านศูนย์กลางภายนอก 8 เซนติเมตร

22. ถ้วยครุชชีเบิ้ล (Crucible) ขนาดความสูง 60 มิลลิเมตร เส้นผ่านศูนย์กลาง 45 มิลลิเมตร

เครื่องมือ

1. เครื่องแก๊สโครมาโตกราฟ-แมสสเปกโตรมิเตอร์ (Gas Chromatograph-Mass Spectrometer, GC-MS) ยี่ห้อ Varian ประกอบด้วยส่วน GC รุ่น CP3800 และส่วน Ion Trap Mass Spectrometric Detector รุ่น Saturn 2200 พร้อม GC-MS Capillary Column ชนิด VF-5ms เส้นผ่านศูนย์กลาง 0.25 มิลลิเมตร ยาว 30 เมตร ความหนาของฟิล์ม 0.50 ไมครอน

2. เครื่องชั่งไฟฟ้า อ่านน้ำหนักได้ละเอียด 0.0001 กรัม ยี่ห้อ Mettler รุ่น AT 201

3. เครื่องปั่นเหวี่ยงชนิดควบคุมอุณหภูมิ (Centrifuge) ยี่ห้อ Eppendorf รุ่น 5810R

4. เครื่องระเหยสุญญากาศ (Rotary evaporator) ยี่ห้อ Buchi

5. อุปกรณ์ลดปริมาตรสารละลายโดยการเป่าด้วยแก๊สไนโตรเจน (N-Evap) ยี่ห้อ Organomation

6. เครื่องบดผสม ยี่ห้อ Retsch

7. ตู้อบความร้อน (Hot air oven)

8. ปั๊มสุญญากาศ (Vacuum pump) ขนาด 200 ลิตรต่อนาที

9. เตาไฟฟ้า (Hotplate)

10. อ่างน้ำคลื่นความถี่สูง (Ultrasonic bath)

11. เครื่องผสมสาร (Vortex mixer)

สารเคมี

1. อะซีโตน (Acetone) เกรดวิเคราะห์สารตกค้าง ยี่ห้อ Labscan

2. ไดคลอโรมีเทน (Dichloromethane) เกรดวิเคราะห์สารตกค้าง ยี่ห้อ RCI Labscan

3. เฮกเซน (n-Hexane) เกรดวิเคราะห์สารตกค้าง ยี่ห้อ Labscan

4. เมทานอล (Methanol) เกรด HPLC ยี่ห้อ Labscan

5. โซเดียมซัลเฟตเพนไฮเดรต (Sodium sulfate, anhydrous) ชนิด granular ขนาด 12 -16 mesh เกรด AR ยี่ห้อ J.T. Baker

6. ซิลิกาเจล 60 (Silica gel 60) ขนาด 70-230 mesh เกรดคอตมันน์โครมาโตกราฟี ยี่ห้อ MERCK
7. แก๊สฮีเลียม (Helium) ความบริสุทธิ์ 99.999%
8. แก๊สไนโตรเจน (Nitrogen) ความบริสุทธิ์ 99.995 %

สารมาตรฐาน

1. สารละลายมาตรฐาน PAHs
 - 1.1 Naphthalene ความเข้มข้น 1000 ไมโครกรัมต่อมิลลิลิตร ในเมทานอล ยี่ห้อ Restek
 - 1.2 Acenaphthylene ความเข้มข้น 1000 ไมโครกรัมต่อมิลลิลิตร ในเมทานอล ยี่ห้อ Restek
 - 1.3 Acenaphthene ความเข้มข้น 1000 ไมโครกรัมต่อมิลลิลิตร ในเมทานอล ยี่ห้อ Restek
 - 1.4 Fluorene ความเข้มข้น 1000 ไมโครกรัมต่อมิลลิลิตร ในเมทานอล ยี่ห้อ Restek
 - 1.5 Phenanthrene ความเข้มข้น 1000 ไมโครกรัมต่อมิลลิลิตร ในเมทานอล ยี่ห้อ Restek
 - 1.6 Anthracene ความเข้มข้น 1000 ไมโครกรัมต่อมิลลิลิตร ในอะซีโตน ยี่ห้อ Restek
 - 1.7 Fluoranthene ความเข้มข้น 1000 ไมโครกรัมต่อมิลลิลิตร ในเมทานอล ยี่ห้อ Restek
 - 1.8 Pyrene ความเข้มข้น 1000 ไมโครกรัมต่อมิลลิลิตร ในเมทานอล ยี่ห้อ Restek
 - 1.9 Benz[a]anthracene ความเข้มข้น 1000 ไมโครกรัมต่อมิลลิลิตร ในเมทานอล ยี่ห้อ Restek
 - 1.10 Chrysene ความเข้มข้น 1000 ไมโครกรัมต่อมิลลิลิตร ในเมทานอล ยี่ห้อ Restek
 - 1.11 Benzo[b]fluoranthene ความเข้มข้น 1000 ไมโครกรัมต่อมิลลิลิตร ในอะซีโตน ยี่ห้อ Restek
 - 1.12 Benzo[k]fluoranthene ความเข้มข้น 1000 ไมโครกรัมต่อมิลลิลิตร ในอะซีโตน ยี่ห้อ Restek
 - 1.13 Benzo[a]pyrene ความเข้มข้น 1000 ไมโครกรัมต่อมิลลิลิตร ในอะซีโตน ยี่ห้อ Restek
 - 1.14 Indeno[1,2,3-cd]pyrene ความเข้มข้น 1000 ไมโครกรัมต่อมิลลิลิตร ในไดคลอโรมีเทน ยี่ห้อ Restek
 - 1.15 Dibenz[a,h]anthracene ความเข้มข้น 1000 ไมโครกรัมต่อมิลลิลิตร ในไดคลอโรมีเทน ยี่ห้อ Restek
 - 1.16 Benzo[g,h,i]perylene ความเข้มข้น 1000 ไมโครกรัมต่อมิลลิลิตร ในไดคลอโรมีเทน ยี่ห้อ Restek

2. สารละลายมาตรฐานผสมของ PAHs 16 ชนิด ความเข้มข้น 2000 ไมโครกรัมต่อมิลลิลิตร ในไดคลอโรมีเทน ยี่ห้อ Restek กำหนดเป็น Stock standard solution

3. สารละลายมาตรฐานภายใน (Internal standard solution)

3.1 Acenaphthene-d10 ความเข้มข้น 2000 นาโนกรัมต่อไมโครลิตร ในโทลูอีน ยี่ห้อ Dr Ehrenstorfer

3.2 p-Terphenyl-d14 ความเข้มข้น 1000 นาโนกรัมต่อไมโครลิตร ในไดคลอโรมีเทน ยี่ห้อ Restek

การเตรียมสารละลายมาตรฐาน

1. สารละลายมาตรฐาน PAHs ความเข้มข้น 25 ไมโครกรัมต่อมิลลิลิตร

ดูดสารละลายมาตรฐาน PAHs แต่ละชนิด ความเข้มข้น 1000 ไมโครกรัมต่อมิลลิลิตร ปริมาตร 250 ไมโครลิตร ด้วยไมโครไซริงค์ ใส่ลงในขวดวัดปริมาตรขนาด 10 มิลลิลิตร ขวดละ 1 ชนิด แล้วปรับปริมาตรด้วยไดคลอโรมีเทน

2. สารละลายมาตรฐาน PAHs ความเข้มข้น 1 ไมโครกรัมต่อมิลลิลิตร

ดูดสารละลายมาตรฐาน PAHs แต่ละชนิด ที่ความเข้มข้น 25 ไมโครกรัมต่อมิลลิลิตร ปริมาตร 40 ไมโครลิตร ด้วยไมโครไซริงค์ใส่ลงในขวด vial ขนาด 2 มิลลิลิตร และเติมไดคลอโรมีเทน ปริมาตร 960 ไมโครลิตร ได้ความเข้มข้นของสารละลายมาตรฐานเป็น 1 ไมโครกรัมต่อมิลลิลิตร

3. สารละลายมาตรฐานผสมของ PAHs ความเข้มข้นระดับกลาง 16 สาร (Mixed 16 PAHs intermediate standard solution) ความเข้มข้น 25 ไมโครกรัมต่อมิลลิลิตร

ดูดสารละลายมาตรฐานผสมของ PAHs 16 ชนิด ความเข้มข้น 2000 ไมโครกรัมต่อมิลลิลิตร ปริมาตร 125 ไมโครลิตร ด้วยไมโครไซริงค์ใส่ลงในขวดวัดปริมาตร ขนาด 10 ไมโครลิตร ปรับปริมาตรด้วยไดคลอโรมีเทน ได้ความเข้มข้นของสารละลายมาตรฐานเป็น 25 ไมโครกรัมต่อมิลลิลิตร

4. สารละลายมาตรฐานผสมของ PAHs ความเข้มข้นระดับใช้งาน (Mixed 16 PAHs working standard solution) ความเข้มข้น 0.01, 0.05, 0.10, 0.25, 0.50, 1.0, 1.5, 2.0, 2.5 และ 4.0 ไมโครกรัมต่อมิลลิลิตร

ดูดสารละลายมาตรฐานระดับกลางตามตารางที่ 3.1 ใส่ลงในขวดวัดปริมาตร ขนาด 10 มิลลิลิตร ยกเว้นที่ความเข้มข้น 4.0 ไมโครกรัมต่อมิลลิลิตร ใส่ลงในขวดวัดปริมาตร ขนาด 5 มิลลิลิตร

แล้วปรับปริมาตรด้วยไดคลอโรมีเทน ได้ความเข้มข้นของสารละลายมาตรฐานผสมระดับใช้งานตามตารางที่ 3.1

ตารางที่ 3.1 การเตรียม Mixed 16 PAHs working standard solution

ความเข้มข้น ที่	Intermediate standard solution		ความเข้มข้น working standard solution (ไมโครกรัมต่อมิลลิลิตร)
	ความเข้มข้น (ไมโครกรัมต่อมิลลิลิตร)	ปริมาตร (ไมโครลิตร)	
1	25	800	4.0
2	25	1000	2.5
3	25	800	2.0
4	25	600	1.5
5	25	400	1.0
6	25	200	0.50
7	25	100	0.25
8	25	40	0.10
9	1	500	0.05
10	1	100	0.01

5. การเตรียมสารละลายมาตรฐาน Acenaphthene-d10 ความเข้มข้น 25 ไมโครกรัมต่อมิลลิลิตร

ดูดสารละลายมาตรฐาน Acenaphthene-d10 ความเข้มข้น 2000 ไมโครกรัมต่อมิลลิลิตร ปริมาตร 125 ไมโครลิตร ด้วยไมโครไซริงค์ ใส่ลงในขวดวัดปริมาตรขนาด 10 มิลลิลิตร ปรับปริมาตรด้วยไดคลอโรมีเทน ได้ความเข้มข้นของสารละลายมาตรฐาน Acenaphthene-d10 เป็น 25 ไมโครกรัมต่อมิลลิลิตร

6. การเตรียมสารละลาย p-Terphenyl-d14 ความเข้มข้น 25 ไมโครกรัมต่อมิลลิลิตร

ดูดสารละลายมาตรฐาน p-Terphenyl-d14 ความเข้มข้น 1000 ไมโครกรัมต่อมิลลิลิตร ปริมาตร 250 ไมโครลิตร ด้วยไมโครไซริงค์ ใส่ลงในขวดวัดปริมาตรขนาด 10 มิลลิลิตร ปรับปริมาตรด้วยไดคลอโรมีเทน ได้ความเข้มข้นของสารละลายมาตรฐาน p-Terphenyl-d14 เป็น 25 ไมโครกรัมต่อมิลลิลิตร

7. การเตรียมสารละลายมาตรฐานภายในผสม (Mixed internal standard solution) ของ Acenaphthene-d10 และ p-Terphenyl-d14 ความเข้มข้น 0.50 ไมโครกรัมต่อมิลลิลิตร

ปิเปตสารละลายมาตรฐาน Acenaphthene-d10 และ p-Terphenyl-d14 ที่ความเข้มข้น 25 ไมโครกรัมต่อมิลลิลิตร ปริมาตรของแต่ละสาร 2 มิลลิลิตร ใส่ลงในขวดวัดปริมาตรขนาด 100 มิลลิลิตร ใบเดียวกัน ปรับปริมาตรด้วยไดคลอโรมีเทน ได้ความเข้มข้นของแต่ละสารเป็น 0.50 ไมโครกรัมต่อมิลลิลิตร

8. การจัดเก็บสารมาตรฐาน

ถ่ายสารละลายมาตรฐานที่เตรียมได้ใส่ในหลอดแก้วที่หุ้มด้วยอลูมิเนียมฟอยล์ เพื่อป้องกันสารจากแสง ปิดฝาเกลียวให้แน่น เก็บรักษาในตู้แช่เย็นที่อุณหภูมิต่ำกว่า - 15 องศาเซลเซียส

การเตรียมอุปกรณ์เครื่องแก้ว

ทำความสะอาดเครื่องแก้วทุกชิ้นก่อนนำเครื่องแก้วมาใช้งาน โดยการนำเอาเครื่องแก้วไปล้างด้วยน้ำยาล้างเครื่องแก้ว ล้างออกด้วยน้ำสะอาด แล้วจึงนำมาล้างด้วยน้ำจืดไอออนหลาย ๆ ครั้ง ด้วยอะซิโตน เอาเข้าอบที่อุณหภูมิ 185 องศาเซลเซียส นาน 1 ชั่วโมง ปล่อยให้เครื่องแก้วให้เย็น แล้วจึงชะด้วยเมทานอลและไดคลอโรมีเทน ยกเว้นเครื่องแก้วชนิดขวดวัดปริมาตร ปิเปตวัดปริมาตร และหลอดแก้วกั้นแหลมชนิดมีขีดบอกปริมาตร เมื่อชะด้วยอะซิโตนแล้ว รอให้แห้ง แล้วชะด้วยเมทานอลและไดคลอโรมีเทน

การเก็บและกำหนดตัวอย่างรูปและวัตถุที่ใช้ในการผลิตรูปที่มีจำหน่ายในประเทศไทย

1. เก็บตัวอย่างรูปชนิดที่มีก้าน (stick) กับ ที่มีลักษณะแบบกรวย (cone) หรือก้อน (rock) จากแหล่งผลิตและจำหน่ายในกรุงเทพมหานคร จังหวัดสมุทรปราการ ชัยนาทและอุทัยธานี โดยแบ่งเป็น 2 ประเภท คือ

ประเภท (ก) ผลิตจากวัตถุดิบที่ระบุว่าเป็นมิตรกับสิ่งแวดล้อม มีวันน้อยหรือไร้ควัน

ประเภท (ข) ผลิตจากวัตถุดิบทั่วไปหรือไม่ได้ระบุว่าเป็นมิตรกับสิ่งแวดล้อม

2. เก็บตัวอย่างวัตถุดิบที่นำมาผลิตเป็นรูปจากแหล่งผลิตและจำหน่ายในประเทศไทย โดยแบ่งเป็น 2 ประเภท และตามคุณสมบัติดังแสดงในตารางที่ 3.2 ดังนี้

ประเภท (ค) วัตถุดิบตามภูมิปัญญาหรือจากธรรมชาติ

ประเภท (ง) วัตถุดิบจากอุตสาหกรรม

ตารางที่ 3.2 การแบ่งประเภทและคุณสมบัติของตัวอย่างวัตถุดิบ

ประเภทวัตถุดิบ	คุณสมบัติ		
	ที่ช่วยให้เกิดการลุกไหม้	ที่ช่วยในการยึดติด	ให้กลิ่นหอม
วัตถุดิบตามภูมิปัญญาหรือจากธรรมชาติ (ค)	ไม้จันทน์หอม ผงจันทน์พม่า ผงจันทน์เหลียว ผงกำยานจันทน์ผสม อบเชย ชะลูด ซังข้าวโพด ผงจากลูกมะกรูด ผงใบสะเดา ตะไคร้ป่น ดอกมะลิ ดอกกุหลาบ	ผงเปลือกไม้บง หรือโกวบั่วะ	น้ำมันหอมกลิ่นจำปี น้ำมันหอมกลิ่นกุหลาบ
วัตถุดิบจากอุตสาหกรรม (ง)	ขี้เลื่อยไม้ยางพารา ขี้เลื่อยไม้อัดบางนา ขี้เลื่อยไม้มะม่วง จันทขาว	ผงกาวอัลฟ่า	-

กำหนดรหัส ตัวอย่างรูปและวัตถุคิบ ตามตารางที่ 3.3 และ 3.4 ตามลำดับ ดังนี้ และภาพที่ 3.1 ถึง 3.6 เป็นตัวอย่างรูปและวัตถุคิบบางชนิด

ตารางที่ 3.3 ชนิดและรหัสตัวอย่างรูป

ลำดับ	รหัสตัวอย่าง	ตัวอย่าง	ยี่ห้อ	ประเภท
1	S1-1	รูปไห้วพระ	1	(ข)
2	S1-2	รูปไห้วพระ	1	(ข)
3	S2-1	รูปไห้วพระ	2	(ก)
4	S3-1	รูปหอม	3	(ข)
5	S3-2	รูปหอม	3	(ข)
6	S4-1	รูปหอม	4	(ก)
7	S5-1	รูปกำยาน	5	(ก)
8	S6-1	รูปสมุนไพรรูปไต้ยุง	6	(ก)
9	S7-1	รูปไร่ควัน	7	(ก)
10	C3-1	รูปหอมรูปกรวย (cone)	3	(ข)
11	C5-1	กำยานรูปทองก้อน	8	(ก)

ตารางที่ 3.4 ชนิดและรหัสตัวอย่างวัตถุบ

ลำดับ	รหัสตัวอย่าง	ตัวอย่าง	ประเภท
1	M1-3	จีเลื่อยไม้ยางพารา	(ง)
2	M2-1	จันทน์เหลี่ยม	(ค)
3	M2-2	จันทน์พม่า	(ค)
4	M2-3	อบเชย	(ค)
5	M2-4	ชะลูด	(ค)
6	M3-1	ซังข้าวโพด	(ค)
7	M3-2	ดอกมะลิ	(ค)
8	M3-3	ดอกกุหลาบ	(ค)
9	M3-4	น้ำมันหอมกลิ่นจำปี	(ค)
10	M4-1	จีเลื่อยไม้อัดบางนา	(ง)
11	M4-2	ยางบงต่อโกวบั้ง	(ค)
12	M4-3	จันทขาว	(ง)
13	M4-4	ผงกาวอัลฟา	(ง)
14	M4-9	น้ำมันหอมกลิ่นกุหลาบ	(ค)
15	M5-1	ไม้จันทน์หอม	(ค)
16	M5-2	กำยานจันทน์ผสม	(ค)
17	M6-1	มะกรูด	(ค)
18	M6-2	สะเดา	(ค)
19	M6-3	ตะไคร้	(ค)
20	M6-4	จีเลื่อยไม้มะม่วง	(ง)



ภาพที่ 3.1 ตัวอย่างรูปสมุนไพโรล่ยง (S6-1)



ภาพที่ 3.2 ตัวอย่างกำยานรูปก้อนทอง (C5-1)



ภาพที่ 3.3 ตัวอย่างชั่งข้าวโพด (M3-1)



ภาพที่ 3.4 ตัวอย่างไม้จันทน์หอม (M5-1)



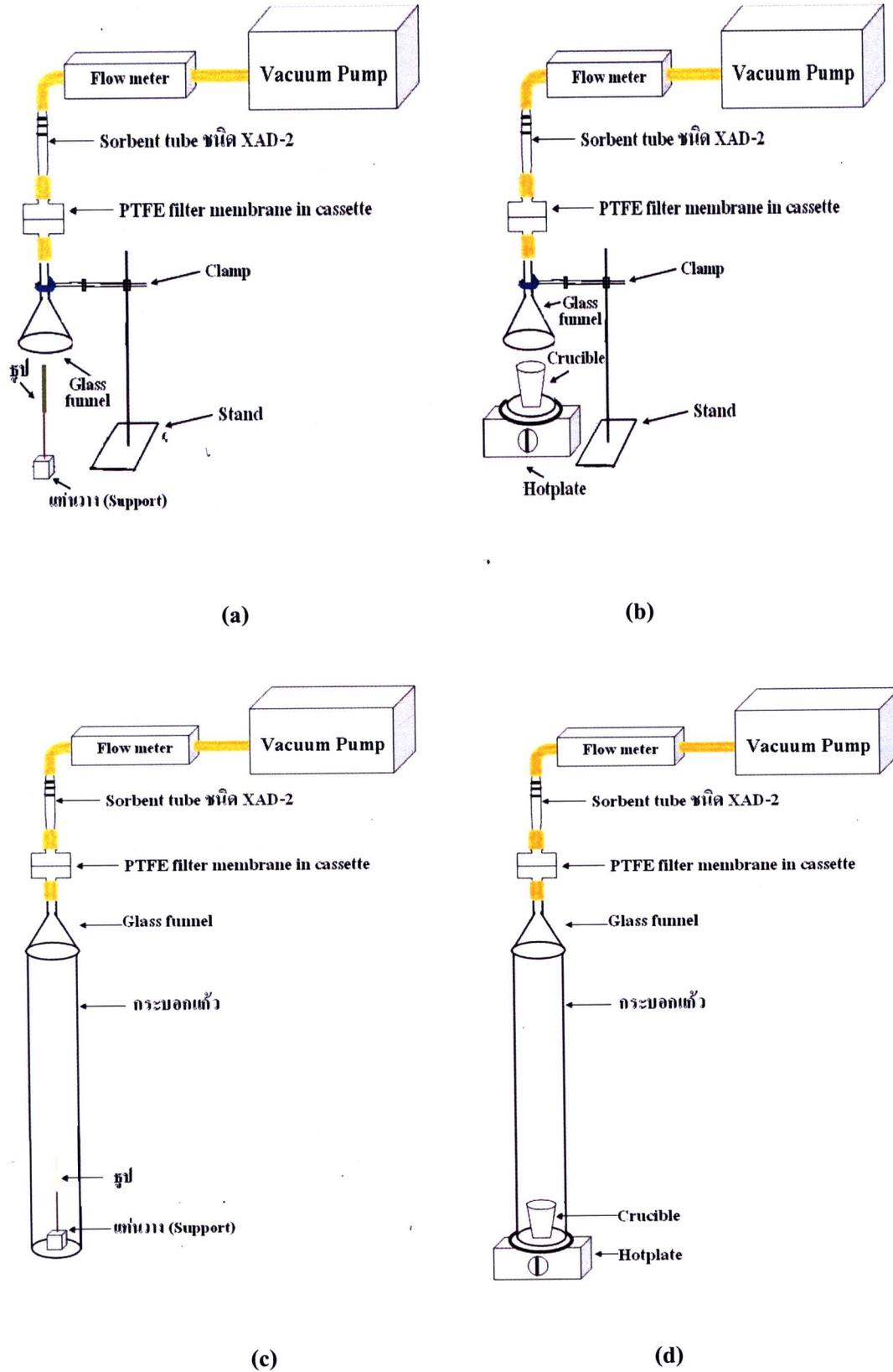
ภาพที่ 3.5 ตัวอย่างดอกกุหลาบ (M3-3)



ภาพที่ 3.6 ตัวอย่างอบเชย (M2-3)

ศึกษาวิธีการเก็บตัวอย่างฝุ่นและควันจากรูปและวัตถุคิ

1. เตรียมชุดเก็บฝุ่นและควันเป็น 4 แบบ ดังภาพ 3.7 (a)-(d) แล้วดำเนินการดังนี้
 - 1.1 นำรูปไปเสียบบนแท่นวางหรือ support อยู่ภายใต้กรวยแก้ว แล้วจุดให้เกิดเป็นควัน ดังภาพ 3.7 (a) แล้วสังเกตลักษณะของควันรูป
 - 1.2 ชั่งตัวอย่างโกวบั่วซึ่งให้เป็นตัวแทนของวัตถุคิประมาณ 0.2 กรัม ใส่ในถ้วยครุชชีเบิ้ล แล้วนำมาวางบนเตาไฟฟ้าอยู่ภายใต้กรวยแก้ว ให้ความร้อนแก่ตัวอย่างจากเตาไฟฟ้าผ่านไปถ้วยครุชชีเบิ้ล ดังภาพ 3.7 (b) แล้วสังเกตลักษณะของควันรูป
 - 1.3 นำรูปไปเสียบบนแท่นวางหรือ support จุดรูปให้เกิดเป็นควัน แล้วรีบนำตัวอย่างไปไว้ในกระบอกแก้วที่ต่อเข้ากับกรวยแก้ว ชุดคิ (cassette) ที่มี PTFE filter membrane ประกอบอยู่ภายใน และ sorbent tube ที่มี XAD-2 resin บรรจุอยู่ภายใน และมี vacuum pump เป็นตัวช่วยดูดควัน ดังภาพ 3.7 (c) แล้วสังเกตลักษณะของควันรูป
 - 1.4 ชั่งตัวอย่างผงโกวบั่วประมาณ 0.2 กรัม ใส่ในถ้วยครุชชีเบิ้ล แล้วนำมาวางบนเตาไฟฟ้า นำกระบอกแก้วมาวางครอบถ้วยครุชชีเบิ้ล ซึ่งปลายกระบอกแก้วจะต่อเข้ากับกรวยแก้ว ชุดคิ ที่มี PTFE Filter Membrane และ sorbent tube ที่มี XAD-2 resin บรรจุอยู่ภายใน และมีปั๊มสุญญากาศเป็นตัวช่วยดูดควัน ให้ความร้อนแก่ตัวอย่างจากเตาไฟฟ้าผ่านไปถ้วยครุชชีเบิ้ล ดังภาพ 3.7 (d) แล้วสังเกตลักษณะของควันรูป



ภาพที่ 3.7 (a) - (d) แผนภาพการเก็บควันจากรูปและวัตถุดับ

การทดสอบประสิทธิภาพของวิธีทดสอบ

1. การวิเคราะห์สาร PAHs ด้วยเครื่อง GC-MS

1.1 ทดสอบหาลำดับและ Retention time (RT) ของสารมาตรฐาน PAHs 16 ชนิดและสารมาตรฐานภายใน 2 ชนิด

ทำการตรวจวัดสารละลายมาตรฐาน PAHs 16 ชนิด และสารมาตรฐานภายใน 2 ชนิด ที่ความเข้มข้น 1 ไมโครกรัมต่อมิลลิลิตร ภายใต้สภาวะเครื่อง GC-MS ที่กำหนด ดังนี้

สภาวะของส่วนแก๊สโครมาโตกราฟ (GC)

คอลัมน์แบบ fuse silica capillary เคลือบด้วย 5% phenyl / 95% dimethylpolysiloxane (VF-5ms) เส้นผ่านศูนย์กลาง 0.25 มิลลิเมตร ยาว 30 เมตร ความหนาของฟิล์ม 0.50 ไมครอน

อุณหภูมิคอลัมน์ (Column oven)

อุณหภูมิเริ่มต้น 80 องศาเซลเซียส (คงที่ 0.50 นาที)

อัตราการเพิ่มอุณหภูมิตั้งที่ 1 10 องศาเซลเซียสต่อนาที จนถึง 210 องศาเซลเซียส (คงที่ 1 นาที)

อัตราการเพิ่มอุณหภูมิตั้งที่ 2 10 องศาเซลเซียสต่อนาที จนถึง 290 องศาเซลเซียส (คงที่ 4 นาที)

อัตราการเพิ่มอุณหภูมิตั้งที่ 3 5 องศาเซลเซียสต่อนาที จนถึง 300 องศาเซลเซียส (คงที่ 5 นาที)

อัตราการเพิ่มอุณหภูมิตั้งที่ 4 5 องศาเซลเซียสต่อนาที จนถึง 315 องศาเซลเซียส (คงที่ 1 นาที)

แก๊สพา (Carrier gas) แก๊สฮีเลียม ชนิด Ultra High Purity

ความบริสุทธิ์ 99.999 %

อัตราการไหลของแก๊สพา 1.0 มิลลิลิตรต่อนาที

ช่องฉีดสาร (Injector) ชนิด Split/Splitless

อุณหภูมิช่องฉีดสาร 280 องศาเซลเซียส

ปริมาตรสารละลายที่ฉีด 2 ไมโครลิตร

สภาวะของส่วนแมสสเปกโตรมิเตอร์ (MS)

แหล่งกำเนิดไอออน (Ion source)	ชนิด Electron Ionization (EI)
ช่วงการสแกน (Scan range)	100- 450 amu
อุณหภูมิของ Trap	200 องศาเซลเซียส
อุณหภูมิของ Manifold	50 องศาเซลเซียส
อุณหภูมิของ Transfer line	250 องศาเซลเซียส
EM Voltage	2050
Scan Time	5 μ Scans (0.68 seconds/scan)

1.2 การหาค่า Instrument Detection Limit (IDL) และช่วงความเป็นเส้นตรง (Linear Range) ของกราฟมาตรฐาน

ทำการตรวจวัดหาความเข้มข้นต่ำสุดของสาร PAHs แต่ละชนิดที่เครื่อง GC-MS สามารถวัดได้ โดยตั้งนิตสารละลายมาตรฐานผสม 16 PAHs ความเข้มข้น 0.01, 0.05, 0.1, 0.25, 0.50, 1.0, 1.5, 2.0, 2.5 และ 4.0 ไมโครกรัมต่อมิลลิลิตร ที่ได้เติมสารละลายมาตรฐานภายในผสมของ Acenaphthene-d10 (กำหนดเป็น IS1) และ p-Terphenyl-d14 (กำหนดเป็น IS2) ความเข้มข้น 0.50 ไมโครกรัมต่อมิลลิลิตร ปริมาตรของสารละลายมาตรฐานผสม 16 PAHs กับสารละลายมาตรฐานภายในผสม อย่างละ 0.5 มิลลิลิตร ภายใต้สภาวะเครื่อง GC-MS ที่กำหนดในข้อ 1.1 แล้วพิจารณาค่า signal to noise (S/N) ของ Primary mass ion ของสาร PAHs แต่ละชนิด ตามตารางที่ 3.5



ตารางที่ 3.5 Characteristic ions ของสาร PAHs

Segment No.	PAHs	Abbre.	Primary Ion	Secondary Ion (s)	Time window (min)
1	Solvent Cut	-	-	-	0.00-7.50
2	Naphthalene	Nap	128	102, 129	7.50-10.10
3	Acenaphthylene	Acy	152	151, 153	10.10-12.00
4	Acenaphthene + Acenaphthene d10 (IS1)	Ace Ace-d10	153 162	154, 152 160, 164	12.00-12.72 12.00-12.72
5	Fluorene	Flu	166	165, 139	12.72-15.00
6	Phenanthrene + Anthracene	Phen Anth	178 178	152, 179 152, 179	15.00-18.00 15.00-18.00
7	Fluoranthene	Flt	202	203, 101	18.00-19.95
8	Pyrene + p-Therphenyl d14 (IS2)	Pyr Ther-d14	202 245	203, 101 244, 122	19.95-21.68 19.95-21.68
9	Benzo[a]anthracene + Chrysene	BaA Chr	228 228	114, 229 113, 229	21.68-25.50 21.68-25.50
10	Benzo[b]fluoranthene + Benzo[k]fluoranthene	BbF BkF	252 252	253, 126 253, 126	25.50-28.05 25.50-28.05
11	Benzo[a]pyrene	BaP	252	253, 126	28.05-31.35
12	Indeno[1,2,3-cd]pyrene + Dibenz[a,h]anthracene	Ind DBahA	277 279	138, 126 139, 277	31.35-35.40 31.35-35.40
13	Benzo[g,h,i]perylene	BghiP	277	138, 279	35.40-37.00

2. การทดสอบประสิทธิภาพวิธีการสกัดสาร PAHs

2.1 เปิดชุด cassette แล้วคีบ PTFE filter membrane ใส่ในขวด vial สีชา ขนาด 50 มิลลิลิตร ขวดละ 1 ซีน จำนวน 4 ขวด

2.2 คูณสารละลายมาตรฐานผสมของ PAHs 16 ชนิด ความเข้มข้น 0.50 ไมโครกรัมต่อ มิลลิลิตร ด้วยไมโครไซริงค์ ปริมาตรของความเข้มข้นละ 100 ไมโครลิตร ใส่ลงที่ PTFE filter membrane ขวดที่ 1 และคูณสารละลายมาตรฐานผสมของ PAHs 16 ชนิด ความเข้มข้น

25 ไมโครกรัมต่อมิลลิลิตร ปริมาตร 100 และ 150 ไมโครกรัม ใส่ลงใน PTFE filter ขวดที่ 2 และ 3 ตามลำดับ สำหรับขวดที่ 4 กำหนดให้เป็น Filter Blank

2.3 ตัดปลาย sorbent tube ด้านที่ใกล้กับ XAD-2 resin ดึงใยแก้ว พร้อมกับเคาะให้ XAD-2 resin ใสลงในขวด vial สีชา ขนาด 50 มิลลิลิตร ขวดละ 1 ชิ้น จำนวน 4 ขวด แล้วทำการดูดสารละลายมาตรฐานผสมของ PAHs ใสลงใน XAD-2 resin ขวดที่ 1-3 เช่นเดียวกับ PTFE filter membrane ทั้งความเข้มข้นและปริมาตร และขวดที่ 4 กำหนดให้เป็น Sorbent Blank

2.4 เติมไดคลอโรมีเทนปริมาตร 30 มิลลิลิตร ลงในแต่ละขวด ปิดปากขวดด้วยฝาเกลียวที่มี Teflon liner อยู่ด้านใน นำไป sonicate ใน Ultrasonic bath ที่อุณหภูมิ 10 องศาเซลเซียส นาน 30 นาที แล้วนำไปปั่นเหวี่ยงด้วยความเร็ว 3000 รอบต่อนาที นาน 10 นาที ปิเปตสารที่สกัดได้ในชั้นบน 10 มิลลิลิตร ใส่ในหลอดแก้วกันแหลม ขนาด 15 มิลลิลิตร ทำให้เข้มข้นขึ้นด้วยเครื่อง N-Evap โดยลดปริมาตรในหลอดให้เหลือ 0.5 มิลลิลิตร แล้วเติมสารละลายมาตรฐานภายในผสมของ Acenaphthene-d10 และ p-Terphenyl-d14 ความเข้มข้น 0.5 ไมโครกรัมต่อมิลลิลิตร ปริมาตร 0.50 มิลลิลิตร เขย่าผสมให้เข้ากันด้วยเครื่อง vortex mixer ดูดใส่ขวด vial สีชา ขนาด 2 มิลลิลิตร แล้วนำไปวิเคราะห์ด้วย GC-MS

3. การทดสอบประสิทธิภาพของการกำจัดสิ่งรบกวน (Clean up) ออกจากสาร PAHs

3.1 ประกอบคอลัมน์โครมาโตกราฟี เข้ากับชุดขาตั้งให้มั่นคง

3.2 เติมเฮกเซนลงในคอลัมน์ ปริมาตร 5 มิลลิลิตร

3.3 กวนซิลิกาเจลปริมาณ 10 กรัม ให้เข้ากันกับเฮกเซน ปริมาตร 40 มิลลิลิตร แล้วเทลงในคอลัมน์ เคาะสารในคอลัมน์ให้แน่นและไม่มีฟองอากาศ

3.4 ใส่โซเดียมซัลเฟต 1 กรัม ลงบนด้านบนซิลิกาเจล เปิด stopcock ให้เฮกเซน ไหลลงมากลุมสารโซเดียมซัลเฟต ประมาณ 1 มิลลิเมตร

3.5 เติมเฮกเซน 40 มิลลิลิตร แล้วปล่อยให้ไหลผ่านคอลัมน์ทิ้งไปจนสารอยู่เหนือโซเดียมซัลเฟต ประมาณ 1 มิลลิเมตร

3.6 ปิเปตสารละลายมาตรฐานผสมของ PAHs 16 ชนิด ความเข้มข้น 0.25 ไมโครกรัมต่อมิลลิลิตร ปริมาตร 0.5 มิลลิลิตร ใสลงด้านบนของโซเดียมซัลเฟต

3.7 เติมเฮกเซน 25 มิลลิลิตร ลงในคอลัมน์ แล้วปล่อยให้ไหลออกจากคอลัมน์ด้วยอัตราการไหล 1 มิลลิลิตรต่อนาที ทิ้งสารเฮกเซน 5 มิลลิลิตรแรก และเก็บสารเฮกเซนที่ออกจากคอลัมน์ต่อมาประมาณ 20 มิลลิลิตร ใส่ในขวดแก้วกันกลมใบที่ 1 (กำหนดเป็น fraction 1) จนสารเฮกเซนอยู่เหนือโซเดียมซัลเฟตประมาณ 1 มิลลิเมตร

3.8 เติมตัวทำละลายผสมของไดคลอโรมีเทน : เฮกเซน (40:60) ปริมาตร 25 มิลลิลิตร ลงในคอลัมน์ และเก็บสารที่ชะได้ใส่ขวดแก้วกันกลมใบที่ 2 (กำหนดเป็น fraction 2)

3.9 ระเหยสารในขวดแก้วกันกลม ให้เหลือประมาณ 1 มิลลิลิตร ด้วยเครื่อง rotary evaporator จากนั้นถ่ายใส่หลอดแก้วกันแหลม ขนาด 15 มิลลิลิตร ชะสารในหลอดด้วยไดคลอโรมีเทน ประมาณ 3 มิลลิลิตร แล้วถ่ายใส่หลอดแก้วกันแหลมหลอดเดิม

3.10 นำสารในหลอดแก้วกันแหลม ทำให้เข้มข้นขึ้นด้วยเครื่อง N-Evap ที่อุณหภูมิของอ่างน้ำไม่เกิน 50 องศาเซลเซียส จนปริมาตรสารในหลอดเหลือ 0.5 มิลลิลิตร

3.11 เติมสารละลายมาตรฐานภายในผสมของ Acenaphthene-d10 และ p-Terphenyl-d14 ความเข้มข้น 0.50 ไมโครกรัมต่อมิลลิลิตร ปริมาตร 0.5 มิลลิลิตร แล้วผสมให้เข้ากันด้วยเครื่อง vortex mixer

3.12 ถ่ายสารละลายที่เตรียมได้ใส่ในขวด vial ขนาด 2 มิลลิลิตร ปิดฝาให้แน่น แล้วนำสารที่ได้ไปวิเคราะห์ด้วยเครื่อง GC-MS

3.13 ทำซ้ำตั้งแต่ข้อ 3.1- 3.12 อีก 3 การทดสอบ แต่เปลี่ยนความเข้มข้นสารละลายมาตรฐานผสมของ PAHs 16 ชนิด เป็น 2.0 และ 4.0 ไมโครกรัมต่อมิลลิลิตร และการทดสอบสุดท้าย กำหนดให้เป็น Column Blank โดยไม่ต้องทำการเติมสารละลายมาตรฐาน

การวิเคราะห์ชนิดและปริมาณของสารโพลีไซคลิกอะโรมาติกไฮโดรคาร์บอน ในตัวอย่างรูปและวัตถุិข

1. การเตรียมตัวอย่าง

1.1 การจดบันทึกลักษณะและน้ำหนักตัวอย่างที่นำไปวิเคราะห์

ตัวอย่างรูป

จดบันทึกลักษณะ ความยาวและกลิ่นของตัวอย่างรูป แล้วจึงชั่งน้ำหนักตัวอย่างก่อนนำมาจุดให้เกิดเป็นควัน

ตัวอย่างวัตถุិข

จดบันทึกลักษณะและกลิ่นของวัตถุិขแต่ละชนิด แล้วจึงชั่งน้ำหนักตัวอย่างใส่ในครุชเช็ล ประมาณ 0.2 กรัม ก่อนนำไปทำให้เกิดเป็นควัน

1.2 การเตรียม PTFE Filter Membrane ให้แห้ง

เตรียม PTFE Filter Membrane โดยการดูดความชื้นในโถแก้วดูดความชื้น อย่างน้อย 24 ชั่วโมง หลังจากนั้น จึงชั่งน้ำหนัก filter membrane และในการชั่ง ต้องไม่ให้ filter

membrane สัมผัสอากาศที่มีความชื้นสัมพัทธ์มากกว่า 50 % เกิน 2 นาที ก่อนที่จะนำไปประกอบกับชุด cassette

1.3 การเก็บฝุ่นและควัน

1.3.1 เก็บควันจากตัวอย่างรูป โดยการจุดให้เกิดเป็นควัน แล้วรีบนำตัวอย่างไปไว้ในกระบอกแก้วที่ต่อเข้าสู่ชุด cassette ที่มี PTFE filter membrane ประกอบอยู่ภายใน และ sorbent tube ที่มี XAD-2 resin บรรจุอยู่ภายใน และมี vacuum pump เป็นตัวช่วยดูดควัน เก็บควันแต่ละตัวอย่างต่อเนื่องจนกระทั่งอีก 20 นาที หลังจากควันตัวอย่างหมดแล้ว บันทึกเวลาทั้งหมดที่เก็บควัน

1.3.2 เก็บควันจากตัวอย่างวัตถุติด โดยนำถ้วยครุชชีเบิ้ลที่มีวัตถุติดไปวางบนเตาไฟฟ้า นำกระบอกแก้วมาวางครอบด้วยครุชชีเบิ้ลซึ่งปลายกระบอกแก้วจะต่อเข้าสู่ PTFE Filter Membrane และ sorbent tube ที่มี XAD-2 resin บรรจุอยู่ภายใน และมีปั๊มสุญญากาศเป็นตัวช่วยดูดควัน ให้ความร้อนแก่ตัวอย่างจากเตาไฟฟ้าผ่านไปที่ถ้วยครุชชีเบิ้ลเก็บควันแต่ละตัวอย่างต่อเนื่องจนกระทั่งอีก 20 นาที หลังจากควันตัวอย่างหมดแล้ว บันทึกเวลาตั้งแต่เริ่มมีควันจนถึงควันหมด และชั่งน้ำหนักก่อนรูปที่หลีกเลี่ยงการเผา

1.3.3 เปิดชุด cassette ใช้ที่คีบนำ PTFE filter membrane ใส่ไว้ใน weighing bottle แล้วนำไปดูดความชื้นในโถแก้วดูดความชื้น เป็นเวลาอย่างน้อย 24 ชั่วโมง แล้วจึงชั่งน้ำหนัก น้ำหนักที่ชั่งได้นี้ลบด้วยน้ำหนัก PTFE filter membrane แห่ง ได้เป็นน้ำหนักฝุ่น

1.3.4 ชะคราบที่ติดอยู่กับภายในกระบอกแก้วด้วยไดคลอโรมีเทน ปริมาตร 50 มิลลิลิตร ใส่ในขวดแก้วกันกลม แล้วนำไประเหยด้วยเครื่อง rotary evaporator ให้เหลือประมาณ 1 มิลลิลิตร จากนั้นถ่ายใส่หลอดแก้วกันแหลมขนาด 15 มิลลิลิตร ชะสารในขวดแก้วกันกลมด้วยไดคลอโรมีเทน ประมาณ 3 มิลลิลิตร แล้วถ่ายใส่หลอดแก้วกันแหลมหลอดเดิม นำไปกำจัดสิ่งรบกวนด้วยการผ่านลงในคอลัมน์ซิลิกาเจล (silica gel column)

1.3.5 กำหนดรหัสย่อเกี่ยวกับตัวอย่างควันจากรูปและวัตถุติดที่ PTFE filter membrane คือ S, XAD-2 resin sorbent tube คือ G และสารที่ถูกชะจากภายในกระบอกแก้ว คือ R

1.4 การสกัด PAHs ใน PTFE Filter Membrane และ XAD-2 resin

1.4.1 นำ PTFE Filter Membrane ที่ชั่งน้ำหนักแล้วใส่ในขวด vial สีชา ขนาด 50 มิลลิลิตร เติมไดคลอโรมีเทน 30 มิลลิลิตร ปิดหลอดด้วยฝาเกลียวที่มี Teflon liner อยู่ด้านใน นำไป sonicate ใน Ultrasonic bath ที่อุณหภูมิ 10 องศาเซลเซียส นาน 30 นาที แล้วนำไปปั่นเหวี่ยงที่ความเร็ว 3000 รอบต่อนาที นาน 10 นาที ปิเปตสารที่สกัดได้ในชั้นบน 10 มิลลิลิตร ใส่ในหลอดแก้วกันแหลม ขนาด 15 มิลลิลิตร ทำให้เข้มข้นขึ้นด้วยเครื่อง N-Evap ให้เหลือประมาณ 1 มิลลิลิตร ก่อนที่จะนำไปกำจัดสิ่งรบกวนด้วยการผ่านลงในคอลัมน์ซิลิกาเจล

1.4.2 สำหรับ XAD-2 resin ใช้ที่ก๊อปปายแหลมดิ่งโยแก้วและเรซินออกมาใส่ในขวด vial สีชา ขนาด 50 มิลลิลิตร นำไปสกัดสาร PAHs เช่นเดียวกับ PTFE Filter Membrane ทำให้เข้มข้นขึ้นด้วยเครื่อง N-Evap ให้เหลือ 0.5 มิลลิลิตร เติมสารละลายมาตรฐานภายในผสมของ Acenaphthene-d10 และ p-Terphenyl-d14 ความเข้มข้น 0.50 ไมโครกรัมต่อมิลลิลิตร ปริมาตร 0.5 มิลลิลิตร แล้วผสมให้เข้ากันด้วยเครื่อง vortex mixer กรองสารละลายที่เตรียมได้ผ่าน syringe filter membrane ชนิด Nylon 0.2 ไมครอน ใส่ในขวด vial ขนาด 2 มิลลิลิตร ปิดฝาให้แน่น แล้วนำสารที่ได้ไปวิเคราะห์ด้วยเครื่อง GC-MS

1.5 การกำจัดสิ่งรบกวนออกจากสาร PAHs

1.5.1 เตรียมคอลัมน์ซิลิกาเจล เช่นเดียวกับการทดสอบประสิทธิภาพของการกำจัดสิ่งรบกวนออกจากสาร PAHs

1.5.2 เปิดสารสกัดตัวอย่างที่อยู่ในหลอดแก้วกันแหลม ใส่ลงด้านบนของซิลิกาเจลชะสารในหลอดด้วยตัวทำละลายผสมของ ไดคลอโรมีเทน : เฮกเซน (40:60) ปริมาตร 2 มิลลิลิตร แล้วเทลงในคอลัมน์

1.5.3 เติมเฮกเซน 25 มิลลิลิตร ลงในคอลัมน์ แล้วปล่อยสารที่ไหลผ่านคอลัมน์ทิ้งไปจนสารอยู่เหนือโซเดียมซัลเฟต ประมาณ 1 มิลลิเมตร

1.5.4 เติมไดคลอโรมีเทน : เฮกเซน (40:60) ปริมาตร 25 มิลลิลิตร เก็บสารที่ชะได้ใส่ในขวดแก้วกันกลม

1.5.5 ระเหยสารในขวดแก้วกันกลมให้เหลือประมาณ 1 มิลลิลิตร ด้วยเครื่อง rotary evaporator จากนั้นถ่ายใส่หลอดแก้วกันแหลม ขนาด 15 มิลลิลิตร ชะสารในหลอดด้วย ไดคลอโรมีเทน ประมาณ 3 มิลลิลิตร แล้วถ่ายใส่หลอดแก้วกันแหลมหลอดเดิม

1.5.6 นำสารในหลอดแก้วกันแหลม ทำให้เข้มข้นขึ้นด้วยเครื่อง N-Evap ที่อุณหภูมิของอ่างน้ำ ไม่เกิน 50 องศาเซลเซียส จนปริมาตรสารในหลอดเหลือ 0.5 มิลลิลิตร

1.5.7 เติมสารละลายมาตรฐานภายในผสมของ Acenaphthene-d10 และ p-Terphenyl-d14 ความเข้มข้น 0.5 ไมโครกรัมต่อมิลลิลิตร ปริมาตร 0.5 มิลลิลิตร แล้วผสมให้เข้ากันด้วยเครื่อง vortex mixer

1.5.8 กรองสารละลายที่เตรียมได้ผ่าน syringe filter membrane ชนิด Nylon 0.2 ไมครอน ใส่ในขวด vial ขนาด 2 มิลลิลิตร ปิดฝาให้แน่น แล้วนำสารที่ได้ไปวิเคราะห์ด้วยเครื่อง GC-MS

1.6 การควบคุมคุณภาพ

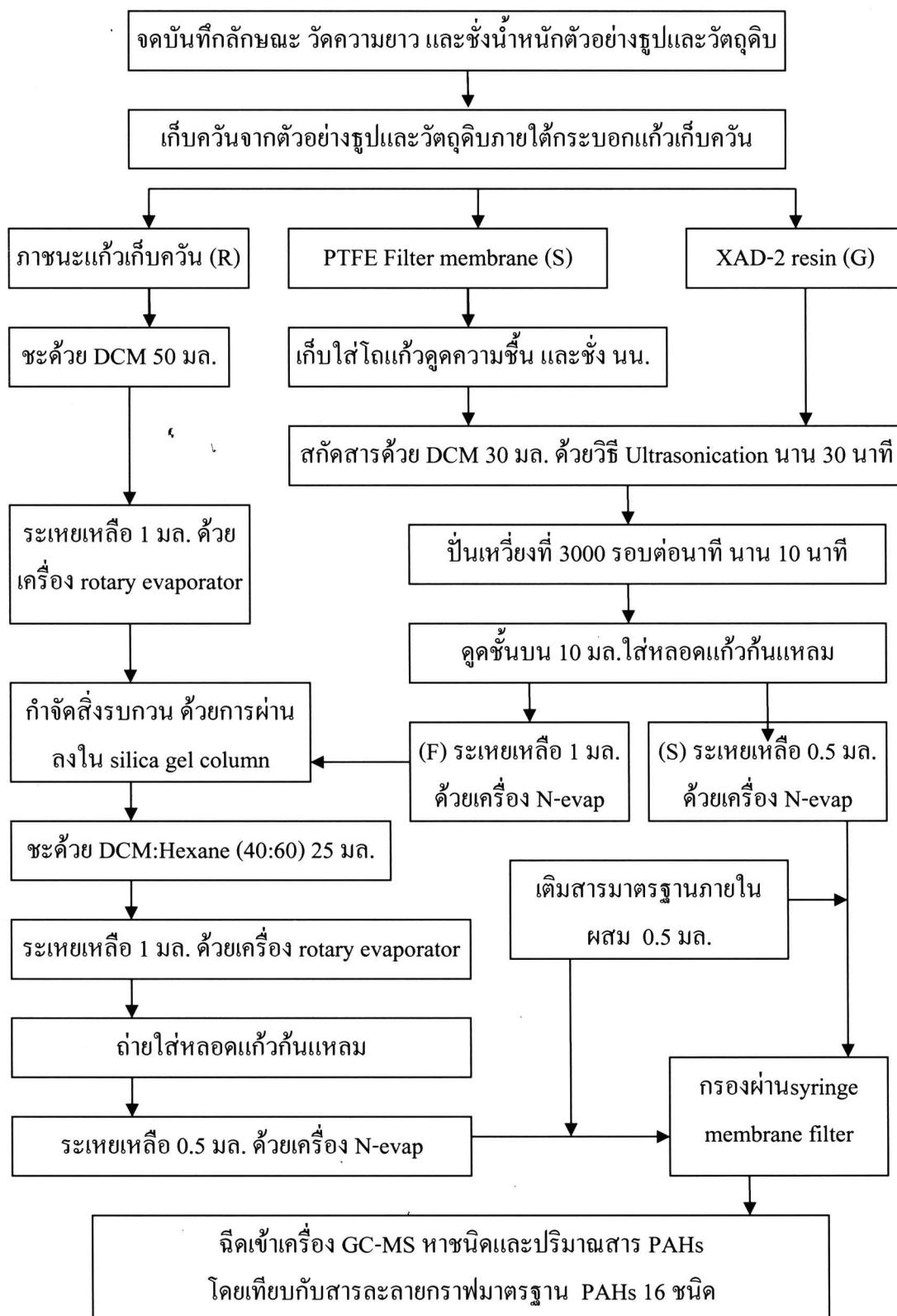
1.6.1 ทดสอบ Laboratory Blank ก่อนทำการเตรียมตัวอย่าง

1.6.2 ทำการทดสอบซ้ำ (duplicate) ตัวอย่างรูปและวัตถุคิบ อย่างละ 1 ชนิด เพื่อเป็นตัวแทนการพิจารณาความเที่ยง (precision)

1.7 การวิเคราะห์ชนิดและปริมาณของสาร PAHs 16 ชนิด ในควันรูปและวัตถุคิบด้วยเครื่อง GC-MS

สารสกัดจากตัวอย่างควันรูปและวัตถุคิบจะถูกนำมาวิเคราะห์ชนิดและปริมาณของสาร PAHs 16 ชนิด ด้วยเครื่อง GC-MS โดยการเปรียบเทียบกับค่า retention time และ primary mass ion ของสารละลายมาตรฐาน PAHs แบบ Internal standard plot method ด้วยการเตรียมสารละลายมาตรฐานหลายความเข้มข้น และทุกความเข้มข้นเติมสารละลายมาตรฐานภายในผสมลงไปปริมาณเท่า ๆ กัน พร้อมกับเติมลงในสารละลายตัวอย่างด้วย เมื่อ run chromatogram แล้วนำอัตราส่วนของพื้นที่ของสาร PAHs ที่สนใจต่อสารมาตรฐานภายใน มาพล็อตกราฟเทียบกับปริมาณของสารมาตรฐาน PAHs จากนั้นนำพื้นที่ของสาร PAHs ที่สนใจต่อสารมาตรฐานภายในที่วัดได้ในสารละลายตัวอย่างมาอ่านปริมาณจากกราฟมาตรฐานด้วย GC-MS ตามสภาวะของการวิเคราะห์

ขั้นตอนการวิเคราะห์ชนิดและปริมาณสาร PAHs ในตัวอย่างรูปและวัตถุคิบ เขียนเป็นแผนภาพสรุปได้ดังภาพที่ 3.8



ภาพที่ 3.8 แสดงขั้นตอนการวิเคราะห์ชนิดและปริมาณของสาร PAHs ในตัวอย่างรูปและวัตถุคิ

การคำนวณ

1. ค่า Response factor (RF)

$$RF(x) = \frac{A_x}{A_{is}}$$

เมื่อ

A_x = พื้นที่ใต้พีคของ primary ion ของสารที่สนใจ

A_{is} = พื้นที่ใต้พีคของ primary ion ของสารมาตรฐานภายใน (Internal Standard)

x = สารที่สนใจ

is = สารมาตรฐานภายใน

2. ปริมาณสารที่พบในตัวอย่าง

$$\text{จากสมการ } y = ax + b$$

ดังนั้น

$$C_x = \frac{(RF(x)-b) \times C_{is}}{a}$$

โดย C_x = ความเข้มข้นของสารที่สนใจที่มีอยู่ในตัวอย่าง (ไมโครกรัมต่อมิลลิลิตร)

C_{is} = ความเข้มข้นของสารมาตรฐานภายใน (ไมโครกรัมต่อมิลลิลิตร)

a = ค่าความชันของ Internal standard calibration curve

b = จุดตัดแกน y ของ Internal standard calibration curve

3. เปอร์เซ็นต์คืนกลับ (Percent Recovery)

$$\% \text{ Recovery} = \frac{\text{Conc. } (\mu\text{g}) \text{ found}}{\text{Conc. } (\mu\text{g}) \text{ added}} \times 100$$

4. Relative percent difference (RPD) สำหรับ Duplicate sample

$$\% \text{ RPD} = \frac{\text{Sample result} - \text{Duplicate result}}{(\text{Sample result} + \text{Duplicate result}) / 2} \times 100$$