ห้องสมุดคณะวิศวกรรมศาสตร์ สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง

การตรวจจับก๊าซ

GAS CHROMATOGRAPHY

โดย

นายมณฑล กิจบำรุงลาภ

นายวิรัตน์ แสงสุวรรณ

นายอนันต์ พันธุ์พิทย์แพทย์

นายวีรพงษ์ ท่าจีน

ปริญญานิพนธ์นี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรปริญญาวิศวกรรมศาสตร์บัณฑิต

ภาควิชาเทคโนโลยีการวัดคุมทางอุตสาหกรรม

สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง

ปีการศึกษา 2534

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

008426

ปริญญานิพนธ์ ปีการศึกษา 2534

สาขา เทคโนโลยีการอัดคุมทางอุตสาหกรรม

ภาควิชา เทคโนโลยีการอัดคุมทางอุตสาหกรรม

คณะวิศวกรรมศาสตร์

สถาบัน เทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหาร ลาดกระบัง

เรื่อง

การตรวจสอบก๊าซ

(GAS CHROMATOGRAPHY)

นาย มณฑล	กิจบำรุงสาย	33.161115
นาย วิรัตน์	แสงสุวรรณ	33.161125
นาย อนันต์	พันธุ์พิทย์แพทย์	33.161135
นาย วีรพงษ์	ท่าสีน	33.161220

.....อาจารย์ที่ปรึกษา

(อาจารย์ วิทยา ทิพย์สุวรรณพร)

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

หัวข้อปริญญานิพนธ์

การตรวจจับก๊าซ

นักศึกษา

มณฑล	กิจบำรุงลาภ	33.161115
วิรัตน์	แลงลุวรรณ	33.161125
อนันต์	พันธุ์พิทย์แพทย์	33.161135
วีรพงษ์	ท่าจีน	33.161220

ระดับการศึกษา

อุตสาหกรรมศาสตร์บัณฑิต
เทคโนโลยีการวัดคุมทางอุตสาหกรรม

ปีการศึกษา

พ.ศ. 2534

บทคัดย่อ

โครงงานวิจัยนี้ เป็นการศึกษา และออกแบบเครื่องวิเคราะห์ก๊าซซึ่งเป็นเครื่องมือที่ใช้สำหรับการวัดและการวิเคราะห์ เพื่อดูองค์ประกอบของก๊าซว่าเป็นก๊าซชนิดใด โดยอาศัยหลักการขบวนการทางเคมีเป็นตัวแยกองค์ประกอบของก๊าซ โดยวิธีการที่เรียกว่า โครมาโตกราฟี ซึ่งในปัจจุบันนี้ เครื่องมือชนิดนี้ใช้ในงานวิจัยต่างๆ เช่นวงการแพทย์ และ อุตสาหกรรมทางเคมี ซึ่งโครงงานนี้ผลของข้อมูลที่ได้จากการวิเคราะห์จะแสดงผลการ plotsกราฟออกที่จอของคอมพิวเตอร์ โดยมีการรับข้อมูลผ่านการ์ด interface ในการplotsกราฟจะแสดงค่าความสัมพันธ์ของเวลากับขนาดของสัญญาน ในกระบวนการวัดนั้นจะต้องอาศัยการควบคุมตัวแปรที่สำคัญคือส่วนของtemperatureได้ออกแบบชุดควบคุม temperature ในเตาอบให้สามารถปรับค่าได้อยู่ในช่วง0-300 องศาเซลเซียลโดยใช้ไมโครคอนโทรลเลอร์mcs51เป็นตัวควบคุม

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

THESIS TITLE

GAS CHROMATOGRAPHY

NAME

MONETHOL	KIJBAMRUNGLAPB	33.161115
VIRAT	SANGSUVAN	33.161125
ANAN	PHANPHITPHAET	33.161135
VEERAPONG	TAJEEN	33.161220

THESIS ADVISOR

VITTAYA THIPSUVANPORN

LEVEL OF STUDY

B. Ind. Tech. (Industrial Instrumentation Technology)

ACADEMIC YEAR

1991

ABSTRACT

This research is studied and designed gas analysis device what is measured and analysised for decides how is type gas. Device uses chemical process concept for seperate gas what is called CHROMATOGRAPHY.

At the present, gas analysis device is used for in researching ie., medical and chemical industrial. Want in using this device has difficult and many consumption cost. So, we use basic gas analysis concept for developed is the future.

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

สารบัญ

บทที่ 1 บทนำ 1

บทที่ 2 ก๊าซโครมาโตกราฟี 2

ทฤษฎีทั่วไปของโครมาโตกราฟี 2

ทฤษฎีการอีลูทในโครมาโตกราฟี 8

ทฤษฎีเพลตของก๊าซโครมาโตกราฟี 12

หลักการของก๊าซโครมาโตกราฟี 25

ประสิทธิภาพของก๊าซโครมาโตกราฟี 30

เครื่องมือก๊าซโครมาโตกราฟี 34

การประยุกต์ใช้ในการวิเคราะห์ 57

บทที่ 3 สัญญาณต่างๆ บนสล๊อตของ IBM PC 74

รายละเอียดเกี่ยวกับสัญญาณต่าง 75

บัสของแหล่งจ่ายไฟของระบบ 84

การจัดการสัญญาณบนสล๊อตของ IBM PC/XT 84

บทที่ 4 การใช้ 8255 PIA กับ Z 80 86

รายละเอียดเกี่ยวกับ 8255 86

รายละเอียดการจัดการเรียงขาของ 8255 88

การต่อ 8255 เข้ากับ z80 89

8255 READ และ WRITE REGISTER 91

วงจร TEMPERATURE CONTROL 94

วงจร INTERFACE COMPUTER 95

FLOW CHART..... 96

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

บทที่ 5 โครงสร้างและการออกแบบเครื่องวิเคราะห์ก๊าซ..... 98
ส่วน SAMPLE UNIT 99
การสร้างและการออกแบบการสุ่มเป็นก๊าซ..... 100
ส่วนการควบคุม TEMPERATURE 101
ส่วนการแสดงผล..... 102
บทสรุป 103

ภาคผนวก

กิตติกรรมประกาศ

หนังสืออ้างอิง

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

บทที่ 2

ก๊าซโครมาโตรกราฟี

(GAS CHROMATOGRAPHY)

ก๊าซโครมาโตกราฟี(GC) เป็นเทคนิคหนึ่งของการวิเคราะห์ด้วยวิธีโครมาโตกราฟี ซึ่งนิยมใช้กันอย่างกว้างขวาง เพราะมีความสามารถแยกและวิเคราะห์ตัวอย่างที่มีองค์ประกอบซับซ้อนได้ และยังให้ผลที่เที่ยงตรงรวดเร็วกว่าลิควิดโครมาโตกราฟี ก๊าซโครมาโตกราฟีมีเทคนิคในการวิเคราะห์ 2 วิธี คือ การใช้เฟสที่อยู่กับที่เป็นของแข็ง เรียกว่า "Gas-Solid Chromatography"(GSC)และการใช้เฟสที่อยู่กับที่เป็นของเหลว เรียกว่า "Gas-Liquid Chromatography"(GLC) ซึ่งทั้งสองวิธีนี้มีเฟสที่เคลื่อนที่ได้เป็นก๊าซ เทคนิคทั้งสองได้ถูกนำมาใช้ในการวิเคราะห์ โดยที่เทคนิคของ GLC เป็นที่นิยมกันมากกว่า ก๊าซโครมาโตกราฟีใช้ได้กับสารที่สามารถระเหยกลายเป็นไอได้ ณ อุณหภูมิของคอลัมน์เท่านั้น ดังนั้นวิธีการของก๊าซโครมาโตกราฟีจึงเป็นเทคนิคที่ใช้ในการแยกสารประกอบอินทรีย์เท่านั้น เพราะสารประกอบอินทรีย์สามารถกลายเป็นไอได้ง่าย จะไม่ใช้วิธีก๊าซโครมาโตกราฟีสำหรับการวิเคราะห์สารประกอบอนินทรีย์ เพราะสารประกอบอนินทรีย์ไม่สามารถกลายเป็นไอได้ในอุณหภูมิปกติ(ที่ทำการทดลอง)ของคอลัมน์ วิธีก๊าซโครมาโตกราฟีสามารถใช้ในการวิเคราะห์ได้ทั้งทางคุณภาพและปริมาณ

ทฤษฎีทั่วไปของโครมาโตกราฟี

ไม่มีรายละเอียดสำหรับทฤษฎีของก๊าซโครมาโตกราฟีโดยเฉพาะ แต่เราสามารถพิจารณาทฤษฎีของก๊าซโครมาโตกราฟีได้เหมือนกับทฤษฎีทั่วๆไปของโครมาโตกราฟี ทฤษฎีทั่วไปของโครมาโตกราฟีที่จะกล่าวถึงต่อไปนี้ จะเป็นพื้นฐานที่อธิบายได้กับโครมาโตกราฟีทุกชนิด ผู้ตั้งทฤษฎีทั่วไปของโครมาโตกราฟีคนแรกคือ A.J.P.Martinและ R.L.M.Synge โดยการพิจารณาส่วนที่เล็กที่สุดของคอลัมน์ที่ใช้ในการทำโครมาโตกราฟี ซึ่งประกอบด้วยเฟสที่อยู่กับที่และเฟสที่เคลื่อนที่ เมื่อโมเลกุลของสารตัวอย่างถูกผ่านไปในคอลัมน์จะกระจายระหว่างเฟสทั้งสอง การกระจายขึ้นอยู่กับสัมประสิทธิ์ของการกระจาย เมื่อการกระจายถึงสมดุล ค่าเฉลี่ยของความเข้มข้นของสารตัวอย่างที่อยู่ในแต่ละเฟส จะเป็นไปตามกฎของการกระจาย คือ

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

$$K_d = C_s / C_m \quad \text{.....(1)}$$

C_s คือ ความเข้มข้นของสารตัวอย่างที่อยู่ในเฟสที่อยู่กับที่

C_m คือ ความเข้มข้นของสารตัวอย่างที่อยู่ในเฟสที่เคลื่อนที่ได้

ค่าสัมประสิทธิ์ของการกระจาย(K_d) จะมีความสัมพันธ์กันกับความเร็วของการเคลื่อนที่ของสารตัวอย่างตามเฟสที่เคลื่อนที่ได้ขณะทำการดีเวลอป (development) เมื่อค่า K_d เพิ่มขึ้นค่าเฉลี่ยของอัตราเร็วในการเคลื่อนที่ของสารตัวอย่างจะลดลง คือ ปริมาณสารตัวอย่างชอบอยู่ในเฟสที่อยู่กับที่มากว่า ที่จะกระจายไปอยู่ในเฟสที่เคลื่อนที่ได้ แสดงว่าถ้ามีสารตัวอย่างหลายชนิดที่มีค่าสัมประสิทธิ์ของการกระจายแตกต่างกัน จะมีความเร็วในการเคลื่อนที่ต่างกัน ทำให้สามารถแยกสารตัวอย่างนั้นๆออกจากกันได้ การพิจารณาอัตราเร็วของการเคลื่อนที่ของสารตัวอย่าง สามารถพิจารณาได้จากระยะเวลาที่โมเลกุลของสารตัวอย่าง ใช้เวลาอยู่กับเฟสที่อยู่กับที่มากกว่าเฟสที่เคลื่อนที่ได้ แสดงว่าอัตราเร็วของการเคลื่อนที่ ของสารตัวอย่างมีค่าน้อย หรือ K_d มีค่ามาก แต่ถ้าโมเลกุลของสารตัวอย่างใช้เวลาอยู่กับเฟสที่อยู่กับที่น้อยกว่าเฟสที่เคลื่อนที่ได้ แสดงว่าอัตราเร็วของการเคลื่อนที่ของสารตัวอย่างมีค่ามาก ซึ่งเศษส่วนของเวลาที่สารตัวอย่างหรือตัวถูกละลายใช้อยู่ในแต่ละเฟส จะสัมพันธ์โดยตรงกับเศษส่วนของจำนวนโมเลกุลของตัวถูกละลายในแต่ละเฟส

$$\text{เศษส่วนของเวลาที่ตัวถูกละลายอยู่ในเฟสที่เคลื่อนที่} = \frac{\text{จำนวนโมเลกุลที่อยู่ในเฟสที่เคลื่อนที่}}{\text{จำนวนโมเลกุลทั้งหมด}}$$

$$= \frac{C_m V_m}{C_m V_m + C_s V_s}$$

นำ $C_m V_m$ หารทั้งเศษและส่วนจะได้

$$\text{เศษส่วนของเวลาที่ตัวถูกละลายอยู่ในเฟสที่เคลื่อนที่} = \{1/[1+(C_s V_s / C_m V_m)]\}$$

$$= \{1/[1+K_d (V_s/V_m)]\}$$

$$= 1/(1+k') \quad \text{.....(2)}$$

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

เมื่อ k' คือ $K_d(V_s/V_m)$ ซึ่งเป็นตัวแปรตัวใหม่ที่เรียกว่าคาพาซิตีแฟคเตอร์ (Capacity facter)มีความหมายถึงอัตราส่วนของจำนวนโมลของสารตัวอย่างในเฟสที่อยู่กับที่ต่อจำนวนโมลของสารตัวอย่างในเฟสที่เคลื่อนที่

$$k' = K_d(V_s/V_m)$$
$$= C_sV_s/C_mV_m \quad \text{.....(3)}$$

จากสมการที่ 2 ซึ่งคือเศษส่วนของเวลาที่ตัวถูกละลายใช้อยู่ในเฟสที่เคลื่อนที่ ถ้าเราคูณด้วยความเร็วที่เป็นเส้นตรง u (linear velocity)ของเฟสที่เคลื่อนที่หรือตัวพา จะได้อัตราเร็วในการเคลื่อนที่ของโมเลกุลของตัวถูกละลายหรือสารตัวอย่าง

$$\text{rate of travel} = u[1/(1+k')] \quad \text{.....(4)}$$

หรือ
$$= u\{1/\{1+[K_d(V_s/V_m)]\}\} \quad \text{.....(5)}$$

จากสมการที่ 4 หรือ 5 แสดงว่าอัตราเร็วของการเคลื่อนที่เฉลี่ยของโมเลกุลของสารตัวอย่าง จะมีค่าเท่ากับเท่าไรนั้นขึ้นอยู่กับ

ก.ความเร็วของตัวพาหรือเฟสที่เคลื่อนที่

ข.อัตราส่วนของปริมาตรของเฟสทั้งสอง

ค.ค่าสัมประสิทธิ์ของการกระจาย

ในการทดลองโครมาโตกราฟี สารตัวอย่างจะประกอบด้วยตัวถูกละลายหลายชนิด ดังนั้น เมื่อใส่สารตัวอย่างลงในคอลัมน์ โมเลกุลของตัวถูกละลายทุกตัวจะเริ่มต้นเคลื่อนที่พร้อมกันในเวลาเดียวกัน แต่ตัวถูกละลายแต่ละชนิดจะเคลื่อนที่ด้วยอัตราเร็วแตกต่างกันจึงทำให้เกิดเทคนิคของการทำโครมาโตกราฟีได้ 2 วิธี คือ

1.กำหนดเวลาแน่นอน

2.กำหนดระยะทางให้แน่นอน

1.กำหนดเวลาแน่นอน โดยการกำหนดเวลาให้แน่นอนในการแยกโดยวิธีโครมาโตกราฟี เนื่องจากตัวถูกละลายแต่ละตัวเคลื่อนที่ด้วยอัตราเร็วที่ต่างกัน เมื่อถึงเวลาที่กำหนดจะทำให้เกิดเป็นแบนด์หรือโซนของตัวถูกละลายแต่ละตัวแยกออกจากกัน ตัวอย่าง

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

โครมาโตกราฟีที่ใช้เทคนิคนี้ได้แก่ paper chromatography และ thin layer chromatography

2.กำหนดระยะทางให้แน่นอน ตัวอย่างการทดลองโดยใช้เทคนิคนี้ คือ การทำคอลัมน์โครมาโตกราฟี โดยกำหนดระยะทางเป็นความยาว คอลัมน์ ตัวถูกละลายแต่ละตัวเดินทางจากส่วนบนของคอลัมน์มายังส่วนล่างสุด หรือออกจากคอลัมน์จะใช้เวลาเดินทางแตกต่างกัน ตัวถูกละลายที่ถูกปล่อยออกจากคอลัมน์จะถูกตรวจพบได้ด้วยตัวดีเทคเตอร์ (detecter) เมื่อสร้างกราฟระหว่างผลที่ได้จากการตรวจพบด้วยดีเทคเตอร์(detecter response)กับเวลาที่ใช้ในการเคลื่อนที่ออกจากคอลัมน์ จะได้กราฟที่เรียกว่าโครมาโตแกรม (chromatogram) เวลาที่ตัวถูกละลายใช้เดินทางจากส่วนบนของคอลัมน์จนถึงออกจากคอลัมน์เรียกว่า รีเทนชันไทม์(Retention time)และขนาดของโครมาโตแกรมจะขึ้นอยู่กับปริมาณสาร

รีเทนชันไทม์(Retentiontime), t_R คือ เวลาที่ใช้ในการทำให้ตัวถูกละลายเคลื่อนที่ได้เท่ากับ 1 คอลัมน์ ซึ่งมีค่าเท่ากับความยาวของคอลัมน์หารด้วยอัตราเร็วของการเคลื่อนที่ของตัวถูกละลายในโครมาโตแกรมสามารถหาค่า t_R ได้จากการวัดระยะทางตั้งแต่เริ่มใส่สารตัวอย่างลงในคอลัมน์จนถึงส่วนยอดของพีก

t_R = length of column(L)/rate of travel .....(6)

แทนค่าสมการที่ 4 ลงในสมการที่ 6

$t_R = L(1+k')/u$ .....(7)

ให้ t_m คือเวลาที่โมเลกุลของตัวพาเดินทางได้ 1 คอลัมน์ ซึ่งมีค่าเท่ากับความยาวของคอลัมน์หารด้วยความเร็วในการเคลื่อนที่ของเฟสที่เคลื่อนที่(u) นั่นคือ $t_m = L/u$ ในกรณีที่เฟสเคลื่อนที่คือก๊าซ สามารถวัดค่า t_m ได้จากพีกของอากาศเมื่ออากาศไม่เป็นตัวหน่วงในคอลัมน์(ดูรูปที่ 3)

$\therefore t_R = t_m(1+k')$ .....(8)

หรือ $k' = (t_R - t_m)/t_m$

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

สมการที่ 8 เป็นสมการพื้นฐานของโครมาโตกราฟีทุกชนิด โดยปกติจะนำไปใช้กันมากในก๊าซโครมาโตกราฟี

สมการที่มีประโยชน์อีกสมการหนึ่งคือ สมการของอัตราส่วนของรีเทนชัน (retention ratio),r ซึ่งหมายถึงอัตราส่วนของเวลาที่โมเลกุลของตัวพาเดินทางได้ 1 คอลัมน์(t_m)ต่อรีเทนชันไทม์(t_R)

$$r = t_m/t_R \qquad \text{.....(9)}$$

แทนค่าสมการที่ 8 ลงในสมการที่ 9

$$r = t_m/[t_m(1+k')]$$

$$= 1/(1+k')$$

$$= 1/\{1+[K_d(V_s/V_m)]\}$$

$$= V_m/(V_m+K_dV_s) \qquad \text{.....(10)}$$

รีเทนชันโวลูม(Retention volumn),V_R คือปริมาตรของเฟสที่เคลื่อนที่ได้หรือตัวพาที่ต้องการใช้สำหรับการอีลูทสารตัวอย่างออกจากคอลัมน์ รีเทนชันโวลูมมีความสัมพันธ์กับรีเทนชันไทม์ คือมีค่าเท่ากับเวลาที่ใช้ทั้งหมด หรือรีเทนชันไทม์คูณด้วยอัตราการไหลของตัวพา(ปริมาตร/เวลา)

volumn = time * flow rate

$$V_R = t_RF \qquad \text{.....(11)}$$

แทนค่าสมการที่ 8 ลงในสมการที่ 11

$$V_R = t_m(1+k')F \qquad \text{.....(12)}$$

สำหรับปริมาตรของตัวพาที่ใช้เวลาในการเดินทางได้ 1 คอลัมน์(t_m)มีค่าเท่ากับ V_m จะมีความสัมพันธ์กันดังนี้ คือ

$$V_m = t_mF \qquad \text{.....(13)}$$

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ปริมาตร V_m ตามปกติถูกเรียกว่า dead volumn หรือ interstitial หรือ void volumn แทนค่าสมการที่ 13 [$t_m=V_m/F$] ลงในสมการที่ 12

$$V_R = [(V_m/F)(1+k')F]$$

$$= V_m(1+k')$$

ในเมื่อ $k' = K_d(V_s/V_m)$

$$\therefore V_R = V_m[1+K_d(V_s/V_m)]$$

$$= V_m+K_dV_s \quad \text{.....(14)}$$

สมการที่ 14 จะเป็นสมการพื้นฐานของรีเทนชันที่ใช้กับโครมาโตกราฟีทุกชนิดเช่นกัน ถ้าเฟสที่อยู่กับที่เป็นของแข็ง เราสามารถเปลี่ยน V_s ให้เป็นพื้นที่ผิวที่เกิดการดูดซับหรือเป็น ion exchange capacity ก็ได้แล้วแต่ความเหมาะสม

ตามปกติวิธีการโครมาโตกราฟีที่ใช้สำหรับการวิเคราะห์ทางคุณภาพ (Qualitative analysis)ที่นิยมกันคือ วิธีการเปรียบเทียบรีเทนชันไทม์ หรือรีเทนชันโวลูมของสารตัวอย่างกับสารมาตรฐานที่ทำการทดลองภายใต้สภาวะการทดลองเดียวกัน สารชนิดเดียวกันเมื่อทำการทดลองภายใต้สภาวะเดียวกันทุกอย่าง จะให้ค่ารีเทนชันไทม์หรือรีเทนชันโวลูมเท่ากัน ซึ่งเป็นค่าที่สามารถแสดงเอกลักษณ์ หรือพิสูจน์(identify) สารนั้นๆได้ แต่เนื่องจากสภาวะของการทดลองขึ้นอยู่กับแฟคเตอร์หลายชนิด คือ ชนิดของเฟสที่อยู่กับที่ เฟสที่เคลื่อนที่อุณหภูมิและอัตราการไหลของเฟสที่เคลื่อนที่หรืออื่นๆทำให้ไม่สามารถแสดงรายละเอียดของค่า V_R และ t_R ของสารตัวอย่างแต่ละตัวที่สภาวะต่างๆได้หมดทุกสภาวะ ดังนั้น จึงไม่สะดวกที่จะใช้ค่านี้ในการวิเคราะห์ทางคุณภาพหรือพิสูจน์สารต่างๆค่าที่สามารถใช้ในการพิสูจน์สารได้ถูกต้องและสะดวกกว่าคือ ค่ารีเลทีฟรีเทนชัน(relative retention),αหรือselective facter ซึ่งคืออัตราส่วนของรีเทนชันไทม์ของสารตัวอย่างต่อสารมาตรฐาน ซึ่งเป็นรีเทนชันไทม์ที่มีการแก้ไขให้ถูกต้องโดยหักเวลาที่ใช้ในการทำให้ตัวพาที่มีอยู่ในคอลัมน์ออกจากคอลัมน์แล้ว

$$\alpha = (t_R-t_m)/(t_{R*}-t_m) = (t_R'/t_{R*}') \quad \text{.....(15)}$$

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

สถาบันวิทยบริการ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

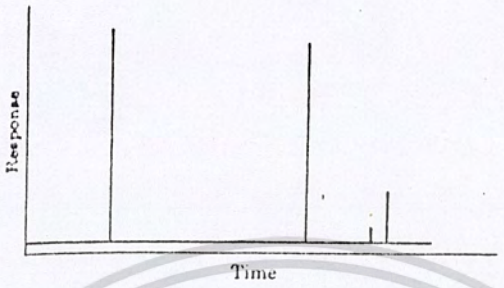
กับเฟสที่อยู่กับที่ส่วนใหม่ ก็จะเกิดการแบ่งส่วนระหว่างเฟสทั้งสองอีก เมื่อเติมตัวอีลูทต่อไปอีกเรื่อยๆก็จะทำให้สารตัวอย่างที่ถูกพาลงมาล่วนล่างของคอลัมน์อีก จนในที่สุดออกจากคอลัมน์เพราะว่าการเคลื่อนที่ของสารตัวอย่าง สามารถเกิดขึ้นได้เนื่องจากการพาของเฟสที่เคลื่อนที่หรือตัวอีลูทเท่านั้น ฉะนั้น อัตราเร็วเฉลี่ยของการเคลื่อนที่ของสารตัวอย่างในคอลัมน์จึงขึ้นอยู่กับเศษส่วนของเวลาที่สารตัวอย่างอยู่ในเฟสที่เคลื่อนที่(สมการที่ 2) ถ้าสารตัวอย่างที่นำมาใส่ในคอลัมน์มีตัวถูกละลายมากกว่าชนิดหนึ่ง และตัวถูกละลายมีค่าสัมประสิทธิ์ของการแบ่งส่วนต่างกัน พบว่าความสามารถในการเคลื่อนที่ของตัวถูกละลายนั้นต่างกัน ทำให้สามารถแยกตัวถูกละลายทั้งสองชนิดออกจากกันได้ดังแสดงในรูปที่ 1 ถ้าโมเลกุลของตัวถูกละลายทุกตัวมีความประพฤติเหมือนกัน และการเคลื่อนที่ของโมเลกุลของตัวถูกละลายสามารถเคลื่อนที่ได้เท่ากันหมด เราจะได้โครมาโตแกรมที่เป็นอุดมคติโชนของแต่ละตัวของตัวถูกละลายซึ่งเรียกว่า แบนด์หรือพีก จะไม่เกิดการกระจาย ดังแสดงในรูปที่ 2

รูปที่ 1 แผนผังแสดงการอีลูทสารผสมของตัวถูกละลาย 2 ชนิดในวิธีโครมาโตกราฟี

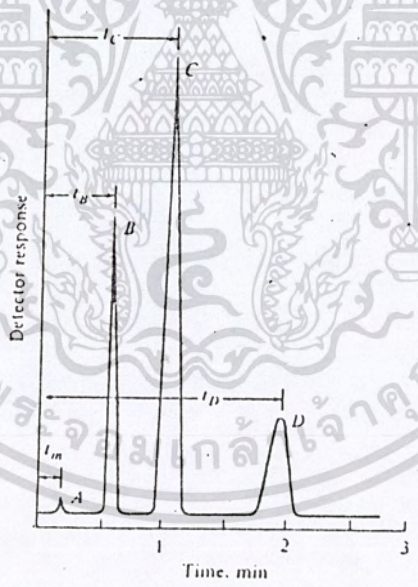
แต่เนื่องจากโมเลกุลของตัวถูกละลายทุกตัวมีความประพฤติไม่เหมือนกัน บางโมเลกลเคลื่อนที่เร็ว บางโมเลกลเคลื่อนที่ช้า ทำให้โครมาโตกราฟีที่ได้เป็นแบนด์หรือพีก

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้
008426

ที่มีความกว้าง(band broadening)ดังแสดงในรูปที่ 3 ระยะเวลาที่ใช้ในการอีลูทสาร แต่ละชนิดออกมาเรียกว่า รีเทนชันไทม์



รูปที่ 2 โครมาโตแกรมของสารตัวอย่างที่มีความประพฤติเป็นอุดมคติ (Ideal behavior)



รูปที่ 3 โครมาโตแกรมในการทำก๊าซโครมาโตกราฟี สารตัวอย่างที่ประกอบด้วย air(peak A),heptane(peak B),octane(peak C)และ nonane (peak D) อากาศไม่เป็นตัวหน่วงในคอลัมน์ จึงสามารถใช้เป็น peak สำหรับวัด t_m ได้ การวัดค่ารีเทนชันไทม์สามารถใช้ส่วนบนสุดของโครมาโตแกรม ดังแสดงในรูป[t_B, t_C และ t_D คือรีเทนชันไทม์(t_R) ของพีก B, C และ D ตามลำดับ]

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ลักษณะของแบนด์หรือพีกที่ได้จะกว้างหรือแคบมากน้อยแค่ไหน ขึ้นอยู่กับองค์ประกอบหลายอย่าง คือ

1.การใส่สารตัวอย่างลงในคอลัมน์

2.การแพร่กระจายของสารตัวอย่างในคอลัมน์ จากบริเวณที่มีความเข้มข้นสูงสู่บริเวณที่มีควาเข้มข้นต่ำ(longitudinal diffution).

3.การไฟลของโมเลกุลของสารตัวอย่างในคอลัมน์มีทิศทางที่แตกต่างกัน และได้ระยะทางที่ต่างกัน เพราะขนาดและรูปร่างของเฟสที่อยู่กับที่ในคอลัมน์แตกต่าง(Eddy diffusion)

4.โมเลกุลของสารตัวอย่างไม่สามารถเกิดสมดุลขึ้นระหว่างเฟสที่เคลื่อนที่และเฟสที่อยู่กับที่ได้(non equilibrium mass transfer)

มันเป็นไปไม่ได้ที่จะใส่สารตัวอย่างลงในคอลัมน์ โดยพร้อมกันหมดทุกโมเลกุล การใส่สารตัวอย่างที่กระจายเป็นวงกว้างจะมีผลให้ได้แบนด์ที่กว้าง เมื่อแบนด์ของสารตัวอย่างที่ใส่ลงไปมีความกว้างมาก ก็จะมีผลทำให้การแยกได้แบนด์ที่กว้าง หรือแยกออกจากกันได้ไม่ดีเท่าที่ควร ด้วยเหตุผลนี้เวลาใส่สารตัวอย่างลงในคอลัมน์ หรือหยดสารตัวอย่างลงบนกระดาษหรือเพลตในการทำ paperchromatography หรือ thin layer chromatography ต้องพยายามทำให้เป็นวงเล็กที่สุดเท่าที่จะทำได้

สำหรับการควบคุมขนาดขององค์ประกอบ 3 ข้อหลัง สามารถทำได้โดยควบคุมอัตราเร็วของการไหลของเฟสที่เคลื่อนที่ ขนาดของสารที่บรรจุในคอลัมน์หรือเฟสที่อยู่กับที่ และขนาดของคอลัมน์ แบนด์จะมีความกว้างมากขึ้น ถ้ามีการกระจายเพิ่มขึ้น ซึ่งเกิดจากสารตัวอย่างอยู่ในคอลัมน์เป็นเวลานานเกินไป การที่จะทำให้สารตัวอย่างไม่อยู่ในคอลัมน์นานเกินไป การที่จะทำให้สารตัวอย่างไม่อยู่ในคอลัมน์นานเกินไป สามารถทำได้โดยเพิ่มอัตราเร็วของการไหลของเฟสที่เคลื่อนที่ แต่ถ้าเพิ่มอัตราเร็วของการไหลของเฟสที่เคลื่อนที่ ก็จะมีผลให้การแยกของสารตัวอย่างผสมเกิดขึ้นไม่ดี พีก(peak)ไม่สามารถแยกออกจากกันได้ ดังนั้น จึงเป็นความจำเป็นที่ต้องควบคุมให้อัตราเร็วของการไหลของเฟสที่เคลื่อนที่ ก็จะมีผลให้การแยกของสารตัวอย่างผสมเกิดขึ้น สารผสมแยกออกจากกันได้ถ้าโมเลกุลของสารตัวอย่างไม่สามารถเกิดสมดุลขึ้นระหว่างเฟสที่เคลื่อนที่และเฟสที่อยู่กับที่ได้ พบว่ามันจะใช้เวลาอยู่กับเฟสหนึ่งมากกว่าอีกเฟสหนึ่งได้มากกว่าที่มันควรจะเป็น ซึ่งมีผลทำให้แบนด์ที่ได้กว้าง เมื่อเพิ่มอัตราเร็วของการไหลของเฟสที่เคลื่อนที่จะมีผลทำให้มีเวลา

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

น้อยที่จะทำให้สารตัวอย่างเกิดสมดุลระหว่างเฟสทั้งสอง เมื่อขาดการเกิดสมดุลขึ้น ก็มีผลทำให้แบนด์ที่ได้กว้างนั่นเอง สรุปได้ว่าในกรณีที่เกิดการแพร่กระจายของสารตัวอย่างขึ้นจะทำให้แบนด์ที่ได้กว้าง การทำให้การแพร่กระจายลดลงสามารถทำได้โดยเพิ่มอัตราการไหลของเฟสที่เคลื่อนที่แต่ถ้าเพิ่มอัตราการไหลของเฟสที่เคลื่อนที่ให้เร็วขึ้น จะมีผลทำให้สารตัวอย่างไม่สามารถเกิดสมดุลระหว่างเฟสที่เคลื่อนที่ และเฟสที่อยู่กับที่ได้เพราะมีเวลาน้อย ก็จะเป็นสาเหตุทำให้แบนด์กว้างขึ้น แสดงว่าการเพิ่มอัตราการไหลของเฟสที่เคลื่อนที่สามารถทำให้แบนด์กว้างก็ได้ แคบก็ได้ ขึ้นอยู่กับว่าองค์ประกอบใดมีผลมากกว่ากัน ถ้าสมดุลระหว่างเฟสทั้งสองเกิดขึ้นได้รวดเร็วมาก การเพิ่มอัตราการไหลก็จะทำให้แบนด์ที่ได้แคบ เพราะสามารถขจัดผลของการเกิดการแพร่กระจาย ถ้าสมดุลเกิดขึ้นช้า การเพิ่มอัตราเร็วของการไหลเพื่อขจัดผลของการแพร่กระจาย ไม่สามารถทำให้แบนด์แคบลง ดังนั้น การควบคุมอัตราเร็วของการไหลของเฟสที่เคลื่อนที่ได้ จึงเป็นสิ่งสำคัญมากในการทำโครมาโตกราฟี ต้องมีการทดลองค้นคว้าและวิจัย เพื่อหาสภาวะที่เหมาะสมที่สามารถทำให้ได้แบนด์ที่ดีและสามารถแยกได้

<u>ทฤษฎีเพลตของโครมาโตกราฟี</u>(Plate Theory of Chromatography)

ถ้าพิจารณาให้ลึกซึ้ง จะพบว่าวิธีการโครมาโตกราฟีก็เหมือนกระบวนการสกัดแบบเคาว์เตอร์เคอร์เรนท์ โดยการใช้เครื่องมือ craig หลายๆชุด วิธีการแยกจะเกิดขึ้นได้เนื่องจากมีตัวทำละลายตัวหนึ่งอยู่กับที่ และตัวทำละลายอีกตัวหนึ่งเคลื่อนๆจาก craig อันที่ 1 ไปยังอันที่ 2 ,จากอันที่ 2 ไปอันที่ 3 เช่นนี้เรื่อยๆ ซึ่งการเคลื่อนที่ของตัวทำละลายนี้เกิดขึ้นได้เมื่อเราทำการถ่ายเทมัน เราจะถ่ายเทมันต่อเมื่อการกระจายของตัวถูกละลายถึงสมดุลแล้ว ถ้าเรานึกวาดภาพให้เครื่องมือ craig แต่ละชุดมีขนาดเล็กมากจนสามารถบรรจุอยู่ใน 1 คอลัมน์ พบว่าการผ่านของตัวทำละลายที่เคลื่อนที่ได้จาก craig อันเล็กๆอันที่ 1 ไปยังอันที่ 2 และอันที่ 2 ไปยังอันที่ 3ต่อไปเรื่อยๆนั้น จะมีลักษณะที่เกิดการถ่ายเทขึ้นเองอย่างต่อเนื่อง ซึ่งมีผลทำให้การถ่ายเทของตัวถูกละลายระหว่างเฟสทั้งสองใน craig อันเล็กๆนั้นเกิดขึ้นอย่างรวดเร็ว แต่ไม่สมบูรณ์ ดังนั้นวิธีการของโครมาโตกราฟีจึงแตกต่างจากวิธีการของเคาว์เตอร์เคอร์เรนท์ คือ การกระจายของตัวถูกละลายระหว่างเฟสทั้งสองในโครมาโตกราฟี จะเกิดขึ้นอย่างรวดเร็ว แต่ไม่เคยเกิดขึ้น

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

อย่างสมบูรณ์หรือถึงสมดุล และวิธีการของเคาว์เตอร์เคอร์เรนท์ มีข้อจำกัดที่ตัวทำละลาย 2 ชนิด ต้องไม่ละลายเป็นเนื้อเดียวกัน ในขณะที่วิธีการโครมาโตกราฟีไม่มีข้อจำกัดในกรณีนี้

Martin และ Synge เป็นผู้คิดได้ว่า กระบวนการของโครมาโตกราฟีนั้นเหมือนกับกระบวนการของเคาว์เตอร์เคอร์เรนท์ และการกลั่นลำดับส่วนในคอลัมน์ของโครมาโตกราฟีจะประกอบด้วยส่วนย่อยๆซึ่งเปรียบเสมือน craig อันเล็กๆหลายๆอันที่เรียกว่า theoretical plate ซึ่งในแต่ละเพลตสามารถเกิดการกระจายของตัวถูกละลายขึ้นได้ ในขบวนการสกัดด้วยเครื่องมือ craig เราสามารถคำนวณการกระจายของสารตัวอย่างใน craig แต่ละอันเมื่อทำการสกัด n ครั้งได้ ในทำนองเดียวกันก็สามารถหาการกระจายของสารตัวอย่าง ในแต่ละเพลตตลอดคอลัมน์ของวิธีการโครมาโตกราฟีได้ เพราะ theoretical plate แต่ละอันในโครมาโตกราฟีเปรียบได้กับ craig แต่ละอันในการทำเคาว์เตอร์เคอร์เรนท์ นั่นคือการกระจายของตัวถูกละลายใน theoretical plate แต่ละอันสามารถคำนวณได้

$$r(n,r) = [n!/r!(n-r)!][x^{(n-r)}y^{r}] \quad \ldots\ldots\ldots\ldots\ldots\ldots(18)$$

ในโครมาโตกราฟี n และ r จะมีค่ามากๆเพราะว่าต้องใช้เฟสที่เคลื่อนผ่านลงไปในคอลัมน์จำนวนมากเพื่ออิลูทสารตัวอย่าง ดังนั้น $n>>r$ นั่นคือ

$$x^{(n-r)} - x^{n} = (1-y)^{n} \cong e^{-ny} \quad \ldots\ldots\ldots\ldots(19)$$

เมื่อ x คือเศษส่วนของตัวถูกละลายที่อยู่ในเฟสที่อยู่กับที่
y คือเศษส่วนของตัวถูกละลายที่อยู่ในเฟสที่เคลื่อนที่

ในกรณีที่ $n>>r$

จะได้ $[n!/(n-r)!] - n^{r} \quad \ldots\ldots\ldots\ldots(20)$

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

$$f(n,r) = \{[(ny)^r e^{-ny}]/r!\} \quad \text{.....(21)}$$

โดยวิธีการทางคณิตศาสตร์ และใช้วิธีการประมาณค่าของ Stirling (Stirling's approximation) จะได้

$$r! = (\sqrt{2\pi r}.r^r)/e^r \quad \text{.....(22)}$$

แทนค่าสมการ 22 ลงในสมการ 21

$$f(n,r) = [(ny)^r.e^{-ny}.e^r]/[\sqrt{2\pi r}.r^r] \text{ เมื่อ } n>>r \quad \text{.....(23)}$$

สมการที่ 23 คือสมการที่แสดงการกระจายของสารตัวอย่างในเพลตต่างๆ เราสามารถคำนวณเศษส่วนของสารตัวอย่างที่มีอยู่ในเพลตที่มีมากที่สุด หรือเพลตที่เป็นส่วนยอดของพีกได้จากสมการ

$$r_{max} = ny$$

ให้แทนค่าลงในสมการที่ 23

$$f(n,r_{max}) = [(r_{max})^r.e^{-r_{max}}.e^r]/[\sqrt{2\pi r}.r^r]$$

ในสมการที่ 23 เมื่อเป็นเศษส่วนของสารตัวอย่างในเพลตที่มีมากที่สุด แสดงว่า r คือ r_{max}

$$\therefore f(n,r_{max}) = [(r_{max})^{r_{max}}.e^{-r_{max}}.e^{r_{max}}]/[\sqrt{2\pi r_{max}}.r^{r_{max}}]$$

$$= 1/\sqrt{2\pi r_{max}} \quad \text{.....(24)}$$

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ถ้าพิจารณาให้ส่วนยอดของพีก (r_{max}) อยู่ที่ปลายสุดของคอลัมน์ที่มีจำนวนเพลตทั้งหมดเท่ากับ N แสดงว่า $r_{max}=N$ และสารตัวอย่างที่ใส่เข้าไปในคอลัมน์มีค่าเท่ากับ m โมล แสดงว่าปริมาณของสารที่อยู่ที่ r_{max} หรือที่เพลตที่ N จะมีค่าเท่ากับ $f(n,N)*m$

ให้ $Q(n,N)$ คือปริมาณของสารตัวอย่างที่อยู่ที่เพลตที่ N

$$\therefore \quad Q(n,N) = f(n,N)*m = m/\sqrt{2\pi N} \qquad \text{.....(25)}$$

เมื่อสารตัวอย่างเคลื่อนที่ผ่านคอลัมน์ที่มีเพลตอยู่ทั้งหมด N เพลต ในเวลา t_R แสดงว่าอัตราเร็วของการเคลื่อนที่คือ N/t_R สมการที่ 25 แสดงการคำนวณหาปริมาณของสารตัวอย่างที่มีมากที่สุดที่เพลต N เมื่อต้องการหาอัตราเร็วสูงสุดที่สารตัวอย่างเคลื่อนที่ออกจากคอลัมน์(S_{max})จะได้

$$S_{max} = Q_{(n,N)}\,(\text{moles/plates})*(N/t_R)\,(\text{plates/unit time})$$

$$= Q_{(n,N)}/t_R \quad (\text{moles/unit time})$$

$$\therefore \quad S_{max} = mN/(\sqrt{2\pi N}.t_R) \qquad \text{.....(26)}$$

$$N = (2\pi S_{max}^{\,2} t_R^{\,2})/m^2 \qquad \text{.....(27)}$$

N หมายถึงจำนวน plate ที่มีอยู่ในคอลัมน์ ซึ่งตามความเป็นจริงแล้วเราไม่สามารถทราบได้หรือนับได้ว่าในคอลัมน์แต่ละอันจะมีเพลตอยู่เท่าใด ดังนั้น N จึงเป็นจำนวนเพลตที่คำนวณได้ตามทฤษฎีที่เรียกว่า Theoretical plate

ปริมาณสารตัวอย่าง n ที่ใส่ลงในคอลัมน์จะแปรผันโดยตรงกับพื้นที่ของพีก(PEAK) สมมติให้โครมาโตกราฟิกที่ได้มีความสูงเท่ากับ h และมีความกว้างเท่ากับ W

$$m \propto hW/2$$

$$m = khW/2 \qquad \text{.....(28)}$$

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

k คือค่าคงที่ที่ทำให้พื้นที่ของพีกมีค่าเท่ากับปริมาณของสารตัวอย่างที่ใส่ในคอลัมน์ ซึ่งเป็นค่าคงที่ตัวเดียวกับค่าคงที่ที่ทำให้อัตราเร็วสูงสุดที่สารตัวอย่างเคลื่อนที่ออกจากคอลัมน์เท่ากับความสูง

$$S_{max} \propto h$$

$$S_{max} = kh \qquad \text{.....(29)}$$

แทนค่าสมการที่ 28 และ 29 ลงในสมการที่ 27

$$N = [2\pi(kh)^2 t_R^2]/[khW/2]^2$$

$$= 8\pi(t_R/W)^2 \qquad \text{.....(30)}$$

การคำนวณตามสมการที่ 30 เป็นการคำนวณโดยพิจารณาพีกที่ได้เป็นรูปสามเหลี่ยมหน้าจั่ว แต่ตามความเป็นจริงแล้วพีกที่มีลักษณะเป็นเคอร์ฟที่มีการกระจายแบบ Gaussian curve ดังนั้นถ้าพิจารณาให้ถูกต้อง การคำนวณตามสมการที่ 30 จะมีค่าดังนี้คือ

$$N = 16(t_R/W)^2 = (4t_R/W)^2 \qquad \text{.....(31)}$$

W คือความกว้างของพีกที่สามารถวัดได้ดังแสดงในรูป4 การวัดค่า W ต้องใช้วิธีการประมาณค่าอาจทำให้คลาดเคลื่อนได้ วิธีที่ดีควรวัดความกว้างของพีกที่มีความสูงเป็นครึ่งหนึ่งของความสูงทั้งหมด คือค่า $W_{1/2}$ จะได้พื้นที่สามเหลี่ยมมีค่าเท่ากับ $hW_{1/2}$ นั่นคือ จากสมการที่ 28 จะได้

$$m = khW_{1/2}$$

$$\therefore N = 2\pi(t_R/W_{1/2})^2 \qquad \text{.....(32)}$$

ด้วยเหตุผลเดียวกับสมการที่ 31 จะได้

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

$$N = 5.54(t_R/W_{1/2})^2 \quad \text{.....(33)}$$

สมการที่ 31 และ 33 ใช้เป็นสมการสำหรับคำนวณหาจำนวนเพลต(N) ที่มีอยู่ในคอลัมน์ ค่า $W, W_{1/2}$ จะต้องมีหน่วยเดียวกับ t_R ตามปกตินิยมใช้สมการที่ 33 ในการคำนวณมากกว่า เพราะไม่ต้องเสียเวลาในการประมาณค่า เพื่อสร้างกราฟให้เป็นรูปสามเหลี่ยมในการหาค่า W

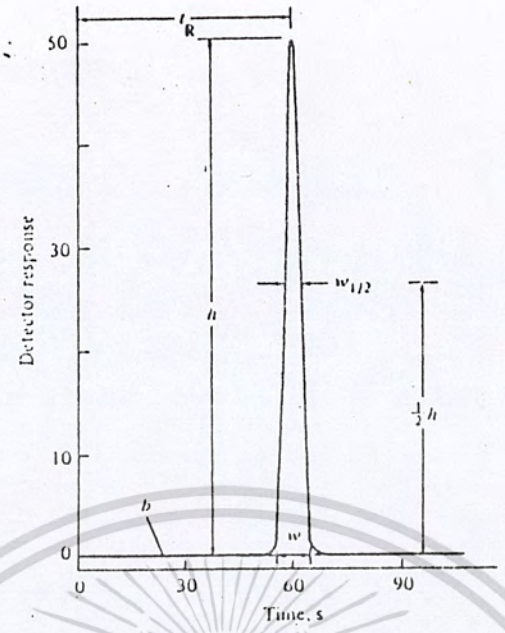
จำนวนเพลต N จะมีผลต่อลักษณะของพีก ถ้า N มีจำนวนมากๆจะได้พีกที่มีลักษณะแคบและคมชัด การเพิ่ม N ให้มากขึ้นมิได้หมายความว่าต้องเพิ่มความยาวของคอลัมน์ เพราะถ้าความยาวของคอลัมน์เพิ่มขึ้นจะทำให้ t_R เพิ่มขึ้น ซึ่งมีผลทำให้พีกกว้างเหมือนเดิม การเพิ่มN ให้มากขึ้น หมายความว่าต้องเพิ่มให้มากขึ้นใน 1 หน่วยของความยาวของคอลัมน์ที่เท่าเดิม แสดงว่ามีประสิทธิภาพของคอลัมน์(Efficiency)จะขึ้นอยู่กับจำนวนเพลต N(Theoretical plate)ถ้าค่า N เพิ่มขึ้นประสิทธิภาพของคอลัมน์จะเพิ่มขึ้น แต่เนื่องจากการเปรียบเทียบค่าN ที่เพิ่มขึ้นต้องเปรียบเทียบกับคอลัมน์ที่มีความยาวเท่ากัน ดังนั้นการพิจารณาประสิทธิภาพของคอลัมน์จากจำนวนเพลต N จึงไม่สะดวก เทอมที่ใช้ประโยชน์ได้มากกว่าในการพิจารณาถึงประสิทธิภาพของคอลัมน์คือเทอม Height equivalent of a theoretical(HETP) ให้สัญลักษณ์ย่อคือ H ซึ่งหมายถึงความยาวของคอลัมน์ต่อจำนวนเพลต N เรียกสั้นๆว่า plate height

$$H = L/N \quad \text{.....(34)}$$

คอลัมน์ที่ดีนั้นต้องมีค่า HETP น้อย นั่นคือ N ควรมีค่ามากที่สุด และคอลัมน์ควรสั้นที่สุด เพื่อให้ H มีค่าน้อยเนื่องจาก N จะมีค่ามากเมื่อความกว้างของพีกมีค่าน้อย (ตามสมการที่ 31 และ 33) ดังนั้นจึงสรุปได้ว่า ประสิทธิภาพของคอลัมน์จะดีเมื่อพีกที่ได้มีความกว้างน้อยหรือแคบ ประสิทธิภาพของคอลัมน์จะลดลงเมื่อความกว้างของพีกมากขึ้น ซึ่งจะมีผลถึงการแยกสารผสมด้วย ถ้าประสิทธิภาพของคอลัมน์ดีก็ทำให้การแยกสามารถเกิดขึ้นได้ดีเมื่อแทนค่าสมการที่ 31 ลงใน 34 จะได้

$$H = L(W/4t_R)^2 \quad \text{.....(35)}$$

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 4 โครมาโตแกรมของ Heptane ที่ได้จากคอลัมน์ที่มีความยาว 50 cm, b คือ base line, h คือความสูงของพีก, w คือความกว้างของพีก, $w_{1/2}$ คือความกว้างของพีกที่มีความสูงเท่ากับ (1/2)h, t_R คือรีเทนชั่นไทม์

ในทางปฏิบัติสิ่งที่สำคัญไม่ได้อยู่ที่ประสิทธิภาพของคอลัมน์เพียงอย่างเดียว สิ่งที่สำคัญที่สุดในการทำโครมาโตกราฟี คือการแยกองค์ประกอบสองชนิดหรือมากกว่าออกจากกัน คอลัมน์ที่มีประสิทธิภาพดีย่อมให้พีกของสารตัวอย่างแยกออกจากกันได้ชัดเจน

การแยก(RESOLUTION) คือการวัดอาณาเขตของพีก 2 พีกที่ซ้อนกัน ปริมาณการแยกระหว่างพีก 2 พีก คือความแตกต่างระหว่างรีเทนชันไทม์ระหว่างพีกทั้งสองกับผลรวมของครึ่งหนึ่งของความกว้างของพีกทั้งสอง พบว่ารีเทนชันไทม์ของพีกทั้งสองแตกต่างกันมาก การแยกจะเกิดได้ดีแต่ถ้าความกว้างของพีกมีค่ามาก การแยกเกิดขึ้นได้ไม่ดี สำหรับพีกที่สมมาตรคือมีรูปร่างเป็น normal gaussian shape และพีกทั้งสองมีขนาดเท่ากัน ค่าการแยกจะมีค่าตามสมการที่ 36 ดังนี้คือ

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

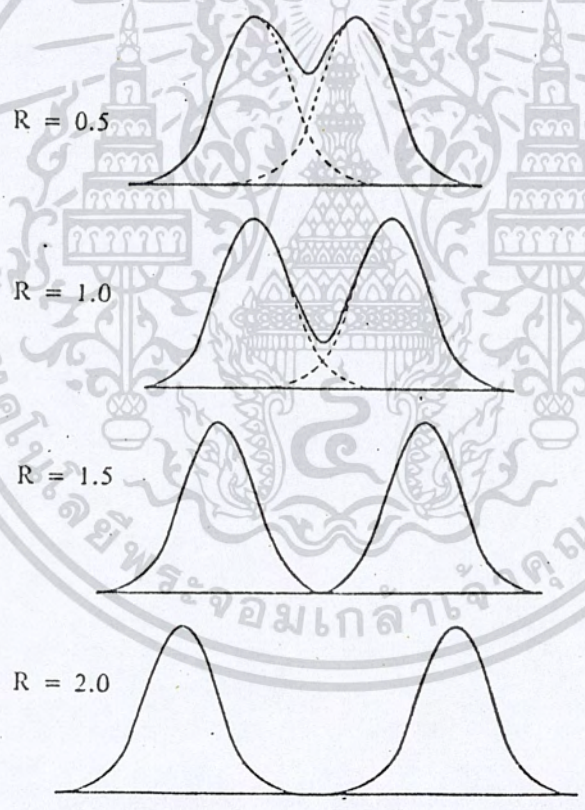
$$R = [t_{R2} - t_{R1}]/[(W_1/2)+(W_2/2)]$$

$$= [2(t_{R2} - t_{R1})]/[W_1 + W_2] \quad \text{.....(36)}$$

เมื่อ t_{R1} และ t_{R2} คือรีเทนชันไทม์ของพีกที่ 1 และ 2 ตามลำดับ($t_{R2} > t_{R1}$)

W_1 และ W_2 คือความกว้างของพีกทั้งสอง

สำหรับพีกที่ลมมาตรและมีค่าการแยกเท่ากับ 1 จะมีพื้นที่พีกที่ซ้อนกันเพียง 2% ซึ่งเพียงพอสำหรับงานวิเคราะห์ทางปริมาณ ถ้าการแยกมีค่าเท่ากับ 1.5 พีกสามารถแยกออกจากกันได้สมบูรณ์ ลักษณะของการแยกดังแสดงในรูปที่ 5



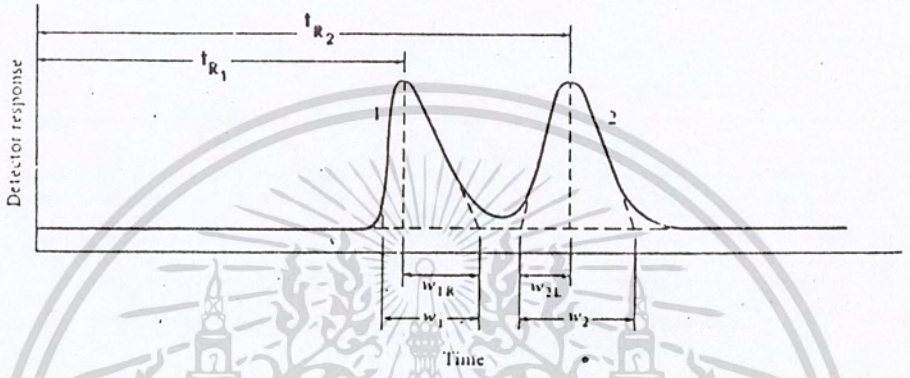
รูปที่ 5 แสดงวิธีการแยกของโครมาโตกราฟิกพีกที่มีค่า R ต่างๆกัน

สมการที่ 36 เป็นสมการที่ใช้กับพีกที่มีลักษณะสมมาตร ในกรณีที่พีกไม่สมมาตรใช้

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

$$R_s = (t_{R2}-t_{R1})/(W_{1R}+W_{2L}) \quad \text{.....(37)}$$

สำหรับสมการที่ 36 และ 37 สามารถใช้ค่ารีเทนชันโวลูมแทนค่ารีเทนชันไทม์ ได้ ค่า W_{1R}และ W_{2L} สามารถวัดได้จากพีกของโครมาโตแกรม ดังแสดงในรูป 6 สำหรับหน่วยของ W_{1R} และ W_{2L} ต้องใช้ให้สอดคล้องตามค่ารีเทนชันไทม์ หรือรีเทนชันโวลูม



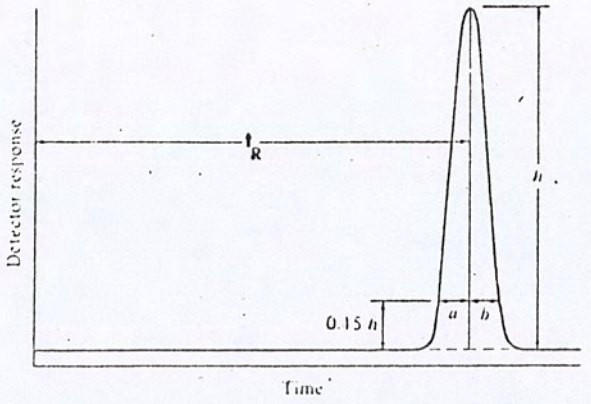
รูปที่ 6 แสดงการหาค่าW_{1R} และ W_{2L} จากโครมาโตกราฟิกที่ไม่สมมาตร

ตามปกติพีกที่ได้จะไม่สมมาตรมักจะมีหาง (peak tailing)ดังแสดงในรูป 6 พีกที่ 1 มี หาง ซึ่งจะมีผลทำให้การแยกไม่ดี การพิจารณาว่าพีกสมมาตรหรือไม่พิจารณาได้จาก Asymmetry facter(a_f)

$$a_f = W_{0.15R}/W_{0.15L} \quad \text{.....(38)}$$

โดยใช้ความกว้างของพีกที่มีความสูงเท่ากับ 0.15h ด้านขวาหารด้วยด้านซ้าย ดังแสดงในรูป 7

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 7 โครมาโตกราฟิกพีกแสดงการวัดค่าความกว้างของพีกด้านซ้ายและขวาที่มีความสูง 0.15h, a=$W_{0.15L}$ และ b=$W_{0.15R}$ ในกรณีที่ asymmetry facter มีค่า =1 แสดงว่าพีกนั้นสมมาตร

เมื่อพิจารณาสมการการแยก(สมการที่ 36)จะเห็นได้ชัดว่าการแยกจะดีหรือไม่ขึ้นอยู่กับความแตกต่างระหว่างค่า t_{R1} และ t_{R2} (Δt_R) กับความกว้างของพีก นั่นคือการปรับปรุงการแยกให้ดีขึ้นสามารถทำได้ ดังนี้คือ

1. เพิ่มค่า Δt_R ($t_{R2}-t_{R1}$) ซึ่งทำได้ดังนี้
   - ก. เพิ่มความยาวของคอลัมน์(L)
   - ข. โดยการลดอุณหภูมิและเลือกเฟสที่อยู่กับที่และเฟสที่เคลื่อนที่ให้เหมาะสม
   - ค. เพิ่มปริมาณของเฟสที่อยู่กับที่
2. ทำความกว้างของแบนด์หรือพีกให้น้อยลง
   - ก. บรรจุเฟสที่อยู่กับที่ในคอลัมน์ให้แน่น
   - ข. เพิ่มพื้นที่ผิวของเฟสที่อยู่กับที่ คือใช้ที่มีขนาดเล็ก
   - ค. ให้การไหลของเฟสที่เคลื่อนที่มีอัตราเร็วที่เหมาะสม
   - ง. ลดเส้นผ่าศูนย์กลางของคอลัมน์
   - จ. ลดปริมาณของสารตัวอย่าง

สิ่งที่น่าสนใจในการคำนวณอีกอันหนึ่งก็คือ คำนวณหาจำนวนเพลตที่ต้องการสำหรับทำให้การแยกของเราเกิดขึ้นได้ดี หรือเป็นไปได้ในการวิเคราะห์ของปริมาณในเมื่อทราบว่า

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ ดัดแปลง เผยแพร่ หรือแสวงหาประโยชน์ทางการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ค่า R ที่เหมาะสม ควรมีค่าเท่ากับเท่าไร

จากสมการที่ 36 $R = [2(t_{R2}-t_{R1})]/[2W_2]$

ถ้าพีกทั้งสองมีค่าความกว้างของพีกโดยประมาณเท่ากัน คือ

$$W_1 \simeq W_2$$

จะได้ $R = [2(t_{R2}-t_{R1})]/[2W_2] = (t_{R2}-t_{R1})/W_2$ ....(39)

เนื่องจากความกว้างของพีกมีความสัมพันธ์ต่อประสิทธิภาพของคอลัมน์หรือจำนวนเพลตตามสมการที่ 31

$$N = (4t_R/W)^2$$

ถ้าได้จำนวนเพลตที่คำนวณได้นี้คิดได้จากพีกที่ 2

$$\therefore W_2 = 4t_{R2}/\sqrt{N} \quad \text{.....(40)}$$

นั่นคือ เราสามารถหาการแยกที่สัมพันธ์กับจำนวนเพลตได้โดยแทนค่าสมการที่ 40 ลงในสมการที่ 39

$$R = [(t_{R2}-t_{R1})/t_{R2}]*[\sqrt{N}/4] \quad \text{.....(41)}$$

$$4R/\sqrt{N} = [(t_{R2}-t_m)-(t_{R1}-t_m)]/t_{R2}$$

นำ $t_{R1}-t_m$ หารทั้งเศษและส่วนจะได้

$$4R/\sqrt{N} = \{[(t_{R2}-t_m)/(t_{R1}-t_m)]-1\} / \{t_{R2}/(t_{R1}-t_m)\}$$

จากสมการที่ 15 พิจารณาได้ว่า

$$\alpha = (t_{R2}-t_m)/(t_{R1}-t_m)$$

$$\therefore 4R/\sqrt{N} = [\alpha-1]/[t_{R2}/(t_{R1}-t_m)]$$

$$= \{[\alpha-1]/[t_{R2}/(t_{R1}-t_m)]\}*\{[t_{R2}-t_m]/[t_{R2}-t_m]\}$$

$$= [(\alpha-1)/\alpha]*[(t_{R2}-t_m)//t_{R2}]$$

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

จากสมการที่ 8 แทนค่าลงในสมการข้างบนจะได้

$$4R/\sqrt{N} = \{[\alpha-1]/\alpha\}*\{[t_m(1+k_2')-t_m]/[t_m(1+k_2')]\}$$

$$= \{[\alpha-1]/\alpha\}*\{[t_m k_2']/[t_m(1+k_2')]\}$$

$$= [(\alpha-1/\alpha]*[k_2'/(1+k_2')]$$

นั่นคือ $$N_{req} = 16R^2*[\alpha/(\alpha-1)]^2*[(1+k_2')/k_2']^2 \quad .....(42)$$

เมื่อ $k_2' = (t_{R2}-t_m)/t_m$

N คือ จำนวนเพลตที่ต้องการจึงให้สัญลักษณ์เป็น N_{req}

ตารางที่ 1 ตารางสรุปเทอมสำคัญต่างๆในโครมาโตกราฟี

ชื่อ	สัญลักษณ์	สามารถหาได้จาก
รีเทนชันไทม์ของเฟสที่เคลื่อนที่	t_m	พีกของอากาศในโครมาโตแกรม ดูรูปที่ 3
รีเทนชันไทม์ของสารตัวอย่าง	t_R	โครมาโตแกรม ดูรูปที่ 3
-ถ้าเป็นสารผสมของ A และ B ให้กำหนดเป็นรีเทนชันไทม์ของสารนั้น ๆ	t_{RA}, t_{RB} หรือ $(t_R)_A$ และ $(t_R)_B$	
ความกว้างของพีก	W	โครมาโตแกรม ดูรูปที่ 4
-ถ้าเป็นสารผสมของ A และ B ให้กำหนดเป็นความกว้างของสารนั้น ๆ	W_A และ W_B	
ความยาวของคอลัมน์	L	วัดได้โดยตรงจากคอลัมน์
อัตราการไหลของเฟสที่เคลื่อนที่	F	วัดได้โดยตรง
ปริมาตรของเฟสที่เคลื่อนที่	V_m	t_m*F
ปริมาตรของเฟสที่อยู่กับที่	V_s	ปริมาตรของคอลัมน์ที่ใช้บรรจุ
ความเข้มข้นของสารตัวอย่างในเฟสที่อยู่กับที่และเฟสที่เคลื่อนที่	C_s, C_m	วิเคราะห์จากข้อมูล

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ชื่อ	สูตรในการคำนวณ	ความสัมพันธ์กับค่าอื่น ๆ
อัตราเร็วในการไหลของเฟสที่เคลื่อนที่	$u = \frac{L}{t_m}$	
ปริมาตรของเฟสที่เคลื่อนที่	$V_m = t_m \times F$	
คาพาซิตี้แฟคเตอร์ (Capacity factor)	$k' = \frac{(t_R - t_m)}{t_m}$	$k' = K_d \cdot \frac{V_s}{V_m}$
สัมประสิทธิ์ของการแบ่งส่วน (Partition Coefficient) หรือสัมประสิทธิ์ของการกระจาย (Distribution Coefficient)	$K_d = k' \frac{V_m}{V_s}$	$K_d = \frac{C_s}{C_m}$
รีเลทีฟรีเทนชัน	$\alpha = \frac{t_{R_2} - t_m}{t_{R_1} - t_m}$	$\alpha = \frac{k_2'}{k_1'} = \frac{K_{d_2}}{K_{d_1}}$
การแยก (Resolution)	$R = \frac{2(t_{R_2} - t_{R_1})}{W_1 + W_2}$	$R = \frac{\sqrt{N}}{4}\left(\frac{\alpha - 1}{\alpha}\right)\left(\frac{k_2'}{1 + k_2'}\right)$
จำนวนเพลต (Theoretical plate)	$N = 16\left(\frac{t_R}{W}\right)^2$	$N_{req} = \frac{L}{H}$ $= 16R^2\left(\frac{\alpha}{\alpha - 1}\right)^2\left(\frac{1 + k_2'}{k_2'}\right)^2$
รีเทนชันไทม์	$\frac{(t_{RA})_1}{(t_{RA})_2} = \frac{R_1^2}{R_2^2}$	(สาร A ชนิดเดียวกันใช้คอลัมน์เหมือนกันแต่มีความยาวต่างกัน คือ คอลัมน์อันที่ 1 และอันที่ 2)

ตารางที่ 2 ตารางสรุปสูตรในการคำนวณหาค่าเทอมต่างๆในโครมาโตกราฟี

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

<u>หลักการของก๊าซโครมาโตกราฟี</u> (PRINCIPLES OF GAS CHROMATOGRAPHY)

หลักการของกาซโครมาโตกราฟี คือ เฟสที่เคลื่อนที่ได้ต้องเป็นก๊าซ และสารตัวอย่างที่ใส่ลงในคอลัมน์ต้องมีสภาพเป็นไอตั้งแต่บริเวณส่วนบนสุดของคอลัมน์ การอีลูทสารตัวอย่างออกจากคอลัมน์เกิดจากแรงพาของเฟสที่เคลื่อนที่ ซึ่งเรียกว่า ตัวพา (carrier) หรับตัวพาที่ใช้ต้องเป็บก๊าซเฉื่อย เช่น ไนโตรเจน หรือฮีเลียม อัตราเร็วของการเคลื่อนที่ของสารตัวอย่างแต่ละชนิดในคอลัมน์ ขึ้นอยู่กับการละลายของสารตัวอย่างนั้นๆในเฟสที่อยู่กับที่หรือขึ้นอยู่กับสัมประสิทธิ์ของการกระจายซึ่งทฤษฎีของการกระจาย การอีลูท การเกิดแบนด์หรือพีก และทฤษฎีเพลตของก๊าซโครมาโตกราฟีนั้นเหมือนกับทฤษฎีทั่วๆไปของโครมาโตกราฟี

เนื่องจากก๊าซมีคุณสมบัติที่เกิดการเปลี่ยนแปลงอัตราการไหล และปริมาตรได้ง่าย ถ้ามีการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิและความดันของคอลัมน์ ซึ่งมีผลโดยตรงต่อรีเทนชันไทม์ของสารตัวอย่าง เพราะรีเทนชันไทม์แปรผันตรงข้ามกับอัตราการไหลของตัวพา ถ้าอัตราการไหลเพิ่มข้นรีเทนชันไทม์จะลดลง ดังนั้นในเรื่องของก๊าซโครมาโตกราฟีจึงใช้รีเทนชันโวลูม (V_R) แสดงการเปรียบเทียบหรือพิสูจน์สารมากกว่ารีเทนชันไทม์ เพราะรีเทนชันโวลูมไม่ขึ้นอยู่กับอัตราการไหลของตัวพา และตัวแปรของคอลัมน์อีกหลายตัว แต่ขึ้นอยู่กับธรรมชาติของสารตัวอย่างและเฟสที่อยู่กับที่ ถ้ารีเทนชันโวลูมถูกวัดจากคอลัมน์ต่างชนิดกัน คือมีปริมาณของเฟสที่อยู่กับที่ต่างกัน ค่ารีเทนชันโวลูมที่ได้จะต่างกัน ในกรณีนี้ไม่สามารถนำค่ารีเทนชันโวลูมมาเปรียบเทียบกันได้ ถ้าต้องการเปรียบเทียบค่ารีเทนชันโวลูมที่ได้จากการทดลองที่ใช้คอลัมน์ต่างกันต้องเปลี่ยนค่ารีเทนชันโวลูมที่วัดได้ให้เป็นค่ารีเทนชันโวลูมจำเพาะ (Specific retention volumn), V_g เราสามารถพิสูจน์สูตรสำหรับหาค่า V_g ให้อยู่ในเทอมของข้อมูลที่ได้จากการทดลองได้

รีเทนชันโวลูมจำเพาะของสารตัวอย่างแต่ละชนิดสามารถหาค่าโดยมีหลักการดังนี้ ในการทำก๊าซโครมาโตกราฟี จำเป็นต้องทราบค่าเฉลี่ยของอัตราการไหลของตัวพา ในคอลัมน์(F)ที่มีอุณหภูมิของคอลัมน์เท่ากับ T_c แต่โดยปกติค่าอัตราการไหลสามารถวัดได้เมื่อตัวพาออกจากคอลัมน์(F_m)ซึ่งเป็นอัตราการไหล ณ อุณหภูมิห้อง(T_R) เราสามารถแก้ไขอัตราการไหลของตัวพาที่วัดได้ ณ อุณหภูมิห้องให้เป็นค่าเฉลี่ยของอัตราการไหลของตัวพาในคอลัมน์ได้จากสมการ

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

$$F = F_m(T_c/T_R) \qquad \text{.....(43)}$$

T_cและ T_R มีหน่วยเป็นอุณหภูมิสัมบูรณ์

สมการที่ 43 ได้มาจากค่านิยามของอัตราการไหล คือ ปริมาตรหารด้วยเวลา

$$F = V/t$$

$$V = Ft \qquad (t = \text{เวลาของการไหล})$$

และจากกฎของชาร์ลส์(Charles' Law)

$$V \propto T$$

$$V = kT$$

$$\therefore Ft = kT$$

ค่าเฉลี่ยอัตราการไหลของตัวพาในคอลัมน์ที่มีอุณหภูมิ T_c คือ

$$F = (k/t)T_c$$

อัตราการไหลของตัวพาที่อุณหภูมิห้อง คือ

$$F_m = (k/t)T_R$$

นำสองสมการหารกัน จะได้สมการที่ 43

เนื่องจากอัตราการไหลของตัวพาที่ออกจากคอลัมน์ (F_m) สามารถวัดด้วยมิเตอร์วัดฟองสบู่(soap-buble flowmeter)ซึ่งก๊าซตัวพาต้องผ่านลงในน้ำสบู่ก่อน ดังนั้น ต้องมีการแก้ไขค่าอัตราการไหลของตัวพาให้ถูกต้องคือ $(P_o-P_w)/P_o$ เมื่อ P_o หมายถึง ความดันของก๊าซตัวพาที่ออกจากคอลัมน์ P_w คือความดันไอของน้ำ P_o-P_w คือความดันของก๊าซตัวพาที่ทำให้ฟองสบู่ลอยขึ้น แล้วอ่านค่าอัตราการไหลได้จากมิเตอร์ นั่นคือสมการที่ 43 ที่แก้ไขความดันให้ถูกต้อง คือ

$$F = [F_m(T_c/T_R)]*[(P_o-P_w)/P_o] \qquad \text{.....(44)}$$

ค่าความดันไอของน้ำเป็นค่าที่ขึ้นอยู่กับอุณหภูมิ ดังแสดงในตารางที่ 3

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ตารางที่ 3 ความดันไอของน้ำ (p_w) ที่อุณหภูมิต่างๆ

อุณหภูมิ ^C	P_w t_{err}
15	12.8
16	13.6
17	14.5
18	15.5
19	16.5
20	17.5
21	18.7
22	19.8
23	21.1
24	22.4
25	23.8
26	25.5
27	26.7
28	28.4
29	30.0
30	31.8
35	42.2

ค่าเฉลี่ยของอัตราการไหลของตัวพาในคอลัมน์ (F) บางทีเรียกว่า Adjusted flow rate สามารถใช้คำนวณหาค่ารีเทนชันโวลูม ตามสมการที่ 11 คือ

$$V_R = t_R F$$

สำหรับองค์ประกอบที่ไม่เหลืออยู่ในคอลัมน์ หรือถูกพาออกจากคอลัมน์ พร้อมกับการเคลื่อนที่ของตัวพาคืออากาศ ซึ่งเวลาที่ใช้ในการเดินทางออกจากคอลัมน์คือ t_m ตามสมการที่ 13 สามารถหาค่ารีเทนชันโวลูมของตัวพาได้ คือ

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

$$V_m = t_m F$$

ทั้งค่า V_R และ V_m ขึ้นอยู่กับค่าเฉลี่ยของความดันตลอดคอลัมน์ เมื่อความดันก่อนเข้าคอลัมน์มีค่าเป็น P_i และความดันเมื่อออกจากคอลัมน์คือ P_o ตัวนั้นต้องมีการแก้ไขค่า V_R และ V_m ให้เป็นปริมาตรที่สอดคล้องกับค่าเฉลี่ยของความดันตลอดคอลัมน์ ซึ่งเทอมที่ใช้ในการแก้ไขคือค่า j ถ้าให้ V_R^o และ V_m^o คือปริมาตรที่แก้ไข นั่นคือ

$$V_R^o = jt_R F \qquad \text{.....(45)}$$

$$V_m^o = jt_m F \qquad \text{.....(46)}$$

ในเมื่อ $j = P_o/\bar{P}$

$\bar{P}$ คือค่าเฉลี่ยความดันตลอดคอลัมน์ ค่าเฉลี่ยความดันตลอดคอลัมน์ไม่ได้หาได้ง่ายๆ จากการเฉลี่ยของความดันก่อนเข้าคอลัมน์กับที่ออกจากคอลัมน์[$(P_i+P_o)/2$]แต่ค่าเฉลี่ยความดันตลอดคอลัมน์สามารถหาได้จากสมการ

$$\bar{P} = [2/3]*[(P_i^3-P_o^3)/(P_i^2-P_o^2)]$$

$$\therefore \quad j = P_o/\bar{P} = \{2/3\}*\{[(P_i/P_o)^2-1]/[(P_i/P_o)^3-1]\} \qquad \text{...(47)}$$

ในกรณีที่ความดันเข้าเท่ากับความดันออก แฟคเตอร์ j จะมีค่า = 1 ซึ่งไม่เป็นไปตามสมการที่ 47 ในกรณีนี้ไม่จำเป็นต้องแก้ไขค่า V_R และ V_m สามารถใช้ค่า V_R แทน V_R^o และ V_m แทน V_m^o ได้ จะเห็นได้ว่า j คือค่าสำหรับแก้ไขเมื่อเกิดการลดความดันซึ่งขึ้นอยู่กับ P_i/P_o ตามปกติ P_o ต้องน้อยกว่า P_i ตารางที่ 4 แสดงค่า j เมื่อมีอัตราส่วนของ P_i/P_o ต่างๆกัน

ความแตกต่างระหว่างรีเทนชันโวลูมของสารตัวอย่าง กับรีเทนชันโวลูมของตัวพาหรือเฟสที่เคลื่อนที่ เรียกว่า Adjusted retention volumn(V_R')

$$V_R' = V_R - V_m$$

$$= Ft_R - Ft_m$$

$$= F(t_R - t_m) \qquad \text{.....(48)}$$

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

รีเทนชันไทม์ของตัวพา(t_m)ในก๊าซโครมาโตกราฟี ตามปกติวัดจากรีเทนชันไทม์ของพีกอากาศ ที่ปนมากับสารตัวอย่าง เมื่ออากาศไม่เป็นตัวหน่วงในคอลัมน์ ถ้าให้เนทรีเทนชันโวลูม(net retention volumn),V_n คือ adjusted retention volumn ที่มีการแก้ไขความดันเฉลี่ยตลอดคอลัมน์แล้ว นั่นคือ

$$V_n = V_R' j = F(t_R - t_m)j \qquad \text{.....(49)}$$

หรือ $$= V_R^{\circ} - V_m^{\circ} \qquad \text{.....(50)}$$

เพื่อทำให้โวลูมของสารตัวอย่างชนิดเดียวกัน ที่ทำในห้องปฏิบัติการคนละที่ คือ มีขนาดและความยาวคอลัมน์ต่างกัน สามารถเปรียบเทียบกันได้ ค่ารีเทนชันโวลูมต้องมีการแก้ไขปริมาณของเฟสที่อยู่กับที่ซึ่งบรรจุในคอลัมน์และอุณหภูมิ ซึ่งค่าที่แก้ไขแล้วนี้ เรียกว่า รีเทนชันโวลูมจำเพาะ(V_g)ซึ่งมีความสัมพันธ์กับค่ารีเทนชันโวลูมตามสมการที่ 51 คือ

$$V_g = V_n * (1/M) * (273/T_c) \qquad \text{.....(51)}$$

M คือ น้ำหนักของเฟสที่อยู่กับที่ การนำค่า V_n คูณกับค่า 1/M นั้นเป็นการแก้ค่าเนทรีเทนชันโวลูมให้เป็นค่าเนทรีเทนชันโวลูมเมื่อมีเฟสที่อยู่กับที่ 1 กรัม ส่วนอัตราส่วน $273/T_c$ นำมาคูณกับ V_n เพื่อปรับสภาพค่าเนทรีเทนชันโวลูม ให้เป็นค่าที่อุณหภูมิ 0^C หรือ 273^K

แทนค่าสมการที่ 49 และ 50 ลงในสมการที่ 51 จะได้

$$V_g = \{[F(t_R - t_m)j]/M\} * \{273/T_c\} \qquad \text{.....(52)}$$

หรือ $$V_g = [(V_R^{\circ} - V_m^{\circ})/M] * [273/T_c] \qquad \text{.....(53)}$$

สมการที่ 52 เป็นสมการสำหรับคำนวณหาค่า V_g จากข้อมูลต่างๆที่ได้จากการทดลองโดยวิธีก๊าซโครมาโตกราฟี ซึ่งมีประโยชน์มากในการวิเคราะห์ทางคุณภาพ เพราะสามารถใช้เป็นค่าที่เปรียบเทียบกันได้ แม้ว่าจะทำการทดลองต่างสถานที่กัน

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

สารชนิดเดียวกันย่อมมีค่า V_g เท่ากัน ดังนั้น ด้วยวิธีการหาค่า V_g จากการทำก๊าซโครมาโตกราฟี จะทำให้สามารถพิสูจน์ได้ว่าสารตัวอย่างนั้นคืออะไรได้

ตารางที่ 4 ค่าสำหรับแก้ไขเมื่อเกิดการลดความดัน(Values of the pressure - drop correction facter), j

P_i/P_o	j	P_i/P_o	j
1.00	1.00	1.80	0.695
1.10	0.952	1.90	0.668
1.20	0.907	2.00	0.643
1.30	0.865	2.10	0.619
1.40	0.826	2.20	0.597
1.50	0.790	2.30	0.576
1.60	0.756	2.40	0.557
1.70	0.725	2.50	0.539

<u>ประสิทธิภาพของก๊าซโครมาโตกราฟี</u> (EFFICIENCY OF GAS CHROMATOGRAPHY)

ประสิทธิภาพของก๊าซโครมาโตกราฟีอยู่ที่คอลัมน์ ซึ่งขึ้นอยู่กับจำนวนเพลตตามทฤษฎี หรือ Height equivalent of a theoretical plate(H) เช่นเดียวกับโครมาโตกราฟีทั่วๆไป ซึ่งในโครมาโตกราฟีทั่วๆไปพิจารณาหาค่า HETP เพื่ออธิบายประสิทธิภาพของคอลัมน์จากทฤษฎีของเพลต สำหรับก๊าซโครมาโตกราฟีควรพิจารณาหาค่า HETP จากทฤษฎีอัตราการไหล(rate theory) หรือทฤษฎีของการอีลูท จึงจะสะดวกว่า

ตามทฤษฎีของการอีลูทตัวอย่าง จะทำให้เกิดการกระจายของสารตัวอย่างเมื่อออกจากคอลัมน์ โดยมีลักษณะเป็นแบนด์หรือเป็นพีก ทั้งนี้เพราะโมเลกุลของสารตัวอย่างที่อยู่ในคอลัมน์มีความประพฤติที่สับสนและยุ่งเหยิงไม่เหมือนกัน มีสิ่งสำคัญอยู่ 3 สิ่งที่เป็นสาเหตุให้โมเลกุลมีความประพฤติไม่เหมือนกัน หรือไม่เป็นไปตามอุดมคติ คือ

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

การแพร่กระจายของสารตัวอย่างจากความเข้มข้นสูงไปต่ำ (longitudinal diffusion) การไหลเข้าและออกของสารตัวอย่างในคอลัมน์เป็นไปอย่างสุ่มๆ (random) ทำให้ได้ระยะทางไมเท่ากัน (eddy diffusion) และโมเลกุลของสารตัวอย่างไม่สามารถเกิดสมดุลระหว่างเฟสขึ้นได้ (non equilibrium mass transfer) ซึ่งสาเหตุทั้งสามนี้ทำให้ค่า HETP มีค่ามากกว่าที่ควรจะเป็นไปตามอุดมคติ เพราะต้องมีค่าเท่ากับ HETP ที่เกิดจากทั้งสามสาเหตุรวมกัน

	[HETPที่เกิดจากผลของ	[HETPที่เกิดจากผลของ	[HETPที่เกิดจากผลของ
H	= Eddy diffusion]	+ longitudinal diffusion]	+ non equilibrium mass transfer]

กลุ่มนักเคมีชาวดัทช์ได้พิสูจน์สมการข้างบนนี้ให้อยู่ในรูปสมการคณิตศาสตร์ ซึ่งมีชื่อเรียกว่า Van Deemter Equation

$$H = A+(B/u)+Cu \qquad \text{.....(58)}$$

u คือ ค่าอัตราการไหลของเฟสที่เคลื่อนที่เป็นความเร็วในเชิงเส้นตรง(linear velocity)

ค่า A,B และ C เป็นค่าคงที่ของคอลัมน์แต่ละอัน ซึ่งขึ้นอยู่กับองค์ประกอบอีกหลายชนิดของคอลัมน์ จากการสังเกตุเราสามารถสรุปผลขององค์ประกอบที่มีต่อค่า A,B และ C ได้ดังนี้

1. เทอม A ขึ้นอยู่กับขนาดของเฟสที่อยู่กับที่ที่บรรจุในคอลัมน์ และแต่ละหน่วยต้องมีขนาดเท่ากันหรือเหมือนกันหมด ถ้ามีขนาดเล็กค่า A จะน้อย ในกรณีที่บรรจุในคอลัมน์ได้ดี ค่าของ A จะมีค่าน้อยมาก เข้าใกล้ศูนย์ บางทีสามารถตัดทิ้งได้

$$A = 2\psi d_p \qquad \text{.....(59)}$$

เมื่อ ψ คือค่าความเหมือนกันของขนาดของเฟสที่อยู่กับที่ที่บรรจุในคอลัมน์และ

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ความเป็นระเบียบในการบรรจุ(uniform of the column packing)

d_p คือค่าเฉลี่ยของเส้นผ่าศูนย์กลางของขนาดของเฟสที่อยู่กับที่

2. เทอม B สัมพันธ์กับกระจายของสารตัวอย่าง ตามความยาวของคอลัมน์ เนื่องจากว่าการกระจายในเฟสของก๊าซประมาณ 10^5 เท่า ดังนั้น เทอม B จะไม่มีความสำคัญถ้าเฟสที่เคลื่อนที่เป็นของเหลว แต่ถ้าเฟสที่เคลื่อนที่คือก๊าซเทอม B จะมีความสำคัญและมีค่าสัมพันธ์กับอัตราการไหลของก๊าซด้วย ถ้าก๊าซมีอัตราความเร็วของการไหลต่ำ เวลาที่ใช้ในการอีลูทจะนาน ทำให้มีเวลาที่จะเกิดการกระจายของแบนด์ได้กว้างขึ้น

$$B = 2\gamma D_m \qquad \text{.....(60)}$$

เมื่อ γ คือฟังก์ชันของการบรรจุเฟสที่อยู่กับที่ในคอลัมน์

D_m คือสัมประสิทธิ์ของการกระจายของโมเลกุลของสารตัวอย่าง ในเฟสที่เคลื่อนที่

3. เทอม C ซับซ้อนกว่าเทอม A และ B สามารถแบ่งได้เป็น 2 ส่วนคือ C_1 และ C_2 โดยที่ C_1คือส่วนที่เกี่ยวข้องกับเฟสของเหลวหรือเฟสที่อยู่กับที่ ซึ่งสัมพันธ์กับความหนาของฟิล์มของเหลว(liquid film) คือ d_f^2 และการกระจายของสารตัวอย่างในเฟสที่อยู่กับที่หรือเฟสของเหลว และ C_2 คือส่วนที่เกี่ยวข้องกับเฟสที่เคลื่อนที่ซึ่งเป็นก๊าซ ซึ่งขึ้นอยู่กับ d_p และ D_m

$$C_1 = [8k'd_f^2]/[\pi^2(1+k')^2 D_g] \qquad \text{.....(61)}$$

$$C_2\ C_1 = (\gamma d_p^2)/D_m \qquad \text{.....(62)}$$

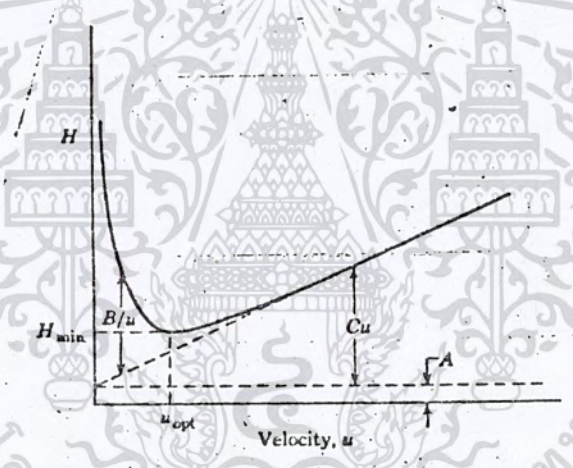
เมื่อ γ คือฟังก์ชันอีกอันหนึ่งของการบรรจุเฟสที่อยู่กับที่ในคอลัมน์ แทนค่าสมการ 59 ถึง 62 ลงในสมการที่ 58 จะได้

$$H = [2\gamma d_p] + [2\gamma D_m/u] + [8k'd_f^2 u/\pi^2(1+k')^2 D_g] + [\gamma d_p^2 u/D_m] \quad \text{..(63)}$$

การควบคุมประสิทธิภาพของคอลัมน์ทำได้โดยการควบคุม H การแยกของคอลัมน์จะเกิดได้ดีเมื่อ H มีค่าน้อยๆซึ่งจะทำให้มีค่า N มากๆและให้พีกที่แคบ การควบคุมค่า H

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ทำได้โดยควบคุมความเร็วของการไหลของก๊าซตัวพา เมื่อก๊าซตัวพามีอัตราการไหลน้อย เทอม B จะมีความสำคัญ คือเมื่อ B มีค่ามาก ดังนั้นจึงควรใช้อัตราการไหลของก๊าซตัวพาให้เร็วขึ้น เทอม C ก็จะเป็นตัวสำคัญ คือ ถ้าเพิ่มอัตราการไหลมากขึ้นค่า H ก็จะมากขึ้น แสดงได้ชัดเจนว่า ถ้าอัตราการไหลของก๊าซตัวพามีค่าน้อยเกินไปค่า H จะมีค่ามาก และถ้ามีค่ามากเกินไปค่า H จะมีค่ามากเช่นกัน ค่าอัตราการไหลของก๊าซตัวพาต้องพอเหมาะจึงจะทำให้ค่า H มีค่าน้อยที่สุดได้ ซึ่งเรียกว่าค่า optinum velocity ซึ่งหาได้จากการดิฟเฟอเรนชิเอทสมการที่ 58 เมื่อทราบค่า A , B และ C หรือหาจากกราฟในรูปที่ 8 โดยการพลอตกราฟระหว่างค่า H เทียบกับอัตราการไหลของก๊าซตัวพา เพราะ A เป็นค่าที่ไม่ขึ้นอยู่กับอัตราการไหลของก๊าซตัวพา จึงมีค่าเคอร์ฟของ A คงที่ เมื่ออัตราการไหลต่ำๆเทอม B มีค่ามาก เทอม C มีค่าน้อย จึงพิจารณาได้ว่าเป็นเคอร์ฟของเทอม B เมื่ออัตราการไหลของก๊าซตัวพามีค่าสูง เทอม B จะมีค่าน้อย เทอม C มีค่ามาก จึงพิจารณาได้ว่าเป็นเคอร์ฟของเทอม C



รูปที่ 8 กราฟของการพลอตระหว่างค่า H และu ตามสมการของ Van Deemter

การคำนวณตามสมการที่ 58เพื่อหาค่า H ที่อัตราการไหลของก๊าซตัวพามีค่าต่างๆในก๊าซโครมาโตกราฟี เป็นการศึกษาเกี่ยวกับประสิทธิภาพของคอลัมน์ ประสิทธิภาพของคอลัมน์จะดีที่สุดเมื่อค่า H มีค่าน้อยที่สุด(H_{min}) เราสามารถคำนวณหาค่า H_{min} ได้จากสมการที่ 64 คือ

$$H_{min} = A+2\sqrt{BC} \qquad \text{.....(64)}$$

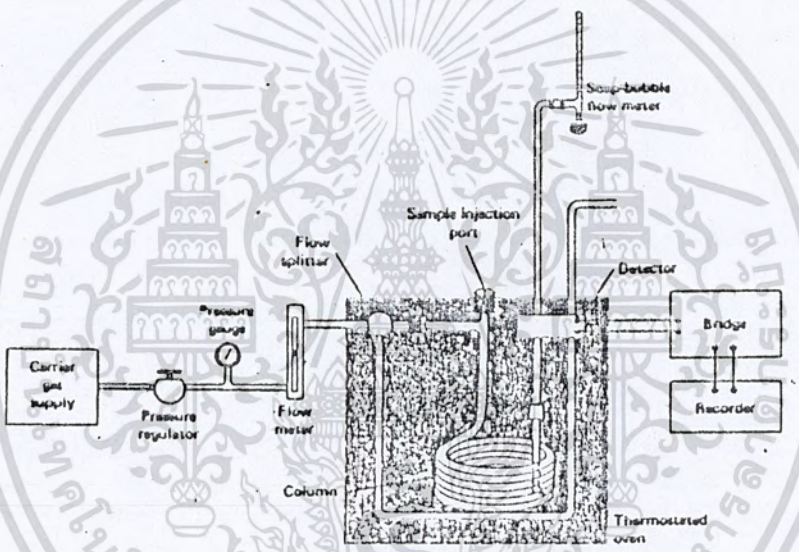
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

สามารถพิจารณาได้ว่า อัตราการไหลที่เหมาะสม(u_{opt})จะมีค่าดังนี้

$$u_{opt} = \sqrt{(B/C)} \qquad \ldots\ldots\ldots\ldots\ldots\ldots (65)$$

เครื่องมือก๊าซโครมาโตกราฟี

เครื่องมือที่ใช้ในก๊าซโครมาโตกราฟีมีส่วนประกอบอยู่หลายส่วน ดังแสดงในรูปที่ 9 ทั้งแบบ GSC และ GLC จะมีส่วนประกอบต่างๆเหมือนกัน แตกต่างกันเฉพาะชนิดของสารที่บรรจุในคอลัมน์ ดังนั้นเทคนิคและวิธีการวิเคราะห์ต่างๆจึงเหมือนกัน



รูปที่ 9 แผนผังแสดงส่วนประกอบของเครื่องมือก๊าซโครมาโตกราฟี

ก๊าซตัวพา จะบรรจุไว้ในถังที่สามารถควบคุมความดันของก๊าซที่ปล่อยออกมาได้ สารตัวอย่างที่ถูกฉีดเข้าไปในเครื่องก่อนเข้าสู่คอลัมน์ ต้องถูกความร้อนทำให้กลายเป็นไอก่อน หลังจากนั้นจึงผ่านไปในคอลัมน์โดยมีก๊าซเป็นตัวพา หลังจากสารตัวอย่างถูกอีลูทออกจากคอลัมน์ด้วยก๊าซตัวพาจะเข้าสู่เครื่องตรวจด้วยดีเทคเตอร์(DETECTER) ตัวดีเทคเตอร์จะเป็นตัวแปรขนาดของสารตัวอย่างให้เป็นสัญญาณทางไฟฟ้า ถ้าสารตัวอย่างมีปริมาณมากสัญญาณทางไฟฟ้าที่เกิดขึ้นก็มีมาก สัญญาณทางไฟฟ้าที่เกิดขึ้นที่ดีเทคเตอร์จะส่งไปยังเครื่องบันทึก เครื่องบันทึกจะบันทึกเป็นกราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างเวลากับขนาดของสัญญาณที่

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ได้รับจากเครื่องดีเทคเตอร์ (DETECTER RESPONSE) ถ้าเปรียบเทียบการทำงานของเครื่องก๊าซโครมาโตกราฟีกับการทำงานของร่างกายมนุษย์ จะได้ว่า ตัวดีเทคเตอร์เปรียบเสมือนสมอง และคอลัมน์เปรียบเสมือนหัวใจ

พิจารณาส่วนประกอบต่างๆของเครื่องมือก๊าซโครมาโตกราฟีตามลำดับดังนี้

<u>ก๊าซตัวพา</u>(CARRIER GAS)

ก๊าซที่เป็นตัวพาต้องเป็นก๊าซเฉื่อยที่ไม่สามารถทำปฏิกิริยากับสารตัวอย่างได้ ก๊าซที่ใช้ทั่วไปคือ ฮีเลียม ไนโตรเจน และอาร์กอน ก๊าซเหล่านี้ไม่เป็นพิษต่อผู้ทดลอง ในบางกรณีไฮโดรเจนหรือก๊าซอื่นบางตัวก็สามารถใช้เป็นก๊าซตัวพาได้ ตามความเป็นจริงแล้วก๊าซไฮโดรเจนใช้ได้ผลดีที่สุดและมีประโยชน์มากแต่ไม่ค่อยนิยมใช้ เพราะเกิดอันตรายได้ง่าย และสามารถทำปฏิกิริยากับสารประกอบที่ไม่อิ่มตัว ฮีเลียมเป็นก๊าซที่ใช้ได้ดีรองลงมา แต่มีราคาแพง ส่วนก๊าซไนโตรเจนนั้นมีราคาถูก แต่ทำให้ความไวของการทดลองลดลง (Sensitivity) การเลือกใช้ก๊าซตัวพาชนิดใดนั้นขึ้นอยู่กับชนิดของดีเทคเตอร์ ต้องเลือกให้ดีเทคเตอร์มีความไวมากที่สุด ตัวอย่างเช่น ถ้าใช้ดีเทคเตอร์ชนิดเทอร์มอลคอนดักติวิตีดีเทคเตอร์(TCD)ควรเลือกใช้ก๊าซไฮโดรเจนหรือฮีเลียม ตามปกติจะนิยมใช้ก๊าซฮีเลียมมากกว่าด้วยเหตุผลที่กล่าวมาแล้ว เครื่องดีเทคเตอร์มีหลายชนิด ดังนั้นการเลือกใช้ก๊าซตัวพาต้องคำนึงถึงความสามารถของเครื่องดีเทคเตอร์ต่อก๊าซตัวพานั้นๆด้วย อัตราการไหลของก๊าซตัวพาก็มีผลต่อการเปลี่ยนแปลงเกี่ยวกับสัญญาณของดีเทคเตอร์ด้วย เมื่ออัตราการไหลของก๊าซตัวพาเพิ่มขึ้น จะทำให้เนื้อที่ของพีกลดลง ความสูงของพีกลดลง ถ้าอัตราการไหลของก๊าซลดลงถึง 15-25 ลูกบาศก์เซนติเมตร/นาที จะทำให้ความสูงของพีกเพิ่มขึ้นในการวิเคราะห์ทางปริมาณต้องทำให้อัตราการไหลของก๊าซคงที่อยู่เสมอ ในอัตราที่เหมาะสมที่จะทำให้เกิดพีกที่คงที่ โดยปกติจะใช้อัตราการไหลระหว่าง 50-150 ลบ.ซม./นาที สำหรับคอลัมน์ที่มีเส้นผ่าศูนย์กลางขนาด 1/2 นิ้ว ถ้าคอลัมน์ใหญ่ขึ้นอัตราการไหลของก๊าซควรเพิ่มขึ้นตามอัตราส่วนของพื้นที่หน้าตัดที่เพิ่มขึ้น

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

สรุปได้ว่าอัตราการไหลของก๊าซตัวพามีความสำคัญอยู่ 2 ประการ คือ

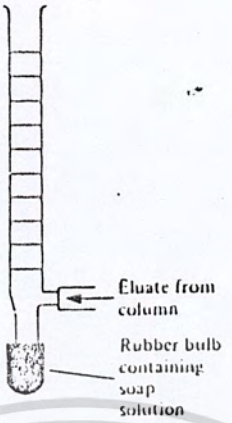
1. มีผลต่อค่ารีเทนชันไทม์ขององค์ประกอบของสารตัวอย่างที่ผ่านในคอลัมน์ ถ้าอัตราการไหลเร็วก็จะทำให้องค์ประกอบของสารออกจากคอลัมน์ได้เร็ว และลักษณะพีกกว้าง

2. มีผลต่อขนาดของสัญญาณของเครื่องดีเทคเตอร์ คือถ้าไหลช้าจะทำให้ความสูงของพีกเพิ่มขึ้น ดังนั้น การควบคุมการไหลของก๊าซตัวพา จึงเป็นสิ่งสำคัญมากในการทำก๊าซโครมาโตกราฟี การควบคุมการไหลของก๊าซทำได้โดยการควบคุมความดัน นอกจากจะมีเครื่องควบคุมความดันของก๊าซแล้วต้องมีเส้นลวดที่มีรูเล็ก ๆ เป็นคาปิลารีเข้าช่วยด้วย ซึ่งจะทำให้ตั้งระยะการไหลของก๊าซได้กว้างขึ้นจาก 0-200 ลบ.ซม. ต่อนาที หรือมีความดันเป็น 0-60 ปอนด์ต่อตารางนิ้ว

วิธีวัดการไหลของก๊าซ ก๊าซที่ผ่านลงในคอลัมน์หรือออกจากคอลัมน์สามารถควบคุมการไหลได้ และจากความสำคัญของการไหลของก๊าซตัวพาดังที่กล่าวมา ตลอดจนค่าอัตราการไหลของก๊าซตัวพาทำให้สามารถคำนวณหาค่าต่าง ๆ ที่ใช้แสดงเอกลักษณ์ของสารต่าง ๆ จึงต้องมีวิธีวัดขนาดของอัตราการไหลของก๊าซด้วย วิธีที่ใช้วัดทั่วไปคือ

#วิธีสังเกตุการเคลื่อนที่ของฟองสบู่(soap bubble)วิธีนี้ใช้น้ำสบู่ใส่ลงในบิวเรตให้อยู่ที่ก้นของบิวเรต แล้วปล่อยก๊าซของตัวพาออกจากเครื่องก๊าซโครมาโตกราฟีให้เข้าไปในบิวเรตทางข้างล่าง จะทำให้เกิดฟองสบู่ สังเกตุดูการเคลื่อนที่ของฟองสบู่ และจับตาดูในระยะ 1 นาที ปริมาตรของฟองสบู่ที่กระจายขึ้นไปในบิวเรต คือปริมาตรของก๊าซเป็นลูกบาศก์เซนติเมตรใน 1 นาที เครื่องวัดอัตราการไหลของก๊าซ(Flow meter) แบบนี้มีลักษณะดังแสดงในรูปที่ 10

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 10 เครื่องวัดอัตราการไหลของก๊าซ(Flow meter)โดยวิธีสังเกตุการเคลื่อนที่ของฟองสบู่

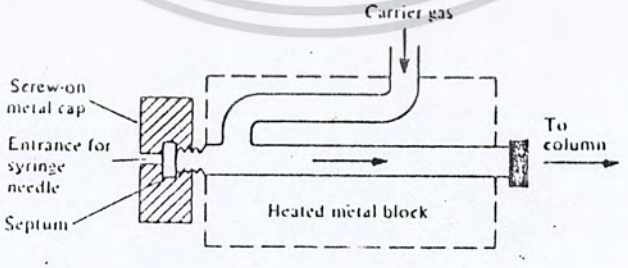
ก๊าซและสารตัวอย่างที่ไหลออกจากคอลัมน์จะไหลเข้าเครื่องวัดทางด้านข้างที่อยู่ตอนล่างของก้นของบิวเรต ที่ตอนล่างของบิวเรตจะถูกปิดด้วยลูกยางและบรรจุน้ำสบู่ไว้เหนือหลอดด้านข้างที่ก๊าซไหลเข้ามา ก๊าซที่ไหลมาจากคอลัมน์จะทำให้สบู่เป็นฟองแล้วเคลื่อนที่ขึ้นไปตามบิวเรต ปริมาตรที่ฟองสบู่ใช้เคลื่อนที่ไปในบิวเรตต่อนาที คืออัตราเร็วของก๊าซนั่นเอง เราสามารถแคลิเบรทสเกลที่บิวเรตให้สามารถอ่านค่าเป็นอัตราการไหลของก๊าซในหน่วย ลบ.ซม./นาที ได้

นอกจากนี้ลักษณะของเครื่องวัดอาจทำเป็นหลอดแก้วที่มีลูกบอลเบาๆบรรจุอยู่ เมื่อผ่านก๊าซทางด้านล่างของหลอดแก้ว ความดันของก๊าซจะดันให้ลูกบอลลอยสูงขึ้น ความสูงของลูกบอลจะสัมพันธ์กับอัตราการไหลของก๊าซ เราสามารถแคลิเบรทสเกลให้สามารถอ่านค่าออกมาเป็นอัตราการไหลได้เช่นกัน เครื่องวัดอัตราการไหลของก๊าซในเครื่องก๊าซโครมาโตกราฟี สามารถไว้ได้ 2 ตำแหน่ง คือไว้ในตำแหน่งที่ก๊าซตัวพาออกจากคอลัมน์และไว้ในตำแหน่งก่อนที่ก๊าซตัวพาจะเข้าคอลัมน์ ซึ่งอยู่ระหว่างถังก๊าซกับส่วนที่ฉีดสารตัวอย่าง เพื่อควบคุมอัตราการไหลของก๊าซตัวพา

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ระบบฉีดสารตัวอย่าง (SAMPLE INJECTION SYSTEM)

การฉีดสารตัวอย่างลงสู่คอลัมน์ในการทำก๊าซโครมาโตกราฟี ต้องใส่ให้มีปริมาณน้อยที่สุดและรวดเร็วที่สุด สารตัวอย่างจะมีคุณลักษณะเป็นก๊าซหรือของเหลวก็ได้ ถ้าเป็นของเหลวจะต้องถูกเปลี่ยนเป็นก๊าซก่อนที่จะเข้าคอลัมน์ ด้วยความร้อนตรงส่วนที่ฉีดสารตัวอย่างปริมาณของสารตัวอย่างที่ใช้ ถ้าเป็นของเหลวประมาณ 0.005 ถึง 0.05 ลบ.ซม. ถ้าเป็นก๊าซประมาณ 1 ถึง 10 ลบ.ซม. เทคนิคในการนำสารตัวอย่างเข้าไปในคอลัมน์ขึ้นอยู่กับคุณลักษณะของสารตัวอย่าง ถ้าสารตัวอย่างเป็นก๊าซสามารถนำใส่เข้าไปในคอลัมน์ได้หลายวิธี สำหรับงานที่เป็นกิจวัตรควรใช้ระบบที่มีวาล์วปิดเปิดมากกว่า(gas sampling valve)ซึ่งทำให้ก๊าซผ่านเข้าเครื่องโดยตั้งปริมาตรได้อย่างอัตโนมัติ สำหรับวิธีการใช้สารตัวอย่างบรรจุในเข็มฉีดยา แล้วฉีดเข้าไปในคอลัมน์ก็สามารถทำได้แต่ได้ผลไม่ดีเท่ากับการใช้ระบบที่มีวาล์ว ถ้าสารตัวอย่างเป็นของเหลวสามารถนำเข้าสู่คอลัมน์ได้โดยใช้เข็มฉีดยา (Syringe) เข็มฉีดยาที่ใช้ต้องเป็นชนิดไมโครที่สามารถวัดขนาดละเอียดถึง 0.005 ลบ.ซม. ตามปกติสารตัวอย่างที่ใช้ในก๊าซโครมาโตกราฟีจะเป็นของเหลวที่อุณหภูมิห้อง เมื่อฉีดสารตัวอย่างเข้าไปก่อนเข้าสู่คอลัมน์จะถูกเปลี่ยนให้เป็นไออย่างรวดเร็ว ณ บริเวณที่เรียกว่า Sample chamber ซึ่ง ณ บริเวณนี้ต้องมีอุณหภูมิสูงกว่าจุดเดือดของสารตัวอย่าง แต่ต้องไม่สูงจนทำให้สารตัวอย่างเกิดการสลายตัวได้ หลังจากนั้นก๊าซตัวพาจะพาสารตัวอย่างเข้าสู่ในคอลัมน์ ส่วนบน sample chamber จะมีรูปร่างได้หลายแบบ ถ้าวาดภาพของส่วนประกอบของ Sample Chamber จะมีลักษณะดังแสดงในรูปที่ 11



รูปที่ 11 ภาพแสดงส่วนประกอบของส่วนที่ฉีดสารตัวอย่าง(Sample Chamber)

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ถ้าสารตัวอย่างเป็นของแข็งจะทำการวิเคราะห์โดยวิธีก๊าซโครมาโตกราฟีโดยตรงไม่ได้ ต้องใช้เทคนิคการนำสารตัวอย่างมาทำปฏิกิริยาทางเคมีให้ได้สารประกอบที่กลายเป็นไอ จากนั้นจึงนำไปฉีดเข้าคอลัมน์ เช่น กรดไขมันสามารถเปลี่ยนเป็นเมทิลเอสเทอร์(Methyl esters)ที่กลายเป็นไอได้โดยทำปฏิกิริยากับโบรอนไตรคลอไรด์ หรือโบรอนโตรฟลูออไรด์ในสารละลายเมทานอล ในบางกรณีใช้วิธีการเติมส่วนของเครื่องมือไพโรไลซีส (Pyrolysis equipment)เข้ากับเครื่องก๊าซโครมาโตกราฟี สารตัวอย่างที่เป็นของแข็งจะถูกใส่ลงในเครื่องไพโรไลซีส เมื่อให้ความร้อนสูงพอก็สามารถกลายเป็นไอได้ ไอของสารตัวอย่างก็จะถูกพาเข้าไปในเครื่องก๊าซโครมาโตกราฟีด้วยก๊าซตัวพา เครื่องไพโรไลซีสก๊าซโครมาโตกราฟี ใช้สำหรับการวิเคราะห์จำพวกโพลิเมอร์และสารที่มีน้ำหนักโมเลกุลสูงๆ การใช้วิธีการนี้ต้องระมัดระวังวิธีการทดลองอย่างดี ต้องมีการตรวจสอบสารมาตรฐานเพื่อให้แน่ใจว่าเครื่องมี REproducibility ที่ดี

คอลัมน์(COLUMN)

คอลัมน์ที่ใช้ในก๊าซโครมาโตกราฟีมี 2 ชนิด

1) Packed column คอลัมน์ชนิดนี้มีทั้งแบบที่ทำด้วยแก้วและทำด้วยโลหะ มีลักษณะเป็นหลอดที่มีเส้นผ่าศูนย์กลางภายในประมาณ 1 ถึง 8 มิลลิเมตร มีความยาวได้ตั้งแต่ 2 ถึง 20 เมตร ถ้ามีความยาวมากๆหลอดคอลัมน์จะถูกขดเป็นวงกลม(coil) เพื่อให้บรรจุลงในเตา(oven)ได้ คอลัมน์ชนิดนี้สามารถใช้ในการวิเคราะห์ได้ทั้ง 2 แบบคือ GSC และ GLC ถ้าทำการวิเคราะห์แบบ GS จะใช้สารของแข็งที่เป็นตัวดูดซับบรรจุในคอลัมน์ได้แก่ ซิลิกา อะลูมินา เป็นต้น ถ้าทำการวิเคราะห์แบบ GLC ต้องใช้ของแข็งที่เรียกว่า Solid Support ฉาบด้วยของเหลวที่ทำหน้าที่เป็นเฟสที่อยู่กับที่ ซึ่งมีจุดเดือดสูงที่เรียกว่า ซับสเตรต (Substrate)

2)Capillary column คอลัมน์ชนิดนี้ใช้ได้เฉพาะการวิเคราะห์แบบ GLC เท่านั้น ความยาวของคอลัมน์มีค่ามากตั้งแต่ 10 ถึง 100 เมตร คาปิลลารีคอลัมน์ส่วนใหญ่หรือเกือบทั้งหมดทำด้วยหลอดแก้ว เหตุผลที่ไม่ใช้โลหะเพราะโลหะสามารถเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาเคมีได้หลายชนิด และเมื่อภายในคอลัมน์ต้องใช้อุณหภูมิสูงอาจทำให้โลหะเกิดปฏิกิริยาบางอย่างในคอลัมน์ได้ ตามปกติอุณหภูมิของคอลัมน์ต้องสูงกว่าจุดเดือดของสารตัวอย่าง 10 ถึง 25 °C การใช้คาปิลลารีคอลัมน์ในการทำ GLC ไม่ต้องใช้ของแข็งซับพอท (Solid

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

Support) วิธีเตรียมคอลัมน์ทำโดยใช้ของเหลวซึ่งเป็นเฟสที่อยู่กับที่ใส่ในคาปิลลารีคอลัมน์ ของเหลวนั้นจะฉาบที่ผิวของคอลัมน์เป็นฟิล์มบาง ๆ ที่มีความหนาน้อยกว่า 1 μm ความหนาของแผ่นฟิล์มของเหลวนั้นจะมีผลต่อการแยกด้วย คอลัมน์ชนิดนี้มีประสิทธิภาพในการแยกสูงกว่า packed column ถึง 100 เท่า และสามารถใช้กับขนาดของสารตัวอย่างที่น้อยกว่า 0.01 μ liter ความจุของคาปิลลารีคอลัมน์สามารถเพิ่มขึ้นได้โดยฉาบผิวของคอลัมน์แก้วด้วยวัสดุที่มีรูพรุน เช่น แกรไฟต์, โลหะออกไซด์ และซิลิเกตเสียก่อนให้มีลักษณะเป็น thin layer ซึ่งจะทำให้พื้นที่ผิวที่จะให้ของเหลวมาฉาบอยู่มีมากขึ้น เป็นการเพิ่มความจุของคอลัมน์การใช้คาปิลลารีคอลัมน์พบว่า ผลของการลดลงของความดัน (pressure drop) เกิดขึ้นน้อยมากจนตัดทิ้งได้ คือสามารถคิดค่า $j = 1$ ค่าอัตราส่วน Vs/Vm ของคอลัมน์ชนิดนี้มีค่าในช่วง 100 ถึง 300 ซึ่งอยู่ในช่วงที่มีประสิทธิภาพสูงสุด เพราะมีเพลตตามทฤษฎีมากมายหลายพันเพลต

จากการพิจารณาชนิดของคอลัมน์ที่ใช้ในการทดลอง และวัสดุที่บรรจุภายในคอลัมน์ สรุปได้ว่าวัสดุที่บรรจุอยู่ในคอลัมน์มี 3 ชนิด คือ ของแข็งที่ทำหน้าที่เป็นเฟสที่อยู่กับที่ ของแข็งซัพพอทและของเหลวที่ทำหน้าที่เป็นเฟสที่อยู่กับที่ ซึ่งจะขอกล่าวรายละเอียดของสิ่งเหล่านี้ไว้ด้วย

ของแข็งที่ทำหน้าที่เป็นเฟสที่อยู่กับที่(stationary solid phase)ของแข็งชนิดนี้ใช้เฉพาะ packed columnเท่านั้น ซึ่งนำไปใช้กับการวิเคราะห์ที่เรียกว่า GSCค่าสัมประสิทธิ์ของการกระจายของก๊าซสารตัวอย่างระหว่างเฟสของก๊าซที่เคลื่อนที่กับเฟสของแข็งที่อยู่กับที่มีค่าสูงมาก เมื่อเทียบกับการใช้เฟสที่อยู่กับที่เป็นของเหลว ในการใช้สารตัวอย่างชนิดเดียวกันทำให้ค่ารีเทนชันไทม์ในการทำ GSC มีค่ามากกว่าการทำ GLC ด้วยเหตุผลนี้ GLC จึงเป็นที่นิยมใช้กันมากกว่า GSC ตามปกติ GSC มักนิยมใช้ในการแยกสารประกอบที่มีน้ำหนักโมเลกุลต่ำๆ เช่น ไอโซเมอร์ของบิวเทน(C_4H_{10}) และอะเซทาลีน(C_2H_4) จากเอทาลีน(C_2H_4) ของแข็งที่ใช้เป็นตัวดูดซับหรือเฟสที่อยู่กับที่ใน GSC ได้แก่ แกรไฟต์ (Graphite)ผงคาร์บอนแกรไฟต์ต่ำ(Graphitized carbon blacks) ถ่านหิน (Charcoals) ซิลิกาเจล(Silica gel) อะลูมินา(Alumina) โพลาแพกคิว (Polarpak Q) โพลาแพกอาร์(Polarpak R) ซีโอไลท์(Zeolites) และเรซินแลกเปลี่ยนไอออน(ion exchange resin) เป็นต้น

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ของแข็งซัพพอท(Solid Support)วัสดุชนิดนี้ใช้กับการวิเคราะห์แบบ GLC เท่านั้น มีหน้าที่ช่วยทำให้ของเหลวซึ่งเป็นเฟสที่อยู่กับที่ถูกยึดอยู่ในคอลัมน์ได้ และทำให้เฟสที่อยู่กับที่หรือของเหลวนั้นมีโครงสร้างทางกายภาพที่เหมาะสม ของแข็งซัพพอทต้องเป็นสารที่เสถียรภาพ ณ อุณหภูมิของคอลัมน์ที่ใช้ในการทดลอง จะต้องมีขนาดที่เหมาะสมและสม่ำเสมอ ของแข็งซัพพอทที่ใช้ส่วนใหญ่ได้จาก diatomaceous earths(SiO_2) ซึ่งประกอบด้วยกรุ๊ปของ hydrated silica มีวิธีการอยู่หลายวิธีที่จะทำให้ diatomaceous earths กลายเป็นของแข็งซัพพอทที่ดี ถ้านำ diatomaceous earth มาเผาที่อุณหภูมิประมาณ 900^Cจะได้สารของแข็งสีชมพู ซึ่งมีชื่อเรียกว่า โครโมซอบ พี (Chromosorb P) โครโมซอบ พี สามารถมีกลุ่มฟังก์ชันนอลเป็นโพลาร์ได้ ทำให้สามารถใช้เป็นของแข็งดูดซับใน GSC ได้ด้วย ถ้าไม่นำมาฉาบด้วยของเหลว แต่เนื่องจากหลังจากที่โครโมซอบดูดซับสารตัวอย่างแล้ว ความสามารถในการอีลูทไม่ดีพอ จึงต้องใช้ของเหลวฉาบบนโครโมซอบอีกทีหนึ่ง จึงจะทำให้การอีลูทเกิดได้ดี ทำให้โครโมซอบมีหน้าที่เพียงเป็นของแข็งซัพพอท ความสามารถในการดูดซับจึงขึ้นอยู่กับของเหลวที่มาฉาบ

ถ้า diatomaceous earth ถูกนำมาเผาโดยมีโซเดียมคาร์บอเนตผสมอยู่ จะได้ของแข็งสีขาวที่เรียกว่า โครโมซอบดับบลิว(Chromosorb W)ถ้านำ diatomaceous earth มาทำด้วยวิธีการอื่นๆจะได้ของแข็งซัพพอทชนิดอื่นๆอีกเช่น โครโมซอบ เอ (Chromosorb A)และโครโมซอบ จี(Chromosorb G)โครโมซอบชนิดต่างๆที่นำมาใช้ยังมีอีกหลายเกรดขึ้นอยู่กับขนาดเมชของมัน ปกติมีค่าอยู่ในช่วง 30/50 ถึง 80/100 เมช ขนาดที่นิยมใช้กันมากที่สุดคือ 30/60 และ 60/880 เมช

ของแข็งซัพพอทที่ดีสำหรับการวิเคราะห์ GLC ต้องมีคุณสมบัติดังนี้ คือ

1.มีความพรุนสม่ำเสมอ ขนาดของรูพรุนไม่เกิน 10 ไมครอน

2.มีพื้นที่ผิวมากประมาณ 1-20 ตารางเมตร/กรัม

3.มีความแข็งไม่แตกง่าย

4.ไม่ทำปฏิกิริยากับสารตัวอย่าง

5.มีขนาดและรูปร่างเป็นแบบเดียวกันตลอด

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ของเหลวที่ทำหน้าที่เป็นเฟสที่อยู่กับที่(Stationary liquid phase)ของเหลวนี้มีชื่อเรียกอีกอย่างหนึ่งว่า ซับสเตรต(Substrate)เป็นของเหลวที่มีจุดเดือดสูง ใช้ฉาบบนของแข็งซัพพอท ซึ่งใช้บรรจุใน packed column หรือฉาบที่ผิวของคอลัมน์ในคาปิลลารีคอลัมน์ ในการทำ GLC ของเหลวที่สามารถใช้เป็นซับสเตรตได้มีหลายร้อยชนิด สำหรับตัวที่นิยมใช้กันมากได้แสดงไว้ในตารางที่ 5 ของเหลวที่สามารถนำมาใช้เป็นเฟสที่อยู่กับที่ได้ในการทำ GLC ต้องมีคุณสมบัติดังต่อไปนี้ คือ

1. เป็นตัวทำละลายที่มีคุณสมบัติที่เหมาะสมสำหรับองค์ประกอบที่ต้องการวิเคราะห์ เช่น มีโพลารีตีเหมือนกับสารตัวอย่าง

2. ต้องทำให้เกิดการแบ่งส่วนที่แตกต่างกันของแต่ละองค์ประกอบในสารตัวอย่างระหว่างเฟสทั้งสอง

3. เสถียรที่อุณหภูมิสูงๆ

4. มีความดันไอที่อุณหภูมิภายในคอลัมน์ต่ำ

5. ไม่ทำปฏิกิริยาทางเคมีกับสารตัวอย่าง

การเตรียมคอลัมน์(Column preparation)การเตรียมคอลัมน์สำหรับ GSC ให้ใช้ของแข็งซึ่งเป็นตัวดูดซับบรรจุในคอลัมน์ได้เลย แต่ถ้าเป็นการเตรียมคอลัมน์สำหรับ GLC ต้องนำของแข็งซัพพอทมาฉาบด้วยเฟสของเหลวก่อน โดยมีวิธีการทำดังนี้ คือ ขั้นแรกให้เลือกขนาดช่องของแข็งให้มีขนาดเหมาะสมและเท่ากันหมด จากนั้นนำของเหลวละลายในตัวทำละลายที่ระเหยง่ายก่อน แล้วจึงนำของแข็งซัพพอทใส่ลงในสารละลายนั้นกวนให้เข้ากันต้องใช้วิธีการคำนวณช่วยด้วยว่าควรใช้ของเหลวปริมาณเท่าใด จึงจะทำให้เกิดเป็นฟิล์มฉาบบนของแข็งได้หนา5 ถึง 10 μm หลังจากนั้นทำให้ตัวทำละลายระเหยไปให้หมดก็จะได้ของแข็งที่มีของเหลวฉาบอยู่ซึ่งมีลักษณะเหมือนของแข็งที่แห้งและร่วนสามารถไหลเข้าบรรจุในคอลัมน์ได้

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ตารางที่ 5 เฟสของเหลวหรือซับสเตรตที่นิยมใช้บางตัว

Liquid Phase	Typical Samples	Polarity*	Max. Temp., °C
Squalane	Hydrocarbons	N	125
Apiezon L	High boiling hydrocarbons, esters, ethers	N	300
Methyl silicone	Steroids, pesticides, alkaloids, esters	N	300
Dinonyl phthalate	All types	I	175
Silicone oil	All types	I	275
Diethyleneglycol succinate	Esters	P	200
Carbowax 20M	Alcohols, aromatics amines, ketones	P	250
Polyamid Resin	Amino compounds	P	300
β, β-Oxydipropionitrile	Olefins, alcohols, aldehydes	P	100
$AgNO_3$ in propylene glycol	Olefins, cyclic hydrocarbons	P	50
Inorganic eutectics	Volatile inorganics	P	

*N, nonpolar; I, intermediate polarity; P, polar.

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

เมื่อเตรียมของแข็งพร้อมที่บรรจุลงในคอลัมน์ได้แล้ว (ตัวดูดซับหรือของแข็งซัพพอทที่มีของเหลวอยู่) ให้บรรจุของแข็งนั้นลงในคอลัมน์ที่มีลักษณะเป็นเส้นตรงซึ่งทำด้วยแก้วหรือเหล็กสแตนเลส หรือทองแดง หรืออะลูมิเนียม วิธีการบรรจุให้ค่อยๆใส่ของแข็งอย่างช้าๆลงในคอลัมน์ ต้องใช้เครื่องเขย่าเบาช่วยเพื่อให้ของแข็งถูกบรรจุได้แน่นและเป็นระเบียบปราศจากฟองอากาศ เมื่อบรรจุเสร็จเรียบร้อยแล้วจึงค่อยขดหลอดคอลัมน์ให้เป็นรูปวงกลมหรือรูปตัว U ตามความเหมาะสม เพื่อให้สามารถใส่ลงในเตาได้ คอลัมน์ที่ได้รับการเตรียมอย่างดีสามารถใช้ในการวิเคราะห์ได้หลายร้อยครั้ง ในทางการค้ามีคอลัมน์ที่บรรจุสำเร็จแล้วไว้ขายหลายชนิด สามารถหาซื้อมาใช้ให้ตรงกับงานได้ ไม่ว่าจะเป็นการเตรียมคอลัมน์ขึ้นใช้เอง หรือซื้อมาใช้ การพิจารณาเลือกใช้คอลัมน์ต้องคำนึงถึงสิ่งต่อไปนี้ คือ

1. ความยาวและเส้นผ่าศูนย์กลางของคอลัมน์ เพราะการแยกสารจะเกิดได้ดีหรือไม่ขึ้นอยู่กับความยาวและเส้นผ่าศูนย์กลางของคอลัมน์

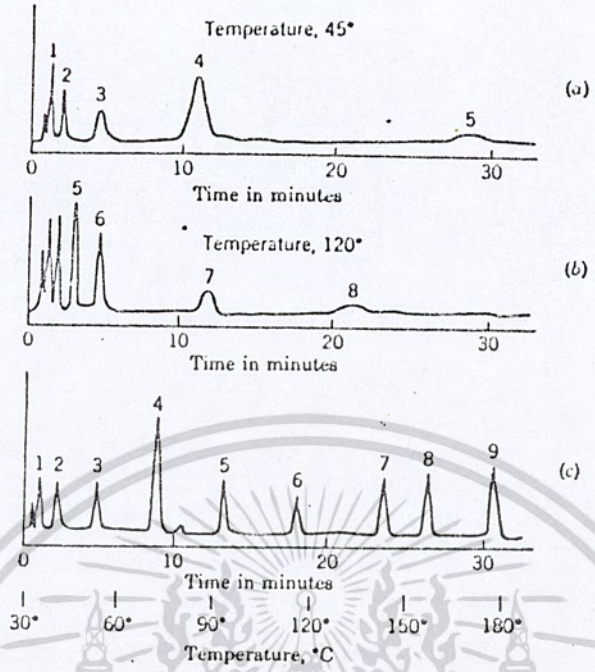
2. เฟสที่อยู่กับที่ที่เป็นของแข็งหรือของเหลว หลักการของการเลือกใช้ควรให้สารเคมีที่เลือกมีโครงสร้างทางเคมีคล้ายกับสารตัวอย่าง เช่น ถ้าสารตัวอย่างเป็นโพลาร์ (polar) ก็ควรเลือกใช้เฟสที่อยู่กับที่ของแข็งหรือของเหลวที่เป็นโพลาร์เหมือนกัน ดังนั้นในการเลือกใช้ต้องมีการศึกษาถึงคุณสมบัติของสารตัวอย่างและเฟสที่อยู่กับที่ให้ดีก่อนด้วย

3. อุณหภูมิที่ใช้สำหรับคอลัมน์ คอลัมน์ที่ใช้จะถูกบรรจุอยู่ในเตา(oven)ที่สามารถควบคุมอุณหภูมิได้เพื่อทำให้คอลัมน์มีความร้อนสูงพอที่จะทำให้สารตัวอย่างกลายเป็นไออยู่ตลอดเวลา อุณหภูมิที่ใช้ต้องไม่สูงเกินไปจนทำให้เฟสของเหลวกลายเป็นไอ ปกติอุณหภูมิที่ใช้จะต่ำกว่าส่วนของระบบฉีดสารตัวอย่าง(Sample injection system)ประมาณ 10°C อุณหภูมิของคอลัมน์จะมีผลต่อค่ารีเทนชันและการแยกอย่างมาก ที่อุณหภูมิสูงจะมีผลทำให้ไอของสารตัวอย่างส่วนใหญ่อยู่ในเฟสของก๊าซ เพราะการเพิ่มอุณหภูมิจะทำให้การละลายของสารตัวอย่างในเฟสที่อยู่กับที่ลดลง จึงทำให้สารตัวอย่างถูกอีลูทได้อย่างรวดเร็ว ถ้ามีสารผสมอยู่หลายตัว ก็จะทำให้สารเหล่านั้นถูกอีลูทจากคอลัมน์ได้ในเวลาไล่เลี่ยกัน การแยกจะเกิดขึ้นไม่ดี(poor resolution)แต่ถ้าใช้อุณหภูมิต่ำสารตัวอย่างก็จะใช้เวลาส่วนใหญ่อยู่ในเฟสที่อยู่กับที่ ทำให้การอีลูทเกิดขึ้นช้า รีเทนชันไทม์มีค่ามากแต่ว่าการแยกดีขึ้น โดยปกติในการทดลองทั่วๆไปจะใช้วิธีการควบคุมอุณหภูมิของคอลัมน์ให้คงที่ ณ จุดใดจุดหนึ่ง ซึ่งเหมาะสำหรับใช้กับสารผสมที่มีรีเทนชันไทม์ต่างกันไม่มากนัก เพราะถ้าต่างกัน

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

มากจะใช้เวลานาน แต่ถ้าใกล้กันมากเกินไปก็ใช้ไม่ได้ เพราะไม่สามารถ แยกออกจากกันได้ อุณหภูมิจะมีผลต่อรีเทนชันไทม์ และการแยกอย่างเห็นได้ชัด ดังแสดงในรูปที่ 12(a,b) รูป a ใช้อุณหภูมิของคอลัมน์ที่คงที่ที่ 45^C ปรากฏว่าการแยกพีกที่ 1,2,3และ4 เกิดขึ้นได้ดี แต่ใช้เวลานาน เมื่อเวลาผ่านไปถึง 30 นาทีเพิ่งจะได้พีกที่ 5 ออกมาเท่านั้น แต่ถ้าเปลี่ยนเป็นใช้อุณหภูมิของคอลัมน์คงที่ที่ 120^C ตามรูป b ปรากฏว่าเมื่ออุณหภูมิสูงขึ้นการแยกพีกที่1,2,3และ4 ออกจากกันเกิดขึ้นได้ไม่ดี แต่สามารถอีลูทพีกที่ 5,6,7และ8 ออกจากคอลัมน์ได้ภายในเวลาไม่ถึง 30 นาที เรามีวิธีการที่ดีสำหรับทำให้สารแต่ละตัวแยกออกจากกันได้ดี และใช้เวลาไม่มากนัก คือใช้เทคนิคของการเพิ่มหรือลดอุณหภูมิระหว่างการทดลองอย่างเป็นระเบียบและต่อเนื่อง ซึ่งเรียกว่า การโปรแกรมอุณหภูมิ(temperature programming) การโปรแกรมอุณหภูมิมีประโยชน์มากในการแยกสารผสมที่ซับซ้อน ซึ่งมีค่ารีเทนชันไทม์ทั้งสูงและต่ำปนกัน สารประกอบที่มีรีเทนชันไทม์ต่ำจะออกจากคอลัมน์ก่อนเมื่อใช้อุณหภูมิต่ำ ต่อจากนั้นถ้าต้องการให้สารประกอบที่มีรีเทนชันไทม์สูงออกจากคอลัมน์สามารถทำได้โดยเพิ่มอุณหภูมิของคอลัมน์อย่างเป็นระเบียบดังแสดงในรูปที่ 12 c อุณหภูมิของคอลัมน์จะถูกโปรแกรมให้เพิ่มขึ้นเรื่อยๆโดยเพิ่มด้วยอัตรา 5^C ต่อ 1 นาที เมื่ออุณหภูมิเริ่มต้น 30 ^C ที่อุณหภูมิต่ำๆพีกที่ 1 ถึง 4 จะแยกออกจากกันได้ดี เมื่อเพิ่มอุณหภูมิสูงขึ้นพีกต่อๆไปก็สามารถแยกออกมาได้ดีขึ้น ลักษณะของพีกแต่ละพีกจะสวยงามและคมชัดกว่าพีกในรูป a และ b และสามารถอีลูทสารได้ถึงพีกที่ 9 ภายในเวลาเพียง 30 นาทีเท่านั้น แสดงว่าการใช้วิธีโปรแกรมอุณหภูมิจะทำให้ใช้เวลาในการทำการวิเคราะห์น้อยลงและได้พีกหรือโครมาโตแกรมที่คมชัดขึ้น

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 12 aและb คือโครมาโตแกรมที่เกิดจากการควบคุมอุณหภูมิให้คงที่ตลอดการทดลอง c คือโครมาโตแกรมที่เกิดจากการโปรแกรมอุณหภูมิด้วยอัตรา 5^C ต่อ 1 นาที

โครมาโตแกรมที่แสดงในรูป คือโครมาโตแกรมของสารผสมต่อไปนี้

เลขที่พีก	สารประกอบ	จุดเดือด^C
1	n-propane	-42
2	n-butane	-0.5
3	n-pentane	36
4	n-hexane	69
5	n-heptane	98
6	n-octane	126
7	bromoform	150
8	m-Chlorotoluene	162
9	m-bromotoluene	184

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

วิธีการควบคุมอุณหภูมิของคอลัมน์ที่ใช้ได้ผลดีอีกแบบหนึ่งคือ ใช้วิธีการควบคุมอุณหภูมิให้คงที่ช่วงหนึ่งสลับกับการโปรแกรมเพิ่มอุณหภูมิ ซึ่งมีวิธีการทำดังนี้คือ เมื่อเริ่มต้นฉีดสารตัวอย่างเข้าไปในคอลัมน์ จะควบคุมอุณหภูมิให้คงที่ในช่วงระยะเวลาหนึ่ง ตามความเหมาะสม ต่อจากนั้นให้โปรแกรมอุณหภูมิเพิ่มขึ้น 5^C ทุกๆ 1 นาที(อาจใช้ 4^C ทุกๆ 1 นาทีหรืออื่นๆก็ได้แล้วแต่ความเหมาะสม) จนอุณหภูมิถึงค่าหนึ่งตามต้องการจากนั้นทำให้อุณหภูมิคงที่อีกช่วงระยะเวลาหนึ่งแล้วก็โปรแกรมอุณหภูมิให้เพิ่มขึ้นอีก ทำแบบนี้สลับกันไปเรื่อยๆจนสามารถอีลูทสารได้หมดตามต้องการ วิธีการนี้เหมาะสำหรับใช้แยกสารผสมหลายๆแบบ ทั้งที่มีรีเทนชันไทม์ใกล้ๆกันและที่ห่างๆกันผสมกัน เพราะถ้าใช้วิธีการควบคุมอุณหภูมิให้คงที่เพียงอย่างเดียวจะใช้เวลานาน และพีกของสารตัวสุดท้ายที่ได้จะกว้างหรือ ถ้าใช้วิธีโปรแกรมอุณหภูมิเพียงอย่างเดียว อาจทำให้สารที่มีรีเทนชันไทม์ใกล้กันมากๆออกมาเป็นพีกเดียวกันได้

ดีเทคเตอร์ (DETECTOR)

ดีเทคเตอร์เปรียบเสมือนสมองของเครื่องก๊าซโครมาโตกราฟี ทำหน้าที่ตรวจสอบสารที่ออกจากคอลัมน์ว่ามีปริมาณมาก-น้อยเท่าไร ดังนั้น ดีเทคเตอร์ที่ใช้ต้องไวต่อสารมาก และมี reproducibility ด้วย ถ้าพิจารณาการทำงานของเครื่องดีเทคเตอร์สามารถแบ่งได้เป็น 2แบบคือ

1. เมื่อสารตัวอย่างออกจากคอลัมน์แล้วเข้าเครื่องดีเทคเตอร์ที่สามารถวัดปริมาณได้โดยตรง

2. เมื่อสารตัวอย่างออกจากคอลัมน์เข้าเครื่องดีเทคเตอร์ ดีเทคเตอร์จะทำหน้าที่ตรวจวัดขนาดแล้วเปลี่ยนไปเป็นสัญญาณไฟฟ้าส่งไปยังเครื่องบันทึก

ชนิดของเครื่องดีเทคเตอร์แบบที่ 1 ได้แก่

ก. ไนโตรมิเตอร์(Nitrometer)นำมาใช้โดย Janak(คศ.1953) เครื่องนี้ใช้ได้เฉพาะการใช้ก๊าซคาร์บอนไดออกไซด์เป็นตัวพาเท่านั้น เมื่อก๊าซคาร์บอนไดออกไซด์พาสารตัวอย่างเข้าไปในไนโตรมิเตอร์ ซึ่งบรรจุโพแทสเซียมไฮดรอกไซด์ไว้เต็มก๊าซคาร์บอนไดออกไซด์จะถูกดูดซับไปหมด เหลือแต่ก๊าซตัวอย่างที่อยู่บนสารละลายโพแทสเซียมไฮดรอกไซด์ ซึ่งวัดเก็บได้ด้วยบิวเรตขนาดต่างๆ

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ข.Automatic Recording Buret เครื่องดีเทคเตอร์นี้คิดโดย James และ Martin(คศ.1952)ใช้เฉพาะไอสารที่เป็นกรดหรือเบส ไอของสารที่ระเหยออกมาจะดูดซึมเข้าไปในติเตรชันเซลล์และถูกติเตรตโดยอัตโนมัติ

ค.Infrared Analyzer วิธีนี้แนะนำโดย Martin และ Smart(ค.ศ.1955) ไอของสารตัวอย่างที่ต้องการวิเคราะห์ สามารถดูดกลืนแสงอินฟาเรดได้แตกต่างกันตามปริมาณและชนิดของสาร ดังนั้นไอของสารที่ออกจากคอลัมน์จึงสามารถนำไปวิเคราะห์ต่อโดยวิธี Infrared spectophotometry

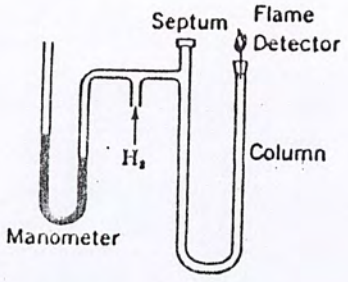
ง.Mass spectrometer องค์ประกอบที่ออกจากคอลัมน์ในการทำก๊าซโครมาโตกราฟีสามารถนำไปวิเคราะห์ต่อโดยโดยใช้เครื่องมือ mass spectrometer ซึ่งทำให้สามารถพิสูจน์หรือทำนายชนิดขององค์ประกอบต่างๆได้ดี เป็นเทคนิคที่นิยมใช้กันมากเพราะได้ผลดี

นอกจากนี้อาจใช้เครื่องมือของทางสเปคโตรสโคปิกชนิดอื่นๆเป็นดีเทคเตอร์ได้ โดยนำเครื่องมือนั้นมาต่อเข้ากับคอลัมน์ของก๊าซโครมาโตกราฟี เช่น atomic absorption,emission in an inductively coupled plasma (ICP), neuclear magnetic resonance (NMR) และ x-ray absorption หรืออาจใช้เครื่องดีเทคตเตอร์ที่วัดคุณสมบัติทางไฟฟ้าของสารที่ออกจากคอลัมน์ เช่น Conductiometric detector, Coulometric detector หรือใช้เครื่องดีเทคเตอร์ที่วัดกัมมันตภาพรังสีที่เรียกว่า Radiochemical detector ก็ได้

ชนิดของเครื่องดีเทคเตอร์แบบที่ 2 ได้แก่

ก) Hydrogen Flame Dectctor (HFD) ค้นพบโดย Scott(ค.ศ. 1955) ต้องใช้ก๊าซไฮโดรเจนหรือส่วนผสมของก๊าซไฮโดรเจนกับก๊าซอื่นเป็นตัวพา ดีเทคเตอร์ชนิดนี้เป็นชนิดที่ง่ายและธรรมดาที่สุด มีรูปร่างดังแสดงในรูปที่ 13

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



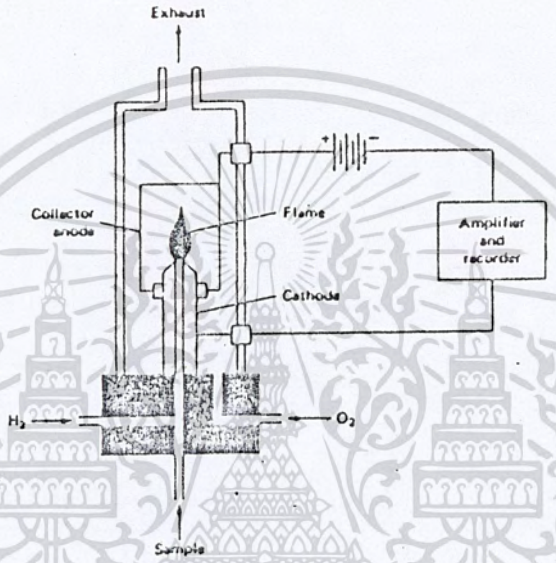
รูปที่ 13 Hydrogen Flame Detector (HFD)

ก๊าซไฮโดรเจนที่เป็นตัวพาเมื่อผ่านออกจากคอลัมน์จะเป็นตัวที่ทำให้เกิดเปลวไฟขึ้น โดยที่ไฮโดรเจนจะถูกเผาผลาญแล้วให้เปลวไฟที่ไม่มีสี เมื่อใส่สารตัวอย่างซึ่งเป็นสารอินทรีย์เข้าไปในคอลัมน์จะถูกก๊าซไฮโดรเจนซึ่งใช้เป็นตัวพาเข้าไปยังเปลวไฟ จะมีผลทำให้เปลวไฟเกิดสีเหลือง เนื่องจากเกิดการเผาผลาญสารอินทรีย์ เมื่อเกิดเปลวไฟสีเหลืองขึ้นเราก็ทราบได้ทันทีว่าสารอินทรีย์ถูกอีลูทออกจากคอลัมน์แล้ว อาจใช้นาฬิกาจับเวลาเมื่อเกิดเปลวไฟสีเหลืองขึ้นจะทำให้ทราบค่ารีเทนชันไทม์ได้ สำหรับปริมาณของสารอินทรีย์ที่ถูกอีลูทออกมาจะมีผลทำให้เปลวไฟสีเหลืองที่เกิดขึ้นมีขนาดสูงหรือต่ำได้ ถ้าปริมาณสารมีมากเปลวไฟที่ได้ก็จะสูง และถ้าปริมาณสารมีน้อยเปลวไฟก็จะต่ำ หรือให้แสงที่โชติช่วงต่างกัน ดังนั้น ถ้าสามารถวัดความร้อนแรงของเปลวที่เกิดขึ้นหรือวัดความเข้มของแสงที่เกิดขึ้นได้ ก็สามารถหาปริมาณของสารตัวอย่างอินทรีย์ได้ เพราะปริมาณของสารจะสัมพันธ์โดยตรงกับความร้อนแรงของเปลวไฟหรือความเข้มของเปลวไฟ ดังนั้น เราสามารถใช้ thermocouple วัดความร้อนแรงของเปลวไฟ หรือใช้ photo cell วัดความเข้มของเปลวไฟ

ข) Flame ionization detector (FID) เนื่องจากสารประกอบอินทรีย์ทุกตัวสามารถเกิดการไอออไนซ์ (ionization) ได้ในเปลวไฟทำให้เกิดกระแสของไอออนที่สามารถสะสมอยู่ระหว่างขั้วที่มีประจุตรงข้าม 2 ขั้ว ได้ตามปริมาณของไอออน กระแสที่เกิดขึ้นนี้ยังมีปริมาณน้อยต้องใช้เครื่องอิเล็กทรอนิกส์ที่ซับซ้อนขึ้นเพื่อขยายให้มีปริมาณกระแสไฟฟ้ามากขึ้น ดังนั้นดีเทคเตอร์ชนิดนี้จึงมีราคาแพงพอสมควร ลักษณะของดีเทคเตอร์ชนิดนี้มีรูปร่างดังแสดงในรูปที่ 14 FID เป็นเครื่องดีเทคเตอร์ที่นิยมใช้กันมากที่สุดเพราะให้ผลที่มีความไวสูง มีช่วงการใช้งานได้กว้าง เปลวไฟที่ใช้ในการทำให้สารอินทรีย์เกิดการไอออไนซ์ คือเปลวไฟจากก๊าซไฮโดรเจน ดังนั้น การเรียกชื่อดีเทคเตอร์ชนิดนี้

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

บางทีเรียกว่า Hydrogen flame ionization detector ปริมาณหรือจำนวนอะตอมของคาร์บอนที่เกิดการไอออไนซ์ หรือถูกออกซิไดซ์จะแปรผันโดยตรงกับประมาณกระแสของไอออนที่เกิดขึ้น ซึ่งสัมพันธ์โดยตรงกับปริมาณของสารตัวอย่างด้วยนั่นเอง ดีเทคเตอร์ FID สามารถวิเคราะห์สารประกอบที่มีความเข้มข้นน้อย ๆ ได้ดีกว่าเทอร์มัลคอนดักติวิตีดีเทคเตอร์ถึง 1000 เท่า



รูปที่ 14 Flame ionization detector (FID)

เครื่องดีเทคเตอร์ชนิด FID สามารถตรวจวัดสารตัวอย่างอินทรีย์ที่ระเหยกลายเป็นไอได้เกือบทุกชนิด ยกเว้นสารประกอบที่ถูกออกซิไดซ์มาแล้ว เช่น Carbonyl และ Carboxyl group สารประกอบอินทรีย์ก็ไม่สามารถตรวจสอบด้วยดีเทคเตอร์ชนิดนี้ได้เช่นกัน ตารางที่ 6 แสดงสารบางตัวที่ไม่สามารถใช้เครื่อง FID วัดได้

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ตารางที่ 6 สารประกอบที่ไม่ไวต่อดีเทคเตอร์ชนิด FID

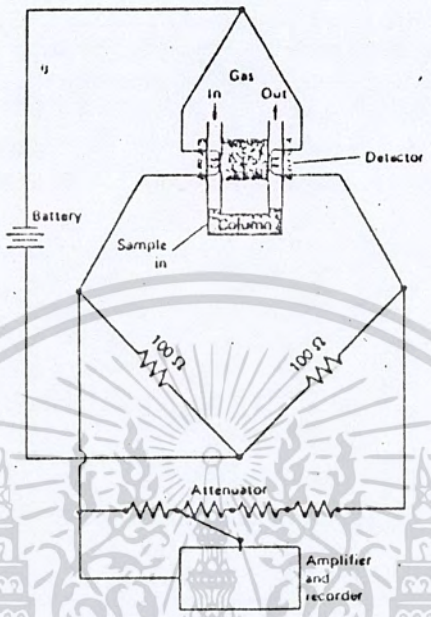
H_e	CS_2	NH_3
A_r	COS	CO
K_r	H_2S	CO_2
N_e	SO_2	H_2O
X_e	NO	S_1Cl_4
O_2	N_2O	S_1HCl_3
N_2	NO_2	SiF_4

ค.Thermal conductivity detecter (TCD) เทอร์มอลคอนดักติวิตีดีเทคเตอร์ประกอบ ใยเส้นลวด(filament)ที่ทนความร้อนอยู่ตรงกลางหลอดเล็กๆ หรือแท่งโลหะที่ก๊าซต้องผ่านเข้าไป ใยเส้นลวดจะถูกทำให้ร้อนด้วยกระแสไฟฟ้า เมื่อผ่านสารที่ถูกแยกพร้อมก๊าซตัวพาไปยังเส้นลวด มันจะเป็นตัวนำความร้อนออกจากใยเส้นลวด ทำให้ความร้อนของใยเส้นลวดเปลี่ยนแปลงเมื่อปรับความร้อนของใยเส้นลวดเท่าเดิม โดยปรับความต้านทานของวงจรไฟฟ้า จะทำให้เกิดสัญญาณส่งเข้าเครื่องบันทึกผล(Recorder) ซึ่งขนาดของสัญญาณจะสัมพันธ์กับปริมาณของสารตัวอย่างนั่นเอง ลักษณะของเทอร์มอลคอนดักติวิตีดีเทคเตอร์แสดงไว้ในรูปที่ 15

เนื่องจากดีเทคเตอร์ชนิดนี้ เป็นชนิดหนึ่งที่วัดค่าการนำความร้อนของก๊าซ ดังนั้นจึงเป็นสิ่งจำเป็นอย่างยิ่งที่ต้องรักษาให้ผนังของเครื่องดีเทคเตอร์มีอุณหภูมิคงที่เสมอ ซึ่งจะทำให้ทำการวิเคราะห์ทางการหาปริมาณได้ผลถูกต้อง ตารางที่ 7 เป็นตารางแสดงค่าการนำความร้อน (Thermal conductivity) ของไอของสารชนิดต่างๆ จากตารางจะเห็นว่าก๊าซไฮโดรเจน และฮีเลียมมีค่าการนำความร้อนสูงกว่าสารประกอบอินทรีย์ต่างๆ มาก ดังนั้นควรใช้ก๊าซไฮโดรเจนหรือฮีเลียม เป็นก๊าซตัวพาผ่านไปในเครื่องก่อนจนกระทั่งอุณหภูมิของดีเทคเตอร์คงที่ หลังจากอิลูทสารตัวอย่างต่างๆที่เป็นสารอินทรีย์ออกจากคอลัมน์เข้าดีเทคเตอร์จะปรากฏว่า การนำความร้อนของก๊าซออกจากใยเส้นลวดจะลดลงทำให้ใยเส้นลวดมีอุณหภูมิสูงขึ้น วงจรไฟฟ้าจะไม่สมดุลเกิดการปรับใหม่เพื่อทำให้ความร้อนของใย

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

เส้นลวดเท่าเดิม จึงทำให้เกิดเป็นสัญญาณไปยังเครื่องบันทึก แต่ถ้าใช้ไนโตรเจนเป็นก๊าซตัวพาจะทำให้ความไวลดลง เพราะว่าค่าการนำความร้อนของไนโตรเจนใกล้เคียงกับสารตัวอย่างมาก



รูปที่ 15 เทอร์มอลคอนดักติวิตีดีเทคเตอร์

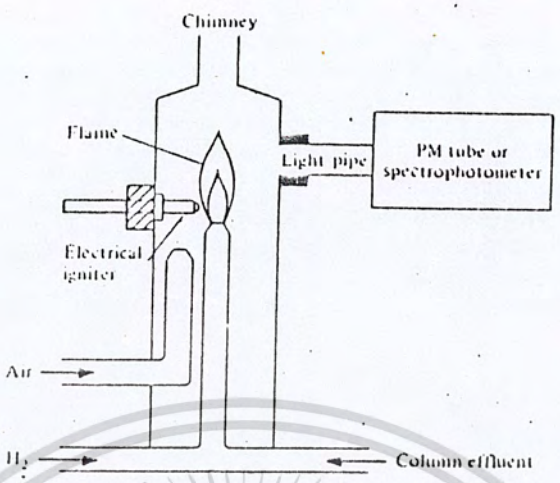
ง) Flame photometric detecter(FPD)ดีเทคเตอร์ชนิดนี้ใช้ก๊าซไฮโดรเจน ทำให้เกิดเปลวไฟเช่นเดียวกับ FID แทนที่จะวัดปริมาณไอออนของสารตัวอย่างที่เกิดไอออไนซ์ FPD จะใช้หลอด photomultiplier วัดปริมาณแสงที่ถูกปล่อยออกมาในเปลวไฟเมื่อไอออนของสารตัวอย่างเข้าไปในเปลวไฟ ตามปกติ FPD จะใช้ในการวิเคราะห์สารประกอบที่มีซัลเฟอร์หรือฟอสฟอรัส หรือสารประกอบจำพวก organometallic ที่มีอะตอมของโลหะที่สามารถถูก excited ในเปลวไฟของไฮโดรเจนได้ หรือสารประกอบที่มีอะตอมของฮาโลเจน FPD มีข้อดีคือสามารถเลือกวัดแสงที่ปล่อยออกมาได้อย่างเฉพาะเจาะจงสำหรับไอออนแต่ละชนิด เพราะสามารถเลือกความยาวคลื่นของ photomultiplier ให้ตรงกับความยาวคลื่นของไอออนชนิดนั้น ๆ FPD มีประโยชน์มากสำหรับการวิเคราะห์สารตัวอย่างในสภาพแวดล้อมที่เป็นพิษ เช่น หาปริมาณของสารประกอบซัลเฟอร์ที่ทำให้สภาพแวดล้อมเป็นพิษ ลักษณะของเครื่องดีเทคเตอร์ FPD แสดงดังรูปที่ 16

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ตารางที่ 7 ค่าการนำความร้อนของไอของสารตัวอย่างบางตัวที่อุณหภูมิ 100^C

Substance	cal/^C/mole $k*10^5$	RMR
Hydrogen, H_2 (Mol. Wt.=2)	53.4	-
Helium, H_e (At. Wt.=4)	41.6	-
Methane, CH_4 (Mol. Wt.=16)	10.9	36
Nitrogen, N_2 (Mol. Wt.=28)	7.5	42
Ethane, C_2H_6 (Mol. Wt.=30)	7.3	51
Propane, C_3H_8 (Mol. Wt.=44)	6.3	65
Ethyl propyl ether, $C_2H_5OC_3H_7$ (Mol. Wt.=88)	5.4	121
Carbon dioxide, CO_2 (Mol. Wt.=44)	5.3	48
Ethanol, C_2H_5OH (Mol. Wt.=46)	5.3	72
Argon, Ar (At. Wt.=40)	5.2	42
n-Hexane, C_6H_{14} (Mol. Wt.=86)	5.0	123
Benzene, C_6H_6 (Mol. Wt.=78)	4.4	100
Ethyl acetate, $CH_3COOC_2H_5$ (Mol. Wt.=88)	4.1	111
Carbon tetrachloride, CCl_4 (Mol. Wt.=154)	2.2	108

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 16 Flame photometric detector

จ. Electron Capture Detector(ECD) หลักการของดีเทคเตอร์ชนิดนี้ คือ ก๊าซตัวพาที่ออกจากคอลัมน์เข้าดีเทคเตอร์จะถูกทำให้เกิดการไอออไนซ์ด้วยรังสีเบต้า (β) ที่เกิดจากสารกัมมันตภาพรังสี เช่น ^{3}H หรือ ^{63}Ni หรือ ^{55}Fe จากการไอออไนซ์จะทำให้เกิดอิเล็กตรอนและอิเล็กตรอนที่เกิดขึ้นนี้จะวิ่งไปที่ขั้วสะสม (Collector electrode) ทำให้เกิดความต่างศักย์ระหว่างขั้วทั้งสอง และยังมีอิเล็กตรอนเหลืออยู่อีกจำนวนหนึ่งเป็น electron cloud ทำให้เกิดกระแสไฟฟ้าขึ้นเมื่อมีสารตัวอย่างออกจากคอลัมน์เข้าไปในดีเทคเตอร์ โมเลกุลของสารตัวอย่างจะดูดกลืนอิเล็กตรอนไว้ได้ จำนวนหนึ่งตามประมาณของสารตัวอย่าง ทำให้กระแสไฟฟ้าที่เกิดขึ้นจากอิเล็กตรอนลดลง ซึ่งการเปลี่ยนแปลงนี้ จะทำให้เกิดเป็นสัญญาณส่งไปยังเครื่องบันทึก

ก๊าซตัวพาที่เหมาะสมสำหรับ ECD คือ ไนโตรเจน หรืออาร์กอน +10% มีเทน ความไวของเครื่องขึ้นอยู่กับอัตราการไหลของก๊าซตัวพา ซึ่งจะทำให้เกิด electron cloud และอุณหภูมิของดีเทคเตอร์เนื่องจากก๊าซออกซิเจน และน้ำเป็นสารที่ดูดกลืนอิเล็กตรอนได้ ดังนั้น ถ้าก๊าซตัวพามีน้ำหรือออกซิเจนปนอยู่จะทำให้ความไวของเครื่องดีเทคเตอร์ลดลง ลักษณะของดีเทคเตอร์ ECD แสดงไว้ในรูปที่ 17

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

การพิจารณาว่าควรเลือกใช้ดีเทคเตอร์ชนิดใดนั้น ขึ้นอยู่กับชนิดของสาร และความไวของดีเทคเตอร์ ดีเทคเตอร์แต่ละชนิดเหมาะสำหรับวิเคราะห์สารแต่ละอย่างไม่เหมือนกัน ต้องเลือกใช้ให้ตรงตามความสามารถของมัน อย่างไรก็ตามเราสามารถสรุปได้ว่า ดีเทคเตอร์ที่ดีต้องมีคุณสมบัติดังต่อไปนี้ คือ

1. เสียงรบกวนที่เกิดขึ้นควรน้อยมาก (Low moise level)

2. มีความไวสูง (High sensitivity) และควรไวต่อไอของสารทุกชนิด

3. มีความรู้สึกต่อสารบางอย่างรวดเร็ว แม้ว่ามีประมาณน้อย (Rapid response) ในการอีลูทสารออกจากคอลัมน์ สารที่ออกจากคอลัมน์จะค่อย ๆ ออกมาทีละน้อยจนถึงมาก แล้วลดลงอีกทำให้เกิดเป็นพีก ดังนั้นดีเทคเตอร์ต้องรู้สึกหรือติดตามการเปลี่ยนแปลงปริมาณของสารเหล่านั้นได้ดี จึงจะทำให้การแยกเกิดขึ้นได้ดี

4. ผลที่ได้จากเครื่องดีเทคเตอร์จะต้องเหมือนกันทุกครั้งเมื่อใช้สารตัวอย่างชนิดเดียวกัน (high reproducibility)

5. ไม่ไวต่อการเปลี่ยนแปลงความดันของก๊าซตัวพา หรืออุณหภูมิและไม่เกิดปฏิกิริยาต่อก๊าซตัวพา

6. ไม่ทำลายหรือเปลี่ยนแปลงคุณสมบัติของสารที่ต้องการวิเคราะห์ ซึ่งมีความสำคัญมาก ถ้าต้องการเก็บสารที่แยกได้นี้ไปทำการวิเคราะห์ต่อไป

7. ราคาถูก

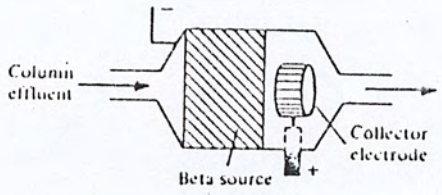
ยังไม่มีดีเทคเตอร์ชนิดใดที่มีคุณสมบัติครบถ้วนทุกข้อตามที่กล่าวมาข้างต้น ดังนั้นการเลือกใช้ควรพิจารณาดีเทคเตอร์ที่มีคุณสมบัติที่ดีมากที่สุด ซึ่งนิยมใช้กัน 2 ชนิด คือ TCD และ FID

เปรียบเทียบ GSC กับ GLC (Comparision of GSC and GLC)

ถึงแม้ว่าทั้งสองเทคนิคจะมีวิธีการที่คล้ายคลึงกันเกือบทั้งหมด จะแตกต่างกันเฉพาะวัสดุที่ใช้บรรจุในคอลัมน์เท่านั้น ก็ยังพบว่าเทคนิคทั้งสองให้ผลที่มีประโยชน์ได้แตกต่างกัน ซึ่งเปรียบเทียบกันได้ดังต่อไปนี้

1. ใน GSC ค่าสัมประสิทธิ์ของการกระจาย (K_d) จะสัมพันธ์กับจำนวนของสารตัวอย่างที่ถูกดูดซับต่อหนึ่งหน่วย ของพื้นที่ผิวทั้งหมด หรือต่อหนึ่งกรัมของของแข็งที่เป็นตัวดูดซับ หารด้วยความเข้มข้นของสารตัวอย่างหรือความดันของสารตัวอย่างในเฟสของก๊าซที่เคลื่อนที่ ซึ่งพบว่ามีค่ามากกว่าค่าสัมประสิทธิ์ของการกระจายใน GLC ดังนั้น

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 17 Electron capture detector (ECD)

ECD เป็นดีเทคเตอร์ที่ไวต่อสารประกอบอินทรีย์ที่มีอะตอมของธาตุที่มี electronegativity สูง เช่น ไนโตรเจน ฟอสฟอรัส ออกซิเจน และฮาโลเจน ECD เป็นดีเทคเตอร์ที่ใช้ได้ดีสำหรับงานวิเคราะห์สารจำพวกยาฆ่าแมลง สารประกอบอินทรีย์ที่มีตะกั่ว และพวก polychlorinatedbiphenyl (PCBs) ECD ไม่สามารถใช้วิเคราะห์สารไฮโดรคาร์บอนที่อิ่มตัวได้ สารประกอบที่ไม่สามารถใช้กับดีเทคเตอร์ FID และ TCD สามารถนำมาใช้กับ ECD ได้ผล

ฉ) ดีเทคเตอร์ชนิดอื่น ๆ ยังมีดีเทคเตอร์ชนิดอื่น ๆ อีกนอกเหนือจากที่กล่าวมา ซึ่งได้ผลิตขึ้นมาสำหรับใช้กับงานเฉพาะอย่าง หรือเป็นดีเทคเตอร์ที่ดัดแปลงแก้ไขมาจากดีเทคเตอร์ที่กล่าวมาแล้ว เพื่อให้มีความไวสูงขึ้น สำหรับงานเฉพาะอย่างที่ต้องการ เช่น ไนโตรเจน ฟอสฟอรัส ดีเทคเตอร์ (Nitrogen-phosphorus detector, NPD) ดีเทคเตอร์ชนิดนี้ ได้ดัดแปลงมาจากดีเทคเตอร์ชนิด FID เพื่อให้มีความไวต่อสารประกอบที่มีไนโตรเจน และฟอสฟอรัสเท่านั้น ดีเทคเตอร์ NPD นี้จะมีเกลืออัลคาไลเฮไลด์ (alkali-halide salt) วางอยู่เหนือเปลวไฟ เกลืออัลคาไลด์จะมีผลทำให้ความไวของดีเทคเตอร์ที่มีต่อสารประกอบของไนโตรเจน และฟอสฟอรัสสูงขึ้น เกลืออัลคาไลเฮไลด์ ที่ใช้มีหลายชนิด ถ้าเปลี่ยนชนิดของเกลือก็ทำให้ความไวเปลี่ยนไป

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ค่ารีเทนชันไทม์ในการทำ GSC จะมีค่ามากกว่าการทำ GLC ดังนั้น GSC จึงมีประโยชน์สำหรับการแยกที่ถูกดูดซับไว้ในเฟสของเหลวได้น้อย เช่น อากาศ ไฮโดรเจนซัลไฟด์คาร์บอนไดซัลไฟด์ ไนโตรเจนออกไซด์ คาร์บอนมอนอกไซด์ และคาร์บอนไดออกไซด์ เป็นต้น

2. ในคอลัมน์ของ GSC สามารถใช้อุณหภูมิได้สูงกว่า GLC เพราะมีเฟสที่อยู่กับที่เป็นของแข็ง โอกาสที่จะระเหยกลายเป็นไอเกิดยากมาก เมื่อ GSC สามารถใช้อุณหภูมิสูงได้จะมีผลทำให้รีเทนชันไทม์ที่ได้สั้นกว่า แต่อย่างไรก็ตามอุณหภูมิที่ใช้ต้องไม่สูงจนเกินไป เพราะอาจทำให้สารตัวอย่างสลายตัวได้ หรือส่วนประกอบอื่น ๆ ของเครื่องมือเสียหายได้

3. การดูดซับสารตัวอย่างที่เฟสของแข็งมีลักษณะเป็นเคอร์ฟที่เรียกว่า adsorption isotherm คือการดูดซับจะขึ้นอยู่กับปริมาณความเข้มข้นของสารตัวอย่างแบบเส้นตรงที่ความเข้มข้นต่ำ ๆ ถ้าสารตัวอย่างมีความเข้มข้นน้อยก็จะถูกดูดซับได้น้อย ถ้ามีความเข้มข้นมากจะถูกดูดซับได้มาก แต่ถ้าความเข้มข้นของสารตัวอย่างเพิ่มขึ้นสูงถึงค่าหนึ่ง การดูดซับจะไม่ขึ้นอยู่กับความเข้มข้นแล้วการดูดซับจะคงที่ ทำให้ค่า K_d ไม่แปรผันตามอัตราส่วนของความเข้มข้นของสารตัวอย่างระหว่างเฟสทั้งสอง ดังนั้นการทำ GSC สามารถใช้สารตัวอย่างประมาณน้อย ๆ ได้ดีกว่า

4. ของแข็งที่ใช้เป็นตัวดูดซับใน GSC มักมีพื้นที่ผิวประมาณ 100 m^2/g ซึ่งประมาณได้เป็น 100 เท่าของของแข็งซัพพอทที่ใช้ใน GLC ของแข็งที่มีพื้นที่ผิวมากตามปกติจะมีผลต่อตัวเร่ง ซึ่งอาจทำให้สารตัวอย่างเกิดปฏิกิริยาเคมีบางอย่างในคอลัมน์ และอาจทำให้การดูดซับที่เฟสของแข็งนั้นผันกลับไม่ได้ ผลที่ได้จึงอาจผิดพลาดขึ้นได้

5. เป็นการยากที่จะทำให้พื้นที่ผิวของของแข็งมีสภาพเหมือนกันหมดทุกส่วนได้ เพราะขนาดและรูปร่างของของแข็งแต่ละส่วนแตกต่างกัน ซึ่งเป็นเหตุให้ค่ารีเทนชันของสารชนิดเดียวกัน เมื่อทำการทดลองหลาย ๆ ครั้งให้ผลที่ได้แต่ละครั้งไม่เหมือนกัน อาจจะต่างกันเล็กน้อย ทำให้การคำนวณใน GSC เป็นการคำนวณที่ได้ผลอย่างประมาณ

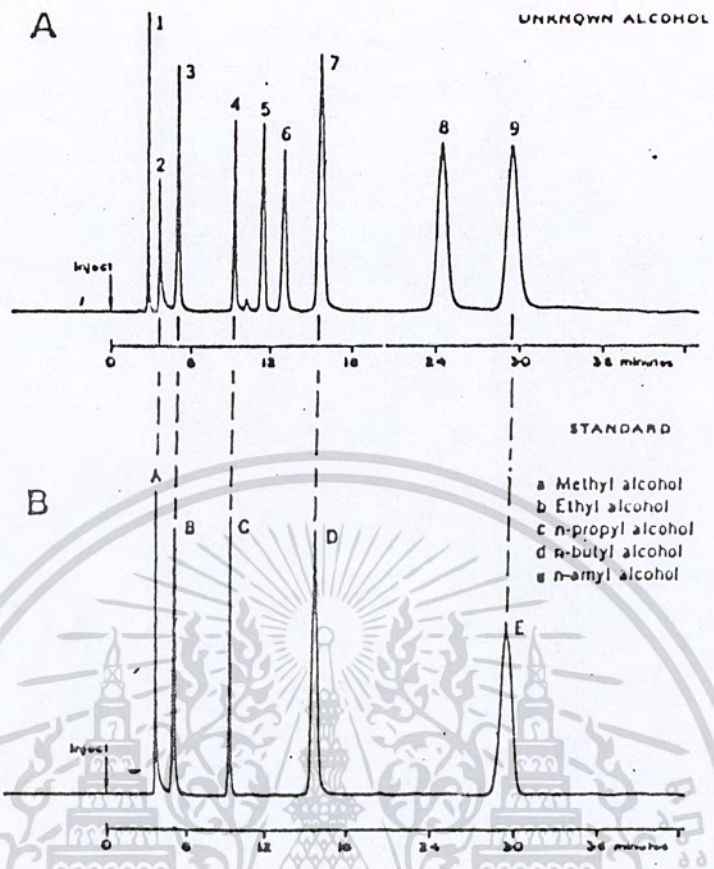
การประยุกต์ใช้ในทางการวิเคราะห์

วิธีก๊าซโครมาโตกราฟีสามารถนำมาประยุกต์ใช้ในทางการวิเคราะห์ได้ทั้งสองแบบ คือ การวิเคราะห์ทางคุณภาพ (Qualitative analysis) และการวิเคราะห์ทางปริมาณ (Quantitative analysis) ซึ่งทั้งสองวิธีมีหลักการดังต่อไปนี้

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

การวิเคราะห์ทางคุณภาพ (Qualitative analysis) การวิเคราะห์สามารถทำได้โดยเปรียบเทียบค่ารีเทนชันไทม์ หรือรีเทนชันโวลูมของสารตัวอย่างกับสารมาตรฐานที่ทราบค่ารีเทนชันแล้ว การเปรียบเทียบสามารถทำได้เมื่อสภาวะการทดลองเหมือนกันทุกประการ ในทางปฏิบัติสามารถทำได้โดยทำโครมาโตแกรมของสารตัวอย่างก่อนจากนั้นนำสารตัวอย่างใส่ผสมกับสารที่ทราบว่าคืออะไร แล้วทำโครมาโตแกรม ถ้าโครมาโตแกรมที่ได้มีพีกเดียวซ้อนกันและมีขนาดใหญ่ขึ้น แสดงว่าสารตัวอย่างและสารมาตรฐานคือตัวเดียวกัน แต่เนื่องจากมีสารหลายตัวที่มีค่ารีเทนชันไทม์ใกล้ ๆ กัน ดังนั้นเพื่อยืนยันการวิเคราะห์ว่าถูกต้องควรทำการทดลองโดยเปลี่ยนชนิดของคอลัมน์ 2 อันหรือมากกว่า ถ้าเป็นสารชนิดเดียวกันไม่ว่าจะเปลี่ยนคอลัมน์เป็นชนิดใดก็ตามโครมาโตแกรมที่ได้จะมีอยู่พีกเดียวเท่านั้น โอกาสที่สาร 2 ชนิดที่ต่างกันเมื่อนำมาทำโครมาโตแกรมด้วยคอลัมน์มากกว่า 1 ชนิด จะให้พีกที่ซ้อนกัน และเหมือนกันทุกครั้งนั้นเป็นไปได้ยากมาก การวิเคราะห์คุณภาพด้วยวิธีนี้ เราต้องมีข้อคิดอยู่แล้วว่าสารที่มีอยู่นั้นควรจะเป็นอะไร จึงจะทำให้เลือกใช้สารมาตรฐานได้ถูกต้อง การวิเคราะห์จึงเป็นในลักษณะที่เป็นการยืนยันว่าสารตัวอย่างที่มีอยู่ใช้สารตัวอย่างที่เราสงสัยหรือไม่ ถ้าเราไม่มีข้อมูลหรือเดาไม่ได้เลยว่าสารตัวอย่างควรจะเป็นอะไร การวิเคราะห์แบบนี้ก็เป็นไปได้ เพราะไม่ทราบว่าจะเลือกสารอะไรเป็นสารมาตรฐาน การวิเคราะห์โดยเปรียบเทียบค่ารีเทนชันไทม์หรือรีเทนชันโวลูมสามารถทำได้อีกแบบหนึ่งผ่านสารมาตรฐานผสมหลาย ๆ ชนิดลงไปในเครื่องก๊าซโครมาโตกราฟี แล้วบันทึกโครมาโตแกรม จากนั้นทำโครมาโตแกรมของสารตัวอย่างซึ่งอาจเป็นสารผสมของสารหลาย ๆ ตัวก็ได้ โดยทำการทดลองที่สภาวะเดียวกันทุกประการ จากโครมาโตแกรมของสารมาตรฐานกับสารตัวอย่างสามารถเทียบกันได้ว่าสารตัวอย่างคืออะไรในการเลือกใช้กลุ่มของสารมาตรฐาน เราต้องทราบมาก่อนว่าสารตัวอย่างเป็นสารอะไร เช่น สารตัวอย่างเป็นพวกแอลกอฮอล์ แต่ไม่ทราบว่าเป็นชนิดไหน การทดลองจึงทำได้โดยใช้สารมาตรฐานที่เป็นกลุ่มของแอลกอฮอล์ที่มีคาร์บอนต่าง ๆ กัน ทำโครมาโตแกรมเทียบกับของสารตัวอย่าง จากพีกที่ได้สามารถชี้ได้ว่าสารตัวอย่างคืออะไร ดังแสดงรูปที่ 18

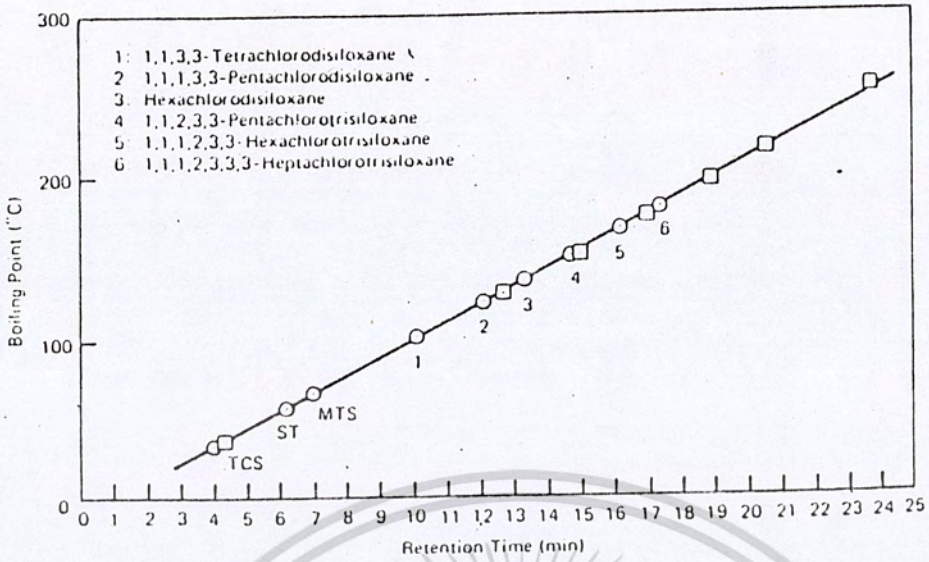
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 18 การเปรียบเทียบโครมาโตแกรมของสารตัวอย่างกับสารมาตรฐาน

จากการควบคุมให้มีสภาวะต่าง ๆ ในการทดลองคงที่ตามที่กล่าวมาจะได้รีเทนชันไทม์ของสารแต่ละตัวคงที่ ซึ่งรีเทนชันไทม์ของสารแต่ละตัวจะมีค่าอย่างไรนั้น ขึ้นอยู่กับจุดเดือดของสาร สารที่มีจุดเดือดต่ำ จะมีรีเทนชันไทม์น้อยกว่าสารที่มีจุดเดือดสูง แสดงว่าค่ารีเทนชันไทม์จะมีความสัมพันธ์แบบเป็นเส้นตรงกับจุดเดือดของสาร ดังแสดงในรูปที่ 19 จุดเดือดของสารแต่ละชนิดจะมีค่าอย่างไรนั้นขึ้นอยู่กับจำนวนคาร์บอน หรือหมู่ $-CH_2$ ในสารประกอบนั้น ถ้าจำนวนคาร์บอนน้อยจุดเดือดจะต่ำ ถ้าจำนวนคาร์บอนมากจุดเดือดจะสูง แต่ความสัมพันธ์นั้นไม่เป็นเส้นตรง เมื่อสร้างกราฟโดยการพลอตระหว่างจำนวนคาร์บอนกับค่าล็อกของรีเทนชันไทม์ จึงจะได้กราฟที่เป็นเส้นตรง ดังแสดงในรูปที่ 20 ดังนั้น ถ้าหาค่าล็อกรีเทนชันไทม์ของสารตัวอย่างได้แล้วนำมาอ่านค่าในกราฟเมื่อดูว่ามีจำนวนคาร์บอนเท่าใด ก็อาจบอกได้ว่าสารตัวอย่างนั้นคืออะไร

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 19 แสดงความสัมพันธ์ระหว่างค่า retanitiontime กับจุดเดือด

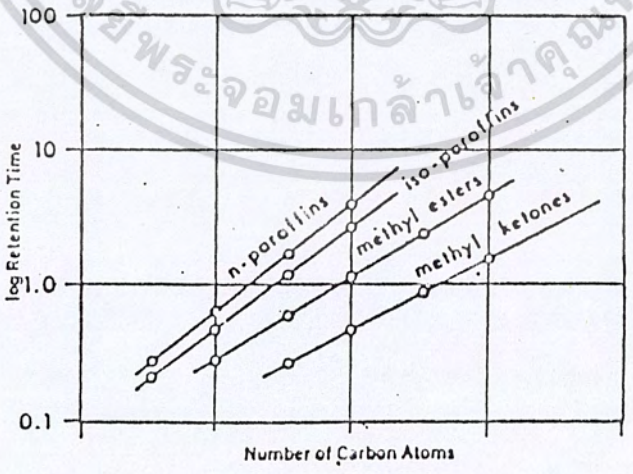
⊡ คือ n-alkane

⊙ คือ Silanes และ Siloxanes

TCS คือ trichlorosilane

ST คือ Silicon tetrachloride

MTS คือ methyl trichlorosilane



รูปที่ 20 แสดงการพลอตระหว่างค่าล็อกรีเทนชันไทม์กับจำนวนอะตอมของคาร์บอนสำหรับสารกลุ่มต่าง ๆ

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

การวิเคราะห์คุณภาพโดยวิธีก๊าซโครมาโตกราฟีสามารถทำได้อีกแบบหนึ่ง คือ ต่อเครื่องมือก๊าซโครมาโตกราฟี เข้ากับเครื่องมือชนิดอื่นที่สามารถใช้ในการวิเคราะห์ทางคุณภาพได้ดี เช่น ต่อเข้ากับเครื่อง mass spectrophotometer Infrared spectrophotometer และ nuclear magnetic resonance spectrophotometer เมื่อสารตัวอย่างถูกแยกด้วยเครื่องก๊าซโครมาโตกราฟีแล้ว เข้ามายังเครื่องวิเคราะห์คุณภาพแบบต่าง ๆ ที่กล่าวมาแล้วนี้ จะทำให้สามารถวิเคราะห์ได้ว่าสารตัวอย่างนั้น ๆ คืออะไร ได้โดยไม่ต้องหาสารมาตรฐานมาเปรียบเทียบในลักษณะนี้ ก๊าซโครมาโตกราฟี จะทำหน้าที่เป็นเพียงตัวแยกสารเท่านั้น เครื่องมือที่มีส่วนประกอบของก๊าซโครมาโตกราฟีรวมกับเครื่องมือ เช่น mass spectrophotometer จะมีราคาแพงกว่าเครื่องมือก๊าซโครมาโตกราฟีเพียงอย่างเดียวมาก

ในกรณีที่ สารมาตรฐานและสารตัวอย่างถูกนำมาวิเคราะห์ในสภาวะการทดลองที่แตกต่างกัน เช่น ทำคนละวัน ใช้อัตราการไหลของก๊าซตัวพาต่างกัน ขนาดของคอลัมน์ต่างกัน ใช้เครื่องมือคนละชุด หรืออื่น ๆ พบว่าวิธีวิเคราะห์โดยการเปรียบเทียบ ค่ารีเทนชันไทม์ หรือรีเทนชันโวลูมใช้ไม่ได้ การเปรียบเทียบกันต้องใช้ค่ารีเทนชันจำเพาะ (V_g) ซึ่งคำนวณได้จากสมการที่ 52 และ 53 หรือค่ารีเลทีฟรีเทนชัน (α) ซึ่งคำนวณได้จากสมการที่ 15 นอกจากนี้ยังสามารถใช้ค่ารีเทนชันอินเด็กซ์ (retention index, I) ได้ด้วย

ค่ารีเทนชันอินเด็กซ์ พิสูจน์ได้โดยนักวิทยาศาสตร์ชื่อ Kovats ซึ่งใช้เป็นค่าสำหรับการวิเคราะห์ทางคุณภาพได้ รีเทนชันอินเด็กซ์คือค่าที่ขึ้นอยู่กับการเปรียบเทียบระหว่างตำแหน่งของพีกที่ต้องการวิเคราะห์ กับพีกของสารพาราฟิน (paraffin) หรือไฮโดรคาร์บอนที่อิ่มตัว ตั้งแต่ 2 ชนิด ซึ่งถูกอีลูทก่อนและหลังสารตัวอย่าง ค่ารีเทนชันอินเด็กซ์ สำหรับพาราฟินธรรมดา (normal paraffin) จะมีค่าเป็น 100 เท่าของจำนวนคาร์บอนในสารประกอบนั่นคือ ค่ารีเทนชันดินเด็กซ์ (I) ของสาร n-pentane จะมีค่าเท่ากับ = 500 และ n-octane มีค่าเท่ากับ 800 จากผลที่แสดงแล้วในตอนต้นว่าการพลอตกราฟระหว่างค่าล็อกรีเทนชันไทม์กับจำนวนคาร์บอนเป็นเส้นตรง ในเมื่อจำนวนคาร์บอนสัมพันธ์กับค่ารีเทนชันอินเด็กซ์ ดังนั้น ถ้าพลอตระหว่างค่ารีเทนชันไทม์เทียบกับค่ารีเทนชันอินเด็กซ์ของ n-paraffin จะได้กราฟเป็นเส้นตรงเช่นกัน

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ค่ารีเทนชันอินเด็กซ์ของสารใด ๆ (x) มีค่าตามสมการที่ 66 ดังนี้คือ

$$I_x = 100 \left| \frac{\log(t_R)_x - \log(t_R)_n}{\log(t_R)_{n+1} - \log(t_R)_n} \right| + 100\ n \quad \ldots\ldots (66)$$

t_R คือรีเทนชันไทม์ของสารที่แก้ไขแล้ว โดยหักค่ารีเทนชันไทม์ของตัวพา (t_m) ออกจากค่ารีเทนชันไทม์ของสารที่วัดได้

$$t_R = t_R - t_m$$

$(t_R)_x$ คือ รีเทนชันไทม์ที่แก้ไขแล้วของสารที่สนใจ (x)

$(t_R)_n$ คือ รีเทนชันไทม์ที่แก้ไขแล้วของสารพาราฟินที่มีจำนวนคาร์บอนเท่ากับ n ตัว

$(t_R)_{n+1}$ คือ รีเทนชันไทม์ที่แก้ไขแล้วของสารพาราฟินที่มีจำนวนคาร์บอนเท่ากับ n+1 ตัว

สามารถใช้ค่ารีเทนชันโวลูมหรือรีเลทีฟรีเทนชันแทนในสมการที่ 66 ได้นั่นคือ

$$I_x = 100 \left| \frac{\log(V_R)_x - \log(V_R)_n}{\log(V_R)_{n+1} - \log(V_R)_n} \right| + 100\ n \quad \ldots\ldots (67)$$

หรือ

$$I_x = 100 \left| \frac{\log \alpha_{x,n}}{\log \alpha_{n+1,n}} \right| + 100\ n \quad \ldots\ldots (68)$$

เมื่อ

V_R คือ adjusted retention volume ซึ่งมีค่าเท่ากับ $V_R - V_m$

$\alpha_{x,n}$ คือ รีเลทีฟรีเทนชันของสาร x เมื่อเปรียบเทียบกับสารพาราฟินที่มีคาร์บอน n ตัว

$$\alpha_{x,n} = \frac{(t_R)_x}{(t_R)_n}$$

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

$\alpha_{n+1,n}$ คือ รีเลทีฟรีเทนชันของสารพาราฟินที่มีคาร์บอน n+1 ตัว เมื่อเปรียบเทียบกับสารพาราฟินที่มีคาร์บอน n ตัว

$$\alpha_{n+1,n} = \frac{(t_R)_{n+1}}{(t_R)_n}$$

ค่ารีเทนชันอินเด็กซ์ที่หาได้จากสมการที่ 66 หรือ 67 หรือ 68 จะเป็นตัวชี้บอกได้ว่าสารตัวอย่างนั้นคืออะไร

การวิเคราะห์ทางปริมาณ (Quantitative Analysis)

ปริมาณของสารตัวอย่างที่ฉีดเข้าไปในเครื่องก๊าซโครมาโตกราฟีจะสัมพันธ์โดยตรงกับ ขนาดของพีก ซึ่งสามารถวัดได้ 2 แบบ คือ วัดค่าความสูงของพีก หรือวัดพื้นที่ทั้งหมดของพีก จะใช้วิธีวัดความสูงของพีกเมื่อพีกมีลักษณะแคบมาก ซึ่งไม่สามารถหาความกว้างของฐานพีกได้ และจะใช้วิธีวัดพื้นที่ของพีกเมื่อพีกที่ได้มีลักษณะกว้างเพราะพีกที่กว้าง ๆ นั้นความสูงจะไม่สัมพันธ์กับปริมาณ การวิเคราะห์หาปริมาณจะได้ผลถูกต้องหรือไม่ขึ้นอยู่กับ

(1) สัญญาณที่ออกจากเครื่องดีเทคเตอร์ ต้องมีความสัมพันธ์แบบเส้นตรงกับปริมาณของสาร

(2) อัตราการไหลของก๊าซตัวพาต้องคงที่

นอกจากสาเหตุใหญ่ ๆ สองประการที่กล่าวมา ซึ่งทำให้การหาปริมาณผิดพลาด ยังมีสาเหตุอื่น ๆ อีกที่เราต้องระมัดระวังและควบคุมให้ดีคือ

1. สภาพของเครื่องก๊าซโครมาโตกราฟี ต้องควบคุมให้มีอุณหภูมิของ oven คงที่ ต้องไม่มีรอยรั่วออกไปได้

2. สารตัวอย่างต้องไม่เกิดการสลายตัวในคอลัมน์

3. การฉีดสารตัวอย่างเข้าไปในคอลัมน์ต้องมีการฝึกฝนเทคนิคให้เกิดความชำนาญในการฉีดสารตัวอย่างให้เข้าไปในคอลัมน์ให้หมดและไม่รั่วไหล

4. สภาพความไวของเครื่องบันทึก ความเร็วของ Chart ต้องคงที่สม่ำเสมอ และไม่มีสัญญาณรบกวน (noise)

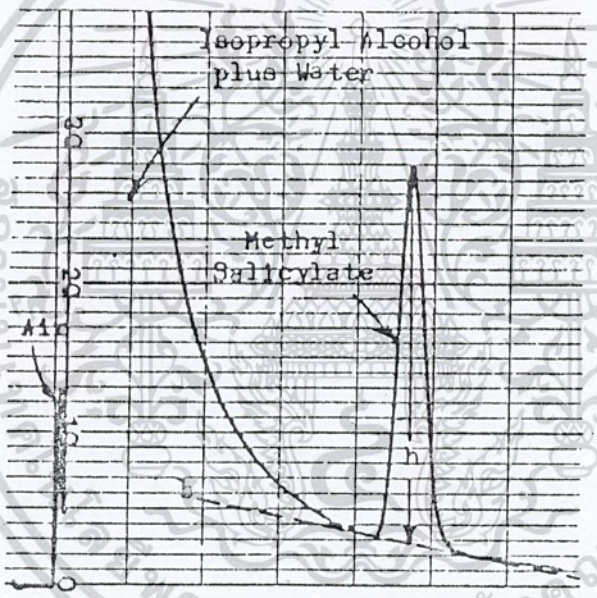
5. การแยกของพีก ถ้าพีกที่ได้มีการแยกดีผลที่ได้จากการคำนวณจะถูกต้องกว่า

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

6. การวัดความสูงของพีกและพื้นที่พีกจะกระทำได้ผลถูกต้องหรือไม่ขึ้นอยู่กับความสามารถและเทคนิคของแต่ละบุคคล

ภายใต้การควบคุมสภาวะการทดลองต่าง ๆ อย่างดี พบว่าสามารถมีข้อผิดพลาดได้ไม่เกิด 1 ถึง 3%

การวัดความสูงของพีก ความสูงของพีกโครมาโตแกรมสามารถวัดได้โดยหาเส้นฐาน (base line) ของพีก แล้วลากเส้นตรงจากส่วนยอดของพีกตามแนวดิ่งจนถึงเส้นฐาน ระยะทางของเส้นตรงจากฐานถึงส่วนยอดของพีก คือความสูงของพีกดังแสดงในรูปที่ 21 ความถูกต้องของปริมาณที่ได้ขึ้นอยู่กับความถูกต้องของการวัดความสูงของพีกนั่นเอง



รูปที่ 21 แสดงวิธีวัดความสูงของพีก

การหาพื้นที่ของพีก การหาพื้นที่ของพีกสามารถทำได้หลายวิธี คือ

1. ตัดพีกที่ได้ออกมาชั่งน้ำหนัก จะได้พื้นที่พีกในหน่วยของน้ำหนักที่ชั่งได้ วิธีนี้ทำได้เมื่อกระดาษที่ใช้ทำโครมาโตแกรมเป็นเนื้อเดียวกันตลอด คือมีน้ำหนักต่อหน่วยพื้นที่คงที่ วิธีนี้ไม่สามารถใช้ได้กับพีกที่ซ้อนกัน ถึงแม้ว่าจะซ้อนกันเพียงเล็กน้อยก็ตาม

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

2. วิธีการคำนวณพื้นที่สามเหลี่ยม เนื่องจากพีกที่ได้จากการทดลองสามารถเกิดได้หลายลักษณะ ดังนั้นจึงมีวิธีการคำนวณพื้นที่ของพีกสามเหลี่ยมอยู่หลายวิธี คือ

ก. ถ้าพีกที่ได้จากการทดลองมีลักษณะที่สมมาตร ดังแสดงในรูปที่ 22 วิธีการคำนวณสามารถทำได้ 2 แบบ คือ

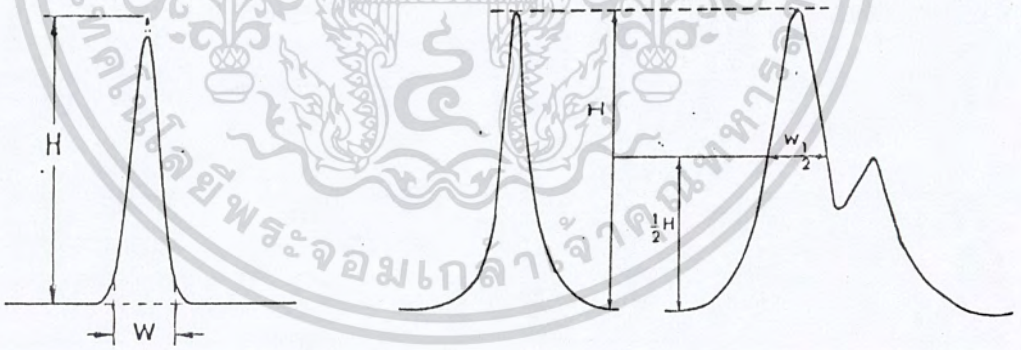
แบบที่ 1 หาความกว้างของฐานพีก และความสูงของพีก จากนั้นหาพื้นที่ของพีกจากสูตร

$$\text{Peak area} = \frac{1}{2} WH$$

แบบที่ 2 บางครั้งความกว้างของพีกหาได้ยาก เนื่องจากพีกที่ได้มีลักษณะซ้อนกัน ให้ใช้วิธีหาความกว้างของพีกที่ครึ่งหนึ่งของความสูงแล้วคำนวณพื้นที่พีกได้จากสูตร

$$\text{Peak area} = W_{1/2} H$$

$W_{1/2}$ คือความกว้างของ Peak ที่ครึ่งหนึ่งของความสูงของพีก (H)

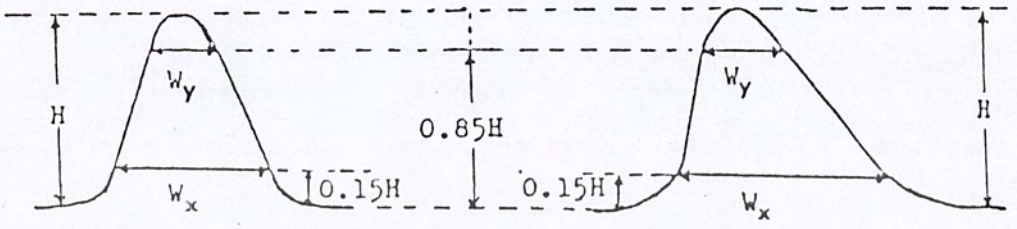


รูปที่ 22 แสดงวิธีการวัดความกว้างของพีก (Bandwidth) สำหรับพีกที่สมมาตร

ข. ถ้าพีกที่ได้มีลักษณะกว้างมาก (broad) และมีหาง (tailing) ดังแสดงในรูปที่ 23 พื้นที่พีกสามารถคำนวณได้โดยการใช้ความกว้างของพีกที่ความสูงเท่ากับ 0.15 H และ 0.85 H ซึ่งให้ค่าเป็น W_x และ W_y ตามลำดับ ความกว้างของพีกทั้งสองจุดนี้บวกกันจะมีค่าเท่ากับความกว้างของฐานพีก นั่นคือ สามารถคำนวณหาพื้นที่พีกได้จากสูตร

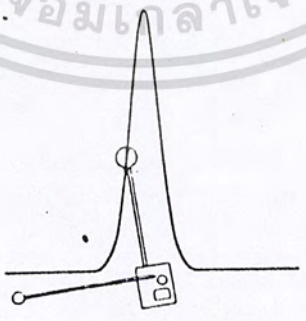
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

$$\text{Peak area} = \left| \frac{W_x + W_y}{2} \right| H$$



รูปที่ 23 แสดงวิธีการหาความกว้างของพีกสำหรับพีกที่กว้างมากและมีหาง

3. *ใช้วิธีแพลนิมิเตอร์* (Planimeter method) แพลนิมิเตอร์เป็นเครื่องมือสำหรับหาพื้นที่ของรูปต่าง ๆ ที่อยู่บนแผ่นเรียบหรือแผ่นกระดาษเท่านั้น โดยใช้เครื่องมือนี้ลากไปตามเส้นของรูปที่ต้องการวัดขนาดดังแสดงรูปที่ 24 ขณะที่ทำการลากจะมีตัวเลขปรากฏขึ้นที่เครื่องมือ โดยหมุนไปเรื่อย ๆ ตามระยะทางที่ลาก ซึ่งเป็นค่าที่สัมพันธ์โดยตรงกับพื้นที่ สามารถแคลิเบทให้เป็นค่าของพื้นที่ได้ ความแน่นอนและถูกต้องในการวัดพื้นที่วิธีนี้ขึ้นอยู่กับเครื่องมือและความชำนาญของผู้วัด ความแน่นอนของเทคนิคนี้มีน้อยกว่าวิธีวัดพื้นที่สามเหลี่ยม ความแน่นอนสามารถทำให้ดีขึ้นได้โดยทำการวัดด้วยเครื่องแพลนิมิเตอร์หลาย ๆ ครั้งแล้วใช้ค่าเฉลี่ยที่วัดได้



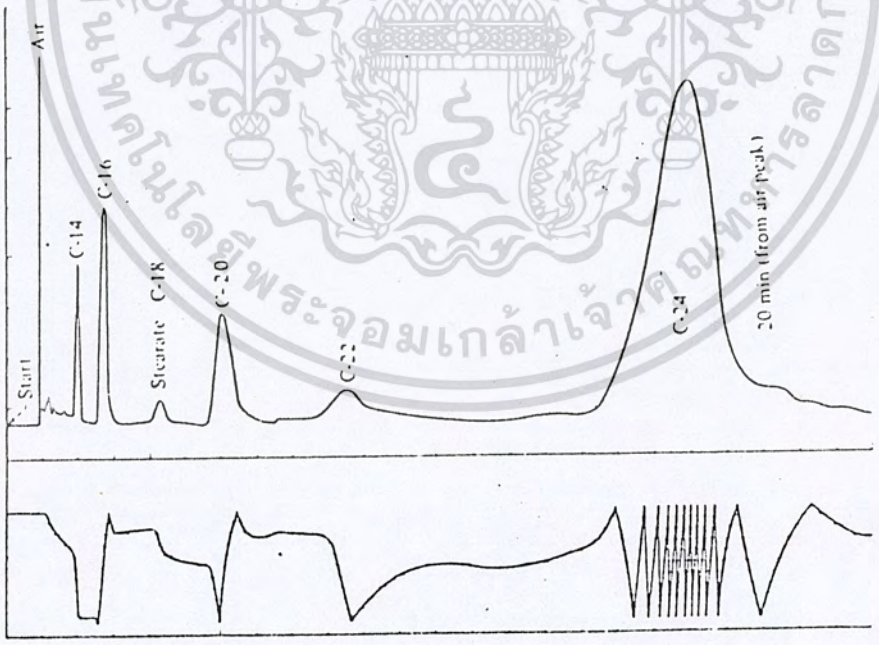
รูปที่ 24 การวัดพื้นที่พีกด้วยเครื่องแพลนิมิเตอร์

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

4. *วิธีการใช้อินทิเกรเตอร์* (Integrator method) อินทิเกรเตอร์เป็นส่วนของเครื่องมืออีกส่วนหนึ่งที่ใช้ต่อเข้ากับเครื่องสำหรับหาพื้นที่ของพีก โดยวิธีการนับเลข แบ่งเป็น 2 ชนิดคือ

ก. อินทิเกรเตอร์ที่ทำด้วยระบบอิเล็กทรอนิกส์ ซึ่งเรียกว่า digital integrator อินทิเกรเตอร์แบบนี้สามารถบอกขนาดของพื้นที่เป็นตัวเลขที่นับได้ ตัวเลขที่นับได้ไม่ใช่พื้นที่ของพีกแต่จะสัมพันธ์โดยตรงกับพื้นที่พีก เครื่องก๊าซโครมาโตกราฟีที่มีส่วนของอินทิเกรเตอร์แบบนี้ต่อกับเครื่องบันทึก จะทำให้สามารถวิเคราะห์หาปริมาณของสารได้สะดวกและรวดเร็วขึ้นไม่ต้องเสียเวลาหาพื้นที่พีก

ข. อินทิเกรเตอร์ที่ทำด้วยระบบเมคานิกส์ ซึ่งมีชื่อเรียกว่า disc integrator อินทิเกรเตอร์แบบนี้จะบันทึกการนับออกมาเป็นเส้นกราฟแบบฟันเลื่อยควบคู่ไปกับการบันทึกพีกของโครมาโตแกรม ถ้าพีกมีพื้นที่มากอินทิเกรเตอร์ก็จะลากเส้นกลับไปกลับมาได้หลายเส้น ถ้ามีพื้นที่น้อยก็จะมีเส้นกราฟฟันเลื่อยน้อยเส้น โครมาโตรแกรมที่ทำควบคู่กับอินทิเกรเตอร์มีลักษณะดังแสดงในรูปที่ 25

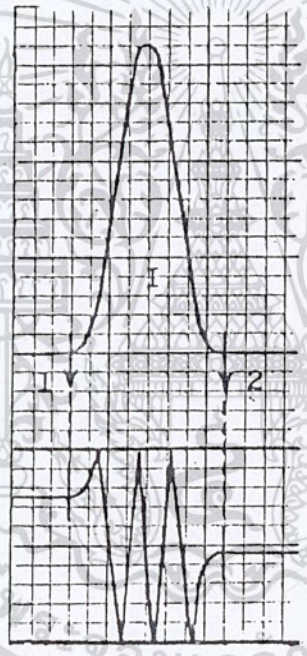


รูปที่ 25 โครมาโตแกรมและเส้นกราฟที่ได้จาก disc integrator

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

การอ่านกราฟที่ได้จากอินทิเกรเตอร์ออกมาเป็นตัวเลขที่นับได้ สามารถทำได้โดยมีหลักการดังนี้ คือ ในส่วนของกราฟอินทิเกรเตอร์แผ่นกระดาษจะแบ่งช่องไว้ทั้งหมด 10 ช่อง ตามรูปที่ 25 ให้ 1 ช่อง มีค่าเท่ากับ การนับเลขได้เท่ากับ 10 แสดงว่าถ้าปากกาของอินทิเกรเตอร์สามารถลากเส้นได้ 10 ช่อง ก็แสดงว่าเกิดการนับเท่ากับ 100 ดังนั้นวิธีการนับออกมาเป็นตัวเลขก็คือนับให้ได้ว่า อินทิเกรเตอร์ลากเส้นทั้งหมดกี่ช่องในช่วงเวลาของ 1 พีก ตัวเลขที่นับได้ทั้งหมดจะสัมพันธ์กับพื้นที่พีกนั่นเอง วิธีการนับตัวเลขจากอินทิเกรเตอร์สามารถทำได้ 2 วิธีคือ

1. ถ้าพีกที่ได้มีเส้นฐาน (base line) ขนานกับเส้นแบ่งช่องของกระดาษ ดังแสดงในรูปที่ 26 จะมีวิธีการนับตัวเลขดังนี้คือ



รูปที่ 26 แสดงวิธีการนับตัวเลขสำหรับพีกที่มีเส้นฐานขนานกับเส้นแบ่งช่องของกระดาษ

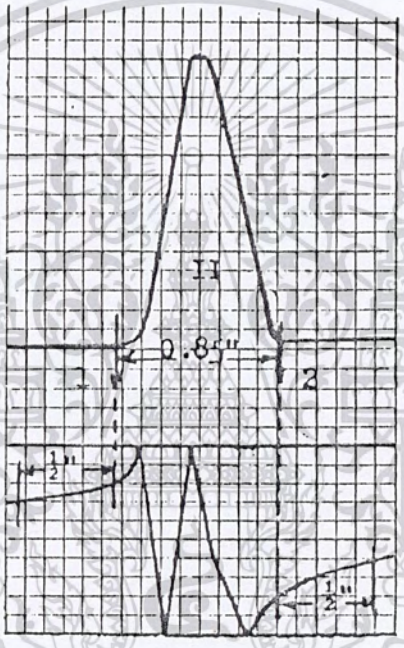
ให้ลากเส้นตรงตามแนวดิ่ง 2 เส้น โดยให้พีกอยู่ระหว่างเส้นตรงทั้งสอง ตามรูปที่ 26 คือเส้นตรง 1 และ 2 การนับของอินทิเกรเตอร์ที่อยู่ระหว่างเส้นตรง 1 และ 2 จะได้ตัวเลขที่สัมพันธ์กับพื้นที่พีก ตัวอย่างวิธีการนับตามรูปที่ 26 คือ จากจุดที่เส้นตรงเส้นที่ 1 ตัดกราฟของอินทิเกรเตอร์ ลากไปจนถึงจุดยอดของกราฟอินทิเกรเตอร์

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

อ่านค่าการนับได้เท่ากับ 24 ครั้ง จากนั้นนับเส้นกราฟฟันเลื่อยที่กลับไปกลับมาจะมีทั้งหมด 5 เส้น แสดงว่านับได้อีก 500 ครั้ง และจากส่วนต่ำสุดของกราฟฟันเลื่อยอันสุดท้าย ลากไปถึงจุดที่เส้นตรงเส้นที่ 2 ตัดกราฟ จะอ่านค่าการนับได้เท่ากับ 46 ครั้ง

นั่นคือ ตัวเลขที่ได้จากการนับทั้งหมดของพีก 1 คือ 24+500+46=570 ครั้ง

2. ถ้าเส้นฐานของพีกไม่ขนานกับเส้นแบ่งช่องของกระดาษดังแสดงในรูปที่ 27 ต้องมีการแก้ไขค่าที่ได้จากการนับด้วย ดังนั้น วิธีการนับพีกชนิดนี้ต้องทำสองขั้นตอน คือ ทำการนับแบบเดียวกับข้อ 1. และทำการแก้ไขตามรูปที่ 27



รูปที่ 27 แสดงวิธีการนับตัวเลขสำหรับพีกที่มีเส้นฐานไม่ขนานกับเส้นแบ่งช่องกระดาษ

จะเห็นได้ว่าวิธีการหาขนาดของพีกแบบต่าง ๆ ที่กล่าวมาจะทำให้ได้ค่าที่มีความสัมพันธ์โดยตรงกับปริมาณของสารในหน่วยต่าง ๆ เช่น หน่วยความสูงเป็นเซนติเมตร หน่วยของพื้นที่เป็นตารางเซนติเมตร หน่วยน้ำหนักเป็นมิลลิกรัม และหน่วยการนับเลขเป็นจำนวนครั้ง เป็นต้น หลังจากที่ได้ขนาดของพีกซึ่งจะอยู่ในหน่วยใดก็ตาม สามารถนำมาคำนวณหาเป็นปริมาณของสารแต่ละชนิดในสารตัวอย่างได้ โดยมีวิธีการดังนี้ คือ

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

1. *วิธีเทียบกับสารมาตรฐาน* โดยใช้สารมาตรฐานเพียงชุดเดียวโครมาโตแกรมแล้ววัดขนาดของพื้นที่ จากนั้นนำสารตัวอย่างมาทำโครมาโตแกรมแล้ววัดขนาดของพื้นที่บ้าง โดยวิธีการคำนวณแบบเทียบบัญญัติไตรยางค์ก็สามารถคำนวณหาความเข้มข้นของสารตัวอย่างได้ วิธีการนี้ต้องแน่ใจว่าได้ทำโครมาโตแกรมในสภาวะการทดลองเดียวกันทุกประการ และต้องไม่มีสิ่งรบกวนขนาดของพีกในสารตัวอย่าง

2. *วิธีสร้างกราฟมาตรฐาน* (Calibration curve) โดยการนำสารมาตรฐานที่ทราบปริมาณแน่นอน หลาย ๆ ขนาดความเข้มข้นมาทำโครมาโตแกรม จากนั้นวัดขนาดของพีกแต่ละอัน แล้วนำมาสร้างกราฟมาตรฐานโดยการพลอตระหว่างขนาดของพีกเทียบกับปริมาณความเข้มข้น เมื่อทำโครมาโตแกรมของสารตัวอย่างและวัดขนาดของพีกได้แล้ว ก็สามารถนำมาอ่านค่าความเข้มข้นของสารตัวอย่างจากกราฟมาตรฐานได้

3. *วิธีเติมสารมาตรฐาน* (Standard addition method) โดยใช้สารมาตรฐานที่มีความเข้มข้นต่างกันหลาย ๆ ขนาดเติมลงในสารตัวอย่างที่มีความเข้มข้นคงที่ นำมาทำโครมาโตแกรมแล้ววัดขนาดของพีกต่าง ๆ ที่เกิดขึ้น จากนั้นพลอตกราฟระหว่างขนาดของพีกกับความเข้มข้นของสารมาตรฐาน จากกราฟสามารถหาความเข้มข้นของสารตัวอย่างได้

วิธีทำกราฟมาตรฐาน และวิธีเติมสารมาตรฐานของการวิเคราะห์หาปริมาณด้วยวิธีก๊าซโครมาโตกราฟี ก็เหมือนกับวิธีการวิเคราะห์หาปริมาณของเทคนิคการวิเคราะห์วิธีอื่น ๆ นั่นเอง

4. Internal normalization ทำได้โดยรวมพื้นที่พีกหรือขนาดของพีกทั้งหมดทุกพีกที่ปรากฏในโครมาโตแกรมเข้าด้วยกัน แล้วกำหนดให้เป็น 100% เมื่อต้องการหาเปอร์เซ็นต์ของพีกของสารที่สนใจสามารถคำนวณได้จาก

$$\%\text{Peak A} = \frac{\text{Area of Peak A}}{\text{Total area}} * 100$$

5. Compensated normalization ตามความเป็นจริงแล้วดีเทคเตอร์ไม่สามารถมีความไวต่อสารทุกตัวได้เหมือนกัน หรือบางทีสารที่วิเคราะห์ออกจากคอลัมน์ได้ไม่

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

หมด การคำนวณแบบวิธีที่ 4 จึงไม่ได้ผลที่ถูกต้อง วิธีการที่จะทำให้ถูกต้องสามารถทำได้โดยปรับค่าพื้นที่พีกหรือค่าที่นับได้เสียใหม่ด้วย การหา Response factor ของสารนั้น ๆ ค่า Response factor สามารถหาได้จากการฉีดสารมาตรฐานที่ทราบปริมาณแน่นอนและเท่ากันของสารที่ต้องการหาปริมาณทุกตัวในสารผสม แล้วนำมาหาอัตราส่วนของค่าที่นับได้เทียบกับสารตัวใดตัวหนึ่งในสารมาตรฐานผสมนั้น ซึ่งเรียกว่า response factor เช่น มีสารผสมของ ethanol benzene hexane และ methylbenzene ต้องการนำมาหาเปอร์เซ็นต์ของสารแต่ละตัวโดยใช้คอลัมน์ squalane ดีเทคเตอร์ TCD ทำที่อุณหภูมิ 60 องศา C ทำได้โดย นำสารมาตรฐานของสารทั้ง 4 ที่มีปริมาณน้ำหนักเท่ากันมาผสมกันแล้วฉีดเข้าไปในเครื่องก๊าซโครมาโตกราฟี หลังจากนั้นให้ฉีดสารตัวอย่างผสมบ้าง ปรากฏได้ข้อมูลดังนี้

พีก	สาร	t_R (นาที)	Tntegrator counts สารมาตรฐานผสม	Integrator count สารตัวอย่างผสม
1	ethanol	0.8	15600	24470
2	benzene	3.3	12674	11171
3	hexane	4.1	14230	4160
4	methylbenzene	6.0	12410	10816

จารนั้นให้หา Response factor จากสารมาตรฐาน โดยใช้เบนซีนเป็นตัวเทียบ (หรือ สารตัวใดตัวหนึ่งใน 4 ตัวนี้)

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

พีก	Integrator counts สารมาตรฐานผสม	Response factor
1	15600	15600/12674 = 1.23
2	12674	12674/12674 = 1.00
3	14230	14230/12674 = 1.12
4	12410	12410/12674 = 0.98

ขั้นต่อมาให้นำค่า Response factor นี้หาค่า compensated counts ของสารตัวอย่าง เมื่อได้ค่าที่นับได้ที่แก้ไขแล้วก็สามารถคำนวณหาเปอร์เซ็นต์ของสารแต่ละตัวในสารผสมได้อย่างถูกต้อง

พีก	Integrator counts สารตัวอย่างผสม	compensated count	% ที่ถูกต้อง
1	24470	24470/1.23=19894	19894*100/45816 = 43.3%
2	11171	11171/1.00=11171	11171*100/45816 = 24.4%
3	4160	4160/1.12 =3714	3714*100/45*16 = 8.1%
4	10816	10816/0.98=11037	11035*100/45816 = 24.1%

6. Internal standard วิธีการนี้ได้ผลน่าพอใจมากกว่าวิธี normalization วิธี normalization นั้นสารตัวอย่างต้องมีส่วนประกอบต่าง ๆ ที่ทราบว่าคืออะไรทั้งหมด และส่วนประกอบต่าง ๆต้องไม่สูญเสียไปไหนเลยขณะกำลังอยู่ในการทำ จึงพบว่าวิธีการทำ Internal standard จะให้ผลทางการวิเคราะห์หาปริมาณสารตัวที่สนใจได้ดี

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

กว่า เพราะเป็นการหาเฉพาะตัวที่สนใจ ส่วนตัวประกอบอื่น ๆ ไม่ต้องมาเกี่ยวข้อง ซึ่งทำได้โดยเตรียมสารมาตรฐานของสารตัวที่สนใจให้มีปริมาณต่าง ๆ กัน แล้วเติมสารมาตรฐานอีกชนิดหนึ่ง (ซึ่งเรียกว่า internal standard) ที่มีปริมาณคงที่ลงในสารมาตรฐานตัวที่สนใจที่มีปริมาณต่าง ๆ กันนั้น แล้วนำมาทำโตรมาโตแกรม หาอัตราส่วนระหว่างพื้นที่พีกหรือค่าที่นับได้ของสารมาตรฐานทั้งสอง จากนั้นนำค่าอัตราส่วนพื้นที่พีกของสารมาตรฐานทั้งสองมาพลอตกราฟเทียบกับความเข้มข้นของสารมาตรฐานตัวที่สนใจ เมื่อนำอัตราส่วนพื้นที่พีกของสารตัวอย่างกับสารมาตรฐาน (internal standard) มาเทียบกับกราฟมาตรฐานก็สามารถทราบปริมาณสารตัวอย่างได้

สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

บทที่ 3

สัญญาณต่างๆบนสล็อตของ IBM/PC

ภายใน IBM/PC ได้มีการออกแบบให้สามารถที่จะเพิ่มเติมวงจรอินเทอร์เฟสเข้าไปภายหลังได้ โดยผ่านทางสล็อตที่อยู่บนเมนบอร์ด (Main Board) สำหรับสล็อตบนเมนบอร์ดนี้ จะมีจำนวน 5 สล็อต (สำรับใน IBM PC/XT จะมี 8 สล็อต; จะกล่าวถึงในภายหลัง)ซึ่งแต่ละสล็อตจะมีจำนวนขาทั้งสิ้น 62 ขา แบ่งออกเป็น 2 ข้าง ๆละ 31 ขา ส่วนการเรียกตำแหน่งขาของสล็อตเหล่านี้จะขึ้นอยู่กับว่าขานั้นอยู่ข้างใด (ซ้ายหรือขวา) ของสล็อตโดยขาที่อยู่ทางด้านซ้ายของสล็อตจะเรียกโดยใช้อักษร "B" นำหน้าเลขตำแหน่งของขา เช่น B16 ก็คือขาทางด้านซ้ายของสล็อตขาที่ 16 (นับจากทางด้านท้ายของเครื่อง) ส่วนขาที่อยู่ทางด้านขวาของสล็อตจะเรียกโดยใช้อักษร "A" นำหน้าเลขตำแหน่งของขา เช่น ขา A24 ก็คือขาทางด้านขวาของสล็อตขาที่ 24 (นับจากทางด้านท้ายของเครื่อง)

แต่ละขาของสล็อตเหล่านี้จะเชื่อมต่อกับเส้นสัญญาณต่าง ๆ บนเมนบอร์ด ทำให้การสร้างวงจรอินเทอร์เฟสกับ IBM/PC สามารถทำได้โดยสะดวก ซึ่งเส้นสัญญาณที่เชื่อมต่อกับขาของสล็อตเหล่านี้จะประกอบไปด้วย เส้นสัญญาณของบัสแอดเดรส (Address Bus), บัสข้อมูล (Data Bus), บัสควบคุมสำหรับการเขียน/อ่านข้อมูลจากหน่วยความจำ หรือพอร์ท I/O, เส้นสัญญาณสำหรับการขออินเทอร์รัพท์ของวงจรอินเทอร์เฟส, เส้นสัญญาณสำหรับการขอ DMA, สัญญาณฐานเวลา (Timing Signal) ต่างๆที่ใช้ในระบบ เส้นสัญญาณแสดงการรีเฟรชหน่วยความจำ และสัญญาณสำหรับการตรวจสอบความผิดพลาด (I/O CHCK)

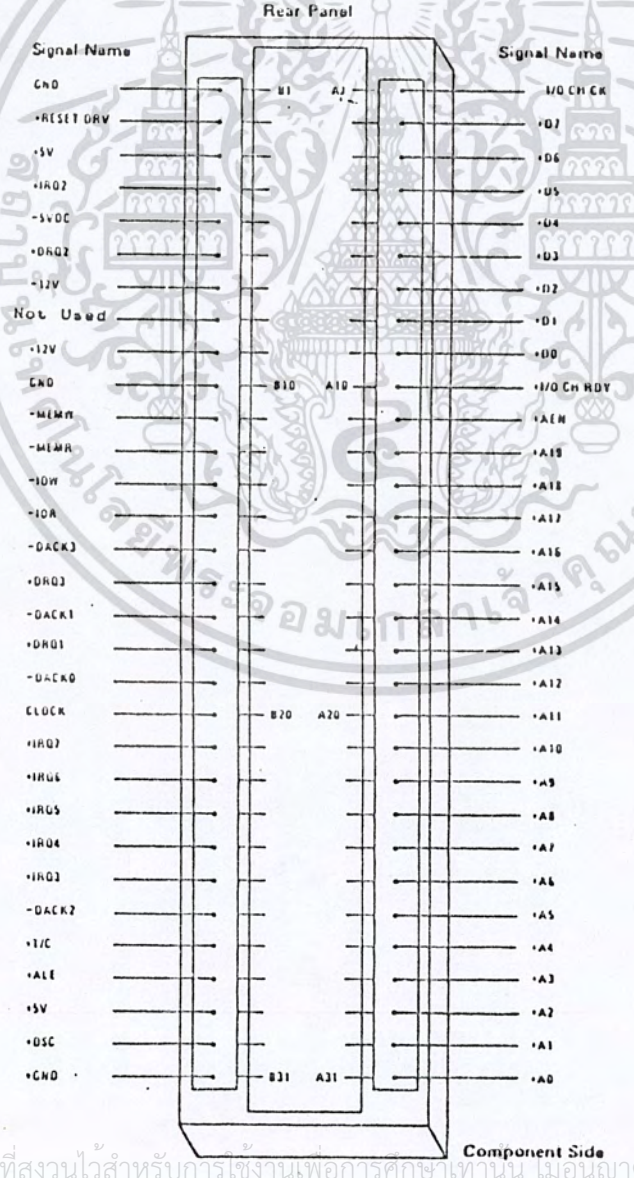
นอกจากเส้นสัญญาณเหล่านี้แล้ว สล็อตบนเมนบอร์ดยังเชื่อมต่อกับแหล่งจ่ายไฟต่าง ๆ ที่ใช้ในระบบอีกด้วย คือ +5Vdc, -5Vdc, +12Vdc และ -12Vdc

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

รายละเอียดเกี่ยวกับสัญญาณต่าง ๆ

OSC (Oscillator: ขา B30) :

ขานี้เป็นเอาท์พุทที่เชื่อมต่อกับสัญญาณคล็อกที่มีค่าความถี่สูงบนเมนบอร์ด คือ 14.3181 MHz ซึ่งมีคาบเวลาประมาณ 70 nanosec. และมี Duty Cycle (ช่วงเวลาใน 1 คาบที่สัญญาณคล็อกมีลอจิกเป็น "1" คาบที่สัญญาณคล็อกอื่น ๆ ของระบบ เช่น คล็อกที่ป้อนให้กับ 8088 หรือ ชิพซัพพอร์ทต่าง ๆ นั้นจะถูกสร้างขึ้นโดยการหารสัญญาณคล็อกนี้ อย่างไรก็ตามสิ่งหนึ่งที่จะต้องคำนึงถึงในการใช้งานสัญญาณ OSC ก็คือ สัญญาณนี้จะไม่ Sybchronize กับสัญญาณอื่น ๆ บนบัสของระบบ ดังนั้นจึงไม่ควรที่จะนำสัญญาณขา OSC นี้ไปใช้เป็นสัญญาณคล็อกสำหรับวงจรภายนอกอื่น ๆ ที่ทำงานร่วมกับระบบ



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

CLK (Clock ; ขา B20) :

ขาสัญญาณนี้เป็นเอาท์พุท ซึ่งต่อกับสัญญาณคล็อกที่ถูกสร้างขึ้นโดยการหารสัญญาณ OSC ด้วย 3 ทำให้ได้ความถี่ประมาณ 4.77 MHz (14.3181 MHz/3) หรือ มีช่วงเวลาใน 1 คาบ (ช่วงเวลาของคล็อก 1 ลูก) เท่ากับ 210 nanosec.(1/4.77 MHz) สำหรับค่า Duty Cycle ของสัญญาณนี้จะมีค่าประมาณ 1/3 คือ ใน 1 คาบจะมีช่วงเวลาที่เป็นลอจิก "1" เท่ากับ 1/3 ของคาบเวลาทั้งหมด หรือประมาณ 70 nanosec. และช่วงเวลาที่เป็นลอจิก "0" เท่ากับ 2/3 ของคาบเวลาทั้งหมด หรือประมาณ 140 nanosec. สัญญาณนี้เป็นสัญญาณที่ถูกใช้เป็นคล็อกของระบบ

RESET DRV (ขา B2) :

ขาสัญญาณนี้เป็นเอาท์พุทซึ่งจะแอคทีฟ (ลอจิก "1") ในช่วงที่เราเริ่มจ่ายไฟให้กับระบบ และจะยังคงแอคทีฟไปจนกว่าระบบต่าง ๆ ภายใน IBM/PC จะพร้อมที่จะทำงานได้ จากนั้นสัญญาณนี้ก็จะเปลี่ยนกลับเป็นลอจิก "0" นอกจากนี้ในระหว่างการทำงานของ IBM/PC ถ้าระดับแรงดันของแหล่งจ่ายไฟตกลง สัญญาณนี้ก็จะถูกทำให้แอกทีฟเช่นกัน โดยทั่วไปแล้วสัญญาณนี้จะถูกนำไปใช้ในการรีเซ็ทวงจรอินเทอร์เฟสหรืออุปกรณ์ I/O ต่างๆ ในช่วงที่เริ่มจ่ายไฟให้กับระบบ ซึ่งจะเป็นการทำให้วงจรหรืออุปกรณ์เหล่านั้นถูกปรับให้อยู่ในสภาวะที่แน่นอน ก่อนที่จะเริ่มต้นการทำงานในระบบ (สภาวะนี้เป็นสภาวะที่เราทราบและต้องการให้วงจรทำงานในขณะที่ระบบถูกรีเซ็ท)

A0-A19 (Address Bus; ขา A31-A12) :

ขาสัญญาณทั้ง 20 ขา นี้เป็นเอาท์พุท ซึ่งใช้สำหรับกำหนดแอดเดรสของหน่วยความจำ หรืออุปกรณ์ I/O ที่ 8088 ต้องการติดต่อด้วย โดยที่สัญญาณ A0 จะมีนัยสำคัญต่ำสุด (Least Significant Bit) และ A19 จะมีนัยสำคัญสูงสุด (Most Significant Bit) สำหรับค่าแอดเดรสบนบัสแอดเดรส A0-A19 นี้ จะถูกกำหนดโดย 8088 ในระหว่างขบวนการอ่าน/เขียนข้อมูลลงในหน่วยความจำหรืออุปกรณ์ I/O แต่ในช่วงของขบวนการ DMA นั้น DMA -Controller จะเป็นผู้กำหนดค่าแอดเดรสบนบัสแอดเดรสเอง (ในระหว่างนี้ 8088 จะถูกตัดออกจากระบบ)

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

จะเห็นได้ว่าจำนวนเส้นแอดเดรสนี้จะมีอยู่ 20 เส้น ซึ่งสามารถที่จะอ้างแอดเดรสของหน่วยความจำได้ถึง 1 Mbyte แต่อย่างไรก็ตามจะมีแอดเดรสบางแอดเดรสที่ถูกใช้งานโดย IBM/PC อยู่ก่อนแล้ว คือแอดเดรสของหน่วยความจำ RAM บนเมนบอร์ดที่ถูกใช้โดยระบบ จำนวน 64 Kbyte (สำหรับ IBM PC/XT จะเป็นจำนวน 256 Kbyte) และแอดเดรสสำหรับหน่วยความจำ ROM อีก 48 Kbyte ซึ่งถูกจุดในช่วงของแอดเดรสบนสุดใน 1Mbyte คือ OFC00H จนถึง OFFFFFH (สำหรับ IBM PC/XT จะเป็น 64Kbyte)

สำหรับการอ้างแอดเดรสของพอร์ท I/O นั้น จะใช้เส้นแอดเดรสเพียง 16 เส้นคือ A0-A15 ซึ่งจะทำให้อ้างแอดเดรสของพอร์ทได้ 64K พอร์ท โดยผ่านทางชุดคำสั่ง IN และ OUT ส่วนเส้นแอดเดรสที่เหลือคือ A16-A19 นั้น จะไม่ถูกใช้งาน อย่างไรก็ตามภายใน IBM/PC จะใช้เส้นแอดเดรสในการอ้างแอดเดรสของพอร์ทเพียง 10 เส้น คือจาก A0-A9 และค่าแอดเดรสที่ใช้งานจะต้องอยู่ในช่วง 0200H จนถึง 03FFH เท่านั้น

D0-D7 (Data Bus; ขา A9-A2) :

ขาสัญญาณนี้จะเป็นแบบ Bi-Directional ซึ่งต่อกับบัสข้อมูลของระบบ เพื่อทำหน้าที่ในการส่งผ่านข้อมูลระหว่างพอร์ท I/O กับ IBM/PC โดยบิท D0 จะมีนัยสำคัญต่ำสุดและบิท D7 จะมีนัยสำคัญสูงสุด

สำหรับในบัสไซเคิลของการเขียนข้อมูลที่สร้างขึ้นโดย 8088 นั้น ข้อมูลจะถูกส่งออกมาบนบัสข้อมูล ก่อนที่สัญญาณ $\overline{IOW}$ (ในกรณีที่ต้องการส่งข้อมูลให้กับพอร์ท) หรือ $\overline{MEMW}$ (ในกรณีที่ต้องการส่งข้อมูลให้กับหน่วยความจำ) จะเปลี่ยนจากลอจิก "0" เป็นลอจิก "1" (ขอบขาขึ้น) ซึ่งโดยทั่วไปขอบขาขึ้นของสัญญาณ IOW หรือ MEMW นี้ จะถูกใช้เพื่อสั่งให้พอร์ท I/O หรือหน่วยความจำที่มีแอดเดรสตรงกับค่าแอดเดรสบนบัสแอดเดรสนั้นรับข้อมูลไปเก็บไว้

สำหรับในบัสไซเคิลของการอ่านข้อมูลที่สร้างขึ้น โดย 8088 นั้น พอร์ท I/O หรือ หน่วยความจำที่ถูกอ้างถึงจะต้องส่งข้อมูลออกมาบนบัสข้อมูล ก่อนที่สัญญาณ $\overline{IOR}$ (ในกรณีที่ต้องการอ่านข้อมูลจากพอร์ท) หรือ $\overline{MEMR}$ (ในกรณีที่ต้องการอ่านข้อมูลจากหน่วยความจำ) จะเปลี่ยนจากลอจิก "0" เป็นลอจิก "1" (ขอบขาขึ้น)

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ALE (Address Latch Enable; ขา B28) :

ขาสัญญาณนี้เป็นสัญญาณเอาท์พุทที่ 8288 Bus Controller สร้างขึ้นเพื่อใช้สำหรับแสดงการเริ่มต้นของบัสไซเคิล และแสดงให้อุปกรณ์ภายนอกทราบว่าแอดเดรสที่ 8088 ต้องการจะติดต่อด้วยนั้นถูกส่งออกมาบนบัสแอดเดรสแล้ว โดยที่สัญญาณ ALE นี้จะเปลี่ยนจากลอจิก "1" เป็น "0" เมื่อค่าแอดเดรสที่ถูกต้องถูกส่งออกมาบนบัสข้อมูลเรียบร้อยแล้ว ดังนั้นขอบขาลงของสัญญาณ ALE นี้จะถูกใช้ในการแลทช์ค่าแอดเดรสจากบัสแอดเดรส/ข้อมูล (Address/Data Bus; AD0-AD7) ของ 8088 ทำให้สามารถแยกค่าแอดเดรส (A0-A19) และข้อมูล (A0-A7) ออกจากกันได้ อย่างไรก็ตามสัญญาณ ALE จะแอคทีฟเฉพาะในบัสไซเคิลที่สร้างขึ้นโดย 8088 เท่านั้น โดยจะไม่แอคทีฟ ในระหว่างขบวนการ DMA

$\overline{\text{I/O CHCK}}$ (I/O Channel Check; ขา A1) :

ขาสัญญาณนี้เป็นอินพุทที่ใช้ในการแสดงความผิดพลาดเกี่ยวกับพาริตี้ ที่เกิดขึ้นในการทำงานของวงจรอินเทอร์เฟสหรืออุปกรณ์ I/O เมื่อขาสัญญาณนี้ได้รับลอจิก "0" จะทำให้ 8088 ถูกอินเทอร์รัพท์แบบ Non-Maskable(NMI) อย่างไรก็ตามเราสามารถที่จะกำหนดให้วงจรภายในของ IBM/PC ทำการขออินเทอร์รัพท์ (เมื่อได้รับสัญญาณ $\overline{\text{I/O CHCK}}$) หรือไม่ก็ได้ โดยการกำหนดลอจิกของบิทข้อมูลของพอร์ทที่ควบคุมการขออินเทอร์รัพท์แบบ NMI คือบิท D7 ของพอร์ท 00A0H ในกรณีที่บิท D7 ของพอร์ท 00A0H ถูกเซ็ทเป็น "1" ก็จะทำให้วงจรภายนอกขออินเทอร์รัพท์แบบ NMI ได้ (Enable) แต่ถ้าบิท D7 ของพอร์ท 00A0H ถูกเซ็ทเป็น "0" ก็จะเป็นการดิสเอเบิล (Disable) การขออินเทอร์รัพท์แบบ NMI ดังนี้

Enable : ใช้คำสั่ง OUT ส่งข้อมูล 80H ไปยังพอร์ท 00A0H

Disable : ใช้คำสั่ง OUT ส่งข้อมูล 00H ไปยังพอร์ท 00A0H

และเนื่องจากยังมีอุปกรณ์อื่นที่สามารถขออินเทอร์รัพท์แบบ NMIได้อีก ดังนั้นซอฟท์แวร์ที่ใช้งานจะต้องสามารถตรวจสอบว่าการขออินเทอร์รัพท์นั้นเกิดขึ้นจากแหล่งใดได้ด้วย

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

I/O CHRDY (I/O Channel Ready; ขา A10) :

ขาสัญญาณนี้เป็นอินพุทที่ใช้เพิ่มช่วงเวลาในบัสไซเคิล ในกรณีที่อุปกรณ์ I/O หรือหน่วยความจำที่เกี่ยวข้องกับขบวนการในบัสไซเคิลที่เกิดขึ้นนั้น ไม่สามารถทำงานทันตามช่วงเวลาปกติของบัสไซเคิลนั้น ๆ ได้ (ช่วงเวลาของบัสไซเคิลที่เกี่ยวกับหน่วยความจำใช้ช่วงเวลาเท่ากับช่วงเวลาของคล็อก 4 ลูก หรือ 840 nanosec. ในขณะที่บัสไซเคิลที่เกี่ยวกับ I/O จะใช้ช่วงเวลาเท่ากับช่วงเวลาของคล็อก 5 ลูกหรือ 1.05 μsec)

เมื่ออุปกรณ์ I/O หรือหน่วยความจำต้องการที่จะเพิ่มช่วงเวลาในบัสไซเคิลให้นานขึ้นอีก จะสามารถทำได้โดยการป้อนลอจิก "0" ให้กับขา I/O CHRDY ในช่วงเวลาที่ I/O หรือ หน่วยความจำที่ถูกกำหนดนั้น ได้รับสัญญาณจากการดีโค้ดแอดเดรส และสัญญาณ $\overline{\text{MEMR}}$, $\overline{\text{MEMW}}$, $\overline{\text{IOR}}$ หรือ $\overline{\text{IOW}}$ แอดทีฟ

IRQ2-IRQ7 (Interrupt Request 2 Through 7; ขา B4 และ B25-B21):

ขาสัญญาณทั้ง 6 นี้เป็นขาอินพุทที่ใช้สำหรับการขออินเทอร์รัพท์จาก 8088 โดยสัญญาณเหล่านี้จะต่อเข้ากับ 8259A บนเมนบอร์ดโดยตรง โปรแกรมในส่วน BIOS ของ IBM/PC จะทำการโปรแกรม 8259A ให้ IRQ2 มีลำดับความสำคัญสูงสุด (Highest Priority) และ IRQ 7 มีลำดับความสำคัญต่ำสุด ในกรณีที่มีการขออินเทอร์รัพท์เกิดขึ้นคือระดับลอจิกที่ขา IRQ ขาใดขาหนึ่งถูกเปลี่ยนจากลอจิก "0" เป็นลอจิก "1" (ขอบขาขึ้น) 8259A ก็จะทำการส่งสัญญาณ INT ให้กับ 8088 เพื่อทำการขออินเทอร์รัพท์

สิ่งสำคัญในการขออินเทอร์รัพท์โดยผ่านทาง IRQ2-IRQ7 นี้ ก็คืออุปกรณ์ที่ทำการขออินเทอร์รัพท์โดยผ่านทาง IRQ ขาใดก็จะต้องรักษาระดับสัญญาณที่ขา IRQ นั้น ให้แอคทีฟ (ลอจิก "1") อยู่จนกว่าจะได้รับสัญญาณ INTA (Interrupt Acknowledge) จาก 8088 ก็จะถูกสร้างขึ้นโดยอัตโนมัติ ไม่ว่าการขออินเทอร์รัพท์ที่ถูกยกเลิกนั้นจะเป็นการขออินเทอร์รัพท์ใน Level หรือขาใด

แต่อย่างไรก็ตามสัญญาณ INTA นี้จะไม่ถูกต่ออกมาที่ขาของสล็อตด้วย ดังนั้นโปรแกรมที่ทำการตอบสนองต่อการขออินเทอร์รัพท์ (Interrupt Service Routine) จะต้องทำการรีเซ็ทสัญญาณ IRQ เอง โดยใช้คำสั่ง OUT ไปยังพอร์ท I/O ที่เกี่ยวข้อง

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

$\overline{\text{IOR}}$ (I/O Read; ขา B14) :

ขาสัญญาณนี้เป็นเอาท์พุทแอคทีฟที่ลอจิก "0" ที่สร้างขึ้นโดย 8288 Bus Controller เพื่อใช้ในการแสดงว่าบัสไซเคิลที่เกิดขึ้นนี้ เป็นบัสไซเคิลของการอ่านข้อมูลจากพอร์ท I/O เพื่อให้พอร์ท I/O ที่มีแอดเดรสตรงกับแอดเดรสบนบัสแอดเดรสนั้นส่งข้อมูลออกมาบนบัสข้อมูล โดยข้อมูลจะต้องถูกส่งออกมาบนบัสข้อมูลก่อนขอบขาขึ้นของสัญญาณ $\overline{\text{IOR}}$ ประมาณ 30 nanosec. เพื่อให้มั่นใจได้ว่า 8088 สามารถรับข้อมูลได้ถูกต้อง สำหรับในขบวนการ DMA 8237A-5 DMA Controller จะทำการสร้างสัญญาณ $\overline{\text{IOR}}$ เอง โดยที่ค่าแอดเดรสที่อยู่บนบัสแอดเดรสจะเป็นค่าแอดเดรสของหน่วยความจำ (แทนที่จะเป็นแอดเดรสของพอร์ท I/O) ที่พอร์ท I/O ที่ขอ DMA ต้องการจะนำข้อมูลไปเก็บ การที่พอร์ทใดจะส่งข้อมูลออกมาบนบัสข้อมูลนั้น จะอาศัยสัญญาณ DACK จาก DMA Controller เป็นตัวกำหนด เช่นกรณีที่สัญญาณ DACK1 แอคทีฟก็จะแสดงว่าพอร์ท I/O ที่จะต้องส่งข้อมูลออกมาบนบัสข้อมูลก็คือพอร์ท I/O ที่ขอ DMA ผ่านทางแชนแนลที่ 1 (DRQ1) เป็นต้น

$\overline{\text{IOW}}$ (I/O Wrint; ขา B13) :

ขาสัญญาณนี้เป็นเอาท์พุทแอคทีฟที่ลอจิก "0" ซึ่งถูกสร้างขึ้นโดย 8288 Bus Controller เพื่อใช้แสดงว่าบัสไซเคิลที่เกิดขึ้นนี้เป็นบัสไซเคิลของการเขียนข้อมูลลงบนพอร์ท I/O เพื่อให้พอร์ท I/O ที่มีแอดเดรสตรงกับแอดเดรสบนบัสแอดเดรสนั้นรับข้อมูลที่อยู่บนบัสข้อมูลไปเก็บไว้ อย่างไรก็ตามเนื่องจากในช่วงเวลาที่สัญญาณ $\overline{\text{IOW}}$ นี้แอคทีฟ (ลอจิก "0")นั้นข้อมูลบนบัสข้อมูลอาจจะยังไม่สมบูรณ์ ดังนั้นในการออกแบบจึงควรใช้ขอบขาขึ้น ของสัญญาณ $\overline{\text{IOW}}$ แทนขอบขาลงในการทำให้พอร์ท I/O ที่เกี่ยวข้องรับข้อมูลไปเก็บไว้ เพื่อให้ข้อมูลบนบัสข้อมูลสมบูรณ์เสียก่อน สำหรับในขบวนการ DMA-Controller จะทำการสร้างสัญญาณ $\overline{\text{IOW}}$ เอง โดยที่ค่าแอดเดรสที่อยู่บนบัสแอดเดรสจะเป็นค่าแอดเดรสของหน่วยความจำที่พอร์ท I/O ที่ขอบ DMA ที่ต้องการจะอ่านข้อมูล

$\overline{\text{MEMW}}$ (Memory Write; ขา B11) :

ขานี้เป็นเอาท์พุทแอคทีฟที่ลอจิก "0" ซึ่ง 8288 Bus Controller สร้างขึ้นในระหว่างบัสไซเคิลในการเขียนข้อมูลลงในหน่วยความจำของ 8088 สัญญาณ

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

$\overline{\text{MEMW}}$ นี้จะถูกส่งออกมาเพื่อให้หน่วยความจำที่แอดเดรสตรงกับค่าแอดเดรสบนบัสแอดเดรสนั้น ทำการรับข้อมูลที่อยู่บนบัสข้อมูลไปเก็บไว้ โดยทั่วไปหน่วยความจำจะรับข้อมูลในช่วงขอบขาขึ้นของสัญญาณ $\overline{\text{MEMW}}$

สำหรับในระหว่างขบวนการ DMA นั้น 8237A-5 DMA-Controller จะทำการควบคุมบัสต่าง ๆ ของระบบแทน 8088 และสัญญาณ $\overline{\text{MEMW}}$ จะถูกใช้ในบัสไซเคิลของการเขียนข้อมูลลงในหน่วยความจำ (ข้อมูลถูกส่งจากอุปกรณ์ I/O ไปให้กับหน่วยความจำ)

$\overline{\text{MEMR}}$ (Memory Read ; ขา B12) :

ขานี้เป็นเอาท์พุทจาก 8288 ซึ่งสัญญาณนี้จะแอคทีฟ (ลอจิก "0") ในระหว่างบัสไซเคิลของการอ่านข้อมูลจากหน่วยความจำของ 8088 เพื่อให้หน่วยความจำที่มีแอดเดรสตรงกับค่าแอดเดรสนั้น ทำการส่งข้อมูลออกมาบนบัสข้อมูล โดยหน่วยความจำนั้นจะต้องส่งข้อมูลออกมาในช่วงเวลา 30 nanosec. ก่อนที่สัญญาณ $\overline{\text{MEMW}}$ จะกลับเป็นลอจิก "1" ทั้งนี้ก็เพื่อให้ 8088 ได้รับข้อมูลที่ถูกต้อง

สำหรับในระหว่างขบวนการ DMA นั้น DMA-Controller จะควบคุมบัสต่าง ๆ ของระบบแทน 8088 และสัญญาณ $\overline{\text{MEMR}}$ จะถูกใช้ในบัสไซเคิลของการอ่านข้อมูลจากหน่วยความจำ(ข้อมูลถูกส่งจากหน่วยความจำไปให้กับอุปกรณ์ I/O)

DRQ1-DRQ3 (DMA Request 1-3 ; ขา B18, B6 และขา B16) :

ขาสัญญาณทั้งสามนี้เป็นสัญญาณอินพุทแอคทีฟที่ลอจิก "1" ซึ่งอุปกรณ์ภายนอกสามารถใช้ในการขอ DMA จากระบบ โดยการป้อนระดับสัญญาณลอจิก "1" ให้กับขา DRQ ขาใดขาหนึ่ง (ขา DRQ ทั้งสามนี้จะต่อเข้ากับ DRQ1-DRQ3 ของ 8237A-5)

เมื่อ 8237A-5 ได้รับสัญญาณนี้แล้วก็จะตรวจสอบว่ามีการขอ DMA ในแชนแนลที่มีลำดับความสำคัญ (Priority) สูงกว่าหรือไม่ ถ้าไม่มีก็จะทำการขอ DMA จาก 8088 และตอบรับการขอ DMA จากอุปกรณ์ภายนอก (สัญญาณ $\overline{\text{DACK}}$ ของแชนแนลที่ขอ DMA จะแอคทีฟ) แต่ถ้ามี 8237A-5 ก็จะทำการขอ DMA ให้กับแชนแนลที่มีลำดับความสำคัญสูงกว่าก่อนแล้วจึงทำการขอ DMA ให้กับแชนแนลที่มีลำดับความสำคัญต่ำกว่า ภายใน ROM BIOS ของ IBM/PC จะโปรแกรม 8237A-5 ให้ DRQ1 มีลำดับความสำคัญสูงสุด และ DRQ3 มีลำดับความสำคัญต่ำสุด ดังนั้นถ้ามีการขอ DMA ของอุปกรณ์ภายนอกผ่านทาง

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

แชนแนลที่ (DRQ1) และแชนแนลที่ 2 (DRQ2) 8237A-5 ก็จะทำการขอ DMA ให้กับแชนแนลที่ 1 ก่อน จากนั้นเมื่อเสร็จจากขบวนการ DMA ของแชนแนลที่ 1 แล้วจึงจะทำการขอ DMA ให้กับแชนแนลที่ 5

อย่างไรก็ตาม 8237A-5 ยังมีแชนแนลสำหรับการขอ DMA อยู่อีก 1 แชนแนล คือ แชนแนล 0 (DRQ0) ซึ่งในความเป็นจริงแล้วแชนแนลนี้จะมีลำดับความสำคัญที่สูงกว่าแชนแนลที่ 1 แต่จะไม่ถูกต่อออกมายังขาของสล็อต เนื่องจาก IBM/PC จะใช้แชนแนลที่ 0 นี้ในการรีเฟรชหน่วยความจำที่เป็น Dynamic RAM

ในการขอ DMA นั้นสัญญาณ DRQ นี้ จะต้องแอคทีฟอยู่ในช่วงระยะเวลาหนึ่งเท่านั้น ถ้าสัญญาณนี้แอคทีฟอยู่นานเกินไป จะทำให้เกิดขบวนการ DMA ขึ้นมากกว่า 1 ขบวนการได้ สำหรับวงจรที่ขอ DMA โดยทั่วไปแล้วจะใช้สัญญาณตอบรับการขอ DMA หรือสัญญาณ $\overline{\text{DACK}}$ ของแชนแนลที่ขอ DMA นั้น ในการรีเซ็ทสัญญาณ DRQ เช่นอุปกรณ์ภายนอกที่ขอ DMA ผ่านทางแชนแนลที่ 1 (DRQ1) ก็จะคอยตรวจสอบการตอบรับการขอ DMA จากสัญญาณ $\overline{\text{DACK}}$ ของแชนแนลที่ 1($\overline{\text{DCAK1}}$) เมื่อได้รับสัญญาณจาก $\overline{\text{DACK1}}$ แล้วก็จะรีเซ็ทสัญญาณ DRQ1 (เปลี่ยนจากลอจิก "1" เป็น "0")

$\overline{\text{DACK0}}$-$\overline{\text{DACK3}}$ (DMA Acknowledge 0-3; ขา B19,B17,B26 และ B15) :

สัญญาณทั้ง 4 นี้เป็นเอาท์พุทแอคทีฟที่ลอจิก "0" ซึ่ง 8237A-5 สร้างขึ้นเพื่อแสดงให้วงจรภายนอกที่ขอ DMA ทราบว่าการขอ DMA นั้นได้รับการตอบสนองแล้ว และ 8237A-5 จะเข้าสู่ขบวนการ DMA เพื่อให้การส่งผ่านข้อมูลระหว่างอุปกรณ์ I/O ที่ขอ DMA กับหน่วยความจำเกิดขึ้นโดยตรง (คือไม่ต้องผ่าน 8088) โดยสัญญาณ DACK นี้จะแอคทีฟในแชนแนลใดก็ขึ้นอยู่กับว่าขบวนการ DMA ที่จะเกิดขึ้นนั้น เป็นการตอบสนองต่อการขอ DMA ในแชนแนลที่ 2 (DRQ2) สัญญาณ $\overline{\text{DACK2}}$ ก็จะแอคทีฟ เป็นต้น

ดังที่ได้กล่าวแล้วว่าสัญญาณ DRQ0 นั้น จะไม่ถูกต่อออกมายังขาของสล็อต ดังนั้นวงจรอินเทอร์เฟสจึงไม่สามารถจะขอ DMA ผ่านทางแชนแนล 0 ได้ แต่สัญญาณ $\overline{\text{DACK0}}$ จะถูกต่อออกมายังสล็อตด้วย (ขา B19) ทั้งนี้ก็เพื่อที่จะแสดงให้วงจรอินเทอร์เฟสต่าง ๆ ทราบว่าขบวนการ DMA ที่เกิดขึ้นในช่วงเวลาที่ $\overline{\text{DACK0}}$ แอคทีฟนั้น เป็นขบวนการที่ใช้สำหรับการรีเฟรชหน่วยความจำที่เป็น Dynamic RAM ซึ่งวงจรอินเทอร์เฟสที่ใช้หน่วยความจำประเภทนี้สามารถจะนำไปใช้ในการรีเฟรช Dynamic RAM ที่อยู่ในวงจรได้

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

โดยที่การรีเฟรชหน่วยความจำนั้นจะเกิดขึ้นในทุก ๆ 15.12 μsec. หรือทุก ๆ 72 คล็อก ดังนั้น สัญญาณ $\overline{\text{DACK0}}$ นี้ก็จะแอคทีฟในทุก ๆ 15.12 μsec. ด้วย

AEN (Address Enable; ขา A11)

สัญญาณนี้เป็นเอาท์พุทที่ใช้ในการแสดงว่าบัสไซเคิลที่เกิดขึ้นในช่วงเวลาที่สัญญาณ AEN แอคทีฟ (ลอจิก "1") นั้น เป็นบัสไซเคิลของขบวนการ DMA

สำหรับบนเมนบอร์ดของ IBM/PC นั้น จะใช้ในการดิสเอเบิล (Disable) 8288 Bus Controller และจะใช้ดิสเอเบิลพอร์ท I/O ต่างๆที่ไม่เกี่ยวข้องกับขบวนการ DMA ที่เกิดขึ้นนี้ ที่จำเป็นต้องทำเช่นนี้ก็เพราะในระหว่างขบวนการ DMA นั้น 8237A-5 จะส่งแอดเดรสของหน่วยความจำออกมาบนบัสแอดเดรส และจะทำให้สัญญาณ $\overline{\text{IOR}}$ หรือ $\overline{\text{IOW}}$ แอคทีฟด้วย ดังนั้นถ้าไม่ทำการดิสเอเบิลพอร์ท I/O ที่ไม่เกี่ยวข้องไว้ก็อาจจะทำให้พอร์ท I/O ที่มีแอดเดรสตรงกับค่าแอดเดรสบนบัสแอดเดรส (ซึ่งเป็นแอดเดรสของหน่วยความจำ)นั้น ทำการอ่านหรือส่งข้อมูลออกมาบนบัสข้อมูลทำให้เกิดความผิดพลาดขึ้นได้

T/C (Terminal Count; ขา B27) :

สัญญาณนี้ถูกสร้างขึ้นจากการนำเอาสัญญาณเอาท์พุทที่ขา EOP ของ 8237A-5 มากลับลอจิก (โดยใช้เกท Inverter) ทำให้สัญญาณ T/C นี้แอคทีฟที่ลอจิก "1"

สำหรับสัญญาณนี้จะแอคทีฟเมื่อจำนวนไบท์ในการส่งผ่านข้อมูลของขบวนการ DMA ในแชนแนลหนึ่ง ครบตามจำนวนที่กำหนดไว้ โดยทั่วไปแล้วสัญญาณที่จะถูกใช้ในการสิ้นสุดขบวนการ DMA ที่ทำการส่งผ่านข้อมูลเป็นบล๊อก เนื่องจากสัญญาณนี้จะแอคทีฟโดยไม่แสดงว่าเป็นสัญญาณของแชนแนลใด ดังนั้นจึงต้องทำการนำสัญญาณ T/C นี้ผ่านเกท Inverter แล้วนำไป OR กับสัญญาณ DACK เพื่อให้สามารถทราบได้ว่า สัญญาณ T/C ที่เกิดขึ้นนั้นเป็นสัญญาณของแชนแนลใด สำหรับในแชนแนลที่ 0 นั้นสัญญาณ T/C จะแอคทีฟในช่วงเวลาที่คงที่คือ ทุกๆ 990.804 millisec. ซึ่งก็คือช่วงเวลาที่ใช้ในการรีเฟรชหน่วยความจำขนาด 64 Kbyte นั่นเอง

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

บัสของแหล่งจ่ายไฟของระบบ

+5Vdc (ขา B3 และ B29) :

ขาทั้งสองนี้ต่อกับแหล่งจ่ายไฟ DC +5V ของระบบ โดยจะมีค่าความเที่ยงตรง (Regulated) ± 5% คืออยู่ในช่วง +4.75 ถึง +5.25 Vdc

+12Vdc (ขา B9) :

ขานี้จะต่อกับแหล่งจ่ายไฟ DC +12V ของระบบ โดยจะมีค่าความเที่ยงตรง (Regulated) ±5% คืออยู่ในช่วง +11.4 ถึง +12.6 Vdc

-5Vdc (ขา B5) :

ขานี้จะต่อกับแหล่งจ่ายไฟ DC -5V ของระบบ โดยจะมีค่าความเที่ยงตรง (Regulated) ±10% คืออยู่ในช่วง -5.5 ถึง -4.5 Vdc

-12 Vdc (ขา B7) :

ขานี้จะต่อกับแหล่งจ่ายไฟ DC -12V ของระบบ โดยจะมีค่าความเที่ยงตรง (Regulated) ±10% คืออยู่ในช่วง -13.2 ถึง -10.8 Vdc

GND (ขา B1, B10 และ B31) :

ขาทั้งสามนี้จะต่อเข้ากับกราวด์ (Ground) ของระบบ

การจัดสัญญาณบนสล็อตของ IBM PC/XT

สำหรับใน IBM PC/XT นั้นจะมีสล็อตสำหรับเชื่อมต่อกับวงจรภายนอกได้มากขึ้นคือ ใน IBM PC/XT จะทำการเพิ่มจำนวนสล็อตบนเมนบอร์ดขึ้นเป็น 8 สล็อต จากเดิมที่มีอยู่เพียง 5 สล็อตบน IBM PC โดยการจัดสัญญาณต่างๆในทั้ง 8 สล็อตจะยังคงเหมือนกับใน IBM PC เพียงแต่สัญญาณต่างๆที่จะถูกส่งออกมายังขาสล็อตที่ 8 นั้น จะถูกต่อผ่านยังวงจรขับกระแส (Buffer) ก่อน และในสล็อตที่ 8 นี้ขา B8 จะถูกใช้งานด้วย โดยจะถูกใช้เป็นขา $\overline{\text{CARD SLCTD}}$ (หรือ Card Selected) ซึ่งขาสัญญาณนี้จะใช้เป็นสัญญาณอินพุทจากวงจรภายนอกที่เสียบอยู่บนสล็อตที่ 8 เพื่อให้วงจรบนเมนบอร์ดทราบว่า

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

คาร์ดที่อยู่บนสล็อตนี้ถูกเลือกใช้งานอยู่ ซึ่งจะทำให้ Driver บนเมนบอร์ดทำการอ่านหรือส่งข้อมูลไปยังสล็อตที่ 8

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

บทที่ 4

การใช้ 8255 PIA กับ Z80

เราได้ทราบถึงรายละเอียดของระบบไมโครโปรเซสเซอร์ ทั้งหน่วยความจำ การติดต่อกับอุปกรณ์ภายนอก (ขบวนการอินพุทและเอาท์พุท) และการอินเทอร์รัพท์มาแล้ว ต่อไปเราจะกล่าวถึงอุปกรณ์ซึ่งช่วยให้การติดต่อกับระบบภายนอกของระบบไมโครโปรเซสเซอร์มีประสิทธิภาพยิ่งขึ้น

รายละเอียดเกี่ยวกับ 8255

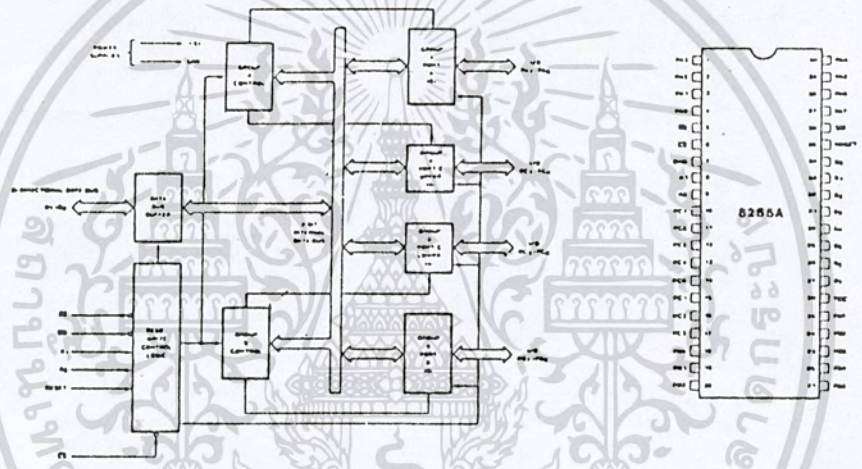
8255 เป็นอุปกรณ์ LSI (LARGE SCALE INTEGRATED CURCUIT) บรรจุอยู่ใน PACKAGE 40 ขาแบบ DIP (DUAL-IN-LINE PACKAGE) เริ่มผลิตโดยบริษัท INTEL COORPERATION ผู้ผลิตไมโครโปรเซสเซอร์เบอร์ 8080 จุดประสงค์เพื่อใช้งานร่วมกับ 8080 โดยเฉพาะแต่ในภายหลังได้มีการนำ 8255 ไปประยุกต์ใช้งานร่วมกับไมโครโปรเซสเซอร์เบอร์อื่น ๆ รวมทั้ง Z80 ด้วย หากผู้อ่านเข้าใจการใช้งาน 8255 กับ Z80 ที่จะกล่าวถึงในที่นี้แล้ว ก็จะนำไปประยุกต์ใช้งานในลักษณะอื่น ๆ ได้ไม่ยากนัก

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

8255A/8255A-5
PROGRAMMABLE PERIPHERAL INTERFACE

- MCS-85™ Compatible 8255A-5
- 24 Programmable I/O Pins
- Completely TTL Compatible
- Fully Compatible with Intel® Microprocessor Families
- Improved Timing Characteristics
- Direct Bit Set/Reset Capability Easing Control Application Interface
- 40-Pin Dual In-Line Package
- Reduces System Package Count
- Improved DC Driving Capability

The Intel® 8255A is a general purpose programmable I/O device designed for use with Intel® microprocessors. It has 24 I/O pins which may be individually programmed in 2 groups of 12 and used in 3 major modes of operation. In the first mode (MODE 0), each group of 12 I/O pins may be programmed in sets of 4 to be input or output. In MODE 1, the second mode, each group may be programmed to have 8 lines of input or output. Of the remaining 4 pins, 3 are used for handshaking and interrupt control signals. The third mode of operation (MODE 2) is a bidirectional bus mode which uses 8 lines for a bidirectional bus, and 5 lines, borrowing one from the other group, for handshaking.



รูปที่ 1 แสดงบล็อกไดอะแกรมและการวางตำแหน่งของขา 8255

บล็อกกลุ่มแรกที่เราจะพูดถึงนี้ ได้แก่ บล็อกจำนวน 4 บล็อก ที่อยู่ทางด้านขวาของรูป ซึ่งจะเป็นส่วนที่เชื่อมอยู่กับอุปกรณ์ภายนอกอื่น ๆ โดยมีสาย PA0-PA7, PB0-PB7 เป็นทางผ่านของข้อมูลระหว่างอุปกรณ์ภายนอกกับ 8255 สายสัญญาณเหล่านี้จะถูกแบ่งออกเป็น 3 I/O พอร์ทได้แก่พอร์ท A(PA), พอร์ท B(PB) และ พอร์ท C(PC) พอร์ทเหล่านี้แต่ละพอร์ทสามารถเป็นเป็นได้ทั้งพอร์ทอินพุทและเอาท์พุท และแต่ละบล็อกจะมีสายสัญญาณเชื่อมเข้ากับบัสข้อมูลภายในของ 8255

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

บล็อกกลุ่มถัดมาได้แก่ GROUP A CONTROL และ GROUP B CONTROL ซึ่งจะเป็นตัวกำหนดลักษณะการทำงานของทั้ง 3 I/O พอร์ท (8255 มีลักษณะการทำงานที่แตกต่างกันอยู่ 3 โหมด สามารถกำหนดได้โดยการโปรแกรมส่ง CONTROL WORD ให้กับ 8255 ซึ่งจะไม่กล่าวถึงในที่นี้) จากรูป 1 จะเห็นว่า พอร์ท C นี้จะประกอบด้วยพอร์ทขนาด 4 บิท 2 พอร์ท กลุ่มหนึ่งจะถูกควบคุมโดย GROUP A CONTROL และอีกกลุ่มหนึ่งจะถูกควบคุมโดย GROUP B CONTROL

บล็อกกลุ่มสุดท้ายที่จะกล่าวถึงได้แก่ DATA BUS BUFFER และ READ /WRITE CONTROL LOGIC ซึ่งบล็อกเหล่านี้จะเป็นส่วนที่ติดต่อกับ CPU ,DATA BUS BUFFER นี้จะเป็นบัฟเฟอร์ให้กับบัสข้อมูลของ CPU ส่วน READ/WRITE CONTROL LOGIC จะเป็นส่วนที่ควบคุมให้ข้อมูลเข้าหรือออกจากรีจิสเตอร์ในตัวที่ถูกต้อง และในเวลาที่เหมาะสม

รายละเอียดการจัดเรียงขาของ 8255

ในส่วนนี้เราจะพิจารณาหน้าที่ของขาแต่ละขาของ 8255 ซึ่งข้อมูลเหล่านี้จะมีประโยชน์ในการเชื่อมต่อเข้ากับระบบบัสของ CPU สำหรับการจัดขาแสดงไว้ในรูปที่ 1 รายละเอียดของแต่ละขามีดังนี้คือ

D0-D7 : เป็นสายข้อมูลอินพุท/เอาท์พุทแบบสองทิศทาง (BI-DIRECTIONAL BUS) จะเป็นทางผ่านของข้อมูลระหว่างพอร์ทต่าง ๆ ของ 8255 กับบัสข้อมูลของ Z80

$\overline{CS}$ (CHIP SELECT INPUT) :เมื่อขานี้มีสถานะลอจิกเป็น "0" CPU จะสามารถที่จะอ่านหรือเขียนข้อมูลกับ 8255 ได้

$\overline{RD}$ (READ INPUT) : เมื่อขานี้มีสถานะลอจิกเป็น "0" และสัญญาณ $\overline{CS}$ มีลอจิกเป็น "0" ข้อมูลจาก 8255 จะปรากฏสู่ระบบบัสข้อมูล CPU ก็จะสามารถอ่านข้อมูลออกไปได้ (ในการตั้งชื่อของขาสัญญาณนี้จะถือเอา CPU เป็นหลัก)

$\overline{WR}$ (WRITE INPUT) : เมื่อขานี้มีสถานะลอจิกเป็น "0" และขาสัญญาณ $\overline{CS}$ มีลอจิกเป็น "0" ข้อมูลจากระบบบัสข้อมูลจะถูกเขียนเข้าไปยัง 8255 ได้

A0-A1 (ADDRESS INPUT) : จะเป็นตัวกำหนดการเลือกใช้รีจิสเตอร์ภายในของ 8255

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

RESET : เมื่อขานี้มีสถานะเป็น "1" 8255 จะอยู่ในสภาวะรีเซ็ททุก ๆ พอร์ทของ 8255 จะถูกเซ็ทให้อยู่ในโหมดอินพุท

PA0-PA7,PB0-PB7 : ขาสัญญาณเหล่านี้จะถูกใช้เป็นพอร์ท I/O ขนาด 8 บิท ใช้ต่อเข้ากับอุปกรณ์ภายนอกอื่น ๆ

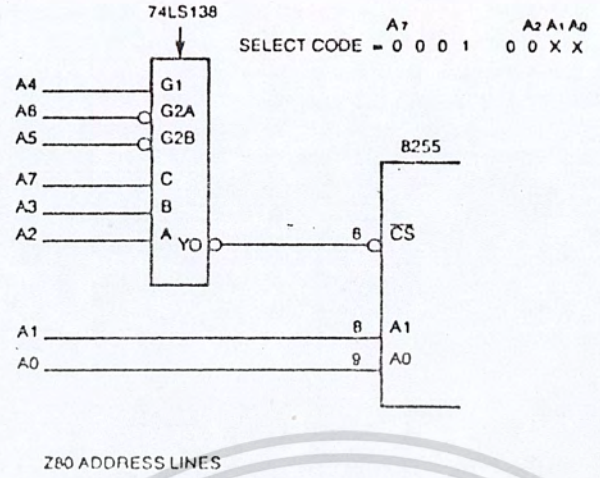
PC0-PC7 : ขาสัญญาณนี้ถูกใช้เป็นพอร์ท I/O ขนาด 8 บิท เช่นเดียวกับ PA9-PA7 และ PB0-PB7 แต่กลุ่มของขาสัญญาณเหล่านี้สามารถแบ่งออกเป็น 2 กลุ่ม โดยแต่ละกลุ่มมีขนาด 4 บิท ได้กลุ่มแรกจะใช้ควบคุม PB0-PB7 และกลุ่มที่ 2 ใช้ควบคุม PA0-PA7

การต่อ 8255 เข้ากับ Z80

ในการต่อ 8255 เข้ากับระบบของ Z80 สัญญาณต่าง ๆที่เกิดขึ้นจะเหมือนกับขบวนการติดต่อกับ I/O ดังที่ได้ทราบกับมาแล้ว โดยจะต้องเอาสัญญาณ A0-A7 จาก Z80 มาถอดรหัสเพื่อสร้างสัญญาณเลือกพอร์ท แต่เนื่องจาก 8255 มีขา address input อยู่แล้ว 2 ขา (A0,A1) ซึ่งโดยปกติแล้วขา A0,A1 นี้จะต่อเข้าโดยตรงกับ A0,A1 จากบัสแอดเดรส นั่นคือ 8255 หนึ่งตัวจะใช้ค่าพอร์ทแอดเดรสถึง 4 ค่า (2^2) ส่วนสัญญาณอีก 6 เส้น (A2-A7) จะนำไปถอดรหัสเพื่อทำสัญญาณเลือกชิพ (chip select) ให้แก่ 8255

ในที่นี้เราจะสมมติให้ 8255 มีพอร์ทแอดเดรสอยู่ที่ 10H, 11H, 12H, และ 13H ซึ่งวิธีหนึ่งที่สามารถจะถอดรหัสพอร์ทเหล่านี้ได้ แสดงในรูปที่ 2

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

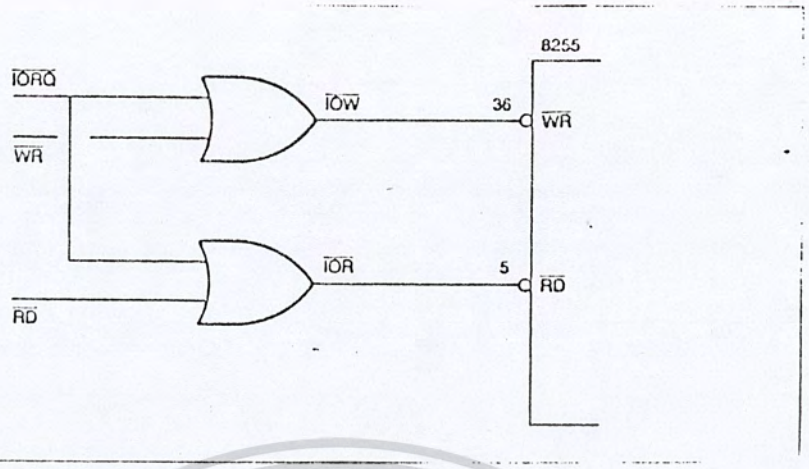


รูปที่ 2 แสดงผังวงจรการถอดรหัสการเลือกพอร์ทที่ติดต่อกับ 8255

จากรูปที่ 2 นี้ จะเห็นขาอินพุท $\overline{CS}$ จะแอคทีฟก็ต่อเมื่อ A7-A2 มีเท่ากับ 000100XXB (2 บิทล่างจะใช้เพื่อเลือกใช้รีจิสเตอร์ภายใน 4 ตัว)

ขั้นต่อไปที่เราจะต้องทำคือ การต่อขา $\overline{RD}$ และ $\overline{WR}$ ของ 8255 เข้ากับสัญญาณควบคุม $\overline{IOR}$ และ $\overline{IOW}$ ของระบบ การที่เราไม่ต่อขา $\overline{RD}$ และ $\overline{WR}$ เข้าโดยตรง เพราะในตัวอย่างวิธีการถอดรหัสของเรานี้ อาจจะเกิดกรณีที่ A7-A0 มีค่าตรงกับ 000100XXB ซึ่งจะทำให้เกิดการอ่านหรือเขียนข้อมูลกับ 8255 โดยไม่ต้องการได้ ในการแก้ปัญหานี้เราจึงใช้สัญญาณ IORQ จาก CPU มาทำเป็นสัญญาณ IOR และ IOW เพื่อแยกว่าเป็นการติดต่อกับ I/O ไม่ใช่หน่วยความจำ ดังแสดงในรูปที่ 3

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 3 แสดงวิธีการต่อขา $\overline{WR}$ และ $\overline{RD}$ เข้ากับระบบของ Z80

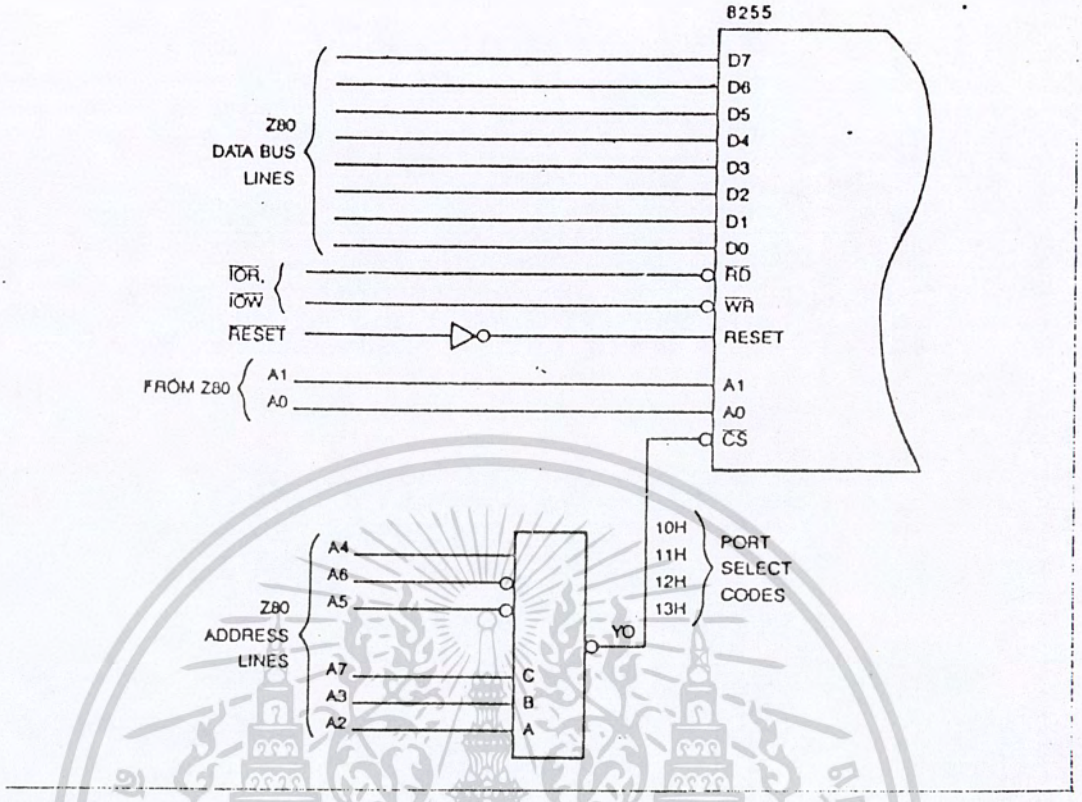
ในการต่อขา RESET ของ 8255 ซึ่งจะแอคทีพที่ลอจิก "1" เข้ากับขา $\overline{RESET}$ ของ Z80 ซึ่งแอคทีพที่ลอจิก "0" นั้นจะต้องใช้ INVERTER คั่นกลางเสียก่อน

ในการต่อสายข้อมูล D0-D7 ของ 8255 เข้ากับระบบบัสข้อมูลของระบบเราจะสมมติว่าไม่มีการโหลดบนบัสข้อมูล ดังนั้นเราจึงสามารถต่อสายสัญญาณเหล่านี้เข้าโดยตรงกับระบบบัสข้อมูล ดังแสดงวงจรสมบูรณ์ของการเชื่อมต่อ 8255 กับระบบของ Z80 ในรูปที่ 4

8255 READ และ WRITE REGISTER

ขณะนี้เราได้ทำการต่อ 8255 เข้ากับระบบของ Z80 แล้ว ต่อไปเราจะพูดถึงการโปรแกรมใช้งาน 8255 เพื่อที่จะให้ทำงานตามที่เราต้องการได้ จะเริ่มต้นพิจารณาที่รีจิสเตอร์ภายใน 4 ตัวของ 8255 สำหรับในตัวอย่างการถอดรหัสของเรานี้ ตำแหน่งของรีจิสเตอร์จะอยู่ที่แอดเดรส 10H, 11H, 12H, และ 13H ซึ่งลายละเอียดของรีจิสเตอร์เหล่านี้มีดังนี้ คือ

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

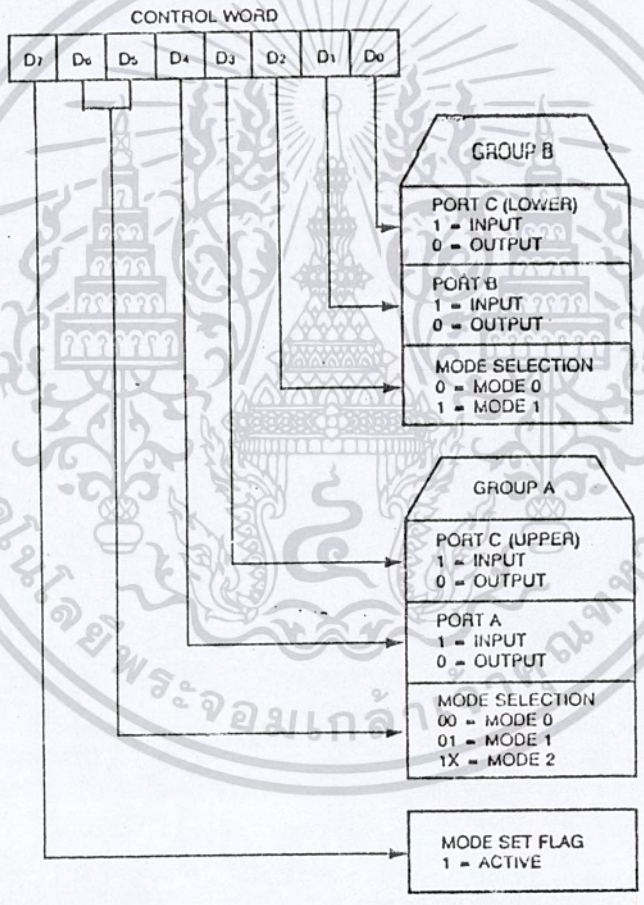


รูปที่ 4 แสดงผังวงจรสมบูรณ์ของการเชื่อมต่อ 8255 เข้ากับระบบของ Z80

DEVICE PIN				REGISTER NAME
RD	WR	A1	A0	
1	0	0	0	WRITE PORT A DATA
0	1	0	0	READ PORT A DATA
1	0	0	1	WRITE PORT B DATA
0	1	0	1	READ PORT B DATA
1	0	1	0	WRITE PORT C DATA
0	1	1	0	READ PORT C DATA
1	0	1	1	WRITE CONTROL DATA
0	1	1	1	ILLEGAL READ REGISTER

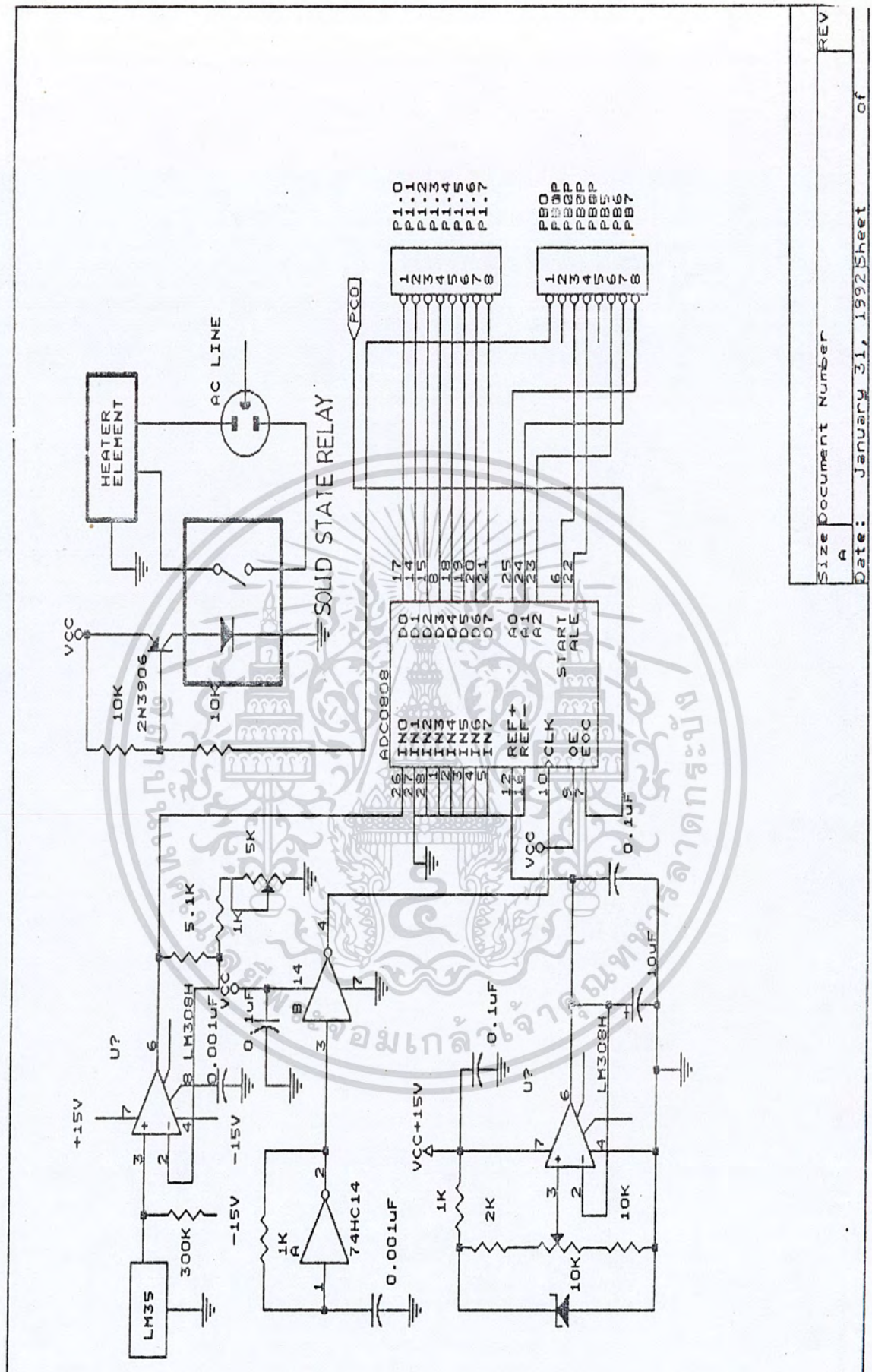
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

หน้าที่ของรีจิสเตอร์หมายเลข 0-2 จะถูกกำหนดลักษณะการทำงานจากรีจิสเตอร์หมายเลข 3 (รีจิสเตอร์ควบคุม) รูปที่ 5 จะแสดงรายละเอียดของแต่ละบิทของรีจิสเตอร์ควบคุมนี้



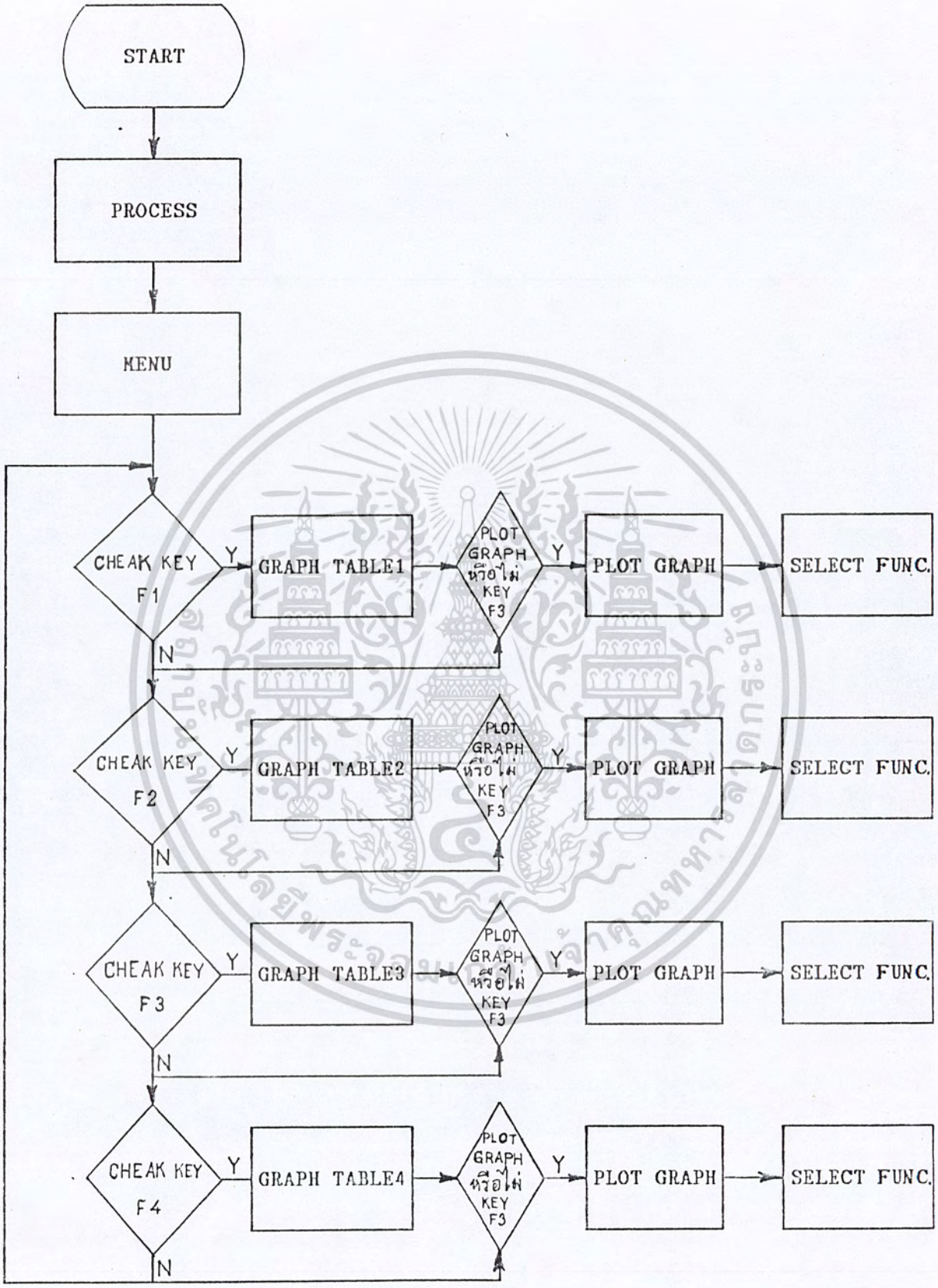
รูปที่ 5 แสดงรายละเอียดแต่ละบิทของรีจิสเตอร์ควบคุมของ 8255

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



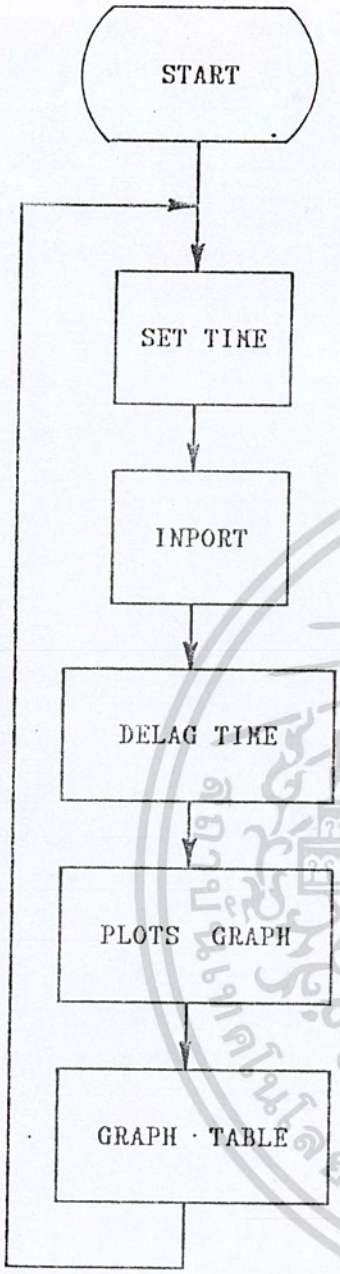
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

MAIN PROGRAM

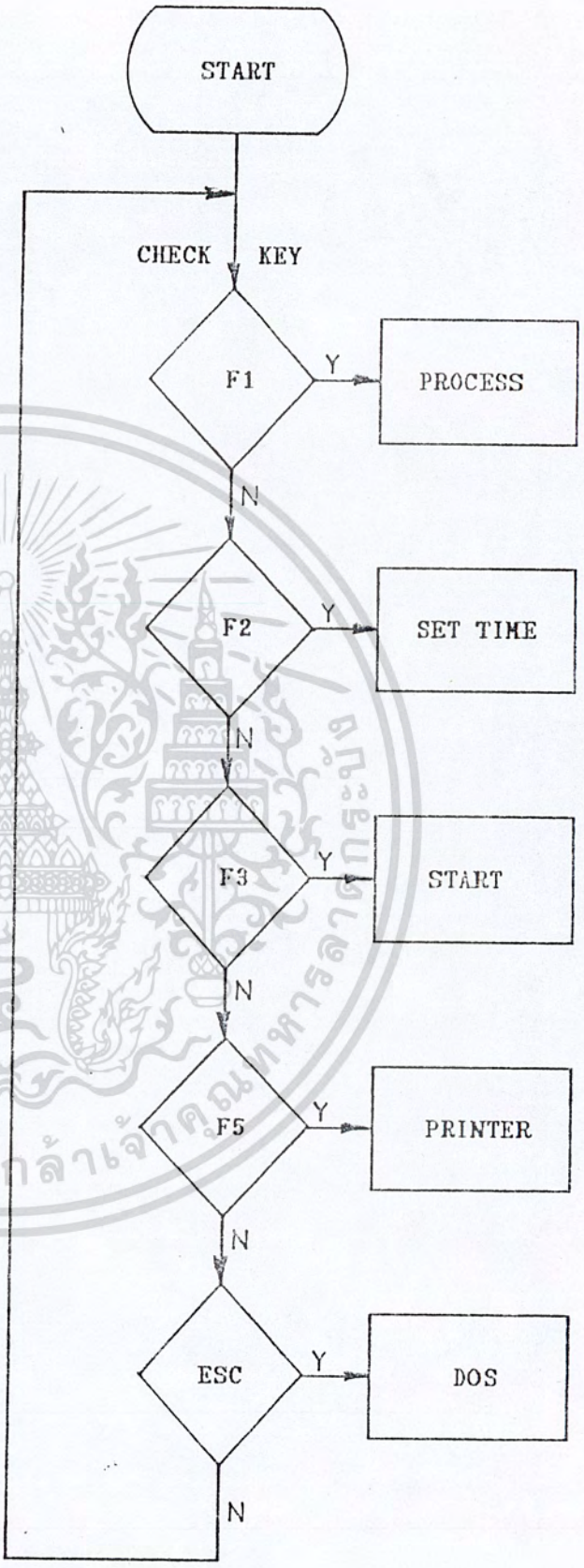


เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

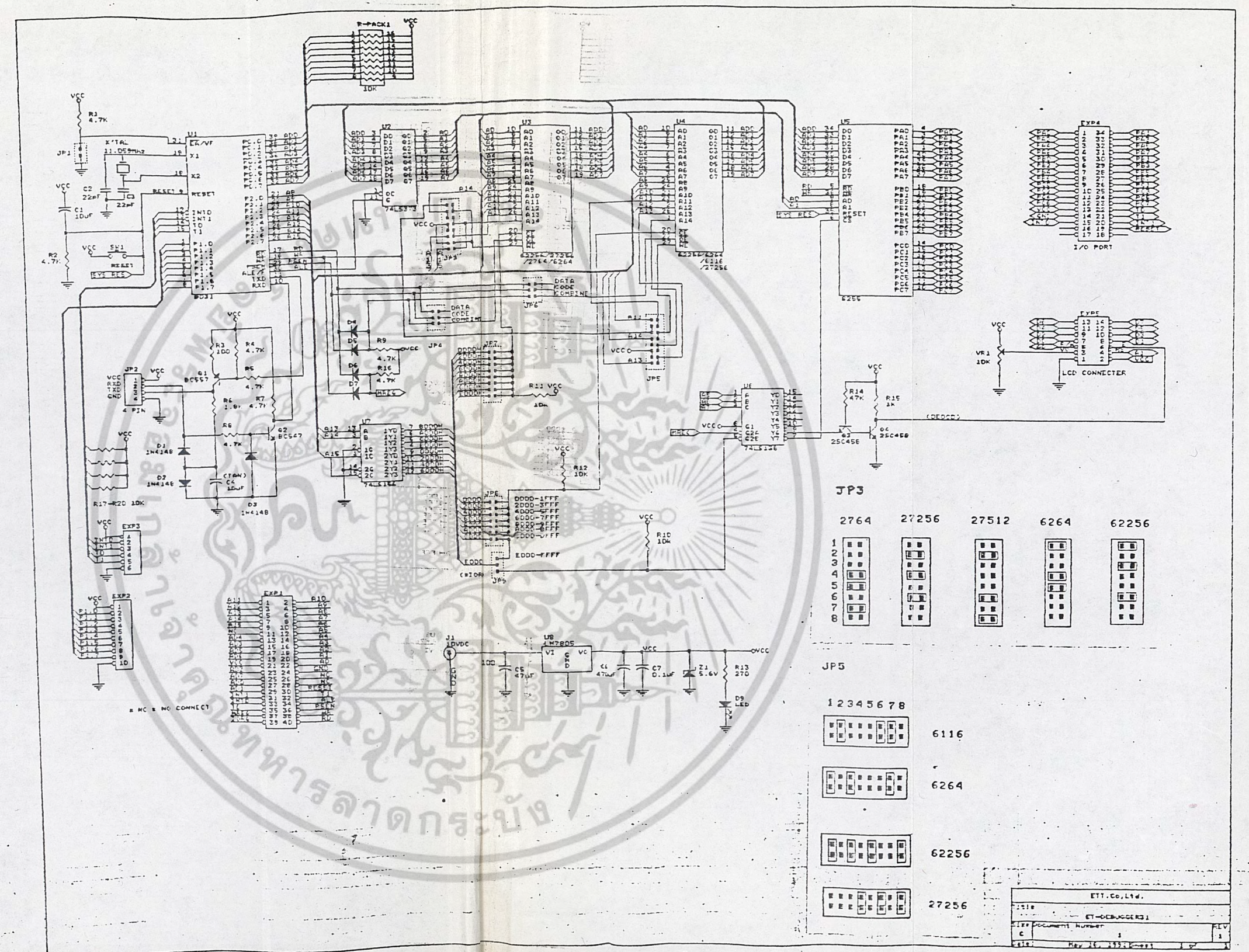
(FLOW CHART PLOTS GRAPH)



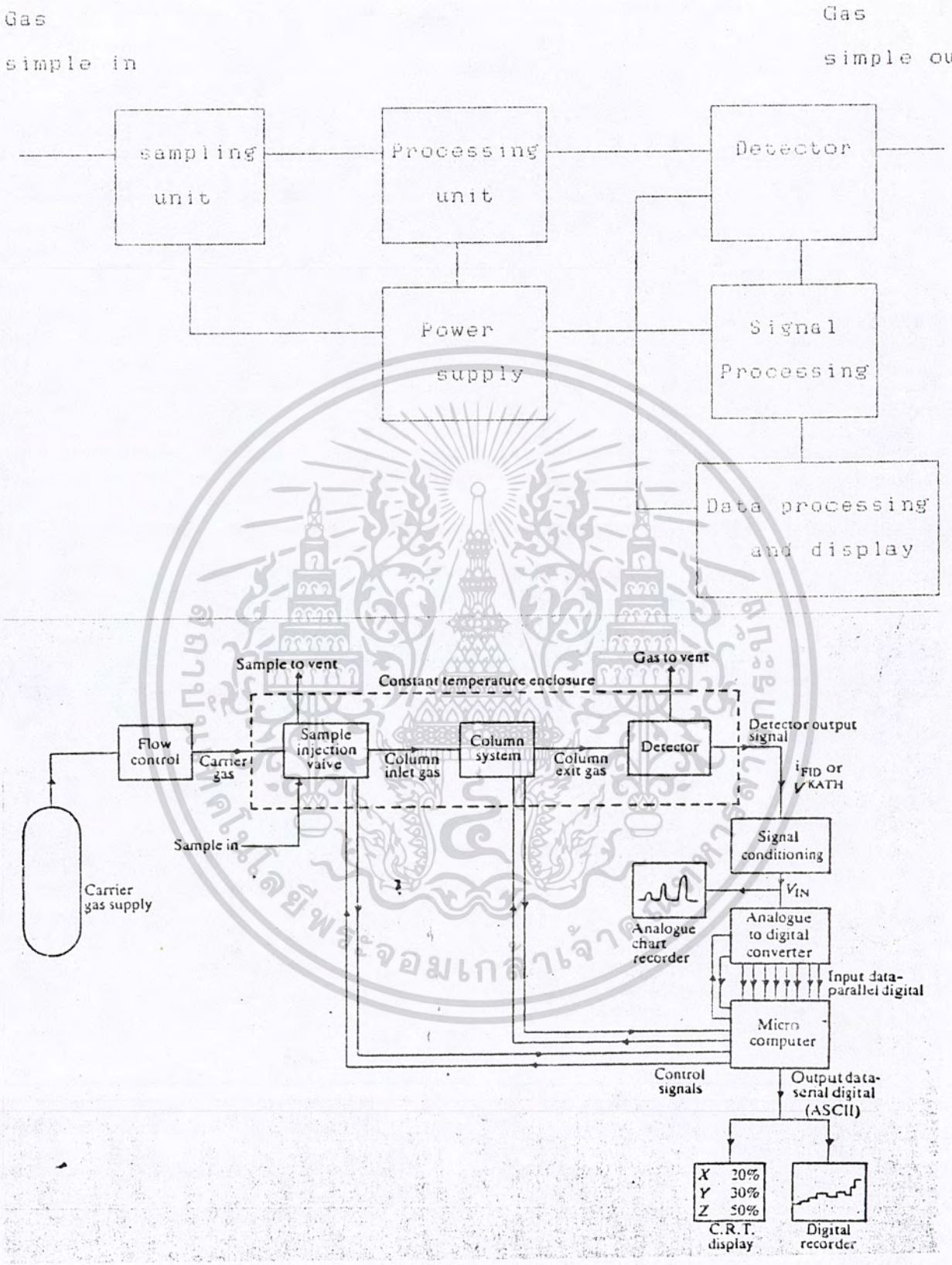
SELECT FUNCTION



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้


JP3
2764
27256
27512
6264
62256
JP5
1 2 3 4 5 6 7 8
6116
6264
62256
27256
I/O PORT
LCD CONNECTER
ETT.Co,Ltd.

บทที่ 5
โครงสร้างและการออกแบบเครื่องวิเคราะห์ก๊าซ



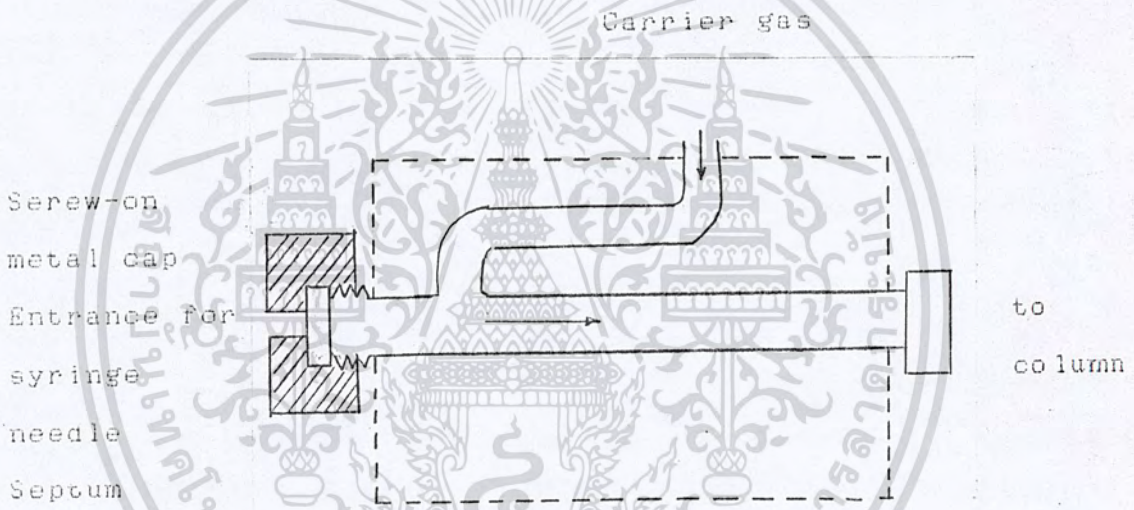
บล็อกไดอะแกรมแสดงขบวนการในการวิเคราะห์แกส

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ส่วนแรก Simple unit

ส่วนของ Simple unit เป็นส่วนที่ทำหน้าที่ลุ่มแกสตัวอย่างที่ต้องการนำมาวิเคราะห์ในการลุ่มสามารถลุ่มเป็นของเหลวหรือก๊าซก็ได้ ถ้าเป็นของเหลวสามารถที่จะลุ่มได้ง่ายกว่าก๊าซเพราะของเหลวสามารถที่จะมองเห็นได้ และขณะลุ่มก็ไม่มีการลุกลลาย ส่วนแกสไม่สามารถมองเห็นฉนั้นขั้นตอนการลุ่มจึงยุ่งยากกว่า ซึ่งจะได้อธิบายต่อไป การลุ่มถือเป็นส่วนสำคัญส่วนหนึ่ง การลุ่มแต่ละครั้งจะต้องได้ปริมาตรของของเหลวหรือแกสในจำนวนที่แน่นอนเพื่อให้ได้ผลที่ถูกต้อง

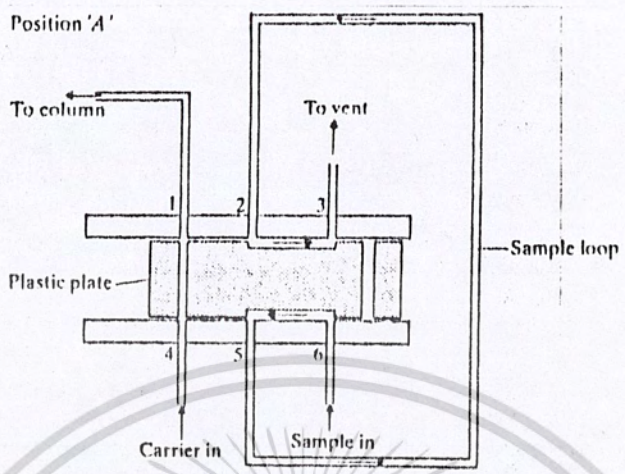
การสร้างและออกแบบ injection ที่การลุ่มเป็นแบบของเหลว



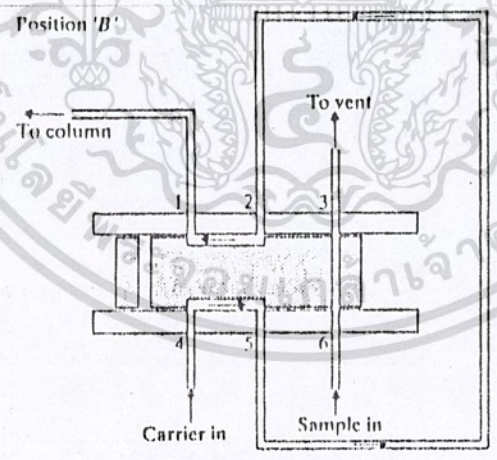
ภาพแสดงส่วนประกอบของส่วนที่ฉีดสารตัวอย่าง

การฉีดสารตัวอย่างเข้าสู่คอลัมน์ในการทำก๊าซโครมาโตกราฟีต้องใส่ให้ปริมาณน้อยที่สุดและรวดเร็วที่สุด สารตัวอย่างเป็นของเหลวจะต้องถูกเปลี่ยนเป็นก๊าซก่อนที่จะเข้าคอลัมน์ด้วยความร้อนตรงที่ฉีดสารตัวอย่าง ปริมาณของสารตัวอย่างที่ใช้ ถ้าเป็นของเหลวประมาณ 0.005 ถึง 0.05 ลบ.ซม ในการสร้างนั่นจะมีการควมคุมอุณหภูมิโดยมี Heated metal block ครอบตัว inject ไว้ ซึ่งภายใน metal block จะฝังเทอร์โมคับเบิลไว้เพื่อเป็นตัว senser อุณหภูมิ สารตัวอย่างเป็นของเหลวสามารถนำเข้าสู่คอลัมน์ได้โดยใช้เข็มฉีดยาซึ่งเป็นชนิดไมโคร ที่สามารถวัดขนาดได้ละเอียดถึง 0.005 ลบ.ซม

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูป ก.



รูป ข.

แสดงลักษณะโครงสร้างของ injection ที่เป็นแบบ Sliding plate value

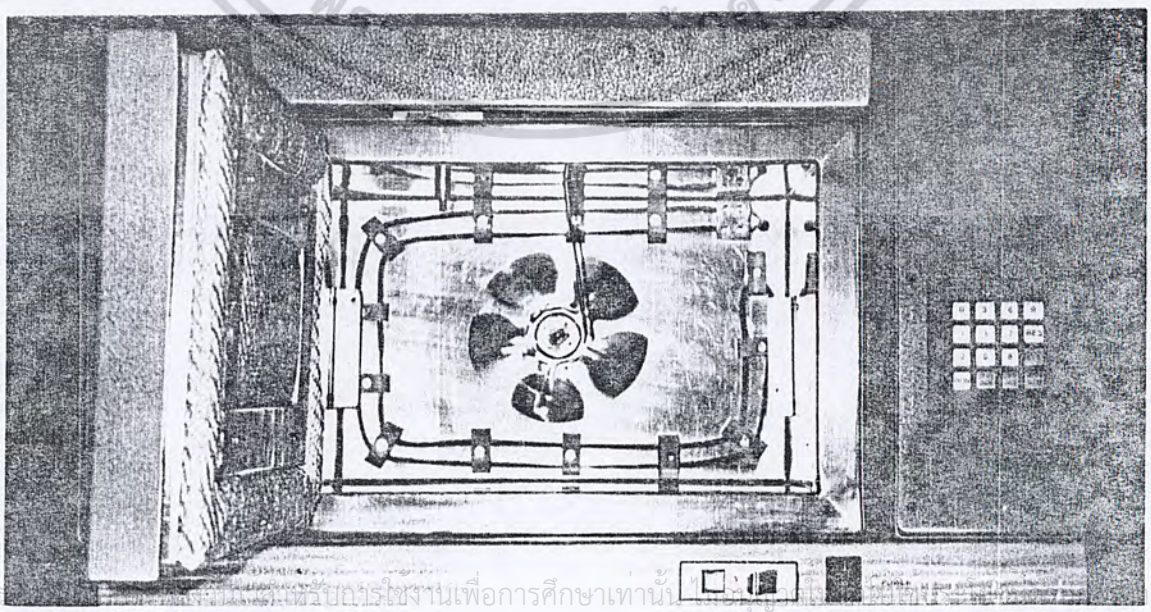
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ลักษณะการทำงานของ Sliding plate value จากรูป ก. ในสภาวะนี้แกสจะยังไม่ถูกลุ่มเข้าไปยัง colomn เพียงแต่แกสตัวอย่างผ่านเข้าไปอย่าง Sample loop แกสจะผ่านเข้าที่ช่วงหมายเลข6 ซึ่งเป็นช่วง Simple in สภาวะนี้แกสจะวนloopไปออกที่ช่วงหมายเลข3 ช่วงหมายเลข4เป็น carrier in Gas carrier จะผ่านออกหมายเลขหนึ่ง เมื่อนำ Gas carrier ผ่านไปยังcolomn จากการทำงานในสภาวะนี้ก็เป็นแค่เพียงการนำแกสที่เราต้องการลุ่มไปยัง Sample loop จากรูป ข. คือสภาวะของการลุ่มเมื่อ Sliding plate ถูกดึงก็จะเริ่มต้นการลุ่มที่ carrier in ช่วงหมายเลข4ซึ่ง Gas carrier จะเป็นตัวพาแกสที่ถูกลุ่มที่อยู่ใน loop ไปยัง colomn แกสที่ถูกลุ่มเข้ามาจะถูกพาออกไปช่วงหมายเลข1ในการสร้างและออกแบบSliding plate value นี้จะทำระบบให้ทำงานเหมือนลูกสูบมีแรงเสียดทานน้อยที่สุดเพื่อให้สามารถดึงลูกสูบได้ง่ายและตัวกระบอกสูบจะต้องเป็นโลหะที่มีผิวเรียบจะช่วยลดความผิดในขณะทำการสุบ

ส่วนของการควบคุม Temperature

อุณหภูมิเป็นตัวแปรหนึ่งที่สำคัญในการวัดและวิเคราะห์ ในขบวนการแยกก๊าซนั้นต้องอาศัยการควบคุมอุณหภูมิเพื่อให้สารตัวอย่างที่ลุ่มเข้ามามีการแตกตัว สารบางอย่างจะเกิดการแตกตัวได้ดีที่อุณหภูมิสูงๆการปรับระดับควบคุมอุณหภูมิจะช่วยให้การแยกสารทำได้ดีขึ้นการควบคุมอุณหภูมิจึงเป็นสิ่งจำเป็นมาก ซึ่งโครงสร้างนี้ได้มีการออกแบบตู้ควบคุมอุณหภูมิให้สามารถควบคุมอุณหภูมิอยู่ในย่าน 0-800 องศาเซ็นเซียส และได้ออกแบบให้อุณหภูมิมีการleak น้อยที่สุด โดยเฉพาะตู้ควบคุมอุณหภูมิตัวนี้ใช้ ไมโครคอลโทรลเลอร์ mcs51เป็นตัวควบคุมอุณหภูมิโดยรับค่า setpoint จากคีย์บอร์ดแสดงผลที่ Display ควบคุมอุณหภูมิให้ได้ตาม set point

ลักษณะและโครงสร้างของตู้ควบคุมอุณหภูมิ



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ส่วนของการแสดงผล

การทำงานในส่วนนี้ประกอบด้วย

1. ส่วนของการ์ด interface
2. ส่วนของ software เขียนด้วยภาษา c

ส่วนของการ์ด interface

มีหลักการทำงานดังนี้ ในส่วนนี้ประกอบด้วยอุปกรณ์ที่สำคัญ I/O port ซึ่งใช้ IC 8255 เป็น I/O port และอีกส่วนคือการแปลงสัญญาน analog เป็นสัญญาน digital โดยการนำค่าสัญญานที่ได้จากหัว detector ซึ่งเป็นสัญญาน analog สัญญานที่ได้จากหัว detector จะเป็นสัญญานเล็กๆเพื่อให้ได้สัญญานที่เหมาะสม ก่อนที่จะป้อนเข้าเครื่องคอมพิวเตอร์ จะต้องมีการขยายสัญญานผ่านวงจร instrument amp ให้ได้สัญญาน o/p อยู่ในย่าน 0-5 v เพื่อป้อนเข้า A/D ในการ์ด interface อันนี้ ใช้ A/D เบอร์ 0820 ขนาด 8 บิต input ที่เป็นสัญญาน analog 0-5 volt ค่าดิจิตอล 8 บิต มีค่า 0-255 มี conversion time 1.5 us ส่วนของไอซี 8255 เป็น I/O port สามารถเชื่อมต่อกับอุปกรณ์ภายนอกอื่นๆ พอร์ต I/O จะมี 3 พอร์ต คือพอร์ต A,B และ C ซึ่งสามารถกำหนดให้ port ไหนเป็น input หรือ output ก็ได้สามารถกำหนดได้โดยการโปรแกรม control word ให้กับ 8255 ในส่วนนี้ทำไว้เพื่อให้สามารถขยายการใช้งานได้ในภายหลัง การ์ด interface อันนี้ ได้ออกแบบให้ถอดรหัสพอร์ทที่ติดต่อกับ A/D คือพอร์ท 304H ส่วน 8255 มีพอร์ทแอดเดรสอยู่ที่ 300H,301H,302H,303H การ Decode แอดเดรสใช้ ไอซี #74s138 ลักษณะการต่อได้มีการแนะนำไว้ในบทที่ 4 และรูปวงจรแสดงไว้ในหน้าที่ 95

ส่วนของ Soft ware เขียนด้วยภาษาซี

ในการแสดงผลการ plost กราฟนั้น ใช้ภาษาซีเขียนเป็นกราฟฟิกตารางกราฟขึ้นจอคอมพิวเตอร์ การทำงานของโปรแกรมสามารถเลือกเมนูซึ่งมีค่า Set time ไว้ที่เวลาต่างๆกัน เพื่อสามารถเลือกใช้ค่าเวลาที่เหมาะสมกับการวัดและวิเคราะห์ เพราะก๊าซที่ลุ่มเข้ามามีการตอบสนองช้าเร็วต่างกันซึ่งโปรแกรมสามารถตั้งค่า Set time ได้4ค่า คือ 3,6,9,12 นาที เพื่อความเหมาะสมกับการตอบสนองของก๊าซแต่ละชนิด

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

RECORDER

PLOTS GRAPH

SETTIME 12 MIN

F1-PROCESS F2-SETTIME F3-START F5-PRINTER F6-SAVE F7-LOAD ESD-DOS

RECORDER

PLOTS GRAPH

SETTING SECTION

F1-PROCESS F2-SETTING F3-START F5-PRINTER F6-SAVE F7-LOAD ESC-DOS

RECORDER

PLOTS GRAPH

SETTING & MIN

F1-PROCESS F2-SETTING F3-START F5-PRINTER F6-SAVE F7-LOAD ESC-DOS

RECORDER

PLOTS GRAPH

SETTIME 3 MIN

F1-PROCESS F2-SETTIME F3-START F5-PRINTER F6-SAVE F7-LOAD ESC-DOS

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

บทสรุป

โครงงานเครื่องวิเคราะห์ก๊าซเป็นโครงงานวิจัยและพัฒนาต่อเนื่อง จะสรุปผลงานที่ได้ทำแล้ว คือส่วนแรกเป็นการควบคุมอุณหภูมิในเตาอบ (oven) ควบคุมอุณหภูมิในย่าน 0-300 องศาเซลเซียส แบ่งการควบคุมออกเป็น 2 จุดในเตาอบ(oven) และส่วนของ inject โดยใช้ไมโครคอนโทรลเลอร์ mcs 51 เป็นตัวควบคุมรับค่า setpoint จากคีย์บอร์ด แสดงผลค่า setpoint ที่ display ควบคุมในลักษณะ on-offเพื่อไปควบคุมการ on-off heater ให้ได้อุณหภูมิที่จุด setpoint ส่วนที่สองเป็นส่วนบันทึกผลข้อมูล โดยใช้คอมพิวเตอร์เป็นส่วนแสดงผลมีการแสดงกราฟออกที่จอภาพของคอมพิวเตอร์ โดยใช้การ์ด interface ที่รับสัญญาณข้อมูล analog แปลงไปเป็นสัญญาน digital นำค่าข้อมูลที่ได้ไปแสดงผลที่จอคอมพิวเตอร์โดยแสดงผลความสัมพันธ์ระหว่างค่าของเวลากับค่าของ amplitude ผลของข้อมูลกราฟที่แสดงผลออกที่จอของคอมพิวเตอร์สามารถ save ได้ลงในแผ่นdisk และสามารถไปแสดงผลออกที่ printerได้ ส่วนที่สามคือส่วนของตัวตู้ได้ออกแบบเผื่อให้สามารถนำอุปกรณ์อื่นมาต่อร่วมได้ละดวกในภายหลังในเตาอบได้ติดตั้ง heater ขนาด1000 w และมีเทอร์โมคัปเปิลต่อไว้เรียบร้อยในบริเวณของเตาอบมีการป้องกันการ leak ของอุณหภูมิไว้อย่างดี ในส่วนของ inject ได้ออกแบบติดตั้งบนตัวตู้ไว้เรียบร้อยแล้วพร้อมกับheater 70 w เพื่อใช้เป็นตัวควบคุมอุณหภูมิในส่วนของ inject พร้อมกับมีเทอร์โมคัปเปิลติดตั้งไว้ด้วย จากผลงานที่ทำไปแล้วจะเป็นแนวทางที่จะให้รุ่นต่อไปสานต่อได้ง่ายยิ่งขึ้น โครงงานนี้จะสมบูรณ์ได้จะต้องมีอุปกรณ์ต่อร่วมอีก แต่ในขณะนี้สามารถทำได้บางส่วนเท่านั้น ตามงบที่มีอยู่โครงงานนี้อุปกรณ์ต่างๆราคาค่อนข้างแพงและหาอุปกรณ์ยาก จึงสามารถทำได้ขอบเขตเพียงแค่นี้ ในส่วนที่เหลืออยู่ยังขาดอุปกรณ์ที่ต่อร่วมอยู่เป็นบางส่วน คือส่วนของ detector,column ซึ่งเป็นส่วนสำคัญในการวัดและการวิเคราะห์จึงสามารถนำมาติดตั้งได้ในภายหลัง

ปัญหาที่เกิดขึ้น

เนื่องจากโครงนี้เป็นโครงงานที่เกี่ยวกับการวิเคราะห์ก๊าซ ซึ่งมีส่วนของขบวนการทางเคมีเข้ามาเกี่ยวข้องด้วย การหาอุปกรณ์จำเป็นบางอย่างที่ใช้กับโครงงานนี้การจัดหาซื้ออุปกรณ์เหล่านี้ในบ้านเราหาได้ลำบากและราคาค่อนข้างแพง อุปกรณ์ต่อร่วมบางอย่างเป็นงานที่ละเอียดจำเป็นที่จะต้องสั่งทำเอง จึงทำให้งานดำเนินไปอย่างล่าช้าบ้าง โครงงานนี้จะต้องมีการพัฒนาต่อไปเพื่อให้สมบูรณ์ยิ่งขึ้น ถ้าเกิดโครงงานนี้ประสบผลสำเร็จก็จะเกิดประโยชน์อย่างมาก ผู้ทำโครงงานได้พยายามสร้างโครงร่างพื้นฐานให้ได้มากที่สุด เพื่อที่จะได้มองเห็นรูปร่างและเป็นแนวทางให้รุ่นต่อไป

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

สามารถพัฒนาต่อได้ ทั้งนี้เนื่องจากโครงงานนี้เป็นโครงงานใหม่และมีขอบเขตที่กว้าง คงจะเสร็จสมบูรณ์ไม่ได้ในปีเดียว เพราะต้องค้นหาข้อมูลและวางแผนเพื่อให้สามารถดำเนินการตัดสินใจในการสร้างบ้างครั้งก็มีปัญหาเรื่องการสั่งทำอุปกรณ์แต่ก็สามารถดำเนินการผ่านมาได้ คิดว่าโครงนี้จะสำเร็จลงได้ถ้าได้รับการสนับสนุนจากอาจารย์ต่อไป เพราะว่ามีข้อมูลเพียงพอที่จะดำเนินการต่อไปได้และตอนนี้พอจะเห็นเป็นโครงสร้างพื้นฐานแล้ว

ส่วนที่แนะนำให้พัฒนาต่อไป

ส่วนที่จะต้องทำและพัฒนาต่อไป คือส่วนของการแยกองค์ประกอบของแก๊สซึ่งจะต้องเลือกชนิดของ column และ detector เพื่อให้เหมาะสมกับแก๊สที่จะนำมาวิเคราะห์ ซึ่งข้อมูลเหล่านี้ได้มีอยู่ในส่วนของทฤษฎีแล้ว ก็พร้อมที่จะติดตั้งกับตัวตู้ได้ทันทีซึ่งได้ออกแบบให้สามารถติดตั้งกับ colume และหัว detector ที่มีใช้อยู่ในปัจจุบัน โดยมีการดัดแปลงเพียงเล็กน้อย ในส่วนของการติดตั้งหัว detector ก็เพียงแต่เจาะรูบนกล่องให้ให้สามารถติดตั้งได้ตำแหน่งที่เหมาะสม ที่สำคัญอีกส่วนหนึ่งคือก๊าซตัวพาซึ่งเป็นก๊าซเฉื่อย จะต้องเลือกให้เหมาะสมกับชนิดของหัว detector ด้วย นอกจากนี้จะต้องมีการควบคุม flow ให้มีอัตราไหลที่คงที่ได้มีคำแนะในทฤษฎีแล้ว ส่วนของ software ก็สามารถพัฒนาให้มีความคล่องตัวในการขยายขอบเขตความสามารถให้ดีขึ้นอีก

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ภาคผนวก

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

กิตติกรรมประกาศ

โครงงาน และปริญญานิพนธ์นี้มีอาจที่จะสาเร็จลงได้ตามวัตถุประสงค์ ถ้าขาดความร่วมมือและคาแนะนาต่าง ๆ ดังนั้นในนามของผู้จัดทาจึงต้องขอขอบคุณแก่ผู้ให้ความร่วมมือทุกฝ่าย อาทิ อาจารย์ เพื่อน ๆ ทุกคนที่ได้ช่วยในการาให้ข้อคิดเห็น ตลอดผู้ร่วมงานในกลุ่มทุกคนที่ได้ช่วยกันแก้ปัญหา และสุดท้ายคือ อาจารย์ วิทยา ทิพย์สุวรรณพร ที่ได้ให้ความช่วยเหลือทุกด้านในการทาวิจัยครั้งนี้อย่างมาก ตลอดจนจัดสรรหาเครื่องมือในการทดลอง และหวังว่าความดีที่ได้จากปริญญานิพนธ์นี้ ขอมอบกลับสู่ผู้ที่ให้ความร่วมมือ และกาลังใจทุกท่าน

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

REFERENCE

[1] ชูติมา แลิศชวนะกุล เคมีวิเคราะห์ 2 มหาวิทยาลัยรามคำแหง พ.ศ. 2526

[2] รศ. ธวัชชัย ศรีวิบูลย์ เคมิวิเคราะห์ 2 คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยรามคำแหง พ.ศ. 2529

[3] เพ็ญศรี ทองนพเนื้อ เคมีวิเคราะห์เชิงไฟฟ้า ภาควิชาเภสัชเคมี คณะเภสัชศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย 2525

[4] ชูชัย ชนสารตั้งเจริญ การใช้งาน Z80 ฟิสิกส์เซ็นเตอร์ ศูนย์ภาษาคอมพิวเตอร์

[5] ทินกร ตุ๊ก และ ธานินทร์ ถาวรศาสนวงศ์ การอินเทอร์เฟส IBM/PC ฟิสิกส์เซ็นเตอร์

[6] Ewing G.W., Instrumental Methods of Chemical Analysis, 3 ed., McGraw-Hill Book Company, New York, 1969

[7] Hamilton, L.E. and S.G. Sinpson, Quantitative Chemical Analysis, 12 ed., Macmillan; New York 1964

[8] Laitinen, H.A. and Walter E. Harris, Chemical Analysis, 2 ed., McGraw-Hill, Inc., 1975

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้