

ชื่อวิทยานิพนธ์	การวิเคราะห์อะซีทัลดีไฮด์ปริมาณน้อยที่ตกค้างในขวดโพลีเอทิลีนเทอ เรพทาเลต (PET) โดยเทคนิคแก๊สโครมาโทกราฟี
ผู้เขียน	นางสาวอารีย์ ชูคำ
สาขาวิชา	เคมีวิเคราะห์
ปีการศึกษา	2547

บทคัดย่อ

พัฒนาวิธีวิเคราะห์อะซีทัลดีไฮด์ปริมาณน้อยที่ตกค้างในขวดโพลีเอทิลีนเทอเรพทาเลต (PET) โดยเทคนิคแก๊สโครมาโทกราฟีร่วมกับตัวตรวจวัดชนิดเฟลมไอออนในเซชันและเทคนิคแอร์สเปต โดยปรับเปลี่ยนหัวฉีดของเครื่องแก๊สโครมาโทกราฟีให้เป็นระบบวาล์วสำหรับวิเคราะห์แก๊สทำให้ความสามารถในการทวนซ้ำ ความแม่นยำดี และง่ายต่อการฉีด การเตรียมแก๊สมาตรฐานของอะซีทัลดีไฮด์ ใช้เทคนิคแอร์สเปตในบัลล์สำหรับเก็บแก๊สปริมาตร 500 มิลลิลิตร เวลาในการเข้าสู่สมดุล 2 นาที วิเคราะห์โดยใช้คอลัมน์แคปิลารี ชนิด ดีบี-วัน ความยาว 15 เมตร เส้นผ่านศูนย์กลางภายใน 530 ไมโครเมตร ความหนาของฟิล์ม 3.00 ไมโครเมตร สภาวะที่เหมาะสมของเครื่องแก๊สโครมาโทกราฟีสำหรับวิเคราะห์อะซีทัลดีไฮด์ ได้แก่ อัตราไหลของแก๊สพา 8.0 มิลลิลิตรต่อนาที อุณหภูมิของคอลัมน์เป็นระบบอุณหภูมิเดียวที่ 130 องศาเซลเซียส อุณหภูมิของตัวตรวจวัด 270 องศาเซลเซียส อุณหภูมิหัวฉีดหรือวาล์ว 140 องศาเซลเซียส อัตราไหลของเชื้อเพลิง 30 มิลลิลิตรต่อนาที อัตราไหลของแก๊สออกซิเจนที่ 300 มิลลิลิตรต่อนาที อัตราไหลของแก๊สคาร์บอน 20 มิลลิลิตรต่อนาที และ เวลาที่ใช้ในการให้ความร้อนหัวฉีด 0.3 นาที วิธีวิเคราะห์ดังกล่าวใช้เวลาในการวิเคราะห์เพียง 1.5 นาที และมีค่าขีดจำกัดการตรวจวัดต่ำถึง 0.3 นาโนกรัมต่อมิลลิลิตร มีช่วงความเป็นเส้นตรงกว้าง ระหว่าง 0.3 นาโนกรัมต่อมิลลิลิตร ถึง 6.6 ไมโครกรัมต่อมิลลิลิตร โดยมีค่าสัมประสิทธิ์ความเป็นเส้นตรงมากกว่า 0.99

เพื่อลดเวลาในการเตรียมตัวอย่างจากวิธีที่ใช้ทั่วไปจาก 24 ชั่วโมงให้เหลือเพียง 1 ชั่วโมง โดยใช้กล่องความร้อนที่สร้างขึ้นเองภายในห้องปฏิบัติการอุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียส วิธีที่พัฒนาขึ้นมี ข้อได้เปรียบคือ รวดเร็ว ง่าย ไม่ต้องใช้ตัวทำละลาย มีขีดจำกัดการตรวจวัดต่ำ สามารถประยุกต์ใช้ในอุตสาหกรรม และสามารถวิเคราะห์ขวดได้ทุกขนาด

นอกจากนี้ได้พัฒนาเทคนิคเพอร์เจนซ์แอตแทปเพื่อลดความยุ่งยากและค่าใช้จ่ายในการเก็บและขนส่งตัวอย่าง โดยอะซีทัลดีไฮด์ที่ไม่เกรดจากขวดจะถูกขับโดยใช้ไนโตรเจนที่อัตราไหล 70 มิลลิลิตรต่อนาที เป็นเวลา 15 นาที ผ่านท่อที่มีตัวดูดซับชนิดพอร่าแพค ทิว ขนาด 80/100 บรรจุอยู่

อะซีตัลดีไฮด์ถูกคายจากตัวดูดซับโดยให้ความร้อนที่ 215 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 0.6 นาที โดยมี ไนโตรเจนผ่านด้วยอัตราไหล 70 มิลลิลิตรต่อนาที

วิเคราะห์ตัวอย่างขวดที่ขึ้นรูปใหม่ยังไม่บรรจุเครื่องดื่ม 3 ชนิดจากบริษัท หาดทิพย์ จำกัด มหาชน ได้แก่ แพนด้า สไปร์ท โกลด์ ขนาด 1.25 และ 2 ลิตร พบช่วงความเข้มข้นของอะซีตัลดีไฮด์ ที่ตกค้างในขวด PET ระหว่าง 0.4 และ 1.1 นาโนกรัมต่อมิลลิลิตร โดยมีค่าเบี่ยงเบนมาตรฐาน สัมพัทธ์ต่ำกว่า 10% ความเข้มข้นดังกล่าวต่ำกว่าข้อกำหนดของ EU SCF ซึ่ง กำหนดที่ 0.6 มิลลิกรัม ต่อน้ำหนักขวด 1 กิโลกรัม และต่ำกว่าข้อกำหนดของบริษัท โคคา-โคลา ซึ่งกำหนดที่ 5 ไมโครกรัมต่อลิตร ใช้วิธีทางสถิติในการเปรียบเทียบวิธีวิเคราะห์ พบว่า วิธีแอร์สเปสที่พัฒนาขึ้นไม่ มีความแตกต่างอย่างมีนัยสำคัญกับวิธีที่นิยมใช้ ($P < 0.01$) เช่นเดียวกับวิธีเพอร์จแอนด์แทรปที่ ไม่มีความแตกต่างกับวิธีที่พัฒนาขึ้น ($P < 0.01$)

Thesis Title	Quantitative Analysis of Trace Acetaldehyde Residue in Polyethylene Terephthalate (PET) Bottle by Gas Chromatography
Author	Miss Aree Choodum
Major Program	Analytical Chemistry
Academic Year	2004

Abstract

A method for acetaldehyde analysis was developed using a gas-liquid chromatographic coupled with airspace technique. The injector of a gas chromatograph was modified to be used as a gas sampling valve system resulted in good reproducibility, precision, and simple injection. Acetaldehyde standard gas was prepared by airspace technique in a 500 mL gas sampling bulb and was analyzed with a DB-1 capillary column, 15.0 m \times 530 μ m ID. \times 3.00 μ m film thickness and flame ionization detector (FID). The optimum conditions for the GC technique were, carrier gas flow rate 8.0 mL min⁻¹, column temperature 130 °C (isothermal), detector temperature 270 °C, valve temperature 140 °C, fuel gas flow rate 30 mL min⁻¹, oxidant gas flow rate 300 mL min⁻¹, make up gas flow rate 20 mL min⁻¹ and valve heating time 0.3 min. For the airspace technique, the equilibration time was 2 min. These optimum conditions provided a short analysis time (1.5 min), low detection limit (0.3 ng mL⁻¹) and wide linear dynamic range (0.3 ng mL⁻¹ to 6.6 μ g mL⁻¹) with a linear regression coefficient of more than 0.99.

To reduce the sample preparation time of the conventional method for acetaldehyde analysis, a lab- built heating box was used. The proposed method, can reduce the time from 24 hours to one hour at an incubation temperature of 60 °C. The advantages of this technique were rapid, simple, no solvent needed, low detection limit, can be used in industrial application, and all bottle sizes can be analyzed. To both reduce complication of sample transportation and preconcentration another sample preparation was also developed to be used in a purge and trap technique. Acetaldehyde that was migrated from PET bottle was purge with N₂ at a flow rate of 70 mL min⁻¹ for 15 min through the absorbent (Porapak Q 80/ 100 mesh) in the

absorbent tube. The trapped acetaldehyde on the adsorbent was then desorbed at 215 °C for 0.6 min with a desorption flow rate of 70 mL min⁻¹.

Three types of PET bottles from Haad Thip Co. Ltd., (the Coca-Cola bottled company in the South of Thailand), Fanta, Sprite and Coke, 1.25 and 2 L were analyzed. The amount of acetaldehyde residue in PET bottle was in the range of 0.4 to 1.1 ng mL⁻¹ with the relative standard deviation (%RSD) lower than 10%. This was less than the EU SCF limitation 0.6 mg kg⁻¹ (bottle weight) that equivalent to 3.51×10^8 .ng mL⁻¹ and Coca-Cola specification 5 µg L⁻¹ (5 ng mL⁻¹). When comparing the results, there were not significantly differences between conventional and proposed methods ($P < 0.01$) as well as between the proposed method and purge and trap technique ($P < 0.01$).