



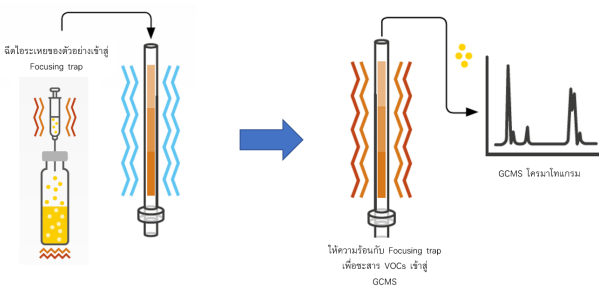
การวิเคราะห์สารอินทรีย์ระเหยง่ายในตัวอย่างอาหารและเครื่องดื่ม

ผู้จัดทำ: รติมาศ บุญล้อม

บทนำ

อุตสาหกรรมอาหารและเครื่องดื่ม “กลิ่น” เป็นเรื่องสำคัญ ทั้งในขั้นตอนการผลิตและการเก็บรักษาเพื่อรอจำหน่าย กลิ่นที่มนุษย์สามารถรับรู้ได้นั้นโดยมากเป็นสารอินทรีย์ระเหยง่าย (Volatile Organic Compounds, VOCs) ซึ่งสามารถรับรู้ได้แม้มีปริมาณเพียงเล็กน้อย การใช้เครื่องแก๊สโครมาโตกราฟี-แมสสเปกโตรมิเตอร์ (GC-MS) เพื่อตรวจวิเคราะห์จึงจำเป็นต้องใช้เทคนิคการเตรียมตัวอย่างที่เหมาะสมเพื่อให้สามารถวิเคราะห์สาร VOCs ได้ครอบคลุม และให้ผลลัพธ์ที่ใกล้เคียงกับการรับรู้ของมนุษย์ให้มากที่สุด

วิธีการเตรียมตัวอย่างด้วยเทคนิค Headspace ร่วมกับ การวิเคราะห์ด้วยเทคนิค GC เป็นวิธีที่ได้รับความนิยมอย่างแพร่หลายเนื่องจากมีขั้นตอนการเตรียมตัวอย่างน้อย ไม่ต้องใช้ตัวทำละลาย แต่เทคนิคนี้มีข้อจำกัดเนื่องจากไม่สามารถฉีดตัวอย่างได้ในปริมาตรสูง ทำให้ไม่สามารถวิเคราะห์สาร VOCs ที่มีความเข้มข้นน้อยๆ ได้ ปัจจุบันได้มีการพัฒนาวิธีการเตรียมตัวอย่างแบบเฮดสเปซร่วมกับ การเพิ่มความเข้มข้นของสารก่อนฉีดเข้าสู่เครื่อง GC-MS เรียกเทคนิคนี้ว่า **Headspace-trap**



รูปที่ 1 แสดงการทำงานของเทคนิค Headspace-trap

ขั้นตอนการทำงานของเทคนิค Headspace-trap เริ่มจากอุ่นตัวอย่างในภาชนะปิด จากนั้นจุดไอระเหยของสารตัวอย่างเข้าสู่ Focusing trap เพื่อจับสาร VOCs ไว้ โดยสามารถจุดไอระเหยจากตัวอย่างซ้ำได้หลายครั้ง หรือจากหลายขวดตัวอย่าง จากนั้นจึง

ให้ความร้อนกับ Focusing trap เพื่อปล่อยสาร VOCs สู่อุปกรณ์ GC-MS เพื่อวิเคราะห์ซึ่งจะทำให้ได้ขนาดสัญญาณสูงกว่าเมื่อเทียบกับเทคนิค Headspace เดิม

เตรียมตัวอย่าง

ปิเปตตัวอย่างน้ำส้ม 8 มิลลิลิตร ใส่ขวดขนาด 20 มิลลิลิตร จากนั้นเติมโซเดียมคลอไรด์ 1.6 กรัม ปิดฝาขวดให้แน่น

Extraction and Enrichment Conditions:

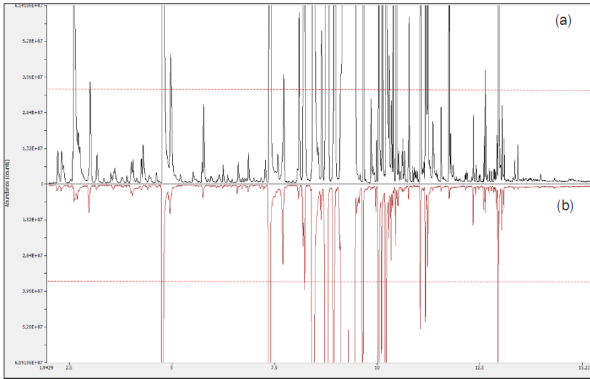
Instrument:	Centri (Markes International)
Headspace-trap:	Incubation: 60°C for 30 min, with agitation at 300rpm
Sample volume:	5 mL and 3 x 5 mL
Focusing trap:	'Material Emissions'
Trap purge:	50 mL/min (2 minutes)
Trap desorption:	30°C to 300°C (3 min, 100°C/sec)
Outlet split:	18 mL/min
Flow path:	150°C

GC Conditions:

Column:	Column: MEGA®-5 HT, 30 m x 0.25 mm x 0.25µm
Column flow:	Helium constant flow 2.5 mL/min
Inlet:	190°C
Oven program:	35°C (3 min), 10°C/min to 100°C, 30°C/min to 220°C (15 min)
MS conditions:	
MS transfer line:	280°C
MS source:	250°C
Mass range :	35–300 m/z

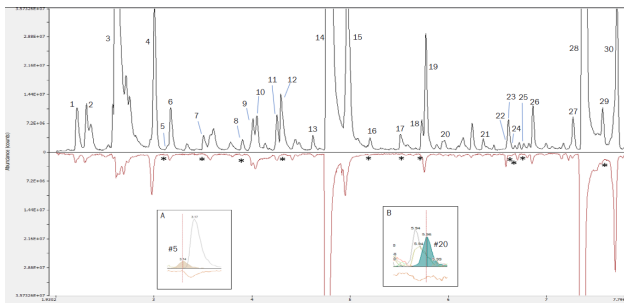
ผลการวิเคราะห์

จากโครมาโตแกรมเปรียบเทียบระหว่างการฉีดตัวอย่าง 5 มิลลิลิตร และ 15 มิลลิลิตรผ่าน Headspace-trap พบว่าสาร VOCs บางชนิดมีขนาดสัญญาณสูงขึ้นและสามารถวิเคราะห์สาร VOCs ได้มากขึ้นเมื่อฉีดด้วยปริมาตรตัวอย่างที่สูงขึ้น แสดงให้เห็นถึงประสิทธิภาพของเทคนิค Headspace-trap ในการเพิ่มความเข้มข้นของตัวอย่างก่อนการฉีดเข้าสู่ GC-MS



รูปที่ 2 โครมาโตแกรมของการฉีดตัวอย่าง 15 มิลลิลิตร (a) และ 5 มิลลิลิตร (b)

เมื่อนำผลการวิเคราะห์ที่ได้ไปเทียบกับฐานข้อมูล NIST ก็จะสามารถค้นหาแหล่งที่มาหรือใช้ในการควบคุมคุณภาพสินค้าได้ ดังแสดงในรูปที่ 3



รูปที่ 3 โครมาโตแกรมเปรียบเทียบ (ภาพขยาย) ระหว่างการฉีดตัวอย่าง 15 มิลลิลิตร (สีดำ) และ 5 มิลลิลิตร (สีแดง)

เมื่อฉีดตัวอย่างมากถึง 15 มิลลิลิตรที่สามารถทำได้เฉพาะ Headspace-trap พบจำนวนสัญญาณของสารขึ้นมากกว่าอย่างมีนัยยะ ดังนั้นเทคนิคนี้จึงสามารถนำมาใช้ในการวิเคราะห์สาร VOCs ในอาหารและเครื่องดื่มโดยครอบคลุมการวิเคราะห์สาร VOCs ที่มีความเข้มข้นน้อยๆ ได้อย่างมีประสิทธิภาพ

Compound	RT	Odor sensory description
Phenol	3.14	Medicinal
3-Methyl butanol	3.5	Fusel, oil, alcoholic, whiskey, fruity, banana
Ethyl 2-methylpropanoate	3.9	Sweet, ethereal, fruity, alcoholic, fusel, rummy
3-Methyl-2-buten-1-ol	4.29	Fruity, green, lavender
3-Methyl-2-butenyl hexanoate	5.2	Fruity, green, cheesy
Furfural	5.51	Sweet, woody, almond, fragrant, baked bread
Ethyl methacrylate	5.73	Acrylate
2-Heptanone	6.61	Fruity, spicy, sweet, herbal, coconut, woody
Propyl butanoate	6.77	Fruity, sweet, apricot, pineapple, rancid, sweaty

ตารางที่ 1 สารที่ตรวจพบในการฉีดตัวอย่าง 15 มิลลิลิตร

นอกจากการเพิ่มความเข้มข้นของสาร VOCs ก่อนการฉีดเข้าสู่ GC-MS แล้ว Headspace-Trap ยังสามารถกักน้ำที่ปะปนมากับการเตรียมตัวอย่างและเป็นตัวรบกวนสำคัญของระบบ GC-MS ได้อีกด้วย ทำให้ระบบของ GC-MS สามารถทำงานได้เต็มประสิทธิภาพและช่วยยืดอายุการใช้งานคอลัมน์

Centri® (Markes International) เครื่องเตรียมตัวอย่างสำหรับการวิเคราะห์สาร VOCs ในตัวอย่างของแข็งของเหลว และแก๊ส โดยสามารถรองรับการเตรียมตัวอย่างด้วยเทคนิคต่างๆ ดังนี้

1. HiSorb™ high-capacity sorptive extraction
2. SPME and SPME-trap
3. Headspace and Headspace-trap
4. Thermal desorption



ติดตามแอปพลิเคชันอื่น ๆ ได้ที่ <https://www.scispec.co.th>



บริษัท ชายนี สเปค จำกัด
10 กาญจนภิเษก ซอย 0010 แยกสอง
เขตบางแค กทม. 10160
โทร 02-454-8533



/scispec



@scispec

ThermoFisher
SCIENTIFIC