



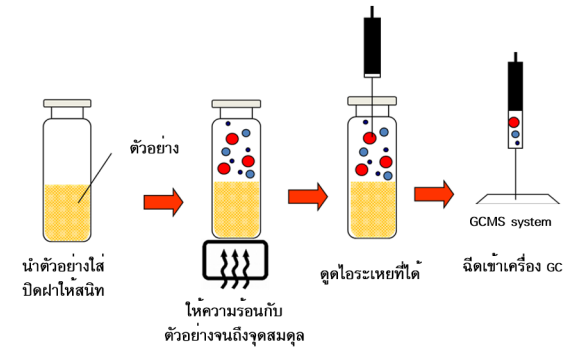
# การวิเคราะห์เชิงคุณภาพและเชิงปริมาณของตัวทำละลายตกค้างในบรรจุภัณฑ์อาหารโดยใช้เทคนิคเฮดสเปซร่วมกับ GC-FID/MS

ผู้จัดทำ : วรรณิกา พานนนท์

## บทนำ

วัสดุบรรจุภัณฑ์มีความสำคัญต่อการรักษาความสมบูรณ์ของอาหาร และเพื่อให้มั่นใจในการจัดการการขนส่ง และการเก็บรักษาอย่างปลอดภัย วัสดุบรรจุภัณฑ์อาหารทั่วไปคือฟิล์มบางที่มีพอลิเมอร์หรือสารเคลือบที่ทำจากกระดาษซึ่งมักเคลือบชั้น หรือพิมพ์ที่ด้านนอกด้วยหมึก สีย้อม และสีที่มีจุดประสงค์เพื่อดึงดูดความสนใจและความสะดวกสบายของผู้บริโภค ส่วนประกอบทางเคมีของบรรจุภัณฑ์อาหารดังกล่าว โดยเฉพาะจากโพลีเอสเตอร์ สีย้อม และหมึกพิมพ์ สามารถเข้าสู่ผลิตภัณฑ์อาหารได้ ทำให้เสี่ยงต่อสุขภาพของผู้บริโภค ด้วยเหตุนี้จึงมีการกำหนดมาตรการกำกับดูแลเพื่อให้แน่ใจว่าวัสดุที่บรรจุอาหาร ไม่ถ่ายเทส่วนประกอบใดไปยังอาหาร ในปริมาณที่อาจส่งผลกระทบต่อสุขภาพร่างกายของมนุษย์ โดยในสหรัฐอเมริกา มีขีดจำกัดการถ่ายโอนของตัวทำละลายที่ไม่สามารถระเหยได้และวัตถุเจือปนอาหารอยู่ที่ไม่เกิน 50 mg/mL และนอกจากนี้ การหาปริมาณตัวทำละลายตกค้างในบรรจุภัณฑ์อาหารยังถูกกำหนดและควบคุมตามมาตรฐาน EN13628-1:2002

เทคนิคเฮดสเปซซึ่งเป็นเทคนิคที่ง่าย และรวดเร็วในการสกัดสารระเหยและสารกึ่งระเหยจากตัวอย่าง โดยเฉพาะการสกัดอย่างต่อเนื่อง Multiple Headspace Extraction (MHE) สามารถใช้สำหรับการวิเคราะห์เชิงปริมาณของสารระเหย โดยมีขั้นตอนการให้ความร้อนกับตัวอย่าง เพื่อให้สารที่สนใจระเหยและนำไอระเหยนั้นไปวิเคราะห์ด้วยเครื่องแก๊สโครมาโตกราฟี ในการวิเคราะห์ครั้งนี้ ได้ใช้เครื่องเตรียมตัวอย่างอัตโนมัติเฮดสเปซร่วมกับเครื่องแก๊สโครมาโตกราฟี ใช้ตัวตรวจวัดสองชนิดได้แก่ Flame ionization detector (FID) และ แมสสเปคโตรมิเตอร์ ในการยืนยันเอกลักษณ์ของสาร โดยการทดลองยังมุ่งเน้นไปที่การประเมินตามมาตรฐาน EN.13628:1:2002 เพื่อแสดงความแม่นยำตลอดจนประสิทธิภาพ ในการวิเคราะห์เชิงปริมาณของตัวทำละลายตกค้างในบรรจุภัณฑ์อาหาร



รูปที่ 1 ขั้นตอนการสกัดด้วยเทคนิคเฮดสเปซ

## การเตรียมสารมาตรฐานและตัวอย่าง

### การเตรียมสารมาตรฐาน

- 1) เตรียมสารผสมของสารมาตรฐานสองชนิด แต่ละชนิดมีตัวทำละลายตกค้างแตกต่างกันซึ่งสามารถพบได้ในวัสดุบรรจุภัณฑ์
- 2) Spike สารมาตรฐานอย่างละ 1 µL ลงในขวดเฮดสเปซขนาด 10 mL ปิดฝาให้แน่นนำไปวิเคราะห์

### การเตรียมตัวอย่าง

- 1.เตรียมตัวอย่างบรรจุภัณฑ์อาหารตามมาตรฐาน EN 13628-1:2002
- 2.ใส่ตัวอย่างลงในขวดเฮดสเปซขนาด 10 mL ปิดฝาให้แน่นนำไปวิเคราะห์



รูปที่ 2 แสดงเครื่องแก๊สโครมาโตกราฟี-แมสสเปคโตรมิเตอร์ และวาล์วสำหรับฉีดตัวอย่าง

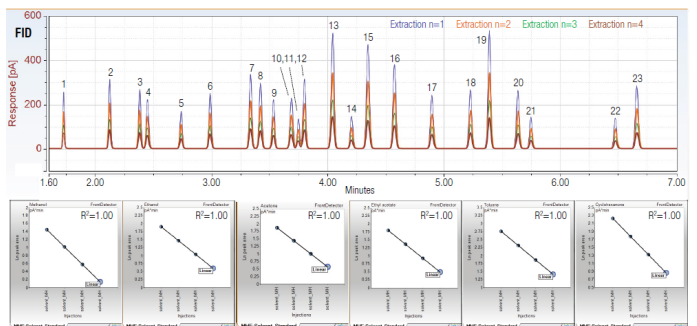
## เครื่องมือและวิธีการวิเคราะห์

Trace 1300 Gas Chromatograph	
Inlet Module and Mode	SSL,split
Split ratio	20:1
Split ratio	20
Purge Flow	Constant 5 mL/min
Carrier Gas, Mode	He, constant pressure,110 kPa
Column	TraceGOLD™ TG-1MS GC capillary column,30 m × 0.32 mm × 3.0 μm (P/N 26099-4840)
Oven Temperature	50°C(1 min) 30°C/min,100°C 20°C/min,250°C
Detector FID	
Temperature	250(°C)
Air Flow	350(mL/min)
H <sub>2</sub> Flow	35(mL/min)
N <sub>2</sub> Flow	40(mL/min)
Acquisition Rate	25(Hz)
ISQ7000 Single Quadrupole GC-MS system	
Ion Source	ExtractaBrite
Transfer Line temp.	250(°C)
Source Temperature	250(°C)
Ionization Mode	EI
Electron Energy	70 (eV)
Acquisition Mode	Full-scan (m/z 25-350)
Table 1 TriPlus500 HS Autosampler Parameters (MHE)	
Incubation Temp.	120(°C)
Incubation Time.	40 min
Vial Shaking	Medium
Vial Pressurization Mode	Pressure
Vial Pressure	55 (kPa)
Vial Pressure Equilibration	1 (min)
Loop Size	1 (mL)
Loop/Sample Path Temp.	120(°C)
Loop Filling Pressure	34 kPa
Loop Equilibration Time	1 (min)
Extraction Cycles	4
Needle Purge Flow Level	4
Injection Mode	MHE
Injection Time	1 (min)

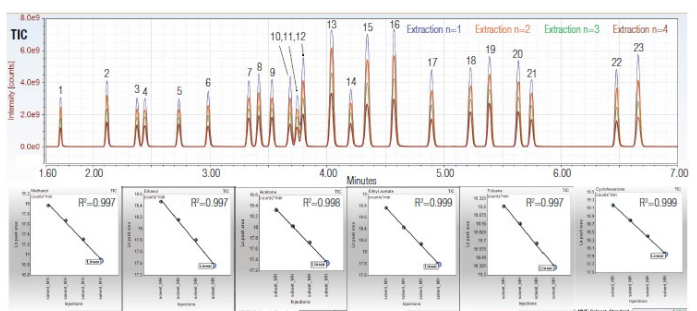
## ผลการวิเคราะห์

ตารางที่ 1 แสดงค่าสัมประสิทธิ์สหสัมพันธ์ ( $R^2$ ) ของสาร

Compound Name	MHE Linearity RT (min)	Correlation Coefficient ( $R^2$ )
Methanol	1.72	0.997
Ethanol	2.11	0.997
Acetone	2.37	0.998
2-Propanol	2.44	0.999
Methyl acetate	2.73	0.999
1-Propanol	2.98	0.998
2-Butanone	3.33	0.999
2-Butanol	3.42	1.000
Ethyl acetate	3.53	0.999
2-Methyl-1-propanol	3.68	0.999
2-Methoxyethanol	3.74	0.997
Tetrahydrofuran	3.80	0.999
Isopropyl acetate	4.04	0.998
1-Methoxy-2-propanol	4.20	0.997
Cyclohexane	4.34	0.998
Propyl acetate	4.57	0.999
4-Methyl-2-pentanone	4.89	0.998
Isobutyl acetate	5.22	0.999
Toluene	5.38	0.997
Butyl acetate	5.63	0.999
2-Methoxyethyl acetate	5.74	0.997
2-Etoxyethyl acetate	6.47	0.998
Cyclohexanone	6.66	0.999



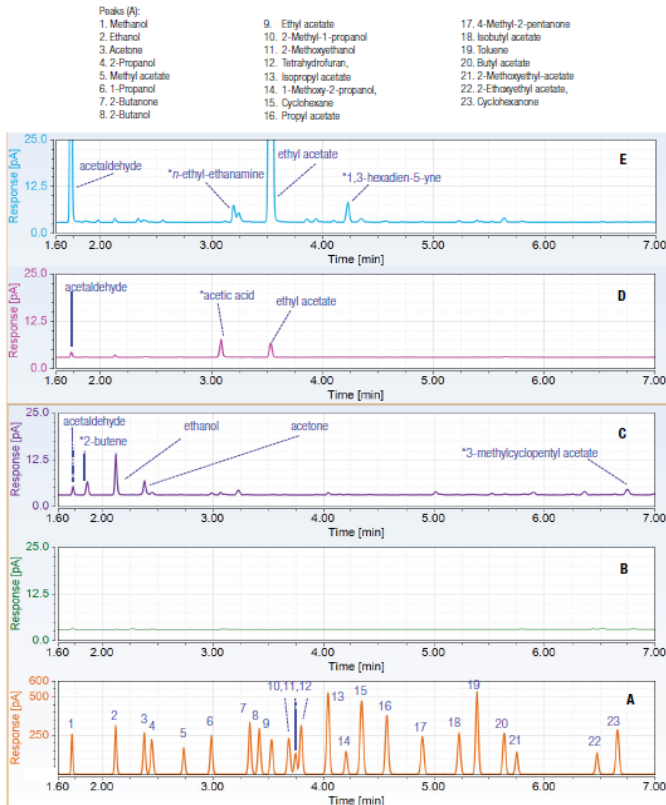
รูปที่ 3 โครมาโตแกรมและเส้นกราฟมาตรฐาน ตรวจสอบด้วยใช้เฟลมไอออนในเซชัน



รูปที่ 4 โครมาโตแกรมและเส้นกราฟมาตรฐาน ตรวจสอบด้วยใช้แมสสเปคโตรมิเตอร์

## สรุปผลการวิเคราะห์

ผลลัพธ์ที่ได้จากการวิเคราะห์ ด้วยเทคนิคแก๊สโครมาโตกราฟี โดยใช้หลักเฮดสเปซ เป็นไปตามข้อกำหนดวิธีมาตรฐาน EN 13628-1:2002 ด้วยความสามารถของ Multiple Headspace Extraction (MHE) ช่วยให้สามารถวิเคราะห์ปริมาณสารเจือปนที่ตกค้างในตัวอย่างที่เป็นของแข็งทำได้อย่างดี การใช้ตัวตรวจวัด FID ร่วมกับ MS ช่วยเพิ่มความมั่นใจในการระบุเอกลักษณ์ของสารเทียบกับฐานข้อมูล NIST ด้วยเกณฑ์คะแนนของสเปคตรัมที่มากกว่า 950 SI



รูปที่ 5 โครมาโตแกรมเปรียบเทียบระหว่างตัวทำละลายตกค้างในสารละลายมาตรฐาน (A), Blank B), ฟิล์มหุ้มอาหาร (C), ผาปิดอาหาร (D), ถาดอาหาร (E)

จากรูปที่ 5 สำหรับการตรวจวัดโดยใช้ตัวตรวจวัดชนิดฟลูออโรอินเซนชัน ใช้โครมาโตแกรมของการตรวจวัดระหว่างสารมาตรฐานและตัวอย่างเปรียบเทียบกัน ในตัวอย่างบรรจุภัณฑ์อาหารได้แก่ ฟิล์ม ผา และถาดอาหาร ตรวจพบเมทานอลและเอทิลอะซิเตตในผาและถาดอาหาร ตรวจพบเมทานอลและอะซิโตนในฟิล์ม นอกจากนี้ยังพบสาร Unknown เนื่องจากมีการใช้ตัวตรวจวัดชนิดแมสสเปคโตรมิเตอร์ร่วมด้วย ได้นำสเปคตรัมของสารแต่ละชนิดไปเปรียบเทียบกับฐานข้อมูล (NIST) และสามารถระบุชนิดของสารที่ปนเปื้อนอยู่ในตัวอย่างได้

อย่างไรก็ตามความเข้มข้นของตัวทำละลายตกค้างที่ตรวจพบในตัวอย่างอยู่ภายในขอบเขตความปลอดภัยที่กำหนดไว้สำหรับตัวทำละลายตกค้างและวัตถุเจือปนอาหารที่ไม่ระเหย ในมาตรฐาน EN 13628-1:2002

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