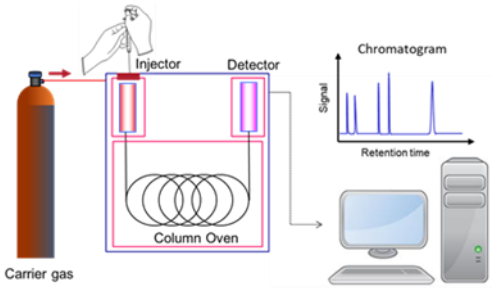
เทคนิคแก๊สโครมาโทกราฟี
สำหรับงานตรวจวิเคราะห์ผลิตภัณฑ์สี

ผู้จัดทำ : รติมาศ บุญล้อม

บทนำ

เทคนิคแก๊สโครมาโทกราฟี(Gas Chromatography, GC) เป็นเทคนิคที่ใช้ในการแยกสารผสมออกจากกันในสถานะแก๊ส โดยอาศัยคุณสมบัติในการละลาย และความสามารถในการดูดซับที่แตกต่างกันของสารแต่ละชนิดบนเฟสเคลื่อนที่ (Mobile phase) และเฟสอยู่กับที่ (Stationary phase)



รูปที่ 1 ส่วนประกอบและการทำงานของเครื่อง GC

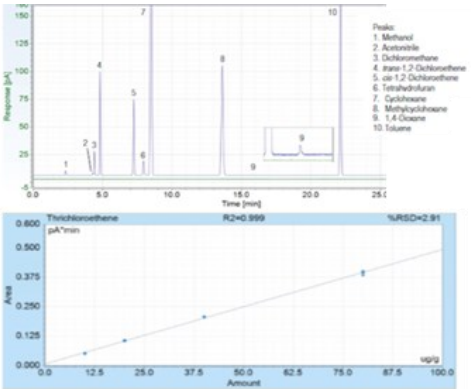
หลักการทำงาน

เมื่อฉีดสารผสมผ่านส่วนฉีดสาร (Injector) สารผสมจะเกิดการระเหยและถูกแก๊สตัวพา (Carrier Gas) ซึ่งทำหน้าที่เป็นเฟสเคลื่อนที่ (Mobile Phase) พาไอระเหยของสารผสมเข้าสู่คอลัมน์ที่ทำหน้าที่เป็นเฟสคงที่ (Stationary Phase) ภายในคอลัมน์สารแต่ละชนิด จะถูกแยกออกจากกัน โดยอาศัยคุณสมบัติในการละลาย และความสามารถในการดูดซับในเฟสทั้งสองชนิด หลังจากนั้น สารที่ออกจากคอลัมน์จะถูกตรวจวัดด้วยตัวตรวจวัด (Detector) ที่เหมาะสมเพื่อรายงานผลออกมาในรูปแบบโครมาโทแกรม (Chromatogram)

ผลจากการวิเคราะห์ด้วย GC

การวิเคราะห์เชิงคุณภาพ โดยใช้เวลาที่สารถูกชะออกจากคอลัมน์สู่ตัวตรวจวัด(Retention Time, RT) เทียบกับเวลาของสารมาตรฐานเพื่อระบุชนิดของสาร

การวิเคราะห์เชิงปริมาณ โดยการนำขนาดสัญญาณของสารมาตรฐานที่ความเข้มข้นต่างๆ มาสร้างความสัมพันธ์เชิงเส้นเพื่อหาความเข้มข้นของสารในตัวอย่าง



รูปที่ 2 การวิเคราะห์ผลเชิงคุณภาพและเชิงปริมาณด้วย GC

ตัวทำละลาย (Solvent)

ในกระบวนการผลิตสี มีขั้นตอนการผสมส่วนประกอบต่างๆ เช่น เม็ดสี เรซิน สารเติมแต่งต่างๆ ทำให้จำเป็นต้องใช้ตัวทำละลายเป็นตัวกลางให้เกิดการละลายเป็นเนื้อเดียวกัน เพื่อให้ได้สีและคุณสมบัติตามต้องการ โดยสารละลายที่ใช้กันโดยทั่วไปได้แก่ โทลูอีน ไซลีน สไตรีน ไตรคลอโรเอทีลีน และคาร์บอนไดซัลไฟด์ อัตราส่วนการใช้งานของตัวทำละลายแต่ละชนิดแตกต่างกัน ขึ้นผลิตภัณฑ์และการออกแบบ ดังนั้นปริมาณของตัวทำละลายจะต้องได้รับการควบคุม เพื่อให้ได้ผลิตภัณฑ์ตามมาตรฐานของผู้ผลิต อีกทั้งตัวทำละลายเหล่านี้เป็นสารเคมีที่มีผลต่อสุขภาพร่างกายของมนุษย์ ในขั้นตอนการกำจัดของเสีย จึงต้องมีการตรวจวิเคราะห์ให้อยู่ในเกณฑ์มาตรฐานตามที่กฎหมายกำหนด

การเตรียมตัวอย่างสำหรับการวิเคราะห์ปริมาณตัวทำละลายด้วยเครื่องแก๊สโครมาโทกราฟ แบ่งเป็นประเภทของตัวอย่างดังนี้

1) ตัวทำละลายที่เป็นวัตถุดิบ สามารถฉีดเข้าสู่เครื่องแก๊สโครมาโทกราฟเพื่อหาปริมาณได้โดยตรง

2) ตัวทำละลายที่ตกค้างในผลิตภัณฑ์ ใช้วิธีการสกัดด้วยเทคนิคเฮดสเปซ

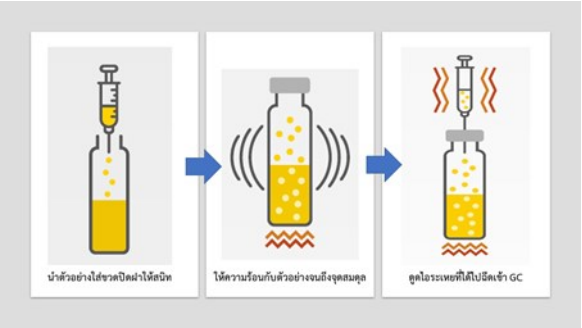
3) ตัวทำละลายที่ถูกปลดปล่อยสู่อากาศและสิ่งแวดล้อม ใช้วิธีสกัดด้วยตัวดูดซับ

การฉีดตัวอย่างเข้าสู่เครื่องแก๊สโครมาโทกราฟโดยตรง

สามารถใช้วิธีนี้ได้เมื่อตัวอย่างสามารถระเหยกลายเป็นไอได้ง่าย เป็นของเหลวใสไม่มีตะกอน ดังนั้นตัวอย่างตัวทำละลายที่เป็นวัตถุดิบก่อนการผลิต จึงสามารถฉีดเข้าสู่เครื่อง GC ได้โดยตรงเพื่อตรวจสอบความบริสุทธิ์หรือตรวจสอบอัตราส่วนผสมของตัวทำละลายก่อนการผลิตได้

การสกัดตัวอย่างด้วยเทคนิคเฮดสเปซ (Headspace)

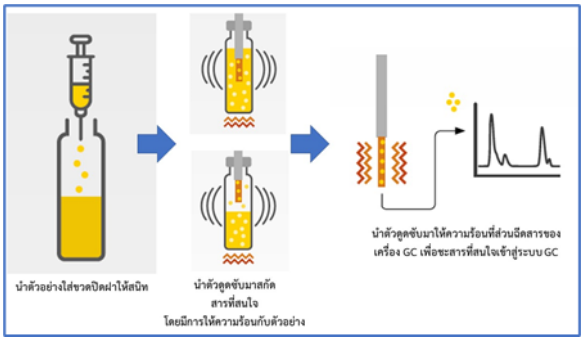
เฮดสเปซ เป็นเทคนิคการเตรียมตัวอย่างที่นิยมใช้สำหรับการวิเคราะห์ตัวทำละลาย โดยขั้นตอนการทำงานเริ่มจากนำตัวอย่างใส่ในขวดปิดสนิท แล้วให้ความร้อนกับตัวอย่างเพื่อให้สารผสมที่ต้องการวิเคราะห์ระเหยออกจากตัวอย่าง จากนั้นจึงนำไอระเหยของสารที่สนใจเข้าสู่เครื่อง GC เพื่อแยกและวิเคราะห์ถัดไป วิธีการนี้ช่วยลดขั้นตอนการเตรียมตัวอย่าง ให้สามารถทำได้รวดเร็วและไม่ยุ่งยาก ลดการใช้สารละลายในการสกัด และลดสารละลายของเสียอีกด้วย



รูปแสดงขั้นตอนการสกัดตัวอย่างด้วยเทคนิคเฮดสเปซ

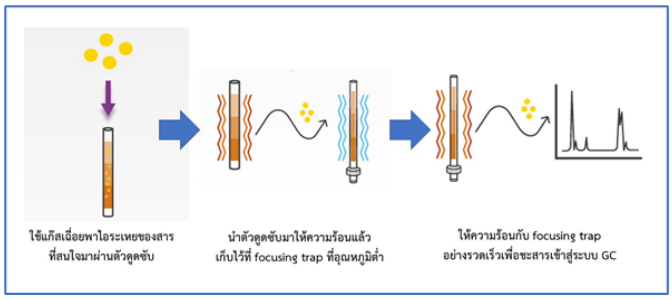
การสกัดตัวอย่างด้วยตัวดูดซับ (Absorption)

เป็นการใช้ตัวดูดซับที่มีความจำเพาะต่อตัวทำละลายหรือสารที่สนใจจะวิเคราะห์ เพื่อเป็นการเพิ่มความเข้มข้นของสารก่อนนำมาวิเคราะห์ด้วยระบบ GC เป็นเทคนิคที่นิยมใช้กับตัวอย่างที่มีความเข้มข้นน้อย และต้องการลดขั้นตอนการเตรียมตัวอย่างลง เทคนิคนี้ จะสามารถให้ประสิทธิภาพการสกัดได้ดีกว่าเมื่อเทียบกับเทคนิคเฮดสเปซ



รูปแสดงขั้นตอนการสกัดตัวอย่างด้วยเทคนิค SPME

เทคนิคการสกัดด้วยตัวดูดซับ สำหรับการสกัดไอระเหยของสารที่สนใจจะแบ่งลักษณะการสกัดเป็น 2 แบบด้วยกันคือ แบบ Static จะเป็นการสกัดโดยอาศัยการแพร่ของสารที่สนใจเพื่อมาดูดซับบนพื้นผิวของตัวดูดซับ เช่น เทคนิค Solid phase micro extraction, SPME และแบบ Dynamic จะเป็นการใช้แก๊สเฉื่อยพาไอระเหยของสารที่สนใจผ่านเข้าสู่ตัวดูดซับตลอดเวลา เช่นเทคนิค Thermal Desorption, TD หรือ เทคนิค Purge and trap หรือ เทคนิค In-tube extraction, ITEX เป็นต้น



รูปแสดงขั้นตอนการสกัดตัวอย่างด้วยเทคนิค Thermal Desorption

ตัวอย่างการวิเคราะห์

การวิเคราะห์ตัวทำละลายในผลิตภัณฑ์พลาสติกบรรจุอาหาร

บรรจุภัณฑ์อาหาร ช่วยรักษาคุณภาพของผลิตภัณฑ์อาหารและช่วยยืดอายุการเก็บรักษาผลิตภัณฑ์ได้ นอกจากนั้นการออกแบบบรรจุภัณฑ์ให้มีสีสันสวยงาม ช่วยให้ผลิตภัณฑ์อาหารมีความน่าสนใจมากขึ้นด้วย

หมึกพิมพ์ใช้กับบรรจุภัณฑ์อาหาร มักจะมีสารอินทรีย์ระเหยง่าย (Volatile Organics Compounds, VOCs) เป็นตัวทำละลาย ทำให้สามารถปนเปื้อนสู่ผลิตภัณฑ์อาหารในระหว่างกระบวนการผลิต การขนส่ง และการเก็บรักษา ซึ่งอาจส่งผลต่อคุณภาพของของผลิตภัณฑ์อาหารและอาจส่งผลเสียต่อสุขภาพของผู้บริโภคอีกด้วย

ดังนั้นการควบคุมคุณภาพ ของสารตัวทำละลายที่ตกค้างในวัสดุบรรจุภัณฑ์อาหารจึงเป็นสิ่งสำคัญ โดยวิธีมาตรฐานสำหรับตรวจสอบคุณภาพอ้างอิงตามวิธีมาตรฐาน **EN 13628-1 : 2002** ซึ่งกำหนดให้ตัวทำละลายตกค้างมีปริมาณต่ำกว่า 0.5 มิลลิกรัมต่อตารางเมตร โดยวิธีหรือเทคนิคที่ใช้สามารถวิเคราะห์ได้โดยใช้เทคนิคการเตรียมตัวอย่างแบบเฮดสเปซร่วมกับตรวจวิเคราะห์ด้วยแก๊สโครมาโทกราฟี

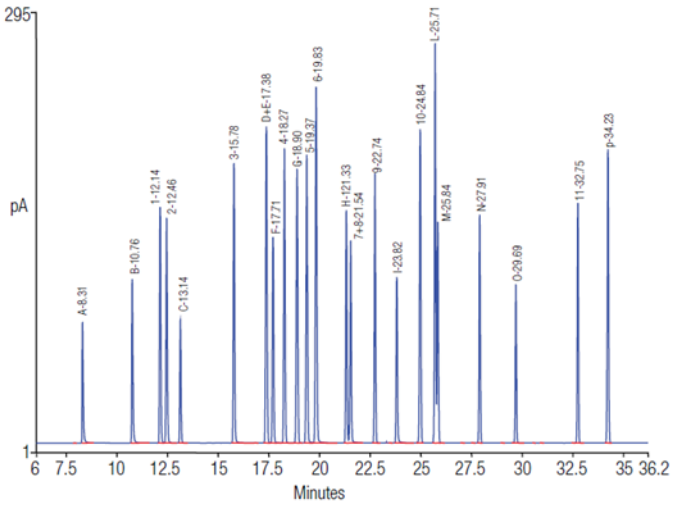
เครื่องมือและวิธีการวิเคราะห์

TriPlus 500 Headspace Autosampler	
Incubation Temp.	120 °C
Incubation Time	40 min
Vial Shaking	Medium
Vial Pressurization Mode	Pressure
Vial Pressure	55 kPa
Vial Pressure Equilibration Time	1 min
Sampling Loop Volume	1 mL
Loop/Sample Path Temp.	120 °C
Loop Fill Pressure	34 kPa
Loop Equilibration time	1 min
Purge flow level	4
Injection Time	1 min
Trace 1300 Gas Chromatograph	
Carrier Gas	He, Constant pressure at 110 kPa
Split ratio	20:01
Oven temperature	50°C (1 min), 30°C/min, 110°C, 20°C/min, 250°C
FID	
Temperature	25 °C
Air flow	350 mL/min
H2 flow	35 mL/min
N2 flow	40 mL/min
Acquisition rate	25 Hz

รูปแสดงเครื่องมือ HS-GC/FID-MS

ผลการวิเคราะห์

โครมาโทแกรมแสดงการแยกของสารมาตรฐาน



ตารางแสดงรายชื่อสารและ Rt ของสารแต่ละชนิด

พีค	Rt (นาที)	สาร
A	8.32	Methanol
B	10.76	Ethanol
1	12.147	Acetone
2	12.463	2-Propanol
C	13.15	Methyl acetate
3	15.78	1-Propanol
D+E	17.39	Ethyl acetate & 2-Butanone
F	17.72	2-Butanol
4	18.275	THF
G	18.91	Cyclohexane
5	19.367	2-Methyl-1-propanol
6	19.833	Isopropyl acetate
H	21.33	1-Butanol
7+8	21.533	1-Methoxy-2-propanol &2-Methoxyethanol
9	22.738	Propyl acetate
I	23.82	2-Ethoxyethanol
10	24.97	4-Methyl-2-pentanone
L	25.71	Toluene
M	25.84	Isobutyl acetate
N	27.91	Butyl acetate
O	29.69	2-Methoxyethyl acetate
11	32.748	2-Ethoxyethyl acetate
P	44.23	Cyclohexanone

ในการวิเคราะห์สารตัวทำละลาย นอกเหนือจากการใช้ตัวตรวจวัดชนิดเฟลมไอออไนเซชัน (Flame Ionization detector, FID) แล้วยังสามารถเพิ่มประสิทธิภาพในการทำงานของการตรวจวิเคราะห์สารที่เป็น Non-target compound ได้ด้วยการใช้ตัวตรวจวัดชนิดแมสสเปคโตรมิเตอร์ (Mass Spectrometer, MS) ที่สามารถใช้ผลการวิเคราะห์เปรียบเทียบกับฐานข้อมูลเพื่อทำนายชนิดของสารที่ตรวจพบได้อีกด้วย

เครื่องมือที่เกี่ยวข้อง

เครื่อง GC พร้อมเครื่องฉีดสารตัวอย่างอัตโนมัติ รุ่น **Trace 1300 Series** ออกแบบมาเพื่อรองรับการทำงานที่ง่ายและสะดวกรวดเร็ว ไม่ว่าจะเป็นการดูแลรักษา การเปลี่ยนชนิดของส่วนฉีดสารหรือตัวตรวจวัดที่สามารถทำได้ง่ายโดยผู้ใช้งาน ตู้บรรจุคอลัมน์ ออกแบบมาให้การลดระดับความร้อนได้รวดเร็วยิ่งขึ้น ตัวเครื่องมีขนาดเล็กประหยัดพื้นที่ เครื่องฉีดตัวอย่างของเหลวอัตโนมัติรองรับการวางขวดตัวอย่างได้สูงสุด 155 ขวด

เครื่อง GC พร้อมเครื่องฉีดสารตัวอย่างอัตโนมัติชนิดเฮดสเปซรุ่น **TriPlus 500** ที่ออกแบบมาให้เครื่องสามารถวิเคราะห์ซ้ำได้อย่างมีประสิทธิภาพ ด้วยเทคโนโลยีการควบคุมระบบความดันอัตโนมัติและระบบวาล์วปิดเปิด ที่ช่วยลดการปนเปื้อนที่อาจเกิดขึ้นระหว่างการวิเคราะห์ได้ อีกทั้งยังมีระบบทำความสะอาดระหว่างทำการวิเคราะห์ช่วยลดปัญหา Carryover ทำให้ผู้ใช้งานมั่นใจในการวิเคราะห์ ไม่ว่าจะตัวอย่างจำนวนมากหรือน้อยแค่ไหนเครื่องก็สามารถรองรับการทำงานได้อย่างดีเยี่ยม

เครื่อง GC-MS พร้อมเครื่องฉีดสารตัวอย่างอัตโนมัติชนิดเฮดสเปซ ช่วยตอบโจทย์งานวิเคราะห์วิจัยทั้งทางด้านงานควบคุมคุณภาพหรืองานพัฒนาผลิตภัณฑ์ เครื่องแมสสเปคโตรมิเตอร์ รุ่น **ISQ 7000** เป็นเครื่องแมสสเปคโตรมิเตอร์ที่มีส่วนแยกมวล เป็นแบบ Single Quadrupole พร้อมระบบ Pre-filter แบบ S-Shape ช่วยลดตัวรบกวนในการวิเคราะห์ และ Dual Filament ช่วยให้สะดวกในการทำงาน โดยผลการวิเคราะห์สามารถทำได้ทั้งการวิเคราะห์เชิงคุณภาพและเชิงปริมาณ

เครื่องเตรียมตัวอย่างแบบ Thermal Desorption รุ่น **TD100-xr** ที่รองรับตัวอย่างได้สูงสุด 100 ตัวอย่าง และระบบ Re-collection และ ระบบ Leak Check ในทุกตัวอย่างทำให้ไม่พลาดทุกการวิเคราะห์

เครื่องเตรียมตัวอย่างโดยใช้หลักการไพโรไลซิส รุ่น **PY-3030** ทำงานร่วมกับเครื่อง GC-MS ช่วยวิเคราะห์ชนิดของเรซินพอลิเมอร์ต่างๆ สามารถวิเคราะห์ชนิดของสารเติมแต่งได้อีกด้วย

ติดตามแอพพลิเคชั่นอื่น ๆ ได้ที่ https://www.scispec.co.th

SciSpec

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

/scispec
@scispec

ThermoFisher SCIENTIFIC