

การวิเคราะห์ปริมาณสารละลายคงเหลือในพอลิเมอร์ ด้วยเทคนิคแก๊สโครมาโทกราฟีร่วมกับการสกัดตัวอย่างด้วยความร้อน

ผู้จัดทำ : วิชาญ ตรีภพสกุลสิน, วิชนีย์ สอนสา และ รติมาศ บุญล้อม

วัตถุประสงค์

เพื่อพัฒนาวิธีการวิเคราะห์ปริมาณสารละลายคงเหลือ (Residual solvent) หรือ โมโนเมอร์ (Monomer) ในผลิตภัณฑ์พอลิเมอร์ด้วยเทคนิคแก๊สโครมาโทกราฟีร่วมกับการสกัดตัวอย่างด้วยความร้อน

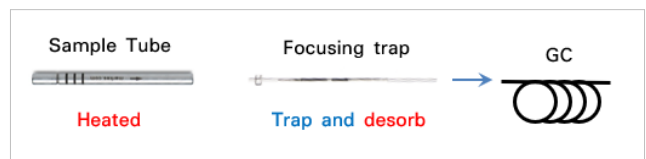
บทนำ

ในกระบวนการผลิตพอลิเมอร์ชนิดต่างๆ กระบวนการเติมสารตั้งต้น ตัวทำละลาย และสารเติมแต่งต่างๆ จะเกิดขึ้นเพื่อให้ได้ผลิตภัณฑ์ที่มีคุณสมบัติตามต้องการ การควบคุมคุณภาพของผลิตภัณฑ์ก็เป็นสิ่งจำเป็น โดยปริมาณสารต่างๆ ที่เติมเข้าไปในกระบวนการผลิต จะต้องถูกควบคุมให้มีปริมาณที่เหมาะสม นอกจากนี้การตรวจวิเคราะห์ปริมาณสารตกค้างในผลิตภัณฑ์ก็เป็นอีกหนึ่งกระบวนการที่สำคัญ

การหาปริมาณสารตกค้างคงเหลือในผลิตภัณฑ์ สามารถทำได้โดยนำตัวอย่างผลิตภัณฑ์ มาทำละลายและฉีดเข้าเครื่องแก๊สโครมาโทกราฟี(GC)เพื่อทำการวิเคราะห์โดยตรง แต่การวิเคราะห์ด้วยวิธีนี้ จะทำให้ระบบสกปรกง่ายและคอลัมน์ที่ใช้ในการวิเคราะห์มีอายุการใช้งานสั้นกว่าที่ควรเนื่องจากการละลายผลิตภัณฑ์เพื่อให้สามารถฉีดเข้าเครื่อง GC ได้นั้นจะทำให้พอลิเมอร์ที่มีมวลโมเลกุลสูงๆเกาะติดที่บริเวณส่วนฉีดสารตลอดจนคอลัมน์ จึงต้องทำความสะอาดเครื่องและคอลัมน์อยู่บ่อยครั้ง

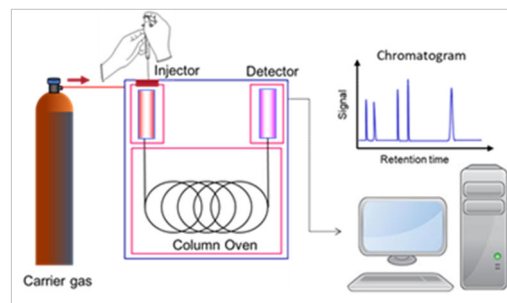
วิธีการเตรียมตัวอย่างด้วยความร้อนหรือเทคนิค Thermal Desorption, TD) เป็นการให้ความร้อนกับตัวอย่างโดยตรง เพื่อให้สารอินทรีย์ระเหยง่าย(Volatile Organic Compounds, VOCs) และสารอินทรีย์กึ่งระเหยง่าย(Semi-VOCs)ระเหยออกจากตัวอย่างและเข้าสู่เครื่อง GC เพื่อแยกและวิเคราะห์ต่อไป การเตรียมตัวอย่างด้วยความร้อนนี้ช่วยลดสิ่งสกปรกที่จะเข้าสู่เครื่อง GC ในบทความนี้จึงได้พัฒนาวิธีการวิเคราะห์ปริมาณสารละลายคงเหลือและโมโนเมอร์ในตัวอย่างพอลิเมอร์ด้วยการใช้ เทคนิค TD-GC

ระบบ Thermal Desorption, TD



รูปที่ 1 ส่วนประกอบของระบบ TD

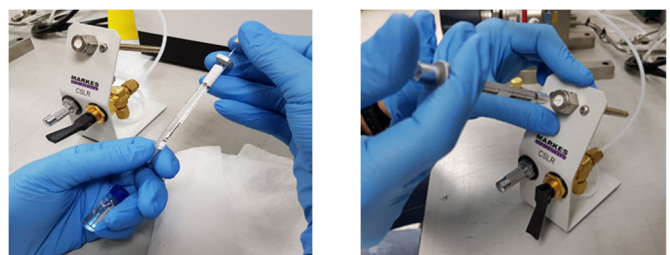
ระบบ Gas Chromatography, GC



รูปที่ 2 ส่วนประกอบเครื่อง GC

ขั้นตอนการตรวจวิเคราะห์

เตรียมสารละลายมาตรฐาน Master Mix จาก Stock Solution แต่ละชนิดของสารที่ต้องการวิเคราะห์ปริมาณ จากนั้นฉีดสารละลายมาตรฐานลงบนหลอดบรรจุตัวอย่าง (Sample tube) ในปริมาณต่างๆกัน เช่น 1 2 และ 3 ไมโครลิตรคำนวณความเข้มข้นของสารมาตรฐานแต่ละชนิด ทำซ้ำความเข้มข้นละ 3 ครั้ง เพื่อนำไปสร้างเส้นกราฟมาตรฐาน



รูปที่ 3 แสดงขั้นตอนการเตรียมสารมาตรฐาน

การเตรียมตัวอย่าง

- 1) ชั่งตัวอย่างพอลิเมอร์ 2 มิลลิกรัม บนตีกน้ำหนัก
- 2) นำตัวอย่างใส่ในหลอดบรรจุตัวอย่าง (Sample Tube)
- 3) นำหลอดบรรจุตัวอย่างไปวิเคราะห์



รูปที่ 4 ขั้นตอนการเตรียมตัวอย่าง



รูปที่ 5 เครื่อง TD-GC รุ่น UNITY-xr - Trace1310

การตั้งค่าพารามิเตอร์ของ TD

Tube Desorb temp. : 280 °C (15 min)

Cold trap temp. : -10 °C

อุปกรณ์และการตั้งค่าเครื่อง GC

Column : TG-5MS; 30m x 0.25mm ID x 0.25 μm

Oven temp. : 40 °C hold 4 min,

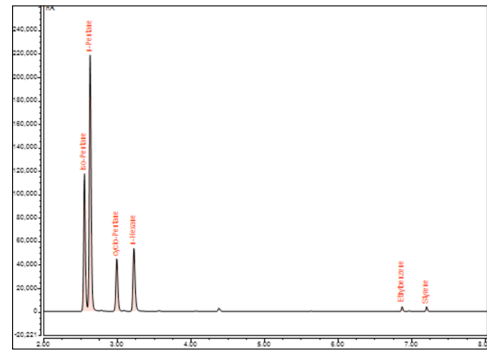
Ramp to 150 °C อัตรา 35 °C/min

Ramp to 280 °C อัตรา 50 °C/min

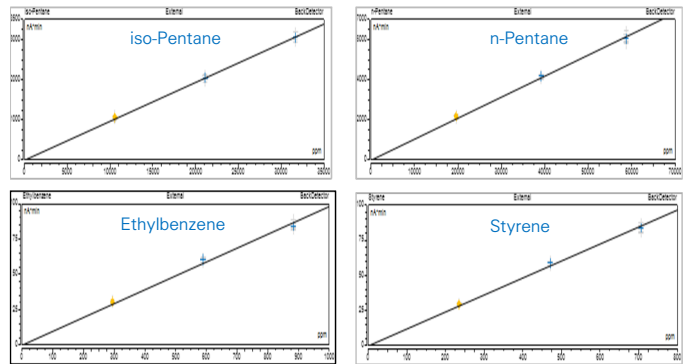
Detector : FID 300 °C

ผลการวิเคราะห์

โครมาโทแกรมแสดงการแยกของสารผสมแต่ละชนิดในตัวอย่างพอลิเมอร์ และ กราฟมาตรฐานของสารแต่ละชนิด ให้ค่า R^2 มากกว่า 0.995 ของช่วงการวิเคราะห์



รูปที่ 6 โครมาโทแกรมการวิเคราะห์ตัวอย่างพอลิเมอร์



รูปที่ 7 แสดงกราฟมาตรฐาน

โครมาโทแกรมแสดงให้เห็นถึงประสิทธิภาพการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค TD-GC โดยมีสัญญาณรบกวนต่ำ ทำให้ช่วยเพิ่มความไว (Sensitivity) ของการวิเคราะห์ ทำให้ไม่ต้องกังวลเรื่องการทำ ความสะอาดระบบ ทำให้วิเคราะห์ต่อเนื่องได้นานขึ้น อีกทั้งการเตรียมตัวอย่างด้วยวิธี TD ยังลดการใช้สารละลายอินทรีย์ที่อาจเป็นอันตรายต่อสุขภาพของผู้ปฏิบัติงานอีกด้วย

นอกเหนือจากการวิเคราะห์สารตกค้างในพอลิเมอร์แล้ว การใช้เทคนิค TD-GC ยังสามารถนำไปประยุกต์ใช้ในการวิเคราะห์สารอินทรีย์ระเหยง่ายอื่นๆ ในตัวอย่างวัสดุศาสตร์ เช่นพลาสติกสำหรับบรรจุอาหาร ยา สี หรือผลิตภัณฑ์อื่นๆ และสามารถนำไปต่อยอดสำหรับการวิเคราะห์งาน Untargeted ได้ด้วยการต่อยอดเป็น TD-GCMS หรือ TD-GC-Orbitrap สำหรับงาน Unknown Screening

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



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



/scispec



@scispec

ThermoFisher
SCIENTIFIC