

Hodnotenie hydrolytickej degradácie papiera a účinnosti deacidifikačných procesov a zariadení. Stanovenie furaldehydu plynovou chromatografiou headspace technikou

Identifikácia: ŠÚ VaV MŠSR č.2003SP200280301, Záchrana, stabilizácia a konzervovanie tradičných nosičov informácií v Slovenskej republike, KnihaSK/E7

Nadobúdatelia/realizátori: BN Eurofins, STU,SNK,SNA

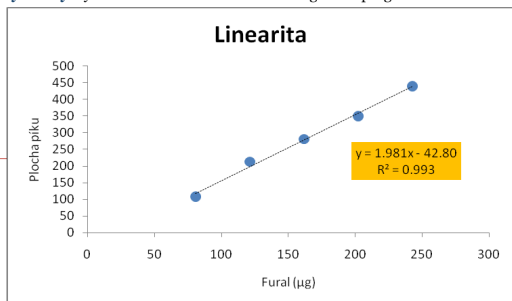
Zodpovedný riešiteľ RV: BN Eurofins

Úvod: Pri metódach hodnotenia konzervačných procesov a zariadení na stabilizáciu dokumentov, papierov a kníh je účelné poznať rýchlosť celkovej hydrolytickej a oxidačnej degradácie *in situ* v papieri. Rýchlosť degradácie sa dá hodnotiť pomocou koncentračných zmien charakteristických degradačných produktov. Pri hydrolyze je to hlavne rýchlosť rastu celkovej koncentrácie furaldehydu. Stanovením koncentrácie furaldehydu ako charakteristického produktu kyslej hydrolyzy papiera počas urýchleného alebo prirodzeného starnutia sa dá určiť kinetika hydrolytickej degradácie a stav, v ktorom sa papier nachádza.

Experimentálna časť: Použil sa modifikovaný a nemodifikovaný novinový papier, ktorý sa podrobil urýchlenému starnutiu podľa normy ASTM D 6819-02 vo vrstvenej hliníkovej fólii pri 98 °C, po dobu 0 a 15 dní. Laboratórna vzorka sa rozstrihala na kúsky s rozmermi približne 5 mm × 5 mm. Obsah furaldehydu vo vzorke papiera sa stanoví tak, že sa vzorka papiera nechá v dobre uzavretej vialke inkubovať pri konštantných teplotných podmienkach, až do vytvorenia rovnováhy medzi plynou a kvapalnou (resp. tuhú) fázou. Relatívna koncentrácia analytu v dvoch fázach sa určí pomocou rozdeľovacieho koeficientu.

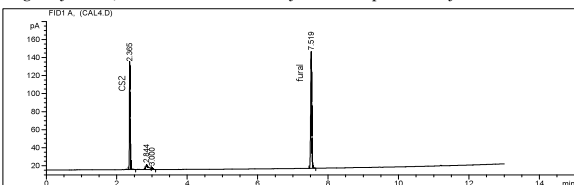
Primeraný podiel plynnej fázy sa vstrekuje do plynového chromatografu a vo vzorke sa z chromatografického záznamu zistí pik prítomného furaldehydu. Plocha tohto pikú sa porovnáva s kalibračným štandardom a hmotnostný podiel furaldehydu sa určí metódou externej kalibrácie s použitím lineárnej regresie.

Výsledky: Vyhodnotenie sa robilo lineárnou regresiou programom Microsoft excel.



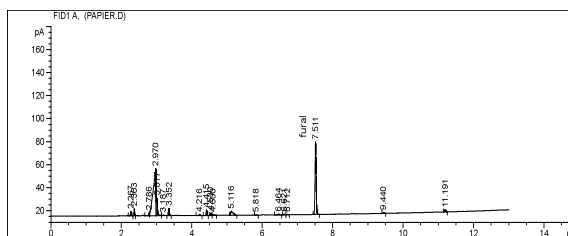
Obr.1 Grafické znázornenie závislosti ploch píkov Fu od koncentrácie Fu

Z grafu je vidieť, že koncentračná závislosť je v rozsahu požadovanej koncentrácie lineárna.



Obr. 2 Chromatografický záznam kalibračného roztoku furaldehydu v sírouhlíku

Referencie: STN 50 2190: Hodnotenie hydrolytickej degradácie papiera a účinnosti deacidifikačných procesov a zariadení. Stanovenie furaldehydu plynovou chromatografiou headspace technikou.



Obr. 3 Chromatografický záznam vzorky: papier novinový drevitý, starnutý pri 98 °C.

Vyhodnotila sa presnosť analýzy 6 nezávislých vzoriek.

Tab.1: Presnosť metódy

Meranie č.	Plocha Fu (A)	Návažok papiera (g)	Konc. Fu (µg/g papiera)
1	225,149	0,44113	306,6
2	158,678	0,39743	254,6
3	161,061	0,46079	223,3
4	159,842	0,43835	233,4
5	138,085	0,40960	222,9
6	137,141	0,44796	202,8
Počet meraní	n		6
Priemer	a		24,6
Smerodajná odchýlka	s = $\sqrt{\frac{\sum(x_i - a)^2}{(n-1)}}$		36,4
Rel. smerod. odch. v %	RSD = $100 \cdot s / a$		15,1
Požiadavka RSD < 20 %			splnená

Záver: Validáciou skúšobnej metódy stanovenia furaldehydu v papieri sa dosiahli limity validačných parametrov podľa plánu validácie. Z validácie metódy vyplýva, že metóda je správna, presná a robustná v študovanom koncentračnom rozsahu, na základe čoho bola vypracovaná norma.

Prínosy a význam: Bola vyvinutá a overená metóda na stanovenie furaldehydu plynovou chromatografiou headspace technikou vo forme validácie, ktorá bola ďalej spracovaná do Slovenskej technickej normy STN 50 2190. Obsah furaldehydu poskytuje užitočné informácie pri hodnotení degradačných produktov starnutia papiera a aj pri hodnotení rôznych procesov jeho konzervovania.

Návrhy na realizáciu: Metóda na hodnotenie deacidifikačných procesov kníh z hľadiska mechanickej trvanlivosti a mechanickej odolnosti papiera proti prehýbaniu.

**STU - SNK - SNA - SAV
BN EUROFINNS - TU ZVOLEN**

