

Metóda stanovenia furfuralu a kyseliny octovej emitovaných z papiera mikrokolónovou extrakciou na tuhej fáze

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: Expertízne a analytické služby

Úvod: Kniha počas urýchleného starnutia podlieha degradácii, ktoré je spôsobené hlavne kyslou hydrolyzou v kombinácii s oxidačnými mechanizmami. Kyslá hydrolyza vedie k štiepeniu celulózy na cukry a emisii zlučenín, ako furfural, zatiaľ čo oxidácia vedie k tvorbe karbonylov a emisii prchavých kyselín ako kyselina octová. V súčasnosti celý rad analytických techník umožňuje zistiť stav degradácie papiera. Perspektívna metóda je mikroextrakcia na tuhej fáze (SPME) v spojení s plynovou chromatografiou a hmotnostnou spektrometriou (GC/MS). Práve SPME bola použitá pre charakterizáciu prchavých organických zlučenín (VOC) emitovaných v priebehu prirodzeného a umelého starnutia listov papiera a kníh. Doteraz sa používali deštruktívne metódy, kedy bolo potrebné vzorku pred meraním rozrezať na kúsky alebo nedeštruktívne, kedy bola vlákna uložená medzi dva listy do stredu papiera a kniha sa uzavrela.

Táto práca je zameraná na aplikáciu nedávno zavedenej odberovej techniky, mikrokolónovej extrakcie na tuhej fáze (SPMCE), na analýzu kyseliny octovej a furfuralu emitovaných z papiera.

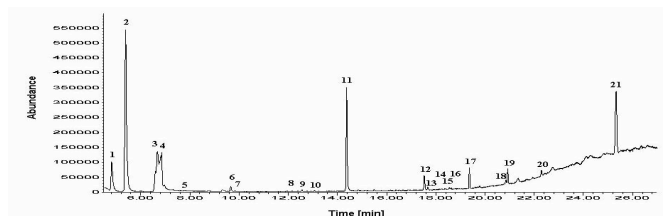
Experimentálna časť: Novinový drevený papier sa nechal urýchlene stárnuť podľa normy ASTM D 6819-02 (2002) vo vrstvenej fólii pri 98 °C po dobu 15 dní. Potom sa vzorka klimatizovala na rovnovážnu relatívnu vlhkosť 50 ± 1%. Vzorka plynnej fázy sa odobrala prepíchnutím fólie deaktivovanou kapilárou. Na druhý koniec kapiláry bola napojená mikrokolóna spojená s plynosťou injekčnou striekačkou, pomocou ktorej sa cez mikrokolónu presalo 10 ml vzorky. Na GC-MS analýzu sa použil prístroj 6890 GC-5972 MSD, ktorého dávkovací priestor bol modifikovaný pre termálnu desorpciu.

Výsledky:

Za účelom použitia novej metódy sa muselo upraviť zariadenie 6890 GC-5972 MSD pre termálnu desorpciu.



Obr.1: Upravený dávkovací priestor prístroja Obr. 2: Mikrokolóna a súčiastky potrebné na 6890 GC – 5972 MSD pre termálnu desorpciu úpravu dávkovacieho priestoru.



Obr.3 Chromatogram z GC-MS analýzy plynnej fázy (10 ml) odobratej z priestoru vzorky umelo starnutého papiera; 1:acetón, 2:metylacetát, 3:2,3-butándión, 4:octová kyselina, 5:metylpropionát, 6:2,3-pentándión, 7:pentanal, 8:toluén, 9:oktán, 10:hexanal, 11:furfural, 12:dekán, 13:2-pentylfural, 14:α-terpinén, 15:1,2,3,4-tetrametylbenzén, 16:limonén, 17:undekán, 18:benzoová kyselina,19:dekán, 20:tridekán, 21:izo-propylmyristát.

V ďalšej časti sme sa zamerali na analýzu VOC v novinovom papieri použitím SPMCE. Navrhovaný postup odberu vzoriek s dynamickým headspace prístupom je alternatívou pre statickú headspace SPME metódu. Porovnanie s tým, táto metóda výrazne skraca dobu odberu vzoriek a rozširuje možnosti pre analýzu prchavých látok. Táto metóda bola úspešne použitá na analýzu kyseliny octovej a furfuralu v umelo zostarutom, novinovom papieri.

Mikrokolónová extrakcia na tuhej fáze a GC-MS je metóda vhodná na kvalitatívnu analýzu stavu papiera a slúži na porovnávací hodnotenia deacidifikačných sústav. Je vhodná aj pre kvantitatívnu analýzu, je nedeštruktívna, rýchla, jednoduchá.

Výhody metódy:

- adsorpcia na mikrokolóne - krátky čas vzorkovania
- mikrokolónu je možné použiť aj na niekoľko sto analýz bez straty účinnosti.

Záver: Mikrokolónová extrakcia na tuhej fáze bola úspešne použitá na analýzu kyseliny octovej a furfuralu v umelo zostarutých listoch papiera ako aj starých kníh. Táto metóda vykazuje dobrú opakovateľnosť a získané limity kvantifikácie kyseliny octovej a furfuralu sú 0,1 ng / ml a 0,04 ng / ml v plynnej fáze

Prínosy a význam: Bola vyvinutá a overená nedeštruktívna metóda na stanovenie furfuralu a kyseliny octovej mikrokolónovou extrakciou na tuhej fáze.

Návrhy na realizáciu: Jedna z metód hodnotenia deacidifikačných procesov kníh z hľadiska mechanickej trvanlivosti a mechanickej odolnosti papiera proti prehýbaniu .

Referencie:

- 1.J.Hrivňák a spol.: A solid-phase microcolumn extraction method for the analysis of acetic acid and furfural emitted from paper. Journal of Chromatographic Science manuscript for review.
- 2.J.Hrivňák a spol.: Mikrokolónová extrakcia na tuhej fáze a GC-MS identifikácia prchavých organických zlučenín emitovaných z papiera počas urýchleného starnutia. Chemické listy.

STU - SNK - SNA - SAV
BN EUROFINS - TU ZVOLEN

