

Gaz Kromatografi-Headspace Sistemi (GC-HS) ile **PET/PREFORMDA ASETALDEHİT ANALİZİ**



Kimya Müh. Fatih ŞENOL

Aplikasyon Uzmanı
ANT TEKNİK CİHAZLAR



Shimadzu GC-2010 Plus Gaz Kromatograf + HS-20 Headspace

Polietilen tereftalat (PET), polyester ailesine ait poli kondenzasyon metoduyla üretilen termoplastik bir malzemedir. PET'in yiyecek ve içecek kapları, sentetik fiber gibi kullanım alanları bulunmaktadır. Asetaldehit PET eritme işlemi esnasında ortaya çıkan uçucu bir degradasyon ürünüdür. Bu nedenle, kalıplanmış ürünün yan duvarlarına tutunarak paketlenen ürünün içine yavaşça migrasyonu söz konusu olabilir. Bazı yiyecek ve içeceklerde

Asetaldehit istenmeyen kötü bir tad oluşturabilir. Ayrıca özellikle gıda ile temas eden PET ürünleri için sağlığa zararlı etkileri mevcuttur. Bu iki nedenden dolayı Asetaldehit konsantrasyonunun bilinmesi önemlidir.

ASETALDEHİT (AA) MİGRASYONU VE LİMİT DEĞERLER

Kaynama noktası 21 °C olan asetaldehit, ısıl işlem esnasında, PET

 **SHIMADZU**
Excellence in Science

polimerinin vinil grupları ile reaksiyonu sonucunda oluşan ve reçinede 0.5 ppm konsantrasyonda iken preforma 3-6 ppm olarak geçen (migrasyon) bir termal degradasyon ürünüdür.

Şekil 1. Asetaldehit migrasyonu ve limit değerler



PET Reçine

Asetaldehit limiti < 1 ppm



PET Preformlar

CSD şişe için AA limiti < 9 ppm
Su şişesi için AA limiti < 4 ppm



Doluma Hazır Şişeler

Asetaldehit limiti < 2 ppm



ASETALDEHİT ANALİZİ

Bu çalışmada, Gaz Kromatografi (GC) cihazı kullanılarak PET/preformda asetaldehit analizi konu edilmektedir.

Uygulama, ASTM F2013 numaralı referans metoda uygun olarak, headspace gaz örnekleme ünitesi ve FID (alev iyonlaştırma dedektörü) kullanılarak gerçekleştirilmiştir.

Headspace üniteleri, GC ve GCMS sistemleri ile gerçekleştirilen VOC, bakiye solvent, aroma, koku, ve alkol gibi uçucu bileşiklerin analizi için ideal çözümlerdir.

Uygulamada kullanılan Shimadzu HS-20 Serisi, uçucu bileşiklerin analizi için optimum bir çözüm sağlar.

90 numune kapasiteli ünite, üstün performansı, yüksek tekrarlanabilirliği, düşük carry-over'ı ve kullanıcı dostu tasarımı sayesinde araştırmadan kalite kontrole her türlü analiz için kullanıma uygundur.

ANALİTİK KOŞULLAR

GC Metodu

Numune hazırlama aşamasında PET Preform sıvı azot içerisinde 10 dakika süre ile dondurulmuş, dondurulmuş formdaki PET preform yüksek hızlı öğütücüde maksimum 30 saniye süre ile işlem görmüştür.

Öğütülen numune 0.5-1.0 mm eleklerden geçirilerek hızlı bir şekilde kapaklı viallere aktarılmıştır.

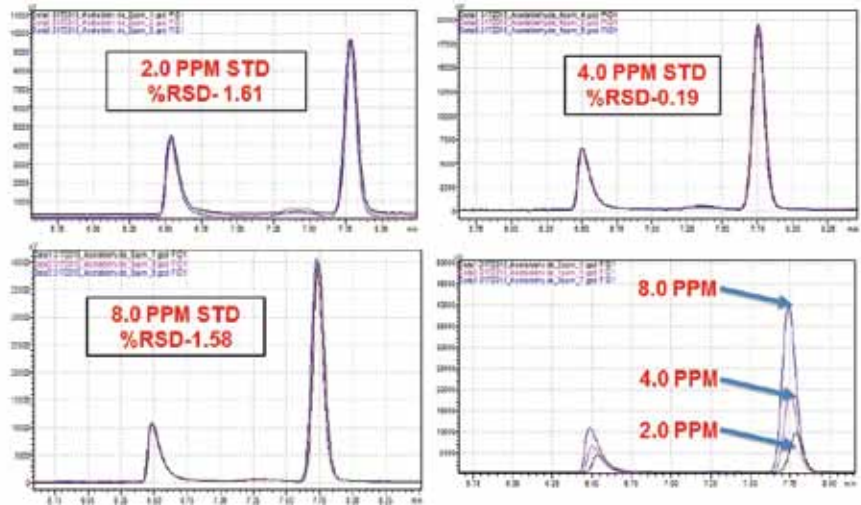
GC2010 + HS 20 sistemi Asetaldehit analizlerinde yüksek hassasiyet, tekrarlanabilirlik ve doğrusallık göstermektedir.

Referans:

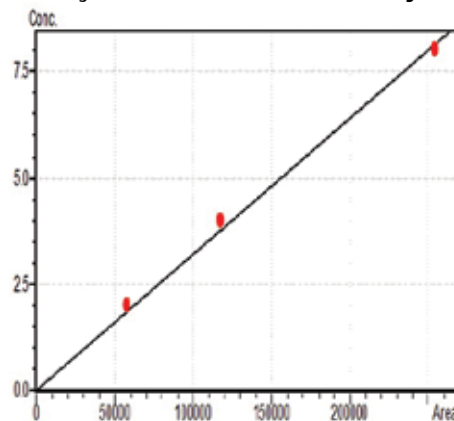
ASTM F2013 Metodu

Sistem	: GC-2010 + AF + HS-20 loop sistemi (Shimadzu, Japonya)
Kolon	: RT-Q 30M kolon (Restek, ABD)
Standart	: M-8315 Asetaldehit & Formaldehit (AccuStandard, ABD)
SPL Enjektör Sıcaklığı	: 150 °C
Enjeksiyon Modu	: Split
Taşıyıcı Gaz	: He
Akış Kontrol Modu	: Hız
Basınç	: 6.9 PSI
Toplam Akış	: 31.4 ml/dk
Kolon Akışı	: 5.68 ml/dk
Lineer Hız	: 49.5 cm/sn
Purge Akışı	: 3.0 ml/dk
Split Oranı	: 4.0
GC Kolon Sıcaklığı	: İzotermal 90 °C, 10.0 dk
FID Dedektör Sıcaklığı	: 250.0 °C
FID Akışı	: STD
İlave Akış	: APCI Basınç He (16.0 PSI)

Asetaldehit Kalibrasyon Tekrarlanabilirliği ve Linearite



Şekil 2. Asetaldehit Kalibrasyon Tekrarlanabilirliği ve Linearite



$$Y = aX + b$$

$$a = 3.24700e-005$$

$$b = 0$$

$$R^2 = 0.9995266$$

$$R = 0.9997633$$

$$RSS = 7.882695e-002$$

External Standard
Calib Curve:Linear
Zero:Force Through