



SEZEN ÇEPEL

Yük. Kimyager
ANT TEKNİK Satış Mühendisi

DİOKSİN ANALİZİ İÇİN YENİ NESİL OTOMATİK NUMUNE HAZIRLAMA

Optimal Numune Hazırlığı için Hızlı ve Kesin Yaklaşım - DEXTech™ ile Dioksin ve PCB'lerin Mükemmel Ayrımı

LCTech GmbH, otomatik numune hazırlama sistemleri konusunda uzman bir firmadır.

LCTech'in yeni nesil dioksin analizi için numune hazırlama cihazı DEXTech™, Alman Devlet Laboratuvarı Kimyasal ve Veteriner Analitik Enstitüsü Münsterland-Emscher-Lippe (CVUA MEL) tarafından özel olarak geliştirilmiştir ve valide hazırlama metodu ile birlikte yüklü olarak gelmektedir.

Bu metodun amacı dioksinlerin ve üç grup

PCB'nin (indikatör PCB, mono-ortho PCB, non-ortho-PCB) ayrılmasını sağlamaktır. Kromatografik analiz esnasında farklı PCB'ler üst üste çıkılabilmekte ve yanlış değerlendirmelere neden olabilmektedir. DEXTech™ ile bu sorun en başta elimine edilmektedir.

Dioksin ve PCB analizlerinde numune hazırlama, en detaylı ve en çok zaman gerektiren basamaktır. Kullanımı kolay ve aynı zamanda güvenilir otomasyon laboratuvarındaki iş yükünü çok daha basite indirir. Otomatik DEXTech™ numune hazırlama sistemi birçok avantaj sağlamaktadır.

Numunenin manuel enjeksiyonundan ve kolonların elektronik olarak kilitlemesinden sonra DEXTech™ numune hazırlığını sizin için üstlenecektir:

Cihaza yüklü ve hesaplanmış hazır metot uygulanarak, dioksin ve PCB'lerin üç ayrı grup olarak hassas ayrılması ve fraksiyonlanması gerçekleşir. Prosesin sonunda, bu fraksiyonlar saf haldeki bu fraksiyonlar ileriki analitik prosesler için hazırdır.

Şartlandırma basamağı dahil clean-up solvent sarfiyatı standart kolonla 400 ml, SMART kolonla ise 300 ml'dir. Analiz süresi ise 60 dakikadır!



Şekil 1. DEXTech™ Dioksin Sistemi

DEXTech™ Sistemi aşağıdakilerden oluşmaktadır:

1. Ana Ünite
2. Sertifikalı, kullanıma hazır kolonlar
3. Evrensel standart metot

DEXTech™, tüm dioksin ve PCB analizlerinde numune hazırlamaya uygundur:

- Balık, et, balık yağı, deniz ürünleri, peynir, yumurta, bitkisel yağ, pre-mix, kedi-köpek maması gibi gıda ve yem numuneleri
- Toprak, kanalizasyon atığı, sediment gibi çevre numuneleri
- Kan gibi biyolojik örnekler

Dört Kolon Konsepti

DEXTech™, birbiri altına dikey olarak yerleştirilmiş dört kolon ile dioksin ve PCB'lerin mükemmel clean-up'ını (temizlenmesini) ve ayrılmasını sağlamaktadır. Kullanıma hazır kolonlar her matris için uygundur ve cihazın hızlı kullanımına imkan verir.

Alüminyum bariyer tabakalı özel folyodan yapılan yüksek kaliteli paketleme malzemesi sayesinde, kolonların taşınması ya da saklanması sırasında su alması ya da ortamdaki dioksin ve PCB'lerin paketlerin içerisine girmesi engellenmektedir.

Farklı Numuneler - Farklı Kolonlar

Standart kolona 5 g'a kadar yağ yüklenebilmekte ve düşük dedeksiyon limitlerine inilebilmektedir. Alternatif olarak 1.5 g gibi düşük yağ kapasiteli numuneler için ise SMART kolonlar kullanılabilir. Bu kolonlar analiz süresini azalttığı gibi solvent sarfiyatını da azaltmaktadır. Çevre numuneleri için ise gümüş nitrat tabakalı özel kolon bulunmaktadır. Ayrıca, standart DEX-Tech™ sisteminde boş kolonlar bulunmaktadır, böylece kullanıcı, üç kolon gerektiren modifiye bir metod kullanabilir ya da ilave yıkama basamakları istenirse bunları gerçekleştirebilir.

Sadece Klik'leyin

Kolonların kullanımı oldukça kolaydır. Paketleme malzemesini keserek açın, kolonu çıkartın ve cihaza klik'leyin - takın!

Patentli elektronik kilitleme mekanizması, kullanılacak kolonları hiçbir alet ya da vidalı bağlantı gerektirmeden sızdırmaz olarak kapatır.

DEXTech™ sisteminde en üstte bulunan **asidik silika jel kolonu** (1), numunelerin yüksek kaliteli olarak ele alınması için temel kolondur. Bu çok tabakalı kolonda, cam fiber filtreler ile farklı sorbentler ayrılmaktadır. 5 g'a kadar yağ, konsantre sülfirik asit emdirilmiş silika jel tarafından degrade edilir. Buna ek olarak, su kalıntıları da numuneden uzaklaştırılmakta ve numune sonraki basamaklar için nötralize edilmektedir.

Florosil kolon (2), camdan yapılmıştır ve sistemde ikinci pozisyonda bulunmaktadır. Bu kolon dioksinleri tutmakta ve PCB'leri dioksinlerden ayırmaktadır.

Karbon kolonu (3), üçüncü pozisyonundadır ve PCB'lerin tutulmasında ve ayrılmasında görev almaktadır. Mono-ortho-PCB'ler ve ndl-PCB'ler birlikte bir fraksiyon olarak ele geçerken non-orto PCB'ler ayrı bir fraksiyon olarak toplanmaktadır.

İkinci **karbon kolonu** (4), dördüncü pozisyonda bulunmaktadır ve florosil kolondan gelen elüatı saflaştırmakta böylece dioksinlerin çakışmasını ve yanlış yorumlanmasını engellemektedir.

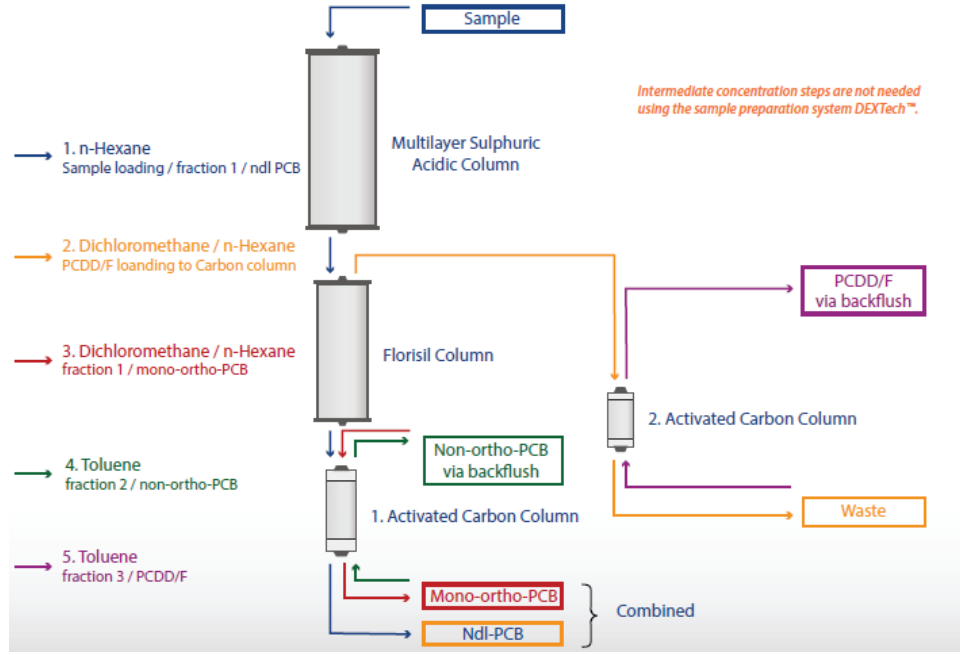
Karbon Kolonlarının Tekrar Kullanılmasıyla İşletim Maliyeti Azaltılması

Bir numune için analiz maliyeti; iki karbon kolonunun tekrar kullanılmasıyla oldukça azaltılabilir. Bu kolonların 20 kereye kadar tekrar kullanılması işletim maliyetini yaklaşık %30 oranında azaltmakta ve sonuç hassasiyetlerini değiştirmemektedir. İyi tasarlanmış solvent sağlama mekanizması ile kros-kontaminasyon engellenmektedir.



Şekil 2. Dioksin ve PCB Analizleri için Sertifikalı Kolonlar

Tablo 1. Akış Şeması : LCTech Dört Kolon Uygulaması



Kros-Kontaminasyon Yok

Üst düzey solvent denetimi, kros-kontaminasyon engellemektedir. Numune ile temas eden yüzeyler ya tamamen değişmekte (kolonlar) ya da proses sırasında sıkça yıkanmaktadır (numune loop'u ve valfler). Enjeksiyon, numune loop'unda kısmi (partial) dolum ile gerçekleştiğinden transfer pompası hiçbir şekilde numune ile temas etmemektedir. Dolayısıyla, transfer pompasında sadece kros-kontaminasyon değil pompanın kirlenmesi, aşınması ve yırtılması engellenmektedir.

Birçok analitik cihaz ile test edilen yüksek kaliteli valflerin özel tasarımı sayesinde kompleks matriksli numune enjeksiyonunda bile valflerin tıkanması mümkün değildir.



DEXTech™ valve

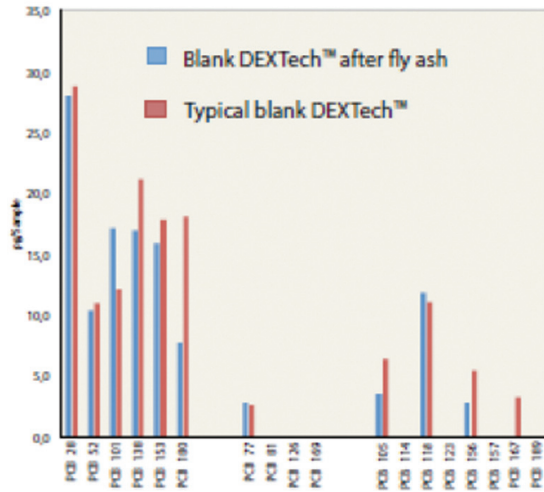


Injection of the sample



Fraction and waste disposal rack

Şekil 3. DEXTech™ Günlük Kullanım



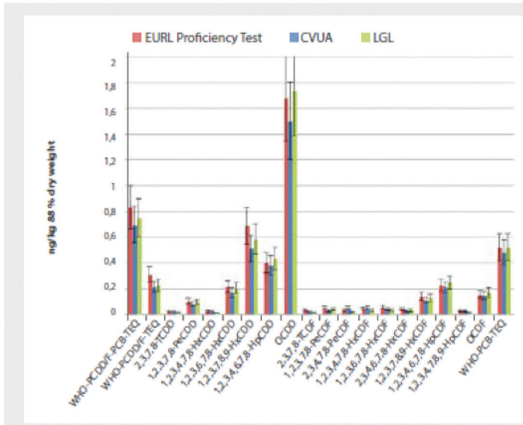
Şekil 4. DEXTech™ blank değerlerinin, yüksek bulaşma riskli kül numunesi ile çalışılmasından sonra elde edilen blank değerleri ile karşılaştırılması.

Güvenilir Sonuçlar

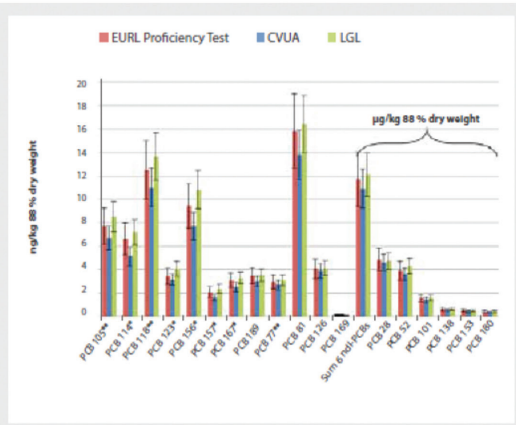
DEXTech™ sistemi 2013 “Feed Fat” ring denemesinde yüksek performans göstermiştir. Benzer şekilde, Avrupa Referans Laboratuvarı (EURL)’nda Sepiolite ekstrlerinden numune hazırlanması sırasında elde edilen 2014 ring denemesi sonuçları da oldukça tatmin edicidir.

Almanya’daki iki bağımsız devlet laboratuvarından elde edilen sonuçların karşılaştırılmasıyla DEX-Tech™ sisteminin numune hazırlama prosesinde oldukça iyi olduğunda fikir birliği edilmiştir.

Farklı laboratuvarlarda çeşitli matrislerle DEXTech™ sisteminin denenmesi sistemin güvenilir olduğunun bir başka kanıtıdır.



Şekil 5. EURL mükemmeliyet testince belirlenen değerler ile DEXTech™ kullanan iki laboratuvarın PCDD/F-türlerinin ve PCB-TEQ içeren Sum-TEQ’lerinin karşılaştırılması. (CVUA MEL, LGL Oberschleissheim)



Şekil 6. EURL mükemmeliyet testince belirlenen değerler ile DEXTech™ kullanan iki laboratuvarın PCB-türlerinin, ICES-6 ve Sum-TEQ’lerinin karşılaştırılması (CVUA MEL, LGL Oberschleissheim)

* Bu bileşiklerin konsantrasyonu 10 kat daha yüksektir.

** Bu bileşiklerin konsantrasyonu 100 kat daha yüksektir.