

DIOKSİN ANALİZİ İÇİN YENİ NESİL OTOMATİK NUMUNE HAZIRLAMA



Yök. Kimyager Sezen ÇEPEL

ANT TEKNİK Satış Mühendisi

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

LC Tech GmbH, otomatik numune hazırlama sistemleri konusunda uzman bir firmadır. LC Tech'in yeni nesil numune hazırlama cihazı LC Tech'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 çıkışabilmekte 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 kilitlenmesinden 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, saf haldeki bu fraksiyonlar ileriki analitik prosesler için hazırdır.

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

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 sarfıyatını da azaltmaktadır. Çevre numuneleri için ise gümüş nitrat tabakalı özel bir kolon bulunmaktadır. Ayrıca, standart DEXTech™ sisteminde boş kolonlar bulunmaktadır, böylece kullanıcı, üç kolon gerektiren modifiye bir metot 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™ 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

Şekil 1. DEXTech™ Dioksin Sistemi



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.

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

Karbon kolonu (3), üçüncü pozisyondadır 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 florisil kolondan gelen elüatı saflaştırmakta böylece dioksinlerin çakışmasını ve yanlış yorumlanmasını engellemektedir.

Şekil 2. Dioksin ve PCB Analizleri için Sertifikalı Kolonlar

Karbon Kolonlarının Tekrar Kullanılmasıyla İşletim Maliyeti Azaltılması

Bir numune için analiz maliyeti, iki karbon kolonunun tekrar kullanılmasıyla oldukça azaltılabilir. Bu kolonları 20 kereye kadar tekrar kullanılması işletim maliyetini yaklaşık %30 oranında

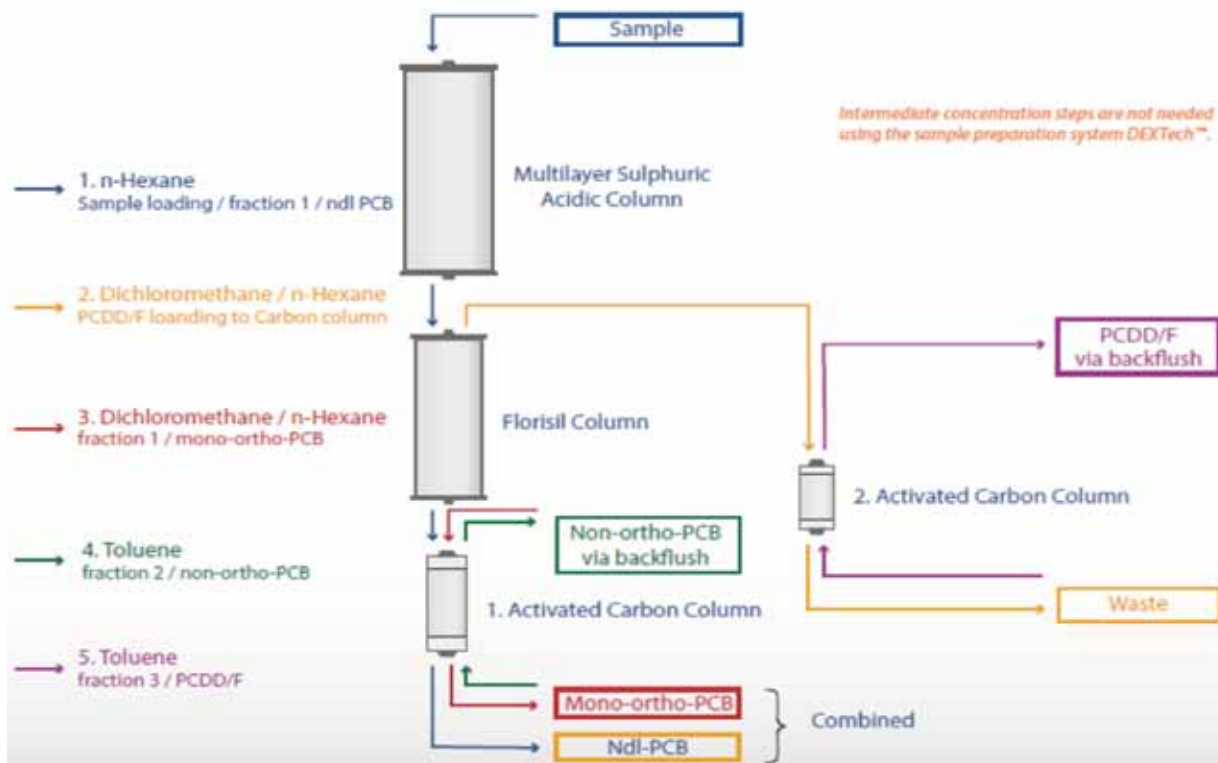
azaltmakta ve sonuç hassasiyetlerini değiştirmemektedir. İyi tasarlanmış solvent sağlama mekanizması ile kros-kontaminasyon engellenmektedir.

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

Tablo 1. Akış Şeması : LCTech Dört Kolon Uygulaması





DEXTech™ valve



Injection of the sample



Fraction and waste disposal rock

Şekil 3. DEXTech™ Günlük Kullanım

kirlenmesi, aşınması ve yırtılması engellenmektedir.

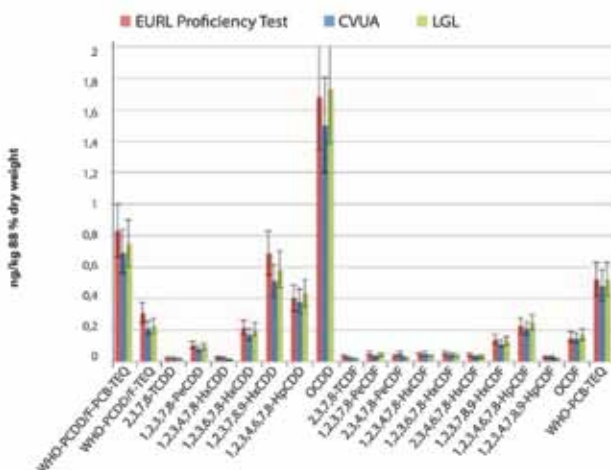
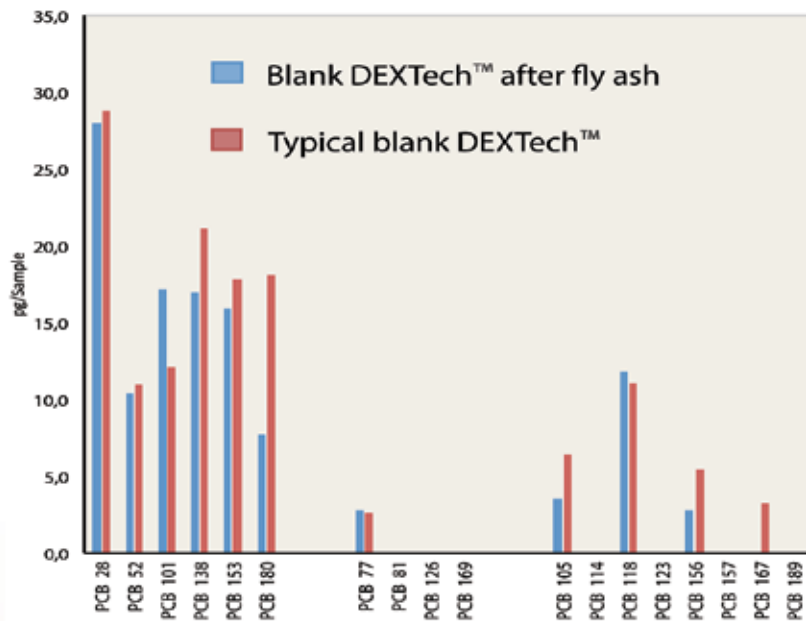
Birçok analitik cihaz ile test edilen yüksek kaliteli valflerin özel tasarımı sayesinde kompleks matriksli numune enjeksiyonunda ile bile valflerin tıkanması mümkün değildir.

Güvenilir Sonuçlar

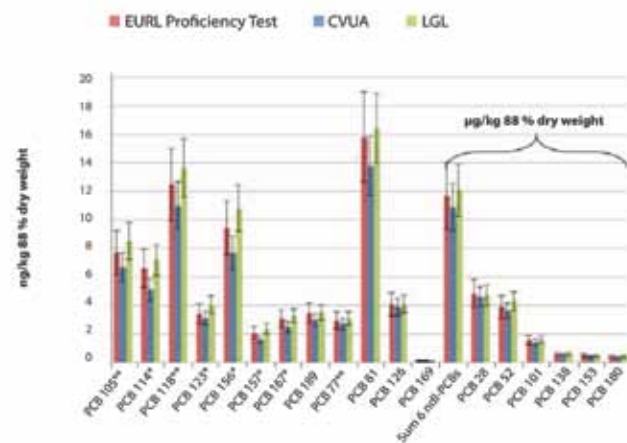
DEXTech™ sistemi 2013 “Feed Fat” ring denemesinde yüksek performans göstermiştir. Benzer şekilde, Avrupa Referans Laboratuvarı (EURL)’nda Sepiolite ekstrelerinden numune hazırlanması sırasında elde edilen 2014 ring denemesi sonuçları da oldukça tatmin edicidir. Almanya’daki iki bağımsız devlet laboratuvarından elde edilen sonuçların karşılaştırılmasıyla DEXTech™ sisteminin numune hazırlama prosesinde oldukça iyi olduğunda fikir birliği edilmiştir.

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

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



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.**