



Dr. Süleyman Seyhan
ANTTEKNİK Satış Mühendisi / Yüksek Kimyager /
ANTTEKNİK Sales Engineer / Chemist, PhD

İyon Kromatografisi Yöntemi ile Atık Analizleri

Waste Analysis using Ion
Chromatography Method

Critical 

Son yıllarda atıkların çevreye verebilecekleri zararların kontrol altına alınması için esas alınacak kriterler ve uygulamalar Çevre ve Orman Bakanlığı'nın Atık Mevzuatı ile ilgili yayınladığı birçok yönetmelikle belirlenmiştir. Bu yönetmeliklerin genel amacı; her türlü atık ve artığın çevreye zarar verecek şekilde, doğrudan veya dolaylı bir biçimde alıcı ortama verilmesi, depolanması, taşınması, uzaklaştırılması ve benzeri faaliyetlerin yasaklanması, çevreyi olumsuz yönde etkileyebilecek olan tüketim maddelerinin idaresini belli bir disiplin altına alarak, havada, suda ve toprakta kalıcı etki gösteren kirleticilerin hayvan ve bitki nesillerini, doğal zenginlikleri ve ekolojik dengeyi bozmasının önlenmesi ile buna yönelik prensip, politika ve programların belirlenmesi, uygulanması ve geliştirilmesidir.

Bu kapsamda, katı atıkların analizine yönelik yayınlanan Testler ve Numune Alma Metodlarını içeren Ek 1 ve Atık Kabul Kriterlerini içeren Ek 2 ile atık yağlar için Atık Yağ Kategorileri ve Müsade Edilen Kirletici Parametre Sınır Değerlerini içeren Ek 1 incelendiğinde toksik bazı elementler, iyonlar ve zararlı organik yapılar için sınırlamalar getirilmiştir. Günümüzde; çeşitli atık numunelerinde bu yönetmeliklerde yer alan eklerde sınır değerleri belirlenen ve doğrudan veya kimyasal değişime uğrayarak ekolojik sistem içerisinde karıştığı toprak yada suda kimyasal özellikleri değiştirerek toksik etkiye neden olan, Cl-, F- ve SO42- anyonlarının analizleri iyon kromatografisi tekniği ile yapılmaktadır.

İyon Kromatografisi, iyonların ppm ve ppb düzeyinde analizlerine imkan sağlayan geniş bir uygulama alanına sahip kromatografik bir tekniktir. Bu teknik sayesinde, başta temiz ve atık su olmak üzere su numunelerinde ve her türlü katı veya sıvı atık numunelerinde F-, Cl-, SO42-, NO2-, NO3-, Br-, PO43-, ClO2-, ClO3-, BrO3- anyonlarını ve Li+, Na+, Ca2+, K+, Mg2+, NH4+, katyonlarını eşzamanlı, hızlı ve güvenilir olarak analiz etmek mümkündür. İyon değiştirme kromatografisi diye de adlandırılan bu teknikte genel olarak dolgu maddesi sülfonik asit veya quarternary amonyum grupları bağlı reçine içeren, katyon veya anyon değiştirici iyon kromatografi kolonları kullanılır. Analiz edilecek anyonlar veya katyonlar bu kolonlarda iyonik yüke, hidrat iyonlarının çapına, polarizasyon durumuna, hareketli fazın pH'ı ile konsantrasyonuna ve kolon

Presently, criteria and practise to control potential harms of waste materials to the environment are defined by the Ministry of Environment and Urbanization in a Legislation Concerning Waste. Common purpose of waste regulations can be defined as prohibition of all activities including direct or indirect disposal, storage, transfer, removal etc. of all types of waste and effluent in a manner to give potential hazard or harm to the environment, control of consumer goods which could be harmful for the environment and to save the animal and plant generations as well as to keep ecological balance by preventing hazardous contaminants and pollutants for air, water and soil. Waste regulations include defining, applying and inventing principles, policies and programmes in this scope.

When Annex 1 of Tests and Sampling Methods for solid waste analysis and Annex 2 for the Waste Acceptance Criteria as well as Annex 1 for Waste Oil Categories and Limit Values for Allowed Contaminant Parameters are examined, it is noticed that some toxic elements, ions and dangerous organic material have been restricted. Nowadays, ion chromatography technique is used to analyse Cl-, F- and SO42- anions for which limit values are determined by the respective legislation. These anions are known to cause toxic effects when mixed directly or indirectly after chemical modification with soil or water within ecological system.

Ion Chromatography is a chromatographic technique with a wide application area which allows the analysis of ions at ppm and ppb levels. This technique allows simultaneous, rapid and reliable analysis of F-, Cl-, SO42-, NO2-, NO3-, Br-, PO43-, ClO2-, ClO3-, BrO3- anions and Li+, Na+, Ca2+, K+, Mg2+, NH4+, cations in clean and waste water samples and all types of solid and liquid waste. Also known as ion exchange chromatography, for this technique, generally anion or cations exchange ion chromatography columns with packing materials of sulphonic acid or quarternary ammonium groups containing bound resin are used. Anions or cations to be analysed are separated in these columns with respect to their ionic charge, diameter of hydrate ions, polarization status, pH and concentration of the mobile phase and column temperature and analysed using conductivity detector. Although, in general highly sensitive conductivity detectors are used in ion chromatography instruments; for some specific analysis including cyanide, cyanogen

sıcaklığına göre ayrılarak iletkenlik dedektörü yardımı ile analiz edilir. İyon kromatografi cihazlarında genel olarak yüksek duyarlılıkta çalışan iletkenlik dedektörleri kullanılsa da, siyanür, siyanürklorür veya organik asitlerin analizi gibi bazı özel analizlerde kolon sonrası türevlendirme yöntemi veya UV Absorbans dedektörleri de kullanılabilir.

Aşağıda, Atık Kabul Kriterlerini içeren Ek-2’de yer alan sınır değerler temel alınarak, Ant Teknik aplikasyon uzmanları tarafından, Shimadzu marka Prominence NS model iyon kromatografi sistemi ile çalışılmış uygulama notuna ilişkin bilgiler yer almaktadır. Plastik katı atık numunelerinde, bomba ile yakmadan sonra iyon kromatografi ile anyon analizleri gerçekleştirilmiştir. Tablo 1’de, F-, Cl-, SO42- iyonlarına ait kromatografik koşullar ve Şekil 1’de dış standart - kalibrasyon eğrisi metoduyla dedektör sinyalinin konsantrasyona karşı grafiği ve Şekil 2’de 1 g plastik katı atık numunesine ilişkin F-, Cl-, SO42- iyonlarına ait örnek kromatogramı yer almaktadır.

Tablo 1. F-, Cl-, SO₄²⁻ iyonlarına ait kromatografik koşullar

Cihaz	: HPLC
Kolonlar	: Shim-pack IC-A3 (150 mm x 4.6mm)
Kolon Fırın Sıcaklığı	: 40 °C
Enjeksiyon Hacmi	: 50 uL

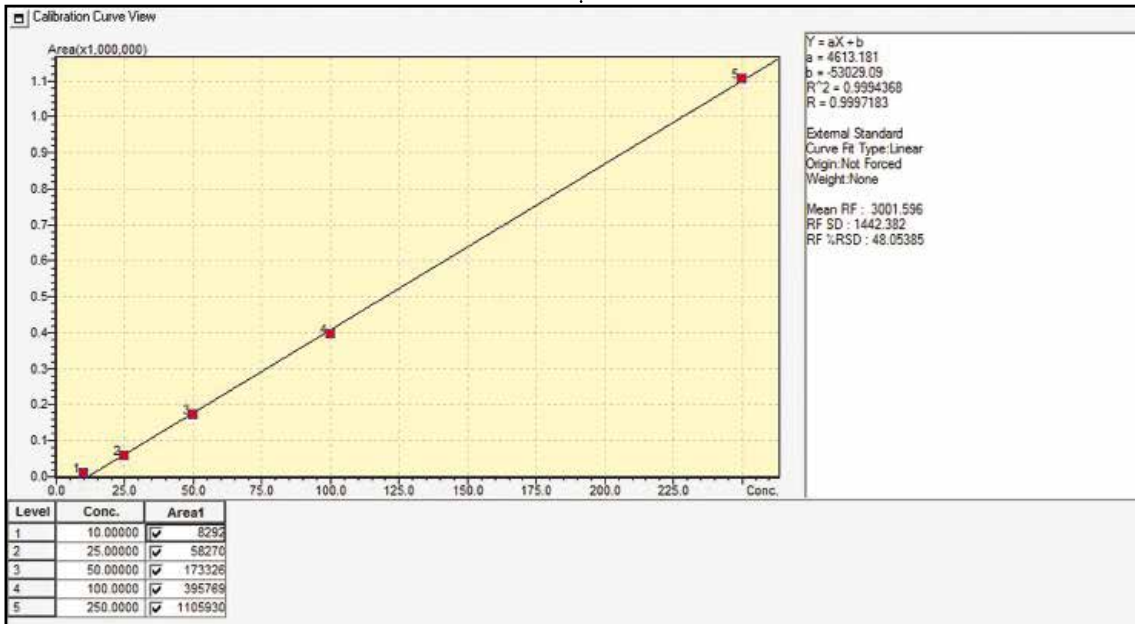
Akış Hızı	: 1,2ml/dak.
Dedektör	: CDD
Süre	: 20 dk
Mobil Faz	: 3.2mM Bis-Tris 50mM Boric Asid

chloride and organic acids post-column derivatization or UV Absorbance detectors could also be used.

Below, is data from an application note prepared by Ant Teknik application specialists who used Shimadzu Prominence NS model ion chromatography system to analyse anions at limit values mentioned in Annex 2 of Waste Acceptance Criteria Legislation. Plastic solid waste samples are analysed using ion chromatography after the sample is burnt using calorimeter bomb. Table 1 shows chromatographic conditions for F-, Cl-, SO42- ions, Figure 1 shows graphic of detector signal versus concentration using calibration curve method and Figure 2 shows sample chromatogram for F-, Cl-, SO42- ions for 1 g of plastic solid waste sample.

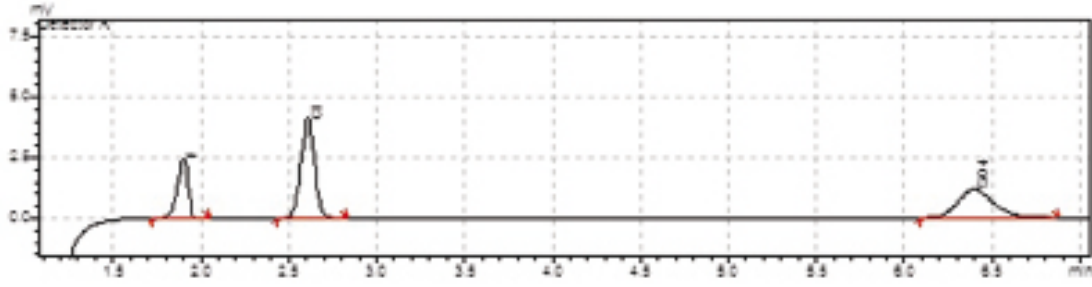
Table 1. Chromatographic conditions for F-, Cl-, SO₄²⁻ ions

Instrument	: HPLC
Columns	: Shim-pack IC-A3 (150 mm x 4.6mm)
Column Oven Temp	: 40 °C
Injection Volume	: 50 uL
Flow Rate	: 1,2ml/min
Detector	: CDD
Time	: 20 minutes
Mobile Phase	: 3.2mM Bis-Tris 50mM Boric Acid



Şekil 1. Dış standart - kalibrasyon eğrisi metoduyla dedektör sinyalinin konsantrasyona karşı grafiği

Figure 1. External standard – graphics for detector signal versus concentration using calibration curve method



Şekil 2. 1 g plastik katı atık numunesine ilişkin F-, Cl-, SO42- iyonlarına ait örnek kromatogram

Figure 2. Sample chromatogram for F-, Cl-, SO42- ions for 1 g of plastic solid waste sample



Referanslar

1. Çevre Bakanlığı Katı Atık Yönetmeliği
2. EPA Method 9056A ve EPA Method 5050
3. Ant Teknik - Shimadzu Uygulama Notu L006

Ant Teknik Hakkında

Ant Teknik, kuruluş yılı olan 1999'dan bu yana Kalite Kontrol ve Ar-Ge laboratuvarlarına yönelik analitik cihaz ve yedek parça satışı; servis, validasyon, aplikasyon ve eğitim hizmetleri sunuyor; anahtar teslim laboratuvar projeleri gerçekleştiriyor. İstanbul, Ankara, İzmir ve Bakü'deki ofisleri; 90'ın üzerinde çalışanı ve bölgesel bayileriyle çevre, ilaç, gıda ve kimya gibi birçok farklı alanda yenilikçi analitik çözümler sunuyor.

Konularında dünyanın en saygın üreticileri arasında yer alan Shimadzu Corporation, Kratos, Rudolph Research, JeioTech, Hitachi, Restek, GLSciences ve AccuStandard gibi firmaları Türkiye'de temsil eden Ant Teknik; analitik ve laboratuvar cihazlarının yanısıra kromatografi ve spektroskopi sarf malzemeleri de tedarik ediyor.

Ant Teknik Çevre çözümleri ile ilgili daha ayrıntılı bilgi için www.antteknik.com adresini ziyaret edebilirsiniz.

References

1. Turkish Ministry of Environment and Urbanization, Legislation Concerning Solid Waste
2. EPA Method 9056A and EPA Method 5050
3. Ant Teknik - Shimadzu Application Note L006

About Ant Teknik

Ant Teknik, founded in 1999 in Istanbul, is offering analytical instruments, technical service and spare parts; validation, application and training as well turn-key laboratory project services for Quality Control and Research&Development laboratories. Today, we offer innovative analytical solutions for various fields such as environment, pharmaceutical, food and chemicals. We have offices in Istanbul, Ankara, Izmir, Adana and Baku; more than 90 employees; and regional subdealers.

We represent respected manufacturers of analytical and other laboratory instruments including Shimadzu Corporation, Kratos, Rudolph Research, JeioTech, Hitachi, Restek, GL Sciences in Turkey.

For detailed information about Waste Management and Environment Analysis Solutions from Ant Teknik, please visit www.antteknik.com.