



# UYGULAMA NOTU

Gaz Kromatografi Kütle Spektrometri

M005

## GC/MS ile Suda Pestisit Analizi

### HAZIRLAYAN

Yük. Kim. Müh. Hacer Tanacı  
Ant Teknik Cihazlar Ltd. Şti.



**KONU:**

Suda pestisit analizi

**ÇALIŞMANIN AMACI:**

İçme suyu ve atık sulardaki pestisitlerin tespiti

Uluslararası Çevre Koruma Ajansı (EPA) pestisitleri zirai ürünlere, insanlara veya diğer canlılara zarar verebilecek böcek, haşere, kemirgen, yabancı ot, mantar, bakteri ve virüs vb. canlıların olumsuz etkilerini engellemek, hafifletmek, yok etmek ya da kontrol altında tutabilmek için kullanılan her türlü madde veya madde karışımı olarak tanımlamaktadır.

Pestisitler, yapı olarak canlı organizmaları yok etmek veya işlevlerini yavaşlatmak üzere geliştirildiği ve etki alanları yalnızca hedef organizma ile sınırlı kalmadığı için doğal olarak insanlar ve hayvanlar üzerinde istenmeyen sağlık sorunlarına neden olabilmekte ve ayrıca çevre üzerinde de olumsuz etkiler bırakabilmektedir. Kullanılan bu ilaçlar toprağa oradan da şebeke suyu ve kaynak sularına karışabilmektedir.

**METOD ve MATERYALLER:**

Numune ekstraksiyonu için 2 farklı tür metot kullanılmaktadır. Sudaki pestisit limitleri ppt seviyesinde olduğu için GCMS ile tayin edilebilmesi için zenginleştirme yapılmalıdır.

**1. Sıvı- sıvı ekstraksiyon yöntemi****2. SPE ekstraksiyon yöntemi**

Çalışma Shimadzu marka GCMS-QP2010Plus cihazıyla yapılmıştır.

**EKSTRAKSİYON YÖNTEMİ 1:**

- 1 litre su numunesine 30 gr NaCl eklenir ve iyice karıştırılır. (1 lt'lik su için 2 lt'lik ayırma hunisi kullanır.)
- 200 ml aseton eklenir
- 100 ml diklorometan eklenir. İyice karıştırılarak faz ayırımının olduğu gözlenir.
- Alt faz 500 ml hacimli balona alınır.
- Ayırma hunisinde kalan sıvı içerisine 50 ml DCM ilave edilir ve tekrar kuvvetlice karıştırılır
- Tekrar 50 ml DCM ilave edilir kuvvetlice karıştırılır beklenir ve alt faz alınır.
- Toplanan organik fazlar (balon joje içindeki) susuz NaSO<sub>4</sub> tan süzülür.
- Süzüntü evaporatörde kuruyana kadar uçurulur.
- Balon içeriği 4ml hekzanla yıkanır ve cihaza verilmek üzere bir vialle alınır.

*1 L su numunesi sonuç olarak 4 ml hekzan çözücüsü içerisine alınmıştır. 250 kat zenginleştirme gerçekleştirilmiştir.*

## EKSTRAKSİYON YÖNTEMİ 2:

- 500 mg C18 SPE kartuşları (1. Kartuş) kullanımdan önce 10 ml metanol ve 6 ml su ile şartlandırılır (Vakum uygulanmadan ve kartuşun kurummasına izin verilmemelidir)
- 1 L su numunesi cam fiber filtreden süzülür.
- Süzülen su numunesi amber cam şişeye alınır.
- Numune üzerine 10 ml metanol ilave edilir.
- Su numunesi vakum manifoldu kullanılarak yaklaşık 2 saatlik bir süre içerisinde SPE kartuşundan geçirilir.(Bu zenginleştirme işlemi esnasında kartuşun kurummasına dikkat edilir)
- SPE kartuşu N2 gazı altında (10 dakika) kurutulur.
- Kartuştaki pestisitler 4 ml hekzan kullanılarak elüe edilir. (Kartuşta su kalması ihtimaline karşı, toplanan hekzan fazına susuz sodyum sülfat ilave edilir. 1 ml hezan GC vialine alınarak; örnek GCMS analizi için hazırdır.

*1 L su numunesi sonuç olarak 4 ml aseton çözücüsü içerisinde alınmıştır.250 kat zenginleştirme gerçekleştirilmiştir*

**Hesaplama:** Standart karışım kullanılarak external standart yöntemine göre miktar tayini yapılmaktadır.

## ANALİTİK KOŞULLAR:

Cihaz	: GCMS-QP2010Plus	İyon Kaynağı Sıcaklığı	: 200 °C
Kolon	: TRB-5MS	Arayüz Sıcaklığı	: 250 °C
(30 m x0.25 mm x0.25 um)		Başlangıç	: 0 dk
Enjeksiyon Sıcaklığı	: 250 °C	Bitiş	: 55 dk
Enjeksiyon Modu	: Split	Veri Toplama Modu	: Scan
Akış Kontrol Modu	: Pressure	Başlangıç m/z	: 40
Basınç	: 80 kPa	Bitiş m/z	: 400
Split Oranı	: 25		
Kolon Sıcaklık Programı:			
	40 °C 2 dk		
	4 °C/dk	240 °C 3 dk	

- PEST EI3 kütüphanesi kullanılmıştır.

## SONUÇLAR ve GÖRÜŞLER

Tablo 1: Suda bakılan pestisitler ve yasal limit değerleri

ID	İsim	Limit (ug/kg)
1	Heptaklorobenzen	0,1
2	Alfa HCH	0,1
3	Gamma HCH	0,1
4	Heptaklor	0,03
5	Aldrin	0,03
6	Heptaklorepoksit	0,03
7	Dieldrin	0,03
8	Alfa Endosülfan	0,1
9	Beta Endosülfan	0,1
10	Azinfos Metil	0,1
11	Azinfos Etil	0,1
12	Demeton	0,1
13	Diazinon	0,1
14	Diasulfaton	0,1
15	Etion	0,1
16	Malation	0,1
17	Paratyon Etil	0,1
18	Paratyon Metil	0,1
19	Metamidofos	0,1
20	Klorprifos Etil	0,1
21	Klorprifos Metil	0,1

Bu Aplikasyon Notu uygulamanın gerçekleştirildiği tarihe ait bilgiler ışığında oluşturulmuştur.  
Bu yayında yer alan bilgilerin referans gösterilerek başka bir yerde kullanılması Ant Teknik'in iznine tabidir.  
Aplikasyon Notu Ant Teknik tarafından önceden bildirilmeksizin değiştirilebilir.