

GCMS ile

Bitkisel Yağda Fitalat Kalıntısının Analizi



Kimya Yüksek Müh. Hacer Özkan
Ant Teknik Cihazlar Ltd. Şti.



Fitalatlar, oyuncaklar, vinil zeminler ve duvar kaplamaları, deterjanlar, yağlama yağları, gıda ambalajları, ilaçlar, kan torbaları ve hortumlar gibi yüzlerce üründe ve oje, saç spreyleri, tıraş losyonları, sabunlar, şampuanlar, parfümler vb. kişisel bakım ürünlerinde kullanılan bir grup kimyasaldır.

Gıda ile temas eden madde ve malzemelerden gıdalara geçen fitalatların kalıntı analizi, sağlığa potansiyel zararları nedeniyle, önem arz etmektedir.

Bu çalışmada, gıda ile temas eden madde ve malzemelerden bitkisel yağa geçen bazı fitalat esterlerinin ve miktarlarının GCMS ile tespit edilmesi amaçlanmaktadır. İçerisine gıdanın doldurulabileceği veya belirlenmiş büyüklükte parçaların kesilebileceği tüm gıda ile temas eden madde ve malzemelere uygulanabilir.

METOD VE MATERYALLER

Çalışmamız, Shimadzu marka GCMS-QP2020 model GCMS sistemi ile yapılmıştır.

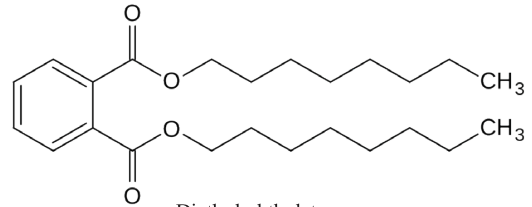
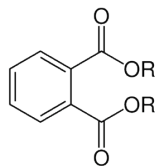


Analitik Koşullar

| | |
|-------------------------|---------------------------------------|
| Cihaz | : Shimadzu GCMS |
| Model | : GCMS-QP2020 |
| Kolon | : Rxi-5MS (30 m x 0.25 mm x 0.25 µm) |
| Enjeksiyon Sıcaklığı | : 280 °C |
| Enjeksiyon Modu | : Splitless |
| Akış Kontrol Modu | : Pressure |
| Basınç | : 102 kPa |
| Kolon akışı | : 1.30 mL/dk |
| Split Oranı | : -1 |
| Kolon Sıcaklık Programı | : 80 °C 1 dk 15 °C/dk 280 °C 15 dk |
| İyon Kaynağı Sıcaklığı | : 230 °C |
| Arayüz Sıcaklığı | : 280 °C |
| Veri Toplama Modu | : SIM |

• W9N11 kütüphanesi kullanılmıştır.

Diethyl phthalate



Diethyl phthalate

Şekil 1. Fitalatların genel kimyasal yapısı



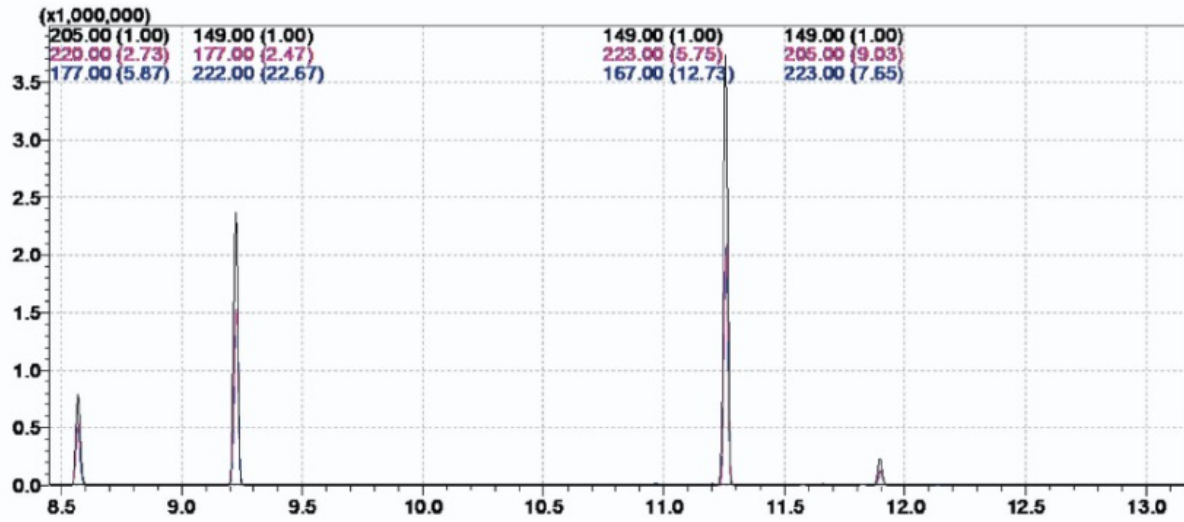
GCMS-QP2020 ve GCMS-QP2020 NX Gaz Kromatografi Kütle Spektrometreler

SONUÇLAR VE DEĞERLENDİRME

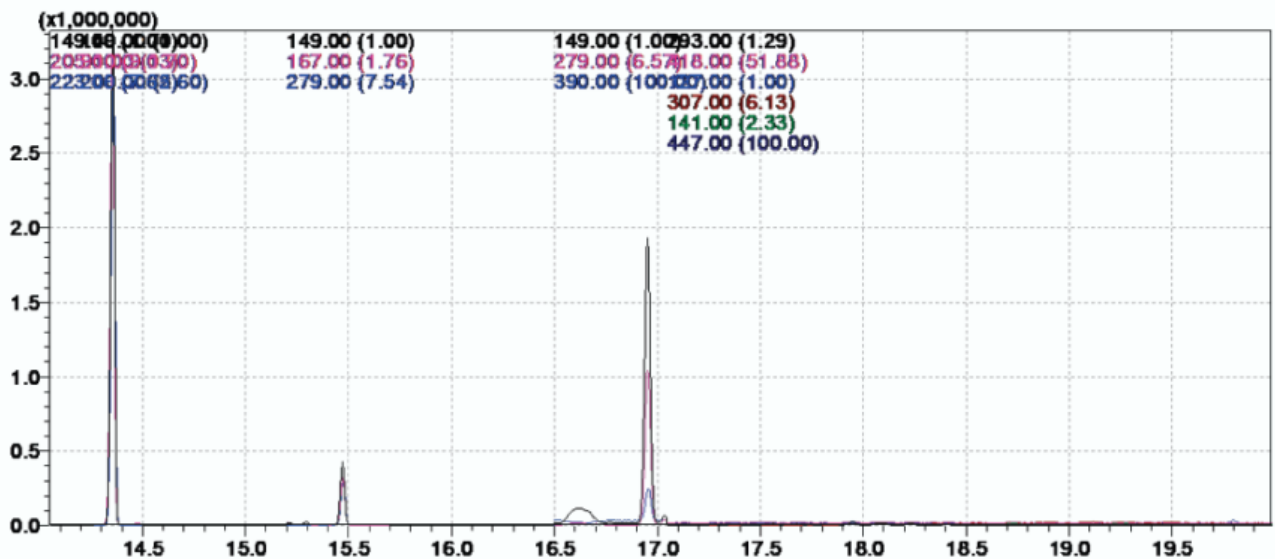
1. Kromatogramlar

Hesaplama

Standart karışım kullanılarak internal standart yöntemine göre miktar tayini yapılmaktadır. Internal standart olarak BHT kullanılmıştır.



Şekil 2. Standart çözelti SIM kromatogramı



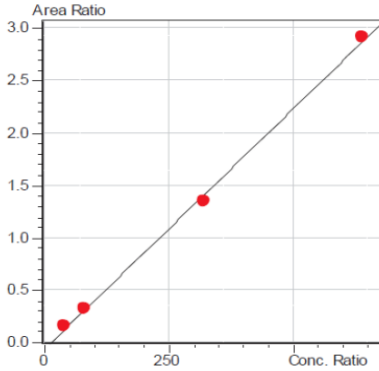
Şekil 3. 640 ppb standart kromatogramı

Tablo 1. Değerlendirme Tablosu

| Name | m/z | Ret. Time | Ref. İons | Con1 | Con2 | Con3 | Con4 |
|------|------|-----------|-----------|----------------|------|------|------|
| 1 | BHT | 205.00 | 8.570 | 220.00-177.00\ | 1 | 1 | 1 |
| 2 | DEP | 149.00 | 9.220 | 177.00-222.00\ | 40 | 80 | 320 |
| 3 | DIBP | 149.00 | 11.255 | 223.00-167.00\ | 40 | 80 | 320 |
| 4 | DBP | 149.00 | 11.895 | 205.00-223.00\ | 40 | 80 | 320 |
| 5 | BBP | 149.00 | 14.350 | 91.00-206.00\ | 40 | 80 | 320 |
| 6 | DHEP | 149.00 | 15.470 | 167.00-279.00\ | 40 | 80 | 320 |
| 7 | DNOP | 149.00 | 16.955 | 279.00-390.00\ | 40 | 80 | 320 |
| 8 | DINP | 293.00 | 17.945 | 127.00-418.00\ | 40 | 80 | 320 |
| 9 | DIDP | 307.00 | 19.110 | 141.00-447.00\ | 40 | 80 | 320 |

2. Kalibrasyon Eğrileri

DEP

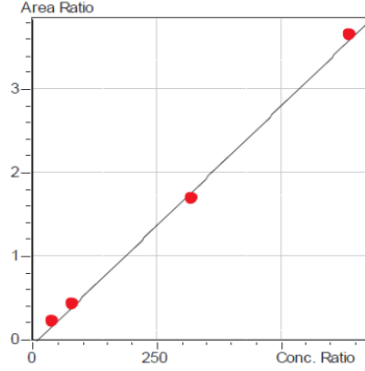


$$Y = 4.59727e-003X - 5.877497e-002$$

$$R^2 = 0.9988249$$

$$R = 0.9994123$$

DNOP



$$Y = 5.71989e-003X - 6.141712e-002$$

$$R^2 = 0.9987073$$

$$R = 0.9993535$$

REFERANSLAR

1. Ant Teknik Aplikasyon Notu, KMY009
2. TS EN 14372, Çocuklar için kullanım ve bakım eşyaları - Çatal-Bıçak ve mama eşyaları - Güvenlik kuralları ve deneyler başlıklı standart
3. EUR 24387 EN, DIDP in Oil Laboratory performance and precision criteria of a harmonised method
4. EUR 23972 EN, Plasticisers in Gaskets and Oil
5. Wiley W9 N11, Wiley Mass Spectra Library



Uluslararası Gıda ve İçecek Yan Sanayi Fuarı

www.anugafoodtec.com

KÖLN,
26.-29.04.2022

**ONE FOR ALL.
ALL IN ONE.**

Food Processing | Food Packaging | Safety & Analytics | Intralogistics
Digitalisation | Automation | Environment & Energy | Science & Pioneering

Special Edition!
Be part of it -
find out more here!



tezulaş fuar danışmanlık
hizmetleri ltd. şti.
Bağdat Cad. 181/6
34730 Çiftelavuzlar -
Kadıköy / İSTANBUL
Tel: 0216-385 66 33
Fax: 0216-385 74 00
info@tezulas-fuar.com

