

# Polistirende uçucu organik karbonların (VOC) kapiler backflush GC sistemi ile analizi

Polistiren (PS) gıda ambalaj malzemesi olarak sıklıkla kullanılan bir malzemedir. Bu uygulama notunda backflush GC sistemi kullanılarak gerçekleştirilen uçucu organik çözelti (VOC) analizleri açıklanmaktadır.

**Hacer KAPTANOĞLU**  
Yüksek Kimya Mühendisi  
Ant Teknik Aplikasyon Uzmanı

Gıda ambalaj malzemelerinde organik çözelti kalıntıları, gıda güvenliği açısından taşıdığı riskler nedeniyle son derece önem verilen bir konudur. Backflush GC sistemi ile ABS polimerinde akrilonitrilin hızlı analizi örneğinin yer aldığı bu uygulama, gıda güvenliği konusuna dikkat çekmektedir. Polistiren (PS) gıda ambalaj malzemesi olarak sıklıkla kullanılan bir malzemedir. Bu uygulama notunda backflush GC sistemi kullanılarak gerçekleştirilen uçucu organik çözelti (VOC) analizleri açıklanmaktadır.

## Polistiren (PS) polimerinde VOC analizine genel bakış

Gıda ambalajlarında ve mutfak gereçlerinde yaygın olarak kullanılan polistiren (PS) polimeri monomerler ve hammadde safsızlıkları (impürte) içermektedir. Halk sağlığına ve kalite güvenceye verilen önemin artmasıyla, gıda ambalajlarında ve mutfak gereçlerinde kullanılan malzemelere yasal sınırlama getirilmiştir. Yasal sınırlama getiren malzemeler arasında bulunan beş uçucu organik karbon stiren, toluen, etilbenzen, izopropilbenzen ve n-propilbenzen. Polistirende toplam stiren, toluen, etilbenzen, izopropilbenzen ve n-propilbenzen içeriğine ppm seviyesinde sınırlama getirilmiştir. Bazı ülkelerin yönetmeliklerinde ise sıcak su ile temas eden polistiren için belirlenen limitler sıcak su ile temas etmeyenlere göre daha düşük seviyelerdedir.



nırlama getiren malzemeler arasında bulunan beş uçucu organik karbon stiren, toluen, etilbenzen, izopropilbenzen ve n-propilbenzen. Polistirende toplam stiren, toluen, etilbenzen, izopropilbenzen ve n-propilbenzen içeriğine ppm seviyesinde sınırlama getirilmiştir. Bazı ülkelerin yönetmeliklerinde ise sıcak su ile temas eden polistiren için belirlenen limitler sıcak su ile temas etmeyenlere göre daha düşük seviyelerdedir.

## Backflush GC sistemi

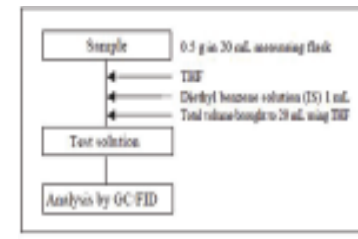
Backflush GC sisteminde, ileri basınç kontrolörü (APC) ve bağlantı parçasından (fitting) oluşan özel bir backflush sistemi GC kolonunun çıkışına bağlanmıştır. Backflush sistemi kolon çıkış basıncının kontrol edilebilmesi ile kolondan geçen akışın tersine çevrilebilmesine olanak verir. Backflush işlemi uygulandığında,

analitlerin dedekte edilmesiyle backflush sistemi üzerindeki basınç artar, enjektördeki basınç ise eş zamanlı olarak düşer.

Bu basınç değişimleri analiz sırasında basınç gradyentini tersine çevirir. Sonuç olarak, taşıyıcı gaz akışı tersine çevrilir ve kolonda kalan istenmeyen bileşenler enjeksiyon port split vanası ile dışarıya atılır. Bu teknik analiz süresini kısaltır, kolonu korur ve dedektör kontaminasyonunu önler.

## Analiz metodu (Polistiren polimerin ön işlemi-numune hazırlığı)

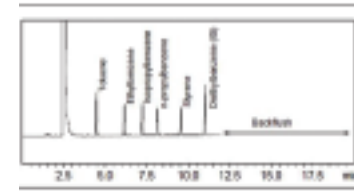
Numune hazırlama ilgili standartlarda tanımlandığı gibi yapılmaktadır. Bu uygulama örneğinde, ticari bir polistiren polimer kağıdından 0.5 g ağırlığında parçalar kesilmiş, tartılmış ve bir erlene konmuştur. Parçaların çözünmesi için yeterli miktarda tetrahidrofur (THF) şişeye eklenmiştir. Daha sonra, 1 µg/mL dietil benzen 1 mL'lik internal standart çözeltisi erlene elenmiş ve toplam hacim THF eklenerek 20 mL'ye tamamlanmıştır.



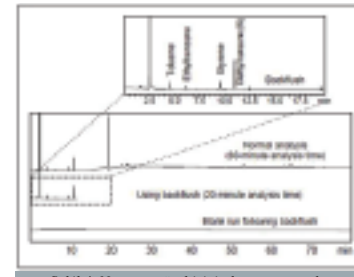
Şekil 2. PS Polimer numunesinin hazırlanması

Tablo 1. Analitik Koşullar

|                    |                                                                                                           |
|--------------------|-----------------------------------------------------------------------------------------------------------|
| Column             | : Rtx-Wax (30 m × 0.25 mm I.D. df = 0.5 µm)                                                               |
| Column Temp.       | : 60 °C - 4 °C/min - 100 °C - 10 °C/min - 120 °C - 20 °C/min - 250 °C                                     |
| Injection Temp.    | : 220 °C                                                                                                  |
| Carrier Gas        | : He                                                                                                      |
| Injection Method   | : Split 1: 30                                                                                             |
| Injection Pressure | : 177 kPa (12 min) - 400 kPa/min - 20 kPa (7.61 min) - 50 kPa (12 min) - 400 kPa/min - 300 kPa (7.37 min) |
| Injection Volume   | : 1.0 µL                                                                                                  |
| Detector           | : FID                                                                                                     |
| Detector Temp.     | : 280 °C                                                                                                  |



Şekil 3. Standart çözeltinin kromatogramı



Şekil 4. Numune çözeltisinin kromatogramları

## Ant Teknik hakkında

Ant Teknik, kuruluş yılı olan 1999'dan bu yana Kalite Kontrol ve Ar-Ge laboratuvarlarına yönelik analiz cihaz satışı, servis ve yedek parça temini; validasyon, aplikasyon ve eğitim hizmetleri sunuyor; anahtar teslim laboratuvar projeleri gerçekleştiriyor. İstanbul, Ankara ve İzmir'deki ofisleri; 60'ın üzerinde yakın çalışan ve 20'nin üzerinde şehirde faaliyet gösteren bayileriyle çevre, ilaç, gıda ve kimya gibi birçok farklı alanda yenilikçi analitik çözümler sunuyor. Konularında dünyanın saygın üreticileri arasında yer alan Shimadzu Corporation, Celsis, JeioTech gibi firmaları Türkiye'de temsil eden Ant Teknik; ayrıca Restek, GLSciences, Kromasil, Hellma ve PSS gibi dünyaca tanınan üreticilerden kromatografi ve spektroskopi sarf malzemeleri de tedarik ediyor. Firma, aynı zamanda çevre-dostu sosyal sorumluluk projeleri ile de dikkatleri çekiyor. Müşterilerinin satın aldığı her cihaz için belirli bir sayıda çam fidanı diken Ant Teknik, uygulamanın başladığı günden bu yana 9.000'in üzerinde çam fidanını doğaya armağan etti.



Şekil 5. Shimadzu GC-2010 Plus Gaz Kromatografi Sistemi

Analiz, Restek Rtx-Wax kolonu kullanılarak (iç çapı 0.25 mm, uzunluk 30m, film kalınlığı 0.5 µm) GC/FID sistemi ile gerçekleştirilmiştir. Numune hazırlama yöntemi Şekil 2'de gösterilmektedir.

## Standart çözeltinin analizi

VOC standart çözeltisi dietil benzen internal standart çözelti eklenerek hazırlanmıştır (1 µL/mL). Şekil 3 her bir maddeden 25 µg/mL içeren standart çözeltinin ölçümünden elde edilen kromatogramı göstermektedir.

## Numune çözeltisinin analizi

Ticari polistiren kağıdından hazırlanan numune çözeltisinin ölçümünden elde edilen kromatogramlar Şekil 4'te, analitik koşullar ise Tablo 1'de gösterilmektedir. Backflush işlemi uygulanmadığında, safsızlıkların 250 °C kolon sıcaklığı altında sistemden uzaklaştırılması

yaklaşık 60 dakika, toplam analiz süresi ise 80 dakikayı bulmaktadır. Backflush işlemi uygulandığında ise hedef bileşenlerin analiz başlangıcından itibaren 12. dakikada ayrıştırıldığı ve yüksek kaynama noktalı safsızlıkların dışarı atılması ve hatta diğer gereksiz safsızlıkların da dışarı atılması da dahil olmak üzere toplam analiz süresinin 80 dakikadan 20 dakikaya kadar düşürüldüğü görülmektedir. İlave olarak, backflush işleminden sonra gerçekleştirilen blank (kör) çalışmasında peak elde edilmemesi, gereksiz

(hedef bileşen olmayan) maddelerin backflush işlemi ile tamamen uzaklaştırıldığını gösterilmektedir.

Yukarıdaki uygulama örneğinde yer alan GC cihazının yanı sıra, ambalaj malzemelerinin analizinde analitik cihazlar yoğun olarak kullanılmaktadır. Formaldehit, PCB, aromatik amin kalıntıları vb. testler için Gaz Kromatografi (GC) ve Gaz Kromatografi Kütle Spektrometre (GCMS) cihazları; yapı tayini, migrasyon testleri, ince tabaka film kalınlığı vb. testler için Enerji Dağılımlı X-Işını Spektrometre (EDX) ve Fourier Transform Infrared Spektrofotometre (FTIR) cihazları; erime noktası ve yapışma yüzdesi analizleri için Diferansiyel Taramalı Kalorimetre (DSC) cihazı ve ağır metal analizleri için Atomik Absorpsiyon Spektrofotometre (AAS) veya İndüktif Eşleşmiş Plazma (ICP) cihazları kullanılmaktadır. □

Referanslar: Shimadzu Corporation G267 No.lu Aplikasyon Bülteni