ANT TEKNİK

UYGULAMA NOTU

Gaz Kromatografi Kütle Spektrometri **M004**

GC/MS ve Purge&Trap ile İçme Suyu ve Atık Suda VOC Analizi

HAZIRLAYAN

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

SHIMADZU
Excellence in Science

KONU:

Purge &Trap yöntemiyle suda uçucu karbon bileşiklerinin (VOC) analizi

ÇALIŞMANIN AMACI:

İçme suyu ve atık sulardaki VOC bileşiklerin tespit edilmesi ve miktarlarının belirlenmesidir.

Son yıllarda artan çevre bilinci kimyasal maddelerin; üretiminden tüketimine kadar bütün evrelerinde çevre uyumlu olmasını ve sürdürülebilir bir kalkınma için temiz teknolojileri zorunlu kılmaktadır. Bu sebeple eko sisteme pek çok zararı olan VOC bileşiklerinin tespiti önem kazanmaktadır.

Uluslararası Çevre Koruma Ajansı (EPA), 8260 metodunda kontrol edilmesi gereken VOC parametrelerini listeleyerek; limit değerleri ve analiz yöntemlerini belirlemiştir. Bu kapsamda sıvı-sıvı ekstraksiyon, HS ya da Purge &Trap kullanılan teknikler arasındadır.

METOT ve MATERYALLER:

Numune ekstraksiyonu için; EPA 8260B metodunda önerilen PURGE&TRAP cihazı kullanılmıştır.

Uygulamamız Shimadzu marka GCMS-QP2010Plus cihazı ve EST marka Purge&Trap sistemleriyle NEN Mühendislik Laboratuvarı'nda gerçekleştirilmiştir.

Hava, su, toprak ve atık gibi farklı örneklerde kapsamlı analizler yapan Nen Mühendislik Laboratuvarı'na, Shimadzu marka GCMS, GC (FID+FPD), GC(ECD), TOC ve UV cihazlarımız ile destek vermekteyiz.

PURGE &TRAP CİHAZININ ÇALIŞMA PRENSİBİ:

Purge &Trap ekstraksiyon yöntemi; herhangi bir ön hazırlık gerektirmeden; VOC ekstraksiyonunu mümkün kılmaktadır. Su veya atık su numunesindeki VOC bileşiklerinin, örnek içerisinden geçen purge gaz (He ya da N2) ile uçucu hale gelmesi sağlanarak; trap yüzeyine hapsedilir. EPA metoduna göre 11 dakikalık purge işlemi sonrasında, trap de tutunarak konsantre hale gelen VOC bileşikleri, trap sıcaklığının arttırılmasıyla (260°C) tekrar gaz fazına geçer. Toplanan örnek, taşıyıcı gaz yardımıyla GCMS'e gönderilir.

Yöntemde matriks etkisi bulunmadığı için; GCMS analizlerinin tekrarlanabilirliliği yüksektir. 0.05 ppb dedeksiyon limitiyle, purge edilebilen parametreler için en hassas tekniktir.



Concentrator: ENCON



Autosampler: CENTURION

PURGE&TRAP EKSTRAKSİYON KOŞULLARI:

Cihaz : Encon+Centruion Purge&Trap (EST marka)

Trap : Vocarb3000 + MoRT (Nem tutucu trap)

Vial : VOA vial (40 mL)

Transfer Line Temp	:	150 °C	**Desorp Preheat Temp**	:	255 °C
Valve Oven Temp	:	150 °C	**Desorb Temp**	:	260 °C
Trap Ready Temp	:	35 °C	**Desorb Time**	:	0.5 min
MoRT Ready Temp	:	39 °C	**Trap Bake Temp**	:	265 °C
Purge Flow Rate	:	40 ml/min	**MoRT Bake Temp**	:	210 °C
Purge Time	:	11 min	**Bake Flow Rate**	:	85 ml/min
Dry Flow Rate	:	40 ml/min	**Bake Time**	:	8 min
Dry Purge Time	:	1 min			

GCMS METOD KOŞULLARI:

Cihaz : GCMS-QP2010 PLUS (Shimadzu marka)

Kolon : Rxi-624Sil MS (60 m x 0.25 mm x 1.4 um) (Restek marka)

Enjeksiyon Sıcaklığı	:	200 °C	**İyon Kaynağı Sıcaklığı**	:	200 °C
Enjeksiyon Modu	:	Split	**Arayüz Sıcaklığı**	:	200 °C
Akış Kontrol Modu	:	Pressure	**Başlangıç**	:	3.8 dk
Basınç	:	200 kPa	**Bitiş**	:	34.5 dk
Split Oranı	:	30			
			Veri Toplama Modu	:	SIM

Kolon Sıcaklık Programı:

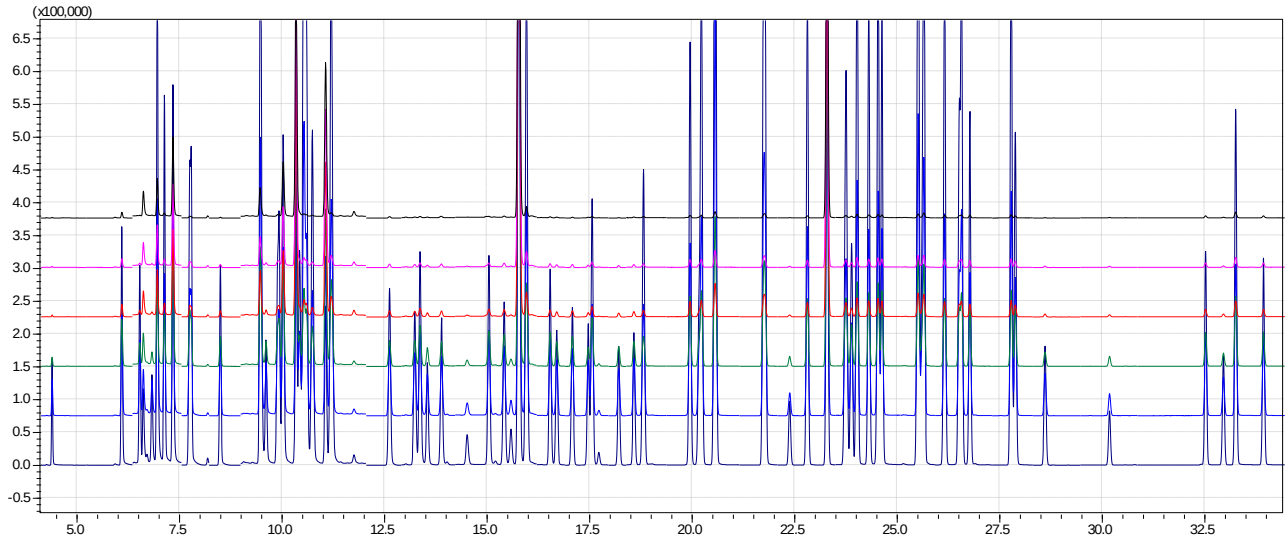
	45°C	**3 dk**
8°C/dk	**90 C**	**4 dk**
6 °C/dk	**220°C**	**6 dk**

MİKTAR TAYİNİ:

İç standart yöntemine kullanılarak; miktar tayini yapılmaktadır. Uygulama kapsamında 73 adet VOC parametresi çalışılmıştır.

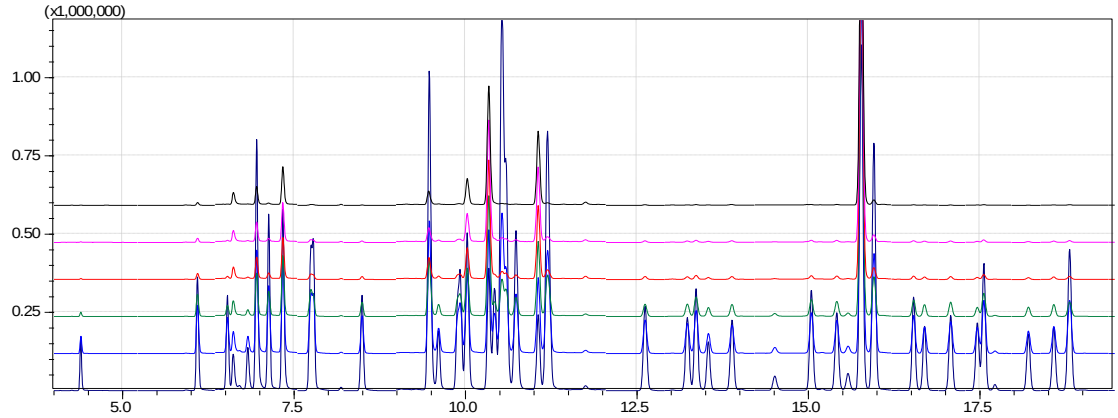
Kullanılan iç standartlar; Dibromofluoromethane, Toluene-D8

SONUÇLAR ve GÖRÜŞLER

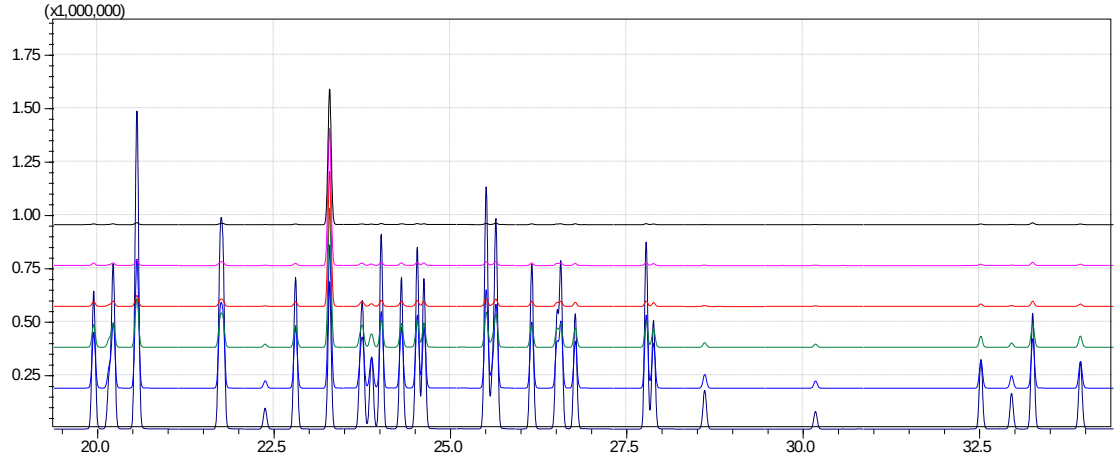


Grafik 1.1. 0.1, 0.5, 1, 5, 10 ve 25 ppb standart karışımlar için karşılaştırmalı kromatogramlar

Siyah : 0.1 ppb
Pembe : 0.5 ppb
Kırmızı : 1 ppb
Yeşil : 5 ppb
Mavi : 10 ppb
Lacivert: 25 ppb



Grafik 1.2. 0.1, 0.5, 1, 5, 10 ve 25 ppb standart karışımlar için karşılaştırmalı kromatogramlar (0-19.5 min)

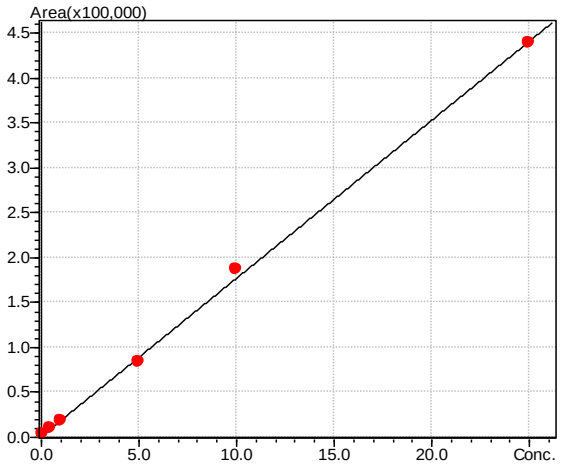


Grafik 1.3. 0.1, 0.5, 1, 5, 10 ve 25 ppb standart karışımlar için karşılaştırmalı kromatogramlar (19.5 - 34.5 min)

Tablo 1: VOC bileşikleri için değerlendirme tablosu

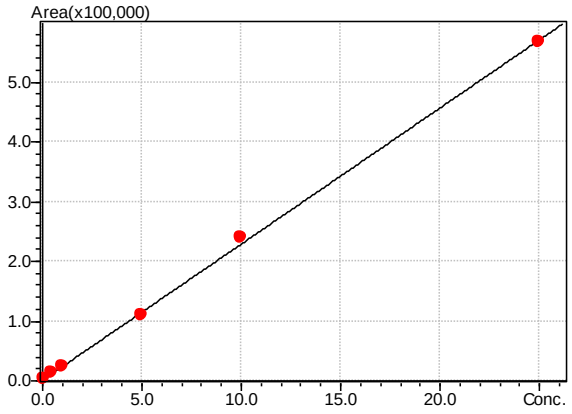
No	Name	RT	R^2
1	1,3-Butadiene	4.392	0.995
2	Diethyl ether	6.093	0.999
3	1,1-dichloroethene	6.53	0.997
4	Acetone	6.614	0.999
5	Methyl iodide	6.826	0.996
6	Carbondisulfide	6.955	0.996
7	Allyl chloride	7.132	0.998
8	Methylene chloride	7.337	0.998
9	MTBE	7.745	0.999
10	Trans-1,2-Dichloroethene	7.785	0.997
11	1,1-dichloroethane	8.492	0.998
12	Cis-1,2-Dichloroethene	9.462	0.998
13	2,2-dichloropropane	9.484	0.999
14	Methyl acrylate	9.608	0.999
15	Methylacrylonitrile	9.886	0.999
16	Bromochloromethane	9.927	0.999
17	Chloroform	10.026	0.999
18	Dibromofluoromethane (ISTD)	10.34	-
19	1,1,1-trichloro-Ethane	10.424	0.997
20	2,3-dimethyl-Pentane	10.534	0.995
21	Cyclohexane	10.534	0.996
22	1-chloro-Butane	10.534	0.997
23	1,1-dichloro-Propene	10.73	0.997
24	Carbon tetrachloride	10.747	0.996
25	Benzene	11.189	0.998
26	1,2-dichloro- Ethane	11.219	0.999
27	Trichloro- Ethene	12.62	0.998
28	1,2-dichloro- Propane	13.234	0.998
29	Methyl methacrylate	13.363	0.998
30	Dibromomethane	13.543	0.998
31	bromodichloromethane	13.886	0.998
32	cis 1,3-dichloro-Propene	15.044	0.998
33	4-methyl- 2-Pentanone	15.415	0.998
34	Toluene-D8 (ISTD)	15.772	-
35	Toluene	15.955	0.997
36	Trans 1,3-dichloro-Propene	16.537	0.998
37	Ethyl methacrylate	16.693	0.999
38	1,1,2-trichloro-Ethane	17.076	0.999
39	tetrachloro- Ethene	17.464	0.997
40	1,3-dichloro-Propane	17.559	0.999
41	dibromochloro-Methane	18.21	0.999
42	1,2-dibromo-Ethane	18.58	0.999
43	2,3-dimethyl-Heptane	18.809	0.999
44	chloro-Benzene	19.945	0.999
45	1,1,1,2-tetrachloro-ethane	20.164	0.999
46	ethyl- Benzene	20.223	0.999
47	o+p-Xylene	20.556	0.999
48	m-Xylene	21.737	0.999

49	Styrene	21.778	0.999
50	Bromoform	22.374	0.999
51	Isopropylbenzene	22.805	0.999
52	4 bromo-fluoro benzene (ISTD)	23.287	-
53	1,1,2,2-tetrachloro-Ethane	23.724	0.999
54	bromobenzene	23.755	0.999
55	1,2,3-trichloro-Propane	23.876	0.999
56	2-Butene, 1,4-dichloro-, (E)-	23.876	0.999
57	n- propylbenzene	24.019	0.999
58	1,3,5-trimethyl- Benzene	24.529	0.997
59	2-chlorotoluene	24.624	0.998
60	2-chlorotoluene	24.624	0.998
61	Tert-butylbenzene	25.507	0.998
62	pentachloroethane	25.598	0.998
63	1,2,4-TRIMETHYL-BENZENE	25.646	0.998
64	sec-butylbenzene	26.152	0.998
65	1,3-dichlorobenzene	26.511	0.998
66	isopropyltoluene	26.565	0.999
67	1,4-dichlorobenzene	26.771	0.999
68	n-butylbenzene	27.776	0.997
69	1,2-dichlorobenzene	27.878	0.999
70	hexachloroethane,	28.604	0.999
71	1,2-dibromo-3-chloro-Propane	30.177	0.998
72	1,2,3-trichloro-Benzene	32.519	0.999
73	Hexachloro-1,3-butadiene	32.955	0.999
74	Naphthalene	33.251	0.999
75	1,2,4-trichloro-Benzene	33.927	0.999



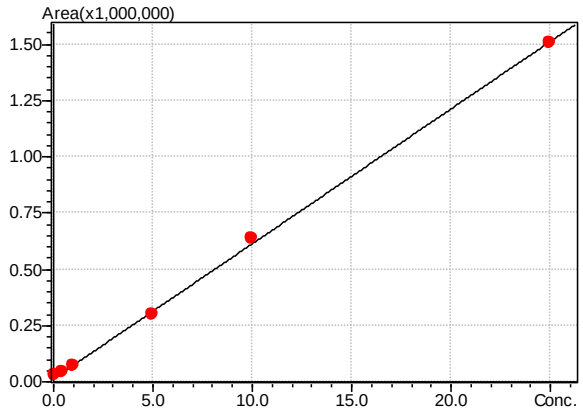
Y = 17599.45X + 1317.663
R^2= 0.9991289
R = 0.9995644

Grafik 2.1: 1,2-dichloro- Ethane için örnek kalibrasyon eğrisi (0.1, 0.5, 1, 5, 10 ve 20 ppb)



Y = 22789.33X + 1181.621
R^2= 0.9992734
R = 0.9996366

Grafik 2.2: Methyl methacrylate için örnek kalibrasyon eğrisi (0.1, 0.5, 1, 5, 10 ve 20 ppb)



Y = 59953.86X + 14527.88
R^2= 0.9995297
R = 0.9997648

Grafik 2.3: Naphthalene için örnek kalibrasyon eğrisi (0.1, 0.5, 1, 5, 10 ve 20 ppb)

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.