

Doğal Organiklerden Kaynaklanan Petrol Hidrokarbonlarının Yanlış Pozitif Tespitlerinin Çözümü

Odun atıkları, gübre ve turba veya compost gibi organik açıdan zengin topraklar, doğal kökenli organik bileşiklerin ön mevcudiyeti nedeniyle toplam petrol hidrokarbonlarının (TPH; C10-C40) belirlenmesinde tipik ve iyi bilinen yanlış pozitif girişim kaynaklarıdır.

Ekstraktın Florisil ile temizlenmesi, bu bileşiklerin mineral yağlardan kaynaklanan hidrokarbonlardan farklı polaritesine dayanarak, doğal kökenli karışan bileşiklerin çoğunun giderilmesini sağlamalıdır. Ancak bazı durumlarda, kullanılan Florisil'in adsorpsiyon kapasitesi yeterli olmayabilir.

C10-C40 tayininin önemi

Petrol hidrokarbonlarının belirlenmesi, yani -Bazen TPH olarak da adlandırılan C10-C40 aralığındaki polar ekstrete edilebilir maddeler, bileşiklerin farklı karışımların bir parçası olma eğiliminde olduğu seçici olmayan bir yöntemdir.

C10-C40 hidrokarbonlarının içeriği yasal olarak belirlenmiş bir parametredir. Avrupa birliği'nde, atıkların ilgili düzenli depolama sahaları grubunda bertaraf edilebileceği koşulları belirleyen [2003/33/EC sayılı Konsey Kararı](#)'dır. İnert atıklar için C10-C40 sınır değeri (500 mg/kg) belirlenmiştir.

Doğal maddeler nedeniyle yanlış pozitif TPH

C10-C40 tayini için katı veya sulu matrislerin analizinin prensibi, bunların organik bir çözücüye ekstrete edilmesidir; burada Florisil ile saflaştırılmış ekstrakt bir gaz kromatografında bir alev iyonizasyon dedektörü (GC-FID). n-decane (n-C10H22) and n-tetrakontan (n-C40H82) arasındaki toplam pik alanı ölçülür.



Şekil 1: Turbalk alan

EN ISO 16703, EN ISO 9377-2 and EN 14039'a göre, kaynama noktası 175°C ile 140°C arasında olan C10-C40 damıtma aralığındaki tüm hidrokarbonlar 525°C, C10H22'den C40H82'ye kadar n-alkanlar, izo-alkanlar, siklo-alkanlar, alkilbenzenler, alkilnaftalenler ve polisiklik aromatic hidrokarbonlar, temizleme sırasında Florisil üzerinde adsorbe edilmedikleri sürece, C10-C40 damıtma aralığındaki hidrokarbonlar olarak belirlenir.

Bununla birlikte, GC-FID'de petrol kökenli olmayanlar olarak tanımlanabilecek bir dizi ekstrete edilebilir bileşik de tespit edilebilir. Özellikle, yağ asidi grubundan polar bileşikler, alkoller, steroller veya diğer ste-roidal maddeler vb. doğal malzemeler veya organik topraklardaki C10-C40 petrol hidrokarbonlarının belirlenmesine engel olabilir.

Kısmen çürümüş bitki örtüsü veya organik maddelerin birikmesiyle oluşan turba, Avrupa'nın birçok yerinde ekosistemler oluşturur. Bu alanlardan alınan numuneler, kromatografik profillerinde karakteristik olan biyojenik bileşiklerden kaynaklanan girişim nedeniyle C10-C40 için en katı yerel düzenleyici standartları kolayca aşabilir. Odun atıkları, kompost, gübre ile işlenmiş topraklar veya ağaç iğneleri ve talaşlar da yanlış pozitif C10-C40 petrol hidrokarbon sonuçları üzerinde önemli bir etkiye sahip olabilir. Florisil ayrıca sulu numunelerde C10-C40 analizi prosedürünün ayrılmaz bir parçasıdır. Örneğin bazı deterjanlarda bulunan çeşitli yüzey aktif maddeler gibi bazı biyojenik olmayan polar girişimleri kolayca ortadan kaldırabilir.

C10-C40 tayini için Florisil temizleme standartları

Florisil oldukça polardır ve moleküllerin geniş aktif yüzey alanı, magnezyum silikatın bu şekilsiz formunu polar bileşiklerin, tipik olarak oksijenli formlarının yakalanması için oldukça etkili kılar. Öte yandan, C10-C40 petrol hidrokarbonlarına özgü polar olmayan bileşikler ekstraktta kalır ve GC-FID ile analiz edilir.

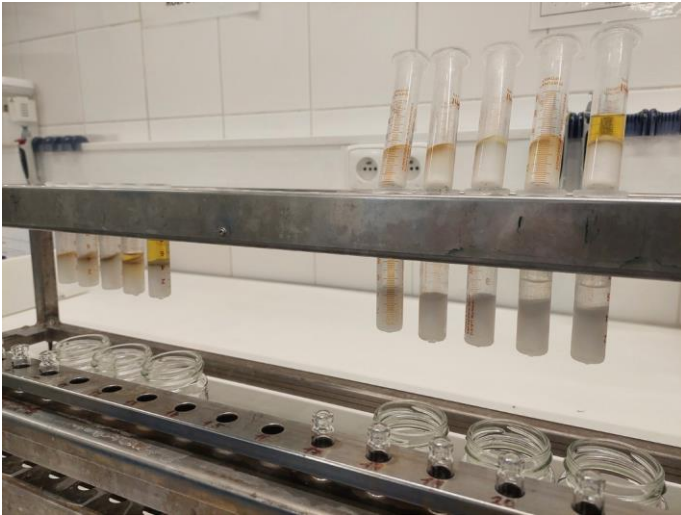
Numune ekstraktının Florisil ile temizlenmesi prosedürü yukarıdaki standartlara dayanmaktadır; burada kolondan (kolon kromatografisi) temizleme için 2 g Florisil kolon testinin sonuçlarına eşdeğer olması koşuluyla 'yerinde' temizleme tekniklerinin kullanımı da kabul edilebilir.

Pratik deneyimlere dayanarak, ekstraktın Florisil yüklü bir kolon aracılığıyla temizlenmesinin, karışan polar bileşiklerin giderilmesinde daha etkili olduğunun altı çizilebilir. Ekstraktın Florisil dolu kolondan kademeli akışı, 'yerinde' temizlemeye kıyasla yeni aktif Florisil molekülleriyle etkileşim için daha büyük bir potansiyel sağlar.

Yanlış pozitiflerin en aza indirilmesi

ALS Laboratuvarları, elbette, karışan maddelerin bu etkili temizleme şeklini sağlamaktadır. Biyojenik etkileşimlerin beklendiği numuneler için optimum bir temizleme sağlamak amacıyla iki kolon aracılığıyla, yani ISO standartlarında standartlaştırıldan iki kat daha fazla florisil miktarı ile daha üstün bir temizleme adımı da geliştirilmiştir.

Şekil 2, hem standart hem de standart üstü temizlik için monte edilmiş aparatı göstermektedir.

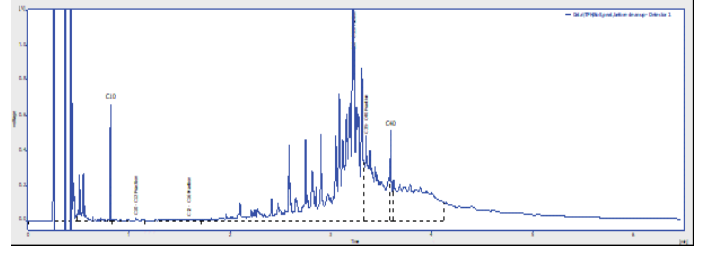


Şekil 2: C10-C40'ın GC tayininden önce ekstraktın temizlenmesi için kolon ve çift kolon aparatı.

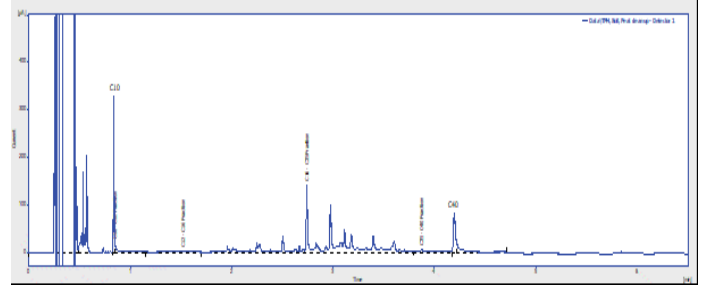
Florisil temizliğinin ne kadar etkili çalıştığının bir örneği, gerçek bir toprak numunesi üzerinde C10-C40 tayini sonuçlarında görülebilir. Şekil 3'te kromatografik profil, Ekstrakt GC FID analizinden önce Florisil ile saflaştırılmadığında turba varlığının tipik bir örneğidir (C10-C40: 428 mg/kg kuru numune).

Buna karşılık, Şekil 3 temizlemenin ne kadar etkili olduğunu göstermektedir (C10-C40: 33.3 mg/kg kuru numune).

Bu gerçek örnek için, C10-C40 fraksiyonundaki bulgunun %93'e kadarının biyojenik kaynaklı olduğu gösterilmiştir.



Şekil 3: Florisil ile temizlemeden önce ekstraktın kromatografik profili (C10-C40: 428 mg/kg DW).

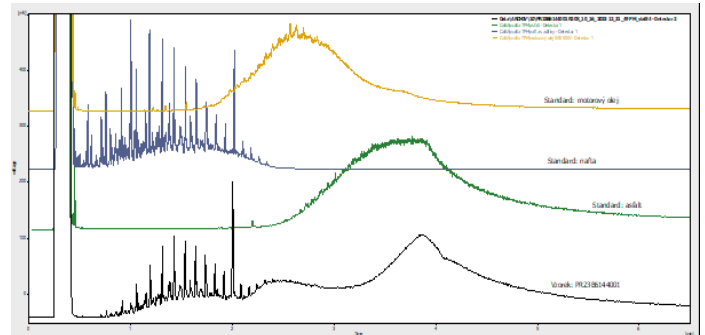


Şekil 4: Florisil ile temizlendikten sonra ekstraktın kromatografik profili (C10-C40: 33.3 mg/kg DW).

Kromatogram ve kontaminasyonun kalitatif değerlendirilmesi – petrol kirliliği

Yüksek nitelikli ve profesyonel personelimiz sayesinde ALS Laboratuvarları her zaman tavsiyelerde bulunmaya ve hatta çoğu durumda petrol kirliliğinin kaynağını belirlemeye hazırdır.

Konsültasyondan sonra, kromatogram veya hatta kromatografik profilin GC-FID'de ölçülen kurum içi standart kütüphanesi ile karşılaştırılmasından sonra kontaminasyonun daha kapsamlı bir nitel değerlendirilmesi sağlanabilir. Sonuçların ekinde yer alan böyle bir rapora örnek olarak şunlar verilebilir



Şekil 5: Numune kontaminasyonunun kaynağının kalitatif değerlendirilmesi için sonuç kromatografik profil karşılaştırması.

Ask the Experts

