



**T.C.
ULUDAĞ ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ**

**GIDA PAKETLEME MALZEMELERİNDE UÇUCU ORGANİK
BİLEŞİKLERİN GAZ KROMATOĞRAFI İLE ANALİZİ**

İlknur ATALAY

**YÜKSEK LİSANS TEZİ
KİMYA ANABİLİM DALI**

BURSA 2006

**T.C.
ULUDAĞ ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ**

**GIDA PAKETLEME MALZEMELERİNDE UÇUCU ORGANİK
BİLEŞİKLERİN GAZ KROMATOĞRAFI İLE ANALİZİ**

İlknur ATALAY

YÜKSEK LİSANS TEZİ

KİMYA ANABİLİM DALI

Bu Tez tarihinde aşağıdaki jüri tarafından oybirliği/oy çokluğu ile kabul edilmiştir.

Yrd. Doç. Dr. Naciye KILIÇ Prof. Dr. Şeref GÜÇER Doç. Dr. Yücel TAŞDEMİR
(Danışman)

ÖZET

Bu çalışmada gıda paketlenme malzemelerinde bulunabilecek uçucu organik bileşiklerin katı adsorbentler üzerinde tutularak örneklenmesi ve termal desorpsiyon – gaz kromatografi (TD-GC) metodu ile analizi için Tenax TA ve Anasorb CMS adsorbentleri karşılaştırılmıştır. Uzun ömürlü içecekler için kullanılan çok katlı paketlenme malzemesi örneğinin doğrudan termal desorpsiyon -gaz kromatografi metodu ile analizi için optimizasyon çalışmaları yapılarak uçucu organik bileşiklerin genel bir profilini gösteren kromatogramlar elde edilmiştir. Aynı çok katlı gıda paketlenme malzemesi örneğinin çözücü ekstraksiyonu ile örnek hazırlama basamağından sonra gaz kromatografi ile analizinde karşılaştırılabilir kromatogramlar elde edilememiştir.

ANAHTAR KELİMELER: Gıda paketlenme malzemeleri, Uçucu organik bileşikler, Termal desorpsiyon, Gaz kromatografi.

ABSTRACT

In this study, Tenax TA and Anasorb CMS adsorbents were compared for the sampling and analysis of the volatile organic compounds, that can be present in the packaging materials. Samples of a multi layer packaging material used for long life drinks were analysed by direct thermal desorption – gas chromatography method and using optimum parameters chromatograms showing a general volatile organic compound profile were obtained. Analysis of the same multi layer packaging material by solvent extraction and gas chromatography were performed but chromatograms obtained were not comparable.

KEY WORDS: Food packaging materials, Volatile organic Compounds, Thermal desorption, Gas chromatography

İÇİNDEKİLER

ÖZET	i
ABSTRACT	ii
İÇİNDEKİLER	iii
SİMGELER DİZİNİ	v
ŞEKİLLER DİZİNİ	vi
ÇİZELGELER DİZİNİ	vii
1. GİRİŞ	1
2. KAYNAK ARAŞTIRMASI VE KURAMSAL BİLGİLER	2
2.1. Gıda Paketleme Malzemeleri	2
2.2. Paketlemede Kullanılan Polietilenin Özellikleri	2
2.3. Gıda Paketleme Malzemelerinin Gıdaların Tat ve Kokularına Etkileri	3
2.4. Paketleme Malzemelerinde Uçucu Organik Bileşiklerin Analizi	5
2.5. Termal Desorpsiyon Metodu	6
2.6. Adsorbent Seçimi	9
2.6.1. Tenax TA	10
2.6.2. Anasorb CMS	11
2.7. Gaz Kromatografi (GC)	11
2.8. Standart Katma Metodu	14
3. MATERYAL VE METOT	15
3.1. Materyal	15
3.1.1. Çalışmada Kullanılan Cihazlar	15
3.1.1.1. Termal Desorpsiyon	15
3.1.1.2. Adsorbent Tüpleri	15
3.1.1.3. Gaz Kromatografi	15
3.1.1.4. Gaz Kromatografi Kolonları	15
3.1.1.5. Akış Ölçer	16

3.1.1.6. Mikro Şırıngalar	16
3.1.1.7. Diğer Malzemeler	16
3.1.2. Çalışmada Kullanılan Kimyasal Maddeler	16
3.1.2.1. Analitik Saflıkta (>%99) Kimyasallar	16
3.1.3. Gıda Paketleme malzemesi Örneği	17
3.2. Metot	17
3.2.1. Termal Desorpsiyon ve Gaz Kromatografi Şartlandırılması	17
3.2.2. Adsorbent Seçimi İçin Analitlerin belirlenmesi	17
3.2.3. Adsorbent Seçimi İçin Örnek Hazırlama ve Cihaz Koşulları	18
3.2.4. Paketleme Malzemeleri İçin Örnek Hazırlama ve Cihaz Koşulları	19
4. SONUÇLAR VE TARTIŞMA	21
4.1. Adsorbent Seçimi	21
4.2. Paketleme Malzemeleri Analizleri	25
4.2.1. Doğrudan Termal Desorpsiyon	25
4.2.1.1. Toluenin Standart Katma Metodu ile Tanınması	28
4.2.1.2. İki Basamaklı GC Sıcaklık Programı	29
4.3. Çözücü Ekstraksiyonu	30
KAYNAKLAR	34
TEŞEKKÜR	38
ÖZGEÇMİŞ	39

SİMGELER DİZİNİ

%RSD	Bağıl standart sapma
BHT	Butil hidroksi tolüen
n-C ₃₆	36 karbonlu organik bileşikler
FID	Alev iyonlaşma dedektörü
GC	Gaz kromatografi
HS	Head Space
HDPE	Yüksek yoğunluklu polietilen
LDPE	Alçak yoğunluklu polietilen
MEK	Metil etil keton
MS	Kütle spektrometresi
N ₂ O	Diazot Monoksit
PET	Polietilen tereftalat
PTFE	Politetraflor etilen
s	Standart sapma
SF ₆	Kükürt hekzaflorür
SHS	Statik head Space
SPME	Katı faz mikro ekstraksiyon
TCE	Tetra klor etilen
TD	Termal desorpsiyon
UOB	Uçucu organik bileşik
US	United States
WCOT	Duvar kaplı açık borusal kolon

ŞEKİLLER DİZİNİ

Şekil 2.5.1. Kapiler kriyo-odaklama ile iki aşamalı termal desorpsiyon

Şekil 2.5.2. Soğuk tuzak ile iki aşamalı termal desorpsiyon

Şekil 2.7.1. Gaz kromatografi cihazının şematik görünümü

Şekil 4.1.1. ve **şekil 4.1.2.** Tenax TA and Anasorb CMS in yüksek konsantrasyonda yükleme için kritik parametrelerin karşılaştırılması

Şekil 4.1.3. Tenax TA and Anasorb CMS in 0,6 µL yüklemede, 7,5 dk desorpsiyon süresinde ve -140 °C soğuk tuzak minimum sıcaklığında karşılaştırılması

Şekil 4.1.4. ve **şekil 4.1.5.** Tenax TA and Anasorb CMS in düşük konsantrasyonda yükleme için kritik parametrelerin karşılaştırılması

Şekil 4.2.1. 2x4 cm² lik çok katlı paketleme malzemesi örneği

Şekil 4.2.2. 2x4 cm² lik çok katlı paketleme malzemesi örneği

Şekil 4.2.3. 2x4 cm² lik çok katlı paketleme malzemesi örneği

Şekil 4.2.4. 2x4 cm² lik çok katlı paketleme malzemesi örneği

Şekil 4.2.5. 2x4 cm² lik çok katlı paketleme malzemesi örneği + 10µL

Toluen

Şekil 4.2.6. 2x4 cm² lik çok katlı paketleme malzemesi örneği

Şekil 4.3.1. 2x6 cm² lik çok katlı paketleme malzemesi örneği + 1mL hekzadekan

Şekil 4.3.2. 2x6 cm² lik çok katlı paketleme malzemesi örneği + 1mL hekzadekan

ÇİZELGELER DİZİNİ

Çizelge 2.7.1. Gaz Kromatografi için uygun bazı durgun fazlar.

Çizelge 3.2.2.1. UOB lerin fiziksel özellikleri ve alıkonma zamanları.

Çizelge 3.2.3.1. Kolon sıcaklık programı

Çizelge 3.2.3.2. GC ayarları

Çizelge 3.2.3.3. TD parametreleri

Çizelge 3.2.4.1. TD parametreleri

Çizelge 3.2.4.2. GC kolon sıcaklık programı

Çizelge 4.1.1. , Tenax TA ve Anasorb CMS'in düşük konsantrasyonda yükleme için ortalama pik alanı değerleri

Çizelge 4.1.2. Tenax TA ve Anasorb CMS'in yüksek konsantrasyoda yükleme için ortalama alan değerleri

1. GİRİŞ

Gıda paketlenme malzemelerinin kalitesi, gıda maddelerinin kalitesini de etkilemektedir. Gıda paketlenme malzemelerindeki polimerik filmler ile gıda maddeleri arasındaki etkileşim ile ilgili bilgi edinilmesi, yeni paketlenme malzemelerinin geliştirilmesi için önemlidir. Bu yeni malzemelerden biri de kağıt ve alüminyum folyonun çok katlı paketlenme malzemeleri olarak polimerik filmlerle birlikte kullanıldığı sistemlerdir (Escobala ve ark. 1999).

Uçucu organik bileşikler paketlenme malzemesinin üretim prosesi esnasında oluşurlar. Yüksek sıcaklık ve mekanik stres, oksijen varlığında polimerlerin bozunmasına neden olur. Termooksidatif bozunma alkil radikallerinin oluşmasına, bunlar da oksijen varlığında alkoksi ve peroksi radikallerinin oluşmasına neden olur. Bu radikallerin farklı kombinasyonlarla bir araya gelmeleriyle, hidrokarbonlar, alkol, aldehitler, ketonlar ve karboksilik asitler gibi uçucu organik bileşikler oluşur. Miktarlarına ve türlerine bağlı olarak organoleptik problemlere neden olabilirler ya da ürünün özelliklerini değiştirebilirler. Paketlenme malzemesinin üretiminde kullanılan polimerler, ürünün esneklik, kararlılık, güç, yapışkanlık ve organoleptik özelliklerini etkiler. Bu bileşikler ürünün kalitesini etkileyebilecekleri gibi toksik de olabilirler. Bu yüzden bu ürünlerin analizi, kalite kontrol ve üretim koşullarının optimizasyonu için gereklidir (Ezquerro ve ark. 2003a, 2003b, 2003c).

Katı örneklerle çalışırken, bu tür örneklerin ne uçucu ne de çözünebilir olmamaları nedeniyle geleneksel analitik metotlar sorunlara yol açmaktadır. Katı örneklerdeki uçucuların kantitatif analizi için sürekli olmayan gaz ekstraksiyonu uygun bir metottur. Katı örneği içeren tüp belirli bir süre ısıtılır ve gaz fazdaki uçucular taşıyıcı gaz ile süpürülerek kromatografik kolona gönderilir.

Bu çalışmada gıda paketlenme malzemelerinde bulunabilecek bazı uçucu organik bileşiklerin örneklenmesi ve analizi için iki adsorbent Tenax TA ve Anasorb CMS denenmiştir. Çok katlı paketlenme malzemelerinin örnek hazırlama basamağı gerektirmeyen TD-GC ile analizi için metot geliştirilmiş ve optimum koşullar belirlenmiştir.

2. KAYNAK ARAŞTIRMASI VE KURAMSAL BİLGİLER

2.1. Gıda Paketleme Malzemeleri

Paketleme; gıdanın depolanması, raf ömrü ve tüketiciye ulaşması anına kadar uygun koşullar altında saklanabilmesi için uygulanan bir işlemdir.

Türk Gıda Kodeksi Yönetmeliği'nde iyi bir paketleme malzemesinin sahip olması gereken özellikler belirlenmiştir. Bu yönetmelik kuralları gereğince gıda paketlenmesinde kullanılacak madde ve malzemeler Türk Gıda Kodeksi Yönetmeliği Ambalajlama bölümünde belirtilen kriterlere uygun olmalıdır (Anonim 2003, Anonim 1997).

1940 larda US ve Kanada'da hafif, kağıttan yapılmış, geri dönüşümsüz, sivri tepeli karton kutular ortaya çıkarılmıştır. Orijinal kartonlar mumlanmış kağıtlardan yapılmıştır. Bu nedenle zaman zaman ürüne mumsu tat geçmesi ve sızma oluşu kullanımını sınırlamıştır. 1960'larda mum yerini LDPE (alçak yoğunluklu polietilen)'e bırakmıştır. LDPE, sızma ve tat problemlerini ortadan kaldırmış ve cam şişelerin kullanımını azalmaya başlamıştır¹⁾.

Daha sonra HDPE (yüksek yoğunluklu polietilen)'den yapılmış paketleme malzemelerinin kullanımı yaygınlaşmıştır. HDPE, yıllardır günlük kullanılan ve üretilen ürünlerin paketlenmesinde yaygın olarak kullanılmaktadır¹⁾.

Paketlemede kullanılan Tetrapak kutular ise altı tabakalı olup: üç kat polietilen, bir kat karton, bir kat baskı filmi tabakası ve bir kat alüminyumdan oluşmuştur ve ürünü iyi bir şekilde korur. Kırılma olasılıklarının olmaması, hafif olmaları ve çocukların kullanımına olanak sağlamaları nedeniyle tercih edilir. Bulundurduğu tabakalar sayesinde ürünü ışıktan koruyup kutuya sağlamlık vermektedir¹⁾.

2.2. Paketlemede Kullanılan Polietilenin Özellikleri

Polietilen, etilenin polimerizasyonu sonucu elde edilen bir polimerdir. Polietilen renksiz, tatsız ve kokusuzdur. Polimerler arasında en inert ve dengeli olanıdır. Tuzlar,

1) <http://www.kimyaevi.org/dokgoster.asp?dosya=570000001>

asitler ve bazların sulu çözeltilerine dayanıklıdır. Bununla birlikte derişik oksidan asitler tarafından bozunurlar. Etki süresine ve sıcaklığa bağılı olmakla birlikte yağa dirençleri yetersizdir. Soğuğa dayanıklıdır. Su buharını geçirmezler, ama gazlar, aromalar ve yağa karşı orta düzeyde geçirmezlik gösterirler (Üçüncü 2000).

Polietilen, sağlam, ucuz, inert karakterli, işlenmesi kolay ve kimyasallara karşı dirençli olduğundan çok yaygın olarak kullanılan bir polimerdir. Paketleme malzemesi olarak daha çok gıdalarda, ilaçlarda, kozmetik ve zirai ürünlerde kullanılır. Paketleme malzemesi, genelde seluloz, polietilen, alüminyum ve polietilenden oluşur. Bu çok katlı paketleme malzemelerinin üretiminde, seluloz ve alüminyum folyo gibi katı yüzeyler erimiş polietilen ile yapıştırılır. Bu işleme, ekstruzyon kaplama adı verilir. Hidrokarbon, alkol, aldehit, keton ve karboksilik asit gibi uçucu organik bileşikler, bu işlem sırasında oluşurlar. Uçucu organik bileşikler, paketleme malzemesine tutunabilir, bunlar da istenmeyen tat ve kokulara neden olurlar (Ezquerro ve ark. 2003b).

430-480°C sıcaklık aralığında polietilenin termal degradasyonu araştırılmıştır. Reaksiyon süresi 20 dk - 6 sa arasındadır. Polietilen kalıntısız, çok sayıda parafinik ve olefinik bileşiklere parçalanmıştır. 480°C de izotermal şartlarda elde edilen kütle spektrumu, tipik parçalanma ürünleri olan alifatik bileşikleri vermiştir. Proliz ürünlerinin analizi çok miktarda n-alkan ve n-alkenleri vermiştir. Dienlerin miktarı azdır. Bunların yanında aromatik ve siklik bileşikler ya da diels-alder reaksiyonu sonucu oluşan butadien gözlenememiştir (Bockhorn ve ark. 1999).

Polietilen, yüksek termal karalılığa sahip olsa da ekstruzyon kaplama prosesinde (250-325°C) degradasyon ürünleri oluşur ve bu da üründe istenmeyen kokuların oluşmasına yol açar (Andersson 2004).

2.3. Gıda Paketleme Malzemelerinin Gıdaların Tat ve Kokularına Etkileri

Gıdaların tipik aromasının, koku ve tadının korunmasında uygun paketleme malzemesi seçimi büyük önem taşır. İstenmeyen kokuların gıdaya sinmesi çok sık rastlanan bir olgudur. Bir gıdanın paketleme malzemesi aracılığıyla aroma kaybında gıda paketleme malzemesiyle doğrudan temasta olmasına karşın, yabancı kokunun gıdaya geçişinde genelde doğrudan temas yoktur. Hangi yabancı kokunun etki yapabileceği de pek bilinmemektedir.

Aroma maddelerinin paketleme malzemesi tarafından absorbe edilmesi de olasıdır. Meyve suyu esaslı içeceklerde plastiğin aroma maddelerini absorbe etmesi sonucu önemli düzeyde kayıp olabilmektedir. Bu durum plastik şişelerde ince filmlere göre daha belirgin gerçekleşmektedir. Bu doğrultuda yapılan araştırmalarda, portakal aromasının ve nane yağının polietilende önemli miktarda çözünürlük gösterdiği saptanmıştır (Üçüncü 2000).

Paketlenmiş gıdalarda algılanan istenmeyen yabancı kokuların kaynağı, paketleme hammaddesinin temel bileşenleri ve çeşitli bulaşmalardır. Paketleme malzemesinin üretimi sırasında oluşan koku maddeleri ve paketleme malzemesi tarafından onu çevreleyen atmosferden alınabilen maddeler de olabilir. Kokuya yol açan en önemli hammadde kalıntıları, stiren, vinilasetat akrilat gibi artık monomerler ile etil asetat gibi çözücü madde kalıntılarıdır. Bunların yanı sıra çeşitli oksidasyon, kondensasyon vb. oluşumlar aracılığıyla paketleme malzemesi bileşenleri arasında ortaya çıkan pek çok tepkime sonucu istenmeyen kokular da oluşabilir. Ancak bunların gerçekleşmesine ilişkin tahminlerde bulunmak son derece güçtür (Üçüncü 2000).

Polietilen gibi polyolefinler, ekstruzyon işleminde çok yüksek sıcaklıklara maruz kalmaları sorunlara neden olabilirler. Polimerdeki yardımcı maddelerin, örneğin katalizörlerin ve alçak moleküllü fraksiyonların kalıntılarıyla birlikte etki yaparak yoğun kokulu karbonil gruplarının oluşması mümkündür. Bu nedenle gıdaların paketlenmesinde yararlanılacak malzeme eldesinde, kokusu mümkün olduğunca düşük düzeylerde olan ürünlerin kullanılmasına izin verilmektedir.

Ayrıca, özellikle çok katlı paketleme malzemesi üretiminde ve bunlara uygulanan basınç işlemlerinde etkin olan yoğun ön işlemler, alıkonan herhangi bir çözücü ve koku maddesi, daha sonraki aşamalarda gıdanın paketlenmesini izleyen evrelerde, yavaş yavaş gıdaya geçebilirler. Bu nedenle, özellikle süt ambalajı olarak kullanılan çok katlı karton ambalajlarda, ekstrude alçak yoğunluklu polietilenin (LDPE) yabancı koku - tat tehlikesini azaltma yolları araştırılmıştır. Sonuçta; sağlam bir yapışma için ilk katmanın 310°C'de ekstrude edilmesi gerektiği, sütle temas edecek olan katmanın ise 10-20°C daha düşük bir sıcaklıkta ekstrude yapılmasının uygun olduğu görülmüştür (Üçüncü 2000).

2.4. Paketleme Malzemelerinde Uçucu Organik Bileşiklerin Analizi

Gıda ve içecek maddelerinin paketlenmesinde kullanılan malzemelerin yapılarında bulunan ve oda sıcaklığında buhar faza geçmeleri nedeni ile insan sağlığına zararlı olan uçucu organik bileşiklerin neler olduğu ve ne miktarlarda bulunduğu araştırılması ve ölçülmesi için kromatografiye dayalı değişik örnek hazırlama ve analiz yöntemleri vardır. TD-GC ve SPME-GC analiz yöntemleri kullanılarak, çeşitli gıda ve içeceklerin paketlenmesinde kullanılan malzemelerdeki uçucu organik bileşiklerin neler olduğu ve hangi miktarlarda olduğunun belirlenmesi kabul edilen yöntemlerdir. Bu yöntemlerin uygulamaları ve geliştirilmeleri ile ilgili birçok çalışma vardır: Alkolsüz ve bazı alkollü içecek şişelerinde kullanılan polietilen tereftalat (PET) ın üretilmesinde asetaldehit kullanılır. Asetaldehitin içeceğin renk ve aromasına etkisinin, son üründe dikkatle izlenmesi gereklidir (Anonim No:22).

PET ten, imal edilen alkolsüz ve bazı alkollü içecek şişeleri günümüzde cam şişelerin yerini almaktadır. İçeceğin renk ve aromasını etkileyip etkilemediğini görmek için, PET imalatında kullanılan ham maddelerden biri olan asetaldehitin son üründe dikkatle izlenmesi gereklidir. TD-GC yöntemi asetaldehitin tayini için idealdir. PET toz haline öğütülerek 100 mg`ı iki ucu cam pamuğu ile kapatılmış Politetraflor etilen (PTFE) tüpün orta kısmına yerleştirilir ve PTFE tüp, termal desorber örnekleme tüpüne konur. Analizler sonucu yüksek sıcaklıklarda PET`in bozunarak asetaldehiti verdiği saptanmıştır (Anonim No:22).

TD-GC bunun için idealdir. Benzer şekilde plastiklerde kalıntı, monomerlerin ve paketleme filmlerinde çözücülerin gıdalara geçip geçmediği aynı yolla tayin edilebilir. Anti-oksidan ve gıda koruyucu olarak yiyeceklerde, paketlemelerde ve plastik materyallerde kullanılan bütil hidroksi toluen (BHT) önemli derecede toksikolojik etkiye sahiptir. BHT analizlerinde de bu yöntemler uygulanmaktadır (Manura 1991).

Çok katlı paketleme malzemelerinin imalatında kalite kontrol için headspace - katı faz mikro ekstraksiyon - gaz kromatografi - kütle spektrometrisinin (HS-SPME-GC-MS) kullanılması güvenilir ve hızlı bir yoldur. Katı-faz mikro ekstraksiyon (SPME) katı örneklerin kantitatif analizinde matris etkilerinin önlenmesi için kullanılabilir. Literatürde çok katlı paketleme malzemelerinde kullanılan polietilenin termooksidatif degradasyonu sonucu oluşan ve kötü kokuya sebep olan, aldehitler, ketonlar,

karboksilik asitler ve hidrokarbonlar gibi 22 uçucu organik bileşik HS-SPME-GC-MS ile çalışılmıştır (Ezquerro ve ark. 2003a, 2003b, 2003c).

Literatürdeki başka bir çalışmada, elektron demeti ışınlaması esnasında paketleme malzemelerinde oluşan uçucu organik bileşikler purge-trap ile izole edilip termal desorpsiyon GC-MS ile tayin edilmişlerdir. Gama ve elektron demeti ışınlaması, gıdalarda mikroorganizmaların oluşmasını engellemek amacıyla dünya çapında yaygın olarak kullanılan bir metottur (Riganakos 1999).

2.5. Termal Desorpsiyon Metodu

Uçucu organik bileşiklerin analizinde en çok kullanılan örnekleme tekniği, katı adsorbentlerde adsorptif zenginleştirmedir. Adsorbe olan maddelerin desorpsiyonu çözücü ya da termal desorpsiyonla gerçekleştirilir.

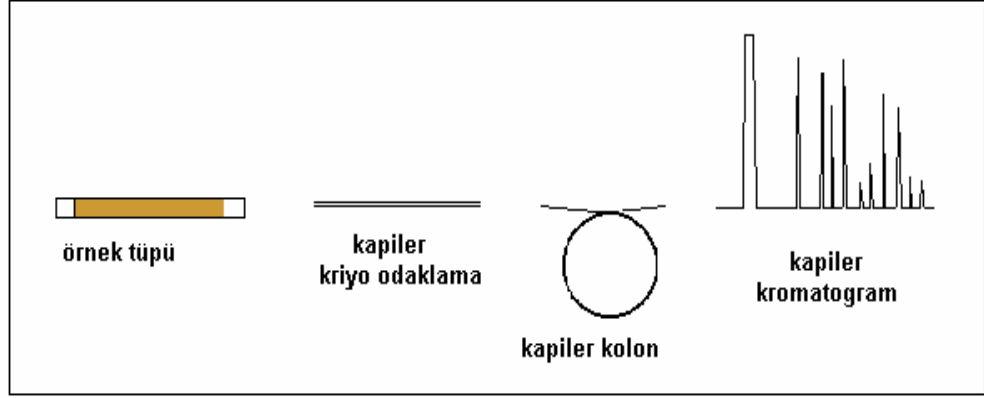
Termal desorpsiyon prosesinde, bir örnek matrisinde ya da bir sorbent üzerinde alıkonmuş uçucu ve yarı uçucu organik maddeleri ekstrakte etmek için, ısı ve inert bir gaz akışı kullanılır. Analitler gaz akışı içine desorbe olurlar ve GC de analitik kolona gönderilirler. Termal desorpsiyon, tüm analiti tamamen ve çözücü gerektirmeden gaz kromatografi sistemine gönderir.

Bileşikler orijinal örnekten doğrudan analitik kolona gönderilebilmesine rağmen, bu kolay ve tek basamaklı yaklaşım sınırlı uygulamaya sahiptir. 100mg - 1g örneğin tam ekstraksiyonu için gerekli elüsyon hacmi çok fazladır ve bu nedenle zayıf analitik ayırma ve düşük duyarlılık ile sonuçlanır.

Bu nedenle ticari termal desorpsiyon cihazları çoğunlukla iki aşamalıdır: Örnek tüpünden desorbe olan bileşikleri, olabildiğince küçük hacimli bir buhar olarak analitik sisteme göndermeden önce analiti konsantre eden odaklama (focusing) mekanizmaları vardır. İki temel odaklama mekanizması vardır:

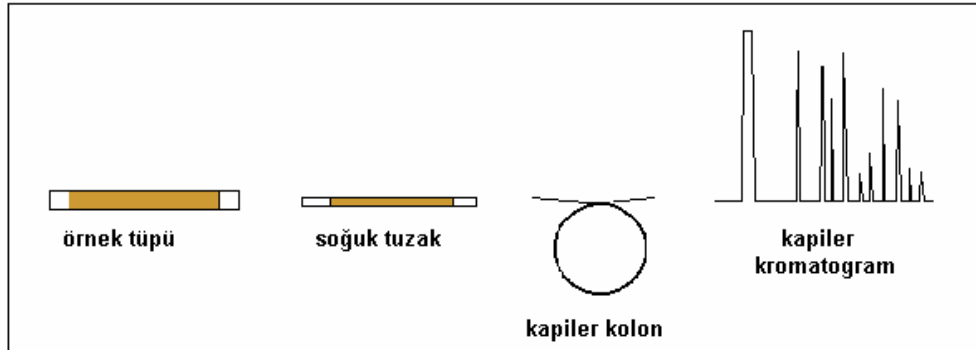
- Kapiler kriyo-odaklama (cryo-focusing)
- Soğuk tuzak (cold trapping)

Kapiler kriyo-odaklama ile iyi bir kromatografik ayırma sağlanır (Şekil 2.5.1) fakat soğutma amaçlı kullanılan sıvı azot maliyeti ve nemli numunelerle çalışırken oluşan buzun sistemi bloke etmesi gibi dezavantajları vardır²⁾.



Şekil 2.5.1. Kapiler kriyo-odaklama ile iki aşamalı termal desorpsiyon

Soğuk tuzak yönteminde ise; elektrikle yada sıvı azotla soğutulan küçük bir sorbent tuzak üzerinde konsantre edilen bileşikler daha sonra hızlı bir şekilde ısıtılır ve ilk birkaç saniye içinde analitin %99 u desorbe olur. Bu sistemler C₂ hidrokarbonları kadar uçucu analitleri kantitatif olarak tutabildiği gibi aynı zamanda yeterince hızlı şekilde desorplayarak düşük, hatta sıfır, split oranlı yüksek ayırma sağlayan kapiler kromatogramlar verir. 2 mm iç çaplı soğuk tuzak tüpünün buz oluşumu ile bloke olma riski de çok azdır. Şekil 2.5.2’te soğuk tuzak ile iki aşamalı termal desorpsiyonun şematik bir görünümü verilmiştir.



Şekil 2.5.2. Soğuk tuzak ile iki aşamalı termal desorpsiyon

²⁾<http://www.td.markes.com>

Termal desorpsiyon, önemli derecede zenginleştirme potansiyeline sahiptir. Sorbent tüplerle iki aşamalı olarak kullanıldığında konsantrasyon faktörü 10^6 kadar yüksek olabilir.

Örnek tüpünde toplanan bileşikler ~100-200 ml asal gaz ile ekstrakte/desorbe olurlar ve soğuk tuzak üzerinde tekrar konsantre edilirler. Daha sonra analitler soğuk tuzaktan 100-200 μL 'lik bir buhar halinde desorbe olurlar.

Tutulan bileşikler çok düşük sıcaklıklara (-180°C gibi) soğutulularak yoğunlaştırılır hemen sonrasında yüksek sıcaklıklara ısıtılarak (300°C) konsantre edilirler. Derişik haldeki bileşikler hızlı ısıtma ile dar bir buhar bandı olarak analitik kolona gönderilir, böylece keskin pikler, dolayısı ile resolüsyonu yüksek bir ayırma elde edilir.

Desorpsiyon verimi analiz metodunun doğruluğunu önemli ölçüde etkiler. Doğru adsorbent seçildiği sürece termal desorpsiyon tekniğinin desorpsiyon verimi çok yüksektir. Uygun adsorbent, desorpsiyon için gerekli sıcaklıkta adsorblanmış olan bileşiklerin tümünü, bozunmadan salıveren ve tercihen düşük veya sıfır kör değerlere sahip olmalıdır (Kılıç 1995).

Termal desorpsiyon, uçucu ve bazı yarı uçucu bileşiklerin eser miktarlarının belirlenmesinde önerilen bir yöntemdir. Termal desorpsiyonda analit konsantrasyonu pptv seviyesine kadar düşürülebilir, ayrıca örnek hazırlama basamağı içermez.

Termal desorpsiyon geniş bir kullanım alanına sahiptir. Bunlardan bazıları şöyle sıralanabilir:

Endüstriyel hijyen; iş yeri ortamında çalışanların maruz kaldıkları toksik maddelerin analizi

Çevresel görüntüleme; kent havası, iç mekan havası, yapı maddelerinde ve buna bağlı tüketici mallarındaki emisyonların analizi

Çözücü kalıntıları, monomer kalıntıları ve koku analizleri

Tat ve hoş koku veren maddelerin analizi

Organik oluşumlar; su bazlı boyalar, şuruplar, merhemler, yapıştırıcılar gibi maddelerin analizi

Biyojenik emisyonlar; bitkilerdeki uçucular, bakteri, mantar ve küfün uçucu organik bileşen profillerinin belirlenmesi

Toprak ve sulardaki uçucu organik bileşiklerin belirlenmesi²⁾.

Termal desorpsiyonda bir sorbent üzerine adsorpsiyondan sonra, tutulan bileşenler önce ısıtılıp sonra kriyo odaklama ile desorbe edilirler(Pillonel ve ark. 2002).

Termal desorpsiyonun potansiyelini daha iyi anlamak için bu tekniğin sınırlamalarını da bilmek gereklidir. Termal desorpsiyon ;

N₂O ve SF₆ hariç inorganik gazlar,

GC analizi için çok kararsız olan bileşikler,

n-C₃₆, dioktil ftalat yada 5 halkalı poli aromatik hidrokarbonlardan daha az uçucu olan bileşikler,

Termal desorpsiyon için gerekli ısı ile bozulan bir matriste yer alan örnekler,

Türevlendirilmemiş formaldehit için kullanılamaz.

Termal desorpsiyon, klasik örnek hazırlama yöntemleriyle kıyaslandığında düşük maliyetli ve duyarlı bir yöntemdir. Bu yöntemin çözücü ekstraksiyonuna göre bazı üstünlükleri vardır:

Tipik olarak duyarlılığı 1000 kat fazladır.

Zaman alıcı örnek hazırlama basamağı yoktur.

Çözücü yada çözücü parçalanma ürünlerinden gelen interferensler yoktur.

Desorpsiyon verimi % 99 dan daha büyüktür.

İlgilenilen bileşiğin seçici ekstraksiyonunu sağlar.

Örnekleyicileri tekrar kullanılabilir (Pillonel ve ark. 2002).

2.6. Adsorbent Seçimi

Adsorbent maddeler ilgili analiti adsorbentin granül, boncuk ya da kristal yüzeyinde adsorbe ederler. Burada kimyasal bir reaksiyon gerçekleşmez, adsorbe edilmiş madde fiziksel olarak oldukça dağınık olarak tutulur ve ısı ya da vakumla kolaylıkla desorbe edilir.

Eser miktardaki uçucu organik bileşiklerin buharlarının örneklenmesi için birçok adsorbent kullanılabilir. Ancak sonuçların güvenilirliği doğru adsorbent kullanılmasına önemli ölçüde bağlıdır. Uygun adsorbent bileşiği adsorplanmalı ve adsorplanarak tutulan bileşikler tam olarak desorplanmalıdır.

Literatürde uçucu organik bileşiklerin adsorbent tüpleriyle örneklenmesi ve termal desorpsiyon metodunda çeşitli adsorbentlerin birçok uçucu organik bileşikleri adsorplama ve desorplama özelliklerinin karşılaştırıldığı çalışmalar vardır (Brown 1996, Tolnai ve ark. 2000, Baya ve ark. 2000, Helmig ve ark. 1995, Peng ve ark. 2000).

Adsorbentleri kabaca üç sınıfa ayırabiliriz:

İnorganik maddeler

Karbon temelli adsorbentler

Organik polimerler

İnorganik maddeler alumino-silikat yapı olarak bilinen zeolitler, silika jel gibi maddelerdir. Bunlar hidrofiliktirler.

Aktif karbon, kömür, odun, ağaç kabuğu, hindistan cevizi kabukları v.b. maddelerin piroliziyle aktifleştirilerek elde edilir. Daha sonra karbon okside edilerek gözenek büyüklüğü arttırılabilir.

Polimerik adsorbentler gözenekli olarak üretilirler. Bu gözenekler makro gözenekten moleküler büyüklüğe kadar sıralanabilir.

Bu çalışmada gıda paketlenme malzemelerinde bulunabilecek bazı uçucu organik bileşiklerin örneklenmesi ve analizi için iki adsorbent Tenax TA ve Anasorb CMS denenmiştir. Çok katlı paketlenme malzemelerinin örnek hazırlama basamağı gerektirmeyen TD-GC ile analizi için metod geliştirilmiş ve optimum koşullar belirlenmiştir.

2.6.1. Tenax TA

Tenax TA, difenil-p-fenilenoksitten (DPPO) üretilen makro gözenekli yarı kristal bir polimerdir.

Tenax TA yüksek kaynama noktasına sahip; alkoller, polietilen glikol bileşikleri, dioller, fenoller, mono ve diaminler, etanol aminler, amitler, aldehit ve ketonlar gibi polar bileşiklerin ayrılması için uygundur. Bağlı olarak düşük yüzey alanına sahiptir, bu yüzden yüksek konsantrasyonlu örneklerde kullanımı sınırlıdır. Buna karşılık düşük konsantrasyonlu iç mekan atmosferlerinin analizinde kullanımı yararlıdır. Ayrıca yüksek ısı kapasiteye sahip olduğundan multi sorbent tüplerde karbonlu sorbentlerle kombine edilir. Tenax TA de ozon ve oksitleyici gazlar tarafından asetofenon,

benzaldehit ve 2,6-difenil-p-benzokinon gibi parçalanma ürünleri verir (Alltech 1997, Tüfekçi 2003).

2.6.2. Anasorb CMS

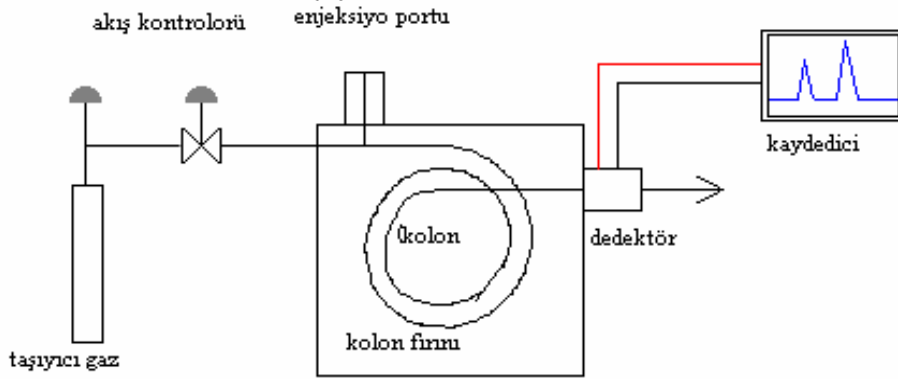
Anasorb CMS bir karbon moleküler elektir. Karbon moleküler elekler organik polimerlerin prolisiyle üretilirler. Başlangıç maddeleri yaygın olarak poli(viniliden klorür) ya da benzer kopolimerler (saran)'dir. Son ürünün, partikül büyüklüğü, por dağılımı ve spesifik yüzey alanı başlangıç maddesinin ve proliz koşullarının seçiminde kontrol edilebilir. Karbon moleküler elekler, keskin por büyüklüğü dağılımı ve yüksek spesifik yüzey alanıyla mikro-poröz adsorbentlerdir (Dettmer 2002).

Adsorpsiyon, spesifik olmayan etkileşimler üzerine dayanır. Karbon moleküler elekler apolar adsorbentler sınıfına girse de önemli miktarda su adsorplarlar. Bu yüzey oksitleri ile açıklanabilir (Dettmer 2002).

2.7. Gaz Kromatografi (GC)

Kromatografi, kompleks karışımlarda bulunan birbirine yakın özellikteki maddeleri ayırmak için kullanılan bir metottur. Örnek hareketli faz ile taşınarak, bir kolonda ya da katı yüzeyde sabitleştirilmiş kendisiyle karışmayan durgun faz içersinden geçmeye zorlanır. Hareketli fazda bulunan örnekteki bileşenlerin, durgun fazdan farklı hızlarda geçmelerine bağlı olarak ayrılmanın gerçekleştiği analitik bir metottur. Gaz kromatografi, analitin gaz haldeki hareketli faz ile bir katı yüzeyine tutturulmuş durgun sıvı faz arasında dağılımı üzerine kurulmuştur

GC tekniğinde numune buharlaştırılır ve kromatografi kolonunun girişine enjekte edilir. Hareketli faz inert bir gazdır ve ayırma bu inert gaz yardımıyla gerçekleştirilir. Diğer çoğu kromatografi türlerinin aksine, hareketli faz analit molekülleriyle etkileşime girmez. Tek işlevi analiti kolon içine taşımaktır. GC de durgun faz inert bir katı yüzeyine adsorpsiyon veya kimyasal bağ ile tutulmuş bir sıvıdır. **Şekil 2.7.1** de gaz kromatografi cihazının şematik bir görünümü verilmiştir.



Şekil 2.7.1. Gaz kromatografi cihazının şematik görünümü

Kaynak: Çoker C., 2004, Gaz Kromatografi, DEÜTF Biyokimya A.D.

<http://www.deu.edu.tr/dosyalar/birimler/2405/Gaz%20kromotografisi.pdf>

Gaz kromatografide hareketli faz genelde helyum, hidrojen ya da azot gibi inert bir gazdır. Sıvı veya gaz örnek enjeksiyonu, bir silikon lastik diyaframdan ya da bir septumdan mikro şırınga ile yapılabilir. Örnek buradan hızlı buharlaştırıcı bölmeye verilir.

Gaz kromatografide iki tür kolon vardır; Dolgulu ve kapiler (açık borusal) kolonlar. Kolonların boyları 2-50 m veya daha büyük olabilir. Kolonlar paslanmaz çelik, cam, erimiş silis veya teflondan yapılabilir. Kapiler kolonlar, uzun boyları, küçük çapları ve düşük miktarda örnekle çalışılabilmelerinden dolayı dolgulu kolonlara göre daha çok kullanım alanı bulur. Kolon sıcaklık parametresi, gaz kromatografide önemli bir parametre olduğundan 10-30 cm çapında spiraller halinde kolon fırınının içine yerleştirilir. Optimum kolon sıcaklığı örneğin kaynama noktasına ve istenen ayırma verimine bağlıdır. Çok geniş kaynama noktası aralığındaki örnekler için sıcaklık programlaması gerekir. İdeal bir kolonun, kaynama noktası yüksek olmalı (100°C'nin üzerinde), termal olarak kararlı olmalı ve kimyasal olarak inert olmalıdır (Skoog D, ve ark. 1999).

Çizelge 2.7.1. bazı kolon dolgu maddeleri, özellikleri ve uygulama alanları verilmiştir.

Çizelge 2.7.1. Gaz Kromatografi için uygun bazı durgun fazlar.

DurgunFaz	Genel Ticari Adı	En yüksek sıcaklık (°C)	Genel Uygulamaları
Polidimetil siloksan	OV-1, SE-30	350	Genel amaçlı apolar faz; hidrokarbonlar, poliaromatikler, ilaçlar, steroidler, PCB'ler
poli(fenilmetildimetil) siloksan (%10 fenil)	OV-3, SE-52	350	Yağ asiti metil esterleri, alkoidler, ilaçlar, halojenli bileşikler
poli (fenilmetil) siloksan (%50 fenil)	OV-17	250	İlaçlar, steroidler, pestisitler, glikoller
trifloropropil polidimetil siloksan	OV-210	200	Klorlu aromatikler, nitroaromatikler, alkil süstitüe benzenler
Polietilen glikol	Carbowax 20 M	250	Serbest asitler, alkoller, eterler, eteri yağlar glikoller
Poli(disiyanoallildimetil) siloksan	OV-275	240	poli doymamış yağ asitleri, reçine asitleri, serbest asitler, alkoller

Kaynak: Skoog D, F.J. Holler, T.A. Nieman, 1999. enstrumantal Analiz İlkeleri, Bilim Yayıncılık, Ankara, s714

Gaz kromatografide kullanılan bazı dedektörler; alev iyonlaşma dedektörü (FID), kütle dedektörü (MS), termo iyonik dedektör (TID), elektron yakalama dedektörü (ECD) ve termal iletkenlik dedektörü (TCD)'dir.

İdeal bir dedektör;

Kararlılığı iyi olmalıdır ve tekrarlanabilir sonuçlar vermelidir.

Geniş doğrusal çalışma aralığına sahip olmalıdır.

Örnek için uygun duyarlılığa sahip olmalıdır.

Cevap süresi akış hızından bağımsız ve kısa olmalıdır.

Sıcaklık aralığı 400°C'ye kadar varmalıdır.

Güvenilirliği yüksek ve kullanımı kolay olmalıdır.

Numuneyi parçalamaması istenen bir özelliktir.

2.8. Standart Katma Metodu

Standart katma metodunda, belirli bir miktar örnek üzerine artan oranlarda standart ilavesi yapılır. Ölçümler orijinal örnekte ve her bir ilaveden sonra numune ile standardı içeren örnek üzerinde ayrı ayrı yapılır. Standart katma metodunda örnek matrisi her ilaveden sonra hemen hemen aynı kalır. Tek fark analit derişimi veya analit aşırısının ilave edildiđi durumlarda reaktif derişimidir. Karışımın diđer bütün bileşenleri de aynıdır, çünkü standartlar aynı miktar örnek içermektedir (Skoog D. A. 1999).

3. MATERYAL VE METOT

3.1. Materyal

3.1.1. Çalışmada Kullanılan Cihazlar ve Malzemeler

3.1.1.1. Termal Desorpsiyon

Uçucu organik bileşiklerin desorpsiyonu için Tekmar AEROTrap 6000 termal desorpsiyon cihazı kullanılmıştır. İlk basamakta azot akışında uçucu organik bileşikler -180°C ye soğutulmuş, sonrasında sıcaklık 300°C'ye çıkarılarak konsantre edilmişlerdir.

3.1.1.2. Adsorbent Tüpleri

SKC marka Tenax TA, 2,6-difenilen oksit temelli poröz polimer dolgu maddesi içeren adsorbent tüpüdür. Dış çapı 1/4 inch, uzunluğu 7 inçtir. 500 mg dolgu maddesi içerir.

SKC marka Anasorb CMS, (karbon moleküler elek) adsorbent tüpüdür. Dış çapı 1/4 inch, uzunluğu 7 inçtir. 400 mg dolgu maddesi içerir.

SKC marka boş adsorbent tüpleridir. Dış çapı 1/4 inch, uzunluğu 7 inçtir.

3.1.1.3. Gaz Kromatografi

ATI Unicam 610 serisi gaz kromatografisi cihazı ve alev iyonlaşma dedektörü kullanılmıştır.

3.1.1.4. Gaz Kromatografi Kolonları

SGE marka, BP1 kolon kullanılmıştır. Sabit fazı %100 Dimetil Polisiloksandır. Apolar bileşiklerin analizi için idealdir. Kolon özellikleri: 25m x 0.32mm x 0.25µm film kalınlığı WCOT kapiler kolondur. -60°C – (340-360)°C sıcaklık aralığında çalışılabilir.

SGE marka, BP10 kolon kullanılmıştır. Sabit fazı %14 siyanopropilfenil, %85 Dimetil Polisiloksandır. Kısmen polar bileşiklerin analizi için idealdir. Kolon özellikleri: 25 m x 0.32 mm x 0.25 µm film kalınlığı WCOT kapiler kolondur. -20°C – (280-300)°C sıcaklık aralığında çalışılabilir.

3.1.1.5. Akış Ölçer

Supelco marka akış ölçer kullanılmıştır. Ölçüm aralığı 0 – 256 mL/dk dır.

3.1.1.6. Mikro Şırıngalar

SGE marka 1µL, 10 µL ve 100 µL hacimli gaz kromatografi mikro şırıngaları kullanılmıştır. 1µL mikro şırınga, pistonludur. Maksimum çalışma sıcaklıkları 120°C'dir. İğne uzunlukları 70 mm'dir.

3.1.1.7. Diğer Malzemeler

Su banyosu, kapağında septumu olan 3 L lik cam kavanoz, tüp tutucu, 15 mL kapağı septumlu cam vialler, çeşitli hacimlerde balon joje ve cam malzemeler kullanılmıştır.

3.1.2. Çalışmada Kullanılan Kimyasal Maddeler

3.1.2.1. Analitik Saflıkta (>%99) Kimyasallar

Bu çalışmada analitik saflıkta (>%99)

Merck aseton

Merck benzen

Merck toluen

Merck metiletil keton

Merck tetraklor etilen

Merck stiren

Fluka hekzadekan

Merck toluen kullanılmıştır.

3.1.3. Gıda Paketleme Malzemesi Örneđi

Analiz için çok katlı paketleme malzemesi olarak meyve sularında kullanılan tetrapak kutu seçilmiştir.

Örnekleme için Tenax TA ve Anasorb CMS katı adsorbentleri karşılaştırılmıştır.

3.2. Metot

3.2.1. Termal Desorpsiyon ve Gaz Kromatografi Şartlandırılması

Termal desorpsiyonda Tenax TA ve Anasorb CMS adsorbent tüpleri ile örnekleme yapılmadan önce, tüpler 300°C de 30 dk temizlenerek şartlandırılmıştır ve blank kromatogramları alınmıştır. Böylelikle tüplerden gelebilecek kirliliklerin önüne geçilmiştir. Ayrıca adsorbent tüpleri analiz öncesinde ve sonrasında kapaklı cam viallerde, buzdolabında +4 °C de bekletilmiştir.

TD-GC sisteminin ilk analizler öncesi sistem blank kromatogramları alınmış, sistemden gelebilecek kirlilikler ya da sinyal sabitlenmemesi nedeniyle oluşabilecek pikler engellenmiştir.

Paketleme malzemelerinin analizinde optimum koşulları belirlemek için TD ve GC de farklı parametreler denemiştir.

3.2.2. Adsorbent Seçimi İçin Analitlerin belirlenmesi

Analitlerin alıkonma süreleri, GC'ye doğrudan sıvı enjeksiyon yapılarak belirlenmiştir. Çizelge 3.2.2.1 de analitlerin kaynama noktaları, moleköl ağırlıkları ve alıkonma süreleri verilmiştir.

Çizelge 3.2.2.1. UOB lerin fiziksel özellikleri ve alıkonma zamanları.

	Kaynama Noktaları	Molekül ağırlıkları (g/mol)	Alıkonma zamanları (dk)
Aseton	56°C	58,08	5,95
MEK	80°C	72	6,87
Benzen	80.2°C	77	7,21
Toluen	111°C	91	9,16
TCE	121°C	165,83	10,69
Stiren	146°C	104	11,01

3.2.3. Adsorbent Seçimi İçin Örnek Hazırlama ve Cihaz Koşulları

Örnekleme metodu olarak statik head space'e benzer bir metot izlenmiştir. Bu metotta aseton, benzen, toluen, metiletil keton, tetraklor etilen, stiren uçucu organik bileşiklerinden 500'er µl alınmış ve kapağı septumlu bir vialde standart karışımları hazırlanmıştır. Sekiz Tenax TA ve sekiz Anasorb CMS adsorbent tüpleri, alüminyum tüp tutucuya, tüp tutucu da 3L lik, kapağında enjeksiyon yapılabilecek septumu olan bir kavanoza yerleştirilmiştir. Adsorbent tüpler termal desorpsiyondaki azot akışının tam tersi yöndeki uçları açık, diğer uçları kapalı bir şekilde uçucu organik bileşiklerin adsorbent tüplere kendiliğinden difüze olmaları sağlanmıştır. Adsorbent tüplerin kavanozda kalış süreleri için optimum şartlar aranmıştır.

Hazırlanan standart karışımdan 1 µl kavanoza üzerindeki septumdan enjekte edilmiş ve adsorbent tüplerin 1 sa bu standart karışıma maruz kalmaları sağlanmıştır. Bu deneme yüksek konsantrasyonda yükleme için yapılmıştır. Düşük konsantrasyonda yükleme denemesi için ise aynı standart karışımdan 0,2 µl, kavanoza aynı şekilde enjekte edilmiştir ve aynı sürede bekletilmiştir (Kılıç 2002).

GC kolon sıcaklık programı ve diğer GC ayarları Çizelge 3.2.3.1 de ve Çizelge 3.2.3.2 de verilmiştir.

Çizelge 3.2.3.1. Kolon sıcaklık programı

Hız (°C/dk)	Sıcaklık (°C)	Bekleme Süresi (dk)
-	40	2
10	200	-

Çizelge 3.2.3.2. GC ayarları

Taşıyıcı gaz (N2)	10psi
Bütünleyici gaz (make up)	0
Split faktörü	3.8 (%24.8'i GC'ye gidiyor)
Kolon	BP1
Dedektör sıcaklığı	250°C
Enjeksiyon sıcaklığı	200°C

Bu örnekleme sisteminde, örneklemenin yapıldığı oda sıcaklığında, adsorbent tüplerin adsorplayabildiği uçucu organik bileşen miktarları karşılaştırılmıştır.

Termal desorpsiyonda Çizelge 3.2.2.3 deki parametreler denenmiştir.

Çizelge 3.2.3.3. TD parametreleri

	Max.	Min.
Soğuk tuzak minimum sıcaklığı (°C)	-100	-180
Desorpsiyon süresi (dk)	10	5
Örnek hacmi (µL)	1	0,2

Adsorbent tüplerin yüksek ve düşük konsantrasyonda yükleme denemelerinde doğruluk, tüm denemeler iki defa yapılarak belirlenmiştir. Ayrıca tüpler desorbe edilerek aralarındaki yüzde bağıl standart sapma da belirlenmiştir.

3.2.4. Paketleme Malzemeleri İçin Örnek Hazırlama ve Cihaz Koşulları

Paketleme malzemelerinin analizi için iki farklı metot denenmiştir. Birincisinde paketleme malzemeleri dış yüzeyleri soyularak farklı alanlarda (cm²) kesilmiş ve analiz için optimum koşullar aranmıştır. Paketleme malzemesi alanlarında en uygun alan 2x4

cm² olarak belirlenmiştir. Kesilen örnek, doğrudan termal desorpsiyon boş tüpüne yerleştirilmiştir. Kullanılan kolon kısmen polar olan BP10 ile değiştirilmiştir.

İkincisinde ise uçuculuğu analitlerden daha düşük, polaritesi polietilen matriksine benzer bir çözücü olan hekzadekan kullanılarak termal desorpsiyon kullanılmadan doğrudan GC'ye örnek enjeksiyonu yapılmıştır (Ezquerro ve ark. 2003b).

Doğrudan termal desorpsiyon metodu ile çok katlı paketleme malzemesinde uçucu organik bileşiklerin analizi için 2x4 cm² çok katlı paketleme malzemesi kesilerek boş bir termal desorpsiyon tüpü içerisine yerleştirilmiştir. Çizelge 3.2.4.1 deki TD parametreleri ve çizelge 3.2.4.2. deki GC kolon sıcaklık programı uygulanarak termal desorpsiyon - gaz kromatografi ile analizi yapılmıştır.

Çizelge 3.2.4.1. TD parametreleri

Örnek desorpsiyon sıcaklığı	150°C
Örnek desorpsiyon süresi	10dk
Tuzak desorpsiyon süresi	10 dk
Soğuk tuzak minimum sıcaklığı	-100°C
Soğuk tuzak maksimum sıcaklığı	300°C
Desorpsiyon öncesi örneğin süpürülme süresi	1dk

Çizelge 3.2.4.2. GC kolon sıcaklık programı

Hız (°C/dk)	Sıcaklık (°C)	Bekleme Süresi (dk)
-	60	0
10	235	5

Denenen diğer parametreler ve bunlarla elde edilen kromatogramlar sonuçlar kısmında verilmiştir.

4. SONUÇLAR VE TARTIŞMA

4.1. Adsorbent Seçimi

Uçucu bileşikler adsorbent yüzeylerine sadece tersinir fiziksel kuvvetlerle tutunurlar. Bu yüzden adsorbentler için yüzey alanı önemli bir karakteristiktir. Adsorbentin yüzey alanı, adsorpsiyonun gerçekleştiği katı yüzeyi ifade eder. Spesifik yüzey alanı ise adsorbent birim kütledeki yüzey alanını ifade eder. Birçok adsorbent geniş ve gözenekli yüzey alanına sahiptir.

Uçucu organik bileşiklerin adsorbent tüpleri ve termal desorpsiyon gaz kromatografi kullanılarak örneklenmesi ve analizlenmesinden önce analitler için doğru adsorbent seçimi çok önemlidir. Bu çalışmada gıda paketlenme malzemelerinde bulunabilecek bazı UOB'lerin örneklenmesi ve analizi için farklı adsorbentler denenmiştir. Bu metot kullanılarak doğru bileşik için doğru adsorbent seçimi mümkündür.

Çizelge 4.1.1. , Tenax TA ve Anasorb CMS'in düşük konsantrasyonda yükleme için ortalama pik alanı değerleri

DÜŞÜK KONSANTRASYONDA YÜKLEME								
	TENAX TA				ANASORB CMS			
Desorbsiyon süresi (dk)	10	10	5	5	10	10	5	5
Soğuk tuzak minimum sıcaklığı (°C)	-100	-180	-100	-180	-100	-180	-100	-180
Aseton	45	134,5	54	61		101,5	60,5	133
MEK				63	45,5	34		
Benzen	195	336	258	1730	91,5	507	305	129
Toluen	443	412,5	569	1385	304,5	359	324,5	263
TCE	120	71	94	70	78,5		61	64
Stiren	874	515	988	4294	326,5	502	495	390

Çizelge 4.1.2. Tenax TA ve Anasorb CMS'in yüksek konsantrasyonda yükleme için ortalama alan değerleri

YÜKSEK KONSANTRASYONDA YÜKLEME								
	TENAX TA				ANASORB CMS			
Desorbsiyon süresi (dk)	10	10	5	5	10	10	5	5
Soğuk tuzak Minimum sıcaklığı(°C)	-100	-180	-100	-180	-100	-180	-100	-180
Aseton	267,5	1845	1800	6363	244,5	2161,5	3215	9195
MEK	601	4895	4568	6702	488,5	5893,5	7051	7378
Benzen	118,5	1499	1644	15533	155,5	3105,5	7661,5	16622,5
Toluen	542,5	7971	7500,5	10762	478,5	10139,5	11228	8515
TCE	151	1810	1669,5	2397,5	123	2269,5	2520	2042,5
Stiren	6053,5	5416	5416	7427,5	6350	7301,5	7773	6464,5

Çizelge 4.1.1. ve çizelge 4.1.2. incelendiğinde:

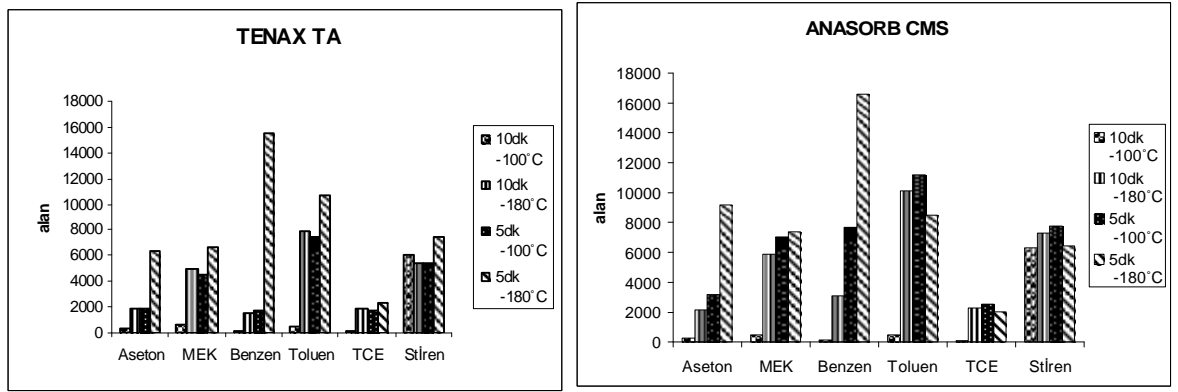
Adsorbent olarak Tenax TA kullanıldığında tüm bileşikler için en uygun koşul yüksek ve düşük konsantrasyonlarda; 5 dk desorpsiyon süresi, -180°C soğuk tuzak minimum sıcaklığı olduğu görülmektedir.

Anasorb CMS için ise yüksek konsantrasyonlarda en uygun koşul, 5 dk desorpsiyon süresi, -180°C soğuk tuzak minimum sıcaklığıdır. Düşük konsantrasyonlarda ise en uygun koşul, 10 dk desorpsiyon süresi, -180°C soğuk tuzak minimum sıcaklığıdır.

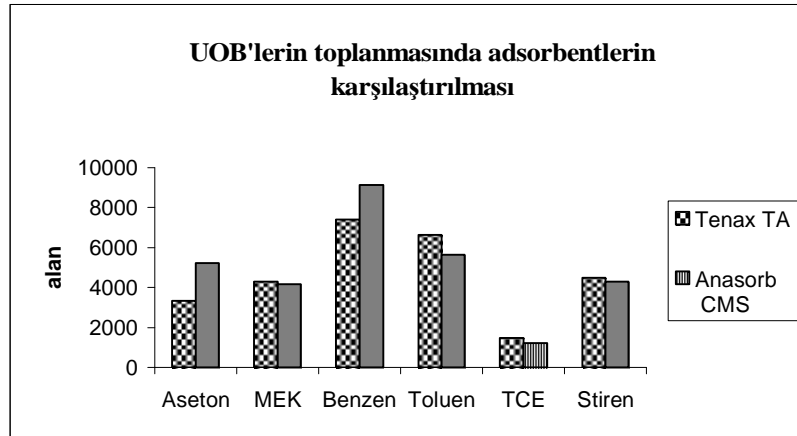
Yapılan bir çalışmada kromosorb 106 ve karbotrap katı adsorbentleri, uçucu organik bileşiklerin uzun süreli pasif örnekleme yöntemi için karşılaştırılmıştır. Geniş uçuculuk aralığındaki aseton, diklorometan, pentan, hekzan, benzen, heptan, toluen, oktan, etilbenzen, m-ksilen, o- ksilen, nonan, dekan ve undekan uçucu organik bileşikler için düşük ve yüksek konsantrasyondaki miktarlarının adsorbentler üzerinde tutulması ve uzun süreli örnekleme süresince geri difüzyon ile kaybedilme miktarları her iki

adsorbent için belirlenmiştir. Genelde kromosorb 106'nın böyle bir örnekleme için karbotraptan daha iyi olduğu görülmüştür(Kılıç 2002).

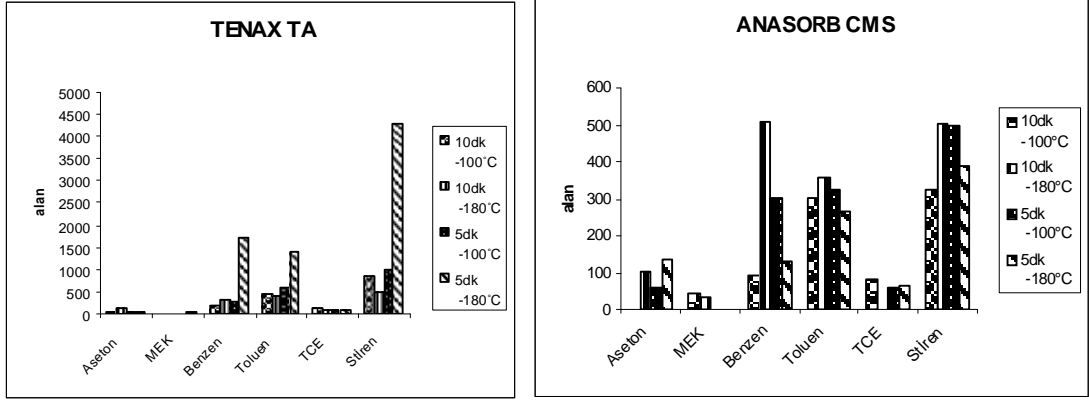
Bu sonuçlara göre Şekil 4.1.1, şekil 4.1.2, Şekil 4.1.4 ve şekil 4.1.5 teki grafikler elde edilmiştir. Şekil 4.1.3 te ise adsorbent maddelerin 0,6 µL yüklemede, 7,5 dk desorpsiyon süresinde ve -140 °C soğuk tuzak minimum sıcaklığındaki uçucu organik bileşikleri adsorplama kapasiteleri karşılaştırılmıştır.



Şekil 4.1.1. ve şekil 4.1.2. Tenax TA and Anasorb CMS in yüksek konsantrasyonda yükleme için kritik parametrelerin karşılaştırılması



Şekil 4.1.3. Tenax TA and Anasorb CMS in 0,6 µL yüklemede, 7,5 dk desorpsiyon süresinde ve -140 °C soğuk tuzak minimum sıcaklığında karşılaştırılması



Şekil 4.1.4. ve **şekil 4.1.5.** Tenax TA and Anasorb CMS in düşük konsantrasyonda yükleme için kritik parametrelerin karşılaştırılması

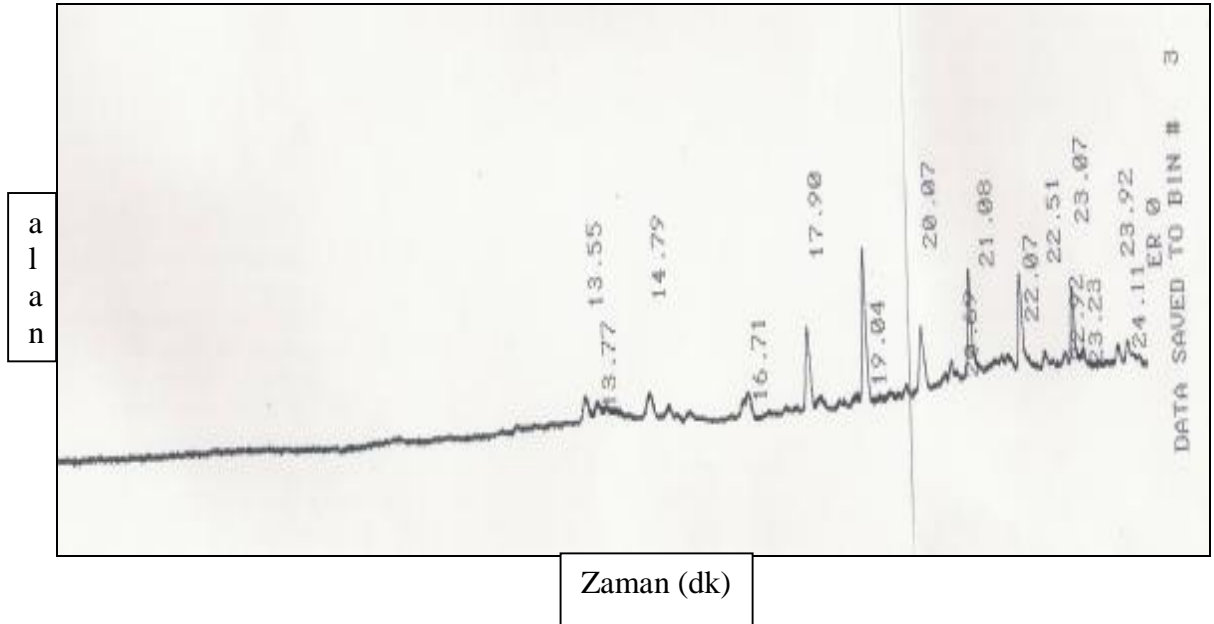
Yüksek konsantrasyonda Tenax TA için ortalama yüzde standart sapma (%RSD) %0,40 – %25,58 arasındadır, düşük konsantrasyon için ise bu değer %1,49 - %40,85 arasındadır. Yüksek konsantrasyonda Anasorb CMS için ortalama yüzde standart sapma (%RSD) %0,25 – %21,66 arasındadır, düşük konsantrasyon için ise bu değer %0,16 - %39,90 arasındadır.

Bileşiklerin kaynama noktaları 56°C - 146°C arasındadır. Aseton ve benzenin adsorbsiyonunda Anasorb CMS, Tenax TA dan daha iyidir. Toluen, MEK, TCE ve stiren için ise her iki adsorbent, her iki konsantrasyon için uygundur. Alev iyonlaşma dedektörü klorlu bileşiklere duyarlı olmadığından, TCE için alan değerleri düşüktür.

4.2. Paketleme Malzemeleri Analizleri

4.2.1. Doğrudan Termal Desorpsiyon

Belirtilen analiz koşullarında analiz edilen çok katlı paketleme malzemelerine ait kromatogramlar ve her biri için termal desorpsiyon gaz kromatografi parametreleri her kromatogramın altında verilmiştir. Şekil 4.2.1 de 2x4 cm² lik çok katlı paketleme malzemesi örneğinin GC-FID kromatogramı görülmektedir.

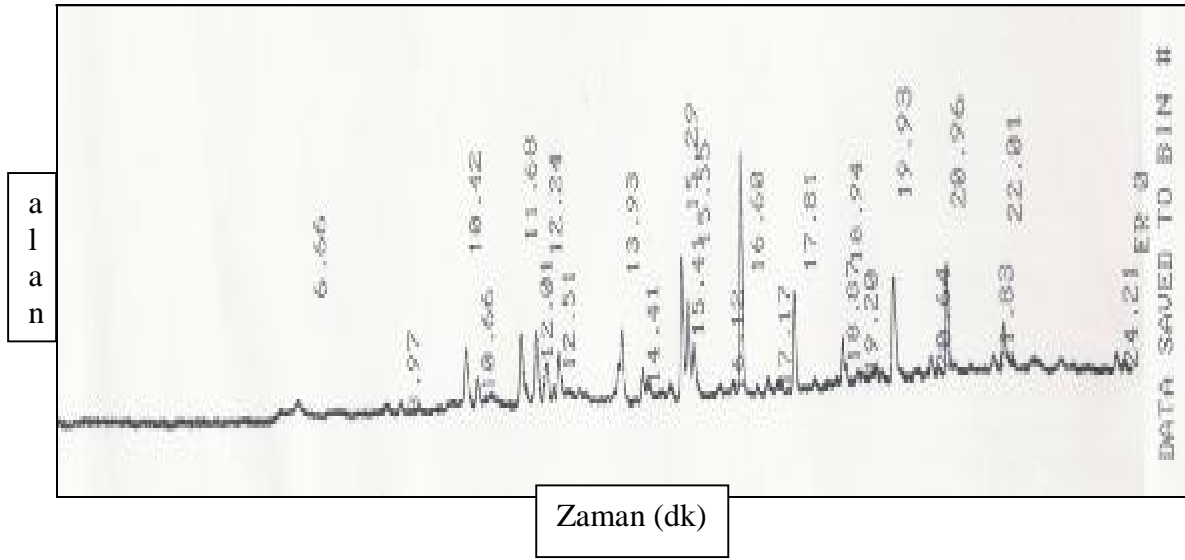


Şekil 4.2.1. 2x4 cm² lik çok katlı paketleme malzemesi örneği

GC Parametreleri : Kolon başlangıç sıcaklığı: 40°C, başlangıç bekleme süresi: 0dk, Sıcaklık artışı: 10°C/dk, son sıcaklık: 235°C, son sıcaklıkta bekleme süresi: 5dk

Termal Desorpsiyon parametreleri : Örnek desorpsiyon sıcaklığı: 150°C, Örnek desorpsiyon süresi: 10dk, Tuzak desorpsiyon süresi: 5dk, Soğuk tuzak minimum sıcaklığı: -100°C, Soğuk tuzak maksimum sıcaklığı: 300°C , Desorpsiyon öncesi örneğin süpürülme süresi: 1dk

Soğuk tuzak desorpsiyon süresi 10 dk. ve kolon başlangıç sıcaklığı 60°C olarak değiştirildiğinde daha keskin pikler elde edilmiş ve daha çok sayıda bileşen gözlenmiştir. Elde edilen kromatogram şekil 4.2.2 de verilmiştir.



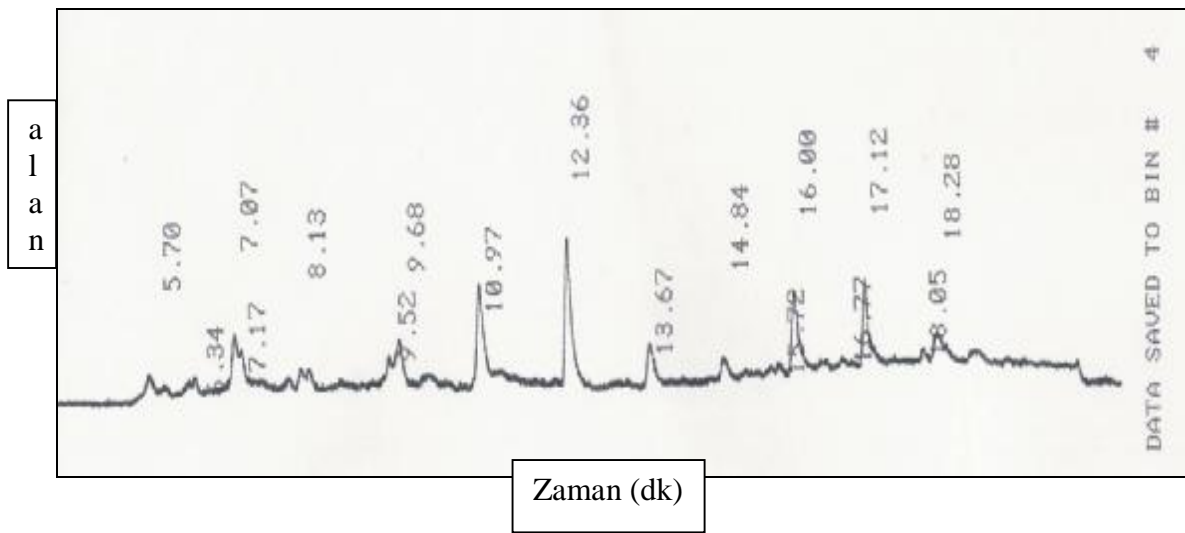
Şekil 4.2.2. 2x4 cm² lik çok katlı paketlenme malzemesi örneği

GC Parametreleri : Kolon başlangıç sıcaklığı: 60°C, başlangıç bekleme süresi: 0dk, Sıcaklık artışı: 10°C/dk, son sıcaklık: 235°C, son sıcaklıkta bekleme süresi: 5dk

Termal Desorpsiyon parametreleri : Örnek desorpsiyon sıcaklığı: 150°C, Örnek desorpsiyon süresi: 10dk, Tuzak desorpsiyon süresi: 10 dk, Soğuk tuzak minimum sıcaklığı: -100°C, Soğuk tuzak maksimum sıcaklığı: 300°C , Desorpsiyon öncesi örneğin süpürülme süresi: 1dk

Kolon başlangıç sıcaklığı 100°C'ye çıkarılarak yapılan analizde süre kısalmıştır ve daha az pik gözlenmiştir. Örnekte bulunabilecek yabancı maddeler desorpsiyon öncesi örneğin süpürülme süresi 2 dk'ye çıkarılarak engellenmiştir.

Elde edilen kromatogram şekil 4.2.3 de verilmiştir.



Şekil 4.2.3. 2x4 cm² lik çok katlı paketleme malzemesi örneği

GC Parametreleri: Kolon başlangıç sıcaklığı: 100°C, başlangıç bekleme süresi: 0dk, Sıcaklık artışı: 10°C/dk, son sıcaklık: 235°C, son sıcaklıkta bekleme süresi: 5dk

Termal Desorpsiyon parametreleri: Örnek desorpsiyon sıcaklığı: 150°C, Örnek desorpsiyon süresi: 10dk, Tuzak desorpsiyon süresi: 5dk, Soğuk tuzak minimum sıcaklığı: -100°C, Soğuk tuzak maksimum sıcaklığı: 300°C, Desorpsiyon öncesi örneğin süpürülme süresi: 2dk

Kromatogramda gözlenen piklerin hangi bileşiklere ait olduğu GC-MS analizi ile belirlenebilir.

Ezquerro ve ark. (2003b) tarafından yapılan bir çalışmada çok katlı esnek bir paketleme malzemesi, HS-SPME-GC-MS ile analizlenerek bulunan bileşikler; butanal, 3-metilbutanal, pentanal, toluen, 2,4-pentadion, hekzanal, pentanoik asit, 3-heptanon,

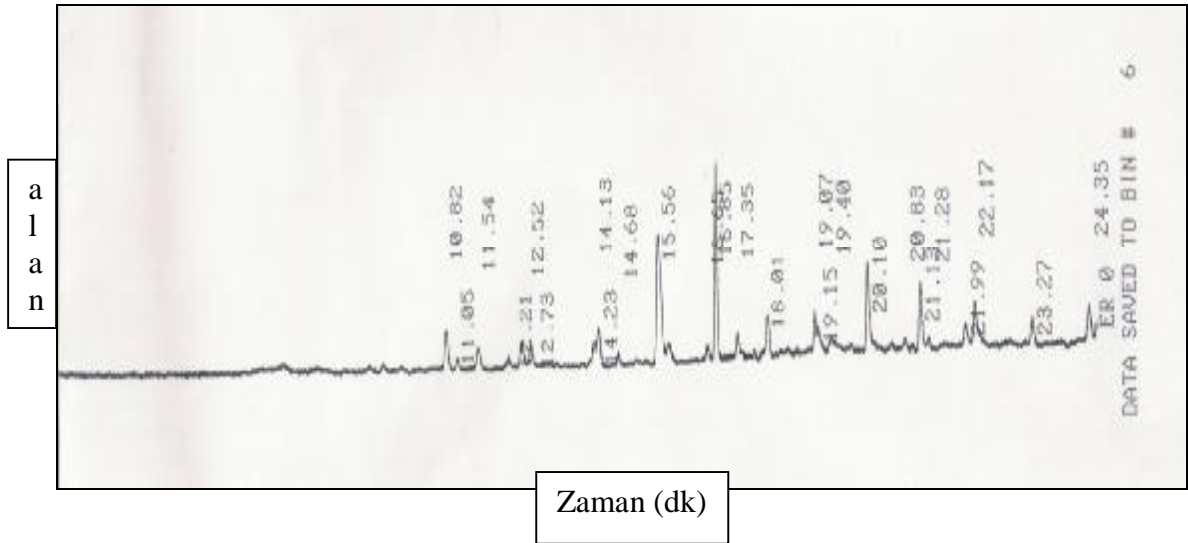
sikloheksanon, heptanal, 2-etilhekzanal, hekzanoik asit, dekan, oktanal, undekan, nonanal, dodekan, dekanal, undekanal ve dodekanaldır.

Bu çalışmada doğrudan TD-GC-FID ile elde edilen piklerden birinin toluene ait olup olmadığı standart katma yöntemi ile araştırılmıştır.

4.2.1.1. Toluenin Standart Katma Metodu ile Tanınması

Çok katlı paketlenme malzemesinin doğrudan termal desorpsiyon - gaz kromatografi ile analizinden elde edilen kromatogramlarda gözlenen piklerden birinin toluene ait olup olmadığı standart katma yöntemi ile test edilmiştir.

Önce paketlenme malzemesi örneği aşağıda belirtilen koşullarda analiz edilmiştir ve Şekil 4.2.4. de verilen kromatogram elde edilmiştir.



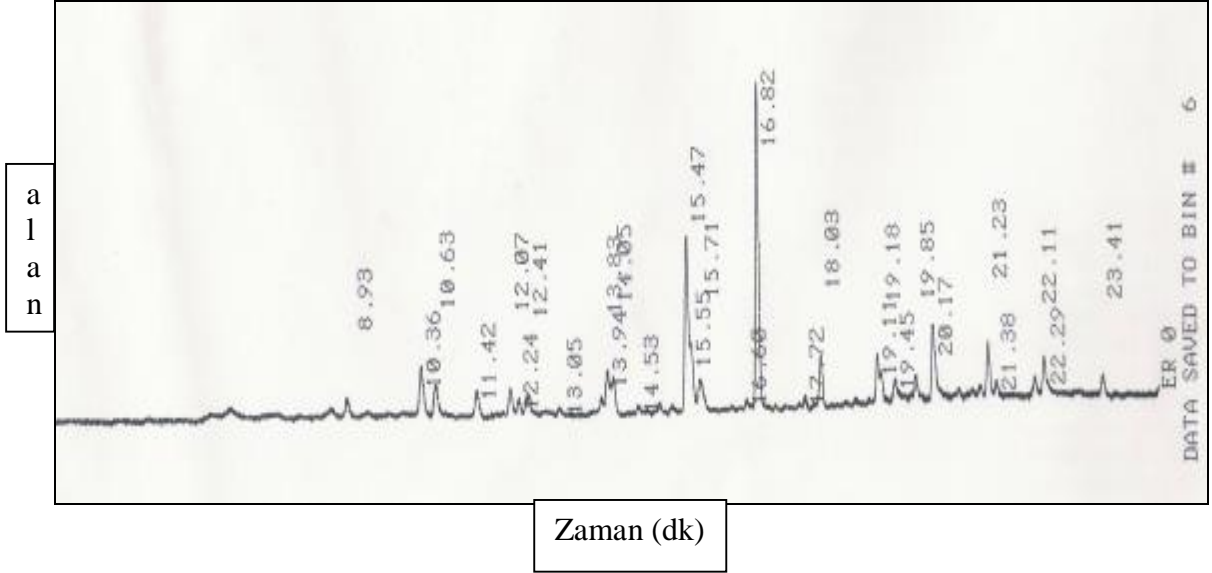
Şekil 4.2.4. 2x4 cm² lik çok katlı paketlenme malzemesi örneği

GC Parametreleri: Kolon başlangıç sıcaklığı: 60°C, başlangıç bekleme süresi: 2 dk, Sıcaklık artışı: 10°C/dk, son sıcaklık: 235°C, son sıcaklıkta bekleme süresi: 5dk

Termal Desorpsiyon parametreleri: Örnek desorpsiyon sıcaklığı: 250°C, Örnek desorpsiyon süresi: 10dk, Tuzak desorpsiyon süresi: 5dk, Soğuk tuzak minimum sıcaklığı: -100°C, Soğuk tuzak maksimum sıcaklığı: 300°C, Desorpsiyon öncesi örneğin süpürülme süresi: 2dk

Aynı şekilde hazırlanan çok katlı paketleme malzemesi örneğine 10 μ L toluen eklenmiş, ve bir önceki örnek ile aynı koşullarda analiz edilmiştir.

Elde edilen kromatogram şekil 4.2.5 de verilmiştir.

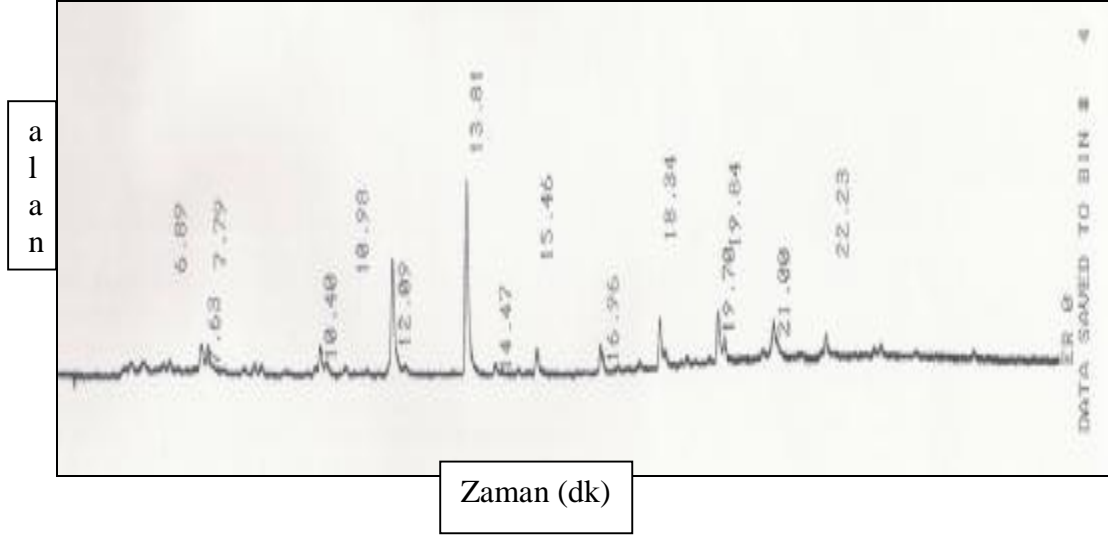


Şekil 4.2.5. 2x4 cm² lik çok katlı paketleme malzemesi örneği + 10 μ L Toluen

İlk kromatogramdaki alıkonma zamanı 16.85 olan pik ile 10 μ L Toluen eklenerek elde edilen kromatogramda 16.82 de ve pik alanı artmış olarak gözlenmiştir. Buna göre bu pik Toluene ait olabilir.

4.2.1.2. İki Basamaklı GC Sıcaklık Programı

Piklerin daha iyi ayrılmalarını sağlamak için basamaklı kolon sıcaklık programı denenmiştir fakat piklerin tamamı gözlenememiştir. Diğer tüm koşullar Şekil 4.2.4. ve Şekil 4.2.5. teki kromatogramların koşullarıyla aynıdır. Elde edilen kromatogram şekil 4.2.6 da verilmiştir.



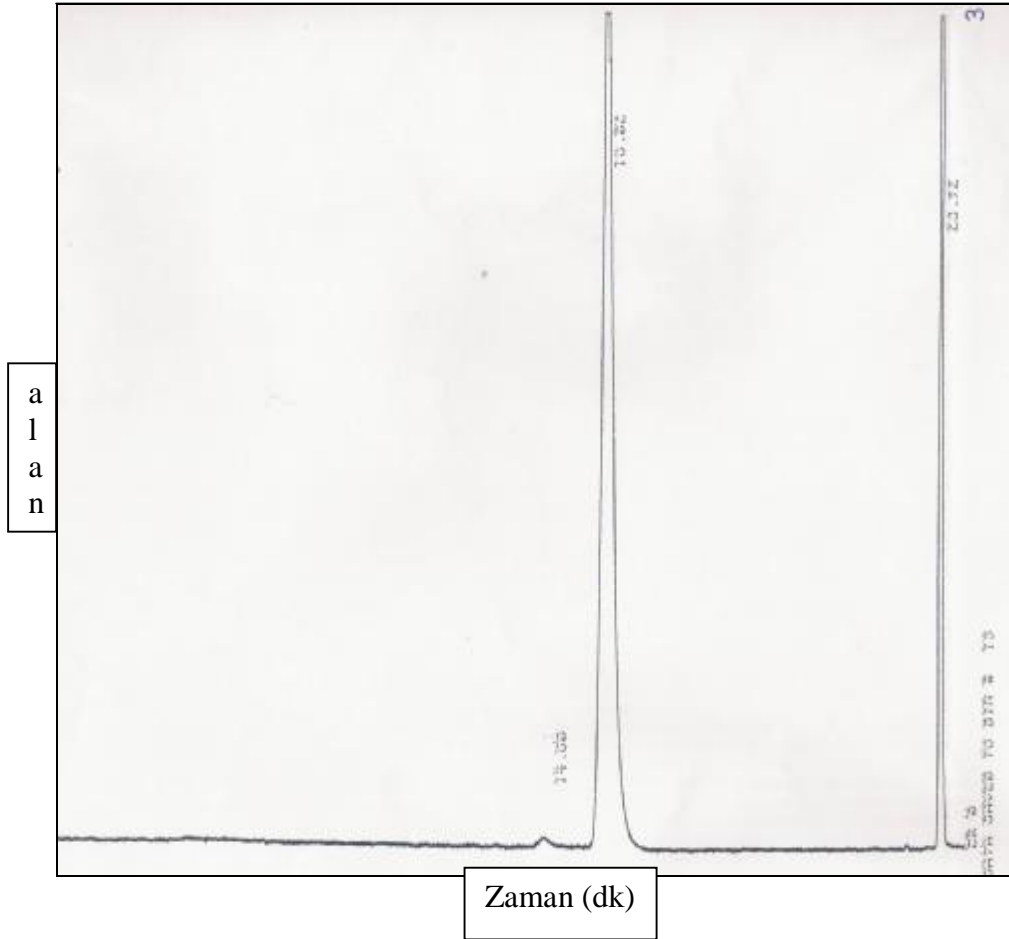
Şekil 4.2.6. 2x4 cm² lik çok katlı paketleme malzemesi örneği

GC sıcaklık Programı: Kolon sıcaklığı: 80°C, Başlangıç bekleme süresi: 0dk, Sıcaklık artışı: 7.5°C/dk, Ara sıcaklık: 200°C, Sıcaklık artışı: 10°C/dk, Ara sıcaklık: 220°C de 0dk, Yüksek sıcaklık: 240°C, Yüksek sıcaklıkta bekleme süresi: 5dk

Termal Desorpsiyon parametreleri: Örnek desorpsiyon sıcaklığı: 250°C, Örnek desorpsiyon süresi: 10dk, Tuzak desorpsiyon süresi: 5dk, Soğuk tuzak minimum sıcaklığı: -100°C, Soğuk tuzak maksimum sıcaklığı: 300°C, Desorpsiyon öncesi örneğin süpürülme süresi: 2dk

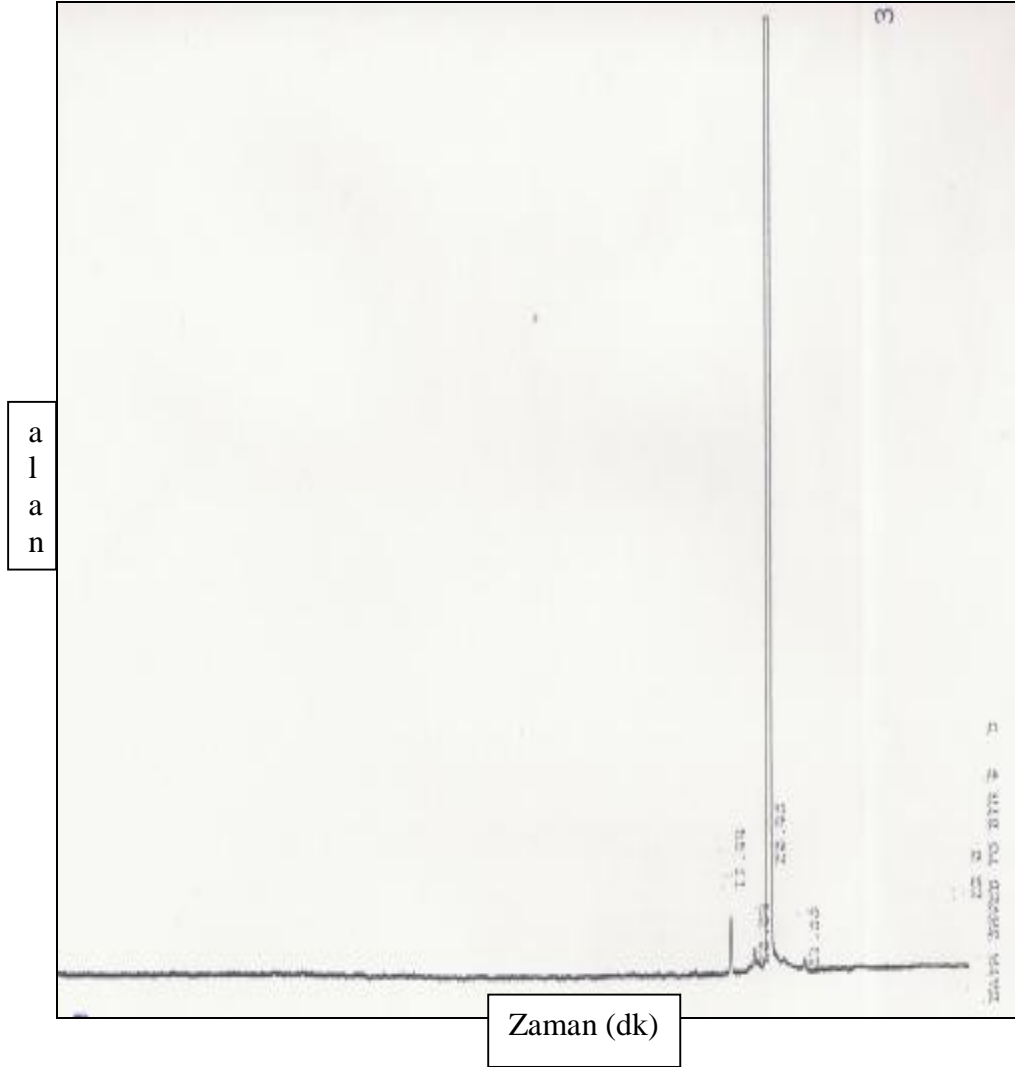
4.3. Çözücü Ekstraksiyonu

2x6 cm² çok katlı paketlenme malzemesi küçük parçalara ayrılarak 15 mL'lik cam vialde konulmuştur. Üzerine 1mL hekzadekan eklenmiştir. 1 sa 70°C su banyosunda bekletilmiştir. 5µL GC ye enjekte edilmiştir. Tüm GC koşulları şekil 4.2.4. ve şekil 4.2.5. örnek ile aynıdır. Elde edilen kromatogram şekil 4.3.1 de verilmiştir.



Şekil 4.3.1. 2x6 cm² lik çok katlı paketlenme malzemesi örneği + 1mL hekzadekan

Aynı örnekleme yöntemiyle su banyosunun sıcaklığı 100°C'ye çıkarılarak ve GC'ye verilen örnek hacmi 0,2µL olarak tekrarlanmıştır. Elde edilen kromatogram şekil 4.3.2 de verilmiştir.



Şekil 4.3.2. 2x6 cm² lik çok katlı paketleme malzemesi örneği + 1mL hegzadekan

Kromatogramlarda elde edilen pikler termal desorpsiyon ile elde edilen piklerle karşılaştırılabilir değildir.

Paketleme malzemeleri üzerine yaptığımız çalışma kalitatif bir çalışma olmuştur. Çok katlı paketleme malzemelerinin örnek hazırlama basamağı gerektirmeyen TD-GC ile analizi için metot geliştirilmiş ve optimum koşullar belirlenmiştir

Standart katma yöntemi ile yapılan deneme sonucuna göre elde edilen piklerden bir tanesi toluen olabilir. Diğer pikler de polietilenin termal degradesyonu sonucu oluşan çeşitli uçucu organik bileşiklerdir. Piklerin kantitatif analizi için paketleme malzemesi çözücü fazına alınarak yöntem karşılaştırma ve GC-MS ile çalışılarak bileşenlerin ne olduğunu anlama planlanmıştır ancak denenen çözücü ile sonuç alınamamıştır. Çözücü ekstraksiyonu katı örneklerde uçucu bileşiklerin analizi için zor ve hata oranı yüksek bir yöntemdir. Uçucu organik bileşiklerin termal desorpsiyon ile örneklenmesi ve kütle spektrometre detektörlü gaz kromatografi ile kalitatif ve kantitatif analizi uygun ve kolay bir yöntemdir. Bileşiklerin ne oldukları biliniyorsa alev iyonlaşma dedektörü ile kantitatif analiz yapılabilir.

KAYNAKLAR

ANDERSSON, T. 2004. Oxidative Degradation of Polyethylene - A Cause of Off-Flavour. Journal Of Applied Polymer Science, 196s.

ANONİM, Alltech, 1997. Tenax TA. Data Sheet U04914

ANONİM, Perkin Emler. Termal Desorpsiyon Uygulamaları, The Determination of Acetaldehyde in Polyethylene Terephthalate Using The Model ATD 50. No: 5

ANONİM, Perkin Emler. Termal Desorpsiyon Uygulamaları, The Determination of Residual Acrylonitrile And Styrene in ABS Terpolymers. No: 22

ANONİM, 2003. Türk Gıda Kodeksi Yönetmeliği, Globus Dünya basım evi, İstanbul, 412-415

ANONİM, 16.11.1997 Tarih Ve 23172 Sayılı Resmi Gazete

BAYA M. P., SISKOS P. A., DAVANKOV V. A., 2000. Evaluation of a Hypercrosslinked Polystyrene, MN-200, as a Sorbent for the Preconcentration of Volatile Organic Compounds in Air. Journal of AOAC International, 83(3): 579-583

BOCKHORN, H., HORNUNG, A., HORNUNG U., SCHAWALLER, D.,1999. Kinetic Study on The Thermal Degradation of polypropylene and Polyethylene. Journal Of Analytical And Applied Pyrolysis, 48: 93-109

BROWN R.H., 1996. What is the Best Sorbent for Pumped Sampling Thermal Desorption of Volatile Organic Compounds? Experience with the EC Sorbents Project. Analyst, 121 (9): 1171-1175

ÇOKER, C., 2004, Gaz Kromatografi, DEÜTF Biyokimya A.D.

<http://www.deu.edu.tr/dosyalar/birimler/2405/Gaz%20kromatografisi.pdf>

DETTMER, K., W. ENGEWALD, 2002. Adsorbent Materials Commonly Used in Air Analysis for Adsorptive Enrichment and Thermal Desorption of Volatile Organic Compounds. Review. *Anal bioanal Chem*, 373:490-500

ESCOBALA, A., CARMEN IRÍONDOA, C., VE KATIME I., 1999. Organic Solvents Adsorbed in Polymeric Films Used in Food Packaging: Determination by Head-Space Gas Chromatography. *Polymer Testing*, 18: 249–255

EZQUERRO, O., PONS, B., TENA, M. T. 2003a. Headspace Solid-Phase Microextraction–Gas Chromatography–Mass Spectrometry Applied To Quality Control in Multilayer-Packaging Manufacture. *Journal Of Chromatography A*, 1008: 123–128

EZQUERRO, O., PONS, B., TENA, M. T. 2003b. Direct Quantitation of Volatile Organic Compounds in Packaging Materials By Headspace Solid-Phase Microextraction–Gas Chromatography–Mass Spectrometry. *Journal Of Chromatography A*, 985: 247–257

EZQUERRO, O., PONS, B., TENA, M. T., 2003c. Evaluation of Multiple Solid-Phase Microextraction As A Technique to Remove The Matrix Effect in Packaging Analysis For Determination of Volatile Organic Compounds. *Journal of Chromatography A*, xxx xxx–xxx, Article In Press

HELMIG D., VIERLING L., 1995. Water Adsorption Capacity of the Solid Adsorbents Tenax TA, Tenax GR, Carbrap, Carbotrap-C, Carbosieve-SIII and Caboxen-569 and Water Management-Techniques for the Atmospheric Sampling of Volatile Organic Trace Gases. *Analytical Chemistry*, 67(23): 4380-4386

KILIÇ N., 1995. Studies of Adsorbent Trapping and Thermal Desorption in Environmental Air Analysis, University of Wales, doktora tezi

KILIÇ N., BALLATİNE J.A., 2000. Magnitudes of Balck Diffusion During Long-Term Diffusive Sampling of Volatile Organic Compounds Using Carbotrap and Chromosorb 106, Turk J Chem, 24 (131-139)

MANURA, J. 1991. Quantitation Of BHT in Food and Food Packaging by Short-Path Thermal Desorption. Scientific Instrument Services,Inc., 1027 Old York Road, Ringoes, New Jersey 08551, USA

PENG C. Y., BATTERMAN S., 2000. Performance Evaluation of a Sorbent Tube Sampling Method Using Short Path Thermal Desorption for Volatile Organic Compounds. Journal of Environmental Monitoring, 2(4):313-324

PİLLONEL, L. J. O. BOSSET, R. TABACCHİ, 2002. Rapid Preconcentration and Enrichment Techniques for the Analysis of Food Volatile. A Review. Lebensm.-Wiss. u.-Technol., 35: 1-14

RİGANAKOS, K.A., KOLLER, W.D., EHLERMANN, D.A.E., BAUER, B., KONTOMİNAS, M.G., 1999. Effects of ionizing radiation on properties of monolayer and multilayer flexible food packaging materials. Radiation Physics and Chemistry, 54: 527-540.

SKOOG D, F.J. HOLLER, T.A. NİEMAN, 1999. Enstrumantal Analiz İlkeleri. Bilim Yayıncılık, Ankara, 15-16

SKOOG D, F.J. HOLLER, T.A. NİEMAN, 1999. Enstrumantal Analiz İlkeleri. Bilim Yayıncılık, Ankara, 704-705, 713.

TOLANİ B., GELENCŞER A., BARKO G., HLAVAY J., 2000. Evaluation of the Applicability of Different Adsorbents for the Diffusive Sampling of Volatile Organic Hydrocarbons in Ambient Air. Magray Kemai Folyoirat, 106 (7):270-276

TÜFEKÇİ T.E., 2003. Havadaki Uçucu Organik Bileşiklerin Adsorbent Tüp Yöntemi ile Örneklenmesi ve Termal Desorpsiyon-Gaz Kromatografi Yöntemi ile Analizi. Uludağ Üniversitesi, 27

US, EPA, 1999. Catch Technical Bulletin. Choosing an Adsorption System for VOC: Carbon, Zeolite or Polymers.

ÜÇÜNCÜ, M. 2000. Gıdaların Ambalajlanması. Ege üniversitesi, İzmir, 50-60, 675-676.

<http://www.td.markes.com>

<http://www.kimyaevi.org/dokgoster.asp?dosya=570000001>

TEŞEKKÜR

Tez çalışmalarım süresince bilgi ve deneyimleriyle bana her zaman yardımcı olan ve her konuda desteğini esirgemeyen Sayın hocam Yrd. Doç. Dr. Naciye KILIÇ'a, tüm çalışmalarım boyunca benden yardım ve desteğini esirgemeyen tüm bölüm çalışanlarına teşekkür ederim. 2004/42 no'lu proje ile maddi desteklerinden dolayı Uludağ Üniversitesi Araştırma Fonu'na teşekkür ederim. Tez çalışmalarımın başından sonuna bana her konuda yardımcı olan, maddi ve manevi desteklerini esirgemeyen aileme çok teşekkür ederim.

ÖZGEÇMİŞ

18.10.1980 tarihinde Bursa'da doğdu. Lise öğrenimini Bursa Kız Lisesi (Y.D.A) bölümünde 1998 yılında tamamladı. Aynı yıl Uludağ Üniversitesi, Fen-Edebiyat Fakültesi Kimya bölümünde öğrenimine başladı. Stajını 2001 yılı Temmuz ayında Uludağ Üniversitesi Tıp Fakültesi Farmakoloji Anabilim dalında yaptı. 2002 Temmuz ayında üniversite öğrenimini tamamladı. 2003 Bahar yarı yılında, Uludağ Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Kimya Anabilim dalında öğrenimine başladı. 2005 yılı sonunda Balparmak gıda analiz laboratuvarında kalıntı analizleri sorumlusu olarak göreve başladı ve halen aynı şirkette göreve devam etmektedir.

Hazırlanan poster ve yayın:

Evaluation Of Some Adsorbents For The Preconcentration and The Analysis Of Several Volatile Organic Compounds (2nd Black Sea Basin Conferrance on Analytical Chemistry)

Study of Some Adsorbents For Sampling and Analysis of Several Volatile Organic Compounds, Asian Journal of Chemistry, Vol.18, No.3 (2006), 1914-1918