

# DOĞAL VE SENTETİK ÜRÜNLER KÜTÜPHANESİ (FFNSC) İLE

## AROMA ANALİZLERİ



**Yük. Kimyager Sezen ÇEPEL**  
Satış Mühendisi – Ant Teknik Cihazlar

**G**ıda ve içeceklerde aroma bileşikleri, kozmetik ve parfümeride esanslar doğal ve sentetik bileşiklerden üretilen kompleks yapılardır.

Literatürde GC-MS/SPME (katı faz mikro ekstraksiyon) tekniği kullanılarak gerçekleştirilen birçok aroma analizi yer almaktadır. Sonuçlar hem kalitatif olarak (%alan), hem de iç standart kullanılarak semi-kantitatif olarak elde edilebilmektedir.

GCMS cihazında analiz öncesinde numune headspace vialine tartılarak belirli sürelerde inkübasyona bırakılmaktadır. Bekleme süresi sonrasında SPME fiberi örnek vialine daldırılarak 15 dakika da fiberle bekletilerek örnek hazırlama süreci tamamlanmakta ve fiber yüzeyine tutulan esansiyel bileşikler, GCMS cihazında analiz edilmektedir.

### HIZLI GC/MS İLE AROMA/ ESANS ANALİZİ

Hızlı GC/MS analiz sürelerini kısaltarak laboratuvar verimliliğini



yükseltmenin etkin bir yoludur. Hızlı GC/MS metodları dar bore kapiler kolonlarla uyumlu yüksek performanslı bir AFC kontrolör ile yüksek hızlı veri toplama teknolojisi içeren bir sistem gerektirmektedir. Shimadzu GC/MS sistemleri bu gereksinimleri karşılayacak yüksek performans seviyelerine sahiptir. Aşağıdaki örnekte lavanta yağının geleneksel yöntemler ve hızlı GC/MS metodlarını gösterilmektedir.

### ALIKONMA İNDEKSLERİ İLE BENZERLİK TARAMASI

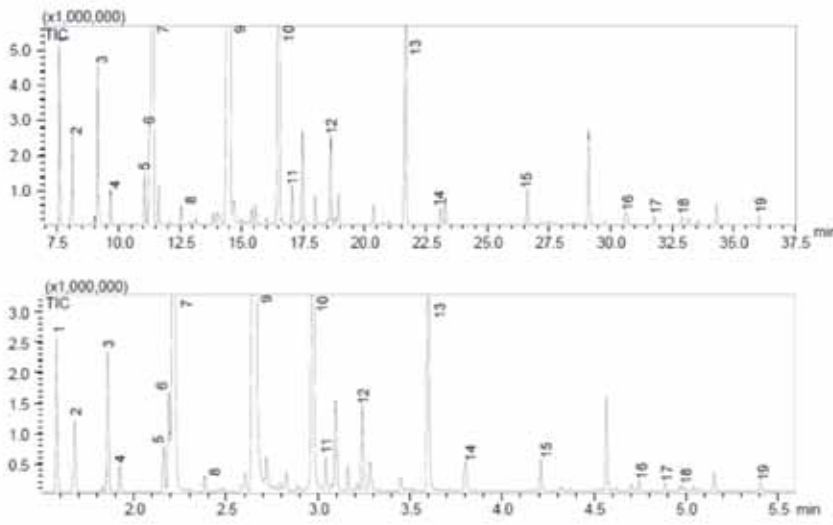
Gaz Kromatografi Kütle Spektrometri (GCMS) tekniği, aroma ve esans analizleri için sıklıkla kullanılmakta ve GCMS spektrumlarının saklı olduğu bir kütüphane bilinmeyen bileşenlerin tayini için kullanılabilir. Ancak, tipik GCMS kütüphanelerinde kayıtlı aroma ve esans bileşenleri sayısı yeterli değildir. Yalnızca spektral

### ANALİZ KOŞULLARI

Geleneksel GC/MS	
GC-MS : GCMS-QP2010 Ultra (Shimadzu) Kolon : Rtx-5MS (30 m x 0.32 mm iç çap, 0.25 µm) Cam insert: Deaktive cam yönlü split insert	
[GC]	[MS]
Buharlaştırma haznesi sıcaklığı: 250 C Kolon fırını sıcaklığı : 50 C (0 dk) -> 250 C (10 dk) Enjeksiyon modu : Split Taşıyıcı gaz : Helium Kontrol modu : Lineer hız (47.2 cm/sn) Split oranı : 100 Enjeksiyon miktar : 2.0 µL	Arayüz sıcaklığı : 250 C İyon kaynağı sıcaklığı : 200 C Ölçüm modu : Scan Kütle aralığı : m/z 40-400 Süre : 0.3 sn Emisyon akımı : 150 µA (yüksek hassasiyet)
Hızlı GC/MS	
GC-MS : GCMS-QP2010 Ultra (Shimadzu) Kolon : Rtx-5 (10 m x 0.10 mm iç çap, 0.1 µm) Cam insert: Deaktive cam yönlü split insert	
[GC]	[MS]
Buharlaştırma haznesi sıcaklığı: 250 C Kolon fırını sıcaklığı : 70 C (1 dk) -> (25 C/dk) -> 180 C -> (50 C/dk) -> 280 C (1 dk) Enjeksiyon modu : Split Taşıyıcı gaz : Helium Kontrol modu : Lineer hız (45.0 cm/sn) Split oranı : 1800 Enjeksiyon miktar : 1.0 µL	Arayüz sıcaklığı : 250 C İyon kaynağı sıcaklığı : 200 C Ölçüm modu : Scan Kütle aralığı : m/z 40-400 Süre : 0.05 sn Emisyon akımı : 150 µA (yüksek hassasiyet)

**SONUÇLAR**

Hızlı GC/MS geleneksel metodlara benzer ayırım paternleri göstermektedir. Ancak analiz süreleri geleneksel analiz sürelerinin 1/7'si kadardır.



**Şekil 2.** Geleneksel metod (üstte) ve Hızlı GC-MS metodu (altta) kullanılarak elde edilen toplam iyon kromatogramları

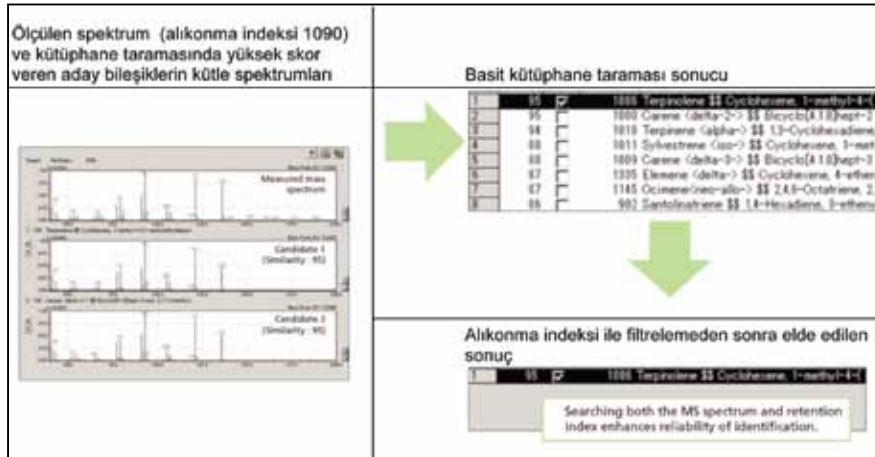
benzerlikten faydalanan geleneksel kütüphane taraması, bilinmeyen bir numune için çoğunlukla, özellikle de numunenin izomerler ve birden fazla matriks içermesi durumunda, tanımlanması güç birçok muhtelif aday bileşiği işaret etmektedir.

İtalya Messina Üniversitesi'nde Prof. Dr. Mondello'nun grubu tarafından elde edilen GC/MS verileri ile oluşturulan FFNSC 2 Kütüphanesi bilinmeyen bileşiklerin güvenilir bir şekilde tanımlanması için bir araçtır. GCMSsolution yazılımı FFNSC GC/MS Kütüphanesinde kayıtlı alıkonma indekslerini kullanan "alıkonma indeksleri ile benzerlik taraması"ndan faydalanmaktadır. Bu fonksiyon,

kompleks numuneler için bile, daha güvenilir ve kolay tarama yapılmasına olanak sağlar. Sonuçlar elektronik raporlar veya kağıt çıktı şeklinde alınabilmektedir.

Shimadzu FFNSC (aroma ve esans - doğal ve sentetik ürünler) GC/MS Kütüphanesinde 3,000 farklı aroma bileşiğinin kütle spektrumları ve alıkonma indeksleri bulunmaktadır.

Alıkonma indeksi belirli bir analitik kolon için bir bileşiğe özgü bilgidir. Her bir bileşik için, alıkonma süresine göre bir alkan serisine görece olarak tek bir indeks değeri atanmıştır. N-alkan standart karışımı kullanılarak yapılan analiz bilinmeyen numunelere ait alıkonma zamanlarının tespiti için gereklidir.

**ANT TEKNİK HAKKINDA**

Ant Teknik olarak kuruluş yılımız olan 1999'dan bu yana Kalite Kontrol ve Ar-Ge laboratuvarlarına yönelik cihaz satışı, teknik servis ve yedek parça temini; validasyon, aplikasyon ve eğitim hizmetleri sunuyor; anahtar teslim laboratuvar projeleri gerçekleştiriyoruz. İstanbul, Ankara, Adana, İzmir ve Bakü'deki ofislerimiz; 90'ın üzerinde çalışanımız ve bölge bayilerimizle gıda, ilaç, kimya ve çevre gibi birçok farklı alanda yenilikçi analitik çözümler sunuyoruz. Konularında dünyanın en saygın üreticileri arasında yer alan Shimadzu Corporation, Rudolph Research, JeioTech, Hitachi, Fungilab, GLSciences, Restek, AccuStandard, Teknokroma, Hellma ve PSS gibi 20'nin üzerinde firmayı Türkiye'de temsil ediyoruz. Ant Teknik ailesi olarak sektördeki deneyimimizi sizlerle paylaşmaya devam ediyor; deneyimimizle başarınıza katkıda bulunmanın gururunu taşıyoruz.

**ALIKONMA İNDEKSİ İLE FİLTRELEME**

Aroma bileşikleri zaman zaman benzer kimyasal yapılar içeren bileşikler içermekte olduğu için, yalnızca kütle spektrumu kullanılarak gerçekleştirilen kütüphane taramalarında kütle spektrumları birbirine benzer birden fazla aday bileşiğe rastlanabilmektedir. Alıkonma zamanı ile filtreleme aday bileşiklerini alıkonma indekslerine göre sıralar ve bu sayede daha hassas tanımlama yapılmasına olanak sağlar.

**REFERANSLAR**

- » Shimadzu Uygulama Notu, GCMS No. 32
- » Shimadzu FFNSC Bilgi Notu