

# Gıda ve yemlerde GC/MS/MS ile

## dioksin analizi ve otomatik numune hazırlama



**Berna Özkan**  
Pazarlama Müdürü  
Ant Teknik Cihazlar

### Tandem Kütle Spektrometre ile gıda ve yemlerde Dibenzo-p-dioksinlerin (PCDD) ve Poliklorlu-p-Dibenzofuranların (PCDF) Kantitatif Analizi

Gıda ve yemlerin Kalıcı Organik Kirlenitçiler (POP) ile kontaminasyonu çeşitli analitik teknolojilerle tespit edilmektedir. Dioksin ve dioksin benzeri maddeler bu kategoride değerlendirilmektedir. Bu maddelerin insanlar üzerinde yüksek derecede toksik etkileri olduğu bilinmektedir. İnsanlarla ilgili dioksin kontaminasyonu çoğunlukla gıda zincirinden kaynaklanmaktadır. Dioksinler gıda ürünlerine çeşitli yollarla bulaşmaktadır. Örnek olarak yumurtalar tavukların yeminden dolayı kontamine olabilmektedir.

Dioksin ve dioksin benzeri maddelerin miktar tayini için kullanılan mevcut metodlar ilgili Amerikan ve Avrupa yönetmeliklerinde belirtilmektedir [1, 2]. Dioksin analizi için kullanılan klasik yöntem yüksek çözünürlüklü gaz kromatografisi idi.

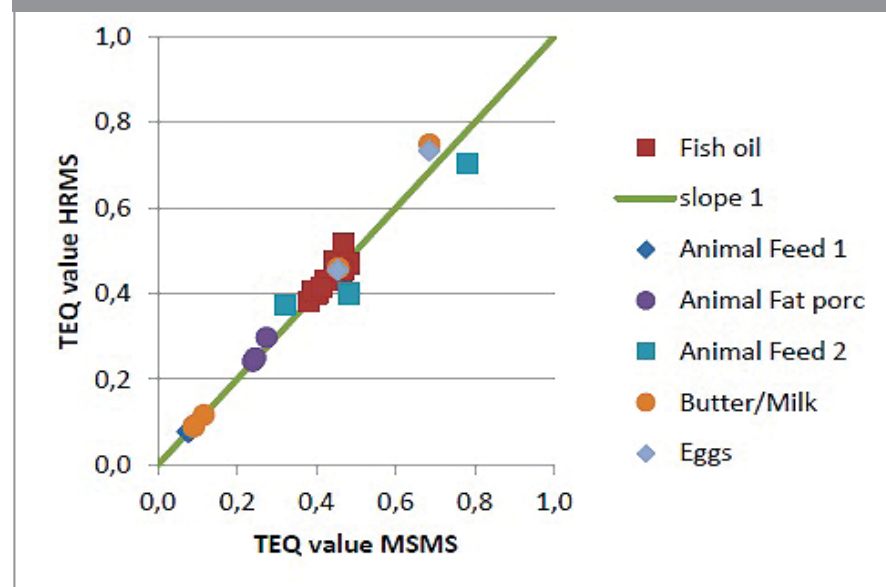


Tarama amaçlı ise GCMSMS ve bioassay teknikleri kabul görmekte idi. Bu yönetmeliklerde belirtilen dioksinler 75 farklı poliklorlu dibenzo-para-dioksin (PCDD) türevidir ve 17'si toksikolojik olmak üzere 135 farklı poliklorludibenzofuran (PCDF) türevidir. 209 farklı maddeyi içeren Poliklorlubifeniller (PCBler) toksikolojik özelliklerine göre iki farklı gruba ayrılmaktadır: 12 madde dioksin benzeri toksikolojik özellik göstermekte ve dioksin benzeri PCBler (DL-PCBs) olarak adlandırılmakta iken diğerleri farklı bir toksikolojik profil göstermektedir.

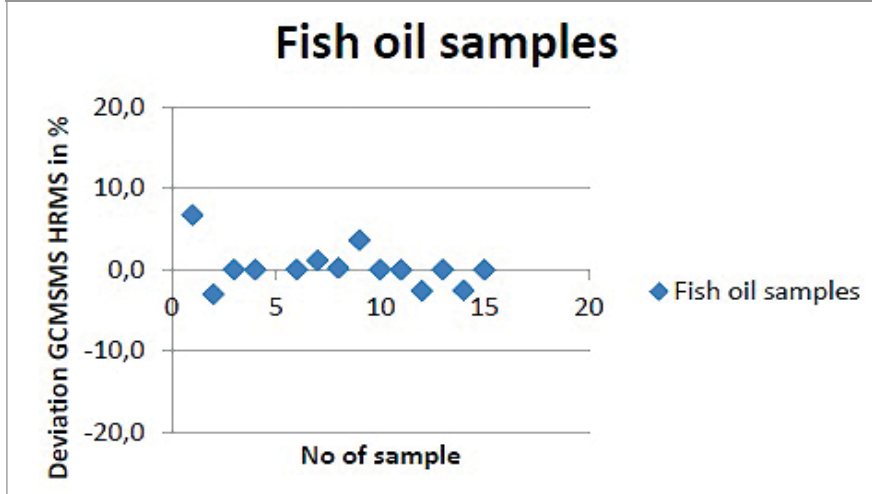
GCMS veya GCMSMS'in dioksin analizleri için uygunluğunun test edildiği birçok bilimsel makale

mevcuttur. Hassasiyet sebebiyle üçlü kuadrupol cihazı daha sıklıkla tercih edilmektedir. Ayrıca GCMSMS ve GCHRMS cihazlarının hayvan yemi ve balık gibi farklı matrisler üzerinden analiz edildiği karşılaştırmalar da mevcuttur. Aşağıdaki örnekte Shimadzu GCMS-TQ8030 cihazı gıda ve yemde dioksinlerin miktarsal analizlerinde yeterli hassasiyeti gösterdiğini kanıtlanmaktadır. GCMS verileri HRMS verileri ile karşılaştırıldığında, ölçülen birçok matris için Toksik eşdeğer (TEQ - toxic equivalent) değerlerinin maksimum sapmasının %10'un altında olduğu, hatta aynı durumun 0.5 ng/kg'ın altındaki çok düşük TEQ değerleri için de geçerli olduğu tespit edilmiştir [3].

Şekil 1. GCHRMS ve GCMSMS sonuçlarına ait TEQ değerleri (ng/kg)



Şekil 2. Balık yağı numunelerine ait % sapma değerleri (GCMSMS x HRMS)



### Yeni Tam Otomatik DEXTech™ Sistemi dioksin için numune hazırlama adımında zaman ve maliyet açısından tasarruf sağlıyor

Tüm analitik yöntemlerde olduğu gibi, dioksin analizlerinde de numune hazırlığı aşaması son derece kritiktir. Günümüzde dioksin numune hazırlığı için kullanılan otomatik sistemlerin sarf malzeme maliyetleri ve solvent tüketimi klasik (manuel) yöntemlere göre daha da yüksek olarak bilinmektedir. Bu nedenle, uluslararası faaliyet gösteren büyük laboratuvarlar da dahil olmak üzere bir çok laboratuvar manuel yöntemlere geri dönmektedir. Ancak bu yöntemler de son derece karmaşık, gerçekleştirilmesi zor ve laboratuvar çalışanlarını uzun süre meşgul eden yöntemlerdir. Enstitüsündeki analiz sürelerini hızlandırmak isteyen Dr. Thorsten

Bernsmann (Münsterland-Emscher-Lippe Kimya ve Veteriner Analitik Enstitüsü, CVUA-MEL), kullanılan manuel numune hazırlama yöntemini otomatikleştirmeye karar verdi. Söz konusu proje otomatik numune hazırlama sistemleri konusunda uzman bir firma olan LCTech GmbH ile işbirliği içerisinde yürütüldü. CVUA-MEL Enstitüsü Dioksin Departmanı şefi Dr. Thorsten Bernsmann, kullanılan manuel ekstraksiyon yöntemlerini 'analit kaybına veya kirleticilerin numuneyi kontamine etmesine yol açabilecek yöntemler' olarak tanımlıyor. Ayrıca Dr. Bernsmann'a göre dioksin için numune hazırlığı tecrübe ettiği en karmaşık numune hazırlama yöntemi. Proje sonucunda tüm matrisler için kullanılabilen ve kullanıma hazır kolonlar ile birlikte gelen DEXTech™ sistemi ile ham ekstraktan fraksiyonların hazırlanması için

## REFERANSLAR

- [1] Commissions Regulation (EC) No 278/2012 of 28 March 2012 amending Regulation (EC) No 152/2009 (OJ L 91, 29.03.2012, p. 8-22)
- [2] Commissions Regulation (EC) No 252/2012 of 21 March 2012 amending Regulation (EC) No 1883/2006 (OJ L 84, 23.03.2012, p. 1-22)
- [3] Shimadzu GCMS Aplikasyon Notu GCMS-TQ8030 (SCA\_280\_079) Tandem Kütle Spektrometre ile Gıda ve Yemlerde Dibenzo-p-dioksinlerin (PCDD) ve Poliklorlu-p-Dibenzofuranların (PCDF) Kantitatif Analizi
- [4] GIT-Laborfachzeitschrift, Sayı 11-2014: Sample Preparation for Dioxin Analysis

geçen süre 96 dakikaya kadar indirilebildi. Sistemin, şartlandırma basamağı da dahil olmak üzere, 640 mL'den daha az solvent kullandığı tespit edildi.

DEXTech™ sistemi yalnızca CVUA-MEL Enstitüsü'nde geliştirilen metodla kullanılmak zorunda olmayıp daha esnek olarak da kullanılabilir. [4]

İletişim için:  
ANT Teknik  
0 216 422 67 00  
pazarlama@antteknik.com

