

LCMSMS İLE KANATLI HAYVAN VE SÜTTE ANTİBİYOTİK KALINTISI ANALİZLERİ



Y. Kimyager Canerdem Yiğitsoy
Aplikasyon Uzmanı
Ant Teknik Cihazlar

Artan nüfus ile birlikte tüketilen et miktarında gözle görülebilen bir artış meydana gelmektedir. Bu artışın düşmemesi için kanatlı hayvanlarda antibiyotik kullanımı insan ve veteriner hekimliğinin kontrolünde yapılması gerekmektedir. Bu antibiyotikler hastalığı tedavi etmek, önlemek ve gıda amaçlı bakılan hayvanlarda büyümeyi artırmak için kullanılmaktadır.

Ülkemizde kullanımı son derecede yaygın olan antibiyotikler, bilinçsiz tüketim, yasal sürelerine uyulmaması ve kontrolünün yetersiz olması son derecede tehlikeli sonuçlar doğurmaktadır. Kullanılan antibiyotikler, gıda amaçlı kanatlı hayvanlarda kalıntılar meydana getirmektedir. Bu kalıntılar tüketiciye geçmesi kaçınılmaz bir olgudur (WHO,2011). Hayvanlara uygulanan ilaçların bazıları vücutta parçalanarak etkisiz hale gelir. Bazıları ise son derece de yavaş parçalanarak çeşitli metabolitlere dönüşerek vücutta birikmeye başlar.

Hastalıkların önlenmesi ve kontrolü ile gelişmenin hızlanma amacıyla doğrudan, yeme ya da suya katılarak, parenteral, kas içi veya meme içine uygulanan antibiyotiklerin kullanımını takiben, hayvanın doku ve organlarında biriken metabolitlere, ilaç



ya da kimyasal maddelere "KALINTI" denmektedir. Kalıntı olarak isimlendirilen antibiyotiklerin aranması için farklı yöntemler geliştirilmiştir. Bunlardan bazıları;

- » LCMSMS (Likit Kromatografisi Kütle spektrometresi)
- » GC (Gaz Kromatografisi)
- » HPLC (Yüksek Basıncılı Sıvı Kromatografisi)
- » Kapiler Elektroferez (CE) cihazlarında yapılan yöntemlerdir. Bu metodlarda

en önde gelen ve en hassası LCMSMS yöntemidir.

Gıda kontrol laboratuvarında kanatlı hayvan eti ve çiğ süt matrislerinde, antibiyotik ve metabolitlerin kalıntı analizleri Shimadzu LCMS-8040 cihazıyla basit, hızlı ve güvenilir metotla yapılmaktadır. Laboratuvarında yapılan antibiyotik kalıntı analizlerinde bazı kanatlı hayvanlarda antibiyotik varlığı gözlenmiştir.

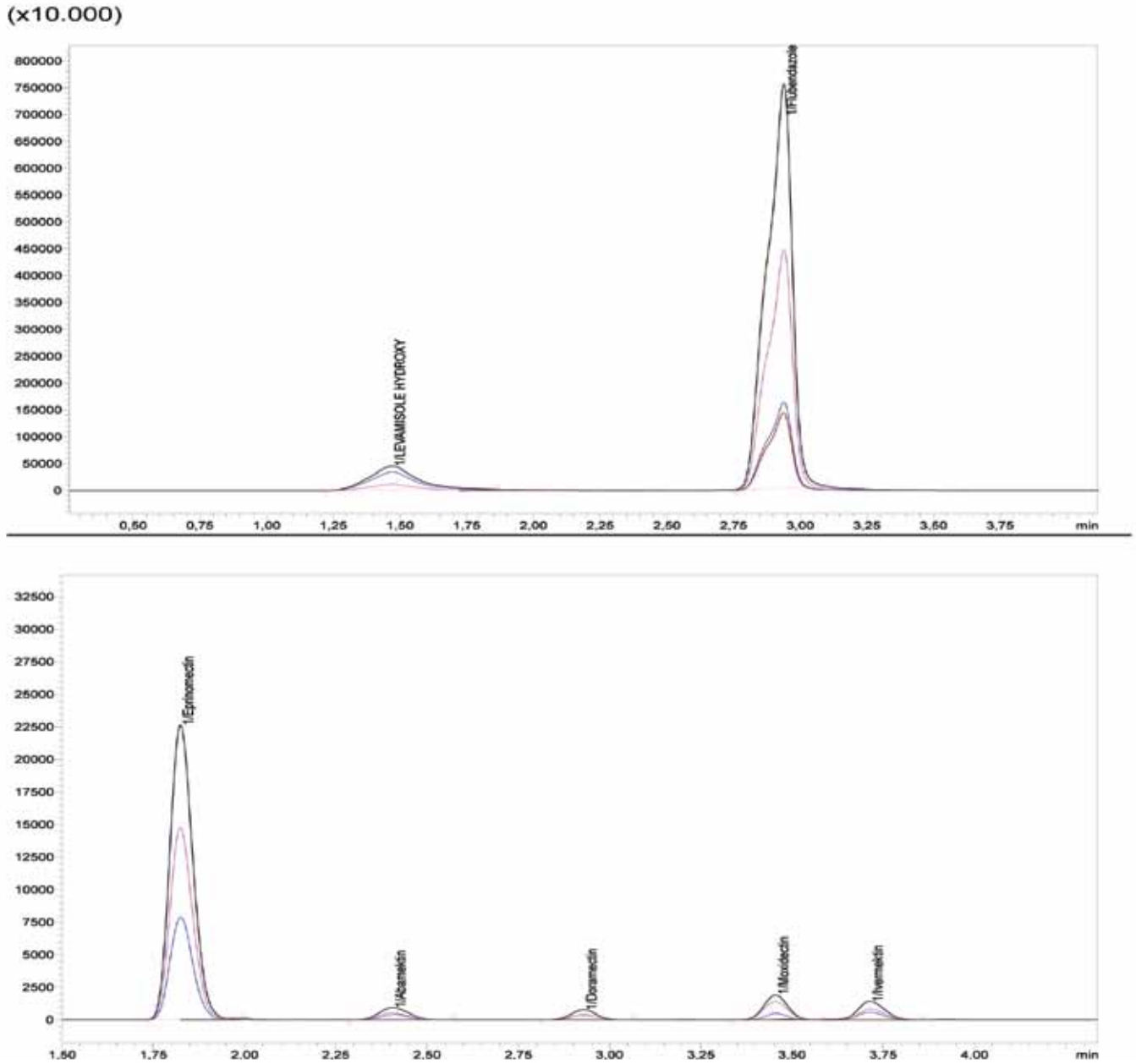
HPLC Sistemi	Prominence LC-20A/XR	MSMS Sistemi	LCMS-8040
Kolon	Raptor C18 (2.1 mm I.D. x 100 mm L., 2.7 µm)	Polarite	ESI (+) ve (-)
Mobil Faz A	10mM Amonyum Format-su	Probe Voltage	4.5 kV ve -3.5 kV (ESI)
Mobil Faz B	Asetonitril	Nebulizing Gaz Akışı	3 L/min
Akış Hızı	0.4 mL/min	Drying Gaz Akışı	15 L/min
Enjeksiyon Hacmi	10 µL	DL Temperature	250 °C
		BH Temperature	450 °C

Tablo 1. Analitik Koşullar (HPLC & MS/MS)

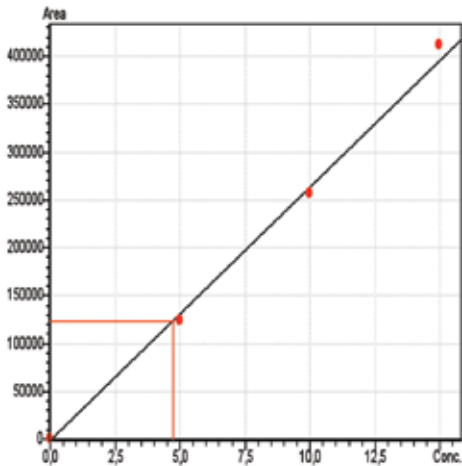
	MADDE	Q1-Q3	Q1-Q3
1	ALBENDAZOLE 2-AMINOSULFONE	240,20>133,20	240,20>198,20
2	ALBENDAZOLE SULFONE	298,20>159,10	298,20>266,20
3	ALBENDAZOLE SULFOXIDE	282,20>240,20	282,20>159,20-282,20>208,10
4	KETOTRILABENDAZOLE	327,10>182,20	327,10>118,20-327,10>146,20
5	LEVAMISOLE HYDROXY	205,20>178,20	205,20>91,20
6	THIABENDAZOLE	202,20>175,20	202,20>131,20
7	THIABENDAZOLE 5-HYDROXY	218,20>191,10	218,20>147,20
8	Abamectin	890,40>305,20	890,40>567,30
9	Doramectin	916,50>331,30	916,50>593,30
10	Eprinomectin	914,50>186,20	914,50>154,10
11	Ivermektin	892,50>569,30	892,50>307,20
12	Moxidectin	640,10>528,30	640,10>498,20
13	Selamectin d3	770,20>626,30	
14	Albendazole d3	269,30>234,00	
15	Thiabendazole d6	202,20>175,20	202,20>131,20

Tablo 2. Bileşiklerin listesi ve Lyon Çiftleri

SONUÇLAR VE YORUMLAR



Şekil 2. Antibiyotik parametresi MRM kromatogramları (2.5 ppb konsantrasyonda).



Şekil 3. Levamisole Hydroxy Sonuçları

Kalibrasyon eğrileri ve geri kazanım enjeksiyonları numune ekstraksiyon yöntemi kullanarak yapılmıştır. Metodun validasyon işlemleri yapılarak antibiyotik metodu, kanatlı hayvanlarda ve süte valide olmuştur.

2,5 ng/mL'de, tüm antibiyotik metabolitlerine ait % RSD değerleri, %20'nin altında gerçekleşmiş ve mükemmel linearite ($R_2 > 0.99$) göstermiştir.

REFERANSLAR

1. Shimadzu Uygulama Notu, LCMS
2. WHO (World Health Organization), 2011