

# UYGULAMA NOTU

Likid Kromatografi Kütle Spektrometre

M011

## LCMSMS ile Formülasyon Numunesinde Branched C10 alcohol 5 EO, ITDA 8 EO ve C 11 oxo alcohol 6 EO-4PO'nun Kalitatif ve Kantitatif Analizi

### HAZIRLAYAN

Yük. Kim. Murat ONUL  
Dr. Engin Bayram  
Ant Teknik Cihazlar Ltd. Şti.

**KONU:**

Rudolf Duraner firması tarafından üretilen formülasyon isimli numunede Branched C10 alcohol 5 EO, ITDA 8 EO ve C 11 oxo alcohol 6 EO-4PO bileşiklerinin tespiti.

**ÇALIŞMANIN AMACI:**

Bu çalışmada LCMMS sistemiyle Formülasyon isimli numune içeriğinde Branched C10 alcohol 5 EO, ITDA 8 EO ve C 11 oxo alcohol 6 EO-4PO bileşiklerinin yüzdesel olarak tespit edilecektir.

**METOD ve MATERYALLER:**

Formülasyon, Branched C10 alcohol 5 EO, ITDA 8 EO ve C 11 oxo alcohol 6 EO-4PO bileşikleri metanol ile 1/1000 oranında seyreltilerek direkt enjekte edildi.

Branched C10 alcohol 5 EO, ITDA 8 EO ve C 11 oxo alcohol 6 EO-4PO bileşiklerinin spektrumlarının taraması yapıldı. Tarama sonucu her bir bileşik için spesifik spektrumlar alınarak SIM metodu oluşturuldu.

**Hesaplama:**

Branched C10 alcohol 5 EO, ITDA 8 EO ve C 11 oxo alcohol 6 EO-4PO bileşikleri aynı oranda seyreltme yapılarak tek noktada kalibrasyon değerlendirilmesi yapıldı. Bu noktalara göre formülasyon numunesi içeriğindeki her bir bileşik için yüzdesel sonuç alındı.

**ANALİTİK KOŞULLAR:****MS Koşulları:**

---

|                   |                |
|-------------------|----------------|
| Cihaz             | : Shimadzu     |
| Model             | : LCMS-8040 TQ |
| Block Heater Temp | : 400 °C       |
| DL Temp           | : 270°C        |
| Nebulizing Gas    | : 1.5 L/min    |
| Drying Gas        | : 12L/min      |
| Source/Polarity   | : ESI(+)       |

---

**LC Koşulları:**

---

|                  |                                 |
|------------------|---------------------------------|
| Cihaz            | : UFLC                          |
| Model            | : Shimadzu Nexera XR            |
| Kolon            | : Inertsil-ODS4 (3µm, 50x2.1mm) |
| Mobil Phase A    | : Water (5mM Ammonium acetate)  |
| Mobil Phase B    | : Methanol                      |
| Akış             | : 0.3 ml/dk (Gradient Program)  |
| Enjeksiyon Hacmi | : 0.1 ul                        |

---

## Değerlendirmeler :

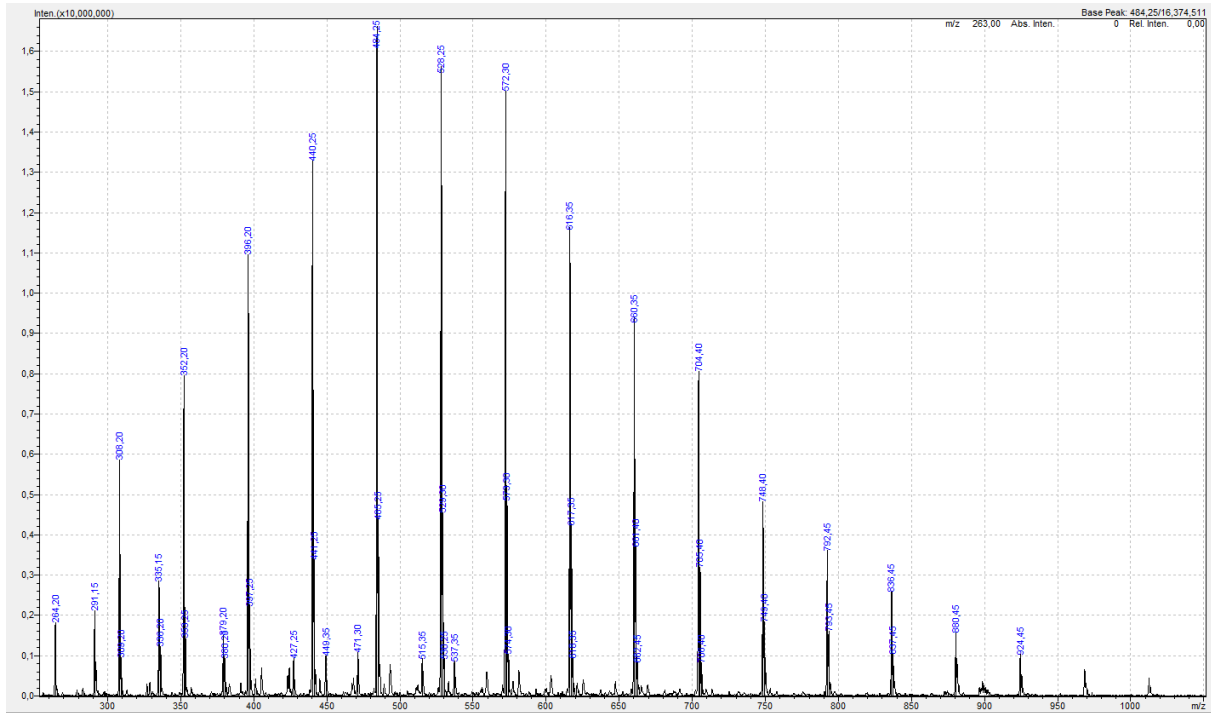
Branched C10 alcohol 5 EO için spesifik 836.45 m/z , ITDA 8 EO için spesifik 922.50 m/z ve C 11 oxo alcohol 6 EO-4PO için spesifik 1022.65 m/z iyonları dikkate alınmıştır.

Elde edilen pikler için aşağıdaki retensiyon zamanlarında rezolusyon sağlanmıştır.

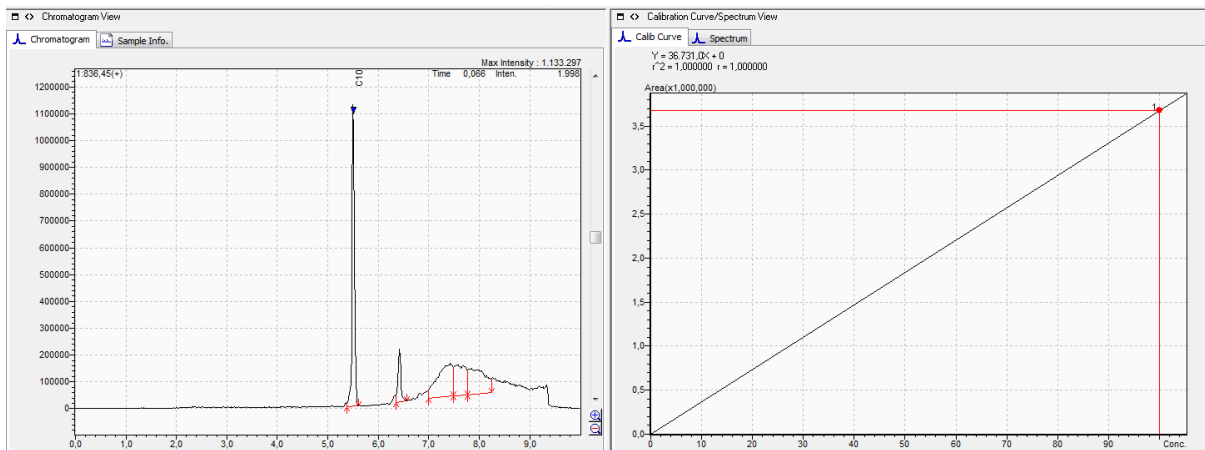
| Integration | Identification | Quantitative | Compound | Group     | Performance | Spectrum    | Custom | QC Check |
|-------------|----------------|--------------|----------|-----------|-------------|-------------|--------|----------|
| ID#         | Name           | Type         | m/z      | Ret. Time | Conc.(1)    | Event       |        |          |
| 1           | C10            | Target       | 836,45   | 5,508     | 100         | 1:Q3 SIM(+) |        |          |
| 2           | C11            | Target       | 1022,65  | 6,780     | 100         | 2:Q3 SIM(+) |        |          |
| 3           | ITDA           | Target       | 922,50   | 6,038     | 100         | 3:Q3 SIM(+) |        |          |

## C10 için :

### Spektrumlar



C10 için 1/1000 seyreltme ve 0.1ul enjeksiyonda alınan veriler;

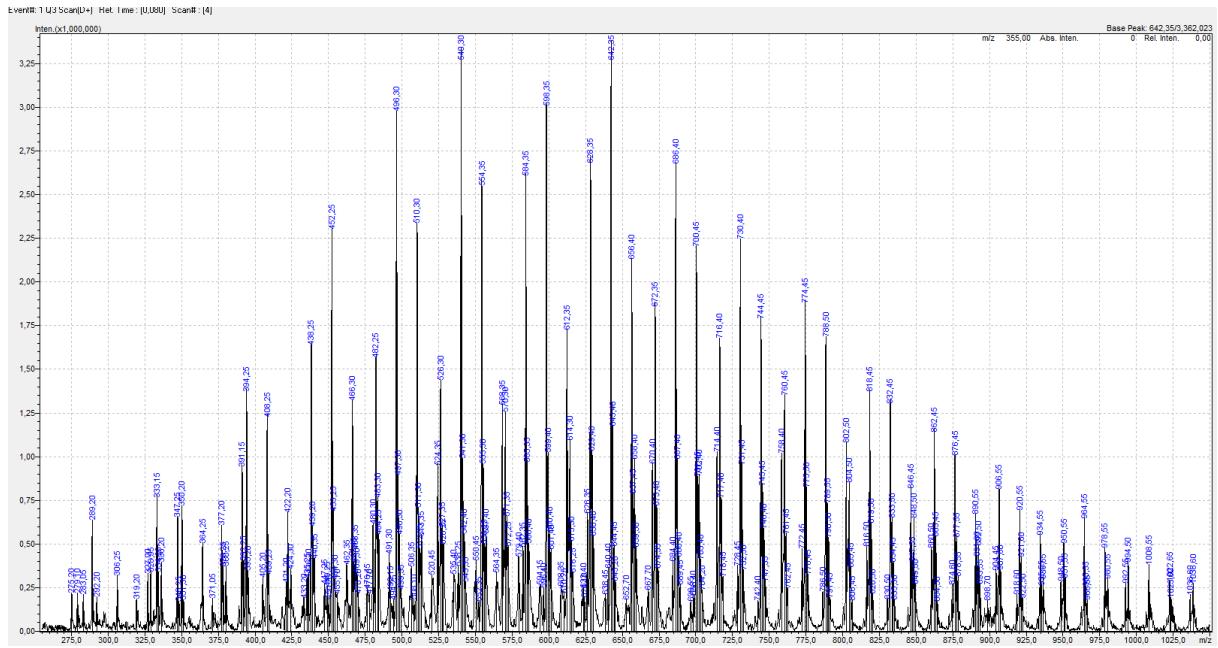


C10 için 1/1000 seyreltme ve 0.1ul enjeksiyonda alınan alan değeri;

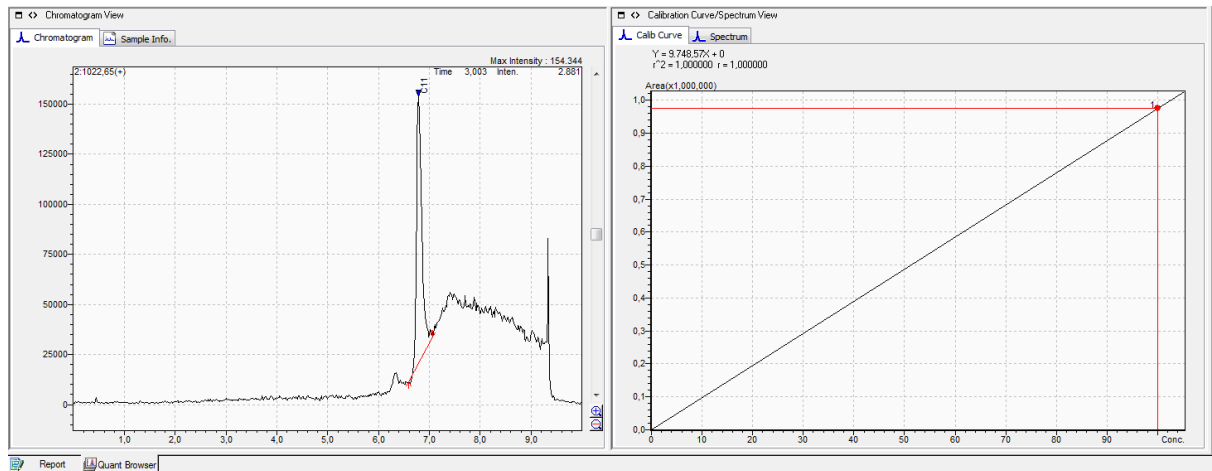
| Data# | Data Filename    | Conc. (ppm) | Area      | Sample Type          | Level# |
|-------|------------------|-------------|-----------|----------------------|--------|
| 1     | C10 100_003.lcd  | 100,000     | 3.673,096 | Standard(Calc.Point) | 1      |
| 2     | ITDA 100_002.lcd | ---         | ---       | Standard(Calc.Point) | 1      |
| 3     | C11 100_001.lcd  | ---         | ---       | Standard(Calc.Point) | 1      |

C11 için :

Spektrumlar



C11 için 1/1000 seyreltme ve 0.1ul enjeksiyonda alınan veriler;

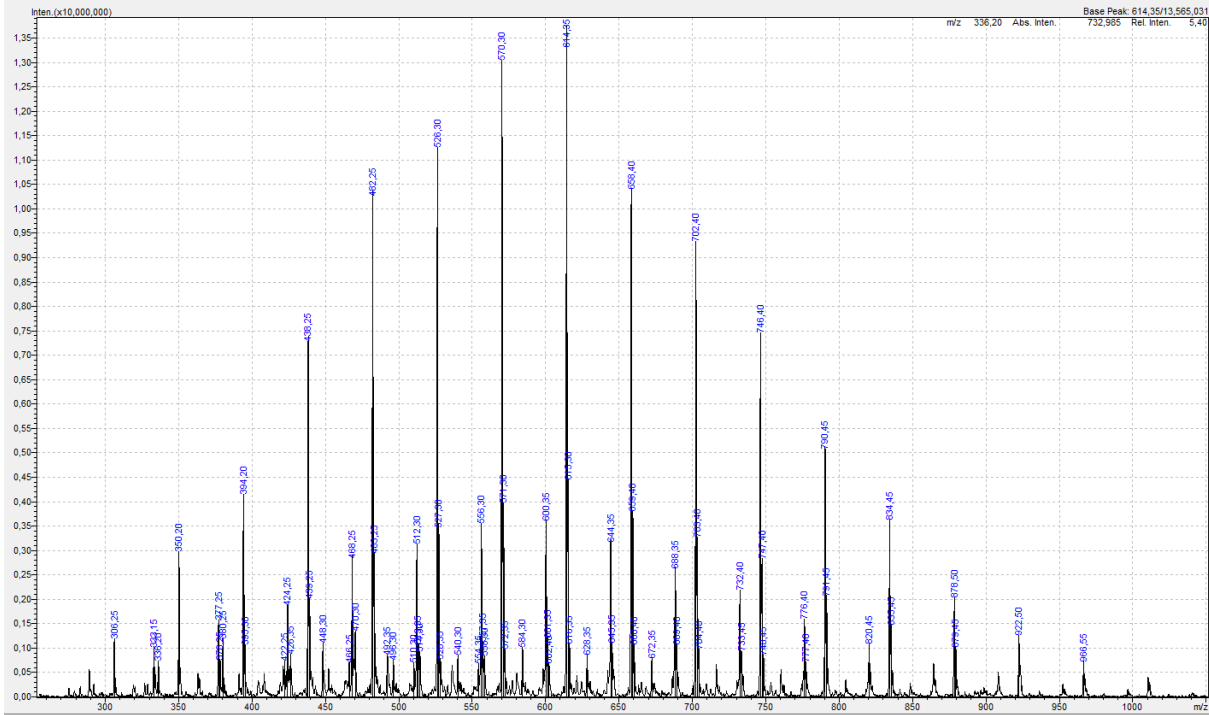


C11 için 1/1000 seyreltme ve 0.1ul enjeksiyonda alınan alan değeri;

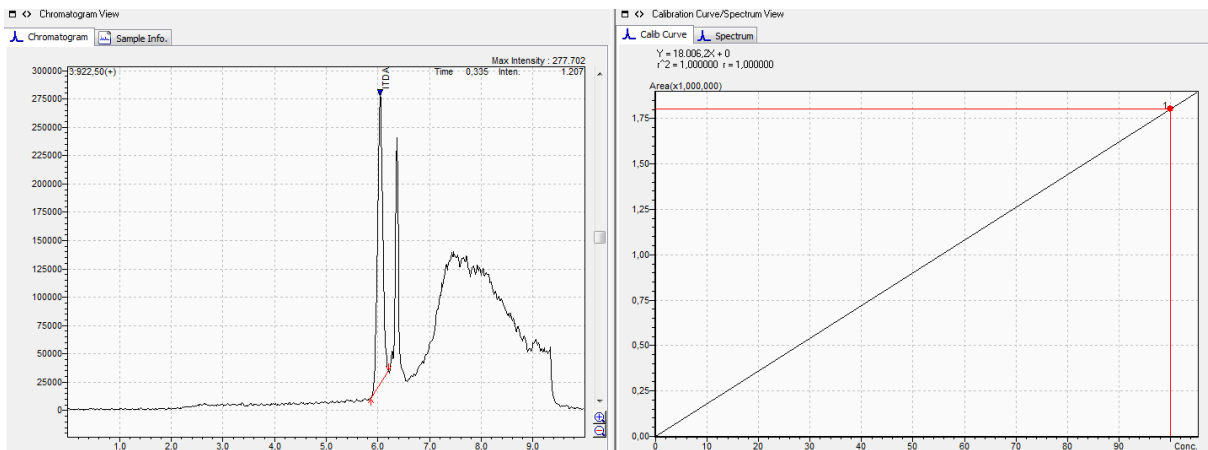
| Data# | Data Filename    | Conc. (ppm) | Area    | Sample Type           | Level# |
|-------|------------------|-------------|---------|-----------------------|--------|
| 1     | C10 100_003.lcd  | ----        | ----    | Standard(Calc. Point) | 1      |
| 2     | ITDA 100_002.lcd | ----        | ----    | Standard(Calc. Point) | 1      |
| 3     | C11 100_001.lcd  | 100,000     | 974.857 | Standard(Calc. Point) | 1      |

ITDA 8EO için :

Spektrumlar



ITDA 8EO için 1/1000 seyreltme ve 0.1ul enjeksiyonda alınan veriler;



ITDA 8EO için 1/1000 seyreltme ve 0.1ul enjeksiyonda alınan alan değerleri;

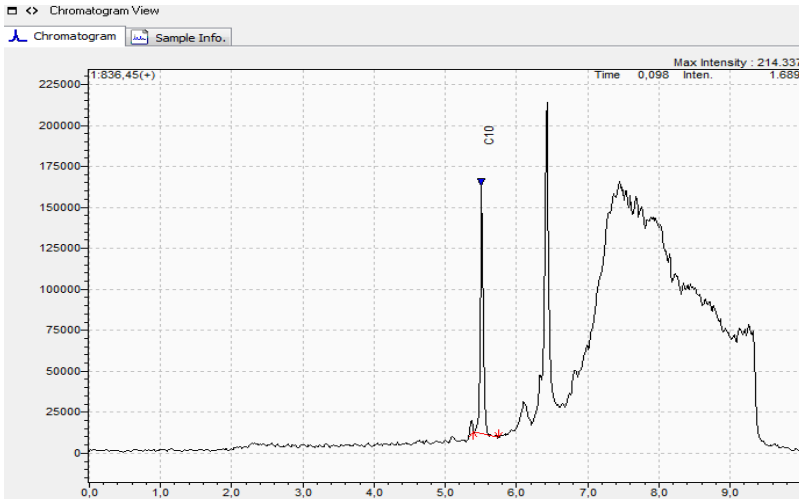
| Data# | Data Filename    | Conc. (ppm) | Area      | Sample Type           | Level# | Ret. Time |
|-------|------------------|-------------|-----------|-----------------------|--------|-----------|
| 1     | C10 100_003.lcd  | ----        | ----      | Standard(Calc. Point) | 1      | ----      |
| 2     | ITDA 100_002.lcd | 100,000     | 1,800,615 | Standard(Calc. Point) | 1      | 6,042     |
| 3     | C11 100_001.lcd  | ----        | ----      | Standard(Calc. Point) | 1      | ----      |

## SONUÇLAR ve GÖRÜŞLER

### Formulasyon Numunesinde;

- C10 bileşiği %12.78 tespit edilmiştir.

| Data# | Data Filename           | Conc. (ppm) | Area      | Sample Type           | Level# |
|-------|-------------------------|-------------|-----------|-----------------------|--------|
| 1     | C10 100_003.lcd         | 100.000     | 3.673.096 | Standard(Calc. Point) | 1      |
| 2     | ITDA 100_002.lcd        | ----        | ----      | Standard(Calc. Point) | 1      |
| 3     | C11 100_001.lcd         | ----        | ----      | Standard(Calc. Point) | 1      |
| 4     | formulation 100_004.lcd | 12.788      | 469.728   | Unknown               | 0      |



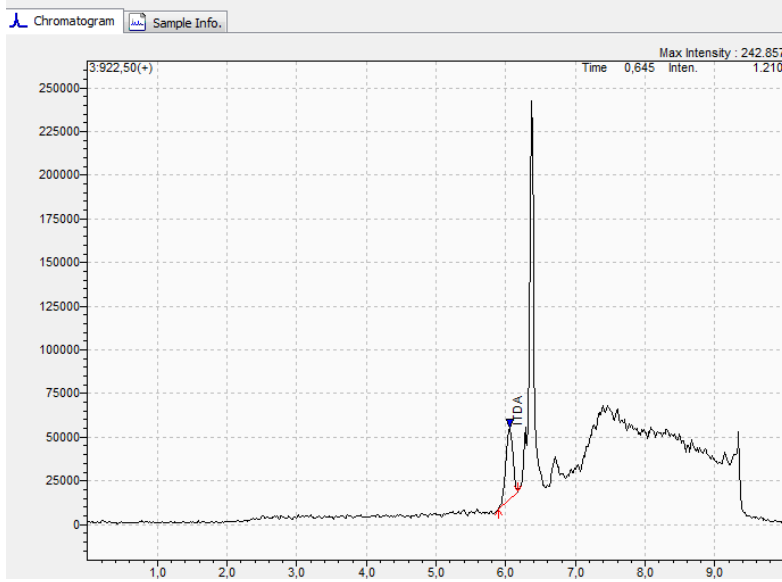
- C11 bileşiği %25.69 tespit edilmiştir.

| Data# | Data Filename           | Conc. (ppm) | Area    | Sample Type           | Level# | Ret. Time |
|-------|-------------------------|-------------|---------|-----------------------|--------|-----------|
| 1     | C10 100_003.lcd         | ----        | ----    | Standard(Calc. Point) | 1      | ----      |
| 2     | ITDA 100_002.lcd        | ----        | ----    | Standard(Calc. Point) | 1      | ----      |
| 3     | C11 100_001.lcd         | 100.000     | 974.857 | Standard(Calc. Point) | 1      | 6,788     |
| 4     | formulation 100_004.lcd | 25,690      | 250,439 | Unknown               | 0      | 6,790     |



- ITDA 8EO bileşği %16.19 tespit edilmiştir.

| Data# | Data Filename           | Conc. (ppm) | Area      | Sample Type          | Level# | Ret. Time |
|-------|-------------------------|-------------|-----------|----------------------|--------|-----------|
| 1     | C10 100_003.lcd         | ----        | ----      | Standard(Calc.Point) | 1      | ----      |
| 2     | ITDA 100_002.lcd        | 100,000     | 1.800.615 | Standard(Calc.Point) | 1      | 6,042     |
| 3     | C11 100_001.lcd         | ----        | ----      | Standard(Calc.Point) | 1      | ----      |
| 4     | formulation 100_004.lcd | 16,194      | 291.593   | Unknown              | 0      | 6,059     |



Bu Aplikasyon Notu uygulamanın gerçekleştirildiği tarihe ait bilgiler ışığında oluşturulmuştur.  
Bu yayında yer alan bilgilerin referans gösterilerek başka bir yerde kullanılması Ant Teknik'in iznine tabidir.  
Aplikasyon Notu Ant Teknik tarafından önceden bildirilmeksizin değiştirilebilir.