

GCMS İLE SUSAMDA ETİLEN OKSİT KALINTI ANALİZİ



Kim. Ömür BEŞİR
Ant Teknik Cihazlar Ltd. Sti.



Kim. Canerdem YİĞİTSOY
Ant Teknik Cihazlar Ltd. Sti.



Uzm. Kim. Ozan HALİŞÇELİK
Ant Teknik Cihazlar Ltd. Sti.



ÇALIŞMANIN AMACI

Hindistan'da susam ve susam ürünlerinde yapılan analizler sonrasında, ürünlerin islenmesi ve temizlenmesi sırasında dezenfektan olarak kullanılan ve aynı zamanda insan sağlığına zararlı olduğu bilinen etilen oksit kalıntılarına rastlandığı bildirilmiştir.

Bunun üzerine gıdalarda etilen oksit kalıntı analizleri ülkemizde de uygulanmaya başlanmıştır. Etilen oksitin yanı sıra, aynı amaçla kullanılan 2-Kloroetanol'e kalıntı analizlerinde rastlanabileceğinden çalışmamızda bu madde de tayin edilmiştir.

METOD VE MATERYALLER

Çalışmamız, Shimadzu marka GCMS-QP2020 model GCMS sistemi ile yapılmıştır. Üzerinde, PTV (programmable temperature vaporization) enjeksiyon ünitesi bulunan GCMS'e AOC-6000 model CombiPAL bağlanarak sıvı enjeksiyon yapılmış, alternatif olarak ise kolay numune hazırlığı ve yüksek hassasiyet sunan HS-20 model statik headspace örnekleme yöntemi ile Split/splitless enjeksiyon bulunan GCMS sistemi kullanılmıştır.

KULLANILAN EKİPMAN VE KİMYASALLAR

1. GCMS
2. Split/Splitless enjeksiyon bloğu veya PTV enjeksiyon bloğu
3. Statik headspace sistemi veya sıvı örnekleiyici
4. GCMS kolonu
Headspace enjeksiyon; Restek RTX-5MS (30m x 0.25mm x 0.25 µm)
Sıvı enjeksiyon; RTX-1701 (30m x 0.25mm x 0.25 µm)
5. Ultra saf su sistemi
6. Analitik terazi (0.0001 g hassasiyette)
7. Karıştırıcı
8. Santrifüj
9. Dimetil Sülfoksit (DMSO)
10. Şırınga ucu filtre (PTFE)
11. Standartlar

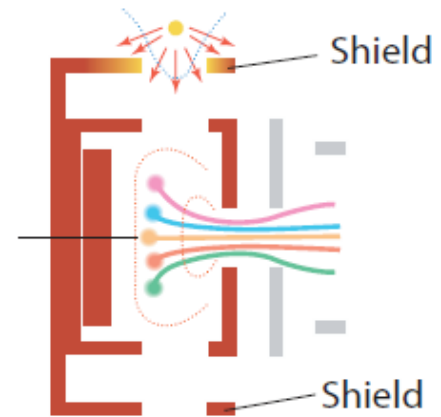
NUMUNE VE ÇÖZELTİLERİN HAZIRLANMASI

Headspace yöntemi için;
Standartlar, 5mL suda 50 ppb, 100 ppb, 200ppb, 250 ppb olacak şekilde hazırlanmış ve önceden pozitif çıkmamış homojenize bir susam örneğine eklenerek (Spike standart), headspace enjeksiyonları yapılmıştır.

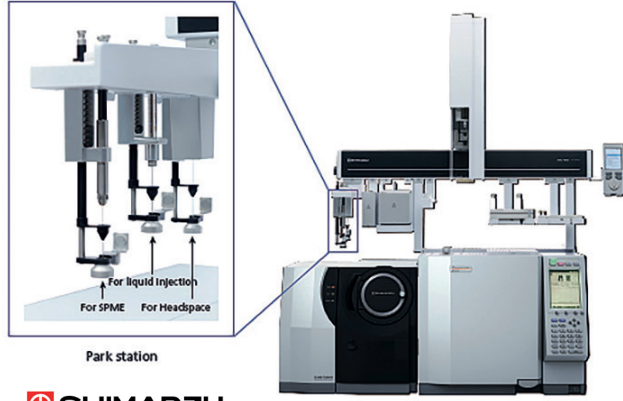
Numune hazırlığı ise, 1 g tartılan numunenin 5 mL suda homojenize edilip headspace enjeksiyonu şeklindedir.

Sıvı enjeksiyon yöntemi için;
Standartlar, DMSO'da 50 ppb, 100 ppb, 200 ppb, 250 ppb olacak şekilde hazırlanmış ve önceden pozitif çıkmamış homojenize bir susam örneğine eklenerek (Spike standart), sıvı enjeksiyonları yapılmıştır.

Numune hazırlığı ise, 1 g tartılan numunenin 100 mL DMSO'da çözülüp, PTFE şırınga ucu filtrasyonundan sonra sıvı enjeksiyonu şeklindedir.



Şekil 1. Yüksek Hassasiyet ve Uzun Süreli Kararlılığa Sahip İyon Kaynağı (Patent: US7939810)



SHIMADZU
Excellence in Science

GCMS-QP2020 / AOC-6000
Gaz Kromatografi Kütle Spektrometre ve
CombiPAL Sıvı Örnekleyici



GCMS-QP2020 NX / HS-20
Gaz Kromatografi Kütle Spektrometre ve
Statik Headspace

ANALİTİK KOŞULLAR

AOC-6000 model CombiPAL sisteminde sıvı enjeksiyon koşulları

Liquid Injection

| Parameter | Transition | Transition |
|-------------------------------|------------|-----------------|
| Pre Wash Station | | Standard Wash 1 |
| Post Wash Station | | Standard Wash 1 |
| Wash Vial Depth | | 40 mm |
| Waste Port Depth | | 10 mm |
| Sample Vial Depth | | 30 mm |
| Bottom Sense Sample Vial | | Off |
| Height FromBottom Sample Vial | | 3 mm |
| Injection Mode | | Normal |
| Injection Signal Mode | | Plunger Down |
| Injection Penetration Depth | | 40 mm |
| Prep Ahead Option | | Disabled |

Analysis

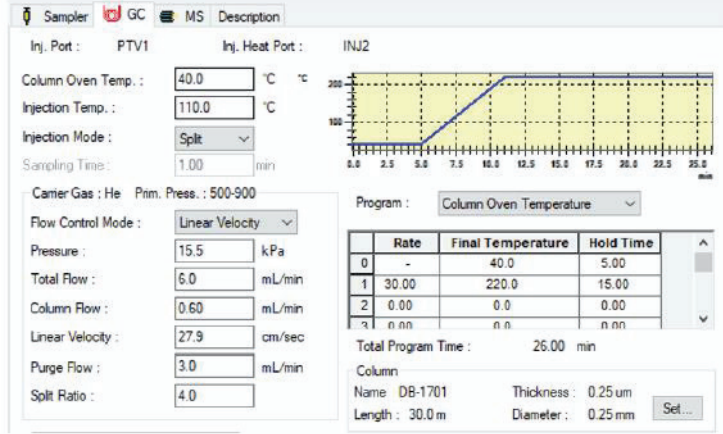
| | |
|----------------------------|------------|
| Syringe Tool | LS1 |
| Pre Wash Cycles | 3 |
| Sample Rinse Cycles | 3 |
| Sample Aspirate Flow Rate | 1 µL/s |
| Sample Post Aspirate Delay | 2 s |
| Injector | Injector 1 |
| Injection Flow Rate | 100 µL/s |
| Post Wash Cycles | 9 |

HS-20 model headspace ünitesinde headspace enjeksiyon koşulları

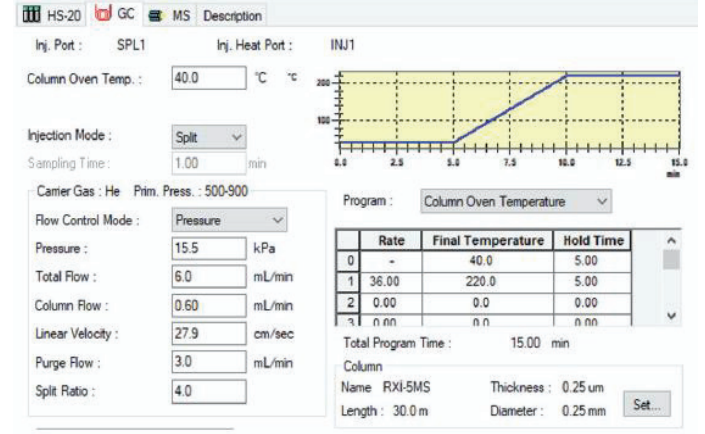
| HS-20 | GC | MS | Description | | |
|-------------------------|------------------------------------|----|--------------------------|------------------------------------|-----|
| Oven Temp. : | <input type="text" value="85.0"/> | °C | Equilibrating Time : | <input type="text" value="24.00"/> | min |
| Sample Line Temp. : | <input type="text" value="110.0"/> | °C | Pressurizing Time : | <input type="text" value="1.00"/> | min |
| Transfer Line Temp. : | <input type="text" value="120.0"/> | °C | Pressure Equilib. Time : | <input type="text" value="0.10"/> | min |
| | | | Load Time : | <input type="text" value="0.50"/> | min |
| | | | Load Equilib. Time : | <input type="text" value="0.10"/> | min |
| | | | Injection Time : | <input type="text" value="1.00"/> | min |
| Shaking Level : | <input type="text" value="Off"/> | ▼ | Needle Flush Time : | <input type="text" value="5.00"/> | min |
| Multi Injection Count : | <input type="text" value="1"/> | ▼ | GC Cycle Time : | <input type="text" value="24.00"/> | min |

Details...

GCMS-Sıvı Enjeksiyon



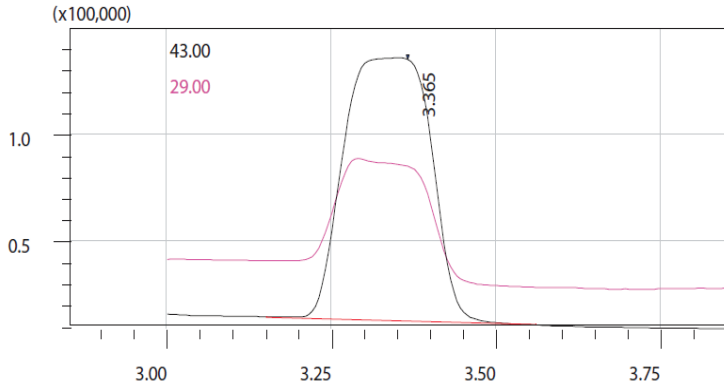
GCMS-Headspace Enjeksiyon



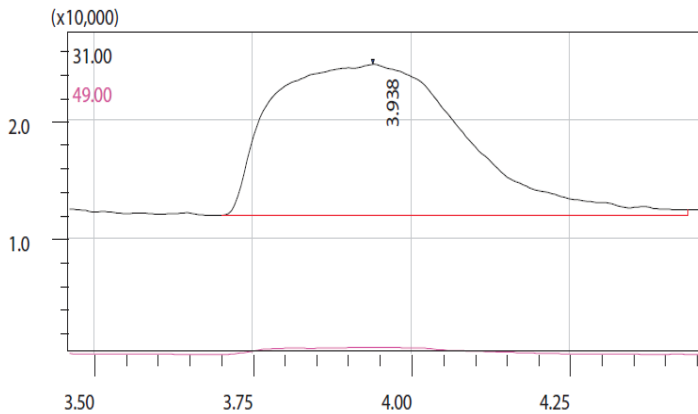
SONUÇLAR VE DEĞERLENDİRME

1. Kromatogramlar

250 ppb Standart Mix (SIM);



Şekil 2. Etilen oksit (43 ve 29 m/z)

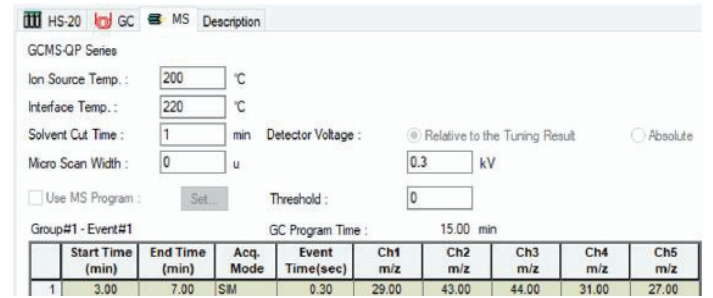


Şekil 3. 2-kloroetanol (31 ve 49 m/z)

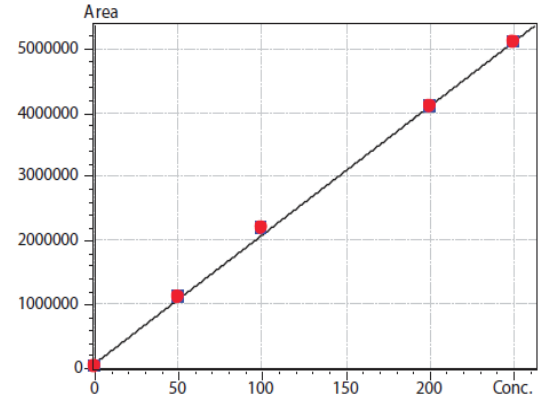
REFERANSLAR

- https://www.shimadzu.com/an/sites/shimadzu.com.an/_les/pim/pim_document__le/technical/white_papers/10168/ipo213027.pdf
- https://www.eurl-pesticides.eu/docs/public/tmpl_article.asp?LabID=200&CntID=1164&Theme_ID=1&Pdf=False&Lang=EN

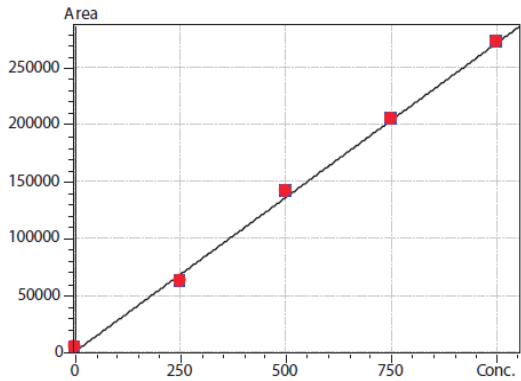
MS Koşulları



2. Kalibrasyon Eğrileri (Headspace'de)



Şekil 4. Etilen oksit (R2=0.999)



Şekil 5. 2-Kloroetanol (R2=0.997)

Ankara ve Samsun Gıda Kontrol Laboratuvar Müdürlükleri'ne desteklerinden dolayı teşekkürlerimizi sunarız.