

Dosya Konusu



Nadir N. GÜR

Kimya Mühendisi
Ankara Bölge Müdürü
Ant Teknik Cihazlar Ltd. Şti.

Gıda Güvenliğinde Analitik Cihazların Yeri ve Önemi

Gıda güvenliği ve gıdalarda kalite kontrol gereksinimi konularına verilen önem gün geçtikçe artmaya devam etmektedir. Gıda ihracatı ve artan pazar rekabeti, tüketicilerin ve gıda üreticilerinin kalite beklentilerinin yükselmesine ve daha çeşitli ve zorlu analizler yapılmasına yol açmaktadır.

Gıda ve içeceklerin analizlerinde dikkate alınması gereken birçok nokta bulunmaktadır:

- Modern gıda üretim endüstrisinden kalite kontrol taleplerinin, tüketicilerin özel duysal beklentilerini karşılanmasıyla paralel olarak artması
- Çevresel kirlenmelerin veya pestisit kalıntılarının kullanımına sınırlama getirilmesi ihtiyacı
- İçecek endüstrisinde veya gıda üretiminde kullanılan suyun sıkı bir şekilde denetimini gerektiren ciddi hijyen gereksinimleri.

Gıda ürünlerinin karakterizasyonu, düşük limitler ve gıda matrisinin özelliği gereği analitik cihazların son derece zorlu ve farklı tekniklerin kullanımını gerektiren bir bölümünü oluşturmaktadır. Gıda analiz laboratuvarları bu ihtiyaçları karşılamak ve birçok farklı analitik metodla çalışmak zorundadır.

Gıda ve içeceklerin analizlerinde bileşiğin kalitatif ve kantitatif profilinin çıkarılması kromatografi, kütle spektrometri ve spektroskopi gibi farklı analitik tekniklerin birarada kullanımını gerektirmektedir.

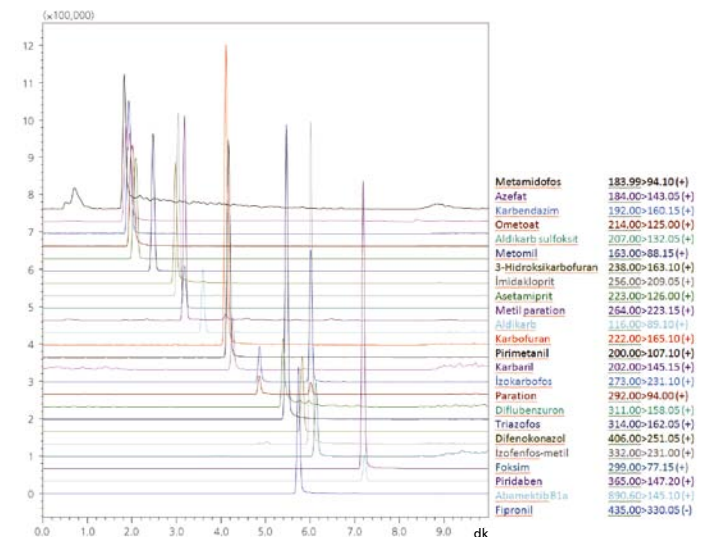
Bu yazıda, gıda ve içecek endüstrisinde gıda güvenliğini sağlamada analitik cihazların önemi üzerinde durulacak ve kullanım yerleri bazı örnekler verilerek açıklanacaktır.

1. Sebze ve Meyvelerde Pestisit Kalıntılarının Analizi

Sebze ve meyvelerde pestisit kalıntılarının analizi gıda güvenliği ile ilgili en çok ilgi çeken konulardan biridir.

Günümüzde tüketilen gıdalardaki kalıntılar ile ilgili yasal düzenlemeler denetimlerin sıklaştırılmasına ve birçok tarım ilacının kullanımına sınırlama getirilmesine yol açmaktadır. 29 Mayıs 2006'da belirtilen limitlerin üzerinde kullanımı yasak olan pestisit kalıntıları, gıda katkıları ve veteriner ilaçlarının bir listesi yayınlanmıştır. Bu listeye göre yaklaşık 800 pestisit için standartlar belirlenmiştir. GC ve HPLC cihazları, pestisit kalıntılarının resmi analitik metodlarla hızlı, yüksek hassasiyetli analizine olanak sağlarken, LCMSMS, GCMS ve LCMS cihazları ise çoklu analizlerin eş zamanlı analizi ve tanımlanmasında yoğun olarak kullanılmaktadır.

Aşağıda 24 pestisit kalıntısının LCMSMS ile kantitatif analizini içeren bir kromatogram ve analiz sonuçları yer almaktadır.



Şekil 1.1. 24 ad. Pestisit Bileşiğine Ait Kromatogram

#	Compound	Range (ppb)	R ²	%RSD	#	Compound	Range (ppb)	R ²	%RSD
1	Methamidophos	1-1000	0.999	3.53	13	Pyrimethanil	0.5-1000	0.999	9.54
2	Acephate	1-1000	0.999	8.67	14	Carbaryl	5-1000	0.999	9.76
3	Carbendazim	1-1000	0.999	6.66	15	Isocarbophos	1-1000	0.999	3.42
4	Omethoate	1-1000	0.999	7.67	16	Parathion	5-1000	0.999	4.79
5	Aldicarb sulfoxide	1-1000	0.999	5.13	17	Diflubenzuron	5-1000	0.999	7.38
6	Methomyl	0.5-1000	0.999	8.31	18	Triazophos	0.5-1000	0.999	9.70
7	3-Hydroxycarbofuran	0.5-1000	0.999	5.22	19	Difenoconazole	1-1000	0.999	6.11
8	Imidacloprid	5-1000	0.999	7.08	20	Isofenphos-methyl	0.5-1000	0.999	5.63
9	Acetamiprid	1-1000	0.999	5.09	21	Phoxim	5-1000	0.999	8.08
10	Methyl parathion	1-1000	0.999	2.44	22	Pyridaben	0.5-1000	0.998	9.85
11	Aldicarb	5-1000	0.999	8.49	23	Abamectin B1a	5-1000	0.999	9.43
12	Carbofuran	0.5-1000	0.999	4.63	24	Fipronil	0.5-1000	0.999	4.12

Tablo 1.1. 24 ad. Pestisit Bileşiğine Ait Analiz Sonuçları



Şekil 1.2. Shimadzu'nun ultra hızlı tandem kuadropol LC/MS/MS sistemi LCMS-8030



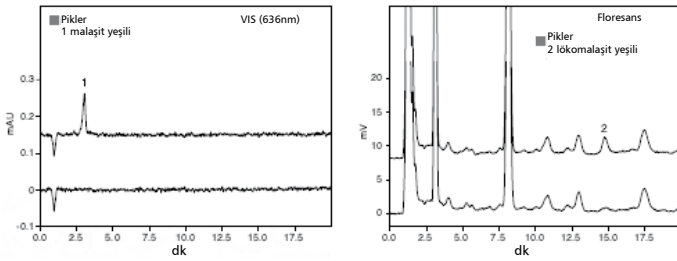
Şekil 1.3. Restek'in pestisit numune hazırlama aşamasında kullanılan Q-sep QuEChERS kitleri

Dosya Konusu

2. Veteriner İlaç Kalıntılarının Analizi

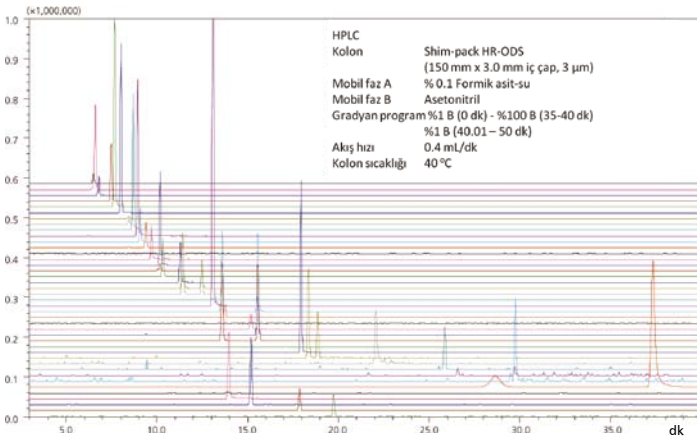
Et veya deniz ürününün verimliliğini arttırmak üzere hayvan yemlerine eklenen veya doğrudan hayvana verilen sülfonamid, penisilin, florfenikol, tetracycline, polipeptid, triazin vb. gruplardan ilaçların, sentetik antimikrobiyal maddelerin ve antibiyotiklerin insan vücuduna etkileri ile ilgili çalışmalar devam etmektedir.

Örnek olarak malaşit yeşili aslında akvaryum balıklarında kullanılan bir antimikrobiyal olup çiftlik balıklarında kullanımı yasaklanmıştır. Şekil 2'de, malaşit yeşili ve bu bileşiğin insan vücudunda oluşan metaboliti olan lökomalaşit yeşili bileşiklerinin HPLC ile analizi gösterilmektedir:



Şekil 2.1 Malaşit Yeşili (UV Dedektör) ve Lökomalaşit Yeşili (Floresan Dedektör) içeren Balık Numunelerine ait Kromatogramlar

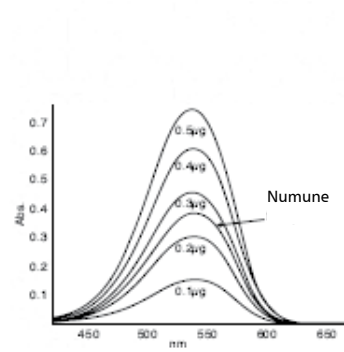
Veteriner ilaç analizlerinde, yasal zorunluluklar gereği çoklu bileşenlerin eş zamanlı analizine olanak sağlayan basit metodlar gün geçtikçe daha fazla kabul görmekte; HPLC, GCMS, LCMSMS vb. metodların içinde ise özellikle numune hazırlığı bölümünün kolay olması nedeniyle LCMSMS ilk sırada tercih edilmektedir. LCMSMS sistemlerinde birçok hedef maddeyi içeren gıda analizlerinde özel metod paketlerinin geliştirilmesi sayesinde aranan hızlı ve hassas ölçüm sonuçlarına kolaylıkla ulaşılabilmektedir.



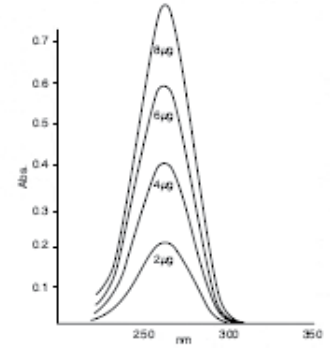
Şekil 2.2 Veteriner İlaçları için Geliştirilen Metod Paketlerine Ait MRM Kromatogramları

3. Gıda Katkı Maddelerinin Analizi

Gıdalarda koruyucu, tatlandırıcı ve antioksidan amaçlı birçok katkı maddesi kullanılmaktadır. Sudan boyaları gibi yasaklı boyar maddelerin, nitrit, nitrat, paraben gibi koruyucu katkı maddelerinin, tatlandırıcıların, asitlik düzenleyicilerin ve diğer kimyasalların tespiti için gıda maddelerinin sıkı bir şekilde denetlenmesi gerekmektedir. Aşağıda analitik cihazlarla gıda koruyucularının UV-VIS spektrofotometre ile ve sudan boyalarının HPLC ile analizlerine yönelik örnekler yer almaktadır:



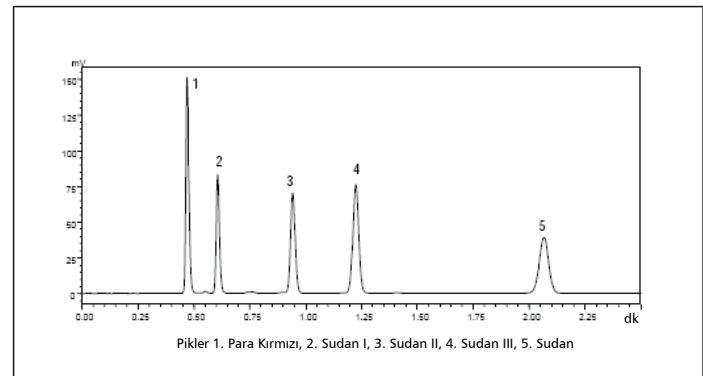
Şekil 3.1. Ette Sodyum Nitrit



Şekil 3.2. İşlenmiş Deniz Ürünüde Sorbik Asit



Şekil 3.3. Shimadzu UV-VIS Spektrofotometre UV-1800



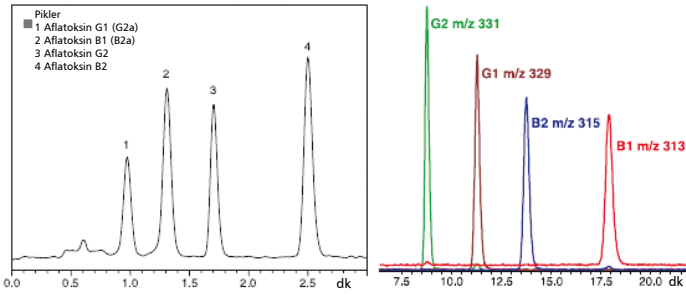
Şekil 3.4. Sudan Boyaları Analizine ait Kromatogram

Dosya Konusu

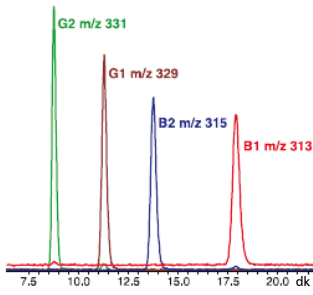
4. Mikotoksin Analizleri

Aflatoksin, patulin ve fumonisin dahil bilinen 300'ün üzerinde mikotoksin mevcuttur. HPLC ve LCMS, LCMSMS mikotoksin analizleri için en sık tercih edilen analitik metodlardır.

Aflatoksin küfler tarafından üretilen son derece kanserojen bir toksik maddedir. Bu madde fındık ve mısır gibi ürünlerde oluşabildiği için insan sağlığına olumsuz etkileri sebebiyle gıda hijyeni bakımından önemle ele alınmaktadır. En sık aranan aflatoksin türevleri G1, G2, B1 ve B2'dir. Aşağıda aflatoksinlerin UFLC ve LCMS ile analizlerinden örnekler yer verilmektedir.



Şekil 4.1. UFLC ile Analiz

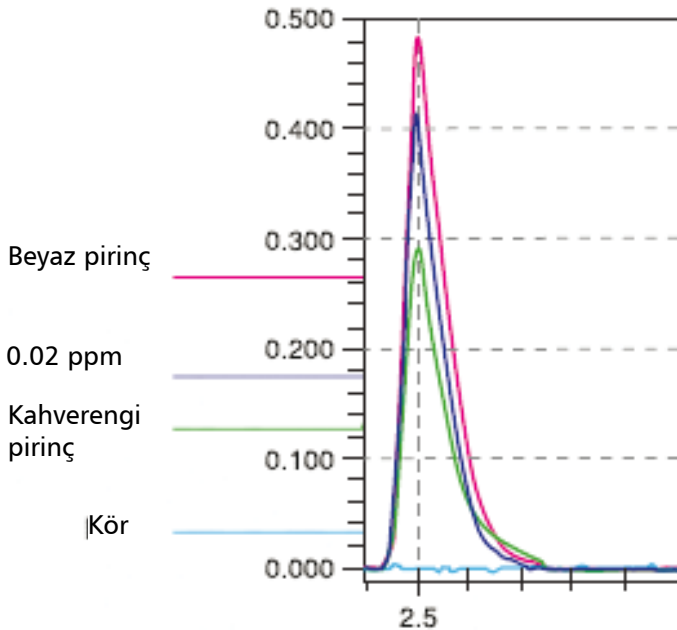


Şekil 4.2. LCMS ile Analiz

5. Toksik Metallerin Analizi

Gıdalarda arsenik, kurşun, kadmiyum ve civa gibi ağır metallerin tespiti için düşük konsantrasyon seviyelerine inilmesi gerekmektedir. Gıdalarda iz elementlerin analizi için sıklıkla kullanılan iki analitik cihaz atomik absorpsiyon spektrofotometre ve ICP emisyon spektrometredir.

Ayrıca numune hazırlığı gerektirmeden element analizi yapılabilmesine olanak sağlayan X-ray floresans spektrometre de tarama analizleri için ideal cihaz olarak kabul edilmektedir.



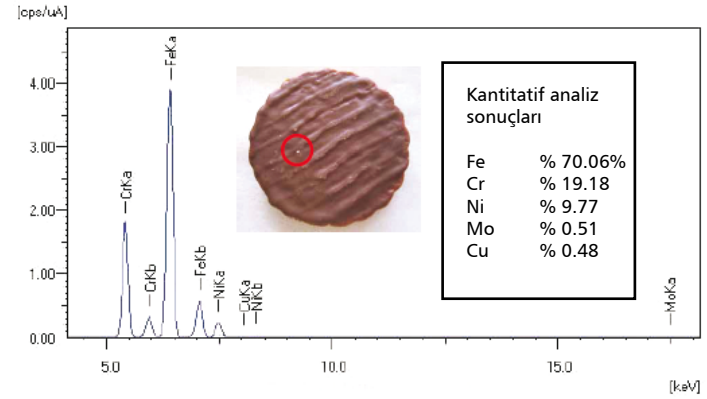
Şekil 5.1. AA ile Pirinçte Kadmiyum Analizi

6. Yabancı Maddelerin Tespiti ve Analizi

Üretim prosesi sırasında gıda ürünlerine yabancı maddelerin karışması istenmeyen sonuçlar doğurabilecek, ancak çeşitli nedenlerden dolayı da rastlanılabilen bir durumdur. Gıda güvenliğini koruyabilmek açısından yabancı maddelerin ve kaynaklarının tespiti ve tanımlanması son derece önemlidir.

Gözle görülmesi mümkün olmayan organik veya inorganik yabancı maddelerin tespiti ve tanımlanması için FTIR, EDX cihazlarının kullanıldığı analitik yöntemlere başvurulmaktadır.

Enerji dağılımlı X-ray floresans spektrometre (EDX) gıda ürünlerine yapışan veya karışan inorganik yabancı maddelerin kolay ve hızlı bir şekilde tanımlanmasına olanak vermektedir. Aşağıda çikolata üzerindeki metal parçacığın kalitatif analizi örnek olarak verilmektedir.



Şekil 6.1. EDX ile Çikolatada Yabancı Metal Madde Analizi

Özet

Analitik cihazlar; gıda güvenliğinin izlenmesi ve temini için tarlada, hammadde girdi kontrolünde, üretim ve kalite kontrol aşamalarında ve ithal ürün kabullerinde yapılan analizlerin en önemli aktörlerindendir.

Pestisitler ve veteriner ilaçları gibi kalıntıların, gıda katkılarının, toksik maddelerin, mikotoksinlerin kalitatif ve kantitatif analizleri, gıdaların termal özelliklerinin ve orjinlerinin belirlenmesi, yabancı madde testleri ve ambalaj analizleri gibi birçok analizde farklı teknolojilerin kullanıldığı analitik cihazlara ihtiyaç duyulmakta ve gıda güvenliğini etkileyen bileşenlerin tayininin sağlıklı olarak yapılması, ancak farklı cihaz kombinasyonları ve metodların birarada kullanılması ile mümkün olmaktadır.