

# LCMSMS ile

## Sütte Antibiyotik Analizi



**Kim. Canerdem YİĞİTSOY**  
Ant Teknik Cihazlar LTD. ŞTİ.



### ÇALIŞMANIN AMACI

Hastalıkların önlenmesi, kontrolü ve gelişimin hızlanmasını sağlamak gibi amaçlarla 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 kalıntı adı verilmektedir.

Antibiyotik kalıntı analizleri için LCMSMS, GCMS, GC, HPLC, Kapiler Elektroferez gibi teknikler kullanılmaktadır. LCMSMS, basit, hızlı ve güvenilir olması açısından antibiyotik analizleri için en sık tercih edilenler tekniklerden biridir.

### METOD VE MATERYALLER

Bu çalışmamız Shimadzu marka LCMS-8040 model LCMSMS sistemiyle sütte antibiyotik etken maddelerinin yapısal tayini ile birlikte miktar tayinleri basit, hızlı ve güvenilir bir metot ile gerçekleştirilmiştir.

### KULLANILAN EKİPMAN VE KİMYASALLAR

1. LCMSMS
2. ESI iyon kaynağı
3. UHPLC
4. UHPLC kolonu
5. Otomatik pipet
6. Analitik terazi (0,0001 g hassasiyette)
7. Ultra saf su sistemi
8. Restek QuEChERS kiti
9. Restek QuEChERS cleanup kit
10. Vorteks
11. Santrifüj
12. Asetonitril (ACN)
13. Amonyum format
14. 0,2 µm şırınga ucu filtre

### NUMUNE HAZIRLAMA

1. 10 g süt tartılır. Üzerine 10 mL ACN ve ISTD eklenir.
2. Restek QuEChERS kit eklenir (4 g MgSO<sub>4</sub> -1 g NaCl) 1 dakika vorteks yapılır.
3. 5000 rpm'de 5 dakika süresince santrifüj edilir.
4. Üst fazdan 1 mL alınır.
5. Restek QuEChERS cleanup kit eklenir. (150 mg MgSO<sub>4</sub>-50 mg C18)
6. 1 dakika vorteks yapılır. 3000 rpm'de 3 dakika süresince santrifüj edilir.
7. Süpernatant alınıp 0.2 µm şırınga ucu filtreden süzülüp 5 µL olarak cihaza enjekte edilir.

### ANALİTİK KOŞULLAR

Cihaz	: Shimadzu LCMSMS
Model	: LCMS-8040
İyon Kaynağı	: ESI
HPLC Sistemi	: Prominence LC-20AD (Nexera)
Kolon	: Raptor C18 (2.1mm×100mm, 2.7µm)
Mobil Faz A	: 10 mM Amonyum format %100 su
Mobil Faz B	: %100 Asetonitril
Akış Oranı	: 0.40 mL/dk (Gradient program)
Kolon Fırını	
Sıcaklığı	: 50 °C
Interface Current	: 4.5 kV
Spreyleme Gazı	
Akış Hızı	: 3 mL/dk
Kurutma Gazı	
Akış Hızı	: 15 mL/dk
DL Sıcaklığı	: 250 °C
HB Sıcaklığı	: 450 °C



**SHIMADZU**  
Excellence in Science

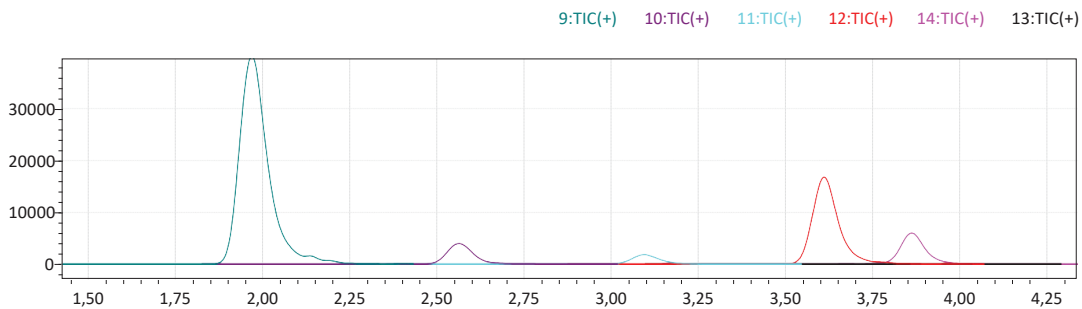
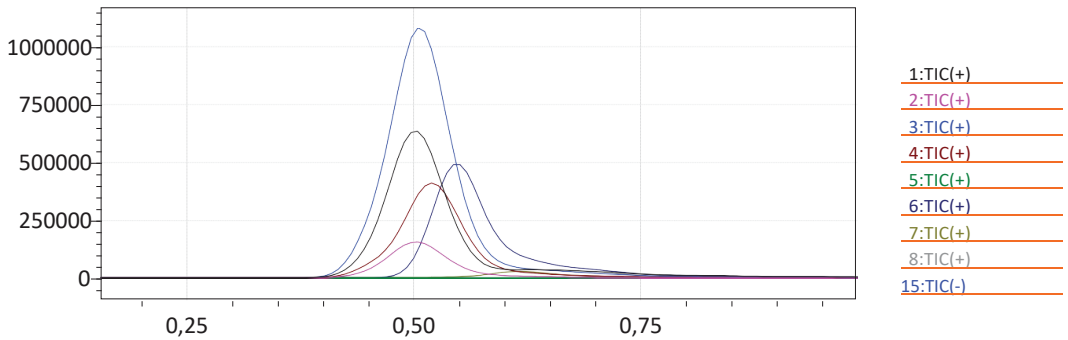
**LCMS-8040**  
Sıvı Kromatografi Triple Quadrupole  
Kütle Spektrometre

## Madde ve MRM Çiftleri

	BİLEŞİK	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	Ivermectin	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

## SONUÇLAR VE DEĞERLENDİRME

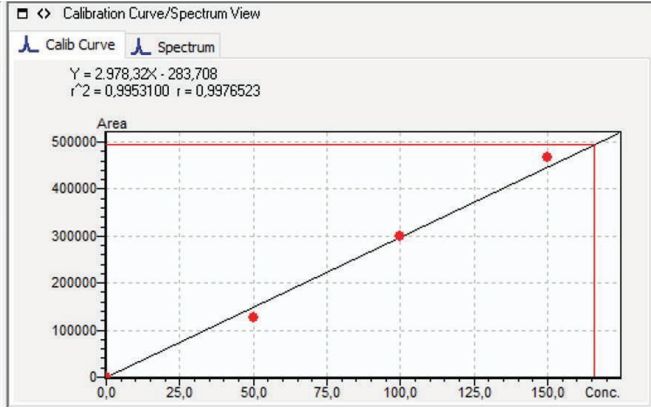
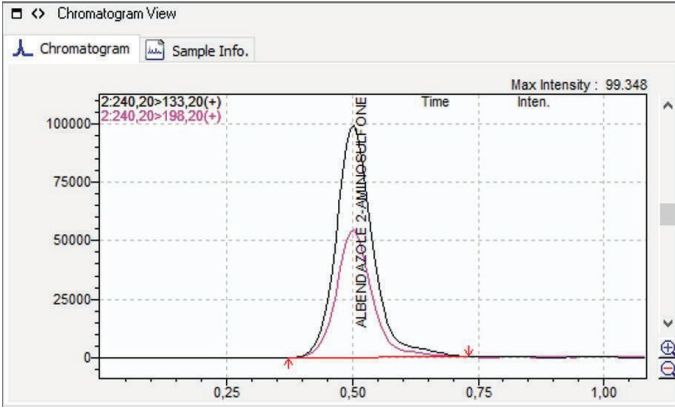
### 1. Kromatogramlar



### 2. Kalibrasyon Eğrileri

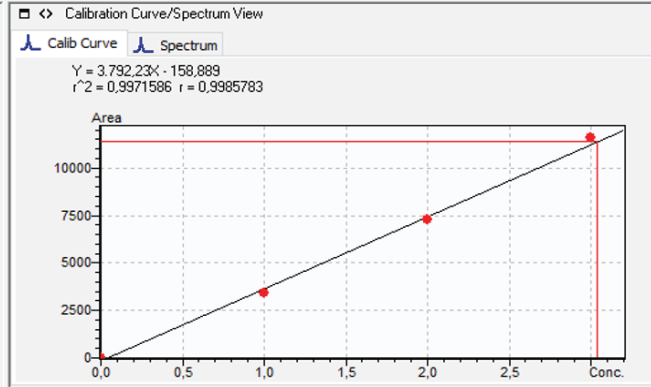
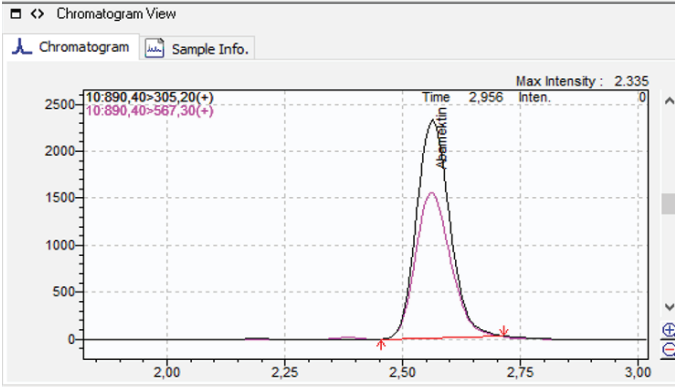
Data#	Data Filename	Sample Type	Level#	Ret. Time
1	blank_1_001.lcd	Standard(Calc. Poi)	1	----
2	blank_2_002.lcd	Standard(Calc. Poi)	1	----
3	blank_3_003.lcd	Standard(Calc. Poi)	1	----
4	50ul_1_004.lcd	Standard(Calc. Poi)	2	0.535
5	50ul_2_005.lcd	Standard(Calc. Poi)	2	0.516
6	50ul_3_006.lcd	Standard(Calc. Poi)	2	0.510
7	100ul_1_007.lcd	Standard(Calc. Poi)	3	0.510
8	100ul_2_008.lcd	Standard(Calc. Poi)	3	0.508
9	100ul_3_009.lcd	Standard(Calc. Poi)	3	0.504
10	150ul_1_010.lcd	Standard(Calc. Poi)	4	0.501
11	150ul_2_011.lcd	Standard(Calc. Poi)	4	0.500
12				

ID#	Name	m/z	Ref. Ions	Typ
1	ALBENDAZOLE 2-AMINOSULFONE	240.20>133.20	240.20>198.2	Target
2	ALBENDAZOLE SULFONE	298.20>159.10	298.20>266.2	Target
3	ALBENDAZOLE SULFOXIDE	282.20>240.20	282.20>159.2	Target
4	KETOTRILABENDAZOLE	327.10>182.20	327.10>118.2	Target
5	LEVAMISOLE HYDROXY	205.20>178.20	205.20>91.20	Target
6	THIABENDAZOLE	202.20>175.20	202.20>131.2	Target
7	THIABENDAZOLE 5-HYDROXY	218.20>191.10	218.20>147.2	Target
8	Abamectin	890.40>305.20	890.40>567.3	Target
9	Doramectin	916.50>331.30	916.50>593.3	Target
10	Eprinomectin	914.50>186.20	914.50>154.1	Target
11	Ivermectin	892.50>569.30	892.50>307.2	Target

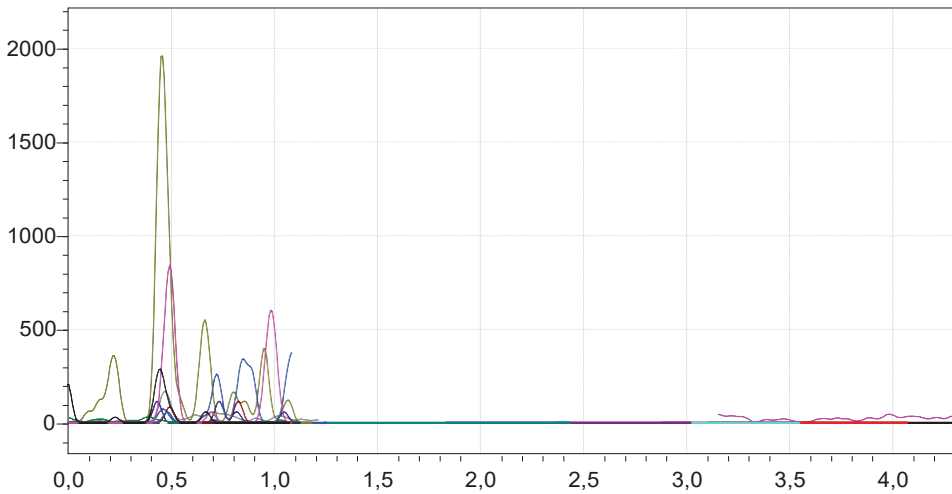


Data#	Data Filename	Sample Type	Level#	Ret. Time
1	blank1_001.lcd	Standard(Calc. Poi	1	---
2	blank2_002.lcd	Standard(Calc. Poi	1	---
3	blank3_003.lcd	Standard(Calc. Poi	1	---
4	50ul_1_004.lcd	Standard(Calc. Poi	2	2,815
5	50ul_2_005.lcd	Standard(Calc. Poi	2	2,720
6	50ul_3_006.lcd	Standard(Calc. Poi	2	2,672
7	100ul_1_007.lcd	Standard(Calc. Poi	3	2,662
8	100ul_2_008.lcd	Standard(Calc. Poi	3	2,631
9	100ul_3_009.lcd	Standard(Calc. Poi	3	2,574
10	150ul_1_010.lcd	Standard(Calc. Poi	4	2,569
11	150ul_2_011.lcd	Standard(Calc. Poi	4	2,558
12				

ID#	Name	m/z	Ref. Ions	Tyy
1	ALBENDAZOLE 2-AMINOSULFONE	240,20>133,20	240,20>198,2	Target
2	ALBENDAZOLE SULFONE	298,20>159,10	298,20>266,2	Target
3	ALBENDAZOLE SULFOXIDE	282,20>240,20	282,20>159,2	Target
4	KETOTRILABENDAZOLE	327,10>182,20	327,10>118,2	Target
5	LEVAMISOLE HYDROXY	205,20>178,20	205,20>91,20	Target
6	THIABENDAZOLE	202,20>175,20	202,20>131,2	Target
7	THIABENDAZOLE 5-HYDROXY	218,20>191,10	218,20>147,2	Target
8	Abamektin	890,40>305,20	890,40>567,3	Target
9	Doramectin	916,50>331,30	916,50>593,3	Target
10	Eprinomectin	914,50>186,20	914,50>154,1	Target
11	Ivermectin	892,50>569,30	892,50>307,2	Target



## NUMUNE KROMATOGRAMI



- 1:TIC(+)      8:TIC(+)
- 2:TIC(+)      9:TIC(+)
- 3:TIC(+)      10:TIC(+)
- 4:TIC(+)      11:TIC(+)
- 5:TIC(+)      12:TIC(+)
- 6:TIC(+)      13:TIC(+)
- 7:TIC(+)      14:TIC(+)

## REFERANSLAR

AOAC Official Method  
2007.01 Pesticide Residues  
in Foods by Acetonitrile  
Extraction and Partitioning  
with Magnesium Sulfate