



# LCMSMS ve GCMSMS ile Gıdalarda



**Kim. İsmail Coşkun**  
Ant Teknik Cihazlar Ltd. Şti.



**Kim. Canerdem Yiğitsoy**  
Ant Teknik Cihazlar Ltd. Şti.

## PESTİSİT ANALİZİ

Çalışmalarımız STA  
Özel Gıda Kontrol  
Laboratuvarı'nda  
gerçekleştirilmiştir.

Pestisitler, Uluslararası Çevre Koruma Ajansı (EPA) tarafından zirai ürünlere, insanlara veya diğer canlılara zarar verebilecek böcek, haşere, kemirgen, yabani ot, mantar, bakteri ve virüs vb. canlıların olumsuz etkilerini engellemek, hafifletmek, yok etmek ya da kontrol altında tutabilmek için kullanılan her türlü madde veya madde karışımı olarak tanımlanmaktadır.

Tüm dünyada olduğu gibi ülkemizde de halen tüketilen gıdalardaki kalıntılar ile ilgili yasal düzenlemelerle birçok tarım ilacının kullanımı sınırlanmış; zirai ürünlerin ithalatı ve ihracatı için gıda

kodekslerinde ve tebliğlerde belirlenen listelerde yasaklı pestisitler tanımlanmış, gıda maddelerinde bulunmasına izin verilen pestisitler için ise maksimum kalıntı limitleri (MRL) belirlenmiştir.

Günümüzde işlenmemiş halde yaş veya kuru olarak tüketilen, meyve suyu üretiminde veya bebek mamalarında kullanılan meyvelerde ve içme sularında pestisit kalıntılarının analizi gıda güvenliği açısından hassasiyetle ele alınan konulardan biridir.

Bu çalışmada gıdalarda, 697 adet pestisit ve pestisit metabolitinin (tek enjeksiyonda) yapısal ve miktarsal

tainlerinin LCMSMS ve GCMSMS metodları ile gerçekleştirilmesi amaçlanmıştır.

### METOD VE MATERYALLER

Çalışmamız, Shimadzu marka LCMS-8045 model LCMSMS ve GCMS-TQ8040 NX model GCMSMS ile yapılmıştır.

10 µL enjeksiyon hacmi ile LCMS-8045 ve 2 µL enjeksiyon hacmi ile GCMS-TQ8040 NX kullanılarak pestisit ve pestisit metabolitleri için parametre sayısı 697 adede çıkarılmıştır. 7 farklı matrikste metodlar valide olmuştur.



**LCMS-8045**  
Sıvı Kromatografi Triple Quadrupole Kütle Spektrometre



**GCMS-TQ8040 NX**  
Gaz Kromatografi Triple Quadrupole Kütle Spektrometre

### ANALİTİK LCMSMS KOŞULLAR

Cihaz	: Shimadzu LCMSMS
Model	: LCMS-8045
İyon Kaynağı	: HESI
HPLC Sistemi	: Nexera X2 (LC-30)
Kolon	: Merck Purospher STAR RP-18 endcapped (2 µm) Hibar HR 100 x 2.1 mm
Akış Oranı	: 0.45 mL/dk (Gradient program)
Kolon Fırın Sıcaklığı	: 45 °C
Interface Current	: 4.5 kV
Interface Sıcaklığı	: 100 °C
Spreyleme Gazı Akış Hızı	: 3 mL/dk
Kurutma Gazı Akış Hızı	: 15 mL/dk
DL Sıcaklığı	: 250 °C
HB Sıcaklığı	: 450 °C

### ANALİTİK GCMSMS KOŞULLAR

Cihaz	: Shimadzu GCMSMS
Model	: GCMS-TQ8040 NX
İyon Kaynağı Sıcaklığı	: 200 °C
GC Kolonu	: GL Sciences Inertcap 5MS/NP (0.25µm×0.25mm, 30m)
Basınç	: 60.4 kPa
Toplam Akış	: 50 mL/dk
Kolon Akışı	: 1.80 mL/dk
Interface Sıcaklığı	: 270 °C

### NUMUNE HAZIRLIĞI

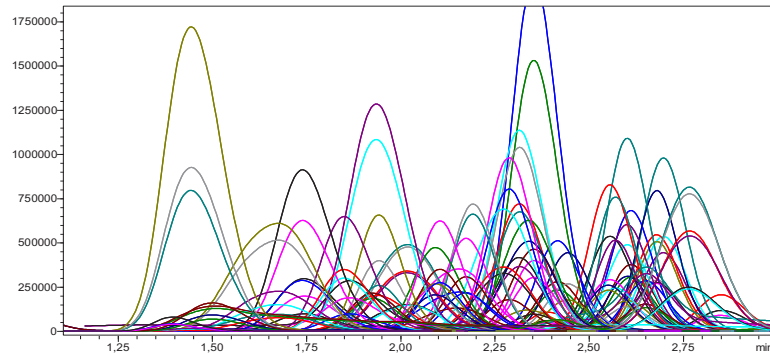
Numunelerin hazırlanması aşamasında Teknokroma QuEChERS kit kullanılmıştır.

### SONUÇLAR VE DEĞERLENDİRME

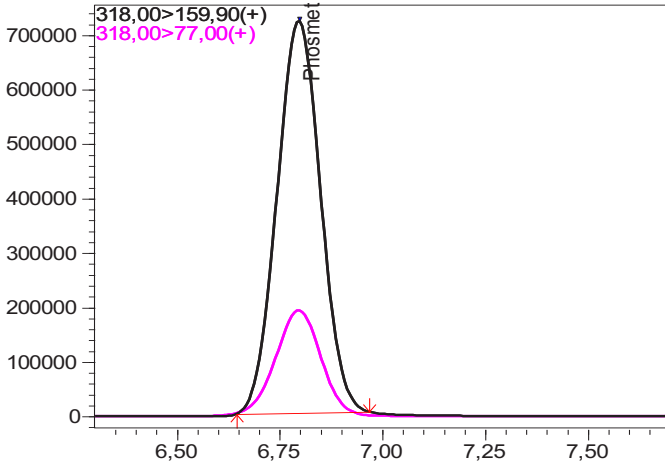
#### 1. LCMSMS Sonuçları ve Kalibrasyon Eğrisi

Tablo 1. LCMSMS'de Bazı Pestisitlere ait MRM Geçişleri

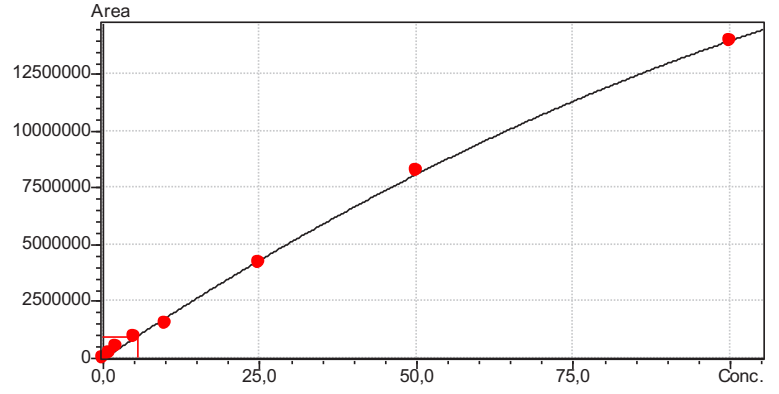
Pestisit İsmi	MRM1	CE	MRM2	CE
Fenbuconazole	337,10>125,05	-33	337,10>70,10	-21
Fenbutatin oxide	519,00>91,10	-57	519,00>196,90	-56
Dialifos	394,00>208,00	-19	394,00>187,10	-9
Diallate	270,00>43,10	-23	270,00>86,10	-16
Phosmet	318,00>159,90	-12	318,00>77,00	-54



Şekil 1. LCMSMS'de 5 ppb'ye ait TIC görüntüsü (Toplam İyon Kromatogramı)



Şekil 2. Phosmet'e ait 5ppb MRM pik görüntüsü

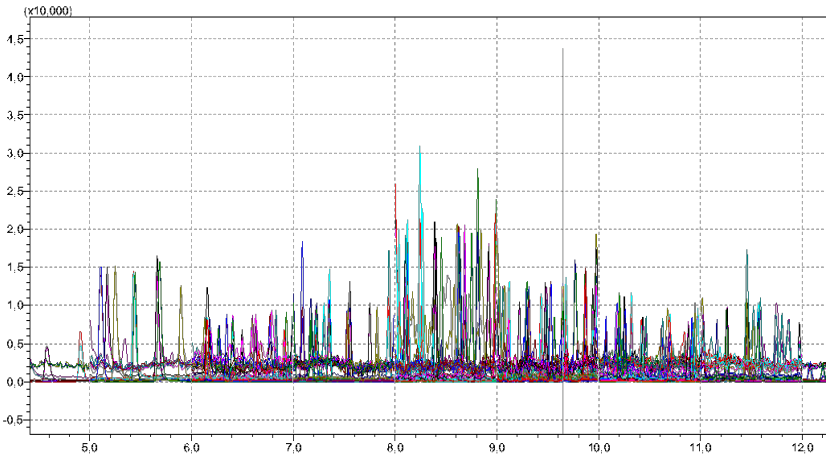


Şekil 3. Phosmet'e ait kalibrasyon eğrisi R2=0,099967

## 2. GCMSMS Sonuçları ve Kalibrasyon Eğrisi

Tablo 2. GCMSMS'te Bazı Pestisitlere ait MRM Geçişleri

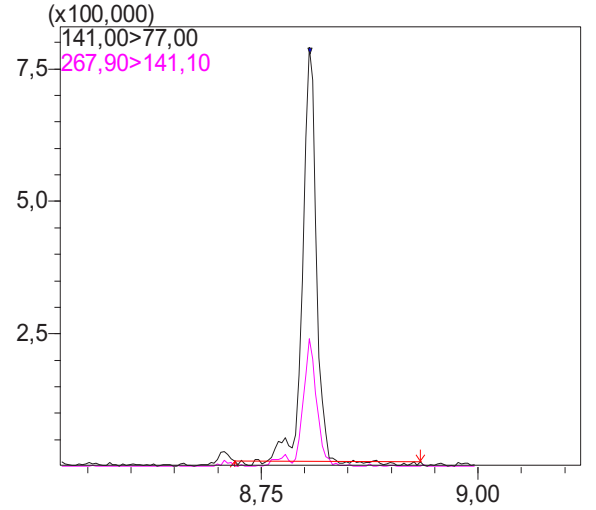
Pestisit ismi	MRM1	CE	MRM2	CE
Fenson	141,00>77,00	10	267,90>141,10	8
Endrin	262,90>193,00	28	262,90>191,00	30
Parathion-methyl	263,00>109,00	14	263,00>136,00	8
Tolclofos-Methyl	264,90>249,90	14	264,90>93,00	24
Fenpropathrin	265,10>210,10	12	265,10>172,10	14



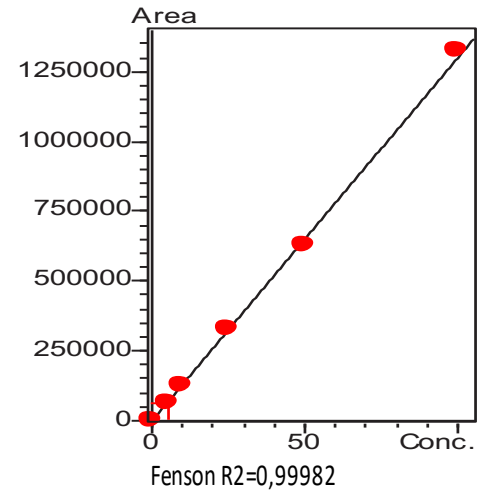
Şekil 4. GCMSMS'te 5ppb'ye ait TIC görüntüsü (Toplam İyon Kromatogramı)

### REFERANS

- » Ant Aplikasyon Notu, GDA040 LCMSMS ve GCMSMS ile Gıdalarda Pestisit Analizi
- » AOAC Official Method 2007.01 Pesticide Residues in Foods by Acetonitrile Extraction and Partitioning with Magnesium Sulfate



Şekil 5. Fenson'a ait 5ppb'ye pik görüntüsü



Şekil 6. Fenson'a ait kalibrasyon eğrisi R2=0,99982