

Meyve Suyu ve Enerji/Sporcu İçeceklerinde Katkı ve Kalıntı Analizleri – LCMSMS Uygulama Örnekleri



Dr. Engin Bayram

Ant Teknik Cihazlar
Kimyager / MS Grubu Aplikasyon Şefi



Katkı Maddelerinin Analizi

Gıda katkı maddeleri, normal koşullarda tek başlarına tüketilmezler ve yine tek başlarına başka gıda maddelerinin hammaddesi olarak kullanılmazlar. Kısaca özetlemek gerekirse gıda katkıları;

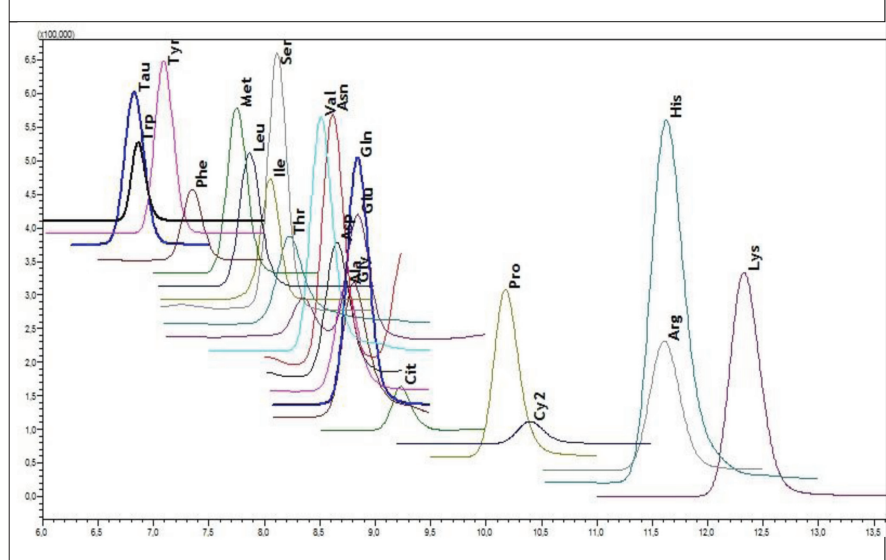
- i-**Seçilen üretim teknolojisi gereği kullanılırlar,
- ii-**Gıda katkısının, tek başına besleyici değeri olmayabilir,
- iii-**İşlem veya imalat sırasında kalıntı veya türevleri mamul maddede bulunabilir.

Yani, gıdanın üretilmesi, tasnifi, işlenmesi, hazırlanması, ambalajlanması, taşınması, depolanması sırasında; gıda maddesinin tat, koku, görünüş, yapı ve diğer niteliklerini korumak, düzeltmek amacıyla kullanılırlar. Gıda katkı maddelerinin hiçbirisi, hangi amaçla gıdaya katılmış

olursa olsun; insan sağlığına zarar vermemelidir. Bu nedenle, kullanılacak katkı maddesinin saflığı ve mamuldeki miktarlarının tayini çok önemlidir.

1-Esansiyel Amino Asitler, Taurin ve Glutamin Analizi (Enerji/Sporcu İçecekleri)

Amino Asit Karışımı (100ug/mL)



ANALİTİK KOŞULLAR

Cihaz	: Shimadzu
Model	: LCMS-8040 TQ
Block Heater Temp	: 450°C
DL Temp	: 250°C
Nebulizing Gas	: 2.0 L/min
Drying Gas	: 13L/min
MRM (m/z)	: 126>44, 1

Cihaz	: UHPLC
Model	: Shimadzu Nexera XR
Kolon	: GL Sciences Inertsil SIL 100A (5um, 250x4.6mm)
Kolon Fırın Sıc.	: 30°C
Mobil Faz A	: Su 40mM (25mM Amonyum Format ve Formik Asit)
Mobil Faz B	: Metanol/Asetonitril (25mM Amonyum Format ve Formik Asit)
Akış	: 0.5 ml/dk (İzokratik, MFA:MFB (40:60))
Enjeksiyon Hacmi	: 5 uL

2-Sentetik Boyaların Analizi

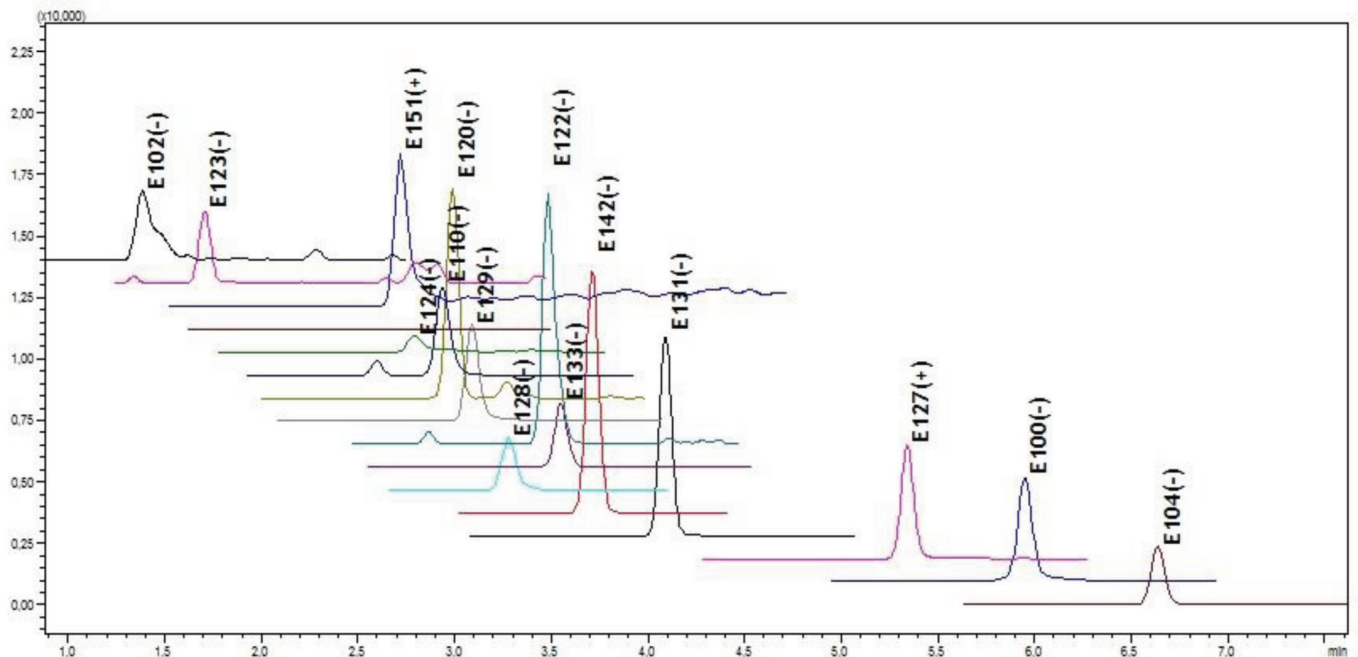
Gıdalarda, işleme teknikleri sonucu görünümündeki olumsuz etkileri gidermek ve tüketici için daha cazip hale getirmek amacıyla renklendirici maddeler yaygın olarak kullanılmaktadır. Azo grubu renklendiriciler en çok kullanılan sentetik organik renklendiricilerdendir ancak bu boyaların bir kısmının toksikolojik etkileri sebebiyle gıda ürünlerinde kullanılması yasaklanmıştır

ANALİTİK KOŞULLAR

Cihaz	: Shimadzu
Model	: LCMS-8040 TQ / Nexera XR
Kolon	: Shimpack FC-ODS (150x2.1 mm, 3um)
Kolon Fırın Sıc.	: 30°C
Mobil Faz A	: Su: 2 mM Amonyum Format
Mobil Faz B	: Metanol
Akış Hızı	: 0.3 mL/min
Enjeksiyon Hacmi	: 5 uL
Gradient Prog.	: Time Conc. (%B)
	5,0 95
	8,0 95
	8,1 10

Type	Event#	+/-	Compound Name m/z	Time (1,826 min - 7,135 min)
MRM	1	+	E151(+) 796,90>779,90	
MRM	2	+	E127(+) 836,50>582,75	
MRM	3	-	E123 536,90>317,00, 536,90>237,10	
MRM	4	-	E102 467,00>198,10, 467,00>423,00, 467,00>172,10	
MRM	5	-	E124 537,10>301,90, 536,90>222,20	
MRM	6	-	E132(-) 420,90>341,00, 420,90>261,20	
MRM	7	-	E110 407,00>326,90, 407,00>207,10, 407,00>171,10	
MRM	8	-	E120(-) 491,10>446,90, 490,80>327,10, 491,00>357,00	
MRM	9	-	E129(-) 451,00>207,00	
MRM	10	-	E128(-) 231,50>178,60, 231,50>171,60, 231,50>158,10	
MRM	11	-	E122(-) 457,00>376,90, 457,00>220,90, 457,00>170,10	
MRM	12	-	E133(-) 746,90>667,10, 746,90>561,20, 746,90>170,10	
MRM	13	-	E142(-) 552,90>511,00, 552,90>496,00	
MRM	14	-	E131(-)(1) 542,90>419,20, 542,90>463,30, 542,90>375,20	
MRM	15	-	E100 367,00>217,10, 367,00>134,05, 367,00>149,05	
MRM	16	-	E104(-) 272,20>216,10, 272,20>167,90, 272,20>140,20	

Sentetik Boya Karışımı Standard Karışımı (1ug/mL)



3-Vitamin Analizi

Birçok biyokimyasal reaksiyonda çok önemli rolleri olan vitaminler, doğal olarak en popüler gıda katkıları arasında sayılabilir. Uygun derişimlerde bu kadar önemli ve faydalı olan vitaminler, aşırı dozlarda kullanıldığında ise alerjik reaksiyonlar başta olmak üzere birçok başka yan etkiye sahip olabilirler.

KALINTI ANALİZİ

Patulin Analizi

(Meyve Suyu İçeren Bütün Ürünler)

Mikotoksinler, farklı mantar türleri tarafından üretilen ikincil metabolitlerdir.

İnsanlar ve hayvanlar için yüksek toksisiteye sahip olabilen mikotoksinler, gıda üretiminin bütün basamaklarında, üretim sonrası depolama aşamasında ortaya çıkabilir ve bunun da ekonomi, gıda güvenliği ve insan sağlığı açısından oldukça kritik sonuçları olabilir.

Patulin, Penicillium cinsi küf mantarları tarafından üretilen, özellikle elma ve ilgili ürünlerde (elma suyu vb.) ortaya çıkabildiği gibi bazı meyvelerde ve mısırdaki da oluşabilen bir mikotoksin türüdür. Akut toksisitesi, ve muhtemel teratojen ve kanserojen potansiyeli

nedeniyle Dünya Sağlık Örgütü, gıda ürünlerinde patulin miktarının 50g/kg'ı geçmemesini önermektedir.

Yöntemin yüksek seçiciliği sayesinde kazanılan bu avantaj, birden fazla analizin tek ve basit bir numune hazırlığı ve tek enjeksiyonda simultane olarak gerçekleştirilebilmesine olanak sağlar. Özetle; uygun bir kolon, optimize edilmiş bir gradient ve mobil fazlar ile farklı türde analitlerin içinde bulunduğu kombinasyonlarda metodlar geliştirilebilir.

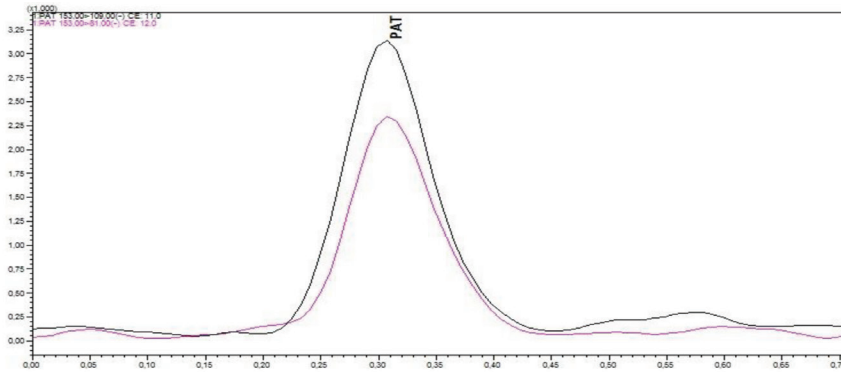
Suda Çözünen Vitaminlerin Analizi

Column	: Imtakt Scherzo SM-C18 (150 mm L. x 2 mm I.d., 3µm)
Mobile phase A	: 5mmol/L ammonium formate + 0.1%(v/v) formic acid - water
Mobile phase B	: Acetonitrile
Gradient program	: 0 %B (0 -4min) - 50 %B (6-7 min) - 30 %B (7.01 - 10 min)
Flow rate	: 0.2 mL / min
Injection volume	: 1µL
Column temperature	: 40°C

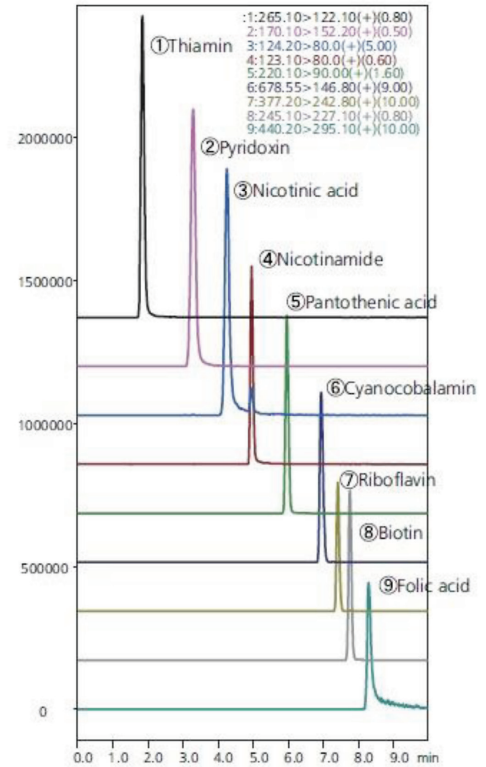
Nebulizing gas flow	: 1.5 L / min
Drying gas flow	: 10 L / min
DL temperature	: 250 °C
BH temperature	: 400 °C

Cihaz	: Shimadzu
Model	: LCMS-8040 TQ / Nexera X2
Kolon	: GL Sciences InertSustain C18 (150x2.1 mm, 1.9µm)
Kolon Fırın Sıc. :	25°C
Mobil Faz A	: Su: %0.1 Amonyum Hidroksit
Mobil Faz B	: Asetonitril: %0.1 Amonyum Hidroksit
Akış Hızı	: 0.4 mL/min
Enjeksiyon Hacmi	: 10 µL
Gradient Prog.	: Time Conc. (%B)
	0,75 30
	1,00 90
	2,50 90
	2,51 30
Block Heater Temp	: 400°C
DL Temp	: 250°C
Nebulizing Gas	: 2.0 L/min
Drying Gas	: 15L/min
MRM (m/z)	: 153,00>81,00
	153,00>109,00

Patulin Standard Karışımı (1ng/mL)



Suda Çözünen Vitaminler Standard Karışım Kromatogramı (10ng/mL)



KAYNAKÇA

- » M. Person, A.Hazotte, C.Elfakir, M.Lafosse, Development and validation of a hydrophilic interaction chromatography-mass spectrometry assay for taurine and methionine in matrices rich in carbohydrates, Journal of Chromatography A, 1081 174-181 (2005)
- » Jinap,S , Arzandeh, Kleijnen, Zomer, Aflatoxin determination using in-line immunoaffinity chromatography in foods, Mol Food Control 26(1):7 (2012)

- » J.McLaughlin, D. Lambert, P.J. Padfield, J.P.H. Burt, C.A. O'Neill: The mycotoxin patulin, modulates tight junctions in caco-2 cells, Toxicology in Vitro 23 83-89 (2009)
- » Analysis of Water Soluble Vitamins Using the LCMS-8030 Triple Quadrupole Mass Spectrometer: Shimadzu Application Brief 2, Doc No: C146-E163