

UYGULAMA NOTU

Gaz Kromatografi Kütle Spektrometri

M006

GC/MS ile Meyve ve Sebzelerde Pestisit Analizi

HAZIRLAYAN

Yük. Kim. Müh. Hacer Tanacı
Ant Teknik Cihazlar Ltd. Şti.

KONU:

Meyve ve sebzelerde pestisit tayini

ÇALIŞMANIN AMACI:

Pestisitler, yapı olarak canlı organizmaları yok etmek veya işlevlerini yavaşlatmak üzere geliştirildiği ve etki alanları yalnızca hedef organizma ile sınırlı kalmadığı için doğal olarak insanlar ve hayvanlar üzerinde istenmeyen sağlık sorunlarına neden olabilmekte ve ayrıca çevre üzerinde de olumsuz etkiler bırakabilmektedir. Kullanılan bu ilaçlar toprağa oradan da şebeke suyu ve kaynak sularına karışabilmektedir.

İlk olarak, 29 Mayıs 2006'da belirtilen limitlerin üzerinde kullanımı yasak olan pestisit kalıntıları, gıda katkıları ve veteriner ilaçlarının bir listesi yayınlanmıştır.

Artan örnek sayısı ve analiz maliyetleri pestisitlerin örnek hazırlama aşamasına da dikkati çekmiş, ve ABD Tarım Bakanlığı tarafından yapılan bir araştırma sonucunda geliştirilen **QuEChERS** (Quick, Easy, Cheap, Effective, Rugged and Safe) ekstraksiyon metodu basit, hızlı ve düşük maliyetli bir metod olarak kabul görmektedir.

METOD ve MATERYALLER:

Numune ekstraksiyonu için **QUECHERS** katı-sıvı ekstraksiyon yöntemi kullanılmıştır.

Çalışma Shimadzu marka GCMS-QP2010 Ultra cihazıyla yapılmıştır.

EKSTRAKSİYON YÖNTEMİ :

1.Homojenizasyon:

Analizi yapılacak gıda maddesi blender ile parçalanarak homojen hale getirilir. 15 g numune 50 ml'lik teflon santrifüj tüplerine tartılır.



2.Ekstraksiyon ve Kurutma:

15 ml asetonitril ve iç standart (TPP, Triphenylphosphate) eklenerek 1 dakika süresince çalkalanır. Tampon tuzları ilave edilerek 1 dakika daha karıştırılır.



Faz ayırımın gerçekleşmesi için numune 5 dakika 4000rpm hızda santrifüj yapılır.

3.Clean-up:

Santrifüj sonrası oluşan üst faz dSPE tüpüne alınır ve 1 dakika süresince çalkalanır. Bu basamakta kullanılacak dSPE tüpün bileşimi çalışılacak numunenin türüne göre seçilmelidir (hafif, yüksek pigment, yağlı gibi...)



Faz ayırımının gerçekleşmesi için 5 dakika santrifüj yapılır. Üst fazdan 1 ml numune örnek vialine alınır.

CLEAN-UP SORBENT MATERYALLERİ

Sorbent	Matriks
Primer Sekonder Amin (PSA)	Yağ asitleri ve şekerler
Oktadesil (C18)	Lipidler
Aktif Karbon (GCB)	Pigmentler ve steroller

QUECHERS KİTİ ÜRÜN TABLOSU

Açıklama	İçerik	Metod	Ürün Kodu
Q150 Kit Q-sep™	6 g MgSO ₄ , 1.5g NaOAc	AOAC 2007.01	26237
Ekstraksiyon Tuzları	50 ml Santrifüj Tüpü ile birlikte		50 ad/ pk
Q350 Q-sep™	1200mg MgSO ₄ , 400mg PSA	AOAC 2007.01	26220
dSPE Ekstrakt Temizleme Tüpleri	15 ml Santrifüj Tüpü ile birlikte		50 ad/ pk
Genel Amaçlı Hafif Pigmentli Meyve-Sebze Salatalık, elma, kavun, limon, pırasa, marul			
Q351 Q-sep™	1200mg MgSO ₄ , 400mg PSA, 400mg C18	AOAC 2007.01	26221
dSPE Ekstakt Temizleme Tüpleri	15 ml Santrifüj Tüpü ile birlikte		50 ad/pk
Yüksek Yağlı Meyve-Sebze vb. Ürünleri Ceviz, fındık, bal, balık, tavuk, süt ürünleri			
Q352 Q-sep™	1200mg MgSO ₄ , 400mg PSA,	AOAC 2007.01	26222
dSPE Ekstrakt Temizleme Tüpleri	400 mg C18, 400mg GCB		50 ad/pk
Yüksek Pigmentli Meyve Sebze Çilek, blueberry, siyah üzüm, ıspanak			
	15 ml Santrifüj Tüpü ile birlikte		

Hesaplama: Internal standart metodu ile miktar tayini yapılmıştır.

ANALİTİK KOŞULLAR:

Cihaz: SHIMADZU GCMSQP2010 ULTRA

Kolon: Rxi-5SilMS (15m x0.25mm x0.25 um)

Enjeksiyon Hacmi: 2 ul

Enjeksiyon Bloğu:

Enjeksiyon Bloğu Sıcaklığı: 270 °C

Enjeksiyon Modu: Splitless

Örnekleme süresi: 1 dk

Akış Kontrol Modu: Basınç

Basınç: 60 kPa

Kolon Sıcaklık Programı:

90 °C 1dk

60°C/dk 150 °C -

10 °C/dk 200 °C -

15 °C/dk 300 °C 2 dk

Dedektör: MS

İyonlaşma türü: EI

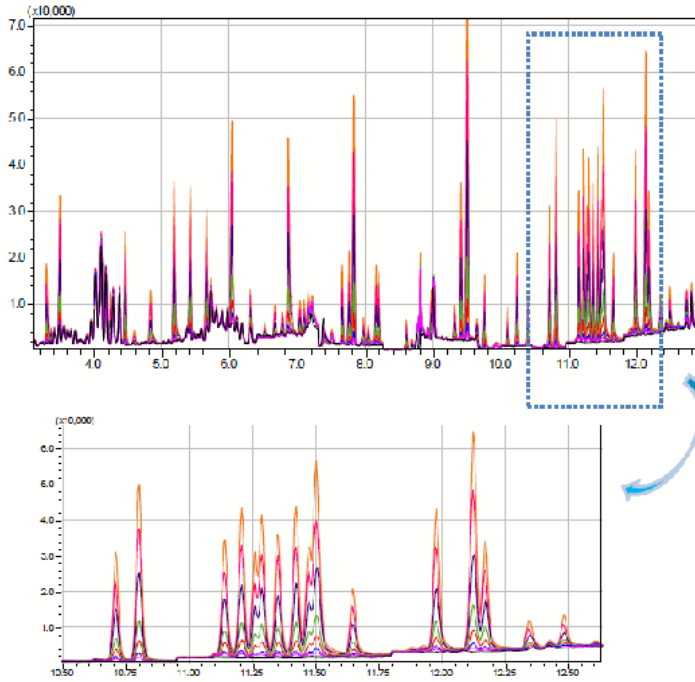
İyon Kaynağı Sıcaklığı: 200 °C

Arayüz Sıcaklığı: 300 °C

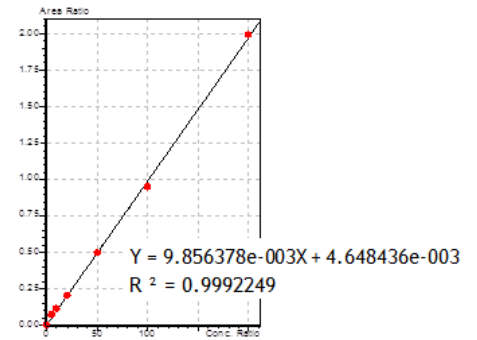
Veri Toplama Modu: SIM (Seçilmiş İyon İzleme)

- PEST EI3 kütüphanesi kullanılmıştır.

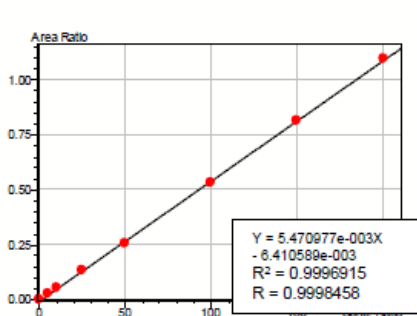
SONUÇLAR



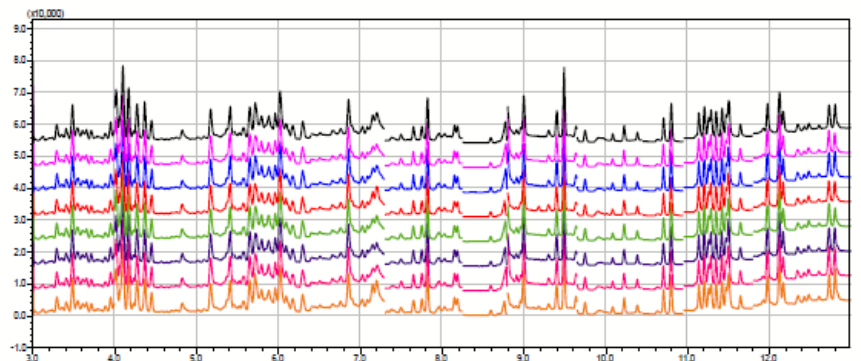
Grafik 1. 34 adet pestisit için karşılaştırma grafiği
(Blank, 5, 10, 25, 50, 100, 200 ppb kalibrasyon datası)



Grafik 2. Domates numunesi için 7 noktalı
kalibrasyon eğrisi (Blank, 5, 10, 25, 50,
100, 200 ppb)



Grafik 3. Domates matriksinde tekrarlanabilirlik çalışması (50 ppb, 8 tekrar)



Tablo 1. Domates matriksine 50 ppb standart spike yapılarak elde edilen geri kazanım ve %RSD tablosu (10 tekrar)

No	Aktif Madde Adı	%RSD	Geri Kazanım	R ²
1	Chlorpropham	2.05	96.68	0.9997
2	Trifluralin	1.75	98.06	0.9997
3	Diazinon	2.18	97.51	0.9997
4	Chlorothalonil	3.15	80.50	0.9981
5	Formothion	5.00	102.66	0.9987
6	Parathion-methyl	1.91	101.53	0.9990
7	Vinclozolin	1.09	103.33	0.9999
8	Fenitrothion	3.55	101.50	0.9992
9	Dicofol	6.88	96.76	0.9994
10	Chlorpyrifos	1.86	99.17	0.9999
11	Captan	6.02	88.26	0.9903
12	Folpet	5.18	94.71	0.9947
13	Quinomethionate	8.54	90.97	0.9992
14	Procymidone	1.94	100.62	0.9999
15	Dinobuton	7.03	80.23	0.9991
16	Endosulfan-Alpha	5.40	90.04	0.9996
17	Oxyfluorfen	2.08	98.23	0.9986
18	Kresoxim-methyl	4.04	98.81	0.9975
19	Endosulfan-Beta	3.46	90.05	0.9998
20	Endosulfan-Sulfate	2.06	98.76	0.9997
21	Iprodione	2.14	95.00	0.9992
22	TPP (Triphenylphosphate)	1.31	ISTD	ISTD
23	Bromopropylate	1.21	97.79	0.9999
24	Bifenthrin	2.95	97.97	0.9995
25	Tetradifon	2.15	92.97	0.9986
26	Cyhalothrin-Lambda	4.93	95.48	0.9970
27	Permethrin	3.05	98.00	0.9993
28	Cyfluthrin	2.15	94.50	0.9993
29	Cypermethrin	2.76	94.33	0.9994
30	Alpha-Cypermethrin	2.80	93.44	0.9992
31	Fenvalerate	4.43	94.03	0.9983
32	Esfenvalerate	7.17	92.70	0.9989
33	tau-Fluvalinate	6.47	95.94	0.9980
34	Deltamethrin	5.21	93.62	0.9981

Bu Aplikasyon Notu uygulamanın gerçekleştirildiği tarihe ait bilgiler ışığında oluşturulmuştur.
Bu yayında yer alan bilgilerin referans gösterilerek başka bir yerde kullanılması Ant Teknik'in iznine tabidir.
Aplikasyon Notu Ant Teknik tarafından önceden bildirilmeksizin değiştirilebilir.