18th National Spectroscopy Congress

7-9 May, 2026

Hacettepe University, Ankara

Tunçalp Özgen Congress and Cultural Center

HACETTEPE UNIVERSITY

TÜBA

Turkish Academy of Sciences

ABSTRACT BOOK

TÜBİTAK



S42
GABAPENTİNOİDLERİN TESPİTİNE YÖNELİK OTOMATİK İĞNE İÇİ TÜREVLENDİRMELİ HPLC-FLD YÖNTEMİNİN GELİŞTİRİLMESİ

Kenan Can Tok

Ankara Üniversitesi, Adli Bilimler Enstitüsü, Adli Toksikoloji Anabilim Dalı, Ankara, Türkiye

Amaç
Gabapentinoidler (pregabalin ve gabapentin), klinik kullanımının yanı sıra dünya genelinde ve özellikle Türkiye'de kötüye kullanımı hızla artan maddelerdir. Bu çalışmanın temel amacı; idrar, tükürük gibi biyolojik örneklerin yanı sıra atık su ve farmasötik formülasyonlarda bu maddelerin hızlı, hassas ve güvenilir bir şekilde tayini için yüksek performanslı sıvı kromatografisi ile birleştirilmiş, tam otomatik bir iğne içi türevlendirme yöntemi geliştirmek, valide etmek ve rutin analizlere uygulanabilirliğini göstermektir.

Yöntem
Analizlerde Agilent 1100/1200 serisi HPLS sistemi ve 1260 serisi otomatik örnekleyici kullanılmıştır. Klasik yöntemlerde zaman alıcı olan türevlendirme işlemi, otosampler iğnesi içerisinde o-fitalaldehit reaktifi kullanılarak otomatik olarak gerçekleştirilmiştir. Kromatografik ayırma, Kinetex EVO C18 (150 x 4.6 mm, 5 µm) kolonu ve asetonitril/fosfat tamponundan (pH 5.5, 32:68 v/v) oluşan mobil faz kullanılarak 1.5 mL/dk akış hızında optimize edilmiştir. Tespit işlemi floresan dedektör (Ex: 340 nm, Em: 450 nm) ile yapılmış ve toplam analiz süresi 6 dakika olarak belirlenmiştir.

Bulgular
Geliştirilen yöntem; tükürük, idrar, musluk suyu örneklerinde ve farmasötik preparatlarda başarıyla valide edilmiştir. Her iki analit için 0.1-10 ppm konsantrasyon aralığında doğrusallık (R^2>0.999) elde edilmiştir. Yöntemin tespit sınırı 0.03 ppm, alt tayin sınırı ise 0.1 ppm olarak saptanmıştır. Tüm matrislerde yapılan çalışmalarda kesinlik değerleri %6 bağıl standart sapmanın altında kalmış, doğruluk değerleri ise kalite kontrol seviyelerinde kabul edilebilir sınırlar içinde bulunmuştur. Sistem uygunluk parametreleri, yöntemin optimize edilmiş kromatografik performansa ve yüksek ayırma gücüne sahip olduğunu doğrulamıştır.

Sonuç
Sunulan yöntem; herhangi bir ekstraksiyon işlemi gerektirmemesi ve organik çözücü kullanımını minimize etmesiyle yeşil kimya prensiplerine uygundur. Otomasyon sayesinde kullanıcı hataları en aza indirilmiş ve türevlendirme ürünlerinin kararlılık sorunu, analizden hemen önce gerçekleştirilen işlemle aşılmıştır. Yöntem; hızı, düşük maliyeti ve yüksek örnek kapasitesi ile adli toksikoloji, klinik izleme ve çevresel analiz laboratuvarları için rutin analizlerde kullanılabilecek güçlü bir alternatiftir.

Keywords: Gabapentinoidler, İğne içi türevlendirme, HPLC-FLD, Adli Toksikoloji, Otomasyon