
STRESZCZENIE

ANALITYKA I KINETYKA ROZKŁADU POZOSTAŁOŚCI ŚRODKÓW OCHRONY ROŚLIN W MATERIALE ROŚLINNYM O DUŻEJ ZAWARTOŚCI CHLOROFILU

Instytut Ochrony Roślin – Państwowy Instytut Badawczy

Analiza pozostałości pestycydów w roślinach o matrycach charakteryzujących się złożonym składem przysparza wiele trudności i wymaga zastosowania bardziej specyficznych metod przygotowania próbek (wieloetapowej ekstrakcji i izolacji analitów oraz dokładnego oczyszczania ekstraktów) jak również wykorzystania odpowiedniej techniki oznaczenia poszukiwanych związków. W celu oznaczania pozostałości środków ochrony roślin (ś.o.r.) w próbkach roślin o dużej zawartości chlorofilu czy olejków eterycznych, niezbędne jest udoskonalanie stosowanych technik lub opracowywanie nowych, które w sposób szybki, prosty, skuteczny i bezpieczny dla środowiska umożliwiałyby oznaczanie pozostałości związków należących do różnych grup chemicznych.

Celem pracy była optymalizacja, modyfikacja, walidacja i zastosowanie wielopozostałościowej (ang. *multiresidue*) metody analizy pozostałości ś.o.r. w materiale roślinnym o dużej zawartości chlorofilu. Dodatkowym aspektem pracy było zastosowanie metody analitycznej do badania kinetyk zanikania substancji czynnych (s.cz.) ś.o.r. zastosowanych do ochrony niektórych upraw małoobszarowych i zielarskich, poprzez wyznaczenie modeli matematycznych w funkcji czasu i na ich podstawie obliczenie czasów połowicznego zanikania.

Wielopozostałościowa metoda oznaczania pozostałości 93 s.cz. ś.o.r. w modelowych próbkach mięty pieprzowej, kopru ogrodowego i gorczycy białej, z wykorzystaniem techniki GC-ECD/NPD wymagała wprowadzenia zmian w odniesieniu do metody oryginalnej (QuEChERS) w celu dostosowania jej do potrzeb i możliwości aparaturowych laboratorium. Optymalizacji poddano wielkość porcji analitycznej, ilość dodawanej wody przed ekstrakcją oraz zmianę rozpuszczalnika ekstraktu do analizy. W niniejszej pracy doktorskiej, w celu ustalenia skutecznej metody oczyszczania próbki (obniżenia zawartości substancji interferujących i poprawy parametrów sprawności analitycznej) oceniono dobór sorbentów. Ponadto, dla usprawnienia procesu przygotowania próbki, zweryfikowano możliwość wprowadzenia ekstrakcji ciecz-ciecz. Przeprowadzone badania potwierdziły konieczność użycia sorbentów takich jak PSA (aminy pierwszo- i drugorzędowe) i GCB (węgiel aktywny), które umożliwiły optymalne oczyszczenie ekstraktów, ponadto najlepszą selektywność (kolor, przejrzystość ekstraktów) osiągnięto stosując dyspersyjną ekstrakcję do fazy stałej, a następnie zmianę rozpuszczalnika poprzez odparowanie acetonitrylu w strumieniu azotu.

Ważnym aspektem pracy było również oszacowanie wpływu matrycy zawartej w ekstraktach próbek przygotowanych zaproponowaną metodą, które w pełni potwierdziło przydatność metody, z uwagi na mały wpływ oszacowanych efektów.

W przeprowadzonych badaniach obliczono wydajność ekstrakcji analitów z zastosowaniem zmodyfikowanej metody. Otrzymane parametry walidacyjne takie jak poprawność, precyzja, selektywność, granica oznaczalności i niepewność pomiaru w badanych zakresach stężeń, były satysfakcjonujące dla 86 s.cz. i dowiodły, że metodę z powodzeniem można wykorzystywać do

oznaczania śladowych ilości ś.o.r. na poziomach znacznie poniżej ustalonych Rozporządzeniem (WE) Nr 396/2005 Parlamentu Europejskiego i Rady z dnia 23 lutego 2005, najwyższych dopuszczalnych poziomów pozostałości dla badanych s.cz.

Dodatkowo, dla potwierdzenia jakości wykonywanych badań i zapewnienia, że są one rzetelne i miarodajne, zmodyfikowana metoda została sprawdzona w międzynarodowych badaniach biegłości, w których otrzymano zadowalające wyniki dla wszystkich wykrytych analitów.

Zoptymalizowana metoda analityczna znalazła zastosowanie w analizie pozostałości ś.o.r. w próbkach rzeczywistych. Wykonano analizy próbek kopru ogrodowego, pochodzącego z lokalnych sklepów. Ponadto, w cyklu dwuletnich doświadczeń polowych wykonano badania zanikania dwóch insektycydów w uprawie gorczycy z zastosowaniem równań kinetycznych reakcji pierwszego rzędu. Uzyskane wyniki w praktyce umożliwią modelowanie – przewidywanie spodziewanych poziomów pozostałości w zależności od dawki substancji czynnej i czasu po zabiegu.

Zaproponowana metoda spełnia kryteria europejskie, a tym samym wykazuje przydatność do analiz rutynowych pozostałości ś.o.r. w materiale roślinnym o dużej zawartości chlorofilu.

Metoda będzie mogła być wykorzystana zarówno do badań kontroli urzędowej jak i do analiz komercyjnych pozostałości środków ochrony roślin w produktach zielarskich, warzywach liściowych oraz innych uprawach o dużej zawartości chlorofilu.

Magdalena Słowik-Borowiec

10.05.2017 *Magdalena Słowik-Borowiec*