

STRESZCZENIE

Opracowanie innowacyjnej metodyki oznaczania pozostałości środków ochrony roślin w glebie

Instytut Ochrony Roślin – Państwowy Instytut Badawczy

mgr inż. Klaudia Pszczolińska

Analiza pozostałości środków ochrony roślin w glebie może powodować wiele trudności ze względu na złożoną i niejednorodną matrycę gleby, zawierającą zarówno składniki organiczne, jak i nieorganiczne oraz niskie stężenia analitów. Wykorzystywane dotychczas metody ekstrakcji próbek gleby są czasochłonne, pracochłonne i wymagają użycia znacznych ilości rozpuszczalników lub kosztownej aparatury. Konieczne jest więc udoskonalenie istniejących metod lub opracowanie nowych metod oznaczenia pozostałości pestycydów w próbkach gleby, które w sposób szybki, prosty, wiarygodny i bezpieczny dla środowiska umożliwiłyby oznaczanie pozostałości substancji czynnych należących do różnych grup chemicznych.

Celem pracy było opracowanie metody oznaczania pozostałości środków ochrony roślin w próbkach gleby. Ważnym założeniem było, aby metoda umożliwiała oznaczanie szerokiego spektrum związków, a tym samym wpisywała się w nurt metod wielopozostałościowych. Istotnym aspektem było również, aby tok analityczny nowej metody ograniczał negatywny wpływ na środowisko.

W przeprowadzonych badaniach wykorzystano technikę chromatografii gazowej sprzężonej z tandemową spektrometrią mas (GC-MS/MS), której atutem jest możliwość uzyskania dużej zdolności rozdzielczej oraz wysokiej czułości i selektywności. Ważną częścią pracy była optymalizacja parametrów pracy spektrometru mas w trybie monitorowania wybranych reakcji fragmentacji (MRM). Przedmiotem badań były substancje czynne o różnych właściwościach fizykochemicznych, w związku z czym dokonano doboru właściwych parametrów rozdzielania chromatograficznego oraz parametrów pracy tandemowego spektrometru mas.

Wielopozostałościowa metoda oznaczania 299 substancji czynnych w próbkach gleby wymagała wprowadzenia modyfikacji w odniesieniu do założeń metody QuEChERS. Istotnym było wykonanie optymalizacji, która umożliwiła właściwy dobór wszystkich parametrów mających wpływ na wynik końcowy. Optymalizacji poddano masę próbki, ilość dodawanej wody do próbki przed ekstrakcją, rozpuszczalnik ekstrakcyjny oraz technikę i czas wytrząsania.

W celu ustalenia skutecznej metody oczyszczania próbki oceniono dobór różnych sorbentów. W przeprowadzonych badaniach połączono również ekstrakcję z metodą jednorazowej ekstrakcji w piecu (DPX), aby przyspieszyć etap przygotowywania próbki do analizy instrumentalnej. Ponadto, zbadano możliwość pominięcia etapu oczyszczania ekstraktu przed analizą chromatograficzną.

Ważnym aspektem pracy było poddanie opracowanej metody procesowi walidacji, w celu uzyskania obiektywnych dowodów, iż procedura nadaje się do przewidywanego celu, cały proces przebiega w sposób rzetelny i poprawny oraz umożliwia otrzymanie miarodajnych wyników. Ocena otrzymanych parametrów walidacyjnych wykazała, iż zostały spełnione restrykcyjne wymagania stawiane wielopozostałościowym metodom oznaczania pozostałości pestycydów. Tym samym, zoptymalizowana i opracowana procedura oznaczania 299 związków w próbkach gleby, gwarantuje jakość i wiarygodność wyników. Ponadto, charakteryzuje się prostotą i szybkością przygotowania próbki oraz wyróżnia się zużyciem niewielkich ilości odczynników i jednocześnie nie wymaga użycia skomplikowanego wyposażenia. Przeprowadzono również dodatkowe badania z wykorzystaniem matrycowych certyfikowanych materiałów odniesienia, które potwierdziły jakość wykonywanych badań.

Zoptymalizowana i zwalidowana metoda znalazła zastosowanie w analizie pozostałości środków ochrony roślin w próbkach rzeczywistych. Wykonano analizy próbek gleby dostarczonych do laboratorium przez klientów indywidualnych. Wyniki przeprowadzonych badań pozwoliły uzyskać informacje o stężeniach substancji czynnych w próbkach gleb.

3.12.2019 Klaudia Paschke