

STRESZCZENIE

Efekt matrycy w wielopozostałościowej metodzie oznaczania pozostałości środków ochrony roślin

Potrzeba analizy śladowych stężeń pozostałości środków ochrony roślin (ś.o.r.) w materiale roślinnym, środowiskowym i biologicznym wynika z powszechności ich stosowania, mających na celu poprawę plonów i jakości upraw rolniczych. Ze względu na zróżnicowany charakter i strukturę badanych związków oraz złożoność matryc, wykrywanie wielu pozostałości ś.o.r. w jednym toku analitycznym jest trudnym zadaniem wymagającym indywidualnego podejścia. Obecność interferujących składników matrycy: pigmentów, lipidów, białek, węglowodanów, olejków eterycznych, związków humusowych czy skrobi, jak i reakcje badanych związków z aktywnymi miejscami zachodzące w układzie chromatograficznym, powodować mogą efekt matrycy, który w konsekwencji negatywnie wpływa na oznaczenie ilościowe badanych związków, powodując również fałszywą ich identyfikację.

Celem podjętych badań była kompleksowa ocena wpływu implementacji różnych strategii na efekt matrycy w wielopozostałościowej metodzie oznaczania pozostałości ś.o.r. techniką chromatografii gazowej w zróżnicowanym materiale roślinnym oraz środowiskowym w modelowych próbkach o niskiej zawartości wody oraz wysokiej zawartości pigmentów (suszone zioła), węglowodanów (suszone owoce), lipidów (nasiona roślin oleistych/warzyw) oraz substancji humusowych (gleby). W niniejszej pracy zastosowano dwie nowatorskie strategie, bazujące na usunięciu związków interferujących poprzez przeprowadzenie optymalizacji parametrów na etapie przygotowania próbki do badań oraz maskowaniu miejsc aktywnych w układzie chromatograficznym przy zastosowaniu substancji ochronnych na etapie analizy instrumentalnej.

W pierwszym podejściu wykorzystano metodę opartą na ekstrakcji i podziale w układzie ciecz-ciecz składników próbki z użyciem odpowiedniego rozpuszczalnika, a następnie usunięciu substancji interferujących. W zależności od natury i składu badanych matryc modyfikacji poddano następujące parametry: masę próbki (1; 2; 5 g), objętość wody (5; 7,5; 10 ml), polarność rozpuszczalnika (octan etylu; aceton; acetonitryl) oraz właściwości sorpcyjne sorbentu do oczyszczania ekstraktów (PSA; C18; GCB; Z-Sep; ENVI-Carb; ChloroFiltr; EMR-Lipid; chitosan; chityna). W wyniku przeprowadzonych eksperymentów nastąpiła redukcja efektu matrycy badanych analitów.

Zastosowanie mieszaniny substancji ochronnych (D-sorbitol, glukonolakton, kwas szikimowy oraz 3-etoksy-1,2-propanediol) w celu zamaskowania miejsc aktywnych w układzie chromatograficznym wykorzystano w drugim podejściu, co znacząco wpłynęło lub całkowicie zredukowało efekt matrycy badanych analitów.

W toku przeprowadzonych badań poszukiwano zależności między efektem matrycy a właściwościami fizyko-chemicznymi badanych związków (masa cząsteczkowa, polarność, rozpuszczalność i lotność). Na podstawie wielowymiarowych analiz statystycznych (analiza skupień i głównych składowych) wykazano, iż efekt matrycy determinowały takie parametry jak rozpuszczalność i polarność badanych analitów. Związki wykazujące wysoką polarność (np. acefat, metamidofos) oraz słabo rozpuszczalne w wodzie (np. mewinfos) są bardziej podatne na istotny efekt matrycy.

Analizując otrzymane wyniki stwierdzono, że zarówno wykorzystanie strategii modyfikacji metody, jak i zastosowanie substancji ochronnych gwarantuje skuteczną redukcję efektu matrycy. Zoptymalizowane metody zaaplikowano do badań rutynowych.

11.06.2021 Ewa Rutkowska