

NÖVÉNYVÉDŐSZER-MARADÉK ANALITIKAI MULTI-RESIDUE MÓDSZER KIDOLGOZÁSA TALAJMINTÁKRA A NÖVÉNYI MÁTRIXOKBAN KITŰNŐEN ALKALMAZHATÓ QUECHERS MÓDSZER ÁTALAKÍTÁSÁVAL GC/MS, LC/MS, GC/ECD ÉS GC/FPD DETEKTÁLÁSSAL.

II. RÉSZ: KLÓROZOTT SZÉNHIIDROGÉNEK ÉS EGYÉB HALOGÉNEZETT NÖVÉNYVÉDŐSZEREK.

Dr. Kadenczki Lajos¹, Keresztény Natália², Szemánné Dobrik Henriett²

1./ Miskolci Egyetem Műszaki Anyagtudományi Kar Kémiai Intézet

2./ NÉBIH Miskolci Növényvédőszermaradék Analitikai Laboratóriuma

3515, Miskolc-Egyetemváros

green.park@chello.hu

ABSTRACT

A simple and complete multiresidue method has been developed for the routine determination of more than 50 chlorinated pesticides and degradation products in soil. This original approach combines a modified Quick Easy Cheap Effective Rugged and Safe (QuEChERS) sample preparation method using a double partitioning extraction step with water/ACN and a system composed of GC with programmable temperature vaporization injector hyphenated to an IT-MS. Detection was performed in selective ion storage mode, with one quantification ion and two or more identification ions. Direct consequences were the increasing of method sensitivity and the diminishment of the frequency of maintenance of the analytical instrument.

The recovery data were obtained by spiking blank samples at two concentration levels (5 and 50 µg/kg) over five replicates, yielding average recoveries in the range 70–120% with a RSD evaluated between 2–25%. Linearity was good in the range of 5–500 µg/kg with determination coefficients (R^2) superior or equal to 0.9950 for all target analytes. Best LODs and LOQs were established as 0.005 and 0.01 mg/kg, respectively. Total instrumental analysis of all molecules was carried out in less than 1 h.

1. BEVEZETÉS

A növényvédőszer a mezőgazdasági termelésben betöltött pozitív szerepükön túl nagyon sok esetben a környezetet szennyező anyagokként is előfordulnak. Ezért nagyon fontos, hogy ezek meghatározásához gyors, hatékony, olcsó és kevés munkaráfordítást igénylő módszer álljon a laboratóriumok rendelkezésére. Az első részben megfogalmazott célkitűzésnek megfelelően a második részben a foszforsavészterekre sikeresen bevezetett módszer alkalmazása volt a feladat a klórozott szénhidrogén típusú növényvédőszerre. Ezek a hatóanyagok a talaj szempontjából sokkal érdekesebbek, mint a foszforsavészterek. Annál is inkább, mert annak ellenére, hogy ezeket a vegyületeket már több mint 50 éve kivonták a mezőgazdasági forgalomból még mindig megtalálhatók a talajmintákban azokon a területeken, ahol intenzív gazdálkodás folyt az 50-60-as években. Ilyen vegyület pl. a dieldrin, mely még a mai napig is veszélyt jelent a héj nélküli tököt termelő gazdák részére. A héj nélküli tökmag kozmetikai és élelmiszeripari alapanyag, így szigorú szermaradék-ellenőrzés kíséri mind hazai, mind pedig export felhasználását. A dieldrin az aldrinos szuperfoszfát talajfertőtlenítő műtrágya formájában került a talajba az 50-es évek második és a 60-as évek első felében. Az aldrin bomlásterméke a dieldrin, mely a talajvízzel egyre mélyebbre kerül a talajba. A

dieldrin mellett ritkábban és alacsonyabb szennyezettségi szinten a DDT és HCH származékok találhatóak még a talajban.

Amint azt már az első részben említettük közel 300-350 hatóanyagot szeretnénk ellenőrizni, és hatékonyan kinyerni ezzel a módosított QuEChERS [2003, ANASTASSIADES et. al] módszerrel. Ebben a részben a klasszikus klórozott szénhidrogének mellett egyéb halogénezett növényvédőszer is ellenőrzésre kerültek.

A módszer elve:

A homogén talajminta pH értékét 0,1M-os foszfátpufferrel pH 3-4 közé állítjuk be, rázatjuk, majd centrifugáljuk. Adjunk acetonitrilt az így nyert vizes zagyhoz és extraháljuk további 20 percig ultrahangfürdőben. Centrifugálással válasszuk szét a szilárd talajfázist a vizes acetonitriles fázistól. A felülúszó vizes acetonitriles részt teljes terjedelmében öntsük át egy másik 50ml-es PP edénybe és adjunk hozzá extrakciós sókeveréket. A magnézium-szulfát, nátrium-klorid és citrát sók (puffer, pH 5-5,5) hozzáadása után a keveréket intenzíven rázzuk össze, majd a fázisok elkülönüléséhez centrifugáljuk. A szerves fázis egy részét a benne diszpergált adszorbenssel tisztítjuk (diszperzív-SPE), a víznyomok eltávolításához magnézium-szulfátot alkalmazva. Az amino-adszorbensekkel (pl. primer-szekunder-amin, PSA) tisztított extraktot kis mennyiségű hangyasavval megsavanyítjuk, hogy növeljük bizonyos bázis-érzékeny peszticidek tárolási stabilitását. A végső extraktot közvetlenül vizsgálhatjuk GC vagy LC módszerrel. A mennyiségi meghatározáshoz belső standardot alkalmazunk, amit az acetonitriles oldatban adunk az extrakthoz.

2. FELHASZNÁLT VEGYSZEREK ÉS OLDATOK

- Víz, HPLC-tiszta
- Acetonitril, HPLC-tiszta
- Metanol, HPLC tiszta
- Ammónium-formiát
- Magnézium-szulfát, vízmentes, szemcsés, pl. Fluka No. 63135
- Magnézium-szulfát, vízmentes, finom por, a ftalátok égetőkemencében 550 °C-on eltávolíthatók (pl. egy éjszaka alatt)
- Nátrium- klorid
- Dinátrium-hidrogén-citrát szeszkvihidrát
- Trinátrium-citrát dihidrát
- Nátrium-hidroxid, $c = 5 \text{ mol/l}$: 2 g nátrium-hidroxidot feloldunk kb. 5 ml vízben, majd feltöltjük 10 ml-re.
- Amino-adszorbens, pl. Bondesil-PSA 40 μm , Varian No. 12213023

2. 1. Puffer-oldat

0,1M Foszfát puffer: 11,99gNaH₂PO₄-ot és 11,53g H₃PO₄-t feloldunk 100ml vízben.

2. 2. Extrakciós sókeverék

Mérjük be 6 g 0, 2 g vízmentes magnézium-szulfátot, 1, 5 g 0, 05 g nátrium-kloridot, 1, 5 g 0, 05 g trinátrium-citrát dihidrátot és 0, 75 g 0, 03 g dinátrium-hidrogén-citrát szeszkvihidrátot egy edénybe. Savas mintáknál (pH <3) a puffer só hozzáadásával elért pH érték normál esetben 5 alatt van. Hogy a savas pH-n könnyen bomló hatóanyagokat jobban védjük, a pH érték 5 N-os nátrium-hidroxid oldattal növelhető

Megjegyzés: Tanácsos nagyobb mennyiségű puffer-sókeveréket előre elkészíteni, így a sorozatban végzett extrakciók gyorsan, megszakítás nélkül kivitelezhetők. A sókeverék elkészítését lényegesen megkönnyíti az automata mintaszétosztó használata. A fent leírt sókeveréket kb. 10 g vizet tartalmazó mintahányadok esetén használjuk.

2. 3. Tisztító sókeverék

Mérjük be 6*150mg MgSO₄ + 6*25mg PSA-t, mely 6 ml nyers extrakthoz szükséges. Másfajta amino-adszorbens is használható, de ebben az esetben meg kell vizsgálni, hogy a szorbens egyenértékű-e.

Anyag neve	Log P (oktanol- víz)	Klórató- mók	Koncentráció [µg/ml]*	GC				LC	
				ECD	NPD	MSD EI (+)	MSD CI (-)	MS/MS ESI (+)	MS/MS ESI (-)
Potenciális belső standardok									
Trifenil-foszfát	4,59	-	20	-	+++	+++	-	+++	-
Trisz-(1,3- diklórizopropil)- foszfát	3,65	6	50	+++	+++	+++	+++	+++	+
Potenciális minőségbiztosítási standardok (lehet közös mixben a belső standarddal)									
PCB 138**	6,83	6	50	+++	-	++	+++	-	-
PCB 153**	7,75	6	50	+++	-	++	+++	-	-
Antracén (vagy d10 analógja)***	4,45	-	100	-	-	++	-	-	-

1. Táblázat: A lehetséges belső standardok (ISTD) vagy minőség ellenőrzési (QC) standardok

2.4. Növényvédőszer törzsoldatok

Az analitikai standardok felhasználásával készítsünk egyedi törzsoldatokat olyan koncentrációban, ami megfelelő ahhoz, hogy az oldatból egy olyan összetett keveréket (mixet) készítsünk, amit majd a kalibrációs standard oldatok elkészítéséhez használhatunk fel. Az alkalmazott oldószer nem befolyásolhatja negatívan a benne oldott növényvédőszer stabilitását.

2.5. Növényvédőszer munkaoldatok (növényvédőszer mixek)

A módszer széles körű alkalmazhatósága illetve a növényvédőszer részben változó pH-stabilitása miatt egy vagy több növényvédőszert tartalmazó munkaoldatok szükségesek, melyeket a vizsgálandó hatóanyagot tartalmazó standard törzsoldatokból kivett meghatározott térfogatok összemérésével, készítünk el. A végső térfogat beállításához acetonitrilt használunk. Az oldatok koncentrációját úgy válasszuk meg, hogy a mérsékelten hígított (pl. kisebb, mint 20 %) vak minta extrakt felhasználásával alkalmasak legyenek a szükséges matrix-matched standard oldatok elkészítéséhez.

2.6. Standard oldatok (kalibrációs mixek)

2.6.1. Vak minta extraktban készített oldatok (matrix-matched standardok)

A matrix-matched standardokat az oldószeralapú standardokkal azonos módon készítjük, de tiszta acetonitril helyett vak minta extraktot használunk a hígításhoz. Ahhoz hogy minimálisra csökkentsük a mintamátrixból eredő hibát a kromatográfias meghatározás során, a legjobb, ha teljesen üres talajextraktot választunk. Amennyiben a munkaoldatok készítése során a vak mintaextrakt hígításának mértéke túllépi a 20 %-ot, a végtérfogatot úgy kell beállítani, hogy elkerüljük a mintaextraktban és a matrix-matched standardokban jelentkező, a mátrixból eredő erősítő hatások közötti különbségeket. A növényvédőszer stabilitása a matrix-matched standardok esetében alacsonyabb lehet, mint a tiszta acetonitrilben készített standardok esetében, ezért azt alaposan ellenőrizni kell.

3. ESZKÖZÖK

Szokásos laboratóriumi eszközök, különösen az alábbiak:

- Mintafeldolgozó/homogenizáló készülék, pl. Stephan UM 5 universal
- Nagy sebességű homogenizáló készülék, a homogenizáló fej átmérője illeszkedjen az alkalmazott centrifuga cső szájához
- Automata pipetták, legyenek alkalmasak a következő térfogatok kezelésére: 10-100 µl, 200-1000 µl és 1-10 ml.

- 50 ml centrifuga csövek csavaros kupakkal, például: a) 50 ml-es politetrafluoretilén centrifuga csövek csavaros kupakkal vagy b) eldobható 50 ml-es polipropilén centrifuga csövek csavaros kupakkal
- 10 vagy 12 ml-es polipropilén egyszer használatos centrifuga csövek csavaros kupakkal
- 10 ml-es oldószeradagoló az acetónitrilhez
- Centrifuga, alkalmas a leírásban szereplő centrifuga csövekhez és képes legalább 3000 rcf-re (relative centrifugal force – relatív centrifugális erő)
- Portölcsér, illeszkedjen a centrifuga csövek szájához
- Mintaartó fiolák automata mintaadagolóhoz, 1,5 ml-es, alkalmas GC és LC készülékek automata mintaadagolóihoz (autosampler-hez), szükség szerint mikro inzerttel (szűkítő)
- Csavaros tetejű mintartó edények, 20 ml-es, a nagyobb mennyiségű végső extrakt esetleges tárolásához
- Műanyag poharak (egymásba rakható), 25 ml-es, a puffersó keverék tárolásához (kiadagolásához) szükségesek (3.12)
- Mintaadagoló, a sók és adszorbensek automatikus adagolásához, pl. Retsch/Haan, PT 100 vagy Fritsch/Idar-Oberstein, Laborette 27 vagy Bürkle/Lörrach, Repro nagy pontosságú mintaadagoló. Használatuk nem kötelező, de különösen ajánlott nagy számú minta feldolgozásánál
- Rázóegység, pl. Vortex (a visszanyerési vizsgálatokhoz)
- LC-MS vagy LC-MS/MS-rendszer, electrospray ionizáció (ESI) interface-szel ellátott.
- GC-MS vagy GC-MS/MS rendszer, a következő detektorokkal ellátva, pl. MS, MS/MS, TOF, valamint PTV-injectorral (oldószer ventilációs módban), GC/ECD, GC/FPD készülékek.

4. MÓDSZER LEÍRÁSA

4.1. Minták előkészítése és tárolása

4.1.1. Általános információk

A minta feldolgozása és tárolása során bizonyítani kell, hogy ezen folyamatoknak nincs jelentős hatása az analitikai minta szermaradék-tartalmára. A feldolgozás során biztosítani kell, hogy az analitikai minta elég homogén legyen ahhoz, hogy az analitikai mintahányadok kivételének variabilitása elfogadható legyen. Amennyiben valószínűnek tartjuk, hogy az analitikai mintahányad nem reprezentatív az analitikai mintára nézve, nagyobb vagy ismételt mintahányadokra van szükség, hogy jobb becslést kapjunk az elméletileg helyes értékre. Az elért aprítási fokkal biztosítani kell azt is, hogy a szermaradék mennyiségileg kinyerhető legyen.

4.1.2. Analitikai minta

A laboratóriumi mintáról eltávolítjuk azokat a részeket, amik nehézséget okoznak a homogenizálás során. Az eltávolított rész tömegét fel kell jegyezni. Az ily módon előkészített minta lesz az analitikai minta. Ha az analitikai minta homogenitása nem megfelelő vagy a szemmaradék kinyerését a nagyméretű mintarészek jelentősen veszélyeztetik, további alapos aprításra van szükség a megfelelő eszközt használva. Ezt végezhetjük szobahőmérsékleten, vagy hűtött körülmények között. A minták fagyott állapotban történő aprítása jelentősen csökkenti a kémiai instabil anyagok veszteségét, illetve általában kisebb méretű mintarészeket eredményez, ezáltal nagyobb fokú homogenitás érhető el. Megkönnyíti a feldolgozást, ha a mintákat durván feldaraboljuk (pl. 3 cm x 3 cm) majd egy éjszakára mélyhűtőbe tesszük (pl. -18 °C). A feldolgozást segíti, ill. még hatékonyabbá teszi szobahőmérsékleten történő eljárással szemben, ha az aprítást hűtés mellett (szárazjég vagy folyékony nitrogén) végezzük, a hőmérsékletet 0 °C alatt tartva. Figyelembe véve azt a tényt, hogy a nem-szisztémikus (kontakt) növényvédő szerek gyakran túlnyomórészt a felületen koncentrálnak, a hűtőkeverék alkalmazásával végzett aprítás jelentősen csökkenti a mintahányadok kivételének variabilitását. Ha a mintákat alacsony hőmérsékleten dolgozzuk fel, a kondenzációt el kell kerülni. Biztosítsuk, hogy a maradék szén-dioxid kellőképpen eltávozzon, hogy a minta átlagos tömegéhez való hozzájárulása elhanyagolható legyen.

4.2. Bemérés

Tegyünk egy reprezentatív analitikai mintahányadot (ma) a felaprított, homogenizált mintából egy 50 ml-es centrifuga csőbe. Talaj esetében $20 \text{ g} \pm 0,1 \text{ g}$ -t mérjük a centrifuga csőbe.

4.3. Puffer-oldat hozzáadása

A bemért talajmintához adjunk 12 ml puffer oldatot, hogy a minta összes víztartalma kb. 12-15 g legyen.

4.4. Rázás, centrifugálás

Rázassuk a PP csöveket rázógépen 10 percig. (Figyeljünk a gázképződésre!) Centrifugálással válasszuk szét a szilárd- és folyadékfázist, ellenőrizzük a pH-t.

4.5. Oldószer és belső standard hozzáadása

Adjunk a mintához 20 ml acetonitrilt valamint meghatározott mennyiségű QESTD oldatot (VESTD pl. 200 µl), mely egy vagy több hatóanyagot tartalmaz az 1. Táblázatban megadott anyagok közül, olyan koncentrációban, ami a táblázatban példaként szerepel (CESTD).

4.6. Extrakció

Zárjuk le a centrifuga csöveket és rázzuk össze erőteljesen 1 percig, majd helyezzük a PP csöveket ultrahangfürdőbe és rázassuk 20 percig. A mintákat fagyos állapotban, vagy kiengedés közben kell extrahálni. Ha a mintákat szobahőmérsékleten extraháljuk, meg kell győződnünk arról, hogy a cél hatóanyagokra vonatkozóan nem lép fel jelentős degradáció. Rázás után centrifugáljuk le a mintát 3000-es fordulaton és a teljes felülúszó folyadékfázist öntsük át egy tiszta 50ml-es PP csöbe. Adjunk 9,75g extrakciós sókeveréket az elkülönített víz-acetonitril elegyhez. Zárjuk le a centrifugacsövet és azonnal, erőteljesen rázzuk össze 1 percig, majd centrifugáljuk 5 percig > 3000 rcf fordulattal. A művelet végén az acetonitriles extrakt elkülönül a sókeveréktől és a vízes fázistól.

4.7. Tisztítás

Különítsünk el 6ml acetonitriles extraktot 15ml-es PP centrifugacsövekbe. Adjuk hozzá 1050mg tisztító sókeveréket. Zárjuk le a centrifugacsövet és azonnal, erőteljesen rázzuk össze 1 percig, majd centrifugáljuk 5 percig > 3000 rcf fordulattal. Ha víz van jelen, a magnézium-szulfát rögökbe áll össze, majd hamar megkeményedik. Ez elkerülhető, ha a só hozzáadása után azonnal néhány percig erősen összerázzuk a centrifugacsövet. A teljes mintasorozat 1 perces extrakciója párhuzamosan végezhető a só hozzáadása után.

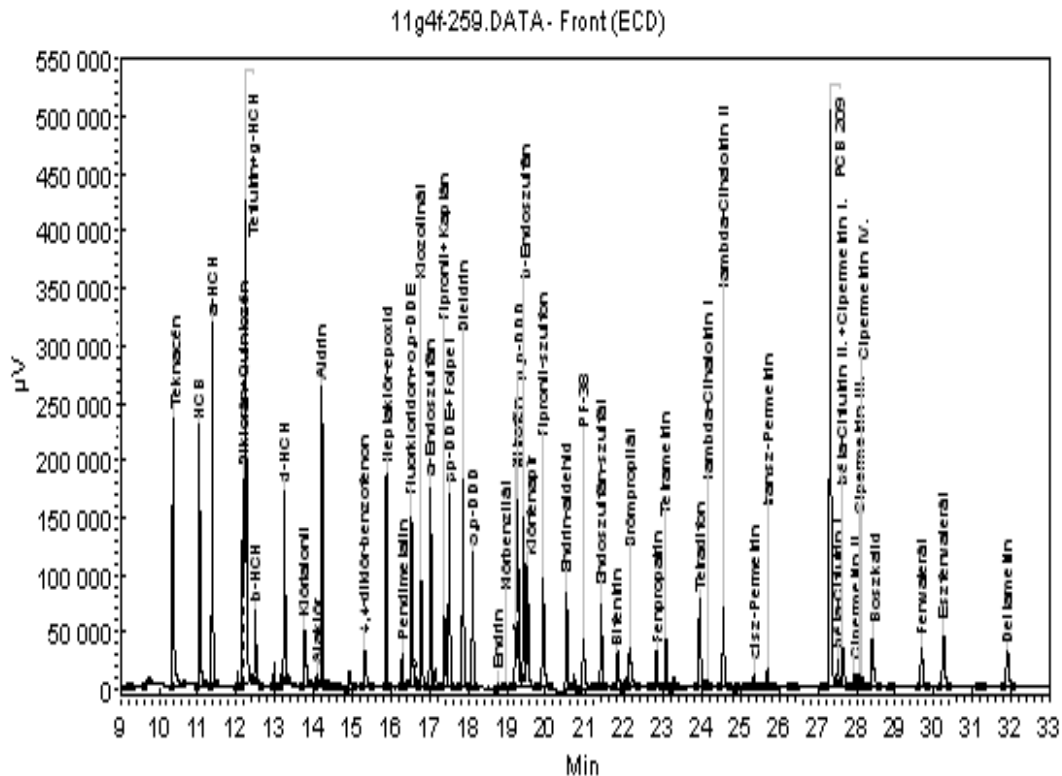
5. VALIDÁLÁSI EREDMÉNYEK ÖSSZEFOGLALÁSA

Hozzáadási szintek	0,01 mg/kg			0,1 mg/kg			Mérési körülmény
	Komponensek	Visszanyerés (%)	Standard deviáció (%)	Alkalmasok (n=5)	Visszanyerés (%)	Standard deviáció (%)	
alfa-HCH	63%	17,2%	5	75%	24,5%	5	ECD/MSD
béta-HCH	74%	15,4%	5	62%	3,3%	4	ECD/MSD
delta-HCH	77%	21,6%	5	106%	20,6%	5	ECD/MSD
gamma-HCH	94%	12,7%	5	86%	10,3%	5	ECD/MSD
epxilon-HCH	89%	18,3%	5	92%	12,5%	5	ECD/MSD
HCB	100%	25,9%	5	85%	19,1%	5	ECD/MSD
Tehnacén	123%	17,4%	5	88%	15,0%	5	ECD/MSD
TCNB	117%	11,5%	5	94%	11,9%	5	ECD/MSD
Aldrin	119%	15,3%	5	116%	14,7%	5	ECD/MSD
Dieldrin	62%	20,7%	5	116%	8,3%	5	ECD/MSD
Endrin	63%	31,9%	5	99%	18,3%	5	ECD/MSD
Izodrin	68%	24,1%	5	88%	13,7%	5	ECD/MSD
gamma Klórdán	76%	18,5%	5	80%	15,6%	5	ECD/MSD
oxi Klórdán	95%	9,3%	5	93%	15,8%	5	ECD/MSD
p,p'-DDE	71%	19,4%	5	111%	15,9%	5	ECD/MSD
o,p-DDE	95%	4,4%	5	98%	22,2%	5	ECD/MSD
p,p'-DDD	108%	6,0%	5	76%	4,6%	4	ECD/MSD
o,p-DDD	112%	19,9%	5	76%	11,0%	3	ECD/MSD
o,p-DDT	66%	28,0%	5	110%	15,3%	5	ECD/MSD
p,p'-DDT	74%	17,6%	5	95%	16,4%	5	ECD/MSD
alfa-	75%	14,5%	5	78%	5,7%	5	ECD/MSD

Hozzáadási szintek	0,01 mg/kg			0,1 mg/kg			Mérési körülmény
Komponensek	Visszanyerés (%)	Standard deviáció (%)	Alkalmasok (n=5)	Visszanyerés (%)	Standard deviáció (%)	Alkalmasok (n=5)	
Endosulfán							
béta-Endosulfán	78%	22,4%	5	96%	12,6%	5	ECD/MSD
Endosulfán szulfát	75%	16,7%	5	84%	13,6%	5	ECD/MSD
Metoxiklór	112%	27,2%	5	72%	17,5%	5	ECD/MSD
Heptaklór	69%	21,6%	5	81%	19,7%	5	ECD/MSD
Heptaklór-epoxid	51%	17,2%	5	93%	12,9%	5	ECD/MSD
Alaklór	89%	11,3%	5	80%	13,8%	5	ECD/MSD
Endrin-aldehid	86%	8,3%	5	73%	7,8%	5	ECD/MSD
Boszkalid	80%	13,6%	5	94%	11,4%	5	ECD/MSD
Fipronil	72%	16,4%	5	75%	7,2%	5	ECD/MSD
Klórbenzilát	70%	14,6%	5	77%	11,1%	5	ECD/MSD
Klórfenapír	103%	22,7%	5	69%	8,7%	5	ECD/MSD
Fipronil-szulfon	77%	12,7%	5	78%	7,6%	5	ECD/MSD
Fluórkloridon	72%	20,0%	5	70%	4,9%	5	ECD/MSD
Pendimetalin	79%	13,9%	5	82%	11,6%	5	ECD/MSD
Teflutrin	79%	17,7%	5	63%	7,5%	5	ECD/MSD
Quintozén	73%	17,2%	5	72%	5,3%	5	ECD/MSD
Kaptán	79%	6,3%	5	80%	5,1%	5	ECD/MSD
Folpet	77%	4,5%	5	72%	10,1%	5	ECD/MSD
Bifentrin	71%	6,8%	5	71%	6,9%	5	ECD/MSD
Brómpropilát	71%	9,5%	5	75%	5,3%	5	ECD/MSD

Hozzáadási szintek	0,01 mg/kg			0,1 mg/kg			Mérési körülmény
	Komponensek	Visszanyerés (%)	Standard deviáció (%)	Alkalmasok (n=5)	Visszanyerés (%)	Standard deviáció (%)	
Fenpropatrin	77%	8,3%	5	77%	1,9%	5	ECD/MSD
Tetrametrin	80%	4,2%	5	80%	4,2%	5	ECD/MSD
Tetradifon	72%	5,2%	5	72%	5,2%	5	ECD/MSD
Fenvalerát	76%	5,5%	5	66%	5,5%	5	ECD/MSD
Eszfenvalerát	78%	4,9%	5	78%	4,9%	5	ECD/MSD
Deltametrin	75%	8,7%	5	75%	8,7%	5	ECD/MSD
lambda-Cihalotrin I	71%	7,6%	5	71%	7,6%	5	ECD/MSD
lambda-Cihalotrin II	70%	7,5%	5	70%	7,5%	5	ECD/MSD
cisz-permetrin	78%	4,9%	5	78%	4,9%	5	ECD/MSD
transz-Permetrin	78%	4,9%	5	78%	4,9%	5	ECD/MSD
Béta-Ciflutrin I	78%	4,9%	5	78%	4,9%	5	ECD/MSD
Béta-Ciflutrin I	78%	4,9%	5	78%	4,9%	5	ECD/MSD
Cipermetrin I	78%	4,9%	5	78%	4,9%	5	ECD/MSD
Cipermetrin II	78%	4,9%	5	78%	4,9%	5	ECD/MSD
Cipermetrin III	78%	4,9%	5	78%	4,9%	5	ECD/MSD
Cipermetrin IV	78%	4,9%	5	78%	4,9%	5	ECD/MSD

2. Táblázat: Klórozott szénhidrogének és egyéb halogénezett növényvédőszeres visszanyerési eredményei talajmintákból



1. Ábra: Klórozott szénhidrogének és egyéb halogénezett növényvédőszer kromatogramja (GC-ECD)

6. KONKLÚZIÓ

A növényi mintákra (zöldségekre, gyümölcsökre) leírt QuEChERS módszer közvetlenül, változtatások nélkül nem adaptálható talajmintákra. A módszerünkben ismertetett módosítások után a második lépésben kiértékelt klórozott szénhidrogénekre és egyéb halogénezett hatóanyagokra viszonylag jó eredményeket kaptunk. A következő lépésben a GC/MS/SIS rendszerrel meghatározható környezetvédelmi szempontból rendkívül fontos triazin, klóracetanilid és tiolkarbamát csoportba tartozó hatóanyagok következnek, majd utolsónak az LC/MS/MS rendszerrel kiértékelhető rendkívül széles hatóanyagspektrumot felölelő csoport következik. A vizsgálati sorozat végén lehet egységes formába önteni a módszert és megtalálni azokat a pontokat, melyek behatárolják alkalmazhatóságát.

KÖSZÖNETNYILVÁNÍTÁS

A tanulmány/kutatómunka a TÁMOP-4.2.1.B-10/2/KONV-2010-0001 jelű projekt részeként – az Új Magyarország Fejlesztési Terv keretében – az Európai Unió támogatásával, az Európai Szociális Alap társfinanszírozásával valósul meg.

IRODALOM

- [1] ANASTASSIADES M, LEHOTAY SJ, STAJNBAHER D AND SCHENCK FJ:
Fast and easy multiresidue method employing acetonitrile extraction/partitioning and dispersive solid-phase extraction for the determination of pesticide residues in produce.
JAOAC Int 86(2) 412-31, 2003