

## Oznaczanie pozostałości pestycydów w żywności

### I. Część teoretyczna (do przypomnienia lub poszukania w dowolnej literaturze naukowej)

1. Podział pestycydów pod względem ich budowy chemicznej i zastosowania, przykłady
2. Zanieczyszczenie żywności przez pozostałości pestycydów
3. Działanie pestycydów na organizm ludzki
4. Metody oznaczania pozostałości pestycydów – techniki przygotowania próbek do analizy, stosowane metody instrumentalne

### II. Część doświadczalna

#### A. Przygotowanie próbki do oznaczania pozostałości pestycydów metodą QuEChERS

1. Przygotowanie próbki: reprezentatywną próbkę odpowiednio rozdrobnić (zetrzeć na tarce, posiekać, utrzeć w moździerzu, zemleć na młynku).
2. Odważyć 10 g próbki do plastikowych, zamykanych probówek typu Falcon o pojemności 50 ml. W przypadku próbek o małej zawartości wody odważyć od 2 do 5 g oraz dodać od 5 do 10 ml wody (wg wskazówek prowadzącej).
3. Dodać 10 ml acetonitrylu (odmierzonego pipetą). Wytrząsać energicznie przez około 1 min.
4. Dodać: 1 g NaCl, 1 g dwuwodnego cytrynianu sodu, 0,5 g wodorocytrynianu sodu, 4 g MgSO<sub>4</sub>. Po dodaniu każdej soli wytrząsnąć, po zakończeniu wytrząsać silnie jeszcze przez około 1 min.
5. Odwirować przez około 15 min w temp. 4°C przy szybkości około 3000 obr/min.
6. Z klarownego roztworu pobrać 6 ml (pipetą) do zamykanych plastikowych probówek typu Falcon o pojemności 15 ml.
7. Dodać 150 mg PSA oraz 900 mg MgSO<sub>4</sub>. W przypadku próbek o dużej zawartości chlorofilu dodać 45 mg GCB, dla próbek o wyższej zawartości tłuszczu lub obecności wosków roślinnych dodać 300 mg C<sub>18</sub>. Wytrząsnąć przez około 30 s (w przypadku dodatku GCB 2 min.)
8. Odwirować przez około 5 min w temp 4°C przy szybkości około 3000 obr/min.
9. Z klarownego roztworu pobrać (pipetą) 4 ml do szklanych fiolek o pojemności 4 ml.
10. Dodać 40 µl 5% roztworu HCOOH w acetonitrylu.
11. Odparować w temp. 40°C na bloku grzejnym do 1 ml.
12. Pobrać 1 µl strzykawką i zadozować do chromatografu.

#### B. Przygotowanie krzywej kalibracyjnej

1. Przygotować serię roztworów wzorcowych pestycydów o stężeniach: 0, 5, 30, 50, 100, 150 i 200 ng/ml, poprzez odpowiednie rozcieńczenie roztworu podstawowego o stężeniu 1 µg/ml. Jako rozpuszczalnika użyć heksanu. Objętość każdego roztworu powinna wynosić 1 ml.
2. Przygotowane roztwory poddać analizie metodą GC-MS.
3. Na podstawie pól powierzchni pików wzorców sporządzić krzywe kalibracyjne w układzie  $y = f(x)$ , gdzie  $x$  – stężenie danego związku w roztworze wzorcowym,  $y$  – sygnał (pole powierzchni pików danego związku).
4. Z krzywych kalibracyjnych obliczyć stężenie związków, a następnie ich zawartość w badanej próbce, uwzględniając jej masę, a także stosowane rozcieńczenia/zatężenia podczas przygotowywania próbki.
5. Porównać otrzymane wyniki z dopuszczalnymi wartościami (jeśli istnieją).