

## Mezőgazdasági termények peszticid extrakciójának összehasonlítása kézi rázási módszer és Geno/Grinder-es mechanikus rázási módszer alkalmazása esetén

A 2003-ban Anastassiades és Lehotay által kifejlesztett QuEChERS („quick, easy, cheap, effective, rugged and safe” azaz gyors, egyszerű, olcsó, hatékony, robusztus és biztonságos) bizonyítottan megfelelő és eredményes módszer a peszticidek mérésére különböző mezőgazdasági terményekben.



A zöldségekben és gyümölcsökben felhalmozódó peszticidek egészségkárosító hatása miatti félelmek növekedése következtében egyre nagyobb szükség van a termékek peszticid tartalmának meghatározására mielőtt a piacra kerülnének. A QuEChERS-módszer a hagyományos minta-előkészítési módszerekhez képest sokkal több minta elemzését teszi lehetővé rövidebb idő alatt. Ebben a tanulmányban eper, alma és zöldpaprika mintákat készítettünk elő elemzésre a hagyományos QuEChERS módszerrel és a Geno/Grinder alkalmazásával módosított módszerrel. A Geno/Grinder egy mechanikai roncsoló berendezés, mely gyors függőleges mozgás segítségével darálja és keveri az anyagokat. A két módszerrel előkészített minták GC-MS eredményeit hasonlítottuk össze.

### Mintaelőkészítés

A helyi szupermarketben vásárolt fagyasztott eper, alma és zöldpaprika mintákat szobahőmérsékletre való felolvasztás után 15 grammonként 50 ml-es centrifuga csövekbe mértünk. Minden gyümölcs illetve zöldség minta a terményre jellemző peszticidet tartalmazott; az eper és alma minták Flutianilt, a zöldpaprika pedig Etoxazole-t.

Az összes mintát tartalmazó csőbe 15 ml acetonnitrilt (mely 1% ecetsavat tartalmaz) adagoltunk. Az eper és alma mintákhoz 6,0 g vízmentes magnézium-szulfátot és 1,5 g nátrium-acetátot, a zöldpaprika mintákhoz 6,0 g vízmentes magnézium-szulfátot és 1,0 g nátrium-kloridot adtunk. A csöveket lezártuk és A és B részre osztottuk. Az A sorozatot kézzel ráztuk össze, a B sorozatot pedig a Geno/Grinder segítségével mechanikusan homogenizáltuk. Mindkét sorozat 5-7 mintából állt.

### 1. Módszer - kézi keverés

Az A sorozat mintáit (az eper, alma és zöldpaprika) kézzel ráztuk egy percen keresztül. Keverés és darálás

### 2. Módszer - mechanikus keverés

Két kerámia őrlő hengert (3/8" x 7/8") tettünk minden B sorozatú mintához. A csöveket lezártuk és a Geno/Grinderrel egy percen keresztül ráztuk 1500 löket/perc sebességgel.

## Clean up

Összerázás után az A és B sorozatú mintákat 3500 1/perc fordulaton 3 percig centrifugáltuk. Minden minta esetén a felül úszó folyadékból 12 ml-t 15 ml-es centrifuga csövekbe tettünk. A mintákhoz PSA (Primary Secondary Amine, 25 mg/ml minta), GCB (Graphitized Carbon Black, 5 mg/ml minta), és vízmentes magnézium-szulfátot (75 mg/ml minta) adtunk, és a csöveket lezártuk. Az A sorozat mintáit kézzel ráztuk 30 másodpercen keresztül. A B sorozatú mintákat a Geno/Grinderrel ráztattuk 1500 löket/perc sebességgel 30 másodpercig. A mintákat 3200-as fordulaton 30 mp-ig centrifugáltuk. A felülúszó folyadékot ismét eltávolítottuk és 15 ml-es centrifuga csövekbe töltöttük. Majd a csöveket óvatosan melegítve nitrogén áramban majdnem teljesen szárazra párologtattuk a mintákat. Ezután toluollal 1 ml-re egészítjük ki a minták térfogatát és belső standardot adtunk hozzájuk (CLPS-190). A mintákat GC-MS készülékkel SIM módszerrel analizáltuk.

## GC-MS

5972 detektorral felszerelt HP 5890 gázkromatográfiás készüléket használtunk a minták elemzéséhez. A GC-MS készülék HP 7673 GC/SFC injektorral és HP-5 kapilláris kolonnával volt felszerelve. A kemence kezdeti hőmérséklete 70 °C volt egy percig, majd 20 °C/perc sebességgel 230 °C-ra emeltük. MS: SIM mód, 35-450 m/z tartomány.

## Eredmények, kiértékelés

Az eredmények az 1. táblázatban láthatók. Mindhárom mátrix esetén a mért peszticid koncentráció magasabb volt mikor a minták rázásához a Geno/Grinder-t használtuk. Az eper és alma mintáknál a visszanyerés növekedése 18-20 % közötti. Mindkét gyümölcs Flutanilt tartalmazott. A zöldpaprika minták esetén az Etoxazole visszanyerése 35 %-kal nőtt.

Mátrix	Kézi összerázás			Geno/Grinder			Növekedés a Geno/Grinder használatával (%)
	Konc. (ppb)	Std. Dev.	RSD (%)	Konc. (ppb)	Std. Dev.	RSD (%)	
Eper	20	1,0	5	24	1,7	7	20
Alma	9	0,8	9	11	1,4	12	18
Paprika	17	2,5	15	23	2,4	10	35

**1. Táblázat: GC-MS eredmények összehasonlítása kézi és Geno/Grinderes mintaelőkészítés esetén**

Ezek az eredmények jelzik, hogy a Geno/Grinder használata növeli a peszticid extrakciót zöldség és gyümölcs mintákból. 1500 löket/perc beállítással a mintákat a teljes fel-le tartományban 1500-szor rázzuk össze egy perc alatt. Ezzel szemben egy laboratóriumi dolgozó egy mintát 1 perc alatt kb. 200-szor tud összerázni. A gyorsabb és erőteljesebb mozgásnak köszönhetően a Geno/Grinder-es keverés sokkal alaposabb, mint amit kézzel el lehetne érni, így nem meglepő, hogy az extrakció tökéletesebb

a kézi módszerhez képest. A csövekben elhelyezett két kerámia őrlő henger tovább növeli az extrakció hatékonyságát. A golyók megőrlik a gyümölcs vagy zöldség mintákat, növelve azok felületét, így elősegítve az alaposabb peszticid extrakciót a mátrixból. Valójában a Geno/Grinder-rel rázott minták sokkal homogénebbnek látszottak a kézzel összerázott mintákhoz hasonlítva. További előnye a Geno/Grinder használatának, hogy a mintaelőkészítés során kiküszöbölhetők vele az eltérő rázási technikákból adódó különbségek. Az összes minta ugyanolyan feltételek között rázható össze, mivel a rázási sebesség és a rázás ideje állítható a Geno/Grinder-en. Kézi rázás esetén azonban a rázási körülmények változhatnak, és ez kihat a minták homogenizáltságának eredményére. Ahogy a dolgozó fárad az egyre több minta rázásától, valószínűleg úgy lesz a rázás intenzitása egyre kisebb. Így a később készített minták nem lesznek olyan alaposan összerázva mint az elsők. Ha kettő vagy több ember készíti a mintákat, akkor is fenn áll a lehetősége annak, hogy nem ugyanolyan módon rázzák össze a mintákat. Ismételten, ez hatással lehet az extrakció hatékonyságára

Végül a Geno/Grinder alkalmazásával sokkal nagyobb teljesítmény érhető el. Míg egy laboratóriumi dolgozó 2-4 mintát (50 ml-es csövek) tud egyidejűleg kézzel összerázni, a Geno/Grinder 16-ot. Így adott idő alatt Geno/Grinder használatával sokkal több minta készíthető elő.

[NANOTEST Hungary Kft.](#)