

УДК:614.3:632.95:543.6

Юрій Баранов, Віолетта Демченко, Єва Засць, Ярослав Макарчук, Сергій Ольшевський

Державна установа «Інститут медицини праці імені Ю.І.Кундієва Національної академії медичних наук України», Україна

**АНАЛІТИЧНЕ ВИРІШЕННЯ ПРОБЛЕМИ ВИЗНАЧЕННЯ
МУЛЬТИЗАЛИШКІВ ПЕСТИЦИДІВ У ЗЕРНОВІЙ ПРОДУКЦІЇ**

Yurii Baranov, Violetta Demchenko, Yeva Zajets, Yaroslav Makarchuk, Serge Olszewski

**ANALYTICAL SOLUTION OF THE DETERMINATION PROBLEM
PESTICIDE MULTIRESIDUES IN CEREAL PRODUCTS**

В Україні зареєстровано та дозволено до використання в сільському господарстві понад 2000 пестицидних препаратів хімічного походження, майже третина з яких є сумішевими, що містять від двох до 5 діючих речовин (д. р.) [1].

Під час вирощування зернових культур за сучасними інтенсивними агротехнологіями передбачається поступове використання цілої низки пестицидних препаратів різного призначення (гербіциди, інсектициди, фунгіциди, регулятори росту рослин), починаючи з передпосівного протруювання насіння та завершуючи вже після збору врожаю його обробкою для зберігання.

Глобальна розповсюдженість в довіллі заборонених до використання декілька десятиліть тому ще за часів СРСР, а згодом – в Україні, хлорорганічних пестицидів (ХОП) [2] з числа стійких органічних забруднювачів (СОЗ) [3] та продуктів їх перетворення може спричинити наявність їх мультиміалішків у продукції агропромислового комплексу (АПК).

За результатами моніторингу стану довілля України в 2015 р. виявлено фонове забруднення сільськогосподарських земель стійкими ХОП [4]. У теперішній час накопичено переконливі свідчення, що сільськогосподарська продукція, отримана навіть за технологіями органічного землекористування може бути забруднена залишками ХОП [5].

Тобто існують усі передумови для забруднення зернової продукції мультиміалішками пестицидів не тільки тих, що були застосовані під час її отримання, а і тих, що були заборонені до використання в Україні.

Моніторинг основних кількісних та якісних показників безпеки зернової продукції, основної складової державного агроекспорту, та оперативне реагування на критичні показники є складовою системи продовольчої безпеки країни, враховуючи важливу роль зернового господарства в аграрному секторі України.

У представлених дослідженнях порівнювали сучасні методи визначення залишків пестицидів у зернової продукції: ДСТУ EN 12393-1,2,3:2003 «Продукти харчові нежирові. Визначення вмісту залишків пестицидів газохроматографічним методом» [6] та EN 15662:2007, EPA, Official Methods of Analysis of AOAC International, ed. 16, 17, 18 [7].

Експериментально було доведено, що метод EN 15662:2007 є значно більш експресним (потребує часу у 15–20 разів менше) та економічним (витрати реактивів менші майже у 30 разів). При цьому метрологічні характеристики методів суттєво не відрізняються і в обох випадках задовольняють вимогам санітарно-гігієнічного контролю. В той же час методика очистки екстрактів за методом EN 15662:2007 не забезпечувала в достатній мірі надійну ідентифікацію хлорорганічних пестицидів, їх токсиколого-гігієнічно значимих ізомерів та похідних.

Тому нами було проведено модифікацію методу EN 15662:2007, EPA, Official Methods Of Analysis of AOAC International, ed. 16, 17, 18 та на її основі розроблено методику визначення комплексу пестицидів в одному зразку зернової продукції та отримано її валідаційні характеристики.

Методика базується на екстракції компонентів із проб водним розчином ацетонітрилу, виморожуванні коекстрактивних речовин з ацетонітрильного розчину, концентруванні та подальшому очищенні екстракту методом твердофазної екстракції (ТФЕ) на оксиді алюмінію Al_2O_3 . Ідентифікацію та кількісне визначення цільових аналітів проводили методом газорідинної хроматографії та газової хромато-мас-спектрометрії (ГРХ/ДЕЗ/МС) на хроматографах «Кристал Люкс-4000М» та «Agilent 7890/MS».

Проведені дослідження дозволили покращити найбільш складний та витратний етап аналізу – пробопідготовку і забезпечили надійну ідентифікацію та кількісне визначення СОЗ у зерновій продукції.

Метод дозволяє визначити що найменш 17 ХОП, їх ізомерів та продуктів перетворення, що належать до стійких органічних забруднювачів – СОЗ.

Межа кількісного визначення (LOQ) – 0,001 мг/кг, відтворюваність (Rec.) – 70 – 80%, коефіцієнт варіації – не нижче 20%.

Подальші аналітичні дослідження довели можливість використання методики для визначення у зерновій продукції мультизалишків багатьох інших пестицидів з числа синтетичних піретроїдів, триазолів, фосфорорганічних пестицидів, карбаматів тощо.

Вважаємо, що розроблена методика в подальшому може стати основою для створення державного стандарту з контролю мультизалишків пестицидів у зерновій продукції у відповідності до сучасних міжнародних вимог.

Сподіваємось що наведені результати досліджень забезпечать виконання програм моніторингових досліджень забруднення залишками пестицидів об'єктів навколишнього середовища та оцінки якості продукції сільського господарства.

Посилання:

1. Перелік пестицидів і агрохімікатів, дозволених до використання в Україні. Офіційне видання. – Київ: Міністерство екології та природних ресурсів України, ТОВ «Юнівест Медіа», 2018. – 1040 с.

2. «Перелік пестицидів, заборонених до використання в сільському господарстві, що не можуть бути зареєстровані або перереєстровані в Україні», затверджений Державною комісією у справах випробувань і реєстрації засобів захисту та регуляторів росту рослин і добрив 5 серпня 1997 року, погоджений з Міністерством охорони здоров'я України, наказ від 05.08.1997 р.

3. Стокгольмская конвенция о стойких органических загрязнителях. – Женева : ЮНЕП, ООН, 2001. – 53 с.

4. Національна доповідь про стан навколишнього природного середовища в Україні у 2015 році. – К.: Міністерство екології та природних ресурсів України, ФОП Грінв Д. С. – 2017. – 308 с.

5. 2010 – 2011 Pilot Study Pesticide Residue Testing of Organic Produce. USDA National Organic Program. USDA Science and Technology Programs.- United States Department of Agriculture, Agricultural Marketing Service, November 2012.-34 p.

6. ДСТУ EN 12393-1,2,3:2003 Продукти харчові нежирові. Визначення вмісту залишків пестицидів газохроматографічним методом (EN 12393-2:1998, IDT).

7. EN 15662-2008 Foods of plant origin - Determination of pesticide residues using GC-MS and/or LC-MS/MS following acetonitrile extraction/partitioning and cleanup by dispersive SPE - QuEChERS-method. EN 15662-2008.