

Analýza pesticidů v ovoci a zelenině – postup práce

Ana Maria Miralles Marco, Ph.D.; Simona Rozárka Jílková, Ph.D.

ÚVOD

Protokol popisuje postup přípravy vzorků pro analýzu zbytků pesticidů v ovoci a zelenině s vysokým obsahem vody a nízkého obsahu tuku pomocí ultra vysokotlaké kapalinové chromatografie (UHPLC) spojené s detekcí pomocí vysokorozlišovací hmotnostní spektrometrie (HRMS).

MATERIÁL

Matrice

Uvedený postup je použitelný pro ovoce a zeleninu s vyšším obsahem vody jak 70 % a obsahem tuku nižším jak 10 %.

Chemikálie

- Methanol (MeOH)
- Voda
- Acetonitril (ACN)
- Kyselina octová
- Síran hořečnatý ($MgSO_4$)
- Chlorid sodný (NaCl)
- Primární a sekundární aminy (PSA)

Materiál

- 15 ml polypropylenové zkumavky
- 50 ml polypropylenové zkumavky
- 2 ml tmavé vialky
- Mixér
- Skleněné nádoby pro uchování potravin
- Analytické váhy
- Třepačka
- Centrifuga
- Koncentrátor LabEva

POSTUP PRÁCE

Mixování jídla

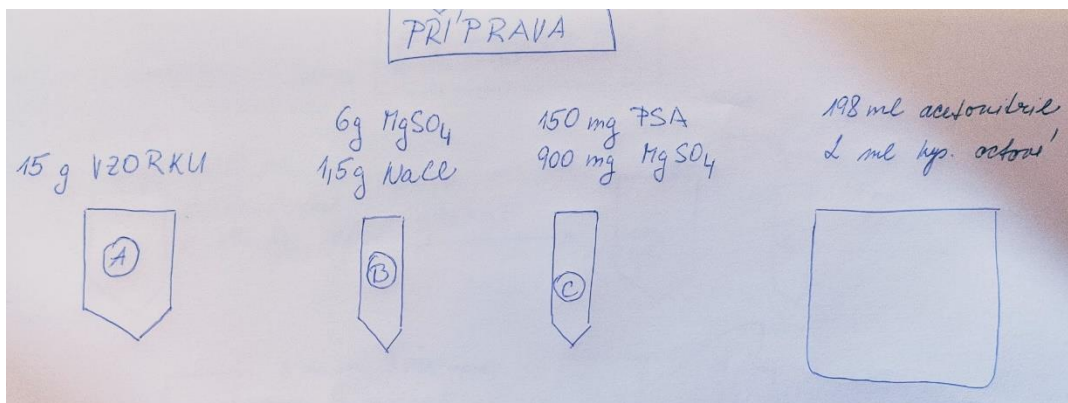
- Vyčistěte mixér methanolem.
- Nakrájejte vzorky na větší kousky a vložte do mixéru.
- Mixujte 1-2 minuty dokud vzorek nebude homogenizován.
- Přemístěte vzorek do skleněné nádoby a uchovejte v mrazáku do dalšího kroku.



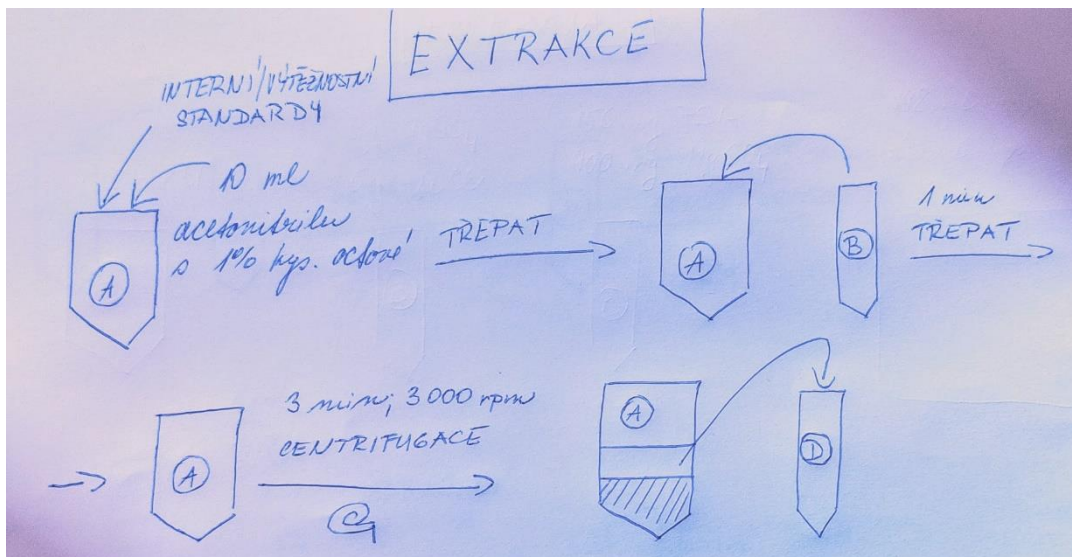


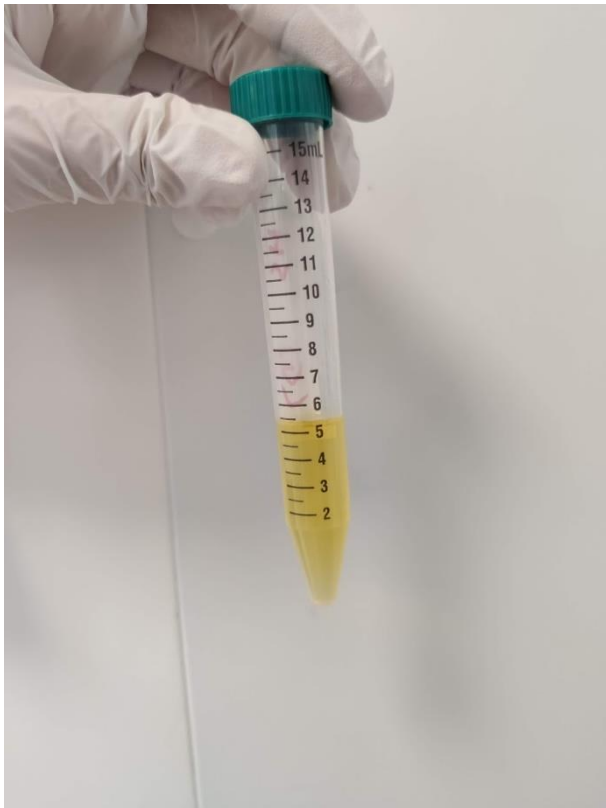
Extrakce

- Navažte 15 g vzorku do 50 ml zkumavky (A).
- Navažte 6 g $MgSO_4$ a 1,5 g NaCl do 15 ml zkumavky (B).
- Navažte 150 mg primárních a sekundárních aminů a 900 mg $MgSO_4$ do 15 ml zkumavky (C).



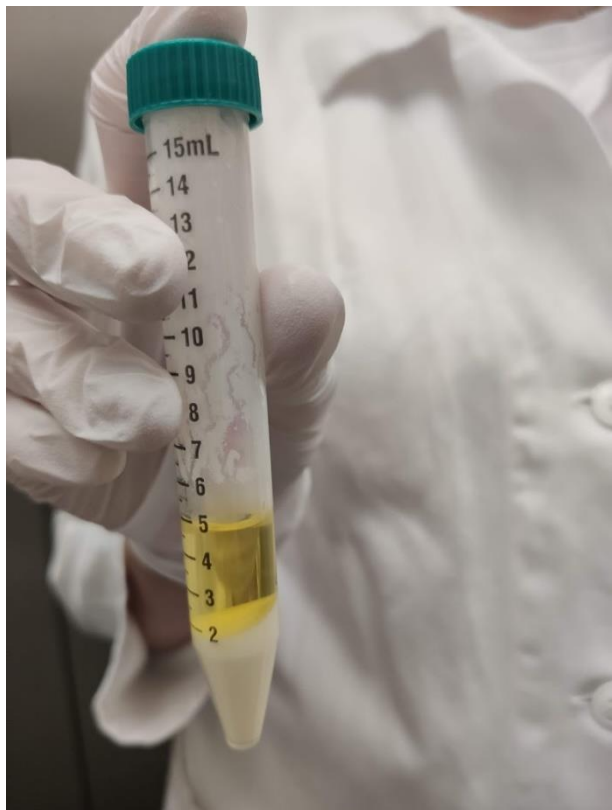
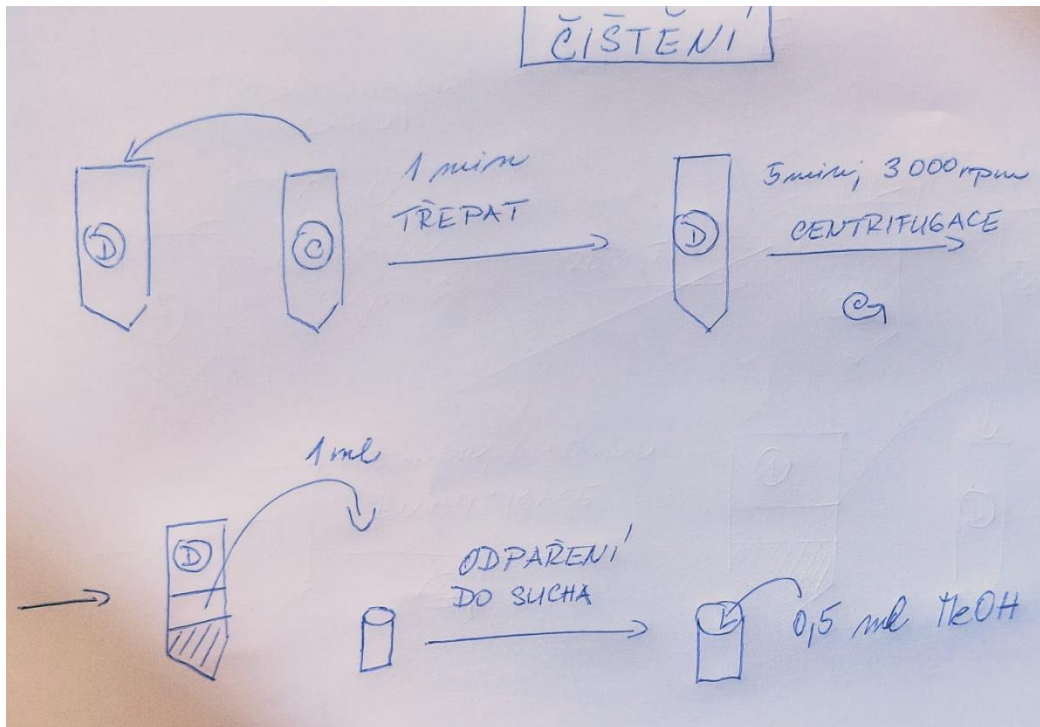
- Přidejte interní/výtěžnostní standardy ke vzorku (zkumavka A).
- Přidejte 10 ml roztoku acetonitrilu s 1 % kyseliny octové (198 ml acetonitriliu a 2 ml kyseliny octové) do zkumavky A a protřepejte ručně.
- Přidejte obsah zkumavky B do zkumavky A.
- Třepejte zkumavkou A 1 minutu.
- Vzorek vložte do centrifugy na 3 minuty (3 000 rpm).
- Odeberte 5 ml extraktu do 15 ml zkumavky (D).





Čištění

- Přidejte obsah zkumavky C do zkumavky D.
- Třepejte zkumavku D 1 minutu.
- Vzorek vložte do centrifugy na 5 minuty (3 000 rpm).
- Odeberte 1 ml čistého extraktu do 2 ml tmavé vialky.
- Odpařte vzorek pod proudem dusíku do sucha a přidejte 0,5 ml MeOH.
- Vzorek skladujte v mrazáku do analýzy.





Analýza

Obsah pesticidů ve vzorcích bude změřen pomocí ultra vysokotlaké kapalinové chromatografie (UHPLC) spojené s detekcí pomocí vysokorozlišovací hmotnostní spektrometrie (HRMS).