

ANGELIKA BEYER, MAREK BIZIUK

Katedra Chemii Analitycznej  
Politechnika Gdańska

## PORÓWNANIE TECHNIK OCZYSZCZANIA EKSTRAKTÓW Z ŻYWNOCI ZAWIERAJĄCEJ PESTYCYDY CHLOROORGANICZNE ORAZ ANALITY Z GRUPY PCB\*

**Streszczenie.** W pracy przedstawiono wyniki badań dotyczących opracowania metody oczyszczania ekstraktów z żywności o zawartości tłuszczu od 10 do 13% opartej na technice ekstrakcji do fazy stałej (ang. SPE – *Solid Phase Extraction*) przy jakościowym i ilościowym oznaczaniu związków chloroorganicznych. W tym celu porównano odzyski wybranych analitów chloroorganicznych w przypadku zastosowania różnych rozpuszczalników na etapie izolacji analitów z matrycy oraz w przypadku oczyszczania ekstraktów z zastosowaniem różnych technik. Na etapie oczyszczania ekstraktu stosowano technikę SPE bądź technikę SPE poprzedzoną wymrażaniem lub zastosowaniem stężonego kwasu siarkowego. Największe odzyski związków chloroorganicznych uzyskano, stosując mieszaninę acetonitryl-woda (95:5, v/v) na etapie izolacji analitów z matrycy oraz LC-Florisil jako sorbent do oczyszczania ekstraktu. Ponadto zastosowanie wymrażania zamiast kwasu siarkowego pozwoliło na otrzymanie większych odzysków pestycydów chloroorganicznych.

**Słowa kluczowe:** pestycydy chloroorganiczne, polichlorowane bifenyle, PCB, ekstrakcja do fazy stałej, żywność

### Wstęp

Pestycydy chloroorganiczne oraz anality z grupy polichlorowanych bifenyli (PCB) są syntetycznymi związkami chemicznymi wprowadzonymi do środowiska naturalnego przez człowieka. Są to ksenobiotyki stanowiące szczególne zagrożenie dla zdrowia i życia ludzi oraz zwierząt. Najistotniejsze właściwości pestycydów chloroorganicznych i związków z grupy polichlorowanych bifenyli, uzasadniające podjęcie tematu oznaczania zawartości tych związków w żywności, to (PESTYCYDY... 2001, FALANDYSZ 1999):

---

\*Badania były finansowane z funduszy KBN, grant promotorski nr N N312 3005 35.

- zdolność wywoływania efektów toksycznych,
- trwałość w środowisku,
- zdolność biokumulacji, szczególnie w tkankach tłuszczowych,
- zdolność transportu atmosferycznego na duże odległości,
- zdolność wywoływania niekorzystnych skutków w środowisku i dla człowieka zarówno w pobliżu, jak i w dużej odległości od źródła zanieczyszczenia.

Naturalną konsekwencją powinowactwa do tłuszczów i trwałości związków chloroorganicznych jest ich nagromadzenie w różnych elementach środowiska, dlatego też ważna jest stała kontrola ich obecności, szczególnie w glebach, roślinach, ale przede wszystkim w produktach rolniczych i spożywczych. W ostatnich latach organizacje stanowiące regulacje prawne dotyczące dopuszczalnej pozostałości związków chloroorganicznych, m.in. w żywności, kładą coraz większy nacisk na rozwój i zastosowanie metod i technik analitycznych pozwalających na oznaczanie w próbkach możliwie dużej liczby tych związków na możliwie niskim poziomie (BEYER i BIZIUK 2008 b).

Oznaczanie związków chloroorganicznych w próbkach żywności napotyka jednak liczne trudności związane z niewielką zawartością analitów przy jednoczesnym dużym stężeniu substancji przeszkadzających, takich jak tłuszcz czy woda. Podstawowym etapem w analizie żywności pod kątem zawartości pestycydów chloroorganicznych i polichlorowanych bifenyli jest w związku z tym przygotowanie próbki polegające przede wszystkim na wzbogaceniu analitów, a także na usunięciu substancji przeszkadzających (BEYER i BIZIUK 2008 a).

W przypadku analizy próbek żywności nie bez znaczenia pozostaje też rodzaj analizowanej żywności, przede wszystkim zawartość tłuszczów, które mogą być współekstrahowane i w konsekwencji utrudniają analizę chromatograficzną. W tabeli 1 przedstawiono kilka najczęściej stosowanych podziałów żywności według zawartości tłuszczów.

Tradycyjne podejście w przypadku analizy próbek żywności o zawartości tłuszczu powyżej 2% pod kątem zawartości substancji niepolarnych wymaga użycia na etapie ekstrakcji analitów z matrycy takich rozpuszczalników, jak heksan, aceton, octan etylu czy dichlorometan w celu rozpuszczenia tłuszczu (FIDALGO-USED i IN. 2003, RAMOS i IN. 2007). Jednak kolejny etap to czasochłonne oczyszczanie ekstraktu w związku z współekstrakcją dużych ilości tłuszczu. W żywności o zawartości powyżej 20% tłuszczu występują przede wszystkim anality niepolarne, stąd stosowanie niepolarnego rozpuszczalnika na etapie izolacji, natomiast, w próbkach żywności o zawartości tłuszczu 2-20% mogą występować pozostałości zarówno polarnych, jak i niepolarnych analitów, stąd pomysł, aby do ekstrakcji analitów zastosować acetonitryl, w którym rozpuszczają się anality o szerokim spektrum polarności i tylko częściowo tłuszcz, dzięki czemu nie jest konieczne wieloetapowe oczyszczanie.

W ramach niniejszej pracy poddano analizie próbki tkanki mięśniowej śledzia (*Clupea harengus*) o zawartości tłuszczu 10-13%. Na etapie izolacji analitów chloroorganicznych z matrycy sprawdzono możliwość zastosowania różnych rozpuszczalników, a także różne sposoby oczyszczania ekstraktów. Celem pracy było opracowanie metody oczyszczania ekstraktów z żywności o małej zawartości tłuszczu (do 20%) tak, aby możliwe było jakościowe i ilościowe oznaczenie związków chloroorganicznych.

Tabela 1. Klasyfikacja żywności według zawartości tłuszczów  
Table 1. Food classification according to fat content

Rodzaj żywności	Zawartość tłuszczu (%)	Przykładowe produkty
Zgodnie z eNUJAG...		
Produkty o bardzo małej zawartości tłuszczu	0-3	Mleko chude, twaróg chudy, kefir, pieczywo, polędwica, warzywa, owoce, grzyby
Produkty o małej zawartości tłuszczu	3-10	Polędwica, cielęcina, wołowina, kurczak, indyk, dorsz, ryby słodkowodne, podroby, produkty zbożowe, mleko pełne, lody, jogurty, twarożki
Produkty o dużej zawartości tłuszczu	10-25	Wieprzowina, baranina, gęś, kaczka, kielbasy, śledź, makrela, jaja, sery tłuste, śmietana, twarogi tłuste, pieczywo cukiernicze
Produkty o bardzo dużej zawartości tłuszczu	25-30	Śmietana kremowa, sery żółte, węgorz, metka, parówki, wafle nadziewane
Tłuszcze stołowe o zmniejszonej kaloryczności	45-55	Margaryny „niskokaloryczne”
Tłuszcze jadalne	75-100	Masło, margaryny, słonina, smalec, oleje roślinne, oliwa
Zgodnie z PESTICIDE... (1994)		
Żywność niezawierająca tłuszczu (ang. <i>non-fat foods</i> )	< 2	Warzywa, owoce, grzyby
Żywność tłusta (ang. <i>fatty food</i> )	≥ 2	Orzechy, mleko, ryby, owoce morza, drób, wieprzowina, wołowina, jaja, produkty zbożowe, oleje roślinne i tłuszcz zwierzęcy
Zgodnie z LEHOTAY i IN. (2005)		
Żywność niezawierająca tłuszczu (ang. <i>non-fat food</i> )	< 2	Warzywa, owoce, grzyby
Żywność o małej zawartości tłuszczu (ang. <i>low-fat food</i> )	2-20	Orzechy, mleko, ryby, owoce morza, drób, wieprzowina, wołowina, jaja, produkty zbożowe
Żywność o dużej zawartości tłuszczu (ang. <i>high-fat food</i> )	> 20	Oleje roślinne i tłuszcz zwierzęcy

## Materiały

### Odczynniki

Rozpuszczalniki organiczne (*n*-heksan, aceton, izooktan i acetonitryl) o czystości do chromatografii gazowej – E. Merck (Darmstadt, Niemcy).

Roztwory wzorcowe pestycydów:  $\gamma$ -HCH (lindan), aldryny, endryny,  $\alpha$ -endosulfanu, p,p'-DDT, p,p'-DDE, mireksu, heksachlorobenzenu (HCB) oraz polichlorowanych bifenili (IUPAC nr 28, 52, 101, 118, 138, 153, 180 i 209), wszystkie w izooktanie, o stęże-

niu 100 µg/ml – LGC Standards (Teddington, UK). Z roztworów wzorcowych sporządzono mieszaniny wzorcowe o stężeniach: 0,025, 0,1, 0,25, 0,5, 1 i 2,5 µg/ml w izooktanie. Mieszaniny te były używane do przygotowania wzbogaconych próbek ryb w celu oceny efektywności procesu oczyszczania. Roztwory wzorcowe pojedynczych analitów oraz mieszaniny wzorcowe były przechowywane w temperaturze –23°C.

### **Aparatura**

Strzykawki: 5, 10, 50 i 100 µl – Hamilton (Bonaduz, Szwajcaria).

Mineralizator mikrofalowy Mars 5 – CEM Corporation (Matthews, NC, USA).

Zestaw do oczyszczania ekstraktów i wzbogacania analitów Baker spe 12 – J.T. Baker (Deventer, Holandia) używany z kolumnkami sorpcyjnymi zawierającymi złoża LC-Florisil (2 g) – Supelco (Bellefonte, PA, USA). Wyboru kolumnek LC-Florisil dokonano po wcześniejszym określeniu przydatności i zakresu zastosowania kolumnek sorpcyjnych zawierających złoża różnych sorbentów wykorzystywanych do oczyszczania ekstraktów z żywności o zawartości do 20% tłuszczu z wykorzystaniem techniki ekstrakcji do fazy stałej (wyniki te nie zostały przedstawione).

Zestaw do odparowywania rozpuszczalników w strumieniu azotu Turbovap LV firmy Caliper LifeSciences (Hopkinton, MA, USA) (40°C) używany do wzbogacania/odparowywania rozpuszczalników organicznych.

Chromatograf gazowy GC 6000 VEGA – Carlo Erba (Milan, Włochy) z detektorem wychwytu elektronów ECD – Finnigan (Waltham, MA, USA). Wyboru kolumny do rozdzielania i oznaczania pestycydów i analitów z grupy PCB dokonano na podstawie danych literaturowych i wcześniejszego doświadczenia. Zastosowano kolumnę kapilarną ZB-5MS (długość kolumny: 30 m; średnica wewnętrzna: 0,25 mm, grubość fazy stałej: 0,25 µm) – Phenomenex (Torrance, USA) z 5-metrową przedkolumną.

### **Metody**

#### **Przygotowanie próbek żywności**

Próbki tkanki mięśniowej śledzi o średniej zawartości wody około 70% i tłuszczu 10-13% były rozdrobnione za pomocą homogenizatora laboratoryjnego. Do rozdrobnionej próbki o wadze około 1 g dodawano 0,1 ml odpowiedniego roztworu wzorcowego, następnie dokładnie mieszano za pomocą szklanej bagietki i pozostawiano na noc w lodówce (w celu lepszego związania analitów z matrycą).

#### **Ekstrakcja za pomocą rozpuszczalnika wspomaganą promieniowaniem mikrofalowym (ang. MAE – *Microwave Assisted Extraction*)**

Ekstrakcję z wcześniej przygotowanej i wzbogaconej próbki przeprowadzano za pomocą 8 ml *n*-heksanu lub mieszaniny acetonitryl–woda (95:5, v/v) w 100°C w czasie 10 min. Po schłodzeniu naczyń ekstrakcyjnych do około 30°C ekstrakty były filtrowane przez filtr papierowy z bezwodnym siarczanem sodu (w celu usunięcia wody). Następnie w przypadku zastosowania mieszaniny ekstrakcyjnej acetonitryl–woda rozpuszczalniki usuwano w strumieniu azotu, a pozostałość rozpuszczano w 1 ml *n*-heksanu. Tak przygotowane ekstrakty oczyszczano.

### Oczyszczanie ekstraktów

Ekstrakty otrzymane w wyniku izolacji prowadzonej za pomocą *n*-heksanu, w związku z faktem, iż rozpuszczalnik ten bardzo dobrze rozpuszcza tłuszcze, wymagały wieloetapowego oczyszczania. Jako pierwszy etap oczyszczania zastosowano dodatek stężonego kwasu siarkowego (VI), następnie zastosowano technikę ekstrakcji do fazy stałej (ang. SPE – *Solid Phase Extraction*) na złożu LC-Florisil. W przypadku zastosowania stężonego kwasu siarkowego (VI) zachodzi reakcja utleniającej dehydratacji. Prowadzi to do przejścia przereagowanych tłuszczów do fazy nieorganicznej (dolnej), a oznaczanych analitów – do fazy organicznej (górnej). Technika sprowadza się do dodania stężonego kwasu do ekstraktów, wstrząśnięcia, pozostawienia do rozwarstwienia i zebrania górnej warstwy. Kolejnym etapem może być ekstrakcja techniką SPE. Przed użyciem każda kolumnienka sorpcyjna była kondycjonowana za pomocą 12 ml *n*-heksanu. Po zadozowaniu na nią ekstraktu anality były wymywane za pomocą 2 × 5 ml mieszaniny *n*-heksan-aceton (9:1, v/v). Eluent był następnie odparowywany w strumieniu azotu i zamieniony na 0,5 ml izooktanu.

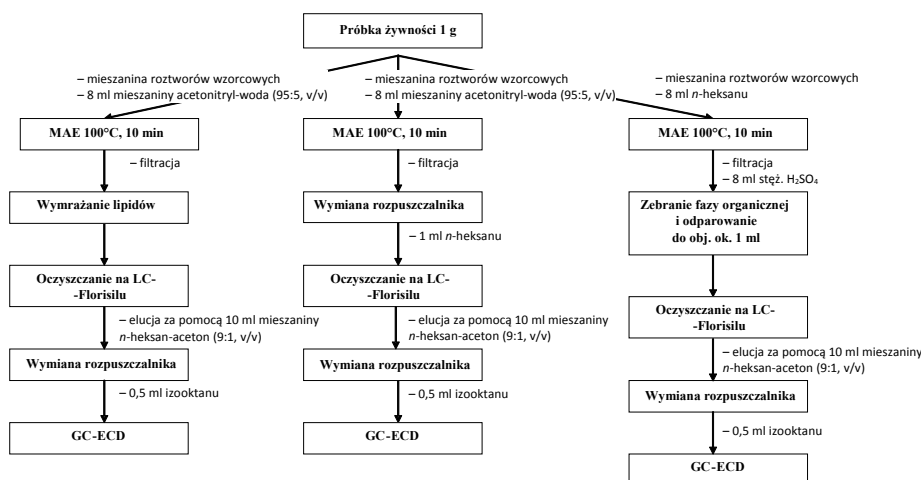
Nawet pomimo małej rozpuszczalności tłuszczów w acetonitrylu ekstrakty po izolacji za pomocą mieszaniny acetonitryl-woda również wymagały oczyszczania przed analizą chromatograficzną. Ekstrakty te były oczyszczane dwuetapowo. Pierwszym etapem było wymrażanie lipidów (ang. *freezing out*), a drugim – technika SPE na złożu LC-Florisil (jak opisano wyżej). Wymrażanie lipidów polegało na wstawieniu ekstraktów na 30 min do zamrażalnika (ok. -23°C) i natychmiastowym przefiltrowaniu zimnego ekstraktu przez filtr papierowy (tłuszcz utworzył żółte złoże i można go było łatwo oddzielić od rozpuszczalnika). Tę czynność powtarzano.

Sprawdzano również, czy w przypadku ekstraktów po izolacji mieszaniną acetonitrylu i wody, w związku z faktem, że zawierały one mniej tłuszczu niż ekstrakty heksanowe, wystarczy oczyszczanie wyłącznie za pomocą techniki SPE na złożu LC-Florisil (jak opisano wyżej).

### Etap oznaczeń końcowych

Analizę jakościową i ilościową związków w czasie oznaczeń końcowych prowadzono metodą wzorca zewnętrznego, porównując czasy retencji odpowiedniego związku w mieszaninie wzorcowej i w próbce (analiza jakościowa) oraz powierzchnię piku wzorca o znanym stężeniu z powierzchnią piku tego samego związku w ekstrakcie (analiza ilościowa). Do oznaczeń końcowych zastosowano chromatograf gazowy GC z detektorem wychwyty elektronów (ang. ECD – *Electron Capture Detector*). Jako gaz nośny używany był wodór (z generatora wodoru) o stałym przepływie 1 ml/min. Temperatura dozownika oraz początkowa temperatura kolumny w programie temperaturowym wynosiła 80°C. Następnie temperaturę podnoszono do 180°C (15°C/min), a później do 300°C (10°C/min) i ta temperatura była utrzymywana przez 3 min. Próbkę ekstraktu o objętości 2 µl dozowano w sposób bezpośredni do kolumny (dozownik typu *on column*). Temperatura pracy detektora wynosiła 350°C.

Na rysunku 1 przedstawiono schemat przygotowania próbki do analizy.



Rys. 1. Schemat przygotowania próbki do analizy

Fig. 1. The scheme of sample preparation

## Wyniki i dyskusja

### Ekstrakcja i oczyszczanie ekstraktów

Zgodnie z zaleceniami producenta aparatu, ekstrakcji za pomocą rozpuszczalnika wspomaganego promieniowaniem mikrofalowym poddawano próbkę o masie około 1 g. Proces izolacji analitów z matrycy prowadzono w temperaturze 100°C przez 10 min.

Zazwyczaj anality niepolarne z próbek zawierających znaczne ilości tłuszczów izolowano za pomocą niepolarnych rozpuszczalników, takich jak *n*-heksan lub chloroform (FALANDYSZ i IN. 2004, RAMOS i IN. 2007). Jednak w przypadku takiego podejścia duże ilości substancji przeszkadzających, które należy usunąć przed analizą chromatograficzną, są współekstrahowane. Ekstrakcja za pomocą *n*-heksanu wspomaganą promieniowaniem mikrofalowym pozwoliła na uzyskanie odzysków analitów od 60% (aldryna) do 106% (lindan) (średnio 81%), jednak otrzymane ekstrakty wymagały dwuetapowego oczyszczania (zgodnie z rys. 1). Pierwszym etapem było zastosowanie stężonego kwasu siarkowego (VI), a drugim – technika ekstrakcji do fazy stałej na złożu LC-Florisil (krzemian magnezu). Kolumnienka sorpcyjna zawierająca złożo LC-Florisil została wybrana na podstawie danych literaturowych (PAPADAKIS i IN. 2006, AMVRAZI i ALBANIS 2006) oraz wcześniejszych eksperymentów.

Z powodu dużych ilości tłuszczu, który był współekstrahowany w przypadku ekstrakcji *n*-heksanem, sprawdzono przydatność innych rozpuszczalników.

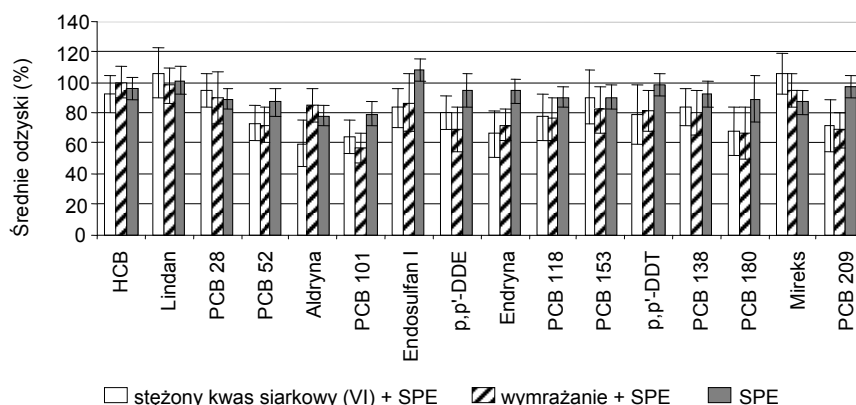
Tłuszcze nie rozpuszczają się dobrze w acetonitrylu czy wodzie bądź w ich mieszaninie, zazwyczaj formują cienki tłusty film na ich powierzchni albo emulsję w trakcie ekstrakcji. Substancje lipofilowe częściowo dzielą się między nierozpuszczone tłuszcze a rozpuszczalnik, co prowadzi do niewielkich odzysków tych analitów. Jeśli jednak zawartość tłuszczów nie jest zbyt duża, mogą one rozpuścić się w acetonitrylu, wtedy

odzyski analitów lipofilowych są większe. Z tego powodu acetonitryl znalazł zastosowanie jako rozpuszczalnik do ekstrakcji analitów lipofilowych z żywności o małej zawartości tłuszczu (ARGAUER i IN. 1997, CHEN i IN. 2009). W przypadku zastosowania mieszaniny acetonitryl-woda (95:5, v/v) do ekstrakcji oraz dwuetapowego oczyszczania ekstraktów (1 – wymrażanie lipidów, 2 – technika SPE) uzyskano odzyski analitów od 56% (PCB 101) do 100% (HCB) (średnio 80%).

Sprawdzono również, czy możliwe będzie ilościowe i jakościowe oznaczenie analitów chloroorganicznych w przypadku ekstrakcji za pomocą mieszaniny acetonitryl-woda (95:5, v/v) i jednoetapowego oczyszczania na złożu LC-Florisil. Zaobserwowano gorsze oczyszczenie ekstraktu (więcej pików pochodzących od substancji przeszkadzających), jednak większe odzyski związków chloroorganicznych (średnio 92%) z zastosowaniem wyłącznie techniki SPE, niż w przypadku zastosowania dodatkowo techniki wymrażania. Zastosowanie wyłącznie LC-Florisilu umożliwiło otrzymanie ekstraktów, które można było poddać analizie chromatograficznej, a odzyski analitów wynosiły od 78% (aldryna) do 108% ( $\alpha$ -endosulfan) (średnio 92%).

Na rysunku 2 przedstawiono odzyski analitów w przypadku zastosowania różnych sposobów oczyszczania ekstraktu.

Etap oczyszczania za pomocą techniki SPE na złożu LC-Florisil można uznać za wystarczający dla próbek żywności o małej zawartości tłuszczu (2-20%) po ekstrakcji mieszaniną acetonitryl-woda (95:5, v/v).



Rys. 2. Efektywność etapu oczyszczania

Fig. 2. Efficiency of clean-up step

### Zapewnienie i kontrola jakości (QA/QC)

W celu zapewnienia i kontroli jakości analizowano próbki z dodatkiem wzorców, próbki bez dodatku wzorców oraz ślepe próby. Identyfikacji analitów dokonano na podstawie czasów retencji wzorców.

Próbki tkanki mięśniowej ryby z dodatkiem analitów chloroorganicznych były analizowane czterokrotnie. Na rysunku 2 przedstawiono średnie odzyski analitów oraz odchylenia standardowe (RSD).

## Wnioski

Działania prowadzone w kierunku dobrania optymalnych warunków etapu oczyszczania ekstraktów z żywności w celu oznaczenia analitów z grupy polichlorowanych bifenyle i pestycydów chloroorganicznych pozwoliły na wyciągnięcie następujących wniosków:

1. *n*-Heksan można zastosować jako rozpuszczalnik do ekstrakcji związków chloroorganicznych z żywności o małej zawartości tłuszczu (do 20%), jednak należy zastosować wieloetapowe oczyszczanie tak otrzymanego ekstraktu (np. działanie stężonym kwasem siarkowym (VI)) i technikę ekstrakcji do fazy stałej.

2. Zastosowanie acetonitrylu lub jego mieszaniny z wodą na etapie izolacji analitów z matrycy ogranicza współekstrakcję niepolarnych substancji przeszkadzających w stopniu umożliwiającym zastosowanie jednoetapowego oczyszczania (np. techniką SPE na złożu LC-Florisil).

3. Wprowadzenie dodatkowej techniki na etapie oczyszczania – wymrażania bądź dodatku stężonego kwasu siarkowego (VI) – poprawia efektywność oczyszczania, jednak można zaobserwować zmniejszenie odzysku analitów, a w przypadku stężonego kwasu siarkowego (VI) również degradację niektórych pestycydów (np. aldryny, endryny i  $\alpha$ -endosulfanu).

## Literatura

- AMVRAZI E.G., ALBANIS T.A., 2006. Multiresidue method for determination of 35 pesticides in virgin olive oil by using liquid-liquid extraction techniques coupled with solid-phase extraction clean up and gas chromatography with nitrogen phosphorus detection and electron capture detection. *J. Agric. Food Chem.* 54, 26: 9642-9651.
- ARGAUER R.J., LEHOTAY S.J., BROWN R.T., 1997. Determining lipophilic pyrethroids and chlorinated hydrocarbons in fortified ground beef using ion-trap mass spectrometry. *J. Agric. Food Chem.* 45, 10: 3936-3939.
- BEYER A., BIZIUK M., 2008 a. Applications of sample preparation techniques in the analysis of pesticides and PCBs in food. *Food Chem.* 108, 2: 669-680.
- BEYER A., BIZIUK M., 2008 b. Polish regulations, comparing with European Union legislation, relating to pesticides content in foodstuffs. *Ecol. Chem. Eng. Ser. S* 15, 1: 29-42.
- CHEN S., YUA X., HEA X., XIEA D., FANA Y., PENG J., 2009. Simplified pesticide multiresidues analysis in fish by low-temperature cleanup and solid-phase extraction coupled with gas chromatography/mass spectrometry. *Food Chem.* 113, 4: 1297-1300.
- eNUJAG – eNutrition for Jagiellonian University. [[http://www.e-nujag.cm-uj.krakow.pl/materialy/zp\\_SUM1.pdf](http://www.e-nujag.cm-uj.krakow.pl/materialy/zp_SUM1.pdf)].
- FALANDYSZ J., 1999. Polichlorowane bifenyle (PCBs) w środowisku: chemia, analiza, toksyczność, stężenia i ocena ryzyka. Fundacja Rozwoju Uniwersytetu Gdańskiego, Gdańsk.
- FALANDYSZ J., WYRZYKOWSKA B., WARZOCHA J., BARSKA I., GARBACIK-WESOŁOWSKA A., SZEFER P., 2004. Organochlorine pesticides and PCBs in perch *Perca fluviatilis* from the Odra/Oder river estuary, Baltic Sea. *Food Chem.* 87, 1: 17-23.
- FIDALGO-USED N., CENTINEO G., BLANCO-GONZALEZ E., SANZ-MEDEL A., 2003. Solid-phase microextraction as a clean-up and preconcentration procedure for organochlorine pesticides determination in fish tissue by gas chromatography with electron capture detection. *J. Chromatogr. Ser. A* 1017, 1: 35-44.



Beyer A., Biziuk M., 2009. Porównanie technik oczyszczania ekstraktów z żywności zawierającej pestycydy chloroorganiczne oraz anality z grupy PCB. *Nauka Przyr. Technol.* 3, 4, #125.

---

- LEHOTAY S.J., MASTOVSKA K., YUN S.J., 2005. Evaluation of two fast and easy methods for pesticide residue analysis in fatty food matrices. *J. Assoc. Offic. Agric. Chem. Int.* 88, 2: 630-638.
- PAPADAKIS E.N., VRYZAS Z., PAPADOPOULOU-MOURKIDOU E., 2006. Rapid method for the determination of 16 organochlorine pesticides in sesame seeds by microwave-assisted extraction and analysis of extracts by gas chromatography–mass spectrometry. *J. Chromatogr. Ser. A* 1127, 1-2: 6-11.
- PESTICIDE analytical manual. Vol. 1. Multiresidue methods. 1994. Food and Drug Administration, U.S. Department of Health and Human Services, Washington, DC.
- PESTYCYDY, występowanie, oznaczanie i unieszkodliwianie. 2001. Red. M. Biziuk. WN-T, Warszawa.
- RAMOS J.J., DIETZ C., GONZALEZ M.J., RAMOS L., 2007. Miniaturised selective pressurised liquid extraction of polychlorinated biphenyls from foodstuffs. *J. Chromatogr. Ser. A* 1152, 1-2: 254-261.

#### THE COMPARISON OF TECHNIQUES FOR THE CLEAN-UP OF FOOD EXTRACTS CONTAINING ORGANOCHLORINE PESTICIDES AND POLYCHLORINATED BIPHENYLS

**Summary.** The research results concerning the development of a procedure for the low-fat food extracts (10-13% fat content) clean-up for the multiresidue analysis of organochlorine pesticides and polychlorinated biphenyls has been presented. The procedure is based on solid phase extraction (SPE) after the microwave-assisted extraction (MAE) of food samples. In order to do this the recoveries of chloroorganic analytes in case of the usage of different extractors and different clean-up techniques were compared. Interferents were removed by SPE technique, the freezing-out followed by SPE or the treatment with H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> followed by SPE. The biggest recoveries for chloroorganic analytes after extraction with an acetonitrile-water (95:5, v/v) mixture and purification using LC-Florisisil in SPE technique were obtained. Moreover freezing-out in place of the treatment with H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> has enabled to obtain bigger recoveries of organochlorine pesticides.

**Key words:** organochlorine pesticides, polychlorinated biphenyls, PCBs, solid phase extraction, food

*Adres do korespondencji – Corresponding address:*

*Angelika Beyer, Katedra Chemii Analitycznej, Politechnika Gdańska, ul. Narutowicza 11/12, 80-233 Gdańsk, Poland, e-mail: angelika.beyer@gmail.com*

*Zaakceptowano do druku – Accepted for print:*

*7.10.2009*

*Do cytowania – For citation:*

*Beyer A., Biziuk M., 2009. Porównanie technik oczyszczania ekstraktów z żywności zawierającej pestycydy chloroorganiczne oraz anality z grupy PCB. *Nauka Przyr. Technol.* 3, 4, #125.*