

Celem niniejszej rozprawy doktorskiej było opracowanie metody oznaczania pozostałości pestycydów chloroorganicznych, fosforoorganicznych i karbaminianów w próbkach żywności pochodzenia roślinnego i zwierzęcego o dużej zawartości tłuszczu, takich jak oliwki, rzepak, awokado, tkanki ryb oraz wątroba kurza. Pozostałości pestycydów ekstrahowane były z użyciem zmodyfikowanej metody QuEChERS (Quick, Easy, Cheap, Effective, Rugged and Safe), dostosowanej do próbek o wysokiej zawartości tłuszczu, ze zwróceniem szczególnej uwagi na etap ich oczyszczania poprzez zastosowanie dyspersyjnej techniki ekstrakcji do fazy stałej (d-SPE). W zależności od natury i zawartości tłuszczu w badanych próbkach, wielopozostałościowa metoda QuEChERS została zmodyfikowana poprzez zastosowanie dwóch rozpuszczalników organicznych oraz szeregu różniących się mechanizmem retencji sorbentów chemicznych i ich mieszanin, jak również gotowych preparatów mieszanin sorbentów d-SPE. W pracy po raz pierwszy zastosowano nowatorską technikę podwójnej ekstrakcji (*dual-d-SPE clean-up*), co korzystnie wpłynęło na koszty analizy, zużycie rozpuszczalników organicznych i sorbentów oraz prostotę i oszczędność czasu. W efekcie otrzymano również czystsze ekstrakty, wolne od tłuszczu i wosków, jak również satysfakcjonujące odzyski i wysoką czułość metody. Zamrażanie było dodatkowym krokiem przygotowania próbek przed analizą GC-MS. Pozostałości pestycydów w badanych próbkach analizowano metodą (GC/IT-MS) (Varian 4000 GC-MS) oraz metodą chromatografii (GC/Q-MS) (Agilent 7890A GC/MS). Obliczone parametry walidacyjne spełniły kryteria stosowane w Unii Europejskiej w kontroli zanieczyszczeń żywności i pasz (SANCO 12495/2011), wartości odzysku dla wszystkich analizowanych pestycydów mieściły się w zakresie od 70 do 120%, a powtarzalność była poniżej 20%. Osiągnięto również odpowiednią czułość, liniowość, odtwarzalność, dokładność, selektywność i precyzję. Opracowana metoda jest szybką, prostą, tanią, efektywną i bezpieczną metodą analizy pozostałości pestycydów w żywności o wysokiej zawartości tłuszczu. Opracowana metoda została z powodzeniem zastosowana w analizie pozostałości pestycydów w próbkach rzeczywistych. Oznaczona zawartość pozostałości pestycydów we wszystkich przypadkach była niższa niż (NDP) ustalony przez EU w Rozporządzeniu N 396/2005.