



CONTROL FITOSANITAR

—

Măsuri chimice

Pesticide – metode de analiză a reziduurilor –

1. Metode GC și/sau GC/MS

- Pesticidele care pot fi supuse analizei GC, **fără a necesita derivatizare**, sunt: compuși organo-clorurați, piretroide, compuși organo-fosforici, triazine, feniluree. În cazul **compușilor mai polari** (ex. erbicide de tip fenoxi-acizi, carbamați) pentru analiza GC **este nevoie de derivatizare**. De asemenea produșii de degradare derivatizați ai erbicidelor de tip fenoxi-acizi, ai unor compuși organo-fosforici și ai unor piretroide se pot analiza prin GC.
- Unul dintre parametrii cei mai importanți în cazul metodelor GC/MS de analiză este modul de ionizare. Pentru analiza reziduurilor de pesticide **ionizarea cu impactul cu electroni (electron impact EI)** se utilizează cel mai des, dar în cazul compușilor halogenați nu oferă cea mai bună sensibilitate și selectivitate. Avantajul acestui tip de ionizare constă în faptul că există librării pentru confirmarea identificării compușilor.

Măsuri chimice

Pesticide – metode de analiză a reziduurilor –

1. Metode GC și/sau GC/MS

- **Avantaje:** sensibilitate și selectivitate mari, costuri relativ scăzute, iar pentru identificare compușilor există librării.
- **dezavantaje:** consumul mare de gaze de puritate ridicată, necesitatea derivatizării și nu pot fi folosite în cazul compușilor polari, termolabili sau cu volatilitate scăzută.

Măsurii chimice

Pesticide – metode de analiză a reziduurilor –

2. Metode LC și/sau LC/MS

- Pentru analiza compușilor polari, termolabili sau nevolatili s-au dezvoltat metode LC.
- Metodele LC/MS de analiză a reziduurilor de pesticide folosesc **ionizarea la presiune atmosferică** (atmospheric pressure ionization **API**), **ionizarea chimică la presiune atmosferică** (atmospheric pressure chemical ionization **APCI**) sau **ionizarea cu electrospray** (electrospray ionization **ESI**), în mod pozitiv sau negativ. În funcție de polaritatea și aciditatea componentelor, de natura probei se alege modul ionizării.

Măsuri chimice

Pesticide – metode de analiză a reziduurilor –

2. Metode LC și/sau LC/MS

- Există numeroase studii care folosesc diverse tipuri de ionizare pentru analiza diferitelor clase de pesticide: ex. ESI⁻ și APCI⁻ pentru fenoxi-acizi, ESI⁺ și APCI⁺ pentru carbamați, compuși organo-fosforici, sulfonil- și feniluree.
- Selecția solventului organic (de obicei metanol sau acetonitril), prezența acizilor formic sau acetic și a sărurilor au un efect important asupra ionizării pesticidelor.
- **Avantaje:** fi aplicate practic oricărui compus organic, indiferent de volatiliate sau stabilitatea termică a acestuia, atât faza mobilă, cât și cea staționară au compoziții variabile, procedeele se pot automatiza.
- **Dezavantaje:** eficiența separării și selectivitatea insuficiente și consumul mare de solvenți organici toxici.

Măsurile chimice

Pesticide – metode de analiză a reziduurilor –

2. Metode LC și/sau LC/MS

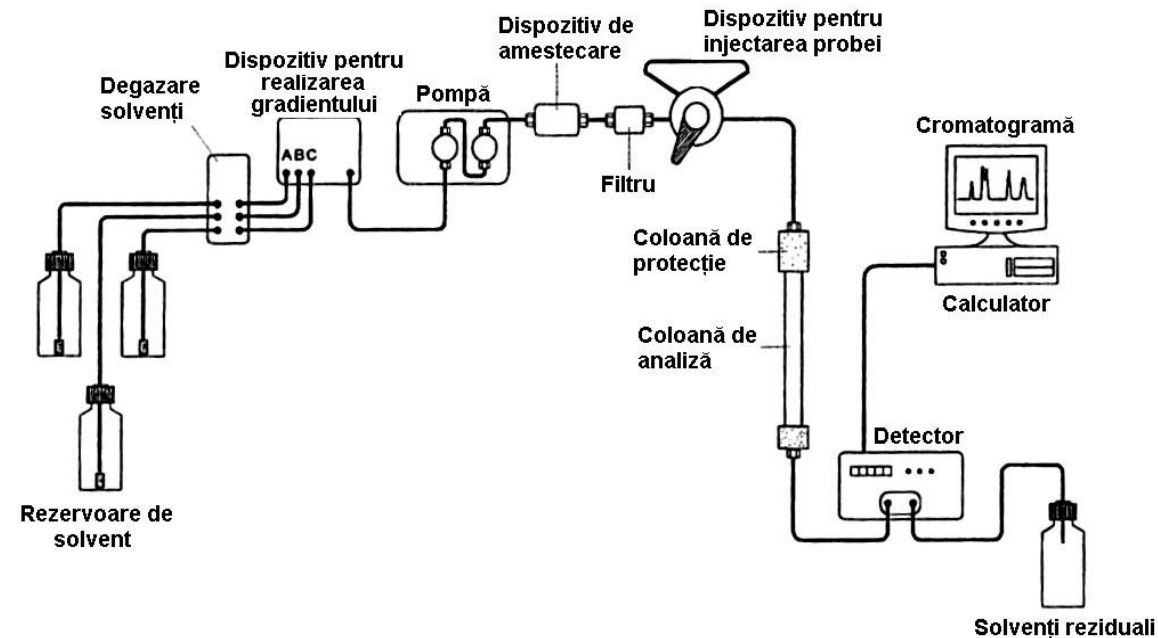


Fig. 10 Schema de principiu a unui cromatograf de lichide de înaltă performanță

Măsurile chimice

Pesticide – metode de analiză a reziduurilor –

3. Electroforeză capilară (capillary electrophoresis CE)

- o tehnică dezvoltată în aplicațiile biologice și biochimice la începutul anilor 1980
- utilizată pentru analiza reziduurilor de pesticide datorită simplității și eficienței mari a separării
- moduri de operare:
 - ❖ ***electroforeza în zona capilară (capillary zone electrophoresis CZE)*** - aplicarea unei **diferențe de potențial** unei soluții tampon aflată la ambele capete ale coloanei capilare. O parte din probă este introdusă în capilară, apoi câmpul electric este aplicat. Cationii se îndreaptă spre catod, anionii spre anod, în timp ce **componentele probei migrează spre catod datorită fluxului electro-osmotic al soluției tampon.**

Măsurile chimice

Pesticide – metode de analiză a reziduurilor –

3. Electroforeză capilară (capillary electrophoresis CE)

- ❖ *cromatografia electrocinetică micelară (micellar electrokinetic chromatography MEKC)* - la soluția tampon se adaugă miclele sau ciclodextrine, denumite faze pseudo-staționare, astfel încât separarea se bazează pe diferențele de interacțiune ale componentelor probei cu acestea.
- ❖ *electroforeza capilară cromatografică (capillary electrophoresis chromatography CEC)* - în locul fazei pseudo-staționare micelare se folosește o fază staționară în capilară. Separarea se bazează pe distribuția diferită a componentelor între faza mobilă și cea staționară.

Măsuri chimice

Pesticide – metode de analiză a reziduurilor –

3. Electroforeză capilară (capillary electrophoresis CE)

- ❖ *electroforeza capilară cu gel (capillary gel electrophoresis GCE)* - coloana capilară e umplută cu un gel, iar separarea se bazează pe diferențele de masă moleculară
 - **Avantaje:** eficiență mare a separării, durată redusă a analizei și consum redus de reactanți scumpi și solvenți toxici
 - **Dezavantaje:** sensibilitatea detecției inadecvată, cauzată de volumul redus de probă injectată (1-10 nL)

Măsurile chimice

Pesticide – metode de analiză a reziduurilor –

4. Metode imuno-chimice (imunodozări)

- Dozarea imunologică (imunodozarea) este o metodă de analiză cantitativă sau calitativă pentru o substanță, care se bazează pe un anticorp, un amestec de anticorpi sau un reactant analitic.
- în funcție de modul de dozare: **radioimunodozări** (folosesc radioizotopi), **dozări ELISA sau EIA** (enzyme-linked immunosorbent assays, folosesc enzime legate de imunoadsorbenți), **fluorodozări** și **dozări chemiluminescente** (folosesc compuși fluorescenți și chemiluminescenți)