

MSR

SCIENCE JOURNAL
MODERN
SCIENTIFIC RESEARCHES
'2020



Issue №14
Part 1





International periodic scientific journal

ONLINE

www.modscires.pro

Indexed in
INDEXCOPERNICUS
(ICV: 86.17)

MODERN Scientific Researches

Issue №14
Part 1
December 2020

With the support of:

D.A.Tsenov Academy of Economics - Svishtov (Bulgaria)
Institute of Sea Economy and Entrepreneurship
Moscow State University of Railway Engineering (MIIT)
Ukrainian National Academy of Railway Transport
State Research and Development Institute of the Merchant Marine of Ukraine (UkrNIIMF)
Lugansk State Medical University
Kharkiv Medical Academy of Postgraduate Education
Alecru Russo State University of Bălți
GUUPO "Belarusian-Russian University"
Institute of Water Problems and Land Reclamation of the National Academy of Agrarian Sciences
Odessa Research Institute of Communications

Published by:
Yolnat PE, Minsk, Belarus

UDC 08
LBC 94

Editor: Shibaev Alexander Grigoryevich, *Doctor of Technical Sciences, Professor, Academician*
Scientific Secretary: Kuprienko Sergey, *candidate of technical sciences*

Editorial board: More than 190 doctors of science. Full list on pages 3-4

The International Scientific Periodical Journal "*Modern Scientific Researches*" has been published since 2017 and has gained considerable recognition among domestic and foreign researchers and scholars.

Periodicity of publication: Quarterly

The journal activity is driven by the following objectives:

- Broadcasting young researchers and scholars outcomes to wide scientific audience
- Fostering knowledge exchange in scientific community
- Promotion of the unification in scientific approach
- Creation of basis for innovation and new scientific approaches as well as discoveries in unknown domains

The journal purposefully acquaints the reader with the original research of authors in various fields of science, the best examples of scientific journalism.

Publications of the journal are intended for a wide readership - all those who love science. The materials published in the journal reflect current problems and affect the interests of the entire public.

UDC 08
LBC 94
DOI: 10.30889/2523-4692.2020-14-01

Published by:
Yolnat PE,
Minsk, Belarus
e-mail: editor@modscires.pro

The publisher is not responsible for the validity of the information or for any outcomes resulting from reliance thereon.

Copyright
© Authors, 2020



УДК 543.612.3:543.635.9

**DETERMINATION OF XENOBIOTICS BY CHROMATOGRAPHY /
MASSPECTROMETRY IN BLUEBERRIES****ВИЗНАЧЕННЯ КСЕНОБІОТИКІВ МЕТОДОМ ХРОМАТОГРАФІЇ /
МАССПЕКТРОМЕТРІЇ В ЯГОДАХ ЧОРНИЦІ****Lysenko A.V. / Лисенко А.В.***student / студент**Taras Shevchenko National University of Kyiv, Kyiv, Volodymyrska Street, 64/13, 01601**Київський національний університет імені Тараса Шевченка,**Київ, вул. Володимирська, 64/13, 01601***Lysenko T.A. / Лисенко Т.А.***senior teacher / старший викладач***Tereshchenko N.Yu. / Терещенко Н.Ю.***s.ch.s., as.prof. / к.х.н., доц.**ORCID: 0000-0003-0620-2888***Zaitseva G.M. / Зайцева Г.М.***s.ch.s., as.prof. / к.х.н., доц.**ORCID: 0000-0003-3138-6324***Kalibabchuk V.O. / Калібабчук В.О.***d.ch.s., prof. / д.х.н., проф.**Bogomolets National Medical University, Kyiv, T. Shevchenko blvd, 13, 01601**Національний медичний університет імені О.О. Богомольця,**Київ, бульвар Т.Шевченка, 13, 01601*

Анотація. У роботі запропоновано та апробовано методику вимірювання ксенобіотиків в ягодах чорниці для здійснення контролю показників безпечності рослинної сировини при виготовленні харчових продуктів та лікарських препаратів. У дослідженнях застосовано метод газової хроматографії з мас-селективним детектором (ГХ/МС). Встановлено, що ацетонітрильний розчин мурашиної кислоти вилучає з гомогенізованого рослинного матеріалу залишкові кількості ксенобіотиків різних груп пестицидів, в тому числі і активний інгредієнт інсектицидних препаратів (діетилтолуамід) дозволених для побутового використання. Процес екстракції та інструментального контролю ксенобіотиків одного зразку лохини триває 120-510 хвилин, тривалість процесу дослідження залежить від рівня забрудненості зразка ксенобіотиками. Межа кількісного визначення ксенобіотиків становить 0.010 ± 0.001 мг/кг. Похибку вимірювання розраховано за допомогою програмного пакету Microsoft Office Excel, величину похибки оцінено за допомогою середнього квадратичного відхилення від середньої ($\sigma, \%$), повноту вилучення ксенобіотиків встановлено у відсотках ($r, \%$). Похибка вимірювання не перевищує 20%, величина вилучення ксенобіотиків знаходиться в діапазоні 91-102%. Показано, що застосування запропонованої методики дозволяє виявляти залишкові кількості ксенобіотиків у зразках ягід свіжої та замороженої чорниці.

Ключові слова: ксенобіотики, екстракція, хроматографія, рослинна сировина, чорниці.

У лабораторному контролі показників безпечності продукції рослинництва виділяють перелік заборонених для використання пестицидів – стійких забруднювачів навколишнього середовища. Дослідження ксенобіотиків відбувається у продукції вирощеної за класичними технологіями (із застосуванням пестицидів) згідно із санітарно-гігієнічними нормами контролю, за допомогою відповідних стандартизованих методик [1,2]. Наявність хлорорганічних пестицидів (альдрин, хлордан, ліндан та ДДТ), що заборонені



до використання у багатьох країнах світу, контролюють в рослинах лікарського призначення [1,3]. Аналіз ягід чорниці сьогодні відбувається у відповідності із стандартизованою фармакопейною методикою, що надає інформацію про кількість цільових біологічно-активних речовин чорниці [4]. Разом з цим існує потреба розвивати методологію лабораторного контролю пестицидів у ягодах чорниці та контролювати вміст не лише вище зазначених ксенобіотиків [3].

Значна увага приділяється дослідженню та апробації методу контролю мультизалишків ксенобіотиків у рослинних об'єктах із застосуванням хроматографії та мас-спектрометрії [5,6]. Проте ця методологія потребує оптимізації умов як для процесу екстракції ксенобіотиків, так і для інструментального дослідження методами хроматографії. Сьогодні загальноприйнятий допустимий відсоток вилучення з аналізованого зразку пестицидів знаходиться в діапазоні від 80 до 120%; на процес хроматографічного аналізу та розрахунку вмісту ксенобіотику впливає матричний ефект [7,8].

З літературних джерел слідує, що у кожній методиці контролю ксенобіотиків є етапи, які значно впливають на кінцевий результат аналізу [9].

Основним етапом являється отримання рослинної витяжки, або екстракту цільового компоненту. Якісне виконання процесу екстракції визначає достовірність результату дослідження вмісту ксенобіотиків у аналізованому зразку. Коректно проведені інструментальні вимірювання також вносять певну похибку в результат аналізу, тому при апробації методики необхідними є статистичні дослідження і статистичний аналіз результатів вимірювання.

Метою даної роботи являється пошук та апробація методики вимірювання ксенобіотиків в ягодах чорниці для здійснення лабораторного контролю показників безпечності рослинної сировини при виготовленні харчових продуктів та лікарських препаратів.

Роботу здійснено із використанням розчинників та реактивів кваліфікації «для хроматографії» та «ч.д.а.», таких як: ацетонітрил, метанол, гліцерин, діетиловий ефір, хлороформ, ізопропанол, деіонізована вода, мурашина кислота, оцтова кислота, трифтороцтова кислота, хлоридна кислота, сульфатна кислота, натрію гідроксид, магнію сульфат, натрію хлорид, кальцію хлорид, натрію цитрат. Для очистки рослинних витяжок від коектсрактивних речовин використано сорбенти: Al_2O_3 та $nSiO_2$, активоване вугілля марки ОУ-А (ДСТУ 4453-74), колонки ТФЕ (ChromSpher Pi, Varian™), картриджі, заповнені сумішами первинних і вторинних амінів виробництва Supelco, картриджі, заповнені графітизованим вугіллям виробництва Supelco.

Відбір проб здійснено згідно відповідної нормативної документації [10]. У роботі застосовано зразки чорниці свіжої та замороженої. Сформовано паралельні лабораторні проби, з яких по три проби, в рамках одного дослідження, підлягали штучному збагаченню цільовими ксенобіотиками або маркерами різних груп ксенобіотиків.

Гомогенізацію проб проведено шляхом подрібнення в стакані лабораторного млину-гомогенізатору ЛЗМ-1, за різним температурним режимом (від $+4^{\circ}C$ до $+25^{\circ}C$).



Для отримання рослинної витяжки застосовано розчинники та хімічні речовини кваліфікації «ч.д.а.», зазначені вище. Для буферизації розчину шару гомогенізованого зразка та на етапі очистки рослинної витяжки використано хімічні сполуки кваліфікації «ч.д.а.», а саме: магнію сульфат, натрію хлорид, натрію цитрат, калію цитрат, кальцію хлорид, мурашина та оцтова кислоти. Екстракцію здійснено методом мацерації в пластикових пробірках з політетрафторетилену, в колбах з темного скла та пластикових колбах з поліметилпентену, захищених світлонепроникними кожухами.

Розділення фаз екстракційної системи проведено із використанням центрифуги Thermo Scientific, протягом 10 хвилин при сталому обертанні зі швидкістю від 4000 до 7000 обертів за хвилину, за температури в камері центрифуги від 4°C до 20°C. Отриману рослинну витяжку виділено після центрифугування рослинного матеріалу і очищено від коекстрактивних речовин методами дисперсійної твердофазної екстракції з використанням органічних розчинників та сорбентів: сумішей первинних і вторинних амінів, графітізованого вугілля або за допомогою рідинно-рідинної переекстракції [11]. Концентрування очищеної витяжки ксенобіотиків проведено за допомогою ротаційного випаровувача фірми ІКА.

Аналіз вмісту ксенобіотиків у отриманих з витяжок розчинів здійснено відповідно до встановленого в рамках дослідження переліку аналітів методом газової мас-спектрометрії із застосуванням хроматографу GC/MS A.01.10.3/Agilent Technologies. Результати аналітичних сигналів, спектри аналітів опрацьовано за допомогою калібрувальних залежностей, бібліотеки баз даних мас-спектрів NIST 0.5., розрахунки проведено за допомогою програмного пакету Microsoft Office Excel.

Враховуючи те, що сполуки матриці впливають на розподіл ксенобіотиків у екстракційній системі зразок-витяжка [11], в роботі проведено охолодження гомогенізованої проби до 4 °С. Оскільки фізико-хімічні властивості хімічних сполук матриці та цільових ксенобіотиків визначають перелік екстрагентів, здатних розчиняти та вилучати аналіти [12], в роботі застосовано полярні та неполярні, протонні та апротонні розчинники та їх суміші (рис.1). Використано добавки органічних та мінеральних кислот для зсуву рівноваги процесу дисоціації йоногенних аналітів у бік утворення молекул, що створює умови вилучення молекул відповідним екстрагентом з гомогенізованої сировини .

Згідно результатів хроматографічного аналізу відсоток ксенобіотиків, вилучених ацетонітрилом та метанолом майже не відрізняється (рис. 1.a,b). Це говорить про те, що для екстракції залишків пестицидів можна ефективно застосовувати обидва екстрагенти.

Хімічна будова молекул ксенобіотиків, що належать до однієї хімічної групи, як правило, відрізняється наявністю замісників (табл. 1), що впливають на пестицидні та токсикологічні властивості активного інгредієнту засобів захисту рослин, а під час екстракції впливають на розподіл аналіту в екстракційній системі.

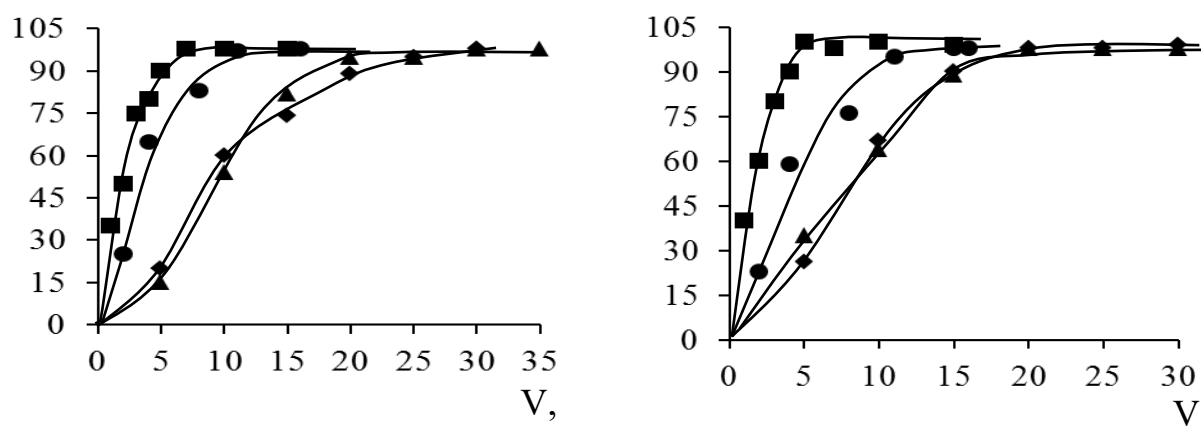
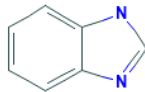
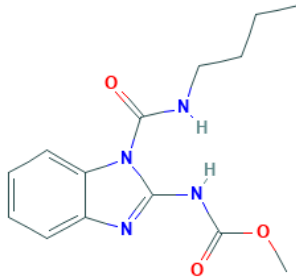


Рис. 1. Відсоток вилучення ксенобіотиків у рослинну витяжку при дії ацетонітрилу (а) та метанолу (б) на гомогенізовані зразки чорниці, штучно збагачені пестицидами: 1 – імідаклоприд, 2 – циперметрин; 3 – хлорпирифос; 4 – десмедифам.

Таблиця 1

Хімічна будова та параметри гідрофобності деяких ксенобіотиків

| Назва хімічної сполуки | Структурна формула | log Pow |
|------------------------|--|---------|
| Бензімідазол |  | 1,3 |
| Беноміл |  | 1,4 |

Спираючись на параметр розподілу ксенобіотику в системі октанол/вода (log Pow), довідникові дані величин діелектричної проникненості та дипольного моменту розчинників, було вивчено дію екстрагентів, здатних підвищити специфічність розчинення ксенобіотиків і вилучення їх із сировини. Як видно з табл.1, пестициди групи бензімідазолу є ліпофільними сполуками, добре розчинними у органічних розчинниках. Тому можна прогнозувати, що за умови відсутності іоногенних груп у молекулах похідних бензімідазолу вони будуть добре переходити до органічного шару, наприклад ацетонітрилу. Разом з цим, похідні бензімідазолу, серед яких беноміл, мають декілька функціональних груп, наявність яких потребує корективки складу екстрагенту. Так, у роботі для покращення екстракційного вилучення похідних бензімідазолу, у складі яких є карбоксильні функціональні групи, здатні до дисоціації з вивільненням катіона Гідрогену, посиленої за рахунок дії внутрішньомолекулярних аміногруп із основними властивостями, було додано слабкі електроліти - органічні



кислоти. Додаток добре розчинної у воді мурашиної кислоти ($\log P_{ow} = -0.54$, $pK_a = 3.75$) збільшила відсоток вилучених ксенобіотиків; її застосовані кількості у складі ацетонітрильної рослинної витяжки не заважали хроматографічному аналізу ксенобіотиків та роботі маспектрометрів.

Ідентифікацію виявлених на хроматограмі піків проведено за бібліотекою мас-спектрів та шляхом порівняння двох параметрів: часу утримання піку ксенобіотику та часу утримання піку аналітичного стандарту, величин характеристичних йонів ксенобіотиків та відповідні величини аналітичних стандартів.

Досліджуючи вплив кількості аналіту у складі робочого розчину рослинної витяжки на величину аналітичного сигналу ксенобіотику на хроматограмі, було створено модельні системи та встановлено, що сигнал аналіту перевищує сигнал шуму у більше ніж шість разів при концентрації ксенобіотику 0.01 мг/кг (табл.2), дану концентрацію прийняли за межу кількісного вимірювання вмісту аналіту. Діапазон досліджених концентрацій становив від 0.01 мг/кг до 1.0 мг/кг.

Таблиця 2.

Результати вимірювання вмісту ксенобіотиків у складі робочих розчинів

| Сполука | Діапазон вимірювань, мг/кг | Виміряна середня концентрація, мг/кг (X_{CP}) | Середнє квадратичне відхилення від середньої ($\sigma, \%$) |
|-------------------|----------------------------|---|---|
| Ацетаміпрід | 0.01 | 0.01 | 5.2 |
| | 0.05 | 0.04 | 7.1 |
| | 1.0 | 0.97 | 3.2 |
| Альфа-Циперметрин | 0.01 | 0.01 | 5.5 |
| | 0.05 | 0.05 | 2.9 |
| | 1.0 | 0.96 | 4.5 |
| Беноміл | 0.01 | 0.01 | 5.8 |
| | 0.05 | 0.04 | 7.9 |
| | 1.0 | 0.95 | 4.1 |
| Десмедифам | 0.01 | 0.01 | 5.5 |
| | 0.05 | 0.05 | 3.9 |
| | 1.0 | 0.95 | 8.2 |
| Імідаклопрід | 0.01 | 0.01 | 5.5 |
| | 0.05 | 0.045 | 4.9 |
| | 1.0 | 0.96 | 5.5 |
| Хлорпірифос-Метил | 0.01 | 0.01 | 5.5 |
| | 0.05 | 0.05 | 3.9 |
| | 1.0 | 0.95 | 6.5 |
| Хлорпірифос | 0.01 | 0.01 | 5.3 |
| | 0.05 | 0.05 | 3.9 |
| | 1.0 | 0.97 | 4.7 |



З таблиці 2 видно, що запропоновану методику можна застосовувати для визначення залишків пестицидів різних хімічних груп у діапазоні концентрацій 0.01-1.0 мг/кг. Встановлені середні значення очікуваних величин (X_{CP}) відповідають заданим у дослідженні рівням вмісту ксенобіотиків. Похибка вимірювання становить від 2.9% до 8.2% та не перевищує встановлений максимально можливий рівень 20% [7]. Визначені в роботі: межа кількісного вимірювання, похибка вимірювання середнього та відсоток вилучення аналітів знаходяться у прийнятних діапазонах [7,11,13].

Для підтвердження можливості методу визначити пестицид в присутності інших ксенобіотиків, а також хімічних сполук матриці, проводився аналіз рослинних витяжок. Рослинні витяжки отримано зі зразків, що не містили залишків пестицидів (3 паралелі холостих проб) та зразків, штучно збагачених пестицидами у кількості: 0.01 мг/кг, 0.05 мг/кг та 0.1 мг/кг (по 10 паралелей).

Слід зазначити, що на вміст ксенобіотиків у витяжках, отриманих із зразків штучно збагачених аналітами (табл. 3) впливає температура процесу та тривалість екстракції. Найбільш оптимальними умовами є температурний режим від 4°C до 25°C та дія екстрагенту впродовж 5-25 хвилин.

Таблиця 3

Вміст ксенобіотиків в екстрактах чорниці (n=10, P=0,95)

| Найменування маркера | Екстрагент | Внесено, мкг/кг | Визначено, мкг/кг | Вилучення, % |
|----------------------|--------------------|-----------------|-------------------|--------------|
| Ацетаміприд | ацетонітрил | 0.50±0.01 | 0.47±0.02 | 95.1±4 |
| Імідаклоприд | суміш ацетонітрилу | 0.50±0.01 | 0.48±0.01 | 96.5±2 |
| Циперметрил | з метанолом | 0.50±0.01 | 0.49±0.02 | 98.2±4 |

З таблиці 3 випливає, що процес вилучення ксенобіотиків характеризується повнотою вилучення і кількісно характеризується величиною, що знаходиться в діапазоні від 91 % до 102%. Збільшення, або зменшення відсотку вилучення пов'язано із впливом сполук матриці на процес екстракції аналітів та їх кількісного аналізу.

Для подальшої апробації методики дослідження було проаналізовано зразки чорниці, українського походження, придбані на продовольчих ринках м.Києва. З десяти зразків виявлено два зразки із залишковим вмістом ацетаміприду, крім того у всіх проаналізованих зразках ідентифіковано за бібліотекою мас-спектрів діетилтолуамід (табл.4).

Таблиця 4.

Аналіз вмісту ксенобіотиків у зразках чорниці

| Найменування показників, одиниці вимірювань | Результати випробувань | Межа кількісного визначення | Норми за НД | |
|---|------------------------|-----------------------------|------------------------------|-----------------------------|
| | | | ДСанПіН 8.8.1.2.3.4-000-2001 | Regulation (EC) No 396/2005 |
| Ацетаміприд, мг/кг | 0,011±0,002 | 0,01 | не нормується | 2,0 |
| Діетилтолуамід | ідентифіковано | - | не нормується | |



Як можна бачити з табл. 4 крім ксенобіотику ацетаміприду, що входить в групу пестицидів вивчених апробаційними дослідженнями методики (табл.2), в роботі виявлено діетилтолуамід. Кількісний вміст ацетаміприду не перевищує встановлену регуляторними документами норму, а контроль вмісту діетилтолуаміду згідно відомих норм не передбачається [1,14].

Оскільки, діетилтолуамід є діючою речовиною ряду репелентів, що застосовуються для захисту людини від укусів кліщів, комарів, мошок, вміст цього ксенобіотику у ягодах чорниці може бути пов'язано із застосуванням людиною репелентів під час збору ягід, або впродовж зберігання та реалізації ягід чорниці на ринку.

Якісна ідентифікація діетилтолуаміду на хроматограмах, отриманих методом газової маспектрометрії, стало можливою завдяки наявності характеристичних йонів діетилтолуаміду у бібліотеці маспектрометру. Підтвердження та кількісний аналіз діетилтолуаміду має бути виконаний в подальших дослідженнях із застосуванням розчину його аналітичного стандарту.

Таким чином, у роботі вивчено особливості екстракційного вилучення ксенобіотиків групи пестицидів із ягід чорниці. Встановлено, що застосування у якості екстрагенту ацетонітрильного розчину мурашиної кислоти дозволяє вилучати з рослинного матеріалу ксенобіотики різних груп пестицидів. Найбільш оптимальними умовами екстракційного вилучення ксенобіотиків є температурний режим від 4°C до 25°C та час дії екстрагенту на гомогенізований зразок впродовж 5-25 хвилин. Метод газової хроматографії з маселективним детектором дозволяє проводити кількісний аналіз ксенобіотиків в рослинних витяжках в діапазоні від 0.01 мг/кг до 1.0 мг/кг. Похибка вимірювання становить від 2.9% до 8.2% та не перевищує встановлений максимально можливий рівень 20%. Величина відсотку вилучення ксенобіотиків знаходиться в діапазоні від 91 % до 102%. Крім цільових аналітів в роботі виявлено залишкові кількості ксенобіотику діетилтолуаміду - не зазначеного під час апробаційних досліджень методики. Якісна ідентифікація діетилтолуаміду на хроматограмах, отриманих методом газової маспектрометрії, стало можливою завдяки наявності характеристичних йонів діетилтолуаміду у бібліотеці маспектрометру. Підтвердження та кількісний аналіз діетилтолуаміду має бути виконаний в подальших дослідженнях із застосуванням розчину його аналітичного стандарту.

Література:

1. ДСанПіН 8.8.1.2.3.4-000-2001 “Допустимі дози, концентрації, кількості та рівні вмісту пестицидів у сільськогосподарській сировині, харчових продуктах, повітрі робочої зони, атмосферному повітрі, воді водоймищ, ґрунті” від 20.09.2001. Постанова від 20.09.2001 № 137.

2. International Union for the protection of new varieties of plants. Guidelines for the conduct of tests for distinctness, uniformity and stability. TG/198/2. Original: English. Date: 2014-04-09. p. 20.

3. Секун М.П. Пестициди. Застосування дія та післядія./М.П. Секун, В.М.



Жеребкота ін. Довідник із пестицидів. – К.: Колобіг, 2007. – 360с

4. State Pharmacopoeia of Ukraine: in 3 vols. "Ukrainian Scientific Pharmacopoeial Center for Quality of Medicines": - 2nd edition, - Kharkiv .: State Enterprise "Ukrainian Scientific Pharmacopoeial Center for Medicinal Products Quality", 2014. - Vol. 3. - 732 p.

5. Fast and easy multiresidue method employing acetonitrile extraction/partitioning and “dispersive solid-phase extraction” for the determination of pesticide residues in produce / M. Anastassiades, S.J. Lehotay, D. Stajnbaher, F.J. Schenck // J. AOAC Int. - 2003. - № 86(2). - P. 412–31.

6. Nantia, E. A., Moreno-González, D., Manfo, F. P., Gámiz-Gracia, L., & García-Campaña, A. M. (2017). QuEChERS-based method for the determination of carbamate residues in aromatic herbs by UHPLC-MS/MS. Food chemistry, 216, 334-341.

7. Guidance document on analytical quality control and validation procedures for pesticide residues analysis in food and feed. Document No SANCO/12495/2011– [Implemented by 01/01/2014]. – European Commission health & Consumer Protection Directorate-General – 2013. – 48 p. (Safety of the food chain Chemicals, contaminants, pesticides)

8. Jin, F., Wang, J., Shao, H., & Jin, M. (2010). Pesticide use and residue control in China. Journal of Pesticide Science, p. 123.

9. Грибова, Н. Ю. (2012). Влияние условий экстракции на антиоксидантные свойства извлеченных фитофенолов. Методы и объекты химического анализа, (Т. 7, № 4), С. 202-206.

10. Міністерство аграрної політики та продовольства України. Наказ № 288 від 25.06.2018 року «Про затвердження Методів відбору зразків для визначення максимально допустимих рівнів певних забруднюючих речовин у харчових продуктах для цілей державного контролю».

11. Foods of plant origin - Determination of pesticide residues using LC-MS/MS following methanol extraction and clean-up. EN 15637:2008.

12. Pesticide residues in foods by acetonitrile extraction and partitioning with magnesium sulfate. (2007). AOAC 2007.01.

13. Tereshchenko, N. Y., Khyzhan, O. I., & Kovshun, L. O. (2020). Апробація методики вимірювання вмісту залишкових кількостей пестицидів у плодах томатів. Науковий журнал «Рослинництво та ґрунтознавство», 11(1), 88-96.

14. Regulation (EC) No 396/2005 of the European parliament and of the Council of 23 February 2005 on maximum residue levels of pesticides in or on food and feed of plant and animal origin and amending Council Directive 91/414/EEC.

Abstract. The method of measuring xenobiotics in blueberries for control of safety indicators of vegetable raw materials in the manufacture of food and medicines is proposed and tested in the work. The studies used the method of gas chromatography with a mass-selective detector (GC / MS). The peculiarities of extraction extraction of xenobiotics of the pesticide group from blueberries were studied in this work. It is established that the use of acetonitrile solution of formic acid, as an extractant, allows to extract from plant material xenobiotics of different groups of pesticides.

The most optimal conditions for xenobiotics extractions are the temperature from 4°C to 25°C and the action of the extractant on the homogenized sample for 5-25 minutes. The percentage of



xenobiotic extraction was estimated using the analyte recovery parameter in the study of artificially enriched pesticide samples. The method of gas chromatography with a mass-selective detector allows quantitative analysis, the limit of quantitative measurement is 0.010 ± 0.001 mg/kg.

The measurement error was calculated using the Microsoft Office Excel software package, the error value was estimated using the relative standard (standard deviation), (σ ,%), the completeness of xenobiotic extraction was set as a recovery percentage (r ,%). Measurement error does not exceed 20%, the amount of extraction of xenobiotics is in the range of 91-102%.

Detection of residual amounts of the xenobiotic diethyltoluamide, not specified during the approbation studies of the method, became possible due to the presence of its characteristic ions in the library base of the mass spectrometer. Confirmation and quantitative analysis of diethyltoluamide should be performed in further studies using a solution of its analytical standard.

The process of extraction and instrumental control of xenobiotics of one sample of blueberries lasts 120-510 minutes, the duration of the study process depends on the level of contamination of the sample with xenobiotics.

Key words: *xenobiotics, extraction, chromatography, vegetable raw materials, blueberries.*

Статья отправлена: 18.10.2020 г.

© Лисенко А.В., Лисенко Т.А., Терещенко Н.Ю., Зайцева Г.Н., Калибачук В.А.