

Utvikling og validering av metode for bestemmelse av klorerte pesticider i sjømat

Øye B E, Kolås K, Julshamn K

NIFES – Nasjonalt institutt for ernærings og sjømatforskning, Postboks 2029 Nordnes, 5817 Bergen; e-post: bro@nifes.no

Klorerte pesticider har nådd det marine miljøet fra antropogene kilder. Til tross for forbud eller restriksjoner på bruken av hovedtyngden av disse klorerte forbindelsene i de industrialiserte landene, er de fremdeles en kilde til bekymring på grunn av persistens i miljøet. Forbindelsene er lipofile og akkumuleres i akvatiske organismer, og det er påvist lave konsentrasjoner av klorerte pesticider i marine prøver.

Ved NIFES er det utviklet en metode for bestemmelse av 35 klorerte pesticider i sjømat ved hjelp av GC-MS. Det høye fettinnholdet i denne type prøver kan påvirke gjenvinningen av pesticider og skade det kromatografiske systemet. En omfattende opprensing av prøveekstraktet er derfor påkrevd før injeksjon på analyseinstrumentet. Videre kreves kvantifiseringsgrenser under 1 µg/kg våtvekt for å kunne bestemme disse i marine prøver.

Metoden benytter høyt trykk og temperatur i ASE (Accelerated Solvent Extractor, Dionex) til ekstraksjon av fett i prøvene. Ekstraktet blir deretter delt til to metoder for opprensing og sluttbestemmelse. De to opprensningsmetodene benytter henholdsvis konsentrert svovelsyre og fast-fase ekstraksjon (SPE) automatisert på ASPEC XL4 (Gilson). Sluttbestemmelsen utføres på GC-MS (EI og NCI), og konsentrasjonene bestemmes ved hjelp av ekvivalente ¹³C-merkete pesticider som internstandarder. Valideringsresultater vil bli presentert.