

Monitoring of pesticide residues in feed of plant origin in 2010

Badania pozostałości środków ochrony roślin w paszach pochodzenia roślinnego w roku 2010

Bogusław Gnusowski¹, Anna Nowacka¹, Urszula Rzeszutko², Joanna Jurys², Bożena Łozowicka³, Piotr Kaczyński³, Ewa Rutkowska³, Magdalena Jankowska³, Ewa Szpyrka⁴, Krystyna Rogozińska⁴, Julian Rupa⁴, Anna Kurdziel⁴, Magdalena Słowik-Borowiec⁴, Arletta Kuźmenko⁵, Joanna Szala⁵

Summary

Testing carried out in 2010 included the determination of 103 compounds in 19 commodities. Samples for testing were collected from production plants by inspectors of District Veterinary Inspections. 151 samples were tested, of which 67.5% were cereals grain, 29.1% processed cereals and 3.3% processed oil seeds. Validated analytical multiresidue methods were used to determine many compounds at the same time, in compliance with legally binding standards and tested during international proficiency tests (FAPAS – The Food Analysis Performance Assessment Scheme, EU – European Union). The following analytical techniques were used: GC/ECD/NPD and GC/MS. The positive results were confirmed in compliance with European Commission regulations.

In 15 samples tested (9.9%), only in samples of processed cereals (25.0%) and cereals grain (3.9%), pesticide residues were found. Residues of chlorpyrifos, chlorpyrifos-methyl, cypermethrin, deltamethrin, fenpropimorph, malathion, pirimiphos-methyl, tebuconazole were detected. Residues were present mostly in samples of wheat bran (75.0%) and oat bran (25.0%), and samples of rye grain (33.3%). Maximum residue levels (MRLs) exceedances were not found. One case (0.7%) of unauthorized plant protection product use was stated.

Key words: pesticide residues, feed of plant origin, official testing

Streszczenie

Badania przeprowadzone w 2010 roku obejmowały oznaczenie 103 związków w 19 produktach. Próbkę do badań zostały pobrane z zakładów produkcyjnych przez inspektorów powiatowych inspekcji weterynaryjnych. Pozostałości środków ochrony roślin (ś.o.r.) zbadano w 151 próbkach, z których 67,5% stanowiły ziarna zbóż, 29,1% przetwory zbóż i 3,3% przetwory nasion oleistych. Do analizy pozostałości wykorzystano zwalidowane zgodnie z obowiązującymi wymaganiami wielopozostałościowe metody analityczne, pozwalające na oznaczenie wielu związków w tym samym czasie, ocenione podczas międzynarodowych badań biegłości (FAPAS – The Food Analysis Performance Assessment Scheme, UE – Unia Europejska). Stosowano następujące techniki analityczne: GC/ECD/NPD i GC/MS. Pozytywne wyniki potwierdzano zgodnie z wymaganiami Komisji Europejskiej.

Pozostałości ś.o.r. wykryto w 15 przebadanych próbkach (9,9%) – tylko w próbkach przetworów (25,0%) i ziarna zbóż (3,9%). Wykryto pozostałości chloropiryfosu, chloropiryfosu metylowego, cypermetryny, deltametryny, fenpropimorfu, malationu, pirymifosu metylowego i tebukonazolu. Pozostałości były obecne głównie w próbkach otrębów pszennych (75,0%) i owsianych (25,0%) oraz ziarnach żyta (33,3%). Nie stwierdzono przekroczeń najwyższych dopuszczalnych poziomów pozostałości ś.o.r. (NDP). W jednym przypadku (0,7%) stwierdzono zastosowanie niedozwolonego ś.o.r.

Słowa kluczowe: pozostałości środków ochrony roślin, pasze, badania urzędowe

¹Instytut Ochrony Roślin – Państwowy Instytut Badawczy (IOR – PIB)
Zakład Badania Pozostałości Środków Ochrony Roślin
Władysława Węgorka 20, 60-318 Poznań
b.gnusowski@iorpiib.poznan.pl

²Oddział IOR – PIB, Gliwicka 29, 44-153 Sośnicowice

³Terenowa Stacja Doświadczalna IOR – PIB, Chełmońskiego 22, 15-195 Białystok

⁴Terenowa Stacja Doświadczalna IOR – PIB, Langiewicza 28, 35-101 Rzeszów

⁵Terenowa Stacja Doświadczalna IOR – PIB, Miłicka 21, 55-100 Trzebnica

Wstęp / Introduction

Jednym z najważniejszych elementów ochrony zdrowia ludzi i zwierząt przed ujemnymi skutkami stosowania środków ochrony roślin (ś.o.r.) w praktyce rolniczej są badania pozostałości tych związków, między innymi w paszach pochodzenia roślinnego. Badania odbywają się na podstawie umowy zawartej pomiędzy Ministrem Rolnictwa i Rozwoju Wsi w Warszawie a Instytutem Ochrony Roślin – Państwowym Instytutem Badawczym (IOR – PIB) w Poznaniu na wykonanie zadania „Ochrona roślin uprawnych z uwzględnieniem bezpieczeństwa żywności oraz ograniczenia strat w plonach i zagrożeń dla zdrowia ludzi, zwierząt domowych i środowiska” w ramach Programu Wieloletniego na lata 2006–2010.

Celem badań było zebranie informacji związanych z obecnością ś.o.r. w paszach pochodzenia roślinnego w ramach działalności Zakładu Badania Pozostałości Środków Ochrony Roślin IOR – PIB w Poznaniu, jako krajowego laboratorium referencyjnego (Rozporządzenie 2008), dla ukierunkowania przyszłościowych badań w zakresie badania pozostałości ś.o.r. przez laboratoria Zakładów Higieny Weterynaryjnej Wojewódzkich Inspekcji Weterynaryjnych. Jest to o tyle istotne, że piśmiennictwo na temat zawartości pozostałości środków ochrony roślin w paszach jest niewielkie.

Materiały i metody / Materials and methods

W roku 2010 kontroli poddano 151 próbek pasz pochodzenia roślinnego obejmujących 19 produktów (7 gatunków zbóż, 10 rodzajów przetworów zbożowych i 2 rodzaje przetworów nasion roślin oleistych):

- 102 próbki ziarna zbóż (67,5%) – 35 próbek pszenicy, 23 próbki jęczmienia, 17 próbek pszenżyta, 11 próbek owsa, 7 próbek mieszanek zbożowych, 6 próbek kukurydzy i 3 próbki żyta,

- 44 próbki przetworów zbożowych (29,1%) – 13 próbek śruty zbożowej, 8 próbek obrębów pszennych, 6 próbek mieszanki paszowej, 5 próbek otrębów żytnich, 3 próbki śruty jęczmiennej, 3 próbki śruty pszennej, 3 próbki śruty kukurydzianej, 1 próbka otrębów jęczmiennych, 1 próbka śruty pszenżyta i 1 próbka śruty pszenno-żytniej,
- 5 próbek przetworów roślin oleistych (3,3%) – 3 próbki śruty sojowej i 2 próbki śruty rzepakowej.

Próbki do badań były pobierane losowo z gospodarstw indywidualnych, mieszalni pasz, zakładów przetwórczych i hurtowni – na obszarze 16 województw – przez lekarzy i techników weterynarii z Powiatowych Inspektoratów Weterynarii.

Oznaczono pozostałości 103 związków. Pozostałości ś.o.r. analizowane były przez sieć laboratoriów IOR – PIB (Białystok, Rzeszów, Trzebnica, Sońcówice) stosujących głównie zwalidowane metody wielopozostałościowe, wykorzystujące techniki chromatograficzne (GC/ECD/-NPD/MS; HPLC/PDA). Metody te są regularnie sprawdzane po-przez uczestnictwo w międzynarodowych i krajowych badaniach biegłości, organizowanych przez FAPAS¹ i Unię Europejską² oraz Zakład Badania Pozostałości Środków Ochrony Roślin IOR – PIB w Poznaniu dla laboratoriów urzędowych w Polsce. W przypadku wykrycia pozostałości badanych związków, uzyskany wynik potwierdzano zgodnie z wytycznymi Komisji Europejskiej (Method 2009).

Wyniki i dyskusja / Results and discussion

Spośród 151 próbek pasz pochodzenia roślinnego, w 15 (9,9%) stwierdzono obecność pozostałości 8 spośród 103 poszukiwanych związków – 6 insektycydów: pirymifosu metylowego, malationu, deltametryny, chloropiryfosu, chloropiryfosu metylowego, cypermetryny i 2 fungicydów: fenpropimorfu i tebuconazolu. Pozostałości

Tabela 1. Poszukiwane substancje aktywne
Table 1. Analysed active substances

Insektycydy Insecticides	aldrin, alpha-cypermethrin, azinophos-ethyl, azinophos-methyl, beta-cyfluthrin, bifenthrin, bromopropylate, buprofezin, carbaryl, chlorfenvinfos, chlorpyrifos*, chlorpyrifos-methyl*, cyfluthrin, cypermethrin*, DDT sum (p,p'- DDE, p,p'- DDD, o,p'- DDT, p,p'- DDT), deltamethrin*, diazinon, dicofol, dieldrin, dimethoate, endosulfan sum (alpha, beta, sulphate), endrin, esfenvalerate, ethion, fenazaquin, fenitrothion, fenpropathrin, fenvalerate, formothion, fosmet, alpha-HCH, beta-HCH, heptachlor, heptachlor epoxide, heptenophos, hexythiazox, isofenphos, isofenphos methyl, lambda-cyhalothrin, lindane (gamma-HCH), malathion*, mecarbam, methacryfos, methoxychlor, methidathion, omethoate, parathion, parathion methyl, permethrin, phosalone, piridaben, pirimiphos-methyl*, pirimicarb, piriproxyfen, propoxur, quinalphos, tetradifon, triazophos, zeta-cypermethrin
Fungicydy Fungicides	azoxystrobin, benalaxyl, bitertanol, boscalid, bromuconazole, bupirimate, captan, carbendazim, chlorothalonil, cyprodinil, difenoconazole, epoxiconazole, fenarimol, fenbuconazole, fenpropimorph*, fluchinonazole, flusilazole, HCB, iprodione, krezoxim-methyl, mepanipyrim, metalaxyl, myclobutanil, penconazole, picoxystrobin, pirimethanil, procymidone, propiconazole, quinoxifen, quintozone, tebuconazole*, tecnazene, tetraconazole, tolclofos-methyl, triadimefon, triadimenol, trifloxystrobin, vinclozolin
Herbicydy Herbicides	nitrofen, pendimethalin

*związek wykryty – compound detected

¹FAPAS – The Food Analysis Performance Assessment Scheme, CSL, York, Wielka Brytania

²European Commission's Proficiency Tests on Pesticide Residues in Cereals and Feeding Stuff

Tabela 2. Próbkę pasz, w których wykryto pozostałości ś.o.r. w 2010 r.
Table 2. Feed samples containing pesticide residues in 2010

Produkt – Commodity	Związek – Compound	Pozostałości ś.o.r. – Pesticide residue [mg/kg]
Jęczmień – Barley	pirimiphos-methyl	0,08
Mieszanka paszowa – Feed blend	pirimiphos-methyl	0,04
Otręby pszenne – Wheat bran	deltamethrin	0,04
Otręby pszenne – Wheat bran	malathion	0,06
Otręby pszenne – Wheat bran	pirimiphos-methyl	0,01; 0,01; 0,05; 0,09
Otręby żytnie – Rye bran	chlorpyrifos-methyl	0,05
Otręby żytnie – Rye bran	cypermethrin	0,07
	deltamethrin	0,11
Otręby żytnie – Rye bran	pirimiphos-methyl	0,03
Pszenica – Wheat	fenpropimorph	0,04
	tebuconazole	0,02
Pszenżyto – Triticale	pirimiphos-methyl	0,05
Śruta zbożowa – Ground grain	chlorpyrifos	0,02
Żyto – Rye	pirimiphos-methyl	0,16

wykryto w dwóch badanych grupach produktów: w przetworach zbożowych (25,0%) i zbożach paszowych (3,9%). W przetworach roślin oleistych pozostałości nie znaleziono. Paszami, które zawierały najczęściej pozostałości badanych związków były: otręby pszenne (75,0%) i żytnie (60,0%) oraz ziarno żyta (33,3%).

Wyniki kontroli pozostałości ś.o.r. w paszach pochodzenia roślinnego w Polsce przedstawiono w tabeli 1.

Nie stwierdzono pozostałości wyższych od dopuszczalnych zgodnie z przepisami wspólnotowymi (Rozporządzenie 2005), które odnoszą się jedynie do pasz będących jednocześnie żywnością dla ludzi, natomiast w 1 próbce otrębów pszennych (0,7%) znaleziono pozostałości malationu, substancji aktywnej niedozwolonej do stosowania w ochronie roślin.

Ilość próbek pasz pochodzenia roślinnego zawierających pozostałości ś.o.r. wynosi od lat około 10% (Gnusowski i wsp. 2007, 2008, 2009, 2010). Zarówno ilość

próbek zawierających pozostałości, jak i znajdowane w nich poziomy pozostałości wykazują, że pasze są znacznie mniej narażone na skażenia środkami chemicznej ochrony roślin niż żywność dla ludzi (Nowacka i wsp. 2011). Brak przekroczeń dopuszczalnych poziomów oraz jednostkowy przypadek stosowania środków niedozwolonych wynikają zapewne z faktu, że uprawy paszowe są uprawami wielkoobszarowymi i plantatorzy dysponują wystarczającym asortymentem ś.o.r.

Wnioski / Conclusions

1. W niewielkim odsetku pasz były obecne pozostałości ś.o.r.
2. Badane pasze pochodzenia roślinnego nie zawierały pozostałości ś.o.r. wyższych od dopuszczalnych.

Literatura / References

- Gnusowski B., Nowacka A., Giza I., Sztwiertnia U., Łozowicka B., Kaczyński P., Szpyrka E., Rupar J., Rogozińska K., Kuźmenko A., Sadło S. 2007. Kontrola pozostałości środków ochrony roślin w materiałach paszowych pochodzenia roślinnego w roku 2006. Prog. Plant Prot./Post. Ochr. Roślin 47 (4): 38–41.
- Gnusowski B., Nowacka A., Giza I., Sztwiertnia U., Łozowicka B., Kaczyński P., Szpyrka E., Rupar J., Rogozińska K., Kuźmenko A. 2008. Kontrola pozostałości środków ochrony roślin w materiałach paszowych pochodzenia roślinnego w roku 2007. Prog. Plant Prot./Post. Ochr. Roślin 48 (4): 1190–1193.
- Gnusowski B., Nowacka A., Giza I., Rzeszutko U., Łozowicka B., Kaczyński P., Rutkowska E., Szpyrka E., Rupar J., Rogozińska K., Kuźmenko A., Szala J., Sadło S. 2009. Monitoring pozostałości środków ochrony roślin w paszach pochodzenia roślinnego w roku 2008. Prog. Plant Prot./Post. Ochr. Roślin 49 (4): 1409–1413.
- Gnusowski B., Nowacka A., Jurys J., Rzeszutko U., Giza I., Łozowicka B., Kaczyński P., Rutkowska E., Jankowska M., Szpyrka E., Rupar J., Rogozińska K., Machowska A., Słowik-Borowiec M., Kuźmenko A., Szala J. 2010. Monitoring pozostałości środków ochrony roślin w paszach pochodzenia roślinnego w roku 2009. Prog. Plant Prot./Post. Ochr. Roślin 50 (4): 1893–1896.

- Method validation and quality control procedures for pesticide residues analysis in food and feed. 2009. Document No. SANCO/10684/2009. Supersedes Document No. SANCO/3131/2007. Implemented by 01/01/2010. www.crl-pesticides.eu/library/docs/allcrl/AqcGuidance_Sanco_2009_10684.pdf, dostęp: 09.03.2012.
- Nowacka A., Gnusowski B., Walorczyk S., Drożdżyński D., Raczkowski M., Hołodyńska A., Frąckowiak D., Wójcik A., Ziółkowski A., Rzeszutko U., Domańska I., Jurys J., Łozowicka B., Kaczyński P., Rutkowska E., Jankowska M., Hryenko I., Szpyrka E., Rupa J., Rogozińska K., Kurdziel A., Słowik-Borowiec M., Kuźmenko A., Szala J. 2011. Pozostałości środków ochrony roślin w płodach rolnych (rok 2010). *Prog. Plant Prot./Post. Ochr. Roślin* 51 (4): 1723–1738.
- Rozporządzenia (WE) Nr 396/2005 Parlamentu Europejskiego i Rady z dnia 23 lutego 2005 r. w sprawie najwyższych dopuszczalnych poziomów pozostałości pestycydów w żywności i paszy pochodzenia roślinnego i zwierzęcego oraz na ich powierzchni, zmieniające dyrektywę Rady 91/414/EEG (Dz. Urz. L 70, str. 1 z 16.03.2005 r. z późn. zm.).
- Rozporządzenie Ministra Rolnictwa i Rozwoju Wsi z dnia 13 czerwca 2008 r. w sprawie krajowych laboratoriów referencyjnych właściwych do prowadzenia badań pasz (Dz. U. 40, poz. 758 z 2008 r.).