اعتبارسنجی و بکارگیری یک روش آنالیز جهت اندازه گیری میزان آلاینده‌های آلی پایدار در نمونه‌های ماهی قزل آلای رنگین‌کمان (*Onchorhynchus mykiss*) جمع‌آوری شده از بازار تهران

میترا بیات[۱]، محمد صابرتهرانی [۱]، فرزاد کبارفرد*[۲]، سید واقف حسین[۱]، حسن یزدان‌پناه [۳]

*farzadkf@yahoo.com

۱- گروه شیمی، دانشکده علوم پایه، دانشگاه آزاد اسلامی واحد علوم و تحقیقات، تهران، ایران

۲- گروه شیمی دارویی، دانشکده داروسازی، دانشگاه علوم پزشکی شهید بهشتی، تهران، ایران

۳- گروه سم شناسی، دانشکده داروسازی، دانشگاه علوم پزشکی شهید بهشتی، تهران، ایران

تاریخ دریافت: مرداد ۱۳۹۸ تاریخ پذیرش: آبان ۱۳۹۸

چکیده

آلاینده‌های آلی پایدار گروه وسیعی از ترکیبات سمی و خطرناک می‌باشند که در برابر تجزیه شیمیایی، فیزیکی و حتی پرتوها مقاوم هستند. در این تحقیق یک روش آنالیز همزمان برای شناسایی و تعیین مقدار ۱۸ آلاینده آلی پایدار شامل هفت ترکیب PCBs، ایزومرهای شماره ۱۸۰، ۱۵۳، ۱۳۸، ۱۱۸، ۱۰۱، ۵۲، ۲۸ به عنوان شاخص‌های آلودگی بی فنیل های پلی کلره و یازده آفت‌کش آلی کلره (OCPs) شامل هگزا کلروبنزن (Hexachlorobenzene)، متوکسی کلر (Methoxychlor)، دی آلدرین (Dieldrin)، ددت و متابولیت‌های آن (DDTs: *o,p'*-DDE, *p,p'*-DDE, *o,p'*-DDT, *p,p'*-DDT) و تعدادی از سیکلو دی‌ان‌ها (ΣCyclodiene) شامل آلفا و بتا- اندوسولفان (α-, β-Endosulfan)، آلفا و گاما- کلردان (α-, Υ-Chlordane)، بررسی و مقدار آن در ماهی قزل آلای رنگین کمان با روش استخراج مایع- مایع و دستگاه کروماتوگرافی گازی طیف سنجی جرمی- متوالی (GC-MS/MS) و روش پایش MRM اندازه گیری شد. نتایج اعتبارسنجی نشان داد که منحنی کالیبراسیون ۱۸ آلاینده آلی پایدار مورد مطالعه در سطوح غلظتی ng/mL ۳۰-۰/۱ برای PCBs و ng/mL ۱۵۰-۰/۵ برای OCPs، خطی بوده است و ضریب همبستگی (r^2) در محدوده ۰/۹۹۹-۰/۹۹۰ قرار داشت. مقادیر حد تشخیص و حد تعیین مقدار آنالیت‌های مورد مطالعه بترتیب ng/g ۸/۳- ۰/۶ و ng/g ۲-۲۵ بدست آمد. میانگین میزان بازیافت و میزان تکرارپذیری روش در ۵ سطح آلوده مختلف (برای OCPs: ng/g ۱۰۰- ۵ و برای PCBs : ng/g ۲۰-۱)، بترتیب ٪۱۱۲-٪۷۳ و ٪۱۷.۹- ۱/۴٪ محاسبه شد. دامنه مقادیر عدم قطعیت ٪۳۰/۸۸-٪۲/۷۷ قرار داشت. نتایج بدست آمده از این پژوهش نشان دهنده حضور ترکیبات آلی کلره در ماهیان مورد بررسی می‌باشد، بدین ترتیب که بیشترین میزان آلودگی مربوط به *p,p'*-DDT با مقدار میانگین ng/g ww (wet weight) ۱۱۳ بدست آمد. همچنین سموم Dieldrin و *p,p'*-DDE با مقادیر میانگین بترتیب ng/g ww ۱۳/۳ و ng/g ww ۱۰ در مراتب بعدی آلودگی قرار داشتند. بررسی دیگر سموم آلی کلره مورد مطالعه در نمونه‌های ماهی نشان‌دهنده حضور برخی از این ترکیبات مانند α-Chlordane، Υ-Chlordane، *o,p'*-DDE، *o,p'*-DDT و HCB بود که مقادیر بدست آمده در نمونه‌ها پایین‌تر از حدود تعیین مقدار روش، بود. با توجه به مقادیر بدست آمده، میزان آلودگی به سموم آلی کلره پایین‌تر از حداکثر مقادیر مجاز مصوب SANTE/۱۱۸۱۳،۲۰۱۷ قانون اتحادیه اروپا قرار داشت. همچنین بررسی بی‌فنیل‌های پلی‌کلره شاخص مورد مطالعه در نمونه‌های ماهی، نشان‌دهنده حضور تنها PCB-۲۸ بود که مقدار آن پایین‌تر از حداکثر مقادیر مجاز مصوب EU/۶۴۴،۲۰۱۷ قانون اتحادیه اروپا قرار داشت.

واژگان کلیدی: آلاینده‌های آلی پایدار، آفت‌کش‌های آلی کلره، بی‌فنیل‌های پلی‌کلره، ماهی قزل آلای رنگین‌کمان، دستگاه کروماتوگرافی گازی- طیف سنجی جرمی متوالی

*نویسنده مسئول

[Downloaded from isfj.ir on 2026-11-07]

[DOR: 20.1001.1.10261354.1399.29.2.6.6]

مقدمه

انتشار مواد شیمیایی سمی به محیط زیست، سلامت انسان و جانوران های مختلف را به مخاطره انداخته است (Dip *et al*., 2003). آلاینده‌های آلی پایدار(POs) [1] به دلیل پراکندگی و آلودگی محیط زیستی، موجب نگرانی‌های بسیاری در ارتباط با سلامت عمومی هستند و محدودیت‌های بسیاری در استفاده از این ترکیبات در بیشتر کشورها ایجاد گردیده است اما کاربرد وسیع آنها در حال حاضر در صنایع مختلف از جمله کشاورزی ادامه دارد (Guruge and Tanabe, 2001; Minh *et al*., 2004; Zhu *et al*., 2005; Zhou *et al*., 2007).

آلاینده‌های آلی پایدار گروه بسیار متنوع و متفاوتی از مواد شیمیایی انسان ساخت را دربرمی‌گیرد. چندین گروه از این مواد شیمیایی در کنفرانس استکهلم به عنوان آلاینده‌های آلی پایدار شناخته شده‌اند و نگرانی زیادی در مورد سمیت این ترکیبات به عنوان مواد خطرناک و آلوده‌کننده محیط زیست وجود دارد. دی بنزو دی اکسین های پلی کلره[2](PCDDs)، دی بنزوفوران‌های پلی‌کلره [3](PCDFs)، هیدرو کربن های آروماتیک چند حلقه‌ای [4](PAHs)، دی فنیل اترهای پلی برمه [5](PBDEs)، بی‌فنیل‌های پلی‌کلره [6](PCBs)، آفت‌کش‌های آلی کلره [7](OCPs) شامل هگزا کلرو بنزن، هگزا کلرو سیکلوهگزان و ایزومرهای آن (آلفا، بتا و گاما)، ددت و متابولیت‌های آن، حشره‌کش‌های سیکلودین (آلدرین، دی آلدرین، کلردان، اندوسولفان و ...)، توکسافون[8]، هپتاکلر[9] و میرکس[10]، از جمله این ترکیبات می‌باشند (Fu and Wu, 2005 و ملوندی، ۱۳۸۸). آلاینده‌های آلی پایدار در برابر تجزیه نوری، بیولوژیک و شیمیایی بسیار مقاوم می‌باشند و خصوصیاتی نظیر چربی دوستی بالا و ماندگاری طولانی مدت آنها در محیط زیست، منجر به تجمع زیستی این ترکیبات در بافت‌های چربی موجودات زنده می‌شود که در نتیجه ماندگاری آنها در طول زنجیره غذایی افزایش می‌یابد و خطرات جبران‌ناپذیری برای سلامتی انسان و سایر اکوسیستم‌های گیاهی و جانوری ایجاد می‌نماید (Perugini *et al*., 2004; Naso *et al*., 2005)، OCPs و PCBs دو گروه از مهمترین این ترکیبات می‌باشند.

طبق تعریف سازمان خواربار و کشاورزی ملل متحد (فائو)[11]، ترکیبی که بتواند هر نوع آفت را از بین ببرد یا از آن جلوگیری کند، آفت‌کش نامیده می‌شود (FAO, 2003 ; WHO, 2003). آفت کش ها مواد شیمیایی هستند که آگاهانه توسط انسان وارد مواد غذایی می‌شوند و به دلیل پایداری زیاد پس از مصرف، در بافت‌های انسانی و حیوانی تجمع می‌یابند و سبب ایجاد بیماری‌های فراوانی از جمله سرطان و انواع تومورها می‌شوند (Navaro *et al*., 2007).

بی‌فنیل‌های پلی‌کلره در چند دهه اخیر در حجم بسیار زیادی تولید شده‌اند و به دلیل خصوصیات فیزیکی و شیمیایی منحصربفرد به عنوان دی الکتریک در خازن‌ها، مایعات هیدرولیک، روغن ترانسفورماتورها، مواد پوشش دهنده سطح، چسب‌ها و رنگ‌ها در صنعت مورد استفاده قرار می‌گیرند (Cok and Satiroglu, 2004). به طور تجاری این ترکیبات از کلرینه نمودن بی‌فنیل‌ها تولید می‌شوند که مخلوط ایزومرهای چندگانه با درجه متفاوت از کلر هستند (Borja *et al*., 2005). از آنجایی که ترکیبات PCB مقاومت بالایی نسبت به تجزیه دارند، در خاک و آب برای سالهای زیادی باقی می‌مانند (Wenhai *et al*., 2005). شایان ذکر است، کشور ما عضو کنوانسیون استکهلم بوده و متعهد است تا سال ۲۰۲۵ نسبت به امحاء بی فنیل‌های پلی‌کلره، اقدام نماید (UN, 2001; Porta and Zumeta., 2002; UNEP, 2004).

روش دستگاهی مورد استفاده در تحقیقات علمی برای بالا بردن صحت و دقت روش بسیار حائز اهمیت است. از سوی دیگر، سموم ارگانوکلره و فنیل‌های پلی‌کلره دارای خصوصیات فیزیکی و شیمیایی کاملاً متفاوت هستند و تفاوت‌های زیادی در قطبیت، فراریت و پایداری در مقابل تجزیه شدن از خود نشان می‌دهند. طبق گزارش‌های موجود، مقدار سموم ارگانوکلره فعال مورد استفاده در کشورهای مختلف بیش از هزار عدد می‌باشد که با احتساب متابولیت‌های آنها این عدد به چندین هزار خواهد رسید (Carlo and Yolanda, 2007). همچنین فنیل‌های پلی‌کلره به دلیل تنوع استخلاف دارای ایزومرهای مختلف می‌باشد. بنابراین، شناسایی این مواد در ماتریکس‌های پیچیده‌ای مانند مواد غذایی بخصوص ماتریکس‌های چرب نیازمند یک روش جداسازی و دستگاههای دقیق جهت شناسایی و تعیین مقدار آنالیت‌های مورد آنالیز در غلظت‌های بسیار کم می‌باشد. نتیجه آنالیز این آلاینده‌ها باید سریع، ساده، دقیق و انتخابی باشد و در ضمن، قابل کاربرد در ماتریکس‌های

[1] Persistent organic pollutants
[2] Polychlorinated dibenzo-dioxins
[3] Polychlorinated dibenzo-furans
[4] Polyaromatic hydrocarbones
[5] Polybrominated diphenyl ethers
[6] Polychlorinated biphenyls
[7] Organochlorine Pesticides
[8] Toxaphene
[9] Heptachlor
[10] Mirex
[11] Food and Agriculture Organization (FAO)

[Downloaded from isfj.ir on 2026-11-07]
[DOR: 20.1001.1.10261354.1399.29.2.6.6]

مختلف نیز باشد تا بتوان به سهولت و در کمترین زمان اطلاعات دقیقی درباره پایش، ارزیابی خطر و کیفیت مواد غذایی بدست آورد. روش‌های استخراج متعددی برای شناسایی و تعیین مقدار آلاینده‌های آلی پایدار در غذای انسان وجود دارد (Voorspoels *et al*., 2004; Covaci *et al*., 2005). امروزه استفاده از دستگاه کروماتوگرافی گازی- طیف سنجی جرمی متوالی (GC-MS/MS[1]) انتخاب مناسبی جهت تحقق تمامی موارد مذکور می‌باشد. با استفاده از این دستگاه می‌توان چندین نوع آلاینده از کلاسهای متفاوت را به طور همزمان و با بهره‌گیری از روش‌های Multiresidue و تکنیک‌های پایش یونها مانند MRM[2] یا SIM[3] اندازه‌گیری نمود (Carlo and Yolanda, 2007).

غذاهای دریایی از جمله ماهی به عنوان یکی از کالاهای مهم در سبد غذایی مردم جامعه می‌باشد. هر ایرانی با مصرف روزانه ۶ گرم (g/day ۶)، (انستیتو تحقیقات تغذیه‌ای و صنایع غذایی ایران، ۸۵-۱۳۸۳؛ کلانتری و غفاری پور، ۸۱-۱۳۷۹) از غذاهای دریایی بهره می‌برد و با توجه به نیاز انسان به این کالای غذایی به عنوان گوشت سفید حاوی منابع امگا ۳ و ویتامین D، بایستی سلامت این ماده غذایی بررسی گردد (کرمی، ۱۳۹۷). بافت‌های ماهی به عنوان یک منبع مناسب دارای میزان چربی بالا (۲٪)، محیط مناسبی جهت تجمع آلاینده‌های آلی موجود در محیط‌های آبی مانند رودخانه‌ها می‌باشد (Brown *et al*., 1987). به دلایل مذکور و اینکه ایران یکی از بزرگترین تولید کننده ماهی قزل آلا در دنیاست (خدانظری، ۱۳۹۷) و این ماهی بیشتر از سایر محصولات دریایی مورد مصرف جامعه می‌باشد، ماهی قزل آلا به عنوان ماده غذایی مورد مطالعه از نظر آلودگی به آلاینده‌های آلی پایدار (OCPs,PCBs) انتخاب شد.

هدف از انجام این تحقیق، تکوین و اعتبارسنجی یک روش آنالیز معتبر جهت اندازه‌گیری میزان سموم آلی کلره و بی‌فنیل‌های پلی‌کلره در ماهی قزل‌آلا می‌باشد. در مطالعه حاضر با کمک دستگاه GC-MS و روش پایش MRM و روش استخراج مایع-مایع (LLE[4])، روشی مناسب، سریع، آسان، ارزان و دقیق برای آنالیز همزمان ۱۱ OCPs و ۷ PCBs در ماهی قزل آلای رنگین‌کمان بازار تهران بکار گرفته شد.

[1] Gas chromatography –Tandem mass spectrometry
[2] Multiple reaction monitoring
[3] Selected ion monitoring
[4] Liquid-liquid extraction

مواد و روش کار

نمونه‌برداری ماهی

تعداد ۷۴ نمونه ماهی در مدت زمان دو سال (آبان ۹۵ لغایت آبان ۹۷) از مغازه‌های خرده فروشی شیلات و فروشگاه‌های سطح شهر تهران جمع‌آوری گردیدند. پس از جمع‌آوری، نمونه‌های ماهی در دمای ۲۰- درجه سانتی‌گراد در فریزر نگهداری شدند. جهت انجام آزمایش‌ها و آنالیز، نمونه‌ها پس از خروج از فریزر به صورت فیله درآمدند و سایر اجزاء آن شامل سر، دم، پوست و استخوان‌های ماهی دور ریخته شدند. سپس فیله‌ها به داخل دستگاه آسیاب آشپزخانه‌ای منتقل شدند و به شکل خمیری درآمدند و در نهایت در ظروف شیشه‌ای مناسب بسته‌بندی و دوباره به فریزر منتقل گردیدند.

مواد مورد نیاز

حلال‌های سیکلوهگزان، استن، نرمال هگزان، دی کلرومتان، ایزواکتان و مواد شیمیایی کلرید سدیم، سولفات منیزیم و سیلیکا از شرکت مرک[5] خریداری شد. بی‌فنیل‌های پلی‌کلره به صورت یک آمپول مخلوط از PCBs ۷ با شماره‌های ۲۸ - ۵۲ - ۱۰۱- ۱۱۸- ۱۳۸ -۱۵۳ و ۱۸۰ با غلظت ۰/۰۱ میلی‌گرم در میلی‌لیتر و حجم ۱ میلی‌لیتر و استاندارد داخلی آنها نیز به صورت یک آمپول مخلوط از هفت ^{13}C-PCBs با غلظت ۰/۰۰۵ mg/mL و حجم ۱ میلی لیتر از کمپانی Wellington و آفت‌کش‌های آلی کلره شامل ۱۱ ترکیب (هگزا کلروبنزن، متوکسی‌کلر، دی آلدرین، ددت و متابولیت‌های آن (*o,p'*-DDT, *p,p'*-DDT, *o,p'*-DDE, *p,p'*-DDE)، آلفا و بتا- اندوسولفان ، آلفا و گاما- کلردان)، هر کدام یک آمپول یک میلی‌لیتری با غلظت ۰/۱ mg/mL و دو آمپول جداگانه *p,p'*-DDE -D8 و *p,p'*-DDT -D8 با غلظت ۰/۱ mg/mL و حجم ۱ میلی لیتر از کمپانی Chiron[6] خریداری شد و به عنوان استاندارد داخلی مورد استفاده قرار گرفت.

تجهیزات مورد نیاز

دستگاه کروماتوگرافی گازی مدل 7890A با دتکتور طیف سنج جرمی متوالی (GC-MS/MS) مجهز به یونساز با تکنیک EI و آنالیزور جرمی Triple Quadropule همراه با اتوسمپلر مدل 7693 از شرکت آمریکایی Agilent مورد استفاده قرار گرفت. ستون نصب شده برروی دستگاه، ستون موبینه-HP 5MS (5% phenyl-methylpolysiloxane) با مشخصات (طول ستون ۳۰ متر، قطر داخلی ۰/۲۵ میلی متر، ضخامت فاز

[5] Merck
[6] Campro Scientific

[Downloaded from isfj.ir on 2026-11-07]
[DOR: 20.1001.1.10261354.1399.29.2.6.6]

ثابت ۰/۲۵ میکرومتر) بود. تجهیزات دیگری مانند ترازوی دیجیتال با دقت ۰/۱ میلی‌گرم، آسیاب آشپزخانه‌ای، دستگاه تبخیر Turbovap II، سانتریفیوژ، همزن، سونیکاتور، میکروپیپت در اندازه‌های مختلف، ستون کروماتوگرافی شیشه‌ای، لوله فالکون، گاز ازت و هلیوم با خلوص بالا (۹۹/۹۹۹٪) در این پروژه مورد استفاده قرار گرفت.

معتبر سازی روش آنالیز و آماده سازی نمونه ها

بهینه سازی شرایط دستگاه GC-MS: به منظور آنالیز هر یک از آلاینده‌های آلی پایدار مورد مطالعه (OCPs, ۷ PCBs ۱۱) و تهیه کروماتوگرام و طیف جرمی برای مشخص کردن یون‌های شاخص (یون تاییدی و یون تعیین مقدار[1]) (کبارفرد و عمیدی، ۱۳۸۷)، برنامه دمایی با در نظر گرفتن نقطه جوش حلال و تحمل دمایی ستون طراحی شد. به این صورت که دمای ابتدای ستون ۶۰ درجه سانتی‌گراد انتخاب و به مدت ۲ دقیقه ستون در این دما نگهداری شد، سپس با سرعت ۲۰ درجه سانتی‌گراد در دقیقه، ستون به دمای ۱۲۰ درجه رسید و سپس با سرعت ۱۰ درجه سانتی‌گراد در دقیقه به دمای ۲۶۰ درجه سانتی‌گراد و در نهایت با سرعت ۲۵ درجه سانتی‌گراد در دقیقه به دمای ۳۰۰ درجه سانتی‌گراد رسید و ۵ دقیقه در این دما نگهداری شد. کل برنامه دمایی به مدت ۲۵/۶ دقیقه (run time) محاسبه گردید. اولین پیک نمایش داده شده در کروماتوگرام مربوط به HCB (دقیقه ۱۵/۶) و آخرین پیک مربوط به PCB-۱۸۰ (دقیقه ۲۲/۲) می‌باشد. بدین ترتیب کلیه ۱۸ آلاینده آلی پایدار مورد مطالعه در مدت حدود ۷ دقیقه جداسازی گردیدند. در برنامه طراحی شده برای این آنالیز سرعت حرکت فاز متحرک (گاز هلیوم) از اهمیت بسیاری برخوردار است. برای این منظور برنامه فشار گاز متحرک هلیوم متناسب با برنامه دمایی طراحی گردید. بدین ترتیب، در ابتدا فشار گاز ۷ psi[2] به مدت یک دقیقه ثابت نگهداشته شد. سپس با سرعت ۱۰ psi/min به فشار ۱/۵ psi و سپس با سرعت ۰/۴ psi/min به فشار ۹/۶ psi و در ادامه با سرعت ۱ psi/min به فشار ۱۱/۲ psi رسانده شد و در این فشار به مدت ۵ دقیقه نگهداری گردید. در این راستا با توجه به لزوم آنالیز نمونه‌هایی که احتمالاً حاوی مقادیر بسیار پایینی از آنالیت‌ها بودند و با در نظر گرفتن حداکثر مجاز این ترکیبات در ماهی قزل‌آلا، تزریق در حالت splitess و با لاینر مناسب split/splitless[3] انجام گردید. دمای محفظه تزریق ۳۰۰ درجه سانتی‌گراد نگهداری شد. خروجی کروماتوگرافی گازی به صورت گاز حاوی آنالیت‌ها و حلال می‌باشد که پس از ورود به اتاقک یون‌ساز توسط روش برخورد الکترونی (EI) یونیزه می‌شود و به سمت آنالیزور جرمی هدایت می‌گردد. مقدار انرژی یونیزاسیون جهت یونیزه کردن یون‌ها ۷۰ الکترون ولت در نظر گرفته شد. همچنین دمای محفظه یونیزاسیون و آنالیزورهای جرمی بترتیب ۲۳۰ و۱۵۰ درجه سانتی‌گراد قرار داده شد.

آنالیز جرمی بکار رفته در دستگاه GC-MS مورد استفاده در این تحقیق آنالیزور جرمی چهار قطبی سه گانه[4] می باشد. این آنالیزور با داشتن محدوده خطی مطلوب در آنالیز کمی آنالیت‌ها، محدوده جرمی مناسب، به عنوان یک فیلتر جرمی به صورت سیستم‌های پایش Full scan ، SIM و سایر پایش‌های اختصاصی‌تر مانند MRM استفاده گردید. در روش پایش MRM از قسمت میانی آنالیزور جرمی چهار قطبی سه گانه یا همان سلول تصادم[5] به عنوان محلی جهت شکستن یون‌های مورد نظر و بدست آوردن قطعات یونی مناسب (فرگمنت) آنها در انرژی‌های بهینه شده (۱۰-۳۵ ev[6]) استفاده گردید. از گازهای نیتروژن به عنوان گاز فرگمنته کننده و هلیوم به عنوان گاز خنک کننده با سرعت ثابت ۱ mL/min به طور جداگانه استفاده شد

معتبرسازی روش آنالیز

جهت شناسایی آنالیت‌ها و به منظور تشخیص زمان بازداری و یون‌های شاخص (یون تعیین مقدار و یونهای تاییدی) هر آلاینده، ابتدا محلول‌های استانداردهای ۱۱ آفت‌کش آلی کلره (غلظت ۱۰ میکروگرم بر میلی‌لیتر)، ۷ بی‌فنیل چندکلره (غلظت ۱ µg/mL) و استاندارد داخلی ۷ $^{13}C_{12}$ -PCBs (غلظت ۰/۵ µg/mL) و استانداردهای داخلی *p,p'*-DDT-D8 و *p,p'*-DDE-D8 (غلظت ۱ µg/mL) را به طور جداگانه در مد اسکن Full scan در محدوده جرمی ۵۰۰-۲۵ واحد جرم اتمی (amu[7]) به مقدار ۱ میکرو لیتر به دستگاه GC-MS تزریق گردید و کروماتوگرام و طیف جرمی آنها بدست آمد (جدول۱).

[1] Qualifier and quantifier ions
[2] Pound-force per square inch (unit of pressure)
[3] Splitless and split mode used for dilute and concentrated solutions respectively
[4] Triple Quadrupole
[5] Collision cell
[6] Electron volt
[7] Atomic mass unit

[Downloaded from isfj.ir on 2026-11-07]
[DOR: 20.1001.1.10261354.1399.29.2.6.6]

جدول ۱: یونهای شاخص و تعیین مقدار شناسایی شده برای ۱۸ آلاینده آلی پایدار (OCPs ۱۱ و PCBs ۷) و استانداردهای داخلی آنها

Table 1: Qualifier and quantifier ions used for 18 POPs (11 OCPs and 7 PCBs) and their IS

ترکیب	زمان بازداری (دقیقه)	یون مادر	یون های محصول (یون تأییدی ، یون تعیین مقدار)	انرژی تفکیک (الکترون ولت)
HCB	۱۵/۶	۲۸۵	۲۴۹،۲۱۴	۱۶،۱۵
α-Chlordane	۱۹/۵	۴۱۰	۲۶۶،۳۰۱	۲۸،۱۵
γ-Chlordane	۱۹/۳	۴۱۰	۲۶۶،۳۰۱	۲۸،۱۵
Dieldrin	۱۹/۹	۳۸۰	۱۹۳،۲۲۸	۳۵،۲۴
o,p'-DDE	۱۹/۳	۳۱۸	۱۷۶،۲۴۸	۲۸،۱۵
p,p'-DDE	۱۹/۸	۳۱۸	۱۷۶،۲۴۸	۲۸،۱۵
o,p'-DDT	۲۰/۵	۳۵۴	۱۶۵،۱۹۹	۳۰،۱۵
p,p'-DDT	۲۱	۳۵۴	۱۶۵،۱۹۹	۳۰،۱۵
α-Endosulfan	۱۹/۵	۴۰۶	۲۰۶،۱۵۹	۱۵،۱۰
ß-Endosulfan	۲۰/۴	۴۰۶	۲۰۶،۱۶۰	۱۳،۱۰
Methoxychlor	۲۱/۸	۳۴۵	۱۴۱،۱۶۹	۳۵،۳۵
PCB ۲۸	۱۷/۱	۲۵۶،۲۵۸*	۱۸۶	۳۰
PCB ۵۲	۱۷/۷	۲۹۰،۲۹۲*	۲۲۰	۳۰
PCB ۱۰۱	۱۹/۳	۳۲۶،۳۲۸*	۲۵۶	۳۵
PCB ۱۱۸	۲۰/۳	۳۲۶،۳۲۸*	۲۵۶	۳۵
PCB ۱۵۳	۲۰/۷	۳۶۰،۳۶۲*	۲۹۰	۳۰
PCB ۱۳۸	۲۱/۱	۳۶۰،۳۶۲*	۲۹۰	۳۰
PCB ۱۸۰	۲۲/۱	۳۹۴،۳۹۶*	۳۲۴	۳۵
p,p'-DDE-D8	۱۹/۸	۳۲۶	۱۸۴،۲۵۶	۲۸،۱۵
p,p'-DDT-D8	۲۱	۳۶۲	۱۷۳،۲۰۷	۳۰،۱۵
^{13}C-PCB ۲۸	۱۷/۱	۲۶۸،۲۷۰*	۱۹۸	۳۰
^{13}C--PCB ۵۲	۱۷/۷	۳۰۲،۳۰۴*	۲۳۲	۳۰
^{13}C-PCB ۱۰۱	۱۹/۳	۳۳۸،۳۴۰*	۲۶۸	۳۵
^{13}C-PCB ۱۱۸	۲۰/۳	۳۳۸،۳۴۰*	۲۶۸	۳۵
^{13}C-PCB ۱۵۳	۲۰/۷	۳۷۲،۳۷۴*	۳۰۲	۳۰
^{13}C-PCB ۱۳۸	۲۱/۱	۳۷۲،۳۷۴*	۳۰۲	۳۰
^{13}C-PCB ۱۸۰	۲۲/۱	۴۰۶،۴۰۸*	۳۳۶	۳۵

سپس محلول استاندارد حد واسط از مخلوط یازده OCPs و هفت PCBs مورد مطالعه به منظور آنالیز همزمان ۱۸ ترکیب آلی پایدار در روش پایش اسکن (غلظت OCPs : ۰/۵ µg/mL و PCBs : ۰/۱ µg/mL) و به مقدار ۱ میکرولیتر به دستگاه تزریق شد.

پس از شناسایی یون‌های مادر، به منظور افزایش حساسیت و گزینش پذیری، از روش پایش یون‌های انتخابی (SIM) استفاده شد. همچنین برای بدست آوردن پیک‌هایی با حداکثر شدت، ۶ ناحیه زمانی جهت پردازش یون‌های شاخص ترکیبات تعریف گردید. در مرحله بعد به منظور انتخاب و بهینه سازی فرگمنت‌های حاصل از یون مادر و انرژی‌های مختلفی که در آن تبدیل‌های حاصل[1] منجر به ایجاد یون‌های محصول با بیشترین

[1] Transition

[Downloaded from isfj.ir on 2026-11-07]

[DOR: 20.1001.1.10261354.1399.29.2.6.6]

فراوانی می‌شوند و به عنوان انرژی‌های تفکیک[1] مخصوص هر سم انتخاب شد (جدول ۱). در ادامه جهت افزایش حداکثری اختصاصی بودن و حساسیت روش آنالیز، مقدار یک میکرولیتر از محلول با غلظت ۰/۵ µg/mL OCPs و µg/mL PCBs ۰/۱ به همراه استانداردهای داخلی مربوطه (غلظت ۲۵ نانوگرم بر میلی لیتر) تزریق گردید (شکل۱).

جهت کشیدن منحنی کالیبراسیون محلول های استاندارد مخلوط از ۱۸ آلاینده آلی پایدار با غلظت‌های مختلف [(۰/۵، ۱/۲۵، ۲/۵، ۵، ۱۰، ۲۵، ۵۰، ۷۵، ۱۰۰، ۱۲۵، ۱۵۰ ng/mL برای OCPs و ۰/۱، ۰/۲۵، ۰/۵، ۱، ۲، ۵ ،۱۰، ۱۵، ۲۰، ۲۵، ۳۰ ng/mL برای PCBs) (استانداردهای داخلی آنها با غلظت ۲۵ ng/mL)] تهیه و به دستگاه تزریق شد و مورد آنالیز قرار گرفت. بدین منظور با توجه به زمان بازداری آلاینده‌های مورد نظر در ناحیه‌های تعریف شده، یون‌های اختصاصی هر یک از سموم، پایش شده و سطح زیر پیک هر یک در غلظت مورد نظر بدست آمد. منحنی‌های استاندارد با تمامی استانداردهای داخلی کشیده شدند و نهایتاً بهترین معادله با ضریب همبستگی بالای ۹۹٪ انتخاب گردید. برای تعیین صحت و دقت روش پنج سطح اسپایک (۱۰۰ ng/g، ۵۰، ۲۵، ۱۰، ۵ : OCPs و متناسب با آن ۲۰ ng/g، ۱۰، ۵، ۲، ۱ : PCBs) مورد بررسی قرار گرفت (استاندارد داخلی ۲۵ ng/g بود) . نسبت سطح زیر منحنی آنالیت به سطح زیر منحنی استاندارد داخلی برای نمونه‌های مجهول پس از تزریق نمونه‌ها به دستگاه محاسبه گردید و در معادلات خطی منحنی کالیبراسیون قرار داده شد و غلظت هر سم و مقدار بازیافت آن بررسی گردید. برای هر غلظت در هر روز ۳ نمونه آماده و به دستگاه تزریق شد و این عمل ۳ روز متوالی تکرار گردید. بر مبنای نتایج حاصله میزان بازیافت به عنوان معیاری از صحت و RSD ٪ به عنوان معیاری از دقت روش محاسبه گردید. همچنین کمترین غلظتی که پیکی معادل سه برابر نویز ایجاد کند (S/N=۳) به عنوان LOD آنالیت مورد نظر و کمترین غلظتی که پیکی معادل ۱۰ برابر نویز ایجاد کند (S/N=۱۰) به عنوان LOQ آن آنالیت درنظر گرفته می‌شود. عدم قطعیت (U) روش از حاصلضرب درصد ضریب تغییرات در فاکتور پوشش (عدد۲) مطابق فرمول فرمول ۱ بدست آمد (EU, 2017, 644; EU, SANTE, 2017, 11813; Chandran and Singh, 2007).

$$U = 2\ (\text{Coverage factor}) \times CV\%^{2} \quad \text{فرمول ۱}$$

ترکیبات *p,p'*-DDE-D8 و *p,p'*-DDT-D8 به عنوان استانداردهای داخلی برای آنالیز ترکیبات ددت و متوکسی کلر مورد استفاده قرار گرفت و جهت آنالیز سایر سموم آلی کلره از ترکیب نشاندار $^{13}C_{12}$-PCB-118 استفاده گردید. بی‌فنیل‌های چندکلره با استاندارد داخلی مرتبط به خود از نوع نشاندار $^{13}C_{12}$-labelled-PCBs، مورد بررسی قرار گرفتند.

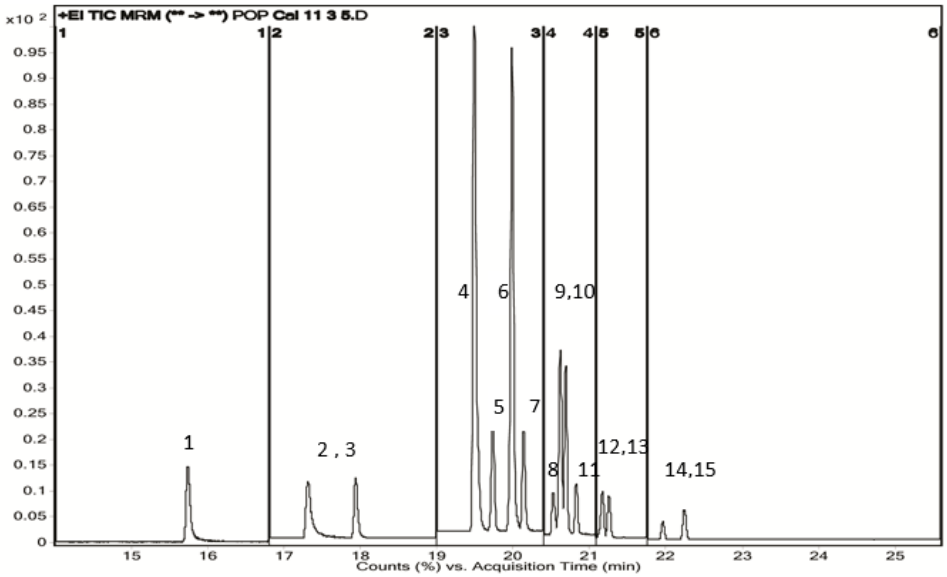
معتبرسازی روش آنالیز نمونه‌ها

شناسایی و اندازه‌گیری میزان باقیمانده سموم آلی پایدار در نمونه‌های ماهی قزل آلا بوسیله دستگاه GC-MS/MS و با روش پایش MRM انجام شد. بدین ترتیب یک گرم فیله ماهی یخ زدایی شده عاری از هر گونه آلاینده (نمونه تمیز[3])، با ۲۵ میکرولیتر از غلظت ۱۰۰۰ نانوگرم بر میلی‌لیتر استانداردهای داخلی OCPs و ۵۰ µL از غلظت ۵۰۰ ng/mL استانداردهای داخلی PCBs آلوده[4] شد. همچنین جهت محاسبه میزان بازیافت و کارایی روش استخراج مقدار ۱۰، ۲۰، ۵۰، ۱۰۰و۲۰۰ میکرولیتر از محلولی با غلظت ۵۰۰ ng/mL: OCPs و ۱۰۰ng/mL: PCBs (جهت بدست آوردن سطوح اسپایک ۱۰۰ ng/g، ۵۰، ۲۵، ۱۰، ۵ :OCPs و ۲۰ ng/g، ۱۰، ۵، ۲، ۱ :PCBs) بر ماهی اسپایک شد. پس از هم زدن شدید، مقدار ۱۰ mL مخلوط حلال‌های ان-هگزان/ استن با نسبت ۱:۱ را بر روی نمونه ریخته و بعد از هم زدن محلول مقدار ۴ گرم سولفات منیزیم و ۲ گرم کلرید سدیم به آن اضافه شد. سپس این مخلوط با سرعت ۳۶۰۰ دور در دقیقه به مدت ۵ دقیقه سانترفیوژ گردیده و میزان ۱ mL از محلول جداسازی شده با گاز ازت خشک شد. سپس به آن ۱ mL هگزان اضافه می شود (محلول۱). به منظور تهیه ستون سیلیکا جهت مرحله خالص سازی[5]، مقدار ۱ گرم سیلیکای غیر فعال شده [6] ، داخل ستون کروماتوگرافی مخصوص ریخته شد و پس از آماده سازی ستون[7] با هگزان و دی کلرومتان، محلول۱ به ستون اضافه شد. سپس لوله با ۲ mL هگزان در دو مرحله و هر بار ۱ mL شستشو گردید.

[1] Collision energy
[2] Coefficient of variation

[3] Blank
[4] Spike
[5] Clean up
[6] تهیه سیلیکای غیر فعال: برای این منظور مطابق با دستورالعمل آزمایشگاه رفرانس اروپا سیلیکا ژل را سه مرتبه با دی کلرومتان شستشو داده و سپس جهت خشک شدن یک شب در آون با دمای ۳۰۰-۲۰۰ درجه قرار داده شد.
[7] Conditioning

[Downloaded from isfj.ir on 2026-11-07]
[DOR: 20.1001.1.10261354.1399.29.2.6.6]



شکل ۱: کروماتوگرام مخلوط ۱۸ آلاینده آلی پایدار در مد MRM

Figure 1: GC-MS/MS chromatogram of 18 POPs in MRM mode

1: HCB, 2: PCB 28, 3: PCB 52, 4: PCB 101, ϒ -Chlordane, *o,p'*-DDE, 5: α -Chlordane, α -Endosulfan, 6: *p,p'*-DDE, 7: Dieldrin, 8: PCB 118, 9: β-Endosulfan, 10: *o,p'*-DDT, 11: PCB 138, 12: *p,p'*-DDT, 13: PCB 153, 14: Methoxychlor, 15: PCB 180

هت استخراج نهایی آنالیت ها از ماهی مقدار ۱۰ mL مخلوط حلالهای هگزان/ دی کلرومتان با نسبت ۱:۱ به آن اضافه شده و تا حجم ۰/۵ میلی لیتر با گاز ازت توسط دستگاه تبخیر خشک گردید. سپس مقدار ۲ mL ایزواکتان به آن اضافه شد و دوباره تا حجم ۰/۵ mL خشک گردید. مقدار ۱۰۰ µL از آن را به ویال GC-MS منتقل شد و مقدار ۱ µL به دستگاه GC-MS تزریق گردید. بدین ترتیب میزان حدود تشخیص و تعیین مقدار و همچنین میزان بازیافت به منظور صحت روش و میزان دقت از محاسبه تکرارپذیری روش، محاسبه گردید. غلظت هر یک از آلاینده‌های موجود در نمونه‌ها با استفاده از محاسبه نسبت مقدار سطح زیر پیک هر آلاینده به مقدار سطح زیر پیک استاندارد داخلی مربوطه و قراردادن آن در معادله خط منحنی کالیبراسیون استاندارد آنالیت ها بدست آمد. مقادیر بدست آمده به عنوان پاسخ تجزیه‌ای جهت محاسبه غلظت باقیمانده آلاینده‌های آلی پایدار موجود در نمونه‌ها استفاده شد. جهت بدست آوردن مقادیر هر آلاینده، جرم مورد نظر از داخل کروماتوگرام استخراج شد.

پس از بهینه کردن شرایط در بخش های مختلف از جمله کروماتوگرافی گازی و طیف سنجی جرمی و روش استخراج و خالص‌سازی، اعتبار بخشی روش بر اساس پروتکل اعتبارسنجی SANTE انجام شد و با پارامترهای موجود در دستورالعمل شماره ۶۴۴ و ۱۱۸۱۳ اتحادیه اروپا مقایسه شد (EU, 2017, 644; EU, SANTE, 2017, 11813; Chandran and Singh, 2007).

تخمین میزان دریافت روزانه سموم POPs در شهر تهران

میزان دریافت هر سم به میزان آلودگی و میزان مصرف ماده غذایی مورد نظر بستگی دارد. در این تحقیق پس از شناسایی و تعیین مقدار آلاینده‌های آلی پایدار مورد مطالعه موجود در ماهی میزان متوسط دریافت روزانه این سموم با درنظر گرفتن میانگین سرانه ۶ گرم ماهی در روز (انستیتو تحقیقات تغذیه‌ای و صنایع غذایی ایران، ۸۵-۱۳۸۳؛ کلانتری و غفاری پور، ۸۱-۱۳۷۹) و با احتساب ۶۰ کیلوگرم برای وزن یک فرد بالغ محاسبه گردید (FAO ,2002; WHO, FSF/FOS, 2011). با فرض اینکه یک فرد تهرانی در طول یک روز یک عدد ماهی مصرف کند، میانگین دریافت روزانه آلاینده‌های آلی پایدار مورد مطالعه از طریق مصرف ماهی به ازاء هر کیلوگرم وزن بدن او مطابق فرمول ۲ محاسبه شد (فرمول ۲).

[Downloaded from isfj.ir on 2026-11-07]

[DOR: 20.1001.1.10261354.1399.29.2.6.6]

فرمول ۲

$$\text{میزان آلودگی (ng/g)} = \frac{\text{(حد تعیین مقدار۱/۲} \times \text{تعداد نمونه غیر آلوده)}}{\text{تعداد نمونه ها}}$$

$$\text{میزان دریافت (ng/kg bw/day)} = \frac{\text{(مصرف سرانه ماهی (۶ g/day)} \times \text{میزان آلودگی در ماهی ها)}}{\text{میانگین وزن یک فرد بالغ (۶۰kg)}}$$

نتایج

نتایج حاصل از تزریق استانداردها به دستگاه نمایانگر خطی بودن منحنی‌های کالیبراسیون می باشد. بدین ترتیب، معادلات خطی و ضریب همبستگی (r^2) در دامنه ۰/۹۹۹۷-۰/۹۹۰۱ بدست آمد. حد تشخیص و حد تعیین مقدار بترتیب ۸/۳ ng/g – ۰/۶ و ng/g ۲۵ - ۲ محاسبه و میانگین میزان بازیافت و تکرارپذیری روش در ۵ سطح آلوده بترتیب در بازه ۱۱۱/۸-۷۳/۳ درصد مطابق با دستورالعمل اتحادیه اروپا (۱۲۰-۶۰ درصد جهت OCPs و ۱۳۰-۷۰ درصد جهت PCBs) و میانگین ضریب تغییرات در بازه ۱۷/۹-۱/۴ درصد مطابق دستورالعمل اتحادیه اروپا (کمتر از ۲۰ درصد) گزارش گردید (EU, 2017, 644; EU, SANTE, 2017, 11813). عدم قطعیت روش ۳۰/۸۸-۲/۷۷ درصد محاسبه گردید (جدول ۲).

آنالیز نمونه های جمع‌آوری شده از سطح بازار تهران

۷۴ نمونه ماهی جمع‌آوری شده از فروشگاه‌های شهر تهران با متد تکوین شده در تحقیق حاضر مورد آنالیز قرار گرفتند. در هر روز یک نمونه کنترل کیفی به صورت بلانک در کنار نمونه‌های مجهول آنالیز شد. نتایج بدست آمده در جدول ۳ ارائه شده است. بیشترین میزان آلودگی مربوط به *p,p'*-DDT با مقدار میانگین ng/g ۱۱۳ (Wet weight) ww بدست آمد. همچنین سموم Dieldrin و *p,p'*-DDE با مقادیر میانگین بترتیب ng/g ۱۳/۳و ng/g ww ۱۰ در مراتب بعدی آلودگی قرار داشتند. بررسی سایر آلاینده‌های مورد مطالعه در نمونه‌های ماهی نشان‌دهنده حضور برخی از این ترکیبات مانند α-Chlordane, Y-Chlordane ،*o,p'*-DDE ،*o,p'-DDT*، HCB و PCB-۲۸ بود که مقادیر بدست آمده در نمونه ها، پایین‌تر از حدود تعیین مقدار روش (LOQ) بود. همچنین میزان تخمینی دریافت روزانه (Estimated daily intake) این سموم برای یک فرد بالغ تهرانی به میزان ng/kg bw/day ۰/۰۰۷ - ۰/۶۱ محاسبه گردید (جدول ۳).

جدول ۲: حد تشخیص، حد تعیین مقدار، دقت، صحت و عدم قطعیت در ۱۸ آلاینده آلی پایدار (۱۱OCPs و ۷ PCBs)

Table 2: Performance characteristics of the method for analysis of 18 POPs (OCPs and PCBs) in fish

ترکیب	حد تشخیص (نانوگرم بر گرم)	حد تعیین مقدار (نانوگرم بر گرم)	صحت ± دقت (درصد)	عدم قطعیت (درصد)	ضریب همبستگی	معادله خط
HCB	۱/۶	۵	۸۷ ± ۳/۴	۶/۷۸	۰/۹۹۰۱	Y=۰/۰۳۲۱X-۰/۰۰۱۹
α-Chlordane	۳/۳	۱۰	۸۵/۲ ± ۹/۳	۱۸/۵۸	۰/۹۹۵۴	Y=۰/۰۱۹۴X+۰/۰۰۳۱
γ-Chlordane	۱/۶	۵	۱۰۸/۵ ± ۱۳/۸	۲۷/۶۴	۰/۹۹۶۷	Y =۰/۰۱۹جـ۰/۰۲۲۳
Dieldrin	۳/۳	۱۰	۱۰۰/۸ ±۱۴/۳	۲۸/۶۰	۰/۹۹۴۸	$Y=۰/۰۰۴۷X-۹ه۱۰^{-۵}$
o,p'-DDE	۱/۶	۵	۱۰۳/۹ ± ۱۳/۹	۲۷/۸۲	۰/۹۹۹۰	Y =۰/۱۱۱X -۰/۰۸۰۴
p,p'-DDE	۱/۶	۵	۱۱۱/۸ ± ۵/۵	۱۱/۰۴	۰/۹۹۸۰	Y =۰/۱۰۲۹X -۰/۰۶۵۲
o,p'-DDT	۳/۳	۱۰	۹۵/۸ ± ۱/۴	۲/۷۷	۰/۹۹۵۰	Y =۰/۰۶۲X +۰/۲۵۵۹
p,p'-DDT	۳/۳	۱۰	۱۰۹/۷ ± ۱۳/۵	۲۷/۰۱	۰/۹۹۱۹	Y =۰/۰۱۶۷X -۰/۰۷۴۵
α-Endosulfan	۸/۳	۲۵	۷۳/۳ ± ۱۷/۹	۲۵/۷۰	۰/۹۹۱۵	Y =۰/۰۰۸X +۰/۰۱۵۳
ß-Endosulfan	۸/۳	۲۵	۸۵/۲ ± ۵/۳	۱۰/۵۵	۰/۹۹۷۲	Y =۰/۰۰۴۸X -۰/۰۰۸۱
Methoxychlor	۳/۳	۱۰	۸۳/۲± ۱۴/۵	۲۹/۰۸	۰/۹۹۶۹	Y =۰/۰۲۹۲X -۰/۱۷۵۴
PCB 28	۰/۶	۲	۸۹ ±۴/۴	۸/۸۲	۰/۹۹۷۸	Y =۰/۰۴۹۳X -۰/۰۱۶۱
PCB 52	۰/۶	۲	۸۴/۴ ± ۲/۹	۵/۷۴	۰/۹۹۹۷	Y =۰/۰۵۰۶X -۰/۰۲۰۵
PCB 101	۰/۶	۲	۸۰/۵ ± ۸/۱	۱۶/۱۴	۰/۹۹۸۰	Y =۰/۰۷۸۱X -۰/۰۴۰۶
PCB 118	۰/۶	۲	۸۷/۳ ±۷/۳	۱۴/۶۷	۰/۹۹۷۹	Y =۰/۰۵۴۱X -۰/۰۲۵۷
PCB 138	۰/۶	۲	۸۲ ±۱۴/۷	۲۹/۴۷	۰/۹۹۶۷	Y =۰/۰۴۷۱X -۰/۰۰۴۴
PCB 153	۰/۶	۲	۹۵/۱ ± ۸/۵	۱۷/۰۸	۰/۹۹۹۱	Y=۰/۰۵۰۷X-۰/۰۲۴۵
PCB 180	۱/۶	۵	۷۶ ±۱۵/۴	۳۰/۸۸	۰/۹۹۴۸	Y =۰/۰۴۷۱X -۰/۰۰۱۲

[Downloaded from isfj.ir on 2026-11-07]
[DOR: 20.1001.1.10261354.1399.29.2.6.6]

جدول ۳: مقادیر میانگین، میانه، درصد پراکندگی و میزان تخمینی دریافت روزانه نمونه های ماهی آلوده به سموم آلی کلره و بی فنیل های پلی کلره مورد مطالعه در کل ۷۴ نمونه ماهی

Table 3: Occurrence of OCPs and PCBs in fish samples from Tehran markets (Median, Mean, Incidence, EDI) (n=74)

ترکیب	پراکندگی (درصد)	میانگین (نانوگرم بر گرم)	میانه (نانوگرم بر گرم)	حداکثر (نانوگرم بر گرم)	میزان تخمینی دریافت روزانه (نانوگرم بر کیلوگرم وزن بدن در روز)	حداکثر مقادیر مجاز مصوب (نانوگرم بر گرم وزن تر)
HCB	Nd*	< LOQ	< LOQ	-	۰/۰۶	۲۰۰
α-Chlordane	Nd*	< LOQ	< LOQ	-	۰/۰۰۷	۵۰ (مجموع ایزومرهای سیس و ترانس)
γ-Chlordane	Nd*	< LOQ	< LOQ	-	۰/۰۰۷	
Dieldrin	۲/۷	۱۳/۳۱	۱۳/۳۱	۱۵/۱	۰/۰۴	۲۰۰ (به تنهایی یا همراه با آلدرین)
o,p'-DDE	Nd*	< LOQ	< LOQ	-	۰/۰۲	
p,p'-DDE	۸/۱۱	۱۰/۰۳	۷/۴۵	۱۷/۹	۰/۲۸	۱۰۰۰ (مجموع تمام متابولیت ها)
o,p'-DDT	Nd*	< LOQ	< LOQ	-	۰/۰۱	
p,p'-DDT	۵/۴	۱۱۲/۹۹	۲۱/۸۸	۳۹۸	۰/۶۱	
α-Endosulfan	Nd*	-	-	-	-	۵۰ (مجموع ایزومرهای آلفا، بتا و سولفات اندوسولفان)
ß-Endosulfan	Nd*	-	-	-	-	
Methoxychlor	Nd*	-	-	-	-	۱۰
PCB ۲۸	Nd*	< LOQ	< LOQ	-	۰/۰۲	
PCB ۵۲	Nd*	-	-	-	-	
PCB ۱۰۱	Nd*	-	-	-	-	۷۵ (مجموع ۷ شاخص)
PCB ۱۱۸	Nd*	-	-	-	-	
PCB ۱۳۸	Nd*	-	-	-	-	
PCB ۱۵۳	Nd*	-	-	-	-	
PCB ۱۸۰	Nd*	-	-	-	-	

* مشخص نشد (مقادیر زیر حد تشخیص دستگاه بود و مشاهده نشد)

بحث

طبق مطالعات انجام گرفته در ایران، اکثر روش‌های آنالیز نمونه‌ها بر اساس روش آنالیز آلاینده‌های آلی پایداردر نمونه‌های ماهی بر اساس روش سوکسله[1] و دستگاه GC-ECD[2] انجام شده است. محققین (داودی، ۱۳۸۹; جاودان خرد، ۱۳۹۱) با استفاده از مخلوط حلال‌های ان هگزان و استن بوسیله دستگاه سوکسوله به مدت ۴ ساعت تعدادی از آفت‌کش‌های آلی کلره و بی‌فنیل‌های پلی‌کلره را استخراج نمودند و سپس با استفاده از ستون کارتریج حاوی سیلیکاژل و مخلوط حلال‌های ان هگزان و دی کلرومتان و دستگاه GC-ECD ، نمونه‌ها را آنالیز کردند. این تحقیق بر سه گونه ماهی شامل اردک ماهی (*Esox Lucius*)، کپور (*Ciprinus carpio*) و کاراس (*Carassius auratus*) انجام شد (Davodi *et al*., 2011). همچنین در تحقیقی دیگر با استفاده از حلال‌های ان هگزان و دی کلرومتان و استن با نسبت‌های مختلف و دستگاه سوکسله تعدادی از PCB ها و OCP ها در ماهی آنالیز شدند (Voorspoels *et al*., 2004; Covaci *et al*., 2005). روش سوکسله یکی از متدهای مرسوم جهت آماده‌سازی و استخراج آلاینده‌ها در ماتریکس‌های مختلف مواد غذایی و گیاهان بوده است. اما مدت زمان آنالیز نمونه‌ها (۲۴-۴ ساعت)، حجم زیاد حلال مصرفی و بازده پایین روش، کم کم باعث شد از روش‌های جایگزین

[1] Soxhlet
[2] Gas chromatography-electron capture detector

[Downloaded from isfj.ir on 2026-11-07]
[DOR: 20.1001.1.10261354.1399.29.2.6.6]

مانند ASE[1] یا PLE[2] استفاده گردد. Lui و همکاران (۲۰۰۶) و همچنین Yang و همکاران (۲۰۱۰) بترتیب از روشهای GPC[3] و ASE برای آنالیز سموم آلی کلره و بی‌فنیل‌های پلی‌کلره با بکارگیری حلال‌های ان‌هگزان و دی کلرومتان استفاده کردند (Liu *et al*., 2006; Yang *et al*., 2010). همچنین Drabova و همکاران (۲۰۱۱) و Suchan و همکاران (۲۰۰۴) مقدار زیادی از آلاینده‌های آلی پایدار را با بکار بردن حلال ان هگزان و دی کلرومتان (۱:۱) و روش PLE جداسازی و شناسایی نمودند (Suchan *et al*., 2004; Drabova *et al*., 2011). روش‌های مذکور امروزه همچنان مورد استفاده قرار می‌گیرند اما با توجه به تعدد پروژه های تحقیقاتی، استفاده از روشی که بتواند در مدت زمان کوتاهی نتایج قابل قبولی ارائه نماید، لازم و ضروری می‌باشد. در این تحقیق از روش استخراج مایع – مایع استفاده شده است. سادگی و حجم کم حلال مصرفی و عدم نیاز به تجهیزات خاص و گران جهت آماده‌سازی نمونه‌ها از مزایای استفاده از این روش می‌باشد. بدین ترتیب استفاده از حلال‌های متفاوت در درصدهای مختلف برای دو مرحله استخراج و خالص‌سازی مورد بررسی قرار گرفت و در نهایت مخلوط حلال های ان هگزان و استن با نسبت ۱:۱ جهت مرحله استخراج و مخلوط حلال‌های ان هگزان و دی کلرومتان با نسبت ۱:۱ جهت مرحله خالص‌سازی با بدست آوردن مقدار بازیافت مناسب برای آنالیت‌های مورد مطالعه انتخاب گردید. در بررسی مقالات مختلف، حجم مصرفی حلال به میزان بالایی (۴۰-۱۷۰ میلی لیتر) گزارش شده است (Suchan *et al*., 2004; Voorspoels *et al*., 2004; Covaci *et al*., 2005; Lui *et al*., 2006; Schmid *et al*., 2007; Yang *et al*., 2010; Cocco *et al*., 2011; Davodi *et al*., 2011; Drabova *et al*., 2011). در تحقیق اخیر تنها ۲۰ میلی‌لیتر حلال در دو مرحله مورد استفاده قرار گرفت که می‌توان گفت با توجه به حجم کم حلال ملاحظات زیست محیطی رعایت گردیده است.

در این مقاله از روش کالیبراسیون استاندارد داخلی[4] استفاده شده است که در مقایسه با سایر روش های پیچیده مانند کالیبراسیون با دو روش " افزایش آنالیت به نمونه تمیز[5] " و تطبیق ماتریکس[6] "، روشی بسیار ساده‌تر می‌باشد و در مدت زمان کوتاه‌تری نتایج آنالیز بدست می آید.

نتایج بدست آمده از این پژوهش دقیق و قابل استناد می‌باشد. این میزان صحت و دقت را می‌توان معلول استفاده از استانداردهای داخلی متعدد و اختصاصی هر ترکیب دانست. بررسی مقالات مختلف نشان داد استفاده از استاندارد داخلی اختصاصی هر ترکیب می‌تواند دقت انجام آزمایش را تا حدود بسیار زیادی بالا ببرد. میزان انحراف استاندارد نسبی (RSD[7]) یا به عبارتی تکرارپذیری روش در تحقیقات توسط Voorspoels و Covaci (۲۰۰۴ و ۲۰۰۵) انجام دادند، کمتر از ۳۰ درصد گزارش شده بود (Voorspoels *et al*., 2004; Covaci *et al*., 2005). در این تحقیقات تنها از دو استاندارد داخلی PCB ۴۶ و ۱۴۳ استفاده گردید (EU, 2017, 644; EU, SANTE, 2017, 11813). در روش بهینه شده توسط Cocco و همکاران (۲۰۱۱) تنها از یک استاندارد داخلی (PCB-۲۰۹) استفاده شده است که میزان بازیافت ۹۴-۷۴ درصد و RSD در دامنه ۱۹-۱۱ درصد اعلام شده بود (Cocoo *et al*., 2011) و میزان حداکثر حدود تشخیص و تعیین مقدار بترتیب ng/g ۲۰ و ۴۰ گزارش شده بود که در روش اخیر (این مقاله) این مقدار بترتیب ng/g ۸/۳ و ۲۵ بدست آمد.

استفاده از متد طیف سنجی جرمی متوالی (MS/MS) و پایش یون‌ها به روش MRM یکی از بهترین گزینه‌ها برای آنالیز همزمان ۱۸ آلاینده آلی پایدار در ماتریکس پیچیده‌ای مانند ماهی می‌باشد. بدین ترتیب، در مدت زمان بسیار کوتاه (۷ دقیقه) و فقط با تعیین تعدادی یون شاخص از آلاینده‌های مورد نظر، پاسخ سریع، صحیح و دقیقی بدست آمد.

بررسی آلاینده‌های آلی پایدار مورد مطالعه در ۷۴ نمونه ماهی قزل آلای رنگین کمان جمع‌آوری شده از فروشگاه‌های شهر تهران، مشخص نمود که تعدادی از آنها به این سموم آلوده می‌باشند (جدول ۳). مقدار بالای *p,p'*-DDT (۱۱۳ ng/g) در ماهیان نشان می‌دهد، برخلاف ممنوعیت بکارگیری DDT صنعتی در مزارع کشاورزی، این سم اخیراً مورد استفاده قرار گرفته است. از سوی دیگر، مقدار کم متابولیت *p,p'*-DDE (۱۰ng/g) همچنین مقادیر ناچیز متابولیت‌های *o,p'*-DDT و *o,p'*-DDE در ماهیان آلوده به این سموم، نشانه‌ای از مقاومت بالای زیست محیطی و نیمه عمر طولانی آنها در اکوسیستم‌های آبی می‌باشد که مشخصاً نشان می‌دهد، این ماهیان بتازگی در معرض سم DDT قرار نگرفته‌اند (Andersen *et al*., 2001; Zhou *et al*., 2008).

دی آلدرین متابولیت پایدار سم آلدرین است که به صورت اپوکسید نسبت به پیش ماده خود، دارای قطبیت بیشتر و در

[1] Accelerated Solvent Extraction
[2] Pressurized Liquid Extraction
[3] Gel Permeation Chromatography
[4] Internal standard calibration curve
[5] Spiked calibration curve
[6] Matrix match calibration curve
[7] Relative Standard Deviation

[Downloaded from isfj.ir on 2026-11-07]
[DOR: 20.1001.1.10261354.1399.29.2.6.6]

نتیجه حلالیت زیاد در آب می باشد. این سم با حرکت در طول زنجیره غذایی تحت اثر تغلیظ زیستی قرار می‌گیرد. نیمه عمر دی آلدرین در خاک حدود ۵ سال است (Ritter *et al.*, 1995) که با توجه به مقدار کم موجود در ماهیان بررسی شده (۱۳/۳ ng/g)، عدم استفاده از این سم جهت کنترل حشرات در چند سال گذشته را نشان می‌دهد و این میزان تنها دلیلی بر باقیماندن این سم با این مقدار کم در ماهیان می باشد.

هگزاکلرو بنزن به صورت یک محصول فرعی در فرمولاسیون ساخت برخی مواد شیمیایی در کارخانجات تولید مواد کلردار مانند حلال‌ها و آفت‌کش‌ها یا از طریق سوختن زباله‌های شهری تولید می‌شود (Bailey, 2001) که با توجه به حلالیت کم آن در آب معمولاً در بافت‌های چرب به مدت طولانی ذخیره می‌شود. پایین بودن مقدار این آلاینده در ماهیان آنالیز شده (< LOQ) نشان از عدم استفاده وسیع از حشره‌کش‌ها و سایر مواد شیمیایی در سال‌های اخیر می‌باشد

سموم α-Chlordane و γ-Chlordane نیز مانند HCB به مقدار کم در ماهیان دیده شد که حاکی از عدم بکارگیری این سموم در حال حاضر و از بین رفتن باقیمانده آنها در محیط زیست می‌باشد (جاودان خرد ، ۱۳۹۱).

PCB-۲۸ به دلیل میزان کم کلر بکار رفته در ساختار آن، امکان جابجایی و حرکت بیشتری دارد و در سیستم‌های بیولوژیک بیشتر انتقال می‌یابد. مقدار ناچیزی از این بی‌فنیل پلی‌کلره در ماهیان مشاهده گردید که نشان‌دهنده حضور آن به دلیل کوچکی مولکول می‌باشد.

با توجه به مقادیر بدست آمده، بررسی باقیمانده آفت‌کش‌های ارگانوکلره در ماهی قزل آلا نشان داد، میزان آلودگی به این سموم پایین‌تر از حداکثر مقادیر مجاز مصوب SANTE/۱۱۸۱۳،۲۰۱۷ قانون اتحادیه اروپا قرار داشت. همچنین بررسی بی‌فنیل‌های چند کلره شاخص مورد مطالعه در نمونه‌های ماهی، نشان‌دهنده حضور تنها PCB-۲۸ بود که مقدار آن پایین‌تر از حداکثر مقادیر مجاز مصوبEU/۶۴۴،۲۰۱۷ قانون اتحادیه اروپا در ماهی و حیوانات آبزی قرار داشت (EU, 2017, 644; EU, SANTE, 2017, 11813).

با توجه به اینکه این مقاله، پژوهشی آزمایشی[1] بوده است، روش طراحی شده در این تحقیق می‌تواند برای آنالیز انواع نمونه‌های ماهی در استان‌های مختلف کشور و در تمام فصول سال بکار گرفته شود تا بتوان تصویری واقعی از میزان آلودگی این منابع به آلاینده‌های آلی پایدار بدست آورد.

[1] Pilot study

تشکر و قدردانی

از تمامی کسانی که در این پژوهش همکاری مشارکت داشتند بخصوص همکاران مرکز تحقیقات سلامت غذا و آزمایشگاه جامع تحقیقاتی دانشگاه علوم پزشکی شهید بهشتی تشکر و قدردانی می‌گردد.

منابع

انستیتو تحقیقات تغذیه‌ای و صنایع غذایی ایران ۸۵-۱۳۸۳. مطالعه جامع الگوی سبد غذایی. دانشگاه علوم پزشکی و خدمات بهداشتی درمانی شهید بهشتی.

جاودان خرد، الف.، اسماعیلی ساری، ع. و بهرامی فر، ن.، ۱۳۹۱. پایش آفت کش های آلی کلره و بی فنیل های چند کلره در سه گونه از ماهیان خوراکی در تالاب انزلی. نشریه دامپزشکی، ۹۵: ۵۹-۵۰.

خدانظری، الف.ن.، حاجی مرادلو، ع. و قربانی، ر.، ۱۳۹۷. جایگزینی پودر ماهی با درصدهای مختلف سیلاژ تخمیری حاصل از پودر ماهی کیلکا آنچوی بر فاکتور رشد و قابلیت هضم پروتئین خوراک قزل آلای رنگین کمان. مجله علمی شیلات ایران، ۲۸: ۱۰۷-۹۵.

Doi: 10.22092/ISFJ. 2019.118889

داودی، م.، اسماعیلی ساری، ع.، بهرامی فر، ن. و زمانی احمد محمودی، ر.، ۱۳۸۹. بررسی غلظت و الگوی پراکندگی بی فنیل های چند کلره در ۵ گونه ماهیان خوراکی تالاب شادگان. نشریه دامپزشکی، ۸۸: ۵۹-۵۳.

کبارفرد، ف. و عمیدی، س.، ۱۳۸۷. مبانی و کاربرد کروماتوگرافی مایع ـ طیف سنجی جرمی. انتشارات مرکز تحقیقات فیتوشیمی دانشگاه علوم پزشکی شهید بهشتی، ۸۲-۸۵ صفحه.

کرمی، الف.، علیشاهی، م.، قربانپور، م.، تابنده، م.ر. و محمدیان، ت.، ۱۳۹۷. بررسی پاسخ پادتن سرمی قزا آلای رنگین کمان (*Onchorhynchus mykiss*) به واکسن دوگانه استرپتوکوکوزیس/ لاکتوکوکوزیس. مجله علمی شیلات ایران، ۲۸: ۹-۱.

DOI: 10.22092/ISFJ. 2019.118605

کلانتری، ن. و غفاری پور، م.، ۸۱-۱۳۷۹. طرح جامع مطالعات الگوی مصرف مواد غذایی خانوار و وضعیت تغذیه ای کشور.

ملوندی، ح.، ۱۳۸۸. ارزیابی و مقایسه ترکیبات ارگانوکلره در اندام های مختلف شغال با توجه به جنس و طول بدن در منطقه مرکزی استان مازندران. دانشگاه تربیت مدرس،

[Downloaded from isfj.ir on 2026-11-07]

[DOR: 20.1001.1.10261354.1399.29.2.6.6]

دانشکده منابع طبیعی و علوم دریایی مهندسی محیط زیست.

Andersen, G., Kovacs, K.M., Lydersen, C., Skaare, J.U., Gjertz I. and Jenssen, B.M., 2001. Concentrations and Patterns of Organochlorine Contaminants in White Whales (Delphinapterus leucas) from Svalbard Norway. *The Science of the Total Environment*, 264: 267-281. Doi:10.1016/S0048-9697(00)00765-8.

Bailey, R.E., 2001. Global hexachlorobenzene emissions. *Chemosphere*, 43: 167-182. Doi: 10.1016/S0045-6535(00)00186-7.

Borja, J., Taleon, D.M., Auresenia, J. and Gallardo, S., 2005. Polychlorinated biphenyls and their biodegradation. *Process Biochemistry*, 40: 1999-2013. Doi: 10.1016/j.procbio.2004.08.006.

Brown, J., Bedard, D.L., Brennan, M.J., Carnahan, J.C., Feng, H. and Wangner, RE., 1987. Polychlorinated biphenyl dechlorination in aquatic sediments. *Science*, 236: 709-712. Doi: 10.1126/science.236.4802.709.

Carlo, S. and Yolanda, P., 2007. Recent trends in liquid chromatography-tandem mass spectrometry to determine pesticides and their metabolites in food. *TrAC Trends in Analytical Chemistry*, 26: 103-115. Doi:10.1016/j.trac.2006.08.005.

Chandran, S. and Singh, R.S.P., 2007. Comparison of various international guidlines for analytical method validation. *Pharmazie*, 62: 4-14. Doi: 10.1691/ph.2007.1.5064.

Cocoo, E., Guignard, C., Haffmann, L. and Bohn, T., 2011. Rapid analysis of polychlorinated biphenyls in fish by pressurized liquid extraction with in-cell cleanup and GC-MS. *International Journal of Environmental Analytical Chemistry*, 91: 333-347. Doi: 10.1080/03067319.2010.496048.

Cok, I. and Satiroglu, M.H., 2004. Polychlorinated Biphenyl Levels in Adipose Tissue of Primiparous Woman in Turkey. *Environment International*, 30: 7-10. Doi: 10.1016/S0160-4120(03)00140-5.

Covaci, A, Gheorgheb, A., Voorspoels, S., Maervoeta, J., Steen Redeker, E., Blust, R. and Schepens, P., 2005. Polybrominated diphenyl ethers, polychlorinated biphenyls and organochlorine pesticides in sediment cores from the Western Scheldt river (Belgium), analytical aspects and depth profiles. *Environment International*, 31: 367- 375. Doi: 10.1016/j.envint.2004.08.009.

Davodi, M. Esmaili-Sari, A. and Bahramifarr N., 2011. Concentration of polychlorinated biphenyls and organochlorine pesticides in some edible fish species from the Shadegan Marshes (Iran). *Ecotoxicology and Environmental Safety*, 74: 294-300. Doi: 10.1016/j.ecoenv.2010.07.045.

Dip, R., Hegglin, D., Deplazes, P., Dafflon, O., Koch, H. and Naegeli, H., 2003. Age- and Sex-dependent Distribution of Persistent Organochlorine in Urban Foxes. *Environmental Health Perspectives*, 111: 1608-1613. Doi: 10.1289/ehp.6226.

Drabova, L., Pulkrabova, J., Kalachova, K., Hradecky, J., Suchanova, M., Tomaniova, M., Kocourek, V. and Hajslova J., 2011. Novel approaches to determination of PAHs and Halogenated POPs in Canned Fish. *Czech Journal of Food Sciences*, 29: 498–507. Doi:10.17221/405/2010-CJFS.

European Commission, 2017. Commission Regulation (EU)., 2017/644, Setting Maximum Levels for certain Contaminations in Foodstuffs. *Official Journal of the European Union*. L 92/9.

[Downloaded from isfj.ir on 2026-11-07]

[DOR: 20.1001.1.10261354.1399.29.2.6.6]

European Commission, 2017. SANTE/11813/2017, Guidance document on analytical quality control and method validation procedures for pesticide residues and analysis in food and feed.

FAO., 2002. Submission and evaluation of pesticide residues data for the estimation of maximum residue levels in food and feed. Food and Agricultural Organization of United Nations. Rome, 25 P.

FAO., 2003. International Code of Conduct on the Distribution and use of Pesticide, Food and Agriculture Organization of the United Nations, Rome, 6 P.

Fu, C.T. and Wu, S.Ch., 2005. Bioaccumulation of polychlorinated biphenyls in mullet fish in former ship dismantling harbor, a contaminated estuary, and nearby coastal fish farms. *Marine Pollution Bulletin*, 51: 932-939. Doi: 10.1016/j.marpolbul.2005.09.047.

Guruge, K.S. and Tanabe, S., 2001. Contamination by persistent organochlorines and butyltin Compounds in west coast of Sir Lanka. *Marine Pollution Bulletin*, 42: 179-186. Doi: 10.1016/S0025-326X(00)00140-5.

Liu, H., Zhang, Q., Cai, Z., Li, A., Wang, Y. and Jiang, G., 2006. Separation of polybrominated diphenyl ethers, polychlorinated biphenyls, polychlorinated dibenzo-p-dioxins and dibenzo-furans in environmental samples using silica gel and florisil fractionation chromatography. *Analytica Chimica Acta*, 557: 314-20. Doi: 10.1016/j.aca.2005.10.001.

Minh, N.H., Someya, M., Minh, T.B., Kunisue, T., Iwata, H., Watanabe, M., Tanaba, S., Viet, P.H. and Tuyen, B.C., 2004. Persistent Organochlorine residues in human breast milk from Honai and Hochiminh city, Vietnam, contamination, accumulation kinetics and risk assessment from infants. *Environmental Pollution*, 129: 431-441. Doi:10.1016/j.envpol.2003.11.012.

Naso, B., Perrone, D., Ferrante, M.C., Bilancion, M. and Lucisano, A., 2005. Persistent organic pollutants in edible marine species from the gulf of Naples, Southern Italy. *Science of the Total Environment*, 343: 83-95. Doi: 10.1016/j.scitotenv.2004.10.007.

Navarro, S., Vela, N. and Navarro, G., 2007. An overview on the environmental behavior of pesticide residue in soils. *Spanish Journal of Agricultural Research*, 5: 357-375. Doi: 10.5424/sjar/2007053-5344.

Perugini, M., Cavaliere, M., Giammario, A., Mazzone, P., Olivieri, V. and Amorena, M., 2004. Levels of Polychlorinated Biphenyls and Organochlorine Pesticides in some Edible Marine Organisms from Central Adriatic Sea. *Chemosphere*, 57: 391-400. Doi: 10.1016/j.chemosphere.2004.04.034.

Porta, M. and Zumeta, E., 2002. Implementing the Stockholm treaty on persistent organic pollutants. *Occupational and Environmental Medicine*, 59: 651-2. Doi: 10.1136/oem.59.10.651

Ritter, L., Solomon, K.R. and Forget, J., 1995. Persistent Organic Pollutants, an Assessment Report on, DDT, Aldrin, Dieldrin, Endrin, Chlordane, Heptachlor, Mirex, Toxaphene, HCB, PCBs, Dioxins and Furans. Canadian Network of toxicology Centers 620 Gordon Street Guelph on Canada, 145 P.

Schmid, P., Kohler, M., Gujer, E., Zennegg, M. and Lanfranchi, M., 2007. Persistent organic pollutants, brominated flame retardants and synthetic musks in fish from remote alpine lakes in Switzerland. *Chemosphere*, 67: 16-21. Doi:10.1016/j.chemosphere.2006.05.080.

Suchan, P., Pulkrabova, J., Hajsolva, J. and Kocourek, V., 2004. Pressurized liquid extraction in determination of polychlorinated biphenyls and organochlorine pesticides in fish

[Downloaded from isfj.ir on 2026-11-07]

[DOR: 20.1001.1.10261354.1399.29.2.6.6]

samples. *Analytica Chimica Acta*, 520: 193-200. Doi:10.1016/j.aca.2004.02.061.

UN., United Nations, Treaty Series., 2001. Stockholm Convention on Persistent Organic Pollutants Stockholm, 22 May, 2256: 119. Registration 17 May 2004, No: 40214, Signatories 152, Parties 183.

UNEP., 2004. UNEP Annual Evaluation Report 2004. Protecting human health and the environment from persistent organic pollutants. Stockholm convention. Available DIALOG. http://wedocs.unep.org/handle/20.500.11822/356. Cited 28 Aug 2019.

Voorspoels, S., Covaci, A., Maervoet, J., De Meester, I. and Schepens, P., 2004. Levels and profiles of PCBs and OCPS in marine benthic species from the Belgian North Sea and the Western Scheldt Estuary. *Marine Pollution Bulletin*, 49: 393-404. Doi: 10.1016/j.marpolbul.2004.02.024.

Wenhai, W., Jie, X., Hongmei, Zh., Qing, Zh. and Shijian, L. 2005. A practical approach tothe degradation of polychlorinated biphenyls in transformer oil. *Chemosphere*, 7: 944-950. Doi: 10.1016/j.chemosphere.2004.11.079.

WHO., 2003. Guidelines on the management of public health pesticides. Report of the WHO Interregional Consultation, Chiang Mai, Thailand.

WHO/FSF/FOS/97.7., 2011. Guidline for predicting dietry intake of pesticide residues.

Yang, R., Wang, Y., Li, A., Zhang, Q., Jing, C., Wang, T., Wang, P., Jiang, G. and Li, Y. 2010. Organochlorine pesticides and PCBs in fish from lakes of the Tibetan Plateau and the implications. *Environmental Pollution*, 158: 2310-2316. Doi: 10.1016/j.envpol.2010.02.004.

Zhu, Y., Lio, H., Xi, Q., Cheng, H. and Xu, X., 2005. Organochlorine pesticides (DDT and HCH) in soils from the outskirt of Beijing, China. *Chemosphere*, 60: 770-778. Doi: 10.1016/j.chemosphere.2005.04.01

Zhou, R., Zhu, L. and Kong, Q., 2007. Persistent chlorinated pesticides in fish species from Qiantang River in East China. *Chemosphere*, 68: 838-847. Doi: 10.1016/j.chemosphere.2007.02.021.

Zhou, R., Zhu, L., Chen, Y. and Kong, Q., 2008. Concentration and Characteristics of Organochlorine Pesticides in Aquatic Biota from Qiantang River in China. *Environmental Pollution*, 151: 190-199. Doi: 10.1016/j.envpol.2007.02.015.

[Downloaded from isfj.ir on 2026-11-07]

[DOR: 20.1001.1.10261354.1399.29.2.6.6]

Validation and application of an analytical method for determination of Persistent Organic Pollutants in Rainbow trout *(Onchorhynchus mykiss)* collected from Tehran retail markets

Bayat M.[1]; Saber Tehrani M.[1]; Kobarfard F.[2*]; Husain S.W. [1]; Yazdanpanah H.[3]

*farzadkf@yahoo.com

1- Department of Chemistry, Islamic Azad University, Science and Research Branch, Tehran, Iran
2- Department of Medicinal Chemistry, School of Pharmacy, Shahid Beheshti University of Medical Sciences, Tehran, Iran
3- Department of Toxicology, School of Pharmacy, Shahid Beheshti University of Medical Sciences, Tehran, Iran

Abstract

Persistent organic pollutants are a wide group of toxic and dangerous compounds. These organic compounds are chemically and physically stable even beams. In this study an analysis method for simultaneous determination of 18 persistent organic pollutants including eleven Organochlorine pesticides (OCPs): HCB, Dieldrin, Methoxychlor, α-, ϒ-Chlordane, α-, β-Endosulfan and *o,p'*-DDE, *p,p'*-DDE, *o,p'*-DDT, *p,p'*-DDT and seven indicator Polychlonitated biphenyls (PCBs); IUPAC nos.: 28,52,101,118,138,153,180 congeners were determined in Rainbow trout by GC-MS/MS in MRM monitoring mode and LLE extraction. The validation results showed the calibration curves over the concentration range of 0.1-30 ng/mL for PCBs and 0.5-150 ng/mL for OCPs were linear and coefficient of determination (r^2) ranged between 0.990-0.999. The LODs and LOQs for POPs studied were between 0.6-8.3 and 2-25 ng/g, respectively. The average recoveries obtained for analytes in five different spiked levels (1-10 ng/g for PCBs and 5 times for OCPs) were in the range of 73%-112%. The relative standard deviations of POPs in fish were in the range of 1.4-17.9% for all of the concentration levels. The ranges of uncertainty were reported between 2.77%-30.88%. The results indicated the presence of organochlorine pesticides in trout samples and the highest level of contamination was related to *p,p'*-DDT with average values of 113 ng/g ww (wet weight). Dieldrin and *p,p'*-DDE were among the next level of contamination with mean values of 13.3 and 10 ng/g ww, respectively. Study of other OCPs in the trout samples indicated the presence of α-, ϒ-Chlordane, *o,p'*-DDE, *o,p'*-DDT and HCB in which the amount were lower than the limit of quantitation (LOQ) of the method. OCPs residues were lower than maximum residue levels set by European Council Directives, SANTE (2017) No.11813. Also, the study of PCBs in trout samples indicated the presence of only PCB 28 and its amount was lower than maximum residue levels set by European Commission Regulation (EU) (2017) No.644.

Keywords: Persistent organic pollutant, Polychlorinated biphenyls, Organochlorine pesticides, Rainbow trout, GC-MS/MS

*Corresponding author

[Downloaded from isfj.ir on 2026-11-07]

[DOR: 20.1001.1.10261354.1399.29.2.6.6]