STANOVENÍ OBSAHU PERSISTENTNÍCH ORGANOCHLOROVÝCH PESTICIDŮ METODOU GC-MS

1 Rozsah a účel

Postup specifikuje podmínky pro stanovení obsahu izomerů DDT, DDE, DDD, HCH, HCB, aldrinu, dieldrinu, endrinu, endrin-ketonu, isodrinu, heptachloru, oxychlordanu, izomerů heptachlorepoxidu, chlordanu endosulfanu, endosulfan sulfátu, methoxychloru, mirexu a toxafenových kongenerů v krmivech s různým obsahem živočišného i rostlinného tuku, v surovinách pro jejich výrobu a v rostlinném materiálu.

Za podmínek daných tímto postupem lze dosáhnout mezí stanovitelnosti (0,5 – 2) µg/kg sušiny vzorku.

2 Princip metody

Organochlorové pesticidy se z předupraveného vzorku extrahují do směsi rozpouštědel, zakoncentrovaný extrakt s přídavkem vnitřních standardů se přečistí, převede do isooktanu a zanalyzuje metodou plynové chromatografie s hmotnostně spektrometrickou detekcí (GC-MS). Obsah požadovaných OCP se vyhodnotí z kalibrační závislosti plochy diagnostického fragmentu jednotlivých analytů na koncentraci příslušného analytu v roztoku směsného standardu, obsahujícím všechny požadované látky a vnitřní standardy.

3 Chemikálie

Používají se chemikálie analytické čistoty, nejlépe kvality pro reziduální analýzu.

1 n-hexan.

2 Aceton.

3 Isooktan.

4 Dichlormetan.

5 Chloroform.

6 Etylacetát.

7 Extrakční směs 1, 25% roztok acetonu (2) v hexanu (1).

8 Extrakční směs 2, 15% roztok dichlormetanu (4) v hexanu (1).

9 Eluční směs, 50% roztok dichlormetanu (4) v hexanu (1).

10 Silikagel 60 (0,20 – 0,50) mm; aktivovaný 15 h při 150 °C.

11 Silikagel 100 (0,063 – 0,200) mm; aktivovaný 15 h při 150 °C.

12 Voda (deionizovaná, demineralizovaná nebo destilovaná).

13 Silikagel 60/100 deaktivovaný 3 % vody.

Příprava: K plně aktivnímu sorbentu (10), (11) se přidají 3 % vody (12), důkladně se protřepe a uloží v prachovnici. Nechá se stabilizovat do druhého dne.

14 Kyselina sírová, H_2SO_4, koncentrovaná.

Příprava sorbentu: Ke 100 g plně aktivního Silikagelu (11) se opatrně po částech přidá 50 g koncentrované kyseliny sírové a intenzivně se třepe, až je směs sypká a bez hrudek.

15 Florisil, (0,15 – 0,25) μm.

Příprava: Sorbent se aktivuje zahřátím na 650 °C po dobu 4 h. Před použitím se reaktivuje 5 h při 130 °C, nechá se vychladit v exsikátoru. Uchovává se v zábrusové prachovnici.

16 Florisil deaktivovaný 3 % vody.

Příprava: K plně aktivnímu sorbentu (15) se přidají 3 % vody (12), důkladně se protřepe a uloží v zábrusové prachovnici.

17 Síran sodný bezvodý, Na_2SO_4, žíhaný 6 h při 550 °C. Uchovává se v zábrusové prachovnici.

18 Hygroskopická granulovaná křemelina, např. Speed-Matrix.

19 Mořský písek, vyžíhaný 12 h při 550 °C.

20 Standardy.

Hexachlorcyklobenzen (HCB)	CAS reg. č. [118-74-1]
α-hexachlorcyklohexan (α-HCH)	CAS reg. č. [319-84-6]
β-hexachlorcyklohexan (β-HCH)	CAS reg. č. [319-84-7]
γ-hexachlorcyklohexan (γ-HCH)	CAS reg. č. [58-89-9]
δ-hexachlorcyklohexan (δ-HCH)	CAS reg. č. [319-84-8]
o, p´- DDE	CAS reg. č. [3424-82-6]
p, p´- DDE	CAS reg. č. [72-54-9]
o, p´- DDD	CAS reg. č. [53-19-0]
p, p´- DDD	CAS reg. č. [72-54-8]
o, p´- DDT	CAS reg. č. [784-02-6]
p, p´- DDT	CAS reg. č. [50-29-3]
Aldrin	CAS reg. č. [309-00-2]
Dieldrin	CAS reg. č. [60-57-1]
Endrin	CAS reg. č. [72-20-8]

Endrin-keton	CAS reg.č, [53494-70-5]
Isodrin	CAS reg. č. [465-73-6]
Heptachlor	CAS reg. č. [76-44-8]
cis-heptachlorepoxid	CAS reg. č. [1024-57-3]
trans-heptachlorepoxid	CAS reg. č. [28044-83-9]
α-endosulfan	CAS reg. č. [959-98-7]
β-endosulfan	CAS reg. č. [33213-65-9]
Endosulfan sulfát	CAS reg.č, [1031-07-8]
cis-chlordan	CAS reg. č. [5103-71-9]
trans-chlordan	CAS reg. č. [5103-74-2]
Oxychlordan	CAS reg. č. [27304-13-8]
Methoxychlor	CAS reg. č. [72-43-5]
Mirex	CAS reg. č. [2385-85-5]

21 Vnitřní standardy (ISTD), např.

PCB 30	CAS reg. č. [35693-92-6]
PCB 155	CAS reg. č. [33979-03-2]
PCB 185	CAS reg. č. [52712-05-7]
PCB 191	CAS reg. č. [74472-50-7]

$^{13}C_6$-Lindan; 100 µg/ml nonanu; (ChemService),

$^{13}C_{12}$-4,4´-DDE; 100 µg/ml nonanu; (ChemService),

$^{13}C_{12}$-4,4´-DDT; 100 µg/ml nonanu; (ChemService).

22 Směsné standardy, např.

Pesticide MIX13; 10 µg/ml cyklohexanu; (Ehrenstorfer),

PCB + OC Pesticide MIX23; 10 µg/ml cyklohexanu; (Absolute),

DE-USL 421 Toxaphene Mix4, 5 µg/ml isooktanu; (Promochem).

23 Pracovní roztok vnitřních standardů, c = 1 µg/ml isooktanu.

Příprava: Z komerčně dodaných roztoků (21) se připraví pracovní roztok obsahující alespoň 3 kongenery, pokrývající celý retenční rozsah (např. PCB 30, ^{13}C-DDE a ^{13}C-DDT) v koncentraci 1 µg/ml isooktanu.

Tento pracovní roztok se přidává do kalibračních roztoků vnějšího standardu (26).

24 Pracovní roztok vnitřních standardů, c = 100 ng/ml isooktanu:

Příprava: Z komerčně dodaných roztoků (21) se připraví pracovní roztok obsahující

alespoň 3 kongenery, pokrývající celý retenční rozsah (např. PCB 30, ^{13}C-DDE a ^{13}C-DDT) v koncentraci 100 ng/ml isooktanu.

Tento pracovní roztok se přidává ke vzorku před extrakcí. Přídavek vnitřního standardu na 1 ml extraktu vzorku připraveného k analýze musí být stejný jako koncentrace vnitřních standardů v kalibračních roztocích (26).

25 Pracovní roztok nástřikového standardu, c = 1 µg/ml isooktanu.

Příprava: Z roztoků vnitřních standardů (21) se připraví pracovní roztok obsahující alespoň jeden standard, např. PCB 185, v koncentraci 1 µg/ml isooktanu.

Tento pracovní roztok se používá pro kontrolu výtěžnosti celého postupu. Přidává se do vialky s vyčištěným extraktem připraveným k analýze a do kalibračních roztoků (26). Přídavek ke vzorku musí být shodný s přídavkem v kalibračním roztoku.

26 Kalibrační roztoky vnějšího standardu.

Příprava: Z roztoků směsných standardů (22) a analytických standardů (20) se připraví pracovní roztoky v koncentračním rozsahu 5-1000 ng analytu/ml isooktanu (3). Do každé koncentrační hladiny se přidá definované množství (50 až 100 ng) vnitřního standardu (23) a nástřikového standardu (25).

Poznámky

1 Jako vnitřní standard lze použít i jiné kongenery PCB nebo izotopově značené analyty.

2 Certifikovaný směsný standard Pesticide MIX 13 obsahuje 32 analytů, PCB 28, 52, 101, 138, 153, 180, aldrin, dieldrin, endrin, isodrin, cis-, trans-chlordan, oxychlordan, o,p´- a p,p´-DDE, DDD, DDT, α, β- endosulfan, α, β, γ, δ-HCH, HCB, heptachlor, cis-, trans-heptachlor epoxid, methoxychlor a mirex.

3 *Certifikovaný směsný standard DE-USL 421 Toxaphene Mix 4 obsahuje 4 analyty: Parlar 26 (2-endo, 3-exo, 5-endo, 6-exo, 8, 8, 10, 10-oktachlorobornan), Parlar 32 (2, 2, 5-endo, 6-exo, 8, 9, 10-heptachlorobornan), Parlar 50 (2-endo, 3-exo, 5-endo, 6-exo, 8, 8, 9, 10, 10-nonachlorobornan) a Parlar 62 (2, 2, 5, 5, 8, 9, 9, 10, 10-nonachloro bornan).*

4 Lze použít i adekvátní certifikovanou standardní směs od jiných výrobců, která obsahuje potřebné analyty ve vhodné koncentraci.

4 Přístroje a pomůcky

1 Plynový chromatograf s MS detektorem umožňující měření v MRM módu, např.

Trace 1310 GC-MS TSQ 8000 Evo (Thermo Scientific).

2 Kapilární kolona 30 m, ID 0,25 mm s chemicky vázanou nepolární až mírně polární fází, film 0,25 µm.

3 Extraktor, např.

ASE 100 (Dionex),

B-811 (Büchi).

4 Zařízení pro gelovou chromatografii (GPC), např.
sběrač frakcí GX-271 (Gilson), pumpa Gilson 307 (Gilson), kovová kolona (8 × 500) mm (Tessek) plněná BIO Beads-SX3, mobilní fáze chloroform nebo ethylacetát s cyklohexanem, jednorázové PTFE filtry s velikostí pórů 0,45 µm/resp. 0,20 µm pro filtraci mechanických nečistot.

5 PTFE filtrační disky 0,45 µm.

6 Plastové (PP) injekční stříkačky 5 ml.

7 Muflová pec s regulací teploty minimálně do 600 °C.

8 Ultrazvuková lázeň.

9 Rotační vakuová odparka (RVO).

10 Zařízení pro odpařování proudem inertního plynu.

11 Skleněné kolonky pro SPE.

12 Laboratorní sklo.

13 Křemenná vata silanizovaná (Supelco).

Poznámky

5 Při používání rotační vakuové odparky se extrakt neodpařuje úplně dosucha, mohlo by dojít ke ztrátám těkavějších analytů.

6 Použité sklo se nejprve předmyje běžným způsobem a následně se vypláchne směsí rozpouštědel (aceton, hexan, dichlormetan). Velmi vhodné je vypálit umyté sklo v peci při teplotě 400 °C.

5 Postup

5.1 Extrakce

Podle typu matrice a požadovaných cílových analytů se zvolí optimální způsob extrakce.

5.1.1 Automatický extraktor Büchi

Princip: Vzorek navážený do skleněné patrony s fritou se nejprve extrahuje horkým rozpouštědlem a následně se promývá kondenzovanými parami rozpouštědla. Po ukončení extrakčních cyklů se extrakt ve sběrné nádobce zakoncentruje na požadovaný objem.

Program: Extrakce směsí acetonu (2) v hexanu (1) v objemovém poměru (1 + 3). 20 min extrakce horkým rozpouštědlem a 40 min promývání kondenzátem.

5.1.2 Automatický extraktor ASE

Princip: Vzorek v nerezové cele se extrahuje rozpouštědlem za zvýšené teploty a tlaku. Extrakce probíhá ve dvou cyklech, statickém a promývacím, které je možné vícekrát opakovat. Na závěr je cela se vzorkem vysušena proudem dusíku. Vhodnou volbou náplně cely (selektivní PLE) a programu lze získat extrakt s minimem nežádoucích nečistot.

5.1.2.1 SPLE pro matrice s vyšším obsahem tuku

Na dno extrakční cely (34 ml) se vloží filtr, 6 g florisilu (15) a rozetřená směs ze 2 g vzorku, 200 µl vnitřního standardu (24), 4 g síranu sodného (17) a dalších 4 g florisilu (15). Zbývající prostor se vyplní pískem (19) a křemelinou (18), cela se uzavře šroubovacím víčkem a vloží do přístroje. Nastaví se příslušný extrakční program a spustí se proces. Po skončené extrakci se vloží promývací cela a přístroj se 2 × propláchne 5 ml čistého rozpouštědla (8).

Program ASE: T = 40 °C; Time (static/purge) = 600/20 s, Flush (proplach dusíkem) = 150 %, 2 cykly, eluce 15% DCM v hexanu (8).

Postup je vhodný pro stanovení 11 základních OCP v krmivech s vyšším obsahem tuku (např. rybí moučka) bez dalšího čištění extraktu.

5.1.2.2 SPLE pro rostlinný materiál

Na dno extrakční cely (34 ml) se vloží filtr, nasype se 9 g směsi sorbentů (5 g síranu sodného (17), 2 g florisilu (15) a 2 g silikagelu (11)) a homogenní směs ze 2 g vzorku, 2 g síranu sodného (17), 2 g florisilu (15) a 200 µl vnitřního standardu (24). Zbývající prostor se vyplní pískem (19) a křemelinou (18), cela se uzavře šroubovacím víčkem a vloží do přístroje. Nastaví se příslušný extrakční program a spustí se proces. Po skončené extrakci se vloží promývací cela a přístroj se 2 × propláchne 5 ml čistého rozpouštědla (8).

Program ASE: T = 40 °C; Time (static/purge) = 600/20 s, Flush (proplach dusíkem) = 150 %, 2 cykly, eluce 15% DCM v hexanu (8).

Postup je vhodný pro stanovení 11 základních OCP v rostlinném materiálu s vyšším obsahem chlorofylu. Podle potřeby se extrakt dočistí (5.2.1).

5.1.3 Extrakce vytřepáním do rozpouštědla

Tento postup je vhodný pro stanovení celého rozsahu OCP analytů v matrici s vysokým obsahem tuku. Extrakt se vyčistí pomocí GPC (5.2.2).

Extrakce etylacetátem (pro krmné směsi): Do 200ml baňky se naváží 8,00 g vzorku, přidá se 80 µl vnitřního standardu (24) a 50 ml etylacetátu (6). Baňka se pevně uzavře teflonovou zátkou a nechá se 1 h třepat při 200 až 250 kmitech/min. Extrakt se zfiltruje přes kolonku (11) naplněnou 10 g bezvodého síranu sodného (17) a 1 g hygroskopické křemeliny (18). Extrakt se jímá do 50ml odměrného válce, polovina extraktu se převede do 50ml srdcovky a odpaří se na RVO téměř k suchu. Odparek se rozpustí ve 2 ml chloroformu (5), (mobilní fáze

pro GPC), a přefiltruje se pomocí stříkačky přes PTFE filtr do 4 ml vialky. U vzorků s vyšším obsahem tuku se odparek zředí vícekrát. Zbylá polovina extraktu se uloží pro případné opakované stanovení.

Extrakce hexanem (pro vzorky s téměř 100% obsahem tuku): Do 200ml baňky se naváží 10 g vzorku a přidá se 50 ml hexanu (1). Po třepání 1 h a přefiltrování přes kolonku (11) naplněnou 10 g bezvodého síranu sodného (17) a 1 g hygroskopické křemeliny (18), se odebere podíl 2 ml a přidá se 40 ng vnitřního standardu (24), odpaří se, převede do 2 ml chloroformu (5) a přefiltruje.

5.2 Čištění extraktu

Podle typu matrice a vzhledu extraktu se zvolí optimální kombinace čištění.

5.2.1 SPE (extrakce na pevnou fázi)

Princip: Zkoncentrovaný extrakt se nanese na sloupec vhodně zvolených vrstev sorbentů, na kterém se zadrží nežádoucí kontrakty. Zájmové látky se ze sorbentu vymyjí rozpouštědlem za experimentálně ověřených podmínek.

5.2.1.1 SPE na silikagelu

Dlouhá kolonka: Na dno skleněné kolonky (11) se vloží smotek křemenné vaty (14) a postupně se navrství 1 g Na_2SO_4 (17), (3 – 5) g kyselého silikagelu (14), 1,5 g silikagelu 100 s 3 % vody (13). Náplň se sklepe poťukáváním na kolonku.

Krátká kolonka: Na dno krátké skleněné kolonky se vloží malý smotek silanizované křemenné vaty (14), nasype se 0,5 g Na2SO4 (17), vrstva 2 g kyselého silikagelu (14) a 0,8 g silikagelu 100 s 3 % vody (13). Tento čisticí krok je dostatečný pro půdu a sedimenty s nižším obsahem organické hmoty.

Na připravenou kolonu se nanese zkoncentrovaný extrakt vzorku (5.1). Baňka se 2 × vypláchne hexanem (1) (1 – 2 ml), ultrazvukuje 30 s a promývací podíly se postupně přidávají na SPE kolonku. Pod kolonku se umístí 50ml zábrusová baňka (srdcovka) a analyty se vymyjí 10 ml hexanu (1). Analyty, které se déle zadržují (HCH a DDD), se vymyjí ještě 50% dichlormetanu v hexanu (9), 10 ml pro dlouhé a 6 ml pro krátké kolonky.

Kolonka s kyselým silikagelem: Pro lehce zabarvené extrakty je postačující dočištění pouze na vrstvě síranu (17) a kyselého silikagelu (14). Na dno krátké skleněné kolonky se vloží malý smotek silanizované křemenné vaty (14). Naváží se 1 g síranu sodného (17) a 2 g kyselého silikagelu (14). Na připravenou kolonu se nanese zkoncentrovaný extrakt vzorku. Baňka se 2 × vypláchne hexanem (1) (1 – 2 ml), ultrazvukuje 30 s a promývací podíly se postupně přidávají na SPE kolonku. Pod kolonku se umístí 50ml zábrusová baňka (srdcovka) a analyty se vymyjí 10 ml hexanu (1).

Množství sorbentu lze upravit podle stupně znečištění extraktu. Při každé změně náplně SPE kolonky je nutné upravit eluční objemy a ověřit výtěžnost čisticího kroku.

Přečištěný extrakt s přídavkem 0,5 ml isooktanu (3) se odpaří na RVO a převede se do 2ml vialky. K extraktu ve vialce se přidá nástřikový standard (25) a objem extraktu se upraví odfoukáním pod proudem dusíku na požadovaný objem.

5.2.1.2 SPE na florisilu

Na dno skleněné kolonky (11) se vloží smotek křemenné vaty (14) a postupně se navrství 2 g florisilu (16) a 1 g Na_2SO_4 (17). Náplň se sklepe poťukáváním na kolonku, promyje se 5 ml hexanu (1) a promývací hexan se odstraní. Smočený sorbent již nesmí vyschnout. Na připravenou kolonu se nanese zkoncentrovaný extrakt vzorku rekonstituovaný do hexanu, nechá se právě vsáknout a analyty se vymyjí 12 ml 50% dichlormetanu (9). Eluát se jímá do 50ml zábrusové baňky, odpaří se na RVO téměř k suchu a rekonstituuje se do isooktanu (3). Extrakt se převede do 2ml vialky, přidá se nástřikový standard (25) a objem extraktu se upraví odfoukáním v proudu dusíku na požadovaný objem.

Postup je vhodný pro dočištění etylacetátového extraktu (5.1.3) krmiv po GPC (5.2.2).

5.2.2 GPC (gelová permeační chromatografie)

Princip: Polymerní sorbent, nabobtnalý v příslušné mobilní fázi, se naplní do kovové kolony, která je připojena k HPLC pumpě. Ta umožňuje přesně nastavit průtok mobilní fáze kolonou. Po nástřiku vzorku se látky dělí podle velikosti a tvaru molekuly. Velké molekuly (tuky, steroly, barviva) se nezadržují v pórech sorbentu a projdou kolonou rychleji než malé molekuly. Sbírá se střední frakce se zájmovými látkami. Výběr retenční oblasti je nutné optimalizovat na standardní směs.

Postup: Odparek extraktu (5.1) se rozpustí ve 2 ml chloroformu (5) a zbaví se mechanických nečistot filtrací přes PTFE disk. 2 ml přefiltrovaného extraktu se naberou do injekční stříkačky a nadávkují se přes 1 ml přeplňovací smyčku na separační kolonu. Promývá se chloroformem s rychlostí průtoku 0,6 ml/min. Pro OCP se sbírá frakce mezi 22. až 40. minutou. Frakce se zájmovými analyty se ještě dočistí podle potřeby na SPE kolonce s kyselým silikagelem (5.2.1.1) nebo florisilem (5.2.1.2). Není-li nutné další čištění, eluát se zakoncentruje, převede se do isooktanu ve 2ml vialce ke koncovému GC-MS stanovení. Do vialky se přidá odpovídající množství nástřikového standradu (25).

Čištění na GPC je nezbytné pro vzorky krmiv s vysokým obsahem tuku.

Poznámky

7 *Extrakt vzorku (5.1.3) převedený do chloroformu pro GPC čištění se upraví ředěním tak, aby obsahoval maximálně 250 mg tuku/ml chloroformu. Postup (5.2.2) je vhodný pro vzorky s obsahem tuku <12,5 %. Je-li obsah tuku v rozmezí 12,5 % – 25 %, rozpustí se odparek ve 4 ml $CHCl_3$ a provedou se dva nástřiky na GPC. Při obsahu tuku >25 % je nutné provést větší ředění a již při extrakci do EA přidat odpovídající množství vnitřního standardu tak, aby chloroformový roztok pro GPC obsahoval asi 200 mg tuku a 20 ng ISTD (24)/1 ml $CHCl_3$. Pro čistý tuk se k navážce 0,4 g tuku přidá 40 ng ISTD.*

5.3 GC-MS/MS stanovení

Kalibrační roztoky i extrakty zkušebních vzorků se měří za následujících separačních podmínek chromatografického systému. Uvedené podmínky jsou doporučené, mohou být použity i jiné podmínky za předpokladu, že poskytnou rovnocenné výsledky.

Tabulka 1. Podmínky pro GC.

Kolona	DB XLB 30 m × 0,25 mm × 0,25 μm (J&W Scientific)
Nosný plyn	Helium
Průtok	1 ml/min
Teplota injektoru	270 °C
Nástřik	(1 – 2) μl, splitless
Teplotní program GC	90 °C (1 min), nárůst 25 °C/min na 200 °C, nárůst 4 °C/min na 250 °C, nárůst 15 °C/min na 280 °C, prodleva 15 min.

Tabulka 2. Podmínky pro MS.

Ionizace nárazem elektronu (EI)	při 70 eV
Teplota transfer line	275 °C
Teplota iontového zdroje	200 °C

Měření v MS/MS módu: pro každý analyt je snímán prekurzor a dva dceřiné fragmenty, následně použité pro kvalitativní a kvantitativní vyhodnocení. Kolize probíhá za optimalizovaných podmínek tlaku kolizního plynu a energie.

Podle možností přístrojové vybavení lze pracovat i v jiném režimu snímání fragmentů a výběru vhodných kvantifikačních iontů, za předpokladu, že jsou splněny podmínky pro dostatečnou citlivost a selektivitu stanovení.

6 Kontrola kvality

U všech stanovení se používá přídavek vnitřních standardů do extraktu vzorku a výtěžnost postupu se průběžně kontroluje přídavkem nástřikového standardu do finálního extraktu. Pro přesnější kvantifikaci kritických parametrů je vhodné použít metodu izotopového ředění. Do série vzorků se průběžně zařazuje analýza kontrolních vzorků referenčních materiálů a procesní slepý vzorek. Pro tyto kontrolní vzorky se vede a vyhodnocuje regulační diagram. Kvalita poskytovaných dat se pravidelně kontroluje účastí v mezilaboratorních porovnávacích testech.

7 Výpočet a vyjádření výsledků

Vyhodnocení se provede z kalibrační přímky, sestrojené z dat po proměření kalibračních roztoků vnějšího standardu (26) s použitím vhodných vnitřních standardů (21). Pro kontrolu celkové výtěžnosti postupu se použije nástřikový standard (25).

Výtěžnost postupu by měla být 70 % až 120 %.

Pro zápis výsledků se stanoví mezní hodnota meze stanovitelnosti RL (reporting limit), sjednocená pro skupinu parametrů, kde RL ≥ LOQ (mez stanovitelnosti) jednotlivých parametrů. U výsledků nad RL se uvede číselná hodnota, zaokrouhlená podle tabulky 3.

Tabulka 3. Zaokrouhlování a udávání výsledků.

Hladina reziduí (µg/kg)	Zápis výsledků
< 10	2 platné číslice
> 10	3 platné číslice

8 Validační data

Za podmínek daných tímto postupem lze pro jednotlivé analyty dosáhnout meze stanovitelnosti (0,5 – 2) µg/kg vzorku. Nastavená mez stanovitelnosti pro zápis výsledků RL = 0,5 µg/kg pro základní skupinu 11 OCP (HCB, izomery HCH, DDT, DDE, DDD). RL = 1 µg/kg pro ostatní látky skupiny OCP s výjimkou toxafenových kongenerů, pro které platí RL = 2 µg/kg.

9 Literatura

1 ČSN EN 15741 Krmiva – Stanovení OC-pesticidů a PCB pomocí GC/MS.