	Národní referenční laboratoř	Strana	1
	<b>Jednotné pracovní postupy – zkoušení krmiv</b> 10590.1 – Stanovení obsahu indikátorových kongenerů PCB metodou GC-MS	Vydání	1
		Revize	4

## STANOVENÍ OBSAHU INDIKÁTOROVÝCH KONGENERŮ PCB METODOU GC-MS

### 1 Rozsah a účel

Postup specifikuje podmínky pro stanovení obsahu 7 indikátorových kongenerů PCB 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 (0,01 – 0,5) µg/kg sušiny vzorku.


### 2 Princip

Polychlorované bifenyly se z předupraveného vzorku extrahují do směsi rozpouštědel. Zakonzentrovaný extrakt s přidavkem vnitřních standardů se přečistí, převede do isooktanu a zanalyzuje metodou plynové chromatografie s hmotnostně spektrometrickou detekcí (GC-MS). Obsah 7 indikátorových kongenerů PCB 28, 52, 101, 118, 138, 153 a 180 se vyhodnotí z kalibrační závislosti plochy diagnostického fragmentu jednotlivých analytů na koncentraci příslušného analytu v roztoku směšného 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.

	Národní referenční laboratoř	Strana	2
	<b>Jednotné pracovní postupy – zkoušení krmiv</b> 10590.1 – Stanovení obsahu indikátorových kongenerů PCB metodou GC-MS	Vydání Revize	1 4

- 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<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>, 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<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>, 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.

PCB 28	CAS reg. č. [7012-37-5]
PCB 52	CAS reg. č. [35693-99-3]
PCB 101	CAS reg. č. [37680-73-2]
PCB 118	CAS reg. č. [31508-00-6]
PCB 138	CAS reg. č. [35065-28-2]
PCB 153	CAS reg. č. [35065-27-1]
PCB 180	CAS reg. č. [35065-29-3]
- 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]
<sup>13</sup> C-PCB 118	CAS reg. č. [104130-40-7]

	Národní referenční laboratoř	Strana	3
	<b>Jednotné pracovní postupy – zkoušení krmiv</b> 10590.1 – Stanovení obsahu indikátorových kongenerů PCB metodou GC-MS	Vydání	1
		Revize	4

- 22 Směsné standardy, např.  
CEN PCB MIX1; 10 µg/ml heptanu; (SUPELCO),  
PCB + OC Pesticide MIX23; 10 µg/ml cyklohexanu; (Absolute).
- 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, <sup>13</sup>C-PCB 118 a PCB 191) 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, <sup>13</sup>C-PCB 118 a PCB 191) v koncentraci 100 ng/ml isooktanu.  
Tento pracovní roztok se přidává ke vzorku před extrakcí. Přídavek ISTD na 1 ml extraktu vzorku připraveného k analýze musí být stejný jako koncentrace ISTD 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 ng 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 CEN PCB MIX 1 obsahuje kongenery PCB 18, 31, 28, 52, 44, 101, 149, 138, 153, 80, 194.

	Národní referenční laboratoř	Strana	4
	<b>Jednotné pracovní postupy – zkoušení krmiv</b> 10590.1 – Stanovení obsahu indikátorových kongenerů PCB metodou GC-MS	Vydání Revize	1 4

- 3 *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,  $\alpha$ ,  $\beta$ -endosulfan,  $\alpha$ ,  $\beta$ ,  $\gamma$ ,  $\delta$ -HCH, HCB, heptachlor, cis-, trans-heptachlor epoxid, methoxychlor a mirex.*
- 4 *Lze použít i adekvátní certifikovanou standardní směs od jiných výrobců, která obsahuje potřebné analyty ve vhodné koncentraci, např. Pesticide Mix 10, (Absolute).*

#### 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  $\mu$ m.
- 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  $\times$  500) mm (Tessek) plněná BIO Beads-SX3, mobilní fáze chloroform nebo ethylacetát s cyklohexanem, jednorázové PTFE filtry s velikostí pórů 0,45  $\mu$ m/resp. 0,20  $\mu$ m pro filtraci mechanických nečistot.
- 5 PTFE filtrační disky 0,45  $\mu$ m.
- 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).

	Národní referenční laboratoř	Strana	5
	<b>Jednotné pracovní postupy – zkoušení krmiv</b> 10590.1 – Stanovení obsahu indikátorových kongenerů PCB metodou GC-MS	Vydání	1
		Revize	4

## Poznámky

- 5 *Zvolená kolona musí dělit kongenery PCB 28/PCB 31 s rozlišením  $R \geq 0,5$ .*
- 6 *Při používání rotační vakuové odparky se extrakt neodpařuje úplně dosucha, mohlo by dojít ke ztrátám těkavějších analytů.*

## 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  $\mu$ l 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 skončení extrakci se vloží promývací cela a přístroj se 2  $\times$  propláchně 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 PCB 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 směsí 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  $\mu$ l vnitřního standardu (24). Zbývající prostor se vyplní pískem (19) a křemelinou (18), cela se uzavře šroubovacím víčkem a vloží do přístroje.

	Národní referenční laboratoř	Strana	6
	<b>Jednotné pracovní postupy – zkoušení krmiv</b> 10590.1 – Stanovení obsahu indikátorových kongenerů PCB metodou GC-MS	Vydání	1
		Revize	4

Nastaví se příslušný extrakční program a spustí se proces. Po skončení extrakce 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 PCB v rostlinném materiálu s vyšším obsahem chlorofylu. Podle potřeby se extrakt dočistí (5.2.1).

### 5.1.3 Extrakce vytřepáním do rozpouštědla

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. Zbývá polovina extraktu se uloží pro případné opakované stanovení. Extrakt se vyčistí pomocí GPC (5.2.2).

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<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> (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 Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> (17), vrstva 2 g kyselého silikagelu (14) a 0,8 g silikagelu 100 s 3 % vody (13). Tento čistící 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



	Národní referenční laboratoř	Strana	7
	<b>Jednotné pracovní postupy – zkoušení krmiv</b> 10590.1 – Stanovení obsahu indikátorových kongenerů PCB metodou GC-MS	Vydání	1
		Revize	4

na SPE kolonku. Pod kolonku se umístí 50ml zábrusová baňka (srdcovka) a PCB 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 zbarvené 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 čistícího 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<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> (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 rekonstruuje se do isooktanu (3). Extrakt se převede do 2ml vialky, přidá se nástřikový standard (25) a objem extraktu se upraví odfoukáním v proudě dusíku na požadovaný objem.

#### 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 nadávkuje se přes 1 ml přeplňovací smyčku na separační kolonu. Promývá se chloroformem s rychlostí průtoku 0,6 ml/min. Pro PCB se sbírá frakce mezi 22. až 34. 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 (3) ve 2ml vialce ke koncovému GC-MS stanovení. Do vialky se přidá odpovídající množství nástřikového standardu (25).

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

	Národní referenční laboratoř	Strana	8
	<b>Jednotné pracovní postupy – zkoušení krmiv</b> 10590.1 – Stanovení obsahu indikátorových kongenerů PCB metodou GC-MS	Vydání	1
		Revize	4

### 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<sub>3</sub> a provedou se dva nástřiky na GPC. Při obsahu tuku >25 % je nutné provést větší ředění a již při extrakci přidat odpovídající množství vnitřního standardu tak, aby chloroformový roztok pro GPC obsahoval asi 200 mg tuku a 20 ng ISTD (24)/1 ml CHCl<sub>3</sub>. 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
Nástřík	(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 minimálně 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



	Národní referenční laboratoř	Strana	9
	<b>Jednotné pracovní postupy – zkoušení krmiv</b>	Vydání	1
	10590.1 – Stanovení obsahu indikátorových kongenerů PCB metodou GC-MS	Revize	4

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 přidavkem 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, sestavené 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  $RL \geq LOQ$  (mez stanovitelnosti) jednotlivých parametrů. U výsledků nad RL se uvede číselná hodnota, zaokrouhlená podle tabulky 3.

**Tabulka 3. Zaokrouhlování a udávání výsledků.**

Hladina reziduí ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	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 (0,01-0,5)  $\mu\text{g}/\text{kg}$  sušiny vzorku. Nastavená mez stanovitelnosti pro zápis výsledků  $RL = 0,5 \mu\text{g}/\text{kg}$  pro všechny stanovované kongenery PCB.

## 9 Literatura

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