CH 4.2.
STANOVENIE PESTICÍDOV A PCB METÓDOU GC

1 PRINCÍP METÓDY

Extrahovaný tuk zo vzorky alebo extrahované rezíduá kontaminantov pomocou nepolárneho rozpúšťadla sú prečisťované na gélovej permeačnej kolóne. Následne sú prevedené do nepolárneho rozpúšťadla a analyzované na plynovom chromatografe s hmotnostným detektorom. Kvantifikácia je prevedená metódou externej kalibrácie.

2 POUŽITEĽNOSŤ METÓDY

Metóda je vhodná na kongénerovo-špecifickú analýzu PCB látok a stanovenie rezíduí pesticídov v svale, v živočíšnych tukoch, mlieku, vajciach, mede, krmivách a vo vodách. Je vysoko selektívna a umožňuje stanoviť tzv. indikátorové PCB kongenéry, chlórované a organofosfátové pesticídy.

3 CHEMIKÁLIE A ROZTOKY

3.1 Čisté chemikálie

3.1.1 forate
3.1.2 azinfos etyl
3.1.3 paration metyl
3.1.4 paration etyl
3.1.5 diazinon
3.1.6 metakrifos
3.1.7 malation
3.1.8 dichlorvos
3.1.9 chlorpyrifos etyl
3.1.10 chlorpyrifos metyl
3.1.11 fenitrotion
3.1.12 pirimifos metyl
3.1.13 dimethoate
3.1.14 coumafos
3.1.15 sada chlór.pesticídov
3.1.16 hexachlorbenzen
3.1.17 oxy-chlordan
3.1.18 cis-chlordan
3.1.19 trans-chlordan
3.1.20 sada PCB kongenérov
3.1.21 dietyléter p.a.
3.1.22 síran sodný – Na_2SO_4 bezvodý, p.a
3.1.23 etylacetát p.a.
3.1.24 petroléter

3.1.25 florisil 80 - 100 Mesh
3.1.26 DMCS
3.1.27 metanol p.a.
3.1.28 nonán p.a.
3.1.29 chloroform p.a.
3.1.30 izooktán
3.1.31 hydromatrix
3.1.32 acetón p.a.
3.1.33 morský piesok vypálený v muflovej peci
3.1.34 toluén p.a.
3.1.35 5% DMDCS
3.1.36 hexán p.a.
3.1.37 cyklohexán p.a.
3.1.38 redestilovaná voda

3.2 Reagencie a roztoky

3.2.1 extrakčná zmes OF pre ASE-200 DIONEX: chloroform : acetón (2:1 v/v) [do odmerného valca pridať 600ml chloroformu a 300ml acetónu]
3.2.2 extrakčná zmes OCP a PCB pre ASE-200 DIONEX: 5% acetón v petroléteri [do odmerného valca pridať 950ml petroléteru a 50ml acetónu]
3.2.3 extrakčná zmes pre med: hexán : dietyléter (1:1 v/v) [do odmerného valca pridať 25ml hexánu a 25ml dietyléteru]
3.2.4 MF pre GPC: cyklohexán : etylacetát (1:1v/v) – mobilná fáza [do odmerného valca pridať 500 ml cyklohexánu a 500 ml etylacetátu]

3.3 Štandardné roztoky

3.3.1 Základný štandardný roztok

3.3.1.1 Základný štandardný roztok - paration metyl v izooktáne 1000 mg.l-1 (ZR1)
Do 10ml odmernej banky odvážiť 10mg analytu paration metyl (3.1.3) a doplniť po rysku izooktánom.

3.3.1.2 Základný štandardný roztok – cis-chlordan v izooktáne 1000 mg.l-1 (ZR2**)**
Do 10ml odmernej banky odvážiť 10mg analytu cis-chlordan (3.1.18) a doplniť po rysku izooktánom.
3.3.1.3 Základný štandardný roztok – trans-chlordan v izooktáne 1000 mg.l^{-1} (ZR3)
Do 10ml odmernej banky odvážiť 10mg analytu trans-chlordan (3.1.19) a doplniť po rysku izooktánom.

3.3.2 Zásobný štandardný roztok

3.3.2.1 Zásobný štandardný roztok organofosfátových pesticídov v izooktáne 1mg/l - ZOF
Do 50 ml odmernej banky napipetovať jednotlivé objemy štandardov (3.1.1, 3.1.2, 3.3.1.1, 3.1.4 - 3.1.13) podľa tabuľky 1 a doplniť po rysku izooktánom.

Tabuľka 1:

Organofosfátové pesticídy	Pipetovaný objem (µl)
forate	52
azinfos etyl	50
paration metyl	50

paration etyl	51
diazinon	51
metakrifos	51
malation	52
dichlorvos	51
chlorpyrifos etyl	50
chlorpyrifos metyl	50
pirimifos metyl	50
dimethoat	50
fenitrotion	53

3.3.2.2 Zásobný štandardný roztok pesticídov v izooktáne –ZP

Zobrať 1ml zo základnej sady pesticídov (3.1.15) . Preniesť do 50ml odmernej banky a doplniť po značku izooktánom. Výsledná koncentrácia je v tabuľke 2. Skladovať podľa podmienok uvedených výrobcom v certifikáte.

Tabuľka 2

Názov pesticídu	Koncentrácia pesticídov v základnej sade (3.1.15) (μg/ml)	Koncentrácia pesticídov **ZP** (mg/l)
aldrin	50,02	1
α-HCH	25,03	0,5
β-HCH	100,0	2
Dieldrin	120,0	2,4
endrin	200,1	4,0
γ-hch	24,99	0,5
heptachlor	25,04	0,5
cis-heptachlorepoxid	80,01	1,6
2,4´-ddd	200,0	4,0
2,4´-ddt	225,0	4,5
4,4´-ddd	190,0	3,8
4,4´-dde	100,1	2,0
4,4´-ddt	260,0	5,2

3.3.2.3 Zásobný štandardný roztok HCB v izooktáne (100mg/l) – ZHCB

Tento štandard (3.1.16) používať na ďalšie riedenia. Skladovať podľa podmienok uvedených výrobcom v certifikáte.

3.3.2.4 Zásobný zmesný štandardný roztok PCB v izooktáne (10mg/l) –ZPCB

Tento štandard (3.1.20) používať na ďalšie riedenia. Skladovať podľa podmienok uvedených výrobcom v certifikáte.

Tabuľka 3

Názov PCB	Koncentrácia PCB (mg/l) ZPCB
K-28 (2,4,4´-Trichlorobiphenyl)	10
K-52 (2,2´,5,5´- Tetrachlorobiphenyl)	10
K-101 (2,2´,4,5,5´-Pentachlorobiphenyl)	10
K-118 (2,3´,4,4´,5-Pentachlorobiphenyl	10
K-138(2,2´,3´,4,4´,5´-Hexachlorobiphenyl)	10
K-153 (2,2´,4,4´,5,5´-Hexachlorobiphenyl)	10
K-180 (2,2´,3,4,4´,5,5´-Heptachlorobiphenyl	10

3.3.2.5 Zásobný zmesný štandardný roztok chlordanov v izooktáne (10mg/l) – ZCH

Do 10 ml odmernej banky napipetovať 100µl zo základného štandardného roztoku 3.3.1.2 a 3.3.1.3 a doplniť po rysku izooktánom.

3.3.2.6 Zásobný zmesný štandardný roztok – fenitrotion, pirimifos metyl, dichlorvos, diazinon v izooktáne (10mg/l) – Z4OF

Do 50 ml odmernej banky napipetovať jednotlivé objemy štandardov (3.1.11, 3.1.12, 3.1.8, 3.1.5) podľa tabuľky 4 a doplniť po rysku izooktánom.

Tabuľka 4

Organofosfátové pesticídy	Pipetovaný objem (ml)
fenitrotion	0,53
diazinon	0,51
dichlorvos	0,51
pirimifos metyl	0,50

3.3.2.7 Zásobný štandardný roztok – coumafos v dichlormetane (1000mg/l) – ZC

Navážiť 5,21mg coumafosu (3.1.14) do 5ml odmernej banky. Doplniť po značku dichlormetanom.

3.3.3 Pracovné štandardné roztoky

3.3.3.1 Pracovný štandardný roztok PCB, OCP a OF v izooktáne - PP

Do 50 ml odmernej banky napipetovať 2,5ml zo zásobného štandardného roztoku ZOF (3.3.2.1), 2ml zo zásobného štandardného roztoku ZPCB (3.3.2.4), 0,5ml zo zásobného štandardného roztoku ZP (3.3.2.2), 0,0125ml zo zásobného štandardného roztoku ZHCB (3.3.2.3), 0,125ml zo zásobného štandardného roztoku ZCH (3.3.2.5) a 0,125ml zo štandardného roztoku 3.1.17 a doplniť po rysku izooktánom. Výsledné koncentrácie jednotlivých analytov sú uvedené v tabuľke 5.

Tabuľka 5

Názov analytu	Koncentrácia (µg/l)
α-HCH	5
HCB	25
β-HCH	20
γ-HCH	5
K-28	40
HEPTACHLOR	5
K-52	40
ALDRIN	10
CIS-HEPTACHLOREPOXID	16
K-101	40
PP-DDE	20
DIELDRIN	24
OP-DDD	40
ENDRIN	40
K-118	40
PP-DDD	38
OP-DDT	45
K-153	40

K-138	40
PP-DDT	52
K-180	40
oxychlordan	25
transchlordan	25
cischlordan	25
forate	50
azinfos etyl	50
paration metyl	50
paration etyl	50
diazinon	50
metakrifos	50
malation	50
Názov analytu	**Koncentrácia (µg/l)**
dichlorvos	50
chlorpyrifos etyl	50
chlorpyrifos metyl	50
pirimifos metyl	50
dimethoat	50
fenitrotion	50

3.3.3.2 Pracovný štandardný roztok coumafosu v izooktáne (10mg/l)- PC

Do 50 ml odmernej banky napipetovať 2,5ml zo zásobného štandardného roztoku ZOF (3.3.2.1), 2ml zo zásobného štandardného roztoku ZPCB (3.3.2.4), 0,5ml zo zásobného štandardného roztoku ZP (3.3.2.2), 0,0125ml zo zásobného štandardného roztoku ZHCB (3.3.2.3), 0,125ml zo zásobného štandardného roztoku ZCH (3.3.2.5) a 0,125ml zo štandardného roztoku 3.1.17 a doplniť po rysku izooktánom.

3.3.3.3 Pracovný roztok pre test účinnosti gélovej permeačnej kolóny- GPP

Pracovný roztok GPP pre test účinnosti gélovej permeačnej kolóny pripraviť podľa procedúry 3.3.3.1 a doplniť po značku zmesou cyklohexán:etylacetát 1:1**.**

.

3.3.4 Kalibračné roztoky

3.3.4.1 Kalibračný roztok coumafos + OF

Do 10 ml odmerných baniek napipetovať jednotlivé objemy roztokov podľa tabuľky 6 a doplniť po rysku izooktánom.

Tabuľka 6

	Koncentrácia OF v roztoku (mg/l)	**Prídavok roztoku Z4OF (ml)**	**Koncentrácia coumafosu v roztoku (mg/l)**	**Prídavok roztoku PC (ml)**
kalibrant 1	0	0	0	0
kalibrant 2	0,01	0,01	0,05	0,05
kalibrant 3	0,05	0,05	0,1	0,1
kalibrant 4	0,1	0,1	0,2	0,2

3.3.4.2 Kalibračný roztok OCP, PCB a OF - KS

Jednotlivé kalibračné roztoky pripravíme nariedením pracovného štandardného roztoku 3.3.3.1. Výsledné koncentrácie jednotlivých analytov sú uvedené v tabuľke 7.

Tabuľka 7 – príprava kalibračných roztokov

Názov analytu	Kalibrant 1 koncentrácia (µg/l)	Kalibrant 1 koncentrácia (µg/l)	Kalibrant 3 koncentrácia (µg/l)
α-HCH	0	2,5	5
HCB	0	12,5	25
β-HCH	0	10	20
γ-HCH	0	2,5	5
K-28	0	20	40
HEPTACHLOR	0	2,5	5
K-52	0	20	40
ALDRIN	0	5	10
CIS-HEPTACHLOREPOXID	0	8	16
K-101	0	20	40
PP-DDE	0	10	20
DIELDRIN	0	12	24
OP-DDD	0	20	40
ENDRIN	0	20	40
K-118	0	20	40
PP-DDD	0	19	38
OP-DDT	0	22,5	45
K-153	0	20	40
K-138	0	20	40
PP-DDT	0	26	52
K-180	0	20	40
oxychlordan	0	12,5	25
transchlordan	0	12,5	25
cischlordan	0	12,5	25
forate	0	25	50
azinfos etyl	0	25	50
paration metyl	0	25	50
paration etyl	0	25	50
diazinon	0	25	50
metakrifos	0	25	50
malation	0	25	50
dichlorvos	0	25	50
chlorpyrifos etyl	0	25	50
chlorpyrifos metyl	0	25	50
pirimifos metyl	0	25	50
dimethoat	0	25	50
fenitrotion	0	25	50

3.3.4.3 Pracovný štandardný roztok pesticídov v izopropanole

Zobrať 250 µl zásobného roztoku štandardu ZP (3.3.2.2). Preniesť do 25 ml odmernej banky a doplniť po značku izopropanolom.

4 PRÍSTROJE A POMÔCKY

4.1 analytické váhy
4.2 homogenizátor
4.3 ASE -200 DIONEX
4.4 vákuová rotačná odparka
4.5 gélová permeačná chrom.kolóna: BIO-BEADS SX-3 500 x 8 mm TESSEK
4.6 plynový chromatograf VARIAN 450 – GC, 300MS TQ
4.7 dvojdimenzionálny plynový chromatograf s nízkorozlišovacím detektorom LECO PEGASUS IV GCxGC/TOF
4.8 kapilárna chromatografická kolóna: VF5, 35 m x 0,25mm, ID 0,25µm
4.9 kapilárna chromatografická kolóna: BPX50, 10 m x 0,1mm, 0,1µm
4.10 kolóna VF-5ms, 30mx0,25mm ID, DF=0,25 kat.číslo CP8944
4.11 hélium 6.0
4.12 kvapalné CO_2 – potravinárske
4.13 zariadenie na SPE,GPC ASPEC - XL GILSON
4.14 laboratórne sklo
4.15 buničitá vata ri

5 PRACOVNÝ POSTUP

5.1 Predpríprava vzoriek
Vzorky dobre zhomogenizovať.

5.2 Príprava kvality kontrol vzoriek

5.2.1 MED - príprava negatívnej vzorky a fortifikovaných vzoriek

Navážiť 2g vzorky medu do centrifugačnej tuby a pridať 20ml redestilovanej vody. Pridať jednotlivé roztoky štandardov podľa tabuľky 8. Nechať postáť a pokračovať podľa procedúry 5.4.3

Tabuľka 8. Príprava fortifikovaných vzoriek potravín

Koncentrácia OF vo vzorke (µg/kg)	Prídavok štandardu OF MIX 64 3.1.17 (µl)	Koncentrácia coumafosu vo vzorke (µg/kg)	Prídavok štandardu coumafos COM (µl)
0	0	0	0
50	100	100	20

5.3 Príprava vzoriek
5.3.1 Príprava vzorky (platí pre mäso, pečeň, krmivá)
Navážiť 1 g zhomogenizovanej vzorky a zmiešať s asi 4 g hydromatrixu v trecej miske. Zmes kvantitatívne preniesť do 22 ml extrakčnej cely a objem cely vyplniť dosypaním morského piesku. Extrakčnú celu vložiť do extraktora ASE 200 a spustiť extrakciu.

Extrakt v záchytnej skúmavke preliať do 100 ml Erlenmayerovej banky a zahustiť na RVO takmer do sucha. Zvyšok dofúkať dusíkom . Do banky pridať pomocou pipety 2 ml zmesi cyklohexán:chloroform (3:2). Pokračovať podľa bodu 5.4.4.

5.3.2 Príprava vzorky (platí pre mlieko)
Navážiť 20 g mlieka, zaliať extrakčnou zmesou petroléter:acetón (1:1 v/v), nechať vyextrahovať 24 hodín. Potom vrchnú vrstvu zliať, zahustiť na RVO takmer do sucha a zbytok dofúkať dusíkom. Do Erlenmayerovej banky pridať pomocou pipety 4ml MF. Pokračovať podľa bodu 5.4.4.

5.3.3 Príprava vzorky (platí pre med) – stanovenie coumafosu a OF
30min homogenizovať na rotačnom vodnom kúpeli pri 30°C, pridať 10ml dichlórmetanu, trepať 60s, centrifugovať 10min pri 3000 x g pri -10°C, odobrať spodnú organickú fázu. Do vodnej fázy pridať 10ml dichlórmetanu, trepať 60s, centrifugovať 10min pri 3000 x g pri -10°C odobrať spodnú organickú fázu. Obidve org. fázy spojiť, pridať nonán, prefiltrovať cez Na_2SO_4. Zahustiť na RVO pri 40°C takmer dosucha a zvyšok dofúkať dusíkom. Rozpustiť v 1ml izooktánu.

5.3.4 Vzorky, u ktorých sa vyjadruje analyt na tuk

Izolácia tuku:

5.3.4.1 *živočíšne a mliečne tuky* - tuk stopiť na vyhriatom pieskovom kúpeli prefiltrovať cez vatu.

5.3.4.2 *Iný postup*: Navážiť 10g zhomogenizovanej vzorky.

Zaliať zmesou petroléter:acetón (1:1) v Erlenmayerovej banke a nechať rozdeliť vrstvy.
Hornú opatrne zliať a odpariť na RVO do sucha. Získaný tuk z oboch prípadov odvážiť v množstve 200 mg a rozpustiť asi v 5 ml petroléteru v prípade čistenia na florisile alebo v 3ml cyklohexán:etylacetát 1:1 v prípade čistenia na gélovej permeačnej kolóne.

5.3.4.3 *mlieko, syry, mliečne výrobky*: Navážiť 100g zhomogenizovanej vzorky a pokračovať podľa procedúry 5.4.4.2

5.3.4.4 *mäso a mäsové výrobky*: Navážiť 50g zhomogenizovanej vzorky a pokračovať podľa procedúry 5.4.4.2

5.3.5 Vody

5.3.5.1 Príprava vzorky vody extrakciou hexánom
1 liter vody preliať do deliaceho lievika a pretrepávať 3 x 30 ml hexánu. Po ustálení fáz hexánovú vrstvu zliať cez síran sodný bezvodý do zábrusovej banky a zahustiť na RVO približne na 1 ml. Tento zahustený extrakt ďalej prečisťovať na florisile a pokračovať podľa procedúry 5.2.6.

5.3.5.2 Príprava vzorky vody na kolónke ENVIRELUT – PESTICIDE, 500MG 6ML

<u>Kondiciovanie</u>: 2x3 ml metanol, 2ml redestilovaná voda
<u>Nanášanie</u>: 100ml vzorky vody, mierne vákuum
<u>Preplachovanie</u>: 1ml destilovaná voda, 10min vákuum
<u>Elúcia</u>: 2x1ml hexán:octan etylový (1:1)

Extrakt preniesť do Erlenmayerovej banky, odpariť pod prúdom dusíka do sucha. Rezíduá rozpustiť v 1ml izooktánu.

5.3.5.3 Príprava vzorky vody na kolónke ENVIRELUT – PAH, 1GM 6ML

Predbežná úprava vzorky vody: zmiešať 500ml vzorky s 60ml izopropanolu
Kondiciovanie:2x3ml metanolu, potom 2x3ml destilovaná voda: izopropanol (85:15,v/v)
Nanášanie: 560ml upravenej vzorky vody.
Preplachovanie: 2x750µl voda:izopropanol (85:15,v/v), 10min vákuum
Elúcia: 2x500µl dichlórmetán
Extrakt preniesť do Erlenmayerovej banky, odpariť pod prúdom dusíka do sucha. Rezíduá rozpustiť v 1ml izooktánu.

5.3.6 Med – stanovenie OCP
Navážiť 10 g medu, rozpustiť v 10 ml redestilovanej vody. Nasledovne vzniknutý roztok vyextrahovať v deliacom lieviku 2-krát hexánom s objemom 50 ml. Vrchnú vrstvu zliať a prefiltrovať v lieviku cez filtračný papier Whatman 4 a 10 g vysušeného Na_2SO_4 v ňom umiestneného, zahustiť na RVO takmer dosucha a zvyšok dofúkať dusíkom. Rezíduá rozpustiť v 2 ml izooktánu a nastrekovať na chromatografickú kolónu v objeme 1 µl.

5.3.7 Prečistenie extraktu na GPC
0,5 ml zahusteného extraktu nastreknúť na gélovú permeačnú kolónu s prietokom mobilnej fázy 1,1 ml/min. Zbierať frakciu 20 ml - 35 ml do zbernej nádobky s 50 µl nonánu. Pre test účinnosti kolóny taktiež s každou sériou vzoriek nastrekovať na kolónu v množstve 0,5 ml aj pracovný kal. roztok v mobilnej fáze cyklohexán : etylacetát 1:1. Frakciu 20 – 35 ml opatrne na RVO odpariť takmer dosucha a potom dofúkať dusíkom. Nakoniec rezíduá rozpustiť v 0,5 ml izooktánu a nastrekovať na chromatografickú kolónu.

5.3.8 Prečistenie extraktu na florisile
Na dno sklenenej kolóny umiestniť chumáč vaty. Kolónu naplniť do výšky 30 cm florisilom a utlačiť sklenenou tyčinkou. Kondiciovať kolónu naliatím benzínu, potom na kolónu aplikovať alikvotný podiel tuku t.j. 200 mg v asi 5 ml petroléteru alebo celý zahustený extrakt rozpustený asi tiež v 5 ml petroléteru. Kadičku s rozpusteným tukom opláchnuť malým množstvom benzínu a naliať na kolónu. Rezíduá eluovať 60 ml zmesi petroléter:éter (94:6), rýchlosť kvapkania nastaviť asi na 3 ml/min a eluát zachytávať do 100 ml zábrusovej banky. Eluát zahustiť na RVO pri 40°C takmer dosucha a dofúkať dusíkom. Rezíduá rozpustiť v 0,5 alebo v 1 ml izooktánu a nastrekovať na chromatografickú kolónu v objeme 1 µl.

Poznámka: V prípade, že sa vzorka koncentračne vymyká z rozsahu meranej kalibračnej krivky je pri opakovanom meraní upravená tak, aby koncentračne spadala do kalibračného rozsahu.

5.4 **Chromatografická analýza**

5.4.1 GCxGC podmienky LECO PEGASUS IV GCxGC/TOF
Podmienky nastavenia autosamplera, metódy plynovej chromatografie a nastavenie plynového chromatografu, metódy a nastavenie hmotnostnej spektrometrie a metódy vyhodnocovania dát sú uvedené v prílohe č.1

5.4.2 GC podmienky VARIAN 450 – GC, 300MS TQ

Podmienky nastavenia autosamplera, metódy plynovej chromatografie a nastavenie plynového chromatografu, metódy a nastavenie hmotnostnej spektrometrie sú uvedené v prílohe č.2

5.4.3 Iniciačný test

Na chromatografickú kolónu nainjektovať zmesný pracovný štandard (3.3.3.1).

Poznámka: Príliš veľké kolísanie teploty spôsobuje posúvanie retenčných časov píkov. Povolená úroveň je: ± 5% relatívnych (tzv.windows). Preto je vhodné dodržať stálu teplotu laboratória, kde sa meracie zariadenie nachádza. Kontrola teploty tohto priestoru sa pravidelne vykonáva a zaznamenáva v zázname č.33/I.

5.4.4 Overenie účinnosti gélovej permeačnej kolóny

Účinnosť gélovej permeačnej kolóny bola overená 6x opakovaným nápichom zmesi slnečnicový olej (100 mg/kolónu), DEHF (0,25 mg/kolónu) a toluén (0,025 mg/kolónu).

Na GPC Gilson bol pripojený UV-detektor s nastavením: R-1, λ-254 nm a zapisovač s posuvom papiera 0,3 cm/min. pri rozsahu 2V.

6 VYHODNOTENIE VÝSLEDKOV MERANIA

Koncentrácia zložky je úmerná hodnotám plochy píkov. Ich vyhodnotenie je vykonané porovnaním týchto plôch s plochami píkov nameraných v kalibračných roztokoch.

$$C_V = C_S \cdot R$$

C_V - koncentrácia analytu v mg/kg

C_S - koncentrácia štandardu z kalibračnej krivky (mg/l)

R - stupeň riedenia

7 POUŽITÁ LITERATÚRA

1. Kocourek, Hajšlová, Metody stanovení cizorodých látek v potravinách, Praha1992
2. AOAC METHODS,16 th edition, No 10.1.01, 10.2.02, 10.2.01 – AOAC Official Method 970.52: Organochlorine and Organophosphorus Pesticide Residues; AOAC Official Method 983.21: Organochlorine and Polychlorinated Biphenyl Residues in Fish; AOAC Official Method 984.21: Organochlorine Pesticide Residues in Animal Fats
3. STN EN 12393-1 až 3 : Beztukové potraviny. Multireziduálne metódy na stanovenie rezíduí pesticídov plynovou chromatografiou , časť 1-3 a STN EN 1528-1 až 4 : Tukové potraviny. Stanovenie pesticídov a polychlórovaných bifenylov, časť 1-4

8 ZOZNAM SKRATIEK

GC - plynový chromatograf (plynová chromatografia)
MS/MS – hmotnostná detekcia
ASE - accelerated solvent extraction
RVO - vákuová rotačná odparka
OF - organofosforečné pesticídy
MF - mobilná fáza
PCB – polychlórované bifenyly
TOF – hmotnostný analyzátor doby letu
TQ - triple quadrupol