

Plán standardizace – Program rozvoje metrologie 2020

Zpráva pro závěrečnou oponenturu (11.11.2020)

Číslo úkolu: VIII/18/20

Název úkolu: PŘÍPADOVÁ STUDIE POSTUPU PŘÍPRAVY ROSTLINNÉHO (ČAJ) MATRICOVÉHO KANDIDÁTSKÉHO RM METODOU PŘÍDAVKU („SPIKOVÁNÍ“) ORGANICKÝCH ANALYTŮ (REZIDUA PESTICIDŮ). OVĚŘENÍ VHODNOSTI POSTUPU PŘÍPRAVY TOUTO METODOU.

Zadavatel: Česká republika – Úřad pro technickou normalizaci, metrologii a státní zkušebnictví, organizační složka státu

Řešitel: ANALYTIKA, SPOL. S R.O.

Vypracoval: Mgr. Petr Šmejkal, Ing. Daniela Weisserová,
Doc. RNDr. Václav Sychra, CSc.

Schválil: Ing. Daniela Weisserová

Datum: 9.11.2020

Rozdělovník: 2x ÚNMZ

1x řešitel

PL 20-9-2019

Obsah

Obsah.....	2
1. Úvod.....	3
2. Shrnutí informací ze vstupní a průběžné oponentury.....	5
2.1. Materiály obdobného složení či matrice.....	5
2.2. Příprava materiálu zeleného čaje.....	6
2.3. Posouzení homogenity zeleného čaje.....	9
3. Popis řešení úkolu a dosažené výsledky.....	11
3.1. Posouzení krátkodobé stability materiálů.....	11
3.1.1. Zvolený model posouzení stability.....	11
3.1.2. Výsledky isochronního posouzení stability.....	12
3.1.3. Vyhodnocení krátkodobé stability sledovaných pesticidů.....	24
4. Shrnutí výsledků celého projektu.....	24
5.....	25
6. Závěr.....	25
7. Literatura.....	25

1. Úvod

V rámci programu rozvoje metrologie v roce 2018 a 2019 realizovala společnost Analytika dvě případové studie, které se týkaly možnosti přípravy matricových referenčních materiálů metodou spikování [1,2]. Bylo prokázáno, že lze nastavit koncentraci požadovaných analytů v přírodním matricovém materiálu pomocí nějakého externího chemického zdroje, aniž by přitom došlo k negativnímu ovlivňování homogenity a stability těchto analytů v původním materiálu. V prvním případě se jednalo o spikování vybraných PCB a PAU do sušeného čistírenského kalu, ve druhém případě pak o spikování vybraných pesticidů do zemědělské půdy. Na základě velmi pozitivních výsledků těchto studií a na základě doporučení oponentů a komise při závěrečné oponentuře v roce 2019 bylo rozhodnuto vypracovat obdobnou studii proveditelnosti pro suchý, jemně mletý rostlinný materiál. Po diskuzi s ČZPI a dalšími odborníky byl jako matrice vybrán zelený čaj a spikovanými analyty široké spektrum pesticidů, které se nejčastěji ve vzorcích čaje nacházejí a jsou z hlediska potravinové bezpečnosti sledovány.

V průběžné zprávě ze dne 15.7.2020 bylo konstatováno, že zelený čaj naspikovaný vybranými pesticidy je homogenní pro testované organické i anorganické analyty, a proto se může pokračovat v dílčích úkolech.

Předkládaná zpráva k závěrečné oponentuře úkolu posuzuje isochronní krátkodobou (transportní) stabilitu spikovaného materiálu, a taktéž shrnuje veškeré výsledky provedené v rámci tohoto úkolu v období březen-listopad 2020.

2. Shrnutí informací ze vstupní a průběžné oponentury

2.1. Materiály obdobného složení či matrice

Zelený a černý čaj byl v minulosti již mnohokrát použit jako biologická matrice pro přípravu referenčních materiálů. První zmínka o analýze čajového listí s cílem připravit biologický referenční materiál pro stanovení makro a mikroprvků pochází z japonských laboratoří a byla publikována v roce 1978. Elementární složení čaje bylo porovnáváno s elementárním složením ovocného listí v SRM NIST 1571. Téměř až po deseti letech publikují prakticky stejní autoři přípravu prvního CRM na bázi čajové matrice vyvinutého japonským národním institutem environmentálních studií (NIES 23). Certifikován je obsah devíti kovů typických pro japonské čaje, jejichž hlavní charakteristikou je vysoký obsah manganu[3].

Jelikož je čaj celosvětově nejpoužívanějším nápojem, doporučila světová zdravotnická organizace a další mezinárodní instituce zabývající se bezpečností potravin sledovat a regulovat koncentrace toxických prvků v čajích (As, Cd, Pb, Sn, Hg). Proto i další vyvinuté RM a CRM certifikovaly výhradně elementární složení čajů. Perfektně byla propracována a realizována příprava polského CRM INCT-TL-1 v roce 2002. Certifikované hodnoty jsou uvedeny pro 33 elementů, indikativní hodnoty pro dalších 10 elementů. Certifikačního procesu se zúčastnilo 109 laboratoří z 19 zemí celého světa. Čajová matrice byla připravena v Argentině. Posledním připraveným CRM, který se zabýval elementárním složením čaje, je NMIJ CRM 7505-a vyvinutý japonským národním metrologickým institutem v roce 2011. Certifikované hodnoty jsou uvedeny pro 19 analytů, indikativní pro 18 analytů. Zajímavá je rovněž publikace tureckých autorů, kteří publikovali elementární složení čtrnácti v Turecku vyráběných čajů a porovnávali je s údaji pro čaje z jiných světových lokalit.

Poprvé byly organické analyty předmětem certifikace v materiálech SRM NIST 3254, 3255, 3256. Ve třech různých typech zeleného čaje byl certifikován katechin a jeho deriváty, kyselina gallová a její deriváty, theamin, kofein, theobromin, theofyllin a rovněž toxické kovy (As, Cd, Pb, Hg). Příprava a certifikace těchto CRM je podrobně popsána v následujících dvou publikacích. Postupně byly uvedeny na trh v roce 2010. Prakticky ve stejné době byl v Číně připraven kandidátní CRM GLHK-11-01a, který v přírodní matrici zeleného čaje certifikuje obsah velmi toxického pesticidu cypermetrinu (148 ± 14 $\mu\text{mg/kg}$). Jeho vývoj a certifikace jsou podrobně popsány v citované publikaci. Jedná se o vůbec první CRM věnovaný stanovení pesticidů.

Na základě článku 25 regulačního dokumentu EU 396/2005/EC, který určuje maximální možné koncentrace reziduí pesticidů v potravinách rostlinného a živočišného původu, vzrostl v posledním desetiletí tlak na příslušné referenční analytické laboratoře v jednotlivých zemích EU. V roce 2014 pověřila Evropská komise univerzitu ve španělské Almerii, aby připravila a realizovala posuzování způsobilosti laboratoří pro analýzu široké škály pesticidů v matrici zeleného čaje. Příslušný referenční materiál byl připraven ze silně kontaminovaného čínského čaje a obsahoval 14 analytů. Akce se zúčastnilo 51 laboratoří.

Z hlediska námi navrhované studie jsou velmi podstatné informace z následujících dvou publikací. Práce indonéských autorů popisuje přípravu kandidátského referenčního materiálu pro stanovení endosulfan sulfátu a bifenthrinu v černém čaji. Jedná se o první případ, kdy byly oba analyty do čajové matrice spikovány. Inspirativní je i použitý způsob spikování. Vzhledem k potenciálnímu nebezpečí určité destrukce biologického

materiálu spikovacím roztokem (n-hexan), bylo spikováno pouze 10 % celkového materiálu, který byl poté postupně přimícháván a posléze celé množství materiálu homogenizováno. Vzhledem k velmi dobrým výsledkům hodnocení homogenity a stability uvažují autoři předkládané případové studie, že použijí obdobný způsob spikování.

Německá firma PROOF-ACS GmbH zabývající se přípravou referenčních materiálů pro posuzování způsobilosti laboratoří (zejména pro stanovení pesticidů v různých zemědělských a potravinářských produktech) publikovala nedávno přípravu referenčního materiálu spikováním 35 pesticidů do mletého zeleného čaje. V tomto případě byl celý referenční materiál spikován najednou roztokem obsahujícím všechny pesticidy. Prezentované výsledky, na nichž se podílelo 10 laboratoří, jsou velmi dobré.

Na závěr této kapitoly lze konstatovat, že certifikovaný referenční materiál, který by certifikoval obsahy široké škály reziduí aktuálně používaných pesticidů v čajové matrici (včetně doloženého posouzení homogenity a krátkodobé i dlouhodobé stability), dodnes neexistuje.

2.2. Příprava materiálu zeleného čaje

Pro tento úkol byl vybrán, na základě konzultací s Ústředním kontrolním a zkušebním ústavem zemědělským a Státní potravinářskou a zemědělskou inspekcí, zelený čínský čaj. Výběr pesticidů spikovaných do zeleného čaje byl opět diskutován s výše zmíněnými institucemi. Při výběru pesticidů byla vzata do úvahy reálná kontaminace čajů běžně testovaných, dlouhodobá stabilita analytů a technické možnosti analytické laboratoře.

Zelený čaj byl zakoupený od firmy Bencor s. r.o., kde byl zároveň i namlet na jemnost pod 200 μ m a uložen do PE pytle. Dále bylo odebráno 10,5 kg zeleného čaje, který se použil pro přípravu finálního materiálu. 1 kg zeleného čaje byl přesypán do skleněné nádoby a „naspikován“ spikovacím roztokem smíchaným s 200 ml metanolu. Po promíchání bylo k zelenému čaji přidáváno 400 ml metanolu k vytvoření homogenní kašovité hmoty. Zelený čaj byl v přikrytých mísách ponechán do druhého dne za občasného míchání a poté byl přelit na plech, kde byl sušen za laboratorní teploty. Během sušení se postupně roztíraly vzniklé hrudky, aby se docílilo původní jemnosti materiálu. Vysušený zelený čaj byl přesypán do 2,5 l skleněné lahve. Lahev byla umístěna do rotační třepačky na 3 hodiny při rychlosti 25 otáček za minutu. Poté byl veškerý naspikovaný materiál z lahve přemístěn do mísy, kde byl manuálně smíchán se zbylými 9,5 kg nespikovaného čaje, a přesypán do PE pytle. Následně byl takto upravený čaj převezen zpět do firmy Bencor s.r.o., kde byl 8 hodin homogenizován a následně byl opět převezen zpět do firmy Analytika, spol. s r.o. Zelený čaj byl dále rozvážen po 30 g do hnědých skleněných lahviček o objemu 75 ml. Lahvičky byly označeny štítky (AN-BM03, pořadové číslo 1-360). Od této doby jsou lahvičky, pokud to bylo možné, uloženy v mrazáku.

Všechny lahvičky byly převezeny do firmy Bioster, s.r.o., kde byla provedena stabilizace materiálu v homogenním radiačním poli dávkou 25 Kgy.

Následně bylo náhodně vybráno 12 kusů lahviček pro posouzení homogenity. Lahvičky vybrané pro posouzení homogenity pesticidů byly odeslány k analýze do akreditované zkušební laboratoře ALS CZECH REPUBLIC. Samotná analýza proběhla v britské pobočce ALS

akreditovanou metodou s kódovým označením B-PES-MRS: GC-MS pesticide multi-residue screen (cereals, oils, oily samples, dried herbs, tea, meat, fish etc.). Testování homogenity na anorganických analytech bylo ověřováno ve zkušební laboratoři ZL Radlák (subjekt č.1624).

Posouzení homogenity čaje na vybraných anorganických analytech bylo provedeno dle postupu stanoveném v normě ISO 11466 (lučavkový výluh) a následným stanovením jednotlivých analytů metodou ICP (Thermo Fischer Scientific ICAP 7400) ve zkušební laboratoři Analytika, spol. s r.o.

V tabulce č.1. jsou uvedené jednotlivé spikované pesticidy, sumární vzorec a teoretická koncentrace naspikovaných analytů v materiálu.

Tabulka č.1: Pesticidy ve spikovacím roztoku

analyt	sumární vzorec	koncentrace naspikovaných analytů v µg/kg
Bifenthrin	$C_{23}H_{22}ClF_3O_2$	95
Carbendazin	$C_9H_9N_3O_2$	59
Chlorfenapyr	$C_9H_9N_3O_2$	229
Chlorpyrifos	$C_9H_{11}Cl_3NO_3PS$	291
Clothianidin	$C_6N_5H_8SO_2Cl$	229
Cyhalothrin	$C_{23}H_{19}ClF_3NO_3$	190
Cypermethrin	$C_{22}H_{19}Cl_2NO_3$	57
Dicofol	$C_{14}H_9Cl_5O$	152
Difenoconazol	$C_{19}H_{17}Cl_2N_3O_3$	190
Alfa endosulfan	$C_9H_6Cl_6O_3S$	80
Beta endosulfan	$C_9H_6Cl_6O_3S$	81
Fenpropathrin	$C_{22}H_{23}NO_3$	114
Flubendiamid	$C_{23}H_{22}F_7IN_2O_4S$	152
Fipronil	$C_{12}H_4Cl_2F_6N_4OS$	57
Indoxacarb	$C_{22}H_{17}ClF_3N_3O_7$	285
Metamitron	$C_{10}H_{10}N_4O$	70
Metalaxyl	$C_{15}H_{21}NO_4$	95
Methomyl	$C_5H_{10}N_2O_2S$	95
Pendimethalin	$C_{13}H_{19}N_3O_4$	188
Pyridaben	$C_{19}H_{25}ClN_2OS$	267
Tebuconazol	$C_{16}H_{22}ClN_3O$	76
Thiacloprid	$C_{10}H_9ClN_4S$	76

Thiamethoxam	$C_8H_{10}ClN_5O_3S$	57
Triazophos	$C_{12}H_{16}N_3O_3PS$	190

2.3. Posouzení homogenity zeleného čaje

Spikovaný materiál byl podroben testu homogenity na organické i anorganické analyty. Celkově byla posuzována vnitrolahvičková i mezilahvičková homogenita na 12 lahvičkách a z každé byla provedena 3 stanovení. Statistické vyhodnocení homogenity bylo vyhodnoceno pomocí jednofaktorové analýzy rozptylu (ANOVA). Výstupem jsou hodnoty průměrných součtů čtverců odchylek mezi jednotkami a uvnitř jednotek MS_{mezi} , $MS_{\text{uvnitř}}$ a hodnota F (Snedecorův F-test).

Primární data z laboratoře ALS a zkušební laboratoře Analytika spol. s r.o. byla vyhodnocena pomocí jednofaktorové analýzy rozptylu ANOVA a jejich shrnutí je prezentováno v tabulkách č.2 a 3.

Tabulka č.2: Souhrn statistických dat pro spikované pesticidy

analyt	F	S_{mv}	S_{opak}	S_{mv} [%]	S_{opak} [%]
Triazophos	4,15	20,7	20,2	10,0	9,7
Tebuconazol	10,5	7,2	4,1	10,4	5,8
Pendimethalin	3,78	10,4	10,8	6,7	6,9
Fipronil	2,19	4,0	6,3	6,9	11,0
Fenprothrin	4,38	6,3	6,0	7,2	6,7
Beta-endosulfan	3,82	4,8	4,9	8,7	9,0
Alfa endosulfan	4,70	3,7	3,3	6,9	6,1
Dicofol	4,33	10,2	9,6	8,6	8,2
Cyhalothrin	2,43	8,5	12,4	9,2	13,4
Chlorpyrifos	3,50	15,8	17,3	6,4	7,0
Chlorfenapyr	6,36	15,6	11,7	8,2	6,1
Buprofezin	1,60	1,1	2,4	6,7	15,1
Bifenthrin	3,52	4,1	4,5	6,6	7,2

Hodnoty S_{mv} , S_{opak} jsou v $\mu\text{g}/\text{kg}$, hodnota F_{krit} je 2,22

Tabulka č.3: Souhrn statistických dat pro anorganické analyty.

analyt	F	S_{mv}	S_{opak}	S_{mv} [%]	S_{opak} [%]
Al	2,15	7,3	11,8	0,6	1,0
Ba	1,15	0,29	1,31	0,7	3,0
Cd	1,98	0,002	0,001	2,4	4,2

Cu	4,01	0,19	0,19	1,5	1,5
Fe	2,28	6,1	9,3	2,8	4,3
Mn	1,29	4,5	14,7	0,4	1,4
Sr	1,00	0,007	0,318	0,03	1,6
Zn	1,84	0,34	0,65	1,4	2,6

Hodnoty s_{mv} , s_{opak} jsou v mg/kg, hodnota F_{krit} je 2,22

Výsledky posuzování homogenity je nutné interpretovat ze dvou hledisek, které reflektují dva základní cíle posuzování. Posuzování homogenity pomocí anorganických analytů mělo za cíl prokázat homogenitu původního materiálu před jeho spikováním. Výsledky uvedené v souhrnné tabulce č. 3 jasně potvrdily vysokou homogenitu namletého čaje (na 8 analytech).

Výsledky uvedené souhrnně tabulce č.3 sice vykazují poněkud vyšší hodnoty F, hodnoty s_{mv} (%) a s_{opak} (%) se však až na malé výjimky příliš neliší, což opět potvrzuje dobrou homogenitu naspikovaného materiálu, a i překvapivě nízkou nejistotu poskytovaných dat (i pro obsahy analytů nepříliš vzdálených od meze stanovitelnosti).

Jestliže cílová nejistota stanovení hodnoty měřené veličiny bude nastavena tak, aby vyhovovala pro daný účel, což je pro danou analýzu a analyty obvykle v rozmezí 20-25 %, potom hodnoty s_{opak} vyhovují ve většině případů požadavku, aby

$$\frac{s_{opak}}{\sqrt{n}} \leq \frac{u_{trg}}{3}, \text{ kde } n \text{ je počet aliquotů odebraných z každé jednotky měření.}$$

Z výše uvedených důvodů lze konstatovat, že homogenita spikovaného čaje je pro daný účel dostačující.

Na tomto místě je zapotřebí zdůraznit, že co do počtu a rozmanitosti sledovaných analytů, je tato studie zcela unikátním projektem, tudíž získané výsledky nelze prakticky s ničím porovnávat.

3. Popis řešení úkolu a dosažené výsledky

3.1. Posouzení krátkodobé stability materiálů

3.1.1. Zvolený model posouzení stability

Pro posuzování krátkodobé stability sledovaných pesticidů ve vzorku čaje byly možné (z praktického i ekonomického hlediska) dvě varianty. Buď vybrat pouze několik markerů typických skupin sledovaných pesticidů a ty analyzovat podrobněji na větším počtu vzorků při všech teplotách a časech, nebo sledovat celou škálu přítomných pesticidů některou z používaných screeningových metod, tak jak to bylo aplikováno při posuzování homogenity. První varianta by pravděpodobně poskytla nižší nejistoty v získaných souborech dat a tím i možnost rozpoznat případně méně významné trendy ve stabilitě jednotlivých pesticidů. Otázkou zůstává, jak reprezentativní by byly jednotlivé markery. Druhá varianta respektuje individuální chování jednotlivých analytů na úkor vyšších nejistot v získaných souborech dat a tím i jejich menší rozlišovací schopnosti.

Rozhodli jsme se pro druhou variantu, a to z následujícího důvodu. Vzhledem k velmi nízkým koncentracím jednotlivých pesticidů není z praktického hlediska (případně použití referenčního materiálu čaje) důležité identifikovat malé změny koncentrace analytů (v praxi používané analytické metody tolerují nejistoty 50-100%), ale důležitější je získat relevantní informace pro co největší počet přítomných analytů, i na úkor preciznosti. Posouzení stability bylo provedeno na všech detekovaných pesticidech v zeleném čaji (za využití jak plynové tak kapalinové chromatografie), na rozdíl od posouzení homogenity, kde bylo posuzování provedeno na pesticidech detekovatelných pomocí plynové chromatografie.

Model posouzení stability je popsán v ISO GUIDE 35 [5]. Isochronní model označuje skutečnost, že se všechna měření (na všech vybraných jednotkách balení) provádějí ve stejný čas za podmínek opakovatelnosti. Isochronní model se používá zejména při tzv. zrychleném testu krátkodobé stability, který umožňuje např. simulování extrémních podmínek při dopravě referenčního materiálu (např. sledování teplotní degradace). Výsledky takového testu umožňují zpětně definovat optimální podmínky pro jeho dopravu a skladování. Stabilita materiálů byla posuzována při teplotě $T = -20^{\circ}\text{C}$, $+5^{\circ}\text{C}$, $+20^{\circ}\text{C}$ a $+40^{\circ}\text{C}$ a v čase $t = 0, 2, 4$ až 8 týdnů. Při každé teplotě a čase byly změřeny 3 lahvičky se vzorkem.

Test krátkodobé stability probíhal následovně: bylo náhodně vybráno 30 lahviček, z nichž vždy tři byly na začátku experimentu vloženy do mrazničky při $T = -20^{\circ}\text{C}$. Předpokládá se, že při této teplotě je většina referenčních materiálů stabilních. Poté bylo uloženo vždy 9 jednotek balení do prostředí s odpovídající teplotou (lednice $T = +5^{\circ}\text{C}$, termostat $T = +20^{\circ}\text{C}$ a $+40^{\circ}\text{C}$). V čase t_i se vždy 3 jednotky balení uložené při všech zvolených teplotách (tj. 9 jednotek balení) přemístilo do mrazničky ($T = -20^{\circ}\text{C}$). Po ukončení experimentu byly všechny lahvičky uloženy v mrazničce. Všechny 30 lahviček bylo najednou převezeno do laboratoře ALS, kde byly analyzovány za podmínek opakovatelnosti následujícím, níže uvedeným, způsobem.

Spočítaly se průměrné hodnoty $\bar{X}_{T,ti}$ a byla spočítána hodnota R pro každý analyt, teplotu a čas.

V případě referenční teploty $T = -20^{\circ}\text{C}$ je vzorec $R_T = \frac{\bar{X}_T}{\bar{X}_{-20^{\circ}\text{C}}}$. Také byly spočítány hodnoty $U_{T,t}$ podle vzorce $U_{T,t} = \sqrt{\frac{RSD_{(t,T)}^2}{n_{t,T}} + \frac{RSD_{(t,-20^{\circ}\text{C})}^2}{n_{(t,-20^{\circ}\text{C})}}} \times \frac{R_{T,t}}{100}$

kde n je počet měřených jednotek balení při každé teplotě ($n=3$).

Poměr R by měl být v ideálním případě roven jedné (v praxi se díky příslušným nejistotám jednotce pouze blíží). Hodnota „1“ by měla vždy ležet v intervalu $R \pm 2U$. Pokud tomu tak je, je možné považovat referenční materiál (s 95% pravděpodobností), při teplotě T a v čase t , za stabilní.

3.1.2. Výsledky isochronního posouzení stability

V následujících tabulkách č. 4, 5 a 6 jsou uvedeny všechny obdržené výsledky.

Tabulka č.4: Primární data pro posouzení krátkodobé stability při 5°C

5°C	t₀ (-20°C)				2 týdny				4 týdny				8 týdnů			
Lahvička č.	264	180	73	ø	304	88	13	ø	346	176	43	ø	331	324	26	ø
Jednotka	µg/kg	µg/kg	µg/kg	µg/kg	µg/kg	µg/kg	µg/kg	µg/kg	µg/kg	µg/kg	µg/kg	µg/kg	µg/kg	µg/kg	µg/kg	µg/kg
Chlorfenapyr	170	180	140	163	140	110	130	127	160	160	150	157	180	140	140	153
Chlorpyrifos	250	240	230	240	220	180	190	197	220	240	240	233	240	230	220	230
Cyhalothrin	98	100	79	92,3	82	47	73	67,3	82	92	86	86,6	100	79	82	87,0
Cypermethrin	160	160	130	150	140	100	110	117	140	160	150	150	160	130	140	143
Dicofol	330	190	160	226	280	190	99	190	300	230	170	233	190	160	280	210
α-endosulfan	55	59	49	54,3	55	57	38	50,0	47	53	60	53,3	59	49	55	54,3
β-endosulfan	76	63	58	65,7	67	52	49	56,0	62	68	62	64,0	63	58	67	62,7
Acetamiprid	86	85	79	83,3	84	77	63	74,7	83	91	81	85,0	85	79	84	82,7
Bifenthrin	64	61	49	58	62	45	42	49,6	52	61	55	56,0	61	49	62	57,3
Buprofezin	15	16	11	14,0	12	10	10	10,7	16	17	12	15,0	16	11	12	13,0
Carbendazim	63	58	52	57,7	58	57	57	57,3	52	50	52	51,3	58	52	58	56,0
Clothianidin	200	190	160	183	170	140	140	150	170	170	170	170	190	160	170	173
Difenoconazole	170	170	150	163	160	130	140	143	160	140	140	147	170	150	160	160
Fenpropathrin	93	88	85	88,7	87	71	74	77,3	82	77	75	78,0	88	85	87	86,7
Flubendiamide	160	160	100	140	140	95	92	105	140	130	100	123	160	100	140	133
Imidacloprid	40	41	35	38,7	37	39	31	35,7	38	39	36	37,7	41	35	37	37,7
Indoxacarb	320	300	220	280	240	210	200	217	240	240	240	240	300	220	240	253
Metalaxyl	93	91	72	85,3	72	66	62	66,7	79	72	77	76,0	91	72	72	78,3
Metamitron	74	64	53	63,7	56	47	49	50,7	57	62	58	59,0	64	53	56	57,7

Methomyl	80	81	58	73	70	53	52	58,3	65	67	60	64,0	81	58	70	70,0
Pendimethalin	140	140	130	136	130	100	99	110	130	120	130	127	140	130	130	133
Propargite	36	34	29	33,0	32	28	26	28,7	30	32	31	31,0	34	29	32	35,0
Pyridaben	220	200	170	197	180	140	150	157	180	180	170	177	200	170	180	183
Tebuconazole	69	65	55	63,0	56	48	49	51,0	59	60	59	59,3	65	55	56	58,7
Thiacloprid	75	71	59	68,3	65	51	50	55,3	64	65	57	62,0	71	59	65	65,0
Thiamethoxam	59	59	46	54,7	51	41	38	43,3	55	51	46	50,7	59	46	51	52,0
Triazophos	200	210	170	193	170	140	140	150	180	180	180	180	210	170	170	183

Tabulka č.5: Primární data pro posouzení krátkodobé stability při 20°C

20°C	t ₀ (-20°C)				2 týdny				4 týdny				8 týdnů			
Lahvička č.	264	180	73	ø	291	159	50	ø	318	250	77	ø	112	86	30	ø
Jednotka	µg/kg	µg/kg	µg/kg	µg/kg	µg/kg	µg/kg	µg/kg	µg/kg	µg/kg	µg/kg	µg/kg	µg/kg	µg/kg	µg/kg	µg/kg	µg/kg
Chlorfenapyr	170	180	140	163	160	160	160	160	170	160	130	153	160	100	160	140
Chlorpyrifos	250	240	230	240	240	250	240	243	230	250	210	230	240	180	240	220
Cyhalothrin	98	100	79	92,3	90	100	86	92,0	84	94	64	80,7	81	49	86	72,0
Cypermethrin	160	160	130	150	160	180	150	163	150	180	110	147	140	91	150	127
Dicofol	330	190	160	227	320	260	190	257	250	300	150	233	160	180	160	167
α-endosulfan	55	59	49	54,3	68	52	54	58,0	56	62	53	57,0	58	46	61	55,0
β-endosulfan	76	63	58	65,7	62	64	62	62,7	73	65	56	64,7	63	50	60	57,7
Acetamiprid	86	85	79	83,3	91	100	81	90,7	90	100	76	88,7	86	79	81	82,0
Bifenthrin	64	61	49	58,0	64	71	53	62,7	56	60	51	55,7	52	57	51	53,3
Buprofezin	15	16	11	14,0	14	16	12	14,0	13	16	11	13,3	11	10	12	11,0
Carbendazim	63	58	52	57,7	49	54	58	53,7	53	52	58	54,3	53	52	49	51,3
Clothianidin	200	190	160	183	190	200	160	183	180	180	160	173	170	160	150	160
Difenoconazole	170	170	150	163	170	170	160	167	170	190	160	173	160	140	160	153
Fenpropathrin	93	88	85	88,7	90	89	70	83,0	84	97	77	86,0	84	76	71	77,0
Flubendiamide	160	160	100	140	150	160	100	137	140	160	97	132	120	110	100	110
Imidacloprid	40	41	35	38,7	38	40	37	38,3	42	47	32	40,3	40	37	31	36,0
Indoxacarb	320	300	220	280	240	290	240	257	270	280	220	257	240	240	220	233
Metalaxyl	93	91	72	85,3	83	89	75	82,3	83	80	71	78,0	80	72	72	74,7
Metamitron	74	64	53	63,7	65	67	52	61,3	59	61	57	59,0	54	49	54	52,3
Methomyl	80	81	58	73,0	78	84	65	75,7	70	75	59	68,0	64	61	64	63,0
Pendimethalin	140	140	130	137	140	140	130	137	150	150	110	137	130	130	120	127
Propargite	36	34	29	33,0	38	31	33	34,0	33	35	31	33,0	33	28	32	31,0
Pyridaben	220	200	170	197	200	210	160	190	180	200	160	180	180	160	160	167
Tebuconazole	69	65	55	63,0	63	68	60	63,7	63	62	50	58,3	58	53	56	55,7
Thiacloprid	75	71	59	68,3	69	72	60	67,0	69	66	56	63,7	63	52	58	57,7

Thiamethoxam	59	59	46	54,7	55	61	45	53,7	54	55	45	51,3	50	46	45	47,0
Triazophos	200	210	170	193	210	210	170	197	180	180	160	173	180	160	170	170

Tabulka č.6 Primární data pro posouzení krátkodobé stability při 40°C

40°C	t₀ (-20°C)				2 týdny				4 týdny				8 týdnů			
Lahvička č.	264	180	73	ø	299	174	40	ø	259	127	32	ø	229	71	4	ø
Jednotka	µg/kg	µg/kg	µg/kg	µg/kg	µg/kg	µg/kg	µg/kg	µg/kg	µg/kg	µg/kg	µg/kg	µg/kg	µg/kg	µg/kg	µg/kg	µg/kg
Chlorfenapyr	170	180	140	163	180	170	150	167	160	110	170	147	160	170	150	160
Chlorpyrifos	250	240	230	240	250	250	240	247	240	180	230	217	220	240	210	223
Cyhalothrin	98	100	79	92,3	93	100	85	92,7	91	44	80	71,7	91	87	83	87,0
Cypermethrin	160	160	130	150	160	170	150	160	160	85	120	122	170	160	140	157
Dicofol	330	190	160	227	250	210	120	193	310	160	130	200	330	180	140	217
α-endosulfan	55	59	49	54,3	65	53	51	56,3	60	54	46	53,3	46	59	50	51,7
β-endosulfan	76	63	58	65,7	74	68	64	68,7	66	49	58	57,7	68	68	59	65,0
Acetamiprid	86	85	79	83,3	92	99	82	91,0	81	88	77	82,0	88	85	81	84,7
Bifenthrin	64	61	49	58,0	63	64	46	57,7	63	49	47	53,0	59	51	61	57,0
Buprofezin	15	16	11	14,0	16	14	12	14,0	14	11	11	12,0	13	11	11	11,7
Carbendazim	63	58	52	57,7	55	57	50	54,0	57	55	53	55,0	52	46	49	49,0
Clothianidin	200	190	160	183	180	200	150	177	160	160	170	163	180	160	160	167
Difenoconazole	170	170	150	163	180	170	150	167	160	140	140	147	150	150	130	143
Fenpropathrin	93	88	85	88,7	92	92	73	85,7	83	79	76	79,3	74	80	68	74,0
Flubendiamide	160	160	100	140	150	150	110	137	150	110	110	123	150	110	110	123
Imidacloprid	40	41	35	38,7	40	40	38	39,3	31	35	37	34,3	43	36	39	39,3
Indoxacarb	320	300	220	280	240	280	250	257	290	250	230	257	260	220	240	240
Metalaxyl	93	91	72	85,3	82	89	71	80,7	81	75	79	78,3	85	76	76	79,0
Metamitron	74	64	53	63,7	59	62	52	57,7	52	52	58	54,0	58	50	52	53,3
Methomyl	80	81	58	73,0	74	77	64	71,7	74	61	63	66,0	73	61	61	65,0
Pendimethalin	140	140	130	137	130	140	130	133	140	130	140	137	150	140	130	140
Propargite	36	34	29	33,0	32	32	27	30,3	27	29	27	27,7	32	31	26	29,7
Pyridaben	220	200	170	197	210	210	170	197	190	170	170	177	190	170	170	177
Tebuconazole	69	65	55	63,0	67	61	56	61,3	60	50	55	55,0	55	56	51	54,0
Thiacloprid	75	71	59	68,3	68	71	58	65,7	65	56	60	60,3	70	56	57	61,0
Thiamethoxam	59	59	46	54,7	56	57	47	53,3	50	44	48	47,3	55	46	44	48,3
Triazophos	200	210	170	193	170	190	160	173	170	160	170	167	160	150	140	150

V tabulkách číslo 7-33 jsou vyhodnocené hodnoty $R \pm 2U$ pro jednotlivé analyty, teploty a časy.

Tabulka č. 7: Posouzení krátkodobé stability: Chlorfenapyr

	2 týdny	4 týdny	8 týdnů
$R_{(+5^{\circ}\text{C})} \pm 2U_{(+5^{\circ}\text{C})}$	$0,776 \pm 0,128$	$0,959 \pm 0,120$	$0,939 \pm 0,175$
$R_{(+20^{\circ}\text{C})} \pm 2U_{(+20^{\circ}\text{C})}$	$0,980 \pm 0,118$	$0,939 \pm 0,165$	$0,857 \pm 0,225$
$R_{(+40^{\circ}\text{C})} \pm 2U_{(+40^{\circ}\text{C})}$	$1,020 \pm 0,151$	$0,898 \pm 0,215$	$0,980 \pm 0,131$

Tabulka č. 8: Posouzení krátkodobé stability: Chlorpyrifos

	2 týdny	4 týdny	8 týdnů
R(+5°C) ± 2U(+5°C)	0,819 ± 0,128	0,972 ± 0,120	0,958 ± 0,175
R(+20°C) ± 2U(+20°C)	1,014 ± 0,118	0,958 ± 0,165	0,917 ± 0,225
R(+40°C) ± 2U(+40°C)	1,028 ± 0,151	0,903 ± 0,215	0,931 ± 0,131

Tabulka č. 9: Posouzení krátkodobé stability: Cyhalothrin

	2 týdny	4 týdny	8 týdnů
R(+5°C) ± 2U(+5°C)	0,729 ± 0,205	0,939 ± 0,122	0,942 ± 0,161
R(+20°C) ± 2U(+20°C)	0,996 ± 0,139	0,874 ± 0,187	0,780 ± 0,225
R(+40°C) ± 2U(+40°C)	1,004 ± 0,141	0,776 ± 0,267	0,942 ± 0,119

Tabulka č. 10: Posouzení krátkodobé stability: Cypermethrin

	2 týdny	4 týdny	8 týdnů
R(+5°C) ± 2U(+5°C)	0,778 ± 0,156	1,000 ± 0,126	0,956 ± 0,142
R(+20°C) ± 2U(+20°C)	1,089 ± 0,153	0,978 ± 0,245	0,847 ± 0,219
R(+40°C) ± 2U(+40°C)	1,067 ± 0,132	0,811 ± 0,252	1,044 ± 0,149

Tabulka č. 11: Posouzení krátkodobé stability: Dicofol

	2 týdny	4 týdny	8 týdnů
R(+5°C) ± 2U(+5°C)	0,837 ± 0,491	1,029 ± 0,473	0,926 ± 0,436
R(+20°C) ± 2U(+20°C)	1,132 ± 0,506	1,029 ± 0,502	0,735 ± 0,282
R(+40°C) ± 2U(+40°C)	0,853 ± 0,425	0,882 ± 0,521	0,956 ± 0,551

Tabulka č. 12: Posouzení krátkodobé stability: α-endosulfan

	2 týdny	4 týdny	8 týdnů
R(+5°C) ± 2U(+5°C)	0,920 ± 0,198	0,982 ± 0,142	1,000 ± 0,124
R(+20°C) ± 2U(+20°C)	1,067 ± 0,178	1,049 ± 0,121	1,012 ± 0,164
R(+40°C) ± 2U(+40°C)	1,037 ± 0,160	0,982 ± 0,149	0,951 ± 0,142

Tabulka č. 13: Posouzení krátkodobé stability: β-endosulfan

	2 týdny	4 týdny	8 týdnů
R(+5°C) ± 2U(+5°C)	0,853 ± 0,179	0,975 ± 0,139	0,954 ± 0,143
R(+20°C) ± 2U(+20°C)	0,954 ± 0,128	0,985 ± 0,179	0,878 ± 0,153
R(+40°C) ± 2U(+40°C)	1,046 ± 0,157	0,878 ± 0,169	0,990 ± 0,152

Tabulka č. 14: Posouzení krátkodobé stability: Acetamidiprid

	2 týdny	4 týdny	8 týdnů
R(+5°C) ± 2U(+5°C)	0,896 ± 0,127	1,02 ± 0,074	0,992 ± 0,056
R(+20°C) ± 2U(+20°C)	1,088 ± 0,117	1,064 ± 0,144	0,984 ± 0,059
R(+40°C) ± 2U(+40°C)	1,092 ± 0,107	0,984 ± 0,076	1,016 ± 0,059

Tabulka č. 15: Posouzení krátkodobé stability: Bifenthrin

	2 týdny	4 týdny	8 týdnů
R(+5°C) ± 2U(+5°C)	0,856 ± 0,207	0,966 ± 0,145	0,989 ± 0,173
R(+20°C) ± 2U(+20°C)	1,080 ± 0,203	0,960 ± 0,144	0,920 ± 0,130
R(+40°C) ± 2U(+40°C)	0,994 ± 0,209	0,914 ± 0,184	0,983 ± 0,153

Tabulka č. 16: Posouzení krátkodobé stability: Buprofezin

	2 týdny	4 týdny	8 týdnů
R(+5°C) ± 2U(+5°C)	0,762 ± 0,156	1,071 ± 0,261	0,929 ± 0,243
R(+20°C) ± 2U(+20°C)	1,000 ± 0,223	0,952 ± 0,240	0,786 ± 0,155
R(+40°C) ± 2U(+40°C)	1,000 ± 0,223	0,857 ± 0,192	0,833 ± 0,168

Tabulka č. 17: Posouzení krátkodobé stability: Carbendazim

	2 týdny	4 týdny	8 týdnů
R(+5°C) ± 2U(+5°C)	0,994 ± 0,090	0,890 ± 0,082	0,971 ± 0,104
R(+20°C) ± 2U(+20°C)	0,931 ± 0,112	0,942 ± 0,100	0,890 ± 0,087
R(+40°C) ± 2U(+40°C)	0,936 ± 0,103	0,954 ± 0,092	0,850 ± 0,091

Tabulka č. 18: Posouzení krátkodobé stability: Clothianidin

	2 týdny	4 týdny	8 týdnů
R(+5°C) ± 2U(+5°C)	0,818 ± 0,125	0,927 ± 0,099	0,945 ± 0,128

R(+20°C) ± 2U(+20°C)	1,000 ± 0,151	0,945 ± 0,117	0,873 ± 0,107
R(+40°C) ± 2U(+40°C)	0,964 ± 0,166	0,891 ± 0,100	0,909 ± 0,114

Tabulka č. 19: Posouzení krátkodobé stability: Difenoconazole

	2 týdny	4 týdny	8 týdnů
R(+5°C) ± 2U(+5°C)	0,878 ± 0,106	0,898 ± 0,090	0,980 ± 0,087
R(+20°C) ± 2U(+20°C)	1,020 ± 0,076	1,061 ± 0,113	0,939 ± 0,091
R(+40°C) ± 2U(+40°C)	1,020 ± 0,111	0,898 ± 0,090	0,878 ± 0,089

Tabulka č. 20: Posouzení krátkodobé stability: Fenproprathrin

	2 týdny	4 týdny	8 týdnů
R(+5°C) ± 2U(+5°C)	0,872 ± 0,098	0,880 ± 0,054	0,977 ± 0,045
R(+20°C) ± 2U(+20°C)	0,936 ± 0,126	0,970 ± 0,116	0,868 ± 0,079
R(+40°C) ± 2U(+40°C)	0,966 ± 0,124	0,895 ± 0,054	0,835 ± 0,073

Tabulka č. 21 Posouzení krátkodobé stability: Flubendiamide

	2 týdny	4 týdny	8 týdnů
R(+5°C) ± 2U(+5°C)	0,779 ± 0,256	0,881 ± 0,249	0,952 ± 0,303
R(+20°C) ± 2U(+20°C)	0,976 ± 0,314	0,945 ± 0,309	0,786 ± 0,195
R(+40°C) ± 2U(+40°C)	0,976 ± 0,276	0,881 ± 0,258	0,881 ± 0,258

Tabulka č. 22: Posouzení krátkodobé stability: Imidacloprid

	2 týdny	4 týdny	8 týdnů
R(+5°C) ± 2U(+5°C)	0,922 ± 0,125	0,974 ± 0,085	0,974 ± 0,107
R(+20°C) ± 2U(+20°C)	0,991 ± 0,086	1,043 ± 0,203	0,931 ± 0,133
R(+40°C) ± 2U(+40°C)	1,017 ± 0,085	0,888 ± 0,102	1,017 ± 0,117

Tabulka č. 23: Posouzení krátkodobé stability: Indoxacarb

	2 týdny	4 týdny	8 týdnů
R(+5°C) ± 2U(+5°C)	0,774 ± 0,155	0,857 ± 0,153	0,905 ± 0,214
R(+20°C) ± 2U(+20°C)	0,917 ± 0,190	0,917 ± 0,196	0,833 ± 0,153
R(+40°C) ± 2U(+40°C)	0,917 ± 0,178	0,917 ± 0,193	0,857 ± 0,167

Tabulka č. 24: Posouzení krátkodobé stability: Metalaxyl

	2 týdny	4 týdny	8 týdnů
R(+5°C) ± 2U(+5°C)	0,781 ± 0,114	0,891 ± 0,121	0,918 ± 0,169
R(+20°C) ± 2U(+20°C)	0,965 ± 0,146	0,914 ± 0,136	0,875 ± 0,123
R(+40°C) ± 2U(+40°C)	0,945 ± 0,157	0,918 ± 0,122	0,926 ± 0,132

Tabulka č. 25: Posouzení krátkodobé stability: Metamitron

	2 týdny	4 týdny	8 týdnů
R(+5°C) ± 2U(+5°C)	0,796 ± 0,142	0,927 ± 0,149	0,906 ± 0,164
R(+20°C) ± 2U(+20°C)	0,963 ± 0,192	0,927 ± 0,147	0,822 ± 0,135
R(+40°C) ± 2U(+40°C)	0,906 ± 0,160	0,848 ± 0,142	0,838 ± 0,144

Tabulka č. 26: Posouzení krátkodobé stability: Methomyl

	2 týdny	4 týdny	8 týdnů
R(+5°C) ± 2U(+5°C)	0,799 ± 0,187	0,877 ± 0,154	0,954 ± 0,219
R(+20°C) ± 2U(+20°C)	1,037 ± 0,215	0,932 ± 0,189	0,863 ± 0,147
R(+40°C) ± 2U(+40°C)	0,982 ± 0,187	0,904 ± 0,177	0,89 ± 0,174

Tabulka č. 27: Posouzení krátkodobé stability: Pendimethalin

	2 týdny	4 týdny	8 týdnů
R(+5°C) ± 2U(+5°C)	0,802 ± 0,126	0,927 ± 0,054	0,976 ± 0,056

$R(+20^{\circ}\text{C}) \pm 2U(+20^{\circ}\text{C})$	$1,000 \pm 0,056$	$1,000 \pm 0,164$	$0,927 \pm 0,054$
$R(+40^{\circ}\text{C}) \pm 2U(+40^{\circ}\text{C})$	$0,976 \pm 0,056$	$1,000 \pm 0,056$	$1,024 \pm 0,080$

Tabulka č. 28: Posouzení krátkodobé stability: Propargite

	2 týdny	4 týdny	8 týdnů
$R(+5^{\circ}\text{C}) \pm 2U(+5^{\circ}\text{C})$	$0,869 \pm 0,125$	$0,939 \pm 0,101$	$0,960 \pm 0,122$
$R(+20^{\circ}\text{C}) \pm 2U(+20^{\circ}\text{C})$	$1,030 \pm 0,148$	$1,000 \pm 0,118$	$0,939 \pm 0,123$
$R(+40^{\circ}\text{C}) \pm 2U(+40^{\circ}\text{C})$	$0,919 \pm 0,126$	$0,838 \pm 0,092$	$0,899 \pm 0,130$

Tabulka č. 29: Posouzení krátkodobé stability: Pyridaben

	2 týdny	4 týdny	8 týdnů
R(+5°C) ± 2U(+5°C)	0,797 ± 0,139	0,898 ± 0,112	0,932 ± 0,134
R(+20°C) ± 2U(+20°C)	0,966 ± 0,172	0,915 ± 0,146	0,847 ± 0,116
R(+40°C) ± 2U(+40°C)	1,000 ± 0,164	0,898 ± 0,122	0,898 ± 0,122

Tabulka č. 30: Posouzení krátkodobé stability: Tebuconazole

	2 týdny	4 týdny	8 týdnů
R(+5°C) ± 2U(+5°C)	0,801 ± 0,109	0,942 ± 0,102	0,931 ± 0,130
R(+20°C) ± 2U(+20°C)	1,011 ± 0,125	0,926 ± 0,147	0,884 ± 0,103
R(+40°C) ± 2U(+40°C)	0,974 ± 0,134	0,873 ± 0,120	0,857 ± 0,101

Tabulka č. 31: Posouzení krátkodobé stability: Thiocloprid

	2 týdny	4 týdny	8 týdnů
R(+5°C) ± 2U(+5°C)	0,810 ± 0,148	0,907 ± 0,120	0,951 ± 0,137
R(+20°C) ± 2U(+20°C)	0,980 ± 0,142	0,932 ± 0,142	0,844 ± 0,123
R(+40°C) ± 2U(+40°C)	0,961 ± 0,145	0,883 ± 0,119	0,893 ± 0,149

Tabulka č. 32: Posouzení krátkodobé stability: Thiamethoxam

	2 týdny	4 týdny	8 týdnů
R(+5°C) ± 2U(+5°C)	0,793 ± 0,156	0,927 ± 0,143	0,951 ± 0,167
R(+20°C) ± 2U(+20°C)	0,982 ± 0,189	0,939 ± 0,154	0,860 ± 0,120
R(+40°C) ± 2U(+40°C)	0,976 ± 0,158	0,866 ± 0,124	0,884 ± 0,153

Tabulka č. 33: Posouzení krátkodobé stability: Triazophos

	2 týdny	4 týdny	8 týdnů
R(+5°C) ± 2U(+5°C)	0,776 ± 0,115	0,931 ± 0,095	0,948 ± 0,148
R(+20°C) ± 2U(+20°C)	1,017 ± 0,153	0,897 ± 0,107	0,879 ± 0,102
R(+40°C) ± 2U(+40°C)	0,897 ± 0,118	0,862 ± 0,092	0,776 ± 0,093

3.1.3. Vyhodnocení krátkodobé stability sledovaných pesticidů

Výsledky uvedené v tabulkách č.4-33 potvrdily předpoklady námi zvolené varianty. Vzhledem k vysokým nejistotám většiny získaných dat neumožňuje používaný model posuzování krátkodobé stability (3 vzorky pro každou teplotu a čas) identifikaci malých změn ve stabilitě jednotlivých analytů, tak jak je vidět z hodnot R.

Po velmi podrobné analýze dat lze ale konstatovat následující fakta:

1. V tabulce č.4 je pro $T = +5^{\circ}\text{C}$, $t = 2$ týdny evidentní, že celý sloupec průměrných koncentrací pro všechny pesticidy, je výrazně nižší (15-25%), než jsou hodnoty při časech 0, 4, 8 týdnů. Jedná se zjevně o systematickou chybu při analýze (nejpravděpodobněji zapříčiněnou špatnou přípravou vzorků k analýze) a je otázka, zda by tato data neměla být vyloučena z posuzování stability.
2. Pokud je materiál uchováván při teplotě $T = +5^{\circ}\text{C}$ (lednice), žádný ze sledovaných analytů nevykazuje významnou změnu stability při použitých časech sledování (v celé řadě případů i při vyšších teplotách) v rámci akceptovatelné nejistoty měření, jak lze vyčíst z hodnot R a průměrných hodnot koncentrací jednotlivých pesticidů v tabulkách č.4-33.
3. Při teplotě $T = 40^{\circ}\text{C}$ a čase $t = 8$ týdnů je již téměř u 50% sledovaných analytů úbytek koncentrace analytů (trend) evidentní.

Lze tudíž konstatovat, že pokud je materiál skladován v mrazničce či ledničce, je krátkodobá stabilita vyhovující a dlouhodobá stabilita se dá u většiny analytů předpokládat. Velmi důležitým, a i poněkud překvapujícím závěrem je skutečnost, že stabilita širokého spektra spikovaných pesticidů v rostlinném materiálu není překážkou pro případnou přípravu referenčních materiálů.

4. Shrnutí výsledků celého projektu

Na základě získaných dat bylo prokázáno, že spikovaný materiál zeleného čaje vykazuje na všech organických i anorganických analytech vysoký stupeň homogenity, dostatečný pro daný účel. Krátkodobá stabilita je pro všechny sledované pesticidy rovněž prokázána. Unikátní posouzení stability na skoro třiceti, v čajích se běžně vyskytujících pesticidech, ukazuje, že i takto komplexní rostlinný materiál lze připravit metodou spikování. To významně rozšiřuje možnosti přípravy rostlinných referenčních materiálů obohacených o organické materiály.

5.

6. Závěr

Lze konstatovat, že všechny dílčí řešené úkoly (specifikované ve Zprávě pro úvodní oponenturu) byly splněny. Získané výsledky jsou cenným příspěvkem k problematice posouzení možnosti přípravy referenčních materiálů s organickými analyty metodou spikování.

7. Literatura

1. Zpráva pro závěrečnou oponenturu úkolu PRM VIII/18/18, Analytika, spol. s r.o., Praha, 2018
2. Zpráva pro závěrečnou oponenturu úkolu PRM VIII/18/19, Analytika, spol. s r.o., Praha, 2019
3. Zpráva pro vstupní oponenturu úkolu PRM VIII/18/20, Analytika, spol. s r.o., Praha, 2020
4. Zpráva pro průběžnou oponenturu úkolu PRM VIII/18/20, Analytika, spol. s r.o., Praha, 2020
5. ISO Guide 35:2017, Reference materials - Guidance for characterization and assessment of homogeneity and stability