

Obecné rysy analytických postupů:

- a) obsahy analytů ultrastopové až stopové (pg - mg / kg)
- b) analytické postupy jsou preferenčně optimalizovány jako multikomponentní / multimatricové
- c) analytické postupy zahrnují různě složitou přípravu vzorku
– aplikuje se flexibilita postupů (použitelnost na netestované matrice / analyty po minimální úpravě postupu)
- d) často jsou používány technicky vyspělé přístroje - trendem je minimalizace přípravy vzorku s následným vysoce selektivním instrumentálním stanovením a softwarovým vyhodnocením
- e) v rutinní analýze se uplatňují také tradiční specifické metody

Vybrané skupiny aditivních látek

Konzervační látky

Barviva

Syntetické antioxidanty

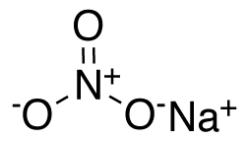
Umělá sladidla

ADITIVA – KONZERVAČNÍ LÁTKY

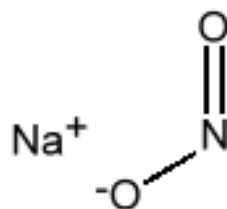
Různorodá skupina sloučenin

⇒ titrace, SPFM (reakce) - FIA, TLC, HPLC/UV

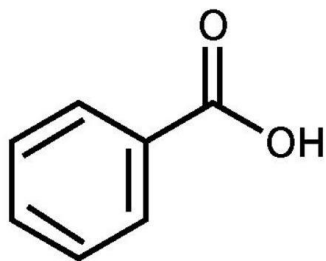
GC, CZE a ITP (organické k.)



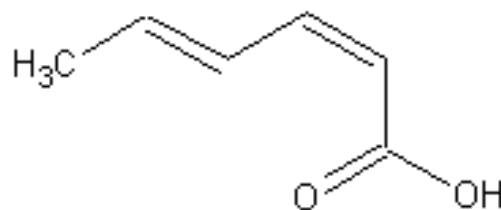
Dusičnan
sodný



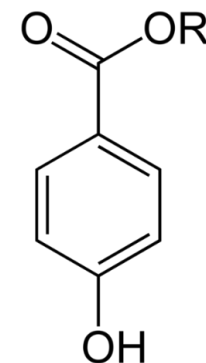
Dusitan
sodný



Benzoová k.
a benzoáty



Sorbová k.
a sorbáty

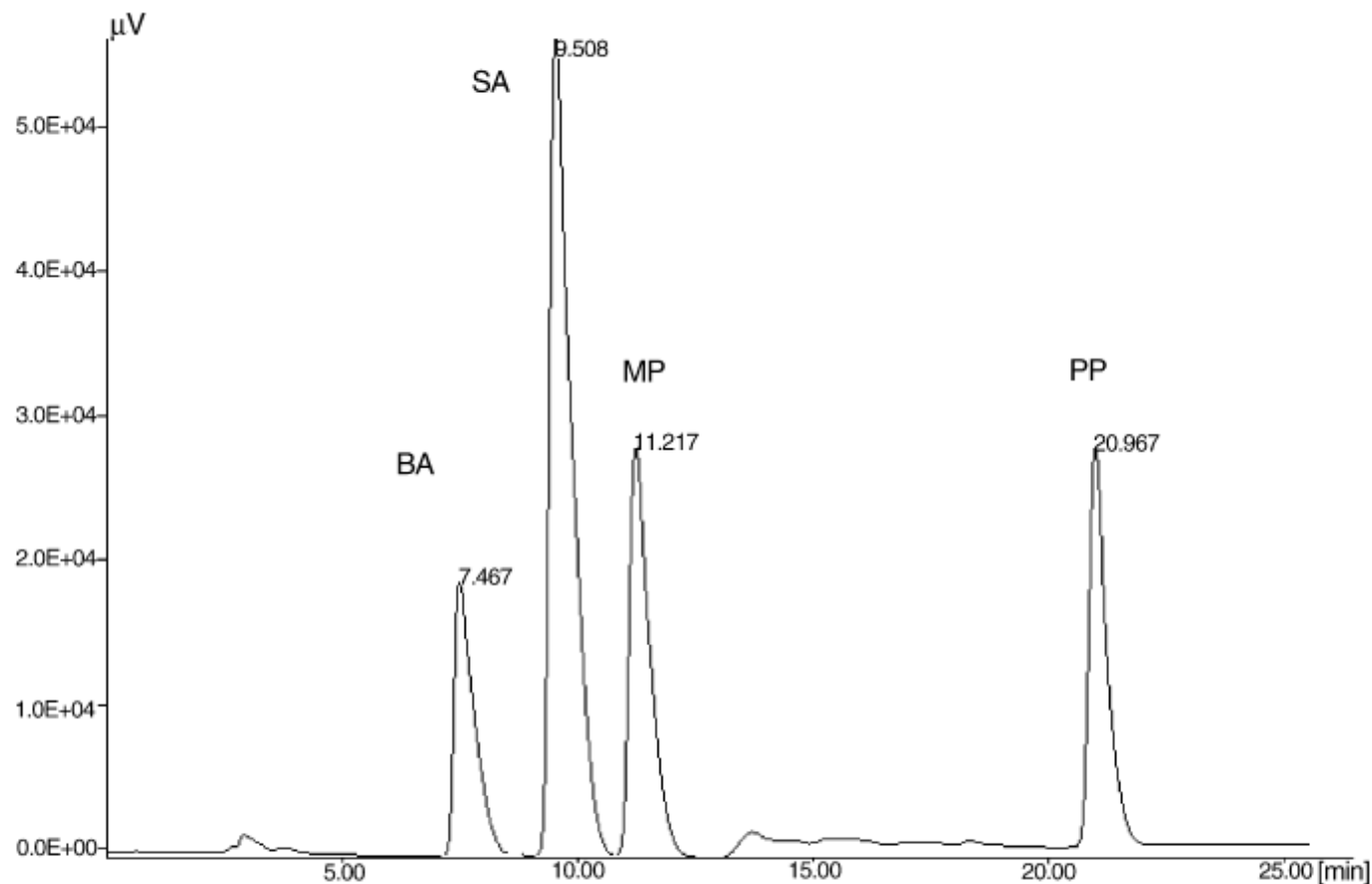


Parabeny (*p*-hydroxybenzoáty)

ADITIVA – KONZERVAČNÍ LÁTKY

HPLC/UV (254 nm) stanovení v džemech a ovoci:

BA - benzoová k., SA - sorbová k., MP - methylparaben, PP - propylparaben



ADITIVA – BARVIVA

1. Přírodní - karotenoidy, flavonoidy, anthrachinony,
betalainy, pyrrolová barviva

2. Syntetická - azobarviva, fenylmethanová barviva, nitrobarviva, pyrazonová,
xanthenová, antrachinonová, chinolinová a indigoidní

a) hydrofilní - povolená x nepovolená (resp. kde, kolik, kombinace)

přímá extrakce a analýza

nebo klasicky adsorpce na vlákno a uvolnění

(vlněné vlákno, polyamid, kožní prášek apod.,

pak alkalické uvolnění - roztok NH_3

nebo MeOH roztok NaOH)

b) lipofilní - nepovolená (barvení obalů)

zmýdelnění, izolace nezmýdelněného podílu

Stanovení: přímá SPFM, TLC, HPLC/VID, (U)HPLC/MS/MS



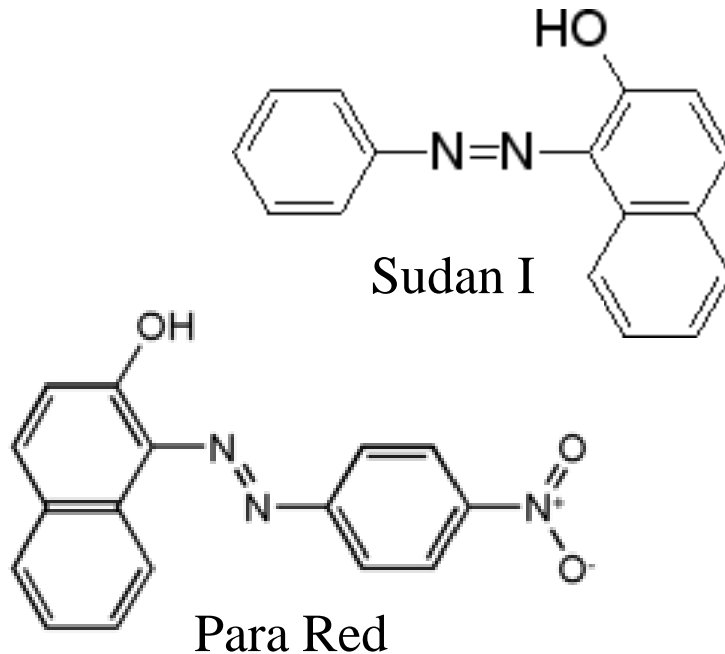
ADITIVA – BARVIVA

Příklad: stanovení nepovolených azobarviv

Nepovolený přídavek - např. do koření (paprika) nebo do výrobků

- cílové hladiny 10-100 µg/kg

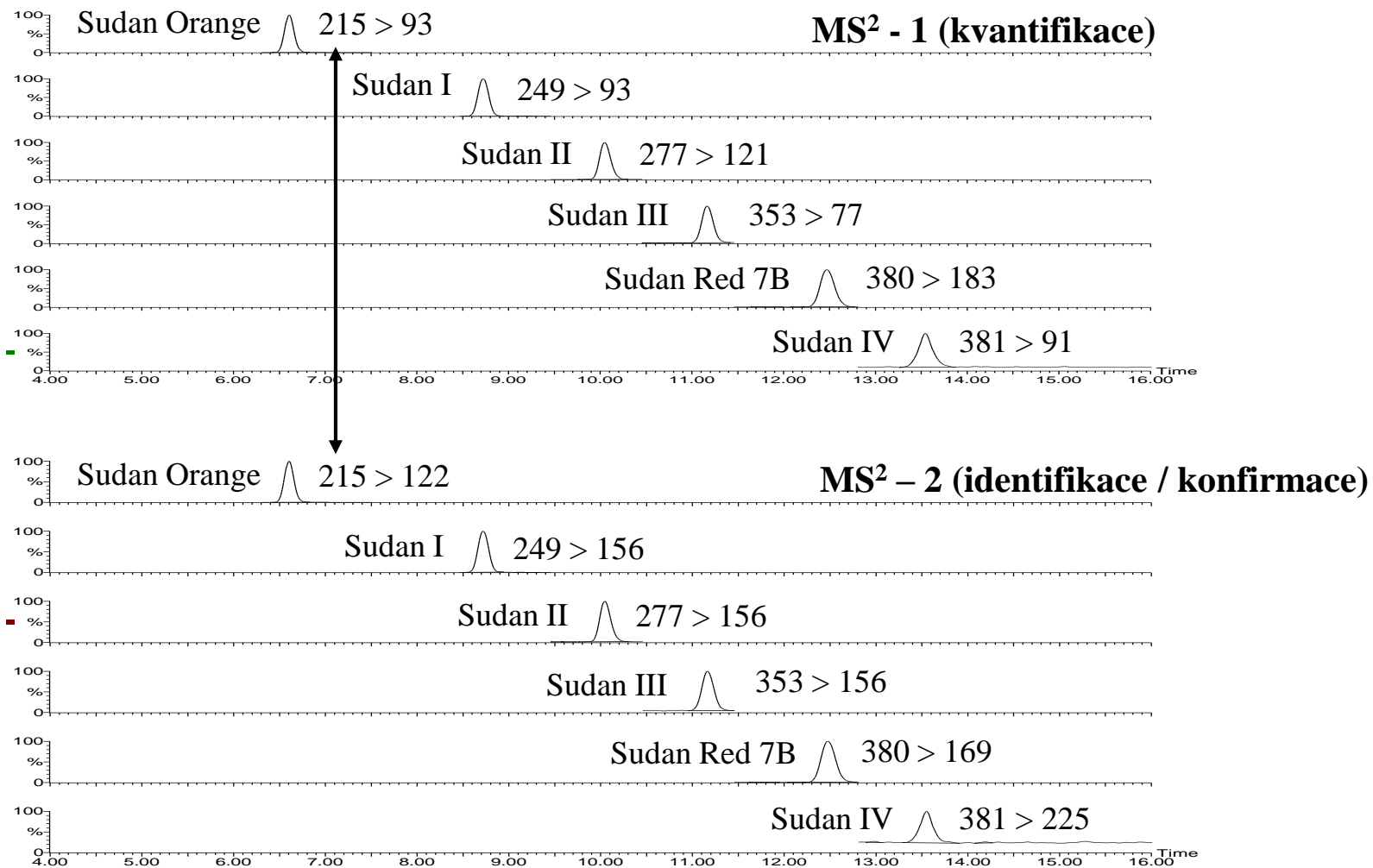
Přímá extrakce směsí 1% octová k. : acetonitril (5:95, v/v)



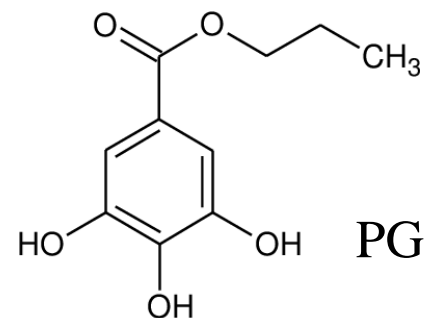
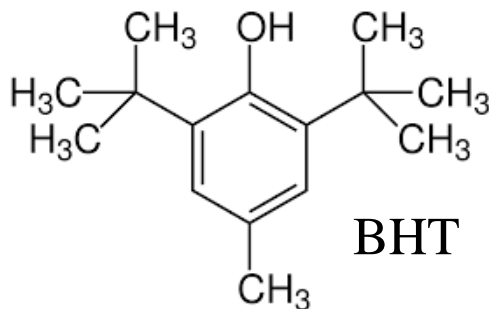
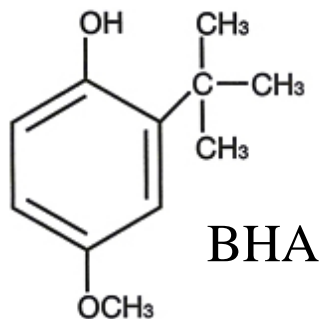
- (A) Sudan I
- (B) Sudan II
- (C) Sudan III
- (D) Sudan IV
- (E) Sudan Red 7B
- (F) Para Red
- (G) Sudan Orange G
- (H) Tropaeolin 000
- (I) Rhodamine B

ADITIVA – BARVIVA

Záznam z analýzy azobarviv – MS² v prostoru (tandemová MS)



ADITIVA – SYNTETICKÉ ANTIOXIDANTY



Nepolární matrice (prostředí) - oleje, tuky, margariny

- emulgace, izolace společně s lipidy a následná separace (GPC)
- přímá izolace alkoholy

Stanovení:

Přímá SPFM - UV (232, 241, 252, 300 nm apod.)

- VID po reakci (400, 520, 580 nm - FeSO₄)

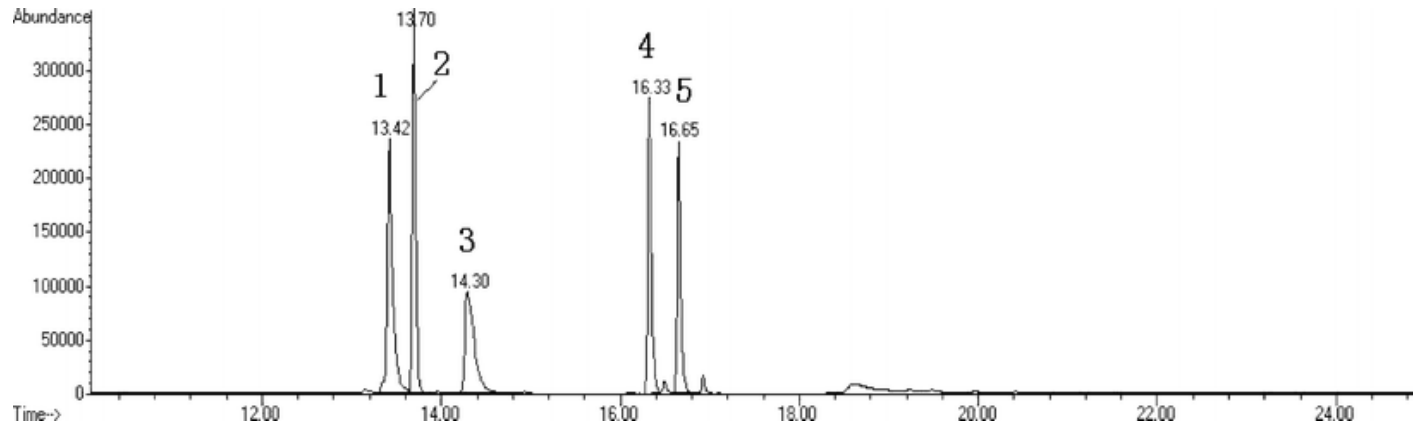
TLC - činidla: AgNO₃ + NH₃, k. fosfomolybdenová + NH₃ apod.

GC - přímo nebo po derivatizaci (methylderiváty), FID, MS

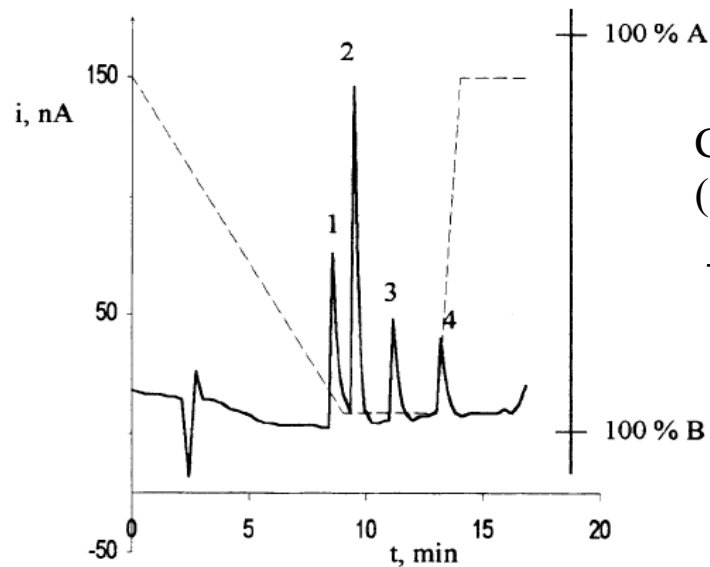
HPLC - reverzní fáze, UV 280 nm, RID, ECD

Dále elektroanalytické a elektromigrační metody (MECC)

ADITIVA – SYNTETICKÉ ANTIOXIDANTY



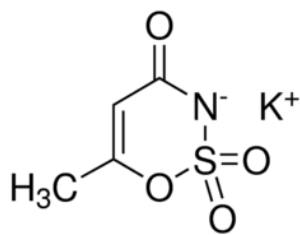
GC-MS analýza (TIC záznam) standardní směsi 5 antioxidantů - 5 mg/l
(1) BHA; (2) BHT; (3) TBHQ; (4) ethoxyquin; (5) Ionox-100



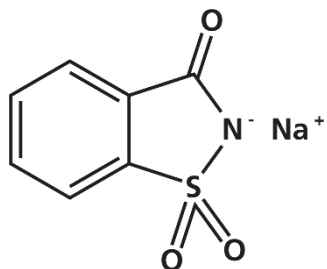
Chromatogram z HPLC(C₁₈) / ECD
(amperometrická detekce)

- směs (2 mg/ml) PG (1), BHA (3), BHT (4),
5 mg/ml TBHQ (2).

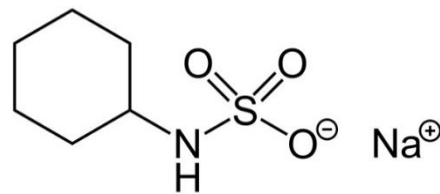
ADITIVA – UMĚLÁ SLADIDLA



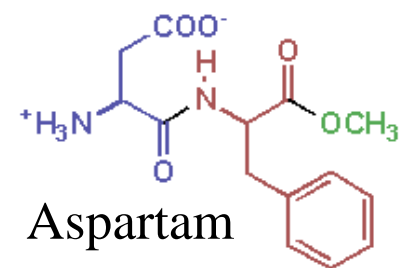
Acesulfam K
(draselný)



Sacharin



Cyklamát



Aspartam

Aspartyl-phenylalanine methyl ester

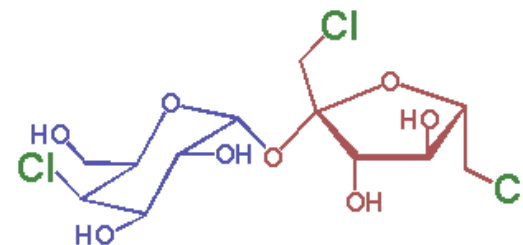
Polární extrakce dle rozpustnosti

- ředění, čiření, filtrace, odtučnění, SPE

Stanovení: HPLC/UV/VID (popř. derivatizace)

→ RP (C₁₈) kolony

MECC



1,6-dichloro-1,6-dideoxy-
beta-D-fructofuranosyl-
4-chloro-4-deoxy-
alpha-D-galactopyranoside

Sukralóza

Příklad HPLC/UV analýzy

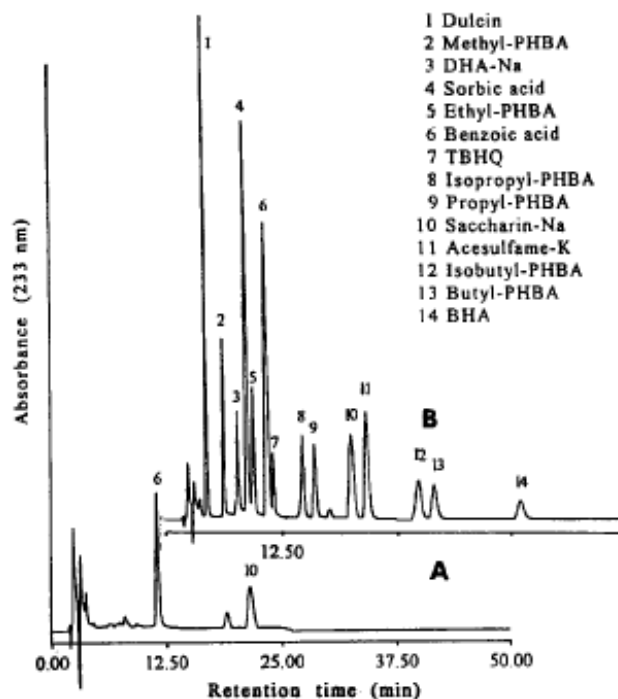


Figure 6

Chromatogram of additives in sugared fruit extracted by a Sep-Pak C₁₈ cartridge. Mobile phase, acetonitrile/50 mM aqueous α -hydroxyisobutyric acid solution (pH 4.5) (2.2 : 3.4, v/v) containing 2.5 mM HTA with a flow rate of 1.0 mL/min. Detection was at 233 nm. A: sugared fruit only; B: sugared fruit spiked with additives at a concentration of 25 mg/g each.

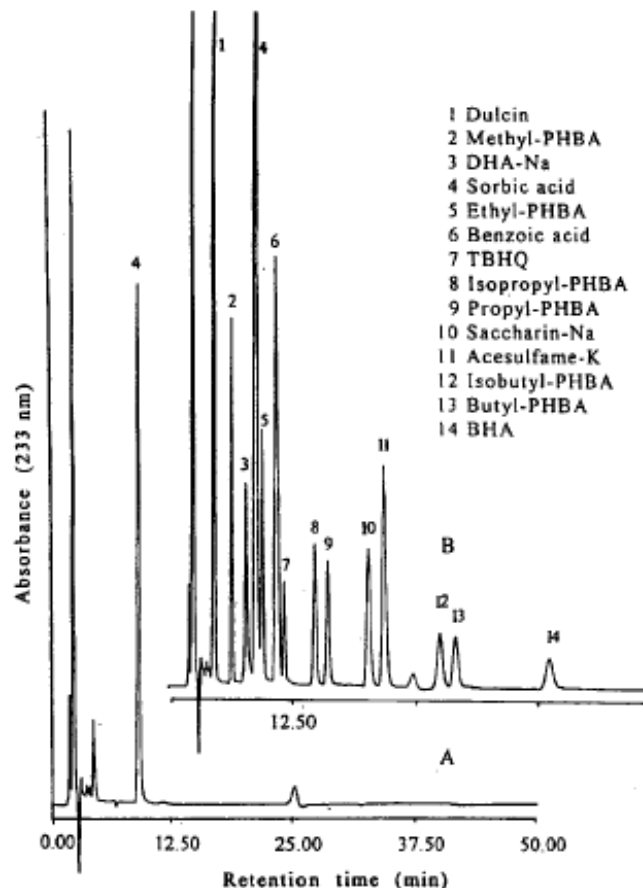


Figure 7

Chromatogram of additives in dried roast beef extracted by a Sep-Pak C₁₈ cartridge. Mobile phase, acetonitrile/50 mM aqueous α -hydroxyisobutyric acid solution (pH 4.5) (2.2 : 3.4, v/v) containing 2.5 mM HTA with a flow rate of 1.0 mL/min. Detection was at 233 nm. A: dried roast beef only; B: dried roast beef spiked with additives at a concentration of 25 mg/g each.

Definice – legislativa

Nanočástice v potravinách

Legislativa

Analýza – přehled metod

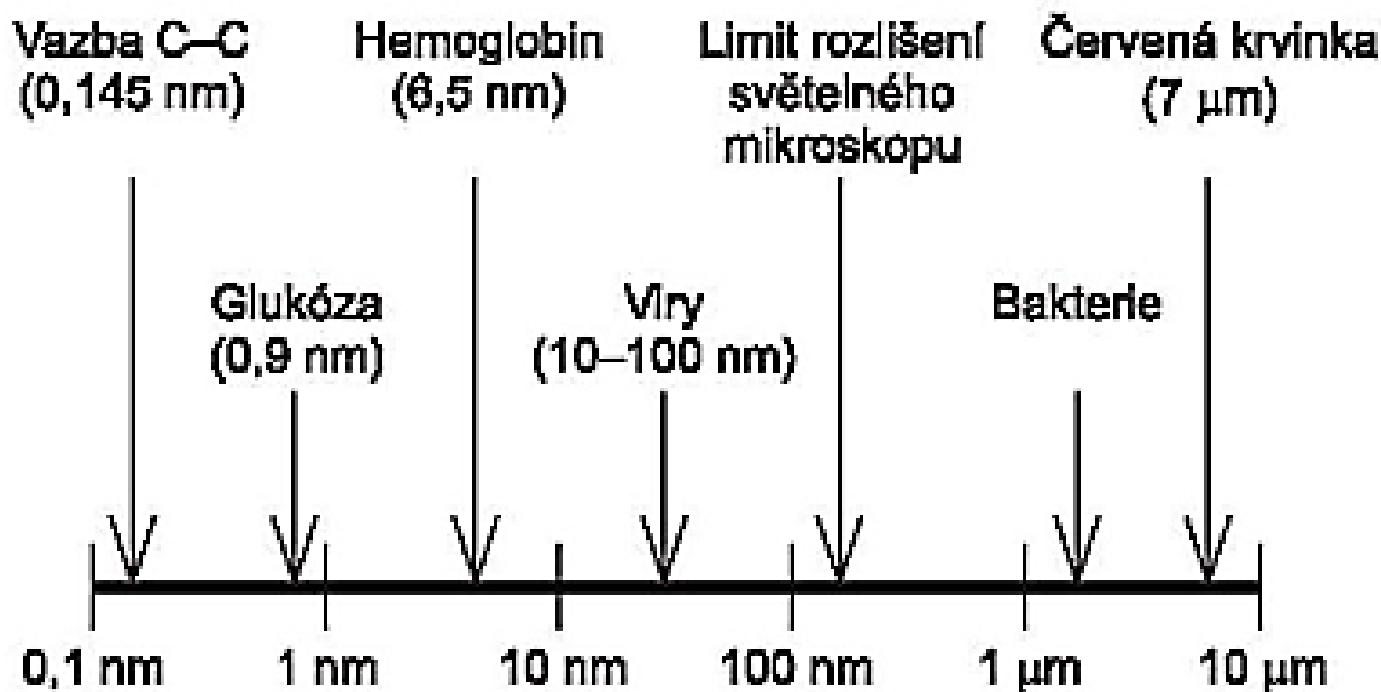
Metoda field flow fractionation



NANOČÁSTICE

Nanočástice (nanoparticles) – odlišné definice – vývoj

1. Aktuálně důraz na rozměr: 1 - 100 nm ve všech dimenzích
2. Odlišnost vlastností od celkového materiálu



NANOČÁSTICE

Oblast použití	Produkt/funkce	Nanomateriál
Aditiva	Prostředek proti spékání / hrudkovatění	SiO ₂ , MgO, TiO ₂
	Povlak čokoládových produktů pro delší trvanlivost	SiO ₂ , MgO, TiO ₂ , CaO, ZnO, MnO
	Zapouzdřování vitaminů, sekundárních rostlinných produktů	Micely, lipidy
	Lykopen, antioxidanty	Lykopen
Doplňky stravy	Zlepšení příjmu minerálních látek v nano-rozměrech	Křemík, hořčík, vápník
	Efekt proti stárnutí ?	Koloidní zlato, stříbro (sporné je, zda se jedná o nano-rozměry)
Obalový materiál	Antimikrobiální účinek	Ag, SiO ₂ , TiO ₂
	Bariéra proti plynům, proti UV záření, zlepšení údržnosti	Barevné látky polymerech, nanokompozity - kovy nebo jejich oxidy
	Zlepšení tepelných vlastností	Cín
Materiály v kontaktu s potravinami	Hliníková folie s povlakem k urychlení pečení	Uhlík, začleněný do sklovité matrice
	Antimikrobiální povlak na kuchyňském nádobí, v chladničkách ?	Ag
	Protipřilnavý povlak	Keramika

- Nařízení 178/2002/ES - do oběhu nesmí být uveden materiál ohrožující bezpečnost
- Nařízení 258/97/ES - o potravinách nového typu
- Nařízení 1333/2008/ES - o aditivech
- Nařízení 1935/2004/ES - pro předměty přicházející do styku potravinami
- Nařízení 450/2009/ES - zaměřené na aktivní a inteligentní materiály

- Směrnice 10/2011/EC (Plastic Implementation Measure - PIM) – o plastových materiálech a předmětech přicházejících do styku s potravinami; týká se i migrací, popř. i nanočástic do potravin – schvalování jednotlivých případů

Nanometrologie – věda o měření na nanometrové úrovni; poskytuje údaje o délce nebo velikosti pro rozměry dané v nanometrech s nejistotou měření méně než 1 nm a dále měření síly, hmoty, elektrických a dalších vlastností.

Elektronová mikroskopie - SEM (Scanning Electron Microscopy)
- TEM (Transmission Electron Microscopy)

EDX (Energy Dispersive X-ray Spectroscopy)

Field-flow fractionation (FFF) nebo Asymetrická FFF (AFFF)

- detekce: absorpce v UV/VID oblasti
- měření indexu lomu světla
- měření statického rozptylu světla
- (MALS – Multi Angle Light Scattering,
- rozdílný rozptyl světla malými a velkými částicemi)

Atomová absorpční spektrometrie: AAS - anorganické částice

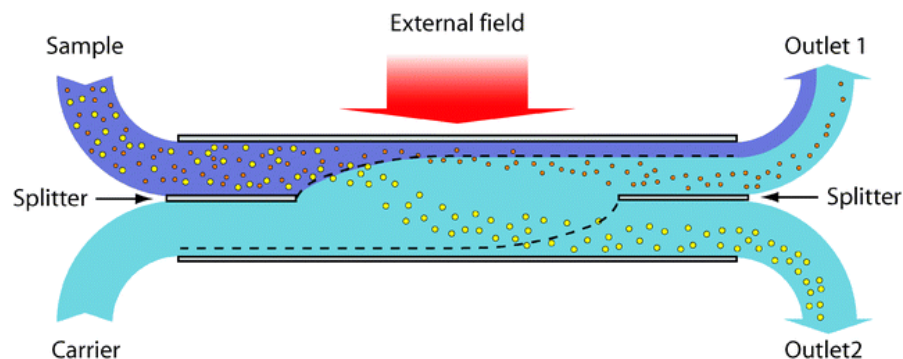
Hmotnostní spektrometrie: ICP-MS - anorganické částice

Hmotnostní spektrometrie: LC-MS (ESI) - organické materiály

NANOČÁSTICE

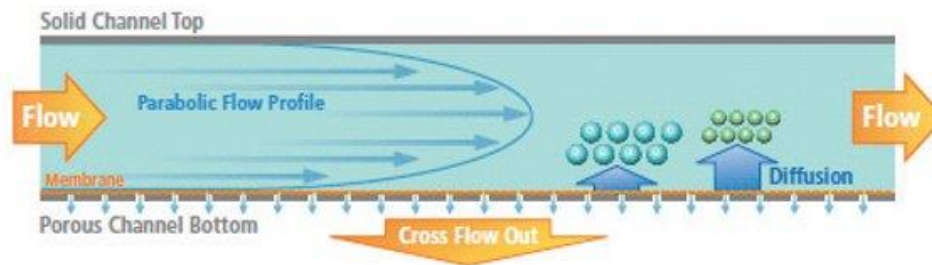
Field-flow frakcionace (FFF) – „frakcionace tokem pole“

Typ externího pole: elektrické, tepelné, centrifugační, magnetické, křížný tok, duté vlákno, gravitační-splitové

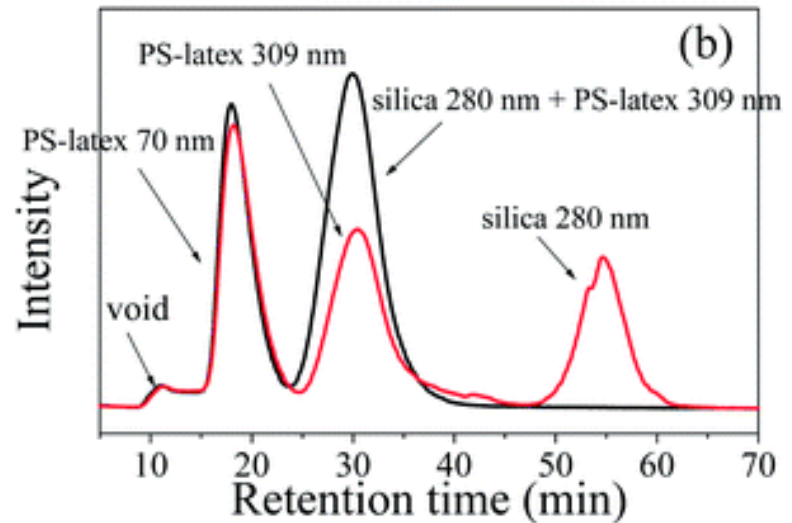
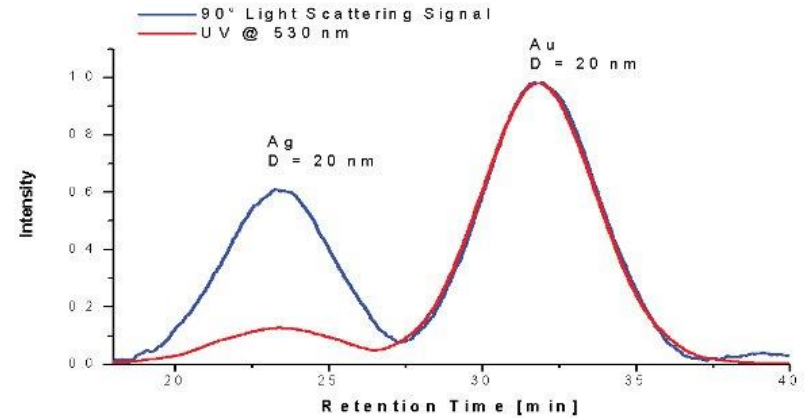
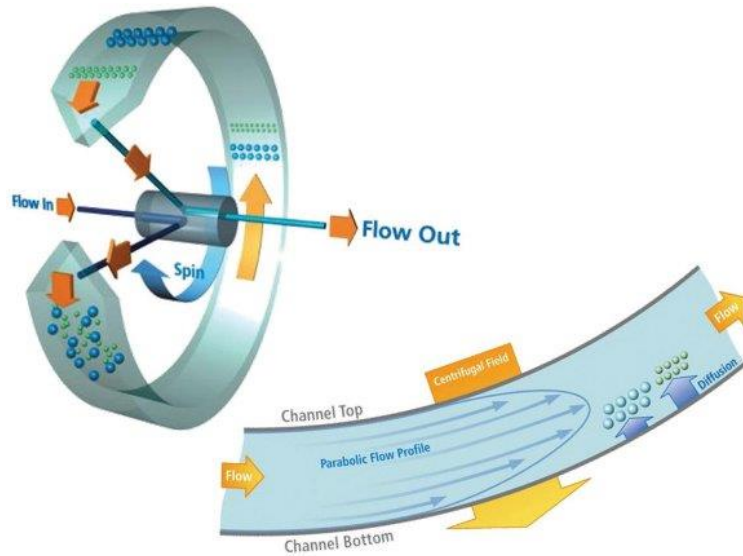


Asymetrická FFF (AFFF)

Typ externího pole: vysokoteplotní, polopropustná membrána pouze na spodní straně kanálu



Výsledek měření: fraktogram



KONTAMINANTY

Pesticidy – rezidua

Organické průmyslové kontaminanty

Kovy

Farmaka

Migranty z plastů



PESTICIDY

Cíleně používané sloučeniny k hubení škůdců (pest = škůdce)
⇒ různých nežádoucích rostlin (plevelů) a živočichů

Pojmy: **reziduum(a)** - množství zbylé po uplynutí ochranné lhůty
„incurred residues“ - sloučeniny zabudované do matrice
perzistentní pesticidy (rezidua) - přetrvávají desítky let
(včetně degradačních produktů / metabolitů)
multi(reziduální) analýza - sledování desítek až stovek
sloučenin jednou metodou

Výskyt: primárně na ošetřených plodinách (+ další složky ŽP)
následně všechny součásti ŽP (úniky z výroby, skladování)

Legislativa: **MRL**, vyhlášky, směrnice



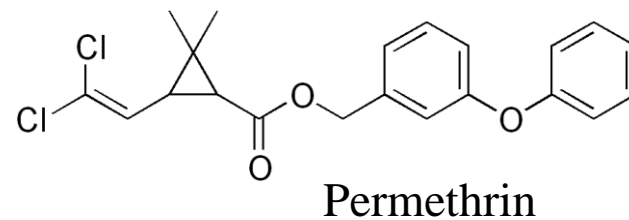
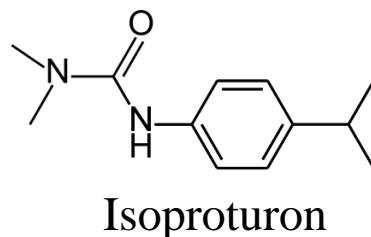
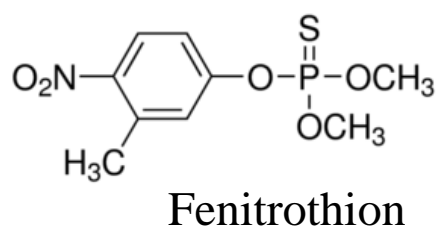
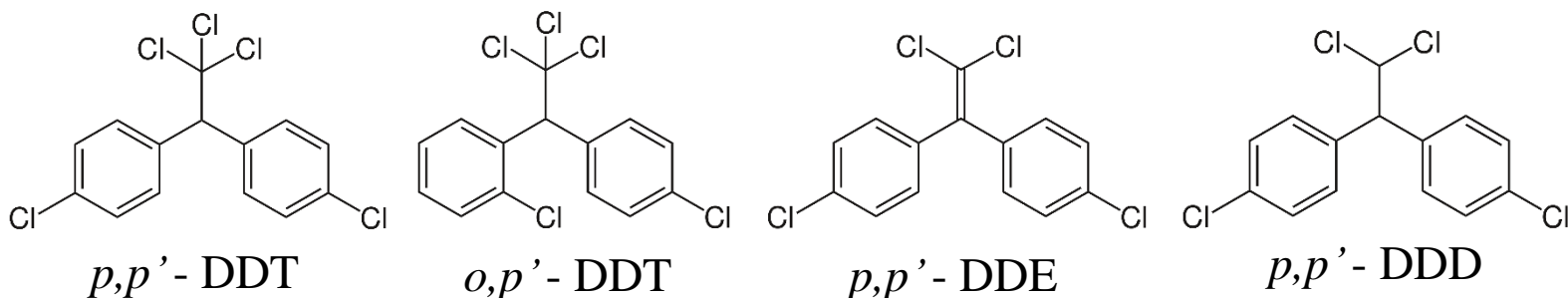
PESTICIDY

Klasifikace podle účelu použití: herbicidy, fungicidy, insekticidy ...

Klasifikace podle mechanismu působení: kontaktní X systémové

Klasifikace analytická: polarita, těkavost, stabilita, formy výskytu ...

- výskyt v rostlinných / živočišných matricích, půda, obaly, stavby ...



PESTICIDY

Analýza: multi analytová/matricová (**MA/MM**),
single analytová/matricová (**SA/SM**) – speciální metody
celková rezidua – definice zahrnutých degr. produktů / metabolitů
(někdy je mateřská látka nestabilní a nelze stanovit)

Cílená: seznam sloučenin (standarty), předpokládané hladiny a kombinace

Necílená: screening, monitoring, neočekávané hladiny a kombinace

Primární MA/MM: GC-MS(/MS), LC-MS(/MS)

Specifické SA/SM: sledování obtížně stanovitelných sloučenin -
většinou vyžadují speciální (atypickou) přípravu vzorku

Rutiní metody: GC-ECD/NPD/MS, (U)HPLC-UV/FLD/MS

Další metody: CZE, ITP, MECC, CEC



PESTICIDY

GC/2xECD - paralelní analýza OCP

Columns: DB-5
30 m x 0.32 mm I.D., 0.25 µm

DB-1701P
30 m x 0.32 mm I.D., 0.21 µm

Guard Column: 10 m x 0.53 mm I.D.
3-way union

J&W P/N: 009-5007

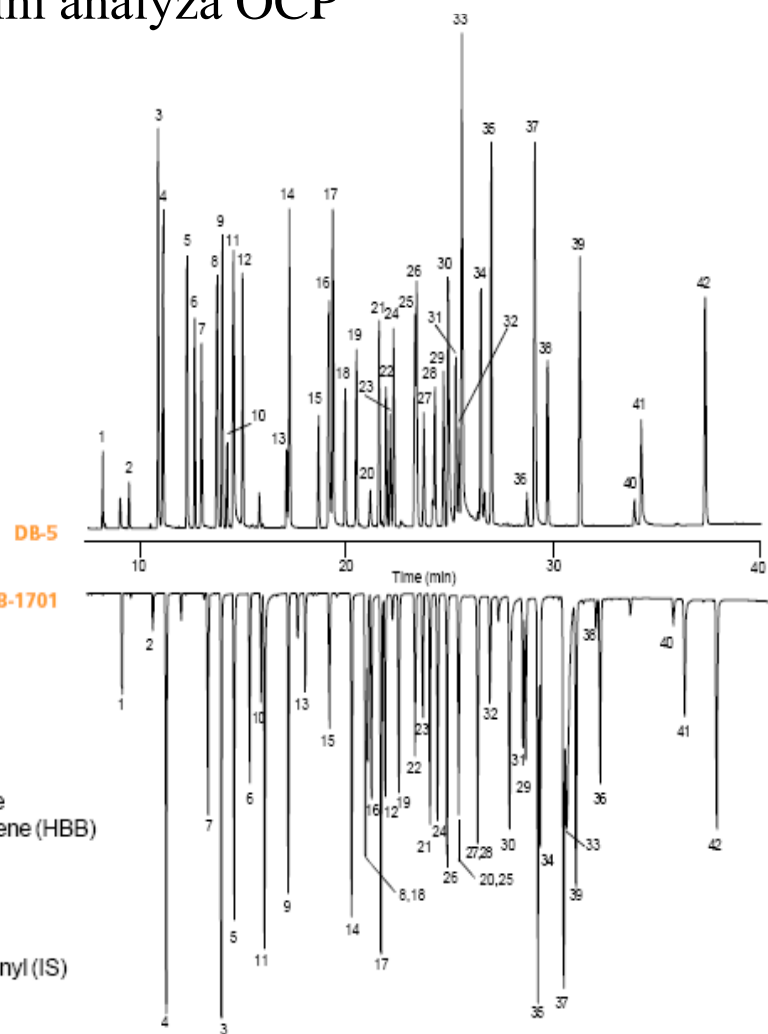
Carrier: Helium at 29.2 cm/sec, measured at 150°C

Oven: 60°C for 0.5 min
60-140°C at 20°/min
140-280°C at 11°/min
280°C for 23 min

Injector: Splitless, 200°C
2.0 µL, 20-200 pg/µL

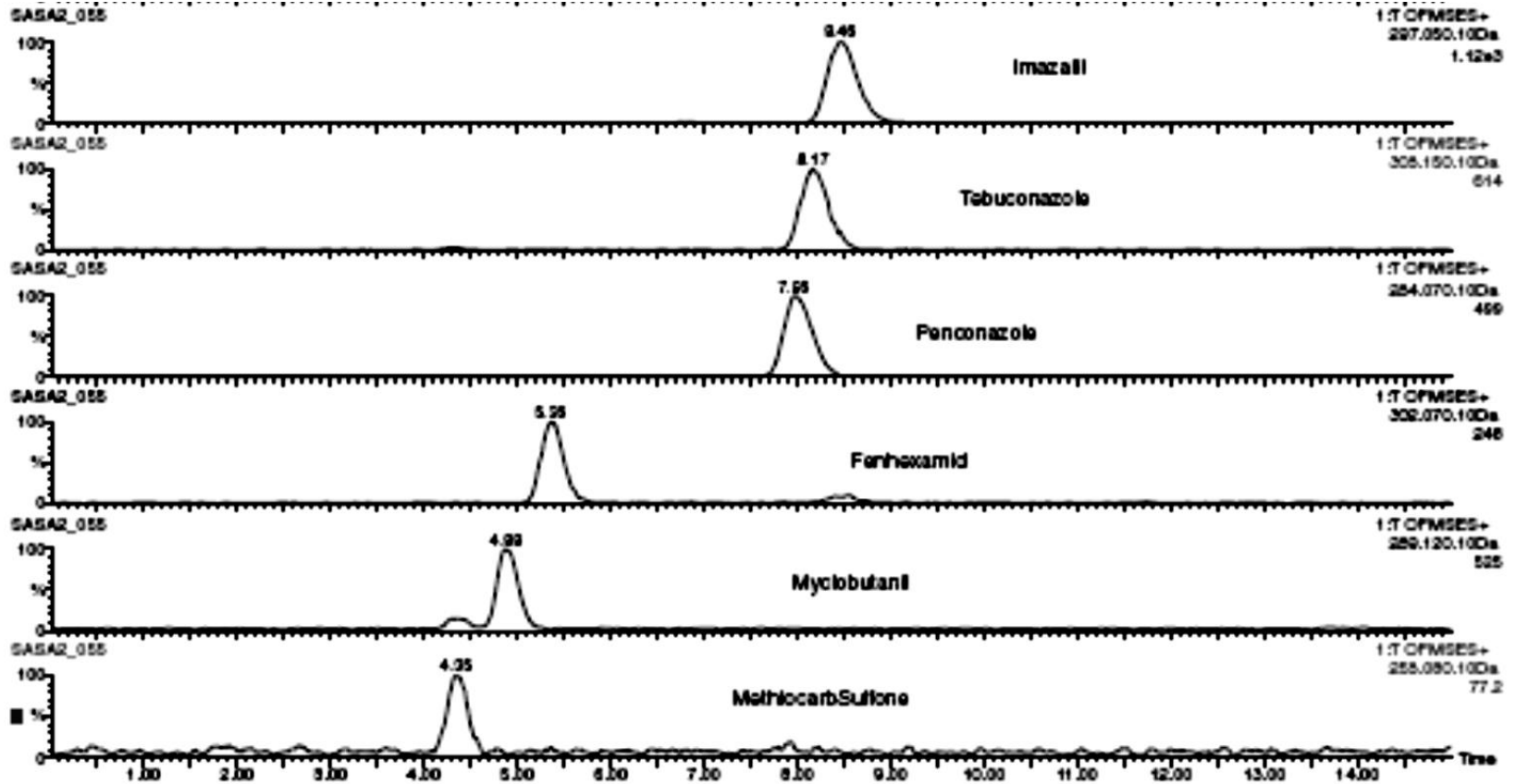
Detector: ECD, 325°
Nitrogen makeup gas at 30 mL/min

- | | | |
|---------------------------------------|-------------------------|------------------------------|
| 1. Etridiazole | 16. Chlorpyrifos | 31. <i>p,p'</i> -DDD |
| 2. Chloroneb | 17. DCPA | 32. <i>o,p'</i> -DDT |
| 3. Propachlor | 18. Isodrin | 33. Endrin aldehyde |
| 4. Tetrachloro- <i>m</i> -xylene (IS) | 19. Heptachlor epoxide | 34. Carboxenothion |
| 5. Trifluralin | 20. Captan | 35. <i>p,p'</i> -DDT |
| 6. α -BHC | 21. γ -Chlordane | 36. Endosulfan sulfate |
| 7. Hexachlorobenzene | 22. <i>o,p'</i> -DDE | 37. Hexabromobenzene (HBB) |
| 8. β -BHC | 23. Endosulfan I | 38. Methoxychlor |
| 9. γ -BHC | 24. α -Chlordane | 39. Mirex |
| 10. Pentachloronitrobenzene | 25. Dieldrin | 40. <i>cis</i> -Permethrin |
| 11. <i>p,p'</i> -Dichlorobiphenyl | 26. <i>p,p'</i> -DDE | 41. <i>trans</i> -Permethrin |
| 12. δ -BHC | 27. <i>o,p'</i> -DDD | 42. Decachlorobiphenyl (IS) |
| 13. Heptachlor | 28. Endrin | |
| 14. Alachlor | 29. Endosulfan II | |
| 15. Aldrin | 30. Chlorobenzilate | |



PESTICIDY

LC-TOF/MS: Iontové chromatogramy pesticidů



ORGANICKÉ PRŮMYSLOVÉ KONTAMINANTY

Polychlorované sloučeniny (např. PCB, PCDD/F, chloralkany)

Polybromované sloučeniny (např. PBB, PBDE)

Polycyklické aromatické uhlovodíky (např. PAU, NPAU)

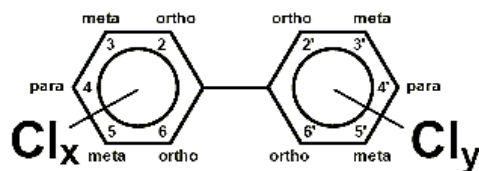
Perfluorované sloučeniny (např. PFAS)

Strategie analýzy: podobná jako pro pesticidy

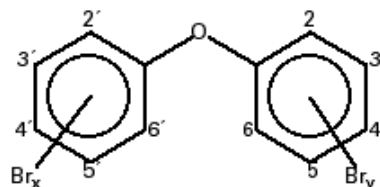
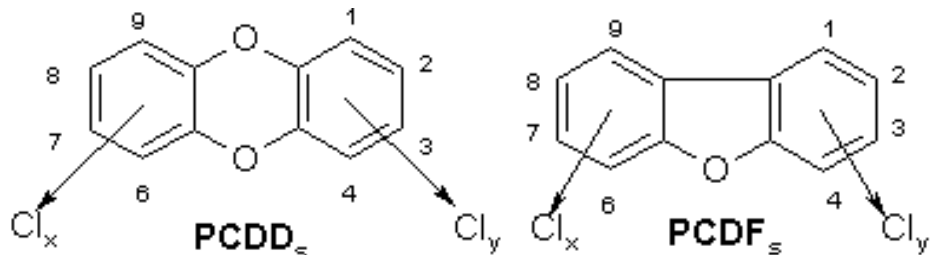
- většinou skupiny sloučenin s podobnými vlastnostmi
→ jednodušší optimalizace metody
- někdy kombinované postupy pro více skupin
- každá skupina má jiné kritické hladiny podle typu účinků
- pro některé sloučeniny se sledují degr. produkty / metabolity



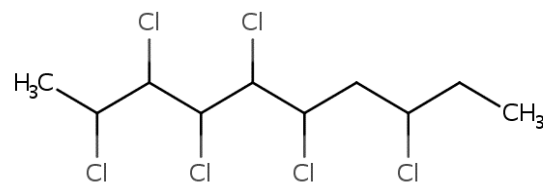
POLY-CHLORO/BROMO-VANÉ SLOUČENINY



PCB - polychlorované bifenyly



PBDE – polybromované difenylethery



Chloralakaný (chlorparafíny) – C₁₀₋₁₃

Příprava vzorku: izolace nepolárního podílu: LSE, LLE

separace - čištění: LLE, GPC, SPE, LSC, dialýza (oddělení lipidů)

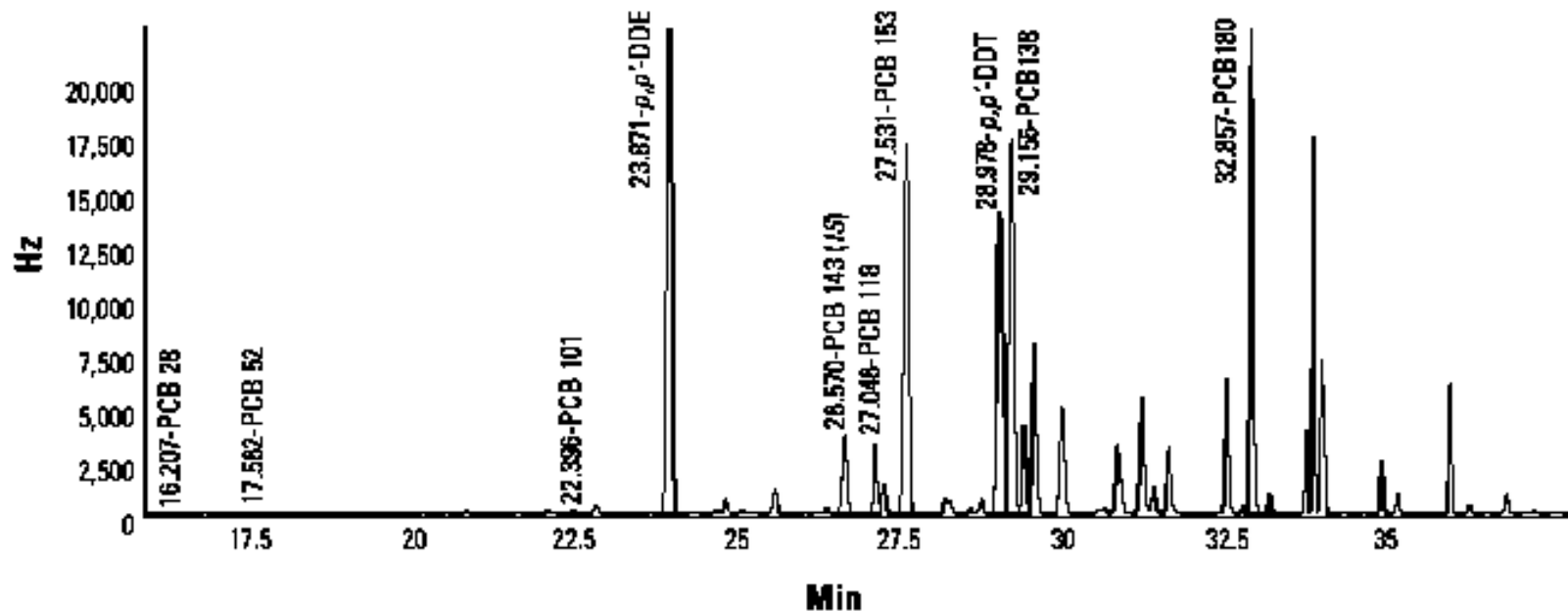
zahuštění: RVO, N₂, změna rozpouštědla, ne do sucha

Frakcionace: LC - pyrenylová k. (0 °C) - vyšší retence planárních kongenerů, PCDD/F

Instrumentální koncovka: GC/ECD nebo MS (EI a NCI), některé analyty (U)HPLC/MS

POLYCHLOROVANÉ SLOUČENINY

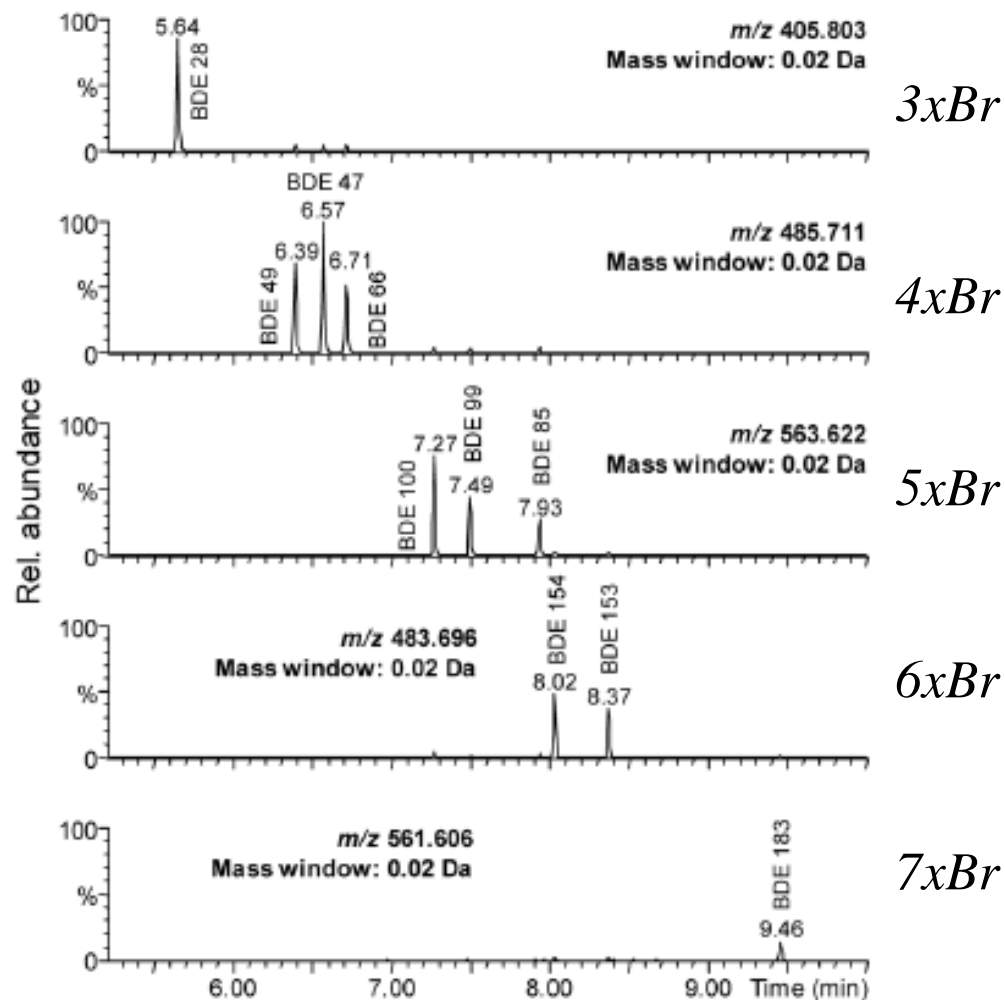
Typický chromatogram z rutinní GC/ECD z analýzy indikátorových PCB



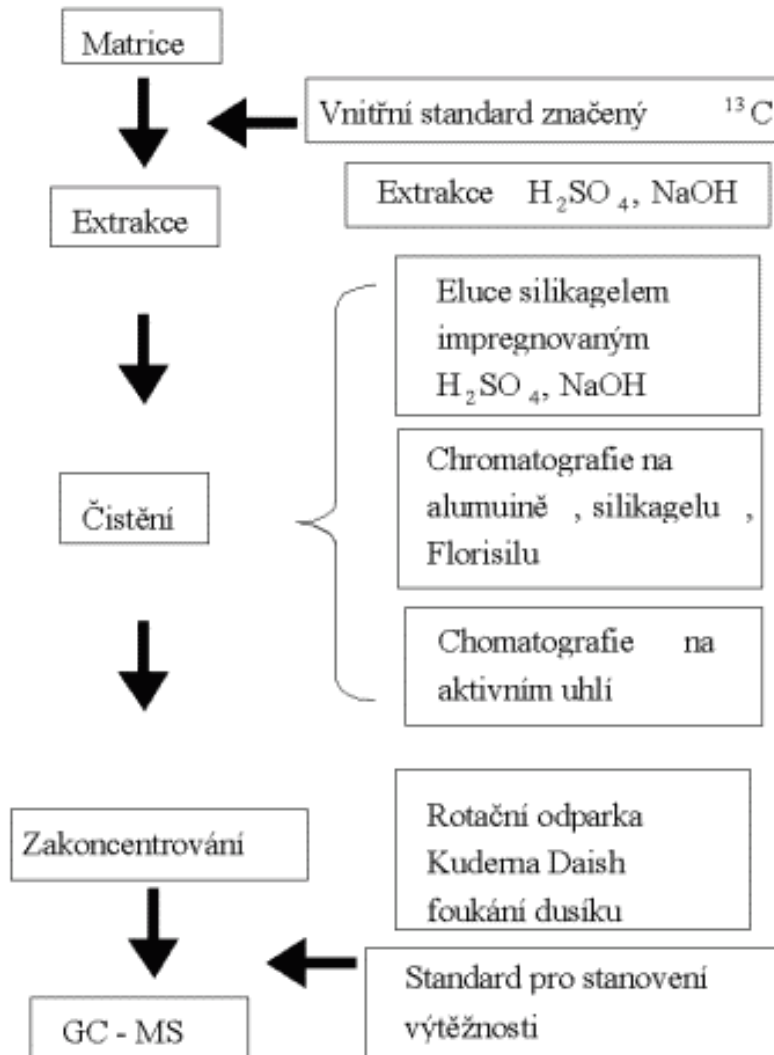
POLYBROMOVANÉ SLOUČENINY

Ukázka chromatogramů

Analýza PBDE: GC-TOF/MS

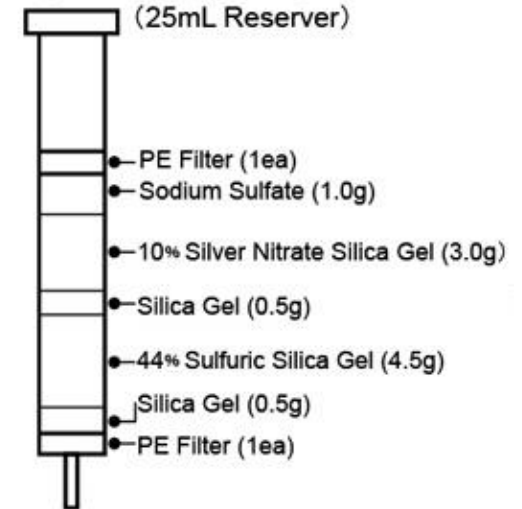


Stanovení PCDD/F



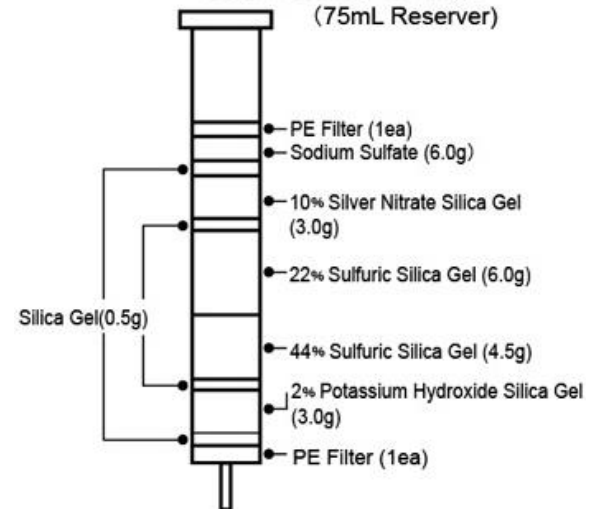
2 Layer Cleanup Cartridge

(25mL Reserver)



4 Layer Cleanup Cartridge

(75mL Reserver)



Dioxins and Furans

Column: DB-Dioxin

60 m x 0.25 mm I.D., 0.15 µm

J&W P/N: 122-2461

Carrier: Helium at 34.3 cm/sec, measured at 250°C

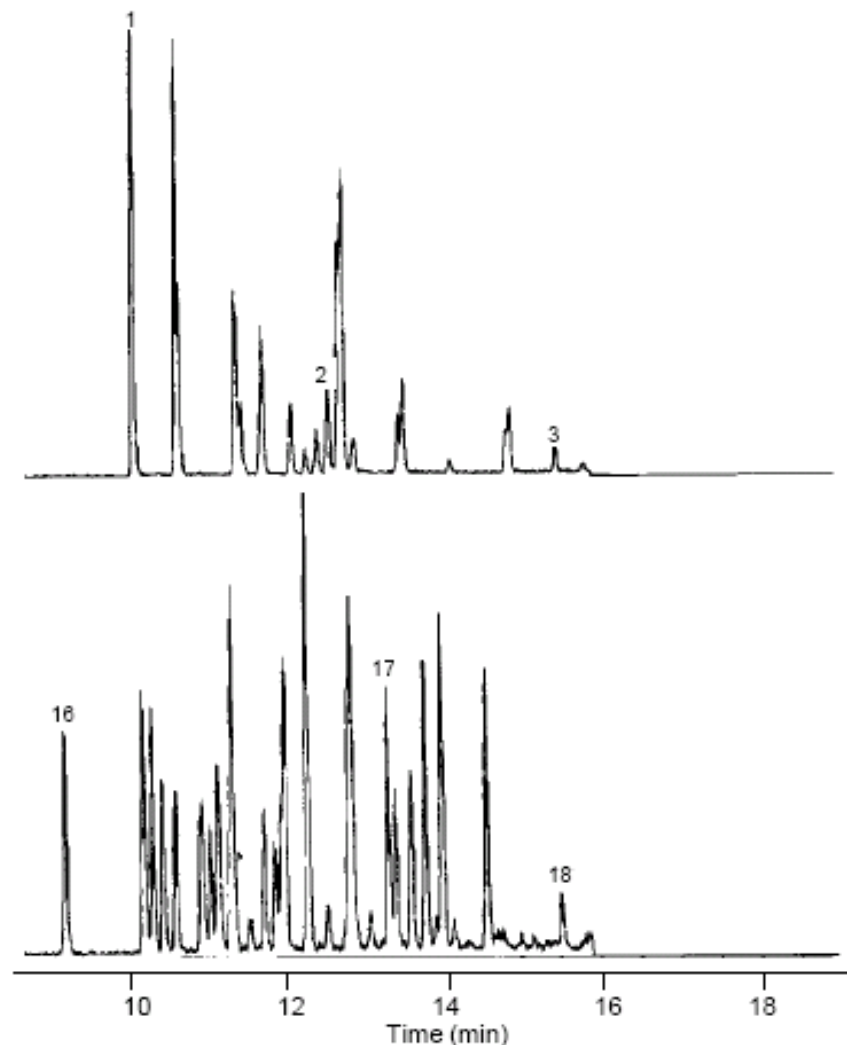
Oven: 180°C for 1 min

180-270°C at 2.5°/min

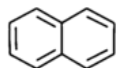
270°C for 40 min

1. 1,3,6,8-TCDD
2. 2,3,7,8-TCDD
3. 1,2,8,9-TCDD
4. 1,2,4,6,8-/1,2,4,7,9-PeCDD
5. 1,2,3,7,8 + unknown-PeCDD
6. 1,2,4,8,9-PeCDD
7. 1,2,4,6,7,9-/1,2,4,6,8,9-HeCDD
8. 1,2,3,4,7,8-HeCDD
9. 1,2,3,4,6,9-HeCDD
10. 1,2,3,6,7,8-HeCDD
11. 1,2,3,7,8,9-HeCDD
12. 1,2,3,4,6,7-HeCDD
13. 1,2,3,4,6,7,9-HpCDD
14. 1,2,3,4,6,7,8-HpCDD
15. OcCDD
16. 1,3,6,8-TCDF
17. 2,3,7,8-TCDF
18. 1,2,8,9-TCDF
19. 1,3,4,6,8-PeCDF
20. 1,2,3,4,8-PeCDF
21. 1,2,3,7,8-PeCDF
22. 1,2,3,4,8-PeCDF
23. 2,3,4,7,8-PeCDF
24. 1,2,3,8,9-PeCDF
25. 1,3,4,6,7,9-HeCDF
26. 1,2,3,4,7,8/1,2,4,6,8,9-HeCDF
27. 1,2,3,6,7,8-HeCDF
28. 2,3,4,6,7,8-HeCDF
29. 1,2,3,7,8,9-HeCDF
30. 1,2,3,4,8,9-HeCDF
31. 1,2,3,4,6,7,8-HpCDF
32. 1,2,3,4,7,8,9-HpCDF
33. OcCDF

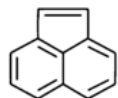
Tetra Isomers



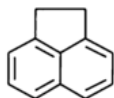
PAU - POLYCYKLIČKÉ AROMATICKÉ UHLOVODÍKY



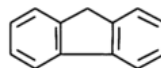
Naphthalene



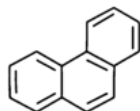
Acenaphthylene



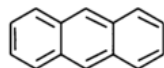
Acenaphthene



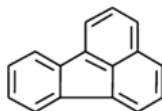
Fluorene



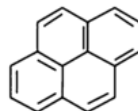
Phenanthrene



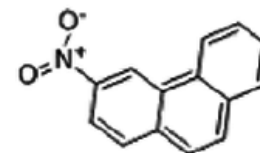
Anthracene



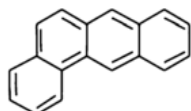
Fluoranthene



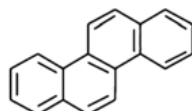
Pyrene



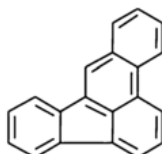
3-nitrophenanthrene



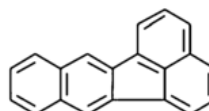
Benz[a]anthracene



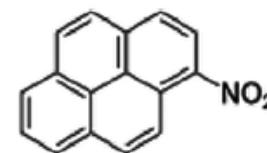
Chrysene



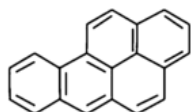
Benzo[b]fluoranthene



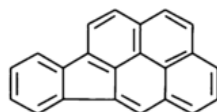
Benzo[k]fluoranthene



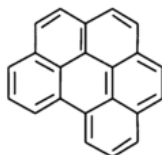
1-nitropyrene



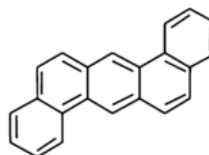
Benzo[a]pyrene



Indeno[1,2,3-c,d]pyrene



Benzo[g,h,i]perylene



Dibenz[a,h]anthracene

16 PAU dle USEPA:

naftalen, acenaftylen, acenaften, fluoren, fenantren, antracen, fluoranten, pyren, benz(a)antracen, chrysen, benzo(b)fluoranten, benzo(k)fluoranten, benzo(a)pyren, indeno(123cd)pyren, dibenz(ah)antracen, benzo(ghi)perylen

Příprava vzorku: izolace nepolárního podílu

saponifikace (MeOH roztok NaOH)

separace - čištění: LLE, GPC, SPE, LSC

zahuštění: RVO, N₂, změna rozpouštědla

Speciální podmínky: ochrana před světlem (fotolabilita)

Instrumentální koncovka: GC/MS (diskriminace v nástřiku, pokles odezvy ↑M)

HPLC/UV/FLD (nižší separační rozlišení)

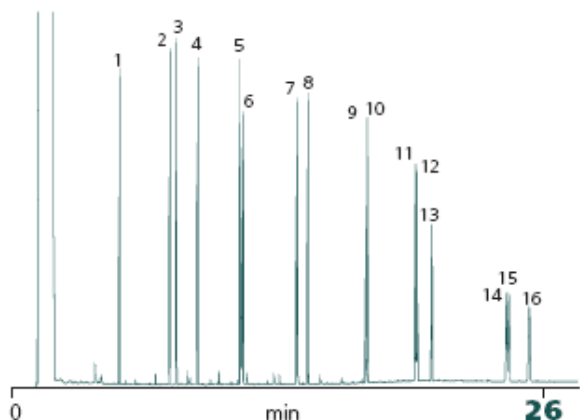
alternativně LC-MS s APPI

PAU - POLYCYKlickÉ AROMATICKÉ UHLOVODÍKY

NORMAL - 0.25mm ID

Chromatogram using a conventional (30m x 0.25mm ID) BPX5 column with a 0.25µm film.

GC

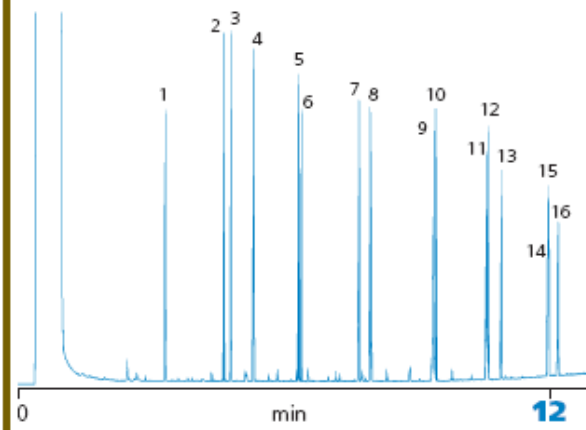


FAST - 0.10mm ID

Chromatogram using a FAST (10m x 0.1mm ID) BPX5 column with a 0.10µm film.

Components

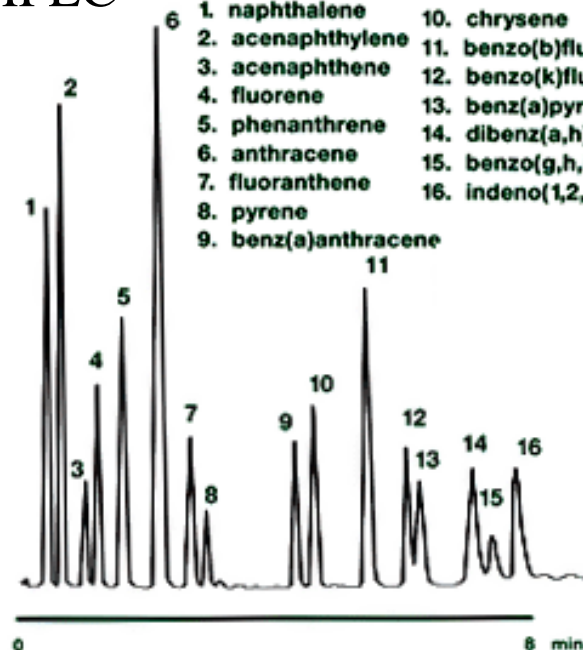
1. Naphthalene
2. Acenaphthylene
3. Acenaphthene
4. Fluorene
5. Phenanthrene
6. Anthracene
7. Fluoranthene
8. Pyrene
9. Benzo(a)anthracene
10. Chrysene
11. Benzo(b)fluoranthene
12. Benzo(k)fluoranthene
13. Benzo(a)pyrene
14. Indeno(1,2,3,-c,d)pyrene
15. Dibenzo(a,h)anthracene
16. Benzo(g,h,i)perylene



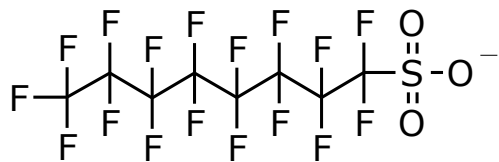
HPLC

Priority Pollutant PAHs

- | | |
|----------------------|-----------------------------|
| 1. naphthalene | 10. chrysene |
| 2. acenaphthylene | 11. benzo(b)fluoranthene |
| 3. acenaphthene | 12. benzo(k)fluoranthene |
| 4. fluorene | 13. benzo(a)pyrene |
| 5. phenanthrene | 14. dibenz(a,h)anthracene |
| 6. anthracene | 15. benzo(g,h,i)perylene |
| 7. fluoranthene | 16. indeno(1,2,3,c,d)pyrene |
| 8. pyrene | |
| 9. benz(a)anthracene | |

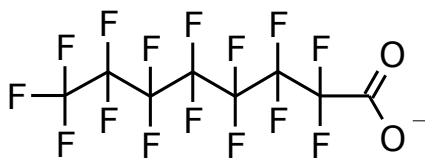


PERFLUOROALKYLOVANÉ SLOUČENINY (PFAS)



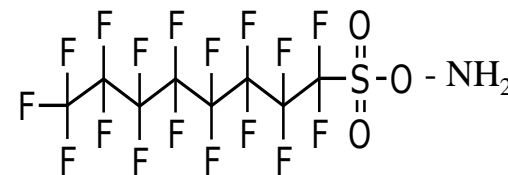
PFOS

(perfluorooktansulfonát)



PFOA

(kyselina perfluorooktanová)



PFOSA

(perfluorooktansulfonamid)

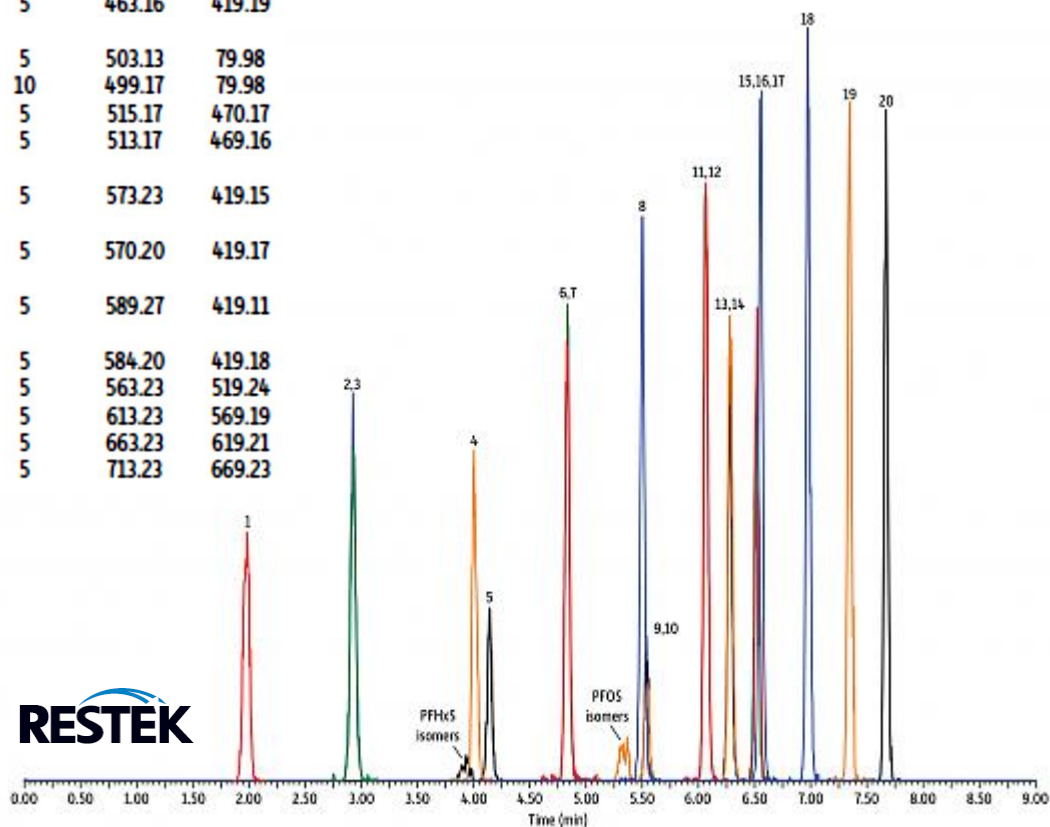
Příprava vzorku: d-SPE (QuEChERS)

Speciální podmínky: kontrola kontaminace z materiálů

Instrumentální koncovka: U(H)PLC/MS/MS

PERFLUOROALKYLOVANÉ SLOUČENINY (PFAS)

Peaks	tr (min)	Conc. (ng/mL)	Precursor Ion	Product Ion
1. Perfluorobutanesulfonic acid (PFBS)	1.98	10	299.10	79.99
2. Perfluoro- <i>n</i> -[1,2- ¹³ C ₂]hexanoic acid (¹³ C-PFHxA)	2.92	10	315.13	270.13
3. Perfluorohexanoic acid (PFHxA)	2.93	10	313.10	269.12
4. Perfluoroheptanoic acid (PFHpA)	4.00	5	363.16	319.09
5. Perfluorohexanesulfonic acid (PFHxS)	4.14	10	399.13	79.98
6. Perfluoro-[1,2- ¹³ C ₂]octanoic acid (¹³ C-PFOA)	4.83	5	415.13	370.10
7. Perfluorooctanoic acid (PFOA)	4.83	5	413.16	369.10
8. Perfluorononanoic acid (PFNA)	5.50	5	463.16	419.19
9. Perfluoro-1-[1,2,3,4- ¹³ C ₄]octanesulfonic acid (¹³ C-PFOS)	5.54	5	503.13	79.98
10. Perfluorooctanesulfonic acid (PFOS)	5.54	10	499.17	79.98
11. Perfluoro- <i>n</i> -[1,2- ¹³ C ₂]decanoic acid (¹³ C-PFDA)	6.06	5	515.17	470.17
12. Perfluorodecanoic acid (PFDA)	6.07	5	513.17	469.16
13. <i>N</i> -deuteriomethylperfluoro-1-octanesulfonamidoacetic acid (d3-NMeFOSAA)	6.28	5	573.23	419.15
14. <i>N</i> -methyl perfluorooctanesulfonamidoacetic acid (NMeFOSAA)	6.28	5	570.20	419.17
15. <i>N</i> -deuterioethylperfluoro-1-octanesulfonamidoacetic acid (d5-NEtFOSAA)	6.52	5	589.27	419.11
16. <i>N</i> -ethyl perfluorooctanesulfonamidoacetic acid (NEtFOSAA)	6.52	5	584.20	419.18
17. Perfluoroundecanoic acid (PFUnA)	6.56	5	563.23	519.24
18. Perfluorododecanoic acid (PFDoA)	6.98	5	613.23	569.19
19. Perfluorotridecanoic acid (PFTrDA)	7.35	5	663.23	619.21
20. Perfluorotetradecanoic acid (PFTDA)	7.67	5	713.23	669.23



RESTEK



Toxické i v malém množství - Pb, Hg (org. forma CH₃-Hg), Cd - akumulace
- Ba, Sr, Be, Sb, Cr(IV)

Toxické v přebytku - Sn, As

Esenciální, ale toxické v přebytku - Cu, Zn, Fe

A další ... Al, Se, Ni ...

Analytické postupy

a) příprava vzorku: odstranění/rozklad matrice → mineralizace (mikrovlnná)
popř. chelatace (dialkylkarbonáty ...)

b) stanovení: celkový obsah ...X... formy výskytu – speciace

ICP-MS(/MS)

voltamperometrie – polarografie, AAS, AES, enz. metody

HPLC/UV

GC - těkavé formy

FARMAKA

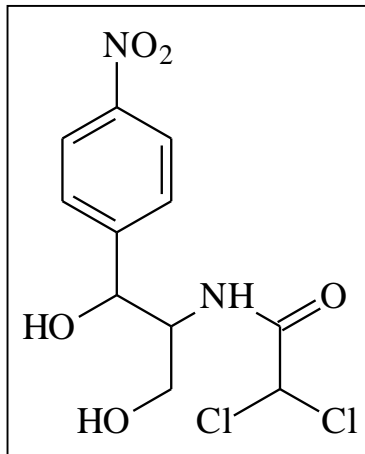
Veterinární - povolená ...X... zakázaná: chloramfenikol, sulfonamidy

Kontaminanty ŽP (pitné vody) - průnik z odpadů (přes ČOV)

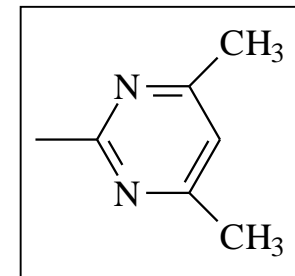
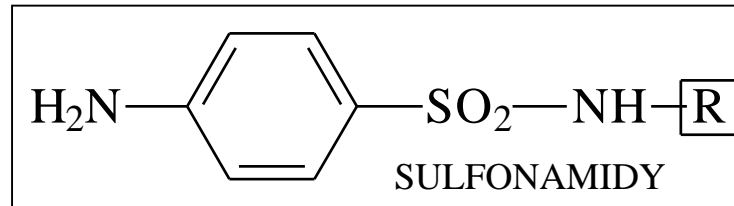
popř. zpět přes úpravnu vody, studny

- paracetamol, ibuprofen, antikoncepční l.

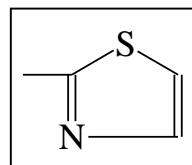
Výskyt: např. med, maso, ryby, krevety (farmy, klecový chov)



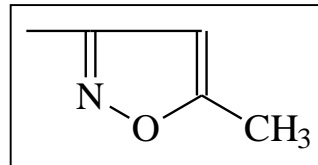
CHLORAMFENIKOL



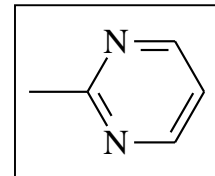
SULFADIMIDIN



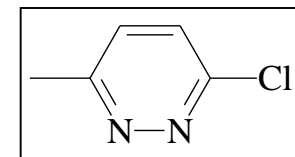
SULFATHIAZOL



SULFAMETHOXAZOL



SULFADIAZIN



SULFACHLORPYRIDAZIN

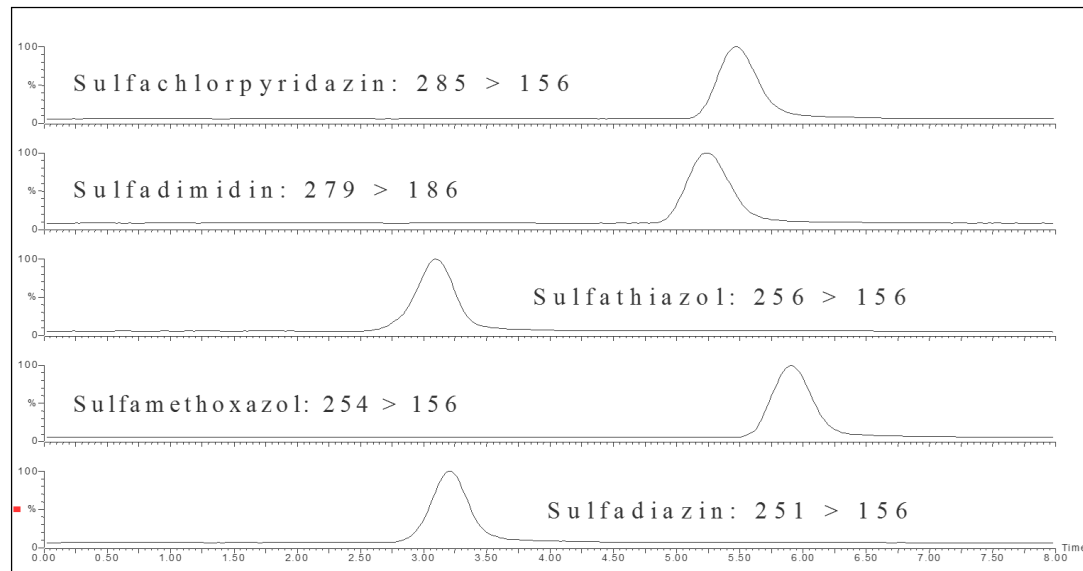
Analytické postupy

Příprava vzorku:

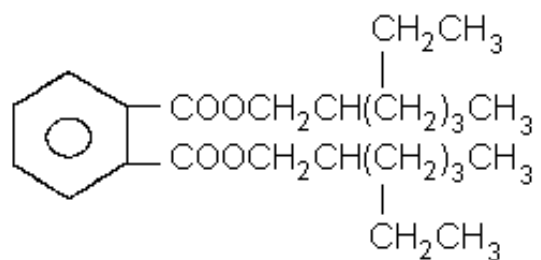
- přímá analýza popř. po naředění: (ultra)filtrované extrakty
- SPE: zkoncentrování a čištění vzorků (popř. imunisorbent)

Instrumentální koncovka:

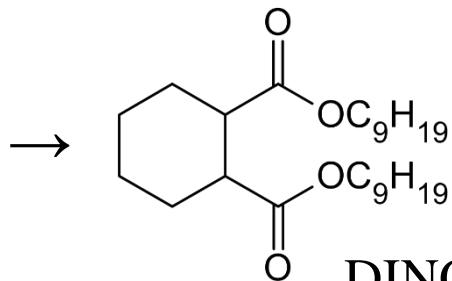
- HPLC-UV: robustní, méně citlivá
- HPLC-FLD: středně robustní, vysoce selektivní a citlivá (derivatizace)
- U(H)PLC-MS/MS: (velmi robustní, vysoce selektivní a citlivá)



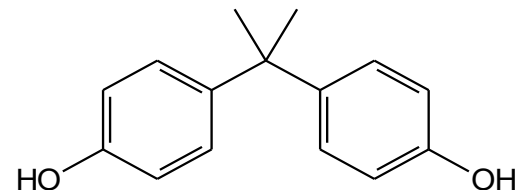
MIGRANTY Z PLASTŮ



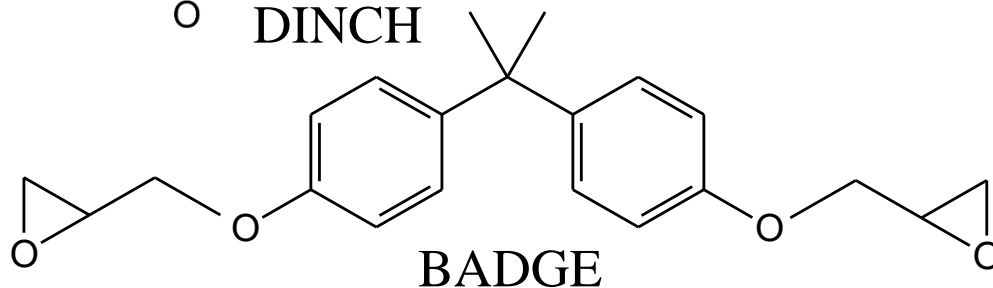
Di(2-ethylhexyl) ftalát (DEHP)



DINCH



Bisfenol A



BADGE

Výskyt: balené potraviny - láhve, konzervy, víčka - těsnění

Většinou lipofilní, mírně polární:

extrakce organickými rozpouštědly, SPME, d-SPE

Analýza: U(H)PLC-UV/FLD/MS, GC-ECD/MS (popř. po derivatizaci)

MIGRANTY Z PLASTŮ

Name	CAS No.	Retention Time (min.)
Dimethyl phthalate (DMP)	131-11-3	5.53
Diethyl phthalate (DEP)	84-66-2	6.16
Diisobutyl phthalate (DIBP)	84-69-5	7.56
Di-n-butyl phthalate (DnBP)	84-72-0	8.12
Bis(2-methoxyethyl) phthalate (BMEP)	117-82-8	8.37
Bis(4-methyl-2-pentyl) phthalate (BMPP)	146-50-9	8.84, 8.87*
Bis(2-ethoxyethyl) phthalate (BEEP)	605-54-9	9.11
Diamyl phthalate (DAP)	131-18-0	9.35
Dihexyl phthalate (DHP)	84-75-3	10.67
Butyl benzyl phthalate (BBP)	85-68-7	10.81
Bis(2-n-butoxyethyl) phthalate (BBEP)	117-83-9	11.60
Dicyclohexyl phthalate (DCP)	84-61-7	12.05
Di(2-ethylhexyl) phthalate (DEHP)	117-81-7	12.11
Di-n-octyl phthalate (DOP)	117-84-0	13.69
Dinonyl phthalate	84-76-4	16.00

* Two isomers

