МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
(МГС)
INTERSTATE COUNCIL FOR STANDARDIZATION, METROLOGY AND CERTIFICATION
(ISC)

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ГОСТ 32689.3— 2014

Продукция пищевая растительного происхождения

МУЛЬТИМЕТОДЫ ДЛЯ ГАЗОХРОМАТОГРАФИЧЕСКОГО ОПРЕДЕЛЕНИЯ ОСТАТКОВ ПЕСТИЦИДОВ

Часть 3

Идентификация и обеспечение правильности результатов

(EN 12393-3:2008, NEQ)

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2019

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

Цели, основные принципы и общие правила проведения работ по межгосударственной стандартизации установлены ГОСТ 1.0 «Межгосударственная система стандартизации. Основные положения» и ГОСТ 1.2 «Межгосударственная система стандартизации. Стандарты межгосударственные, правила и рекомендации по межгосударственной стандартизации. Правила разработки, принятия, обновления и отмены»

Сведения о стандарте

1 РАЗРАБОТАН Федеральным государственным образовательным учреждением высшего профессионального образования «Московский государственный университет пищевых производств» (ФГБОУ ВПО «МГУПП»)

2 ВНЕСЕН Федеральным агентством по техническому регулированию и метрологии

3 ПРИНЯТ Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол от 25 июня 2014 г. № 45)

За принятие проголосовали:

Краткое наименование страны по МК (ИСО 3166) 004—97	Код страны по МК (ИСО 3166) 004—97	Сокращенное наименование национального органа по стандартизации
Армения	AM	Минэкономики Республики Армения
Беларусь	BY	Госстандарт Республики Беларусь
Киргизия	KG	Кыргызстандарт
Россия	RU	Росстандарт
Таджикистан	TJ	Таджикстандарт

4 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 19 августа 2014 г. № 895-ст ГОСТ 32689.3—2014 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 января 2016 г.

5 Настоящий стандарт соответствует европейскому стандарту EN 12393-3:2008 «Продукция пищевая растительного происхождения. Мультиметоды для газохроматографического определения остатков пестицидов. Часть 3. Определение и проверка соответствия техническим условиям» («Foods of plant origin — Multiresidue methods for the gas chromatographic determination of pesticide residues — Part 3: Determination and confirmatory tests», NEQ)

6 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

7 ПЕРЕИЗДАНИЕ. Ноябрь 2019 г.

Информация о введении в действие (прекращении действия) настоящего стандарта и изменений к нему на территории указанных выше государств публикуется в указателях национальных стандартов, издаваемых в этих государствах, а также в сети Интернет на сайтах соответствующих национальных органов по стандартизации.

В случае пересмотра, изменения или отмены настоящего стандарта соответствующая информация будет опубликована на официальном интернет-сайте Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации в каталоге «Межгосударственные стандарты»

© Стандартинформ, оформление, 2015, 2019

В Российской Федерации настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания без разрешения Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии

Содержание

1 Область применения 1
2 Нормативные ссылки 1
3 Общие положения 1
4 Определение остатков пестицидов 2
5 Методы подтверждения результатов 3
Приложение А (справочное) Обычные условия проведения газохроматографического определения 6
Приложение Б (справочное) Определение остатков пестицидов методом масс-спектрометрии 7
Библиография 8

МКС 67.080.01

Поправка к ГОСТ 32689.3—2014 Продукция пищевая растительного происхождения. Мультиметоды для газохроматографического определения остатков пестицидов. Часть 3. Идентификация и обеспечение правильности результатов

В каком месте	Напечатано	Должно быть		
Предисловие. Таблица согласования	—	Казахстан	KZ	Госстандарт Республики Казахстан

(ИУС № 4 2020 г.)

М Е Ж Г О С У Д А Р С Т В Е Н Н Ы Й С Т А Н Д А Р Т

Продукция пищевая растительного происхождения

МУЛЬТИМЕТОДЫ ДЛЯ ГАЗОХРОМАТОГРАФИЧЕСКОГО ОПРЕДЕЛЕНИЯ ОСТАТКОВ ПЕСТИЦИДОВ

Часть 3

Идентификация и обеспечение правильности результатов

Foods of plant origin. Multiresidue methods for the gas chromatographic determination of pesticide residues. Part 3. Determination and confirmatory tests

Дата введения — 2016—01—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на пищевую продукцию растительного происхождения и устанавливает требования к идентификации и обеспечению правильности результатов методов для газохроматографического определения остатков органогалогенных, органофосфорных и (или) органоазотных пестицидов.

Примечание — Настоящий стандарт рекомендуется применять в целях апробации и накопления дополнительной информации в части его применения.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие межгосударственные стандарты:

ГОСТ 32689.1 Продукция пищевая растительного происхождения. Мультиметоды для газохроматографического определения остатков пестицидов. Часть 1. Общие положения

ГОСТ 32689.2 Продукция пищевая растительного происхождения. Мультиметоды для газохроматографического определения остатков пестицидов Часть 2. Методы экстракции и очистки

Примечание — При пользовании настоящим стандартом целесообразно проверить действие ссылочных стандартов и классификаторов на официальном интернет-сайте Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации (gost.e-ecolog.ru о указателям национальных стандартов, издаваемым в государствах, указанных в предисловии, или на официальных сайтах соответствующих национальных органов по стандартизации. Если на документ дана недатированная ссылка, то следует использовать документ, действующий на текущий момент, с учетом всех внесенных в него изменений. Если заменен ссылочный документ, на который дана датированная ссылка, то следует использовать указанную версию этого документа. Если после принятия настоящего стандарта в ссылочный документ, на который дана датированная ссылка, внесено изменение, затрагивающее положение, на которое дана ссылка, то это положение применяется без учета данного изменения. Если ссылочный документ отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, применяется в части, не затрагивающей эту ссылку.

3 Общие положения

Установленные в настоящем стандарте методы позволяют проводить идентификацию и количественное определение содержания остатков пестицидов методами газовой хроматографии с использо-

Издание официальное

ванием селективных детекторов. Все важные результаты должны быть подтверждены с точки зрения идентификации и количественного содержания веществ. Перечисленные в настоящем стандарте методы, такие, как газовая хроматография с использованием альтернативных разделительных колонок и альтернативных детекторов, высокоэффективная жидкостная хроматография (ВЭЖХ), фракционирование на колонке, дериватизация, а также спектральные измерения подходят для подтверждения результатов. Результаты, полученные с использованием масс-спектрометрии, имеют максимальное значение для подтверждения результатов идентификации.

4 Определение остатков пестицидов

4.1 Газовая хроматография (ГХ)

4.1.1 Общие положения

При определении остатков пестицидов методом газовой хроматографии применяют газохроматографическую систему, инжектор, детектор и термостат колонок, которой нагревают отдельно. Преимуществом метода является подача анализируемого раствора непосредственно в колонку. Выбор и состав хроматографической системы осуществляет аналитик на основании своего опыта, однако необходимо выполнять условия, приведенные ниже.

Детекторы настраивают в точном соответствии с указаниями производителя. Изменение чувствительности детектора регулярно контролируют по линейности градуировочной зависимости стандартного раствора пестицидов. Блок обработки данных газохроматографической разделительной системы должен быть оборудован программно-аппаратным комплексом, который позволяет проводить оценку не только по высоте пика, но и по его площади.

Обычные условия газовой хроматографии приведены в приложении А.

4.1.2 Колонки для газовой хроматографии

Колонки для газовой хроматографии выдерживают в течение 24 ч при температуре, близкой к максимально рекомендованной рабочей температуре соответствующей стационарной фазы; разделяющую способность и избирательность контролируют при соответствующей рабочей температуре с помощью стандартных растворов пестицидов. Во время кондиционирования конец колонки отсоединяют от детектора.

В качестве газа-носителя применяют чистый сухой азот (без примесей кислорода и воды), водород или гелий. Скорость потока зависит от величины и типа колонки. В общем случае скорость потока газа настраивают как можно точнее. Все подводы газа должны быть оборудованы фильтрами, наполненными «молекулярным ситом», которые регулярно регенерируют. В общем случае должно быть гарантировано, что все условия газовой хроматографии (длина колонок, тип стационарной фазы, температуры инжектора, детектора и колонки, скорость потока газа и т. д.) будут выбраны и настроены таким образом, что возможно имеющиеся остатки пестицидов будут отделены максимально полно.

Благодаря своей разделяющей способности, сроку службы и механическим характеристикам лучше использовать колонки из кварца (*fused silica*), которые имеют внутренний диаметр от 0,20 до 0,35 мм и длину от 10 до 60 м. В некоторых случаях применяют так называемые широкие колонки с внутренним диаметром от 0,5 до 0,8 мм.

В качестве стационарной фазы чаще всего используют*:

- *SE*-30 (соответствует *OV*-1, *DB*-1, *CP Sil* 5, *BP*-1, *SPB*-1 и т. д.);
- *SE*-54 (соответствует *DB*-5, *CP Sil* 8, *BP*-5, *SPB*-5 и т.д.);
- *OV*-17 (соответствует *OV*-11, *OV*-22, *SP*-2250, *DC*-710, *DB*-608 и т. д.);
- *DB*-1301 (соответствует *DB*-624);
- *DB*-1701 (соответствует *OV*-1701, *CP-Sil* 19-*CB*, *BP*-10, *SPB*-7 и т. д.);
- *OV*-225 (соответствует *DB*-225, *SIL*-43-*CB, SPB*-2330 и т. д.);
- *WAX* (соответствует *DB-WAX*, *CP-WAX*-52-*CB*, *Carbowax* 20 *M* и т. д.).

* Данная информация является рекомендуемой и приведена для удобства пользователей настоящего стандарта.

4.1.3 Способы инжекции

Пригодны различные способы инжекции, например, ввод пробы без деления потока или с использованием испарителя с программируемой температурой для ввода проб большого объема (*PTV*). Их применение зависит от условий работы прибора и специальных требований.

4.1.4 Детекторы

Используют детекторы в соответствии с ГОСТ 32689.1.

4.2 Предварительное определение

Линейный диапазон измерений детектора при выбранных условиях для газовой хроматографии определяют путем инжекции разбавленных градуировочных растворов.

Необходимый объем раствора экстракта (от 1,0 до 10,0 мм^3 в зависимости от системы), очищенного в соответствии с методом, изложенным в ГОСТ 32689.2, инжектируют в газовый хроматограф. Полученная таким образом хроматограмма позволяет как идентифицировать, так и определять примерную концентрацию остатков пестицидов в растворе экстракта.

4.3 Количественное определение остаточных количеств пестицидов

Все измерения осуществляют в линейном диапазоне детектора. Для определения остатков пестицидов готовят не менее двух градуировочных растворов с различной концентрацией в одном и том же растворителе, в котором находится очищенный раствор экстракта. Их концентрация должна примерно соответствовать ожидаемой концентрации остатков пестицидов в очищенном растворе экстракта. Инжектируют одинаковые объемы очищенного раствора экстракта и двух или более стандартных растворов. Особое внимание обращают на то, чтобы перед каждым анализируемым раствором и после него инжектировался стандартный раствор, чтобы можно было обнаружить возможные изменения параметров газохроматографической системы.

Измеряют либо площадь, либо высоту пика. Результаты двух инжекций одного и того же стандартного раствора должны отличаться друг от друга максимум на 10 %. Необходимо использовать образец сравнения в качестве внутреннего стандарта.

Образцы сравнения и очищенные экстракты обязательно растворяют в одинаковом растворителе, так как в противном случае получают другой профиль испарения, который может привести к изменению значения времени удерживания и площади или высоты пика.

Определение возможно только тогда, когда степень обнаружения вещества из числа многократных определений лежит в диапазоне от 70 % до 110 % с относительным стандартным отклонением ≤20 %. Соблюдение этого условия проверяют путем регулярного контроля значения повторного определения у проб с известными добавками.

5 Методы подтверждения результатов

5.1 Общие положения

Подтверждение результатов испытаний особенно важно при определении остатков пестицидов, которые обычно не встречаются в данной матрице, и когда предполагается превышение их максимального количества [1]. Иногда встречается загрязнение веществами, которые не являются пестицидами, но при некоторых хроматографических методах ведут себя аналогичным образом и поэтому могут привести к ошибочному толкованию результатов. Например, сигналы эфиров солей фталевой кислоты (фталатов) при использовании детекторов электронного захвата и серосодержащих веществ при применении азотно-фосфорных детекторов.

Различают два метода подтверждения результатов:

- количественный — когда содержание пестицидов предположительно превышает их максимально допустимые количества;
- качественный — если остатки оказываются нетипичными.

Примечание — К качественным методам относят химические реакции или разделения, при которых некоторая доля остатка теряется. Особые проблемы при подтверждении появляются в случаях, когда максимальные количества находятся в области границ определения.

Необходимость подтверждения может зависеть от типа пробы или ее предварительной обработки. Во многих субстратах почти всегда обнаруживаются определенные остатки пестицидов. В серии проб аналогичного происхождения в некоторых случаях достаточно подтвердить идентичность только в первой пробе. Также нет необходимости в подтверждении результатов испытания, если известно, что материал пробы был обработан данным пестицидом; однако подтверждение необходимо для отдельных случайно выбранных проб. При наличии контрольных проб их следует использовать для контроля возможного присутствия веществ, мешающих проведению испытания.

Для количественного подтверждения следует применять как минимум один метод другого типа и указывать меньшую измеренную величину. Для качественного подтверждения рекомендуется использование другого метода, который основывается на других физико-химических свойствах. Необходимые для положительной идентификации действия проводят по усмотрению аналитика. Особое значение придают таким методам, которые исключают влияние веществ, мешающих проведению испытания. Кроме того, выбор метода зависит от оснащенности лаборатории приборами и от проводимых в ней опытов.

В качестве помощи для аналитика в 5.2—5.8 изложен ряд альтернативных вариантов подтверждения результатов.

5.2 Масс-спектрометрия

Результаты, полученные масс-спектрометрией (МС), имеют максимальное значение для подтверждения результатов идентификации (см. приложение Б).

Чтобы повысить точность квадрупольных приборов с высокой скоростью сканирования, используют однократную и многократную регистрацию ионов. Выбирают достаточное количество ионов-фрагментов для обеспечения однозначной идентификации. Повышенная точность при регистрации молекулярного иона может достигаться за счет химической ионизации вместо ионизации электронным ударом. Так как масс-спектрометры работают в наноГраммовом диапазоне, может возникнуть необходимость после газовой хроматографии сконцентрировать экстракты для масс-спектрометрического анализа, особенно если для количественного определения использованы детекторы электронного захвата. В некоторых случаях требуется дополнительная очистка, особенно если должны быть сняты общие спектры.

Различные возможности ионизации (ионизации электронным ударом или химическая ионизация) и тандемная масс-спектрометрия (МС/МС) может улучшить надежность подтверждения результатов.

5.3 Использование разных хроматографических колонок

Результаты первых испытаний подтверждают качественно и количественно по крайней мере еще на одной колонке с неподвижной фазой с отличающейся полярностью. Количественные результаты не должны отличаться от результатов первого анализа более чем на 20 %. Указывают меньшее значение, так как более высокое значение может появляться за счет мешающего влияния совместно экстрагируемых побочных примесей.

При выборе другой колонки следует обратить внимание на то, чтобы остаток отделялся от остатков всех других пестицидов или побочных примесей, мешающих проведению испытания, которые на первой колонке имеют те же самые значения времени удерживания, как и подтверждаемый остаток. Даже если вторая газохроматографическая колонка не всегда позволяет добиться положительного подтверждения, очень часто она позволяет опровергнуть ложноположительный результат. В каждом случае необходимо дальнейшее подтверждение для идентификации остатка.

5.4 Использование разных хроматографических детекторов

Если пестициды имеют несколько химических элементов в молекуле, то применяют детекторы, наиболее чувствительные к этим элементам. Так пламенно-фотометрические детекторы (для серы, фосфора и олова), щелочные пламенно-ионизационные детекторы (для фтора и азота) или кулонометрические детекторы (для азота, серы и галогенов) могут дать дополнительную ценную информацию об остатках. Определяемое пламенно-фотометрическим детектором отношение серы к фосфору может дать полезную информацию в случае испытания фосфотиолатов.

5.5 Высокоэффективная жидкостная хроматография (ВЭЖХ)

Высокоэффективную жидкостную хроматографию используют для подтверждения данных газохроматографического анализа или других методов, и в некоторых случаях она может оказаться предпочтительным методом количественной оценки. Обычно здесь используются МС-УФ или флуоресцентные детекторы. Дериватизация до и после колонки и/или различные детекторы дают новые возможности для аналитиков, особенно когда термочувствительность или низкая летучесть анализируемого вещества затрудняет испытание методом газовой хроматографии.

5.6 Фракционирование на колонке

Последовательность элюирования из хроматографической колонки во время очистки экстракта пробы способствует подтверждению идентификации вещества.

5.7 Дериватизация

5.7.1 Химические реакции

Часто используют химические реакции в микромасштабе, в результате образуются продукты разложения, присоединения или конденсации, которые затем снова испытывают хроматографическим методом. Эти продукты имеют другие значения времени удерживания или дают другие показания детекторов, чем исходные пестициды. Параллельно с предполагаемым остатком пестицида обрабатывают образец сравнения пестицида, так, чтобы оба результата можно было сравнить одновременно. Кроме того, испытывают экстракт пробы с добавкой пестицида, чтобы гарантировать, что реакция протекает также и в присутствии экстрагированных побочных примесей. Обзор химических реакций, которые применяют для подтверждения, приведен в [2] и [3]. Химические реакции имеют преимущество в том, что они могут осуществляться быстро и легко, но в некоторых случаях для них следует использовать и/или очищать специальные реагенты.

5.7.2 Физические реакции

Целесообразным является использование фотохимического превращения остатков пестицидов до одного или нескольких продуктов реакции с образцом сравнения известного состава. Раствор экстракта пробы с добавленным в него стандартным раствором всегда обрабатывают одинаково. Результаты для проб, которые содержат больше одного остатка пестицида, иногда трудно интерпретировать. В таких случаях отдельные остатки пестицидов перед реакцией можно разделить с помощью высокоэффективной жидкостной хроматографии или фракционированием на колонке.

5.7.3 Другие методы

Многие пестициды разлагаются или преобразовываются ферментами с протеканием специфических процессов окисления, гидролиза или дезалкилирования. Продукты реакций обладают другими хроматографическими свойствами по сравнению с исходными пестицидами и могут использоваться для подтверждения, если они сравниваются с продуктами реакций образца сравнения пестицида.

5.8 Спектральные измерения

Для анализа остатков пестицидов методами ИК-, Раман-спектроскопии и спектроскопии ядерного магнитного резонанса используют ячейки многократного отражения, микроячейки, микрозонды, лазерное излучение, ЯМР с преобразованием Фурье и т.д. Они улучшают качество спектров и повышают точность. Такие методы можно использовать для идентификации соединений после хроматографического выделения в качестве послеколоночного метода подтверждения.

Приложение А
(справочное)

Обычные условия проведения газохроматографического определения

А.1 Хлорорганические пестициды

А.1.1 Условия № 1

Колонка:	капиллярная колонка *Fused-Silica® DB*-5* длиной 30 м, внутренним диаметром 0,25 мм, толщиной слоя неподвижной фазы 0,25 мкм.
Температура колонки:	программа — 2 мин изотермически при температуре 110 °С со скоростью 6 °С/мин от 110 °С до 245 °С, 2 мин изотермически при 245 °С.
Детектор:	детектор электронного захвата, температура 350 °С.
Инжектор:	программируемый инжектор (*PTV*).
Программа инжектора:	минус 0,15 мин открыто деление потока; минус 0,10 мин температура 40 °С; 0,20 мин закрыто деление потока; 0,25 мин температура 250 °С; 2,00 мин открыто деление потока; 4,00 мин температура 40 °С.
Скорость потока сброса:	50 $см^3$/мин.

А.1.2 Условия № 2

Колонка:	капиллярная колонка *Fused-Silica® DB*-1701* длиной 30 м, внутренний диаметр 0,53 мм, толщиной слоя неподвижной фазы 1,00 мкм.
Температура колонки:	программа — 1 мин изотермически при 80 °С, со скоростью 30 °С/мин от 80 °С до 150 °С и 5 °С/мин от 150 °С до 280 °С.
Детектор:	детектор электронного захвата, температура 280 °С.
Инжектор:	программируемый инжектор (*PTV*).
Программа инжектора:	минус 0,15 мин температура 40 °С; минус 0,10 мин открыто деление потока; 0,20 мин закрыто деление потока; 0,25 мин температура 250 °С; 2,00 мин открыто деление потока; 4,00 мин температура 40 °С.
Скорость потока сброса:	50 $см^3$/мин.

А.2 Органофосфорные и органоазотные пестициды

А.2.1 Условия № 1

Колонка:	капиллярная колонка *Fused-Silica® DB*-1* длиной 30 м, внутренний диаметр 0,25 мм, толщиной слоя неподвижной фазы 0,25 мкм.
Температура колонки:	программа — нагрев со скоростью 50 °С/мин от 50 °С до 150 °С и 10 °С /мин от 150 °С до 250 °С.
Детектор:	азотно-фосфорный детектор, температура 275 °С.
Инжектор:	температура 250 °С.
Скорость потока сброса:	без деления потока.

А.2.2 Условия № 2

Колонка:	капиллярная колонка *Fused-Silica® DB*-1301* длиной 30 м, внутренний диаметр 0,25 мм, толщиной слоя неподвижной фазы 0,25 мкм.
Температура колонки:	программа — нагрев со скоростью 50 °С/мин от 60 °С до 150 °С, 4 °С/мин от 150 °С до 200 °С и 12 °С /мин от 200 °С до 275 °С, 2 мин изотермически при 275 °С.
Детектор:	азотно-фосфорный детектор, температура 275 °С.
Инжектор:	ввод пробы большого объема при комнатной температуре.
Скорость потока сброса:	без деления потока.

* Данная информация является рекомендуемой и приведена для удобства пользователей настоящего стандарта.

Приложение Б
(справочное)

Определение остатков пестицидов методом масс-спектрометрии

Масс-спектрометрический метод определения остатков пестицидов подтверждает результаты их идентификации в случаях обнаружения менее чувствительным детектором, когда более простая система завышает имеющуюся концентрацию из-за мешающих факторов.

Если вещество, определяемое при испытании, имеется в высокой концентрации, а чистота спектра показывает, что мешающие факторы очень малы, полный ионный ток (ПИТ) при записи всего спектра может использоваться для количественного определения. Однако при практическом анализе остатков эти критерии в большинстве случаев не выполняются. Чтобы отличить сигнал анализируемого вещества от фона, хроматограмму для характеристических ионов реконструируют на основании данных для всего спектра — реконструированная ионная хроматография (РИХ).

Для магнитных и квадрупольных приборов точность количественных результатов, полученных на основании измерений ПИТ или РИХ, в общем случае меньше, чем при оценке отдельных ионов в режиме мониторинга селективных ионов (МСИ). В режиме МСИ при отсутствии помех относительные интенсивности (высота или площадь пика) для каждого из измеряемых ионов анализируемого раствора должны соответствовать относительным интенсивностям для стандартного вещества. Однако на практике надежность МСИ-данных для некоторых ионов почти всегда в некоторой степени уменьшается под действием мешающих факторов. Для оценки таких данных особенно нагляден способ, когда МСИ-хроматограммы для экстракта пробы помещают над соответствующими хроматограммами, полученными для стандартного раствора или преимущественно для экстракта того же исследуемого материала, дотированного стандартным раствором. Это облегчает распознавание тех сигналов, которые относятся к анализируемому веществу, и делает возможным оценку сходства типовых характеристик пиков (т. е. формы пика и времени удерживания). Этот способ позволяет легко определить имеющиеся помехи в хроматограмме, и становится понятной необходимость оставления без внимания значений для соответствующих ионов. Если МСИ-измерения дают данные для более, чем одного иона, соотношение интенсивностей сигналов отдельных ионов позволяет провести более точное сравнение. Соотношения должны быть сравнимыми (внутри 20 %) с соотношениями, полученными для соответствующих стандартов. Если сигнал из одного МСИ-канала значительно больше ожидаемого, возможно это указывает на помехи, вызванные веществом, элюированным совместно с остатками пестицидов. Данные из этого МСИ-канала не должны использоваться для количественной оценки*.

При оценке МСИ-данных, при получении которых более чем один ион был измерен без мешающих примесей, количественная оценка считается удовлетворительной в том случае, когда за ее основу берется преобладающий ион. Другие МСИ-данные подкрепляют этот найденный результат. Если измеренные ионы имеют сходную интенсивность, рекомендуется рассчитать среднее значение по результатам, полученным для каждого из этих ионов.

---

* Однако их нельзя оставлять без внимания, так как они могут указать на то, что другие измеряемые ионы не полностью свободны от мешающих примесей и что требуется дополнительное подтверждение.

Библиография

[1] Recommendations for methods of analysis of pesticide residues (CAC/PR 8 1985)/Codex Alimentarius Commission. — 2. Ed. — Rome; Food and Agriculture Organization of the United Nations (FAO); World Health Organization (WHO), 1985. — 33 S. — (Guide to Codex recommendations concerning pesticide residues; 8)

[2] Knapp, D. R.: Handbook of Analytical Derivatization Reactions, John Wiley & Sons, New York, 1979

[3] Cochrane, W. P.: Chemical derivatization techniques in pesticide analysis, advances and applications, ACS Symposium Series 136, American Chemical Society, Washington, D.C., S. 231—249, 1980

УДК 664.85:006.86 МКС 67.080.01 NEQ

Ключевые слова: пищевая продукция растительного происхождения, мультиметоды, газовая хроматография, масс-спектрометрия, пестициды, идентификация пестицидов, правильность результатов определения

Редактор *Г.Н. Симонова*
Технический редактор *И.Е. Черепкова*
Корректор *М.И. Першина*
Компьютерная верстка *М.В. Лебедевой*

Сдано в набор 14.11.2019. Подписано в печать 27.11.2019. Формат 60×84⅛. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 1,40. Уч.-изд. л. 1,20.

Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

Создано в единичном исполнении во ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ»
для комплектования Федерального информационного фонда стандартов,
117418 Москва, Нахимовский пр-т, д. 31, к. 2.

gost.e-ecolog.ru gost.e-ecolog.ru

gost.e-ecolog.ru